



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](#)

2009년 2월

석사학위논문

*AZ31B Mg*합금의 재결정거동에
미치는 가공열처리의 영향

조 선 대 학 교 대 학 원

첨 단 부 품 소 재 공 학 과

윤 성 식

*AZ31B Mg*합금의 재결정거동에
미치는 가공열처리의 영향

*Effect of Thermomechanical Treatment on
Recrystallization Behavior in an AZ31B Mg Alloy*

2009년 2월

조선대학교 대학원

첨단부품소재공학과

윤 성 식

*AZ31B Mg*합금의 재결정거동에
미치는 가공열처리의 영향

지도교수 장 우 양

이 논문을 공학 석사학위신청 논문으로 제출함.

2008년 10월

조 선 대 학 교 대 학 원

첨 단 부 품 소 재 공 학 과

윤 성 식

윤성식의 석사학위 논문을 인준함

위원장 조선대학교 교수 강 조 원 (인)

위 원 조선대학교 교수 박 창 선 (인)

위 원 조선대학교 교수 장 우 양 (인)

2008년 11월

조 선 대 학 교 대 학 원

목 차

<i>List of Tables</i>	I
<i>List of Figures</i>	II
<i>Abstract</i>	VI
제 1 장 서 론	1
제 2 장 이론적 배경	3
2. 1. Mg 및 Mg 합금의 특성	3
2. 1. 1. Mg 및 Mg 합금의 성질	3
2. 1. 2. Mg-X계의 상태도	4
2. 2. Mg 합금의 종류	6
2. 2. 1. 주조용 Mg 합금	9
2. 2. 2. 가공용 Mg 합금	12
2. 2. 3. Mg 합금의 가공법	15
2. 3. Mg 합금의 결정립 미세화 및 집합조직	19
2. 3. 1. 결정립 미세화	19
2. 3. 2. Mg 합금의 가공성에 미치는 집합조직	25
2. 4. Mg 합금의 개발동향 및 응용	29
2. 4. 1. 개발동향	29
2. 4. 2. Mg 합금의 응용 예	34

제 3 장 실험 방법	35
3. 1. 실험 재료	35
3. 2. 열간압연	35
3. 3. 열처리	35
3. 4. 미세조직 관찰	36
3. 5. 경도시험	36
3. 6. 인장시험	36
3. 7. X-선 회절시험	37
3. 8. 극점도 측정	37
3. 9. DSC 측정	37
제 4 장 결과 및 고찰	38
4. 1. 열간 압연 조건에 따른 재결정 거동	38
4. 1. 1 열간 압하율에 따른 미세조직 및 집합조직 변화	38
4. 1. 2 어닐링 온도에 따른 재결정 거동	45
4. 2. Strain annealing	57
4. 3. 압연재의 인장성질에 미치는 인장방향 및 어닐링 온도	69
4. 3. 1 AZ31B Mg 합금 판재의 집합조직 및 인장성질	69
4. 3. 2 인장성질에 미치는 어닐링 온도	77
제 5 장 결 론	84
참 고 문 헌	85

List of Tables

Table 2.1	Physical properties of Mg	5
Table 2.2	Chemical composition of casting Mg alloys	11
Table 2.3	Mechanical properties of casting Mg alloys	11
Table 2.4	Chemical composition of wrought Mg alloys	14
Table 2.5	Mechanical properties of wrought Mg alloys	14
Table 3.1	Chemical composition of AZ31B Mg alloy sheet used in this study(wt%)	35

List of Figures

<i>Fig. 2. 1.</i> Slip system of Mg	4
<i>Fig. 2. 2.</i> Shear stress - temperature of Mg slip system	4
<i>Fig. 2. 3.</i> Mg-Al equilibrium phase diagram	6
<i>Fig. 2. 4.</i> Mg-Zn equilibrium phase diagram	7
<i>Fig. 2. 5.</i> Al-Zn equilibrium phase diagram	8
<i>Fig. 2. 6.</i> Thixo-casting process	16
<i>Fig. 2. 7.</i> Rheo-casting process	16
<i>Fig. 2. 8.</i> Schematic diagram of recrystallization process (a) along HAGB at low strain, (b) along HAGB and within shear bands at higher strain, (c) resultant grain size for case (a) and (d) resultant grain size for case (b)	22
<i>Fig. 2. 9.</i> Schematic showing the grain refinement compound mechanism of Mg alloys AZ31	23
<i>Fig. 2. 10.</i> The three typical types appeared in transformation texture of hcp metal; (a) (0001) pole is normal to ND, (b) (0001) pole is inclined to RD and (c) (0001) is inclined to TD	25
<i>Fig. 2. 11.</i> The $(10\bar{1}2) \langle \bar{1}011 \rangle$ tensile twinning system for the hcp-Mg metal	27
<i>Fig. 2. 12.</i> Platform science and technology as the base for research and development of advanced magnesium alloys	30
<i>Fig. 2. 13.</i> Direction of alloy development	31
<i>Fig. 2. 14.</i> Strength-Ductility of cast and wrought Mg alloys	32
<i>Fig. 2. 15.</i> Example of various Mg automobile parts	34
<i>Fig. 3. 1.</i> Shape and dimension of tensile test specimen	37
<i>Fig. 4. 1.</i> Microstructure of hot-rolled sheets with reduction rate in thickness; (a) as-received, (b) 33%, (c) 50%, (d) 66% and (e) 80%	40
<i>Fig. 4. 2.</i> FESEM of the sheet hot-rolled by 80 percentage reduction in	

thickness	41
Fig. 4. 3. (0001) pole figures of hot-rolled sheets with percentage reduction in thickness	43
Fig. 4. 4. (10 $\bar{1}$ 0) pole figures of hot-rolled sheets with percentage reduction in thickness	44
Fig. 4. 5. Microstructure of the sheets of hot-rolled by 33% reduction in thickness with annealing temperatures; (a) 130°C, (b) 180°C, (c) 230°C, (d) 300°C and (e) 350°C	47
Fig. 4. 6. Microstructure of the sheets of hot-rolled by 50% reduction in thickness with annealing temperatures; (a) 130°C, (b) 180°C, (c) 230°C, (d) 300°C and (e) 350°C	48
Fig. 4. 7. Microstructure of the sheets of hot-rolled by 66% reduction in thickness with annealing temperatures; (a) 130°C, (b) 180°C, (c) 230°C, (d) 300°C and (e) 350°C	49
Fig. 4. 8. Microstructure of the sheets of hot-rolled by 80% reduction in thickness with annealing temperatures; (a) 130°C, (b) 180°C, (c) 230°C, (d) 300°C and (e) 350°C	50
Fig. 4. 9. Recrystallization percentage of hot-rolled sheets with reduction rate in thickness and annealing temperature	52
Fig. 4. 10. Grain size of hot-rolled sheets with reduction rate in thickness and annealing temperature	53
Fig. 4. 11. Change in Vickers hardness of hot-rolled sheets with reduction rate in thickness and annealing temperature	55
Fig. 4. 12. DSC thermograms of hot-rolled sheets with reduction rate in thickness; (a) 88%, (b) 66%, (c) 50% and (d) 33%	56
Fig. 4. 13. Microstructure of 0.6 mm AZ31B sheet with annealing temperatures; (a) as-received, (b) 150°C×30min, (c) 250°C×30min and (d) 350°C×30min	58

Fig. 4. 13. Microstructure of 0.6 mm AZ31B sheet with annealing temperatures; (a) as-received, (b) 150 °C × 30min, (c) 250 °C × 30min and (d) 350 °C × 30min	58
Fig. 4. 14. Microstructure of 0.6 mm AZ31B sheet tensile - deformed by 2 % with annealing temperatures; (a) 2 % tensile, (b) 150 °C × 30min, (c) 250 °C × 30min and (d) 350 °C × 30min	59
Fig. 4. 15. Microstructure of 0.6 mm AZ31B sheet tensile - deformed by 4 % with annealing temperatures; (a) 4 % tensile, (b) 150 °C × 30min, (c) 250 °C × 30min and (d) 350 °C × 30min	60
Fig. 4. 16. Microstructure of 0.6 mm AZ31B sheet tensile - deformed by 6 % with annealing temperatures; (a) 6 % tensile, (b) 150 °C × 30min, (c) 250 °C × 30min and (d) 350 °C × 30min	61
Fig. 4. 17. Microstructure of 0.6 mm AZ31B sheet tensile - deformed by 8 % with annealing temperatures; (a) 8 % tensile, (b) 150 °C × 30min, (c) 250 °C × 30min and (d) 350 °C × 30min	62
Fig. 4. 18. Microstructure of 3 mm AZ31B sheet with annealing temperatures; (a) as-received, (b) 150 °C × 30min, (c) 250 °C × 30min and (d) 350 °C × 30min	64
Fig. 4. 19. Microstructure of 3 mm AZ31B sheet tensile - deformed by 2 % with annealing temperatures; (a) 2 % tensile, (b) 150 °C × 30min, (c) 250 °C × 30min and (d) 350 °C × 30min	65
Fig. 4. 20. Microstructure of 3 mm AZ31B sheet tensile - deformed by 4 % with annealing temperatures; (a) 4 % tensile, (b) 150 °C × 30min, (c) 250 °C × 30min and (d) 350 °C × 30min	66
Fig. 4. 21. Microstructure of 3 mm AZ31B sheet tensile - deformed by 6 % with annealing temperatures; (a) 6 % tensile, (b) 150 °C × 30min, (c) 250 °C × 30min and (d) 350 °C × 30min	67
Fig. 4. 22. Microstructure of 3 mm AZ31B sheet tensile - deformed by 8 % with annealing temperatures; (a) 8 % tensile, (b) 150 °C × 30min, (c) 250 °C	

×30min and (d) 350 °C ×30min	68
Fig. 4. 23. X-ray diffraction patterns of the AZ31B Mg sheet with annealing temperature; (a) as-received, (b) 200 °C, (c) 300 °C, (d) 400 °C and (e) 450 °C	71
Fig. 4. 24. Pole figures of as-received AZ31B Mg sheet; (a) (0001) and (b) (10 $\bar{1}$ 0)	72
Fig. 4. 25. (0001)[01 $\bar{1}$ 0] stereographic projection	73
Fig. 4. 26. (0001)[2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 0] stereographic projection	74
Fig. 4. 27. (0001)[2 $\bar{1}$ $\bar{1}$ 0] stereographic projection, which is inclined to RD direction by $\simeq 5^\circ$	75
Fig. 4. 28. Stress-strain curves of as-received AZ31B Mg sheet with tensile direction; (a) RD, (b) 45° and (c) TD directions	76
Fig. 4. 29. Optical Micrographs of AZ31B Mg sheet with annealing temperature; (a) 200 °C ×30min, (b) 300 °C ×30min, (c) 400 °C ×30min and (d) 450 °C ×30min	78
Fig. 4. 30. Pole figures of as-received AZ31B Mg sheet after annealing at 450 °C ×30min; (a) (0001) and (b) (10 $\bar{1}$ 0)	79
Fig. 4. 31. Change in Vickers hardness values of AZ31B Mg sheet with annealing temperature	81
Fig. 4. 32. Stress-strain curves of as-received AZ31B Mg sheet with annealing temperature	82
Fig. 4. 33. FESEM fractographs of AZ31B Mg sheet with annealing temperature; (a) as-received, (b) 200 °C, (c) 300 °C, (d) 400 °C and (e) 450 °C	83

Abstract

Effect of Thermomechanical Treatment on Recrystallization Behavior in an AZ31B Mg Alloy

By Yoon Seong-Sik

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

Dept. of Advanced Parts & Materials Engineering

Graduate School of Chosun University

The effects of reduction rate and annealing temperature on the recrystallization behavior have been investigated in hot-rolled AZ31B Mg alloy sheet. In addition, the influence of annealing temperature on the strain anneal and grain growth, texture development and tensile

The results obtained are as follows:

(1) Deformation bands were formed within grains after hot-rolling and the amount of them increased with increasing reduction rate. Recrystallization grains were observed at deformation bands by discontinuous dynamic recrystallization.

(2) Recrystallization rate increased with increasing reduction rate in thickness even at same annealing temperature and recrystallization completed at 230 °C. Recrystallization behavior could be detected by DSC(Differential Scanning Calorimeter) measurement, and heat flow for recrystallization increased with increasing recrystallization rate.

(3) Abnormal grain growth occurred by annealing at 250 °C irrespective of

the amount of deformation. In addition, grain growth rate became larger with increasing strain owing to grain growth by rotation and collapse of grains.

(4) Basal texture *i.e.* $(0001)\pm 5^\circ[21\bar{3}0]$ is developed in a commercial AZ31B Mg sheet, and the texture is not changed considerably by annealing over $400^\circ\text{C}\times 30\text{min}$, while $(10\bar{1}0)$ component with high intensity can be observed due to abnormal grain growth.

(5) When the sheet is tensile-deformed with RD, 45° and TD directions at room temperature, fracture strains are given by 25.8, 21.4 and 11.9 % in the order of RD, 45° and TD directions, respectively.

(6) The maximum tensile strain of around 25 % is obtained by annealing below $300^\circ\text{C}\times 30\text{min}$, but it is abruptly decreased to 16 % by annealing above $400^\circ\text{C}\times 30\text{min}$ owing to intergranular fracture of abnormal grown grains.

제 1 장 서 론

Mg의 밀도는 1.74g/cm^3 로서 Al 합금의 2/3, Ti 합금의 1/4 그리고 철강 재료의 1/5 수준으로 경량화 측면에서 무거운 재료들에 대한 유망한 대체부품으로의 사용이 가능하다. 또한 Mg 및 Mg 합금은 재활용성이 우수하며 비강도가 우수하고 절삭성이 양호하기 때문에 구조물에 적용하기 좋은 재료이다^{1,3)}.

특히 자동차 산업 및 우주항공산업 등과 같은 수송 기계분야에서 연비개선을 통한 에너지 절약과 함께 지구온난화방지를 위한 CO₂ 가스의 양을 줄이기 위해서 경량재료를 이용하려는 연구가 활발히 진행되고 있으며 이러한 수송기계 부품의 경량화를 위한 실용금속으로서 Mg은 가장 적합한 재료이다. 또한 Mg 및 Mg 합금은 가전산업, 컴퓨터 케이스 및 휴대용 기기 등에서 요구되는 경량화, 내충격성, 진동감쇠능 및 전자파 차폐성이 다른 재료에 비해 우수하며 전기 및 열전도도가 우수한 장점을 가지고 있다^{4,5)}.

반면에 Mg 및 Mg 합금의 단점으로는 합금 용해시 급격한 산화반응과 내식성 및 고온강도가 불량하며 hcp 결정구조를 갖기 때문에 상온에서는 성형이 어렵고 이로 인해 응용분야에 많은 제약을 받아 왔다. 그러나 Mg 합금에 치명적인 영향을 미치는 Fe, Ni, Cu 및 Si 등의 불순물의 함량을 낮춤으로써 내식성을 크게 향상시켰으며 용해시 염화제 flux를 사용하지 않고 SF₆+CO₂ 혼합가스를 사용함으로써 고온 산화성을 감소시키는 등 제조공법의 다양화에 의하여 문제점을 어느 정도 극복하게 되었다²⁾.

또한 Mg 및 Mg 합금은 250 °C 이상의 온도에서는 슬립계의 증가로 인한 연성의 증가로 소성변형이 가능하여 열간가공성은 Al에 뒤떨어지지 않는다. 따라서 Mg 합금의 기계부품 성형은 압연한 판재를 열간 프레스성형하거나 열간 단조하여 사용하며 대부분 다이캐스팅 성형법을 사용한다⁶⁾.

그러나 이러한 고온 성형법에 의해 생산되는 부품은 강도면에서 한계를 가지고 있으며 Mg 합금이 다양하게 활용되기 위해서는 Mg 합금의 성형성을 개선하여 상온에서 압연, 압출 및 단조 등의 공정에 잘 적용되는 가공성이 우수한 Mg 소재의 개발이 필수적이다. Mg 합금 판재의 중요한 요구사항은 고인발성뿐만 아니라 높은 인장강도이다. Mg 합금 판재의 인장강도는 높은 성형온도에서 크게 향상될 수 있

다^{6,7)}. Mg 합금의 경우 결정립이 미세화되면 높은 연성 및 인장강도를 나타내나 미세한 결정립을 갖더라도 통상적인 방법에 의해 압연된 Mg 합금은 흔히 실온에서 낮은 인장강도를 나타내며 이는 압연면과 평행하는 기저면(0001)의 강한 집합조직 때문일 수 있다^{8,9)}.

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

본 연구에서는 상용으로 제조되어 판매되고 있는 가공용 AZ31B Mg 합금을 압하율을 달리하여 열간압연 하여 압하율 및 어닐링 온도에 따른 재결정거동에 대하여 연구하였다. 또한 가공용 AZ31B Mg 합금 판재의 스트레인 어닐에 따른 이상결정립성장 거동과 인장성질에 미치는 우선방위 및 어닐링 온도에 대하여 조사하여 가공용 AZ31B Mg 합금의 응용에 필요한 학술적 자료를 제공하고자 하였다.

제 2 장 이론적 배경

2. 1 Mg 및 Mg 합금의 특성

2. 1. 1 Mg 및 Mg 합금의 성질

Mg 및 Mg 합금은 구조용 실용 합금재료 중에서 가장 낮은 밀도를 갖는 금속이며 비강도가 큰 금속이다. 이러한 성질 때문에 경량화가 필요한 수송기계용 구조재료나 자동차용 부품재료로서 알루미늄 합금, 동합금 및 철합금의 대체소재로 각광받고 있다. 또한 진동감쇄능과 전자파 차폐성이 우수하고 재활용이 용이한 친환경 소재로 최근 IT산업의 모바일 전자기기부품 및 노트북 케이스 등으로 적용이 확대되고 있다¹⁾.

그러나 Mg 및 Mg 합금은 조밀육방격자를 갖는 금속으로 Fig. 2.1의 (a)에서와 같이 낮은 온도에서 슬립변형은 주로 $(0001)\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 계에서 발생한다. 조밀육방격자에서 (0001) 면을 기저면(Basal plane)이라 부르며 기저면에 대한 임계전단응력값은 0.6~0.7 MPa 정도로 매우 낮다. Fig. 2.1의 (b), (c) 및 (d)에서 나타난 것과 같이 Mg 및 Mg 합금의 저면 슬립계 이외에 $(10\bar{1}0)\langle 11\bar{2}0 \rangle$, $(10\bar{1}1)\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 및 $(11\bar{2}2)\langle 11\bar{2}3 \rangle$ 슬립 시스템이 있으며 이들을 앞의 저면과 구분하여 비저면(Non-basal plane)이라 부른다. 또한 Fig. 2.2에서 나타난 것과 같이 상온에서 40 MPa 이상의 높은 임계전단응력값을 나타내기 때문에 상온에서는 저면 슬립계만 작동하게 되어 마그네슘의 상온 가공성은 매우 나쁘다²⁾.

그러나 온도가 상승하면 비저면 슬립 변형은 활성화되어 큰 소성변형을 나타내는 특징이 있고, 따라서 Mg 및 Mg 합금은 비저면 슬립 시스템이 활성화되는 250 °C 이상의 온도에서 단조 가공되고 있으며 합금계 및 가공속도에 따라 가공온도가 크게 변화한다.

가공용 Mg 및 Mg 합금은 상온 가공에 의한 경화속도가 크므로 가공하기 어렵고 300~400 °C에서 압연 및 압출할 수 있다. Al보다 약 30 % 가벼우므로 항공기 산업에 주목을 끌고 있으나 Fe, Ni 및 Cu 등과 같은 불순물의 함유에 의하여 내식성은

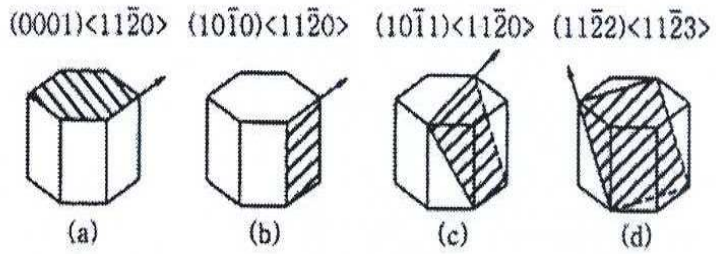


Fig. 2. 1. Slip system of Mg²⁾.

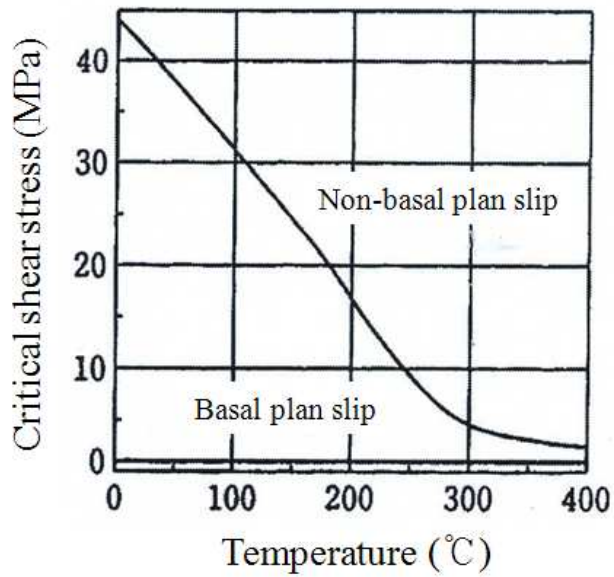


Fig. 2. 2. Shear stress - temperature of Mg slip system²⁾.

대단히 나빠진다. 특히 Fe은 Mg-Al계 합금에서는 0.01 % 이하로 함유되어도 내식성을 해치나 여기에 Mn 및 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.

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

Table 2.1은 Mg의 물리적 성질을 나타낸다. Mg의 용해도는 650 °C이나 용해온도 이상에서는 O₂에 대한 친화력이 크므로 공기 중에서 가열·용해하면 발화하므로 용해시에는 주의가 필요하다. 또한 열적 성질인 비열, 열팽창계수 및 열전도도는 각각 0.25 cal/g°C, 26×10⁻⁶ °C 및 0.376 cal/cm²/cm°C/s이며 전기저항은 4.46 μΩ·cm이다.

Table 2. 1. Physical properties of Mg

Crystal	Hexagonal Close Packed
Specific gravity(g/cm ³)	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-X계의 상태도

Mg은 Al 및 Zn과 일정한 조성범위 즉 고용한 내에서 고용체 합금을 만드나 고용한을 벗어나게 되면 MgZn, MgZn₂, Al₃Mg₂ 및 Al₁₂Mg₁₇과 같은 금속간화합물을 형성한다.

Fig 2.3은 Mg-Al계의 상태도를 나타낸 것이다. Fcc(Al)고용체 내의 Mg의 최대 고용한계는 450 °C에서 18.9 at.%이다. 또한 hcp(Mg)고용체 내의 Al의 최대고용한계는 437 °C의 용해온도에서 11.8 at.%이다. Al은 β상인 Al₃Mg₂ 및 fcc구조인 α상 두상으로 존재한다. β상은 냉각시 뒤틀림으로 인해 38.5~40.3 at.% 범위에서는 fcc 구조로 변하게 된다.

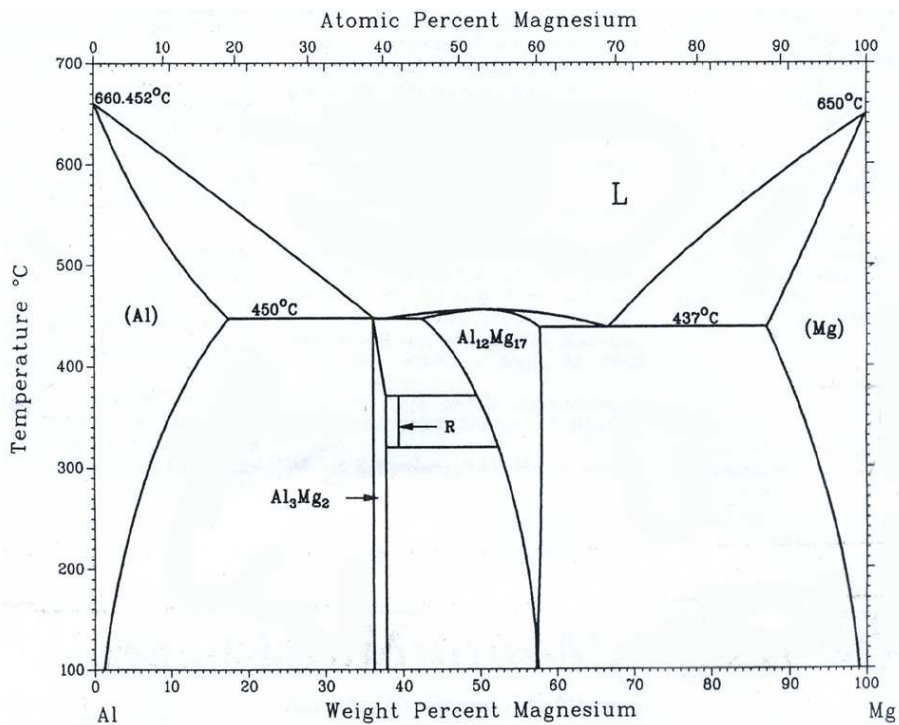


Fig. 2. 3. Mg-Al equilibrium phase diagram¹⁰⁾.

Fig. 2.4는 Mg-Zn계 상태도를 나타낸 것으로 Zn의 고용한도는 공정 온도 340 °C에서 8.4 wt.%이나 200 °C에서는 2 wt.%로 감소된다. Mg_2Zn_{11} 을 생성하는 포정온도는 381 °C이다. 공정합금을 만들 때 Mg_2Zn_{11} 의 형성은 종종 억제되고 준안정상인 $MgZn_2$ 가 형성된다. 준안정상인 $MgZn_2$ 는 Mg_9Zn_3 상의 공석분해반응과 Mg고용체로부터의 $MgZn$ 의 석출에 의해 형성된다. GP zone은 70 °C에서 과포화된 Mg고용체의 시효경화에 의해 형성된다.

