



저작자표시-비영리-변경금지 2.0 대한민국

이용자는 아래의 조건을 따르는 경우에 한하여 자유롭게

- 이 저작물을 복제, 배포, 전송, 전시, 공연 및 방송할 수 있습니다.

다음과 같은 조건을 따라야 합니다:



저작자표시. 귀하는 원저작자를 표시하여야 합니다.



비영리. 귀하는 이 저작물을 영리 목적으로 이용할 수 없습니다.



변경금지. 귀하는 이 저작물을 개작, 변형 또는 가공할 수 없습니다.

- 귀하는, 이 저작물의 재이용이나 배포의 경우, 이 저작물에 적용된 이용허락조건을 명확하게 나타내어야 합니다.
- 저작권자로부터 별도의 허가를 받으면 이러한 조건들은 적용되지 않습니다.

저작권법에 따른 이용자의 권리는 위의 내용에 의하여 영향을 받지 않습니다.

이것은 [이용허락규약\(Legal Code\)](#)을 이해하기 쉽게 요약한 것입니다.

[Disclaimer](#)

2017년 2월
석사학위논문

AISI D2 강의 미세조직 및 내마모 특성에 미치는 이전 냉간가공의 영향

조선대학교 대학원

첨단소재공학과

주 용 후

AISI D2 강의 미세조직 및 내마모 특성에 미치는 이전 냉간가공의 영향

Effect of prior cold working on the microstructure and
wear resistance of AISI D2 steel

2017년 2월 24일

조선대학교 대학원

첨단소재공학과

주 용 후

AISI D2 강의 미세조직 및 내마모 특성에 미치는 이전 냉간가공의 영향

지도교수 장 우 양

이 논문을 공학 석사학위신청 논문으로 제출함

2016년 10월

조선대학교 대학원

첨단소재공학과

주 용 후

주용후의 석사학위 논문을 인준함

위원장 조선대학교 교수 김정석 (인)

위 원 조선대학교 교수 김희수 (인)

위 원 조선대학교 교수 장우양 (인)

2016년 11월

조선대학교 대학원

목 차

LIST OF TABLES	iv
LIST OF FIGURES	vi
ABSTRACT	x
제 1 장 서 론	1
제 2 장 이론적 배경	2
제 1 절 프레스 금형 재료의 종류 및 특성	2
2. 1. 1. 프레스 금형용 합금 공구강	2
2. 1. 2. 탄소 공구강 및 기계 구조용 탄소강	2
2. 1. 3. 분말야금 공구강 및 고속도 공구강	2
2. 1. 4. 초경합금과 프리하든강	3
2. 1. 5. 초미립자 초경합금	3
제 2 절 Fe-Cr-C강의 상태도	4
2. 2. 1. Fe-Cr-C강의 상태도	4
제 3 절 마르텐사이트의 변태	6
2. 3. 1. 무확산변태	6
2. 3. 2. 결정격자 방위관계	7
2. 3. 3. 표면 기복	7
2. 3. 4. 정벽면	8
2. 3. 5. 협동적 원자운동에 의한 변태	9
2. 3. 6. 마르텐사이트의 미세조직	10

제 4 절 오스테나이트의 안정화	11
2. 4. 1. 안정화 및 안정화 원인의 분류	11
2. 4. 2. 변태온도의 범위	12
2. 4. 3. 오스테나이트화 온도의 효과	13
2. 4. 4. M_s 온도 이상에서의 유지	15
제 5 절 X-선 회절에 의한 잔류 오스테나이트 정량	16
제 3 장 실험방법	19
제 1 절 시편	19
제 2 절 열처리	19
3. 2. 1. 오스테나이트화 처리 및 퀴칭	19
3. 2. 2. 상향 퀴칭	20
제 3 절 미세조직 관찰	20
제 4 절 X-선 회절시험	20
제 5 절 압연	21
제 6 절 기계적 성질	21
3. 6. 1. 경도시험	21
3. 6. 2. 마모시험	22
제 4 장 결과 및 고찰	23
제 1 절 오스테나이트화 처리 온도에 따른 특성 변화	23
4. 1. 1. 오스테나이트화 온도에 따른 미세조직	23
4. 1. 2. 오스테나이트화 온도에 따른 잔류 오스테나이트 체적분율	27
4. 1. 3. 오스테나이트화 온도에 따른 경도 변화	32
4. 1. 4. 오스테나이트화 온도에 따른 마모 특성	33

제 2 절 오스테나이트화 처리 시간에 따른 특성 변화	38
4. 2. 1. 오스테나이트화 시간에 따른 미세조직	39
4. 2. 2. 오스테나이트화 시간에 따른 잔류 오스테나이트 체적분율	43
4. 2. 3. 오스테나이트화 시간에 따른 경도 변화	47
4. 2. 4. 오스테나이트화 시간에 따른 마모 특성	49
제 3 절 이전 냉간가공에 따른 제 특성 변화	56
4. 3. 1. 이전 냉간가공에 따른 미세조직	56
4. 3. 2. 이전 냉간가공에 따른 잔류 오스테나이트 체적분율	56
4. 3. 3. 이전 냉간가공에 따른 경도 변화	63
4. 3. 4. 이전 냉간가공에 따른 마모 특성	65
제 5 장 결 론	70
참 고 문 헌	71

LIST OF TABLES

Table 3. 1 Chemical composition of the alloy used in this study(wt.%)	19
Table 4. 1 Change in the volume fraction of carbides with austenitizing temperature in AISI D2 steel	26
Table 4. 2 Theoretical integrated intensity of (200) α' and (211) α'	29
Table 4. 3 Theoretical integrated intensity of (200) γ and (220) γ	29
Table 4. 4 Relative integrated intensity of α' martensite and austenite obtained by x-ray diffractometry	31
Table 4. 5 Change in volume fraction of retained austenite of AISI D2 steel quenched at various temperatures	31
Table 4. 6 Change in the volume fraction of carbides with austenitizing time in AISI D2 steel	43
Table 4. 7 Relative integrated intensity of α' martensite and austenite obtained by x-ray diffractometry	46
Table 4. 8 Change in volume fraction of retained austenite of AISI D2 steel with various austenitizing time	47
Table 4. 9 Change in the volume fraction of carbides of prior cold-rolled and then quenched samples with reduction rate	60

Table 4. 10 Relative integrated intensity of α' martensite and austenite obtained by X-ray diffractometry63

Table 4. 11 Change in volume fraction of retained austenite of prior cold-rolled and then quenched samples with various reduction rate63

LIST OF FIGURES

Fig. 2. 1 Equilibrium phase diagram of Fe-X %Cr-1.5 %C	4
Fig. 2. 2 CCT diagram of Fe-11.5 %Cr-2.1 %C-X(X= Mo, V) steel	5
Fig. 2. 3 Schematic diagram showing the free energy change for a martensite transformation	6
Fig. 2. 4 Schematic diagram of $\gamma \rightarrow \alpha'$ transformation	7
Fig. 2. 5 (a) Surface relief and (b) bending of a scratch line	8
Fig. 2. 6 Diagram of martensite crystal, showing shear and surface tilting	9
Fig. 2. 7 Shape change during martensitic transformation	9
Fig. 2. 8 Morphology and crystallography of α' (bcc of bct) martensite in ferrous alloys	10
Fig. 2. 9 Change in M_s temperature and austenite grain size with austenitizing temperature	14
Fig. 2. 10 Change in M_s temperature with austenitizing time	14
Fig. 2. 11 Change is the amount of retained austenite with quencing temperaure in carbon steel	14
Fig. 2. 12 Effect of aging at 250°C on M_s temperature in Fe-1.06 %C-1.63 %Cr	15

Fig. 3. 1 Horizontal tube furnace for austenitizing	20
Fig. 3. 2 Two high rolling mill	21
Fig. 3. 3 High speed universal wear tester	22
Fig. 4. 1 Grain size of AISI D2 steel with austenitizing temperature; (a) 1000℃, (b) 1030℃ and (c) 1060℃ for 40 min, respectively	24
Fig. 4. 2 Change in mean grain size of AISI D2 steel with austenitizing temperature	25
Fig. 4. 3 Optical micrographs of AISI D2 steel with austenitizing temperature; (a) 1,000 ℃, (b) 1,030 ℃ and (c) 1,060 ℃ for 40 min, respectively	26
Fig. 4. 4 XRD pattern of AISI D2 steel quenched at 1,000 ℃ for 40 min	30
Fig. 4. 5 XRD pattern of AISI D2 steel quenched at 1,030 ℃ for 40 min	30
Fig. 4. 6 XRD pattern of AISI D2 steel quenched at 1,060 ℃ for 40min	31
Fig. 4. 7 Change in Vickers hardness value of AISI D2 steel with austenitizing temperature	33
Fig. 4. 8 Wear trace of AISI D2 steel quenched at (a) 1,000 ℃, (b)1,030 ℃ and (c) 1060 ℃ for 40 min, respectively	34
Fig. 4. 9 Wear trace of AISI D2 steel with austenitizing temperature; (a) 1,000 ℃, (b) 1,030 ℃ and (c) 1,060 ℃	35
Fig. 4. 10 Change in wear rate of AISI D2 steel with austenitizing temperature	36

Fig. 4. 11 Grain size of AISI D2 steel with austenitizing time at 1060°C; (a) 10 min, (b) 20 min, (c) 40 min, (d) 60 min and (e) 80 min 39

Fig. 4. 12 Change in mean grain size of AISI D2 steel with austenitizing time .. 41

Fig. 4. 13 Optical micrographs of AISI D2 steel with austenitizing time; (a) 10 min, (b) 20 min, (c) 40 min, (d) 60 min and (e) 80 min 42

Fig. 4. 14 XRD pattern of D2 steel quenched at 1,060 °C for 10 min 44

Fig. 4. 15 XRD pattern of D2 steel quenched at 1,060 °C for 20 min 44

Fig. 4. 16 4. 16 XRD pattern of D2 steel quenched at 1,060 °C for 40 min 45

Fig. 4. 17 XRD pattern of D2 steel quenched at 1,060 °C for 60 min 45

Fig. 4. 18 XRD pattern of D2 steel quenched at 1,060 °C for 80 min 46

Fig. 4. 19 Change in Vickers hardness value of AISI D2 steel with austenitizing time 48

Fig. 4. 20 XRD patterns of AISI D2 steel with various austenitizing time 49

Fig. 4. 21 Wear trace of AISI D2 steel quenched at 1060 °C for (a) 10 min, (b) 20 min, (c) 40 min, (d) 60 min and (e) 80 min, respectively 50

Fig. 4. 22 Wear trace of AISI D2 steel quenched at 1,060 °C for (a) 10 min, (b) 20 min, (c) 40min, (d) 60 min and (e) 80 min, respectively 52

Fig. 4. 23 Change in wear rate of AISI D2 steel with austenitizing time 54

Fig. 4. 24 Grain size of AISI D2 steel with prior cold-rolling rate; (a) non-deformed, (b) 5%, (c) 10% and (d) 20% and then quenched at 1030°C57

Fig. 4. 25 Change in mean grain size of prior cold-rolled and then quenched samples with reduction rate59

Fig. 4. 26 Microstructures of AISI D2 steel ; (a) non-deformed, (b) 5 %, (c) 10 % and (d) 20 % cold-rolled and then quenched at 1030 °C59

Fig. 4. 27 XRD pattern of non-deformed sample quenched at 1,030 °C 60

Fig. 4. 28 XRD pattern of 5 % cold-rolled sample quenched at 1,030 °C61

Fig. 4. 29 XRD pattern of 10 % cold-rolled sample quenched at 1,030 °C61

Fig. 4. 30 XRD pattern of 20 % cold-rolled sample quenched at 1,030 °C62

Fig. 4. 31 Change in Vickers hardness value of AISI D2 steel with reduction rate · 64

Fig. 4. 32 Change in Vickers hardness value of prior cold-rolled and then quenched samples with reduction rate65

Fig. 4. 33 Wear trace of AISI D2 steel ; (a) non-deformed, (b) 5 %, (c) 10 % and (d) 20 % cold-rolled and then quenched at 1030 °C, respectively66

Fig. 4. 34 Wear trace of AISI D2 steel with reduction rate; (a) non-deformed, (b) 5 %, (c) 10 % and (d) 20 % cold-rolled and then quenched at 1030 °C, respectively67

Fig. 4. 35 Change in wear rate of prior cold-rolled and then quenched samples with reduction rate69

Abstract

Effect of prior cold working on the microstructure and wear resistance of AISI D2 steel

By Ju Yong-Hu

Advisor: Prof. Jang Woo-Yang Ph.D.

Dept. of Advanced Materials Engineering

The effects of prior cold working and austenitizing conditions(temperature and time) on the microstructure(such as the volume fraction of retained austenite(R_γ) and carbide) and wear resistance were studied by metallography, X-ray diffractometry, image analysis, hardness and wear rate measurement in AISI D2 steel.

The results obtained are as follows;

(1) With increasing austenitizing temperature and time, the mean grain size and the volume fraction of carbide dissolved the matrix increased. As a result, the volume fraction of R_γ increased by the stabilization of parent phase due to higher alloying elements i.e., C and Cr etc.,.

(2) With increasing austenitizing temperature and time resulted in the decrease in hardness and wear resistance by the reduction of volume fraction of carbide, grain growth and the increase of volume fraction of R_γ .

(3) With the 10 minutes in austenitizing time, the non-transformed ferrite could be observed in D2 steel. As a result, the steel showed the least hardness and wear resistance. In addition, the volume fraction of martensite show more effect on the mechanical characterization than the volume fraction of carbides and the grain size.

(4) As the amount of cold working increased, the mean grain size and the volume fraction of carbide were decreased, but the volume fraction of R_{γ} was increased. Even though, the grain size was decreased due to the recrystallization, the hardness and wear resistance were decreased.

(5) It is confirmed that the more amount of R_{γ} , the lower mechanical properties. Additionally, It is confirmed that prior cold working caused recrystallization in the AISI D2 steel during autenitizing treatment resulting in reduced grain size. However, the increase in the amount of carbide into the matrix and the increase in the volume fraction of R_{γ} resulted in lower the mechanical properties.

제 1 장 서 론

최근 자동차의 경량화에 의한 연비향상을 목적으로 고강도 및 경량소재의 사용이 증가하고 있다. 경량소재로서 고강도 철강소재(High strength steel)는 알루미늄 등의 비철소재와 비교하여 비강도(Specific strength) 및 안정성 모두 충족시킬 수 있기 때문에 각광을 받고 있다. 그러나 재료가 고강도화 될수록 가공 공정에서 발생하는 압력 및 발열이 크기 때문에 금형의 마모 및 소착 등의 문제가 나타나고 있다^{1~3)}.

AISI D2 강은 대표적인 냉간 프레스 금형강으로 코탄소-고크롬계에 Mo과 V을 소량 함유하여 경화능과 내마모성이 뛰어나 양산용 금형 재료로 사용되고 있다. 또한 열처리 과정에서 다른 프레스 금형용 합금공구강보다 치수 변화가 적고 공냉으로 경화가 가능하며 경화층 깊이도 깊다⁴⁾. 그러나 응고 중 정출되는 조대한 탄화물과 다량의 복합 탄화물, 퀴칭 후 잔류하는 오스테나이트의 함량에 따라 기계적 특성이 상이하며, 그에 따라 잔류 오스테나이트 및 탄화물 석출 등의 변수 제어를 위한 여러 열처리 방법이 제시되고 있다.

AISI D2 강의 전통적인 열처리 방법은 QT처리라고 불리는 퀴칭 후 템퍼링 순으로 하지만, 담금질 후 잔류하는 오스테나이트의 양을 제어 및 잔류응력의 제거 등을 위해 $-100\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 에서 서브제로처리(Subzero)^{5~8)}하거나 $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 이하에서 크라이오처리(Cryo)^{9~15)}를 하기도 한다. 그러나 잔류 오스테나이트의 고 인성 및 가공 시 변태유기소성(Trip; Transformation Induced Plasticity) 현상에 의해 기계적 특성 향상에 좋은 영향을 미친다는 연구 결과도 있기 때문에¹⁶⁾, 잔류 오스테나이트의 정량적인 체적분율에 따른 기계적 특성에 대한 연구가 필요하다.

한편 금속재료의 기계적 성질을 향상시키는 방법으로는 가공열처리(TMT; Thermo Mechanical Treatment)를 통한 재결정 및 초기미세조직의 강화가 있다¹⁷⁾. 그러나 주조 후 단조 또는 열간압연의 공정을 거치는 AISI D2 강에서 가공열처리에 대한 영향은 명확하게 밝혀지거나 연구되어지지 않고 있다.

따라서 본 연구에서는 AISI D2 강의 잔류 오스테나이트 및 탄화물 체적분율에 미치는 오스테나이트화 조건 및 이전 냉간가공(Prior cold working)의 영향에 대해 조사하였으며 또한 가공열처리에 따른 미세조직의 변화가 D2 강의 경도 및 내마모성과 같은 기계적 특성 변화에 미치는 영향을 규명하고자하였다.

제 2 장 이론적 배경

제 1 절 프레스 금형 재료의 종류 및 특성¹⁸⁾

2. 1. 1. 프레스 금형용 합금 공구강

프레스 금형에 사용되는 합금 공구강으로는 STS93, STS3, STD11, STF4 등이 있으며, STC3에 비해 STS3의 경우 경화가 쉽고 변형이 적기 때문에 유냉 경화한다. 이와 유사한 강종으로는 AISI O1~O6이 있으며, O6은 용접성이 좋고 O1에 비해 수명이 긴 것으로 평가된다.

대표적인 금형강으로 사용되는 합금공구강은 STD11 이다. 고탄소-고크롬계에 Mo과 V을 소량 함유하고 있어 경화능이 우수하기 때문에 공냉으로 경화가 가능하다는 장점이 있다. 또한 다른 공구강에 비해 열처리 시 치수 변화가 적고 내마모성이 뛰어나 양산용 금형으로 널리 사용되고 있다.

2. 1. 2. 탄소 공구강 및 기계 구조용 탄소강

탄소강 및 탄소공구강은 피 가공재의 품질 특성에 따라 제한적으로 사용된다. 대표적인 강종으로는 STC3 및 SM45C가 있다. STC3은 1.0 ~ 1.1 %C의 조성을 갖는 고탄소 공구강이며, 가격이 저렴하고 가공성이 좋다는 장점이 있다. 그러나 경화능이 떨어져 열처리 시 수냉 경화가 요구되며 인성 및 내마모성이 기타 특수강이나 합금강에 비해 떨어진다는 단점이 있다.

2. 1. 3. 분말야금 공구강 및 고속도 공구강

고속도 공구강에는 SKH51 ~ SKH57 등의 주로 Mo계의 강종이 활용된다. 주로 고속도 공구강은 인성 및 내마모성이 우수하기 때문에 대량 생산 또는 난삭용 금형의 재료로 사용된다. 또한 고온 강도, 경도, 연화 저항 및 내마모성이 탁월하여

고온 단조 및 금형 펀치, 가열 블랭킹과 같은 고온 가공에 사용된다. 그러나 담금질 시 요구되는 온도가 높기 때문에 탈탄 또는 산화의 우려가 있다. 따라서 담금질 후에는 연마를 통해 산화 및 탈탄층의 제거하여 사용하는 것이 좋다.

SKH-51은 우수한 인성을 가지므로 부하가 큰 냉간 단조 금형에, SKH-52는 내마모성이 필요한 고속절삭 공구, 바이트, 펀치, 커터 등의 냉간 형에 주로 사용된다.

2. 1. 4. 초경합금과 프리하든강

초경합금은 분말형으로 결합한 금속 탄화물과 철계 금속 원소를 분말야금법을 이용해 압축하여 성형한 후 1,400 ~ 1,450 °C의 온도에서 소결하여 만들며, 초경질의 합금이기 때문에 경도, 내마멸성, 내열성이 매우 높다. 따라서 고온에서의 내구력이 대단히 크지만 인성이 낮기 때문에 충격에 취약하다. 대표적인 합금으로는 WC-Co 가 있으며 일반적인 특성은 다음과 같다. ① Co 함유량이 적을수록, WC의 입도가 미세할수록 경도가 높다. ② 초경합금의 경도는 HRA로 측정한다. ③ 경에 비례하여 내마모성이 증가한다. ④ 내충격성은 Co 함유량이 많을수록, WC 입도가 거칠수록 크다.

프리하든강은 STD61 및 STD11 강종에 비해 가격이 비싸지만, 열처리가 불필요한 강종이기 때문에 많은 품종을 소량 생산하는 금형으로 적합하다.

2. 1. 5. 초미립자 초경합금

초경합금의 낮은 인성을 보완하기 위해 일본 미츠비시 금속에서 개발한 합금 UF-2, 30으로 동일 수준의 경도 유지와 함께 인성이 대폭 향상되었다. 고 Co와 초미립자 WC의 합금조성으로 구성되어 있으며, UF-20은 정밀 보링, 드릴, 엔드밀, 자동기계, 호브 등으로 사용되고, UF-30은 호브, 엔드밀 등으로 사용된다.

제 2 절 Fe-Cr-C강의 상태도

2. 2. 1. Fe-Cr-C강의 상태도¹⁹⁾

Fig. 2. 1은 Fe-Cr-1.5 %C계 합금의 상태도를 나타낸다. 이러한 합금에서 생성될 수 있는 상은 Cr의 함량에 따라 다르지만 Cr양의 증가에 따라 M_3C (~15wt%Cr), M_3C_2 (~20wt%Fe), $M_{23}C_6$ (~30wt%Fe) 및 M_7C_3 (~55wt%Fe) 등의 탄화물, Cr-페라이트, α -페라이트, 시그마상(σ ; FeCr) 등이 있다¹⁹⁾.

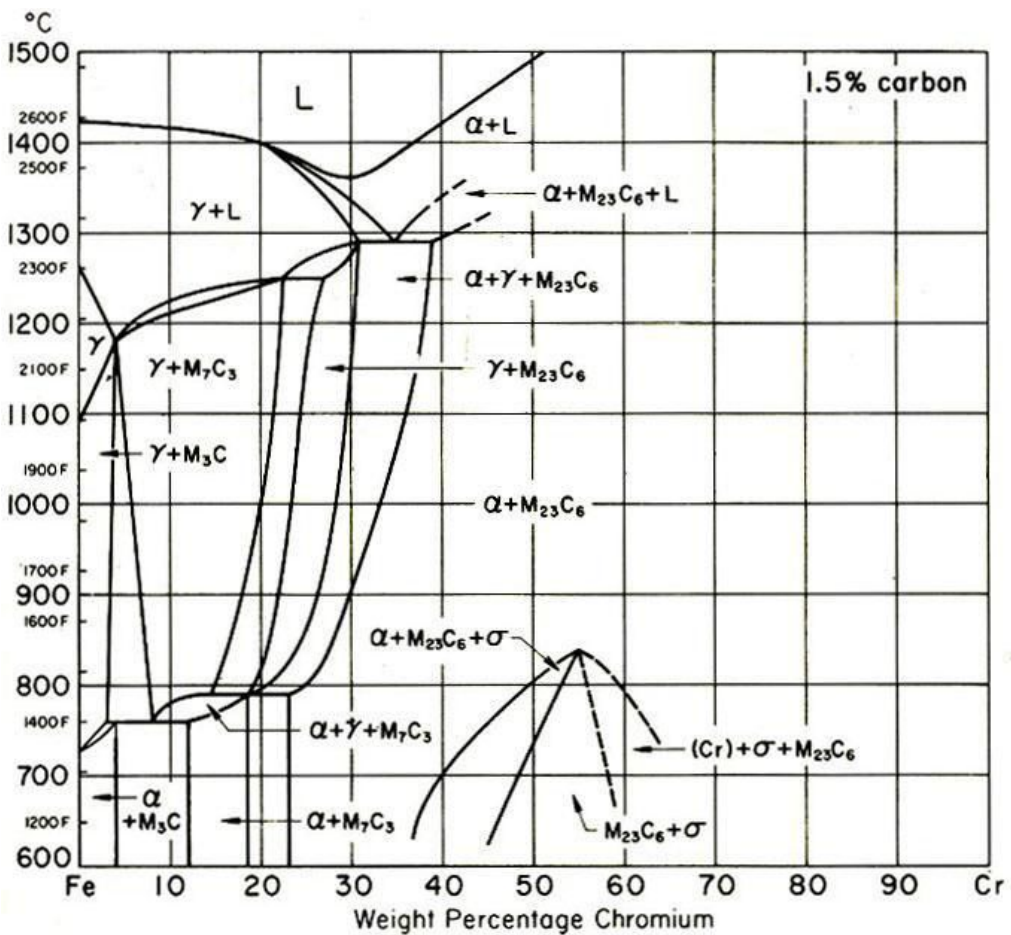


Fig. 2. 1 Equilibrium phase diagram of Fe-X %Cr-1.5 %C¹⁹⁾.

2 %Cr 이하에서의 상변태는 Fe-C 합금과 유사하지만 Cr의 함량이 증가하면 단상인 오스테나이트 영역이 줄어들며, 20 %Cr의 조성에서 오스테나이트 구역은 사라진다. 12 ~ 18 %Cr 에서는 용융상태로부터 γ 상이 초정으로서 정출되고 온도가 저하하면 800 ~ 1200 °C의 구간에서 복합탄화물인 M_7C_3 가 생성된다.

