

# 마그네슘의 등통로각압축 시 파괴 및 기계적 특성에 미치는 공정온도 효과

윤승재<sup>1</sup> · 복천희<sup>1</sup> · 곽은정<sup>1</sup> · 정영기<sup>2</sup> · 김택수<sup>2</sup> · 김형섭<sup>#</sup>

## Effect of Equal Channel Angular Pressing Temperature on the Fracture and Mechanical Properties of Magnesium

S. C. Yoon, C. H. Bok, E. J. Kwak, Y. G. Jeong, T-S. Kim, H. S. Kim

(Received July 9, 2007)

### Abstract

Mg and Mg alloys are promising materials for light weight high strength applications. In this paper, grain refinement of pure Mg using severe plastic deformation was tried to enhance the mechanical properties of the hard-to-deform metallic material. The microstructure and the mechanical properties of Mg processed by equal channel angular pressing(ECAP) at various processing temperatures were investigated experimentally. ECAP with channel angle of 90° and corner angle of 0° was successful at 300 °C without fracture of the samples during the processing. The hardness of the ECAP processed Mg decreased with increasing ECAP processing temperature. The effect of temperature on the hardness and microstructure of the ECAP processed Mg were explained by the dislocation glide in the basal plane and non-basal slip systems and by the dynamic recrystallization and recovery.

**Key Words** : Magnesium, Equal Channel Angular Pressing, Severe Plastic Deformation, Grain Refinement, Processing Temperature, Fracture

### 1. 서 론

마그네슘 및 마그네슘 합금은 뛰어난 성질-낮은 밀도, 높은 비강성 및 친환경적인 소재로서, 경량 고효율 재료로 많은 각광을 받고 있다. 또한 진동 및 충격 흡수성, 전자기 차폐성 등의 성질이 우수하여 플라스틱을 대체할만한 차세대 전기전자 산업용 소재로도 많은 연구가 진행되고 있으며, 그 응용범위도 넓히고 있다[1~2]. 그러나 상온에서의 기계적 성질과 특유의 HCP 결정구조로 인한 낮은 연성 및 기계가공성은 마그네슘의 적용범위를 넓히는데 장애가 되고 있다. 이와 같은 마그네슘 재

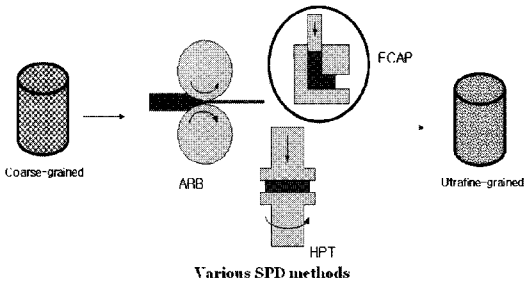
료의 낮은 연성의 향상과 기계적 특성을 개선시키하고자 하는 연구가 활발히 이루어지고 있는데, 특히, 결정립 미세화 방법으로서 강소성(Severe Plastic Deformation) 공정을 적용하는 매우 흥미로운 방법들이 제안되고 있다. Mabuchi [3]는 상용 마그네슘 합금인 AZ91 소재를 강소성 공정에 의해 초미세 결정립 재료로 얻었으며, Yamashita[4] 역시 강소성 공정을 이용하여 마그네슘 및 마그네슘 합금의 강도와 연성을 향상시킨 결과를 얻은 바 있다. 또한 Agnew[5~7] 등은 강소성 공정 중 등통로각압축 공정 결과로 얻은 마그네슘 합금의 재료 변형에 대해 집합조직에 따른 거동을 발표한

1. 충남대학교 대학원 나노소재공학과

2. 한국생산기술연구원

# 교신저자: 충남대학교 나노소재공학과,

E-mail: hskim@cnu.ac.kr



**Fig. 1 Schematic diagrams showing various severe plastic deformation processes for grain refinements of metallic materials**

