

과시효처리된 7075 Al합금에 있어서 압연조건이 재결정조직과 강도에 미치는 영향

김 창 주 · 김 형 육

한국기계연구원 재료기술연구부

Effects of rolling condition on recrystallized structure and
strength in over-aged 7075 Al alloy

Chang-Joo Kim, Hyoung-Wook Kim

Dept. of Materials Science & Engineering, Korea Institute of Machinery and Metals, Changwon 641-010

초 록 항공기용 고력 Al합금인 7075 Al합금의 물성개선을 위한 가공열처리 방안으로서 과시효 처리후 온간 및 냉간 압연에 의한 소성가공이 재결정조직과 강도에 미치는 영향에 대하여 연구하였다. 소성가공후 재결정처리에 의해 결정립을 미세화하는 공정에서 소성가공 전 과시효를 함으로써 재결정립의 미세화 정도는 더욱 현저하였다. 이는 과시효에 의한 조대한 석출물이 재결정처리시 핵생성 site로서 작용하였음을 의미한다. 본 연구에서 항복강도와 재결정립의 크기와는 Hall-petch식을 만족하지 않았으며 이는 등축이 아닌 연신된 결정조직에 기인된 결과로 보이며, 항복강도가 재결정립의 종횡비에 직선적으로 비례하였다. 또한 결정립 미세화를 통한 강도, 인성향상을 목적으로 하는 TMT (Thermo-mechanical Treatment) 공정에서는 심한 냉간가공에 의해서보다는 온간에서의 소성가공이 바람직함을 알 수 있었다.

Abstract We studied on the effects of hot-worm rolling on recrystallized structures and tensile strength in over-aged 7075 Al alloy, to develop the process for improving properties. It showed more clear effect of the grain refinement with over-aging before plastic deformation. That means, the coarse precipitates from over-aging play a role as nucleation sites in the course of recrystallization. And on this study, the relations between yield strength and grain size was not satisfied with Hall-Petch equation because of the elongated structure, but the yield strength is proportional to aspect ratio of grains. In TMT process for improving strength and toughness, the worm working is available for increase of those properties than cold working.

1. 서 론

최근에 Al합금 구조용 가공재의 물성개선을 위한 가공열처리 및 응용기술의 진보는 괄목할 만하며, 특히 가공열처리법의 도입은 미세 결정립의 형성, 조대한 이상입자의 미세화, 초소성 특성부여, 기계적특성의 이방성 제거 등에 기여하고 있다.

Di Russo¹⁾ 등은 7075 Al합금의 주괴를 300°C에서 온간가공 및 금냉 후 고온에서 빠른 가열에 의해 재결정시키는 중간 가공열처리법 (ITMT; Intermediate Thermomechanical Treat-

ment)을 이용하여 주조조직을 완전히 소멸시키고 미세결정립을 얻는데 성공하였으며, FA (Frankford Arsenal)-ITMT²⁾에서는 고온에서 균질화처리 뒤 로냉 후 온간가공을 행하고 빠른 가열에 의해 재결정시킴으로써 역시 미세한 결정립을 얻고 있다. 그러나 이를 공정은 장시간의 열처리와 복잡한 공정을 거치므로 실용적인 면이 낫다.

한편 Wert³⁾ 등이 개발한 RI(Rockwell International)-ITMT는 7075 Al합금의 경우 고온에서 균질화처리 후 400°C에서 8시간 과시효처리하여 0.7~1.0μm의 석출물을 형성시키

고 220°C에서 온간압연 및 재결정처리하는 공정으로 10μm이하의 재결정립을 얻을 수 있다. 이는 종래의 가공열처리 공정을 종래에 비해 4단계로 단축은 시켰으나 항온을 유지해야 하는 온간압연이 도입되므로 양산화 공정기술상에 문제를 내포하고 있다. 한편 住友輕金屬에서 개발한 SLM(Sumitomo Light Metal)-ITMT⁴⁾는 고온으로 가열 후 5°C/min 이하로 냉각시켜 1μm정도의 제2상 입자를 석출시키고 냉간가공 후 석출물을 핵으로 재결정시키는 공정으로, 심한 냉간가공이 적용되어 후판재 가공등에는 어려움이 있다.

이에 대해 Reynold와 Northrop Co.가 공동으로 개발한 MD254⁵⁾ 가공열처리 공정은 370~330°C에서 시작하여 연속적인 압연으로 일정 두께로 줄인 후 냉간압연을 함으로써 5~6mm두께까지의 초소성 판재를 양산할 수 있게 하였다.

이상과 같이 최근에 개발된 중간 가공열처리 공정의 이론적 배경은 첫째, 과시효처리에 의한 0.7~1.0μm 정도의 조대한 석출물의 생성과 이를 냉간가공후 재결정처리시 결정핵으로 이용하는 공정, 둘째, 높은 온간가공온도에서 출발하여 냉간가공에 도달함으로서 심한 냉간 가공만에 의한 가공성이나 심한 냉간가공시 재료내부에 미세균열의 발생가능성을 해결한 공정등이다.

