

Sc첨가한 Al-Mg 합금의 고온변형 거동에 미치는 결정립 크기의 영향

禹基道[†] · 金錫元 · 金學信 · 梁昶皓 · 朴喜燦 · Y. MIURA* · 朴京台**

전북대학교 신소재공학부, 공업기술연구소

*九州大學 工學部

**한밭대학교 신소재공학부

Effects of Grain Size on High Temperature Deformation Behavior of Sc added Al-Mg Alloy

K. D. Woo[†], S. W. Kim, H. S. Kim, C. H. Yang, H. C. Park, Y. MIURA* and K.T. Park**

Division of Advanced Materials Engineering & the RICT, Engineering Research Institute,
Chonbuk National University, Chonbuk 561-756, Korea

*Department of Materials Science and Engineering, Kyushu University, Fukuoka, 812, Japan

**Department of Metallurgical Engineering, Hanbat National University, Daejeon, 305-719, Korea

(2002년 7월 4일 받음, 2002년 9월 3일 최종수정본 받음)

Abstract High temperature tensile test has been performed at 450°C at different strain rate with various grain size due to different reduction rate of Al-4wt%Mg-0.4wt%Sc alloy which is known to be one of useful superplastic alloys. The grain size of Al-4wt%Mg-0.4wt%Sc alloy is 67~100 μ m which is courser than that of the alloy which is commonly used as the superplastic material. The total elongation of the Al-4wt%Mg-0.4wt%Sc alloy is strongly dependent on the average grain size, and is a linear function of the inverse average grain size for the present alloy.

Key words : Grain size, Strain rate, Superplasticity, Al-Mg-Sc alloy

1. 서 론

Al-Mg기 합금은 비열처리형 합금으로서 고용체 및 가공경화로써 적당한 강도를 가지며, 내식성, 성형가공성 및 용접성 등이 우수하므로 경량 수송용 재료로 널리 사용되고 있다.^{1~3)} 이에 따라 Al-Mg합금에 가공성의 개선을 위하여 Scandium (Sc)의 첨가에 대한 연구가 진행되어 왔다.^{4~6)} Sc는 Al-Mg합금에 첨가되어 L1₂형 Al₃Sc상을 석출시킴으로써 결정립 미세화와 더불어 강도를 향상시킬 수 있다.^{7,8)}

또한 고온인장 시험 시 적절한 온도와 변형률에 의하여 Al-Mg-Sc합금은 초소성을 나타내며 그 예로서 Al-4Mg-0.5Sc 합금(결정립 크기 \approx 0.5 μ m)과 Al-6Mg-0.3Sc합금에 있어서 총 연신율이 각각 1020% 및 1130%를 각각 나타내며^{9,10)} 그 원인은 가공열처리에 재결정립의 미세화와 Al₃Sc의 석출에 의한 결정립의 미세화인 것으로 보고 되고 있다. 대부분 연구는 수차례의 가공 열처리에 의하여 등축정의 초미세조직(20 μ m이하)을 얻은 후 초소성에 미치는 첨가원소, 변형률과 변형온도의 영향 등에 대한 것이나, 생산현장에서 유용한 공정인 열간 및 냉간가공 후 가공량의 증가에 따라 결정립의 크기가 미세하게 되지만 그 크기는 일반적으로 초소성 재료로 사용되는 20 μ m보다는 크게 되는 경향이 있다. 또한 초기 결정립의 크기가 매우 미세한 Al-Mg-Sc합금의 변형률과 변형온도가 초소성에 미치는 영향

에 대하여 많은 연구보고가 있으나 초기 결정립의 크기가 큰 Al-Mg-Sc합금의 경우 고온변형에 미치는 결정립의 크기에 대한 연구는 거의 없다. 따라서 본 연구에서는 Sc를 Al-4%Mg합금에 첨가한 초기 결정립의 크기가 큰 Al-4%Mg-0.4%Sc합금을 이용하여 초기 결정립의 크기가 고온인장 변형에 미치는 영향을 조사하였다.