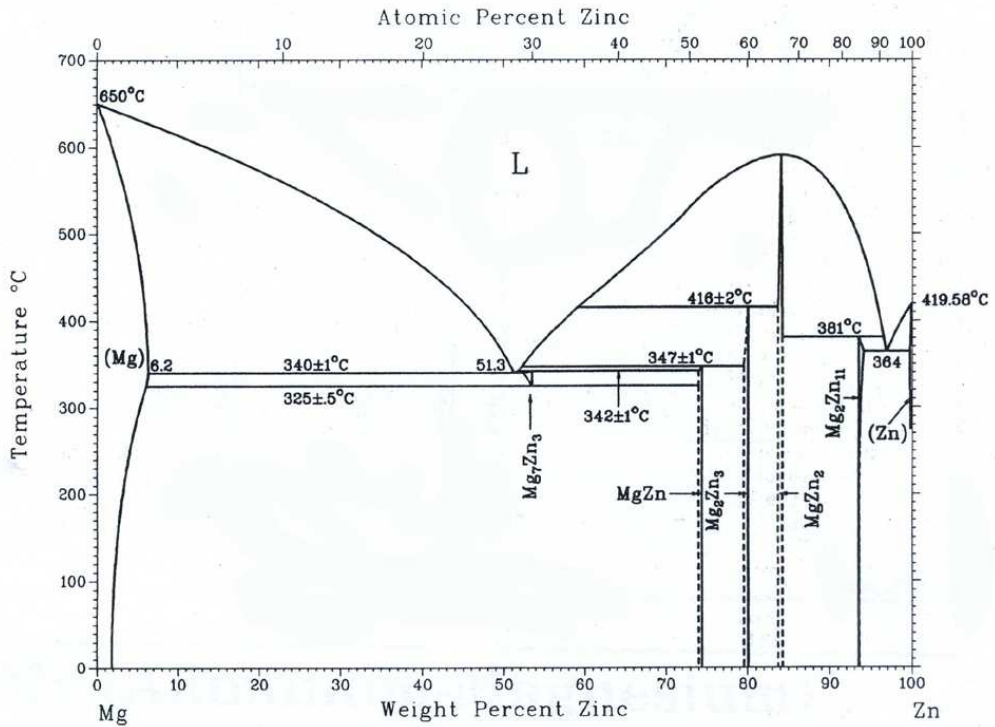


Fig. 2. 4. Mg-Zn equilibrium phase diagram¹⁰⁾.

Fig. 2.5는 AZ31B 합금의 첨가원소인 Al-Zn계의 상태도를 나타낸 것이다. Al-Zn계는 편정반응을 포함하는 공정반응이고 고체 상태에서 공용간극(Miscibility gap)을 갖는다. Fcc(Al)고용체는 균질화 범위를 확대시키고 낮은 온도에서는 공용간극의 차이에 의해서 중단된다. Fcc고용체는 α Al이나 α' Al로 나타낸다. 고체와 액체의 혼합 상태인 Al은 381 °C에서 hcp(Zn)와 공정 평형상태를 이룬다. 그리고 277 °C에서는 α Al 및 α' Al의 공석 평형상태를 나타내며 Zn은 생성된다.

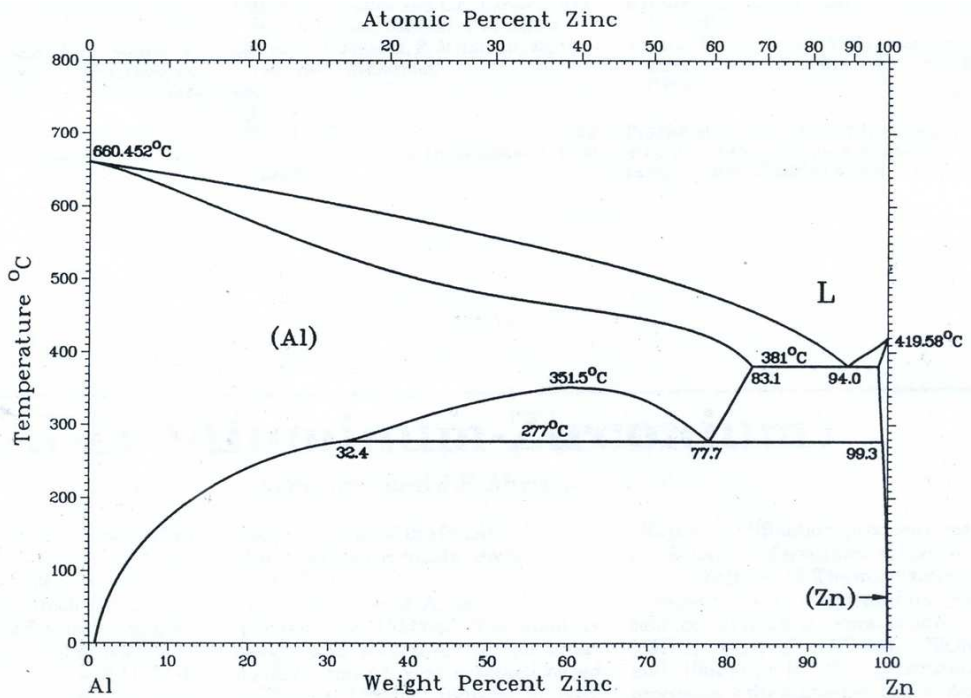


Fig. 2. 5. Al-Zn equilibrium phase diagram¹⁰⁾.

2. 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.

2. 2. 1 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.

(2) Mg-Zn계 합금

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 항복 강도가 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 대치한 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	-

2. 2. 2 가공용 Mg 합금⁴⁾

일반적으로 압출공정을 적용하여 부품제조에 적합한 가공용 Mg 합금으로 Mg-Al-Zn계, Mg-Zn계, Mg-Zn-Zr계 및 Mg-Th계 합금 등이 있다⁵⁾.

Table 2.4 및 2.5는 일반적인 가공용 Mg 합금의 화학조성과 기계적 특성을 나타내고 있다⁶⁾.

(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 있다⁷⁾. 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.

표준조성이 Mg-12%Mn-0.09%Ca 합금은 어느 정도 강도가 있으며 용접성 및 내식성이 뛰어나고 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

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 요인 때문에 사용량이 줄고 있거나 사용을 억제하고 있다.

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

2. 2. 3 Mg 합금의 가공법

가. 주조법^{8,9)}

Mg 합금은 주로 다이캐스팅용으로 사용되고 있다. Mg 합금의 가공 시 다이캐스팅을 선호하는 이유는 자동차용 및 컴퓨터용 IT 부품을 대량 생산하는데 적절하며 통합 생산 시스템을 이용한 자동화가 가능하기 때문이다.

다이캐스팅 공정이란 고압 금형 주조법으로, 금형의 캐비티에 용탕을 빠른 속도로 채우면서 식히는 주조 방법으로 용융 온도가 낮은 금속과 합금을 이용하여 구조용 부품을 제조하는 방법 중의 하나이다. 이 방법은 연속 작업과 자동화가 가능하여 대량생산에 적합하고, 생산성이 확보되면 제조 공정비용이 저렴하여 중소형의 부품을 제조하는데 적절한 방법이다.

다이캐스팅은 Mg 합금부품을 만드는데 아주 유용한 방법이지만 용탕 주입시 고압에 의해 유속이 높아지고 이에 따른 난류가 발생한다. 이 난류의 유입된 공기가 공극을 유발하게 되어 부품의 핵심적인 성질인 인장강도와 신율 등에 영향을 미친다. 이러한 단점을 극복하기 위해서 지속적인 연구가 진행되어 왔는데 기계적인 특성 향상뿐만 아니라 제조비용과 효율도 뒤떨어지지 않은 공정이 개발되고 있다. 난류주입에 의한 공극을 줄이기 위해서는 용탕의 점도를 높여 유입된 공기의 양을 최소화할 필요가 있다. 이 개념이 반용융방법(Semi-solid metal)이다. 반용고, 반용융공법으로 주조한 제품의 결정입자가 미세하고 수축결함이 적은 장점이 많아 이 분야의 응용이 많아지고 있다.

반용융공법은 반고형을 얻는 방법에 따라 Thixo-casting 공법과 Rheo-casting 공법으로 구분할 수 있다. Fig. 2.6에서 보는 바와 같이 Thixo-casting 공법은 Mg 합금을 용해한 후 일정한 형태로 빌렛이나 환봉을 냉각하고 이를 절단한 후 절단된 환봉을 다시 가열하여 반 용융상태로 만들어 다이캐스팅 기계로 인젝션하여 성형하는 방법을 말한다. Rheo-casting 공법은 용융 Mg을 반고체 구간에서 제어 냉각시켜 반고체 슬러리(semi-solid slurry)를 만들어 주조하는 방법으로 일차 냉각한 Mg 빌릿을 다시 반고체 상태로 녹여 주조하는 Thixo-casting 공법보다 원가와 재질면에서 많은 장점을 가지고 있다. Fig. 2.7은 Rheo-casting 공법으로서 고속 인젝션 다이캐스팅 공정을 나타낸다.

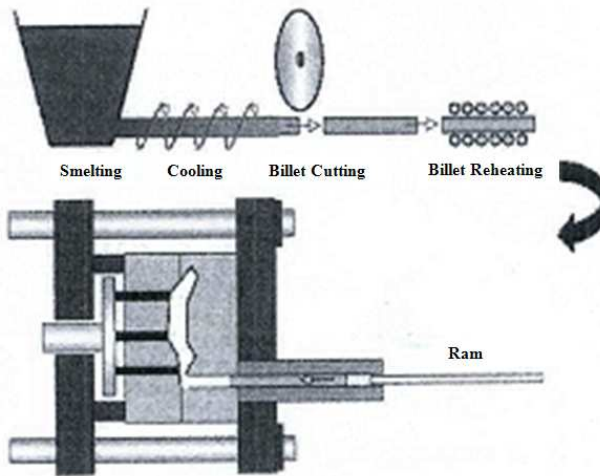


Fig. 2. 6. Thixo-casting process.

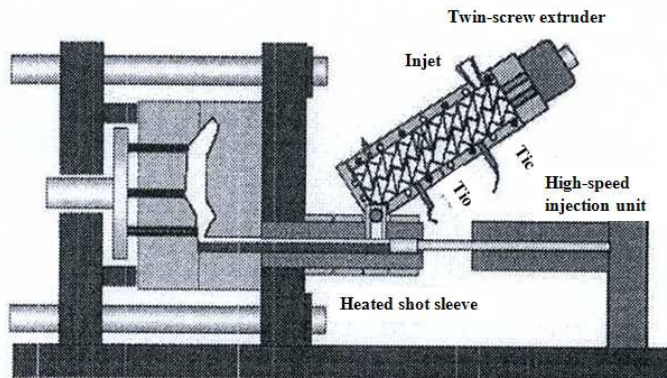


Fig. 2. 7. Rheo-casting process.

나. 성형법^{4,11)}

프레스는 판재를 예열하여 드로잉과 벤딩의 복합공정을 지칭하는 것으로 원소재의 두께 감소는 거의 없다. 그러나 프레스 포징(Press forging)은 두꺼운 소재를 압축, 확장성형을 통해 얇은 판재로 1차 성형한 다음 여분의 소재로서 전자부품의 결합 및 구조강성을 위한 보스나 리브를 성형시키는 방법이다. Mg 합금은 hcp구조이므로 상온에서 성형이 어렵지만 250 ℃이상의 온도에서는 추가적인 슬립계가 작동하여 소성변형이 가능해져 보스나 리브의 형성이 가능하다. 프레스 포징에 의한 제품 생산 공정은 판재 절단, 소재 예열 프레스 포징, 트리머, 표면처리 및 도장의 순으로 이루어진다.

프레스 포징 공정에 영향을 미치는 인자로서는 소재의 온도, 금형의 온도, 변형 속도 및 윤활유 등이 있다. 먼저 소재의 온도에 따른 고온 특성을 파악하여 적정 온도로 유지하는 것이 중요한데 이때 금형의 온도 또한 중요한 변수로 작용한다. 소재 및 금형의 온도가 너무 낮으면 벤딩이 일어나는 부분에서 찢어지는 현상이 발생하고 보스 부분의 성형이 불완전한 단점이 있으며, 온도가 너무 높으면 금형 표면에 소착이 일어나거나 금형에서 이탈될 때 제품의 형상이 변하게 되는 단점이 있다. 따라서 이러한 문제가 발생되지 않는 적정 온도의 선정이 가장 중요하고 적정 온도에서의 성형에 필요한 적정 하중이 요구된다.

프레스 포징을 이용하여 제품을 생산할 경우 표면상태가 주조제품에 비해 대단히 우수한 제품을 얻을 수 있기 때문에 주조제품의 표면 사상 및 접합 공정을 없앨 수 있어 생산성 향상을 도모할 수 있다. 또한 기계적 특성을 향상시킬 수 있고 Mg의 용해에 의한 제품생산에 비해 제조 공정의 안전성이 높다는 장점이 있다.

단조가공은 가공법에 따라 자유 단조와 형 단조로 크게 구별되며 소재의 가열 온도에 따라 열간, 온간 및 냉간가공으로 구별한다. 자유 단조제품은 기계 가공하여 최종 제품 형상이 되므로 단조하기 어려운 대형 단조품 혹은 단조품 개수가 적은 경우에 이용된다. 형 단조법은 금형을 이용하여 특정형상으로 가공하는 것으로 최종 제품 형상 혹은 수단계에 걸친 최종 제품 형상을 연속적으로 제조하는데 사용된다.

단조과정의 온도는 사용되는 압력과 단조된 합금에 따라서 다르다. AZ31이나 ZK60의 단조 온도는 250 ℃와 450 ℃사이이다. 250~450 ℃이외의 온도구간에서는

성형성이 나빠지고 합금에 균열이 발생된다. 그리고 AZ31 합금의 경우에는 온도가 올라감에 따라 결정립이 성장하는 경우가 종종 발생한다. 큰 결정립을 갖는 경우에는 낮은 연성과 입계파괴의 특징을 나타내고 합금의 성형성을 감소시킨다. 성형성은 합금의 미세구조에 영향을 받을 뿐만 아니라 적용된 온도, 스트레인의 양과 스트레인, 변형구역내의 응력상태에도 영향을 받는다.

기계적인 성형에 의해 만들어진 Mg 합금은 높은 연성과 강도를 갖기 때문에 주조보다 매력적이다. 300~450 °C의 높은 성형온도는 2차 생산을 위한 압연이나 압출의 이전공정에서나 단조와 같은 직접적인 공정에서도 특별히 중요하다. 이러한 공정을 효과적으로 활용하기 위한 온도와 스트레인은 성형성과 성형한계를 평가할 수 있기 때문에 유동응력의 결정은 매우 중요하다. 성형동안 미세조직의 발달은 기계적인 요소들의 관계뿐만 아니라 특성을 결정하는 최종 미세조직의 성질도 상당히 뚜렷하게 한다.

2. 3 Mg 합금의 결정립 미세화 및 집합조직

2. 3. 1 결정립 미세화

가. 가공열처리

금속이 변형을 받을 때 열역학적으로 결함을 갖는 미세구조와 전위 그리고 아결정립을 생성한다. 결함의 존재는 계의 자유에너지를 증가시키므로 자발적으로 결함이 없는 상태로 되려고 한다. 이 결함들은 회복, 재결정 및 결정립성장에 의해서 결함에너지를 낮춘다. 재결정은 일반적으로 저장에너지에 의해 구동력을 갖는 고경각계의 이동과 새로운 결정구조의 형성으로 정의한다¹²⁾. 즉 회복은 결정입계의 이동 없이 발생하는 재결정과정인 먼저 일어나는 어닐링 과정으로 정의할 수 있다. 따라서 대표적인 회복과정은 저경각계의 형성에 의한 전위의 재배열과 점결함의 이동을 포함한다. 결정립성장은 결정립계의 감소에 의한 결정립계의 이동으로 여겨진다¹³⁾.

소성 가공된 마그네슘의 어닐링은 두 가지의 주된 이유 때문에 매우 중요하다. 첫 번째 이유는 가공된 금속을 연화시키며 마그네슘의 연성과 성형성을 회복시킨다. 상온에서의 마그네슘은 성형성에 제한을 받기 때문에 대부분의 소성변형은 녹는점의 1/2이상의 온도(0.5 Tm)에서 실시한다. 이온도(0.5 Tm)에서 회복과 재결정은 대부분 활발히 진행되며 이것은 성형성을 좋게 한다. 두 번째 이유는 재결정은 새로운 결정을 생성하고 결정의 크기, 모양 및 극점도 등을 바꿔 결정조직을 제어하기 때문이다. 그렇지만 마그네슘은 낮은 온도에서 변형에 제한을 받기 때문에 마그네슘의 재결정에 관한 연구는 많이 이뤄지지 않았다¹³⁾.

재결정 거동의 관찰을 용이하게 하기 위해서 많은 양의 결함을 만들고 유지시키는 것은 중요하다. 이것은 마그네슘이 상당히 많은 응력과 적은 변형에서 변형되어야 한다는 것을 의미한다. 게다가 회복과 재결정은 매우 빠르게 일어나고 회복과 재결정이 시작되는 단계를 판단하기 어렵기 때문에 정확한 측정에 어려움이 있다. 실제로 재결정거동과 결정립성장을 연구하는 것은 어닐링조건에 따른 많은 양의 시편을 준비하고 미세조직을 주의 깊게 관찰해야 하는 매우 지루하고 시간도 많이

결리는 연구이다.

결정립수가 증가하는 결정적인 요인은 높은 어닐링온도와 높은 변형량으로 인하여 핵성장장소가 많아지기 때문이다. 또한 변형된 결정립 안쪽에 형성된 전단 변형띠(Sheer band)는 추가적인 재결정핵생성 장소이다. 낮은 응력에서의 전위셀이나 전위의 얽힘의 부족은 생성되는 결정의 수를 많이 제약한다. 어닐링을 하게 되면 변형된 재료의 재결정이 쉬운 장소에서만 회복을 하게 된다.

결정립 내의 전위셀의 부족은 재결정이 쌍정 계면 대신 결정립 계면을 따라서 선택적으로 발생하게 한다. 이는 쌍정 계면의 고경각계에서는 더욱 많은 결정립계의 에너지가 존재하기 때문이다. Fig. 2.8은 이러한 과정을 나타낸 개략도이다.

응력이 증가하면 전단 변형띠들은 Fig. 2.8의 (b)와 같이 증가한다. 전위셀을 포함한 더 큰 어긋나는 경계에 존재하는 전단 변형띠들은 결정립계 이외에도 추가적인 재결정 구역을 제공한다. 그러므로 높은 응력에서는 더 무질서하게 재결정현상이 일어난다¹⁵⁾.

동적재결정은 연속재결정과 불연속재결정으로 분류할 수 있다. 연속재결정은 어긋나는 경계에서 점진적으로 증가하는 회복과정이다. 그리고 고경각계를 저경각계로 변환시킨다. 불연속재결정은 새로운 결정들의 생성과 관련되어 있다. 불연속재결정은 초기 결정립의 크기가 충분히 클 때에만 발생된다. 그래서 큰 결정립 크기는 현저한 불연속재결정을 초래한다. 게다가 스트레인의 불균질한 분포는 쉽게 활성화되는 슬립계의 부족 때문에 Mg에서 나타나기 쉽다¹⁶⁾.

Mg 합금의 동적연화기구와 연성은 온도가 증가하고 스트레인이 줄어들면서 생기는 전위밀도의 감소에 의한 동적 회복에 의해서 평가된다. 동적회복기구는 250 °C이하의 낮은 온도에서의 변형응력에 영향을 미치고, 450 °C이상으로 높아진 온도에서의 동적재결정에 영향을 미친다. 변형 후어나 서냉하는 동안에 하부구조는 정적회복이나 정적 재결정을 야기한다. 정적 재결정이나 동적 재결정 변형은 연속적인 결정립 미세화와 잔류 하부구조를 발생시킨다. 정적 재결정이나 동적 재결정으로부터의 결정립 미세화는 제품의 강화를 위한 가공열처리과정을 이용한다.

가공열처리가공법에는 ECAE(Equal-Channel Angular Pressing)¹⁹⁾, 열간압연²⁰⁾ 및 ARB(accumulated rolling bonding)²¹⁾ 등이 있다. 이러한 가공법은 AZ31의 결정립을 약 3 μm 정도로 미세화 할 수 있다. 다른 가공법인 FSP(Friction Stir

Pressing)의 공법을 이용하여 1 μm 이하인 100~300 nm범위의 결정립으로 미세화 하는 연구가 보고된 바 있다²²⁾.

Fig. 2.9는 AZ31 합금의 스트레인에 따른 결정립미세화 과정을 도식화한 것이다. 그림의 오른쪽으로 갈수록 스트레인이 증가하면서 결정립미세화가 진행된다.

나. 합금원소 첨가

Mg 합금 주물의 결정립 미세화는 주물의 기계적 성질 및 가공성 향상에 큰 영향을 미친다. 특히, 주물의 경우에는 열처리로 결정립을 미세하게 하는 것은 불가능하기 때문에 응고시에 결정립 미세화를 실시하여 재료의 기계적 성질 가공성을 개선 할 필요가 있다. 따라서 결정립 미세화는 주물제조에 있어서 구조방안, 열처리 등과 함께 중요한 역할을 하기 때문에 여러 가지의 결정립 미세화방법이 고안되었으며 그 기구와 원인 등도 규명되어왔다¹⁷⁾.

Mg-Al 합금계의 결정립 미세화방법으로는 가공 열처리법, 탄소 첨가법 그리고 합금원소 첨가법 등이 있다. 그 중 합금원소 첨가법은 상대적으로 낮은 첨가온도, 뚜렷한 결정립미세화 효과를 가짐으로써 주목을 받고 있다^{17,18)}. Ca, Sr, Si 등의 합금원소를 Mg-Al 합금에 첨가하여 결정립 미세화효과를 얻는 연구가 활발히 진행되고 있으며 결정립 미세화기구와 결정립 미세화가 기계적 특성에 미치는 영향 등은 아직도 많은 연구가 필요하다.

Mg과 Al 합금의 결정립 미세화에 대한 연구는 주로 핵생성 장소로 작용할 수 있는 물질에 대한 연구로 이루어져 왔지만 최근에 와서는 결정립 미세화에 미치는 용질원소의 역할이 점점 주목을 받고 있는 추세이다¹⁷⁾. Mg 합금에 Ca를 첨가하였을 때, Ca를 함유하는 핵생성 물질은 형성되지 않지만 용질원소인 Ca는 강력한 편석으로 응고과정의 조성적과냉에 심각한 영향을 미침으로써 결정립 미세화가 일어난다¹⁸⁾.

또한 Zr을 1% 내외로 첨가함에 따라 냉각속도에 무관하게 결정립이 조대화되는 현상을 억제할 수 있다. 그러나 Zr을 첨가한 합금에는 추가로 결정립 미세화를 도와주는 첨가원소가 필요하며 그 대표적인 원소가 Zn이며 이들 원소로 구성된 상용 합금계(ZK)에서는 그 함유량에 따라 ZK51, ZK60 및 ZK61 등으로 구분하며 그 중 고강도 부품용으로 ZK60합금이 가장 많이 사용된다.

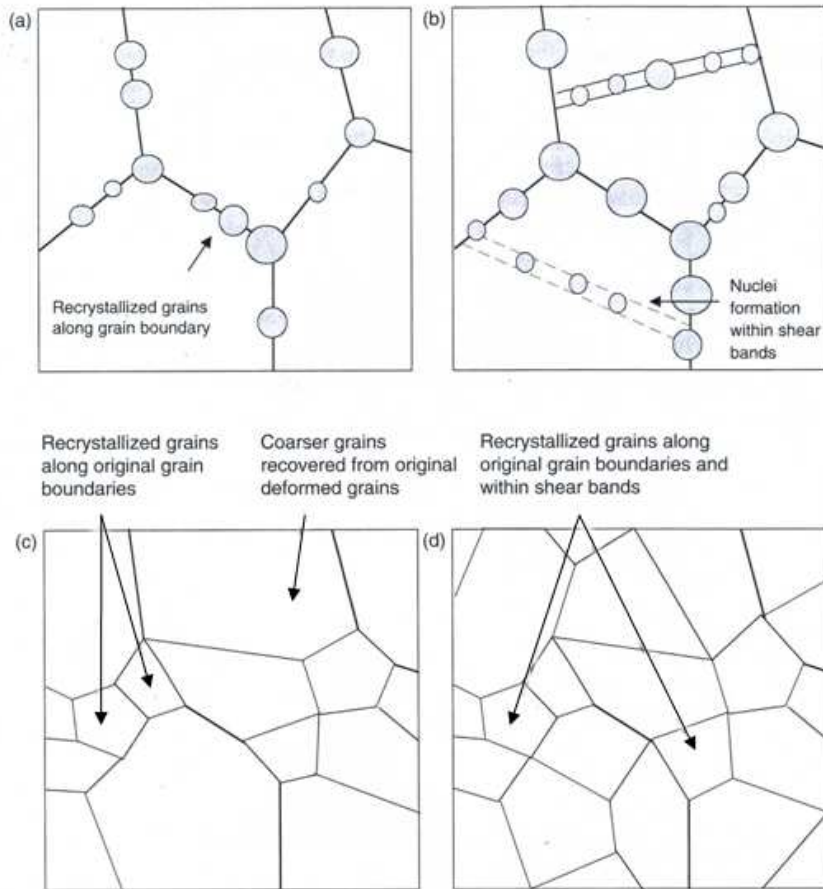


Fig. 2. 8. Schematic diagram of recrystallization process (a) along HAGB at low strain, (b) along HAGB and within shear bands at higher strain, (c) resultant grain size for case (a) and (d) resultant grain size for case (b)¹⁵⁾.

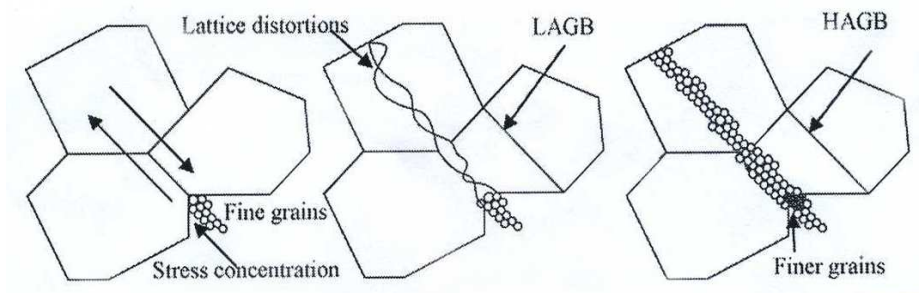


Fig. 2. 9. Schematic showing the grain refinement compound mechanism of Mg alloys AZ31²³⁾.

2. 3. 2 Mg 합금의 가공성에 미치는 집합조직

압연공정에서 재료는 압연방향으로 인장 두께 방향으로의 압축변형을 동시에 받게 된다. 따라서 압연 집합조직은 압연방향에 평행한 특정 결정방향을 가질 뿐만 아니라 일반적으로 낮은 지수의 압연 면에 평행한 특정 결정면을 가진다. Fig. 2.10에 hcp 금속의 변형 집합조직에서 나타나는 대표적인 세 가지 형태를 나타내었다.

