

Fe-Ni 합금에서 래스 마르텐사이트와 렌즈상 마르텐사이트의 반복변태사이클($\alpha' \leftrightarrow \gamma'$)에 따른 미세조직과 기계적 성질

서성복 · 전중환* · 최종술
연세대학교 금속공학과
*연세대학교 철강연구소

Effect of Transformation Cycles($\alpha' \leftrightarrow \gamma'$) on Microstructures and Mechanical Properties of Lath and Lenticular Martensites in Fe-Ni Alloys

Seong-Bok Seo, Joong-Hwan Jun* and Chong-Sool Choi

Department of Metallurgical Engineering, Yonsei University, Seoul 120-749, Korea

*Research Institute of Iron and Steel Technology, Yonsei University, Seoul 120-749, Korea

Abstract The influence of transformation cycles ($\alpha' \leftrightarrow \gamma'$) on the microstructure and mechanical properties of lath and lenticular martensites has been studied in Fe-Ni alloys. The width of lath in Fe-15%Ni alloy decreased with increasing the number of transformation cycles, while no appreciable change in dislocation density inside the lath was observed. In case of Fe-31%Ni alloy, a number of dislocations were additionally introduced into the martensite plate after the transformation cycling. Tensile strength and Vickers hardness of lath martensite decreased with the increase in number of transformation cycles, whereas those of lenticular martensite increased up to 1 cycle and then remained constant. Elongation of two alloys was deteriorated after 1 transformation cycling, corresponding to the tensile strength. But the decrement of elongation in Fe-31%Ni alloy was smaller than that in Fe-15%Ni alloy.

(Received December 13, 1999)

Key words: Fe-Ni alloys, thermal cycling, lath martensite, lenticular martensite, microstructure, mechanical properties

1. 서 론

Fe-Ni 합금에서 반복변태 ($\alpha' \leftrightarrow \gamma'$)가 기계적 성질과 미세조직에 미치는 영향에 대한 실험결과가 지금까지 많은 연구자들에 의해 보고되었다[1~6]. Wasserman [1]은 마르텐사이트로부터 역변태된 오스테나이트는 어닐링된 오스테나이트보다 현저히 강도가 높다고 보고 하였으며, Krauss 등[2]은 역변태 오스테나이트의 강도에 미치는 반복열처리의 영향을 조사하여, 반복열처리 횟수가 증가할수록 역변태 오스테나이트의 강도가 증가한다는 사실을 발견하였다. 또한, Hyatt 등[3]은 반복열처리 횟수가 증가할수록 역변태 오스테나이트의 결정립 크기가 작아지며, 이것이 오스테나이트 강도증가의 한 원인이 된다고 주장하였다. 하지만, 이러한 많은 연구결과에도 불구하고 반복열처리에 의해 생성된 마르텐사이트의 기계적 성질 및 미세조직에 대해서는 거의 보고된 바 없다.

따라서 본 연구에서는 래스 마르텐사이트인 Fe-

15%Ni 합금과 렌즈상 마르텐사이트인 Fe-31%Ni 합금을 마련하여, 반복열처리에 따른 마르텐사이트의 기계적 성질의 변화를 서로 비교하고, 이를 반복열처리에 따른 미세조직의 변화와 연관지어 고찰하였다.

2. 실험방법

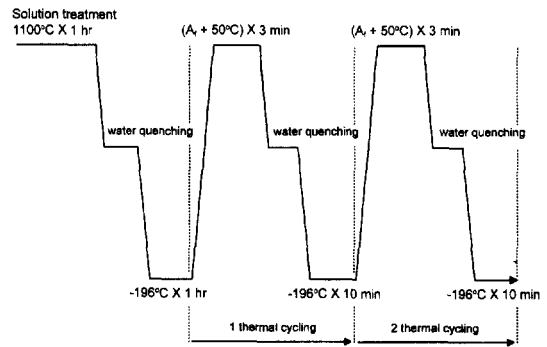
본 연구에 사용된 Fe-Ni 합금은 전해철과 전해니켈을 소정량 평량한 후 진공고주파유도로에서 용해하여 약 5 kg의 잉곳으로 제조하였다. 이 잉곳을 1100°C에서 24시간 동안 균질화처리한 후 적당한 크기의 각재로 절단하고 열간압연과 각종 기계적 가공을 행하여 소정의 치수를 갖는 변태온도 측정용 시편 및 인장시험용 시편을 각각 제작하였다. 모든 시편은 1100°C에서 1시간 동안 진공중에서 용체화처리한 후 수냉한 다음 -196°C의 액체질소에 다시 서브제로처리하였다. 각 합금의 마르텐사이트 변태개시 온도(M_s), 역변태 개시온도(A_s) 및 종료온도(A_f)는 시차주사열량계(DSC)로 측정하

