



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](#)

2024년 2월

석사학위논문

FeMnC계 TWIP 압연강의 미세조직 및  
열처리 특성 연구

조선대학교 대학원

신소재공학과

김 신 영

# FeMnC계 TWIP 압연강의 미세조직 및 열처리 특성 연구

A study on the microstructure and heat treatment  
characteristics of FeMnC-based TWIP rolled steel

2024년 2월 23일

조선대학교 대학원

신소재공학과

김 신 영

# FeMnC계 TWIP 압연강의 미세조직 및 열처리 특성 연구

지도교수 김 정 석

이 논문을 공학 석사학위신청 논문으로 제출함.


2023년 10월


조선대학교 대학원

신소재공학과

김 신 영

# 김신영의 석사학위 논문을 인준함

위원장 장태식 (인) 

위원 박현중 (인) 

위원 김정석 (인) 

2023년 12월

조선대학교 대학원

# 목 차

|                               |    |
|-------------------------------|----|
| LIST OF TABLES .....          | v  |
| LIST OF FIGURES .....         | vi |
| ABSTRACT .....                | x  |
| <br>                          |    |
| 제 1 장 서 론 .....               | 1  |
| <br>                          |    |
| 제 2 장 이론적 배경 .....            | 5  |
| 제 1 절 고망간강의 기본개념 .....        | 5  |
| 1. 고망간강의 특징 .....             | 5  |
| 2. 연구동향 .....                 | 7  |
| 제 2 절 오스테나이트의 안정성과 변형기구 ..... | 11 |
| 1. 합금원소의 영향 .....             | 11 |
| 2. 변형기구 .....                 | 12 |
| 제 3 절 열처리공정에 따른 탈탄과 상변화 ..... | 16 |
| 1. 탈탄과 산화의 영향 .....           | 16 |
| 2. 상변태 .....                  | 18 |

|                                |    |
|--------------------------------|----|
| 제 3 장 실험방법 .....               | 22 |
| 제 1 절 합금제조 .....               | 22 |
| 제 2 절 열처리 .....                | 25 |
| 제 3 절 미세구조 분석 .....            | 27 |
| 제 4 절 기계적 특성 평가 .....          | 28 |
| 제 4 장 연구 결과 및 고찰 .....         | 31 |
| 제 1 절 어닐링 열처리에 따른 합금의 특성 ..... | 31 |
| 1. 미세조직 .....                  | 31 |
| 2. 마이크로비커스 경도 .....            | 36 |
| 3. 상온 및 저온에서 인장시험 .....        | 38 |
| 4. 상온 및 저온에서 충격시험 .....        | 48 |
| 제 2 절 탈탄에 따른 합금의 특성 .....      | 51 |
| 1. 미세조직 .....                  | 51 |
| 2. XRD 분석 .....                | 57 |
| 3. 기계적 특성 .....                | 60 |
| 제 3 절 장시간 열처리에 따른 합금의 특성 ..... | 64 |
| 1. 미세조직 .....                  | 64 |
| 2. 기계적 특성 .....                | 70 |

제 5 장 결 론 ..... 73

참 고 문 헌 ..... 74



## LIST OF TABLES

|  |    |
|--|----|
| <b>Table 1. 1.</b> TWIP steel research and development details. ....   | 9  |
| <b>Table 3. 1.</b> Chemical composition of the TWIP steel (wt%). ....  | 22 |
| <b>Table 3. 2.</b> Length measurement in each hot rolling and cold rolling process. ....                                 | 24 |
| <b>Table 4. 1.</b> Grain size measurement method according to annealing heat treatment. ....                             | 34 |
| <b>Table 4. 2.</b> Mechanical properties of As cast, hot-rolled, cold-rolled, and heat-treated materials. ....           | 41 |
| <b>Table 4. 3.</b> Cryogenic mechanical properties of As cast, hot-rolled, cold-rolled, and heat-treated materials. .... | 44 |
| <b>Table 4. 4.</b> Change in mechanical properties at room temperature and cryogenic temperature. ....                   | 46 |

## LIST OF FIGURES

|   |    |
|---|----|
| <b>Fig. 1. 1.</b> Mechanical properties of AHSS steel : IF (Interstitial Free), HSLA (High-Strength Low-Alloy), DP (Dual-Phase steel), MART (Martensitic), TRIP (Transformation-Induced Plasticity) and TWIP (Twinning-Induced Plasticity steel). ..... | 4  |
| <b>Fig. 1. 2.</b> Schematic representation of the strain hardening mechanism in TWIP steels. ....   | 6  |
| <b>Fig. 1. 3.</b> TWIP steel industrial application areas. ....   | 10 |
| <b>Fig. 2. 1.</b> Slip and Twin Vectors in FCC. ....  | 13 |
| <b>Fig. 2. 2.</b> Deformation mode by twin and $\epsilon$ transformation of FCC crystal. ..   | 14 |
| <b>Fig. 2. 3.</b> Phase change according to temperature and stacking fault energy of TWIP steel. ....   | 15 |
| <b>Fig. 2. 4.</b> Phase diagram of Fe-Mn alloy. ....  | 19 |
| <b>Fig. 2. 5.</b> Phase change depending on Mn content and temperature in Fe-Mn alloy. ....   | 20 |
| <b>Fig. 2. 6.</b> Fe-Mn-C alloy phase diagram. ....   | 21 |
| <b>Fig. 3. 1.</b> Test specimen before and after hot rolling and cold rolling. ....   | 23 |
| <b>Fig. 3. 2.</b> Phase Diagrams of 17Mn-0.6C-1.58Al TWIP, calculated by ThermoCalc software. ....  | 25 |
| <b>Fig. 3. 3.</b> Schematic illustration of homogenizing, rolling and annealing process   |    |

|  |    |
|--|----|
| conditions. ....   | 26 |
| <b>Fig. 3. 4.</b> Tensile test in cryogenic environments. ....   | 29 |
| <b>Fig. 3. 5.</b> Graph showing that the temperature is maintained at $-170\text{ }^{\circ}\text{C}$ during cryogenic temperature tensile test. .... | 29 |
| <b>Fig. 3. 6.</b> Charpy impact tester. ....   | 30 |
| <b>Fig. 4. 1.</b> OM micrographs of TWIP steel in both as rolled and heat-treated at $600 \sim 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ . ....                  | 33 |
| <b>Fig. 4. 2.</b> SEM micrographs of TWIP steel in both as rolled and heat-treated at $600 \sim 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ . ....                 | 33 |
| <b>Fig. 4. 3.</b> Grain size measurement according to annealing heat-treatment. ...  | 34 |
| <b>Fig. 4. 4.</b> X-ray diffraction profiles of the TWIP steel. ....   | 35 |
| <b>Fig. 4. 5.</b> OM micrographs of heat-treated at $1000^{\circ}\text{C}$ after grinding to about $200\text{ }\mu\text{m}$ . ....                   | 35 |
| <b>Fig. 4. 6.</b> Vickers hardness test results for As cast, hot-rolled, cold-rolled, and heat-treated materials. ....                               | 37 |
| <b>Fig. 4. 7.</b> Tensile flow curve of the TWIP steel. ....   | 40 |
| <b>Fig. 4. 8.</b> SEM micrographs of fracture surfaces after tensile test. ....  | 42 |
| <b>Fig. 4. 9.</b> Tensile flow curve of the TWIP steel after cryogenic tensile test. ....  | 43 |

|   |    |
|---|----|
| <b>Fig. 4. 10.</b> Changes in echo intensity index and toughness at room temperature and cryogenic temperature. ....          | 45 |
| <b>Fig. 4. 11.</b> SEM micrographs of fracture surfaces after cryogenic tensile test. ....                                    | 47 |
| <b>Fig. 4. 12.</b> Impact test at room temperature and cryogenic temperature. ....  | 49 |
| <b>Fig. 4. 13.</b> SEM micrographs of fracture surfaces after impact test at room temperature and cryogenic temperature. .... | 50 |
| <b>Fig. 4. 14.</b> OM micrographs showing decarburization and with annealing TWIP. ....                                       | 53 |
| <b>Fig. 4. 15.</b> SEM micrographs showing decarburization and with annealing TWIP. ....                                      | 54 |
| <b>Fig. 4. 16.</b> FE-SEM EDS analysis of TWIP steel annealed at 600 °C. ....   | 55 |
| <b>Fig. 4. 17.</b> FE-SEM EDS analysis of TWIP steel annealed at 900 °C. ....   | 55 |
| <b>Fig. 4. 18.</b> FE-SEM EDS analysis of TWIP steel annealed at 1000 °C. ....  | 56 |
| <b>Fig. 4. 19.</b> EPMA observation of TWIP steel annealed at 900 °C. ....  | 56 |
| <b>Fig. 4. 20.</b> X-ray diffraction profiles of Twip steel annealed at 900 °C along the depth direction.. ....               | 58 |
| <b>Fig. 4. 21.</b> Change in lattice constant of TWIP steel annealed at 900 °C and 1000 °C. ....                              | 59 |

|   |    |
|---|----|
| <b>Fig. 4. 22.</b> Variation of nano indentation hardness from surface to depth. ....   | 62 |
| <b>Fig. 4. 23.</b> Variation of micro-Vickers hardness from surface to depth. ....  | 63 |
| <b>Fig. 4. 24.</b> OM micrographs of long-term heat-treated TWIP Steel (P : Pearlite, A : Austenite). ....  | 66 |
| <b>Fig. 4. 25.</b> SEM micrographs of long-term heat-treated TWIP Steel (P : Pearlite, A : Austenite). ....   | 66 |
| <b>Fig. 4. 26.</b> X-ray diffraction profiles of long-term heat-treated TWIP Steel. ....  | 67 |
| <b>Fig. 4. 27.</b> Austenite and pearlite fraction determination ; (a) XRD Volum fraction, (b) image J program. ....                                | 68 |
| <b>Fig. 4. 28.</b> Variation in ferrite fraction with annealing time at TWIP steel. ....  | 69 |
| <b>Fig. 4. 29.</b> (a) Micro Vickers hardness of long-term heat-treated TWIP Steel, (b) Micro Vickers hardness of each Austenite and pearlite. .... | 71 |
| <b>Fig. 4. 30.</b> SEM micrographs showing Pearlite interlamellar spacing. ....   | 72 |

# Abstract

## A study on the microstructure and heat treatment characteristics of FeMnC-based TWIP rolled steel

Sin Young Kim

Advisor: Prof. Kim Chung Seok Ph. D.

Dept. of Advanced Material Engineering Graduate  
School of Chosun University

The purpose of this study was to analyze microstructural changes and evaluate the mechanical properties of TWIP steel subjected to variations in heat-treatment, in order to identify optimal process conditions for enhancing the mechanical performance of TWIP steel.

For this purpose, a homogenization heat treatment was conducted at 1200 °C for 2 hours, followed by hot rolling with reduction ratio 40 % at temperature exceeding 1100 °C and cold rolling with reduction ratio 91 %. Annealing heat-treatment is achieved using a muffle furnace in the range of 600 °C to 1000 °C. The microstructure characterization was performed with an optical microscope, scanning electron microscope, X-ray diffraction, EBSD and EPMA. Mechanical properties are evaluated using micro Vickers hardness, tensile test, and ECO index ( $UTS \times Elongation$ ). Additionally, to examine cryogenic temperature characteristics, a Charpy impact test was performed at -196 °C and a tensile test was performed at -170 °C.

The specimens annealed at 900 °C and 1000 °C experienced a significant decrease in hardness and strength due to decarburization in the vicinity of the surface.

Consequently, the decarburization phenomenon was closely related to the heat treatment process and mechanical properties of TWIP steel, and the effect of the microstructure change during annealing heat-treatment.

# 제 1장 서론

산업이 발전함에 따라 현대 사회에서 소비되는 자원량은 급격하게 늘어나고 있다. 그러나 지구온난화로 인한 환경 규제 강화와 에너지 자원의 가격 상승으로 환경친화적인 철강 재료의 필요성이 급증하며, 고강도와 고성형성을 모두 만족하는 철강 재료에 대한 관심이 높아지고 있다.

특히 자동차 산업에서는 환경규제에 대한 대응으로 CO<sub>2</sub> 배출량을 줄이기 위해 노력하고 있다. 자동차의 전체 CO<sub>2</sub> 배출량 중 약 50 %가 자동차 배기가스에 의한 것으로 추산되며, 이산화탄소 배출량 삭감을 위해서는 대체 연료의 개발, 자동차 엔진성능 향상에 의한 연비 증가와 더불어 차체 경량화는 필수요소이다. 하지만 차체 구조나 장비 추가는 오히려 중량 증가를 초래하므로 친환경적인 철강소재 개발이 필요하다 [1]. 선박 산업에서는 2018년 영국 런던 국제해사기구(IMO) 본부에서 개최된 제 100차 해사안전위원회에서 LNG 탱크용 극저온용 고망간강의 적용에 관한 국제 기술표준이 승인되었다. 기존 국제해사기구의 ‘가스연료추진선박기준’ 법규정에 따르면 극저온 LNG 탱크의 소재로는 니켈 합금강, 스테인리스강, 9 % 니켈강, 알루미늄합금의 4종류만 사용하도록 규정되어 있다 [2]. 고망간강은 기존 소재보다 가격이 상대적으로 저렴하며, 극저온에서도 우수한 기계적 특성을 보이는 것으로 알려져 있다. 2022년 11월 IMO에서는 고망간강을 극저온 선박 국제표준소재로 승인하였다.

고강도 및 경량화 요구에 따라 AHSS강(Advanced High Strength Steels)이 개발되었으며, DP (Dual Phase)강, TRIP강 (Transformation-Induced Plasticity), TWIP강(TWinning-Induced Plasticity steel)이 포함된다 [3]. Fig 1. 1에 AHSS강을 강도 및 연신율을 기준으로 정리하여 나타내었다. 합금 성분 및 초기 미세조직에 따라 차이가 있지만 이러한 강들은 강도와 연성이 반비례하는 경향이 있다. 저탄소강인 DP강의 경우 ECO 강도지수는 약 15,000 MPa%이며, TRIP강의 경우 약 20,000 MPa%를 나타낸다. TWIP강의 경우 약 50,000 MPa%으로 고강도와 고연성을 동시에 갖추고 있다. 높은 강도임에도 불구하고 연성이 우수한 것은 주된 소성변형 기구가 슬립 기구보다는 쌍정 기구에 의해서 일어나기 때문이다. 즉, 소성변형 시 쌍정이 발생함으로써 전위 이동을 방해하는 결정입계와 유사한 역할을 함으로써

응력집중을 해소하고 가공경화속도를 증가시켜 국부 necking을 방지하여 연성을 증가시키게 된다 [4-5].

고망간강은 망간 함량이 높아 완전한 오스테나이트 조직을 가진다. 압연에 의한 소성변형 과정에서 기계적 쌍정이 발생하는데, 오스테나이트 결정립 내부에서 형성되며 강도 및 연신율과 같은 기계적 특성에 중요한 역할을 하는 것으로 알려져 있다 [6-7]. 또한, 결정립 크기, 적층결합에너지, 결정상, 석출물 등의 다양한 조건이 고망간강의 기계적 성질에 영향을 미치게 된다.

Ueji 등은 탄소가 없는 Fe-31Mn-3Al-3Si 강재를 600 °C ~ 1100 °C 범위에서 어닐링 열처리 후 결정립 크기가 작을수록 재료 내부에 쌍정 형성이 용이해지고, 이에 따라 재료의 강성과 강도가 향상되는 것을 연구하였다 [8]. Bouazizet 등은 Fe-22Mn-0.6C TWIP 강재의 경우, 재결정 어닐링 열처리 과정에서 생성된 미세한 탄화물이 결정립 성장에 영향을 미쳐 항복강도를 증가시킬 수 있다고 보고했다 [9]. Lee 등은 11 wt% Al을 첨가한 경량철강을 550 °C 온도에서 열처리할 경우 300분 이하에서는  $\alpha'$ -탄화물이 형성되지만 300분 이상부터는  $\beta$ -Mn이 형성되고,  $\beta$ -Mn 변태에 따라 경도가 급격히 증가하고, 연성은 감소한다는 것을 확인하였다 [10]. Kang 등은 염욕에서 어닐링 열처리하여 열처리 조건에 따른 결정립 크기 및 탄화물 석출량의 변화에 대해 연구했다. 840 °C 이상에서 결정립의 증가와 800 ~ 900 °C 사이에서 소둔된 시편은 강도가 감소함을 보고하였다 [11].

Cuevas와 Sevillano는 Fe-22Mn-0.6C-22Si TWIP 강을 450 ~ 1000 °C의 염욕에서 소둔하여 20 ~ 50  $\mu\text{m}$ 의 결정립 크기를 얻었다. 20  $\mu\text{m}$  이상의 결정립 크기를 갖는 시편들에서는 결정립 크기가 증가할수록 연신율이 감소하는 경향을 보였다. 이러한 원인을 분석하기 위해 시편들의 표면 직하에서 미세조직을 관찰하였고, 표면으로부터 깊이 115 ~ 435  $\mu\text{m}$ 까지 탈탄층이 생겨 연신율이 낮아지는 경향을 보인다고 보고하였다 [12]. Lee 등은 이슬점이 10 °C인  $\text{N}_{2-5}$  vol%  $\text{H}_2$  분위기에서 Al 첨가 TWIP강의 어닐링에 따른 마르텐사이트 변태의 메커니즘을 연구하였다. Al 첨가로 인해 적층결합에너지와 오스테나이트 안정성이 증가하여 마르텐사이트 변태가 관찰되지 않았으며, 첨가하지 않은 시험편에서는 30  $\mu\text{m}$ 의 탈탄층이 관찰되었다 [13]. Dafe 등은 17 % Mn 및 0.06 % C를 포함하는 강철에서  $\epsilon$  및  $\alpha'$  마르텐사이트의 형성에 대한 오스테나이트 결정립 크기 및 냉각속도 변화의 영향을 평가하였다. 주조재 및 열간압연 단계에서도 마르텐사이트의 형성이 관찰되었으며, 냉각속도가 증가할수록 마르텐사이트의 양이 증가하는 경향을 확인하였다 [14]. Dini 등은



결정립 크기가 TWIP 강의 마르텐사이트 형성에 미치는 영향과 미세구조 내 적층 결함과의 상관관계를 연구하였다. 결정립 크기가 감소함에 따라 적층결함에너지가 증가하고 마르텐사이트 변태를 억제하는데, 어닐링 시간이 길어짐에 따라 결정립 크기가 증가하고 마르텐사이트 분율이 증가한 것으로 보고되었다 [15].

이러한 연구들은 TWIP강의 마르텐사이트 형성과 관련된 중요한 정보를 제공하며, 재료의 미세구조와 기계적 특성을 이해하는 데 도움을 준다. 하지만 모든 조건에서 마르텐사이트 형성 메커니즘을 밝혀내지 못했으며 마르텐사이트 형성이 열처리로 인한 상변화인지, 고온에서 열처리 시 생기는 탈탄 현상인지 여전히 명확하게 구분되지 않은 상태이다.

이전의 연구들은 대부분 냉간 압연 및 열처리 공정을 통해 결정립 미세화에 대한 내용만 다루고 있었으며, 열처리 후 상변화와 기계적 물성의 변화 요인에 대한 면밀한 분석연구는 미미하였다. 본 연구에서는 압연 후 열처리 공정을 택하여 실험을 진행하였으며, 900 °C 이상의 고온에서 열처리할 경우 탈탄 및 표면 산화 현상을 초래하여 기계적 특성에 부정적인 영향을 미쳤음을 확인하였다.

따라서 본 연구에서는 균질화 열처리, 열간압연 및 냉간 압연한 TWIP강 판재를 사용하여, 600 ~ 1000 °C의 넓은 범위의 온도에서 어닐링 열처리 후 수냉하고, 이에 따른 미세조직 및 기계적 특성 변화를 분석하였다. 이러한 공정은 열처리 온도에 따른 미세조직 변화를 분석하고, 재료의 기계적 성질을 평가하여 TWIP강의 성능을 개선할 수 있는 최적의 공정 조건을 제안하고자 한다.

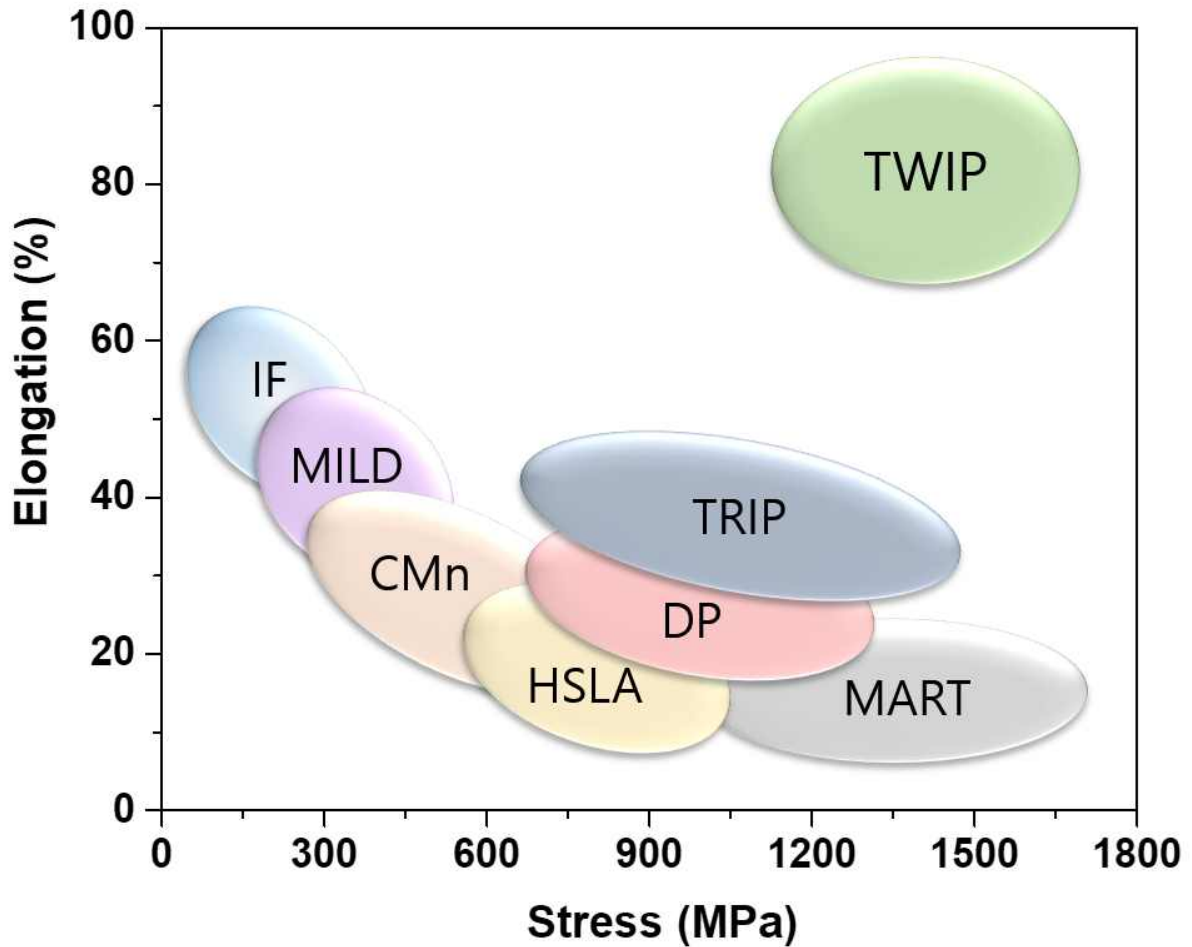


Fig. 1. 1. Mechanical properties of AHSS steel : IF (Interstitial Free), HSLA (High-Strength Low-Alloy), DP (Dual-Phase steel), MART (Martensitic), TRIP (Transformation-Induced Plasticity) and TWIP (Twinning-Induced Plasticity steel).

## 제 2 장 이론적 배경

### 제 1 절 고망간강의 기본개념

#### 1. 고망간강의 특징

TWIP강은 상온에서 오스테나이트 단상을 유지하며, 적층결함에너지 (Stacking Fault Energy, SFE)가  $20 \sim 40 \text{ mJ/m}^2$ 로 변형 중 기지 조직 내에 기계적 쌍정이 형성되어 가공경화가 발생하는 특징을 가지고 있다. 특히, 변형 중 발생하는 기계적 쌍정은 유효 결정립 크기의 감소, 전위의 억제 등을 야기시키는데 이러한 현상을 Dynamic Hall-Petch 효과라고 한다 [16-17]. 그로 인해 전위의 이동 경로인 mean free path를 감소시킴으로써 전위의 이동을 억제하여 높은 가공경화가 나타내게 된다. 또한, 변형이 진행될수록 유효 결정립 내에 새로운 슬립계가 작동하게 되고 더 많은 2차 쌍정을 형성시킴으로써 높은 강도와 높은 연성 등을 나타낸다.

TWIP 강의 합금설계를 위해서는 기본적으로 세 가지 열역학적 요인을 만족시켜야 한다. 첫 번째로 압연 후에도 상온에서 오스테나이트 단상을 가져야 하고, 두 번째로 소성변형 중 마르텐사이트가 생성되지 않아야 한다. 마지막으로, 변형 중 기계적 쌍정이 생성되어야 한다. 열간압연 후 상온에서 오스테나이트 단상을 얻기 위해서는 마르텐사이트 생성온도( $M_s$ )가 상온보다 낮아야 한다 [18]. 또한, 변형 중 마르텐사이트 생성을 억제하기 위해서는 변형 중 마르텐사이트 생성 시작온도( $M_d$ ) 역시 상온보다 낮아야 한다. 그러나 고망간 합금의  $M_s$ 와  $M_d$ 를 예측해 주는 계산식이 없고 저합금강을 기초로 만들어진 예측식들은 정확도가 떨어져 사용할 수 없어 TWIP강의  $M_s$ 와  $M_d$ 를 구하는 것은 매우 어렵다. 따라서 TWIP강 설계  $M_s$ 와  $M_d$  온도 대신에  $\alpha/\gamma$  평형 온도( $T_0^{\alpha/\gamma}$ )를 기준으로 오스테나이트 안정성을 평가한다. 기계적 쌍정의 생성은 오스테나이트의 적층결함 에너지를 이용해 예측할 수 있으며, 일반적으로 SFE 가  $20 \sim 40 \text{ mJ/m}^2$  일 경우 기계적 쌍정이 활발히 생성된다고 알려져 있다 [19].

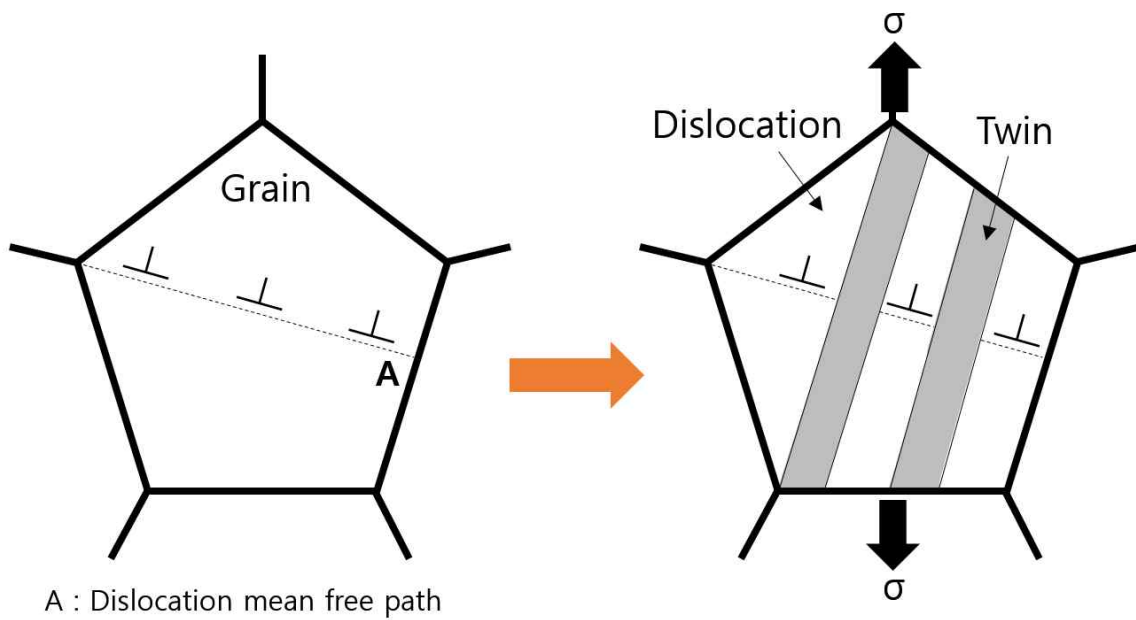


Fig. 1. 2. Schematic representation of the strain hardening mechanism in TWIP steels [20].

## 2. 연구동향

TWIP강에 대한 연구는 1888년 Robert Hadfield가 11~14 wt.%의 망간과 0.9~1.3 wt.%의 탄소 등을 첨가하여 개발한 합금으로 시작되었다. 이 합금은 주조 시 탄화물 석출로 경화되었지만 높은 인성을 보였다 [21]. 1929년 Hall과 Krivobok은 500 °C 이상의 온도에서 열처리 후 수냉하였을 때 상온에서도 오스테나이트 상이 유지되는 것을 발견했다 [22-23]. 이는 고망간강이 비자성을 띠면서도 냉간 가공을 하면 가공경화로 인하여 강도가 향상되고, 내충격성과 함께 내마모성이 향상되는 특성을 발견한 것이다.

이 후, 다른 연구자들에 의해 헤드필드강에서 중요한 원소인 Mn과 C에 대한 연구가 계속 되었다. Tofaute 등은 Mn과 C의 함량을 다양하게 조절하여 미세조직을 확인한 결과, 오스테나이트 상의 안정성을 확보하기 위해서는 1.1 wt.% Mn + 13 wt.% C  $\geq$  17 식을 만족하여야 한다고 밝혔다 [24]. 1950년 대에는 헤드필드 강의 높은 가공 경화에 대한 분석이 많이 이루어졌다. Troiano와 McGuire가 기계적 가공을 거치면 소성변형에 의해  $\epsilon$ -마르텐사이트와  $\alpha'$ -마르텐사이트가 생성되는 것을 발견했다 [25]. 또한, 가공경화는 기계적 쌍정 등의 평면 결함에 기인한다는 것이 광학 현미경을 통하여 관찰되었다. 수 년 후, 기계적 쌍정의 관찰은 TEM을 통하여 분석이 가능하게 되었다.

헤드필드강은 매우 우수한 기계적 성질을 가졌지만, 시멘타이트 석출 및 낮은 용접성, 변형 시의 갑작스러운 파괴 등의 이유로 구조재료나 자동차용 재료로는 사용되지 못하였다 [26]. 이에 고망간강이 헤드필드강을 대체해 자동차용 철강 재료로서의 사용 가능성이 대두되었으며, 헤드필드강에 비하여 높은 Mn 함량과 낮은 C 함량을 바탕으로 설계되었다.

1975년 Remy 등은 Fe-18 ~ 20Mn-0.5C 조성을 가진 합금을 가공할 때 전위가 적층되어 Twin Boundary가 생성되는 것을 관찰하였다 [27]. 기계적 쌍정은 전위의 활주를 막는 새로운 방해물이 되며, 이로 인해 높은 강도와 연신율을 가진다고 보고하였다. 1978년도에는 Charles와 Berzhegan이 -120 °C 이하에서 1000 Mpa 이상의 강도와 60 %를 넘는 연신율을 가진 Fe-30Mn-5Al-0.5C 강을 개발하여 극저온용의 우수한 특성을 확인하였다 [28].

