

## 7050 Al합금의 미세조직 및 기계적성질에 미치는 시효처리의 영향

김종기 · 최중환 · 김현규\* · 김인배 · 이상래

부산대학교 금속공학과

\*대우정밀공업(주)

### Effect of Aging Treatment on the Microstructures and Mechanical Properties of 7050 Al Alloy

Jong-Kee Kim, Jung-Whan Choi, Heon-Gyu Kim, In-Bae Kim, Sang-Lae Lee

Dept. of Metallurgical Eng., Pusan National University, Pusan 609-735

\*DAEWOO Precision Industries LTD.

(1997년 6월 14일 받음, 1997년 7월 31일 최종수정본 받음.)

**초록** 7050 Al합금의 미세조직 및 기계적성질에 미치는 2단시효처리의 영향을 투과전자현미경, 열분석, 경도시험 및 인장시험을 통하여 조사하였다. 120°C에서 6시간 1차시효처리시 GP zone의 형성은 완료되었으며, 최대경도를 나타내는 2차 시효조건에서의 주 석출강화상은 정합  $\eta'$ 상( $MgZn_2$ )이었다. 과시효처리한 경우 입내에서는 준안정 석출상인  $\eta'$ 와 안정석출상  $\eta$  그리고 준안정상인  $Al_3Zr$ 이 공존하였으며, 입계에서는 크게 성장한 안정석출상인  $\eta$ 가 존재하였다. 120°C에서 6시간 1차 시효처리한 후 165°C와 175°C에서 2차 시효처리하였을 때 165°C에서는 6시간 시효시 최대경도값 201.3Hv를 나타내었고, 175°C에서는 3시간 시효처리하였을 때 최대경도값 197Hv를 나타내었다.

**Abstract** Effect of two-step aging treatment on the microstructures and mechanical properties of 7050 Al alloy were investigated by transmission electron microscopy, differential scanning calorimetry and microhardness & tensile properties measurements. It was found that the precipitation of GP zone was finished at the first-step aging treatment(120 °C × 6hrs) and the major precipitation hardening phase at peak aged condition was confirmed as coherent  $MgZn_2(\eta')$  phase. In overaged conditions, three phases i.e. the metastable  $\eta'$ , stable  $\eta$  and metastable  $Al_3Zr$  were coexisted in grain inside, whereas the coarse  $\eta$  phases were observed along the grain boundaries. Peak hardness values 201.3Hv and 197Hv were obtained aged at 165°C for 6hrs and at 175°C for 3hrs respectively. These second step aging treatments were followed on the first-step aging treatment.

### 1. 서 론

Al 합금은 비강도가 좋고 가공성이 우수하기 때문에 항공기, 차량구조물, 기계장비, 전기부품, 스포츠용품 등에 널리 사용되고 있으며 공업재료로서 중요한 위치를 차지하고 있다. 특히 항공산업은 첨단기술산업으로 1970년대 초반까지는 선진국의 전유물이었으나 최근에는 선진국의 독점형태에서 중진국과 협조 또는 공동개발 형태로 변하고 있으며, 현재 우리의 항공산업은 극히 초보적인 단계에 속해 있어 향후 항공산업의 발전을 위해서는 국산 항공소재의 개발이 시급한 실정이다. 이러한 항공산업의 주요 소재중의 하나인 7050 Al합금은 1970년대 미국의 Alcoa사에서 개발한 고강도 Al합금이다<sup>1,2)</sup>. 이 합금은 Al-Zn-Mg-Cu 계열의 합금으로서 7XXX계열 합금 중에서 가장 뛰어난 시효경화성을 가지며 7075 Al합금보다 Zn과 Cu 함량을 높이고 Zr을 첨가함으로써 소입감수성을 감소시킬 뿐만 아니라 강도와 응력부식저항성을 향상시킨 합금으로 많은 부분에서 기존의 7075 Al합금을 대체하여 사용되고 있다<sup>3~7)</sup>.

7050 Al합금을 포함한 고강도 7XXX계열 Al합금은 시효열처리 조건에 따라 강도특성이나 응력부식저항성 등이

크게 달라진다. 따라서 T73, T74, T76과 같은 2단시효처리, 가공유기변태, RRA 등에 의해서 강도, 파괴인성, 피로특성, 소입감수성 및 응력부식저항성 등을 향상시킬 수 있는 방안이 연구의 대상이 되고 있다<sup>8~11)</sup>.

