

누적압연접합에 의한 5052 Al 합금의 결정립 미세화와 기계적 특성 연구

하중수* · 강석하* · 김용석**
(2003년 5월 15일 접수)

An Investigation of Microstructural Evolution and Sliding Wear Behavior of Ultra-Fine Grained 5052 Aluminum Alloy Fabricated by an Accumulative Roll-Bonding Process

J. S. Ha, S. H. Kang and Y. S. Kim

Abstract

Microstructural evolution and dry sliding wear behavior of ultra-fine grained 5052 Al alloy obtained by an accumulative roll-bonding process have been investigated. After 7 ARB cycles, ultra-fine grains with a large misorientation between neighboring grains were obtained. The grain size was about 0.2 μm . The hardness, tensile and yield strengths of the ultra-fine grained alloy increased as the amount of accumulated strain increased with the ARB cycles. Sliding wear tests of the ultra-fine grained 5052 Al alloy were conducted at room temperature. Wear rate of the ultra-fine grained alloy increased in spite of the increase of hardness. Surface of the worn specimens were examined with SEM to investigate wear mechanism of the ultra-fine grained alloy.

Key Words : Ultra-Fine Grain, 5052 Al Alloy, Accumulative Roll-Bonding(ARB), Sliding Wear

1. 서론

최근 구조재료의 기계적 특성을 획기적으로 향상시키고자 하는 연구가 전 세계적으로 활발히 진행되고 있다. 구조재료의 기계적 성질을 향상시키기 위한 방법으로는 강소성 가공에 의한 결정립 미세화 방법과 합금원소 첨가 방법 등을 들 수 있다. 합금원소 첨가에 의하여 기계적 성질을 향상시키는 것은 연성과 인성의 감소, 비싼 제조원가 그리고 재활용이 불가능하다는 단점을 지닌다.

이에 반해 높은 변형을 통하여 결정립을 미세화시키면, 합금원소의 첨가 없이도 우수한 상온 기계적 특성을 얻을 수 있고, 이 같은 방법으로 결정립이 미세화 된 소재는 상대적으로 빠른 변형률 속도와 낮은 온도에서 초소성 거동을 또한 나타내는 것으로 보고 되어 있다.⁽¹⁾ 소재의 결정립을 초미세립화 시키는 방안으로는 극한비틀림변형(Severe Torsional Straining)⁽²⁾, 구속전단가공(Equal Channel Angular Pressing)^(3,5), 누적압연접합공정(ARB ; Accumulative Roll-Bonding)⁽⁴⁾, 등의 방법이 보고되어 있다. 이 가운데 누적압연접합 공정은 재

* 국민대학교 신소재공학부 석사과정

** 국민대학교 신소재공학부 부교수

료의 외형 변화 없이 단순 압연만으로 초미세립 bulk 판재를 제조 할 수 있는 장점을 지닌다. 현재 까지 강소성 변형에 의해 제조된 초미세립 Al 합금은 상온에서 높은 강도와 낮은 연신율, 그리고 미미한 가공경화능을 지닌 것으로 보고 되어지고 있으나, 그 마멸 특성은 국내외적으로 연구 보고 되어 있지 않은 실정이다. 일반적으로 높은 경도를 지닌 소재의 경우 내마멸성 및 내마식성이 우수하며 소재의 표면 변형은 어렵고 이에 따라 마멸속도는 일반적으로 낮은 것으로 알려져 있다.

본 연구에서는 ARB 공정을 통해 초미세립 5052 Al 합금 판재를 제조하고, 그 미세조직과 마멸특성을 포함하는 상온 기계적 특성을 연구하였다.

2. 실험 방법

본 연구에 사용된 누적압연접합공정(ARB)을 Fig. 1 에 개략적으로 나타내었다.

