

# IF강의 미세조직과 경도에 미치는 ECAP 가공온도와 가공횟수의 효과

윤승채<sup>1</sup> · 류원선<sup>1</sup> · 백승철<sup>2</sup> · 김형섭<sup>#</sup>

## Effects of the Processing Temperature and the Number of Passes of Equal Channel Angular Pressing on the Microstructure and Hardness of IF Steel

S. C. Yoon, W. S. Ryu, S. C. Baik, H. S. Kim  
(Received May 14, 2007)

### Abstract

The microstructure and the hardness of interstitial free steel processed by equal channel angular pressing (ECAP) was investigated experimentally. ECAP processing of route A and route C was compared with regard to grain refinement by transmission electron micrographs. Micro hardness evolution was correlated with the grain structure produced by ECAP. Especially, the effects of the ECAP processing temperature and the number of processing passes were discussed in terms of grain refinement.

**Key Words** : Equal Channel Angular Pressing, Severe Plastic Deformation, Microstructure Evolution, Grain Refinement, Processing Temperature, Number of Processing Passes

### 1. 서 론

등통로각압축법(ECAP: equal channel angular pressing)에 의한 강소성가공(SPD: severe plastic deformation) 공정은 초미세결정 또는 나노결정 미세조직의 완전 치밀화된 벌크재료 제조를 위한 유용한 공정으로서, 최근 나노기술 분야에서 많은 주목을 받고 있다[1~3]. ECAP 공정은 Fig. 1과 같이 다결정 벌크 형태의 일반 소재를 일정한 각으로 꺾어지도록 설계된 금형을 반복적으로 통과시켜 심한 소성변형의 부여가 용이하다. 또한 피가공재의 단면 형상의 변화 없이 1 $\mu$ m 이하의 결정립을 갖는 초미세결정 재료-심지어 나노결정 재료를 제조할 수 있다. ECAP 공정으로 제조된 초미세결정 재료는 압분공정이 필요한 나노결정 분

말재료를 이용한 방법과 달리 재료에 전단 변형을 가하여 재료 내부의 잔류기공 없이 소재를 가공하고, 또한 초미세 결정립 구조 재료의 우수한 물리적, 기계적 성질을 얻을 수 있으므로, 많은 재료 연구에 응용 되고 있다.

ECAP 공정을 이용하여 제조한 금속재료 중 대부분의 연구는 면심입방정(FCC) 구조의 Al과 Cu 및 이들 합금에 대한 것이 가장 많으며, 체심입방정(BCC) 구조의 Fe와 철강재료에 대한 미세조직 및 미세조직의 진화와 관련된 기계적 성질에 대한 연구는 상대적으로 미흡한 실정이다[4~7]. 또한, 철강재료의 ECAP 공정에 대한 연구에서도 주요 관심 대상은 탄소강으로, 페라이트 조직의 단일상 재료인 IF(Interstitial free) 강에 대한 연구는 최근에야 진행되었다.

1. 충남대학교 나노공학부  
2. POSCO 기술연구소  
# 교신저자: 충남대학교 나노공학부, hskim@cnu.ac.kr

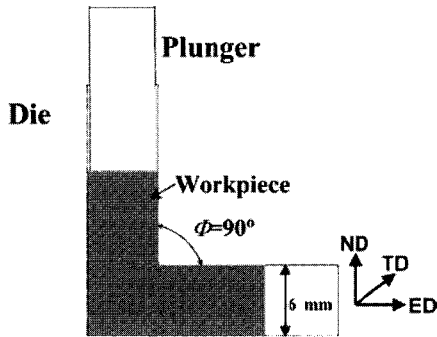


Fig. 1 Schematic plot of ECAP

IF강은 탄소성분의 양이 매우 적어 성형가공성이 우수하므로, 주로 판재형태로 제조되어 자동차의 덤프로잉용 소재에 많이 적용되고 있다. IF강은 탄소나 질소와 결합하여 석출물을 형성하는 Ti, Nb, V과 같은 미세합금원소를 첨가하게 되는데, 본 소재는 페라이트에 침입형으로 들어가는 성분의 양을 매우 감소시킨 소재이다. 또한 침입형 용질원자가 없는 강재에서 집합조직을 적절히 제어하면 매우 우수한 판재 성형성을 나타내게 된다. 따라서, 대표적인 BCC 단일상 재료인 IF강의 ECAP 공정에 대한 연구는 학문적인 흥미뿐 아니라, 철강재료의 결정립을 미세화시켜 기계적 성질을 향상시킨다는 산업적인 측면에서도 매우 의미가 크다.