7050 Al합금의 시효열처리에 관하여는 MIL규격, JIS 규격 등에서 일반적인 시간-온도 사이클을 제시해 주고 있으나 특정제품에 대한 최적의 열처리 방법은 아니며 제품의 제조방법, 형태, 크기 등에 따라 차이가 날 수 있다<sup>12)</sup>. 따라서 본 연구에서는 7050 Al합금의 미세조직과 기계적성질에 미치는 2단시효처리의 영향을 투과전자현미경과 경도시험 및 인장시험을 통하여 조사하였으며 DSC 분석을 통하여 시효석출상의 거동을 조사하였다.

### 2. 실험 방법

#### 시편제조 및 열처리

본 연구에 사용한 7050 Al합금은 465°C에서 균질화 처리된 주괴를 billet 예열온도 390°C, 압출속도 1,000mm/min으로 압출한 후 390°C에서 열간단조 하였으며, Table 1에 본 연구에 사용된 7050 Al합금의 화학조성을 나타내었다.

Table 1. Chemical compositions of 7050 Al alloy (wt%).

Element	Zn	Mg	Cu	Cr	Fe	Si	Mn	Ti	Zr	Al
Wt%	6.7	2.6	2.6	0.04	0.15	0.12	0.10	0.06	0.15	bal.

Table 2. Specification of T74 two step aging treatment.

Spec.	Treatment	solution heat treatment	1st-step ageing treatment	2nd-step ageing treatment
MIL-H-6088G		471-482°C 1-2hrs	115-126°C 3-6hrs	171-182°C 6-12hrs
JIS		475°C 1-2hrs	100-120°C 1-24hrs	160°C 3-42hrs

열간단조된 합금은 편석 및 개재물 등의 화학적 불균일부를 제거하기 위하여 477°C에서 150분 동안 용체화처리한 후 60~80°C에서 수냉하였으며 시효경화 특성을 조사하기 위하여 T74 2단 시효처리를 하였다. 1차 시효는 120°C에서 6시간, 2차시효는 165, 175, 185°C에서 각각 3, 6, 8, 10, 12, 16시간 실시하였다.

#### 경도 및 인장강도 측정

시효에 따른 경도 변화는 마이크로비커스 경도기를 사용하여 하중 1kg, 부가시간 15초로 하여 10회 측정한 후 산술평균하였고, 인장시험은 ASTM B557시편을 사용하여 cross head 속도를 10mm/min로 하여 수행하였다.

#### 미세조직 관찰

시효에 따른 석출물의 거동을 관찰하기 위해 TEM을 사용하였으며 입계석출물의 성분을 분석하기 위하여 EDX (Energy Dispersive X-ray Spectrometer) 장치를 사용하였다. TEM관찰용 시편은 mechanical thinning에 의하여 100μm 정도로 연마한 후 전류밀도 10Acm<sup>-2</sup>, 전압 60V, 온도 -20~-15°C의 조건으로 jet polishing하였다.

#### 시차 열분석(DSC)

시차열분석은 단열형의 열보상형 열분석기를 사용하였으며, 각 열처리 조건에서의 시편을 30~450°C의 온도영역에서 승온속도 10°C/min로 하여 열분석하였다.

### 3. 결과 및 고찰

#### 시효특성

Fig. 1은 용체화처리 후 T74 2단 시효시 1차 시효온도인 120°C에서 시효처리하였을 때 시효시간에 따른 경도값의 변화를 나타낸 것으로서, 시효시간에 따라 계획적인 증가를 보이는데 이는 Al 기지내에 석출한 GP zone의 석출량 증가와 일부 η' 상(MgZn<sub>2</sub>)의 석출에 의한 것으로 생각되며 시효가 계속되어 96시간에 이를 때 까지 미세경도값은 계속 증가하고 있다. 1차 시효처리 과정에서는 가능한 한 다양한 GP zone이 균일하게 미세 분산 분포되어야 강도특성이 향상된다. 그러나 시효처리 시간의 장, 단은 제조원가에 상당한 영향을 미치기 때문에 가능한 한 단시간의 시효처리가 요구될 뿐만 아니라 6시간 시효처리 이후에서의 강도증가는 그렇게 크지 않고 TEM 관찰 결과 6시간 이전에

