[논문] 한국소성가공학회지, 제 17 권 제 2 호, 2008
Transactions of Materials Processing, Vol.17, No.2, 2008

극저온 압연 및 온간 압연 기술을 이용한 5052 알루미늄 합금의 기계적 성질의 향상

강의구[1] · 이상훈[1] · 이종철[1] · 남원종[#]

Enhancement of Mechanical Properties of 5052 Al Alloy by Cryogenic and Warm rolling

U. G. Gang, S. H. Lee, J. C. Lee, W. J. Nam
(Received October 11, 2007)

Abstract

Cryogenic rolling combined with warm rolling has been found more effective than a single cryogenic rolling process in improving the strength of a 5052 Al alloy. In this study, cryo-rolled 5052 Al alloys were warm-rolled at 175℃. A notable increase of tensile strength was achieved by the precipitation during warm rolling process. Mechanical behavior of this alloy was investigated using hardness and tensile tests. It was found that the cryogenic rolling process combined with warm rolling process was very effective in improving tensile strength.

Key Words : Cryogenic Rolling, Warm Rolling, Aging, Precipitation, Recovery

1. 서 론

금속재료에 있어서 고강도와 우수한 연성 및 인성을 얻기 위해서는 결정립 크기를 수백 nm (submicron scale) 정도로 미세화 시켜야 한다는 사실은 잘 알려져 있다.

강 소성 가공에 의한 나노 결정립 제조 방법은 1980년대 초 구 소련 과학자들에 의해 개발된 후 1990년 대 서방 세계에 보급되었으며 bulk 나노 결정립 재료 제조 분야에서 가장 많은 연구가 이루어지고 있는 분야이다. 이러한 강 소성 가공 기술의 발달로 약 100nm까지 결정립 초미세화가 가능한 것으로 알려져 있다.

최근에 초 미세 결정립 재료 제조를 위한 신개념의 소성가공 기술들이 개발 중에 있다(특히 ECAP 또는 ECAE과 같이 효과적으로 많은 가공 량을 부여하여 가공 중 동적 회복 및 동적 재결정의 발생으로 초 미세 결정립의 제조를 가능하게 하는 방법들). 이와 같은 방법들은 불연속 공정, 제조 공정에서의 반복 변형을 위한 설비의 제약, 제품의 형상 및 치수 제한 등으로 적용 제품 범위가 상당히 제한 받고 있다. 따라서 상용 대단위 생산기술로 발전시키기 위해서는 더욱 많은 연구가 필요한 실정이다. 이러한 산업적 측면을 고려한 압연을 이용한 초미세 결정립 재료의 제조기술로는 Accumulative Roll Bonding(ARB), 비대칭 압연(Asymmetric Rolling) 및 극저온 압연의 3가지 제조기술을 들 수 있다. 이 기술 중 ARB와 비대칭 압연은 기존 제조설비의 개조 및 보수를 필요로 하는 반면, 극저온 압연은 압연 온도의 저하를 위한 시설만이 필요하므로 상용화가 비교적 용이한 기술이라고 할 수 있다. 특히 극저온 가공은 금속재료의 결정립 미세화에 큰 효과가 있는 것으로 밝혀졌다[1~4]. 이론상으로는 결정립 미세화에 따라 강도와 연신율이 동시에 증가하는 것으로 알려져 있으나, 기존의 결정립 미세화 공정, 강

1. 국민대학교 신소재공학과
교신저자: 국민대학교 신소재공학과, wjnam@kookmin.ac.kr

소성 가공 등에 의해 제조된 초세립 재료의 경우 강도는 증가하나 연신율이 감소하는 것이 실험적으로 밝혀졌다[5~7]. 또한 온간 가공 공정은 경량 재료에서 많은 시도가 되고 있다 [8-17].

따라서, 본 연구에서는 극저온 압연기술과 ARB의 제조기술의 장점을 융합하여, (1)동적 회복 및 재결정 kinetics에 필요한 구동력을 극저온 압연을 통하여 확보하고 (2) 이어서 ARB에서 적용되는 온도 구간에서의 온간 압연을 적용하여, 비교적 작은 가공 량으로 초 미세 결정립을 갖는 고강도 고연성 알루미늄 합금 소재를 제조 가능한 기술을 개발하고자 한다.

