변형률 속도에 따른 AZ31 Mg 합금의 집합조직 및 전위 거동 관찰

이동기^{1,2} · 권준범^{1,*} · 이현종¹ · 조수미¹ · 임영목¹ · 양원준¹ · 김양도^{2,*}

¹한국기계연구원 부설 재료연구소

²부산대학교 재료공학과

Investigation of the Texture and Dislocation Behavior of AZ31 Magnesium Alloy Under Different Strain Rate Conditions

Dong-Gi Lee^{1,2}, Jun-Beom Kwon^{1,*}, Hyun-Jong Lee¹, Su-Mi Jo¹, Young-Mok Rhyim¹,
Won-Jon Yang¹, and Yang-do Kim^{2,*}

¹Material Testing and Reliability Department, Korea Institute of Materials Science (KIMS), Changwon 51508, Republic of Korea

²Department of Materials Science and Engineering, Pusan National University, Pusan 46241, Republic of Korea

Abstract: This study is concerned with the influence of strain rate on the plastic deformation behavior and microstructure variables of AZ31 magnesium alloy sheet. The tensile properties were measured at room temperature at a strain rate of 0.001 and 100 s⁻¹ using a universal tensile testing machine and servo-hydraulic high-speed tensile test machine respectively. The microstructure was observed at strains of 5, 10, 15%, produced by tensile elongation. As the strain rate increased, the flow stress and the yield strength increased. The EBSD analysis showed that a texture of the (0001) basal plane was formed parallel to the rolled plate and texture was formed at random in the (10 $\bar{1}$ 0) non-basal plane. Double twinning was not observed and extension and contraction twinning were observed at all strain rate levels. The fraction of twin boundaries were increased as strain rate increased. TEM analysis determined that the dislocation density of the specimen strained by 1% at a strain rate of 100 s⁻¹ was higher than that of a strain rate of 0.001 s⁻¹. In addition, the <c+a>dislocation was found at all strain rate levels. These results show that the deference in elongation of the AZ31 Mg alloy is dependent on strain rate.

(Received October 4, 2018; Accepted March 18, 2019)

Keywords: AZ31 magnesium alloy, high-speed tensile test, EBSD analysis, texture, TEM analysis, pyramidal slip

1. 서 론

최근 전 세계적으로 에너지 및 환경문제가 주목 받으면서 자동차의 경량화를 통한 연비 향상을 위해 알루미늄, 마그네슘 등과 같은 경량 소재를 자동차 산업에 적용하는 연구 개발이 활발히 이루어지고 있다. 이 중 마그네슘은 비중이 낮아 경량화 효과가 크고 높은 비강도, 기계 가공성, 치수 안정성, 진동 흡수성, 내식성을 가지고 있어 자동

차용 소재로 크게 주목 받고 있다. 일반적으로 차량용 부재에 사용되는 Mg 합금은 대부분 다이캐스팅 (Die casting)을 이용한 주조재를 사용하지만 구조용 소재로써 요구되는 기계적 특성의 한계로 인하여 적용 범위가 제한적이므로 큰 하중이 작용하는 차량 구조재에는 주조재에 비해 내구성, 강도 측면에서 이점이 있는 가공재를 적용하려는 시도가 이루어 지고 있다 [1,2]. 하지만 조밀 육방정결정구조 (HCP)의 마그네슘 합금은 상온에서 작용하는 기저 면 슬립계의 수가 제한적이고 비기저 슬립면의 임계분해전단응력 (critical resolved shear stress, CRSS)이 기저 면 슬립보다 크기 때문에 슬립 계가 활성화되기 어려워 성형성이 나쁘다. 또한 압연된 마그네슘 합금은 초기에 압연 면과 평행한 방향으로 (0001) 기저 면 집합조직이 발달되어 기저 면<a>슬립의 구동이 제한되므로 상온변형에서는 쌍

- 이동기·이현종: 석사과정, 권준범·임영목·양원준: 연구원, 조수미: 박사과정, 김양도: 교수

*Corresponding Author: Jun-Beom Kwon

[Tel: +82-55-280-3247, E-mail: jbkwon@kims.re.kr]

*Corresponding Author: Yang-do Kim

[Tel: +82-51-510-3047, E-mail: yangdo@pusan.ac.kr]

Copyright © The Korean Institute of Metals and Materials

정에 의존하여 변형이 이루어진다 [3]. 이 때문에 마그네슘 합금의 성형성을 향상시키기 위한 기존 연구에서는 온도, 가공방향, 결정립 크기, 변형률 속도, Li, Y와 같은 희토류 금속 첨가 등의 다양한 변수를 고려하여 기계적 거동 및 형성된 집합조직에 따른 슬립, 쌍정 거동에 관한 연구가 수행되어 왔다 [4,5]. 이중 슬립 변형과 관련하여 비기저 면 슬립 활성화와 관련된 온도 및 가공 방향의 영향에 관한 연구는 Mg 합금에서 매우 중요하게 다뤄지고 있으나 [6,7] 변형률 속도와 관련된 연구는 상대적으로 적은 편이다. 현재까지 변형률 속도의 영향을 고려한 Mg 합금의 변형 거동에 대한 연구들은 고변형률 속도 영역인 1000 s^{-1} 이상의 변형률 속도 조건이나 또는 1 s^{-1} 이하의 준정적 변형률 속도 영역에서 인장 및 압축시험을 수행하여 집합 조직 및 미세조직 변화와 관련된 연구들이 주로 수행되어 왔다 [8,9]. 하지만 마그네슘을 성형할 때나 자동차 부재로 사용되면서 충돌 시 겪는 변형률 속도는 약 1~수 백 s^{-1} 정도 사이이며 이와 관련된 중 변형률 속도 영역에서 소재의 미시적 변형 거동 분석에 관한 연구는 미비한 상태이다. 따라서 실제 마그네슘 합금의 부재가 겪는 중 변형률 속도 영역에서의 변형 거동에 대한 미시적 분석을 통해 정확하고 효과적인 성형성 향상 연구를 수행할 필요가 있다.

