

극저온 압연으로 제조된 5052 Al 합금의 기계적 성질

남원종[#]

(2004년 9월 9일 접수)

Mechanical Properties of Ultrafine Grained 5052 Al Alloy Produced by Cryogenic Rolling Process

W. J. Nam

Abstract

The effect of annealing temperature on microstructures and mechanical properties of the 5052 Al sheets rolled 88% reduction at cryogenic temperature was investigated for the annealing temperature of 150 ~ 300 °C, in comparison with those rolled at room temperature. The presence of equiaxed grains, whose size is about 200nm in a diameter, was observed in the alloy deformed 88% and annealed 200 °C for an hour. When compared with the deformation at room temperature, the deformation at cryogenic temperature showed the higher strengths and equivalent elongation after annealing at the annealing temperature below 200 °C. However, for annealing above 250 °C materials deformed at cryogenic temperature showed the lower strength than those deformed at room temperature. This behavior might be attributed to the higher rate of recrystallization and growth in materials deformed at cryogenic temperature during annealing, due to the larger density of dislocations accumulated during the deformation.

Key Words : Ultrafine Grain, Cryogenic Rolling, Annealing, 5052 Al Alloy

1. 서 론

금속재료에 있어서 결정립 미세화는 강도 향상뿐 아니라 재료의 인성을 향상시키는 효과를 갖는 것으로 알려져 있다. 최근 환경친화형 특성을 갖는 재활용이 가능한 재료의 개발을 위하여 합금성분의 첨가를 최소화하고 결정립 크기를 미세화하여 제조한 고강도 구조재료에 관한 연구가 활발히 진행되고 있으며, 특히 초세립 구조재료의 제조에 있어서 극심한 가공을 요구하는 강가공(severe plastic deformation)에 의한 제조기술에 대한 많은 연구들이 이루어졌다. 강가공을 이용한 초미세 결정립 재료 제조 기술로는, 구속전단가공(equal channel angular pressing, ECAP), 누적압연접합법(ac-

cumulative roll-bonding, ARB) 및 severe torsional straining(STS) 등을 들 수 있다.⁽¹⁻⁹⁾ 그러나 강가공을 이용한 방법들로부터 초세립의 재료를 얻기 위해서는 많은 소성변형이 필요하게 되므로, 실제 산업에 적용하기에 곤란한 점이 많다.

한편 극저온에서의 소성변형은 상온에서 실시하는 냉간변형에 비하여 같은 변형량에서 더 많은 변형 축적에너지를 재료에 부여한다. 즉 변형온도의 저하에 따라 소성변형시 더 높은 전위밀도의 축적이 재료에서 이루어지는데, 이는 소성변형시 발생하는 동적 회복의 억제 효과에 기인하는 것으로 알려져 있다. 이러한 결함들은 어닐링(annealing)시 재결정립의 핵생성 장소로 작용하게 되므로, 소성변형 온도 저

[#] 교신저자: 국민대학교 신소재공학부

하는 어닐링시 발생하는 재결정의 핵생성 장소의 증가 및 변형 축적에너지의 증가로 인한 회복 및 재결정의 구동력(driving force)의 증가 효과로 나타난다. 그러므로 소성변형에 있어서 극저온을 적용하면 보다 작은 변형량으로 상온에서 강가공을 적용해야 얻는 것과 동등한 효과를 얻을 수 있을 것으로 기대된다.

Wang 등은⁽¹⁰⁾ 구리를 액체질소 온도에서 극저온 압연한 후 3 분간의 짧은 시간 동안 어닐링하여 우수한 연성(65% 총연신율)과 높은 강도(> 400MPa)를 갖는 재료를 제조하였다. 이들은 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 기계적 성질에 영향을 미칠 수 있음을 알 수 있다.

이러한 배경 하에, 본 연구에서는 5052 Al 합금을 이용하여 압연 온도 변경에 의한 기계적 성질 변화 분석과 동시에 극저온 압연재의 어닐링 조건을 변경하여, 어닐링 시간과 온도가 미세조직 및 기계적 성질에 미치는 영향을 분석하였다.

