

ECAP 가공된 초미세 결정립 Al-4.4%Mg 합금의 동적 변형 및 파괴거동에 미치는 후-열처리 온도의 영향

김양곤¹, 고영건², 신동혁³, 이종수¹, 이성학[#]

Effect of Subsequent Annealing Temperature on Dynamic Deformation and Fracture Behavior of Submicrocrystalline Al-4.4%Mg Alloy *via* Equal-Channel Angular Pressing

Y. G. Kim, Y. G. Ko, D. H. Shin, C. S. Lee, S. Lee

Abstract

The influence of subsequent annealing treatment on the dynamic deformation and the fracture behavior of submicrocrystalline Al-4.4%Mg alloy is investigated in this study. After inducing an effective strain of 8 *via* equal-channel angular pressing at 200 °C, most of the grains are considerably reduced to nearly equiaxed grains of 0.3 μm in size. With an increment of various subsequent heat treatments for 1 hour, resultant microstructures are found to be fairly stable at temperatures up to 200 °C, suggesting that static recovery will be dominantly operative, whereas grain growth is pronounced above 250 °C. The results of tensile tests show that yield and ultimate tensile strength decrease, but elongation-to-failure and strain hardening rate increase with an increase in annealing temperatures. The dynamic deformation and the fracture behavior retrieved with a series of torsional tests are explored with respect to annealed microstructures. Such mechanical response is analyzed in relation to resultant microstructure and fracture mode.

Key Words : Al-4.4%Mg alloy; submicrocrystalline; annealing; torsional test

1. 서론

ECAP(equal-channel angular pressing)[1] 가공법은 변형량과 제조경로에 따라 초미세 결정립을 효과적으로 제어할 수 있다. 일반적으로 초미세 결정립 재료는 기존의 조대한 결정립 재료에 비해 상대적으로 높은 항복 및 인장 강도를 보이지만[2], 결정립뿐만 아니라 결정립계에 많은 전위를 포함하고 있기 때문에 상온 연신율과 가공경화능이 낮다고 보고된 바 있다[3].

때문에 ECAP 가공 후 열처리를 하여 이중(bimodal grain size distribution)의 미세조직을 형성하여 기계적 물성을 향상시키고자 하는 연구가 주목

받고 있으며, 이를 통해 강도와 연신율이 동시에 효과적으로 증가하였다는 보고가 있다[3]. 이들로 부터 적절한 후-열처리를 통해 형성된 이중의 미세조직이 초미세 결정립 재료의 기계적 물성을 향상시키는 데 효과적임을 알 수 있다. 하지만 이러한 연구는 대부분이 정적 및 준정적 하중 하에서 주로 설명하고 있으며, 동적 하중과 같은 극심한 조건에서의 변형 및 파괴특성에 관한 연구는 아직 부족하다. 동적 하중 하에서는 변형 및 파괴에 대한 저항성이 일반적으로 낮아지므로[4], 소재의 적용에 앞서 동적 변형 및 파괴현상에 관해서 연구되어야 할 것이다.

본 연구에서는 ECAP으로 초미세립화된 상용 알

1. 포항공과대학교 신소재공학과

2. 메사추세츠 공과대학 재료공학과

3. 한양대학교 금속재료공학과

교신저자: 포항공과대학교 신소재공학과,
shlee@postech.ac.kr

루미늄 합금을 다양한 온도에서 후-열처리하여 인장 및 동적 비틀림 시험을 하였으며, 변형된 미세조직과 파면을 관찰하여 후-열처리 온도에 따른 인장성질 및 동적 변형특성, 단열성 전단밴드(adiabatic shear band)의 생성 가능성 등에 대해서 살펴 보았다.

