

TAS(Total Analysis System)을 이용한 SB-TRIP강에서의 2-D & 3-D 미세구조 분석 연구

설재복¹ · 이봉호² · 박찬경[#]

2-D & 3-D Observations on the Microstructure of Super Bainite TRIP Steels using Total Analysis System

J. B. Seol, B. H. Lee, C. G. Park

(Received December 3, 2009 / Revised December 14, 2009 / Accepted January 29, 2010)

Abstract

It has been widely reported that carbide-free bainitic steels or super-bainite TRIP (SB-TRIP) steels for the automotive industry are a new family of steels offering a unique combination of high strength and ductility. Hence, it is important to exactly evaluate the volume fraction of RA and to identify the 3-D morphology of constituent phases, because it plays a crucial role in mechanical properties. Recently, as electron back-scattered diffraction (EBSD) equipped with focused ion beam (FIB) has been developed, 3-D EBSD technique for materials science are used to these steels. Moreover, newly developed atom probe tomography (APT) technique can provide the exact distribution and chemical concentration of alloying elements in a sub-nm scale. The APT analysis results indicate exactly the distribution and composition of alloying elements in the austenite and bainite phases of SB-TRIP steels with the atomic-scale resolution. And thus, no partitioning of aluminum and manganese atoms was showed between the austenite containing $7.73 \pm 0.39\text{at}\%$ C and the bainitic ferrite associated with $0.22 \pm 0.06\text{at}\%$ C in SB-TRIP steel.

Key Words : SB-TRIP, Atom Probe Tomography, 3-D Electron Back-scattered Diffraction

1. 서 론

DP강, TRIP강의 인장강도 및 연성을 증가시킨 Super Bainite TRIP(SB-TRIP)강은 최근 Bhadeshia, Caballero 및 De Cooman 등에 의해 연구가 활발히 진행 중이다[1, 2]. 일반적인 TRIP강은 페라이트를 기지로 하는 저 탄소 강(0.2 wt.%C 이하)이지만 SB-TRIP 강은 TRIP강의 열처리 공정 조건을 다르게 제조하기 때문에 페라이트 기지가 아닌 베이나이트 기지의 강 종이다. 또한 강의 연성과 강도를 증가시키기 위해 탄소와 실리콘의 함량을 증가시

켜 2차 상인 잔류 오스테나이트의 함량을 증가시킨 강으로 인장강도와 연성의 곱이 40,000MPa-% 이상의 값을 가지는 강으로 분류된다. 이처럼 SB-TRIP 강은 열처리 공정 조건에 의해 베이나이트, 잔류 오스테나이트의 미세구조 및 분율, 그리고 잔류 오스테나이트 내의 탄소 고용량 등에 의해 기계적인 성질에 큰 영향을 미치는 것을 알 수 있다. 그러나 강종의 기계적인 성질에 미치는 베이나이트의 2차 및 3차원적인 미세구조는 물론 잔류 오스테나이트의 형상 및 탄소 고용량과의 상관 관계에 대한 연구는 매우 미흡한 실정이다.

1. 포항공과대학교, 신소재공학과

2. 포항나노기술집적센터(NCNT)

교신저자 : 포항공과대학교, 포항나노기술집적센터(NCNT),

E-mail:cgpark@postech.ac.kr

새롭게 개발된 3-D Electron Back-Scattered Diffraction (EBSD)는 FIB에 EBSD detector를 장착시켜 강 내에 존재하는 베이나이트 및 잔류 오스테나이트의 3차원적인 형상 분석이 가능하게 되어 강의 기계적 성질에 미치는 각 상들의 3차원 미세구조 분석이 가능하게 되었다. 또한, 3차원 원자침 분석기(Atom Probe Tomography, APT)는 용질 원소들의 정확한 분포 거동과 정량적인 함량 분석, 그리고 이를 기반으로 한 세밀한 연구를 가능케 하였다. 왜냐하면, APT는 원자 단위에서 용질 원소들의 분포를 분석할 수 있을 뿐만 아니라 각 상 내에서 용질 원소들의 농도를 ppm 단위까지도 분석해낼 수 있기 때문이다[3].

