

## 등통로각압축공정을 통한 결정립의 균질한 초미세립화에 대한 고찰

김우열<sup>1</sup> · 이학현<sup>1</sup> · 서승재<sup>2</sup> · 이재근<sup>2</sup> · 윤태식<sup>3</sup> · 김형섭<sup>1,4,#</sup>

### Evaluation of Homogeneous Ultra-fine Grain Refinements via Equal Channel Angler Pressing Process

W. Kim, H. H. Lee, S. J. Seo, J. K. Lee, T. S. Yoon, H. S. Kim,

(Received April 17, 2018 / Revised July 10, 2018 / Accepted July 12, 2018)

#### Abstract

Severe plastic deformation (SPD) is a promising method for drastically enhancing the mechanical properties of the materials by grain refinement of metallic materials. However, inhomogeneous deformation during the SPD process results in the inhomogeneous microstructure of the SPD-processed material. We manufactured cylindrical copper specimens of 42 mm in diameter with ultrafine grains (UFG) using an equal channel angular pressing (ECAP) to figure out the relationship between homogeneous microstructure and the number of the processing passes. Two specimens, which are ECAP-processed 4 times (4pass) and 6 times (6pass) each with Route Bc, are prepared for comparison of mechanical properties and microstructure. The results show that the mechanical properties of the two specimens (4pass and 6pass) are similar. Moreover, both the specimens show highly enhanced mechanical properties. The 4pass specimen, however, shows inhomogeneity in hardness distribution, while the 6pass specimen shows a homogeneous distribution. Microstructure analysis reveals that the 4pass specimen has an inhomogeneous microstructure with incompletely refined grain structure. This inhomogeneity of the 4pass specimen could be explained by the circumferential rotation during ECAP process.

**Key Words** : Equal Channel Angler Pressing, Copper, Severe Plastic Deformation

## 1. 서론

구리는 높은 밀도와 연신률, 높은 열전도도 및 전기전도도 등으로 다양한 분야에 사용되고 있는 재료이다. 그러나 재료의 강도가 중요한 고속/고압 분야에의 소재활용에는 낮은 강도로 인해 제한적인 분야에만 그 활용이 적용되었을 뿐이다. 따라서, 구리의 활용 분야를 확장시키기 위해서는 기계적 물성의 향상이 필수적으로 요구된다 할 수 있다.

강소성 공정은 재료에 높은 정수압을 가하여 재료의 초기형상을 보존하면서 전단응력을 통해 높은

변형률을 가하는 공정이다. 강소성 공정의 특징으로는 재료의 초기형상이 공정 도중 유지되고, 그로 인해 공정의 반복이 가능해지면서 일반 가공공정과 비교하여 매우 높은 수준의 변형을 가할 수 있다는 점이다. 이를 통해 재료 내부에 높은 전위밀도가 생성되며 동시에 극미세한 수준의 결정립미세 화가 진행되기 때문에, 재료의 기계적 물성을 극적으로 향상시킬 수 있다는 장점이 있다 [1].

현재까지 다양한 강소성공정이 개발되어 실용화를 위해 연구되고 있다. 고압비틀림공정(High Pressure Torsion; HPT) [2], 비틀림압출공정(Twist Extrusion; TE)

1. 포항공과대학교(POSTECH) 신소재공학과

2. 풍산

3. 방위산업기술지원센터, 광운대학교 방위사업학과 박사과정

4. 고엔트로피합금연구단(Center for High Entropy Alloy)

# Corresponding Author : POSTECH Department of Materials Science and Engineering, Center for High Entropy Alloy, E-mail : hskim@postech.ac.kr

[3], 반복중첩접합압연(Accumulative Roll Bonding; ARB) [4] 등의 많은 강소성 공정이 개발되어 있으며, 본 시험에 사용한 등통로각압축공정(Equal Channel Angular Pressing; ECAP) 또한 대표적인 강소성 공정이다. ECAP 공정은, 막대나 봉 형태의 시편을 급격한 각도로 꺾인 통로가 있는 다이에 장입 후 압력을 가해서 시편이 해당 통로를 통과하도록 하는 공정이다. 통로를 통과하는 과정에서 시편은 강력한 전단응력을 받게 되고, 이를 통해 결정립 미세화를 이루게 된다. 시편의 단면에 맞게 제작된 통로는 공정이 진행되는 도중 시편의 단면적 변화를 방지하고, 반복적인 공정의 수행을 가능하게 한다. 이처럼 단순한 반복구조와 공정에서 힘을 가하는 조건이 간단하여 ECAP 공정은 현재 산업화 가능한 규모로 실용화하기 좋은 강소성 공정으로 활발히 연구되고 있다 [5,6].

