

ECAP 강소성 가공에 의한 구조재료 초미세립화

김우겸^{1#}, 안정용¹, 신동혁¹, 박경태², 고영건³, 이종수³

Fabrication of Ultrafine Grained Structure Materials by Equal Channel Angular Pressing

W. G. Kim, Y. J. Ahn, D. H. Shin, K.-T. Park, Y. G. Ko, J. S. Lee

Abstract

Microstructures and tensile properties of low carbon steels, 5083 Al alloy and Ti-6Al-4V alloy fabricated by equal channel angular pressing (ECAP) were examined in order to understand their deformation response associated with a formation of an ultrafine grained (UFG) structure. Room temperature tensile properties of UFG low carbon ferrite/pearlite steels and UFG ferrite/martensite dual phase steel were compared for exploring a feasibility enhancing the strain hardening capability of UFG materials. In addition, low temperature and high strain rate superplasticity of the two grades of the UFG 5083 Al alloy, and Ti-6Al-4V alloy were presented. From the analysis of a series of experiments, it was found that UFG materials exhibited the enhanced mechanical properties compared to coarse grained counterparts.

Key Words : Ultrafine Grained Materials, Steel, Al alloy, Titanium, ECAP

1. 서 론

최근 강소성 가공 방법(severe plastic deformation)을 이용한 초미세 결정립 구조재료에 대한 연구가 활발하게 이루어지고 있다. 이러한 강소성 가공 방법들 중에서 Equal Channel Angular Pressing (ECAP)으로 알려진 강소성 가공법은 동일한 단면적을 갖는 두 채널을 90° 또는 그 이상의 각으로 구성된 die를 통하여 재료에 전단변형에 의한 소성 변형을 일으켜서 재료의 단면적 감소 없이 무한한 변형량을 부여 할 수 있으며 또한 공정이 비교적 단순하고 가공 방향에 따라 다양한 집합조직을 만들 수 있는 장점이 있다. 이러한 ECAP 가공법을 이용하면 다결정재료에서 결정립을 마이크로 이하 submicrometer 또는 nanometer 크기까지 미세화 시켜 강도와 인성을 동시에 향상시킬 수 있다. 특히 강도는 기존의 약 2 배 이상으로 향상되며 연신율

은 저하되지 않는 특징을 나타낸다. 알루미늄 합금과 구리 등 비교적 가공이 용이한 재료들에 ECAP 가공법이 적용되어, submicrometer 크기를 갖는 초미세 결정립이 효과적으로 얻어질 수 있다는 것이 실험적으로 입증 되었다 [1,2].

본 연구에서는 기존 결정립 미세화 기술의 단점을 극복하는 새로운 개념의 기술로서 독창적이며 실용화가 용이한 강소성 가공에 의한 결정립 초미세립화 기술을 개발하고, 이들 공정을 적용하여 porosity-free, bulk 초미세립 철강 및 Al, Ti 합금 등 비철 합금을 제조하여, 강도, 성형성능 등 기계적 특성을 향상시키고자 하였다.

2. 실험 방법

본 연구에서는 저탄소강, 5000 계 알루미늄 합금, 상용순도(commercial pure: CP) Ti 및 Ti-6Al-4V 합금

1. 한양대학교

2. 한밭대학교

3. 포항공과대학교

한양대학교, E-mail: honey_comb@naver.com

을 사용하였으며, 각각의 화학적 조성은 Fe-0.15C-0.25Si-1.1Mn, Al-4.4Mg-0.7Mn-0.15Cr, Ti-6.03Al-3.83V-0.2Fe-0.19O-0.01C-0.007N(wt.%) 이고, 가공조건은 table 1 에 나타나 있다. 저탄소강의 경우 0.15%C 강을 사용하였으며, 950°C에서 1 시간동안 균질화 처리를 수행하였고, 5000 계 알루미늄 합금의 경우 상용 5083Al 합금을 사용하였으며, 열적 안정화 원소인 Sc 을 첨가한 시편을 사용하였다. 또한 각각의 재료에 대한 공정 변수를 고려하여 최적 공정조건을 확립하여 ECAP 가공을 실시하였다.

