

Sc을 첨가한 Al-7.7wt%Zn-2.0wt%Mg-1.9wt%Cu합금의 고온 변형거동

우기도[†] · 유용석 · 김석원 · Deliang Zhang*

전북대학교 신소재공학부, 공학연구원 신소재개발 연구센터

*뉴질랜드 와이카토대학 재료·공정 공학과

High Temperature Deformation Behavior of Sc Added Al-7.7wt%Zn-2.0wt%Mg-1.9wt%Cu Alloy

Kee-Do Woo[†], Yong-Seok Ryu, Sug-Won Kim and Deliang Zhang*

Division of Advanced Materials Engineering, The Research Center of Advanced Materials Development, Chonbuk National University, Chonju, 561-756 Korea

*Department of Materials and Process Engineering, University of Waikato, Private Bag 3105, Hamilton, New Zealand

(2003년 10월 20일 받음, 2003년 11월 19일 최종수정본 받음)

Abstract The Al-7.7Zn-2.0Mg-1.9Cu-0.1Zr-0.1Sc alloy exhibited excellent elongation by the new thermomechanical treatment (TMT) process; solution treatment and furnace cooling → hot and cold rolling and then annealing for short time. Tensile test at high temperature from 430 to 500°C has been performed with various strain rates using for the Al-7.7Zn-2.0Mg-1.9Cu-0.1Zr-0.1Sc alloy obtained by the TMT process. The elongation of the Al-7.7Zn-2.0Mg-1.9Cu-0.1Zr-0.1Sc was 550% tensile tested at 470°C temperature and $2.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ strain rate. The *m* value of Al-7.7Zn-2.0Mg-1.9Cu-0.1Zr-0.1Sc alloy deformed 85% increased from 0.33 to 0.46 with increasing total elongation. This new TMT process was very simple and easy to make the sheets in the company.

Key words High temperature deformation, superplasticity, aluminum alloy, TMT

1. 서 론

일반적으로 초소성은 미세한 결정립과 미세한 강화 입자를 포함한 조성을 갖는 재료에서 나타난다.¹⁾ 또한 결정립 미끄럼과, 공공의 확산에 의해 생성된 공동의 확산에 의해서 일어난다. 본 연구에 사용된 Al-7.7Zn-2.0Mg-1.9Cu-0.1Zr-0.1Sc 합금에서는 Al_2Cu , MgZn_2 , Al_3Sc 등이 석출되어 미세한 결정립과 입자강화가 예상된다.^{2,3)} 또한 Sc는 우수한 시효석출 합금 원소로서 안정한 정합의 L_{12} 구조를 가지는 나노 크기의 Al_3Sc 상이 석출되는 것으로 알려져 있다.^{4,5)} Al_3Sc 상의 석출은 결정립의 미세화, 경도 증가, 재결정 억제 등의 효과가 있고, 인장성질을 개선함으로써 초소성에도 영향을 주는 것으로 알려져 있다.⁵⁾

초소성과 연구는 미세한 결정립을 얻기 위해 대량 생산 공정에 적용하기 어려운 복잡한 가공 공정을 대상으로 연구가 진행되어 왔다.^{6,7)} 이러한 연구에서 제작된 시편의 변형률은 600~1500%를 초과하지만 비행기나 자동차부품을 성형하는데 적용되는 가공은 200~500% 정도의 인장 변형률에서 충분하므로 가공공정을 단순화 함으

로써 원가를 절감할 필요가 대두되고 있다.⁷⁾ 7475 합금에서 결정립 크기가 초소성에 미치는 영향을 조사하기 위한 가공공정⁶⁾과 시편의 조성을 본 논문의 가공공정과 시편조성을 Fig. 1과 Table 1에서 각각 비교하여 나타내었

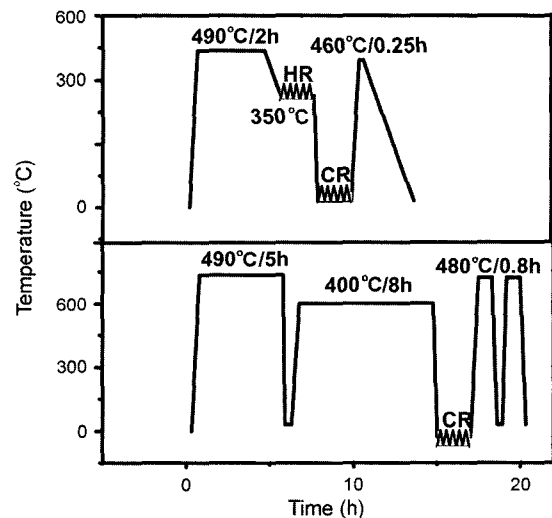


Fig. 1. Comparison of high temperature deformation processes between new TMT process (a) and commercial TMT process⁶⁾ (b).