2. 실험 방법

본 연구에 사용된 SB-TRIP 강의 조성을 Table 1에 나타내었다. 두 가지 강 중 모두 0.5wt.%C 이상의 중 탄소강으로 열처리 공정은 Gleeble 3500system을 이용하여 Fig. 1과 같이 모사하였다. 시편을 900℃에서 오스테나이트화 하였으며 SB-TRIP(A) 강종은 400℃, SB-TRIP(B) 강종은 300℃에서 각각 베이나이트 변태 온도 구간에서 24시간 동안 등온 유지 후 급냉하였다. 이와 같은 열처리 공정을 실시한 후, Instron UTM(Model 5582)로 인장 강도와 연성을 각각 측정하였다. 강 중 잔류 오스테나이트 분율을 EBSD를 이용하여 측정하였으며 3차원 결정립 형상 분석을 위해 hikari detector가 장착된 집속 이온 빔(Focused ion beam, NANO-LAB FIB)을 사용하여 3-D EBSD 분석하였다. SB-TRIP강의 잔류 오스테나이트 분율과 형태를 정확히 분석하기 위해 EBSD와 TEM시편을 phosphoric acid(H₃PO₄)와 hydrogen peroxide(H₂O₂)를 2:3으로 섞은 용액을 이용하여 화학적, 전기적 연마를 실시하여 준비하였다.

3차원 원자 침 분석기(Atom Probe Tomography, APT)로 강 중 용질 원자들의 분포 및 정량 분석을 하기 위해 APT 시편은 집속 이온 빔 장치로 특정 영역을 탐침 형태의 시편으로 제조하였다. 이와 같이 제조된 탐침 형태의 시편을 분해능이 2nm에 해당하는 레이저가 탑재된 3차원 원자침 분석기(laser assisted APT, CAMECA)로 분석하였다. 분석은 60K에서 515nm 파장의 레이저를 사용하였다.

Table 1 Chemical composition of investigated steels

Steel	C	Mn	Si	Etc.
SB-TRIP (A)	0.54	1.51	1.46	Al, Ti
SB-TRIP (B)	0.78	1.40	0.93	Al, Ti

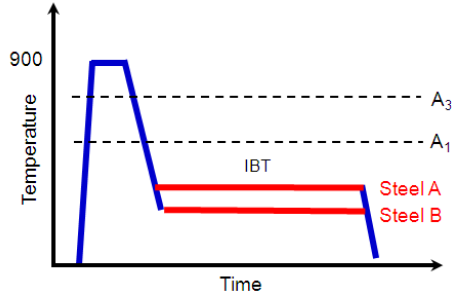


Fig. 1 Schematic diagram of heat treatment cycles

3. 결과 및 고찰

3.1. 기계적인 성질

400℃에서 등온 열처리 한 0.54wt.% C의 SB-TRIP(A)와 300℃에서 등온 열처리 한 0.78wt.% C의 SB-TRIP(B)의 기계적 특성을 측정 후 인장강도와 연성결과를 Fig. 2에 나타내었다. SB-TRIP(A)와 SB-TRIP(B)의 인장강도 값은 각각 1019와 1530(MPa)을 나타내었으며 연성 값은 각각 약 44%와 10%로 측정되었다. 따라서 SB-TRIP(A)는 인장강도와 연성의 곱이 40,000(MPa·%)이상의 값을 나타내지만 SB-TRIP(B)는 매우 작은 약 15,000(MPa·%) 값으로 측정되었다.

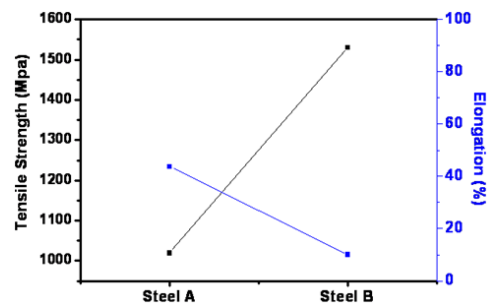


Fig. 2 Measured tensile strength and elongation of SB-TRIP (A) and SB-TRIP (B)

