[논문] 열처리공학회지, 제26권 제1호(2013) J. of the Korean Society for Heat Treatment. http://dx.doi.org/10.12656/jksht.2013.26.1.14

SAF 2205 듀플렉스 스테인레스강의 미세조직 및 기계적 특성에 미치는 냉각속도의 영향

오영주* · 양원존[†] · 이종훈** · 김두현** · 유위도** · 이재현*** ^{*}창원대학교 재료공학과, ^{**}재료연구소

Effect of Cooling Rate on Microstructural and Mechanical Properties of SAF 2205 Duplex Stainless Steel

Y.J. OH*, W.J. Yang**,[†], J.H. Lee**, D.H. Kim**, W.D. Yoo**, J.H. Lee*

^{*}Dept. of Mat. Sci. & Eng., Changwon National Univ., Changwon 641-773, Korea ^{**}Korea Institute of Materials Science (KIMS), Changwon 642-831, Korea

Abstract Duplex stainless steel, which is a kind of stainless steel with a mixed microstructure of about equal proportions of austenite and ferrite, is generally known as a unique material with excellent corrosion resistance and high strength. However, toughness, strength, and corrosion resistance of the steel could be reduced due to precipitation of topologically closed packed phases such as sigma phase during cooling. In case of large forged products, they have strong possibility that σ-phase precipitates due to difference of cooling rate between surface and inner of the products. Investigation on sigma phase precipitation behavior of duplex stainless steel with change of cooling rate was carried out in this study. Forged SAF 2205 duplex stainless steel was used as specimens to examine the cooling rate effect. Dissolution behavior of sigma phase was also discussed through resolution test of duplex stainless steel containing lots of sigma phase. Experimental results revealed that impact energy was very sensitive to precipitation of small amount sigma phase. However, sigma phase could be removed by short term resolution treatment and impact resistance of the duplex stainless steel was restored. (*Received November 9, 2012; Revised December 22, 2012; Accepted January 7, 2013*)

(Received November 9, 2012, Revised December 22, 2012, Accepted January 1, 2

Key Words : Duplex Stainless Steel, Solution Treatment, σ -Phase

1. 서 론

오스테나이트 상과 페라이트 상이 동시에 존재하는 듀플렉스 스테인리스강은 우수한 내식성과 가공성의 장점을 지닌 강으로 극한 환경에서 높은 강도와 탁 월한 내식성을 요구하는 구조재 등으로 널리 사용되 고 있다. 극한환경에서 사용 증가로 인해 보다 향상 된 특성이 요구됨에 따라 국내외적으로 이상스테인리 스강의 특성을 개선하고자하는 연구가 다방면으로 진 행 중이다[1-5]. 그러나 이상 스테인리스강은 높은 강도와 우수한 내식성의 장점이 있는 반면 Cr과Mo 의 함량을 증가시킴에 따라 특정 온도에서 σ 상 같 은 제 2상의 석출로 기계적 특성을 저하시키는 요인 으로 문제시 되고 있다[1-8]. 이러한 σ상의 석출은 생산 공정 중에 일정온도 에 노출되어 생성되는데[8] 특히 대형 단조품의 경 우 단조 및 열처리 후 냉각과정에서 내부까지의 냉각이 단시간에 균등하게 이루어지지 않아 생성되 는 σ상으로 인해 인성과 내식성이 저하되고 있어 적절한 냉각으로 σ상의 생성을 억제하는 것이 중 요하다.

이에 본 연구에서는 산업현장에서 광범위하게 사용 되고 있는 SAF 2205의 듀플렉스 스테인리스강의 냉각속도에 따른 σ상의 석출거동과 σ상이 기계적 특성에 미치는 영향을 살펴보고자 한다.

또한 열처리를 통한 o상의 재고용열처리를 통한 거동과 기계적 특성과의 상관관계를 함께 알아보았다.

[†]Corresponding author. E-mail : wjyang@kims.re.kr Copyright © The Korean Society for Heat Treatment

Table 1. Chemical compositions of SAF 2205 duplex stainless steel								(wt.%)	
С	Si	Mn	Р	S	Ni	Cr	Mo	Cu	N
0.019	0.23	1.36	0.033	0.002	5.71	20.77	3.13	0.19	0.14



Fig. 1. Optical metallographs obtained from 2205 duplex stainless steel at various cooling rates after 1hr holding at 1050°C.

