

마그네슘 합금의 고온 평면변형 압축에서 Pb 첨가에 따른 미세조직 및 집합조직 변화

지에빈* · 윤지민* · 김권후**,†

*부경대학교 마린융합디자인공학과, **부경대학교 공과대학 금속공학과

Effects of Pb Addition on Microstructure and Texture in High Temperature Plane Strain Compression of Magnesium Alloys

Yebeen Ji*, Jimin Yun*, Kwonhoo Kim**,†

*Department of Marine design Convergence Engineering, Pukyong National University,
45, Yongso-ro, Nam-gu, Busan, Republic of Korea

**Department of Metallurgical Engineering, Pukyong National University, 45, Yongso-ro, Nam-gu, Busan, Republic of Korea

Abstract As global warming accelerates, the transportation industry is increasing the use of light-weight materials with the goal of reducing carbon emissions. Magnesium is a suitable material, but its poor formability limits its use, so research is needed to improve it. Rare-earth elements are known to effectively control texture development, but their high cost limits commercial. In this study, changes in microstructure and texture were investigated by adding Pb, which is expected to have a similar effect as rare-earth elements. The material used is Mg-15wt%Pb alloy. Initial specimens were obtained by rolling at 773 K to a rolling reduction of 25% and heat treatment. Afterwards, plane strain compression was performed at 723 K with a strain rate of $5 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ and a strain of -0.4 to -1.0. As a result, recrystallized grains were formed within the microstructure, and the main component of the texture changed from (0,0) to (30,26). The maximum axial density was initially 10.01, but decreased to 4.23 after compression. (Received January 5, 2024; Revised January 19, 2024; Accepted January 23, 2024)

Key words : Mg alloy, Texture, Microstructure, Dynamic recrystallization, Pb addition, Plane strain compression

1. 서 론

환경 오염으로 인한 지구온난화의 가속화로 해빙이 녹고 사막화되는 등 다양한 환경 이상 현상이 발생하고 있다. 온난화는 화석연료 사용에 따라 발생한 이산화탄소가 대기 중에 축적되어 나타난 온실효과가 주 원인으로 알려져 있다. 국제사회는 이러한 문제를 해결하기 위해 UN 회원국 전체에 걸쳐 온실가스 감축 의무에 합의하였다[1].

수송 산업의 경우 탄소 배출 억제에 대한 목표를 실현하기 위해 기존에 사용되던 구조용 재료를 경량성 재료로 교체하기 위한 노력이 이루어지고 있다. 특히 마그네슘 합금의 경우 합금원소로 알루미늄, 아연 등

을 첨가할 시 무게 대비 우수한 기계적 특성을 얻을 수 있어 산업에서는 이를 활용하기 위한 다양한 시도가 이루어지고 있다. 그러나 마그네슘은 상온에서 적은 활성 슬립 수로 인한 낮은 가공성과, 고온에서 가공할 때 나타나는 강하게 발달하는 특정한 집합조직으로 인한 낮은 성형성으로 상업적 이용에 큰 제약을 받고있다[2].

이러한 문제를 해결하기 위해 집합조직 제어는 마그네슘 합금의 상업적 이용 증대에 있어 필수적인 해결 방법 중 하나이다. 집합조직 제어가 가능할 시 고온에서의 성형성뿐 아니라 상온 가공성 또한 향상될 수 있기에 이와 관련한 다양한 연구가 진행되고 있다. 최근 연구에서는 마그네슘 합금 내에 Y, Ce, La 등의

희토류 원소를 첨가함으로써 집합조직 성분을 변화시키거나 발달을 억제할 수 있음을 확인하였다. 이는 희토류 원소 첨가 시 재결정립의 결정 방위가 모결정립을 따라가지 않고 상대적으로 랜덤한 방위를 가지기 때문으로 확인되며, 특성의 발현 원인은 1) 2상에 의한 입자 촉진 핵생성 효과와 2) 용질원소에 의한 입계 에너지 감소 그리고 전위의 이동속도 저하 등에 의해 나타나는 것으로 알려져 있다[3-8]. 그러나 희토류 원소를 이용하여 마그네슘 합금의 집합조직 발달을 효과적으로 억제할 수 있음에도 희토류의 값비싼 비용의 이유로 상업적인 활용에 있어 여전히 제한적이다.

