

304 오스테나이트계 스테인레스강의 고온변형 거동

조상현 김성일 노광섭* 유연철
인하대학교 금속공학과 *포항제철 기술연구소

High Temperature Deformation Behavior of 304 Stainless Steel

Sang Hyun Cho, Sung Il Kim, Kwang Seob Noh* and Yeon Chul Yoo
Department of Metallurgical Engineering, Inha University, Incheon 402-751
** Technical Research Lab., Pohang Iron & Steel Co., Ltd., Pohang, 790-785*

Abstract

The torsion tests in the range of 900~1100°C and $5.0 \times 10^{-2} \sim 5.0 \times 10^0$ /sec were performed to study the high temperature deformation behavior kinetics of 304 stainless steels. The flow curves and microstructures exhibited the characteristic of dynamic recrystallization(DRX). The relationship between the critical strain(ϵ_c) for the initiation of dynamic recrystallization and the peak strain(ϵ_p) could be expressed as $\epsilon_c \approx 0.73 \epsilon_p$. The dependence of the flow stress on temperature(T) and strain rate ($\dot{\epsilon}$) was expressed by hyperbolic sine law, $\dot{\epsilon} = 2.75 \times 10^{14} (\sinh 0.076 \sigma)^{5.26} \exp(-379.55 \text{kJ/mol})$. Under the Zener-Hollomon parameter, Z value of 10^{13} order, it was found that the grain size was $20 \mu\text{m}$. The relationship between the grain size, d_{DRX} and Z parameter was expressed as $d_{\text{DRX}} = 139.48 - 7.33 \log Z$.

1. 서 론

스테인레스강의 열간압연은 고온에서 빠른 변형속도($\dot{\epsilon}$)로 이루어지기 때문에 냉간압연과는 달리 재료의 조직변화가 심하게 발생하고 또한 고온 산화물도 형성되므로 열간변형의 파라메타인 온도 변형속도($\dot{\epsilon}$) 응력(σ) 등의 적정조합이 경쟁력 있는 품질을 유지하는데 선결과제라고 볼 수 있다. 즉 고온변형공정에서는 이 재료의 동적회복(dynamic recovery, DRV) 및 동적재결정(dynamic recrystallization, DRX)에 의한 동적연화(dynamic softening)와 패스간의 짧은 유지시간에 발생하는 정적회복(static recovery) 및 정적재결정(static recrystallization)을 포함하는 정적연화(static softening)를 조절하여 압

연시 불량 발생하지 않도록 할 수 있을 뿐 아니라 결정립도 또한 제어할 수 있으므로 재료의 특성은 이 고온소성공정에서 대부분 결정되어 진다고 보아도 좋을 것이다.⁽¹⁻⁴⁾

이 열간변형에서 동적재결정(DRX)을 일으킬 수 있는 변형률을 얼마로 해야할지를 결정하는 것은 재료의 결정립을 미세화시킬 수 있는 조건을 알 수 있는 것이다⁽⁵⁻⁸⁾. 소위 동적재결정을 일으키는 임계변형량(critical strain for DRX)은 변형속도·변형온도·변형률 조건에 따라서 달라지므로 이들 조건에 따른 임계변형량을 구하는 것은 재료의 기계적 특성 향상 차원에서 대단히 중요하다. 따라서 본 연구에서는 304 오스테나이트계 스테인레스강의 고온변형시 변형온도·변형속도·유동응력과 관계를 정량화하고 결정립도-Z값, 변형속도-유동응력-결정립도와 관계 수식화하여 종합적으로 이 재료의 고온변형거동을 평가하고자 한다..

2. 실험방법

시료는 304 오스테나이트계 스테인레스강이었으며 그 화학조성은 표 1 과 같았고 실험은 10mmφ x 20mm l 인 고체형 비틀림시험편을 사용하였다.