특히 Cr의 함량이 11.3wt%인 AISI D2 강의 경우 공식변태온도 직상에서는 $\alpha + \gamma + M_7C_3$ 가 평형상으로 존재하나 공식변태온도인 750 °C 이하에서는 공식반응($\gamma \rightarrow \alpha$)에 의해 $\alpha + M_7C_3 + M_3C$ 가 평형상으로 존재한다.

그러나 AISI D2 강을 오스테나이트화 구역까지 가열하면 탄화물의 분해 및 C 및 Cr 과 같은 합금원소들이 기지로 용입 되게 된다. 또한 일정 시간 유지한 후 급냉하면 C 원자가 과포화된 준 안정상인 마르텐사이트가 얻어진다. 마르텐사이트는 급냉에 의한 전위 및 쌍정과 같은 격자결합들을 포함하고 있기 때문에 슬립에 대한 저항력을 증가시켜 합금의 강도를 상승시킨다.

Fig. 2. 2는 Fe-11.5 %Cr- 2.1 %C-X(X= Mo, V)강의 연속냉각곡선(CCT diagram)이며 냉각 속도에 따른 상의 종류, 잔류 오스테나이트의 양 및 경도 등을 나타낸다.

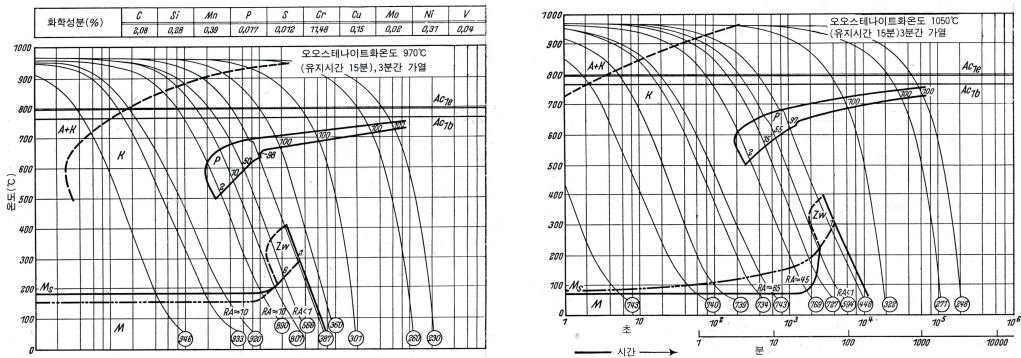


Fig. 2. 2 CCT diagram of Fe-11.5 %Cr-2.1 %C-X(X= Mo, V) steel ²⁰⁾

제 3 절 마르텐사이트의 변태²¹⁾

2. 3. 1. 무확산 변태

일반적인 상변태는 원자들의 확산에 의해 일어나지만, 마르텐사이트 변태는 확산을 동반하지 않고 모상의 다수원자가 한 번에 협동적으로 이동하여 새로운 결정을 생성한다. 변태에 관여하는 어떤 원자라도 한 원자간거리 이상은 이동하지 않으며, 생성상의 어떤 원자도 모상의 이웃원자들과 상대적 위치는 다르지만 모상결정에 있어서의 이웃 원자를 그대로 인접원자로 가지고 있다.

이 때문에 모상과 마르텐사이트의 화학조성은 동일하며 이러한 사실은 마르텐사이트 변태에 있어서 중요한 요소이다^{22,23)}.

Fig. 2. 3은 $\gamma \rightarrow \alpha'$ 이 일어나기 위한 α' 의 자유에너지 및 γ 의 자유에너지의 차이를 나타낸다. 변태에는 변형에너지, 계면에너지 등 여분의 에너지를 필요로 하기 때문에 γ 와 α' 의 자유에너지 차이가 여분의 에너지 이상이 되어야한다. 즉, 마르텐 사이트 변태에 구동력(Driving force)이 필요하다는 것이다. 그러므로 Fig. 2. 3과 같이 동일 탄소량의 γ 와 α' 의 평형온도 T_0 보다 적당히 낮은 온도까지의 과냉이 있어야만 변태가 일어나기 시작한다²³⁾.

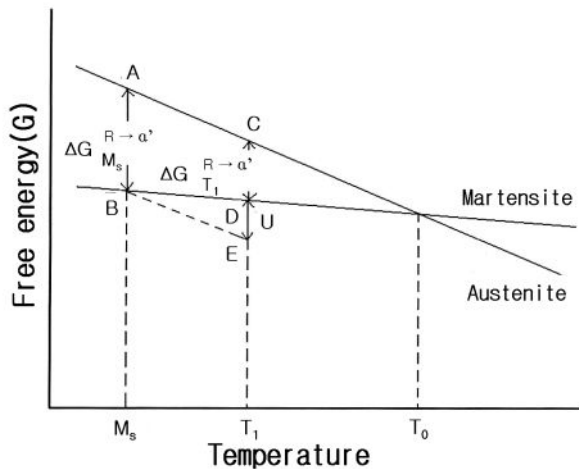


Fig. 2. 3 Schematic diagram showing the free energy change for a martensite transformation²³⁾.

2. 3. 2. 결정격자 방위관계

마르텐사이트 변태는 모상과 생성상의 결정방위가 일정한 관계를 유지하고 있다. 탄소강의 경우는 $(111)_\gamma // (011)_{\alpha'}$, $[\bar{1}01]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha'}$ 인 관계가 있다. 이것은 Fig. 2. 4 (a) 및 (b)에서 사선으로 표시된 삼각형의 면이 서로 평행하며, 그 중 한 개의 방향이 서로 평행하게 되어 있다. 이 관계는 발견자의 이름을 따라 Kurdjumov-Sachs(K-S)의 관계라고 한다. 또 Fe-30 wt%Ni 합금에서는 $(111)_\gamma // (011)_{\alpha'}$, $[11\bar{2}]_\gamma // [0\bar{1}1]_{\alpha'}$ 의 관계가 성립하며 이것을 서산 Nishiyama(N) 관계라고 한다. N 관계에서 결정면은 K-S 관계와 같으며 결정방향은 K-S관계와 약 5° 의 차가 있다. 또 Ni강 (22w/o Ni, 0.8%w/o C)에서는 Greninger-Troiano의 관계가 성립한다. 이와 같이 강의 성분에 따라 일정한 격자방위관계가 있는 것이 α' 의 특성으로 되어 있다^{24,25)}.

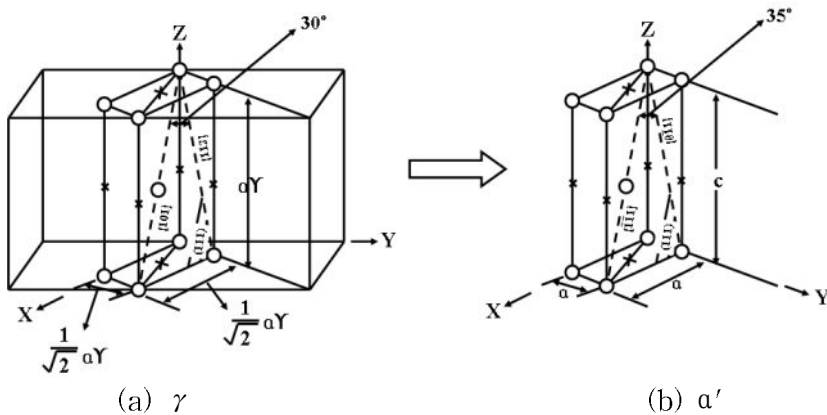


Fig 2. 4 Schematic diagram of $\gamma \rightarrow \alpha'$ transformation²²⁾.

2. 3. 3. 표면 기복

$\gamma \rightarrow \alpha'$ 로부터 α' 마르텐사이트의 생성은 표면에 요철을 만들게 된다. 즉, 강에 Ni 등을 다량 넣어 상온에서 오스테나이트로 만든 다음, 표면을 연마하여 M_s 점

이하로 냉각해서 마르텐사이트를 생성시키면 Fig. 2. 5(a)와 같이 표면에 요철이 생긴다. 이것을 표면기복(Surface relief)이라고 한다. 이 표면기복은 불규칙한 것이 아니라 결정방위에 따라 표면의 경사각은 일정한 값을 갖는다. 또 모상표면에 미리 선을 그어 놓으면 Fig. 2. 5(b)와 같이 오스테나이트와 마르텐사이트의 경계선에서 선에 굴절이 생긴다.

이러한 굴절각은 결정방위에 따라 일정한 값을 갖는다. 이와 같이 결정 방위에 따라서 표면기복, 선의 굴절 등이 있다는 것은 마르텐사이트 변태시 일정한 형태변화가 표면에서 일어났다는 표면에 의한 증거이다.

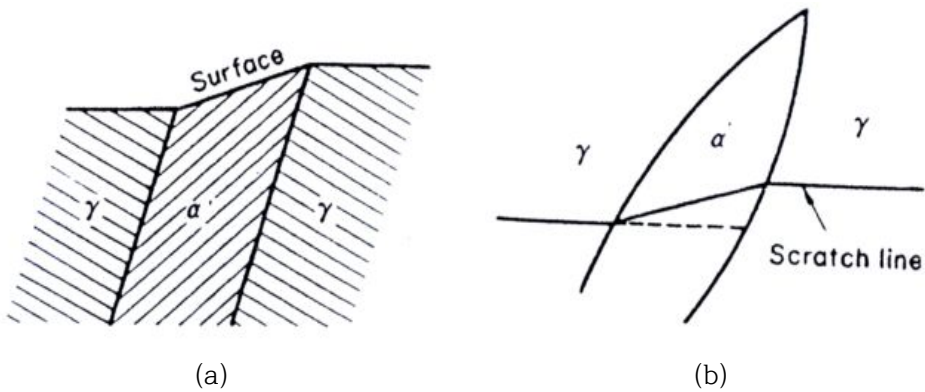


Fig. 2. 5 (a) Surface relief and (b) bending of a scratch line¹⁸⁾.

2. 3. 4. 정벽면(Habit plane)

마르텐사이트 판은 Fig. 2. 6과 같이 정벽면^{24,25)}이라고 부르는 모상격자의 특정면에 평행하게 형성된다. 이 정벽면은 고지수의 결정학적 면으로 변태온도와 조성에 따라 달라진다. Fe-C 강의 정벽면은 0 ~ 0.4 wt% C에서는 $\{111\}_\gamma$, 0.4 ~ 1.4wt% C에서 $\{225\}_\gamma$, 1.4 ~ 1.8wt% C에서는 $\{259\}_\gamma$ 이다. 이와 같이 마르텐사이트는 모상의 특정면에서만 생성된다.

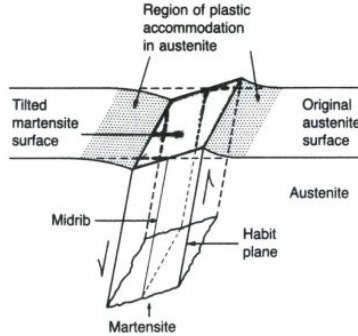


Fig. 2. 6 Diagram of martensite crystal, showing shear and surface titing²⁶⁾.

2. 3. 5. 협동적 원자운동에 의한 변태

마르텐사이트변태는 무확산변태이므로 어떤 체적의 오스테나이트가 그대로 결정 구조가 다른 마르텐사이트로 변태한다. 단지 간단하게 오스테나이트 그대로 결정구조가 다른 마르텐사이트로 변태한다. 단지 간단하게 오스테나이트 결정이 깨져서 한 원자씩 독립적으로 움직여서 마르텐사이트로 되는 방법도 생각할 수 있다. 그러나 실제로 생성된 마르텐사이트 결정에 일정한 정벽면이 있고 오스테나이트와 마르텐사이트 사이에 일정한 방위관계가 있다는 점과 표면에 일정한 형상변화가 있다는 점으로부터, 마르텐사이트변태는 그와 같이 외형적 변화만이 아니고 내부적으로도 원자가 질서있게 이동하여 나타난 결과라는 사실을 알 수 있다. 그 원자의 운동에는 어느 정도의 열진동이 동반되고 있지만 액체 또는 기체와 같이 자유롭지는 않고, 바로 이웃한 원자와 작용하여 기하학적으로 어떤 협동적 운동을 유지하면서 새로운 결정을 형성한다고 생각할 수 있다.

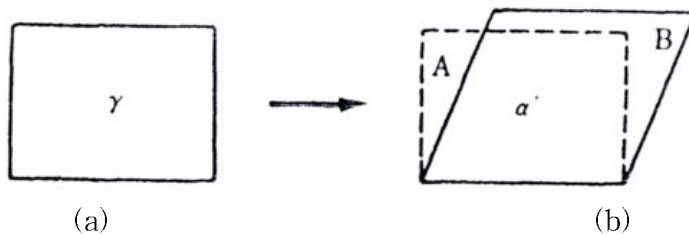


Fig. 2. 7 Shape change during martensitic transformation.

2. 3. 6. 마르텐사이트의 미세조직

C 원자가 과포화된 마르텐사이트는 탄소 함량에 따라 Fig. 2. 8과 같이 미세조직이 다르게 나타난다. 즉, 탄소 함량이 증가함에 따라 래쓰상(Lath), 렌즈상(Lenticular) 및 판상(Thin plate) 등으로 구분된다. 또한 C 원자의 과포화 정도에 따라 이들 미세조직의 내부에는 전위 및 쌍정 등과 같은 결함들이 존재한다^{22,23}.

또한 C 원자 함량에 따라 habit plane 및 γ / α' 방향관계가 다르며 특히 마르텐사이트 변태 개시온도인 M_s 온도는 C 원자의 함량이 증가하면 감소한다.

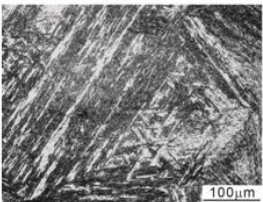
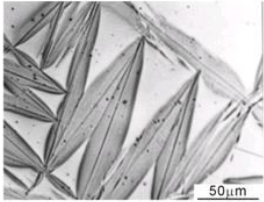
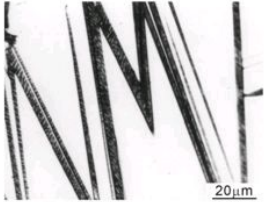
	Lath (Fe-9%Ni-0.15%C)	Lenticular (Fe-29%Ni-0.26%C)	Thin plate (Fe-31%Ni-0.23%C)
			
Substructure	Dislocation	Dislocation Twin (midrib)	Twin
Habit plane	$\{111\}_A$ $\{557\}_A$	$\{259\}_A$ $\{3\ 10\ 15\}_A$	$\{3\ 10\ 15\}_A$
O.R.	K-S	N-W G-T	G-T
M_s	high ←		→ low

Fig. 2. 8 Morphology and crystallography of α' (bcc of bct) martensite in ferrous alloys²⁷.

제 4 절 오스테나이트의 안정화

2. 4. 1. 안정화 및 안정화 원인의 분류²⁸⁾

오스테나이트로부터 마르텐사이트로의 변태를 어렵게 하는 것을 오스테나이트의 안정화(Stabilization of austenite)라고 하며 이러한 현상은 여러 요인에 의해 일어난다.

안정화는 보통 다음과 같이 분류할 수 있다.

- (1) 화학적 안정화(Chemical stabilization)
- (2) 열적 안정화(Thermal stabilization)
- (3) 기계적 안정화(Mechanical stabilization)

일반적으로 마르텐사이트 변태는 화학적 자유에너지와 비화학적 자유에너지에 의해 제어된다. 화학적 자유에너지는 세가지 인자에 의존한다. 첫째는 화학조성의 변화이며 본질적으로 원자의 확산과정에 근거한다. 두 번째는 규칙구조의 형성 또는 격자간 원자의 재배열과 같이 결정구조의 변화없이 원자 배열상태의 변화이다. 이러한 두 인자들은 합금계의 엔탈피 및 엔트로피를 변화시킨다. 세 번째 인자는 내부응력이며 주로 엔탈피에 영향을 준다.

화학적 자유에너지 차 $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha}$ 는 변태 구동력(Driving force)이며 비화학적 자유에너지로 바뀐다. 후자는 일부 오스테나이트의 마르텐사이트 변태 중에 일어날 수 밖에 없는 γ 상과 α 상과의 계면에너지 등과 같은 격자 불완전성과 관련된 에너지로서 변태가 진행되는 중에 소비되거나 나중에는 열로 바뀐다. 이러한 에너지들은 변태 생성물의 핵생성 및 성장을 위한 활성화 에너지의 일부분을 구성한다.

원자 공공이 증가하면 원자공공에 의해 핵생성 장소가 증가하므로 오스테나이트상은 덜 안정화된다. 결정립 경계 및 기타 다른 격자 불완전성 역시 핵생성 장소로 작용하며 γ 상이 안정화되지 않도록 한다. 한편으로는 이러한 격자 불완전성이 변태 생성물의 성장을 억제하므로 오스테나이트상을 안정화시키는 역할을 하기도 한다. 이러한 다양한 형태의 격자결합 중 어느 것이 더 지배적인가는 화학 조성 또는 불완전성에 달려 있다.

화학적 안정화의 기구를 다음과 같이 일곱 가지로 나눌 수 있다. “+” 부호는 안정화에 기여하는 항이며, “-” 부호는 불안정화에 기여하는 항이다.

가. 화학적 안정화

- (1) 조성의 변화(원자의 확산) “+”
- (2) 원자의 재배열 “+”
- (3) 내부 압축응력 및 인장응력 “+”

나. 비화학적 안정화

- (4) 내부 전단응력(장범위 격자 변형) “-”
- (5) 격자 불완전성 및 단범위 격자 스트레인
 - ㄱ. 성장 방해 “+”
 - ㄴ. 핵생성 장소 “-”
- (6) 코트렐 분위기 및 정합 석출 “+”
- (7) 공공의 응결(핵생성 장소) “-”

2. 4. 2. 변태온도의 범위²⁹⁾

대부분의 마르텐사이트 변태에서는 변태 개시온도 M_s 및 변태종료온도 M_f 사이에는 차이가 있으며, 이것은 시편 전체에 걸쳐서 변태온도가 일정하지 않다는 것을 의미한다. 바꾸어 말하면 변태가 먼저 일어난 구역보다 변태가 늦게 일어난 구역의 기지가 더 안정하다고 말할 수 있다.

한 예로 Ni 함량이 약 30 %인 Fe-Ni합금에서 M_s 온도는 실온 이하가 된다. 따라서 변태중에 원자에 확산효과를 무시할 수 있다. 더욱 격자의 규칙화가 일어나지 않는다. 따라서 M_s 온도가 실온 이하인 Fe-Ni합금에서 기구 (1) 및 (2)는 배제가 가능하다. 만약 α 상의 결정이 생성되면 α 상 주위에 내부응력이 발생한다. 인장응력이 발생하는 구역에서는 쉽게 상변태가 일어나나 압축응력이 일어나는 구역에서는 상변태가 억제되어 M_s 온도가 낮아진다. 그러므로 이 경우에는 기구 (3)의 적용이 가능하다.

상변태가 일어나지 않은 나머지 구역은 우선적인 핵생성 장소로서 덜 적합하여 분할효과(Partitioning effect)가 작용하며 이것은 기구 (5)가 작용하는 것을 의미한다. 따라서 Ni의 함량이 높은 Fe-Ni 합금에서는 기구 (3) 및 (5)에 의해서 변태온도의 범위가 발생한다. 따라서 Ni농도가 더 낮은 합금에서는 더 높은 M_s 온도를 갖기 때문에 냉각속도가 충분히 낮다면 기구 (1)이 작용한다.

2. 4. 3. 오스테나이트화 온도의 효과

가. M_s 온도의 효과

Sastri등은 오스테나이트화 온도가 높으면 M_s 온도가 높은 것으로 보고하고 있다³⁰⁾. Fig. 2. 9는 오스테나이트화 온도에 따른 γ 상의 결정립크기의 변화를 나타내며, Fig. 2. 10은 오스테나이트화 시간에 따른 M_s 온도의 변화를 나타낸다. Fig. 2. 9 및 Fig. 2. 10으로 부터의 실험적 사실을 보면, 보다 더 높은 퀴칭 온도에서는 더 많은 원자 공공의 동결을 야기시키며 그에 따라 더 많은 핵생성 장소를 기대할 수 있기 때문에 기구 (7)을 적용할 수 있다. 그러나 이러한 현상이 실제로 어떻게 유효한지는 불확실하다.

한편 퀴칭온도가 높아질수록 격자변형은 더 커진다. 따라서 M_s 온도의 상승을 기대할 수 있으나 이러한 효과는 크지 않을 수도 있다. 보족전단에 필요한 에너지의 감소가 보다 더 설득력 있는 M_s 온도 상승의 원인이기 때문이다. 보족전단에 필요한 에너지의 감소는 오스테나이트화 온도 상승에 따른 격자 불안정성의 소멸로부터 기인된다.

나. 잔류 오스테나이트 양의 효과

M_f 온도가 실온 이하인 합금 또는 오스테나이트 기지내 합금원소 용입량의 증가 등의 이유로 실온까지 퀴칭한 후에도 일부의 오스테나이트가 여전히 잔류하게 되며, 이를 잔류 오스테나이트라고 한다.

Tamaru 등은 Fig. 2. 11과 같이 탄소함량이 증가하면 잔류 오스테나이트의 양이 증가하는 것으로 보고하였다³¹⁾. 이러한 효과는 탄소 함량의 증가에 따른 모상의 화

학적 안정화에 의한 M_s 및 M_f 온도의 저하 때문이다. 잔류 오스테나이트의 양은 특정한 오스테나이트화 온도에서 최대값을 갖는다. 너무 낮은 오스테나이트화 온도에서는 철 탄화물의 불충분한 용해 때문에 잔류 오스테나이트의 양이 제한적이다.

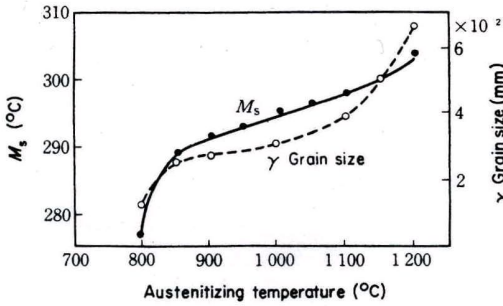


Fig. 2. 9 Change in M_s temperature and austenite grain size with austenitizing temperature³⁰⁾.

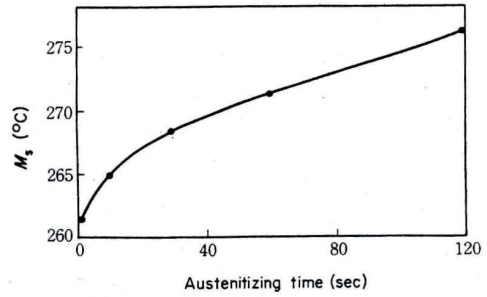


Fig. 2. 10 Change in M_s temperature with austenitizing time³⁰⁾.

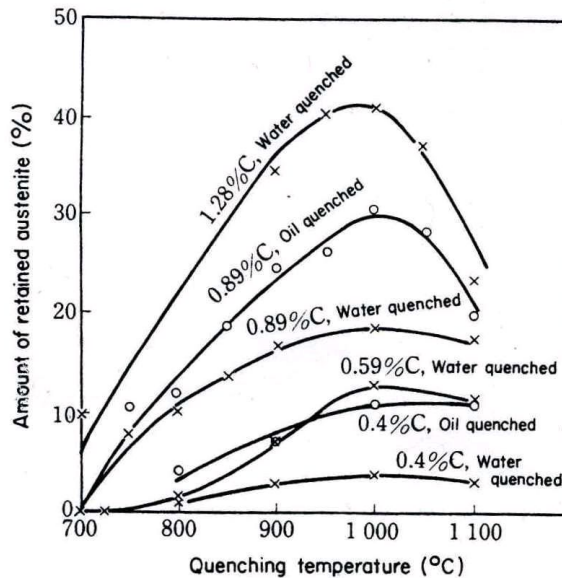


Fig. 2. 11 Change is the amount of retained austenite with quenching temperature in carbon steel³¹⁾.

2. 4. 4. M_s 온도 이상에서의 유지

Okamoto 등은 볼 베어링용 Cr강을 이용하여 오스테나이트화 온도로부터 냉각 중 M_s 온도 이상에서 유지하였을 때 M_s 온도가 어떻게 영향을 받는지를 연구하였으며 그 결과는 Fig. 2. 12와 같다³²⁾. 초기에는 유지시간의 증가에 따라 M_s 온도가 감소하나 약 2분이 지나면 다시 증가하여 그 이후에는 큰 변화가 관찰되지 않는다. 그러나 지속적으로 시간이 길어지면 베이나이트 변태에 의해 M_s 온도가 급격히 감소한다.

