

Al-Li-Cu-Mg(Ag, Ce)합금의 미세조직 및 기계적성질에 미치는 stretching의 영향

신현식* · 조권구 · 정영훈 · 신명철

*성균관대학교 금속공학과
한국과학기술연구원 금속연구부

Effect of Stretching on the Microstructure and Mechanical Properties of Al-Li-Cu-Mg Alloys

Hyun-Sik Shin*, Kwon-Koo Cho, Young-Hoon Chung and Myung-Chul Shin

*Dept. of Metallurgical Eng., Sung Kyun Kwan Univ. Div. of Metals, KIST

초 록 Al-Li-Cu-Mg합금에서 0~9% 범위의 stretching이 석출상 및 기계적성질에 미치는 영향을 조사하였다. Stretching을 하였을 경우 δ' (Al₃Li)석출상의 크기는 변화가 없었으나 T₁(Al₂CuLi)석출상은 미세하고 균일하게 분포하였으며 입계석출물도 비교적 적게 형성되었다. 또한 변형부위에 분포하는 δ' 석출상에 의한 planar slip도 감소되었다. 항복강도는 150°C에서 120시간 시효처리 하였을 때 stretching을 하지 않은 경우 328~342 MPa에서 6% stretching을 하였을 경우 466~488MPa로 향상되었으며 연신율은 같은 조건에서 각각 9.7~10.4%와 5~5.7%를 나타내었다.

Abstract The Effects of 0~9% stretching on the microstructure and mechanical properties have been investigated in Al-Li-Cu-Mg alloys. Stretching made T₁(Al₂CuLi) precipitates finer and more uniform, however, had no effect on the size of δ' . The number of sheared δ' precipitates distributed in the matrix were reduced. The 6% stretching improved the yield strength of the alloys aged at 150°C for 120 hours from 328~342 MPa to 466~488MPa, however, decreased the elongation from 9.7~10.4% to 5.7%.

1. 서 론

Al-Li계 합금은 비중이 낮고 비강도가 높으며 높은 탄성계수를 가지고 있기 때문에 항공구조용 소재로 각광을 받고 있다¹⁾. 또한 우수한 Al-Li계 합금들이 개발되어 실용화 되고 있다. 그러나 Al-Li계 합금은 연성과 파괴인성이 낮기 때문에 여러가지 문제점이 제기되고 있으며 이것을 극복하기 위한 연구가 계속 진행되고 있다. 연구분야도 새로운 합금원소의 첨가에 의한 합금개발, 열처리 방법, 가공등 다양하게 이루어지고 있다. 특히 Al-Li계 합금의 강도 및 파괴인성등에 영향을 주는 석출상들의 생성 및 분포를 조절하는 연구가 많이 진행되어 왔으나 아직 괄목할 만한 성과는 거두지 못하고 있는 실정이다^{2, 3)}.

최근 Al-Li계 합금의 강도개선을 목적으로

시효처리전 냉간가공을 하는 방법에 대하여 일부 연구자들에 의하여 진행되어 왔으며^{4, 5)} F. Donker등은 냉간가공에 따라서 S상의 석출상이 미세하여지고, 또한 시효처리시 상당히 빠른 속도로 과시효 현상이 일어난다고 보고한 바 있다⁶⁾. 따라서 stretching은 Al-Li계 합금에 있어서 석출상의 생성뿐 만 아니라 입계석출물의 분포 및 여러가지 기계적성질에 영향을 미칠것으로 판단된다.

따라서 본 연구에서는 Al-Li-Cu-Mg합금과 이 합금에 Ag과 Ce을 첨가한 합금을 제조한 후 stretching이 두 합금에서 석출상의 거동 및 기계적성질에 미치는 영향을 조사하였다.

2. 실험 방법

본 연구에서 Al-Li계 합금은 진공유도용해로를 이용하여 Ar gas분위기에서 용해 주조하

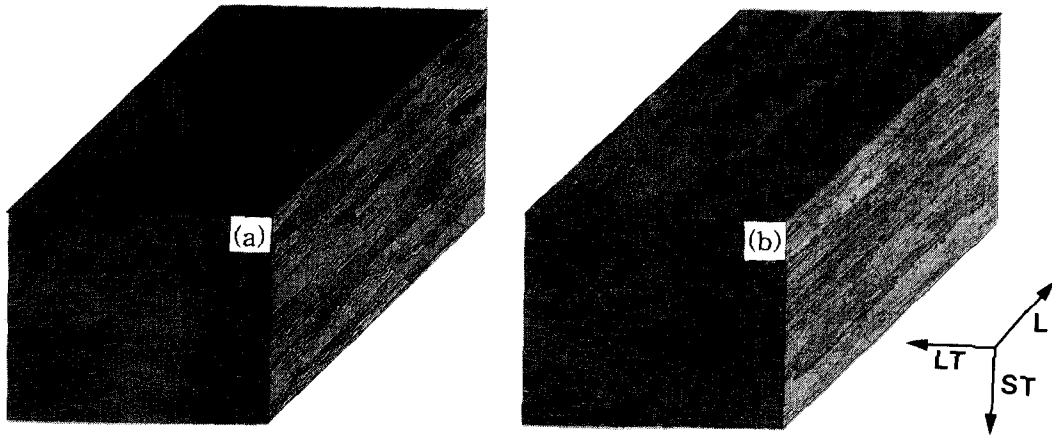


Fig. 1. Three dimensional optical-micrographs of Al-Li alloys (a) 0% stretching (b) 6% stretching.

