

7075 Al합금의 고온소성 및 조직제어에 관한 연구

고병철 · 전정식 · 이현민 · 최규창* · 유연철
인하대학교 공과대학 금속공학과
*국방과학연구소

A Study on Hot Workability and Microstructural Development of 7075 Al Alloy

Byung Chul Ko, Jeong Sic Jeon, Hyun Min Lee, Kyu Chang Choi, Yeon Chul Yoo
Department of Metallurgical Engineering, Inha University, Inchon, Korea
402-751

* Agency for Defense Development, Seoul, 130-650

ABSTRACT

Hot workability and microstructural development of 7075 Al alloy were studied by hot torsion test. With declining temperature from 440°C to 340°C, and strain rate ranges from 5×10^{-3} /sec to 5×10^{-1} /sec, flow stress and microstructural development were analyzed. The hot restoration mechanism was found to be dynamic recrystallization(DRX) from the analysis of the flow curves and the microstructures. In multistage deformation with decreasing temperature grain refinement was obtained effectively compared to conventional thermomechanical treatment(TMT) process. The strain of the 1st stage deformation at 440°C was found to play an important role for the next stage deformation behavior at 380°C.

1. 서 론

7075 Al 합금은 고강도 및 초소성 특성으로 인해 고속전철이나 항공기 부품 및 방산품재료로 기존의 Ti 합금등의 대체 재료로써 사용이 확대되고 있다¹⁾. 그러나 이 재료는 석출물이나 분산상 및 결정립 구조 등에 따라 고온에서 내식성이 떨어지고 피

로저항이 낮아지므로 이들을 개선할 필요성이 부각되고 있다.

7xxx Al 합금의 기계적 특성 및 초소성 가공성을 향상시키는 방안으로는 가공열처리(TMT : thermomechanical treatment)공정 등을 통한 결정립 미세화 및 석출물제어에 대한 연구가 주로 이루어지고 있다²⁾. TMT를 이용한 조직제어는 석출물 분산상 결정립크기의 변화를 내포하고 있는데³⁾ 기존의 TMT는 시간이 많이 소요되고 장시간의 고온노출로 인해 열처리 중에 입계부식이나 결정립 및 석출물 성장 등으로 성형성과 기계적 특성이 나쁠 것으로 예상된다.

따라서 본 연구에서는 7075 Al 합금을 전형적인 TMT공정으로 고온변형을 하였을 경우와 동적재결정제어를 이용한 다단고온변형(interrupted hot deformation)을 하였을 때의 결정립 크기나 석출물들의 분포 크기 형상 등의 변화를 구명함으로써 고온소성가공성과 동적재결정제어에 따른 결정립미세화 효과를 비교하고자 하였다.

2. 실험 방법

본 연구에 사용된 7075 Al 합금은 직경 30mm의 봉재였으며 직경 10mm 측정부위 20mm의 고체형 비틀림시편으로 기계가공을 하여 기존에 알려진 TMT공정인 용체화처리(490℃, 3시간) 과시효(330℃, 8시간) 온간가공(270℃, 각각 50%, 80% 변형) 재결정처리(480℃, 1시간)을 하고 난 후 340℃에서 $5 \times 10^{-2}/s$ 의 변형속도로 총 변형량이 200%가 되도록 고온비틀림시험을 하였다.

기존의 TMT공정과 비교하기 위하여 용체화처리만을 한 후 급냉하여 고온다단변형 시험을 하였다. 440℃에서 입계변형률(ϵ_c) 전후로 1차변형하고 380℃에서 90~120%를 변형한 후 340℃에서 최종 소성변형하는 소위 3 단계법의 소성공정이었으며 총 변형량은 200%로 조절하였다.

가열장치는 급열 급냉 균일가열이 가능한 적외선반사로(infrared furnace)를 사용하였으며 연속비틀림시험 후 얻은 비틀림모멘트(M)와 비틀림각(θ)은 Fields와 Backofen이 제시한 식⁴⁾과 Von Mises항복조건⁵⁾을 이용하여 유효응력(σ)과 유효변형률(ϵ)로 변환하였다. 변형조직관찰은 기계적 연마 후 Keller시약으로 부식하여 광학현미경 및 주사전자현미경(SEM)으로 관찰하였다. TEM박판시편제작은 부식액 HNO₃ : CH₃OH 을 1 : 3의 비율로 혼합한 용액내에 -20℃, 90mA의 조건으로 jet thinning하였다.

