

## 연속주조 압출 ZK60A 합금의 고온 기계적 특성

안병민<sup>#</sup>

### High Temperature Mechanical Properties of Continuous Cast and Extruded ZK60A Alloy

B. Ahn

(Received March 12, 2014 / Revised March 14, 2014 / Accepted March 18, 2014)

#### Abstract

Continuous casting is a process where molten metal is solidified into a semi-finished billet on a large scale with either a rectangular or round cross section for subsequent processing. The use of continuous casting provides an opportunity for producing material on a practical industrial scale with lower cost than conventional casting. In the current study, the material was fabricated by continuous casting and subsequent extrusion. Tensile tests were conducted on continuous cast ZK60A after extrusion over a range of strain rates at temperatures from 473K to 623K. The alloy exhibits a quasi-superplastic behavior with a maximum recorded elongation of ~250% at 523K when tested with an initial strain rate of  $10^{-5}$ /s. The experiments give a strain rate sensitivity exponent of 0.3~0.4 and an activation energy of 108 kJ/mol. From the current investigation, it was found that the high-temperature plastic flow of the ZK60A is controlled by a dislocation viscous glide mechanism.

**Key Words** : ZK60A Alloy, Mechanical Behavior, High Temperature Flow Mechanism, Activation Energy

#### 1. 서론

자동차산업 및 항공우주산업의 발달과 전자제품들의 경량화 추세로 인해 기존의 알루미늄 보다 더 가벼우면서 비강도가 우수한 마그네슘 소재가 각광받으며 연구되고 있다. 마그네슘 합금은 대표적인 고강도 경량화 구조재료로서 실용금속 중에 가장 가볍고 지구상에서 6번째로 풍부한 금속재료이다. 순수 마그네슘은 알루미늄의 2/3, 티탄의 1/3, 철의 1/4에 해당하는 비중을 가지고, 자동차 부품과 항공우주재료 부품, 노트북 및 휴대용 전자제품 소재 등에 사용되고 있으며, 우수한 방열성과 전자파 차단성 등으로 인해 현재 활용 범위가 서서히 증가하는 추세이다[1~4].

마그네슘 합금은 이와 같은 장점에도 불구하고,

다른 금속 재료에 비해 성형성이 떨어진다는 단점이 있다. 마그네슘은 상온에서 HCP 결정구조를 이루고 있어서 slip system이 FCC, BCC 금속에 비해 제한되어 알루미늄, 철계 합금에 비해 상온 성형이 어렵고 가공하는 단계에서 다양한 문제점이 발생되고 있다[5]. 현재 이 문제를 해결하기 위한 연구가 활발히 진행 중이며, 특히 고온 영역에서 초소성 변형에 관한 연구가 활발히 진행 중이다[6~7]. 마그네슘은 고온 영역에서 주 변형 슬립계인 basal slip 이외에도 다른 슬립계가 활성화되어 소성 성형능이 향상되고, 또한 결정립의 크기가 작아질수록 초소성 성질이 향상된다[8~12].

본 연구의 목적은 Mg ZK60의 고온 유동성을 분석하는 것으로서, 여러 온도 및 변형율속도 조건에서 변형 특성을 평가하고, 주된 변형기구를 분석하였다.

<sup>#</sup> Corresponding Author : Department of Energy Systems Research, Department of Materials Science and Engineering, Ajou University, E-mail: byungmin@ajou.ac.kr

