

Sc 을 첨가한 Al-Zn-Mg-Cu 합금 압출재의 열처리에 따른 미세구조 변화

이혜경* · 서동우* · 이상용* · 이경환** · 임수근***

(2003년 10월 9일 접수)

Microstructural Characterization of Hot Extruded Al-Zn-Mg-Cu Alloys Containing Sc

H. K. Yi, D. W. Suh, S. Y. Lee, K. H. Lee and S. G. Lim

Abstract

The microstructural changes of Al-Zn-Mg-Cu alloy containing Sc during hot extrusion and post heat treatment were investigated. Two kinds of Al-Sc alloys with different alloying elements (B1, B2) were hot extruded to make T-shape bars at extrusion temperature of 380°C, then the bars were solution treated at 480°C for 2hrs followed by artificial aging at 120°C for 24hrs. The interior microstructure of as extruded bar consisted of elongated grains, however, fine equiaxed grains were also observed around surface. The microstructural gradient suggested that different restoration process could proceed during the hot extrusion. For B1 and B2, different grain growth behaviors were found around the surface during the post heat treatment. Rapid grain growth behavior was observed for B1 around the surface, however, it was not observed for B2. Orientation pinning, which was related with the evolution of preferred orientation, and precipitation were thought to be responsible for the rapid grain growth.

Key Words : Scandium, Hot Extrusion, Recrystallization, Abnormal Grain Growth

1. 서론

Sc이 첨가된 알루미늄 합금은 1970년대에 러시아에서 개발되었으며, 이후 합금성분의 조정을 통한 개량이 이루어져 1990년도에 본격적으로 상용화가 이루어졌다.^(1~3) Al-Sc 합금은 야구배트, 골프샤프트, 연료튜브 등에 적용된 바 있으며 최근에는 특히 고강도가 요구되는 항공기용 부품에 적용하고자 하는 연구가 활발히 진행되고 있다. 7000계열 합금에 소량의 Sc을 첨가함으로써 강

도와 열적 안정성 뿐만 아니라 용접성 향상의 효과를 얻을 수 있는 것으로 알려지고 있는데⁽¹⁾, 이것은 주로 Al₃Sc 석출물이 강도의 증가와 재결정 억제에 중요한 역할을 하기 때문인 것으로 보고되고 있다.⁽⁴⁾ 지금까지 Sc 첨가 Al 합금의 연구는 주로 냉간 압연된 상태에서의 Al₃Sc 석출 및 기지의 재결정 거동에 관한 내용이 주를 이루고 있으며^(5~6) 산업적인 측면에서 볼 때 중요하다고 생각되는 고온가공 공정과 이에 따른 후속 열처리 중의 미세구조의 변화에 대한 연구는 아직 미흡한

* 한국기계연구원 공정연구부
** 보원경금속㈜
*** 경상대학교 금속재료공학과

실정이다.

따라서 이 연구에서는 소량의 Sc가 첨가된 7000계 알루미늄 합금에 대하여 열간압출 공정에 따른 압출재의 미세구조 변화를 살펴보고 후속 열처리시의 표면 결정립 성장 거동에 대하여 고찰해보고자 하였다.

2. 실험방법

본 연구에 사용된 합금은 7000 계열 알루미늄 합금의 주된 첨가 원소인 Al-Zn-Mg-Cu 를 기본으로 하여 Sc 을 0.1wt% 함유한 고강도 알루미늄 합금으로서 Table 1 에 나타낸 것과 같이 Zn 및 Cu 의 합금 원소량을 변화시킨 두 가지 종류의 소재를 사용하였다. 압출은 빌렛을 380℃에서 1 시간동안 유지한 후 압출비 38:1 로서 T 형상 압출재를 직접 압출하였다. 이 때 압출 속도는 0.017mm/s 로 하였다. 압출재의 형상을 Fig. 1 에 나타내었다.

Table 1 Chemical composition of test alloy (wt%)

	Zn	Mg	Cu	Cr	Zr	Mn	Sc	Al
B1	7.9	2.0	1.9	0.03	0.11	-	0.1	Bal.
B2	5.2	2.0	0.3	0.03	0.11	0.3	0.1	Bal.

