

## ECAP가공한 P/M 6061 Al 합금의 미세조직과 기계적 성질

장 시 영

한국항공대학교 항공재료공학과

### Microstructural and Mechanical Characteristics of the ECAPed P/M 6061 Al Alloy

Si-Young Chang

Department of Materials Engineering, Hankuk Aviation University, Kyonggi-do 412-791, Korea

(Received 24 January 2002 ; Accepted form 9 February 2002)

**Abstract** Microstructural and mechanical characteristics of P/M 6061 Al alloy subjected to equal channel angular pressing (ECAP) were investigated. The P/M 6061 Al alloy had an initial grain size of approximately 20  $\mu\text{m}$ . An equiaxed ultra-fine grained structure with the mean grain size of  $\sim 0.5 \mu\text{m}$  was obtained by four repetitive ECAP at 473 K. The microhardness of P/M 6061 Al alloy was drastically increased from about 40 Hv to 80 Hv by two repetitive ECAP at 373 K. However, the microhardness decreased with increasing ECAP temperature. The tensile strength of as-hot-pressed P/M 6061 Al alloy before ECAP was 95 MPa, whereas it increased to both 248 MPa after two repetitive ECAP at 373 K and 130 MPa after four repetitive ECAP at 473 K. The tensile properties of the ECAPed sample were compared with those of commercial cast 6061-O and 6061-T4 Al alloys.

**Keywords** : Powder metallurgy, 6061 Al, Equal channel angular pressing, Ultra-fine grain size

#### 1. 서 론

최근에 submicrometer이하의 초미세립 조직을 갖는 금속재료를 얻기 위한 방법으로서 equal channel angular pressing (ECAP)<sup>1-5)</sup> 가공법이 주목을 받고 있다. 이 가공법은 동일한 단면적을 갖는 두 채널을 90° 또는 그 이상의 각으로 교차시킨 die를 통하여 시편을 프레스하여 simple shear에 의한 변형을 가하는 방법이다. 압연, 압출, 단조 등 기존의 소성가공이 재료의 단면적을 감소시키는 것과는 달리, ECAP에서는 시편을 같은 단면적을 갖는 채널을 통하여 변형시키므로 시편의 단면적 감소없이 이론적으로 무한한 변형량을 가할 수 있다. 또한, ECAP는 내부 porosity가 존재하지 않고 균일한 변형을 갖는 벌크재를 제조할 수 있는 장점을 가지고 있다. 최근까지 ECAP에 대한 연구는 여러 합금계에 적용되고 있어, 예를 들면 Armco iron,<sup>6,7)</sup> Al 합금 및 복합재료,<sup>8-12)</sup>

Cu,<sup>13-16)</sup> Mg 합금,<sup>8)</sup> Ni,<sup>6)</sup> 저탄소강,<sup>4,5,17-20)</sup> Ti 합금,<sup>21-23)</sup> Zn-22%Al 합금<sup>24)</sup> 등에 적용한 연구 결과가 보고되고 있다. 이 중에서 초미세립 Al 합금의 개발은 최근의 지구 환경 및 에너지 문제의 해결을 위한 재료의 경량화 및 고성능화란 측면에서 매우 중요시되고 있다.

Al 합금중에서 Al-Mg-Si계 합금의 대표적 상용 합금인 6061 Al 합금은 적당한 강도와 우수한 내부식성, 용접성 및 피로강도를 가지고 있기에 건설 및 선박과 자동차 등의 수송용 구조재료로서 널리 사용되고 있다.<sup>25)</sup> 일반적으로, 이러한 6061 Al 합금은 주조한 그대로 사용된다. 그러나, 6061 Al 합금의 제조 프로세스에 분말야금을 적용하면 응고시 침상 및 피상 형태의 정출물 및 복합생성물을 줄일 수 있으며, 주조재와 비교하여 균질하고 미세한 결정립 조직을 얻을 수 있다.<sup>26)</sup> 한편, 압연, 압출, 단조 등의 가공은 재료내의 결함을 없애고 기계적 성질의 향상을

위하여 분말야금공정의 후공정으로서 종종 사용되고 있다. 이러한 후공정으로서 기존 가공방법 대신에 초미세립을 얻기 위한 강소성가공법의 하나인 ECAP를 적용하는 것은 매우 가치가 있으며, 흥미로운 일이라 할 수 있다. 따라서, 본 연구에서는 상용 6061 Al 합금을 분말야금에 의해 제조한 후 여러 조건에서 ECAP가공을 하여, 각각의 조건에서 얻어진 재료의 미세조직 및 기계적 특성을 조사, 비교·검토하였다.

