

논문

반응용 압출을 위한 AA7075 합금의 조직제어

윤영옥^{***} · 김영직^{*} · 김세광^{**} · 조형호^{**}^{*}성균관대학교 신소재공학과^{**}한국생산기술연구원

Microstructural Control of AA7075 Alloy for Thixoextrusion

Young-Ok Yoon^{***}, Young-Jig Kim^{*}, Shae K. Kim^{**} and Hyung-Ho Jo^{**}^{*}Dept. of Adv. Mater. Eng., Sungkyunkwan Univ., Suwon 440-746, Korea^{**}Adv. Mater. Ctr., Korea Institute of Industrial Technology, Incheon 406-800, Korea

Abstract

The present study focuses on 7075 aluminum wrought alloy to investigate the potential industrial applications of thixoextrusion process. The microstructural evolution of 7075 aluminum wrought alloy for thixoextrusion has been investigated as a function of isothermal holding temperature and time in the partially remelted semisolid state. The results showed that the liquid fraction increased with increasing isothermal holding temperature and time while the average grain size was inversely proportional to isothermal holding temperature and time up to 5min. However, there was no big change of liquid fraction and average grain size with respect to isothermal holding temperature and time. The important fact that the liquid fraction and average grain size were almost uniform after 5 min holding time is considered very useful for thixoextrusion in terms of process control.

Key words : Thixoextrusion, AA7075, Partial remelting, Microstructural evolution

(Received November 10, 2005; Accepted December 22, 2005)

1. 서 론

최근 항공기, 자동차, 고속 전철 등 수송 산업 분야에서의 연료 절약 및 환경오염 문제 등으로 인하여 수송 부품 경량화에 대한 중요성이 크게 부각되고 있다. 이와 같은 수송 기계의 경량화 추진에 힘입어 Al 합금에 대한 관심이 높아지고 있으며, 수요 또한 증대하여 가고 있다. 이들 대부분은 열간 압출 공정에 의해 제조된다.

난가공성 Al-Zn-Mg 합금은 알루미늄 합금중에서 가장 높은 강도를 가지고 있으며, 주로 수송기기 구조재나 항공기용 구조재 등으로 사용되고 있다. Al-Zn-Mg 합금 중에서도 AA7075 합금은 압출시 높은 압출 압력, 낮은 압출 속도를 가지므로 해서 상대적 압출성 지수가 10으로 매우 낮다. 이러한 배경으로부터 성형성 향상을 위한 다양한 가공법의 개발이 요구되고 있다[1].

이중 semisolid processing(SSP)으로 통칭되는 반고상주조 또는 고액공존 주조기술은 1971년 MIT의 Spencer에 의해 우연히 발견된 Sn-15%Pb 합금의 이상점성 특성을 바탕으로, 지속적인 연구가 진행되고 있다. SSP는 종래의 가공법, 즉 완전 고체상태를 취급하는 소성가공 또는 완전 액체상태에서의 주조 가공과는 달리 고액 공존영역에서 금속 슬러리의 rheology 및 thixotropic 특성을 이용하는 주조법이다. 이중에서도 금속 슬

러리의 thixotropic 성질을 이용하여 고액 공존영역에서 금속 재료를 성형하는 반응용 압출에 대한 연구도 주목을 받고 있다[2,3].

반응용 압출법의 가공공정은 종래의 열간 압출공정과 기본적으로는 같다. 즉, 가열로를 이용하여 균일하게 가열한 빌렛을 압출프레스의 컨테이너에 삽입한 후 압력을 가하여 필요한 제품을 압출한다. 빌렛의 고상율이 75% 이하가 되면 스스로 붕괴되는 경우가 있으므로, 적정용기의 사용과 온도유지에 주의를 요한다. 반응용 압출법의 경우에는 반응용된 빌렛을 컨테이너에 밀폐상태에서 다이스를 통해서만 유출되므로 유동·변형의 자유도는 낮고 내부의 고상·액상성분이 독자적으로 유동하기는 어렵다. 많은 경우 압출시에 약간의 액상성분이 선행되어 유출되는 경향을 제외하면 거의 균일한 유동·변형을 하여 다이스를 통해 압출된다.