열간압출된 압출재를 480℃에서 2 시간동안 용체화 처리하고 120℃에서 24 시간동안 시효처리하여, 압출직후와 열처리 후의 미세조직 변화를 관찰하였다. 관찰부위는 직접압출 중 변형을 가장 많이 받은 끝부분과, 압출재의 중간부위를 중심부에서 표면까지 세부분으로 나누어 관찰하였다. 압출재의 미세구조는 광학현미경과 EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) mapping 을 이용하여 분석하였다.

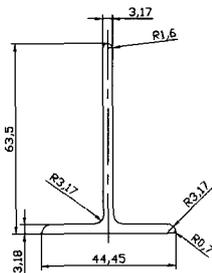


Fig. 1 The shape and dimension of extruded bar

3. 실험결과 및 고찰

3.1 압출전 원소재의 미세구조

압출직전의 미세구조를 평가하기 위하여 380℃에서 1시간 유지시킨 후 수냉한 빌렛의 미세조직을 Fig. 2에 나타내었다. 각 시편의 평균 결정립 크기는 약 100µm 정도였으며, 두 시편 모두에서 입자내부에 미세한 석출물이 분산되어 있음을 볼 수 있었다. B2의 경우, B1에 비하여 석출물의 양이 상대적으로 작은 것으로 관찰되었는데, 이것은 B2가 B1에 비해 합금 원소 첨가량이 작기 때문으로 생각된다.

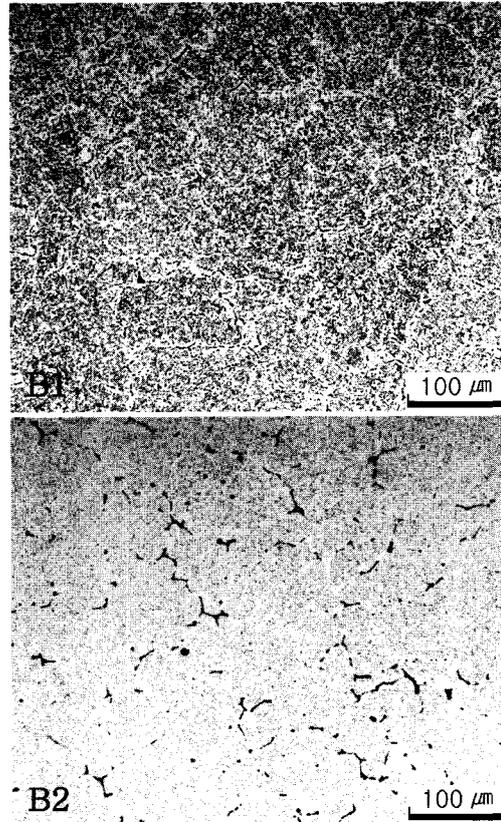


Fig. 2 Microstructure of billet before hot extrusion

3.2 압출재의 압출직후 미세구조

열간압출 직후 압출재의 미세조직을 Fig. 3과 Fig. 4에 나타내었다.

알루미늄의 경우에는 열간 변형 후 회복이 일어나면 일반적인 금속현미경에서는 입계를 구별하기 어렵게 된다. 이러한 경우 편광현미경을 이

용하여 결정립 형상을 관찰할 수 있지만 본 연구에서는 결정립의 방위에 따라 미세구조를 mapping 할 수 있는 EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) 를 이용하였다. EBSD를 통하여 관찰되는 이미지는 각각의 결정립을 결정방위에 따라서 mapping 한 이미지로서 적정한 어긋남각 조건에 의하여 결정립의 형상을 이미지화 할 수 있다. 본 연구에서는 양쪽방향의 결정립 방위가 5° 이상 차이가 나는 경우에 서로 독립적인 결정립으로 간주하여 결정립의 형상을 이미지화 하였다.

압출재의 미세구조는 Fig. 3 와 Fig. 4 에서 보는 바와 같이 결정립의 형태가 압출재의 중심부에서 표면쪽으로 갈수록 길게 연신된 형태에서 점점 등축상의 형태로 변화되는 것으로 나타났다.