상온인장시험은 두께 2 mm, 게이지 길이 25.4 mm, 초소성 실험은 두께 2mm, 길이 8mm, 폭 4mm, 게이지 길이 8mm 인 판상형태로 시편을 제작하여 Instron 4206 시험기를 이용하여 인장시험의 변형속도는 $1.3 \times 10^{-3} s^{-1}$ 이었으며, 초소성 실험은 $1 \times 10^{-4} s^{-1} \sim 1 \times 10^{-2} s^{-1}$ 의 영역에서 행하였다.

미세조직 관찰은 SEM 및 영상분석기(image analyzer)를 이용하여 분석하였는데 SEM 관찰 시에는 시편 연마 후 각각의 etchant 에서 etching 하였다. 미세조직 변화 및 석출 거동 관찰 시 TEM 을 이용하였으며 관찰 시에는 시편을 60 μm 까지 기계적으로 연마한 후 지름 3 mm 의 디스크로 천 공한 후 -40°C로 유지되는 전해액에서 40 V 의 전압으로 twin-jet 전해연마를 한 다음, TEM (JEOL 2010)을 사용하여 200 kV 의 가속전압으로 관찰하였다. 한편 Selected Area Electron Diffraction(SAED) pattern 을 이용하여 결정립계의 misorientation 의 정도를 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

본 연구에서는 bcc, fcc, hcp 결정 구조를 가지고 있는 대표적인 구조재료인 저탄소강, 5000 계 알루미늄 고려하여 ECAP 가공을 하였다(table 1). ECAP 합금 및 CP Ti 에 대하여 각각의 공정변수를 가공 전 초기 저탄소강, 5083Al, CP Ti 의 결정립 크기는 각각 30, 15, 100 μm 이며(Fig. 1(a)-(c)), ECAP 가공 (4 passes) 후에는 결정립이 각각 0.1 ~ 0.3 μm 로 미세화

Table 1 ECAP condition used in the present study

materials	ECAP condition
Low carbon steel	350 ~ 500 °C, route C
Al alloy	25 ~ 200 °C, route Bc
CP Ti	200 ~ 600 °C, route C
Ti-6Al-4V	600 °C, route C

됨을 Fig. 1(d)-(f)의 TEM 미세조직사진에서 볼 수 있다. 이러한 미세한 결정립의 경우 결정립계의 형태가 매우 불명확한 형태를 나타내며, 심한 extinction contour 가 결정립계를 따라 나타난다. 한편 현재 나타나 있는 SAED pattern 은 많이 diffuse 되어 ring pattern 의 경향을 나타내고 있다. 이러한 ring pattern 은 이들 결정립들 사이의 방위차가 존재하며 보다 고경각을 갖는 결정립으로 이루어 졌음을 나타낸다.

3.2 초미세립 구조재료의 상온 인장 특성 평가

초미세립 구조 재료의 가장 큰 특징은 합금성분 변화 없이 초고강도, 고인성, 고성형성을 나타내는 것이다. 대표적인 구조재료인 저탄소강의 경우 결정립계를 0.2 μm 까지 초미세화 함으로서 Fig. 2 에서 보는 바와 같은 고강도를 보다 단순한 조성에서 얻을 수 있다. Al 합금의 경우 0.15%C steel 에서 나타난 것과는 달리, 인장강도의 증가는 크지 않으나 항복강도의 현저한 증가를 나타내었으며 연신률의 감소 또한 크지 않았다. 그러나 이와 같이 초고강도를 나타내는 초미세립 구조재료에 있어, 가공경화능 (strain hardening capability)이 결여 되어있어 이를 개선시키는 것이 중요하다. 초미세립 재료에 있어 상온 소성변형 거동을 전위운동론 및 동적회복 속도 측면에서 고찰하여 초미세립 재료에서 가공경화가 나타나지 않는 원인을 규명한 결과, (a) 결정입계에 고착된 격자 전위의 분산 속도가 전위 생성 속도와 거의 평형을 이루는 동적 회복, (b) 전위의 평균 이동 길이(mean free dislocation length)가 결정립과 유사한 특성 때문으로 밝혀졌다 [3,4].