2. 실험 방법

본 연구에 사용된 시편의 제조를 위하여 고순도(99.99%)의 Al과 Mg 및 Al-1.7%Sc 모합금을 이용하여 전기로에서 아르곤 가스를 주입하면서 용해한 후 C₂Cl₆을 이용하여 탈 가스하고 금형에 주조하였다. 주조된 잉곳트는 430°C에서 1시간 균질화처리 후 열간 및 냉간압연에 의하여 두께 1.5mm의 시편을 판재로 제작하였다. 이때 냉간 가공량을 변화시켜 초기 결정립 크기를 제어하였다. 시편을 성분 분석한 결과 최종 조성이 Al-4%Mg-0.4%Sc인 합금을 얻을 수 있었다. 냉간압연된 시편은 450°C에서 6시간 어닐링 후 공냉하였다. 고온인장시험을 위하여 4.5mm 게이지 폭과 10mm 게이지 길이로 인장시편을 만든 후 450°C에서 5 \times 10⁻³s⁻¹~1 \times 10⁻¹s⁻¹의 변형률로 고온인장 시험을 하였다.

냉간 압연된 시편의 조직을 관찰하기 위하여 희석된 Keller 시약으로 부식하여 광학현미경으로 조직을 관찰하였다. 고온인장 후 게이지와 그림부분의 결정립, 전위와 석출물의