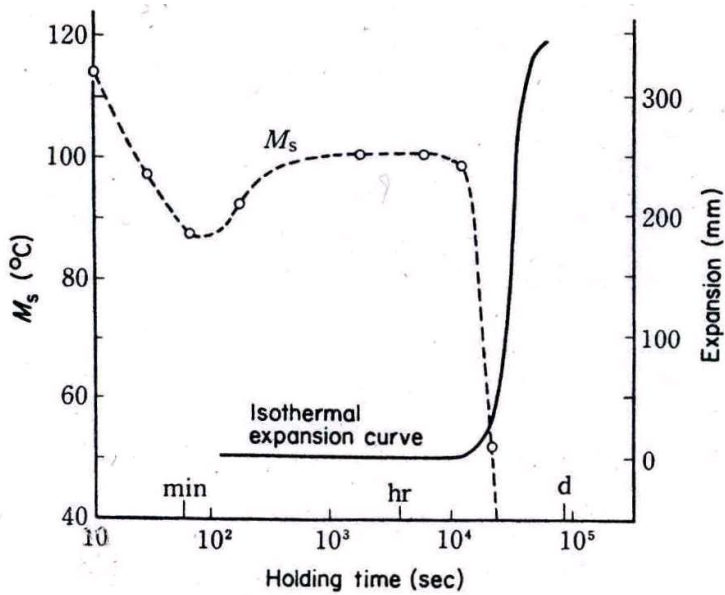


Fig. 2. 12 Effect of aging at 250°C on M_s temperature in Fe-1.06 %C-1.63 %Cr³²⁾.

제 5 절 X-선 회절에 의한 잔류오스테나이트 정량^{33,34)}

강은 페라이트, 오스테나이트 또는 마르텐사이트와 같은 결정질 상을 포함하고 있기 때문에 강 시편에 X-선을 조사하면 각 결정상에 대한 X-선 회절 패턴을 형성하게 된다. 강에 포함된 탄화물 역시 X-선 회절 패턴을 나타낸다. 각 상의 모든 회절 패턴들의 전체 적분강도는 각 상들의 체적분율에 비례하기 때문에 X-선 회절 도형으로부터 페라이트와 오스테나이트의 체적분율의 정량적 측정이 가능하다.

만약, 각각의 상 또는 결정립이 무질서관계로 배열되고 있다면 어떤 단일상의 결정면(hkl)에 해당하는 회절피크의 적분강도는 그 상의 체적분율에 비례한다.

즉

$$I_{\alpha}^{hkl} = KR_{\alpha}^{hkl} V_{\alpha} / 2\mu \quad (2. 1)$$

$$K = (I_0 e^4 / m^2 c^4) \times (\lambda^3 / 32\pi r) \quad (2. 2)$$

$$R_{\alpha}^{hkl} = \frac{1 / (F^2 \rho L P e^{-2M})}{\nu^2} \quad (2. 3)$$

여기서 I_{α}^{hkl} ; α 상(hkl)면 회절피크의 적분강도
 I_0 ; 입사빔의 강도
 μ ; 강의 선흡수계수
 e, m ; 전자의 전하량 및 질량
 r ; X-선 회절분석기 원의 반지름
 c ; 빛의 속도
 λ ; 입사빔의 파장
 A ; 입사빔의 수직단면적
 ν ; 단위포 부피
 F ; 구조산란인자
 ρ ; 다중도인자
 θ ; 브래그각

LP ; 로렌츠-편광인자 $(1 + \cos^2 2\theta) / (\sin^2 \theta \cos \theta)$
 e^{-2M} ; 온도인자 (M 은 일반적으로 $M = B((\sin \theta) / \lambda)^2$, $B = 8\pi^2(\mu_s)^2$)
 V_α ; α 상의 체적분률

K 는 시료와는 무관한 X-선 회절시험기 및 특성 X-선에 의존하는 상수이며 R 은 이론회절강도에 비례한다. R 은 (hkl) 면의 면간거리, 브래그 각 θ , 결정구조 및 상의 화학조성과 관련되며 이론적으로 계산할 수 있다.

탄화물을 포함하지 않고 단지 페라이트(α) 및 오스테나이트(γ)만 포함하는 강 시편에서, 페라이트의 (hkl) 면으로부터 얻어지는 적분강도는 식 (2. 4)과 같다.

$$I_\alpha^{hkl} = KR^{hkl}V_\alpha/2\mu \quad (2. 4)$$

오스테나이트에서도 식 (2. 5)과 같이 유사한 식을 적용할 수 있다.

$$I_\gamma^{hkl} = KR^{hkl}V_\gamma/2\mu \quad (2. 5)$$

따라서 임의의 한 쌍의 오스테나이트 및 페라이트의 (hkl) 면의 회절피크에 대해서는 식 (2. 6)와 같이 쓸 수 있다.

$$I_\alpha^{hkl}/I_\gamma^{hkl} = [(R_\alpha^{hkl}/R_\gamma^{hkl})(V_\alpha/V_\gamma)] \quad (2. 6)$$

강 중에 페라이트(또는 마르텐사이트)와 오스테나이트 두 상이 무질서하게 존재하면 위 식은 성립하며 $V_\alpha + V_\gamma = 1$ 이 된다.

측정된 페라이트와 오스테나이트의 적분강도의 R 값에 대한 비율로부터 오스테나이트의 체적분률(V_γ)은 식 (2. 7)과 같다.

$$V_\gamma = [I_\gamma/R_\gamma / (I_\alpha/R_\alpha) + (I_\gamma/R_\gamma)] \quad (2. 7)$$

또한 여러 개의 페라이트 및 오스테나이트의 피크들에 대해서는 식 (2. 8)과 같이 R 값과 측정된 각각의 적분강도의 비를 더하여 구할 수 있다.

$$V_\gamma = \left[\left(\frac{1}{q} \sum_{j=1}^q \frac{I_{\gamma j}}{R_{\gamma j}} \right) / \left(\frac{1}{P} \sum_{i=1}^P I_{\alpha i} / R_{\alpha i} \right) + \left(\frac{1}{q} \sum_{j=1}^q I_{\gamma j} / R_{\gamma j} \right) \right] \quad (2. 8)$$

만약 기지에 탄화물이 존재하면 각 상들의 체적분률의 합은 식 (2. 9)와 같다.

$$V_\alpha + V_\beta + V_c = 1 \quad (2. 9)$$

이때 R값에 대해 측정된 페라이트 및 오스테나이트의 적분강도의 비로 오스테나이트의 체적분률은 식 (2. 10)과 같다.

$$V_\gamma = [(1 - V_c)(I_\gamma / R_\gamma) / (I_\alpha / R_\alpha) + (I_\gamma / R_\gamma)] \quad (2. 10)$$

또한 많은 수의 페라이트 및 오스테나이트 피크들에 대해서는 식 (2. 11)과 같이 R값과 측정된 각각의 적분강도의 비를 더하여 구할 수 있다.

$$V_\gamma = \left[(1 - V_c) \left(\frac{1}{q} \sum_{j=1}^q I_{\gamma j} / R_{\gamma j} \right) / \left(\frac{1}{P} \sum_{i=1}^P I_{\alpha i} / R_{\alpha i} \right) + \left(\frac{1}{q} \sum_{j=1}^q I_{\gamma j} / R_{\gamma j} \right) \right] \quad (2. 11)$$

탄화물의 체적분률 V_c 는 전해추출법이나 미세조직법에 의해 결정하여야 한다.

제 3 장 실험방법

제 1 절 시편

본 연구에서는 $t = 5 \text{ mm}$ 의 판재인 AISI D2 강을 사용하였으며 화학조성은 Table 3. 1과 같다.

너비 22 mm, 길이 105 mm 및 두께 5 mm 판재상태의 D2 강의 표면을 산화물 층을 제거하여, 미세조직 관찰, 경도 및 마모시험 등의 각 시험에서 요구되는 크기로 절단하여 사용하였으며, 절단 시 과열로 인한 변형 방지를 위하여 abrasive 절단기에서 냉각수로 냉각하면서 절단하였다.

Table 3. 1 Chemical composition of the alloy used in this study(wt.%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	V	Fe
1.5	0.27	0.250	0.023	0.003	0.18	11.30	0.83	0.10	0.24	Bal.

제 2 절 열처리

3. 2. 1. 오스테나이트화처리 및 퀴칭

판재상태의 AISI D2 강을 $l = 35 \text{ mm}$ 로 절단하여 세척한 후 알코올로 건조하였으며, 열처리 시 산화 방지를 위해 건조한 시편을 스테인레스 호일로 밀봉하여 Fig. 3. 1과 같은 수평형 관상로에서 1,000, 1,030 및 1,060 °C에서 10, 20, 40, 60 및 80 분간 가열하여 오스테나이트화 처리하였다. 오스테나이트화 처리 후 탄화물의 성장 억제와 $\gamma \rightarrow \alpha'$ 변태에 의한 α' 마르텐사이트 생성을 위해 급냉하였다.



Fig. 3. 1 Horizontal tube furnace for austenitizing.

3. 2. 2. 상향 퀀칭(Up-hill quenching)

AISI D2 강의 급냉에 의한 퀀칭응력을 완화를 위해 유냉한 직후 100 °C 끓는 물에서 30 분간 유지 후 공랭하였다.

제 3 절 미세조직 관찰

열처리 조건 및 냉간가공에 따른 미세조직의 변화를 조사하기 위하여 제 2절과 같이 열처리 된 시편들을 3 mm의 두께로 절단하였으며, 800(P-2400)Grit의 SiC연마지로 예비연마 후 Butoxyethanol(99 %) + Methanol(99 %) + Perchloric acid (60 %)의 전해액으로 전해연마 하였다. 최종 연마된 시편들은 Super picral 및 10 % Nital로 부식 후, 광학현미경(OM; Optical Microscope) 및 전계주사전자현미경(FE-SEM; Field Emission Scanning Electron Microscope)으로 관찰하였다.

제 4 절 X-선 회절시험

열처리 및 이전 냉간가공의 조건에 따른 상변화 및 결정구조의 변화를 조사하기 위하여 X-선 회절 시험하였다. 시편은 1200(P-4000)Grit의 SiC연마지로 예비연마

후 다이아몬드 페이스트($0.25\ \mu\text{m}$) 및 알루미나($0.05 \sim 1\ \mu\text{m}$)를 이용하여 미세연마하였다. $\text{CuK}\alpha$ 특성 X-선을 사용하였으며, 전압 40kV 및 30mA에서 $40^\circ \sim 90^\circ$ 의 범위의 X-선 회절도형을 얻었다.

제 5 절 압연

AISI D2 강의 이전 냉간가공에 따른 제특성 비교를 위하여 Fig. 3. 2와 같은 2단 압연기를 사용하여 As-received 상태의 시편을 압연하였다. 압연 시 내부의 크랙방지를 위해 1 m/min 의 속도에서 압연하였으며, 압하율은 각각 5, 10 및 20 % 였다.



Fig. 3. 2 Two high rolling mill.

제 6 절 기계적 성질

3. 6. 1. 경도시험

열처리 및 압연 조건에 따른 AISI D2 강의 경도 비교를 위하여 비커스 경도 측정을 시행하였다. 이 때 다이아몬드로 된 피라미드형 압자를 사용하였으며, 시험하중은 50 kg, 하중 유지시간은 15 초이었다. 경도값은 5 회 측정하여 평균값을 취하였다.

3. 6. 2. 마모시험

열처리 및 압연 조건에 따른 AISI D2 강의 마모특성 비교를 위해 Fig. 3. 3과 같은 고속마모시험기를 이용하였다. 상대재로는 지름 30 mm, 두께 3 mm의 97.99 %W -1.43 %C - 0.58 %Co 의 조성을 갖는 WC를 사용하였다.



Fig. 3. 3 High speed universal wear tester.

마모속도는 0.74 m/s, 마모하중은 20 N, 마모 거리는 100 m이었으며, 시편의 과열 방지를 위해 압축공기로 냉각하면서 시험하였다. 마모율 및 마모량(Amount of wear loss)은 마모흔의 가로길이(b)를 식 (3. 1) 및 (3. 2)에 의해 계산하였다^{1,2)}.

$$W = Bb^3 / 8r \quad (3. 1)$$

$$W_s = 0.0167(b^3) \quad (3. 2)$$

여기서

W; amount of weigh loss (mg)

W_s; specific wear rate (mm³/N·m)

B; thickness of wear disc(= 3mm)

b; width of wear trace

r; radius of wear disc

제 4 장 결과 및 고찰

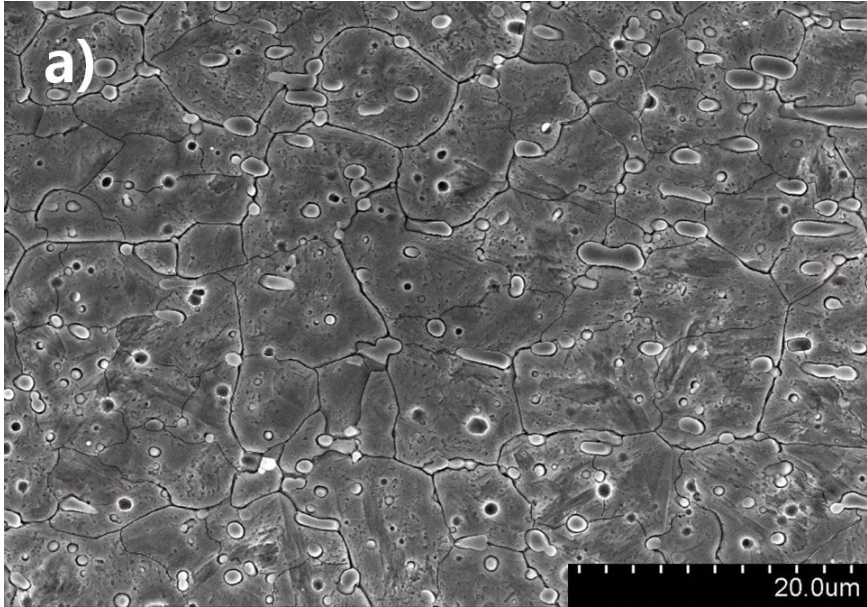
제 1 절 오스테나이트화 처리 온도에 따른 특성 변화

4. 1. 1. 오스테나이트화 온도에 따른 미세조직

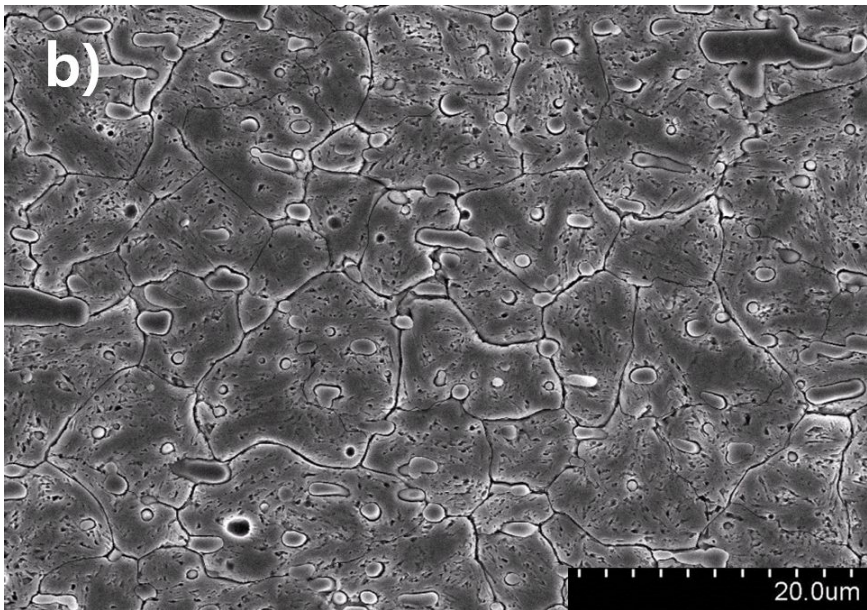
AISI D2 강의 오스테나이트화 처리 온도에 따른 미세조직 변화를 조사하기 위하여 as-received 상태의 시편을 각각 1,000, 1,030 및 1,060 °C에서 40분간 유지한 후 급냉하였다. 각 조건에 따른 평균 결정립크기 및 탄화물 체적분율의 비교를 위해 화상분석 프로그램을 이용하여 미세조직 분석을 실시하였다.

평균 결정립크기는 다결정 금속의 경도, 강도, 전기저항 등의 제 특성뿐만 아니라, $\gamma \rightarrow \alpha'$ 변태에 중요한 영향을 미치는 인자로 알려져 있다^{21,35}. Fig. 4. 1 및 Fig. 4. 2는 1,000, 1,030 및 1060 °C의 온도에서 각각 40 분 유지한 후 수냉한 시편들에 대한 전계주사전자현미경 사진 및 평균 결정립크기의 변화를 나타낸다. 오스테나이트화 처리 온도가 1,000, 1,030 및 1,060 °C로 상승함에 따라 평균 결정립크기도 $\bar{D} = 7.53 \mu\text{m}$ 에서 $\bar{D} = 9.41 \mu\text{m}$ 로 증가하였다. 이러한 결정립 크기의 증가는 온도에 따른 확산계수의 변화 및 그에 따른 확산 속도의 변화³⁶)로부터 기인된 것으로 판단된다. 오스테나이트화 처리 온도의 상승에 따라 결정립크기의 증가와 더불어 탄화물의 체적분율도 변화하였다. Fig. 4. 3은 1,000, 1,030 및 1,060 °C에서 오스테나이트화 처리된 시편들의 광학현미경 사진을 나타내며, Fig. 4. 3의 이미지 분석으로부터 얻어진 탄화물 체적분율을 Table 4. 1에 나타내었다.

Table 4. 1과 같이 열처리 온도가 상승함에 따라 탄화물의 체적분율은 1,000 °C에서 14.5 %였으나, 1,060 °C에서 13.7 %로 감소하였다. 따라서 열처리 온도가 상승함에 따라 기지 내 고용되는 탄화물의 양이 증가한다는 것을 확인할 수 있었다. 그러나 응고 시 초정도로 정출되는 10 μm 내외의 탄화물은 열처리 온도와 관계없이 일정한 체적분율을 보였으며 전체적인 탄화물 체적분율의 감소는 공식반응($\gamma \rightarrow \alpha + \text{M}_7\text{C}_3$)에 의해 석출된 2차 탄화물의 용입에 따른 결과라는 것을 알 수 있었다.

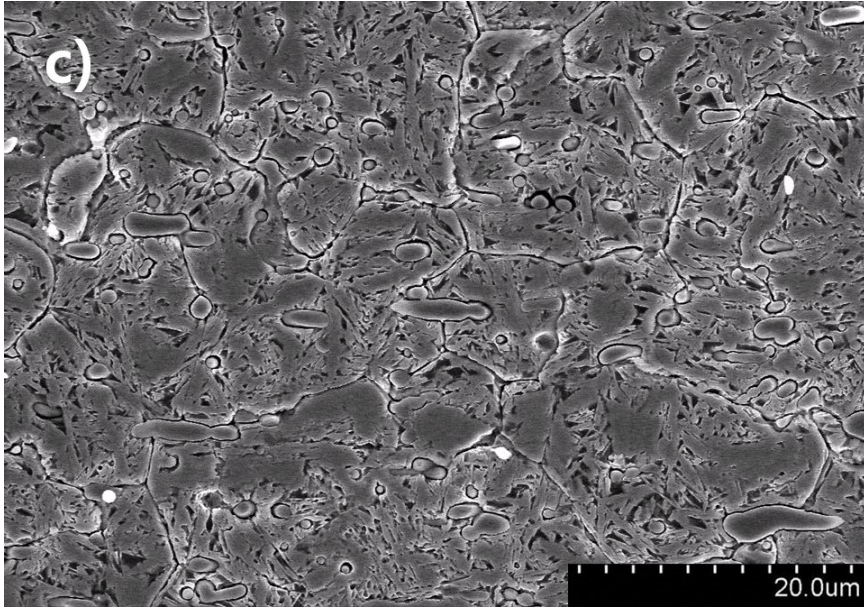


$$\bar{D} = 7.53 \mu\text{m}$$



$$\bar{D} = 8.11 \mu\text{m}$$

Fig. 4. 1 Grain size of AISI D2 steel with austenitizing temperature; (a) 1000°C, (b) 1030°C and (c) 1060°C for 40 min, respectively.



$$\bar{D} = 9.41 \mu\text{m}$$

Fig. 4. 1 (Continued).

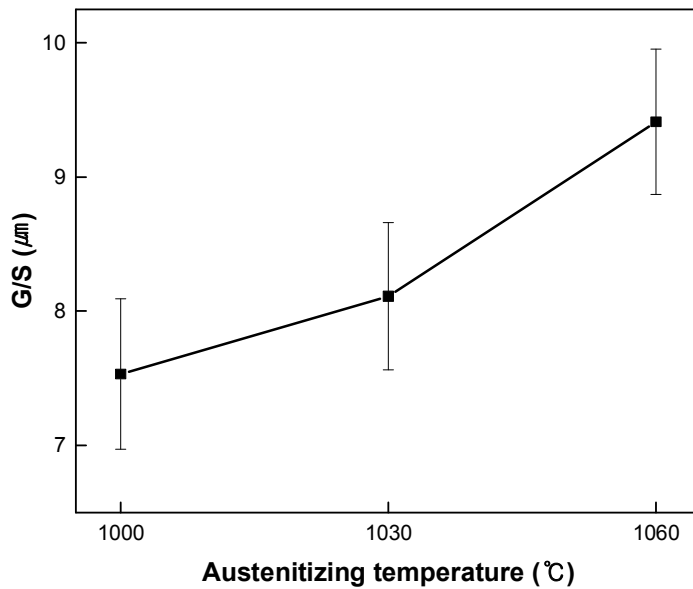


Fig. 4. 2 Change in mean grain size of AISI D2 steel with austenitizing temperature.

Table 4. 1 Change in the volume fraction of carbides with austenitizing temperature in AISI D2 steel

	Primary Carbide (%)	Secondary Carbide (%)	Total (%)
Q1000	6.2 %	8.3 %	14.5 %
Q1030	6.2 %	8.0 %	14.2 %
Q1060	6.2 %	7.5 %	13.7 %

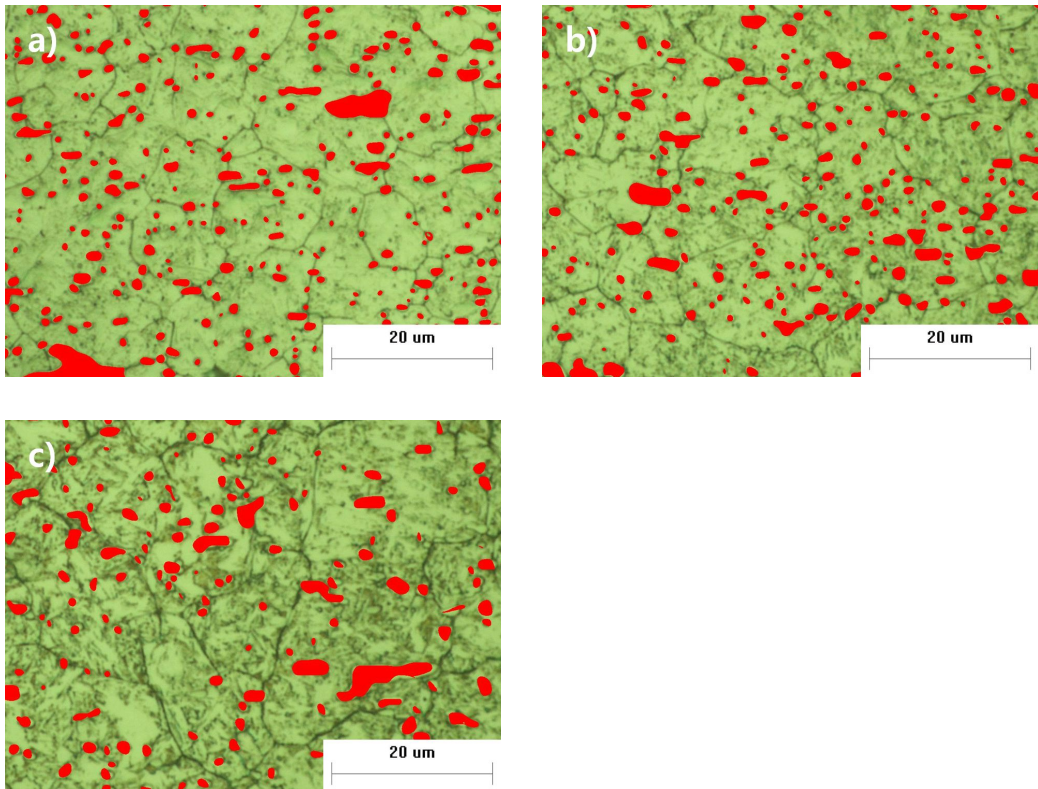


Fig. 4. 3 Optical micrographs of AISI D2 steel with austenitizing temperature; (a) 1,000 °C, (b) 1,030 °C and (c) 1,060 °C for 40 min, respectively.

4. 1. 2. 오스테나이트화 온도에 따른 잔류 오스테나이트 체적분율

AISI D2 강을 포함하여 공석강을 퀴칭하면 모상인 오스테나이트는 마르텐사이트로 변태하게 된다. 그러나 일부는 마르텐사이트로 변태하지 못하고 상온에서도 고온상인 오스테나이트로 존재하게 되며, 이를 잔류 오스테나이트라고 한다. AISI D2 강과 같은 금형 공구강에서 잔류 오스테나이트는 치수변화 및 제 특성 저하의 원인이 되기 때문에 그 양의 측정이 매우 중요하다. 따라서 퀴칭 후에도 잔류하는 오스테나이트의 체적분율 조사를 위하여 X-선 회절피크 적분강도를 이용한 정량분석을 시행하였다.

