균질화, 열간단조, 어닐링 조건이 개량된 STD61 열간 금형강의 미세조직과 경도에 미치는 영향

박규진* · 강민우* · 정재길* · 이영국*[†] · 김병훈**

*연세대학교 공과대학 신소재공학과, **두산중공업(주) 주단BG

The Effects of Homogenization, Hot-Forging, and Annealing Condition on Microstructure and Hardness of a Modified STD61 Hot-Work Tool Steel

Gyujin Park*, Min-Woo Kang*, Jae-Gil Jung*, Young-Kook Lee*[†], Byung-Hoon Kim**

*Department of Materials Science and Engineering, Yonsei University, Seoul 120-749, Korea

**Casting & Forging BG, Doosan Heavy Industries & Construction, Changwon 642-792, Korea

Abstract The effects of homogenization, hot-forging, and annealing condition on microstructure and hardness of a modified STD61 hot-work tool steel were investigated. The ingot specimen had a dendritic structure consisting of bainite and martensite. Spherical VC particles of approximately 50 nm and cuboidal (V,Ti)C particles of about 100 nm were observed in the ingot specimen. After homogenization, the dendritic structure was blurred, and the difference in hardness between martensite and bainite became narrow, resulting in the more homogeneous microstructure. Needle-shaped non-equilibrium (Fe,Cr)₃C particles were additionally observed in the homogenized specimen. The hot-forged specimen had bainite single phase with spherical VC, cuboidal (V,Ti)C, and needle-shaped (Fe,Cr)₃C particles. After annealing at 860°C, the microstructures of specimens were ferrite single phase with various carbides such as VC, (Fe,Cr)₇C₃, and (Fe,Cr)₂₃C₆ because of relatively slow cooling rates. The size of carbides in annealed specimens decreased with increasing cooling rate, resulting in the increase of hardness.

(Received January 16, 2013; Revised February 8, 2013; Accepted March 4, 2013)

Keywords: Tool steel, Homogenization, Hot-forging, Annealing, Precipitation, Phase transformation

1. 서 론

열간 금형강은 핫 프레스(hot press), 열간단조(hot forging), 다이캐스팅(die casting) 공정의 금형 재료로 주로 사용되는데, 고온, 고압의 가혹한 작업 환경 때문에 높은 고온 강도와 인성, 그리고 변형 저항성이 요구된다. 대표적인 열간 금형강은 STD61 강으로 균질화, 열간단조, 어닐링, 오스테나이트화, 쿨링, 1·2차 템퍼링의 복잡한 열처리 공정을 통해 제조된다. 이 중 열간 금형강의 최종 미세조직과 기계적 성질에 결정적인 역할을 한다고 알려져 있는 오스테나이트화, 쿨링, 1·2차 템퍼링 공정에 대해서는 많은 연구 결과들이 보고되었다[1-3].

오스테나이트화 온도가 높아짐에 따라 잔류 오스테나

이트의 양과 마르텐사이트 결정립 크기는 증가하고, 탄화물의 분율은 감소하는데, 이러한 미세조직의 변화는 최종 열간 금형강의 경도와 충격인성에 중요한 영향을 미친다고 보고되었다[1,4,5]. 쿨링 후 잔류하여 취성과파괴를 유발하는 오스테나이트를 분해시키고, 미세 석출물을 형성하기 위해 템퍼링 공정이 실시되는데, 이 과정에서 MC, M₂C, M₆C, M₇C₃, M₂₃C₆, M₃C 등 다양한 종류의 탄화물이 석출한다. 특히, 고온에서도 미세하게 존재하는 MC, M₇C₃, M₆C 탄화물들은 금형강의 고온강도와 인성을 크게 향상시킨다고 알려져 있다[6-10].

