

순도에 따른 Al 판재의 재결정 거동

이현우¹ · 하태권¹ · 박형기² · 민석홍^{1†}

¹강릉원주대학교 신소재금속공학과, ²한국생산기술연구원 강원본부

Recrystallization Behavior of Aluminum Plates Depending on Their Purities

Hyun Woo Lee¹, Tae Kwon Ha¹, Hyung-Ki Park² and Seok-Hong Min^{1†}

¹Department of Advanced Metal and Materials Engineering, Gangneung-Wonju National University

²Korea Institute of Industrial Technology, Gangwon Regional Division

(Received October 10, 2016 : Revised October 25, 2016 : Accepted October 31, 2016)

Abstract Recrystallization behavior has been investigated for commercial purity AA1050 (99.5wt%Al) and high purity 3N Al (99.9wt% Al). Samples were cold rolled with 90% of thickness reduction and were annealed isothermally at 290, 315, and 350°C for various times until complete recrystallization was achieved. Hardness measurement and Electron Backscatter Diffraction(EBSD) analyses, combined with Grain Orientation Spread(GOS), were employed to investigate the recrystallization behavior. EBSD analysis combined with GOS were distinctly revealed to be a more useful method to determine the recrystallization fraction and to characterize the recrystallization kinetics. As the annealing temperature increased, recrystallization in AA1050 accelerated more than that process did in Al 3N. Both AA1050 and Al 3N showed the same temperature dependence of the n value of the Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov equation(JMAK equation), i.e., n values increased as annealing temperature increased. Activation energy of recrystallization in AA1050 is about 176 kJ/mol, which is comparable with the activation energy of grain boundary migration in cold-rolled AA1050. This value is somewhat higher than the activation energy of recrystallization in Al 3N.

Key words recrystallization behavior, aluminum, purity, hardness measurement, Grain Orientation Spread(GOS).

1. 서 론

컴퓨터, 스마트 폰, 태블릿 PC 등 전기, 전자, 정보통신 기기들과 함께 무선 통신 기술이 빠르게 발전하면서, 전자파 방사(Electromagnetic radiation, EMR)와 더불어 인접 기기들 간의 전자파 간섭(Electromagnetic interference, EMI)이 나날이 증가하고 있다. 이러한 전자파 방사나 간섭은 인접 기기들의 작동을 방해하여 기기들의 오작동을 일으키는 원인이 될 뿐만 아니라 인체에 유해할 수 있기 때문에 이에 대한 규제가 더욱 강화되고 있다. 따라서 전자파 차폐(EMI shielding)에 대한 관심이 점차 커지면서 이와 관련된 재료에 대한 연구도 활

발히 이루어지고 있다.¹⁻²⁾

Al은 밀도가 작으며, 비강도(specific strength)와 전기 전도도가 높고, 가공성이 좋기 때문에 금속 전자파 차폐재로서 Cu 다음으로 많이 이용되고 있다. 차폐재로서의 Al은 압연과 재결정 과정을 거쳐서 호일(foil)이나 얇은 시트(sheet) 형태로 만들어지며, 단독으로 사용되거나 페라이트 등의 자성재료와 함께 다층 구조로 사용될 수 있다.

Al을 호일(foil)이나 얇은 시트(sheet) 형태로 만들 때 재결정은 매우 중요한 역할을 하게 되는데, 어느 정도 압연된 Al을 어닐링하게 하면 변형되지 않은 새로운 결정립이 생기는 재결정 과정을 거쳐 Al의 가공성이 회복

[†]Corresponding author

E-Mail : shmin@gwnu.ac.kr (S. H. Min, Gangneung-Wonju Nat'l Univ.)

© Materials Research Society of Korea, All rights reserved.

This is an Open-Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

되면서 다시 더 얇은 두께로 압연할 수 있게 된다. 이러한 재결정과정은 석출경화가 일어나지 않는 Al 합금에 있어서 강도, 가공성, 전기 전도도 등 Al의 물리적 성질을 결정하는 가장 중요한 변태과정이다.

Al 재결정에 관한 연구로서, Al 순도에 따라서는 7075 등의 Al 합금^{3,4)}에 대한 연구, AA1050와 AA1070 등의 상업용 순도(commercial purity)를 가진 Al⁵⁻¹⁹⁾에 대한 연구, 그리고 3N 이상의 고순도 Al²⁰⁻²¹⁾에 대한 연구로 분류할 수 있다. 그러나, 대부분의 연구들은 한 종류의 Al 또는 Al 합금에 대하여 집중되어 있기 때문에 순도(또는 불순물의 양)에 따른 Al 재결정 연구는 그리 많지 않다. 일반적으로 불순물 또는 첨가원소들이 순도가 매우 높은 Al에 첨가될 때, Al의 재결정 거동은 변화하게 된다. 만약 이들이 Al에 대하여 고용한도 범위 이내로 첨가되면 Al의 재결정 온도가 높아지지만, 고용한도를 넘어서면서 석출되어 입자형태로 존재하게 되면 그 영향은 복잡해진다. Koster²²⁾에 의하면, Al에 분산되어 있는 다른 상의 입자는 입자의 크기와 입자간 거리 등에 따라 Al의 재결정을 촉진하거나 늦출 수 있는데, 합금의 종류에 상관없이 입자의 크기가 크고 입자간 거리가 길면 재결정이 촉진된다고 한다.