공석강에서 X-선 회절시험법을 이용한 체적분율 측정방법으로 (200) γ , (220) γ , (200) α 및 (211) α 회절피크 중 2 ~ 4개의 회절피크의 적분강도를 사용한 여러 종류의 계산식들이 제안되고 있다^{34,37)}. 본 연구에서는, 4 개의 회절 피크를 이용한 체적분율 계산식을 이용하였으며 식 (4. 1)과 같다.

$$V_{\gamma} = \frac{\frac{1}{2} \left\{ \frac{I_{\gamma}(200)}{R_{\gamma}(200)} + \frac{I_{\gamma}(220)}{R_{\gamma}(220)} \right\}}{\frac{1}{2} \left\{ \frac{I_{\alpha}(200)}{R_{\alpha}(200)} + \frac{I_{\alpha}(211)}{R_{\alpha}(211)} \right\} + \frac{1}{2} \left\{ \frac{I_{\gamma}(200)}{R_{\gamma}(200)} + \frac{I_{\gamma}(220)}{R_{\gamma}(220)} \right\}} \times 100\% \quad (4. 1)$$

여기서 I_{α} ; α' 마르텐사이트의 측정된 적분강도
 I_{γ} ; 오스테나이트의 측정된 적분강도
 R_{α} ; α' 마르텐사이트의 이론적분강도
 R_{γ} ; 오스테나이트의 이론적분강도

그러나 미국재료시험협회(ASTM; American Society for Testing & Materials) E-975³⁴⁾에 따르면 AISI D2 강과 같이 다량의 탄화물이 분포되어 있는 재료에서의 체적분율 계산은 탄화물의 양이 고려되어야 하며 그에 따라 탄화물의 체적분율이 고려된 계산식은 식 (4. 2)와 같다.

$$V_{\gamma} = (1 - V_c) \frac{\frac{1}{2} \left\{ \frac{I_{\gamma}(200)}{R_{\gamma}(200)} + \frac{I_{\gamma}(220)}{R_{\gamma}(220)} \right\}}{\frac{1}{2} \left\{ \frac{I_{\alpha}(200)}{R_{\alpha}(200)} + \frac{I_{\alpha}(211)}{R_{\alpha}(211)} \right\} + \frac{1}{2} \left\{ \frac{I_{\gamma}(200)}{R_{\gamma}(200)} + \frac{I_{\gamma}(220)}{R_{\gamma}(220)} \right\}} \quad (4. 2)$$

또한 식 (4. 2)를 사용하여 잔류 오스테나이트 체적분율을 구하기 위해서는 (200) γ , (220) γ , (200) α' 및 (211) α' 면들의 이론적분강도, 즉 R_{γ}^{hkl} 및 R_{α}^{hkl} 값의 계산이 필요하였다.

이론적분강도 R^{hkl} 은 구조산란인자, 다중도 인자, 로렌츠-편광인자, 온도인자 및 단위격자의 체적과 관련된 값³⁸⁾으로 그 계산은 식 (4. 3)과 같으며, 그 결과는 김³⁹⁾의 선행된 연구 결과를 이용하였으며 Table 4. 2 및 Table 4. 3과 같다.

$$R^{hkl} = |F|^2 \cdot \rho \cdot LP \cdot e^{-2M} \cdot \frac{1}{V^2} \quad (4. 3)$$

- 여기서
- F ; 구조인자
 - ρ ; 다중도인자
 - θ ; 브래그각
 - LP ; 로렌츠-편광인자 $(1 + \cos^2 2\theta) / (\sin^2 \theta \cos \theta)$
 - e^{-2M} ; 온도인자 (M 은 일반적으로 $M = B((\sin \theta) / \lambda)^2$, $B = 8\pi^2 (\mu_s)^2$)

Table 4. 2 Theoretical integrated intensity of (200) α' and (211) α' ³⁹⁾

hkl	$\frac{\sin\theta}{\lambda}$	θ	$\frac{1}{\nu^2}$	ρ	$ F ^2$	LP	f	e^{-2M}	R_{α}^{hkl}
(200) α'	0.34	32.02	0.001803	6	1168.3	4.999	17.09	0.9195	58.09
(211) α'	0.42	40.71	0.001803	24	910.8	3.1701	15.09	0.8807	110.04

Table 4. 3 Theoretical integrated intensity of (200) γ and (220) γ ³⁹⁾

hkl	$\frac{\sin\theta}{\lambda}$	θ	$\frac{1}{\nu^2}$	ρ	$ F ^2$	LP	f	e^{-2M}	R_{γ}^{hkl}
(200) γ	0.28	25.21	0.000459	6	5655	8.5655	18.8	0.9473	126.48
(220) γ	0.39	37.23	0.000459	12	3999.3	3.6774	15.81	0.8965	72.69

Fig. 4. 4 ~ Fig. 4. 6은 오스테나이트화 처리 온도가 각각 1,000, 1,030 및 1060 °C인 시편들에 대해 얻어진 X-선 회절시험 결과를 나타내며 ASTM에서 권고한 시험조건인 0.5° 2 θ /min 이하의 속도에서 실시하였다.

열처리 온도가 1,000, 1,030 및 1,060 °C로 상승할수록 (200) α' 및 (211) α' 마르텐 사이트의 회절피크 적분강도는 감소하는 반면에, (200) γ 및 (220) γ 오스테나이트 회절피크 적분강도는 증가하는 것을 Fig. 4. 4 ~ Fig. 4. 6으로부터 확인하였다.

Fig. 4. 4 ~ Fig. 4. 6의 각 회절면으로부터 얻어진 잔류 오스테나이트 및 α' 마르텐사이트의 측정된 적분강도 I_{γ}^{hkl} 및 I_{α}^{hkl} 를 Table 4. 4에 나타내었다.

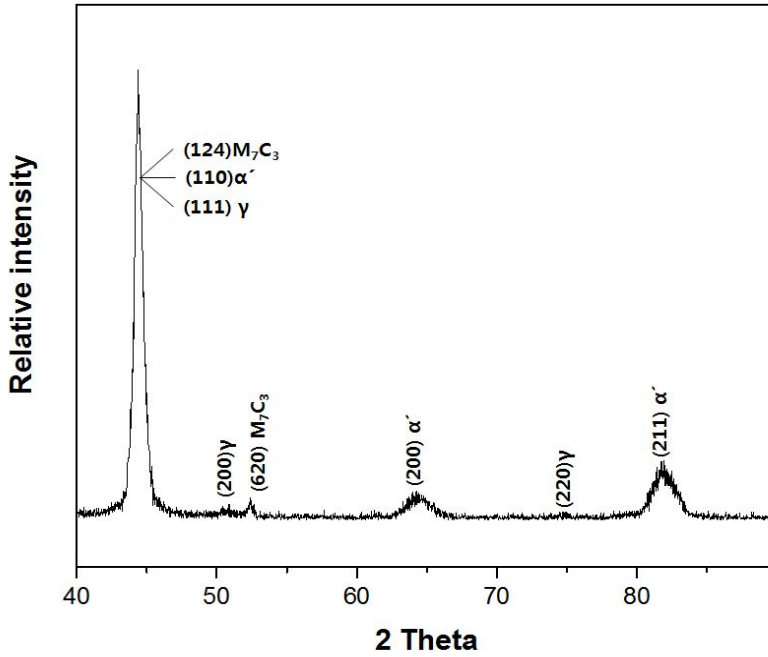


Fig. 4. 4 XRD pattern of AISI D2 steel quenched at 1,000 °C for 40 min.

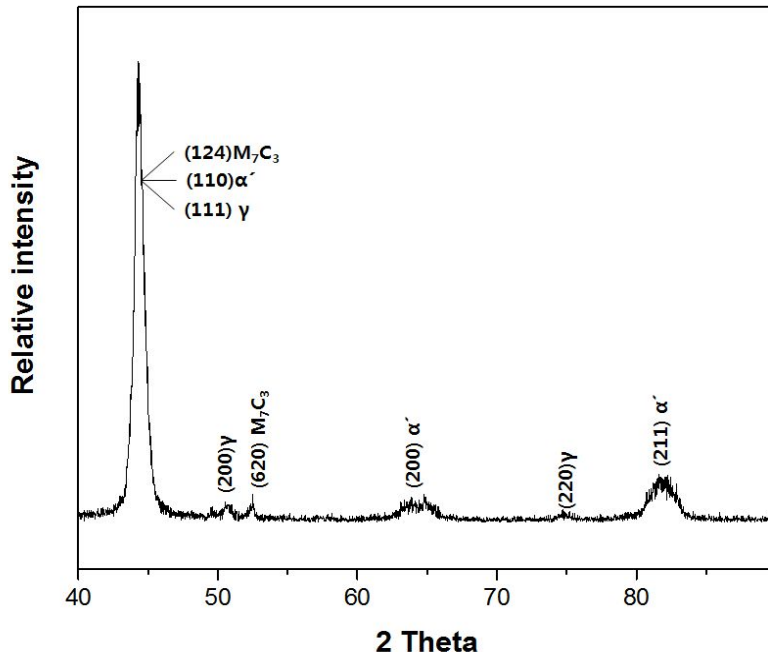


Fig. 4. 5 XRD pattern of AISI D2 steel quenched at 1,030 °C for 40 min.

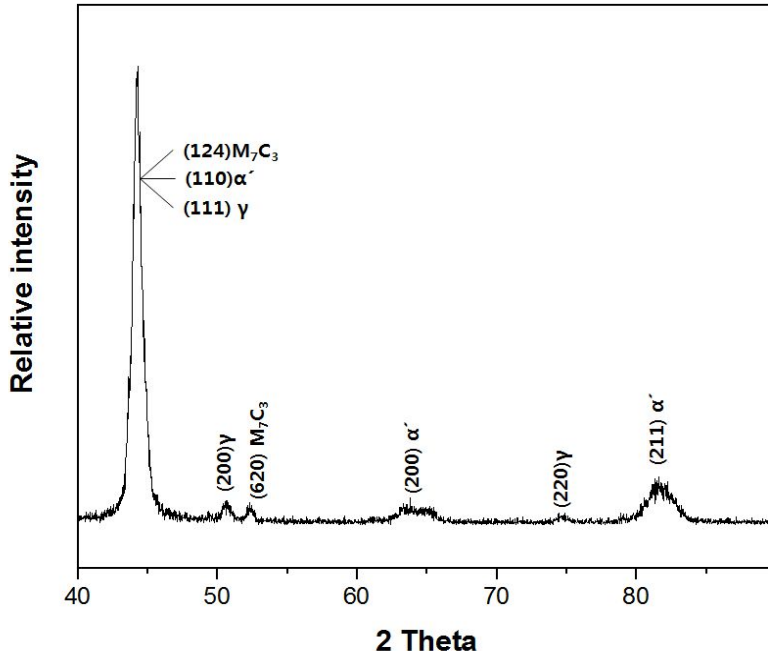


Fig. 4. 6 XRD pattern of AISI D2 steel quenched at 1,060 °C for 40min.

Table 4. 4 Relative integrated intensity of α' martensite and austenite obtained by X-ray diffractometry

Austenitizing temperature(°C)	I_{α}^{hkl}		I_{γ}^{hkl}	
	(200)	(211)	(200)	(220)
1,000	28.3441	41.4184	12.2026	8.7624
1,030	27.9643	43.2914	20.5027	8.9072
1,060	30.6339	40.0681	27.6801	12.1592

Table 4. 5 Change in volume fraction of retained austenite of AISI D2 steel quenched at various temperatures

Austenitizing temperature(°C)	R _γ (%)
1,000	14.7 %
1,030	22.1 %
1,060	26.1 %

Table 4. 5는 X-선 회절시험법에 의해 얻어진 각 조건별 잔류 오스테나이트 체적분율을 나타낸다. 식 (4. 2)에 Table 4. 2 및 Table 4. 3의 R_{α}^{hkl} 및 R_{γ}^{hkl} , Table 4. 4의 I_{α}^{hkl} 및 I_{γ}^{hkl} 의 값을 대입하여 계산하였다. 또한 탄화물의 체적분율(V_c)은 Table 4. 1의 값을 이용하였다.

Table 4. 5는 오스테나이트화 온도가 1,000, 1,030 및 1,060 °C로 상승함에 따라 마르텐사이트의 체적분율은 감소하는 반면, 잔류 오스테나이트 체적분율은 증가하는 것을 보여주며, 이러한 결과는 Fig. 4. 2 및 Table 4. 1의 결과와도 연결될 수 있다. 결정립크기의 증가는 마르텐사이트 핵생성 장소를 감소시키고, 탄화물의 체적분율 감소는 기지 내 불순물의 함량을 증가시키므로 M_s 온도를 떨어뜨려³¹⁾, 모상의 안정화에 기여하는 원인이 된다. 따라서, 모상의 안정화 증가에 의한 잔류 오스테나이트 체적분율의 증가로 해석된다.

4. 1. 3. 오스테나이트화 온도에 따른 경도 변화

경도시험은 기계적 시험법의 하나로 비파괴적인 시험 방법이며, 또한 측정된 경도로부터 인장강도 등의 다른 기계적 성질 및 조직변화의 유추가 가능하기 때문에 다른 기계적 시험보다 자주 행해지고 있다⁴⁰⁾.

오스테나이트화 처리 온도에 따른 경도 변화 조사를 위해 as-received 상태의 시편을 각각 1,000, 1,030 및 1,060 °C의 온도에서 40분간 유지한 후 켄칭하였다.

Fig. 4. 7은 AISI D2 강의 오스테나이트화 처리 온도에 따른 평균 비커스 경도값 변화를 나타낸다. 평균 비커스 경도값은 가장 낮은 온도인 1,000 °C 에서 HV = 808을 나타내었고, 1,030 °C에서 HV = 789 그리고 가장 높은 온도인 1,060 °C에서는 HV = 741로 점차 감소하는 경향을 보였다.

이러한 경도 저하는 Fig. 4. 2, Table 4. 1 및 Table 4. 5로부터 얻어진 결과에 비추어 볼 때, 오스테나이트화 처리 온도 상승에 따른 결정립 성장, 탄화물 체적분율 감소 및 잔류 오스테나이트 체적분율 증가로부터 기인된 것으로 볼 수 있다.

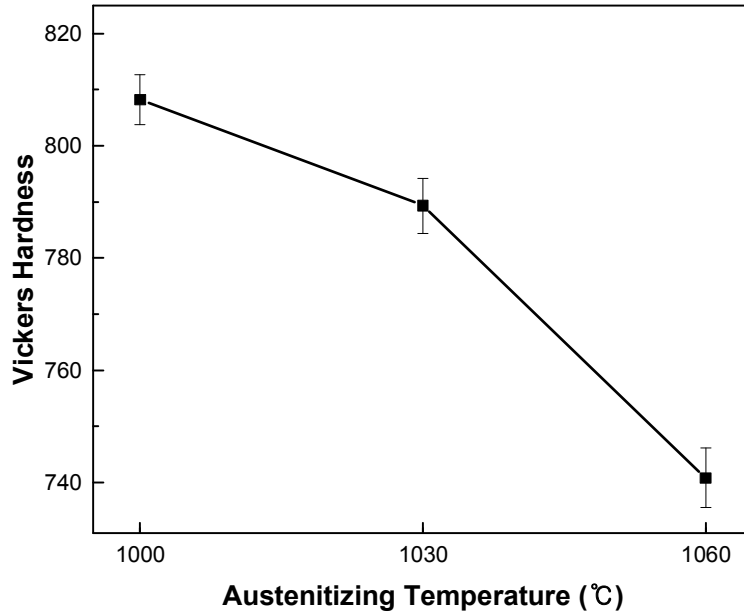


Fig. 4. 7 Change in Vickers hardness value of AISI D2 steel with austenitizing temperature.

4. 1. 4. 오스테나이트화 온도에 따른 마모 특성

AISI D2 강과 같은 금형강에서 마모는 제품 성형 시 피가공재의 정밀도와 관련되며, 또한 생산성 결정 및 수명 예측에 있어서 매우 중요하다. 오스테나이트화 처리 온도에 따른 마모 특성 변화 조사를 위해 as-received 상태의 시편을 각각 1,000, 1,030 및 1,060 °C의 온도에서 40 분간 유지한 후 퀴칭하였다.

각각의 오스테나이트화 처리 조건에서 얻어진 마모흔을 Fig. 4. 8에 나타내었다. Fig. 4. 8로부터 얻어진 마모흔의 가로길이(b)를 식 (3. 2)에 대입하여 마모율을 계산하였으며, 그 결과는 Fig. 4. 10과 같다. Fig. 4. 9는 각 조건에서 얻어진 마모흔에 대한 전계주사전자현미경 사진을 나타낸다. Fig. 4. 9로부터 오스테나이트화 온도의 상승, 즉 잔류오스테나이트 양의 증가에 따라 마모로 인한 마모흔들의 폭 및 그 빈도가 증가함을 확인할 수 있었다.

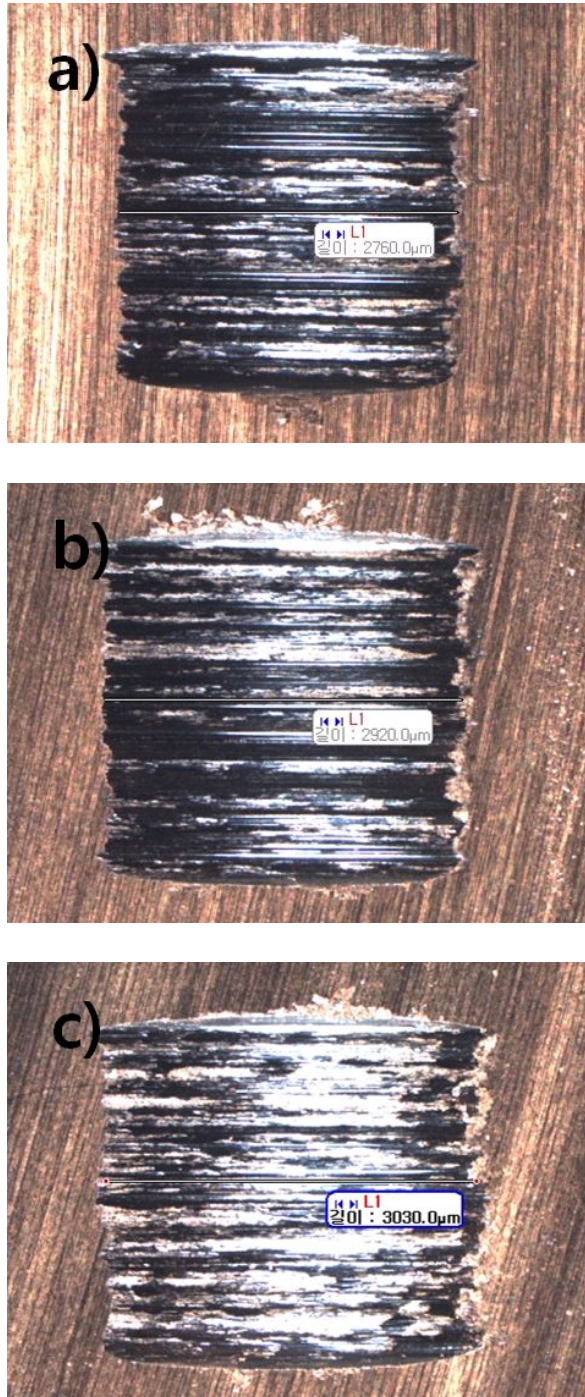


Fig. 4. 8 Wear trace of AISI D2 steel quenched at (a) 1,000 °C, (b) 1,030 °C and (c) 1060 °C for 40 min, respectively.

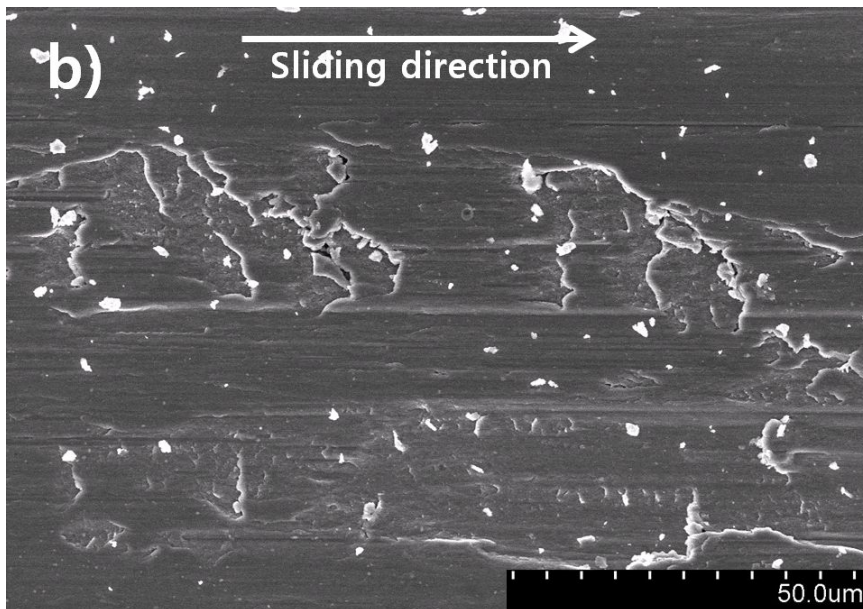
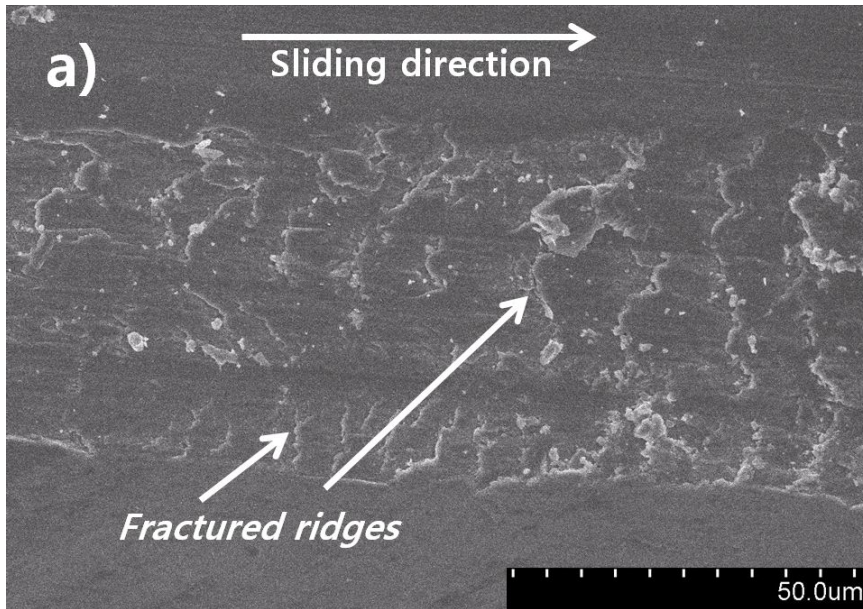


Fig. 4. 9 Wear trace of AISI D2 steel with austenitizing temperature; (a) 1,000 °C, (b) 1,030 °C and (c) 1,060 °C.

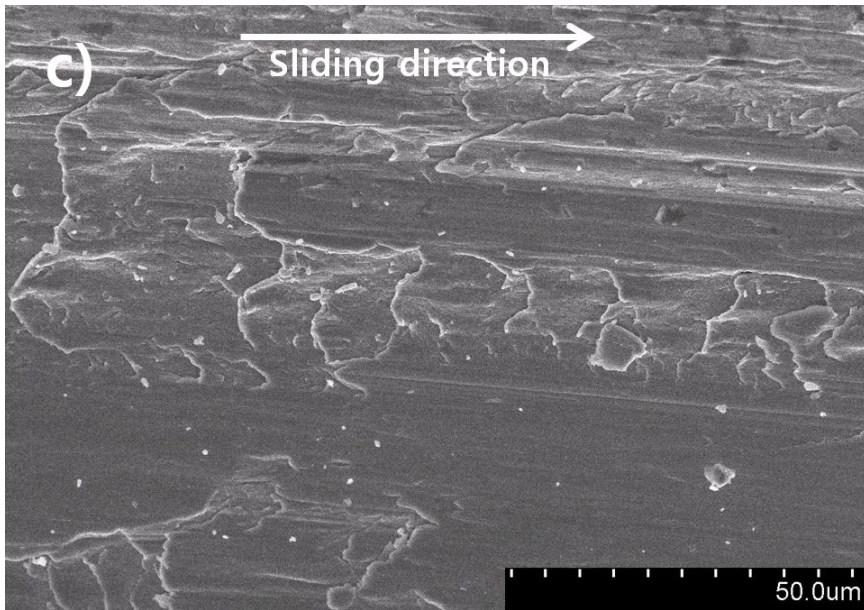


Fig. 4. 9 (Continued).

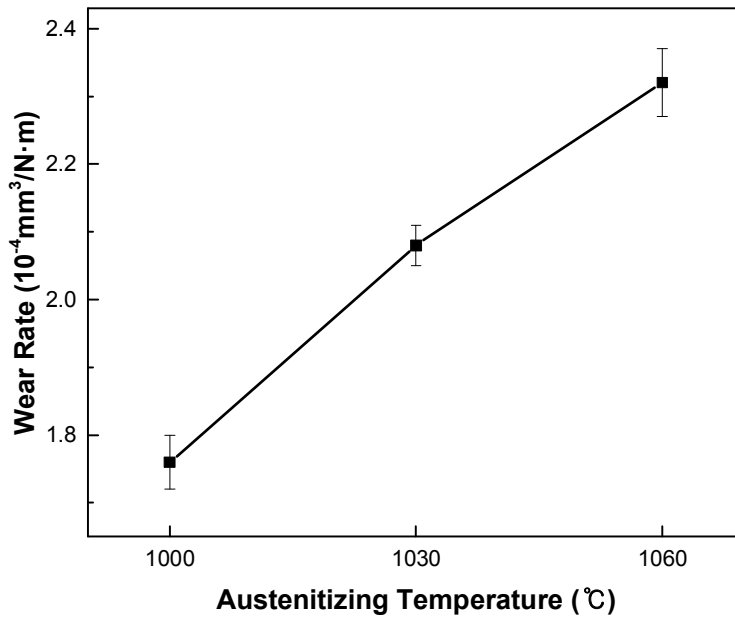


Fig. 4. 10 Change in wear rate of AISI D2 steel with austenitizing temperature.