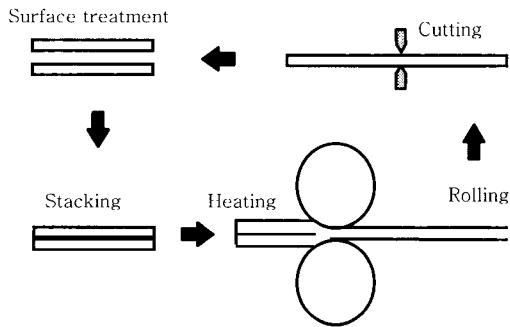


Fig. 1 Schematic illustration showing the principle of accumulative roll-bonding (ARB)

ARB 공정을 위하여 구입 된 5052 Al 합금 판재는 2mm× 30mm× 50mm 크기의 시편으로 절단되었다. 절단된 시편은 803K 에서 3 시간동안 균질화 열처리되고 표면처리를 거쳐 573K 에서 10 분간 예열된 후, 곧바로 50%의 압하율로 압연되었다. 한번의 ARB 공정 (ARB 1 cycle) 에 의하여 재료 내에 축적되는 변형량은 0.8 이다.⁽⁴⁾

누적압연접합공정에 의해 제조된 초미세립 소재의 미세조직과 결정립 간의 방위각 차이를 투과전자현미경(TEM)을 이용하여 관찰하였다. TEM 시편은 초미세립 판재를 두께 100 μm까지 연마한 후, 30% meth-ylalcohol, 20% perchloric 산 용액으로 233 K 의 온도에서 twin-jet polishing 을 통하여 제조하

였다. TEM 미세조직은 Jeol 1210 투과전자현미경을 사용하여, 가속전압 120KV 로 관찰되었다. 누적압연접합공정을 거친 시편과 거치지 않은 시편의 상온 인장시험을 행하고, 미소 비커스 경도를 측정하여 시편의 기계적 특성을 측정하였다. 인장시편은 표점거리 25.4mm 의 subsize 시편으로 제작되었다.

초미세립 5052 Al 합금의 미끄럼 마멸 시험은 pin-on-disk type 의 마멸 시험기를 사용하여 상온 대기 중에서 STS 304 강구를 상대재로 실시하였다. 마멸 하중은 1N~4N 으로 변화시켰다. 마멸속도는 시험 전 후의 시편 무게 감량을 시편의 이론밀도로 나눈 후, 다시 미끄럼 거리로 나누어 단위 미터당 마멸되는 부피로 계산되었다. 마멸 시험 후 마멸면과 마멸단면을 각각 SEM 과 OM 을 통하여 관찰하고 그 dcd 마멸 기구를 분석하였다.

3. 실험 결과 및 고찰

누적압연접합공정에 의해 제조된 초미세립 5052 Al 합금의 TEM 미세조직을 Fig. 2 에 나타내었다.

ARB 공정 1cycle ($\epsilon = 0.8$) 후의 초기 조직에서는 전위들이 모여 형성된 전위셀과 높은 전위밀도가 관찰된다. 각 사진 우측 상단에 나타낸 SADP 는 이들 전위셀 조직들 간의 방위각 차이가 매우 작음을 보인다. ARB 공정수가 증가함에 따라 전위셀 조직은 점차 사라지고, 4cycle($\epsilon = 3.2$) 공정에서 약 0.2 μm크기의 초미세립들이 생성되었다.

Fig. 2 (c)에 나타낸 ring 형태의 연신된 SADP 회절점들은 결정립들 간의 방위각 차이가 증가하였음을 잘 나타낸다. 강소성변형에 의해 제조된 초미세립 결정립계는 많은 facet 과 step 을 포함하고 있으며 잘 정의되지 않는다고 많은 연구자들은 보고하고 있다.⁽⁶⁻⁷⁾ 본 연구에서 관찰한 ARB 공정을 통해 제조된 초미세립 5052 Al 합금의 결정립계 역시 잘 정의되어지지 않고 있으며, 연신된 회절점들을 통하여 관찰된 결정립계들은 내부에너지가 높은 상태인 비평형 결정립계임을 확인 할 수 있다. 이와 같은 미세조직의 변화는 변형량이 증가함에 따라 시편내의 전위밀도가 증가하고, 이후의 연속적인 동적 회복에 의해서 전위들이 재배열하며 발생한 것으로 생각된다.⁽⁸⁾ 이 후 ARB 공정수가 증가하면서 결정립계들은 더욱 명확해졌다. 이러한 미세조직의 발달 과정은 기 연구된 순 알루미늄의 결과와 비교하면 차이가 있다. 순