Al 재결정에 대하여 연구되는 분야에 따라서는 재결정의 과정 및 재결정 속도론(kinetics)에 대한 연구^{3-15,20-21)}와 재결정 집합조직에 관한 연구¹⁶⁻¹⁹⁾가 있다. 이들에 대한 연구는 현재도 꾸준히 진행되고 있는데, 그 이유는 분석장비의 발달과 관계가 있다. 예를 들어, 재결정 속도를 구하기 위해서는 시간에 따른 재결정 분율을 구해야 하는데, 이전에는 Al을 양극부식하고 편광 현미경으로 미세조직을 관찰한 후에 점 계수방법(point-counting method)을 사용하여 재결정 분율을 측정하는 방법이 주로 사용되었다.^{4,7-9)} 하지만 이 방법은 재결정된 부분과 재결정되지 않은 부분을 정확하게 구별하는데 어려움이 있기 때문에, 최근 들어서는 각각의 결정립의 방위를 빠르게 측정할 수 있는 EBSD(Electron Backscatter Diffraction)를 이용하여 재결정 분율을 구하는 방법이 많이 사용되고 있다.¹⁰⁻¹²⁾ 이 방법에는 EBSP(Electron Backscattering Pattern)의 IQ(Image Quality) map을 이용하는 방법^{10-12,23-24)}과 GOS(Grain Orientation Spread) 값을 이용하는 방법²⁵⁻²⁶⁾이 있는데, 재결정 전의 변형된 조직으로부터 분석 가능한 EBSP를 얻을 수 있다면 GOS 값을 이용하는 방법이 재결정 분율을 얻는데 가장 적합하다고 알려져 있다.²⁵⁾

본 연구에서는 금속 전자과 차폐재로서 사용될 수 있는 상업용 순도 AA1050(99.5 wt% Al)과 고순도 Al(99.9 wt% Al)을 가지고, 냉간 압연과 어닐링 열처리하여 경도 측정으로부터 연화 거동을 조사하였으며, EBSD 분석에 의한 GOS 값으로부터 재결정 분율을 구함으로써 Al 순도에 따른 재결정 거동을 비교 분석하였다.

2. 실험 방법

연구에 사용된 재료는 AA1050(99.5 wt% Al)과 Al 3N(99.9 wt% Al)으로서 판재(두께 = 10 mm) 형태로 (주)한국진공야금으로부터 구입하였으며, 화학적 조성은 Table 1과 같다. 초기 두께 10 mm의 AA1050과 Al 3N 판재를 이전의 가공 효과를 없애고 균일한 조직을 얻기 위하여 350 °C에서 30분 동안 열처리한 후에, pass당 10%의 압하율로 최종 두께가 1 mm(최종 압하율 90%)가 되도록 윤활제를 사용하지 않고 냉간 압연하였다. 압연한 AA1050과 Al 3N 시편들을 15 × 20 mm 크기로 절단하고, 염욕(salt bath)를 사용하여 각각 290, 315, 350 °C에서 1 초부터 최대 10000 초까지 시간을 변화시키면서 어닐링 열처리하였다. 압연한 시편들과 열처리한 시편들의 경도는 하중 500 g과 유지시간(dwel time) 10 s의 조건으로 미소-비커스(micro-Vickers) 경도시험기(Matsuzawa, MMT-X)를 사용하여 측정하였다. EBSD 분석을 위해서 열처리한 시편들의 ND(normal direction)면을 과염소산 100 mL + 에탄올 900 mL 용액을 사용하여 -15 °C에서 15 V의 전압으로 6 분간 전해연마 한 후에, 전계방출 주사전자현미경(FEI, Quanta 250 FEG)에 장착되어있는 EBSD(EDAX-TSL, Hikari)를 사용하여 분석을 수행하였다. 이때, 사용한 가속전압은 20 kV이었으며, 800 μm × 800 μm 면적을 스텝 사이즈(step size) 2 μm로 측정하였다. 결정립들의 방위 map(orientation map)과 재결정 분율은 측정된 EBSD 데이터로부터 TSL OIM 7 프로그램을 사용하여 5°의 grain tolerance angle과 14개 픽셀(pixel)의 최소 결정립 크기 조건을 사용하여 얻었다.

3. 결과 및 고찰

재결정에 의한 연화(softening) 과정을 살펴보기 위하여 어닐링 시간에 따른 경도 변화를 살펴보았다. Fig. 1은 90% 압하율로 냉간 압연하고 290, 315, 그리고 350

Table 1. Chemical compositions of specimens (wt%).

	Al	Fe	Si	Cu	Mg	Mn	Zn	Ti	rem.
AA1050	99.511	0.290	0.090	0.020	0.010	0.010	0.010	0.009	0.050
Al 3N	99.905	0.028	0.050	0.001	0.000	0.003	0.000	0.013	0.000

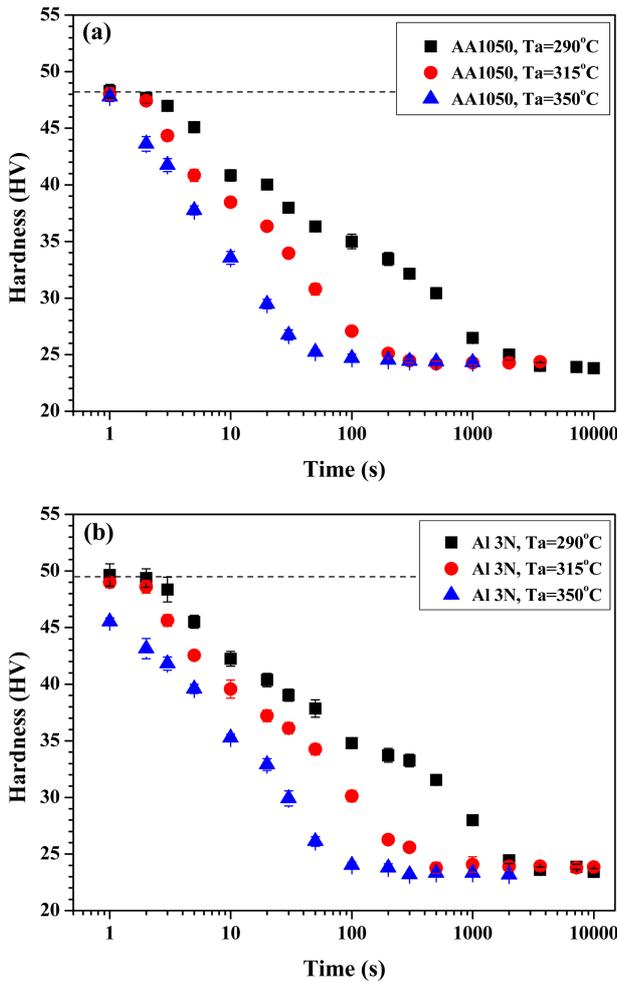


Fig. 1. Dependence of hardness on annealing time at 290, 315, and 350 °C of (a) AA1050 and (b) Al 3N: dashed line indicates the hardness of as-rolled specimen.