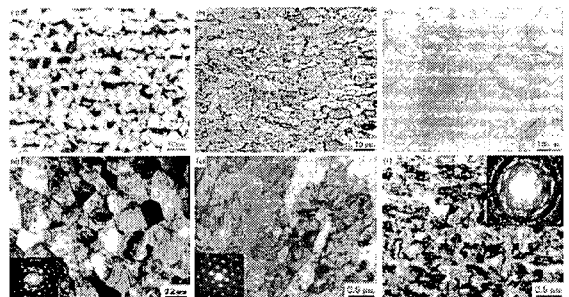


Fig. 1 Optical micrographs of as-received (a) low carbon steel, (b) 5083 Al alloy, (c) CP-Ti, and TEM micrographs of ECAPed (a) low carbon steel, (b) 5083 Al alloy, (c) CP-Ti

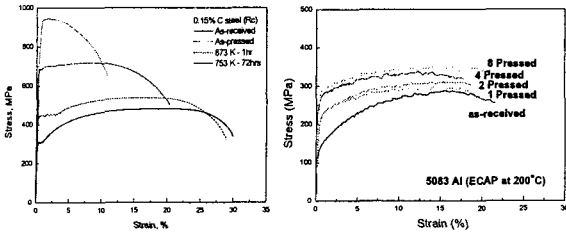


Fig. 2 Nominal stress-strain curves for ECAPed steels and 5083 Al alloy

3.3 초미세립 이상조직강 제조

탄소강에서 가공경화능 등의 인장성질을 향상시키기 위하여, 결정립 미세화와 함께 이상 조직 (dual-phase)을 활용하였다. 조대한 결정립(CG-DP)과 미세한 결정립(UFG-DP)의 이상조직강의 미세조직이 Fig. 3에서 나타나 있으며, 이 경우 미세 조직 상에 크게 차이가 나타난다. CG-DP는 이상영역에서 어닐링 동안 펄라이트 분해에 의해 형성된 오스테나이트의 변태에 의해 불균일한 형태의 마르텐사이트가 형성되며, 페라이트-페라이트 입계를 따라 불완전한 마르텐사이트의 망이 형성되는 반면에 동일한 열처리를 통하여 제조된 미세한 UFG-DP는 등축의 미세한 페라이트 결정립과 균일하게 분포한 미세한 마르텐사이트로 구성되어 있다. 일반적인 이상조직강처럼 UFG-DP에서 상변태를 수용하기 위해, 높은 전위 밀도를 갖는 많은 전위가 마르텐사이트에 인접한 페라이트 부근에서 관찰되었다. 이러한 이동전위(mobile dislocation) 때문에 일반적인 조대한 결정립에서 빠른 가공경화능을 나타내며, 이로부터 미세한 결정립의 이상조직강에서도 초기의 빠른 경화 현상이 예측된다.

초기 소성변형 단계에서 빠른 가공경화 현상이 나타나는 것은 이상조직강에서의 특징적인 인장 특성으로 (Fig. 4(a)), 본 연구에서는 Swift 식에 근거한 modified Crussard-Jaoul (C-J) 분석(식 1, 2)을 통해 결정립크기에 따른 가공경화 현상을 고찰하였다 [5,6].

$$\epsilon = \epsilon_0 + k\sigma^m \quad (1)$$

$$\ln(d\sigma/d\epsilon) = (1-m)\ln\sigma - \ln(km) \quad (2)$$

여기서 ϵ 와 σ 는 진변형률과 진응력을 나타내며 m 은 가공경화지수 ϵ_0 와 k 는 재료상수이다. Fig. 4(b)에서 두 가지 중요한 특징을 알 수 있다.