이러한 문제를 해결하기 위한 방안으로 다양한 연구에서 희토류와 유사한 효과를 기대할 수 있는 대체 원소를 찾기 위한 연구가 진행되었다. 마그네슘 내에 Ca의 첨가 후 형성되는 Al_2Ca 2상은 석출상 주변으로 입자 촉진 핵생성(Particle Stimulated Nucleation, PSN)효과가 일어나 희토류 첨가할 때와 유사한 재결정 거동이 나타나는 것으로 관찰되었다[9]. 이러한 결과는 희토류 원소 외에도 다른 용질 원소가 앞서 서술한 입자 촉진 핵생성, 입계 에너지 감소 등의 거동이 나타난다면 유사한 집합조직 거동이 나타날 수 있음을 의미한다.

마그네슘에 Pb의 첨가는 고용에 따른 합금의 직접적인 물성 향상은 거의 얻을 수 없지만, Mg 및 다른 첨가 원소의 확산 속도를 낮추어 2상의 불연속 석출을 억제하거나 입계 방향으로 Pb 원소가 확산함으로써 결정입계 에너지를 낮추는 효과를 주는 것으로 알려져 있다[10, 11]. 이러한 특성은 희토류 원소의 특

성과 매우 유사하지만, Pb 첨가가 집합조직 발달 거동에 미치는 영향에 대한 연구는 거의 진행되지 않았다. 따라서 이번 연구는 마그네슘 내에 Pb 첨가 후 고온 평면변형 압축 시 나타나는 집합조직 발달 거동에 대한 연구를 진행하였다.

2. 실험방법

본 연구에 사용된 마그네슘 합금은 Mg-15wt%Pb 주조재와 비교 분석을 위해 사용된 상용 AZ61 마그네슘 합금으로, 각 합금의 화학적 조성은 XRF(X-Ray Fluorescence Spectrometer, Shimadzu, XRF-1800) 분석을 통해 얻은 후 Table 1에 나타내었다.

합금은 압축 전 균일한 미세조직 및 초기 집합조직을 형성시키기 위해 ingot을 $40 \times 60 \times 13.4$ mm의 크기로 절단 및 가공 후 673 K에서 압연율 25%까지 열간압연을 진행하였다. 압연 과정에서 급격한 변형에 의한 균열 형성을 방지하기 위해 pass 당 압하율을 1~5%로 제한하여 8 pass 진행했으며, 각 pass 구간마다 673 K에서 10분간 추가 열처리를 진행하였다. 압연이 완료된 ingot은 다시 $10 \times 10 \times 6.7$ mm의 크기의 시편으로 제작 후 미세조직 내 용질 원소의 균일한 분포를 위해서 773 K에서 1시간 열처리 후 수냉하였다.

고온 평면변형 압축은 압연 방향과 연신 방향이 평행하고 압연 방향의 수직 방향과 압축 방향이 평행하도록 시편을 놓은 뒤 단상 영역인 온도 723 K에서 변형속도 $5 \times 10^{-2} s^{-1}$, 변형률 -0.4 ~ -1.0의 변형조건으로 진행하였다. 압축 후 열에 의한 미세조직 변화를

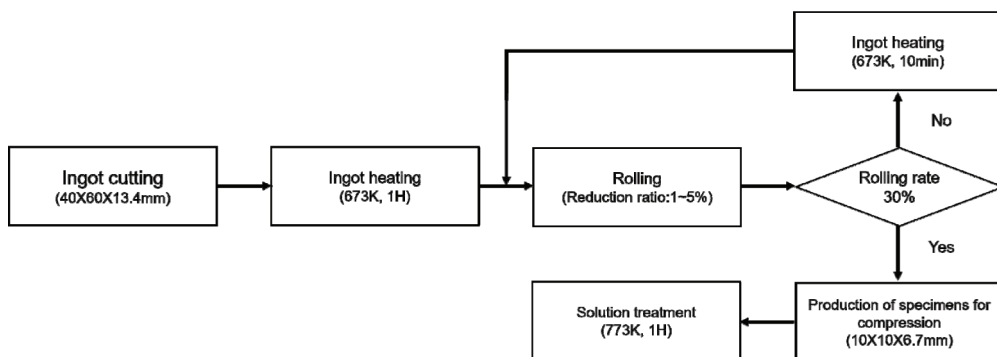


Fig. 1. Rolling and heat treatment schematic.