금형강에 첨가된 합금원소들은 오스테나이트화과 1·2차 템퍼링 시 탄화물의 종류, 크기, 조성 등의 석출 거동을 변화시켜 금형강의 최종 기계적 성질에 큰

[†]Corresponding author. E-mail : yklee@yonsei.ac.kr
Copyright © The Korean Society for Heat Treatment

영향을 준다고 알려져 있다[6,9,10]. Mo은 M_2C 와 M_6C 와 같은 미세한 Mo-rich 탄화물들을 형성하고 [6], Si은 탄소의 확산을 억제하여 M_7C_3 탄화물을 미세하게 한다고 보고되었다[10]. 미량 첨가된 Nb는 고온에서 먼저 MC 탄화물을 형성함으로써 충격인성을 저하시키는 $M_{23}C_6$ 의 조대화를 억제한다고 보고되었다[9]. 상기의 연구 결과들을 토대로 최근에는 Mo량을 늘리고 Si량을 줄임으로써 M_2C , M_6C , M_7C_3 의 미세한 탄화물들의 양을 증가시키고, Nb를 첨가하여 $M_{23}C_6$ 탄화물의 조대화를 억제함으로써, 고온강도와 인성을 동시에 향상시키는 방향으로 합금설계가 이루어지고 있다[6-10].

최근, 오스테나이트, 1·2차 템퍼링 공정 이외에도 균질화와 어닐링과 같은 초기 열처리 공정 또한 금형강의 최종 물성에 영향을 미친다는 연구 결과가 보고되고 있다[4,5,11]. Dang[11]은 1200°C에서 8시간 균질화 처리를 하면 Cr, Mo, V의 편석이 해소되어 어닐링과 오스테나이트화 이 후 충격인성이 약 10% 향상되고, 경도가 소폭 증가함으로써 금형강의 최종 기계적 성질이 향상된다고 보고하였다. Souki[4]와 Dobrzański[5]은 어닐링 공정 중에 생성된 MC, M_7C_3 , $M_{23}C_6$ 탄화물들이 오스테나이트화와 1·2차 템퍼링 공정에서 조대해짐으로써 금형강의 충격인성을 저하시킨다고 보고하였다.

이와 같이, 균질화와 어닐링 공정이 금형강의 최종 물성에 미치는 영향에 대해 일부 보고되었으나, 이들 초기 열처리 공정에 따른 기지조직, 석출물의 종류와 크기 등의 미세조직과 경도의 변화에 대해서는 자세히 보고된 바 없다. 따라서, 본 연구에서는 개량된 STD61 열간 금형강의 균질화, 열간단조, 어닐링 공정에 따른 기지조직과 석출물 등의 미세조직 변화와 그에 따른 경도 변화를 면밀히 조사하였다.

2. 실험 방법

본 연구에 사용된 개량된 STD61 열간 금형강은 Ar 분위기의 전기로에서 100 kg의 잉곳트 형태로 제

작되었고, 그 화학적 조성을 표 1에 나타내었다. 잉곳트 시편을 $120 \times 60 \times 30 \text{ mm}^3$ 크기로 자른 후 그림 1에 나타낸 바와 같이 1150~1250°C 구간에서 균질화 처리하였다. 약 1000°C에서 85% 이상의 압하율로 열간단조를 한 후 박스로를 이용하여 860°C에서 어닐링을 실시하였다. 어닐링한 시편들은 5, 15, 30°C/h의 서로 다른 냉각속도로 300°C까지 냉각된 후 상온까지 공랭되었다. 미세조직 관찰과 경도 측정용 시편은 잉곳트와 균질화, 열간단조, 어닐링한 시편에서 약 $10 \times 5 \times 2 \text{ mm}^3$ 의 크기로 채취되었다.

미세조직 관찰용 시편을 기계연마하고, 4% 피크릭 용액에서 20초간 에칭한 후 광학현미경(OM, Olympus, BX41M)과 주사전자현미경(SEM, JEOL, JSM-7001F)을 이용하여 시편의 기지조직과 탄화물을 관찰하였다. 탄화물의 구조와 조성을 확인하기 위해 탄소 박막 추출법(carbon extraction replica)[12]을 이용하여 제작한 시편을 투사전자현미경(TEM, JEOL, JEM 4010)과 에너지 분산분광법(EDXS, Oxford, INCA Energy)를 이용하여 관찰하였다. 기지 조직의 경도는 비커스 경도기(Mitutoyo, 810-129K)를 이용하여 5회 이상 측정하여 평균값을 사용하였다.

