압연온도 및 어닐링 온도에 따른 5052합금의 미세조직 및 기계적 성질

강의구¹ · 남원종^{2,*}

¹현대제철(주) 기술연구소 후관개발팀

²국민대학교 신소재공학과

Evolution of Microstructures and Mechanical Properties of 5052 Aluminum Alloys with Variation of Rolling and Annealing Temperatures

Ui Gu Kang¹ and Won Jong Nam^{2,*}

¹R&D Center, Hyundai Steel Company, Chungnam 31719, Republic of Korea

²School of Advanced Material Engineering, Kookmin University, Seoul 02707, Republic of Korea

Abstract: The microstructural evolution and corresponding mechanical properties of 5052 Al alloys with different deformation temperatures and post-deformation annealing conditions were investigated. The warm-rolled alloy showed higher strength and elongation than the cold-rolled and cryo-rolled alloys. The improved strength and ductility of warm rolled alloys is attributed to the formation of fine precipitates and a higher degree of recovery during rolling. The formation of precipitates and the occurrence of dynamic recovery during the warm-rolling process were confirmed by the absence of the first two peaks in DSC curves of warm-rolled alloys. In particular, it was found that the application of cryo-rolling combined with warm-rolling at 448K increased tensile strength and yield strength without a decrease of ductility. This notable increase of strength is attributed to the increased dislocation density during cryo-rolling and the subsequent formation of fine precipitates at dislocations during warm-rolling. The contribution of fine precipitates and fully recovered microstructures, during cryo-rolling, warm-rolling, and subsequent annealing enhances the effective combination of strength and elongation. The ultra-fine grained 5052 Al alloy with high strength (405 MPa) and ductility (11.4% elongation) could be achieved by a combination of cryo-rolling with warm-rolling (448 K) and subsequent static annealing at 448 K.

(Received August 12, 2019; Accepted August 29, 2019)

Keywords: cryo-rolling, warm-rolling, 5052 Al alloys, annealing

1. 서 론

피로강도, 내식성 및 성형성이 우수한 Al 합금의 고강도화는 산업분야에서, 대기오염, 재활용, 에너지절약 등 여러 분야에서 경쟁력을 가지며 철강대체용 구조재로서 사용 영역을 확대해왔다. 특히 가공경화용 Al-Mg 합금과 석출경화형 Al-Mg-Si 합금을 대상으로, 비강도 (strength to weight ratio)와 연성의 개선을 이루기 위해 결정립 미세화 및 석출물 제어 등 미세조직 제어에 많은 연구들이 진행되

어 왔다 [1-18]. 이 방법들 중 액체질소 온도에서 실시하는 극저온변형은 Al 합금의 고강도와 우수한 연성을 확보할 수 있는 제조방법 중 단순한 공정으로서, 소성변형 중 가공경화에 의해 전위밀도가 증가하는 효과와 극저온의 낮은 온도를 이용하여 소성변형 시 발생하는 가공발열에 의한 동적 회복을 억제하는 효과가 탁월하므로, 상온에서의 변형에 비하여 같은 변형량으로 더 많은 축적에너지를 보존하게 한다. 따라서 극저온변형으로 축적된 많은 에너지는 이후 이어지는 어닐링 과정에서 발생하는 재결정의 구동력으로 작용하게 되어 낮은 온도에서도 재결정 진행이 촉진되어 초미세결정립 (UFG, ultra-fine grain) 형성에 유리하게 작용한다 [10-15].

한편 강가공의 온간변형을 Al 합금에 적용하면 반복된

- 강의구: 연구원, 남원종: 교수

*Corresponding Author: Won Jong Nam

[Tel: +82-2-910-4649, E-mail: wjnam@kookmin.ac.kr]

Copyright © The Korean Institute of Metals and Materials

압연에 의해 전위밀도 증가, 결정립 분할 및 동적 회복 등 미세조직 변화를 통하여 초미세결정립을 형성하여 AI 합금의 기계적 성질을 향상시키는 것으로 알려져 있다 [2-5]. 또한 가공경화형 AI 합금에서 가공 중 석출물 생성은 흔하게 관찰되는 현상이 아니지만, 극저온압연을 실시한 후 온간압연을 적용한 경우 관찰되어 연성의 큰 손실없이 탁월한 강도의 AI 합금 제조에 이용될 수 있다 [12-15]. 한편 가공 후 실시하는 어닐링은 압연재의 기계적 성질 중 강도를 일부 희생하면서 연성을 확보하기 위한 목적으로 사용되는데, AI 합금의 기계적 성질을 목표에 접근하도록 최종적으로 조정하는 역할을 한다.