**Table 1 Chemical composition of ZK60A alloy**

Element	Zn	Zr	Mg
Composition (wt.%)	6.5	0.5	Balance

## 2. 실험 방법

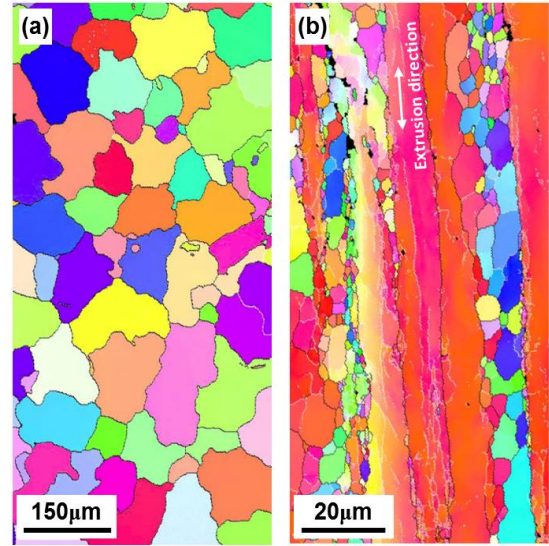
소재는 인장강도 및 항복강도가 우수하고 단조성이 좋은 Mg ZK60A 합금으로 선정하였으며, 일반적인 조성은 Table 1에 나타나 있다. ZK60A 합금은 미세한 결정립과 석출물의 형성으로 인하여 강화 효과를 얻을 수 있는 합금이다. 106mm 지름의 연속주조 (continuous casting) 소재를 473K에서 압출비 6:1로 압출된 ZK60A 합금을 사용하여 미세조직과 고온 기계적 물성을 측정하였다.

압출에 따른 미세조직 변화를 확인하기 위해 FE-SEM (JEOL JSM-7001F)에 장착된 EBSD (Hikari XP, EDAX)를 이용하여 압출 전 연속주조 소재와 결정립의 크기분포 및 misorientation angle 분포 등을 비교, 분석하였다. EBSD의 step size는 연속주조재의 경우 1.5 $\mu$ m, 연속주조 후 압출재의 경우 0.35 $\mu$ m로 분석하였다. 압출 후 소재의 고온인장시험을 위하여 시편전체길이 88mm, 게이지길이 25mm, 직경 6mm의 봉형(rod shape)으로 시편을 가공하였다. 마그네슘 소재의 경우 다른 금속에 비해 재결정온도가 낮고, 673K 이상의 온도에서는 표면 기화가 발생할 수 있어서 최대 실험 온도를 623K로 하여 473K~623K까지 50K 단위로 실험하였다. 시편의 가열은 고온용 furnace를 사용하지 않고, 상대적으로 낮은 온도구간 (~673K)에서 온도 제어 및 유지가 용이한 box 형태의 heating chamber를 사용하였다. 변형율속도는, 입계 미끄러짐(grain boundary sliding)에 의한 초소성 변형이 잘 일어나는 구간을 포함한 10<sup>-2</sup>~10<sup>-5</sup>/s으로 선정하였고, 고온에서의 연신율을 측정하기 위해 고온 전용의 신율계(extensometer)를 사용하였다.

## 3. 실험 결과

### 3.1 미세조직 분석

Fig. 1은 (a) 연속주조, (b) 연속주조 후 압출한 Mg ZK60A 소재로부터 각각 최외각 표면 부위 및 최중심 부위를 제외한 부분에서 채취한 시편의 EBSD inverse pole figure map을 나타내고 있다.



**Fig. 1 EBSD inverse pole figure maps of (a) continuous casted ZK60A and (b) after extrusion**

고각입계 (high angle grain boundaries, HAGB)의 경우 결정립계가 검은색 선으로 표시되어 있으며, 저각입계 (low angle grain boundaries, LAGB)의 경우 흰색 선으로 표시되어 있다. Fig. 1(a)에서 보듯이, 연속주조재는 임의의 결정방향(random crystallographic orientation)의 평균결정립 크기 80 $\mu$ m를 가진 등축정(equiaxed grains)으로 구성되어 있으며, 대부분의 결정립계는 HAGB(검은선)임을 확인할 수 있다. 반면에, Fig. 1(b)의 연속주조 후 압출재의 경우는 압출방향으로 길게 연신(elongated)된 큰 결정립들도 발견되었고, 그 주변으로 압출공정 중에 발생한 동적재결정(dynamic recrystallization)된 미세결정립도 발견되었으며 압출방향으로 연신된 조대결정립띠(coarse grain bands)를 위주로 특정 방향으로의 집합조직(crystallographic texture)이 발견되었다. 또한, Fig. 1(b)의 압출재에서는 평균결정립 크기가 2.5 $\mu$ m으로, 결정립계의 상당 부분이 LAGB(흰선)으로 구성되어 있음을 알 수 있다. 이는 압출공정에 따른 큰 변형이 결정립 내부에 많은 전위(dislocation) 및 전위셀(dislocation cell) 구조를 형성하여, 아결정립계(sub-grain boundaries)들을 발생시켰음을 의미한다.

