강가공된 순수 Cu의 미세조직과 기계적 특성 평가

송국현[†] · 손현택* · 김대근* · 김한솔 · 김원용

한국생산기술연구원 융합신공정 연구그룹, *한국생산기술연구원 동력부품 연구그룹

Evaluation on Microstructure and Mechanical Properties of Severely Deformed Pure Cu

Kuk Hyun Song[†], Hyun Taek Son*, Dae Keun Kim*, Han Sol Kim and Won Yong Kim

Korea Institute of Industrial Technology, 7-47, Songdo-Dong, Yeosu-gu, Incheon 406-840, Korea

*Korea Institute of Industrial Technology, 1110-9, Oryong-Dong, Buk-gu, Gwangju 500-480, Korea

(2011년 3월 21일 접수 : 2011년 4월 13일 최종수정 : 2011년 4월 13일 채택)

Abstract The present study was carried out to evaluate the microstructural and mechanical properties of cross-roll rolled pure copper sheets, and the results were compared with those obtained for conventionally rolled sheets. For this work, pure copper (99.99 mass%) sheets with thickness of 5 mm were prepared as the starting material. The sheets were cold rolled to 90% thickness reduction and subsequently annealed at 400°C for 30 min. Also, to analyze the grain boundary character distributions (GBCDs) on the materials, the electron back-scattered diffraction (EBSD) technique was introduced. The resulting cold-rolled and annealed sheets had considerably finer grains than the initial sheets with an average size of 100 μm . In particular, the average grain size became smaller by cross-roll rolling (6.5 μm) than by conventional rolling (9.8 μm). These grain refinements directly led to enhanced mechanical properties such as Vickers micro-hardness and tensile strength, and thus the values showed greater increases upon cross-roll rolling process than after conventional rolling. Furthermore, the texture development of <112>/ND in the cross-roll rolling processed material provided greater enhancement of mechanical properties relative to the case of the conventional rolling processed material. In the present study, we systematically discuss the enhancement of mechanical properties in terms of grain refinement and texture distribution developed by the different rolling processes.

Key words pure Cu, cross roll rolling, conventional rolling, grain refinement, mechanical properties.

1. 서 론

교차롤압연(cross roll rolling)은 상용압연과 달리, 압연 롤이 rolling direction (RD)와 transverse direction (TD)면에 대하여 수 도($\sim 7^\circ$) tilt된 상태를 유지한 채 가공하는 신개념의 압연프로세스이다.¹⁾ 이와 같은 교차롤압연은 전단변형을 수반하기 때문에, 상용압연(conventional rolling)과 비교했을 때 압연되는 재료에 더 많은 변형에너지를 수반할 수 있는 큰 특징이 있다.²⁾ 더욱이, 그 변형에너지는 교차된 롤의 각에 의해 제어될 수 있기 때문에, 교차각을 증가시켜 더욱 큰 변형에너지를 동반시킬 수 있는 장점이 있다. 뿐만 아니라, 균일한 조직을 얻는데 있어서, 상용압연보다 더욱 효과적이며, 집합조직 발달의 경우, 상용압연과 유사한 양상을 나타내는 것으로 보고된 바 있다.^{3,4)} 그러나 큰 전단변형으로 인해, 압연 시 재료

에 결함이 발생할 우려가 있기 때문에, 통상적으로 7° 이하의 교차각을 적용하고 있다.

최근, 결정립미세화를 통한 고강도 소재를 제조하기 위해, equal channel angular pressing (ECAP), high pressure torsion (HPT), accumulative roll bonding (ARB)와 differential speed rolling (DSR) 등과 같은 강가공(severe plastic deformation)법이 여러 연구자에 의해 수행된 바 있다.⁵⁻⁹⁾ 이들 연구의 공통점은, 모두 기존에 주로 적용해 왔던 단순 가공법들 보다, 재료에 더 큰 변형량을 줄 수 있는 가공법을 도입하여, 결정립미세화를 실현하였다는 것이다. 일반적으로, 변형 후 재결정 열처리 과정을 통한 결정립미세화는 열처리전의 유효변형량(effective strain)에 직접적인 영향을 받는다.^{10,11)} 즉, 같은 변형율에서 유효변형량이 클 경우, 재료내부에 더 많은 축적에너지를 수반하게 되며, 이는 재결정 과정 중 핵생성 사이트를 더 많이 제공하게 되는 결과를 초래한다. 이와 같이, 더 많은 유효변형량을 수반하기 위해, 교차롤압연을 적용하여 결정립미세화를 실현한 연구결과 또한 보고된 바 있

[†]Corresponding author

E-Mail : skhyun7@kitech.re.kr (K. H. Song)

다.^{3,12)} 하지만, 아직까지 교차롤압연에 대한 연구와 이해는 상당히 부족한 실정이다. 따라서, 본 연구는 순수 Cu를 이용하여, 교차롤압연을 적용하였고, 이를 통해 발생하는 결정립미세화, 집합조직 분포와 기계적 물성을 체계적으로 평가하기 위해 수행되었다. 특히, 같은 압하율로 상용압연된 재료와 비교평가 함으로써, 교차롤압연의 특징을 구체적으로 논의하였다.

