극저온압연한 저탄소망간강의 초기 미세조직과 어닐링 조건이 기계적성질에 미치는 영향

이종철^{1,2} · 남원종^{1,*}

¹국민대학교 신소재공학부
²엠케이전자(주)

Effects of Initial Microstructures and Annealing Conditions on Mechanical Properties of Cryo-rolled Low Carbon Manganese Steels

Jong Chul Lee^{1,2} and Won Jong Nam^{1,*}

¹School of Advanced Materials Engineering, Kookmin University, Seoul 02707, Republic of Korea

²MK Electron Co. Ltd, Yongin 17030, Republic of Korea

Abstract: The effect of annealing on the microstructural evolution of the matrix in low carbon manganese steels with different initial microstructures, including martensite, bainite and a mixture of ferrite and pearlite, was investigated in conjunction with the change in mechanical properties. During annealing, steels with a deformed ferrite + pearlite microstructure underwent spheroidization of the lamellar cementite in the pearlite region and recovery or recrystallization in the ferrite region. Martensitic steels and bainitic steels experienced recovery and recrystallization of the matrix and the precipitation of cementite particles during annealing. Although the martensitic steels showed the highest strength up to the annealing temperature of 600 °C, the large driving force from dislocations accumulated during cryogenic deformation, as well as dislocations inherited from the martensitic transformation, accelerated the softening rate during annealing. A small amount of equi-axed grains produced during annealing at 550 °C did not effectively improve ductility. The rapid softening and the improvement in ductility in martensitic steels and bainitic steels annealed at 600 °C could be attributed to the disappearance of elongated substructures, rather than the coarsening of cementite particles during annealing. The bainitic steel showed higher thermal stability and a better combination of strength and ductility than the other microstructures, such as the martensitic microstructure and a mixture of ferrite and pearlite.

(Received April 16, 2018; Accepted July 2, 2018)

Keywords: cryo-rolling, annealing, ultrafine grain, bainite, martensite

1. 서 론

저탄소·망간강에서, 초미세립 (ultra-fine grained, UFG)의 페라이트와 나노 크기의 구형 시멘타이트 입자로 이루어진 UFG 미세조직은 고가의 합금원소 첨가없이 강도를 향상시킬 수 있는 장점이 있다. 따라서 UFG 강재에 대한 많은 연구들이 실험실 또는 파일럿 규모 설비에서 진행되었으며, 특히 강소성 변형 (severe plastic deformation,

SPD)을 적용하여 페라이트 결정립 크기의 미세화에 초점을 맞추어 왔다 [1-6]. Nedjad 등은 [1] 냉간압연 및 시효처리를 적용하여 Fe-Ni-Mn 마레이징 (maraging)강에서 초미세립을 구현하였으며, Valiev 등은 [2] 수백 nm 크기의 결정립을 제조하기 위해 ECAP (equal channel angular pressing) 공정을 적용하였다. 한편, Lan 등은 [3] 냉간압연된 마르텐사이트를 템퍼링하여 초미세 페라이트 결정립을 제조하였다. 그러나, 초미세립을 갖는 금속들 대부분이 낮은 수준의 연신율을 보였으며, 이러한 연성의 결핍은 UFG 강재의 응용 가능성을 제한하는 주요 요인 중 하나로 인식된다. 따라서 UFG 강재에서의 강도와 연신율의 균

*Corresponding Author: Won Jong Nam

[Tel: +82-2-910-4649, E-mail: wjnam@kookmin.ac.kr]

Copyright © The Korean Institute of Metals and Materials

형있는 개선이 주요 관심사 중 하나이다.

극저온변형은 UFG 강재를 제조하기 위한 효과적인 방법이다 [7-9]. 극저온변형 중 동적회복의 억제에 의해 생성된 고밀도의 결함들을 보존하는 효과를 가지며, 이 결함들은 후속 열처리에서 강력한 재결정 사이트로서 작용할 수 있다. 따라서 극저온변형은 상온 또는 고온에서의 강소성 가공과 비교해 높은 구동력을 가지며, 초미세립을 얻기 위해 요구되는 소성 변형량이 작다. Wang 등은 [8] 극저온압연과 flash annealing을 이용하여, 초미세립과 상대적으로 조대한 결정립이 혼합된 미세조직을 만들어, 400 MPa 이상의 고강도와 65%의 총연신율을 갖는 우수한 성질을 확보한 구리를 제조하였다. 따라서 극저온압연에서는 냉간압연에 비하여 더 많은 양의 전위가 축적됨으로써 후속 어닐링시 발생하는 재결정과 석출의 구동력을 증가시키고, 더 낮은 온도에서 미세한 결정립과 석출물을 얻을 수 있는 장점을 기대할 수 있다.

한편, 저탄소강 미세조직 중에서, 래스 마르텐사이트는 초미세립의 페라이트와 미세한 구형 시멘타이트 입자를 제조하는데 유용하다고 알려져 왔다. Tsuji 등은 [10] 래스 마르텐사이트의 냉간변형으로 큰 국부적 결정방위 차이 (local misorientation)가 발생하며, 후속 어닐링시 회복과정이 작용하여 초미세립이 형성된다고 보고했다. Lan 등에 의하면 [3], 래스 마르텐사이트의 소성변형은 셀 블록 (cell block)을 형성하고, 후속 어닐링은 고경각 입계를 형성한다. Tianfu 등은 [11] 래스 마르텐사이트에 냉간압연 93% 및 500 °C의 후속 열처리를 적용하여, 인장강도 1320 MPa와 총연신율 16%를 달성했다고 보고했다. 따라서, 래스 마르텐사이트의 소성변형과 회복 또는 재결정 과정을 수반하는 후속 어닐링은, 강가공 적용없이 초미세립의 강재를 제조하는 효과적인 방법이 될 수 있다. 그러나, 래스 마르텐사이트 이외의 미세조직의 냉간압연 및 후속 어닐링의 적용에 의한 초미세립 강재의 제조 가능성에 대한 보고는 많지 않다.