2. 실험방법

본 연구에서 사용된 재료는 상용 5083 Al 합금으로, 조성은 4.4%Mg-0.7%Mn-0.15%Cr-Al(wt.%)이며 대표적인 가공 경화성 소재이다. 초기 소재의 결정립 크기는 약 30 μm 이다. 이를 직경 17.5 mm, 길이 125 mm의 봉상 시편으로 가공한 후 200 $^{\circ}\text{C}$ 에서 가공 사이에 90 $^{\circ}$ 회전되는 루트(route) B_C 방법으로 8 회의 ECAP 가공을 실행하였다[5]. 그 후 200, 250 그리고 300 $^{\circ}\text{C}$ 의 온도에서 각각 1시간 후-열처리하여 열처리하지 않은 시편을 포함하여 총 4종의 시편을 제조하였다.

제조된 시편의 미세조직을 관찰하고, 표점거리 25 mm, 게이지 폭 6 mm, 게이지 두께 2 mm의 판상 인장시편을 가공하여 10⁻³ s⁻¹의 변형속도로 상온에서 인장 시험하였다.

동적 비틀림 시험에 사용된 시편은 ECAP 압출 방향에 평행한 방향으로 표점거리 2.5 mm, 두께 280 μm 의 얇은 관 형태로 제작하였다. 동적 비틀림 시험장치는 지름이 25.4 mm이고 길이가 2 m인 한 쌍의 2024 알루미늄 봉으로 구성되어 있다[6]. 시험과정의 전단변형속도(shear strain rate)는 약 1200 s⁻¹이었으며, 상온에서 수행하였다. 동적 비틀림 시험 후 시편의 변형 및 파괴 양상을 조사하기 위하여 파괴된 시편의 파면과 변형부위를 주사 전자현미경(SEM)으로 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 미세조직의 변화

그림 1(a)-(d)는 8 회 ECAP 가공한 시편(이하 as-pressed)과 이를 200, 250 그리고 300 $^{\circ}\text{C}$ 에서 1시간 동안 후-열처리한 시편들의 미세조직 사진이다. 우선, As-pressed 시편을 보면, ECAP을 통해 초기 결정립 크기를 마이크로 미터 수준 이하(0.3 μm)로 제어할 수 있었다(그림 1(a)). 또한, 심한 소성가공으로 미세조직 전반에 많은 양의 전위가 관찰되었다. 높은 전위밀도는 결정립 미세화에 중요한 역할

을 하는 것으로, Valiev등[1]은 ECAP 가공에 의한 결정립 미세화 기구는 전위 생성과 이들의 상호작용에 의해 셀 혹은 아결정립이 발생하고 더 많은 가공량을 부과함에 따라 결정립계 특성이 저각각에서 고각각 변화한다고 하였다. 이는 회절점들이 분산되어 원형의 형상을 나타내는 제한시야 회절도형(selected-area diffraction pattern)의 결과와 잘 일치한다(그림 1(a)). 또한, 대부분의 결정립계가 불명확 하였는데, 입계 주변의 격자들이 심하게 뒤틀려 있는 것으로 비평형 입계는 상대적으로 낮은 온도에서도 심한 결정립의 성장이 발생하므로[7], 후-열처리 과정은 내부에 잔존한 응력을 풀어주는 데 필요하다.

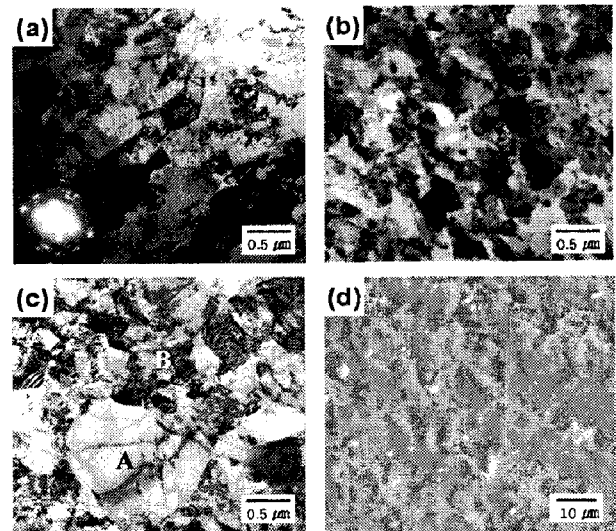


Fig. 1 SEM and TEM micrographs and SADP of the Al alloys: (a) as-pressed and annealed samples at (b) 200, (c) 250 and (d) 300 $^{\circ}\text{C}$. 'A' and 'B' indicate the coarse and the ultrafine grains, respectively.