1990년 대 초에는 일본의 Kobe, Sumitomo, Nippon 철강, 한국의 POSCO 등이 T

WIP강과 관련된 특허를 최초로 발표했으며, 1990년 대 후반에는 독일의 Thyssen Krupp Stahl과 Max-Plank Institute이 공동으로 고망간 TWIP 강과 관련된 특허를 많이 획득하였다 [29]. 2000년대 중반에 들어서 포스코는 세계최초로 고망간강을 양산 및 공급에 성공하였다. 고망간강은 탄소강과는 다른 수축과 팽창 패턴을 자기 도 있어 가공 시 보다 정교한 제어가 필요했기 때문에 압연 등 가공 테스트를 시작하여 2015년부터 제품 적용을 위한 대량 양산이 가능해졌다.

현재에는 자동차, 조선, 방산, 건설 등 다양한 산업군에서 사용된다. 포스코가 2021년 공개한 제품 브로셔 자료에 의하면 고망간강은 충격흡수가 탁월해 범퍼 빔, A필러, 브레이크 디스크 등의 자동차 내부 구조용 강판에서 사용되고 있다. 2015년에는 포스코 건설과 공동 연구하여 층간 소음 저감용 1등급 바닥판을 개발하였다. 방진 성능이 일반강보다 4배 높은 고망간강 클립을 용융아연 도금강판과 결합하여 기존 대비 중량충격음 10 dB 이상, 경량 충격음 20 dB 이상 감소시켰다. 또한, 오스테나이트 조직의 가공경화능을 활용한 내마모강재로 기존 강 대비 2배 이상 강한 내마모성 특성이 있어 2017년에 세계 최대의 석유회사 엑손모빌의 오일샌드 슬러리 파이프에 최초로 적용되었다. 또한, 비자성 구조물 및 초대형 변압기와 같이 가공이 많이 필요한 응용 분야에서도 사용된다. 이러한 강재는 일반 강철과 달리 자성을 띄지 않아 함정의 은폐 성능을 향상시킬 수 있어 군용 기기에서도 활용된다. 포스코는 최근 들어 고망간강의 마모, 극저온성, 비자성 특성에 관한 연구에 관심을 가지고 있다. 특히 조선 업계에서 가장 많이 활용되고 있다. 2021년 1월 통영 천연가스 발전소 및 LNG 건설이 승인이 났으며, 3월에는 휴먼중공업에서 고망간강 LNG 탱크 제작에 성공했다. 이는 단일 선체구조로는 세계 처음이며, 상용화에 성공했다는 것에 큰 의미를 가지고 있다. 또한, 2023년 5월 미국석유협회(API)로부터 육상 액화천연가스 저장탱크 제작에 적용되는 국제코드인 API 620 등록을 승인받았다. Table. 1. 1에 TWIP강의 연구 개발 동향을, Fig. 1. 3에는 적용 산업 분야를 정리하여 나타내었다.

Table 1. 1. TWIP steel research and development details.

| 개발 년도    | 연구개발 내용  |
|----------|--|
| 1929년    | Hall과 Krivobok은 500°C 이상의 온도에서 열처리 후 수냉했을 때 상온에서도 오스테나이트 상이 유지되는 것을 발견   |
| 1936년    | Tofaute 등은 Mn과 C의 함량을 다양하게 조절하여 미세조직을 확인한 결과, 오스테나이트 상의 안정성을 확보하기 위해서는 1.1wt.% Mn + 13wt.% C ≥ 17 식을 만족해야 한다는 것을 밝혀냄   |
| 1950년대   | Troiano와 McGuire가 기계적 가공을 거치면 소성변형에 의해 ε-마르텐사이트와 α'-마르텐사이트가 생성되는 것을 발견   |
| 1975년    | Remy 등은 Fe-18~20Mn-0.5C 조성을 가진 합금을 가공할 때 전위가 적층되어 Twin Boundary가 생성 되는 것을 관찰   |
| 1978년    | Charles와 Berzhegan이 -120 °C 이하에서 1000 Mpa 이상의 강도와 60 %를 넘는 연신율을 가진 Fe-30Mn-5Al-0.5C 강을 개발  |
| 1990년 대  | 일본의 Kobe, Sumitomo, Nippon 철강, 한국의 POSCO 등이 TWIP강과 관련된 특허를 최초로 발표했으며, 1990년 대 후반에는 독일의 ThyssenKrupp Stahl과 Max-Plank Institute이 공동으로 고망간 TWIP 강과 관련된 특허를 다수 발표 |
| 2000년 대  | - 2000년 대 중반, 포스코는 세계최초로 고망간강을 양산 및 공급에 성공<br>- 2015년부터 제품 적용을 위한 대량 양산이 가능해짐  |
| 2010년 이후 | 자동차용 범퍼, 슬러리 파이프, LNG 선 등 다양한 산업 분야에서 고망간강이 적용   |



Fig. 1. 3. TWIP steel industrial application areas.



## 제 2 절 오스테나이트의 안정성과 변형기구

### 1. 합금원소의 영향

오스테나이트의 안정성은 여러 인자에 의해 조절되며, 주로 합금 원소, 열처리 방법, 결정립의 크기 등의 요인에 영향을 받는다. 이 중에서 합금 원소가 가장 큰 영향을 미치는 것으로 알려져 있다 [30]. 합금 원소가 오스테나이트 안정성에 미치는 영향은 크게 2가지로 분류할 수 있다. 첫 번째는 마르텐사이트 생성온도인  $M_s$  및 오스테나이트와 마르텐사이트의 화학적 자유에너지가 같아지는 온도인  $T_0$ 를 변화시키는 것이다. 두 번째는 합금 원소는 오스테나이트의 적층결함에너지에 영향을 미친다. 이는 변태 과정과 상변태에 영향을 주어  $M_s$ 와  $M_d$ 의 차이를 변화시킨다. Mn, Ni, C, N 등은 오스테나이트를 안정화하고  $T_0$ 를 낮추어  $M_s$  및  $A_s$ 를 낮은 온도로 이동시킴으로써 오스테나이트의 안정성을 향상시킨다 [31]. 뿐만 아니라 탄소, 니켈 등의 오스테나이트 안정화 원소를 첨가함으로써 극저온에서도 오스테나이트 단상을 유지할 수 있다.

Fe-Mn계 합금에서 오스테나이트의 안정성은 C, Mn 함량의 증가에 따라 증가하며, 또한 Al의 영향이 매우 크다. 특히, 이전 연구에서 22 ~ 30 % Mn 함량을 갖는 Fe-Mn 계 합금에 5 % Al을 첨가하는 것은 오스테나이트의 안정성을 크게 증가시켜  $\gamma \rightarrow \epsilon$  변태를 억제한다고 보고되었다 [32]. Shih 등은 Fe-Mn계 합금에서 Al 함량을 4.3 %로 증가시키면 해당 합금의 오스테나이트는 심한 변형 후에도 안정한 상태를 유지한다고 하였다 [33]. 또한, Al 함량에 따른 SFE 변화를 측정 한 연구에서는 Al 함량이 증가할수록 SFE가 증가하여 20 mJ/m<sup>2</sup> 이상에서는 변형 유기 마르텐사이트 생성이 억제되고 쌍정만 생기는 것을 보고하였다 [34]. 따라서 Al이 충분히 첨가될 때  $\alpha'$ -마르텐사이트 변태를 억제하며 Al 첨가에 의한 적층 결함 에너지의 증가는  $\epsilon$ -마르텐사이트 및 변형 쌍정도 억제한다.

## 2. 변형기구

오스테나이트계 고망간강은 크게 마르텐사이트 변태, 쌍정(Twin), 슬립(Slip)의 3가지 변형기구를 가진다. 이러한 변태 메커니즘은 오스테나이트의 안정성에 따라 발생되며, FCC(Face-Centered Cubic) 결정 구조의 특성에 기반한다 [35].

슬립 메커니즘을 보면 슬립 면은  $\{111\}$  이고 방향이  $\langle 110 \rangle$  으로 슬립 시스템은 모두 12개이다. 또한, 쌍정 메커니즘을 고려하면 쌍정 면이  $\{111\}$  이고 방향이  $\langle 112 \rangle$  이며 전단변형량은 0.707 이다 [36]. 쌍정은 결정 격자 내에서 특정 부분이 다른 부분과 대칭되는 구조를 형성하는데, 이는 강재의 가공성을 개선하고 강도를 높이는 데 중요한 역할을 한다. Fig. 2. 1는 FCC 결정에서 슬립과 쌍정 벡터를 나타내며, Fig. 2. 2는 FCC 결정의 쌍정과 마르텐사이트 변태에 의한 변형모드를 나타낸 것이다 [37]. 쌍정과  $\epsilon$  변태에 의한 변형기구 차이는 부분전위가  $\{111\}$ 면을 지나가면 쌍정이 발생하고 한층 건너서 지나가면  $\epsilon$  변태가 일어나게 된다. 이와 같이 낮은 SFE를 갖는 오스테나이트의 SF가 핵이 되어  $\epsilon$  변태와 쌍정이 발생하게 된다. SFE는 재료의 내부에 원자층의 적층 순서에 생긴 결함의 계면 에너지로  $\text{mJ/m}^2$  단위를 가진다. FCC 입방정 오스테나이트 결정구조를 갖는 고망간 TWIP 강 경우 SFE가 약  $20 \text{ mJ/m}^2$  이하인 경우에는 소성변형 중  $\epsilon$  마르텐사이트 변태가 쉽게 일어난다고 알려져 있고, SFE가  $20 \sim 40 \text{ mJ/m}^2$  인 경우에는 변형 쌍정이 잘 생기고,  $40 \text{ mJ/m}^2$  이상인 경우에는 완전 전위에 의해 가공경화 된다고 보고되었다 [35].

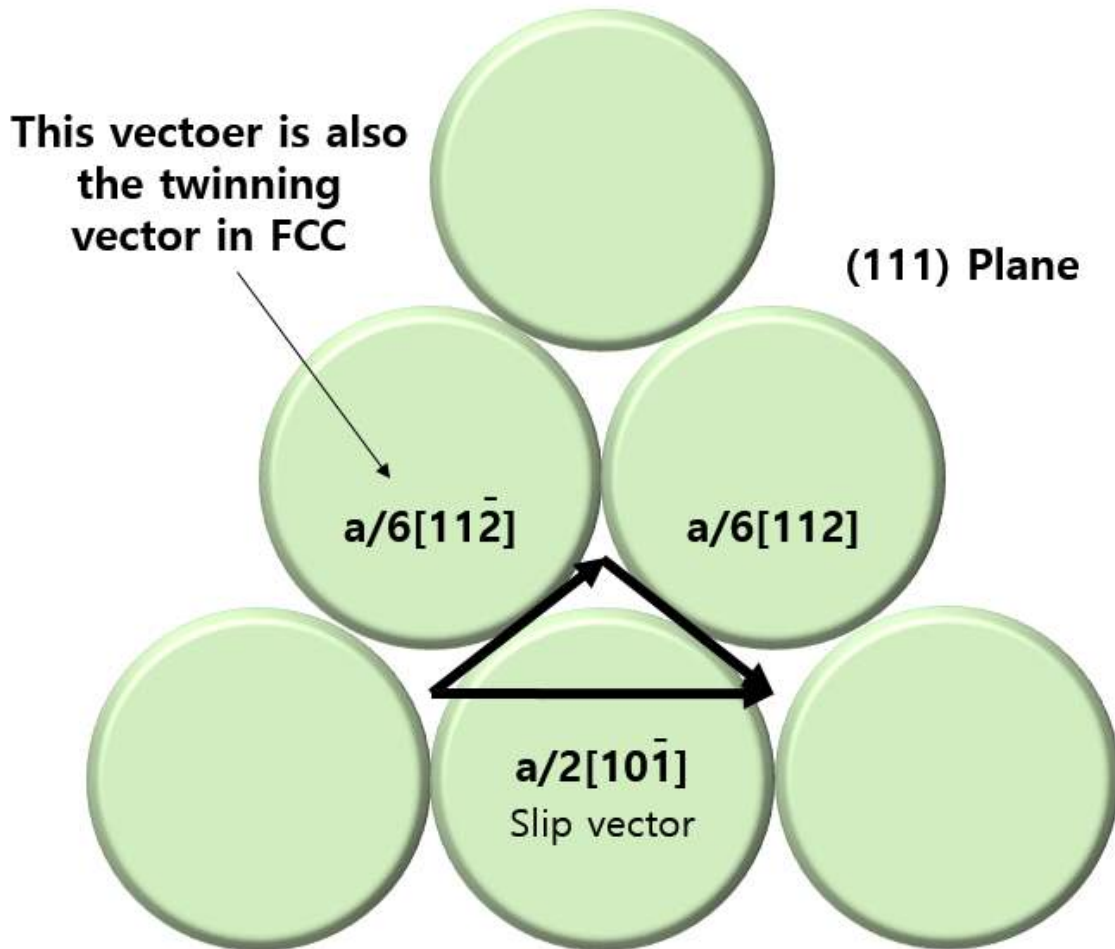


Fig. 2. 1. Slip and Twin Vectors in FCC [35].

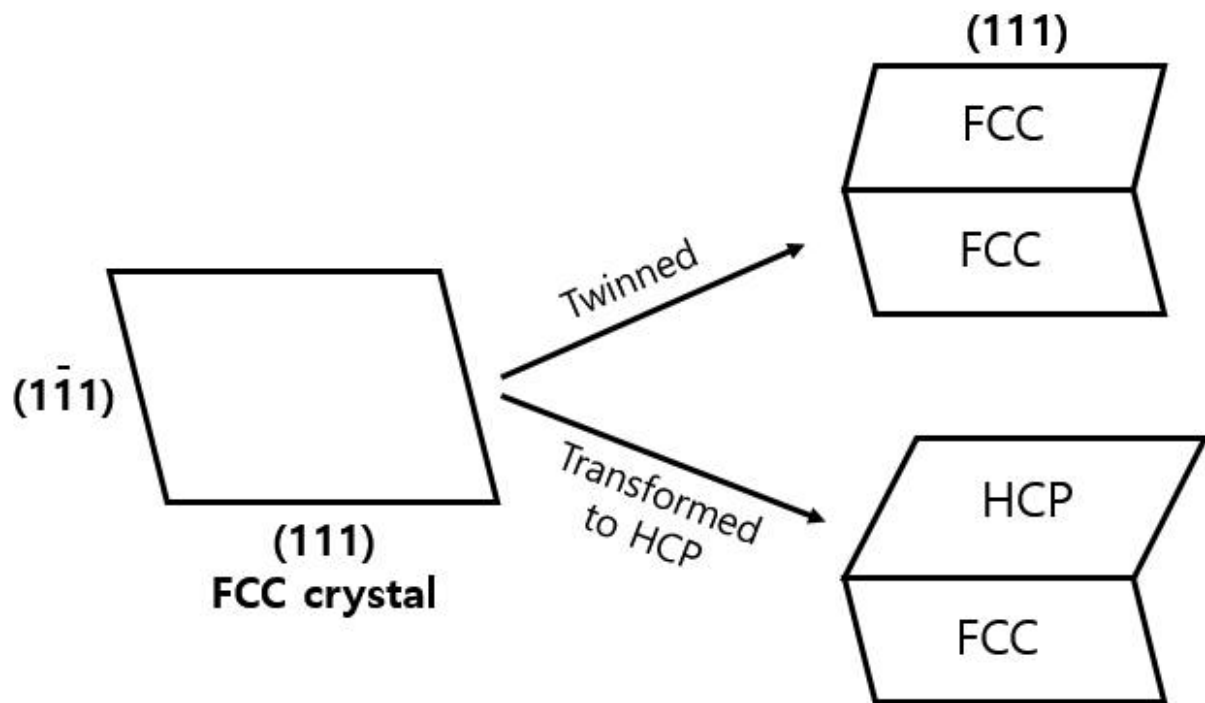


Fig. 2. 2. Deformation mode by twin and  $\epsilon$  transformation of FCC crystal [37].

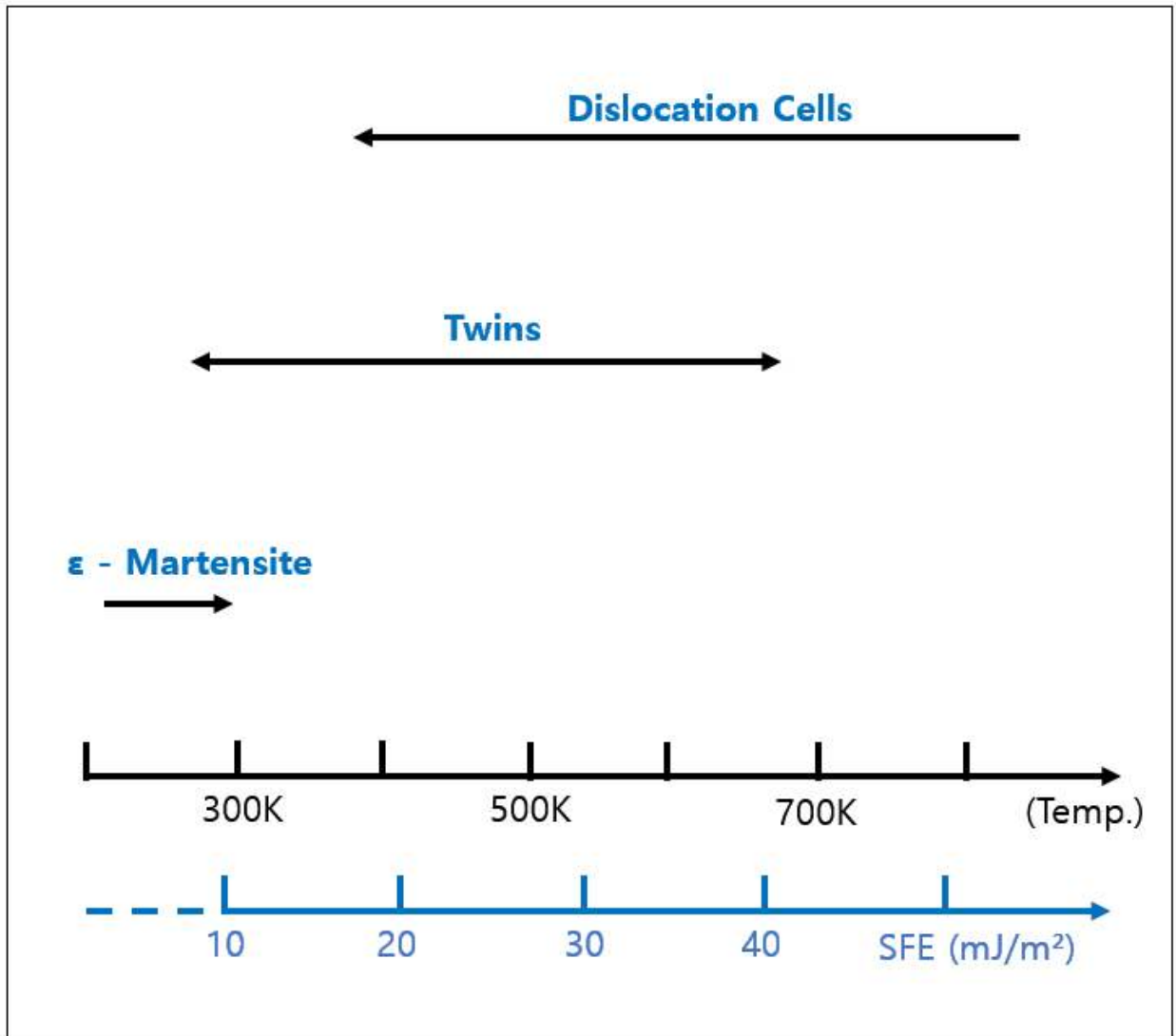


Fig. 2. 3. Phase change according to temperature and stacking fault energy of TWIP steel [35].

## 제 3 절 열처리 공정에 따른 탈탄과 상변화

### 1. 탈탄과 산화의 영향

고망간강은 소재 내 망간 함량이 10 wt% 이상인 철 합금으로 오스테나이트 안정화 원소인 망간을 첨가하여 상온에서도 오스테나이트 단상 조직을 가진다. 그러나 망간 함량이 높아 열처리 시 공기 중에 노출되면 탈탄 및 표면 산화가 쉽게 발생할 수 있다. 이러한 현상은 망간의 높은 확산 속도와 상호작용에 기인한다 [38].

탈탄은 망간 함량이 높은 합금에서 발생하며, 이 과정에서 소재의 표면에서 탄소가 제거된다. 산화와 탄소 확산은 모두 A1 변태점 이상의 고온에서 강하게 발생한다. 탄소는 합금 내부의 구성 요소로서 중요한 역할을 하며, 탈탄에 의해 탄소가 감소하면 합금 내부에서 결정 성장을 억제한다. 또한, 탈탄은 소재의 경도를 낮추고, 대신 인성을 향상시킬 수 있다.

표면 산화는 망간이 산소와 반응하여 망간 산화물 또는 산화 망간을 형성하는 과정을 나타낸다. 이러한 산화 현상은 소재의 표면에 부착된 산화물 층을 형성하며, 이것은 소재의 내부에서의 산소 확산을 억제할 수 있다. 또한, 산화망간 층은 탈탄 및 표면 산화를 억제하는 데 도움을 줄 수 있다 [39-39].

금속 산화는 대부분 이온의 확산에 의해 일어나므로 산화물에 원자가 전자가 다른 양이온의 불순물로 고용되어 있는 경우에는 이 불순물은 산화 스케일의 결합 농도를 변화시킨다. 따라서 합금원소는 산화층의 성장속도를 변화시키고 산화속도가 증가할 것인지 감소할 것인지는 불순물 양이온의 상대적인 원자와 산화물의 형태에 의존한다 [40].

내부 산화는 합금 내에 형성되는 미세한 석출 산화물을 나타내며, subscale 형성이라고 한다. 내부 산화는 금속/산화물 계면에서 또는 가스 압력이 금속 산화물의 분해압력보다 낮을 때 나타날 수 있다. 이 과정은 주로 나관 상태에서 산소가 합금 속으로 고용되어 들어가며, 가장 반응성이 높은 원소와 반응하여 가장 안정한 산화물을 형성한다 [41]. 내부 산화물은 반응성이 강한 원소가 외부로 확산하는 속도보다 산소가 내부로 확산하는 속도가 더 빠른 경우에만 형성된다. 그렇지 않을 경우에는 표면 스케일이 형성된다. 이러한 내부 산화 현상은 Al, Zn, Cd, Be 등을 미량 함유한 Cu 또는 Ag 합금 등에서 잘 발견되며 또 고온재료로 사용되는 Fe-Ni-Co

합금 등에서도 나타난다. 그런데 Cr, Al 등의 경우 원래 이들 원소들은 금속표면에 치밀한 산화피막을 형성하여 모재 금속을 보호하게 되는데, 이것들이 내부 산화로 인하여 금속 내부에  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  등의 산화 석출물 형태로 나타나게 되면 표면의 보호 피막형성이 억제되어 내산화성 효과가 없어지게 된다 [42].

## 2. 상변태

약 5 % Mn을 함유한 Fe-Mn 합금에서는 보통 냉각 과정에서 오스테나이트가 페라이트로 변태하지 않고, 입방체 마르텐사이트로 무확산 변태가 일어난다. 이러한 변태는 탄소강의 빠른 냉각으로 인해 마르텐사이트가 생성되는 과정과 유사하지만, 마르텐사이트 단위 격자 내에서는 탄소 원자가 석출되지 않으므로 정방정이 아니라 입방정 형태로 나타난다 [43]. 입방정의 마르텐사이트는 오스테나이트와 동일한 화학 조성을 나타내며, 과포화 및 준안정 고용체로서 실온에서 변화하지 않는다.  $\alpha/(\alpha+\gamma)$  및  $(\alpha+\gamma/\gamma)$  평형 상태선을 형성하려면 상당한 시간이 필요하며, 일부는 수년간 어닐링이 필요할 수 있다 [44].

Fig. 2. 4와 Fig. 2. 5는 실제 사용되는 Fe-Mn 합금의 상태도와 냉각속도에 따른 Fe-Mn 합금의 상태도이다. 10 % Mn 이상을 함유한 저탄소강은 오스테나이트로부터  $\alpha$ -martensite로 변태가 시작되어 곧  $\gamma \rightarrow \alpha$  상변태 영역에 도달하며, 큰 온도 편차를 이루게 된다 [35].

10 ~ 15 % Mn을 함유하면 냉각되는 동안 오스테나이트로부터 우선 확산 없이 육방형  $\epsilon$ -martensite가 생성되고, 계속된 냉각으로 다소의 완전한  $\alpha$ -martensite로 변태한다.  $\epsilon$ -martensite는 변위 과정으로 생성되며, 오스테나이트의 팔면체 면판상으로 석출된다. 이것을 Widmannstätten 조직이라 한다. 15 ~ 27 % Mn을 함유한 합금에서는 냉각 과정 중에 오스테나이트가  $\gamma \rightarrow \epsilon$ -martensite로만 변태하는데, 이 변태가 완전하게 이루어지지 않는 50 % 이상의 잔류 오스테나이트가 남게 된다. 재가열하면 약간 높은 온도에서  $\epsilon \rightarrow \gamma$  역변태가 시작된다. 27 % Mn 이상에서는 상변태가 일어나지 않으므로 상온에서  $\gamma$ 상의 단상 조직을 갖는다 [45-48].

Schumann의 연구결과에 따르면 Fe-Mn-C계 합금 상태도에서 탄소 첨가량이 증가함에 따라, 망간 함량이 증가하는 방향으로  $\gamma \rightarrow \alpha'$  변태와  $\gamma \rightarrow \epsilon$  변태를 유도하는 경향이 있음을 보여준다. 즉, 탄소는  $\gamma$ 상의 강력한 안정화 원소로 작용하여  $\gamma \rightarrow \alpha'$  변태와  $\gamma \rightarrow \epsilon$  변태를 지연시킨다. 0.5 % C이 첨가된 Fe-Mn-C계 합금에서는 약 16 % Mn 첨가 강에서도 상온에서 100 %의 오스테나이트 단상 조직을 얻을 수 있다 [49].



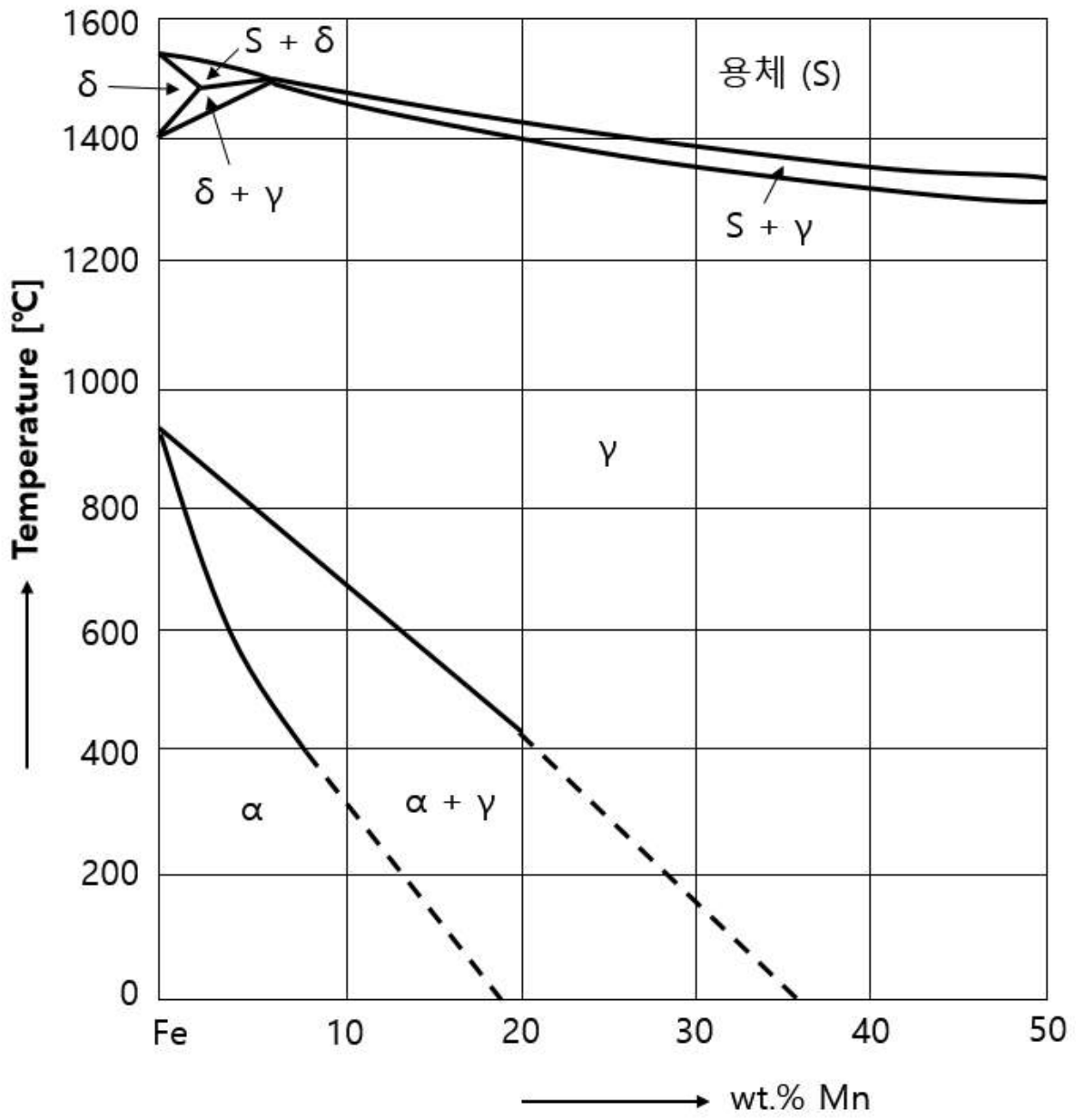


Fig. 2. 4. Phase diagram of Fe-Mn alloy [35].