페라이트+펄라이트 (ferrite + pearlite, FP)의 혼합조직, 베이나이트 및 마르텐사이트와 같이 냉간변형이 적용되는 초기 미세조직이 달라지면 후속 어닐링시 발생하는 미세조직 변화 거동이 달라지게 된다. 이는 어닐링 중 발생하는 연화거동이 초기 미세조직의 차이에 따라 다른 경로의 연화현상을 반영하기 때문이다. 페라이트, 베이나이트 및 마르텐사이트의 고온 어닐링 중 미세조직 변화에 관해서는 많은 연구들이 보고되었다 [12-16]. Honeycombe와 Bhadeshia에 따르면 [13], 베이나이트의 페라이트에 고용된 탄소농도는 마르텐사이트의 경우보다 훨씬 적으므로 대부

분의 탄소가 시멘타이트 입자의 형태로 존재하므로, 템퍼링 중 베이나이트의 거동은 마르텐사이트의 거동과 완전히 다르다. 이와 같이 초기 미세조직의 차이에 따라 어닐링시 시멘타이트의 거동이 달라지고, 이에 따라 기계적성질 또한 변화한다.

초미세립 페라이트와 구형 시멘타이트 입자를 갖는 강재를 제조하기 위해서는, 초기 미세조직을 다양화시킨 강재를 이용하여 극저온압연 및 후속 어닐링을 적용하였을 때의 미세조직 변화와 기계적성질을 비교 및 검토할 필요가 있다. 따라서 본 연구에서는, 저탄소·망간강에서 FP, 베이나이트 및 마르텐사이트와 같은 초기 미세조직의 차이가 극저온 압연과 후속 어닐링 시 시멘타이트 입자의 거동 및 기지조직의 변화와 같은 미세조직 변화와 이에 따른 기계적성질에 미치는 영향을 조사하였다. 또한 래스 마르텐사이트를 기본으로 할 때 압연온도 (극저온 및 냉간)의 변화 및 후속 어닐링 조건의 변화가 미세조직 및 기계적성질에 미치는 영향을 분석하였다.

2. 실험방법

본 연구에서 사용된 소재로는 열간압연한 두께 5 mm의 저탄소·망간강을 사용했으며, 화학성분은 Fe-0.15C-0.21Si-1.46Mn-0.002S-0.006P (wt%)이다. 극저온압연 전의 초기 미세조직으로 FP, 베이나이트 및 마르텐사이트의 3가지를 설정하였다. FP는 1050 °C로 30분 가열 후 상온까지 서서히 냉각하여 제조하였다. 이 때 얻어진 FP의 미세조직 비율은 페라이트 63.6%, 펄라이트 36.4%로 측정되었다. 한편, 베이나이트는 1050 °C로 30분 가열 후 320 °C의 염욕에서 30분간 항온 열처리하였으며, 마르텐사이트는 1050 °C로 30분 가열 후 수냉하여 제조하였다.

극저온압연은 매우 낮은 온도에서 가공하므로 압연가공 중 열이 발생하는 냉간가공과는 달리 동적회복이 억제되어 후속 어닐링에서의 회복 또는 재결정을 촉진시키는 효과를 갖는다. 따라서 초미세립 강재를 제조하는데 있어서, 상온에서 실시하는 다른 강소성 가공방법에 비하여 극저온가공을 실시하는 경우 상대적으로 작은 가공량이 요구되는 장점이 있다. 이러한 극저온압연은 액화질소에 15분 침적 후 압연을 실시하는 방법으로 총 65%까지 압연을 실시하였다. 어닐링 온도의 영향을 분석하기 위해, 각각의 미세조직을 갖는 극저온압연한 판재를 500 °C~600 °C 구간에서 10분간 열처리하였다.

기계적성질은 인장시험을 이용하였으며, 인장시험시 초기 변형속도는 $6.67 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ 였다. 인장시험편은 압연방향으

로 ASTM subsize 규격에 맞추어 가공하였다. 미세조직 관찰은 투과전자현미경 (transmission electron microscope, TEM)을 이용하였으며, TEM 시편은 10% perchloric acid and 90% acetic acid 혼합용액으로 -30°C 에서 twin jet polishing 하여 길이방향 단면의 시편을 이용하여 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 압연재 비교

극저온압연 또는 냉간압연한 마르텐사이트 강재와 극저온압연한 베이나이트 강재의 미세조직을 그림 1에 나타내었다. 극저온압연 65%가 적용된 마르텐사이트는 그림 1-(a)와 같이, 폭 100 nm 수준의 압연방향으로 연신된 형태를 갖는 밴드 (band) 들로 구성되어 있으며, 이러한 밴드들의 내부에는 높은 밀도의 전위들이 존재한다. 그림 1-(b)의 냉간압연재에서는 래스 내부에 침상의 시멘타이트와 구형 시멘타이트 입자들이 관찰되는데, 냉간압연시 소성변형에 의한 전위밀도 증가와 함께 가공발열에 의한 온도 상승으로 시멘타이트의 석출 및 구상화가 일부 진행되었기 때문으로 보인다. 한편 극저온압연한 베이나이트의 미세조직적 특성으로는, 폭 100~200 nm인 연신된 밴드형태의 전위조직 (dislocation substructure), 밴드 내부에 존재하는 높은 밀도의 전위들, 그리고 계면에 위치한 막대 또는 타원 모양의 시멘타이트 입자들 등을 들 수 있다 (그림 1-(c)).