ECAP 공정은 전단변형을 가하는 주변형구간(main deformation zone)을 통과하는 시편의 상부와 하부의 재료 유동속도 차이로 인해, 반복 공정 시 공정 경로에 따라서 변형률의 불균일 분포가 발생한다는 점이다. 그림 1은 ECAP 공정경로 중 A 경로와 Bc 경로를 소개하고 있다. 재투입 시 회전을 하지 않는 A 경로의 경우 변형률 불균일 분포도가 강해지고, 90도 회전하여 투입하는 Bc 경로의 경우 공정이 반복되는 동안 시편에 가해지는 변형이 점점 균일해진다 [7]. 이러한 변형률 분포에 대한 연구는 다양한 문헌에서 확인할 수 있으나 [8-11], 사각형의 소형 시편에 대하여 이루어진 것이 대부분으로, 봉상 대형 시편에 대해서는 아직 충분한 연구가 이루어지지 않았다.

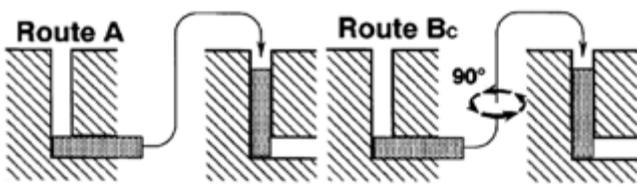


Fig. 1. Process routes in ECAP [7].

따라서 본 연구에서는, 실제 구조재나 제품에 적용 가능한 규모인 42 mm 봉상구리시편을 공정경로 Bc를 통하여 ECAP 공정을 수행하고, 확보한 시편의 기계적 물성과 미세조직을 분석하여 대형 봉상구리시편의 ECAP 공정 반복에 따른 변형률의 균질화가

미세조직과 물성에 미치는 영향을 탐구하고자 하였다.

## 2. 실험 방법

### 2.1 봉상구리시편의 ECAP 공정

실험을 위해 지름 42 mm, 길이 300 mm의 C10100 무산소동 봉재를 준비하였다. 준비된 봉재들은 ㈜풍산 소유의 압축기기를 사용하여 상온 ECAP 공정을 실시하였다. 공정 경로는 Bc 경로를 선택했으며, 공정 속도는 과도한 공정 속도에서 발생할 수 있는 재료 및 다이의 손상을 방지하기 위해 5 mm/s 이하로 조절하였다.

공정이 완료된 후의 시편을 그림 2에 나타내었다. 그림 2(a)는 공정 반복 4회(이하 4pass), 2(b)는 공정 반복 6회 후 회수한 시편(이하 6pass)이다. 회수된 시편 모두 꼬리 부분의 하부가 상부에 비해 길게 늘어진 형상을 하고 있는데, 이것은 주변형구간을 지나면서 변형된 것이다. 또한 6pass 시편이 4pass 시편보다 길이가 짧은 것을 확인할 수 있는데, 이는 공정 반복 시 다이의 손상을 막기 위해 절삭처리가 추가로 이루어졌기 때문이다.

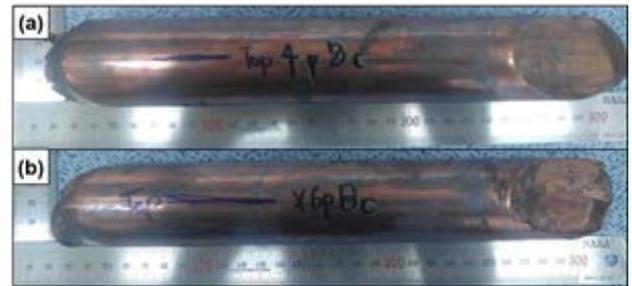


Fig. 2 Recovered specimens after the ECAP process. (a) 4pass and (b) 6pass specimen.