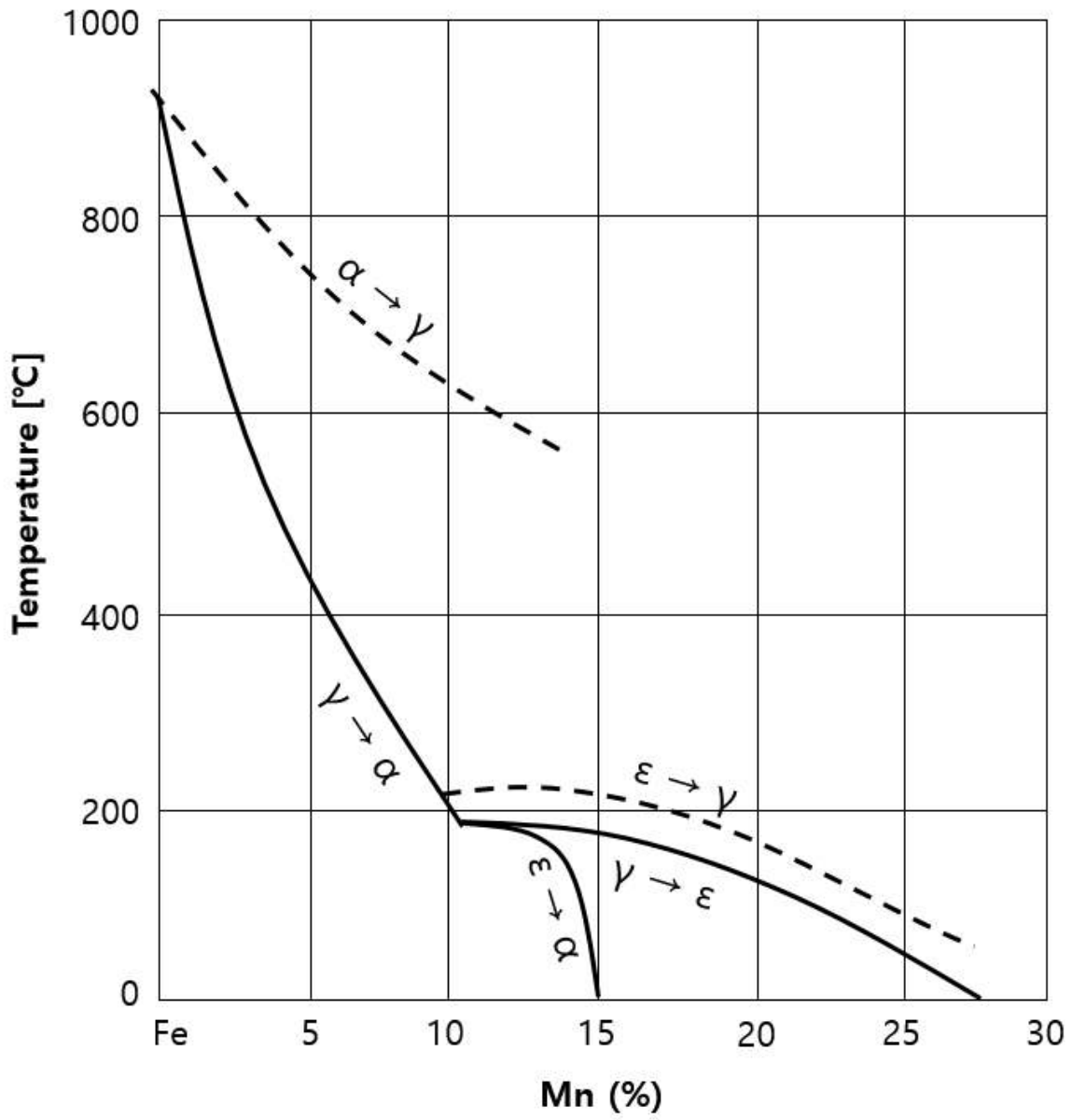


Fig. 2. 5. Phase change depending on Mn content and temperature in Fe-Mn alloy [35].

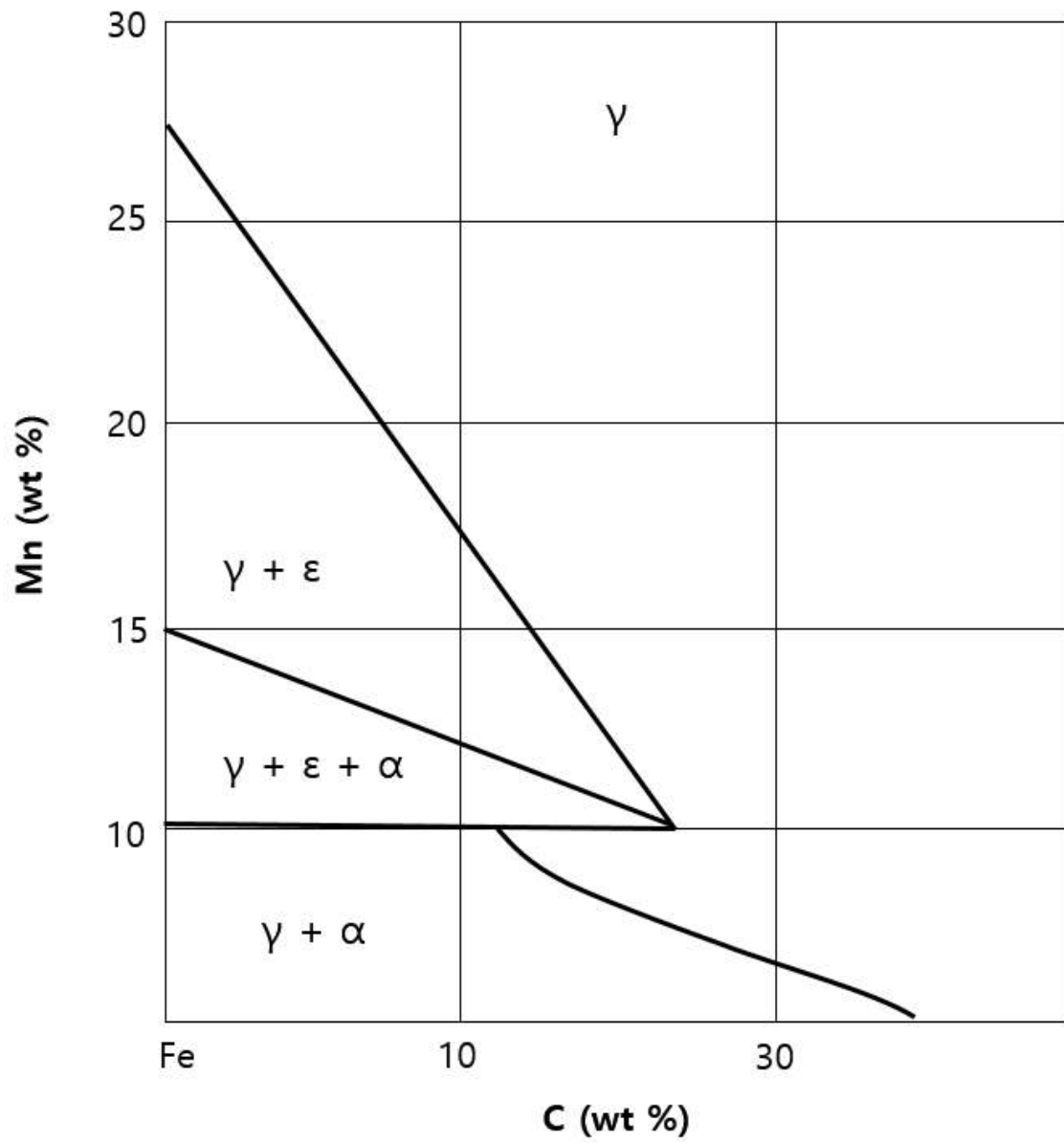


Fig. 2. 6. Fe-Mn-C alloy phase diagram [49].

## 제 3 장 실험방법

### 제 1 절 합금 제조

본 연구에서 POSCO에서 제공받은 Fe-17Mn-0.64C-1.58Al 합금을 사용하였으며, 합금의 화학조성은 Table 3. 1에 나타내었다. 이 강재를 1200 °C에서 2시간 균질화 열처리한 후, 4단 열간/냉간 압연시스템 (4Hi HotCold Rolling System, LDF 10000-100, MiraeCS, Korea)을 이용하여 약 1100 °C의 온도에서 열간압연 하였다. 열간압연 공정에서 6패스 동안 두께는 4.6 mm가 되었으며, 압하율은 40 %였다. 이를 91 % 압하율로 냉간압연 하여 2 mm 두께의 판재를 최종적으로 제작하였다. Table. 3. 2는 열간압연 및 냉간압연 공정에서 각 패스 동안 입측 두께, 롤 간격, 출측 두께, 최대 하중, 설정 압하율을 측정한 결과이다.

Table 3. 1. Chemical composition of the TWIP steel (wt%).

| C    | Mn | P     | S      | Al   | B      | Ti    | N     | Fe   |
|------|----|-------|--------|------|--------|-------|-------|------|
| 0.64 | 17 | 0.006 | 0.0027 | 1.58 | 0.0012 | 0.058 | 0.009 | Bal. |

[압연 전]



[압연 후]



Fig. 3. 1. Test specimen before and after hot rolling and cold rolling.

Table 3. 2. Length measurement in each hot rolling and cold rolling process.

| <b>열연재</b>  |                       |                       |                      |                       |                       |
|-------------|-----------------------|-----------------------|----------------------|-----------------------|-----------------------|
| <b>PASS</b> | <b>입측 두께<br/>(mm)</b> | <b>롤 Gap<br/>(mm)</b> | <b>출측두께<br/>(mm)</b> | <b>최대하중<br/>(ton)</b> | <b>설정 압하율<br/>(%)</b> |
| 1           | 17                    | 13.6                  | 14.1                 | 20.4                  | 20                    |
| 2           | 14.1                  | 11.3                  | 11.8                 | 14.7                  | 20                    |
| 3           | 16.1                  | 8.3                   | 8.8                  | 21.2                  | 30                    |
| 4           | 8.8                   | 6.1                   | 6.8                  | 22.3                  | 30                    |
| 5           | 6.8                   | 4.0                   | 4.6                  | 30.4                  | 40                    |
| 6           | 4.6                   | 3.4                   | 4.0                  | 20.2                  | 40                    |

| <b>냉연재</b>  |                       |                       |                      |                       |                       |
|-------------|-----------------------|-----------------------|----------------------|-----------------------|-----------------------|
| <b>PASS</b> | <b>입측 두께<br/>(mm)</b> | <b>롤 Gap<br/>(mm)</b> | <b>출측두께<br/>(mm)</b> | <b>최대하중<br/>(ton)</b> | <b>설정 압하율<br/>(%)</b> |
| 1           | 4.0                   | 2.8                   | 3.3                  | 15.4                  | 30                    |
| 2           | 3.3                   | 2                     | 3                    | 45.3                  | 40                    |
| 3           | 3                     | 1.2                   | 2.5                  | 79.3                  | 60                    |
| 4           | 2.5                   | 0.7                   | 2.2                  | 98.8                  | 72                    |
| 5           | 2.2                   | 0.2                   | 2.0                  | 113.9                 | 91                    |

## 제 2 절 열처리

열처리는 열역학 계산을 통해 얻은 상태도에 따라 온도 범위를 600 °C에서 1000 °C로 설정하였다. Thermo-calc (Pandat, Thermo-Calc AB, Sweden)로 계산된 열역학 상태도는 Fig. 3. 2에 나타내었다. 압연 방향에 따라 시편을 절단한 후 열처리는 머플로 (muffle furnace, MF-32GH, Jeio Tech, Korea)를 사용하여 1시간 어닐링 열처리 후 수냉 처리하였다. Fig. 3. 3은 시험편 제작에 관한 가공 및 열처리 공정 개략도이다.

그리고 열처리 시간에 따른 미세조직 및 기계적 특성의 변화를 관찰하기 위하여 500 °C에서 1시간, 2시간, 10시간, 100시간, 500시간 어닐링 열처리 후 수냉하였다.

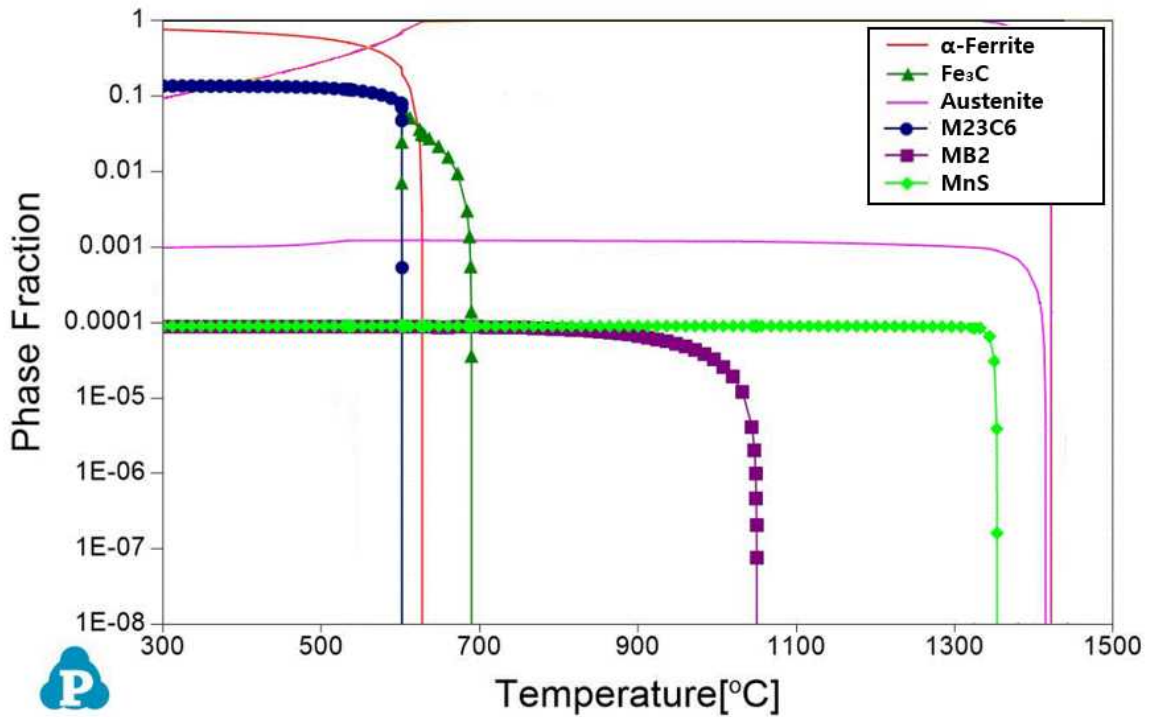


Fig. 3. 2. Phase Diagrams of 17Mn-0.6C-1.58Al TWIP, calculated by Thermo-Calc software.

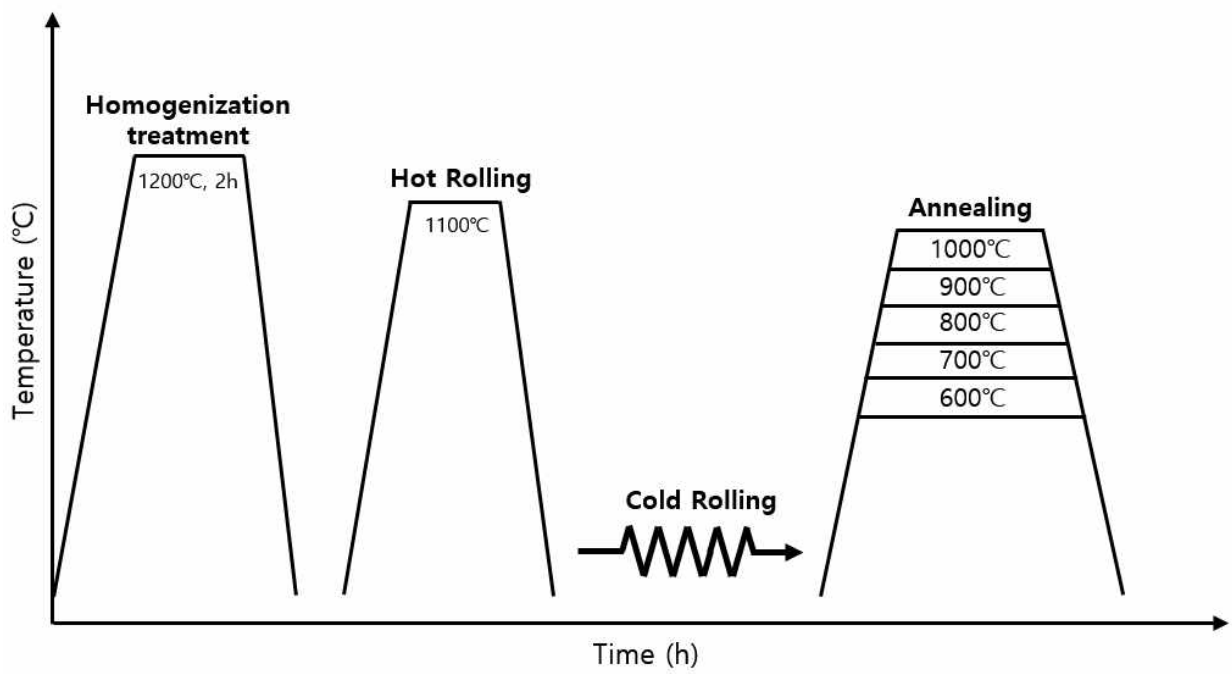


Fig. 3. 3. Schematic illustration of homogenizing, rolling and annealing process conditions.



### 제 3 절 미세구조 분석

열처리된 FeMnC계 합금의 미세구조 분석을 위해 저속 다이아몬드 쏘 (Diamond Saw; Wafering Blade, USA)를 사용하여 정밀하게 절단하였다. #400부터 #1500까지 SiC paper를 이용하여 기계연마 후 탈탄의 영향을 배제하기 위해 전해연마 (LectroPol-5, Struers, France) 하였다. 상온에서 52 V, 40초 동안 연마하였으며, 전해액은 메탄올 875 ml와 황산 125 ml를 희석하여 사용하였다.

연마된 시편은 Nital 11 % 용액으로 에칭하여 광학현미경 (Optical Microscope, OM; OM, Axio Vert. A1, Carl Zeiss, Germany)과 주사전자현미경(Scanning Electron Microscope, SEM; AIS2000 C, Seron, Korea)을 이용하여 미세조직을 관찰하였다. 결정립 사이즈는 2가지 방법을 이용하였다. OM 사진에서 Linear Intercept 방법 (ASTM E112)에 준하여 20번 측정 후 평균값을 구하였다. 두 번째로 EBSD GS graph를 통해 결정립 크기를 정량적으로 분석하였다. 또한, 결정구조 분석을 위해 X-선 회절 분석 (XRD, Multipurpose X-ray Diffractometer, Panalytical, UK)을 수행하였다. CuK $\alpha$ 를 이용하여 20 °에서 80 °까지 2 $\theta$  분석을 하였으며 스텝사이즈 0.01 °, 스캔 스텝 시간 1 s로 하였다.

900 °C 이상의 고온에서 1시간 열처리 후 탈탄 현상이 발생하였고, 탈탄이 일어난 시편의 단면 미세조직을 분석하기 위해 에너지 분산 분광기 (Energy Dispersive Spectroscopy, EDS)와 전자탐침미량분석법 (Electron Probe Micro Analysis, EPMA; Jeol. Japan)을 수행하였다.

500 °C에서 장시간 열처리 후 오스테나이트 입계에 존재하는 페라이트의 분율을 측정하기 위해 페라이트 스코프를 사용하였다. 코일에 의해 발생된 자기장은 시험체의 자기 성분과 상호작용 하고, 자기장의 변화는 2차 코일 내에 페라이트 성분에 비례하는 전압변화를 일으킨다. 이 전압을 평가하여 페라이트 성분을 측정하게 된다. 페라이트 스코프 (Fischer, Mp-30E)를 사용하여 각각의 시험편에 20회 측정하였다. 또한, XRD Volume fraction, Image J 프로그램을 활용하여 시험편 내 오스테나이트와 펄라이트 조직의 분율을 계산하였다.

## 제 4 절 기계적 특성 평가

합금의 경도를 측정하기 위해 마이크로 비커스 경도기 (Micro Vickers Hardness Tester; HMV-G21, Shimadzu, Japan)를 사용하였고, 경도 측정 조건은 19.61N의 하중으로 유지 시간을 5 s로 시편 당 10회 측정하여 평균을 내었다. 인장시험은 인장시험기 (Shimadzu : Universal Testing Machines AG-IS, Japan)를 이용하여 상온에서 2 mm/min의 변형속도 조건에서 수행하였다. 시편은 ASTM E7 규격을 기초로 30 % 축소하여 제작하였고, 각 온도 기준 시험편마다 2번씩 수행하였다.

같은 규격으로 제작된 시험편을 사용하여 만능재료시험기 (Instron, LLC ; Instron 8801, USA)로 저온인장시험을 하였고, 10 mm/min의 속도와 -170 °C의 극저온 환경에서 1회 시험이 진행되었다. Fig. 3. 4는 저온인장시험을 하는 모습이며, Fig. 3. 5는 -170 °C 온도를 유지한 채 실험을 진행함을 나타내는 그래프이다.

샤르피 충격시험기 (DST ; 12CRPC1, KOR)를 이용하여 1회 시험을 진행하였다. 충격시험편의 최소 규격은 ASTM A370에 따라 10 × 10 × 2.5 mm (가로 × 세로 × 두께)이다. 하지만, 냉간압연으로 얻은 시험편의 최종 두께는 2 mm이기 때문에 ASTM 규격의 두께는 고려하지 않은 채 2 mm 두께의 V 노치형 시험편을 제작하였다.

열처리 후 탈탄 현상이 일어난 900 °C와 1000 °C의 시험편 단면에서 표면 방향으로 경도 시험을 진행하였다. 시험 중 하중 시간은 5 s, 압입 하중은 0.1 HV 이다. 깊이당 5번 측정하여 평균값을 내었다. 같은 방법으로 나노 인덴테이션 (Helmut Fisher GmbH : Picodentor HM500 BASIC, GER)을 이용하여 경도를 측정하였다. 깊이당 3번 측정하여 평균값을 내었으며, 시험 중 하중은 5s 압입하중은 500 mN이다.



Fig. 3. 4. Tensile test in cryogenic environments.

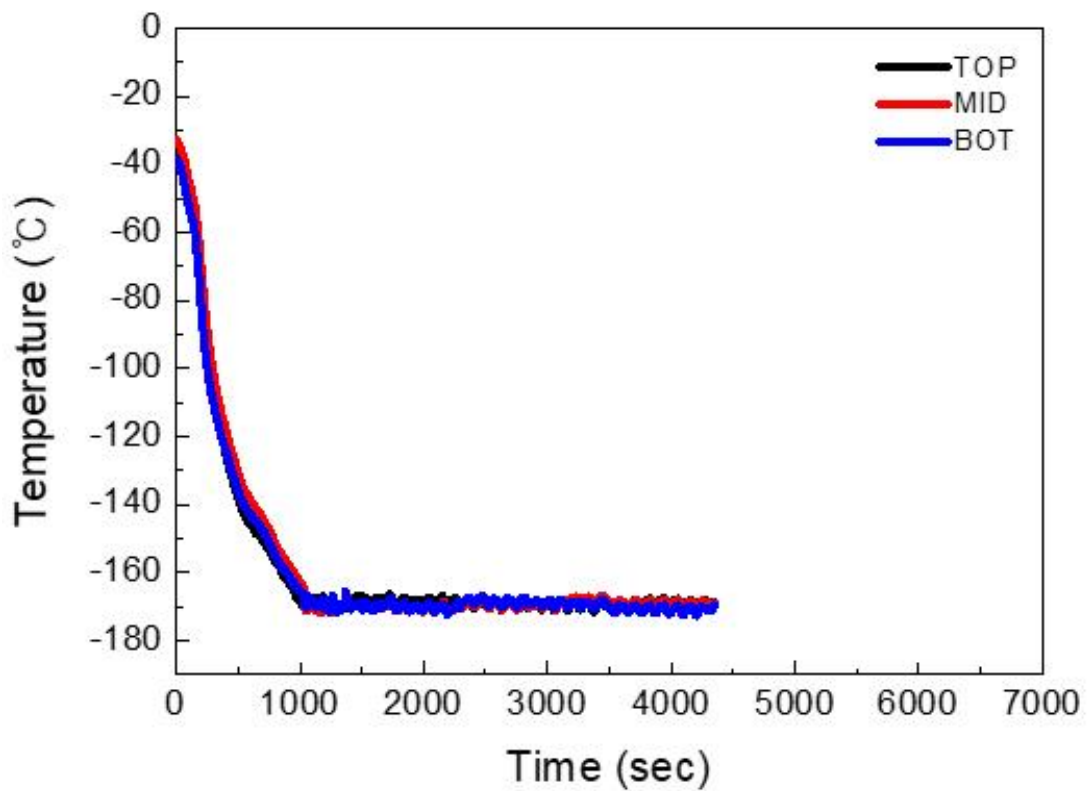


Fig. 3. 5. Graph showing that the temperature is maintained at  $-170^{\circ}\text{C}$  during cryogenic temperature tensile test.



Fig. 3. 6. Charpy impact tester.

## 제 4 장 결과 및 고찰

### 제 1 절 어닐링 열처리에 따른 합금의 특성

#### 1. 미세조직

Fig. 4. 1과 Fig. 4. 2는 압연한 TWIP강 시험편의 표면을 전해연마로 약 500  $\mu\text{m}$  연마 후 광학현미경, 주사전자현미경으로 관찰한 사진이다. 냉간압연 후 미세조직은 전체적으로 모든 결정립에서 압연 공정에 따른 소성변형으로 인한 슬립을 다수 포함하는 것으로 관찰되었다. 열처리 후 전형적인 오스테나이트 조직을 보이며, 600  $^{\circ}\text{C}$  시편에서 미세한 결정립들이 관찰되기 시작하는 것으로 보아 압연으로 인한 회복과 재결정이 진행된 것을 알 수 있다. 또한,  $A_1$  온도 이하인 600, 700  $^{\circ}\text{C}$ 에서 열처리한 경우 오스테나이트 상이 펄라이트로 분해되는 현상은 관찰되지 않았다. 뿐만 아니라  $A_1$  온도 이상인 800, 900, 1000  $^{\circ}\text{C}$ 에서 열처리한 경우에도 상변화는 일어나지 않았다.

600  $^{\circ}\text{C}$  이상의 온도에서 열처리한 경우 온도의 상승에 따라 지속적으로 결정립의 크기는 증가하고 어닐링으로 인한 어닐링 쌍정이 다수 관찰되었다.

Fig. 4. 3과 Table. 4. 1에 Linear Intercept 방법과 EBSD GS graph로 결정립을 측정된 결과를 나타내었다. Linear Intercept 방법으로 측정하였을 때 600  $^{\circ}\text{C}$ , 700  $^{\circ}\text{C}$ , 800  $^{\circ}\text{C}$ , 900  $^{\circ}\text{C}$ , 1000  $^{\circ}\text{C}$ 에서 열처리한 시편들의 결정립 크기는 각각 7.88  $\mu\text{m}$ , 11.61  $\mu\text{m}$ , 15.11  $\mu\text{m}$ , 21.80  $\mu\text{m}$ , 24.31  $\mu\text{m}$ 였다. GS graph 결과 역시 온도가 상승할수록 결정립의 크기가 증가하는 경향성은 동일하였다. 소성가공 후 어닐링 열처리 시 온도가 상승함에 따라 회복, 재결정, 결정립 성장 등 미세조직 변화는 3단계로 이루어진다. 가공으로 생성된 많은 결함은 재결정의 핵생성 자리가 되어 재결정의 구동력으로 작용한다. 따라서 결정립 미세화가 가능하며 재결정 단계 이후 더 높은 온도에서는 결정립이 성장하여 균일한 조직을 만든다 [50-51]. 또한, Fe-18Mn-0.6C-1.5Al (wt%) TWIP강을 냉간 압연 후 소둔할 때, 열처리 온도가 높아질수록 재결정 이후의 결정립 조대화가 급격히 일어나 결정립 크기가 증가한다는 선행 연구와 본 연구의 결과가 잘 일치함을 알 수 있다 [11].

냉간압연 후 열처리한 TWIP강의 결정상 분석을 위해 시험편의 표면을 전해연마로 약 500  $\mu\text{m}$  연마 후 XRD 분석을 진행하였고, Fig. 4. 4에 그 결과를 나타내었다. 주 회절피크의 분석은 JCPDS를 참고하였다. 주조재, 열간압연, 냉간 압연한 시험편의 X선 회절 분석에서는 오스테나이트 상의 주요 피크인 (111), (200), (220)만 나타났다. 이러한 결과로부터 본 연구에서 사용한 TWIP강이 91 % 압하율로 냉간 압연 되었음에도 불구하고, 일반적인 오스테나이트 강과 같이 응력 유기에 의한  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$  마르텐사이트 변태가 발생하지 않음을 알 수 있다. 이러한 현상은 Mn에 의한 오스테나이트 안정화와 Al 첨가에 의한 적층결함에너지 상승으로 인해 결정 내의 쌍정 경계 및 결함이 활성화되기 때문이다. 이로 인해 변형 기구가 마르텐사이트 변태에서 쌍정기구로 변화하며 이에 대한 기존의 많은 연구 보고와 일치한다 [52].

열처리 후에는 모든 온도 구간에서  $\beta$ -Mn 피크가 관찰되었으며, 온도가 증가함에 따라 비율이 증가하였다. XRD Volume fraction을 통해  $\beta$ -Mn 함량을 계산한 결과, 800  $^{\circ}\text{C}$ 에서는 5 %, 900  $^{\circ}\text{C}$ 에서 11 %, 1000  $^{\circ}\text{C}$ 에서 24 %였다. Fig. 4. 5는 1000  $^{\circ}\text{C}$ 에서 열처리한 시험편을 약 200  $\mu\text{m}$  연마 후 광학현미경으로 관찰한 결과이다.  $\beta$ -Mn은 오스테나이트와 페라이트의 결정립계와 상 경계에서 형성되었고, 수지상 형태를 띄고 있다.

Fe-Mn-Al-C 합금에서 초기 미세조직은 단상의 오스테나이트이거나 2상의 오스테나이트+페라이트로 크게 2가지의 조직으로 나누어지고, 상의 종류는 오스테나이트, 페라이트 이외에도  $\kappa$ 탄화물,  $\beta$ -Mn 등이 형성될 수 있다고 보고되어있다. Schmatz가 처음으로 Fe-Mn-Al의 상태도에서  $\beta$ -Mn의 존재를 보고하였다 [53]. 그 후 Krivonogov, Inshida, Goreskii, Acselard 등에 의해 후속 연구가 진행되었고, 항온열처리를 400  $^{\circ}\text{C}$ 에서 1200  $^{\circ}\text{C}$ 까지 할 때  $\beta$ -Mn이 형성된다고 보고되었다 [54-57]. Goreskii 등은 10 % Al 함유량을 고정하고, Mn(20, 25, 30, 35 %)과 C(0.4 ~ 1.4 %)의 함유량을 달리하여 열처리연구를 하였다. 그 결과 20 % Mn을 제외한 전 합금에서 627  $^{\circ}\text{C}$ 에서  $\kappa$ -탄화물,  $\beta$ -Mn이 관찰되었다 [56].

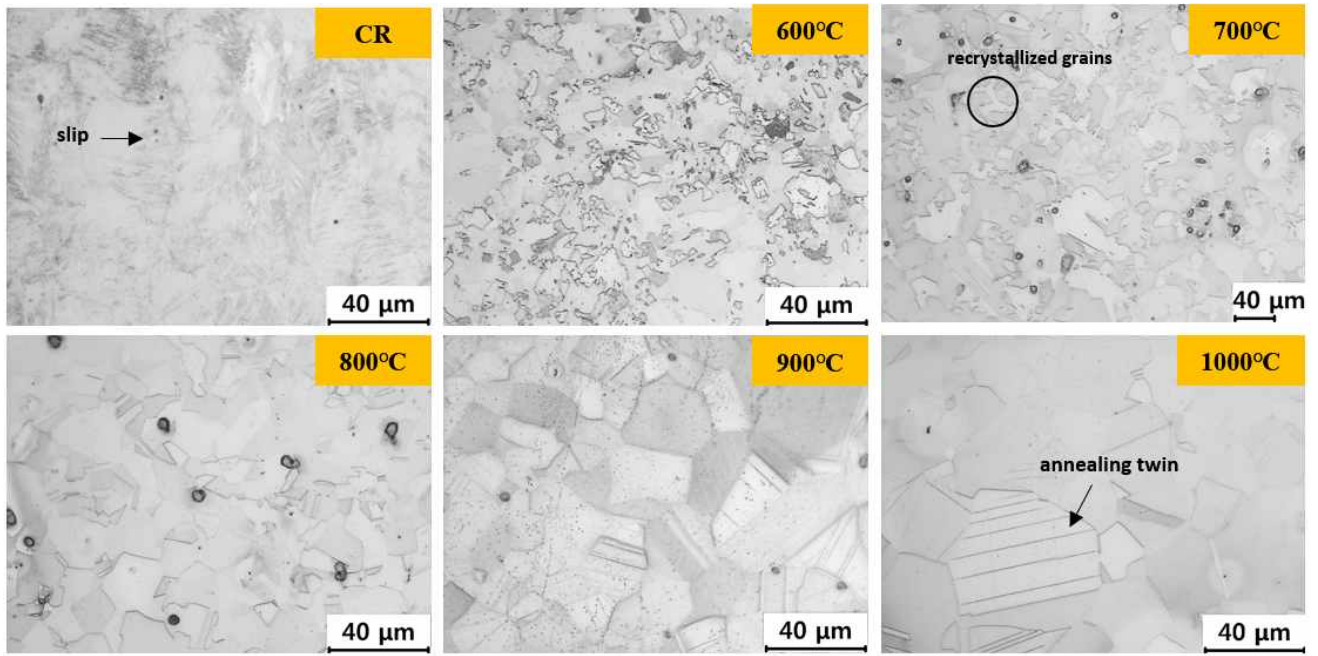


Fig. 4. 1. OM micrographs of TWIP steel in both as rolled and heat-treated at 600 ~ 1000 °C.

