

ECA기법을 활용한Al-Mg-Mn-Si 합금의 기계적 성질에 관한 연구

국종한*

(논문접수일 2011. 05. 16, 수정일 2011. 07. 21, 심사완료일 2011. 08. 09)

An Experimental Study for Mechanical Properties of Al-Mg-Mn-Si Alloy by ECA pressing

Jong-Han Kook*

Abstract

Equal channel angular(ECA) pressing is the established processing technique in which a polycrystalline metal is pressed through the die to achieve a very high plastic strain. Therefore, the capability to produce an ultra-fine grain size in the materials is provided. To investigate that mechanical properties at elevated temperature have the ultrafine grain ECA pressing, experiments were conducted on an Al-4.8% Mg-0.07% Mn-0.06% Si alloy. After having been solution treated at 773K for 2hrs, the billet for ECA pressing was inserted into the die. And it was pressed through two channel of equal to cross section intersecting at a 90 degree angle. The billet can be extrude repeatedly because of 1:1 extrusion ratio. Since the billet is passed through the cannel for 2 times, a large strain is accumulated in the alloy. The tensile tests on elevated temperature were carried out with initial strain rate of 10^{-3} s^{-1} at eight temperature distributed from 293K to 673K.

Key Words : Ultra-fine(초미립자), polycrystalline metal(다결정금속), Tensile test(인장시험), Extrusion ratio(압출비)

1. 서 론

결정립 미세화에 의한 강화법은 Hall-Petch 식에서 증명하는 바와 같이 저온도에서 항복강도는 결정립의 미세화와 함께 증가하고 인성을 손상시키지 않는 강화법이다.

한편 변형온도가 $0.5T_m$ (T_m :융점)이상의 고온에서 결정립이 $10\mu\text{m}$ 보다 작으면 큰 연성을 갖는 초소성 특성이 나타난다. 결정립을 나노(nano) 크기로 하든지 또는 서브 미크론 크기로 하면 이와 같이 초소성 현상을 빠른 변형속도에서 나타날 가능성이 있으며 재료의 성형가공에 주요 관심사가 된다.

지금까지 결정립 미세화에 의한 강화와 고온에서 초소성 특성을 얻기 위해서는 일반적으로 가스응축법⁽¹⁾ 고에너지 볼밀법⁽²⁾ 미끄럼 마찰법 등이 이용되고 있다. 그러나 이 중 어떠한 방법도 구조용 재료로 이용할 수 있을 정도로 큰 재료를 얻기는 곤란하고 또한 공극이 재료내부에 많아서 구조용 재료의 치명적인 결과를 가져온다. 따라서 구조용 재료의 나노크기의 결정립을 만들기 위하여 ECAP(Equal Channel Angular Pressing)라고 하는 가공방법이 최근 개발되었다. 이 방법은 금속재료에 정수압 압력을 강하게 가하여 결정립 크기를 서브 미크론⁽³⁾ 크기의 재료로 만들어지는 방법으로 Smirnova에 의해 처음 시작

* 한국폴리텍VII대학 동부산캠퍼스 (kjh@kopo.ac.kr)
주소: 619-961 부산시 기장군 정관면 달산리 938

된 이 후 러시아 연구자들을 중심으로 $\text{Al}^{(4)} \text{Cu}^{(5)} \text{Fe Mg}^{(6)} \text{Ti}^{(7)}$ 등의 금속이나 합금, $\text{TiAl}^{(8)}$ 금속간 화합물에서도 서브 미크론(⁹) 크기의 결정립을 갖는 벌크(bulk)재료의 생산이 가능한 것으로 되어있다. 본 연구에서는 $\text{Al} - 4.8\% \text{Mg} - 0.07\% \text{Mn} - 0.06\% \text{Si}$ 계 합금을 ECAP 가공을 통하여 얻은 조직을 상온 및 고온인장실험으로 가공경화에 따른 강도 및 경도변화와 연성들을 측정하고 투과전자현미경에 의하여 조직을 관찰하고자 한다.

2. 실험 방법

2.1 ECAP 법

2.1.1 시험편

시험에 사용된 재료는 시판하는 $\text{Al}-4.8\%$, $\text{Mg}-0.07\%$, $\text{Mn}-0.06\%$, Si 계의 비열처리용 합금으로 열간 압출과정을 통하여 봉상으로 판매하고 있는 재료를 ECAP 가공 다이에 통과할 수 있도록 $13 \times 14 \times 60\text{mm}$ 로 절삭 가공한 다음 가공응력을 제거하기 위하여 773K에서 2시간 동안 대기 중에서 어닐링⁽¹⁰⁾ 하였다.

