

냉간압연된 fcc 금속에서 재결정 속도에 관한 연구

*조용상, 허무영

고려대학교 금속공학과

Kinetics of Recrystallization in Cold Rolled fcc Metals

Yong-Sang Cho, Moo-Young Huh
Department of Metallurgical Engineering
Korea University, Seoul 136-701

Abstract

The cold rolling of metal sheets leads to the formation of an inhomogeneous microstructure and texture. The type and sharpness of texture through the thickness and the degree of inhomogeneity depend on the friction between rolls the rolled material and the geometry of the rolling gap. In order to follow the effect of friction, two kinds of specimens were prepared by applying with and without lubrication during the cold rolling. Although the deformed microstructure of the specimens rolled without lubrication was much inhomogeneous than that of the specimens rolled with lubrication, the effect of lubrication on the cold rolling texture was not found. the recrystallization behavior was strongly dependent on the deformation process. Thus, the retardation of the recrystallization was observed in the specimens rolled without lubrication.

1. 서론

적층결함에너지가 높은 fcc 금속의 냉간압연 집합조직은 방위분포함수(ODF)에서 fiber 형태의 우선방위를 갖는다. 압연율이 증가함에 따라 $\langle 4\ 4\ 11 \rangle$ $\langle 11\ 11\ 8 \rangle$ 과 $\langle 1\ 2\ 3 \rangle$ $\langle 6\ 3\ 4 \rangle$, $\langle 1\ 1\ 0 \rangle$ $\langle 1\ 1\ 2 \rangle$ 부근의 방위밀도가 증가하며, 이 방위들은 방위공간에서 β -fiber를 형성한다[1..6]. 이러한 β -fiber 형태의 압연집합조직은 금속의 순도가 높고 압연변형량이 높을 경우 어닐링함에 따라 잘 알려진 $\langle 0\ 0\ 1 \rangle$ $\langle 1\ 0\ 0 \rangle$ cube-방위를 형성한다[7..11]. 그런데 초기 방위와 냉간압연공정, 어닐링공정에 따라 집합조직에서 얻어지는 우선방위의 발달 양상은 변화하게 된다. Hirsh 등은 압연집합조직과 어닐링 집합조직의 발달에 있어서 초기 방위의 중요성을 보고하였고[4], Duggan 등은 어닐링 시 cube-방위 형성의 재결정기구에 핵생성과 우선방향성장이 중요하다고 보고하였다

[11]. 또한, fcc 금속의 재결정에는 압연집합조직과 재결정집합조직이 거의 유사한 연속재결정도 보고된 바 있다[5].

그런데 냉간압연의 공정이 재결정에 미치는 영향에 대하여 연구한 보고는 거의 없다. 따라서 본 연구에서는 냉간압연 공정에서 윤활에 따른 압연집합조직의 변화와 함께 윤활이 재결정에 미치는 영향을 집합조직 측정과 미세조직 관찰을 통하여 연구하였다. 또한 본 연구에서는 재결정집합조직의 형성을 속도론적 관점에서 고찰하였다.

2. 실험방법

본 연구에서는 99.95%의 순도를 갖는 동을 시료로 사용하였다. 냉간압연시의 윤활이 압연조직 및 최종 어닐링 조직에 미치는 영향을 연구하기 위하여 압연유를 사용한 윤활압연시편과 압연유를 사용하지 않은 무윤활압연시편을 제조하였다. 냉간압연후 압연시료는 시편두께에 따른 집합조직 및 미세조직의 변화를 실험하고자 연마하여 표면층시편(S=1.0), 중앙층시편(S=0.0) 그리고 중간층시편(S=0.5)으로 제조되었다. 압연시료의 각 층을 표시하기 위하여 $S=a/(0.5d)$ 를 정의하였는데, 여기서 a는 압연시료의 중앙으로부터의 거리이고 d는 압연시료의 두께이다. 집합조직측정용 시편은 연삭에 의한 효과를 없애기 위해 50 ml H₂O와 50 ml HNO₃ 용액에서 에칭하여 표면층을 제거하였다[14]. 집합조직은 자동화된 집합조직측정용 고니오메타에서 {111}, {200}, {220} 극점도를 측정한 후 역급수법을 이용하여 ODF로 계산되었다[15].

