

비대칭 냉간압연된 무산소동 판재의 열처리 조건이 미세조직과 기계적 성질에 미치는 영향

김순태¹ · 권상철¹ · 김다빈¹ · 이재근² · 서승재² · 윤태식³ · 정효태^{1,4,#}

Effect of Heat Treatment Conditions on the Microstructure and Mechanical Properties of Asymmetrically Cold Rolled OFC Sheet

S.T. Kim, S.C. Kwon, D.V. Kim, J. K. Lee, S.J. Seo, T. S. Yoon, H.T. Jeong

(Received March 12, 2019 / Revised December 19, 2019 / Accepted January 10, 2020)

Abstract

Heat treatment conditions of 88.5% asymmetrically cold rolled oxygen free copper (OFC) sheets have been studied to obtain an equiaxed fine microstructure with a grain size of less than 10 μm . The commercial OFC sheets with the thickness of 10 mm were asymmetrically cold rolled by using equal speed asymmetric rolling (ESAR) processes and total rolling reduction. The thickness of the rolled sheets were 88.5% and 1.15 mm, respectively. An equiaxed fine microstructure of OFC sheets with a grain size of 6.0 μm were obtained when the asymmetrically cold rolled OFC sheets were heat treated at 180°C for 40 minutes. The tensile strength of the asymmetrically cold rolled specimen increased from 217.6 MPa to 396.1 MPa, while the elongation of the specimen asymmetrically cold rolled and heat treated increased from 29.0% to 66.9% along with an 8% increase of the tensile strength.

Key Words : Oxygen Free Copper, Heat Treatment, Grain Refinement, Asymmetric Rolling

1. 서 론

금속 구조재에서 고강도, 고연성의 기계적 성질을 향상시키기 위해서는 결정립 미세화와 집합조직 제어에 대한 연구가 필요하다는 것은 잘 알려진 사실이며, 면심입방정구조(FCC)인 무산소동(Oxygen Free Copper, OFC)의 결정립 미세화는 주로 ECAP (Equal Channel Angular Pressing), HPT (High Pressure Torsion) 등의 강소성 가공법(Severe Plastic Deformation)을 통하여 연구되고 있다. 그러나 대부분의 강소성 가공법은 소재의 크기 및 길이에 제한이 있으므로

결정립을 극미세화하면서 재료의 손실과 형상의 제약을 극복할 수 있는 양산가능한 가공기술을 확보하는 것이 필요하다[1~2].

결정립 미세화는 금속재료의 강도와 인성 등 기계적 특성 향상에 매우 유효하며, 결정립을 나노 크기로 제어하면 기존 재료의 특성 한계를 뛰어 넘을 수 있다. 기존의 압연, 압출, 단조 등의 가공으로도 결정립 미세화와 강도 향상이 가능하지만 변형량이 제한되므로 결정립 미세화에 한계가 있다. 따라서 소성가공에 의하여 조직을 미세화시켜 기계적 성질을 향상시키고자 하는 경우, 기존의 가공 방법에 의하면 10 μm 이하의 결정립을 얻기 힘들다. 또한, 등축정결정립을 만들기 위해선 높은 힘과 압력이 필수적이기 때문에 소재의 크기가 제한적이며, 대량생산에 적용하기 어렵다는 한계를 갖는다.

압연기술을 활용한 강소성 가공법에는 압연 후

1. 강릉원주대학교 신소재공학과 대학원생
2. ㈜풍산 방산기술연구원 연구원
3. 방위산업기술지원센터, 광운대 방위사업학과 대학원생
4. ㈜솔루션소재 대표, 강릉원주대학교 신소재금속공학과 교수
Corresponding Author : Gangneung-Wonju National University, Dept. of Advanced Metal and Materials Engineering,
E-mail: htjeong@gwnu.ac.kr, ORCID : 0000-0002-4637-8186

판재를 잘라서 접친 후 압연함으로써 압연판재의 길이 변화 없이 압연공정을 반복하는 반복접침압연(Accumulative Roll-Bonding, ARB)과 일정 두께의 금속판재를 기어 형상의 압연롤에 통과시키거나 기어형 금형으로 눌러서 두께 방향의 변형 없이 판재를 주름 형상의 변형을 부여하고, 이어서 후속 압연롤에서 주름을 펴는 반복주름압연법(Repetitive Corrugation and Straightening, RCS), 상부롤과 하부롤의 원주속도를 다르게 설정해서 압연 판재에 전단변형을 가하는 이주속압연(Differential Speed Rolling, DSR) 등이 있다. 이러한 가공기술을 통해 재료를 가공하게 되면 기존에 존재하지 않던 집합조직이나 미세조직 등을 얻을 수 있게 된다는 장점이 있다.

