

論 文

급냉응고한 HSLA강의 분말조직에 관한 연구

남 태 운

A Study on the Powder Structure of Rapidly Solidified HSLA Steels.

Tae-Woon, Nam

ABSTRACT

The evolution of microstructures in two rapidly solidified niobium microalloyed steels was studied. These alloys were rapidly solidified by two powder process techniques: nitrogen gas atomization and centrifugal atomization.

It was found that in both powder processes, powder particles larger than 20 μ m in diameter were martensitic, and that the nitrogen gas atomized particles solidified cellularly while those that were centrifugally atomized tended to solidify dendritically. Particles smaller than 1 μ m were not completely characterized because of wide variation in composition.

1. 서 론

HSLA강은 값이 저렴하면서도 인성과 용접성이 우수하기 때문에 그 수요가 날로 증가하고 있으며, 그에 대한 연구^{1~3)}도 많이 진행되고 있다. 본 연구에서는 급냉응고법^{4~7)}으로 얻을 수 있는 (1) 고용한도의 증가 (2) 준 안정상 생성 (3) 입자 미세화 (4) 미세 편석 제거 등의 장점을 이용 HSLA강의 강도 및 제반성질 향상을 시도코져 우선적으로 급냉응고법으로 제조된 분말 조직을 조사 검토하였다. 급냉응고법으로는 Nitrogen Gas Atomization(NGA)법과 Centrifugal Atomization(CA)법을 이용하였다.

2. 실험방법

본 실험에 사용된 강은 Bethlehem Steel Co. 의 Homer Research Lab.에서 제공되었으며, 화학조성은 표 1과 같다.

NGA-1의 조성은 Nb HSLA강의 대표적인 조성이며 NGA-2의 조성은 Ti이 첨가되었다. NGA는 Colt Industry의 Crucible Research Center에서 행해졌으며, 분말의 크기 dp는 100 ≤ dp ≤ 185 μ m, 55 ≤ dp ≤ 100 μ m, dp ≤ 55 μ m의 3종류로 분류하였다. CA는 Pratt & Whitney의 RSR법으로 행해졌으며 125 ≤ dp ≤ 185 μ m, 55 ≤ dp ≤ 125 μ m, dp ≤ 55

Table 1. Chemical Analyses of Powders Investigated(wt %)

Powder	C	Mn	Si	Nb	Ti	Al	S	N	O
NGA-1	0.12	1.31	0.26	0.030	0.002	0.060	0.010	0.0080	0.002
NGA-2	0.10	1.29	0.26	0.030	0.050	0.080	0.010	0.0080	0.003
CA	0.12	1.45	0.27	0.035	0.002	0.048	0.012	0.0050	—

* 한양대 금속재료공학과 교수

μm로 분류하였다. 현미경 조직사진은 분말을 Phenol에 mounting 후 관찰하였으며 SEM은 분말 관찰시는 graphite 막을, 연마 부식한 단면 관찰했을 경우는 gold를 20~30 nm 입혀 관찰하였다. 1μm이하 분말은 부유법으로 선별하여 STEM촬영을 하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3-1 Porosity

기공은 NGA 분말보다 CA 분말에 훨씬 많이 존재함을 사진 1에서 보여준다.

이러한 기공의 정확한 측정은 어려우나 NGA 분말 경우 $100 \leq dp \leq 185 \mu m$ 범위에서는 1% Pore 이나 CA 분말인 경우 $125 \leq dp \leq 185 \mu m$ 에서 20% Pore 를 포함하고 있었고 분말 크기가 감소함에 따라 기공

은 감소하며, $dp \leq 55 \mu m$ 에서는 두 분말 모두 기공을 무시할 수 있었다. Pore에는 냉각가스로 채워져서 NGA 분말 경우는 질소, CA 분말일 경우는 He 가스로 생각된다. '일반적^{8,9)}으로 RSR법에 의한 분말은 형체가 구형이며 크기 분포도 좋은 특징과 기공도 적다고 하였으나 오히려 본 실험에서는 반대 현상이 나타남은 Kear⁸⁾ 등의 연구에서 밝힌 바와 같이 낮은 과열온도에서 Atomization되면 입자가 불규칙하고 기공이 많다고 보고한 이유처럼 본 실험에 사용된 RSR법에 의한 분말제조는 낮은 과열온도에서 제조되었기 때문이라 생각된다.

3-2 분말표면 현상

NGA 분말의 표면은 사진 2와 같다.