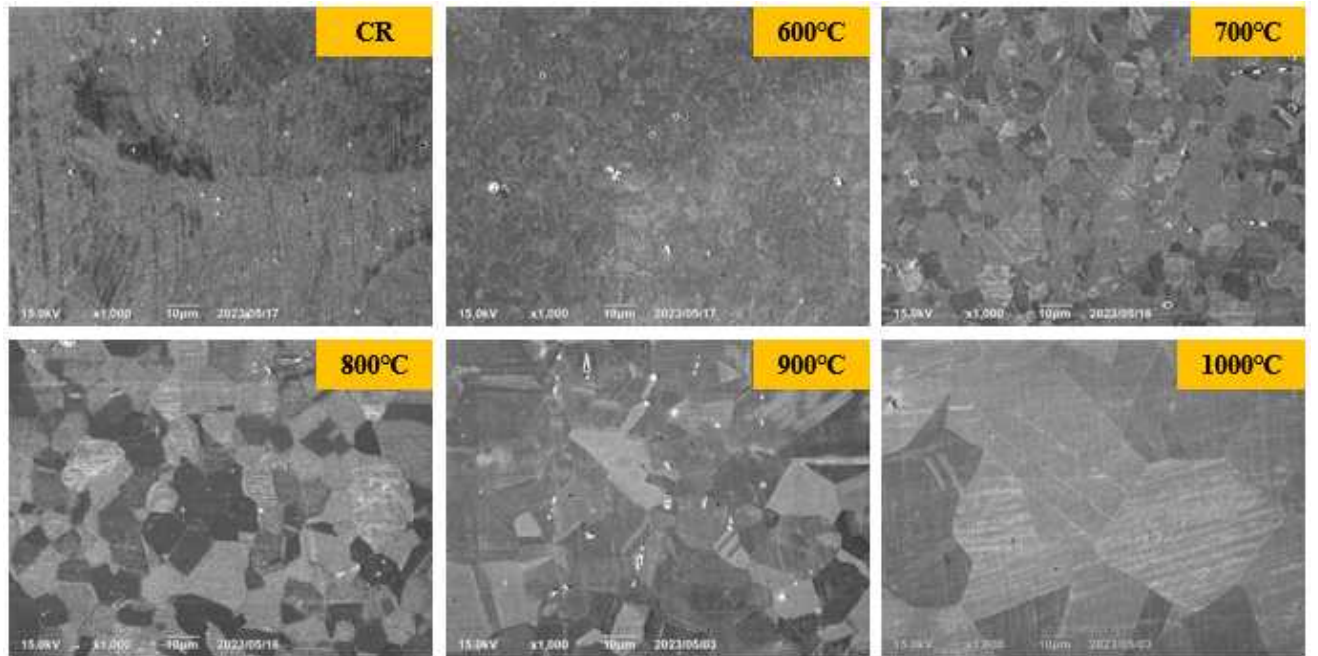


Fig. 4. 2. SEM micrographs of TWIP steel in both as rolled and heat-treated at 600 ~ 1000 °C.

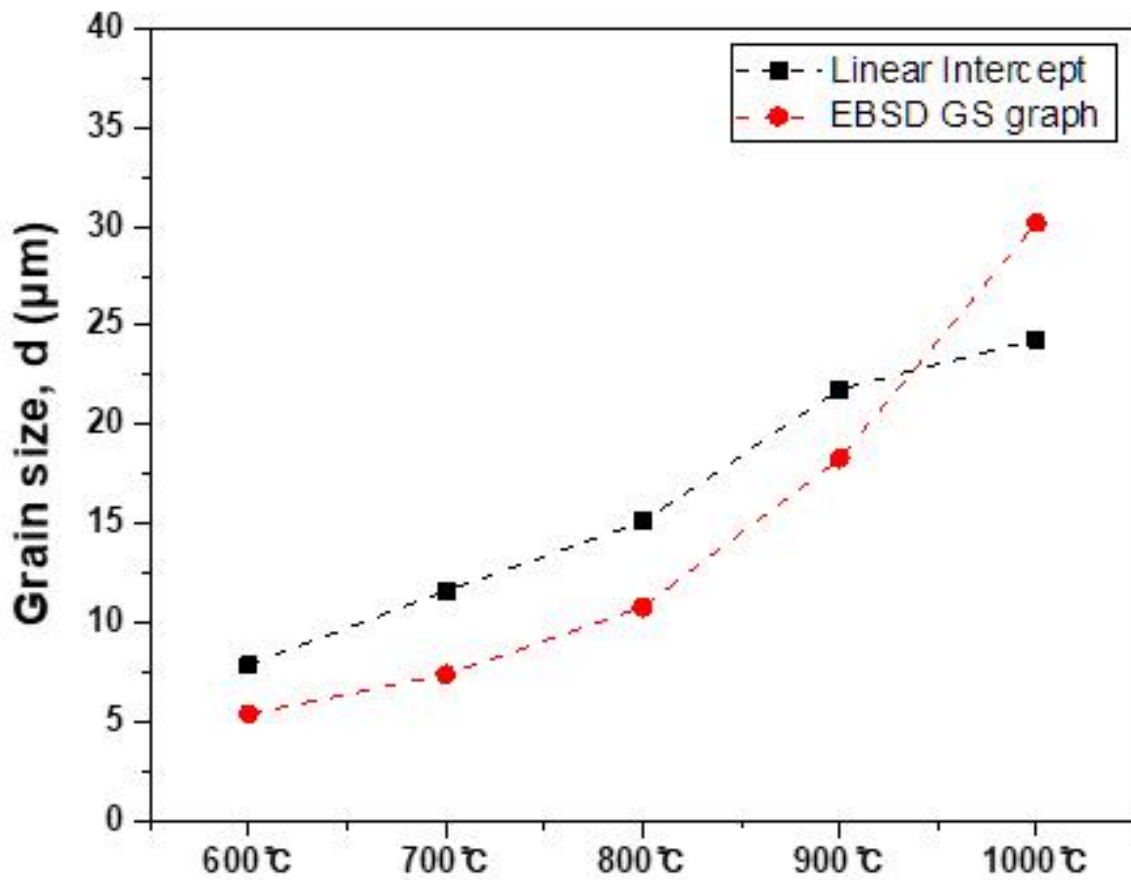


Fig. 4. 3. Grain size measurement according to annealing heat-treatment.

Table 4. 1. Grain size measurement method according to annealing heat-treatment.

| Measurement method | 600°C | 700°C | 800°C | 900°C | 1000°C |
|--------------------|-------|-------|-------|-------|--------|
| GS graph           | 5.4   | 7.4   | 10.8  | 18.3  | 30.2   |
| Linear Intercept   | 7.88  | 11.61 | 15.11 | 21.80 | 24.31  |



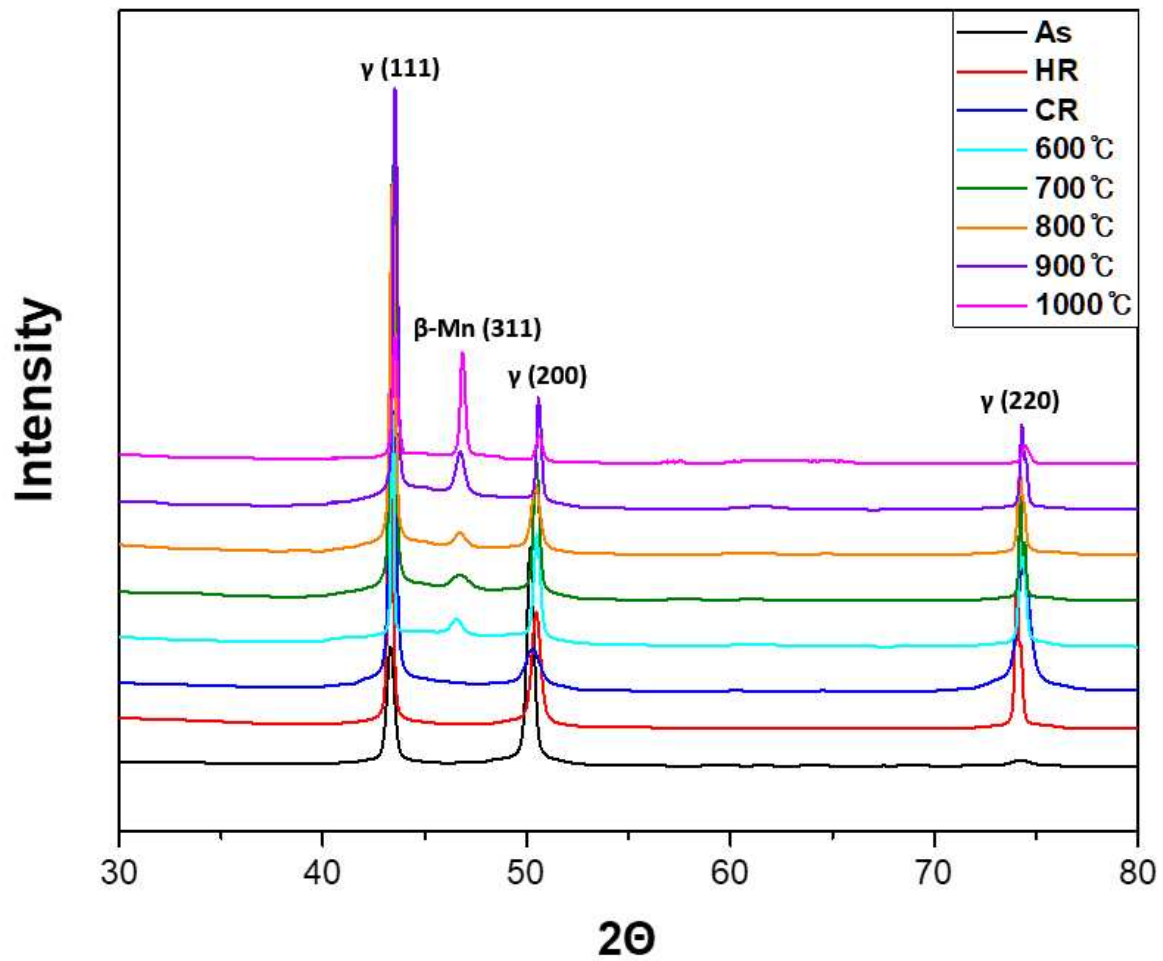


Fig. 4. 4. X-ray diffraction profiles of the TWIP steel.

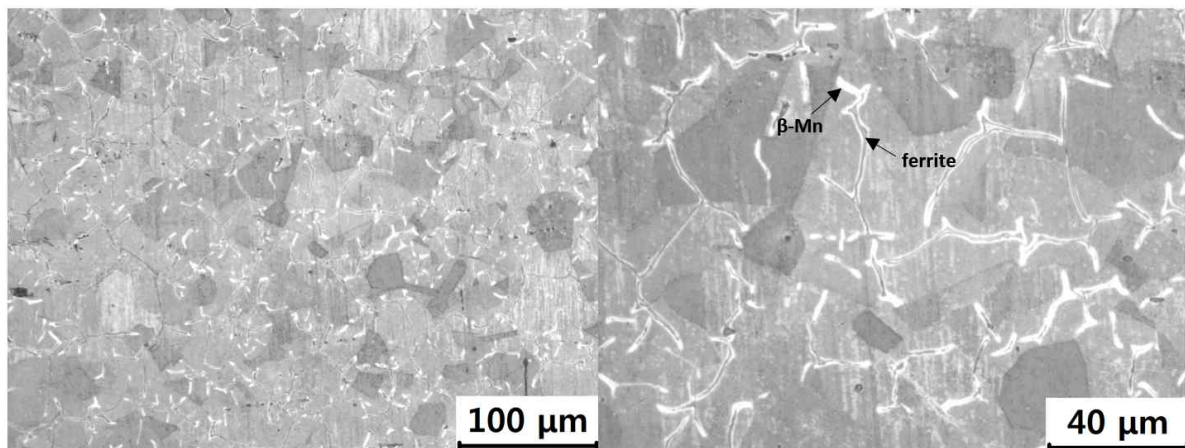


Fig. 4. 5. OM micrographs of heat-treated at 1000 °C after grinding to about 200  $\mu\text{m}$ .

## 2. 마이크로비커스 경도

Fig. 4. 6은 주조상태, 열간압연, 냉간압연 된 TWIP강과 어닐링 열처리 후 합금의 경도 측정 결과를 나타내었다. 시험편 준비는 표면을 전해연마로 약 500  $\mu\text{m}$  연마하였다. 측정된 평균 오차범위가  $\pm 0.5$ 에서  $\pm 1.9$ 로 매우 낮아 데이터의 신뢰도가 높다는 것을 보여준다.

경도측정 결과 주조재의 경우 열간압연, 냉간압연을 거치며 경도 상승이 관찰되었다. 냉연재의 경도는 430 HV로 매우 높은 값을 나타내었고, 400  $^{\circ}\text{C}$ 에서 500  $^{\circ}\text{C}$ 로 온도가 증가함에 따라 경도는 선형적으로 감소하였다. 500  $^{\circ}\text{C}$ 에서 600  $^{\circ}\text{C}$ 로 열처리 온도가 증가했을 때 가장 큰 감소폭을 보였다. 광학현미경으로 미세조직을 관찰한 결과 600  $^{\circ}\text{C}$ 에서 압연으로 인한 회복과 재결정이 진행된 것을 확인하였다. 재결정은 재료 내부에서 새로운 결정의 생성과 성장을 포함하는 과정이다. 이 과정에서 쌍정 기구가 활성화되고, 적층 결함이 발생하게 되는데 이러한 결함은 재료의 경도를 크게 감소시키는 주요한 원인이 된다 [51, 58].

700  $^{\circ}\text{C}$  이상의 온도에서는 결정립 성장이 일어난 결과로 경도가 더 이상 크게 감소하지 않고 다시 선형적으로 감소하였다. 결정립의 크기 증가가 재료의 미세구조를 더 안정적으로 만들어 감소율이 줄어들게 되었다. 즉, 압연에 따른 소성변형으로 인한 큰 가공경화가 원인이 되어 압연 공정을 거치며 경도가 상승했으며 [59], 열처리 시 냉간압연 상태에서 재결정 및 결정립 성장에 의해 경도가 감소된 것으로 판단된다.

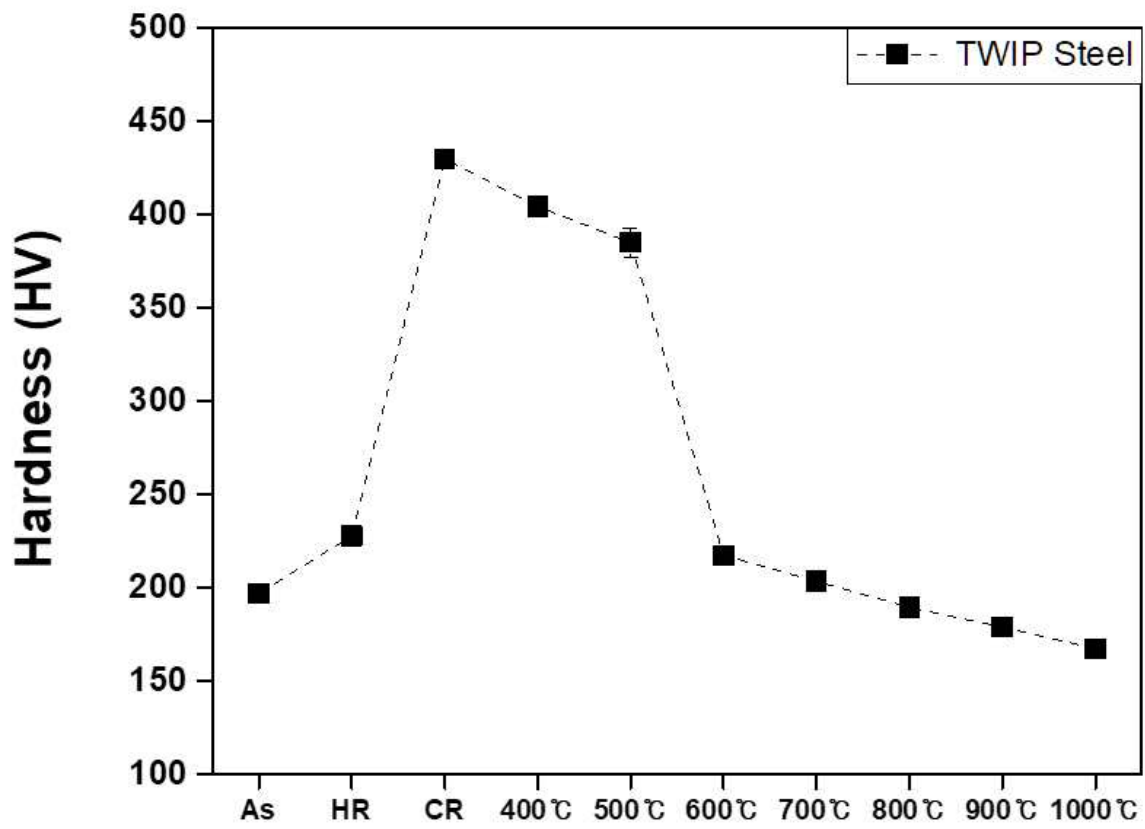


Fig. 4. 6. Vickers hardness test results for As cast, hot-rolled, cold-rolled, and heat-treated materials.

### 3. 상온 및 저온에서 인장시험

Fig. 4. 7은 주조상태, 열간압연, 냉간압연 된 TWIP강과 어닐링 열처리 후 합금의 인장시험 결과이며, Table 4. 2에 기계적 특성 평가한 결과를 표로 나타내었다. 인장강도는 냉간압연의 경우 1386 MPa로 매우 높은 강도를 나타내었다. 하지만, 어닐링 열처리 공정으로 재결정 및 결정립 성장에 의해 열처리 후 감소하였다. 열처리 온도가 증가할수록 강도는 감소하며 연신율은 증가하였고, 비커스 경도 시험 결과와 유사한 경향을 보였다. 900 °C 이상의 온도에서는 항복강도의 감소 폭이 급격하게 증가하였으며, 1000 °C에서 어닐링 열처리한 시험편은 연신율이 더욱 감소하였다.

Oh 등은 Fe-Mn-C 합금에서 1000 °C에서 10분간 진공 소둔 후 대기 중에 5초간 유지 시킨 다음 수냉하였을 때  $\epsilon$ -마르텐사이트 및  $\gamma$ -오스테나이트 이상 조직으로 이루어진 층이 발생하며, 이 층은 주로 탈탄으로 인해 발생한다는 것을 연구하였다 [59]. 이러한 결과로 인해 탈탄층에서 발생한 균열이 시편의 노치 역할을 하여 응력이 균열의 선단 부분에 집중되어 조기 파단이 발생하고 연신율 감소에 영향을 미친다고 보고하였다 [38]. 마르텐사이트는 높은 탄소량으로 인해 높은 경도를 가지지만, 동시에 매우 취화하다는 특징이 있다. 따라서 마르텐사이트가 생성될 때 대부분 금속의 결함이나 표면 기계적 결함을 따라 성장하게 된다. 이렇게 생성된 마르텐사이트는 균질하지 않으며 불규칙한 격자가 일그러진 형태를 가진다. 이것은 결국 물질의 강도를 감소시키는 파쇄화 현상을 유발한다 [60]. 또한, XRD 분석 결과 다른 온도 구간에 비해  $\beta$ -Mn 피크의 강도 값이 상대적으로 높았다.  $\beta$ -Mn은 입방정(cubic)의 A13 구조를 갖는 결정상으로 알려져있으며, 이는 그 특성상 취약한 구조를 가지고 있다 [61].

철강 소재의 기계적 성질을 평가하는 기준 중에 ECO 강도지수가 있다. 재료의 인장강도와 연성을 종합적으로 고려한 지수로, 재료의 강도와 연성 모두가 높을수록 더 높은 값을 가진다 [62]. 강도-연신율의 밸런스는 재료의 인장강도와 연신율 사이의 균형을 의미하며 이는 재료의 기계적 특성과 응용에 따라서 중요한 역할을 한다.

즉, 강도와 연신이라는 두 가지 특성을 동시에 고려하여 최적의 재료 성능을 결정하는 것을 의미한다. 고강도 재료의 낮은 연신과 달리 높은 연신은 가공성이 우수

하지만 인장강도가 상대적으로 낮은 재료의 취약성을 크게 보완하는 물리지수가 된다.

열처리 후 ECO 강도지수가 모두 증가하였으며, 600 °C에서 가장 높은 값을 보였다. 따라서, 열처리를 통해 재료의 기계적 성능을 개선할 수 있으며, ECO 강도 지수는 이러한 개선된 성능을 종합적으로 평가하는데 유용한 지표로 활용될 수 있다.

Fig. 4. 8은 상온에서 인장시험 후, 인장시험편의 파단면을 주사전자현미경으로 관찰한 사진이다. 파단면 관찰을 통하여 각각 열처리 후 취성과 연성 파단 양상을 분석하였다. 일반적인 금속 재료의 인장시험에는 항복 이후 재료가 경화되는 현상이 발생하며, 진응력과 진 변형률 사이에 일정한 관계식이 성립된다.

$$\sigma = K \cdot \epsilon^n \text{ ..... (4. 1)}$$

식 (1)에서 n은 재료의 가공경화지수를 나타낸다. 일반적으로 금속의 경우 가공경화지수는 0.1에서 0.5사이의 값을 가지며, 이 값이 1 이상인 경우 취성과파괴를 의미한다 [63-64]. 냉간 압연한 시편의 경우 1의 값을 보였으며, 사진에서 보여지듯이 벽개파면이 곳곳에서 나타난 것으로 보아 취성과파괴가 발생한 것으로 판단된다. 열처리 후 시편의 파단면에는 연성과파괴의 증거인 덩플이 관찰되었다. 덩플의 크기는 연신율의 증가와 관련있으며, 미세조직 분석 후 온도가 증가할수록 덩플의 크기가 증가한 것으로 관찰되었다. 인장시험 결과 역시 온도가 증가할수록 연신율이 증가하는 경향을 보였다.

냉간압연 후 어닐링 열처리한 TWIP강의 저온 인장 특성을 확인하기 위해 -170 °C에서 인장시험을 수행하였고, 그 결과를 Fig. 4. 9와 Table 4. 3에 나타내었다. 상온과 저온에서의 인장 특성과 비교하기 위해 Fig. 4. 10에 ECO 강도지수와 인성 값을 계산하여 각각 나타내었고, Table 4. 4는 상온에서 저온으로의 기계적 특성 변화율을 종합하여 보여준다.

오스테나이트계 스테인리스 강의 평균 인장강도는 712 MPa, 연신율은 56 %로 알려져있는데 이에 비해 본 연구에 사용된 열간압연과 냉간압연, 어닐링 열처리재 모두 저온에서도 우수한 기계적 특성을 보였다. 오스테나이트계 고망간강의 기계적 물성은 변형 유기 마르텐사이트, 변형 쌍정 및 전위 활주 등에 의한 변형거동에 따라 달라지며, 이는 화학 조성과 온도에 의존하는 적층결합 에너지의 영향을 받는 것으로 알려져 있다 [65-67]. 특히, Al의 첨가는 SFE를 효과적으로 증가시켜 극저

온에서 마르텐사이트 변형을 억제시키고 기계적 쌍정과 전위 활주를 용이하게 하여 오스테나이트계 Fe-Mn-C-Al 강의 극저온 인성을 향상시킨다는 보고가 있다 [68]. 800 °C 온도 이상부터 강도와 연신이 확연하게 감소하였는데, 이는 열처리 온도가 증가함에 따라 결정립의 크기가 증가하였으며, 취성이 강한  $\beta$ -Mn의 함량이 증가했기 때문이다. 또한, 고온 열처리 시 표면에 생긴 산화스케일이 저온환경에서 떨어져나가는 현상이 발생했기 때문이다. 저온 인장시험 후 시험편의 그림과 게이지 사이 부분의 두께를 측정하였을 때 600 °C 시험편까지는 원 소재의 두께인 2 mm에 변함이 없었지만, 700 °C에서는 1.95 mm, 800 °C에서는 1.81 mm, 900 °C에서는 1.79 mm로 두께가 감소되었다.

Fig. 4. 11은 인장시험 후 파단면을 주사전자현미경으로 관찰한 사진이다. 파단면 분석 결과 600 - 700 °C 시험편에서는 연성파괴의 증거인 덩플이, 800 °C 이상에서는 벽개파면이 관찰되었으며, 900 °C에서는 벽개파면의 크기가 눈에 띄게 증가한 것을 관찰하였다.

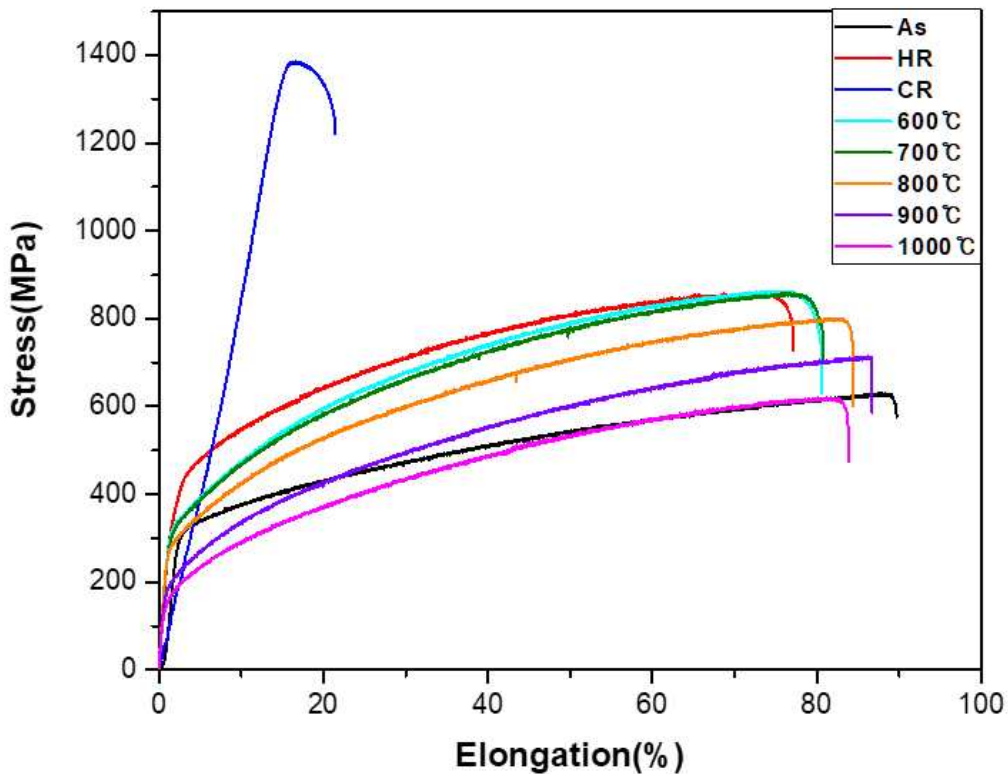


Fig. 4. 7. Tensile flow curve of the TWIP steel.

Table 4. 2. Mechanical properties of As cast, hot-rolled, cold-rolled, and heat-treated materials.

| <b>Alloy</b>  | <b>UTS (MPa)</b> | <b>YS (MPa)</b> | <b>EI (%)</b> | <b>ECO (Mpa*%)</b> | <b>n</b> | <b>Toughness (Mpa/mm<sup>3</sup>)</b> |
|---------------|------------------|-----------------|---------------|--------------------|----------|---------------------------------------|
| <b>As</b>     | 635              | 260             | 92            | 58420              | 0.54     | 45124.3                               |
| <b>HR</b>     | 857              | 453             | 77            | 65989              | 0.46     | 55088.2                               |
| <b>CR</b>     | 1386             | 1332            | 21            | 29106              | 1        | 18208.2                               |
| <b>600°C</b>  | 863              | 304             | 80            | 69040              | 0.51     | 55672.7                               |
| <b>700°C</b>  | 858              | 272             | 80            | 68840              | 0.51     | 54951.9                               |
| <b>800°C</b>  | 801              | 258             | 84            | 67284              | 0.51     | 53155.1                               |
| <b>900°C</b>  | 713              | 182             | 86            | 61318              | 0.54     | 46485.2                               |
| <b>1000°C</b> | 621              | 127             | 83            | 51543              | 0.55     | 39122.4                               |

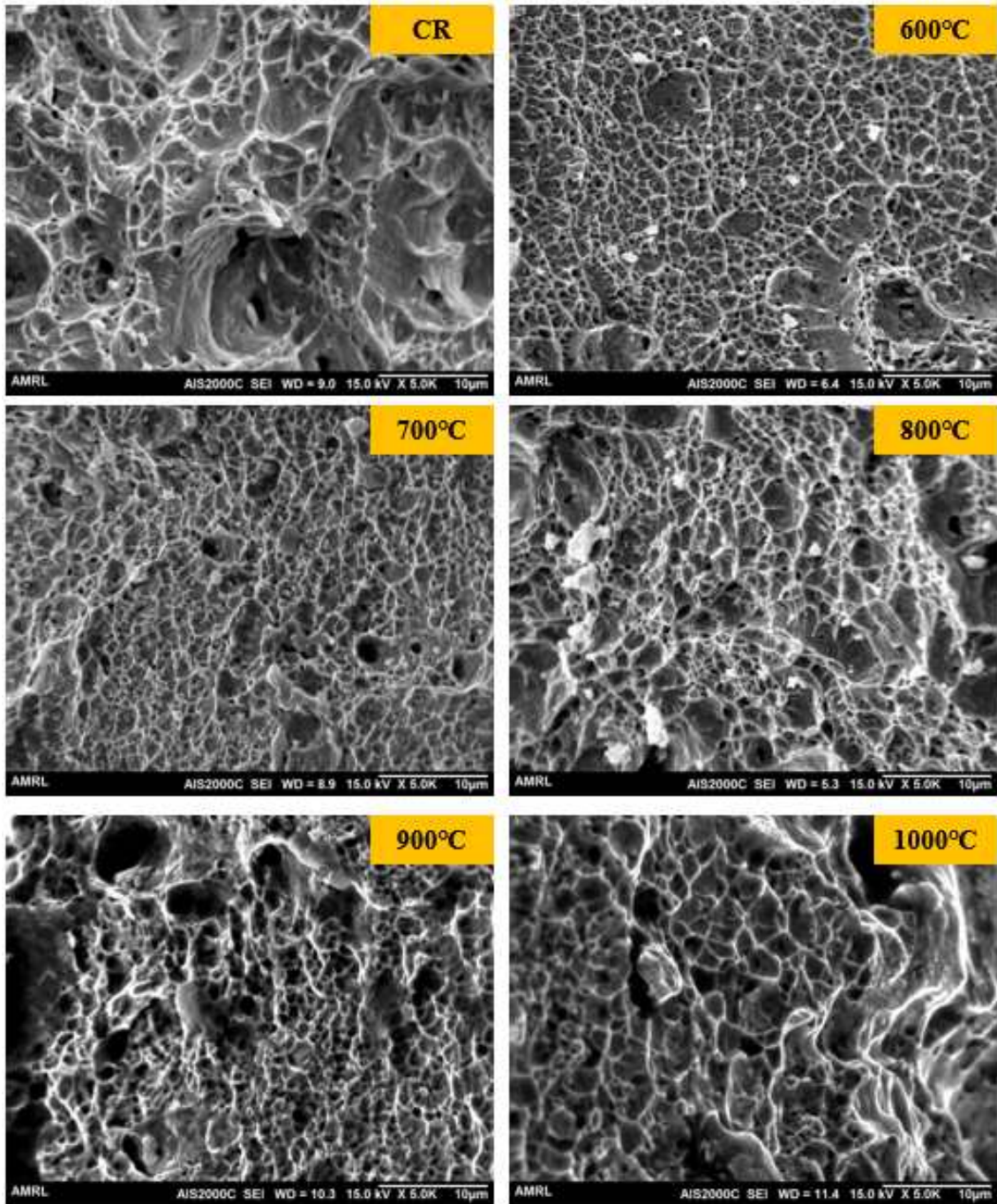


Fig. 4. 8. SEM micrographs of fracture surfaces after tensile test.



