

냉간압연된 인코넬 690에서 미세조직과 집합조직의 발달

안재평, 표은종, 허무영
고려대학교 공과대학 금속공학과

Development of Microstructure and Texture in Cold Rolled INCONEL690

Jae Pyong Ahn, Eun Jong Pyo, and Moo Young Huh
Department of Metallurgical Engineering,
Korea University

ABSTRACT

The formation of preferred orientations in the cold rolling texture of the Inconel 690 sheets was studied by the x-ray texture measurements and TEM observations. The increasing {220} pole intensity in the plane normal at the higher reductions was related to the {110}<112> texture component. The rolling texture of the Inconel 690 was the pure metal type which could be described by {112}<111>, {123}<634> and {110}<112> orientations. The dislocation cells were found in the near {110}<112> oriented grains. The onset of deformation twins in the {112}<111> oriented grains caused the weakening of {112}<111> and the development of {552}<115> in the rolling texture.

Key Words: Inconel 690, deformation texture, preferred orientation, slip, deformation twins.

1. 서 론

금속의 변형미세조직과 변형집합조직은 금속의 적층결함에너지(stack fault energy)에 크게 의존한다. 적층결함에너지가 높은 금속과 합금에서는 슬립이 주변형기구로 작용하여 특징적인 순금속형태의 변형집합조직이 형성된다^[1~4]. 낮은 적층결함에너지를 갖는 금속에서는 변형쌍정이 변형기구로 작용하여 순금속형태와는 다른 합금

형태의 집합조직이 형성된다^[45]. fcc 금속에서 균질 또는 불균질 슬립에 의하여 변형이 지배되는 순금속형태 금속의 냉간압연집합조직에서는 $\{112\}\langle 111 \rangle$ Cu-방위, $\{123\}\langle 634 \rangle$ S-방위, $\{110\}\langle 112 \rangle$ Bs-방위가 점유형태로 나타나 냉간압연 안정방위인 β -점유를 형성한다^[1,4]. 낮은 압연가공도에서 변형쌍정의 생성과 높은 압연가공도에서 전단파의 생성에 의하여 변형되는 70/30 황동은 적층결합에너지가 낮은 대표적인 금속으로 합금형태의 우선방위가 발달하여 압연집합조직에는 $\{110\}\langle 112 \rangle$ Bs-방위로 부터 $\{110\}\langle 001 \rangle$ Goss-방위로의 우선방위들이 얻어지는 것으로 알려져 있다^[7~9].

Ni-기지 초합금(super alloy)은 일반적으로 Ni과 같은 fcc의 결정격자를 갖으며 초합금의 사용용도에 따라 첨가시키는 합금원소가 결정되며 이에 따라 합금의 적층결합에너지가 결정된다. Ni-기지 초합금판재에서 냉간압연에 의하여 생성되는 우선방위의 변화를 x-선 회절상을 이용하여 실험한 연구들은 냉간압연에 따라 $\{110\}$ 회절피크의 증가를 보고^[10]하였으나 냉간압연에 따른 압연미세조직의 변화와 함께 집합조직에서 우선방위의 변화를 보고한 연구는 거의 없다. 본 연구에서는 x-선집합조직 측정과 함께 투과전자현미경 미세조직관찰 및 국부방위측정을 통하여 Ni-기지 초내열합금인 Inconel 690 합금에서 집합조직에 형성되는 우선방위들이 어떻게 발달하며 미세조직에서 어떻게 조직내에 생성되는지 실험하였다.

2. 실험 방법

본 실험에 사용한 시료는 Inconel 690 합금으로 화학조성은 표 1과 같다. 합금은 진공고주파유도로에서 용해 주조되어 잉고트로 제조되었다. 잉고트는 1200℃에서 열간압연되어 3mm의 판재로 제조되었다. 냉간압연방향은 열간압연 방향과 일치되게 하였으며 직경 127mm의 실험실용 쌍롤 냉간압연기에서 3mm의 열연판재를 60%까지 냉간압연하여 최종 냉간압연 판재의 두께를 1.2mm로 제조하였다. X-선 집합조직의 측정은 압연시료의 평면변형조건이 만족되는 압연시료의 중앙층에서 행하여 졌으며 또한 압연시료의 두께에 따른 집합조직의 차이를 확인하기 위해 압연시료의 표면층에서도 행하였다. 집합조직은 집합조직 측정용 고니오메타에서 측정 후 Bunge 방법^[11]에 의하여 방위분포함수를 계산하였다. 또한 광학현미경과 투과전자현미경용 시편은 압연변형의 정보를 많이 보여주는 압연재의 세로단면에서 제조되었고 관찰방향은 압연재의 측면방향이었다. 본 연구에서 사용한 투과전자현미경은 JOEL 1200EX였으며 가속전압 120KV에서 명시야상, 암시야상 관찰과 함께 제한구역회절상으로 집합조직의 발달과정을 연구하였다.