이에 본 연구에서는 두께가 50mm와 100mm인 7075 Al합금의 후판재를 대상으로 일정한

소성가공량하에서 재결정조직의 미세화효과를 알아보기 위하여 과시효처리 및 열간-온간 압연후 냉간 압연, 2차과시효처리후 열간-온간 압연이 재결정조직과 강도 등에 미치는 영향을 조사하였다.

2. 실험방법

실험에 사용한 7075 Al합금 시료는 판재로서 두께 100mm인 A사의 제품과 두께 50mm인 B사의 것으로 합금성분은 다음의 표 1과 같다.

Table 1. Chemical composition of 7075 Al alloy(wt%)

	Zn	Mg	Cu	Fe	Si	Cr	Al
A-Specimen	5.53	2.46	1.67	0.30	0.11	0.21	bal
B-Specimen	5.76	2.61	1.50	0.21	0.08	0.20	bal

2.1 가공열처리

시료는 제품상태이므로 어떠한 가공열처리 이력을 가졌을 가능성성이 크므로 이에 대한 영향을 없애기 위해 우선 480°C에서 6시간 동안 균질화처리를 겸한 열처리를 하였고, 실험을 위한 몇가지 가공열처리 조건을 표2에서와 같이 선정하였으며 이 공정들을 계통적으로 표시하면 다음과 같다. 단, 열간-온간압연은 425°C에서 시작하여 약 15% 정도 씩을 압하율을 적용한 6~8 Pass로써 최종 압연온도는 자연공냉에 의해 저하하여 약 200°C 정도인 온간에서 마무리되게 하였다.

Table 2. TMT process for experiment

No.	Solid solution	Over aging & H-WR	1st Recrys.	2nd Rolling	2nd Recrys.
1-1	480°C/6hr	400°C/10hr + 74% R	480°C/1hr	—	—
1-2	480°C/6hr	400°C/10hr + 87% R	480°C/1hr	—	—
2-1	480°C/6hr	400°C/10hr + 87% R	—	50% C.R.	480°C/0.5hr
3-1	480°C/6hr	400°C/10hr + 74% R	480°C/1hr	400°C/8hr + 50% H-W	480°C/0.5hr
3-2	480°C/6hr	400°C/10hr + 87% R	480°C/1hr	40°C/8hr + 50% H-W	480°C/0.5hr

첫째, 과시효처리→열간-온간압연→재결정 처리한 경우

둘째, 과시효처리→열간-온간압연→냉간압연→재결정처리한 경우

셋째, 1차 과시효처리→온간압연→재결정처리→2차 과시효처리→열간-온간압연 또는 냉간압연→재결정처리의 중복

2.2 결정립 크기의 측정

결정립도의 측정은 시료의 압연방향(L-방향)에 수직한 면에서 T-방향과 S-방향에 평행하게 Linear intercept method를 적용하여 각각의 방향에서 결정립의 크기를 구하였다. 시료는 가공열처리후에도 Pancake의 조직을

가지므로 3차원적 결정립도는 다음과 같이 추정할 수 있다.

$$D = \frac{3}{(dT^{-1} + dL^{-1} + dST^{-1})} = \frac{3}{(2dT^{-1} + dST^{-1})}$$

L-방향에 수직한 면의 조직은 T-방향에 수직한 면의 조직과 거의 일치하는 것을 확인할 수 있었으며, 결정립도는 그림 1에서와 같이 L-방향에 수직한 면에서 결정립의 두께 방향과 길이 방향의 결정립 크기를 구하여 결정할 수 있다.

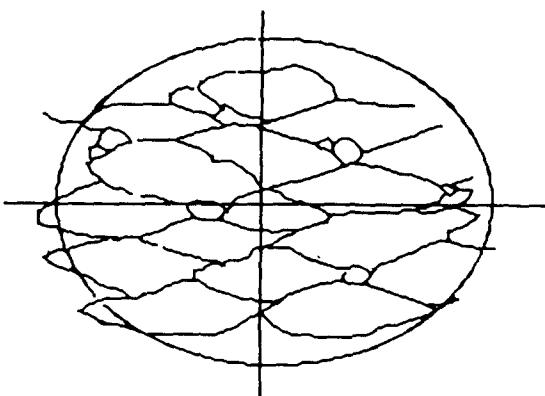


Fig. 1. Schematic illustration of the method for grain size measurement

경우에 재결정립내에서는 석출물로 보이는 1 μm 이하의 미세한 입자와 1~10 μm 정도의 조대한 이상 입자가 혼재하여 있다.