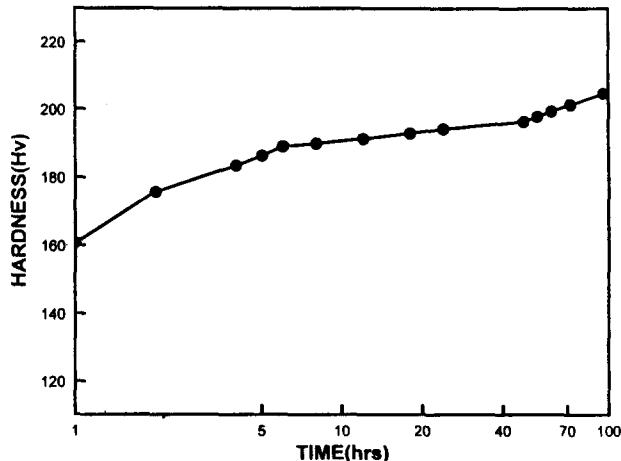


Fig. 1. Changes in hardness(Hv) for 7050 Al alloy aged for various aging times at 120°C.

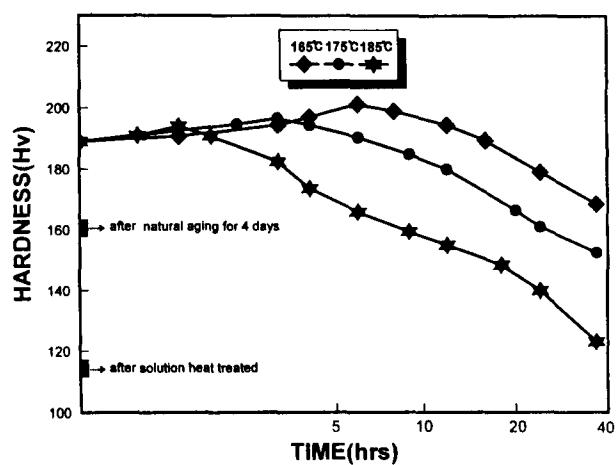


Fig. 2. Changes in hardness(Hv) for 7050 Al alloy aged at 165, 175 and 185°C after 1st step aging treatment for 6h at 120°C.

GP zone의 형성이 완료된다는 점 등을 고려하여 1차 시효처리는 120°C, 6시간으로 채택하였으며 이때의 경도값은 189Hv이었다. 이러한 1차 시효조건은 Table 2의 MIL-H-6088G와 JIS 규격범위 이내로서 단시간 범위에 해당된다.

Fig. 2는 120°C에서 6시간 1차 시효처리한 시편을 165,

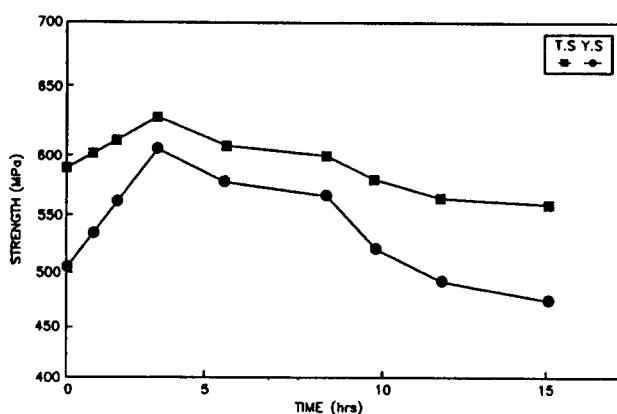


Fig. 3. Tensile and yield strength of 7050 Al alloy aged at 175°C for various times.

175, 185°C에서 2차 시효처리하였을 때 시효시간에 따른 경도값의 변화를 나타낸 것이다. 3개의 온도 모두 시효시간이 증가함에 따라 경도값이 증가하여 최대경도값을 나타낸 후 감소하는 전형적인 시효경화 곡선을 나타내었으며, 각 시효온도에서의 최대경도값은 165°C에서는 6시간, 175°C에서는 3시간, 185°C에서는 1시간에서 나타났으며 이들 중 최대경도값은 165°C, 6시간에서 201.3 Hv였다.

