교차롤압연된 Ni-Cr 합금의 기계적 특성 발달

송국현[†] · 김대근* · 손현택* · 이해진 · 김한솔 · 김원용

한국생산기술연구원 융합신공정 연구그룹

*한국생산기술연구원 동력부품 연구그룹

Improved Mechanical Properties of Cross Roll Rolled Ni-Cr Alloy

Kuk Hyun Song[†], Dae Keun Kim*, Hyun Taek Son*, Hae Jin Lee,
Han Sol Kim and Won Yong Kim

Korea Institute of Industrial Technology, 7-47, Songdo-Dong, Yeonsu-gu, Incheon 406-840, Korea

*Korea Institute of Industrial Technology, 1110-9, Oryong-Dong, Buk-gu, Gwangju 500-480, Korea

(2011년 9월 6일 접수 : 2011년 9월 23일 최종수정 : 2011년 9월 24일 채택)

Abstract We carried out this study to evaluate the grain refining in and the mechanical properties of alloys that undergo severe plastic deformation (SPD). Conventional rolling (CR) and cross-roll rolling (CRR) as SPD methods were used with Ni-20Cr alloy as the experimental material. The materials were cold rolled to a thickness reduction of 90% and subsequently annealed at 700°C for 30 min to obtain a fully recrystallized microstructure. For the annealed materials after the cold rolling, electron back-scattered diffraction (EBSD) analysis was carried out to investigate the grain boundary characteristic distributions (GBCDs). The CRR process was more effective when used to develop the grain refinement relative to the CR process; as a result, the grain size was refined from 70 μm in the initial material to 4.2 μm (CR) and 2.4 μm (CRR). These grain refinements have a direct effect on improving the mechanical properties; in this case, the microhardness, yield and tensile strength showed significant increases compared to the initial material. In particular, the CRR-processed material showed more effective values relative to the CR-processed materials. The different texture distributions in the CR (001//ND) and CRR (111//ND) were likely the cause of the increase in the mechanical properties. These findings suggest that CRR can result in materials with a smaller grain size, improved texture development and improved mechanical properties after recrystallization by a subsequent annealing process.

Key words Ni-Cr alloy, cross roll rolling, grain refinement, mechanical properties.

1. 서 론

교차롤압연은 RD-TD면에 대해 롤을 수 도($^{\circ}$) 기울어진 상태로 재료를 변형하는 신개념의 프로세스로서, 상용압연에 비해 유효변형량을 극대화할 수 있는 장점이 있다.¹⁾ 특히, 교차롤압연을 통해 수반되는 ϵ_{23} 전단변형은 전체 유효변형량 증가에 핵심적인 역할을 하는 것으로 보고된 바 있다.²⁾ 일반적으로, 변형을 통해 재료에 수반된 유효변형량은 재결정 과정 이후에 발현되는 결정립 크기에 직접적인 영향을 미친다. 따라서, 더 큰 유효변형량의 수반은 결정립 미세화에 효과적임을 미루어 짐작할 수 있다. 이 연구에 사용된 니켈기 합금은 구리와 알루미늄이 갖는 적층결함에너지(stacking fault energy, SFE)의 중간위치에 있는

재료이며, 이 합금에 크롬의 첨가량을 증가시키면 적층결함에너지가 현저하게 감소하는 것으로 보고된 바 있다.^{3,4)} 이론적으로 알려진 바에 의하면, 낮은 적층결함에너지를 갖는 재료가 높은 적층결함에너지를 갖는 재료에 비해, 전위밀도 축적에 기인한 재결정 핵생성이 더욱 유리하기 때문에, 강소성 가공법을 통한 결정립 미세화에 더욱 큰 효과를 나타낸다.^{3,4)} 따라서, 낮은 적층결함에너지를 갖는 재료에 대해 교차롤압연의 적용은 상용압연보다 더욱 미세한 결정립을 얻을 수 있으며, 이를 통해 기계적 물성 또한 강화될 수 있는 가능성이 있다.