ARB 등의 공정은 압연공정의 특성상 연속공정이 가능하고, 비교적 큰 재료에도 적용이 가능하다고 알려져 있다. 그러나 제품 생산까지 적용하려면 공정의 효율성을 높일 필요가 있다[3~6]. 또한, 최근에는 이주속압연에 대한 연구가 많이 이루어지고 있으나 서로 다른 상부롤과 하부롤의 원주속도가 유지되지 않거나, 압연판재가 미끄러지는 등의 문제가 있다[7~8]. 이러한 가공기술의 본질적인 문제점들로 인해 대량생산기술로 발전하지 못하고 실험실용 가공기술로 국한되고 있는 실정이다. 이러한 문제점들을 극복하고 비대칭압연을 구현할 수 있도록 개발된 등주속이형압연(Equal Speed Asymmetric Rolling, ESAR)은 상부롤과 하부롤의 직경이 서로 다르지만 상부롤과 하부롤이 동일한 원주속도로 회전하도록 회전속도를 다르게 작동시켜 압연하는 비대칭 가공 방법이다[9]. 본 연구에서는 무산소동의 미세조직을 등주속이형압연기를 활용해 10 μm 미만의 미세한 등축결정립으로 제어하기 위해 최종 압하율 88.5%로 압연을 수행한 후 열처리 조건에 따른 미세조직의 변화와 기계적 성질에 미치는 영향을 연구하였다.

2. 실험방법

2.1 비대칭압연 방법

Fig. 1은 본 연구에 사용된 등주속이형압연기이며 상부롤의 직경이 38 mm이고 하부롤의 직경은 180 mm인 서로 다른 크기의 압연롤을 장착한 압연기이다. 비대칭압연시 압연롤의 상부롤과 하부롤의 원주속도는 56.5 mm/sec로 설정하였으며, 상온에서 무운활로 진행하였다. 비대칭압연을 하기 위한 초기

OFC소재는 폭 75 mm, 길이 83 mm, 두께 10 mm의 시편을 사용하였으며, 매 압연 패스 마다 압연판재면(ND)축을 기준으로 180°씩 회전(ND rotation)하였다. 패스당 10~15%의 압하율로 18패스 압연하여 최종 압하율은 88.5%이고 압연 후 최종 두께는 1.15 mm이다.

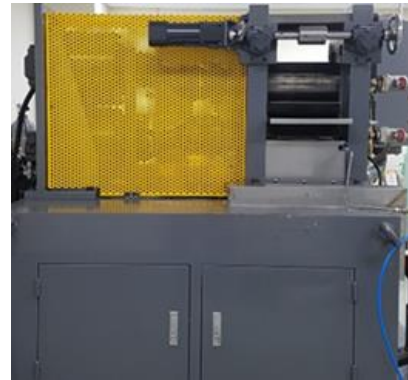


Fig. 1 Equipment for equal speed asymmetric rolling process

2.2 열처리 및 미세조직 분석

총 압하율 88.5%로 비대칭 압연한 무산소동 판재의 미세조직을 10 μm 미만의 미세한 등축결정립으로 제어하기 위한 열처리 조건을 확인하기 위하여 160 °C에서부터 210°C까지 10°C간격으로 30분간 전기로 활용해 공기 중에서 열처리를 수행하였으며, 미세조직을 관찰하기 위하여 광학현미경 관찰과 함께 주사전자현미경을 이용한 EBSD 측정을 수행하였다. 광학현미경 관찰은 시편을 증류수 120 ml + 염산30 ml + 염화철Ⅲ 10 g으로 부식 후 미세조직을 관찰하였고, EBSD 측정은 FE-SEM(Inspect F)을 사용하여, 초기 상용소재는 배율 500배에서 330x585 μm^2 의 면적을 Step size는 1.0 μm 로 설정하여 측정하였다. 비대칭 압연 판재의 EBSD 측정은 3000배율에서 330x585 μm^2 의 면적을 step size는 0.15 μm 로 설정하였고, 180°C에서 30분부터 5분 간격으로 열처리한 시편의 경우 2000배율에서 100x100 μm^2 의 면적을 step size는 0.25 μm 로 설정하여 측정하였다.