Table 1. Chemical composition of Mg-15wt%Pb magnesium alloy (wt%)

Alloy code	Mg	Al	Zn	Pb	Ag	Mn	Si
Mg-15wt%Pb	Bal.	-	0.01	15.08	-	0.01	0.01
AZ61	Bal.	6.20	0.90	-	-	0.19	0.05

예방하기 위해 곧바로 수냉 처리를 진행하였다. 압축 후 시편의 방향 표시는 압연과 동일하게 압축 방향을 ND(Nomal Direction), 연신 방향을 RD(Rolling direction), 연신 제한 방향을 TD(Transverse Direction)로 설정하였다. 이후 미세조직 및 집합조직 측정은 RD에 평행한 방향으로 시편 중앙 부를 절단 후 전계 주사전자현미경(FE-SEM, Tescan, clara) 과 해당 장비에 부착된 후방산란전자 회절 분석기 (EBSD, Oxford/Symetry S)를 활용하여 촬영하였다. 이후 TSL 및 ATEX 소프트웨어를 사용하여 EBSD 데이터를 분석하였다. 집합조직 성분은 역극점도 (Inverse Pole Figure)를 사용하여 나타내었으며, 역극점도의 방위 표시는 [0001]에서 [10 $\bar{1}$ 0]로 기울어진 각도를 α , [10 $\bar{1}$ 0]에서 [11 $\bar{2}$ 0]로 기울어진 각도를 β 로 하여 (α , β)로 나타내었다.

3. 결과 및 고찰

3.1 응력-변형률 곡선

Fig. 2은 Mg-15wt%Pb 합금을 온도 723 K, 변형속도 $5.0 \times 10^{-2} s^{-1}$ 조건으로 평면변형 압축 후 얻은 진응력-진변형률 곡선이다. 변형 초기 유동 곡선은 급격한 응력 증가가 발생하였다. 이때 최대 응력(peak stress)은 약 40.8 MPa로 확인되며, 이후 가공 연화에 따른 응력 감소가 발생하였다. 변형률 -0.6 이상에서 회복 및 재결정 발생 속도가 상대적으로 감소함에 따라 다시 가공경화가 발생하였다. 이러한 거동의 형태는 AZ61 및 AZ80 마그네슘 합금의 고온 평면변형 압축에서의 유동 곡선 형태와 유사하게 나타났다[2, 9].

3.2 집합조직 발달 거동

Fig. 3는 초기재와 변형률 -0.4, -0.7, -1.0으로 각각 평면변형 압축 후 ND 면에서 측정된 역극점도다. 역극점도에는 평균 축 밀도를 단위로 하여 그 배수를 등고선으로 표현했으며, 최대 축 밀도와 해당 좌표를 아래에 함께 나타내었다. 초기재의 경우 압연을 통

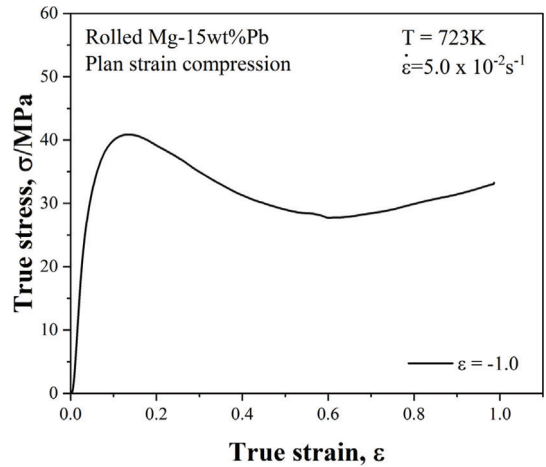


Fig. 2. True stress – true strain curve obtained by plan strain compression test.

