

(논 문)

## 알루미늄 고용체 합금의 고온변형 거동에 관한 연구

김호경\* · 정 강\*\*

(1996년 8월 22일 접수)

### A Study on the High Temperature Deformation Behavior of a Solid Solution Aluminium Alloy

Ho-Kyung Kim and Kang Chung

**Key Words :** Double Shear Geometry Specimen(이중전단형 시편), Stress Exponent(응력지수), Steady State Creep Rate(정상상태 크리프속도), Activation Energy(활성화 에너지), Stacking Fault Energy(적층결함에너지), Normalized Creep Rate(표준화 크리프속도), Class II Alloy(class II 합금), Deformation Criterion(변형 기준식)

#### Abstract

The creep characteristics of an Al-5 wt.% Ag alloy including the stress exponent, the activation energy for creep and the shape of the creep curve were investigated at a normalized shear stress extending from  $10^{-5}$  to  $3 \times 10^{-4}$  and in the temperature range of 640~873 K, where silver is in solid solution. The experimental results shows that the stress exponent is 4.6, the activation energy is 141 kJ/mole, and the stacking fault energy is 180 mJ/m<sup>2</sup>, suggesting that the creep behavior of Al-5 wt.% Ag is similiar to that reported for pure aluminum, and that under the current experimental conditions, the alloy behaves as a class II (metal class). The above creep characteristics obtained for Al-5 wt.% Ag are discussed in the light of prediction regarding deformation mechanisms in solid solution alloys.

#### 1. 서 론

일반적으로 중간 응력범위에서 고용체 합금의 크리프거동에 있어서는 2가지 형태의 거동, 즉 class I (Alloy class)과 class II (Metal class)가 존재한다고 알려져 있다.<sup>(1~3)</sup> Class I 합금의 거동은 전위의 점성적 활주(viscous glide)에 의해 주도(controlled)되며, 응력지수는 약 3, 짧은 1차 크

리프, 불규칙한 전위의 분포, 적층결함에너지의 변화에 대하여 겉보기 크리프속도가 민감하지 않은 특징을 가지고 있다. 한편 class II는 순수금속처럼 크리프과정이 전위상승에 의해 주도되며, 응력지수는 약 5, 커다란 1차 크리프, 아립계조직(subgrain)의 형성, 크리프속도가 합금의 적층결함 에너지에 대한 의존성 등을 나타내고 있다.

Mohamed와 Langdon<sup>(4)</sup>은 고용체 합금의 크리프 거동(class I, class II)을 설명하고 응력이 증가하면서 class II에서 class I으로 변환하는 것을 예측하는 다음과 같은 고온변형 기준식(criterion)을 제안하였다.

\*회원, 서울산업대학교 자동차공학과

\*\*회원, 여수수산대학교 기계공학과

$$\left(\frac{kT}{ec^{1/2}Gb^3}\right)^2 = \tilde{B}\left(\frac{\Gamma}{Gb}\right)\frac{D_c}{D_g}\left(\frac{\tau}{G}\right)^2 \quad (1)$$

여기서,  $k$ 는 볼츠만상수,  $T$ 는 온도,  $e$ 는 원자 어긋남률(atomic misfit ratio),  $c$ 는 용질원자의 농도(=  $X_B$ ),  $G$ 는 전단계수,  $b$ 는 버거스벡터,  $\Gamma$ 는 적층결함에너지(stacking fault energy),  $B$ 는 무차원상수,  $D_c$ 는 전위의 상승과정에 대한 확산계수,  $D_g$ 는 전위의 활주과정에 대한 확산계수,  $\tau$ 는 전단응력이다. 위의 기준은 다음과 같은 기본적인 가정에 기본을 두고 있다. (a) 순수금속과 같이 class II 합금은 어떠한 형태의 전위 상승과정에 의해 주도되며, 반면에 class I 합금은 활주과정에서 전위에 작용하는 점성적 저항과정(viscous drag process)에 의해 주도된다. (b) 합금의 크리프과정에서 일어나는 전위의 상승과 점성적 활주과정은 두개가 연속적인 과정으로 좀더 느린 과정이 전체과정을 주도한다. (c) 이른바 Cottrell 분위기<sup>(6)</sup>라 불리는 이동중인 전위로부터 용질원자의 편석간의 상호작용이 class I 합금의 크리프거동을 주도하는 점성적 저항작용을 일으킨다.