Table 1. Nominal Composition of Al-Li Alloys
(단위 : wt.%)

Alloyse	Nominal Composition (wt.%)						
	Li	Cu	Mg	Zr	Ag	Ce	Al
A	2.3	2.0	0.6	0.11	-	-	bal.
B	2.3	2.0	0.6	0.11	0.08	0.03	bal.

였다. 용해주조용 시료는 고순도의 Al(99.99%)과 Li(99.9%)이 사용되었으며, Li, Mg, Ag은 순금속으로 첨가하였다.

압연은 480°C에서 예열한 후 3mm두께로 열간압연하였다. 압연비는 1 pass당 5~10% 정도였으며 매 4회마다 10분씩 재 가열하여 3회씩 압연하였다. 제조된 합금의 용체화처리 온도는 압연재의 DSC실험결과로부터 결정하였으며 본 실험에서는 NEM온도와 시료의 두께를 감안하여 500°C(1시간)→530°C(0.5시간)을 용체화처리 조건으로 정하였다.

냉간가공은 인장시험편을 인장시험기에 설치한 후 tensile stretching을 0~6%하였으며 시효처리는 150°C에서 30~150시간 수행하였다.

Al-Li합금의 조직은 Keller시약으로 부식시켜 광학현미경으로 관찰하였으며 석출상은 투과전자현미경(TEM)을 사용하여 관찰하였다. TEM 관찰용 시편은 열처리 후 600, 1000, 1200번 SiC연마지를 사용하여 약 50~100μm 두께로 연마하였다. 연마후에는 punch를 사용하여 직경 3mm의 disc를 만들었다. 제작된 disc는 jet electropolisher를 사용하여 적절한

조건에서 dimple을 형성시켰다. 이때 사용된 전해연마액은 methanol에 약 30%의 HNO₃을 혼합한 용액을 사용하였으며 액의 온도는 dry ice를 첨가하여 -30°C이하를 유지하도록 하였다. 이와같은 과정을 통하여 만들어진 시편을 TEM에 설치하여 200kev, 10만배의 배율에서 석출상을 관찰하였다.

경도는 Rockwell B scale로 측정하였으며 시편은 경도측정 전에 탈 Li층을 0.4mm정도 연마하였다. 인장시험은 Instron(model 1127, load cell 10 ton, test speed 2mm/min)을 사용하여 수행하였다.

Table 1에 본 연구에서 제조한 합금의 조성을 나타내었다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 1은 0%와 6% stretching한 Al-Li합금의 조직사진이다. Fig. 1(a)에 보이는 것처럼 압연은 비교적 잘 된 모습을 보이고 있으며, 압연후 stretching한 시료는 Fig. 1(b)에 보이는 바와 같이 상당히 미세하고 치밀한 결정립으로 구성되어 있음을 알 수 있다. 따라서 stretching이 Al-Li합금의 조직 변화에 큰영향을 미치고 있음을 알 수 있다. Fig. 2는 150°C에서 시효처리한 A, B 두 합금의 광학현미경 조직사진이다. A합금보다는 B합금이 균일하고 미세한 결정립으로 형성되어 있음을 나타내고 있다. 이것은 Ag과 Ce첨가에 의한 결정립미세화 효과에 기인된 것으로 사료된다. Al-Li합금에 있어서 Ag의 첨가는 저자의 앞선