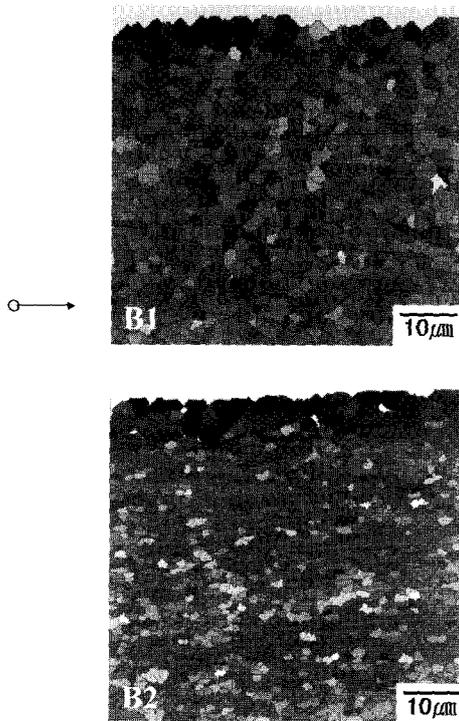
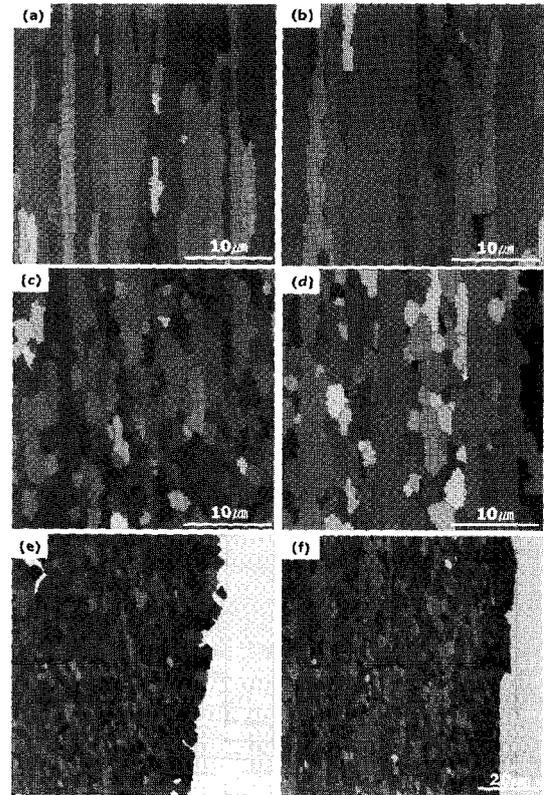


Fig. 3 Microstructures of hot extruded bar (top head)

압출재 중심부에 나타난 연신된 결정립은 열간 압출 도중에 일어나는 연화과정(restoration process) 이 주로 동적회복임을 나타내지만 압출재 표면에서 주로 관찰되는 등축상의 미세 결정립들은 열간 압출시의 동적 회복과정만으로는 형성되기 어려운 것으로 알려져 있다. 일반적으로 소성가공공



(a) B1, center (c) B1, intermediate (e) B1, surface
(b) B2, center (d) B2, intermediate (f) B2, surface

Fig. 4 Microstructures of hot extruded bar

정 중 등축상의 결정립이 형성될 수 있는 경우는 다음의 세가지로 구분할 수 있다.⁽⁷⁻⁹⁾

(i) Discontinuous dynamic recrystallization

(불연속 재결정)

(ii) Continuous recrystallization (연속재결정)

(iii) Geometric recrystallization (기하학적 재결정)

Al 합금과 같이 적층결합 에너지가 높은 금속에 있어서는 불연속 재결정은 거의 관찰하기 어려운 것으로 알려지고 있으므로 Fig 3 과 Fig. 4 에서 나타난 것과 같이 압출재의 표면부에서 관찰되는 등축상의 결정립들은 연속재결정 또는 기하학적 재결정에 의해서 형성되는 것으로 생각된다. 일반적으로 연속재결정이나 기하학적 재결정은 재료가 높은 변형률로 심하게 가공되었을 경우에 변형된 결정립 내부에서의 전위 재배열과 결정립 계로의 전위의 흡수 또는 결정립계의 상호접촉 (interpenetration of serrated boundary)에 의하여 일어

나는 것으로 알려지고 있다. 본 연구에서와 같은 높은 압출비와 압출재와 금형간의 마찰에 의한 전단변형에 의해 압출재 표면부의 변형률이 증가하게 되면 압출재 내부로부터 표면부에 걸쳐서 유효변형률의 구배가 존재하게 되고 이러한 유효 변형률의 구배에 의해 압출재 표면부에 미세한 등축상의 결정립과 내부에 연신된 결정립이 동시에 형성될 수 있을 것으로 생각된다.

