

반복겹침접합압연법에 의한 인탈산동의 초미세결정립 조직 형성

Formation of Ultrafine Grained Structure in Deoxidized Low-Phosphorous Copper by Accumulative Roll-Bonding Process

이성희*, 한승전**, 임차용**

* 국립목포대학교 신소재공학과

** 한국기계연구원 부설재료연구소(KIMS)

1. 서 론

강소성가공법들 중의 하나인 반복겹침접합압연(Accumulative Roll-Bonding, ARB)법¹⁻⁴⁾은 연속공정이 가능한 압연을 이용한 공정이므로 생산성이 높으며 비교적 큰 재료에도 적용이 가능하므로 실용 가능성이 높은 프로세스라 할 수 있다. 본 연구팀은 높은 전기전도도를 가지고 있고 가공성도 우수하여 전기/전자용 소재로 각광을 받고 있는 여러 동합금에 ARB법을 적용하여 ARB가공된 동의 미세조직 및 기계적 특성⁵⁾, 그리고 초미세립 무산소동의 열적 안정성 등을 연구하여 보고한 바 있다⁶⁾. 무산소동의 경우, ARB가공된 다른 Al 합금들과는 달리, 3c (c: 사이클)이후에 거의 모든 영역에서 초미세결정립이 형성되었으며, ARB 사이클 수가 증가함에 따라 결정립의 크기가 오히려 증가하는 경향을 나타내었으며, 강도 및 경도도 저 사이클에서는 사이클 수가 증가함에 따라 증가하나, 3c 이후에는 포화되는 경향을 나타내었다. 그러나 인탈산동의 경우는 무산소동과는 달리 ARB가 진행됨에 따라 결정립 미세화가 계속 진행되는 것을 투과전자현미경(TEM)에 의한 조직관찰을 통하여 확인하였다. 그러나, TEM의 경우 그 특성상 좁은 영역에서의 조직관찰에 국한되어 ARB에 따른 결정립초미세화 과정을 광범위하게 규명하는 것이 어려웠다. 그러므로 본 연구에서는 ARB공정에 따른 인탈

산동의 초미세결정립 형성 과정을 TEM과 더불어 Electron Back-Scattering Diffraction (EBSD)분석을 통하여 더욱 광범위하고 체계적으로 규명하였다.

2. 실험방법

2.1 ARB공정

본 연구에 사용된 동은 시판용 인탈산동(99.9%)이다. ARB전에 시편을 440°C에서 5 시간 동안 완전 어닐링하여 내부의 잔류변형을 제거하였다. ARB공정을 위해 두께 1mm, 폭 30mm, 길이 300mm의 인탈산동 판재가 준비되었다. ARB공정의 모식도가 Fig. 1에 나타나 있다. 먼저, 동일 크기의 2매의 인탈산동 판재를 탈지 및 wire-brushing 등 표면처리한 후, 적층하여 약

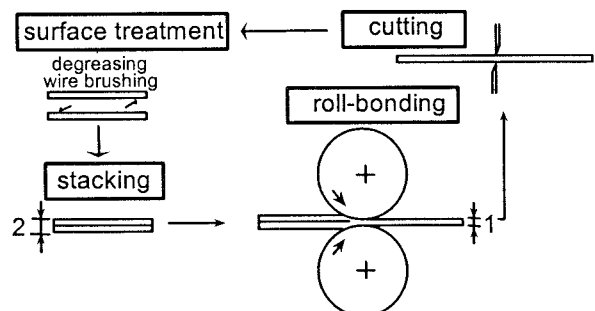


Fig.1 ARB공정의 모식도

50%의 냉간압연을 하여 두께 1mm의 판재로 압접(roll-bonding)하였다. 그 후, 압접된 판재를 절반 길이로 절단한 후, 표면처리, 압연 등 같은 방법으로 반복하여 집합압연을 행하였다. ARB공정은 상온, 무윤활 조건에서 8 사이클 까지 진행되었다.

2.2 미세조직 관찰

ARB전후의 인탈산동의 미세조직은 TEM 및 EBSD로 관찰하였다. TEM관찰용 시편은 253K온도에서 CH₃COOH:HNO₃=2:1의 비율로 혼합한 에칭액으로 jet-polishing하여 준비하였으며, TEM 관찰은 JEOL-2000FX로200kV의 전압에서 행하였다. EBSD측정은 20kV에서 Phillips XL30S Fe-SEM의 OIM(Orientation Imaging Microscopy)으로 행하였다.