본 연구에서는 Al-5 wt.% Ag 고용체 합금에 대하여 640 K~873 K의 온도범위와 0.2~3.0 MPa의 응력범위 내에서 실시한 고온 크리프실험을 통하여 응력지수, 활성화에너지, 적층결함에너지와의 상호관계를 살펴보고, 고용체 합금의 크리프거동(class I 과 class II)에 대한 고온변형 기준식을 본 고용체 합금에의 적용여부를 시도하고자 한다.

## 2. 실험

본 실험에서는 Al-5 wt.% Ag(Al-1.3 at. % Ag)를 사용하였으며, 재료의 화학적 성분은 Table 1 과 같다.

모든 크리프실험은 이중전단형 시편(double shear geometry specimen)을 사용하였다. 이중전단형 시편의 형상과 크기는 Fig.1과 같다. 이러한 형상의 시편의 경우 표준시편은 아니지만 일정한 하중은 일정한 응력을 의미하기 때문에 실험절차가 간단하며, 다른 형상의 시편에 비해 크리프실험중

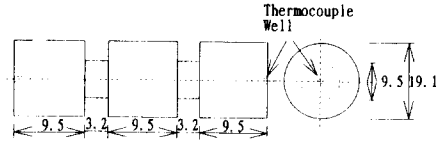


Fig. 1 Schematic of double shear test specimen geometry. The dimension is in mm

내킹이 없이 최소 125%까지 정상상태의 크리프율을 유지하는 장점이 있어 크리프 시험에 종종 사용되어진다.<sup>(6)</sup>

시편의 가공시 발생 가능한 경화효과를 제거하고 모든 시편의 결정립의 크기 (약 0.7  $\mu$ m)를 안정화시키기 위해서 크리프실험 전에 모든 시편은 883 K에서 5시간 동안 소둔처리하였다. 크리프실험은 일정 하중하에서 실시하였다. 실험은 3-zone 전기로를 사용하여 공기중에서 실시하였으며, 실험온도는 시편과 그림에 K-타입의 열전대를 접지시켜 실험온도를  $\pm 1$  K 이내에서 유지시켰다. 크리프 중의 변형량은  $1.7 \times 10^{-3}$  mm의 정확도로서 LVDT (Linear Variable Differential Transformer)를 사용하여 측정하였으며, LVDT 신호는 증폭되어 strip chart recorder에 직접 기록하였다.

한편 class I 과 II의 거동을 확인할 수 있는 증거가 될 수 있는 크리프 과정시의 아립계조직의 형성 여부를 관찰하기 위하여 투과형 전자현미경(TEM)을 사용하였다. 전자현미경 시편은 약 0.25 mm 정도의 두께로 기계 가공후 193 K에서 85%의 메탄올과 15% perchloric 산으로 이루어진 용액으로 jet thinner를 사용하여 가공하였다. 이 시편은 투과형 전자현미경(Model JOEL-100C)을 100 kV에서 사용하여 전위의 형태를 관찰하였다.

## 3. 실험결과 및 고찰

### 3.1 크리프곡선 및 응력지수

크리프실험은 고용체 범위(623 K~913 K)내에 해당되는 873 K(0.96  $T_m$ ), 780 K(0.85  $T_m$ ), 640 K(0.7  $T_m$ )에서 그리고 0.2~3.0 MPa의 응력범위에서 실시하였다. 여기서,  $T_m$ 은 용융온도이다.

