



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.

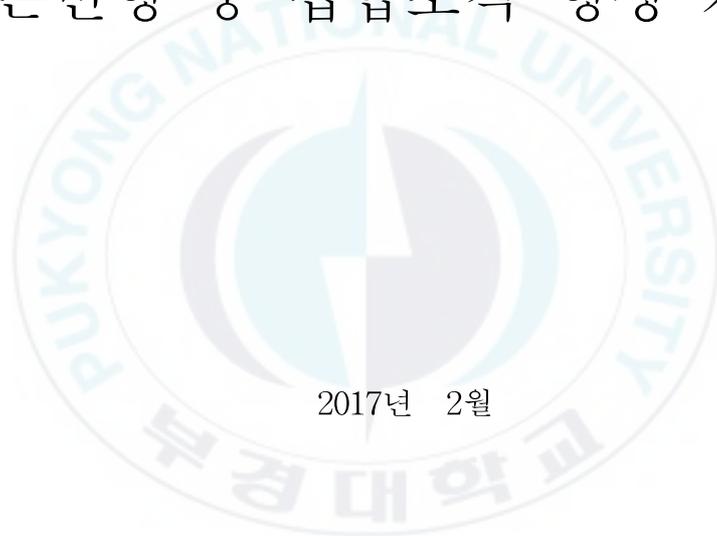
저작권법에 따른 이용자의 권리는 위의 내용에 의하여 영향을 받지 않습니다.

이것은 [이용허락규약\(Legal Code\)](#)을 이해하기 쉽게 요약한 것입니다.

[Disclaimer](#)

공 학 석 사 학 위 논 문

AZ계열 마그네슘 합금의 알루미늄 함량에 따른
고온변형 중 집합조직 형성 거동



2017년 2월

부 경 대 학 교 대 학 원

마 린 용 합 디 자 인 협 동 과 정

박 민 수

공 학 석 사 학 위 논 문

AZ계열 마그네슘 합금의 알루미늄 함량에 따른
고온변형 중 집합조직 형성 거동

지도교수 김 권 후

이 논문을 공학석사 학위논문으로 제출함.

2017년 2월

부 경 대 학 교 대 학 원

마 린 용 합 디 자 인 협 동 과 정

박 민 수

박민수의 공학석사 학위논문을 인준함.

2017년 2월 24일



위원장	공학박사	권한상
위원	공학박사	최준호
위원	공학박사	김권후



목 차

1. 서론	1
2. 이론적 배경	3
2.1 집합조직의 개념	3
2.2 수학적인 방위의 정의	6
2.3 Miller 지수에 의한 방위의 표현	10
2.4 극점도에 의한 방위의 표현	13
2.5 마그네슘의 소성변형 기구	19
2.5.1 슬립변형	19
2.5.2 마그네슘의 슬립계	21
3. 실험방법	26
3.1 시료	26
3.2 열간압연 및 시편제작	26
3.3 고온단축압축	29
3.4 집합조직의 측정	31
4. 실험결과 및 고찰	35
4.1 진응력 - 진변형을 곡선	35
4.2 변형 집합조직	35
4.3 미세조직 관찰	40
4.4 알루미늄 함량과 {0001} 집합조직 형성의 상관관계	43

5. 결론 48

참고문헌 49



Effect of aluminum concentration on texture formation behavior in AZ system magnesium alloy during high-temperature deformation

Min Soo Park

Marine Convergence Design Co-work, The Graduate School,
Pukyong National University

Abstract

Magnesium and its alloy have been paid good attention in various industrial fields due to having an excellent specific strength property compare to other materials. The possibility of weight reduction can be linked to lower fuel consumption and lower green gas emission. However, the major obstacle of their commercialization is low room temperature formability due to insufficient slip system associated with hexagonal close-packed crystal structure. Also, hexagonal close-packed crystal structure metal have a low symmetry properties. Especially, The existence of texture which formed by high-temperature deformation affects not only the subsequent formability but also mechanical properties. Therefore understanding of texture formation mechanism and their controlling during high-temperature deformation on magnesium alloy plays an important role in academic and industrial fields. In order to improve the formability, many studies on texture control have been extensively investigated, whereas studies on the effect of the solute element on the formation of the texture is insufficient. In order to clarify the effect of aluminum concentration on texture formation behavior, three AZ system magnesium alloy which having a different aluminum concentration (AZ31, AZ61 and AZ91) were performed high-temperature uniaxial compression tests in this study. Each AZ system magnesium alloys were machined out and rolled with a rolling reduction of 30% at 673K. Uniaxial compression test specimens were annealed at 723K for 1h. Uniaxial compression tests were carried out in various deformation conditions. After deformation, Texture measurements and crystal orientation distribution were conducted by X-ray diffraction methods on mid-plane section of the specimens. In this study, fiber texture was formed and dynamic recrystallization was occurred regardless of the deformation conditions. Also, it is notable that increasing aluminum concentration lead to more accumulation of basal texture.

1. 서론

최근 매장량이 한정된 화석연료의 효율적인 사용과 전 세계적으로 5억대가 넘는 자동차에서 배출되는 온실가스의 배출감소에 관련된 환경 규제의 강화는 자동차와 항공기를 포함하는 모든 수송기기의 연비 향상에 대한 목표로 이어지고 있다. 이렇듯 수송기기의 연비를 향상 할 수 있는 여러 방법 중 경량소재의 적용 및 소재의 고강도화를 통해 기존의 차체 무게의 40%이상을 감소를 목표로 하여 앞서 언급한 문제점의 가장 현실성 있는 해결책으로 제시되고 있다¹⁻²⁾.

