

Fe-Mn계 합금에서 응력유기 ϵ 마르텐사이트의 양에 미치는 열처리 온도의 영향

지광구[†] · 한준현 · 장우양*
한국과학기술연구원 재료연구부
*조선대학교 신금속소재공학과

Effect of Heat Treatment Temperature on Amount of Stress-Induced ϵ Martensite in an Fe-Mn Based Alloy

K. K. Jee[†], J. H. Han and W. Y. Jang*

Div. of Materials, Korea Inst. of Sci. and Tech., Seoul 136-791, Korea

*Dept. of Metallurgical Engineering, Chosun Univ., Gwangju 501-759, Korea

Abstract In this work, a new method of measuring volume fraction of deformation-induced ϵ martensite is proposed using endothermic heat on reverse transformation. As grain size increases, the amount of ϵ martensite forming on cooling increases. However, with a decrease in grain size, more ϵ is induced by deformation, improving shape memory effect.

(Received 22 September 2004; accepted 5 November 2004)

Key words: Fe-Mn based alloy, Volume fraction of ϵ martensite, Endothermic heat, Grain size, Shape memory effect

1. 서 론

Fe-Mn계 합금은 형상기억효과[1, 2]와 진동흡수효과[3, 4]를 나타내는데 이는 응력에 의해서 $\gamma \rightarrow \epsilon$ 마르텐사이트 변태가 일어나기 때문이다. 일반금속은 전위의 움직임에 의해서 변형이 일어나는데 반하여 이 합금계에서는 ϵ 마르텐사이트의 형성에 의해서 변형이 일어난다. 따라서 변형에 의해서 생성되는 ϵ 마르텐사이트의 부피분율은 중요한 의미를 갖는다.

대개 냉각에 의해서 생성되는 ϵ 마르텐사이트는 이방성이 없으므로 X선 회절상으로부터 γ 와 ϵ 마르텐사이트의 피크의 강도를 비교하여 부피분율을 측정하는 방법이 널리 쓰이고 있다[5]. 그러나 변형에 의해서 생기는 ϵ 마르텐사이트는 방향에 따라서 회절상이 완전히 달라져 이 방법을 이용할 수 없다. 이를 극복하고자 시편을 회전시키면서 X선 회절시험을 하는 방법 또는 뫼스bauer 스펙트로스코피(Mossbauer spectroscopy)법이 제안되었으나 그다지 만족스럽지 못한 것으로 알려져 있다[6].

저자들은 γ 와 ϵ 마르텐사이트의 비부피(Specific

volume) 차이를 이용하여 ϵ 마르텐사이트의 부피분율을 측정하는 방법을 제안한 바 있다[7]. 그러나 2-3개 축에 대하여 길이변화를 측정해야 하는 등 시간이 많이 걸리고 길이변화가 두 상간의 비부피차, 형상기억효과, 열팽창에 의해서 나타나 상당히 정밀성이 요구되는 등 어려움이 많다.

본 연구에서는 γ 와 ϵ 마르텐사이트의 두 상간의 열량을 이용하여 변형에 의해서 생성되는 ϵ 마르텐사이트의 부피분율을 측정하는 방법을 제안하였다. 즉 100%의 ϵ 마르텐사이트가 γ 로 역변태시 흡열량을 구한 다음 각 시편의 역변태시 흡열량으로부터 ϵ 마르텐사이트의 부피분율을 구하였다. 이 방법을 이용하여 결정립의 크기가 다른 경우 변형에 의해서 생성되는 ϵ 마르텐사이트의 부피분율에 미치는 결정립 크기의 영향을 조사하였다. 그리고 결정립의 크기에 따른 형상기억효과를 조사하였다.

2. 실험방법

Fe-21Mn합금(중량비) 주괴를 진공유도 용해로에서

[†]E-mail : kkje@kist.re.kr

마그네시아 도가니를 이용하여 용해하여 제작하였다. 제작된 주괴는 1000°C에서 2시간 균질화처리한 다음 열간압연하였다.

이 판재는 30% 냉간압연한 후 결정립 크기를 변화시키기 위해서 700-1200°C에서 1시간 동안 가열하였다.