Table 1 Chemical composition of the Al-5%Ag alloy.(wt. %)

Element	Ag	Cu	Fe	Pb	Si	Ti	Al
Composition	4.97	0.01	0.02	0.03	0.03	0.03	Remainder

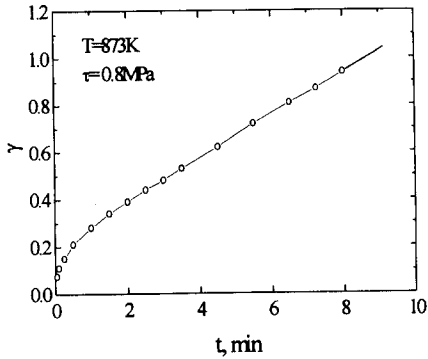


Fig. 2 Example of a creep curve for Al-5% Ag

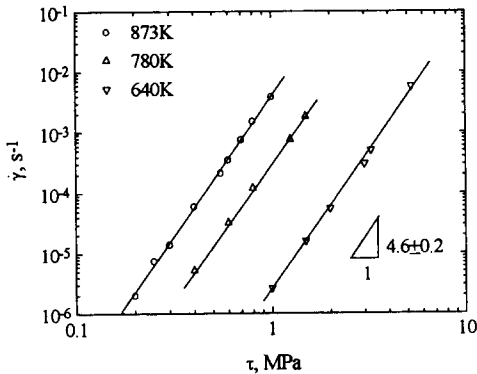


Fig. 3 Log  $\dot{\gamma}$  vs log  $\tau$  for Al-5% Ag for three testing temperatures

Fig. 2는 0.7~0.96  $T_m$ 에서의 일반적인 크리프곡선을 시간에 대하여 전단 변형률로 표시한 것이다. 이 그림에서 알 수 있듯이 크리프곡선은 감소하는 제 1차 크리프(primary creep) (약 40%) 후에 정상상태(steady-state)에 이르게 된다. 본 크리프의 곡선은 이미 보고된 충분히 소둔처리된 알루미늄의 크리프곡선<sup>(7)</sup>과 유사하다.

3가지 실험온도에 대한 결과를 작용응력  $\tau$ 에 대한 정상상태의 크리프속도의 형태로 Fig. 3에 나타내었다. Fig. 3에서 얻은 응력지수  $n(=\partial(\ln \dot{\gamma})/\partial(\ln \tau))$ 은 온도에 관계없이  $4.6 \pm 0.2$ 이다. 이 같은  $n$ 의 값은 알루미늄에 관한 논문<sup>(3)</sup>에서 발표된  $n$ 의 값과 거의 일치하고 있다.

본 Al-5% Ag의 경우 원자 어긋남률, 즉 용매와 용질원자 크기의 1차원적 차이가 매우 작으므로 ( $e = (\Omega_B^*/\Omega_A)^{1/3} - 1 = 0.0003$ , 여기서  $\Omega_B^*$ 는 용질 B의 유효 원자부피,  $\Omega_A$ 는 순수알루미늄 A의 원자

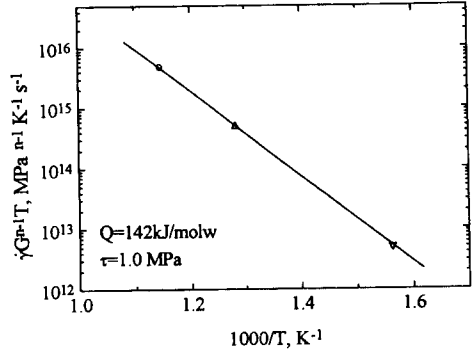


Fig. 4 Determination of the activation energy for creep by plotting  $\dot{\gamma}G^{n-1}T$  vs  $1/T$ . Experimental data points were taken from Fig. 3 at  $\tau=1$  MPa

부피),<sup>(8)</sup> Sherby와 Cannon의 이론<sup>(2)</sup>에 의거하여 5 wt.% Ag의 첨가에 의한 저항응력(dragging stress)이 작아서 본 재료의 고온 크리프는 순수 알루미늄과 유사하게, 즉 전위상승에 의해 주도된다는 사실을 알 수 있다.