°C에서 재결정 시킨 AA1050(a)와 Al 3N(b)의 시간에 따른 경도 변화를 보여준다. 실험에 사용된 어닐링 온도 범위에서는 두 재료 모두에서 온도에 관계없이 경도가 시간(로그 스케일)에 따라 거의 직선적으로 감소하다가 재결정이 완료되었으며, 재결정이 완료되는 시점에 있어서는 290 °C의 어닐링 온도에서는 서로 비슷했으나 어닐링 온도가 높을수록 AA1050가 Al 3N보다 조금 빨랐다. Fig. 1과 같이 경도가 시간(로그 스케일)에 따라 일정한 크기로 감소하는 경우에는, 재결정이 완료되는 시점은 판단할 수 있지만 재결정이 시작되는 시점에 대해서는 판단하기 어렵다. Chen 등¹⁴⁾은 AA1050을 50% 압하율로 냉간 압연하고 340 °C에서 어닐링했을 때, 경도가 시간에 따라 서서히 감소하다가 재결정 분율이 증가하면서 경도의 급격한 감소가 나타난다고 하였다. 초기에 경도가 서서히 감소하는 이유는 회복(recovery) 때문이라고 하였으며, 경도 측정값으로부터 재결정 분율을

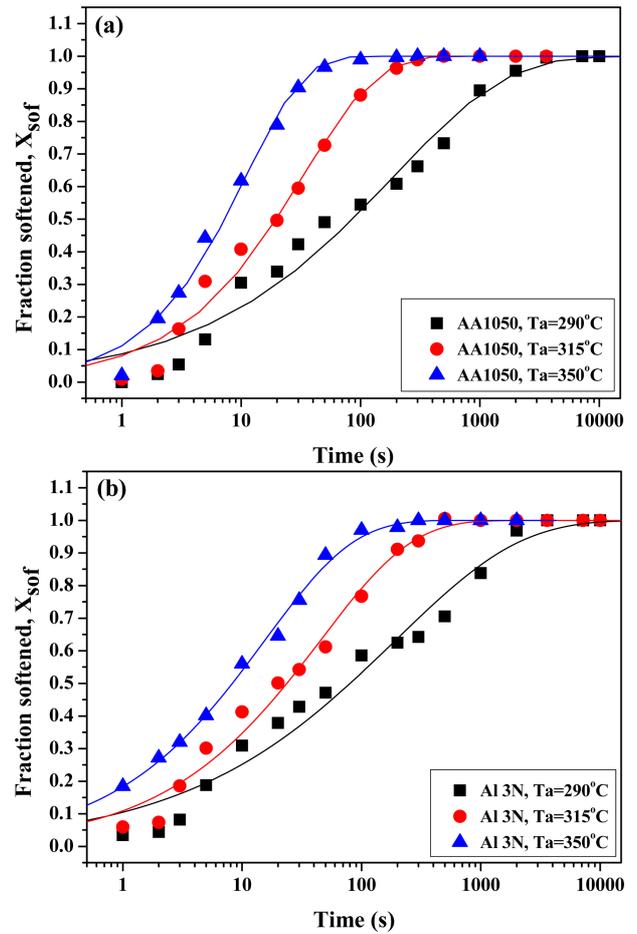


Fig. 2. Variation of calculated softened fraction with annealing time at 290, 315, and 350 °C of (a) AA1050 and (b) Al 3N: solid lines are fitted curves by JMAK equation.

구하기 위해서는 회복에 의한 경도 감소효과를 제거해야 한다고 했다. Liu³⁾도 Al 재결정 거동을 설명하는데 있어서 회복에 의한 효과를 무시할 수 없다고 하였다.

하지만 본 연구결과에서처럼 경도가 서서히 감소하는 구간이 나타나지 않는 경우에는 회복에 의한 경도감소 효과를 제거하지 못하고, 따라서 경도 측정값으로부터 간접적으로 재결정 시작 시점과 재결정 분율을 구하는 것은 어렵다. 이렇게 회복에 의한 경도 감소가 나타나지 않는 이유는 Chen 등¹⁴⁾의 연구보다 훨씬 큰 변형량으로 인해 회복에 대한 구동력도 크고 어닐링 온도도 상대적으로 높아서 회복이 빠르게 일어나기 때문이다. 즉, 회복에 의한 초기 연화속도가 커서 재결정에 의한 연화와 구별되지 않기 때문이라고 판단된다. Chen과 Zwaag¹⁵⁾의 결과에서도 변형량이 커짐에 따라 회복에 의한 연화속도가 커지는 것을 볼 수 있다. 그러므로 변형량이 작거나 어닐링 온도가 상대적으로 낮은 경우에는, 회복속도가 느려져서 회복에 의한 경도 감소효과를 관찰할 수 있을 것이며, 어닐링에 의한 연화과정에서 회복에 의한