2. 실험방법

본 연구에 사용된 소재로는 두께 10mm 의 5052 Al 합금 판재를 사용하였으며, 내부 응력을 제거하기 위하여 540°C에서 2 시간 열처리 후 수냉하였다. 초기 결정립의 크기는 65 μm 이었다. 열처리된 시편은 상온 및 극저온에서 각 패스에 감면율 20%의 적용을 조건으로 최종 88%의 변형량까지 압연하였다. 극저온 압연 시편은 매회 압연 전 액화 질소 온도(-196°C)에서 15 분 동안 침적 후 압연하였다. 또한 어닐링 온도에 따른 회복과 재결정 거동을 관찰하기 위하여 88% 압연된 시편을 150~300°C에서 1 시간 동안 어닐링 처리하였다.

어닐링한 시편의 미세조직은 HBF₄ 용액에서 부식 후 편광 현미경을 이용하여 관찰 하였으며, 회복 및 재결정 거동의 관찰은 TEM 을 이용하였

다. TEM 시편은 기계적 연마 후 75% CH₃OH + 25% HNO₃ 혼합용액으로 -30°C 온도에서 twin jet polishing 하여 가속 전압 200kv 에서 길이 방향 및 압연방향 단면의 시편을 이용하여 관찰 하였다. 기계적성질은 인장시험을 이용하였으며, 인장시험 시 초기 변형속도는 3 x 10⁻³/s 였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 극저온 및 냉간 압연재의 기계적 성질

Fig. 1-(a)의 극저온에서 65% 압연한 소재에서는 압연방향으로 연신된 형태를 갖는 미세조직이 관찰되었다. 그림에서 관찰되는 미세한 밴드는 내부에 높은 전위밀도를 포함하고 있으며, 폭 0.05-0.15 μm , 길이 0.4-0.8 μm 의 형태를 갖는다. 이와 비교해서 상온에서 65% 압연한 소재에서는 (Fig. 1-(b)) 0.1-0.2 μm 의 폭을 갖는 높은 전위밀도를 갖는 밴드가 관찰되었다.

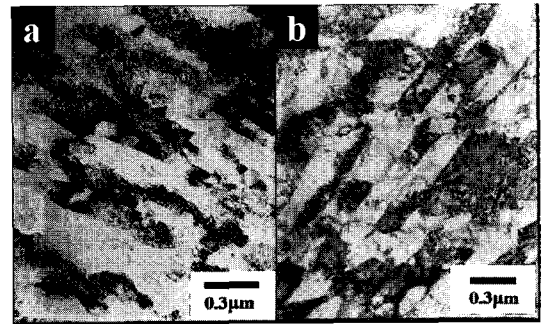


Fig. 1 TEM micrographs of 5052 Al alloy, (a) deformed at cryogenic temperature and (b) deformed at room temperature, with 65% reduction

Fig. 2 에 나타낸 압연재의 변형량에 따른 기계적 성질 변화는 소성변형시 발생하는 미세조직 변화와 밀접한 관계가 있다. 인장강도는 초기 540°C에서 열처리한 시편의 237MPa 로부터 극저온에서 88% 압연한 경우 382MPa 로 거의 64% 증가한 반면, 상온에서 압연한 경우에는 346MPa 로 약 47% 증가하였다. 이와 같이 극저온에서 압연하는 경우가 상온에서 압연하는 경우에 비하여 빠른 속도로 인장강도가 증가하는 현상은, 압연할 때 발생하기 쉬운 동적회복 현

상이 극저온에서 압연하는 경우 억제되므로, 압연 변형량의 증가에 따른 누적 전위밀도가 높기 때문으로 보인다.

3.2 어닐링 조건에 따른 기계적 성질 변화

Fig. 3에 극저온에서 88% 압연한 소재를 150~300°C 온도 범위에서 1시간 동안 어닐링 처리한 시편의 기계적 성질을 나타내었다.

