6층겹침ARB공정에 의해 강소성가공된 극저탄소IF강의 어닐링에 따른 미세조직 변화

이성희[†]

국립목포대학교 신소재공학과

Microstructural Evolution with Annealing of Ultralow Carbon IF Steel Severely Deformed by Six-Layer Stack ARB Process

Seong-Hee Lee[†]

Department of Advanced Materials Science and Engineering, Mokpo National University,
Muan-gun, Chonnam 534-729, Korea

(2012년 6월 14일 접수 : 2012년 7월 18일 최종수정 : 2012년 7월 18일 채택)

Abstract A sample of ultra low carbon IF steel was processed by six-layer stack accumulative roll-bonding (ARB) and annealed. The ARB was conducted at ambient temperature after deforming the as-received material to a thickness of 0.5 mm by 50% cold rolling. The ARB was performed for a six-layer stacked, i.e. a 3 mm thick sheet, up to 3 cycles (an equivalent strain of ~ 7.0). In each ARB cycle, the stacked sheets were, first, deformed to 1.5 mm thickness by 50% rolling and then reduced to 0.5 mm thickness, as the starting thickness, by multi-pass rolling without lubrication. The specimen after 3 cycles was then annealed for 0.5 h at various temperatures ranging from 673 to 973 K. The microstructural evolution with the annealing temperature for the 3-cycle ARB processed IF steel was investigated in detail by transmission electron microscopy observation. The ARB processed IF steel exhibited mainly a dislocation cell lamella structure with relatively high dislocation density in which the subgrains were partially observed. The selected area diffraction (SAD) patterns suggested that the misorientation between neighboring cells or subgrains was very small. The thickness of the grains increased in a gradual way up to 873 K, but above 898 K it increased drastically. As a result, the grains came to have an equiaxed morphology at 898 K, in which the width and the thickness of the grains were almost identical. The grain growth occurred actively at temperatures above 923 K.

Key words six-layer stack accumulative roll-bonding (ARB), ultra low carbon IF steel, ultrafine grain, transmission electron microscopy (TEM), grain growth.

1. 서 론

최근 국내외적으로 에너지 문제가 크게 대두됨으로 인해 수송기기용 고강도 구조재료에 대한 수요가 급격히 증가하고 있다. 금속재료를 고강도화하면 종래보다 적은 양으로 동일한 기능의 제품을 만들 수 있기 때문에 금속 자원의 사용량을 절감할 수 있음과 동시에 구조물의 소형화 및 경량화가 가능하게 된다. 금속의 강도를 증가시키는 대표적인 방법으로 가공경화법, 고용체강화법, 석출경화법, 분산강화법, 결정립미세화법 등이 잘 알려져 있다. 그 중에서도 결정립미세화법(Grain Refinement Method)은 다른 강화법들과는 달리 강도와 인성을 양립할 수 있는

유일한 강화법이라 할 수 있다. 그러므로 최근에 금속 재료의 결정립초미세화에 대한 여러가지 강소성가공 프로세스가 제안되어 왔다.¹⁻⁹⁾ 그 중에서도 반복겹침접합압연법(ARB)은 종래의 압연기술을 활용할 수 있으므로 판상의 대형 벌크재료에의 적용에 가장 적합한 프로세스라 할 수 있다.⁶⁻⁹⁾ 그러므로 지금까지 국내외적으로 여러 알루미늄합금,¹⁰⁻¹²⁾ 철계합금,¹³⁻¹⁵⁾ 동합금¹⁶⁻²⁰⁾ 등 다양한 금속재료에 ARB법이 적용되어 ARB가공재료의 많은 새로운 특성들이 밝혀지고 있다. 일반적으로 ARB법은 2매의 판재를 적층하여 압하율 50%의 접합압연을 행하고, 길이를 2등분하는 것을 반복하는 2층겹침법이 주로 사용되어 왔다. ARB법의 원리를 생각하면 겹침수는 반드시 2층으로만 할 필요가 없으며 다층겹침법도 가능하다. 다층겹침ARB를 행하면 2층겹침법에 비해 1사이클로 부여할 수 있는 압하율, 즉 변형량을 크게 할 수 있는

[†]Corresponding author
E-Mail : shlee@mokpo.ac.kr (S. -H. Lee)