2. 실험 방법

이 연구에서 사용된 재료는 순수 Cu(99.99%)로서 전자빔용해(electron beam melting)법으로 제조된 50 mm × 100 mm × 5 mm 크기의 판재였다. 이를 이용하여, 냉간압연 프로세스로서 상용압연과 교차롤압연이 도입되었고, 두께감소를 90%까지 단계적으로 냉간압연을 수행하였다. 특히, 교차롤압연의 경우, Fig. 1에 도시한 바와 같이, 롤이 rolling direction (RD)와 transverse direction (TD)면에 대하여 5° tilt를 유지한 채 냉간압연을 수행하였다. 이 과정에서 롤과 재료간에 더 큰 마찰을 주어, 더욱 큰 전단변형을 유도하기 위하여, 냉간압연 시 압연유는 사용하지 않았다. 냉간압연 후 재결정 열처리를 위해, 압연판재는 5 mm × 5 mm의 크기로 절단되었고, 400°C에서 30분간 열처리를 수행하였다. 열처리 후 재료의 미세조직을 관찰하며, 두 입자들 간의 방위관계에 의해 결정되는 입계 특성분포(grain boundary character distribution, GBCD)를 분석하기 위하여, 전자후방산란회절(electron back scattered diffraction, EBSD)을 통한 분석이 수행되었다. EBSD 분석을 위하여, 시편은 기계적 연마 및 진동연마를 통하여 경면을 얻었고, FEG-SEM에 부착된 TSL-OIM™을 이용하여 시편의 TN면에 대해 분석이 수행되었다. 또한, 입계특성분포 분석 시, 입계분류는 Brandon 기준을 사용하였고, 두 입자간의 어긋남 각은 15도를 기준하여 low angle과 high angle로 구분하였다.¹³⁾

Fig. 1. Schematic of cross-roll rolling (CRR) process.

냉간압연과 압연 후 열처리된 소재의 기계적 물성을 평가하기 위하여, 비커스 경도와 인장시험이 도입되었다. 경도 측정을 위하여, 시편은 5 mm × 5 mm의 크기로 절단되었고, 기계적 연마를 통하여 시편표면의 경면을 얻은 후 경도를 측정하였다. 이에 사용된 장비는 비커스 미소경도기 FM 7465였으며, 측정은 다이아몬드 압입자를 200 g의 하중으로 15초간 압입하는 방식으로 수행되었다. 또한, 측정값의 통계적인 신뢰성을 향상시키기 위하여, 각 시편당 12회씩 측정하여 최대값과 최소값을 제외한 나머지 10개의 평균값을 대표 경도값으로 채택하였다. 인장시험의 경우, 2 mm × 0.6 mm 크기의 판상으로 제작되었고, 시편표면의 미소한 크랙 발생을 방지하기 위하여 사포 #2000을 이용하여 인장시편의 표면에 대해 기계적인 연마를 수행하였다. 인장시험은 INSTRON 4481형 기계식 만능재료 시험기를 이용하여 상온에서 인장속도 0.72 mm/min의 조건으로 수행되었다. 각 시편의 인장 특성값은 3회 측정치의 평균값을 취하였다.

3. 결 과

초기재료와 냉간압연 후 재결정된 재료의 Grain orientation map을 Fig. 2에 나타내었다. 초기재료는, Fig. 2(a)에 나타난 바와 같이, 2 μm~180 μm 정도의 크기를 갖는 결정립들이 불균일하게 분포하고 있었으며, 평균입도는 100 μm로서 비교적 조대한 분포를 나타내었다. 강가공 후 400°C에서 30분간의 재결정 열처리는 결정립을 미세화시키는데 효과적이었다. 그 중 상용압연 후 열처리된 재료는, Fig. 2(b)에 나타난 바와 같이, 1 μm에서 20 μm 정도의 결정립들이 분포됨으로서, 초기재료에 비해 현저히 미세화되었고, 평균입도는 9.5 μm로 확인되었다. 교차롤압연의 경우, Fig. 2(c)에 나타난 바와 같이, 상용압연 보다 더욱 미세한 결정립들로 구성되어 있었고, 그 결과, 평균입도가 6.5 μm로 미세화 되었다.