[†]E-Mail : kdwoo@moak.chonbuk.ac.kr

다. 따라서 본 연구에서는 Fig. 1과 같이 비교적 간단한 가공공정을 통하여 얻은 시편의 고온 인장 특성에 대하여 연구하고자 하였다.

2. 실험 방법

본 연구에는 Table 1에서와 같이 Al-7.7Zn-2.0Mg-1.9Cu-0.1Zr-0.1Sc 압출재료(합금A)를 사용하였다. 이 재료를 각각 10, 7.5, 4 mm의 두께로 절단하여 판상 시편을 제작하였다. Fig. 1(a)에 서와 같이 이 시편을 490°C의 염욕에서 2, 1.5, 1시간 용체화 처리한 후 350°C까지 냉각하고 350°C에서 2.5 mm까지 열간 압연하였다. 각각의 시편들은 냉각 후 1.5 mm의 두께로 냉간가공하였다. 냉간압연한 시편은 460°C 염욕에서 15분 어닐링한 후 냉각하였다. 인장시편은 그림부를 가로 10 mm, 세로 10 mm로 하고 게이지부분을 가로 8 mm, 세로 4 mm로 만들었다. 그리고 게이지부와 그림부의 연결부인 R을 3 mm로 주어 제작하였다. 인장시험은 온도는 각각 430, 470 및 500°C로 하고 인장속도는 $1 \times 10^{-1} s^{-1}$ 부터 $5 \times 10^{-4} s^{-1}$ 까지 4단계로 나누어서 실험한 후 비교분석하였다. 시편의 조직과 공동은 광학현미경과 SEM(scanning electron microscope), TEM(transmission electron microscope)로 관찰하였고 각상의 분석은 EDX(energy dispersive X-ray) 및 XRD(X-ray diffractometry)로 관

찰하였다.

3. 결과 및 고찰

본 실험에서는 결정립을 미세화 하기 위하여 비교적 큰 변형율로 압연하였다. Fig. 2는 압출재료와 압연한 후 어닐링한 시편을 광학 현미경으로 관찰한 미세조직이다. 가공 전의 압출재료에서는 40 μm 의 조대한 조직이었지만 Marquis⁵⁾등과 Hales⁸⁾등의 연구 결과와 같이 압연과 열처리과정에 의해 조직들이 3~7 μm 로 크게 미세화 되었다.

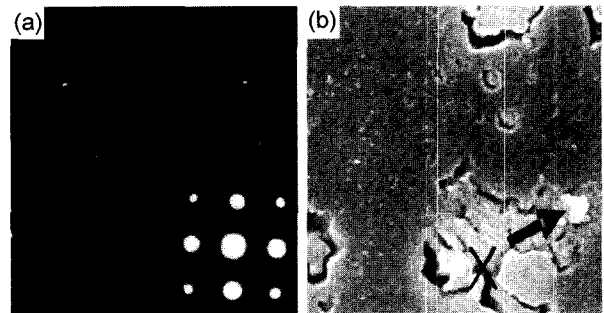


Fig. 3. Micrographs of (a) TEM and (b) SEM of the annealed A alloy. The particle of X was clarified to Al_2Cu phase by EDX.