## 2. 실험 방법

평균입자크기  $30\ \mu\text{m}$  이하인 상용 6061 Al 합금 (Al-1.01wt%Mg-1.07wt%Si-0.35wt%Cu-0.25wt%Fe-0.05wt%Mn-0.12wt%Cr) 분말을 air atomization법으로 제조한 후 회전 속도 3000 rpm의 고속교반기로 20 min 동안 혼합하였다. 제조한 시료를 100 MPa의 압력으로 773 K에서 열간성형을 하였다. 얻어진  $\phi 32\ \text{mm} \times 80\ \text{mm}$  크기의 시료로부터  $\phi 10\ \text{mm} \times 80\ \text{mm}$  크기의 봉상 시료를 가공하여 ECAP가공용 시료로 하였다. ECAP가공은 가공온도를 373~573 K 범위에서 바꾸어 가며, 각 프레스마다 시료의 회전이 없는 Route A와  $180^\circ$  회전시켜 프레스하는 Route C로서 수행하였다.<sup>9,11)</sup> 본 실험에서 사용한 ECAP이 공용 다이는 한 번의 ECAP가공시 약 1에 가까운 유효변형량이 얻어지도록 교차되는 두 채널이 이루는 내부각  $\Phi$ 와 채널 외부 교차점에서의 곡률의 호로 정의

되는  $\Phi$ 를 각각  $90^\circ$ ,  $20^\circ$ 가 되도록 제작하였다.<sup>27,28)</sup>

ECAP가공 후의 경도변화는 vickers microhardness tester로 vickers diamond pyramidal indenter를 사용하여 50 g의 하중으로 15 sec 동안 압입하였으며 오차를 최소화하기 위하여 시편상에 무작위로 선택된 영역을 10회씩 측정하여 평균값을 취하였다. 인장 시험은 게이지 길이 10 mm의 시편을 이용하여 초기 변형속도  $1.00 \times 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$ 로 상온에서 실시하였다. ECAP가공한 시편의 길이방향에 수직인 면(X)과 평행한 면(Y)의 미세조직을 전자방사주사전자현미경(field emission scanning electron microscope, FE-SEM, JSM6330F, JEOL, Japan)을 이용하여 관찰하였으며, 투과전자현미경(transmission electron microscope, TEM, JEOL 2010, Japan) 관찰에는 Y면을 이용하였다.

## 3. 실험결과 및 고찰

### 3.1. 미세조직

ECAP가공전의 열간성형한 P/M 6061 Al 합금의 미세조직과 EDS 분석 결과를 그림 1에 나타내었다. 열간성형한 P/M 6061 Al 합금의 결정립 크기는 약  $20\ \mu\text{m}$  이고, EDS분석결과 입체에는 공정 Si로 생각되는 입자가 존재하고 있다. 그러나, 일반적으로 주조 6061 Al 합금에서 보이는  $\text{Mg}_2\text{Si}$ 와  $\text{AlFeSi}$  등의 화합물은 확인되지 않았다.<sup>29)</sup> 이것은, 기존의 주조법

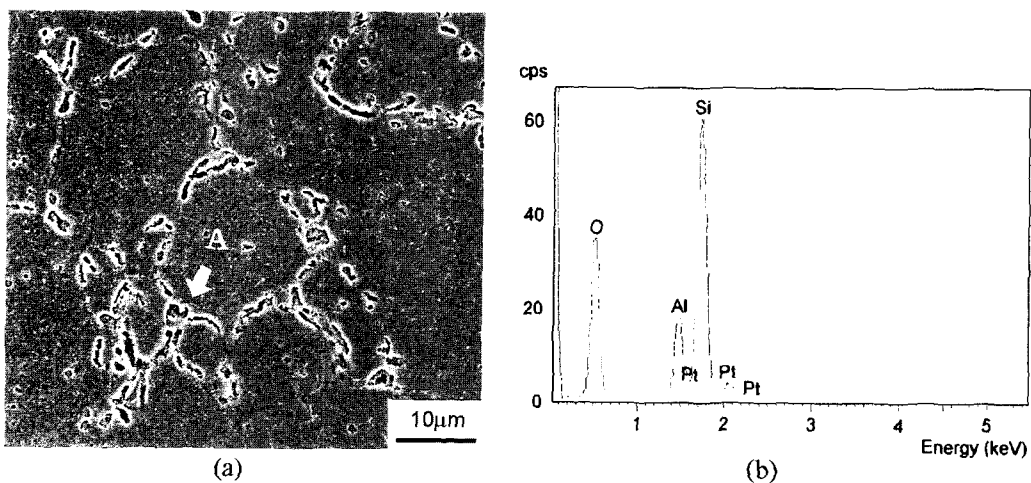


Fig. 1. (a) Microstructure of as-hot-pressed 6061 Al alloy before ECAP and (b) EDS analysis of particle indicated in the (a) as A.