3. 결과 및 고찰

균질화, 열간단조, 어닐링 공정에 따른 개량된

Fig. 1. Schematic diagram showing homogenization, hot-forging, and annealing conditions for a modified STD61 hot-work tool steel.

Table 1. Chemical composition of a modified STD61 hot-work tool steel used in the present study (wt.%).

C	Mn	Ni	Cr	Mo	Nb	Si + V	Fe
0.40	0.40	0.10	5.00	1.20	0.02	< 2.00	bal.

Fig. 2. (a) Equilibrium phase diagram and (b) variation in mole fraction of precipitates as a function of temperature in the modified STD61 steel calculated by Thermo-Calc with TCFE7 database.

Fig. 3. (a) OM and (b) SEM images of the modified STD61 ingot specimen and (c) enlarged SEM image of the bainite region of the ingot. B and M indicate bainite and martensite.

STD61 금형강의 미세조직 변화를 예측하기 위해 상용 프로그램인 Thermo-Calc[13]를 이용하여 상태도와 상분을 계산을 먼저 수행하였는데, 그 결과를 그림 2에 나타내었다. MC 구조의 NbC 탄화물이 1130°C 이하의 오스테나이트 상에서 먼저 석출하는 것으로 예측되었다(그림 2). 그 양은 무시 가능할 정도로 극 미량이었다. M₇C₃와 M₂C 탄화물은 각각 935°C와 886°C에서 석출함을 알 수 있었다. 페라이트가 837°C(A_{e3})에서 생성됨에 따라 M₇C₃ 탄화물의 분율은 2.3%에서 5.2%까지 급격히 증가하였으나, M₂C 탄화물은 사라지고, MC 탄화물은 0.7%에서 0.5%로 소폭 감소하였다. 페라이트 변태 종료(A_{e1}) 후 M₇C₃ 탄화물이 급격히 감소하고, M₂₃C₆와 MC 탄화물의 분율은 증가하는 것으로 보아 M₇C₃ 탄화물이 저온에서 보다 안정한 M₂₃C₆와 MC 탄화물로 바뀔 수 있었다.

그림 3(a)는 잉곳트 시편의 광학조직 사진을 보여준다. 광학조직에서 어두운 부분과 약 10 μm 두께의 밝은 띠로 구분되는 수지상정 구조가 선명하게 관찰되었다. 어두운 부분과 밝은 띠 부분이 각각 무엇인지를 확인하기 위해 SEM 관찰과 경도 실험을 실시하였다. 광학 조직에서 어두운 부분의 경도 값(514 Hv)은 기존에 보고된 베이나이트의 경도 값(372~648 Hv)[14,15]과 비슷하고, 결정내 많은 탄화물(그림 3(b)와 (c))들이 관찰되는 것으로 보아 베이나이트 상으로 생각된다. 반면, 밝은 띠 부분에서는 탄화물이 관찰되지 않았고, 그 경도 값이 721 Hv로 매우 높은 것으로 보아 마르텐사이트 상으로 판단되었다. 응고과정 중 합금원소가 농축된 오스테나이트 영역에서 마르텐사이트 변태가 일어난 것으로 생각된다. 그림 4도 그림 3(c)의 베이나이트 내에 존재하는 미세한 탄화물들에 대한 TEM 사진들과 성분검

Fig. 4. (a) TEM image and selected area diffraction patterns (SADP) of (b) spherical VC and (c) cuboidal (V,Ti)C particles in the ingot specimen. EDXS spectra of (d) VC and (e) (V,Ti)C particles, respectively.

사 결과를 보여주고 있다. 구형의 입자들은 VC 탄화물이고, 사각형의 입자들은 (V,Ti)C 탄화물임을 알 수 있었다. 상기의 두 탄화물들은 응고 후 냉각과정 중에 1070°C 이하 온도에서 오스테나이트로부터 생성된 것으로 생각된다(그림 2).

