

ECAP 가공된 7010 Al 합금의 초소성 변형 특성

김지식*

(2002년 1월 19일 접수)

Superplastic Deformation Behavior of ECA Pressed 7010 Al Alloy

Ji Sik Kim

Abstract

The grain size of 7010 Al alloy was refined to submicrometer level by using equal channel angular pressing (ECAP) and additional warm rolling. The mechanisms of grain refinement in ECAP process were fragmentation of coarse grain to ultra fine subgrains after a few passes and continuous recrystallization of the subgrains with the increase of passes. Because of ultrafine grain size, essentially low temperature and high strain rate superplasticity was observed after ECAP process and warm rolling to form a sheet metal. The maximum elongation of 700% was obtained for an ECA pressed specimen after 15 passes without warm rolling at 450°C with strain rate of 5×10^{-3} /sec.

Key Words : Equal Channel Angular Pressing (ECAP), Ultra Fine Grain, Low Temperature And High Strain Rate Superplasticity, Electron Back Scattered Diffraction (EBSD), Warm Rolling

1. 서론

초소성 (superplasticity) 이란 재료가 특정 변형 조건 하에서 수백% 이상의 높은 연신율을 나타내는 현상을 말한다. 이러한 초소성 성질을 이용하면 가공공정의 단순화에 따른 생산비 절감, 제품의 균일성 유지, 재료의 수율 향상 및 경량화등 여러 가지 이점이 있다. 따라서 초소성 재료를 항공기 부품 및 전자 부품 케이스등의 제조에 응용하려는 노력들이 활발히 진행되고 있다. 특히 대표적인 초소성 재료인 Al 합금의 경우 항공재료로서 초소성 성형기술개발의 초기단계부터 주목을 받아왔으며

현재 다양한 항공 부품 분야에서 실용화 되고 있다. 그러나 이러한 초소성 성형 부품의 제조에 있어 가장 큰 문제점들은 우선, 고온에서의 성형 및 느린 성형속도로 인하여 생산성 향상 및 생산단가의 감소가 더 이상 진행되기 어렵다는 점이다. 여기에 Al 합금의 경우 초소성 성형 공정에서 발생하는 공동의 형성 등으로 인한 성형 후 제품의 건전성 확보와, 결정립 성장에 따른 피로강도 등의 기계적 성질 저하도 고려되어야만 한다.

따라서 최근의 연구동향은 상술된 Al 재의 초소성 성형 공정 개선 및 성형 후 기계적 물성 확보를 위하여 Al 합금의 결정립 미세화에 주목하여 왔으며⁽¹⁾ 특히, ECAP

* 상주대학교 신소재공학과

(Equal Channel Angular Pressing) 가공공정의 경우 비교적 간단하게 결정립을 submicrometer 수준까지 끌어내릴수 있으므로 Al 합금재의 ECAP 후 얻어지는 초 미세립의 제조⁽²⁻⁵⁾와 동 조직의 열적 안정성⁽⁶⁻⁹⁾, 그리고 저온⁽¹⁰⁻¹³⁾ 및 고온 기계적 특성들⁽¹¹⁻¹⁵⁾에 대해 많은 연구들이 활발히 진행되고 있다.

본 연구에서는 상술된 연구 분야들 중에서, ECAP 공정 후 얻어지는 초 미세립 Al 합금재의 고속 및 저온 초소성 (High Strain Rate and Low Temperature Superplasticity) 가능성을 구체적으로 조사하고자 하였다. 초세립 조직을 얻기 위한 Al 합금은 생산성 증가에 의해 비교적 생산단가의 하락 효과가 높고, 성형 후 기계적 성질이 엄격히 요구되는 헬리콥터의 로터등과 같은 고가/고품질용 항공기 부품에의 적용을 목표로 하여, 초기 결정립도가 대체로 미세한 Spray casting 법에 의하여 제조된 7010 Al 합금을 선정하였다. 또한, 연구의 내용적 측면에서는 상술한 연구 목표의 체계적 달성을 위해 우선 ECAP 가공 공정에 의해 제조된 7010 Al 합금의 초 미세립 조직 특성을 조사하고 둘째, 온간 판재화 압연공정 추가에 따른 ECAP 가공 조직의 변화를 조사하였으며, 마지막으로, ECAP 및 온간 판재화 압연 공정에 의해 제조된 초 미세립 Al 합금재의 초소성 특성을 조사하고자 하였다.