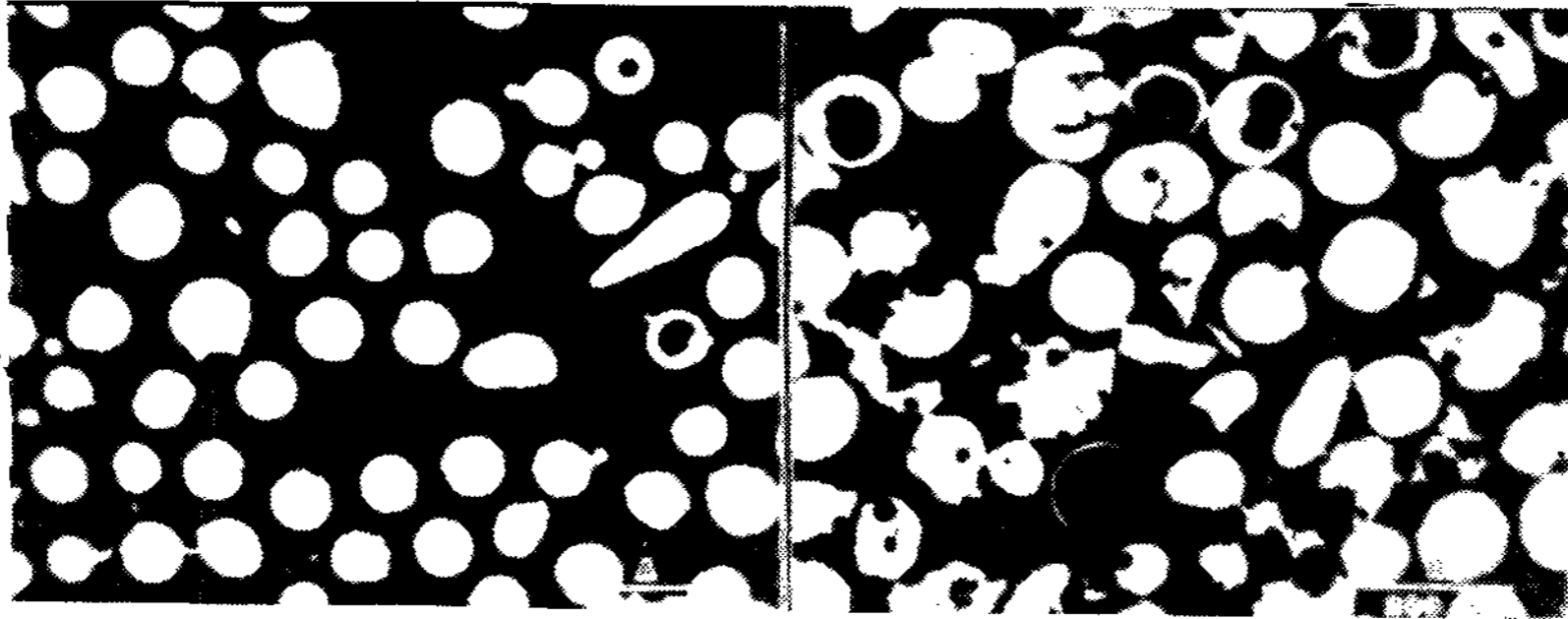


Photo.1. Micrographs of unetched cross-section of NGA powder(A) and CA powder (B).