바가 있다. 강소성변형된 재료는 다양한 초미세결정 재료가 갖는 고유한 기계적 물성과 독특한 물리적 물성뿐만 아니라 분말 공정에도 적용되어 그 장점들을 얻을 수 있다. 특히 많은 강소성 공정 중 대표적인 공정으로는 누적압연 접합(Accumulative Roll Bonding: ARB)[8], 등통로각압축(Equal Channel Angular Pressing: ECAP)[9] 및 고압비틀림 (High Pressure Torsion: HPT)[10] 등이 있다(Fig. 1). 그 중 ECAP 공정은 초미세결정 소재를 만들기 위해 동일한 단면 형상의 금형을 사용함으로써, 지금까지 재료를 압출하는 가장 효과적인 공정으로 평가 받고 있다. 이러한 ECAP 공정을 통한 연구들의 대부분은 면심입방구조(Face Centered Cubic: FCC)[11]와 체심입방구조(Body Centered Cubic: BCC)[12]를 다루고 있다. 또한 재료에 1이상의 유효 변형률을 가함으로 전위의 급격한 증식을 통해 전위셀(Cell)과 전위벽(Wall), 더 나아가 새로운 결정립계의 발달을 일으키는 결정립 미세화 기구를 얻을 수 있다. 이에 Segal[13]과 Iwahashi 등[14]은 소재의 변형거동을 단순전단변형 이라고 가정하고 금형의 기하학적인 형상 으로부터 분석적인 방법으로 ECAP 공정의 전단 변형률을 식 (1)과 같이 제안하였다.

$$\epsilon = \frac{1}{\sqrt{3}} \left[ 2 \cot\left(\frac{\psi}{2} + \frac{\phi}{2}\right) + \psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\psi}{2} + \frac{\phi}{2}\right) \right] \quad (1)$$

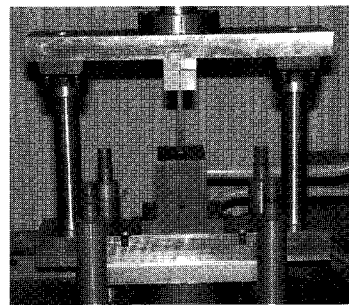
식 (1)을 기초로 재료에 1 회 ECAP 공정으로 가장 효과적인 변형률을 얻기 위해서는 통로각  $\phi$  는  $90^\circ$ , 모서리각  $\psi$  는  $0^\circ$  가 될 때임을 알 수 있다 [9]. 이에 반해 ECAP 공정은 알루미늄, 철강, 구리와 같은 재료에서 강도를 증가시키는 효과적인 공

정임을 입증되었으나, 낮은 하중에서 마그네슘 합금의 미세한 결정립을 얻을 수 있는 ECAP 공정의 최적화된 공정의 확립은 아직 미흡한 상태이다.

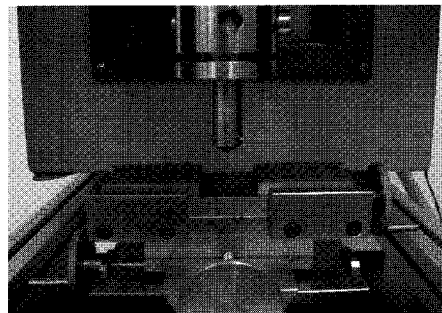
이에 본 연구에서는 재료 변형의 중요한 변수인 ECAP 공정 시 공정온도 변화에 따른 상용 마그네슘 재료의 공정 시 파괴 거동, 기계적 특성 및 미세조직에 대해 고찰하고자 한다.

## 2. 실험 과정

본 실험은 상용된 주조 잉곳 형태의 순 마그네슘을 사용하였으며, ECAP 공정을 위해 재료 형상을  $6 \text{ mm} \times 6 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}^3$ 의 크기로 초기 기계가공을 하였고, 673K에서 5시간 동안 균질화 처리를 한 후 ECAP용 소재로 사용하였다. ECAP 공정에서 1회 공정으로 최대 변형률을 얻을 수 있는  $\phi$  는  $90^\circ$ ,  $\psi$  는  $0^\circ$  을 기초로 하였으며, 변형속도는 1mm/s의 속도로 하였는데, 이 때의 변형률은 약 1.155에 해당한다[9]. ECAP 공정 시 윤활제로서  $\text{MoS}_2$ 를 사용하였고, 상온( $\sim 293 \text{ K}$ ), 373K, 473K, 573K에서 각 공정 특성을 알아보기 위해 1회 공정을 수행하였다 (Fig. 2). ECAP 공정을 받은 마그네슘 소재의 기계