3. 결과 및 토의

3.1 TEM 관찰

ARB-1c 후의 시편은 전형적인 가공조직인 전위셀 조직(dislocation cell structure)을 나타내었으며, 4c 후의 시편도 1c 후의 시편과 유사하게 전위셀조직을 나타내지만, 셀의 크기가 작아진 것 외에도 전위밀도가 극히 낮고 선명한 입계를 가진 아결정립(subgrain)도 관찰되었다.

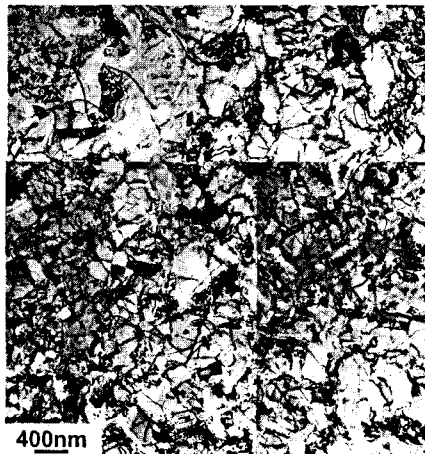


Fig. 2 ND면에서 관찰한 8c-ARB후의 인탈산동의 TEM 조직사진

8c 후의 시편은 4c 후의 시편과 달리 시편 전면에 걸쳐 초미세결정립 조직을 나타내었으며, 전위밀도의 감소, 결정립 크기의 감소 외에도 결정립계가 더욱 선명해진 것들의 변화가 있음을 확인할 수 있었다. SAD(Selected Area Diffraction)도형도 거의 환상의 회절도형을 나타내었으며, 이것은 초미세결정립들 간에 방위차가 크게 존재함을 의미한다. 8c 후에 형성된 초미세결정립의 ND면에서의 TEM 조직사진이 Fig. 2에 나타나 있는데 무산소동에서 관찰되었던 것들과는 달리 결정립 내부에 내부응력의 잔존을 시사하는 등고선 무늬를 나타내고 있으며, 결정립계의 형상도 일반적인 재결정에서 나타나는 직선적인 모양이 아님을 알 수 있다.

3.2 EBSD 측정

Fig. 3에 1c, 3c, 5c, 8c-ARB 후의 인탈산동의 표면부근의 TD면에서 측정한 EBSD map을 나타내었다. 1c후의 시편은 결정립이 조대하며 압연방향으로 연신(elongated)되어 있음을 알 수 있다(Fig. 3a). 3c-ARB 후는 1c 시편에 비해 결정립이 크게 미세화되며 결정립들이 더욱 압연