3. 실험결과 및 고찰

냉간압연 및 재결정된 fcc 금속의 판재에서 얻어지는 우선방위로는 {1 1 2}<1 1 1> Cu-방위, {1 2 3}<6 3 4> S-방위, {1 1 0}<1 1 2> Bs-방위, {1 0 0}<0 0 1> Cube-방위가 있다. 이 방위들은 그 대칭성에 따라 $0^\circ \leq \phi_1 \phi \phi_2 \leq 90^\circ$ 에 나타나며 그 중요한 방위들이 Euler각 ($\phi_1 \phi \phi_2$)를 직각 좌표로 나타낼 때 Fig. 1과 같이 보여진다. Fig. 1에는 압연집합조직에 나타나는 방위들인 Cu, S, Bs-방위들이 방위공간에서 하나의 fiber로 연결됨을 보여준다.

$\phi_2=45^\circ$ 면은 압연집합조직 중에서 S-방위를 제외한 중요한 방위가 모두 존재하므로 fcc 재료의 방위밀도 차이를 비교하는데 매우 유용하다. $\phi_2=45^\circ$ 면에서는 $\phi_1=90^\circ$, $\phi=35^\circ$ 에 Cu-방위, $\phi_1=55^\circ$, $\phi=90^\circ$ 에 Bs-방위, $\phi_1=90^\circ$, $\phi=90^\circ$ 에 Goss-방위 등이 있다. Fig. 2는 윤활 및 무윤활 시편의 각 두께층에 따른 집합조직을 $\phi_2=45^\circ$ 면에서 보여준다. 윤활압연시편과 무윤활압연시편 모두 β -fiber가 발달한 fcc 금속 형태의 압연집합조직이었으며, 표면층은 무윤활압연시편에서 윤활압연시편보다 Bs-방위, Goss-방위의 방위밀도가 약간 높았고, 중간층은 각 방위들의 방위밀도가 거의 같으며 중앙층은 무윤활 압연시편에서 윤활압연시편보다 Cu-방위와 Bs-방위의 방위밀도가 약간 낮았다.

이와같이 윤활의 유무에 따라 시편의 각 두께층에 따라 각 우선방위밀도의 차이는 존재하지만 이미 보고[12, 13]된 것과 같은 전단방위 {001}<110> 등의 발달은 관찰되지 않고 압연집합조직은 대체적으로 β -fiber에 속하는 방위의 발달로 특징지어졌다. 이것은 본 실험의 경우, 최종압연가공도가 95%로 매우 높아 압연변형형상의 변화에 따른 전단변형률의 변화가 적기 때문에 틀과 재료간에서 작용하는 마찰언덕을 변화시

키지 않거나 또는 소성변형되는 구역의 길이와 시료두께의 비가 1이상이 얻어져 두께에 따른 불균일 변형이 억제되었기 때문이라 믿어진다[13].

Fig. 3은 윤활 및 무윤활압연한 시편의 세로단면을 광학현미경으로 관찰한 미세조직으로 (a)는 무윤활압연시편 (b)는 윤활압연시편이다. (a)의 무윤활압연시편에서는 상당히 큰 전단변위를 갖는 전단띠가 압연방향과 약 40°의 각을 가지고 시편 전체에서 관찰되고 있으며 (b)의 윤활압연시편에서는 전단띠의 형성이 (a)만큼 심하지는 않다. 따라서 무윤활 압연 시편에서는 윤활 압연 시편보다 불균질한 변형이 많이 일어났음을 알 수 있다. 또한 Fig. 2와 연관지어 생각할 때 무윤활압연시편과 윤활압연시편의 압연집합조직은 거의 유사했으나 압연변형조직은 상당히 다름을 알 수 있다.

Fig. 4는 윤활 및 무윤활압연한 시편을 400°C에서 1시간, 4시간 어닐링 후 시편의 압연면을 광학현미경으로 관찰한 미세조직이다. 400°C에서 1시간 어닐링 후 윤활압연시편은 완전히 재결정이 되었으나 무윤활압연시편은 압연조직이 아직 남아있고, 400°C에서 4시간 어닐링한 후에는 윤활압연시편과 무윤활압연시편 모두 재결정이 되었다. 윤활 압연 후 1시간 어닐링한 시편은 결정립 크기가 20~50 μm 였고 윤활압연 후 4시간 어닐링한 시편은 결정립 크기가 40~70 μm 였으며, 무윤활압연 후 4시간 어닐링한 시편은 결정립 크기가 약 10 μm 로 윤활압연 후 어닐링한 시편보다 결정립 크기가 매우 작았다. 이것으로 무윤활압연시편은 윤활압연시편에 비해 재결정속도가 느리고 재결정된 결정립의 크기도 작음을 알 수 있다.