[†] E-mail: kdwoo@moak.chonbuk.ac.kr

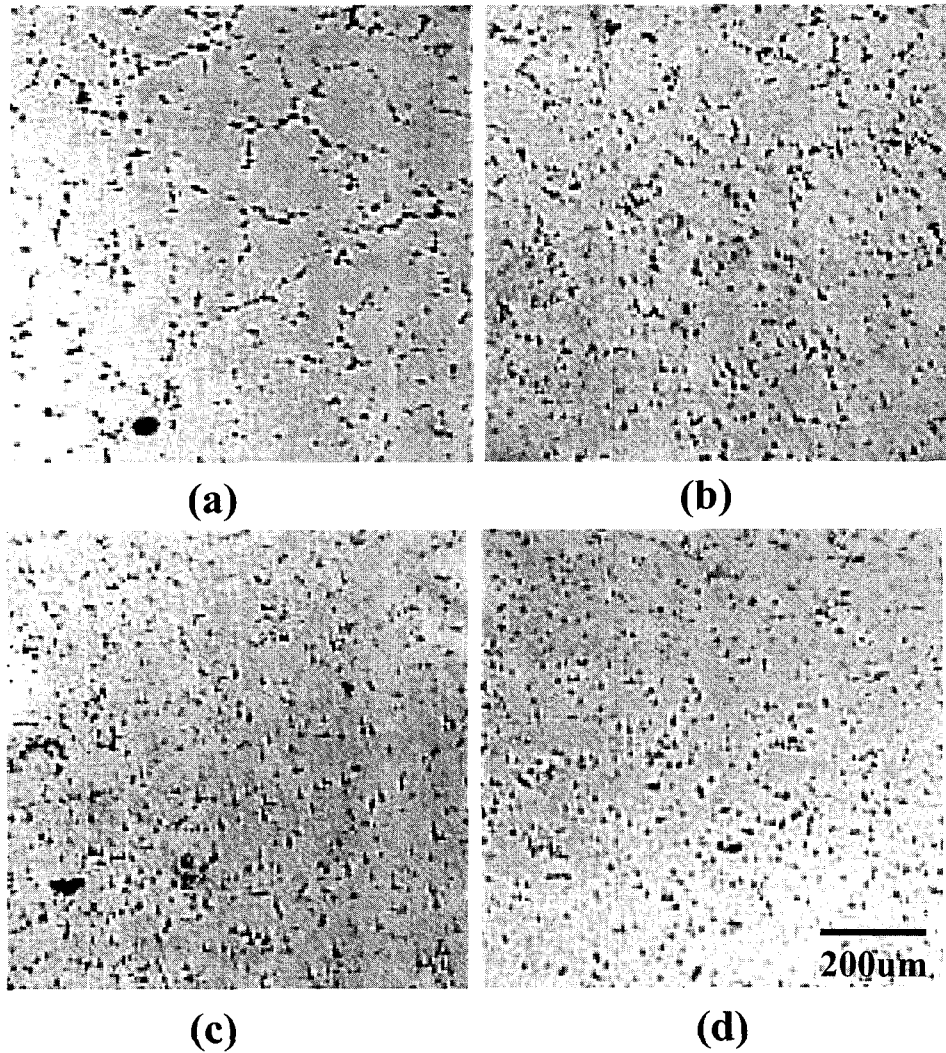


Fig. 1. Optical micrographs of the annealed Al-4Mg-0.4Sc alloy after various reduction rates. (a) 0%, (b) 53%, (c) 73%, (d) 84%.

거동을 투과전자현미경(JOEL 200CX)으로 관찰하였다. TEM 시편 제작은 기계적으로 연마 후 -60°C 로 냉각된 10% 질산과 90% 메탄올의 혼합 용액 중에서 twin-jet법으로 15~25V의 전압으로 전해연마하였다. 투과전자현미경 관찰시 가속전압은 200KV로 하였다.

3. 결과 및 토의

3.1 미세조직

Fig. 1에 Al-4%Mg-0.4%Sc합금을 열간 및 0%, 53%, 73%, 84% 냉간가공한 후 450°C 에서 6시간 어닐링처리한 시편의 광학현미경 조직사진을 나타내었다. 냉간가공을 하지 않은 조직 Fig. 1(a)는 조대한 등축정을 나타내고 있으나 강 가공재인 Fig. 1(c) 및 Fig. 1(d)는 압연량에 따라 조직이 미세화되었다. 이들 각 시편의 결정립 크기를 측

정한 결과를 Table 1에 나타내었다. Table 1에서 냉간가공 하지 않은 시편의 경우 결정립의 평균 크기가 약 $100\mu\text{m}$ 로 조대한 반면 84% 냉간 가공재(Fig. 1(d))의 시편의 평균 결정립 크기는 $67\mu\text{m}$ 로 미세하게 되었다.

Fig. 2는 $67\mu\text{m}$ 결정립 크기를 갖는 Al-4%Mg-0.4%Sc 합금을 Fig. 3과 같이 고온인장시험을 한 시편중의 450°C 에서 $5 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$ 의 변형율로 인장 시험 후 그림 부분의 조직을 저배율(a)과 고배율(b)로 투과전자현미경을 이용하여 관찰한 결과를 나타내었고 아울러 그림 부분(c)의 조직도 고배율의 투과전자현미경으로 하여 조사한 미세조직을 나타내었다. 그림 부분(Fig. 2(b))은 인장 중에 도입된 고밀도의 결함이 고온인장 시험에서도 사라지지 않고 존재하고 있으며, 많은 결정립이 수백 나노미터의 크기 아래로(Fig. 2(a))로 되어 있는 것을 알 수 있다. 또한 수~수

