

ECAP 가공에 의한 초미세립 소재의 기계적 물성

고영건¹ · 김우겸² · 안정용² · 박경태³ · 이종수¹ · 신동혁[#]

Mechanical Properties of Ultrafine Grained Materials via Equal-Channel Angular Pressing

Y. G. Ko, W. G. Kim, J. Y. Ahn, K.-T. Park, C. S. Lee, D. H. Shin

(Received October 6, 2005)

Abstract

A study was made to investigate the microstructure and the mechanical properties of low-carbon steel, Al-Mg alloy and Ti-6Al-4V alloy each representing bcc, fcc and hcp crystal structures, respectively fabricated by equal-channel angular (ECA) pressing. After a series of ECA pressings was performed, most grains were significantly refined below 1 μm in diameter with high mis-orientation of grain boundaries irrespective of different crystal structure used. Regarding the strain hardening capability, tensile tests of ultrafine grain (UFG) dual-phase (ferrite/martensite) steel which was different from UFG ferrite-pearlite steel were carried out at ambient temperature, and corresponding mechanical properties were discussed in relation to modified C-J analysis. Low-temperature and/or high strain-rate superplasticity of the UFG Al-Mg alloy and UFG Ti-6Al-4V alloy were also studied. Based on the analysis used in this study, it was concluded that UFG alloys exhibited the enhanced mechanical properties as compared to coarse-grained (CG) counterparts.

Key Words : Ultrafine Grain, Equal-Channel Angular Pressing, Low-Carbon Steel, Al-Mg Alloy, Ti-6Al-4V Alloy

1. 서 론

최근 강소성 가공 방법(severe-plastic deformation, SePD)을 이용한 초미세립 구조재료에 대한 연구가 활발하게 진행되고 있다. 이러한 강소성 가공 방법들 중에서 산업적으로 적용 가능한 equal-channel angular pressing (ECAP) 가공법은 동일한 단면적을 갖는 두 채널을 90° 또는 그 이상의 각으로 구성된 금형을 통하여 재료에 전단변형에 의한 소성 변형을 일으켜서 재료의 단면적 감소 없이 무한한 변형량을 부여 할 수 있으며 공정이 비교적 단순하여 가공 방향에 따라 다양한 집합조직을 만들 수 있다. 또한 분말 야금이나 mechanical alloying (MA)

과는 달리 재료 내에 가공 결함이 없는 건전한 시편을 만들 수 있는 장점을 가지고 있다. 이러한 ECAP 가공법을 이용하면 다결정 재료에서 결정립을 마이크로 이하 수준으로 미세화 시켜 상온 강도와 저온 및 고변형률 조건에서의 초소성 물성을 향상시킬 수 있다. 특히 항복강도는, 연신율의 감소 없이, 조대한 결정립 소재에 비해 2 배 이상 향상된다고 보고된 바 있다. 현재까지 알루미늄 합금등과 같이 비교적 가공이 용이한 재료들에 본 가공법이 성공적으로 적용되어, 결정립을 효과적으로 제어한 바 있다[1~2].

따라서 본 연구에서는 강소성 가공에 의한 결정립 초미세화 기술을 바탕으로, 이들 공정을 적

1. 포항공과대학교 신소재공학과
2. 한양대학교 금속재료공학과
3. 한밭대학교 신소재공학과
교신처자: 한양대학교 금속재료공학과
E-mail: dhshin@hanyang.ac.kr

Table 1 ECA pressing conditions used in this study

materials	ECA pressing conditions
Low-carbon steel	350°C, route C
Al-Mg alloy	200°C, route B _c
Ti-6Al-4V alloy	600°C (isothermal), route C

용하여 초미세립 철계 및 알루미늄 그리고 타이타늄 합금 등을 제조하여, 강도, 초소성능 등 향상된 기계적 특성에 대해 연구하고자 하였다.