3.2. EBSD와 TEM을 이용한 2차원 미세구조 분석

3.2.1. SB-TRIP (A)강의 미세구조

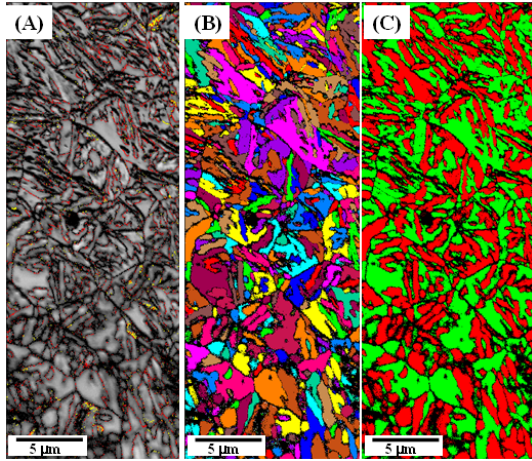


Fig. 3 Phase identification of SB-TRIP (A) steel by EBSD; (A) grain boundary map, (B) unique grain map and (C) phase quick map showing that red, green and black regions are the ferrite, austenite and unknown phase, respectively

Fig. 3 에서 보는 바와 같이 EBSD를 이용하여 SB-TRIP (A)의 잔류 오스테나이트 분율과 형상을 분석하였다. EBSD의 분석 신뢰도를 나타내는 coincidence index (CI) 값은 페라이트, 오스테나이트 각각 0.44 와 0.47 값을 얻었으며 50nm크기의 step으로 분석하였다. Fig. 3(C)의 phase quick map에서는 각 결정구조의 정보를 바탕으로 빨간색은 페라이트(분율: 35.2%), 녹색은 오스테나이트(33.8%)를 각각 확인할 수 있었다. 그리고 잔류 오스테나이트의 형상은 blocky type으로 존재하는 것을 알 수 있었다.

EBSD 분석결과와 마찬가지로 Fig. 4 의 TEM을 이용한 미세구조 분석 결과, SB-TRIP (A)강은 베이나이트를 기지로 잔류 오스테나이트는 기지의 결정립 계를 따라 주로 분포함을 알 수 있었다. 또한 잔류 오스테나이트의 형상은 blocky type으로 존재하는 것을 알 수 있었다. 따라서 SB-TRIP강의 기계적인 성질의 차이는 열처리 온도에 따른 베이나이트와 잔류 오스테나이트의 분율 및 형상 차이로 사료된다.

3.2.2. SB-TRIP (B)강의 미세구조

Fig. 5 에서 보는 바와 같이 EBSD 를 이용하여 SB-TRIP (B)도 잔류 오스테나이트 분율과 형상을 분석하였다. Fig. 5(c)의 phase quick map 에 나타난

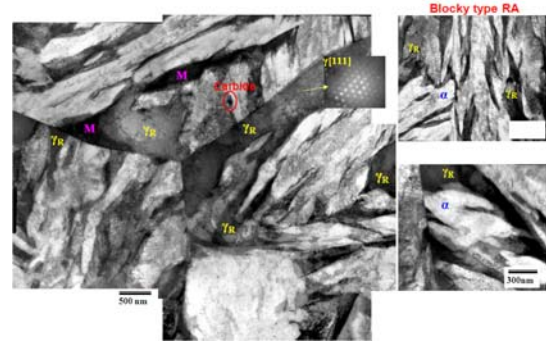


Fig. 4 TEM micrographs of SB-TRIP (A) steel showing bainite matrix and various shapes of retained austenite with blocky type

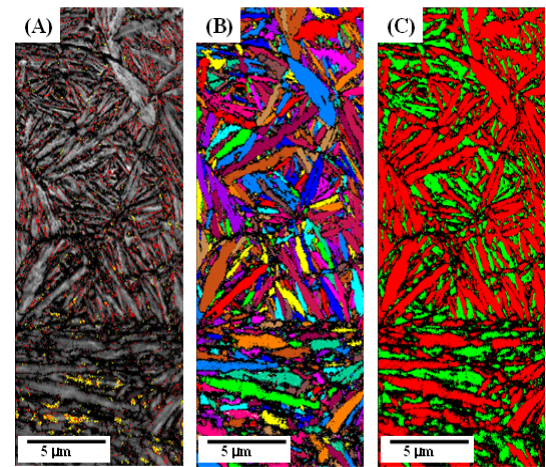


Fig. 5 Phase identification of SB-TRIP (B) steel by EBSD; (A) grain boundary map, (B) unique grain map and (C) phase quick map showing that red, green and black regions are the ferrite, austenite and unknown phase, respectively