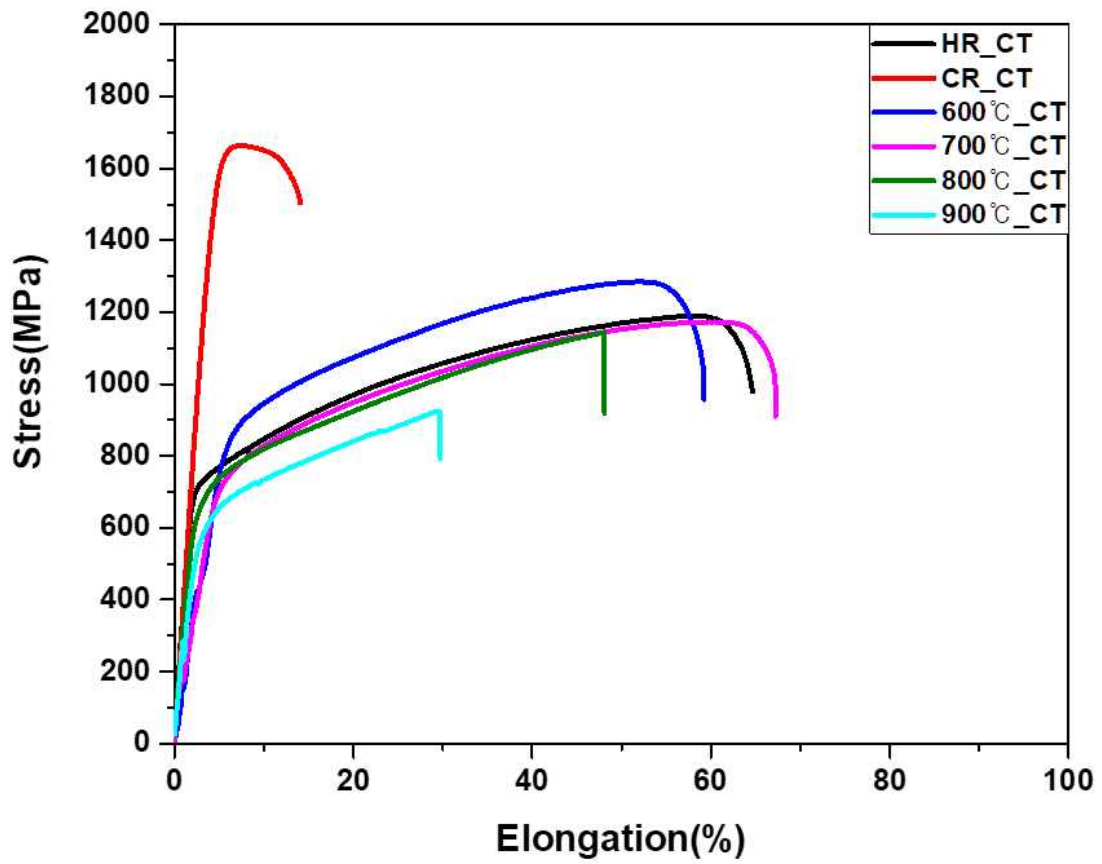


Fig. 4. 9. Tensile flow curve of the TWIP steel after cryogenic tensile test.

Table 4. 3. Cryogenic mechanical properties of As cast, hot-rolled, cold-rolled, and heat-treated materials.

| <b>Alloy</b>    | <b>UTS (MPa)</b> | <b>YS (MPa)</b> | <b>EI (%)</b> | <b>ECO (Mpa*%)</b> | <b>n</b> | <b>Toughness (Mpa/mm<sup>3</sup>)</b> |
|-----------------|------------------|-----------------|---------------|--------------------|----------|---------------------------------------|
| <b>HR_CT</b>    | 1189             | 755             | 64            | 76096              | 0.44     | 65749.3                               |
| <b>CR_CT</b>    | 1662             | 1638            | 14            | 23268              | 0.71     | 19254.4                               |
| <b>600°C_CT</b> | 1284             | 911             | 59            | 75756              | 0.47     | 63869.9                               |
| <b>700°C_CT</b> | 1173             | 790             | 67            | 78591              | 0.49     | 66665.7                               |
| <b>800°C_CT</b> | 1143             | 723             | 48            | 54864              | 0.46     | 44697.2                               |
| <b>900°C_CT</b> | 924              | 649             | 29            | 26796              | 0.50     | 22270.0                               |

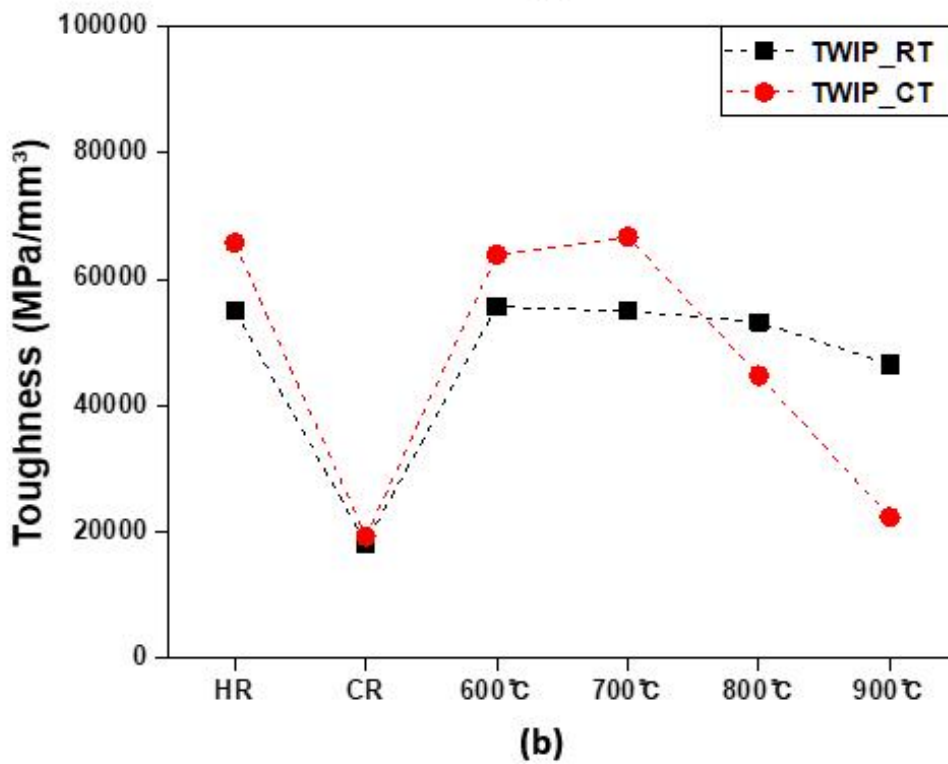
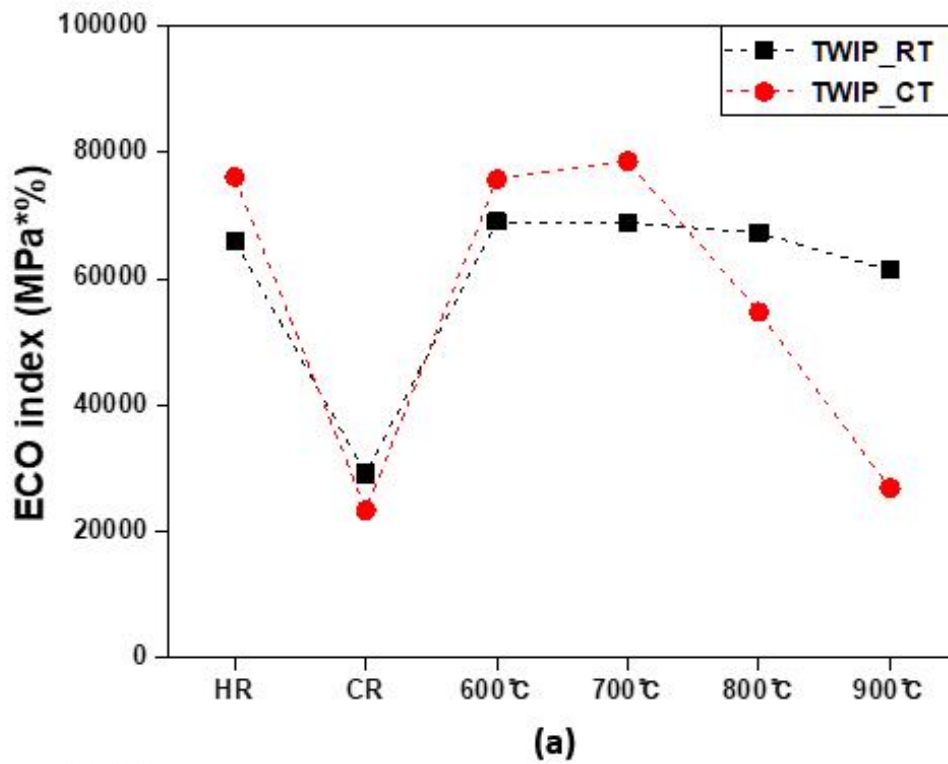


Fig. 4. 10. Changes in echo intensity index and toughness at room temperature and cryogenic temperature.

Table 4. 4. Change in mechanical properties at room temperature and cryogenic temperature.

| <b>Alloy</b>  | <b>ΔUTS (%)</b> | <b>ΔYS (%)</b> | <b>ΔEI (%)</b> | <b>ΔECO (%)</b> | <b>Δn (%)</b> | <b>ΔToughness (%)</b> |
|---------------|-----------------|----------------|----------------|-----------------|---------------|-----------------------|
| <b>ΔHR</b>    | 38.7            | 66.7           | -16.8          | 15.3            | -4.3          | 19.4                  |
| <b>ΔCR</b>    | 19.9            | 22.9           | -33.3          | -20.1           | -34.3         | 5.7                   |
| <b>Δ600°C</b> | 48.8            | 199.7          | -26.25         | 9.7             | -7.8          | 14.7                  |
| <b>Δ700°C</b> | 36.7            | 190.4          | -16.25         | 14.2            | -3.9          | 21.3                  |
| <b>Δ800°C</b> | 42.7            | 180.2          | -42.86         | -18.5           | -9.8          | -15.9                 |
| <b>Δ900°C</b> | 29.6            | 256.6          | -66.28         | -56.3           | -7.4          | -52.1                 |

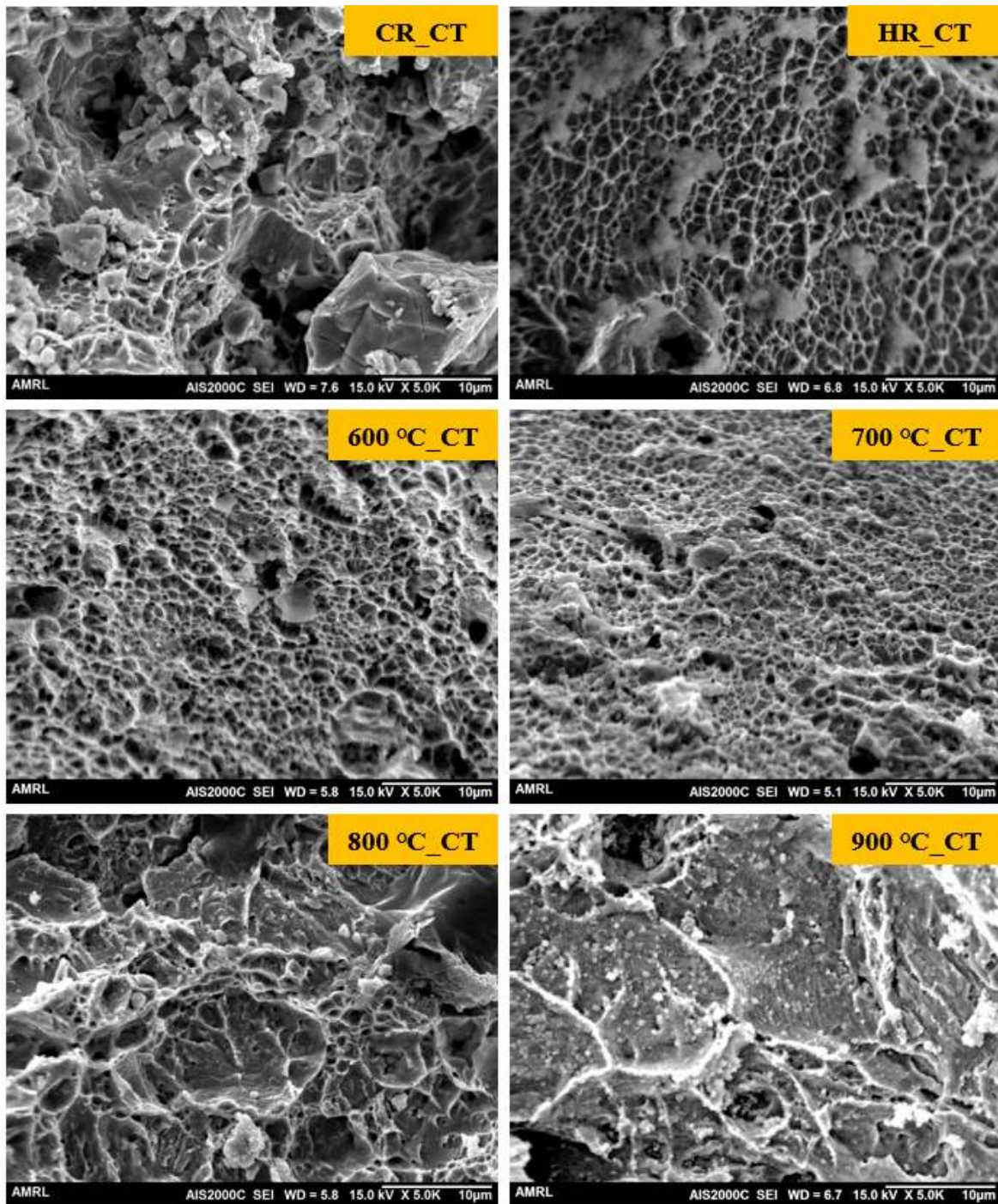


Fig. 4. 11. SEM micrographs of fracture surfaces after cryogenic tensile test.

#### 4. 상온 및 저온에서 충격시험

Fig. 4. 12는 상온 및  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$  온도에서 샤르피 충격시험한 결과이다. ISO 148-1 규격에 의하면 샤르피 충격시험편의 최소 두께는 2.5 mm이다. 하지만 본 연구에서 냉간압연 후 최종 관재의 두께는 2 mm였기 때문에, 규정대로 시험편을 제작하는데 어려움이 있었다. 두께의 차이로 인해 고망간강의 일반적인 충격시험 결과 데이터와는 차이가 있을 수 있다.

열간 압연한 시험편에서 31.6 J의 값을 보였으나, 냉간압연 후 7.4 J로 충격에너지 값이 현저히 감소하였다. 그리고 어닐링 열처리 후 충격에너지 값은 상승하였으며, 저온에서 시험한 결과 역시 비슷한 양상을 보였다. 상온과 저온에서 시험한 결과를 비교해보면,  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ 에서 어닐링 열처리한 시험편이 19.6 J에서 5.6 J로 가장 큰 감소율을 보였다. 반면에  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ 에서 어닐링 열처리한 시험편은 충격에너지가 24.1 J에서 15.4 J로 감소율이 36 %로 가장 낮았다. 이를 분석하기 위해 파단면 관찰하였고, 결과를 Fig. 4. 13에 나타내었다.  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ 에서 어닐링 열처리한 시험편은 덩플의 크기가 상온 시험에 비해 저온 시험에서 전체적으로 증가하였다. 그러나  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ 에서 어닐링 열처리한 시험편은 저온 상태에서도 상온 파단면과 유사한 크기의 덩플이 관찰되며, 본 연구에서 사용된 강재의 저온 환경에서도 우수한 기계적 특성을 확인할 수 있었다.

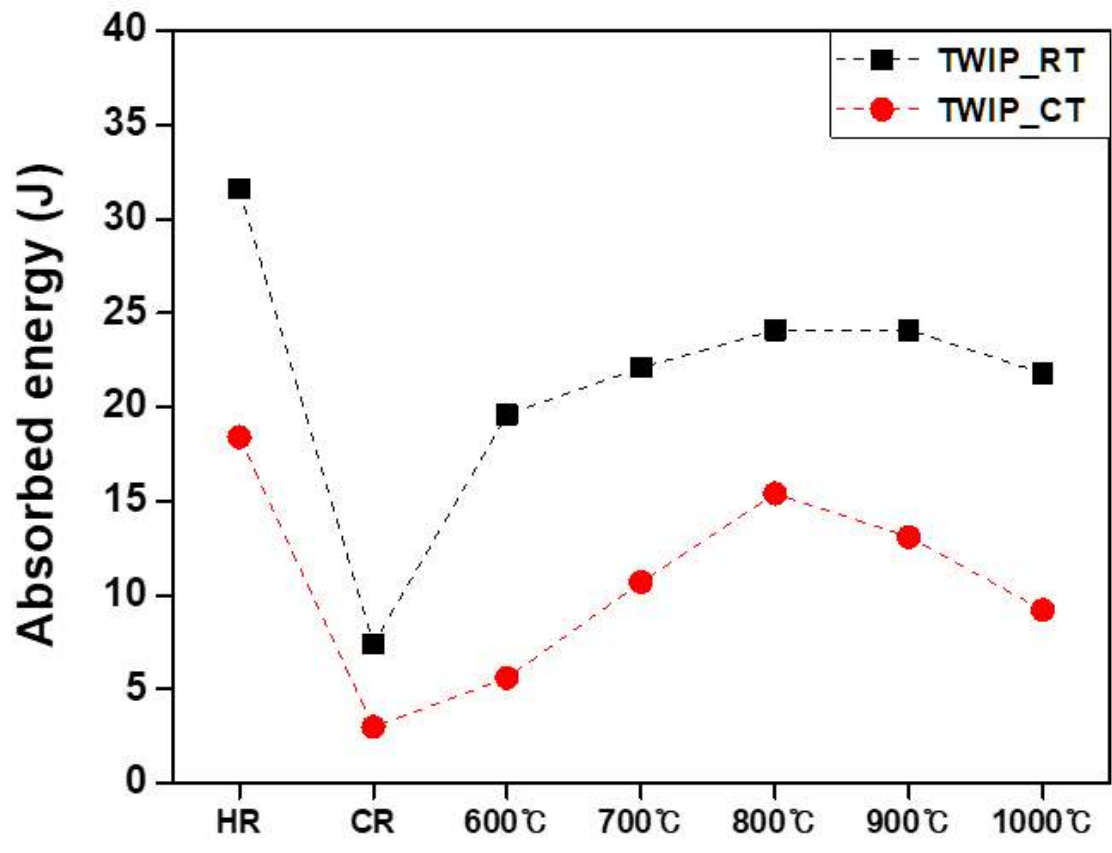


Fig. 4. 12. Impact test at room temperature and cryogenic temperature.

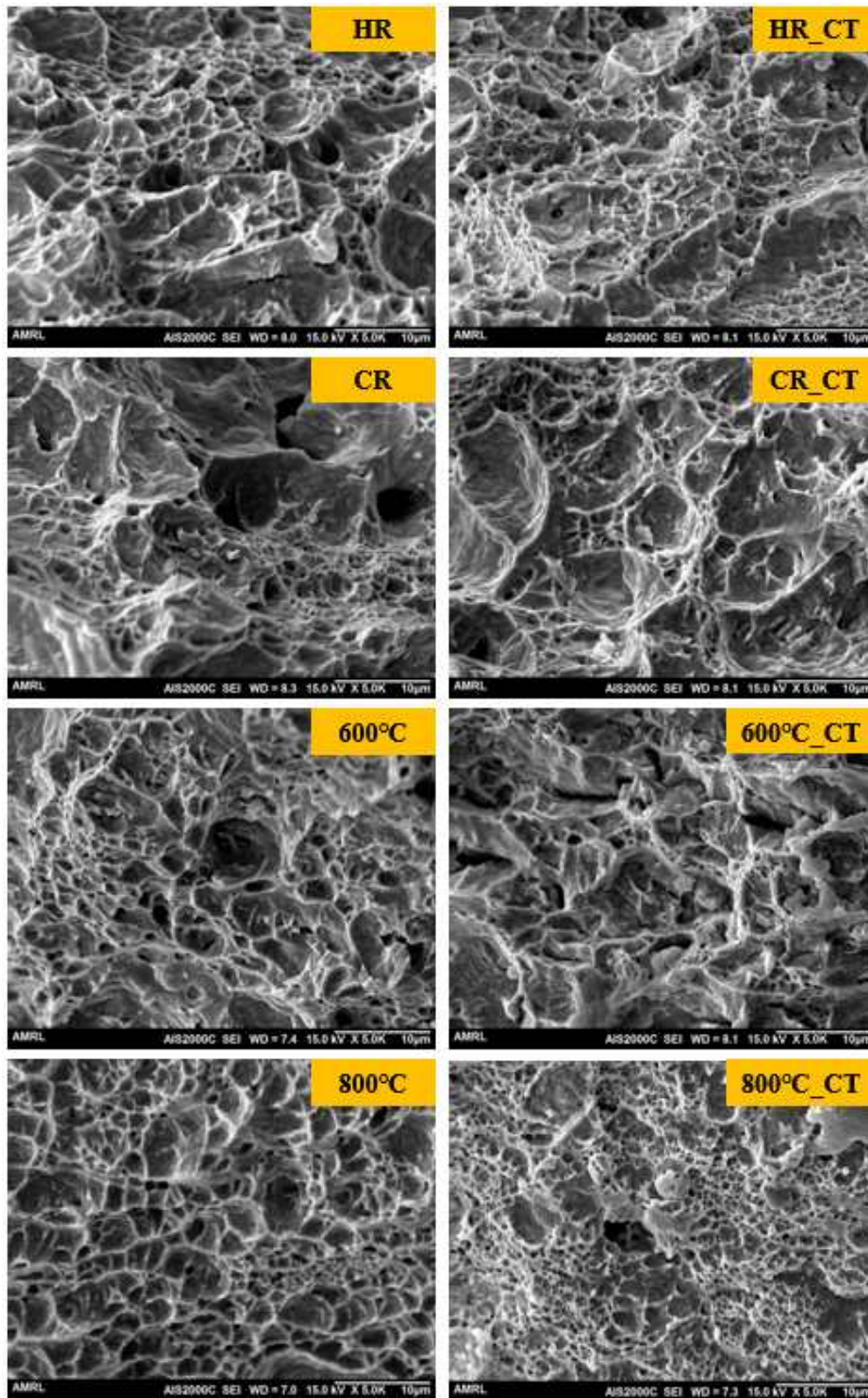


Fig. 4. 13. SEM micrographs of fracture surfaces after impact test at room temperature and cryogenic temperature.



## 제 2 절 탈탄에 따른 합금의 특성

### 1. 미세조직

열처리 온도에 따른 탈탄의 영향을 확인하기 위해 깊이 방향으로 미세조직을 광학현미경과 주사전자현미경으로 관찰하였고, 그 결과를 각각 Fig 4. 13, Fig 4. 14에 나타내었다. 열처리 후 탈탄 효과가 극명하게 나타났으며, 일반적으로 표면에서 내부로 이동할 때 2개의 다른 구역이 관찰되었다. 900 °C 온도 이상에서는 산화 현상이 진행되었으며, 이로 인해 표면에서 상당량의 산화물이 형성된 것으로 판단되었다. 탈탄층의 깊이를 정량적으로 수치화하기 위해 광학현미경을 사용하여 500배 배율에서 탈탄층의 경계를 관찰하고, 해당 경계까지의 거리를 5번 측정하여 평균값을 구하였다. 900 °C와 1000 °C에서는 각각 100배와 50배 배율에서 측정하였다.

600 °C에서 어닐링 열처리한 시험편부터 순서대로 4.28  $\mu\text{m}$ , 5.95  $\mu\text{m}$ , 8.56  $\mu\text{m}$ , 98.25  $\mu\text{m}$ , 473.26  $\mu\text{m}$ 로 측정되었다. 이러한 결과는 열처리 온도가 증가할수록 탈탄 깊이가 증가함을 보여준다. 특히, 900 °C 이상의 고온에서 열처리하였을 때 탈탄층의 깊이가 확연하게 증가하였다. 고온에서의 열처리는 재료의 결정구조를 변경하고 상변태를 유도할 수 있다. 이로 인해 먼저 탈탄이 발생하고, 상변화가 일어나며 결정구조가 변화된다. 오스테나이트 안정화 원소인 탄소와 망간이 고갈되면 오스테나이트의 적층결합에너지가 국부적으로 낮아지게 되며 마르텐사이트가 존재하게 된다. 또한, 산화물 형성과 탈탄 현상으로 인해 탄소와 망간 함량이 초기 함량에 비해 감소하고 표면 아래에서 오스테나이트가 페라이트로 변태되었다는 선행연구 결과와 일치한다 [12, 69].

탈탄으로 인한 표면의 탄소와 망간 함량 변화를 확인하기 위해 600 °C와 900 °C에서 어닐링 열처리한 시험편을 SEM-EDS 분석하였고, 그 결과를 Fig 4. 16와 Fig 4. 17에 나타내었다. 900 °C에서 어닐링 열처리한 시험편은 상대적으로 600 °C 시험편에 비해 탄소와 망간이 표면층에서 빠져나간 것으로 관찰되었다.

그러나 EDS 분석은 주로 상대적인 함량을 이미지로 표시하기 때문에 정확한 양적 분석을 하기에는 어렵다. 시험편은 2 mm 두께를 가지고 있으며, 콜드 마운팅하여 분석을 진행하였다. 마운팅 과정에서 탄소 함량이 높은 수지가 사용되었기 때문에 상대적으로 탄소가 빠져나간 부분이 두드러지게 관찰되지 않았다.

탈탄층 표면의 원소 변화를 더 정량적으로 분석하고, 산화물 형성 여부를 확인하기 위해 탈탄층의 깊이가 급격하게 증가한 900 °C에서 어닐링 열처리한 시험편을 EPMA 맵핑 분석하였고, 그 결과를 Fig 4. 19에 나타내었다. 표면 내부에서 Fe와 Mn의 결핍과 O의 생성이 뚜렷하게 확인되었다. FeO와 MnO 산화물은 금속 원소가 결핍된 비양론적 화합물로서 넓은 조성 범위에서 존재한다. 산화막은 각각 Fe<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup> 이온의 외방확산에 의해 성장하며 FeO, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MnO, MnAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>로 구성되는데 특히 Mn이 많이 산화되기 때문에 표면 직하에서 Mn의 결핍이 뚜렷하게 관찰되었다. 그리고 Al은 낮은 평형 산소분압을 가진 보호피막 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>로 쉽게 산화된다는 특징이 있다. Al의 양은 1.58 %로서 Fe, Mn보다 훨씬 적어서 Mn-Fe로 구성된 산화막 내에서는 미량으로 존재하며 산화 시 Al도 소량 외방 확산함을 알 수 있다 [39].

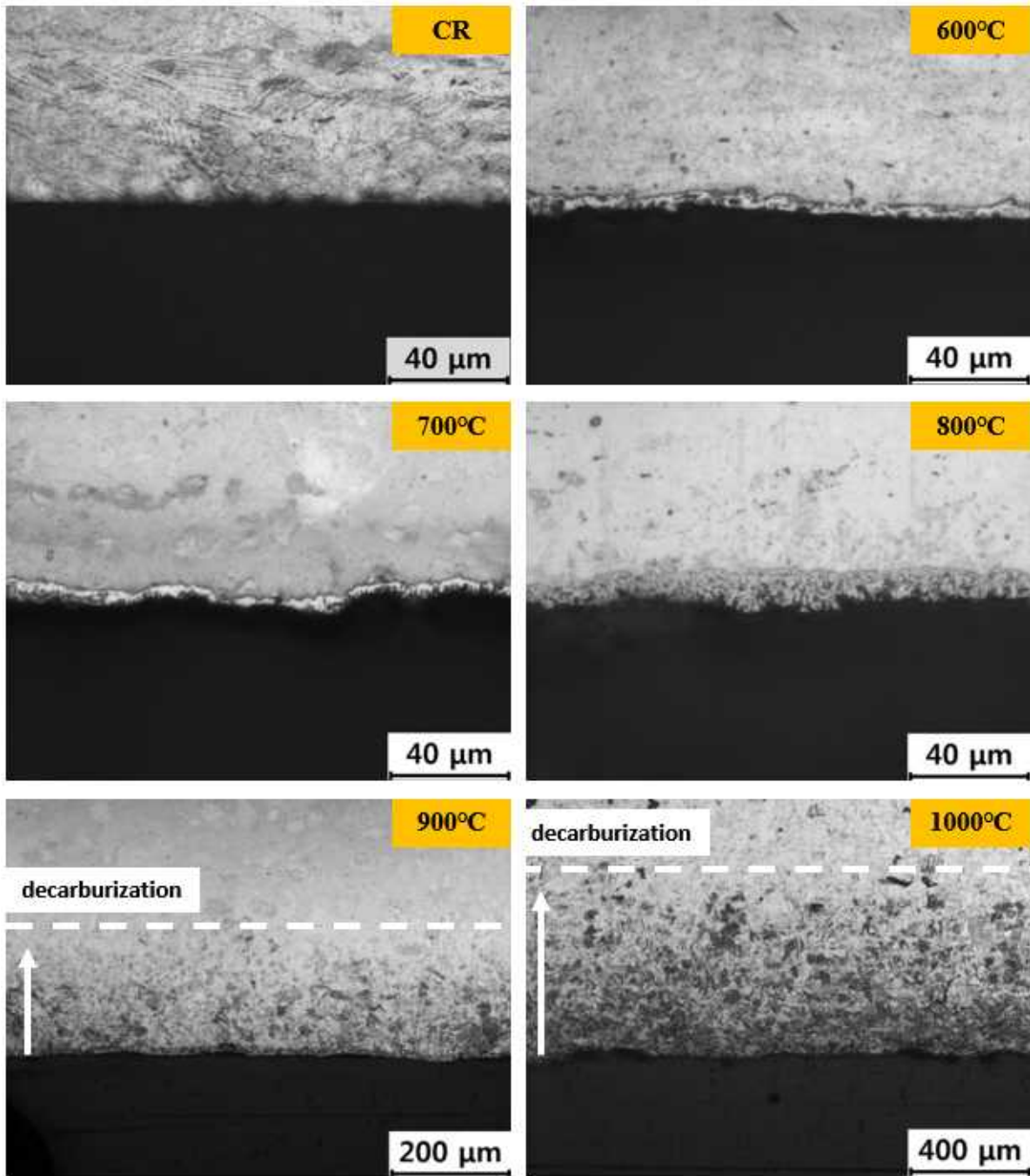


Fig. 4. 14. OM micrographs showing decarburization and with annealing TWIP.