2.1.2 ECAP법

Fig. 1은 서브 미크론(submicron) 크기의 재료를 제작 하기 위하여 ECAP법을 도식적으로 나타낸 그림이다. 다이의 재료는 SKD 11재료를 이용하여 제작하였으며 동일한 단면적을 갖는 각도 ϕ 에서 교차하는 두 개의 관의 한쪽에 시료를 집어넣은 뒤 압력을 걸어서 시료를 통과시킨다. 압출비(extrusion ratio)는 압출 전·후의 콘테이너 단면적의 비로 Fig. 1에서 보는 바와 같이 1:1로 제작하였다. 이때 시료의 마찰을 적게 하기 위하여 자동차용 엔진 오일을 사용하여 윤활제를 사용하였고 상부 다이와 하부 다이는 4개 볼트를 고정하였으며 다이의 이동을 방지하기 위하여 고정 핀을 2개 삽입하여 제작하였다. 시험편의 ECAP가공은 상온에서 실시하였다. 부하를 가하기 위한 압력 프레스는 전동모터가 부착된 100톤 프레스를 사용하였다. 순수한 전단변형이 2개의 동일한 크기의 교차한 면에서 균일하게 진행된다. 단, 관의 입구와 출구의 시료의 크기는 동일하다. 이와 같은 전단 변형은 교대로 여러 차례 반복하면 시료가 받은 진변형률은 ε 은 다음 식으로 나타낸다.

$$\varepsilon = N / \sqrt{3} (2 \cot(\Phi/2 + \Psi/2) + \Psi \cosec(\Phi/2 + \Psi/2)) \quad (1)$$

여기서 N 은 다이를 통과하는 회수이다. 시료가 압력을 받아 다이를 통과하는 경우 변형의 크기는 $N=1$ 일 때 Φ 와 Ψ 에 의존한다. 본 실험에서는 Φ 값이 90° 로 제작되어 있다. 인장시편은 2회 통과한 시편을 인장시험편을 만들기 위하여 두께 1mm로 다시 냉간 압연⁽¹¹⁾하였다. 인장시편은 평행부 길이 14mm 평행

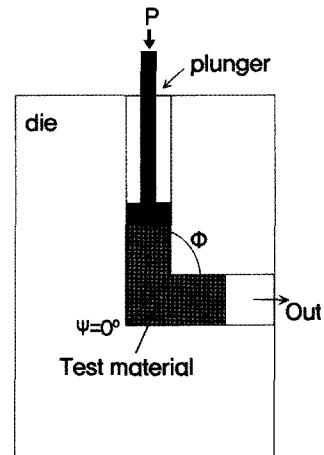


Fig. 1 Schematic illustration of the equal channel angular(ECAP) pressing technique

부 폭 4mm로 제작하였다.

2.1.3 가공 횟수와 진변형률과의 관계

Table 1은 식 (1)에 의하여 계산 한 가공횟수와 진변형률과의 관계를 나타내며 Fig. 2 은 Table 1에 나타낸 결과를 도시한 것이다. 그림에서 알 수 있는 바와 같이 본 실험의 ECAP 금형의 Φ 값은 90° 이고 Ψ 값은 0° 이다.

따라서 본 실험에서 1회 가공 횟수인 경우는 진변형률은 1.15이고 2회 가공인 경우는 2.31에 해당한다.

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot\left(\frac{\Psi}{2} + \frac{\Phi}{2}\right) + \Psi \cosec\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) \right]$$

Table 1 Relationship between Φ (knee angle) and ε_N (true strain) by pressing times(N)

N	Φ	Ψ	ε_N
1	90°	0°	1.15
	120°	0°	0.67
	150°	0°	0.31
2	90°	0°	2.31
	120°	0°	1.33
	150°	0°	0.62
3	90°	0°	3.46
	120°	0°	1.99
	150°	0°	0.93
4	90°	0°	4.62
	120°	0°	2.67
	150°	0°	1.24

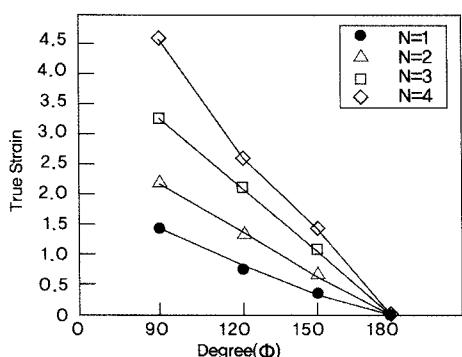


Fig. 2 Relationship between ϕ and true strain by pressing times

2.1.4 인장시험

인장시험은 상온에서 673K 까지 50K 간격으로 실시하였다. 이때의 변형속도는 $1.2 \text{ K} 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 로 실시하였다. 인장시험중의 3단 가열로의 온도 편차는 $\pm 1\text{K}$ 범위에서 실시하였다. 이때 온도 측정은 인장시험편에 열전대를 부착하여 측정하였다. 변형률과 응력은 진응력 - 진변형률 측정하였다.

2.1.5 경도측정

시험편의 경도측정은 인장시험편의 헤드 부분을 절단하여 연마한 후 마이크로 비커스 경도기(Hv)를 이용하였으며 다이아몬드 인덴터를 하중은 500g으로 하였다. 하중부하시간은 15초로 하였다. 경도 값은 서로 다른 장소에서 3번 측정하여 평균값으로 하였다.

2.1.6 조직관찰

시편의 결정립계 조직관찰을 위하여 인장시험하지 않은 시편을 채취하여 두께 0.5mm 기계 연마한 후에 3mm 디스크로 편평 절단 한 후에 다시 기계 연마하여 두께 170μm로 만든 다음 Jet-Thing 한 다음 Hitachi-300kv 투과전자현미경을 이용하여 관찰하였다. 전해연마액은 10%HClO₄, 20%C₃H₈O₃ 70% C₂H₅OH로 하였으며 전해액 온도는 273K로 하였다.