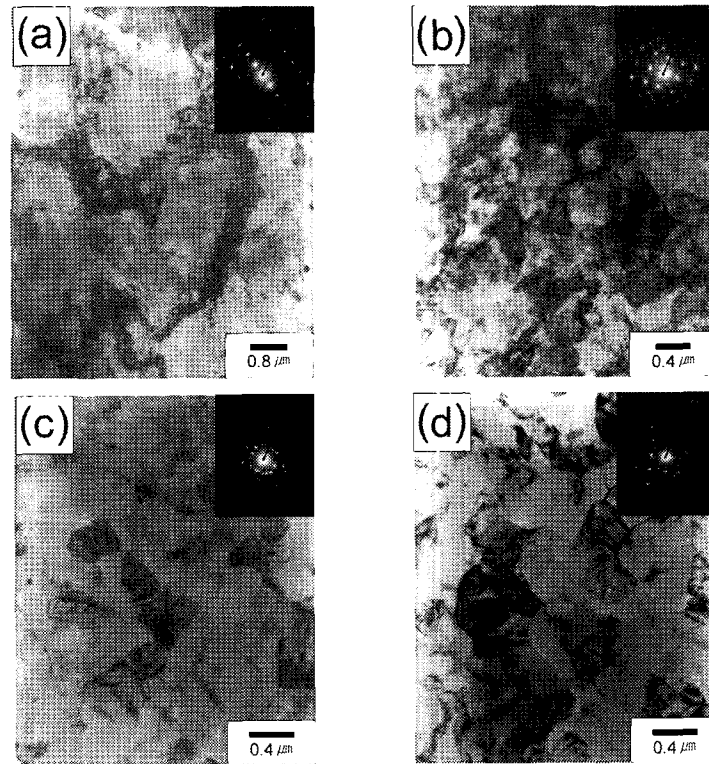


Fig. 2 TEM micrographs and corresponding SAD patterns showing microstructural change of 5052 Al alloy during ARB at 573K: (a) 1 cycle; (b) 2 cycle; (c) 4 cycle; (d) 7 cycle

알루미늄의 경우 본 실험의 ARB 공정 온도보다 낮은 온도에서 ARB 공정이 행해졌음에도, 5052 Al 합금의 경우에서보다 더 적은 변형량으로 초미세립이 발달하였다. 이러한 결과는 5052 Al 합금내의 Mg의 영향으로 사료되는데, Mg이 전위의 이동속도를 감소시키며 ARB 공정 중에 발생하는 동적 회복 속도를 늦춘 때문으로 해석된다.⁽⁹⁾

Fig. 3에 ARB 공정 수에 따라 변화하는 5052 Al 합금의 미소 비커스 경도를 나타내었다. ARB 공정 1 cycle을 거친 시편의 경도값이 ARB 공정을 거치지 않은 as-received 상태의 시편의 경도에 비해 약 2 배 정도 증가하였음을 볼 수 있다. 이후 ARB cycle 수가 증가하며 변형율이 계속적으로 증가함에도 경도값은 거의 일정하게 유지되었다. ARB 공정 4 cycle 이후부터는 경도가 미소하게나마 감소하는데 이것은 증가되는 변형량의 증가에 의해 결정립계의 국부적인 회복이 발생하고⁽⁷⁾ 이에 따라 내부에너지가 감소한 때문으로 생각된다. 이와 같은 경도의 변화는 ARB 공정 초기에는 증가된 높은 전위밀도에 의해서 시편의 경도가 증가