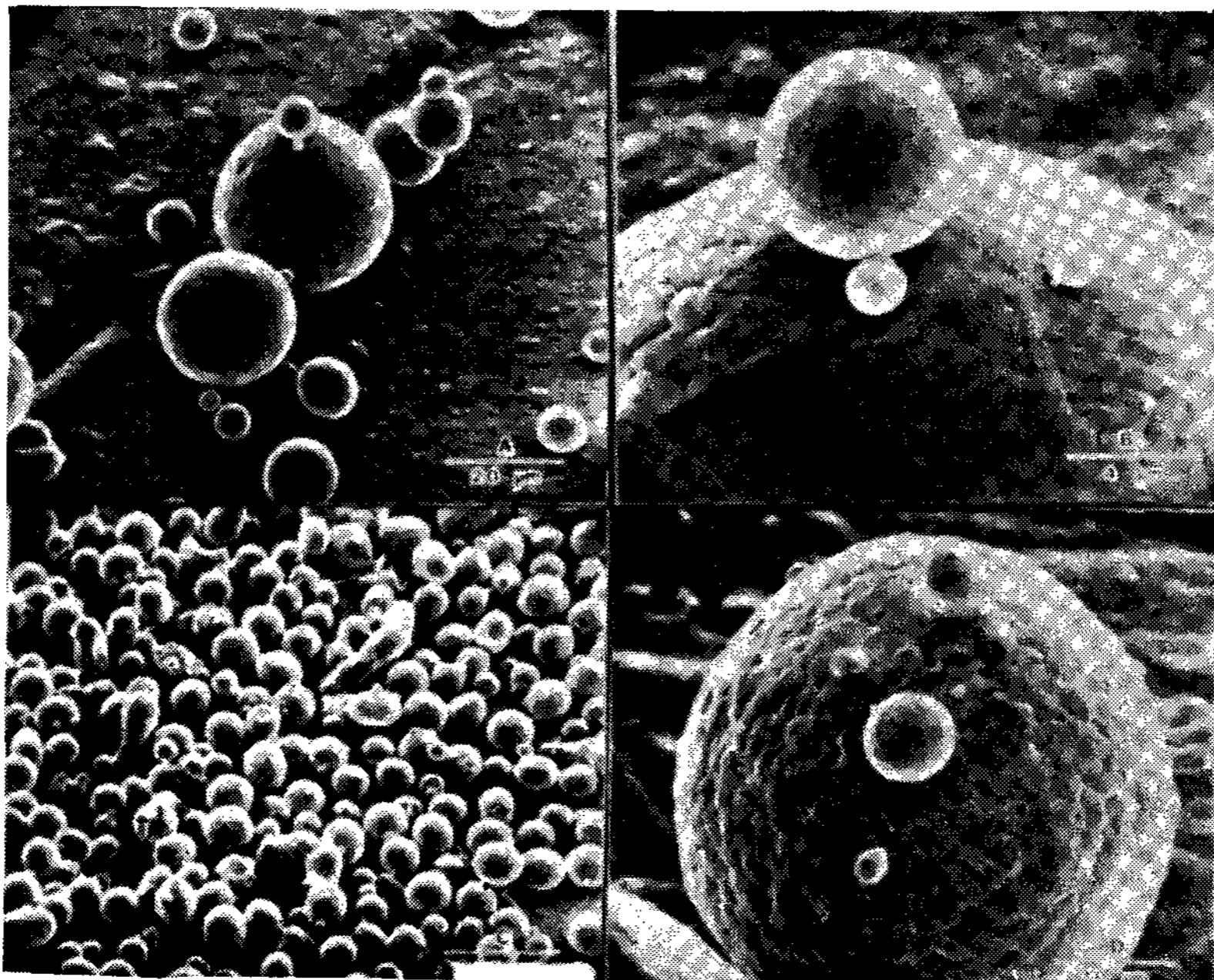


Photo.2. SEM Micrographs of NGA powder surfaces

사진 B에서 큰 입자의 경우는 표면에 작은 입자가 마치 혹성과 같은 형태⁶⁾로 존재하나 작은 입자의 경우는 이러한 혹성이 없었다. 이는 급냉응고시 응고 수축에 기인된 것이라 생각된다. 입자의 형태는 구형이며 입자가 작을 수록 구형이 더욱 뚜렷하였다. 분말의 직경이 20 μm 이상 되는 입자의 경우는 표면형태로 보아 Cellular 응고로 생각되며 Cell 간격은 약 $dp/20$ 정도이다. 또한 사진 D에서 처럼 표면의 Striation은 martensite 변태에 기인된 것이라 생각되며 직경이 작은 분말의 경우는 표면이 매끈하였다. 조성상으로 NGA-1 과 NGA-2 사이에는 전혀 차이가 없었다. CA 분말의 표면은 사진 3과 같다.

이는 냉각도중의 기계적인 충격으로 인하여 구형면중 평평한 부분, 깨진 부분, 굽어진 부분 등을 보여 주고 있다. 사진 C에서처럼 큰 구형 입자는 dendrite 형태를 나타내며 20~200 μm 입자의 경우 2차 arm spacing이 1~3 μm 이었다. 사진 B에서 파괴면에서도 dendrite 를 보여주고 있다.

3.3 분말의 단면조직

NGA 분말의 단면조직을 사진 4와 사진 5에 나타냈다. 사진 4는 nital 로 부식시켜 martensite 를 확인하였고 사진 5는 picric acid 로 부식시켜 Cellular 응고조

직을 확인하였다. 사진 4에서는 plate martensite 라기 보다는 오히려 lath martensite 가 우선적으로 나타나며 그 때의 lath는 cell wall 을 가로질러 생성되었다.

CA 분말의 경우도 상기 NGA 분말의 경우처럼 사진 6은 nital 로 사진 7은 picric acid 로 부식시킨 조직 사진이다.

사진 6의 경우 NGA 분말과 거의 유사하게 lath martensite 가 우선적으로 생성되며 입자를 가로지르는 충분히 큰 lath도 종종 나타났었다. NGA 분말과의 차이점은 NGA 분말은 거의 균일하게 부식이 되었으나 CA 분말은 균일하게 부식되지 않고 일부는 깊게, 일부는 전혀 부식이 되지 않는 현상을 보여 주었다.

사진 7은 응고 미세조직을 나타내며 전술한 바와 같이 dendrite 형태로 응고함을 잘 보여주고 있다. 이와 같은 응고조직의 차이는 CA 분말은 실제 분말제조시 RSR 라는 방법으로 행해졌으므로 Atomization 되는 분말을 다시 한번 냉각판으로 급냉시키므로 응고속도가 NGA 분말보다 크다고 생각되며 이는 그림 1⁷⁾과 같이 응고속도 R 과 액상온도구배 G 의 변화에 따른 응고조직을 나타낸 그림에서 잘 설명되어 진다고 생각된다.