3. 실험 결과

3.1 진응력-진변형률

Fig. 3은 293K에서 인장 시험한 결과이다. ECAP 1회통과의 경우보다 2회 통과시킨 강도가 51.4% 증가하였다. 진변형률은 1회 통과한 것 보다 강도가 상승하면서 연성이 증가하였다. 또한 탄성영역은 1회 통과한 경우와 2회 통과한 경우가 일치한다.

ECAP 1회 실험한 결과 최대응력 값은 350N/mm²을 나타내고 이때의 변형률 값은 9.0%를 나타낸다. ECAP 2회의 실험결과는 최대응력 값이 530N/mm²이고, 이때의 strain은 12%를

나타낸다. 전반적으로 ECAP 1회의 강도 값보다 2회 일 때의 강도 값이 180N/mm² 증가하였으며 변형률 값도 3.0% 향상된다.

Fig. 4은 373K에서 인장 시험한 결과이며 293K에서와 마찬가지로 2회 통과의 경우가 강도가 상승하나 293K에서 51.4%의 강도상승을 나타내는 반면에 373K에서는 27.5%의 강도증가를 나타낸다.

ECAP 1회의 경우는 최대응력 값이 410N/mm²이고, 2회의 경우는 510N/mm²으로 응력값이 100N/mm² 증가하여 상온에

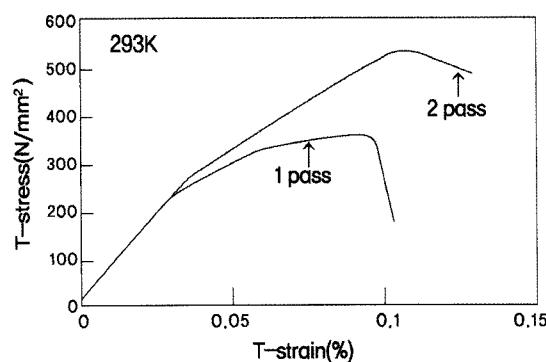


Fig. 3 Relationship between true stress and true strain at 293K in Al-Mg-Si alloy after ECA Pressing

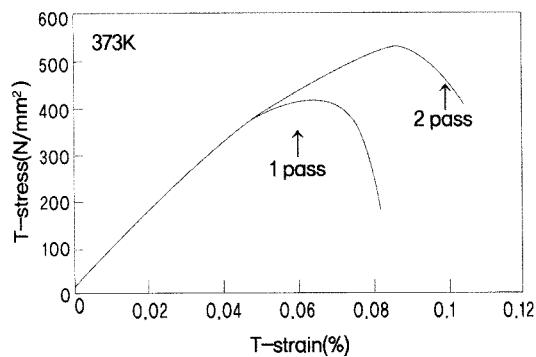


Fig. 4 Relationship between true stress and true strain at 373K in Al-Mg-Si alloy after ECA Pressing

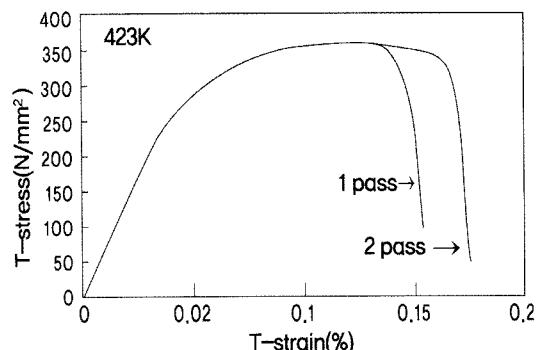


Fig. 5 Relationship between true stress and true strain at 423K in Al-Mg-Si alloy after ECA Pressing

서보다 80N/mm^2 의 강도 감소가 나타 났으며 이때 각각의 변형률 값은 6.5%와 8.5%로 2회의 경우가 2% 정도 증가를 보였다.

Fig. 5는 423K에서 인장 시험한 결과이며 1회와 2회의 최대 강도 값이 동일하다. 그러나 1회 통과 후 연성은 증가하기 시작 한다. 이 현상은 423K에서 2회 통과의 경우가 1회 통과한 것보다 변형에 따른 축적에너지가 많아 재결정온도가 낮아져서 2회 통과 시료의 강도 값이 낮아진 것으로 생각된다.

Fig. 6는 473K에서 실시한 결과이며 1회 통과의 경우 급작

스런 강도변화를 보였으나 연성은 강도변화와 비례하지 않아 약간의 증가를 보였다. 그러나 2회 통과의 경우는 강도 값이 423K에서보다 39% 하락하였다. 1회의 경우는 최대 응력값이 380N/mm^2 을 나타내지만, 2회의 경우는 225N/mm^2 값을 나타낸다. 그러나 변형률 값은 2회의 경우가 33%까지 증가하였다.

Fig. 7은 523K에서 인장 실험한 결과이다. 473K에서와 달리 2회 통과한 경우가 강도 값이 증가하였다. 이 결과는 523K에서 1회 통과한 시료도 재결정이 진행되었으며 2회 통과한 시료는 재결정후 결정립 조대화에 의하여 고온에서는 강도가 증가하는 현상으로 사료된다. 1회인 경우 최대 응력이 125N/mm^2 이고, 2회의 경우는 160N/mm^2 으로 2회인 경우가 강도가 더 증가하였다.

