



저작자표시-비영리-변경금지 2.0 대한민국

이용자는 아래의 조건을 따르는 경우에 한하여 자유롭게

- 이 저작물을 복제, 배포, 전송, 전시, 공연 및 방송할 수 있습니다.

다음과 같은 조건을 따라야 합니다:



저작자표시. 귀하는 원저작자를 표시하여야 합니다.



비영리. 귀하는 이 저작물을 영리 목적으로 이용할 수 없습니다.



변경금지. 귀하는 이 저작물을 개작, 변형 또는 가공할 수 없습니다.

- 귀하는, 이 저작물의 재이용이나 배포의 경우, 이 저작물에 적용된 이용허락조건을 명확하게 나타내어야 합니다.
- 저작권자로부터 별도의 허가를 받으면 이러한 조건들은 적용되지 않습니다.

저작권법에 따른 이용자의 권리는 위의 내용에 의하여 영향을 받지 않습니다.

이것은 [이용허락규약\(Legal Code\)](#)을 이해하기 쉽게 요약한 것입니다.

[Disclaimer](#)

2008년 8월

박사학위논문

냉간성형용 마그네슘 합금의 성형성
개선에 관한 연구

조선대학교 대학원

금속공학과

조 무 현

냉간성형용 마그네슘 합금의 성형성
개선에 관한 연구

A Study on the Improvement of Formability in
Wrought Mg Alloys

2008년 8월 일

조선대학교 대학원

금속공학과

조 무 현

냉간성형용 마그네슘 합금의 성형성 개선에 관한 연구

지도교수 장 우 양

이 논문을 공학박사 학위 논문으로 제출함.

2008년 4월 일

조선대학교 대학원

금속공학과

조 무 현

조무현의 박사학위논문을 인준함

위원장 한국과학기술연구원 책임연구원 지 광 구 印

위 원 금오공과대학교 교 수 오 명 훈 印

위 원 조선대학교 교 수 강 조 원 印

위 원 조선대학교 교 수 고 제 만 印

위 원 조선대학교 교 수 장 우 양 印

2008년 6월 일

조선대학교 대학원

LIST OF TABLES	III
LIST OF FIGURES	IV
ABSTRACT	IX

제 1 장 서 론	1
1. 1 연구배경	1
1. 2 연구 목적 및 범위	3
1. 2. 1 연구 목적	3
1. 2. 2 연구 범위	3

제 2 장 이론적 배경	4
2. 1 Mg 합금	4
2. 1. 1 Mg 합금의 성질	4
2. 1. 2 Mg 합금의 종류	5
2. 2 Mg 합금의 성형성 개선방법	14
2. 2. 1 결정립 미세화	14
2. 2. 2 ECAP 및 ECAR	15
2. 2. 3 집합조직과 가공성	16
2. 3 Mg-Li계 합금의 상태도 및 개발 동향	18
2. 3. 1 Mg-Li계 합금	18
2. 3. 2 Mg-Li계 합금의 기계적 성질	19
2. 3. 3 Mg-Li계 합금의 개발 및 응용	21
2. 4 Mg 합금의 성형방법	23
2. 4. 1 주조에 의한 성형방법	23
2. 4. 2 소성가공에 의한 성형방법	26
2. 4. 3 판재의 온도에 따른 성형성	28

제 3 장 실험 방법	30
--------------------------	----

3. 1 실험 재료	30
3. 2 열간압연	30
3. 3 ECAT _D (Equal-Channel Angular Tensile Deformation)	31
3. 3. 1 ECAT _D 용 몰드 제작	31
3. 3. 2 ECAT _D 가공 공정	33
3. 4 열처리	35
3. 5 미세조직 관찰	35
3. 6 X-선 회절시험	35
3. 7 경도시험	35
3. 8 인장시험	36
3. 9 극점도 측정	36
제 4 장 실험결과 및 고찰	37
4. 1 AZ31B 합금의 가공열처리에 따른 미세조직 및 인장 성질	37
4. 1. 1 열간압연 온도에 따른 미세조직 변화	37
4. 1. 2 어닐링 온도에 따른 미세조직 변화	40
4. 1. 3 어닐링 온도에 따른 기계적 성질	52
4. 2 AZ31B 합금의 ECAT _D 가공에 따른 집합조직	61
4. 2. 1 ECAT _D 가공	61
4. 2. 2 ECAT _D 가공 및 어닐링온도에 따른 미세조직	65
4. 2. 3 ECAT _D 가공 및 어닐링온도에 따른 집합조직	74
4. 3 Mg-Li-Zn계 합금의 가공열처리에 따른 미세조직 및 인장 특성 ·	93
4. 3. 1 가공열처리에 따른 미세조직 변화	93
4. 3. 2 가공열처리에 따른 기계적 성질 변화	97
제 5 장 결 론	101
참 고 문 헌	104

LIST OF TABLES

Table 2.1 Physical properties of Mg	5
Table 2.2 Chemical composition of casting Mg alloys	7
Table 2.3 Mechanical properties of casting Mg alloys	7
Table 2.4 Chemical composition of wrought Mg alloys	12
Table 2.5 Mechanical properties of wrought Mg alloys	12
Table 2.6 Rolling conditions of AZ31 Mg alloys	27
Table 3.1 Hot-rolling schedule of Mg-3%Al-1%Al and Mg-7%Li-1%Zn alloys	31

LIST OF FIGURES

Fig. 2.1 Mg-Al phase diagram	8
Fig. 2.2 Mg-Zn phase diagram	9
Fig. 2.3 Mg-Mn phase diagram	11
Fig. 2.4 Mg-Th phase diagram	13
Fig. 2.5 The three typical types appeared in transformation texture of hcp metal; (a) (00·1) pole is normal to ND, (b) (00·1) pole is inclined to RD and (c) (00·1) is inclined to TD	17
Fig. 2.6 Mg-Li phase diagram	18
Fig. 2.7 Charpy impact strength and Mg-Li binary alloy phase diagram	20
Fig. 2.8 Ultimate tensile strength UTS[Mpa], tensile yield strength TYS [Mpa], elongation of rupture A[%] and impact strength Av[J] of Li-containing alloys	21
Fig. 2.9 Research tendencies to improve the properties of Mg	22
Fig. 2.10 Thixo casting	24
Fig. 2.11 Schematic diagram of (a) making semi-solid slurry and (b) high-speed injection molding for Rheo casting	25
Fig. 2.12 Manufacturing process of Mg alloy sheet	27
Fig. 2.13 Manufacturing process of Mg alloy strip	28
Fig. 3.1 Mold for ECAT _D ; (a) drawing and (b) photograph of ECAT _D mold	32
Fig. 3.2 Bending apparatus for hot-rolled AZ31B sheet	33
Fig. 3.3 Photographs of ECAT _D (Equal-Channel Angular Tensile Deformation) by using UTM and special mold	34
Fig. 4.1 Shape of hot-rolled sheet with different hot-rolling conditions; (a) 400°C, 8m/min, (b) 300°C, 3.5m/min, (c) 300°C, 3.5m/min, (d) 300°C, 8m/min and (e) Mg-7%Li-1%Zn alloy	38

Fig. 4.2 Optical Micrographs of hot-rolled sheets with hot-rolling temperatures; (a) 130°C, (b) 180°C, (c) 230°C and (d) 320°C	39
Fig. 4.3 Optical Micrographs of AZ31B sheets hot-rolled at 130°C with annealing temperatures; (a) 150°C, (b) 200°C, (c) 250°C, (d) 300°C, (e) 350°C and (f) 400°C	43
Fig. 4.4 Optical Micrographs of AZ31B sheets hot-rolled at 180°C with annealing temperatures; (a) 150°C, (b) 200°C, (c) 250°C, (d) 300°C, (e) 350°C and (f) 400°C	44
Fig. 4.5 Optical Micrographs of AZ31B sheets hot-rolled at 230°C with annealing temperatures; (a) 150°C, (b) 200°C, (c) 250°C, (d) 300°C, (e) 350°C and (f) 400°C	45
Fig. 4.6 Optical Micrographs of AZ31B sheets hot-rolled at 320°C with annealing temperatures; (a) 150°C, (b) 200°C, (c) 250°C, (d) 300°C, (e) 350°C and (f) 400°C	46
Fig. 4.7 Change in grain size of AZ31B sheets hot-rolled at 130°C with annealing temperatures; (a) 150°C, (b) 200°C, (c) 250°C, (d) 300°C, (e) 350°C and (f) 400°C.	48
Fig. 4.8 Change in grain size of AZ31B sheets hot-rolled at 180°C with annealing temperatures; (a) 150°C, (b) 200°C, (c) 250°C, (d) 300°C, (e) 350°C and (f) 400°C.	49
Fig. 4.9 Change in grain size of AZ31B sheets hot-rolled at 230°C with annealing temperatures; (a) 150°C, (b) 200°C, (c) 250°C, (d) 300°C, (e) 350°C and (f) 400°C.	50
Fig. 4.10 Change in grain size of AZ31B sheets hot-rolled at 320°C with annealing temperatures; (a) 150°C, (b) 200°C, (c) 250°C, (d) 300°C, (e) 350°C and (f) 400°C.	51

Fig. 4.11 Change in Vickers hardness value of AZ31B sheets hot-rolled at 320°C with annealing temperatures	53
Fig. 4.12 Stress-strain curves of AZ31B sheets hot-rolled at 180°C with annealing temperatures	56
Fig. 4.13 Stress-strain curves of AZ31B sheets hot-rolled at 230°C with annealing temperatures	57
Fig. 4.14 Stress-strain curves of AZ31B sheets hot-rolled at 320°C with annealing temperatures	58
Fig. 4.15 Fractographs showing tensile fracture surface of AZ31B sheets hot-rolled at 180°C with annealing temperatures; (a) as-rolled, (b) 200°C, (c) 300°C and (d) 400°C	59
Fig. 4.16 Fractographs showing tensile fracture surface of rolled sheets hot-rolled at 320°C with annealing temperatures; (a) as-rolled, (b) 200°C, (c) 300°C and (d) 400°C	60
Fig. 4.17 Shape of the sheet ECAT _D -deformed at different temperature; (a) 240°C, 20mm/min, (b) 260°C, 20mm/min, (c) 270°C, 20mm/min and (d) 290°C, 20mm/min	63
Fig. 4.18 Shape of the sheet ECAT _D -deformed at different temperature; (a) 200°C, 10mm/min, (b) 200°C, 20mm/min, (c) 200°C, 40mm/min, (d) 250°C, 20mm/min and (e) 300°C, 20mm/min	64
Fig. 4.19 Optical micrographs of hot-rolled sheet with annealing temperature; (a) 150°C, (b) 200°C, (c) 250°C, (d) 300°C, (e) 350°C and (d) 400°C ..	67
Fig. 4.20 Optical micrographs of the sheet ECAT _D (200°C, 10mm/min) with annealing temperature; (a) as-ECAT _D , (b) 150°C, (c) 200°C, (d) 250°C, (e) 300°C, (f) 350°C and (g) 400°C	68
Fig. 4.21 Optical micrographs of the sheet ECAT _D (200°C, 20mm/min) with annealing temperature; (a) as-ECAT _D , (b) 150°C, (c) 200°C, (d) 250°C, (e) 300°C, (f) 350°C and (g) 400°C	69
Fig. 4.22 Optical micrographs of the sheet ECAT _D (200°C, 40mm/min)	

with annealing temperature; (a) as-ECAT_D, (b) 150°C, (c) 200°C, (d) 250°C, (e) 300°C, (f) 350°C and (g) 400°C 70

Fig. 4.23 Optical micrographs of the sheet ECAT_D(250°C, 20mm/min) with annealing temperature; (a) as-ECAT_D, (b) 150°C, (c) 200°C, (d) 250°C, (e) 300°C, (f) 350°C and (g) 400°C 72

Fig. 4.24 Optical micrographs of the sheet ECAT_D(300°C, 20mm/min) with annealing temperature; (a) as-ECAT_D, (b) 150°C, (c) 200°C, (d) 250°C, (e) 300°C, (f) 350°C and (g) 400°C 73

Fig. 4.25 (00·1) pole figures for annealing texture of the sheet hot-rolled at 130°C with annealing temperature 76

Fig. 4.26 (00·1) pole figures for annealing texture of the sheet hot-rolled at 180°C with annealing temperature 77

Fig. 4.27 (00·1) pole figures for annealing texture of the sheet hot-rolled at 320°C with annealing temperature 78

Fig. 4.28 (10·0) pole figures for annealing texture of the sheet hot-rolled at 130°C with annealing temperature 79

Fig. 4.29 (10·0) pole figures for annealing texture of the sheet hot-rolled at 180°C with annealing temperature 80

Fig. 4.30 (10·0) pole figures for annealing texture of the sheet hot-rolled at 320°C with annealing temperature 81

Fig. 4.31 (00·1) stereographic projection being normal to ND of pure Mg 82

Fig. 4.32 (00·1) stereographic projection being inclined to TD of pure Mg 83

Fig. 4.33 (00·1) stereographic projection being normal to ND of pure Mg 84

Fig. 4.34 (00·1) stereographic projection being inclined to TD of pure Mg 85

Fig. 4.35 (00·1) and (10·0) pole figures for the sheet ECAT_D at different

extrusion rate and temperature; (a) as-rolled, (b) 200°C, 10m/min, (c) 200°C, 20m/min, (d) 200°C, 40m/min (e) 250°C 20m/min and (f) 300°C, 20m/min

Fig. 4.36 Optical micrographs of hot-rolled Mg-7%Li-1%Zn alloy with annealing temperature; (a) as-rolled, (b) 150°C, (c) 200°C (d) 250°C (e) 300°C (f) 350°C and (g) 400°C(X200) 94

Fig. 4.37 Optical micrographs of hot-rolled Mg-7%Li-1%Zn alloy with annealing temperature; (a) as-rolled, (b) 150°C, (c) 200°C (d) 250°C (e) 300°C (f) 350°C and (g) 400°C(X1000) 95

Fig. 4.38 X-ray diffraction patterns of hot-rolled Mg-7%Li-1%Zn alloy 96

Fig. 4.39 Change in Vickers hardness values of hot-rolled Mg-7%Li-1%Zn alloy with annealing temperature 98

Fig. 4.40 Stress-strain curves of hot-rolled Mg-7%Li-1%Zn alloy with annealing temperature 99

Fig. 4.41 Fractographs showing tensile fracture surface of hot-rolled Mg-7%Li-1%Zn alloy with annealing temperature; (a) as-rolled, (b) 150°C, (c) 200°C, (d) 250°C, (e) 300°C, (f) 350°C and (g) 400°C 100

ABSTRACT

A Study on the Improvement of Formability in Wrought Mg Alloys

Cho Moo-Hyun

Advisor : Prof. Jang Woo-Yang Ph.D.

Department of Metallurgical Engineering

Graduate School of Chosun University

In order to clarify the effect of various factors on the formability of wrought Mg alloys, the influences of thermomechanical treatment conditions and ECAT_D(Equal Channel Angular Tensile Deformation) on the microstructural change, recrystallization behavior, development of texture, phase change and tensile properties in Mg-Al-Zn and Mg-Li-Zn alloys have been studied.

The results obtained are as follows;

(1) The sheet hot-rolled at lower hot-rolling temperature and higher reduction rate reveals many cracks at the edge of the hot-rolled sheet in Mg-Al-Zn alloy while hot-rolling process without cracks is possible even at lower hot-rolling temperature and higher reduction rate in Mg-Al-Zn alloy

(2) Recrystallization temperature of grains deformed by hot-rolling depends on hot-rolling temperature; Recrystallization limit temperature of the sheet hot-rolled at lower hot-rolling temperature is fallen due to introduction of lattice defects such as deformation twin, dislocation and lattice distortion but recrystallization limit temperature of the sheet

hot-rolled at higher hot-rolling temperature is raised due to lower driving force for recrystallization, results in coarser grains.

(3) The yield strength of hot-rolled sheet is increased while the elongation of that is decreased owing to the formation of deformation twin and deformed grains with falling hot-rolling temperature.

(4) Comparing tensile strain of the sheets which is hot-rolled at different temperature with annealing temperature, the largest elongation is obtained in the sheet hot-rolled at 230 °C and then annealed at 200 °C and/or the sheet hot-rolled at 180 °C and then annealed at 300 °C.

(5) With increasing annealing temperature of the hot-rolled sheet, the size of dimples on the fracture surface is decreased and is uniformed throughout fracture surface, but fracture mode is changed to intergranular fracture by annealing above 400 °C.

(6) For optimal $ECAT_D$ extrusion conditions without fracture, the temperatures of mold and both ends of the sheet to be $ECAT_D$ shall be uniform and constant. Especially, when temperatures at entrance and exit sides of the mold for $ECAT_D$ are not equal, yield strength of the sheet becomes lower than that of the friction force at oblique point of $ECAT_D$ mold, results in unexpected elongation and fracture of sheets.

(7) At lower $ECAT_D$ mold temperature and higher extrusion rate, the friction force at oblique point of $ECAT_D$ mold is increased while the degree of elongation of grains and the amount of deformation twin are increased.

(8) Recrystallization temperature is fallen with increasing extrusion rate after $ECAT_D$ deformation; recrystallization temperature of the sheet which is $ECAT_D$ deformed at a speed of 40mm/min is about 250 °C, but recrystallization temperatures of the sheets being $ECAT_D$ deformed at speeds of 10 and 20 mm/min are higher than that of the sheet being $ECAT_D$ deformed at a speed of 40 mm/min.

(9) By hot-rolling at 130 °C, $\{00\cdot1\}\langle 10\cdot0 \rangle$ basal texture being inclined

toward TD is developed, results in double poles of {00·1} basal plane on the stereographic projection. The slope of basal plane {00·1} is decreased with increasing hot-rolling temperature.

(10) Comparing annealing texture with hot-rolling and annealing temperatures, the slope of basal plane {00·1} is decreased with increasing annealing temperature and the angle of inclination of {00·1} basal plane is increased in the sheet hot-rolled at lower temperature.

(11) Double poles of {00·1} basal plane being developed by hot-rolling are changed to single pole by ECAT_D deformation, the change from double poles to single pole is dominated with increasing extrusion speed.

(12) With increasing temperature of ECAT_D deformation, the intensities of {00·1} and {10·0} poles are increased and double poles of {00·1} basal plane are changed to single pole.

(13) In Mg-7%Li-1%Zn alloy, α and β phases deformed by hot-rolling are recrystallized at different annealing temperature; α phase which is matrix and hcp crystal structure is recrystallized at 200 ~ 250 °C but β phases which is precipitated at grain boundary is recrystallized at 300 °C.

(14) Yield strength and strain of hot-rolled Mg-7%Li-1%Zn alloy are 15.2 kgf/mm² and 14.2 %, respectively. However, yield strength is decreased to 1.8 kgf/mm² and 11.15 kgf/mm² and strain is increased to 24.3 % and 36.3 % by annealing at 300 °C and 400 °C, respectively. In all the specimens, tensile strength is decreased with increasing strain after yielding due to the crystallographic characteristics of Mg alloy.

제 1 장 서 론

1. 1 연구배경

최근 세계는 지구 온난화와 대기오염이 심각해짐에 따라 이에 대한 대책과 함께 한정된 에너지를 효과적으로 이용하는 방안이 가장 큰 관심으로 떠오르고 있으며 그 해결책의 하나로서 모든 산업분야에서 재료의 고성능화 및 경량화가 요구되고 있다. 또한 유럽, 미국 및 일본 등과 같은 선진국의 자동차 제조회사들은 에너지 절약과 함께 배기가스 중에 포함되어 있는 CO₂ 가스를 최소화하기 위하여 자동차의 경량화에 노력하고 있으며 자동차 산업의 경우 국제기후협약에 의해 연비 및 배기가스 규제가 심해짐에 따라 경량재료에 대한 요구가 증가하고 있다¹⁾.

또한 90년대에 발표되었던 미국의 CAFE 법안보다 유럽의 CO₂규제는 급속도로 강화되고 있는 실정이다.

Mg은 밀도가 1.74g/cm³로 초경량 구조용 재료와 좋은 절삭성 때문에 구조물에 적용하기 좋은 재료이며, 특히 자동차 산업, 가전산업, 컴퓨터 케이스 및 휴대용 기기 등 경량화를 위한 기술개발에 대한 필요성이 증대되면서 경량화·소형화 추세로 사용하기에 잠재적으로 좋은 재료로 확대되는 추세이다. 또한 각종 부품에 대한 생산자 회수방식제도의 도입에 따라 재활용에 대한 관심도 증가하고 있다²⁾.

Mg 합금은 저밀도 및 높은 비강도와 같은 좋은 특성을 가지고 있으며 Al 합금의 2/3, Ti 합금의 1/4, 철강재료의 1/5 수준의 밀도로 무거운 재료들에 대한 유망한 대체용품으로 사용이 가능하다³⁾.

Mg 합금은 비강도와 비탄성계수가 우수하고 치수안정성과 구조용 재료 중에서 기계가공성이 가장 우수하며, 탁월한 진동과 충격을 흡수하는 감쇠능 및 좋은 전자파 차폐와 같은 다른 재료에 비해 뛰어난 특성과 전기 및 열전도도가 우수한 장점을 가지고 있다⁴⁾. 반면에 단점으로는 합금 용해시 급격한 산화반응과 내식성 및 고온강도가 불량하다.

Mg 합금은 hcp 결정구조를 갖기때문에 상온에서는 성형이 어렵고 이로 인해 응용분야에 많은 제약을 받아 왔으며 또한 낮은 강도와 연성때문에 성형성에 대하여

제한을 받고 있다. 그러나 250 °C 이상의 온도에서는 소성변형이 가능하며 Mg 합금의 온간 성형공정에 영향을 미치는 중요한 인자로는 소재와 금형의 온도, 변형속도 및 윤활유 등이 있으며 성형시 먼저 소재의 온도에 따른 고온 특성을 파악하여 적정온도로 유지하는것이 중요하며 이때 금형의 온도도 중요한 변수로 작용한다⁵⁾.

현재 일반적으로 가장 많이 사용되는 Mg 합금의 부품제조 방법은 다이캐스팅 성형법에 의해 생산되고 있으며 이러한 성형법에 의해 생산되는 부품은 강도면에서 한계를 가지고 있다.

또한 기존의 주조 방법외에 저압 및 고압 금형주조, 압출, 압연 및 단조 등의 방법이 사용되고 있다. 최근에는 부품의 특성과 생산성을 향상시킬 수 있는 신제조 공정으로 반응고 성형공정을 적용하기 위한 연구가 활발히 이루어지고 있다⁶⁾.

고성능 Mg 합금을 대량생산하기 위해서는 우선 압연기술이 개발되어야만 사용을 확대시킬 수 있다. Mg 합금 판재의 중요한 요구사항은 고인발성뿐만 아니라 고인장강도이다. Mg 합금 판재의 인장강도는 높은 성형온도에서 크게 향상될 수 있다^{7,8)}. Mg 합금의 경우 결정립이 미세화되면 높은 연성 및 인장강도를 나타낸다^{9,10)}. 그러나 미세한 결정립을 갖더라도 통상적인 방법에 의해 압연된 Mg 합금은 흔히 실온에서 낮은 인장강도를 나타내고 있으며 이는 압연면과 평행하는 기저면(00-1)의 강한 집합조직때문일 수 있다.

Mg 합금의 집합조직은 ECAP(Equal Channel Angular Pressing), ECAE(Equal Channel Angular Extrusion) 및 ECAR(Equal Channel Angular Rolling)에 의해 조절할 수 있으며 생산된 Mg 합금의 연성은 집합조직에 따라 크게 증가될 수 있다. 따라서 성형성은 집합조직 조절을 통해 향상될 수 있다.

그러나 현재까지 보고된 가공용 Mg합금에 대한 연구결과에 의하면 AZ31B 합금의 열간압연 및 어닐링 조건에 따른 미세조직 변화, 집합조직의 발달 등에 대한 체계적인 연구결과들은 많지 않다.

특히 가공용 AZ31B 합금에서 ECAP, ECAE 및 ECAR 이외의 순수 전단변형에 의한 미세조직의 변화 및 집합조직의 발달 등에 대한 연구결과는 보고된 바 없다.

또한 합금원소 첨가에 의한 결정구조를 변화시켜 성형성을 개선하고자 개발된 Mg-Li계 합금의 가공열처리에 의한 미세조직 및 기계적 성질 변화 등에 대한 연

구 결과 역시 미흡한 실정이다.

1. 2 연구 목적 및 범위

1. 2. 1 연구 목적

본 연구의 목적은 가공용 Mg 합금의 성형성을 개선하기 위하여 AZ31B 합금의 가공열처리 조건 및 합금계에 따른 미세조직변화, 결정립 성장 거동, 집합조직 형성, ECAT_D 영향 및 상변화 등을 조사하여 가공용 Mg합금의 성형성에 미치는 제 인자의 영향을 규명하고자 함에 있다.

1. 2. 2 연구 범위

가. AZ31B 합금의 가공열처리에 따른 미세조직 및 인장 성질

- 압연온도, 속도 및 압하율 등을 변화시켜 열간압연 온도에 따른 미세조직 변화 관찰
- 어닐링 온도에 따른 미세조직 변화
- 어닐링 온도에 따른 기계적 성질

나. AZ31B 합금의 ECAT_D 가공에 따른 집합조직

- ECAT_D 몰드를 이용 열간압연 판재를 소정의 온도에서 전단변형의 가공
- ECAT_D 가공 및 어닐링온도에 따른 미세조직
- ECAT_D 가공 및 어닐링온도에 따른 집합조직

다. Mg-Li-Zn계 합금의 가공열처리에 따른 미세조직 및 인장 특성

- 가공열처리에 따른 미세조직 변화
- 가공열처리에 따른 기계적 성질 변화

제 2 장 이론적 배경

2. 1 Mg 합금

2. 1. 1 Mg 합금의 성질

Mg의 원광석은 돌로마이트($MgCO_3 \cdot CaCO_3$) 또는 마그네사이트($MgCO_3$)이며 해수 중에 금속원소로서도 Na 다음으로 많이 함유되어 있어 자원이 풍부하여 고갈될 염려가 거의 없는 원소이며 비강도가 우수하고 실용금속 중에서 최대의 진동 흡수성을 가지고 있다. 또한 기계가공성이 우수하고 잘 패이지 않는 특성이 있다. 이와 같은 경량성과 여러 가지 우수성으로 인하여 전기·전자기기의 케이스나 자동차부품으로 이용이 급진적으로 성장하고 있다¹¹⁾.

Mg은 밀도가 1.74 g/cm^3 으로 실용금속 중 가장 가벼우며 알루미늄 합금(2.7 g/cm^3)의 $2/3$, 철강재료(7.9 g/cm^3)의 $1/5$ 의 밀도를 나타내고 있으며 조밀육방정(hcp) 구조에 따른 가공성의 불량, 용해 시 높은 산화성과 폭발성, 해수 및 대기에서 내식성이 불량하여 최근까지 사용이 제한되어 왔다. 열전도율, 전기 전도율은 Cu, Al보다 낮고, 강도는 작으나 절삭성은 좋다. 알칼리에는 견디나 산이나 열에는 침식된다.

Table 2.1은 Mg의 물리적 성질을 나타낸다. 특히, Mg은 용해온도 이상에서는 O_2 에 대한 친화력이 크므로 공기 중에서 가열·용해하면 발화하므로 주의가 필요하다.

가공용 Mg 및 Mg 합금의 가공 재료는 상온 가공에 의한 경화속도가 크므로 가공하기 어렵고 $300 \sim 400 \text{ }^\circ\text{C}$ 에서 압연 및 압출할 수 있다. Al보다 약 30 % 가벼우므로 항공기 공업에 주목을 끌고 있으며 Fe, Ni 및 Cu 등과 같은 불순물의 함유에 의하여 내식성은 대단히 나빠진다. 특히 Fe은 Mg-Al계 합금에서는 0.01 % 이하로 함유되어도 내식성을 해치나 여기에 Mn, Zr 등을 첨가하면 Fe의 해를 억제하며 Fe 함유량의 한계를 상승시킬 수가 있다. Mg 및 Mg 합금은 Al 및 Cu 등에 비하여 냉간가공성이 나쁘나 절삭성은 매우 양호하다.

Mg은 Al 합금용, Ti 제련용, 구상흑연주철 제조용, Mg 합금 제조, 건전지의 음

극 보호 및 인쇄 제판 등에 사용된다. Mg과 Mg 합금은 Ar이나 He과 같은 불활성 가스 분위기 또는 진공로 등에서 용해한다.

Mg 합금은 부식되기 쉽고 탄성한도와 연신율이 작으므로 Al, Zn, Mn 및 Zr 등을 첨가한 합금으로 제조되며 비강도가 크므로 항공기 및 자동차 등에 사용된다.

Table 2. 1. Physical properties of Mg

Crystal	Hexagonal Close Packed
Specific gravity	1.74
Melting point (°C)	650
Boiling point (°C)	1,107
Specific heat (25°C cal/g°C)	0.25
Thermal expansion coefficient (40°C)	26×10^{-6}
Thermal conductivity (cal/cm ² /cm°C/s)	0.376
Electric resistance (μΩ·cm)	4.46

2. 1. 2 Mg 합금의 종류

Mg 합금에는 주조용과 가공용이 있으며 Mg-Al, Mg-Zn, Mg-Al-Zn, Mg-Mn, Mg-Zn-Zr 및 Mg-Zn-RE(희토류)계 합금 등이 있다.

Mg 합금에서 독일의 일렉트론 합금(Electron alloy)은 Mg-Al계 합금에 소량의 Zn 및 Mn을 첨가한 것이며, 미국의 다우 메탈(Dow metal)은 Mg-Al계 합금에 Mn, Cu 및 Cd 등을 첨가한 대표적인 합금이다.

가. 주조용 Mg 합금

Mg 합금 주물은 비중에 비하여 강도는 Al합금 주물과 유사하며 열처리에 의하여 강도를 더욱 증가시킬 수 있고 피삭성도 매우 우수하다. 그러나 용해 및 주조할 때 산화되기 쉬우며 바닷물이나 산에 대한 내식성이 대단히 나쁘다. Table 2.2 및

2.3은 ASTM규격에 따른 주조용 Mg 합금의 화학조성과 사형주물의 기계적 특성을 나타낸 것이다.

(1) Mg-Al계 합금(AM100A)

ASTM 합금기호로는 AM 및 AZ계 합금이 이에 속한다. Al은 순 Mg에서 생기는 크고 거친 결정입자나 주상정의 발달을 억제하고 주조조직을 미세화하는 유효 원소이다. 소량의 Zn을 첨가하면 강도를 높이는 효과가 있다. 따라서 이 계의 합금은 강도와 연성이 있고 소량의 Mn첨가로 내식성이 우수해진다. 주조성도 좋은 편이며 열간 균열의 염려도 없다.

Fig 2.1은 Mg-Al계의 상태도를 나타낸 것으로서 α 고용체는 12.6 %의 고용한계를 최대로 하고 실온에서는 2.1 %까지 용해도 변화가 있다.

(2) Mg-Zn계 합금

Fig. 2.2는 Mg-Zn계 상태도를 나타낸 것으로 Zn의 고용한도는 공정 온도 340 °C에서 8.4 %이나 200 °C에서는 2 %로 감소된다. 이 계의 합금은 Mg-Al계 합금보다 강력한 합금으로 Zn 3~6 %, 기타 소량의 Zr, Th 또는 희토류 원소(RE)를 함유하고 있다. 이 계의 합금에 Zr을 첨가하면 성능이 향상되는데 ASTM 기호로서는 ZK51A 및 ZH62A 합금이 이에 속하며 항복강도가 특히 높고 비강도는 금속재료 중 최대이다. Zn 함유량이 증가하면 주조할 때 열간 균열이나 미세 기포가 문제이지만 ZH62A 및 HK32A는 Th을 넣어 ZK51A보다 주조성을 개선하고 있다. Th을 희토류 원소로 대체한 ZE41A도 주조성은 좋으나 기계적 성질은 나빠진다.

(3) Mg-RE계 합금

이 계의 합금은 250 °C까지 내열성을 가지며 Zr을 첨가해서 결정입자를 미세화한 것이다. 희토류 원소는 보통 미슈메탈(Mischmetal)로서 첨가되며 주조성, 내식성이 개선된다. EK30A 및 EK41A는 AZ계 합금보다 내식성이 우수하다. 미슈메탈에서 Ce을 제외한 합금원소를 첨가하여 기계적 성질을 개선한 것을 디디뮴(Didymium)이라 한다.

Table 2. 2. Chemical composition of casting Mg alloys

Alloys	Chemical Composition(wt%)					
	Al	Zn	Zr	Mn	RE	Mg
AM100A	9.3 ~ 107	<0.30	-	0.10 ~ 0.5		Bal.
AZ63A	5.3 ~ 6.7	2.5 ~ 3.5	-	0.15 ~ 0.6		Bal.
AZ91C	78.1 ~ 9.3	0.40 ~ 1.0	-	0.13 ~ 0.5		Bal.
ZK51A	-	3.6 ~ 5.5	0.5 ~ 1.0	-		Bal.
EZ33A	-	2.0 ~ 3.1	0.5 ~ 1.0	-	2.5 ~ 4.0	Bal.

Table 2. 3. Mechanical properties of casting Mg alloys

Alloys	Mechanical Properties				
	YS(MPa)	UTS.(MPa)	El.(%)	HB	Shear strength(MPa)
AM100A(F)	-	137	-	53	126
AZ63A(F)	69	167	4	50	126
AZ91C(F)	69	126	-	52	126
ZK51A(T5)	137	235	5	70	177
EZ33A(T5)	98	137	2	50	-

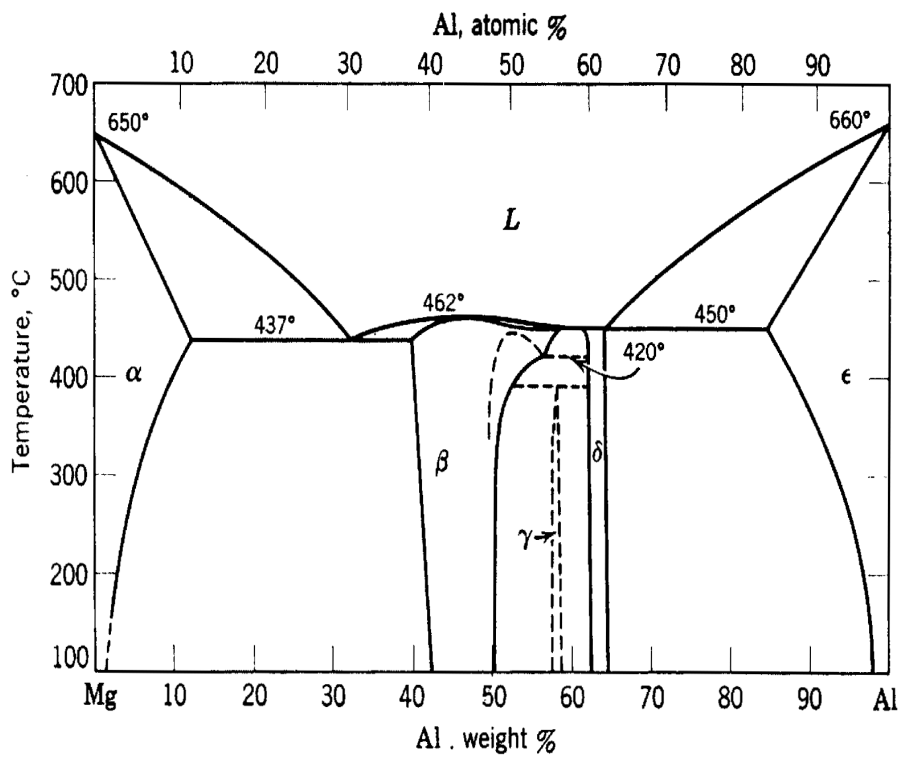


Fig. 2. 1. Mg-Al phase diagram¹²⁾.