본 연구에서는 중 변형률 속도에서 인장시험이 가능한 고속인장시험기 (Servo-hydraulic high-speed tensile test machine, Instron VHS-65/80-25)를 이용하여 AZ31 Mg 합금의 중 변형률 속도 영역에서의 변형 거동을 관찰하고 변형률 속도에 따른 변형 거동의 차이에 대한 물리적인 원인을 미시적 분석을 통해 고찰하고자 한다. 이를 위해 변형률 속도 0.001 s^{-1} 과 100 s^{-1} 에서 인장시험을 수행하여 변형률 속도에 따른 항복 강도, 유동 응력, 연신률의 변화를 관찰함과 동시에 정량적인 조직 분석을 수행하기 위하여 0.001 s^{-1} 및 100 s^{-1} 의 변형률 속도에서 5, 10, 15%의 변형률이 부과된 시편과 파단될 때까지 인장시험을 수행한 시편을 이용하여 EBSD (Electron backscatter diffraction)와 TEM (Transformation Electron Microscope)을 이용해 미시적 분석을 수행하고 변형률 속도에 따른 Mg 합금의 집합 조직 및 전위 거동을 관찰하였다.

2. 실험방법

2.1 시험 재료

본 연구에 사용한 시편은 두께 1.2 mm AZ31 판재이며 소재의 화학적 조성은 표 1에 나타내었다. 그리고 압

Table 1. Chemical Compositions (wt%) of AZ31 Mg sheet studied

	Al	Zn	Mn	Si	Cu	Fe	Mg
AZ31	2.94	0.8	0.3	0.019	0.0014	0.0019	BAL.

연 공정 시 발생한 재료 내부의 결함을 제거하고 정량적인 조직 분석을 수행하기 위하여 345°C 에서 2 h 동안 열처리를 하여 초기 전위를 제거하는 균질화 작업을 수행하였다.

2.2 인장 시험 및 미세조직 관찰을 위한 시편 준비

변형률 속도에 따른 인장 시험을 수행하기 위해 준정적 변형률 속도 (0.001 s^{-1})에서는 만능재료시험기 (Instron-8800)를 사용하였고 중 변형률 속도 영역 ($1\sim 100 \text{ s}^{-1}$)에서의 인장시험은 액추에이터의 최대 속도가 25 m/s인 유압식 고속 인장 시험기를 사용하였다. 유압식 고속 인장 시험기는 목표 인장 속도에서 시편에 하중을 부과하기 위해 설계된 특수 지그인 Fast-jaw grip을 사용하여 고속인장시험을 수행하였다 [10]. Fast-jaw grip 시스템은 초기에 설정한 목표 인장 속도에 도달한 후 시편을 구속하기 때문에 시편에 충분한 가속 구간이 필요하다.

따라서 인장시험에 사용된 시편 형상은 그림 1과 같이 가속 구간을 위해 하부 그립 부가 상부 그립부 보다 길게 설계되었으며 평형 부의 길이 (length)는 32 mm, 폭 (Width)은 6 mm으로 제작하였다 [11]. 준비된 시편 및 인장시험기를 이용하여 0.001 , 100 s^{-1} 의 변형률 속도에서 인장시험을 수행하였다.

0.001 s^{-1} 의 준정적 변형률 속도에서는 시험기의 스트로크 (Stroke)를 제어하여 변형률을 부과할 수 있지만, 고속 인장시험기는 장비 특성상 시험이 시작되면 중간에 속도 제어가 불가능하여 시편에 파단이 발생할 때까지 시험이 진행되게 된다. 따라서 본 연구에서는 시편의 표점부에 특정한 변형률을 부과 한 채로 표점부 파단이 발생하기 전에 고속인장시험을 종료할 수 있는 장치가 필요하다.

그림 2는 시편에 일정한 변형률을 부과할 수 있도록 고

Fig. 1. Dimensions of the specimen for dynamic tensile tests at a strain rate of 100 s^{-1} .