이는 Fig. 2에 나타난 결정립계의 misorientation angle 분포에서도 확인할 수 있다. Fig. 2(a)의 연속주조재에서는 HAGB가 94.4%로 거의 대부분을 차지하고 있는 반면, Fig. 2(b)에서는 압출공정으로 인해 LAGB가 48.4%나 발생하였음을 확인할 수 있다.

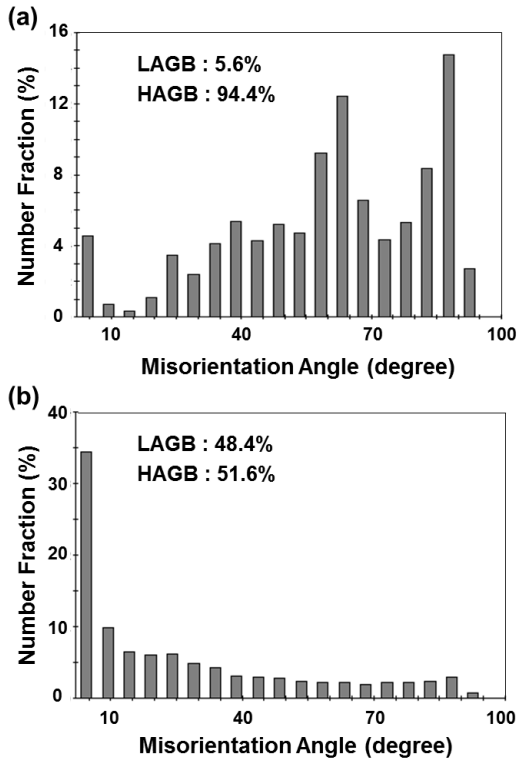


Fig. 2 Distribution of grain misorientation angle estimated from EBSD for (a) continuous casted ZK60A and (b) after extrusion

또한, Fig. 2(a)의 연속주조재는 전반적으로 완전임의방향결정립(completely randomly oriented grains)의 전형적인 분포를 띄고 있는 반면, Fig. 2(b)의 압출재의 경우 misorientation angle 이 5° 이하의 LAGB 들이 34%로 가장 많은 비율을 나타내었으며, 이들은 거의 대부분 Fig. 1(b)에서 보여진 압출방향으로 연신된 조대결정립 내부에 존재하는 아결정립계임이 확인 되었다.

### 3.2 고온 인장 실험

연속주조 후 압출한 ZK60A 합금의 고온 기계적 특성을 평가하기 위해 우선 상온에서  $10^{-2}$ ~ $10^{-5}$ /s의 속도(strain rate) 조건으로 인장 실험을 진행하였으며, 그 결과는 Fig. 3에 나타나있다. 기존의 ZK60A에 대한 항복강도와 인장강도의 값들과 유사한 결과를 얻을 수 있었고, 변형율속도가 느려짐에 따라 연신율은 약 12.5%( $10^{-2}$ /s)에서 약 22%( $10^{-5}$ /s)로 매우 증가하였고, 항복강도와 인장강도는 약간 감소함이 확인되었다.