Fig. 2. 10의 (a)는 (0001) 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 (0001) 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. 2.10의 (c)는 (0001) 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 세 가지 형태는 기본적으로 가공재 면에 평행하게 기저면이 위치하여 일반적으로 기저면 집합조직으로 분류된다.

Mg 합금의 압연판재의 경우에도 기저면이 판재면에 평행하게 배열하는 Fig. 2.10의 (a)와 같은 가공 집합조직이 주로 형성된다. 이 경우 Fig. 2.10의 (b)와 Fig. 2.10의 (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.

특히 Mg의 경우 기저면에서 6개의 면이 회전대칭을 이루기 때문에 메크로 집합조직 분석에 의한 재결정 집합조직에 관한 연구에 어려움이 따른다. 기저면에서 슬립계의 활성화에 의존하여 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ RD와 $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ RD 집합조직은 형성되고 각각의 집합조직은 30° $\langle 0001 \rangle$ 회전과 관련되어 있다. 압연면에 평행한 기저면 집합조직의 경우, 초기의 오리엔테이션이 기저면 슬립과 쌍정에 의해 유리하게 발달되었다

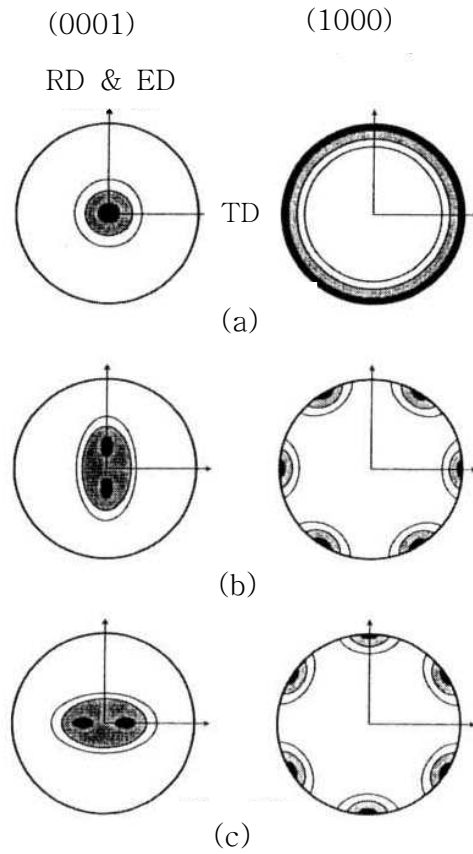


Fig. 2. 10. The three typical types appeared in transformation texture of hcp metal; (a) (0001) pole is normal to ND, (b) (0001) pole is inclined to RD and (c) (0001) is inclined to TD²⁴.

하더라도 앞에서 언급한 기저면에서 6개의 면이 회전대칭을 이루기 때문에 (0002) 극점도에서 재결정 후의 집합조직의 변화를 인정하기 어렵다¹⁶⁾.

Mg 합금의 상온에서 사용 가능한 슬립계는 (0002)의 기저면에서의 슬립계이며 다른 비기저면 슬립계인 각추면(pyramidal plane)과 각통면(Prismatic plane)의 슬립계에 비해 CRSS(Critical Resolved Sheer Stress)값이 매우 작아 상온에서는 기저면 슬립이 주로 작용하게 된다. 그러나 온도가 증가하면 비기저면 슬립계의 CRSS값이 기저면과 비교 가능한 수준까지 낮아져 다른 슬립계가 작용하게 된다.

이러한 부족한 슬립계 이외에도 보통 Mg 합금은 쌍정을 변형의 한 방법으로 사용한다. 변형 쌍정이 생기면 초기 변형을 수용한다는 점 외에도 다른 슬립계가 작용하기 용이하게 해주는 장점이 있어 최근 Mg 합금의 쌍정 형성 연구에 대한 연구자들의 관심이 증가하고 있다. 이러한 Mg 합금의 쌍정 형성은 집합조직과도 밀접한 관련이 있다^{25,26)}.

Mg 합금($c/a=1.632$)과 같이 c/a 비가 1.732보다 작은 재료의 경우, 가장 활발하게 나타나는 $\{10\bar{1}2\}$ 쌍정이 기저면과의 각도로 인하여 기저면에 쌍정이 형성되었을 경우 기저면에 수축하는 현상을 보이는 것은 많은 연구자들에 의해 밝혀진 현상이다²⁶⁾. 이러한 $\{10\bar{1}2\}$ 쌍정은 Mg 합금에서는 c -extension twin이라고 불리는데 초기의 쌍정면과 기저면의 각도 관계에 의해 기저면이 수축되는 방향의 응력을 받을 경우 초기의 쌍정이 형성되기 때문에 나타나는 현상이다²⁷⁾. Fig. 2.11은 Mg의 쌍정계와 전단방향을 나타낸 것이다²⁵⁾.

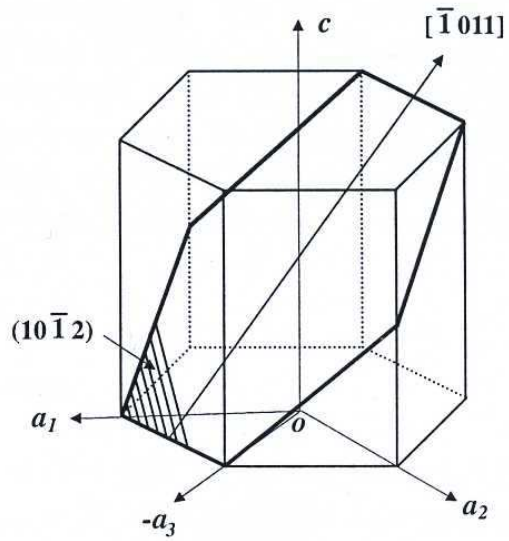


Fig. 2. 11. The $(10\bar{1}2)\langle\bar{1}011\rangle$ tensile twinning system for the hcp-Mg metal²⁵⁾.

2. 4 Mg 합금의 개발동향 및 응용

2. 4. 1 개발동향

환경오염 또는 자원 고갈 등의 이유로 자동차의 배기가스 저감 또는 모든 물질의 재활용 체계를 세우는 것은 21세기에서 중요한 과제이다. 환경적인 문제의 해결을 위한 CO₂의 발생량을 줄이기 위해서는 부품 제조에 비강도가 큰 소재를 이용하여 부품의 중량을 줄여야 함은 물론 재활용 기술이 개발되어 자동차, 전자부품 및 모바일 통신기기 등과 같은 대량 생산품의 제조에 적용되어야 한다.

Mg 합금은 미래에서 가장 촉망받는 기초 재료중의 하나이다. Mg의 기본성질은 가볍고 높은 고강도와 강성도를 갖는다. 그리고 Mg의 높은 재활용성은 사회적으로 환경적인 부담을 줄이는데 상당한 매력을 갖고 있다. 또한 중량을 감소시켜서 연료의 소비를 줄일 수 있으며 연료의 효율성을 증가시킬 수 있다.

자동차, 전자제품 등에서 Mg의 특성을 충분히 발휘하기 위해서는 Mg 합금의 활용에 효과적인 기술이 요구된다. 따라서 고분자 코팅, 새로운 합금첨가 및 더욱 효과적인 재활용 기술 등은 21세기에 더욱 더 활용성을 크게 할 것이다. 또한 Mg에 관한 기초과학은 Mg 합금의 새로운 특성을 찾고 이를 사용하기 위해 더욱 많은 연구가 진행되어야 한다. Fig. 2.12에 나타난 바와 같이 새로운 기초과학과 기술은 Mg의 재활용기술과 함께 Mg 합금의 연구와 개발에 관한 핵심적인 개념을 제안하였다²⁸⁾.

Mg은 녹는점이 낮기 때문에 상용온도에 제한이 있다. 따라서 Mg이 Al 합금과 비교하여 경쟁력을 갖기 위해서는 합금기술을 통해 상용온도를 높여야 한다. 합금원소는 높은 온도에서 Mg에 대한 충분히 큰 용해도를 가져야 한다. 합금원소는 과포화용체로부터 시효경화를 촉진하기 위해서 온도를 저하시킴으로써 첨가량이 감소한다. 과포화용체로부터의 석출은 합금원소의 양이 감소함에 따라 석출상의 체적분율이 증가하기 때문에 Mg을 많이 포함해야 한다. 몇몇의 합금원소는 석출물의 수를 증가시키고 단조에 의한 복합석출물은 석출물의 성질을 개선시킨다. 합금 성분들은 과시효와 전위상승의 경향을 줄이기 위해서 Mg 내에서 낮은 확산속도를 가져야 한다.

특히 희토류 금속들은 이러한 성질을 만족하는 석출상의 생성에 매우 적합하다. Sc, Y 및 La 등과 같은 란탄족뿐만 아니라 Nd, Tb, Er, Dy 및 Gd 등의 성분들은 크리프저항이 큰 합금 개발을 위한 단조를 제공한다. Y 및 Nd의 작용은 300 °C까지 사용가능하게 하지만 Mg-Th 합금의 상용 온도에는 도달하지 못한다. 이런 문제를 해결하기 위해 Sc의 첨가가 시도되었으며 Sc를 첨가했을 때 흥미로운 점은 고용체의 녹는점을 증가시킨다는 것이다²⁹⁾.

Fig. 2.13은 주조용 합금인 Mg-Al-Mn계 합금, 가공용 합금인 Mg-Al-Zn계 합금계와 사형주조용 합금인 Mg-Si계 합금, Mg-Al-Ca-(RE)계 합금의 향후 개발 방향을 나타낸다.

AZ91이나 AM50같은 주조용 Mg 합금은 비강도와 성형성이 좋기 때문에 자동차의 Mg 부품에서 중요한 부분을 차지한다. 자동차구조용 부품은 높은 항복강도와 충격에너지를 갖는 에너지 흡수재료로 만들어야 한다. Fig. 2.14는 가공용 Mg 합금이 주조용 Mg 합금보다 이러한 요구조건들을 더욱 잘 만족시킬 수 있는 가능성을 보여준다.

수송기계에서의 주조용 Mg 합금부품의 사용은 알루미늄과 비교하여 약 30%, 철과 비교하여 70%의 중량을 감소시킬 수 있다. 열간가공 중의 Mg 합금의 소성유동에 대한 낮은 저항성은 수명을 두 배 이상 확장시킨다³⁰⁾. Mg 합금의 열간가공에 의한 부품생산은 단조에 의해 형상이 복잡한 최종부품을 만들 수 있으며 압출성형에 의해 중간생산소재를 얻을 수 있다.

주조용 Mg 합금은 합금원소들의 거시적인 편석을 방지하기 위해서 주로 직접냉금에 의해서 주조된다. 강편의 크기 및 주조조건에 따른 주조된 강편의 평균 결정립 크기는 빠른 응고에도 불구하고 크게 나타난다. 경우에 따라서는 주조 강편의 경우에는 큰 결정립에 따른 취성을 줄이고 고온 성형성을 향상시키기 위해서 열간가공을 한다³¹⁾. 주조 강편의 고온 압출성형이나 주조 잉곳의 고온 단조와 같은 중간제품제조 작업은 Mg 합금의 초기 결정립 미세화와 밀접하게 관련되어 있다. 또한 상온에서의 낮은 전·연성을 개선시키기 위해서 Mg에 Li을 첨가하면 결정구조가 체심입방정으로 바뀌고 냉간가공성이 향상된다. Mg-Li-X계 합금은 결정구조 변화에 의한 냉간가공성 이외에도 첨가원소인 Li의 낮은 밀도(0.534g/cm³)로 인하여 Mg-Li-X계 합금의 비강도를 크게 하기 때문에 초경량합금개발을 가능하게 한다.

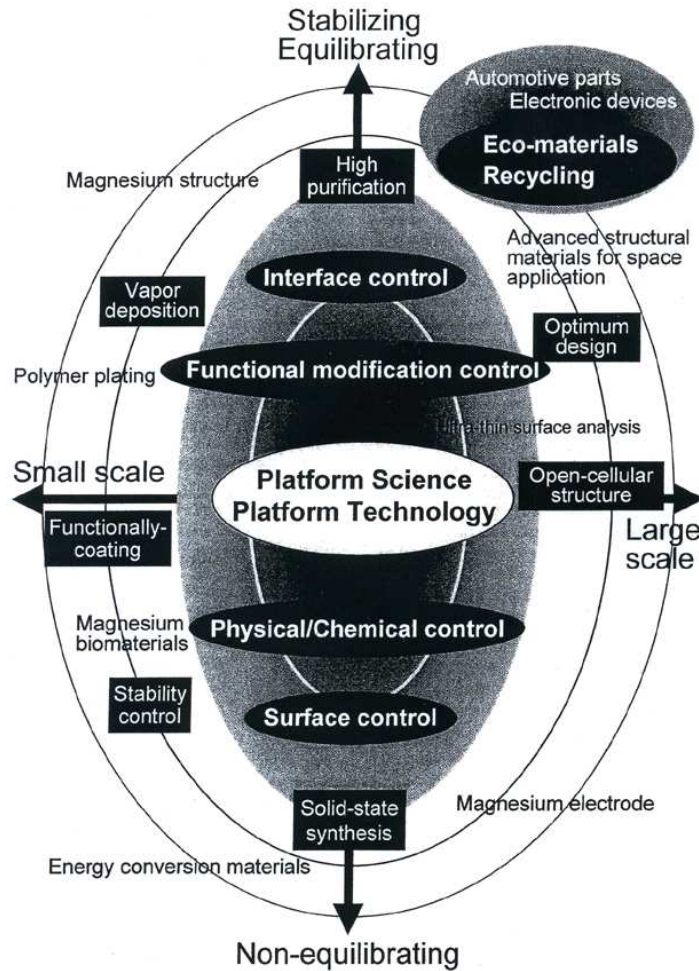


Fig. 2. 12. Platform science and technology as the base for research and development of advanced magnesium alloys²⁸⁾.

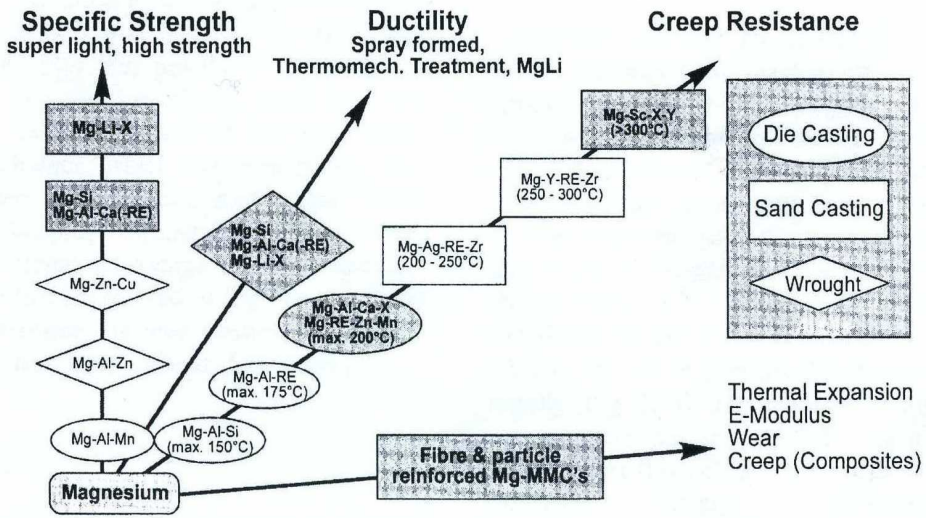


Fig. 2. 13. Direction of alloy development²⁹⁾.

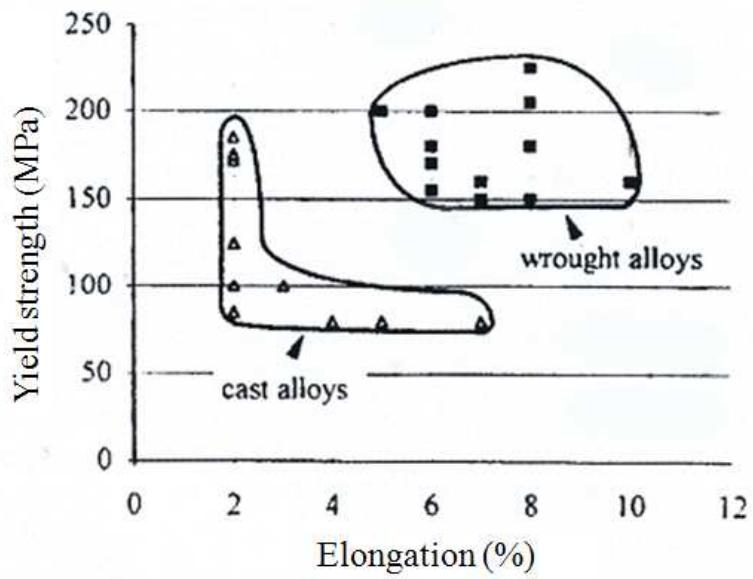


Fig. 2. 14. Strength-Ductility of cast and wrought Mg alloys³¹.

2. 4. 2 Mg 합금의 응용 예

자동차 산업에서의 Mg 합금의 사용은 Fig. 2.15와 같이 핸들, 핸들기둥부, 계기판, 좌석, 기어부 및 공기흡입부 등에서 사용된다. 대표적인 예가 폭스바겐 사의 Kaefer(Beetle)에 크랭크 케이스(AS41) 및 트랜스미션 하우징(AZ81)등에 총 중량 17kg의 Mg 합금을 사용하였으며 주철에 비해 50kg의 경량화 효과를 얻었으며 연간 42,000톤의 잉곳을 소비하였다.

독일의 대표적인 자동차 업체인 BMW사의 Mg소비량의 경우 98년 678톤에서 2001년 1,041톤으로 3년 사이 150 %이상 증가하였다. 주요 양산 부품으로서는 실린더 헤드 커버를 들 수 있으며 이 부품은 경량화 및 밸브 및 캠축의 소음 및 진동을 차단하는 효과가 뛰어나다. 자동차 운전대 코어의 경우 철강소재의 벤딩 및 용접 등의 복잡한 공정 대신 다이캐스팅에 의한 일체성형으로 제조비용 감소 및 45%의 경량화를 달성할 수 있다.

조향축 받침대는 조향핸들의 조작력을 조향기어에 전달하는 운전대 축을 지지하는 부품으로 윗부분에 운전대 축이 결합되어 있고, 아랫부분에는 조향기어가 결합되는 장치로서 조향장치계의 경량화 및 진동 저감 효과를 기대할 수 있다. 브레이크 발판 받침대는 브레이크 발판 축을 지지하는 부품으로서 기존에는 강판 프레스제품의 용접제품을 다이캐스팅에 의해 일체화함으로써 약 60 %이상의 경량화를 기할 수 있으며 고강성 프레임의 설계가 가능하며 ABS 작동시 발생하는 진동을 흡수함으로써 브레이크 필링 향상에 기여할 수 있다^{32,33}).

기존 철강소재의 범주로만 여겨져 왔던 도어내부 패널, 시트프레임, 카울 크로스빔, 흡입 매니폴드 및 트렁크 리드 등 대형물부터 스피드 미터 및 네비게이션 부품 등 폭넓은 기반기술을 바탕으로 양산체계까지 신속하게 이루어지고 있다. 또한 자동변속기 및 엔진블럭 등 내열성이 우수한 합금계를 개발하여 경량화에 적극적으로 대비하고 있다. 공정면에서는 다이캐스팅 방법이 아닌 판재 성형 및 단조기술을 기반으로 범퍼 빔과 현가장치 부품까지 적용확대를 위한 연구개발이 확산되고 있다.

Mg이 자동차 부품으로 사용되려면 자동차 완성업체의 실질적인 수요가 있어야 하며 이에 부응할 수 있는 다이캐스팅 업계의 기술이 선행되어야 한다. 따라서 선

진국에서 확보하고 있는 축적된 기술과 정보를 산업계에 보급하여 정보 및 교육 인프라가 구축되어져야만 한다.

특히 Al 다이캐스팅 업체 중 Mg으로 전환하려는 움직임은 있으나 미래에 대한 불확실성, 화재 및 폭발 위험 등으로 기술개발에 대한 의지가 부족하다. 또 다른 장벽으로는 Mg 잉곳의 수급이 노르웨이 및 중국 등에서 전량 수입에 의존하기 때문에 안정적인 원소재의 확보가 요구되며 용해 주조 기술, 부품 설계기술, 공정 개발, 표면처리기술 및 재활용 기술 등이 요구된다³⁴⁾.

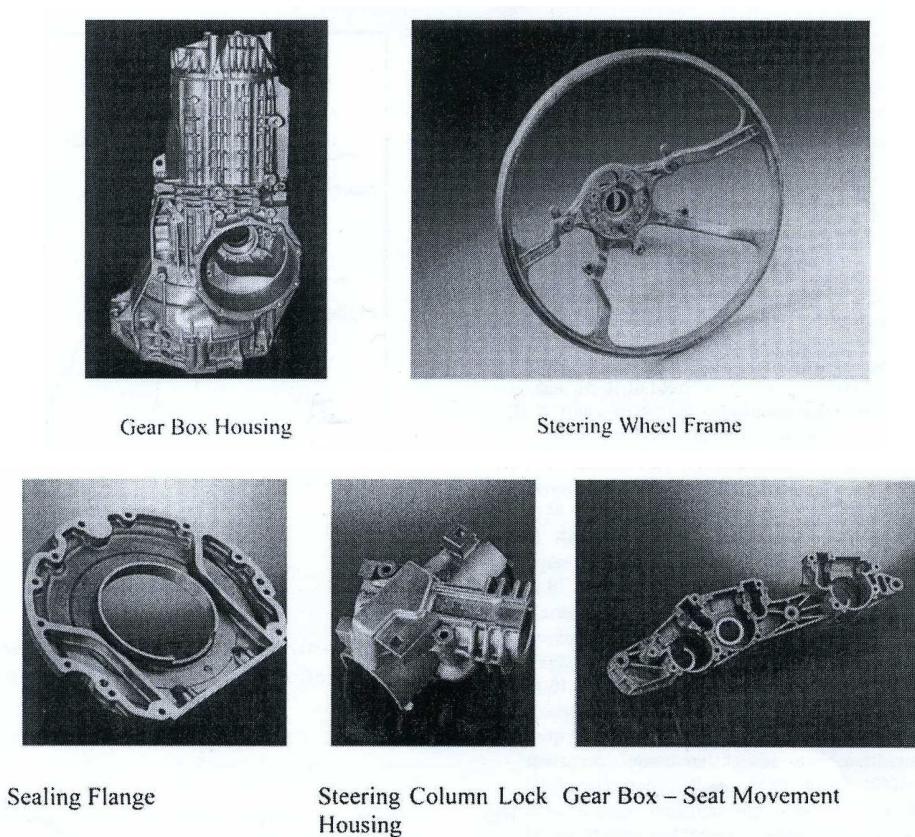


Fig. 2. 15. Example of various Mg automobile parts²⁹⁾.

제 3 장 실험방법

3. 1 실험 재료

본 연구에 사용된 Mg 합금은 가공용 합금인 Mg-Al-Zn계 합금으로서 화학조성은 Table 3.1과 같다.

AZ31B 합금 판재($t=0.6\text{mm}$, 3mm)는 POSCO에서 제조된 온간 압연재로서 용해 → 온간압연 → 소둔처리한 판재이며 평균 결정립 크기는 $4\mu\text{m}$ ($t=0.6\text{mm}$)과 $8\mu\text{m}$ ($t=3\text{mm}$)내외였다.

Table 3. 1. Chemical composition of AZ31B Mg alloy sheet used in this study(wt%)

Al	Zn	Mn	Si	Fe	Cr	Ni	Be	Mg
3.011	0.793	0.315	0.016	0.003	0.003	0.001	0.001	Bal.

3. 2 열간압연

AZ31B Mg 합금 판재는 $80\text{W} \times 150\text{L}(\text{mm})$ 크기로 절단한 후 $400\text{ }^\circ\text{C}$ 의 온도에서 15분간 가열한 후 압연속도를 6 m/min 로 고정하고 압하율을 $33\% \sim 80\%$ 까지 변화시켜 열간압연하였다. 열간압연은 $\Phi 127\text{ mm} \times \text{L}250\text{ mm}$ 인 단롤 열간압연기(압연하중; 최대 25 ton)를 이용하였으며 1회의 열간압연에 의해 시편의 최종 두께가 $0.6 \sim 1\text{ mm}$ 인 열연판재를 제작하였다.

3. 3 열처리

AZ31B Mg 합금 판재의 어닐링에 따른 미세조직의 변화를 관찰하기 위하여 Ar 분위기의 머플로를 이용하여 소정의 어닐링온도에서 일정시간 유지 후 공냉하였다. 또한 열연판재의 정적재결정과정을 조사하기 위하여 시차주사열량계(DSC; Difference Scanning Calorimeter)를 이용한 열분석 실험에서 발열피크가 관찰되는 온도인 130, 180, 230, 300 및 350 °C까지 2 °C/min의 승온속도로 가열하였다.

3. 4 미세조직 관찰

열간압연 및 어닐링 조건에 따른 미세조직을 관찰하기 위하여 적당한 크기(10 × 12 mm)로 절단된 시편을 수지에 마운팅하여 SiC 연마지로 조연마한 후 알루미늄 분말(0.05 μm)을 사용하여 연마하였다. 또한 기계적 연마에 따른 변형쌍정을 제거하기 위하여 에탄올(800 ml)+Butyl cellosolve(80 ml)+Sodium thiocyanate(160 g) 혼합용액에서 10 °C 및 24 V에서 전해연마하였다. 최종 연마된 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. 평균 결정립 크기 및 결정립 분포 등은 화상분석기(Image-Pro)를 이용하여 측정하였다.

3. 5 경도시험

열간압연 및 어닐링 온도에 따른 경도 변화를 조사하기 위하여 비커어스 경도시험기를 이용하여 경도값을 측정하였다. 시험하중은 3 Kgf, 유지시간 15초로 하였으며 경도값은 각 시편당 5회 측정하여 평균값을 취하였다.

3. 6 인장시험

어닐링 온도에 따른 응력-변형률 곡선을 구하기 위하여 만능재료시험기에서 인장시험하였다. 인장시험편은 와이어 커팅에 의해 ASTM sub-size시편(Gauge length=25 mm)으로 제작하였으며 인장속도 1 mm/min에서 인장시험하여 각 시편

들의 응력-변형률 곡선을 구하였다. Fig. 3.1은 인장시험편의 치수를 나타낸다.