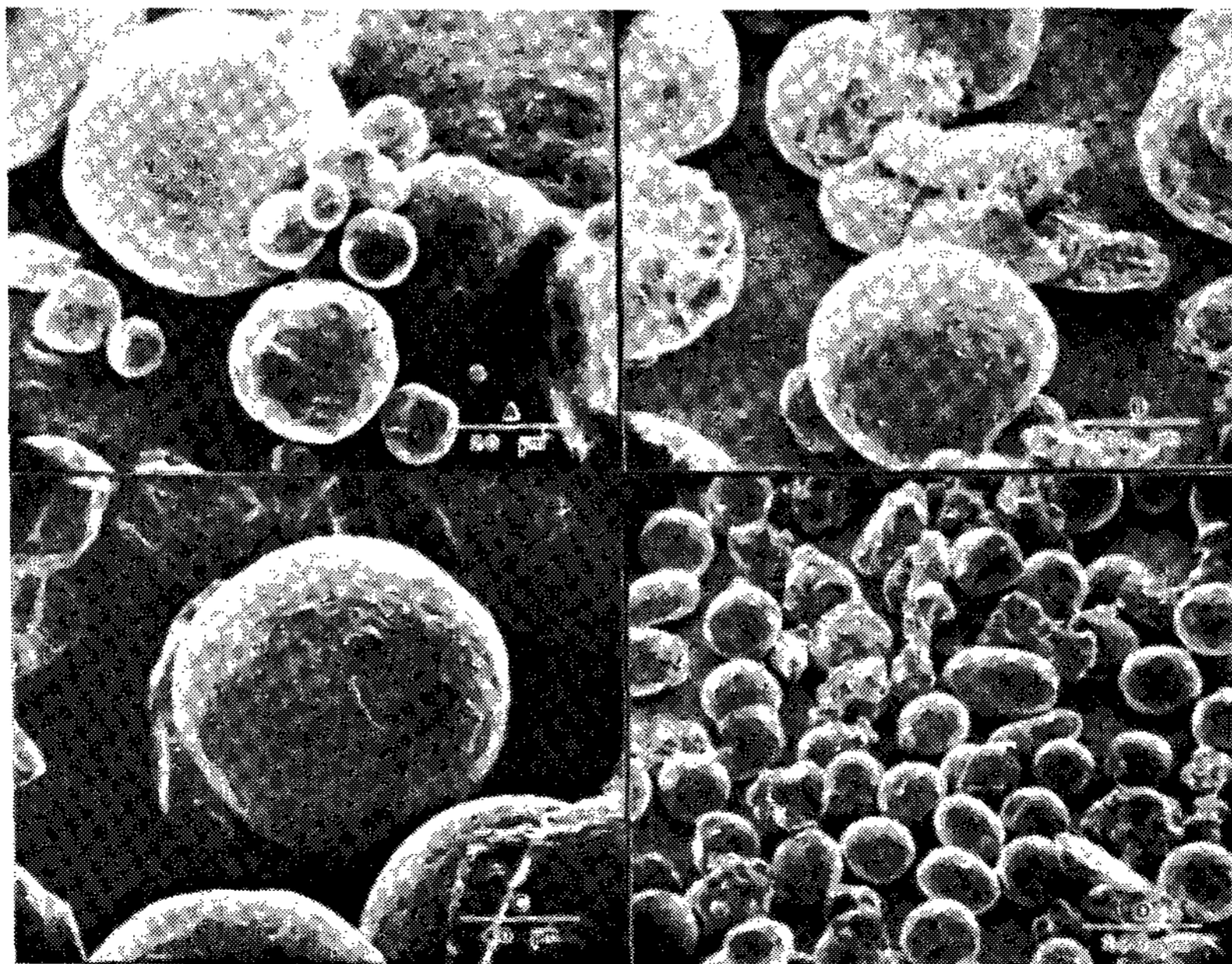


Photo.3. SEM Micrographs of CA powder surfaces

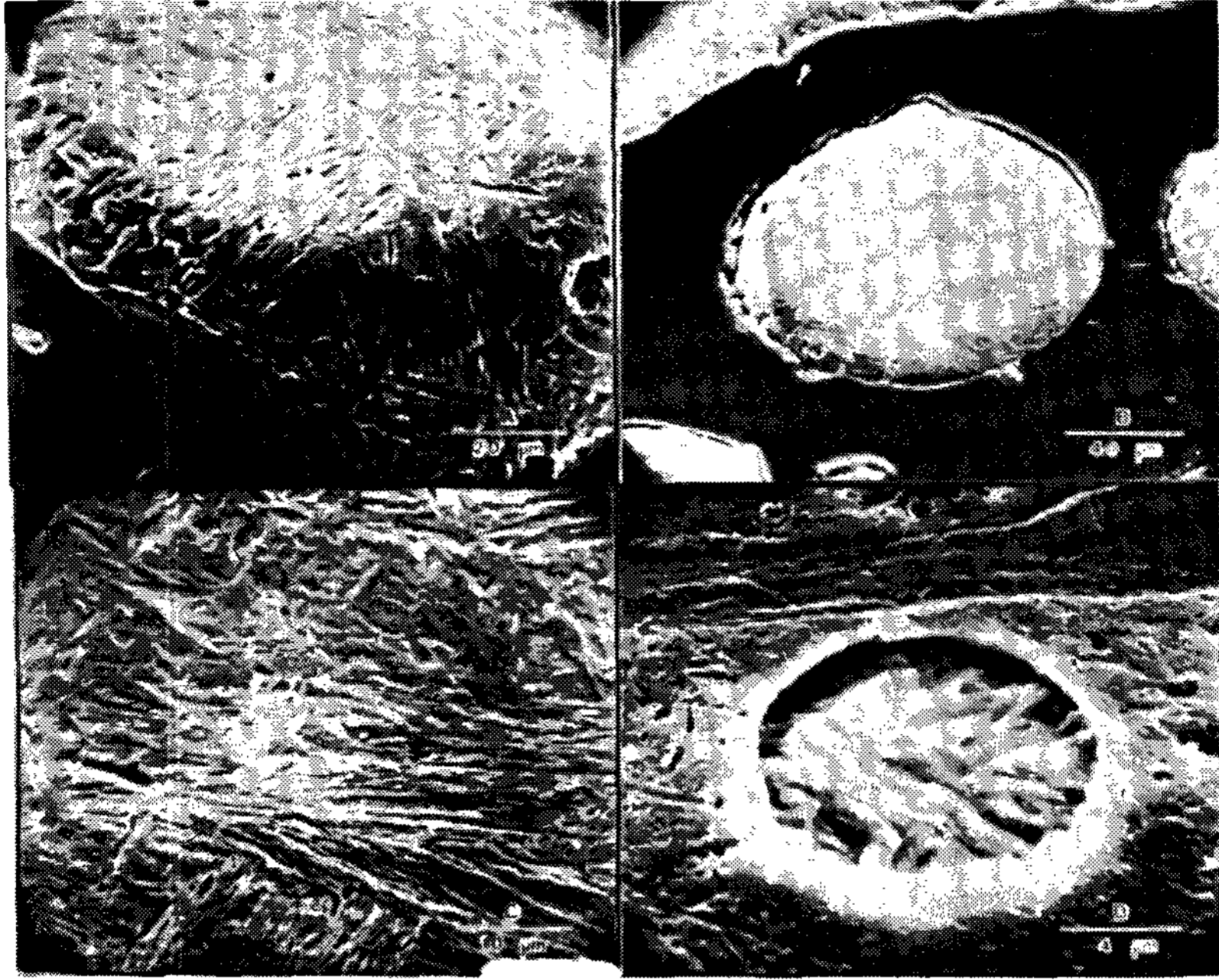
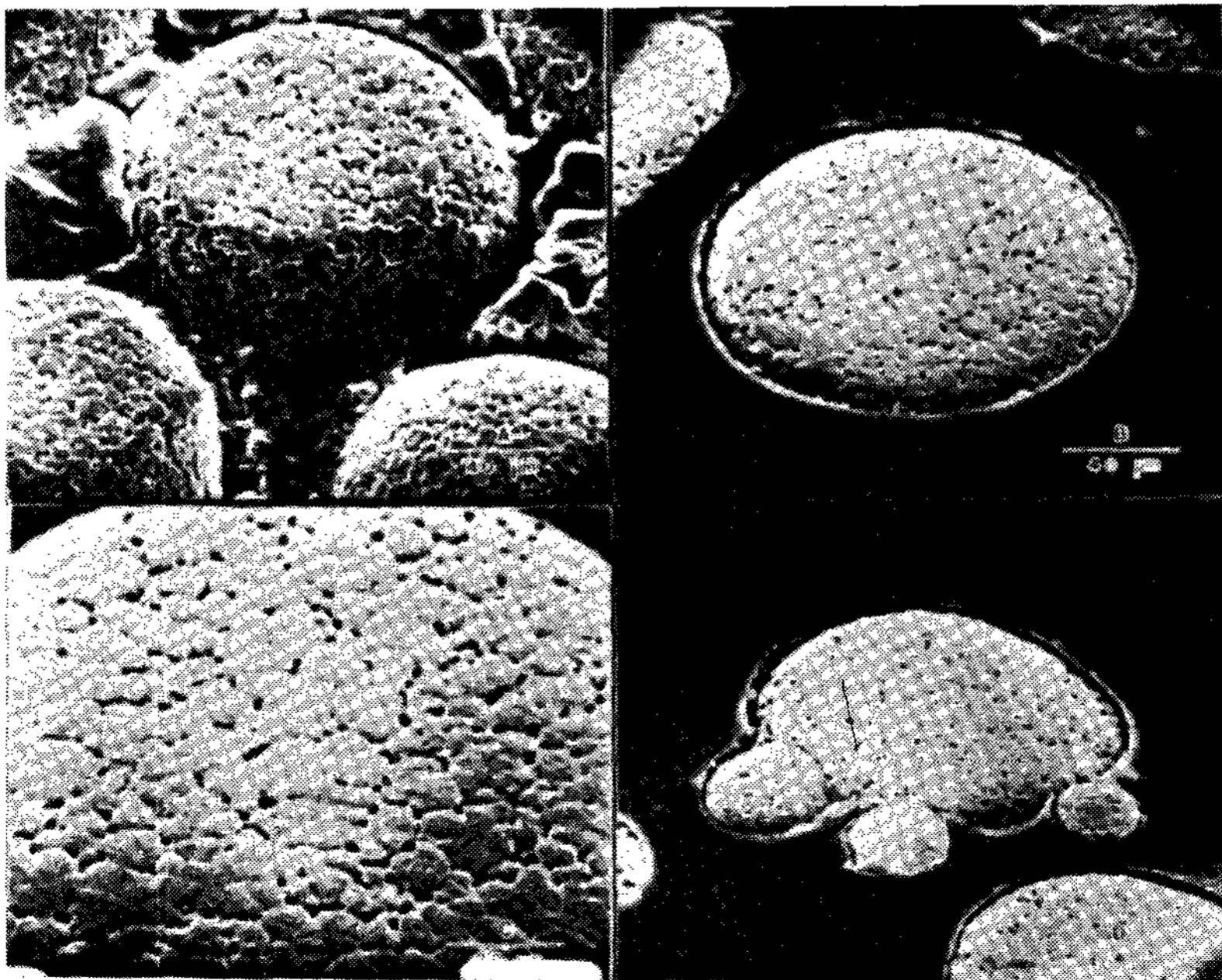


Photo .4. SEM Micrographs of nital-etched NGA powder.



hoto.5. SEM Micrographs of saturated aqueous picric acid-etched NGA powder.