최근, 결정립 미세화를 동반한 기계적 물성의 향상을 목적으로 등통로각압축(equal channel angular pressing, ECAP), 고압비틀림(high pressure torsion, HPT)과 이주속압연(differential speed rolling, DSR)등의 강소성 가공 프로세스를 도입한 연구들이 종종 보고되고 있다.⁵⁻⁷⁾ 하지만, 내열소재인 Ni-Cr 합금을 이용한 강소성 가공 프로

[†]Corresponding author

E-Mail : skhyun7@kitech.re.kr (K. H. Song)

세스 연구는 부족한 실정이며, 특히, 교차롤압연에 대한 연구는 아직까지 보고된 바 없다. 따라서, 이 연구는 Ni-20Cr에 대해 강소성 가공 프로세스로서 교차롤압연을 적용하여, 이 때 나타나는 미세조직과 기계적 물성의 전개양상을 평가하고자 수행되었다. 뿐만 아니라, 유효변형량의 관점에 있어서 상용압연 프로세스와 비교평가함으로써, 교차롤압연에서의 미세조직과 기계적 물성의 발달양상을 더욱 구체적으로 평가하였다.

2. 실험 방법

이 연구에서 사용된 재료는 내열소재로 주로 사용되고 있는 Ni-20Cr 합금으로서 30 mm × 50 mm × 8 mm 크기의 판재였다. 강소성가공 프로세스로서 상용압연과 교차롤압연이 도입되었고, Ni-20Cr 판재에 대하여 두께감소를 90%까지 단계적으로 냉간압연을 수행하였다. 특히, 교차롤압연의 경우, 롤이 rolling direction (RD)와 transverse direction (TD)면에 대하여 5° tilt를 유지한 채 냉간압연을 수행하였고, 더욱 큰 전단변형을 유도하기 위하여, 냉간압연 시 압연유는 사용하지 않았다. 냉간압연 후 완전히 재결정된 미세조직을 얻기 위하여, 열처리하는 700°C에서 30 분간 수행되었다. 열처리 후 재료의 미세조직과 입계특성 분포(grain boundary character distribution, GBCD)를 분석하기 위하여, 시편표면에 대해 기계적 연마를 수행하여 경면을 얻었고, 연마과정에서 발생한 시편표면의 응력을 완화하기 위해, 진동연마기를 이용한 연마가 추가적으로 수행되었다. 이후 결정립형상, 결정립크기와 입계특성분포 등을 분석하기 위해, 시편 표면에 대해 전자후방산란회절(electron back scattered diffraction, EBSD) 분석이 수행되었다. EBSD 분석은 FEG-SEM에 부착된 TSL-OIM™을 이용하여 시편의 TN면에 대해 분석이 수행되었다. 냉간압연된 재료들의 미세조직을 관찰하기 위하여 투과전자현미경(transmission electron microscopy, TEM)을 사용하였다. TEM 분석을 위하여 압연방향과 평행하게 절단한 후 시편을 지름 3 mm, 두께 80 μm를 갖는 disc로 제작하였으며, 이후 CH₃OH:HClO₄=80:20의 부피 비율을 갖는 혼합용액을 이용하여 -40°C에서 15V 전압 하에 전해연마가 수행되었다. TEM 분석은 Philips CM-200을 사용하여 가속전압 200kV와 카메라상수 380 mm의 조건하에 수행되었다.

냉간압연과 압연 후 열처리된 소재의 기계적 물성을 평가하기 위하여, 비커스 경도와 인장시험이 도입되었다. 경도 측정을 위하여, 시편은 5 mm × 5 mm의 크기로 절단되었고, 기계적 연마를 통하여 시편표면의 경면을 얻은 후 경도를 측정하였다. 이에 사용된 장비는 비커스 미소경도기 FM 7465였으며, 측정은 다이아몬드 압입자를 1000 g

Fig. 1. Configuration of transverse tensile specimen used in this study.