Table 1. Chemical composition(wt.%) and martensitic transformation temperatures($^{\circ}\text{C}$) of experimental alloys.

Alloy	Ni	C	Si	Mn	S	Fe	M_s	A_s	A_f
Fe-15%Ni	15.09	0.004	0.03	0.01	0.004	bal.	384	588	640
Fe-31%Ni	31.06	0.005	0.03	0.01	0.004	bal.	-50	360	400

였다. 제조된 합금의 화학조성과 마르텐사이트 변태온도를 Table 1에 나타내었다.

본 연구에서는 2 mm 두께의 판상 인장시편을 $A_f + 50^{\circ}\text{C}$ 의 온도에 유지된 염욕중에서 3분간 유지하여 마르텐사이트를 오스테나이트로 역변태시킨 다음 이를 수냉한 후 다시 -196°C 의 액체질소에서 10분 동안 서브제로처리하는 과정을 1 사이클로 하는 반복열처리를 실행하였으며, 총 7 사이클까지 실행하였다. Fig. 1에 본 연구에서 행한 반복열처리 과정을 도식적으로

**Fig. 1.** Schematic diagram showing thermal cycling treatment.

나타내었다. 반복열처리에 따른 광학현미경 미세조직은 아세트산과 과염소산을 9:1의 비율로 혼합한 용액에서 전압 29V, 전류 0.8mA의 조건으로 인장시편의 일부를

Fig. 2. Change in optical microstructure with number of thermal cycles in Fe-15%Ni and Fe-31%Ni alloys.

- (a) Fe-15%Ni alloy before thermal cycling (b) Fe-15%Ni alloy after 1 thermal cycling
 (c) Fe-15%Ni alloy after 7 thermal cycling (d) Fe-31%Ni alloy before thermal cycling
 (e) Fe-31%Ni alloy after 1 thermal cycling (f) Fe-31%Ni alloy after 7 thermal cycling

Fig. 3. Change in TEM microstructure with number of thermal cycles in Fe-15%Ni and Fe-31%Ni alloys.
 (a) Fe-15%Ni alloy before thermal cycling (b) Fe-15%Ni alloy after 1 thermal cycling
 (c) Fe-15%Ni alloy after 7 thermal cycling (d) Fe-31%Ni alloy before thermal cycling
 (e) Fe-31%Ni alloy after 1 thermal cycling (f) Fe-31%Ni alloy after 7 thermal cycling

절단하여 전해연마한 후 3% Nital 용액으로 에칭하여 관찰하였고, 하부조직은 두께 100 μm 의 박막시편을 아세트산과 과염소산을 8:2로 혼합한 용액에서 전압 20V, 전류 1mA의 조건으로 제트연마한 다음 투과전자 현미경(TEM, Jeol JEM-200CX)으로 관찰하였다. 한편, 반복열처리에 따른 상분율의 변화는 X선 회절시험을 이용하여 조사하였다.

반복열처리에 사용된 인장시편의 형상과 치수는 ASTM-E8 type의 소형 판상인장시편(두께 2.0 mm, 표점거리 25 mm)이었으며, 2 mm/sec의 변형율로 인장 시험하였다. 경도측정은 인장시편의 일부를 절단하여 미소 비커스경도기를 사용하여 측정하였으며, 5회 측정 한 값의 평균치를 시편의 경도값으로 취하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1. 반복열처리에 따른 미세조직의 변화