3. 실험결과 및 고찰

고온 유동곡선

그림 1은 7075 Al 합금을 일정변형속도($5 \times 10^{-2}/s$)에서 고온비틀림시험하여 얻은 비

틀림모멘트와 비틀림각을 이용하여 유효응력과 유효변형률의 관계로 나타낸 것이다. TMT공정 및 연속변형시의 유동응력 변화는 변형량 증가에 따라 최대응력을 보인 후 완만한 경사를 보이는 전형적인 동적재결정곡선을 각각 보여주고 있다.

본 실험에서 채택한 용체화처리 후 고온연속변형(high temperature continuous deformation)만을 하였을 때의 최대응력값은 기존의 TMT공정을 거친 것과 비슷하게 나타나고 있다. 뿐만아니라 최대응력 및 정상상태 응력에 이르는 변형률은 온도가 높을수록 작아지고 있는데(그림 2) 이는 고온변형시 연화(softening)가 열적활성화 정도인 Arrhenius 항, $\exp(-Q/RT)$ 에 의존하므로 고온일수록 변형으로 축적되는 에너지는 작지만 열적활성화가 가속되므로 연화가 빨리 진행된다는 이론으로 설명할 수 있다⁶⁾. TMT공정중에 변형을 온간가공(warm working)법으로 80%하였을 때가 응력수준이 제일 높았으며 특히 기존의 TMT처리와 본 실험의 용체화처리만을 한 시편의 피크변형률(ϵ_p)을 비교하면 전자($\epsilon_p \approx 10\%$)의 경우가 후자($\epsilon_p \approx 60\%$)의 경우보다 훨씬 작았는데 이는 TMT처리과정에서 발생한 석출물들이 동적재결정을 빨리 유발했기 때문이라고 판단된다. 이와 같은 결과로 미루어 기존의 TMT처리를 한 시료는 동적재결정이 빠른 시간내에 이루어진다고 볼 수 있다.

그림 1에서 얻은 유동곡선의 340°C, 380°C, 440°C 조건을 100%의 변형률까지만을 확대하여 그림 2에 나타내었다. 피크변형률(peak strain for dynamic recrystallization) 및 동적재결정에 필요한 임계변형률(critical strain for dynamic recrystallization)은 가공경화속도(θ)와 유효응력(σ)과의 관계식⁷⁾에서 구하였으며 그림 3은 $\theta - \sigma$ 곡선들로서 동적재결정에 필요한 임계변형률과 피크변형률은 $\epsilon_c \approx 0.66 \epsilon_p$ 의 관계로 나타났다. 이처럼 피크변형률(ϵ_p) 또는 임계변형률(ϵ_c)은 온도 및 변형속도가 달라지면 차이가 나므로 ϵ_c 를 얼마로 결정하는 가는 재료의 기계적 특성 향상 관점에서 중요하다고 볼 수 있다. 기존에 발표된 바⁸⁾에 의하면 ϵ_c 를 초과한 변형을 가했을 때 결정립이 미세화되고 기계적 특성치도 높아진다고 하였는데 본 연구 결과도 이와 동일하게 나타났다.

다단변형

TMT공정²⁾ 과 동적재결정제어를 한 시편의 고온소성유동곡선을 비교하기 위하여 연속변형조건에서 얻은 결과를 바탕으로 동적재결정에 필요한 임계변형률 전후로 초기변형량을 달리하여 감온다단변형(multistage deformation with declining temperature)을 하여 얻은 결과를 그림 4에 나타내었다.

440°C에서 1 단계 변형을 각각 0.2 와 0.5 로 하였을 때 1 단계의 유동응력은 비슷하나 이어지는 2 단계 및 3 단계 유동곡선은 변형률을 0.5 로 했을 때가 0.2 의 경우보다 높은 수준으로 나타났으며 피크변형률도 빨리 나타났다. 이것은 초기변형률 0.5

는 ε_c 를 초과하였기 때문에 동적재결정이 빨리 이루어졌고 이 때문에 미세한 결정립이 얻어져서 정적(static recrystallization) 및 준동적재결정(metadynamic recrystallization)이 일어날 확률이 더 커졌기 때문이다.

2 단계변형 후 최종단계에서 응력값은 유지시간이 10분까지는 증가하지만 유지시간이 30분이 되면 10분인 경우보다 감소하거나 또는 거의 같은 값을 유지하였다. 이러한 응력의 차이는 유지시간이 짧으면 동적재결정입계에서부터 정적재결정의 발생이 용이해지므로 결정립이 미세화되고 여기에 석출에 따른 강화효과가 더해졌기 때문이며, 유지시간이 30분 이상 시간이 길어지면 정적재결정 후 결정립 성장이나 석출물의 조대화가 이루어졌기 때문이다.