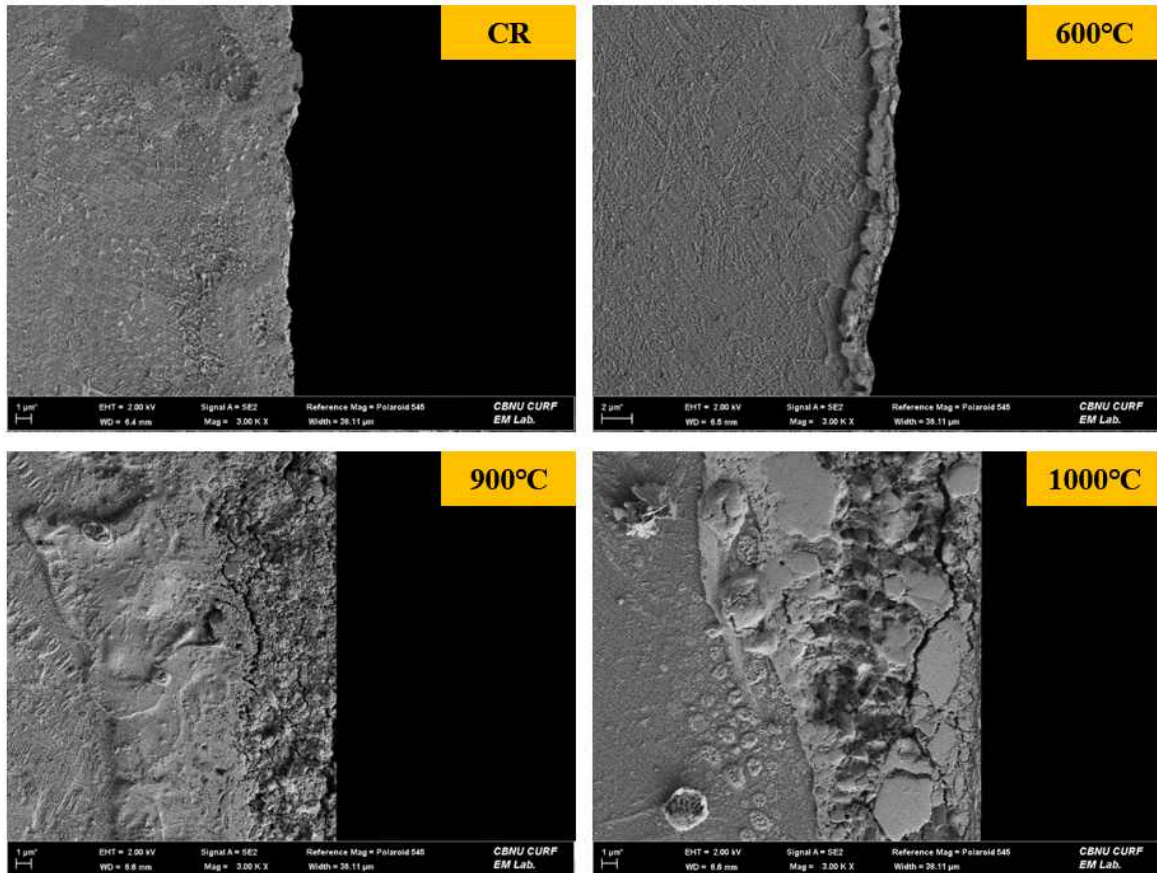


Fig. 4. 15. SEM micrographs showing decarburization and with annealing TWIP.

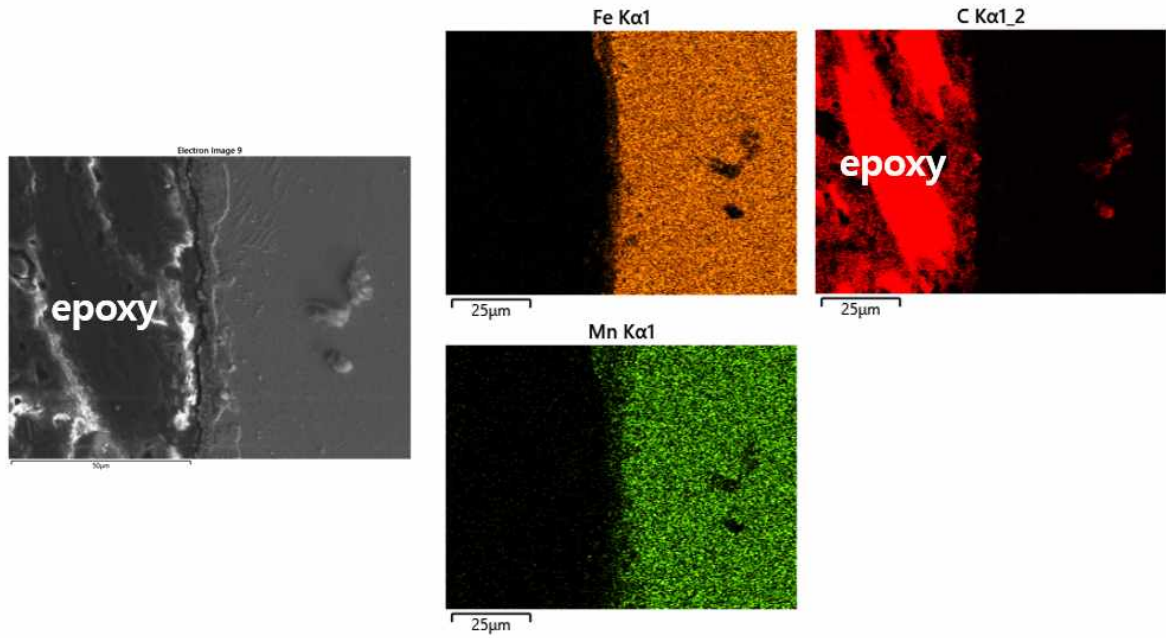


Fig. 4. 16. FE-SEM EDS analysis of TWIP steel annealed at 600 °C.

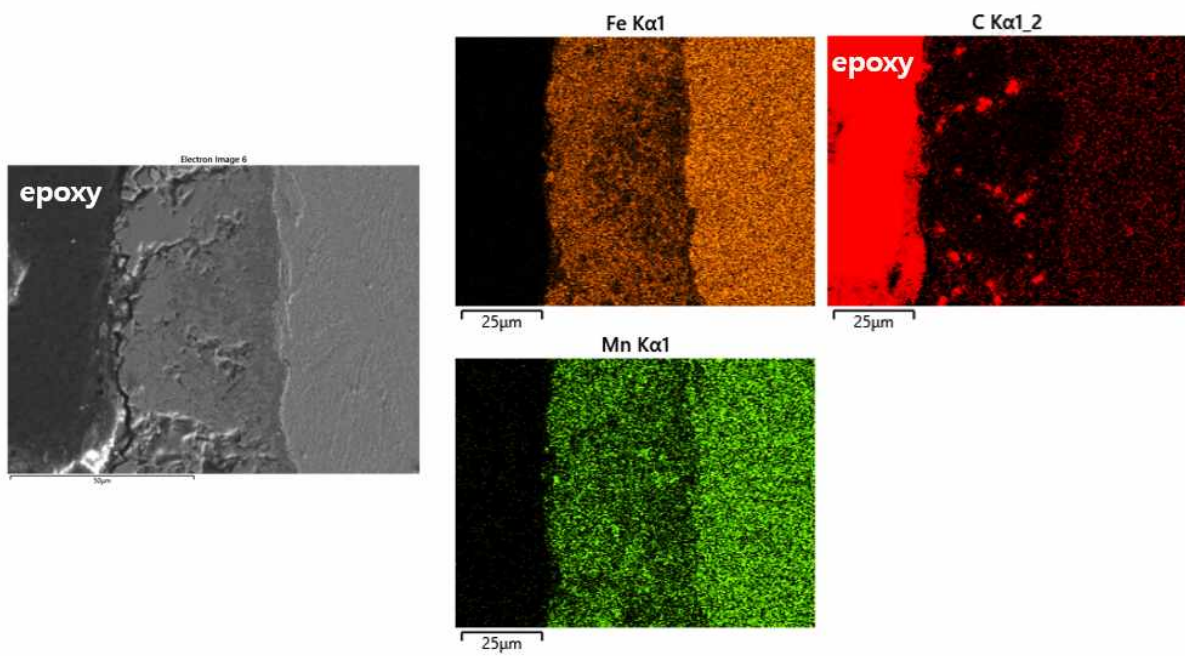


Fig. 4. 17. FE-SEM EDS analysis of TWIP steel annealed at 900 °C.

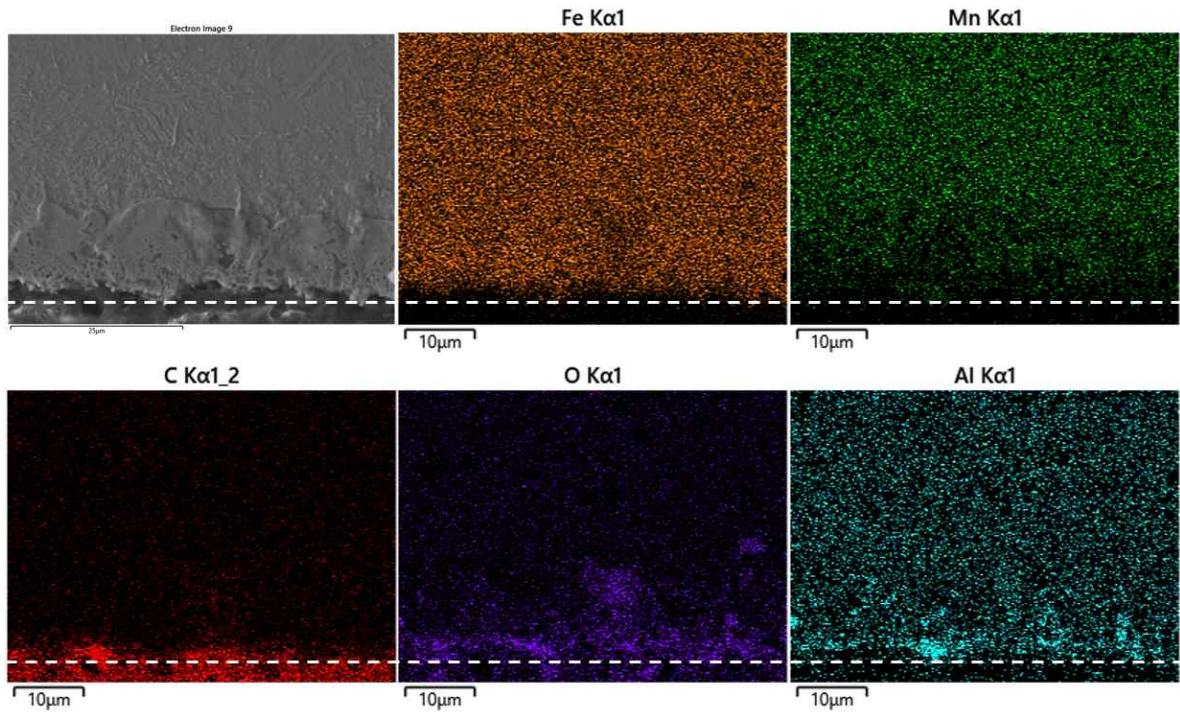


Fig. 4. 18. FE-SEM EDS analysis of TWIP steel annealed at 1000 °C.

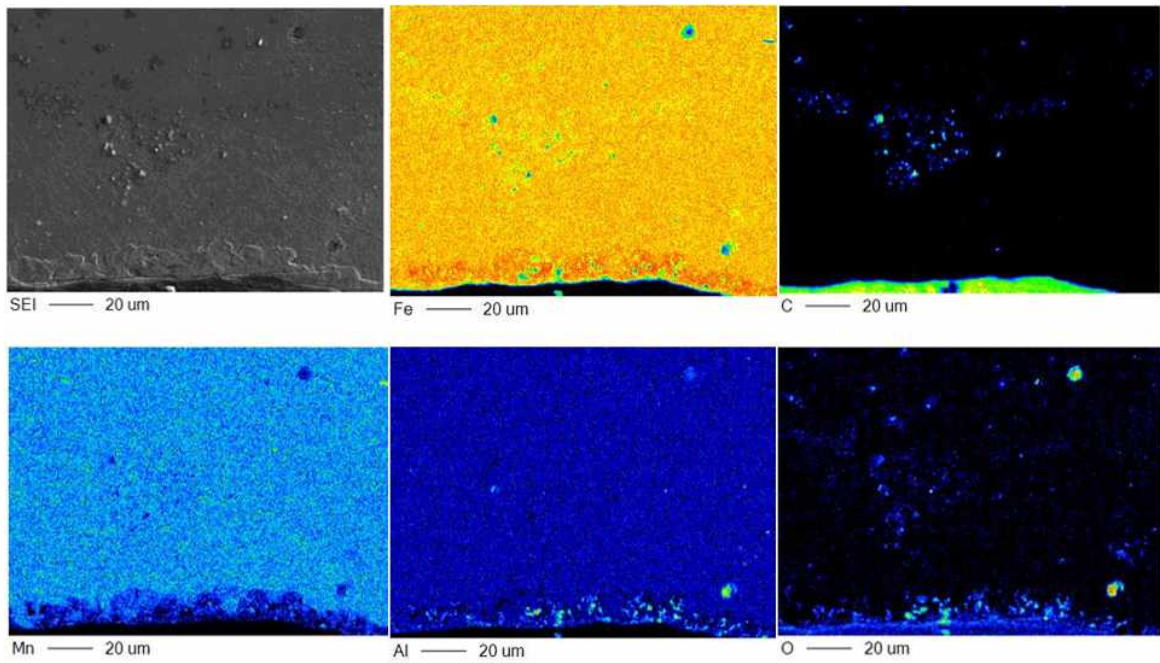


Fig. 4. 19. EPMA observation of TWIP steel annealed at 900 °C.

## 2. XRD 분석

Fig. 4. 20은 900 °C에서 어닐링 열처리한 시험편을 전해연마로 표면층을 50 μm 씩 연마한 후 회절 패턴을 분석한 결과이다. 연마하지 않은 표면에서는 탄화물과 산화물, 마르텐사이트 피크가 관찰되었다. 냉간 압연된 시험편을 고온에서 열처리하는 과정에서 탈탄 현상이 발생할 수 있는데 이로 인해 오스테나이트와 마르텐사이트가 모두 나타났다. 마르텐사이트가 생성되는 경우는 변형유기마르텐사이트 상변태가 일어나는 것으로  $\gamma$  오스테나이트에서  $\epsilon$  마르텐사이트,  $\gamma$ 에서  $\alpha'$  마르텐사이트 변태 또는 2단계를 거쳐서  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ 의 변태 양상을 보인다. 이러한 변형 메커니즘은 오스테나이트 조직에서 SFE와 관련이 있으며, SFE를 결정하는 원인으로 화학 조성과 온도가 가장 많은 영향을 미치는 것으로 알려져 있다 [52]. 표면을 50 μm, 100 μm 연마할수록  $\alpha$  페라이트 피크가 점점 감소하였다. 표면층을 150 μm 연마 후 XRD 측정 결과  $\alpha$  페라이트 피크의 Intensity가 확연하게 줄어들고, 오스테나이트 피크가 나타났다. 250 μm 연마한 후에는 오스테나이트 피크만 관찰되었으며, 이 결과는 광학현미경 사진에서 측정한 탈탄층의 깊이와 일치했다. 마찬가지로, 1000 °C에서 어닐링 열처리한 시험편에 대해서도 동일한 방법으로 XRD 분석을 수행하였으며, 결과는 900 °C의 결과와 유사한 양상을 보였다.

깊이 방향에 따른 격자상수의 변화를 분석하기 위해 XRD 외삽법을 이용하여 격자상수를 계산하였고, 그 결과를 Fig. 4. 21에 나타내었다. 탈탄의 영향을 전혀 받지 않는 냉간 압연재의 경우 3.605 nm로 계산되었다. 그러나 고온에서 열처리를 진행함에 따라 탈탄이 발생하면서 격자상수에 변화가 나타났습니다. 900 °C와 1000 °C에서 어닐링 열처리한 시험편 모두에서 표면층을 수백 μm 이상을 연마해야 초기 상태의 격자상수 값을 회복하는 것으로 나타났다. 이러한 변화는 합금 내부의 원자 배열이 변화함을 나타내며, 이는 탈탄 현상의 결과이다. 탈탄은 고온에서 어닐링 열처리 과정에서 탄소 원자가 원래 위치에서 이동하거나 배치가 재배열되는 현상을 의미한다. 따라서 격자상수의 변화는 합금 내부의 결정 구조 변화를 반영하며, 이는 합금의 물성과 기계적 특성에 영향을 미칠 수 있습니다 [70]. 이러한 연구 결과는 합금의 열처리 및 가공 공정을 최적화하고, 원하는 물성을 달성하는 데 유용한 정보를 제공할 수 있다.

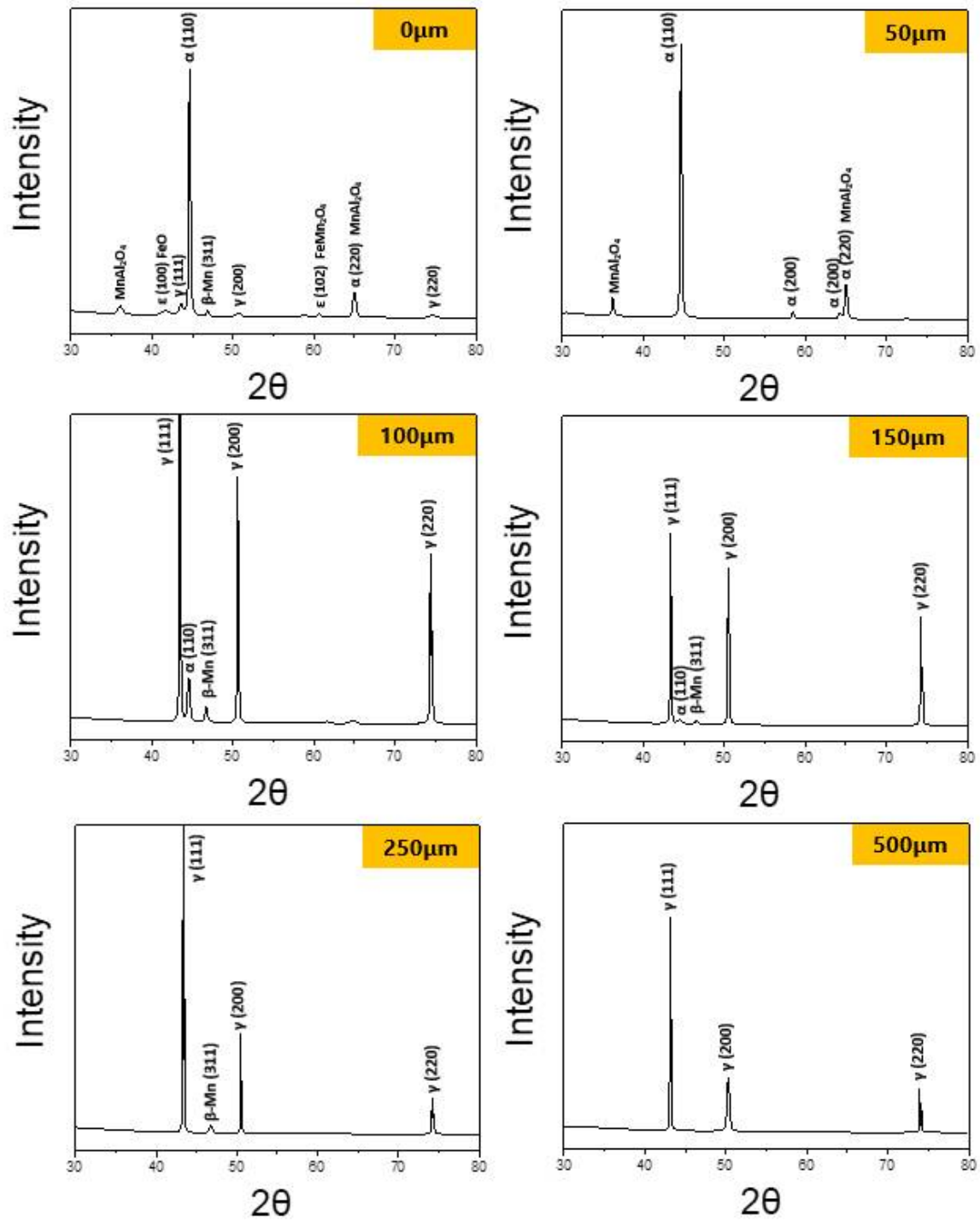


Fig. 4. 20. X-ray diffraction profiles of Twip steel annealed at 900 °C along the depth direction.



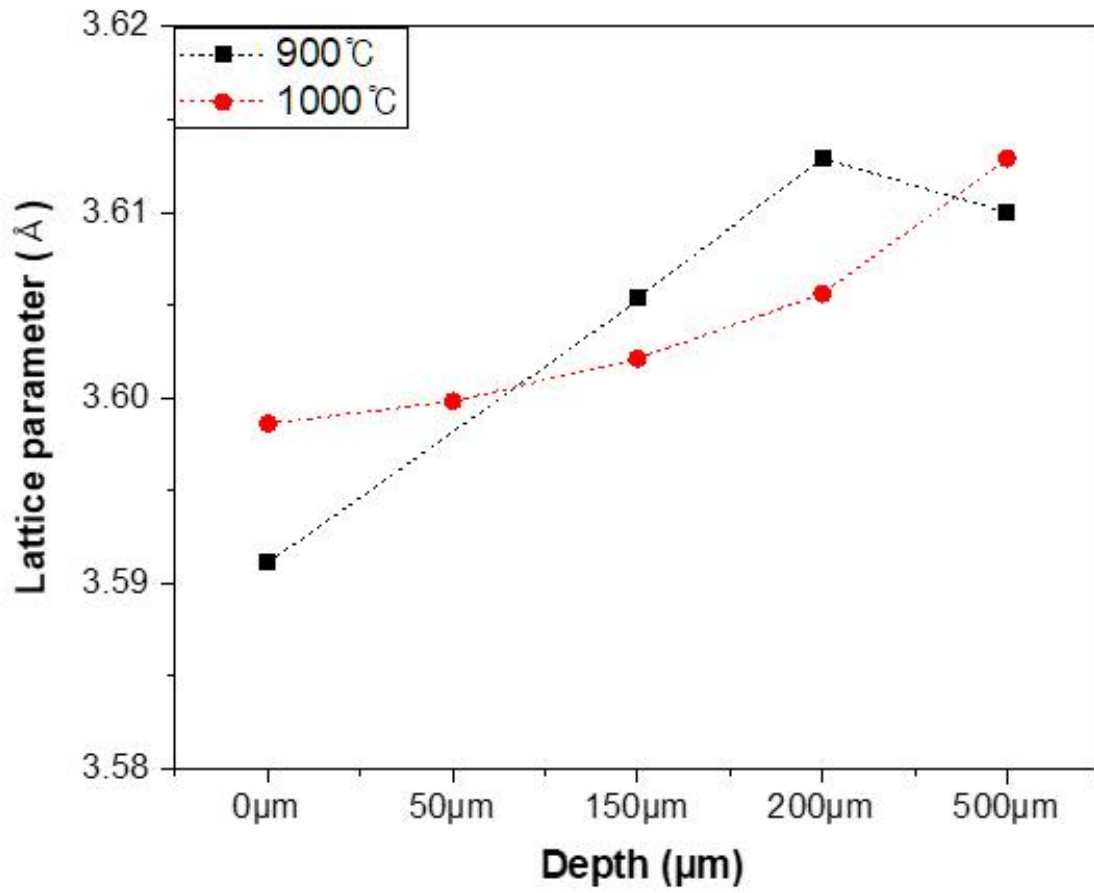


Fig. 4. 21. Change in lattice constant of TWIP steel annealed at 900 °C and 1000 °C.

### 3. 기계적 특성

Fig. 4. 22는 시편의 표면에서 깊이 방향으로의 경도를 나노 인덴테이션으로 시편 단면에서부터 측정된 결과이다. 냉간 압연한 시험편에서는 표면 직하에서 6367 N/mm<sup>2</sup> 값을 보였으나, 깊이 방향으로 들어갈수록 급격하게 경도값이 감소하여 190  $\mu\text{m}$  깊이에서 4904 N/mm<sup>2</sup> 값을 나타내었다. 이러한 경도 값의 변화는 압연으로 인한 소성변형이 발생해 생긴 잔류 응력이 내부에 남아있기 때문이다. 소성변형은 냉간압연과 같은 가공 과정에서 재료 내부에 응력과 변형을 동반하며 발생하며, 이 과정에서 생성된 응력은 잔류 응력으로 남게 된다 [71]. 즉, 표면층에서부터 소성변형에 의한 격자 변형과 전위 밀도가 높아져 잔류응력이 발생하였고 이로 인해 경도 값이 높게 나타났다.

600  $^{\circ}\text{C}$ 에서 어닐링 열처리한 시험편은 깊이에 상관없이 비슷한 값을 보였고, 선형적인 그래프가 나타났다. 600  $^{\circ}\text{C}$ 의 온도에서는 탈탄의 영향을 받기에는 낮은 온도임을 알 수 있다. 탈탄 현상은 일반적으로 높은 온도에서 발생하며, 재료의 구조와 물성에 영향을 미칠 수 있다. 그러나 600  $^{\circ}\text{C}$ 에서 어닐링 열처리는 충분히 높은 온도가 아니기 때문에 탈탄이 발생하지 않았거나 그 영향이 미미했을 가능성이 있다. 1000  $^{\circ}\text{C}$ 에서 어닐링 열처리한 시험편은 430  $\mu\text{m}$  깊이까지 경도가 감소하고, 490  $\mu\text{m}$  깊이에서는 다시 증가하는 경향을 보였다. 이는 광학현미경과 XRD로 측정된 탈탄의 깊이와 유사한 결과를 보였다. 경도값이 탈탄층이 형성된 깊이까지 감소한 후 다시 상승하는 이유는 탈탄 현상과 관련이 있다. 초기에는 탈탄으로 인해 재료 내부에서 소성 변형 및 잔류 응력이 발생하면서 경도가 감소한다. 이는 탈탄 현상에 따른 재료의 미세 구조 변화로 인한 결과이다. 그러나 깊이가 더 깊어짐에 따라 탈탄층의 깊이에 도달하면, 탈탄 현상에 의한 미세 구조의 변화가 더 이상 진행되지 않으며 잔류 응력도 더 이상 변하지 않게 된다. 이후 깊이 방향으로 들어갈수록 재료의 미세 구조가 탈탄 이전의 초기 상태에 가까워지므로 경도 값이 다시 증가하는 것으로 판단된다.

다른 온도 구간에서 열처리한 시험편의 깊이 방향에 따른 경도 변화를 관찰하기 위해 마이크로 비커스 경도시험을 수행하였고, 그 결과를 Fig. 4. 23에 나타내었다. 냉연재, 열처리재 모두 나노인덴터 결과와 동일한 경향성을 보였다. 탈탄의 영향이 상대적으로 적은 600 ~ 800  $^{\circ}\text{C}$  온도 구간에서는 깊이 방향에 따른 뚜렷한 경도 변

화를 관찰하기에는 어려웠다.

900 °C에서 어닐링 열처리한 시험편은 120 μm 깊이까지는 경도값이 감소하였고, 그 이후에는 표면 직하에서 측정된 경도값으로 회복되는 모습이 관찰되었다. 1000 °C에서 어닐링 열처리한 시험편 역시 450 μm 깊이까지 경도값이 감소 후, 상승하는 경향을 보였다.

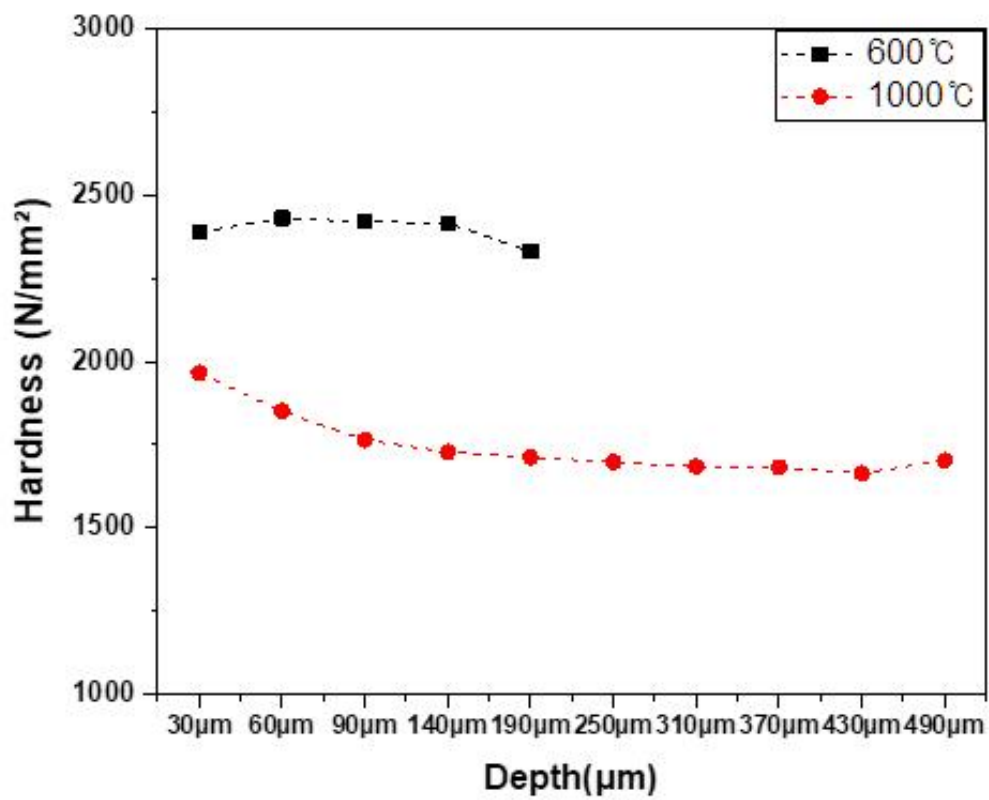
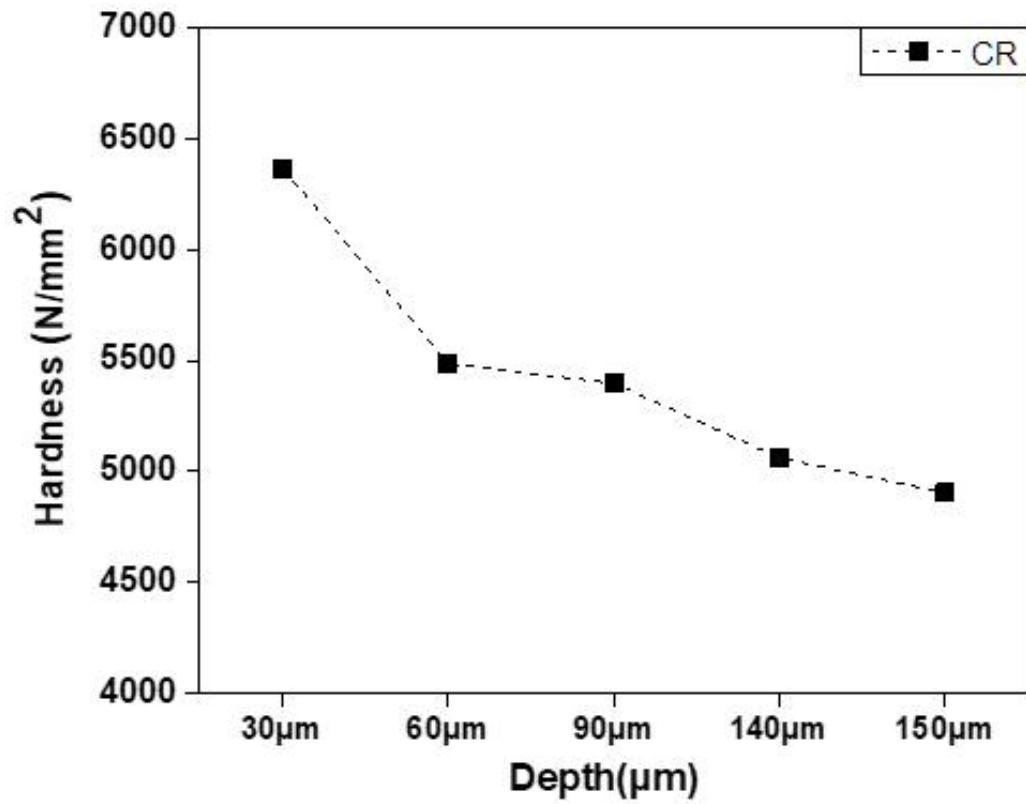


Fig. 4. 22. Variation of nano indentation hardness from surface to depth.