Fig. 2. Schematic diagram of the strain control device to impose a certain strain and the specimens after imposed strain at a strain rate of 100 s^{-1} with AZ31 Sheet

안한 변형률 제어장치 (strain control device)이다. 고안된 변형률 제어장치는 시편의 변형률 스톱퍼 (stopper)와 무빙 파트 (moving part)의 간격 조절로 제어하는 방식이다 [12,13]. 그리고 고속인장시험기를 이용한 하중 측정은 시험기에 부착된 로드셀 (piezo electric type load cell)을 이용할 경우 변형률 속도 50 s^{-1} 이상에서는 하중 신호에 불필요한 신호(Noise)가 포함되는 하중 떨림현상 (Load ringing phenomenon)이 발생하기 때문에 시험 데이터의 신뢰성 확보를 위해 시편의 완전 탄성영역인 상부 그립부에 스트레인 게이지를 부착하여 로드셀 신호와 교정하여 하중을 측정하였다 [14]. 그림 3은 100 s^{-1} 의 변형률 속도에서 로드셀과 스트레인 게이지를 각각 이용하여 하중신호를 측정한 결과이며 로드셀을 이용하여 측정한 하중데이터는 하중 떨림현상이 심하게 나타나는 것을 볼 수 있다. 반

면 스트레인 게이지로부터 얻은 하중 신호에서는 하중떨림 현상이 제거된 것을 볼 수 있다.

변위 측정은 고속카메라 (Photron fastcam SA-X2)를 통해 시험 동안의 변형 이미지를 측정한 후 이미지간의 상호 상관관계를 이용하여 변형 거동을 분석하는 디지털 이미지 상관법 (Digital Image Correlation method)을 이용하였다 [15]. 또한 스트레인 게이지에서 측정한 하중 데이터와 고속카메라를 이용한 변형 이미지는 동일한 DAQ 시스템에서 서로 동기화 되어 시험 데이터의 신뢰성을 향상시켰다.

TEM 분석을 수행하기 위한 시편 준비는 초기 시편 및 각각의 변형률 속도에서 변형된 시편의 표점부 중심에서 $5 \times 5 \text{ mm}$ 크기로 채취하여 두께 $100 \mu\text{m}$ 까지는 기계적 연마를 수행하고 과염소산 (HClO_4) 50 ml와 에탄올 950 ml를 혼합한 -25°C 의 전해액으로 제트 연마 (jet polishing) 후 최종적으로 20 분간 이온 밀링 (Ion milling)한 시편을 이용하여 TEM 분석을 수행하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 인장 시험 결과

AZ31 Mg 합금을 이용하여 변형률 속도 $0.001, 100 \text{ s}^{-1}$ 에서 인장시험 수행한 결과를 응력—변형률 선도로 그림 4에 나타내었다. 변형률 속도가 증가함에 따라 항복 강도가 증가하였고 항복 이후의 각 변형률 속도에 따라 유동응력 차이가 발생하는 것을 볼 수 있다. 이러한 결과는 전형적인 변형률 속도 경화 (Strain rate hardening)에 의해 나타나는 유동응력 형태이다. 그리고 준정적 변형률 속도인 0.001 s^{-1} 에 비해 중 변형률 속도인 100 s^{-1} 에서는 낮은 연신율을 나타내는 것을 확인할 수 있다. 이러한 결과는 기존에 AZ31 마그네슘 합금을 이용하여 인장시험을 수행 실

Fig. 3. Time—load curves at strain rate of 100 s^{-1} : (a) raw data obtained by load cell (b) raw data obtained by strain gauge

Fig. 4. The stress—strain curve with strain rate of 0.001, 100 s^{-1} : (a) Engineering σ — ϵ curve, (b) True σ — ϵ curve

Fig. 5. Inverse pole figure map and texture of the received AZ31 mg alloy measured by EBSD.

험결과와 일치하는 것을 확인할 수 있다 [16].

3.2 EBSD 분석 결과

앞서 살펴본 변형률 속도에 따른 재료 거동의 차이에 대한 원인 고찰을 위해 본 연구에서 고안한 변형률 제어 장치를 이용하여 0.001 s^{-1} , 100 s^{-1} 의 변형률 속도 조건에서 각각 5, 10, 15%의 변형률을 부과한 시편 및 파단된 시편과 변형률이 부과되지 않은 초기 압연된 상태의 시편을 이용하여 EBSD 분석을 수행하였다.

그림 5는 초기 시편의 (0001), (10 $\bar{1}$ 0) 극점도(Pole figure)를 나타낸 것으로 압연 면에 평행한 방향으로 (0001) 기저 면 집합조직이 발달해 있는 것을 확인할 수 있다. 반면 (10 $\bar{1}$ 0) 비기저 면에서의 집합조직은 특정한 방향성이 없이 ND 방향(Normal direction)에 수직인 모든 방향으로 무질서하게 발달한 것을 확인할 수 있다.

그리고 그림 6의 (a), (b)는 변형률 속도 및 선변형량에 따른 (0001) 극점도와 IPF map을 나타내었다. 먼저 원주 방향으로 TD Plane의 외곽에 새로운 극점이 형성된 것을 관찰할 수 있는데 이러한 극점은 일반적으로 c 축 인장 모