결정립 크기의 분석은 광학현미경 관찰에서는 linear intercept method를 적용하였고, 180°C에서 열처리 후 미세조직을 관찰한 시편에 대해서는 EBSD 측정 후 TSL사(Tex SEM Laboratories, Inc.)에서 제공되는 OIM(orientation imaging microscopy)분석 소프트웨어를 이용하였다.

2.3 기계적 특성 측정 방법

무산소동 초기재료와 비대칭 압연된 무산소동 판재의, 그리고 180°C에서 30분, 35분, 40분, 45분 열처리한 판재의 기계적 특성 분석을 위해 인장시험과 Vicker's 경도를 측정하였다. 두께가 10 mm인 초기 상용소재는 5 mm 두께로 절단 후 1 mm 두께까지 연마하여 인장시편을 가공하였고, 비대칭 압연한 판재와 열처리한 판재의 인장시편은 ND면의 중심 부분에서 인장방향이 압연방향과 평행하게 가공하였다. 여기서의 압연방향은 비대칭 압연이 시작되는 첫번째 방향을 압연방향으로 설정하였다. 인장시편은 시편 폭이 10 mm, 총 길이는 70 mm, Gage Length 부분은 폭 6 mm, 길이 25 mm인 ASTM E8M subsize 규격으로 시편을 가공하였고, strain rate를 $1 \times 10^{-3}/\text{sec}$ 로 설정하여 수행하였다. 인장시험은 만능재료시험기(Unitech-M)로 상온에서 2회~3회 수행하였다.

무산소동 초기재료와 비대칭 압연된 판재, 열처리된 판재의 Vicker's 경도를 측정하기 위해서 cold mounting을 하였다. 시편의 ND면을 측정하였고, 100gf의 하중으로 10초 동안 유지하였으며 총 12번 측정하여 최소값과 최대값을 뺀 10개의 데이터를 평균하여 분석하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 비대칭 압연판재의 미세 조직

본 연구에서 대칭 압연 후 열처리한 상용 무산소동판재를 초기재료로 사용하였으며, Fig. 2에 초기 상용판재의 옆면(TD)의 미세조직을 나타내었다.

Fig. 2(a)은 초기 시편에 대해 TD면의 두께 중심 부분을 EBSD 측정한 Inverse Pole Figure(IPF) Map을 나타낸 것으로 평균 결정립 크기 $41.9 \mu\text{m}$ 의 등축결정

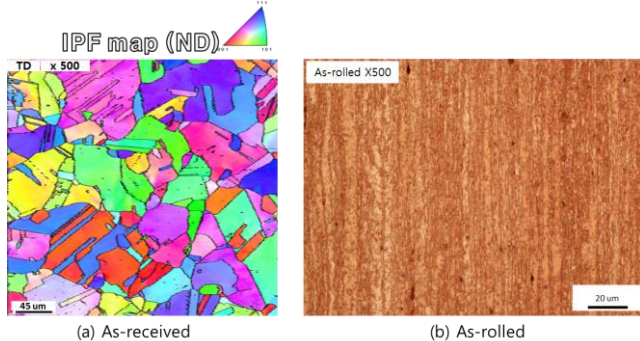


Fig. 2 Microstructures of (a) as-received and (b) as-rolled OFC specimens

립 미세조직을 보이고 있다. Fig. 2(b)는 두께 10 mm인 무산소동 판재를 최종두께 1.15 mm까지 ND rotation 압연 후 TD 면의 중심 부분 미세조직을 광학 현미경으로 관찰한 것으로서, 압연방향으로 매우 길게 연신된 미세조직임을 알 수 있다.

3.2 열처리 조건에 따른 미세조직 변화

Fig. 3에 88.5%로 비대칭 압연한 무산소동 판재를 160°C, 170°C, 180°C, 190°C, 200°C, 그리고 210°C에서 30분간 열처리한 시편의 미세조직을 나타내었다.