므로 접합성을 향상시킬 수 있음과 동시에 생산성도 크게 향상시킬 수 있다. 또한 재료내부에 부가적 전단변형량(redundant shear strain)을 크게 도입할 수 있으므로 결정립초미세화를 효율적으로 달성할 수 있는 이점이 있다. 그럼에도 불구하고 다층ARB에 대한 연구는 알루미늄 등 일부 금속들에 제한적으로 연구되어 왔다.^{12,13)}

극저탄소IF강은 Ti를 첨가하여 페라이트의 모상 중에 존재하는 C, N 등의 침입형 고용원소를 크게 감소시킨 페라이트 단상강(single phase steel)으로 성형성이 우수하여 자동차 강판으로 많이 사용되고 있는 구조용강이다. Kamikawa 등은 이런 IF강의 ARB법에 대한 연구를 꾸준히 해오고 있으며 ARB에 따른 IF강의 기계적 특성 변화 및 미세조직 변화 등에 관한 연구결과들을 발표한 바 있다.^{15,21)} 그러나 그들의 연구는 종래의 2층ARB에 관한 것이며 또한 대부분이 온간 압연에 의한 것이다. 프로세스의 실용화 관점에서 볼 때, 2층접침 보다는 다층접침이, 온간에서보다 상온에서 진행하는 것이 훨씬 유리하다. 본 연구 그룹은 IF강에 대하여 상온 6층접침 ARB를 실시하여 1.1 GPa이상의 고강도 IF강을 제조할 수 있음을 밝힌 바 있다.¹⁴⁾ 본 연구에서는 6층ARB법에 의해 제조한 고강도 IF강의 Annealing에 따른 TEM 미세조직의 변화를 비교적 상세히 조사하였다.

2. 실험 방법

2.1 반복접침접합압연

본 연구에서 사용된 재료(공시재료)는 Ti 첨가 극저탄소 IF강(0.002 mass%C-0.003N-0.072Ti)이다. 시편은 두께 1 mm, 폭 30 mm, 길이 300 mm의 크기를 가졌으며 냉간압연 후 어닐링된 판재이다. 광학현미경 관찰 결과 평균결정립경이 27 μm 의 재결정조직을 나타내었다. 먼저 공시재를 압하율 50%에서 냉간압연하여 판재의 두께를 0.5 mm로 한 후에 6층접침ARB를 실시하였다. ARB는 실온, 무윤활 조건에서 롤직경 310 mm의 압연기에 의해 롤주속 0.29 m/s로 행하였다. 먼저, 두께 0.5 mm의 각 판재의 접합될 표면을 탈지처리 및 wire-brushing한 후, 6매의 판재를 적층하여(두께: 3 mm) 무윤활 조건에서 냉간 4pass 압연(각pass압하율: 50% → 30% → 30% → 30%)을 행하여, 판재의 두께를 출발재료와 동일한 두께의 0.5 mm(전압하율: 83.3%)로 하였다. 그 후, 1사이클ARB 가공된 재료를 6등분하여 동일한 방법으로 다음 사이클을 행하여, 3c(c: cycle)까지 반복하였다. 이 경우 ARB에 의해 IF강에 도입된 상당변형량을 계산해 보면 다음과 같다. 만약, 압연변형이 균일한 평면압축변형이라 가정하면 압연에 의해 도입되는 상당변형량은

Fig. 1. Schematic illustration of the planes for TEM observation of the ARB processed and annealed specimens.

$$\bar{\epsilon} = \left(\frac{2}{\sqrt{3}} \right) \ln \frac{1}{1-r} \quad (1)$$

여기서 r 은 압연압하율이다. 본 연구에서 사이클당 압하율이 83.3%이므로 1c당 축적되는 상당변형량은 2.07이므로 3c 이후에는 6.21의 상당변형량이 도입된다. 그런데 ARB전에 50%의 압하율로 압연을 행한 상태이므로 0.8의 상당변형량이 더 추가되어야 하므로 총 7.0의 상당변형량이 도입된 강소성가공을 행한 결과가 된다. 그 후 3c-ARB재료에 대하여 673~973 K의 소정의 온도에서 30분간 어닐링을 실시하였다.