드를 가지는 $\{10\bar{1}2\}$ 쌍정 (extension twin, $86^\circ \langle 11\bar{2}0 \rangle$)이며 일반적으로 조밀육방구조에서 c 축에 수직인 방향으로 압축응력이 작용하거나 평행한 방향으로 인장 하중이 작용할 때 형성되는 것으로 알려져 있으나 [17], 본 분석 결과와 같이 기저 면과 압연 면이 평행한 상태에서 압연 면과 평행한 방향으로 인장 시험을 하였음에도 $\{11\bar{2}0\}$ 쌍정이 형성된 것을 확인할 수 있다. 이러한 $\{11\bar{2}0\}$ 쌍정이 형성된 이유는 일반적으로 변형률 속도가 증가함에 따라 atom shuffling에 의해 쌍정의 핵생성이 강화되는 것에 기인한다고 판단된다 [17]. 즉, 변형률 속도가 증가할수록 원자 이동 (atomic translation)이 제약을 받게 되어 슬립이 발생할 수 있는 시간이 감소하기 때문에 변형을 수용하기 위해 쌍정이 더 많이 발생하는 하는 것을 의미한다. 그리고 그림 6과 같이 변형량이 증가함에 따라 기저 면과 방위 차 $80\sim 90^\circ$ 차이가 나는 결정립들이 관찰되는데 이러한 결정립들은 $\{11\bar{2}0\}$ 쌍정립계가 성장하여 형성된 것으로 판단된다 [18]. 그리고 초기 시편에 비해 각각의 변형률 속도로 인장시험을 수행한 시편의 (0001) 기저 면 극점도를 보면 변형률 속도가 증가함에 따라 (0001) 극점도 강도

Fig. 6. pole figure map and texture of AZ31 Mg alloy measured under the following condition: strain rate of (a) 0.001 s^{-1} , (b) 100 s^{-1} .

(Intensity)가 감소하는 것을 확인할 수 있는데 이것은 일반적으로 인장 쌍정이 형성됨 따라 모재와 약 86° 의 방위 관계를 가지는 lattice rotation 특성에 의해 초기 집합조직이 감소하게 되며 [19] 앞서 언급 하였듯이 변형률 속도가 증가함에 따라 모재와 방위 차이를 야기하는 쌍정이 더 많이 발생하는 것에 기인한다고 판단된다.

그리고 그림 7의 (a)와 같이 변형률 속도 100 s^{-1} 에서 15%의 pre-strain을 부과한 시편의 IQ 맵을 보면 결정립계와 결정립사이에서 어두운 영역이 관찰되는 것을 확인할 수 있다.

이러한 영역은 주로 높은 전위 밀도를 나타내는 영역이며 같은 위치에서 그림 7의 (b)와 같이 IPF 이미지를 보면 해당 영역의 결정립 내부와 결정립계 주변에 미세한 결정립들이 관찰된다. 이러한 결정립들은 변형률 속도 100 s^{-1} 에서 인장시험을 수행한 시편에서 변형률이 증가함에 따라 그 빈도가 높아지는 것을 확인할 수 있다. 따라서 이러한 결정립들에 대해 분석을 수행하였다. 아래의 그림 8의 (a), (b)는 EBSD 분석을 통해 관찰된 IPF 이미지와 극점도를

Fig. 7. EBSD maps Image quality (IQ) maps of AZ31 alloy under the following condition in 15% strained specimen at a strain rate of 100 s^{-1} . The white lines indicate the twin boundaries.

통하여 기저 면(M)과 인장쌍정 (tt), 압축쌍정 (ct)을 나타낸 것이며 관찰된 쌍정 밴드들과 기저 면의 방위 차를 그림 8의 (c), (d)에 나타내었다.

먼저 그림 8의 (c)는 관찰된 쌍정 밴드들과 기저 면이 각각 51.38° 와 52.98° 의 방위 차이를 가지는 것을 나타낸 그림이며 그림 8의 (b) 극점도 상에서도 TD 방향의 끝점에서 벗어난 극점을 형성하는 것을 확인할 수 있다. 이것은 모재와 $56^\circ < 11\bar{2}0 > \pm 5^\circ$ 방위 관계를 갖는 $\{10\bar{1}1\}$ 쌍정 (Compression twin)으로 판단된다. 그림 8의 (b)와 같

Fig. 8. (a) Inverse pole figure map under the following condition in 15% strained specimen at a strain rate of 100 s^{-1} , (b) pole figure map of parent grains and twin boundaries(tt-extension twin, ct-contraction twin), (c) line “1” profile of the misorientation angle along the direction indicated by arrow in (a), (d) line “2” profile of the misorientation angle the direction indicated by arrow in (a).

Table 2. The fraction of twin boundaries in the 5, 10 and 15% strained specimen

Strain rate	Twin boundary	Fraction[%]		
		5 %	10 %	15 %
0.001 s^{-1}	Tensile	0	6.88	7.38
	Compression	0.70	3.60	5.01
	Secondary	0.23	0.28	0.28
100 s^{-1}	Tensile	8.72	10.93	16.18
	Compression	7.81	8.24	10.33
	Secondary	0.32	0.38	0.52

이 극점도 상에서 TD방향으로 극점을 형성하고 그림 8의 (d)에서도 확인할 수 있듯이 기저 면과 89.39° 의 방위 차이는 모재와 $86^\circ < 1\bar{2}10 > \pm 5^\circ$ 방위 관계를 갖는 $\{10\bar{1}2\}$ 쌍정 (tensile twin)으로 판단된다[19].

또한, 변형률 속도가 증가함에 따라 $\{10\bar{1}1\}$ 압축쌍정 및 $\{10\bar{1}2\}$ 인장쌍정과 같은 변형 쌍정들은 표 2에서 확인할 수 있듯이 5, 10%의 pre-strain이 가해진 변형 초기에 쌍정입계의 분율이 변형률 속도가 증가함에 따라 압축쌍정 및 인장쌍정립계의 분율이 증가하는 것을 관찰할 수 있다 [20]. 이러한 차이는 앞서 언급하였듯이 변형률 속도 증가에 따른 쌍정의 핵생성 강화에 기인한다고 판단된다.