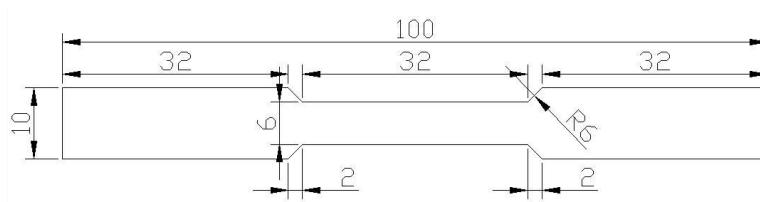


Fig. 3. 1. Shape and dimension of tensile test specimen.

3. 7 X-선 회절시험

열간압연 및 어닐링 온도에 따른 상변화를 조사하기 위하여 열간압연 및 어닐링 한 후 판재를 10×10 mm크기로 절단하여 표면을 기계연마한 후 X-선 회절시험 하였다. X-선 회절시험은 CuK α 특성 X-선을 이용하였으며 가속전압 40 KV, 전류 밀도 30 mA의 조건에서 1 %/min의 주사속도로 $2\theta=20\sim 90^\circ$ 범위의 X-선 회절상을 조사하였다.

3. 8 극점도 측정

열간압연온도 및 어닐링 조건에 따른 집합조직의 변화를 조사하기 위하여 Schultz반사법에 의해 $\{0001\}$ hcp 및 $\{10\bar{1}0\}$ hcp 면의 극점도를 측정하였다.

3. 9 DSC 측정

시차주사열량계(DSC)를 이용하여 압하율을 달리한 시편의 재결정거동을 조사하기 위하여 가열에 따른 열분석 곡선을 구하였다. 시편은 35mg의 무게를 갖도록 준비하여 $100\text{ }^\circ\text{C}\sim 400\text{ }^\circ\text{C}$ 의 온도구간에서 $2\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 의 속도로 시편을 가열하여 열분석 곡선을 얻었다.

제 4 장 실험결과 및 고찰

4. 1. 열간압연 조건에 따른 재결정 거동

4. 1. 1 열간 압하율에 따른 미세조직 및 집합조직 변화

Mg합금은 크게 일반 주물용 합금, 다이캐스팅용 합금, 압출용 합금 및 판재가 공용 합금 등으로 분류된다. AZ31B 합금 판재는 Mg에 2.5~3.5 %Al 및 0.6~1.4 %Zn가 첨가된 합금으로서 연성, 단조 및 압출가공성이 양호하도록 Ca(<0.44 %), Si(<0.1 %), Cu(<0.55 %), Ni(0.005 %) 등의 불순물 원소의 양을 엄격히 제한하고 있다.

실험에 사용된 AZ31B 합금 판재($t=0.6$ mm, 3 mm)는 POSCO에서 제조된 온간 압연재로서 용해 → 온간압연 → 소둔처리한 판재이다.

AZ31B 합금 판재의 압하율에 따른 미세조직 및 집합조직의 변화를 관찰하기 위하여 두께 3 mm의 판재를 $80W \times 150L$ (mm)크기로 절단한 후 400 °C의 온도에서 15분간 열처리한 후 압하율을 33 %~80 %까지 변화시켜 열간압연하였다. 열간압연은 $\Phi 127$ mm \times L250 mm인 단롤 열간압연기(압연하중; 최대 25 ton)를 이용하였으며 시편의 최종 두께가 0.6~1 mm인 열연판재를 제작하였다.

AZ31B 합금 판재를 적당한 크기로 절단하여 마운팅한 후 미세연마하여 아세트산(CH_3COOH) 5 % + 증류수 10 % + Ethanol 80 % + 피크린산($C_6H_3N_3O_7$) 1 g의 혼합용액에서 옛칭한 후 세척·건조하여 광학현미경 및 주사전자현미경으로 관찰하였다. Fig. 4.1은 두께 3 mm인 시편을 33, 50, 66 및 80 %로 온간압연한 판재의 광학 현미경 사진을 나타낸다.

압연하기 전인 as-received 상태의 결정립 크기는 Fig. 4.1의 (a)에서 보는 바와 같이 $8\sim 10$ μm 내외이었으나 결정립 크기는 균일하지 않았다. 최종두께 1 mm인 33 % 열간압연판재의 경우 400 °C에서 15분 동안의 열처리의 영향과 열간압연에 의해 Fig. 4.1의 (b)와 같이 일부 결정립에서 결정립을 가로지르는 전단 변형띠가 생긴 것을 확인할 수 있다. Hcp 금속은 전술한 바와 같이 슬립계가 제한되기 때문에

변형시 모든 결정립에서 균일한 변형이 일어나지 않고 변형에 유리한 일부 결정립에서만 슬립이 일어나 전단 변형띠가 생성된다. 한편 압하율이 50, 66 및 80 %로 증가함에 따라 높은 변형량에 의한 결정립 내의 전단 변형띠는 증가하였으나 일부 전단 변형띠에서는 동적재결정(Dynamic Recrystallization)이 일어나 미세한 재결정립이 관찰되었다.

상대적으로 비교적 적은 변형을 받은 50 % 압연판재의 경우에는 고경각계의 결정립계를 따라서 재결정 핵이 생성되며 조대한 결정립들과 함께 섞여있다. Fig. 4.1의 (d)와 (e)를 보면 많은 변형을 받은 판재의 경우 고경각계의 결정립계와 전단 변형띠 내부에서 재결정립이 생성되고 압하율이 클수록 재결정된 결정들이 많아지는 것을 알 수 있다.

이와 같이 열간가공 중에 Mg 합금에서 나타나는 동적재결정 거동은 변형온도 및 변형스트레인에 의존하며 특히 변형스트레인에 더 민감한 것으로 보고되고 있다³⁵⁾. 또한 동적재결정은 재결정립의 생성장소에 따라 연속 동적재결정 및 불연속 동적재결정으로 구분되며 이중 불연속 동적재결정은 변형띠에서 또는 결정립계에서의 새로운 결정립의 생성으로서 Fig. 4.1의 전단 변형띠에서 나타나는 동적재결정현상은 불연속 동적재결정(Discontinuous Dynamic Recrystallization)에 의한 것이다.

Fig. 4.2는 압하율 80 %의 판재를 주사전자현미경으로 관찰한 사진을 나타낸 것이다. 미세조직의 크기는 크게 1 μm 미만의 미세한 결정립과 10 μm 내외의 압연판재 초기의 변형된 결정립들이 분포되어있다. 높은 응력에서는 더 무질서하게 재결정현상이 일어나며 Mg 및 Mg 합금에서 나타나기 쉽다.

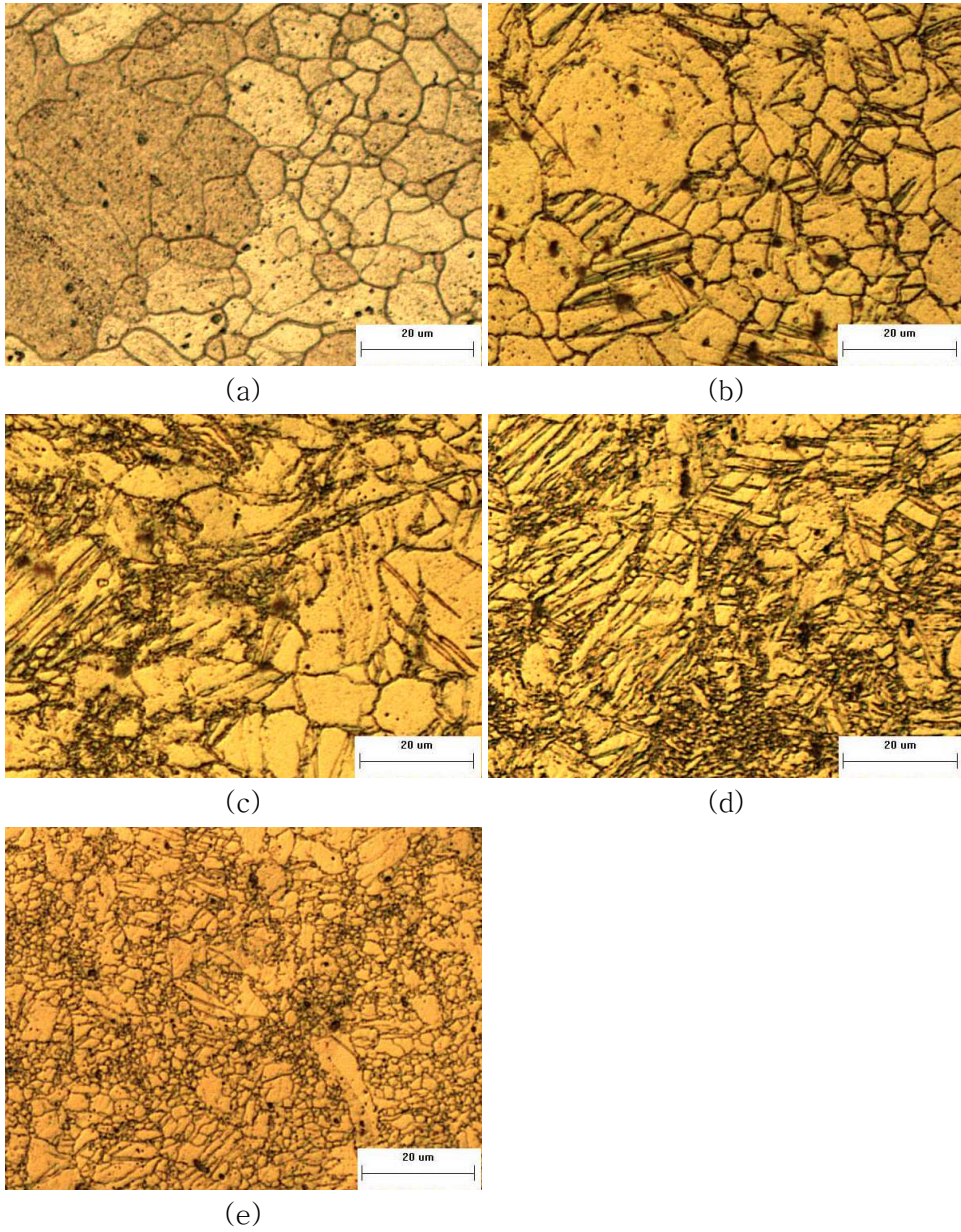


Fig. 4. 1. Microstructure of hot-rolled sheets with reduction rate in thickness; (a) as-received, (b) 33%, (c) 50%, (d) 66% and (e) 80%.

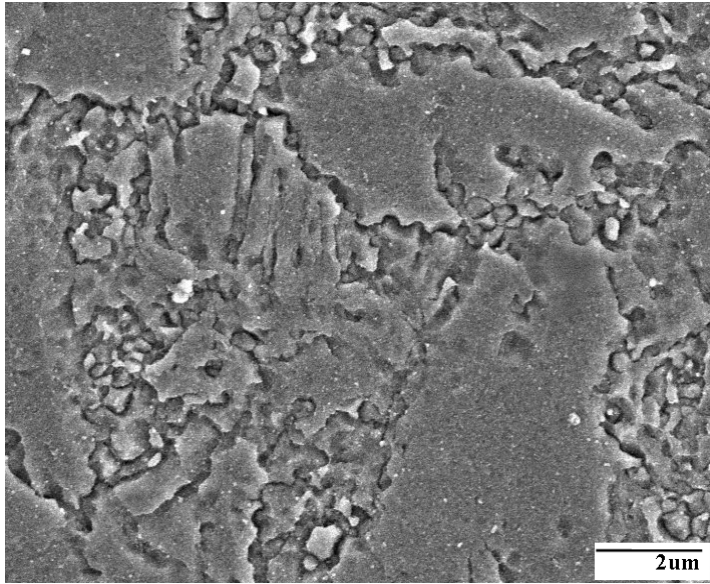


Fig. 4. 2. FESEM of the sheet hot-rolled by 80 percentage reduction in thickness.

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 한다³⁶⁾.

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

Hcp 결정구조 (0001)를 갖는 금속의 경우에는 압연시 금속의 종류에 따라 (0001) \langle 110 \rangle 또는 (0001) \pm 27~30°, \langle 10 $\bar{1}$ 0 \rangle 등의 압연집합조직을 갖는 것으로 보고되고 있다. 즉 Mg의 경우 {0001} \langle 11 $\bar{2}$ 0 \rangle 그리고 Ti, Zr, Ti합금 및 Zn 등은 (0001) \pm 27~30°, \langle 10 $\bar{1}$ 0 \rangle 압연집합조직을 나타낸다.

AZ31 합금의 압하율에 따른 집합조직의 변화를 조사하기 위하여 Schultz 반사법에 의해 (0001) 및 (10 $\bar{1}$ 0)면의 극점도를 측정하였으며 그 결과는 Fig. 4.3 및 4.4와 같다.

열간압연 후 소둔한 as-received 상태의 극점도를 보면 (0001)극점은 압연방향으로 \pm 5° 정도 기울어져 있으며 (10 $\bar{1}$ 0)극점은 섬유상 형태로 분포되고 있음을 알 수 있다. 그러나 열간압하율이 33 및 50 %로 증가하면 (0001)극점은 극점도의 중앙에 모이게 되며 (10 $\bar{1}$ 0)극점의 강도는 감소하나 $\phi_{1,2} = \pm 30^\circ$, $\phi_{3,4} = \pm 150^\circ$ 에 위치하였다.

이와 같이 압하율이 증가함에 따라 각 극점의 위치 및 강도가 바뀌는 이유는 열간압연에 의해 결정립이 특정한 방향으로 회전하여 집합조직을 갖기 때문이다.

한편 열간압하율이 66 및 80 %로 증가함에 따라 (0001)극점의 위치는 극점도의 중앙에 집중되고 극점의 강도는 감소하였으며 (10 $\bar{1}$ 0)극점의 강도 역시 감소하였다.

이러한 (0001) 및 (10 $\bar{1}$ 0)극점의 강도 및 위치의 변화는 열간압연에 의한 집합조직의 변화뿐만 아니라 Fig. 4.1의 미세조직 사진에서 알 수 있는 바와 같이 열간압연 중 전단 변형때에서 재결정된 동적재결정립의 결정방위에 기인하는 것으로 판단된다.

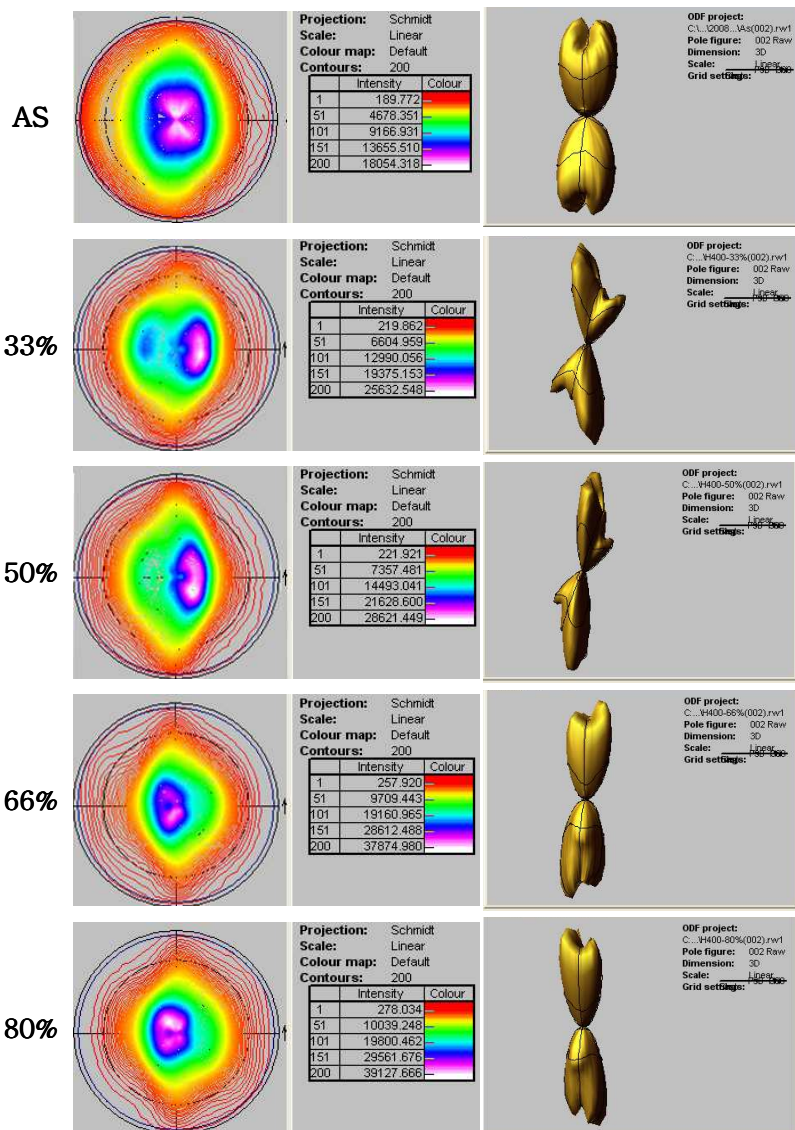


Fig. 4. 3. (0001) pole figures of hot-rolled sheets with percentage reduction in thickness.

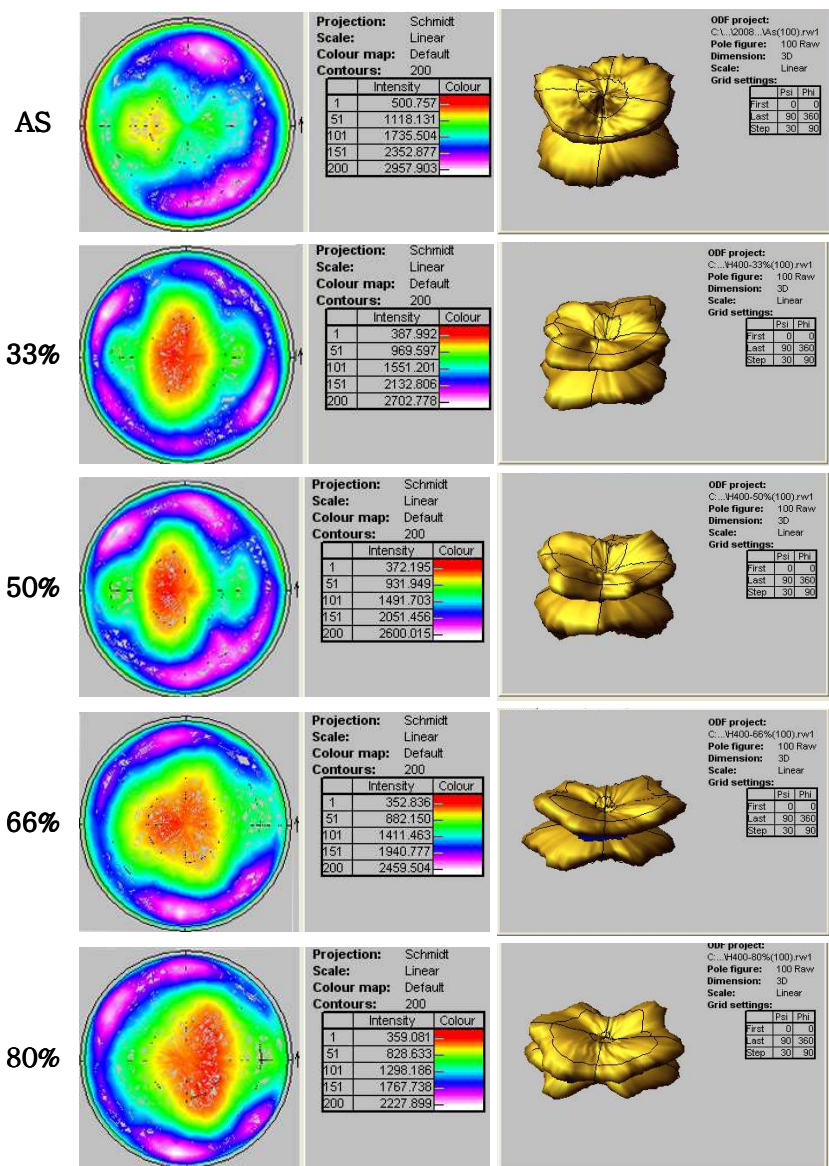


Fig. 4. 4. $(10\bar{1}0)$ pole figures of hot-rolled sheets with percentage reduction in thickness.

4. 1. 2. 어닐링 온도에 따른 재결정 거동

압하율을 달리한 AZ31B 합금 판재의 열처리에 따른 미세조직의 변화를 관찰하기 위하여 머플로를 이용하여 상온에서부터 130~350 °C의 온도로 2 °C/min으로 승온시키며 열처리한 후 미세조직을 관찰하였다. 산화방지를 위해 알루미늄 호일로 밀봉하였으며 열처리 후 공냉하였다.

Fig. 4.5는 33 %의 압하율로 압연한 판재를 130, 180, 230, 300 및 350 °C의 온도까지 2 °C/min로 어닐링한 시편들의 조직사진을 나타낸다.

130 °C에서 열처리한 판재는 Fig. 4.1의 (a)와 비교하여 변형쌍정의 양이 많아졌으며 초기 변형된 조직도 그대로 남아 있다. 180 °C까지의 어닐링에 의해서는 일부 변형된 결정립에서 재결정이 일어났으나 변형된 결정립의 대부분은 그대로 남아 있음을 관찰할 수 있었다.

열처리 온도가 더욱 높은 230 °C 어닐링에서는 재결정된 결정립이 3 µm내외로 성장된 재결정립을 관찰할 수 있었으며 일부 변형된 결정립 역시 관찰할 수 있었다. 300 °C 및 350 °C의 어닐링에서는 변형된 결정립의 재결정은 완료되며 특히 350 °C 어닐링의 경우 다른 압하율 조건에서와 결정립 크기를 비교하였을 때 약 8 µm정도로 가장 큰 결정립 성장이 일어남을 알 수 있다.

50 %로 압연한 판재의 미세조직은 Fig. 4.6과 같다. 130 °C 어닐링의 경우, 33 % 압연판재와 다르게 동적재결정에 의한 미세한 재결정들이 나타났으며 초기 변형조직과 변형쌍정도 함께 관찰되었다. 어닐링 온도가 높아짐에 따라 미세한 결정립의 크기는 5 µm정도로 증가하였으며 33 % 압연판재와 같이 300 °C 및 350 °C의 어닐링에서는 변형된 결정립의 재결정은 완료되었다.

한편 66 %의 압하율을 가진 판재의 어닐링에 따른 미세조직은 Fig. 4.7에 나타내었다. 130 °C와 180 °C의 어닐링한 시편의 조직사진의 경우, Fig. 4.5와 4.6의 (a), (b)와 비교하였을 때 전체적으로 변형쌍정의 양보다 미세한 결정들의 양이 많아졌으며 마찬가지로 300 °C 및 350 °C의 어닐링에서는 변형된 결정립의 재결정은 완료되었다.

또한 Fig. 4.8은 80 %의 압하율로 압연한 판재를 130, 180, 230, 300 및 350 °C의 온도까지 2 °C/min로 어닐링한 시편들의 조직사진 및 FESEM사진을 나타낸 것이

다. 가장 많은 변형을 받은 시편은 초기에 동적 재결정된 결정립의 수가 가장 많이 나타났으며 300 °C 및 350 °C의 어닐링에서는 재결정된 결정립의 크기는 평균 4 μm 정도로 가장 작게 나타났다. Fig. 4.5의 (e)와 비교하였을 때 많은 변형을 받은 시편에서는 결정립의 조대화가 일어나지 않았다.

열간압연에 의해 결정립 연신 또는 전위 등과 같은 결함 생성과정이나 동시에 새로운 결정립이 생성 또는 성장하는 동적 재결정과정은 압연온도 또는 압하율 등에 따라 달라지게 된다³⁷⁾.

Fig. 4.5~Fig. 4.8에서와 같이 열간압연에 의해 변형된 결정립은 어닐링 처리에 의해 회복, 재결정 및 결정립성장의 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 가로 지르는 원자들의 도약에 의해 재결정 핵이 성장함으로써 새로운 결정립이 생성되고 재결정 과정이 완료된 후에 원자들이 결정립계를 가로 지르는 도약에 의해 재결정된 결정립은 성장한다³⁸⁾.

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.

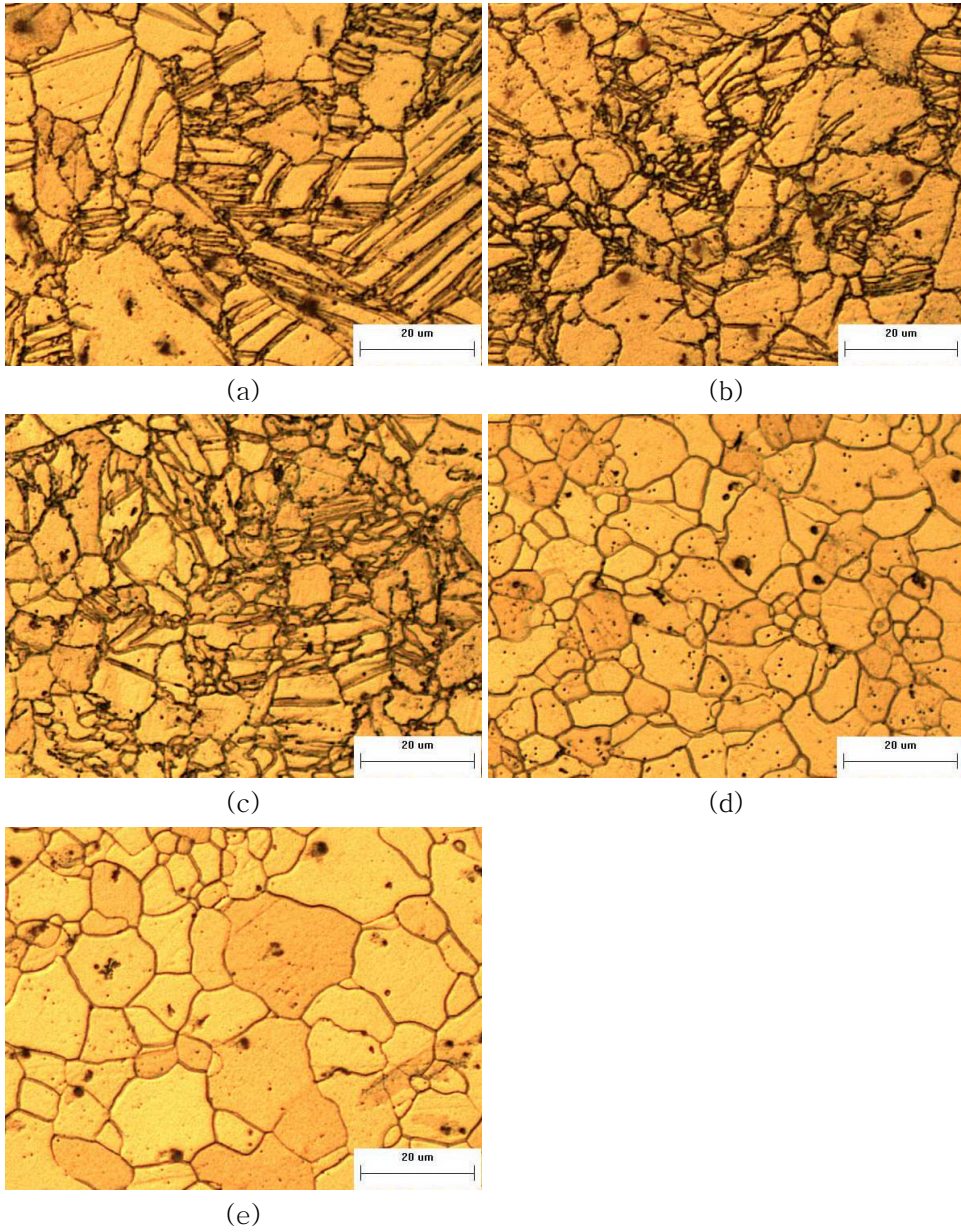


Fig. 4. 5. Microstructure of the sheets of hot-rolled by 33% reduction in thickness with annealing temperatures; (a) 130°C, (b) 180°C, (c) 230°C, (d) 300°C and (e) 350°C.