역변태시의 길이 변화는 TMA(Thermo-mechanical analyser)로 측정하였으며 기준샘플(reference sample)로는 석영을 이용하였다.

DSC는 열유속형 타입으로 가열속도를 분당 10°C로 하였으며 시편의 양은 30 mg 정도로 하였다.

형상회복량은 시편을 원형으로 bending시킨 후 곡률의 직경을 측정하는 방법[8]으로 구하였다. 두께가 t 인 반듯한 시편을 D_1 이 되도록 변형시키면 변형량은 (t/D_1) 이 된다. 이를 A_1 이상으로 가열시키면 시편이 퍼지는데 이때의 곡률직경을 D_2 라고 하면 형상회복량은 $(t/D) = (t/D_1 - t/D_2)$ 가 된다.

3. 실험결과 및 고찰

Fe-21Mn 합금을 30% 냉간압연 후 700-1200°C에서 1시간 가열하여 결정립의 크기를 3.5 μm 에서 97.1 μm 로 변화시켰으며 그 결과 ϵ 마르텐사이트의 양도 크게 변화하였다[7]. TMA로 측정한 M_s 는 120°C, M_f 는 75°C로 결정립 크기에 상관없이 일정했으며 상온에서 ϵ 마르텐사이트가 생성되어 있다[7]. 그러나 결정립의 크기에 따라 ϵ 마르텐사이트의 부피분율은 크게 차이가 났다[7].

이전의 보고[7]에서는 이러한 ϵ 마르텐사이트를 역변태시키면서 부피변화로부터 부피분율을 측정하였다. 그림 1[7]은 ϵ 마르텐사이트의 부피분율을 나타낸 것이다. 열처리 온도가 높을수록 ϵ 마르텐사이트의 부피분율이 커지는 것은 변태를 방해하는 결정립계의 면적이 줄어들기 때문이다.

그림 2는 각 시편을 가열시키면서 측정한 DSC곡선을 나타낸다. 결정립이 클수록 흡열량이 커서 ϵ 마르텐사이트의 부피분율이 큰 것을 알 수 있으며 역변태온도는 거의 변화가 없는 것은 이미 앞서 보고한 바와 같다[7].

한편 그림 1의 부피분율과 그림 2의 DSC의 역변태시의 흡열량은 그림 3과 같이 직선적인 관계가 있

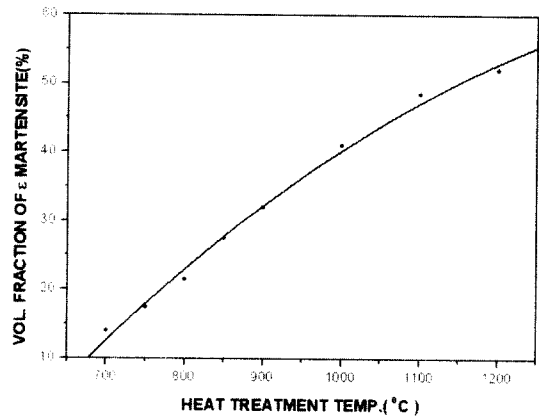


Fig. 1. Effect of heat treatment temperature on volume fraction of ϵ martensite[7].

음을 알 수 있다. 이 기울기로부터 ϵ 마르텐사이트의 반응열은 181J/mol인 것으로 계산된다. 즉 1mole의 Fe-21Mn합금에서 100%의 ϵ 마르텐사이트가 γ 로 역변태시 181J/mol의 흡열이 일어나게 된다. 이 결과를 이용하면 각 시편의 역변태시 흡열량을 측정하여 쉽게 부피분율의 계산이 가능하다.