Fig. 8은 573K에서 실험한 결과이다. 연신율 8% 부근에서 1회와 2회 경우 최대인장강도를 보였다. 이후 점진적으로 523K와 비슷한 형태의 감소세를 보이다가 1회의 경우 60.0%, 2회의 경우 80.0%지점에서 갑작스런 강도 하락현상을 나타내고 있다.

Fig. 9은 623K에서 실험한 결과이다. 전체적으로 573K에서의 결과와 비슷한 현상을 보이고 있다. 1회 경우 연신율 73.0%, 2회의 경우 연신율 85.0% 지점에서 갑작스런 강도 하락 현상을 나타내고 있다.

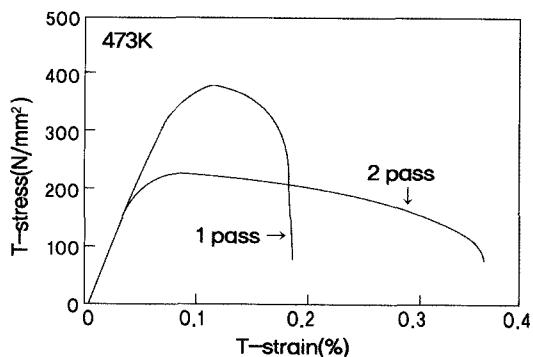


Fig. 6 Relationship between true stress and true strain at 473K in Al-Mg-Si alloy after ECA Pressing

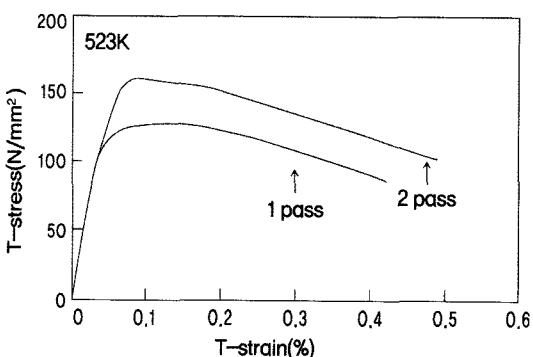


Fig. 7 Relationship between true stress and true strain at 523K in Al-Mg-Si alloy after ECA Pressing

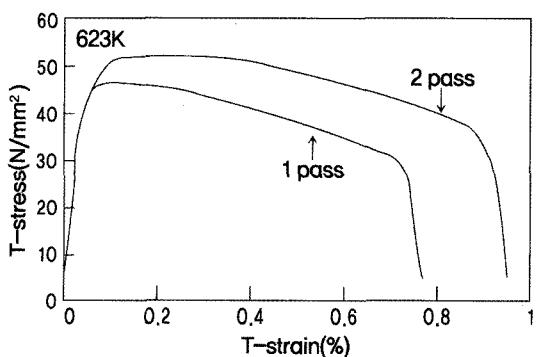


Fig. 9 Relationship between true stress and true stress and true strain at 623K in Al-Mg-Si alloy after ECA Pressing.

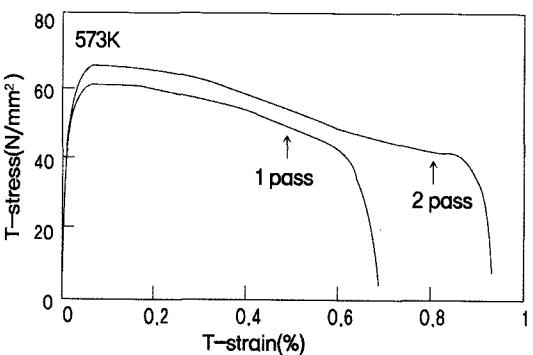


Fig. 8 Relationship between true stress and true strain at 573K in Al-Mg-Si alloy after ECA Pressing

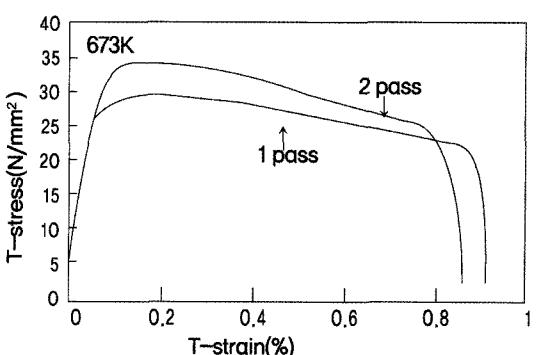


Fig. 10 Relationship between true stress and true strain at 673K in Al-Mg-Si alloy after ECA Pressing

Fig. 10는 673K에서 실험한 결과이다. 2회의 경우와 1회의 경우 강도 차이가 623K 경우 보다 좁아진다. 그 이유는 1회 통과한 시편의 경우도 결정립 조대화 현상으로 2회 통과의 경우와 결정립 크기가 동일해지기 때문이다. 연신율은 2회의 경우 1회의 경우보다 작아지는 현상을 보이고 있다.