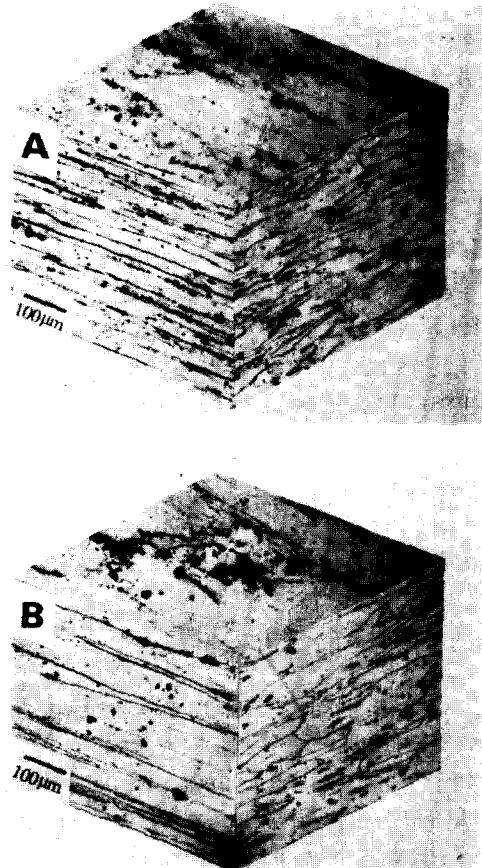


Photo. 1 Typical microstructures of as received 7075 aluminum alloy specimen

(A) Outer section (B) Inner section

3. 결과 및 고찰

3.1 미세조직의 특성

사진1은 100mm두께인 A사 시료의 입수된 상태의 조직으로 A)와 B)는 각각 외부 및 내부의 조직을 입체적으로 보이고 있다. 여기서 결정립은 Pancake의 형상이며 가공방향에 대한 수평단면에서의 결정립의 두께를 비교하여 볼 때, 내부조직에서의 결정립두께는 약 25~30 μm 정도이나 외부조직에서는 약 40~50 μm 정도로 두껍다. 이를 대상으로 전술한 표2에서와 같이 선정한 가공열처리를 한 경우의 금속조직 사진은 사진 2와 같다. 즉 사진에서 A), B), C), D) 및 E)는 각각 1-1, 1-2, 2-1, 3-1 및 3-2의 표면부 조직으로 압연면에 수직인 단면을 나타내고 있다. 대부분의 경우에 다소 변형된 결정을 갖고 있어 완전한 재결정이라고는 할 수 없으나 변형량이 클수록 재결정립은 미세화됨을 볼 수 있다. 그리고 모든

한편, 시료는 표1의 성분분석에서와 같이 불순원소로서 Fe, Si 및 Cr 등을 0.5% 정도 함유하고 있다. 이를 중 공정반응 원소인 Fe와 Si는 주조조직에서 0.5~10 μm 크기의 조대한 공정화합물을 생성하여 수지상정 사이에 편석되어 균질화 처리시 기지 내부로 고용도 되지만 일부는 기지중에 잔류하며, 이들은 냉간가공 등의 소성가공시 파괴가 잘 일어나는 취약한 특성이 있는 불용성의 이상 입자라고 알려져 있다⁵⁾.

그리고 사진3은 기지내부에 존재하는 조대한 이상입자들에 대한 분석 결과를 나타낸 것으로, A)는 이들 이상입자에 대한 주사전자현미경 사진이며, B), C)는 A)의 이상입자에