2차 시효처리 과정의 시효온도가 증가할수록 최대경도값에 이르는 시간과 경도값이 감소하였고 시효곡선의 기울기가 증가하였다. 2차 시효처리 과정에서는 비교적 고온에서 시효시킴으로서 1차시효처리 과정에서 형성된 GP zone이 석출물로 석출하고 과시효에 의해서 석출물의 크기가 증가해 가는 과정을 따르는데, 이와 같이 경도가 최대경도를 나타내는 것은 Al기지에 정합상태로 석출한 GP zone과  $\eta'$  ( $MgZn_2$ )상의 석출에 기인한 것이며 DSC 분석결과와 TEM 관찰결과에 의하면 1차 시효처리시 형성된 GP zone과 2차시효에 의해서 석출된  $\eta'$  상이 공존하였을 때 최대 시효경화 현상을 나타낸 것으로 판단되었다. 2차시효시 석출된  $\eta'$  상은 격자상수가  $a=4.96\text{ \AA}$ ,  $c=8.68\text{ \AA}$ 의 hcp 구조를 갖는 구상형태의 준 안정상이다. 시효시간의 증가에 의하여 과시효 상태가 되면  $\eta'$  상은 부정합  $\eta$ 상으로 변태되며 이러한 부정합  $\eta$ 상의 석출로 인하여 경도의 감소가 일어난다. 부정합  $\eta$ 상은 봉상이나 판상형태의 hcp구조를

갖는 안정상으로서 격자상수는  $a=5.21\text{ \AA}$ ,  $c=8.60\text{ \AA}$ 으로 알려져 있다<sup>13,14</sup>. 시효온도가 증가할수록 최대경도값에 이르는 시간과 최대경도값이 감소하게 되는 것은 온도가 높아 질수록 석출물의 석출에 필요한 활성화에너지가 낮아지고 석출의 구동력이 증가하여 석출물의 핵생성 속도가 빨라지기 때문이다.

Fig. 3은 175°C에서 시효처리하였을 때 시효시간에 따른 인장강도와 항복강도의 변화를 나타낸 것으로서, 3시간 시효처리하였을 때 최대인장강도(622.7 MPa) 및 최대항복강도(601.1 MPa)를 나타내었다. 이러한 결과는 Fig. 2의 시효시간에 따른 미소경도변화의 결과와 잘 일치한다. 165°C 및 185°C 시효의 경우에도 미소경도 변화의 결과와 같은 결과가 나올 것으로 예상되며 본 연구에서는 175°C 시효시킨 시료에 대해서만 인장시험을 실시하였다.

#### DSC(Differential Scanning Calorimeter) 분석

Fig. 4는 시효처리 조건에 따른 열분석 결과곡선을 나타낸 것으로서, (a)는 477°C에서 150분 동안 용체화처리한 후의 열분석 곡선으로서 A, C, E, F, G의 발열피크와 B, D, H의 흡열피크가 나타났음을 볼 수 있다. A, C영역의

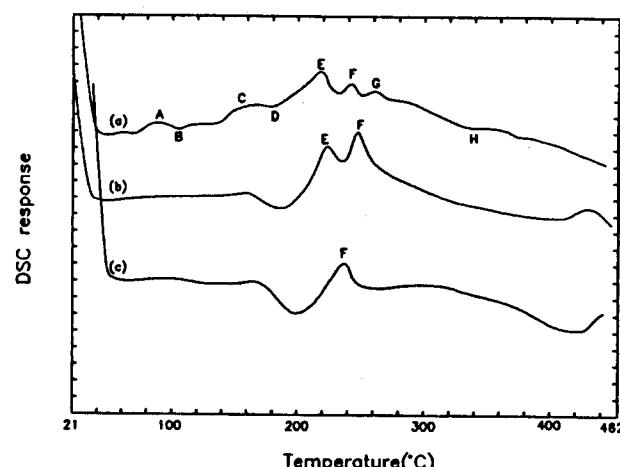


Fig. 4. DSC curves of 7050 Al alloy a) solution heat treated, b) 1st step aging treated at 120°C for 6hrs after solution heat treatment, and c) 2nd step aging treated at 175°C for 3hrs after 1st step aging treatment.

