

논문

저온 주조법을 응용한 Al-Zn-Mg-Cu 합금의 반응고 성형

김정민[†] · 김기태 · 정운재

Semi-Solid Forming of Al-Zn-Mg-Cu Alloy Applying Low-Temperature Casting Process

Jeong-Min Kim[†], Ki-Tae Kim and Woon-Jae Jung

Abstract

Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu semi-solid slurry was prepared by cooling the liquid metal with a low superheat to a solid and liquid co-existing temperature. Relatively round solid particles could be obtained in the slurry through the simple process. The prepared slurry was deformed into the metallic mold by a press and the mechanical properties of obtained specimens were investigated. Mold filling ability of the alloy slurry was also investigated and compared with that of A356 alloy. Al-Zn-Mg-Cu alloy showed lower mold filling ability than A356 alloy probably because small amount of eutectic phase is present and the heat of fusion generated during solidification is smaller than that of A356 alloy. (Received February 14, 2002)

Key words : semi-solid, slurry, Al, superheat, press, mold filling

1. 서론

반응고 금속 성형법은 기존의 주조에 비하여 치수정밀도가 우수하고 porosity같은 구조결함이 적은 부품을 제조할 수 있을 뿐만 아니라 고체상태에서 성형이 어려운 금속재를 쉽게 성형 가공할 수 있기 때문에 그 활용범위가 지속적으로 증가되리라 예상된다. 그러나 반응고 성형법이 신뢰성 있는 제조공정으로 자리잡기 위해서는 아직 많은 과제가 남아있으며, 그 중의 하나는 우수한 성질을 갖는 반응고 합금을 경제적으로 제조하는 것일 것이다. 반응고 성형에는 특별히 준비된 고액 공존상태의 슬러리가 사용되는데, 액상 내에 구형의 고상 입자가 균일하게 분포하는 미세조직을 가지기 때문에 마치 액체처럼 쉽게 변형되는 특징을 갖는다. 이러한 반응고 슬러리를 만드는 방법에는 여러 가지가 있으나, 크게 나누면 반응고 성형용 잉곳을 먼저 제조한 후 다시 재가열하여 슬러리로 만들거나 액상 금속을 냉각하여 고액 공존상태에서 교반하여 슬러리

로 만드는 방법 등이 있다[1]. 전자의 경우 우선 반응고 성형용 빌렛을 만들고 다시 재가열해야 하기 때문에 후자의 경우에 비하여 제조 공정이 복잡한 단점이 있으며, 후자의 경우도 건전한 슬러리를 만들기 위해서는 대부분 고가의 장비가 필요하다는 문제가 있다.

최근 Xia 등[2]의 보고에 의하면 교반, 입자미세화 등의 공정 없이 단순히 저온의 액상금속을 주조함으로써 구형의 고상 입자들을 가진 반응고 성형용 잉곳을 제조할 수 있었다. 이 방법은 액상이 응고할 때 매우 작은 과냉을 갖게 되면 고상이 구형으로 성장하는 현상[3]을 이용한 것으로서 특별한 장치 없이 반응고 잉곳을 제조할 수 있다는 장점을 가지고 있으며, 또한 이것을 응용한 것으로 금속을 용해하여 용융온도에서 일정시간 유지하고 고액 공존온도로 냉각 후 주조공정 없이 바로 성형하는 방법이 제안되어 AZ91마그네슘합금에 적용된 바 있다[4]. 본 연구에서는 이 공정을 고강도 알루미늄계에 속하는 Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu합금에 적용하여 반응고 성형시편을 제조하였으며, 미세

한국생산기술연구원 (Korea Institute of Industrial Technology)
[†]E-mail : jmk7475@kitech.re.kr

조직 및 기계적 성질을 조사하였다. 또한 반응고 성형 공정에서 고/액 슬러리의 금형 충전성이 중요하기 때문에 금형 온도가 충전성에 미치는 영향을 조사하였으며, 대표적인 주조용 알루미늄합금의 하나인 A356과 비교하였다.

2. 실험방법

실험에 사용한 Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu합금은 99.8% 이상의 순금속을 장입재로 사용하였고, 시편용 잉곳은 Ø75 mm의 환봉형태로 금형에 주조하여 제조하였다. 반응고 프레스 성형용 빌렛은 잉곳의 표면을 절삭하여 Ø70 mm로 가공하여 준비하였고, 등온가열실험을 위해서는 20×20×20 mm의 크기로 시편을 가공하였다. Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu 및 A356합금의 화학조성 분석 결과는 Table 1에 나타내었다. 본 실험에 앞서 제조한 합금의 가열시 용융개시 및 용융완료 온도를 파악하기 위하여 DSC (Differential scanning calorimeter)로 열 분석을 하였으며, 그 결과는 Table 2에 나타내었다. 여기서 나타낸 A356의 공정량은 Al-Si 2원계를 가정하여 Scheil equation을 이용하여 계산하였으며[1], DSC 실험에서 가열 및 냉각은 3°C/min의 느린 속도로 하였다.

일정한 온도로 맞추어진 chamber안에 20×20×20 mm 크기의 시편을 장입한 철제 도가니를 넣고 시편에 연결된 열전대의 온도를 기준으로 등온가열실험을 하였다. 시편이 정해진 온도에 도달하면 일정시간을 유지한 후 수중에 급냉하는 일반적인 등온가열방법과 Fig. 1과 같이 저온 주조법을 응용한 2단계 등온가열법을 비교하였다. 2단계 등온가열 공정을 상세히 보면, 1단계에서는 합금의 액상선 온도인 635°C보다 약

5°C가 높은 온도로 가열하여 30분간 유지하여 완전히 액상으로 만든 후 서서히 냉각하여 2단계 온도인 630°C로 저하시킨다. 2단계 온도에서는 고상 입자의 구상화가 이루어지도록 일정한 시간동안 유지한 후 수중에 급냉하였다. 시편의 미세조직은 광학현미경 및 TEM(Transmission electron microscope)으로 관찰하였다.