해 ND 면에서 (0,0) 성분을 가지는 저면 집합조직이 형성하였다. 해당 조직은 변형률 -0.4에서 더욱 발달하여 축 밀도가 10.01에서 18.12로 더욱 발달하였다. 그러나 변형률 -0.7 이상으로 압축을 진행했을 경우 (0,0) 성분은 축 밀도가 6.62로 감소하여, 최종적으로 변형률 -1.0에서 주성분이 (30,26), 축밀도가 4.23으로 변화하였다.

앞선 연구에서 AZ80 마그네슘 합금의 고온 단축 압축 및 평면변형 압축을 진행했을 때, 집합조직 성분 및 해당 성분의 발달 정도는 변형속도, 가공 온도, 그리고 변형률 등의 가공 변수에 따라 변화할 수 있음을 확인하였다. 이것은 해당 가공 조건에서 계산된 응력 지수에 따라 변형 메커니즘이 달라지기 때문으로, 저면 집합조직의 경우 응력 지수 n의 값이 5일 때 전위 활주 메커니즘에 의해 발달하는 것으로 알려져 있다. 또한 변형 메커니즘은 n 값이 20~30 MPa을 기점으로 변화하며, 이때 집합조직 거동 또한 변화한다[2, 5]. 본 연구에서 사용된 Mg-15wt%Pb 합금의 경우 응력 지수의 계산을 위해 필요로 하는 최소 변형조건을 만족하지 못하지만, Fig. 3의 유동응력에서 30~40 MPa을 형성하는 것을 볼 때 변형 메커니즘은 전위 활주일 것으로 판단된다.

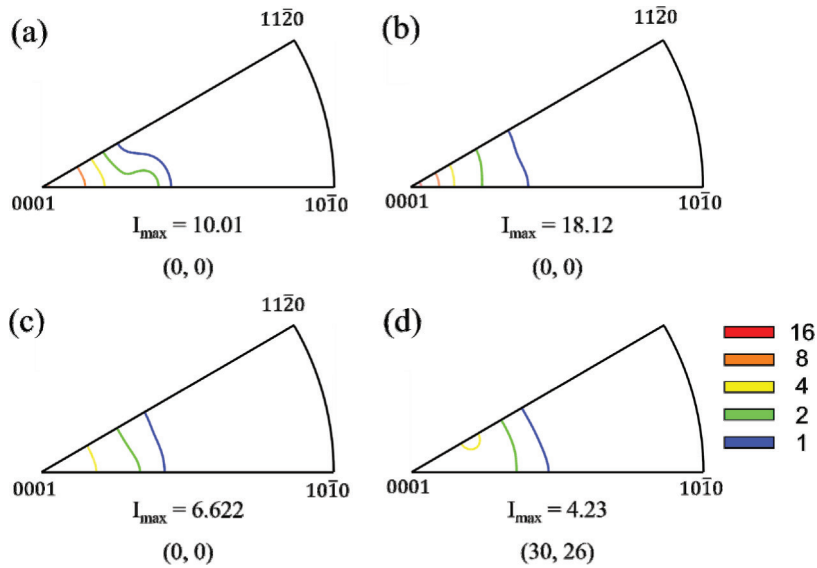


Fig. 3. Inverse Pole Figure of Mg-15wt%Pb specimen after strain up to (a) 0, (b) -0.4, (c) -0.7, (d) -1.0 at 723 K and $5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

변형 메커니즘이 전위 활주 모드일 때 특정 성분의 집합조직이 발달하기 위해선 해당 성분이 (1) 격자 회전에 발생하지 않고, (2) 재결정으로 소모되지 않는 안정 방위여야 한다[2]. 실제로 마그네슘 합금에서 압축 동안 basal $\langle a \rangle$ 슬립이 활성화되면 해당 격자의 c -축은 압축 축과 점차 평행하게 되도록 회전하므로, 변형량이 증가할수록 (0001) 성분을 가지는 결정립이 증가하게 된다. 또한 c -축이 압축 축에 평행하게 놓이면 basal $\langle a \rangle$ 슬립은 Schmid factor가 0에 가까운 값을 가져 슬립 활성화가 어려우며, 이 경우 Pyramidal $\langle a+c \rangle$ 가 주 활성 슬립으로 작동된다. 이때 Pyramidal $\langle a+c \rangle$ 는 ND-RD 축을 따라 4개의 슬립계가 대칭의 형태로 놓여 격자 회전이 발생하지 않는다[5, 11]. 따라서 Fig. 3(b)에서 (0,0) 방위의 발달은 해당 성분 외의 방위가 슬립에 의한 격자 회전으로 소모되는 결과임을 알 수 있다.