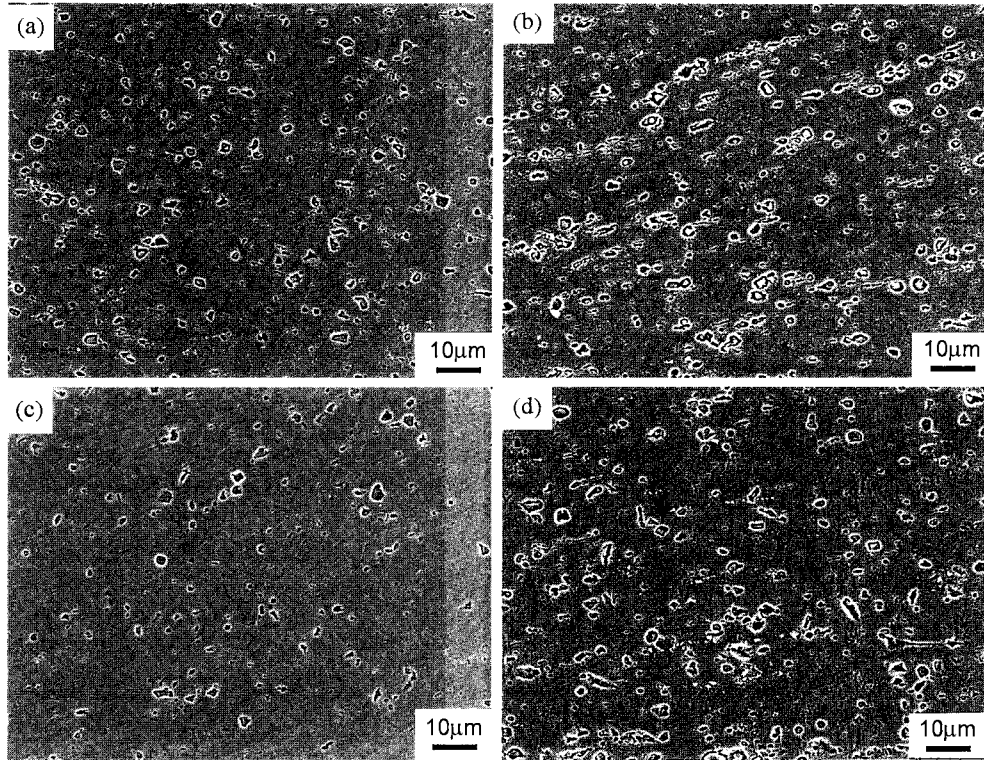


Fig. 2. Microstructural change of P/M 6061 Al alloy by two repetitive ECAP using route A at 373 K (a, b) and 573 K (c, d); (a) and (c) coming from X-plane, (c) and (d) coming from Y-plane.

과는 달리 6061 Al 합금의 용탕을 air-atomization함으로써 빠른 냉각속도로 인하여 Al에의 Mg와 Fe의 고용도가 증가하기 때문이라고 생각된다.

그림 2는 ECAP가공후의 P/M 6061 Al 합금의 미세조직 변화를 관찰한 결과이다. ECAP가공후 초기 결정입계는 관찰할 수 없고, Si입자는 균질하게 분포되어 있다. 373 K의 낮은 온도에서 ECAP가공한 시료는, Si입자가 시료의 길이 방향에 약 30° 기울어진 방향으로 배열하는 조직을 나타내었다. 이러한 입자의 배열 방향은 시료가 본 실험에서 사용한 다이를 통과할 때 생기는 이론 전단 방향(~26°)과 매우 유사하다.<sup>30)</sup> 이러한 입자의 배열 현상은 ECAP가공온도가 증가함에 따라 사라지는데, 그 이유는 ECAP가공에 따른 입자의 재배열이 기지 금속재료의 전단 변형 크기에 의존하고, 또한 전단변형의 크기는 ECAP가공온도에 의존하기 때문이다.<sup>31,32)</sup> 한편, X면과 Y면의 미세조직 차이는 거의 없었다. ECAP가공공정의 차이(route A와 C)에 따른 미세조직의 변화

를 그림 3에 나타내었다. 그러나, 가공공정의 차이에 따른 6061 Al 기지의 미세조직과 입자 분포의 차이는 분명하지 않았으며, 관찰면에 따른 차이도 관찰되지 않았다.