2.2 조직관찰

ARB가공후 및 어닐링한 재료들에 대하여 투과전자현미경(TEM)에 의한 조직관찰을 실시하였다. TEM관찰용 시편은 Fig. 1에 나타난 것과 같이 ND(Normal Direction)면과 TD(Transverse Direction)면에서 방전가공기로 잘라내어 100 μm 이하로 기계연마한 후, twin-jet 법으로 전해연마하여 준비하였다. 투과전자현미경으로서 HITACHI H-800을 사용하여, 가속전압 200 kV로 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 Annealing 전 ARB재료의 미세조직

Fig. 2에 3c의 6층접침ARB 가공된 IF강의 ND면 및 TD면에서 관찰한 TEM 조직사진을 나타내었다. 이들 조직은 모두 표면에서 두께방향으로 1/4의 깊이에서 박막을 채취하여 관찰한 것이다. 또한 조직사진과 함께 나타난 제한시야회절도형(Selected Area Diffraction Pattern, SAD도형)은 조직사진의 중앙부에서 직경 1.6 μm 의 제한시야조리개를 삽입하여 촬영한 것이다. ND면의 시편은 전위밀도가 높은 전형적인 가공조직(전위셀조직)을 나타내며, SAD도형은 [111] zone axis에서 나타나는 전형적인 BCC구조의 단순한 회절 spot들 외에도 잉여의 spot들이 관찰된다. 이것은 전위밀도가 높은 전위셀간에 방위차이가 다소 존재함을 암시하는 것이다. TD면의 경우 결정립이 압연방향으로 크게 연신된 층상조직(lamella structure)을 나타내고 있으며, 화살표로 나타난 바와 같이 부분적으로 소성가공열로 인한 회복의 발생으로 인

Fig. 2. TEM microstructures observed at ND plane (a) and TD plane (b) of ultra low carbon IF steel processed by 3 cycles of 6-layer stack ARB.

해 cell의 전위들이 소멸하거나 정렬하여 선명한 아결정립계(subgrain boundary)가 관찰되는 부위도 부분적으로 관찰되나 전반적으로는 전위밀도가 높은 전위셀조직을 나타낸다. SAD도형에서는 ND면에서와 같은 잉여 회절 spot과 퍼짐(spread) 등이 부분적으로 관찰된다.

3.2 어닐링에 따른 ND면에서의 미세조직 변화

Fig. 3에 어닐링 온도 증가에 따른 6층겹침ARB 가공된 IF강의 ND면에서 관찰한 TEM 조직사진의 변화를 나

타내었다. 673 K의 어닐링재료는 ARB재료와 유사한 전위셀조직을 나타내며, 그것의 SAD도형 또한 셀간의 방위차가 크지 않음을 잘 보여 준다. 그러나 773 K의 어닐링재료는 ARB 재료와 달리 전위밀도가 크게 감소하였으며, 이미 명료한 입계에 둘러싸인 초미세결정립의 형성이 부분적으로 뚜렷이 관찰됨을 알 수 있다. 또한, 그들 초미세결정립간의 방위차가 비교적 큰 것을 SAD도형에서 알 수 있다. 823 K의 어닐링재료에서는 평균입경이 $0.60\ \mu\text{m}$ 의 명료한 입계에 둘러싸인 초미세결정립이 거

Fig. 3. TEM micrographs after annealing of IF steel processed by 3 cycles of six-layer stack ARB. Observed at ND plane after annealing at 673K (a), 773K (b), 823K (c), 873K (d), 898K (e), 923K (f) and 973K (g), respectively.

의 전면에 생성됨을 확인할 수 있다. 873 K의 어닐링재료에 있어서는 결정립크기가 다소 증가하였으며 전위밀도도 크게 감소하여 깨끗한 등축의 결정립으로 구성된 미세조직을 나타내었다. 898 K의 어닐링재료는 873 K의 어닐링재료와 매우 유사한 미세조직을 나타내었다. 그러나 923 K 이상의 어닐링재료의 경우는 결정립성장(grain growth)이 활발하여 결정립 크기가 증가한 것을 확인할 수 있다.