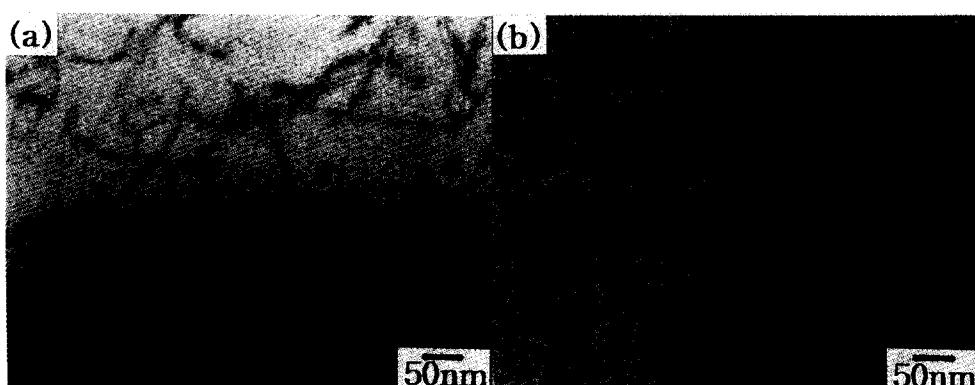


Fig. 5. TEM micrographs of 7050 Al alloy 1st step aged at 120°C a) for 6hrs and b) 12hrs.