변형조직

TMT처리후 고온연속변형을 한 경우와 동적재결정제어를 이용한 고온다단변형만의 각각의 조직을 비교하여 사진 1에 나타내었다. 사진 1은 감온다단변형시의 조직이 TMT처리후 변형한 결정립보다 더 미세하며 연신된 결정립은 관찰되지 않았고 등축정의 결정립을 관찰할 수 있는데 이는 동적재결정에 따른 효과라 판단된다. 아울러 입계주위의 공동(void) 형성정도는 TMT를 한 경우가 더욱 많이 형성되어 있고 그 크기도 크게 나타났다. 그 이유는 기존의 TMT로 고온변형을 하면 결정립이 길게 연신되며 석출물의 크기는 $0.3 \mu\text{m}$ 정도 나타나는 반면 다단변형을 하면 등축정의 결정립이 얻어지고 석출물이 $2\mu\text{m}$ 정도여서, 공동형성에는 길게 연신된 결정립과 미세한 석출물이 더 큰 역할을 하였기 때문이라고 판단된다.

TMT처리후 고온변형한 시료의 TEM조직을 사진 2에 나타내었는데 특히 η' 상으로 판단되는 작고 등근형상의 석출물이 입계와 입내에 분산되어 있었다. 따라서 이 석출물은 크기가 $0.3\mu\text{m}$ 정도로 작기 때문에 강도증가 효과는 크게 나타나지 못하고 있다고 판단된다. 그리고 TMT 공정중에 온간가공량을 80%로 주었을때가 50%로 주었을 때보다 석출물이 많이 나타나고 있으며 이를 다단변형시와 비교하면 다단변형시 3 단계에서 유지시간을 주지 않은 경우와 비슷한 석출물 분포를 나타내었다(사진 3(a)). 그러나 다단변형시 유지시간에 따른 미세조직은 최종 변형전 유지시간이 길어질수록 입계보다는 입내에 η 상으로 알려진²⁾ 침상형태의 석출물을 많이 관찰 할 수 있었고 이러한 새로운 시효석출상의 증가는 고온변형시 전위와 반응하여 상당한 고착(locking)효과를 유발하여 유동응력을 증가시킴과 동시에 결정립미세화에 기여한다고 판단된다.

감온다단변형시 마지막 단계 변형전 유지시간이 10분인 경우 초기변형량에 따른 석출상의 크기는 초기변형량이 0.2 인 경우가 초기변형량을 0.5 로 하였을 경우보다 미세한 석출상이 나타났다(사진 4). 이러한 결과는 기존의 합금계에서 발견되는 변형유

기석출(strain induced precipitation)현상과 일치하는 것이다⁹⁾.

석출상의 크기가 어느 크기이상으로 되면 고온변형시 강도증가에는 효과적인 영향을 주지만 기지재료와의 계면특성에는 오히려 나쁜 영향을 줄 것으로 판단된다. 사진 5, 6에서 알 수 있듯이, 다단변형시 2 단계 변형 후 유지시간에 따른 조직을 1 단계 변형량에 따라 관찰한 것으로 석출상의 분산정도는 유지시간이 10분일 때가 가장 양호하며 유지시간이 길어질수록 석출분산상의 크기가 커졌고 이들 분산상 주위에서는 공동(void)도 일부 발생하고 있음을 알 수 있었다. 또한 초기 변형량을 0.5 로 하여 다단변형을 하였을 때가(사진 6) 0.2 로 하여 다단변형을 하였을 때보다(사진 5) 같은 유지시간에서 분산상의 크기도 크고 분산상 주위의 공동현상도 더 심하게 나타났다. 따라서 7075 Al 합금의 다단 고온변형은 첫 단계에서 440℃이하에서 임계변형률을 초과하는 변형을 해주면 결정립은 작아지는 반면 석출물은 다소 커지는 경향이 있다. 뿐만아니라 최종단계에서 석출물효과를 얻기 위한 열처리 유지시간의 장단도 이 재료의 고온강도를 결정하는 주요한 요소가 되었다. 즉 열처리 시간을 10분 이내로 한 경우가 석출물의 종류($\eta' + \eta$ 상) 분포 크기에서 가장 적절하였다.