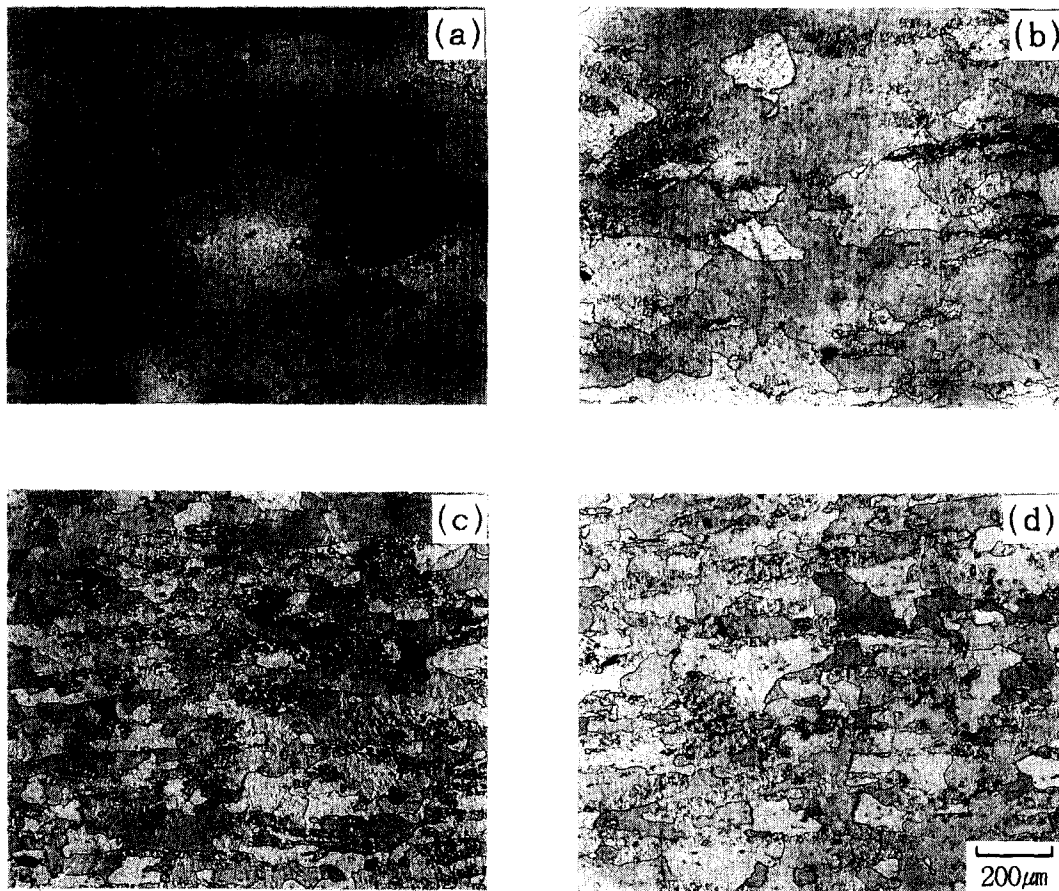


Fig. 2. Optical microstructure of #A and #B alloys aged at 150°C for 50 and 120 hrs (a),(b) 50 and 120 hrs, 6% stretching, #A alloy (c),(d) 50 and 120 hrs, 6% stretching, #B alloy.

연구⁷⁾에서 언급한 바와 같이 결정립미세화효과가 있으며 Ce은 T₁석출물의 분포를 균일하게 하고 그 크기도 작게 하는 경향이 있으며 일부 고용강화효과도 있다. Fig. 3은 본 연구에서 TEM으로 관찰한 Al-Li합금의 초격자회절점을 조사한 SADP이다. 이 사진은 δ'과 T₁석출상을 관찰하기 위한 SADP로써 각각 Z=[100]_{Al}, Z=[211]_{Al}에서 관찰한 것이다. Fig 3(a)에서 알 수 있듯이 matrix회절점 이외의 δ'상을 나타내는 회절점이 뚜렷하게 잘 나타나고 있다. Fig 3(b)에서는 조직내에 T₁석출상이 소량으로 석출되었기 때문에 T₁석출상을 나타내는 초격자 회절점들이 희미한 상태로 나타나고 있음을 알 수 있다. Fig. 4에 0%, 6% stretching한 A합금을 Z=[100]_{Al}의 (110)_{ppc}와 Z=[211]_{Al}의 (121)_{ppc} 회절점에서 각각 관찰한

δ', T₁석출상의 모습을 나타내었다. 그림에서 알 수 있는 바와 같이 δ'상은 stretching하지 않은 경우와 6% stretching한 경우 큰 차이 없이 균일하게 분포하고 있음을 알 수 있다. 이것은 δ'상이 균일해생성을 하여 형성되기 때문에 stretching에 의한 냉간가공의 효과가 없기때문으로 사료된다. 그러나 Fig. 4의 (b),(d)에 나타난 T₁석출상의 분포는 다른 양상을 보이고 있다. 즉 T₁석출상은 stretching을 하지 않은 경우(그림 b) 입계를 따라 집중되어 분포하고 있음을 알 수 있으며 6% stretching한 경우는 입내에 고르게 분포하고 있다. 이 사실은 불균질해생성을 하는 T₁석출상이 stretching하지 않은 경우는 입계에서 우선 해생성되어 성장을 하였으며 6% stretching한 경우는 전위에서 주로 성장하였음을 나타내는 것으로

