

이상 스테인레스강의 변형거동에 미치는 질소의 영향

이형직 · 장영원

Effects of Nitrogen on Deformation Behavior of Duplex Stainless Steel

H.J. Lee and Y.W. Chang

Abstract

The effects of nitrogen on the deformation behavior of duplex stainless steel have been studied. The variation of strength was correlated with the characteristic microstructures. Analysis based on Hall-Petch relation confirmed that nitrogen enhances phase-boundary strengthening effect. The evolution of dislocation structure, slip traces, and misorientation distribution during deformation were also characterized to elucidate the effect of nitrogen on inelastic deformation mechanism.

Key Words : Duplex stainless steel, Hall-Petch relation, Phase boundary strengthening, Deformation behavior, Misorientation distribution

1. 서론

질소가 첨가된 이상 스테인레스강은 기존의 오스테나이트계 스테인레스강에 비해 강도가 높고 인성이 우수할 뿐만 아니라 해수와 같은 부식 분위기에서도 내식성이 탁월하여 구조용 소재로서 최근 크게 주목을 받고 있다. [1-3]. 특히 질소가 강도 및 내식성의 향상에 기여한다는 사실이 알려지면서 지금까지 상업적 용도로 질소 함량이 다양한 이상 스테인레스강이 개발되었으며, 이들의 기계적 물성 또한 폭넓게 연구되었다. 그러나 질소가 이상 스테인레스강의 비탄성 변형거동에 미치는 영향은 지금까지 완전히 이해되지는 못하였다. 그러므로, 본 연구에서는 이상 스테인레스강의 변형 특성에 미치는 질소의 역할을 체계적으로 조사하는 것을 목표로 하였다.

2. 실험방법

본 연구에서는 질소 함량이 각각 다른 세 종류의 이상 스테인레스강을 사용하였고, 화학조성은 25%Cr-7%Ni-3%Mo-(0.1~0.4%)N이었다. 상태도에서 이상 영역에 해당하는 소둔온도를 결정하고, 상분율, 및 두상으로서의 질소 분배량을 확인하기 위해 ThermoCalc software를 이용하여 열역학적 계산을 행하였다. 상기 계산 결과를 바탕으로 잉곳주조를 통해 준비된 재료를 1000~1300℃의 이상 영역에서 소둔처리 하였다. 광학현미경 관찰결과 40~90%의 페라이트 상분율을 갖는 전형적인 이상조직의 미세구조를 얻을 수 있었다 (Fig. 1). INSTRON 8501 모델을 사용하여 $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 의 변형률 속도로 상온 인장 실험을 실시하였다. 강도와 미세구조의 상관관계를 조사

하였고, 오스테나이트상과 페라이트상 간의 강도차를 미소경도 시험(10g)을 통해 평가하였다. 이미 보고된 바와 같이 질소에 의한 상경계 강화효과를 확인하기 위해 Hall-Petch 분석을 행하였다 [4,5]. 상분율 및 결정입도는 Orientation imaging microscopy (OIM)을 이용해 측정하였다. 질소가 비탄성 변형거동에 미치는 영향을 규명하기 위해 변형에 따른 전위구조의 변화와 slip trace의 변화를 각각 Philips CM-30 TEM과 FE-SEM을 이용하여 관찰하였다. 또한 Electron back-scattered diffraction (EBSD) 기술을 이용하여 변형중 발생한 misorientation 분포의 변화를 측정하여 변형거동을 분석하고자 하였다.

3. 결과 및 고찰

이상 스테인레스강의 미세구조는 Fig. 1에서 보여지는 것처럼 연속상인 페라이트 기지에 island 형태의 오스테나이트상이 혼재하는 것으로 관찰되었다. 페라이트 (또는 오스테나이트) 결정입계는 관찰되지 않았고 상경계만이 존재하였다. 또한 질소 함유량이 증가함에 따라 오스테나이트상은 점점 구형으로 바뀌고 상분율도 증가하였다.

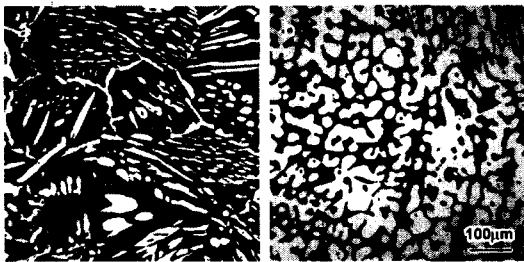


Fig. 1 Optical micrographs of duplex stainless steel prepared by an ingot casting followed by annealing at 1150°C (white: austenite, gray: ferrite): (a) [N]=0.13 wt.%, $V_f=0.25$ (b) [N]=0.33 wt.%, $V_f=0.53$.