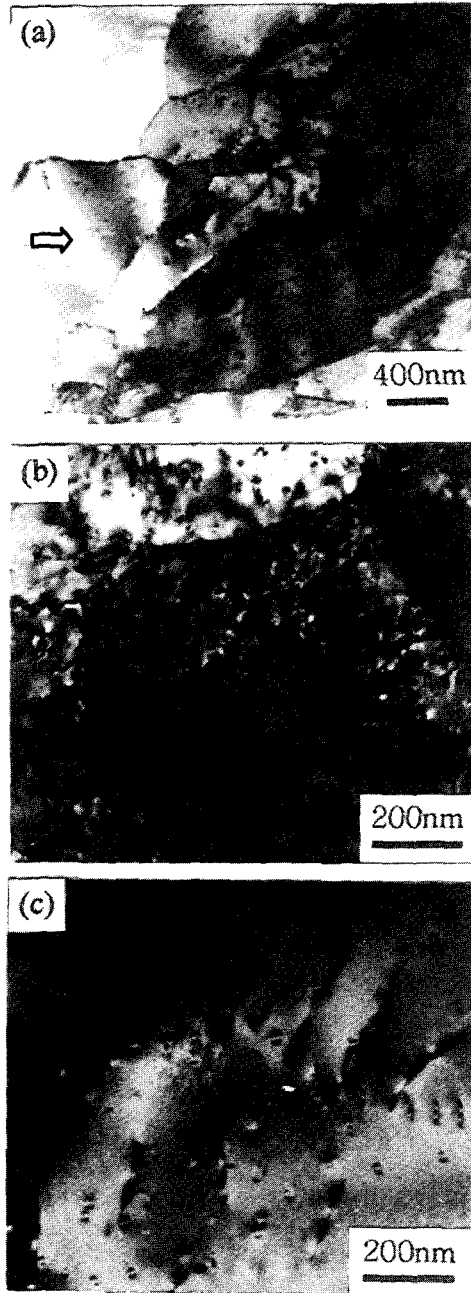


Fig. 2. TEM micrographs of the Al-4Mg-0.4Sc alloy with the equivalent average grain size of 67 μ m in (a), (b) the grip and (c) the gage after deformation at 450 $^{\circ}$ C and at initial strain rate of 5 $\times 10^{-3}$ s $^{-1}$.

Table 1. Variation of grain size of the annealed Al-4Mg-0.4Sc alloy after various reduction rate.

Reduction rate(%)	0	53	73	84
Average grain size(μ m)	100	81	75	67

십 나노미터의 크기인 미세한 Al₃Sc의 석출상이 존재하였다. (Fig. 2(a)에서 화살표) 고배율을 통하여 보면 다량의 전위가 이들 석출물에 의하여 고착되어 있는 것을 알 수 있었다. 반면 게이지 부분(Fig. 2(c))은 동적회복에 의하여 아립계가 성장 및 소멸된 것을 알 수 있다. 또한 전위 밀도

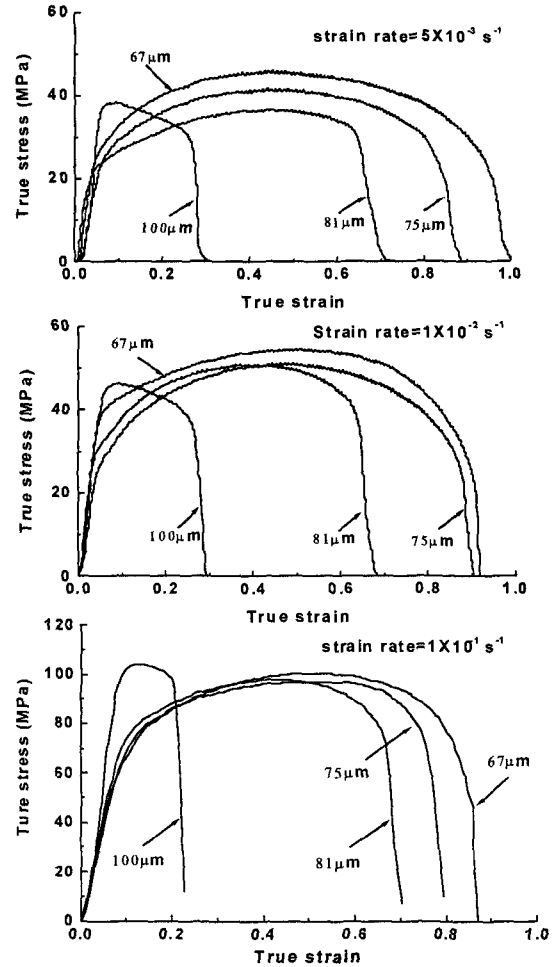


Fig. 3. True stress-true strain curves of the Al-4Mg-0.4Sc alloy with various grain size at 450 $^{\circ}$ C and at different initial strain rates.