Fig. 4은 변형률 -0.4, -1.0으로 평면변형 압축 후 ND 면에서 관찰한 미세조직 사진이다. 초기재에서 압연을 통해 형성된 저면 집합조직 성분의 변화를 나타내기 위해 각 사진에는 (0-15,0-30) 역극점도 성분을 가지는 포인트를 함께 나타내었다. 평균 결정립 크기는 압축 전 약 $400 \mu\text{m}$ 로 매우 조대했으나, 변형률 -0.4에서 약 $60 \mu\text{m}$ 로 급격하게 감소하였다. 또한 변

형이 진행되는 동안 여전히 초기재에서 형성되었던 조대한 모결정립이 관찰되지만, 대부분의 결정립이 동적 재결정이 발생하여 등축립의 형태로 존재하였다. Fig. 3(a)에서 (0,0)에 가까운 결정립은 대부분 재결정이 발생하지 않은 조대한 결정립이었으며, 이러한 결과는 Fig. 3(b)에서 (0,0) 성분의 발달이 슬립에 의해 발달했음을 의미한다. 그러나 대부분의 재결정립 성분은 (0,0) 이외의 성분을 가지는 것을 볼 때, 해당 압축조건에서 Mg-15wt%Pb 합금은 해당 성분이 재결정에 대한 안정 방위로 작용하지 않았음을 암시한다.

3.3 재결정립의 집합조직 형성 거동

AZ 계열 마그네슘 합금이 전위 활주 모드에서 압축을 진행할 경우 전위의 슬립과 함께 연속 동적 재결정이 발생하는 것으로 알려져 있다. 이러한 재결정 거동은 동적 회복을 통해 형성된 소각각입계가 점진적인 회전과 함께 새로운 재결정립이 형성하게 되며, 재결정립의 방위는 모결정립의 방위와 유사한 성분을 가지게 된다[2, 5, 9]. 이 경우 집합조직의 발달은 주로 슬립에 의해 나타나게 된다. 그러나 Fig. 3(c-d)에서 Mg-15wt%Pb 합금은 변형률이 증가함에도 축밀도가 감소하고, 최종 성분이 (0,0)에서 (30,26)으로 변화하

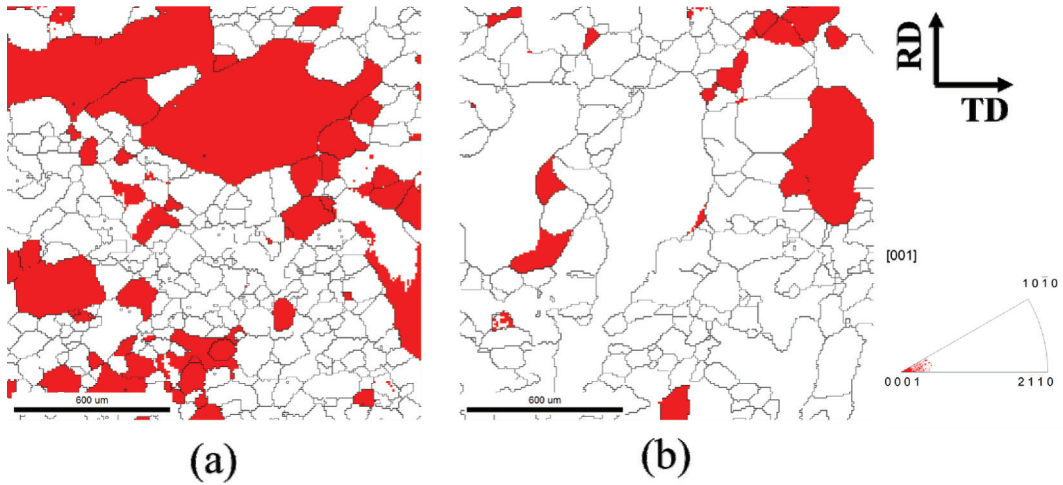


Fig. 4. Microstructure of ND plane of Mg-15wt%Pb after strain up to (a) -0.4, (b) -1.0.