하였고, cycle 수가 높은 ARB 공정 후기에는 변형량이 증가하며 재배열된 전위들에 의해 초미세립들이 생성되어 높은 경도값이 유지되는 것으로 해석된다.⁽⁹⁾

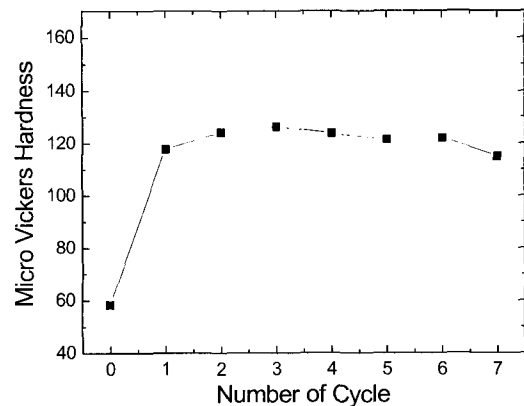


Fig. 3 Variation of microhardness of 5052 Al Alloy ARB processed as a function of the number of ARB cycle

Fig. 4 ARB 공정 각 cycle 을 거친 시편의 인장강도와 항복강도 그리고 신율의 변화를 cycle 수의 함수로 나타내었다. 변형율에 따른 강도의 변화는 경도의 변화와 유사한 경향을 나타낸다. ARB 공정을 거친 시편의 경우 연신율이 크게 감소하였으며 그 후 계속되는 ARB 공정수의 증가에 따라 연신율은 연속적으로 감소하였다가 ARB 공정 7 cycle 후 다소 증가하였다. ARB 공정을 거친 5052 Al 합금의 가공경화 거동은 거의 관찰되지 않았다. 초미세립이 생성된 ARB 공정 4 cycle 이후 경도가 감소하는 것과 ARB 공정 6 cycle 이후 강도가 감소하는 현상은 강소성 변형에 의해 제조된 미세립계가 일반적인 결정립계와는 달리 불안정한 비평형결정립계 때문인 것으로 생각된다.

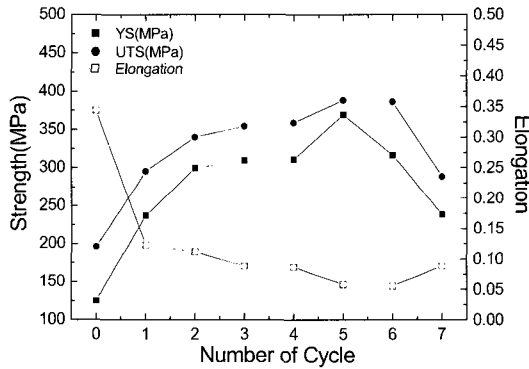


Fig. 4 Variation of ultimate tensile strength, yield strength and elongation of ARB processed 5052 Al alloy as a function of the number of ARB cycle

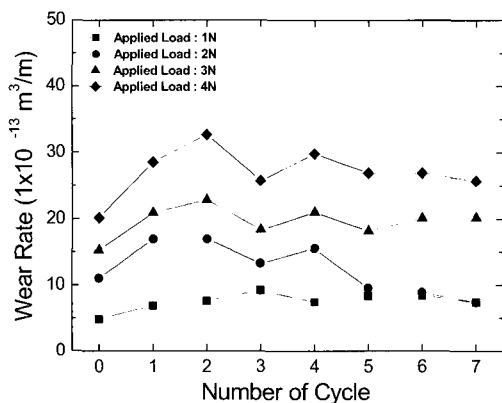


Fig. 5 Variation of wear rate of ARB processed 5052 Al alloy as a function of number of ARB cycle