2. 실험방법

2.1 소재 및 열처리

사용된 소재는 단조상태인 SAF 2205 듀플렉스 스테인리스강이며, 화학조성은 Table 1에 나타내었다. SIC BOX Furnace에서 1050°C에서 1시간 용체화 처리 후 200°C/sec, 0.175°C/sec, 0.073°C/sec, 0.048 °C/sec, 0.033°C/sec, 0.017°C/sec, 0.012°C/sec, 0.006 °C/sec, 0.003°C/sec의 냉각조건에 따라 실험을 진행 하였다. 그리고 인위적으로 o상을 충분히 석출시키기 위해 900°C에서 13시간 유지 후 1050°C에서 3분에 서 60분까지 재고용 열처리를 수행함으로써 o상 거 동변화를 관찰하였다.

2.2 미세조직 관찰 및 상분율 측정

용체화 처리 후 냉각속도와 시효처리에 따른 시편 의 미세조직 관찰을 위해 각 시편들을 40g NaOH + 100 ml H₂O전해 에칭액을 사용하여 1 V~3 V에 서 20초 전해연마 한 후 광학현미경을 사용하여 관 찰하였다.

또한 10 ml HNO₃ + 20 ml Glycerol + 30 ml HCl 용액으로 에칭 후 주사전자현미경을 사용하여 냉각 속도에 따라 미세조직 변화를 관찰하였다.

석출물의 상분율 측정을 위해 영상분석기(image analyzer)를 사용하여 측정하였다.

2.3 기계적 특성평가

냉각속도와 시효처리에 따라 열처리한 시편에 대하 여 상온인장시험과 충격시험을 실시하였다. 상온인장 시험은 표점거리 25 mm 길이에 변형률게이지를 부 착하여, cross head speed를 2 mm/min의 변형률 속도로 시험하였다.

충격시험은 ASTM E8규격의 시험편을 사용하여 시험을 실시하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 냉각 속도에 따른 미세조직 변화

Fig. 1은 냉각속도에 따라 광학현미경을 이용하여 미세조직변화를 나타낸 것이다. Fig. 1에서와 같이

	200°C/sec	0.175°C/sec	0.073°C/sec	0.048°C/sec	0.033°C/sec
σ-phase (%)	0	0	0	0.25	0.33
	0.017°C/sec	0.012°C/sec	0.006°C/sec	0.003°C/sec	-
σ-phase (%)	0.64	3.07	13.85	18.29	_

Table 2. Volume fraction of σ -phase according to various cooling rates



Fig. 2. SEM-BS images of 2205 duplex stainless steel at various cooling rates after 1hr holding at 1050°C.

냉각 조건에 따라 미세조직 관찰한 결과 구형에 가 까운 오스테나이트와 기지조직의 페라이트로 혼합된 조직을 보여주고 있다. 냉각속도가 빠른 경우 (200°C/sec, 0.175°C/sec, 0.073°C/sec)는 σ상 석출 이 일어나지 않았지만, 냉각속도 0.033°C/sec 조건에 서부터는 페라이트/오스테나이트상 경계에 o상이 석 출되기 시작하였고, Table 2에서와 같이 정량 결과 냉각속도가 느려질수록 o상의 분율이 급격히 증가하 는 양상을 보였다. 0.048°C/sec에서부터 미세하게 석 출되기 시작하여 0.012°C/sec에서 대략 3%, 0.006 °C/sec 및 0.003°C/sec 에서는 10% 이상으로 급격 히 증가하는 것으로 나타났다. 이는 o상의 생성은 냉각속도에 밀접한 영향이 있는 것으로 나타났다. 또 한 냉각속도 0.003°C/sec부터 상대적으로 페라이트상 의 분율은 감소하는 경향을 보였다. 이는 2차 오스 테나이트와 σ상으로 페라이트의 변태가 이루어지면 서 나타나는 영향으로 보여진다[9].

Fig. 2는 10 ml HNO₃ + 20 ml Glycerol + 30 ml HCl용액으로 에칭 후 전자현미경으로 미세조직을 관 찰한 것이다. 관찰한 결과 σ상의 형태는 더욱 뚜렷 하게 관찰할 수 있었으며, 전체적으로 Fig. 1과 같 이 동일하게 나타났다. 이에 각 상들에 대한 EDS (Energy Diffraction Spectroscopy)로 함금원소의 화학조성을 분석하였다(Table 3참조). σ상은 오스테 나이트와 페라이트에 비해 Cr과 Mo 함량이 높았으 며, Ni량은 줄어들고 Cr과 Mo의 량이 늘어났다. 이 는 기존 연구결과와 유사하게 나타났다[10].