Fig. 4. 10의 결과를 보면, 오스테나이트화 처리 조건에 따른 마모율은 각각 $1.76 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$, $2.08 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ 및 $2.32 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ 로 열처리 온도와 함께 증가하였다. 이러한 마모율의 증가는 전술한 열처리 온도에 따른 결정립 크기의 증가 및 기지 내 용입되는 탄화물 양의 증가로 인한 모상의 안정화에 의해 잔류 오스테나이트 체적분율이 증가하였기 때문이다.

제 2 절 오스테나이트화 처리 시간에 따른 특성 변화

4. 2. 1. 오스테나이트화 시간에 따른 미세조직

AISI D2 강의 오스테나이트화 처리 시간에 따른 미세조직 변화를 조사하기 위하여 as-received 상태의 시편을 1,060 °C에서 각각 10, 20, 40, 60 및 80 분간 유지 후 급냉하였다.

Fig. 4. 11 및 Fig. 4. 12는 1,060 °C 온도에서 각각 10, 20, 40, 60 및 80 분 유지한 후 수냉한 시편들의 전계주사전자현미경 사진 및 평균 결정립크기의 변화를 나타낸다.

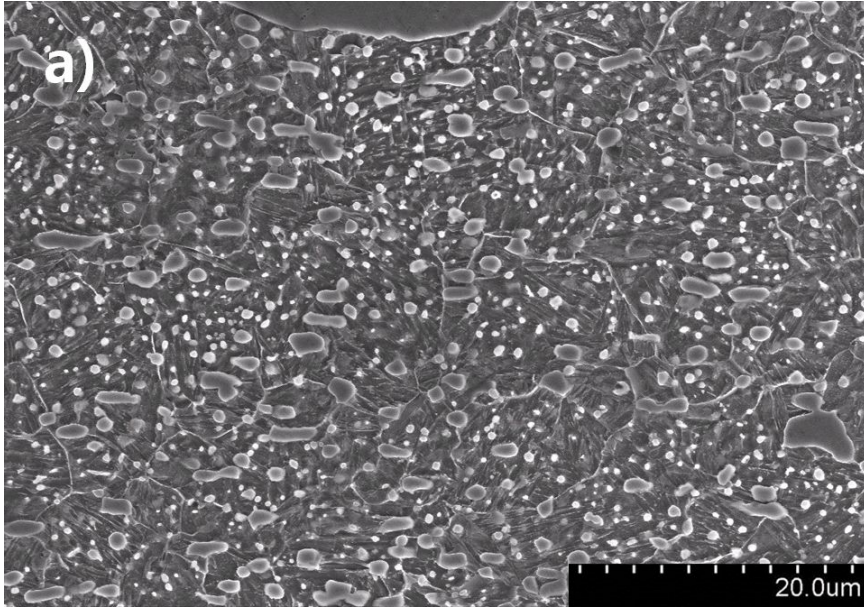
오스테나이트화 처리 시간이 길어짐에 따라 평균 결정립크기도 $\bar{D} = 7.61 \mu\text{m}$ 에서 $\bar{D} = 13.65 \mu\text{m}$ 로 증가하였다. 이러한 증가는 Fick의 제 2 법칙³⁶⁾에 따라 시간의 증가로 인한 확산 유량의 증가로부터 기인된 것으로 판단된다.

또한 탄화물의 체적분율도 오스테나이트화 처리 시간에 따라 변화 하였다. Fig. 4. 13는 1060 °C에서 각각의 시간별로 오스테나이트화 처리된 시편들의 광학현미경 사진을 나타내며, Fig. 4. 13의 이미지 분석으로부터 얻어진 탄화물 체적분율을 Table 4. 6에 나타내었다.

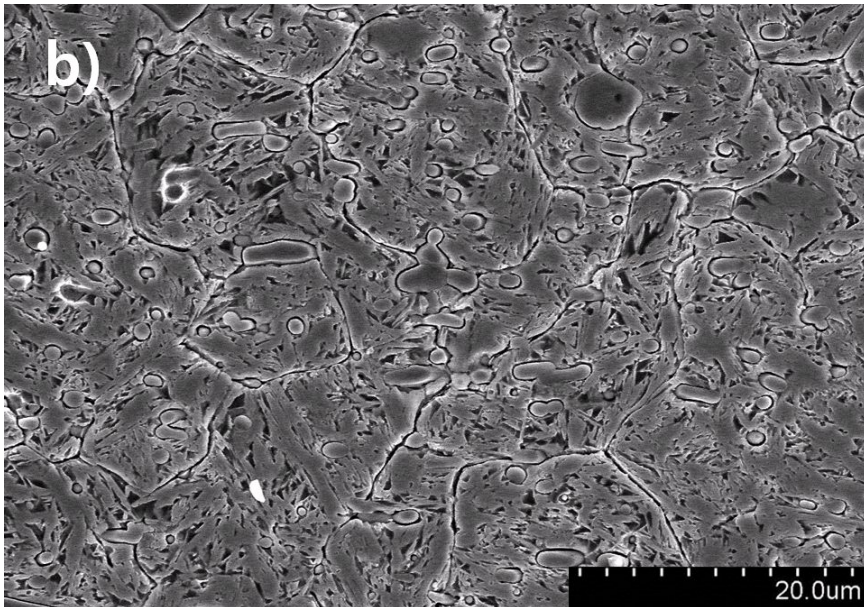
Table 4. 6과 같이 시간의 증가에 따라 탄화물의 체적분율은 각각 14.8, 14.5, 13.4, 12.5 및 11.2 %로 점차적으로 감소하는 경향을 나타냈다. Table 4. 6의 결과로부터 열처리 시간 증가에 따라 기지 내 고용되는 탄화물의 양이 증가한다는 것을 확인할 수 있었다.

그러나 응고 시 초정으로 정출되는 10 μm 내외의 탄화물의 체적분율은 Table 4. 1과 Table 4. 6에서 같은 결과를 나타냈으며 오스테나이트화 온도 및 시간에 따라 어떠한 변화를 보이지 않았다.

따라서 열처리 시간에 따른 탄화물 체적분율의 감소는 공식반응($\gamma \rightarrow \alpha + \text{M}_7\text{C}_3$)에 의해 석출된 공식 탄화물의 기지 내 용입으로 인한 체적분율 감소로부터 기인되었다는 것을 확인하였다.



$$\bar{D} = 7.61 \mu\text{m}$$



$$\bar{D} = 7.83 \mu\text{m}$$

Fig. 4. 11 Grain size of AISI D2 steel with austenitizing time at 1060°C; (a) 10 min, (b) 20 min, (c) 40 min, (d) 60 min and (e) 80 min.

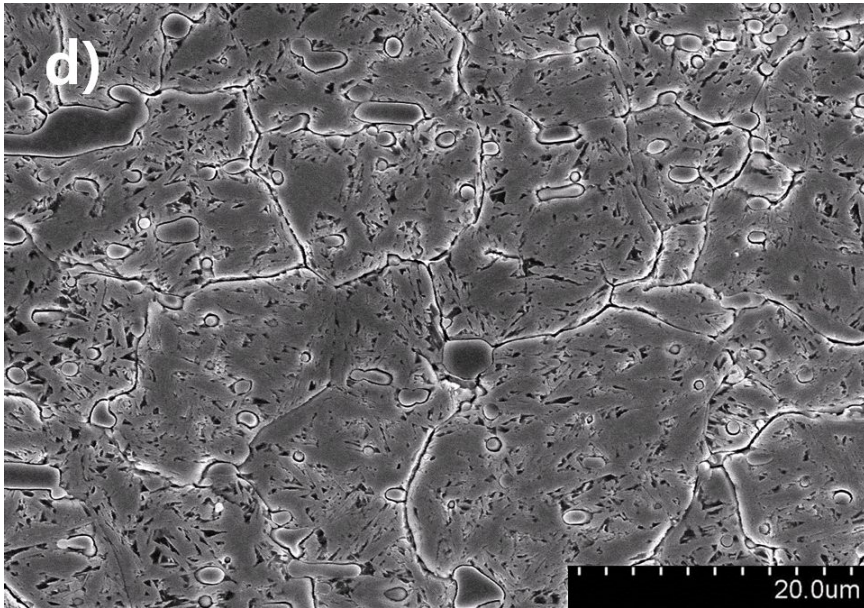
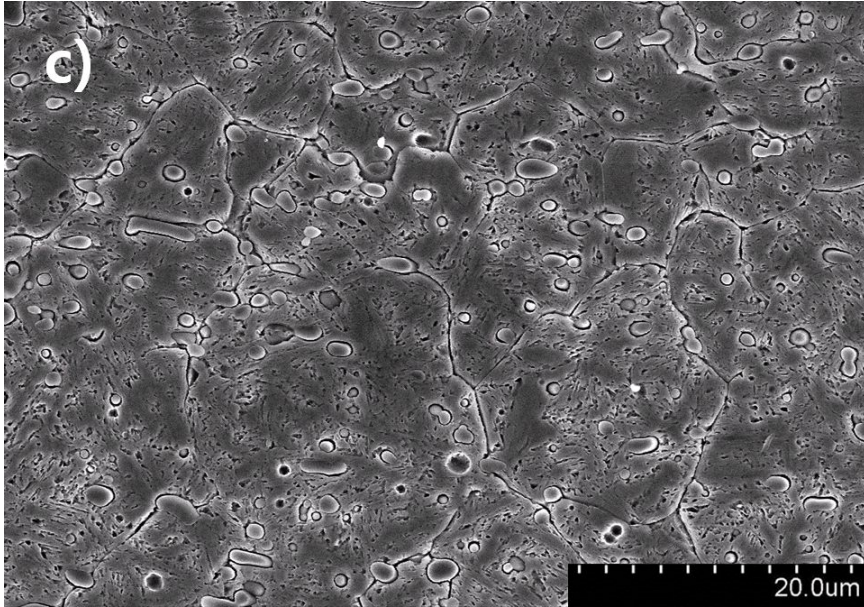
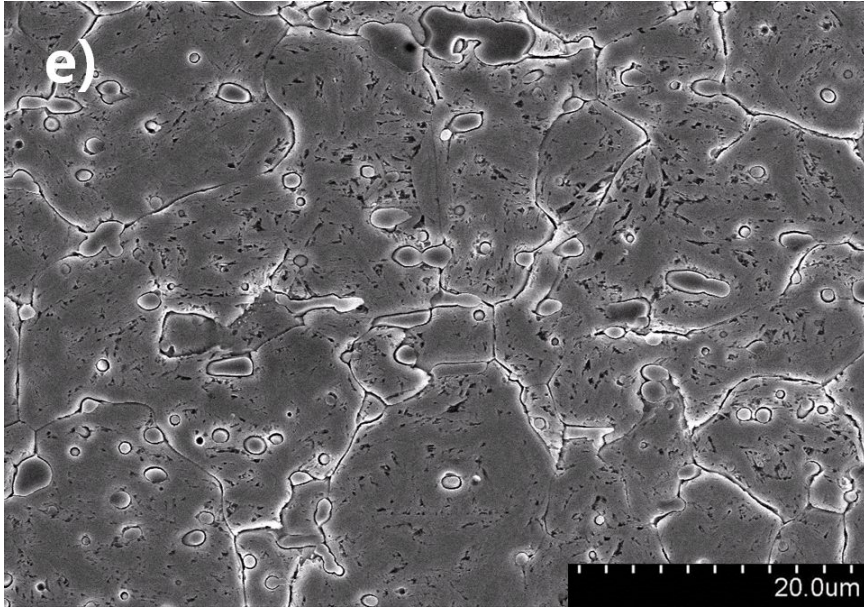


Fig. 4. 11 (Continued).



$$\bar{D} = 13.65 \mu\text{m}$$

Fig. 4. 11 (Continued).

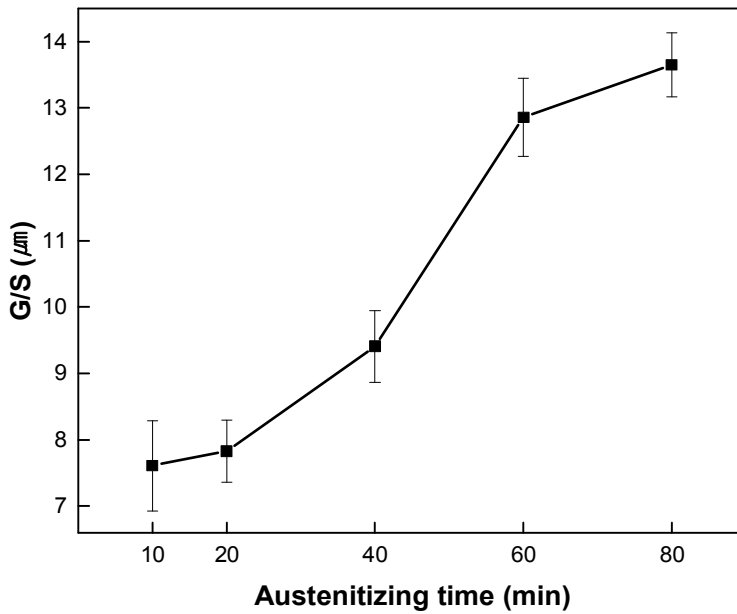


Fig. 4. 12 Change in mean grain size of AISI D2 steel with austenitizing time.

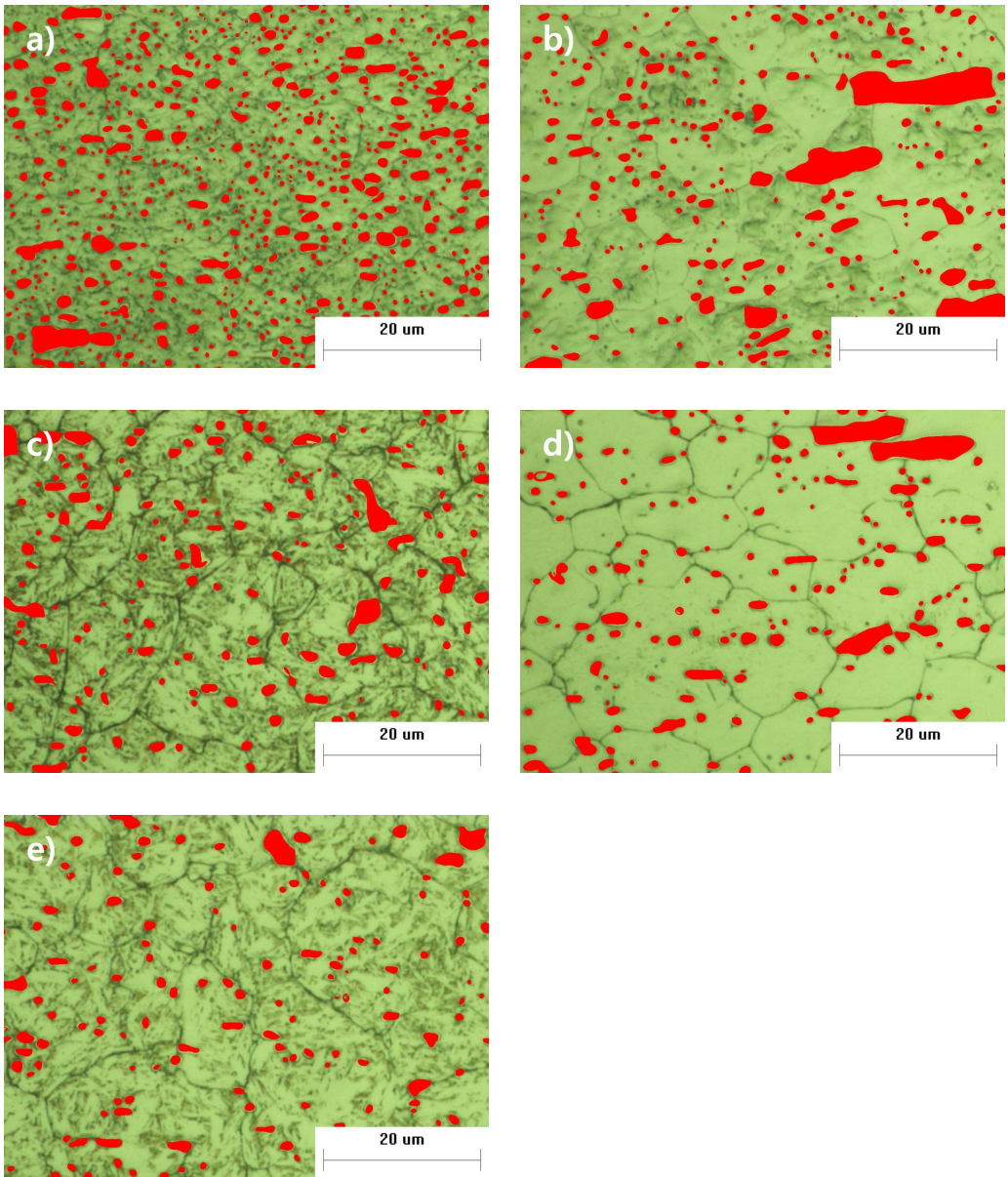


Fig. 4. 13 Optical micrographs of AISI D2 steel with austenitizing time; (a) 10 min, (b) 20 min, (c) 40 min, (d) 60 min and (e) 80 min.

Table 4. 6 Change in the volume fraction of carbides with austenitizing time in AISI D2 steel

	Primary Carbide (%)	Secondary Carbide (%)	Total (%)
10 min	6.2 %	8.6 %	14.8 %
20 min	6.2 %	8.3 %	14.5 %
40 min	6.2 %	7.5 %	13.4 %
60 min	6.2 %	6.3 %	12.5 %
80 min	6.2 %	5.0 %	11.2 %

4. 2. 2. 오스테나이트화 시간에 따른 잔류 오스테나이트 체적분율

AISI D2 강의 오스테나이트화 처리 시간에 따른 잔류 오스테나이트 체적분율을 제 1 절의 2와 같이 X-선 회절시험법을 통해 정량분석 하였다. Fig. 4. 14 ~ Fig. 4. 18은 1,060 °C의 오스테나이트화 온도에서 각각 10, 20, 40, 60 및 80 분간 유지한 후 퀴칭한 시편들에 대해 얻어진 X-선 회절시험 결과를 나타낸다.

Fig. 4. 14 ~ Fig. 4. 18로부터 D2 강의 오스테나이트화 처리 시간이 길어짐에 따라 $(200)\alpha'$ 및 $(211)\alpha'$ 마르텐사이트 회절피크의 적분강도는 감소하는 반면, $(200)\gamma$ 및 $(220)\gamma$ 오스테나이트 회절피크의 적분강도는 증가하는 것을 볼 수 있다.

Table 4. 7에 Fig. 4. 14 ~ Fig. 4. 18로부터 얻어진 α' 마르텐사이트 및 잔류 오스테나이트의 측정된 적분강도 I_{α}^{hkl} 및 I_{γ}^{hkl} 를 나타내었다. Table 4. 2, Table 4. 3 및 Table 4. 7의 결과를 식 (4. 2)에 대입하여 잔류 오스테나이트 체적분율을 계산하였으며 탄화물 체적분율(V_c)은 이미지 분석을 통해 얻은 Table 4. 6의 결과를 이용하였다.

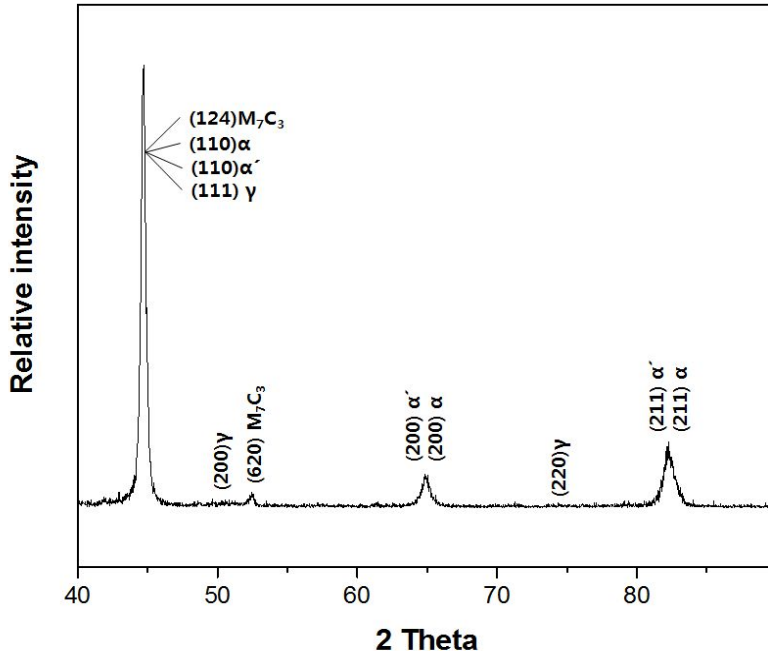


Fig. 4. 14 XRD pattern of D2 steel quenched at 1,060 °C for 10 min.

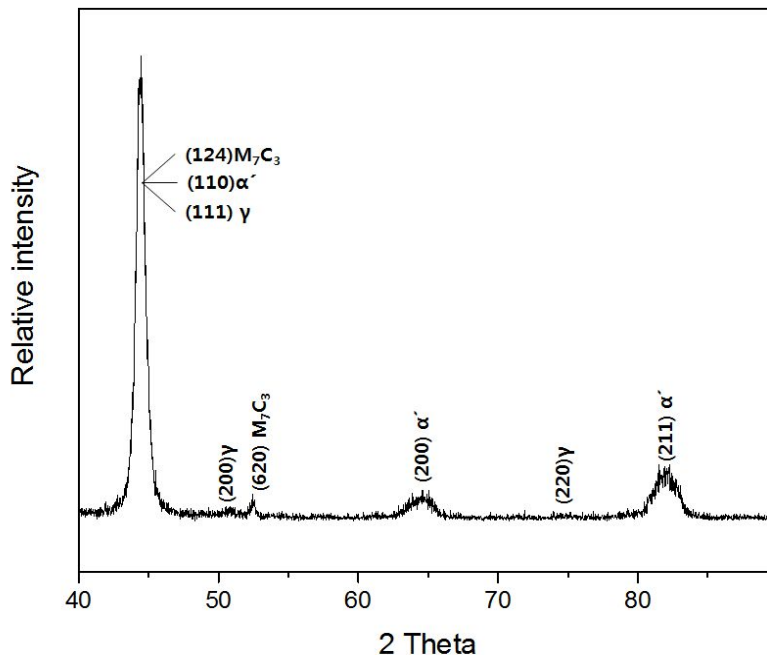


Fig. 4. 15 XRD pattern of D2 steel quenched at 1,060 °C for 20 min.

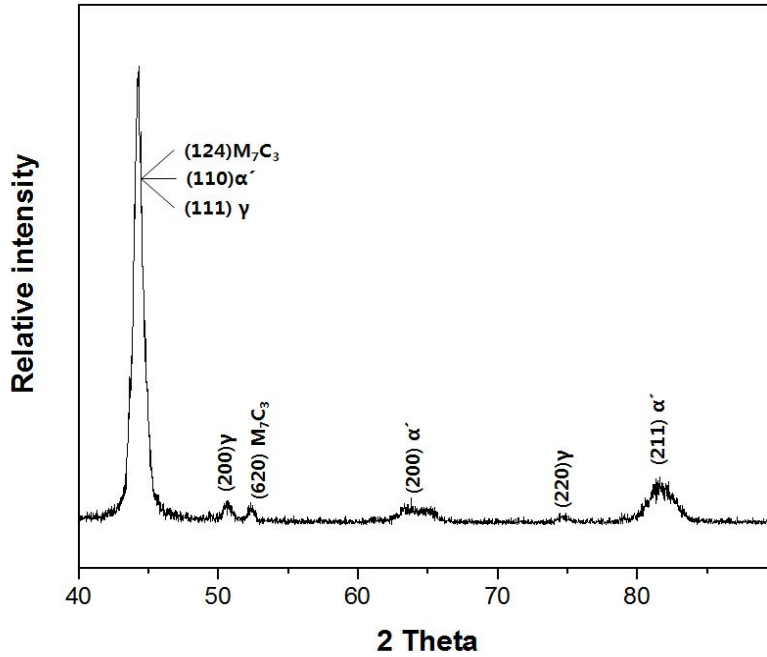


Fig. 4. 16 XRD pattern of D2 steel quenched at 1,060 °C for 40 min.