빨간색의 페라이트와 녹색의 오스테나이트 분율을 측정된 결과 각각 46.5 %, 15.8%로 측정되었다. 또한 기지인 베이나이트의 형상이 2 차원적인 분석 결과 lath 형태를 갖는 것을 확인하였으며 잔류 오스테나이트의 형상은 lath 베이나이트 사이에 film 형태로 존재하는 경우와 베이나이트 결정립에 분포하는 blocky type 으로 존재하였다. 그리고 SB-TRIP (A)강에 비해 잔류 오스테나이트의 분율이 매우 감소하였으며 잔류 오스테나이트 형상 또한 다르게 관찰되었다. Fig. 6 의 TEM 분석 결과,

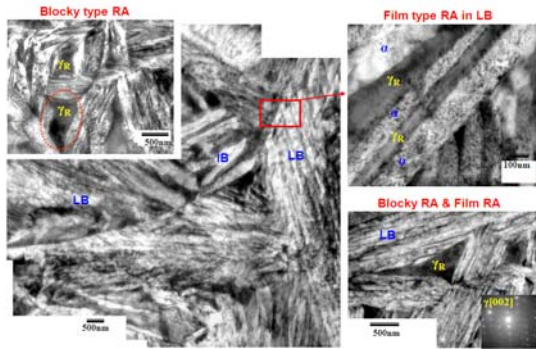


Fig. 6 TEM micrographs of SB-TRIP (B) steel showing lath bainite (LB) and various shapes of retained austenite with film and blocky type

SB-TRIP (B)강은 베이나이트를 기지로 lath (LB) 형상으로 시편 전체적으로 분포하였으며 다양한 형상의 잔류 오스테나이트를 관찰하였다.

3.3. 3-D EBSD와 APT를 이용한 3차원 미세 구조 분석

3.3.1. 3-D EBSD 형상 분석

Fig. 7은 SB-TRIP(A)강의 $10 \times 10 \times 3(\mu\text{m}^3)$ 영역에서의 3차원 EBSD 형상 분석 결과를 나타낸다. 깊이 방향으로 200nm 단위씩 FIB로 연마(milling)한 후, 시편을 detector가 있는 방향으로 회전시켜 EBSD 분석을 하였고 다시 시편을 FIB로 연마하고 EBSD를 분석하는 반복적인 방법으로 측정된 3차원 재구성된 결과이다. 그리고 각각의 색깔을 나타내는 결정들의 3차원 형상은 하나씩 분석이 가능하였다. (A), (B), (C)는 각각 SB-TRIP (A)강에 존재하는 페라이트이며 (D), (E), (F)는 3차원적으로 서로 연결되어 있는 interweaved 베이나이트 (IB)이며 (G), (H)는 blocky type의 잔류 오스테나이트인 것으로 관찰되었다. 이러한 3-D EBSD 결과는 앞 절에서 분석한 TEM 및 EBSD 결과와 마찬가지로, SB-TRIP(A)강의 잔류 오스테나이트 형상은 blocky type로 존재함을 확인하여 2차원 미세구조 분석한 결과와 매우 일치하는 것을 알 수 있었다.

Fig. 8은 SB-TRIP (B)강의 $10 \times 12 \times 5(\mu\text{m}^3)$ 영역에서의 3차원 EBSD 분석 결과를 보여준다. SB-TRIP (B)에 존재하는 bainite은 SB-TRIP (A)강과 다른 형상으로 존재함을 알 수 있었다. SB-TRIP (A)강에서의 bainite는 interweaved 형상으로만 존재하였으나 SB-TRIP(B)강의 bainite는 (a), (b)의 lath 형태와 (e), (f)의 interweaved 형상으로 존재하는 것을 알 수