따라서 정상적 또는 안정한 가공을 하기 쉽다. 반응용 압출은 압출압력 저감, 다이스 수명의 연장, 제품의 내부조직과 기계적 특성의 균일성 등의 장점이 있어 난가공성 Mg, Al 합금 뿐만 아니라, 복합재료, 재활용된 저품질 재료 등의 가공에 유용한 기술이 될 것으로 예상된다[4-7].

난가공성 Al 합금의 상대적 압출지수와 고액공존 영역의 관계를 살펴보면 상대적 압출지수가 낮을수록 고액공존 영역은 매우 큼을 알 수 있다. 이는 반응용 압출시 온도 제어 측

[†]E-mail : veryoon1@kitech.re.kr

면에서는 매우 유리하며, 특히 압출 지수가 낮은 합금의 반응용 압출 적용이 매우 유용할 것으로 사료된다.

본 연구의 목적은 단순 재가열 공정에 의한 반응용 조직 제어를 통한 AA7075 합금의 반응용 압출 적용 가능성을 검토하는데 있으며, 이러한 배경하에 고액 공존영역에서의 유지온도 및 유지시간 변화에 따른 반응용 조직 제어를 행하였다.

2. 실험 방법

상용 AA7075 합금을 고주파 유도 용해로를 사용하여 흑연 도가니에서 용해하였으며 용탕온도 760°C의 온도에서 시편 탈가스제(Foseco사의 degaser #790)를 이용하여 탈가스를 한 후 용탕온도 740°C에서 200°C로 예열한 주철제 금형에 주입하였다. AA7075 합금의 화학조성은 Table 1에 나타내었다. 제조된 빌렛은 전기로에 삽입하여 승온 속도 5°C/min로 하여 480°C에서 24 hr 균질화 처리를 행하였다.

제조된 AA7075 합금에 대하여 가열시 액상선 및 고상선 온도를 구하기 위하여 DSC로 열분석을 하였으며 평형상태에서의 액상율과 온도와의 관계를 알아보하고자 Thermo-Calc 계산을 하였다. DSC 분석시 승온 속도는 5°C/min와 10°C/min, 냉각 속도 5°C/min로 하여 Ar 분위기하에서 행하였다.

이 후 반응용 조직 제어를 위해서 $\phi 20 \times 20$ mm로 제조된 시편을 흑연용기에 넣고 재가열 전기로에 장착한 후 40°C/min의 승온 속도로 가열하였다. 이때 시료의 중앙에 구멍을 뚫고 K type T/C를 삽입하여 시료의 온도를 측정하였다. 온도 T에서의 Scheil 식에 의한 AA7075 합금의 액상율, F_L 은 식 (1)과 같다. 본 계산에 사용한 값은 T_M (용융점)은 660°C, T_L (액상선)은 641°C, 평형분배계수 k 는 0.575이다. Scheil 식에 기준한 액상율 0.1, 0.2, 0.3, 0.4의 온도에서 유지시간을 0, 2, 5, 10, 30 min으로 변화하여 반응용 조직 제어를 행하였다. 유지시간을 최대 30 min으로 제한한 이유는 본 연구의 목적이 반응용 조직 제어를 통한 반응용 압출 공정에서의 적용 가능성을 검토하는 단계이므로 유지시간을 30 min까지 행하여 실질적인 반응용 압출 공정에서의 압출 시간을 고려하였기 때문이다.

$$F_L = \left(\frac{T_M - T_L}{T_M - T} \right)^{\frac{1}{1-k}} \quad (1)$$

미세조직을 관찰하기 위해서 반응용 조직 제어된 시편을 #2000의 연마지로 연마한 후 1 μ m, 0.3 μ m의 알루미나 입자를 이용하여 미세 연마하였다. 기계적 연마를 행한 후 Keller 시약을 사용하여 조직관찰을 하였다. 액상율 및 고상 입자들의 크기와 분포도를 측정하기 위하여 화상해석(Image-pro plus) 장치를 이용하였다. 또한, AA7075 합금은 비커스 경도기를 이용하여 5회 측정 후 그 평균값을 취하였다.