Fig. 1. TEM micrographs of (a) martensite cryo-rolled, (b) martensite cold-rolled, (c) bainite cold-rolled, and (d) engineering stress-strain curves of low carbon manganese steels roll

한편 압연한 강재들의 기계적성질을 비교해보면 (그림 1-(d)), 극저온압연한 마르텐사이트 강재는 1597 MPa의 높은 인장강도와 3.2%의 낮은 총연신율을 보였으며, 냉간가공한 마르텐사이트 강재는 시멘타이트 석출 효과로 극저온압연재에 비해 낮은 1526 MPa의 인장강도와 3.3%의 총연신율을 보였다. 극저온압연한 베이나이트 강재의 기계적성질은, 인장강도 1043 MPa 수준으로 마르텐사이트 강재에 비해 매우 낮았으나, 총연신율은 4.1% 수준으로 마르텐사이트 강재보다 약간 높았으며, 냉간압연한 베이나이트 강재는 극저온압연한 베이나이트 강재에 비하여 약간 낮은 970 MPa의 인장강도와 3.86%의 총연신율을 보였다. 극저온압연한 FP 강재는 초기 미세조직의 영향으로 가장 낮은 782 MPa의 인장강도와 4.6% 수준의 총연신율을 보였다.

압연한 강재의 인장강도는 그림 1-(d)에서와 같이, 극저온압연 마르텐사이트재, 냉간압연 마르텐사이트재, 극저온압연 베이나이트재, 냉간압연 베이나이트재, 극저온압연 FP 재의 순서로 감소하였다. 극저온압연한 마르텐사이트의 과포화 고용탄소와 압연에 의해 밴드 내부의 전위밀도가 증가한 효과에 기인한 것으로 판단되며, 냉간압연한 마르텐사이트 강재는 가공발열에 의한 시멘타이트 석출에도 불구하고 밴드 내부의 높은 전위밀도로 인하여 극저온압연한 마르텐사이트 강재보다 낮은 인장강도를 보였다. 극저온압연한 베이나이트 강재의 경우, 마르텐사이트와 유사한 연신된 밴드형태의 전위조직과 높은 전위밀도를 보였으나, 마르텐사이트에 비해 전위밀도가 낮고 시멘타이트 석출에 의해 기지에 존재하는 탄소의 고용강화 효과가 작아 더 낮은 인장강도를 보였다. 한편 연성을 나타내는 총연신율은 3.2~4.6% 수준으로 미세조직에 관계없이 압연에 의한 가공경화 효과로 낮은 수준을 보였다. 특히 마르텐사이트를 극저온압연한 경우와 냉간압연한 경우의 유동응력 차이가 (인장강도 차이 71 MPa), 냉간압연 마르텐사이트재와 극저온압연 베이나이트재의 유동응력 차이보다 (인장강도 차이 483 MPa) 작은 현상은, 초기 미세조직을 마르텐사이트에서 베이나이트 및 FP로 변경한 것이 압연온도를 극저온에서 상온으로 변화하는 것보다 유동응력에 크게 영향을 주었음을 알 수 있다.

3.2. 압연재의 어닐링 거동

어닐링 온도 상승에 따른 압연한 강재의 연화 수준은 어닐링 온도 각각에서의 미세조직 변화를 반영한다. FP 강재에 있어서 소성변형량의 증가는 펄라이트 내의 라멜라 시멘타이트의 구상화 및 펄라이트 결정립의 재결정화를 가속시키는 것으로 알려져 있다. Chattopadhyay와 Sellars

Fig. 2. Optical micrographs of low carbon manganese steels with a prior microstructure of a mixture of ferrite + pearlite, (a) cryo-rolled with 65% reduction, and subsequently annealed at (b) 500 °C, (c) 550 °C, and (d) 600 °C for 10 min., respectively.

[17]에 의하면, FP 강재에 있어서 소성변형량의 증가는 펄라이트 영역의 라멜라 시멘타이트에 수많은 결함을 만들며, 결함 근처에서 많은 과잉의 공공들이 발생한다. 이 공공들은 탄소확산을 촉진시키는 역할을 한다. 한편 소성변형량의 증가는 라멜라 시멘타이트의 결함을 증가시켜 시멘타이트의 곡물이 작은 부위가 증가하게 되며, Gibbs-Thompson 효과에 따른 탄소농도 차이 증가에 의해 시멘타이트 구상화가 촉진된다. 그림 2의 광학현미경 사진들은 극저온 압연한 FP 강재의 어닐링에 따른 페라이트 영역의 미세조직 변화를 보여준다. 강재를 극저온에서 65% 압연한 미세조직을 그림 2-(a)에 나타내었는데, 압연방향으로 연신된 형태의 페라이트와 펄라이트로 구성된다. 소성변형된 FP 강재는 어닐링시 연화과정으로 펄라이트 영역에서 라멜라 시멘타이트의 구상화 및 페라이트 영역에서 회복 또는 재결정이 이루어진다. 펄라이트 영역에서의 시멘타이트 구상화 과정은, 어닐링 중 라멜라 시멘타이트의 점진적 파괴, 구형 시멘타이트 입자 형성 및 조대화 과정으로 구성된다. 한편, 펄라이트 영역에서 시멘타이트 구상화가 진행함과 동시에 페라이트 영역에서는 소성변형에 의한 연신된 밴드형태의 전위조직이 회복과정의 진행으로 아결정립으로 전환되며, 더 높은 어닐링 온도에서는 재결정이 진행된다. 극저온압연한 FP 강재를 500 °C에서 어닐링한 경우, 미세조직 측면에서 그림 2-(b)에서와 같이 극저온압연된 상태와 큰 차이를 보이지 않았다. 한편, 550 °C 어닐링시 페라이트의 일부에서 (그림 2-(c)) 그리고 600 °C 어닐링에서는 대부분의 페라이트 (그림 2-(d))에서 재결정이 진행되었음을 관찰할 수 있었다.