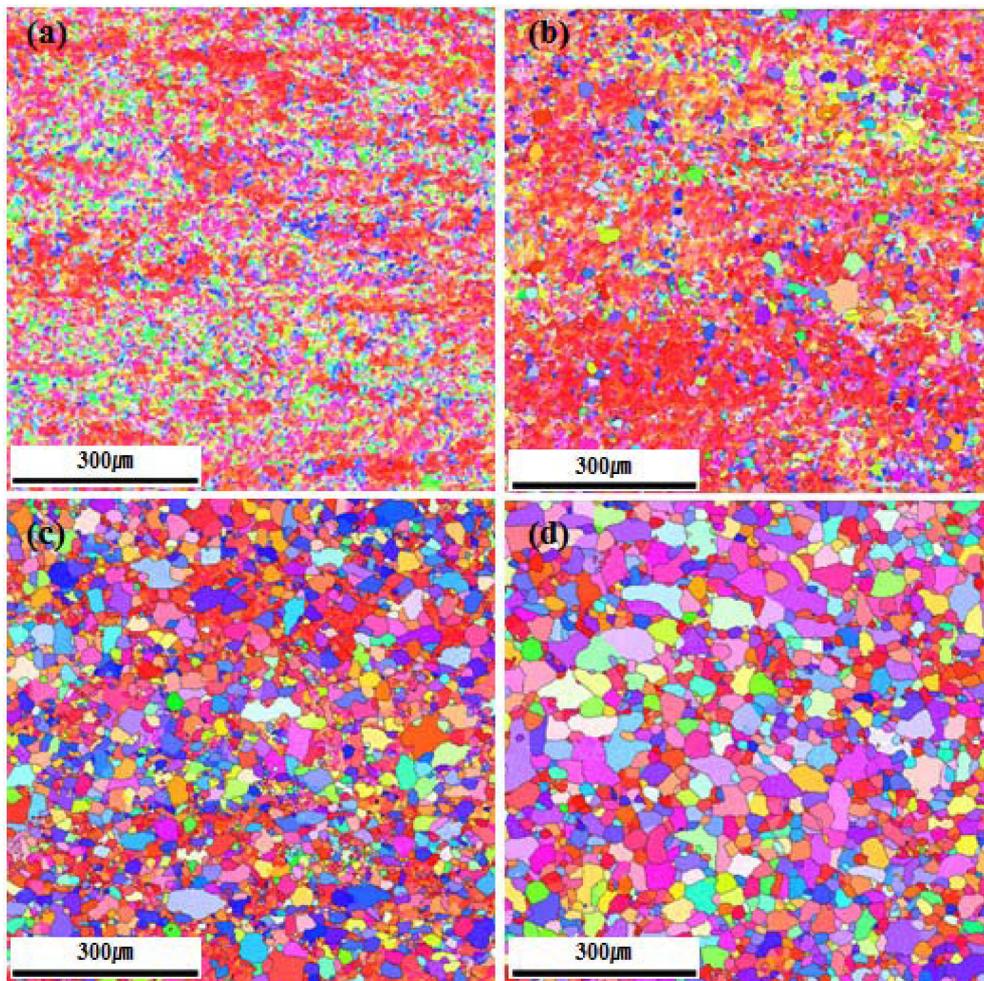


Fig. 3. EBSD orientation maps of AA1050 annealed at 290 °C for (a) 2 s, (b) 500 s, (c) 2000 s, and (d) 10000 s: grain boundary($\theta > 15^\circ$).

경도 감소효과를 제거함으로써 경도 측정으로부터 재결정 분율을 구할 수도 있을 것이다.

어닐링 시간에 따른 경도 변화로부터 연화된 분율을 구하기 위하여 다음과 같은 관계식을 사용하였다.^{14-15,27)}

$$X_{\text{sof}} = \frac{H_{\text{def}} - H(t)}{H_{\text{def}} - H_{\text{rex}}} \quad (1)$$

여기서, X_{sof} 는 시편의 연화 분율(softened fraction), H_{def} 는 냉간 가공된 시편의 경도, H_{rex} 는 완전히 재결정된 시편의 경도, $H(t)$ 는 어닐링 시간에 따른 시편의 경도이다. Fig. 2는 AA1050(a)와 Al 3N(b)에 대하여 어닐링 시간에 따른 경도로부터 (1) 식을 적용하여 계산한 연화 분율을 나타내며, 실선은 재결정 시간과 재결정 분율(recrystallized fraction) 사이의 관계, 즉 재결정 속도론에 적용되는 Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov 식(JMAK 식)²⁸⁾을 사용하여 곡선 맞춤(curve fitting)한 곡선이다. JMAK 식은 (2) 식과 같으며,

$$X = 1 - \exp(-kt^n) \quad (2)$$

X 는 재결정립의 부피 분율, 즉 재결정 분율(fraction recrystallization)을, k 는 핵생성 속도와 성장속도에 관계된 온도 의존 상수를, n 은 Avrami 지수(exponent)를 나타낸다. 그림에서 보면, 어닐링 온도가 높을수록 AA1050에서의 연화 완료가 Al 3N에 비하여 빠른 시간 내에 되며, 연화되는 시간 범위도 좀 더 좁아짐을 알 수 있다. 그러나 두 재료의 연화거동이 JMAK 식으로 완벽히 곡선 맞춤 되지 않는 것(특히 연화 초기 거동)으로 보아, 경도 측정에 의한 연화 분율과 재결정 분율을 일치시키는 것은 적당치 않다고 판단된다. Tarasiuk²⁴⁾도 미세 경도(micro-hardness)를 측정하여 재결정 분율을 구하는 방법은 가장 간단하지만, 재료 내에 존재하는 불균일 정도가 경도 측정크기보다 큰 경우에는 적당치 않으며, 다결정 재료에서의 경도가 재료의 회복뿐만 아니라 결정립의 방위에도 영향을 받기 때문에 미세 경도와 재결정 분율 사이의 관계는 정확하지 않다고 했다.

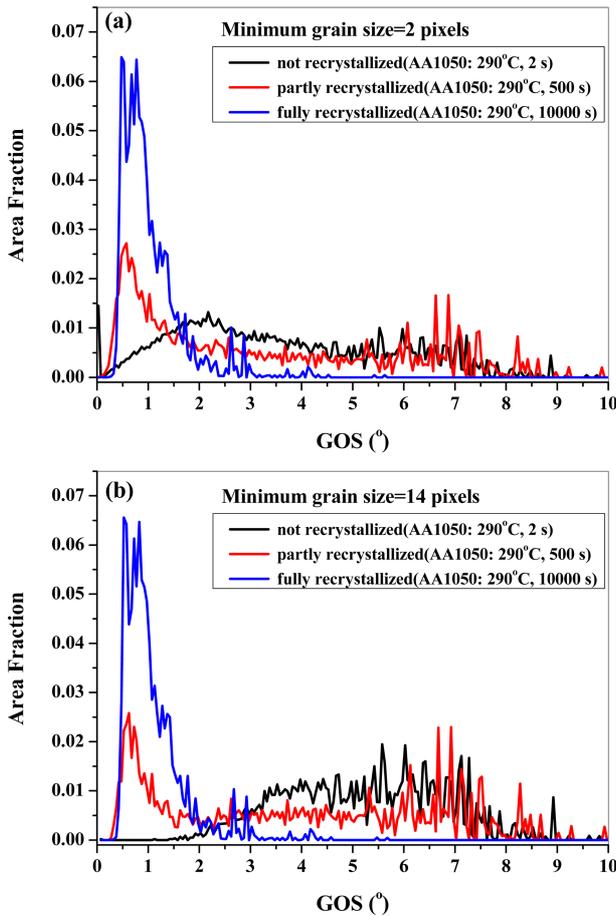


Fig. 4. GOS distribution plots for the minimum grain size of (a) 2 pixels and (b) 14 pixels in AA1050.