의 하중으로 15초간 압입하는 방식으로 수행되었다. 또한, 측정값의 통계적인 신뢰성을 향상시키기 위하여, 각 시편당 12회씩 측정하여 최대값과 최소값을 제외한 나머지 10개의 평균값을 대표 경도값으로 채택하였다. 인장시험의 경우, Fig. 1에 도시된 바와 같이, 폭 3 mm와 gage length 20 mm를 갖는 판상으로 제작되었고, 시편표면의 미세한 크랙 발생을 방지하기 위하여 사포 #2000을 이용하여 인장시편의 표면에 대해 기계적인 연마를 수행하였다. 인장시험은 판상의 샘플에 대하여 INSTRON 4481형 기계식 만능재료 시험기를 이용하여 상온에서 인장속도 1 mm/min의 조건으로 수행되었다. 각 시편의 인장값은 3회 측정치의 평균값을 취하였다.

3. 결 과

EBSD 분석을 통해 얻어진 초기재료의 입계 map, 입도분포와 입계어긋남각분포를 Fig. 2에 나타내었다. 초기재료는, Fig. 2(a)와 (b)에 나타난 바와 같이, 2 μm에서 130 μm 정도의 크기를 갖는 등축정들로 구성되어 있었고, 평균입도는 70 μm로 확인되었으며, 고경각입계들 중 입계에너지가 현저히 낮아 특수입계(special boundary)로 분류되는 CSL 입계가 다수 분포되어 있었다. 이들 CSL 입계의 대부분은 어닐링 쌍정립계(Σ3)와 두 쌍정립계들 간의 기하학적인 관계에 의해 형성되는 입계들(Σ9과 Σ27)이었다. 또한, 전체입계 중 고경각입계의 분율이, Fig. 2(c)에 나타난 바와 같이, 90%를 상회 하였다. 특히, 고경각입계 중 60도 분포가 가장 높게 분포하였는데, 이는 fcc 금속들 중 적층결합에너지가 낮은 재료에서 주로 형성되는 어닐링 쌍정으로 확인되었다.

상용압연과 교차롤압연 프로세스로 강소성 가공된 Ni-20Cr 합금의 변형미세조직을 Fig. 3에 나타내었다. 90% 상용압연된 재료는, Fig. 3(a)에 나타난 바와 같이, 50 nm에서 200 nm의 폭을 갖는 결정립들이 압연방향을 따라 길게 연신되어 있었다. 이외는 대조적으로, 90% 교차롤압연된 재료는, Fig. 3(b)에 나타난 바와 같이, 상용압연된 재료보다 비교적 등축의 결정립들로 구성되어 있었다. 뿐

Fig. 2. (a) Grain boundary map, (b) grain size and (c) misorientation angle distributions of initial material. Black, gray and red lines in the grain boundary map indicate high angle, low angle and CSL boundaries ($\leq \Sigma 29$), respectively.

Fig. 3. TEM images of (a) conventionally rolled material and (b) cross-roll rolled material.

만 아니라, 교차롤압연된 재료의 제한시야회절패턴(selected area diffraction pattern, SADP)이 더욱 링에 가까운 패턴을 보임으로써, 더욱 많은 결정립들이 분포하고 있음을 알 수 있다. 하지만, 두 프로세스 모두 높은 전위밀도가 분포됨으로써, 극한가공을 통해 심한 변형이 수반되었음을 짐작할 수 있다.

냉간압연 후 재결정된 Ni-20Cr 합금들의 입계 map과 입계어긋남각 분포를 Fig. 4에 나타내었다. 냉간압연의 적용은 열처리를 통한 결정립 미세화에 효과적이었다. 그 결

과, 상용압연 후 열처리된 소재는, Fig. 4(a)에 나타난 바와 같이, 0.2 μm 에서 12.2 μm 의 크기를 갖는 결정립들로 구성되어 있었고, 평균입도가 4.2 μm 로 나타남으로써, 초기재료에 비해 현저히 결정립이 미세화 되었다. 특히, 교차롤압연된 소재는 결정립 미세화에 더욱 효과적 이었고, 그 결과, Fig. 4(b)에 나타난 바와 같이, 0.2 μm 에서 9 μm 정도의 결정립들이 분포되었고, 평균입도는 2.4 μm 로 확인되었다. 입계어긋남각 분포의 경우, 두 소재 모두, Fig. 4(c)와 (d)에 나타난 바와 같이, 전체입계 중 고경각입계

Fig. 4. Grain boundary maps and misorientation angle distributions of recrystallized material after cold rolling. Grain boundary maps, (a) conventionally rolled and annealed material and (b) cross-roll rolled and annealed material. Misorientation angle distributions, (a) conventionally rolled and annealed material and (b) cross-roll rolled and annealed material. Black, gray and red lines in the grain boundary maps indicate high angle, low angle and CSL boundaries ($\leq \Sigma 29$), respectively.