2. 실험 방법

본 연구에서는 저탄소강, 알루미늄 합금 그리고 타이타늄 합금을 사용하였으며, 각각의 화학적 조성은 중량비 Fe-0.15C-0.25Si-1.1Mn, Al-4.4Mg-0.7Mn-0.15Cr, Ti-6.03Al-3.83V-0.2Fe-0.19O-0.01C-0.007N이다. 초기 조직은 저탄소강의 경우 350°C에서 1시간 어닐링 후 노냉을 통하여 평균 결정립 크기가 30μm 조직을, 알루미늄 합금의 경우 450°C에서 1시간 열처리 후 노냉을 통하여 평균 결정립 크기가 15μm 조직을, 마지막으로 타이타늄 합금은 950°C에서 2시간 열처리 후 노냉을 통하여 평균 결정립 크기가 11μm 조직을 제어하였다. 각 소재에 대한 강소성 가공 조건은 Table 1에 제시하였다. 이때 다양한 공정 변수를 고려 후 최적의 공정조건을 확립하여 본 실험을 실행하였다. 가공 속도는 2mm/s로 일정하게 제어하였으며, 가공 중 시편 하단과 금형 사이의 마찰효과를 최소화하기 위해 윤활제인 흑연을 균일하게 도포하였다. 본 실험에서 사용된 금형은 내부 접촉각과 외부 접촉각을 각각 90°와 20° 혹은 40°로 하였다. 이러한 조건에서 1회 가공을 통하여 약 1에 해당하는 유효 변형을 부과할 수 있다. 또한 등축의 초미세립 소재를 제조하는 데 효과적이라고 알려진 90°(route B_c) 혹은 180°(route C) 회전하는 방법을 사용하였다.

상온 인장실험은 표점 거리 25.4mm인 판상 시편을, 초소성 인장실험은 표점 거리 5mm와 8mm인 판상 시편을 제작하여 INSTRON-4206 시험기를 사용하여 실험을 수행하였다. 이때 상온 인장실험 속도는 10⁻³/s이었으며, 초소성 실험은 10⁻⁴/s ~ 10⁻²/s의 영역에서 행하였다.

미세조직 관찰은 주사 및 투과 전자 현미경을 사용하여 분석하였다. 특히 강소성 가공에 따른

미세조직 변화 거동은 주로 JEOL-2010을 사용하였으며 이를 위한 시편 준비는 시편을 60μm까지 기계적으로 연마한 후 지름 3mm의 디스크로 천공한 후 전해 연마를 수행하였다. 한편 정성적인 결정립 상호방위관계를 판단하기 위해서 각 조직에 대한 회절 패턴을 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

본 연구에서는 bcc, fcc, hcp 결정 구조를 가지고 있는 대표적인 구조 재료인 저탄소강, 알루미늄 합금 및 타이타늄 합금에 대하여 ECAP 가공을 4-8회 이상 실행하였다. Fig. 1-a,b,c는 각 소재에 대한 광학 현미경 사진으로 강소성 가공 전 초기 조직이며, Fig. 1-d,e,f는 ECAP 가공을 실행한 변형 후의 미세조직이다. Fig. 1의 명시야상 투과 전자현미경 사진에서 알 수 있듯이, 결정 구조에 관계없이 4회 가공 후에는 평균 결정립 크기가 ~0.3μm로 미세화 되었다. 이때의 회절환 형태의 회절패턴은 변형 후 결정립계 특성이 고정각임을 의미하며 이에 대한 자세한 설명은 Ref[3]에 잘 나타나 있다. 그러나 미세한 결정립에도 불구하고 결정립계의 형태가 매우 불명확한 형태를 나타내었다이는 높은 내부 변형 에너지와 장범위 응력장을 갖는 비평형 상태임을 알 수 있으며 상대적으로 낮은 온도에서도 극심한 결정립 성장을 나타낼 수 있다.

3.1 초미세립 소재의 상온인장 물성

초미세립 구조 재료의 가장 큰 특징은 합금 성분의 변화 없이 초고강도, 고인성, 고성형성을 나타내는 것이다. 대표적인 구조 재료인 저탄소강의 경우 결정립계를 0.2μm까지 초미세화 함으로써 Fig. 2처럼 초기의 조대한 결정립 소재에 비해 강도를 2배 이상 증가시켰다. 그러나 상온 연신율 및 가공 경화능이 떨어졌다. 한편 알루미늄 합금은 저탄소강의 경우와 같이 인장 강도가 크게 향상되지 않았지만 항복 강도와 연신율은 증가하였다.