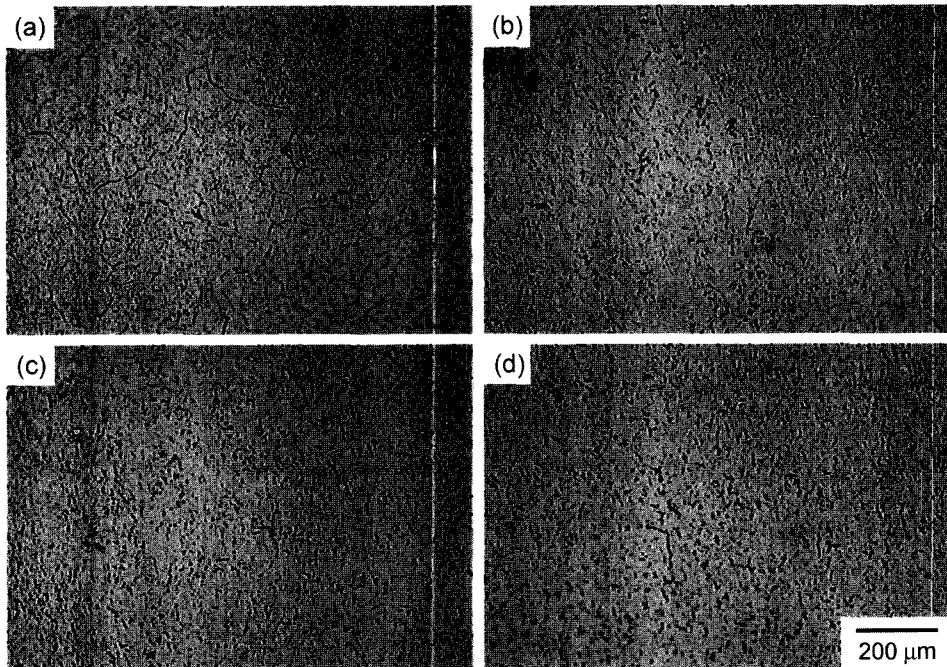


Fig. 2. Microstructures of the A alloy (a) as-extrusion, as-rolled in (b) 62%, (c) 80%, and (d) 85% reduction ratio.

Table 1. Chemical composition of the A alloy.

	Al	Zn	Mg	Cu	Cr	Zr	Sc	Fe	Si
A	88.2	7.7	2.0	1.9	-	0.1	0.1	-	-

(wt%).

Fig. 3과 같이 TEM, EDX 및 Fig. 4의 XRD로 성분 조사를 한 결과 미세한 Al_3Sc , Al_2Cu , $MgZn_2$ 의 석출물들이 관찰 및 분석되었다. Fig. 3(a)의 TEM의 조직사진에서와 같이 Al_3Sc 가 석출되었음을 SADP(Selected area diffraction pattern)와 암시야상에 의해서 알 수 있었고 Fig. 3(b)와 같이 SEM의 EDX분석에 의하여 입자 X는

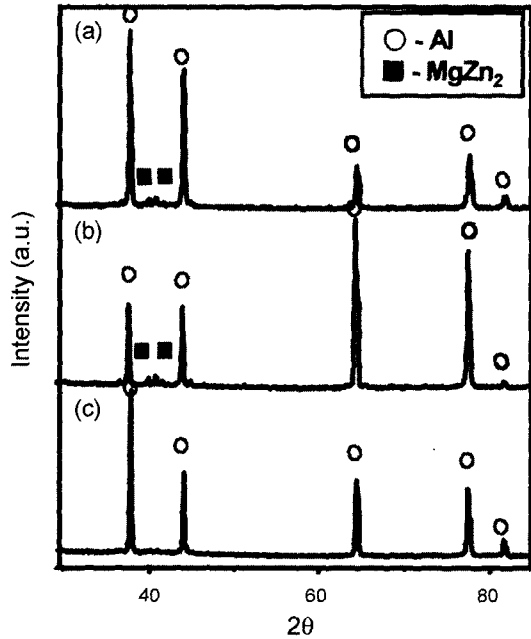


Fig. 4. XRD results of A alloy. (a) extruded specimen, (b) annealed specimen, and (c) tensile tested specimen.