180°C에서 30분간 열처리한 시편의 경우는 연신된 미세조직들 사이로 등축결정립들이 형성되는 것을 알 수 있으며, 이러한 재결정 거동은 결정립 크기를 비교한 Fig. 4와 Table 1에서도 확인할 수 있다. 그러므로 등축정 미세조직을 확보하면서 결정립 미세화를 최대화하기 위해서 가능한 낮은 온도인 180°C를 열처리온도로 결정하였으며, 열처리 시간을 30분, 35분, 40분, 45분으로 증가시켜 미세조직의 변화를 관찰하였다.

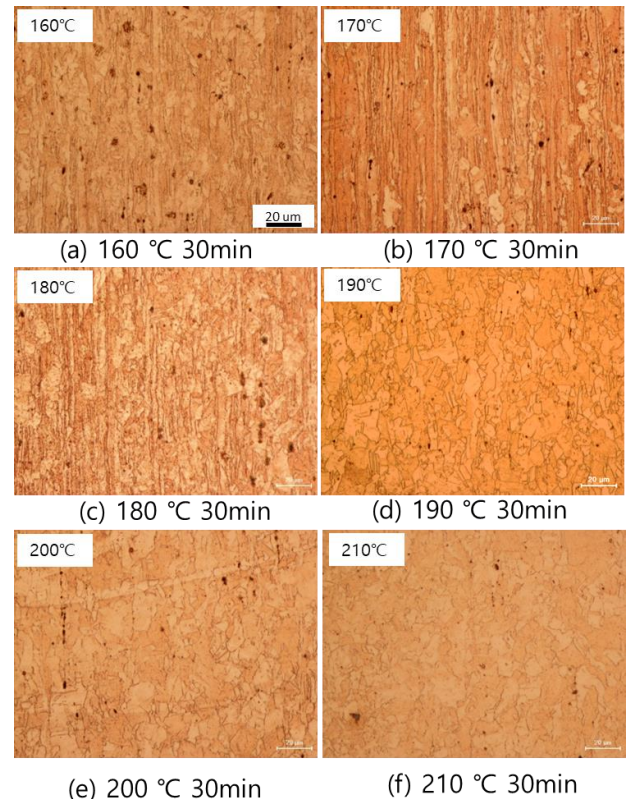


Fig. 3 Microstructure of OFC sheets annealed at various temperatures for 30 minutes

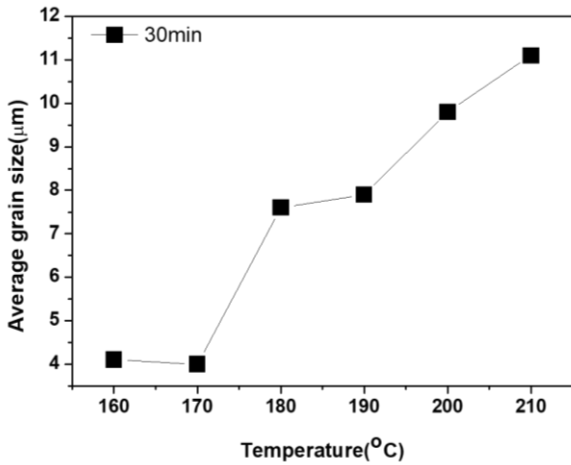


Fig. 4 Grain sizes of OFC sheets according to the annealing temperatures

Table 1 Grain size of annealed OFC sheets

Annealing Condition	Grain size (μm) Linear intercept method
160°C, 30min	4.1
170°C, 30min	4.0
180°C, 30min	7.6
190°C, 30min	7.9
200°C, 30min	9.8
210°C, 30min	11.1

Fig. 5는 180°C에서 30분, 35분, 40분, 45분간 각각 열처리를 진행한 후 TD면의 중심 부분에서 광학현미경으로 관찰한 미세조직 사진을 나타내었다. Table 2에는 Fig. 5의 시편에 대해서 광학현미경으로 관찰한 미세조직에서 Linear intercept method로 측정된 평균 결정립 크기와 EBSD를 통하여 측정된 평균결정립 크기를 나타내었으며, 이에 대한 변화를 Fig. 6에 도시하였다.