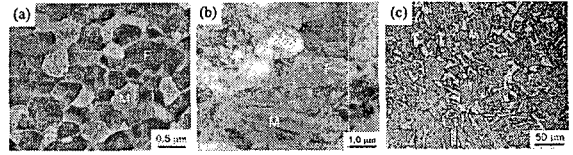


Fig. 3 Microstructures of the present dual phase steels: (a) UFG-DP steel (SEM), (b) UFG-DP steel (TEM), (c) CG-DP steel (optical)

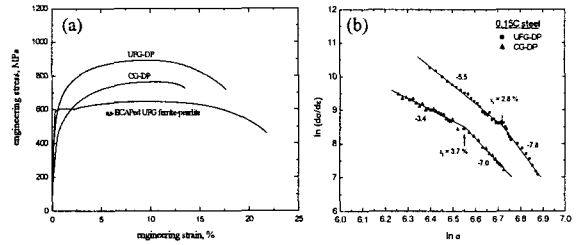


Fig. 4 (a) The stress-strain curves of the present dual phase steels, (b) A plot of the $\ln(ds/de)$ versus $\ln \sigma$ for the modified C-J analysis based on the Swift equation: the slope of line segment is equivalent to $(1-m)$

첫째 UFG-DP 강 의 경우에도 CG-DP 강에서와 같이 두 단계의 가공경화 거동을 나타낸다. 낮은 기울기 값을 나타내는 첫 번째 단계에서 페라이트는 소성변형을 하며 마르텐사이트는 탄성변형을 한다. 이 경우 UFG-DP 강은 CG-DP 강에 비하여 큰 가공경화지수가 나타난다. 둘째, 첫번째와 두번째 단계 사이에 기울기 변화가 나타나는 변형률 (transition strain, ϵ_{tr})은 CG-DP가 3.7%인 것에 비해 UFG-DP는 2.8%로 낮은 값을 나타낸다. 이는 UFG-DP 강에서 마르텐사이트 변형이 빨리 일어남을 의미하며, 응력이 페라이트에서 마르텐사이트로 보다 용이하게 전달되기 때문으로 생각된다 [7].

3.4 초미세립 5083Al 합금의 초소성 성질 향상

본 연구에서는 상용 5083 Al 합금에 강소성 가공을 적용하여 우수한 저온·고변형을 초소성을 얻고 (Fig. 5), 초미세립 재료에서 나타나는 저온·고변형을 초소성의 고온 변형 기구를 규명하였다 [8]. 5083Al 및 5083Al+Sc 합금에서 초소성 성질이 향상되는 것은 강소성 가공에 의해서 고경각의 미세한 결정립 분율이 증가되어 입계미끄럼이 조장되기 때문이다.

3.5 초미세립 Ti-6V-4Al 합금 제조

Ti-6Al-4V 합금은 낮은 밀도, 높은 비강도 및 부식저항성 그리고 탁월한 고온강도를 갖고 있는 대표적인 경량 고온구조재료이다. 그러나 α 상 (hcp) 및 β 상 (bcc)으로 이루어진 이 합금은 가공이 어려운 (hard-to-work)재료로, 이전의 연구 결과에 의하면 초미세립 제조를 위한 ECAP 가공 시 표면에 심한 균열이 발생 한다 [9]. 본 연구에서는 ECAP 가공온도 및 초기 미세조직 등을 조절함으로써 이러한 문제를 해결하여, 표면에 심한 균열이 없는 비교적 균일한 변형을 일으키는 온도에 따른 최적의 가공조건을 확립할 수 있었다. 또한 등방성조직과 층상조직을 갖는 Ti-6Al-4V 합금에서 강소성 가공의 변형거동차이를 연구하여 (Fig. 6), 두 조직에서의 변형차이가 α 상과 β 상 계면에서 전위의 거동 차이에 인함을 밝힐 수 있었다 [10].