Fig. 2는 반복열처리에 따른 Fe-15%Ni 합금과 Fe-31%Ni 합금의 미세조직 변화를 광학현미경으로 관찰한 결과이다. 이전 연구결과들[7~10]에 따르면, Fe-Ni 합금에서 Ni 함량이 25% 이하일 때는 오스테나이트의 {111}면에서 래스 형태의 마르텐사이트가 생성되며, Ni 함량이 28% 이상일 때는 {259} 혹은 {3 10 15}의 해빗면(habit plane)을 가지는 렌즈상 마르텐사이트가 생성된다. 반복열처리전의 광학현미경 조직사진으로부터, Fe-15%Ni 합금에서는 오스테나이트 결정립 내부의 여러 패킷(packet)과 그 내부에 무수히 많은 미세한 래스들이 관찰되며(Fig. 2-(a)), Fe-31%Ni 합금에서는 미드립(midrib)을 가지는 렌즈상 마르텐사이트가 다양한 크기와 방향을 가지고 형성되어 있는 것을 확인할 수 있다(Fig. 2-(d)). 이와 같이 렌즈상 마르텐사이트가 다양한 크기와 방향을 가지는 이유는, 먼저 생성되는 마르텐사이트 플레이트가 오스테나이트 결정립을 분할하므로 후속적으로 생성되는 플레이트의 크기와 방향이

제한되기 때문이다[7, 8]. Fig. 2로부터, 반복열처리 횟수가 증가할수록 두 합금 공히 이전 오스테나이트 결정립 크기가 점차 작아지면서 마르텐사이트가 더욱 미세해지는 것을 관찰할 수 있다.

반복열처리에 따른 Fe-15%Ni과 Fe-31%Ni 합금의 투과전자현미경 조직사진을 Fig. 3에 나타내었다. Fe-15%Ni 합금의 경우 Fig. 3-(a)~(c)로부터, 반복열처리 횟수가 증가함에 따라 래스의 폭은 감소하는 반면, 래스 내부의 전위밀도에는 큰 변화가 없음을 알 수 있다. 반복열처리 횟수가 증가함에 따라 래스의 폭이 감소하는 이유는, Fig. 2로부터 관찰할 수 있는 것과 같이 이전 오스테나이트의 결정립이 반복열처리 횟수와 더불어 미세화되기 때문이라 생각된다. Fe-31%Ni 합금의 렌즈상 마르텐사이트의 경우는 중앙 미드립을 가로 지르는 내부쌍정(internal twin)과 각 플레이트 경계부근의 높은 전위밀도 지역으로 구성되어 있다(Fig. 3-(d)). Fig. 3-(e)와 (f)에서 알 수 있는 것과 같이, 렌즈상 마르텐사이트는 반복열처리에 의해 내부쌍정이 소멸하는 경향을 나타내며 플레이트 전지역에 추가적으로 많은 전위가 도입됨을 관찰할 수 있다.

Table 2는 반복열처리에 따른 마르텐사이트 함량의 변화를 X선 회절시험으로 측정된 결과이다. Fe-15%Ni 합금은 반복열처리 7 사이클까지 100% 마르텐사이트 단상이 계속 유지되는 반면, Fe-31%Ni 합금은 반복열처리 전 마르텐사이트 함량이 99%에서 반복열처리 횟수가 증가함에 따라 점차 잔류 오스테나이트량이 약간 증가하는 경향을 확인할 수 있다. 이와 같이 Fe-31%Ni 합금에서 반복열처리에 따라 잔류 오스테나이트 함량이 조금씩 증가하는 이유는, 오스테나이트 내부에 전위밀도가 크게 증가하여 오스테나이트가 안정화되고 그에 따라 M_s 온도가 점차 낮아지기 때문이라 생각된다. 이것은 반복열처리 횟수가 증가할수록 Fe-Ni 합금에서 역변태 오스테나이트로부터 생성되는 마르텐사이트량이 적어진다고 발표한 이전 연구결과[11]와 잘 일치한다.

3.2. 반복열처리에 따른 기계적 성질

반복열처리(무확산 전단변태에 의한 $\alpha \leftrightarrow \gamma$)에 의해 격자결합(주로 전위)이 α' 내에 얼마나 많이 도입될 것인가를 예상하기 위하여는 당초의 α' 내에 격자결합들(주로 전위)이 포화되어 있는지 어떤지를 알아야 한다. 이를 위해서는 냉각상태, 즉 최초의 α' 를 냉간가공함으

Table 2. Variation in martensite volume percent with number of thermal cycles in Fe-15%Ni and Fe-31%Ni alloys.