### 2.2 시편의 미세조직 및 물성 분석

제조된 시편은 먼저 물성의 균질도를 확인하기 위하여, 시편의 단면에서 경도를 측정하였다. 경도는 빅커스 측정기(FM-700)로 300 gf의 힘으로 10초간 압입하여 측정하였다. 다음으로 시편의 길이 방향으로 게이지 길이 5 mm, 총 길이 25 mm의 판상인장시편을 가공하였다. 인장시편은 시편의 중앙을 기준으로 상 하 각각 10 mm 떨어진 부분에서 가공되

었는데, 이는 ECAP로 인한 물성의 불균질함을 평가하기 위한 것이다. 그 후 Instron 1361 인장시험기에서 strain rate  $0.001s^{-1}$  로 준정적 인장시험을 실시하였다. 마지막으로 시편의 결정립도 분포도를 분석하기 위해 EBSD(Electron Back Scatter Diffraction) 분석을 실시하였다. EBSD 분석은 XL30S FEG 주사전자현미경(Scanning Electron Microscope; SEM) 을 사용하여 이루어졌으며, 인장시편과 마찬가지로 시편의 단면 기준 중앙 부분과 외각 부분에서 측정하였다. 수집된 data의 신뢰도를 위해 CI value 0.1 이상인 point만 분석에 활용하였다 [12]. 역극점도(Inverse pole figure; IPF)를 통한 결정립 구조의 직접 관찰에 더해 결정립도 분포를 통해, 입도 불균질성을 확인하였다.

### 3. 결과

#### 3.1 기계적 물성 분석 결과

그림 3은 4pass 및 6pass 시편에 대해서 인장시험을 실시한 결과이다. 두 시편 모두 측정 장소에 상관없이 인장강도 450 MPa 이상의 매우 높은 강도를 보여주고 있는 점을 확인할 수 있다. 본 결과는 두 시편 모두 강소성 공정으로 인한 결정립 미세화로 인해 재료의 강도가 크게 향상되었음을 의미한다.

그러나 경도 분포를 보면, 재료의 강도 향상이 불균일하게 일어난 곳이 있음을 확인할 수 있다. 그림 4는 4pass 및 6pass 시편의 단면 경도분포를 측정한 결과이다. 두 시편 모두 전체적으로 132 HV의 경도를 보여주는데, 이는 구리의 일반적인 경도인 35 HV와 비교하여 크게 상승한 수치이다. 이는 인장시험 결과와 일치하는 결과이며, ECAP 공정을 통한 재료의 가공경화가 이루어졌음을 보여준다.

또한 4pass 시편의 경우 경도 분포의 불균질성을 확인할 수 있다. 우선 외각 지역의 경도가 낮고, 중간에 118 HV가량의 매우 낮은 경도가 관측되었다. 6pass 시편의 경우 전체적으로 10 HV의 편차를 보이면서 균일한 경도 분포를 보이는 것으로 보아, 공정 반복 4회로는 충분히 균일한 변형률을 가할 수 없다고 볼 수 있다.

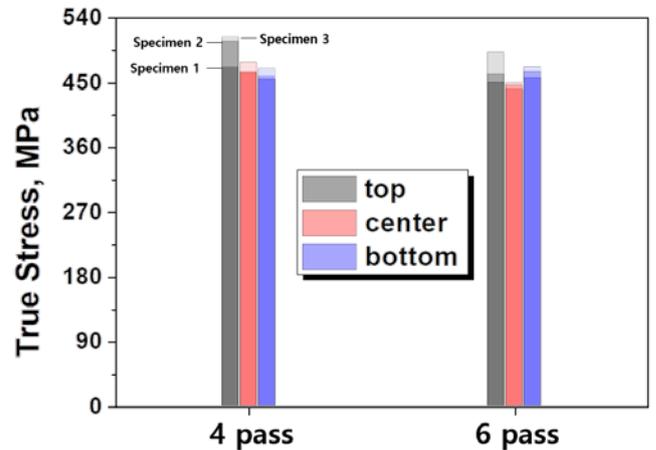


Fig. 3 Ultimate tensile stress results of the specimens.

