

AISI 304 스테인리스강의 동적 재결정립 예측

김성일* · 유연철*

Prediction for the Dynamically Recrystallized Grain Size of AISI 304

S. I. Kim and Y. C. Yoo

Abstract

The evolution of dynamic recrystallization (DRX) was studied with torsion test for AISI 304 stainless steel in the temperature range of 900-1000°C and strain rate range of 0.05-5/sec. The evolution of DRX was investigated with microstructural analysis and change of flow stress curve slope. The investigation of serrated grain boundaries using electron back scattered diffraction (EBSD) analysis indicated that the nucleated new DRX grain size was similar to the size of bulging part. Before the steady state, the dynamically recrystallizing grains do not remain a constant size and gradually grow to the size of fully DRX grain at steady state. The calculation of grain size was based on X_{DRX} and the assumption, which the nucleated DRX grains are growing to the steady state, continuously. It was found that the calculated results agreed with the microstructure of the alloy.

Key Words : Dynamic Recrystallization, Volume Fraction of Dynamic Recrystallization, Nucleation, Serrated Grain Boundary, Grain Size.

1. 서론

최근 철강재료의 결정립 미세화에 대한 연구가 활발히 이루어지고 있다^(1,2). 특히, 결정립 미세화에 가장 큰 영향을 미치는 것으로 알려진 동적 재결정 (dynamic recrystallization, DRX)은 변형 중에 매우 빠르게 발달하기 때문에 정확한 연화기구를 구명하기에 어렵고 동적 재결정을 이용한 제어변형을 실제 변형 공정에 적용하여 결정립 미세화 효과를 얻기에도 아직 미흡한 실정이다^(1,2). 현장의 고온 소성변형은 매우 빠른 변형속도로 변

형되므로 불균일 변형이 심하며 미세 조직을 제어하기 어렵다. 따라서 고온 변형에서의 미세 조직제어를 위해서는 동적 재결정 현상을 정확하게 이해해야 한다. 동적 재결정의 미세 조직제어에 대한 심도있는 연구는 단순히 금속재료의 열간 변형 시 유동응력(σ)을 가공변수인 변형온도(T), 변형속도($\dot{\epsilon}$) 및 변형량(ϵ)에 대해 정량적으로 표현하는 것 이외에 동적 연화기구로서의 규명이 선행되어야 한다. 동적 재결정은 변형유기 입계 이동(strain induced grain boundary migration)에 의해 핵생성되며 목걸이 모양 구조(necklace mechanism)로 발

* 인하대학교 재료공학부

달한다고 보고되고 있다^(1,2). 본 연구에서는 대표적인 오스테나이트계 스테인리스강인 STS 304를 고온 변형하여 유동응력 및 미세 조직을 분석하여 기존의 알려진 동적 재결정 기구를 검토하고 정확하게 구명하고자 하였다. 또한 앞선 연구결과로부터 얻은 다음과 같은 STS 304의 동적 재결정 분율 예측식^(1,2)을 적용하여 동적 재결정립의 발달과정을 정량적으로 표현하고자 하였다.

$$X_{DRX} = 1 - \exp(-\{(\epsilon - \epsilon_c)/\epsilon^*\}^{m'}) \quad (1)$$

$$\epsilon_c = 0.27(Z/A)^{0.0115}$$

$$\epsilon^* = 0.61(Z/A)^{0.007}$$

$$m' = 2.07(Z/A)^{-0.0124}$$

여기에서 X_{DRX} 는 동적 재결정 분율이며 ϵ_c 와 ϵ^* 는 각각 임계 변형량과 최대 연화변형량이다. m' 은 Avrami's exponent이다.

2. 실험 방법

Table 1에 나타낸 화학조성을 갖는 STS 304 압연 판재를 비틀림 시험편으로 제작하여 고온 변형시험하였다. 시험편은 직경 10mm×표점거리 20mm로 절삭가공한 고체형 비틀림 시험편을 사용하였으며 연속 변형시험은 변형속도 $5.0 \times 10^{-2} \sim 5.0 \times 10^0$ /sec, 변형온도 900~1100℃의 범위에서 하였다. 변형 전 초기 결정립 크기는 약 100 μ m이었다. 변형 후 비틀림 모멘트와 비틀림각은 Fields와 Backofen이 제시한 식과 Von Mises 항복조건을 이용하여 유효응력(σ)과 유효변형량(ϵ)으로 변환하였다. 미세조직은 시험편을 미세 연마하여 에칭한 후 광학현미경과 주사전자현미경(SEM, Hitachi 420) 및 EBSD (JSM 6300)를 이용하였다.