Fig. 11은 ECAP 1회의 경우와 2회의 경우의 응력의 변화를 나타낸 것이다. 1회 통과의 경우는 473K에서 재결정현상으로 강도가 하락하며 2회는 373K에서 재결정현상으로 강도가 하락하기 시작 한 것을 보이고 있다.

3.2 연성

Fig. 12은 온도에 따른 연신율 변화를 나타낸다. 1회의 경우 523K와 573K가 연신율이 2회의 경우보다 크다. 그러나 전체적으로 2회의 경우가 연신율이 더 크다. 온도와 연신율의 관계에서는 낮은 온도에서 ECAP 2회 한 것이 1회 한 것보다 연신율이 큰 것을 볼 수 있다. 그러나 523K~573K 부근에서는 갑자기 1회한 것이 더 커진 것을 볼 수 있고, 623K부근에서는

다시 2회한 것이 더 큰 연신율을 가지는 것을 볼 수 있다.

3.3 경도변화

Fig. 13는 온도에 따른 경도의 변화를 나타낸다. 경도 값은 전체적으로 2회의 경우가 293K에서 423K까지 1회보다 높게 보이다가 450K 부근에서 감소한 것으로 나타낸다. 위의 관계에서 특이할 것은 373K 부근에서 ECAP 가공을 2번 한 것이 갑자기 경도가 감소함을 알 수 있다.

그리고 온도가 더 증가함에 따라서 ECAP 가공을 1번 한 것과 2번 한 것이 다 같이 완만한 경도의 감소를 보이고 있다.

3.4 투과전자현미경조직

Fig. 14은 2회 통과한 시편의 투과전자현미경조직이다. 가공 후의 평균 결정립 크기는 $0.09\mu\text{m}$ 이었으며 결정입계는 대부분 불균일하게 곡선화 되어 있고 wavy화 되어 있다. 이것은 결정입계가 비평형 상태임을 알 수 있으며 곡선화 되어 있는 격자상은 2차원의 [011] 방향과 일치한다. 2회 통과한 경우는 강한

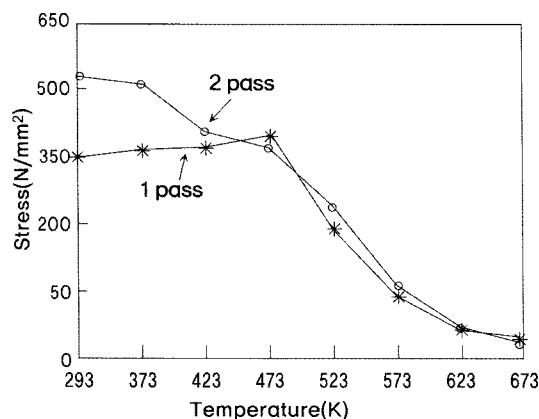


Fig. 11 Relationship between true stress and temperature in Al-Mg-Si alloy after ECA Pressing

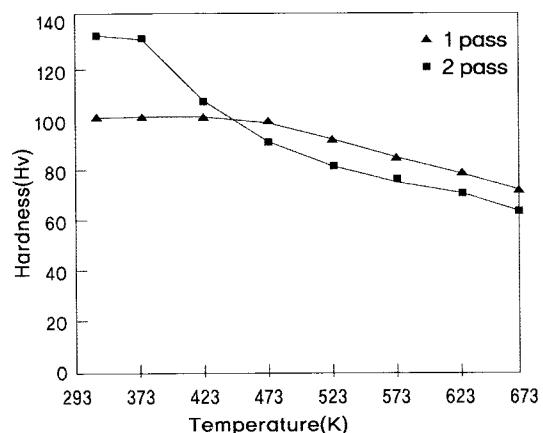


Fig. 13 Relationship between hardness and temperature in Al-Mg-Si alloy after ECA Pressing

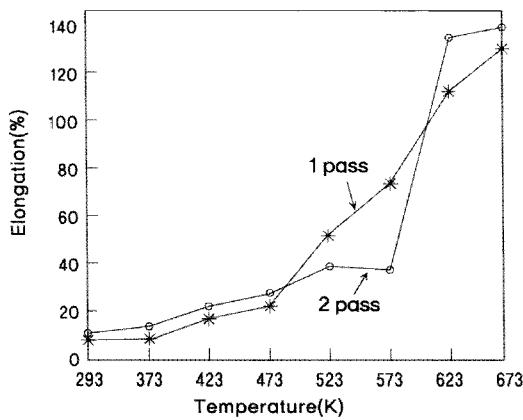


Fig. 12 Relationship between elongation and temperature in Al-Mg-Si alloy after ECA Pressing

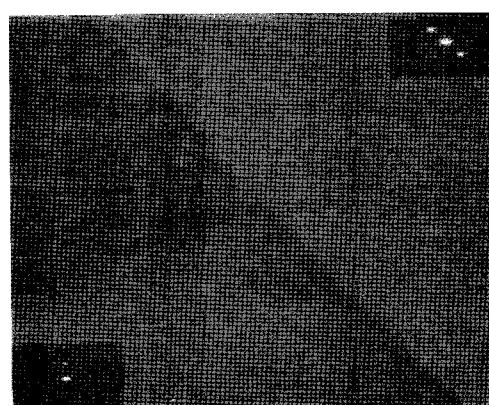


Fig. 14 High-resolution electron micrograph of grain boundary faceting and wavy interface region.(300KV)

변형으로 가공조직내의 결정립의 입계가 상호 교차되었음을 나타낸다.