200 $^{\circ}\text{C}$ 에서 열처리한 시편은 as-pressed 시편과 비슷한 미세한 결정립으로 이루어져 있다(그림 1(b)). 하지만 내부의 전위량은 상대적으로 줄었다. 본 온도 조건에서는 전위의 이동만 발생하는 회복이 주된 기구이기 때문이다. 한편, 250 $^{\circ}\text{C}$ 에서 열처리한 미세조직은 미세한 결정립과 일부 조대한 결정립으로 이루어져 있다(그림 1(c)). Wang등[3]의 보고에 의하면, 이는 이중 결정립(bimodal grain size distribution) 조직으로 우수한 기계적 물성을 갖는다고 알려져 있다. 마지막으로, 300 $^{\circ}\text{C}$ 에서 열처리한 시편의 경우 대부분의 결정립은 5 μm 이상의 조대한 결정립으로 급격한 결정립 성장이 발생하였음을 알 수 있다(그림 1(d)).

3.2 상온 인장 특성

상온인장시험으로부터 측정된 여러 값들을 표 1에 나타내었다. 상온 인장시험의 결과를 보면 as-pressed 시편의 항복 및 인장강도 값은 각각 360 MPa, 395 MPa로 비교적 높은 값을 보이지만 연신율은 18 %로 낮으며, 특히 항복비는 0.91의 높은 값으로 항복점을 거친 이후 가공경화가 매우 적게 일어난 것을 알 수 있다. Valiev [8] 등은 armco iron의 인장실험을 통하여 이러한 가공 경화능의 특이성은 초미세 결정립 재료에서 미세한 결정립 크기로 인한 전위의 평균 자유거리(mean free path)의 감소 때문이라고 설명하였다. 이러한 가공 경화능의 감소는 가공성과 내구성의 측면에서 좋지 않은 영향을 미친다. 한편, 열처리 온도가 증가함에 따라 인장 및 항복강도가 줄어드는 반면 연신율과 가공 경화능은 증가하였다. 이러한 기계적 물성의 변화는 열처리 과정 중 발생하는 회복에 의한 전위량의 감소와 재결정 및 결정립 성장에 의한 것으로 결정립이 재결정된 후 성장하여 전위원(dislocation source)의 크기가 커졌고 전위의 평균자유거리가 증가하기 때문이며[9], 이는 앞서 살펴본 미세조직의 변화와도 잘 일치한다.

Table 1 Room-temperature tensile properties of submicrocrystalline Al alloy.

Sample	Yield strength (MPa)	Ultimate tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Yield ratio*
As-pressed	360	395	18	0.91
200 °C annealed	311	381	24	0.82
250 °C annealed	262	337	37	0.78
300 °C annealed	179	325	49	0.55

* Yield ratio = yield strength/ultimate tensile strength

3.3 동적 변형 및 파괴 특성

동적 비틀림 시험으로부터 얻은 전단응력-전단변형을 곡선을 그림 2에 나타내었다. 후-열처리 온도의 증가에 따라 최대 전단응력값은 인장시험의 경우와 비슷하게 줄어들었다. 이에 따른 전단 변형율 또한 증가하는 경향을 보였지만, 인장 실험의 결과와는 달리 최대 전단 응력점에서의 전단 변형율과 파괴 전단 변형율이 250 °C 열처리 이후에 큰 증가를 보이고, 300 °C 열처리 이후 오히려 약간 줄어들었다. 250 °C 열처리 조건에서 가장 우수한 파괴 전

단 변형율을 보였는데, 열처리로 내부 전위의 감소와 함께 결정립계가 평형상태가 되어감에 따라 전단 변형특성이 향상되었기 때문이다. 또한, 250 °C 열처리에서 형성된 일부 조대한 결정립과 초미세 결정립의 조합으로 인한 이중의 결정립의 효과로, 초미세 결정립에 의해 재료의 강도는 높은 상태로 일부 조대한 결정립에 의해 균일한 연신율을 가지기 때문이다. 이전의 연구결과[3]에서도 초미세 결정립을 갖는 순-구리에 열처리를 실행하여 제어한 이중 결정립 조직에서 상당히 높은 강도와 연성을 함께 얻은 바 있으며, 본 연구에서도 이중의 결정립의 미세조직을 가지는 250 °C의 시편이 우수한 강도와 변형특성을 보이고 있다.