Table 1. Chemical composition of AA7075 [wt.%].

Zn	Mg	Si	Fe	Cu	Mn	Cr	Ti	Al
5.64	2.51	0.26	0.15	1.6	0.01	0.22	0.01	Rem.

3. 결과 및 고찰

3.1 DSC 열분석

반응용 조직 제어에서 액상선 및 고상선의 온도는 매우 중요하므로, 평형상태에서의 액상율과 온도와의 관계를 알아보고자 Thermo-Calc 계산을 하였으며, 또한 비평형 상태에서의 액상율과 온도와의 관계를 알아보하고자 승온 속도 5°C/min와 10°C/min로 DSC 분석을 하였다. Fig. 1에는 Thermo-Calc 계산값과 DSC 분석을 통해 알아낸 액상선 온도를 Scheil 식에 대입하여 얻은 액상율과 온도와의 관계를 나타내었다. 동일 액상율 대비 온도관계를 보면 평형상태에서에서 계산된 온도보다 DSC 분석에 의해서 얻어진 온도가 매우 높음을 알 수 있다. 즉, 액상율이 0.1, 0.2, 0.3인 경우 평형상태에서는 각각 565°C, 588°C, 601°C인 반면에 DSC 분석시 승온속도 5°C/min으로 행하여 얻은 액상선 온도를 Scheil 식에 넣어서 계산된 값은 595°C, 613°C, 620°C로 나타 났으며, DSC 분석시 승온속도 10°C/min으로 행하여 얻은 액상선 온도를 Scheil 식에 넣어서 계산된 값은 609°C, 622°C, 630°C로 나타났다. 평형상태보다 Scheil 식에 의해 구해진 액상율 대비 온도가 약 30~40°C 정도 높게 나타났다. 또한, DSC 분석시 승온 속도를 5°C/min와 10°C/min로 한 경우 액상율 대비 온도는 승온 속도가 10°C/min인 경우가 약 10°C 정도 높은 값을 나타내었다. 본 연구에서는 반응용 조직 제어시 승온 속도 10°C/min인 경우의 DSC 분석에서 얻어진 액상선 온도를 Scheil 식에 대입하여 구해진 액상율 0.1, 0.2, 0.3, 0.4인 온도에서 반응용 조직 제어를 행하였다.

3.2 유지온도에 따른 조직 전개

Fig. 2는 각각의 소정의 온도에서 유지 시간 없이 수냉한 시편의 조직 사진이다. Fig. 2(a)는 균질화 처리한 시편의 조직 사진이며, Fig. 2(b)는 액상율 0.1인 온도 609°C, Fig. 2(c)는 액상율 0.2인 온도 622°C, Fig. 2(d)는 액상율 0.3인 온도 628°C, Fig. 2(e)는 액상율 0.4인 온도 632°C까지 승온 속도 40°C/min으로 올린 후 유지 시간 없이 수냉한 시편의 조직

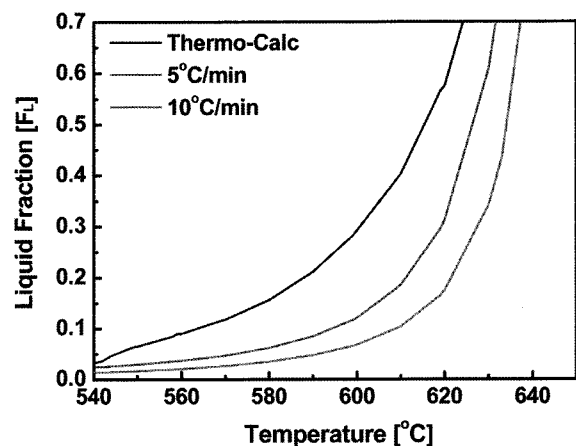


Fig. 1. Comparison of liquid fraction-temperature curves either from equilibrium calculation and from DSC-experiment.