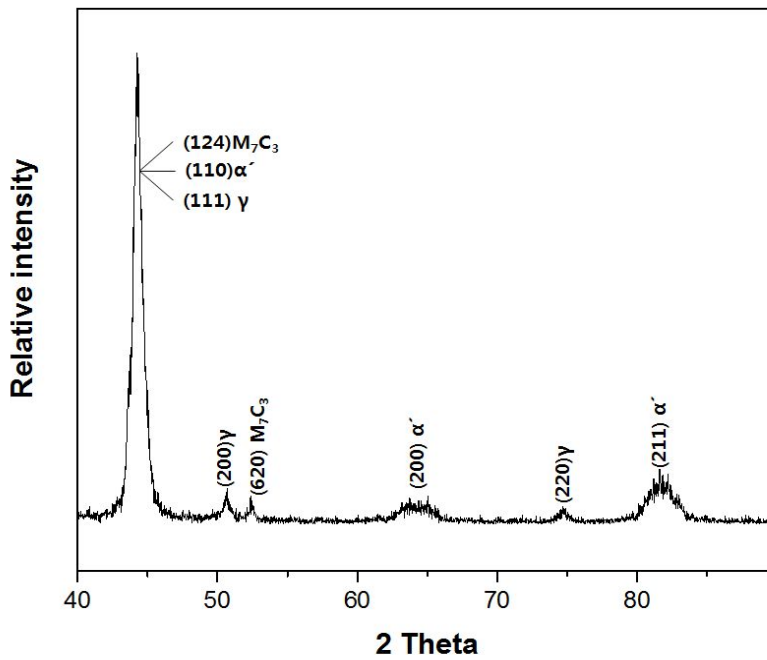


Fig. 4. 17 XRD pattern of D2 steel quenched at 1,060 °C for 60 min.

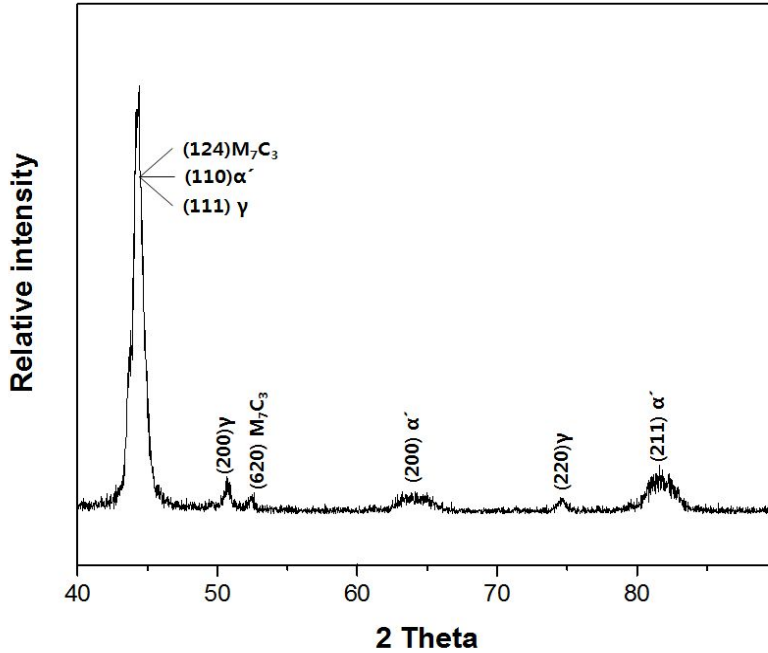


Fig. 4. 18 XRD pattern of D2 steel quenched at 1,060 °C for 80 min.

Table 4. 7 Relative integrated intensity of α' martensite and austenite obtained by x-ray diffractometry

Austenitizing time(min)	$I_{\alpha'}^{hkl}$		I_{γ}^{hkl}	
	(200)	(211)	(200)	(220)
1,060 x 10min	55.0010	98.8014	12.5311	8.9104
1,060 x 20min	32.3966	56.5071	14.0301	8.2501
1,060 x 40min	30.6339	40.0681	27.6801	12.1592
1,060 x 60min	22.8639	45.8007	34.7528	14.5811
1,060 x 80min	23.6544	47.2327	35.0324	14.7017

Table 4. 8 Change in volume fraction of retained austenite of AISI D2 steel with various austenitizing time

Austenitizing time(min)	R _v (%)
1,060 x 10 min	9.2 %
1,060 x 20 min	14.9 %
1,060 x 40 min	26.1 %
1,060 x 60 min	32.4 %
1,060 x 80 min	34.8 %

Table 4. 8은 각 조건에서의 잔류 오스테나이트 체적분율의 정량분석 결과를 나타낸다. 잔류 오스테나이트 체적분율은 오스테나이트화 시간의 증가와 함께 9.2 %에서 34.80 %로 증가하였다.

이러한 잔류 오스테나이트 체적분율의 증가는 Fig. 4. 12 및 Table 4. 6의 결과에 따른 모상의 안정화에 의한 것으로 해석된다.

4. 2. 3. 오스테나이트화 시간에 따른 경도 변화

오스테나이트화 처리 시간에 따른 경도 변화 조사를 위하여 as-received 상태의 시편을 1,060 °C의 온도에서 각각 10, 20, 40, 60 및 80 분간 유지한 후 쿨칭하여 비커스 경도시험을 하였다.

Fig. 4. 19는 AISI D2 강의 오스테나이트화 처리 시간에 따른 평균 비커스 경도 값 변화를 나타낸다. 평균 비커스 경도값은 20 분간 오스테나이트화 처리하였을 때 HV = 771로 가장 높았으며, 그 이후의 시간에서는 각각 HV = 741, HV = 700 및 HV = 615로 점차 감소하는 경향을 보였다. 이러한 경도 저하는 Fig. 4.11, Table 4. 6 및 Table 4. 8의 결과로부터 해석이 가능하며, 열처리 시간의 증가에 따른 결정립크기의 증가, 탄화물 체적분율 감소 및 잔류 오스테나이트 체적분율의 증가로부터 기인된 것으로 판단된다.

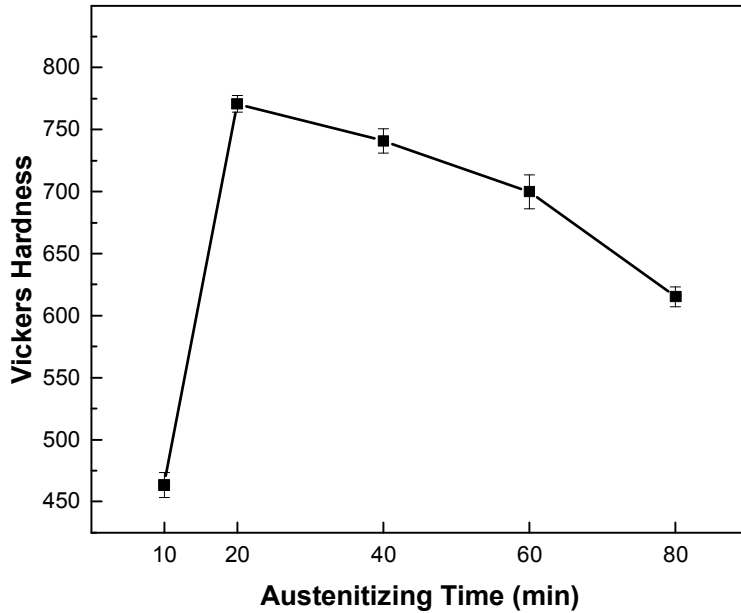


Fig. 4. 19 Change in Vickers hardness value of AISI D2 steel with austenitizing time.

한편 Fig. 4. 12, Table 4. 6 및 Table 4. 8에서 가장 작은 결정립크기, 가장 많은 탄화물 및 가장 적은 잔류 오스테나이트를 갖는 10 분에서는 HV = 464로 가장 낮게 나타났다. 이러한 결과의 원인은 Fig. 4. 20로부터 찾을 수 있었으며, Fig. 4. 20는 as-received 상태 및 각 조건별 X-선 회절 패턴을 나타낸다.

α' 마르텐사이트의 회절피크는 α 페라이트의 회절피크 $2\theta = 44.6, 65$ 및 82.2° 와 가까운 $2\theta = 44.1, 64.6$ 및 81.5° 에서 나타나며, 체심입방정(BCC; Body Centered Crystal, $a=b=c, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$)인 페라이트와는 다르게 체심정방정(BCT; Body Centered Tetragonal, $a=b \neq c, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$)의 결정구조를 가지기 때문에 같은 면족이더라도 서로 다른 면간거리를 갖는 면들이 겹쳐 반가폭이 큰 형태로 나타난다⁴¹⁾.

여러 조건에서의 α' 마르텐사이트 및 페라이트의 회절피크 위치와 반가폭을 비교하였을 때, 10 분간 오스테나이트화 처리 한 시편에서 미변태 페라이트의 존재를 확인할 수 있었다. 또한 Fig. 4. 19, Table 4. 6 및 Fig. 4. 20의 결과로 미루어볼 때, 경도에 영향을 미치는 인자로서 결정립크기, 탄화물의 체적분율 보다 마르텐사이트 체적분율이 상대적으로 지배적이라는 것을 알 수 있었다.

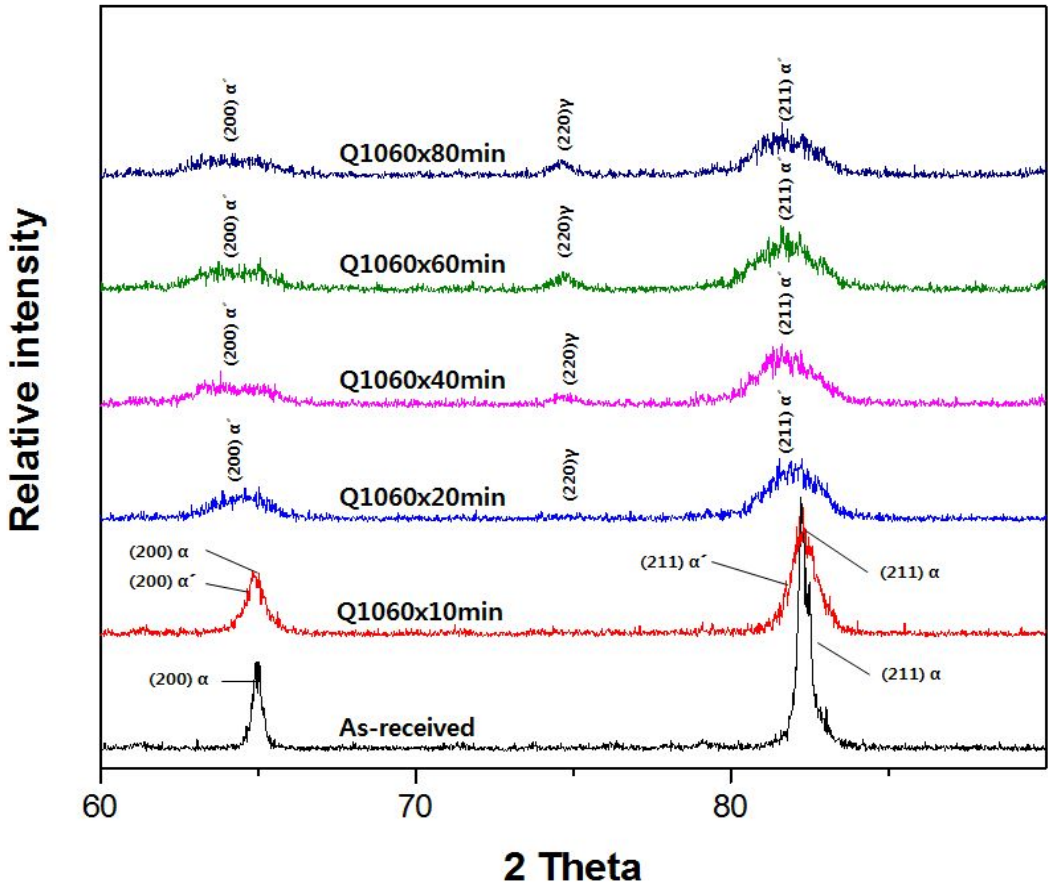


Fig. 4. 20 XRD patterns of AISI D2 steel with various austenitizing time.

4. 2. 4. 오스테나이트화 시간에 따른 마모 특성

각각의 오스테나이트화 처리 조건에서 얻어진 마모흔을 Fig. 4. 21에 나타내었다. Fig. 4. 21로부터 얻어진 마모흔의 가로길이(b)를 식 (3. 2)에 대입하여 마모율을 계산하였으며, 그 결과는 Fig. 4. 23과 같다. Fig. 4. 22는 각 조건에서 얻어진 마모흔

의 전계주사전자현미경 사진을 나타낸다. 오스테나이트화 처리 시간의 증가에 따라, 즉 잔류오스테나이트 양의 증가에 따라 마모로 인한 마모흔들의 폭 및 그 빈도가 증가함을 확인할 수 있었다. 또한, 10 및 60 분 이상의 오스테나이트화 처리 시간에서는 미변태 페라이트의 존재와 잔류 오스테나이트 체적분율 증가로부터 기인된 낮은 기지의 강도 때문에 시험 중 탄화물의 탈락에 의한 마멸분(Debris)이 관찰되었다.

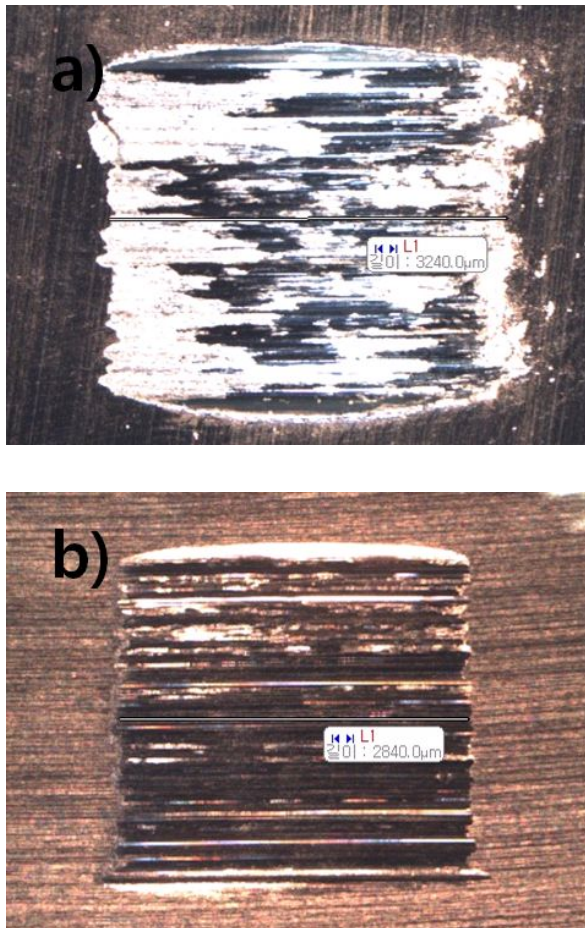


Fig. 4. 21 Wear trace of AISI D2 steel quenched at 1060 °C for (a) 10 min, (b) 20 min, (c) 40 min, (d) 60 min and (e) 80 min, respectively.

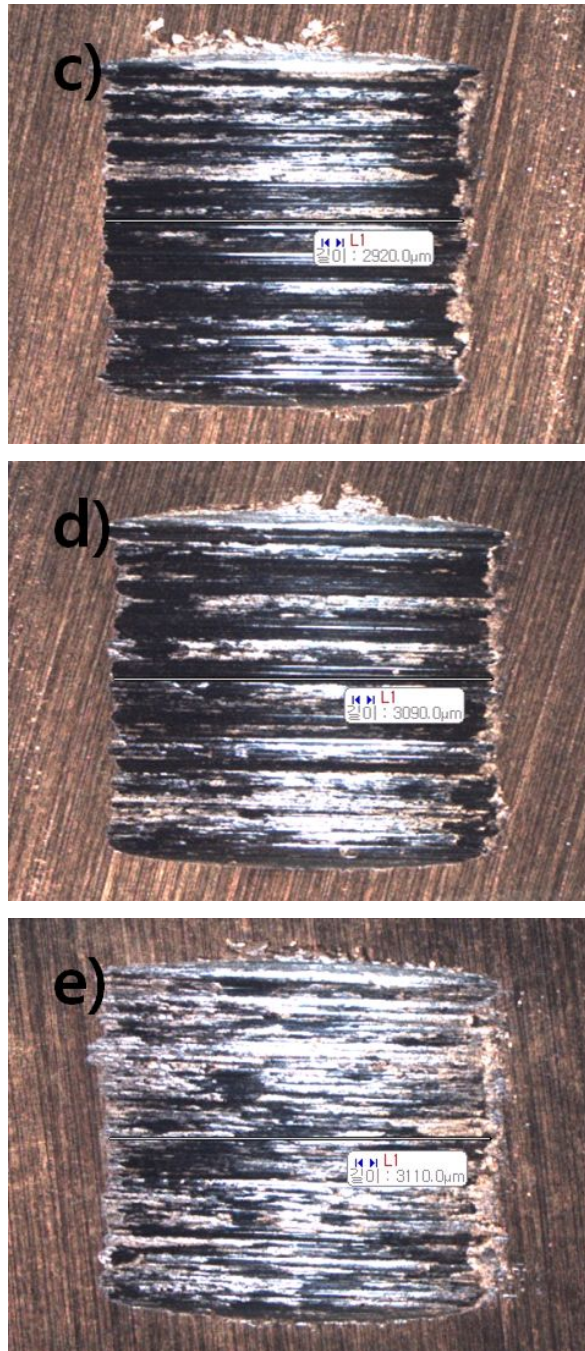


Fig. 4. 21 (Continued).

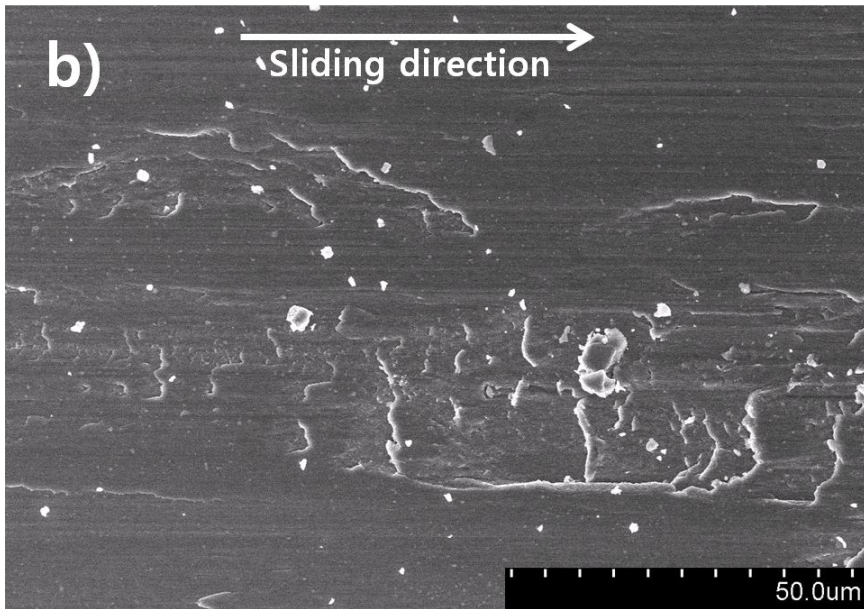
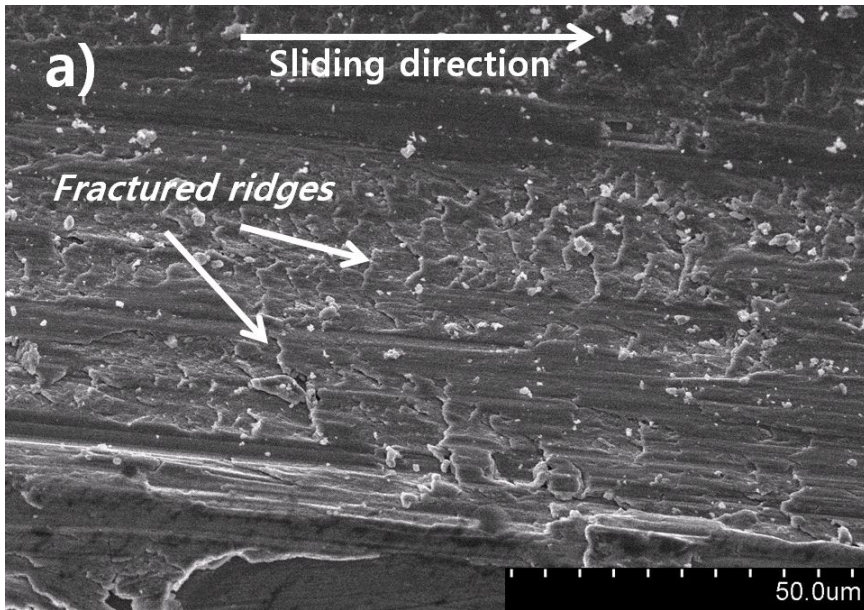


Fig. 4. 22 Wear trace of AISI D2 steel quenched at 1,060 °C for (a) 10 min, (b) 20 min, (c) 40min, (d) 60 min and (e) 80 min, respectively.

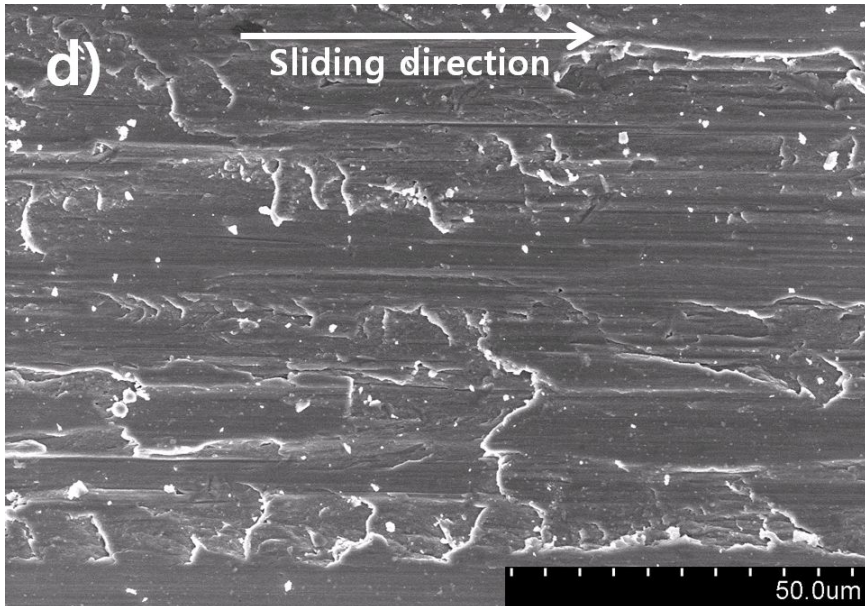
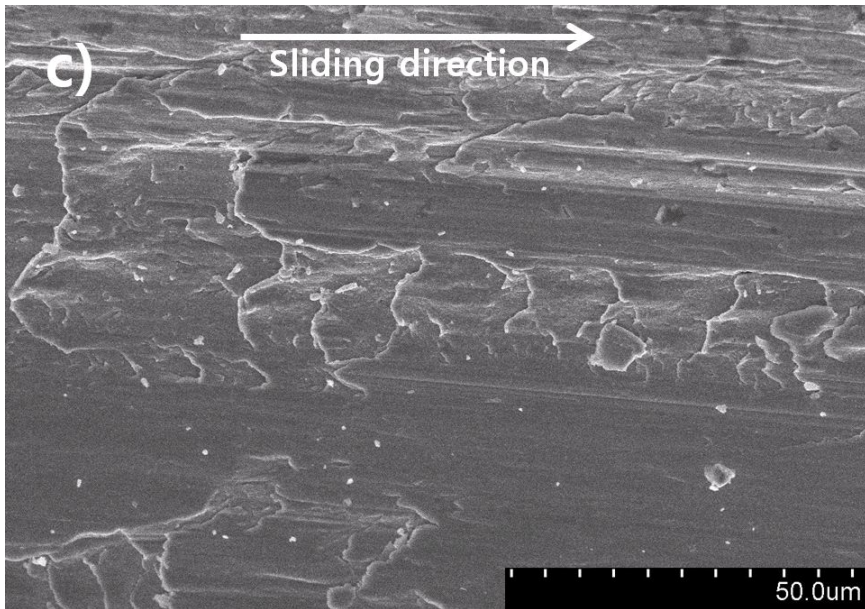


Fig. 4. 22 (Continued).

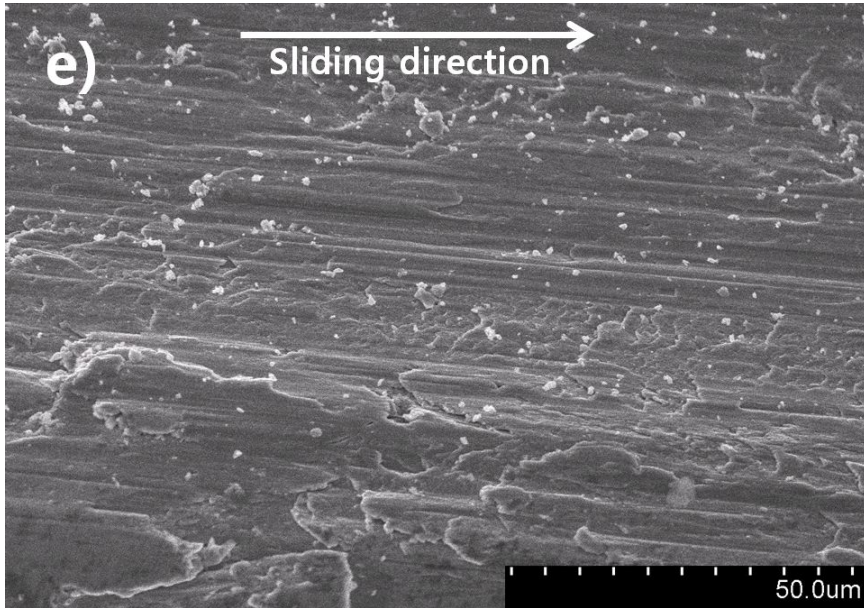


Fig. 4. 22 (Continued).