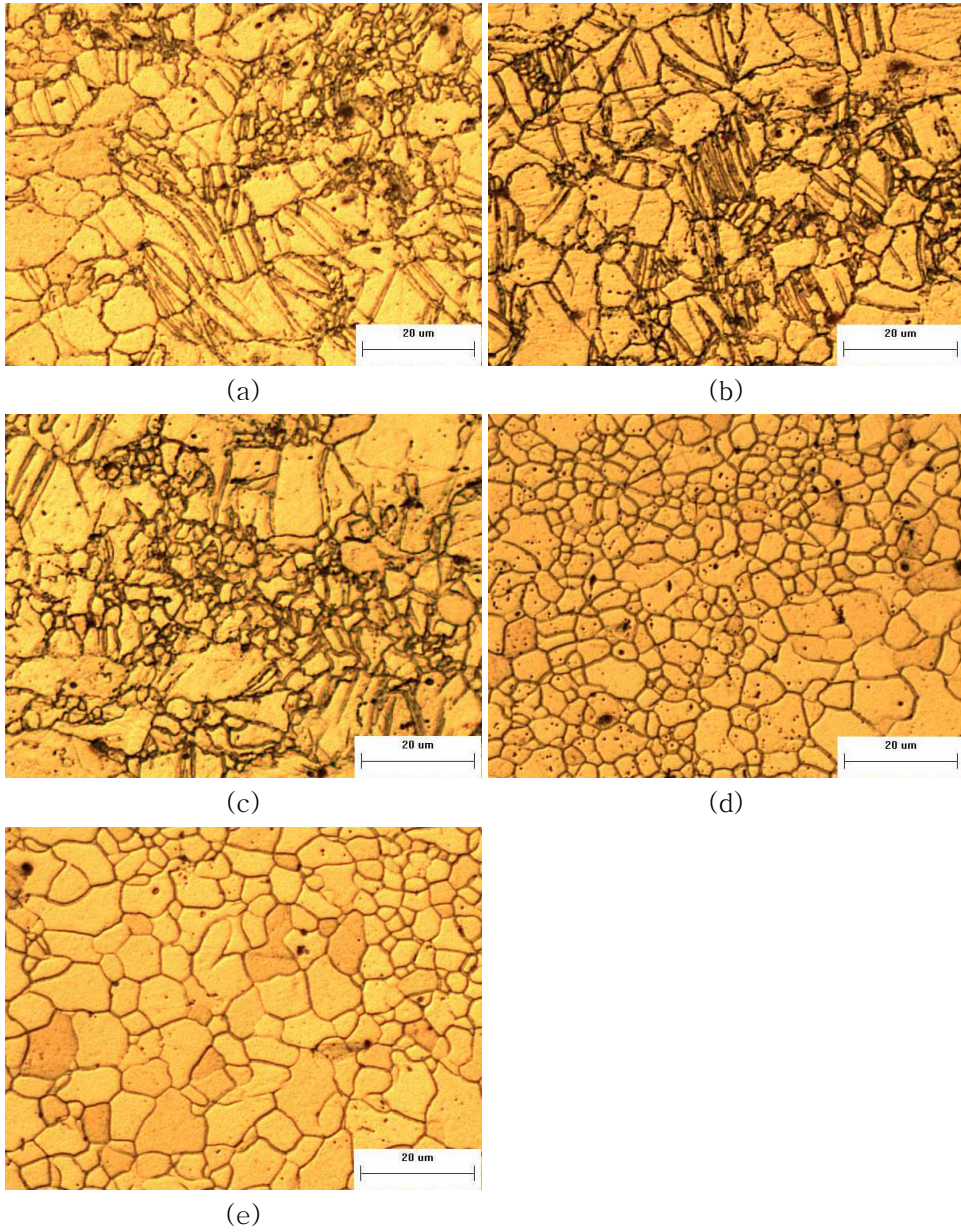


Fig. 4. 6. Microstructure of the sheets of hot-rolled by 50% reduction in thickness with annealing temperatures; (a) 130°C, (b) 180°C, (c) 230°C, (d) 300°C and (e) 350°C.

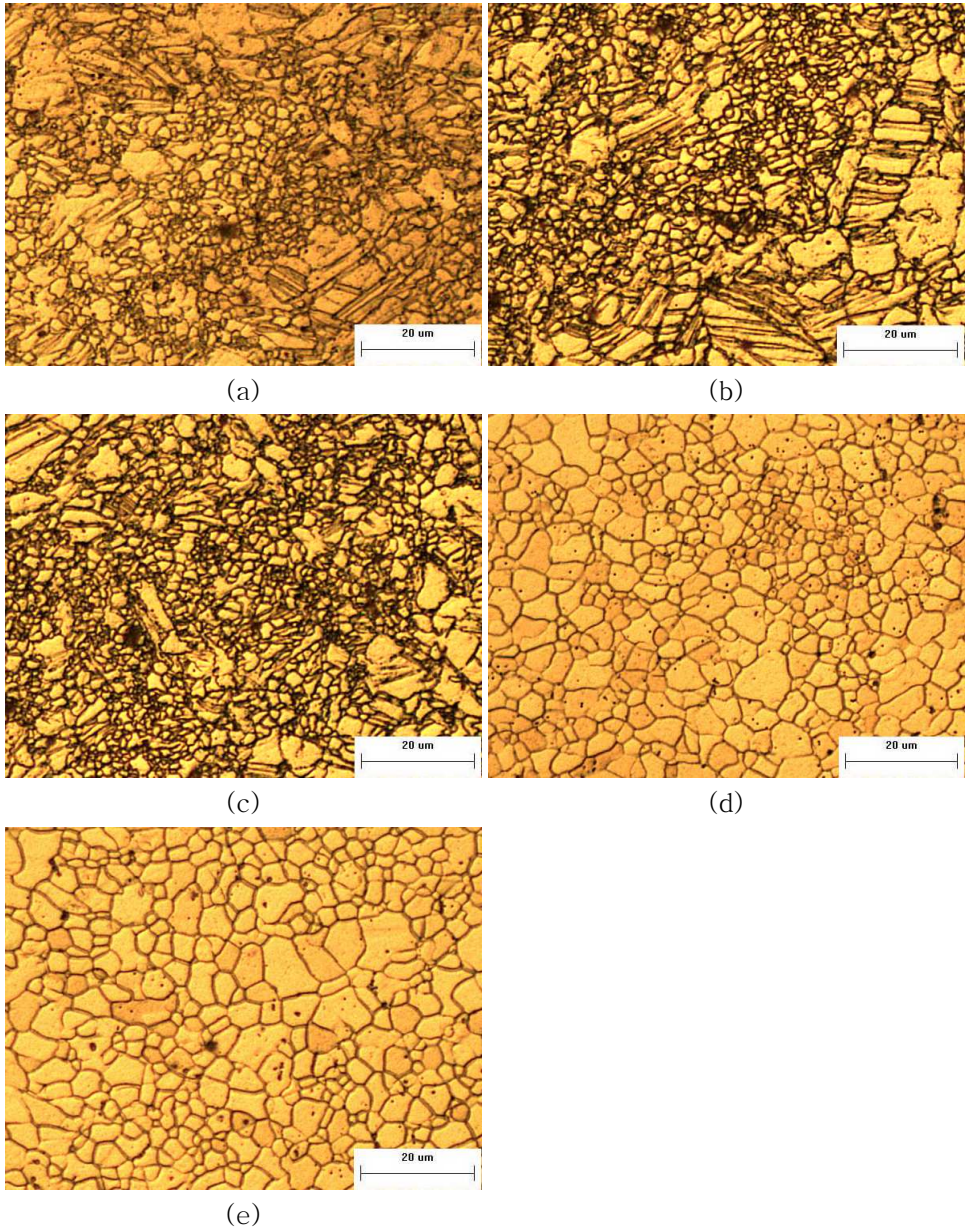


Fig. 4. 7. Microstructure of the sheets of hot-rolled by 66% reduction in thickness with annealing temperatures; (a) 130°C, (b) 180°C, (c) 230°C, (d) 300°C and (e) 350°C.

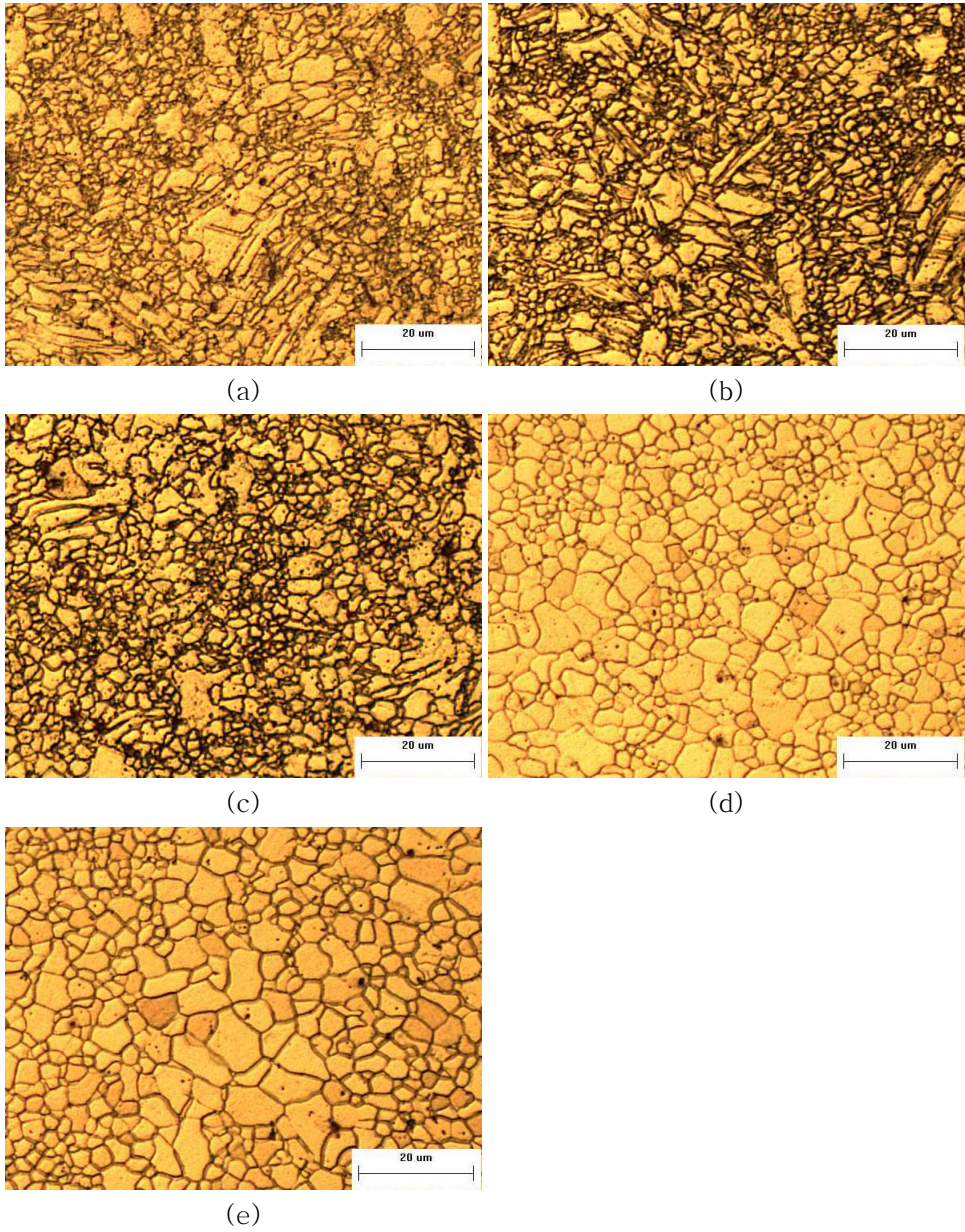


Fig. 4. 8. Microstructure of the sheets of hot-rolled by 80% reduction in thickness with annealing temperatures; (a) 130°C, (b) 180°C, (c) 230°C, (d) 300°C and (e) 350°C.

Fig. 4.9는 화상분석기를 이용하여 400 °C에서 압하율을 달리한 열연판재의 어닐링 온도에 따른 재결정율의 변화를 측정된 결과를 나타낸다. 재결정율은 압하율 33, 50, 66 및 80 %의 시편 중에서 180 °C와 230 °C로 어닐링한 시편에 대해서 3 μm미만의 결정립을 측정하였다.

압하율이 증가함에 따라 재결정율은 증가하는 경향을 나타냈다. 180 °C에서 어닐링한 시편의 경우 압하율 33, 50 %의 재결정율은 14.2, 23.6 %로 나타났으며 66, 80 %에서 크게 증가하여 각각 50.1 및 58.4 %로 측정되었다. 230 °C에서 어닐링한 경우 180 °C 어닐링 시편과 비교했을 때 높은 온도에서의 재결정율이 낮은 온도에 비해 평균 5 % 정도 높게 나타났다.

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 고정각 입계의 이동을 활성화하기 위하여 충분한 변형에너지를 가진 구조를 가져야 한다^{37,38}).

한편 압하율이 33, 50, 66 및 80 %로 달리한 판재의 어닐링 온도에 따른 결정립의 크기 변화를 Fig. 4.10에 나타냈다. 압하율이 낮은 33 %의 300 °C로 열처리한 경우 국부적으로 결정립이 성장하는 구역을 관찰할 수 있었다.

또한 350 °C 어닐링에서는 일부 결정립이 비정상적으로 크게 성장하여 평균 결정립의 크기가 7.5 μm 정도로 크게 성장하여 조대한 결정립을 관찰할 수 있었다. 어닐링온도가 낮은 300 °C의 경우가 350 °C보다 압하율에 관계없이 결정립이 미세하게 관찰되었다. 압하율이 증가할수록 결정립은 미세하게 관찰되었으며 압하율 80 %에서 300 °C로 어닐링한 시편에서 평균 3.5 μm으로 가장 미세한 결정립을 나타냈다. 변형량이 증가하여 핵생성 장소가 증가하기 때문에 핵생성이 쉽고 구동력이 커서 재결정된 결정립의 크기는 감소한다.

열간압연 및 어닐링 온도에 따른 경도 변화를 조사하기 위하여 비커어스 경도 시험기를 이용하여 경도값을 측정하였다. 시험하중은 3 kgf, 유지시간 15초로 하였으며 경도값은 각 시편당 5회 측정하여 평균값을 취하였다.

Fig. 4.11에서 보는 바와 같이 압하율 33%인 시편의 as-received 상태에서의 경도값은 HV = 80이었으나 어닐링온도가 상승함에 따라 비커어스 경도

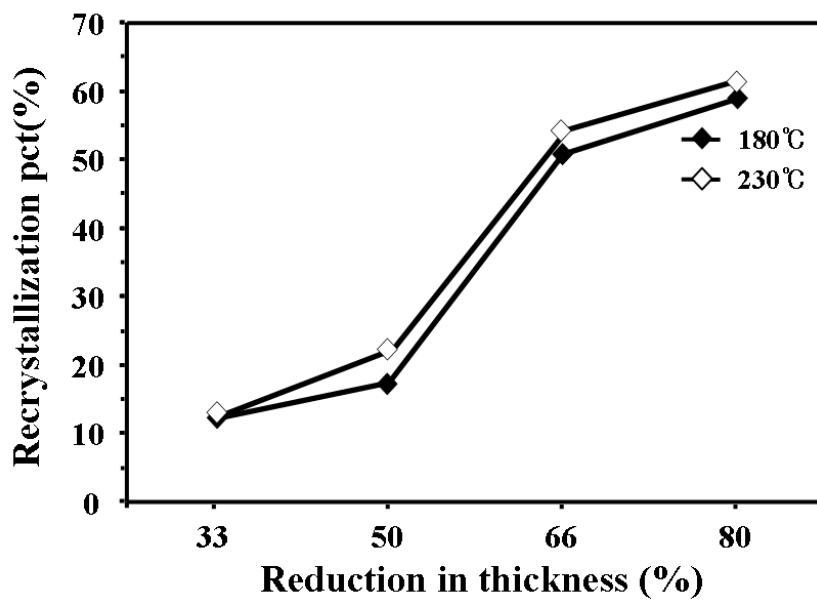


Fig. 4. 9. Recrystallization percentage of hot-rolled sheets with reduction rate in thickness and annealing temperature.

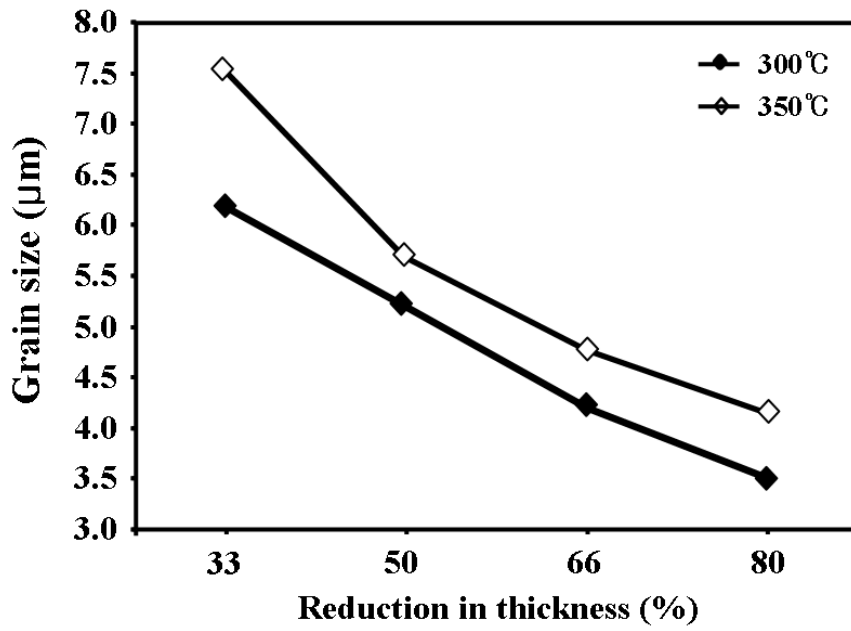


Fig. 4. 10. Grain size of hot-rolled sheets with reduction rate in thickness and annealing temperature.

값은 저하하였으며 어닐링 온도 350 °C에서는 HV = 59.4로 감소하였다. 어닐링 온도에 따른 이러한 경도값의 변화는 열간압연 과정 중의 결정립의 변형, 내부 결함의 도입 여부 및 도입되는 전위밀도 등이 다르기 때문이다. 어닐링 온도가 높아지면 변형량은 적어지고 변형된 결정립에 동적재결정이 일어나 경도값은 낮아진다.

또한 압하율 80 %의 as-received 상태에서 가장 높은 경도값인 HV = 88.7을 나타냈으며 압하율이 증가하면 동일한 어닐링 온도라 하더라도 높은 경도값을 나타냈다. 즉 동일한 열처리 온도라 하더라도 압하율이 증가하면 결정립의 변형은 커지고 전위밀도가 크기 때문에 경도값은 높게 나타나나 압하율이 낮아지면 이와 반대로 변형량이 작아지고 경도값은 낮게 나타나게 된다.

전체적으로 열처리 온도가 올라감에 따라 경도값은 떨어졌으며 압하율에 관계없이 300 °C에서 어닐링한 경우 230 °C와 비교하였을 때 경도값은 평균 HV = 15정도로 감소폭이 크게 나타났다. 이는 Fig. 4.5~Fig. 4.8의 (d)와 같이 재결정이 완료되었기 때문에 비커어스 경도값의 감소폭은 가장 크게 나타났다.

Fig. 4.12는 시차주사열량계(DSC)를 이용하여 가열에 따른 열분석 곡선을 구하였다. 시편은 35 mg의 무게를 갖도록 준비하여 100 °C~400 °C의 온도구간에서 2 °C/min의 속도로 시편을 가열하여 열분석곡선을 얻었다.

발열곡선은 135 °C~170 °C, 240 °C~280 °C 그리고 320 °C~340 °C에서 나타났다. 압하율이 가장 큰 80 %의 시편의 첫 번째 곡선의 경우 heat flow가 1.436 J/g로 가장 크게 나타났으며 압하율이 66, 50 및 33 %로 작을수록 heat flow는 감소하였다.

Fig. 4.5~Fig. 4.8의 (a)와 (b)의 미세조직 사진을 비교하면 135 °C~170 °C의 발열곡선은 동적재결정에 의한 미세한 재결정립들이 조금씩 성장하고 결정립계를 따라서 재결정핵이 생기면서 발열곡선이 생긴 것으로 판단된다. 한편 240 °C~280 °C의 발열곡선의 경우 Fig. 4.5~Fig. 4.8의 (c)와 (d)를 비교하면 어닐링에 의한 재결정이 증가하다가 재결정이 완료와 관련된 발열곡선임을 알 수 있다. 또한 세 번째 발열곡선은 결정립의 성장과 관련된 것으로 판단된다.

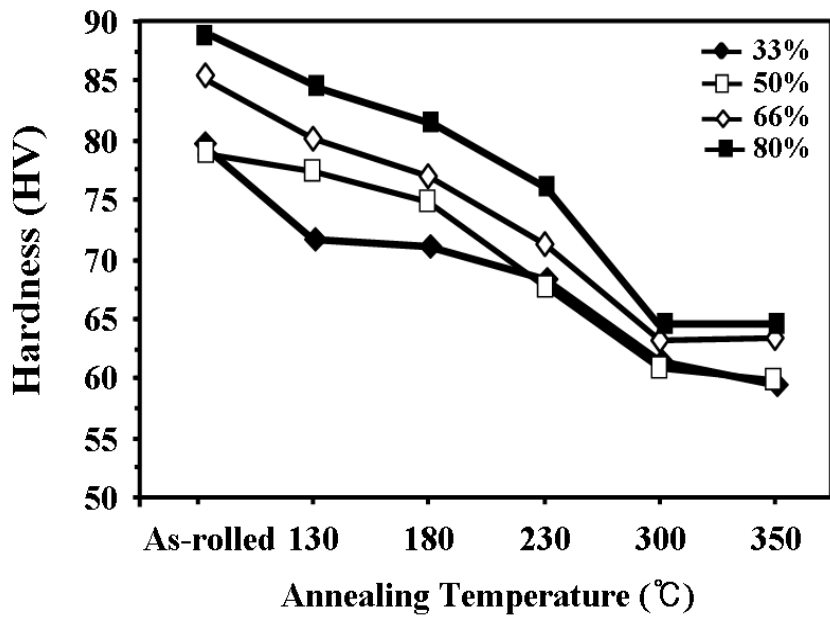


Fig. 4. 11. Change in Vickers hardness of hot-rolled sheets with reduction rate in thickness and annealing temperature.

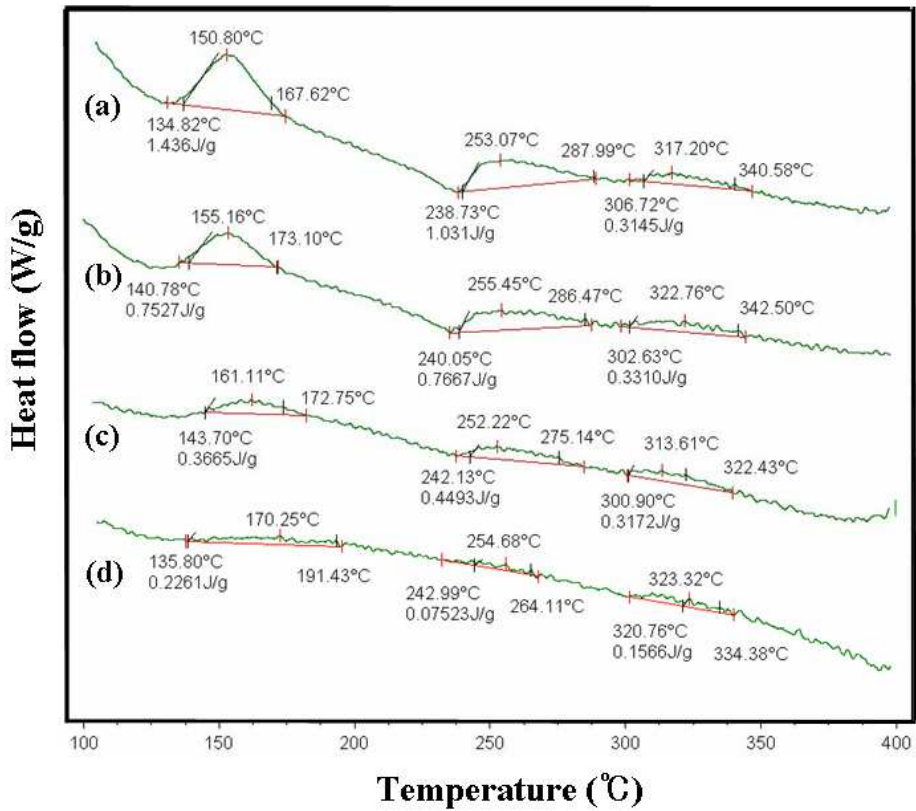


Fig. 4. 12. DSC thermograms of hot-rolled sheets with reduction rate in thickness: (a) 88%, (b) 66%, (c) 50% and (d) 33%.