Fig. 5는 400°C에서 4시간 어닐링한 시편들의 집합조직을 나타낸 것이다. (a)는 무윤활압연시편을 어닐링한 후의 집합조직으로 재결정이 완료되었지만 냉간압연집합조직인 β -fiber가 남아 있고 Cube-방위의 방위밀도가 매우 약하다. (b)는 윤활압연시편을 어닐링한 후의 집합조직으로 Cube-방위가 매우 발달하고 β -fiber는 거의 없어진 순동의 일반적인 재결정집합조직이다. Fig. 2와 Fig. 3을 보면 윤활압연시편과 무윤활압연시편의 압연집합조직은 거의 유사하고 압연변형조직만이 다른데, 이와같이 재결정집합조직이 전혀 다른 것으로 보아 압연시편의 재결정집합조직은 압연집합조직보다는 압연변형조직에 의해서 더욱 크게 영향을 받음을 알 수 있다.

Fig. 6은 윤활압연시편을 400°C에서 60분, 240분간 어닐링한 후 어닐링시간과 각 층에 따른 Cube-방위의 방위밀도변화를 나타낸 것이다. 모든 층이 60분 어닐링한 후에 완전히 재결정되어 Cube-방위의 방위밀도가 크게 증가하였으며 어닐링 시간이 길어짐에 따라 Cube-방위의 방위밀도가 점차 증가하고 있다. 그런데 표면과 중간층보다 중앙층에서 Cube-방위의 방위밀도 증가 속도가 느리다. 이것은 중앙층이 표면과 중간층에 비해 변형량이 작아서 재결정에 대한 구동력이 작기 때문인 것으로 생각된다[13, 16].

Fig. 7은 무윤활압연시편을 400°C, 450°C, 500°C에서 각각 10분, 60분, 120분, 240분간 어닐링한 후 어닐링 온도와 시간에 따른 β -fiber와 Cube-방위의 방위밀도 변화를 나타낸 것이다. 무윤활압연시편은 400°C에서는 240분, 450°C에서는 60분, 500°C에서는 10분만에 재결정되어 온도가 높아짐에 따라 재결정되는 속도는 빨라졌고, 재결정이 완료된 후에도 β -fiber가 계속 존재하고 있으며, 윤활압연시편을 어닐링한 것보다 Cube-방위의 방위밀도는 매우 약하다. 그런데 재결정이 일어난 후에는 어닐링 시간이 길어져도 방위밀도의 변화가 거의 없었는데 이것은 압연시 불균질변형이 시편 전구역에서 심하게 발생한 것으로 인하여 어닐링시 핵생성이 시편의 전 구역에서 매우 빠르게 그리고 동시에 일어나 매우 작은 재결정 결정립들이 형성되고 많은 결정립계간의

결정립계 구속력이 작용하여 특정 방위를 갖는 재결정 입자의 성장이 억제되었기 때문으로 생각된다. Fig. 4에서 무윤활압연시편이 윤활압연시편보다 재결정 결정립의 크기가 작은 것도 이러한 이유로 설명할 수 있다.

4. 결론

1. 윤활 및 무윤활로 각각 95% 냉간압연한 시편에서 두께에 따른 압연집합조직의 차이는 거의 없었다.
2. 윤활 압연한 시편은 400℃, 1시간의 어닐링 이후에 완전한 불연속재결정으로 높은 Cube-방위밀도를 얻었고 무윤활 압연한 시편은 400℃에서 2시간까지 완전한 재결정이 이루어지지 않았다.
3. 윤활 압연후 어닐링한 시편에서는 어닐링 집합조직의 주방위인 Cube-방위가 다른 방위에 비해서 매우 발달했으나 무윤활 압연후 어닐링한 시편에서는 Cube방위가 그다지 발달하지 않았다.

위와 같은 결과로부터 재결정 속도에 더욱 중요한 영향을 미치는 것은 통계적인 방위분포인 집합조직보다는 미세조직에 존재하는 불균질변형임을 알 수 있다.