### 3.2 크리프 활성화에너지

크리프에 대한 활성화에너지  $Q$ 를 결정하기 위하여 두 가지 방법을 사용하였다. 첫번째 방법에서는<sup>(1)</sup> Fig. 4에서 처럼  $\tau=1$  MPa에서  $1/T$ 에 대한  $\dot{\gamma}G^{n-1}T$  ( $G$ 는 전단계수)를 로그로 나타낸 후 활성화에너지는  $Q/2.3R$  (여기서는  $R$ 은 가스상수)에 해당되는 그 직선의 경사로 결정된다. 두번째 방법<sup>(7)</sup>은 약간의 온도(=17 K)를 급격히 변화시켜  $Q$ 를 다음과 같은 공식으로 구하였다.

$$Q = \frac{R \ln(\dot{\gamma}_1 G_1^{n-1} T_1 / \dot{\gamma}_2 G_2^{n-1} T_2)}{(T_1 - T_2) / T_1 T_2} \quad (2)$$

여기서,  $\dot{\gamma}_1$ 과  $\dot{\gamma}_2$ 는 온도  $T_1$ 에서  $T_2$ 로 변화시 각각의 정상상태의 크리프속도,  $G_1, G_2$ 는 각각 온도  $T_1, T_2$ 에서의 전단계수,  $n=4.6$ 이다.  $\gamma$ 에 대하여  $\dot{\gamma}$ 로 표시된 Fig. 5는 온도변화법의 예이다. 여기서, 시편은 0.6 MPa의 일정 전단응력 하에서 온도를 17 K 만큼 급격히 변화시킨다. 두 가지의 방법을 통하여  $Q$ 를 얻는 과정에서 전단계수  $G$ 는 본 재료에 대한 데이터가 없는 관계로 순수알루미늄의 데이터<sup>(1)</sup>를 이용하였다. 즉,  $G = G_0 - G_T T$ 로 여기서  $G_0 = 3.022 \times 10^4$  MPa,  $G_T = 16$  MPa  $K^{-1}$ 이다. 두 가지 방법을 통하여 얻은  $Q$ 의 값은 거의 동일하였다. 첫번째 방법에서  $Q=141.5$  kJ/mole, 두

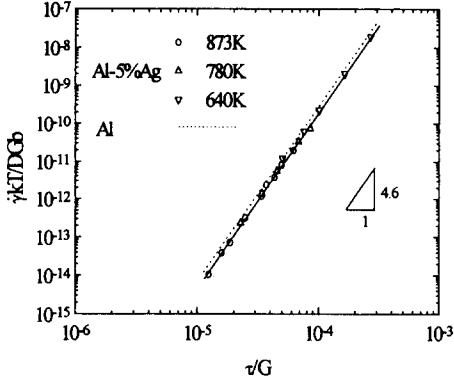


Fig. 5 Log  $\dot{\gamma}$  vs  $\tau/G$  for Al-5% Ag showing the activation energy measured by an abrupt change in temperature

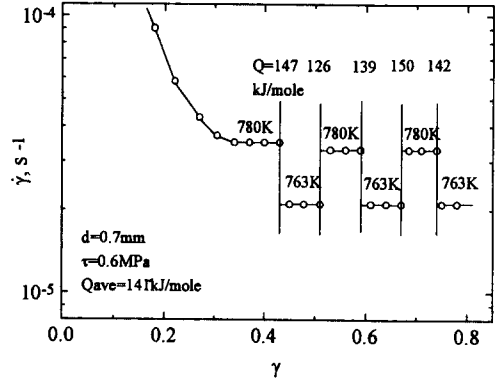


Fig. 6 Normalized creep rate  $\dot{\gamma}kT/DGb$  vs. normalized stress  $\tau/G$  (logarithmic scale) for Al-5% Ag and aluminium

번째 방법에서  $Q=140.6$  kJ/mole을 얻었으며 평균  $Q$ 의 값은 141.1 kJ/mole으로 유사한 크리프 조건 ( $T > 0.65 T_m$ )에서의 순수알루미늄의  $Q(=142$  kJ/mole)<sup>(9)</sup>와 거의 동일하였다. 위의 사실을 통하여 원자체적(atomic %)으로 환산하면 1.3%(=5 wt.%)에 해당되는 은의 첨가는 알루미늄의 크리프에 대한 활성화에너지에 커다란 영향을 주지 않음을 알 수 있다.

3.3 Al-5 wt % Ag와 알루미늄의 크리프속도의 비교 정상상태의 변형상태에서 조대 결정립 크기를 갖는 재료는 표준화한 작용응력에 대한 표준화한 크리프 속도의 의존성을 다음과 같은 Dorn의 식 (9)으로 표시할 수 있다.

$$\frac{\dot{\gamma}kT}{DGb} = A \left( \frac{\tau}{G} \right)^n \quad (3)$$

여기서,  $D = D_0 \exp(-Q/RT)$ 로서, 크리프과정을 특성화시키는 확산계수이며,  $A$ 는 무차원상수,  $D_0$ 는 빈도계수(frequency factor)이다.