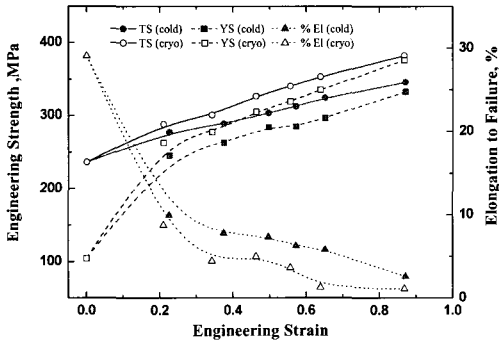


Fig. 2 Mechanical properties of 5052 Al alloy, deformed at cryogenic or room temperature

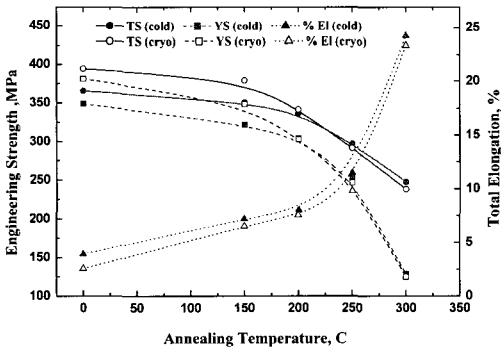


Fig. 3 Effect of annealing temperature on mechanical properties of 5052 Al alloy, deformed at cryogenic or room temperature

어닐링 온도가 150°C인 경우, 압연시 형성된 미세조직이 폭이나 길이의 크기 변화없이 전위 재배열에 의하여 형성된 저각입계를(low angle boundary) 갖는 연신된 형태의 아결정립 생성과 내부의 전위밀도가 약간 감소하는 것으로 알려진 회복과정이 진행된다. 따라서 극저온 압연재를 낮은 온도로 어닐링하면 강도변화는 미세조직의 크기의 변화가 크지 않으므로 394MPa로부터

379MPa으로 약간의 저하가 관찰되었고, 또한 연성을 나타내는 총연신율은 내부 전위밀도의 감소 효과로 압연제인 경우 2.6%로부터 6.5%로 비교적 크게 증가하였다.

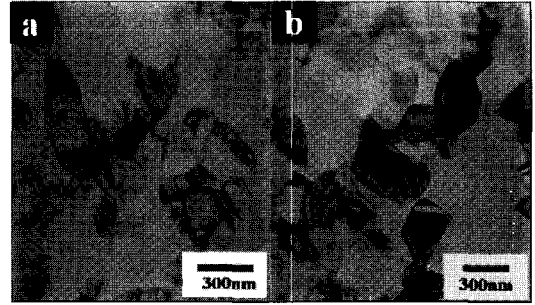


Fig. 4 TEM micrographs of 5052 Al alloy, (a) deformed at cryogenic temperature and (b) deformed at room temperature, with 88% reduction and annealed at 200°C for 1 hr

한편, 어닐링 온도가 200°C에 이르면(Fig. 4), 회복이 비교적 많이 진행되어 아결정립(subgrain) 내부에서 두께 방향의 새로운 입계 형성으로, 아결정립의 장축/단축비(aspect ratio)가 감소하는 경향을 보였다. 또한 Fig. 4에서 약간 연신된 아결정립과 함께 일부 등축정에 가까운 결정립들도 관찰되는데 이때 측정된 결정립 크기는 약 200nm 정도였다. 이와 같이 200°C에서 정적 회복이 진행되었으나, 아결정립 크기 변화가 크지 않았으므로 강도의 변화가 비교적 작게 관찰되었다. 또한 낮은 어닐링 온도에서 이미 전위의 재배열로 인한 내부 전위밀도의 감소가 일부 진행되었으므로 어닐링 온도를 200°C로 상승하여도 균일연신율의 커다란 변화는 관찰되지 않았다. 다만 미세조직 관찰에서 알 수 있듯이 200°C에서 200nm 크기의 재결정 입자의 생성이 관찰되었다. 이러한 재결정립들은, 일반적으로 재결정이 발생하면 강도가 급격히 감소하는 경향과는 달리 강도에 크게 영향을 미치지 못한다 이는 생성된 재결정 입자의 크기가 아결정립의 폭과 유사하므로 전위의 이동가능 거리에 큰 영향을 미치지 못하였으며 또한 생성된 양이 작아 강도 및 연성에 크게 기여하지 못하였다고 보인다.