반응고 슬러리의 성형성은 Fig. 2에 나타낸 두께

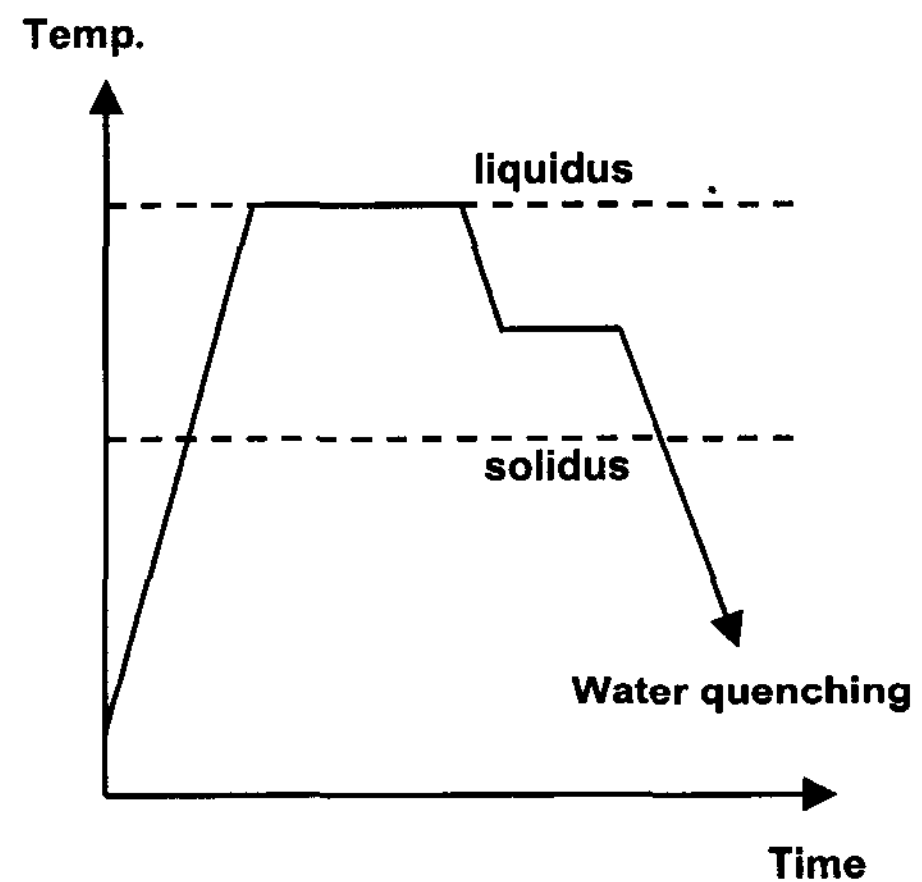


Fig. 1. Schematic diagram for a two-step isothermal heating process.

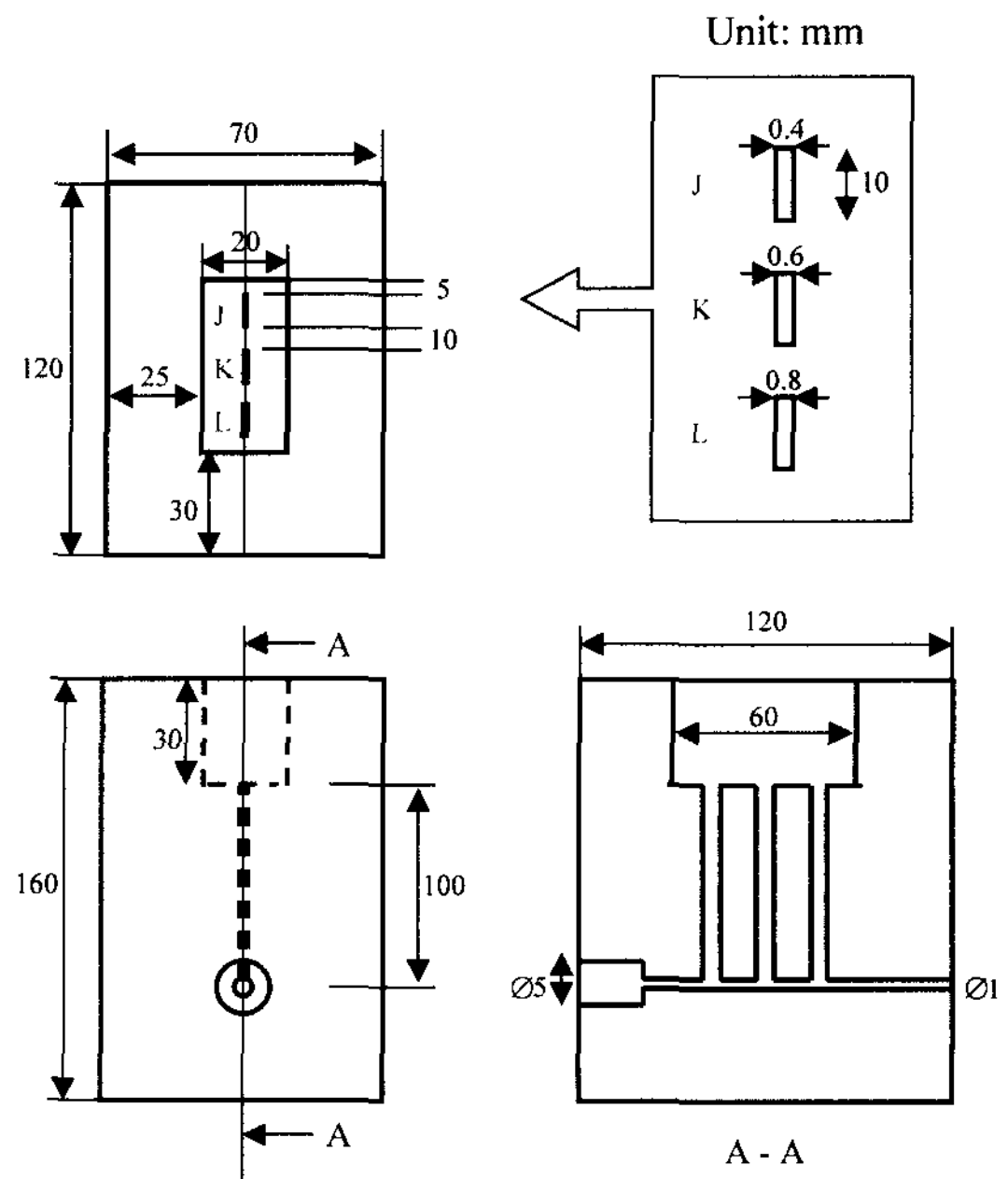


Fig. 2. Mold design for the fillability test of semi-solid slurry.

Table 1. Chemical compositions of alloys (wt.%).

Alloy	Si	Zn	Mg	Cu	Al
Al-Zn-Mg-Cu	--	5.50	2.56	1.50	balance
A356	7.37	--	0.25	--	balance

Table 2. Results of DSC analysis.