최종 압하율 88.5%까지 비대칭압연후 180°C에서 열처리 시간을 30분에서 45분까지 변화시킨 열처리 결과를 살펴보면 모든 시편에서 미세조직의 결정립 모양과 크기의 분포도 유사하며, 평균 결정립 크기 6~8μm수준으로 170°C이하의 열처리 시편이 4μm 수준이고 200°C이상의 열처리 시편이 10μm 수준인 것과 비교하여 비슷하다고 판단된다. 그러므로 최종 압하율 88.5% 비대칭압연한 압연판재에 대해서 미세한 등축정 미세조직을 얻기 위한 열처리 조건으

로는 180°C에서 30분에서 45분사이 또는 190°C에서 30분 열처리하는 것이 적절하다고 할 수 있으며, 본 연구에서는 이 조건들 중에서 가장 미세한 평균 결정립 크기로 측정된 180°C, 40분의 열처리 조건이 적절하다고 판단하였다.

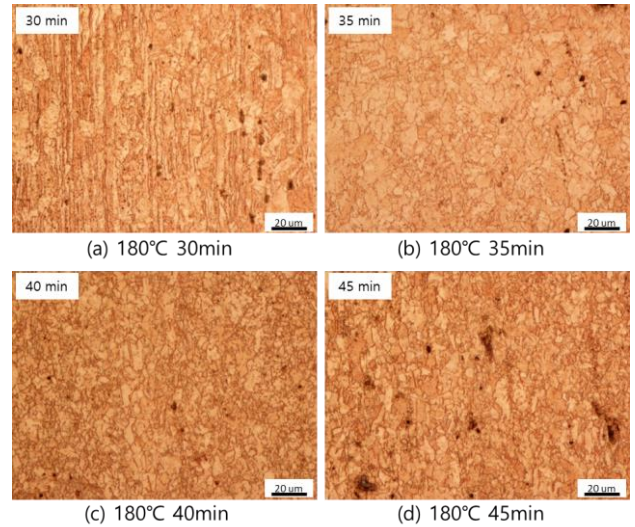


Fig. 5 Microstructures of OFC sheets annealed at 180°C

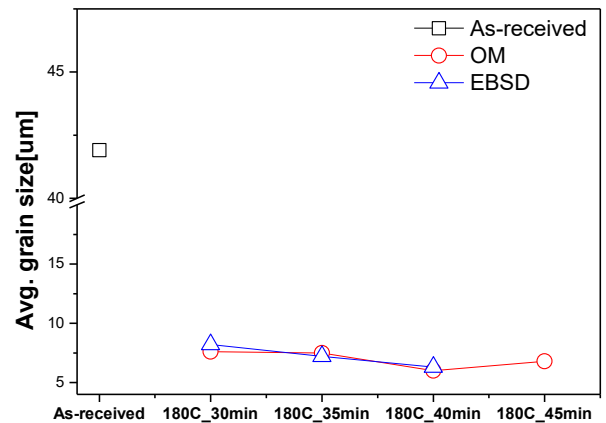


Fig. 6 Grain sizes of OFC sheets annealed at 180°C as a function of annealing time.

Table 2 Grain size of OFC sheets annealed at 180°C (μm)

Annealing Condition	OM Linear intercept method	EBSD Area average
As-received	-	41.9
180°C, 30min	7.6	8.2
180°C, 35min	7.5	7.2
180°C, 40min	6.0	6.3
180°C, 45min	6.8	-

3.3 기계적 특성평가

Fig. 7은 무산소동의 초기 상용소재, 비대칭압연 판재 그리고 비대칭압연된 판재를 180°C에서 30분부터 40분까지 5분 간격으로 열처리한 시편의 Vicker's 경도 측정 결과를 나타내었으며, 각 시편의 평균값을 Table 3에 나타내었다. 초기 상용소재의 경도는 93.9 Hv이고 최종 압하율 88.5% 비대칭압연된 판재의 경도는 123.6 Hv로서 약 31% 증가하였고, 180°C에서 열처리된 판재들의 경우는 경도가 약 30% 감소하는 경향을 나타내었다.