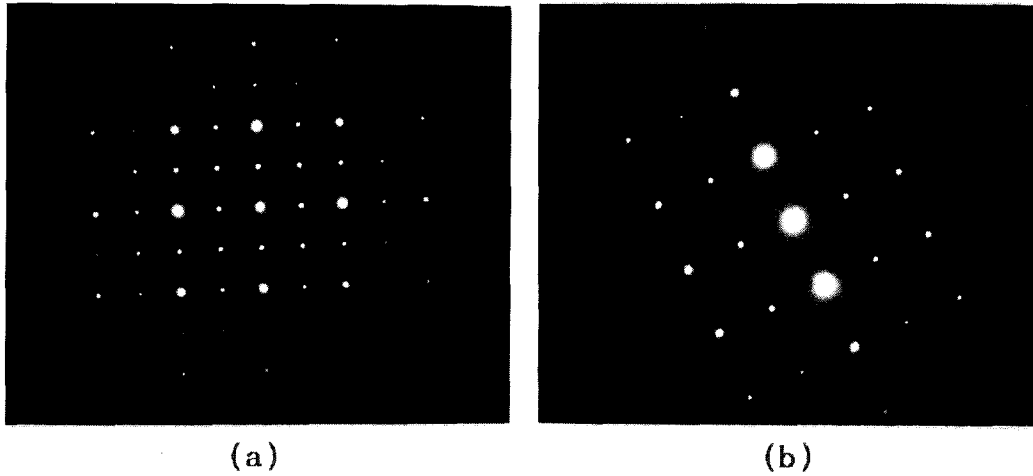


Fig. 3. Selected Area Diffraction Patterns in Al-Li alloys (a) SADP of $A=[100]_{Al}$ (b) SADP of $Z=[211]_{Al}$.

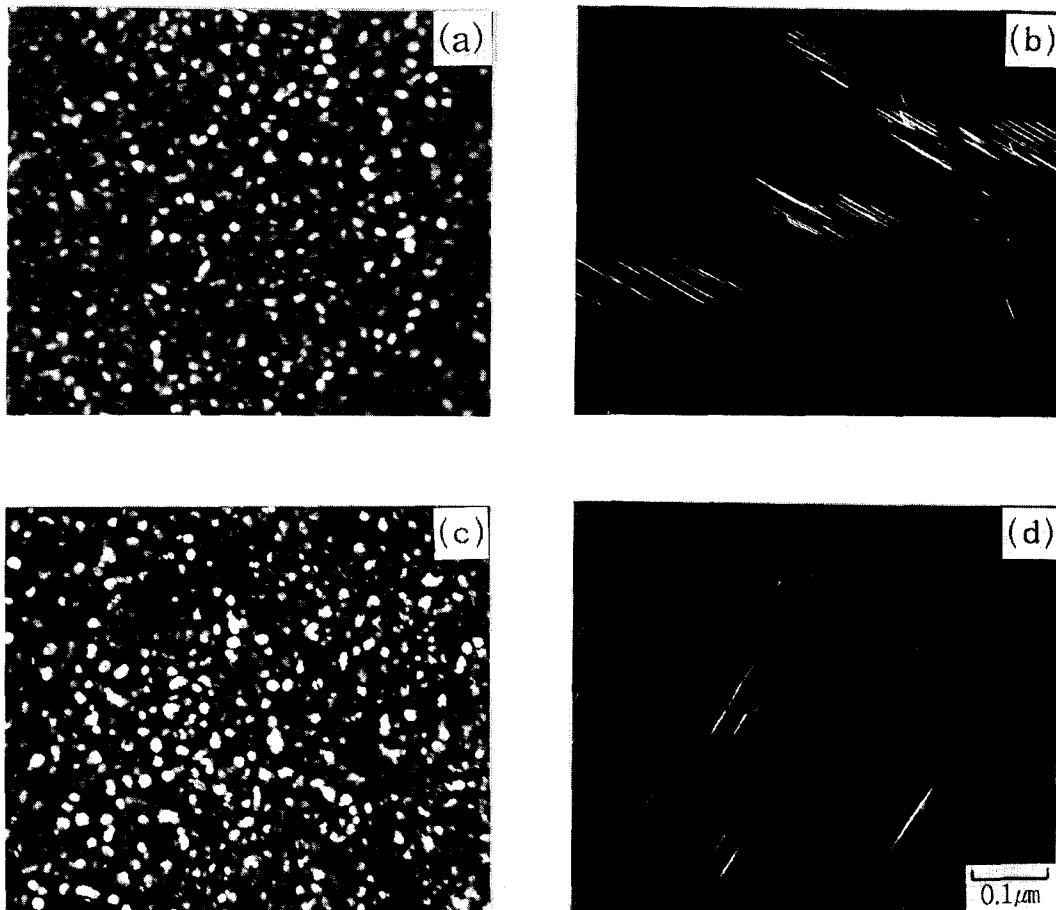


Fig. 4. TEM dark field images of #A alloy aged at 150°C for 120 hrs. (a) δ' precipitates of 0% stretched Al-Li alloy (b) T_1 precipitates of 0% stretched Al-Li alloy (c) δ' precipitates of 6% stretched Al-Li alloy (d) T_1 precipitates of 6% stretched Al-Li alloy.