ARB 공정을 거친 시편의 마멸속도 변화를 ARB 공정 수의 함수로 Fig. 5 에 나타내었다. ARB 공정을 거친 후 시편의 경도와 강도가 증가하였음에도 불구하고, ARB 공정을 행하기 전의 시편보다 ARB 공정을 거친 시편의 마멸속도가 높게 측정되었다. 마멸속도는 ARB 공정 수가 증가할수록 증가하였다. 그러나 ARB 공정 3 cycle 이후 마멸속도는 감소하고 있다. 이와 같은 결과는 ARB 공정을 거친 시편의 강도와 경도가 증가했다는 것을 감안할 때 매우 흥미로운 결과로, ARB 공정을 거친 시편의 마멸이 ARB 공정 전과는 다른 기구로 발생하였음을 강하게 시사한다.

Fig. 6 에 ARB 공정을 통해 제조된 초미세립 5052 Al 합금 시편의 마멸면(SEM) 사진을 나타내었다. ARB 공정을 거치지 않은 시편에서는 그 마멸이 마멸면에서의 변형보다는 연삭에 의해 진행되었음을 알 수 있다. 이에 반하여 가장 높은 마멸속도를 보인 ARB 공정 2 cycle 후의 마멸면은 활발한 표면변형에 따른 마멸면 박리 양상을 잘 보인다. ARB 공정 7 cycle 후의 마멸면에서도 여전히 ARB 공정을 거치지 않은 시편에 비하여 심한 표면층 박리 현상이 관찰되었다. 마멸 시험 중 생성된 마멸입자를 SEM 으로 관찰한 결과, Fig. 7 에서 보이는 것과 같이 표면층 박리 마멸 거동을 보인, ARB 공정을 거친 후의 시편에서 더 큰 마멸 입자가 관찰되었다.

ARB 공정을 통해 제조된 초미세립 5052 Al 합금의 낮은 마멸저항성은 초미세립 소재의 낮은 가공경화능으로 설명될 수 있다. 일반적으로 가공경화지수가 낮은 소재는 마멸시험 중 두꺼운 표면 변형층을 생성하고, 그로 인해 마멸 저항성이 낮아지는 것으로 알려져 있다. 이 같은 연구 결과는 본 연구의 실험 결과와 일치한다. Fig. 8 에 ARB 공정 2 cycle 을 거친 시편과 ARB 공정을 거치지 않은 시편의 마멸면 직하에서 측정된 경도를 마멸면으로 부터의 깊이의 함수로 나타내었다. ARB 공정을 거치지 않은 시편의 마멸면 직하에서는 마멸 중의 표면의 가공경화에 의해 약 20 μ m 깊이에서 경도가 상승한 것이 관찰된다. 그러나 ARB 공정 2 cycle 을 거친 시편의 마멸면 직하에서는 ARB 공정을 거치지 않은 시편과 달리 낮은 가공경화능에 의해 깊이에 따른 경도변화가 거의 없음을 볼 수 있다.

ARB 공정 4 cycle 을 거친 시편의 열적안정성을 평가하기 위하여 열처리를 하고, 그 결과를 Fig. 9 와 10 에 열처리온도에 따른 미세조직과 경도의

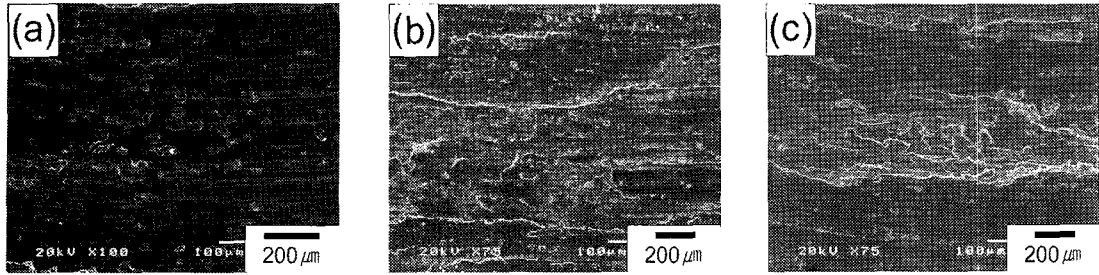


Fig. 6 SEM micrographs of worn surfaces of 5052 Al alloy ARB processed: (a) 0 cycle; (b) 2 cycle; (c) 7 cycle