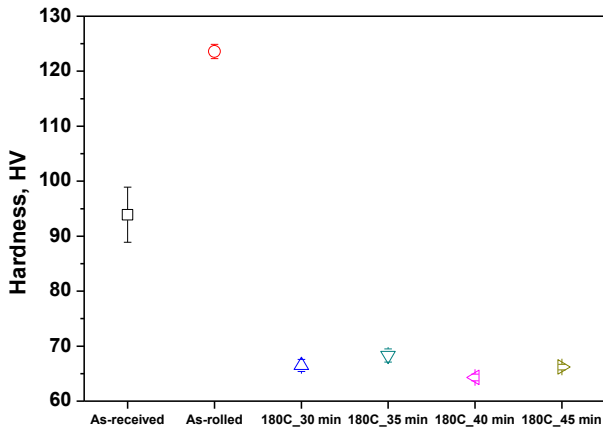


Fig.7 The average Vicker's hardness of the OFC sheets

Table 3 The average Vicker's hardness of the OFC sheets

	Hardness(Hv)	Standard deviation
As-received	93.9	5.0
As-rolled	123.6	1.3
180°C, 30min	66.5	1.1
180°C, 35min	68.3	1.2
180°C, 40min	64.3	0.6
180°C, 45min	66.2	0.5

Fig. 8은 무산소동의 유동곡선으로서 대칭압연하여 열처리한 초기 상용소재와 최종 압하율 88.5% 비대칭압연한 압연판재, 그리고 비대칭압연판재를 180°C에서 30분, 35분, 40분, 45분간 열처리한 판재의 인장 시험 결과를 각각 1개씩 나타내었으며, 각 시편의 항복강도, 인장강도 그리고 연신율을 Table 4에 요약하여 나타내었다.

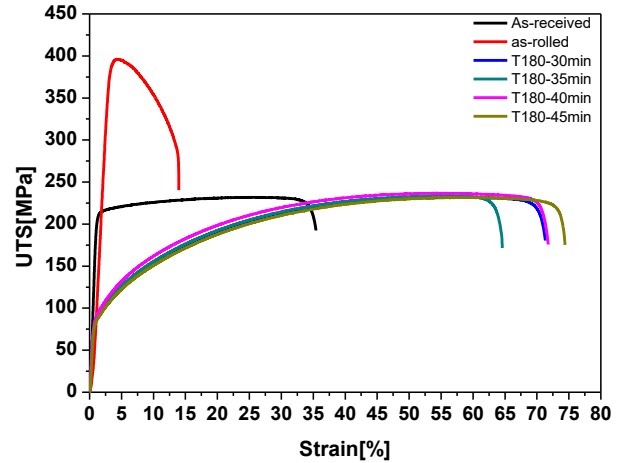


Fig. 8 Engineering stress-strain curves of OFC sheets

Table 4 Mechanical properties of OFC sheets

	YS(MPa)	UTS(MPa)	Strain(%)
As-received	204.6	217.6	29.0
As-rolled	375.2	396.1	13.7
180°C, 30min	84.5	231.9	71.6
180°C, 35min	84.7	233.6	64.9
180°C, 40min	89.0	236.7	72.0
180°C, 45min	82.1	231.7	74.4

등주속이형압연(ESAR)의 비대칭압연공정을 사용하는 경우, 항복강도 204.6 MPa, 인장강도 217.6 MPa, 연신율 29.0%의 초기 상용소재로부터 최종 압하율 88.5% 비대칭압연한 비대칭압연판재는 연신율은 13.7%로 초기 상용소재 대비 53% 감소하였으나, 항복강도와 인장강도가 375.2 MPa과 396.1 MPa로 각각 초기 상용소재 대비 83%와 82%의 현저한 증가를 나타내는 고강도 특성을 확보할 수 있었다. 또한 최종 압하율 88.5% 비대칭압연한 판재를 180°C에서 30분, 35분, 40분, 45분간 열처리한 판재의 경우 인장 시험 결과는 항복강도와 인장강도가 초기 상용소재와 비교하여 항복강도는 59% 감소하였으나, 인장강도는 오히려 7% 증가하였다. 특히, 비대칭 압연후 열처리한 무산소동판재의 경우는 연신율이 초기 상용소재 대비하여 2.2배~2.6배 수준으로 향상되는 것을 확인할 수 있으므로 고성형성의 특성을 확보하면서, Fig. 7의 변형을 약 40% 이상의 가공후에는 초기 상용소재보다 우수한 강도특성을 보유하는 판재로 그 기계적 특성이 현저히 개선되는 것을 확인할 수 있었다.

