[논문] 한국소성가공학회지(2004), 제 13 권 제 5 호
Transactions of Materials Processing ***Vol.13, No.5, (2004)***

어닐링 조건이 극저온 압연 5083 Al Alloy의 미세조직 및 기계적성질에 미치는 영향

이영범* · **남원종***

(2004년 3월 31일 접수)

Effect of Annealing Conditions on Microstructures and Mechanical Properties of a 5083 Al Alloy deformed at Cryogenic Temperature

Y. B. Lee and W. J. Nam

Abstract

The annealing behavior of a 5083 Al alloy deformed at cryogenic temperature was investigated, focusing on the evolution of microstructures and mechanical properties. Especially, the effects of annealing temperature, 150~300℃, and time, 3~60min., on microstructures and mechanical properties of the sheets received 85% reduction at cryogenic temperature were investigated. The optimization of the annealing conditions resulted in a mixture of equiaxed grains and elongated subgrains, exhibiting a good combination of uniform elongation and high strength.

Key Words : Ultrafine Grain, Cryogenic Rolling, Annealing, Recrystallization

1. 서 론

금속재료에 있어서 결정립의 미세화는 강도의 향상뿐 아니라 재료의 인성을 향상시키는 효과를 갖는 것으로 알려져 있다. 최근 환경친화형 특성을 갖는 재활용(recycling) 가능한 합금성분의 첨가를 최소화하고 결정립 크기를 미세화한 고강도 구조재료에 관한 연구가 활발히 진행되고 있다. 특히 초세립 구조재료의 제조에 있어서 극심한 가공을 요구하는 강가공(severe deformation)에 의한 제조기술에 대한 많은 연구들이 이루어졌다. 대표적인 강가공에 의한 초세립 재료의 제조기술로는, 구속전단 가공(equal channel angular pressing, ECAP)[1~4], 누적압연접합법(accumulative roll-bonding ARB)[5~6] 및 severe torsional straining(STS) [7] 등을 들 수 있다.

그러나 강가공을 이용한 방법들은 초세립의 재료를 얻기 위해서 많은 양의 소성변형이 필요하게 되므로, 실제로 산업에 적용하기에 곤란한 점이 많다.

한편 극저온에서의 소성변형은 상온에서 실시하는 냉간변형에 비하여 같은 변형량에서 더 많은 변형 축적에너지(stored energy)를 재료에 부여한다. 즉 변형온도의 저하에 따라 소성변형시 많은 결함이 재료에 발생하게 되는데, 이 결함들은 이후 어닐링(annealing) 처리시 발생하는 재결정의 핵생성 장소로 작용하게 된다. 따라서 소성변형 온도를 극저온으로 낮추면, 이후 어닐링시 발생하는 재결정의 핵생성 장소의 증가 효과와 변형 축적에너지의 급격한 증가로 회복 및 재결정의 구동력(driving force)가 증가하게 되는 효과가 있다. 그러므로 소성변형에 있어서 극저온을 적용하면

* 국민대학교 신소재공학부

보다 작은 변형량으로 상온에서 강가공하는 효과를 얻을 수 있다.

Wang 등은[8~9] 구리(Cu)를 액체질소 온도에서 극저온 압연한 후 3분간의 짧은 시간 동안 어닐링하여 우수한 연성과 높은 강도를 갖는 재료를 제조하였다. 이 들은 수백 nm 크기의 초세립 입자와 수 μm 크기의 조대한 입자가 혼합되어 존재하는 미세조직(bimodal microstructure)을 형성하면, 인장변형시 초세립 결정립에 의한 강도 향상 효과와 조대한 결정립에 의한 연성 향상 효과로 인하여, 강도와 연성이 우수한 재료를 제조할 수 있다고 하였다. 따라서 극저온 가공한 재료를 어닐링 처리시 열처리 온도뿐 아니라 시간 특히 짧은 시간의 적용이 미세조직 및 기계적성질에 영향을 미칠 수 있음을 알 수 있다.