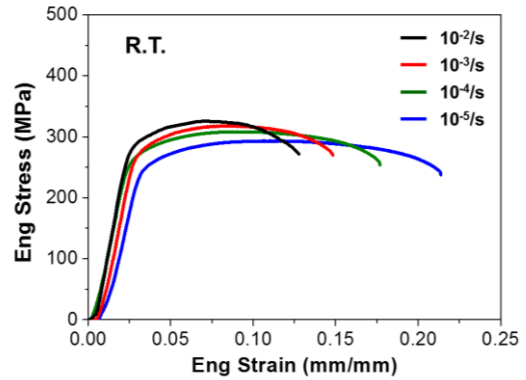


Fig. 3 Room temperature tensile behavior of extruded ZK60A alloy

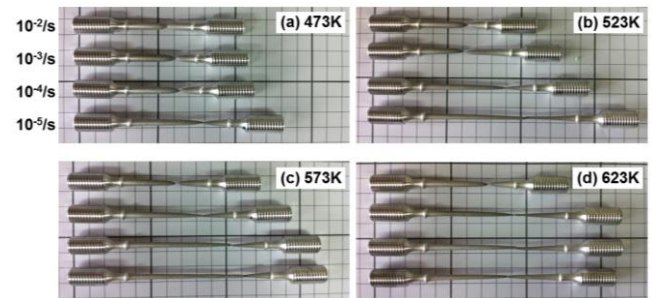


Fig. 4 Specimen elongation in tensile tests of extruded ZK60A at elevated temperatures; (a) 473K, (b) 523K, (c) 573K, and (d) 623K

ZK60A 합금에 대한 고온 인장 실험결과는 Fig. 4와 Fig. 5에 나타나 있다. 인장강도 및 항복강도의 경우 온도가 증가 할수록 큰 폭으로 감소하게 된다. 이는 고온에서 결정립 내부의 변형 및 전위구조들이 회복되었고, 결정립의 성장으로 인해 평균 결정립의 크기가 증가하였기 때문으로 판단된다. 반면에 연신율의 경우 상온 실험과 비교 하였을 때 큰 폭으로 증가함을 확인할 수 있다. 변형율속도가  $10^{-2}$ ~ $10^{-4}$ /s의 구간에서는 온도가 증가할수록 연신율이 빠르게 증가하게 되지만,  $10^{-5}$ /s인 영역에서는 523K일 때 가장 높은 연신율을 보이고 있으며, 온도가 증가될 때 다시 감소함을 확인할 수 있다. 이는 상온에서는 제한된 슬립계로 인해 연신율이 제한되지만, 고온 영역의 경우 새로운 변형 기구를 유발하여 전체적이 성형성이 증가한 것으로 판단되며 이에 대해서는 고온 유동성 분석 결과를 통해 구체적으로 설명하고자 한다.

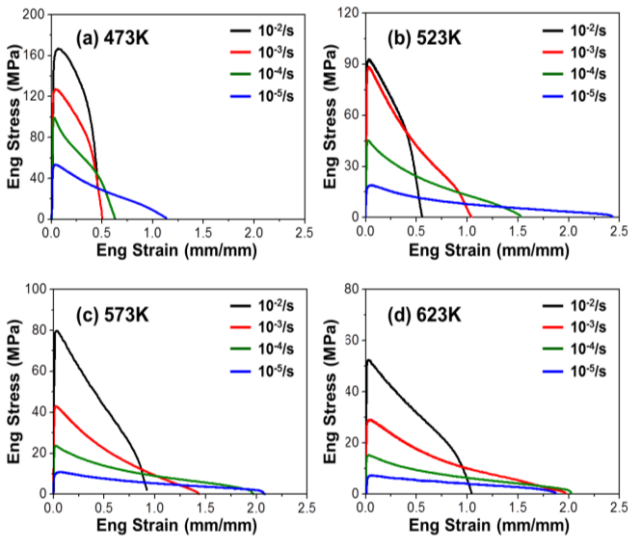


Fig. 5 Tensile behavior of extruded ZK60A at elevated temperatures; (a) 473K, (b) 523K, (c) 573K, and (d) 623K

### 3.3 고온 유동성 분석

Fig. 6은 고온 인장 시험에서 얻어진 변형율속도에 따른 연신율의 변화를 나타낸다. 473K나 523K와 같은 상대적으로 낮은 고온에서 변형율속도가 느릴수록 연신율이 높아지는 경향성을 볼 수 있는데, 523K의 10<sup>-5</sup>/s에서 약 250%의 높은 연신율을 보였지만 573K와 623K의 온도 구간에서는 10<sup>-2</sup>/s보다 느린 변형율속도에서 200%의 연신율을 보였다.