의 분율이 95%를 상회하였고, 초기재료와 마찬가지로 어닐링 쌍정(60도)의 분포가 가장 높게 나타났다.

냉간압연과 열처리 과정에서 관찰된 비커스 경도분포의 변화를 Fig. 5에 나타내었다. 냉간압연의 적용은 경도값의 증가를 초래하였고, 그 결과, 초기재료에서 116 Hv였던 경도값이 상용압연재와 교차롤압연재에서 각각 348 Hv와 427 Hv로 증가되었다. 열처리된 재료의 경우, 각각

200 Hv(상용압연) and 266 Hv(교차롤압연)로 나타남으로써, 초기재료보다 높은 경도분포를 나타내었다. 특히, 교차롤압연재에서 더욱 큰 경도값의 향상을 나타냄으로써, 경도향상에 있어서 상용압연 보다 더욱 효과적임을 알 수 있었다.

초기재료, 냉간압연된 재료와 열처리된 재료의 인장특

Fig. 5. Changes in Vickers microhardness distributions during deformation and annealing.

Fig. 6. Tensile properties of cold rolled and annealed materials.

성을 평가하였고 그 결과를 Fig. 6에 나타내었다. 초기재료는 항복강도와 인장강도가 42 MPa와 418 MPa로서, 50%의 연신율을 갖는 소재였다. 이에 대하여 냉간압연을 적용한 결과, 항복강도와 인장강도가 각각 848 MPa와 1,054 MPa (상용압연재), 963 MPa와 1,067 MPa(교차롤압연재)로 현저히 증가되었다. 그러나, 강도향상에 반해 연신율은 감소되었고, 그 결과, 6.8%(상용압연)와 5.6%(교차롤압연)로 두드러진 감소를 나타내었다. 냉간압연 후 열처리된 소재의 경우, 항복강도와 인장강도가 각각 189 MPa와 494 MPa(상용압연), 340 MPa와 566 MPa(교차롤압연)으로 나타났으며, 연신율은 각각 34%와 32%로 나타났다. 또한, 교차롤압연된 소재가 가공과 열처리 과정에서 모두 상용압연재 보다 큰 강도값의 향상을 초래하였는데, 특히, 열처리된 소재의 항복강도가 상용압연재 보다 80% 가량 증가됨으로써, 가장 큰 폭으로 향상되었다.

파단면에 대한 SEM 이미지를 Fig. 7에 나타내었다. 모

든 조건에서 연성파괴 양상을 나타내었으나, 교차롤압연 후 열처리된 소재가 더욱 큰 dimple 크기를 갖는 것으로 나타났다. 그 결과, 상용압연재의 경우, Fig. 7(a)에 나타난 바와 같이, 파단면의 dimple 크기가 0.5 μm 에서 4 μm 의 크기를 갖고 있었으나, 교차롤압연재는, Fig. 7(b)에 나타난 바와 같이, 1 μm 에서 6 μm 의 상용압연재 보다 비교적 큰 dimple 크기를 갖고 있었다.

초기재료와 냉간압연 후 열처리된 소재의 집합조직 분포를 Fig. 8에 나타내었다. 초기재료는, Fig. 8(a)에 나타난 바와 같이, 결정립들이 <001>/ND에 밀집한 것으로 확인되었다. 상용압연 후 열처리된 소재 또한, Fig. 8(b)에 나타난 바와 같이, 초기재료와 유사한 양상의 <001>/ND에 밀집한 분포도를 나타내었다. 하지만, 교차롤압연재의 경우, Fig. 8(c)에 나타난 바와 같이, 결정립들이 <111>/ND에 높은 분포도를 보임으로써, 상용압연 후 열처리된 재료와 다른 양상을 나타내었다.

Fig. 7. SEM images of fractured specimen surface. (a) conventionally rolled and annealed and (b) cross-roll rolled and annealed materials.