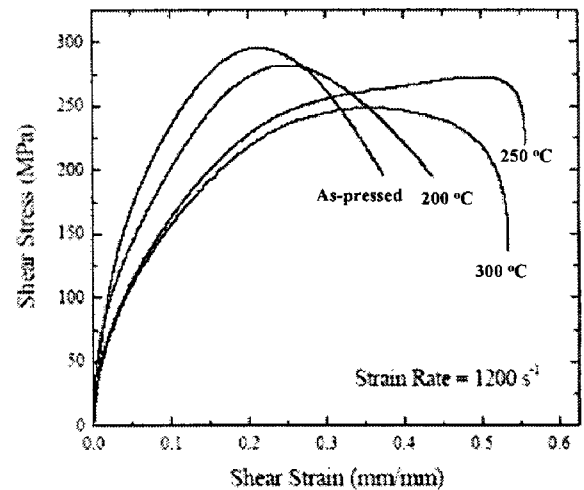


Fig. 2 Shear stress-shear strain curves obtained from the room-temperature dynamic torsional tests.

동적 파괴된 시편의 파면을 그림 3(a)-(d)에 나타내었다. 모두 덩플 형태의 파면을 보이고 있어 연성파괴가 일어난 것을 알 수 있다. 덩플의 크기는 결정립의 크기와 대체적으로 유사하였다. 이러한 덩플의 크기는 결정립계나 삼중점(triple junction)과 같은 덩플의 시작점에 의해 많은 영향을 받기 때문이다[10]. as-pressed 시편과 200 °C 열처리한 시편의 덩플의 크기가 250 °C 와 300 °C에서의 크기보다 더 작았지만 후자의 경우가 더 좋은 전단 변형 특성을 보였고, 이는 후자의 경우 대부분의 결정립이 연성 파괴에서 덩플을 형성하였으나 전자의 경우에는 파면의 일부 영역에서 벽개 파괴와 같은 평활한 파면을 형성하여 일부 결정립들이 연성 파괴의 전파에서 파괴 전파의 저항점으로 작용하지 않았기 때문에 더 작은 덩플을 가지는 파면을 보임에도 불구하고 더 낮은 연신율을 보인 것이다.

불명확한 결정립계들이 열처리온도가 높아짐에 따라 더욱 명확해지며 이에 따라 연신율 또한 증가하였다[7]. 특히 250 °C에서 열처리한 시편의 파면(그림3(c))은 작은 크기의 덩플과 큰 크기의 덩플 파면이 함께 나타나고 있고, 다른 파면에 비해 더욱 복잡하고 깊은 덩플로 이루어져 있다.

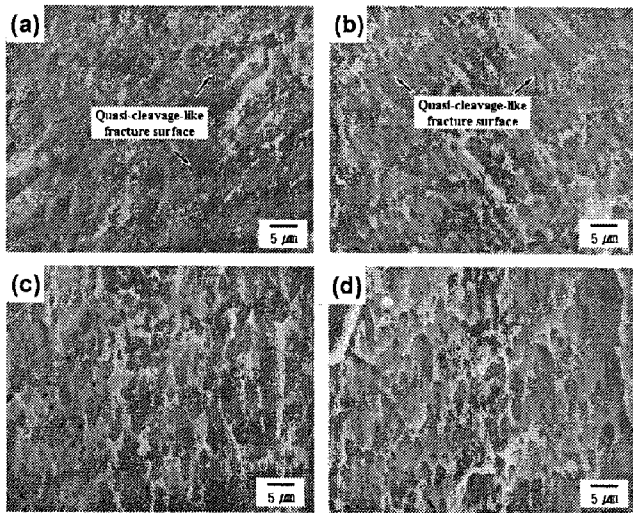


Fig. 3 SEM fractographs of the dynamically fractured specimens: (a) as-pressed and annealed samples at (b) 200, (c) 250 and (d) 300 °C.