또한 알루미늄 합금에서의 온간 압연 중 석출물의 석출이 소재의 강도 향상 및 열적 안정성에 크게 기여한다. 이에 따라 온간 압연 실시 중 석출이 발생하는 경우 재결정 결정립 크기의 미세화 및 어닐링시 결정립 성장의 억제가 가능해지므로 미세조직의 열적 안정성에 크게 기여할 수 있다. 따라서 본 연구에서는 온간 압연 조건에 따른 석출 거동을 분석하여 초세립을 갖는 고강도 고연성 알루미늄 합금 소재의 제조기술을 확보하고자 한다.

2. 실험방법

본 연구에 사용된 소재로는 두께 8mm 의 5052 Al 합금 판재를 사용하였으며, 내부응력을 제거하기 위하여 540℃에서 2시간 열처리 후 수냉 하였다. 초기 결정립의 크기는 65μm 이었다. 열처리된 시편은 극저온에서 각 압연 패스당 압하율 20~25%의 적용을 조건으로 최종 두께 80%까지 압연을 실시하였다. 극저온 압연시편은 매회 압연 전 액화 질소 온도(-196℃)에서 15분 동안 침적 후 압연하였으며, 극저온 압연과 온간 압연을 적용한 방법으로는 극저온에서 55%까지 압연 후 온간 압연을 25%까지 압연하여 최종 압하량을 80%로 동일하게 하였다. 온간 압연은 실리콘 오일에 각 온도에 따라 10분간 침적 후 압연하였다.

또한 어닐링에 따른 기계적 성질 및 회복과 재결정 거동을 관찰하기 위하여 극저온 압연한 시편을 200~350℃에서 1시간 동안 열처리 하였다. 온간 압연 한 시편은 연성을 확보 하기 위해 175℃에서 48시간 어닐링 처리하였다.

가공 전, 후와 어닐링 후 미세조직의 변화는 투과전자현미경(TEM)을 이용하였으며 TEM시편은 기계적 연마 후 75% CH3OH + 25% HNO3 혼합용액으로 -30℃ 온도에서 twin jet polishing 하여 길이방향 및 압연방향 단면의 시편을 이용하여 관찰하였다. 인장실험은 상온에서 Cross-head speed를 2mm/min로 실시하였으며, 인장시험 시 변형 속도는 3×10-3/s 였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 미세조직

가공량에 따른 미세조직 사진이 Fig. 1에 있다. Fig. 1-(a)은 극저온에서 55%의 가공량으로 압연한 재료의 미세조직 사진으로 다소 높은 전위밀도를 갖는 밴드 형태로 배열된 미세조직이 관찰되었다. 이와 비교하여 가공량이 80%로 증가함에 따라 (Fig. 1-(b)) 100nm정도로 밴드 폭이 감소 되는 것이 관찰 되었고 전위 밀도 가 급격히 증가하는 경향을 보이고 있다.

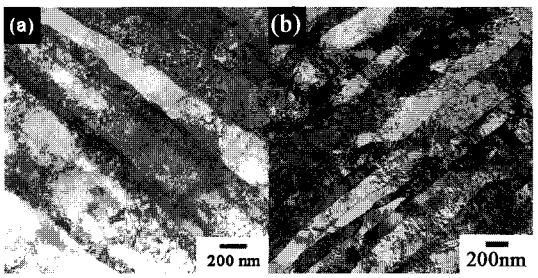

Fig. 1 TEM micrographs of 5052 Al alloy, (a) deformed at cryogenic temperature with 55% reduction and (b) deformed at cryogenic temperature with 80% reduction

온간 압연이 적용되는 경우 압연 온도는 미세조직 변화와 밀접한 관계를 갖는다. 온간 압연을 175℃에서 실시한 경우(Fig. 2-(a)), 내부에 높은 전위 밀도를 포함한 압연 방향으로 연신 된 밴드 형태로 배열된 미세조직이 관찰되었으며, 50nm정도의 미세한 석출물이 분포하는 것을 관찰하였다. 이러한 석출물은 온간 압연 중 석출된 것으로 보이며, 석출 온도, 열처리 시간 및 소재의 조성 등의 조건에서 Al-Mg로 구성된 β'상임을 알 수 있었다.