이와 같이 7075 Al 합금을 동적재결정제어와 함께 변형전 최종단계에서 인공시효 석출 및 정적재결정을 유도하는 즉 감온하의 고온소성변형을 하는 경우가 기존의 TMT 공정으로 하는 경우보다 미세조직제어에 더욱 유리하다고 판단되며 결정립의 연신에 따른 공동현상을 줄여서 여기에 발생하는 부식현상도 억제할 수 있을 것으로 판단된다.

4. 결 론

7075 Al 합금의 결정립 미세화에 미치는 감온다단변형조건과 TMT를 한 경우의 고온변형특성을 연구한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 7075 Al 합금의 고온연화기구는 동적재결정으로써 감온다단변형시 결정립은 등축정을 이루었으며 석출물제어가 효과적이었다.
2. 감온다단변형시 초기 변형량을 임계변형률(ϵ_c)보다 크게 하고 최종변형단계전에 시효를 하면 이어지는 고온소성변형에서 결정립은 미세화되고 석출 및 정적재결정이 복합적으로 이루어져 기존의 TMT공정을 이용한 경우보다 조직이 미세화되었다.
3. TMT처리후 고온변형을 하면 다단변형할 때 보다 길게 연신된 결정립계에서 공동발생이 많았다.

후기

본 연구는 1995년도 인하대학교 R.A 연구비지원으로 수행되었으며 이에 감사드립니다.

6. 참고 문헌

1. I.J. Polmear, 1989 : "Metallurgy and Materials Science", Light Alloys, RWK Honeycombe and P Hancock(Eds), 104
2. H.N. Azri, G.S. Murty, and G.S. Upadhyaya, 1994 : "Superplastic Behavior of Thermomechanically Treated P/M 7091 Aluminum Alloy", Metall. Trans., Vol. 25A, 2153
3. D. Nguyen, A. W. Thompson and I. M. Bernstein, 1987 : "Microstructural Effects on Hydrogen Embrittlement in a Purity 7075 Aluminum Alloy", Acta metall., Vol. 35, No. 10, 2417
4. D. S. Fields and W. A. Backofen, 1959 : "Strain Hardening in Aluminum Alloys", TRANS. ASM, Vol. 51, 946
5. 이동녕, 1993 : 소성가공학, 문운당, 65
6. Ryan, N.D., McQueen, H.J. and Evangelista, 1986 : "Annealing Processes, Recovery, Recrystallization and Grain Growth", N. Hansen et al(Eds), Riso Natl Lab., Roskilde, Denmark, 527
7. N. D. Ryan and H. J. McQueen, 1990 : "Work Hardening, Strength and Ductility in the Hot Working of 304 Austenitic Stainless Steel", High Temperature Technol. Vol. 8, 27
8. 장병록, 유연철, 1993 : "The Effect of Dynamic Recrystallization in the Hot Multistage Deformation of V-microalloyed Structural Steel", JIMIS-7, The Japan Institute of Metals, 409
9. B. Dutta, E. Valdes and C. M. Sellars, 1992 : "Mechanism and Kinetics of Strain Induced Precipitation of Nb(C,N) in Austenite", Acta metall., Vol. 40, 653
10. J. Waldman, H. Sulinski and H. Markus, 1974 : "The Effect of Ingot Processing Treatments on the Grain Size and Properties of Al Alloy 7075", Metall. Trans., Vol. 5, 573

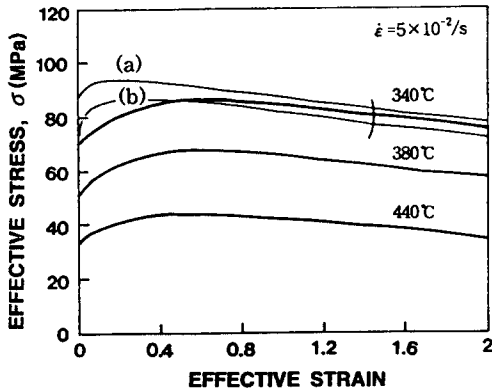


Fig. 1 . Representative of hot deformed flow curves at a strain rate $\dot{\epsilon} = 5 \times 10^{-2}/\text{sec}$, for 7075 Al alloy
 (—) : after only solution treatment ;
 (—) : after thermomechanical treatment
 (a) 80% warm rolling (b) 50% warm rolling

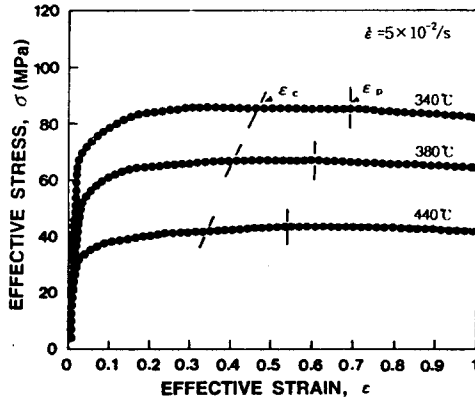


Fig. 2 . Enlarged flow curves obtained from Fig. 1 .