Fig. 8. ND inverse pole figures of the initial material, and cold rolled and annealed materials. (a) initial material, (b) CR and (c) CRR materials.

4. 고 찰

이 연구에 사용된 재료는 낮은 적층결합에너지에너지를 갖는 Ni-20Cr 합금이었다. 일반적으로, 니켈은 중간 정도의 적층결합에너지에너지를 갖는다. 하지만, 니켈에 크롬이 첨가될 경우 그 량의 증가에 따라 적층결합에너지가 현저히 감소되는 것으로 보고된 바 있다.⁸⁾ 이와 같은 적층결합에너지의 감소는 가공과 열처리 과정을 통해 재료의 최종 결정립 크기에 직접적인 영향을 미치게 된다. 일반적으로 알려진 바에 의하면, 낮은 적층결합에너지에너지를 갖는 재료는 전위의 재배열이 어렵기 때문에 연속재결정 보다 불연속 재결정이 우세한 것으로 보고된 바 있다.^{9,10)} 따라서, 강소성 가공을 통해 높은 축적에너지에너지를 갖기가 쉬우며, 그 결과, 열처리 과정에서 재결정 핵생성 사이트가 높은 적층결합에너지에너지를 갖는 재료보다 더 많아지게 됨으로써, 결정립 미세화에 더욱 효과적이다.

상용압연과 교차롤압연과 같은 강소성 가공 프로세스의 적용은 결정립 미세화를 촉진하였다. 그 결과, 초기재료(Fig. 2)에서 70 μm 였던 평균입도가, 상용압연과 교차롤압연 후, Fig. 4에 나타난 바와 같이, 각각 4.2 μm 와 2.4 μm 로 감소되었다. 특히, 교차롤압연된 재료가 상용압연된 재료에 비해 더욱 미세화 되었는데, 이는 변형과정에서 동반된 유효변형량의 차이로 설명될 수 있다. 즉, 교차롤압연은 상용압연과 달리 ϵ_{23} 의 전단변형이 크게 작용하기 때문에, 결과적으로 상용압연보다 더욱 큰 유효변형량을 갖게 되며, 이로 인해 열처리 과정에서 더욱 많은 재결정 핵생성 사이트가 형성됨으로써, 결정립 미세화에 더 큰 효과를 나타내게 된다.^{11,12)}

강소성 가공을 통한 결정립 미세화는 기계적 물성의 발달에 효과적이었다. 비커스 경도의 경우, 초기 116 Hv였으나, 강소성 가공 후 열처리 과정을 통해, Fig. 5에 나타난 바와 같이, 상용압연과 교차롤압연재에서 각각 200 Hv와 266 Hv로 증가되었다. 특히, 교차롤압연재에서 더 큰 증가율을 나타내었는데, 이는 전술한 바와 같이, 결정립 미세화의 관점으로 해석될 수 있다. 항복강도와 인장강도 또한 강소성 가공을 통해 두드러지게 향상되었는데, 이 역시 상용압연보다 교차롤압연재에서 더욱 큰 증가양상을 나타내었다. 그 결과, 초기 42 MPa(항복강도)와 418 MPa(인장강도)였던 강도값이, Fig. 6에 나타난 바와 같이, 340 MPa(항복강도)와 566 MPa(인장강도)까지 현저히 증가되었다. 이 또한, 앞서 기술한 바와 같이, 결정립 미세화의 관점으로 설명될 수 있다.

상용압연 후 열처리된 재료에서 관찰된 항복강도와 평균결정립 크기를 이용하여 Hall-Petch 관계식을 나타내었다. 이 때 평균결정립 크기는 EBSD 분석을 통하여 얻어진 통계적인 값으로서, 500 $\mu\text{m} \times 500 \mu\text{m}$ 영역에 대해 3