Fig. 3은 290 °C에서 각각 2, 500, 2000, 그리고 10000 초 동안 재결정시킨 AA1050의 EBSD orientation map을 보여주는데, Fig. 1의 경도 값으로부터 예상할 수 있듯이 2 초 동안 재결정 열처리시킨 시편에서는 아직 재결정이 시작되지 않았으며, 10000 초에서는 재결정이 완료되었다.

Orientation spread는 결정립 내에 존재하는 모든 픽셀들 사이의 방위차(misorientation)를 의미하며, GOS(Grain Orientation Spread)는 orientation spread의 평균 값을 나타낸다. 높은 전위밀도를 갖는 변형된 결정립은 결정립 내부에서 큰 orientation spread를 보이는 반면에, 낮은 전위밀도를 갖는 재결정된 결정립은 결정립 내부에 상대적으로 작은 orientation spread를 보이게 되므로, 변형된 결정립과 재결정된 결정립 사이의 이러한 GOS 값 차이는 부분적으로 재결정된 시료에서 변형된 부분과 재결정된 부분을 구별할 수 있는 조건을 제공한다.²⁹⁾ 따라서 재결정 분율을 구하기 위해서는 변형된 부분과 재결정된 부분을 구별하는데 필요한 GOS의 기준 값이 있어야 한다.

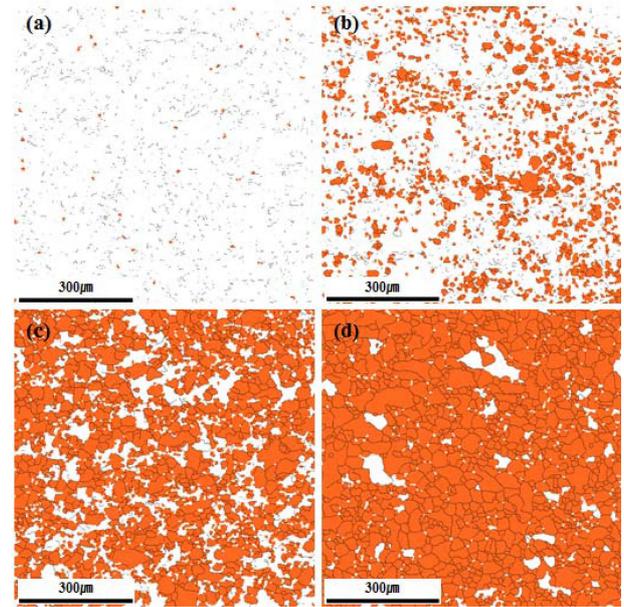


Fig. 5. Recrystallized area($GOS \leq 2^\circ$) of AA1050 annealed at 290 °C for (a) 2 s, (b) 500 s, (c) 2000 s, and (d) 10000 s: grain boundary ($\theta > 15^\circ$).

Fig. 4의 (a)는 최소 결정립 크기를 2개의 픽셀 조건으로 하였을 때, 재결정이 일어나지 않은 시편(AA1050: 290 °C, 2 초), 부분적으로 재결정된 시편(AA1050: 290 °C, 500 초), 그리고 완전히 재결정된 시편(AA1050: 290 °C, 10000 초)에서의 GOS 값에 따른 면적 분율이다. 완전히 재결정된 시편에서 보면, 거의 모든 면적이 2° 이하의 GOS 값에서 나타나므로, 재결정 분율을 구하는데 있어서의 GOS 기준 값을 2°로 선택하는 것이 적절해 보인다. 그러나 재결정이 일어나지 않은 시편에서 보면, GOS 2° 이하에서도 많은 면적이 포함되기 때문에 최소 결정립 크기를 2개의 픽셀 조건으로 하는 것에는 문제가 있다. Fig. 4의 (b)는 최소 결정립 크기를 14개의 픽셀 조건으로 하였을 때의 GOS 값에 따른 면적 분율인데, 재결정이 일어나지 않은 시편에서 GOS 2° 이하에 포함되는 면적이 거의 없음을 알 수 있다. 하지만 14개의 픽셀을 최소 결정립 크기로 잡는 조건은 결정립의 성장을 등방성이라고 가정할 경우에 약 8 μm 크기의 결정립이 재결정 분율 측정에 포함되지 않게 된다. Bay⁵⁾에 따르면, 99.4wt%Al-0.47wt%Fe-0.11wt%Si 합금을 90 % 냉간 압연하고 재결정 시켰을 때, 재결정 핵의 크기가 2-7 μm(평균 크기: 3.5 μm)라고 했다. 또한, Vandermeer¹¹⁾는 AA 1050의 재결정 속도론이 결정립 성장 제어(growth controlled), 즉 재결정립의 성장과 관계된 결정입계의 이동 속도에 의해 크게 결정된다고 했다. 따라서 최소 결정립 크기를 14개의 픽셀로 하는 조건은 거의 핵 생성 단계만을 제외시키게 되므로, 거시