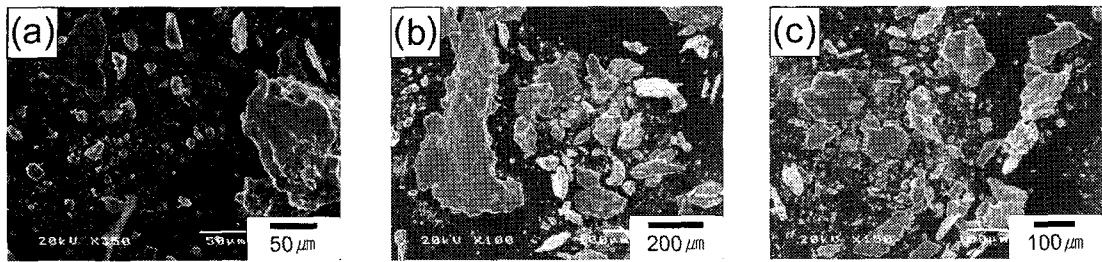


Fig. 7 SEM micrographs of wear debris of ARB processed 5052 Al alloy: (a) 0cycle; (b) 2cycle; (c) 7cycle

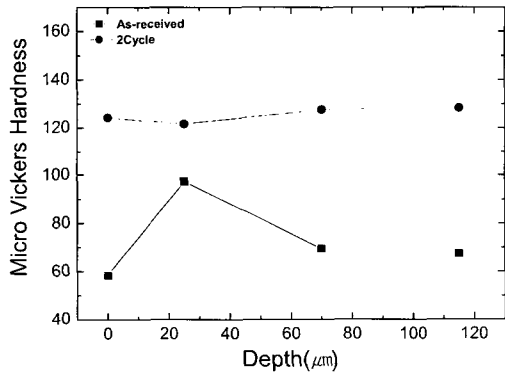


Fig. 8 Variation of microhardness of ARB processed 5052 Al alloy as a function of depth below worn surface

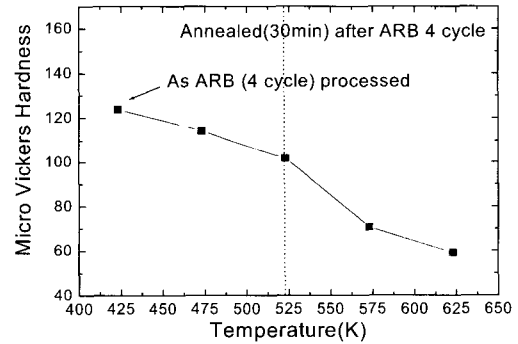


Fig. 9 Variation of microhardness of ARB processed 5052 Al alloy as a function of annealing Temperature

변화로 나타내었다. 초미세립 5052 Al 합금은 523K 열처리온도까지는 전위의 회복에 의하여 전위 밀도가 작아지고 그에 따라 경도가 다소 감소하였으나, 미세조직은 크게 변화하지 않았다. 그러나 523K 이후 573K의 열처리온도부터는 결정립 성장이 일어나고 석출물이 생성되는 것을 확인할 수 있었다. 또한 이 온도 영역에서는 경도값 역시 크게 떨어지는 것을 확인할 수 있었다. 이와 같은 결과로부터 ARB 공정을 거친 초미세립 5052 Al 합금은 523K의 온도까지는 열적으로 안정한 것을 확인할 수 있었다.