Alloy system	Eutectic Temp.(°C)	Melting of α-phase (°C)		Amount of eutectic (%) - Scheil eqn.
		Start	End	
Al-Zn-Mg-Cu	481	560	640	--
A356	567	--	610	51

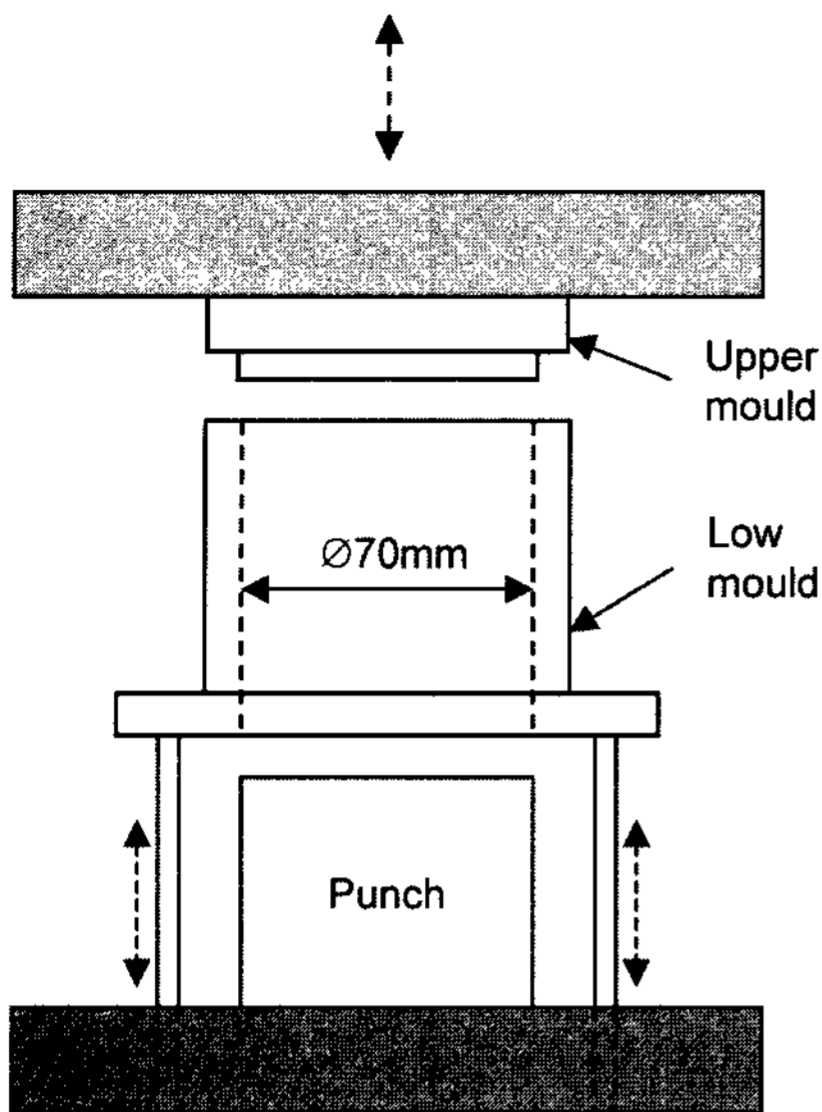


Fig. 3. Apparatus for the semi-solid forming by using a press.

0.4-0.8 mm의 매우 얇은 공간이 있는 금형을 사용하여 일정한 압력에서 얼마나 충전되는가로 평가하였다. 이때 반응고 슬러리는 액상율이 약 0.7에 해당하는 가열 온도에서 60분간 유지하여 준비하였고, 유압프레스의 압력이 일정하게 40 kg/cm²인 상태에서 가압하여 성형하였다. 또한, 반응고 성형품의 기계적 성질을 평가하기 위하여 Ø70 mm의 빌렛을 2단계 등온가열법(Fig. 1)을 사용하여 슬러리로 만든 후 Fig. 3과 같이 200톤급 유압프레스로 가압하여 원통형 시편을 제조하였다. 일부 시편에 대해서는 추가로 T6열처리를 하여 열처리가 기계적 성질에 미치는 영향을 조사하였으며, 인장 시험은 ASTM B 557M 규격에 따라 수행하였다.

3. 실험결과 및 토의

3.1 등온가열실험

금형주조한 Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu합금 잉곳의 미세 조직은 Fig. 4와 같이 전형적인 수지상 구조를 가진다. 등온가열실험에는 주조재를 그대로 시편으로 사용하였으며 가열온도를 630°C에서 일정한 시간만큼 유지한 후 수냉하는 방법으로 하였다. Table 2의 DSC결과에 따르면 560°C 이상에서 용융이 개시되나, 실제 실험에서는 620°C이하의 온도에서는 시편의 중심부까지 액상이 형성되는데 장시간이 소요되었다. Fig. 5에는 630°C에서 15분 및 60분간 등온가열한 시편의 조직을