5. 참고 문헌

1. Y. Zhou, K. W. Neal and L. S. Toth, *Acta Metall.*, vol. 39, 1991, pp. 2921
2. J. Hirsch and K. Lücke, *Acta Metall.*, vol. 36, 1988, pp. 2883
3. M. Y. Huh, Hirsch and K. Lücke : *Proc. ICOTOM 7*, 1984, pp. 601
4. J. Hirsch, E. Nes and K. Lücke, *Acta Metall.*, vol. 35, 1987, pp. 427
5. J. Hirsch and K. Lücke, *Acta Metall.*, vol. 33, 1985, pp. 1927
6. C. S. Lee and B. J. Duggan, *Acta Metall Mater.*, vol. 44 1993, 2691
7. A. A. Lidha and W. B. Hutchinson, *Acta Metall.*, vol. 30, 1982, 1929
8. T. Kamijo, H. Adachihara, H. Fukutomi, and E. Aernoudt, *Acta Metall.*, vol. 40 1992, pp. 639
9. B. J. Duggan, K. Lücke, G. Köhlhoff and C. S. Lee. *Acta Metall. Mater.* vol. 41, 1993. pp.1921
10. M. Sindel, G. Köhlhoff, K. Lücke and B. J. Duggan : *Textures and Microstructures*, vol. 12, 1990, pp. 37
11. B. J. Duggan, M. Sindel, K. Lücke and G. Köhlhoff, *Acta Metall.*, vol. 38, 1990 pp. 10-111
12. S. Bunum and E. Nes, *The 4th International Conference on Aluminum Alloys.*
13. W. Truszkowski, J. Krol and B. Major, *Metal. Trans.*, vol. 11A, 1980, pp. 749
14. D. Raabe, *Journal of Materials Science*, vol. 30, 1995, pp. 47
15. H. J. Bunge, *Mathematische Methoden der Texturanalyse*, Akademie verlag Berlin, 1969
16. J. M. Capus and M. G. Cockcroft, *Journal of the Institute of Metals*, vol. 90 1962, pp.289

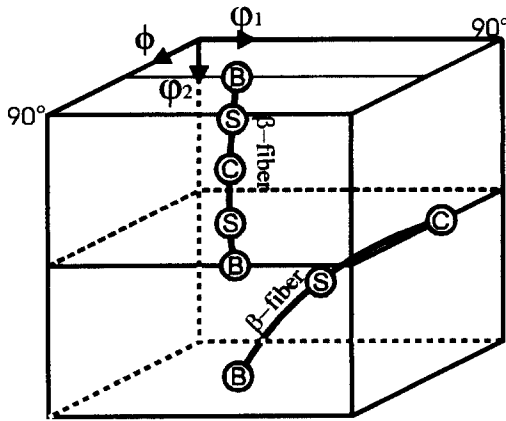


Fig. 1 Ideal orientation and β -fiber in the Euler space.

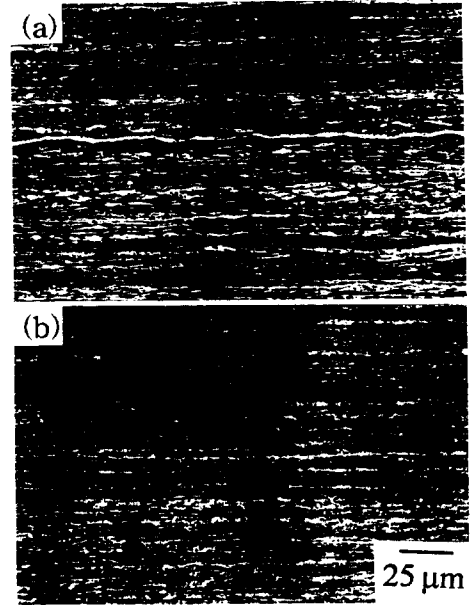


Fig. 3 Optical micrograph of longitudinal section.
 (a) cold rolled without lubricant
 (b) cold rolled with lubricant