3.2.1. 500 °C 어닐링 거동

극저온압연 또는 냉간압연한 마르텐사이트 강재에서는 어닐링 온도의 증가에 따라 시멘타이트 석출 및 구상화, 기지에서의 전위 재배열에 의한 회복 및 재결정 등 미세조직 변화가 진행된다. 또한 극저온압연한 베이나이트 강재의 경우, 어닐링 온도의 상승에 따라 시멘타이트의 구상화 및 성장과 기지에서의 회복 및 재결정이 진행된다. 그림 3에 500 °C에서 10분 동안 어닐링한 압연재의 미세조직 및 유동응력 곡선을 나타내었다. 극저온압연한 마르텐사이트를 500 °C에서 어닐링한 그림 3-(a)에서는 마르텐사이트 템퍼링 (tempering) 4단계에 해당하는 전형적인 미세조직 형태인 구형 시멘타이트 입자들이 관찰되었으며, 기지에서는 압연에서 형성된 밴드형태의 미세조직들이 어닐링 과정을 통하여 폭이나 길이의 큰 변화없이 저각각립계 (low angle boundary)를 형성하고 내부 전위밀도 감소가 이루어지는 회복과정이 진행되었음을 확인할 수 있었다. 그림 3-(a)에서 등축 결정립 (equi-axed grain)의 존재가 관찰되지 않은 것은 500 °C 어닐링에서 페라이트의 재결정보다는 회복이 주도하고 있음을 보여준다. 이에 따라 인장강도는 1030 MPa로 급격히 저하하였으나, 총연신율이 4.7%로 압연한 강재의 3.2%에 비하여 약간 증가하는 경향을 보였다 (그림 3-(e)). 어닐링에 의한 급격한 강도 저하는 회복 중 전위의 재배열 과정에서 발생하는 전위밀도의 감소효과 및 압연상태에서 기지에 고용되어 존재하던 탄소원자들이 어닐링 중 시멘타이트로 석출하여, 고용강화 효과가 감소되었기 때문이다. 한편, 총연신율 변화가 작은 현상은 500 °C에서 어닐링시 밴드형태 미세조직의 폭의 변화가 작은 것에 기인한다고 판단된다.

그림 3-(b)에서와 같이 냉간압연한 마르텐사이트를 500 °C에서 어닐링한 경우, 밴드형태의 미세조직 계면과 내부에 시멘타이트 입자들이 존재하며, 그림 3-(a)에 비해 더 많은 시멘타이트 입자들이 관찰되므로 마르텐사이트에 고용되었던 탄소원자들의 대부분이 시멘타이트 입자들로 석출되었기 때문으로 판단할 수 있다. 극저온압연재의 경우와 같이 등축 결정립의 존재가 관찰되지 않는 것은 냉간압연 마르텐사이트를 500 °C에서 어닐링하면 재결정 발생없이 기지조직의 회복과정이 진행됨을 의미한다.

한편 극저온압연한 베이나이트 강재를 500 °C에서 어닐링하는 경우 (그림 3-(c)), 압연시 형성되었던 밴드형태 전위조직의 길이가 감소하여 길이/폭의 비율이 감소하고, 내부의 전위밀도 감소를 포함한 미세조직 변화가 진행된다. 이러한 미세조직 변화는 다각화 (polygonization) 및 전위의 소멸 등과 같은 기지의 회복과정이 진행됨을 의미한다.

Fig. 3. TEM micrographs of (a) martensite cryo-rolled, (b) martensite cold rolled, (c) bainite cryo-rolled, bainite cold rolled with 65% reduction, and subsequently annealed at 500 °C for 10 min., respectively. And (e) engineering stress-strain curves of low carbon manganese steels rolled and subsequently annealed at 500 °C.

또한 연성을 향상시키는 효과가 있는 등축 결정립들이 관찰되었다. 이러한 미세조직의 변화에 따라 인장강도는 901 MPa로 저하하였고, 총연신율은 9.4%로 향상되었다.

냉간압연하고 이후 500 °C에서 어닐링한 베이나이트재는 (그림 3-(d)), 미세조직이 구상화된 시멘타이트 입자들과 등축 결정립, 일부 연신된 형태의 아결정립들로 구성되어 극저온압연 후 어닐링한 베이나이트재와 유사하였으나 (그림 3-(c)), 대부분이 미세한 등축 결정립들로 관찰되어 500 °C 어닐링에 의해 회복과정보다는 재결정에 더 가까운 단계에 있음을 알 수 있었으며, 또한 이에 따라 862 MPa의 인장강도와 10.3%의 총연신율을 확보하였다.

3.2.2. 550 °C 어닐링 거동

극저온압연한 마르텐사이트 강재를 550 °C에서 10분간

어닐링한 경우 관찰된 미세조직은 구형 시멘타이트 입자의 성장, 전위밀도의 감소, 200 nm 크기의 등축 결정립의 생성을 포함한다 (그림 4-(a)와 (b)). 그림에서 관찰된 등축 결정립의 존재는 550 °C 어닐링시 페라이트 기지의 재결정이 작동하는 것을 의미한다. 또한 시멘타이트 분포는 계면과 내부에 균일하게 분포된 구형 시멘타이트 입자들과 (그림 4-(a)), 래스 계면에서 잔류 오스테나이트 분해에 의해 생성 및 성장한 타원형 시멘타이트 입자들로 (그림 4-(b)) 구성된다. 이들 시멘타이트 입자들이 재결정화한 페라이트 결정립의 성장을 방해하여 등축 결정립의 크기를 200 nm 수준으로 억제하였다. 이러한 페라이트 등축 결정립의 생성과 조대한 구형 시멘타이트 입자 형성으로 인하여 550 °C 어닐링시 인장강도가 909 MPa 수준으로 저하하였다 (그림 5-(a)). 한편, 등축 결정립의 생성에 따른 강도 저하에도 불구하고, 총연신율이 5.9%로 크게 개선되지 않는 현상은 550 °C에서 생성된 등축 결정립이 소량이며 또한 결정립 크기가 500 °C 어닐링시 관찰되는 밴드형태의 결정립의 폭과 유사한 200 nm 수준을 유지하기 때문에, 550 °C 어닐링시 연성이 급격히 향상되지 않은 것으로 판단된다.