**Fig. 2 ECAP press and die set**



**Fig. 3 The set of indentation**

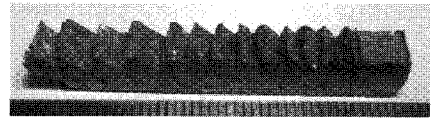
적 물성을 평가하기 위해 구형 압입시험기를 이용하였는데, 하중을 연속적으로 인가 하기 위해 1ton인 로드셀과 반경이 1mm인 텅스텐 구형 압입자를 사용하였으며, 압입시험의 속도는 0.05mm/min으로 하였고, 최대 압입 깊이는 약 0.2mm로 하여 하중 인가 및 제거를 하였다(Fig. 3).

### 3. 결과 및 고찰

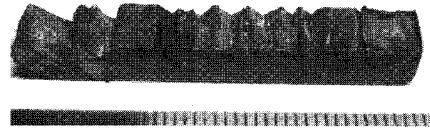
Fig. 4는 상온(~293K), 373K, 473K 그리고 573K의 ECAP가공 공정 이후의 시편의 모습이다. 균열과 취성파괴가 473K와 그 이하의 온도에서 가공한 소재에서 현저하게 발생하는 것을 관찰하였는데, 균열은 ECAP가공된 시편의 세로 축의 약 45° 방향을 따라 발생되고 있음을 확인할 수 있다. 이는 ECAP 공정에서의 전단방향과 잘 일치하며, 또한 균열은 ECAP가공된 소재의 윗부분의 표면에서뿐만 아니라 시편의 안쪽에서도 발생되었음을 알 수 있다. 본 실험에서 ECAP가공 공정은 온도가 증가됨에 따라 균열 및 취성파괴가 감소하게 되는데, 이는 온도가 올라갈수록 마그네슘 소재의 비-저면슬립(Non-basal Slip)에서의 소성변형이 가능하게 되기 때문에 연성이 증가되는 것으로 사료된다.

육방조밀격자(Hexagonal Close-Packed: HCP) 구조인 마그네슘 소재의 비-저면슬립 변형은 전위 및 기계적 쌍정(Twin)의 제한된 변형 기구에서 본 소재의 연성을 증가시키는 기구로 작용하게 된다 [15]. 이에 따라 약 573K에서 ECAP가공된 시편에서는 균열 및 취성파괴를 관찰할 수 없었는데, 이는 동적회복 및 동적재결정과 같은 미세조직의 변화가, 더 많은 슬립계의 활동 및 변형 기구의 변화에 기여한 것으로 사료된다.

Fig. 5은 ECAP 공정 이전의 시편의 미세조직과 각 다른 온도 조건에 따른 ECAP 공정 후의 미세조직을 관찰한 것으로서, 스케일 바는 약 100 $\mu$ m에 해당한다. 초기 마그네슘의 미세조직은 약 1mm보다 큰 등축을 이루고 있으며, 결정 내부에서는 약간의 쌍정으로 생각되는 결정들이 존재하는 것으로 관찰되고 있다. 293K에서 가공된 미세조직인 경우, 심한 가공 조직을 관찰할 수 있는데, 많은 전단변형과 쌍정으로 인해 이전의 결정립계를 구별할 수가 없다. 이처럼 저온에서의 ECAP가공은 결정립 미세화에 매우 용이하지만, Fig. 4(a)에서 관찰되듯이 심한 파괴로 인해 타당한 가공 조건



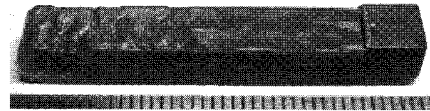
(a) Room Temperature (~293 K)