4. 고찰

4.1 가공경화이론

ECAP 가공 후 미세조직은 불균일한 결정립으로 전단 되므로써 결정립 크기가 미세화 된다. 이것은 재료의 경도인 Hall-Petch식과 관계로 설명될 수 있다.

$$Hv = H_0 + Khd^{-1/2} \quad (2)$$

Hv 는 경도 값이며 d 는 결정립 크기이다. H_0 와 Kh 는 경도측정치와 연관되어 상수가 된다. 식 (2)는 결정립 크기가 감소함과 동시에 경도가 증가하는 것을 예상하게 하고 이러한 경향은 결정립 크기가 큰 재료에서 잘 설명된다.

최근 나노 조직(nano structure)의 개발이 추진되고 있으며 합금화로서 미세조직을 얻을 수 있으나 몇몇에 불과하고 결정립 크기가 nano size가 되기 힘들기 때문에 ECAP 가공을 통해 비형상 변화 가공을 함으로써 결정립의 크기를 작게 할 수 있고 가공경화까지 얻을 수 있다고 본다. 이러한 가공경화이론에 대하여 지금까지 보고된 결과를 요약하면 면심 입방격자인 알루미늄을 냉간 가공하면 가공경화현상이 나타나서 가공조직의 강도가 향상된다. 이와 같은 현상은 가공초기에 상온가공으로 슬립변형이 일어나며 이 슬립은 전위에 의한 격자이동으로 일어난다. 체심 입방격자와 달리 면심입방격자는 나선전위가 많고 변형초기에 교차슬립이 활발히 진행된다.

Taylor⁽¹²⁾ 따르면 가공으로 전위의 교차가 진행하여 전위밀도가 증가한다고 보고되어 있다. 이 전위밀도 증가로 슬립 면을 가로지르는 전위가 그들의 이동을 방해하는 장애물을 만나면 이 장애물이 소성변형을 감소케 하여 결국 전위이동을 어렵게 한다. 즉, 고착된 전위들은 슬립면상에서 동일부호 전위들의 이동을 억제하여 조직을 강화시킨다고 보고하였다. 한편, Motto와 Nabarro⁽¹³⁾는 가공으로 발생한 국부적 내부응력에 의하여 전위의 이동이 상호 간섭작용을 하게 되므로 가공경화가 일어난다고 주장하였다. Seitz⁽¹⁴⁾는 가공에 따른 전위의 이동이 많은 격자공공을 발생시켜 전위이동을 방해하며 결국에는 결정입계를 구성하는 불안정한 칼날전위가 결정입계와 같이 자유로운 이동을 방해함으로써 국부적인 전위의 고착이 일어난다고 가정하였다. 또한 일부연구자에 따르면 가공을 함으로써 생기는 새로운 결정입계가 전위이동을 위한 입계 전단응력을 증가시켜 대경각 입계를 생성하는 아립계의 응력으로 인한 전위운동을 전위밀도의 증가로 생각하여 전위밀도는 전위의 평균길이의 감소에 의하여 증가한다고 하였다. 그러므로 전위밀도

는 식 (3)으로 나타낼 수 있다.

$$\rho = m/L^2 \quad (3)$$

ρ : 전위밀도

m : 상수 ($3\sim 5$)

L : 전위의 평균길이

따라서 면심 입방격자의 가공에 의한 전위밀도의 증가와 전위이동을 방해하는 즉, 전위의 고착작용에 기인한다고 결론지을 수 있다.

이러한 이론을 바탕으로 가공경화에 대한 정량적 계산은 Staker와 Holt에 의하여 식 (4)로 나타낼 수 있다.

$$\tau = aGb\rho^{1/2} \quad (4)$$

τ : 전단유동응력

a : 상수 (0.5)

G : 전단계수

b : 버거스 백타

ρ : 전위밀도

이와 같이 얻어진 전단 유동응력은 다음과 같이 전위고착 작용에 의하여 더욱 증가하며 연성의 손상을 억제한다.

1) 교차슬립면상에서의 Cottrell-Lomer Lock

2) 이동전위내의 jog형성

3) 전위: tangling에 의한 전위 포 형성

따라서 ECAP의 1회 통과한 경우와 2회 통과한 경우의 강도차이는 전형적인 가공경화이론이며 인장강도가 $350N/mm^2$ 에서 $550N/mm^2$ 으로 증가만큼의 가공경화현상이 나타난다.