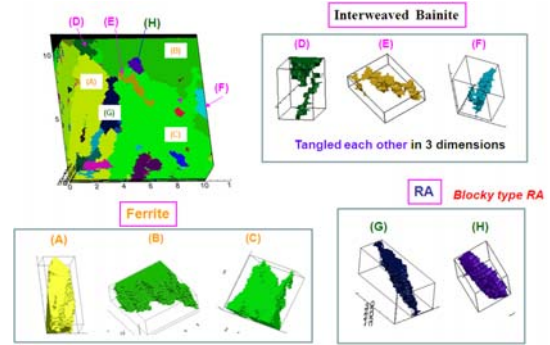


Fig. 7 3-D EBSD results of SB-TRIP steel (A) obtained from FIB system showing ferrite (a) - (c), interweaved bainite (d) - (f) and blocky retained austenite (g) and (h)

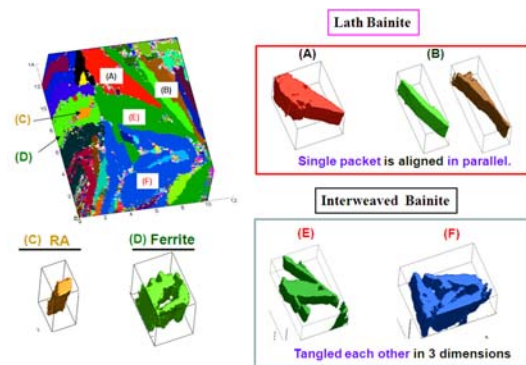


Fig. 8 3-D EBSD results of SB-TRIP steel (B) obtained from FIB system showing lath bainite (a) and (b), ferrite (c) and retained austenite (d), interweaved bainite (e) and (f)

있었다. 이러한 lath형태의 베이나이트 결정립은 LENTICULAR형태의 3차원 형상이고 깊이 방향으로는 plate로 존재함을 관찰하였다. 또한 EBSD와 TEM을 이용한 2 차원 미세 구조 분석을 실시하였을 경우, SB-TRIP(B)강의 기지인 베이나이트의 형상이 lath 형태만을 갖는 것을 확인하였으나 3 차원 EBSD 분석 결과 lath 형태뿐만 아니라 3차원적으로 bainite 결정들이 연결된 interweaved(IB) 형태도 존재 함을 관찰하였다. 그리고 잔류 오스테나이트는 film 형상과 blocky 형태 모두 관찰되었고 (d)는 페라이트로 판명되었다.

3.3.2. APT를 이용한 정량 분석

Fig. 9에서 보는 바와 같이 SB-TRIP(A)강 내에

존재하는 C, Mn, Si 원자들이 3차원적으로 재구성된 분포를 atom map으로 확인할 수 있었으며 분석된 영역은 $42 \times 42 \times 84 \text{nm}^3$ 이다. Atom map에서 나타내는 점(spot)들은 시편에 존재하는 용질 원자들임을 나타낸다. C 원자의 atom map을 확인한 결과, C 원자가 응집된 영역과 응집되지 않은 영역으로 뚜렷하게 나뉘는 것을 확인하였으나 Mn과 Si 원자들은 C 원자와 상관없이 분석된 영역 내에서 전체적으로 균일하게 관찰되는 것을 알 수 있었다. 또한, C 원자의 응집된 영역을 명백히 구명하기 위해 계면 영역에서 직사각형 형태로 선택하여 용질 원자들의 정량 분석을 시도하였다. 그 결과, C 원자가 응집된 영역과 응집되지 않은 영역에서의 탄소 함량이 각각 1.14wt.%와 0.07wt.%로 검출되었다. 따라서 C의 함량과 앞 절의 미세 조직 분석 결과와 종합하여 볼 때, 응집된 영역을 잔류 오스테나이트, 응집되지 않은 영역을 페라이트로 사료된다. 또한, SB-TRIP(A)강에서의 잔류 오스테나이트는 blocky 형상으로만 존재하였기 때문에 atom map에서 C 원자가 응집된 영역은 blocky 형태의 잔류 오스테나이트로 사료되었다. 이와 같은 방법으로 APT를 이용하여 다양하게 분석한 결과를 Table 2에 정리하였다. 정리된 표와 마찬가지로 잔류 오스테나이트 상에 존재하는 C의 원자는 nominal 첨가량(0.54wt.%)에 비해 약 2~4배 정도 증가함을 확인하였다. 그리고 Al과 Si 원자들은 전체적인 atom map과 다르게 local composition profile로 계면 영역을 분석한 결과, 잔류 오스테나이트 영역 보다 페라이트 영역에 많이 검출되었고 Mn 원자들은 페라이트와 잔류 오스테나이트 내에 함량이 비슷하였다.