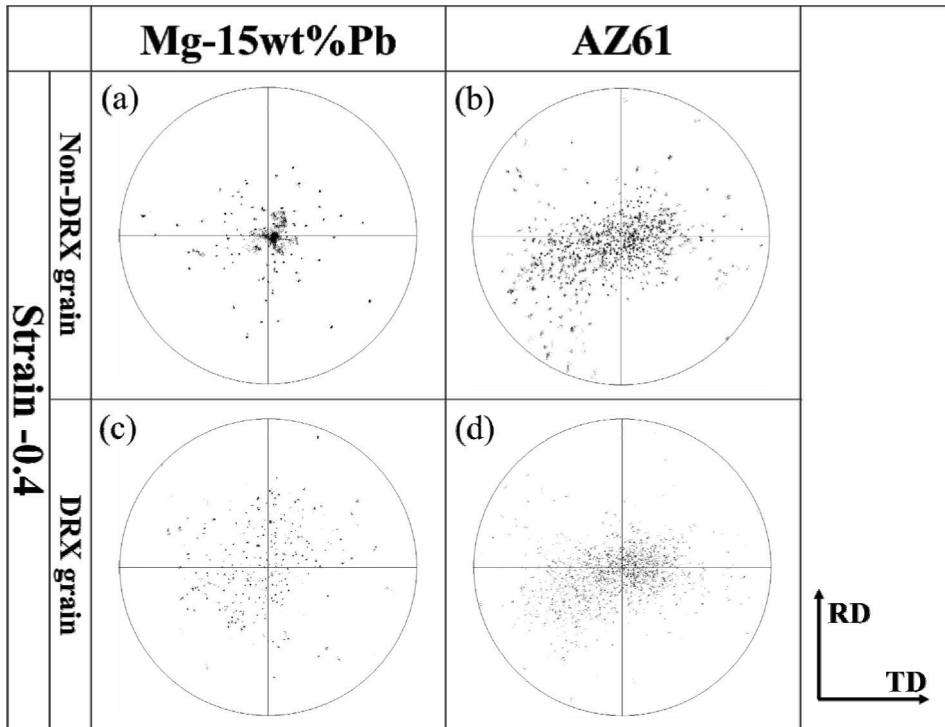


Fig. 5. (0001) pole figures of parent grains and recrystallized grains after plane strain compression at strain of -0.4 in Mg-15wt%Pb and AZ61 alloys.

였다. 이러한 결과는 기존의 AZ 계열 합금과 다른 재결정 거동이 나타났을 것으로 생각될 수 있다.

Fig. 5는 재결정립이 집합조직 거동에 미치는 영향

을 확인하기 위해 모결정립과 재결정립의 방위 분포를 각각 구분하여 (0001) 극점도에 나타내었다. 모결정립과 재결정립의 구분은 평균 결정립 크기를 기준