4.2 고온 강도

ECAP 과정을 통하여 가공경화 된 시료의 가공응역과 변형온도의 관계를 알아보기 위하여 상온에서 673K 온도까지 고온 인장시험을 실시하였으며 변형속도는 $10^{-4}s^{-1}$ 일정하게 하였다. 상온에서 1회의 경우보다 2회의 경우가 응력이 증가하는 이유는 위에서 설명한바와 같이 가공경화이론에 의하여 전위밀도의 증가와 ECAP 가공에 의한 결정립의 전단과정으로 결정립 미세화의 복합현상이라고 생각한다. 그리고 응력이 증가함에도 연신율이 증가하는 이유는 일반적으로 면심 입방격자의 전위는 나선전위의 성분을 가지며 이 나선전위는 순금속에서는 칼날전위보가 이동하기 어려우나 칼날전위는 고용경화합금에서는 용질원자와의 상호작용 때문에 이동이 어려우며 나

선전위는 쉽게 이동할 수 있기 때문에 연성을 손상시키지 않는다. 또한 가공 횟수가 증가 할 수록 연성을 손상시키는 보이드(void)⁽¹⁵⁾등의 소멸이 연성을 저하시키지 않은 요인으로 생각된다. 423K에서는 1회의 최대응력은 상온에서와 같이 약 350 N/mm² 범위에 있으나 2회 통과의 경우는 상온의 550N/mm²의 응력이 350N/mm²로 하락하여 최대응력이 1회의 경우와 동일한 값을 갖는다. 그리고 연신율은 2회의 경우가 증가하였다. 이러한 현상은 이 온도에서 2회 통과한 시료가 축적에너지의 증가로 이 온도에서 회복단계를 지나서 ECAP 가공하므로써 가공경화에 의하여 증가된 전위가 소멸되어가기 시작하고 재결정이 진행되고 있음을 알 수 있으며 결국 1회 통과의 경우와 2회 통과의 경우가 결정입계 크기가 달라짐에도 불구하고 강도 값이 같은 이유는 이 온도에서 강도는 결정입계에 의존하지 않음을 알 수 있다.

473K에서는 2회 통과의 경우는 현저하게 강도가 하락하고 있으나 1회 통과의 경우는 상호 동일한 값을 갖는다. 2회 통과의 경우가 이와 같이 강도가 급격히 하락한 이유는 재결정량이 현저하게 증가되었음을 알 수 있다.

523K에서는 이제 1회 통과한 시료가 응력 값이 2회의 경우보다 낮다. 그 이유는 2회 통과한 시료는 이미 결정립 조대화 과정에 도달 하였으며 1회의 통과한 시료는 이 온도에서 재결정이 진행되어가고 있다. 573K에서는 온도가 증가하면서 증가된 전위가 소멸하므로 응력은 떨어지고 있으나 2회 통과의 경우가 1회 통과의 경우보다 강도가 높다. 그 이유는 고온에서는 결정립 크기가 큰 재료가 강도 값이 높아진다. 이것은 상온에서 나타나는 식 (2)의 Hall-Petch이론에 반대현상으로 알려진 사실이다.

결국 고온에서 1회의 경우보다 2회 경우가 강도가 높은 이유는 결정립 성장에 준하는 현상이다. 이와 같이 인장시험을 통하여 추론할 수 있는 결정립 성장에 대하여 먼저 ECAP가공조직은 극히 미세한 서브 미크론 조직으로 되어 있을 뿐만 아니라 등축적으로 연신되어 있는 결정립이 매우 불균일하게 존재하고 있으며, 다음으로 대부분의 결정입계가 ECAP과정 중에는 비평형상태로 존재하고 매우 높은 전위밀도를 갖고 있다. 그리고 2회 통과의 경우는 423K 이상의 온도가 올라갈수록 상당히 불안정 상태로 남아 있으며 1회 통과의 경우는 523K에서 불안정한 상태로 존재한다. 이것은 서브 미크론 결정립계에서 재결정이 일어나는 구역이며 이 온도구역에서는 처음으로 연신된 결정립으로부터 재결정이 진행될 것이다. 재결정 결정립과 미재결정 결정립은 어느 온도까지는 동시에 존재할 것이다. 가장 높은 온도인 673K에서는 완전히 재결정되어 상대적으로 안정한 고경각 결정입계가 존재하게 된다.

연신율은 673K까지 온도가 증가하면서 10%에서 140%까지 증가한다. 그리고 응력은 온도가 증가함에 따라 550N/mm²

서 35N/mm²로 감소하였다.

4.3. 조직관찰

투과 전자현미경 관찰에 의한 결정립계 조직은 ECAP가공을 한 후 일부 결정입계에서 곡선화 되어 있으며 파상화 되어있다. 이것은 비평형 상태로 결정입계가 존재함을 나타내고 있다. 또한 [001]방향과 일치하는 2차원의 격자가 나타나며 1차원의 격자는 (200)면과 규칙적으로 나타난다. 이것을 주의 깊게 관찰하면 2차원의 격자상이 규칙적으로 존재하고 있으며 (100)면과 평행으로 배열되어있고 각층은 (111)과 적층구조를 갖는다. 이때의 결정입계 밀도는 10⁹ m⁻¹이다. 또한 2차원 격자상에서 결정입계 근처에서 격자상의 밴딩과 왜곡이 심하게 나타난다. 또 어느 격자상은 전위가 존재한다고 가정할 수 있는 어느 특정 부분에서 상실되어 있으며 모아래상(More)은 2차원 격자상에 결정입계에 거의 수직으로 나타난다.

5. 결 론

Al - Mg - Mn - Si계 비열처리용 알루미늄합금의 ECAP가공방법을 통하여 얻어진 기계적 성질과 투과 전자현미경 조직 관찰에서 얻어진 결론은 다음과 같다.