Alloy	non-cycled	1 cycled	3 cycled	5 cycled	7 cycled
Fe-15%Ni	100	100	100	100	100
Fe-31%Ni	99.0	98.0	97.5	97.0	97.0

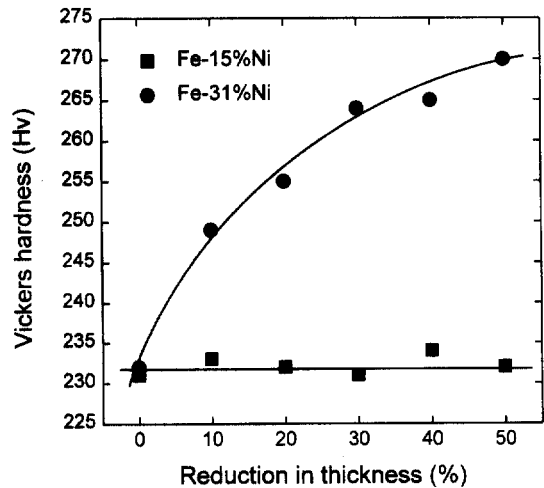


Fig. 4. Relation between hardness and reduction in thickness for Fe-15%Ni and Fe-31%Ni martensites.

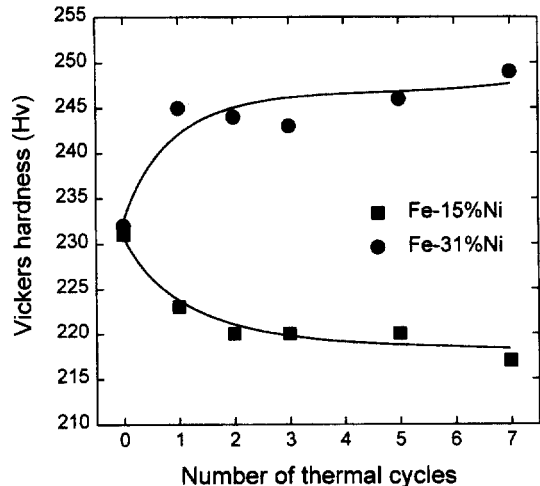


Fig. 5. Variation in Vickers hardness with number of thermal cycles in Fe-15%Ni and Fe-31%Ni alloys.

로써 경도변화를 조사할 필요가 있다. Fig. 4는 두 합금의 마르텐사이트 조직의 경도를 냉간압연율에 대해 조사한 것이다. 래스 마르텐사이트 조직은 가공도에

관계없이 일정한 경도값을 나타내며, 렌즈상 마르텐사이트 조직은 가공도와 더불어 계속적으로 경도가 증가하고 있다. 이는 래스 마르텐사이트의 경우 냉각한 마르텐사이트 상태에서 전위가 포화상태로 존재하며, 렌즈상 마르텐사이트의 경우는 냉각한 마르텐사이트 상태에서 전위가(약간의 내부쌍정) 포화상태로 되어 있지 않음을 의미한다.