항복강도는 Fig. 2(a)에 보여진 것처럼 질소 함량에 관계없이 페라이트 상분율과 직선적인 관계를 가지는데, 이것은 기지인 페라이트상이 비탄성 변형의 초기단계를 주도하는 것을 의미한다 [6,7]. 한편 인장강도와 연성은 페라이트 상분율 보다는 두 상간의 경도비 ($Hv^{(6)}/Hv^{(7)}$)와 관련되어 있는 것으로 보였다 (Fig. 2(b)). 이들 합금의 As-received 상태에서 경도비가 가장 낮을 경우 인장강도 및 연성이 가장 높은 것으로 관찰되었는데, 이러한 결과는 비탄성 변형 거동이 오스테나이트와 페라이트

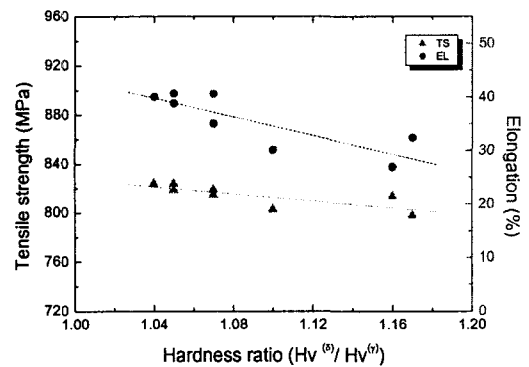
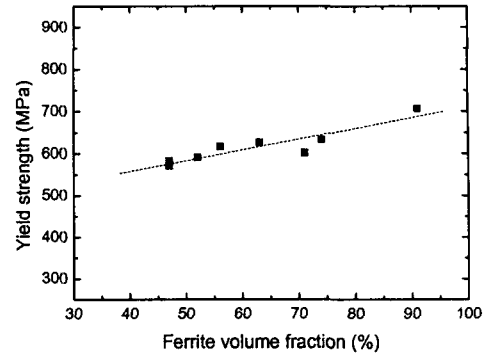


Fig. 2. The variation of mechanical properties: (a) yield strength as a function of ferrite volume fraction and (b) tensile strength and elongation as a function of hardness ratio.

상의 강도차에 의해 크게 영향을 받으며, 두상의 강도는 질소에 의해 변화될 수 있다는 것을 의미한다. Hall-Petch 관계는 Horvath 등이 제안한 방법으로 분석하였는데 [4], 본 연구에서 사용한 재료는 주로 상경계가 존재하기 때문에 계면 저항성을 나타내는 k^d 값은 상경계 저항성을 나타내는 k^{67} 값이 된다. Fig. 3에서 보여진 것처럼 Hall-Petch 도식을 통해 질소 함유량이 증가함에 따라 상경계 저항성은 커진다는 것이 확인되었고, 따라서 질소가 상경계 강화효과를 가진다는 사실이 분명한 것처럼 보였다 (Table 1).

미소경도 실험결과, as-received 상태에서 오스테나이트상이 페라이트 상보다 연질이지만 변형량이 증가함에 따라 훨씬 빠른 속도로 가공경화 되어 페라이트상보다 경질이 되는 것으로 확인되었다. Fig. 4에서 보여지는 것처럼 질소에 의해 페라이트상은 거의 가공경화 되지 않지만 오스테나이트상은 페라이트상에 비해 훨씬 빠른 속

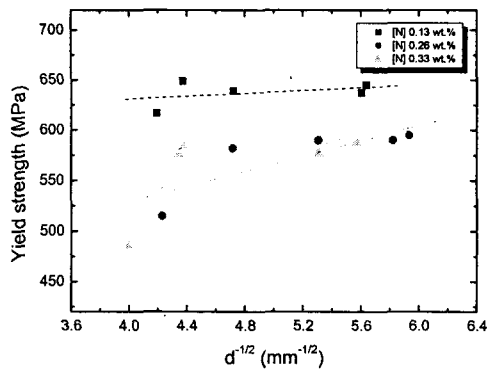


Fig. 3. Yield strength variation with the grain size.

