

극저온 압연에 의한 초세립 Al 5083 Alloy 제조

이영범*, 심혜정*, 남원종*

Formation of ultrafine Grains in the Al 5083 Alloy by Cryogenic Rolling Process

Y.B.Lee*, H.J.Sim* and W.J.Nam*

Abstract

The large deformation at cryogenic temperature would be one of the effective methods to produce large bulk UFG materials. The effects of annealing temperature 150~300°C, on microstructure and mechanical properties of the sheets received 85% reduction at cryogenic temperature were investigated. In comparison with those at room temperature. Annealing of 5083 Al alloy deformed 85%, at 200°C for an hour, results in the considerable increase of tensile elongation without the great loss of strength and the occurrence of equiaxed grains less than 300nm in diameter

Key Words : Ultrafine grain, Cold rolling, Cryogenic rolling, Recovery, Recrystallization

1. 서 론

최근 재료의 강도와 인성 등, 기계적 특성을 향상시키기 위해 결정립 크기를 1 μ m 이하의 범위로 미세화 하는 연구가 활발히 진행되고 있는데, 특히 알루미늄 합금은 결정립이 미세화 됨에 따라 강도, 내식성 및 저온 고속 변형 영역에서도 초소성 현상을¹⁾ 나타냄으로써, 이를 이용하여 산업재료에 적용하고자 하는 노력이 계속 되고 있다.

따라서 최근에는 이를 보완하기 위해, 구속 전단 가공(equal channel angular pressing ECAP)²⁾, 누적 압연 접합법(ARB)³⁾, severe torsion straining(STS)⁴⁾, Torsion straining⁵⁾ 등을 이용한 결정립 미세화 연구가 진행되고 있다. 그러나 이 방법들은 반복적인 변형 가공을 실시하

고 회복, 재결정에 의해 초세립을 형성 시킨다는 개념이 나. 산업화에 적용하기 위한 제조 공정 기술 확보 및 열적으로 불안정한 아결정립을 고경각으로 제어하는 방법 등에 있어 아직 미흡한 실정이다.

따라서 현재 압출이나 압연 등 기존의 소성 가공 방법에 변형을 주어 단면적 감소에 따른 변형 에너지의 축적을 효율적으로 제어하는 방법들이 연구 되고 있다.

한 사례로 극저온 온도(-196°C)에서 소성 가공시 기존의 소성 가공 방법에 비해 높은 강도 및 연성 등의 우수한 기계적 특성이 나타난다고 보고 되었다. 따라서 이러한 극저온 온도하 에서 소성 변형을 알루미늄이나 알루미늄 합금에 적용 한다면 기존의 소성 가공법으로 얻을수 없었던 초미세립을 갖는 소재를 제조하는데 유용하게 이용될 것이다. 그러나 현재까지 극저온 온도하에서의 결정

* 국민대학교 신소재공학부

립 미세화는 공구강⁶⁾ 및 구리⁷⁾ 등에 제한적으로 적용되고 있다.

따라서 본 실험에서는 5083 Al 합금을 이용하여 극저온 압연과 냉간 압연하에서 압하률의 변화에 따른 미세조직의 변화 거동 및 기계적 성질을 조사하고, 압하시 온도가 재결정 온도에 미치는 영향을 통해 초세립 제조 가능성을 모색 하고자 한다.

2. 실험방법

본 실험에 사용된 소재는 두께 10mm의 5083 Al 합금 판상재를 사용 하였으며, 내부 응력을 제거하기 위하여 540°C에서 2시간 열처리 후 퀴칭 하였다. 열처리된 시편은 극저온 압연과 냉간 압연과의 기계적 특성 및 미세조직의 변화를 비교 관찰하기 위하여 동일한 압하률(18~85%) 하에서 압연 하였으며, 극저온 압연 시편은 매회 압연 전 액화 질소 온도(-196°C)에서 15분 동안 침적후 압연하였다. 또한 회복과 재결정 거동을 관찰하기 위하여 각각 85% 압연된 시편을 150°C~300°C에서 1시간 동안 어닐링 처리 하였다.