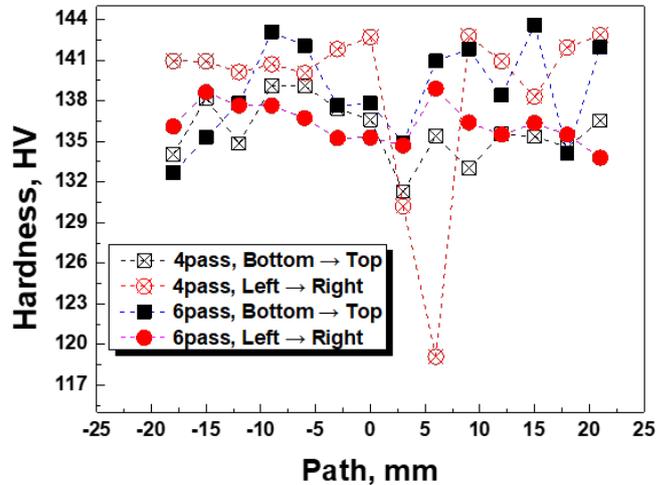
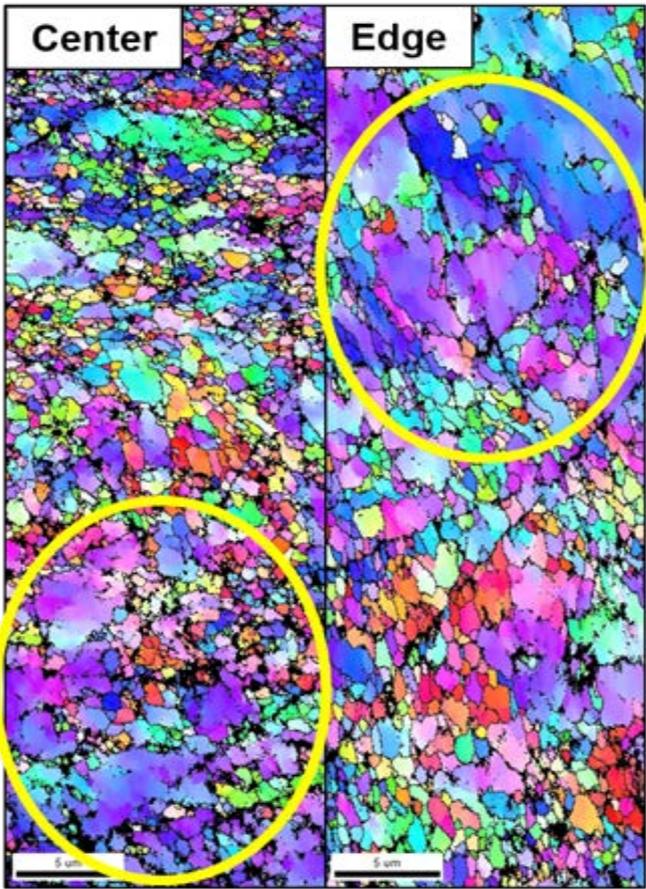


Fig. 4 Distribution of the Vickers microhardness of the specimens.