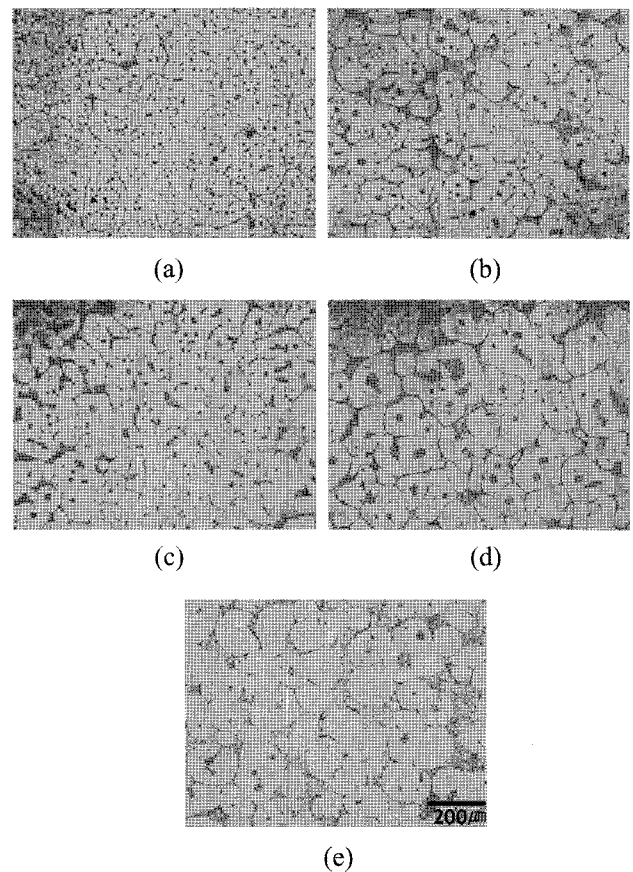
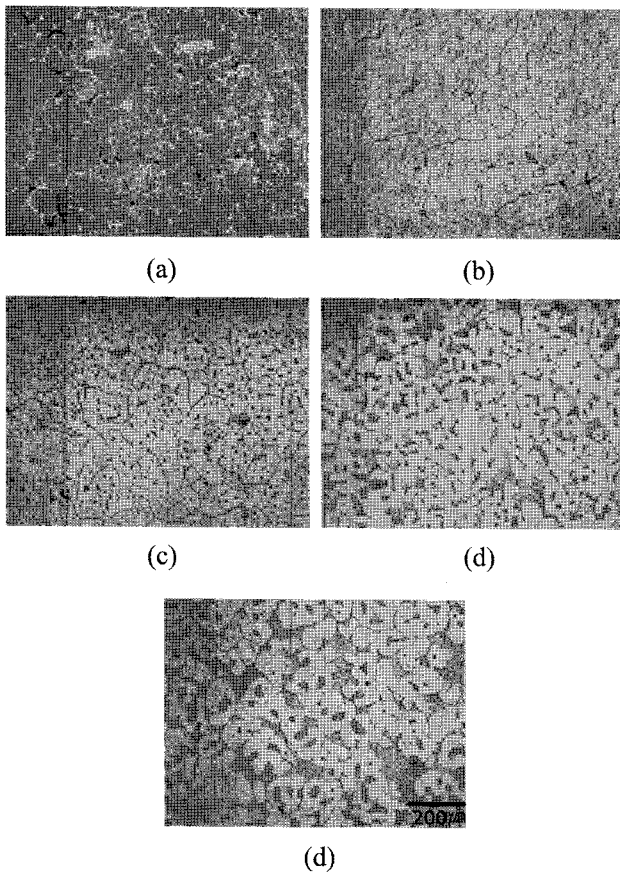


Fig. 2. As-quenched microstructures of AA7075 alloy after isothermal holding for 0min at (b) 609°C, (c) 622°C, (d) 628°C and (e) 632°C with (a) the as-cast(homogenized).