Fig. 7는 변형율속도에 따른 유동응력(flow stress)의 변화를 나타낸 것이며, 0.2% 항복강도를 사용하여 표시하였다. 또한, Fig. 7에서는 기울기를 통해 변형율속도 민감도 지수(strain rate sensitivity exponent, *m*) 값을 계산하였는데, 10<sup>-5</sup>/s과 10<sup>-4</sup>/s 사이에서는 *m*=0.4, 10<sup>-4</sup>/s과 10<sup>-3</sup>/s 사이에서는 *m*=0.3의 값을 보였다.

일반적인 초소성 변형이 일반적으로 500% 이상의 연신율을 보이는 것을 감안하였을 때 측정된 연신율이 상대적으로 낮은 값 들임에는 틀림없다[13]. 유동응력으로부터 계산된 변형율속도 민감도 지수(*m*) 값을 봤을 때, 본 연구의 ZK60A 압출재가 초소성 나타낼 가능성이 높지만, 압출 후에도 남아있는 조대결정립들이 방해 요소로 작용하는 것으로 보인다 [14~15]. 변형율속도 민감도는 연신율을 결정하는 데에 매우 중요한 변수이며, 고온에서 재료의 변형은 정상상태 변형율속도(steady-state strain rate)로 나타낼 수 있다.

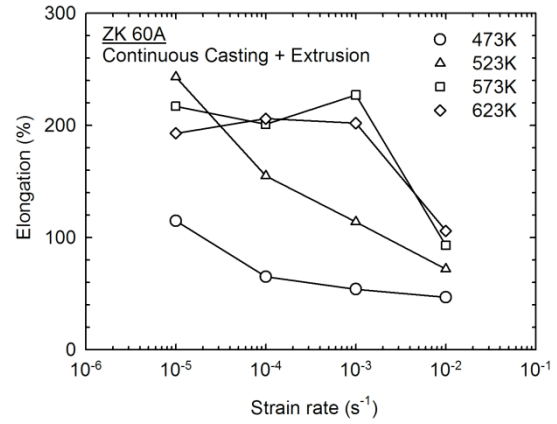


Fig. 6 Elongation to failure vs. strain rate for tests conducted from 473 to 623 K

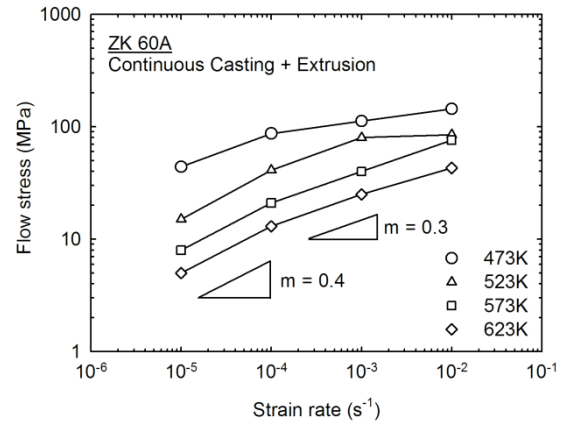


Fig. 7 Flow stress to failure vs. strain rate for tests conducted from 473 to 623 K

$$\dot{\epsilon} = \frac{ADGb}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \quad (1)$$