하지만 이러한 변형 쌍정들은 주변에 전위들이 집적되어 유동응력을 상승시키고 크랙 (crack)이 발생하는 원인이 되기 때문에 [21] 초기 변형단계에서 변형률 속도에 따른 쌍정립계 분율 차이가 연신을 차이에 영향을 미치는 것으로 판단된다.

3.2 TEM 분석 결과

EBSD 분석을 통해 확인된 AZ31 마그네슘 합금의 초기 소성변형 단계에서 기저 면과 비기저 면에서의 슬립 활성화에 따른 변형 거동을 자세히 관찰하기 위해 TEM 분석을 수행하였다. 변형률 속도 및 pre-strain량에 따른 전위의 활성화 정도와 형성된 전위의 버거스 벡터 성분 분석을 수행하였으며 분석된 버거스 벡터와 회절 벡터 조건에 통해 활성화된 슬립계를 확인하였다. 먼저 초기 시편의 경우 변형 전 균질화 처리에 의해 소수의 전위만 관찰되는 것을 그림 9에서 확인할 수 있다. 그리고 그림 9와 같이 5%의 변형률이 부과된 상태에서는 무수히 많은 전위가 서로 뒤엉켜(tangle) 전위 밀도 및 명확한 전위 성분을 수행하기 어려워 1%의 저 변형률이 부과된 상태에서 비교하였다.

먼저 변형률 속도에 따른 전위 거동 및 전위 밀도 변화를 TEM이미지를 통하여 확인한 결과 0.001 s^{-1} 의 준정적 변형률 속도에서 변형된 시편의 경우 그림 10(a)와 같이

Fig. 9. TEM bright field images of typical dislocations taken from near [0001] zone axis. (a) No strained pre-strain specimen and (b) 5% strained specimen which is showing dislocation tangled area because of high dislocation density.

기저 면 (Basal plane: $B // [0001]$) 상에서 전위들이 결정립 내에 형성되어 있는 것을 확인할 수 있으며 이를 통하여 변형량이 증가함에 따라 더 높은 전위 밀도를 형성할 것으로 예측된다. 반면 그림 10 (b)와 같이 100 s^{-1} 에서는 전위 밀도가 증가한 것을 이미지를 통하여 거시적으로 확인할 수 있으며 전위들이 결정립 내부뿐만 아니라 결정립계에 반루프 형태로 분포한 것을 확인할 수 있으며 이를 통하여 초기 변형 단계에서는 변형률 속도에 따른 전위 밀도 차이가 발생하는 것을 확인할 수 있다.

그리고 표 3에 TEM 관찰을 통한 버거스벡터 (burger's vector) 성분 분석 결과를 나타내었으며 이에 대응하는 버거스 벡터 성분의 전위들을 그림 11, 12에서 $[\bar{1}2\bar{1}0]$ 정대축 (zone axis) 방향에서 4가지 회절벡터 조건에 따라 나타내었다.

먼저 변형률 속도 0.001 s^{-1} 에서 1% 변형된 시편의 경우 $\langle a \rangle$ 성분의 전위가 $[\bar{1}2\bar{1}0]$ 면에서 활주하는 것이 다수

Fig. 10. TEM Dark Field image and diffraction pattern on the basal plane ($B // [0001]$) of the specimen strained by 1 % at strain rate of (a) 0.001 s^{-1} , (b) 100 s^{-1}

관찰되었는데 (그림 11c,d) 이러한 프리즘 슬립 면상에서 생성되는 $\langle a \rangle$ 전위는 암시 야상에 하얀 선으로 표시한 바와 같이 (0001) 기저 면과 평행하게 정렬하는 경향이 강하며 직선인 형태를 나타내고 $\langle c+a \rangle$ 전위를 형성하기 위한 우선적인 위치로 알려져 있다 [22]. 이러한 프리즘 면상에서 형성된 $\langle a \rangle$ 전위는 $\langle c+a \rangle$ 전위 형성 메커니즘과 관련하여 같은 면내의 형성된 고착전위 (immobile dislocation) 인 $\langle c \rangle$ 전위와 결합 (junction) 하여 $\langle c+a \rangle$ 전위를 형성하고 피라미달 슬립 면으로 다시 교차 슬립 (cross slip) 하여 $\langle c+a \rangle$ 피라미달 슬립을 활성화시킨다고 알려져 있다 [23]. 그리고 $\langle c+a \rangle$ 성분을 가지는 버거스 벡터를 관찰하기 위해 $[\bar{1}2\bar{1}0]$ 정대축 (zone axis)의 회절 벡터 $g = [000\bar{2}]^a$ 에서 암시 야상을 얻었다 (그림 11a). 회절벡터 $g = [000\bar{2}]^a$ 조건에서 관찰된 이미지에서는 단 2개의 $\langle c+a \rangle$ 전위만을 가지며 (이미지상에서 1, 2 전위) 성분을 분석하기 위하여 다른 회절 벡터 조건에서 여러 장의 이미지를 얻었다 (그림 11b,c,d). 이미지에 표시된 1번 전위는 회절벡터 $g = [10\bar{1}\bar{1}]^b$ 와 $g = [\bar{1}01\bar{1}]^c$ 조건

Table 3. The $g \cdot b$ values for dislocation in the HCP crystal close to the $[\bar{1}2\bar{1}0]$ zone axes of the specimen by strained 1% at a strain rate of 0.001 s^{-1} .