따라서 본 연구에서는 5083 Al 합금을 이용하여 극저온 압연재의 어닐링 조건을 변경하여, 어닐링 시간과 온도가 미세조직 및 기계적성질에 미치는 영향을 분석하였다.

2. 실험방법

본 연구에 사용된 소재는 두께 10mm의 5083 Al 합금 판재를 사용 하였으며, 내부 응력을 제거하기 위하여 540℃에서 2시간 열처리 후 수냉하였다.

열처리된 시편은 극저온에서 감면율 20%의 조건으로 최종 85%의 변형량으로 압연하였다. 극저온 압연 시편은 매회 압연 전 액화 질소 온도(-196℃)에서 15분 동안 침적 후 압연하였다. 또한 어닐링 온도에 따른 회복과 재결정 거동을 관찰하기 위하여 85% 압연된 시편을 150℃~300℃에서 1시간 동안 어닐링 처리하였다. 어닐링 시간의 효과를 조사하기 위하여, 어닐링 온도 250℃에서 유지시간을 3분~60분으로 변경하여 미세조직과 기계적성질 변화를 관찰하였다.

어닐링한 시편의 미세조직은 HBF_4용액에서 부식 후 편광 현미경을 이용하여 관찰 하였으며, 회복 및 재결정 거동의 관찰은 TEM을 이용하였다. TEM 시편은 60μm 두께로 기계적 연마 후 75% CH_3OH + 25% HNO_3 혼합용액으로 -30℃ 온도에서 twin jet polishing하여 가속 전압 200kv에서 단면방향의 시편을 이용하여 관찰 하였다. 기계적성질은 인장시험과 경도시험을 이용하였으며, 인장시험시 초기 변형속도는 3 x 10^{-3}/s였으며 경도는 비커스 미소경도기에서 하중 200gr을 적용하여 실시하였다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 1은 150~300℃ 온도 범위에서 1시간 동안 어닐링 처리한 시편의 미세조직을 나타내었다. Fig. 1(a)는 150℃에서 어닐링 처리한 미세조직으로, 연신된 아결정립(subgrain) 밴드 형태의 미세조직이 관찰된다. 이 미세조직은, 극저온에서 85% 압연에 의해 형성된 높은 전위밀도를 갖는 두께가 0.05~0.1μm인 연신된 밴드상 전위구조(dislocation substructure)가 전위의 재배열에 의하여 저경각입계(low angle boundary)로 변화하는 회복과정에 의해서 아결정립으로 구성되어있다.[10] 따라서 150℃에서 1시간 어닐링한 시편에서는 회복에 따른 약간의 전위밀도의 감소와 아결정립의 형성이 특징이다.

어닐링 온도가 200℃로 상승함에 따라(Fig. 1(b)), 회복이 진행되어 아결정립 내부에서 두께 방향의 새로운 입계 형성으로, 아결정립의 장축/단축비(aspect ratio)가 150℃에서 어닐링한 미세조직 보다 작게 관찰되었다. 또한 약간 연신된 아결정립과 함께 일부 등축정에 가까운 결정립 들도 관찰되는데 이때 측정된 결정립 크기는 약 200nm 정도였다. 한편 250℃에서 1시간 어닐링한 미세조직은 Fig. 1(c)와 (d)에서 관찰할 수 있듯이 약간 연신된 형태를 갖는 아결정립, 등축정 형태를 갖는 100nm 크기의 초미세 결정립과 1.5~2μm 크기의 결정립으로 구성된다. 특히 대부분의 영역에서는 1.5~2μm 크기의 결정립이 관찰되었으나, Fig. 1(c)에서 A로 표기된 부분과 같이 연신된 형태의 조대한 재결정이 이루어지지 않은 결정립이 일부 관찰되었다. 이 부분을 확대하면 Fig. 1(d)에서와 같이 100nm 크기의 미세한 등축정 결정립 들이 관찰되었으며 또한 아직 재결정이 발생하지 않아 잔존하는 연신된 아결정립이 A로 표기된 부분의 대부분을 차지함이 관찰되었다. 어닐링 온도가 300℃에 도달함에 따라, 모든 영역에서 재결정이 완료되어 평균 결정립 크기 20μm의 등축정 결정립으로 구성된 미세조직을 얻을 수 있었다.