온간 압연의 온도가 상승함에 따라 밴드 형태의 연신 된 미세조직으로부터 등축정 결정립과 아 결정립 생성 및 성장에 의해 구형에 가까운 결정립으로 변화하는 것을 볼 수 있다.

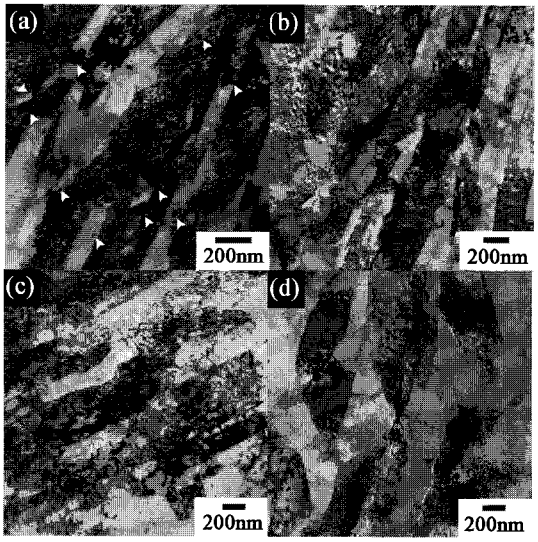

Fig. 2 TEM micrographs of 5052 Al alloy deformed at cryogenic temperature with 55% reduction and at warm temperature with 25% reduction (a) 175℃, (b) 200℃, (c) 250℃ and (d) 300℃

또한 250℃에서 압연한 미세조직 사진인 Fig. 2-(c)를 보면 200nm정도의 크기를 가지는 등축정 결정립과 규칙적으로 배열된 전위의 분포로 보아 회복이 상당히 진행되었음을 알 수 있다.

3.2 DSC분석

Fig. 3 은 5052 Al 합금을 극저온 80% 압연한 시과 극저온과 온간 압연을 융합한 시편을 승온 속도 5℃/min 로 측정 한 것이다. 극저온 압연한 시편은 총 3 개의 발열 피크가 관찰된 반면, 극저온과 온간 압연을 융합한 시편은 두 개의 발열 피크가 관찰되었다. 극저온 80% 압연한 시편은 185.5℃에서 균질화 처리 후 퀜칭 과정을 거치면서 발생한 과포화 된 Mg 원자 들이 온도가 상승하면서 열적 에너지로 인한 확산을 통한 석출거동으로 보이는 첫 번째 피크, 231.2℃에서 온도가 상승함에 따라 전위가 이동을 시작해 합체 및 소멸 과정을 거치면서 일어나는 회복과정에 해당하는 2 차 발열 피크가 관찰되고 있으며, 342.9℃에서 새로운 결정립의 생성 및 압연 시 축적된 변형 에너지의 방출에 의해 나타난 재결정 거동에 해당하는 세 번째 발열 피크가 관찰 되었다. 그러나, 극저온과 온간 압연을 융합한 시편은 석출 거동에 해당하는 첫 번째 발열 피크가 보이지 않는

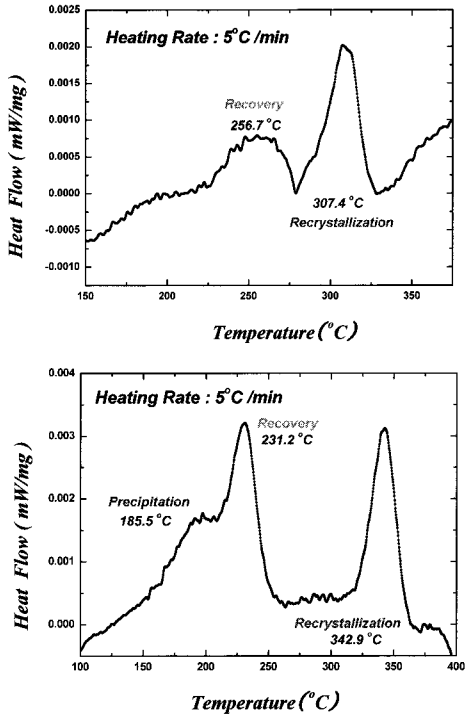

Fig. 3 DSC curves for 5052 Al alloy, (a) deformed with 80% reduction at cryogenic temperature, (b) deformed with 55% at cryogenic and 25% at 175℃ temperature

다. 이는 온간 압연시 동적 석출로 인해 Al-Mg 로 구성된 β' 상이 생성 됨으로써 DSC 측정시 온도가 상승하면서 확산에 의해 움직일 Mg 원자들이 부족하여 석출 거동에 해당하는 피크가 관찰 되지 않는 것으로 사료된다.