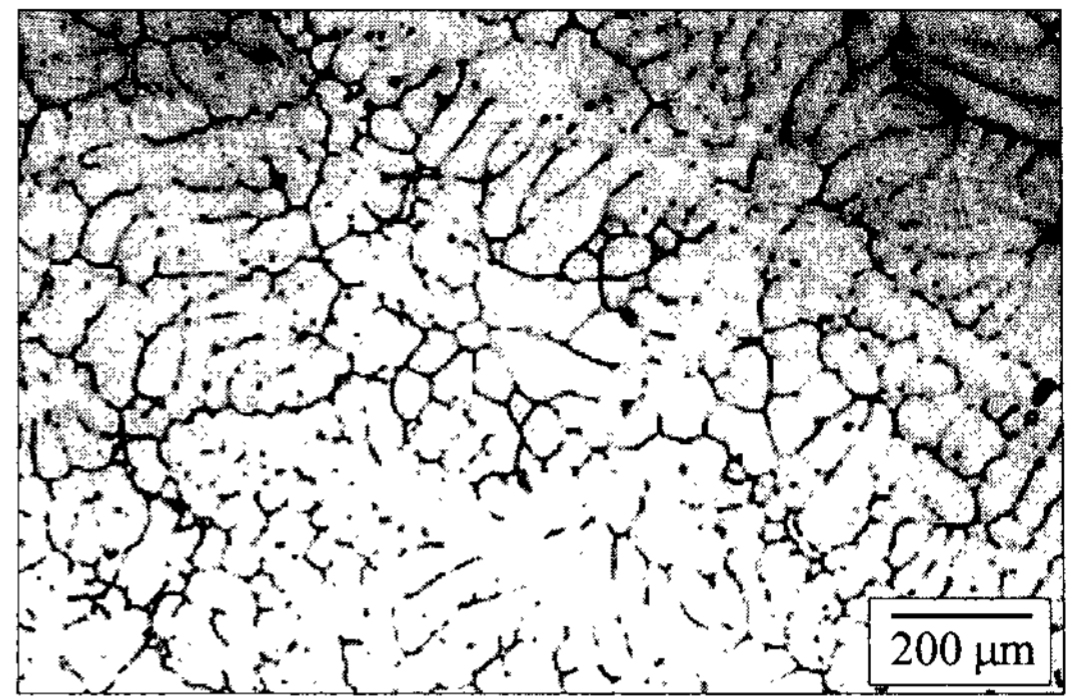
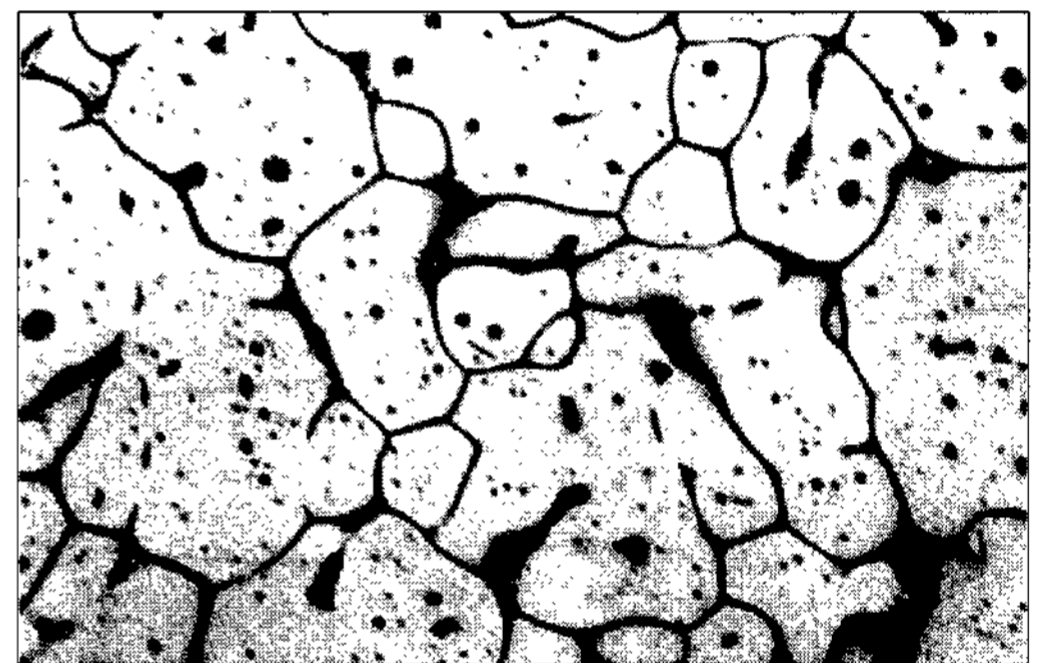
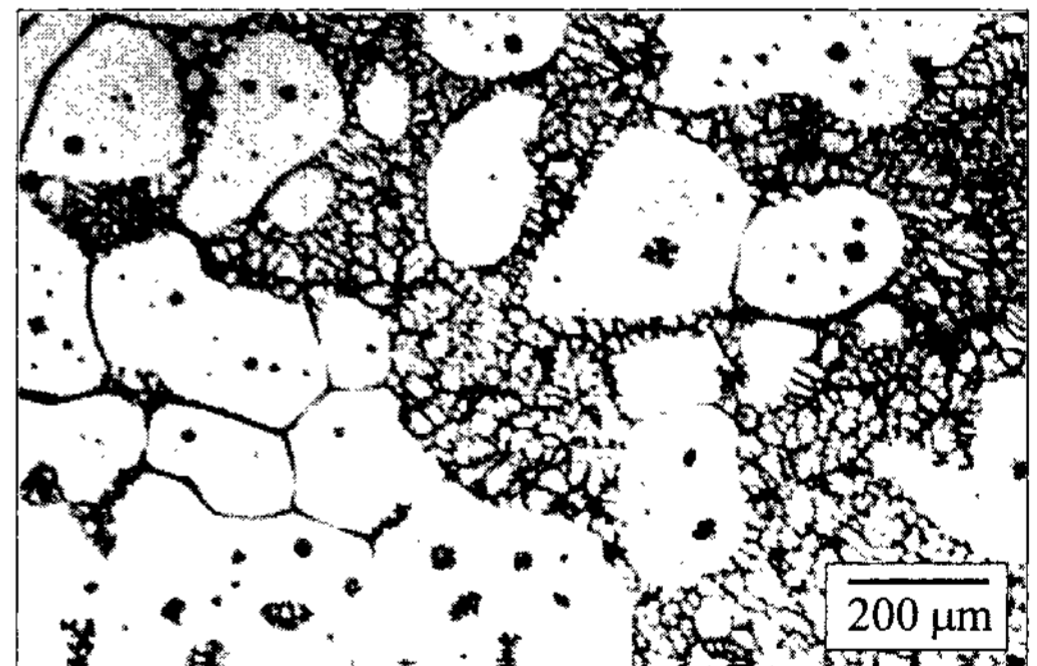


Fig. 4. Microstructure of as-cast Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu alloy.



(a)



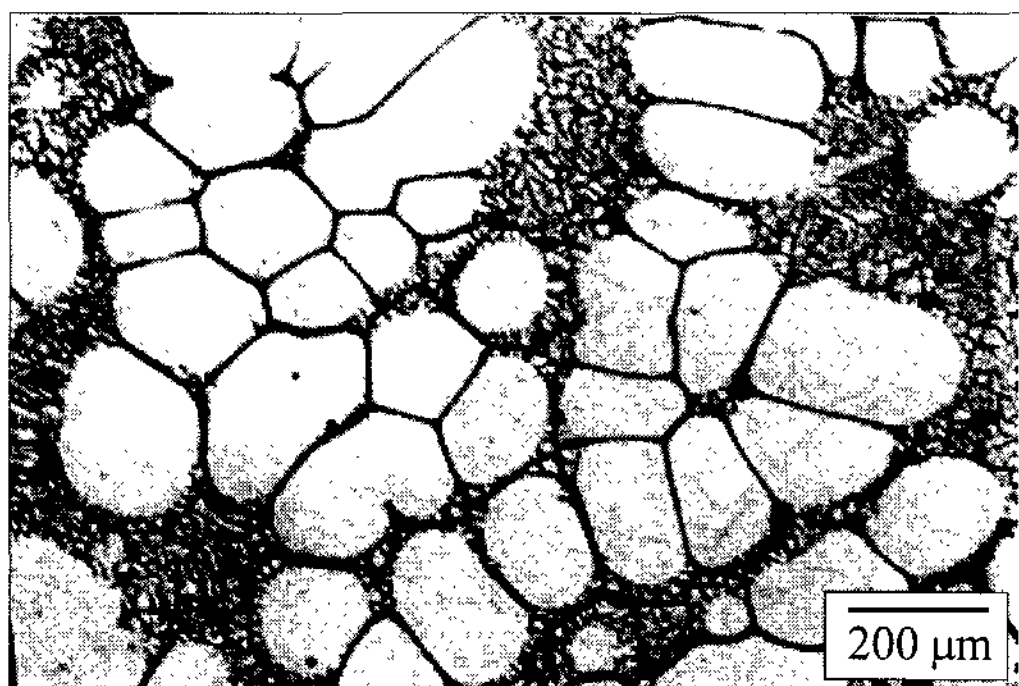
(b)

Fig. 5. Microstructural change during the conventional isothermal heating of Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu semi-solid alloy. (a) 630°C, 15 min. (b) 630°C, 60 min.