3. 실험결과 및 고찰

그림 1은 Inconel 690 합금을 열간압연한 시료의 압연면을 광학현미경으로 관찰한 미세조직으로, 열간압연이 끝난 상태에서 결정립은 대체로 연신되지 않은 형태로 평균 결정립 크기는 약 56 μm 였다. 이 합금은 Cr이 27wt% 이상 포함되어 있어 적층결합에너지가 비교적 낮기 때문에 많은 어닐링 쌍정이 결정립 내부에 고르게 분포되어

있는 것을 관찰할 수 있었다. 열연시 온도를 1200°C로 가열하였기 때문에 합금에 존재하는 모든 탄소는 고용되어 탄화물은 입계나 입내 어느곳에서도 관찰되지 않았다.

그림 2는 열간압연 후의 Inconel 690 판재의 세로단면 미세조직을 투과전자현미경용 박판시료를 제조하여 투과전자현미경으로 관찰한 결과이다. 전위밀도는 매우 낮으나 열연에 의하여 재료내에 도입된 전위들이 관찰되며 많은 전위들이 특정방향으로 배열되어 있는 것을 볼 수 있다. 이것은 열연의 슬립이 특정면에서 일어났기 때문일 것이다. 고배율의 미세조직에서도 입내 석출물이나 탄화물은 전혀 관찰되지 않았다.

그림 3는 열간압연한 Inconel 690 판재의 열간압연집합조직을 {111} 극점으로 측정 한 결과이다. (a)는 열연판재의 표면층과 (b)는 열연판재의 중앙층에서 측정한 극점도로 열연재의 표면층과 중앙층에 존재하는 집합조직은 거의 특이한 우선방위가 존재하지 않음을 알 수 있다. 표면층과 중앙층에서 {110}<001> 근처의 방위밀도가 무질서 방위 보다 약간 높게 나타나지만 대체적으로 거의 무질서한 집합조직으로 열간압연집합조직은 특징지워진다. 이와 같이 무질서한 열간압연집합조직이 형성된 것은 열간압연의 용이성을 위하여 열간압연시 여러번 1200°C로 반복 가열하였기 때문일 것이다. 즉 열간압연에서 생성될 변형집합조직이 열간압연 도중 반복 가열됨에 의해서 무질서 방위들로 방위변환하여 우선방위가 발달하지 못하였을 것이라 믿어진다.

그림 4는 Inconel 690 합금판재를 냉간압연하여 압연변형량 즉 가공도에 따른 경도값의 변화를 실험한 결과로 압연시 한 pass의 압하량은 5%였다. 열간압연이 끝난 상태에서 경도는 약 8 HRC였으나 압연가공도 25% 이하일때는 압연변형에 따른 가공경화가 크게 일어나 경도가 급히 증가하였으나 30% 이상의 압연가공도에서는 30HRC 이상의 경도가 얻어졌다. 압연에 따른 가공도가 증가할 수록 가공경화는 점차 약해져 약 50% 이상의 압연가공도에서는 가공도 증가에 따른 경도 증가가 매우 작았다. 그러나 압연가공도 50% 이상에서는 경도가 35HRC 이상으로 재료가 매우 경화되어 압연이 점차 어려워 최종압연가공도를 60%로 결정하였다.

그림 5는 광학현미경을 이용하여 60% 냉간압연한 Inconel 690 합금의 시료의 세로 단면을 관찰한 것이다. 그림 1의 열간압연 후의 미세조직과는 상이하게 대부분의 결정립들이 압연방향으로 연신되어 있으며 세로단면에서 관찰되는 결정립의 길이는 약 75 μm 그리고 폭은 약 20 μm 정도였다. 연신된 결정립의 내부에는 변형에 의한 흔적들이 미세한 선들로 보여지고 있다. 그러나 냉간압연에 의하여 이 변형흔적들은 매우 미세하여 광학현미경상으로는 그 형태가 자세히 관찰되지 않았다.