2. 실험방법

본 연구에 사용된 재료는 AA7010 에 해당되는 조성의 Zn-Al 합금으로서 Osprey 사에서 Spray casting 법에 의하여 제조, 공급되었으며 그 조성은 Table 1 과 같다. 공급된 재료는 직경 15mm 및 길이 90mm 의 원통형으로 기계가공 후 용체화 처리를 위하여 465°C 에서 45분 동안 유지하고 다시 석출 처리를 위하여 350°C 에서 10시간 동안 어닐링처리 하였다. 상술한 열처리에 의하여 통상 17.2 μ m 의 결정립도가 얻어졌으며 Al₃(Ti,Zr) 및 Ti rich 석출물들이 입내 및 입계에 분포하였다.

열처리재는 결정립도 1 μ m 이하의 초미세립 조직을 얻기 위하여 300°C에서 5, 10, 15 회로 나누어 ECAP 가공 하였다. 이때, ECAP 가공 Die 의 교차각 및 만곡각

은 각 120도 및 0도 로서, Iwahashi⁽²⁾ 등이 제시한 유효 변형량이 시편에 부과되므로 세 조건의 유효 변형량은 3.3, 6.6, 10.0으로 계산되었다. 또한, 각각의 ECAP 과정은 10mm/min 의 속도로 1회 가공마다 수냉 후 다시 동 온도에서 2분 동안 유지하여 압축하였다. 한편, ECAP 가공횟수 변화에 따른 미세조직의 변화를 정량적으로 규명하기 위하여 가공방향은 조직 변화의 제어요소가 적은 시편의 압축방향을 회전없이 일정하게 유지하는 방법을 이용하였다.

ECAP 가공된 봉상의 초미세립 재료를 판재화 하기 위해서는 15회 가공 봉상재를 각 40% 및 80% 로 300°C 에서 온간 압연 하였다. 압연 조건은 초기 20분 유지 후 pass 당 13.3 % 의 압하율로 각각 3및 6회 압연하되 패스간 3분 재가열 공정을 적용하고, 압연방향 및 압연면도 ECAP 가공 방향과 면에 동일하게 유지하였다.

ECAP 및 온간압연을 거친 재료는 미세조직의 변화를 관찰하기 위하여 모두 450°C에서 45분 동안 유지후 Electron Back Scattered Diffraction (EBSD) - system 이 장착된 Scanning Electron Microscopy (SEM) 를 이용하여 각 조직의 결정립도 및 결정립 방위차를 조사하였다.

마지막으로, 초소성 특성을 평가하기 위한 고온 변형 실험은 시편 게이지 길이 10mm, 폭 5mm, 두께 2mm 의 판상시편을 이용한 변형속도 변환시험과 게이지 길이 10mm, 폭 4mm, 두께 2mm 의 판상시편을 이용한 초소성 변형시편을 400-500°C 온도구간에서 수행하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 미세조직 변화

Table 2는 ECAP 가공 및 추가 판재화 온간 압연 후 어닐링 한 조직의 EBSD 분석결과를 보여주고 있다. 아래 결과에서 알 수 있듯이 5회의 ECAP 공정 만으로 7010 Al 합금재에 있어서도 평균 결정립도 1 μ m 이하의 초 미세립이 쉽게 얻어졌으며 가공 횟수가 10, 15 회로 증가함에 따라 소각 경계 (low angle grain boundary ; LAGB) 및 고 경각 경계 (high angle grain boundary ; HAGB) 를 모두 포함하는 평균 결정립도 (mean grain