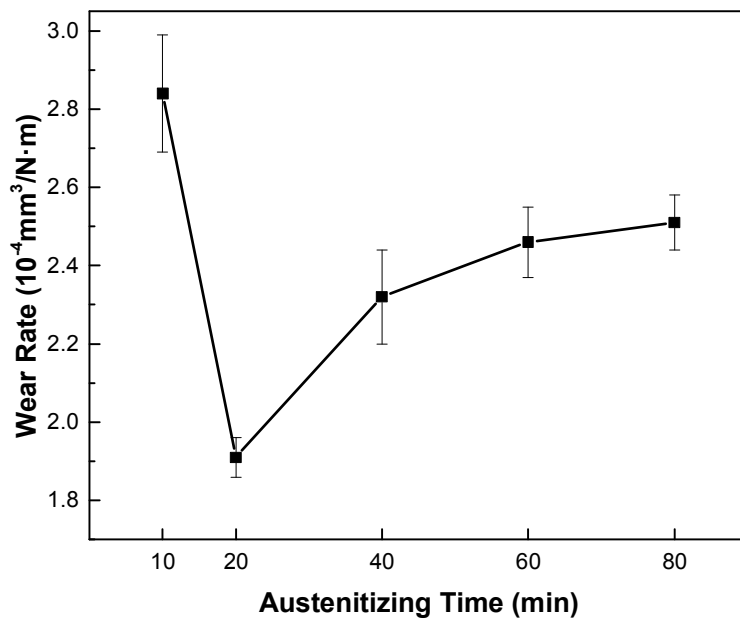


Fig. 4. 23 Change in wear rate of AISI D2 steel with austenitizing time.

Fig. 4. 23의 결과를 보면 오스테나이트화 처리 시간에 따른 마모율은 각각 $2.84 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$, $1.91 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$, $2.32 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$, $2.46 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ 및 $2.51 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ 로 20분 유지하였을 때 가장 마모율이 낮았으며, 그 이후의 시간에 대해서는 시간의 증가와 함께 마모율도 증가하였다. 이러한 마모율의 증가는 열처리 시간 증가에 따른 결정립크기 증가 및 기지내 용입 탄화물 양의 증가로 인한 오스테나이트의 화학적 안정화에 따라 잔류 오스테나이트 체적분율이 증가했기 때문이다.

제 3 절 이전 냉간가공에 따른 제 특성 변화

4. 3. 1. 이전 냉간가공에 따른 미세조직

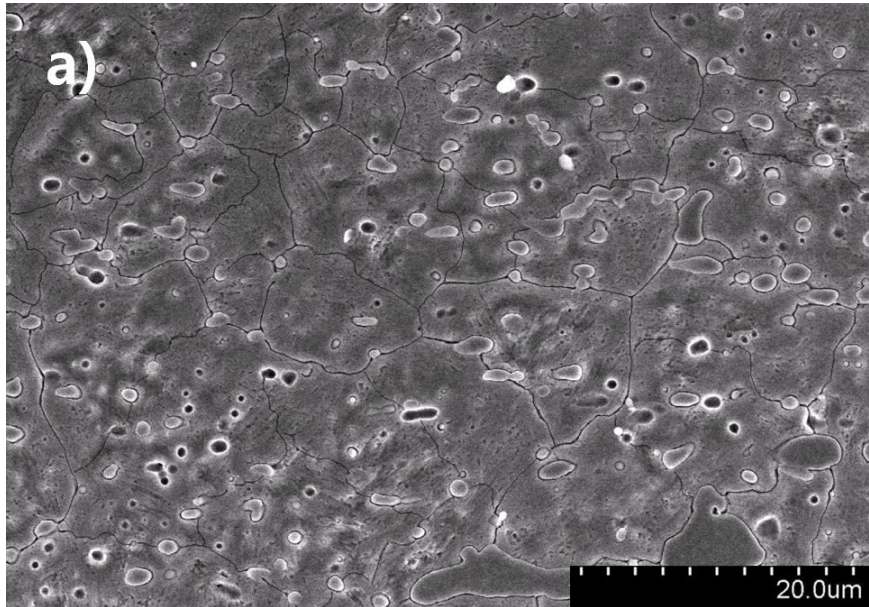
AISI D2 강의 이전 냉간가공에 따른 미세조직 변화를 조사하기 위하여 as-received 상태의 시편을 각각 5, 10, 20 %로 압하율을 달리하여 냉간압연 하였다. 압연된 시편을 1,030 °C에서 20 분간 오스테나이트화 처리한 후 급냉하였으며, 평균 결정립크기 및 탄화물 체적분을 비교를 실시하였다.

Fig. 4. 24는 압하율에 따른 전계주사전자현미경 사진을 나타내며, Fig. 4. 25는 평균 결정립크기의 변화를 나타낸다. 압하율이 0, 5, 10 및 20 %로 증가함에 따라 평균 결정립 크기는 각각 $\bar{D} = 7.58 \mu\text{m}$, $\bar{D} = 5.98 \mu\text{m}$, $\bar{D} = 4.71 \mu\text{m}$ 및 $\bar{D} = 3.45 \mu\text{m}$ 로 감소하였다. 이러한 평균 결정립크기의 감소는 가공도의 증가에 따라 재결정립의 핵생성 장소가 증가하기 때문이다.

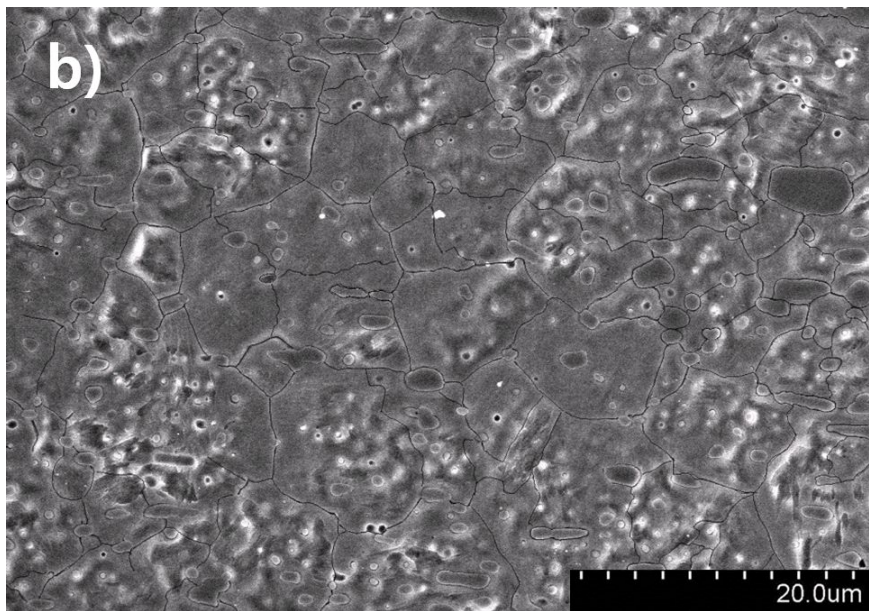
Fig. 4. 26은 D2 강의 압하율에 따른 광학현미경 사진을 나타내며, Table 4. 9에 Fig. 4. 26의 이미지분석으로부터 얻어진 탄화물의 체적분율을 나타내었다. 압하율의 증가에 따라 탄화물의 체적분율은 각각 14.8, 14.7, 14.4 및 12.3 %로 감소하는 경향을 나타냈다. Hadi 등은 변형율이 2 차상의 분해속도 및 마르텐사이트 변태에 미치는 영향에 대해 연구하였으며, 변형율의 증가는 2 차상의 분해를 가속시키고, M_s 를 강하시켜 마르텐사이트 변태능을 저하시킨다고 보고하였다⁴²⁾. Table 4. 9의 결과는 선행된 연구결과로 미루어볼 때, 변형율 증가에 따른 탄화물 분해속도의 증가로부터 기인된 것으로 해석된다.

4. 3. 2. 이전 냉간가공에 따른 잔류 오스테나이트 체적분율

Fig. 4. 27 ~ Fig. 4. 30은 as-received 상태의 시편을 각각 0, 5, 10 및 20 % 냉간압연한 후 1,030 °C의 온도에서 20 분간 오스테나이트화 처리 및 쿨링한 시편들에 대하여 얻어진 X-선 회절도형을 나타낸다.

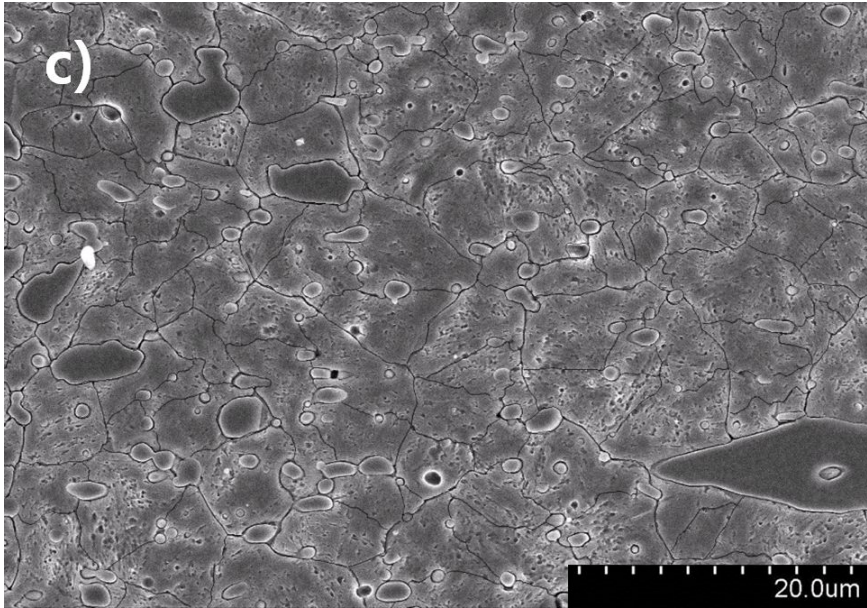


$$\bar{D} = 7.58 \mu\text{m}$$

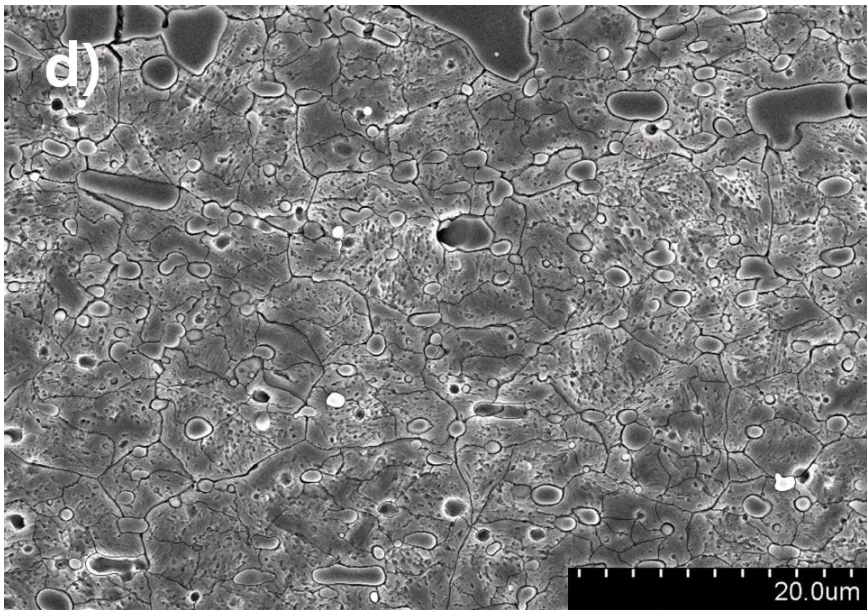


$$\bar{D} = 5.98 \mu\text{m}$$

Fig. 4. 24 Grain size of AISI D2 steel with prior cold-rolling rate; (a) non-deformed, (b) 5%, (c) 10% and (d) 20% and then quenched at 1030°C.



$$\bar{D} = 4.71 \mu\text{m}$$



$$\bar{D} = 3.45 \mu\text{m}$$

Fig. 4. 24 (Continued).

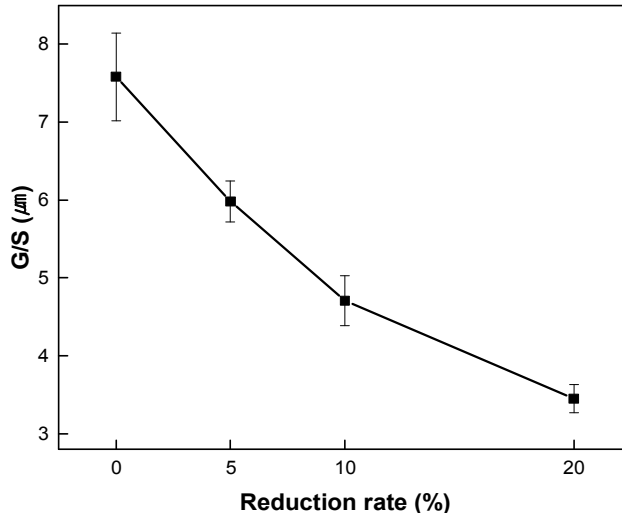


Fig. 4. 25 Change in mean grain size of prior cold-rolled and then quenched samples with reduction rate.

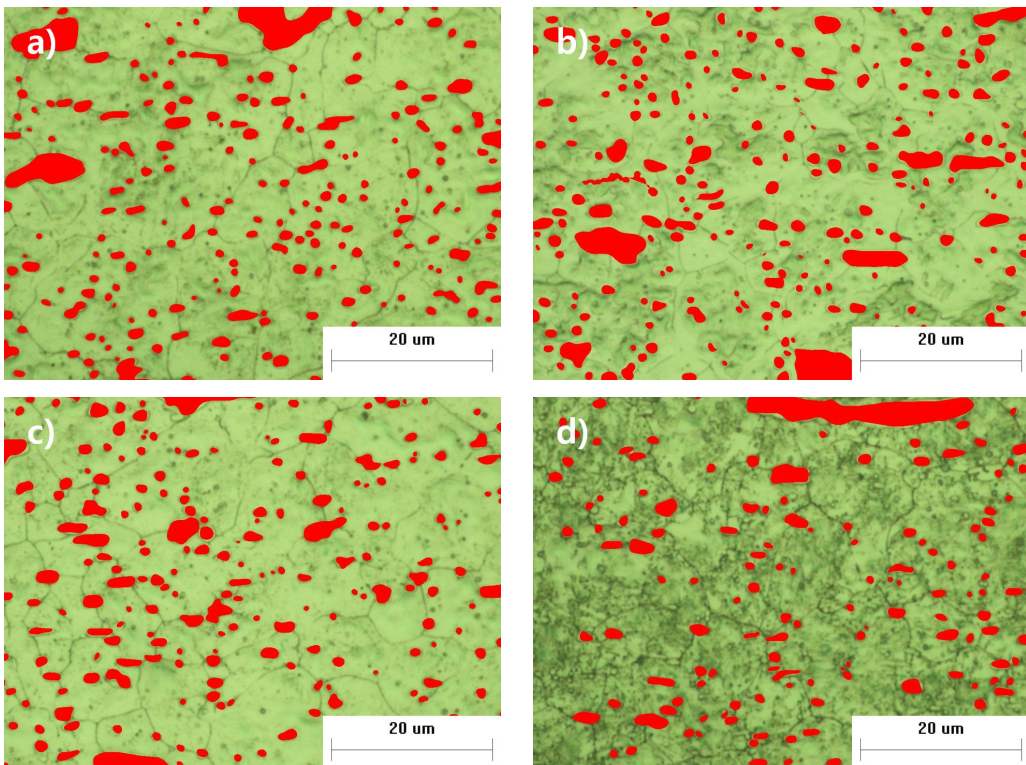


Fig. 4. 26 Microstructures of AISI D2 steel ; (a) non-deformed, (b) 5 %, (c) 10 % and (d) 20 % cold-rolled and then quenched at 1030 °C.

Table 4. 9 Change in the volume fraction of carbides of prior cold-rolled and then quenched samples with reduction rate

	Primary Carbide (%)	Secondary Carbide (%)	Total (%)
0 %	6.2 %	8.6 %	14.8 %
5 %	6.2 %	8.5 %	14.7 %
10 %	6.2 %	8.2 %	14.4 %
20 %	6.2 %	6.1 %	12.3 %

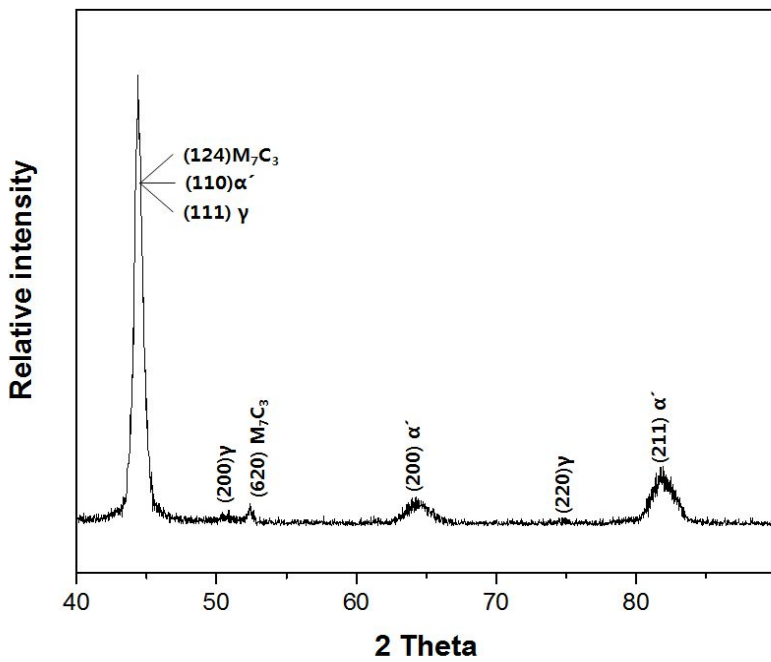


Fig. 4. 27 XRD pattern of non-deformed sample quenched at 1,030 °C.

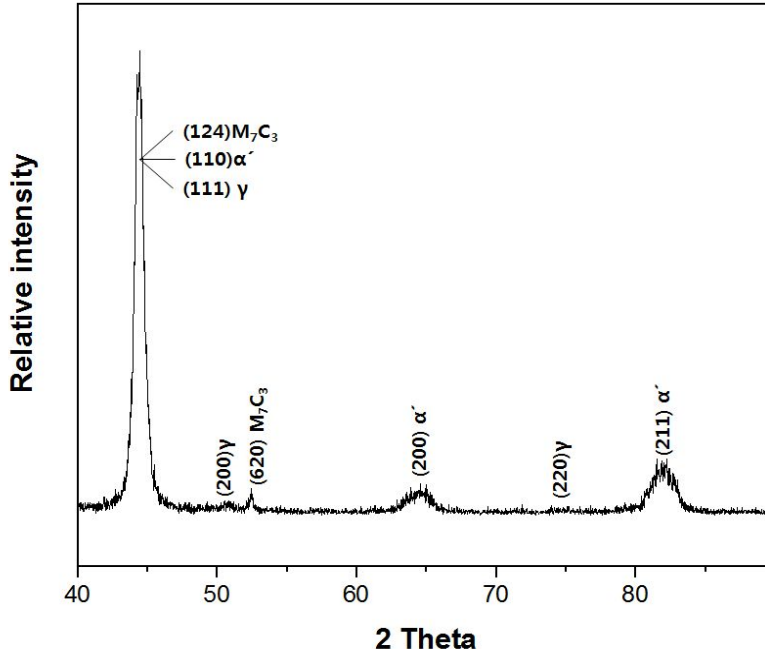


Fig. 4. 28 XRD pattern of 5 % cold-rolled sample quenched at 1,030 °C.

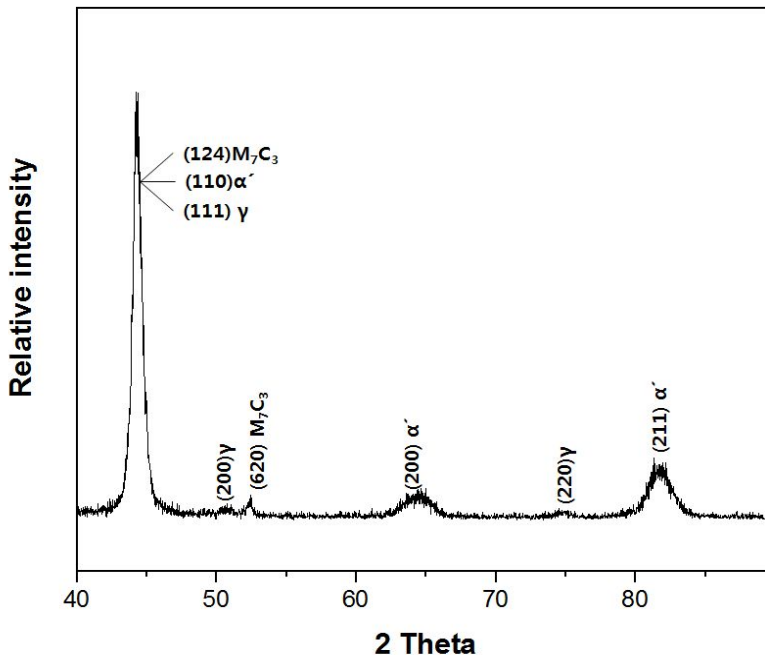


Fig. 4. 29 XRD pattern of 10 % cold-rolled sample quenched at 1,030 °C.

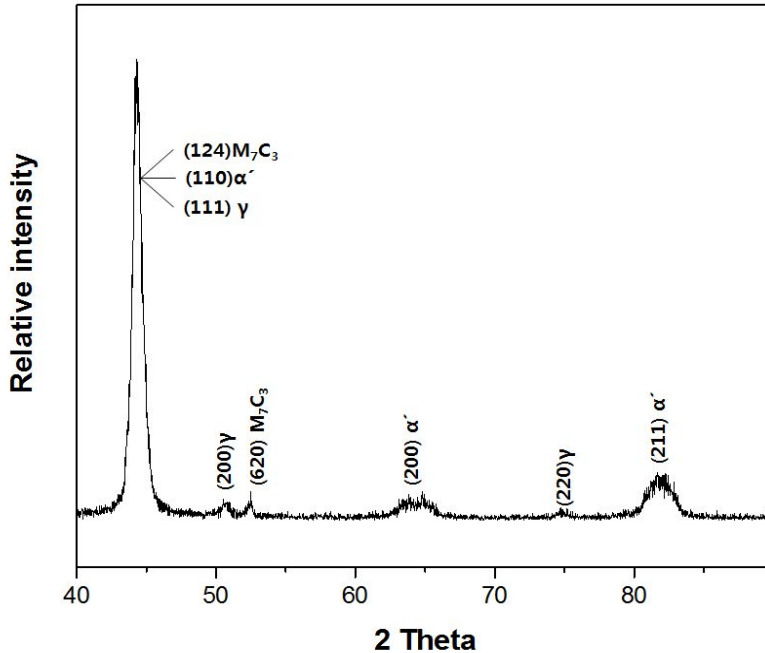


Fig. 4. 30 XRD pattern of 20 % cold-rolled sample quenched at 1,030 °C.

Fig. 4. 27 ~ Fig. 4. 30로부터 얻어진 α' 마르텐사이트 및 잔류 오스테나이트의 측정된 적분강도 I_{α}^{hkl} 및 I_{γ}^{hkl} 를 Table 4. 10에 나타내었다. Table 4. 2, Table 4. 3 및 Table 4. 10의 결과를 식 (4. 2)에 대입하여 잔류 오스테나이트 체적분율을 계산하였으며, 계산에 필요한 탄화물 체적분율(V_c)은 이미지 분석을 통해 얻은 Table 4. 9의 결과를 이용하였다.

Table 4. 11은 각각의 조건에서의 잔류 오스테나이트 체적분율 계산 결과를 나타낸다. 압하율의 증가에 따라 잔류 오스테나이트 체적분율도 15.8 %에서 21.1 %로 증가하였다. $\gamma \rightarrow \alpha'$ 의 변태에서 결정립 경계는 핵생성 장소로서 γ 상의 불안정화에 기여하지만, α' 의 성장을 억제하므로 안정화의 역할도 한다. Lee 등의 연구 결과에 따르면, 결정립크기가 작을수록 M_s 온도 강하에 영향을 미치는 것으로 보고하였다⁴³⁾. 따라서 이러한 잔류 오스테나이트 체적분율의 증가는, 결정립크기 및 탄화물 체적분율의 감소로 인한 M_s 온도의 저하 및 그에 따른 모상의 안정화에 의한 것으로 해석된다.