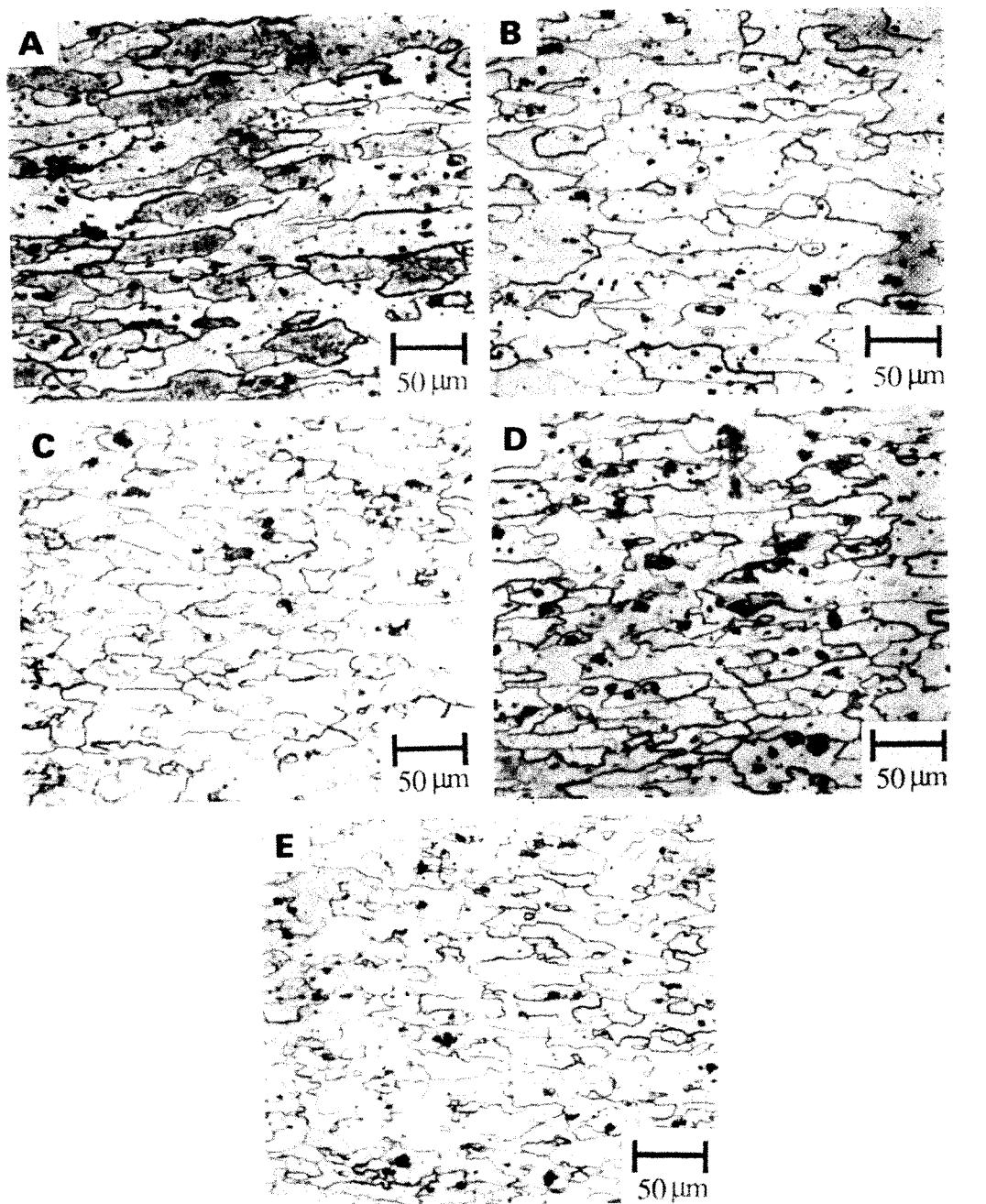


Photo. 2. Microstructures of 7075Al alloys for various TMT processes

(A) 1-1 process, (B) 1-2process, (C) 2-1 process
 (D) 3-1 process, (E) 3-2 process

있어서 $\text{FeK}\alpha$ 및 $\text{CuK}\alpha$ 에 대한 X-ray mapping 분석 결과이며, (D)는 이에 대한 EDS(Energy dispersive X-ray spectroscopy) 분석 결과이다. 이들을 종합해 보면 $1\sim10\mu\text{m}$ 의 조대

한 이상 입자는 주로 FeCu_2Al_7 및 FeAl_3 로 간주된다.