따라서 연성이 우수한 고강도 AI 합금을 제조하기 위해서는, 강도 상승을 촉진시키는 미세 석출물의 분포와 연성을 개선하기 위해 전위의 평균자유경로 (MFP, mean free path)의 확보가 적절하게 이루어진 미세조직을 형성하여야 한다. 현재까지 기계적 성질 및 가공경화 거동과 관련된 전위 셀 (dislocation cell) 또는 셀 블록의 형성, 전위밀도 변화, 결정립 크기의 변화 등을 포함한 초미세결정립 AI 합금의 미세조직 특성에 대한 많은 연구들이 이루어져 왔으나, 대부분 상온에서 이루어진 연구들이 대부분이었다 [5-8].

본 연구에서는 5052합금을 대상으로 변형온도, 변형량 및 압연 후 어닐링 온도의 변화에 따른 미세조직과 기계적 성질의 변화에 대하여 고찰하였다. 특히 변형온도를 극저온, 상온, 온간의 3가지로 설정하여 변형온도의 효과를 분석하였고, 극저온변형과 온간변형을 결합한 형태의 압연 조건의 영향 및 압연 직후 어닐링 적용 효과를 비교 분석하였다. 또한 시차주사열량계 (DSC)를 이용하여 압연한 AI 합금에서의 어닐링 시 석출물 거동 및 미세조직 변화를 분석하였다.

2. 실험방법

2.50% Mg, 0.40% Fe, 0.25% Si, 0.25% Cr, 0.10% Cu, 0.01% Zn, 0.10% Mn 화학성분을 갖는 5052합금을 813 K에서 2시간 동안 완전소둔처리를 실시한 후 상온까지 급랭하였다. 압연온도의 영향을 조사하기 위해 압연을 3가지 온도, 즉 극저온 (77 K), 상온 (298 K) 및 온간 (448 K)에서 실시하였다. 두께 8 mm 판재를 각 패스당 0.22의 변형량으로 압연하여 총변형량 1.54까지 압연하였다. 극저온압연은 15분 동안 액체 질소에 침적한 후 압연하여 수행하였으며, 온간압연은 448 K의 실리콘 오일에서 10분 유지 후 압연을 수행하였다. 극저온 및 온간압연재 (이후 CW재

로 표기: cryo-rolling and warm-rolling)는 극저온압연 (55%) 실시 후 온간압연 (55%)을 448 K에서 수행하여 총 변형량 1.54 (총가공량 80%)을 갖게 유지하였다. 또한 압연공정 이후 적용된 어닐링처리는 448 ~ 573 K 온도범위에서 48시간 동안 실시하였다.

인장시험은 여러 온도에서 압연된 소재들을 ASTM 서브 사이즈 규격 (25 mm 게이지 길이)에 맞추어 가공한 후, 일축 인장시험기에서 3×10^{-3} /s의 초기 변형률속도 조건에서 크로스헤드를 일정 속도로 유지하여 수행하였다. 미세조직의 관찰은 투과전자현미경 (TEM)을 이용하였다. TEM 관찰을 위해, 압연재의 횡단면과 평행하게 박막을 제조하여, 70% 메탄올과 25% HNO₃의 혼합용액에서 243 K의 온도를 유지하고 통상적인 제트 폴리싱을 사용하여 시편을 제조하였다. 열분석은 Ar 가스 분위기 하에 Netzsch DSC-200F3 (시차주사열량계, DSC)를 이용하여 수행하였다. DSC에서의 피크 위치는 가열속도에 영향을 받으므로, 가열속도를 2 ~ 20 K/min의 범위로 설정하였다. DSC 곡선으로부터 활성화에너지를 얻을 때 Kissinger [19]와 Chen and Spaepen [20]의 방식이 적용되었다.