그림 5는 균질화와 열간단조한 시편의 미세조직을 보여준다. 균질화 처리된 시편은 잉곳트 시편과 마찬가지로 마르텐사이트와 베이나이트로 구성되어 있으

나, 밝은 띠 형태의 마르텐사이트 상의 두께가 10 μm 에서 30 μm 로 두꺼워짐을 관찰할 수 있었다(그림 5(a)와 (b)). 그림 5(c)에서 고배율의 SEM 조직 관찰 결과 베이나이트 부분에서 100 nm 정도의 탄화물을 관찰 할 수 있었다. 이들 탄화물은 균질화 처리 후 냉각 중 생성되었다고 생각된다(그림 2). 열간단조 후 수지상정 조직은 전혀 관찰되지 않았으며(그림 5(d)), SEM 관찰결과 베이나이트 단상으로 확

Fig. 5. OM and SEM images of (a to c) homogenized and (d to f) hot-forged specimens. (a) and (d) are OM images and (b), (c), (e), and (f) are SEM images.

Fig. 6. TEM images of (a) homogenized and (b) hot-forged specimens, and (c) SADP and (d) EDSX spectrum of the $(\text{Fe,Cr})_3\text{C}$ particle in (a).

인되었다(그림 5(e)). 그리고 열간단조 시편의 기지 전반에서 100 nm 정도의 사각형, 구형 그리고 바늘 형태의 탄화물이 균일하게 분포하고 있음을 관찰 할 수 있었다. 그리고 열간단조 시편에서 관찰된 탄화물은 단조 공정 중 또는 단조 후 냉각 중에 생성된 것으로 판단되었다(그림 2).

그림 6에서 TEM을 이용하여 균질화와 열간단조 시편의 탄화물을 분석하였다. 균질화 시편을 분석한 결과 사각형과 바늘 형태의 탄화물이 관찰되었으며(그림 6(a)), 사각형의 탄화물은 잉곳트 시편에서 관찰된 탄화물과 동일하게 $(\text{V,Ti})\text{C}$ 탄화물이었다. 바늘 형태의 탄화물은 회절 패턴과 화학 성분을 분석한

결과 $(Fe,Cr)_3C$ 시멘타이트임을 알 수 있었다. 이러한 시멘타이트는 본 실험에서 사용한 강종과 유사한 강종에서도 비평형상인 M_3C 가, 어닐링, 퀀칭, 더블 템퍼링 중에 관찰된다고 보고하였다[9,10]. 그림 6(b)에서 열간단조 시편을 분석한 결과 사각형의 $(V,Ti)C$,

Fig. 7. Vickers hardness of each phase in ingot, homogenized, and hot-forged specimens.

구형의 VC와 바늘 형태의 $(Fe,Cr)_3C$ 탄화물을 관찰할 수 있었다. 그리고 SEM에서 관찰된(그림 5(f)) 미세 탄화물들도 TEM 상에서도 관찰되었으며, 이 미세한 탄화물들은 VC 탄화물로 예상되며, 어닐링 동안 탄화물의 핵 생성처 역할을 할 것으로 예상된다[10].

그림 7은 열처리 조건에 따른 기지 조직별 경도 값을 나타내었다. 균질화 열처리를 통해 마르텐사이트와 베이나이트의 경도 값 차이가 감소하였으며, 또한 각 상내에서 경도 값 편차도 줄어들어 잉곳트 시편보다 균질화된 조직이 되었음을 알 수 있었다. 이러한 이유는 균질화 처리를 통해 합금 원소의 편석이 해소되어 잉곳트 보다 균질한 조직이 되었기 때문이다. 열간단조 시편의 경도 값은 558 Hv이었으며, 시편 내 편차가 45 Hv로 가장 작았다. 이는 열간단조로 인해 주조조직이 파괴되고 재결정이 반복됨으로써 비교적 균질한 베이나이트 조직이 생성되었기 때문이다[16].