3.3 기계적 성질

Fig. 4에 극저온에서 55%의 가공 량으로 압연한 소재를 175~300℃ 온도 범위 에서 25% 온간 압연한 5052 알루미늄 시편의 기계적 성질을 나타내었다.

압연 온도가 175℃ 경우 극저온 55% 압연한 시편의 인장강도인 320MPa로부터 450MPa까지 거의 40% 증가를 보였고, 단지 극저온 80% 압연한 경우에는 350MPa로 약 10%의 인장강도의 증가를 보였다. 이와 같이 80% 극저온 압연한 경우보다 극저온 압연 후 온간 압연을 적용하여 인장강도가 증가하는 현상은 두 가지 요소에 의해 이루어진다.

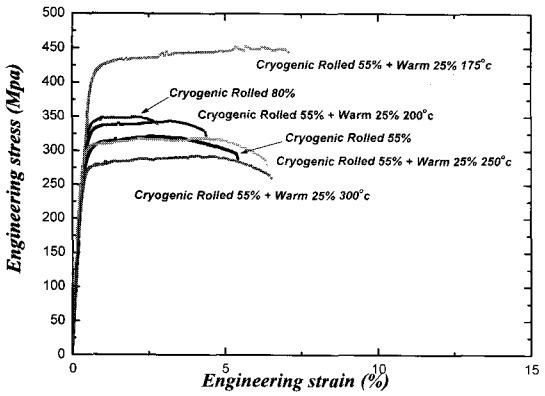

Fig. 4 The stress-strain curves of 5052 Al alloy deformed at cryogenic with 55% reduction and warm temperature with 25% reduction at different rolling temperature

첫째는, 압연온도가 저온이므로 극저온 압연을 통한 가공경화율 상승, 전위 Cell 조직 미세화 및 전위 밀도 증가에 따른 급격한 강도 증가이다. 둘째는, 극저온 압연 시 형성되었던 미세조직과 큰 변화 없이 압연 온도구간이 석출물이 생성 될 수 있는 범위이므로 온간 압연 중 50~100nm정도의 미세한 석출물의 생성으로 인해 강도가 추가적으로 더욱 증가한 것으로 보인다.

총 연신율 또한 8% 수준으로 극저온 80% 압연한 경우보다 약 4% 증가 하였다. 이는 온간 압연을 통한 동적 회복 발생으로 인해 내부 전위밀도 감소로 인한 연성의 향상으로 보인다.

한편, 온간 압연온도가 200℃ 이상으로 상승하게 되면, 인장강도가 350MPa 수준 이하로 감소하게 되는데, 내부 전위밀도의 저하와 석출물의 성장으로 인하여 석출 강화 효과 감소에 기인한 것으로 사료 된다. 반면 온간 압연시 동적 회복으로 인한 전위 밀도 감소 와 아결정립 및 등축정 결정립을 생성했지만 결정립의 크기가 압연시 생성되는 연신 된 결정립 폭과 크기가 유사하므로 연성이 크게 증가하지 못했다.

4. 결 론

5052 Al 합금을 극저온 압연 후 온간 압연 시, 압연 온도 변화가 미세조직 및 기계적 성질에 미치는 영향을 분석한 결과 다음과 같은 결과를 얻을 수 있었다.

(1) 극저온 압연 과 온간 압연을 융합한 경우 극저온 압연만 적용한 경우보다 약 20%정도 인장강도가 증가하는 것을 관찰 할 수 있었다.

(2) 175℃에서 온간 압연을 적용한 경우, 극저온 압연만 한 것 보다 높은 이유는 온간 압연 중 생성된 미세한 석출물의 생성으로 인한 석출 강화 효과에 의해 인장 강도가 증가하였기 때문이다.