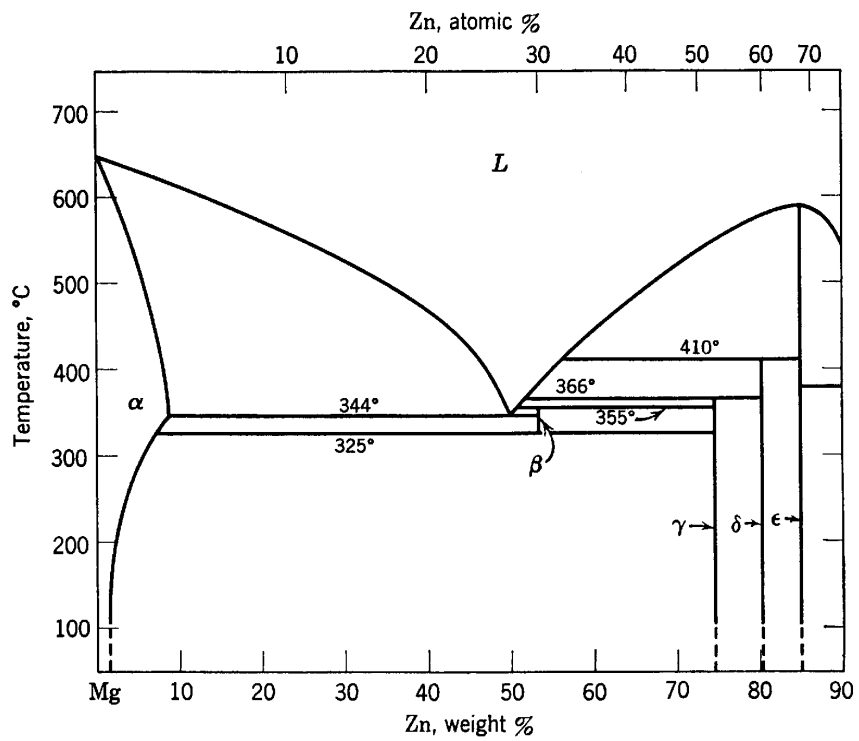


Fig. 2. 2. Mg-Zn phase diagram¹²⁾.

나. 가공용 Mg 합금¹³⁾

일반적으로 압출공정을 적용하여 부품제조에 적합한 가공용 Mg 합금으로 Mg-Al-Zn계, Mg-Zn계, Mg-Zn-Zr계 및 Mg-Th계 합금 등이 있다¹⁴⁾.

Table 2.4 및 2.5는 일반적인 가공용 Mg 합금의 화학조성과 기계적 특성을 나타내고 있다¹⁵⁾.

(1) Mg-Al-Zn계 합금(AZ31B, C, AZ61A, AZ80A)

Mg-Al-Zn계 합금은 가공용으로 가장 많이 사용되는 합금이며 Al 함량이 많은 합금일수록 강도가 높다. AZ31B, AZ61A 및 AZ80A 합금 등이 이에 속하며 이중 강도가 가장 높은 합금은 AZ80A 합금이고 T5 열처리를 행하면 기계적 성질이 향상된다.

일반적으로 AZ 합금과 AM 합금의 기계적 성질은 120 °C 이상의 온도에서 급격하게 저하되는 것으로 알려져 있다¹⁶⁾. Mg-Al계 합금을 기초로 제 3의 원소를 첨가하여 합금의 특성을 더욱 향상시킬 수 있다.

(2) Mg-Mn계 합금(M1A)

Mg과 Mn간에는 금속간 화합물 MgMn이 존재한다. 이것은 Mg과 645 °C에서 공정을 이루며 용해도는 온도가 낮아짐에 따라 실온에서는 극히 미약하다. MgMn 결정은 회색이며 입자상이고 대개 입계에서 석출한다. 오늘날 상용합금에서는 2.3%까지 Mn이 함유하고 있다. Fig. 2.3은 Mg-Mn계 상태도를 나타내고 있다.

표준조성이 Mg-12%Mn-0.09%Ca 합금은 어느 정도 강도가 있으며 용접성 및 내식성이 뛰어 나고 가격도 싸다. 또한 압출재나 압연판 등으로 제조되는데 고온에서의 소성변형은 용이하다.

(3) Mg-Zn-Zr계 합금(ZK60A)

Mg에 Zn을 첨가하게 되면 주조조직이 조대화되므로 Zr을 첨가하여 결정립을 미세화함과 동시에 고용온도를 510 °C로 상승시켜 열처리 효과를 향상시킬 수 있다¹⁷⁾. 따라서 이 합금계는 압출재로서 우수한 특성을 갖는다.

주조재에서 Zn의 함량이 증가하게 되면 열 수축과 미세기공이 발생하기 때문에

Zn의 첨가량이 증가되면 용접성이 좋지 않은 것으로 보고되고 있다. 현재 ZK40A와 ZK60A 합금이 압출재의 형태로 많이 이용되고 있다.

(4) Mg-Th계 합금

Fig. 2.4는 Mg-Th계 상태도이다. Th은 크립 저항성을 증가시키며 350 °C까지 사용할 수 있는 주조재 및 압출재가 상업적으로 이용되어 왔다. 또한 Mg-Th계 합금에 희토류 원소(RE)를 첨가하게 되면 주조특성과 용접성을 향상시키는 것으로 알려져 있다. 예를 들면 HK31(Mg-3Th-0.7Zr)과 같은 3원계 Mg-Th-Zn계 합금이 상업적으로 이용되고 있으며 주조상태에서는 Mg-RE-Zr계 합금과 미세조직이 거의 유사하다. Th를 포함하는 합금은 미사일이나 우주선에 적용되고 있지만 환경적인 요인때문에 사용량이 줄고 있거나 사용을 억제하려고 하고 있다.

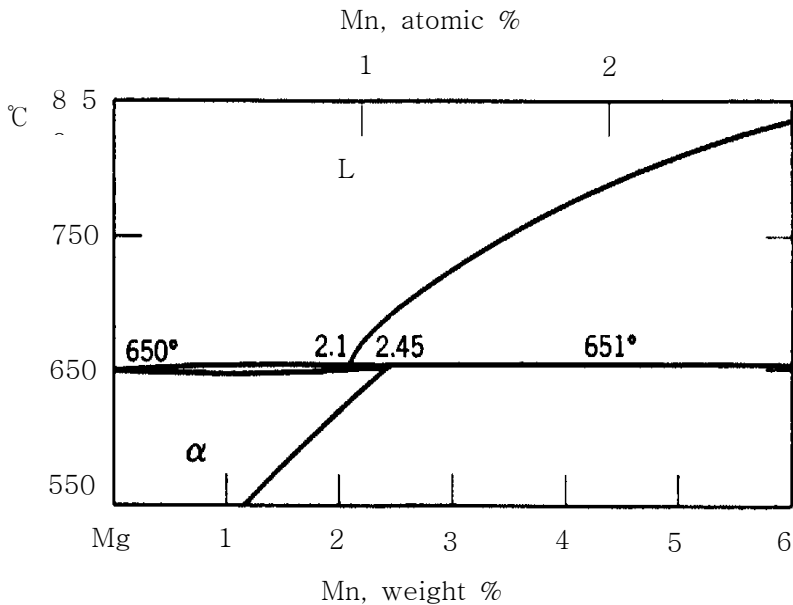


Fig. 2. 3. Mg-Mn phase diagram¹²⁾.

Table 2. 4. Chemical composition of wrought Mg alloys

Alloys	Chemical Composition(wt%)				
	Al	Zn	Zr	Mn	Mg
AZ31B	2.5 ~ 3.5	0.6 ~ 1.4	-	0.2 ~ 1.0	Bal.
AZ61A	5.8 ~ 7.2	0.04 ~ 1.5	-	0.15 ~ 0.5	Bal.
AZ80	7.8 ~ 9.2	0.2 ~ 0.8	-	0.12 ~ 0.5	Bal.
ZK40	-	3.5 ~ 4.5	0.45	-	Bal.
ZK60	-	4.8 ~ 6.2	0.45	-	Bal.

Table 2. 5. Mechanical properties of wrought Mg alloys

Alloys	Mechanical Properties			
	YS(MPa)	UTS(MPa)	El.(%)	HB
AZ31B(F)	200	255	12	49
AZ61A(F)	205	305	16	60
AZ80(T5)	275	380	7	80
ZK40(T5)	255	275	4	-
AK60(T5)	285	350	11	75

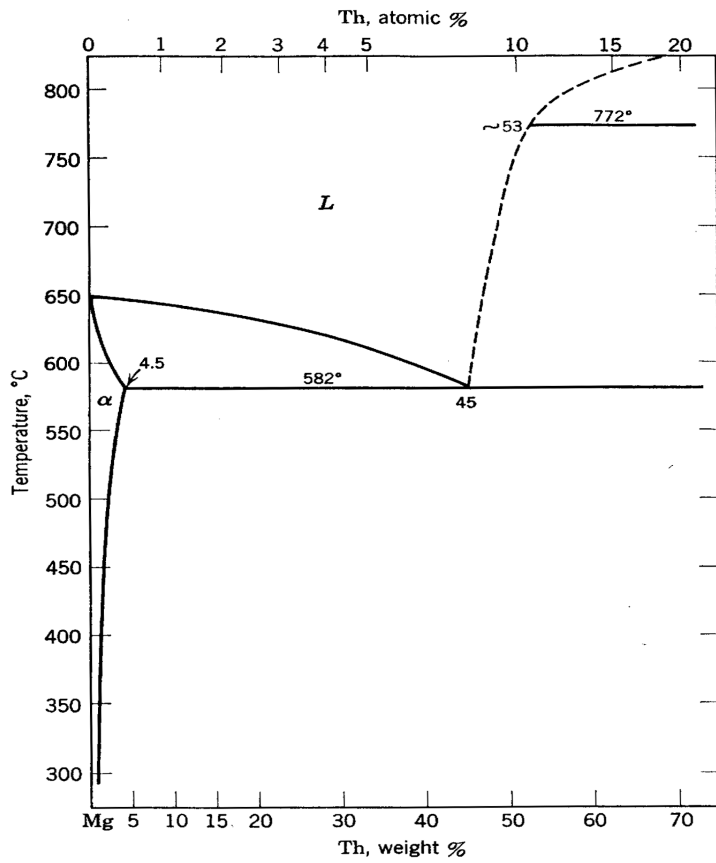


Fig. 2. 4. Mg-Th phase diagram¹²⁾.

2. 2 Mg 합금의 성형성 개선방법

2. 2. 1 결정립 미세화¹⁸⁾

Mg 합금 주물의 결정립 미세화는 주물의 기계적 성질 및 가공성 향상에 큰 영향을 미친다. 특히 주물의 경우에는 열처리에 의해 결정립을 미세하게 하는 것은 불가능하기 때문에 응고시의 결정립 미세화를 실시하여 재료의 기계적 성질과 가공성을 개선할 필요가 있다. 따라서 결정립 미세화는 주물제조에 있어서 구조방안 및 열처리 등과 함께 중요한 역할을 하기 때문에 여러 가지의 결정립 미세화방법이 고안되었으며 그 기구와 원인 등이 규명되고 있다¹⁹⁾.

Mg 합금에서 대표적으로 알려져 있는 결정립 미세화 방법으로는 Elfina 공정²⁰⁾, Zr 첨가법^{21,22)}, carbon 첨가법²³⁾, 재가열법²⁴⁾, 입자 첨가법²⁵⁾ 및 합금원소 첨가법²⁶⁾ 등이 있다.

가. Elfina 공정

$FeCl_3$ 를 740~780 °C 부근에서 용탕에 첨가함으로써 입자를 미세화시키는 방법이나 합금에 Fe가 첨가됨으로써 합금의 내부식성질을 저하시키고 인체에 유해한 염소 가스가 발생하는 단점이 있다.

나. Zr 첨가법

가장 효과적으로 결정립을 미세화시킬 수 있는 방법이지만 Al을 함유하는 대부분의 상용 Mg의 경우 Al이 Zr과 안정한 화합물을 형성하여 Zr원소의 미세화 효과를 상쇄시키기 때문에 Al 합금계에서는 Zr 첨가법을 이용하지 않는다.

다. Carbon 첨가법

탄소 첨가법은 과열처리법과 비교해 용탕을 높은 온도까지 승온할 필요가 없고 경제적 측면에서 우월하기 때문에 Mg-Al계 Mg 합금에서 가장 효과적인 방법으로 알려져 있다.

라. 과열법

과열법은 용탕의 용융점보다 180~330 °C 이상 과열시킨 후 주입온도까지 급랭하여 주입하는 공정으로 과열 및 급랭 공정으로 인한 설비 및 생산 비용이 증가하고 대형 주물 및 연속주조 공정에 적용하기 어려운 문제점이 있다.

2. 2. 2 ECAP 및 ECAR

가. ECAP

금속의 미세결정립을 얻는 방법으로 최근에는 ECAP(Equal-Channel Angular Pressing) 가공법이 많이 연구되고 있다. ECAP 가공법은 동일한 단면적을 갖는 두 채널(channel)을 90° 또는 그 이상의 각으로 교차시킨 금형(die)을 통하여 시편을 압출하여 단순전단에 의한 변형을 가하는 방법으로서 균일한 변형을 갖는 소재를 제조할 수 있는 장점이 있다^{27,28)}. 이러한 ECAP 공법을 이용하면 미소결정들이 고경각 입계를 갖는 초미세 재료를 얻을 수 있다고 보고되고 있다^{29,30)}.

ECAP법을 이용하여 제조한 재료는 결정립의 크기가 1 μm 내외까지 작아지게 되는데 이로서 강도와 인성이 동시에 향상되는 결과를 얻게 된다³¹⁾.

Fcc 및 bcc 구조재료에서는 ECAP을 이용하여 2배 이상의 강도 향상이 얻어지고 있다. 그러나 ECAP의 최대 단점은 강소성 가공 후 가공경화능이 저하되어 급격한 연성 감소가 일어난다는 것이다. ECAP 공정 후 Mg 합금에서도 fcc 또는 bcc 구조 재료에서와 마찬가지로 결정립 미세화가 일어나지만 강도는 저하한다.

이러한 저하는 패스 수와 가공온도에 따라 변화하는데 어떤 특정한 패스 수에서 강도가 급격히 저하되는 것도 관찰되고 있다.

또 하나는 Mg 합금의 인장 연신율이 ECAP 공정 후 대폭 증가한다. ECAP 공정 후 강도가 감소하고 연성이 증가하는 사실은 ECAP 가공된 fcc 또는 bcc 구조재료에서 관찰된 결과와 정반대의 결과로 ECAP 공정 중 hcp 구조의 Mg에 발달하는 집합조직의 특성과 밀접한 관련이 있는 것으로 판단된다. 즉, hcp 금속의 압연판재의 경우에 발달하는 집합조직은 일반적으로 저면이 압연 판재면에 평행하게 놓이는 형태의 집합조직이 발달하며 이러한 집합조직은 압연조건에 따라 크게 변화하

지 않는 경향을 보이고 있다.

Hcp 금속에서 주요 슬립계인 저면이 압연면에 평행하게 놓이게 되면 이때의 기저면 슬립계는 판재 성형시 작용하기 어려운 상태이므로 집합조직을 변화시키는 것이 매우 중요하다. 이러한 변화는 일반적인 압연 및 압출방법으로는 얻어지기 힘들지만 ECAP 가공을 통한 hcp 금속의 집합조직은 다양한 변화를 보이는 것으로 확인된다^{32,33}.

나. ECAR

ECAR(Equal-Channel Angular Rolling)은 ECAP와 비슷한 효과를 가지면서 좀더 산업화 가능성이 높은 공법이다. Mg 합금 압연 생산시 상부 롤과 하부 롤의 선속도를 달리하여 압연하는 방법으로 결정립의 미세화를 기대할 수 있다.

이 방법은 산업화 가능성을 고려한다면 ECAP에 비하여 우위에 있다고 할 수 있으나 앞으로도 많은 연구가 필요할 것으로 생각된다³³.

2. 2. 3 집합조직과 가공성

압연공정에서 재료는 압연방향으로 인장 두께 방향으로의 압축변형을 동시에 받게 된다. 따라서 압연 집합조직은 압연방향에 평행한 특정 결정방향을 가질 뿐만 아니라 일반적으로 낮은 지수의 압연면에 평행한 특정 결정면을 가진다. Fig. 2.5에 hcp 금속의 변형 집합조직에서 나타나는 대표적인 세가지 형태를 나타내었다.

Fig. 2.5 (a)는 (00·1) 극점이 가공재 면에 수직인 방향(ND)으로부터 축대칭으로 퍼져 나가는 형태로서 일반적으로 축비가 이상적인 값인 1.63에 가까운 Mg, Co 또는 그 합금들에서 잘 나타나는 형태이다. Fig. 2.5의 (b)는 (00·1) 극점이 ND에서 가공방향(RD)으로 10~25°정도 벗어나 이중 극점을 형성하는 형태로서 축비가 1.63보다 큰 Zn, Cd 또는 그 합금에서 잘 나타난다.

한편 Fig. 2.5의 (c)는 (00·1) 극점이 ND에서 가공방향에 수직인 방향(TD)으로 대략 20~40° 정도 벗어나 이중 극점을 형성하는 경우 축비가 1.63보다 작은 Ti, Zr 및 그 합금에서 잘 나타난다. 이러한 세가지 형태는 기본적으로 가공재 면에 평행하게 기저면이 위치하여 일반적으로 기저면 집합조직으로 분류된다.

Mg 합금의 압연판재의 경우에도 기저면이 판재면에 평행하게 배열하는 Fig. 2.5

의 (a)와 같은 가공 집합조직이 주로 형성된다. 이 경우 Fig. 2.5의 (b)와 Fig. 2.5의 (c)에 비하여 가공 가능한 슬립계가 극히 제한되기 때문에 가공성 또한 매우 낮아지게 된다.

일반적으로 압연 종료온도가 낮은 경우 또는 낮은 농도의 합금에서 가공 집합조직의 집적도가 높다. 이러한 가공 집합조직은 재결정 후에도 그대로 유지된다. AZ31 박판재의 경우에 이러한 집합조직은 판재의 기계적 성질에 크게 영향을 미치게 된다. 따라서 압연공정 중에 이러한 가공 집합조직을 제어할 수 있는 기술의 개발도 필수적으로 수행되어야 하는 과제이다.

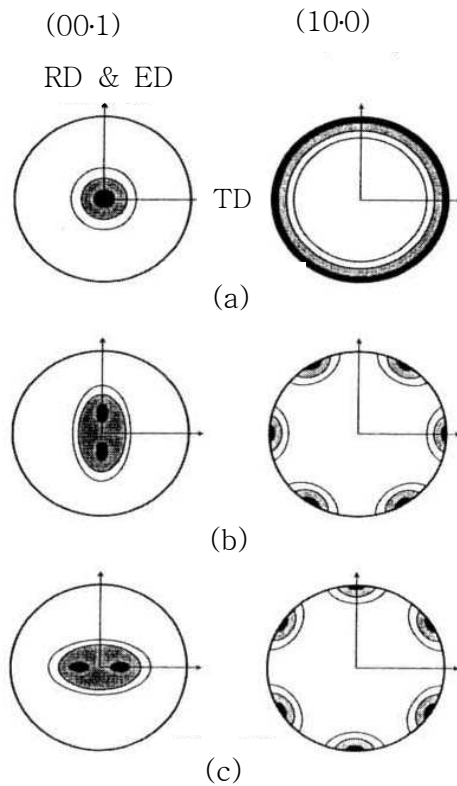


Fig. 2. 5. The three typical types appeared in transformation texture of hcp metal; (a) (00·1) pole is normal to ND, (b) (00·1) pole is inclined to RD and (c) (00·1) is inclined to TD³⁴.

2. 3 Mg-Li계 합금의 상태도 및 개발 동향

2. 3. 1 Mg-Li계 합금

Mg에 밀도가 0.53 g/cm^3 인 Li을 첨가하면 Mg의 결정구조가 바뀌게 되며 16wt%의 Li이 첨가되면 Mg-Li계 합금의 밀도는 1.3 g/cm^3 로 되어 경량화 대체품으로 만들 수 있다. Li양이 5.5wt%까지는 α (hcp)상이나 10.55wt% 이상의 Li이 첨가되면 β (bcc)상이 되고 5.5~10.55 wt% Li의 범위에서는 $\alpha + \beta$ 의 2상의 구조를 갖는다.

Li의 첨가에 따라 결정구조가 hcp에서 bcc로 바뀌면서 슬립계의 수가 3개에서 증가하고 Mg 합금의 축비가 감소하므로 냉간가공성이 현저히 개선되는 특징이 있다. 또한 약 12wt%의 Li를 첨가하게 되면 합금은 β 상 단상이 되어 냉간가공성이 크게 향상되기 때문에 저밀도의 고성형성 합금으로 적용이 가능하다³⁵⁾.

Fig. 2.6에 Mg-Li계 상태도를 나타낸다.

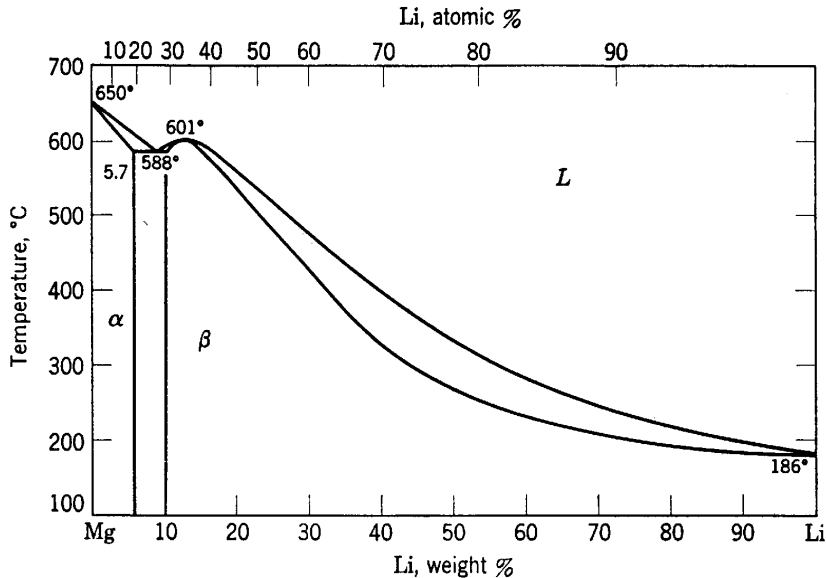


Fig. 2. 6. Mg-Li phase diagram¹²⁾.

2. 3. 2 Mg-Li계 합금의 기계적 성질

Fig. 2.7은 Mg-Li계 합금과 샤르피 충격강도를 나타낸 것이다. Hcp인 Mg결정에서 Li의 영향은 구조상태의 시험편에 대해 실시된 샤르피 충격 시험에 의해 알 수 있다. 조밀육방격자인 Mg의 충격 강도에 미치는 Li의 영향은 충격치의 증가나 변형량의 증가에 의해 설명할 수 있다. 연성의 증가는 Li 원자에 의한 Mg 원자의 치환에 따른 축비 c/a 의 감소에 기인한다³⁶⁾.

조밀육방결정에서 원자간의 거리가 감소하게 되면 실온에서 $\{00\cdot1\} \langle 21\bar{1}0 \rangle$ 1차 슬립계에 이어 2차 슬립계인 각통면 슬립계 $\{10\cdot0\} \langle 21\bar{1}0 \rangle$ 에 필요한 활성화 에너지는 감소하게 된다.

가공열처리된 Mg-12at% Li 합금과 Mg의 기계적 성질을 비교하면 Li을 함유한 합금들의 충격치 즉 연성이 증가하였다.

Fig. 2.8은 여러 조성의 Mg-Li계 합금의 최대인장강도, 항복강도, 파단연신율 및 충격강도를 각각 나타낸다. Li이 첨가되지 않은 AE42 합금에 비해 Li이 4 % 첨가된 Mg-4%Li-4%Al-5% RE(LAE445) 합금은 10%의 밀도감소이외에도 거의 동일한 인장강도와 최대 연신율을 나타내면서도 충격값이 개선되는 것으로 나타났다.

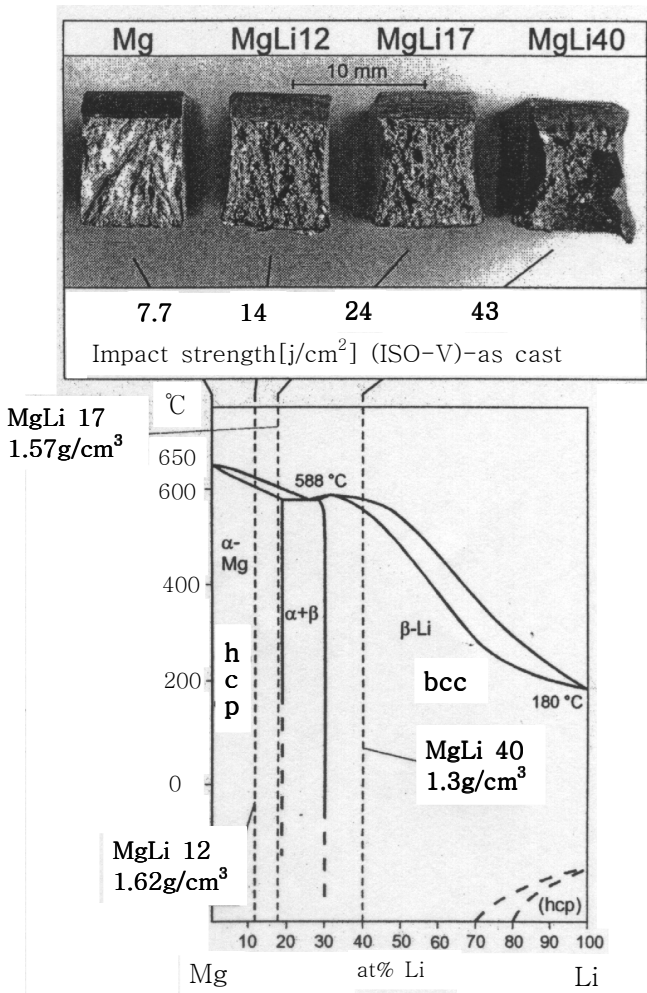


Fig. 2. 7. Charpy impact strength and Mg-Li binary alloy phase diagram³⁶⁾.

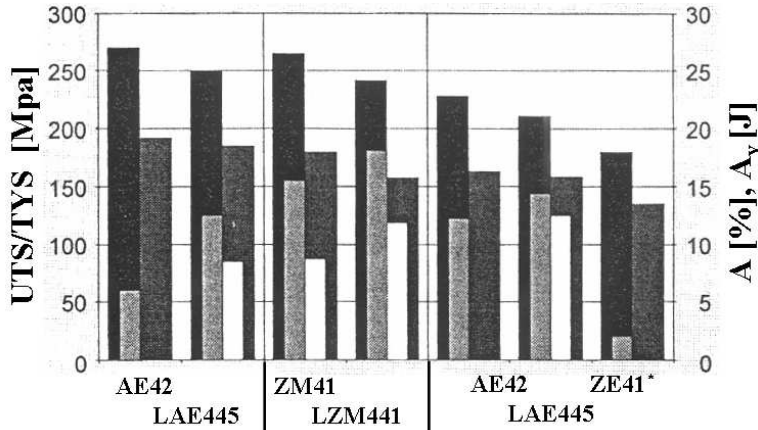


Fig. 2. 8. Ultimate tensile strength UTS[Mpa], tensile yield strength TYS [Mpa], elongation of rupture A[%] and impact strength Av[J] of Li-containing alloys³⁶⁾.

2. 3. 3 Mg-Li계 합금의 개발 및 응용

가. Mg-Li계 합금의 개발³⁷⁾

Fig. 2.9는 기존의 Mg 합금에서 출발하여 Mg의 특성을 개선시키고자 하는 현재의 연구 동향을 나타내고 있다. 주로 다이캐스팅에서 사용되고 있는 Mg-Al-Zn계 합금 및 Mg-Al-Mn계 합금을 기본으로 잘 알려진 표준합금과는 별개로 150℃까지의 열응력에 견디는 Si 및 RE를 함유한 내크리프 특성이 우수한 Mg-Li계 합금의 활용이 가능하다.

이중 사형 주조와 냉간 주물 그리고 성형을 위한 결정립이 미세화된 Zr 함유 그룹이 이용될 수 있다. 자동차 모터 및 스포츠에서 적용하기 위해 300 °C까지의 온도에 부분적으로 견디는 비교적 값비싼 Y 및 Ag을 첨가한 RE계 합금 시스템이 강조되어야 한다. 성형성을 개선하기 위해 밀도가 감소된 Mg-Li계 합금 분야의 연구가 실시되고 있다.

다른 합금에 관한 연구 분야들은 고온강도를 증가시키는 Ca, Sc 혹은 Gd과 같이 금속간 화합물을 형성하는 대체 합금원소들을 포함하고 있다. 합금의 적절한 사용 온도와 마모 특성을 갖는 새로운 섬유 및 입자가 보강된 복합재료들의 개발은 Mg-Li계 합금의 응용분야를 확대시킬 것으로 기대된다.

또한 초기 개발 단계에 있는 아몰퍼스 Mg 합금에 대한 연구들이 진행되고 있다. Mg합금의 제 특성을 획기적으로 개선시키는 것은 혁신적인 공정기술의 실현과 직접적인 상관관계가 있다. 전통적인 방법이외에도 디소 주조와 같은 새로운 주조방법들이 사용된다. 금속 응고, 스프레이 포밍 및 불활성 분말 제조를 위한 오토마이징 공정의 개발은 특별한 Mg 합금을 생산하기 위한 가능성을 제공한다. 추가로 재료 성형은 초경량 구조 성분들을 제조하는 한 가지 방법이다.

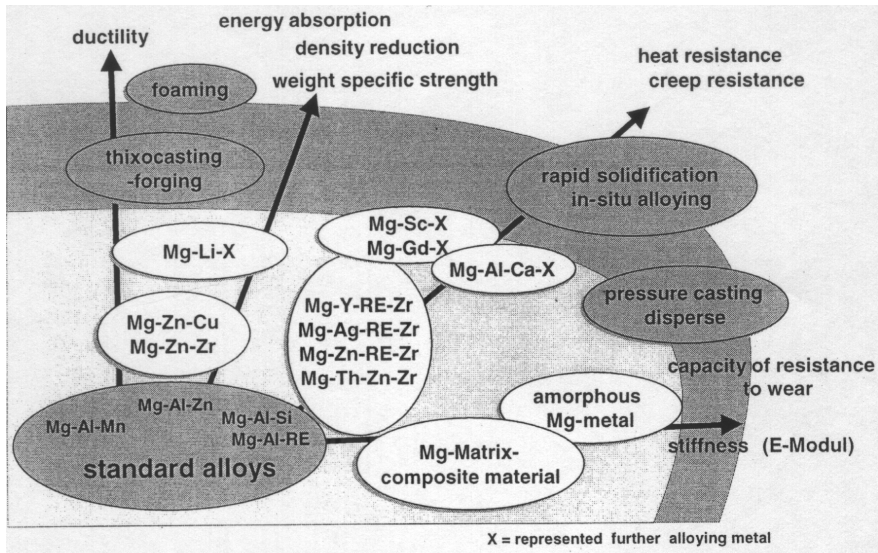


Fig. 2. 9. Research tendencies to improve the properties of Mg³⁷⁾.

나. Mg 합금의 새로운 응용 분야

Mg 합금의 새로운 응용 분야는 수술용 임플란트로 사용되는 의학적 분야이다. 장점으로는 낮은 밀도와 탁월한 댐핑 능력, 영구 주형에서 높은 주조 수 그리고 부식 특성 등으로 이것은 임플란트로서 뿐만 아니라 희생 양극에서도 사용된다. 낮은 양의 Mg은 필수 요소이고 조직에 해를 주지 않는다. 임플란트로서 Mg의 사용은 1907년 최초로 실시되었다.

골절부위를 Mg 플레이트와 금으로 도금된 고정핀으로 고정하였다. Mg 플레이트는 다량의 기체 형성에 의해 분해된다. 많은 실험들이 여전히 뼈 수술에 초점을 두었다. 이것은 Mg이 인체에 해를 미치지 않으며 더욱이 뼈의 치유 과정을 증진시켜 준다는 것이다. Mg의 새로운 개발은 Mg이 하나의 필수 요소이며 인체에서 신속하게 분해될 수 있다고 간주한다.

2. 4 Mg 합금의 성형방법³⁸⁾

Mg 합금 부품 성형에는 주조방법과 압출, 압연, 단조 및 프레스 등과 같은 소성 가공방법이 있다. 주조방법으로 다이캐스팅과 반응고 또는 반응용 슬러리를 만드는 방법에 따라 덕쇼 주조법과 레오 주조법으로 구분하며 그중에서 반응용법의 하나인 덕쇼 주조법이 실용화되고 있다. 또한 소성가공 방법으로 대부분 판재에 의한 성형방법을 사용하고 있다.

2. 4. 1 주조에 의한 성형방법

가. 다이캐스팅

대부분의 Mg 부품은 주조 또는 다이캐스팅으로 생산되나 이 경우 강도 및 인성 등의 기계적 성질이 열악하고 수축 등에 의한 결함을 피할 수 없는 단점이 있다. 공정 개발분야에서는 사형, 금형주조 및 다이캐스팅 등 기존의 주조법 외에 저압 및 고압금형주조 용탕 단조법, 반응용법, 반응고법 및 단조프레스법 등의 새로운 기술이 개발되었다.

나. Thixo 주조법

Mg 합금을 용해한 후 일정한 형태로 빌렛이나 환봉을 냉각하고 이를 절단한 후 절단된 환봉을 다시 가열하여 반응용상태로 만들어 다이캐스팅 기계로 인젝션하여 성형하는 방법을 말한다.

Fig. 2. 10은 덕쇼 주조법을 나타낸다.