Table 1 Friction stress and interface boundary resistance.

[N] (wt.%)	σ_0^d (MPa)	k^d ($N \cdot mm^{-3/2}$)
0.13	607	6.1
0.26	376	38.1
0.33	375	39.6

도로 가공경화되었다. Slip trace 관찰결과 다중 및 단일 슬립계가 오스테나이트와 페라이트상에서 각각 활성화된 것을 확인할 수 있었다 (Fig. 5). 또한 한가지 주목할 것은 상경계 주위에서 페라이트상의 slip trace를 따라 미세크랙이 15%의 낮은 변형율에서도 관찰된다는 것이었다. 변형중 오스테나이트상은 다른 슬립계를 활성화시키므로써 유동 전위를 생성하고 응력을 수용하는 반면, 상온에서 활성화 슬립계가 작은 페라이트상은 미세크랙을 형성함으로써 내부응력을 해소하는 것으로 보여진다. 페라이트상에서 생성된 미세크랙은 오스테나이트상으로 전파되어 최종 파괴에 이르는 것으로 사료된다.

Table 2에 나타낸 misorientation 분포로부터 질소 함량이 가장 작은 합금(0.13%)은 5%의 작은 변형율에서 오스테나이트상이 페라이트상보다 더 쉽게 변형되는 것으로 보였다. 그러므로 오스테나이트상에서는 전위의 증식 및 상호작용이 활발하여 고경각계가 생성되고, 변형율이 15%로 증가하게 되면 변형모드는 변화하여 페라이트상에서 고경각계가 두드러지게 나타나는 것으로 관찰되었다. 이러한 변형기구는 오스테나이트와 페라이트상간의 강도차가 상대적으로 크기 때문에 기인하는 것으로 생각된다. 그러나 질소의 함량이 더 많은 합금에서는 (0.26, 0.33 wt.%) 두상 모두 초기변형부터 비탄성적 변

형을 일으키는 것으로 관찰되었다. 즉 질소의 함량이 높은 합금에서는 오스테나이트에서 페라이트상으로 소성 전이가 빠르게 일어난다는 것을 의미한다 [8]. 이것은 두 상간의 강도차가 상대적으로 작기 때문에 사료된다.

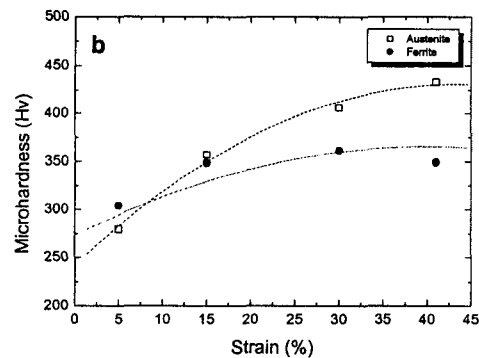
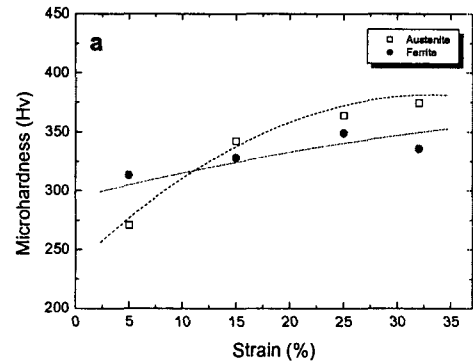


Fig. 4 Micro-hardness variation of each phase during inelastic deformation: (a) low nitrogen content (0.13 wt.%) and (b) higher nitrogen content (0.33 wt.%).

변형 상태의 전위구조로부터 유추된 변형기구는 위에서 기술한 misorientation 분포의 변화와도 일치하는 것으로 나타났다. 질소의 함량이 가장 낮은 합금(0.13 wt.%)에서는 Fig. 6에서 보여지는 것처럼 5%의 작은 변형율에서 오스테나이트상은 질소에 기인한 short-range ordering에 의해 평면슬립이 활발한 비탄성 변형거동을 보인 반면 페라이트상에서는 전위 dipole들이 자주 관찰되었다 [9,10]. 한편 질소의 함량이 높은 합금에서는(0.26 wt.%) 두상 모두 활발한 비탄성 변형이 관찰되었다. 이 경우 변형 상태의 페라이트상에서 전위 tangle을 쉽게 관찰할 수 있었다.