3. 결과 및 고찰

3.1 압연온도에 따른 미세조직 및 기계적 특성 변화

각각 다른 온도에서 압연한 5052합금의 기계적 성질을 그림 1에 나타내었다. 그림 1-(a)는 각 온도에서의 변형량에 따른 인장강도 (TS), (b)는 항복강도 (YS), (c)는 연신율을 보여준다. 그림 1-(a)로부터 극저온압연재가 냉간압연재에 비하여 전체 변형량 범위에서 더 높은 인장강도를 가짐을 알 수 있다. 극저온압연재가 냉간압연재에 비해 강도가 높게 관찰되는 현상은, 압연 초기 극저온을 유지하는 경우 변형 중 전위의 이동도가 낮아 전위 셀 (dislocation cell) 형성이 늦어지게 되고, 동적 회복이 억제되므로 전위 셀 내부의 전위 밀도가 높게 유지되기 때문이다. 압연 초기 전위 셀의 형성은, 소재 내부의 탄성변형에너지가 변형 과정에서 셀 벽 에너지 (cell wall energy)로 변환되는 이완과정 (relaxation process)으로 알려져 있다 [21,22]. 그림 2-(a)는 77 K에서 0.22의 변형량으로 압연한 소재의 미세조직으로서, 그림 2-(b)와 (c)의 298 K와 448 K에서 압연한 소재의 미세조직이 연신된 밴드 (band) 형태의 전위 셀로 구성된 것에 비하여, 전위들이 완벽한 전위 셀을 형성하지 못하고 뭉친 형태로 존재하는 것을 관찰할 수 있다. 이러한 현상은 극저온에서 전위들이 낮은 이동도를 갖는 현상에 기인한 것으로 보고되었다 [23]. 또한 낮은 온도에

Fig. 1. Effects of rolling temperatures and deformation strains on tensile properties: (a) Tensile Strength, (b) Yield Strength, and (c) Elongation.

Fig. 2. TEM micrographs of 5052 Al alloys deformed to a strain of 0.22 at rolling temperatures of (a) 77 K, (b) 298 K, and (c) 448 K.

서의 압연 중, 전위의 교차슬립 (cross-slip)이나 상승 (climb)에 의해 발생하는 회복이 억제되기 때문에 변형 중 발생하는 전위밀도 증가 효과가 유지되어, 298 K에서 변형 중 동적 회복이 발생가능한 냉간압연재보다 높은 인장강도를 갖는다. 그림 3은 변형량 1.54까지 압연한 소재의 미세조직 사진으로, 대부분의 미세조직이 압연방향으로 연신된 형태의 100~200 nm 폭을 갖는 전위 하부조직 (dislocation substructure)들로 구성되었으며, 그림 3-(a)와 (b)를 비교해 보면 극저온압연재의 경우가 냉간압연재보다 전위밀도가

다소 높게 관찰되었다. 그림 1-(a)에서 관찰되는 인장강도의 변화는, 극저온압연재와 냉간압연재의 경우 변형량 0.7까지는 급격한 강도상승으로 비교적 활발한 가공경화 현상을 보였으나, 그 이상의 변형량에서는 가공경화 효과가 점차 감소하여 1.1 변형량에서는 331 MPa (극저온압연), 294 MPa (냉간압연)의 인장강도를, 1.54 변형량에서는 350 MPa (극저온압연), 326 MPa (냉간압연)의 인장강도를 나타내었다.

448 K에서 압연한 온간압연재는 초기 낮은 변형량에서는

Fig. 3. TEM micrographs of 5052 Al alloys deformed to a strain of 1.54 at rolling temperatures of (a) 77 K [13], (b) 298 K [13], and (c) 448 K.

Fig. 4. TEM micrographs of 5052 Al alloys deformed at 448 K to a strain of 1.1, showing (a) the presence of precipitates, and (b) X-ray diffraction patterns of precipitates.

냉간압연재보다 강도가 높으나 극저온압연재에 비해서는 강도가 낮은 현상을 보였고, 변형량이 0.88 이상인 영역에서는 온간압연재의 강도가 극저온압연재보다 높아 가장 인장강도가 높게 관찰되었다. 즉 온간압연재의 인장강도는 변형량 1.1에서도 358 MPa로 극저온압연재 (331 MPa)에 비하여 높았으며, 변형량 1.54에서는 365 MPa로 극저온압연재의 350 MPa에 비하여 15 MPa 높은 인장강도를 보였다. 448 K에서 온간압연 중 발생하는 미세조직 변화로는, 소성 가공에 따른 전위밀도의 증가, 활발한 전위의 이동에 따른 회복의 발생 및 온간압연 공정 중 발생하는 석출물의 생성의 3가지를 들 수 있다. 낮은 변형량인 0.22에서는 그림 2-(c)에서와 같이 연신된 밴드형태의 전위 셀과 내부의 전위로 미세조직이 구성되었으나, 변형량 1.54의 미세조직 사진인 그림 3-(c)에서는 극저온압연재 또는 냉간압연재인 그림 3-(a)와 (b)에 비하여 전위하부조직이 밴드형태로부터 압연온도 상승에 따라 계면이 뚜렷해지고 내부의 전위 밀도 감소되는 것이 관찰되어 회복 과정이 진행됨을 알 수 있었다. 또한 그림 3-(c)에 화살표로 표기된 석출물들의 존재가 관찰되어 압연과정에서 석출이 진행되었음을 알 수 있었다. 따라서 그림 1-(a)에서 온간압연재의 인장강도가