이와 같이 Fig. 1에 나타낸 어닐링 온도에 따른 미세조직의 변화는 Fig. 2에서의 기계적성질 변화로서 표현된다. 초기 극저온에서 85% 압연한 시편을 150℃에서 어닐링 처리하면 초기 521.4MPa 수준의 높은 인장강도로부터 471MPa 수준으로

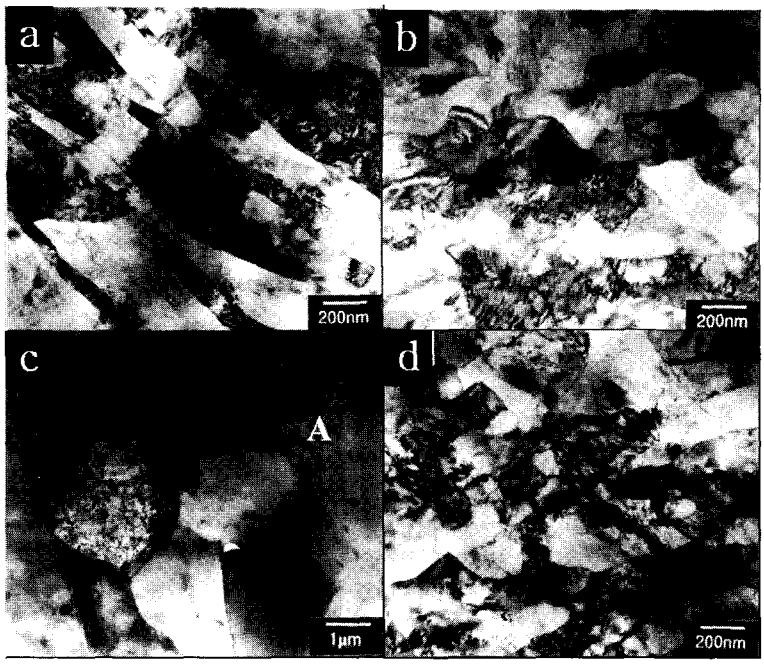

Fig. 1 TEM micrographs of 5083 Al alloy, cryo-rolled with 85% reduction and annealed at various temperatures for 1 hr; (a) annealed at 150℃, (b) annealed at 200℃, showing the presence of equiaxed grains of about 200nm in a diameter, (c) annealed at 250℃, showing recrystallized and coarsend grains of 1.5 ~ 2μm in a diameter; and (d) elongated subgrains and equiaxed grains in the region, marked A, of (c)

약간 저하하는 현상이 관찰된 반면 균일 연신율(u-niform elongation)은 3%로부터 8% 수준으로 비교적 커다란 증가를 보였다. 이는 150℃에서 어닐링 처리시 회복과정 중 전위구조가 아결정립으로 변화하는 과정에서 크기의 변화가 작아 전위 이동이 가능한 길이(mean free path)가 크게 변화하지 않아 재료의 인장강도의 변화가 작게 나타난 것으로 사료된다. 한편 균일 연신율이 크게 증가한 현상은 극저온에서 가공된 재료에 잔존하는 많은 전위들이 회복시 재배열되는 과정에서 소멸되었기 때문으로 보인다.

어닐링 온도 150~200℃에서는 주로 회복과정이 이루어지며 전위구조나 아결정립 크기의 변화가 크지 않아 작은 강도의 변화가 관찰된다. 또한 150℃에서 이미 전위의 재배열로 전위밀도의 감소가 진행되었으므로 어닐링 온도를 200℃로 상승하여도 균일 연신율의 커다란 변화는 관찰되지 않았다. 다만 Fig. 1(b)의 미세조직에서 알 수 있듯이 200℃에서 생성된 200nm 크기의 재결정 입자