Al_2Cu 임을 알 수 있었다. Fig. 4에 XRD시험 결과에 의하면 인장 시험 이전의 가공 및 열처리 과정에서 생성되었던 $MgZn_2$ 석출물들은 고온실험에 의해 재고용 된 것을 알 수 있었다. 그러나 Al_3Sc , Al_2Cu 의 XRD 피크가 나타나지 않은 것은 그 양이 적기 때문으로 사료된다. 고온 인장에 의해 재결정이 발생되면서 아립계의 생성과 발생한 미세 입자강화 석출물들에 의해 이러한 미세조직이 생성된 것으로 판단된다. Fig. 5는 $470^\circ C$ 로 온도를 고정 시킨후 85%의 압연율을 갖는 시편을 인장 시험한 후 SEM으로 분석한 게이지부분의 미세조직 사진이다. $1 \times 10^{-1} s^{-1}$, $1 \times 10^{-2} s^{-1}$, $2.2 \times 10^{-3} s^{-1}$ 및 $5 \times 10^{-4} s^{-1}$ 의 속도로 시험한 시편의 결정립 크기는 변형속도에 따라서 각각 평균 3, 5, 7 및 $11 \mu m$ 로 나타난다. 또한 Fig. 5에서 변형률 속도가 느릴수록 결정립 크기가 커지는데 이는 인장시험에서 변형률 속도가 느릴수록 시편은 노안에서의 유지시간이 길어지면서 생성된 재결정이 성장한 것으로 보인다. 공동(cavity) 역시 소성변형이 일어나면서 void가 확산되면서 성장하게 되는 것으로 보고되고 있다.^{8,9)} Fig. 6에서 변형률이 작아질수록 공동의 수와 크기가 증가되었으며 공동은 압연방향으로 성장하고 있는 것으로 보아 이는 공동이 결정립을 통해 확산하면서 확산속도의 증가로 인해 성장이 빨라진 것으로 보인다.^{10,11)} 그러나 인장 속도가 $2.2 \times 10^{-3} s^{-1}$ 보다 느려지게 되면 오히려 공동이 작아지고 밀도는 증가하였다. 이는 본 실험에서 $2.2 \times 10^{-3} s^{-1}$ 의 인장속도에서 가장 큰 연신율이 나타나므로 이 인장속도에서 가장 활발하게 결정립 미끄럼과 공동의 성장이 일어난 결과라고 생각된다. 또한 온도

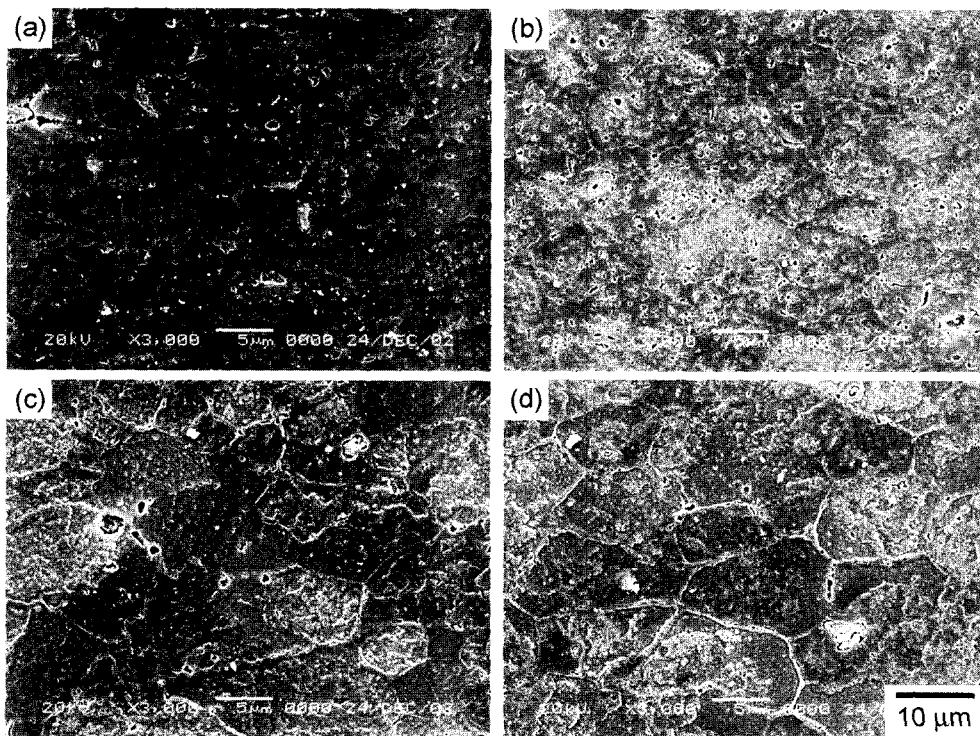


Fig. 5. SEM micrographs of gauge part of tensile tested specimen at $470^\circ C$ using the A alloy with 85% reduction rate. (a) $\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-1} s^{-1}$, (b) $\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-2} s^{-1}$, (c) $\dot{\epsilon} = 2.2 \times 10^{-3} s^{-1}$, (d) $\dot{\epsilon} = 5 \times 10^{-4} s^{-1}$.