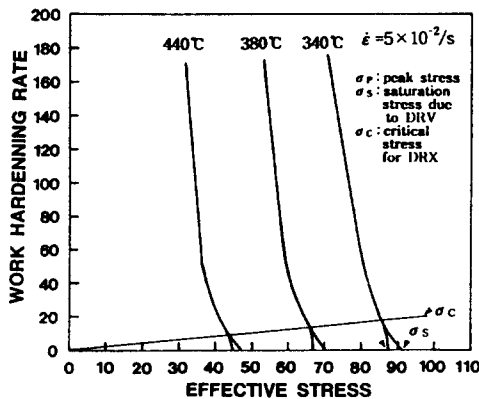


Fig. 3 . Relationships between work hardening rate(θ) and effective stress(σ).

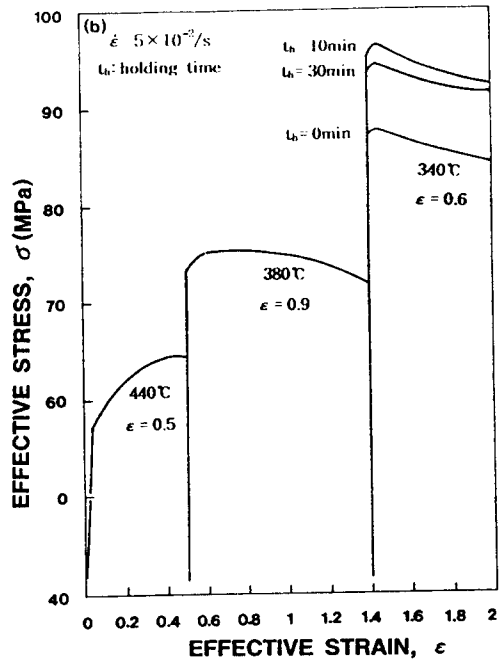
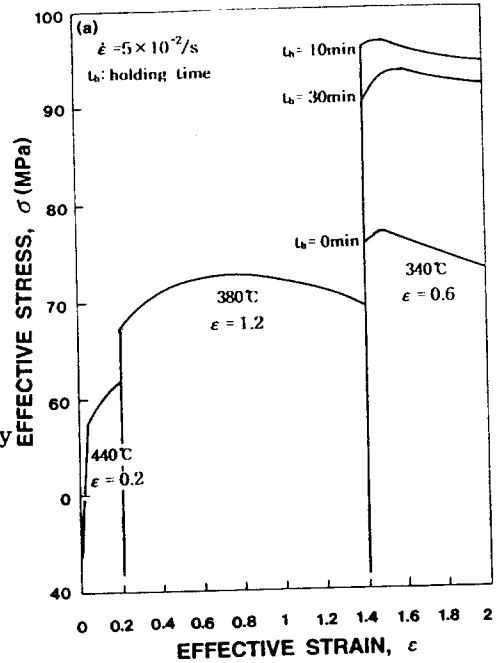


Fig. 4 . Interrupted stress-strain curves for 7075 Al alloy with declining temperature from 440°C to 340°C.

- (a) 1st: $\epsilon = 0.2$, 440°C, 2nd: $\epsilon = 1.2$, 380°C, 3rd: $\epsilon = 0.6$, 340°C
 (b) 1st: $\epsilon = 0.5$, 440°C, 2nd: $\epsilon = 0.9$, 380°C, 3rd: $\epsilon = 0.6$, 340°C