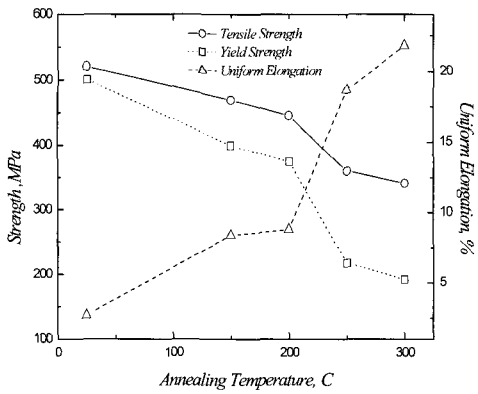

Fig. 2 The effect of annealing temperature on mechanical properties, such as tensile strength, yield strength and uniform elongation in 5083 Al alloy, cryo-rolled with 85% reduction

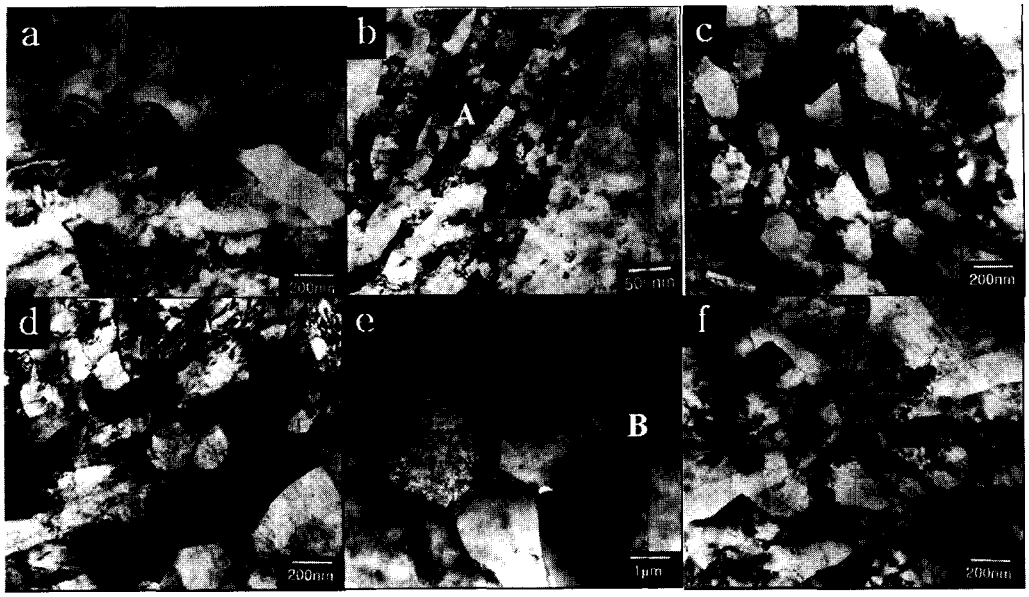

Fig. 3 TEM micrographs of 5083 Al alloy, cryo-rolled with 85% reduction and annealed at various temperatures; (a) at 200℃ for 1 hr, showing the presence of equiaxed grains of about 200nm in diameter, (b) at 250℃ for 3min, showing bands of equiaxed grains and subgrains, and non-recrystallized coarse grains, (c) at 250℃ for 3min, showing a mixture of equiaxed grains and subgrains (an enlargement of A in (b)), (d) at 250℃ for 9min, (e) at 250℃ for 1 hr, showing the presence recrystallized grains of 1.5 ~ 2μm in diameter and non-recrystallized grains; and (f) at 250℃ for 1 hr, showing elongated and equiaxed grains in the non-recrystallized region (an enlargement of region B in (e)

는, 재결정 입자의 크기가 아결정립의 두께와 유사하므로 전위의 이동가능 거리에 큰 영향을 미치지 못하였으며 또한 생성된 양이 작아 강도 및 연성에 크게 기여하지 못하였다.