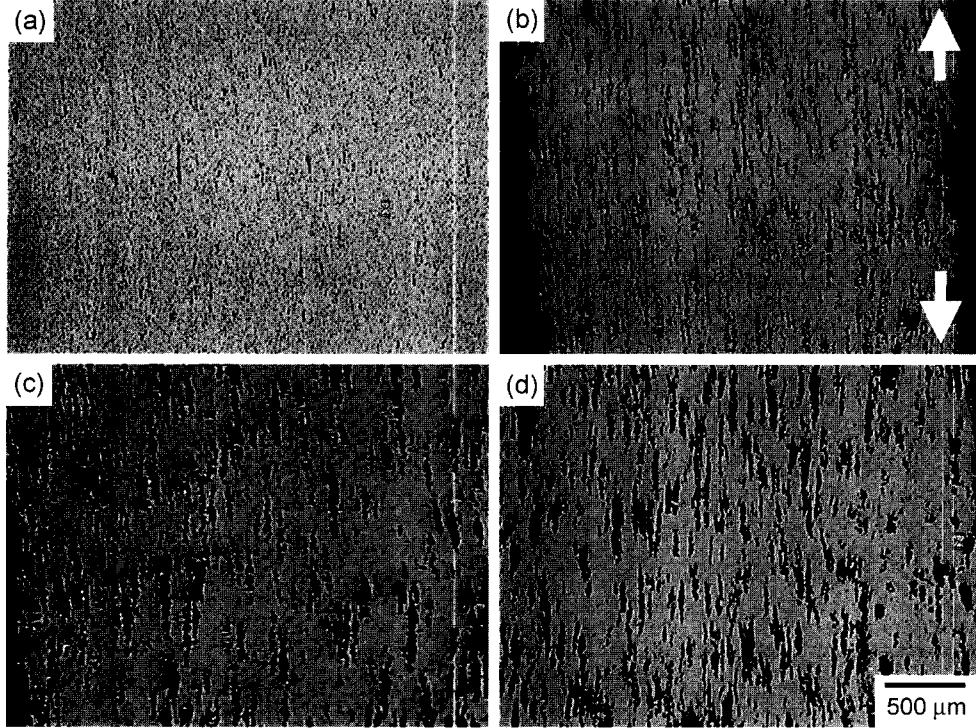


Fig. 6. Cavity stringer of gauge part after tensile tested specimens with 85% reduction rate at 470°C. (a) $\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-1} s^{-1}$, (b) $\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-2} s^{-1}$, (c) $\dot{\epsilon} = 2.2 \times 10^{-3} s^{-1}$, (d) $\dot{\epsilon} = 5 \times 10^{-4} s^{-1}$. The arrows showed the tensile test direction.

가 증가할수록 게이지 부분의 조직이 조대해지는 것으로 나타났다.

Fig. 7(a)는 85%의 압연율로 압연한 인장 시편을 470°C에서 변형률 속도에 따른 응력-변형 곡선이다. 응력은 변형속도가 느려질수록 감소하고 연신율은 변형률 속도가 느려질수록 증가한다. 그러나 $2.2 \times 10^{-3} s^{-1}$ 의 속도는 $5 \times 10^{-4} s^{-1}$ 의 속도에 상대적으로 빠르지만 높은 연신율을 갖는 것을 보인다. 이는 후자의 경우 너무 느린 인장속도로 인해 470°C의 인장시험로에서 상대적으로 오랜 시간 동안 유지되었기 때문에 재결정이 생성된 후 성장하여 결정립 크기가 증가한 것과 공동의 밀도가 증가하여 연신율이 감소하였기 때문으로 사료된다. 470°C에서 고온인장 시험시 변형률 속도가 $2.2 \times 10^{-3} s^{-1}$ 에서 가장 큰 연신율을 나타내었다. Fig. 7(b)은 압연율이 85%인 시편으로 변형률 속도가 $2.2 \times 10^{-3} s^{-1}$ 에서 시험온도를 각각 430, 470 및 500°C로 변화시켰을 때의 응력-변형 곡선을 나타낸 것이다. 온도가 증가 할수록 응력은 감소하고 연신율은 470°C를 정점으로 연신율이 감소되었다. 이는 XRD결과에 의해서 온도가 용융점에 가까워짐에 따라 $MgZn_2$ 의 농도가 국부적으로 높은 곳에서 액상이 형성되고¹²⁾ 공동생성이 촉진되어 조기 파괴가 일어나는 것으로 보여진다. 이로써 470°C에서 가장 높은 연신율을 갖는 것으로 나타났다. Fig. 8은 470°C에서 $2.2 \times 10^{-3} s^{-1}$ 의 변형률 속도로 인장시험한 시편에 대하여 압연율에 따른 인장-변형 곡선을 나타내고 있다. 압연율이 증가 할수록 응력이 감소하고 변형율이 증가하는 곡선을 보여준다. 압연율이 증가 할수록 결정립들이 미세화 되므로서