연속변형실험은 실제 생산조건으로 환산이 가능한 범위에 들도록 변형속도 $5.0 \times 10^{-2} \sim 5.0 \times 10^0 / \text{sec}$, 변형온도 900~1100℃의 적절한 조합조건에서 하였다. 결정립도의 영향을 배제하기 위하여 열처리를 통하여 초기 결정립도를 약 100μm 로 일치시켰고 고온변형은 목적온도까지 1℃/sec의 승온속도로 가열하여 목적온도에서 10분간 유지한 후 하였으며, 실험에서 얻은 토오크-전단변형률은 유효응력-유효변형률로 전환하여 유동곡선을 구하였다.

조직변화는 연속변형후 급냉 또는 공냉하여 사포로 #1500 까지 연마하고 3μm, 1μm 다이아몬드 페이스트로 미세연마하여 10ml HNO₃, 15ml HCl, 10ml Acetic Acid로 부식하여 광학현미경, STEM으로 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

고온유동곡선

그림 1 은 304 스테인레스강에 대하여 변형온도를 1000℃로 고정한 후 유동곡선에 미치는 변형속도의 영향을 조사한 응력-변형률 곡선이다. 유동응력은 변형속도가 $5.0 \times 10^{-2} / \text{sec}$ 에서 $5.0 \times 10^0 / \text{sec}$ 로 증가함에 따라서 커졌으며 최대응력에 도달하는 변형량 또한 커지는 것을 알 수 있었다. 또한 변형온도의 경우 변형온도가 낮아짐에 따라서 유동응력 수준이 높아지는 것을 확인할 수 있었다. 이러한 곡선의 형태는 모두 변형초기에는 유동응력이 증가하여 최대응력에 이르고 계속 변형하면 유동응력은 감소하고 일정 변형량 이후에 더 이상의 응력저하없이 정상상태응력(steady state stress)을 나타내고 있었다. 이러한 유동곡선은 동적재결정(dynamic recrystallization)이 발생하는 재료에서 얻어지는 고온 유동응력곡선의 형태와 일치하는 것으로서 일반적으로 Cu, Ni 등에서 많이 관찰되었다^(5,9). 또한 응력-변형률곡선의 최대응력에 이르는 변형률은 온도가 높아지면 작아지고

변형속도가 빨라짐에 따라 커지고 있는데, 이는 고온변형시 연화가 변형으로 인한 축적에너지와 열적활성화에 의해 조절되기 때문이다. 같은 온도에서 변형속도가 빠르면 축적변형에너지는 증가하나 계속되는 변형으로 연화가 억제되어 높은 유동응력을 나타내게 되는 것이다. 따라서 스테인레스 강의 고온연화는 동적재결정에 의해 일어남을 알 수 있었는데 이러한 결과는 후에 조직을 비교함으로써도 확인할 수 있었다.

동적재결정을 위한 임계변형량

그림 2는 스테인레스강에서 동적재결정을 발생하는 시점을 정량화하기 위해서 가공경화지수(strain hardening rate, θ)와 유동응력과 관계를 나타낸 것이다. 그림에서 알 수 있듯이 θ - σ 곡선에서는 다음과 같이 3 가지의 변곡점이 존재하는데, 각각의 변곡점에서 동적재결정이 발생하는 과정을 설명할 수 있게 된다. 변형초기 가공경화로 인해서 θ 값은 대단히 크지만 변형이 계속 진행됨에 따라서 거의 직선적으로 감소하다가 아결정립이 생기기 시작하는 부분(subgrain-formation)에서 첫 번째 변곡점이 나타나게 된다. 이후에는 기울기가 약간 완만하게 감소하게 되고 아결정립의 발생이 종료하는 시점(subgrain-completion)에서 두 번째 변곡점이 발생하게 된다. 기울기의 변화가 더욱 완만해지면서 마지막으로 동적재결정이 발생하는 시점(initiation for dynamic recrystallization)에서 다시 한 번 변곡점이 나타나고 이 점을 동적재결정을 위한 임계변형량(critical strain for DRX)으로 결정하게 되는 것이다.