냉간압연재나 극저온압연재보다 높은 현상은, 온간압연 중 생성된 석출물에 의한 강도상승 효과가 회복 발생에 의한 강도저하 효과보다 크게 작용하기 때문으로 설명될 수 있다. 그림 4-(a)는 변형량 1.1인 온간압연재에 존재하는 직경 50~100 nm 범위의 미세 석출물의 존재를 보여주며, (b)는 X선 회절에 의한 분석결과로 석출물의 화학성분이 Al_3Mg_2 임을 확인해준다.

그림 1-(b)의 항복강도 변화는 변형량이 1.54에 도달하는 경우 냉간압연재 307 MPa, 극저온압연재 342 MPa, 온간압연재 352 MPa로 그림 1-(a)의 각 온도에서 압연한 인장강도의 크기 비교와 동일한 경향을 보였다. 한편 그림 1-(c)의 연신율 변화는, 3.8%의 극저온압연재가 냉간압연재보다 낮은 연신율을 보이는 반면, 온간압연재의 경우 고강도가 낮은 연성을 의미하는 일반적인 경향에서 벗어나 냉간압연재 (4.5%)보다 높은 연신율인 5.5%를 보였다. 따라서 연신율은 온간압연재, 냉간압연재, 극저온압연재의 순서로 감소하였고, 석출물의 존재에도 불구하고 온간압연재가 냉간압연재보다 높은 연신율을 보인 것은 압연 중 발생한 회복의 진행이 연신율의 증가에 크게 영향을 미친 것을 의미한다.

Fig. 5. (a) DSC curves of 5052 Al alloys deformed at 77 K, 298 K, and 448 K, and (b) calculated activation energies for the DSC peaks.

3.2 압연온도에 따른 압연재의 열분석 고찰

그림 5에 77 K, 292 K 및 448 K에서 압연한 소재를 5 K/min의 속도로 가열하여 얻은 DSC 곡선을 나타내었다. 극저온압연재와 냉간압연재에서는 3개의 발열피크 (peak)가 관찰되었으며, 첫번째 피크 (I)은 423~492 K, 두번째 피크 (II)는 492~526 K, 세번째 피크 (III)은 573~638 K의 온도범위에 존재한다. 냉간압연재의 피크들이 극저온압연재에 비하여 약간 높은 온도 쪽에 존재하는데, 이는 냉간압연 시 변형발열에 의해 일부 회복이 발생하였으므로 냉간압연재에 존재하는 축적에너지가 극저온압연재에 비해 상대적으로 작기 때문에 회복에 대한 구동력이 작게 작용하였기 때문으로 보인다. 한편 448 K에서 압연한 온간압연재는 낮은 온도에서 관찰되는 2개의 피크 (I, II)들은 존재하지 않고 세번째 피크 (III)만이 523~648 K의 범위에서 존재하는 것이 관찰되었다. 이러한 피크의 거동을 이해하기 위해, Kissinger [19]와 Starink [20]이 제안한 Avrami 식을 적용한 아래의 식을 이용하여 그림 5-(b)에서와 같이 각 피크에 해당하는 활성화에너지를 구했다.

$$\ln\left(\frac{B}{T_p^2}\right) = -\frac{Q}{K_B T_p} + C \quad [16]$$

$$\ln\left(\frac{B}{T_p^{1.92}}\right) = -\frac{AQ}{K_B T_p} + C \quad [18]$$

여기서, T_p 는 피크온도, B 는 가열속도, C 는 상수, K_B 는 볼츠만상수이다. 변화된 가열속도에 따른 피크온도를 적용하여 구한 그림 5-(b)에서 얻은 기울기로부터 활성화에너지를 얻을 수 있었다. 측정된 첫번째 피크의 활성화에너지는 1.02, 1.03 eV (98.4, 99.4 KJ/mol)인데, Fujikawa와 Takada [22]는 Al에서 Mg의 확산에 필요한 활성화에너지