Al-5 wt % Ag와 알루미늄의 크리프거동을 비교하기 위해서 표준화한(normalized) 응력  $\tau/G$ 에 대한 표준화한 크리프속도  $\dot{\gamma}kT/DGb$ 를 그래프로 나타낼 수 있다. 본 실험재료에 대한 그래프를 그리기 위해서는 전위상승에 대한 확산계수  $D_c$ <sup>(10)</sup>를 다음과 같은 식으로 구하였다.

$$D_c = \frac{1}{f} (X_A D_A^* + X_B D_B^*) \quad (4)$$

여기서,  $f$ 는 상관계수,  $X_A$ ,  $X_B$ 는 각각의 원자

분율,  $D_A^*$ ,  $D_B^*$ 는 본 합금에서  $A(\equiv Al)$ ,  $B(\equiv Ag)$ 의 추적원소의 확산계수이다. Al-Ag계의 추적원소 확산에 대한 데이터가 없는 관계로  $D_{Al}^*$ 와  $D_{Ag}^*$ 는 알루미늄의 자기확산계수 ( $D_{Al}^* = 1.86 \exp(-143/RT)$ )<sup>(3)</sup>와 알루미늄에서의 은의 확산계수 ( $D_{Ag}^* = 0.21 \exp(-121/RT)$ )<sup>(11)</sup>를 각각 사용하여 결정하였다. 위에서 구한 확산계수와 알루미늄의 전단계수를 사용하여 본 실험재료에 대한 표준화한 크리프속도를 로그형태로 Fig. 6에 표시하였다. 본 그림에서 순수알루미늄과 Al-5 wt.%Ag를 비교하기 위하여 점선으로 표시된 순수알루미늄의 데이터<sup>(6)</sup>를 첨가하였다. Fig. 6을 통하여 Al-5% Ag의 크리프 데이터가 전체 실험구간에서 알루미늄의 데이터와 같은 경사(즉, 응력지수 4.6)를 이루며, 평행을 이루고 있음을 알 수 있으며, 알루미늄보다 1.4 배 낮음을 보여주고 있다.

표준화 크리프속도에 대한 표준화 응력을 표시한 그래프에서 채심입방정격자 금속과 metal class (class II alloy)에 대한 표준화한 크리프 데이터에서의 간격은 적층결함에너지와 관계가 있으며,<sup>(9,11)</sup> 전위상승과정 중에는 식 (3)의 상수  $A$ 는 다음과 같이 주어진다.

$$A = B \left( \frac{\Gamma}{Gb} \right)^3 \quad (5)$$

여기서,  $\Gamma$ 는 적층결함에너지,  $B$ 는 상수이다. 상수  $A$ 가  $(\Gamma/Gb)$ 의 3승이 되는 이유<sup>(12)</sup>는 (a)  $(\Gamma/Gb)$ 에 대하여 전위상승이 2승이며, (b)  $(\Gamma/Gb)$ 에 대하여 이동전위 밀도가 1승(즉, 선형)이

되기 때문이다.

식 (3)과 (5)에서 주어진 것처럼 표준화한 적층결합에너지에 대한 표준화한 크리프속도의 함수관계를 통하여 Al-5% Ag의 적층결합에너지를 구할 수 있다. Fig. 6의 표준화 데이터와  $(\dot{\gamma}_N)_{\text{alloy}}/(\dot{\gamma}_N)_{\text{Al}} = (\Gamma_N)_{\text{alloy}}^3/(\Gamma_N)_{\text{Al}}^3$ 의 관계식,  $\Gamma_{\text{Al}}=200 \text{ mJ/m}^2$ (13)을 이용하여 적층결합에너지를 구하였다. 그 결과 본 실험재료의 적층결합에너지는  $180 \text{ mJ/m}^2$ 이었다. 이같은 값은 다른 약간의 원소가 첨가된 알루미늄합금의 데이터와 비교가 된다. 예를 들면 Al-5 wt.% Zn( $200 \text{ mJ/m}^2$ )이며,<sup>(6)</sup> Al-3 wt.% Cu( $180 \text{ mJ/m}^2$ )<sup>(4)</sup>이다.