이렇게 동적재결정을 위한 임계변형량을 평가할 수 이유는 고온가공시에 다음과 같은 조직미세변화가 발생하기 때문이다. 초기 가공경화단계에서 전위들은 규칙적으로 전위잉킴을 형성하거나 아결정립계에 축적된다⁽¹⁰⁾. 이때, 냉간 및 온간가공과는 달리 안정된 아결정립이 형성되며 온도 변형속도 응력이 일정한 정상상태의 영역에 도달하게 되면 이들 아결정립의 크기나 결정립계 벽의 밀도(wall density)는 큰 변화가 없고 응력의 변화가 거의 없다. 또한 동적재결정은 정상상태의 응력에 도달하기 전에 어떤 임계 전위밀도의 하부조직을 갖는데 유동곡선상에서 피크응력전에 관찰할 수 있으며 최대응력 부근에서 새로운 동적재결정립이 형성된다. 따라서 동적재결정 유동곡선은 응력이 점차로 증가하다가 최대응력을 보인 후 동적재결정에 의한 연화로 가공경화도와 연화도가 균형을 이루는 새로운 정상상태응력을 보이는데 크기가 거의 일정한 결정립을 가진다. 따라서 동적재결정된 결정립은 하부조직의 특성을 갖고 있으므로 정적재결정된 재료보다 상온기계적 특성이 우수하다^(10, 11).

이러한 방법으로 구한 동적재결정에 필요한 임계변형률은 피크변형률과 더불어 $\epsilon_c \approx 0.73 \epsilon_p$ 의 관계이었는데 이는 기존에 발표된 미량원소첨가강⁽¹²⁾, Cu-Zn합금⁽¹³⁾, Al합금⁽¹⁴⁾ 등에서 나타났던 $\epsilon_c \approx 0.6 \sim 0.8 \epsilon_p$ 범위에 포함되는 것이었다.

구성식 정량화

응력-변형률 곡선의 결과로 고온강도가 변형속도와 온도에 의존하는 것을 관찰 할 수 있었는데 그 관계를 정량화하기 위해 각 변형조건에서의 온도, 변형속도에 따른 최대강도 값(σ_p)을 조사하여 각 데이터를 멱수법칙·지수법칙·하이퍼볼릭싸인법칙에 적용시켜 그

립 3~5에 각각 도시하였다. 그림 3은 멱수법칙을 적용시킨 것으로 고온 구간에서 n 값이 5.67, 7.16 로 거의 일정한 값을 보이거나 변형온도가 900℃로 낮아짐에 따라 10.17 로 증가하였다. 그림 4는 지수법칙을 적용한 결과로 그림 3과는 반대로 저온 구간에서 β 값이 0.049, 0.048 로 비슷하였으나 온도가 높아 짐에 따라 커지는 것을 알 수 있다. 또한 하이퍼볼릭싸인식을 적용한 그림 5를 보면 다소 편차는 있으나 전 온도구간에서 n' 값이 4.76 ~ 5.84 로 얻어졌고 이로써 304 강종은 다음과 같은 하이퍼볼릭싸인식으로 정량화할 수 있었다.

$$\dot{\epsilon} = 2.75 \times 10^{14} (\sinh 0.076 \sigma)^{5.26} \exp(-379.55 \text{kJ/mol})$$

한편 열간변형의 고온강도를 결정하는데 필요한 활성화에너지 값을 구하여 보면 379.55kJ/mol 로서 다른 철강재료와 비교해보면 순 Ni의 경우 약 170kJ/mol, 저탄소강의 경우 294kJ/mol, 인바합금의 경우 336kJ/mol^{15, 16)} 스테인레스강의 활성화에너지는 인바합금보다 어느정도 높은 수준이라 하겠다. 또한 이렇게 정량화한 결과로 각각의 변형조건에서 유동응력을 계산하여 보면 실측값과 오차범위가 3% 내에 있을 정도로 거의 일치하고 있었으며 이러한 결과를 통해서 각각의 공정변수에서 정확한 유동응력 수준을 예측할 수 있었다.