그림 6은 Inconel 690 판재의 압연면에 존재하는 결정면의 분포를 알아보기 위하여 각 결정면의 회절강도를 x-선 회절기를 이용하여 측정한 결과이다. (a)는 열연판재, (b)는 20%, (c)는 40% 그리고 (d)는 60% 냉간압연한 시료로 부터 측정결과이다. (a)의 열연판재에서는 결정면들의 회절강도 I가 $I_{(111)} > I_{(200)} > I_{(220)}$ 의 순서로 얻어졌다. 이 순서는 무질서한 방위를 갖는 Ni 분말로 회절상을 얻는 Ni의 표준분말회절상에서 얻어지는 결과와 일치한다. 그림 3의 열간압연판의 극점도 측정결과에서 열간압연판재에는 거의 우선방위가 존재하지 않았기 때문에 열간압연판에서 얻어진 결정면들의 회절강도의 순서는 분말회절상의 회절강도의 순서와 일치할 것이다. 그림 6에서 압연가공도가 증가할 수록 {111} 극강도는 낮아지고 {220} 극강도는 점차 높아져 60% 냉연한 시료에서는 $I_{(220)} > I_{(111)} > I_{(200)}$ 의 결과가 얻어졌다. 이와 같이 압연에 따른 각 결

정면의 회절강도는 압연이 진행됨에 따라 변하고 있다. 이것은 압연변형에 따라 집합조직이 점진적으로 변하는 것을 보여주는 것이다.

위와 같은 압연변형에 따른 각 결정면의 극강도 변화를 보다 정확히 알아보기 위하여 측정된 집합조직을 그림 7은 보여준다. Fcc 재료의 집합조직을 방위분포함수인 $f(\phi_1, \phi, \phi_2)$ 로 표시할때 일반적으로 3차원의 Euler 방위공간에서 (ϕ_1, ϕ) 면의 방위분포를 $\Delta\phi_2=5^\circ$ 간격으로 보여주는 19개의 ϕ_2 단면으로 나타낼 수 있다. 그런데 $\phi_2=45^\circ$ 단면에는 S-방위를 제외한 중요한 방위들이 거의 모두 존재하기 때문에 fcc 재료의 압연 집합조직에서 방위밀도변화를 즉시 알아 보는데 매우 유용하다. $\phi_2=90^\circ$ 단면에는 Bs-방위와 Goss-방위 및 Cube-방위가 존재한다. S-방위는 $\phi_2=65^\circ$ 단면에 나타난다. 따라서 그림 7에서는 60% 냉간압연된 Inconel 690 판재로 부터 측정된 집합조직을 방위분포함수로 계산하여 $\phi_2=45^\circ, 65^\circ, 95^\circ$ 단면에 나타내었다.

그림 7의 $\phi_2=45^\circ$ 단면에서 알 수 있듯이 Inconel 690 판재의 압연집합조직에는 $(\phi_1, \phi, \phi_2)=(90^\circ, 35^\circ, 45^\circ)$ 에 존재하는 Cu-방위가 $f(g)=3.9$ 의 방위밀도를 갖는다. 또한 $(60^\circ, 37^\circ, 65^\circ)$ 에 존재하는 S-방위가 $f(g)=4.5$ 정도의 그리고 $(55^\circ, 90^\circ, 45^\circ)$ 와 $(35^\circ, 45^\circ, 90^\circ)$ 에서 나타나는 Bs-방위가 $f(g)=5.7$ 의 방위밀도를 갖어 우선방위로 압연집합조직에서 발달하고 있다. 특히 Bs-방위에서 최대의 방위밀도가 얻어져 주방위를 형성하고 있다. 따라서 그림 6에서 압연가공도가 높아짐에 따라 압연면에 {220} 극강도가 증가한 것은 압연집합조직에서 {110}<112>의 Bs-방위의 발달로 해석할 수 있다.