위의 결과에서 $1\mu\text{m}$ 이하의 미세한 석출물은 물론 $1\sim10\mu\text{m}$ 정도의 조대한 FeCu_2Al_7 및

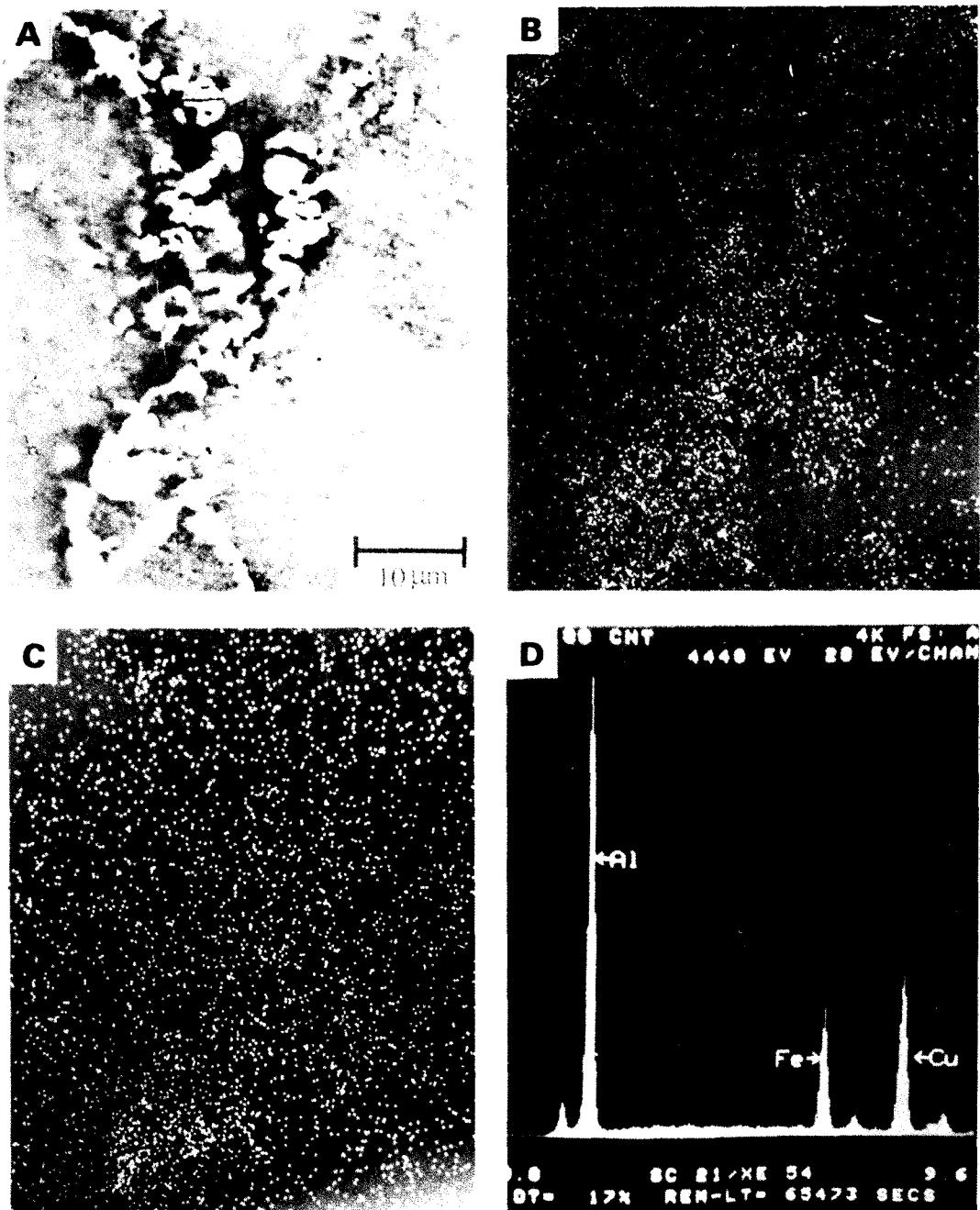


Photo.3 Analysis of coarse particles in 7075aluminim alloy

- (A) Scanning electorn micrograph of coarse particles
- (B) X-ray mapping of Fe distribution
- (C) X-ray mapping of Cu distribution
- (D) Compositional analysis of coarse particles

FeAl₃ 등의 공정화합물들도 모두 결정립내에 존재하고 있음으로 보아 이들은 재결정시 그

의 핵생성 site로서 작용하였을 가능성이 높음을 알 수 있다.

그림 2는 위의 모든 가공열처리 조건으로부터 얻어진 시료의 내부 및 표면부 재결정 조직의 크기변화를 총가공량에 따라 도시한 것으로, 소성가공에 의한 가공률이 74%로 비교적 작은 경우에는 재료의 내부와 표면부간에 있어서 결정립은 그 직경이 각각 $30\mu\text{m}$ 과 $40\mu\text{m}$ 로서 비교적 큰 차이가 있으나 가공률이 점차 커져 93.5%정도에서는 직경이 각각 $17\mu\text{m}$ 과 $21\mu\text{m}$ 정도로 그 차이는 현저히 줄어들고 있다. 이와같은 현상으로 보아, 이보다 더 큰 가공률을 적용하면 재료의 내부 및 외부의 결정립도 차이를 해소시킬 것임을 예측할 수 있다. 이는 두꺼운 재료에 있어서 초기 낮은 변형도의 가공시에는 재료의 내부 및 외부에서의 소성변형량에 차이가 있으며 점차 가공도가 증가하면서 재료의 두께가 얇아짐에 따라 재료의 내부까지도 변형이 충분히 전파되므로 어느 정도 이상의 가공률과 재료의 두께가 얇아지는 시점에서부터는 내부와 외부의 결정립도의 크기 차이가 급격히 감소하게 된다.