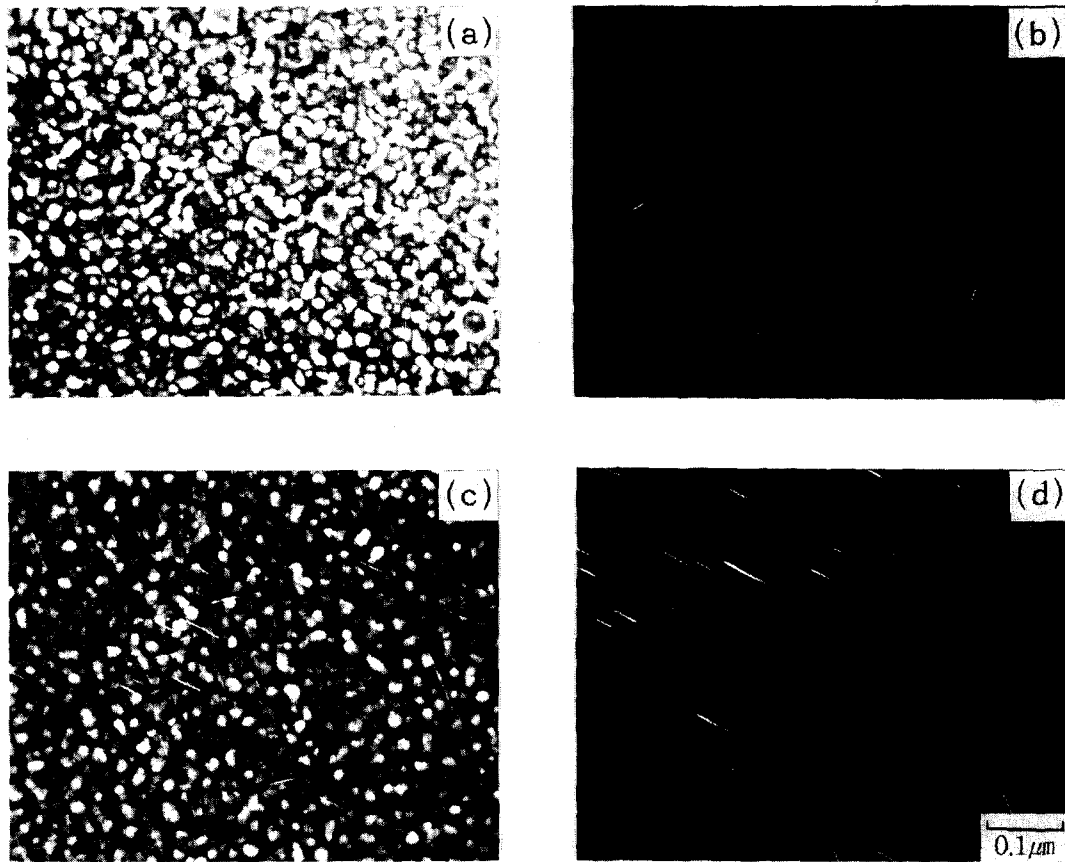


Fig. 5. TEM dark field images of #B alloy aged at 150°C for 120 hrs. (a) δ' precipitates of 0% stretched Al-Li alloy (b) T₁ precipitates of 0% stretched Al-Li alloy (c) δ' precipitates of 6% stretched Al-Li alloy (d) T₁ precipitates of 6% stretched Al-Li alloy.

생각된다. Fig. 5는 B합금의 석출상분포를 나타낸 것이다. 앞서 언급한 바와같이 δ' 상의 분포는 큰 차이가 없으며 마찬가지로 T₁ 상은 6% stretching한 경우가 작고 미세한 T₁ 상이 고르게 분포하고 있음을 알 수 있다. 또한 A합금과 B합금을 비교하여 보면 6% stretching하였을 경우에 Ag과 Ce이 첨가된 B합금이 고른 분포를 하고 있다. 이것은 Ag과 Ce이 matrix 내에 고용되어 고용강화효과와 더불어 불균질 핵생성을 하는 T₁ 석출상의 핵생성 seed로 작용하기 때문으로 사료된다. 이상과 같은 석출상의 분포형태는 Al-Li계합금에 있어서 강도 및 파괴인성에 큰 영향을 주게 되며 특히 Fig. 4 (b)와 같이 입계에 T₁ 상이 집중적으로 분포하는 경우는 planar slip을 억제하는데 효과적이

지 못하여 취약한 재질특성을 나타낼 것으로 사료된다. Fig. 6은 B합금의 결정립계를 관찰한 TEM BF사진이다. 입계에는 matrix내로 미고용된 석출물이 일부 존재하고 있으며(Fig. 6a, 화살표) stretching을 한 경우에 입계석출물이 비교적 덜 형성되었음을 알 수 있다. 입계 석출물은 고용도가 낮은 Ag, Ce 및 Li등의 원소로 구성되어 있으며 열처리과정을 통하여 일부 재고용시킬 수 있을 것으로 사료된다. 또한 6% stretching한 조직내에는 많은 전위가 존재함을 알 수 있으며(Fig. 6b, 작은 화살표) A, B두합금의 결정립계에서 뚜렷한 PFZ의 발달은 관찰할 수 없었다. Fig. 7은 인장시험 후 변형된 부위에서 관찰한 δ' 석출상이다. 그림에 보이는 바와 같이 stretching을 하지 않은