식(1)에서 *A*는 무차원상수, *D*는 확산계수, *G*는 재료의 전단탄성계수, *b*는 버거스벡터, *k*는 볼츠만상수, *T*는 절대온도, *d*는 결정립크기, *p*는 결정립크기의 역수, *n*은 응력지수(stress exponent)로서 *m*의 역수이다. 확산계수는  $D_0 = \exp(-Q/RT)$ 로 표시할 수 있으며, 여기에서 *D*<sub>0</sub>는 온도와 무관한 원자진동 지수, *Q*는 확산에 대한 활성화에너지, *R*은 기체상수이다. 식(1)을 구체적으로 살펴보면, 재료가 충분히 조대한 결정립을 가지고 있다면, 정상상태 크리프 속도는 전적으로 *A*, *Q*, *p*, *n* 값에 의해서만 결정된다. 식(1)을 이용하여 본 연구의 ZK60A 합금의 고온 기계적 특성을 해석하기 위해 Fig. 7을 또 다른 로그함수로 표시한 그래프가 Fig. 8에 나타나있다.



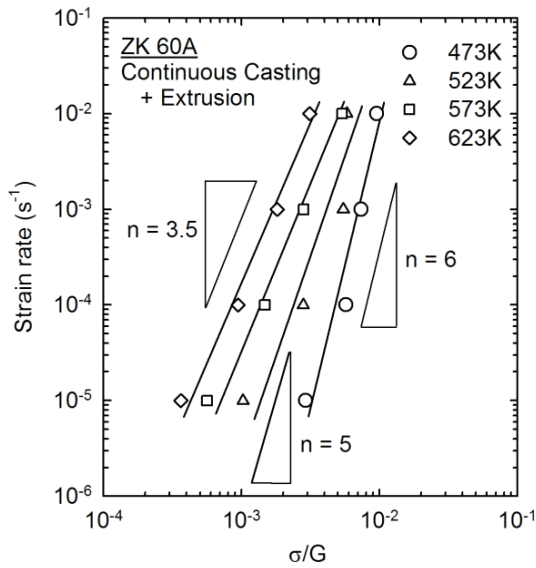


Fig. 8 A logarithmic plot of strain rate vs. flow stress for the ZK60A tested at 473-623 K

식(1)을 이용하여 보면 결정립 크기 외에도 정상 상태 크리프 속도에 영향을 미치는 요소들이 있는데,  $m$  값 또한 초소성 변형의 기구(mechanism)가 결정립계 확산보다는 전위의 점성 활주(dislocation viscous glide)인 값에 더 가까운 것을 알 수 있다[16]. Fig. 7에서  $m$  값의 역수를 취하면  $n$  값을 구할 수 있지만, 보다 정확한 분석 및 해석을 위하여 식(2)의 정규화된 응력(normalized stress)인  $\sigma/G$ 와 변형율속도에 대한 로그함수로 Fig. 8을 작성하였다. 또한 온도에 따른 일반적인 마그네슘 소재의  $G$ 값은 아래 식을 통해 구할 수 있다.

$$G = 1.66 \times 10^4 \left\{ 1 - 0.49 \left( \frac{T - 300}{924} \right) \right\} \text{ [MPa]} \quad (2)$$

Fig. 8에서 그래프들의 기울기는  $n$  값을 의미하며, 본 연구의 ZK60A 소재의 경우  $n=3.5-6$  정도로 나타났다. 또한, 본 연구에서는 초기 결정립 크기가 모두 동일한 상태에서 실험을 수행했기 때문에,  $p$  값의 측정은 불가능하였다. 하지만, 반로그형태(semi-logarithmic)로 활성화에너지( $Q$ ) 값을 구할 수 있다. Fig. 9에서  $\sigma/G=3.0 \times 10^{-3}$  일 때, 유동을 위한 활성화에너지가  $Q \approx 108 \text{ kJ/mol}$ 으로 예측되었다. 이는 순수 마그네슘 소재의 자기 확산에 필요한 활성화에너지  $135 \text{ kJ/mol}$  보다 낮은 값이지만, 결정립계 확산에 필요한 활성화에너지  $92 \text{ kJ/mol}$  과 비슷한 값이다.