Fig. 2의 Grain orientation map에서 관찰된 입계 어긋남 각 분포를 Fig. 3에 도시하였다. 초기재료는, Fig. 3(a)에 도시한 바와 같이, 저경각 입계와 고경각 입계의 분포가 각각 77%와 23%를 차지하였다. 냉간압연 후 400°C에서 30분간의 열처리를 통해, 재료는 완전히 재결정 되었고, 그 결과, 상용압연의 경우, Fig. 3(b)에 도시한 바와 같이, 전체입계 중 고경각 입계가 95% 이상 차지하였다. 교차롤압연 또한, Fig. 3(c)에 도시한 바와 같이, 고경각 입계가 전체입계 중 95% 이상 차지함으로써, 상용압연과 동일한 양상을 나타내었다. 특히, 재결정 된 재료(Fig. 3(b)와 (c))의 입계 어긋남 각 분포 중 60도 분포가 가장 높게 나타났는데, 이는 FCC 결정구조 금속 중 적층결함에너지가 낮은 재료에서 주로 형성되는 어닐링쌍정 입계로 확인되었

Fig. 2. Orientation maps of (a) initial specimen, (b) conventionally rolled and annealed specimen and (c) cross-roll rolled and annealed specimen.

Fig. 3. Misorientation angle distributions of grain boundaries observed in (a) initial specimen and in recrystallized specimens after (b) conventional rolling and (c) cross-roll rolling.

Fig. 4. ND inverse pole figures of the as-received, and cold rolled and annealed specimens: (a) as-received, (b) CR and (c) CRR.

Fig. 5. (a) Vickers microhardness and (b) yield and tensile strengths of specimens after being rolled by different rolling processes.

다. 뿐만 아니라, 39.5도 분포 역시 높게 나타났는데, 이는 어닐링쌍정 입계들 간의 조합에 의해 형성된 Σ9입계로 확인되었다.

초기재료와 냉간압연 후 열처리된 재료의 <001>/ND (normal direction) 집합조직 분포를 Fig. 4에 나타내었다. 초기재료는, Fig. 4(a)에 나타난 바와 같이, 결정립들이 <313>에 밀집된 분포를 나타내었다. 강가공과 열처리된 재료의 집합조직 분포에 변화를 주었고, 그 결과, 상용압연된 재료의 경우, Fig. 4(b)에 나타난 바와 같이, <001>에 배열된 입자들이 가장 높게 분포되었다. 그러나, 교차롤압연재의 경우, Fig. 4(c)에 도시된 바와 같이, <112>에 밀집된 입자분포를 나타내었다.

냉간압연 수행된 재료와 열처리된 재료에 대하여 기계적 물성을 평가하였고, 그 결과를 Fig. 5에 도시하였다. 냉간압연된 재료의 비커스 경도는, Fig. 5(a)에 도시한 바와

같이, 각각 127 Hv(상용압연)와 124 Hv(교차롤압연)로 나타남으로써, 두 프로세스 간에 큰 차이를 보이지 않았다. 그러나, 재결정된 재료의 경우, 각각 49 Hv(상용압연)와 60 Hv(교차롤압연)를 나타냄으로써, 교차롤압연된 재료가 상용압연된 재료에 비해 20% 가량 높은 것으로 나타났다. 냉간압연재의 인장시험의 경우, Fig. 5(b)에 도시한 바와 같이, 항복강도와 인장강도가 상용압연에서 345 MPa와 445 MPa로 나타났고, 교차롤압연에서 354 MPa와 451 MPa로 나타남으로써, 두 프로세스간의 큰 차이를 보이지 않았다. 뿐만 아니라, 연신율에 있어서도 두 프로세스 모두 12%를 나타내었다. 그러나, 재결정된 재료의 경우, 항복강도와 인장강도가 상용압연에서 105 MPa와 226 MPa로 나타났으나, 교차롤압연에서 137 MPa와 252 MPa로 나타남으로써, 교차롤압연이 상용압연의 경우보다 각각 30%와 10% 이상 증가한 것으로 확인되었다. 반면, 연신율에

있어서 교차롤압연재(48%)가 상용압연재(53%) 보다 비교적 낮은 것으로 확인되었으나, 큰 차이를 나타내진 않았다.

4. 고 찰

상용압연과 교차롤압연과 같은 강가공 프로세스의 적용은 재결정 과정을 통해 입자를 미세화 시키는데 두드러진 효과를 나타내었다. 냉간압연 이후 400°C에서 30분간의 열처리된 재료의 완전재결정을 촉진하였고, 그 결과, Fig. 3에서 도시한 바와 같이, 두 프로세스 모두, 고경각 입계가 전체입계 중 90%이상 분포되었다. 이 때 관찰된 평균입도는, 상용압연재에서 9.8 μm 였고, 교차롤압연재에서 6.5 μm 로 나타남에 따라, 상용압연에 비해 교차롤압연이 입자미세화에 더 효과적이었다. 이와 같이, 교차롤압연된 재료에서 더 미세한 입도를 보인 것은 가공을 통해 수반되는 effective strain의 관점으로 설명될 수 있다. 교차롤압연의 경우, 롤 교차각에 의해 상용압연보다 큰 전단변형을 수반하게 되며, 이는 effective strain에 직접적인 영향을 미치게 된다.⁴⁾ 즉, 증가된 effective strain은 재결정 열처리를 통해 재결정 핵생성분율에 직접적인 영향을 미치게 되며, 이는 입자의 미세화에 근간이 되는 것이다.^{10,11)} 따라서, 교차롤압연을 통한 effective strain의 증가가 순수 Cu의 입자를 미세화 시키는데 상용압연에 비해 더욱 효과적임을 알 수 있다.