하나의 예로 Fe-21Mn합금을 변형시키면 얼마나 많은 ϵ 마르텐사이트가 생성되는지를 측정할 수 있다. 그림 4는 Fe-21Mn 합금을 30% 냉간압연한 후

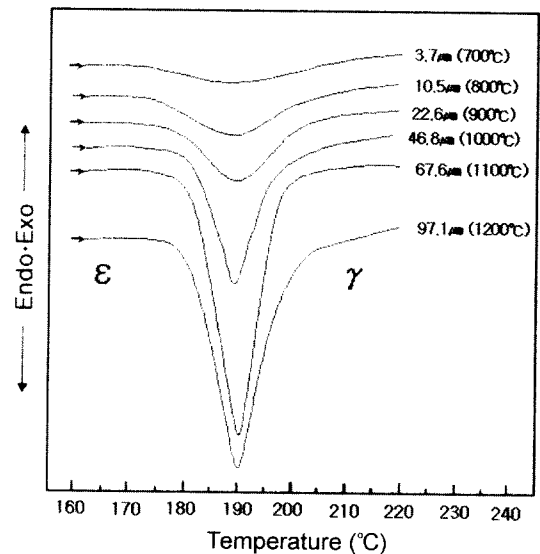


Fig. 2. Variation in DSC curves for the reverse transformation of the Fe-21Mn alloy with heat treatment temperature.

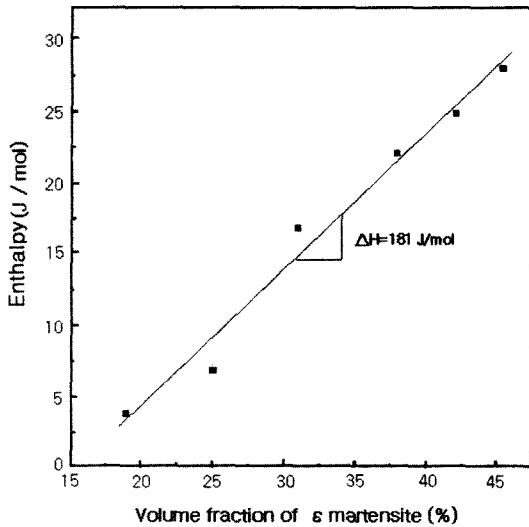


Fig. 3. Variation in endothermic heat with volume fraction of ϵ martensite.

1100°C에서 1시간 가열하여 각각 0, 2, 5% 인장변형한 시편에 대하여 측정된 DSC 가열곡선을 나타낸다. 예비 변형량이 증가할수록 열량이 커지고 있어 인장변형에 의해서 ϵ 마르텐사이트가 유기되고 있음을 의미한다. A_s 온도는 거의 변화가 없으나 흡열량 또는 A_f 온도는 크게 상승하고 있다. 이러한 현상은 열탄성 마르텐사이트에서 나타나는 공통적인 것으로 변형시 도입된 전위에 의해 마르텐사이트에 축적된 탄성에너지가 완화되기 때문이다[9].

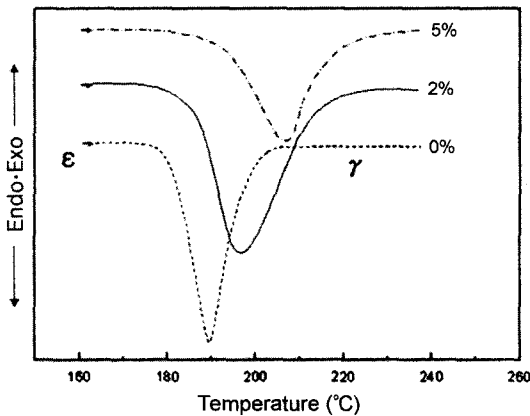


Fig. 4. DSC curves for the reverse transformation of the specimens heat-treated at 1100°C with the degree of deformation.

예비변형에 따른 부피분율의 변화에 미치는 결정립 크기의 영향을 조사하기 위해서 700°C, 900°C 및 1100°C에 가열한 시편들을 0, 2, 5% 인장변형한 다음(응력을 제거한 다음 남은 스트레인은 작은 값이 된다.) DSC로 역변태 열량을 측정하여 부피분율을 환산한 결과는 그림 5와 같다. 그림 5에서 각각의 가열온도에서 예비변형량에 따른 ϵ 마르텐사이트의 증가 분(즉 변형유기 ϵ 마르텐사이트의 양)을 비교하여 보면 가열온도가 높아지면 ϵ 마르텐사이트의 증가 분이 감소하였다. 즉 결정립 크기가 커지면 변형에 의해 생성된 ϵ 마르텐사이트의 양은 감소하였다. 이는 결정립이 클수록 미리 존재하는 ϵ 마르텐사이트의 양이 많아지고 완전전위에 의해서 변형이 일어나기 때문이다.