Mode	Zone axis	$[\bar{1}2\bar{1}0]$				
	b	$g=[000\bar{2}]^a$	$g=[10\bar{1}\bar{1}]^b$	$g=[\bar{1}01\bar{1}]^c$	$g=[1010]^d$	$g=[101\bar{2}]$
$\langle a \rangle$	$1/3 [\bar{1}1\bar{2}0]$	0	1	-1	-1	1
	$1/3 [\bar{1}\bar{2}10]$	0	0	0	0	0
	$1/3 [\bar{2}110]$	0	-1	1	1	-1
	$1/3 [11\bar{2}3]$	-2	0	-2	-1	3
$\langle c+a \rangle$	$1/3 [\bar{1}\bar{2}13]$	-2	-1	-1	0	2
	$1/3 [\bar{2}113]$	-2	-2	0	1	1
	$1/3 [11\bar{2}\bar{3}]$	2	2	0	-1	-1
	$1/3 [\bar{1}\bar{2}1\bar{3}]$	2	1	1	0	-2
	$1/3 [\bar{2}11\bar{3}]$	2	0	2	1	-3
	$[0001]$	2	1	1	0	2

*Along with the g vectors, the letters label(a,b,c,d) in the column titles correspond to the TEM image within Fig. 11

Fig. 11. Two-beam WBDF images of dislocations taken from various diffraction conditions in 1% strained specimen at a strain rate of 0.001 s^{-1} . Two different visible $\langle c+a \rangle$ dislocations are indicated by red and blue arrow. The incident electron beam is close to $[12\bar{1}0]$ zone axis.

에서는 밝은 콘트라스트 (contrast)를 나타내지만 (그림 11b,c) 회절벡터 $g = [\bar{1}010]^d$ 에서는 콘트라스트가 전혀 나타나지 않는다(그림 11d). 따라서 표 3에서 비교하였듯이, $g = [\bar{1}010]^d$ 에서는 TEM 이미지상에서 전위의 콘트라스트가 나타나지 않는 조건(invisible condition $g \cdot b = 0$ 이기 때문에 [24], 이때의 버거스 벡터는 $b = 1/3[12\bar{1}3]$ 또는 $1/3[1\bar{2}1\bar{3}]$ 이다. 그리고 2번 전위의 경우 회절벡터 $g = [10\bar{1}1]^b$ 와 $g = [\bar{1}010]^d$ 조건에서는 밝은 콘트라스트를

나타내지만 $g = [\bar{1}01\bar{1}]^c$ 에서는 콘트라스트가 나타나지 않는다. 따라서 표 3에서 확인할 수 있듯이 이때의 버거스 벡터는 $b = 1/3[2\bar{1}13]$ 또는 $1/3[112\bar{3}]$ 이며 이를 통하여 프리즘 슬립면이 아닌 피라미달 슬립 면에 $\langle c+a \rangle$ 전위가 형성된 것을 확인할 수 있다. 그리고 그림 12와 같이 100 s^{-1} 의 변형률 속도 조건에서는 0.001 s^{-1} 와 마찬가지로 $\langle c+a \rangle$ 전위를 관찰하기 위해 $[\bar{1}2\bar{1}0]$ 정대축(zone axis)에서 암시 야상을 얻었다. 먼저 회절벡터 $g = [0002]^a$ 조건에서 관찰된 이미지에서는 1개의 $\langle c+a \rangle$ 전위만 관찰되며(그림 12a) 성분을 분석하기 위하여 다른 회절벡터 조건에서 관찰한 결과 회절벡터 $g = [10\bar{1}1]^b$ 조건에서는 $\langle c+a \rangle$ 전위가 밝은 콘트라스트를 나타내었다 (그림 12b). $g = [10\bar{1}1]^c$ 에서는 이미지상에서 점선으로 표시된 일부분을 제외한 나머지의 $\langle c+a \rangle$ 전위가 밝은 콘트라스트를 나타낸다 (그림 12c). 그러나 $g = [\bar{1}010]^d$ 조건에서는 $\langle c+a \rangle$ 전위의 콘트라스트가 나타나지 않는 것을 확인하였다 (그림 12d). 그러므로 표 4과 비교하였을 때 버거스 벡터 $b = 1/3[12\bar{1}3]$ 또는 $1/3[1\bar{2}1\bar{3}]$ 를 갖는 $\langle c+a \rangle$ 전위인 것으로 판단되며 변형률 속도 0.001 s^{-1} 와 마찬가지로 피라미달 슬립 면에 $\langle c+a \rangle$ 전위가 형성된 것을 확인할 수 있다.