550 °C에서 어닐링한 냉간압연한 마르텐사이트는 연신된 형태의 아결정립들과 200 nm 수준의 등축 결정립들, 계면에 존재하는 구형 시멘타이트 입자들로 구성되어 있다 (그림 4-(c)와 (d)). 550 °C에서 어닐링한 극저온압연 마르텐사이트를 비교하면 등축 결정립이 다소 적게 관찰되며 연신된 형태의 아결정립이 대부분을 구성하나, 아결정립 내부의 전위밀도가 낮게 관찰되므로, 극저온압연 및 냉간압연한 마르텐사이트 강재를 550 °C에서 어닐링시 회복이 완료되어가는 것을 알 수 있었다. Zhao 등 [20]은 래스 마르텐사이트 나노구조에서는 400 °C에서 재결정이 일어나지만, 일반 철강에서 관찰되는 재결정온도는 500~550 °C의 범위에 있다고 보고했다. 그림 4-(c)에서 관찰된 등축 결정립의 존재는 Lan 등 [3]이 50% 압연하고 550 °C에서 1 시간 열처리한 0.15%C 저탄소강에서 관찰한 결과와도 일치하였다.

그림 4-(e)와 (f)는 550 °C에서의 어닐링한 극저온압연한 베이나이트로서 200~400 nm 크기의 등축 결정립과 연신된 형태의 아결정립이 혼합된 형태로 존재하며, 시멘타이트 입자들이 주로 계면에 분포함을 보여준다. 어닐링 온도가 증가함에 따라 아결정립 폭이 약간 증가했으나, 이에 따른 아결정립 장·단축비의 감소는 기계적성질에 크게 영향을 주지 못했다. 그러나 마르텐사이트에 비하여 등축 결정립의 크기가 큰 특징을 보였으며 아결정립 내의 전위밀도가 높지 않아 회복이 활발히 진행되었음을 알 수 있다. 그림 5-

Fig. 4. TEM micrographs of (a) - (b) martensite cryo-rolled, (c) - (d) martensite cold rolled, and (e) - (f) bainite cryo-rolled, (g) FP cryo-rolled with 65% reduction, and subsequently annealed at 550 °C for 10min., respectively, (h) area marked A in (g), (i) area marked B in (g).

(a)에서의 인장강도 838 MPa 및 총연신율 10.7% 수준으로 500 °C의 어닐링에 비해 약간의 인장강도 저하와 동등 수준의 연성을 보였다. 따라서 550 °C에서 어닐링한 미세조직을 500 °C에서 어닐링한 경우와 비교해보면, 내부의 급격한 전위밀도의 감소없이 아결정립의 폭이 약간 증가한 수준의 미세조직 변화로는 인장강도의 큰 변화는 기대하기 힘들다.

그림 4(g)는 극저온가공한 FP 강재를 550 °C에서 어닐링한 미세조직으로서, 펄라이트 영역을 나타낸 그림 4(h)에서 보듯이 시멘타이트가 라멜라 형상으로부터 끊어진 막대모양 또는 구형으로 변화하였으며 라멜라 시멘타이트의 점진적 파괴가 진행하여 시멘타이트의 구상화가 일부 진행되었음을 알 수 있었다. 또한 그림 4(i)는 그림 4(g)에서 B로 표기된 페라이트 영역으로 연신된 형태의 아결정립과 내부의 전위들이 관찰되어 페라이트의 회복과정이 진행 중임을 확인할 수 있었다. 550 °C에서 어닐링한 FP 강재의

인장강도는 732 MPa 수준으로 압연재에 비하여 강도저하가 크지 않았으며, 이는 550 °C 어닐링시 페라이트에서 회복 및 재결정이 진행되었으나 강도에 많은 기여를 하는 펄라이트 영역에서 라멜라 시멘타이트의 구상화가 충분히 진행되지 않아 연화효과가 작았기 때문으로 판단된다. 한편, 연성을 나타내는 총연신율은 압연재의 4.6%로부터 14.5%로 현저한 증가를 보였는데, 페라이트 영역에서의 회복 및 재결정 등 연화현상에 기인한다고 판단된다.

3.2.3. 600 °C 어닐링 거동

극저온압연한 마르텐사이트 강재를 600 °C까지 어닐링 온도를 증가시키면 그림 6(a)에서와 같이 조대한 구형 시멘타이트 입자들과 다양한 크기의 등축 결정립들이 관찰된다. 특히 400 nm 이상 크기의 등축 결정립은 600 °C 어닐링 과정에서 재결정뿐만 아니라 결정립 성장이 이루어진 것을 의미한다. 미세조직이 대부분 등축 결정립으로 구성

Fig. 5. Engineering stress-strain curves of low carbon manganese steels, (a) rolled and subsequently annealed at 550 °C, and (b) 600 °C for 10 min with different initial microstructures.

Fig. 6. TEM micrographs of low carbon manganese steels with (a) martensite cryo-rolled, (b) martensite cold rolled, (c) bainite cryo-rolled, (d) a mixture of ferrite and pearlite cryo-rolled with 65% reduction, and subsequently annealed at 600 °C for 10 min. and (e) area marked C in (d), respectively.