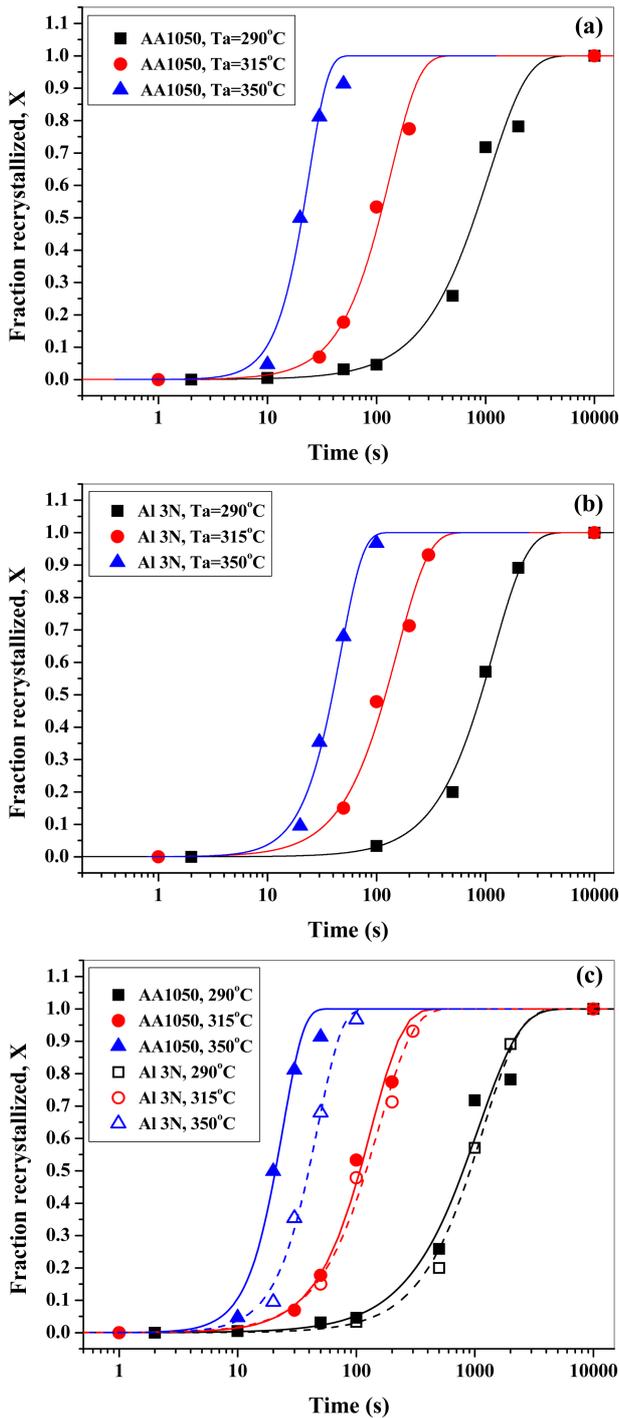


Fig. 6. Variation of recrystallization fraction with annealing time at 3N: solid lines are fitted curves for AA1050 and dashed lines are for Al 3N.

적인 재결정 거동을 살펴보는 데는 큰 문제가 없으리라 판단된다.

Fig. 5는 Fig. 3의 orientation map을 가지고 GOS가 2° 이하인 조건으로 재결정된 영역을 표시한 그림이다. 여기서, 재결정이 시작되지 않은 2s에서도 약간의 재결정된 영역이 존재하며, 반면에 재결정이 완료된 10000

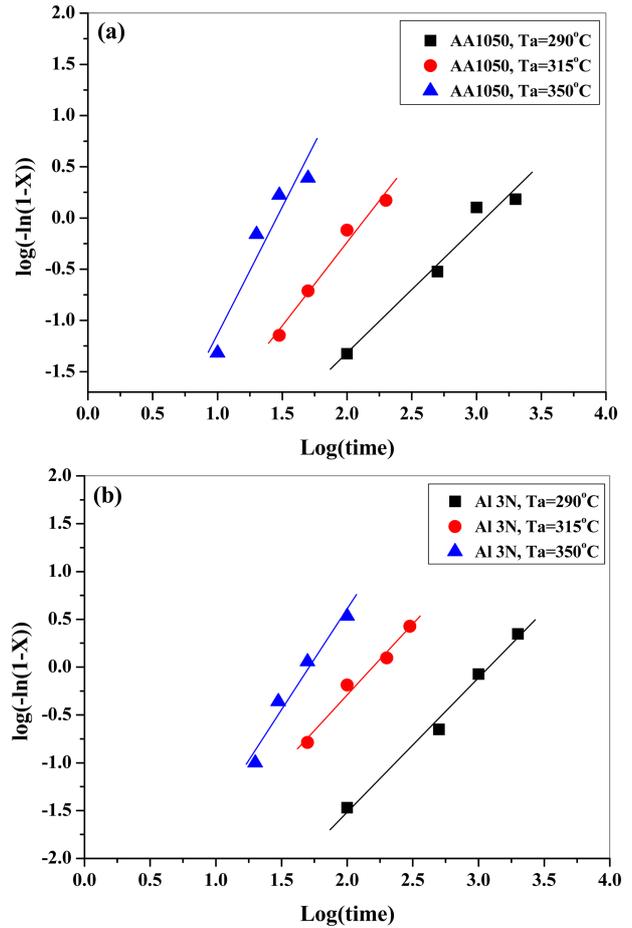


Fig. 7. $\log(-\ln(1-X))$ vs $\log(\text{time})$ plots of (a) AA1050 and (b) Al 3N: solid lines are linearly fitted lines.

Table 2. Values of n at different temperatures for recrystallization of AA1050 and Al 3N.

n	AA1050			Al 3N		
	290 °C	315 °C	350 °C	290 °C	315 °C	350 °C
	1.2	1.6	2.5	1.4	1.5	2.1

s에서도 재결정이 되지 않은 영역이 존재하기 때문에, 이러한 부분들을 고려한 정규화(normalization)를 통해 재결정 분율을 계산하였다. Fig. 6은 그 결과를 보여주고 있는데, 실험한 모든 재결정 온도에서 AA1050이 Al 3N 보다 빨리 재결정되는 것을 볼 수 있다. 그리고 Fig. 1과 Fig. 2의 경도 결과와 비교해보면, 어닐링 초기의 연화가 재결정에 의한 연화가 아닌 회복에 의한 연화임을 알 수 있으며, 재결정 완료시점은 연화 완료시점과 거의 일치하는 것을 알 수 있다.