를 1.18~1.22 eV로 보고한 바 있고 Picu와 Zhang [23]은 최인접원자기구를 이용하여 Al 속의 Mg의 활성화에너지를 1.228 eV로 계산하였다. 따라서 측정된 값은 Al 기지에서 Mg 확산에 해당되는 활성화에너지와 가장 유사하므로, 첫번째 피크는 Al-Mg 석출물의 형성과 관련된다. 두번째 피크의 활성화에너지는 1.38, 1.39 eV (133.1, 134.1 kJ/mol)로 Al 원자의 자기확산에 필요한 활성화에너지인 142 KJ/mol [24]에 가까우므로, 가열 중 발생하는 Al 기지의 회복과 관련된다. 세번째 피크에 대해서는 2.34, 2.80 eV (225.8, 270.2 KJ/mol)의 활성화에너지 값이 측정되었는데, 명확하게 일치하는 자료는 없으나 세번째 피크에서 재결정이 이루어지는 현상과 Al 합금에서의 용질원자 또는 석출물에 의한 재결정의 지연현상과 관련이 있는 것으로 생각된다 [25,26].

온간압연재의 DSC 곡선에서 초기 2개의 피크가 관찰되지 않았는데, DSC 곡선의 첫번째와 두번째 피크들이 석출물 형성 및 기지조직의 회복 발생과 관련된 사실로부터, 448 K에서의 온간압연 과정 중 이미 Al_3Mg_2 석출물의 생성 및 기지조직의 동적 회복이 상당히 진행되었으므로, 결과적으로 DSC 곡선에서는 관찰되지 않고 재결정과 관련된 세번째 피크만이 관찰되는 현상이 설명될 수 있었다.

3.3 압연재 열처리에 따른 미세조직 및 기계적 특성 변화

그림 1에서와 같이 80% 압연한 소재의 기계적 성질에서 온간압연재가 극저온압연재보다 높은 강도와 연신율을 보이는 현상은, Al 합금에서 석출물의 형성과 기지조직에서의 회복 발생의 동시 진행이 기계적 성질의 향상에 기여함을 보여주었다. 따라서 가공경화용 고강도 Al 합금의 제조

를 위해서는 미세한 석출물의 확보가 가장 중요하며, 압연 과정에서 석출물 생성을 촉진시키기 위한 방법으로 극저온 압연과 온간압연의 조합을 고려할 수 있다. 초기 극저온 압연에 의한 전위밀도 증가가 이후 온간압연 과정에서의 석출물 생성 장소의 증가로 반영되어, 온간압연 만을 적용한 경우에 비하여 석출강화 효과가 더 클 것으로 기대되기 때문이다. 이러한 경향은 극저온압연 직후 온간압연을 실시한 소재의 강도가 극저온압연으로 동등한 변형량을 부여한 소재보다 높게 관찰되는 현상에서도 확인된 바 있다 [11,13,27,28]. 따라서 본 연구에서 극저온압연 후 실시하는 온간압연에서 온도변화의 영향을 분석하고자, 완전소둔재를 대상으로 55%의 극저온압연을 실시하고 이어서 압연온도를 448 K로부터 573 K까지 변화시켜 55%의 온간압연을 실시한 소재 (이후 CW재로 표기)의 기계적 성질을 그림 6에 비교하였다. 80% 극저온압연한 소재는 항복강도 342MPa와 3.8%의 연신율을 보인 반면, 극저온압연 후 448 K에서 온간압연한 CW재는 418 MPa와 7.1%의 높은 인장강도와 연신율을 보였으며, 미세조직은 그림 7-(a)와

같이 연신된 형태의 100 nm 폭을 갖는 밴드형태의 전위 하부조직과 석출물들로 구성되었다. 한편 온간압연의 온도가 523 K 이상으로 증가함에 따라 CW재의 연신율은 6.4%로 유사한 수준을 유지하였으나 306 MPa로 인장강도의 저하가 뚜렷이 관찰되었으며, 연신된 형태의 전위 하부조직의 장단축 비율이 감소하는 경향이 관찰되어 아결정립 성장 및 아결정립의 분할이 진행되어 일부 등축정의 결정립들이 존재함을 확인할 수 있었다 (그림 7-(b)). 573 K에서 압연한 CW재는 237 MPa와 7.6%로 강도저하가 현저하여, 그림 7-(c)에서와 같이 온간압연 온도의 상승이 압연 과정에서 회복 또는 재결정을 촉진시키는 효과를 보임을 알 수 있었다. 그림 6에서와 같이 CW재의 기계적 성질을 비교한 결과 극저온압연 후 적용되는 온간압연의 온도는 448 K가 적합함을 알 수 있었다.