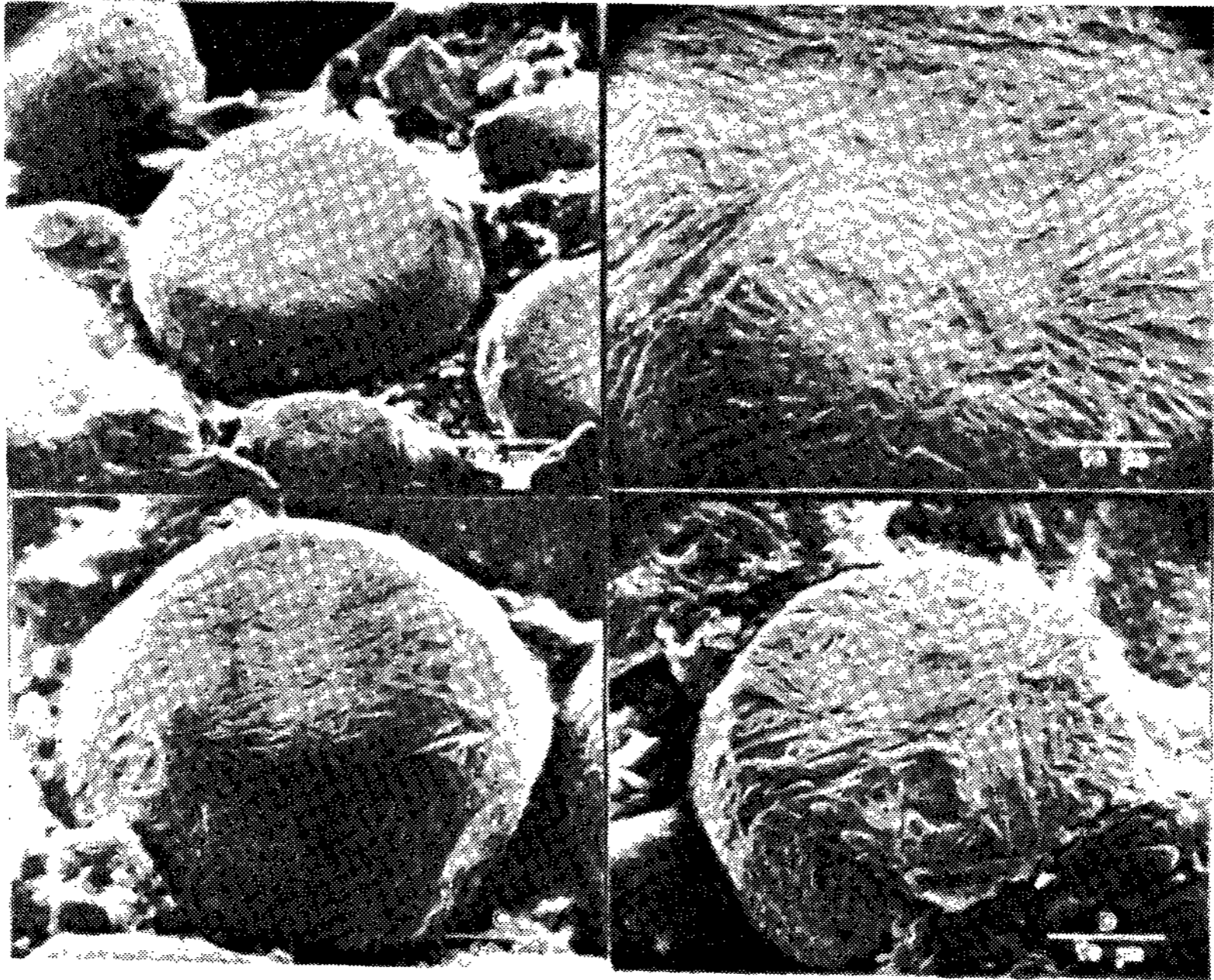


Photo.6. SEM Micrographs of nital-etched CA powder.