재결정 분율 결과로부터, JMAK 식의 Avrami 지수 n 은 다음의 식 (3)을 사용하여 구할 수 있다.

$$\log[-\ln(1 - X)] = n \log t + \log k \quad (3)$$

식 (3)과 Fig. 7의 곡선 맞춤 결과로부터 얻어진 n 값을 Table 2에 나타내었다. n 값은 AA1050에서는 1.2-2.5이었고, Al 3N에서는 1.4-2.1이었으며, 온도가 증가할수록 커지는 경향을 보였다. 이론적으로, 재결정 핵이 무질서하게 생기고, 핵 생성 속도와 성장속도가 일정하며, 성장이 3차원으로 등방성이라면, n 은 4이다. 그리고 만약 핵 생성이 $t=0$ 에서만 일어난다면(site saturation), n 은 3의 값을 갖는다. 그러나 많은 연구결과에서 n 은 3보다 작은 값을 보이며,^{3,4,8-11,15)} 재결정 온도가 증가함에 따라 n 값이 커지는 것을 볼 수 있다.^{9,15)}

Rollett³⁰⁾는 축척에너지의 불균일성이 있을 때, 재결정 핵이 무질서하지 분포하지 않고 성장속도도 일정하지 않기 때문에 n 값이 이론적인 값보다 작을 수 있다고 했다. 실제로, 상업용 순도를 가진 Al을 냉간 압연하고 어닐링 할 때 핵생성은 변형 띠(deformation band)^{6,9)}나 $FeAl_3(Fe_4Al_{13})$ 석출물^{6,11,13)} 주위에 우선적으로 핵 생성되는 것으로 알려졌으며, 성장속도도 일정하지 않은 것으로^{11,13)} 알려져 있다. n 값이 재결정 온도에 따라 증가하는 이유는 재결정 온도가 높게 되면 핵 생성 자리가 증가하여 핵 생성도 좀 더 무질서해지면서 성장도 결정 방위에 덜 의존하게 되므로, 재결정 속도론이 JMAK 식의 가정에 좀 더 근접하게 되고, 따라서 n 값도 이론적인 값에 가까워지게 되기 때문이다.⁹⁾

재결정 과정이 온도에 따라서 Arrhenius 관계를 따른다고 가정했을 때, 재결정에 대한 활성화에너지는 식 (4)를 사용하여 구할 수 있다.

$$t_x = A \exp\left(\frac{Q_{rex}}{RT}\right) \quad (4)$$

여기서, t_x 는 특정한 재결정 분율(X)이 되는데 걸리는 시간이고, Q_{rex} 는 재결정에 대한 활성화에너지이다. 각각의 재결정 온도에서 재결정 분율이 0.25, 0.50, 그리고 0.75가 되는 시간 t_x (JMAK 식에 대하여 curve fitting한 Fig. 6로부터 얻은 시간; $X=0.25, 0.50, 0.75$)을 가지고, Fig. 8의 $\ln(t_x)$ vs $1/T$ 그림을 사용하여 구한 활성화 에너지를 Table 3에 나타내었다. AA1050의 재결정에 대한 $t_{0.5}$ 활성화에너지는 약 176 kJ/mol이었는데, 이 값은 AA1050을 90% 냉간 압연하고 280 °C에서 어닐링한 Vandermeer¹⁰⁻¹¹⁾의 결정립 성장에 대한 활성화 에너지 171-172 kJ/mol과 거의 같다. 그에 의하면, AA1050의 재

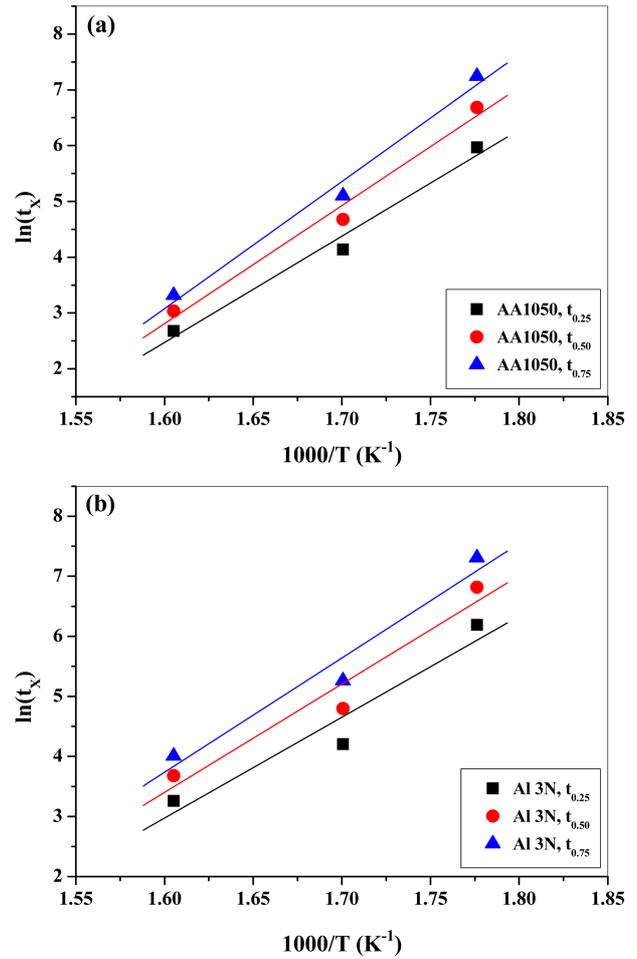


Fig. 8. Inverse-temperature vs $\ln(t_x)$ plots of (a) AA1050 and (b) Al 3N: solid lines are linearly fitted lines.

결정은 성장 제어과정이며, 재결정의 활성화에너지는 결정입계 이동에 대한 활성화에너지와 관련 있다. Al 3N의 재결정에 대한 $t_{0.5}$ 활성화에너지는 약 150 kJ/mol로서 AA1050의 재결정에 대한 $t_{0.5}$ 활성화에너지보다 작았다. 이러한 결과는 Al 내에 존재하는 Fe나 Si의 함유량 차이에 기인한다고 판단된다. 즉, Fe나 Si의 함유량이 상대적으로 많은 AA 1050에서 용질에 의한 결정입계 이동에 대한 drag force 영향¹¹⁾이 더 크기 때문에 재결정에 대한 활성화에너지가 더 크다는 것이다. 그리고 $t_{0.25}$, $t_{0.5}$, $t_{0.75}$ 활성화에너지가 각각 다른 값을 보이는 것은 어닐링 온도에 따른 Avrami 지수 n 의 변화에 기인한다.

Table 3. Activation energy for recrystallization of AA1050 and Al 3N.