된 효과로 인장강도는 720 MPa 수준을 보였으며, 총연신율은 등축 결정립의 성장으로 16.0%까지 현저하게 증가하였다 (그림 5-(b)).

한편 냉간압연한 마르텐사이트 강재를 600 °C에서 어닐링한 경우 (그림 6-(b)), 극저온압연재와 유사하게 조대한 시멘타이트 입자들과 페라이트 등축 결정립들이 미세조직을 구성하고 있으나, 극저온압연재에 비하여 등축 결정립들의 크기가 200 nm 이하 수준으로 미세하여 인장강도 748 MPa 및 총연신율 15.8% 수준을 보였다.

600 °C에서 어닐링한 극저온 베이나이트는, 조대한 시멘타이트 입자들과 재결정 및 결정립 성장이 이루어진 결과 그림 6-(a)와 (b)의 마르텐사이트 어닐링재보다 조대한 페라이트 결정립들로 구성되어 있으며 (그림 6-(c)), 720 MPa의 인장강도와 20.4%의 총연신율을 보였다. 그림 6-(c)에서 연신된 형태의 아결정립이 관찰되지 않았으며 대부분의 미세조직이 등축 결정립으로 구성되었는데, 이러한 미세조직 변화가 600 °C 어닐링시 발생한 급격한 연성의 향상에 기여한 것으로 판단된다.

Fig. 7. The variations of (a) tensile strength and (b) total elongation of rolled and subsequently annealed steels with different initial microstructures.

극저온압연한 FP 강재의 어닐링 온도가 600 °C에 도달 하면, 그림 2-(d)에서와 같이 페라이트 영역 대부분에서 재결정이 진행되었음을 알 수 있으며, 펄라이트 영역의 변화는 그림 6-(d)에서와 같이 시멘타이트 입자의 구상화가 550 °C 보다는 많이 진행되었으나, 600 °C 어닐링 조건에서 구상화가 완료되지 못했음을 보여준다. 특히 그림에서 C로 표기된 펄라이트와 페라이트 계면에 존재하는 조대한 시멘타이트 입자들의 존재는, 펄라이트 내부에 존재하는 시멘타이트 입자들 보다 계면에 존재하는 입자들의 성장이다 더 빠른 것을 의미한다. 시멘타이트의 구상화 및 성장은 탄소원자의 확산에 의해 이루어지는데, 어닐링 중 시멘타이트로부터 용해된 탄소원자들이 펄라이트 영역에서 멀리 벗어나지 못하므로 펄라이트 영역 내부에 시멘타이트 입자들이 존재하게 된다 [18,19]. 한편 펄라이트/페라이트 계면에 존재하는 시멘타이트 입자들은 어닐링시 계면을 따라 이루어지는 계면확산의 영향으로 펄라이트 내부의 시멘타이트 입자들보다 더 빠르게 성장한다. 그림 6-(e)에 나타난 페라이트 영역에서는 등축 결정립들이 관찰되어 재결정이 상당히 진행된 것을 알 수 있었으며 일부 연신된 형태의 관찰되는 것으로부터 회복이 완료되지 않았음을 알 수 있었다. 이와 같이 펄라이트 영역에서의 시멘타이트 입자의 구상화 진행과 페라이트 영역에서의 연화현상으로, 인장강도 598 MPa 및 총연신을 20.3%의 기계적성질을 얻을 수 있다 (그림 5-(b)).

3.2.4. 어닐링시 압연재 거동 비교

본 연구에 사용된 압연재들의 어닐링 온도에 따른 기계적성질의 변화를 분석해보며, 소성변형된 미세조직의 영향으로 높은 유동응력을 보이는 초기 압연한 상태, 500 °C와

550 °C에서 어닐링한 효과로 회복과정 진행 및 200 nm 이하의 등축 결정립이 형성된 상태, 재결정이 완료되어 연성이 확보된 600 °C에서 어닐링한 상태의 3단계로 유동응력의 수준이 나누어진다. 특히 500 °C와 550 °C에서 어닐링한 경우 시멘타이트의 구상화 및 조대화와 기지조직의 회복 수준의 연화현상이 진행된 것으로 보인다.

극저온압연 및 냉간압연 마르텐사이트 강재의 어닐링 거동을 비교해보면, 압연재 상태에서는 극저온압연재에 비해 냉간압연재는 상온에서 압연시 발열에 의한 영향으로 시멘타이트 석출 및 일부 회복작용에 의해 강도가 낮아져 인장강도 50 MPa 수준의 차이가 났다. 어닐링 온도 상승에 따라 500 °C에서는 회복, 550 °C에서는 회복 및 재결정, 600 °C에서 재결정 및 결정립 성장이 이루어지며, 시멘타이트는 석출 및 성장에 의한 조대화가 이루어진다. 이러한 과정에서 극저온압연재는 압연상태에서의 높은 전위밀도로 인하여 어닐링시 연화과정이 급속히 진행되어 냉간압연재 보다 강도 저하가 급속히 이루어진다 (그림 7-(a)). 따라서 극저온압연 마르텐사이트 강재는 압연상태에 비해 600 °C 어닐링 경우 인장강도가 877 MPa 감소한 반면, 냉간압연 마르텐사이트 강재는 787 MPa의 인장강도가 감소하였다. 특히 600 °C 어닐링시 극저온압연한 마르텐사이트의 강도가 720 MPa로 냉간압연한 마르텐사이트의 강도 748 MPa 보다 낮아지는 인장강도의 역전 현상이 관찰되었다. 그림 7-(a)의 어닐링 온도에 따른 인장강도 변화에서는 압연온도를 극저온으로부터 상온으로 변경한 것보다 초기 미세조직을 마르텐사이트로부터 베이나이트나 FP로 바꾸는 것이 인장강도 변화에 더 큰 영향을 주는 것을 알 수 있다.