373 K와 573 K에서 두 번 반복 ECAP가공한 시료의 TEM 사진과 회절패턴을 그림 4에 나타내었다. Route A로 373 K에서 두 번 반복 ECAP가공한 시료의 결정은 길이 ~0.8 μm, 폭 ~0.3 μm의 아결정립 밴드조직을 갖는다. 밴드 내부에는 조밀한 전위 테브리(debris)로 이루어진 전위셀 경계(dislocation cell boundaries, DB)가 관찰되고, 전위셀 경계로 둘러싸인 셀 내부의 전위밀도는 비교적 낮다. 이러한 전위셀 경계의 구조는 강소성가공된 금속재료에서 관찰되는 대표적인 조직으로 보고되고 있다.<sup>33)</sup> 또한 이들 결정의 회절점이 약간 흩어져 있고 링 패턴이 나타난 것으로부터 결정입계간의 방위차(misorientation)가 커 고경각 결정립계가 형성되었음을 알 수 있다. 이에 비하여 573 K에서 두 번 반복 ECAP가공한 경

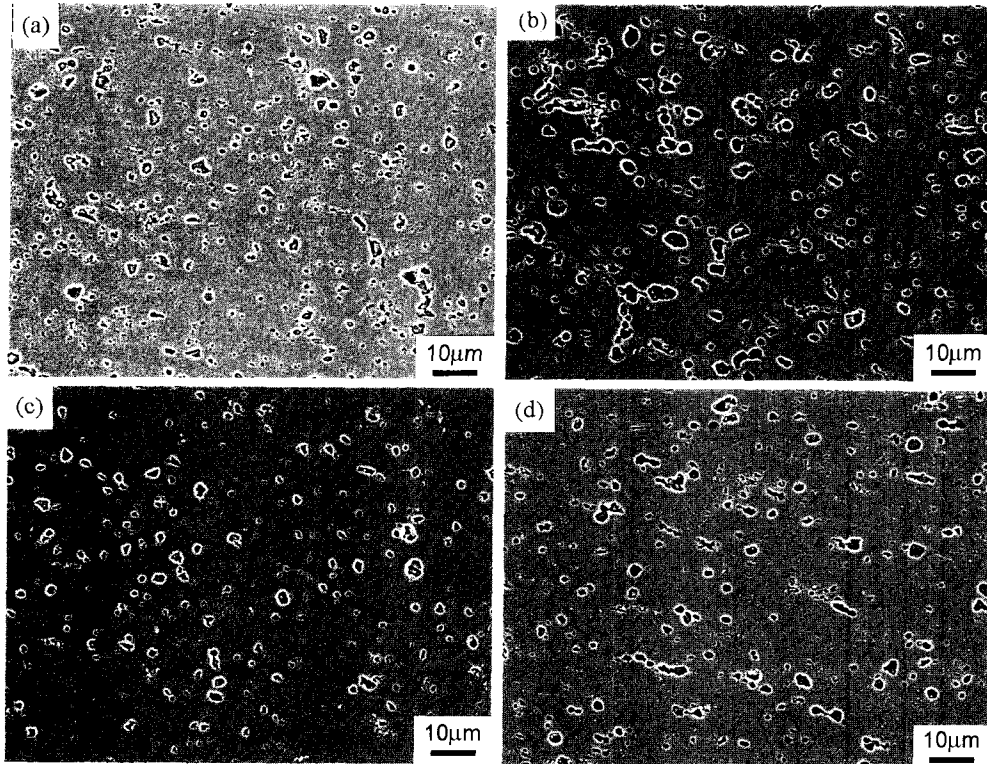


Fig. 3. Microstructural change of P/M 6061 Al alloy by four repetitive ECAP at 473 K using route A (a, b) and C (c, d); (a) and (c) coming from X-plane, (b) and (d) coming from Y-plane.