448 K에서 온간압연을 실시한 CW재를 극저온압연 또는 온간압연 (448 K)으로 동등하게 80%로 압연한 소재와 비교한 기계적 성질을 그림 8-(a)에 나타내었다. 극저온압연을 55%실시한 변형량 0.88의 소재의 인장강도 325 MPa로부터 변형량 1.54까지 지속적으로 극저온압연을 적용한 경우의 350 MPa로 25 MPa가 증가한 반면, 448 K에서의 온간압연을 적용한 경우 452 MPa로 127 MPa의 강도증가를 이루며 80% 온간압연재의 365 MPa보다 87 MPa 높게 관찰되었다. 이는 CW재의 경우 극저온압연재에 비해 온간압연 과정 중 미세한 석출물 생성에 따른 강도향상 효과가 크게 기여하기 때문이다. 또한 CW재가 온간압연재보다 더 높은 강도를 보이는 이유는, 비록 미세조직의 정량적분석은 이루어지지 않았으나, 극저온압연에 의한 전위밀도 상승 효과와 더불어 석출물 생성 증가 효과가 기여하기 때문으로 보인다. 그림 8-(b)에 나타난 항복강도의 변화 또한 인장강도와 유사한 동향을 보이나, 연신율을 나타낸 그림 8-(c)의 곡선에서 변형량 1.54의 CW재는 7.1%로 온간압연재 (5.5%) 및 극저온압연재 (3.8%)에 비하여 우수한 연성

Fig. 6. Tensile properties of 5052 Al alloys deformed at cryogenic temperature and subsequently deformed under different rolling temperatures.

Fig. 7. TEM micrographs of 5052 Al alloys deformed at cryogenic temperature and subsequently deformed at (a) 448 K, (b) 523 K, and (c) 573 K.

Fig. 8. Tensile properties of 5052 Al alloys deformed under different rolling conditions: (a) Tensile Strength, (b) Yield Strength, and (c) Elongation.

을 나타내었다. 이는 극저온압연 이후에 실시한 온간압연이 회복 과정을 작동하였으며, 극저온압연에서 축적된 높은 전위밀도가 회복 과정의 구동력으로 작용하여 우수한 연신율의 확보가 가능해졌기 때문이다. 온간압연 중 전위 이동 및 아결정립 형성에 따라 동적 회복으로 전위밀도를 낮추는 효과를 갖는다 [29,30].

본 연구에서 CW재의 연신율을 개선하기 위해 실시한 어닐링의 효과를 분석하고자 그림 9에서와 같이 CW재와 80% 극저온압연재를 48시간 어닐링한 소재의 인장변형-응력 곡선들을 비교하였다. 극저온압연재의 경우 (곡선 d) 350 MPa와 3.8%의 기계적 성질을 보인 반면, 극저온압연재를 448 K에서 어닐링을 실시한 결과 (곡선 e) 327 MPa와 8.8%로 22 MPa의 강도저하와 6%의 연성향상을 보였으며, 어닐링 온도를 573 K로 증가시킨 경우 (곡선 f) 239 MPa의 낮은 강도와 15.9%의 우수한 연성을 보였다. 한편 CW재의 경우 (곡선 a)는 452 MPa의 높은 강도와 7.1%의 연신율로서 극저온압연재보다 우수한 기계적 성질을 보였으며, 이 소재를 448 K에서 어닐링한 경우 (곡선 b) 405 MPa와 11.4%의 기계적 성질을 얻어 극저온압연재 (곡

Fig. 9. The stress-strain curves of 5052 Al alloys deformed under different rolling conditions (total reduction of 80% in thickness) and subsequently annealed for 48hrs.

선 d)에 비해 강도와 연성이 모두 높게 관찰되었다. 어닐링 온도를 473 K로 증가시킨 경우 (곡선 c) 다소 낮은 강도인 387 MPa와 13.0%의 연성을 보여, 448 K 어닐링재에 비해 연성이 1.6% 향상되었으나 19 MPa의 강도저하를 보

Fig. 10. TEM micrographs of 5052 Al alloys; (a) & (b) CW-Rolling and annealing at 448 K, (c) CW-Rolling and annealing at 473 K, and (d) Cryo-Rolling and annealing at 448 K.