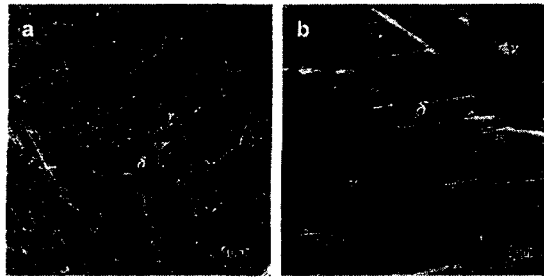


Fig. 5. Slip traces of duplex stainless steel with low nitrogen content (0.13 wt.%) deformed to 15% strain: (a) multiple slip in austenite phase, (b) microcracks generated on slip traces of ferrite.

Table 2 Dominant variation of misorientation after deformation compared with previous state. (LAB: low angle boundary, HAB: high angle boundary)

[N] (wt.%)	Phase	Strain (%)		
		5	15	30
0.13	δ	LAB	HAB	LAB
	γ	HAB	LAB	LAB
0.26	δ	HAB	LAB	LAB
	γ	HAB	LAB	LAB
0.33	δ	HAB	LAB	LAB
	γ	HAB	LAB	LAB

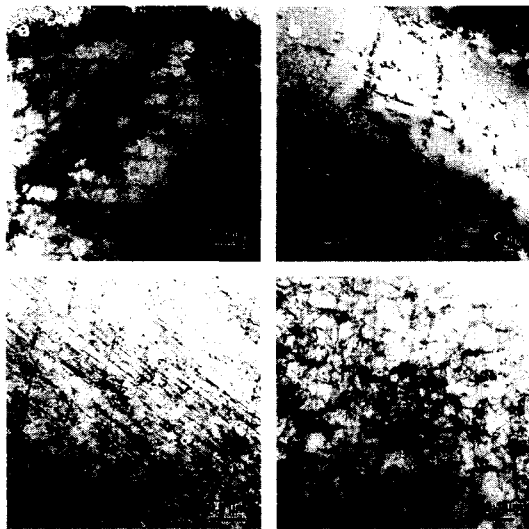


Fig. 6 Different dislocation structures after deformed to 5% strain: (a) γ and (b) δ phase in steel with 0.13 wt.%N, (c) γ and (d) δ phase in steel with 0.26 wt.% N.

4. 결론

이상 스테인레스강의 질소 함량은 항복강도, 인장강도 및 상경계 강도와 같은 기계적 물성에 영향을 미치며, 특히 질소에 의한 오스테나이트상과 페라이트상 간의 강도차는 이상 스테인레스강의 변형기구를 결정하는데 있어서 중요한 역할을 하는 것처럼 보인다. 본 연구에서는 다양한 misorientation 분포 및 전위구조를 관찰함으로써 질소함량이 높은 합금은 두상간의 강도차가 작아서 오스테나이트에서 페라이트상으로 비탄성 변형의 전이가 초기변형시 발생한다는 것을 잘 보여 주었다.

참고 문헌

- (1) J. -O. Nilsson, 1992, Mater. Sci. Technol., Vol. 8, p.685.
- (2) H. D. Solomon and T. M. Devine, 1984, "Duplex stainless steels", ASM
- (3) J. Charles, 1991, "Duplex stainless steels '91", Les Editions de Physique.
- (4) W. Horvath, H. Hofer, and E. Werner, 1997, Comput. Mater. Sci., Vol. 9, p.76.
- (5) W. Horvath, B. Tabernig, E. Werner and P. Uggowitzer, 1997, Acta Mater., Vol. 45, p.1645.
- (6) M. Nyström and B. Karlsson, 1994, "Duplex Stainless Steels '94", Abington publishing.
- (7) Y.H. Park and Z.H. Lee, 2001, Mater. Sci. Eng. A, Vol. 297, p.78.
- (8) A. Mateo, A. Gironès, J. Keichel, L. Llanes, N. Akdut and M. Anglada, 2001, Mater. Sci. Eng. A, Vol. 314, p.176.
- (9) P. Müllner, C. Solenthaler, P. Uggowitzer and M.O. Speidel, 1993, Mater. Sci. Eng. A, Vol. 164, p.164.
- (10) V. Gerold and H.P. Karnthaler, 1989, Acta Metall. Vol. 37, p.2177.