(b) 373 K



(c) 473 K

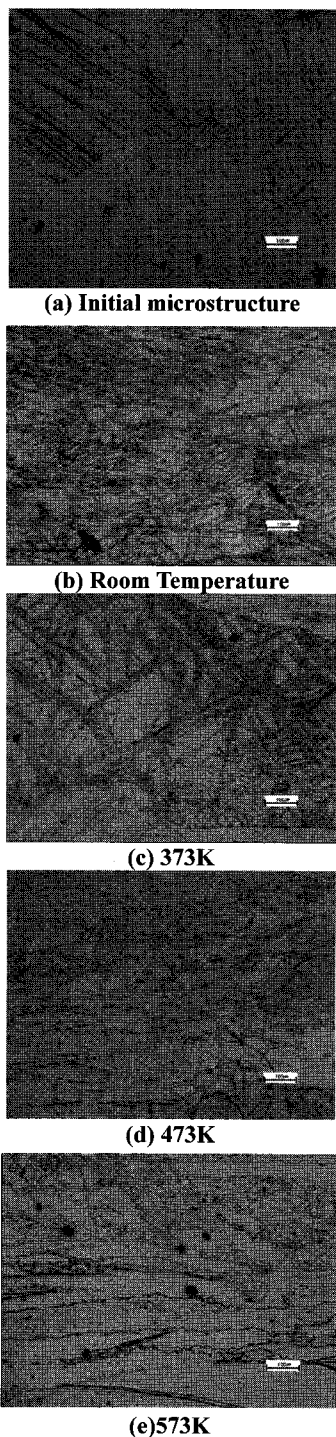


(d) 573K

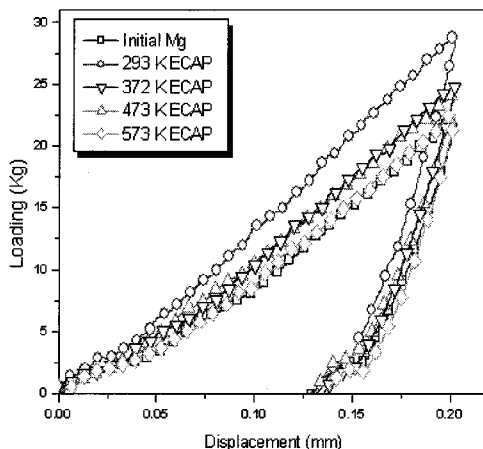
Fig. 4 ECAP processed Mg samples. The processing temperatures are (a) room temperature, (b) 373K, (c) 473K and (d) 573K

은 아니다. 따라서, 재료에 따른, 균열 및 파괴가 발생되지 않는 최소 온도를 결정하는 것이 매우 중요하다.

소성변형 시 가공 온도가 증가하게 되면, 내부 에너지가 증가하게 되어 동적 회복 및 동적 재결정이 용이하게 된다. 이에 따라 Fig. 5의 373K와 473K에서 적은 가공 변형 및 변형 쌍정으로 판단되는 조직이 관찰되지만, 본 가공온도에서도 역시 시편 외부의 파괴가 발생되므로 ECAP 공정이 가능한 가공온도라고 할 수 없다. 573K에서의 ECAP가공된 시편에서는 매우 불균질한 미세조직을 관찰할 수 있었는데, 수백  $\mu$ m의 결정립과 10 $\mu$ m의 결정립들이 혼합되어 있는 이중형태(bi-modal) 구조를 하고 있다. 이러한 이중형태 구조는 일반적으로 Al[11]과 Fe[12]에서 발생하는 보통의 등축과는 다른 가공 조직이다. 이러한 두가지 결정립도의



**Fig. 5** Optical micrographs of (a) initial sample and (b-e) ECAP processed Mg samples. The processing temperatures are (b) room temperature, (c) 373K (d) 473K and (e) 573K



**Fig. 6** Indented loading vs. ECAP processing temperature

구조가 복합적으로 발생되는 것은  $1/2 T_m (=461K)$  보다 큰 온도에서 ECAP 공정 시 동적 재결정 및 결정립 성장으로 인하여 발생한 것으로 사료된다. 크게 구부러진 형상을 하고 있는 결정립 구조는 불균형적으로 발생된 내부 에너지의 증진과 국부적으로 발생된 결정립 성장으로 기인한 것임을 나타내고 있다[16].