3.3 어닐링에 따른 TD면에서의 미세조직 변화

Fig. 4는 어닐링온도 증가에 따른 횡단면(TD면)에서의 조직의 변화를 나타내었다. 673 K 어닐링재료 경우, 회복이 활발히 발생하여 뚜렷하고 선명한(well-defined) 결정립계를 가진 층상(lamella)의 조직 양상을 나타낸다. 그러나 여전히 전위밀도가 높으며 cell 또는 subgrain간의 방위차가 크지 않음을 SAD회절도형을 통해 미루어 짐작할 수 있다. 773 K 어닐링재료의 경우는 회복으로 인해 전위밀도가 크게 감소하였으며 압연방향으로의 결정립 분단(subdivision)이 많이 진행되었음을 알 수 있다. 즉, 층상조직에서 빵케익조직(pancake structure)로의 변화가 활발히 진행되는 것을 알 수 있다. 823 K 어닐링재료에서는 여전히 압연방향으로 연신된 결정립들이 남아 있지만 부분적으로 결정립두께가 크게 증가하여 작은 aspect ratio를 가진 등축에 가까운 결정립들이 많이 관찰된다. 즉 조직이 부위에 따라 다른 조직의 불균일성이 두드러지게 나타나 있음을 알 수 있다. 이와 같은 경향은 873 K 어

Fig. 5. The variation of grain size with annealing temperature of the ARB processed IF steel.

닐링재료에서도 동일하게 관찰되나 결정립 성장이 일어났음을 확인할 수 있다. 또한, 결정립 성장은 898 K 이상의 어닐링재료들에서 더 두드러지게 관찰됨을 확인할 수 있다.

Fig. 5는 어닐링 온도에 따른 TD면에서의 결정립두께(d_t), 결정립폭(d_w), ND면에서의 결정립직경(d_{ND})의 평균값의 변화를 나타낸 것이다. 결정립두께와 결정립폭의 경우 673 K 이하에서는 결정립 경계가 불명확하므로 측정에서 제외시켰다. 그림에서와 같이 결정립두께와 결정립폭의 크기는 서로 거의 같은 값을 나타내었으며 873 K 까지는 어닐링온도가 증가함에 따라 완만히 증가하다가 898 K 이

Fig. 4. TEM micrographs after annealing of IF steel processed by 3 cycles of six-layer stack ARB. Observed at TD plane after annealing at 673K (a), 773K (b), 823K (c), 873K (d), 898K (e), 923K (f) and 973K (g), respectively.

Fig. 6. The variation of grain thickness(a) and grain width(b) with annealing temperature of the ARB processed IF steel.

상의 온도에서는 급격하게 증가하는 것을 알 수 있다. 결정립두께 또한 873 K 까지 점진적으로 증가하다가 그 이상의 온도에서 가파르게 상승하는 경향을 나타내었다. 898 K 이상에서는 결정립두께, 결정립폭, 결정립직경이 거의 같은 크기를 나타내어 결정립이 삼차원적으로 거의 등축 형상을 이루고 있음을 알 수 있다. 이와 같은 ARB 된 IF강의 어닐링에 따른 결정립크기의 변화에 대한 연구는 Kamikawa et al.^[15,21]에 의해서도 발표된 바 있다. 그들은 773K 에서 7c(상당변형량~5.6)까지 2층 ARB를 실시한 후 어닐링에 따른 결정립크기 변화를 관찰하였다. Fig. 6에 어닐링온도의 증가에 따른 결정립두께(Fig. 6a)와 결정립폭(Fig. 6b)의 변화를 그들의 값과 비교하여 나타내었다. 그림에서와 같이 본 연구결과에서 얻은 결정립두께, 결정립폭의 크기가 Kamikawa그룹의 결과에 비해 더 작았다. 또한 어닐링온도 증가에 따른 결정립 두께의 증가율도 본 연구에서 더 작았다. 이것은 본 연구가 어닐링후의 IF강의 결정립미세화에 더 효과적임을 잘 보여주는 결과라 할 수 있다. 이것은 다음의 두 가지가 주요 요인이라 판단된다. 첫째, 본 연구에서 도입한 상당

변형량의 크기(~7.0)가 그들(~5.6)에 비해 다소 컸기 때문이다. 상당변형량의 크기는 회복 또는 재결정을 위한 구동력의 척도로 작용하므로 상당변형량의 크기가 컸던 본 연구에서 국부적으로 회복 또는 재결정이 활발히 발생하여 결정립 분단이 일어나고 결국 결정립미세화로 이어졌다고 판단된다. 둘째, 가공온도의 영향이다. 온간ARB의 경우, 압연 전 가열시에 ARB가공에 의해 축적된 변형에너지가 많이 방출되므로 7c후에 도입된 전(全)상당변형량의 크기는 실질적으로 5.6에 크게 못 미친다고 할 수 있다. 그러므로 설령 7c의 ARB공정을 실시하였다고 하더라도 어닐링에 의한 회복 발생의 구동력은 크지 않을 것이다. 이상의 두 가지 요인 외에도 압연시 도입되는 전단변형량의 차이도 미세조직 변화의 차이에 일부 영향을 미쳤을 가능성이 있으리라 판단되나 이상의 두 요인에 비해 미미하다고 여겨진다.^[12]