본 연구에서는 BCC 결정구조를 갖는 IF강에 대하여 여러 공정온도와 가공조건 하에서 ECAP 공정을 수행한 후, 미세조직의 발달과정과 이에 따른 경도의 변화를 고찰하고자 한다.

## 2. 실험 방법

실험에 사용한 IF강은 POSCO에서 제공받은 0.0026wt% C, 0.096wt% Mn, 0.045wt% Al, 0.041wt% Ti, 나머지 Fe 조성의 주조재이다. 주조 후, 12mm 두께까지 압연하였고, 973K에서 1시간 균질화처리를 한 후 노냉하였다. ECAP 공정을 위하여 6×6×60mm<sup>3</sup>로 시편을 절단 후 973K에서 2시간 어닐링 후 공냉하였다. ECAP 공정 직전에 #1200SiC로 시편 표면을 연마하였고, 이때 광학현미경으로 측정된 결정립도는 평균 250μm였다.

ECAP 공정은 상온, 100℃, 200℃에서 각각 경로 R<sub>A</sub>(이전 공정과 같은 시편 방향)와 R<sub>C</sub>(이전 공정

과 축 방향으로 180° 회전된 시편 방향)로 1, 2, 4, 8 회 수행하였다.

ECAP 공정에 사용된 금형은 90°의 통로교차각과 0°의 모서리각 형태의 공구강이다. 이 형상의 금형의 경우 1회의 ECAP 공정에 의한 최대유효 변형률은 1.155가 발생하며, 가공재료의 가공경화 지수가 증가할수록 통로의 모서리틈 형성에 기인하여 변형은 불균일해지고 시편 내부에 발생하는 최대변형률은 감소하게 된다[8].

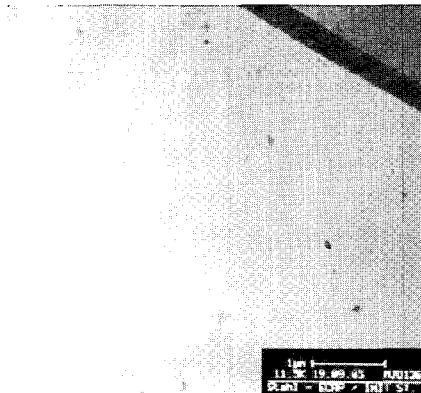
ECAP 공정에서 편치의 이동 속도는 2mm/min로 하였는데, 이 속도는 공정이 진행되는 동안 시편의 소성변형에 의한 발열량을 수°C 미만으로 유지시킬 수 있는 느린 속도이다[9]. 시편과 통로면과의 마찰을 감소시키기 위하여 MoS<sub>2</sub> 분말과 상용윤활유의 혼합체로 도포하여 윤활하였다.

제조된 IF강 시편에 대하여 비커스 경도(Akashi HMO-122)를 이용하여 100g 하중으로 15초간 유지하여 미소경도시험을 수행하였고, 7회 이상의 측정 후 평균치를 취하였다.

ECAP 공정 후의 초미세조직(1μm이하의 결정립 조직을 갖는 구조)은 광학현미경으로는 관찰하기 어렵기 때문에, 필립스 CM200 투과전자현미경(TEM)을 이용하여 시편 중앙부를 절단하여 관찰하였으며, 이때 TEM 관찰용 시편은 6% HClO<sub>4</sub>를 함유한 -30℃의 메탄올 용액에서 Tenupol 5트윈렛 장치를 이용한 전해연마 방법을 사용하였다.