AA1050			Al 3N		
$t_{0.25}$	$t_{0.50}$	$t_{0.75}$	$t_{0.25}$	$t_{0.50}$	$t_{0.75}$
~158 kJ/mol	~176 kJ/mol	~189 kJ/mol	~139 kJ/mol	~150 kJ/mol	~158 kJ/mol

4. 결 론

상업용 순도 AA1050(99.5 wt% Al)과 고순도 Al(99.9 wt% Al)을 가지고, 90 % 압하율로 냉간 압연하고 290, 315, 그리고 350 °C에서 어닐링 열처리하여, 경도 측정으로부터 연화 거동을 조사했으며, EBSD 분석에 의한 GOS 값으로부터 재결정 분율을 구함으로써 Al 순도에 따른 재결정 거동을 비교 분석하였다.

1) 어닐링 온도가 높을수록 AA1050에서의 연화 완료가 Al 3N에 비하여 빠른 시간 내에 되며, 연화되는 시간 범위도 AA1050에서 좀 더 좁았다. 경도 측정에 의한 연화 분율은 회복에 의한 경도 감소효과로 인해 재결정 분율과는 일치되지 않았다. 따라서 본 연구와 같이 변형량이 크고 상대적으로 어닐링 온도가 높은 경우에는 재결정 분율을 구하는 데 있어서 경도 측정 방법을 이용하는 것이 적절치 않았다.

2) EBSD 분석에 의한 GOS 값을 이용하는 방법은 재결정 분율을 얻는데 적합했으며, AA1050과 Al 3N의 재결정 거동을 잘 나타내었다. 이 방법에 의해 얻어진 JMAK 식의 n 값은 AA1050에서는 1.2-2.5이었고, Al 3N에서는 1.4-2.1이었으며, 두 재료 모두에서 온도가 증가할수록 커지는 경향을 보였다. 또한, AA1050의 재결정에 대한 $t_{0.5}$ 활성화에너지는 약 176 kJ/mol로서, 냉간 압연한 AA1050에서의 결정립 이동에 대한 활성화에너지와 거의 같았다. 반면에 Al 3N의 재결정에 대한 $t_{0.5}$ 활성화에너지는 약 150 kJ/mol로서, AA1050의 재결정에 대한 $t_{0.5}$ 활성화에너지보다 작았다.

Acknowledgement

This work was supported by the Human Resource Training Program for Regional Innovation and Creativity through the Ministry of Education and National Research Foundation of Korea(NRF-2014H1C1A1066935).

References

1. D. D. L. Chung, *J. Mater. Eng. Perform.*, **9**, 350 (2000).
2. S. Loya and Habibullakhan, *Int. J. Electromag. Appl.*, **6**, 31 (2016).
3. W. C. Liu and J. G. Morris, *Metall. Mater. Trans. A*, **36A**, 2829 (2005).
4. M. Tajally and Z. Huda, *Met. Sci. Heat Treat.*, **53**, 213 (2011).
5. B. Bay and N. Hansen, *Metall. Trans. A*, **10A**, 279 (1979).
6. B. Bay and N. Hansen, *Metall. Trans. A*, **15A**, 287 (1984).

7. H. R. R. Ashtiani and P. Karami, *Model. Numer. Simul. Mater. Sci.*, **5**, 1 (2015).
8. I. Gutierrez, F. R. Castro, J. J. Urcola and M. Fuentes, *Mater. Sci. Eng., A*, **102**, 77 (1988).
9. N. H. Lin, C. P. Chang and P. W. Kao, *Metall. Mater. Trans. A*, **26A**, 2185 (1995).
10. R. A. Vandermeer and D. Juul Jensen, *Texture Microstruct.*, **26-27**, 263 (1996).
11. R. A. Vandermeer and D. Juul Jensen, *Acta Mater.* **49**, 2083 (2001).
12. G. Wu and D. Juul Jensen, *Mater. Sci. Technol.*, **21**, 1407 (2005).
13. E. M. Lauridsen, H. F. Poulsen, S. F. Nielsen and D. Juul Jensen, *Acta Mater.*, **51**, 4423 (2003).
14. S. P. Chen, D. N. Hanlon, S. Van der Zwaag, Y. T. Pei and J. Th. M. Dehossan, *J. Mater. Sci.*, **37**, 989 (2002).
15. S. P. Chen and S. Van der Zwaag, *Metall. Mater. Trans. A*, **37A**, 2859 (2006).
16. O. Engler, H. E. Vatne and E. Nes, *Mater. Sci. Eng.* **A205**, 187 (1996).
17. W. Wang, A. L. Helbert, T. Baudin, F. Brisset and R. Penelle, *Mater. Charact.*, **64**, 1 (2012).
18. R. D. Doherty, I. K. Kashyap and S. Panchanadeeswaran, *Acta metall. mater.*, **41**, 3029 (1993).
19. I. Samajdara, B. Verlindena, L. Rabeta and P. Van Houtte, *Mater. Sci. Eng.*, **A266**, 146 (1999).
20. R. A. Vandermeer, *Metall. Trans.*, **1**, 819 (1970).
21. W. Skrotzki, N. Scheerbaum, C. G. Oertel, H. G. Brokmeier, S. Suwas, L. S. Toth, *Acta Mater.*, **55**, 2211 (2007).
22. U. Koster, *Metal Sci.*, **8**, 151 (1974).
23. M. P. Black and R. L. Higginson, *Scripta. Mater.*, **41**, 125 (1999).
24. J. Tarasiuk, Ph. Gerber and B. Bacroix, *Acta Mater.*, **50**, 1467 (2002).
25. S. Mitsche, P. Poelt and C. Sommitsch, *J. Micro.*, **227**, 267 (2007).
26. J. H. Park, T. H. Ahn, H. S. Choi, J. M. Chung, D. I. Kim, K. H. Oh and H. N. Han, *Microsc. Microanal.* **19**, 21 (2013).
27. J. Huang, W. J. Poole and M. Militzer, *Metall. Mater. Trans. A*, **35A**, 3363 (2004).
28. F. J. Humphreys and M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, 2nd ed., p. 232, ELSEVIER Ltd, Oxford, UK (2004).
29. M. H. Alvi, S. Cheong, H. Weiland and A. D. Rollett, *Proceedings From Materials Solutions Conference 2003: 1st International Symposium on Metallurgical Modeling for Aluminium Alloys*(Pittsburgh, PA, October 2003) p.191.
30. A. D. Rollett, D. J. Srolovitz, R. D. Doherty and M. P. Anderson, *Metall.*, **37**, 627 (1989).