TEM 분석을 통하여 전위의 버거스 벡터를 분석한 결과 모든 변형률 속도에서 변형된 시편에서 다수의 $\langle a \rangle$ 전위 및 소수의 $\langle c+a \rangle$ 전위가 관찰되었다. $\langle c+a \rangle$ 전위의 경우 두가지 변형률 속도 조건에서 모두 관찰되었으며 변형률 속도에 따라 차이가 없는 것을 확인하였다. 이와 관련하여 피라미달면에 형성된 $\langle c+a \rangle$ 전위는 적층 결함 (stacking fault)에 의해 분해되어 가동전위인 $\langle a \rangle$ 와 고착전위인 $\langle c \rangle$ 전위가 형성하는데 이때 형성된 $\langle c \rangle$ 전위가 연속적인 변형 과정에서 집적되어 가공 경화 (work hardening)를 상승시

Table 4. The $g \cdot b$ values for dislocation in the HCP crystal close to the $[\bar{1}2\bar{1}0]$ zone axes of specimen by strained 1% at strain rate of 100 s^{-1} .

Mode	Zone axis	$[\bar{1}2\bar{1}0]$				
	b	$g=[0002]^a$	$g=[10\bar{1}1]^b$	$g=[10\bar{1}\bar{1}]^c$	$g=[10\bar{1}0]^d$	$g=[10\bar{1}2]$
$\langle c+a \rangle$	$1/3[11\bar{2}0]$	0	-1	1	1	1
	$1/3[1\bar{2}10]$	0	0	0	0	0
	$1/3[2\bar{1}10]$	0	1	-1	-1	-1
	$1/3[11\bar{2}3]$	2	0	2	1	3
	$1/3[1\bar{2}13]$	2	1	-1	0	-2
	$1/3[2\bar{1}13]$	2	2	-2	-1	1
	$1/3[11\bar{2}\bar{3}]$	-2	-2	2	1	-1
	$1/3[1\bar{2}1\bar{3}]$	-2	-1	1	0	-2
c	$1/3[2\bar{1}1\bar{3}]$	-2	0	0	1	-3
	$[0001]$	2	1	1	0	2

*Along with the g vectors, the letters label(a,b,c,d) in the column titles correspond to the TEM image within Fig. 12

Fig. 12. Two-beam WBDF and BF images of dislocations taken from various diffraction conditions in 1% strained specimen at a strain rate of 100 s^{-1} . (a) only $\langle c+a \rangle$ dislocations visible (b),(c) $\langle c+a \rangle$ and $\langle a \rangle$ dislocations visible, and (d) $\langle a \rangle$ dislocations visible condition. The incident electron beam is close to $[1210]$ zone axis.

키는데 기여한다는 보고가 있으나 [25] 본 연구에서는 적층결함이 관찰되지 않았다. 따라서 초기 변형단계에서는 프리즘 슬립 및 기저 면 슬립 면에서 활성화된 많은 $\langle a \rangle$ 성분의 전위들이 집적되어 유동응력이 증가하였으며 그 정도가 변형률 속도가 증가함에 따라 더 크게 나타나는 것을 확인할 수 있다. 하지만 본 연구의 실험 조건과 같이 동적 변형률 속도 영역에서는 동적회복 (dynamic recovery)이 일어나기 어려워 가공 경화를 (strain hardening rate)이 일정하거나 증가하는 경향이 나타난다고 보고되고 있다 [17]. 따라서 그림 4에서도 확인할 수 있듯이 변형률이 증가함에 따라 가공경화율이 일정해지고 최대 인장강도의 차이가 거의 없는 것을 확인할 수 있는데 이를 통하여 변형률 속도가 증가함에 따라 전위 밀도가 증가하지만, 어느 임계점에 도달하게 되면 일정해지는 것으로 판단된다.

4. 결 론

본 연구에서는 AZ31 Mg 합금을 이용하여 0.001 s^{-1} 의 준정적 변형률 속도 및 100 s^{-1} 의 중 변형률 속도에서 5, 10, 15 % 만큼 인장 시험을 수행하여 변형률 속도 변화에 따른 변형 거동을 관찰하고 EBSD 및 TEM 분석을 통하여 미시적 분석을 수행하였다. 각각의 변형률 속도 조건에서 인장시험을 수행한 결과 0.001 s^{-1} 에 비해 100 s^{-1} 에서 유동응력 및 항복 강도가 증가하지만 연신율이 감소하는 것을 확인하였다.

이러한 기계적 특성 차이에 대한 물리적인 원인을 분석

하기 위하여 먼저 EBSD 분석을 수행한 결과 각각의 변형률 속도로 인장시험을 수행한 시편의 (0001)기저 면 극점도에서 원주방향으로 새로운 극점이 형성된 것을 관찰할 수 있는데 이러한 극점은 c 축 인장 모드를 가지는 $\{10\bar{1}2\}$ 인장쌍정인 것으로 판단되며 이러한 쌍정은 변형률 속도가 증가함에 따라 슬립이 발생할 수 있는 시간이 감소하기 때문에 변형을 수용하기 위해 쌍정의 핵성성이 강화되어 형성된 것으로 판단된다. 그리고 변형률 속도가 증가함에 따라 (0001) 극점도의 강도 (Intensity)가 감소하는 것을 확인할 수 있는데 이러한 경향은 인장 쌍정이 형성됨에 따른 모재와의 lattice rotation 특성에 의해 감소하는 것으로 판단된다.