## 3. 결과 및 고찰

IF강은 불순물을 제어한 순수 Fe에 가깝도록 주조된 강재이다. IF강의 결정구조는 BCC이며 슬립계의 수가 Cu나 Al과 같은 FCC 재료와 비교해 적기 때문에 미세조직의 진화가 상이하게 나타날 것으로 예상된다. Fig. 2는 ECAP 가공 전 초기의 미세조직과 상온에서 1회 ECAP 가공된 미세조직을 나타낸 것으로써, 초기 조직은 완전 어닐링 되어 (a)에서와 같이 결정립 내에 전위가 거의 없는 200μm 이상의 조대한 결정립을 가지고 있다. 1회 ECAP 가공 후에는 미세조직의 급격한 변화가 나타나는데 그림 (b)와 같이 수많은 전위가 생성되었고 결정립의 크기가 0.5μm 이하로 상당히 미세해졌으며, 전단변형에 의해 대략 45°방향으로 늘어선 띠 형태의 미세조직 상태를 관찰할 수 있다. 대부분의 결정립은 불완전 결정립계를 가지는 아 결정립(sub-grain)의 형태로 존재하게 된다.

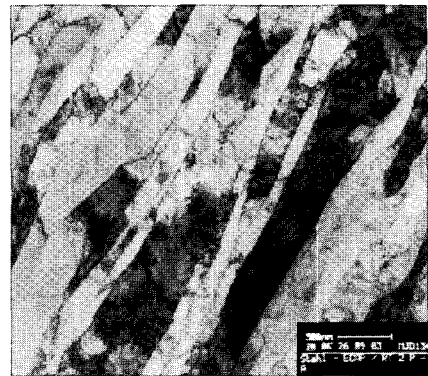


(a) annealed

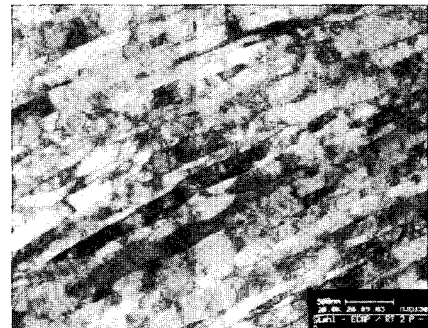


(b) 1pass

Fig. 2 TEM images of IF steel, (a) initial annealed (scale is 1μm), and (b) 1pass ECAP processed specimens at room temperature (scale is 500nm)



(a) 2passes



(b) 8passes

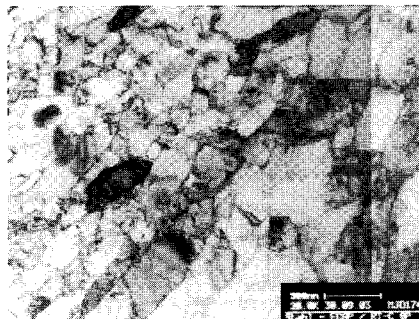
Fig. 3 TEM images of (a) 2 and (b) 8passes ECAP processed IF steel via route A at room temperature (scale is 500nm)

Fig. 3은 상온에서 경로  $R_A$ 로 2회와 8회 ECAP 가공된 시편의 TEM 미세조직을 각각 나타낸 것으로, 2회 ECAP 가공된 시편 (a)를 보면 전단방향으로 연신된 결정립이 1회 가공된 경우 보다 더욱 분명함을 관찰할 수 있다. 대부분의 결정립이 아결정립 형태로 보이는 1회 가공된 시편의 미세조직과는 달리, 전단방향으로 결정립계가 분명히 생성되었으나 내부에는 아직도 많은 아결정립이 존재함을 알 수 있다. 8회 가공된 시편 (b)를 관찰하면, 전단방향으로 늘어선 결정립이 2회 ECAP 가공 받은 경우보다도 상당히 미세하며 길게 연신된 결정립들이 여러 부분으로 나뉘어져 새로운 초미세 결정립을 생성하고 있음을 확인할 수 있다. 내부에 전위가 거의 보이지 않는 결정립이 소수 관찰되지만, 대부분의 결정립 내부에 상당수의 전위를 포함한 아결정립들이 존재하고 있다. Fig. 4는 상온에서 경로  $R_C$ 로 2회와 8회 ECAP 가공된 시편의 TEM 미세조직을 나타내었다. 2회  $R_C$ 경