회 측정하여 획득한 값을 이용하였다. 그 결과, Hall-Petch 관계는 $\sigma = -5.6 + 399d^{-1/2}$ 를 만족하였다. 그러나, 교차롤압연된 재료의 경우, 상용압연이 갖는 Hall-Petch 관계보다 37% 가량 높은 강도값을 갖는 것으로 확인되었다. 따라서, 이와 같은 강도값의 향상은 집합조직과 연관이 있는 것으로 미루어 짐작할 수 있다. 즉, 상용압연(001//ND)과 교차롤압연(111//ND)에서 다르게 분포된 집합조직이 결과적인 강도값의 향상에 영향을 준 것이라 여겨진다. 한편, 이 연구에서 교차롤압연 후 열처리된 재료가 상용압연 후 열처리된 재료보다, 더욱 미세한 결정립을 갖고 있음에도 불구하고, 연신율의 큰 차이 없이 항복강도가 크게 증가하였다. 뿐만 아니라, 상용압연된 재료의 파단면에서 관찰된 dimple 크기가, Fig. 8에 나타난 바와 같이, 상용압연된 재료에 비해 더 큰 것으로 관찰되었다. 따라서, 이러한 결과를 통하여, 교차롤압연된 재료의 미세 결정립과 집합조직의 발달은 강도의 향상뿐만 아니라, tensile ductility의 증가에도 효과적임을 알 수 있다.

5. 결 론

Ni-20Cr 합금에 대해 교차롤압연의 적용은 결정립 미세화에 효과적이었다. 그 결과, 초기재료에서 70 μm 였던 결정립이 상용압연과 교차롤압연된 재료에서 각각 4.2 μm 와 2.4 μm 까지 감소됨으로써, 교차롤압연재가 더욱 큰 결정립 미세화 효과를 나타내었다. 이와 같은 결정립 미세화는 재료의 기계적 물성에 직접적인 영향을 주었다. 특히, 교차롤압연 후 재결정된 재료의 경우, 항복강도가 초기재료에 비해 800% 가량 증가되었고, 상용압연 후 재결정된 재료보다 180% 가량 증가된 양상을 나타내었다. 이와 같은 기계적 물성의 향상은 현저히 높은 유효변형량의 증가에서 비롯된 결정립 미세화 효과뿐만 아니라, <111>//ND방향으로 발달된 집합조직의 형성에 기인한다. 따라서, 상용압연보다 큰 유효변형량을 수반하는 교차롤압연의 적용은 결정립 미세화와 집합조직의 발달을 동반한 기계적 물성의 향상에 효과적이라 할 수 있다.

참 고 문 헌

1. Y. Chino, K. Sassa, A. Kamiya and M. Mabuchi, Mater. Sci. Eng., **441**, 349 (2006).
2. Y. Chino, K. Sassa, A. Kamiya and M. Mabuchi, Mater. Sci. Eng., **473**, 195 (2007).
3. K. Neishi, Z. Horita and T. G. Langdon, Mater. Sci. Eng., **325**, 54 (2002).
4. S. Komura, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon, J. Mater. Res., **14**, 4044 (1999).
5. K. S. Raju, M. G. Krishna, K. A. Padmanabhan, K.

- Muraleedharan, N. P. Gurao and G. Wilde, *Mater. Sci. Eng.*, **491**, 1 (2008).
6. A. P. Zhilyaev, S. Lee, G. V. Nurislamova, R. Z. Valiev and T. G. Langdon, *Scripta Mater.*, **44**, 2753 (2001).
 7. S. H. Lee, J. Y. Lim, D. Y. Yoon, K. J. Euh and S. Z. Han, *Kor. J. Mater. Res.*, **21**(1), 15 (2011) (in Korean).
 8. R. Meyer and L. J. Lewis, *Phys. Rev. B*, **66**, 052106 (2002).
 9. R. E. Reed-Hill and R. Abbaschian, *Physical Metallurgy Principles*, 3rd ed., p.247, PWS, Boston, USA (2002).
 10. F. J. Humphreys and M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, p. 178, Elsevier, Oxford, UK (1996).
 11. P. van Houtte, in *Proceedings of International Conferences of Textures of Materials* (Noordwijkerhout, Netherlands, September 1984), ed. C. M. Brakman, P. Jongenburger and E. J. Mittemeijer (Netherlands Society for Materials Science, Zwijndrecht, Netherlands, 1984), p.7-23.
 12. J. J. Nah, H. G. Kang, M. Y. Huh and O. Engler, *Scripta Mater.*, **58**, 500 (2008).