어닐링 온도 200~250℃에서는 인장 및 항복강도의 급격한 감소가 나타났으며, 균일 연신율도 큰 증가를 나타내고 있다. 이는 Fig. 1(c)에서와 같이 재결정된 결정립의 성장 및 Fig. 1(c) 및 (d)에서 관찰한 것과 같은 등축정 결정립의 분율 증가에 기인된 것으로 판단된다. 어닐링 온도가 300℃에 이르면 재결정이 완료되어 341MPa의 낮은 인장강도를 나타내며 20% 이상의 높은 균일 연신율이 확보된다.

한편 극저온 압연한 재료의 어닐링 시간의 변화는 어닐링 온도 효과와는 약간 다른 미세조직 변화를 보여준다. Fig. 3은 250℃의 어닐링 온도에서 유지시간을 3분~1시간으로 변화시킨 시편의 미세조직이다. Fig. 3(a)는 200℃에서 1시간 어닐링 처리한 미세조직으로 앞에서도 설명된 바와 같이, 대부분이 연신된 형태의 아결정립으로 구성되어 있고 일부 200nm 크기의 재결정립이 관찰된다.

250℃에서 3분 어닐링한 시편의 미세조직은 Fig. 3(b)에서 A로 표시된 부분과 같은 연신된 형태를 갖는 아결정립과 100nm 크기의 등축정 재결정립이 공존하는 밴드로 이루어진 부분과 재결정이 진행되지 않은 부분으로 구성되어 있다. 이 부분을 확대한 사진이 Fig. 3(c)로 밴드 내에 많은 수의 미세한 등축정 결정립 들이 존재하는 것을 보여주고 있다. 어닐링 시간이 9분으로 증가하게 되면, 전체 미세조직에서 밴드로 이루어진 부분의 분율이 증가하며, 또한 밴드 내의 연신된 형태의 아결정립의 숫자가 감소하고, 관찰된 등축정의 재결정립의 크기도 증가하여 300nm 이상 크기의 결정립도 많이 관찰된다.

250℃에서 1시간 어닐링한 시편의 미세조직 Fig. 3(e)에서는 3분 및 9분 어닐링시 관찰되었던

밴드를 형성하는 부위가 증가하여 미세조직의 대부분을 이루고 있었으며 밴드 내에서는 1.5~2μm 크기 의 조대한 결정립 들이 관찰되었으나, 일부 잔존하는 재결정이 이루어지지 않은 부위에서는 Fig. 3(f)에서와 같이 미세한 등축정의 결정립과 연신된 형태의 아결정립이 관찰되었다.

어닐링 처리 온도와 시간을 달리한 시편의 경도값을 Fig. 4에 나타내었다. 150℃ 이하에서 어닐링하면 어닐링 시간에 관계없이 경도 변화가 매우 작았으나, 200~300℃의 온도 구간에서는 어닐링 시간에 따른 급격한 경도 변화를 나타내고 있다. 이는 경도값의 변화가 미세조직 변화에 있어서 회복과정 보다 재결정 거동에 크게 영향을 받음을 나타낸다. 즉 200℃에서 등축정 재결정립이 관찰되기 시작하는 온도에서 어닐링 시간의 증가에 따라 아결정립의 성장과 재결정립 분율의 증가로 약간 경도가 감소하는 경향을 보였으나, 재결정 및 결정립의 성장이 활발히 진행되는 250℃에서는 어닐링 시간이 증가함에 따라 급격한 경도의 감소가 관찰되었다. 한편 어닐링 온도 300℃에서는 어닐링 시간 증가에 따른 경도 변화가 극히 작으므로 300℃에서 재결정이 완료 되었음을 알 수 있다. 또한 300~400℃의 어닐링 온도 구간에서 경도 변화가 거의 없이 78Hv 수준을 유지하는 현상이 관찰되었는데, 이는 400℃로 어닐링 온도가 증가하여 결정립의 성장이 이루어졌음에도 불구하고 경도값의 변화가 거의 없음을 의미한다.