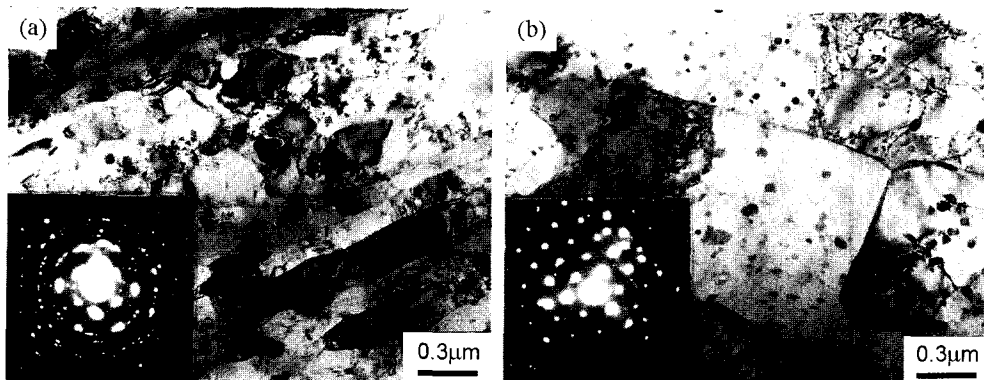


Fig. 4. TEM micrographs of P/M 6061 Al alloy developed by two repetitive ECAP using route A at 373 K (a) and 573 K (b).

우의 결정립은  $1\ \mu\text{m}$ 보다 크고, 회절점은 상대적으로 선명하다. 한편, Route A와 C의 다른 ECAP가공 공정을 사용하여 473 K에서 네 번 반복 ECAP가공 한 시료의 TEM 조직과 그에 상응하는 회절패턴을 그림 5에 나타내었다. TEM 관찰결과, ECAP가공 공

정의 차이(Route A와 C)에 따른 조직의 변화는 관찰되지 않았으나, 473 K에서 네 번 반복 ECAP가공 한 후에 약  $0.5\ \mu\text{m}$ 의 크기를 갖는 등축에 가까운 초미세립 결정립을 얻을 수 있었다. 한편, 회절점은 373 K와 573 K에서 두 번 반복 ECAP한 시료(그림

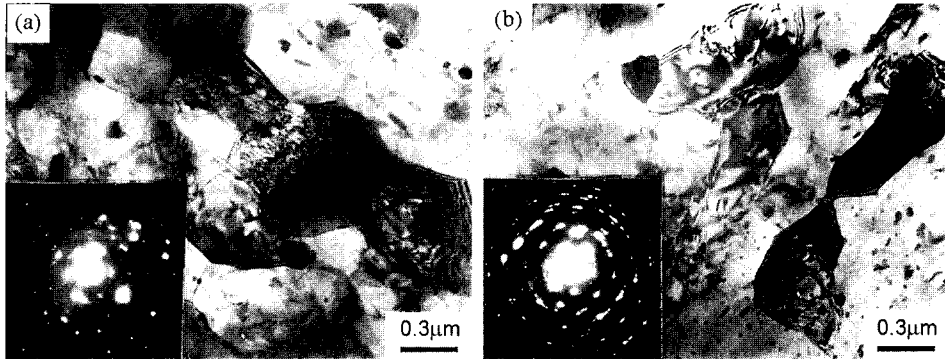


Fig. 5. TEM micrographs of P/M 6061 Al alloy developed by four repetitive ECAP at 473 K using route A (a) and C (b).

4)와 비교하여 보다 흩어진 경향을 보이고, 또한 링 수는 증가하여 반복가공에 의해 입계가 더욱 고경각으로 바뀌었음을 알 수 있다. 이와 같은 P/M 6061 Al 합금의 결정립 미세화는 비슷한 조건에서 ECAP가공한 주조 6061 Al 합금의 결과와 매우 유사하였다.<sup>34)</sup>

### 3.2. 경도 및 인장특성

그림 6은 ECAP가공 온도와 공정에 따른 P/M 6061 Al 합금의 경도 변화를 측정된 결과이다. P/M 6061 Al 합금의 경도(Hv)는 ECAP가공 후에 상당한 증가를 보이고, 특히 373 K에서 두 번 반복가공한 시료의 경도는 약 40에서 80정도로 급격하게 증가하였다. 그러나, ECAP 가공온도의 증가에 따라 경도는 감소하여, 573 K에서 두 번 반복가공한 경우에 약 55 정도였다. 일반적으로 ECAP 가공후의 경도 증가는 초기 결정립 내의 전단 변형에 의한 전단밴드의 형성, 초미세립 형성에 의한 결정립 미세화 및 전위의 밀도증가에 의한 가공경화 효과에 기인한다고 알려져 있고, 이것은 본 실험에서의 조직관찰결과(그림 4)와도 일치한다. 또한, 가공 온도의 증가에 따라 경도값이 감소하고 있는 것은 고온에서의 반복가공시 동적재결정 및 성장이 함께 일어나기 때문으로 보여진다.<sup>10,28)</sup> 한편, 473 K에서 네 번 반복가공한 시료에서 ECAP가공 공정의 차이에 의한 경도 변화는 거의 없었으며(그림 6(b)), 이것은 공정에 관계없이 각 프레스마다 도입된 유효 변형량이 같고,<sup>27,28)</sup> 그로 인하여 형성된 초미세립 조직의 차이는 거의 없기 때문이라고 생각된다(그림 5). 본 실험에서 ECAP가공한 모든 시료에 있어서, 관찰 면(X, Y)에