### 3.4 본 합금에 대한 고온변형 기준식

본 연구에서 얻어진 데이터를 통하여 알 수 있는 것은 고용체 범위내에서 Al-5 wt.%Ag의 크리프 거동은 순수알루미늄의 거동과 유사하다.<sup>(1, 6)</sup> 이같은 유사점은 (a) 응력지수의 값, (b) 크리프에 대한 활성화에너지의 크기, (c) 크리프곡선의 형태이다. Al-5 wt.% Ag와 순수알루미늄과의 유사성은 현 실험조건하에서 Al-5 wt.% Ag은 class II 합금으로서 거동하며, 그러므로 본 합금의 크리프거동은 일종의 전위상승과정에 의해 주도된다는 것을 알 수 있다.<sup>(2, 3)</sup>

Mohamed와 Langdon<sup>(4)</sup>은 고용체 합금의 고온 변형시에 class I(점성적 활주에 의해 주도되는 크리프)과 class II(전위의 상승에 의해 주도되는 크리프)를 예측하는 식을 제안하였다. Fig. 7은  $(kT/ec^{1/2}Gb^3)^2$ 에 대하여  $(\Gamma/Gb)^3(D_c/D_R)(\tau/G)^2$ 을 로그로 표시한 그림으로 45도 각도의 직선은 두 개의 거동(class I, class II)을 구분하는 경계선이다. 이 그림을 통하여 3가지의 실험온도에 해당되는 3개의 수평선은 전위의 상승에 의해 주도되는 구간에 해당되는 경계선의 좌측에 존재하므로 본 실험데이터가 변형기준식과 잘 일치함을 알 수 있다.

한편 정상상태에서 본 실험재료의 크리프중에 형성된 전위로 이루어진 아립계조직을 전 온도구간에 관찰하였다. 그 결과 전 온도구간에서 결정립계 내에서 아주 잘 발달된 아립계조직이 관찰되었다. Fig. 8은 온도 873 K 그리고 응력 0.8 MPa에서의 시편의 아립계조직으로 입계에 대부분의 전위가 영겨있고, 내부에는 거의 전위가 없었으며, 평균 아립계 크기는 약  $112 \mu\text{m}$ 였다. 본 아립계조직은 순

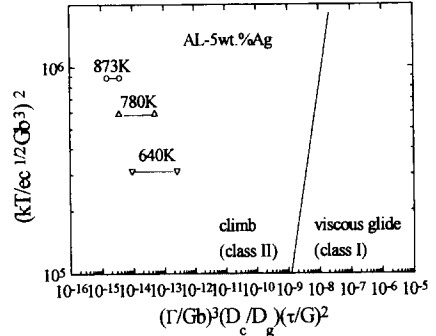


Fig. 7 The deformation criterion for solid solution alloys represented logarithmically plotting  $(kT/ec^{1/2}Gb^3)^2$  vs.  $(\Gamma/Gb)^3(D_c/D_R)(\tau/G)^2$ . Experimental results obtained on Al-5wt.%Ag at three different temperatures are shown.

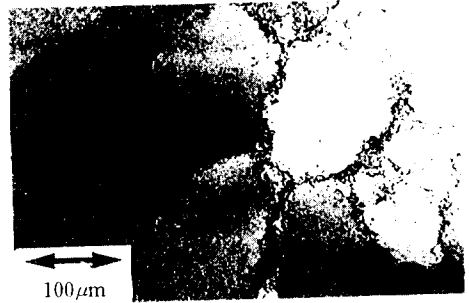


Fig. 8 TEM micrograph in Al-5%Ag alloy showing a well developed substructure at  $\tau=0.8 \text{ MPa}$

수 알루미늄의 경우<sup>(3)</sup>와 유사함을 보였으며, 이같은 사실은 본 재료의 크리프거동이 실험구간에서 크리프과정이 전위의 상승에 의해 주도되는 class II로 특정될 수 있는 하나의 증거이다.