그러나 강소성 가공을 통해 제어된 초미세립 소재는 높은 강도 특성을 나타내지만 가공 경화능이 결여되어 있어 이를 개선시키는 것이 중요할 것이다. 현재까지 초미세립 재료에 있어 상온 소성변형 거동을 전위 운동론 및 동적 회복속도 측면에서 고찰하여 뛰렷한 가공경화가 나타나지

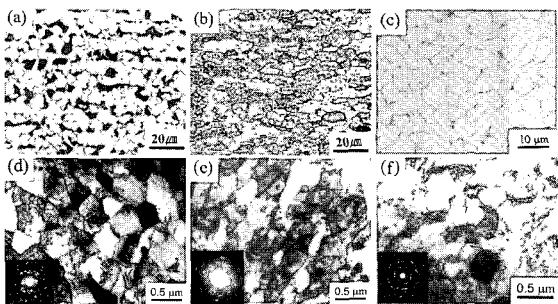


Fig. 1 Optical micrographs of initial (a) low-carbon steel, (b) Al-Mg alloy and (c) Ti-6Al-4V alloy, and TEM micrographs of ECAPed (d) low-carbon steel, (e) Al-Mg alloy and (f) Ti-6Al-4V alloy

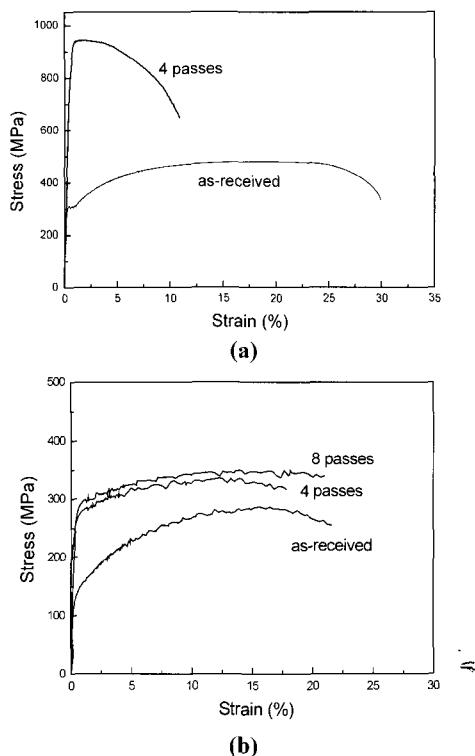


Fig. 2 Nominal stress-strain curves for CG and UFG (a) low-carbon steel and (b) Al-Mg alloy

않는 원인을 규명한 결과, (a) 결정립계에 고착된 격자 전위의 분산 속도가 전위 생성 속도와의 평형을 이루는 동적 회복 혹은 (b) 전위의 자유 평균 이동 길이(mean free length of dislocation)가 결정

립 크기와 유사하기 때문이다[4~5].

탄소강에서 가공 경화능 등의 인장성질을 향상시키기 위하여, 결정립 미세화와 함께 이상 조직 강(dual-phase steel, DP steel)을 활용하였다. 일반적으로 이상 조직강은 기존의 고강도강에 비해서 높은 강도, 우수한 연성 그리고 낮은 항복비 특성 혹은 높은 가공 경화능을 나타내기 때문이다[6~7]. Fig. 3에 조대한 결정립 이상 조직강(CG-DP)과 미세한 결정립 이상 조직강(UFG-DP)에 대한 미세조직이 나타나 있다. CG-DP 강은 이상 영역에서 어닐링 동안 페라이트 분해에 의해 형성된 오스테나이트의 변태에 의해 불균일한 망 형태의 마르텐사이트가 형성되며, 페라이트-페라이트 입계를 따라 불완전한 마르텐사이트 조직이 형성되어 있다. 반면에 동일한 열처리를 통하여 제조한 UFG-DP 강은 등축의 미세한 페라이트 결정립과 비교적 균일하게 분포된 미세한 마르滕사이트로 구성되어 있다. 일반적인 이상 조직강처럼 UFG-DP 강에서 마르滕사이트 변태를 수용하기 위해, 높은 전위 밀도를 갖는 많은 유동 전위가 마르滕사이트에 인접한 페라이트 부근에서 관찰되었다. 이러한 유동전위로 인해 상온 인장 시 높은 가공경화능을 나타내며 이로부터 미세한 결정립의 이상 조직강에서도 초기의 높은 경화 현상이 예측된다. 이처럼 초기 소성변형 단계에서 빠른 가공경화 현상이 나타나는 것은 이상 조직강에서의 특징적인 인장 특성으로(Fig. 4), 본 연구에서는 Swift 식에 근거한 modified Crussard-Jaoul (C-J)분석(Eq. 1과 2)을 통해 결정립 크기에 따른 가공경화 현상을 분석하였다[8~9].