(3) 200℃이상의 온도에서 온간 압연을 적용한 경우 활발해진 동적 회복 현상과 석출물의 성장으로 인하여 인장강도의 감소를 보였다.

참 고 문 헌

[1] E. Ma, 2002, High tensile ductility in a nanostuctured metal, Nature, Vol. 419, pp. 912~915.

[2] E. Ma, 2003, Instabilities and ductility of nanocrystalline and ultrafine-grained metals, Scripta Mater., Vol. 49, pp. 663~668.

[3] M. W. Chen, 2002 Enhanced tensile ductility in nanostructured Cu, Appl. Phys. Lett., Vol. 80, pp. 2395~2397.

[4] W. J. Nam, 2004, Effect of annealing temperature on microstructures and mechanical properties of a 5083 Al alloy deformed at cryogenic temperature, Scripta Mater., Vol. 51, pp. 355~359.

[5] T. G. Langdon, 2001, Deformation heating and its effect on grain size evolution during Equal Channel Angular Extrusion, Scripta Mater., Vol. 44, pp. 135~140.

[6] E. J. Lavernia, 2001, Grain growth of nanocrystalline Ni powders prepared by cryomilling, Int. Metall. Mater. Trans., Vol. 32A, pp. 3109~3115.

[7] E. J. Lavernia, 2002, Grain growth behavior of cryomilled INCONEL 625 powder during isothermal heat treatment, Metall. Mater. Trans., Vol. 33A, pp. 125~134.

[8] D. J. Yoon, E. Z. Kim, Y. S. Lee, 2007, Finite Element Study on Deformation Characteristics and Damage Evolution in Warm Backward Extrusion of AZ31 Mg Alloys, Trans. Mater. Proc., Vol. 16, pp. 614~620.

[9] H. K. Yi, Y. H. Moon, J. H. Lee, Y. S. Lee, 2007, Prediction for Forming Limit of Tube Warm

Hydroforming Based on the Ductile Fracture Criteria, Trans. Mater. Proc., Vol. 16, pp. 426~431.

[10] S. D. Kim, Y. N, Kwon, J. H Lee, S. H Kang, 2007, A Study on Warm Forging of Magnesium Alloy Impeller, Trans. Mater. Proc., Vol. 16, pp. 288~292.

[11] M. H. Lee, H. Y. Kim, H. J. Kim, H. K Kim, S. I Oh, 2007, Forming Analysis for Warm Deep Drawing Process of Magnesium Alloy Sheet, Trans. Mater. Proc., Vol. 16, pp. 401~405.

[12] G. D. Kim, H. K. Kim, 2007, Evaluation of Formability Sensitivity to Die Design in Warm Square Cup Deep Drawing of AZ31 Sheet, Trans. Mater. Proc., Vol. 16, pp. 120~125.

[13] H. K. Kim, W. R. Lee, S. K. Hong, J. D. Kim, B. K. Han, 2006, Finite-Element Analysis of Warm Square Cup Deep Drawing Process of Magnesium Alloy AZ31 Sheet, Trans. Mater. Proc., Vol. 15, pp. 232~240.

[14] M-S. Rhee, D-M. Kang, 2006, Improvement of Formability of AZ31 Magnesium Alloy Sheet during Warm Deep Drawing, Trans. Mater. Proc., Vol. 15, pp. 148~152.

[15] D. J. Yoon, S. J. Lim, E. J. Kim, C. Cho, 2006, Plastic Forming Characteristics of AZ31 Mg Alloy in Warm Backward Extrusion, Trans. Mater. Proc., Vol. 15, pp. 597~602.

[16] H. G. Kim, J. W Bae, D. K. Choo, C. G. Kang, 2006, A Study on the Deep Drawing of AZ31B Magnesium Sheet at Warm and Hot Temperature, Trans. Mater. Proc., Vol. 15, pp. 504~511.

[17] H. K. Kim, J. D Kim, 2006, Evaluation of Warm Deep Drawability of Magnesium Alloy AZ31 Sheet Using Solid-Type Lubricants, Trans. Mater. Proc., Vol. 15, pp. 453~458.