한편 극저온압연재의 초기 미세조직 변화에 따른 어닐링 거동을 분석한 결과, 마르텐사이트 강재는 600 °C까지의 모

든 어닐링 온도에서 가장 높은 인장강도 수준과 가장 낮은 총연신율을 보였으며, 반대로 FP 강재는 모든 조건에서 가장 낮은 인장강도와 가장 높은 총연신율을 보였다. 또한 어닐링 온도 상승에 따라 마르텐사이트 강재와 베이나이트 및 FP 강재들 사이의 강도 차이가 감소하는 경향을 보였다. 이는 마르텐사이트 변태시 생성된 많은 전위와 극저온 변형 동안 누적된 높은 전위밀도에 의한 구동력으로 마르텐사이트의 어닐링시 급격한 연화가 발생하였기 때문이다. 어닐링 온도 500 °C와 600 °C 사이의 마르텐사이트 강재의 강도 저하는 350 MPa인 반면, 베이나이트 강재와 FP 강재는 각각 182 MPa와 174 MPa로 마르텐사이트 강재의 연화가 급격히 진행되었다. 이는 베이나이트 및 FP 미세조직이 마르텐사이트보다 열적으로 안정함을 의미한다. 베이나이트 상변태는 마르텐사이트에 비하여 높은 온도에서 발생한다. 따라서, 생성된 시멘타이트 입자는 템퍼링한 마르텐사이트보다 더 조대하고, 열적으로 안정된다. 더구나 베이나이트에서는 유사한 크기의 시멘타이트 입자들이 존재하기 때문에, Gibbs-Thompson 효과의 감소로 시멘타이트 입자 주변의 탄소농도 차이가 크지 않아 어닐링 시 시멘타이트 입자의 조대화 거동 또한 느려진다. 이는 베이나이트에서 높은 열적 안정성을 갖는 시멘타이트 입자들이 전위의 이동을 효과적으로 방해하여, 회복 중 다각화(polygonization) 및 전위의 소멸을 지연시킨다는 것을 의미한다. 결과적으로, 베이나이트 강재는 마르텐사이트 강재보다 어닐링 온도에 따른 인장강도의 변화가 적음을 보여주었다. 그러나, 어닐링 온도가 600 °C로 상승함에 따라, 재결정 페라이트 입자와 조대한 시멘타이트 입자가 두 강재 모두에서 지배적인 미세 조직이 되었다. 따라서, 재결정 후 마르텐사이트 및 베이나이트 강재 모두에서 720 MPa 부근의 유사한 인장강도가 얻어졌다. 한편 FP 강재를 600 °C에서 어닐링한 경우에는 인장강도 598 MPa 수준으로 500 °C나 550 °C 어닐링 보다 강도가 저하했으나, 연화의 속도가 다른 강재에 비해 상대적으로 작았는데, 이는 그림 6-(d)에서 볼 수 있듯이 미세조직 중 강도에 영향을 크게 미치는 펄라이트 영역의 시멘타이트 구상화가 완전히 진행되지 않아, 연화가 충분히 일어나지 않았기 때문으로 보인다.

그림 7-(b)에 나타낸 압연재 및 어닐링 강재에서의 총연신율에 있어서, 극저온압연 마르텐사이트와 냉간압연 마르텐사이트 사이의 차이는 크게 관찰되지 않았으나, 초기 미세조직을 마르텐사이트로부터 베이나이트와 FP로 변경한 경우 어닐링 온도에 따른 연신율의 변화가 명확히 관찰된다. 초기 미세조직 차이에 따른 총연신율의 거동으로는,

500 °C와 550 °C에서 베이나이트 및 FP 강재들의 급격한 상승과 총연신율 6% 수준으로 증가율이 크지 않은 마르텐사이트 강재를 들 수 있다. 마르텐사이트는 어닐링 온도 550 °C까지 낮은 수준을 유지하다 600 °C에 이르러 급격히 상승하는데, 이는 550 °C에서 (그림 4-(a)~(d)) 생성된 등축 결정립이 소량이고 아결정립의 폭이 극저온 압연상태에서 관찰된 (그림 1-(a)와 (b)) 연신된 밴드형태의 전위조직의 폭과 큰 차이가 없었으며, 600 °C에서 재결정 및 결정립 성장이 이루어지기 때문이다. 한편 베이나이트와 FP인 경우, 500~550 °C 어닐링 온도에서 기지조직의 회복, 내부의 전위밀도 감소, 시멘타이트의 구상화 및 성장으로 총연신율의 증가가 이루어지다가, 600 °C에서 재결정 및 결정립 성장에 따라 급격히 연성이 증가하였다.

이상의 결과로부터, 극저온압연재를 어닐링한 베이나이트 강재가 강도 및 총연신율 모두 마르텐사이트 강재와 FP 강재의 중간값을 가지고 있으며, 어닐링 온도 변화에 따른 인장강도의 저하는 작으나 총연신율의 증가는 높아, 600 °C의 열처리 온도에서, 마르텐사이트 강재와 유사한 719 MPa의 인장강도를 보였으며 또한 FP 강재와 대등한 20% 수준의 총연신율을 보였다 (그림 7). 이것은 극저온압연한 베이나이트 강재가 인장강도와 연성의 우수한 조합을 가짐을 의미하며, 어닐링 온도 상승에 따른 인장강도 감소가 작아 우수한 열적 안정성을 보였으며, 총연신율의 현저한 증가를 보였다. 따라서 초기 미세조직으로서 베이나이트는 마르텐사이트 및 FP보다 더 높은 열적 안정성을 가지며 및 강도와 연성의 우수한 조합을 가지는 것을 알 수 있었다.