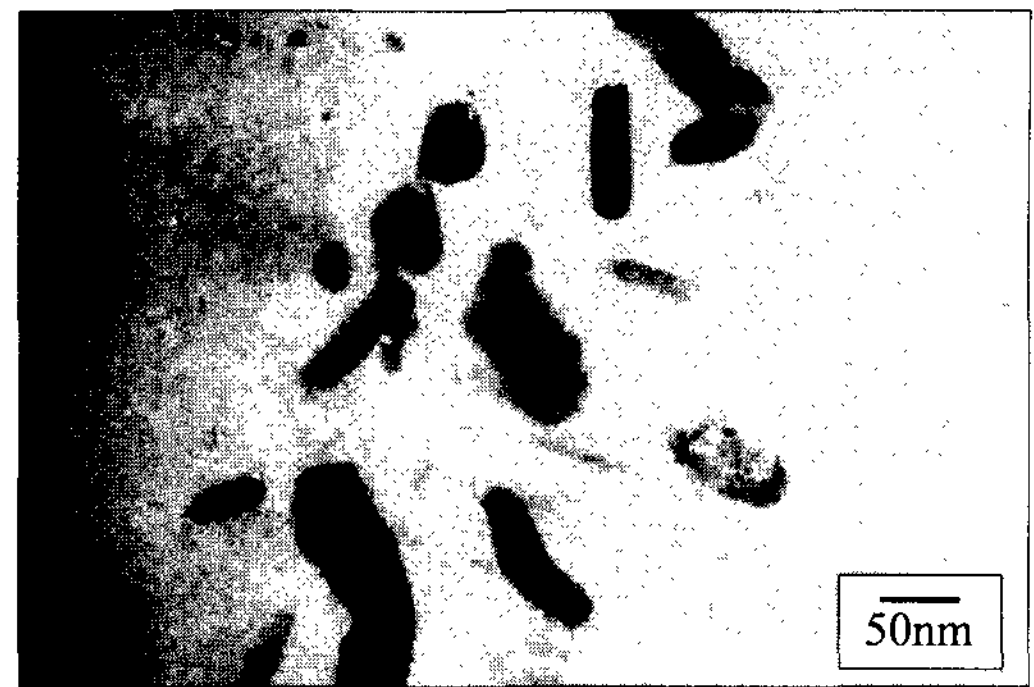
보여주고 있다. 유지시간이 증가함에 따라 결정립계에서 점차 액상이 형성되는 것을 알 수 있으며, 초기의 수지상 구조가 점차 구형의 입자들로 변화되어 분리되는 것을 볼 수 있다. 그러나, 평균 고상 입자의 크기가 약 390 nm로서 매우 조대하고 액상의 분포 또한 불균일 하였다.



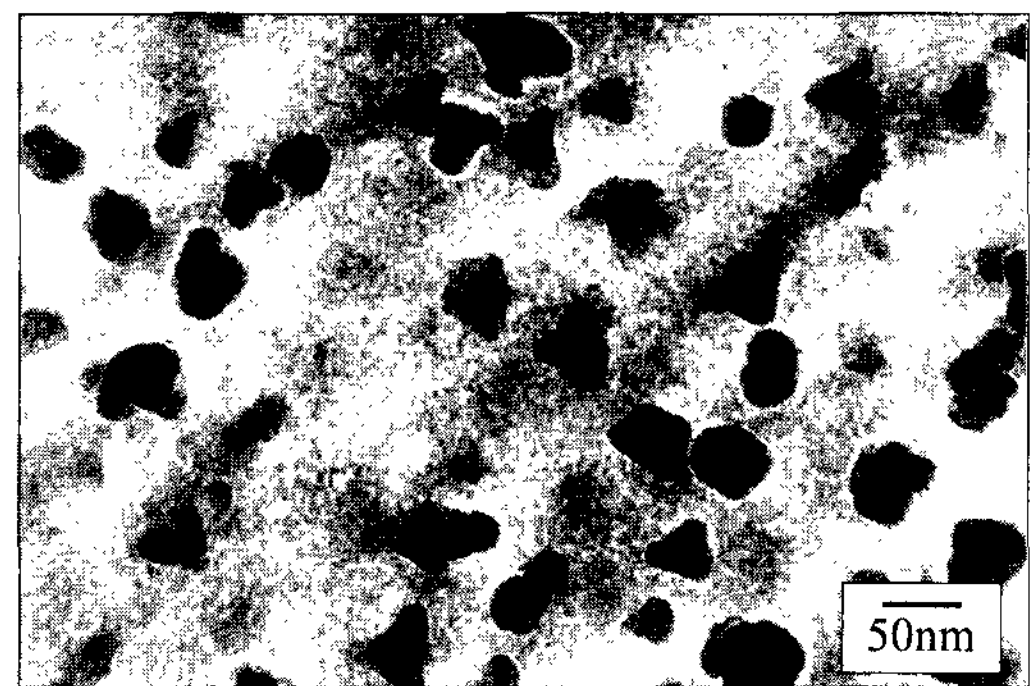
(a)



(b)



(a)



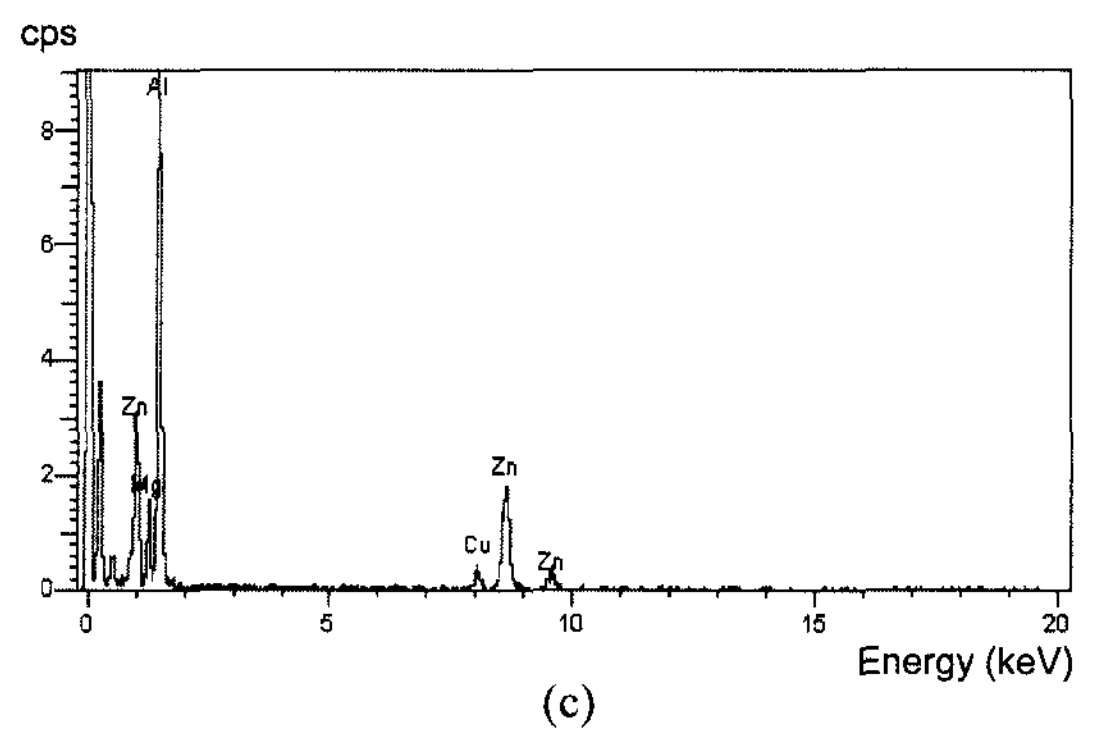
(b)

Fig. 6. Microstructural change during the 2-step isothermal heating of Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu semi-solid alloy. (a) at 640°C for 30 min, then at 630°C for 1 min. (b) at 640°C for 30 min, then at 630°C for 15 min.