Table 1 Chemical compositions of AA7010

| | Cu | Mg | Ti | Zn | Zr | Si | Fe | Sn |
|----------|-----------|---------|-----------|---------|------|------|------|-------|
| Designed | 1.5-2.0 | 2.1-2.6 | 0.4 | 5.7-6.7 | 0.4 | --- | --- | --- |
| Analysed | 1.62-1.74 | 2.2 | 0.46-0.48 | 5.7-5.8 | 0.41 | 0.07 | 0.04 | 0.012 |

Table 2 Analyzed microstructural parameters of ECA pressed and rolled 7010AA by using EBSP-SEM

| Passes | Equivalent strain | grain size | | | misorientation angle (degree) | HAGB(%) |
|----------------|-------------------|------------|------|------|-------------------------------|---------|
| | | HAGB | LAGB | mean | | |
| 5 | 3.3 | 4.09 | 0.68 | 0.57 | 7.56 | 15.69 |
| 10 | 6.6 | 3.54 | 1.03 | 0.78 | 10.8 | 23.62 |
| 15 | 10 | 3.28 | 1.03 | 0.71 | 13.18 | 30.82 |
| 15+40% rolling | 10.4 | 2.69 | 1.04 | 0.74 | 12.56 | 29.25 |
| 15+80% rolling | 10.8 | 2.66 | 0.92 | 0.68 | 11.78 | 26.60 |

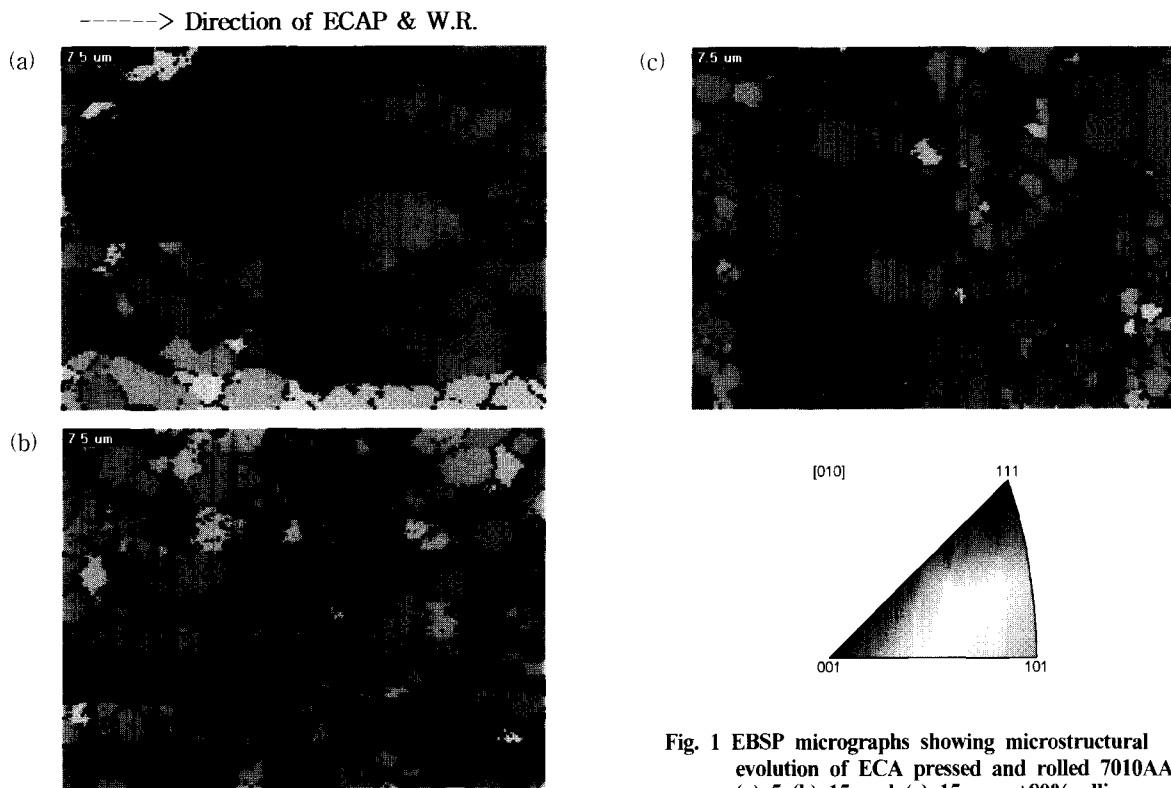


Fig. 1 EBSP micrographs showing microstructural evolution of ECA pressed and rolled 7010AA (a) 5 (b) 15 and (c) 15passes+80%rolling