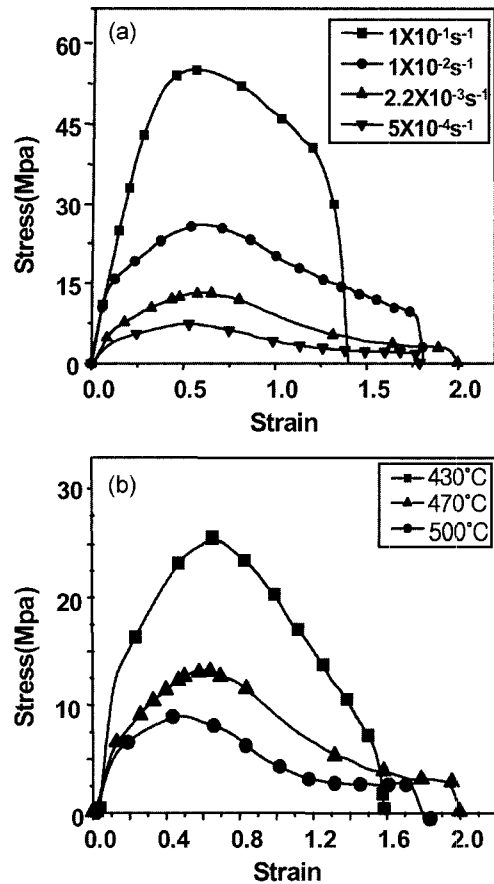


Fig. 7. Effect of strain rate (a) and temperature (b) on true stress-true strain behavior of the A alloy. The results in (a) were obtained at 470°C and (b) were obtained at $2.2 \times 10^{-2} s^{-1}$.

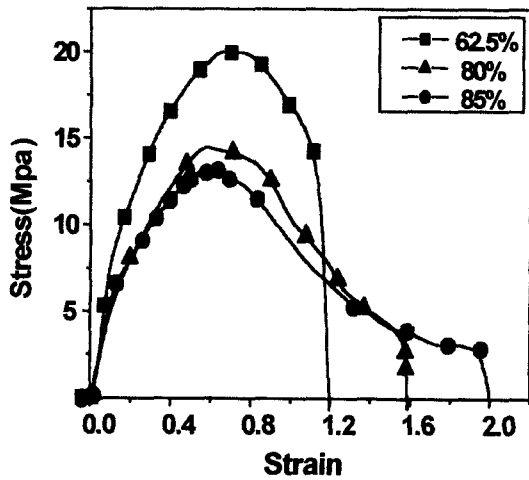


Fig. 8. Effect of reduction ratio on true stress-true strain of A alloy ($2.2 \times 10^{-3} s^{-1}$ and $470^\circ C$).

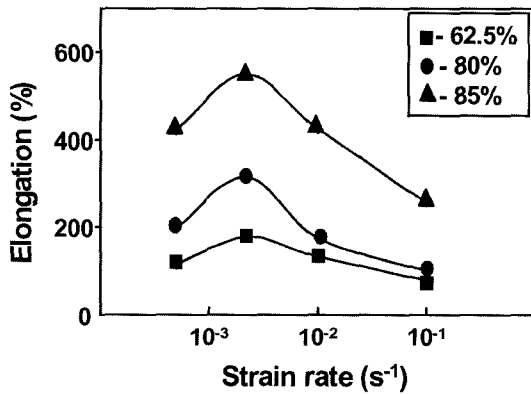


Fig. 9. Effect of reduction ratio on the elongation-strain rate at 470° in A alloy.