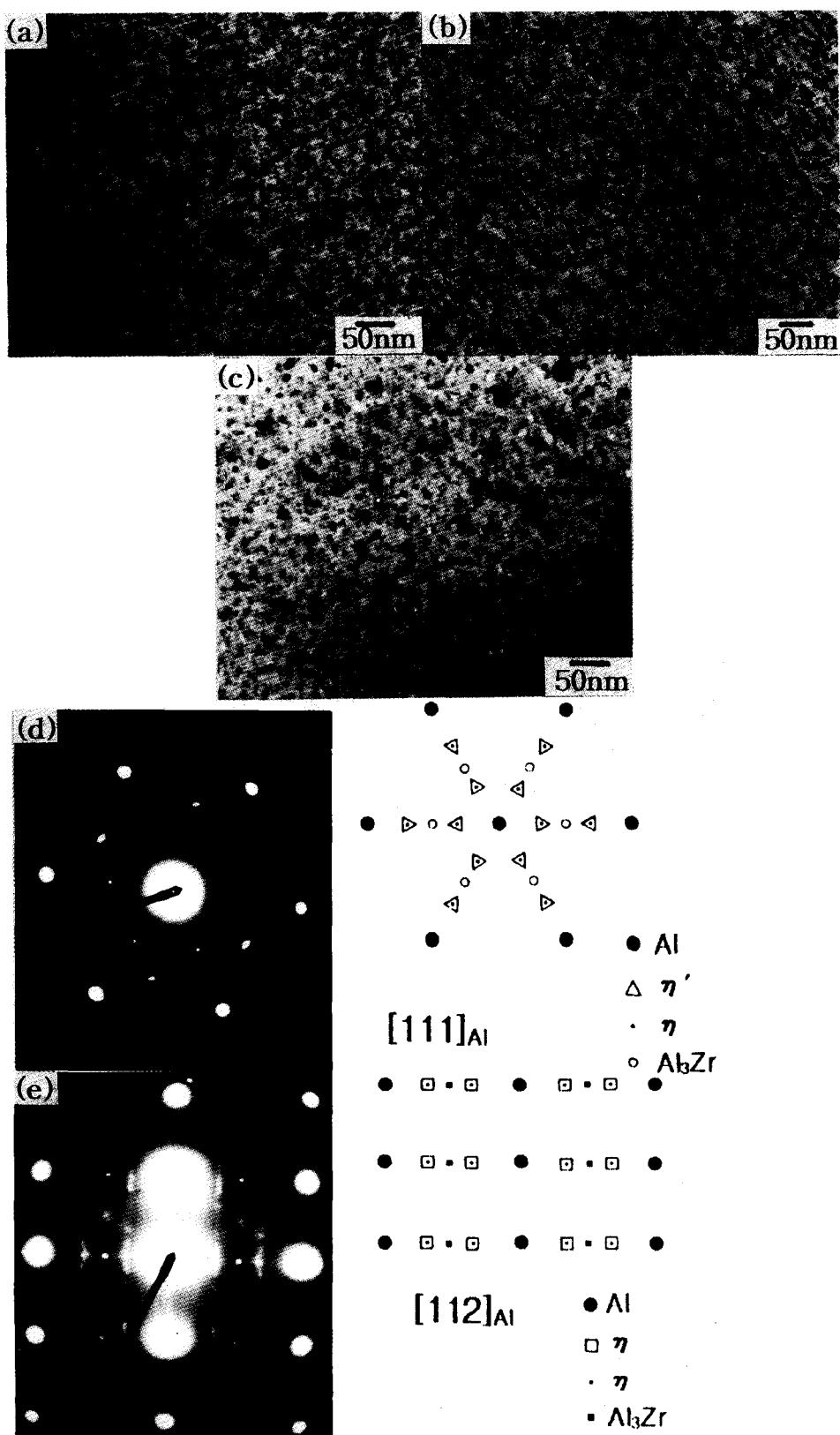


Fig. 6. TEM micrographs and SADP of 7050 Al alloy aged at 175°C a) for 3hrs, b) for 6hrs c) for 8hrs, d) SADP in  $[111]_{Al}$  of c) and e) SADP in  $[112]_{Al}$  of c).

피크는 GP zone의 형성에 의한 발열반응이며 E, F영역의 피크는  $\eta'$  상과  $\eta$  상의 석출에 의한 발열반응이라고 생각되며, G영역의 피크는 E와 F영역에서 석출하지 않은 나머지  $\eta$  상의 석출에 의한 발열반응이라고 생각된다. 한편 B, D

영역의 흡열반응은 GP zone의 소멸에 의한 흡열반응이며 H영역은 E, F, G영역에서 석출한  $\eta'$  상과  $\eta$  상의 분해에 의한 흡열반응으로 생각된다. (b)는 용체화처리 후 120°C에서 6시간 동안의 1차 시효처리한 시편의 열분석 곡선으