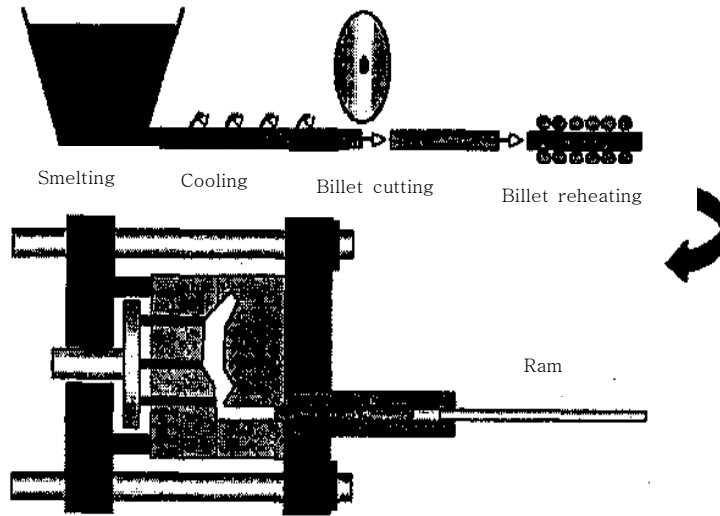
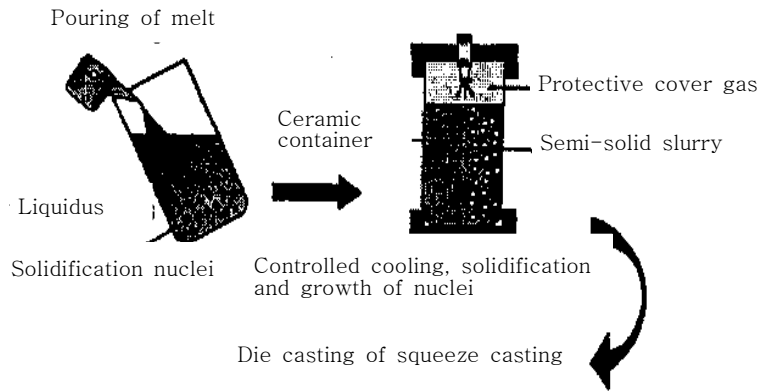


Fig. 2. 10. Thixo casting.

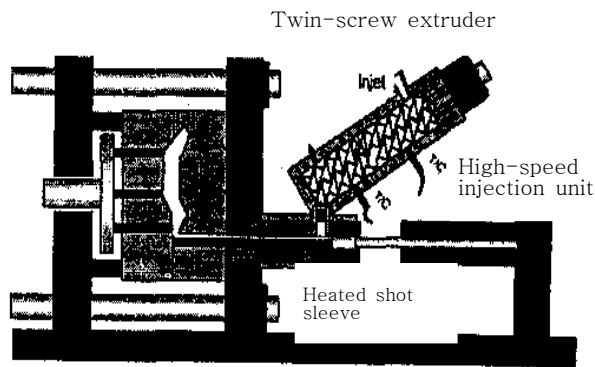
다. Rheo 주조법

레오 주조법은 합금 용해한 용탕을 반응고시킨 상태에서 주조하는 방법이다. 반응고상 온도구간에서 반응고 상태의 합금을 기계적 또는 전자기적인 방법으로 교반하는 방법이다. 이 방법은 용해된 용탕을 세라믹 용기에 옮긴 후 여기에 커버를 덮고 대기 중의 노출을 피하기 위하여 보호가스로 피복하여 적당한 교반과 냉각속도에서 반응고 슬러리를 만들어 다이캐스팅 한다. 레오 주조법에서는 성형한 제품은 전체적으로 균일한 미세조직을 가지며 기계적 성질과 인성이 좋아지고 열처리와 용접이 가능하다.

Fig. 2.11은 레오 주조 공법으로서 (a)는 세라믹 용기 내에서 반응고상태의 슬러리를 제조하는 방법이며 (b)는 고속 인젝션 다이캐스팅 공정을 나타낸다.



(a)



(b)

Fig. 2. 11. Schematic diagram of (a) making semi-solid slurry and (b) high-speed injection molding for Rheo casting.

2. 4. 2 소성가공에 의한 성형방법

관재를 이용한 프레스 가공은 성형품의 표면 흠이 적고 표면 처리성이 뛰어나기 때문에 다이캐스팅이나 압출을 이용한 제품생산과 비교할 때 후 공정을 대폭 단축할 수 있다는 장점을 가진다. 현재 상업화된 것은 AZ31 합금을 이용한 압연관재의 생산이다.

가. 압연을 통한 관재 제조

Fig. 2.12는 Mg 합금 압연판재의 제조과정을 보여주는 것으로 주조 후 재가열을 하면서 반복적으로 열연롤을 사용하여 원하는 두께의 판재를 생산하는 방식이다. Table 2.6은 압연 공정별 대표적인 압연조건을 나타내었다.

압연롤은 열을 가하는 방법에 따라 가열롤법과 비가열롤법으로 나누어지며 비가열롤법은 롤을 가열하지 않고 소재의 재가열 시간이 많아지는 대신 소재가 롤 표면에 달라붙는 경향이 감소하므로 소량의 윤활유만 사용해도 된다.

이때 압연 윤활제로는 보통 수용성 오일이 일반적으로 사용된다. 가열롤법은 롤을 250~320 °C 까지 가열하여 압연을 행하는 것으로 작업 중 소재의 온도 감소가 작아 다음 재가열까지 많은 압하를 가하는 것이 가능하다. 비교적 작은 압연기의 경우 또는 작은 봉상이나 폭이 좁은 판재 제품을 제조하는 경우에 사용된다. 그러나 롤 표면에 소재가 달라붙는 sticking 현상에 의한 작업의 중단 및 판재의 표면품질이 나빠지는 단점이 있다.

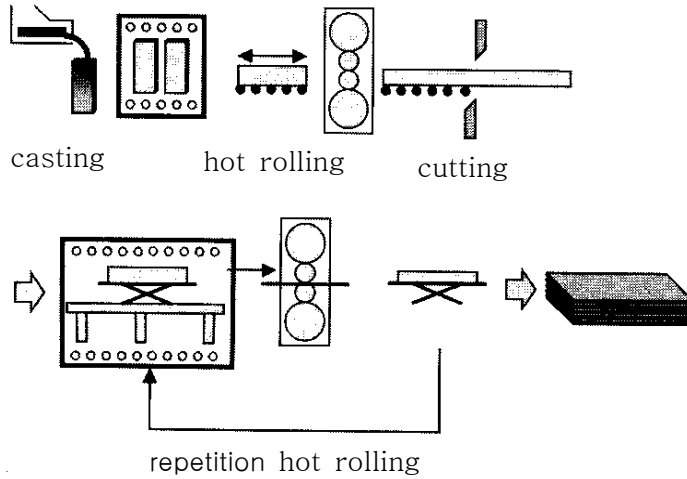


Fig. 2. 12. Manufacturing process of Mg alloy sheet.

Table 2. 6. Rolling conditions of AZ31 Mg alloys

Process	Rolling	Reduction rate(%) (heat)	Reduction rate(%) (pass)
	temperature(°C)		
Rough rolling	425 ~ 450	90 ~ 95	10 ~ 20
Hot rolling	350 ~ 440	25 ~ 50	5 ~ 20

나. 박판주조에 의한 판재 제조

쌍롤식 박판 주조공정은 래들로부터 턴더쉬로 주입된 용융금속이 노즐을 통해 쌍롤 사이로 주입된 후 수냉되는 쌍롤에 의해 급속응고하여 1.4~6 mm 두께의 박판을 제조하는 방법이다.³⁹⁾

Fig. 2.13은 박판을 제조하는 공정을 나타내고 있다.

이는 기존의 연속주조법에 비하여 열간압연 공정이 생략되므로 그에 따른 생산 단가의 절감과 빠른 냉각속도에 의해 판재의 내부에 조대한 석출물이 형성되지 않으므로 기존의 슬라브 압연재와 비교할 때 비교적 균일한 미세조직을 확보하여 뛰어난 가공성을 기대할 수 있는 커다란 장점이 있다. 이 공정은 80년대 후반부터 철강재료를 중심으로 본격적으로 개발되어 철강은 물론 AI 등 비철재료에 대해서도 이러한 방법으로 박판을 제조하고 있다.

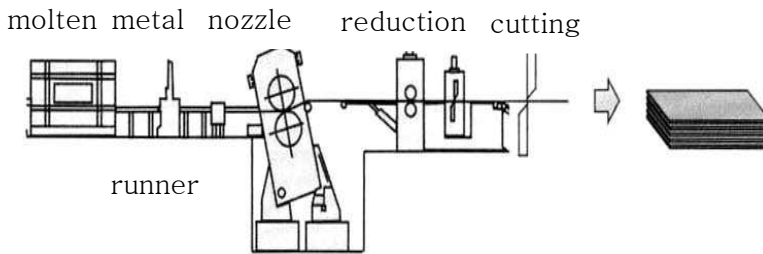


Fig. 2. 13. Manufacturing process of Mg alloy strip.

2. 4. 3. 판재의 온도에 따른 성형성

Mg 합금 판재의 성형성을 보면 온도의 영향이 매우 크기 때문에 온도별 재료의 거동을 정확히 파악하고 있어야 한다. 상온에서 소성가공하면 작은 변형에도 쉽게 부서지거나 찢어지는 현상이 생기는데 이는 Mg 합금의 결정구조가 hcp로서 상온

부근의 온도범위에서는 (00·1)기저면의 슬립계만 작동하기 때문이다.

또한 Mg은 hcp 결정구조로 슬립계는 3개이고 Al, Ag 및 Au 등과 같은 면심입방격자 12개보다 적기 때문에 변형이 어렵다. 또한 금속 소재를 임의의 외부변형을 하기 위해서는 최소 5개의 슬립계가 필요한데 Mg 합금은 슬립계가 3개이므로 상온 성형성을 나쁘게 만들고 있다.

이러한 성형성을 향상하기 위해서는 판재의 온도를 200~300 °C정도 또는 그 이상의 온도로 가열하여 어닐링하면 어느 정도 성형성을 개선시킬 수 있다. 온도가 올라갈수록 판재의 성형성은 증가할 것으로 기대되지만 실제로는 온도가 계속 올라가도 연신율에 비례해서 계속 증가하지 않는다. 대략 200~300 °C 근방에서부터 재결정 조직이 나타나게 되며 그 이상의 온도가 되면 결정립 성장이 발생한다. 이는 성형성 조건과 합금의 화학조성 및 조직에 따라 다르게 나타날 수도 있다.

성형방법을 보면 판재를 외부에서 가열하여 금형에 옮겨 성형하거나 또는 금형속에 성형할 재료를 넣고 가열하여 성형하는 방법이 있다. Mg 합금은 열용량이 작고 열전도성이 매우 높기 때문에 후자 방법으로 하지 않으면 성형 도중 냉각되어 우리가 원하는 성형을 얻을 수가 없다.

제 3 장 실험방법

3. 1 실험 재료

본 연구에서는 Mg 합금은 hcp 결정구조를 갖는 상용 Mg 합금인 Mg-Al-Zn계 합금(이하 AZ31B)과 hcp + bcc 결정구조를 갖는 Mg-Li-Zn계 합금을 사용하였다.

AZ31B Mg 합금 판재는 POSCO에서 제조한 $t=3$ mm인 온간압연 판재로서 as-

received 상태에서 평균 결정립 크기는 $5 \mu\text{m}$ 내외이었다. 또한 Mg-7%Li-1%Zn 합금은 50 torr의 Ar 분위기의 진공유도용해로를 이용하여 합금을 제조하였다. 먼저 $2\sim 3$ cm 크기로 절단된 Mg 및 Zn을 주철제 도가니에 먼저 장입하여 용해한 후 Li를 추가로 장입하였으며 일정시간 교반 후 $650\text{ }^{\circ}\text{C}$ 에서 주철제 주형에 주입하여 Mg-7%Li-1%Zn 합금 잉곳을 제조하였다.

3. 2 열간압연

AZ31B Mg 합금 판재는 $80\text{W} \times 150\text{L}(\text{mm})$ 크기로 절단한 후 $130\sim 400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 가열온도 범위에서 압하율 및 압연속도를 변화시켜 열간압연하였다. 열간압연은 $\Phi 127\text{ mm} \times \text{L}250\text{ mm}$ 인 단롤 열간압연기(압연하중; 최대 25 ton)를 이용하였으며 시편을 소정의 온도에서 20분간 가열한 후 일정한 두께감소율로 열간압연하였으며 최종 두께가 $1.6\sim 1.8\text{ mm}$ 인 열연판재를 제작하였다.

또한 Mg-7%Li-1%Zn 합금은 균질화처리 후 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 에서 열간압연하였으며 최종 두께감소율은 25 %이었으며 최종두께는 1 mm이었다.

Table. 3.1은 열간압연 조건을 나타낸다.

Table 3. 1. Hot-rolling schedule of Mg-3%Al-1%Al and Mg-7%Li-1%Zn alloys

Schedule Alloys	Rolling Temp. (°C)	# of pass	Rolling speed(m/min)	Reduction rate(%)
Mg-3%Al-1%Zn	130, 180, 230, 320	5	8	50
Mg-7%Li-1%Zn	200	10	2	25

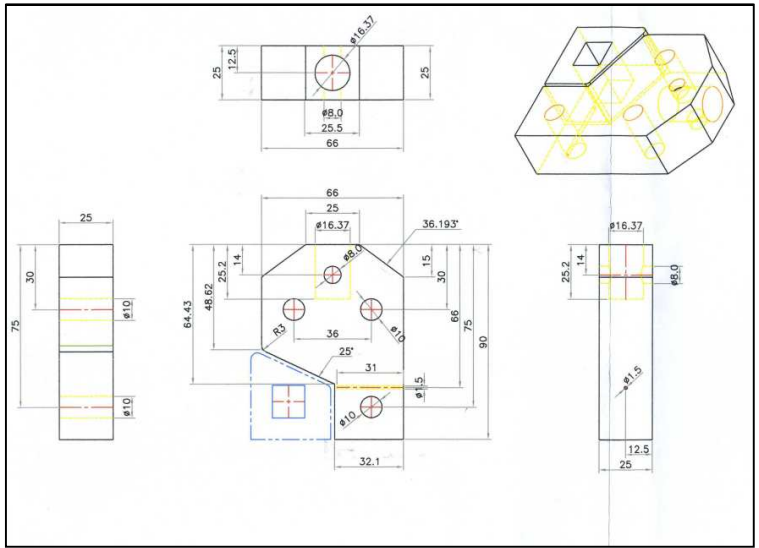
3. 3 ECAT_D(Equal-Channel Angular Tensile Deformation)

3. 3. 1 ECAT_D용 몰드 제작

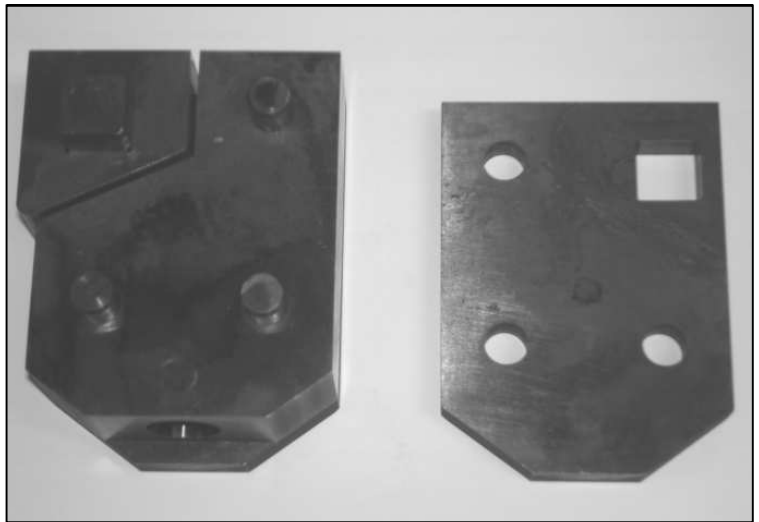
인장변형에 의한 ECAT_D에 의해 압연판재에 균일한 전단변형을 주기 위해 Fig. 3.1과 같은 ECAT_D용 금형을 제작하였다. Fig. 3.1의 (a)는 ECAT_D용 금형 도면이고 (b)는 ECAT_D 도면에 의해 제작한 금형이다. 고온에서의 변형을 감안하여 재질은 고온 금형강인 STD 61종을 사용하였으며 열연판재의 회전부의 경사각은 $\theta = 115^\circ$, 열연판재와 직접 접촉하는 모서리의 곡률반경은 $r=2$ mm로 하였다.

또한 고온에서의 ECAT_D 변형때문에 금형 및 시편의 열팽창을 고려하여 열연판재가 통과하는 통로의 간격은 열연판재의 두께보다 0.1 mm 크게 하여 $t=1.8$ mm, 폭은 $W=24$ mm로 하였다. 또한 ECAT_D 변형시 시편과 접촉하는 금형 표면은 정밀 연마하여 경면이 되도록 하였다.

한편 ECAT_D용 금형을 인장시험기의 상부 그림에 고정시키기 위하여 금형 상부에 $\Phi=50$ mm의 구멍을 뚫어 동일한 크기의 핀으로 고정할 수 있도록 하였다.



(a)



(b)

Fig. 3. 1. Mold for ECAT_D; (a) drawing and (b) photograph of ECAT_D mold.

3. 3. 2 ECAT_D 가공 공정

열간압연 판재를 ECAT_D 가공하기 위하여 열간압연에 의해 $t=1.6$ mm로 압연된 판재를 $1.6t \times 24W \times 250L$ (mm)로 가공하였으며 Fig. 3.2와 같은 V블록 및 바이스를 이용하여 몰드의 경사각은 $\theta=115^\circ$ 와 같도록 bending하였다. 열연판재를 bending할 때는 굽힘 부위에 균열이 발생하지 않도록 하기 위하여 200 °C에서 5분간 가열하였다.

ECAT_D 가공을 위하여 예비 변형된 시편을 ECAT_D 가공용 몰드에 끼워 넣고 시편이 끼워진 ECAT_D 가공용 몰드를 인장시험기의 상부 그립에 부착하였다. 또한 ECAT_D 가공 중 몰드 및 시편을 소정의 온도로 가열할 수 있도록 몰드 주위에 온도조절기가 부착된 전기 히터를 설치하였고 ECAT_D 가공 중 몰드, 시편 입구측 및 시편 출구측의 온도를 실시간으로 측정하였다.

ECAT_D 가공은 압연판재의 온도($200 \sim 400$ °C) 및 인출속도($10 \sim 40$ mm/min)를 변화시켜 실시하였으며 Fig. 3.3은 인장시험기를 이용하여 ECAT_D 가공의 실 예를 나타낸다.

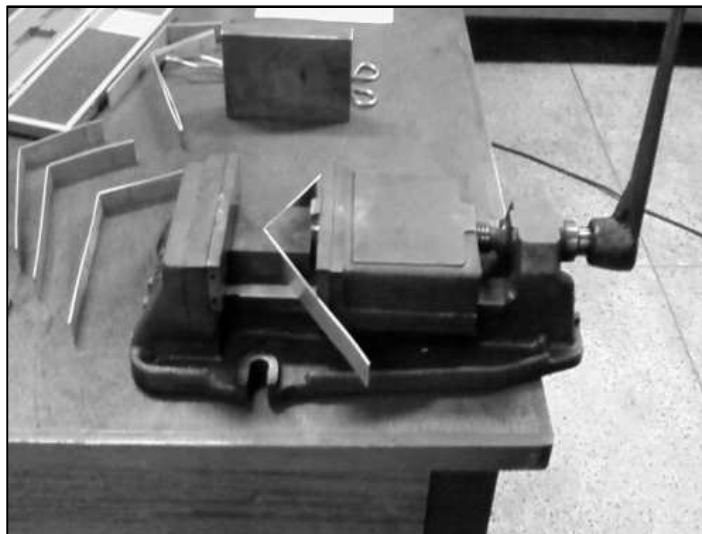


Fig. 3. 2. Bending apparatus for hot-rolled AZ31B sheet.



Fig. 3. 3. Photographs of ECAT_D(Equal-Channel Angular Tensile Deformation) by using UTM and special mold.

3. 4 열처리

열간압연 및 ECAT_D 가공 후 재결정 성장 거동을 조사하기 위하여 Ar 분위기의 관상로를 이용하여 150 ~ 400 °C 온도구간에서 각각 30분간 어닐링하였다. 어닐링 처리 중 열연 판재 표면의 산화를 방지하기 위하여 판재는 알루미늄 호일에 밀봉하여 어닐링하였으며 어닐링 후 공냉하였다.

3. 5 미세조직 관찰

열간압연 조건 및 ECAT_D 가공 조건 등에 따른 미세조직을 관찰하기 위하여 적당한 크기(10 × 10 mm)로 절단된 시편을 수지에 마운팅하여 SiC 연마지로 조연마한 후 알루미나 분말(0.05 μm)을 사용하여 최종연마하였다. 최종연마된 시편은 알코올로 세척한 후 피크린산(0.82 g)+ 초산(2 ml)+ 에탄올(14 ml)+ 증류수(2 ml)의 혼합용액에 부식한 후 광학현미경 및 주사전자현미경을 이용하여 미세조직을 관찰하였다. 평균결정립 크기 및 결정립 분포 등은 화상분석기(Image-Pro)를 이용하여 측정하였다.

3. 6 X-선 회절시험

열간압연 및 어닐링 온도에 따른 상변화를 조사하기 위하여 열간압연 및 어닐링한 후 판재를 10 × 10 mm크기로 절단하여 표면을 기계연마한 후 X-선 회절시험하였다. X-선 회절시험은 CuKα 특성 X-선을 이용하였으며 가속전압 40 KV, 전류밀도 30 mA의 조건에서 1°/min의 주사속도로 2θ=20 ~ 90°범위의 X-선 회절상을 조사하였다.

3. 7 경도시험

열간압연 및 어닐링 온도에 따른 경도 변화를 조사하기 위하여 비커어스 경도시험기를 이용하여 경도값을 측정하였다. 시험하중은 1 kg, 유지시간 15초로 하였으며 경도값은 각 시편당 3회 측정하여 평균값을 취하였다.

3. 8 인장시험

어닐링 온도에 따른 응력-변형률 곡선을 구하기 위하여 만능재료시험기에서 인장시험하였다. 인장시험편은 와이어 커팅에 의해 ASTM sub-size 시편(Gauge length=25 mm)으로 제작하였으며 인장속도 1 mm/min에서 인장시험하여 각 시편들의 응력-변형률 곡선을 구하였다. 또한 인장과 단면의 파괴양상의 변화를 FESEM으로 관찰하였다.

3. 9 극점도 측정

열간압연온도 및 ECAT_D 조건에 따른 집합조직의 변화를 조사하기 위하여 Schultz반사법에 의해 {00·1}hcp 및 {10·0}hcp 면의 극점도를 측정하였다.

제 4 장 실험결과 및 고찰

4. 1 AZ31B 합금의 가공열처리에 따른 미세조직 및 인장 성질

4. 1. 1 열간압연 온도에 따른 미세조직 변화

AZ31B 합금의 최적의 열간압연 조건을 조사하기 위하여 예비실험으로서 압연온도, 압연속도 및 압하율 등을 변화시켜 압연 전·후의 두께변화 및 균열생성 유무 등을 확인하였다.

Fig. 4.1은 열간압연 조건에 따른 AZ31B 합금 열연판재의 외관을 나타낸다. Fig. 4.1의 (a)는 가열온도 400 °C에서 15분간 가열 후 압연속도 8 m/min, 압하율 50 %로 2 pass한 열간압연한 판재로서 압연방향에 수직방향으로 압연면 전체에 많은 균열이 발생하여 압연이 불가능하였다.

또한 Fig. 4.1의 (b) 및 (c)는 가열온도 300 °C에서 15분간 가열 후 압연속도 3.5 m/min, 압하율 50 %로 5 pass한 열간압연한 판재의 외관으로서 Fig. 4.1의 (a)와는 달리 열연 판재의 가장자리에 많은 균열들을 볼 수 있다. 그러나 가열온도 300 °C에서 15분간 가열한 후 압연속도 8 m/min, 압하율 50 %로 5 pass한 열간압연한 Fig. 4.1의 (d)에서는 균열들은 거의 관찰되지 않았다.

AZ31B 합금의 경우 압연온도, 압연속도 및 압하율 등을 변수로 예비실험한 결과 압연온도 및 압연속도가 낮거나 압하율이 커지면 열연 판재에 균열이 발생하여 열간 압연이 쉽지 않았다.

한편 AZ31B 합금과는 합금계가 다른 Mg-Li-Zn계 합금 판재의 경우에는 압연속도 8 m/min, 압하율 50 %로 열간압연하더라도 Fig. 4.1의 (e)와 같이 균열은 관찰되지 않고 보다 더 큰 두께감소율에서 열간압연이 가능하였다.

이러한 예비실험 결과를 근거로 압연속도를 8m/min로 고정하고 180~400 °C 온도 범위에서 열간압연하여 압연가공성 및 미세조직 등을 조사하였다. 열간압연 시 pass당 10~17 %의 두께 감소율로 5회 열간압연하였으며 최종 두께감소율은 50 %를 목표로 최종 두께 1.6 mm의 열연판재를 얻었다.

Fig. 4.2는 압연온도 130, 180, 230 및 320 °C에서 열간압연한 판재의 미세조직을 나타낸다. 열간압연 온도가 130 °C인 Fig. 4.2의 (a)는 열간압연에 의해 심하게 변형된 결정립들이 관찰되었으며 결정립 내에서는 많은 변형쌍정⁴⁰⁾들이 관찰되었으며 동적 재결정은 일어나지 않은 것으로 보인다.

그러나 열간압연 온도가 180 °C인 Fig. 4.2의 (b)에서는 변형된 결정립이외에 열간압연에 의해 변형된 결정립의 일부가 열간압연 중 재결정이 일어나 3 μm이하의 미세한 결정립들을 관찰할 수 있었다.

한편 열간압연 온도가 230 °C인 Fig. 4.2의 (c)는 4~5 μm 크기의 비교적 조대한 결정립이 주로 관찰되었고 결정립은 압연방향으로 연신이 되었으며 연신된 결정립 내에서는 변형쌍정/변형띠들이 관찰되어 열간압연 온도가 320 °C인 경우에는 230 °C에 비해 미세조직은 조대한 것으로 나타났다.

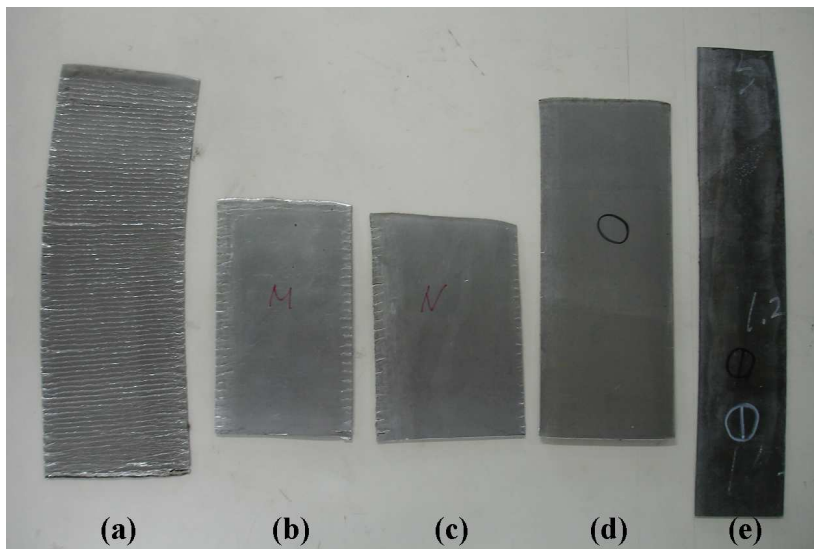


Fig. 4. 1. Shape of hot-rolled sheet with different hot-rolling conditions; (a) 400 °C, 8m/min, (b) 300°C, 3.5m/min, (c) 300°C, 3.5m/min, (d) 300°C, 8m/min and (e) Mg-7%Li-1%Zn alloy.

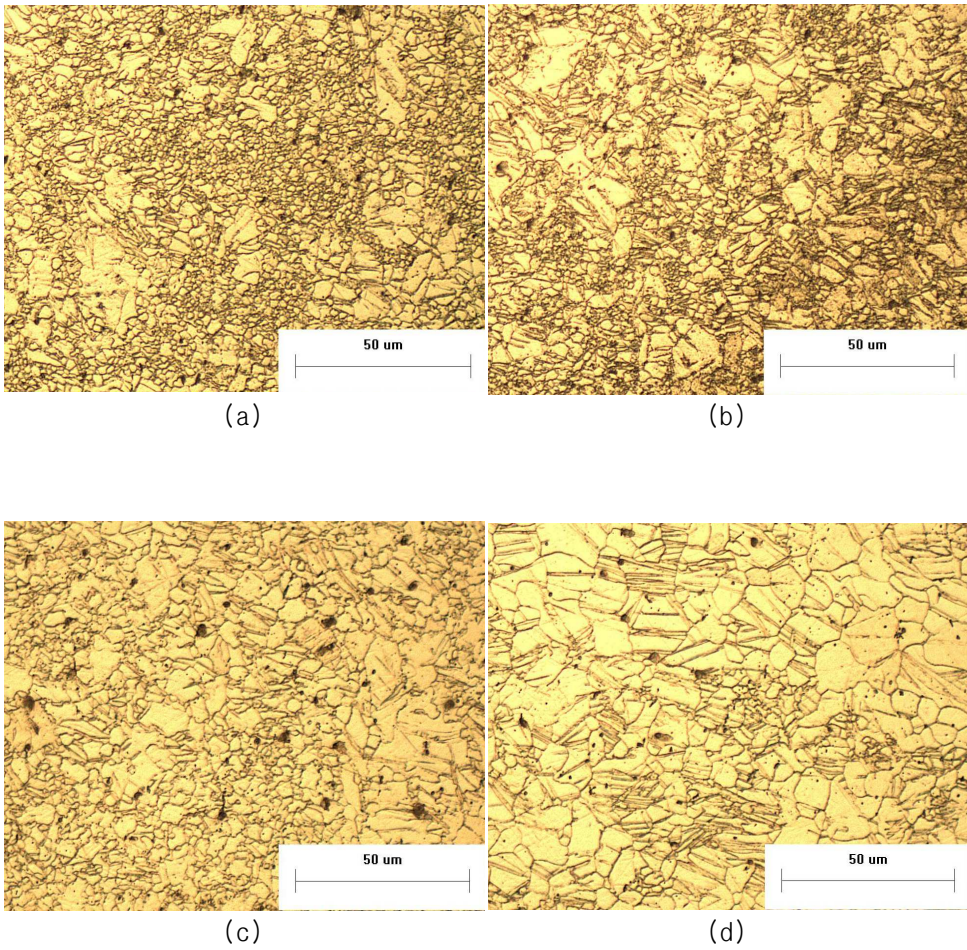


Fig. 4. 2. Optical Micrographs of hot-rolled sheets with hot-rolling temperatures;
(a) 130°C, (b) 180°C, (c) 230°C and (d) 320°C.

4. 1. 2 어닐링 온도에 따른 미세조직 변화

여러 형태의 소성가공을 받은 합금은 어닐링에 의해 미세조직 및 기계적 성질 등이 바뀌게 되며 이러한 성질은 합금계, 합금조성, 불순물 및 가공도 등에 의해 영향을 받는다⁴¹⁾. Fig. 4.3와 같이 서로 다른 열간압연 조직을 갖는 AZ31B 합금을 150~400 °C 온도 구간에서 각각 30분간 어닐링하여 미세조직을 관찰하였으며 어닐링 온도에 따른 미세조직은 다음과 같다.

Fig. 4.3은 130 °C에서 열간압연한 열연 판재를 150, 200, 250, 300 및 350 °C에서 각각 30분간 어닐링한 시편들의 미세조직을 나타낸다.

130 °C에서 열연한 판재는 150 °C × 30 min 어닐링에 의해서는 미세한 변형쌍정을 포함한 변형된 조직이 그대로 남아 있다. 200 °C × 30 min 어닐링에 의해서는 일부 변형된 결정립에서 재결정이 일어났으나 변형된 결정립의 대부분은 그대로 남아 있으며 열연조직과는 달리 결정립 내의 변형쌍정은 감소하였다. 어닐링 온도가 더욱 높은 250 °C × 30 min 어닐링에서는 거의 재결정이 진행되어 평균 결정립의 크기가 3 μm인 등축 결정립을 관찰할 수 있었으나 일부 변형된 결정립 역시 관찰할 수 있었다. 300 °C × 30 min 및 350 °C × 30 min 어닐링에서는 변형된 결정립의 재결정은 완료되며 특히 350 °C × 30 min 어닐링의 경우 결정립 성장이 일어남을 알 수 있다.

180 °C에서 열간압연한 열연 판재를 150, 200, 250, 300 및 350 °C에서 각각 30분간 어닐링한 시편들의 미세조직은 Fig 4.4와 같다.

130 °C에서 열연하여 어닐링한 시편과는 다르게 150 °C × 30 min 및 200 °C × 30 min 어닐링에서도 변형된 조직의 대부분이 그대로 남아 있으며 250 °C × 30 min 어닐링에서 재결정이 시작되어 300 °C × 30 min 어닐링에서 재결정이 거의 종료됨을 알 수 있다. 그러나 350 °C × 30 min 어닐링에서는 재결정된 결정립이 성장하는 경향을 나타냈다.

한편 230 °C에서 열간압연하여 어닐링한 시편들의 미세조직은 Fig. 4.5와 같다. 어닐링 온도가 150 °C × 30 min 또는 200 °C × 30 min인 경우에는 극히 일부분의 결정립에서만 재결정이 일어났으며 변형된 대부분의 결정립에서 재결정은 일어나지 않았다. 어닐링 온도가 250 °C × 30 min 로 상승하면 시편 전체적으로 재

결정립들이 관찰되었으나 평균 결정립 크기는 $5 \sim 6 \mu\text{m}$ 으로 열간압연 온도가 낮은 Fig. 4.3의 (c) 및 Fig. 4.4의 (c)보다는 더 컸으며 결정립의 형상 역시 비 등축립에 가깝게 나타났다.

또한 $320 \text{ }^\circ\text{C}$ 에서 열간압연하여 어닐링한 시편들의 미세조직을 Fig. 4.6에 나타낸다. $230 \text{ }^\circ\text{C}$ 에서 열연하여 어닐링한 시편에 비해 전체적으로 변형된 결정립은 조대하였으며 결정립 내의 변형쌍정의 양 역시 적게 관찰되었다. 어닐링 온도가 $150 \text{ }^\circ\text{C} \times 30 \text{ min}$ 또는 $200 \text{ }^\circ\text{C} \times 30 \text{ min}$ 인 경우에는 극히 일부분의 결정립에서만 재결정이 일어났으며 변형된 대부분의 결정립에서 재결정은 일어나지 않았다. 어닐링 온도가 $250 \text{ }^\circ\text{C} \times 30 \text{ min}$ 및 $300 \text{ }^\circ\text{C} \times 30 \text{ min}$ 인 경우에도 높은 열간압연 온도에 따른 낮은 변형량 때문에 재결정은 일어나지 않음을 알 수 있다.