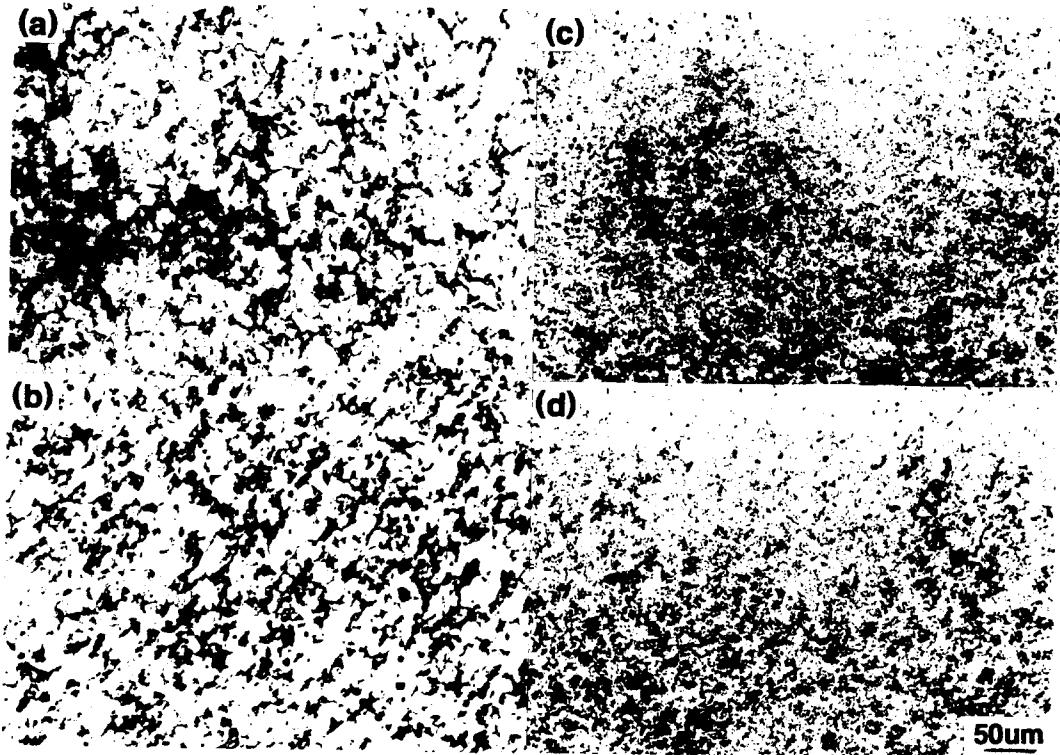


Photo. 1 . Optical micrographs of hot deformed 7075 Al alloy
 (a) after thermomechanical treatment (80% warm rolling)
 (b) after thermomechanical treatment (50% warm rolling)
 (c) after 3rd step deformation (1st : $\epsilon = 0.2$, 10min holding time)
 (d) after 3rd step deformation (1st : $\epsilon = 0.5$, 10min holding time)

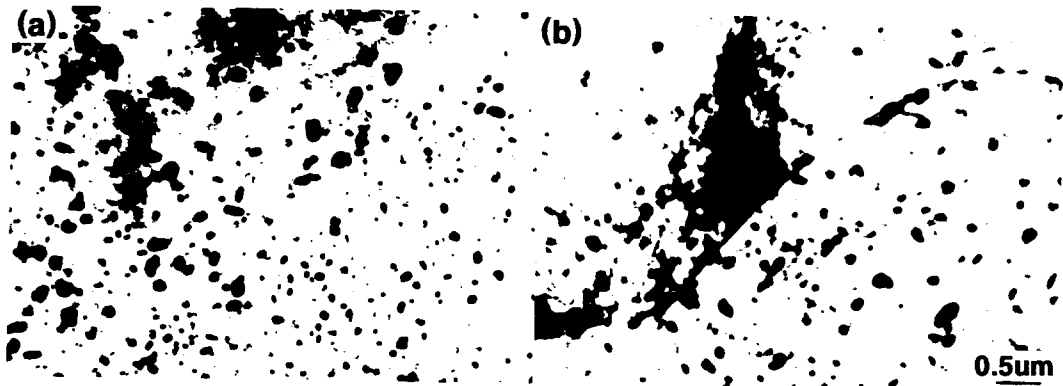


Photo. 2 . TEM micrographs of hot deformed 7075 Al alloy
 (deformation condition ; 340°C , $5 \times 10^{-2}/\text{s}$)
 (a) after thermomechanical treatment (80% warm rolling)
 (b) after thermomechanical treatment (50% warm rolling)