Z 값과 조직과의 관계

그림 6은 고온가공 공정변수에 따른 결정립도의 변화를 나타낸 것이다. 변형온도 영향을 조사하기 위해서 변형속도를 0.5/sec로 고정하고 변형온도를 1100, 1000, 900℃로 각각 달리한 경우 결정립도의 변화를 조사한 결과이다. 고온에서 재료를 변형하면 상온에서와 마찬가지로 조직이 변화하게 되는데 특히 고온변형시에는 가공경화와 연화가 동시에 발생하므로 독특한 조직변화를 나타내게 되고 그림에서 확인할 수 있듯이 결정립도는 변형속도가 빨라질수록, 변형온도가 낮아질수록 작아졌다.

그림 7은 변형온도와 변형속도가 결정립 크기에 미치는 영향을 종합적으로 규명하기 위해 Z 파라미터와 유동응력의 관계를 조직과 함께 304 강종에 대해서 나타낸 것이다. 그림에서 알 수 있듯이 결정립은 Z 값이 커짐에 따라 미세해지고 Z 값이 작은 경우는 반대의 경향을 나타내게 된다. Z 파라미터($Z = A(\sinh a \sigma)^n = \exp(Q/RT)$, $\sigma = f(\dot{\epsilon} \exp(Q/RT)) = f(Z)$)는 고온강도와 변형조건 (T , $\dot{\epsilon}$)의 관계 뿐만 아니라 조직과의 연관성까지 정량적으로 설명할 수 있는 값이다. 즉 이 Z 파라미터는 변형속도에 온도항을 첨가함으로써 유동응력을 해석하는데 편리하게 되며 변형속도와 온도의 조합이므로 조직학적 변화를 설명하는데 매우 유용하다. 그림에서 볼 수 있듯이 Z 값이 10^{13} 에서 10^{18} 정도로 증가함에 따라 조직은 30 μm 에서 10 μm 정도까지 미세해지는 것을 확인할 수 있었고 고온강도 또한 증가하는 것을 알 수 있었다. 또한 Z 값이 10^{17} 정도에서 조직은 급격히 미세해지는데 이때 15 μm 의 결정립도를 나타내고 있다.

동적재결정립도와 Z 값과의 관계를 정량화하기 위해서 그림 8과 같이 Z 값과 각각의 조건에서 결정립도를 조사하여 도시하였다. 이때 결정립도는 변형온도 및 변형속도와 연

관하여 변화였고 다음과 같은 식으로 나타낼 수 있었다.

$$d_{DRX} = 139.48 - 7.33 \log Z$$

이와같이 결정립도와 공정변수와의 관계가 정량화 되면 이 식으로부터 결정립도를 예측할 수 있었고 그 결과를 그림 9에 도시하였다. 그림에서 알 수 있듯이 변형온도가 감소하고 변형속도가 증가할수록 결정립도는 작아져서 900°C, 5/sec 조건에서는 결정립도가 거의 10 μ m 까지 미세화되는 것을 예측할 수 있었다.

이상의 결과로부터 유동응력(σ), 조직, 변형온도(T) 및 변형속도($\dot{\epsilon}$)는 서로 밀접한 관계가 있다는 것을 유추할 수 있었고 따라서 이러한 변수를 적절히 조절할 수 있다면 고온변형시에 불량이나 나지 않으면서 기계적 특성을 우수하게 만들 수 있을 것이라 판단된다.

4. 결론

304 스테인레스강을 900°C~1100°C의 변형온도(T)와 5.0x10⁻²/sec~5.0x10⁰/sec의 변형속도($\dot{\epsilon}$) 조건으로 고온비틀림 시험기에서 연속변형시험을 하여 고온유동곡선, 유동응력, 재결정립도에 대한 연구를 한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 변형온도·변형속도 및 유동응력 등의 고온변형 공정변수들은 다음과 같은 하이퍼볼릭 사인식으로 정량화할 수 있었고, 유동응력의 실험치와 계산값은 \pm 3%이내의 오차범위안에 들었다.

$$\dot{\epsilon} = 2.75 \times 10^{14} (\sinh 0.076 \sigma)^{5.26} \exp(-379.55 \text{kJ/mol})$$