한편, 저온 주조법을 이용하여 Fig. 1과 같이 2단계 등온가열공정을 거친 Al-Zn-Mg-Cu시편의 미세조직은 Fig. 6에 나타내었으며, 앞의 등온가열시편과는 매우 다른 형상을 보임을 알 수 있다. 초기에 덩어리형태로 모여 있던 입자들이(Fig. 6a) 2단계 등온가열시간 15분 만에(Fig. 6b) 완전하지는 않지만 분리되기 시작하였고 비교적 구형의 형태로 변화되었다. 시편 부위별 액상의 분포도 앞의 등온가열시편에 비하여 상대적으로 우수하게 관찰되었다. 평균 고상입자의 크기는 약 250 μm으로 비교적 조대한 경향을 보였으나, 특별한 장치가 필요 없는 2단계 등온가열공정을 통해 건전한 반응고 슬러리를 단시간에 준비할 수 있음을 확인할 수 있었다.

3.2 반응고 시편의 기계적 성질

2단계 등온가열공정에 의하여 Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu 합금 반응고 슬러리를 준비하여 유압프레스로 성형하



(c)

Fig. 7. TEM micrographs of semi-solid formed and T6 heat-treated Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu alloy. (a) as-formed (b) as formed and heated treated (c) typical EDS of precipitate

였으며, 일부시편에 대해서는 480°C에서 용체화처리를 한 후 120°C에서 24시간동안 시효처리하는 방식으로 T6열처리를 하였다[5]. 고강도 7xxx계 알루미늄합금은 T6 열처리를 통하여 매우 미세한 η' 또는 η-MgZn₂ 석출상이 형성되며 이로 인하여 강도가 현저하게 증가하는 것으로 알려져 있다[5-8]. Fig. 7(a)는 반응고 성

Table 3. Mechanical properties of semi-solid formed alloys.

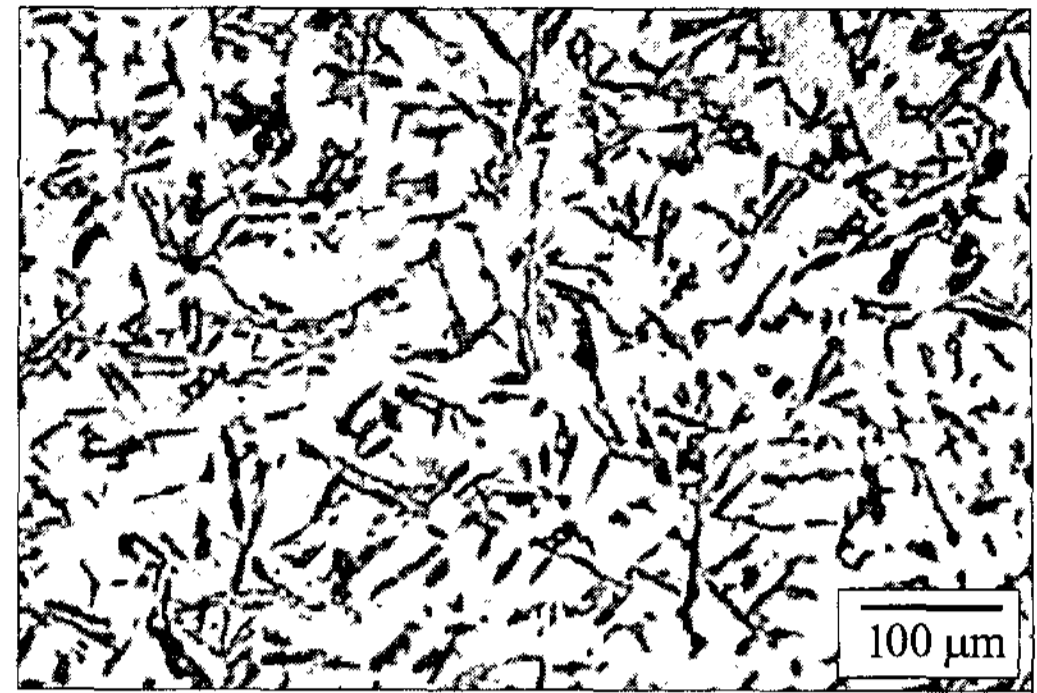
Alloy/Condition	UTS(MPa)	Elongation (%)
Al-Zn-Mg-Cu/		
As-deformed	204	3.1
As-deformed + T6	394	2.1
A356/		
As-deformed	261	5.7

형시편의 TEM 미세조직을 보여주는 것으로 크기 50-100 nm의 매우 미세한 석출물이 존재하는 것을 알 수 있다. 그러나, 석출물이 시편 일부분에 국한되어 있을 뿐만 아니라 단위 부피당 개수는 약 5.5×10^{17} (개/ m^3)로서 낮게 나타났다. 한편, Fig. 7(b)의 열처리된 조직 사진을 보면 보다 미세한 구형의 석출물이 시편 전체에 걸쳐 형성된 것을 볼 수 있다. 이 석출물의 평균 직경은 약 50 nm였으며 단위 부피당 개수는 약 5.5×10^{21} (개/ m^3)로서 열처리 전에 비하여 훨씬 높게 나타났다. 그러나 석출물의 EDS 분석결과 열처리 전과 후의 큰 차이를 발견할 수는 없었고, Zn/Mg비율은 약 1.5-2사이의 값을 가졌다. 전형적인 EDS spectrum은 Fig. 7(c)에 나타내었다. Table 3의 결과를 보면 열처리를 통해 약 2배의 큰 강도 증가가 있었음을 알 수 있으며, 열처리를 통해 형성된 미세한 석출상에 기인한 것으로 생각된다.