초소성에서 요구되는 미세입자를 갖게 된다. 또한 압연율의 증가로 인해 전위생성이 증가 된다. 증가된 전위들은 고온 인장시험시 결정립계로 이동하게 되고 축적된 전위에 의해 결정립계에 생성된 높은 에너지에 의해 재결정과 공동의 핵 생성 및 성장이 일어나 변형율이 증가 되는 것으로 사료된다.¹²⁾ Fig. 9와 10에서는 각각의 인장속도와 변형시 온도가 파단 연신율에 미치는 영향을 나타내었다. $470^\circ C$ 에서 $2.2 \times 10^{-3} s^{-1}$ 의 고온인장 시 550%의 인장 파단 연신율이 나타내었다. 따라서 $470^\circ C$ 에서 $2.2 \times 10^{-3} s^{-1}$ 의 변형률 속도로 가공시 단순한 가공공정으로도 초소성 특성을 나타내는 연신율을 얻기 위한 최적 조건이 되었다. Fig. 9에서 $1 \times 10^{-1} s^{-1}$ 의 빠른 인장속도에서도 준초소성을 나타내는 260%의 파단 연신율을 얻을 수 있었다. 이 정도의 인장 연신율을 갖는 경우 현장에서 판재의 열간가공 공정에 적용이 가능하다고 사료된다.

고온 변형 중 유동응력과 변형률 속도의 관계는 일반적으로 다음과 같은 식으로 나타낸다.¹³⁾

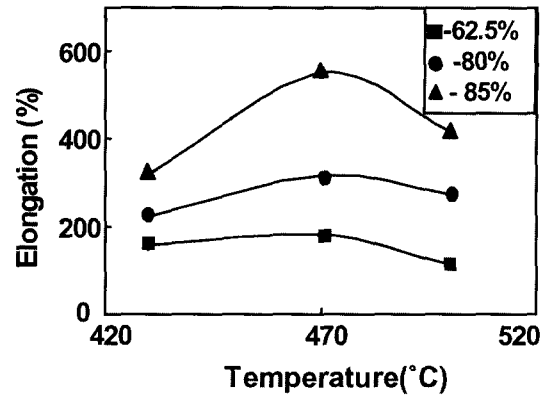


Fig. 10. Effect of reduction ratio on the elongation-temperature at $2.2 \times 10^{-3} s^{-1}$ strain rate in A alloy.

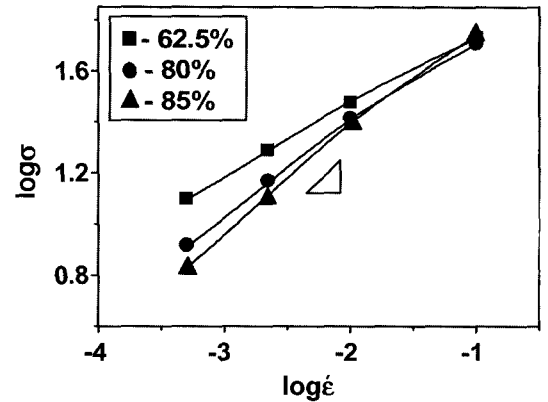


Fig. 11. The variation of flow stress $\log \sigma$ with $\log \dot{\epsilon}$ in A alloy.

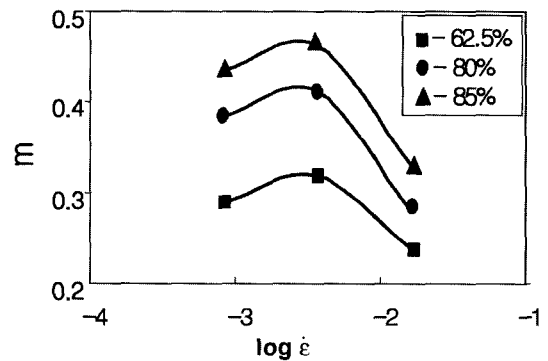


Fig. 12. Effect of reduction ratio on the coefficient of strain rate sensitivity(m)-strain rate in the A alloy.