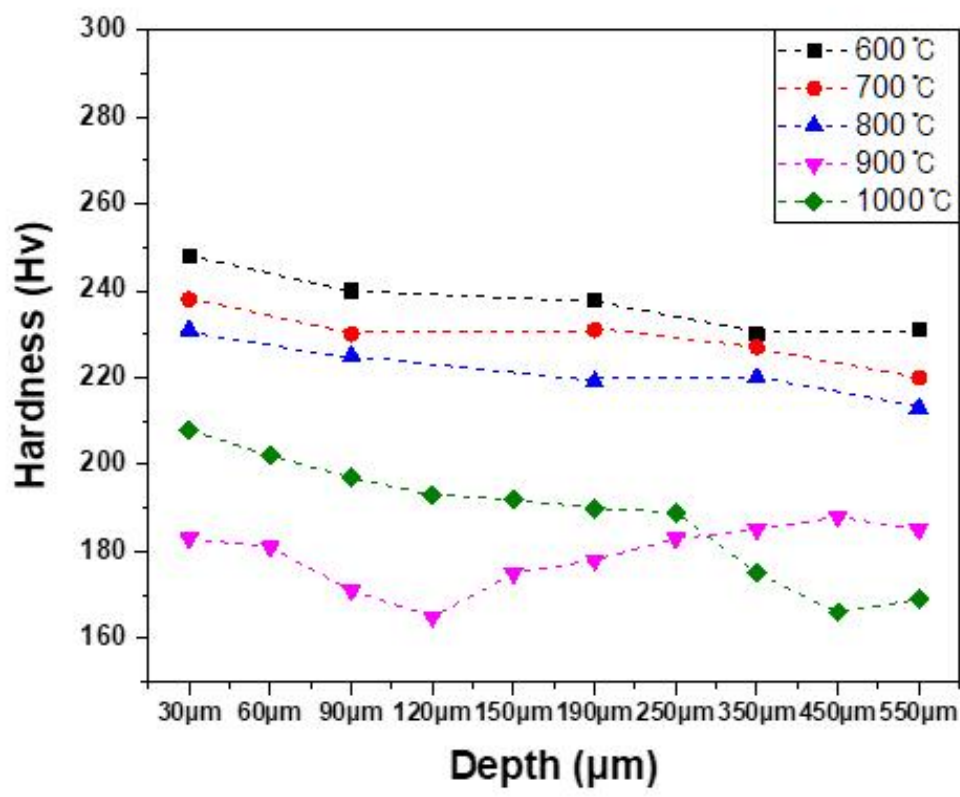
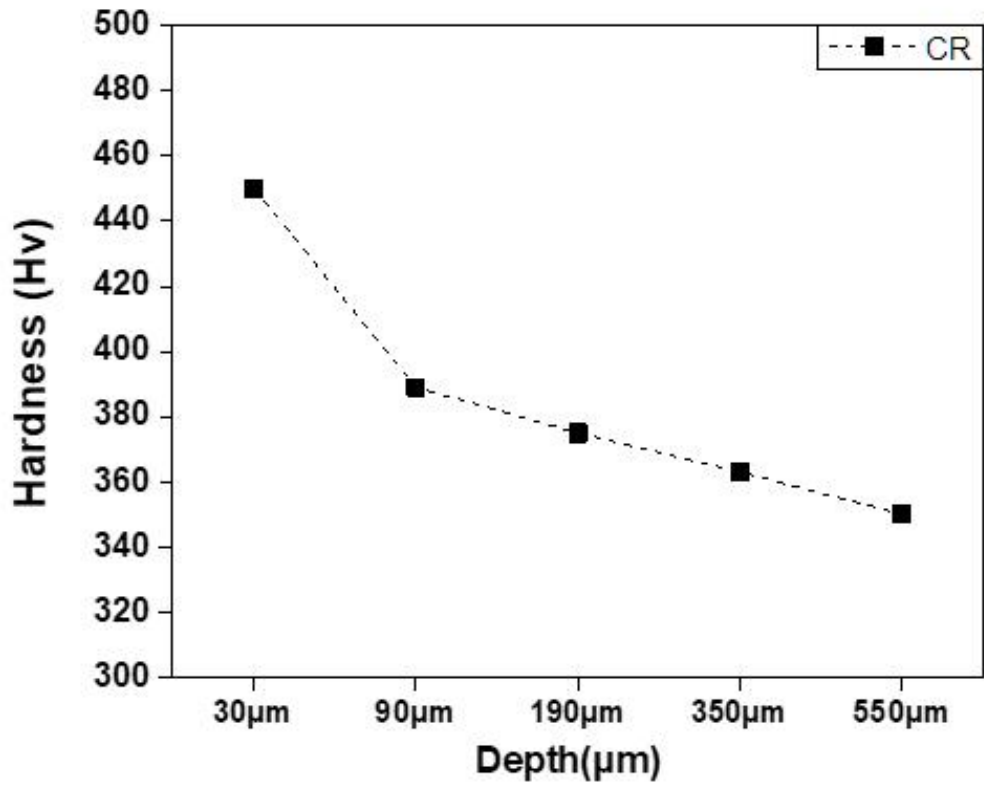


Fig. 4. 23. Variation of micro-Vickers hardness from surface to depth.

## 제 3절 장시간 열처리에 따른 합금의 특성

### 1. 미세조직

장시간 열처리에 따른 TWIP강의 미세조직 이미지 결과를 Fig. 4. 24에 나타내었다. 1시간 어닐링 열처리 후 수냉한 시험편에서는 단상의 오스테나이트 조직이 관찰되었다. 열처리 2시간부터 오스테나이트 결정립계를 따라 어두운 부분의 페라이트가 나타났으며, 열처리 시간이 증가할수록 그 비율은 증가한 것처럼 보였다. Fig. 4. 25는 열처리 후 생성된 조직의 변화를 3000배 배율에서 주사전자현미경을 통해 확인한 결과이다.

열처리 시간이 10시간 이상인 시험편에서  $Fe_3C$ 와 페라이트로 이루어진 펄라이트 조직이 관찰되었다. 10시간 열처리에서는 펄라이트 조직이 하나의 섬 형태로 나타났으며, 100시간 열처리에서는 이러한 섬들이 하나로 결합하여 큰 조직 형태로 발전했다. 500시간 열처리 시 펄라이트 조직의 비율이 확연하게 증가했으며, 기지 부분에도 미세한 펄라이트 조직이 생성된 것을 관찰하였다. 열처리 시간이 증가함에 따라 생성된 펄라이트의 비율은 증가하였으며, 페라이트와 시멘타이트의 간격도 넓어진 것으로 나타났다.

Fig. 4. 26은 X선 회절 분석 결과이다. 광학현미경과 주사전자현미경에서 관찰하였듯이 열처리 시간이 증가함에 따라 펄라이트의 피크가 증가한 것을 확인하였다. XRD를 통해 얻은 데이터를 기반으로 오스테나이트와 펄라이트의 체적 분율을 계산하였으며, 이를 비교하기 위해 Image J 프로그램을 사용하여 200배 광학현미경 이미지를 통해 펄라이트 양을 측정된 결과를 Fig. 4. 27에 나타내었다. Fig. 4. 27(a)에서는 (220)  $\alpha$  회절피크가 관찰된 2시간 열처리 시험편부터 10시간, 100시간, 500시간 열처리한 시험편의 분율을 계산하였다. 2시간 열처리 시 1.47 %였던 펄라이트 양이 500시간에서는 35.96 %로 증가하였다. Fig. 4. 27(b)에서는 10시간 열처리 시 30.2 %였던 분율이 500시간 열처리 시 38.1 %로 증가하였다. 프로그램 특성상 이미지를 통해 측정하기 때문에 펄라이트 양이 적은 2시간 열처리 시험편에서는 측정이 어려워 10시간 열처리 시험편부터 값을 나타내었다. XRD 부피 분율 계산과 Image J 프로그램 방법을 사용한 방법을 통해 상의 양을 평가하였으며, 열처리 시간이 증가함에 따라 펄라이트 분율이 증가한 양상을 관찰하였다. Fig. 4. 28의 페

라이트 스코프 결과 역시 같은 경향을 보여주고 있다.

펄라이트는 탄소강에서 일반적으로 발견되는 금속 조직으로, 페라이트와 시멘타이트의 층상 구조로 이루어져 있다. 페라이트는 체심입방정계 결정 구조를 가진 Fe의 일종이며, 시멘타이트는 철과 탄소의 화합물로 사방정계 결정 구조를 갖는다. 펄라이트는 오스테나이트가 723 °C 이하의 공석 온도에서 천천히 냉각될 때 형성되는데, 이러한 과정을 TTT(Temperature-Time-Transformation) 선도를 통해 나타낼 수 있다. TTT 선도는 특정 온도 범위에서 시간이 길어질수록 오스테나이트에서 펄라이트로 변화하는 비율을 보여주는 그래프이다 [72]. 오스테나이트 입계에서 열처리 온도와 시간 조건에 따라 Fe<sub>3</sub>C 핵이 형성된다. Fe<sub>3</sub>C 핵은 성장하면서 주변 오스테나이트로부터 탄소를 흡수하면서 크기가 커지는데, 핵 주변에서는 탄소 농도가 감소하고 페라이트가 형성된다. 이러한 과정을 통해 층상 구조의 펄라이트가 형성된다 [73].

또한, 첨가 원소도 장시간 열처리 후 상변화에 영향을 미치는 것으로 알려져 있다. Mn은 공석변태 온도를 저하시키고, 기지조직의 주요 탄화물인 시멘타이트에 편석하여 시멘타이트의 자유에너지를 낮춤으로 기지조직의 펄라이트화를 일어나게 하는 원소로 보고되고 있다 [74-75]. Al은 페라이트 안정화 원소 중 하나로 알려져 있다. Fe-17Mn-0.6C-1.58Al 합금의 경우, 알루미늄 함량이 1.58 %로 높게 함유되어 있으므로 페라이트 안정화에 기여하게 된다. 페라이트는 열간 가공성을 저하시키고 공석 저항성을 저하시키는 것으로 알려져 있다. δ-ferrite이 고온에 장시간 노출되면 σ-phase로 변태될 수 있는데, σ-phase은 취성이 강한 상으로 합금의 연성, 인성 뿐 아니라 공식 및 틈부식의 저항성을 떨어뜨린다 [76].

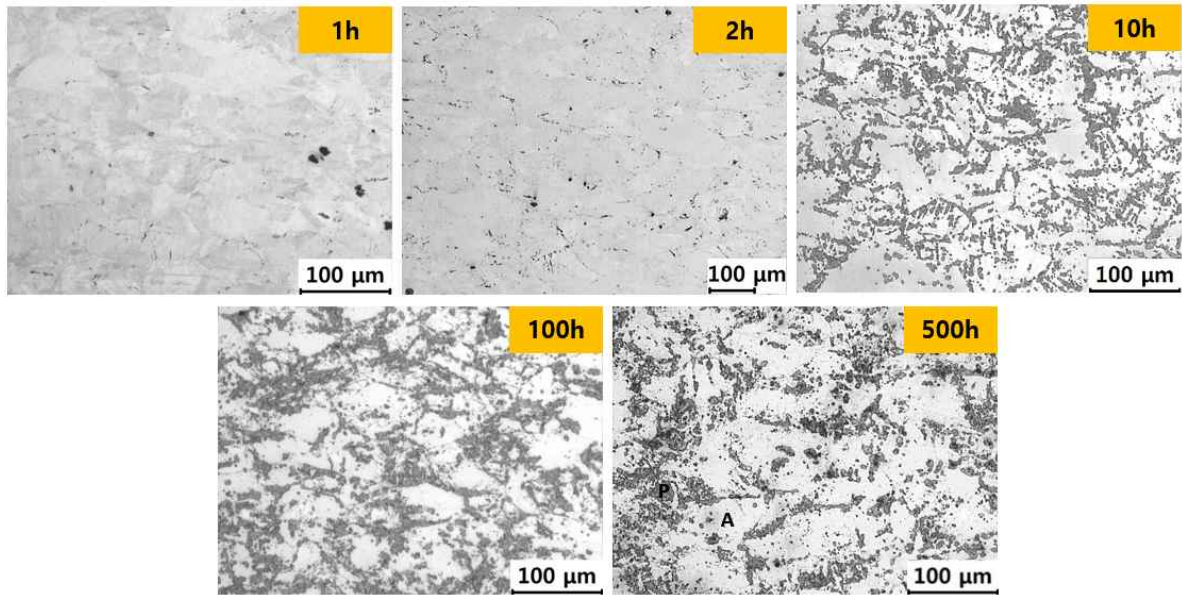


Fig. 4. 24. OM micrographs of long-term heat-treated TWIP Steel (P : Pearlite, A : Austenite).

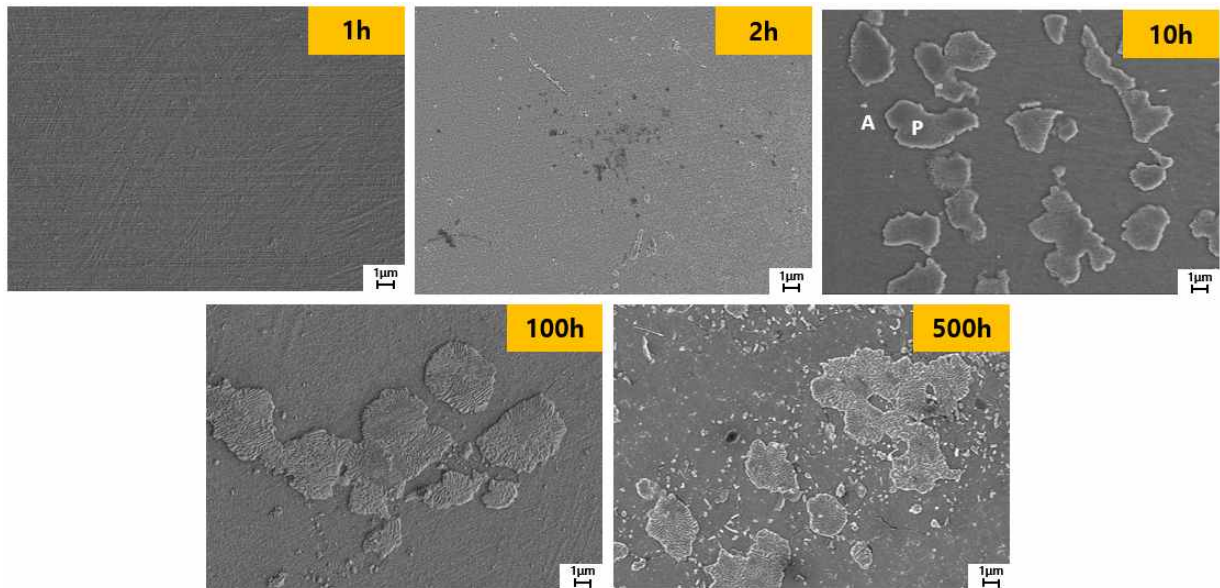


Fig. 4. 25. SEM micrographs of long-term heat-treated TWIP Steel (P : Pearlite, A : Austenite).



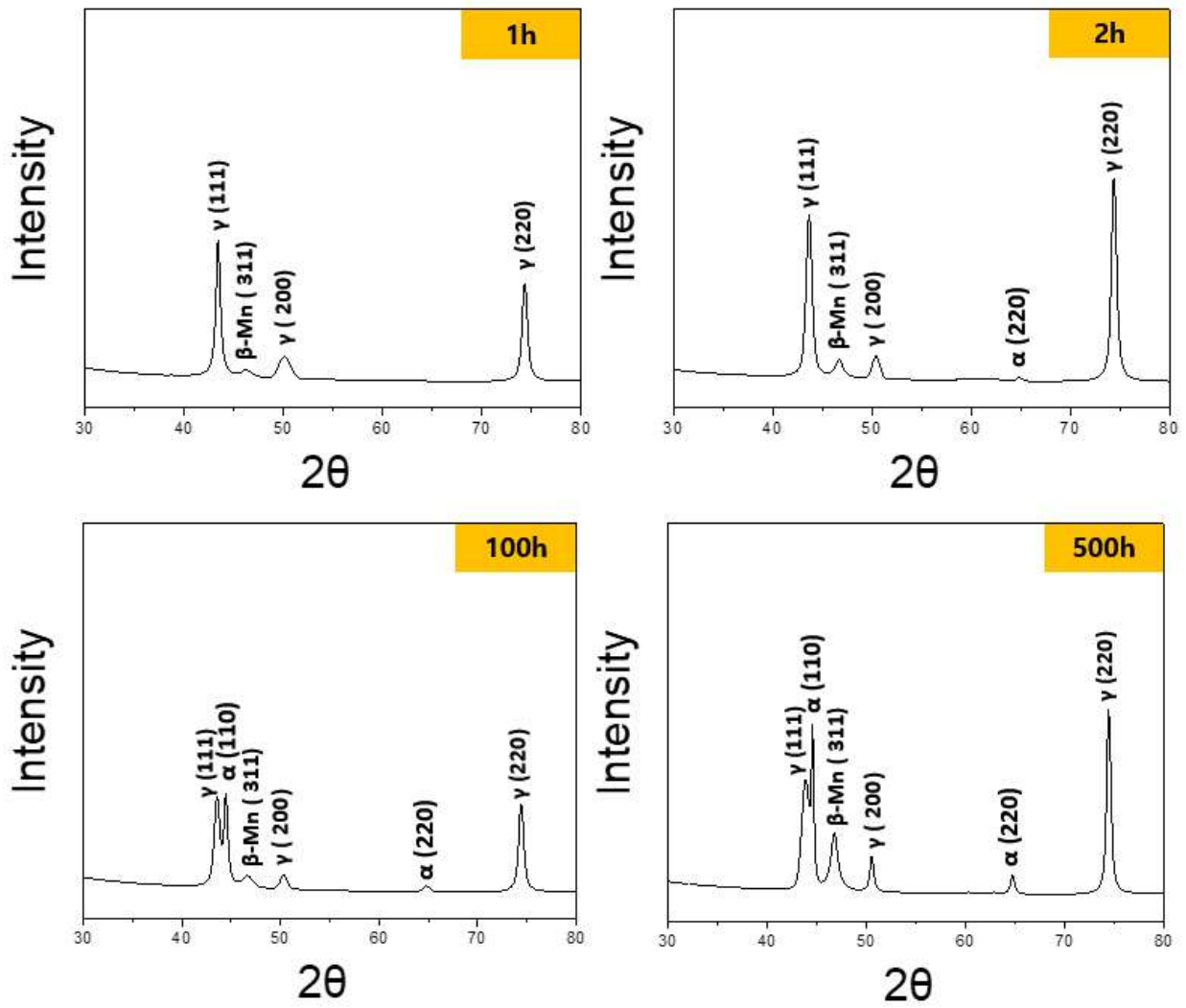
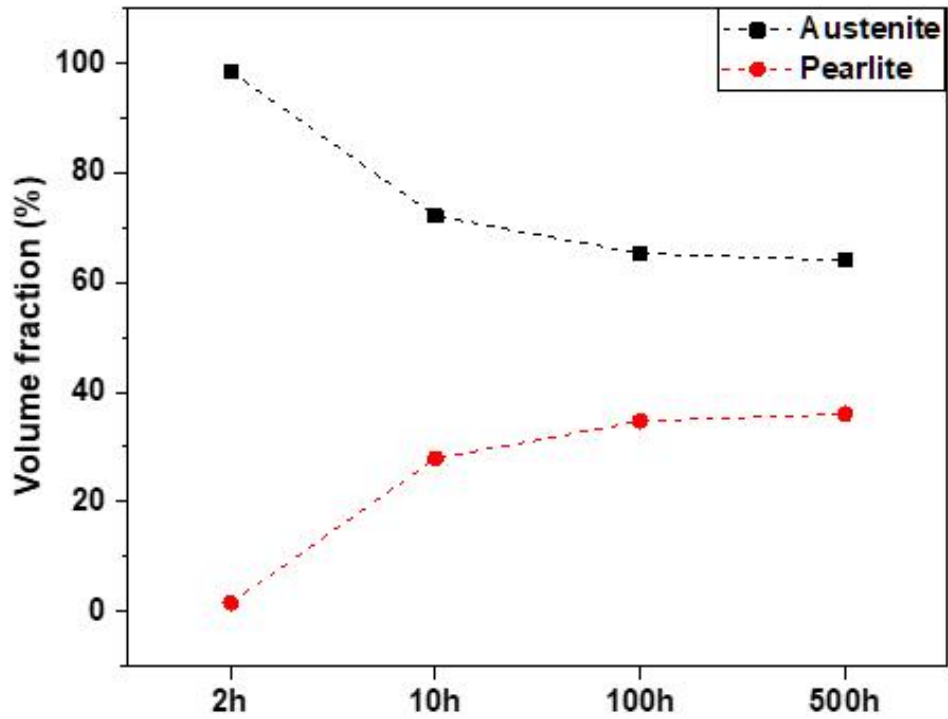
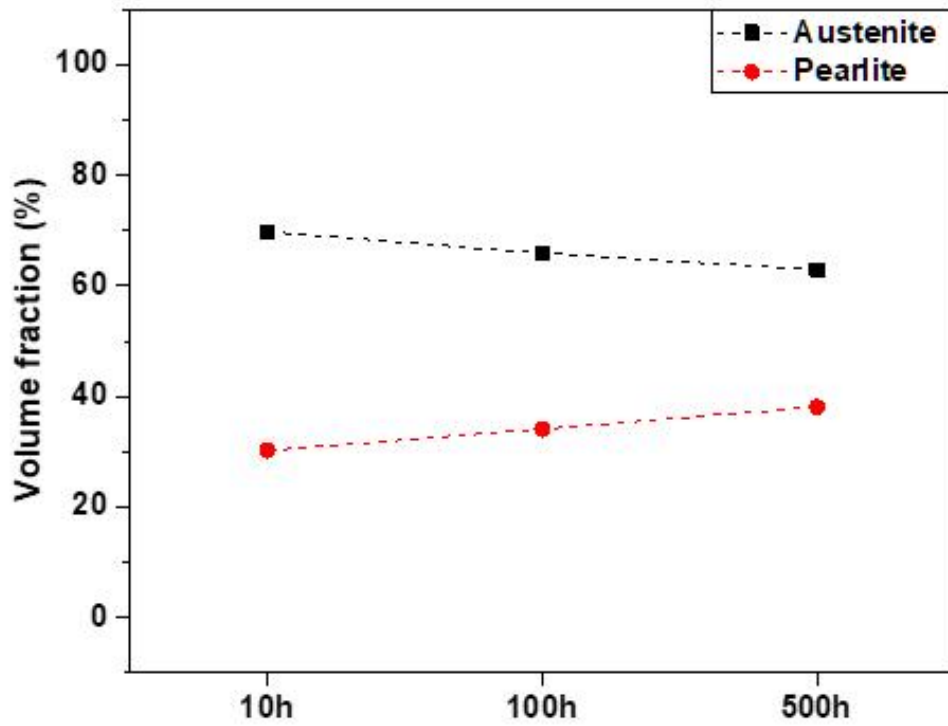


Fig. 4. 26. X-ray diffraction profiles of long-term heat-treated TWIP Steel.



(a)



(b)

Fig. 4. 27. Austenite and pearlite fraction determination ; (a) XRD Volum fraction, (b) image J program.

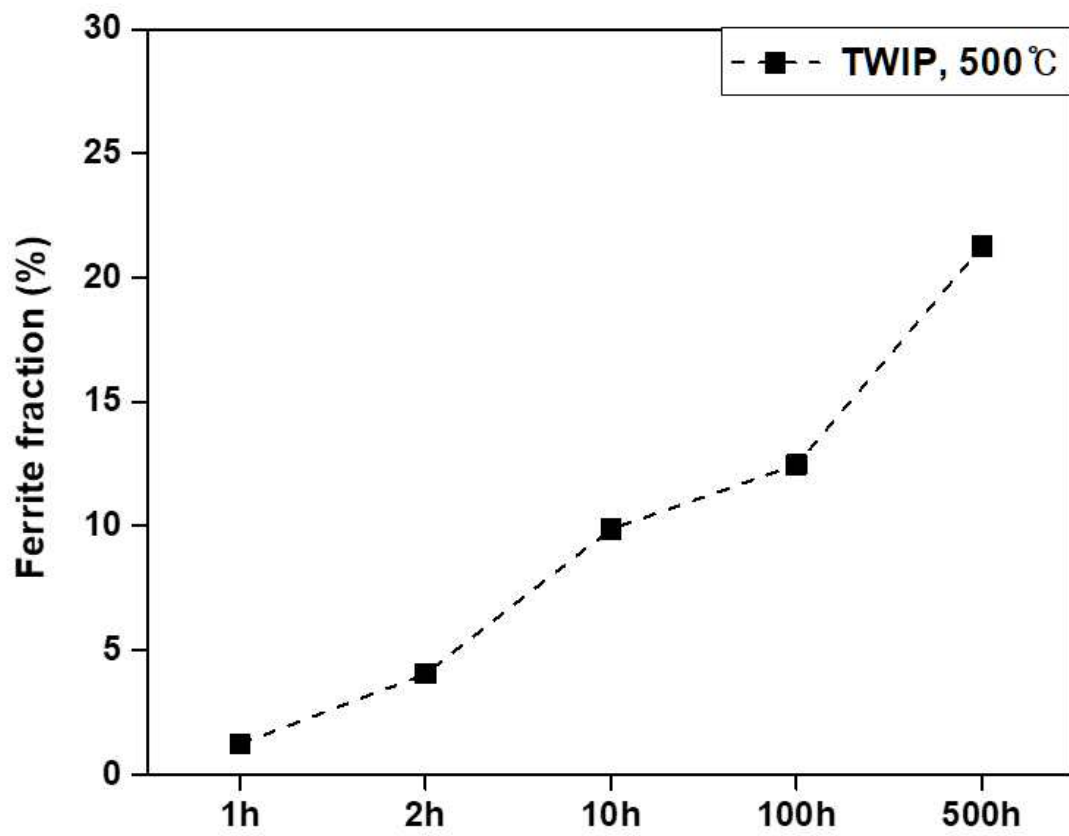


Fig. 4. 28. Variation in ferrite fraction with annealing time at TWIP steel.

## 2. 기계적 특성

Fig. 4. 29는 비커스경도 시험결과이다. 1시간 열처리 시험편의 경도는 385 HV로 열처리 시간이 증가함에 따라 경도 값이 감소하였다. 특히 500시간 열처리 시험편에서는 288 HV 값으로 25 % 감소하였다. 시간이 흐름에 따라 펄라이트 조직이 생성되고, 그 분율이 증가하는 것을 관찰하였기 때문에 오스테나이트와 펄라이트를 각각 0.1 HV 하중을 주어 마이크로비커스경도로 측정하였다. 2시간 열처리한 시험편에서는 조직을 구분하여 경도 측정이 어려워 10시간 열처리한 시험편부터 값을 기록하였으며, 이 결과를 Fig. 4. 29(b)에 나타내었다.

(a)의 데이터와 결과 값과 경향성의 차이를 보이는 이유는 (a)는 HV 2 하중으로 경도 시험을 진행했기 때문에 조직의 분율을 고려하지 않은 채 측정한 결과이고, (b)는 HV 0.1 하중을 주어 조직을 구분하여 비커스 경도를 측정했기 때문이다. 10시간, 100시간, 500시간 열처리한 시험편 모두 오스테나이트 조직보다 펄라이트 조직에서 경도값이 낮게 나타났다. 펄라이트가 탄소 함량이 높아 재료를 더 무르게 만들어 경도가 낮아졌으며 [77], 펄라이트의 층상 간격(Interlamellar spacing)이 열처리 시간이 증가함에 따라 넓어졌기 때문이다. 100시간일 때 0.23  $\mu\text{m}$ 이며, 500시간일 때 0.54  $\mu\text{m}$ 로 측정되었다. 층상 간격의 증가는 경도 감소의 원인이 된다. 페라이트 층과 시멘타이트 층 사이에는 경계와 장애물들이 존재하는데, 이러한 경계와 장애물들은 미세한 변형과 이동을 방해하고 재료 내부의 응력을 증가시키는데 기여한다 [78].

$$\sigma_0 = \sigma_i \cdot Kd^{-1/2} \rightarrow HV_0 = HV_i \cdot KL^{-1/2} \quad \text{..... (4. 2)}$$

식 (2)는 Hall-Petch 실험식에서 강도를 경도로, 결정립의 크기를 라멜라 층상 간격 거리로 바꿔서 표현한 식이다. 즉, 펄라이트의 층상 간격이 증가할수록 재료의 강도는 감소한다는 식이 성립된다.