Inconel 690의 압연집합조직에서 우선방위로 얻어진 {112}<111> Cu-방위, {123}<634> S-방위, {110}<112> Bs-방위는 공통의 <110> 회전축로 이어지기 때문에 β -섬유^[4,5]라고 알려져 있다. 적층결합에너지가 높은 fcc 금속에서 변형이 슬립에 의하여 일어날때 압연집합조직에는 β -섬유에 속하는 우선방위들이 형성되며 압연가공도가 높아지면서 이 방위들은 계속하여 발달한다. β -섬유에 속하는 우선방위들의 방위안정도는 매우 높아 압연안정방위로 발달하는 것이다. Inconel 690의 냉간압연집합조직에서 β -섬유방위들이 높게 형성된것은 슬립에 의하여 집합조직이 형성되었음을 의미하는 것이다.

Cu-방위, S-방위, Bs-방위는 모두 압연안정방위이기 때문에 슬립에 의하여 변형될때 이 방위들은 거의 동등한 방위밀도를 갖고 발달한다. 그러나 측정된 그림 7의 Inconel 690의 압연집합조직에는 Bs-방위의 방위밀도가 5.7로 가장 높고 Cu-방위의 방위밀도가 3.9 정도로 가장 낮게 나타났다. 그림 8은 이점을 알아보기 위하여 60% 냉간압연된 Inconel 690의 세로단면을 투과전자현미경으로 관찰한 결과이다.

그림 8의 (a)는 제한구역전자회절상으로 측정하여 {110}<112> Bs-방위에 놓여있는 것이 확인된 결정립의 미세조직이다. 이 미세조직에는 전위셀 내부에는 전위가 거의 존재하지 않으며 셀벽에는 전위들이 모여 있는 직경 약 $0.5\mu\text{m}$ 의 전위셀들이 관찰되고 있다. 전위셀벽은 적층결합에너지가 낮은 금속에서 보여지는 형태로 전위구조가 명확하게 구분되지 않는다. 이와 같은 전위셀들은 변형시 슬립에 의하여 전위가 집적된 후 동적회복에 의하여 형성되는 전위구조로 알려져 있다^[12]. 따라서 Bs-방위에 있는 결정립에서 전위셀이 관찰되는 것은 이 방위에 있는 결정립에서는 주변형기구가 슬립이었다는 것을 의미하는 것이다.

그림 8의 (b)는 $\{112\}\langle 111 \rangle$ Cu-방위를 갖는 결정립에서 관찰한 투과전자현미경 미세조직이다. 이 결정립에서는 압연방향과 약 20° 의 각을 갖는 $\{111\}$ 면에서 변형쌍정이 생성된 것이 관찰되었다. 변형쌍정은 아주 작은 범위로 형성되어 서로 평행한 기지-쌍정의 적층을 이루고 있다. 순금속형태의 집합조직에 존재하는 방위들에서 Cu-방위에서 가장 쉽게 쌍정이 형성되는 것은 이미 전 연구^[1]에서 보고한 바 있다. 이것은 Cu-방위에 있는 결정립에서 압연면과 20° 를 갖는 쌍정면에서 변형쌍정이 형성될 때 이 쌍정계는 압연재의 측면방향으로 변형을 일으키지 않아 이 방위에 있는 결정립에서는 쌍정의 형성이 용이하기 때문이다.

그림 9는 두개의 동등한 $\{112\}\langle 110 \rangle$ Cu-방위와 이 방위들에서 압연면과 20° 의 각을 갖는 $\{111\}$ 면에서 변형쌍정이 생성되어 생성되는 새로운 방위 $\{552\}\langle 115 \rangle$ 를 $\{111\}$ 극점으로 나타낸 것이다. 이와 같이 Cu-방위에서 쌍정이 일어나면 새로운 방위가 생성된다. 따라서 Inconel 690 합금의 냉간압연집합조직의 β -섬유 우선방위들에서 Cu-방위가 약하게 형성되는 것은 이 방위에서 선택적으로 변형쌍정이 일어나기 때문일 것이다. 그림 7의 방위분포함수 측정결과에서도 $\{112\}\langle 110 \rangle$ Cu-방위에서 변형쌍정이 생성됨에 따라 $\{552\}\langle 115 \rangle$ 방위의 생성을 $(\phi_1, \phi, \phi_2) = (90^\circ, 75^\circ, 45^\circ)$ 에서 확인할 수 있었다.