열간압연에 의해 결정립 연신 또는 전위 등과 같은 결함 생성과정이나 동시에 새로운 결정립이 생성 또는 성장하는 동적 재결정과정은 압연온도 또는 압하율 등에 따라 달라지게 된다⁴²⁾.

Fig. 4.3 ~ Fig. 4.6에서와 같이 열간압연에 의해 변형된 결정립은 어닐링 처리에 의해 회복, 재결정 및 성장의 과정을 거치게 된다. 회복단계는 공공과 원자의 이동에 의해 전위의 상승과 활주작용과 같은 전위의 재배열에 의해 내부에너지가 감소하여 잔유응력이 제거되고 재결정핵이 생성된다. 변형된 결정립이 회복된 후 재결정 단계는 기지와 결정핵 사이의 계면을 가로지르는 원자들의 도약에 의해 재결정핵이 성장함으로써 새로운 결정립이 생성되고 재결정 과정이 완료된 후에 원자들이 결정립계를 가로 지르는 도약에 의해 재결정된 결정립은 성장한다⁴³⁾.

이러한 재결정 과정에 생성된 재결정립의 크기는 변형의 크기, 변형 과정, 변형 온도, 순간적인 하중, 입자크기, 변형 후 쌍정의 존재 유무 및 시편의 두께 등과 같은 인자들에 의해 결정된다.

Fig. 4.3 ~ Fig. 4.6에서 열간압연 온도에 따라 재결정 거동은 다르게 나타났다. 즉 열간압연 온도가 낮은 180 및 $230 \text{ }^\circ\text{C}$ 의 경우에는 낮은 어닐링 온도에서 더욱 미세한 결정립이 생성되었으나 열간 압연온도가 높은 230 및 $320 \text{ }^\circ\text{C}$ 의 경우에는 어닐링에 의한 재결정이 거의 일어나지 않았다.

재결정의 구동력은 내부에너지에 의해 공급되고 재결정 입자의 핵생성과 성장은 재료 내에 분포한 변형에 크게 의존한다. 열에너지는 재결정을 활성화하기 위하여

공급되는데 재결정이 일어나기 위해서는 최소의 변형이 재결정 핵을 생성시키고 핵 주위의 고경각 입계의 이동을 활성화하기 위하여 충분한 변형에너지를 가진 구조를 가져야 한다^{42,43}).

따라서 Fig. 4.5 및 Fig 4.6에서와 같이 열간압연 온도가 230 및 320 °C로 높게 되면 변형의 크기가 작기 때문에 초기의 핵생성이 힘들고 핵성장에 대한 구동력이 작기 때문에 재결정의 한계온도는 상승하며 재결정된 입자의 크기는 조대하게 된다.

반대로 Fig. 4.3 및 Fig. 4.4와 같이 낮은 온도의 열간압연의 경우에는 변형량이 증가하여 핵생성 자리가 증가하기 때문에 핵생성이 쉽고 구동력이 커서 재결정온도와 결정립의 크기는 감소한다. 즉 열간압연 온도가 낮으면 전위밀도, 변형에너지 및 전위밀도가 증가하여 재결정에 의한 결정립 크기가 감소하고 재결정 한계온도는 감소한다.

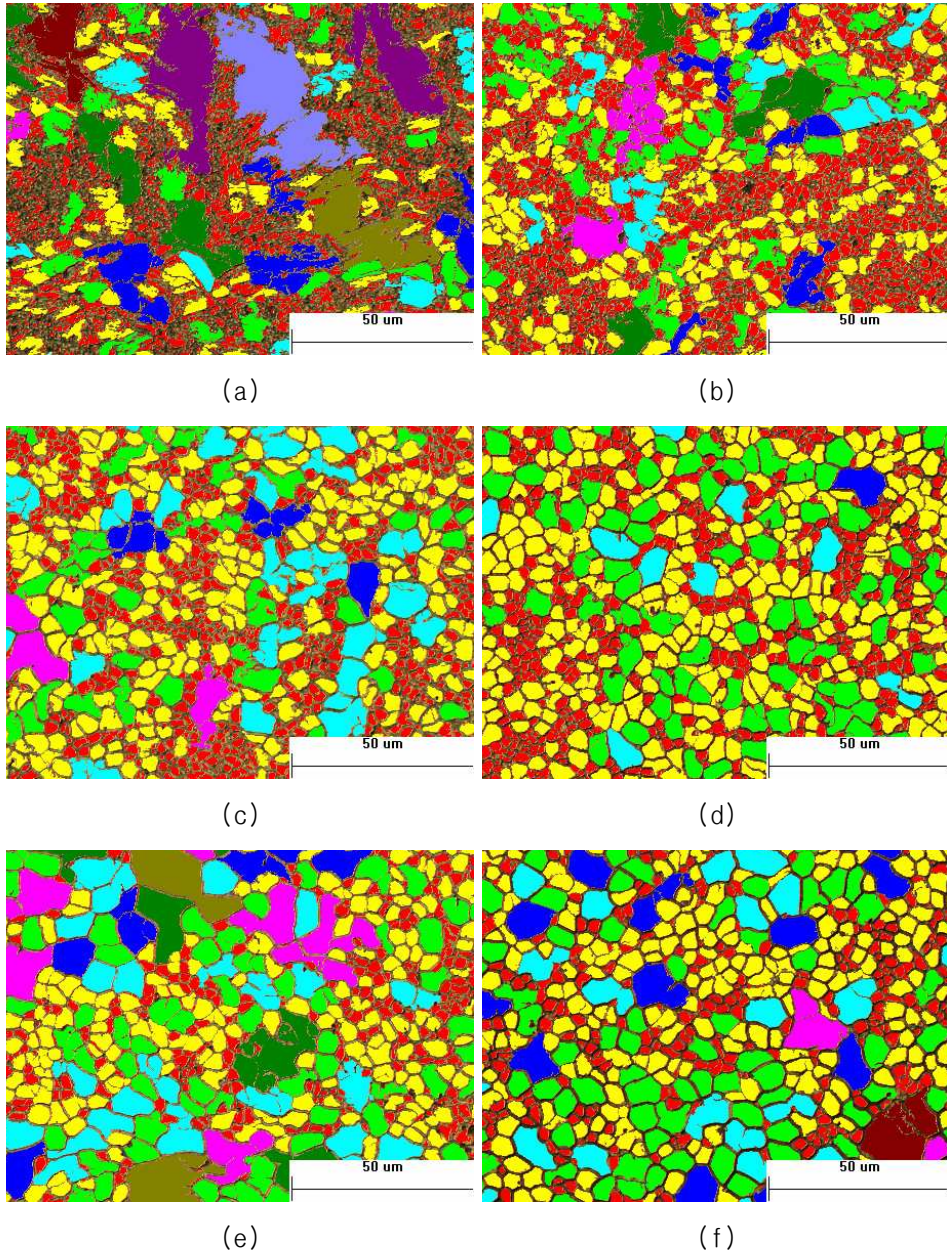


Fig. 4. 3. Optical Micrographs of AZ31B sheets hot-rolled at 130°C with annealing temperatures; (a) 150°C, (b) 200°C, (c) 250°C, (d) 300°C, (e) 350°C and (f) 400°C.

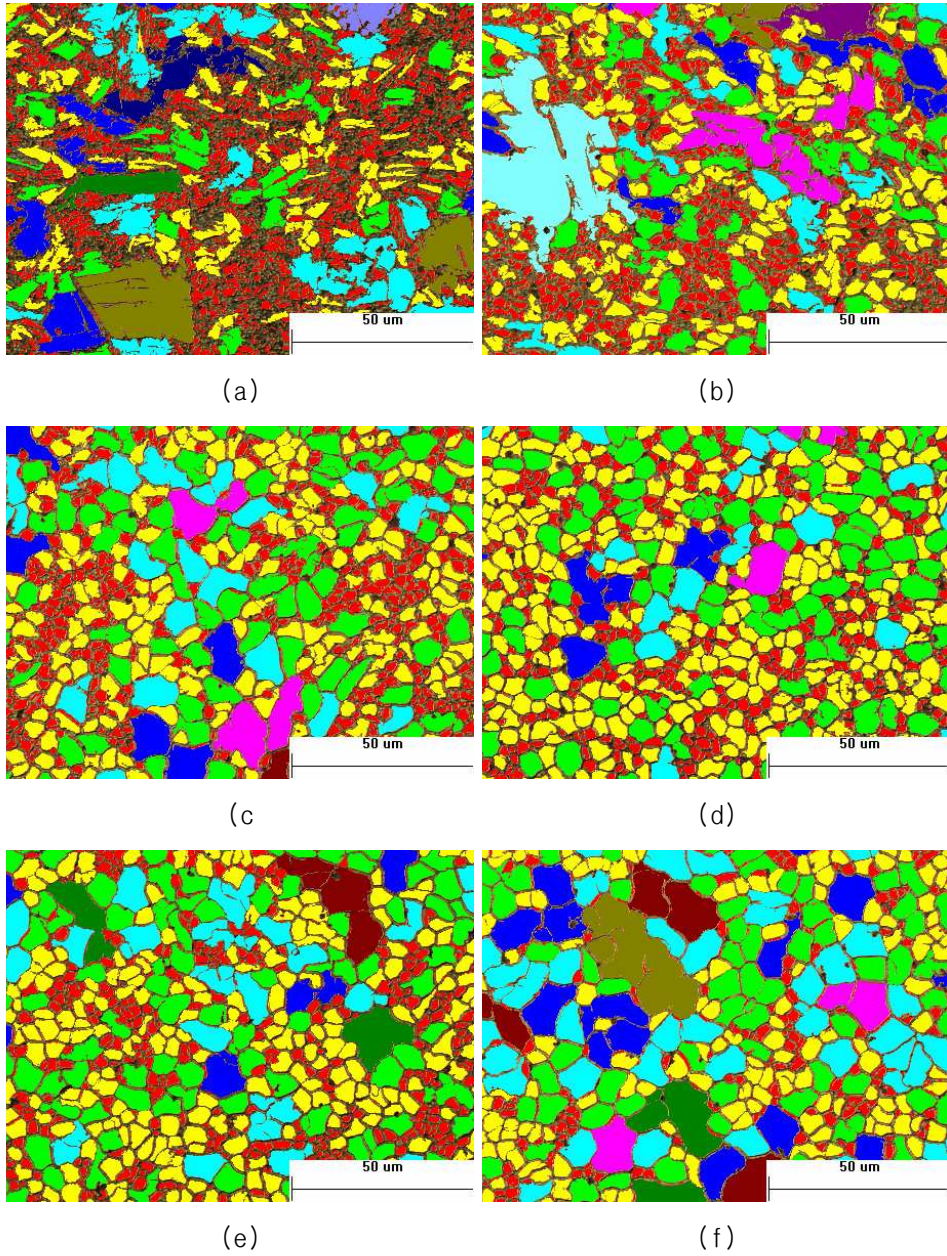


Fig. 4. 4. Optical Micrographs of AZ31B sheets hot-rolled at 180°C with annealing temperatures; (a) 150°C, (b) 200°C, (c) 250°C, (d) 300°C, (e) 350°C and (f) 400°C.

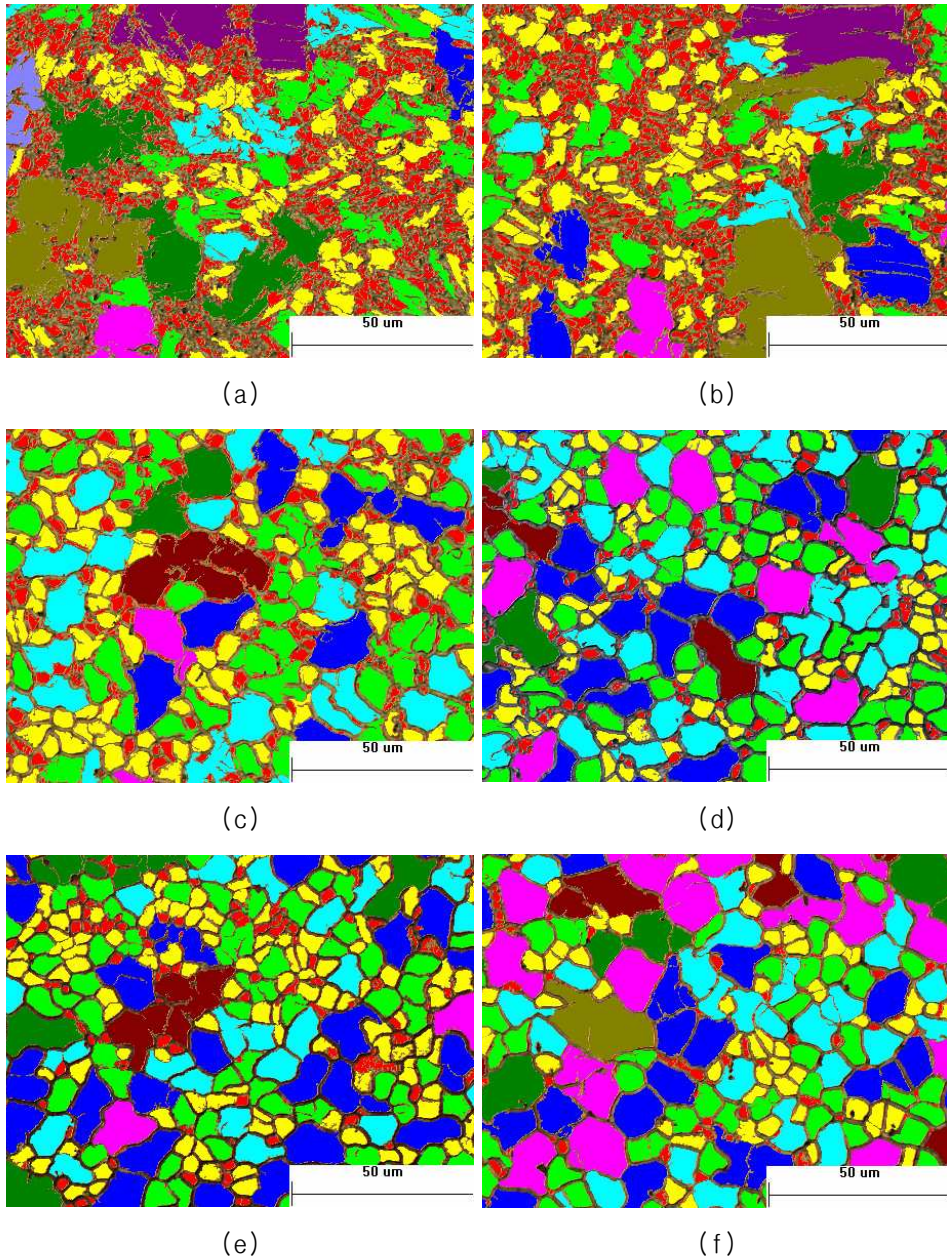


Fig. 4. 5. Optical Micrographs of AZ31B sheets hot-rolled at 230°C with annealing temperatures: (a) 150°C, (b) 200°C, (c) 250°C, (d) 300°C, (e) 350°C and (f) 400°C.

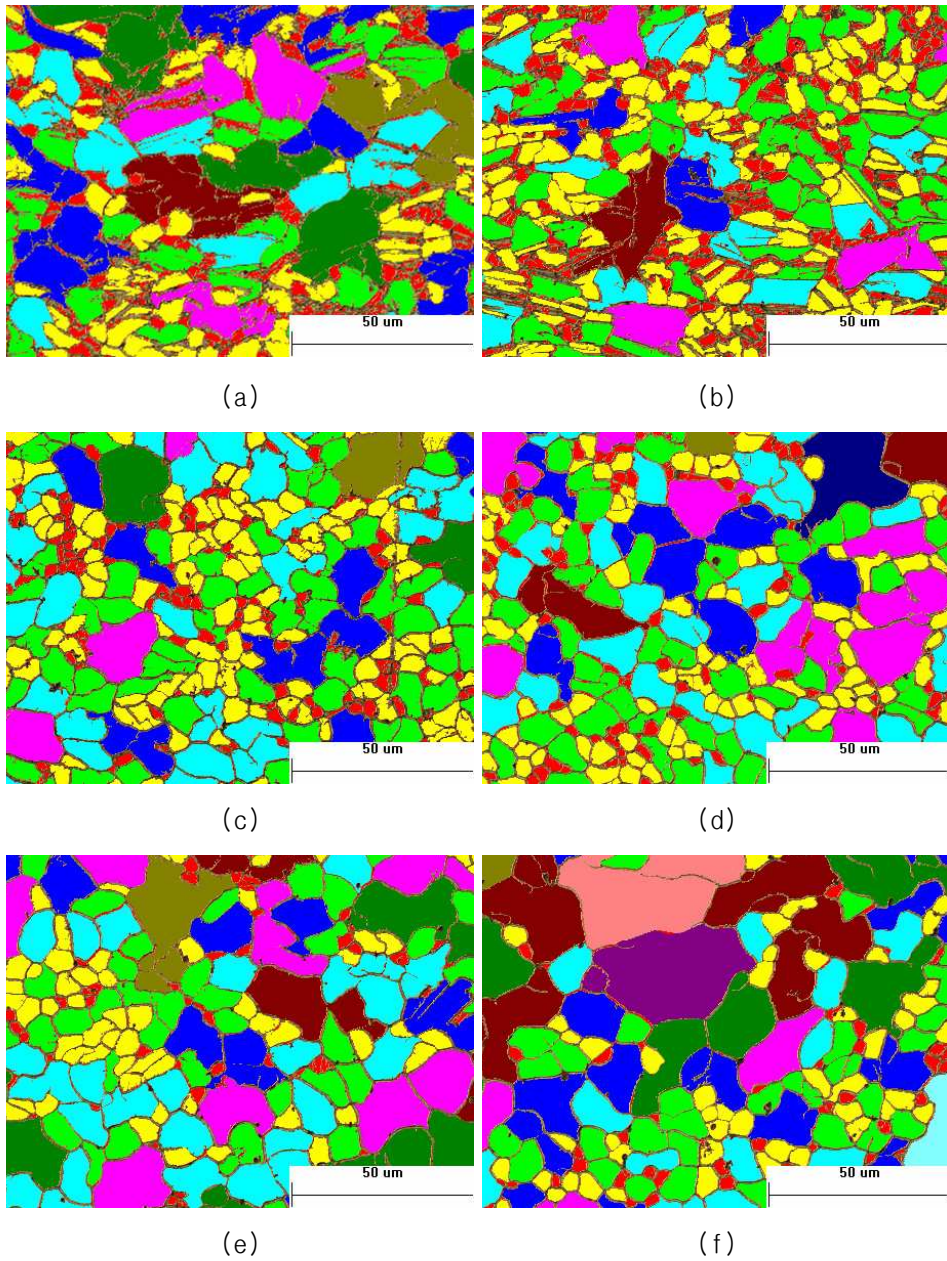


Fig. 4. 6. Optical Micrographs of AZ31B sheets hot-rolled at 320°C with annealing temperatures; (a) 150°C, (b) 200°C, (c) 250°C, (d) 300°C, (e) 350°C and (f) 400°C.

Fig. 4.7 ~ Fig. 4.10은 화상분석기를 이용하여 압연온도가 다른 열연판재의 어닐링 온도에 따른 평균 결정립 크기의 변화를 측정한 결과를 나타낸다.

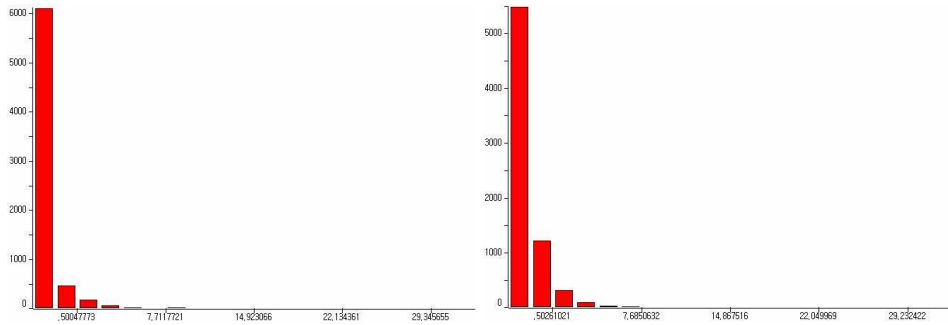
화상분석기를 이용하여 실제 미세조직을 정량 분석하는 경우, 결정립 및 결정립계는 명암차이에 의해 구분되기 때문에 과부식(Over etching)이 되는 경우 결정립계의 폭은 크게 나타나고 상대적으로 결정립의 크기는 작게 나타난다.

본 실험에서 가공 열처리된 AZ31B Mg의 경우에는 미세 결정립을 모두 나타내기 위하여 적정 부식보다 약간 과부식되어 평균 결정립 크기는 실제보다 상대적으로 작게 나타났으나 어닐링 조건에 따른 상대적 비교는 가능하였다.

열간압연온도가 130 °C인 시편의 평균 결정립 분포를 나타낸 Fig. 4.7를 보면 150 및 200 °C의 어닐링에 의해 1~2 μm 크기의 분포를 갖는 미세 결정립의 수는 조대한 크기의 결정립(> 5 μm)의 수에 비해 월등히 많게 나타났다. 이러한 이유는 150 및 200 °C의 어닐링에서는 재결정 초기단계로서 재결정된 미세한 결정립의 수가 많고 일부 변형된 결정립에서는 아직 재결정이 일어나지 않았기 때문이다. 그러나 어닐링 온도가 250 °C인 경우에는 일부 재결정된 결정립의 결정립 성장이 일어나 크기가 5 μm 이상인 결정립의 수가 증가함을 알 수 있다.

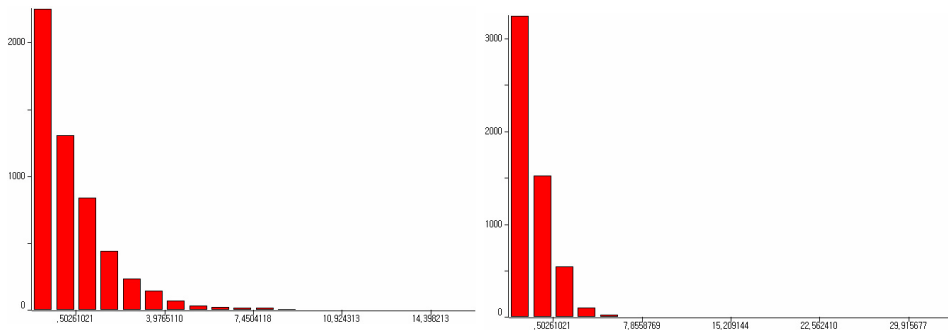
열간압연온도가 180 °C인 시편의 평균 결정립 분포를 나타낸 Fig. 4.8를 보면 130 °C에서 열간 압연한 경우와 유사한 경향을 나타내나 5 μm 이상의 조대한 결정립의 상대적인 비율은 300 °C어닐링에서 가장 크게 나타났다.

한편 열간 압연온도가 230 및 320 °C인 시편들의 어닐링 온도에 따른 결정립 크기 분포를 Fig. 4.9 및 Fig. 4.10에 나타낸다. 열간 압연온도가 낮은 Fig. 4.7 및 Fig. 4.8과는 다르게 이들 시편은 압연상태에서도 결정립 크기가 크기 때문에 동일한 어닐링 온도에서도 결정립의 크기는 더 크게 나타났다. 열간 압연온도가 230 °C인 시편의 경우 200 °C 어닐링에 의해 5 μm 이상의 조대한 결정립이 나타나기 시작하여 어닐링 온도가 상승하여 250 및 300 °C가 되면 결정립 크기가 10 μm 이상인 결정립도 일정 비율을 차지하고 있다. 열간 압연온도가 320 °C인 시편들의 어닐링 온도에 따른 결정립 크기의 분포를 나타낸 Fig. 4.10을 보면 200 °C 어닐링에 의해서도 결정립은 크게 성장하며 어닐링 온도 상승에 따라 결정립 크기가 10~20 μm 범위의 결정립이 큰 비율을 차지하고 있다.



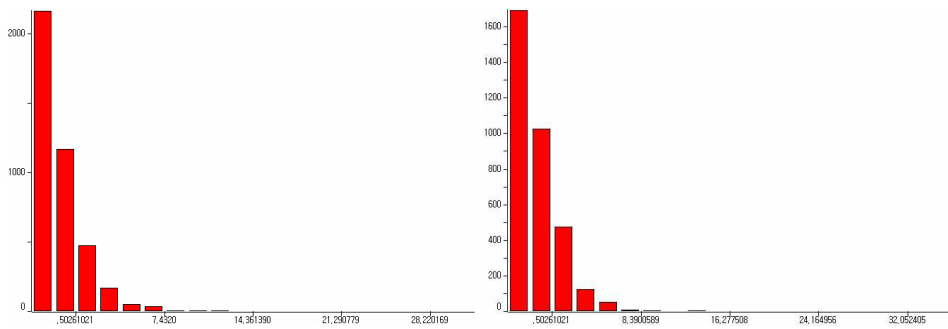
(a)

(b)



(c)

(d)



(e)

(f)

Fig. 4. 7. Change in grain size of AZ31B sheets hot-rolled at 130°C with annealing temperatures: (a) 150°C, (b) 200°C, (c) 250°C, (d) 300°C, (e) 350°C and (f) 400°C.

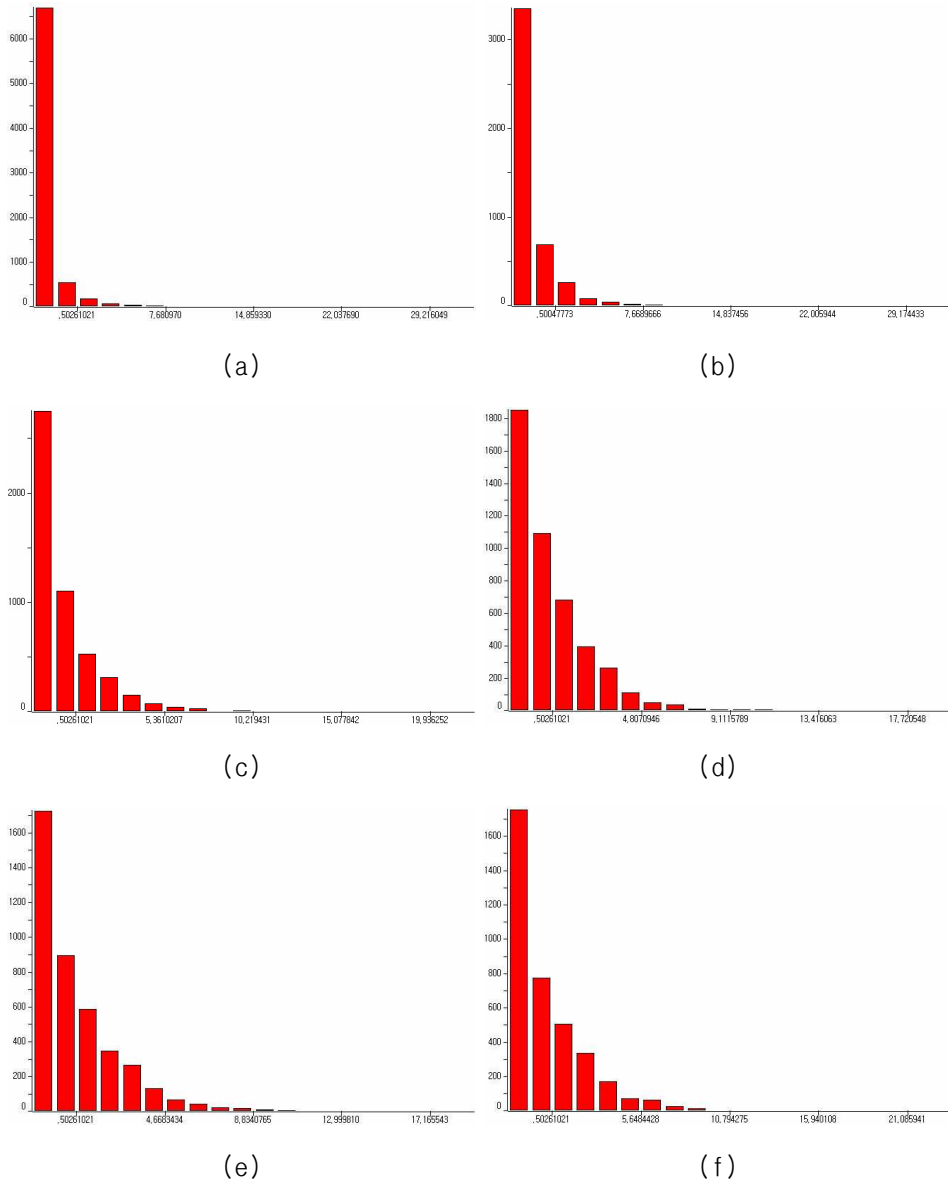


Fig. 4. 8. Change in grain size of AZ31B sheets hot-rolled at 180°C with annealing temperatures; (a) 150°C, (b) 200°C, (c) 250°C, (d) 300°C, (e) 350°C and (f) 400°C.

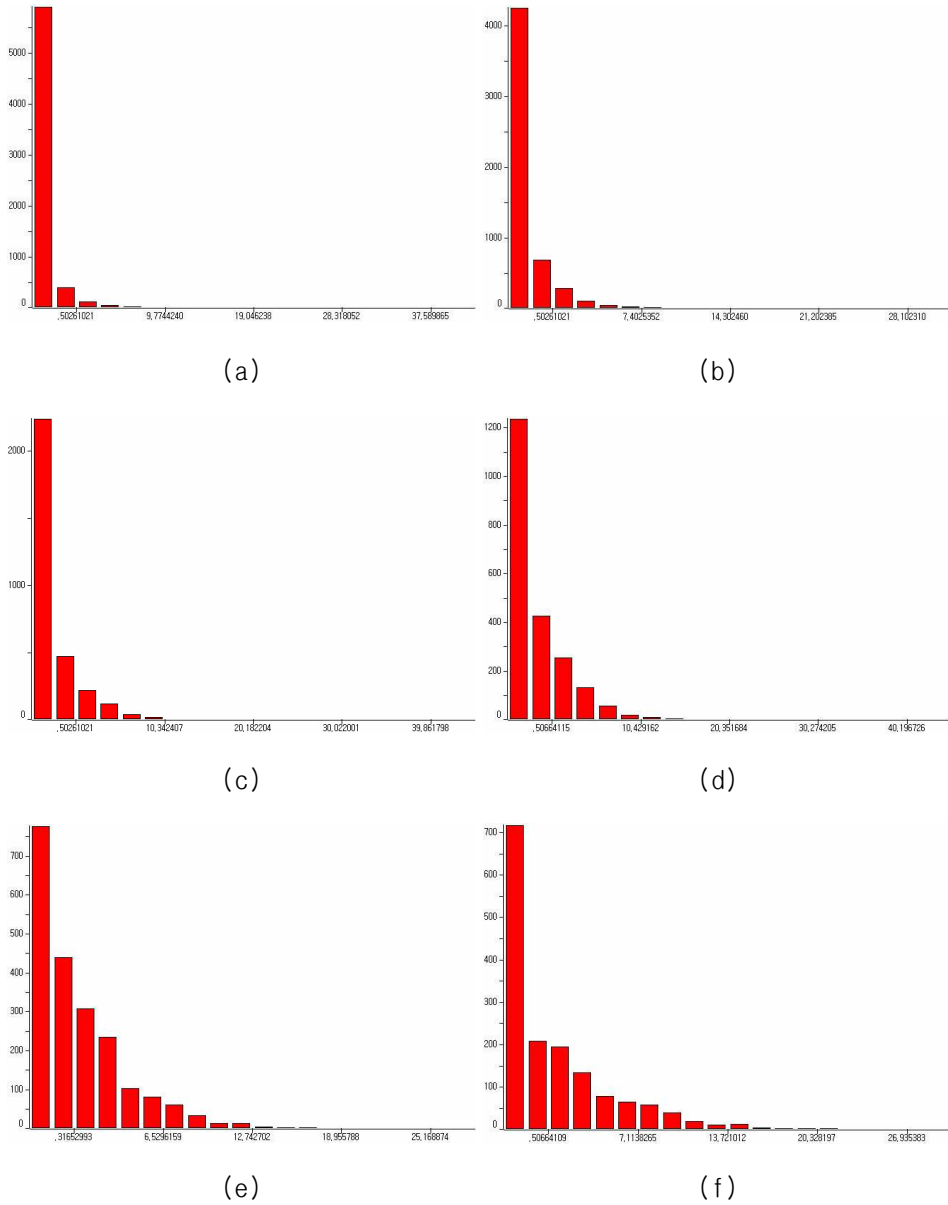
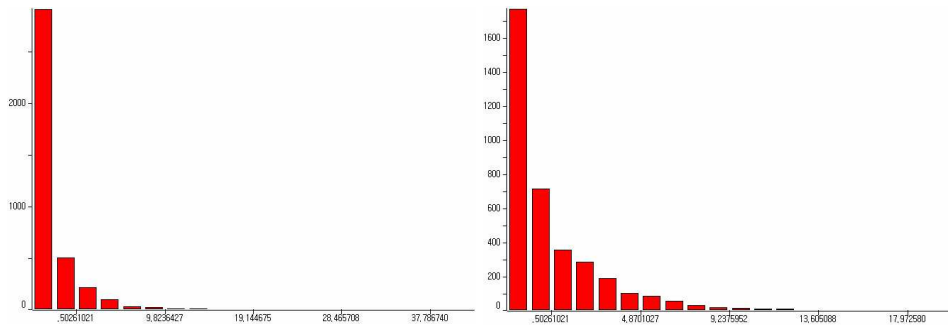
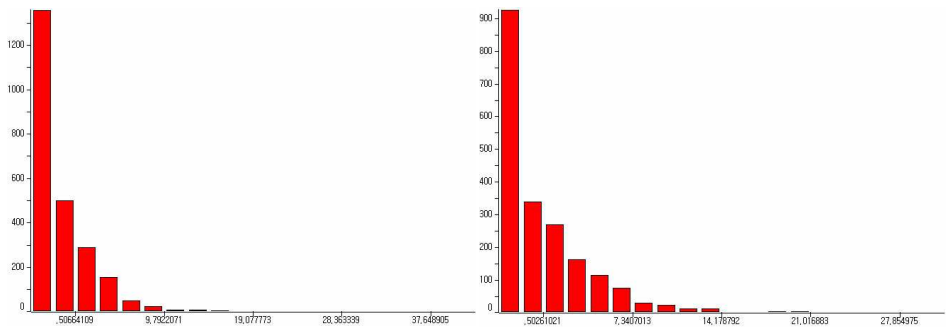


Fig. 4. 9. Change in grain size of AZ31B sheets hot-rolled at 230°C with annealing temperatures; (a) 150°C, (b) 200°C, (c) 250°C, (d) 300°C, (e) 350°C and (f) 400°C.