어닐링 온도가 250℃에 이르면, Fig. 3 에서와 같이 급격한 강도의 감소와 연신율의 증가가 관찰되는데 이는 Fig. 5 의 미세조직에서 알 수 있듯이 200℃에서 생성된 재결정의 성장과 재결정 입자 분율의 증가가 활발히 이루어지기 때문이다. 따라서 250℃에서 어닐링한 소재의 기계적 성질은 250℃에서 어닐링한 소재의 어닐링시 생성된 재결정 입자의 분율과 크기 분포에 의해 크게 영향을 받음을 알 수 있었다. Fig. 5 의 미세조직 사진에서는 소재가 미세한 크기의 재결정 입자 및 약 1 μ m 로 성장한 재결정 입자로 구성되어 있음을 보여주고 있으나, Fig. 6-(c)의 소재의 단면 방향의 미세조직에서는 Fig. 5 에서 관찰된 미세조직 이외에 아직 연신된 형태의 야결정립이 잔존하고 있음을 알 수 있다.

어닐링 온도가 300℃에 도달하면, 모든 영역에서 재결정이 완료되어 평균 결정립 크기 20 μ m 등축정 결정립으로 구성된 미세조직을 얻을

수 있었으며, 이 때의 기계적 성질로는, 인장강도 240MPa 수준, 총연신율 24% 수준으로 관찰되었다.

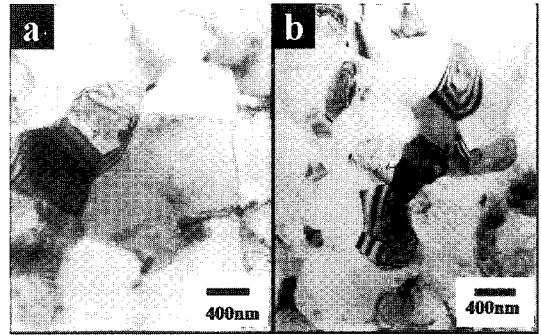


Fig. 5 TEM micrographs of 5052 Al alloy, (a) deformed at cryogenic temperature and (b) deformed at room temperature, with 88% reduction and annealed at 250℃ for 1 hr

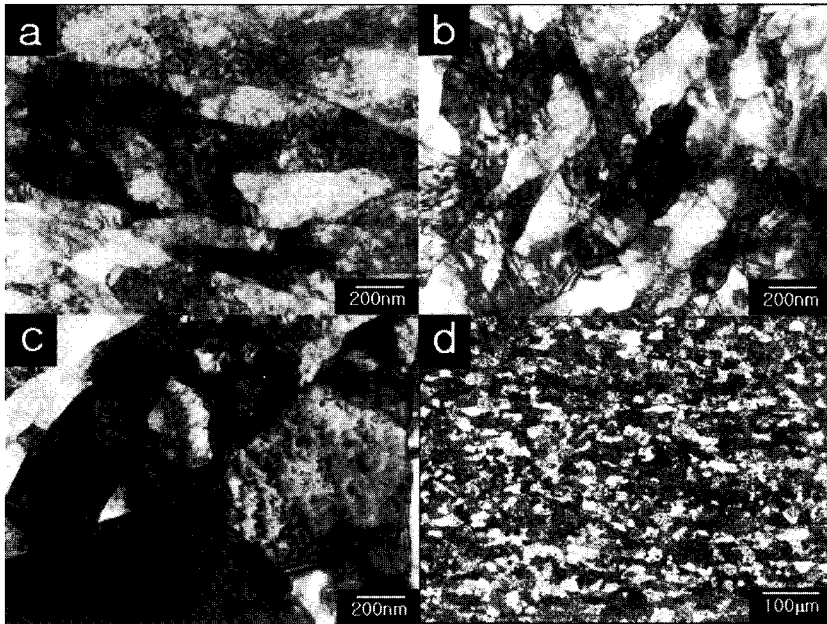


Fig. 6 TEM micrographs of cross-section in 5052 Al alloy, deformed at cryogenic temperature with 88% reduction and annealed at (a) 150℃, (b) 200℃, (c) 250℃ and (d) 300℃ for 1 hr

3.3 어닐링한 소재의 인장변형 거동

Fig. 7에 극저온에서 88% 압연한 소재를 150~300℃ 온도 범위에서 1시간 동안 어닐링 처리한 경우의 인장곡선을 나타내었다. 그림에서 관찰되는 유동응력의 곡선은 다음과 같은 2가지

형태로 관찰된다. 하나는 그림에서 200℃ 이하의 온도에서 어닐링한 경우 관찰되는 형태로서 전형적인 연속항복 현상을 보이는데, 유동응력이 지속적으로 인장 변형량의 증가에 따라 증가하는 현상을 말하며 일반적으로 소성변형이 이