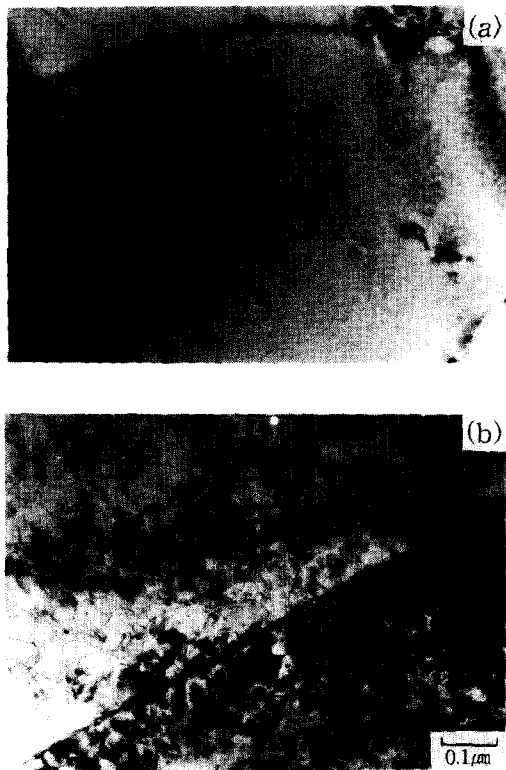


Fig. 6. TEM BF images of #B alloy at 150°C for 120 hrs (a) 0% stretching (b) 6% stretching.

시료에서 δ' 상의 전단이 현저하게 많이 일어났음을 관찰할 수 있으며(화살표방향) 이것은 Al-Li합금의 파괴인성에 큰 영향을 미칠 것으로 사료된다. 일반적으로 δ' 상의 planar slip이 많이 발생된 원인은 stretching을 한 합금보다 전위의 이동을 방해하는 T₁석출상이 Fig. 5에 보이는 것처럼 비교적 적게 형성되었기 때문으로 생각된다. Fig. 8은 0~9% stretching한 합금의 시효특성곡선이다. A, B합금은 모두 stretching이 많이 될수록 높은 경도값을 나타내는 경향이 있으며 6%영역에서 최대값을 나타냄을 알 수 있다. 또한 120시간에서 peak-aged상태를 보이고 있다. 이와같이 stretching에 의한 강화효과는 냉간가공시에 형성되는 전위가 불균질 핵생성을 하는 T₁석출상의 핵생성 site로 작용하여 많은 석출상이 matrix내에 생성되었기 때문으로 생각된다. 또한 Ag과 Ce이 첨가되지 않은 A합금은 stretching단계 별로 비교적 뚜렷한 경도상승의 효과가 있으나 Ag과 Ce이 첨가된 B합금은 그렇지 못한

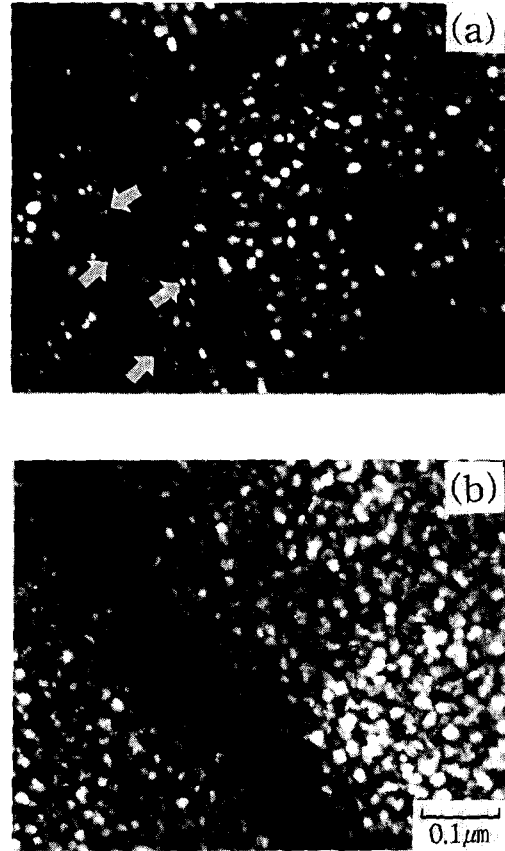


Fig. 7. TEM DF images of #B alloy deformed in tension at room temperature after aged at 150°C for 120 hrs (a) 0% stretching (b) 6% stretching.