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + k\sigma^n \quad (1)$$

$$\ln(d\sigma/d\varepsilon) = (1-n)\ln\sigma - \ln(kn) \quad (2)$$

여기서 ε 과 σ 은 각각 진변형률과 전응력을 나타내며 n 은 가공경화지수, ε_0 및 k 는 재료 상수이다. Fig. 5에서 두 가지 중요한 특징을 알 수 있다. 첫째, UFG-DP 강의 경우에도 CG-DP 강에서와 같이 두 단계의 가공경화 거동을 나타낸다. 낮은 기울기 값을 나타내는 첫 번째 단계에서 페라이트는 소성변형을 하며 반면 마르滕사이트는 탄성 변형을 나타내는데 이 경우 UFG-DP 강은 CG-DP 강에 비하여 높은 가공경화 지수가 나타났다. 이는 UFG-DP 강의 경우 미세한 마르滕사이트 상의 균일한 분포에 의해 페라이트의 소성변형이 보다 억제되

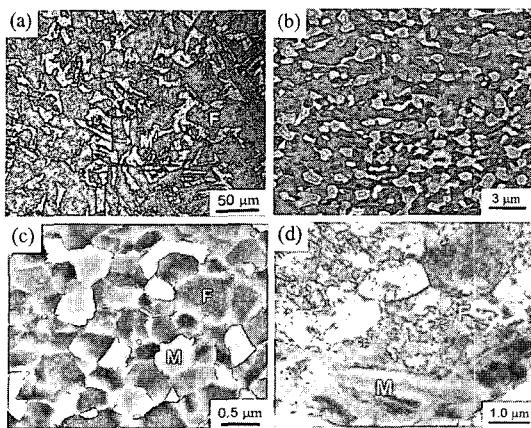


Fig. 3 Deformed microstructures of the dual-phase steels: (a) CG-DP steel and (b), (c) and (d) UFG-DP steel. M and F stand for martensite and ferrite, respectively

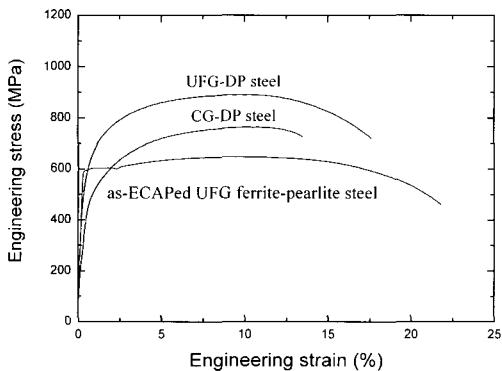


Fig. 4 Nominal stress-strain curves of the dual-phase steels

기 때문에으로 판단된다. 둘째, 첫번째와 두번째 단계 사이에 기울기 변화가 나타나는 변형률은 CG-DP 강이 3.7%인 것에 비해 UFG-DP 강은 2.8%로 낮은 값을 나타난다. 이는 UFG-DP 강에서 마르텐사이트 변형이 빨리 일어남을 의미하며, 응력이 페라이트에서 마르텐사이트로 보다 용이하게 전달되기 때문으로 생각된다[10].

3.2 초미세립 Al-Mg 합금의 초소성

초미세립 알루미늄 합금의 가장 큰 특징 중의 하나는 초소성 성질이 크게 향상된다는 점이다. 초소성 현상은 낮은 응력 하에서 기계적 가공으

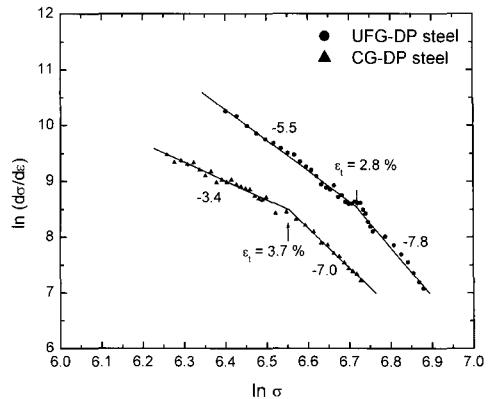


Fig. 5 Plots of the $\ln(d\sigma/d\epsilon)$ - $\ln \sigma$ in relation to the modified C-J analysis based on the Swift equation. The slope of line segment is equivalent to $(1-n)$

로는 제조하기 난이한 복잡한 형상의 구조 소재 및 기계 부품을 제조하기 위한 가장 적합한 성형 공정으로 인식되고 있으나, 그 동안 성형 시 고온 및 느린 가공 속도 조건에 의해 실용화가 제약되었다. 재료의 결정립이 초미세화 될 경우 저온 혹은 빠른 가공 속도 조건에서도 초소성 현상이 나타난다는 이론적 예측에 근거하여, 본 연구에서는 강소성 가공에 의해 제조된 초미세립 재료에서 저온 및 고변형율 초소성 특성을 살펴보았다.