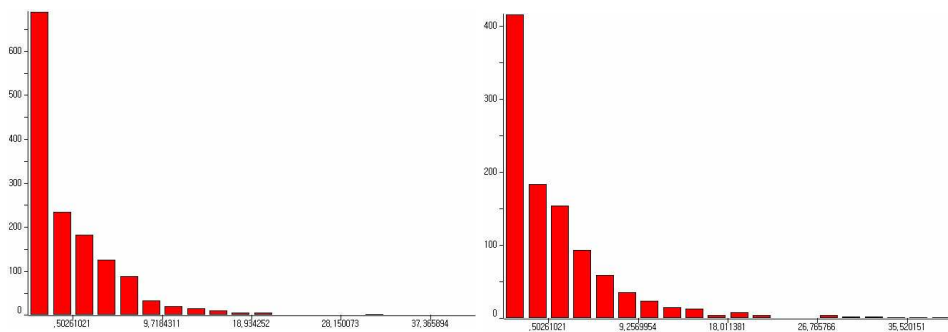
(a)

(b)



(c)

(d)



(e)

(f)

Fig. 4. 10. Change in grain size of AZ31B sheets hot-rolled at 320°C with annealing temperatures: (a) 150°C, (b) 200°C, (c) 250°C, (d) 300°C, (e) 350°C and (f) 400°C.

4. 1. 3 어닐링 온도에 따른 기계적 성질

가. 경도

열간압연 및 어닐링 온도가 다른 시편들의 비커어스 경도 변화는 Fig. 4.11과 같다.

열간압연 상태에서 열간압연 온도가 낮아질수록 비커어스 경도값은 증가하는 경향을 나타냈다. 즉 130 °C 열간압연의 경우 비커어스 경도값 HV=84.8이었으나 열간압연 온도가 상승함에 따라 비커어스 경도값은 저하하는 경향을 나타냈으며 열간압연 온도 320 °C에서는 비커어스 경도값 HV=76.3으로 감소하였다.

열간압연 온도에 따른 이러한 경도값의 변화는 열간압연 과정 중의 결정립의 변형, 내부결합의 도입 여부 및 도입되는 전위밀도 등이 다르기 때문이다. 즉 동일한 압하율 이더라도 열간압연 온도가 낮으면 결정립의 변형은 커지고 전위밀도가 크기 때문에 경도값은 높게 나타나나 열간압연 온도가 높아지면 이와 반대로 변형량이 작아지고 특히 변형된 결정립에서 열간압연 중 동적 재결정 일어나 경도값은 낮게 나타난다.

한편 어닐링 온도에 따른 경도값의 변화를 보면 모든 시편에서 어닐링 온도가 증가하면 비커어스 경도값은 저하하였다. 130 °C에서 열간 압연하여 150~400 °C 온도 범위에서 어닐링하면 비커어스 경도값은 어닐링 온도가 상승함에 따라 점차로 감소하는 경향을 나타냈다. 어닐링 온도에 따른 경도의 감소폭은 200 °C에서 가장 컸으며 이는 어닐링에 의해 변형된 결정립의 재결정이 일어났기 때문이다. 180 °C 및 230 °C에서 열간 압연한 시편들의 경우 역시 어닐링 온도의 상승에 의해 비커어스 경도값은 저하하나 경도값이 급격히 변하는 온도는 다르게 나타났다.

즉 180 °C 열연 판재의 경우에는 비커어스 경도값이 급격히 저하하는 어닐링 온도는 200 °C이었으며 230 °C 열연 판재의 경우에는 비커어스 경도값이 급격히 저하하는 어닐링 온도는 250 °C이었다. 이는 동일한 합금 판재에서도 열간압연 온도가 높아지면 즉 변형량이 작아지면 핵생성 자리가 감소하기 때문에 핵생성이 쉽지 않고 구동력이 낮아져서 더욱 높은 온도에서 재결정이 일어나기 때문이다^{41,44}).

한편 320 °C에서 열연한 판재의 경우에는 경도값의 변화는 비교적 완만하게 나타났다. 이는 경도값의 변화가 가공열처리에 따른 재결정에 의해 영향을 받는 것이

아니라 어닐링에 의한 변형된 결정립의 응력완화에 영향을 받기 때문이다.

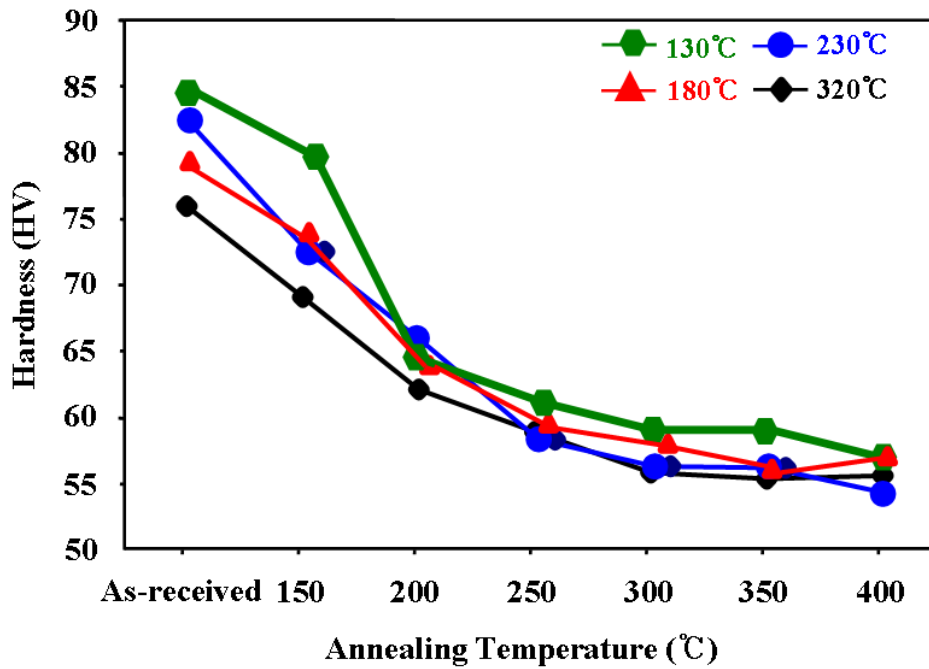


Fig. 4. 11. Change in Vickers hardness value of AZ31B sheets hot-rolled at 320°C with annealing temperatures.

나. 인장성질

Fig. 4.4 ~ Fig. 4.6과 같은 미세조직을 갖는 시편들을 상온에서 인장시험하여 응력-변형률 곡선을 구하였으며 그 결과를 Fig. 4.12 ~ Fig. 4.14에 나타낸다.

열간압연 온도가 180 °C인 시편의 경우 열간압연 상태에서 항복강도는 36.5 kgf/mm², 연신율은 6.1 %이었다. 그러나 열연 판재를 각각 200, 300 및 400 °C에서 어닐링하면 항복강도는 27.3, 23.1 및 21.6 kgf/mm²로 감소하였으며 연신율은 9.5, 21.7 및 17.8 %로 증가하였다.

230 °C 열연판재의 경우 역시 열연상태에서 항복강도 및 연신율은 각각 34.3 kgf/mm² 및 11.2 % 이었으나 어닐링 온도가 상승하면 항복강도는 상승하고 연신율은 증가하였다. 즉 어닐링 온도가 200, 300 및 400 °C로 증가하면 항복강도는 각각 23.2, 21.4 및 21.2 kgf/mm²로 감소하며 연신율은 18.2, 20.5 및 8.3 %를 나타냈다. 또한 열간압연 온도가 320 °C인 시편의 경우에도 열간압연상태에서 항복강도 및 연신율은 각각 38.2 kgf/mm² 및 10.6 %를 나타냈으나 200, 300 및 400 °C의 어닐링에 의해 항복강도는 각각 27.2, 24.1 및 23.6 kgf/mm²로 감소하였으며 연신율은 각각 16.8, 20.8 및 19.6 %를 나타냈다.

일반적으로 금속재료의 항복강도 및 연신율은 미세조직과 밀접한 관련이 있는 성질로서 상의 종류, 상분율, 결정립의 크기, 내부결함 및 집합조직 등에 의해 영향을 받는 것으로 알려져 있다. 본 실험에 사용된 AZ31B 합금은 hcp 단상이며 모든 인장시험용 시편들은 압연방향에 평행하게 제작하였기 때문에 인장성질의 변화는 주로 열연 후 어닐링에 따른 회복, 재결정 및 결정립 성장의 단계를 거친 결정립의 변형 및 크기에 영향을 받게 된다.

열간압연 온도에 따라 항복강도 및 연신율을 항복강도는 열간 압연온도가 낮으면 증가하는 경향을 보였으며 연신율은 감소하는 경향을 나타냈다. 열간압연 온도에 따른 이러한 항복강도 및 연신율의 변화는 열간압연 중의 도입된 변형량의 크기와 관련이 있는 것으로서 낮은 온도에서의 변형에 의해 전위 및 변형쌍정의 양이 많아지기 때문에 항복강도는 증가하고 연신율은 감소하게 된다.

한편 어닐링 온도에 따른 항복강도 및 연신율의 변화는 각각 다른 열간 압연온도에서 열간 압연하여 변형율이 다른 시편들의 재결정 거동 및 결정립 성장과 관련이 있다^{41,44,45}.

즉 어닐링에 의해 공급되는 열에너지는 재결정을 활성화시키는 역할을 하며 변형된 결정립의 재결정 및 결정립 성장 정도에 따라 인장성질은 다르게 나타난다. 열간압연 온도가 다른 시편을 동일한 온도에서 열간압연하더라도 Fig. 4.12 ~ Fig. 4.14에서와 같이 항복강도 및 연신율이 다른 이유는 열간압연 중에 도입된 변형량 및 재결정과 밀접한 관련이 있다. 각각 다른 온도에서 열간 압연된 시편을 동일한 온도인 200 °C에서 어닐링한 시편들의 인장특성을 비교하면 230 °C에서 압연한 시편에서 연신율이 가장 크게 나타났으며 300 °C 어닐링에서는 180 °C에서 압연한 시편에서 연신율이 가장 크게 나타났으며 이는 변형량과 어닐링 온도의 적절한 조합에 의한 재결정립의 생성에 기인한다.

한편 모든 시편에서 어닐링 온도가 400 °C로 상승하면 항복강도 및 연신율은 동시에 저하하였으며 이러한 이유는 Fig. 4.3 ~ Fig. 4.6의 미세조직 변화에 의해서 알 수 있듯이 결정립이 성장하여 조대한 결정립이 생성되기 때문이다.

Fig. 4.15 및 Fig. 4.16은 180 및 320 °C에서 열간압연하여 각각 다른 온도에서 어닐링한 시편들의 인장파면을 주사전자현미경으로 관찰한 사진을 나타낸다. 180 °C에서 열간압연한 후 200, 300 및 400 °C에서 어닐링하여 인장한 시편들의 파면사진을 나타낸 Fig. 4.15를 보면 열연상태에서 연성과파의 특징으로서 마이크로 보이드가 합체된 덩플들을 일부 관찰할 수 있었으나 소성변형의 흔적은 크게 나타나지 않았다. 어닐링 온도가 상승하면 덩플의 크기는 감소하였고 파단면 전체에서 인장에 의해 균일한 소성변형이 일어났으나 400 °C에서 어닐링한 경우 조대한 결정립에서 입계 파단의 흔적이 관찰되었다.

또한 320 °C에서 열간 압연한 시편의 경우 열연상태에서는 역시 소성변형 흔적은 많지 않았으며 취성파단의 양상을 나타냈다. 그러나 200 및 300 °C 어닐링에 의해 재결정이 일어나 미세한 결정립을 갖는 시편에서는 미세한 덩플들이 고르게 분포되어 있음을 알 수 있었으며 300 °C 어닐링의 경우에는 연성 파단면의 특징을 잘 나타내고 있다. 그러나 400 °C 어닐링에 의해 조대한 결정립을 갖는 경우에는 입계파단이 일어남을 알 수 있다.

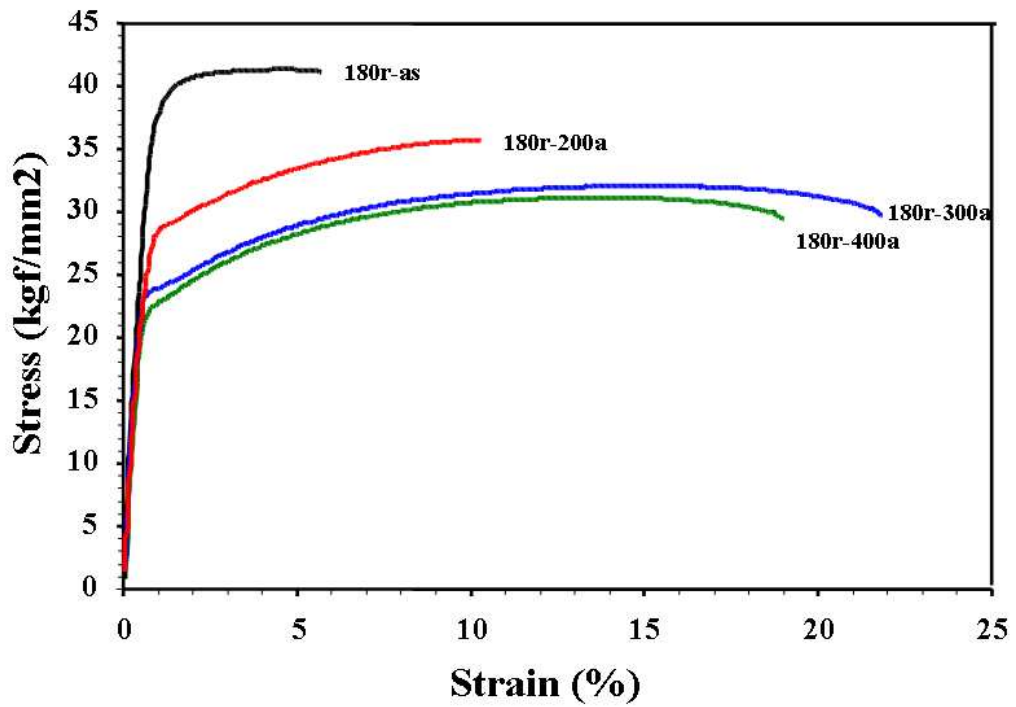


Fig. 4. 12. Stress-strain curves of AZ31B sheets hot-rolled at 180°C with annealing temperatures.

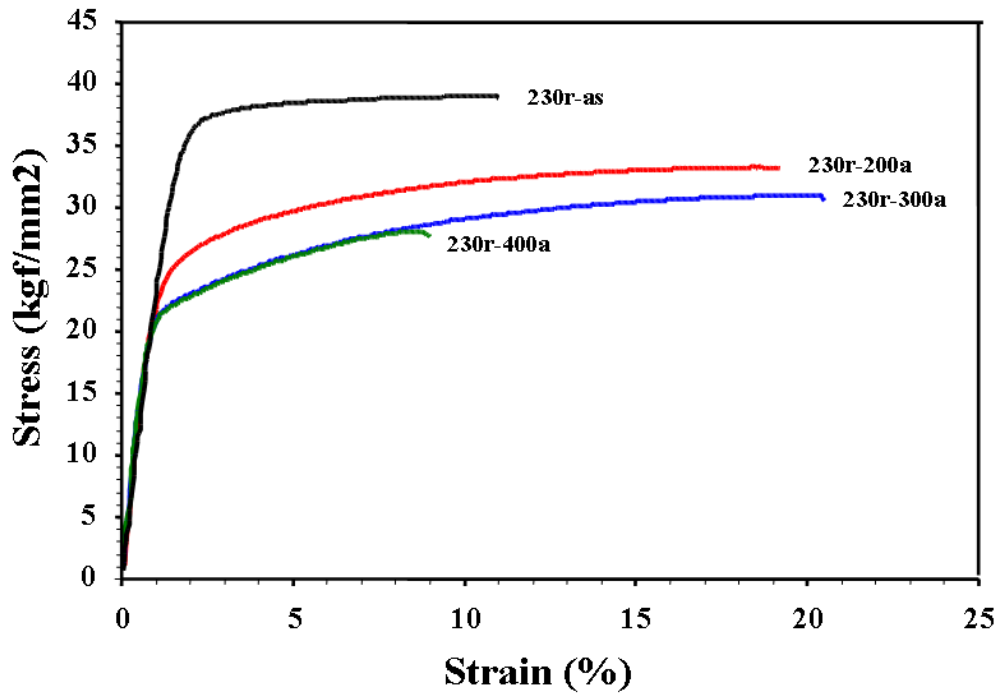


Fig. 4. 13. Stress-strain curves of AZ31B sheets hot-rolled at 230°C with annealing temperatures.

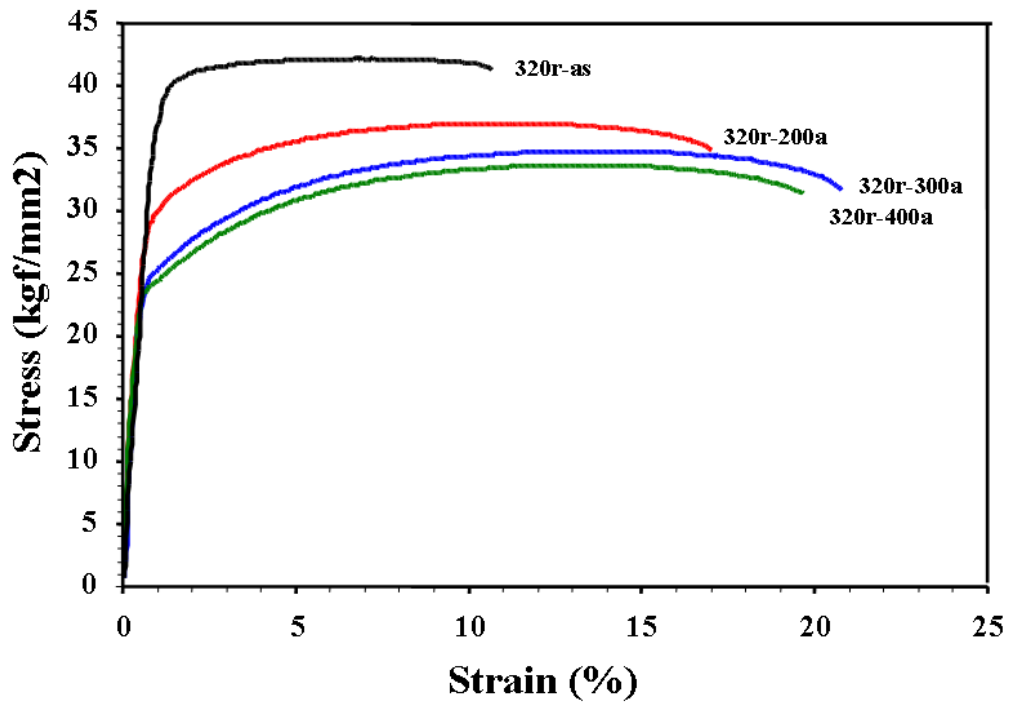


Fig. 4. 14. Stress-strain curves of AZ31B sheets hot-rolled at 320°C with annealing temperatures.

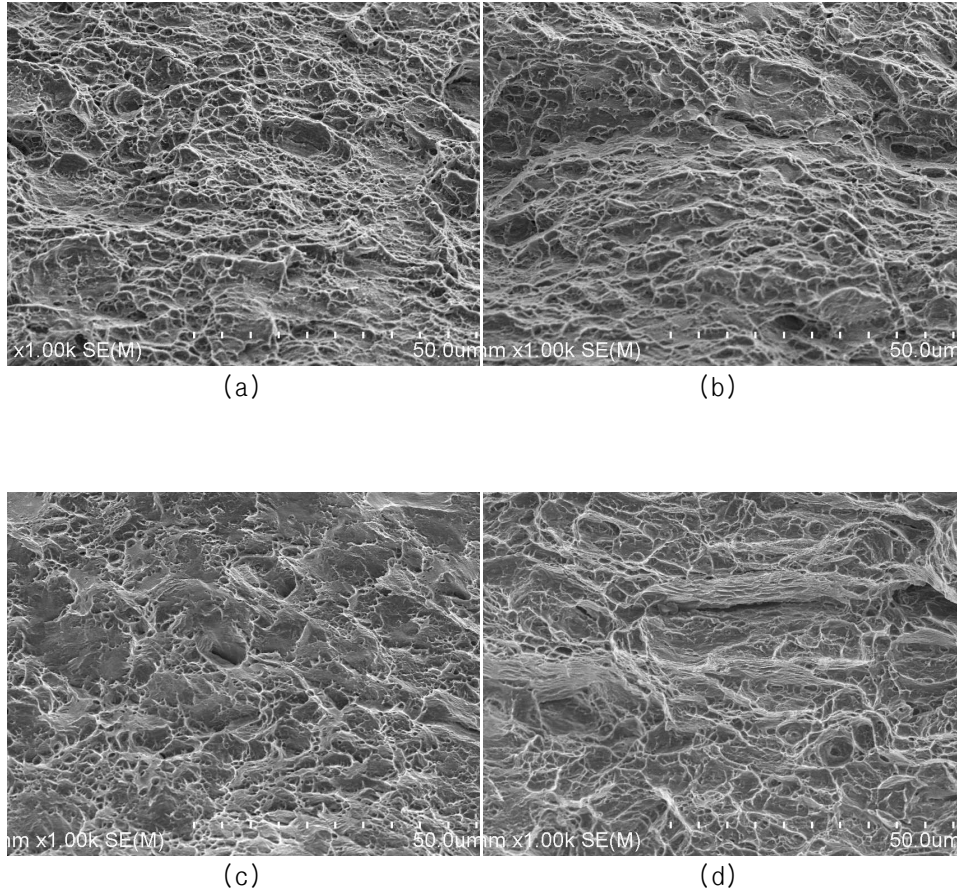


Fig. 4. 15. Fractographs showing tensile fracture surface of AZ31B sheets hot-rolled at 180°C with annealing temperatures; (a) as-rolled, (b) 200°C, (c) 300°C and (d) 400°C.

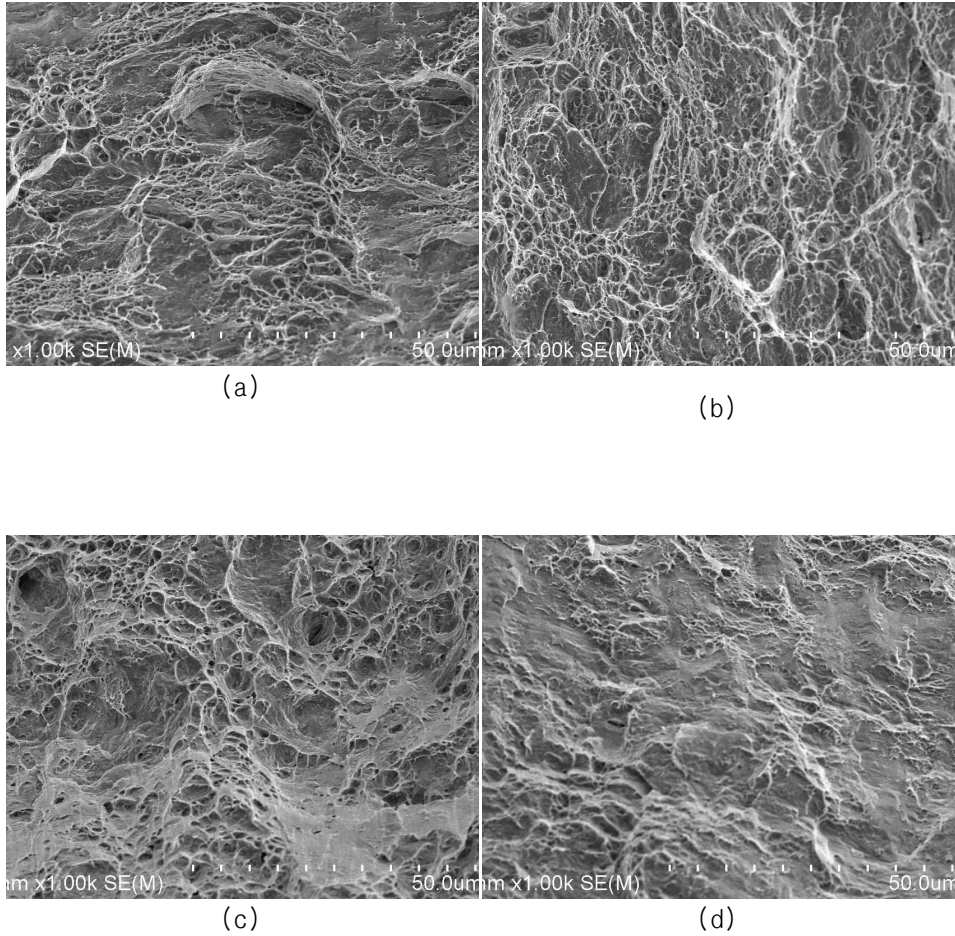


Fig. 4. 16. Fractographs showing tensile fracture surface of AZ31B sheets hot-rolled at 320°C with annealing temperatures; (a) as-rolled, (b) 200°C, (c) 300°C and (d) 400°C.

4. 2 AZ31B 합금의 ECAT_D 가공에 따른 집합조직

4. 2. 1 ECAT_D 가공

ECA(Equal Channel Angular) 공정(ECAE, ECAP 및 ECAT_D 등)은 순금속 또는 합금에 큰 변형량을 줄 수 있는 가공방법으로서 결정립을 미세화 시키거나 통상적인 가공방법에 의해서는 얻을 수 없는 미세조직을 얻을 수 있는 독특한 방법이다^{27-35,46-48}. 즉 입구측과 출구측의 단면적이 동일하며 경사진 통로를 갖는 몰드를 이용하여 시편을 단순 전단변형시킴으로써 미세 결정립을 얻거나 성형에 유리한 집합조직을 형성시킬 수 있다.

본 실험에서는 Fig. 3.3과 같은 몰드를 이용하여 열간압연 판재를 소정의 온도에서 전단변형시켜 미세조직 및 집합조직의 변화를 조사하고자 몰드에 고정된 시편의 온도 및 인출속도 등을 변수로 하여 변형하였다.

Fig. 4.17은 예비실험결과로서 인출속도를 20 mm/min으로 일정하게 하고 몰드 및 판재의 온도를 210~290 °C로 변화시켜 인출한 시편들의 사진을 나타낸다. 전체적으로 몰드 및 판재의 온도가 높으면 인출 초기에는 판재의 일정부분이 인출되다가 시편의 파단이 일어났다.

이와 같이 보다 더 높은 온도에서 판재의 인출이 불가능한 이유는 몰드 굴곡부의 마찰력이 판재의 항복강도보다 높아서 판재가 몰드의 굴곡부를 통과하지 못하고 고온에서 판재가 연신되기 때문이다. 그러나 인출온도가 낮으면 즉 판재의 가열 온도가 낮으면 판재의 항복강도는 증가하기 때문에 판재는 연신되기보다는 몰드의 굴곡부를 통과하게 된다.

한편 ECAT_D 중 몰드의 온도, 입구측 시편온도 및 출구측의 시편온도를 실시간으로 측정된 결과에 의하면 몰드의 온도가 일정하더라도 판재의 인출속도에 따라 입구측과 출구측에서 판재의 온도가 다르게 나타났으며 이와 같은 판재 온도의 불균일은 ECAT_D 가공 중에 판재의 파단 원인이 되었다. 따라서 ECAT_D 중 판재의 온도를 균일하게 하기 위하여 세라믹 섬유 보온재를 이용하여 몰드, 입구측 및 출구측 판재의 온도가 동일하도록 하였다.

Fig. 4.18은 판재의 가열온도 및 인출속도 등을 변화시켜 ECAT_D 가공한 판재의 외관을 나타낸다. 판재의 가열온도를 200 ℃로 일정하게 하고 10, 20 및 40 mm/min

의 인출속도로 ECAT_D 가공한 판재들의 외관은 Fig. 4.18의 (a), (b) 및 (c)와 같다.

인출속도에 따라 판재의 폭 및 길이에는 큰 변화는 없었으나 대체적으로 인출속도가 커지면 국부적으로 판재의 연신이 일어나 ECAT_D 가공 후 판재의 길이는 약간 커지는 경향을 나타냈다. 또한 ECAT_D 가공 중 몰드의 굴곡부와 판재 표면과의 마찰에 의해 변형된 흔적들로서 판재 표면에는 인출방향으로 평행한 띠들이 관찰되었다.

한편 인출속도를 20 mm/min으로 일정하게 하고 판재의 가열온도 250 및 300 ℃에서 ECAT_D 가공한 판재들의 외관은 Fig. 4.18의 (d) 및 (e)와 같다.

판재의 가열온도가 250 및 300 ℃로 상승함에 따라 판재의 길이가 늘어나는 것으로 보아 ECAT_D 가공에 의한 전단변형이외에 인장에 의한 시편의 연신이 포함된 것으로 판단된다. 이미 언급한바와 같이 ECAT_D 가공시 판재의 온도가 불균일하거나 또는 판재의 온도가 너무 높아서 몰드 굴곡부의 마찰력보다 판재의 항복강도가 낮으면 판재의 인장에 의해 시편의 연신이 일어나게 된다.

몰드 굴곡부는 각도 $\theta = 115^\circ$, 폭 $t = 1.8$ mm로서 두께가 1.6 mm인 판재가 인장변형에 의해 ECAT_D 변형될 때에는 판재와 몰드의 굴곡부에서는 큰 마찰력이 작용하게 되며 이러한 마찰력이 판재의 항복강도보다 작을 때에는 ECAT_D 변형이 가능하게 된다.

그러나 판재와 몰드 굴곡부와의 마찰력은 몰드의 온도 즉 판재의 온도가 높을수록 Mg 합금의 점성이 증가하게 되고 이에 따라 마찰력은 커질 것으로 판단된다. 또한 판재는 몰드의 온도가 상승하면 열활성화 과정인 슬립이 보다 더 쉽게 일어나기 때문에 항복강도는 감소하게 되므로 판재와 몰드 굴곡부와의 마찰력을 이기지 못하여 ECAT_D 변형에 의한 순수 전단변형이 일어나지 않고 판재의 연신이 일어나게 된다.



Fig. 4. 17. Shape of the sheet ECAT_D-deformed at different temperature; (a) 240°C, 20mm/min, (b) 260°C, 20mm/min, (c) 270°C, 20mm/min and (d) 290°C, 20mm/min.



Fig. 4. 18. Shape of the sheet $ECAT_D$ -deformed at different temperature; (a) $200^{\circ}C$, $10mm/min$, (b) $200^{\circ}C$, $20mm/min$, (c) $200^{\circ}C$, $40mm/min$, (d) $250^{\circ}C$, $20mm/min$ and (e) $300^{\circ}C$, $20mm/min$.

4. 2. 2 ECAT_D 가공 및 어닐링온도에 따른 미세조직

가. 인출속도에 따른 미세조직

ECAT_D 가공 전 어닐링에 따른 미세조직의 변화를 조사하기 위하여 열간압연 온도 및 압하율이 동일한 판재를 150~400 °C 온도구간에서 각각 30분간 어닐링하였으며 그 결과는 Fig. 4.19과 같다.

어닐링 온도가 150 °C인 판재의 미세조직을 보면 열간압연에 의해 변형된 결정립은 아직 재결정이 일어나지 않았으며 변형 쌍정 역시 그대로 남아 있는 상태이다. 어닐링 온도가 200 및 250 °C로 상승하면 변형 쌍정은 소멸되며 일부 변형 결정립에서 재결정립을 관찰할 수가 있었다. 그러나 어닐링 온도가 300 °C 이상으로 상승하면 재결정과 동시에 결정립 성장이 일어났으며 이 때 평균 결정립 크기는 약 10 μm 내외였다.

한편 Fig. 4.20~Fig. 4.22는 어닐링 온도에 따라 Fig. 4.19과 같은 미세조직을 나타내는 판재를 몰드 온도 200 °C에서 인출속도를 각각 10, 20 및 40 mm/min로 변화시켜 ECAT_D 가공한 후 150~400 °C 온도구간에서 각각 30분간 어닐링한 미세조직 사진을 나타낸다.

몰드 온도를 200 °C로 일정하게 하고 인출속도를 10, 20 및 40 mm/min로 변화시켜 ECAT_D 가공한 Fig. 4.20~Fig. 4.22의 (a)를 각각 비교하면 인출속도가 증가함에 따라 결정립이 연신되는 정도는 더욱 크게 나타났으며 결정립 내에 변형 쌍정의 양은 증가하는 경향을 나타냈다. 이와 같이 인출속도가 증가함에 따라 결정립이 연신되는 정도가 크고 변형쌍정의 양이 많은 이유는 인출속도의 증가에 의해 몰드의 굴곡부에서 마찰력이 증가함과 동시에 순수 전단 변형량이 커지기 때문이다.

한편 Fig. 4.20~Fig. 4.22의 (a)와 같이 ECAT_D 가공한 판재들을 각각 150~400 °C에서 어닐링하였을 때의 미세조직 변화를 비교하면 다음과 같다.

인출속도 10 mm/min에서 ECAT_D 가공한 경우 150~200 °C 온도범위의 어닐링에서 2~3 μm 이하의 재결정립을 관찰할 수 있었다. 그러나 어닐링 온도가 250 °C 이상이 되면 변형된 결정립, 재결정립 그리고 성장된 결정립이 혼재된 미세조직을

나타냈으며 특히 300 °C의 경우 변형된 결정립 경계에서 핵생성되어 재결정립이 진행되는 결정립들이 관찰되었다.

인출속도 20 mm/min에서 ECAT_D 가공하여 150 ~ 400 °C에서 어닐링한 판재의 미세조직을 Fig. 4.21에 나타냈다. 인출속도 10 mm/min에서 ECAT_D 가공한 후 어닐링하여 미세조직을 나타낸 Fig. 4.20과 비교하면 인출속도의 증가에 의해 더 많은 변형이 도입되며 어닐링시 재결정 온도가 저하함을 알 수 있다.

즉 인출속도가 20 mm/min인 판재의 경우 150°C 어닐링에서는 일부 미세한 재결정립이 관찰되기는 하나 전체적으로 등축립에서 벗어난 변형된 결정립들이 관찰되었으며 어닐링 온도가 200 °C가 되면 변형된 결정립의 체적분율은 감소하고 3 μm 이하의 평균 결정립 크기를 갖는 재결정립들이 생성되었다. 그러나 어닐링 온도가 250 및 300 °C에서는 결정입계의 변형이 심한 변형된 결정립들이 관찰되었으며 350 및 400 °C에서는 재결정 및 결정립 성장이 일어났다.