4. 2. Strain annealing

결정립 성장은 둘 이상의 저경각경계를 이루어진 초기결정립 또는 재결정립들이 회전하거나 합체되어 하나의 결정립으로 성장하여 입계의 면적을 줄여가는 과정이다. 이러한 결정립 성장거동은 화학조성에 따른 계면에너지, 초기 가공량에 따른 스트레인 및 초기결정립 크기 등에 영향을 받으며 특히 초기 가공량에 의해 적절한 스트레인이 결정립에 가해지면 결정립이 이상성장(Abnormal grain growth)하거나 단결정이 생성되며 이를 스트레인 어닐(Strain annealing)이라 한다.

이러한 스트레인 어닐현상은 슬립계가 제한되어 변형이 불균일하게 일어나는 Mg 합금에서 온간가공시 중요한 가공변수가 되므로 스트레인의 양 및 어닐링 온도에 따라 이를 정량화하는 것은 매우 중요하다.

AZ31B 합금 판재의 스트레인 어닐효과를 검토하기 위하여 인장변형량을 달리하여 인장변형 후 150~350 °C 온도구간에서 어닐링하여 결정립 성장거동을 비교하였다.

인장시험편은 와이어 커팅에 의해 시편두께가 0.6 mm와 3 mm 인 판재를 ASTM sub-size시편(Gauge length=25 mm)으로 제작하였으며 판재를 RD방향으로 인장속도 1 mm/min에서 각각 2, 4, 6 및 8 %로 인장시험한 후 표점거리의 가운데 부분을 low speed saw를 이용하여 절단한 후 150, 250 및 350 °C에서 각각 30분씩 열처리하였다.

Fig. 4.13은 두께가 0.6 mm로서 평균 3 μm 의 등축 결정립을 갖는 AZ31B 판재의 어닐링온도에 따른 미세조직을 나타낸 것이다. As-received 상태에서의 결정립의 크기는 3 μm 내외였으나 어닐링 온도가 150, 250 및 350 °C로 상승함에 따라서 결정립 성장이 일어났으며 350 °C에서는 6 μm 내외로 나타났다. Fig. 4.14~Fig. 4.17은 두께가 0.6 mm인 인장시편을 2, 4, 6, 및 8 %로 인장한 시편을 150, 250, 350 °C에서 30분 동안 어닐링한 시편의 미세조직을 관찰한 것이다. Fig. 4.14~Fig. 4.17의 (a), (b)는 Fig. 4.13의 (a), (b)와 비교했을 때 결정립의 크기가 3~4 μm 으로 크게 차이가 나지 않았다. 2 %의 인장변형 후 250 °C의 어닐링의 경우에는 Fig. 4.13의 (c)와 비교하여 큰 차이가 없었으나 4 %의 인장 후 250 °C의 어닐링의 경우에는 4 μm 정도의 결정립과 함께 스트레인 어닐현상에 의해비정상적으로 크게 성장한 20 μm 정도의 결정립도 함께 관찰되었다. 스트레인의 양이

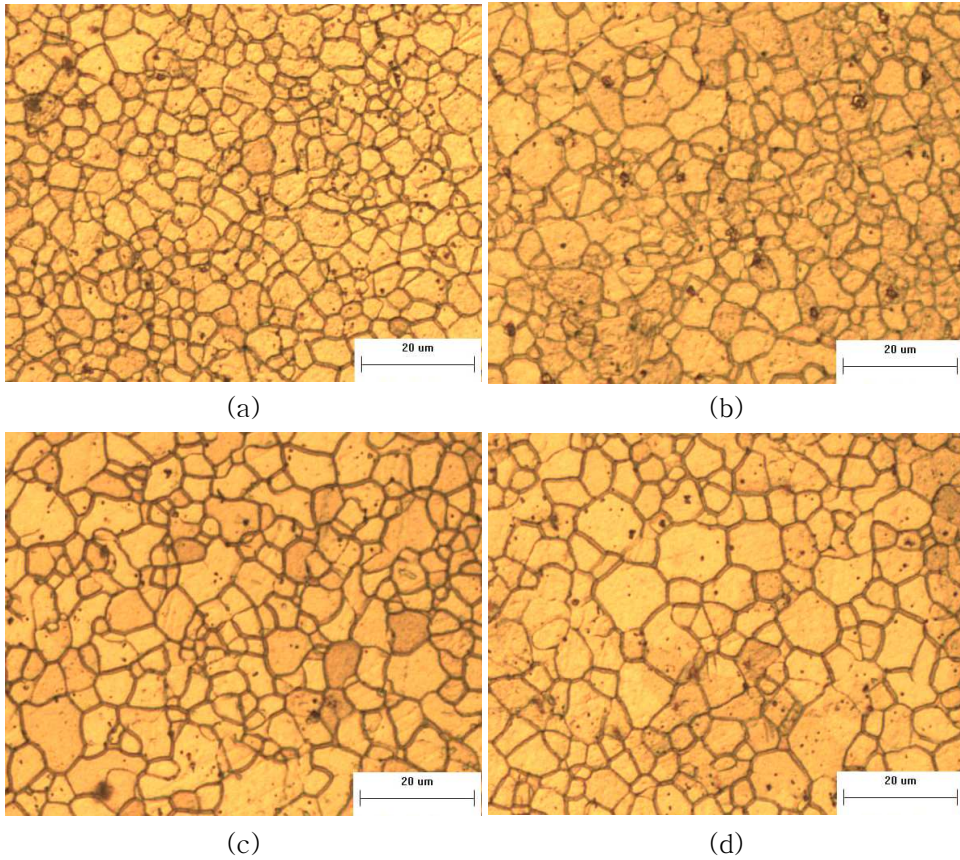


Fig. 4. 13. Microstructure of 0.6 mm AZ31B sheet with annealing temperatures; (a) as-received, (b) 150 °C ×30min, (c) 250 °C ×30min and (d) 350 °C ×30min.

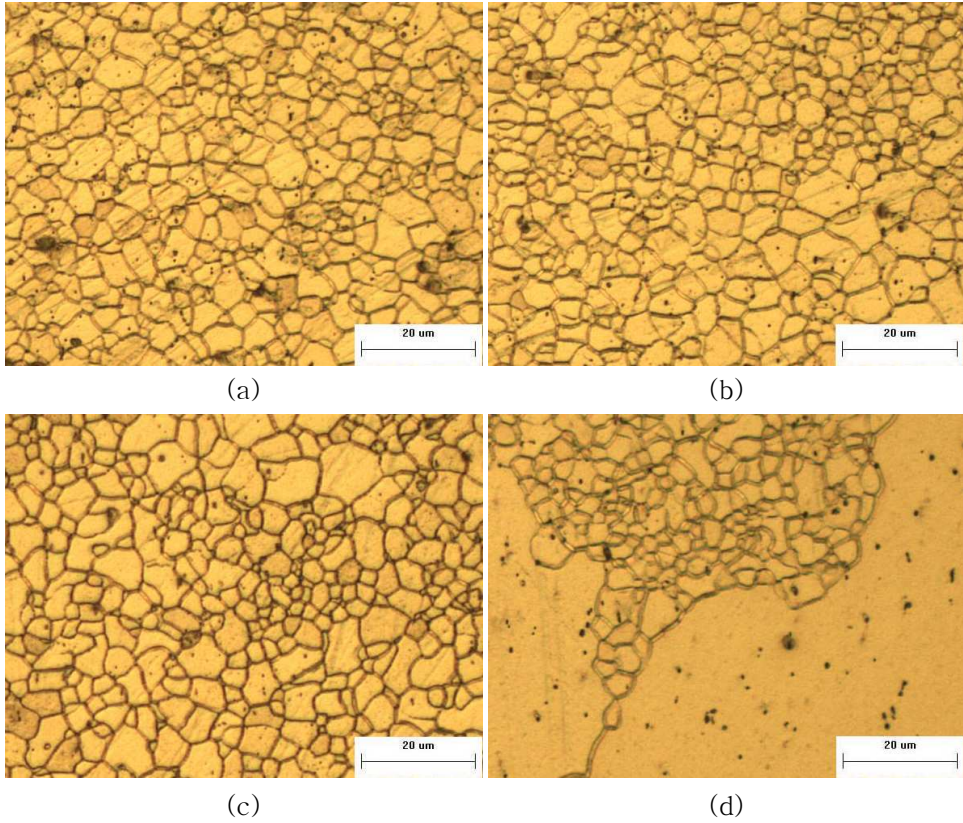


Fig. 4. 14. Microstructure of 0.6 mm AZ31B sheet tensile - deformed by 2 % with annealing temperatures; (a) 2 % tensile, (b) 150 °C × 30 min, (c) 250 °C × 30 min and (d) 350 °C × 30 min.

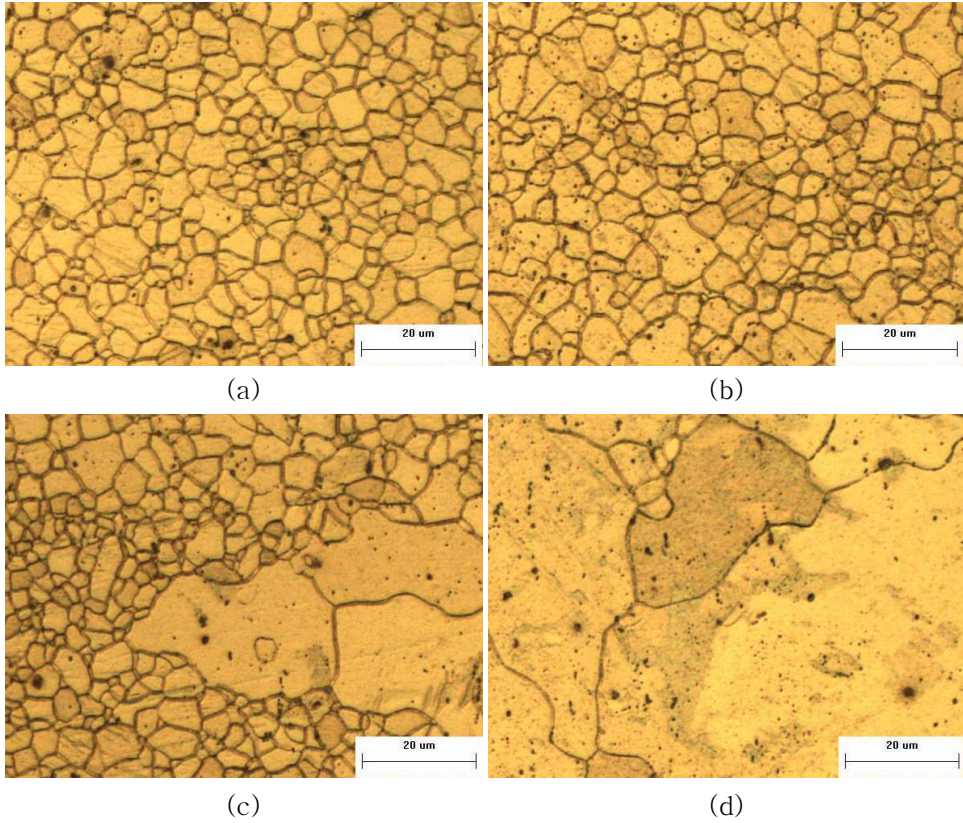


Fig. 4. 15. Microstructure of 0.6 mm AZ31B sheet tensile - deformed by 4 % with annealing temperatures; (a) 4 % tensile, (b) 150 °C ×30min, (c) 250 °C ×30min and (d) 350 °C ×30min.

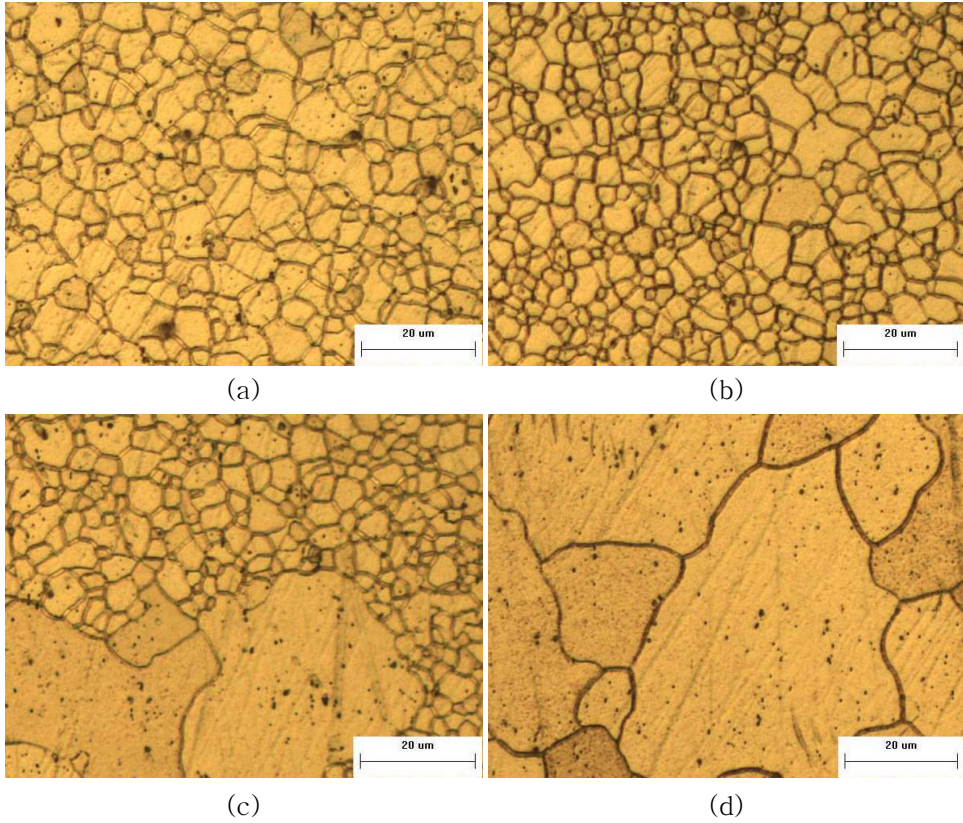


Fig. 4. 16. Microstructure of 0.6 mm AZ31B sheet tensile - deformed by 6 % with annealing temperatures; (a) 6 % tensile, (b) 150 °C × 30 min, (c) 250 °C × 30 min and (d) 350 °C × 30 min.

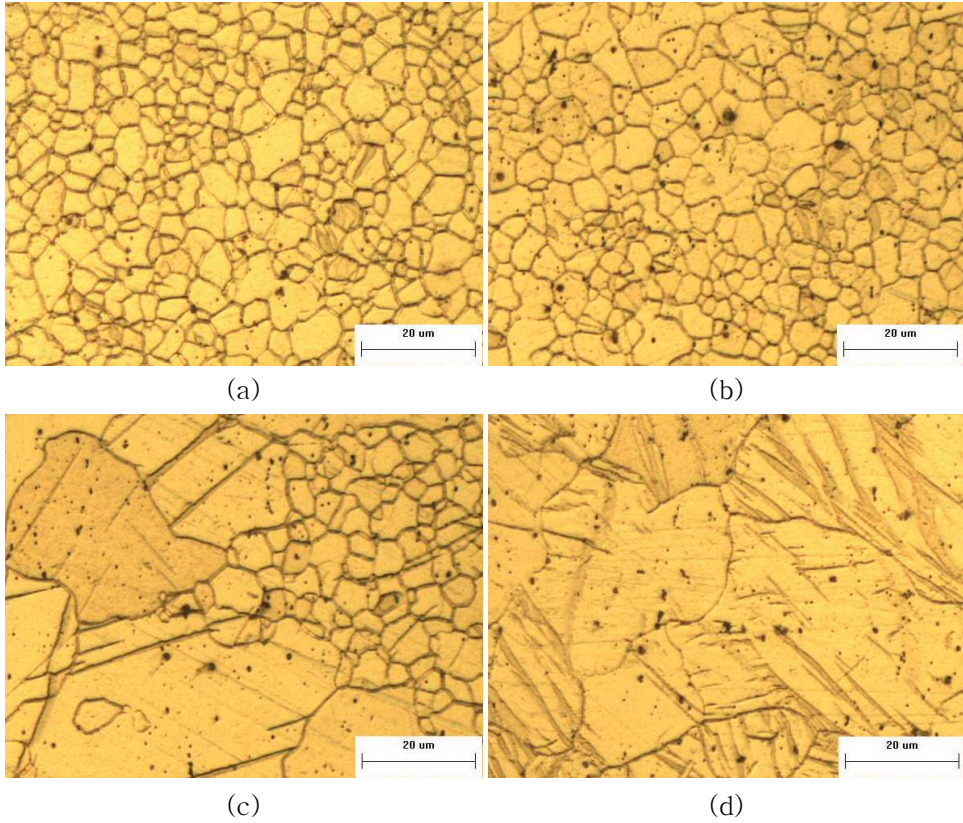


Fig. 4. 17. Microstructure of 0.6 mm AZ31B sheet tensile - deformed by 8 % with annealing temperatures; (a) 8 % tensile, (b) 150 °C ×30min, (c) 250 °C ×30min and (d) 350 °C ×30min.

증가할수록 비정상적으로 성장한 결정립은 더욱 성장하였으며 6 %의 인장 후 250 °C 어닐링에서는 결정립 크기가 평균 26.3 μm , 8 %에서는 37.6 μm 으로 나타났다.

350 °C의 어닐링의 경우, 2 % 인장시편의 결정립 크기는 3.8 μm 의 미세한 결정립과 76 μm 의 조대한 결정립으로 나타났으며 4 % 인장시편에서 17 μm 의 미세한 결정과 함께 평균 87 μm 정도의 비정상적으로 가장 크게 성장한 결정립을 관찰하였다. 6 %와 8 % 인장에서는 미세한 결정립과 조대한 결정립과의 차이가 줄어들면서 평균결정립 크기는 36.7 μm 로 나타났다. 특히 8 %의 경우에는 비정상적으로 성장한 결정립내부에 쌍정이 생성되었다.

이와 같은 변형률에 따른 결정립 크기의 변화를 보면 변형률의 크기에 무관하게 250 °C 어닐링에서는 국부적으로 결정립의 이상성장이 일어났으며 동일한 어닐링 온도에서도 변형률이 2, 4, 6 및 8 %로 증가하면 결정립은 더 크게 성장하였다. 이러한 사실은 적당량의 스트레인이 결정립의 회전 및 합체에 의해 일어나는 결정립 성장을 촉진하는 것을 의미한다.

한편 Fig. 4.18~Fig. 4.22는 스트레인 어닐처리 이전에 상당량의 변형에 의해 일부 결정립들이 특정한 방향으로 연신되어 있는 판재를 2, 4, 6, 및 8 %로 인장 후 150, 250, 350 °C에서 30분 동안 어닐링한 시편의 미세조직을 나타낸다. Fig. 4.18의 (a)는 as-received 상태의 결정립 사진으로 평균 결정립의 크기가 6.3 μm 으로 나타났으며 크고 작은 결정립들이 함께 관찰되었다. 어닐링온도가 150, 250 및 350 °C로 올라가면서 결정립들은 평균 8.6 μm 으로 크게 성장하지는 않았다. 2 % 인장변형 후 어닐링한 시편의 조직사진인 Fig. 4.19의 경우에는 Fig. 4.18의 어닐링만한 경우의 조직사진과 큰 차이가 없었으나 350 °C 어닐링의 경우에는 평균 결정립의 크기가 20 μm 인 국부적으로 성장한 결정립을 나타냈다.

또한 4 %인장변형한 후 어닐링한 경우 150 및 250 °C에서는 결정립이 크게 성장하지 않았으나 350 °C 어닐링의 경우에는 결정립의 합체에 의해 결정립이 크게 성장함을 알 수 있다. 그러나 인장변형률이 증가한 6, 8 %인장변형에서는 결정립 성장은 4 %의 경우보다 크지 않았다.

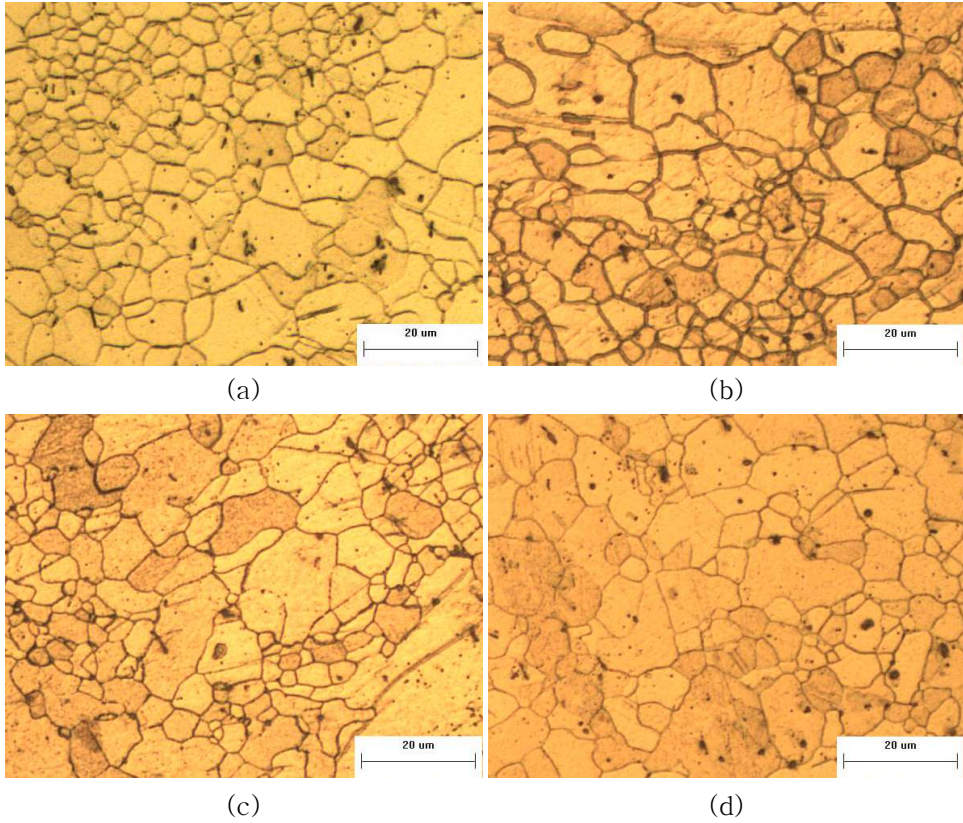


Fig. 4. 18. Microstructure of 3 mm AZ31B sheet with annealing temperatures; (a) as-received, (b) 150 °C ×30min, (c) 250 °C ×30min and (d) 350 °C ×30min.

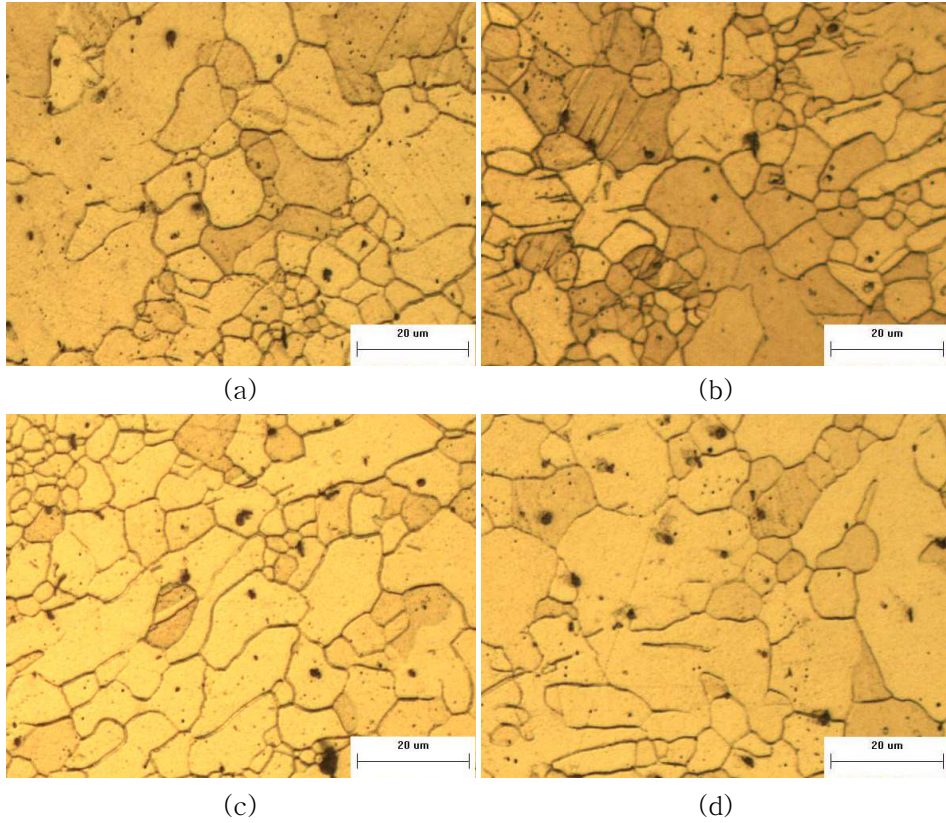


Fig. 4. 19. Microstructure of 3 mm AZ31B sheet tensile - deformed by 2 % with annealing temperatures; (a) 2 % tensile, (b) 150 °C × 30 min, (c) 250 °C × 30 min and (d) 350 °C × 30 min.