압연된 시편의 미세조직 변화는 2% HBF₄용액에서 Barker법으로 부식 후 편광 현미경을 이용하여 관찰하였으며, 재료 내부에 생성된 아결정립 및 전위의 변화들은 TEM을 이용하여 관찰하였다. TEM 시편은 60μm 두께로 기계적 연마후 75% 메틸 알콜, 25% HNO₃용액으로 -30°C 온도에서 twin-jet polishing하여 가속 전압 200kv에서 단면 방향의 시편을 이용하여 관찰 하였다.

3. 실험결과 및 고찰

그림1은 가공 변형량 증가에 따른 극저온 압연시편을 두께 방향에서 관찰한 광학 현미경 사진이다. 그림 1의 (a)는 균일한 등축정의 결정립으로 구성되어 있으며 평균 결정립 크기는 87μm 정도로 관찰되었다.

그러나 그림과 같이(그림1(b),(c),(d)) 압하률이 증가할수록 등축정의 결정립들이 압연 방향과 동일한 방향으로 변형된 미세조직이 관찰 되었다.

그림2는 극저온 압연한 시편의 압하률에 따른 미세경도 변화를 나타내었다. 경도값은 초기 80.2Hv에서 85.5%로 압하시 136Hv로, 압하률이 증가할수록 경도가 증가하는 전형적인 가공 경화 현상을 나타내고 있는데, 이는 전위의 재배열 및 아결정립의 rotation 등에 의한 동적 회복 또는 동적 재결정 발생으로 1pass후 pass수가 증가하여도 경도 변화가 거의 일어나지 않는 ECAP, ARB

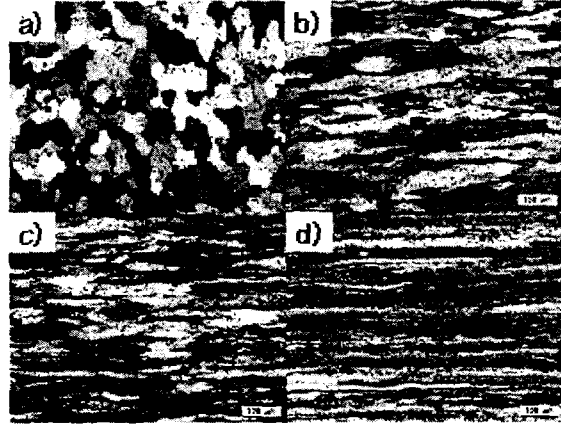


Fig. 1 Polarization optical micrographs of Al 5083 alloy deformed at cryogenic temperature with (a)0% (b)44% (c) 60% (d) 85% reduction

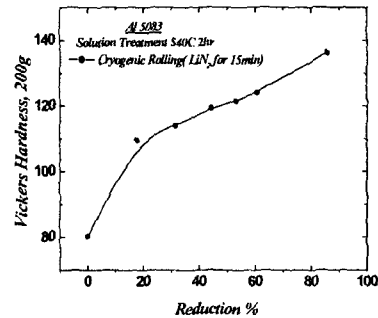


Fig. 2 Variations of hardness in Al 5083 alloy deformed at cryogenic temperature.

와는 다른 양상을 나타낸다⁸⁾

이는 ECAP 과 ARB와 달리 극저온 압연한 시편의 경우 압하률이 증가하여도 전위의 생성 및 소멸에 의한 동적 평형, 즉 동적 회복 및 동적재결정이 발생하지 않아 압하률이 증가할수록 축적된 높은 전위 밀도에 의해 경도가 상승된 것으로 생각된다.

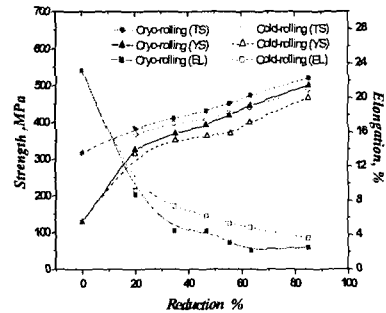


Fig. 3 Mechanical properties of Al 5083 alloy, deformed at cryogenic and room temperature

그림3은 극저온 압연한 시편과 냉간 압연한 시편의 기계적 특성을 비교하기 위해 상온에서 인장 실험한 결과를 압하률에 따라 나타낸 것이다.