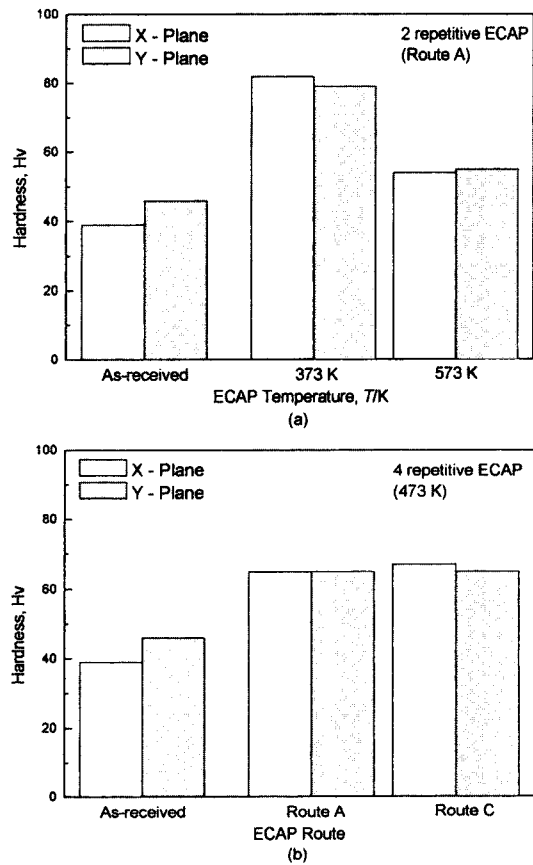


Fig. 6. Effect of ECAP temperature (a) and ECAP route (b) on microhardness of P/M 6061 Al alloy after (a) two repetitive ECAP using Route A, (b) four repetitive ECAP at 473 K.

따른 경도차이는 거의 없었다.

그림 7은 상온 인장시험의 결과로서 P/M 6061

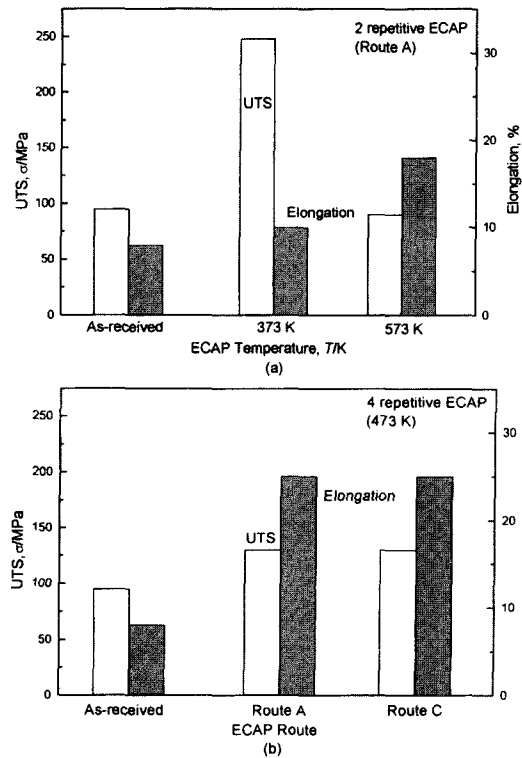


Fig. 7. Effect of ECAP temperature (a) and ECAP route (b) on tensile strength and elongation of P/M 6061 Al alloy after (a) two repetitive ECAP using Route A and (b) four repetitive ECAP at 473 K.