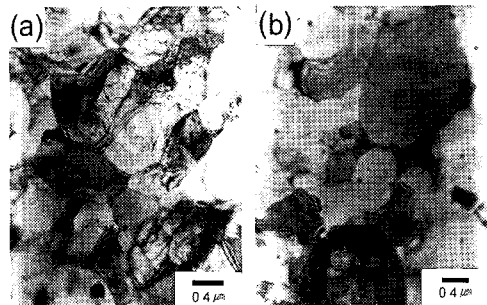


Fig. 10 TEM micrographs showing the micro-Structural change in ARB processed 5052 Al alloy by 4 cycle during 0.5hr static annealing at (a)523 K and (b) 573K

4. 결론

5052 Al 합금의 결정립을 ARB 공정에 의해 초립화시키고, 그 기계적 특성과 미세조직 그리고 마멸 특성을 연구하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) ARB 공정 7 cycle 이 후 5052 Al 합금의 평균 결정립 크기는 약 0.2 μm 로 미세화 되었다.

(2) ARB 공정 초기에는 전위셀로 여겨지는 유사 결정립이 관찰되었고, 이 후 공정 수의 증가에 따라 결정립계는 비평형 결정립계와 평형 대경각립계로 점차 변화하였다.

(3) Mg 의 영향으로 5052 Al 합금에서는 순 알루미늄에 비해 상대적으로 더 많은 변형량이 초미세 결정립을 얻기 위해 필요하였다.

(4) ARB 공정을 통해 5052 Al 합금의 경도, 인장강도와 항복강도는 크게 증가하였으나, 마멸저항성은 감소하였다.

(5) 초미세립 소재의 낮은 마멸 저항성은 초미세립 소재의 낮은 가공경화능으로 설명되었다.

(6) ARB 공정을 통해 제조된 초미세립 5052 Al 합금은 523K 까지 열적으로 안정하였다.

5. 참고 문헌

(1) Sungwon Lee, P.B. Berbon, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, N.K. Tsenev, R.Z. Valiev and T.G. Langdon, 1999, "Developing superplastic properties in an aluminum alloy through severe plastic deformation", Mater. Sci. Eng. A, Vol. 272, pp. 63~72.

(2) R.Z. Valiev, N.A. Krasilnikov, N.K. Tsenev, 1991, "Plastic deformation of alloys with submicro

-n grained structure", Mater. Sci. Eng. A, Vol. 137 pp. 35~40.

(3) V.M. Segal, "Materials processing by simple shear" 1995, Mater. Sci. Eng. A, Vol. 197, p. 157.

(4) Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji, and T. Sakai, 1999, "Novel ultra-high straining process for bulk materials-development of the accumulative roll-bonding (ARB) process", Acta Mater., Vol. 47, pp. 579~583.

(5) D. H. Shin, I. Y. Kim, J. R. Kim, 2002, "Deformation mechanisms of pure Ti during equal channel angular pressing", Metals and Materials Int., Vol. 8, pp.513~518.

(6) Z. Horita, D.J. Smith, M. Nemoto, R.Z. Valiev and T.G. Langdon, 1998, "Observation of grain boundary structure in submicrometer-grained Cu and Ni using high-resolution electron microscopy", J. Mater. Res., Vol. 13, pp. 446~450.

(7) Z. Horita, D.J. Smith, M. Furukawa, M. Nemoto, R.Z. Valiev and T.G. Langdon, 1996, "An investigation of grain boundaries in submicrometer-grained Al-Mg solid solution alloys using high-resolution electron microscopy", J. Mater. Res., Vol. 11, pp. 1880~1890.

(8) C.P. Chang, P.L. Sun and P.W. Kao, 2000, "Deformation induced grain boundaries in commercially pure aluminum", Acta Mater., Vol. 48 pp. 3377~3385.

(9) Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto and T.G. Langdon 1998, "Factors influencing the equilibrium grain size in equal channel angular pressing: role of Mg additions to aluminum", Metall. Mater. Trans. A, Vol. 29A, pp. 2503~2510.