4. 결 론

x-선집합조직 측정과 투과전자현미경 미세조직관찰 및 극부방위측정을 통하여 Ni-기지 초내열합금인 Inconel 690 합금에서 집합조직에 형성되는 우선방위들의 생성을 연구하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 열간압연에서 생성되는 변형집합조직은 열간압연시 반복 가열에 의하여 무질서 방위들로 변환하여 열간압연집합조직에는 우선방위가 발달하지 않았다.
2. 압연가공도가 높아짐에 따라 압연면에 $\{220\}$ 극강도가 증가한 것은 압연집합조직에서 $\{110\}\langle 112 \rangle$ 의 Bs-방위의 발달로 해석할 수 있다.
3. 압연집합조직의 주방위는 Bs-방위였으며, 이 방위에 있는 결정립에서의 주변형기구는 슬립이었다.
4. Cu-방위에서는 선택적인 변형쌍정이 일어나 압연집합조직의 우선방위인 β -섬유방위들 중에서 특히 Cu-방위가 약하게 형성되었다.

후 기

집합조직의 측정은 SEIFERT에서 행하였으며, 도와주신 HK통상의 유창규씨에게 감사드립니다.

5. 참 고 문 헌

1. 허무영: "FCC 금속에서 Sachs와 Taylor 소성이론에 의한 변형쌍정의 해석",

- 대한금속학회지, 27, 2, 1989, pp. 113.
2. J. Hirsch, K.Lucke and M. Hatherly: "Mechanism of Deformation and Development of Rolling Textures in Polycrystalline FCC Metals-III. The Influence of Slip Inhomogeneities and Twinning", Acta Metall., 36, 11, 1988, pp. 2905.
 3. G.D.Kohlhoff, A.S.Malin, K.Lucke and M.Hatherly, "Microstructure and Texture of Rolled $\{112\}\langle 111 \rangle$ Copper Single Crystals", Acta Metall., 36, 1988, pp. 2841.
 4. J.Hirsch: "Walztexturentwicklung in Kfz Metallen", Dissertation RWTH, Aachen, 1985.
 5. J.Hirsh, M.Y.Huh and K.Lucke: "Orientation Dependence of the Deformed Microstructure in 70/30 Brass", Proc. ICSMA 7, Montreal, 1985, pp. 257.
 6. M.Berveiller, H.Bouaouine, N.Fakri and P.Lipinski : "Texture Transition, Micro Shear Bands and Heterogeneous Plastic Strain in FCC and BCC Metals in Rolling", Textures and Microstructures, 1988, 8, pp. 351.
 7. W.Truszkowski, J.Krol and B.Major: "Inhomogeneity of Rolling Texture in FCC Metals", Metall. Trans. A, 11A, 1980, pp. 749.
 8. W.Y.Yeung and B.J.Duggan: "Flow Localization in Cold-Rolled α -Brass", Mat. Sci. Tech., 2, 1986, pp. 552.
 9. R.O.Williams:"Shear Textures in Copper, Brass, Aluminum, Iron, and Zirconium", 224, 1962, pp. 129.
 10. R.A.Mackay, R.L.Dreshfield and R.D.Maier: "Anisotropy of Nickel-Base Superalloy Single Crystals", Proceeding of the 4th International Symposium of Superalloys, 1980, pp. 385.
 11. H.J.Bunge: "Mathematische Methoden der Texturanalyse", Akademie verlag, Berlin, 1969.
 12. A.S. Malin and M. Hatherly: "Microstructure of cold-rolled Copper", Met. Sci., 13, 1979, pp. 463

Table and Figures

Table 1. Chemical composition of Inconel 690 used in this experiment.

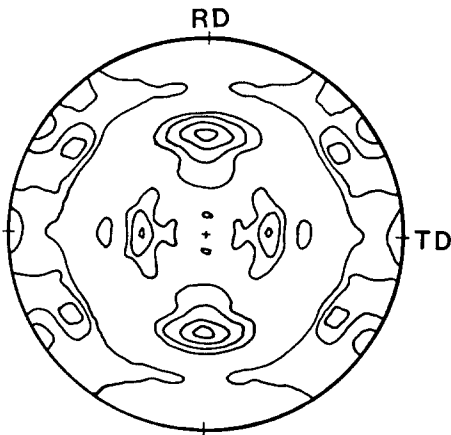
C	Mn	Si	Cr	Ni	Nb	Ti	P	S	Fe	Al	Co	Cu
0.037	0.73	0.39	27.17	bal	0.51	1.06	trace	<0.003	10.19	0.355	0.04	0.17



Fig. 1. Optical micrograph of hot rolled specimen.