3.3 압출재의 열처리 후 미세구조

압출재의 특성을 극대화하기 위한 T6 열처리를 한 후 미세구조 변화를 Fig. 5 와 Fig. 6 에 나타내었다. Fig. 5 는 T6 열처리 후 압출재의 광학현미경 사진으로서 B1 의 경우 압출재의 표면부에 결정립 성장층이 나타나고 있음을 알 수 있다.

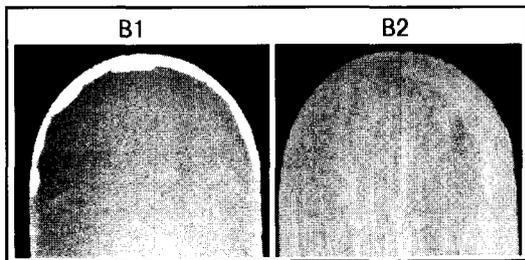


Fig. 5 Macrostructures of hot extruded bar after heat treatment

이에 반하여, B2의 경우에는 열처리 후에도 별 다른 미세구조상의 변화를 관찰할 수 없었다. 표면 결정립 성장층을 보다 자세하게 관찰하기 위하여 EBSD mapping을 통하여 압출재의 표면부를 관찰한 결과를 Fig. 6에 나타내었다. Fig. 3에 나타난 압출 직후의 미세조직과 비교해볼 때 B1의 경우 표면부에 급속한 결정립 성장이 이루어진 것을 알 수 있다. 초기의 미세한 결정립의 크기가 약 2~3 μm 정도인 것에 비하여 열처리 과정 중 급속히 성장한 결정립들은 크기가 약 100 μm 정도에 이르도록 성장하였다. 열처리 시간별 결정립의 성장 양상을 확인하기 위하여 B1압출재를 각각 15분, 30분 그리고 60분 동안 480°C에서 용체화 처리한 후 관찰한 미세조직과 압출방향으로의 결정립들의 방위분포를 Fig. 7에 나타내었다. 그림에서 알 수 있듯이 용체화 처리 중 몇몇 결정립들이 주위의 미세한 등축상 결정립들을 잠식하며 압출재의 표면에서부터 내부로 급속히 성장하고 있다.

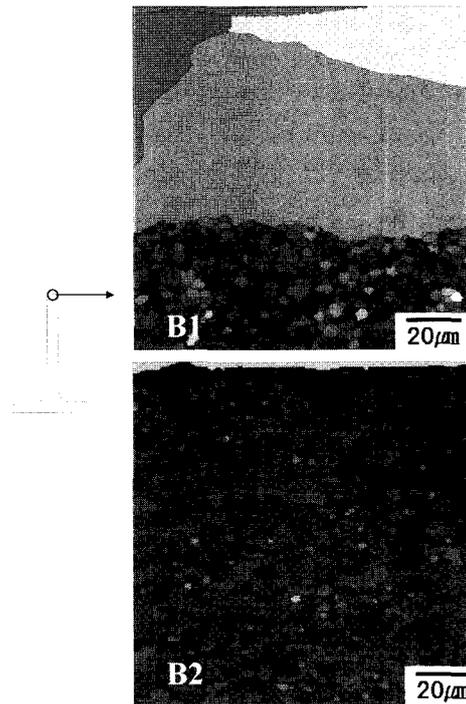
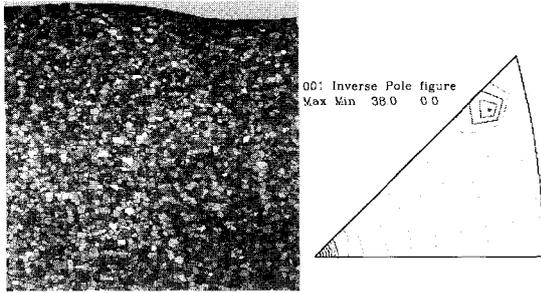
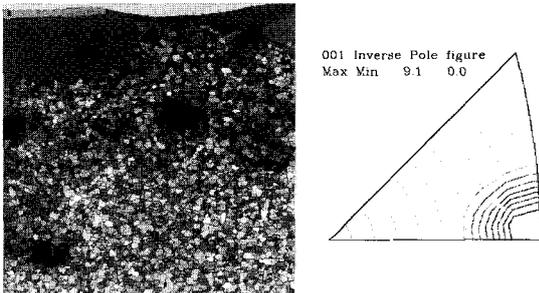