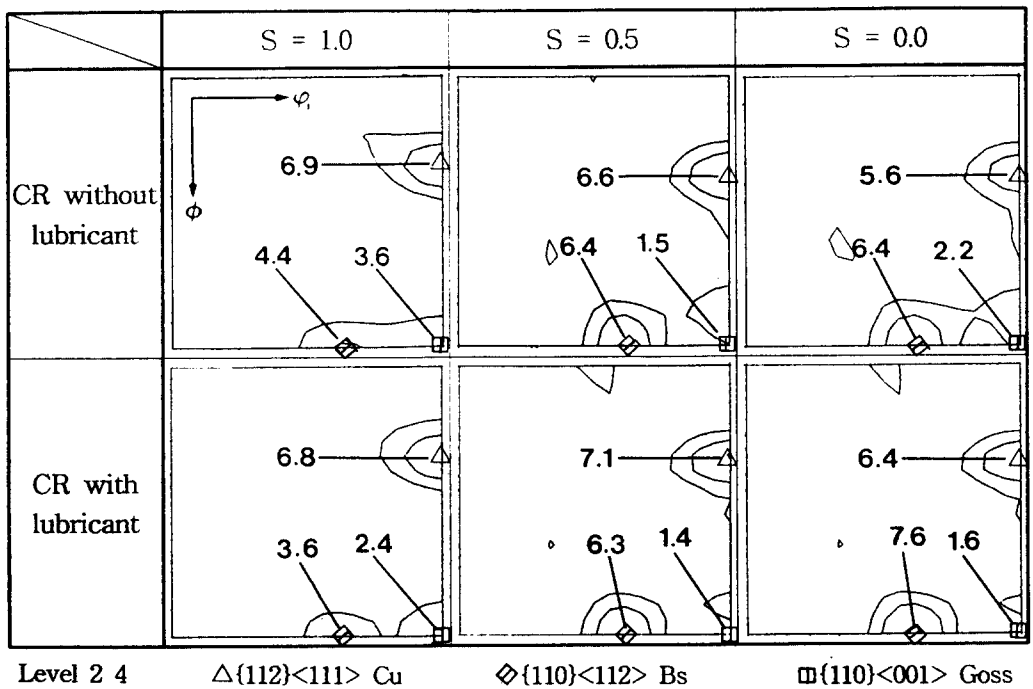


Fig. 2 Orientation distribution function at each layer of the specimen cold rolled with and without lubricant ($\phi_2=45^\circ$).

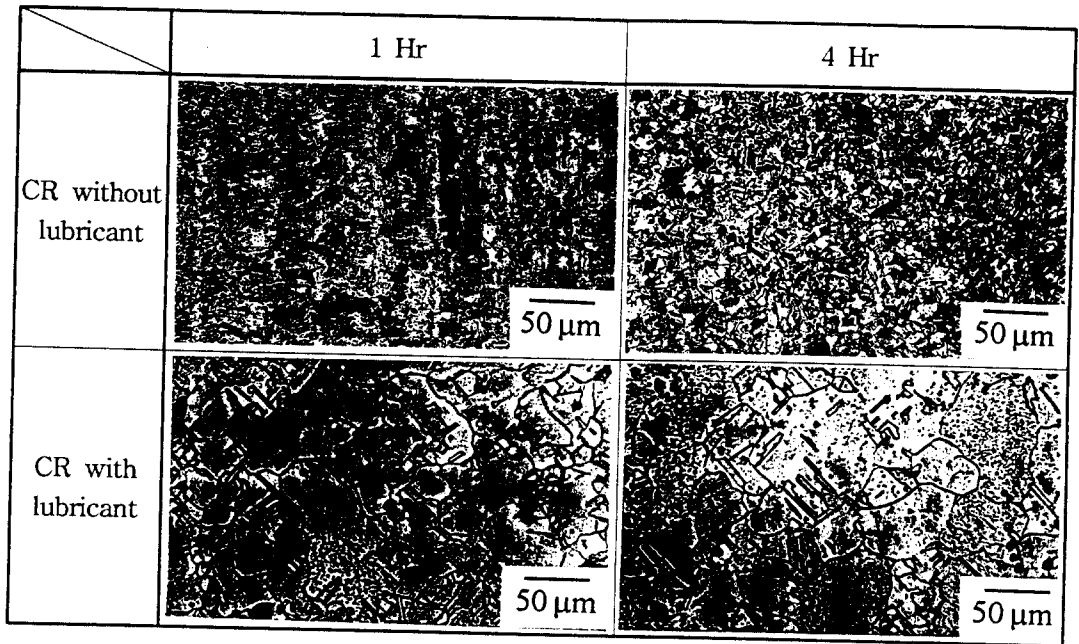


Fig. 4 Optical micrographs of the specimens cold rolled and annealed at 400°C.