Fig. 5는 Fe-15%Ni과 Fe-31%Ni 합금의 마르텐사이트 경도를 반복변태열처리 횟수에 대해 나타낸 것이다. 렌즈상 마르텐사이트 경우 반복변태 1 사이클에서 경도가 급격히 증가하고 그 이후 경도가 점진적으로 증가한다. 이는 Fig. 4에서 보는 바와 같이 당초의 마르텐사이트 상태에서 전위가 포화되어 있지 않기 때문에 반복변태시 1 사이클에서 전위가 포화상태에 접근할 정도로 많이 도입되고 그 이후는 사이클의 증가와 더불어 약간의 전위가 도입되기 때문이라 생각된다. 그러나 래스 마르텐사이트의 경우는 경도가 2 사이클까지는 급히 떨어지고 그 이후는 일정한 값을 나타내고 있다. 그 이유에 대해 다음과 같이 고찰해 본다. 지금 Fe-15%Ni 합금의 래스 마르텐사이트 경도(H)는 Choi 및 Tanaka[12]에 따르면 $H = H_0 + \Delta H_d + \Delta H_s$ 로 표시할 수 있다. 여기서 H_0 는 어닐링된 페라이트의 경도, ΔH_d 는 전위에 의한 경도증가, ΔH_s 는 용질원소의 고용강화이다. Fe-15%Ni 합금의 당초 마르텐사이트 상태는 전위밀도가 포화되어 있기 때문에 (Fig. 4), 반복사이클수가 증가하더라도 ΔH_d 는 일정한 값을 유지할 것이다. 그러므로 반복열처리 횟수가 증가할수록 경도(H)가 감소하는 것은 ΔH_s 값의 감소에 기인할 수 밖에 없다. 고용원소로 탄소량은 적기 때문에 무시할 수 있고 Ni, Si, Mn 등을 고려할 수 있다. 이들 원자와 철원자의 직경차이를 조사해 보면, $|d(Fe) - d(Ni)| = 0.01\text{\AA}$, $|d(Fe) - d(Si)| = 0.13\text{\AA}$, $|d(Fe) - d(Mn)| = 0.241\text{\AA}$ 이다. 즉, 단위질량당 고용강화량의 크기는 Mn, Si, Ni의 순서가 될 것이다. Fe-15%Ni 합금의 경우 반복변태 열처리시 상온온도가 690°C ($A_f = 640^\circ\text{C}$)로 높기 때문에 반복열처리 동안에 이러한 치환형 용질원자들이 전위를 통한 확산으로 이전 오스테나이트 결정립계로 석출해서 고용강화량이 감소하기 때문에, Fig. 5에서 보는 바와 같이 2 사이클까지 래스 마르텐사이트의 경도가 감소하고, 그 이후는 석출이 완료되었기 때문에 일정한 경도값을 유지한다고 생각된다.

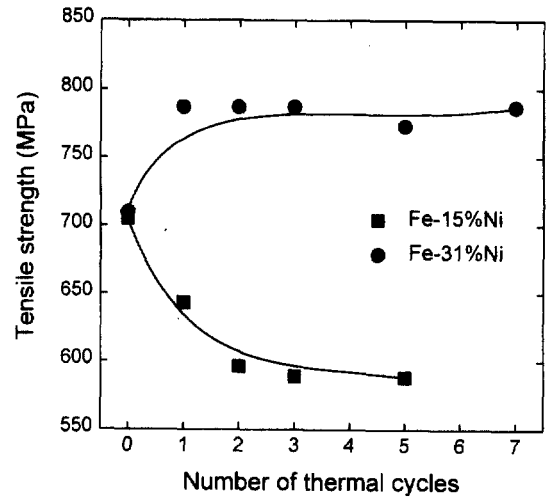


Fig. 6. Variation in tensile strength with number of thermal cycles in Fe-15%Ni and Fe-31%Ni alloys.

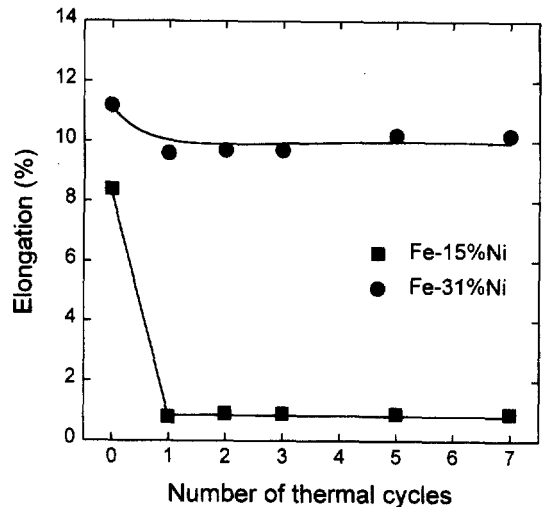


Fig. 7. Variation in elongation with number of thermal cycles in Fe-15%Ni and Fe-31%Ni alloys.