이전에는 순-Al 소재에서 다양한 연구가 진행되어 왔는데, 본 연구에서는 상용 Al-Mg 합금에 강소성 가공을 적용하여 우수한 저온·고변형율 초소성을 얻었으며(Fig. 6), 이에 대한 자세한 설명과 초미세립 재료에서 나타나는 저온 및 고변형율 초소성에 대한 주 변형 기구를 규명하였다[11]. 다시 말해 Al-Mg 및 Al-Mg-Sc 합금에서 초소성 성질이 향상되는 것은 강소성 가공에 의해서 고경각의 미세한 결정립 분율이 증가되어 입계 미끄러짐이 활발하게 발생하기 때문이다. 현재 알루미늄 합금에서 변형량에 따른 저경각 및 고경각 결정립계의 형성에 대한 연구가 많이 진행되고 있으며, 앞으로 보다 단순한 공정에서 보다 용이하게 고경각의 초미세립을 얻으려 하는 노력이 필요하다[12~13].

3.3 초미세립 Ti-6Al-4V 합금의 초소성

대표적인 경량 소재인 Ti-6Al-4V 합금($\alpha+\beta$)은 ECAP 가공에 있어 난가공 소재(hard-to-work)로 알

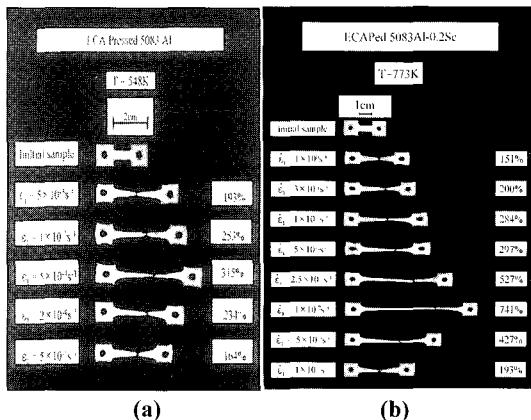


Fig. 6 (a) Low-temperature superplasticity of UFG Al-Mg alloy and (b) high strain-rate superplasticity of UFG Al-Mg-Sc alloy tested at various temperatures and strain-rates

려져 있어 본 소재에 대한 연구가 제한적으로 진행되고 있다. 이전의 연구 결과에 의하면 강소성 가공 시 표면에 심한 균열이 발생한다고 알려져 있는데[14], ECAP 가공 온도 및 초기 미세조직 등을 조절함으로써 이러한 문제를 해결하고자 하였으며, 비교적 균일한 변형을 일으키는 온도에 따른 최적의 가공조건과 미세조직에 대한 정보를 확립하였다. 특히 초기 조직의 특성에 있어서 변형 거동의 차이는 충분 계면에서 전위 거동에 의한 것임을 알 수 있다[15]. 이로 인해 등방성 조직이 층상 조직에 비해 더 우수한 성형성을 나타낸 것으로 판단된다.

Fig. 7-a 는 강소성 가공된 시편을 700°C에서 다양한 변형 속도로 변형하여 얻은 진응력-진변형 곡선을 나타낸다. 유동 곡선으로부터 일반적인 초소성 변형을 확인할 수 있으며 변형 속도에 따라 유동응력이 급격히 변하고 있다. 또한 유동 곡선은 높은 가공경화 거동을 보여주고 있으며, 이는 HPT 가공된 Ti-6Al-4V 합금의 결과와 잘 일치하고 있다[16]. 700°C 그리고 $10^{-4}/s$ 조건에서 474% 정도의 연신율을 나타내고 있다(Fig. 7-b). 이와 같은 연신율은 동일한 조건 하에서 실험한 조대한 결정립의 연신율에 비해 3 배 이상 증가된 결과이다. 이러한 초소성 물성을 판단하기 위해 일반적으로 변형속도에 따른 응력의 기울기 값인 변형속도 민감도 지수(m)를 사용한다. 일반적으로 높은 연신율을 보이는 재료의 경우 유동응력의 존성은 'S'자 관계로 나타나며 특히 높은 m 값을 갖는 영