모든 시편에서 전체적으로 균일한 변형을 보이며 일반적인 파괴기구라고 알려진 단열성 전단밴드는 관찰되지 않았다. 본 연구의 시편의 경우 어느 정도의 가공경화를 보이고 있으며 실험의 조건에서 약 50 °C의 온도증가가 예상되어[11], 비교적 높은 열전도도 때문에 소재가 열적으로 연화되기에 충분한 온도상승이 되지 못한 것으로 보인다. 이러한 이유들로 인하여 변형과정에서 열적연화효과의 우세에 의한 단열성 전단밴드가 형성되기 이전에 시편이 파괴된 것으로 생각된다.

4. 결론

1) 8 회 ECAP가공된 Al-4.4%Mg 합금의 미세조직을 관찰한 결과 약 0.3 μm의 크기로 결정립이 미세화되었으며 250 °C의 열처리 후에는 초미세 결정립과 약 1.5 μm 크기의 전위가 없는 결정립으로 이루어져 이중의 결정립 크기를 가지는 미세조직을 형성하였다.

2) ECAP 가공된 재료의 인장시험결과 비교적 높은 항복 및 인장강도를 보였지만, 연신율의 경우

낮게 나타났다. 열처리온도가 증가함에 따라 항복 및 인장강도는 감소하였지만, 연신율과 가공 경화능은 증가하였다.

3) 동적 비틀림 실험결과 250 °C 열처리한 시편은 두 가지 크기의 결정립으로 인해 비교적 좋은 전단 강도와 연신율을 보였으며, 파면은 결정립의 크기와 유사한 크기의 덩플들로 이루어진 연성파면을 보였다. 4종의 시편 모두에서 단열성 전단 밴드는 형성되지 않았다.

후 기

본 연구는 과학기술부 국가지정연구실 사업(M10400000361-06J0000-36110)과 과학기술부 21 세기 프론티어 연구개발 사업인 나노소재 기술개발 사업단의 지원(06K1501-00220) 그리고 2007 년 교육인적자원부의 재원으로 한국학술진흥재단의 지원(KRF-2007-357-D00136)으로 이루어졌으며, 이에 감사 드립니다.

참 고 문 헌

- [1] R.Z. Valiev, and T.G. Langdon, *Prog. Mater. Sci.* **51**, 881 (2006).
- [2] C.C. Koch, D.G. Morris, K. Lu, and A. Inoue, *Mater. Res. Soc. Bull.* **24**, 54 (1999).
- [3] Y. Wang, M. Chen, F. Zhou, and E. Ma, *Nature* **419**, 912 (2002).
- [4] C.G. Lee, K.J. Kim, S. Lee, and K. Cho, *Metall. Trans. A*, **29A**, 469 (1998).
- [5] Y.G. Ko, D.H. Shin, K.T. Park, and C.S. Lee, *Mater. Sci. Eng.* **A449-451**, 756 (2007).
- [6] B. Hwang, H.S. Lee, Y.G. Kim, S. Lee, B.D. Ahn, D.H. Shin, and C.G. Lee, *Metall. Mater. Trans. A*, **36A**, 398 (2005).
- [7] R.Z. Valiev, A.V. Korznikov, and R.R. Mulyukov, *Mater. Sci. Eng.* **A168**, 141 (1993).
- [8] R.Z. Valiev, Y.V. Ivanisenko, E.F. Rauch, and B. Baudalet, *Acta Mater.* **44**, 4705 (1996).
- [9] J. Languillaume, G. Kapelski and B. Baudalet, *Acta Mater.* **45**, 1201 (1997).
- [10] T. Mukai, M. Kawazoe, and K. Higashi, *Nanostr. Mater.* **10**, 755 (1998).
- [11] A.S. Khan, and R. Liang, *Inter. J. Plast.* **15**, 1089 (1999).