었다. CW재를 448 K에서 어닐링한 경우, 미세 석출물의 존재 이외에도 정적 회복이 진행됨에 따라 전위소실에 의한 전위의 재배열, 아결정립 형성이 진행되며, 연신된 형태의 전위 하부조직이 선명한 형태의 아결정립 계면으로 변화하였다. 동시에 아결정립의 폭이 약간 증가하며 아결정립의 장/단축비가 감소되었으며, 100~200 nm 크기 등축정 입자들의 존재가 관찰되었으므로, 이에 따른 전위의 평균 자유경로 (mean free path)가 증가하는 효과로 강도저하와 연신율의 향상이 이루어졌음을 알 수 있었다 (그림 10-(a)). 미세 석출물은 Al이 많이 함유된 Al-Mg 합금에서 관찰되는 β' 상 (Al_3Mg_2)으로, 그림 10-(b)에서와 같이 탄소 복제 (carbon replica) 방법으로 제조한 시편을 이용하여 고해상 투과전자현미경 (HRTEM)으로 분석하였다. 관찰된 석출물의 크기는 50~200 nm였고, 기지조직과 반정합성 (semi-coherent)을 갖는 육방정의 중간상으로 격자상수가 $a = 1.002 \text{ nm}$ 및 $c = 1.636 \text{ nm}$ 이었다. 어닐링온도가 473 K인 경우 (그림 10-(c)), 448 K보다 아결정립의 성장이 관찰되어 정적 회복이 활발히 진행됨을 알 수 있었다. 그림 10-(d)에서와 같이 정적 회복의 진행으로 길게 연신된 형태의 아결정립들이 관찰되었고, 상대적으로 내부 전위밀도도 다소 높게 유지되는 경향을 보였다. 이상과 같이, 극저온압연 및 온간압연을 실시한 CW재의 경우 연성의 큰 저하없이 현저한 강도상승이 가능한 현상은, 폭 200 nm 이하의 전위 하부조직 확보와 동시에 미세한 석출물의 분포

가 동시에 이루어져, 높은 인장강도와 가공경화능을 보이기 때문으로 설명된다.

한편 CW재를 448 K에서 어닐링한 경우 압연 후 이어지는 정적 회복으로 소재의 강도를 400 MPa 이상으로 유지한 상태에서 연신을 10% 이상으로 확보가 가능하며, 본 연구에서는 가장 우수한 기계적 성질을 나타내었다. 이러한 현상은 CW재가 압연 중 발생하는 많은 전위들과 함께 온도와 외부 응력에 의해 생성된 미세 석출물 형성에 따른 강도증가 효과와 함께, 어닐링시 작동하는 정적 회복에 의한 연성향상 효과가 작용하기 때문이다. CW재에서 미세한 석출물의 존재는, 인장시험 중 생성되는 전위의 이동을 방해하는 효과를 가질 뿐 아니라, 어닐링시 아결정의 성장을 방해하거나 재결정의 발생을 효과적으로 제어하므로, 소재에 열적안정성을 부여해준다.

4. 결 론

5052합금을 대상으로 변형온도, 변형량 및 압연 후 어닐링 온도를 변화시켜 기계적 성질과 미세조직을 비교 분석한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

극저온압연, 냉간압연 및 온간압연 (448 K)을 실시한 결과, 변형량 1.54에서 인장강도는 온간압연재 > 극저온압연재 > 냉간압연재로 나타났고, 연신율은 온간압연재 > 냉간압연재 > 극저온압연재의 순서로 우수하였다. 이와 같이 온간압연재가 인장강도와 연신을 모두 높은 현상은 압연과정에서 발생한 석출물 생성과 회복 발생에 기인하였다.

극저온변형과 온간변형을 결합한 압연은 극저온압연이나 온간압연을 단독으로 적용시킨 방법에 비하여 인장강도 (452 MPa)와 연신율 (7.1%)로 가장 높은 값을 보였다. 극저온압연 적용 시 생성된 많은 전위들이 이어진 온간압연시 석출물 생성 장소로 작용하여 석출물 형성을 촉진하였고, 또한 높은 연신율은 높은 전위밀도로 인해 증가한 구동력으로 온간압연 과정에서의 회복 발생 활성화에 기인하였다.

극저온압연재 및 냉간압연재에서는 DSC 가열곡선에서 세개의 피크들이 존재하는 반면, 온간압연재의 DSC 가열곡선에서는 첫번째 및 두번째 피크들이 존재하지 않는 현상이 관찰되었는데, 이는 온간압연 과정에서 석출물 생성과 회복의 발생이 진행되었음을 보여주었다.