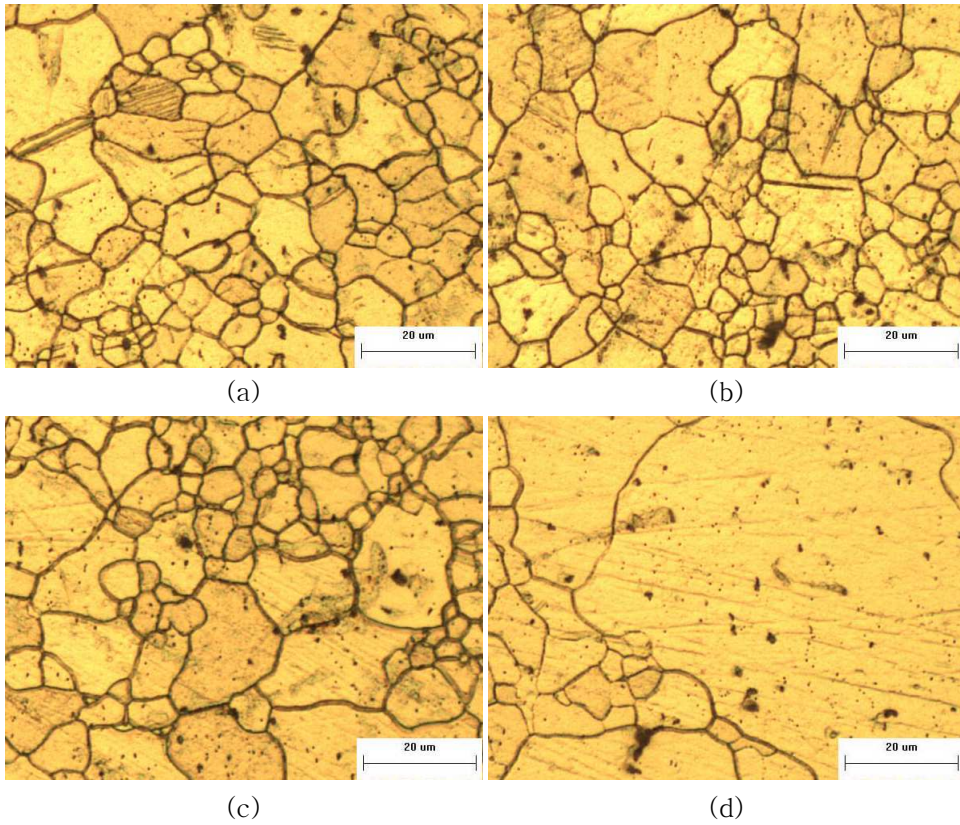


Fig. 4. 20. Microstructure of 3 mm AZ31B sheet tensile - deformed by 4 % with annealing temperatures; (a) 4 % tensile, (b) 150 °C × 30 min, (c) 250 °C × 30 min and (d) 350 °C × 30 min.

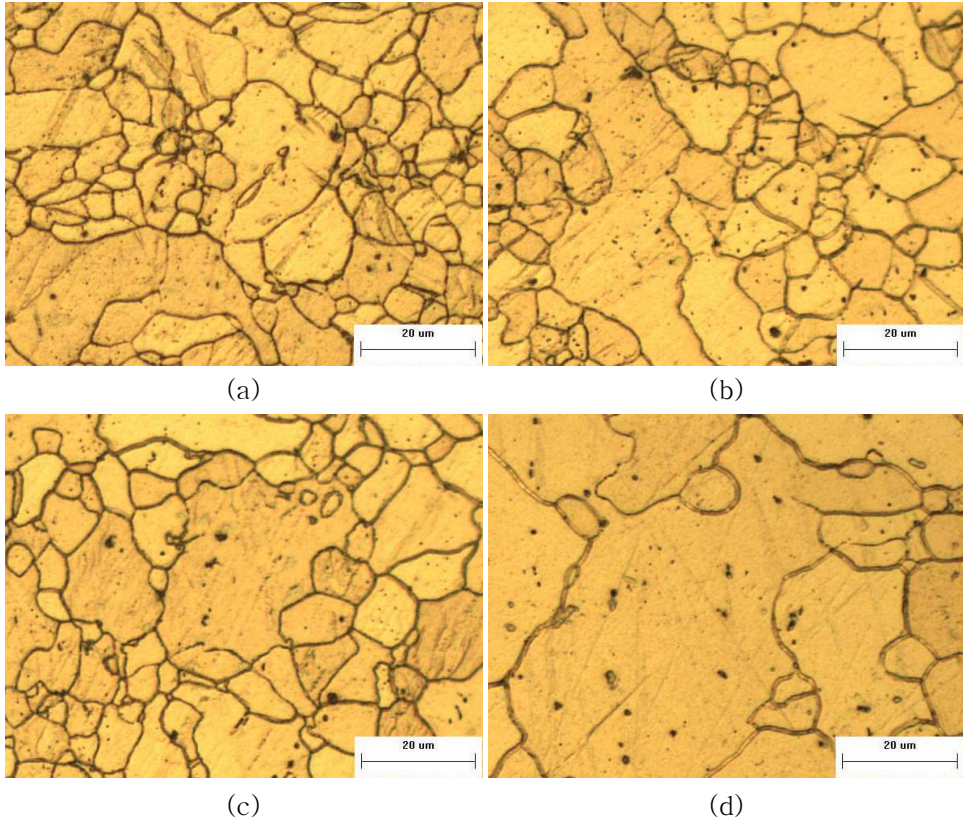


Fig. 4. 21. Microstructure of 3 mm AZ31B sheet tensile - deformed by 6 % with annealing temperatures; (a) 6 % tensile, (b) 150 °C ×30min, (c) 250 °C ×30min and (d) 350 °C ×30min.

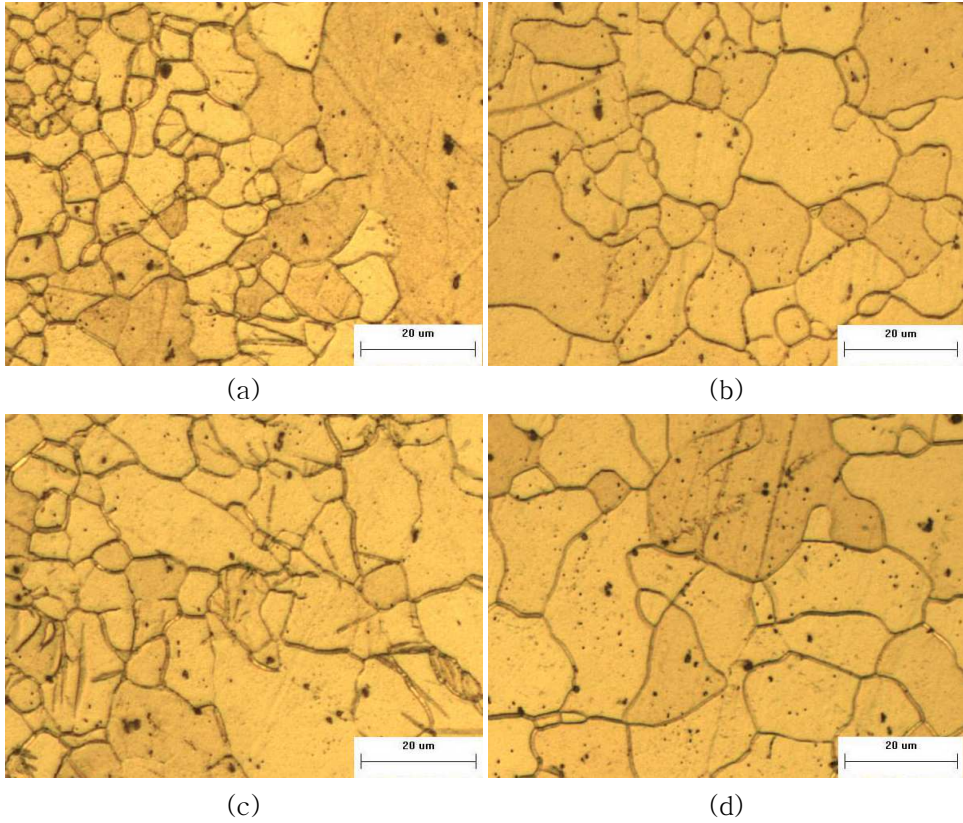


Fig. 4. 22. Microstructure of 3 mm AZ31B sheet tensile - deformed by 8 % with annealing temperatures; (a) 8 % tensile, (b) 150 °C ×30min, (c) 250 °C ×30min and (d) 350 °C ×30min.

4. 3. 압연재의 인장성질에 미치는 인장방향 및 어닐링 온도

4. 1. 2. AZ31B Mg 합금 판재의 집합조직 및 인장성질

Fig. 4.23은 as-received 상태 및 어닐링 온도에 따른 상변화를 조사하기 위하여 X-선 회절 시험한 결과를 나타낸다.

특성 X-선은 Cuka선을 이용하였으며 관전압 40Kv 및 관전류 30mA에서 X-선 회절시험을 실시하였다. X-선 회절시험결과 AZ31B 합금 판재는 hcp 결정구조를 갖으며 석출물은 존재하지 않은 것으로 확인되었다. 한편 어닐링온도에 따른 X-선 회절 시험결과를 비교하면 특이한 상변태는 나타나지 않았으나 $(10\bar{1}1)_{hcp}$ 피크의 강도가 감소하고 $(2\bar{1}\bar{1}0)_{hcp}$ 피크의 강도가 증가하는 것으로 미루어 어닐링에 의해 집합조직이 변하는 것으로 판단된다.

일반적으로 압연에 의해 압연판재는 압연방향으로는 인장변형을 그리고 두께방향으로는 압축변형을 받게 되며 동시에 합금계 및 가공도 등에 따라 압연방향(RD) 또는 수직방향(ND)에서 특정 한 결정면을 나타내게 되며 이러한 우선방위는 기계적 성질을 포함한 제 특성들에 대하여 이방성을 나타낸다.

Fig. 4.24는 as-received 상태의 AZ31B Mg 합금 판재에 대해 Schultz반사법으로 측정된 (0001) 및 $(10\bar{1}0)$ 극점도를 나타낸다.

As-received 상태의 극점도를 나타낸 Fig. 4.24를 보면 압연판재의 두께방향(ND)으로 (0001) 면이 나타나는 저면 집합조직을 나타내고 있으며 이러한 (0001) 면들은 압연방향으로 $\pm 5^\circ$ 정도 벗어나 있다. 한편 각통면(Prismatic plane)인 $(10\bar{1}0)$ 면은 $\Theta_1 = 87, \Phi_1 = 20, \Theta_2 = 87, \Phi_2 = -40, \Theta_3 = 84, \Phi_3 = -160$ 및 $\Theta_4 = 86, \Phi_4 = 141$ 에서 강도가 큰 $(10\bar{1}0)$ 면의 극점들이 관찰되었으며 이러한 극점들은 TD방향으로 섬유상 형태로 분포되어 있다.

Fig. 4.25는 hcp 결정의 $(0001)[01\bar{1}0]$ 표준투상을 나타낸 것으로서 각통면(Prismatic plane)인 $\{01\bar{1}0\}$ 면들의 극점이 원주상에 60° 간격으로 $\Theta_1 = 90, \Phi_1 = 0, \Theta_{2,3} = 90, \Phi_{2,3} = \pm 60, \Theta_{4,5} = 90, \Phi_{4,5} = \pm 120, \Theta_6 = 90, \Phi_6 = -180$ 인 위치에 있음을 알 수 있다.

그러나 Fig. 4.25의 표준투상을 (0001)극점을 중심으로 30° 회전하면 Fig. 4.25의 표준투상과는 달리 $\{01\bar{1}0\}$ 의 극점은 $\Theta_{1,2} = 90$, $\Phi_{1,2} = \pm 30$, $\Theta_{3,4} = 90$, $\Phi_{3,4} = \pm 150$ 인 위치에 4개만 나타나며 Fig. 4.26의 관재로부터 측정된 극점도와 거의 일치함을 알 수 있다. 또한 Fig. 4.26의 표준투상에서 (0001)극점이 압연방향으로 $\pm 5^\circ$ 정도 벗어나면 Fig. 4.27과 같이 $\{01\bar{1}0\}$ 의 극점은 원주상에서 극점도의 안쪽으로 이동하며 섬유상 형태로 분포되게 된다.

따라서 Fig. 4.23에서 관재의 집합조직은 관재면에 대해서는 (0001)면이, 압연방향에 대해서는 $(2\bar{1}\bar{1}0)$ 면이 우선적으로 발달되어 있다.

Fig. 4.28은 Fig. 4.24와 같은 결정 이방성을 갖는 관재를 압연방향, TD방향 및 45° 방향으로 인장시편을 채취하여 인장시험한 결과를 나타낸다. 세 종류의 시편에서 항복강도 및 최대인장강도 값은 큰 차이를 나타내지 않았으나 연신율은 RD 방향, 45° 방향 및 TD 방향 순으로 각각 25.8 %, 21.4 % 및 11.9 %로 나타났다. 이러한 연신율에 대한 이방성은 집합조직을 갖는 합금에서 나타나는 특징으로서 인장방향에 대해 각각 다른 슬립계가 작용하기 때문이다. 즉 hcp 결정구조를 갖는 Mg 합금에서 슬립은 변형온도에 따라 (0001), $(1\bar{1}01)$ 또는 $(1\bar{1}00)$ 면 등에서 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 방향으로 일어나나 상온에서의 주 슬립계는 $(0001)\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 으로 보고되고 있다³⁹⁾.

Fig. 4.24의 극점도를 해석해 보면 압연관재의 주방위는 $(0001)\pm 5^\circ\langle 21\bar{3}0 \rangle$ 로서 45° 방향은 $[2\bar{1}\bar{1}0]$ 방향 그리고 TD 방향은 $[4\bar{5}10]$ 방향임을 알 수 있다. 따라서 Fig. 4.24와 같은 집합조직을 갖는 관재를 상온에서 각각 RD 방향, 45° 방향 및 TD 방향으로 인장변형하였을 때 Fig. 4.28과 같이 RD 방향 및 45° 방향으로의 인장에서 연신율이 크게 나타나는 이유는 RD 방향 또는 45° 방향으로의 인장에서는 주 슬립계에 근접한 슬립계가 작용하기 때문이다.

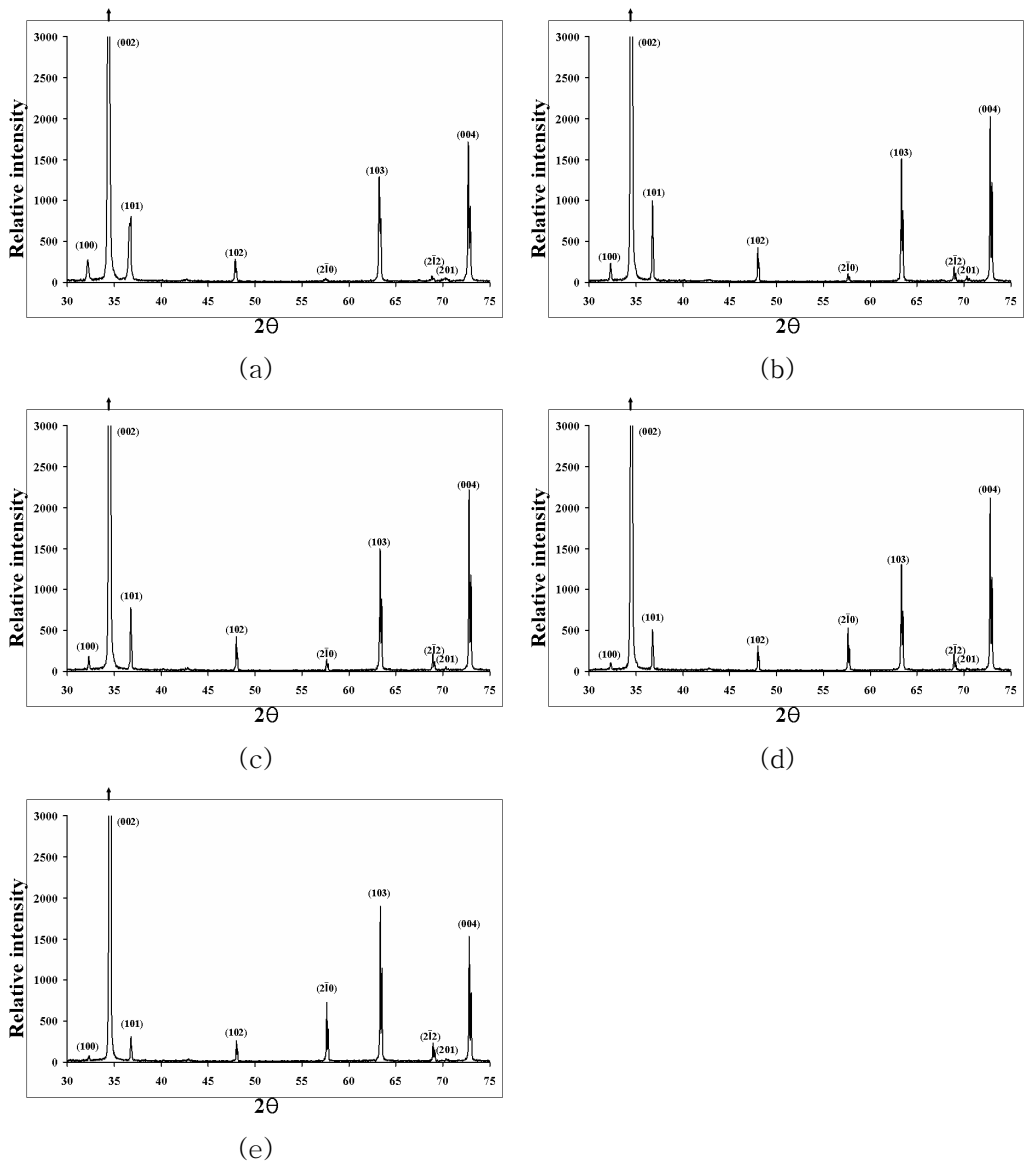
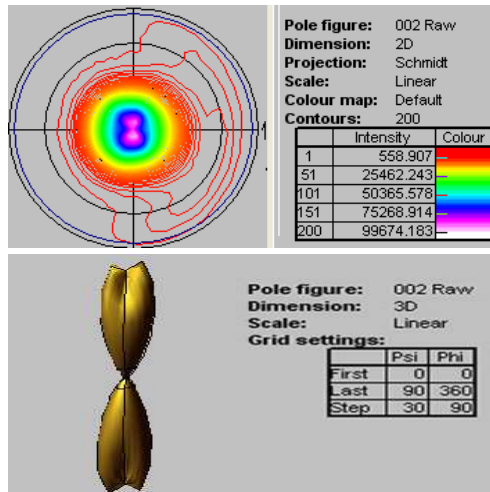
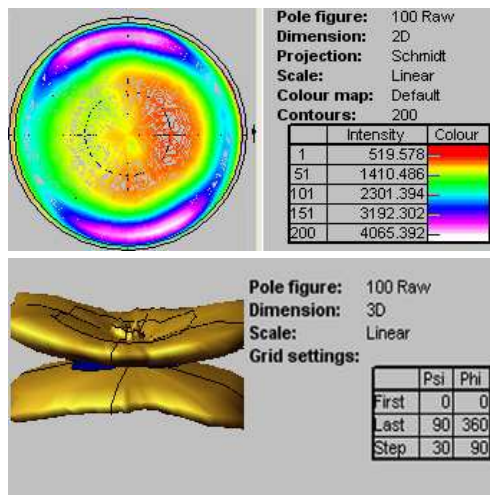


Fig. 4 .23. X-ray diffraction patterns of the AZ31B Mg sheet with annealing temperature; (a) as-received, (b) 200°C, (c) 300°C, (d) 400°C and (e) 450°C.



(a)



(b)

Fig. 4. 24. Pole figures of as-received AZ31B Mg sheet;
 (a) (0001) and (b) $(10\bar{1}0)$.

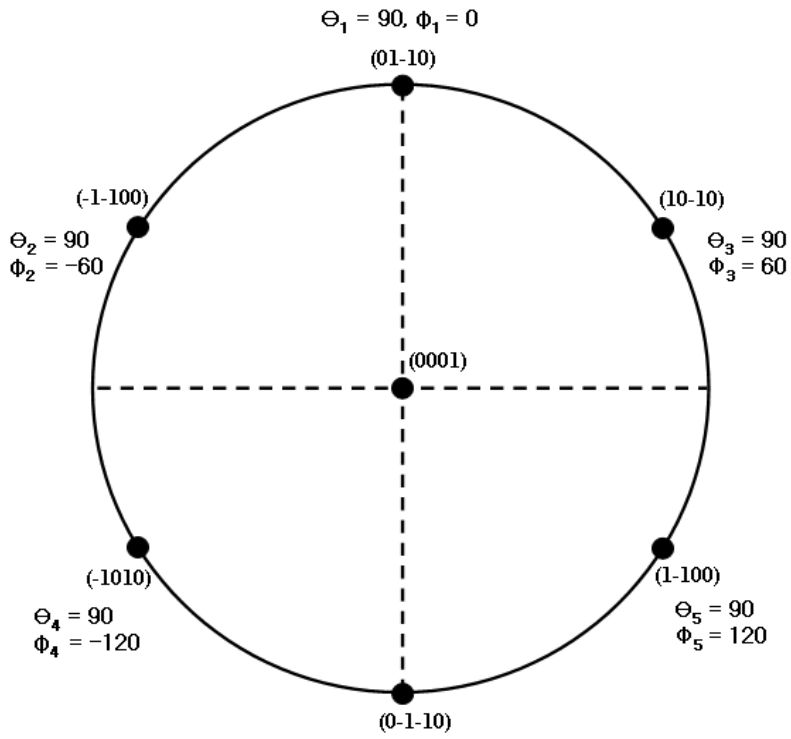


Fig. 4. 25. (0001)[01 $\bar{1}$ 0] stereographic projection.

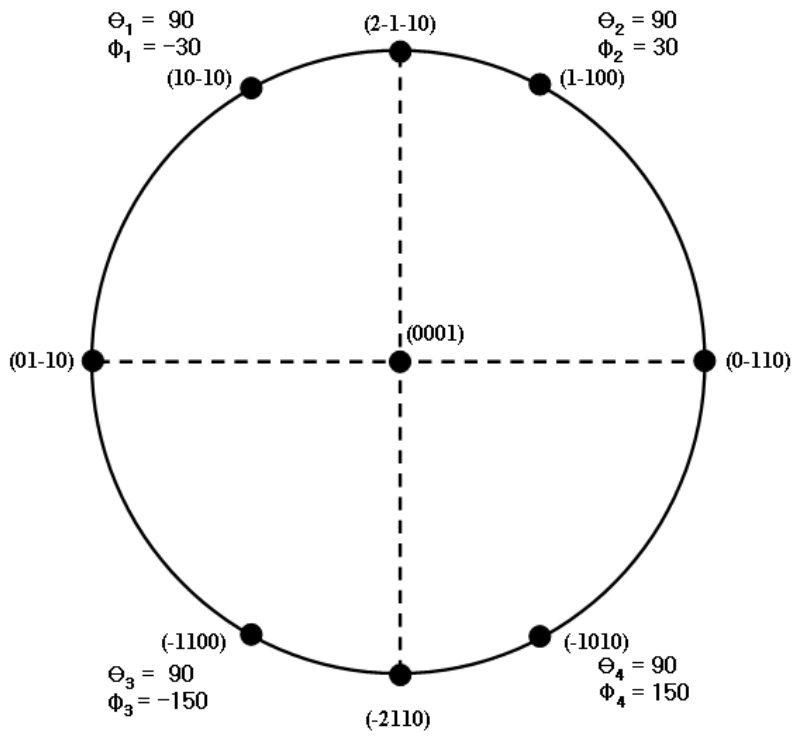


Fig. 4. 26. (0001)[$\bar{2}\bar{1}\bar{1}0$] stereographic projection.

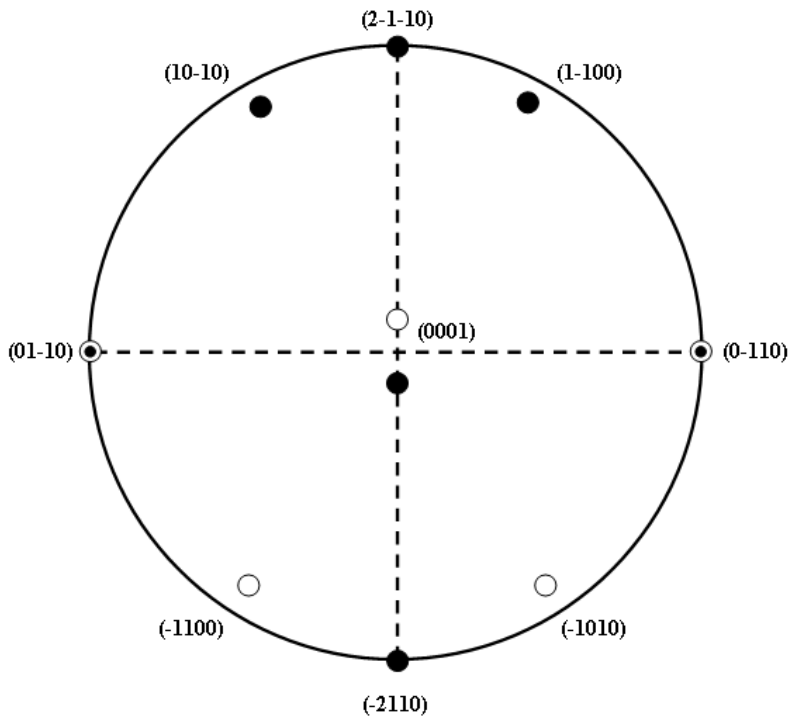
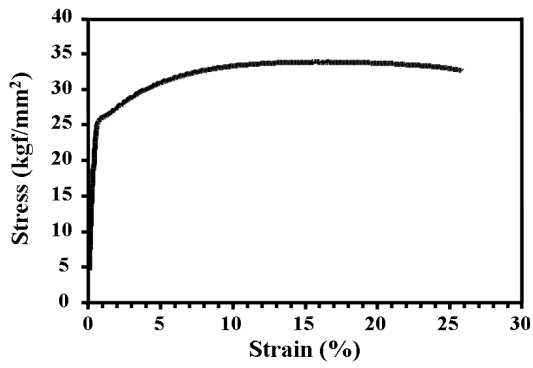
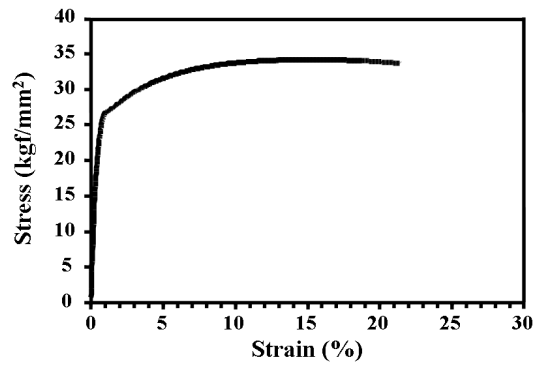


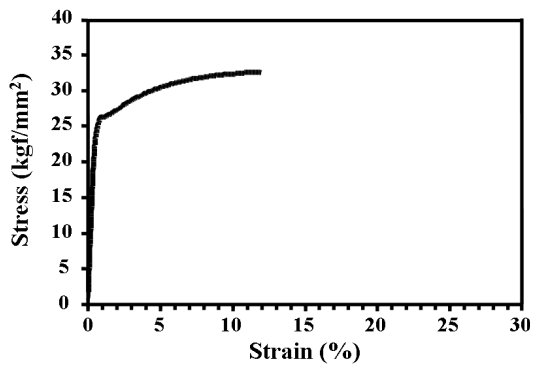
Fig. 4. 27. $(0001)[2\bar{1}\bar{1}0]$ stereographic projection, which is inclined to RD direction by $\approx 5^\circ$.