로 가공된 미세조직 (a)에서는, 경로  $R_A$ 의 길게 연신된 결정립 형태와는 달리 등축 조직을 관찰할 수 있는데, 이는 경로  $R_C$ 의 변형에서는 매 2번째 가공마다 전단변형의 방향이  $180^\circ$ 로 바뀌기 때문이다. 가공된 결정립계는 불완전해 보이는 아결정립계로 생각된다. 8회 가공 후인 미세조직 (b)를 관찰하면, 누적된 전단변형으로 인해 약간 연신된 미세조직을 나타내고 있으며, 부분적으로 상당히 조대한 결정립과 매우 작은 결정립이 혼재되어 있음을 알 수 있다. 또한 (a)와 비교할 경우, 결정립 내부에 적은 수의 전위가 관찰되어지나, 역시 대부분의 결정립이 불완전한 결정립계를 가지고 있어, 이를 통해 결정립 내부에는 많은 아결정립계들이 존재함을 알 수 있다. 경로  $R_A$ 와 비교하면, 결정립 크기가 8회 공정을 마쳤을 때, 평균  $\sim 232\text{nm}$ 로 관찰되었으며, 이는  $R_C$  가공을 받은 결정립의 크기, 즉 평균  $\sim 280\text{nm}$ 에 비해  $50\text{nm}$  정도 크기의 차이가 있음을 알 수 있다.



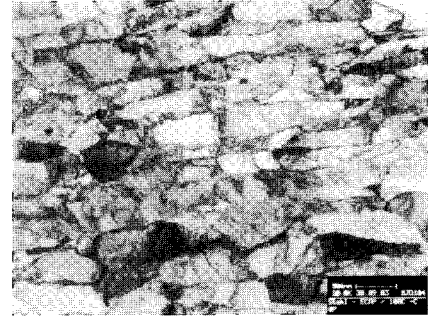
(a) 2passes



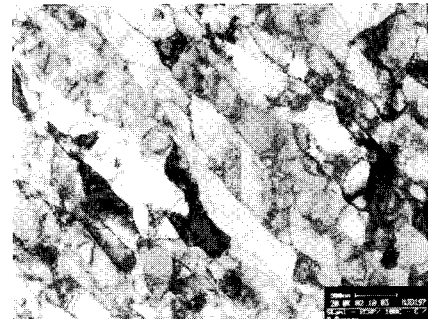
(b) 8passes

Fig. 4 TEM images of ECAP processed IF steel via route C at each passes in the room temperature (a) 2passes, (b) 8passes (scale is 500nm)

TEM 분석결과 전위의 대부분은 아결정립의 형태로 결정립계에 분포하는데, 이는 일종의 동적 회복효과로 인한 것으로 사료된다. Fig. 5는  $R_C$ 의 변형 경로로  $100^\circ\text{C}$ 에서 ECAP 가공을 한 경우 시편의 미세조직 진화를 나타낸 것이다. 상온에서의 시편 변형과 비교하면 결정립 내부에 적은 수의 전위가 관찰되며 결정립의 크기는 평균~350nm로 다소 증가한 것을 알 수 있다. 8회 가공된 조직 (b)의 경우, 열간가공에 의해 전위의 다각화로 아결정립이 재배열 되었음을 알 수 있으며, 상온에서 가공한 시편 Fig. 4(b)와 비교하였을 때, 결정립 내부의 전위밀도는 감소하였으나 대부분의 결정립이 여전히 아결정립 형태로 존재하는 것을 관찰할 수 있다. 반면에 Fig. 6는  $R_C$  경로에서  $200^\circ\text{C}$ 에서 가공한 것으로서 미세조직을 관찰하면, 결정립 내부의 전위가 결정립계로 이동하는 회복 과정을 관찰할 수 있으며, 8회 가공 후 결정립 내부에는 상당히 적은 수의 전위가 존재하나, 여전히 아결정립계도 관찰된다. 결정립의 크기는 상온의 경우와 비교하면, 약 500nm 정도의 조대한 결