4. 결 론

상온에서 6층겹침ARB가공된 극저탄소 IF강의 어닐링에 따른 미세조직 변화의 TEM관찰을 통하여 전위셀조직에서 초미세결정립의 형성과정, 그리고 그 후의 결정립 성장과정을 명확히 알 수 있었다. 온간ARB의 경우와는 달리 초미세결정립의 형성이 불균일하게 이루어졌으며 결정립의 크기도 더 미세하였다. 그리고 결정립 형상이 873 K 이하의 저온에서는 aspect ratio가 큰 뱀케이크 모양이었으나 898 K 이상에서는 거의 등축의 결정립 형상을 나타내었다. 결론적으로 상온6층겹침ARB 및 어닐링을 통해서도 미세한 결정립을 가진 고강도 IF강의 제조가 가능하다고 할 수 있다.

참 고 문 헌

1. V. M. Segal, Mater. Sci. Eng., **197**, 157 (1995).
2. R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev and I. V. Alexandrov, Progr. Mater. Sci., **45**, 103 (2000).
3. K. T. Park, Y. S. Kim, J. G. Lee and D. H. Shin, Mater. Sci. Eng., **293**, 165 (2000).
4. D. H. Shin, Y. S. Kim and E. J. Lavernia, Acta Mater., **49**, 2387 (2000).
5. R. Z. Abdulov, R. Z. Valiev and N. A. Krasilnikov, J. Mater. Sci. Lett., **9**, 1445 (1990).
6. Y. Saito, N. Tsuji, H. Utsunomiya, T. Sakai and R. G. Hong, Scripta Mater., **39**, 1221 (1998).
7. H. W. Kim, S. H. Jin and S. B. Kang, J. Kor. Inst. Met. & Mater., **39**, 546 (2001) (in Korean).
8. Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji and T. Sakai, Acta Mater., **47**, 579 (1999).
9. N. Tsuji, Y. Saito, H. Utsunomiya and S. Tanigawa,

- Scripta Mater., **40**, 795 (1999).
10. S. H. Lee, Y. Saito, N. Tsuji, H. Utsunomiya and T. Sakai, Scripta Mater., **46**, 281 (2002).
 11. S. H. Lee, Y. Saito, T. Sakai and H. Utsunomiya, Mater. Sci. Eng., **325**, 228 (2002).
 12. S. H. Lee, J. Kor. Inst. Met. & Mater., **43(12)**, 786 (2005) (in Korean).
 13. S. H. Lee, Y. Saito, K. T. Park and D. H. Shin, Mater. Trans., **43(9)**, 2320 (2002).
 14. S. H. Lee, H. Utsunomiya and T. Sakai, Mater. Trans., **45(7)**, 2177 (2004).
 15. N. Kamikawa, N. Tsuji and Y. Minamino, Sci. Tech. Adv. Mater., **5**, 163 (2004).
 16. S. H. Lee, J. Cho, S. Z. Han and C. Y. Lim, Kor. J. Mater. Res., **15**, 240 (2005) (in Korean).
 17. S. H. Lee, J. Cho, C. H. Lee, S. Z. Han and C. Y. Lim, Kor. J. Mater. Res., **15**, 555 (2005) (in Korean).
 18. C. Y. Lim, S. Z. Han and S. H. Lee, Met. Mater. Int., **12**, 225 (2006).
 19. S. H. Lee, S. Z. Han and C. Y. Lim, Kor. J. Mater. Res., **16**, 592 (2006) (in Korean).
 20. S. H. Lee, C. S. Kim, S. S. Kim, S. Z. Han and C. Y. Lim, Kor. J. Mater. Res., **17**, 361 (2007) (in Korean).
 21. N. Kamikawa, T. Sakai and N. Tsuji, Acta Mater., **55**, 5873 (2007).