냉간 압연한 시편의 경우 압하률이 85%시 항복강도 및 인장 강도가 각각 466.8MPa, 489.2MPa로 압연전 소재에 비해 54% 증가된 값을 나타낸 반면 극저온 온도에서 압연한 시편의 경우는 압하률이 85.5%시 항복 강도 및 인장 강도가 각각 500.9MPa, 521.4MPa로 냉간 압연된 시편보다 11% 증가된 65%를 나타내었다.

이는 TEM 그림에서도 관찰 할 수 있는데 압하률이 증가 할수록 가공에 의해 형성된 전위가 증가하여 높은 전위 밀도를 이루며 전위셀 조직들을 형성하고 있으며, 압하률이 증가할수록 연신된 전위셀의 미세화와 전위 밀도의 증가가 관찰되었다. 더욱이 그림4의 (a),(b)를 비교해 보면 극저온에서 압연한 시편의 경우 냉간 압연한 시편에 비해 더 높은 전위 밀도를 형성하고 있으며, 연신된 밴드상 미세 조직의 폭도 각각 0.05~0.1 μ m, 0.1~0.2 μ m 정도로 차이가 관찰되었다.

또한 <110> 정대축에서 관찰한 SAED(Selected Area Electron Diffraction) pattern을 보면 냉간 압연한 시편에 비해 diffraction spot이 흩어진 ring pattern에 가까운 경향을 나타내고 있는데, 이는 동일한 압하량 하에서 (85%)도 misorientation 가 더 크게 증가 되었음을 나타내고 있다. 따라서 그림3에 나타난 기계적 특성의 차이는 냉간 압연에 비해 극저온 압연하에서 소성 변형시, 변형 에너지의 내부 축척 효과가 상대적으로 큼으로써 나타난 결과로 보여진다.

또한 극저온 압연시 소재의 압하량 증가가 재결정 거동에 미치는 영향을 관찰하기 위해 100~400 $^{\circ}$ C의 온도에서 1시간 동안 어닐링 처리를 하였다.

그림5는 어닐링 처리된 극저온 시편의 경도값을 압하률에 따라 나타낸 것이다. 150 $^{\circ}$ C 이하에서 어닐링한 경우

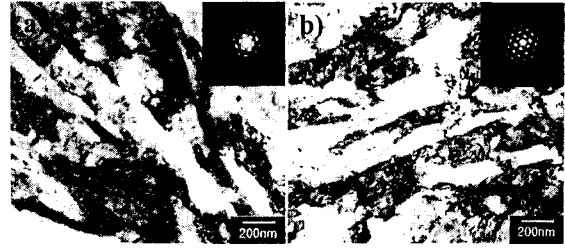


Fig. 4 TEM micrographs of Al 5083 alloy deformed at (a) cryogenic (b) room temperature with 85%reduction

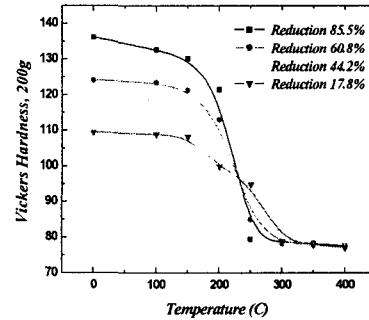


Fig.5 Variations of hardness with annealing temperature in Al 5083 alloy

시편의 압하량 차이와 관계없이 경도 변화가 거의 미비 하였으나, 150 $^{\circ}$ C 이상의 온도에서는 압하률이 증가함에 따라 빠른 경도 변화를 나타내고 있으며, 300 $^{\circ}$ C 이상에서는 압하률에 따른 경도 변화가 없어 재결정이 완료되었음을 관찰 할 수 있다. 이는 재결정 이후 결정립 내부에 존재하던 전위들이 거의 소멸됨으로써 나타난 결과로 보여진다.