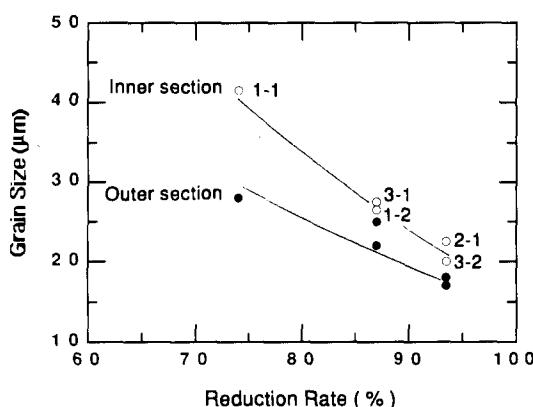


Fig. 2. Change of grain size with reduction rate for 7075Al alloys

한편, 최종적인 가공량에 있어서 시료 1-2와 3-1의 경우는 87%로 같고, 시료 2-1과 3-2 공정의 경우는 가공량이 93.5%로 서로 같으나 결정립의 크기는 그림 2에서처럼 다소 차이를 보이고 있다. 즉 일정한 총가공량에 있어서 이를 한번에 열간-온간압연하는 경우나 열간-온간압연과 냉간압연으로 나누어서 하는 경우에 비하여 중간에 과시효처리 공정을 삽입하고 열간-온간 및 냉간압연으로 나누어 하는 경우의 결정립도가 다소 미세화에 더

효과적임을 알 수 있다.

이런 결과는 결정립의 미세화를 위한 가공열처리방안으로, 과시효처리→소성가공→재결정처리의 가공열처리공정을 도입하는 경우에, 재결정처리시 핵생성 site로서 작용할 석출물의 생성, 결정의 성장을 억제할 수 있는 과시효처리 온도와 시간, 그리고 내부결함을 유발하지 않으며 최대의 소성가공이 가능한 최저온도구간에서의 적절한 가공률에 의한 가공조건이 재결정립의 미세화와 강도를 좌우하는 요소로 본다.

한편 재결정립의 크기에 영향을 미치는 요소중에서 가공온도의 의존성은 무시할 수 없으며 재결정이 Johnson-Mehl kinetics에 의해 일어난다고 가정하여 J. A. Wert⁶⁾ 등이 재결정립의 크기를 예측한 다음의 식(1)에서 재결정립의 크기(D_R)은

$$D_R = K \left(\frac{P_D - P_Z}{N_v(\eta_c)} \right)^{\frac{1}{4}} \quad (1)$$

여기서 K ; 상수

P_D ; 재결정의 구동력인 내부축적에너지

P_Z ; 분산입자에 의한 drag pressure

$N_v(\eta_c)$; potential nucleation sites의 밀도

의 관계로 표시하고 있다. 위의 식에서 가공이전의 과시효처리 조건이 동일하므로 P_Z 의 효과는 같을 것이며, 다만 가공온도의 증가가 내부축적에너지 P_D 와 potential nucleation sites의 밀도 $N_v(\eta_c)$ 를 어느정도 감소하게 만들것이나 각각의 효과를 정량적으로 측정하기는 어렵다.

이러한 경향을 입증하는 것으로 사진 4에서 (A)와 (B)는 과시효 처리 후 각각 425°C와 220°C에서 70% 압연 후 재결정처리한 경우로 전자인 고온에서 압연한 것이 후자인 저온에서 압연한 것에 비해 결정립이 조대하고 변형된 흔적이 많이 남은 조직으로 이상적인 재결정의 형상이 아니다. 이는 위의 관계에서 고온 가공의 경우에는 재결정의 구동력인 내부축적에너지 P_D 나 potential nucleation site의 밀도 $N_v(\eta_c)$ 가 감소한 영향에 기인하였음을 의미하는 것이다. 즉 potential nucleation site의 밀도 $N_v(\eta_c)$ 를 결정하는 것이 주로 조대

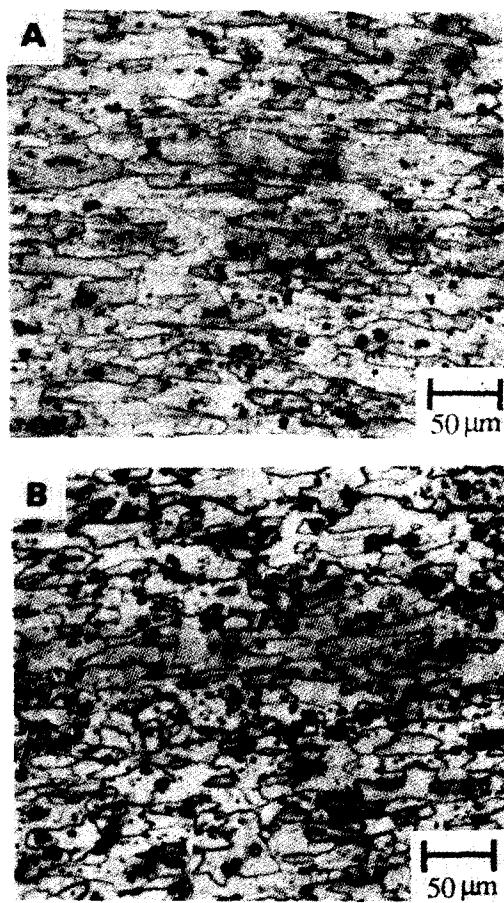


Photo.4 Microstructures of 7075Al alloys rolled at high and low temperature (A) 70% rolled at 425 °C, (B) 70% rolled at 220°C