2. 동적재결정립도와 Z 값과의 관계는 다음과 같은 식으로 나타낼 수 있었는데 이러한 식으로부터 변형온도와 변형속도만 결정되면 그때의 결정립도를 예측할 수 있었다.

$$d_{DRX} = 139.48 - 7.33 \log Z$$

3. 동적재결정을 일으키는 임계변형량(ϵ_c)은 최대변형량(ϵ_p)의 73% 해당하였으며, 변형온도 및 변형속도의 전 실험범위에서 변화가 거의 없었다.

$$\epsilon_c \approx 0.73 \epsilon_p$$

4. 오스테나이트계 스테인레스강의 고온연화기구에는 유동곡선 형태 및 미세조직의 관찰로부터 동적재결정임을 확인할 수 있었다.

참고문헌

1. K. N. Ramakrishnam, H. B. McShane, T. Sheppard and E. K.Loannidis : Mater. Sci. and Tech., 8 (1992) 709
2. C.M.Sellars : Mater. Sci. Tech, 6 (1990) 1072
3. Y.C. Yoo, J.S. Jeon and J.H. Lee : Proc. ICSMA10, H.Oikawa and K.Maruyama (Eds.), Sendai, Japan, (1994) 831
4. C. C. Anya and T. N. Baker : Mat. Sci. Tech., 6 (1990) 554
5. L. N. Pussegoda, S. Yue, and J. J. Jonas : Mat. Sci. Tech., 7 (1991) 129.
6. E. Valdes and C. M. Sellars : Mater. Sci. and Technol. 7 (1991) 622
7. L. N. Pussegoda, S. Yue, and J. J. Jonas : Mat. Sci. Tech., 7 (1991) 129
8. C. M. Sellars : Mat. Sci. Tech., 6 (1990) 1072
9. W. Roberts : Deformation, Processing, and Structure (G. Kraussed.), ASM, (1984) 109
10. E. Valdes, and C. M. Sellars : Mat. Sci. Tech., 7 (1991) 622
11. L. N. Pussegoda, S. Yue, and J. J. Jonas : Met. Trans. A, 21A (1990) 153
12. 장병록, 유연철 : 대한금속학회지, 4, 1994, 418
13. 권용환, 조상현, 유연철 : 한국소성가공학회지, vol. 4 (1995), 169
14. Y. C. Yoo, J. S. Jeon and B. C. Ko : Materials Science Forum Vol. 217-222 (1996) 1157
15. 김태영, 오병문, 유연철 : 대한금속학회지, 29 (1990) 1072
16. 조상현, 장병록, 김희중, 유연철 : 대한금속학회, 32 (1994) 306

Table 1. The Chemical Composition of 304 stainless steel used, wt%.

C	Si	Mn	P	Cr	Ni	Cu
0.045	0.45	1.03	0.25	18.21	8.16	0.16

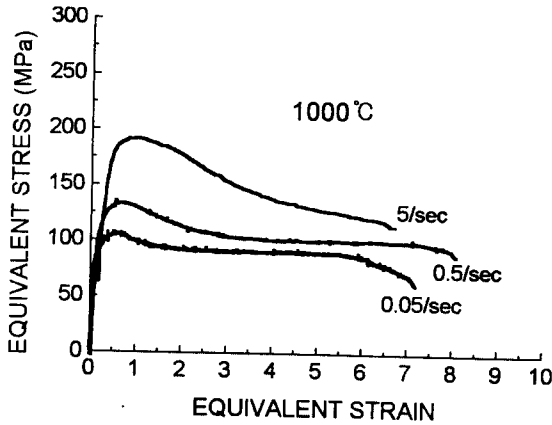


Fig. 1. Representative flow curves of 304 stainless steel from hot torsion tests showing the effects of change in strain rate with 1000°C temperature.
 (a) $5.0 \times 10^0/\text{sec}$ (b) $5.0 \times 10^{-1}/\text{sec}$ (c) $5.0 \times 10^{-2}/\text{sec}$