다만 압하률이 85.5% 시편인 경우는 150 $^{\circ}$ C부터 급격한 회복 과정을 거쳐 250 $^{\circ}$ C에서는 300 $^{\circ}$ C와 유사한 경도값을 나타내어 재결정이 더 빨리 이루어졌음을 볼 수 있다. 이는 압하량의 증가에 따라 재료 내부에 축적된 변형 축

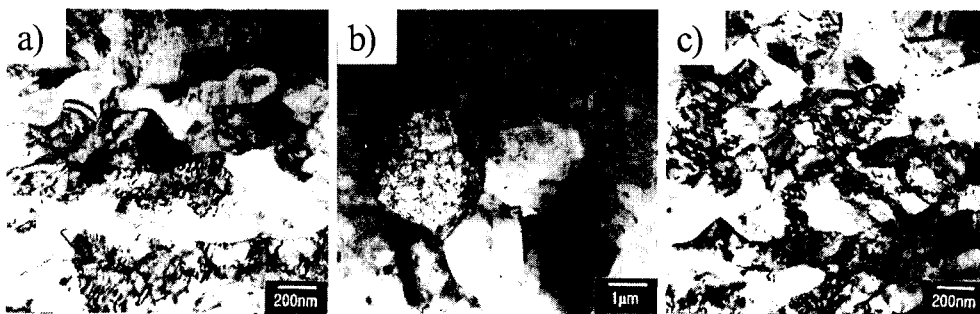


Fig. 6 TEM micrographs of Al 5083 alloy, cryo-rolled with 85% reduction and annealed at 200~250 $^{\circ}$ C for 1hr : (a) 200 $^{\circ}$ C 1hr (b) The presence recrystallized grains of 1.5~2 μ m in a diameter, and non-recrystallized grains (c) elongated and equiaxed grains in non-recrystallized regions of (a);

적 에너지가 증가되어 어닐링시 회복, 재결정의 구동력으로 작용하여 재결정에 필요한 활성화 에너지가 적게 필요해 재결정 속도가 빨라 졌기 때문에 사료된다.

그림6과7은 어닐링 온도변화에 따른 미세조직 변화 및 기계적 특성으로, 150~300°C 범위에서 1시간 동안 어닐링 처리한 시편을 이용하여 측정하였다.

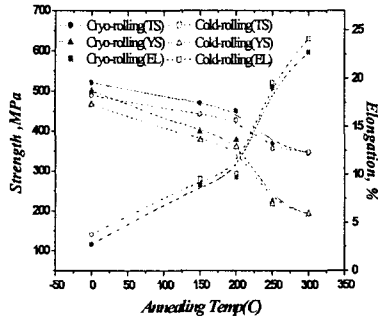


Fig.7 The effect of annealing temperature on mechanical properties of 5083 Al alloy, rolled at cryogenic and room temperatures.

그림7을 보면 인장 강도 및 항복 강도는 어닐링 온도가 증가함에 따라 감소하는 경향을 나타내고 있는데, 앞서 경도 변화 값과 같이 어닐링 150°C 에서도 미세조직의 큰 변화는 관찰되지 않으나, subgrains의 형성 및 전위 밀도의 감소 등의 회복 과정을 나타내고 있다.

그러나 어닐링 온도 150~200°C에서는 미세조직의 큰 변화가 관찰되기 시작하는데, 회복에 의하여 전위가 감소하고, subgrain 폭이 증가한다. 또한 일부 전위들이 아 결정립계인 전위벽(PDW)을 형성하는데(그림6a), 이러한 전위벽 들은 불완전 입계로 변환 되며 일부 불완전 입계 들은 결정립계로 변화한다고 알려져 있다.⁹⁾

또한 그림 6(a)를 보면 약간 연신 되어진 결정립 및 일부 등축에 가까운 결정립도 관찰 되고 있는데 이때 측정된 결정립 크기는 약 200nm 정도로 측정 되었다.