3. 실험 결과

동적 재결정의 핵생성과 성장

STS 304의 고온 유동응력 곡선을 Fig. 1에 나타내었다. 동적 재결정이 주된 연화기구인 금속재료의 고온 유동 응력곡선과 유사한 형태를 보였으며 이는 STS 304가 열간 변형 중에 동적 재결정에 의해 연화가 진행됨을 나타내는 단적인 증거라고 할 수 있었다. 고온 유동응력은 변형량이 증가함에 따라 급격히 증가하여 최대 응력(peak stress, σ_p)에 도달한 후 정상 상태(steady state)를 보일 때까지 서서히 감소하는 형태를 나타내었다.

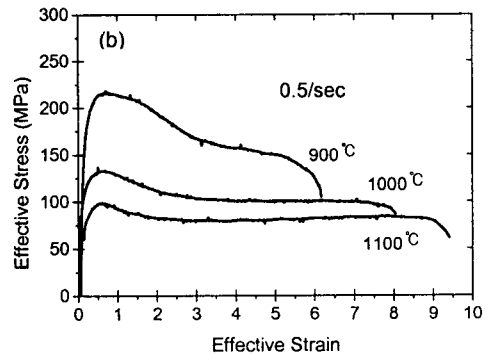
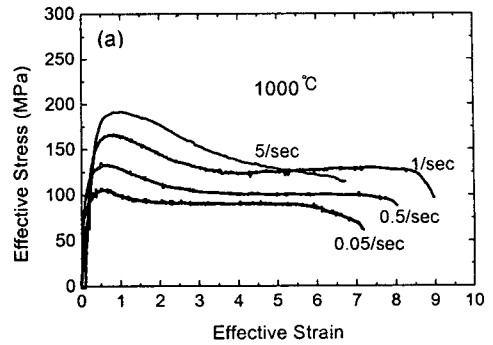


Fig. 1 Representative flow curves of AISI 304 stainless steel obtained under (a) various strain rates at 1000℃ and (b) various temperatures at 0.5/sec strain rate

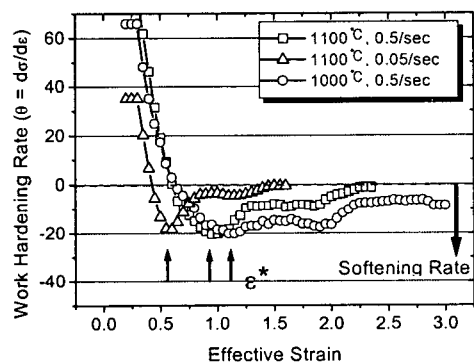


Fig. 2 Work hardening rate - effective strain curves of STS 304 obtained under various deformation conditions

Fig. 2에 고온유동 응력곡선의 변화를 분석하기 위하여 응력곡선의 기울기 변화를 나타내었다. 이 같은 변형량에 따른 유동 응력의 기울기는 가공경화속도 (work