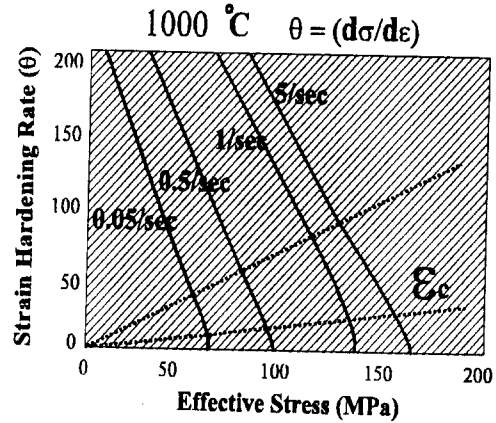


Fig. 2. $\theta - \sigma$ curves to determine the critical strain (ϵ_c) for 304 stainless steel.

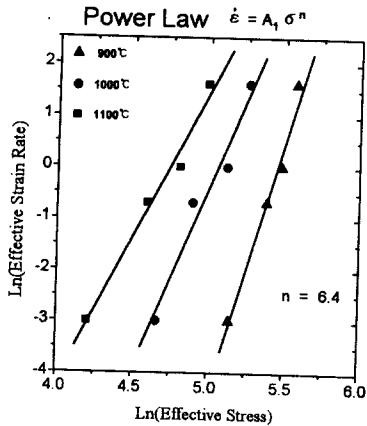


Fig.3. Power law analysis of flow stress on strain rate at various temperature.

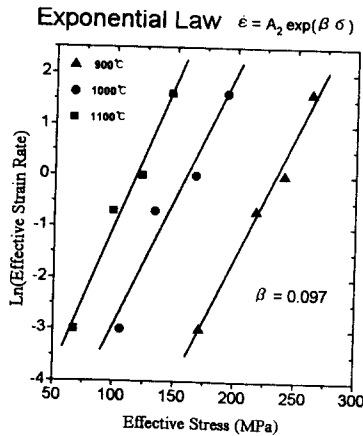


Fig.4. Exponential law analysis of flow stress on strain rate at various temperature.

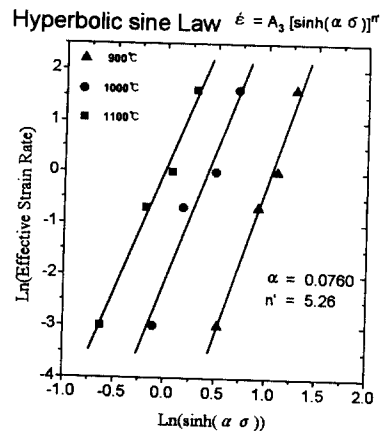


Fig.5. Hyperbolic sine law analysis of flow stress on strain rate at various temperature.

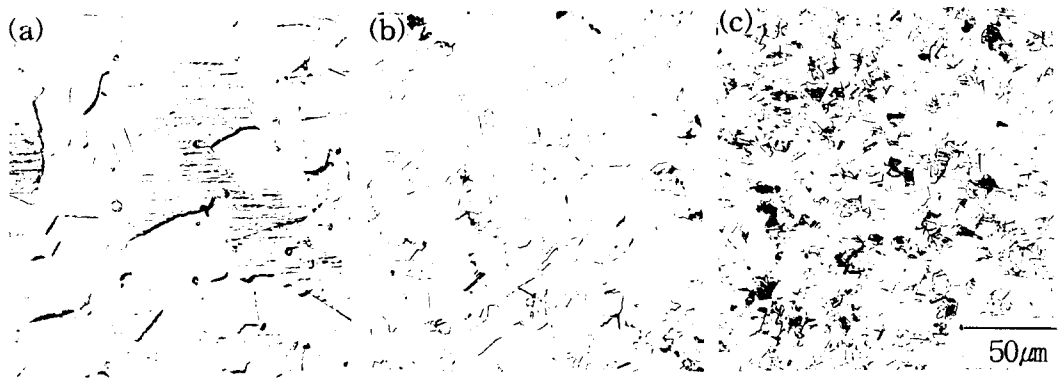


Fig. 6. Optical microstructures of 304 stainless steel at $5.0 \times 10^{-1}/\text{sec}$, (a) 1100 (b) 1000 and (c) 900°C.