4. 결 론

상용 무산소동판재를 등주속이형압연공정으로 최종 압하율 88.5% 비대칭압연한 후 미세조직을 10 μm 이하의 미세한 등축결정립으로 제어하기 위한 열처리 조건을 연구하여 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

(1) 초기 결정립 크기가 41.9 μm 인 무산소동 판재를 최종 압하율 88.5%까지 18패스 비대칭압연한 시편들을 160°C에서 210°C까지 10°C간격으로 변화시키면서 30분간 열처리하여 180°C와 190°C사이에서 재결정이 일어나는 것을 확인하였다.

(2) 180°C에서 30분, 35분, 40분, 45분 열처리한 시편과 190°C에서 30분 열처리한 시편의 경우 등축정정으로 재결정된 미세조직의 결정립 크기가 6~8 μm 로서, 4 μm 수준의 압연된 판재나 10 μm 수준의 결정립성장이 일어난 판재와 비교하여 유사한 크기인 것으로 판단되었다. 열처리 조건 중에는 180°C에서 40분간 열처리한 시편의 결정립 크기가 6.0 μm 가장 미세한 것으로 측정되었다.

(3) 초기 두께 10 mm인 무산소동 상용판재를 최종 압하율 88.5%까지 비대칭 압연 후 180°C에서 열처리하는 공정을 통하여 항복강도 204.6 MPa, 인장강도 217.6 MPa, 연신율 29.0%의 초기 상용소재로부터 비대칭압연판재는 항복강도와 인장강도가 375.2 MPa과 396.1 MPa로 83%와 82%의 현저한 증가를 나타내는 고강도 특성을 확인하였으며, 30분부터 5분간격으로 45분까지 열처리한 판재의 경우는 인장강도는 233.5 MPa로 초기 상용소재와 비교하여 7% 증가하면서 연신율이 70.7%로 2배 이상 향상되는 고성형성의 특성을 확인하였다.

후 기

이 연구는 방위산업기술지원센터로부터 연구비를 지원받아 수행되었고(계약번호 UC 160008D) 이에 감사드립니다.

REFERENCES

- [1] Azushima, A., Kopp, R., Korhonen, A., Yang, D. Y., Micari, F., Lahoti, G. D., Yanagida, A., 2008, Severe Plastic Deformation (SPD) Processes for Metals, CIRP Annals, Vol. 57, No. 2, pp. 716~735.
- [2] Valiev, R. Z., Krasilnikov, N. A., & Tsenev, N. K., 1991, Plastic Deformation of Alloys with Submicron-Grained Structure. Mater. Sci. Eng., A, Vol. 137, pp. 35~40.
- [3] Lee, S. H., Cho, J., Lee, C. H., Han, S. Z., & Lim, C. Y., 2005, Annealing Characteristics of Oxygen Free Copper Severely Deformed by Accumulative Roll-Bonding Process, Korean J. Mater. Res., Vol. 15, No. 9, pp. 555~559.
- [4] Saito, Y., 1998, Ultra-Fine Grained Bulk Aluminum Produced by Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process. Scr. Mater., Vol. 39, No. 9, pp. 1221~1227.
- [5] Tsuji, N., Saito, Y., Utsunomiya, H., & Tanigawa, S., 1999, Ultra-Fine Grained Bulk Steel Produced by Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process. Scr. Mater., Vol. 40, No. 7, pp. 795~800.
- [6] Huang, J. Y., Zhu, Y. T., Jiang, H., & Lowe, T. C., 2001, Microstructures and Dislocation Configurations in Nanostructured Cu Processed by Repetitive Corrugation and Straightening. Acta Mater., Vol. 49, No. 9, pp. 1497~1505.
- [7] Li, Z., Fu, L., Fu, B., & Shan, A., 2012, Effects of Annealing on Microstructure and Mechanical Properties of Nano-Grained Titanium Produced by Combination of Asymmetric and Symmetric Rolling, Mater. Sci. Eng., A, Vol. 558, pp. 309~318.
- [8] Watanabe, H., Mukai, T., & Ishikawa, K., 2007, Effect of Temperature of Differential Speed Rolling on Room Temperature Mechanical Properties and Texture in an AZ31 Magnesium Alloy. J. Mater. Process. Technol., Vol. 182, No. 1~3, pp. 644~647.
- [9] H. T. Jeong, B. H. choe, 2010, Asymmetric Rolling Apparatus, Asymmetric Rolling Method and Rolled Materials Fabricated by Using the Same, Korea Patent, Registration No. 1020100024299