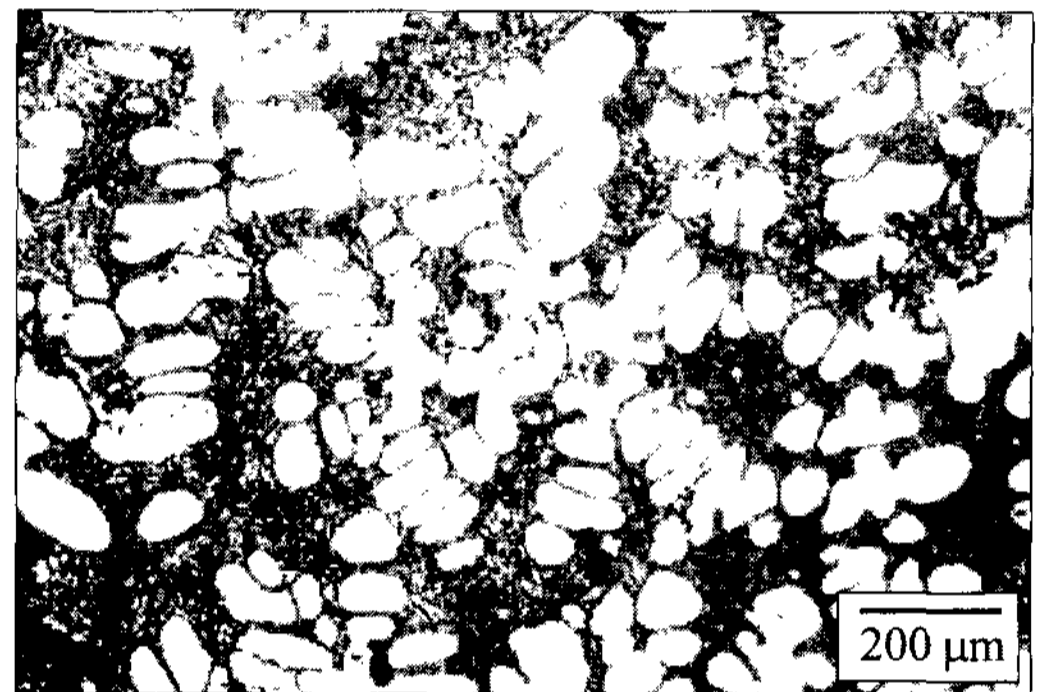
한편, 비교용으로 제조한 A356합금의 주조 및 반응고 성형상태의 미세조직을 Fig. 8에 나타내었다. (a)에서는 개량처리하지 않은 Al-Si합금 주조재에서 볼 수 있는 조대하고 판상형태를 가지는 공정Si의 형상을 볼 수 있으며, (b)의 반응고 시편에서는 액상부가 빠르게 응고함에 따라 형성된 매우 미세하고 일부 개량된 Si 상을 관찰할 수 있었다. 얻어진 A356 반응고 시편의 기계적 성질도 Table 3에서 알 수 있듯이 대체로 우수한 것을 확인할 수 있다. Al-Zn-Mg-Cu합금의 경우는 반응고 및 열처리 시편 모두 예상 값 보다 다소 낮은 수준의 강도 및 연신율을 보였으며[9], 용탕과 반응고 슬러리를 고온에서 유지, 이송하는 과정에서 일부 산화물의 혼입이 있었던 것으로 추정된다.

3.3 금형 충전성 실험

반응고 금속의 성형성 평가를 위해서는 주로 일정한 금형내 공간을 슬러리가 얼마나 채우는 가를 측정하며 [10,11], 본 실험에서는 매우 얇은 공간을 갖는 Fig. 2



(a)



(b)

Fig. 8. Typical microstructure of A356 alloy. (a) as-cast (b) as-deformed at the semi-solid state

와 같은 금형을 열간 프레스에 장착하여 금형 충전성을 조사하였다. 시편은 합금의 종류에 따라 액상율이 약 0.7되는 일정온도에서 약 60분 동안 등온 유지된 후 프레스에 의해 성형되었다. 따라서 Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu합금은 632°C에서, A356합금은 595°C에서 등온가열하였다. 프레스의 압력이 너무 크면 다른 공정변수의 영향을 파악하는데 변별력이 작아지므로 40 kg/cm²로 일정하게 하고 금형의 온도를 변화시키면서 영향을 조사하였다.

Fig. 9(a)에서는 Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu합금의 충전성이 금형 온도에 따라 민감하게 반응하는 것을 나타내고 있다. 400°C에서는 거의 모든 두께의 공간이 충전되지 않았으나 450°C에서는 두께 0.8 mm의 경우 충전성이 상당히 향상되는 것을 알 수 있다. 금형의 온도가 500°C가 되면 0.8 mm의 경우 30 mm이상의 충전성을 보이거나 나머지 두께에서는 5 mm이하의 여전히 낮은 충전성을 보였다. Fig. 9(b)에는 비교를 위해 실험한 A356합금의 금형충전성 결과를 나타내었다. 금형