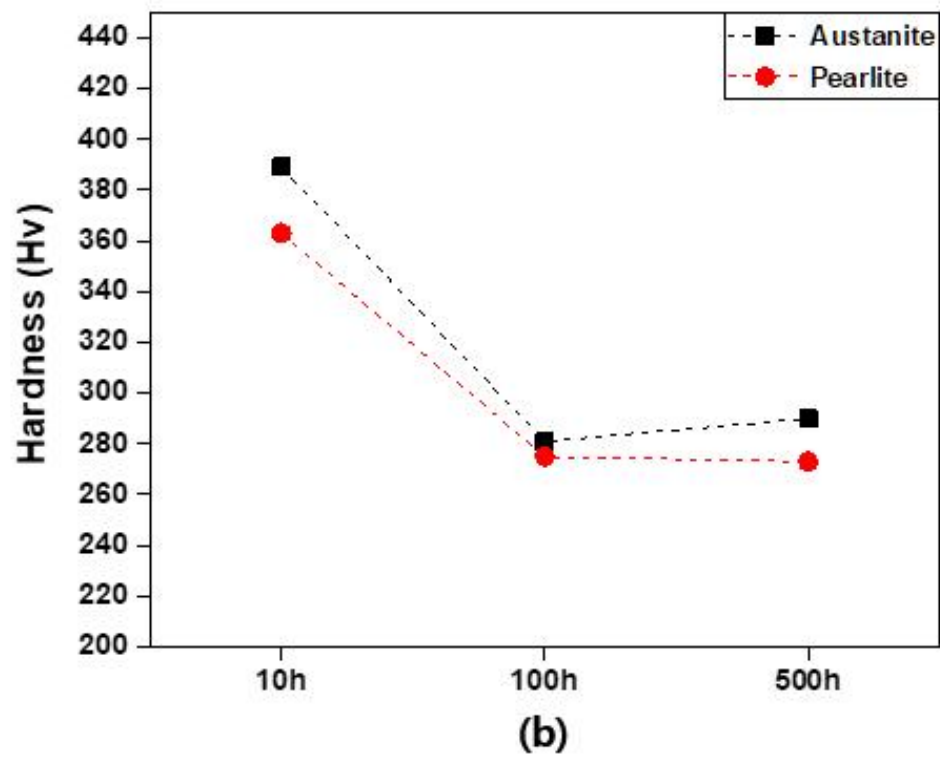
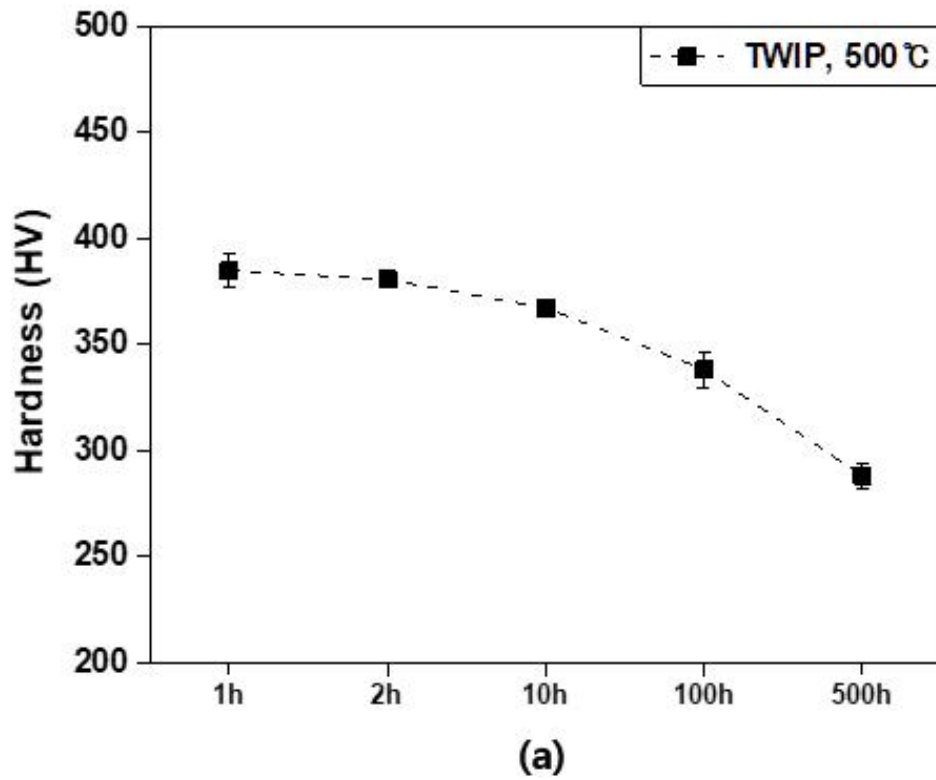


Fig. 4. 29. (a) Micro Vickers hardness of long-term heat-treated TWIP Steel, (b) Micro Vickers hardness of each Austenite and pearlite.

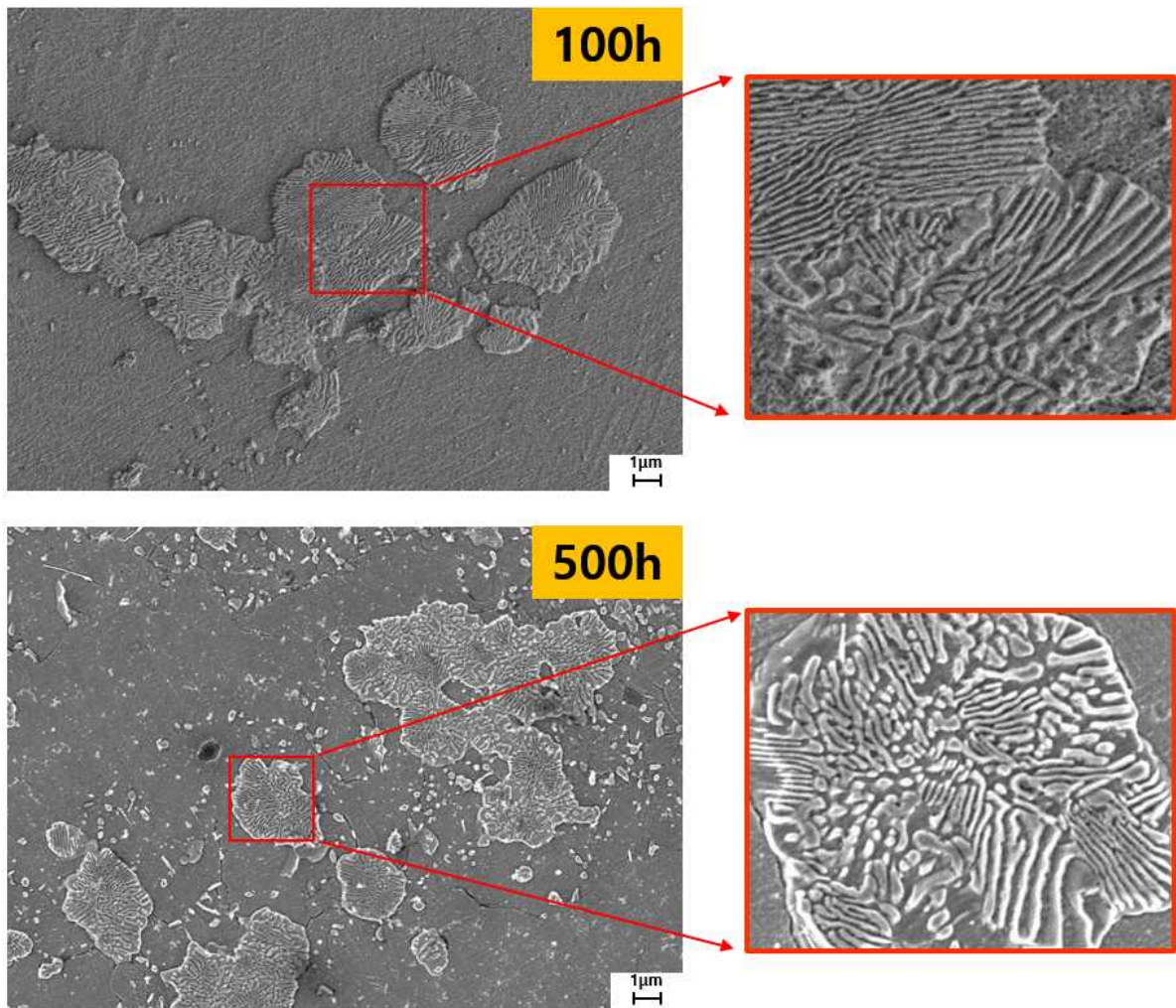


Fig. 4. 30. SEM micrographs showing Pearlite interlamellar spacing.

## 제 5 장 결 론

본 연구에서는 냉간 압연한 FeMnC계 TWIP강의 미세조직 및 기계적 특성에 미치는 열처리 공정의 영향에 대해 연구하고 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

- 1) 시험편 표면을 전해연마로 약 500  $\mu\text{m}$  연마 후 미세 조직을 관찰한 결과 어닐링 열처리 후 전형적인 오스테나이트 조직이 나타났다. 또한, 열처리 온도가 증가함에 따라 지속적으로 결정립의 크기는 증가하며, 어닐링으로 인한 어닐링 쌍정이 다수 관찰되었다.
- 2) 냉간 압연 후 어닐링 열처리 공정을 통하여 강도가 감소하였으나 매우 높은 연신을 회복으로 우수한 강도\*변형률 밸런스인 ECO 강도지수를 얻었다. 이러한 현상은 소성변형 후 어닐링에 따른 회복, 재결정과 결정립 성장에 기인하였다.
- 3) 열처리 온도가 증가할수록 탈탄의 깊이가 증가하였는데, 냉간압연 상태에서 4.28  $\mu\text{m}$  였던 탈탄층은 1000 °C에서 473.26  $\mu\text{m}$ 로 측정되었다. 고온에서 열처리는 재료의 결정구조를 변경하고 상변태를 유도하는데 이로 인해 탈탄이 발생하고 상변화가 일어나게 된다.
- 4) XRD 분석 결과 900 °C 이상의 온도에서 어닐링 열처리할 경우 마르텐사이트 회절패턴이 관찰되었으며, SEM EDS 및 EPMA 분석 결과 표면 내부에서 원소의 농도 변화를 확인하였다. 이는 900 °C에서 열처리 후 탄소와 망간이 감소하였는데 이로인해 SFE가 낮아져 마르텐사이트 변태가 쉽게 발생했기 때문이다.
- 5) 500 °C에서 어닐링 열처리 후 열처리 시간이 증가함에 따라 경도값은 감소하였는데 이는 펄라이트의 비율 증가와 관련이 있다. 펄라이트가 탄소함량이 높아 재료를 더 무르게 만들어 경도가 낮추며, 열처리 시간이 증가함에 따라 100시간 일 때 0.23  $\mu\text{m}$ , 500시간일 때 0.54  $\mu\text{m}$ 로 펄라이트의 층상 간격이 증가하였기 때문이다.

이와 같은 연구 결과는 Fe-17Mn-0.6C-1.58Al 합금의 열처리에 따른 미세조직 변화를 분석하고, 탈탄의 영향을 고려하여 재료의 기계적 성질을 평가하는 유용한 정보를 제공할 수 있다.

## 참 고 문 헌

- [1] Lee, J. K., Han, D. H., Oh, C. K., Jung, C. K., and Oh, K. K. "Expressway greenhouse gas reduction effect analysis according to the electric vehicle supply." *Journal of Korean Society of Transportation*, 31.5, pp. 37-47, 2013.
- [2] Pyo, C. M., and J. S. Kim. "A Study on Mechanical Properties Analysis of Laser Butt Welds of High Manganese Steel Materials for Vessel Cryogenic Tanks." *Journal of the Korean Society of Mechanical Technology* 23.6, pp. 1123-1128, 2020.
- [3] Bouaziz, O., Allain, S., Scott, C.P., Cugy, P. and Barbier, D., "High manganese austenitic twinning induced plasticity steels: A review of the microstructure properties relationships," *Current opinion in solid state and materials science*, Vol. 15, No. 4, pp. 141-168, 2011.
- [4] Grässel, O., Krüger, L., Frommeyer, G. and Meyer, L.W., "High strength Fe Mn (Al, Si) TRIP/TWIP steels development properties application," *International Journal of plasticity*, Vol. 16, No. 10-11, pp. 1391-1409, 2000.
- [5] Kim, J. K., and De Cooman, B. C., "Stacking fault energy and deformation mechanisms in Fe-xMn-0.6 C-yAl TWIP steel," *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 676, pp. 216-231, 2016.
- [6] Shen, Y. F., Qiu, C. H., Wang, L., Sun, X., Zhao, X. M. and Zuo, L., "Effects of cold rolling on microstructure and mechanical properties of Fe 30Mn 3 Si 4Al 0.093 C TWIP steel," *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 561, pp. 329-337, 2013.
- [7] Kim, Y. S. and Lee, S. Y., "Mechanical Properties and Phase Transformation of High Mn Steels with Different Carbon Contents," *Journal of the Korean Society of Manufacturing Process Engineers*, Vol. 2019, No. 4, pp. 117-117, 2019.
- [8] Ueji, R., Tsuchida, N., Fujii, H., Kondo, D. and Kunishige, K., "Effect of grain size on tensile properties of TWIP steel," *Journal of the Japan Institute*



- of Metals, Vol. 71, No. 9, pp. 815–821, 2007.
- [9] Bouaziz, O., Allain, S. and Estrin, Y., "Effect of pre-strain at elevated temperature on strain hardening of twinning-induced plasticity steels," *Scripta Materialia*, Vol. 62, No. 9, pp. 713–715, 2010.
- [10] Lee, K. H., Park, S. J., Moon, J. O., Kang, J. Y., Lee, T. H. and Han, H. N., "  $\beta$ -Mn formation and aging effect on the fracture behavior of high-Mn low-density steels," *Scripta Materialia*, Vol. 124, pp. 193–197, 2016.
- [11] Kang, S. G., Jung, Y. S., Jun, J. H., and Lee, Y. K., "Effects of recrystallization annealing temperature on carbide precipitation, microstructure, and mechanical properties in Fe-18Mn-0.6C-1.5Al TWIP steel," *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 527, No. 3, pp. 745–751, 2010.
- [12] De las Cuevas, F., and Gil Sevillano, J., "Loss of ductility due to decarburization and Mn depletion of a coarse-grained TWIP steel." *Rev. Metal*, 53.4, e 109, 2017.
- [13] Lee, M. J., Park, C. H., Chun, E. J., Lee, J. S., and Kang, N. H., "Effect of aluminum on thermally induced  $\epsilon$ -martensite for Fe-Mn-C TWIP steels," *대한용접·접합학회지*, 37.1, pp. 89–93, 2019.
- [14] Dafé, S. S. F. D., Sicupira, F. L., Matos, F. C. S., Cruz, N. S., Moreira, D. R., and Santos, D. B., "Effect of cooling rate on ( $\epsilon$ ,  $\alpha'$ ) martensite formation in twinning/transformation-induced plasticity Fe-17Mn-0.06 C steel," *Materials Research*, 16, pp. 1229–1236, 2013.
- [15] Dini, G., Najafizadeh, A., Monir-Vaghefi, S. M., and Ueji, R., "Grain size effect on the martensite formation in a high-manganese TWIP steel by the Rietveld method," *Journal of Materials Science & Technology*, 26.2, pp. 181–186, 2010.
- [16] Grässel, O., Krüger, L., Frommeyer, G. and Meyer, L.W., "High strength Fe-Mn-(Al, Si) TRIP/TWIP steels development properties application," *International Journal of plasticity*, Vol. 16, No. 10–11, pp. 1391–1409, 2000.
- [17] Kim, J. K., and De Cooman, B. C., "Stacking fault energy and deformation mechanisms in Fe-xMn-0.6C-yAl TWIP steel," *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 676, pp. 216–231, 2016.

- [18] Park, K. T., Jin, K. G., Han, S. H., Hwang, S. W., Choi, K., and Lee, C. S., "Stacking fault energy and plastic deformation of fully austenitic high manganese steels: Effect of Al addition," *Materials Science and Engineering: A* 527, 16-17, pp.3651-3661, 2010.
- [19] Park, K. T., Kim, G., Kim, S. K., Lee, S. W., Hwang, S. W., and Lee, C. S., "On the transitions of deformation modes of fully austenitic steels at room temperature," *Metals and Materials International*, 16, pp. 1-6, 2010.
- [20] De Cooman, B. C., Kwon, O., and Chin, K. G., "State-of-the-knowledge on TWIP steel," *Materials Science and Technology*, 28.5, pp. 513-527, 2012.
- [21] Hadfield, R. A., "Some newly discovered properties of iron and manganese," In *Minutes of the Proceedings of the Institution of Civil Engineers*, Vol. 9 3, No. 1888, pp. 61-75, 1888.
- [22] Hall, J. H., "Studies of hadfield's manganese steel with the high-power microscope," 1929.
- [23] Krivobok, V. N., "Investigation on the microstructure of Hadfield manganese steel," *Amer Soc Steel Treat*, 15.6, pp. 893-928, 1929.
- [24] Tofaute, W., and Linden, K., "Transformations in solid state of manganese steels containing to 1.2% C and 17% Mn," *Arch Eisenhüttenwesen*, 10, pp. 515-519, 1936.
- [25] Troiano, A. R., and McGuire, F. T., "A study of the iron-rich iron-manganese alloys," *Trans. ASM*, 31.644, pp. 340-359, 1943.
- [26] Zuidema, B. K., Subramanyam, D. K., and Leslie, W. C., "The effect of aluminum on the work hardening and wear resistance of Hadfield manganese steel," *Metallurgical transactions A*, 18, pp. 1629-1639, 1987.
- [27] Remy, L., "Maclage et transformation martensitique CFC-HC induite par déformation plastique dans les alliages austénitiques à basse énergie de défaut d'empilement des systèmes Co-Ni-Cr-Mo et Fe-Mn-Cr-C," éditeur non identifié, 1975.
- [28] Charles, J., Berghezan, A., and Lutts, A., "High manganese-aluminum austenitic steels for cryogenic applications, some mechanical and physical properties," *Le Journal de Physique Colloques*, 45(C1), C1-619, 1984.

- [29] Bouaziz, O., Allain, S., Scott, C. P., Cugy, P., and Barbier, D., “High manganese austenitic twinning induced plasticity steels: A review of the microstructure properties relationships,” *Current opinion in solid state and materials science*, 15.4, pp. 141-168, 2011.
- [30] Saeki, O., Takada, H., Sudo, M., and Ohki, T., “Effects of alloying elements on the magnetic properties of high manganese non-magnetic steels,” *Tetsu-to-Hagane*, 69.10, pp. 1312-1319, 1983.
- [31] Maratray, F. J., and Norman, T. E., “Contribution à l’étude de l’amélioration de la résistance à l’abrasion des aciers austénitiques au manganèse,” *Revue de Métallurgie*, 58.6, pp. 489-506, 1961.
- [32] Charles, J., Berghézan, A., and Lutts, A., “Structure and mechanical properties of high-alloy manganese-aluminum steels,” *Le Journal de Physique Colloques*, 43.C4, C4-435, 1982.
- [33] Shih, C., Zhang, Y., Xu, Y., and Li, Y., “An Fe-Mn-Al austenitic steel for cryogenic uses,” *Advances in Cryogenic Engineering Materials*, Vol. 30, pp. 161-168, 1984.
- [34] Bandyopadhyay, N., Kameda, J., and McMahon, C. J., “Hydrogen-induced cracking in 4340-type steel: effects of composition, yield strength, and H<sub>2</sub> pressure,” *Metallurgical Transactions A*, 14, pp. 881-888, 1983.
- [35] Remy, L., and Pineau, A., “Twinning and strain-induced FCC → HCP transformation in the Fe-Mn-Cr-C system,” *Materials Science and engineering*, 28.1, pp. 99-107, 1977.
- [36] Hayden, H. W., Moffatt, W. G., and Wulff, J., “The structure and properties of materials. V. 3. Mechanical behavior,” JOHN WILEY AND SONS, NEW YORK, 248 P. 1965.
- [37] Shewmon, P. G., “Transformations in metals,” McGraw-Hill Inc, 1969.
- [38] Oh, S. K., and Lee, Y. K., “The Effects of Surface Oxidation Occurring during Delivery from an Annealing Furnace to a Water Bath on the Microstructure and Tensile Properties of TWIP Steel,” *Journal of the Korean Society for Heat Treatment*, 33.2, pp. 57-64, 2020.
- [39] Lee, D. B., and Yadav, P., “Oxidation of high Mn TWIP steels in reheating

- furnace conditions,” *Journal of the Korean Institute of Metals and Materials*, 53.12, pp. 859–866, 2015.
- [40] Yoon, J. W., Hyun, Y. T., Kim, J. H., Yeom, J. T., and Yoon, S. Y., “Effect of Fe on the high temperature oxidation of Ti–Al–Fe alloys,” *Korean Journal of Materials Research*, 21.7, pp. 357–363, 2011.
- [41] 양훈영, “*신금속재료학*”, 문운당, pp. 163–177, 1966.
- [42] Sims, C. T., Stoloff, N. S., and Hagel, W. C., “*superalloys II*,” New York: Wiley, Vol. 8, 1987.
- [43] W. Steven and A. G. Haynes, “The Temperature of Formation of Martensite and Bainite in Low-Alloy Steels,” *Journal of the Iron and Steel Institute*, Vol. 183, No. 8, pp. 349–359, 1956.
- [44] 김수영. “자동차용 TWIP 강의 동적강화기구에 미치는 열처리영향.” *국내석사 학위논문 한밭대학교*, 2012. 대전
- [45] Charles, J., Berghézan, A., and Lutts, A., “Structure and mechanical properties of high-alloy manganese–aluminum steels,” *Le Journal de Physique Colloques*, 43.C4, C4–435, 1982.
- [46] Takaki, S., Furuya, T., and Tokunaga, Y., “Effect of Si and Al additions on the low temperature toughness and fracture mode of Fe–27Mn alloys,” *ISIJ international*, 30.8, pp. 632–638, 1990.
- [47] Bayraktar, E., Khalid, F. A., and Levailant, C, “Deformation and fracture behaviour of high manganese austenitic steel,” *Journal of Materials Processing Technology*, 147.2, pp.145–154, 2004.
- [48] Dastur, Y. N., and Leslie, W. C. “Mechanism of work hardening in Hadfield manganese steel,” *Metallurgical transactions A*, 12, pp.749–759, 1981.
- [49] Schumann, H., “Martensitische Umwandlung in austenitischen Mangan–Kohlenstoff–Stählen,” *Neue Hütte*, 17, pp. 605–609, 1972.
- [50] Reick, W., Pohl, M. and Padilha, A. F., “Recrystallization and Related Phenomena. Recrystallization–Transformation Combined Reactions during Annealing of a Cold Rolled Ferritic–Austenitic Duplex Stainless Steel,” *ISIJ international*, Vol. 38, No. 6, pp. 567–571, 1998.
- [51] Curtze, S., Kuokkala, V. T., Oikari, A., Talonen, J. and Hänninen, H., “Ther

- modynamic modeling of the stacking fault energy of austenitic steels,” *Acta materialia*, Vol. 59, pp. 1068–1076, 2011.
- [52] Frommeyer, G., Brück, U., and Neumann, P., “Supra-ductile and high-strength manganese-TRIP/TWIP steels for high energy absorption purposes,” *ISI J international*, 43.3, pp. 438–446, 2003.
- [53] Schmatz, D. J. “Formation of beta manganese-type structure in iron-aluminum-manganese alloys,” *Trans. AIME*, 215, pp. 112–114, 1959.
- [54] Krivonogov, G. S., Alekseenko, M. F., and Soloveva, G. G. “Phase transformation kinetics of steel 9 G 28 Yu 9 MVB,” *Phys. Met. Metallogr.*, 39.4, p. 86–92, 1975.
- [55] Ishida, K., Ohtani, H., Satoh, N., Kainuma, R., and Nishizawa, T., “Phase equilibria in Fe–Mn–Al–C alloys,” *ISIJ international*, 30.8, pp. 680–686, 1990.
- [56] Goretskii, G. P., and Gorev, K. V., “Phase Equilibria in the Fe–Mn–Al–C Alloys,” *Izv. Akad. Nauk SSSR, Met.*, 2, pp. 218–222, 1990.
- [57] Acelrad, O., Kalashnikov, I. S., Silva, E. M., and Simao, R. A., “Phase transformations in FeMnAlC austenitic steels with Si addition,” *Metallurgical and Materials Transactions*, 33.11, 3569, 2002.
- [58] Humphreys, F. J., and Hatherly, M., “Recrystallization and related annealing phenomena,” Elsevier. 2012.
- [59] Park, M., Kim, K., Jang, J., Kim, H. C., Moon, H. S., Jeon, J. B., Nam, D. G., Kim, B. J., and Sohn, K. Y. “Influence of heat treatment on mechanical properties for cold worked 304 austenitic stainless steel,” *Journal of the Korean Institute of Metals and Materials*, 56.7, pp. 490–498, 2018.
- [60] Lee, C. W., Ko, Y. G., Namgung, S. and Shin, D. H., “Microstructural evolution of ultrafine grained TRIP low-carbon steel,” *Journal of the Korean Society for Technology of Plasticity and materials processing*, Vol. 2009, No. 10, pp. 263–266, 2009.
- [61] Lee, J. H., Park, S. J., Moon, J. O., Kang, J. Y., Lee, T. H. and Cho, K. M., “Effect of Annealing Temperature on the Microstructure, Tensile Properties, and Fracture Behavior of Cold-Rolled High-Mn Light-Weight Steels,” *Korean Journal of Metals and Materials*, Vol. 55, No. 5, pp. 363–371, 201

7.

- [62] Kang, J. Y., Kim, J. G., Kim, S. K., Chin, K.G., Lee, S. and Kim, H. S., "Outstanding mechanical properties of high-pressure torsion processed multisc ale TWIP-cored three layer steel sheet," *Scripta Materialia*, Vol. 123, pp. 122-125, 2016.
- [63] Lee, J. H., Lee, H. I. and Song, W. G., "Some Remarks on the Spherical Indentation Theory," *Transactions of the Korean Society of Mechanical Engineers. A*, Vol. 25, No. 4, pp. 714-724, 2001.
- [64] Park, C. Y. and Yang, D. Y., "Effects of Work-Hardening Exponent and Strain-Rate Hardening Exponent on the Determination of Friction Factor," *Transactions of materials processing : Journal of the Korean society for technology of plastics*, Vol. 1, No. 1, pp. 42-51, 1992.
- [65] Gutierrez-Urrutia, I., Zaefferer, S., and Raabe, D., "The effect of grain size and grain orientation on deformation twinning in a Fe - 22 wt.% Mn - 0.6 wt.% C TWIP steel," *Materials Science and Engineering: A*, 527.15, pp. 3552-3560, 2010.
- [66] Jo, S. Y., Han, J., Kang, J. H., Kang, S., Lee, S., and Lee, Y. K., "Relationship between grain size and ductile-to-brittle transition at room temperature in Fe - 18Mn - 0.6 C - 1.5 Si twinning-induced plasticity steel," *Journal of Alloys and Compounds*, 627, pp. 374-382, 2015.
- [67] Ueji, R., Tsuchida, N., Terada, D., Tsuji, N., Tanaka, Y., Takemura, A., and Kunishige, K., "Tensile properties and twinning behavior of high manganese austenitic steel with fine-grained structure," *Scripta Materialia*, 59.9, pp. 963-966, 2008.
- [68] Sohn, S. S., Hong, S., Lee, J., Suh, B. C., Kim, S. K., Lee, B. J., Kim, N. J., and Lee, S., "Effects of Mn and Al contents on cryogenic-temperature tensile and Charpy impact properties in four austenitic high-Mn steels," *Acta Materialia*, 100, pp. 39-52, 2015.
- [69] Jin, X., Zhong, Y., Wang, L., and Wang, H., "Effect of annealing temperature on the surface and subsurface microstructure of Al-added TWIP steel," *Surface and Coatings Technology*, 386, 125479, 2020.

- [70] 심중표., and 이흥기., “고분자전해질형 연료전지에서 산소극을 위한 백금-크롬-니켈 합금촉매의 전극특성,” *Korean Journal of Materials Research*, 10.12, p. 831-837, 2000.
- [71] Dalaei, K., and Karlsson, B., “Influence of Shot Peening on Fatigue Durability of Normalized Steel Subjected to Variable Amplitude Loading,” *International Journal of Fatigue*, 38, pp. 75 - 83, 2012.
- [72] Davenport, E. S., and Bain, E. C., “Transformation of austenite at constant subcritical temperatures,” *American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*, 1930.
- [73] Samuels, L. E., “Light microscopy of carbon steels,” *Asm International*, 1999.
- [74] Johnson, W. C., and Kovacs, B. V., “The effect of additives on the eutectoid transformation of ductile iron,” *Metallurgical Transactions A*, 9, pp. 219-229, 1978.
- [75] Boudot, A., Gerval, V., Oquab, D., Lacaze, J., and Santos, H., “The role of manganese and copper in the eutectoid transformation of spheroidal graphite cast iron,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, 28, pp. 2015-2025, 1997.
- [76] Kim, S. H., Kim, H., and Kim, N. J., “Brittle intermetallic compound makes ultrastrong low-density steel with large ductility,” *Nature*, 518.7537, pp. 77-79, 2015.

## 감사의 글

졸업 논문을 작성하면서 아낌없는 지원과 열정적으로 지도해주신 김정석 교수님께 감사드립니다. 연구의 시작을 교수님께 배울 수 있어서 감사했습니다. 논문지도를 맡아주신 장태식 교수님, 박현중 교수님께도 감사드립니다.

한없이 해맑고 어렸던 학부 3학년 때 막내로 들어가 3년 반이라는 시간이 흘렀고, 졸업을 앞두고 있는 시점에서 돌아본 실험실 생활은 제게 많은 경험이었고, 평생 잊지 못할 기억이 될 것 같습니다.

가족같은 재료강도실험실 언니, 오빠들 감사합니다. 언제나 문제가 생겨서 전화하면 빠르게 해결해주신 공원식 예비박사님, 완벽 그 자체였던 나의 롤모델 성빈오빠, 옆에서 덜렁거리는 동생 잘 챙겨준 따뜻한 채을언니, 취업하고 나서 더 연락 자주 오는 알고 보니 정 많은 승관오빠 감사합니다. 그리고 나의 사수, 민석오빠! 오빠의 모든 말은 저에게 배움이자 배려였고, 재미이자 감동이었습니다 :)

석사 동기인 서정, 유경! 반복되는 긴 하루에 어찌면 힘든 날이 많았지만, 너네와 함께 그 하루를 보내서 웃으며 넘길 수 있었던 것 같아. 아마 내 석사 생활의 전부는 너네이지 않을까 싶다. 고생한 만큼 우리에게 꼭 좋은 앞날이 기다리고 있을 거라 믿어.

나의 졸업을 가장 응원해준 지니랑 해솔! 14살에 만난 우리가 25살 지금도 함께 하고 있음에 감사하며, 앞으로도 지금처럼 함께 했으면 좋겠다.

그리고 좋은 일이든 힘든 일이든 항상 챙겨준 연우, 이탈리아에 있는 보고 싶은 주현이, 예비 의사 선생님인 핑돌맘 지연, MY LOVE 하은, 대학원 공부 중인 배울점 많은 선영언니, 먼저 연락하고 챙겨주는 여진언니! 차차 더 나은 사람이 되어서 고마움은 갚아가도록 하겠습니다.

마지막으로 행운은 언제나 노력하는 사람에게 온다고 알려준. 선의의 경쟁을 펼친 그 친구에게 목표하는 일에 행운이 따르길 기원하고 싶습니다.

표현이 부족한 무뚝뚝한 딸이라 노력해야지 생각만 하고 행동하기가 쉽지 않았는데, 감사의 글을 핑계로 부모님께 사랑한다는 말 꼭 드리고 싶습니다. 언제나 옆에서 응원하고 지켜봐 주신 부모님께 이 논문을 바칩니다. 감사합니다.

2023년 12월, 김신영