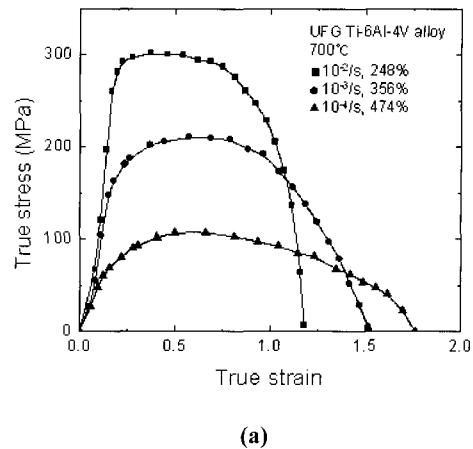


Fig. 7 (a) Typical true stress-strain curves and (b) appearance of specimens for UFG Ti-6Al-4V alloy tested at various temperatures and strain rates

역 II에서 초소성 물성을 나타낸다. 본 연구에서 영역 II에서 m 값은 0.33 정도로 조대한 결정립 재료($m = 0.11$)에 비해 3 배 이상 큰 값을 나타낸다. 본 연구에서의 m 값은 Mishra 등[17]에 의해 보고된 값($m \approx 0.2$)보다 다소 큰 값인데 이는 가공 방법에 의한 미세조직의 차이 때문이다. 즉 그들의 결과에서는 HPT 가공 된 조직은 100nm 이하로 매우 미세하게 제어되었다고 보고하였지만, 반면 고압 하증과 화전력으로 인해 대부분의 초기 β 상이 α 상으로 변태하였다고 주장하였다. 이처럼 가공방법에 따라 다른 m 값이 측정되었으며 이는 β 상 변태에 의한 것으로 판단된다. 그러나 이와 같은 0.33 정도의 m 값은 300% 이상의 연신율 결과를 설명하는데 있어 비교적 낮은 값이라고 할 수 있는데 이러한 현상은 다음과 같이 설명할 수 있

다. 먼저, 유동곡선을 살펴보면 초미세립 시편에서 가공 경화현상이 확연히 나타나고 있다. 초기의 조대한 결정립에 비해 상대적으로 초미세립 Ti-6Al-4V 합금은 저온 영역에서 뚜렷한 가공경화 현상을 보여주고 있으며 이러한 가공경화에 의해 국부적인 넥(neck) 성장이 저해되었다. 즉 높은 m 값 뿐만 아니라 높은 가공경화 현상이 초소성 연신율에 큰 영향을 미칠 수 있다. 또한 결정립 크기가 작을수록 결정립계 면적은 증가하게 되며 초소성의 주요 기구인 결정립계 미끄러짐을 용이하게 한다.

일반적으로 저온 초소성이 발생하기 위해서는 저온에서도 낮은 활성화 에너지를 가져야 하는데, 영역 II 와 III 에서 활성화 에너지는 각각 174 과 294 kJ/mol 이며 이와 같은 활성화 에너지의 차이는 두 영역에서 변형기구가 서로 다르다는 것을 의미한다. 300% 이상의 연신율을 나타낸 영역 II 에서의 변형은 결정립계 확산에 의한 결정립 미끄러짐임을 확인할 수 있다. 그러나 여전히 174 kJ/mol 정도의 활성화 에너지는 α -Ti (97 kJ/mol)과 β -Ti (137 kJ/mol)의 결정립계 확산에너지보다 높은 값을 보이는데 각 상간의 상분율의 변화 및 결정립 크기 변화를 수반한 ‘기계적 기여도’에 기인한 것으로 판단된다[18]. 반면 영역 III 에서의 활성화 에너지는 294 kJ/mol 로 보고된 α 상의 Ti 원소의 자기 활성화 에너지 값과 비슷하여 이때의 변형기구는 열적으로 활성화된 격자확산에 의한 전위 활주일 것으로 판단된다.

4. 결 론

대표적인 금속계 구조재료에서 강소성 가공을 이용하여 결정립을 획기적으로 미세화 시킴으로써 기계적 성질을 크게 향상시킬 수 있었으며, 중요한 특징은 다음과 같다.