size)의 큰 변화없이 고각각 경계 (high angle grain boundary; HAGB)의 비율이 증가되는 현상이 관찰되었다. 이러한 결과로부터 ECAP 공정의 경우 초기 수 회의 공정에서 강한 전단 변형에 의해 대부분의 결정립이 분쇄 (fragmentation) 되는 현상이 발생되고, 이때 형성된 미세한 아결정립이 가공 횟수의 증가에 따라 연속적인 재결정에 의해 고각 결정립으로 변화해감을 알 수 있었다.^(3~4) 한편, ECAP 후 온간 압하량에 따른 미세조직의 변화는 ECAP 효과에 비해 상대적으로 미미하였는데 이는 우선, Fe-Mg-Zr 합금계의 경우 600K까지는 ECAP 가공에 의해 형성된 초세립 조직이 비교적 열적으로 안정하고, 압연에 의해 온간에서 노출된 시간이 35분 내외로

비교적 짧으며, 마지막으로 ECAP 과정에 비하여 온간압연시 소성 변형량이 비교적 적었기 때문으로 판단된다.⁽¹⁵⁾

Fig. 1은 EBSD에 의해 분석된 대표적인 세가지 조직으로써 초소성 변형 특성에 직접적인 영향을 미치는 고각각 계면과 결정립의 방위차를 각각 검은 실선과 색상차로서 보여주고 있다. 그림에서 각 결정립의 개별 방위는 효과적인 시각적 표현을 위해, 붉은색, 노란색, 파란색을 각각 표준 삼각형 (standard triangle)의 기준 방위로 설정하였으며, 기준 방위 사이의 방향은 세 가지 기본 색상을 연속적으로 혼합하여 표시하였다. 이러한 화상 분석결과 두드러진 점은, 전반적으로 Table 2의 EBSD

분석결과가 세 조직 모두 $1\mu\text{m}$ 이하의 매우 미세한 평균 결정립도를 가지는데 반하여, 초소성 현상을 좌우하는 고경각 결정립의 크기가 $2\sim 4\mu\text{m}$ 정도로서 측정된 평균 결정립도를 훨씬 상회한다는 것이다. 다만 기존의 Al 초소성 재료의 평균 결정립도인 $10\mu\text{m}$ 내외에 비해서는 고경각 계면의 결정립도가 1 order 정도 줄어든 것으로 판단된다.⁽¹⁶⁾

Fig. 1에서 각 조직의 특성을 보다 자세히 살펴보면, 먼저 ECAP 공정에 의해 5회 가공된 조직의 경우 기존의 연구 결과에서와 동일하게 압축방향으로 유사한 색상을 가지는 띠 형상의 미세조직을 보이는 것으로 추정할 때 압축방향으로 결정립 방위차가 적은 아결정립의 섬유상 조직을 형성하고 있음을 알 수 있으며, 이는 냉간 압연재에서 관찰되는 전단 밴드상 조직과 매우 유사하였다.^(17~18) 이에 비해 15회로 가공횟수가 증가된 경우 변형량 증가로 인하여 고경각 계면에 의한 결정립도가 전반적으로 감소하고 있으며, 결정립도 분포도 균일하게 개선되었음을 알 수 있다. 또한 가공방향으로의 방위차도 보다 불규칙한 형태로 변화하여 밴드 조직이 소실되는 현상을 보임으로써 초소성에 보다 적합한 조직으로 변화하였다. 한편, 15회의 ECAP 가공 후 80%의 추가 온간압연 공정을 더한 경우에는 평균 고경각 결정립도가 다소 감소하는 현상을 보였으나 결정립도 분포가 조대 결정립과 미세 결정립으로 양분되는 현상을 보여주고 있다. 이러한 현상은 온간압연 온도인 300°C 에서 압연 전 초세립 조직이 비교적 열적으로 안정하다는 결과를 고려할 때 결국, 압연 도중 또는 압연 후 열처리 과정에서 국부적인 영역에서의 동적 및 정적 회복 현상에 의해 아결정립의 합체와 성장이 발생되어 전체적으로 결정립도가 불균일하게 된 것으로 생각된다.⁽¹⁵⁾