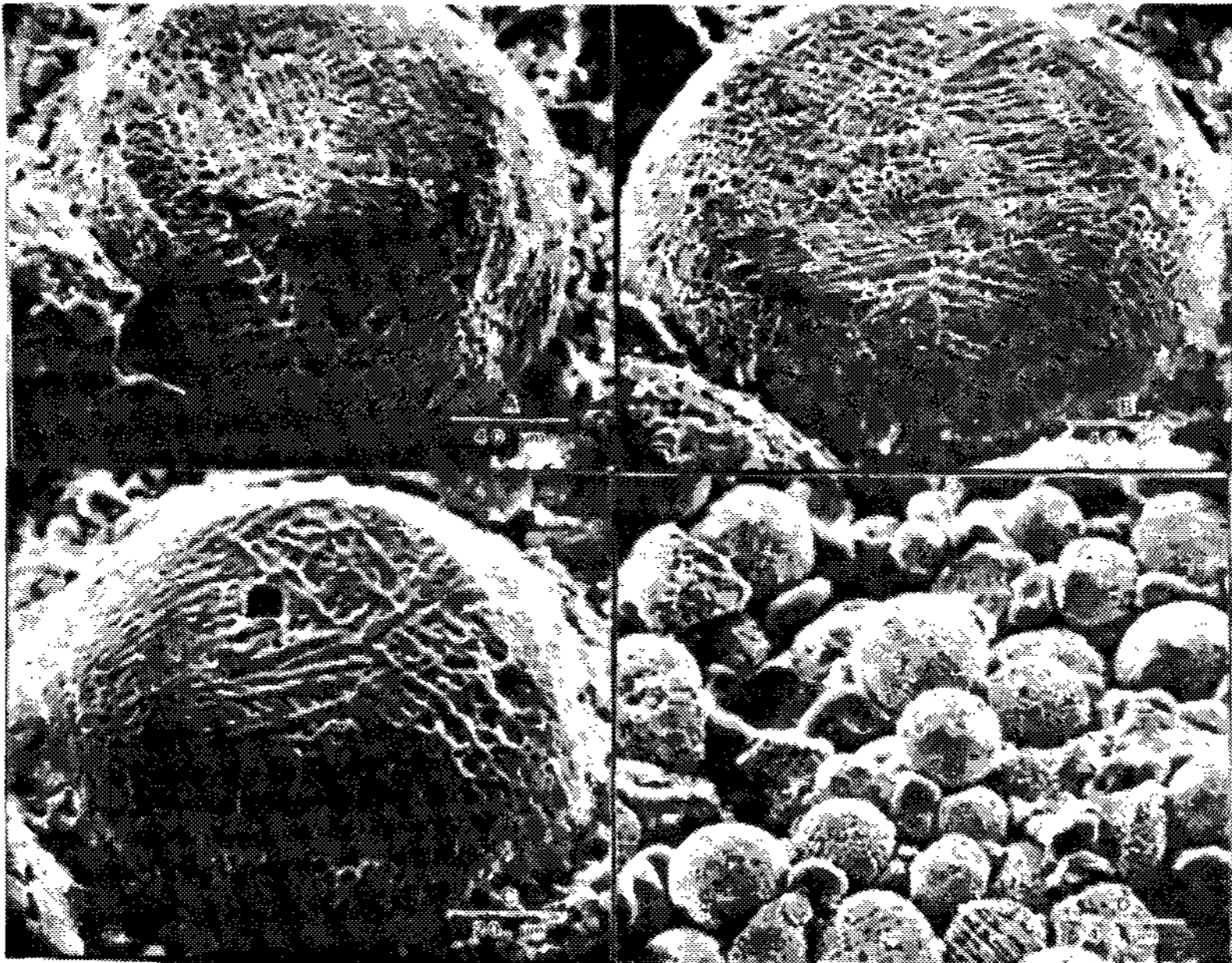


Photo.7. SEM Micrographs of saturated aqueous picric acid-etched CA powder

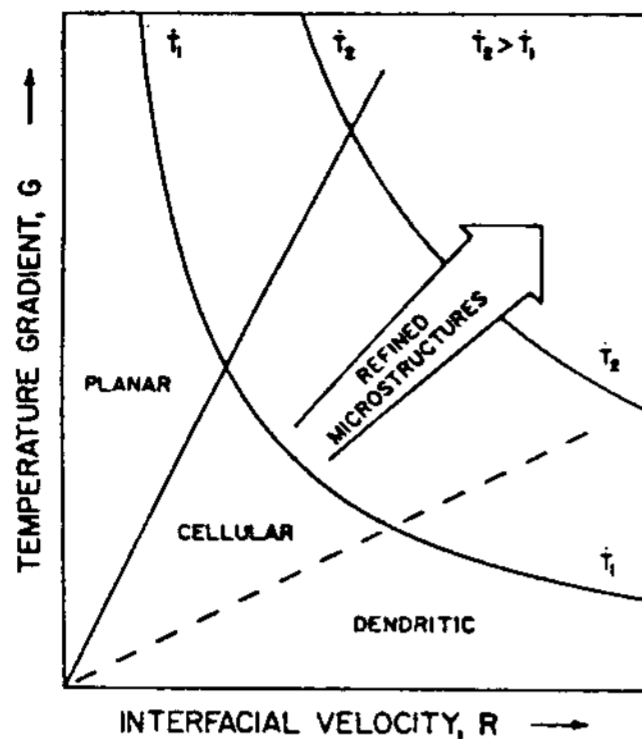


Fig.1. Dependence of solidification morphology on liquid temperature gradient and interfacial velocity.

3-4 미세입자의 조직

사진 8은 1 μm이하의 미세분말의 STEM 사진이며 이들의 내부조직은 관찰할 수 없으며 이들 입자의 조성도 순철로부터 순Mn까지 변화가 심하였고 이들 미