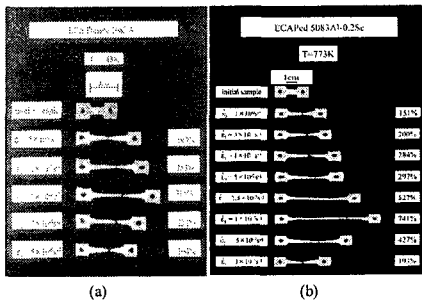


Fig. 5 (a) Low temperature superplasticity in the ultrafine grained commercial 5083 Al alloy (b) High strain rate superplasticity in the ultrafine grained commercial 5083 Al+Sc alloy

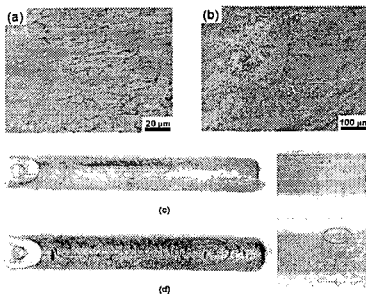


Fig. 6 Microstructures and surfaces after a single ECA pressing: (a, c) equiaxed and (b, d) Widmanstätten microstructure. The pressing direction is from left to right. Mark 'A' shows lamellae kinking and bending in the Widmanstätten microstructure

3. 결론

1. 대표적인 구조재료인 저탄소강의 경우 결정립계를 0.2 μm 까지 초미세화 함으로서 고강도를 보다 단순한 조성에서 얻을 수 있었으며, Al 합금의 경우 항복강도의 현저한 증가를 나타내었다.
2. 합금원소의 첨가 없이 동일한 연신율을 유지하며, 높은 강도 및 가공경화능을 나타내는 우수한 초미세립 결정립의 이상조직강을 제조할 수 있었다.
3. 초미세립 5000 계 Al 합금에서의 결정입계미끄럼 기구에 의한 초소성 성질 향상을 얻을 수 있으며, 이 경우 초미세립 조직과 함께 높은 분율의 고경각 결정립계 형성이 중요하다.
4. 가공이 어려운 재료 (Ti-6Al-4V 합금)에 대해서도 ECAP 가공을 적용하여, 우수한 기계적 성질을 갖는 초미세립 재료를 제조할 수 있다.

후 기

본 연구는 과학기술부 21C 프론티어연구실사업 (05K1501-00200)과 국가지정연구실사업의 지원으로 이루어졌으며, 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

- [1] R. K. Islamgaliev, N. F. Yunusova, R. Z. Valiev, N. K. Tsenev, V. N. Perevezentsev, T. G. Langdon, 2003, Scripta Mater., vol. 49, pp. 467.
- [2] Koji Neishi, Zenji Horita, Terence G. Langdon, 2003, Mater. Sci. Eng. A, vol. 352, pp.129.
- [3] D. H. Shin, B. C. Kim, K. -T. Park and W. Y. Choo, 2000, Acta Mater., vol. 48, pp. 3245.
- [4] K. -T. Park, Y. S. Kim and D. H. Shin, 2001, Metall. Mater. Trans. A, vol. 32, pp. 2373.
- [5] R. E. Reed-Hill, W. R. Cribb and S. N. Monteiro, 1973, Metall. Trans. A, vol. 4, pp. 2265.
- [6] H. W. Swift, 1952, J Mech Phys Solids, vol. 1, pp.1.
- [7] K. -T. Park, S. Y. Han, B. D. Ahn, D. H. Shin and Y. K. Um, 2004, Scripta, vol. 51, pp. 909.
- [8] K. -T. Park, D. Y. Hwang, S. Y. Chang and D. H. Shin, 2002, Metall. Trans. A, vol. 33, pp. 2859.
- [9] S. L. Semiatin and D. P. DeLo, 2000, Mater. And Design, vol. 21, pp. 311.
- [10] S. M. Kim, J. Kim, D. H. Shin, Y. G. Ko, C. S. Lee, S. L. Semiatin, 2004, Scripta Mater., vol. 50, pp. 927.