3.2. 초소성 변형특성

Fig. 2는 세 조직 중에서 가장 미세 균일한 결정립 특성을 가졌던 ECAP 15회 가공재의 초소성 특성을 조사하기 위하여 $400\sim 500^\circ\text{C}$ 온도구간에서 변형속도 변환시험을 수행한 결과이다. 실험결과 동 조직은 전체 실험 온도 구간에서 50MPa 이하의 낮은 유동응력과 0.4 이상의 변형속도 민감계수(m)값을 보였다. 특히, 450°C 이상에서는 변형속도 $10^2/\text{sec}$ 이상의 고 변형 속도 구간으로 접근할수록 m 값이 오히려 상승하는 특성을 보이고 있다.^(14,15) 따라서 본 실험에서 ECAP 공정에 의해 최소 400°C 의 저온 초소성 변형과, 450°C 이상에서는 $10^2/\text{sec}$ 이상의 변형속도 구간에서도 초소성 특성을 보이는 고 변형속도 초소성 현상이 가능할 것으로 예측 되었다. 상

술한 결과는 P. Partridge⁽¹⁶⁾ 등이 보고한 7010 AA 의 $480\sim 520^\circ\text{C}$ 온도구간에서의 초소성 조건과 비교해 볼 때 결정립 미세화에 의하여 상대적으로 80°C 이상의 초소성 온도 하강과 가공 window 확대가 이루어진 것으로 판단된다.

Fig. 3 은 ECAP 가공량 및 소성가공 방법이 초소성 특성에 미치는 영향을 알아보기 위하여, Fig. 1 의 세가지 대표조직에 대해 변형속도 변환시험을 수행한 결과이다. 변형시험은 Fig. 2의 온도 효과에서 고 변형속도 초소성이 가능했던 최저온도인 450°C 에서 실시하였다. 먼저 ECAP 가공 횟수, 즉 유효 변형량의 변화에 따른 초소성 특성변화를 ECAP 5회 재와 15회재로 비교하여 보면 가공 횟수의 증가에 따라 전체 변형속도 구간에서 유동응력이 감소하고 변형속도 민감계수값(m)이 증가할 뿐 아니라 최대 m 값에 해당하는 최적 변형속도가 빨라지는 결과를 보여주고 있다.

이러한 결과를 Table 2의 미세조직 인자와 관련하여 살펴보면, 유효변형량 증가에 따른 고경각 계면의 결정립도 및 평균 결정립도의 변화는 그리 크지 않으나, 변형량 증가에 따른 평균결정립 방위차는 빠르게 증가되고 있으며, 특히 고각계면의 분율은 2배이상 증가되었음을 알 수 있다. 따라서 이러한 계면 특성의 변화 즉, 저각 경계로부터 고경각 경계로의 특성 변화가 가공횟수 증가에 따른 초소성 특성 개선 효과로 나타났음을 유추할 수 있다.⁽¹⁹⁾ 한편 15회 ECAP 공정을 거친 재료를 판재화하기 위하여 80% 로 추가 온간 압연한 경우, 초소성 특성은 전체 변형속도 구간에서 초소성 유동응력의 상승 이외에 변형속도 민감계수값의 큰 차이는 초래하지 않았다. 이러한 결과는 Table 2의 미세조직 분석 결과에서도 살펴볼 수 있듯이 ECAP 공정에 비하여 온간압연시의 소성 변형량이 크지 않아 미세조직에 있어서의 큰 변화를 가져오지 못했기 때문으로 생각된다. 다만, 압하량 증가에 따른 결정립도 분포의 양분화 현상등으로 인하여 빠른 변형속도 구간에서의 변형속도 민감계수값이 급격하게 저하되는 현상이 관찰되고 있다.