루어진 소재에서 생성된 잉여 가동전위(excess mobile dislocation)의 존재로 인하여 발생한다고 알려져 있다. 다른 형태의 인장곡선은 200°C 이상의 어닐링 처리를 실시한 소재에서 관찰되는 것으로 초기 인장 변형량에서 일부 변형량의 증가에 따라 유동응력이 증가하지 않고 거의 일정한 값을 유지하는 구간, 즉 가공경화가 발생하지 않는 구간의 존재가 관찰된다. 특히 어닐링 온도의 상승에 따라 이러한 구간의 폭이 증가하여 300°C의 어닐링 온도까지 이러한 추세가 유지된다. 이러한 현상은 Hayes 등⁽¹¹⁾에 의해 ECAE에 의해 변형된 Al-3Mg 합금에서 200°C 이상으로 어닐링시 관찰된 것과 유사한 것으로, Hayes 등은 이 현상의 발생이 항복점 현상의 발생과 긴밀한 관계가 있다고만 설명하였다.

일반적으로 항복점 현상은 어닐링한 재료에서 흔히 관찰되는 현상으로, 대부분의 미세조직이 결정립 내부에 잉여 가동전위가 없는 재결정 입자로 구성되어 있는 경우에 발생하는 것으로 알려져 있다.

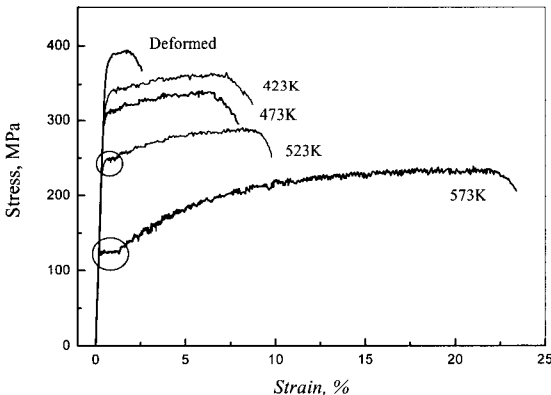


Fig. 7 Engineering stress-strain curves of 5052 Al alloy, deformed 88% at cryogenic temperature, with various tempering temperatures

따라서 철강재료에 있어서 마르텐사이트와 페라이트로 구성된 이상조직강(dual phase steel)의 경우 마르텐사이트 발생으로 인한 부피 팽창의 결과로 페라이트 결정립 내부에 전위가 생성되어 항복점 현상이 발생하지 않고 연속항복이 일어난다. 또한 페라이트와 펄라이트로 구성된 강에 있어서도 페라이트의 부피 분율이 상당량에 도달하지 않으면 항복점 현상이 일어나지 않는다. 이러한 관점을 극저온 압연재의

어닐링시 발생하는 미세조직 변화와 관련시키면, 200°C의 어닐링한 소재는 일부 재결정 입자의 생성이 있었으나 대부분 연신된 형태의 아결정립으로 구성되어 있으므로 연속항복 현상이 발생하였다고 할 수 있으며, 200°C 이상의 어닐링 온도에서는 일부 연신된 형태의 아결정립은 잔존하나 재결정 입자 분율의 증가와 함께 재결정 입자의 성장에 의한 효과 및 어닐링 온도의 상승에 의한 미세조직 내의 잉여 가동전위의 소실로 인하여 연속항복 현상이 소멸된 결과로, 인장곡선에서 가공경화가 발생하지 않는 구간이 생성된 것으로 보인다. 이러한 결과로 어닐링 온도가 300°C 까지 상승하면 인장 변형량 1.2%까지 가공경화가 발생하지 않는 구간이 확장되었다. 따라서 인장곡선에서의 가공경화가 발생하지 않는 구간의 생성 및 범위가 어닐링시 재결정립의 생성 및 성장에 의하여 크게 지배받을 수 있었다.