교차롤압연 후 재결정된 재료의 비커스 경도와 항복강도 및 인장강도가, Fig. 5에서 도시한 바와 같이, 상용압연 후 열처리된 재료보다 각각 20%, 30% 및 10% 이상 향상되었다. 상용압연된 재료의 경우, 항복강도와 입도간에 $H_v = 31.6 + 56.9d^{-1/2}$ 의 Hall-Petch 관계를 만족하였다. 하지만, 교차롤압연된 재료의 경우, 상용압연에서 관찰된 Hall-Petch 관계보다 10% 가량 높은 항복강도 값을 나타내었다. 이는 교차롤압연 재료에서 관찰된 바와 같이, 입자의 미세화와 집합조직의 분포로 설명될 수 있다. 특히, 서로 다른 집합조직의 발달이, Fig. 4에 나타난 바와 같이, 분명하게 관찰되었다. 즉, 상용압연의 경우, $\langle 001 \rangle // ND$ 의 발달이, 교차롤압연은 $\langle 112 \rangle // ND$ 의 발달이 주된 집합조직을 형성하였다. 따라서, 이는 항복강도의 향상에 추가적인 요소로 작용할 수 있다는 것이며, 교차롤압연에서 발달된 $\langle 112 \rangle // ND$ 집합조직이 기계적 물성 향상에 더 효과적인 것으로 사료된다.

5. 결 론

순수 동을 이용한 상용압연과 교차롤압연이 성공적으로 수행되었다. 실험결과, 두 프로세스 모두 입자의 미세화에 효과적이었다. 특히, 교차롤압연의 경우, 평균입도가

6.5 μm 까지 미세화 됨에 따라, 초기재료 (100 μm)에 비해 현저히 미세화 되었다. 이와 같은, 입자의 미세화는 기계적 물성의 향상에 직접적인 영향을 주었고, 그 결과, 재결정 후 항복강도와 인장강도가 교차롤압연재에서 각각 30%와 10% 이상 상용압연재 보다 높은 것으로 확인되었다. 뿐만 아니라, 재결정 과정을 통하여 발달된 $\langle 112 \rangle // ND$ 집합조직은 기계적 물성의 향상에 영향을 주었다. 따라서, 교차롤압연의 적용은 입자의 미세화와 집합조직 발달을 동반한 기계적 물성의 향상에 더욱 효과적임을 알 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 지식경제부의 재원에 의해 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

1. Y. Chino, K. Sassa, A. Kamiya and M. Mabuchi, Mater. Sci. Eng., **441**, 349 (2006).
2. Y. Chino, K. Sassa, A. Kamiya and M. Mabuchi, Mater. Sci. Eng., **473**, 195 (2008).
3. S. H. Kim, H. G. Kang, M. Y. Huh and O. Engler, Mater. Sci. Eng., **508**, 121 (2009).
4. J. J. Nah, H. G. Kang, M. Y. Huh and O. Engler, Scripta Mater., **58**, 500 (2008).
5. F. H. Dalla Torre, E. V. Pereloma and C. H. J. Davies, Acta Mater., **54**, 1135 (2006).
6. A. Mishra, B. K. Kad, F. Gregori and M. A. Meyers, Acta Mater., **55**, 13 (2007).
7. M. Kai, Z. Horita and T. G. Langdon, Mater. Sci. Eng., **488**, 117 (2008).
8. C. Y. Lim, S. Z. Han and S. H. Lee, Metals and Materials Int., **12**, 225 (2006).
9. S. H. Lee, J. Y. Lim, D. J. Yoon, K. J. Euh and S. Z. Han, Kor. J. Mater. Res., **21**(1), 15 (2011) (in Korean).
10. R. E. Reed-Hill and R. Abbaschian, Physical Metallurgy Principles, 3rd ed., p.247-249, PWS, Boston, USA (2002).
11. F. J. Humphreys and M. Hatherly, Recrystallization and Related Annealing Phenomena, p.178, Elsevier, Oxford, UK (1996).
12. Y. Chino, K. Sassa, A. Kamiya and M. Mabuchi, Mater. Lett., **61**, 1504 (2007).
13. D. G. Brandon, Acta Metall., **14**, 1479 (1966).