TEM 분석을 이용하여 각각의 변형률 속도 조건에 따라 1% pre-strain을 부과한 상태에서 형성된 전위를 관찰한 결과 0.001 s^{-1} 에 비해 100 s^{-1} 에서 전위 밀도가 높은 것을 거시적으로 확인할 수 있으며 이를 통하여 초기 변형 단계에서는 전위 밀도 차이가 발생하는 것을 확인할 수 있다. 그리고 전위 성분과 버거스 벡터를 분석한 결과 모든 시편에서 $\langle a \rangle$ 및 $\langle c+a \rangle$ 전위를 관찰했고 이를 통해 기저 면 슬립과 피라미달 슬립이 활성화된 것을 확인할 수 있었으나 변형률 속도에 따라 차이는 없었다.

위 결과들을 살펴보았을 때 0.001 s^{-1} 에 비해 100 s^{-1} 의 변형률 속도 조건에서 더 많은 쌍정들이 형성되며 형성된 쌍정들이 전위의 장애물 역할을 하는 것과 변형 초기의 전위 밀도 차이에 의해 유동응력이 증가한다고 판단된다. 또한, 연신율 차이가 발생하는 요인으로 본 연구의 실험 조건과 같이 동적 회복이 발생하기 어려운 것과 변형률 속도 차이에 따른 전위 밀도 차이가 주요하다고 판단된다. 이 밖에 쌍정립계 주변으로 집적된 전위에 의해 발생하는 응력 집중 또한 연신율에 영향을 미치는 것으로 판단된다.

REFERENCES

1. N. J. Park, J. H. Hwang, and J. S. Roh, *Korean J. Inst. Met. Mater.* **47**, 1 (2009).
2. K. Ishikawa, H. Watanabe, and T. Mukai *J. Mater. Sci.* **40**, 1577 (2005).
3. J. Koike, T. Kobayashi, T. Mukai, H. Watanabe, M. Suzuki, K. Maruyama, and K. Higashi, *Acta. Mater.* **51**, 2055 (2003).
4. M. Knezevic, A. Levinson, R. Harris, R. K. Mishra, R. D. Doherty, and S. R. Kalidindi, *Acta. Mater.* **58**, 6230 (2010).
5. S. R. Agnew, M. H. Yoo, and C. N. Tome, *Acta. Mater.* **49**, 4227 (2001).

6. S. B. Yi, C. H. Daies, H. G. Brokmeier, R. E. Bolmaro, K. U. Kainer, and J. Homeyer, *Acta. Mater.* **54**, 562 (2006).
7. S. B. Yi, S. Zaefferer, and H. G. Brokmeier, *Mater. Sci. Eng. A* **424**, 275 (2006).
8. A. L. Noradila, Z. Sajuri, J. Syarif, Y. Miyashita, and Y. Mutoh, *IOP. Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* **46**, 012031 (2013).
9. Z. Trojanova, P. Lukac, T. Podrabsky, and J. Pesicka, *Mater. Eng.* **19**, 12 (2012).
10. S. H. Lee, *M. D. Thesis*, pp.26-29, University of pusan, pusan (2011).
11. Metallic Materials. Tensile testing at high strain rates. Part2: Servo-hydraulic and other test systems, EN ISO 26203-2 (2011).
12. J. H. Yoon, H. Huh, C. G. Park, J. S. Kang, J. H. Suh, M. Y. Huh, and H. G. Kang, *Trans. Mater. Process.* **17**, 46 (2008).
13. M. K. Kim, *M. D. Thesis*, pp.7-22, Korea Advanced Institute of Science and Technology, Daejeon (2014).
14. G. Regazzoni, J. N. Johnson, and P. S. Follansbee, *J. App. Mech.* **53**, 519 (1986).
15. M. A. Sutton, J. J. Orteu, and H. W. Schreier, *Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements*, pp.2-6, Springer Science & Business Media, New York (2009).
16. S. H. Jeong, J. Y. Park, L. D. Choi, and S. H. Park, *Korean J. Met. Mater.* **51**, 701 (2012).
17. I. Ulaica, N. V. Dudamell, F. Galvez, S. Yi, M. T. Perez-Prado, and I. Hurtado, *Acta. Mater.* **58**, 2995 (2010).
18. M. Sanjari, *Ph. D. Thesis*, pp.11, McGill University, Montreal (2013).
19. A. Khosravani, D. T. Fullwood, B. L. Adams, T. M. Rampton, M. P. Miles, and R. K. Mishra, *Acta. Mater.* **1000**, 205 (2015).
20. S. G. Hong, S. H. Park, and C. S. Lee, *Acta. Mater.* **58**, 5878 (2010).
21. H. Watanabe, K. Ishikawa, and T. Mukai, *Eng. Mater.* **340**, 107 (2007).
22. I. Basu and T. Al-samman, *Acta. Mater.* **96**, 112 (2015).
23. S. R. Agnew, J. A. Horton, and M. H. Yoo, *Met. Mater. Trans. A* **33**, 851 (2002).
24. M. H. Yoo, S. R. Agnew, J. R. Morris, and K. M. Ho, *Mater. Sci. Eng. A* **319**, 81 (2001).
25. M. R. Barnett, *Mater. Sci. Eng. A* **464**, 8 (2007).
26. Z. Ding, W. Liu, H. Sun, S. Li, D. Zhang, Y. Zhao, E. J. Lavemia, and Y. Zhu, *Acta. Mater.* **146**, 265 (2018).