으로 그 이상을 모결정립, 이하를 재결정립으로 정의하였다. Pb 원소의 첨가 효과를 비교 분석하기 위해 기존에 연구되었던 AZ61 합금의 (0001) 극점도를 함께 나타내었다. AZ61 합금의 경우 이전 연구에서 확인된 것과 동일하게 모결정립과 재결정립의 방위 분포 차이가 거의 나타나지 않았다(Fig. 5(b), (d)). 그러나 Mg-15wt%Pb 합금에서 모결정립의 방위 분포는 Fig. 3(b)의 측정 결과와 동일하게 ND 방향으로 저면 집합조직이 강하게 분포된 것이 관찰되나, 재결정립의 경우 AZ61 합금에 비해 더욱 무질서한 방위 분포가 형성되어 있는 것이 확인된다. 이러한 재결정립의 방위 분포의 형태는 희토류 첨가 후 나타나는 RE-texture와 유사하다. RE-texture의 형성되는 원인은 정확하게 밝혀지지 않는으나, 일부 연구에서 용질 원소에 의한 전위와 입계의 이동도 변화가 원인임을 보고하였다[3, 4, 8, 12]. 본 연구에서 사용된 Mg-15wt%Pb 합금은 균질화 열처리 후 단상 온도 조건인 723 K에서 평면변형 압축을 진행했으며, 이 경우 집합조직 발달에 미치는 요소는 가공 조건과 더불어 용질 원소에 의해 영향을 받을 수 있다. 실제로 마그네슘 내에 Pb의 첨가 시 Mg 및 Pb 이외의 용질 원소 확산을 억제하며, 가공 시 $Mg_{0.78}Pb_{0.22}$ 입자가 소경각입계 및 결정입계에 석출됨으로써 전위 및 입계 에너지 크기에 영향을 미치는 것으로 알려져 있다. 이러한 거동은 희토류 원소를 첨가했을 때 나타나는 용질 원소 효과와 유사하며, Pb 첨가에 의한 각각의 효과가 복합적으로 작용하여 재결정립의 방위 분포 형상에 영향을 미쳤을 것으로 판단된다[10, 11, 13]. 그러나 Pb 원소의 첨가 효과에 대해서 정확한 분석 및 검증을 위해선 추가적인 연구가 필요하다.

4. 결 론

Mg-15wt%Pb 합금을 온도 723K 변형속도 $5.0 \times 10^{-2} s^{-1}$ 에서 변형률 -0.4 ~ -1.0의 변형조건에서 평면변형 압축시험을 행한 후 미세조직 및 집합조직 형성 거동에 대해서 알아보았다. 그 결과는 다음과 같다.

1. 진응력-진변형률 곡선에서 유동응력은 40.8 MPa 까지 급격한 상승이 관찰되며 이후 회복 및 재결정에 의한 가공 연화가 관찰되었다. 가공연화는 변형률 -0.6 이후 약화되어 다시 가공경화가 나타났다.
2. 변형 초기 집합조직의 발달은 슬립에 강한 영향을 받아 주성분은 초기재와 동일한 (0,0)를 유지했으며, 최대 축밀도는 10.01에서 18.12로 증가했다.
3. 그러나 변형률이 증가함에 따라 무질서한 성분을 가지는 재결정립의 비율이 증가하였고, 그 결과 축밀도는 감소하고 주성분 또한 (0,0)에서 (30,26)으로 이동했다.

Acknowledgments

본 논문은 2023년도 교육부의 재원으로 한국연구재단의 지원을 받아 수행된 지자체-대학 협력기반 지역혁신 사업의 결과입니다(2023RIS-007).

References

1. Park, J.-Y., et al.: J. Ocean Eng. Technol., **37**(2) (2023) 58-67.
2. Kim, J., et al.: Mater. Trans., **54**(2) (2013) 192-198.
3. Stanford, N.: Mater. Sci. Eng., **A 527**(10) (2010) 2669-2677.
4. Stanford, N., et al.: Metall. Mater. Trans., **A 41**(3) (2010) 734-743.
5. Kim, J., et al.: Mater. Trans., **53**(11) (2012) 1870-1875.
6. Kim, D. W., et al.: Metall. Mater. Trans., **A 44**(7) (2013) 2950-2961.
7. Stanford, N.: Mater. Sci. Eng., **A 528**(1) (2010) 314-322.
8. Hadorn, J. P., et al.: Metall. Mater. Trans., **A 43**(4) (2012) 1347-1362.
9. 김기범: Al₂Ca 석출상이 AZ61 마그네슘 합금의 고온 변형 중 집합조직 형성 거동에 미치는 영향, 부경대학교 (2022).
10. Wang, L., et al.: J. Electrochem. Soc., **164**(2) (2017) A438.
11. Wang, N., et al.: J. Power Sources, **436** (2019) 226855.
12. Cottam, R., et al.: Mater. Sci. Eng., **A 485**(1) (2008) 375-382.
13. Srinivasan, A., et al.: Mater. Sci. Eng., **A 452-453** (2007) 87-92.