Table 4. 10 Relative integrated intensity of α' martensite and austenite obtained by X-ray diffractometry

Reduction rate(%)	I_{α}^{hkl}		I_{γ}^{hkl}	
	(200)	(211)	(200)	(220)
non-deformed	28.1051	53.9816	12.1504	7.6763
5 %	27.5654	50.5318	12.6667	8.0547
10 %	25.3392	48.1008	15.2108	10.8003
20 %	25.1098	47.9935	16.0738	10.7549

Table 4. 11 Change in volume fraction of retained austenite of prior cold-rolled and then quenched samples with various reduction rate

Reduction rate(%)	R_v (%)
0 %	15.8 %
5 %	17.6 %
10 %	20.2 %
20 %	21.1 %

4. 3. 3. 이전 냉간가공에 따른 정도 변화

Fig. 4. 31은 냉간압연 직후의 비커스 정도 측정 결과를 나타내며, Fig. 4. 32는 압연 이후 1030 °C에서 20 분간 오스테나이트화 처리하여 퀴칭한 시편들에 대한

비커스 경도값을 나타낸다. Fig. 4. 31에서 as-received 상태의 경도는 HV = 196이었으나, 점차 가공경화에 의하여 HV = 259로 증가하였다.

그러나 냉간압연 후 열처리된 시편에서는 Fig. 4. 32과 같이 상반된 결과가 나타났다. Fig. 4. 25의 결과를 보면 가공도의 증가에 따라 결정립크기가 감소하나, 열처리 후 비커스 경도는 각각 HV = 791, 789, 775 및 738로 가공도의 증가에 따라 감소하는 경향을 보였다. 이러한 결과로부터 D2 강의 경도에 영향을 미치는 인자로서 결정립의 크기보다는 마르텐사이트, 잔류 오스테나이트 및 탄화물 체적분율이 상대적으로 중요한 인자라는 것을 알 수 있었다.

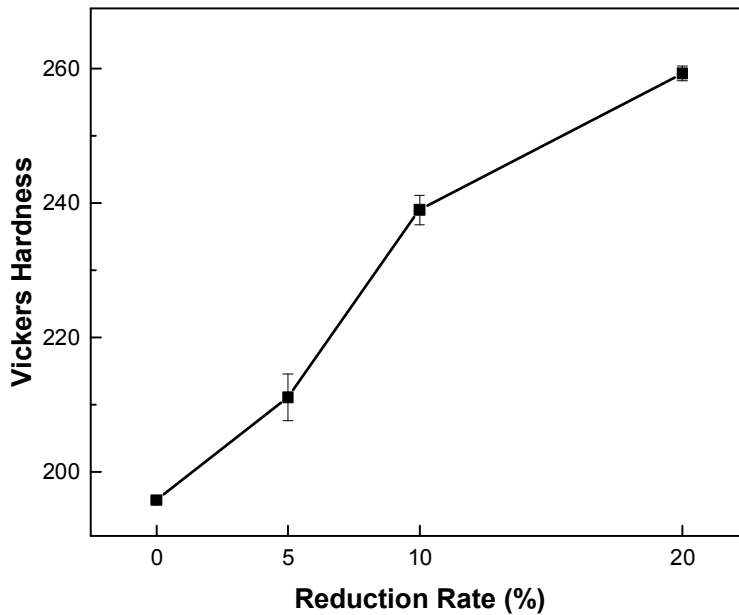


Fig. 4. 31 Change in Vickers hardness value of AISI D2 steel with reduction rate.

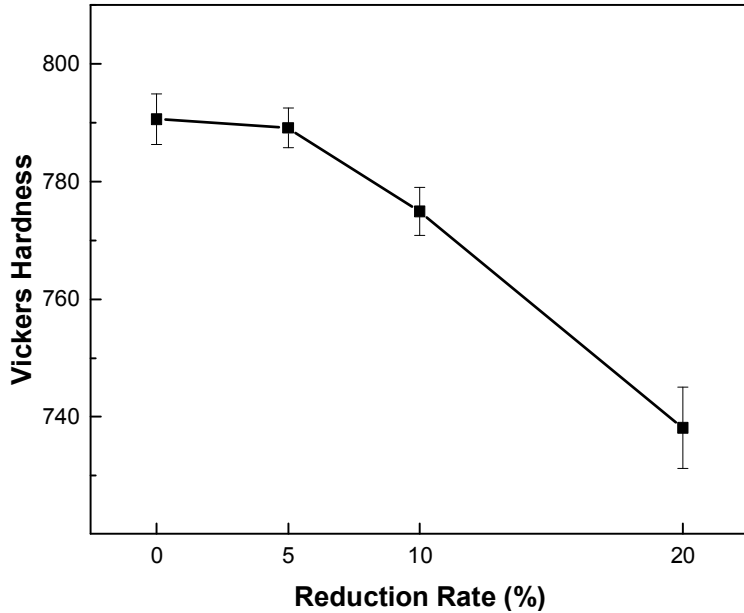


Fig. 4. 32 Change in Vickers hardness value of prior cold-rolled and then quenched samples with reduction rate.

4. 3. 4. 이전 냉간가공에 따른 마모 특성

Fig. 4. 33은 냉간압연 후 1,030 °C에서 20 분간 오스테나이트화 하여 퀘칭한 시편들의 압하율에 따른 마모흔을 나타낸다. Fig. 4. 33으로부터 얻어진 마모흔의 가로길이(b)를 식 (3. 2)에 대입하여 마모율을 계산하였으며 그 결과는 Fig. 4. 35와 같다. 한편 Fig. 4. 34는 각 조건에 따라 얻어진 마모흔의 주사전자 현미경 사진을 나타낸다. 압하율의 증가에 따라 마모로 인한 마모흔들의 폭 및 그 빈도가 증가하는 것을 Fig. 4. 34로부터 볼수 있으며, 압하율 20 %의 조건에서는 탄화물 이탈에 의한 마멸분(Debris)이 관찰되었다.

Fig. 4. 35의 결과를 보면 각 조건에 따른 마모율은 각각 $1.61 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$, $1.66 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$, $1.99 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ 및 $2.06 \times 10^{-4} \text{ mm}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ 로 압하율의 증가와 함께 증가하였다. 이러한 마모율의 증가는 결정립 크기 감소 및 탄화물 체적분을 감소로 인한 M_s 온도의 강하, 그에따른 모상의 안정화에 의한 잔류 오스테나이트 체적분율의 증가에 의한 것으로 해석된다.

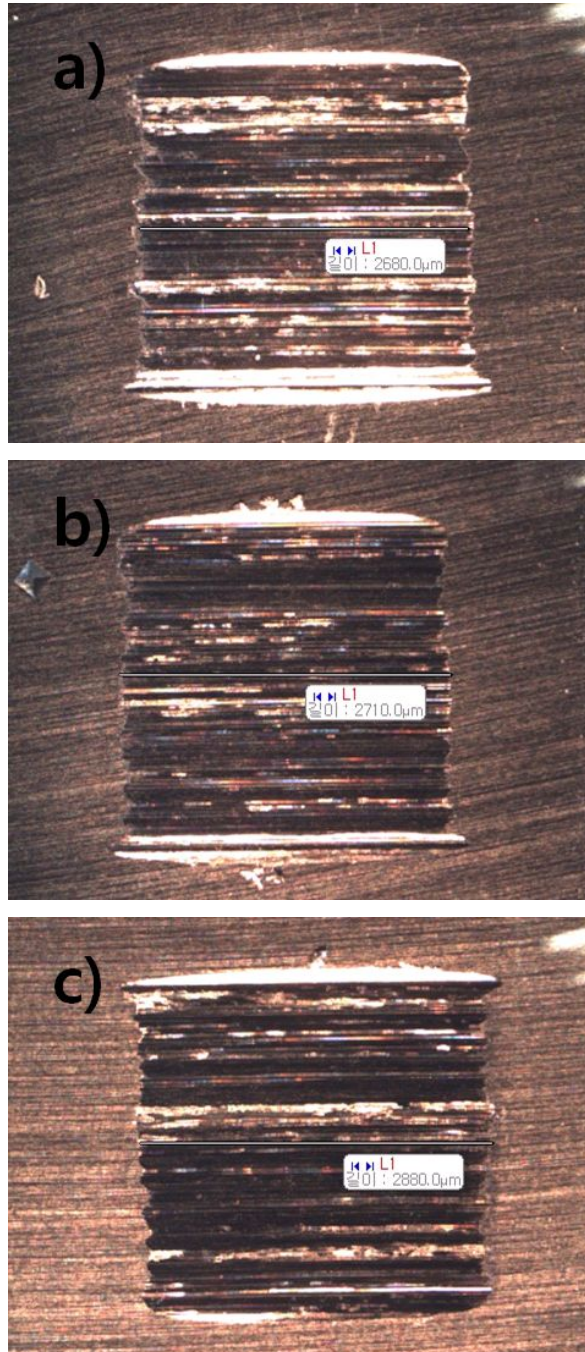


Fig. 4. 33 Wear trace of AISI D2 steel ; (a) non-deformed, (b) 5 %, (c) 10 % and (d) 20 % cold-rolled and then quenched at 1030 °C, respectively.

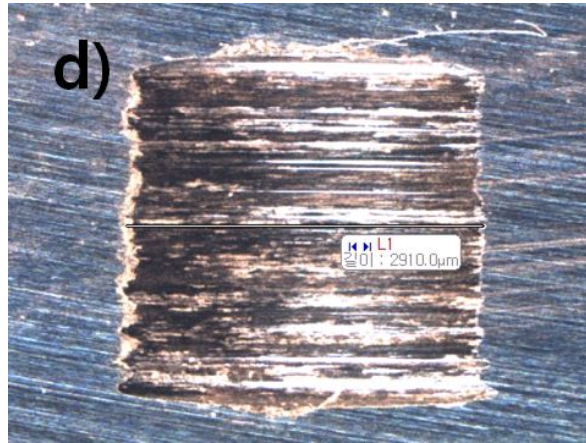


Fig. 4. 33 (Continued).

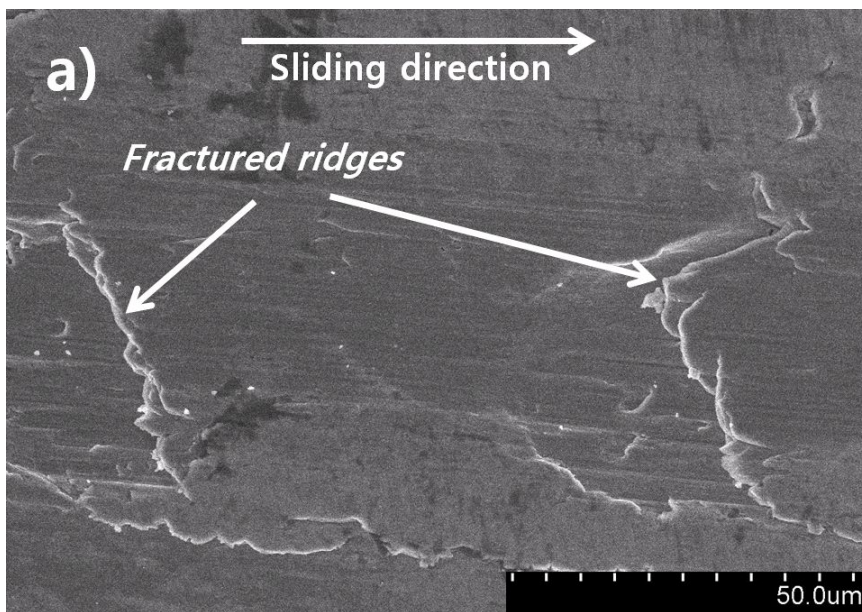


Fig. 4. 34 Wear trace of AISI D2 steel with reduction rate; (a) non-deformed, (b) 5 %, (c) 10 % and (d) 20 % cold-rolled and then quenched at 1030 °C, respectively.

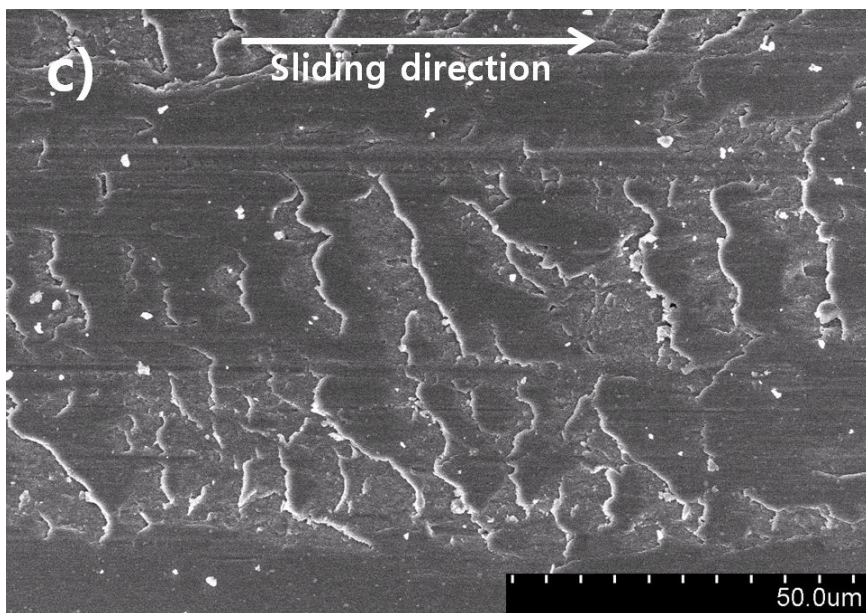
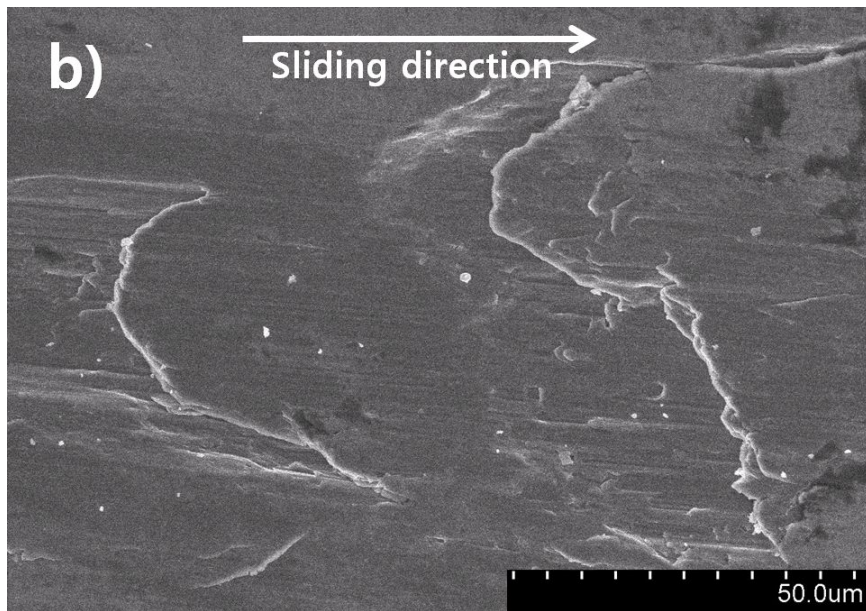


Fig. 4. 34 (Continued).

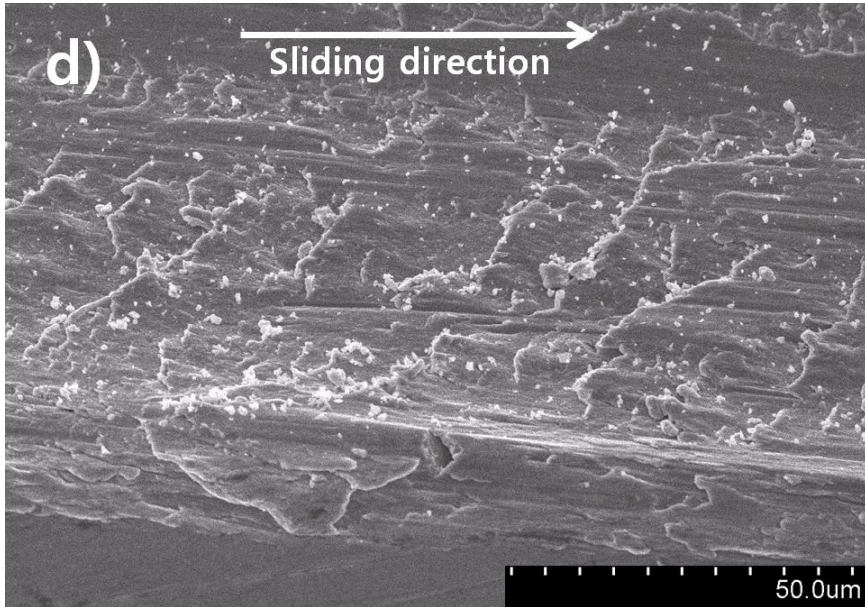


Fig. 4. 34 (Continued).

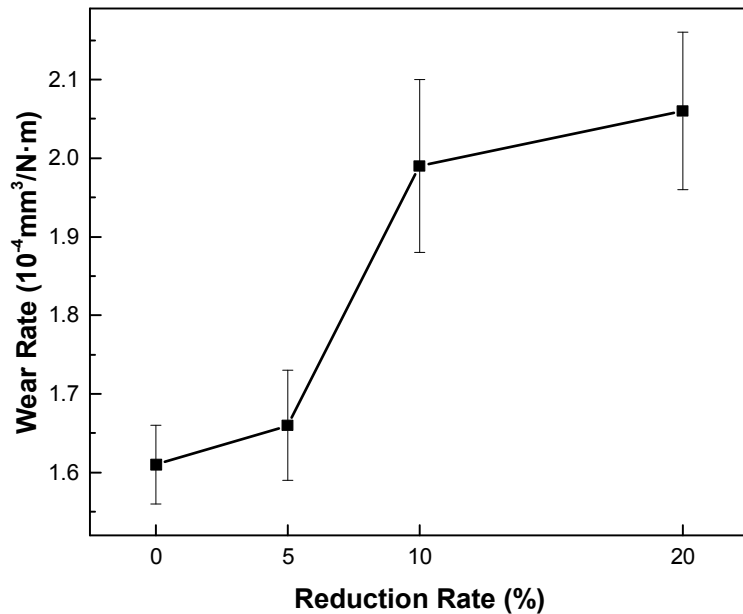


Fig. 4. 35 Change in wear rate of prior cold-rolled and then quenched samples with reduction rate.

제 5 장 결 론

냉간 프레스 금형강인 AISI D2 강의 잔류 오스테나이트 및 탄화물 체적분율에 미치는 오스테나이트화처리 온도, 시간 및 이전 냉간가공의 영향에 대한 연구와 그에 따른 경도 및 마모 특성 변화에 대해 연구하였다. 본 연구에서 얻어진 결과는 다음과 같다.

(1) 오스테나이트화 처리 온도 및 시간의 증가는 기지내 용입되는 탄화물 양의 증가 및 결정립 성장을 야기하였다. 그에 따라 탄화물 체적분율은 감소하였으나 모상의 안정화에 의해 잔류 오스테나이트 체적분율은 증가하였다.

(2) 오스테나이트화 처리 온도 및 시간의 증가는 탄화물 체적분율 감소, 결정립 성장 및 잔류 오스테나이트 체적분율 증가로 인한 경도 및 내마모 특성 저하의 원인이 되었다.

(3) 10분의 오스테나이트화 처리 시간에서 미변태 페라이트의 존재를 확인하였으며, 그에 따라 여러 조건들 중 가장 낮은 경도 및 내마모 특성을 보였다.

(4) 이전 냉간가공률(압하율)의 증가에 따라 평균결정립크기 및 탄화물 체적분율은 감소하였으며, 잔류 오스테나이트 체적분율은 증가하였다. 재결정으로 인해 결정립크기가 감소하였음에도 불구하고, 경도 및 내마모 특성은 저하하였다.

(5) 잔류 오스테나이트는 그 양의 증가에 따라 D2 강의 기계적 성질을 저하시키는 것으로 확인하였다. 또한 이전 냉간가공은 재결정을 야기시키나, 기지 내 탄화물 용입량 및 잔류 오스테나이트 체적분율을 증가시켜 기계적 성질 저하의 원인이 되었다.

참 고 문 헌

- (1) Y.S.Kim, K.C.Park, J.B.Nam and B.H.Lee, *Trans. Mater. Process.* Vol.24 (2015) No.2, 138~146.
- (2) 森讓一郎 : 塑性と加工, 50(587) (2009) 1069.
- (3) 關谷 : 井上辛一郎, *自動車技術*, 62(6) (2008) 31.
- (4) 김창균, 이건준 저, *최신금형재료*, 기전연구사, (2001) 213.
- (5) D. Das, R. Sarkar, A. K. Dutta, K.K. Ray, *Master. Sci. & Engr. (A)*, 528 (2010) 589.
- (6) D. Das, A. K. Dutta, V. Toppo, K.K. Ray, *Master. Manuf. Process.* 22 (2007) 474.
- (7) C. H. Surberg, P. Stratton, Klaus Lingenhole, *Cryogenics*, 48 (2008) 42-60.
- (8) D. Das, K.K. Ray, *Mater. Sci. & Engr. (A)*, 541 (2012) 45-60.
- (9) D. Das, A.K. Dutta, K.K. Ray, *Wear* 266 (2009) 297.
- (10) D.M. Lal, S. Ranganarayan and A. Kalanidhi, *Cryogenics Int'l J.* 41 (2001) 149-155.
- (11) V. G. Gavriljuk, W. Theisen, V.V. Sirosh, *Acta Mater.*, 61 (2013) 1705-1715.
- (12) S. Li, N. Min, J. Li and X. Wu, *Cryogenics*, 57 (2013) 1-5.
- (13) R. F. Barron, *Cryogenics*, 22 (1982) 409 - 413.
- (14) S. Li, N. Min, L. Deng, X. Wu, Y. Min, H. Wang, *Mater.Sci. & Eng. (A)*, 528 (2011) 1247 - 1250.
- (15) V. G. Gavriljuk, V. A. Sirosh, Y . N. Petrov, A. I. Tyshchenko, W. Theisen, and A. Kortmann, *Metall. Trans. A*, 45 (2014) 2453 - 2465
- (16) C. G. Sun, Y. H. Kim and H. G. Kim, *J. of the Korean Society for Heat Treatment*, vol. 8, p. 229~235.
- (17) Beswick J. *Metall Trans. A*, 15 (1984) 299-306.
- (18) 김창균, 이건준 저, *최신금형재료*, 기전연구사, (2001) 212.
- (19) W.D. Forgeng Jr., *Consitution of Ternary Alloys*, in *ASM Int'l H/B Commitee(ed.)*, *ASM H/B Vol. 8(8th ed.)*, *ASM Int'l*, Ohio,(1980) 402-404.

- (20). 이수진 저, 강의 열처리도해와 조직, 원창출판사 (1991)
- (21). Zenji, N, Martensite Transformation, ACADEMIC PRESS, Inc., London (1978)
- (22). 최종술, “마르텐사이트 變態”, 연세대금속상변태연구실, 동화기술, (1984) 4.
- (23). D. A. Poter, K. E. Easterling, “phase Transformation in Metals and Alloys”, Chapman & Hall, (1992)
- (24). R. M. Deacon, *ibid.*, 166.
- (25). C. Robert, Metal Handbook, ASM., 9 (2004) 165.
- (26). G. Krauss, “Principle of Heat Treatment of Steel”, Amer. Soc. for Met., (1985).
- (27). A. Shibata, S. Morito, T. Maki, “Morphology and Crystallography of Martensite in Ferrous Alloys”, Kyoto University, Japan (2003)
- (28). Zenji Nishiyama, Martensitic Transformation, ACADEMIC PRESS, Inc., NewYork (1978) 304-305.
- (29). S. Takeuchi and H. Suzuki, Sci. Rep. RITU (Tohoku Univ.) A2 (1950) 43.
- (30). A. S. Sastri and D. R. F. West, J. Iron steel Inst. 203 (1965) 138.
- (31). K. Tamaru and S. Sekito, Kinzoku no Kenkyu 8, (1931) 595.
- (32). M. Okamoto and R. Odaka, J. Jpn. Inst. Met. 16 (1952) 81.
- (33). A. R. Marder, Structure-Property Relation-ships in Ferrous Transformation products, Phase Transformation of Ferrous Alloys, Proc. Int. Conf., TMS (1984) 11-41.
- (34). ASTM E975-03(Reapproved 2008)
- (35) H. Suzuki, The Relation between the Structure and Mechanical Properties of Metals, Vol. II, National Physical Laboratory, Symposium No. 15, 1963, p. 524
- (36) William D. Callister and David G. Rethwisch, Materials Science and Engineering, ISV 8e, John Wiley & Sons, Inc. 2011, p. 139 ~ 150
- (37) Wyckoff, R. W. G. Crystal Structures, 2nd. ed., John Wily and Sons, New York (1963)
- (38) B. D. Cullity, S. R. Stock, ELEMENTS OF X-RAY DIFFRACTION THIRD EDITION, Prentice Hall (2001) 158.

- (39) 김조은, AISI D2 강의 미세조직 및 탄화물 석출에 미치는 열처리의 영향, 조선대학교 대학원, (2014) p. 44.
- (40) William D. Callister and David G. Rethwisch, Materials Science and Engineering, ISV 8e, John Wiley & Sons, Inc. 2011, p. 198
- (41) S.D. Carpenter and D. carpenter, Mater. Letters, 57 (2003) 4456.
- (42) Hadi Ghasemi Nanesa, Julien Boulgakoff and Mohammad Jahazi, Journal of Manufacring Processes, 22 (2016) 115-119.
- (43) Lee S-J and Lee Y-K, Mater. Sci. Forum, 475-479 (2005) 3169-3172.