4. 결론

5052 Al 합금 극저온 및 상온 압연재의 어닐링 조건을 변경하여, 어닐링 시간과 온도가 미세조직 및 기계적 성질에 미치는 영향을 분석한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

극저온에서 88%로 압연한 경우, 인장강도는 237MPa로 부터 382MPa로 약 64%의 증가를 보인 반면 상온에서 압연한 경우는 346MPa로 약 47%의 증가를 보였다. 이러한 압연온도에 따른 가공경화의 차이는 변형온도의 저하에 따라 소성 변형시 발생하는 동적 회복의 억제 효과에 기인하는 것이다.

200°C에서 어닐링한 경우 200nm 정도의 미세한 등축정 결정립의 생성이 관찰되었으나, 이 결정립의 작은 분율과 아결정립과 유사한 결정립 크기로 인하여 기계적 성질에 크게 영향을 주지는 못하였다. 250°C에서 어닐링한 경우 미세조직은 미세한 등축정 결정립과 재결정 입자가 성장한 조대한 결정립 및 연신된 형태의 아결정립이 공존하였다. 이 경우의 기계적 성질은 생성된 등축정 결정립과 재결정 입자가 성장한 조대한 결정립의 분율에 의해 크게 영향을 받았다. 어닐링 온도 200-300°C 구간에서의 기계적 성질 변화는 어닐링시 생성한 재결정 입자 및 성장한 결정입자 분율에 크게 영향을 받았다.

어닐링한 소재의 인장곡선은 200℃ 이하에서 어닐링한 경우 연속항복 현상을 나타내었으며, 200℃ 이상에서 어닐링한 경우에는 가공경화가 발생하지 않는 구간의 존재가 관찰되었으며, 이 구간은 어닐링 온도가 상승할 수록 확대되었다. 이러한 구간의 생성은 어닐링시 생성되는 등축정 결정립과 재결정 입자가 성장한 조대한 결정립의 분율에 의해 크게 영향을 받았다.

후 기

이 논문은 한국과학재단 목적기초 사업의 지원에 의해 연구되었음. (No.R01-2003-000-102 02-0)

참 고 문 헌

- (1) M. Furukawa, Z. Horita and T. G. Langdon, 2003, "Factors Influencing Microstructural Development in Equal-Channel Angular Pressing", *Metals and Materials Int.* Vol. 9, p. 141.
- (2) S. Y. Chang, J. G. Lee, K. T. Park and D. H. Shin., 2001, "Microstructures and mechanical properties of equal channel angular pressed 5083 Al alloy", *Mater. Trans. JIM*, Vol. 42, p. 1074.
- (3) V. Patlan, K. Higashi, K. Kitagawa, A. Vinogradov and M. Kawazoe., 2001, "Cyclic response of fine grain 5056 Al-Mg alloy processed by equal-channel angular pressing", *Mater. Sci. and Eng.*, Vol. 319~321, p. 587.
- (4) R. Valiev, 2001, "Developing SPD Methods Processing Bulk Nanostructured Materials with Enhanced Properties", *Metals and Materials Int.*, vol. 7, p. 413.
- (5) N. Tsuji, Y. Ito, Y. Saito and Y. Minamino., 2002, "Strength and ductility of ultrafine grained aluminum and iron produced by ARB and annealing", *Scripta Mater.* Vol. 47, p. 893.
- (6) 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, p. 579.
- (7) A. P. Zhilyaev, G. V. Nurislamova, B. K. Kim, M. D. Baro, J. A. Szpunar and T. G. Landon., 2003, "Experimental parameters influencing grain refinement and microstructural evolution during high-pressure torsion", *Acta Mater.* Vol. 51, p. 753.
- (8) Z. Y. Liu, L. X. Hu and E. D. Wang, 1998, "A further study on effect of large strain on structure and properties of a Cu-Zn alloy", *Mater. Sci. Eng.*, vol. A255, p. 16.
- (9) Y. Wang, E. Ma and M. Cheng., 2002, "Enhanced tensile ductility and toughness in nanostructured Cu", *Applied Physics Letters*, Vol. 80, p. 2395.
- (10) Y. Wang, M. Chen, F. Zhou and E. Ma., 2002, "High tensile ductility in a nanostructured metal", *Nature*, Vol. 419, p. 912.
- (11) J. S. Hayes, R. Keyte and P. B. Prangnell, 2000, "Structural and mechanical properties in AA 5083 processed by ECAE", *Mater. Sci. & Tech.*, vol. 16, p. 1259.