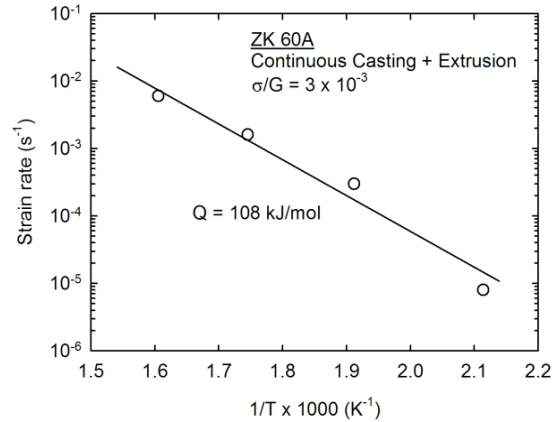


Fig. 9 Estimate of activation energy of the ZK60A

하지만, 본 연구의 ZK60A 압출재는 상대적으로 큰 평균 결정립 크기로 인하여, 그 고온 유동 특성이 결정립계의 확산만으로 제어된다고 하기는 어렵다. Fig. 7에서 계산된 변형율속도 민감도 지수 값  $m \approx 0.3-0.4$ 으로 미루어 봤을 때, 본 연구의 ZK60A 압출재는 완전한 초소성을 나타내다기보다 전위의 점성 활주에 의한 유동이 소재의 고온 기계적 특성을 지배한다고 할 수 있다. 실제로 응력지수  $n \approx 3$ 으로 계산되는 일부 고용체 합금 중 전위의 점성 활주 거동을 보이는 경우가 있다[17~18]. 이러한 경우에 본 연구에서처럼 실제 계산된 활성화에너지 값이 이론적으로 예측된 활성화에너지 값보다 다소 크게 나온다고 할 수 있다.

## 4. 결론

(1) 연속주조 후 6:1의 비율로 압출된 ZK60A 마그네슘합금의 경우 EBSD 분석결과 평균 결정립의 크기가  $2.5 \mu\text{m}$ 로 압출 전  $80 \mu\text{m}$ 에 비해 1/32배로 감소되었다. 또한 압출 방향으로 연신된 조대결정립들이 부분적으로 존재하였으며,  $10 \mu\text{m}$  이하의 미세화된 결정립과 동적재결정에 의해 형성된 sub-micron 크기의 미세결정립들이 다수 생성되었다. 또한 압출 후 LAGB의 비율이 증가하였는데, 이는 압출에 의한 결정립 내부의 변형 및 전위의 증가로 인해 저각의 아결정립이 형성되었기 때문이다.

(2) ZK60A 압출재의 고온 유동 특성 평가를 위하여, 473K~623K의 온도구간,  $10^{-2} \sim 10^{-5} \text{ s}$ 의 변형율속도 구간에서 고온 인장 실험을 시행하였으며, 523K와  $10^{-5} \text{ s}$  조건에서 준초소성(quasi-superplasticity)이라고

할 수 있는 250%의 연신율이 관찰되었고, 573K와 623K의 고온에서도  $10^{-3}$ ~ $10^{-5}$ /s 범위에서 200%에 가까운 높은 연신율이 관찰되었다.

(3) 변형율속도 민감도 지수( $m$ )는 0.3~0.4로 계산되었고, 활성화에너지는 108kJ/mol 인 것으로 나타났다. 이는 완전한 초소성 변형 보다는 전위의 점성 활주에 의한 변형기구가 본 연구의 ZK60A 압출재의 고온 기계적 특성을 지배하고 있음을 말해주는 것이다.

## 후 기

본 연구는 미래창조과학부/산업기술연구회 융합연구사업의 지원으로 수행되었음(과제번호 B551179-11-02-00).