Fig. 4는 초소성 특성이 가장 좋을 것으로 평가된 ECAP 15회 가공재의 초소성 특성을 평가하기 위하여 Fig. 2의 유동응력 곡선과 변형속도 민감계수 곡선으로부터 얻어진 각 온도에서의 최적 초소성 속도하에서 초소성 변형시험을 수행한 결과이다. 그 결과 Fig. 4에서 알 수 있듯이 최대 연신율은 450°C , $5 \times 10^{-3}/\text{sec}$ 의 저온 및 비교적 빠른 변형속도 구간에서 740% 를 나타내었다. 또한 전체 온도구간에서 모두 초소성 현상이 관찰되었으며, 특히 500°C 성형재의 경우 $5 \times 10^{-2}/\text{sec}$ 의 매우 빠

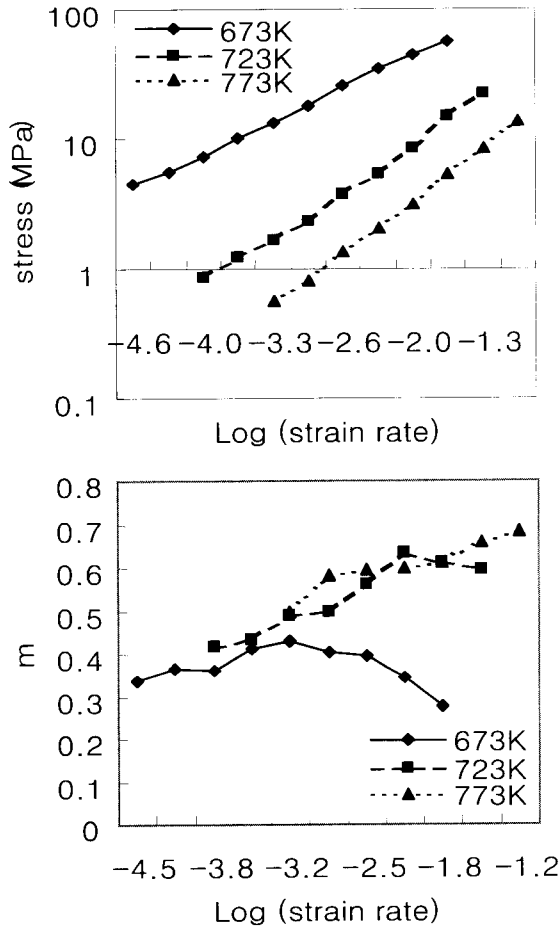


Fig. 2 Effects of temperature on (a) flow stress and (b) m value vs. strain rate relationship for samples after 15 passes ECA pressing