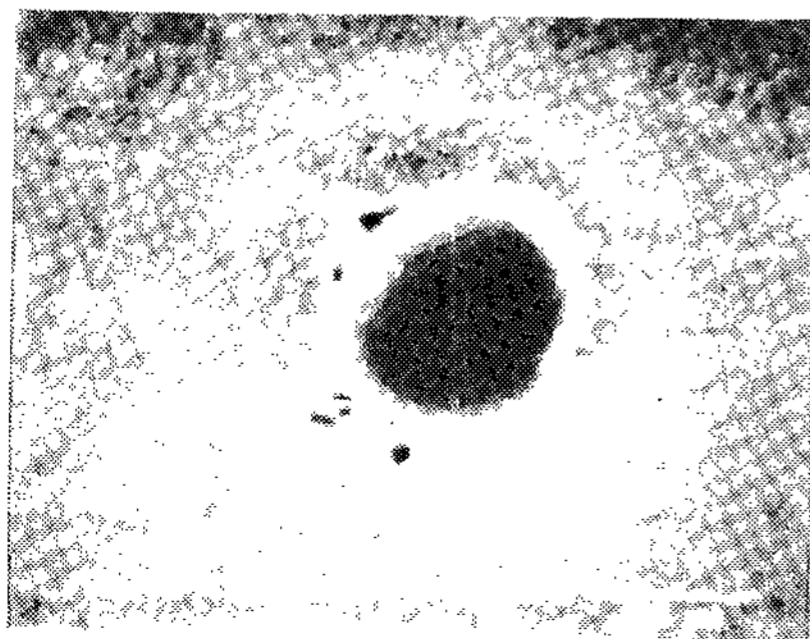
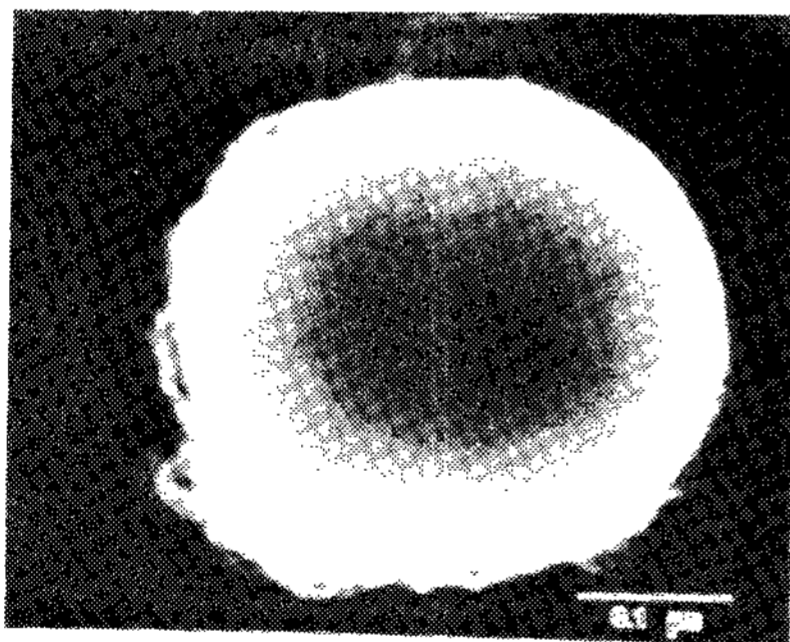


Photo.8. STEM Micrographs of < 1 μm NGA and CA particle.

세입자의 절반 정도는 철기지이며 나머지 절반은 약간의 Si기지 입자를 가진 Mn기지 입자로 되어 있었다. 분말의 형태는 철기지 입자인 경우는 구형이었고 다른 기지 입자의 경우는 불규칙하였다.

CA분말의 경우 절반 가량은 상당량의 산소를 포함한 Mg, Al, Si, Ti 등이었으며 나머지 절반은 대부분 Mn기지 입자로 되어 있었다. Ross와 Kear¹¹⁾은 Super alloy분말중 상당한 표면편석이 있었음을 보고한 바, 여기서도 상당한 표면 편석이 있어서 응고기간 동안 냉각가스의 고속도로 인하여 편석된 부분이 떨어져 나가 미세한 분말로 이루어 졌다고 생각할 수 있다. 특히 Mn의 경우는 증기압이 대단히 크므로 냉각시 작은 입자에 Mn 증기가 응축되었을 가능성도 있다고 생각된다.

4. 결 론

본 실험으로 얻은 결론은 다음과 같다.

- 1) CA분말이 NGA분말 보다 큰 입자일 경우 기공이 약 20배나 많았다. 이는 낮은 과열 때문이다.
- 2) NGA분말과 CA분말 입자는 크기가 20 μm 이상일 경우 martensite 조직을 갖고 있으며 응고양상은 NGA분말은 cellular로 CA분말은 dendrite로 응고하였다.
- 3) 1 μm보다 작은 NGA분말과 CA분말은 조성의 변화가 심하였으며 입자의 절반가량은 Mn기지였었다.

참 고 문 헌

- 1) F.B.Pickering: Microalloying 75 Proceedings, Union Carbide Corporation (1977) 9
- 2) T.Gladman, D.Dulieu and I.D.McIvor: Microalloying 75 Proceedings, Union Carbide Corporation (1977) 32
- 3) L.Meyer, F.Heister Kamp and W.Mueschenborn: Microalloying 75 Proceedings Union Carbide Corporation (1977) 153
- 4) J.V.Wood and R.W.K. Honey Comb: Ultra Rapid Quenching Metals, H.Herman ed. Academic Press NY (1981) 64
- 5) H.Jones: Institution of Metallurgists Monograph Series, (1982) 1
- 6) N.J.Grant: Rapid Solidification Processing Principles and Technologies I, R.Mehrabian, B.H.Kear and M.Cohen eds. (1978) 230.

- 7) M.Cohen, B.H.Kear and R.Mehrabian: Rapid Solidification Processing, Principles and Technologies II (1980) 1
- 8) B.H.Kear, P.R.Holiday and A.R.Cox: Met. Trans IOA(1979) 191
- 9) F.Consandey, R.D.Kissinger and J.K.Tien: Rapidly Solidified Amorphous and Crystalline Alloys, MRS Symposia Proceedings 8(1982) 173
- 10) J.E.Smugereshy : Met.Trans. BA(1982) 1535
- 11) P.N.Ross and B.H.Kear: Rapid Solidification Processing Principles and Technologies I, R.Mehrabian, B.H.Kear and M.Cohen eds.(1978) 278