Al 합금의 인장강도와 연성에 미치는 ECAP가공 온도와 공정의 영향을 나타낸다. 열간성형한 P/M 6061 Al 합금의 인장강도는 약 95 MPa이고, 373 K에서 두 번 반복 ECAP가공 후에 약 248 MPa로 크게 증가하였다. 그러나, 가공온도가 573 K로 증가함에 따라 인장강도는 낮아져 열간성형한 시료와 비슷하고, 반면에 연신율은 증가한다. 이러한 결과는 그림 3에 보여진 미세조직의 특성과 관련있으며, 최근에 보고된 결과<sup>31,32)</sup>와도 잘 일치한다. 한편, 473 K에서 네 번 반복 ECAP가공한 경우에, 인장강도는 약 130 MPa정도였으나, 연신율은 25%로 매우 높았다(그림 7(b) 및 표 1 참조). 상기 결과로부터 열간성형한 P/M 6061 Al 합금의 인장강도와 연신율은 ECAP가공에 의하여 증가함을 알 수 있었고, 이와 같이 연신율의 큰 감소없이 인장강도가 증가하는 것은 ECAP가공한 Al 합금에서 종종 보고되고 있다.<sup>35)</sup> 또한, ECAP가공에 의한 강도 증가는 강소성가공에 의해

Table 1. Comparison of tensile properties between commercial and present 6061 Al alloys

	Tensile Strength (MPa)	Elongation (%)
2 ECAPed P/M 6061 (373K, Route A)	248	10
4 ECAPed P/M 6061 (473K, Route A)	130	25
Cast 6061-O	123	25
Cast 6061-T4	235	22

도입된 extrinsic 결정입계 전위의 소멸 kinetics와 초미세립의 변형에 필요한 전위 수에 밀접한 관계가 있다고 최근에 보고되고 있다.<sup>13,36,37)</sup> 한편, 그림 7(b)에서 알 수 있는 것처럼, ECAP공정의 차이에 따른 인장강도와 연신율의 변화는 거의 없었다.

Table 1은 본 실험에서 얻어진 ECAP가공한 P/M 6061 Al 합금과 기존의 상용 주조 6061-O와 6061-T4 Al 합금<sup>38)</sup>의 인장강도와 연성을 비교하여 나타낸 표이다. 373 K에서 두 번 반복 ECAP가공한 P/M 6061 Al 합금의 인장강도는 완전히 어닐링한 상용 6061-O Al 합금보다 약 2배정도 높고, T4 처리한 상용 6061-T4 Al 합금보다 약간 높으며, 반면에 연신율은 10%로 낮았다. 대조적으로, 473 K에서 네 번 반복 ECAP가공한 시료의 인장강도는 상용 6061-O Al 합금과 비교하여 약간 높았으며, 연신율 또한 25%로 동등하였다. 이상의 결과로부터, 적절한 온도에서의 반복 ECAP가공에 의한 결정립 미세화는 P/M 6061 Al 합금의 인장특성 향상에 유효하다고 사료된다.

#### 4. 결 론

분말야금공정으로 준비된 6061 Al 합금을 373~573 K 범위의 가공온도에서 각 프레스마다 시료의 회전 없는 route A와 180° 회전시켜 가공하는 route C로 최대 네 번 반복 ECAP가공하였다. ECAP가공 공정 route A로 373 K에서 두 번 반복 가공된 시료는 길이 ~0.8  $\mu\text{m}$ , 폭 ~0.3  $\mu\text{m}$ 의 아결정립 밴드의 미세조직을 나타내었으며, 가공온도가 573 K로 증가함에 따라 아결정립 밴드의 크기는 길이와 폭이 1  $\mu\text{m}$  이상으로 커졌다. 평균 결정립 크기 ~0.5  $\mu\text{m}$ 인 등축의 초미세립 조직은 473 K에서 route A와 C를 이용

하여 네 번 반복 ECAP가공한 후에 얻을 수 있었다. 이와 같은 등축 초미세립 조직의 시료는 열간성형한 시료보다 약 20 Hv 높은 경도를 나타내었다. 또한, P/M 6061 Al 합금의 인장강도는 약 95 MPa으로부터 373 K에서 두 번 반복 ECAP가공한 후에 248 MPa, 473 K에서 네 번의 반복 ECAP가공에 의하여 130 MPa로 크게 증가하여, 상용 주조 6061 Al 합금에 필적하는 인장강도를 보였다. ECAP가공은 분말야금 공정으로 제조한 6061 Al 합금의 후공정으로서 유효하였고, 특히 가공 중에 동적 재결정이 일어나지 않는 낮은 온도에서 반복하여 높은 유효변형량을 줌으로서 등축의 초미세 결정립 조직을 얻을 수 있고, 그 결과로서 경도와 강도를 크게 증가시킬 수 있었다.