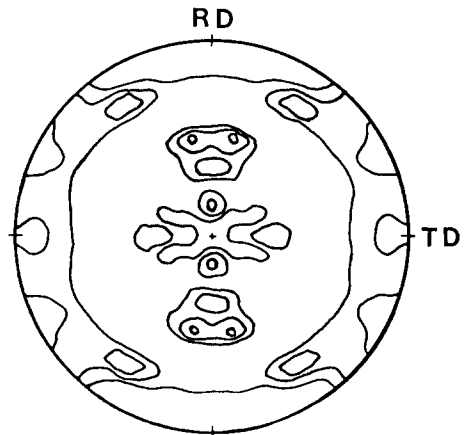


Fig. 2. Transmission electron micrograph of hot rolled specimen.



LEVEL 1.02 1.12 1.22 1.32

(a)



LEVEL 0.99 1.07 1.16 1.25

(b)

Fig. 3. {111} pole figures of hot rolled Inconel 690. Texture measured from (a) surface layer, (b) middle layer.

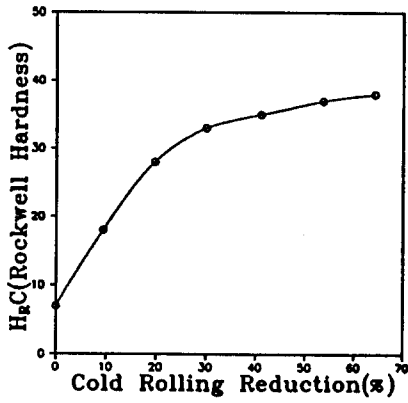


Fig. 4. Variation of hardness as a function of reduction degree.



Fig. 5. Optical micrograph of 60% cold rolled specimen.

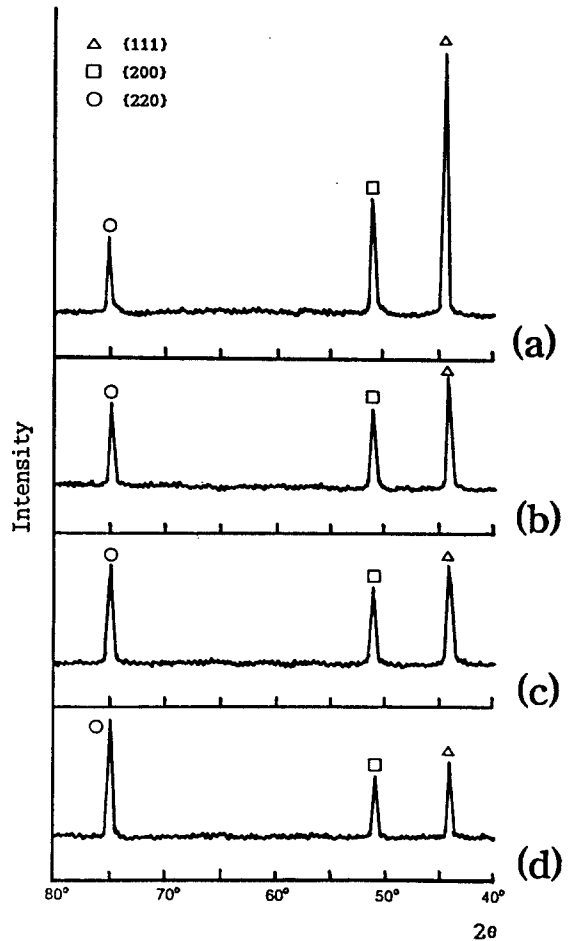


Fig. 6. XRD pattern of the Plane normal. (a) hot rolled, (b) 20% cold rolled, (c) 40% cold rolled, (d) 60% cold rolled.