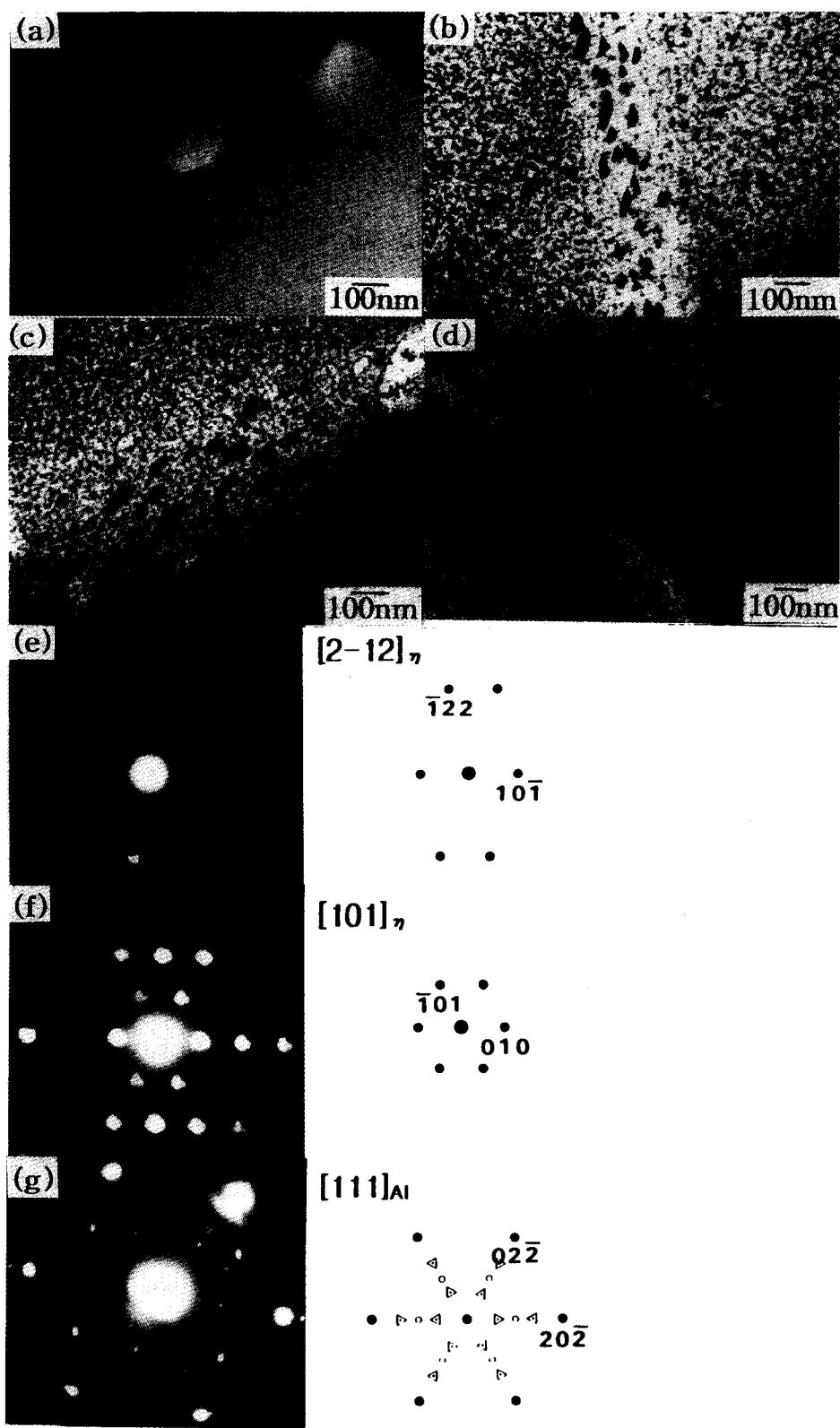


Fig. 7. TEM micrographs and SADP of 7050 Al alloy aged at 175°C a) for 3hrs, b) for 6hrs c) for 10hrs, d) for 16hrs, e) SADP in  $[2-12]_{\eta}$  of b), f) SADP in  $[101]_{\eta}$  of c) and g) SADP in  $[111]_{Al}$  of d).

로 GP zone의 형성에 의한 A, C피크가 소멸된 것으로 보아서 1차 시효처리에 의하여 GP zone의 형성이 완료 되었음을 알 수 있다.

(c)는 1차 시효처리한 시편을 175°C에서 3시간 동안 2

차 시효처리한 후 최대경도값을 보인 시편의 열분석 곡선으로  $\eta'$  상의 석출에 대응되는 E 피크가 사라졌다. 이러한 결과는 최대경도를 나타내는 시효조건에서는  $\eta'$  상의 석출이 완료되었음을 의미하며 이 조건에서 주 석출강화상은 정합

석출상인  $\eta'$  ( $MgZn_2$ )상이라고 판단된다.

#### 전자 현미경 조직관찰

Fig. 5는 1차 시효처리 조건인  $120^{\circ}\text{C}$ 에서 6시간, 12시간 간 시효처리한 시편의 TEM 조직사진으로서 6시간 시효처리(a)시에는  $\eta'$  상으로 생각되는 수 nm 크기의 미세한 입자가 관찰되는데 이것은 6시간 이전에 미세하게 분산 분포된 GP zone이 충분히 형성되었음을 의미한다. 시효시간이 12시간(b)으로 증가한 경우에는  $\eta'$  상의 석출량과 크기가 크게 증가된다는 것을 관찰할 수 있다.

Fig. 6은  $120^{\circ}\text{C}$ 에서 6시간 동안 시효처리한 시편을  $175^{\circ}\text{C}$ 에서 3, 6, 8시간 동안 2차 시효처리한 후의 입내 TEM 조직사진으로 최대경도를 나타내는 조건인  $175^{\circ}\text{C}$ , 3시간 시효시킨 경우 (a)에는 5~10nm의 크기를 갖는 준안정  $\eta'$  상이 석출되었음을 알 수 있으며 시효시간이 증가함에 따라 과시효(b, c)에 의하여 석출상이 계속 성장하고 있음을 알 수 있다. (d), (e)는 과시효 조건인  $175^{\circ}\text{C}$ , 8시간 시효시킨 경우 zone axis [111]Al와 [112]Al 석출물들의 SAD pattern으로서 HCP구조를 갖는 준안정 석출상인  $\eta'$  상과 더불어  $\eta'$  상이 변태한 안정석출상  $\eta$  와 입방구조를 갖는 준안정상 Al<sub>2</sub>Zr상이 공존하고 있다는 것을 확인하였다. 이러한 결과로부터 최대경도를 나타내는 시효조건에서는  $\eta'$  상이 주 석출강화상으로 존재하다가 과시효에 의해  $\eta' \rightarrow \eta$ 의 변태와 Al<sub>2</sub>Zr 석출이 일어난다는 것을 알 수 있다.