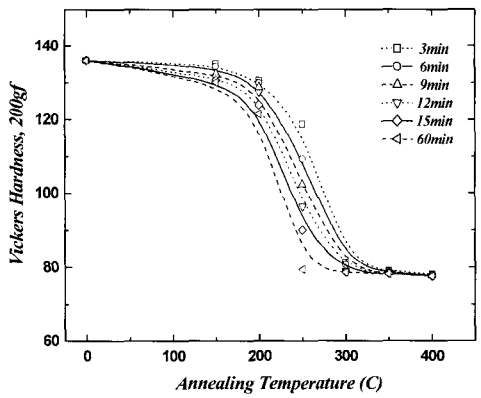

Fig. 4 The effect of annealing temperature and time on hardness of 5083 Al alloy, cryo-rolled with 85% reduction

따라서 경도값은 결정립의 크기보다는 미세조직에 있어서 재결정립의 분율에 크게 영향을 받음을 알 수 있었다.

4. 결 론

5083 Al 합금을 이용하여 극저온 압연재의 어닐링 조건을 변경하여, 어닐링 시간과 온도가 미세조직 및 기계적성질에 미치는 영향을 분석한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

어닐링 온도 200~300℃ 구간에서의 기계적성질은 어닐링시 발생한 재결정 입자의 분율에 크게 영향을 받았다.

250℃에서 어닐링한 경우 미세조직은 200nm 정도의 미세한 등축정 결정립과 재결정 입자가 성장한 조대한 결정립 및 연신된 형태의 아결정립이 공존하였다. 어닐링 시간이 증가함에 따라 1μm 이상의 조대한 결정립의 분율이 증가하며 아결정립은 감소하는 경향을 보였다.

300℃ 이상의 어닐링 온도에서는 결정립의 성장에도 불구하고 경도값의 변화가 작게 관찰되어, 경도값이 결정립 크기 보다는 재결정 입자의 분율에 영향을 받는다는 것을 확인하였다.

후 기

이 논문은 한국과학재단 목적기초 사업의 지원에 의해 연구되었음. (No.R01-2003-000-10202-0)

참 고 문 헌

(1)

(1) Y. K. Kim, S. M. Kim, K. S. Lee, J. J. Park and D. H. Shin., "Effect of repetitive equal channel angular pressing on microstructural stability of low carbon steel", Metals and Materials, Vol. 7 (2001) p. 437.

(2) S. Y. Chang, J. G. Lee, K. T. Park and D. H. Shin., "Microstructures and mechanical properties of equal channel angular pressed 5083 Al alloy, Mater. Trans. JIM, Vol. 42 (2001) p. 1074.

(3) V. Patlan, K. Higashi, K. Kitagawa, A. Vinogradov and M. Kawazoe., "Cyclic response of fine grain 5056 Al-Mg alloy processed by equal-channel angular pressing", Mater. Sci. and Eng., Vol. 319-321 (2001) p. 587.

(4) M. A. Munoz-Morris, C. Garcia Oca and D. G. Morris., "Mechanical behavior of dilute Al-Mg alloy

processed by equal channel angular pressing", Scripta Mater. Vol. 48 (2003) p. 213.

(5) N. Tsuji, Y. Ito, Y. Saito and Y. Minamino., "Strength and ductility of ultrafine grained aluminum and iron produced by ARB and annealing", Scripta Mater. Vol. 47 (2002) p. 893.

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

(7) A. P. Zhilyaev, G. V. Nurislamova, B. K. Kim, M. D. Baro, J. A. Szpunar and T. G. Landon., "Experimental parameters influencing grain refinement and microstructural evolution during high-pressure torsion", Acta Mater. Vol. 51 (2003) p. 753.

(8) Y. Wang, M. Chen, F. Zhou and E. Ma., "High tensile ductility in a nanostructured metal", Nature, Vol. 419 (2002) p. 912.

(9) Y. Wang, E. Ma and M. Chen2., "Enhanced tensile ductility and toughness in nanostructured Cu", Applied Physics Letters, Vol. 80, (2002) p. 2395.

(10) F. J. Humphreys and M. Hatherly., "Recrystallizatio -n and related annealing", Oxford, UK, Pergamon, (1996).