Fig. 6 Microstructures of hot extruded bar after heat treatment

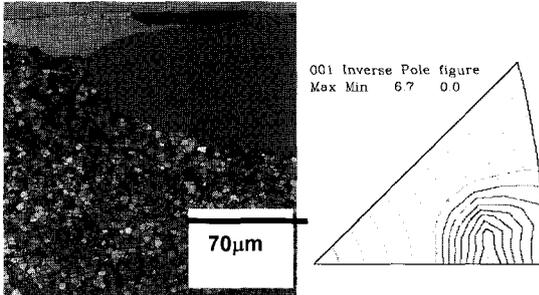
이러한 표면부 결정립의 급속한 성장에서 매우 흥미로운 사실은 급속히 성장하는 결정립의 대부분이 초기 미세 결정립들의 주된 결정방위와 다른 결정방위를 가진다는 것이다. Fig. 7 에 나타낸 것과 같이 열처리 후 미세 결정립들의 주된 방위는 $\langle 100 \rangle$ 과 $\langle 111 \rangle$ 이 압출방향에 평행한 방위로서 신선된 면심입방금속이 가공 후 또는 어닐링 후에 나타내는 결정방위로 잘 알려져 있다.⁽¹⁰⁾ 그에 반해서 급속한 성장이 일어난 결정립의 방위는 주로 $\langle 110 \rangle$ 방위가 압출 방향에 평행한 방위들이다. 이러한 방위들은 열간압출 직후의 미세 결정립에서는 거의 관찰되지 않지만 용체화 처리 도중에 급속히 성장하는 것으로 관찰되었다. 최근에 신선된 Al 선재에서도 비정상 성장된 $\langle 110 \rangle$ 결정립들이 관찰된다는 결과가 보고되는 것으로 보아⁽¹¹⁾ 이러한 표면 결정립 성장 거동은 결정립의 방위와 관련이 있는 것으로 생각된다. 즉 강한 우선방위가 발달된 영역에서 우선방위 주변의 결정방위를 가지는 대다수의 결정립들은 주위의 결정립들과 낮은 어긋남각(misorientation)을 가질 확률이 높으며 따라서 결정립간의 계면 에너지가 낮아 결



(a) Solution treated for 15min, IPF of fine grains



(b) Solution treated for 30min, IPF of large grains



(c) Solution treated for 60min, IPF of large grains

Fig. 7 Microstructures and inverse pole figure of solution treated bar (B1)

정립계의 이동도도 낮아지는데 반해 우선 방위와 다른 방위를 가지는 결정립은 주위 결정립과의 어긋남각이 크기 때문에 이러한 결정립의 계면은 대부분의 다른 결정립 계면에 비하여 상대적으로 높은 이동도를 가질 수 있게 된다. 그러나 결정립들의 우선방위의 분포가 B1과 거의 유사한 것으로 분석되었던 B2에서는 표면 결정립의 급속한

성장이 관찰되지 않는 것으로 보아 결정립의 방위 분포만이 성장거동을 지배하지는 않는 것으로 판단된다. 아직 명확하지는 않지만 B1과 B2의 가장 큰 차이점이 합금원소의 함량의 차이인 것을 고려하면 용체화 처리중의 석출물의 거동 또한 압출재 표면부의 결정립 성장 거동에 영향을 미치고 있을 것으로 생각된다.