경향을 보이고 있는데 이것은 Ag과 Ce이 핵생성 site로 작용하여 stretching효과와 중복되기 때문으로 여겨진다. Fig. 9는 stretching과 시효시간에 따른 항복강도의 변화를 나타낸 그림이다. A, B두 합금 모두 시효시간이 증가함에 따라 항복강도값이 향상되고 있음을 보이고 있으며 stretching이 많이되어 냉간가공도가 클수록 높은 항복강도값을 나타내고 있다. 또한 Ag과 Ce이 미량으로 첨가된 B합금이 각 stretching조건에서 모두 A합금보다 높게 나타나고 있다. 이것은 Fig. 3에서 나타낸 결정립미세화 효과와도 일치가 되며 앞서 언급한 석출상의 형성상태와도 연관된 것으로 사료된다. Fig. 10은 stretching과 시효처리시간에 따른 연신율의 변화를 나타낸 그림이다. stretching이 많이 된 시료에서 연신율은 떨어지는 경

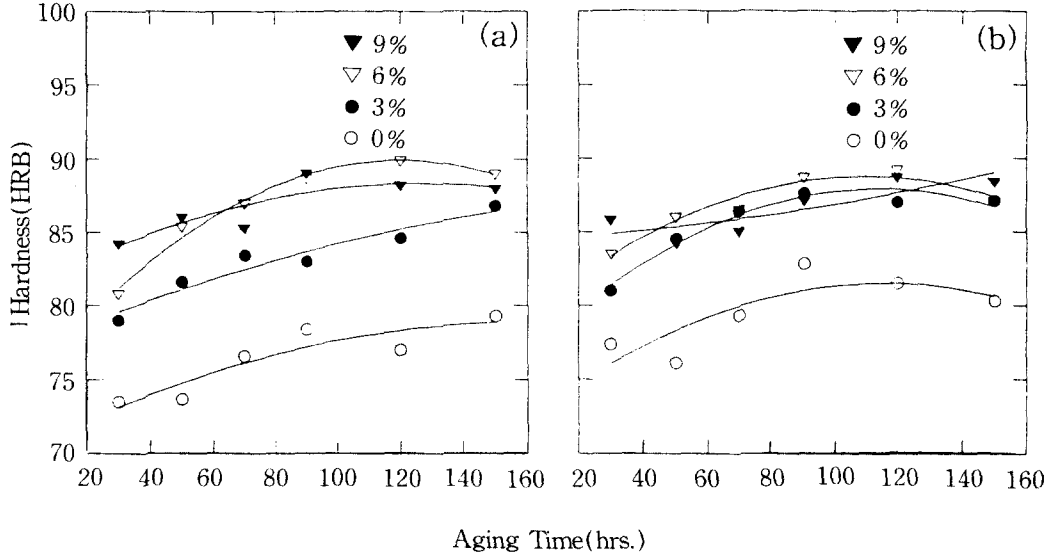


Fig. 8. Changes of hardness with stretch and aging time in #A(a) and #B(b) alloys aged at 150°C.

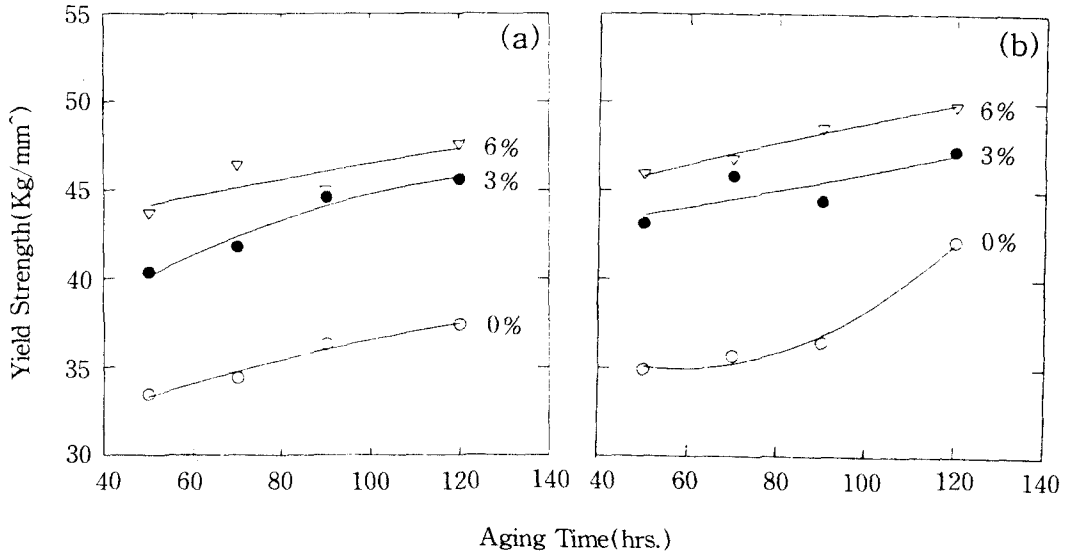


Fig. 9. Changes of yield strength as a function of aging time and stretch in #A(a) and #B(b) alloys aged at 150°C.

향이 있으며 시효시간에 따라 대체적으로 감소하는 모습을 보이고 있다. 연신율이 전반적으로 감소한 원인은 stretching이 증가됨에 따라 전위가 쉽게 통과할 수 없는 T₁석출상이 matrix내에 고르게 많이 분포하기 때문으로 사료된다.

4. 결 론

1) Al-Li합금에 Ag와 Ce이 첨가됨으로써 결

정립미세화 효과가 있었다. 또한 Ag와 Ce이 첨가된 합금에서 T₁석출상이 균일하고 미세하게 많이 분포하였으며 δ' 석출상은 뚜렷한 변화가 없었다.