그림 8에서 어닐링 온도를 860°C로 일정하게 유

Fig. 8. SEM images of specimens annealed at 860°C followed by cooling to 300°C at different rates of (a) 5°C/h, (b) 15°C/h, and (c) 30°C/h. (d) Change in Vickers hardness value with cooling rate in annealed specimens.

Table 2. Microstructures of ingot, homogenized, hot-forged, and annealed specimens of modified STD61 hot-work tool steel.

Specimen Phase	Ingot	Homogenized	Hot-forged	Annealed
Matrix	B + M	B + M	B	F
Precipitate	Spherical VC Cuboidal (V,Ti)C	Spherical VC Cuboidal (V,Ti)C Needle (Fe,Cr) ₃ C	Spherical VC Cuboidal (V,Ti)C Needle (Fe,Cr) ₃ C	Spherical VC Cuboidal (Fe,Cr) ₇ C ₃ Irregular (Fe,Cr) ₂₃ C ₆

B, M, and F indicate bainite, martensite, and ferrite, respectively.

지하고 냉각속도를 5, 15, 30°C/h로 변경 하였을 때 미세조직 변화를 관찰하였다. 관찰결과 석출물은 V-rich, Cr-rich 탄화물로 동일하였다. 그러나 상은 평형상 중 하나인 Nb-rich인 MC 탄화물은 관찰되지 않았는데, 이는 첨가된 Nb 원소의 양이 극 미량이기 때문인 것으로 생각된다. 한편, 열간단조 시편에서 관찰된 (Fe,Cr)₃C 탄화물도 관찰되지 않았는데, 이는 860°C에서 어닐링 후 30°C/h 이하의 느린 냉각속도로 인해 비평형상인 (Fe,Cr)₃C 탄화물이 사라진 것으로 생각된다. 또한, 열간단조 시편에서 관찰된 사각형 모양의 (V,Ti)C 탄화물도 거의 관찰되지 않았으며, VC 탄화물만 관찰되었다. Delagnes[10]는 Cr-rich 탄화물의 경우 M₇C₃와 M₂₃C₆ 두 가지가 있다고 보고하였는데, M₇C₃와 M₂₃C₆ 탄화물들은 각각 HCP와 FCC 결정 구조를 가지며, 입자의 형태는 각각 사각형과 구형이라고 보고하였다. 이러한 기존 문헌 결과들을 참조한 결과, 본 연구에서 사용된 개량된 STD61 강종에서는 모두 어닐링 온도가 860°C로 일정할 때, 냉각속도에 상관없이 M₇C₃와 M₂₃C₆가 존재함을 알 수 있었다. 단지, 탄화물의 크기는 냉각속도에 따라 차이가 관찰되었는데, 5°C/h의 느린 냉각속도에서는 1 µm 이상의 조대한 탄화물이, 30°C/h의 비교적 빠른 냉각속도에서는 400 nm 이하의 작은 탄화물이 많았다. 이는 느린 냉각속도에서 Cr 원소의 확산이 용이하여 M₂₃C₆와 같은 조대한 탄화물의 분율이 증가한 것으로 판단된다. 그림 8(d)에서 냉각속도에 따른 기지의 경도 값을 측정한 결과 5°C/h로 냉각된 시편은 193.3 Hv, 15°C/h로 냉각된 시편은 203.8 Hv, 30°C/h로 냉각된 시편은 201.4 Hv를 나타내었다. 냉각속도가 5°C/h일 때 탄화물의 조대화로 인해 경도 값이 가장 낮게 측정되었으나, 15°C/h와 30°C/h의 냉각속도에서는 비슷함

을 알 수 있었다.

이상 개량된 STD61 강의 잉곳트 상태, 균질화 처리상태, 열간단조 상태 및 어닐링 상태에 따른 기지조직과 석출물의 종류와 형상 등을 정리하면 표 2와 같다.