## 4. 결 론

873 K( $0.96 T_m$ )~640 K( $0.7 T_m$ ) 온도범위와 0.2~3.0 MPa의 응력범위에서 Al-5 wt.% Ag 고용체 합금에 대한 크리프실험 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) 전체 실험조건하에서 Al-5 wt.% Ag 고용체 합금의 고온 크리프거동은 크리프곡선의 형태, 응력지수의 값( $4.6 \pm 0.2$ ), 크리프에 대한 활성화 에너지의 값( $141.1 \text{ kJ/mole}$ ) 등이 순수알루미늄의 것과 매우 유사하며, class II (metal class)같이 거

동함을 알 수 있다.

(2) 정상상태 크리프속도에 대한 적층결함에너지의 효과를 고려하여 본 재료와 순수알루미늄의 표준화한 크리프 데이터를 비교한 결과 본 재료의 적층결함에너지는  $180 \text{ mJ/m}^2$ 이었다.

(3) 본 재료의 크리프거동은 고용체 합금에 대한 점성적 활주-상승(class I ~class II) 기준식으로 예측한 결과 잘 일치하였다.

## 후 기

이 논문은 1996학년도 서울산업대학교 공모과제 학술연구비에 의하여 연구되었으며, 관계자 여러분께 감사를 드립니다.

## 참고문헌

- (1) Yavari, P., Mohamed, F. A. and Langdon, F. G., 1981, "Creep and Substructure Formation in an Al-5%Mg Solid Solution Alloy," *Acta Metall.*, 29, pp. 1459~1507.
- (2) Cannon, W. R. and Sherby, O. D., 1970, "High Temperature Creep Behavior of Class I and Class II Solid Solution Alloys," *Metall. Trans. A*, 1, pp. 1030~1032.
- (3) Sherby, O. D. and Burke, P. M., 1968, "Mechanical Behavior of Crystalline Solids at Elevated Temperature" *Prog. Mater. Sci.*, 13, pp. 325~390.
- (4) Mohamed, F. A. and Langdon, T. G., 1974, "The Transition from Dislocation Climb to Viscous Glide in Creep of Solid Solution Alloys," *Acta Metall.*, 22, pp. 779~788.
- (5) Takeuchi, S. and Argon, A.S., 1976, "Steady-state Creep of Alloys Due to Viscous Motion of Dislocation," *Acta Metall.* 24, pp. 883~889.
- (6) Goel, A., Ginter, T. J. and Mohamed, F. A., 1983, "Effect of Stress Reductions on the Stress Exponent and Subgrain Size in an Al-Zn Alloy," *Metall. Trans. A*, 14, pp. 2309~2318.
- (7) Sherby, O. D. Lytton, J. L. and Dorn, J. E., 1957, "Activation Energies for Creep of High-purity Aluminum," *Acta Metall.*, 5, pp. 219~227.
- (8) King, H. W., 1966. "Quantitative Size-factors for Metallic Solid Solutions," *J. Mater. Sci.* 1, pp. 79~90.
- (9) Mukherjee, A. K., Bird, J. E. and Dorn, J. E., 1969, "Experimental Correlations for High Temperature Creep," *Trans. A.S.M.*, 62, pp. 155~179.
- (10) Fuentes-samaniego, R. and Nix, W. D., 1981, "Appropriate Diffusion Coefficients for Describing Creep Processes in Solid Solution Alloys," *Scr. Metall.*, 15, pp. 15~20.
- (11) Anand, M. S. and Agarwala, R. P., 1967, "Diffusion of Palladium, Silver, Cadmium, Indium, and Tin in Aluminum," *Trans. AIME*, 239, pp. 1848~1853.
- (12) Argon, A. S. and Takeuchi, S., 1981, "Internal Stresses in Power-law Creep," *Acta Metall.*, 29, pp. 1877~1884.
- (13) Soliman, M. S. and Mohamed, F. A., 1984, "Creep Transition in an Al-Zn Alloy," *Metall. Trans. A*, 15, pp. 1893~1904.
- (14) Chaudhury, P. K. and Mohamed, F. A., 1987, "Creep and Ductility in an Al-Cu Solid Solution Alloy," *Metall. Trans. A*, 18, pp. 2105~2114.