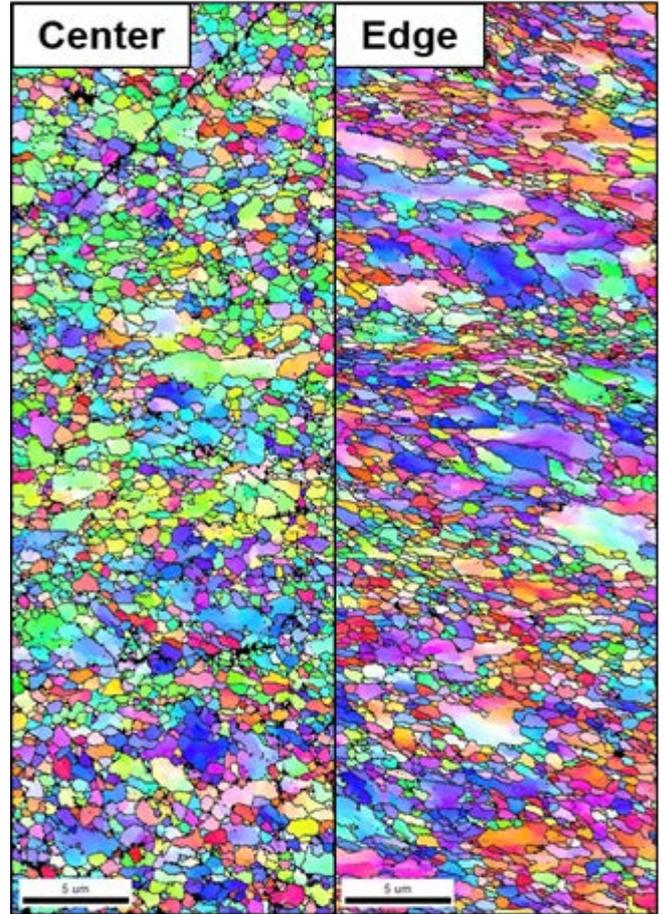
#### 3.2 미세조직 분석 결과

미세조직 분석결과는 4pass 및 6pass 시편의 결정립 불균질 정도를 명확하게 드러낸다. 그림 5 및 6은 두 시편의 상부 미세조직을 2000배율에서의 EBSD 분석 후 IPF map을 나타낸 것이다. 먼저 6pass(그림 5)의 경우 중앙과 외각지역 모두 균질화가 진행이 되어 있는 것을 확인할 수 있으나, 4pass(그림 6)의 경우 중앙 및 외각지역 모두 미세화되지 않은 결정립들이 보이는 것을 확인 가능하다.



**Fig. 5** Inverse pole figure (IPF) map of the 4pass specimen. Yellow circles indicate incompletely refined grain structure.

두 시편에서의 결정립 균질화가 단순히 공정의 반복 횟수로 설명할 수 없음은 분포도로 확인하면 더욱 명확하다. 표 1은 두 시편의 평균 결정립도 분포를 나타낸 것이다. 주목할 점으로 공정반복 횟수가 4pass에서 6pass로 증가하게 되면 결정립 미세화만 일어날 뿐만 아니라 표준편차 또한 줄어들게 된다. 표준편차의 감소폭은 외각지역에서 더욱 두드러진다. 4pass와 중앙과 외각의 표준편차 차이는 1.16  $\mu\text{m}$  인 반면, 6pass에서의 차이는 0.26  $\mu\text{m}$ 로 크게 감소하였다. 이는 공정 횟수가 4pass에서 6pass로 올라가게 되면, 결정립 미세화만 일어나는 것이 아닌, 시편 전체적인 결정립 균질화가 일어났다는 것을 의미한다. 공정이론상으로 보면, 공정경로 Bc를 선택할 경우 공정을 4회 반복하면 시편이 360도 회전하게 된다. 결과적으로, 상하좌우에서 같은 변형을 받게 되어 균질한 변형률을 가지며, 따라서 미세조직 또한



**Fig. 6** IPF map of the 6pass specimen.

또한 균질한 분포를 가질 것으로 예상되었으나 실제로는 그렇지 않았다.

**Table 1.** Average grain size with standard deviations of the 4pass and 6pass specimens.

Specimen	4pass		6pass	
	Center	Edge	Center	Edge
<b>Grain size (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	1.83	3.13	0.93	1.10
<b>Standard Deviation(<math>\mu\text{m}</math>)</b>	1.90	3.06	0.61	0.87

4pass 시편에서 충분한 균질화가 이루어지지 않은 이유는 공정 도중 시편의 회전으로 설명이 가능하다. Lee 등 [13]에 의하면, 봉상 소재를 공정경로 Bc로 ECAP 공정을 수행하는 경우, 시편의 상하부에 걸친 변형률의 차이로 인하여, 공정 반복 시 시편의 회전을 야기하여 시편이 비틀린채로 압출된다.

이러한 비틀림이 공정이 반복되면서 누적되면, 이론상으로 예측할 수 있는 시편의 회전각도보다 더욱 작은 각도로 회전하게 되므로 균질한 변형에 악영향을 주며, 길이방향으로 생성되는 비틀림은 이러한 불균질성을 강화하게 되는 것이다.

따라서 4pass에서 재료에 높은 변형률이 가해졌으므로 강도는 크게 상승하였으나, 시편의 회전으로 인한 뒤틀림 때문에 내부적으로는 불균질한 결정립이 존재하여 결과적으로 경도 결과와 같이 시편이 불균질한 물성을 가지게 된다.