한편 Fig. 4.22는 인출속도 40 mm/min에서 ECAT_D 가공하여 150 ~ 400 °C에서 어닐링한 판재의 미세조직을 나타낸다.

판재의 인출속도가 40 mm/min인 ECAT_D 가공한 경우에는 인출속도가 낮은 경우에 비해 더 큰 순수 전단변형이 판재에 작용하여 Fig. 4.22에서와 같이 결정립은 심하게 변형되었으며 변형에 의한 결정립 내의 쌍정은 많이 나타났다. 또한 어닐링한 판재의 미세조직을 보면 인출속도 40 mm/min에서 ECAT_D 가공 후 어닐링한 판재의 경우 인출속도 10 및 20 mm/min에서 동일한 처리를 한 판재들에 비해 재결정온도는 250 °C로 낮게 나타났으며 재결정립 후 평균 결정립의 크기 역시 5 μm으로 미세하였다.

일반적으로 변형된 결정립에서 재결정핵의 생성장소는 결정립계 및 쌍정경계 등과 같은 결함으로서 이러한 결함들의 수가 많으면 가공열처리에 의해 미세한 재결정립의 생성은 용이하고 재결정온도는 저하하는 것으로 보고되고 있다.

인출속도가 40 mm/min인 ECAT_D 가공하여 어닐링한 판재에서 상대적으로 재결정온도가 저하하고 미세 결정립이 얻어지는 이유는 빠른 인출속도에 의해 보다 더 많은 변형이 도입되었기 때문이다.

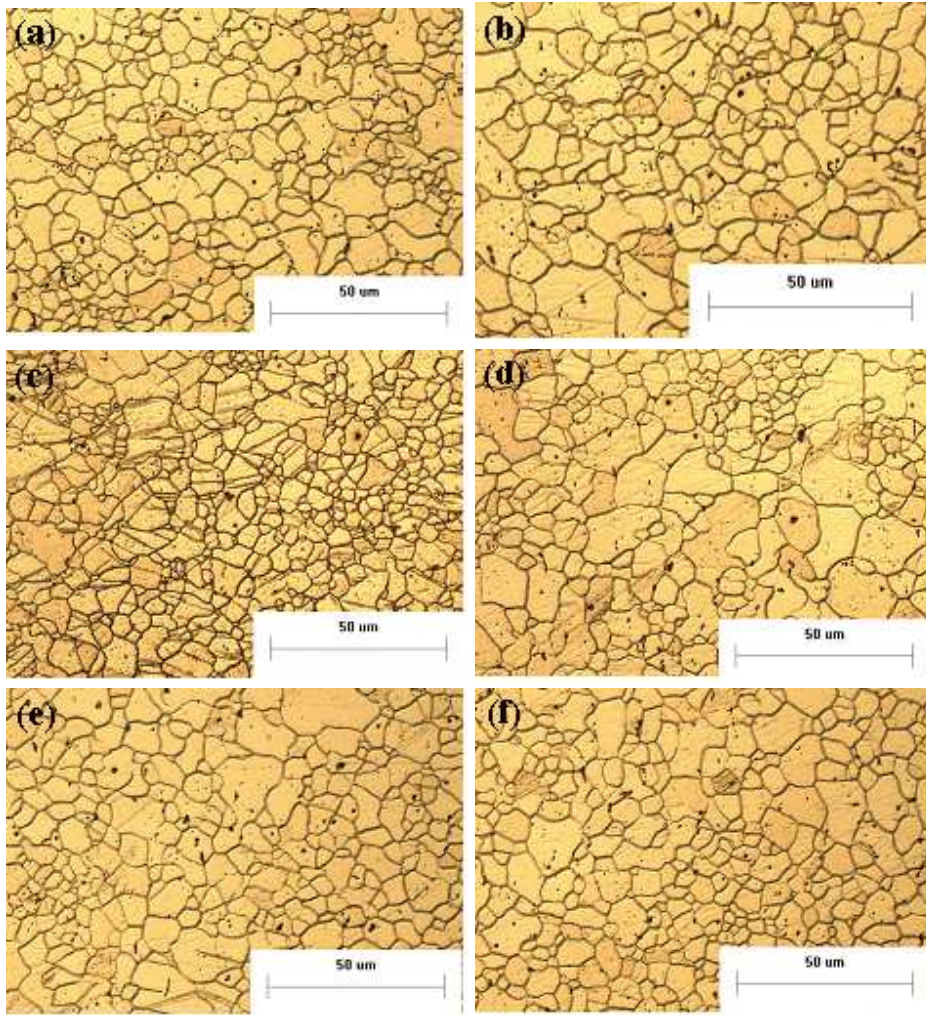


Fig. 4. 19. Optical micrographs of hot-rolled sheet with annealing temperature; (a) 150°C, (b) 200°C, (c) 250°C, (d) 300°C, (e) 350°C and (d) 400°C.

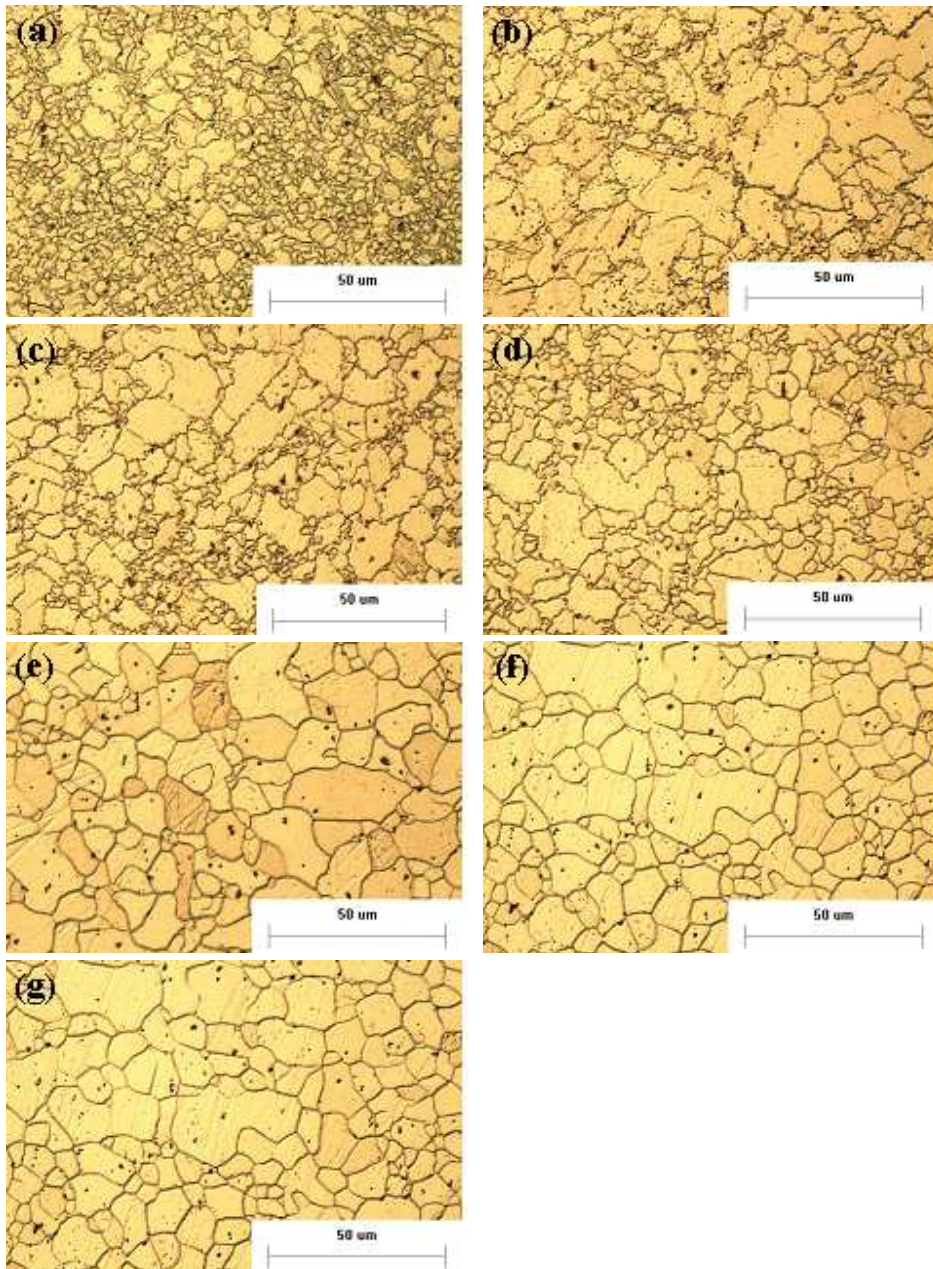


Fig. 4. 20. Optical micrographs of the sheet ECAT_D(200°C, 10mm/min) with annealing temperature; (a) as-ECAT_D, (b) 150°C, (c) 200°C, (d) 250°C, (e) 300°C, (f) 350°C and (g) 400°C.

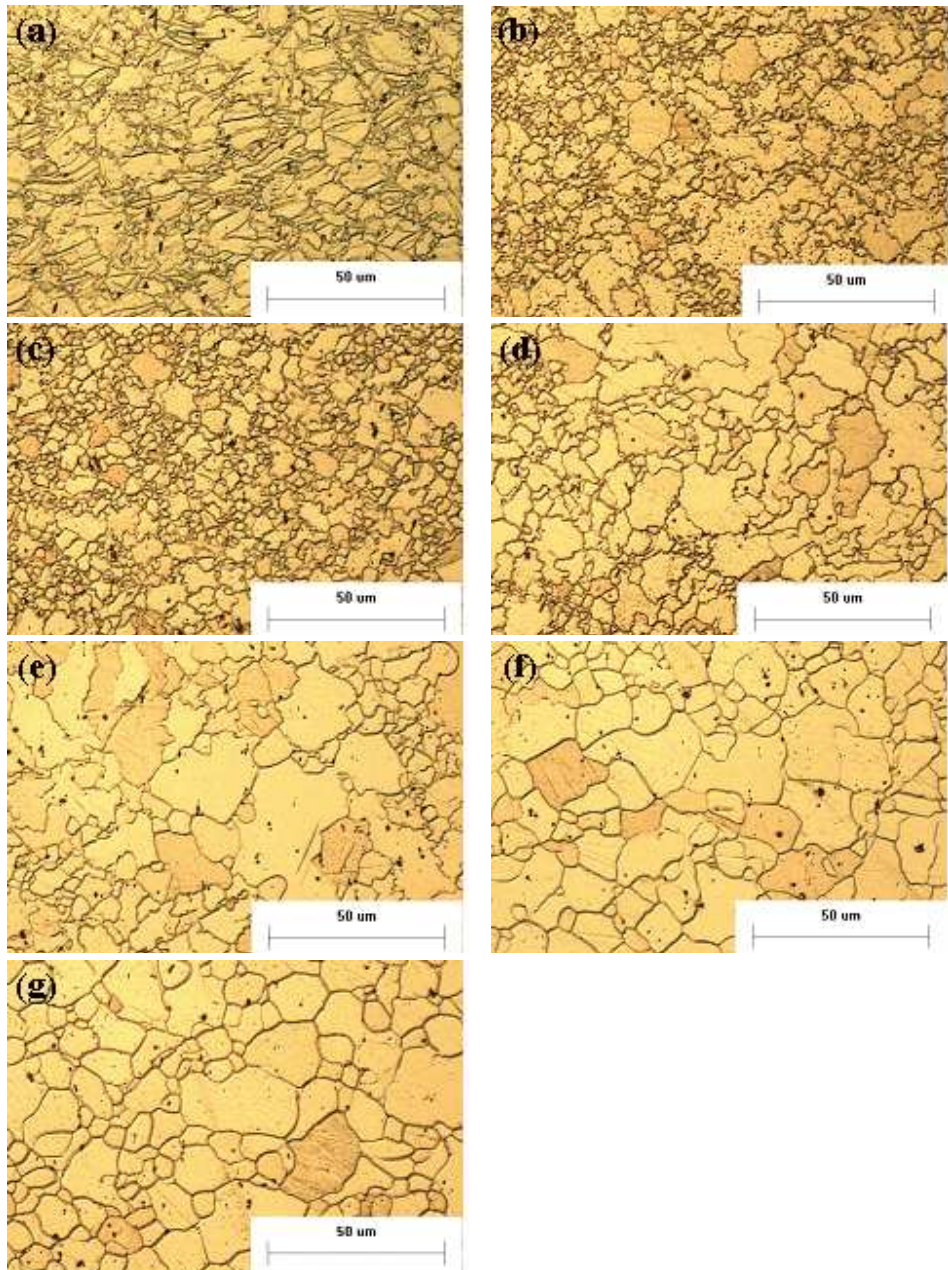


Fig. 4. 21. Optical micrographs of the sheet ECAT_D(200°C, 20mm/min) with annealing temperature; (a) as-ECAT_D, (b) 150°C, (c) 200°C, (d) 250°C, (e) 300°C, (f) 350°C and (g) 400°C.

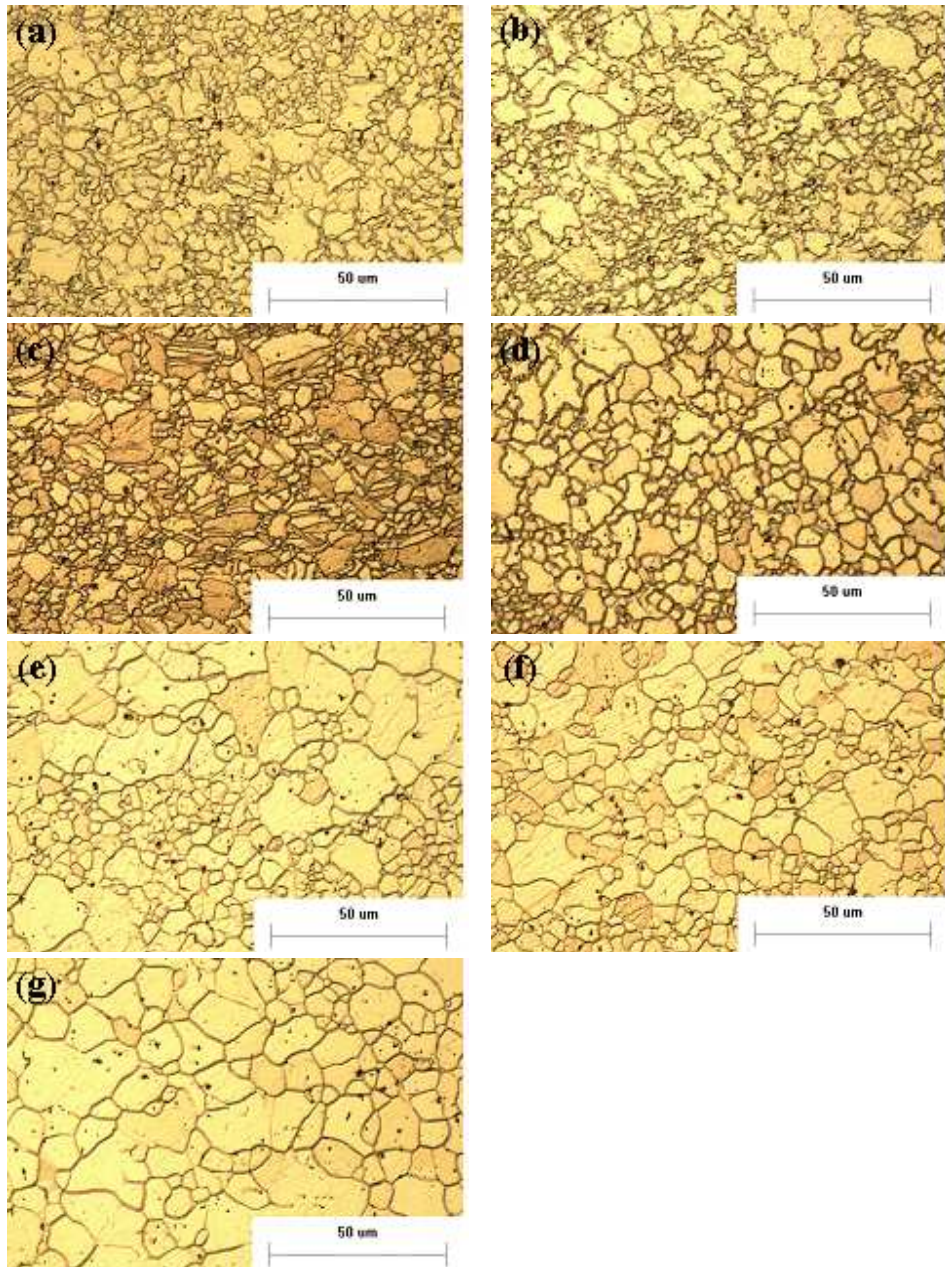


Fig. 4. 22. Optical micrographs of the sheet ECAT_D(200°C, 40mm/min) with annealing temperature; (a) as-ECAT_D, (b) 150°C, (c) 200°C, (d) 250°C, (e) 300°C, (f) 350°C and (g) 400°C.

나. 인출온도에 따른 미세조직

Fig. 4.23 및 Fig. 4.24는 인출속도를 20 mm/min으로 동일하게 하고 몰드의 온도를 각각 250 및 300 °C로 유지하여 ECAT_D 가공한 후 어닐링한 판재들의 미세조직을 나타낸다.

인출속도를 20 mm/min, 몰드 온도 250 및 300 °C에서 ECAT_D 가공한 판재들의 미세조직을 나타낸 Fig. 4.23 및 Fig. 4.24의 (a)를 보면 동일한 인출속도로 200 °C로 ECAT_D 가공한 판재에 비해 변형량은 작은 것으로 관찰되었다. 이와 같이 인출속도가 동일하더라도 ECAT_D 가공온도가 높아지면 가동슬립의 구동이 쉽게 되어 판재가 전단변형 되더라도 변형이 시편에 축적되지 않기 때문이다.

한편 인출속도를 20 mm/min, 몰드 온도 250 °C에서 ECAT_D 가공하여 어닐링한 판재들의 미세조직을 나타낸 Fig. 4.23을 보면 어닐링 온도가 150 및 200 °C로 상승하면 일부 재결정이 일어나는 것으로 관찰되었으며 250 °C 어닐링에서 재결정은 거의 완료되는 것으로 나타났다. 그러나 어닐링 온도가 300 °C 이상이 되면 결정립 성장이 일어났으나 결정립 성장속도는 낮은 온도에서 ECAT_D 가공하여 어닐링한 판재들에 비해 큰 것으로 나타났다.

판재들의 미세조직을 나타낸 Fig. 4.23을 보면 어닐링 온도에 따라 미세조직은 큰 변화를 나타내지 않음을 알 수 있다.

다른 상변태와 마찬가지로 재결정 역시 재결정 핵의 생성 및 성장으로 설명할 수 있다. 재결정 핵의 생성 장소는 결정입계, 상경계, 쌍정, 변형띠 및 자유표면 등을 들 수 있으며 이러한 핵 생성 장소는 일반적으로 변형이 크거나 전위밀도가 큰 구역으로서 결정방위가 현저하게 변하는 구역으로 특징지을 수 있다^{40,41)}. 또한 재결정립의 성장속도는 재결정립의 표면적, 축적에너지의 차 및 표면에너지 등에 의해 영향을 받는다.

ECAT_D 가공온도가 300 °C인 Fig. 4.24의 미세조직 사진을 보면 Fig. 4.24의 (a)와 같이 ECAT_D 가공에 의해 변형량은 크지 않았으며 어닐링 온도 150 및 200 °C에서도 재결정립은 생성되지 않았다. 그러나 어닐링온도가 250 °C 이상에서는 일부 재결정이 일어나는 것으로 관찰되나 결정립 성장속도는 변형온도가 낮은 200 및 250 °C의 경우보다 작은 것으로 나타났다.

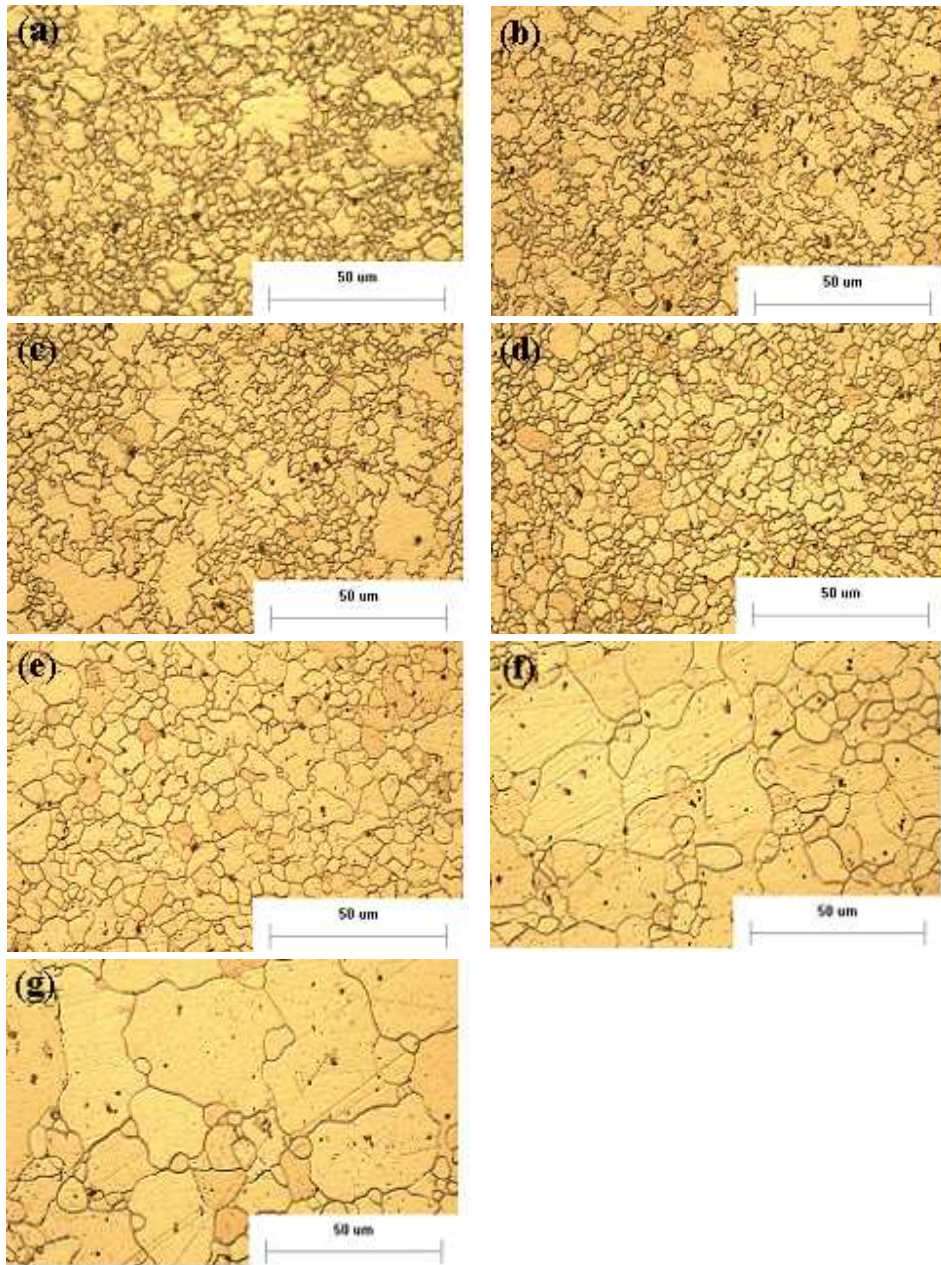


Fig. 4. 23. Optical micrographs of the sheet ECAT_D(250°C, 20mm/min) with annealing temperature; (a) as-ECAT_D, (b) 150°C, (c) 200°C, (d) 250°C, (e) 300°C, (f) 350°C and (g) 400°C.

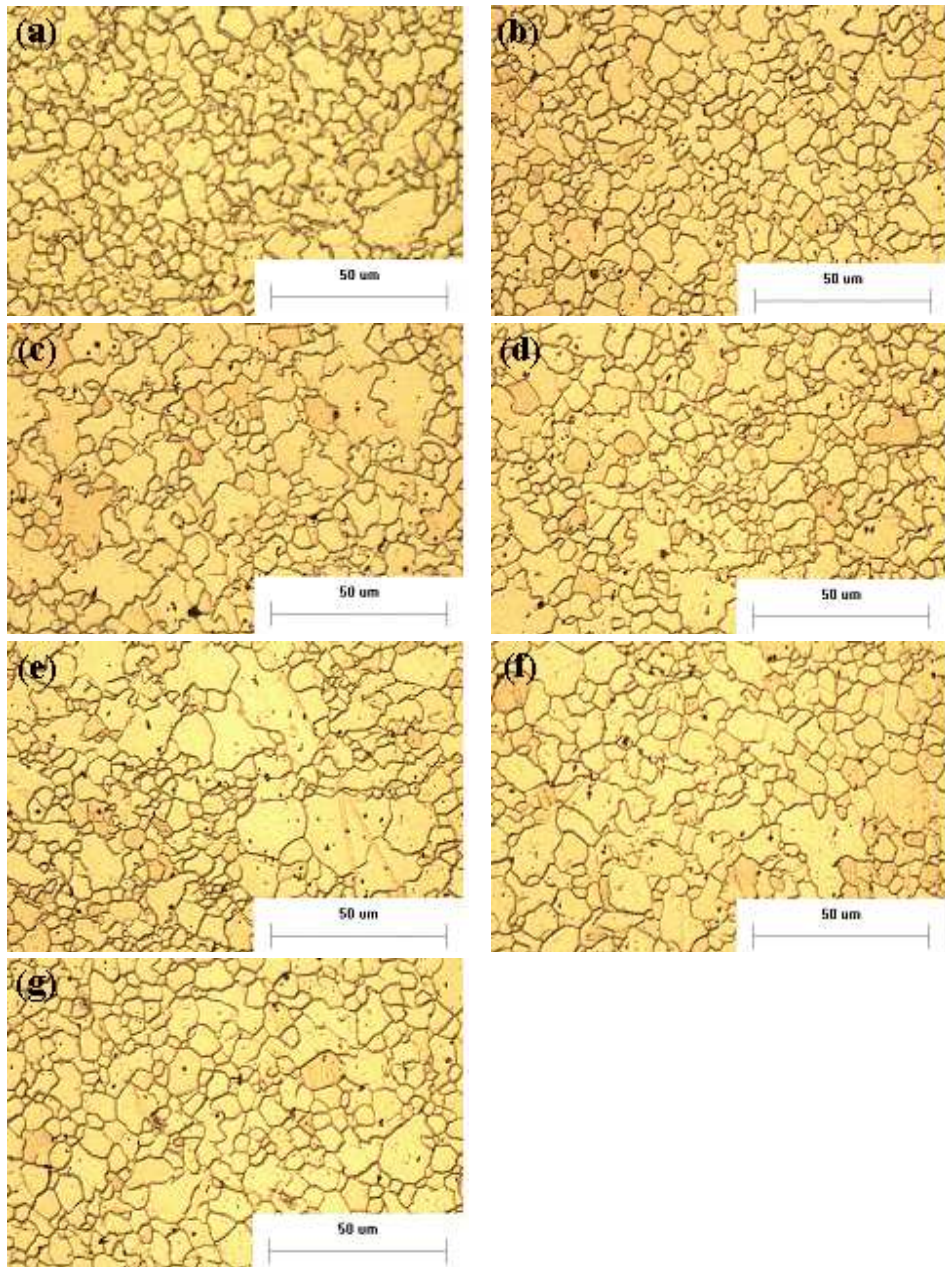


Fig. 4. 24. Optical micrographs of the sheet ECAT_D(300°C, 20mm/min) with annealing temperature; (a) as-ECAT_D, (b) 150°C, (c) 200°C, (d) 250°C, (e) 300°C, (f) 350°C and (g) 400°C.

4. 2. 3 ECAT_D 가공 및 어닐링온도에 따른 집합조직

가. 열간압연에 의한 집합조직 발달

다결정 금속이 인발, 압출 및 압연 등의 외부변형을 받게 되면 변형 중의 결정의 회전에 의해 변형축에 특정한 결정면 또는 방향이 나타나며 이러한 결정학적 우선방위를 갖는 조직을 섬유조직 또는 집합조직이라 한다⁴⁹⁾.

또한 이러한 집합조직은 변형후 재결정에 의해 다른 형태의 섬유조직 또는 집합조직으로 나타나기도 하며 이를 재결정 섬유조직 또는 집합조직이라 한다.

Hcp 결정구조{00·1}를 갖는 금속의 경우에는 압연시 금속의 종류에 따라 {00·1} <11·0> 또는 {00·1} ± 27~30°, <10·0> 등의 압연집합조직을 갖는 것으로 보고되고 있다. 즉 Mg의 경우 {00·1}<11·0> 그리고 Ti, Zr, Ti합금 및 Zn 등은 {00·1} ± 27~30°, <10·0> 압연집합조직을 나타낸다.

AZ31 합금의 열간 압연온도 및 어닐링 온도 등에 따른 집합조직의 변화를 조사하기 위하여 Schultz 반사법에 의해 {00·1} 및 {10·0}면의 극점도를 측정하였으며 그 결과는 Fig. 4.25~Fig. 4.30과 같다.

열간 압연온도가 130 °C인 판재의 경우 TD축에 대하여 15°내외의 기울기를 갖는 {00·1} 저면집합조직이 발달하였으며 열간 압연온도가 180 및 320 °C로 상승함에 따라 이러한 {00·1}면의 기울기는 감소하는 경향을 나타냈다.

열간 압연온도가 각각 다른 판재의 집합조직을 어닐링 온도에 따라 비교하면 어닐링온도가 200 및 300 °C로 증가함에 따라 {00·1}면의 기울기는 증가하는 경향을 보였으며 이와 같이 {00·1}면의 기울기가 증가하는 경향은 열간 압연온도가 낮은 판재에서 더 크게 나타났다.

한편 각통면인 {10·0}면은 열간 압연온도가 낮거나 어닐링 온도가 낮은 경우 강한 집합조직이 형성되는 것으로 나타났다. 즉 130 °C에서 열간 압연한 경우 $\theta = 78.9$, $\phi = 58.9$, $\theta = 78.9$, $\phi = -121.1$, $\theta = -78.9$, $\phi = -58.9$ 및 $\theta = -78.9$, $\phi = -121.1$ 에서 강도가 큰 {10·0}면의 극점들이 관찰되었다.

그러나 열간압연온도가 180 및 320 °C로 상승하거나 동일한 열간 압연온도라 하더라도 어닐링 온도가 상승하면 {10·0}면의 극점의 강도는 감소하였다. Fig. 4.31은 hcp결정의 {00·1}면에 대한 표준투상을 나타낸다. Fig. 4.31에서 압연면

즉 ND방향에 수직으로 {00·1}면이 존재하면 {00·1}면과 90°인 {11·0}면들은 표준투상의 원호에 60°간격으로 나타나게 된다.

그러나 Fig. 4.32와 같이 RD//[0,1̄,0]일 때는 외부변형에 의해 {00·1}면이 TD방향으로 회전하게 되면 Fig. 4.32와 같이 4개의 {11·0}면들의 극점이 표준투상의 안쪽에 각각 위치하게 되며 표준투상 내에서 {11·0}면들의 극점의 위치는 TD방향으로의 {00·1}면의 기울기에 따라 변하게 된다. 또한 RD//[1,2̄,0]일 때에는 {11·0}면들은 표준투상의 원호에 60°간격으로 나타나게 되나 RD//[0,1̄,0]인 경우와 비교하면 Fig. 4.33과 같이 원호상에서의 {11·0}면들은 30° 회전하게 된다.

따라서 Fig. 4.33 같이 {11·0}면들이 30°회전한 경우에는 {00·1}면이 TD방향으로 회전하게 되면 표준투상 내에는 6개의 {11·0}면들에 대한 극점들이 각각 나타나게 된다.

이러한 결과를 AZ31B 합금의 열간압연온도 및 어닐링온도에 따른 집합조직의 발달을 조사하기 위하여 {00·1} 및 {10·0}면의 극점도를 측정한 Fig. 4.25와 Fig. 4.26 ~ Fig. 4.27의 표준투상의 비교하면 AZ31B 합금의 경우 열간압연에 의해 발달된 집합조직의 주방위는 {00·1} ± 10 ~ 15°, <10·0> 임을 알 수 있다.

Hcp 금속에서 압연에 따라 나타나는 압연집합조직은 (1) {00·1} 극점이 ND로부터 축대칭으로 퍼져 나가는 형태, (2) {00·1} 극점이 ND에서 가공방향(RD)으로 10 ~ 25°정도 벗어나 이중 극점을 형성하는 형태 그리고 (3) {00·1} 극점이 TD방향으로 대략 20 ~ 40° 정도 벗어나 이중 극점을 형성하는 형태로 구분된다.

이들 중에서 Mg 또는 Mg 합금의 경우에는 {00·1} 기저면이 압연면에 수직인 형태로서 가동 슬립계가 극히 제한되기 때문에 이중 극점을 형성하는 경우보다 가공성이 낮은 것으로 알려져 있다.

그러나 본 연구에서는 Fig. 4.32에서와 같이 압연 집합조직의 주방위는 {00·1} <10·0>로 나타났으며 더욱 {00·1}극점이 TD방향으로 대략 10 ~ 20° 정도 벗어나고 이중 극점을 형성하는 집합조직을 나타냈다.

특히 {00·1}극점이 TD방향으로 이중 극점을 형성하는 집합조직은 열간압연온도가 낮거나 어닐링온도가 높으면 극점의 강도가 증가하는 것으로 나타났으며 이러한 실험 결과는 적절한 열간압연온도 및 어닐링 온도의 조합에 의해 결정립 미세화와 함께 성형성에 유리한 집합조직의 발달에 의해 성형성을 개선시킬 수 있음을 의미한다.

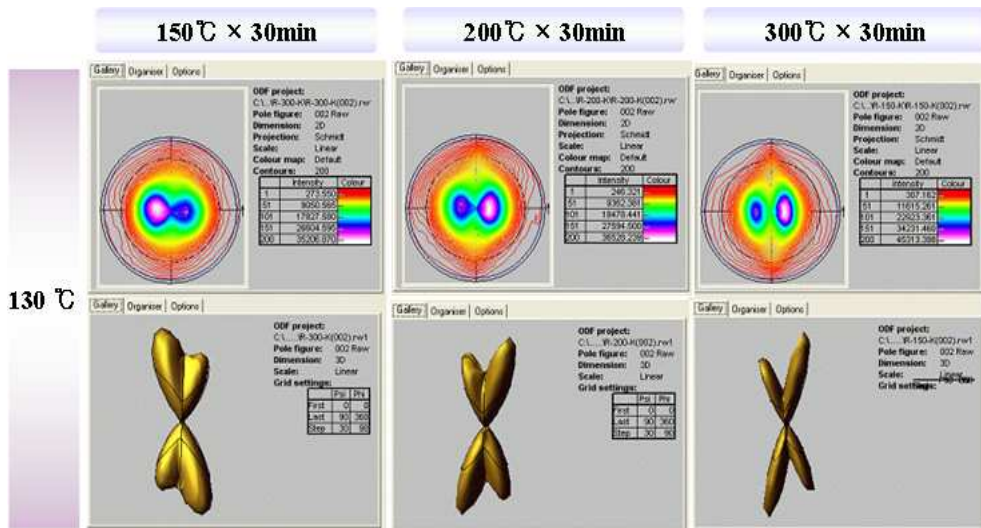


Fig. 4. 25. (00·1) pole figures for annealing texture of the sheet hot-rolled at 130°C with annealing temperature.