한 석출물이나 이상입자의 주위나 결정립계를 중심으로 소성가공시 발생되는 밀집된 전위군과 같은 내부결함의 밀도라고 가정할 때, 고온 가공시 이들 전위군은 발생과 동시에 많은 량이 자연 소멸될 것으로 보며, 저온가공일수록 잔류량이 많아 그 밀도를 증대시키는 결과가 될 것이다. 따라서 위의 관계에서 재결정립의 미세화에는 potential nucleation site의 밀도 $N_V(\eta_C)$ 와 내부축적에너지(P_D)의 의존성이 크리라 본다.

3.2 간도 톤선의 변화

그림 3은 가공열처리 조건이 다른 시료들의 재결정립의 크기와 항복강도의 관계로서 결정립 크기의 간소에 따라 핵본강도는 증가

한다. 즉, 결정립의 크기가 $D^{-1/2} = 0.22 \sim 0.24$
 $\mu\text{m}^{-1/2}$ 정도로 미세화하는 경우에 항복강도의
 증가는 급격하나 그 이하로 미세화함에 따른
 항복강도의 증가는 크게 둔화되고 있다. 한편
 Hall-Petch^{7, 8)}식에 의한 항복강도와 잘 발달
 된 결정립 크기의 관계를 보면 다음의 식(2)
 와 같이 직선적 관계를 갖는다.

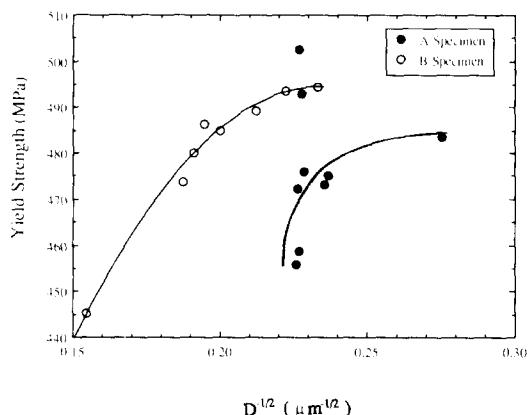


Fig. 3. Change of yield strength with grain size for 7075Al alloys

여기서 σ_0 : 마찰응력

k : 일계강화계수

d : 일자 크기

그리나 그림 3에서처럼 본 실험의 결과는 위의 식(2)와 같은 관계를 만족하지 못하며, 이는 사진2, 사진4에서 볼 수 있는 바와 같이 잘 발달된 등축상의 재결정이 아닌 변형된 결정리학상에 기인된 결과로 볼다.

그리고 그림 4는 A, B 시료에 대하여 종횡비(aspect ratio)와 인장특성의 관계를 나타낸 것으로 종횡비가 작아질수록 인장 및 항복강도가 증가됨을 볼 수 있으며 그 관계는 거의 직선적이다. 흰편 표1에서와 같이 Fe, Si 등의 불순물이 많았던 A사 시료의 경우는 B사 시료에 비해 종횡비와 인장특성에 있어서 상대적으로 낮고, 직선의 기울기는 높은 값을 보였다. 이는 재결정립이 조대할수록 불순원소에 의한 화합물이 결정립계의 강화를 저해하는 분률이 커짐을 말하는 것이다. 그러나 가공여정과 고품질에 의해 종횡비가 차이지나는

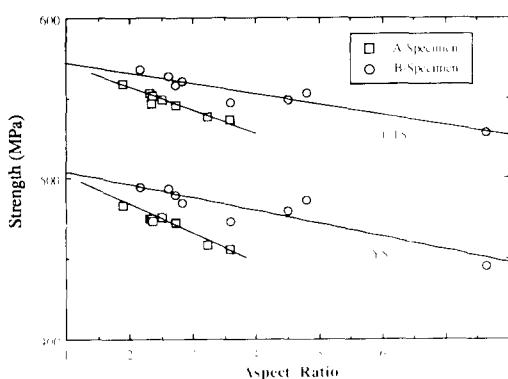


Fig. 4. Change of tensile and yield strength with aspect ratio for 7075Al alloys

것은 재결정립이 미세화된다는 것을 의미하며, 이를 위해서는 과시효에 의한 조대한 석출물과 공정화합물인 이상 입자들이 이후의 심한 가공에 의해 균일하게 파괴, 분산되고 이들이 재결정처리시 핵생성 site로 작용하여야 한다. 결과적으로 석출물 및 제 이상입자들이 재결정립계가 아닌 입내에 존재하게 됨으로써 입계의 강화를 저해시키는 불순물의 량을 감소시킨 효과도 나타내게 되어 또 다른 장점으로 인정될 수 있다. 그리고 그림 5는 B