Fig. 6은 사이클수에 따른 인장강도를 나타낸 것으로 경도변화(Fig. 5)와 잘 일치함을 알 수 있다. Fig. 7은 반복열처리에 따른 두 합금의 연신율을 나타낸 것이다. 두 합금 공히 반복열처리 1 사이클에서 급격히 연신율이 감소하고 그 이상에서는 거의 일정한 값을 나타내고 있다. Fe-31%Ni 합금의 경우 연신율의 변화는 Fig. 6의 인장강도 변화와 잘 대응하고 있지만, Fe-15%Ni 합금의 경우는 인장강도가 저하함에도 불구하고 연신율이 감소하는 것은 앞서 설명한 바와 같이 반복변태

동안에 치환형 용질원자들(Mn, Si, Ni)이 이전 오스테나이트 결정립계로 석출해서 입계취화가 일어났기 때문이라 생각된다.

4. 결 론

하부조직이 각각 래쓰와 렌즈상 마르텐사이트인 Fe-15%Ni과 Fe-31%Ni 합금에서, 마르텐사이트의 미세조직의 변화와 기계적 성질에 미치는 반복열처리의 영향을 조사하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 반복열처리 횟수가 증가함에 따라 두 합금 공히 이전 오스테나이트의 결정립크기가 감소하였으며, 그에 따라 마르텐사이트 조직도 미세화되는 경향을 보였다.

2. Fe-15%Ni 합금은 반복열처리 후 래쓰의 폭이 감소한 반면, 래쓰 내부의 전위밀도는 거의 변화가 없었다. Fe-31%Ni 합금은 반복열처리에 의하여 마르텐사이트 플레이트 내부에 많은 전위가 추가적으로 도입되었다.

3. Fe-31%Ni 합금의 경도(인장강도)는 반복열처리 1 사이클에서 급격히 증가하고, 그 이후는 점진적으로 증가하였다. 이는 당초의 α' 상태에서 전위가 포화되어 있지 않았기 때문에, 반복열처리에 의해 전위가 추가적으로 도입되기 때문이다. 그러나, Fe-15%Ni 합금의 경우는 경도(인장강도)가 2 사이클까지 급격히 감소하고, 그 이후는 일정한 값을 나타내었다. 그 이유는 α' 중에 함유된 고용원자들이 반복변태 2 사이클 동안에 이전 오스테나이트 결정립계로 전부 확산하여 기지의 고용강화효과가 감소하였기 때문이다.

4. Fe-31%Ni 합금의 연신율의 변화는 경도(인장강도)

변화와 잘 대응하고 있지만, Fe-15%Ni 합금의 경우는 경도(인장강도)가 반복열처리 횟수의 증가와 더불어 감소함에도 불구하고 연신율이 떨어졌다. 그 이유는 반복열처리 동안에 이전 오스테나이트 결정립계에 용질이 편석하므로써 입계가 취화되었기 때문이라 생각된다.

후 기

본 연구의 수행에 도움을 주신 RIST의 이충주박사와 연세대학교 대학원 금속공학과와 노종빈, 임동석군에게 감사드립니다.

참고문헌

1. G. Wasserman : Arch. Eisen., 6 (1932) 347.
2. G. Krauss and M. Cohen : Trans. TMS-AIME, 224 (1962) 1212.
3. B. Hyatt and G. Krauss : Trans. ASM, 61 (1968) 169.
4. G. Krauss : Acta Metall., 11 (1963) 499.
5. S. Shapiro and G. Krauss : Trans. TMS-AIME, 239 (1967) 1408.
6. C. A. Apple and G. Krauss : Acta Metall., 20 (1972) 849.
7. G. R. Speich and P. R. Swann : JISI, 203 (1965) 480.
8. G. Krauss and A. R. Marder : Metall. Trans., 2 (1971) 2343.
9. A. B. Greniger and A. R. Troiano : Trans. ASM, 140 (1940) 307.
10. M. Umemoto, E. Yoshitake and I. Tamura : J. Mater. Sci., 18 (1983) 2893.
11. T. Maki and C. M. Wayman : Metall. Trans. A, 7A (1976) 1511.
12. C. S. Choi and M. Tanaka : Trans. ISIJ, 12 (1972) 16.