Fig. 7은  $175^{\circ}\text{C}$ 에서 3, 6, 10, 16시간 동안 2차 시효처리한 시편의 입계에서의 TEM 조직사진이다. 입계 석출물의 크기는 (a)의 경우 20~40nm이고 (b), (c)의 경우 40~100nm이며 (d)의 경우 50~150nm로 성장하였다. 즉 2차 시효처리의 시효시간이 증가함에 따라 입계석출물의 크기가 증가했고 석출물의 간격이 넓어졌으며 분포도 균일해졌음을 알 수 있다. (e)는 (b)의 zone axis [2-12]<sub>Al</sub>, 예서 (f)는 (c)의 zone axis [101]<sub>Al</sub>에서 (g)는 (d)의 zone axis [112]Al에서 관상입계 석출물의 SAD pattern으로서 HCP구조를 갖는  $\eta$  상임을 확인하였다.

#### 4. 결 론

7050 Al합금의 미세조직 및 기계적성질에 미치는 2단시효처리시 영향을 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1)  $120^{\circ}\text{C}$ 에서 6시간 1차 시효처리시 GP zone의 형성은 완료되었으며, 최대경도를 나타내는 2차 시효조건에서의 주 석출강화상은 정합  $\eta'$  ( $MgZn$ )이었다.
- 2) 과시효처리한 경우 입내에서는 준안정 석출상인  $\eta'$  와 안정석출상  $\eta$  그리고 준안정상인 Al<sub>2</sub>Zr이 공존하였으

며 입계에서는 크게 성장한 안정석출상  $\eta$ 가 존재하였다.

3)  $120^{\circ}\text{C}$ 에서 6시간 1차 시효처리한 후  $165^{\circ}\text{C}$ 와  $175^{\circ}\text{C}$ 에서 2차 시효처리하였을 때  $165^{\circ}\text{C}$ 에서는 6시간 시효시 최대경도값 201.3Hv를 나타내었고,  $175^{\circ}\text{C}$ 에서는 3시간 시효처리하였을 때 최대경도값 197Hv를 나타내었다.

#### 참 고 문 헌

1. AK. Mukhopadhyay, Q.B. Yang and S.R. Singh, *Acta metall. mater.*, vol. 42(9), p.3083(1994)
2. I.J. Polmear, *Light Alloys, Metallurgy and Materials Science Series*, 2nd edn, p.97 Edward Arnold, London (1989)
3. E.A Starke, Jr., *Mat. Sci. and Engr.*, vol.29, p.99 (1977)
4. I.J. Polymer, *Light Alloys Melallurgy of the Light Metals*, American society for Metals, Metals park, Ohio, (1981)
5. J.J. Thompson, E.S. Tankins and V.S. Agarwala, "A Heat Treatment for Reducing corrosion and Stress Corrosion Cracking in  $7 \times \times \times$  Aluminum Alloys", *Mat. Performance* vol.26, p.45(1987)
6. E.A. Starke, Jr., "Heat Treatable Aluminum Alloys", in *Aluminum Alloys-Contemporary Research and Applications* A.K. Vasudevan and R. D. Doherty, editors, Academic press, New York, p. 35(1989)
7. J.T. staley, "A History of wrought Aluminum Alloy Development", in *Aluminum Alloys-contemporary Research and Applicatons* A.K. Vasudevan and R. D. Doherty, editors, Academic press, Boston, p.3 (1989)
8. I.J. Plompear, *J. Inst. Metals*, vol.86, p.113(1957-58)
9. L.F. Mondolfo, N.A. Gjostein and D.W. Levinson, *Trans. AIME*, vol.206, p.1378(1956)
10. G. Thomas and J.Nutting, *J. Inst. Metals*, vol.88, p. 81(1959-60)
11. R.B. Nicholson, G.Thomas, and J.Nutting, *J.Inst. Metals*, vol.87, p.429(1958-59)
12. MIL-H-6088G, "Heat Treatment of Aluminum Alloys", p.43(1991)
13. P.A.Thackery,*J.Inst.Met.* vol.96, p.228(1968)
14. J.D.Embry and R.B.Nicholson, *Acta Metall.* vol.13, p.403(1965)