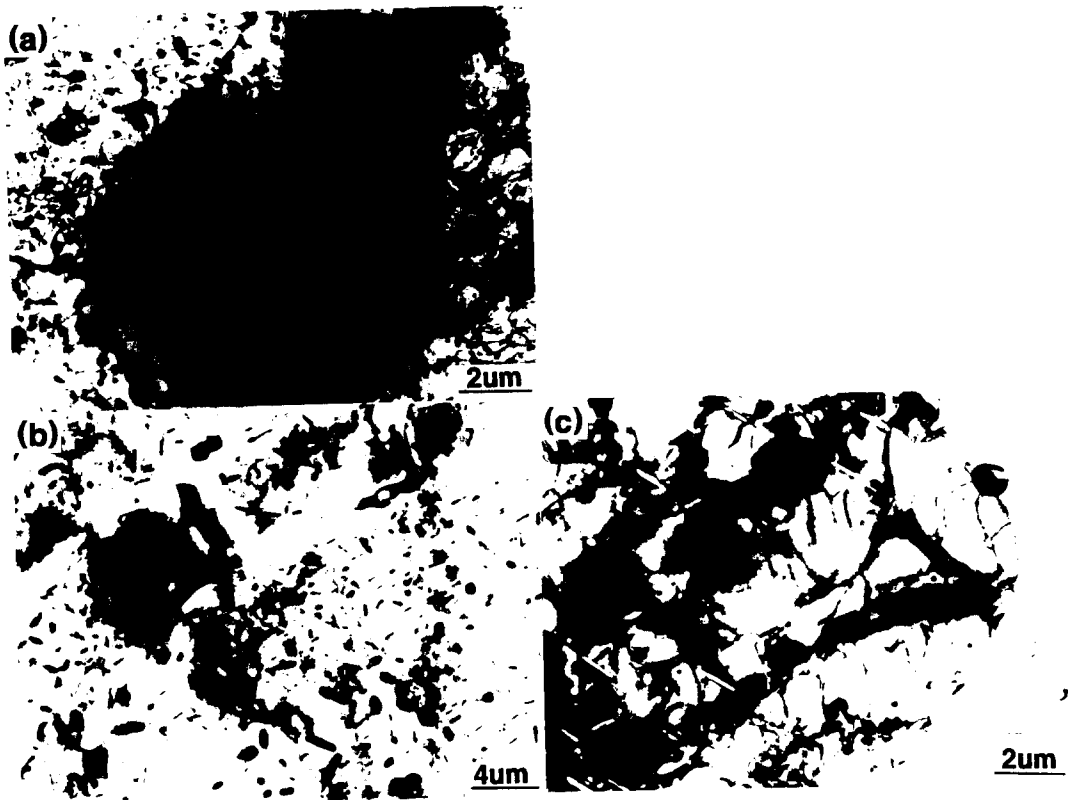


Photo. 3 . TEM micrographs of hot deformed 7075 Al alloy
 (deformation condition ; 340°C, 5×10^{-2} /s)
 (a) after 3rd step deformation(1st $\epsilon = 0.2$; 0 min holding time)
 (b) after 3rd step deformation(1st $\epsilon = 0.2$; 10 min holding time)
 (c) after 3rd step deformation(1st $\epsilon = 0.2$; 30 min holding time)

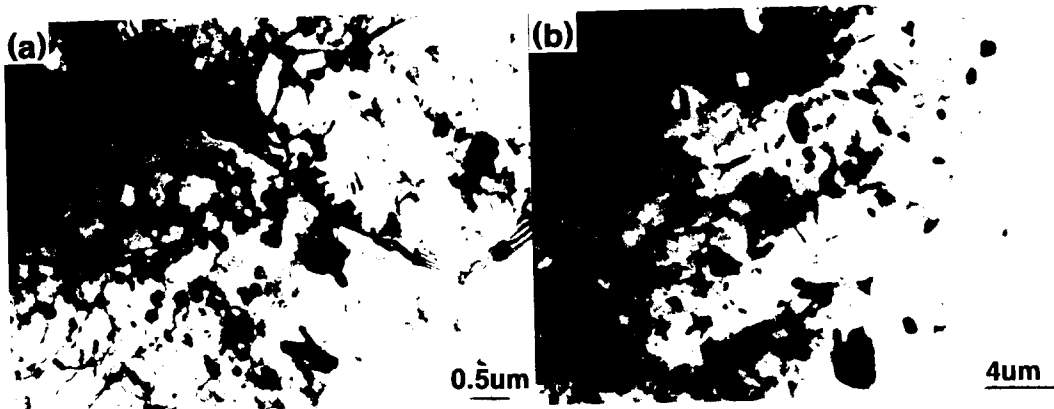


Photo. 4 . TEM micrographs of hot deformed 7075 Al alloy
 (deformation condition ; 340°C, 5×10^{-2} /s)
 (a) after 3rd step deformation(1st $\epsilon = 0.2$; 10 min holding time)
 (b) after 3rd step deformation(1st $\epsilon = 0.5$; 10 min holding time)