도 그림부에 비하여 낮고 이동 전위가 석출상에 의하여 포획되어 있는 것(화살표)도 잘 나타내고 있다. 이와 같은 석출상이 전위를 포획하고 있는 것을 weak beam dark field상을 통한 암시야상으로 전위의 관찰을 통하여 보다 명백히 할 수 있지만 명시야상에서도 전위선이 입자의 존재에 의하여 크게 굴곡된 많은 부분을 통하여 이들 미세한 Al₃Sc 석출상이 결정립의 성장도 억제할 뿐만 아니라 전위의 이동도 방해하고 있다고 한 Nieh 등⁵⁾의 연구결과와도 같은 현상이 본 연구에서도 나타나고 있다. 본 연구시편이 조대한 결정립을 갖고 있지만 Al₃Sc의 존재에 의하여 고온 인장시험에서 높은 신율을 나타내는 원인이 된다고 생각된다.

3.2 고온 인장 특성

상이한 결정립 크기를 갖는 Al-4%Mg-0.4%Sc합금을 450 $^{\circ}$ C에서 5 $\times 10^{-3}$ s $^{-1}$ ~1 $\times 10^{-1}$ s $^{-1}$ 의 변형속도로 인장 시험 후 인장거동을 Fig. 3에 나타내었다. 결정립이 미세할수록 총 연신율은 증가되었으며, 변형율이 증가할수록 진응력은 증가되었다. 특히 결정립의 크기가 100 μ m인 경우 연신율이 급감하였다. 일반적으로 초소성은 결정립의 크기가 10 μ m이하인 경우에 잘 나타나는 것으로 알려져 있기 때문에 100 μ m의 크기는 초소성을 나타내기에는 너무 큰 입자이기 때문이라 사료된다.

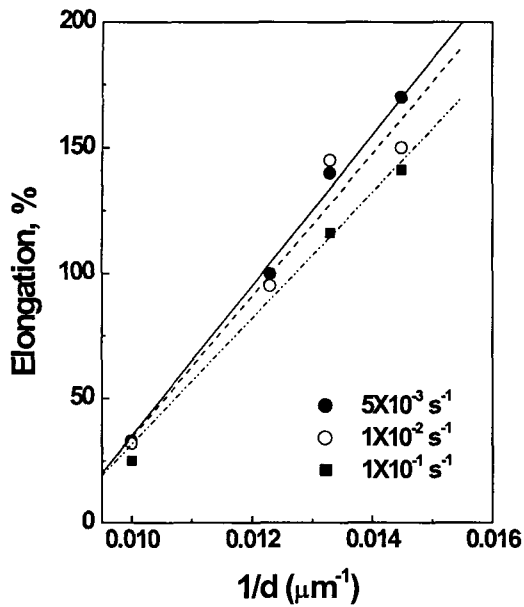


Fig. 4. Relation between the total elongation and inverse grain size ($1/d$) for the Al-4Mg-0.4Sc alloy at 450°C and at different strain rates ($\dot{\epsilon}$).

변형속도가 작은 $5 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ 에서는 serration이 현저하였으나 변형속도가 큰 $1 \times 10^{-1} \text{s}^{-1}$ 경우에는 serration이 나타나지 않았다. 이와 같은 P-L 효과는 용질원자와 전위간의 상호작용에 의한 것으로 알려져 있다.¹¹⁾

Fig. 3의 data를 이용하여 결정립도의 역수와 신율의 관계를 도식한 결과를 Fig. 4에 나타내었다. 즉 결정립이 미세할수록 큰 신율을 나타내며 신율은 결정립 크기의 역수에 비례하는 것을 알 수 있다. 이와 같은 결과는 T.P.Lou 등¹²⁾에 의하면 제시한 확산에 의하여 공공이 흡수되고 따라서 cavity가 성장한다는 이론의 결과와 잘 일치되고 있다. 그러나 본 연구 결과에 의하면 매우 미세한 결정립을 가진 합금에서 나타나고 있는^{9,10)} 높은 초소성 현상은 나타나지 않았다. 이것은 초기 결정립의 크기가 초소성이 나타나기에는 큰 $67 \mu\text{m}$ 이상이기 때문으로 사료된다.

결정립 크기가 상이한 Al-4Mg-0.4Sc 합금을 450°C에서 $5 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ 의 변형속도로 고온인장 시험한 결과를 Fig. 5에 나타내었다.