SB-TRIP(B)강 내에 존재하는 C, Al, Si 원자들도 Fig. 10에서 보는 바와 같이 용질 원자별 atom map으로 확인할 수 있었으며 분석된 영역은 $23 \times 23 \times 43 \text{nm}^3$ 이다. SB-TRIP (A)강과 마찬가지로 C 원자가 응집된 영역과 응집되지 않는 영역이 관찰되었으나 Al, Si 원자들은 시편에 고른 분포를 나타내었다. C 원자의 응집된 영역을 더욱 명확히 구명하기 위해서 계면 영역만의 원자 분포도를 구한 후 각 원소 별 정량 분석을 실시하였다. 그 결과, C 원자가 응집된 영역과 응집되지 않은 영역에서의 C 함량은 각각 1.7wt.%와 0.04wt.%인 것을 확인하였고 2차원 미세 구조 분석한 결과와 종합하여 볼 때, C 원자가 결핍된 영역을 페라이트 그리고 C 원자가 응집된 영역을 잔류 오스테나이트인 것으

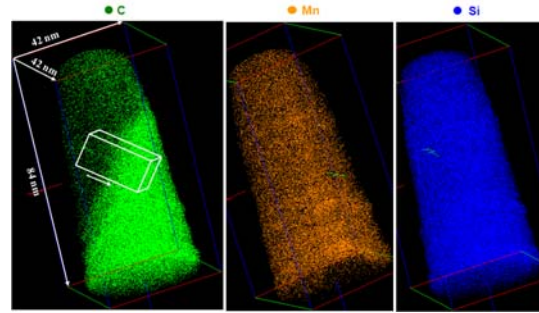


Fig. 9 Atom maps of alloying elements, such as C, Mn and Si showing partitioning of C in SB-TRIP (A) steel. C atoms were clearly partitioned while Mn and Si were randomly distributed

Table 2 Chemical composition of alloying elements in SB-TRIP (A) steel in ferrite and retained austenite, respectively

Elements	Composition (wt.%) by APT		Nominal by ICP
	Ferrite	RA	
C	0.07	1.14 ~ 2.21	0.54
Mn	1.42	1.56 ~ 1.81	1.51
Si	1.38	1.34 ~ 1.36	1.46

로 사료되었다. 이와 같이 첨가 원소 별 정량 분석한 결과를 Table 3에 나타내었다. 정리된 표와 마찬가지로 잔류 오스테나이트 상에 존재하는 C의 원자는 nominal 첨가량(0.78wt.%)에 비해 약 2~5배 정도 증가함을 확인하였다. 그리고 SB-TRIP (A)에서와 마찬가지로 Mn 원자들은 페라이트와 잔류 오스테나이트 내에 함량이 비슷하였지만 Al, Si 원자들은 잔류 오스테나이트 영역 보다는 페라이트 영역에 많이 검출되었다.

SB-TRIP (A)와 SB-TRIP (B)강에서의 용질 원자들의 3차원 분포와 정량분석을 APT로 분석한 결과, 잔류 오스테나이트 영역에 C 원자들이 nominal data에 비해 약 2~5배 정도 함량이 높았으며 Mn 원자들은 상에 상관없이 균일하게 분포된 것을 알 수 있었다. 또한 Al, Si 원자들은 페라이트 안정화 원소이기 때문에 잔류 오스테나이트 영역에서 보다는 페라이트 영역에 함량이 높게 검출되었다. 따라서, SB-TRIP 강에서 300℃, 400℃에서 IBT를 실시하여도 잔류 오스테나이트와 페라이트 내의 용질 원자들의 상에 따른 3차원 분포와 함량은 거의 비슷한 경향을 보였기 때문에 SB-TRIP강의 기