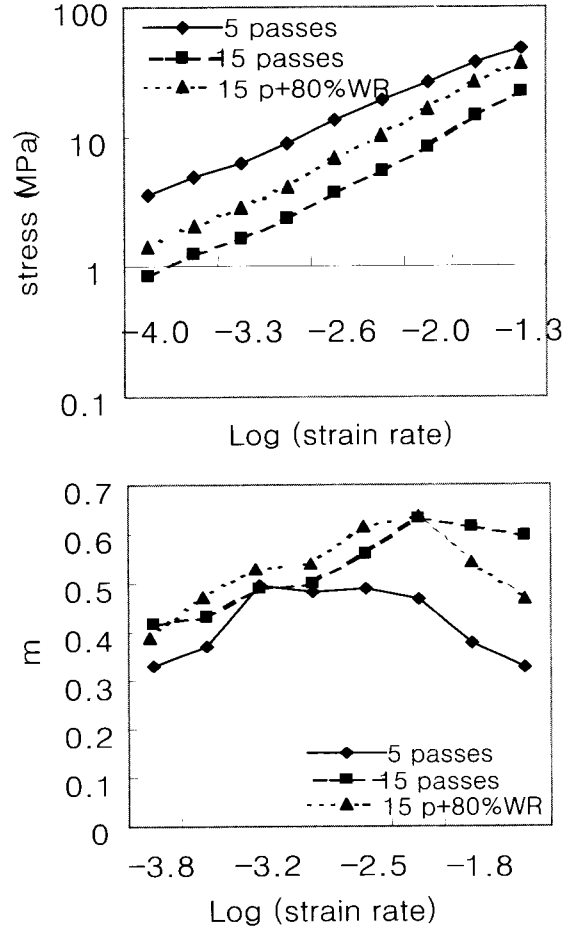


Fig. 3 Effects of processing routes on (a) flow stress and (b) m value vs. strain rate relationship for samples after ECA pressing and warm rolling

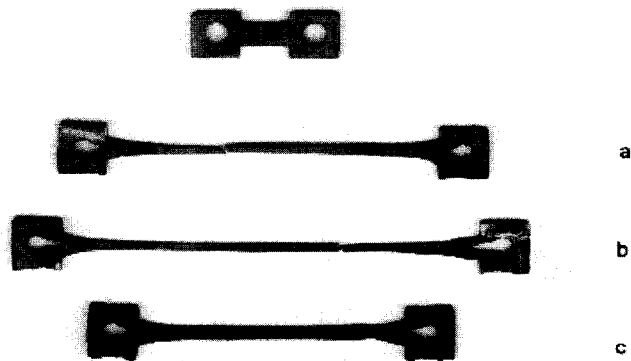


Fig. 4 Superplastically deformed specimens for ECA pressed 7010 Al alloy (a) at 673K, 5×10^4 /sec, 560% (b) at 723K, 5×10^3 /sec, 740% and (c) at 773K, 5×10^2 /sec, 440%

른 변형속도에도 불구하고 440%의 비교적 높은 연신율을 특성을 보여주었다.

4. 요약

7010 Al 합금을 ECAP 공정에 의해 submicrometer 크기의 평균결정립도와 2-4 μ m 크기의 고정각 계면을 가지는 미세 결정립으로 제조하였다. ECAP 가공된 재료는 EBSD 관찰 결과 초기 수 회의 압축으로 초세립의 아결정립을 가지는 분쇄 현상을 일으킨 후, 가공횟수의 증가에 따라 결정립도의 큰 변화없이 계면 특성이 고정각 계면으로 변화하는 연속 재결정 (continuous recrystallization) 현상을 나타내었다. ECAP 후 온간 압연에서의 미세조직변화는 상대적으로 미미하였으며 이는 ECAP 가공에 의해 형성된 초세립 조직이 비교적 열적으로 안정하고, 온간 압연에서의 유효 변형량이 ECAP 공정에 비하여 적었기 때문으로 생각된다. ECAP 및 온간압연에 의해 제조된 시편은 400-500°C 의 온도구간에서 모두 초소성 특성을 나타내었으며, 성형시험결과 15회 ECAP 가공된 재료의 450°C, 5x10⁻³/sec 조건에서 최적 연신율 740%를 나타내었다.

후 기

국립 상주대학교 산업과학기술연구소의 연구비 지원에 감사드립니다.