ECAP 공정된 순 마그네슘의 압입시험의 결과를 Fig. 6와 같이 얻을 수 있었다. 압입시험에서는 압입자의 일정한 변위에서의 압입 하중을 비교함으로써 시험편 재료의 압입에 대한 변형저항을 비교할 수 있고, 이 값은 재료의 압축성질과 밀접한 관계가 있다. 가공 전 마그네슘의 최대하중이 22Kg 임에 반해, 상온(~293K) ECAP 공정 시험편에서 약 28Kg의 최대 하중을 얻을 수 있었으며, 공정 온도가 증가함에 따라, 최대 압입 하중이 점차 감소하는 현상이 나타내는데, 이는 공정 온도가 증가함에 따라 재료의 강도, 즉 압입 시험 시 최대하중이 가공 온도에 의존하고 있음을 나타낸다. 재료의 이방성으로 인한 압입 하중의 차이는 현재 연구에서는 명확히 규명되지 않았으며, 이를 위한 연구들이 활발히 진행되고 있다[17]. ECAP 공정 이후 최대 하중은 초기의 결정립 내부에 심한 전단변형으로 인한 전위 밀도의 증가와 아결정립 형태에 기인한 가공 경화의 영향으로 사료되어지나 가공 온도가 증가되어짐에 따라 그 최고 하중은 감소하게 되는데, 이 역시 열적활성화로 인한 동적 회복으로 고찰

되어지나, 추후 투과전자현미경을 통해 보다 정확한 미세화 기구를 규명하고자 한다.

또한 573K에서 가공된 마그네슘의 정도의 경우 가공조직으로 인한 미세한 결정립 때문에 처음 상태보다 다소 높은 압입 하중을 얻을 수 있을 것으로 사료되어지나, 다른 온도 조건에서 가공된 시편에 비해 낮은 값을 나타낸다. 반면, 이중형태의 복합미세구조는 인장 변형 시 안정화되는 변형 기구를 유발하여 파괴 없이 높은 연신을 가능하게 함이 AZ31 소재에서 연구된 바가 있다[1]. 이와 유사한 결과는 Cu재료의 나노크기의 결정립과 마이크로 크기의 결정립의 복합상으로 이루어진 경우에서도 파괴 없이 균일 변형이 발생된 경우에서 볼 수 있으며[18], 뿐만 아니라 10 $\mu$ m 이하의 미세한 결정립을 갖는 마그네슘의 경우 ECAP 공정으로 인해 교차 슬립이 저면슬립(Basal-Slip)뿐만 아니라 비-저면슬립이 결정립 내상에서 발생된 것이 연구된 바가 있다[19]. 추후 이중형태 복합미세구조에 따른 압입시험을 이용한 기계적 특성 연구를 수행하고자 한다.

따라서 본 연구에서 사용된 순 마그네슘 소재의 가장 효과적인 변형을 부가할 수 있는 ECAP 급형의 내부각 90°, 모서리각 0°에서 573 K의 가공 온도일 때, 시편 외부적인 파괴 및 균열 없이 건전한 시편을 가공할 수 있음을 확인하였다. 추후 파괴와 관련한 입계 변형률은 유한요소법과 결합하여 진행할 예정이다.

#### 4. 결 론

본 연구에서는 순 마그네슘의 각 다른 가공 온도인 상온(~293K), 373K, 473K 그리고 573K에서의 ECAP 공정을 수행하였으며, 그에 따른 미세조직 변화와 압입하중의 변화를 관찰하였다. ECAP 공정 시 시편에서 발생하는 균열발생 경향은 온도가 증가함에 따라 감소하는 것을 알 수 있었는데, 이를 통해 573K 이상의 온도에서 ECAP가 가능한 공정임을 알 수 있으나, 높은 가공 온도로 인한 결정립 성장과 불균일 변형으로 인하여 강소성 공정을 통한 강도 증가는 크게 기대하기 어렵다. 그러나 573K에서의 마그네슘의 ECAP 공정은 미세조직 변화와 균열 및 파괴관점에서는 최적의 공정 조건임을 알 수 있다.

#### 후 기

본 연구는 과학기술부의 21세기 프론티어연구 개발사업의 일환인 ‘차세대소재성형기술개발사업단’의 연구비 지원으로 수행되었습니다.