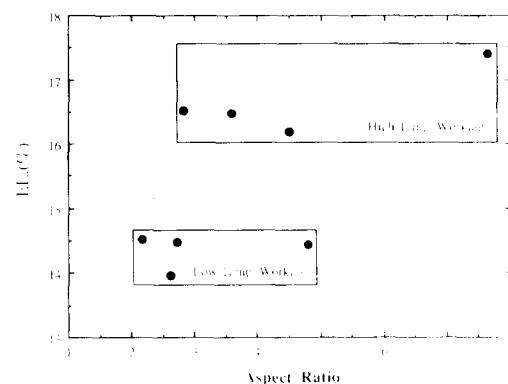


Fig. 5. Change of elongation with aspect ratio and working temperature for 7075 aluminum alloy

사 시료에 있어서 고온 및 저온가공재의 종횡비와 연신률의 관계를 나타내는 것으로 연신률에 미치는 영향요소로서 종횡비 보다는 가공온도에 따른 영향이 큼을 알 수 있다. 이는 저온에서 가공시 재료 내부의 취약하고 조대

한 이상입자들의 주위를 중심으로 미세한 균열이 발생하여 존재할 가능성이 높기 때문이며, 미세균열의 발생은 1회 냉간가공률이 정도이상으로 높으면서 총가공량이 클수록 더욱 현저하리라 본다. 그리고 이와같은 현상은 표 3의 파괴인성의 평가에서도 확인되고 있는 바와 같이, 결정립의 크기에 따라서도 그 영향은 다소 있으나 그 보다도 가공온도의 영향이 더욱 크다. 따라서 결정립의 미세화를 통한 강도, 연신률 및 파괴인성 등의 향상을 목적으로 채택되는 TMT공정에는 냉간에서의 심한 소성가공을 피하고 연성이 증대된 온간에서의 소성가공을 도입함이 가장바람직하다고 본다.

Table 3. Effect of TMT process on fracture toughness(KQ, Kg/mm^{3/2})

Process	1-1	1-2	2-1	3-2
KQ	150	146	125	132

4. 결 론

결정립의 미세화를 위한 조치로서 과시효처리→소성가공→재결정처리의 가공열처리공정을 도입하는 경우에, 재결정 처리시 핵생성 site로서 작용할 석출물의 생성, 결정의 성장을 억제할 수 있는 과시효처리 온도와 시간, 그리고 내부결함을 유발하지 않으며 최대의 소성가공이 가능한 최저온도 구간에서의 적절한 가공률에 의한 가공조건이 재결정립의 미세화와 강도를 좌우함을 알 수 있으며 본 연구에서는 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 과시효처리에 의해 생성된 조대한 석출물은 공정화합물과 같은 이상입자와 함께 심한 소성가공에 의해 기지중에 균일 분산되고 재결정처리시 핵생성 site로 작용하고 있다.
2. 이들 이상입자들은 재결정처리로 입내에 존재하게 되므로 입계강화를 저해시키는 요인을 감소시키는 효과도 수반한다.
3. 소성가공온도는 재결정립의 크기에 영향을 미치며, 이는 가공온도에 따라 potential nucleation site의 밀도가 다른 결과에서 기인하기 때문이다.
4. 본 연구의 결과에서 재결정립의 크기와 항복강도의 중감관계는 Hall-Petch식에서와

같이 직선관계를 얻지 못하였으며, 이는 재결정립이 이상적인 등축현상이 아닌 것에 기인한다고 볼 수 있다.

5. 재결정립의 종횡비가 감소할수록 강도는 직선적인 증가를 보였다.

6. 인장특성 중 연신률은 재결정립의 종횡비보다는 가공온도의 영향이 크며, 이는 심한 냉간가공시 내부에 발생하는 미세균열등의 내부결함적 요인의 가능성에 기인된다고 본다.

참 고 문 헌

1. E. Di Russo, M. Conserva, M. Buratti and F. Gatto, Mater. Sci. Eng., 14, 23(1974)
2. J. Waldman, H. Sulinski and H. Markus, Metall. Trans., 5A, 573(1974)
3. J. W. Wert, N. E. Paton, C. H. Hamilton and M. W. Marhoney, Metall. Trans., 12A, 292, (1981)
4. H. Yoshida, H. Tanaka and S. Tsuchida, 住友輕金屬技報, 58(1988)
5. 김창주, 정재영, 우의성, 항공기용 고력 알루미늄 합금의 압연 및 단조부품 개발, UNC250-1362.C, 52(1990)
6. J. A. Wert, X. Henry Chia, Microstructural control in aluminium alloys, TMS-AIME, pp.67, N. Y., (1986)
7. E. O. Hall, Proc. Phys. Soc. London, 64B, 747(1951)
8. N. J. Petch, J. Iron, Steel Inst., 174, 25 (1953)