2) Al-Li합금을 stretching(6%)한 후 시효처리를 하여 석출상을 조사한 결과 T₁석출상이 stretching을 하지 않은 합금보다 훨씬 미세하고 균일하게 분포하였으며 δ' 석출상은 변화가 없었다. Stretching하지 않은 합금의 T₁석출상

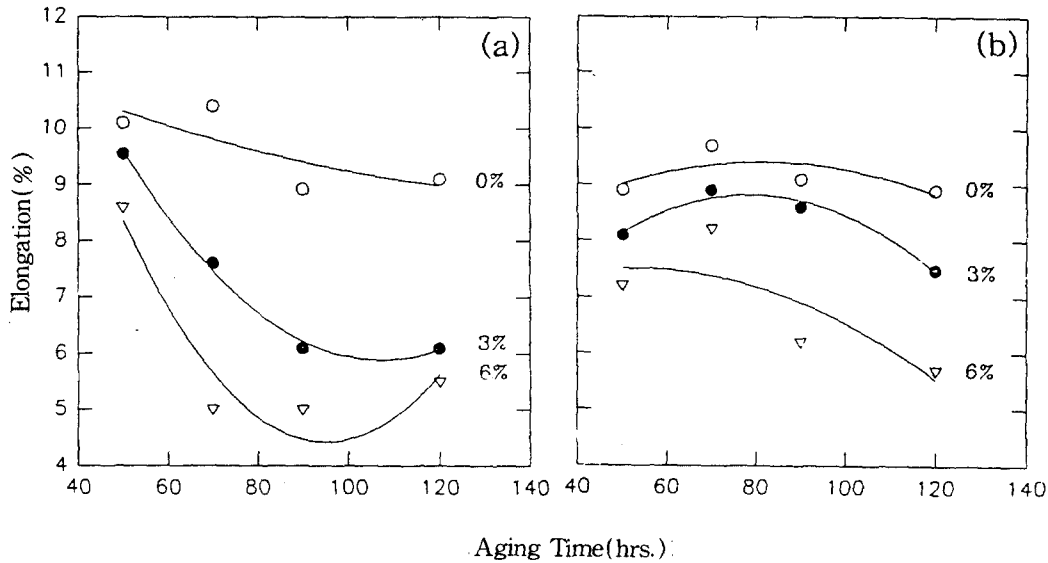


Fig. 10. Changes of elongation(%) as a function of aging time and stretch in #A(a) and #B(b) alloys aged at 150°C

은 주로 결정립계에 집중적으로 존재하였으며 stretching한 경우에는 입내에 균일하게 분포하는 경향을 나타내었다. 또한 결정립계에 존재하는 조대한 석출물은 stretching에 의하여 감소된 모습을 나타내었다.

3) 변형부위에 존재하는 δ' 석출상의 planar slip 현상은 6% stretching한 경우 크게 감소하였다.

4) 항복강도는 150°C에서 120시간 시효처리하였을 때 stretching을 하지 않은 경우 328~342MPa에서 6% stretching을 함으로써 466~488MPa로 향상되었다. Stretching이 0~6% 진행됨에 따라 항복강도는 증가하는 경향을 나타내었으나 연신율은 감소하는 경향을 나타내었다.

후 기

본 연구는 과학기술처의 지원으로 수행된 G7과제중 “저비중 고강도 알루미늄-리튬합금 개발”에 관한 연구의 일부임을 밝히며 이에 감사드립니다.

인 용 문 헌

1. T.H. Sanders, Jr., The 1st International Aluminium-Lithium Conference Proceed-

- ings, (ed) T.H. Sanders, Jr. and E.A. Starke, Jr., Atlanta, Georgia, May, 63 (1980)
2. P.J. Gregson and H.M. Flower, *Acta metall.* Vol. 33, No. 3, 527 (1985)
3. T.H. Sanders, Jr., *Materials Science and Engineering*, Vol. 43, 247 (1980)
4. L.Zhen, D.L. Sun, D.Z. Yang and Y.X. Cui, *Proc. The 6th International Aluminium-Lithium alloy Conf. Garmisch-Partenkirchen(FRG)*, (ed) M. Peters and P.J. Winkler, 469 (1991)
5. R.J. Sinko, T. Ahrens, G.J. Shiflet and E.A. Starke, Jr., *Proc. the 5th International Al-Li Conf.*, Williamsburg, Virginia, March 27-31, (ed) T.H. Sanders Jr and E.A. Starke Jr, 375 (1989)
6. F. Donker, M.R. Edwards and D.C. Wicks, *Proc. the 5th International Al-Li Conf.*, Williamsburg, Virginia, March 27-31, (ed) T.H. Sanders Jr and E. A. Starke Jr, 397 (1989)
7. 신현식, 조권구, 정영훈, 신명철, *한국재료학회지*, Vol.5, No.5, 556 (1994)