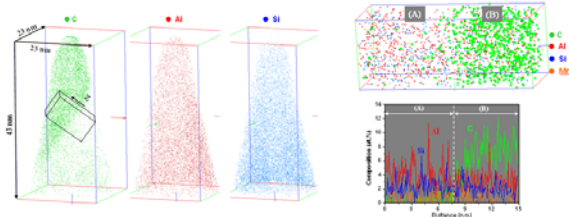


Fig.10 Atom maps of alloying elements, such as C, Al and Si showing partitioning of C in SB-TRIP (B) steel. Atom map of C segregated area and composition profile at phase boundary between ferrite and retained austenite

Table 3 Chemical composition of alloying elements in SB-TRIP (B) steel in ferrite and retained austenite, respectively

Elements	Composition (wt.%) by APT		Nominal By ICP
	Ferrite	RA	
C	0.05 ~ 0.11	1.67 ~ 1.74	0.78
Mn	0.50 ~ 1.05	0.35 ~ 0.78	1.40
Si	0.84 ~ 1.01	0.72 ~ 0.83	0.93

계적인 성질에 미치는 잔류 오스테나이트 내의 용질 원자들의 함량에 의한 영향은 잔류 오스테나이트 분율 및 형상 차이에 비해 크지 않다고 사료된다.

4. 결론

APT 분석 결과, SB-TRIP (A)와 (B)강 모두 잔류 오스테나이트와 페라이트 내의 용질 원자들의 상에 따른 3차원 분포와 함량은 거의 비슷한 경향을 보였기 때문에 SB-TRIP강의 기계적인 성질에 미치는 용질 원자들의 분포와 함량에 의한 영향은 크지 않다고 사료되었다. 그리고 SB-TRIP (A)와 (B)강의 기계적인 성질과 2차원 및 3차원 미세구조 분석한 결과를 정리하여 Table 4에 나타내었다. 표에서 보는 바와 같이 SB-TRIP강의 기계적 성질에 미치는 영향은 잔류 오스테나이트 내의 용질 원자들의 분포와 함량에 의해 기인한 것이

Table 4 Mechanical properties and microstructure features in SB-TRIP steels

	SB-TRIP (A)	SB-TRIP (B)
TS (MPa)	1019	1530
EL (%)	43.6	10.0
TS x EL	44,000	15,000
Bainite Structure	Interweaved Only	Interweaved & Lath
Vol. of RA	34 %	16 %
Shape of RA	Blocky	Blocky & Film

라기 보다는 베이나이트와 잔류 오스테나이트의 형상 그리고 잔류 오스테나이트의 함량의 차이에 의한 것으로 사료된다. 인장 강도와 연성과의 곱이 높은 SB-TRIP (A)에서는 베이나이트와 잔류 오스테나이트의 형상이 각각 interweaved와 blocky로만 존재하였으나 인장 강도와 연성과의 곱이 낮은 SB-TRIP (B)에서는 베이나이트의 형상이 interweaved와 lath의 복합된 미세 구조로 이루어져 있었고 잔류 오스테나이트 또한 blocky와 film 형태로 존재하였다.

따라서, EBSD, TEM, 3-D EBSD 그리고 APT를 이용하여 2차원 및 3차원 분석을 종합하여 실시하면 IBT의 온도를 400℃와 300℃에서 각각 열처리한 SB-TRIP (A)강과 SB-TRIP (B)강에서의 기계적 성질에 미치는 인자를 고찰 할 수 있었다.

후 기

본 연구는 POSCO, BK21 및 NCNT의 재정적·기술적 지원 하에 이루어졌으며, 이에 감사 드립니다.

참 고 문 헌

- (1) H. Bhadeshia, D. Edmonds, 1979, Metall. Mater. Trans. 10A, pp. 895~899.
- (2) De Cooman BC, 2004, Curr. Opin. Solid State Mater. Sci., 8, pp. 285~290.
- (3) B. Gault, F. Vurpillot, A. Vella, M. Gilbert, A. Menand, D. Blavette, B. Deconihout, 2006, Review of Scientific Instruments, 77, 043705.