(a)



(b)



(c)

Fig. 4. 28. Stress-strain curves of as-received AZ31B Mg sheet with tensile direction; (a) RD, (b) 45° and (c) TD directions.

4. 3. 2. 인장성질에 미치는 어닐링 온도

가. 어닐링 온도에 따른 미세조직 변화

AZ31B Mg 합금 판재의 어닐링 온도에 따른 미세조직의 변화를 관찰하기 위하여 Ar분위기의 관상로를 이용하여 200~450 °C 온도구간에서 각각 30분간 유지한 후 미세조직의 변화를 조사하였으며 그 결과는 Fig. 4.29와 같다.

200 °C×30min 어닐링한 Fig. 4.29의 (a)를 보면 3~5 μm 내외의 결정립들이 비교적 고르게 분포되어 있음을 알 수 있으며 300 °C×30min 어닐링에 의해서도 Fig. 4.29의 (b)와 같이 결정립 성장은 일어나지 않으며 평균 결정립 크기는 거의 큰 변화를 나타내지 않는다. 그러나 400 °C×30min 어닐링한 Fig. 4.29의 (c)에서는 평균 결정립 크기가 10 μm 내외로 결정립이 성장한 구역과 결정립 크기가 100 μm 이상으로 크게 성장한 구역을 관찰할 수 있었으며 450 °C×30min 어닐링에서는 Fig. 4.29의 (d)에서와 같이 대부분의 결정립들이 크게 성장한 이상결정립 성장(Abnormal grain growth) 현상을 관찰할 수 있었다⁴⁰⁾.

Fig. 4.29의 (c) 및 (d) 에서와 같이 재결정 후 어닐링에 의해 나타나는 이상 결정립 성장 현상은 가공에 의해 변형 집합조직이 발달하거나 석출물이 존재하게 되면 나타나는 것으로 보고되고 있다^{41,42)}. 즉 집합조직 또는 석출물에 의해 결정립 성장에 특정한 방향관계를 갖는 결정립들이 존재함으로써 이러한 결정립들의 우선적인 결정립계 이동(Migration)에 의한 결정립들의 합체에 의해 이상 결정립 성장이 일어난다. 본 실험에 사용된 AZ31B Mg 합금 판재에서는 기지 내에 석출물이 존재하지 않기 때문에 Fig. 4.29의 (c) 및 (d)에서 나타나는 일부 결정립의 이상 결정립 성장은 판재 가공시의 변형 스트레인의 불균일한 분포에 의한 결정립의 우선적인 성장 방향에 기인하기 때문이다.

한편 Fig. 4.30은 450 °C×30min 어닐링한 AZ31B Mg 합금 판재의 (0001) 및 (10 $\bar{1}$ 0) 극점도를 나타낸 것으로서 as-received 상태와 비교하면 (0001) 극점은 큰 차이를 나타내지 않았다. 그러나 (10 $\bar{1}$ 0) 극점의 위치 크게 변하지 않으나 강도는 매우 낮아지며 동시에 (10 $\bar{1}$ 0) 극점도의 중앙에서 강도가 큰 (10 $\bar{1}$ 0) 극점들이 관찰되었으며 이는 이상 성장한 결정립에 의한 것으로 판단된다.

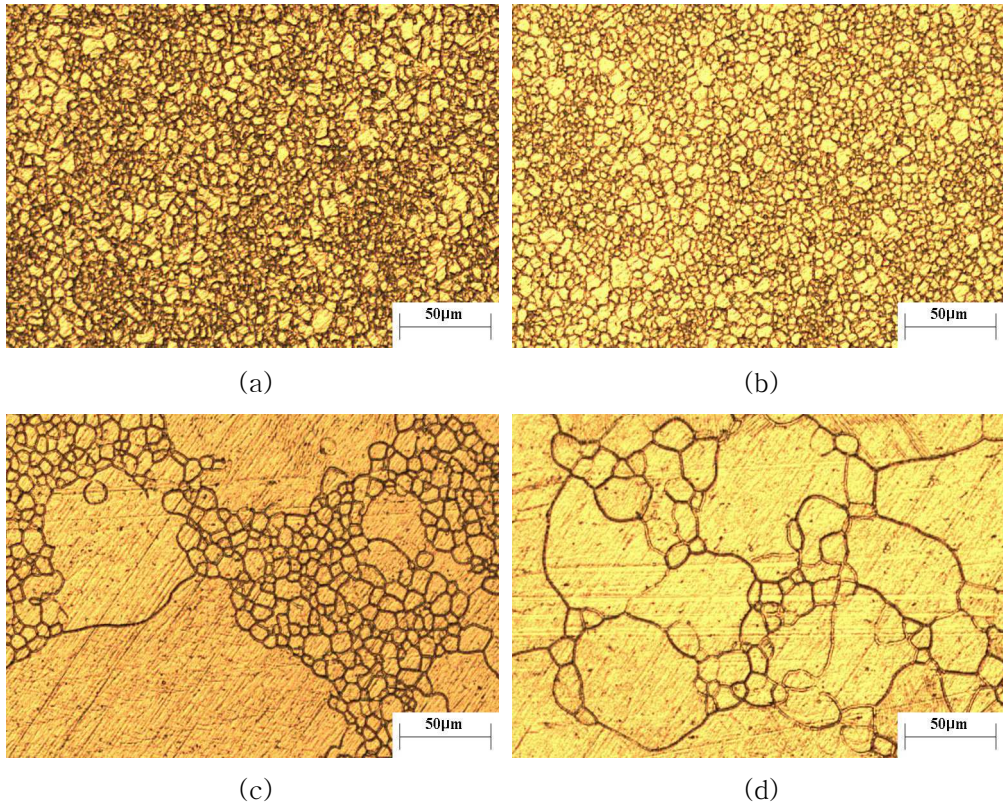
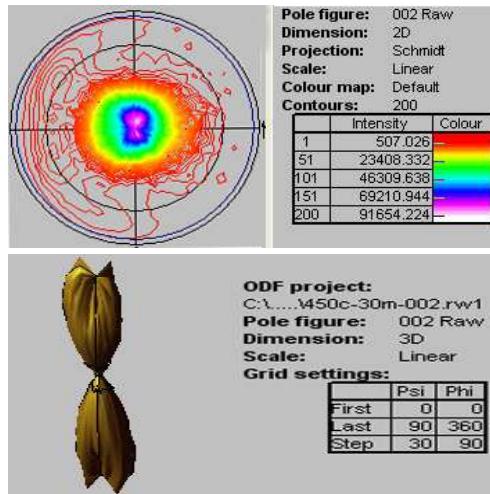
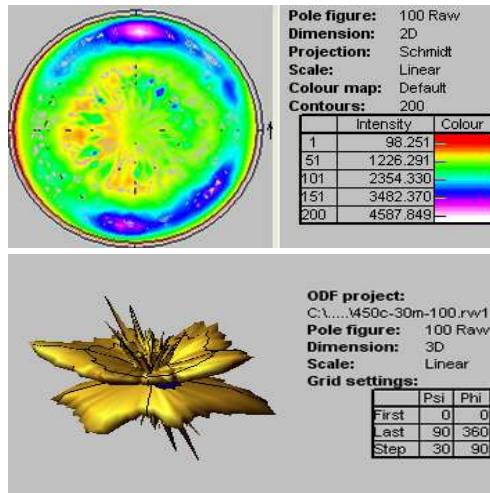


Fig. 4. 29. Optical Micrographs of AZ31B Mg sheet with annealing temperature; (a) 200°C×30min, (b) 300°C×30min, (c) 400°C×30min and (d) 450°C×30min.



(a)



(b)

Fig. 4. 30. Pole figures of as-received AZ31B Mg sheet after annealing at 450°C×30min; (a) (0001) and (b) (1010).

나. 어닐링 온도에 따른 기계적 성질 변화

Fig. 4.31은 200~450 °C 온도구간에서 각각 30분간 유지한 판재의 어닐링 온도에 따른 비커어스 경도값의 변화를 나타낸다. As-received 판재의 경우 HV = 59이었으며 200 °C 및 300 °C 어닐링에 의해서도 HV = 58로 경도값은 크게 변하지 않았다. 그러나 400 °C 및 450 °C 어닐링에 의해서는 각각 HV = 53 및 HV = 48로 경도값은 급격히 저하하였다.

한편 Fig. 4.32는 200~450 °C에서 어닐링한 판재에 대하여 압연방향으로 인장시편을 채취하여 인장시험에 의해 구한 응력-변형률곡선을 나타낸다.

As-received 상태에서 항복응력 및 연신율은 각각 25.9 kgf/mm² 및 25.8 %이었으나 어닐링에 의해 항복응력과 함께 연신율 역시 감소하는 경향을 나타냈다. 즉 200 °C 및 300 °C 어닐링에 의해 항복응력은 각각 16.5 kgf/mm² 및 13.3 kgf/mm², 연신율은 각각 25.6 % 및 15.9 %이었으며 특히 어닐링온도가 400 °C 및 450 °C로 상승함에 따라 즉 이상결정립 성장이 일어남에 따라 항복응력은 각각 8.8 kgf/mm² 및 4.6 kgf/mm²로 감소하였으며 연신율 역시 15.9 % 및 15.8 %로 급격히 감소하였다.

또한 모든 시편에서 가공경화율은 크지 않았으며 이는 상온 변형에서 슬립계가 주로 기저면으로 제한되어 있는 hcp 결정구조를 갖는 합금의 응력-변형률 곡선의 특징을 나타낸다. 그러나 이러한 가공경화율은 400 °C 및 450 °C의 어닐링에 의해 이상 결정립 성장이 일어난 판재에서는 미세 결정립을 갖는 판재에 비해 상대적으로 증가하는 것으로 나타나는데 이러한 이유는 조대한 결정립에서는 다중 슬립계가 작용하기 때문이다³⁹⁾.

Fig. 4.33은 Fig. 4.32의 인장변형한 시편들의 인장 파단면을 나타낸 파단면 사진으로서 결정립 크기가 작은 즉 어닐링 온도가 낮은 시편에서는 미세한 덩풀들을 관찰 수 있었으나 어닐링 온도가 상승함에 따라 덩풀의 크기는 커지고 동시에 입계파괴 양상으로 변하였다.

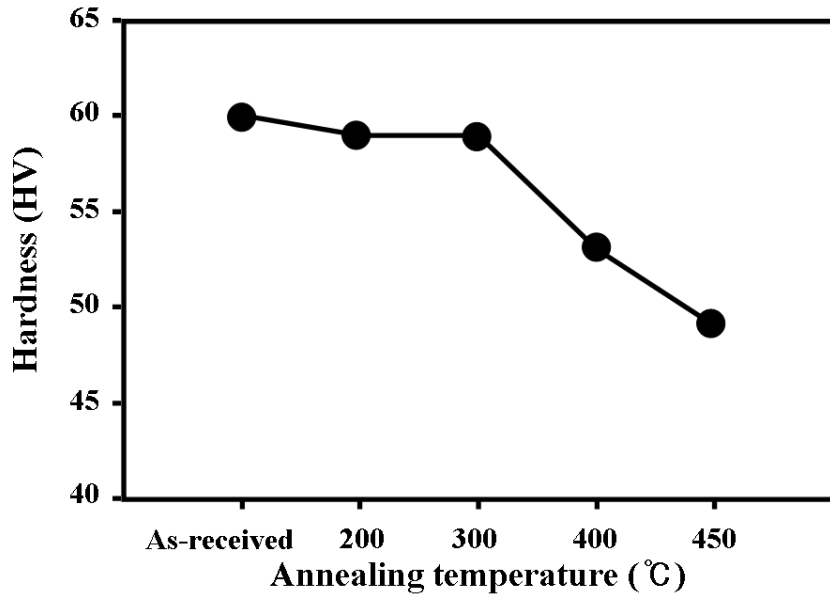


Fig. 4. 31. Change in Vickers hardness values of AZ31B Mg sheet with annealing temperature.

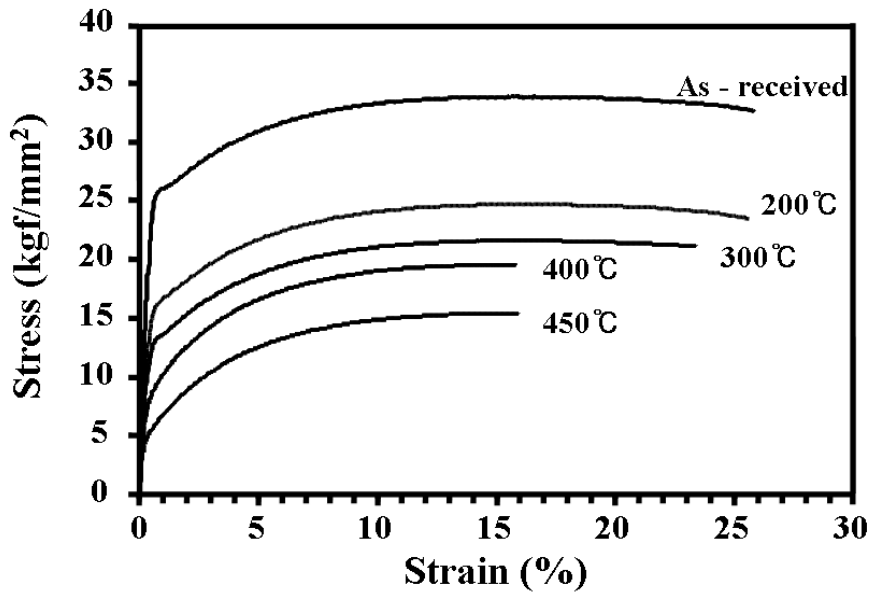


Fig. 4. 32. Stress-strain curves of as-received AZ31B Mg sheet with annealing temperature.

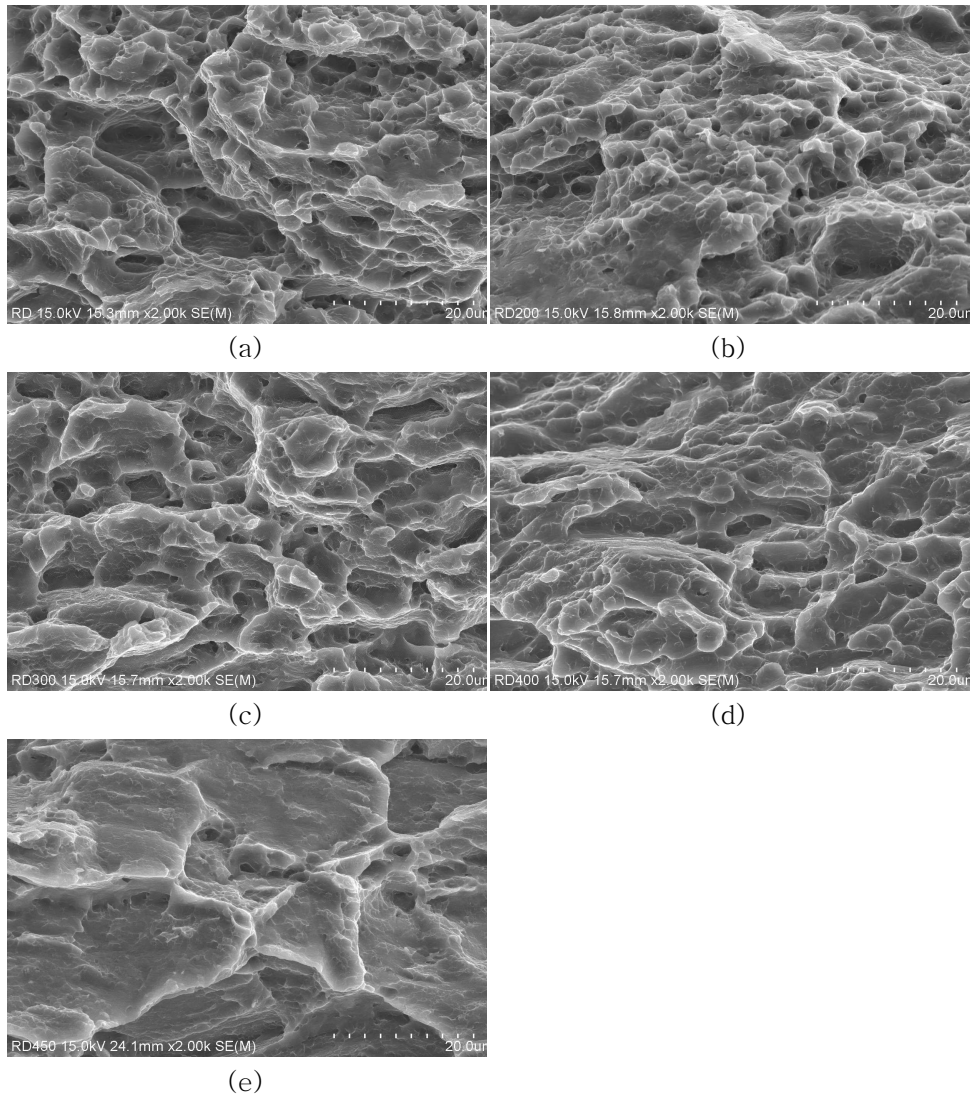


Fig. 4. 33. FESEM fractographs of AZ31B Mg sheet with annealing temperature; (a) as-received, (b) 200°C, (c) 300°C, (d) 400°C and (e) 450°C.

제 5 장 결 론

가공용 AZ31B Mg 합금을 열간압연하여 압하율 및 어닐링 온도에 따른 재결정 거동에 대하여 조사하고 또한 스트레인 어닐에 따른 이상 결정립성장 거동과 인장 성질에 미치는 우선방위 및 어닐링 온도에 대하여 연구하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) 열간압연 판재에서 결정립을 가로지르는 전단 변형띠가 관찰되었으며 이러한 전단 변형띠는 압하율이 증가함에 따라 증가하였다. 또한 전단 변형띠에서는 불연속 동적재결정에 의한 재결정립이 관찰되었다.

(2) 동일한 어닐링 온도에서 압하율이 증가하면 재결정율은 증가하는 경향을 나타내며 재결정은 230 °C에서 완료되었다. 또한 이러한 재결정 거동은 시차주사열량계에 의해 발열피크로 나타났으며 재결정율이 증가할수록 heat flow는 증가하였다.

(3) 인장변형한 후 어닐링하여 스트레인 어닐 효과를 검토한 결과 변형률의 크기에 무관하게 250 °C 어닐링에서는 국부적으로 결정립의 이상성장이 일어났다. 또한 동일한 어닐링 온도에서도 변형률이 증가하면 결정립은 더 크게 성장하였으며 이는 적당량의 스트레인이 결정립의 회전 및 합체에 의해 일어나는 결정립 성장을 촉진하기 때문이다.

(4) 상용 AZ31B Mg 합금 판재에서 (0001)±5° 저면 집합조직이 발달하였으며 각 통면인 (10 $\bar{1}$ 0) 극점들은 압연축을 중심으로 섬유상으로 나타났다. 이러한 판재의 집합조직은 어닐링에 의해서도 크게 변하지 않았다.

(5) 압연방향, TD 방향 및 45° 방향으로 인장시험한 결과 항복강도 및 최대인장강도 값은 큰 차이를 나타내지 않았으나 연신율은 RD 방향, 45° 방향 및 TD 방향 순으로 각각 25.8, 21.4 및 11.9 %이었다.

(6) 어닐링온도에 따른 인장성질을 측정된 결과 as-received 상태에서 항복응력 및 연신율은 각각 25.9 kgf/mm² 및 25.8 % 이었으나 어닐링 온도가 상승함에 따라 항복응력과 함께 연신율 역시 감소하는 경향을 나타냈으며 특히 400 °C 이상의 어닐링에 의해 그 감소폭은 매우 크게 나타났다.

참고문헌

1. S. C. Gerald, Mater. Sci. Forum 43, 419 (2003).
2. H. Yoshinaga, Metal Physics, 10, (1977) 91.
3. Y. Kojima, T. Aizawa, S. Kamado and K. Higashi, Mater. Sci. Forum, 419-422 (2003) 3.
4. 정화철, 황지훈, 김낙준, 신광선, 재료마당 20(5) (2007) 51.
5. B. L. Mordike and T. Ebert, Mater. Sci. Eng. A 302 (2001) 37-45.
6. Michael M. Avedesian and H. Baker, ASM Specialty Handbook, ASM Int'l, Metals Park (1990) 258.
7. 신광선, 김선웅, 김낙준, 산업과학기술연구소, (1992) 15.
8. H. Kaufmann and P.J. Uggowitzer, Advanced Eng. Mater., 3 (2001) 963.
9. H. Kaufmann, R. Potzinger, S. Kleiner and P.J. Uggowitzer, Magnesium Industry, 7 (2002) 23.
10. Thaddeus B. Massalski, Binary Alloy Phase Diagrams, American Society for Metals, (1986) 169.
11. H. J. McQueen and M. Pekguleryuz, Magnesium alloys and their applications, DMG, Oberursel, (1992) 101.
12. J. C. McDonald, J. Inst, Met., 99 (1971) 42.
13. S.S. Park, Y.S. Park and N.J. Kim, Met. Mater Int., 8 (2002) 551.
14. Juchman, P., Beitrag zur technologischen Eigenschaften von Magnesium -Werkstoffen durch Lithium, Fortschrittsberichte VDI, Reihe 6, Nr. 554.
15. C.W. Su, L. Lu and M.O. Lai, Philosophical Magazine, 88 (2008) 181.
16. S. M. Fatemi-Varzaneh, A. Zarei-Hanzaki and H. Beladi, Mater. Sci. Eng., A465 (2007) 52.
17. A. K. Dahle, Y. C. Lee, M. D. Nave, P. L. Schaffer and D. H. StJohn, J. Light Met., 1 (2001) 61.
18. Y. C. Lee, A. K. Dahle and D. H. StJohn, Metall. Mater. Trans. A., 31 (2000) 2895.

19. W. J. Kim and H. T. Jeong, *Mater. Trans.*, 46 (2005) 251.
20. M. Eddahbi, J. A. del Valle, M. T. Perez-Prado and O. A. Ruano, *Mater. Sci. Eng., A* 410-411 (2005) 308.
21. Q. Yang and A. K. Ghosh, *Acta Mater.*, 54 (2006) 5147.
22. C. I. Chang, X. H. Du and J. C. Huang, *Scripta Mater.*, 57 (2007) 209.
23. Y. J. Chen, Q. D. Wang, H. J. Roven, M. Karlsen, Y. D. Yu, M. P. Liu and J. Hjelen, *J. Alloy Compd.*, 462 (2008) 192.
24. U.F. Kocks, C.N. Tome and H.R. Wenk, *Texture and Anisotropy*, Cambridge Univ. Press, (1998) 178.
25. Y. N. Wang and J. C. Huang, *Acta Mater.*, 55 (2007) 897.
26. L. Jiang, J. J. Jonas, A. A. Luo, A. K. Sachdev and S. Godet, *Mater. Sci. Eng.*, 445-446 (2007) 14.
27. Robert E. Reed-Hill and R. Abbaschian, *Physical Metallurgy Principles*, PWS, Boston (1991).
28. Y. Kojima, *Mater. Sci. Forum*, 350-351 (2000) 3.
29. B.L. Mordike and T. Ebert, *Mater. Sci. & Eng.*, 302 (2001) 37.
30. A. Mwembela, E. V. Konopleva and H. J. McQueen, *Scripta Met.*, 37 (1998) 1789.
31. J. Backer, G. Fischer and K. Shchemme, *Magnesium alloys and their applications*, Mat-Info, Germany, 1998.
32. Keun Yong Shon, Min Cheol Kang and Kyung Hyun Kim, *Mater. Sci. Forum* 419-422 (2003) 135.
33. *HandBook of Advanced Magnesium Technology*, Kallos, (2000) 385.
34. A. Couret and D. Caillard, *Acta metall.*, 33 (1997) 1789.
35. S. M. Fatemi-Varzaneh, A. Zarei-Hanzaki and H. Beladi, *Mater. Sci. and Eng., A* 456 (2007) 52.
36. H.J. Bunge, *Texture Analysis in Materials Science*, Butterworth, London (1982) 3.
37. I. Baker, *Intermetallics* 8 (2000) 1183.
38. R. D. Doherty, D.A. Huges and F. J. Humphreys, *Mater. Sci. Eng., A* 238

(1997) 238.

39. R.W.K. Honeycombe, *The Plastic Deformation of Metals*, Edward Arnold, London (1984) 114.

40. A. Lohmuller, M. Scharrer, R. Jennings, M. Hilbinger, M. Hartmann and Robert F. Singer, *Proc. of the 6th Int'l Conf., Wolfsburg, 18-20. November 2003*, 738.

41. R.D. Doherty, D.A. Hughes and F.J. Humphreys, *Mater. Sci. Eng., A* 238 (1997) 219.

42. F.J. Humphreys and M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Pergamon, Oxford (1995).

감사의 글

먼저 2년의 대학원 과정동안 부족한 저를 믿어주시고 아낌없는 사랑으로 지도해주신 장우양 교수님께 머리 숙여 감사의 인사를 드립니다. 논문심사를 통해서 세심한 지도와 조언을 해주신 강조원, 박창선 교수님께도 깊은 감사를 드립니다.

또한 따뜻한 사랑과 학문의적으로도 많은 지혜를 주신 금속재료공학과 의 이길홍, 백승남, 추현식, 고제만, 성백섭, 최병상, 장희진 교수님 그리고 인도학회에서의 좋은 추억을 함께한 한국과학기술연구원의 지광구 박사님께 감사를 드립니다.

대학원 생활을 하면서 즐겁거나 힘들 때 함께해준 최윤길, 김홍표, 그리고 물리야금실�헬실의 하정웅, 장재영, 김형준 그리고 항상 고생한다면서 신경써주시고 격려해주시던 박정수 선배님께도 감사의 마음을 전합니다. 그리고 항상 실험에 도움을 주셨던 전자현미경실의 황철호 박사님, 김용국, 한형근에게도 감사드립니다.

저의 자랑스럽고 소중한 가족, 정지우, 친구들 그리고 항상 기도해주시는 저희 큰고모, 작은고모, 고숙 그리고 주님의 교회의 차현철 목사님과 누나들께도 감사드립니다. 항상 행복하고 좋은 일들만 가득하길 기도하겠습니다. 늘 응원해주신 모든 분들께 감사드리며 이제 시작이라는 마음가짐으로 모든 일에 최선을 다하며 열심히 하겠습니다.

마지막으로 저를 사랑해주신 모든 분들께 다시 한번 감사드리며 항상 복에 복을 더하시는 하나님께 감사드립니다.

2009년 1월 윤 성 식