#### 4. 결 론

본 연구에서는 지름 42 mm의 봉상구리소재를 가지고 ECAP 공정을 수행하였으며, 공정 반복 회수에 따른 물성과 결정립 미세화도의 차이를 분석하였다.

(1) ECAP 공정을 통해 구리의 기계적 물성을 극적으로 향상시킬 수 있었다. 특히, 기존 문헌과 같이 소형 시편이 아닌 42 mm의 대형봉재에도 ECAP 공정이 효과적이었음을 확인할 수 있었다.

(2) 봉상시편으로 공정경로 Bc의 ECAP 공정을 진행하는 경우, 공정 반복과정에서 시편의 내부단면 변형률의 불균일한 분포로 인해 시편의 회전 및 비틀림이 발생하게 된다. 이로 인해, 공정의 반복횟수에서 예상될 수 있는 것보다 불균질한 변형이 가해지게 된다. 따라서 봉상소재의 ECAP 공정 시 균질하게 미세화된 결정립 조직을 얻기 위해서는 공정 반복 횟수를 기존보다 추가로 더 수행해야 할 것이다.

#### 후 기

본 연구는 방위산업기술지원센터로부터 연구비를 지원받아 수행되었다.(계약번호 : UC160008D)

#### REFERENCES

[1] R. Z. Valiev, I. V. Alexandrov, Y. T. Zhu, T. C. Lowe, 2002, Paradox of strength and ductility in metals processed by severe plastic deformation, *J. Mater. Res.*, Vol. 17, No. 1, pp. 5-8.

[2] A. P. Zhilyaev, T. G. Langdon, 2008, Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications, *Prog. Mater. Sci.*, Vol. 53, No. 6, pp.

893-979.

[3] Y. Beygelzimer, V. Varyukhin, D. Orlov, S. Synkov, 2003, Twist extrusion—process for strain accumulation, TEAN, Donetsk, p. 87.

[4] Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji, T. Sakai, 1999, Novel ultra-high straining process for bulk materials—development of the accumulative roll-bonding (ARB) process, *Acta Mater.*, Vol. 47, No. 2, pp. 579-583.

[5] H. S. Kim, M. H. Seo, S. I. Hong, 2000, On the die corner gap formation in equal channel angular pressing, *Mat. Sci. Eng. A*, Vol. 291, No. 1-2, pp. 86-90.

[6] T. Krajňák, P. Minárik, J. Gubicza, K. Máthis, R. Kužel, M. Janeček, 2017, Influence of equal channel angular pressing routes on texture, microstructure and mechanical properties of extruded AX41 magnesium alloy, *Mater. Charact.*, Vol. 123, pp. 282-293.

[7] K. Oh-Ishi, Z. Horita, M. Nemoto, M. Furukawa, T. G. Langdon, 1998, Optimizing the rotation conditions for grain refinement in equal-channel angular pressing. *Metall. Mater. Trans. A*, Vol. 29, No. 7, pp. 2011-2013.

[8] S. N. Alhajeri, N. Gao, T. G. Langdon, 2011, Hardness homogeneity on longitudinal and transverse sections of an aluminum alloy processed by ECAP, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 528, No. 10-11, pp. 3833-3840.

[9] P. B. Berbon, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, T. G. Langdon, 1999, Influence of pressing speed on microstructural development in equal-channel angular pressing, *Metall. Mater. Trans. A*, Vol. 30, No. 8, pp. 1989-1997.

[10] M. Prell, C. Xu, T. G. Langdon, 2008, The evolution of homogeneity on longitudinal sections during processing by ECAP, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 480, No. 1, pp. 449-455.

[11] R. Z. Valiev, T. G. Langdon, 2006, Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement, *Prog. Mater. Sci.*, Vol. 51, pp. 881-981.

[12] M. M. Nowell, S. I. Wright, 2005, Orientation effects on indexing of electron backscatter diffraction patterns. *Ultramicroscopy*, Vol. 103, No. 1, pp. 41-58.

[13] H. H. Lee, K. C. Jung, J. K. Lee, H. L. Park, K. -T. Park, H. S. Kim, 2017, Circumferential sample-rotation during route B equal-channel angular pressing, *AWMFT2017*, Pohang, p.32.