Fe와 Cr, Mo는 σ상 형성에 용이하며, σ상은 매우 단단하고 취성을 발생시키는 상으로 보고되고 있다 [7]. 또한, 냉각 속도 조건에 따른 σ상 석출 양상은 냉각속도가 느려질수록 페라이트의 분율이 감소하고 있음을 확인 할 수 있으며, σ상의 분율이 증가하는

Table 3. SEM-EDS analysis for microstructure of a 2205 duplex stainless steel						
	Cr	Ni				
γ	20.1	6.1				

25.9

30.0

800 - Tentsle 700 600 Strength (MPa) 500 400 300 200 200 0.18 0.15 0.12 0.09 0.06 0.03 0.00 Cooling rate (°C/sec) 80 Elongation Elongation (%) 40 20 Ū. 200 0.18 0.15 0.12 0.09 0.06 0.03 0.00 Cooling rate (°C/sec)

α

σ

Fig. 3. Tensile test results of 2205 duplex stainless steel for cooling rates.

것을 확인하였다.

2.8

2.0

3.2 냉각 속도별 기계적 특성

Fig. 3은 냉각 조건별로 인장시험을 실시한 결과이 다. 시험한 결과 냉각 조건별로 항복강도는 σ상의 영향을 크게 받지 않는 것으로 나타났으며, 인장강도 는 냉각속도가 느려짐에 따라 약간 증가하는 양상을 보이다 0.012°C/sec에서부터 조금씩 감소함을 보였다. 연신율의 경우 0.012°C/sec부터 급격히 감소하였다. 이 결과로 보아 σ상의 증가로 인해 강도적인 측면 에서는 큰 영향을 받지는 않는 것으로 보여 지지만, 연신율의 경우에는 σ상의 증가에 따라 상대적으로 큰 영향을 받는 것으로 나타났다.

Fig. 4는 상온, 저온 충격시험을 실시한 것으로 상 온 충격시험 결과 0.048°C/sec에서 급격히 감소함을 보이고 있다. 저온 충격시험 역시 같은 경향을 보이 고 있으며, σ상이 석출되기 시작하는 0.048°C/sec에 서부터 감소하는 것을 확인할 수 있다. 이는 인장시 험에서와는 달리 0.25% 정도의 극소량 σ상으로도 충격인성이 급격히 저하되고 있음을 보여주고 있다. 따라서 충격인성 확보를 위해서는 제조공정 중에 σ 상은 극소량이라 하더라도 제어되어야 할 것으로 판 단된다.



Fig. 4. Impact absorbed energy at room temperature and -46°C for 2205 duplex stainless steel for cooling rates.

Mo 3.0

3.5

9.9



Fig. 5. A diagram for σ -phase formation heat treatment and solution treatment time of 2205 duplex stainless steel.

3.3 o상 생성 후 용체화 처리 시간에 따른 미세조직 변화 및 충격특성

앞선 냉각속도에 따른 충격시험에서 극소량의 σ상 으로 충격인성이 급격히 저하됨을 확인하였다. 이에 σ상의 석출이 예상되는 온도 900°C에서 13시간 동 안 유지시켜 σ상을 인위적으로 충분히 석출 시킨 다음 1050°C에서 유지시간을 변화시키는 재고용 처 리를 하여 σ상의 분율 변화를 관찰하고자 하였다.

Fig. 6은 앞서 언급한바와 같이 σ상의 거동변화를 관찰하고자 900°C에서 13시간동안 σ상을 생성 시키 는 열처리를 한 후 용체화 처리시간에 따라 미세조 직변화를 나타낸 것이다. Fig. 6에서 알 수 있듯이 3분정도의 용체화 처리에는 σ상이 거의 재고용이 되 지 않았지만, 시간이 지남에 따라 σ상이 점점 고용

Table 4. Volume fraction changes of $\sigma\text{-phase}$ for solution treatment time at 1050°C

	σ-phase (%)
(a) 900°C-13 hr	15.6
(b) 1050°C-3 min	14.7
(c) 1050°C-6 min	12.6
(d) 1050°C-12 min	0.0
(e) 1050°C-30 min	0.0

되는 것을 알 수 있었다. 이에 ơ상 정량 분석을 실 시한 결과 900°C에서 13시간 동안 유지한 시험편의 경우 15.6% 정도의 ơ상이 석출되었다. 용체화 처리 온도인 1050°C에서 3분, 6분 유지한 경우 14.7%, 12.6%로 ϭ상이 약간 감소하였으며, 유지시간 12분 이후부터는 ϭ상이 완전 고용된 형태를 보였다. 또한 주사전자현미경을 통해 관찰하여본 결과 용체화 처리 시간에 따른 ϭ상의 거동을 Fig. 7에서와 같이 재확 인 할 수 있었다. 따라서 ϭ상이 석출되더라도 대략 30분 정도의 용체화 처리만으로도 충분히 재고용시킬 수 있음을 알 수 있었다.