Fig. 6은 0.2로 변형을 고정시키고 변형속도 ($\ln \dot{\epsilon}$)에 대한 유동응력변화 ($\ln \sigma$)를 결정립 크기에 따라 나타낸 것이다. 변형속도민감도 (m)는 여러 상이한 결정립을 가진 Al-4Mg-0.4Sc 합금을 450°C에서 인장시험 시 0.32를 나타내었다. Al-4Mg 합금의 고온 변형기구는 gliding 전위를 용질원자에 의하여 포획되는 것^{13~15)}과 결정립계의 슬라이딩 (GBS)^{16,17)} 기구가 있다. Solute-drag 기구의 경우 $m = 0.33$ 과 같이 고온 인장강도는 변형속도에 의존도가 GBS 기구보다 높지 않고 결정립도에도 크게 의존 않는다. 반면 결정립계 sliding 기구는 결정립이 미세하므로 고온인장강도가 변형속도에 크게 의존하며 또한 결정립도에도 민감하였다. 따라서 금속의 경우 GBS 기구의 경우 $10 \mu\text{m}$ 이하의 결

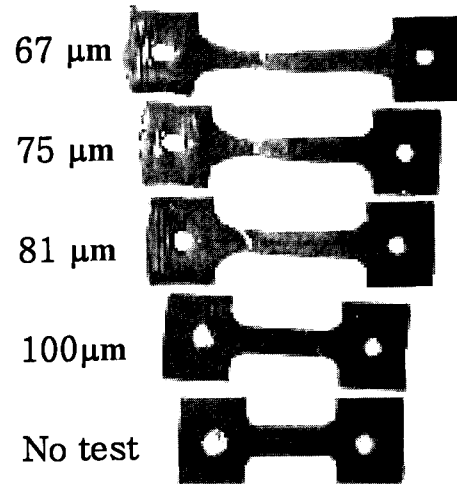


Fig. 5. Tensile test results of the Al-4Mg-0.4Sc alloys at 450°C and at an initial strain rate of $5 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$.

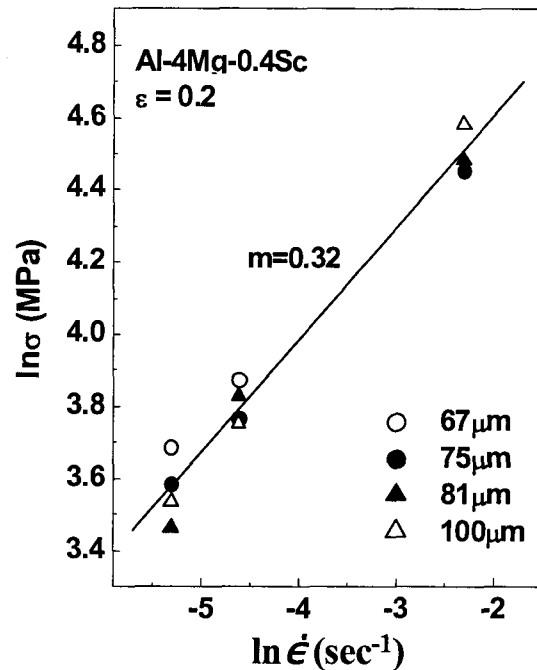


Fig. 6. Logarithmic plots of stress amplitude ($\ln \sigma$) at a constant strain of 0.2 against the strain rate ($\dot{\epsilon}$).

정립을 가질 경우에 지배적이며 이때 $m = 0.5$ 정도의 값을 지닌다.^{18,19)} 본 연구 결과에서는 m 값이 0.32인 것으로부터 시편의 결정립이 큰 Al-4Mg-0.4Sc 합금이므로 고온인장 시험 시 결정립계 sliding 기구는 고온변형의 지배적인 변형 거동이 아니고 격자를 통한 전위의 glide가 지배적인 변형 거동으로 사료된다. 이것은 조대한 결정립을 가진 Al-Mg 합금의 solute-drag 기구의 결과와도 잘 일치하고 있다.¹⁹⁾ 이와 같은 결과는 m 값이 $67 \mu\text{m}$ 에서 $100 \mu\text{m}$ 사이에서 고온 변형동안 결정립의 변화에 따른 큰 변화가 없는 것으로부터 알 수 있다.