본 연구에서 5052합금을 대상으로 변형온도 및 어닐링 온도를 다양하게 변화시켜 기계적 성질을 평가한 결과, 극저온변형과 온간변형 후 448 K에서 어닐링한 소재에서 405 MPa의 인장강도와 11.4%의 연신율을 갖는 우수한 기계적 성질을 확보할 수 있었다.

REFERENCES

1. S. X. McFadden, R. S. Mishra, R. Z. Valliev, A. P. Zhilyaev, and A. K. Mukherjee, *Nature* **398**, 22 (1999).
2. N. Tsuji, Y. Ito, Y. Saito, and Y. Minamino, *Scr. Mater.* **47**, 893 (2002).
3. X. Huang, N. Tsuji, N. Hansen, and Y. Minamino, *Mater. Sci. Eng. A* **340**, 265 (2003).
4. H. R. Song, Y. S. Kim, and W. J. Nam, *Met. Mater. Int.* **12**, 7 (2006).
5. P. N. Rao, B. Viswanadh, and R. Jayaganthan, *Mater. Sci. Eng. A* **606**, 1 (2014).
6. Y. H. Zhao, J. F. Bingert, X. Z. Liao, B. Z. Cui, K. Han, A. V. Sergueeva, A. K. Mukherjee, R. Z. Valiev, T. G. Langdon, and Y. T. Zhu, *Adv. Mater.* **18**, 2949 (2006).
7. O. V. Mihlin, D. J. Jensen, and N. Hansen, *Mater. Sci. Eng. A* **342**, 320 (2003).
8. S. Cheng, Y. H. Zhao, Y. T. Zhu, and E. Ma, *Acta. Mater.* **55**, 5822 (2007).
9. R. Z. Valliev, *Nature Mater.* **3**, 511 (2004).
10. Y. B. Lee, D. H. Shin, K. T. Park, and W. J. Nam, *Scr. Mater.* **51**, 355 (2004).
11. U. G. Kang, H. J. Lee, and W. J. Nam, *J. Mater. Sci.* **47**, 7883 (2012).
12. D. Singh, P. Nageswara, and R. Jayaganthan, *Mater. Des.* **50**, 646 (2013).
13. U. G. Kang, J. C. Lee, S. W. Jeong, and W. J. Nam, *J. Mater. Sci.* **45**, 4739 (2010).
14. U. G. Gang, S. H. Lee, and W. J. Nam, *Mat. Trans.* **50**, 82 (2009).
15. H. Yu, L. Su, C. Lu, K. Tieu, H. Li, J. Li, A. Godbole, and C. Kong, *Mater. Sci. Eng. A* **674**, 256 (2016).
16. M. S. Khorrami and M. Kazeminezhad, *Met. Mater. Int.* **24**, 390 (2018).
17. K.-T. Son, J.-W. Lee, T.-K. Jung, H.-J. Choi, S.-W. Kim, S. K. Kim, Y.-O. Yoon, and S.-K. Hyun, *Met. Mater. Int.* **23**, 68 (2017).
18. M. S. Kim, S. Z. Han, J. Lee, S. H. Lim, J. H. Ahn, and K. H. Kim, *Korean J. Met. Mater.* **55**, 77 (2017).
19. H. E. Kissinger, *Anal. Chem.* **29**, 1702 (1957).
20. L. C. Chen and F. Spaepen, *J. Appl. Phys.* **69**, 679 (1991).
21. M. J. Starink, *Thermochim. Acta.* **404**, 163 (2003).
22. S. I. Fujikawa and Y. Takada, *Defect. Diff. Forum.* **143**, 409 (1997).
23. R. C. Picu and D. Zhang, *Acta. Mater.* **52**, 161 (2004).
24. H. J. Frost and M. F. Ashby, *Deformation-Mechanism Maps*, Pergamon press, Oxford, UK (1982).
25. Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, and T. G. Langdon, *Metall. Trans. A* **29**, 2503 (1998).
26. R. Z. Valiev, *Nano. Struct. Mater.* **6**, 73 (1995).
27. P. Nageswara, D. Singh, and R. Jayaganthan, *J. Mater. Sci. Technol.* **30**, 998 (2014).
28. P. Nageswara, A. Kaurwar, D. Singh, and R. Jayaganthan, *Procedia Engineer.* **75**, 123 (2014).
29. H. J. McQueen and W. Blum, *Mater. Sci. Eng. A* **290**, 95 (2000).
30. E. Nes, K. Marthinsen, and Y. Brechet, *Scr. Mater.* **47**, 607 (2002).