#### 참 고 문 헌

- [1] S. Y. Chang, S. W. Lee, K.M. Kang, S. Kamado, Y. Kojima, 2004, Improvement of mechanical characteristic in severe plastic deformed Mg alloys, Mater. Trans., Vol. 45, pp. 488~492.
- [2] S. Y. Chang, H. Tezuka, A. Kamio, 1997, Mechanical properties and structure of ignition-proof Mg-Ca-Zr alloys produced by squeeze casting, Mater. Trans., Vol. 38, pp. 526~535.
- [3] M. Mabuchi, H. Iwahashi, K. Yanase, K. Higashi, 1997, Low temperature superplasticity in an AZ91 magnesium alloy processed by ECAE, Scripta Mater., Vol. 36, pp. 681~686.
- [4] A. Yamashita, Z. Horita, T. G. Langdon, 2001, Improving the mechanical properties of magnesium and a magnesium alloy through severe plastic deformation, Mater. Sci. Eng. A, Vol. 300, pp. 142~147.
- [5] S. R. Agnew, J. A. Horton, T. M. Lillo, D. W. Brown, 2004, Enhanced ductility in strongly textured Mg produced by equal channel angular processing, Scripta Mater., Vol. 50, pp. 377~381.
- [6] D. W. Brown, S. R. Agnew, M. A. M. Bourke, T. M. Holden, S. C. Vogel, C. N. Tome, 2005, Internal strain and texture evolution during deformation twinning in magnesium, Mater. Sci. Eng. A, Vol. 399, pp. 1~12.
- [7] S. R. Agnew, P. Mehrotra, T. M. Lillo, G. M. Stoica, P. K. Liaw, 2005, Texture evolution of five wrought magnesium alloys during route a equal channel angular extrusion: Experiment and simulation, Acta Mater., Vol. 53, pp. 3135~3146.
- [8] S. Ohsaki, S. Kato, N. Tsuji, T. Ohkubo, K. Hono, 2007, Bulk mechanical alloying of Cu-Ag and Cu/Zr two-phase microstructures by accumulative roll-bonding process, Acta Mater., Vol. 55, pp. 2885~2895.

- [9] H. S. Kim, M. H. Seo, S. I. Hong, 2000, On the die corner gap formation in equal channel angular pressing, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 291, pp. 86~90.
- [10] R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, I. V. Alexandrov, 2000, Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation, *Prog. Mater. Sci.*, Vol. 45, pp. 103~189.
- [11] D. H. Shin, J. J. Park, S. Y. Chang, Y. K. Lee, K. T. Park, 2002, Ultrafine grained low carbon steels fabricated by equal channel angular pressing: microstructures and tensile properties, *ISIC Int.* Vol. 42, pp. 1490~1496.
- [12] Y. C. Chen, Y. Y. Huang, C. P. Chang, P. W. Kao, 2003, The effect of extrusion temperature on the development of deformation microstructures in 5052 aluminium alloy processed by equal channel angular extrusion, *Acta Mater.*, Vol. 51, pp. 2005~2015.
- [13] V. M. Segal, 1995, Materials processing by simple shear, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 197, pp. 157~164.
- [14] Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita M. Nemoto, T. G. Langdon, 1996, Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials, *Scripta Mater.*, Vol. 35, pp. 143~146.
- [15] Jager, P. Lukac, V. Gartnerova, J. Bohlen, K. U. Kainer, 2004, Tensile properties of hot rolled AZ31 Mg alloy sheets at elevated temperatures *J. Alloys Compounds*, Vol. 378, pp. 184~187.
- [16] M. Chandrasekaran, Y. M. S. John, 2004, Effect of materials and temperature on the forward extrusion of magnesium alloys, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 381, pp 308~319.
- [17] H. Liu, Y. Chen, Y. Tang, S. Wei, G. Niu, 2007, Tensile and indentation creep behavior of Mg-5% Sn and Mg-5% Sn-2% Di alloys, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 464, pp. 124~128.
- [18] Y. Wang, M. Chen, F. Zhou, E. Ma, 2003, High tensile ductility in a nanostructured metal, *Nature*, Vol. 419, pp. 912~915.
- [19] J. Koike, 2003, New deformation mechanism in fine grain Mg alloys, *Mater. Sci. Forum*, Vol. 419-422, pp. 189~194.