(a) 2passes



(b) 8passes

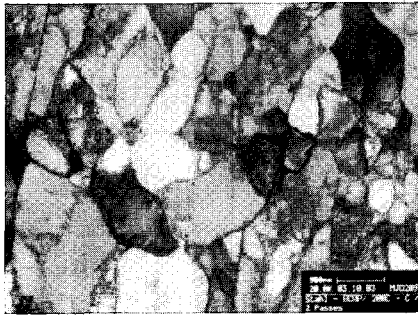
Fig. 5 TEM images of ECAP processed IF steel via route C at  $100^\circ\text{C}$  (a) 2passes and (b) 8passes (scale is 500nm)

정립을 가지고 있음을 관찰할 수 있다.

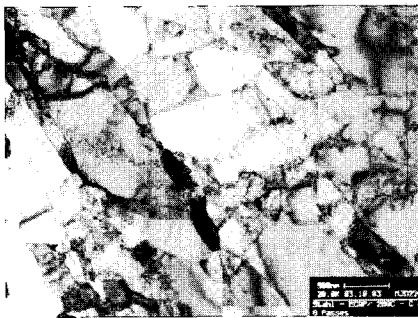
Fig. 7은 IF 강 of ECAP, 가공 정도 및 온도에 따른 평균 결정립 크기를 나타낸 것으로서, 가공 온도가 증가됨에 따라 결정립 크기가 증가하는 것을 관찰할 수 있는 반면, 가공횟수가 증가됨에 따라 결정립 크기가 미세해짐을 알 수 있다.

Fig. 8는 ECAP 가공온도와  $R_C$  경로에서 가공횟수에 따른 미소경도의 변화를 나타낸 것으로서, 일반적으로 FCC 금속에서는 경도의 증가가 4회의 ECAP 가공 후 수렴하여 더 이상 증가하지 않는 경향이 나타난다. 그러나 BCC 재료인 IF강에서는 4회 ECAP 가공 이후로도 경도가 지속적으로 증가하였는데, 이는 슬립계의 제한으로 미세조직의 변화가 FCC 보다는 늦게 나타나기 때문으로 사료 된다. 또한 열간 가공으로 인해 재결정 및 회복 현상이 발생됨으로 인해, 온도가 올라갈수록 같은 변형량에 대해 낮은 정도값을 관찰할 수 있다.

추후 아결정립/결정립계 비율 및 동적 재결정에 따른 물리적 특성 평가를 진행하고자 한다.



(a) 2passes



(b) 8passes

Fig. 6 TEM images of ECAP processed IF steel via route C at 200°C (a) 2passes and (b) 8passes (scale is 500nm)

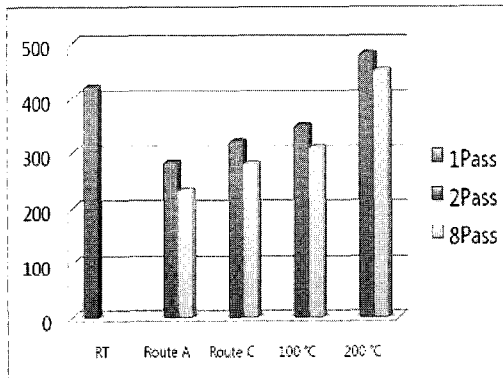


Fig. 7 The average of grain size due to ECAP, temperatures, routes and passes (y axis scale is nm)