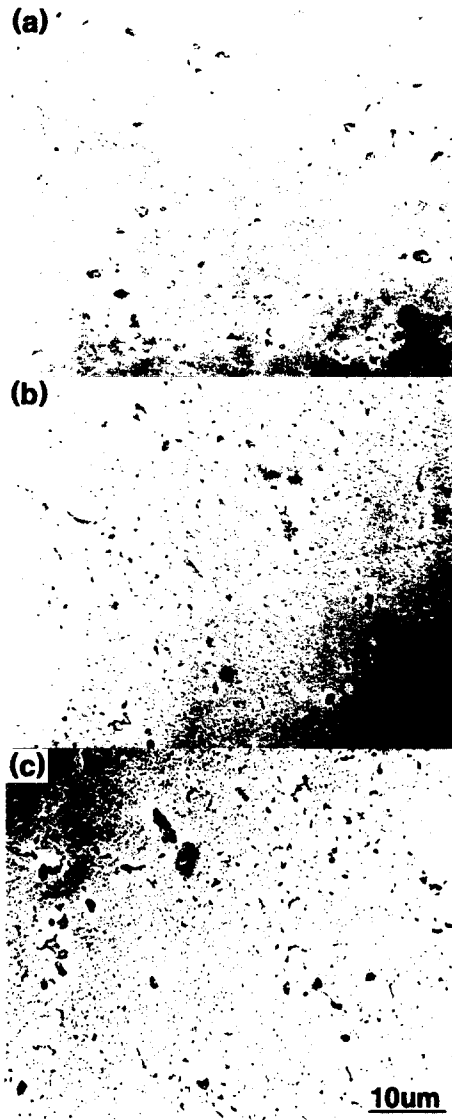


Photo. 5 . SEM microstructures produced with delay time before 3rd step deformation.
 (deformation condition ; 1st : $\epsilon = 0.2$,
 440°C, 2nd : $\epsilon = 1.2$, 380°C, 3rd : $\epsilon = 0.6$, 340°C)
 (a) 0min (b) 10min (c) 30min

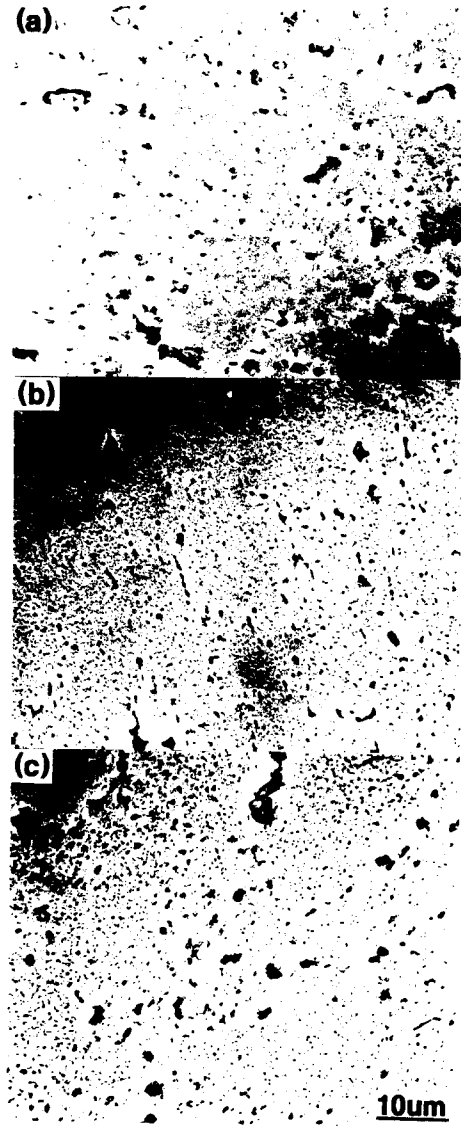


Photo. 6 . SEM microstructures produced with delay time before 3rd step deformation.
 (deformation condition ; 1st : $\epsilon = 0.5$,
 440°C, 2nd : $\epsilon = 0.9$, 380°C, 3rd : $\epsilon = 0.6$, 340°C)
 (a) 0min (b) 10min (c) 30min