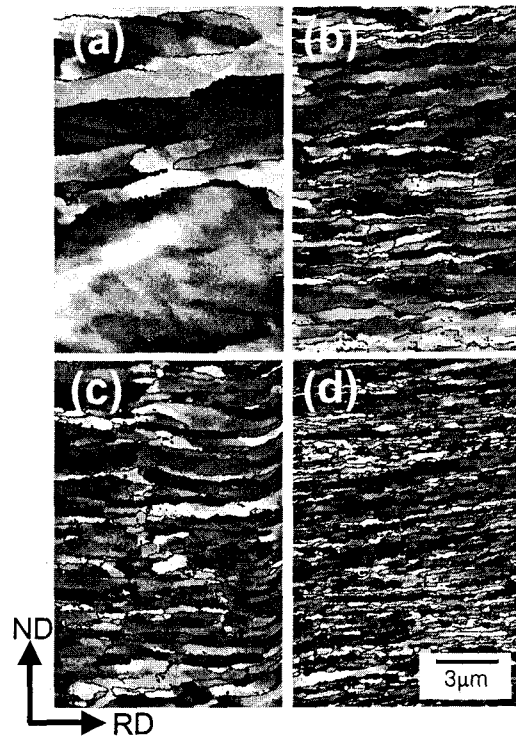


Fig. 3 ARB가공된 인탈산동의 표면부근에서 측정한 EBSD map. (a) 1c, (b) 3c, (c) 5c, (d) 8c 후

방향으로 연신되어 있는 것을 알 수 있다. 5c 후의 시편은 3c 후의 시편과 매우 유사한 조직을 나타낸다. 다만 압연방향으로 연신된 결정립들의 세분화가 촉진되어 3c후의 시편에 비해 결정립이 더욱 미세화 된다. 8c 후의 시편은 Fig. 3d에서와 같이 두께방향으로의 결정립 크기도 작아짐과 동시에 길이 방향의 결정립 크기도 작아져 전체적으로 초미세결정립이 형성됨을 알 수 있다. 이와 같은 ARB 공정에 따른 결정립의 미세화 과정을 Fig. 4a에 나타내었다. ARB-1c 후의 결정립 크기(두께)가 5 μ m 이었던 것이 3c후에는 700nm, 5c후에는 480nm, 그리고 8c후에는 200nm로 크게 미세화 되었다. ARB공정에 따라 고경각입계(high angle grain boundary, HAB)의 분율도 크게 증가되었다. Fig. 4b에 ARB에 따른 결정립계의 방위각(misorientation)이 15°이상인 고경각입계의 분율의 변화를 나타내었다. 1c후에 고경각입계의 분율이 22%에 불과하던 것이 ARB사이클 수가 증가함에 따라 거의 직선적으로 증가하여 8c 후에는 거의 70%가 고경각입계를 나타내었다. 이것은 ARB공정에 의해 형성된 초미세결정립들이 아결정립(subgrain)이 아니고

결정립(grain)인 것을 명확하게 제시해 주는 것이다. 그러므로 ARB 공정은 인탈산동의 결정립 초미세화에도 매우 효과적임을 알 수 있다.

4. 결 론

ARB공정에 따른 인탈산동의 초미세결정립 형성 과정을 TEM 관찰 및 EBSD 측정으로 분석하였다. TEM관찰을 통하여 ARB의 저 사이클에서는 전위셀조직을 나타내지만 고 사이클에서는 초미세결정립조직을 형성함을 확인하였다. EBSD측정 결과, ARB사이클 수가 증가함에 따라 결정립 크기(두께)가 크게 감소되어 1c 후에는 5 μ m 이었던 것이 8c 후에는 200nm로 초미세화됨을 알 수 있었다. 또한, 고경각입계의 분율도 ARB사이클 수가 증가함에 따라 증가하여 1c후에는 불과 22%였던 것이 8c 후에는 70%로 크게 증가하는 것을 확인할 수 있었다. 이상의 결과는 ARB공정이 인탈산동의 결정립초미세화에 매우 효과적임을 더욱 명확하게 입증해 준다고 할 수 있다.

후 기

본 연구는 과학기술부 21세기 프론티어 연구개발사업인 ‘나노소재기술개발사업단’의 지원(과제 번호: 07K1501-00231)으로 수행되었습니다.

참 고 문 헌

1. Y. Saito, N. Tsuji, H. Utsunomiya, T. Sakai and R. G. Hong : Scripta Mater., 39 (1998), 1221-1225
2. N. Tsuji, Y. Saito, H. Utsunomiya and S. Tanigawa : Scripta Mater., 40 (1999), 795-799
3. N. Tsuji, Y. Ito, Y. Saito and Y. Minamino : Scripta Mater., 47, 893 (2002), 893-897
4. S. H. Lee, Y. Saito, T. Sakai and H. Utsunomiya : Mater. Sci. Eng., A325 (2002), 228-233
5. S. H. Lee, J. Cho, S. Z. Han and C. Y. Lim : Kor. J. Mater. Res., 15 (2005), 240-245
6. S. H. Lee, J. Cho, C. H. Lee, S. Z. Han and C. Y. Lim : Kor. J. Mater. Res., 15 (2005), 555-559

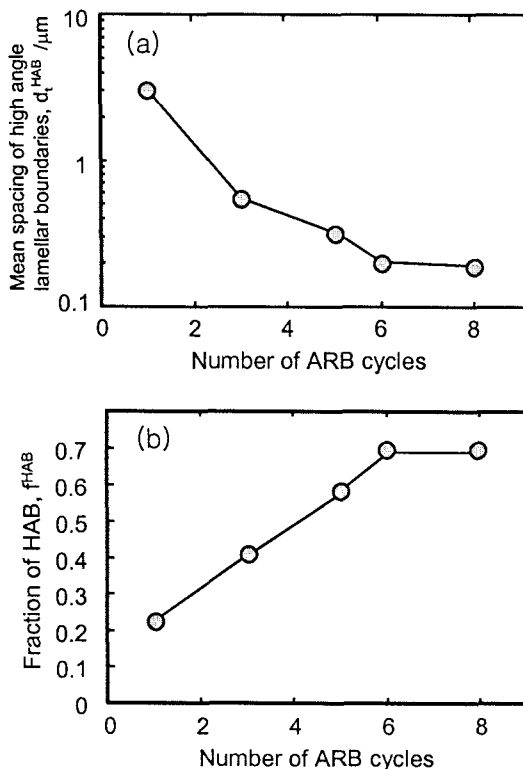


Fig. 4 ARB사이클 수 증가에 따른 인탈산동의 고경각 결정립 크기(평균두께)의 변화(a) 및 고경각입계의 분율변화(b).