Fig. 3. As-quenched microstructures of AA7075 alloy after isothermal holding at 622°C for (a) 0 min, (b) 2 min, (c) 5 min, (d) 10 min and (e) 30 min.

사진이다. 온도가 증가함에 따라 전체 액상율은 약간 증가하고 있음을 볼 수 있으며, 고상입자의 형상은 구형으로 변화하고 있다. 이는 공정상 및 고경각 결정입계와 용질과포화 영역등에서 선택적으로 부분용융이 일어나며, 온도가 증가함에 따라 수지상 가지의 합체와 대 곡률반경 영역에서 소 곡률반경 영역으로의 용질확산에 의한 고상입자의 구형화가 진행되었고, 전체 액상율은 증가하였다[8]. 또한, 액화는 입계뿐만 아니라 입내에서도 일어나고 있는 것을 볼 수 있으며, 결정입내의 액화는 액상율 0.2인 622°C에서 다수의 장소에서 일어나고 있지만 632°C에서는 입내 액상의 수는 감소하였으며, 입내 액상량은 비슷하였다. 입내에 액상이 생기는 이유는 시편의 온도가 상승함에 따라 용질의 재분배가 일어나지만 결과적으로는 용질확산 속도가 느리기 때문에 입내의 용질의 농도가 그 온도에서의 평형농도보다 높아져서 과열된 효과를 보이기 때문이다.

3.3 유지시간에 따른 조직 전개

Fig. 3은 액상율 0.2인 온도 622°C에서 유지시간을 0, 2, 5, 10, 30 min으로 달리하여 얻어진 시편의 조직 사진이다. 등온 유지 시간이 경과함에 따라 고상입자는 계속 구형의 형태를 유지하면서 조대화하는 것을 볼 수 있다. 그러나, 유지시간이 5분 이상이 되면 일정한 고상입자 크기를 나타내었다. 유지

시간 없이 수냉된 Fig. 3(a)에서도 입계 액상과 입내 액상이 모두 존재함을 볼 수 있으며, 유지시간이 증가할수록 전체 액상율은 약간 증가하고 있음을 볼 수 있다. 그러나, 유지시간이 30 min인 Fig. 3(d)에서는 입내 액상은 매우 작게 존재하고 있으며 입계 액상이 많이 증가하였음을 볼 수 있다. 유지시간이 경과함에 따라 고상입자가 계속 구형의 형태를 유지하면서 조대화하는 이유는 유지시간이 증가할수록 고액 계면의 음의 곡률 영역에 용질 원소들이 편석되어 암(arm) 간격이 점진적으로 감소하여 고상입자는 구형에 가까운 형태를 하기 때문이다. 또한 유지시간이 증가함에 따라 입계 액상율은 증가하지만, 입내 액상율은 온도가 증가해감에 따라 감소하고 있다. 이는 용질원소의 과포화도가 큰 부분은 계속적으로 액화가 일어나 액상영역이 증가하며 액상부는 온도구배를 따라 이동하여 인접한 액상부와 서로 합체화하는 반면, 과포화도가 작은 부분은 일단 액화가 일어났다가 유지시간이 증가하면서 용질분포가 평형상태에 도달하게 되면 상당량의 역확산이 고상쪽으로 일어나서 액상부가 재응고 하기 때문에 입내 액상율은 유지시간이 경과함에 따라 감소하기 때문이다[9].