$$\sigma = K\dot{\epsilon}^m \quad (1)$$

여기서 $\dot{\epsilon}$ 는 변형률 속도 σ 는 유동응력, m 은 변형률도 민감지수, K 는 재료의 내부구조와 관련된 상수이다. 이 식을 이용하여 m 값을 구하기 위하여 나타낸 그림은 Fig. 11과 같으며 $\log \dot{\epsilon}$ 와 $\log \sigma$ 의 기울기로부터 m 값을 구할 수가 있었다. 그 결과는 Fig. 12로 나타내었고 m 값은 연신율이 가장 높은 구간에서 0.46의 값을 갖고 연

신율이 감소할수록 m 값 역시 감소되고 있다. 이러한 경향은 초소성 합금에서 나타나는 경향과 유사하며 이것은 A합금의 인장 연신율이 m 값의 함수라는 것을 나타내고 있다. Fig. 12에서와 같이 m 값은 속도가 감소할수록 증가하다가 재차 감소하는 것을 볼 수 있다. 이는 고온에서 속도가 너무 느려지면 공동이 성장하게 되어 크립에 의한 파괴가 일어나기 때문으로 사료된다.

4. 결 론

Al-7.7Zn-2.0Mg-1.9Cu-0.1Zr-0.1Sc 합금을 현장에서 용이하게 적용할 수 있는 가공공정으로 제조한 판재를 이용하여 고온인장 특성을 관찰한 결과 다음과 같은 결과를 얻었다.

Al-7.7Zn-2.0Mg-1.9Cu-0.1Zr-0.1Sc 합금을 단순한 가공 열처리에 의하여 미세한 결정립을 얻을 수 있었으며 이렇게 얻은 시편으로 고온인장 시험한 결과로써 260~550% 정도의 인장 연신율을 얻을 수 있었다. 또한 초소성 재료에서 이용되는 복잡한 재결정 열처리를 단순화시켜 제조된 판재를 이용하여 470°C에서 $2.2 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ 의 속도로 인장시험 하였을 때 초소성에 가까운 550%까지의 연신율을 나타내었으며 현장에서 적용 시 생산공정을 단순화할 수 있을 것으로 사료된다.

감사의 글

이 논문은 2002년도 전북대학교의 지원 연구비(해외파

견연구)에 의하여 연구 되었으며 이에 감사 드립니다. 또한 이 연구에 도움을 주신 한밭대학교 박경태 교수님께도 감사 드립니다.

참 고 문 헌

1. Y. N. Kwon and Y. W. Chang, *Metall. Trans.*, **30A**, 2037 (1999).
2. J. Gjonnes and C. J. Simensen., *Acta Met.*, **18**, 881 (1971).
3. E. A. Marquis and D. N. Seidman., *Acta Mater.*, **49**, 1909 (2001).
4. K. D. Woo, S. W. Kim, C. H. Yang, T. P. Low and Y. Miura., *Mater. Lett.*, **57**, 1903 (2003).
5. E. A. Marquis and D. N. Seidman, D C. Dunand, *Acta Mater.*, **51**, 4751 (2003).
6. D. H. Shin, C. S. Lee and W. J. Kim, *Acta Mater.*, **45**, 5195 (1997).
7. D. Jiang, R. Liu, C. Wang and Z. Wang, *J. Mater.*, **34**, 3363 (1999).
8. S. J. Hales, T. R. McNelley and H. J. McQueen, *Metall. Trans.*, **22A**, 1037 (1991).
9. T. G. Nieh, L. M. Hsiung, J. Wadsworth and R. Kaibyshev., *Acta Mater.*, **46**, 2789 (1998).
10. A. H. Chokshi and T. G. Langdon, *Acta Metal.*, **35**, 1089 (1987).
11. M. G. Zelin, H. S. Yang, RZ. Valiev, A. K. Muherjee, *Metall. Trans.*, **21A**, 417 (1993).
12. Y. Umakoshi, W. Fujitani, T. Nakano, A. Inoue, K. Ohtera, T. Mukai and K. Higashi, *Acta mater.*, **46**, 4469 (1998).
13. Ralph R. Sawtell and Craig L. Jensen, *Metall. Trans.*, **21A**, 421 (1990).