### 참고문헌

1. R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev and I. V. Alexandrov: Progress in Materials Science, **45** (2000) 103.
2. D. H. Shin, Y. S. Kim and E. J. Lavernia: Acta Mater., **49** (2001) 2387.
3. D. H. Shin, I. Y. Kim, J. Kim and K. T. Park: Acta Mater., **49** (2001) 1285.
4. D. H. Shin, B. C. Kim, K. T. Park and W. Y. Choo: Acta Mater., **48** (2000) 3245.
5. D. H. Shin, B. C. Kim, Y. S. Kim and K. T. Park: Acta Mater., **48** (2000) 2247.
6. V. M. Segal: Mater. Sci. Eng., **A197** (1995) 157.
7. R. Z. Valiev, Yu. V. Ivanisenko, E. F. Rauch and B. Baudelet: Acta Mater., **44** (1996) 4705.
8. M. V. Markshev, C. C. Bampton, M. Yu. Murashkin and D. A. Hardwick: Mater. Sci. Eng., **A234-236** (1997) 927.
9. R. Z. Valiev, A. V. Korznikov and R. R. Mulyukov: Mater. Sci. Eng., **A168** (1993) 141.
10. P. B. Berbon, N. K. Tsenev, R. Z. Valiev, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon: Metall. Mater. Trans., **29A** (1998) 2237.
11. Y. Iwahashi, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon: Metall. Mater. Trans., **29A** (1998) 2245.
12. R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, N. F. Kuzmina, Y. Li and T. G. Langdon: Scripta Mater., **40** (1999) 117.
13. R. Z. Valiev, E. V. Kozlov, Yu. F. Ivanov, J. Lian, A. A. Nazarov and B. Baudelet: Acta Metall. Mater., **42** (1994) 2467.
14. S. Ferrasse, V. M. Segal, K. T. Hartwig and R. E. Goforth: Metall. Mater. Trans., **28A** (1997) 1047.
15. R. Z. Valiev and I. V. Alexander: Nanostruct. Mater., **12** (1999) 35.
16. I. V. Alexander and R. Z. Valiev: Nanostruct. Mater., **12** (1999) 709.
17. D. H. Shin, K. H. Oh, W. J. Kim, S. W. Lee and W. Y. Choo: J. Korean Inst. Metall. Mater., **37** (1999) 1048.
18. H. Shin, W. J. Kim and W. Y. Choo: Scripta Mater., **41** (1999) 259.
19. D. H. Shin, C. W. Seo, J. R. Kim, K. T. Park and W. Y. Choo: Scripta Mater., **42** (2000) 695.
20. K. T. Park, Y. S. Kim, J. K. Lee and D. H. Shin: Mater. Sci. Eng., **A293** (2000) 165.
21. S. L. Semitan, V. M. Segal, R. E. Goforth, N. D. Frey and D. P. DeLo: Metall. Mater. Trans., **30A** (1999) 1425.
22. D. P. DeLo and S. L. Semitan: Metall. Mater. Trans., **30A** (1999) 2473.
23. S. L. Semitan and D. P. DeLo: Mater. Design, **21** (2000) 311.
24. M. Furukawa, Y. Ma, Z. Horita, M. Nemoto, R. Z. Valiev and T. G. Langdon: Mater. Sci. Eng., **A241** (1998) 122.
25. Microstructure and Properties of Aluminum Alloys, The Japan Institute of Light Metals, Tokyo (1991) 290.
26. R. M. German: Powder Metallurgy of Iron and Steel, John Wiley & Sons Inc., New York (1998) 380.
27. K. Nakashima, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon: Acta Mater., **46** (1998) 1589.
28. Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon: Scripta Mater., **35** (1996) 143.
29. Microstructure and Properties of Aluminum Alloys, The Japan Institute of Light Metals, Tokyo (1991) 279.
30. A. Shan, I. K. Moon, H. S. Ko and J. W. Park: Scripta Mater., **41** (1999) 353.
31. D. H. Shin, Y. K. Kim, K. T. Park and Y. S. Kim: Mater. Sci. Eng., (2001) in press.
32. A. Yamashita, D. Yamaguchi, Z. Horita and T. G. Langdon: Mater. Sci. Eng., **A287** (2000) 100.
33. Z. Horita, T. Fujinami, M. Nemoto and T. G. Langdon: Metall. Mater. Trans. A, **31A** (2000) 691.
34. N. Hanessen: Metall. Mater. Trans. A, **16A** (1985) 2167.
35. S. Y. Chang, J. G. Lee, K. T. Park and D. H. Shin: Mater. Trans., **42** (2001) 1074.
36. J. Lian, B. Baudelet and A. A. Nazarov: Mater. Sci. Eng., **A172** (1993) 23.
37. W. Lojkowski: Acta Metall. Mater., **39** (1991) 1891.
38. Microstructure and Properties of Aluminum Alloys, The Japan Institute of Light Metals, Tokyo (1991) 478.