Fig. 4(a)는 소정의 온도에서 소정시간 유지하였을 때 전체 액상율을 정량화 하여 나타낸 것이다. 각각의 온도에서 유지시간 0 min일 때는 Scheil식에 의해 계산된 액상율의 값[F₁=

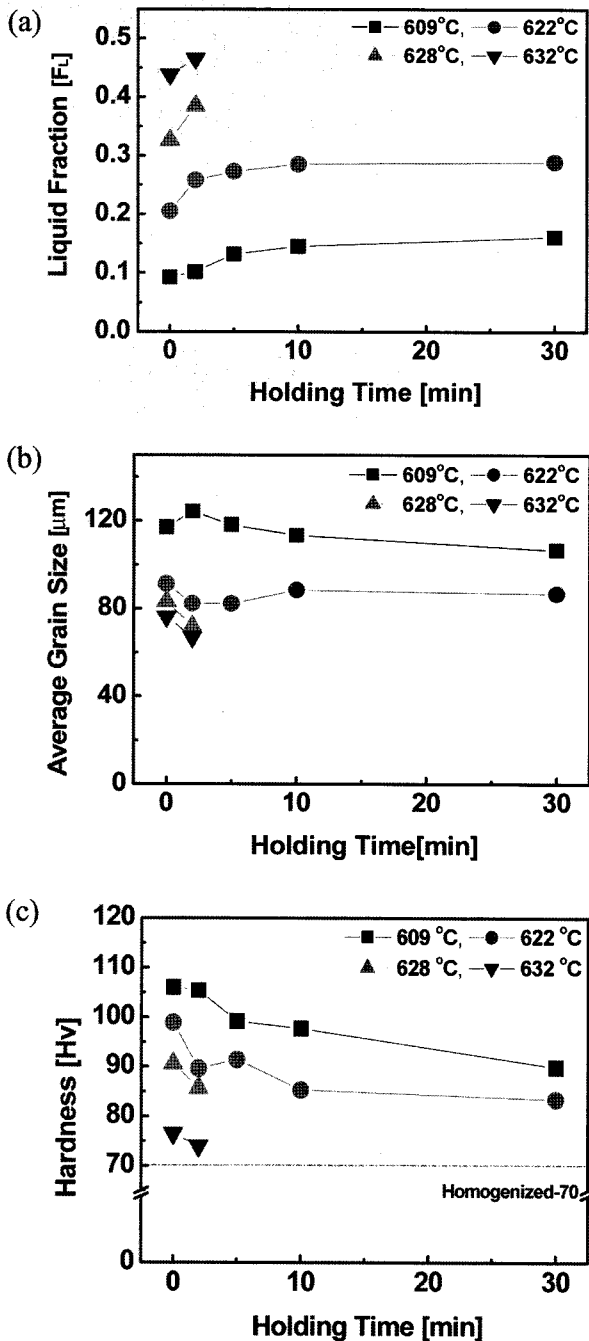


Fig. 4. Results of microstructure evaluation of AA7075 alloy after isothermal holding at the given temperature (a) total liquid fraction, (b) average grain size and (c) hardness.

0.1-609°C, F_L=0.2-622°C, F_L=0.3-628°C, F_L=0.4-632°C와 유사하였지만, 유지 시간 증가에 따라 액상율은 증가 하였으며, 유지시간 5분 이후에는 액상율이 거의 일정하게 유지됨을 볼 수 있다. 유지 시간 5분 이후에 액상율의 변화가 거의 없는 현상은 반응용 압출시 실질적인 압출 작업 시간을 고려한다면 반응용 압출 적용에 있어서 매우 유용한 것으로 사료된다.

Fig. 4(b)는 소정의 온도에서 유지시간에 따른 고상입자 크기의 변화를 정량화한 것이다. 고상입자의 크기는 유지온도 증

가에 따라 감소하였으며, 유지시간이 5분 이상이 되면 일정한 고상입자 크기를 나타내었다. 즉 609°C에서 고상입자의 크기는 평균 105-125 μm의 값을 가졌으며, 622°C에서는 80-90 μm의 값을 나타내었다. 그러나, 628°C와 632°C에서는 고상입자의 크기가 80 μm 이하로 급격하게 작아졌다. 유지 시간 5분 이후에 고상 입자의 크기가 일정한 값을 나타내는 현상은 반응용 압출시 작업 시간이 5 min 이상으로 진행되어도 균일한 재료의 내부 조직을 얻을 수 있을 것으로 기대할 수 있다.