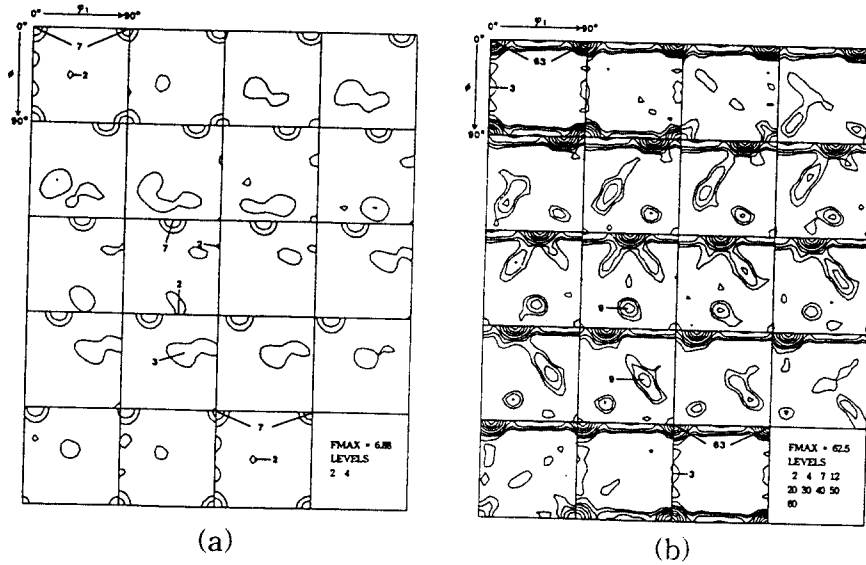


Fig. 5 Orientation distribution function of the specimens annealed at 400°C for 4hrs.
 (a) cold rolled without lubricant and annealed.
 (b) cold rolled with lubricant and annealed

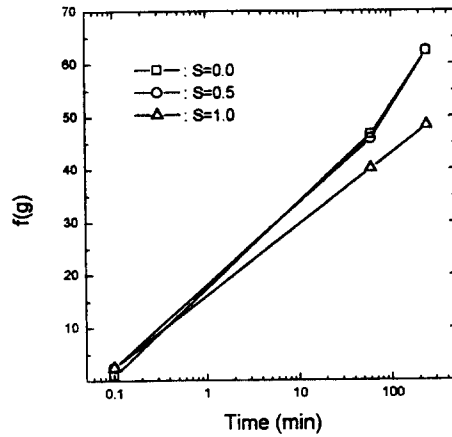


Fig. 6 Density variation of Cube orientation of the specimen rolled with lubricant and annealed at 400°C for 60min, 240min,

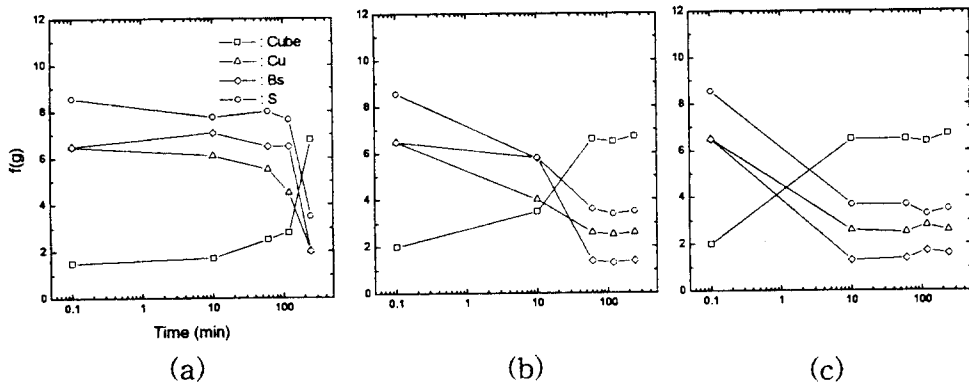


Fig. 7 Density of β -fiber and Cube orientation of the specimen rolled without lubricant and annealed for 10min, 60min, 120min, 240min.

(a) annealed at 400°C (b) at 450°C (c) at 500°C