- (1) ECAP 가공에 의하여 가공횟수가 많은 2회의 경우는 상온에서 373K까지 1회의 경우보다 높은 강도 값을 나타내지만 423K에서 상호 강도 값이 일치하다가 재결정이 진행하는 473K에서 감소한다.
- (2) 523K에서 1회의 경우보다 2회의 경우가 강도 값이 높다. 그 이유는 1회의 경우는 재결정이 시작되고 2회의 경우는 결정립 조대화가 진행되기 때문이다.
- (3) 연신율의 변화는 473K까지는 1회인 경우보다 2회인 경우가 연신율이 약간 높고 523K와 573K의 경우는 1회의 경우가 연신율이 크고, 623K 이상에서는 2회인 경우가 연신율이 크다.
- (4) 경도 값의 변화는 상온에서는 강도 값과 동일한 양상으로 2회의 경우가 높고 423K에서는 상호 비슷하게 나타났으며 473K 이상에서는 2회의 경우가 약간 낮게 나타난다.
- (5) 이상의 결과로 ECAP 가공효과는 상온에서 423K까지만 나타나고, 523K 이상에서는 결정립 조대화로 인하여 ECAP 효과가 상실됨을 알 수 있다.
- (6) 투과전자현미경으로 관찰한 조직은 결정입계가 왜곡되어 있으며 파상화 되어있고 2차원의 격자상이 규칙적으로 존재하고 있다. 또, 어느 격자상은 전위가 존재한다고 가정할 수 있는 어느 특정부분에서 상실되어 있으며 모아래상은 2차원 격자상에 결정입계에 거의 수직으로 나타난다.

참 고 문 헌

- (1) Valiev, R. Z., Mulyukov, R. R., and Ovchinnikov, V. V., 1991, "Mossbauer Analysis of Submicrometer Grained Iron," *Scripta Metall. Mater.*, Vol. 25, No. 12, pp. 2717~2722.
- (2) Myung, S. J., 2005, "Preparation and Piezoelectrical Properties of PMN-PZT Ceramics Prepared by High-energy Ball Milling," *The Korea ceramic society*, Vol. 42, No. 281, pp. 685~690.
- (3) Valiev, R. Z., Krasilnikov, N. A., and Tsenev, N. K., 1991, "Plastic Deformation of Alloys with Submicron-grained Structure," *Materials Sci & Eng.*, Vol. 137, No.12, pp. 35~40.
- (4) Iwahashi, Y., Wang, J., and Horita, Z., 1996, "An Investigation of Microstructural Stability in an Al-Mg Alloy with Submicrometer Grain Size," *Acta Materialia*, Vol. 44, No. 7, pp. 2973~2982.
- (5) Akhmadeev, N. A., Mulyukov, R. R., and Valiev, R. Z., 1993, "Strain Amplitude Dependence of Internal Friction and Strength of Submicrometer-grained Copper," *Materials Sci & Eng.*, Vol. 171, No. 1-2, pp. 143~149.
- (6) Mayo, M. J., Hague, D. C., and Chen, D. J., 1993, "Processing Nanocrystalline Ceramics for Applications in Superplasticity," *Materials Sci & Eng.*, Vol. 166, No. 1-2, pp. 145~159.
- (7) Ma, Y., and Langdon, T. G., 1993, "Cavity Growth in Superplastic Materials, the Significance of Fine Grain Nanocrystalline Structure," *Materials Sci. forum*, Vol. 126-128, No. 12, pp. 539.
- (8) Segal, V. M., and Semiatin, S. L., 1995, "Workability of a Gamma Titanium Aluminide Alloy during Equal Channel Angular Extrusion," *Scripta Metall. Mater.*, Vol. 133, No. 4, pp. 535~540.
- (9) Ma, Y., and Langdon, T. G., 1993, "An Examination of the Implications of Void Growth in Submicrometer and Nanocrystalline Structures." *Materials Sci & Eng.*, Vol. 168, No. 2, pp. 225~230.
- (10) Choi, Y. H., Chong, T. H., and Lee, G. H., 2004, "Study on the Optimal Design for Plometary Gear Train Using Simulated Annealing," *Proc. the KSMTE*, pp. 175~176.
- (11) Son, J. S., Kim, I. S., Kwon, W. H., Choi, S. G., and Park, C. J., 2000, "A Study on Development of Model for Prediction of Rolling Force in Tandem Cold Rolling Mill," *Proc. the KSMTE*, pp. 491~496.
- (12) Taylor, G. I., 1943, "The Mechanism of Plastic Deformation of Metal," *Proc. Royal. Soc. Lodon*, A145, pp. 362.
- (13) Mott, N. F., and Nabarro, F. R., 1940, "An Attempt to Estimate the Degree of Precipitation Hardening with a Simple Model," *Proc. Phys. Soc*, Vol.52, No.1, pp. 86~89.
- (14) Seitz, F., 1952, "On the Generation of Vacancies by Moving Dislocation," *Adv. Phys.*, Vol. 1, No. 12, pp. 43.
- (15) Cho, Y. S., Choi, M. G., Kim, J. M., Lee, S. H., and Shin, Y. E., 2007, "A study on Creep Characteristics of Solder Joint Applied to the SMT Electronic Divices," *Proc. the KSMTE*, pp. 16~21.