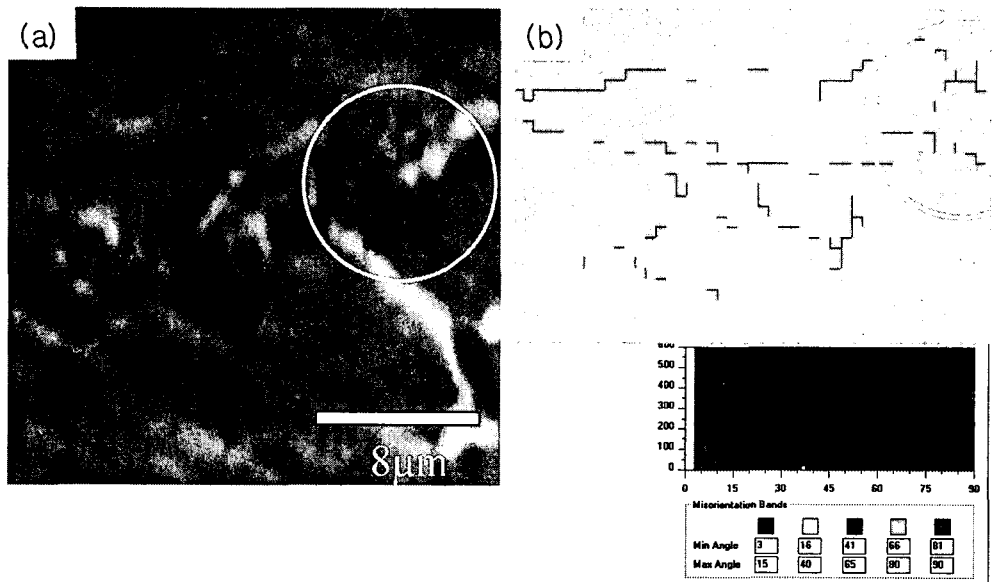


Fig. 3 Images of electron back scattered diffraction (EBSD) for 50% strain deformed AISI 304 stainless steel at 1000°C and 0.5/sec (a) SEM image of grain boundary and (b) grain boundary misorientation map of electron back scattered diffraction (EBSD)

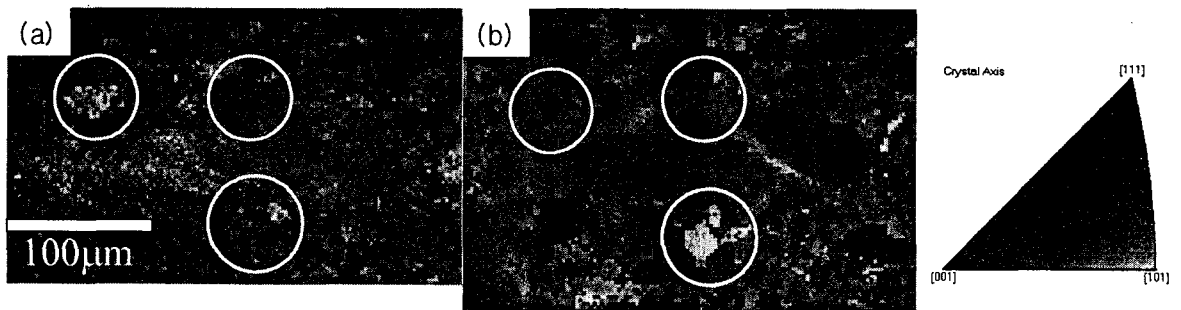


Fig. 4 Images of electron back scattered diffraction (EBSD) for 80% strain deformed AISI 304 stainless steel at 1000°C and 0.5/sec (a) SEM image of grain boundary and (b) crystal orientation map of electron back scattered diffraction (EBSD)

hardening rate)로서 변형 중에 발생하는 동적 재결정에 의한 미세 조직의 변화를 알 수 있었다. 고온 변형 중 미세 조직은 변형 초기에는 심한 가공 경화에 의해 결정립이 연신되고 결정립 내의 전위밀도가 증가하는 변화가 발생하며 동적 재결정이 성장해 나가는 최대 응력 이후의 변형 중반에는 새로운 결정립의 발생과 성장으로 결정립의 크기 변화가 심해진다. 따라서 미세 조직의 변화는 그대로 유동 응력곡선의 변화로 나타나게 된다. 특히, 가공경화속도가 '0'의 값을 갖는 점은 최대응력과 정상상태응력에 도달했을 때이며 변곡점을 갖는 부분들은 각각 동적 재결정이 시작되는 임계 변형량(critical strain, ϵ_c)

과 동적 재결정의 성장속도가 가장 빠른 최대 연화변형량으로 결정할 수 있었다. 동적 재결정이 발생하기 시작하는 임계 변형량은 1000°C, 0.5/sec의 변형조건에서 변형하였을 때 약 50%에 해당하였으며 이 때의 미세 조직을 Fig. 2에 나타내었다⁽²⁾. 결정립계가 심한 굴곡을 나타내었으며 이는 동적 재결정이 발생하는 금속재료에서 관찰되는 serrated grain boundary로서 이 부분의 직경이 평균 3-5µm 이었다. 이와 같은 형태의 결정립계는 동적 재결정의 핵생성이 변형유기에 의한 결정립계의 움직임(strain induced migration)에 의해 진행된다고 알려진 기존의 연구 결과와 잘 일치하는 것이었다^(1,2).