형상기억효과에 미치는 가열온도의 영향은 그림 6에 나타내었다. 형상기억효과는 결정립의 크기가 작을수록 좋은 것으로 나타났는데 이는 앞의 그림 5에서 보는 바와 같이 변형에 의해서 더 많은 ϵ 마르텐사이트가 생성되기 때문이다. 결정립이 크면 그림 1과 같이 변형 전에 이미 생성된 ϵ 마르텐사이트의 양이 많고 전위에 의해서 쉽게 영구변형이 되므로 작은 량의 ϵ 마르텐사이트가 생성되어 형상기억효과가 나빠진다.

4. 결 론

1. DSC로 열량을 측정하여 이방성의 ϵ 마르텐사이트의 부피분율을 쉽게 측정할 수 있는 방법을 제

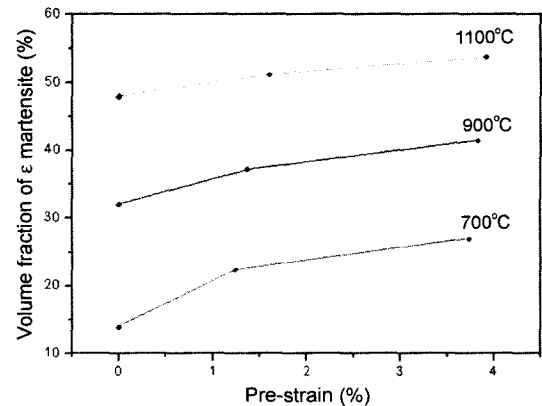


Fig. 5. Variation in volume fraction of ϵ martensite of the alloys with different heat treatment and deformation conditions.

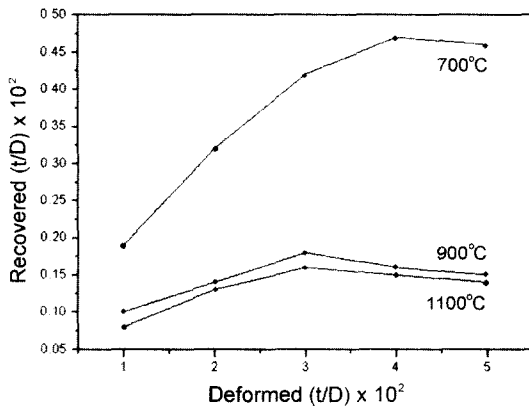


Fig. 6. Effect of heat treatment temperature on shape recovery strain.

안하였다.

2. 변형량이 증가함에 따라 A_s 온도는 거의 변화가 없으나 흡열량 또는 A_f 온도는 크게 상승하였다. 이는 변형시 도입된 전위에 의해 마르텐사이트에 축적된 탄성에너지가 완화되기 때문이다.

3. 결정립이 작을수록 변형에 의해서 생성되는 ϵ 마르텐사이트의 양은 커지며 형상기억효과를 상승시킨다.

참고문헌

1. M. Murasaki, H. Otsuka, G. Suzuki and S. Matsuda; Proc. ICOMAT-86, Jpn. Inst. Metals, (1987) 985.
2. A. Sato, E. Chishima, K. Soma and T. Mori; Acta Metall., 30(1982) 1177
3. A. Sato, K. Ozaki, Y. Watanabe and T. Mori; Mater. Sci. Eng. A, 101 (1988) 25.
4. K. K. Jee, K. Ito and M. C. Shin; ISIJ Int., 34 (1994) 912.
5. H. Nakatsu, S. Takaki and Y. Tokunaga; J. Jpn. Inst. Metals, 57 (1993) 858.
6. Y. Tomota; Tetsu-to-Hagane, 77 (1991) 315.
7. 지광구, 한준현, 장우양; 열처리공학회지, 16 (2003) 211.
8. 신명철, 지광구, 장우양 외; 철기 형상기억합금 개발에 관한 연구(과학기술처, 1990. 7) 50.
9. M. Piao; Proc. of the 3rd IUMRS Int. Conf. on Adv. Mats., Tokyo, Japan, (1993) 1085.