## REFERENCES

- [1] N. D. Saddock, A. Suzuki, J. W. Jones, T. M. Pollock, 2010, Grain-scale Creep Processes in Mg-Al-Ca Base Alloys: Implications for Alloy Design, *Scr. Mater.*, Vol. 63, No. 7, pp. 692~697.
- [2] T. M. Pollock, 2010, Weight Loss with Magnesium Alloys, *Science*, Vol. 328, No. 5981, pp. 986~987.
- [3] H. Takuda, S. Kikuchi, T. Tsukada, K. Kubota, N. Hatta, 1999, Effect of Strain Rate on Deformation Behaviour of a Mg-8.5Li-1Zn Alloy Sheet at Room temperature, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 271, No. 1~2, pp. 251~256.
- [4] S. R. Agnew, J. W. Seen, J. A. Horton, 2006, Mg Sheet Metal Forming: Lessons Learned from Deep Drawing Li and Y Solid-Solution Alloys, *JOM*, Vol. 58, No. 5, pp. 62~69.
- [5] C. S. Roberts, 1960, *Magnesium and Its Alloys*, John Wiley & Sons, New York, pp. 81~107.
- [6] E. W. Kelley, W. F. J. Hosford, 1968, Plane-Strain Compression of Magnesium and Magnesium Alloy Crystals, *AIME*, Vol. 242, pp. 5~13.
- [7] T. Obara, H. Yoshinga, S. Morozumi, 1973, {1122} <1123> Slip System in Magnesium, *Acta Metall.*, Vol. 21, No.7, pp. 845~853.
- [8] H. Yoshinaga, T. Obara, S. Morozumi, 1993, Twinning Deformation in Magnesium Compressed Along the C-axis, *Mater. Sci. Eng.*, Vol. 12, No. 5, pp. 255~264.
- [9] S. R. Agnew, C. N. Tomé, D. W. Brown, T. M. Holden, S. C. Vogel, 2003, Study of Slip Mechanisms in a Magnesium Alloy by Neutron Diffraction and Modeling, *Scripta Mater.*, Vol. 48, No. 8, pp. 1003~1008.
- [10] S. R. Agnew, J. A. Horton, T. M. Lillo, D. W. Brown, 2004, Enhanced Ductility in Strongly Textured Magnesium Produced by Equal Channel Angular Processing, *Scr. Mater.*, Vol. 50, No. 3, pp. 377~381.
- [11] Z. Keshavarz, M. R. Barnett, 2006, EBSD Analysis of Deformation Modes in Mg-3Al-1Zn, *Scr. Mater.*, Vol. 55, No. 10, pp. 915~918.
- [12] O. Muransky, D. G. Carr, M. R. Barnett, E. C. Oliver, P. Sittner, 2008, In Situ Neutron Diffraction Investigation of Deformation Mechanisms and Pseudoelastic-like Behaviour of Extruded AZ31 Magnesium Alloy, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 496, No. 1~2, pp. 98~102.
- [13] T. G. Langdon, 1982, The Mechanical Properties of Superplastic Materials, *Metall. Trans. A*, Vol. 13, No. 5, pp. 689~701.
- [14] D. Woodford, 1969, Strain-rate Sensitivity as a Measure of Ductility, *Trans. Am. Soc. Metals*, Vol. 62, pp. 291~293.
- [15] T. G. Langdon, 1977, The Relationship between Strain Rate Sensitivity and Ductility in Superplastic Materials, *Scr. Metall.*, Vol. 11, No. 11, pp. 997~1000.
- [16] T. G. Langdon, 2005, Identifying Creep Mechanisms in Plastic Flow, *Z. Metallkd.*, Vol. 96, No. 6, pp. 522~531.
- [17] O. D. Sherby, J. L. Robbins, A. Goldberg, 1973, High Temperature Creep Behavior of Class I and Class II Solid Solution Alloys, *Metall. Mater. Trans. B*, Vol. 1, No. 4, pp. 1030~1032.
- [18] P. Yavari, T. G. Langdon, 1982, An Examination of the Breakdown in Creep by Viscous Glide in Solid Solution Alloys at High Stress Levels, *Acta Metall.*, Vol. 30, No. 12, pp. 2181~2196.