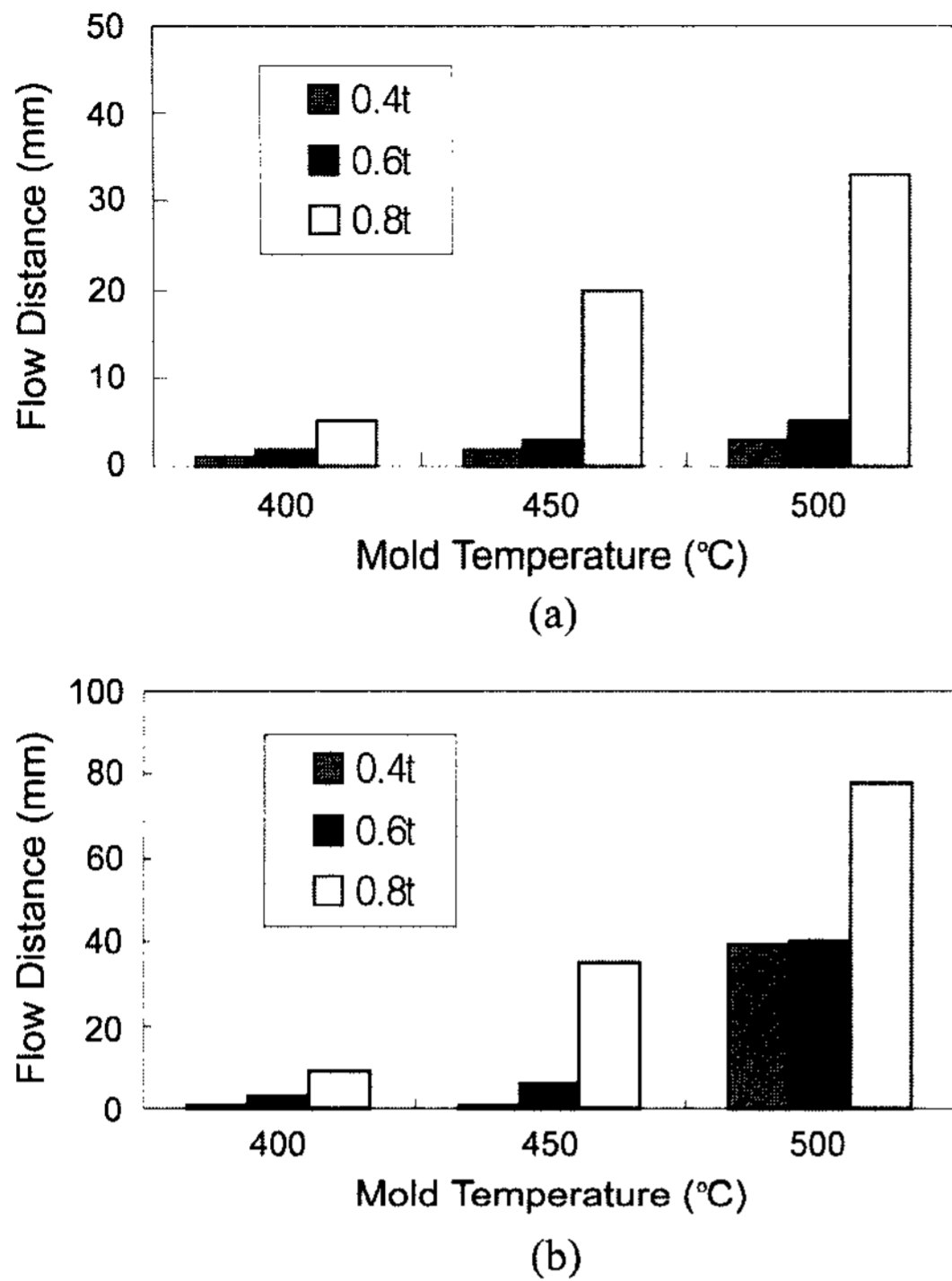


Fig. 9. Mold fillability of semi-solid alloys, isothermally heated for 60 min. to have the liquid fraction of about 0.7, in relation to the mold temperature. (a) Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu alloy (b) A356 alloy

온도에 따른 A356합금의 충전성 경향은 Al-Zn-Mg-Cu합금의 경우와 유사했으나 상대적인 충전성은 훨씬 우수함을 알 수 있다. 이러한 차이는 두께 0.8 mm에서 뿐만 아니라 0.4, 0.6 mm의 매우 얇은 공간에서도 두드러지게 나타나 특히 A356의 경우 500°C에서는 모든 두께에서 40 mm이상의 충전성을 보이고 있음을 알 수 있다.

고온의 반응고 슬러리가 상대적으로 저온인 금형에 장입되는 순간 매우 급격한 온도저하가 일어날것으로 예상되며, 또한 동일한 액상율을 갖는 두 합금이 금형에 장입될 경우 A356합금이 보다 오래 높은 액상율을 유지할 것임을 예측할 수 있다. 이것은 A356의 주 합금원소인 Si이 Al-Zn-Mg-Cu합금의 주 합금원소 Zn에 비하여 응고잠열이 매우 크고 특히 Al-Si 공정응고 중에 집중적으로 발열되기 때문이며[12], 따라서 응고잠열이 작고 공정량이 거의 없는 Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu 합금이 더 빨리 응고하여 상대적인 충전성이 낮은 것으로 생각된다.

4. 결 론

1. 주조재를 등온가열하여 반응고 슬러리상태를 만들면 초기의 수지상 조직이 분해되어 구형의 입자로 변화하는 현상을 관찰할 수 있으나 형성된 입자들의 크기가 약 390 nm로 매우 조대하고 분포도 불균일하였다.

2. 저온 주조법을 응용한 2단계 등온가열법으로 제조된 슬러리의 경우는 앞의 등온가열법에 비하여 빠른 시간에 구형의 고상입자를 얻을 수 있었고 분포도 상대적으로 균일하였다. 그러나, 고상의 크기는 약 250 μm로서 비교적 조대하였다.

3. 2단계 등온가열법으로 준비된 반응고 슬러리를 프레스로 성형하여 기계적 성질을 조사하였고 일부 시편은 추가로 T6열처리를 하였다. 열처리를 통해 다수의 미세한 석출물이 형성되는 것을 관찰할 수 있었으며, 인장강도는 크게 증가하는 반면 연신율은 약간 감소하였다.

4. 반응고 슬러리의 충전성은 합금종류에 상관없이 금형 온도에 매우 민감하여 온도 증가에 따라 뚜렷이 향상되었다. Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu합금은 A356합금에 비하여 매우 낮은 금형 충전성을 보였으며, 500°C의 금형온도에서도 두께 0.6 mm이하의 공간은 거의 충전되지 않았다. 이와 같은 결과는 Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu합금이 상대적으로 응고잠열과 공정량이 작기 때문으로 사료된다.

감사의 글

본 연구는 산업자원부 청정생산기술사업의 지원으로 수행되었으며, 이에 감사 드립니다.

참 고 문 헌

[1] M. C. Flemings: Metall. Trans. A, "Behavior of Metal Alloys in the Semisolid State", 22(1991) 957-981.
 [2] K. Xia and G. Tausig: Mater. Sci. & Eng. A, "Liquid Casting of a Wrought Aluminum Alloy 2618 for Thixo-forming", 246(1998) 1-10.
 [3] W. W. Mullins and R. F. Sekerka: J. of Appl. Phys., "Morphological Stability of a Particle Growing by Diffusion or Heat Flow", 34(1963) 323-329.
 [4] J. M. Kim, K. T. Kim, and W. J. Jung: Mater. Sci. & Tech., accepted for publication "Effects of Isothermal Heating Procedure and Sr Addition on the Semisolid Forming of

- AZ91 Magnesium Alloy", (2002).
- [5] L. B. Ber: Mater. Sci. & Eng. A, "Accelerated Artificial Ageing Regimes of Commercial Aluminum Alloys", 280(2000) 91-96.
- [6] G. Waterloo, V. Hansen, J. Gjønnes, and S. R. Skjervold: Mater. Sci. & Eng. A, "Effect of Predeformation and Preaging at Room Temperature in Al-Zn-Mg-(Cu,Zr) Alloys", 303(2001) 226-233.
- [7] K. Stiller, P. J. Warren, V. Hansen, J. Angenete, and J. Gjønnes: Mater. Sci. & Eng. A, "Investigation of Precipitation in an Al-Zn-Mg Alloy After Two-Step Ageing Treatment at 100°C and 150°C", 270(1999) 55-63.
- [8] J. C. Werenskiold, A. Deschamps, and Y. Brechet: Mater. Sci. & Eng. A, "Characterization and Modeling of Precipitation Kinetics in an Al-Zn-Mg Alloy", 293(2000) 267-274.
- [9] Edited by J. R. Davis: ASM Specialty Handbook "Aluminum and Aluminum Alloys", (1993)
- [10] W. Lapkowski: J. of Mater. Process. Technology, "Some Studies Regarding Thixoforming of Metal Alloys", 80-81(1998) 463-468.
- [11] S. K. Kim and Y. J. Kim: J. of Korea Inst. Met. & Mater., "Evaluation of Thixoforming and Mechanical Properties of AZ91D Mg Alloy", 38(2000) 1626-1630.
- [12] J. M. Kim and C. R. Loper, Jr.: AFS Trans., "Effect of Solidification Mechanism on Fluidity of Al-Si Casting Alloys", 103 (1995) 521-529.