따라서 이 온도 구간에서는 저경각 경계를 갖는 아결정립이 고경각 경계를 갖는 등축 결정립으로 전개되는 과정으로 보여진다.

어닐링 온도 200~250°C에서의 기계적 특성을 관찰해 보면 인장 및 항복 강도의 급격한 감소가 나타나고 있으며, 연신율도 큰 증가를 나타내고 있다.

이는 그림6(b)와 같이 재결정된 결정립의 조대화에 의해 기인된 것으로 판단되며, 그림7(c)와 같이 아직 재결정이 완료되지 않은 미세한 결정립도 존재하는 것이 관찰 되었다.

이런 미세한 결정립은 고경각 경계를 가지면서 결정립 내 전위도 소멸된 등축 결정립 형태로 진행되어 나가고

있으며, 어닐링 150°C에 비해 회복 및 재결정 과정에 의해 보다 안정한 결정립계가 생성 되었음을 알 수 있다.

그러나 그림6(b)와 같이 일부 결정립에서 재결정에 의해 결정립 크기가 1.5~2um 정도로 조대한 결정립이 관찰된 것은 형성된 미세조직이 아직까지 열적으로 안정하지 않은 상태인 것을 의미한다.

또한 냉간 압연한 시편과의 기계적 성질 및 미세 조직의 변화를 비교해 보면(그림7) 어닐링 온도의 증가에 따라 비슷한 연신율을 나타내고 있으나, 극저온 압연한 시편의 경우가 보다 높은 강도를 유지하고 있다.

이는 냉간 압연한 시편의 경우, 극저온 압연과 비슷한 미세조직의 변화가 관찰되고 있으나 어닐링에 따른 전위 밀도의 감소 및 생성된 subgrain의 성장 속도가 상대적으로 크기 때문에 나타난 결과로 생각된다.

4. 결론

5083 Al 합금의 초세립 제조 가능성을 모색 하고자 극저온 압연과 냉간 압연 하에서 압하를 및 어닐링 온도의 변화에 따른 미세조직의 변화 및 기계적 성질을 고찰한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 극저온 압연에 의한 결정립 미세화시 냉간 압연에 비해 변형 에너지의 내부 축적 효과가 상대적으로 커 높은 인장 강도 및 경도값을 나타내었다.
2. 극저온 압연후 어닐링 처리에 의한 경도값 저하는 어닐링 온도 150°C 이상부터 급격히 감소 하였으며, 300°C에서 1시간 어닐링시 압하률에 따른 경도 변화가 없어 재결정이 완료 되었음이 관찰 되었다.
3. 극저온 하에서 85% 압연 후 200°C에서 1시간 동안 어닐링 한 경우 강도의 큰 감소 없이 300nm 이하의 등축의 초미세립 결정립이 관찰 되었다.

참고 문헌

- (1) R.Z. Valiev, D.A. Salimonenko, N.K. Tsenev and P.B. Berbon : Scripta Mater., 37 (1997) 1945
- (2) M. Nemoto, Z. Horita, M. HuruKawa and T. G. Landon : Materials, 4(1998) 1181
- (3) Y. Saito ; H. Utsunomiya, N. Tsuji and T. Saito Y. Minamoto : Scripta Mater, 47(1999) 579
- (4) R. Z. Valiev, R. K. Islangaliev and I. V. Alexandrov : Prog. Mater. Sci. Vol. 45(2000), p.103
- (5) I. V. Alexandrov : Met. Mater. Inter, 7(2001) 565
- (6) Pete Paulin : "Cold Cuts", cutting Tool

Engineering. Vol. 44, No. 5, August 1992
(7) Y. Wang, M. chen, F. Zhou and E : Ma : Nature
Vol. 419(2002), p. 912

(8) N. Tsuji, Y. Saito, Ho utsunomiya and S.
Tanigawa : *scripta Mater.* 40 (1999) 795
(9) J.-C. lee, H.-K. Seok,, J.-Y. Suh : *Acta Mater.*
50(2002), p.4005-4007