Fig. 8은 용체화 처리 시간에 따른 σ상과 충격에 너지의 상관관계를 나타낸 것이다. σ상이 존재하는 3분, 6분은 각각 3.8J과 6.0 J로 충격에너지가 매우 낮게 나타났다. 하지만 용체화 처리 시간이 12분, 15분, 30분인 경우는 328.1 J, 327 J, 320.1 J로 나타 났으며, 이러한 결과로부터 σ상 재고용으로 인해 충 격에너지가 회복되고 있음을 확인할 수 있었다.



Fig. 6. Microstructure changes by solution treatment times after 13hrs holding at 900°C.



Fig. 7. SEM-BS images for microstructure treated by solution treatment with various holding times after 13 hrs holding at 900°C.



Fig. 8. A relationship between impact absorbed energy and volume fraction of σ -phase for 2205 duplex stainless steel treated by solution treatment time after 13hrs holding at 900°C.

4. 결 론

SAF2205 듀플렉스 스테인리스강이 열처리 조건에 따른 상 분석 및 기계적 특성을 고찰한 결과 다음 과 같은 결론을 얻었다.

1. 냉각속도가 빠른 경우 σ상이 석출되지 않았다. 그러나 0.048°C/sec의 조건에서부터 austenite와 ferrite의 경계에서 석출되기 시작하였고, 냉각속도가 느려질수록 σ상이 급격히 증가하는 경향을 보였다.

2. 냉각속도에 따른 o상의 분율 증가는 항복강도와

인장강도에는 영향을 크게 미치지 않는 것으로 나타 났으나, 연신율의 경우 0.012°C/sec(σ상 분율 : 3.07%)부터 급격히 감소하였다. 충격시험은 σ상이 석출되기 시작하는 0.048°C/sec (σ상 분율 : 0.25%)에서부터 급격히 감소하였다. σ상의 석출은 듀플렉스 스테인리스강의 강도보다는 연신율과 충격 저항성을 급격히 감소시키는 것으로 판단된다.

3. 900°C에서 13시간 동안 노출시켜 σ상을 석출 시킨 결과 σ상 분율은 15.6% 정도였으나, 재고용열 처리시간이 증가할수록 σ상 분율이 14.7%, 12.6% 로 감소하다가 12분 이상 유지할 경우 σ상이 완전 히 재고용되었으며, 이 조건의 충격에너지가 300J이 상으로 충격인성이 회복되는 것을 알 수 있었다. 따 라서 σ상이 존재하더라도 최소 30분 정도의 용체화 처리로도 재고용 시킬 수 있을 것으로 판단된다.

References

- C. Y. Kang and J. H. Kim : J. Kor. Inst. Met. & Mater. 49, 3, 197-202.
- F. B. Pickering, Int. Metals Reviews. December, p. 227 (1976).
- 3. C. S. Huang and C. C. Shih : Materials Science and Engineering A 402 (2005) 66-75.

- L. H. Chiu, W. C. Hsieh, and C. H. Wu : Materials Science and Engineering A 354 (2003) 82-91.
- J. I. Bae, S. T. Kim, T. H. Lee, H. Y. Ha, S. J. Kim, and Y. H. Park : J. Kor. Inst. Met. & Mater. 49, 2, 93-103.
- J. I. Son, S. S. Kim, J. H. Lee, and B. H. Choi : J. Kor. Inst. Met. & Mater. 41, 3 (2003).
- 7. T. H. Lee, Y. C. Jung, and S. J. Kim : J. Kor. Inst.

Met. & Mater. 37, 10 (1999).

- T. H. Kang, Y. D. Lee, and C. S. Lee : J. Kor. Inst. Met. & Mater. 36, 7 (1998).
- 9. K. Massol, J. B vogt, and J. Foct, 310 (2002).
- D. M. Escriba, E. Materna-Morris, R. L. Plaut, and A. F. Padilha : Materials Characterization 60 (2009) 1214-1219.