4. 결 론

1. 잉곳트 시편의 미세조직은 베이나이트와 약 10 µm 두께의 마르텐사이트 띠로 구성된 수직상정이었고, 약 50 nm 크기의 둥근 모양의 VC 탄화물과 약 100 nm 크기의 사각형 모양의 (V,Ti)C 탄화물이 주로 관찰되었다.
2. 균질화 열처리한 시편에서는 마르텐사이트 띠의 두께가 두꺼워지고, 마르텐사이트와 베이나이트의 경도 값의 차이가 줄어들어 보다 균질한 조직이 되었고, 잉곳트 시편에서 관찰되는 VC와 (V,Ti)C 외에 바늘 모양의 비평형 (Fe,Cr)₃C 탄화물이 추가적으로 관찰되었다.
3. 열간단조한 시편에서는 마르텐사이트가 관찰되지 않았고, 비교적 균일한 경도 값을 가지는 베이나이트 단상이 관찰되었는데, 이는 열간단조로 인해 화학적 조성과 미세조직이 균질화 되었기 때문이다.
4. 860°C에서 어닐링 한 시편의 미세조직은 30°C/h 이하의 느린 냉각속도로 인해 페라이트 단상이었고, VC, (Cr,Fe)₇C₃, (Cr,Fe)₂₃C₆이 관찰되었다. 어닐링 후 냉각속도가 느려짐에 따라 탄화물의 크기는 증가하였고, 경도 값은 다소 감소하였다.

감사의 글

본 연구는 지식경제부 산업소재 산업융합원천기술

개발사업의 연구비 지원으로 수행되었으며, 이에 감사의 뜻을 밝힙니다.

References

1. V. Leskovšek, B. Šuštaršič, and G. Jutriša : J. Mater. Process. Technol. **178** (2006) 328.
2. M. L. Fares, M. Athmani, Y. Khelfaoui, and A. Khettache : IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng., Madrid, Spain (2012).
3. S. Mayer, H. Leitner, C. Scheu, I. Silier, and H. Clemens : Steel Research Int., **80** (2009) 89.
4. I. Souki, D. Delagnes, and P. Lours : ICM., **11**, Como, Italy (2011).
5. L. A. Dobrzański, J. Mazurkiewicz, and E. Hajduczek : J. Mater. Process. Technol., **157** (2004) 472.
6. V. Kuzucu, M. Aksoy, and M. H. Korkut : J. Mater. Process. Technol., **82** (1998) 165.
7. A. Medvedeva, J. Bergström, S. Gunnarsson, and J. Andersson : Mater. Sci. Eng. A, **523** (2009) 39.
8. M. L. Fares, M. Athmani, Y. Khelfaoui, and A. Khettache : IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng., Madrid, Spain (2012).
9. P. Michaud, D. Delagnes, P. Lamesle, M. H. Mathon, and C. Levaillant : Acta Mater., **55** (2007) 4877.
10. D. Delagnes, P. Lamesle, M. H. Mathon, N. Mebarki, and C. Levaillant : Mater. Sci. Eng. A, **394** (2005) 435.
11. D. S. Ma, J. Zhou, Z. Z. Chen, Z. K. Zhang, Q. A. Chen, and D. H. Li : J. Iron Steel Inst. **16** (2009) 56.
12. J. G. Jung, M. Jung, S. M. Lee, E. Shin, H. C. Shin, and Y. -K. Lee : J. Alloys Comp., **553** (2013) 299.
13. L. R. Woodyatt and G. Krauss : Metal. Mater. Trans. A, **7** (1976) 983.
14. F. G. Caballero, H. K. D. H. Bhadeshia, K. J. A. Mawella, D. G. Jones, and P. Brown : Mater. Sci. Technol., **18** (2002) 279.
15. J. Kalousek, D. M. Fegredo, and E. E. Laufer : in K. C. Ludema, ASME, Vancouver, Canada (1985) 212.
16. G. Krauss, Steels : Heat Treatment and Processing Principles 5th ed, ASM Int., Ohio (1990).