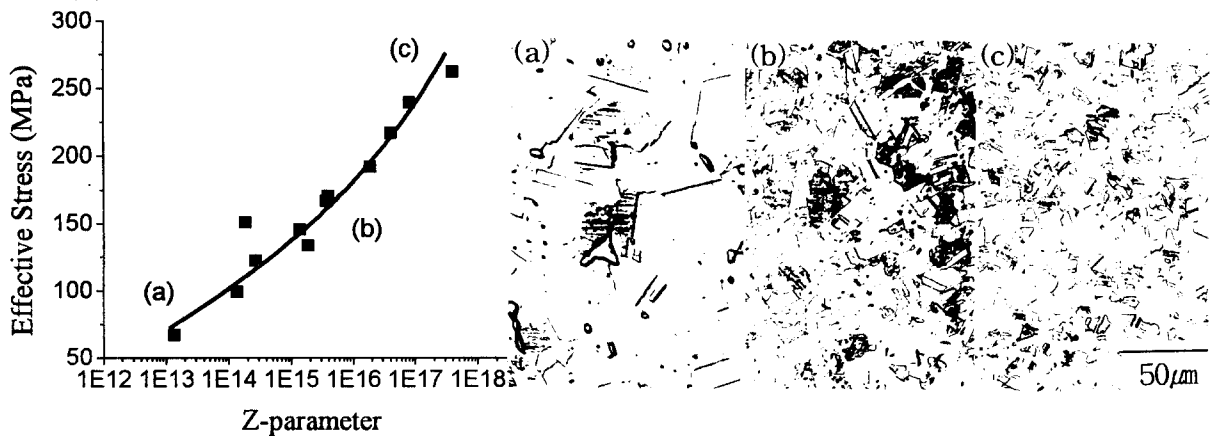


Fig. 7. Relationship between the Zener-Hollomon parameter, the flow stress and microstructures for 304 stainless steel.

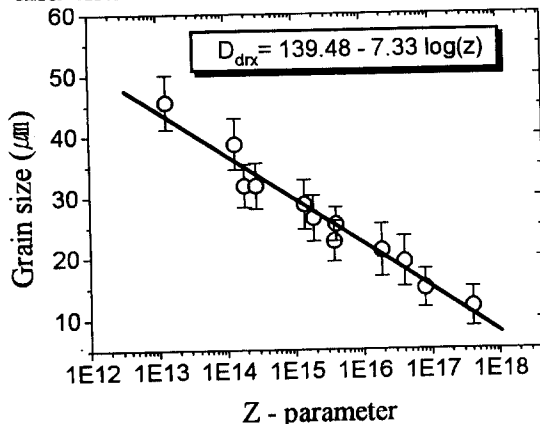


Fig. 8. Zener-Hollomon parameter vs. recrystallized grain size for 304 stainless steel.

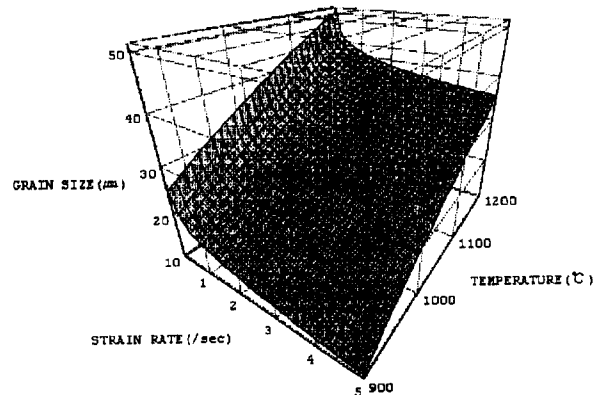


Fig. 9. The relationship between strain rate, temperature and grain size.