4. 결 론

0.15%C 저탄소·망간강에서 초기 미세조직(FP, 베이나이트 및 마르텐사이트)의 차이가 극저온 압연과 후속 어닐링 시 시멘타이트 입자의 거동 및 기지조직의 변화와 같은 미세조직 변화와 이에 따른 기계적성질에 미치는 영향을 분석하여, 다음과 같은 결과를 얻었다.

압연한 강재의 인장강도는 극저온압연 마르텐사이트재, 냉간압연 마르텐사이트재, 극저온압연 베이나이트재, 냉간압연한 베이나이트재, 극저온압연 FP재의 순서로 감소하였다.

마르텐사이트 강재는 극저온압연 상태로부터 600 °C 어닐링까지 모든 조건에서 가장 높은 강도를 유지했으나, 마르텐사이트에 고용된 탄소의 높은 함유량과 높은 전위밀도에 의한 구동력으로, 마르텐사이트의 어닐링시 급격한 연

화가 발생하였다.

베이나이트 강재의 미세조직은, 어닐링 온도가 상승함에 따라 연신된 형태의 아결정립 형성, 등축 결정립 생성 및 성장, 시멘타이트 입자 석출 및 조대화가 진행되었다. 이에 따라, 인장강도의 저하와 총연신율의 상승이 이루어졌다.

극저온압연한 FP 강재에서는 어닐링 중, 펄라이트 영역에서의 시멘타이트 구상화가 진행되었으며, 페라이트 영역에서는 어닐링 온도의 상승에 따라 회복 및 재결정이 진행되었다. 이에 따라 인장강도의 완만한 감소와 총연신율의 급격한 상승이 이루어졌다.

총연신율은 500 °C와 550 °C에서 베이나이트 및 FP 강재들은 급격한 상승을 보였으나, 마르텐사이트 강재에서는 총연신율 5.9%로 증가율이 크지 않았다. 이는 550 °C에서 소량의 등축 결정립이 생성되었고, 아결정립의 폭이 극저온 압연상태에서의 밴드형태의 전위조직의 폭과 큰 차이가 나지 않기 때문이다.

극저온압연 및 어닐링한 베이나이트 강재는 마르텐사이트 강재나 FP 강재에 비하여, 인장강도와 연성의 우수한 조합을 나타내었다. 또한 어닐링 온도 상승에 따른 인장강도 감소가 작아 우수한 열적 안정성을 보였으며, 총연신율의 현저한 증가를 보였다. 따라서 초기 미세조직으로서 베이나이트는 마르텐사이트 및 FP보다 더 높은 열적 안정성을 가지며 및 강도와 연성의 우수한 조합을 가지는 것을 알 수 있었다.

REFERENCES

1. S. H. Nedjad, M. N. Ahmadabadi, and T. Furuha, *Mater. Sci. Eng. A* **485**, 544 (2008).
2. R. Z. Valiev, E. V. Kozlov, Y. Ivanov, J. Lian, A. A. Nazarov, and B. Baudelet, *Acta Metall. Mater.* **42**, 2467 (1994).
3. H. F. Lan, W. J. Liu, and X. H. Liu, *ISIJ Int.* **47**, 1652 (2007).
4. M. C. Zhao, T. Hanamura, H. Qiu, K. Nagai, and K. Yang, *Scr. Mater.* **54**, 1385 (2006).
5. C. Prasad, P. Bhuyan, C. Kaithwas, R. Saha, and S. Mandal, *Mater. Design* **139**, 324 (2018).
6. C. Zheng and L. Li, *Mater. Sci. Eng. A* **713**, 35 (2018).
7. Y. Wang, M. Chen, F. Zhou, and E. Ma, *Nature* **419**, 912 (2002).
8. T. Shanmugasundaram, B. S. Murty, and S. V. Subramanya, *Scr. Mater.* **54**, 2013 (2006).
9. Y. B. Lee, D. H. Shin, K. T. Park, and W. J. Nam, *Scr. Mater.* **51**, 355 (2004).
10. N. Tsuji, R. Ueki, Y. Minamino, and Y. Saito, *Scr. Mater.* **46**, 305 (2002).
11. J. Tianfu, G. Yuwei, Q. Guiying, L. Qun, W. Tiansheng, W. Wei, X. Furen, C. Dayoung, S. Xinyu, and Z. Xin, *Mater. Sci. Eng. A* **432**, 216 (2006).
12. M. Tokizane, N. Matsumura, K. Tsuzaki, T. Maki, and I. Tamura, *Metall. Mater. Trans. A* **13A**, 1379 (1982).
13. R. Honeycombe and H. K. D. H. Bhadeshia, *Steels, Microstructure and Properties*, p 131, Arnold. London (1995).
14. S. Torizuka, A. Ohmori, S. V. S. N. Murty, and K. Nagai, *Scr. Mater.* **54**, 563 (2006).
15. S. Y. Lee, S. I. Lee, and B. Hwang, *Korean J. Met. Mater.* **54**, 637 (2016).
16. S. H. Park, T. Lee, S. H. Kim, and C. S. Lee, *Met. Mater. Int.* **23**, 1176 (2017).
17. S. Chattopadhyay and C. M. Sellars, *Acta Metall.* **30**, 157 (1982).
18. K. T. Park, Y. S. Kim, and D. H. Shin, *Metall. Mater. Trans. A* **32A**, 2373 (2001).
19. W. J. Nam, *ISIJ Int.* **39**, 1181 (1999).
20. X. Zhao, T. F. Jing, Y. W. Gao, G. Y. Qiao, J. F. Zhou, and W. Wang, *Mater. Sci. Eng. A* **397**, 117 (2005).