4. 결 론

결정립 크기가 상이한 조대한 결정립을 가진 Al-4Mg-

0.4Sc합금을 450°C에서 고온인장 시험한 결과 총 연신은 결정립 크기의 역수에 비례하였다. Al-4Mg-0.4Sc합금에서 결정립의 크기가 67 μ m에서 100 μ m으로 증가 시 450°C에서 $5 \times 10^{-3} \text{s}^{-1} \sim 1 \times 10^{-1} \text{s}^{-1}$ 의 변형속도로 고온인장 시험한 결과 총 연신율은 약 1/3~1/4 감소되었다. 큰 결정립을 가진 Al-4Mg-0.4Sc합금을 450°C에서 인장시험 하면 solute-drag on dislocation glide 기구에 지배된다고 사료된다. 생산현장에서 나타날 수 있는 조대한 결정립을 가진 재료에서도 온도와 변형속도를 조정함으로써 높은 신율이 나타나는 것을 알 수 있었으며 이들을 응용하면 가공의 생산성을 향상시킬 수 있으리라 사료된다.

감사의 글

본 연구는 2001년도 전북대학교 한?일국제공동연구의 연구비와 전북대학교 부설 공학원 공업기술연구센터의 지원 및 한국기초과학지원연구원의 투과전자현미경 사용을 위한 연구비 지원에 의하여 수행되었으며 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

1. J. Gilbert Kaufman, Properties of Aluminum Alloys, ASM, 109-161 (1999).
2. A.K. Vasudevan and R.D. Doherty, Aluminum Alloys—contemporary Research and Applications, Academic Press Inc., London, 13-17 (1989).
3. M.R. Drusy and F.J. Humphreys, Acta Met., **34**, 2259 (1986).
4. O. Roder, O. Schauerte, G. Lutjering and A. Gysler, Materials Science Forum, 217-222, 1835 (1996).
5. T.G. Nieh, R. Kaibyshev, L.M. Hsiung, N. Nguyen and, J. Wadsworth, Scr. Met., **36**, 1011 (1997).
6. Yi-Lei Wu, F.H. (SAM) Froes, Chenggong Li, and Alex Alvarez, Metall. Trans. **30A**, 1691 (1996).
7. M.Ye. Drits, L.B. Ber, Yu.G. Bykov, L.S. Toropova and G.K. Anastaseva, Fiz. Metal. Metalloved., **6**, 1172 (1984).
8. L.S. Toropova, Yu.G. Bykov, V.M. Lazarenko and Yu. M. Platov, Fiz. Metal. Metalloved., **54**, 201 (1982).
9. Ralph R. Sawtell and Craig L. Jensen, Metall. Trans. **21A**, 421 (1990).
10. T.G. Nieh, L.M. Hsiung, J. Wadsworth, and R. Kaibyshev, Acta Metall. **46**, 2789 (1998).
11. Taiping Lou, Post Doc. Report, Chonbuk National University, Korea (2002).
12. T.P.Lou and K.D.Woo, Mater. Lett., **52**, 374 (2002).
13. O.D. Sherby and P.M. Burke, Prog. Mater. Sci. **13**, 325 (1967).
14. H. Oikawa, K. Sugawara, and S. Karashima, Trans. JIM, **19**, 611 (1978).
15. K.L. Murty, F.A. Mohamed, and J.E. Dorn, Acta Mater. **20**, 1009 (1972).
16. H. Kokawa, T. Wantanabe, and S. Karashima, Phil. Mag. A., **44**(6), 1293 (1981).
17. O.D. Sherby and Wadsworth, J. Mater. Sci. **1**, 925 (1985).
18. Dong Hyuk Shin, Chong Soo Lee and Woo-Jin Kim, Acta Mater. **45**, 5195 (1997).
19. O.D. Sherby and Wadsworth, Prog. Mater. Sci. **33**, 166 (1989).