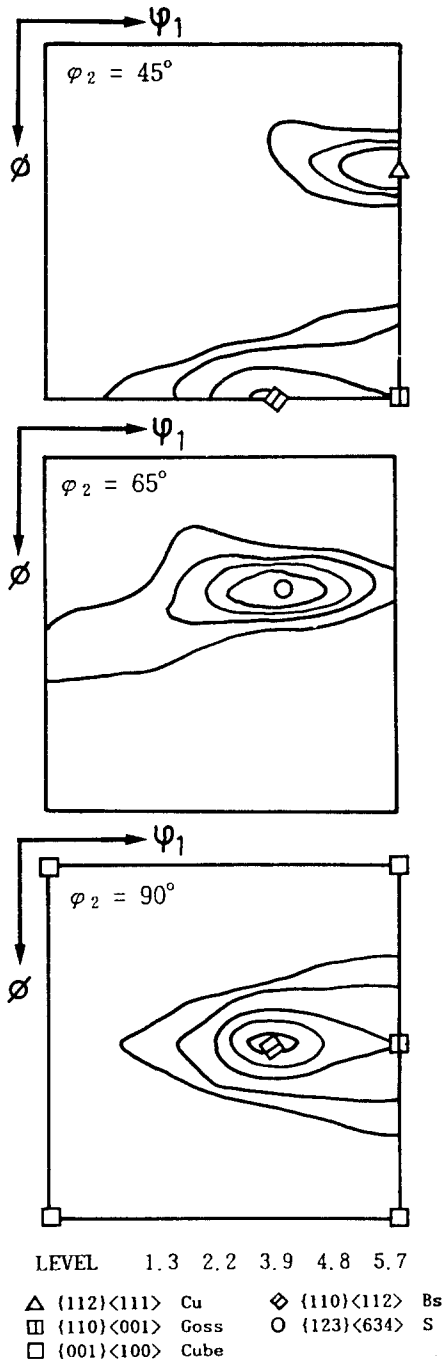


Fig. 7. Orientation Distribution Function of 60% cold rolled Inconel 690.

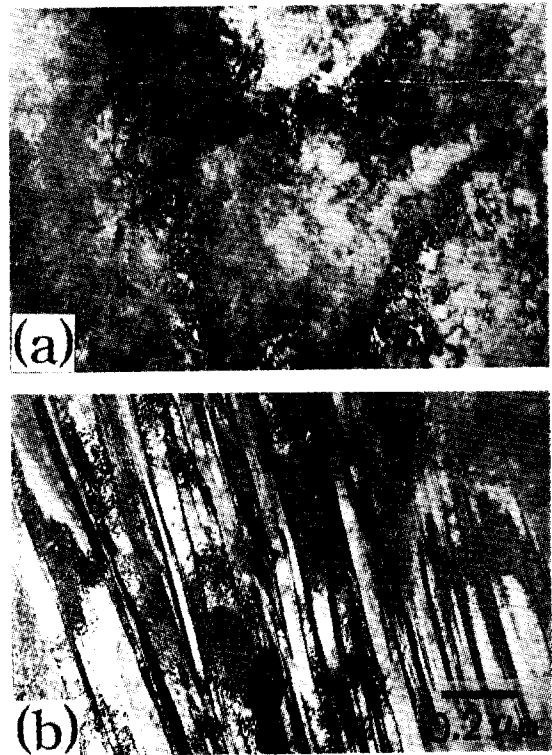


Fig. 8. Microstructure of 60% cold rolled Inconel 690 (a) $\{110\}\langle 112\rangle$ oriented grain, (b) $\{112\}\langle 111\rangle$ oriented grain

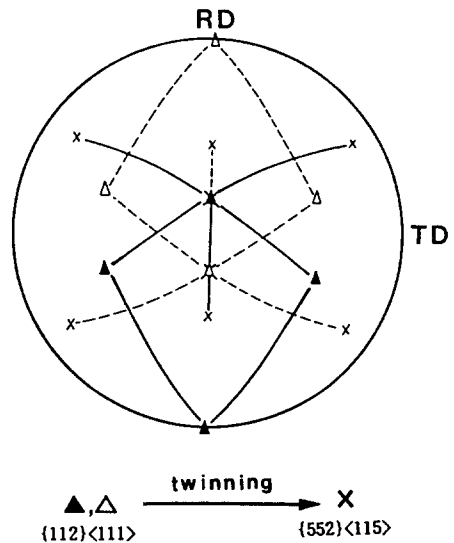


Fig. 9. Twinning in Cu-orientation