4. 결론

본 연구에서는 Sc을 첨가한 Al-Zn-Mg-Cu 합금을 열간 압출하고 그 압출재를 열처리하여 미세구조 변화를 관찰하여 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

(1) 압출직후의 미세조직은 변형방향으로 연신된 결정립과 미세한 등축상의 결정립으로 이루어져 있었다. 등축상의 결정립들은 크기가 약 2~3 µm 수준의 매우 미세한 결정립들로서 주로 압출재 표면부에서 관찰되었다.

(2) 열간 압출재 내부에서 주로 관찰되는 연신된 결정립은 압출시의 주된 연화과정이 동적회복임을 의미하지만 압출재의 표면부의 등축상 미세 결정립은 일반적인 동적회복과정에 의해서 형성되기 어려우며 압출시 마찰에 의해 압출재 표면에 발생하는 고변형부에서의 연속재결정 또는 기하학적 재결정 과정에 의해 형성된 것으로 판단된다.

(3) B1의 경우 압출 후 열처리과정에서 표면부의 급속한 결정립 성장이 관찰되었다. 압출재의 압출방향으로의 우선방위가 <100>, <111>이 주로 발달하는 것에 반하여 급속한 성장이 이루어진 결정립들은 주로 압출방향으로의 결정방위가 <110>인 것으로 분석되었다. 압출 후 열처리과정에서의 결정립 성장은 이러한 우선방위의 형성에 의한 일부 결정립계의 상대적으로 높은 이동도와 석출물의 영향에 기인한 것으로 생각된다.

후기

본 연구는 산업자원부의 항공우주기술개발사업의 지원으로 이루어졌으며 이에 감사 드립니다. 또한 고분해능 EBSD 분석에 도움을 주신 서울대학교 이후철 교수님과 오규환 교수님께 감사 드립니다.

참 고 문 헌

- (1) B. Lenczowski, R. Rauh, D. Wieser, G. Tempus, G. Fisher, J. Becker, K. Folkers, R. Braun and G. Lutjering, 2000, "Weldable AlMgSc alloy for transportation technology", *Aluminium*, Vol. 76, pp. 200~203.
- (2) A. F. Norman, P. B. Prangnell and R.S.McEwen, 1998, "The solidification behavior of dilute aluminium-scandium alloys", *Acta Mater.* Vol.46, pp. 5715~5732.
- (3) L. S. Torpova, D. G. Eskin, M. L. Kharakterova and T. V. Dobatkina, 1998, "Advanced aluminum alloys containing Sc", golden and Breach Science Publisher, Amsterdam.
- (4) V. Ocenás and M. Slamova, 2001, "Resistance to recrystallization due to Sc and Zr addition to Al-Mg alloys", *Materials Characterization*, Vol. 47, pp. 157~162.
- (5) D. N. Seidman, E. A. Marquis and D. C. Dunand, 2002, "Precipitation strengthening at ambient and elevated temperatures of heat-treatable Al(Sc) alloys", *Acta Mater.*, Vol.50, pp. 4021~4035.
- (6) M. J. Jones and F. J. Humphreys, 2003, "Interaction of recrystallization and precipitation : The effect of Al3Sc on the recrystallization behavior of deformed aluminum", *Acta Mater.*, Vol.51, pp. 2149~2159.
- (7) S. Gourdet and F. Montheillet, 2000, "An Experimental study of the recrystallization mechanism during hot deformation of aluminum", *Mat.Sci. Eng.*, Vol. A283, pp. 274~288.
- (8) D. W. Suh, S. Torizuka, A. Ohmori, T. Inoue and K. Nagai, 2002, "Dynamic restoration process of Ni-30Fe alloy during hot deformation", *ISIJ International*, Vol.42, pp. 432~439.
- (9) S. I. Kim and Y. C. Yoo, 2002, "Continuous dynamic recrystallization of AISI430 ferritic stainless steel", *Met. & Mat. Int.*, Vol.8, pp. 7~13.
- (10) F. J. Humphreys and M. Hatherly, 1995, "Recrystallization and related annealing phenomena", Pergamon, Oxford.
- (11) H. Park and D. N. Lee, 2001, "Deformation and annealing textures of drawn Al-Mg-Si alloy tubes", *J. Mat. Proc. Tech.* , Vol.113, pp. 551~555.