#### 4. 결론

페라이트 단상의 IF강에 대한 냉간 및 온간 ECAP 가공실험을 수행하여 미세조직 변화 및 이에 따른 경도를 측정하였다. IF강의 미세조직은 경로

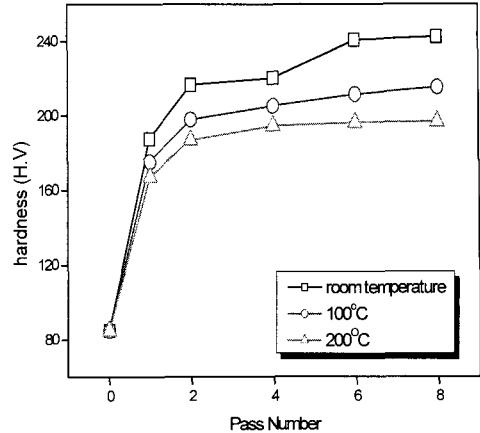


Fig. 8 Micro-hardness evolutions during ECAP via route C at various temperatures

R<sub>A</sub>의 경우 전단방향으로 연신된 조직이 발달되지만, 경로 R<sub>C</sub>의 경우는 등축조직이 발달한다.

이때 전위는 대부분 결정립계에 존재하게 되며 대부분은 불완전한 결정립계를 이루는 아결정립 형태를 이루고 있다. 100°C, 200°C의 가공온도에서 변형된 시편의 경우 결정립 내부에는 적은 전위가 존재하지만, 아결정립은 여전히 존재하며 500nm 이상의 결정립이 관찰된다. 가공 온도가 증가됨에 따라 결정립 크기가 증가하지만, 가공횟수에 따른 결정립 크기는 감소한다. 미세경도는 Cu와는 달리 4회 ECAP 공정 이후로도 지속적으로 증가하는데, 이는 슬립계의 제한으로 미세조직의 변화가 FCC 재료보다는 늦게 진행되기 때문으로 사료된다. 추후 기존의 탄소강과 IF 강의 미세조직 및 물리적 특성 평가에 대하여 비교 분석하고자 한다.

#### 후 기

이 논문은 2007년도 과학기술부의 재원으로 한국과학재단의 국가 지정연구실 사업으로 수행된 연구입니다.

#### 참 고 문 헌

- [1] R. Z. Valiev, T. G. Langdon, 2006, Prog. Mater. Sci. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement, Prog. Mater. Sci., Vol. 51, pp. 881~981.

- [2] R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, I. V. Alexandrov, 2000, Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation, *Prog. Mater. Sci.*, Vol. 45, pp. 103~189.
- [3] Y. T. Zhu, X. Z. Liao, 2004, Nanostructured metals: retaining ductility, *Nature Mater.*, Vol. 3, pp. 351~352.
- [4] J. Kim, I. Kim, D. H. Shin. 2001, Development of deformation structures in low carbon steel by equal channel angular pressing, *Scripta Mater.*, Vol. 45, pp. 421~426.
- [5] Y. Fukuda, K. Oh-ishi, Z. Horita, T. G. Langdon, 2002, Processing of a low-carbon steel by equal-channel angular pressing, *Acta Mater.*, Vol. 50, pp. 1359~1368
- [6] B. Hadzima, M. Janeček, Y. Estrin, H. S. Kim, 2007, Microstructure and corrosion properties of ultrafine-grained interstitial free steel, *Mater. Sci. Eng. A*, in press.
- [7] H. S. Kim, W. S. Ryu, M. Janeček, S. C. Baik, Y. Estrin, 2005, Effect of equal channel angular pressing on microstructure and mechanical properties of IF steel, *Adv. Eng. Mater.*, Vol. 7, pp. 43~46.
- [8] H. S. Kim, M. H. Seo, S. I. Hong, 2000, On the corner gap in the equal channel angular pressing, *Mater. Sci. Eng.*, Vol. 291A, pp. 86~90.
- [9] H. S. Kim, 2001, Prediction of temperature rise in equal channel angular pressing, *Mater. Trans.*, Vol. 42, pp. 536~538.