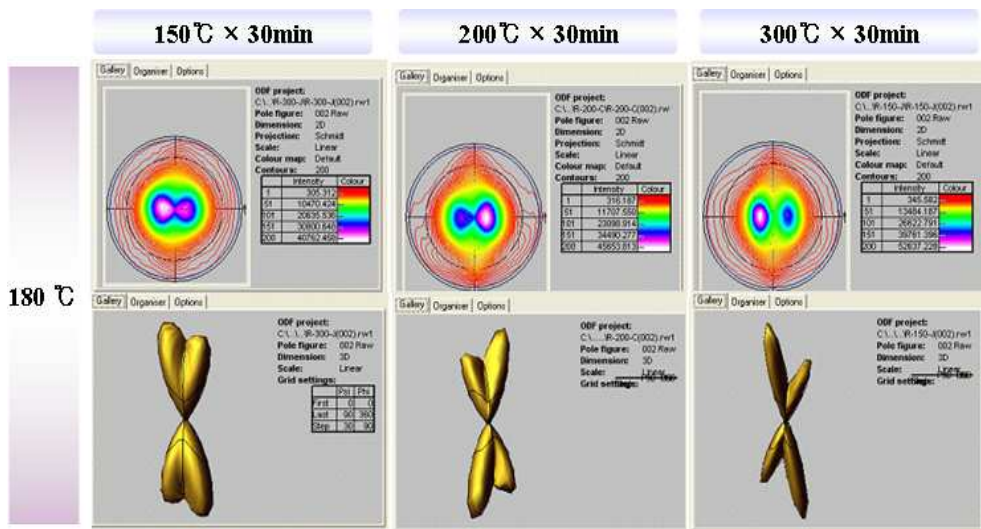


Fig. 4. 26. (001) pole figures for annealing texture of the sheet hot-rolled at 180°C with annealing temperature.

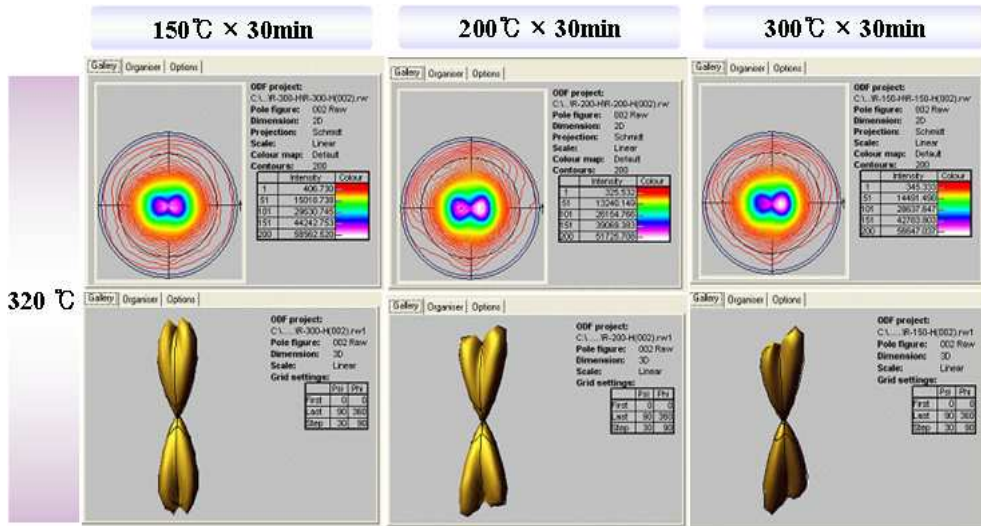


Fig. 4. 27. (001) pole figures for annealing texture of the sheet hot-rolled at 320°C with annealing temperature.

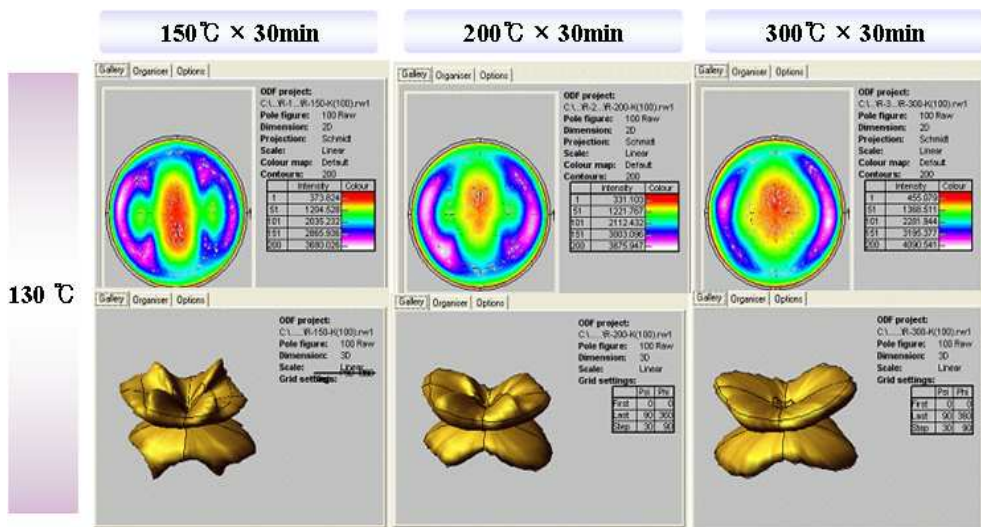


Fig. 4. 28. (10-0) pole figures for annealing texture of the sheet hot-rolled at 130 °C with annealing temperature.

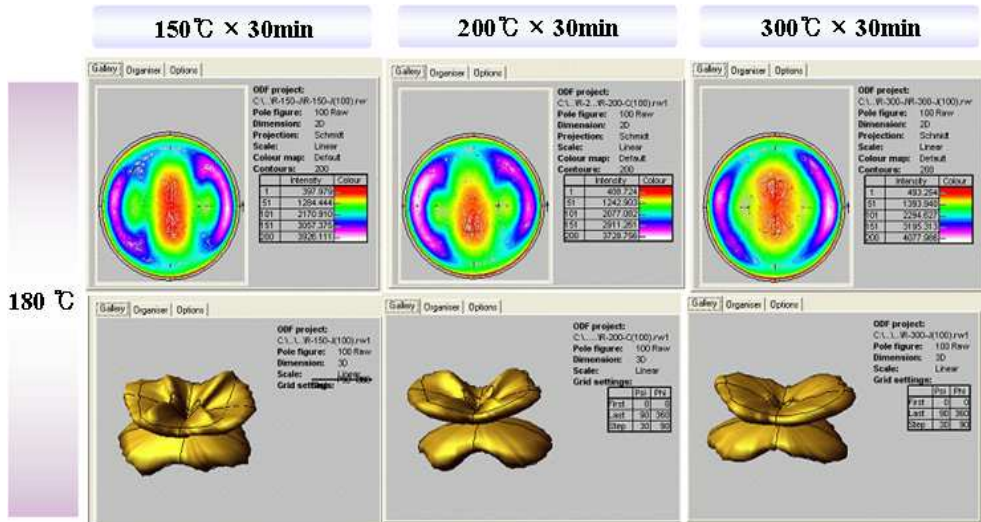


Fig. 4. 29. (100) pole figures for annealing texture of the sheet hot-rolled at 180°C with annealing temperature.

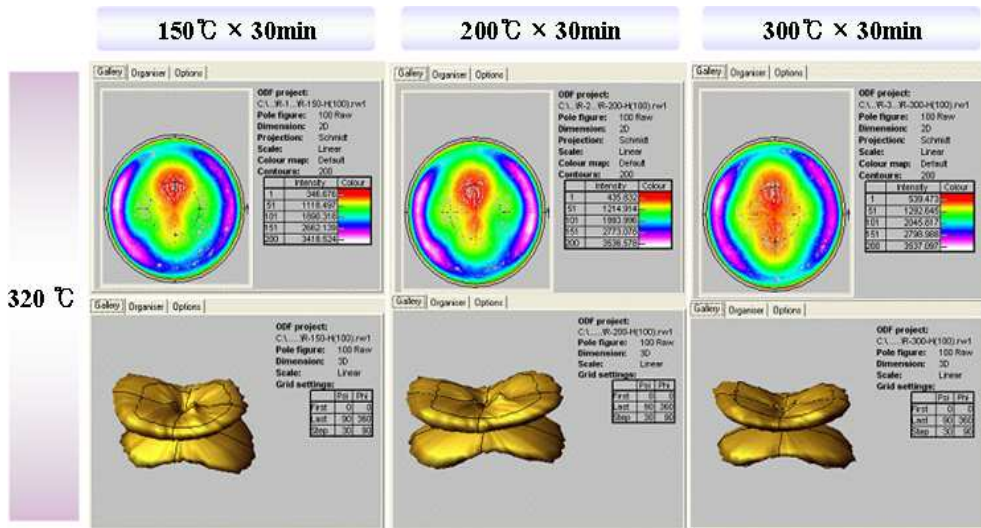


Fig. 4. 30. (10-0) pole figures for annealing texture of the sheet hot-rolled at 320°C with annealing temperature.

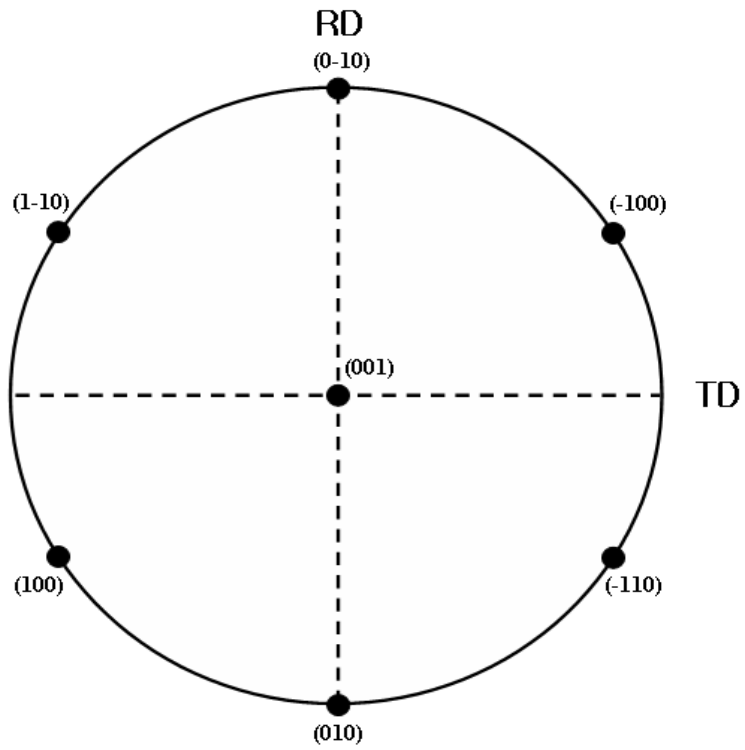


Fig. 4. 31. (00·1) stereographic projection being normal to ND of pure Mg.

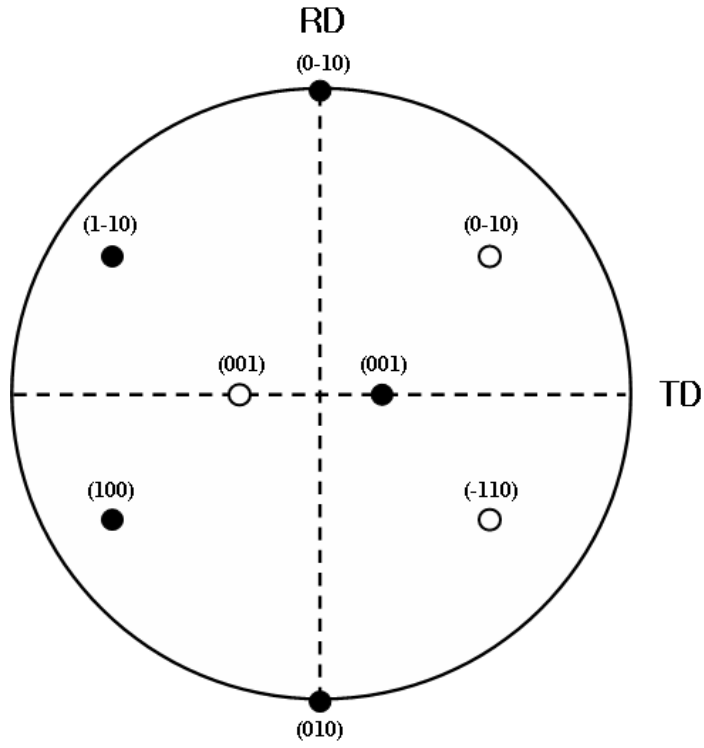


Fig. 4. 32. (00·1) stereographic projection being inclined to TD of pure Mg.

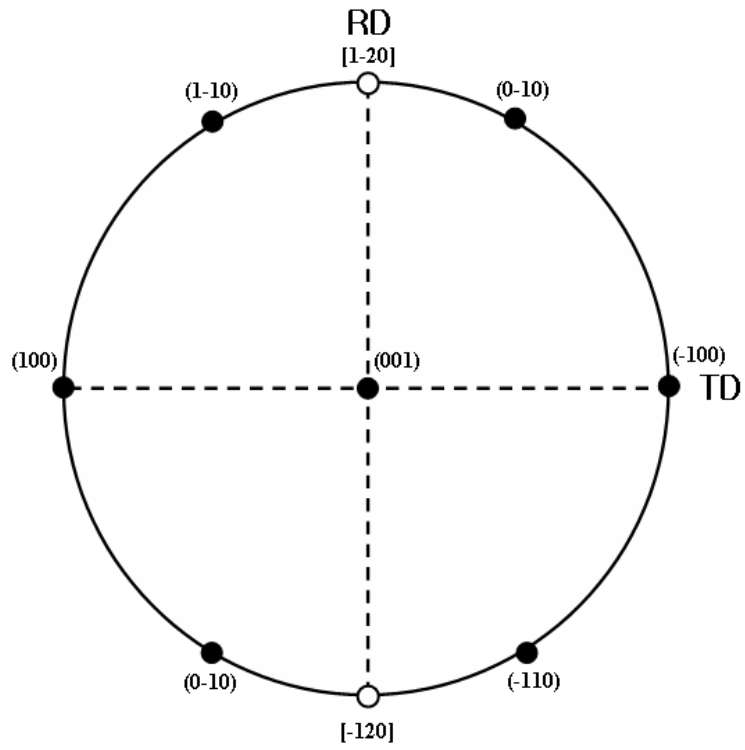


Fig. 4. 33. $(00\cdot1)$ stereographic projection being normal to ND of pure Mg.

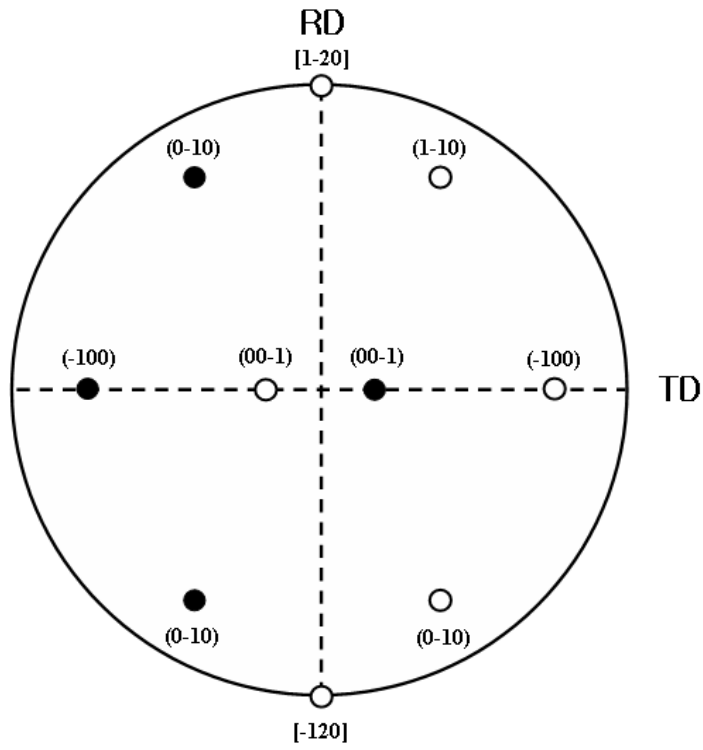


Fig. 4. 34. (00-1) stereographic projection inclined to TD of pure Mg.

나. ECAT_D 가공에 의한 집합조직의 발달

Fig. 4.35는 인출속도 및 몰드의 온도를 변화시켜 ECAT_D 가공한 판재들의 {00·1} 및 {10·0}면의 극점도를 나타낸다.

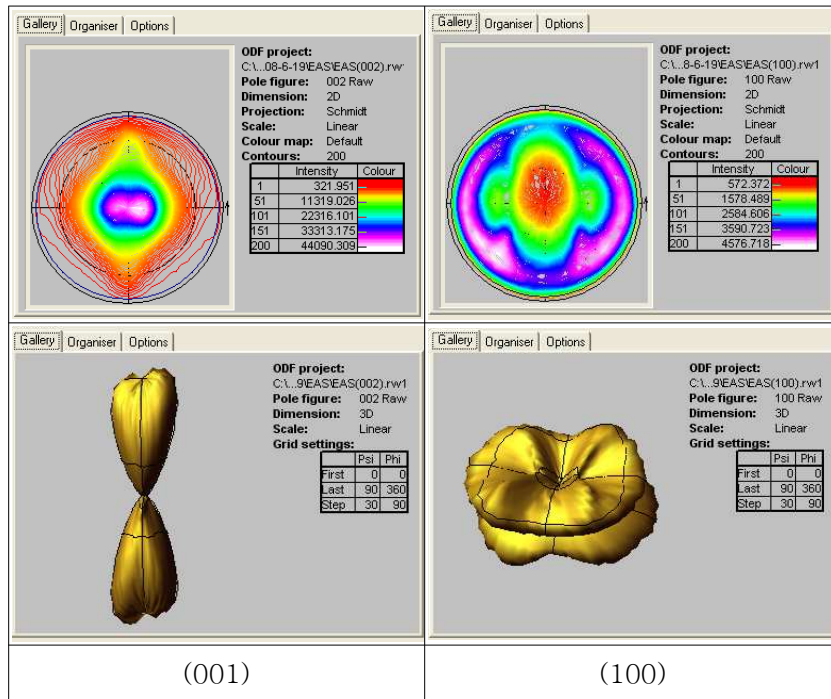
몰드 온도 200 °C에서 인출속도를 10 mm/min으로 ECAT_D 가공한 판재(E200-10)의 경우에는 ECAT_D 가공이전의 열연 판재(E-as)에 비하여 {00·1} 및 {10·0}면의 극점의 강도는 저하하였으며 {00·1} 극점이 TD방향으로 대략 5° 정도 벗어나 있다. 이러한 극점의 강도저하는 ECAT_D 가공 중 가열에 의해 재결정 및 결정립이 성장에 기인하는 것으로 판단된다.

그러나 인출속도가 20 및 40 mm/min으로 증가하면 {00·1} 및 {10·0}면의 극점의 강도는 증가하였으며 특히 인출속도 40 mm/min에서 ECAT_D 가공한 판재(E200-40)에서는 {00·1} 및 {10·0}면의 극점의 강도가 매우 강하게 나타났으며 낮은 인출속도에서 나타나는 {00·1}면의 이중 극점이 ND로부터 축대칭으로 퍼져 나가는 형태로 바뀌었다.

한편 인출속도 20 mm/min에서 ECAT_D 가공 온도를 각각 250 및 300 °C로 높인 판재(E250-20 및 E250-20)의 경우에는 {00·1} 및 {10·0}면의 극점의 강도는 감소하였으며 {00·1}면의 극점이 ND로부터 축대칭으로 퍼져 나가는 형태로 변화였다.

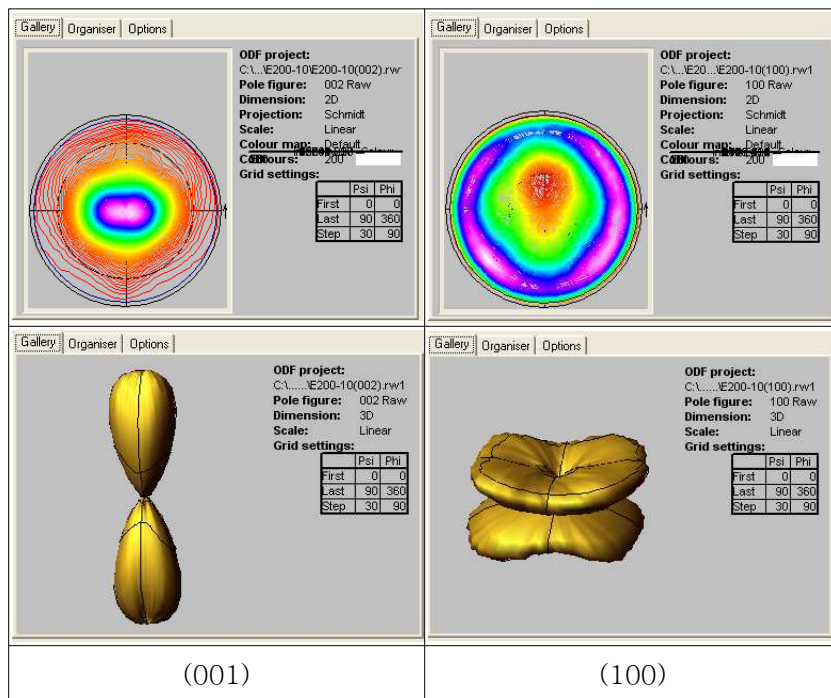
일반적으로 hcp 금속을 압연하면 Fig. 4.35에서와 같이 압연 집합조직은 저면이 압연 판재면에 평행하게 놓이는 형태의 집합조직이 발달하며 이러한 집합조직은 인장 및 압축응력이 작용하는 압연가공에 의해서는 크게 변화하지 않는 것으로 보고되고 있다. 그러나 ECAP 또는 ECAR 가공 등에 의한 전단변형에 의해서는 hcp 금속의 집합조직은 다양한 변화를 보이는 것으로 알려져 있다³¹⁾.

본 실험에서 ECAT_D 가공은 ECAP 및 ECAR 가공과는 다르게 몰드에 의한 전단 가공시 인장응력이 작용하는 가공방법으로서 가공온도 200 °C 및 인출속도 40 mm/min에서 {00·1}면의 극점 및 {10·0}면의 극점의 강도가 매우 큰 집합조직이 발달하였다. 이와 같이 ECAT_D 가공시에 나타나는 독특한 집합조직의 발달은 열간 압연판재 또는 ECAP 및 ECAR 가공 판재와는 다른 기계적 성질을 나타낼 수 있을 것으로 판단된다.



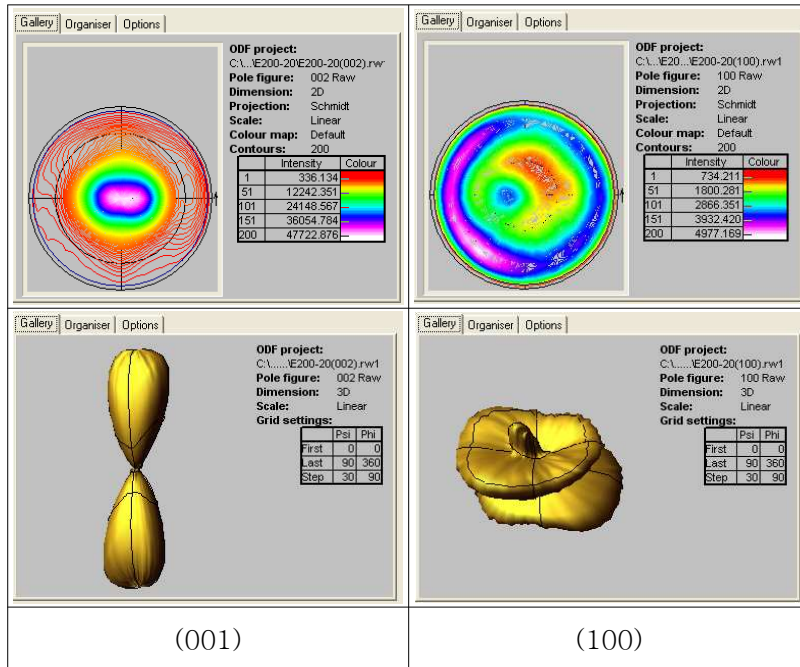
(a)

Fig. 4. 35. (00-1) and (10-0) pole figures for the sheet ECAT_D at different extrusion rate and temperature; (a) as-rolled, (b) 200°C, 10m/min, (c) 200°C, 20m/min, (d) 200°C, 40m/min (e) 250°C, 20m/min and (f) 300°C, 20m/min.



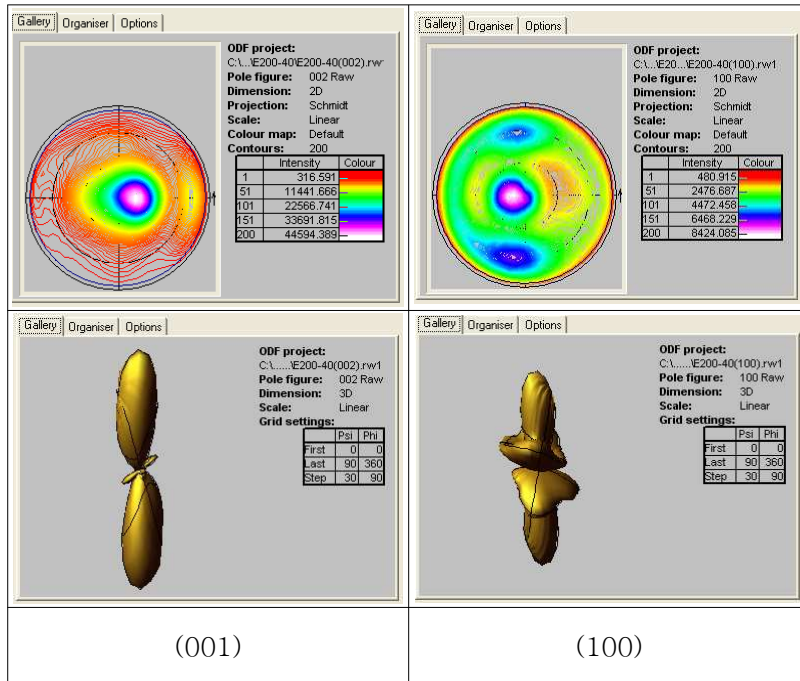
(b)

Fig. 4. 35. (continue)



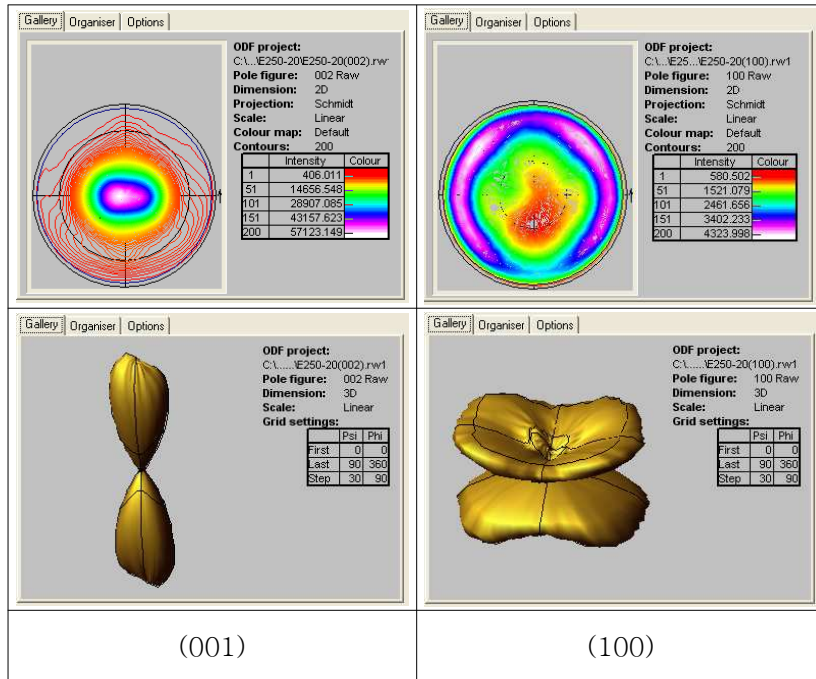
(c)

Fig. 4. 35. (continue)



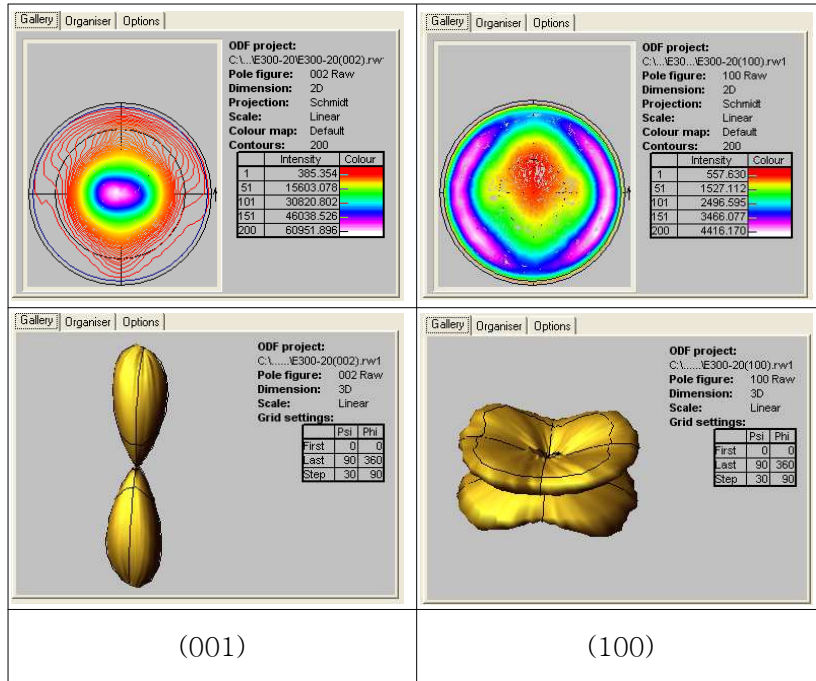
(d)

Fig. 4. 35. (continue)



(e)

Fig. 4. 35. (continue)



(f)

Fig. 4. 35. (continue)

4. 3 Mg-Li-Zn계 합금의 가공열처리에 따른 미세조직 및 인장 특성

4. 3. 1 가공열처리에 따른 미세조직 변화

Mg-Li 이원계 합금에서 Fig. 4.36과 같이 Li의 첨가량이 약 5~10 %가 되면 $\alpha + \beta$ 또는 Li의 첨가량이 약 10 %이상에서는 bcc구조인 β 상으로 존재하게 된다.

따라서 Mg 합금의 성형성을 개선하기 위해서는 hcp 결정구조에 비해 더 많은 슬립계가 가동되는 bcc 구조의 β 상의 체적분율을 크게 하여야만 한다. 즉 Mg에 Li의 양을 10 %이상 첨가하여야 한다. 그러나 경제성과 작업성을 고려한다면 Li원소의 가격이 Mg에 비해 약 20배 이상이 되고 활성인 Li의 첨가량이 많아지면 합금의 용해 등이 쉽지 않기 때문에 가급적 Li의 첨가량이 작은 것이 바람직하다.

본 절에서는 Mg-7%Li-1%Zn 합금을 진공용해하여 열간압연한 후 어닐링 온도에 따른 미세조직 및 기계적 성질의 변화에 대하여 조사하였다.

Fig. 4.36은 Mg-7%Li-1%Zn 합금을 두께감소율 80%로 열간압연한 후 150~400 °C에서 30분간 어닐링한 시편들의 미세조직을 나타낸다.

열간압연상태를 나타낸 Fig. 4.36 및 Fig. 4.37의 (a)를 보면 Mg-7%Li-1%Zn 합금에서는 AZ31B합금과는 다르게 두가지 상이 존재함을 알 수 있다. 즉 기지인 회색바탕에 밝은 색의 열간 압연방향으로 연신된 또 다른 상이 존재함을 알 수 있다.

Fig. 4.38은 이러한 상들을 확인하기 위하여 X-선 회절시험한 결과를 나타낸다. X-선 회절시험 결과에 의하면 Mg-7%Li-1%Zn합금은 hcp 구조인 α 상과 bcc 구조인 β 상이 혼재되어 있으며 Fig. 4.37의 미세조직 사진에서 기지는 α 상, 압연방향으로 연신된 밝은 색은 bcc 구조의 β 상임을 확인할 수 있다.

Fig. 4.37의 (a)와 같은 열연조직을 갖는 Mg-7%Li-1%Zn 합금을 어닐링하면 어닐링 온도가 상승함에 따라 열간압연에 의해 변형된 기지는 200~250 °C 온도범위에서 재결정이 일어나고 그 이상의 어닐링 온도에서는 결정립 성장이 일어났다.

또한 α 상의 결정립계에 존재하며 압연방향으로 연신된 β 상은 어닐링 온도가 상승함에 따라 300 °C이상에서 재결정이 일어나며 350 °C이상에서는 미세한 침상형

태로 결정립계 및 결정립 내에서 β 상이 석출하였다.