참 고 문 헌

- (1) R. Z. Valiev, 2001 "Developing SPD methods for processing bulk nanostructured materials with enhanced properties", *Metals and Materials International*, 7, No. 5, pp. 413~420.
- (2) Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon, 1997 "An investigation of microstructural evolution during equal channel angular pressing", *Acta Materialia*, 45, No 11, pp. 4733~4741.
- (3) M. Murayama, Z. Horita and K. Hono, 2001 "Microstructure of two-phase Al-1.7Cu alloy deformed by equal-channel angular pressing", *Acta Materialia*, 49, No 1, pp. 21~29.
- (4) J. C. Lee, H. K. Seok, J. Y. Suh, J. H. Han and Y. H. Chung, 2002 "Structural evolution of a strip-cast Al alloy sheet processed by continuous equal-channel angular pressing", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 33, No. 3, pp. 665~673.
- (5) 이정국, 신동혁 외, 2001 "ECAP 강가공에 의한 5083 Al 합금의 결정립 미세화", *대한금속재료학회지*, Vol. 39, No. 2, pp. 158~164.
- (6) S. Lee, A. Utsunomiya, H. Akamatsu, K. Neishi, M. Furukawa, Z. Horita and T. G. Langdon, 2002 "Influence of scandium and zirconium on grain stability and superplastic ductilities in ultrafine-grained Al-Mg alloys", *Acta Materialia*, 50, No. 3, pp. 553~564.
- (7) A. Yamashita, Z. Horita and T. G. Langdon, 2001 "Improving the mechanical properties of magnesium and a magnesium alloy through severe plastic deformation", *Materials Science and Engineering*, A300, No. 1-2, pp. 142~147.
- (8) M. Furukawa, A. Utsunomiya, K. Matsubara, Z. Horita and T. G. Langdon, 2001 "Influence of magnesium on grain refinement and ductility in a dilute Al-Sc alloy", *Acta Materialia*, 49, No. 18, pp. 3829~3838.
- (9) J. K. Kim, H. G. Jeong, S. I. Hong, Y. S. Kim and W. J. Kim, 2001 "Effect of aging treatment on heavily deformed microstructure of a 6061 aluminum alloy after equal channel angular pressing", *Scripta Materialia*, 45, No. 8, pp. 901~907.
- (10) Z. Horita, T. Fujinami, M. Nemoto and T. G. Langdon, 2001 "Improvement of mechanical properties for Al alloys using equal-channel angular pressing", *Journal of Materials Processing Technology*, 117, No. 3, pp. 288~292.
- (11) V. Patlan, K. Higashi, K. Kitagawa, A. Vinogradov and M. Kawazoe, 2001 "Cyclic response of fine grain 5056 Al-Mg alloy processed by equal-channel angular pressing", *Materials Science and Engineering*, A319-321, pp. 587~591.
- (12) A. Vinogradov, S. Nagasaki, V. Patlan, K. Kitagawa and M. Kawazoe, 1999 "Fatigue properties of 5056 Al-Mg alloy produced by equal-channel angular pressing", *Nanostructured Materials*, 11, No 7, pp. 925~934.
- (13) V. Patlan, A. Vinogradov, K. Higashi and K. Kitagawa, 2001 "Overview of fatigue properties of

- fine grain 5056 Al-Mg alloy processed by equal-channel angular pressing", *Materials Science and Engineering A*, A300, No. 1-2, pp. 171~182.
- (14) S. Komura, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon, 2001 "Optimizing the procedure of equal-channel angular pressing for maximum superplasticity", *Materials Science and Engineering A*, A297, No. 1-2, pp. 111~118.
- (15) H. Akamatsu, T. Fujinami, Z. Horita and T. G. Langdon, 2001 "Influence of rolling on the superplastic behavior of an Al-Mg-Sc alloy after ECAP", *Scripta Materialia*, 44, No. 5, pp. 759~764.
- (16) A. J. Shakesheff, and P. G. Partridge., 1985, "Effect of superplastic deformation on the grain size and tensile properties of 7010 alloy sheet", *J. of Mat. Sci.*, 20, pp2408~2416.
- (17) O. Daaland and E. Nes, 1996 "Origin of cube texture during hot rolling of commercial Al-Mn-Mg alloys", *Acta Materialia*, 44, No 4, pp. 1389~1411.
- (18) O. Daaland and E. Nes, 1996 "Recrystallization texture development in commercial Al-Mn-Mg alloys", *Acta Materialia*, 44, No 4, pp. 1413~1435.
- (19) T. Haruna, T. Shibayanagi, S. Hori, N. Furushiro, 1992, "Effect of grain boundary characters on grain boundary sliding during superplastic deformation", *Mater. Trans. JIM*, 33, pp374~379.