(1) 저탄소강의 경우 결정립계를 $0.3\mu\text{m}$ 까지 초미세화함으로써 합금원소의 첨가 없이 고강도를 얻을 수 있었으며, Al-Mg 합금의 경우 연신율의 큰 감소없이 항복강도의 현저한 증가를 나타내었다. 특히 이상 조직강의 경우 높은 강도와 낮은 항복비 특성을 나타내었다.

(2) 초미세립 Al-Mg 합금에서의 결정립계 미끄러짐 기구에 의한 초소성 성질 향상을 얻을 수 있었으며, 미량의 Sc 첨가에 따라 저온 초소성 뿐만 아니라 고변형률 초소성 특성을 나타내었다.

(3) 난 가공 소재인 Ti-6Al-4V 합금에 대해서 ECAP 가공을 성공적으로 수행하여 결정립을 효과적으로 미세화 하였으며, 동일한 조건에서 조대한 결정립 소재에 비해 3 배 향상된 우수한 저온 초소성 물성을 나타내었다. 이때의 주 변형 기구는 결정립계 확산을 통한 결정립계 미끄러짐임을 확인 할 수 있었다.

후 기

본 연구는 과학기술부 21 세기 프론티어 연구사업 “나노소재 기술개발사업단”의 지원(06K1501-00200)과 국가지정연구실(NRL) 사업의 지원으로 이루어졌으며, 이에 감사 드립니다.

참 고 문 헌

- [1] R. K. Islamgaliev, N. F. Yunusova, R. Z. Valiev, N. K. Tsenev, V. N. Perevezentsev, T. G. Langdon, 2003, Scripta Mater., Vol. 49, p. 467.
- [2] K. Neishi, Z. Horita, T. G. Langdon, 2003, Mater. Sci. Eng., A, Vol. 352, p.129.
- [3] D. H. Shin, B. C. Kim, Y. S. Kim, K.-T. Park, 2000, Acta Mater., Vol. 48, p. 2247.
- [4] D. H. Shin, B. C. Kim, K.-T. Park, W. Y. Choo, 2000, Acta Mater., Vol. 48, p. 3245.
- [5] K.-T. Park, Y. S. Kim, D. H. Shin, 2001, Metall. Mater. Trans., A, Vol. 32, p. 2373.
- [6] P. H. Chang, A. G. Preban, 1985, Acta Mater., Vol. 33, p. 897.
- [7] D. K. Mondal, R. M. Dey, 1992, Mater. Sci. Eng., A Vol. 149, p. 173.
- [8] R. E. Reed-Hill, W. R. Cribb, S. N. Monteiro, 1973, Metall. Trans., Vol. 4, p. 2265.
- [9] H. W. Swift, 1952, J. Mech. Phys. Solids, Vol. 1, p. 1
- [10] K.-T. Park, S. Y. Han, B. D. Ahn, D. H. Shin, Y. K. 2004, Scripta Mater., Vol. 51, p. 909.
- [11] K.-T. Park, D. Y. Hwang, S. Y. Chang, D. H. Shin, 2002, Metall. Mater. Trans., A, Vol. 33, p. 2859.
- [12] O. V. Mishin, D. J. Jensen, N. Hansen, 2003, Mater. Sci. Eng., A, Vol. 342, p. 320.
- [13] P. J. Apps, J. R. Bowen, P. B. Prangnell, 2003, Acta Mater., Vol. 51, p. 2811.
- [14] Y. G. Ko, W. S. Jung, D. H. Shin, C. S. Lee, 2003,

- Scripta Mater., Vol. 48, p.197.
- [15] S. M. Kim, J. Kim, D. H. Shin, Y. G. Ko, C. S. Lee, S. L. Semiatin, 2004, Scripta Mater., Vol. 50, p. 927.
- [16] A.V. Serqueeva, V. V. Stolyarov, R. Z. Valiev, A. K. Mukherjee, 2000, Scripta Mater., Vol. 43, p. 819.
- [17] R. S. Mishra, V. V. Stolyarov, C. Echer, R. Z. Valiev, A. K. Mukherjee, 2001, Mater. Sci. Eng., A, Vol. 298, p. 44.
- [18] L. Briottet, J. J. Jonas, F. Montheilet, 1964, Acta Mater., Vol. 44, p. 1665.