Fig. 3(b)에 EBSD (electron back scattered diffraction) 으로 관찰한 결과를 나타내었다. 굴곡진 결정립계 부분은 소경각입계를 나타낸 것과 대경각입계를 갖는 것이 각각 관찰되었으며 대경각입계를 갖는 결정립은 동적 재결정의 핵생성 직후 나타난 초기동적 재결정립임을 알 수 있었다. 따라서 핵생성 직후 초기 동적 재결정립의 크기는 약 3-5 μm 로 판단되었다. Fig. 3에 동적 재결정이 약 30% 정도 발달하였을 때의 미세 조직을 나타내었다. 결정립 주변에 미세한 동적 재결정립들이 발달한 것을 알 수 있었으며 이 때의 동적 재결정립의 크기는 5-20 μm 로서 다양한 크기의 결정립들이 관찰되었다. 이는 동적 재결정립이 변형량이 증가함에 따라 발달할 때 이미 발생한 동적 재결정립들이 성장한다는 단적인 증거라고 할 수 있겠다. 또한 Fig. 1(e)에 보인 미세 조직에서처럼 동적 재결정이 완료되었을 때의 결정립 크기가 약 30 μm 임을 고려한다면 동적 재결정립은 핵생성 직후 변형량이 증가함에 따라 연속적으로 성장하며 성장 중에 새로운 동적 재결정립이 형성되는 necklace mechanism과 결정립 성장 기구의 복합적인 형태로 발달한다고 판단할 수 있었다. 따라서 식 (1)의 동적 재결정 분율의 변화와 함께 동적 재결정립 크기의 변화과정을 다음의 식으로 예측할 수 있었다.

$$D_{\text{DRX}} = D_{\text{DRX}}^{0\%} + X_{\text{DRX}} D_{\text{DRX}}^{100\%} \quad (2)$$

이 식에서 $D_{\text{DRX}}^{0\%}$ 는 동적 재결정 핵생성 직후 관찰되는 초기 동적 재결정립의 크기이며 $D_{\text{DRX}}^{100\%}$ 는 동적 재결정이 완료되었을 때의 크기이다. 1000 $^{\circ}\text{C}$, 0.5/sec의 변형조건에서 $D_{\text{DRX}}^{100\%}$ 와 $D_{\text{DRX}}^{0\%}$ 는 각각 5 μm 와 30 μm 이었다. 식 (2)의 계산결과를 Fig. 5에 나타내었다.

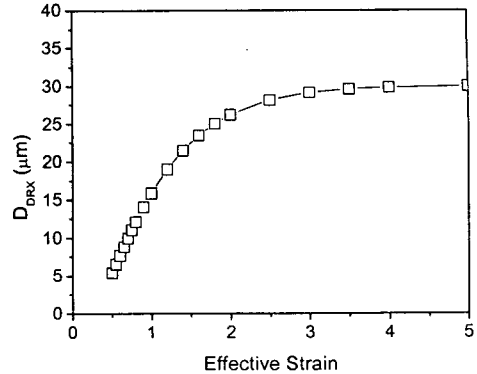


Fig. 5 Calculated results of dynamically recrystallized grain size deformed AISI 304 stainless steel at 1000 $^{\circ}\text{C}$ and 0.5/sec

4. 결론

대표적인 오스테나이트계 스테인리스강인 STS 304의 고온 유동 응력곡선과 미세 조직을 분석하여 동적 재결정의 발달기구를 고찰하였으며 이를 동적 재결정 분율과 함께 비교 평가할 수 있었다.

참고 문헌

- (1) S. I. Kim and Y. C. Yoo, 2001 "Dynamic recrystallization behavior of AISI 304 stainless steel", Mater. Sci. and Eng. A, in printed.
- (2) Humphreys and Hetherly, 1996, "Recrystallization and related annealing phenomena", Pergamon.