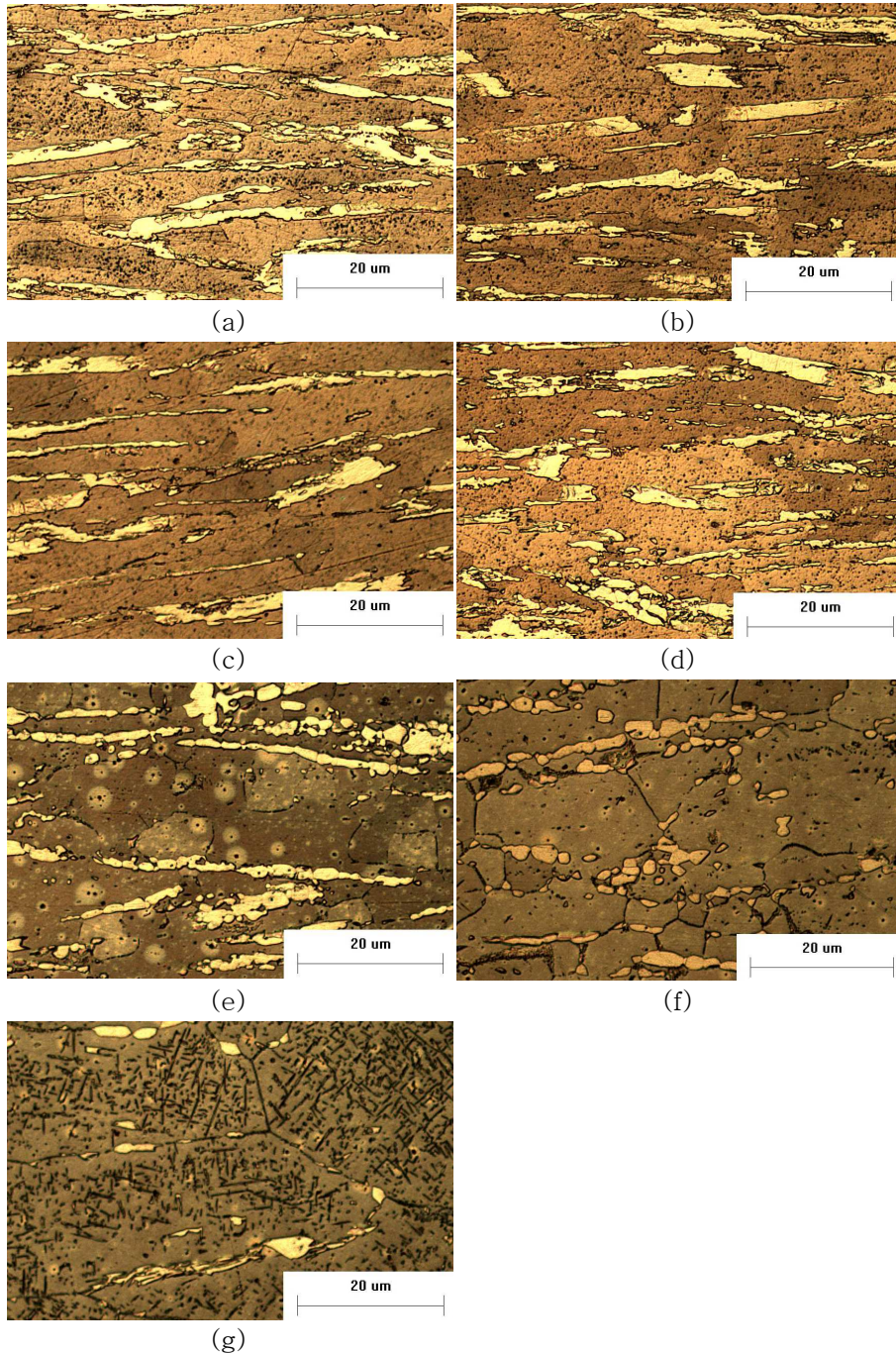


Fig. 4. 36. Optical micrographs of hot-rolled Mg-7%Li-1%Zn alloy with annealing temperature; (a) as-rolled, (b) 150°C, (c) 200°C (d) 250°C (e) 300°C (f) 350°C and (g) 400°C(×200).

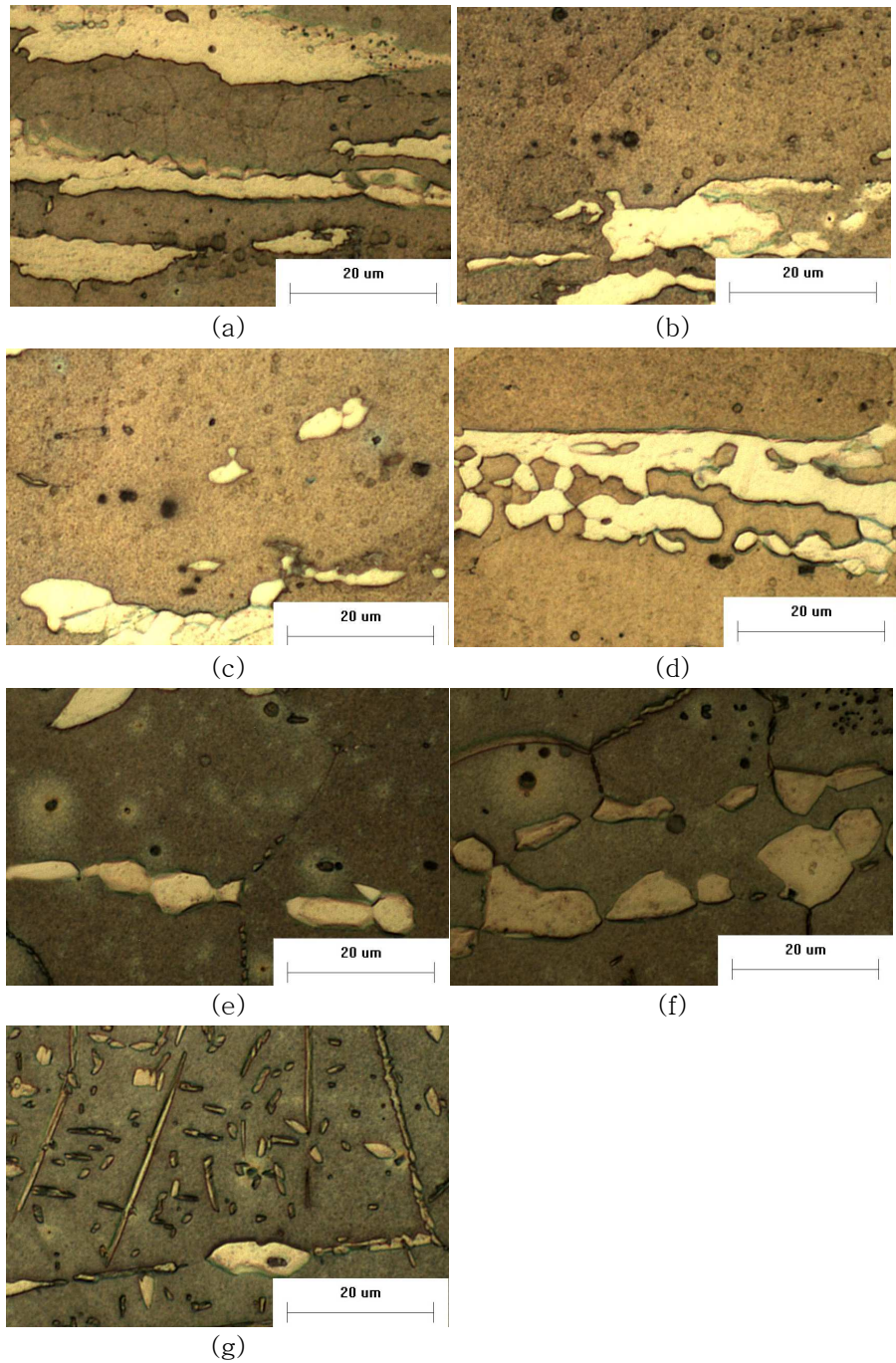


Fig. 4. 37. Optical micrographs of hot-rolled Mg-7%Li-1%Zn alloy with annealing temperature; (a) as-rolled, (b) 150°C, (c) 200°C (d) 250°C (e) 300°C (f) 350°C and (g) 400°C(×1000).

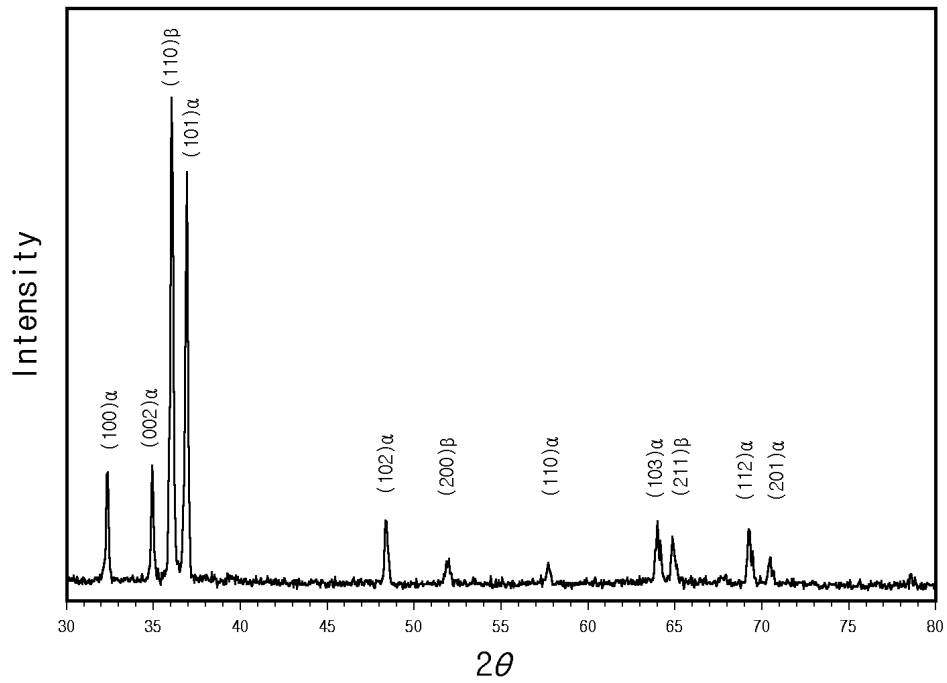


Fig. 4. 38. X-ray diffraction patterns of hot-rolled Mg-7%Li-1%Zn alloy.

4. 3. 2 가공열처리에 따른 기계적 성질 변화

Fig. 4.36 및 4.37과 같이 열간압연후 어닐링에 의해 미세조직이 다른 Mg-7%Li -1%Zn 합금 판재의 기계적 성질을 비교하기 위하여 비커어스 경도시험 및 인장시험을 실시하였으며 그 결과는 Fig. 4.39 및 4.40과 같다.

Fig. 4.39는 어닐링온도에 따른 비커어스 경도시험 결과를 나타낸 것으로 as-rolled 상태에서 비커어스 경도값은 HV=40 이었으나 150 °C 어닐링에서 비커어스 경도값은 Hv=45로서 최대값을 나타냈다. 그러나 어닐링온도가 상승함에 따라 비커어스 경도값은 저하하는 경향을 나타내고 있다. 즉 200, 250, 300 및 350 °C 어닐링에서는 비커어스 경도 값은 대략 HV=43.6, 43.5, 41.5 및 40.5이었다. 그러나 400 °C 어닐링의 경우 HV=41.5를 나타냈다.

한편 Fig. 4.40은 열간압연후 각각 다른 온도에서 어닐링한 판재를 상온에서 인장시험한 결과를 나타낸다. 전체적으로 어닐링 온도가 상승함에 따라 항복강도는 감소하고 연신율은 증가하는 경향을 나타냈다.

As-rolled 상태에서 항복응력 및 연신율은 각각 15.2 kgf/mm² 및 14.2 % 이었으나 어닐링처리 하면 항복응력은 감소하고 연신율은 증가하는 경향을 나타낸다. 즉 200 °C × 30 min 어닐링 처리에 의해 항복응력은 12.5 kgf/mm², 연신율은 18.8 % 이었으나 어닐링처리 온도가 300 및 400 °C로 상승하면 항복응력은 각각 11.8 kgf/mm² 및 11.15 kgf/mm²로 감소하였으며 연신율은 24.3 및 36.3 %로 급격히 증가하였다. 이와 같이 어닐링 온도의 상승에 따라 연신율이 증가하는 것은 Fig. 4.36 및 4.37에서와 같이 연성이 큰 β상 재결정립이 어닐링에 의해 입내 및 입계에 균일하게 분포하기 때문이다. 또한 모든 시편에서는 항복 이후 변형률이 증가하더라도 변형응력은 감소하였는데 이는 가동 슬립계가 적은 hcp 금속에서 변형률이 증가함에 따라 변형 초기에 넥킹이 발생하여 파단에 이르기 때문이다.

Fig. 4.41은 Mg-7%Li-1%Zn 합금 열연판재의 어닐링 온도에 따른 인장 파단면을 나타낸다. Fig. 4.41의 (a)~(c)와 같이 열간압연 상태 또는 재결정이 충분히 일어나지 않은 시편에서는 취성과파괴가 일어났다. 그러나 Fig. 4.41의 (e)~(g)와 같이 α 및 β상의 재결정이 충분히 일어난 시편에서는 연성과파괴의 특징인 미세한 딥플들을 관찰할 수 있었으며 어닐링 온도가 높아짐에 따라 딥플의 크기는 증가하였다.

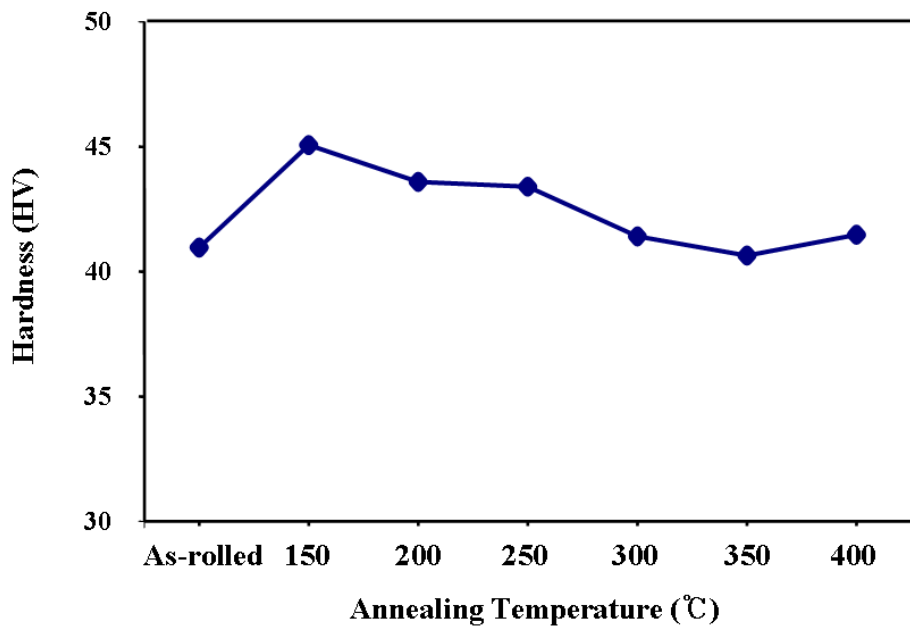


Fig. 4. 39. Change in Vickers hardness values of hot-rolled Mg-7%Li-1%Zn alloy with annealing temperature.

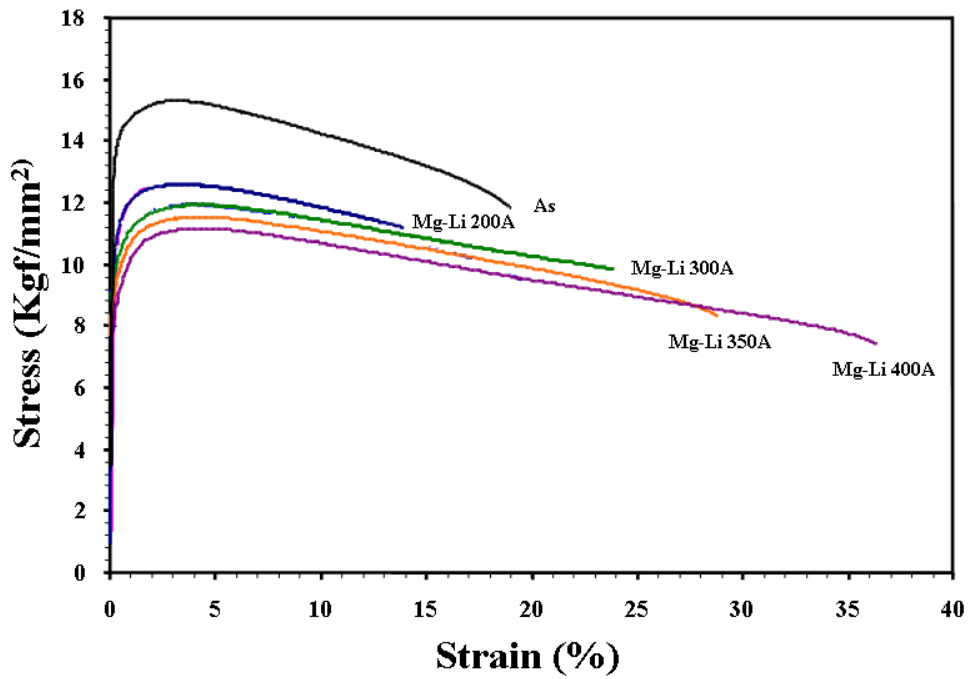


Fig. 4. 40. Stress-strain curves of hot-rolled Mg-7%Li-1%Zn alloy with annealing temperature.

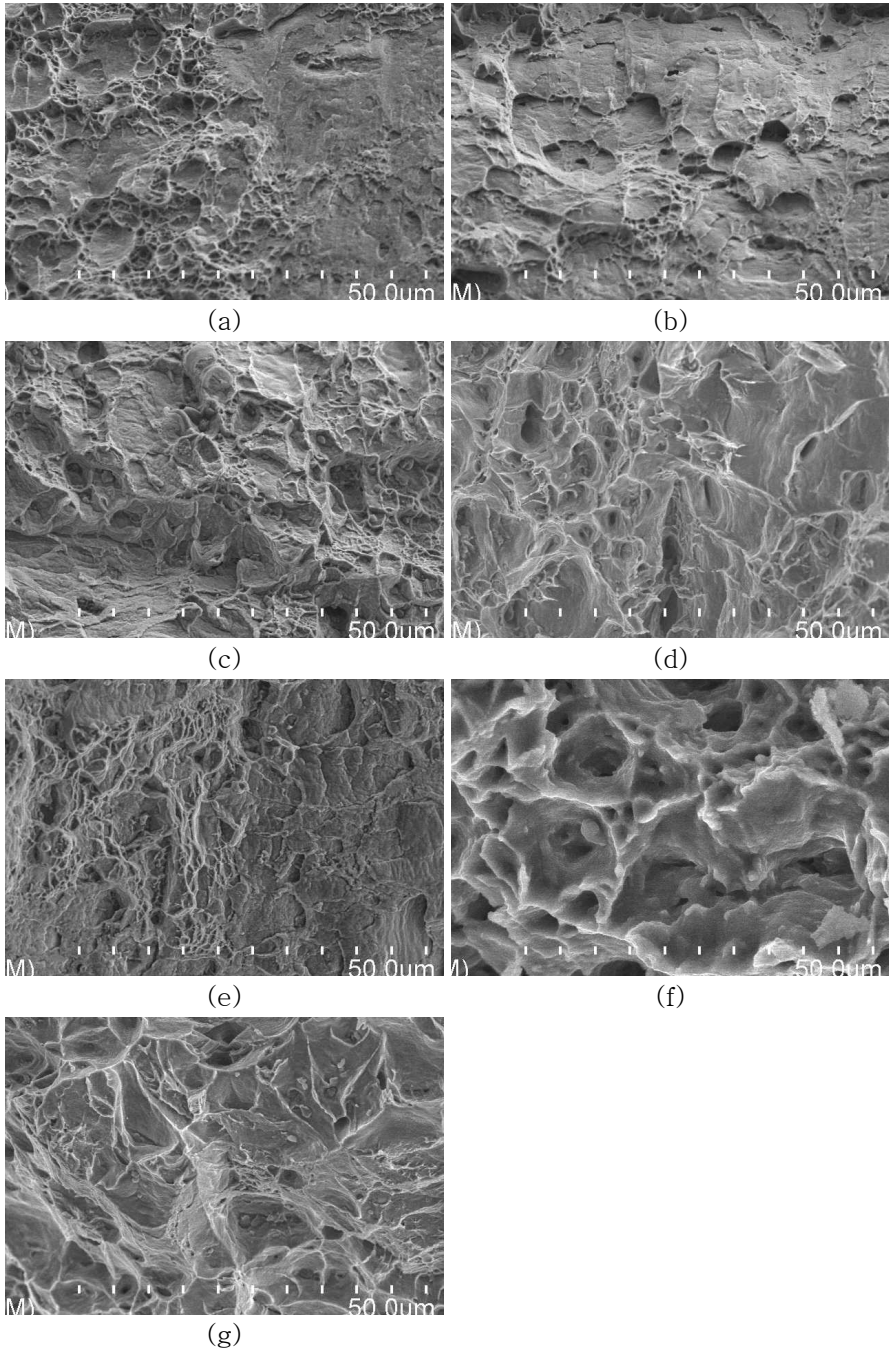


Fig. 4. 41. Fractographs showing tensile fracture surface of hot-rolled Mg-7%Li-1%Zn alloy with annealing temperature; (a) as-rolled, (b) 150°C, (c) 200°C, (d) 250°C, (e) 300°C, (f) 350°C and (g) 400°C.

5. 결론

본 연구에서는 가공용 Mg합금의 성형성에 미치는 제 인자의 영향을 규명하고자 Mg-Al-Zn계 및 Mg-Li-Zn계 합금의 가공열처리 조건 및 ECAT_D(Equal Channel Angular Tensile Deformation) 가공에 따른 미세조직의 변화, 재결정 거동, 집합조직의 발달, 상변화 및 인장성질의 변화 등을 조사하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) Mg-Al-Zn계 합금의 경우 열간압연 온도 및 압연속도가 낮거나 압하율이 커지면 열연 판재에 균열이 발생하여 열간압연이 쉽지 않았다. 그러나 Mg-Li-Zn계 합금의 경우에는 Mg-Al-Zn계에 비해 더 낮은 압연온도에서 열간압연하더라도 균열은 관찰되지 않고 보다 더 큰 두께감소율로 열간압연이 가능하였다.

(2) 열간압연에 의해 변형된 결정립의 재결정 거동은 열간압연온도에 따라 다르게 나타났다. 즉 열간압연 온도가 낮으면 열간압연 중 변형 쌍정, 전위 및 격자변형이 증가하여 재결정 상한온도는 저하하며 결정립 크기는 감소하나 열간압연 온도가 높으면 재결정립의 핵생성이 힘들고 핵성장에 대한 구동력이 작기 때문에 재결정의 상한온도는 상승하여 결정립은 조대하게 된다.

(3) 열간압연 온도에 따른 항복강도 및 연신율을 비교한 결과 열간 압연온도가 낮으면 변형쌍정의 생성 및 결정립의 변형 등에 의해 항복강도는 증가하였으나 연신율은 감소하는 경향을 나타냈다.

(4) 각각 다른 온도에서 열간압연된 시편을 동일한 온도에서 어닐링하여 어닐링 온도에 따른 항복강도 및 연신율을 비교한 결과 200 °C 어닐링의 경우에는 230 °C에서 압연한 시편에서 연신율이 가장 크게 나타났으며 300 °C 어닐링에서는 180 °C에서 압연한 시편에서 연신율이 가장 크게 나타났다.

(5) 인장과단면을 관찰한 결과 열간압연판재에서 어닐링 온도가 상승하면 덤플의 크기는 감소하였고 과단면 전체에서 균일한 소성변형이 일어났으나 400 °C 어닐링

에서는 조대한 결정립에서 입계파단의 흔적이 관찰되었다.

(6) ECAT_D 가공시 판재의 정상적인 인출이 이루어지기 위해서는 몰드, 입구측 및 출구측에서의 판재의 온도가 일정하여야 하며 특히 입구측의 온도가 낮거나 출구측의 온도가 높으면 판재의 항복강도가 몰드 굴곡부의 마찰력이 보다 낮아져서 판재는 몰드의 굴곡부를 통과하지 못하고 연신되어 파단이 일어났다.

(7) ECAT_D 가공시 몰드 온도가 낮거나 인출속도가 증가하면 몰드의 굴곡부에서 마찰력은 증가하고 동시에 순수 전단변형량은 증가하여 결정립이 연신되는 정도는 더욱 크게 나타났으며 결정립 내에 변형쌍정의 양은 증가하는 경향을 나타냈다.

(8) 어닐링시 인출속도가 증가함에 따라 재결정 온도는 저하하였다. 즉, 인출속도 40 mm/min에서 ECAT_D 가공 후 어닐링한 판재의 경우 인출속도 10 및 20 mm/min에서 동일한 처리를 한 판재들에 비해 재결정온도는 250 °C로 낮게 나타났으며 재결정 후 평균 결정립의 크기 역시 5 μm으로 미세하였다.

(9) 열간 압연온도가 130 °C인 판재의 경우 TD축에 대하여 15° 내외의 기울기를 갖는 {00·1}± 10~15°, <10·0> 저면집합조직이 발달하였으며 열간 압연온도가 180 및 320 °C로 상승함에 따라 이러한 {00·1}면의 기울기는 감소하는 경향을 나타냈다.

(10) 열간 압연온도가 각각 다른 판재의 집합조직을 어닐링 온도에 따라 비교하면 어닐링온도가 200 및 300 °C로 증가함에 따라 {00·1}면의 기울기는 증가하는 경향을 보였으며 이와 같이 {00·1}면의 기울기가 증가하는 경향은 열간 압연온도가 낮은 판재에서 더 크게 나타났다.

(11) ECAT_D 가공시 열간압연에서 나타나는 {00·1}면의 이중 극점은 ND로부터 축대칭으로 퍼져 나가는 형태로 바뀌었으며 이러한 경향은 인출속도가 증가함에 따라 증가하였다.

(12) ECAT_D 가공시 가공온도가 증가함에 따라 {00·1} 및 {10·0}면의 극점의 강도는 감소하였으며 {00·1}면의 극점이 ND로부터 축대칭으로 퍼져 나가는 형태로 변화하였다.

(13) 열간압연상태에서 기지인 α 상과 압연방향으로 연신된 bcc 구조의 β 상을 갖는 Mg-7%Li-1%Zn 합금을 어닐링하면 어닐링 온도가 상승함에 따라 변형된 기지는 200 ~ 250 °C 온도범위에서 재결정이 일어났으며 결정정립계에 존재하며 압연방향으로 연신된 β 상은 300 °C 이상에서 재결정이 일어나며 350 °C 이상에서는 미세한 침상형태로 결정립계 및 결정립 내에 석출하였다.

(14) As-rolled 상태에서 Mg-7%Li-1%Zn 합금의 항복응력 및 연신율은 각각 15.2 kgf/mm² 및 14.2 % 이었으나 300 및 400 °C 어닐링에 의해 항복응력은 각각 11.8 kgf/mm² 및 11.15 kgf/mm²로 감소하였으며 연신율은 24.3 % 및 36.3 %로 급격히 증가하였다. 또한 모든 시편에서는 항복 이후 변형률이 증가하더라도 변형응력은 감소하였는데 이는 가동 슬립계가 적은 hcp 금속에서 변형량이 증가함에 따라 변형 초기에 넥킹이 발생하여 과단에 이르기 때문이다.

참고문헌

1. 최현규, 자동차용 금속재료, 산업기술정보원, 서울 (1991) 3.
2. 하태권, 성환진, 박우진, 안상호, 이성원, 재료마당 **17(6)** (2004) 41.
3. B.L. Mordike, T. Ebert, Mater. Sci. & Eng., **302** (2001) 37.
4. Y. Kojima, T. Aizawa, S. Kamado and K. Higashi, Mater. Sci. Forum **419-422** (2003) 3.
5. 이동운, 조창주, 전인천, 이구선, 김영삼, 장우양, 최윤길, 윤성식, 마그네슘 판재
성형용 금형개발, 조선대학교 (2008) 2.
6. 나영기, 임창동, 신광선, 한국주조공학회지, **22(3)** (2002) 144.
7. Y. Shoichiro, N. Hisashi, Y. Hirokuni, and K. Manabe, J. Mater. Processing
Technol., **142(3)**, (2003) 609.
8. F.K. Chen, T.B. Huang and C.K. Chang, Int'l. J. Machine Tools Manufacture, **43(15)**, (2003) 1553.
9. T.C. Chang, J.Y. Wang, O.C. Ming, and S. Lee, J. Mater. Processing
Technol, **140** (2003) 588.
10. M.T. Pérez-Prado, J.A. del Valle, and O.A Ruano, Mater. Lett, **59**
(2005)
3299.
11. 河村能人, 未來材料, **5(3)** 2004, 38.
12. C. S. Roderts, Magnesium and Its Alloy, John Wiley & Sons, New
York (1960) 44.
13. 정화철, 황지훈, 김낙준, 신광선, 재료마당 **20(5)** (2007) 51.
14. 양훈영, 신금속 재료학, 문운당, 서울 (2000) 431.
15. Michael M. Avedesian and H. Baker, ASM Specialty Handbook, ASM Int'l,
Metals Park (1990), 258.

16. 신광선, 김선용, 김낙준, 산업과학기술연구소, (1992) 15.
17. 강민철, 예대희, 손근용, 한국주조공학회지, **23(6)** (2003) 18.
18. D. H. Stjohn, M. Qian, M. A. Easton, P. Cao and Z. Hidebrand, Metall. Mater. Tran. 36A (2005) 1669.
19. 김청립, 엄정필, 임수근, 박원옥, 유봉선, 한국주조공학회지, **23(5)** (2003) 31.
20. E.F. Emley, Principles of Magnesium Technology, Pergamon Press, Oxford (1966) 200.
21. M. Qian and A. Das, Scripta Mater, **54** (2006) 881.
22. M. Bamberger, Mater. Sci. Tech. **17** (2001) 15.
23. C.H. Mahoney, A.L. Tarr and P.E. LeGrand, Metals Tech. **12** (1945) 1.
24. Q. Jin, J.P. Eom, S.G. Lim, W.W. Park and B.S. You, Scripta Mater., **52** (2005) 421.
25. L. Lu, A.K. Dahle and D.H. St. John, Scripta Mater., **54** (2006) 2197.
26. Y.C. Lee, A.K. Dahle and D.H. St. John, Metal. Mater. Trans. **31A** (2000) 2895.
27. V.M. Segal, V.I. Reznikov, A.E. Drobyshevkiy and V.I. Kopylov, Russ. Metal. **1** (1981) 99.
28. N.A. Smirnova, V.Z. Levit, V.I. Pilygugin, R.I. Kuznetsov, L.S. Davynova and V. A. Sanzonova, Fiz. Metall. Metalloved. **61** (1996) 1170.
29. A. Stalman, W. Sebastian, H. Friedrich, Eng. Mat., 3 (2001) 969.
30. A. Yamashita, M. Furukawa, Z. Horita and T. G. Langdon, Metal. Mat. Trans., 29A(1998) 2245.
31. 황병철, 이성학, 김용찬, 김낙준, 신동혁. 대한금속재료학회지, **43(12)** (2005) 363.
32. 김호경, 전광, 현창용, 열처리공학회지, **17(3)** (2004) 139.
33. Yong Qi Cheng, Zhen Hua Chen, Wei Jun Xia, and Tao Zhou, J. of Mater. Eng. and Performance, **17(1)** (2008) 15.
34. U.F. Kocks, C.N. Tome and H.R. Wenk, Texture and Anisotropy, Cambridge Univ. Press, (1998) 178.

35. E. Abe, Y. Kawamura, K. Hayashi and A. Inoue, *Acta Mater.* **20** (2002) 38.
36. H. Haferkamp, M. Niemeyer, R. Boehm, *Mater. Sci. Forum.* **350–351** (2000) 33.
37. Juchman, P., Beitrag zur technologischen Eigenschaften von Magnesium –Werkstoffen durch Lithium, *Fortschrittsberichte VDI, Reihe 6, Nr.* 554
38. J. C. McDonald, *J. Inst. Met.*, **99** (1971) 42.
39. S.S. Park, Y.S. Park and N.J. Kim, *Met. Mater Int.*, **8** (2002) 551.
40. C.W. Su, L. Lu and M.O. Lai, *Philosophical Magazine*, **88(2)** (2008) 181.
41. F.J. Humphreys and M. Matherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Pergamon, New York, (1995) 178.
42. I. Baker, *Intermetallics* **8** (2000) 1183.
43. R. D. Doherty, D.A. Huges and F. J. Humphreys, *Mater. Sci. Eng.*, **A238** (1997) 238.
44. A.G. Beer, and M.R. Barnett, *ibid.*, **A485** (2008) 318.
45. J.C. Chang, J.Y. Wang, C.M. O and S. Lee, *Mater. Processing Tech.*, **140** (2003) 588.
46. S.R. Agnew, J.A. Horton, T.M. Lillo and D.W. Brown, *Scripta Mater.*, **50** (2004) 377.
47. M.T. Perez-Prado, J.A. del Valle and O.A. Puano, *Mater. Lett.*, **59** (2005) 3299.
48. Y.H. Ji and J.J. Park, *Mater. Sci. Eng.*, **A485** (2008) 299.
49. H.J. Bunge, *Texture Analysis in Materials Science*, Butterworth, London (1982) 3.

저작물 이용 허락서

학 과	금속공학과	학 번	19941091	과정	박사
성 명	한글 : 조무현 한문 : 曹武鉉 영문 : Cho Moo-Hyun				
주 소	인천광역시 부평구 산곡동 현대아파트 308동 1105호				
연락처	E-mail : mhjoo@kopo.ac.kr				
논문제목	한글 : 냉간성형용 마그네슘 합금의 성형성 개선에 관한 연구				
	영문 : A Study on the Improvement of Formability in Wrought Mg Alloys				
<p>본인이 저작한 위의 저작물에 대하여 다음과 같은 조건 아래 조선대학교가 저작물을 이용할 수 있도록 허락하고 동의합니다.</p> <p style="text-align: center;">- 다 음 -</p> <ol style="list-style-type: none"> 1. 저작물의 DB구축 및 인터넷을 포함한 정보통신망에의 공개를 위한 저작물의 복제, 기억장치에의 저장, 전송 등을 허락함. 2. 위의 목적을 위하여 필요한 범위 내에서의 편집과 형식상의 변경을 허락함. 다만, 저작물의 내용변경은 금지함. 3. 배포·전송된 저작물의 영리적 목적을 위한 복제, 저장, 전송 등은 금지함. 4. 저작물에 대한 이용기간은 5년으로 하고, 기간종료 3개월 이내에 별도의 의사 표시가 없을 경우에는 저작물의 이용기간을 계속 연장함. 5. 해당 저작물의 저작권을 타인에게 양도하거나 출판을 허락을 하였을 경우에는 1개월 이내에 대학에 이를 통보함. 6. 조선대학교는 저작물 이용의 허락 이후 해당 저작물로 인하여 발생하는 타인에 의한 권리 침해에 대하여 일체의 법적 책임을 지지 않음. 7. 소속 대학의 협정기관에 저작물의 제공 및 인터넷 등 정보통신망을 이용한 저작물의 전송·출력을 허락함. <p style="text-align: center;"> 동의여부 : 동의(0) 반대() </p> <p style="text-align: center;">2008 년 8 월 일</p> <p style="text-align: right;">저작자 : 조무현 (인)</p> <p style="text-align: center; font-size: 1.2em;">조선대학교 총장 귀하</p>					