Fig. 4(c)는 액상율 0.1인 온도 609°C, 액상율 0.2인 온도 622°C, 액상율 0.3인 온도 628°C, 액상율 0.4인 온도 632°C에서 유지시간에 따른 경도를 측정된 결과이다. 유지 온도 및 유지 시간 증가에 따라 경도 값은 감소하는 경향을 보였다. 균질화 처리된 시편의 경도 값은 70 Hv이며, 반응용 조직제어 후 경도 값은 균질화 처리된 시편의 경도 값보다 높은 값을 나타내었으며, 특히 609°C에서 유지 시간 없이 수냉된 시편의 경우는 106 Hv로 매우 높은 값을 나타내었다.

4. 결 론

반응용 압출을 위한 AA7075 합금의 적용가능성을 얻기 알아보기 위해 단순 재가열 공정을 행하여 고상입자크기와 액상율을 제어하는 유지온도, 유지시간의 변화를 관찰한 결과 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

1. 전처리 공정을 행하지 않고 단순 재가열 공정에 의해 고액공존 영역에서의 등온 유지만으로도 반응용 조직 제어가 가능함을 알 수 있었다.
2. 고액공존 영역에서 액상율의 양은 유지 온도 및 유지시간 증가에 따라 증가하였으며, 유지시간 5분 이후에는 액상율의 값이 일정하였다.
3. 고액공존 영역에서 고상입자의 크기는 유지온도 증가에 따라 감소하였으며, 유지시간 5분 이후에는 거의 일정한 값을 나타내었다.
4. 조직제어에 의하여 조대화 및 액상율이 제어 가능하다는 것은 반응용 압출재의 고상의 크기 및 액상율을 제어할 수 있다는 측면에서 매우 중요하며, 또한 유지 시간 5분 이후 액상율 및 고상입자의 크기가 균일하게 유지되는 결과는 반응용 압출시 실질적인 압출 시간을 고려한다면 반응용 압출 적용에 매우 유용할 것으로 사료된다.

참 고 문 헌

- [1] T. Sheppard et al. : Kluwer Academic Publishers, "Extrusion of Aluminum Alloys", (1999) 239.
- [2] M.C. Fleming : Metall. Trans., "Behavior of Metal Alloys in the Semisolid State", 22A (1991) 957-981.
- [3] D.H. Kirkwood, Inter. Mater. Rev., "Semisolid Metal Processing", 39 (1994) 173-189.
- [4] K.P. Young, R. Fitze : Proc. of 3rd Int'l Conf. on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, "Semi-Solid Metal Cast Aluminum Automotive Components", (1994) 155-177.
- [5] K. Kiuchi and S. Sugiyama : Proc. of 3rd Int'l Conf. on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, "Mashy-state

- Extrusion, Rolling and Forging”, (1994) 245-257.
- [6] S. Kamado and Y. Kojima : J. Jpn. Inst. Light Met., “Semi-liquid and Semi-solid Forming Technology for Light Metals”, 50 (2000) 682-688.
- [7] Jae-Chul Lee and Ho-In Lee : J. Kor. Inst. Met & Mater., “Recent R&D Trend in Thixoforming Process”, 10 (1997) 129-138.
- [8] R.M.K. Young and T. W. Clyne : Acta Metall. Mater., “Intra-crystalline Liquation as a Result of Solute Supersaturation in Metallic Slurries”, 37 (1989) 663-674.
- [9] Shae Kwang Kim and Young Jig Kim : J. Kor. Inst. Met & Mater., “Control of Liquid Fraction and Microstructure of Semisolid AZ91D Mg Alloy Slurry”, 38 (2000) 1620-1625.