마그네슘의 밀도는 1.8g/cm^3 으로서 철(7.8g/cm^3)의 1/4, 알루미늄(2.7g/cm^3)의 2/3으로써 현재 공업적으로 사용되는 금속 중 비중이 가장 낮으며 강도 대 비중의 척도를 나타내는 비강도성이 높은 것은 물론 진동 및 전자파의 흡수하는 감쇠능의 성질이 탁월하고 고온에서의 피로 특성 또한 우수하다. 또한 마그네슘광석 매장량은 풍부할 뿐 아니라 해수로부터 채취가 가능하므로 원료 수급 및 원가에서도 안정적이라는 장점을 지니고 있어 마그네슘 합금의 수송기기 및 전자기기로서의 적용 및 수요는 급격하게 증가할 것으로 예측된다.

하지만 마그네슘 합금의 결정구조는 조밀육방격자로서 원활한 변형에 필요한 슬립시스템계의 수가 부족하여 상온성형성이 낮으며 결정구조의 낮은 대칭성으로 인해 변형동안 형성되는 강한 집합조직은 이후의 성형성 및 기계적인 성질에 많은 영향을 미쳐 제품의 생산성 및 상용화에 많은 제약이 따르고 있다. 따라서 1990년대 이후부터 마그네슘합금의 압출, 압연을 포함하는 성형성개선 및 집합조직의 제어와 변형거동에 관한 연구가 활발히 이루어지고 있으며 특히 변형 중 형성되는 집합조직은 마그네슘 합금의 성형성과 가장 밀접한 영향을 가진다는 보고가 다수 존재한다³⁻¹⁰⁾. 하지만 마그네슘 합금의 고온변형 동안의 용질함량에 따른 집합조직형성거동에 관련된 연구는 부족한 실정이다.

따라서 본 연구에서는 고온변형동안 알루미늄함량에 따른 집합조직형성거동의 파악을위해 현재 상용화 마그네슘합금 중 가장 많이 사용되는 AZ계열 마그네슘합금중 주 용질원소인 알루미늄함량이 각각 다른 3wt.%, 6wt.%, 9wt.%인 AZ31,

AZ61, AZ91잉곳을 동일한 가공량으로 압연하여 저면집합조직을 형성하여 여러 변형조건 하에서 고온단축압축을 실시하였으며 각각의 시편의 변형후의 집합조직의 비교 분석이 이루어졌다.



2. 이론적 배경

2.1 집합조직의 개념

철강과 알루미늄과 같은 대부분의 금속재료는 수많은 결정립으로 구성된 다결정 재료이다. 한 결정립에서 원자의 배열은 일정하기 때문에 한 결정립에서 결정면과 결정방향의 배열도 일정하다. 따라서 전체적인 금속재료의 성질들은 그 재료에 존재하는 각각의 결정립의 결정면과 결정방향의 배열에 의하여 결정된다.

즉, 많은 수의 결정립들로 구성된 다결정 재료의 내부구조에 대한 중요한 정보 중에 하나가 각 결정립의 결정면들과 결정방향의 배열 상태이다. 한 결정립에서 결정면 $\{hkl\}$ 과 결정방향 $\langle uvw \rangle$ 의 배열을 '방위'(orientation)라고 정의한다. 즉, 하나의 결정립은 하나의 방위를 가지는 것이다.

다결정 금속재료 시료에는 많은 수의 결정립이 존재한다. 또한 시료에 존재하는 각각의 결정립은 각각 하나의 방위를 가진다. 하나의 시료가 있을 때 이 시료에 존재하는 결정립들의 방위들이 어떻게 분포하는가를 '방위분포'(orientation distribution)라 한다.

결국 방위분포는 한 시료에 존재하는 결정립들에서 결정방향 $\langle uvw \rangle$ 과 결정면 $\{hkl\}$ 이 어떤 배열 상태를 가지고 있나를 의미하는 것이다. 옷을 만드는 옷감(textile)에는 직물의 결(texture)인 실들의 배열이 존재한다. 한 다결정 시료에 존재하는 결정면과 결정방향의 배열을 뜻하는 방위분포를 '집합조직'(texture)이라고도 한다.

Figure. 1는 각 결정립의 방위를 다양한 무늬로 표시한 미세조직이다. Figure. 1의 좌측 미세조직과 같이 결정립들의 무늬가 다양하면 이 시료에는 다양한 방위가 존재하는 것이다. 이와 같이 한시료에 존재하는 결정립들이 다양한 또는 무질서한 방위(orientation)들을 가지면 이 시료의 방위분포는 무질서하며, 무질서한 집합조직(random texture)을 가지는 시편이라 한다.

Figure. 1의 좌측 시료와는 다르게 우측 미세조직의 결정립들의 무늬는 다양하지

않고 많은 결정립이 세로 빗금무늬를 가진다. 따라서 이 시료의 방위분포, 즉 집합 조직은 무질서하지 않고, 이 시료에는 세로빗금 무늬의 방위가 강한 집합조직이 존재하는 것이다.



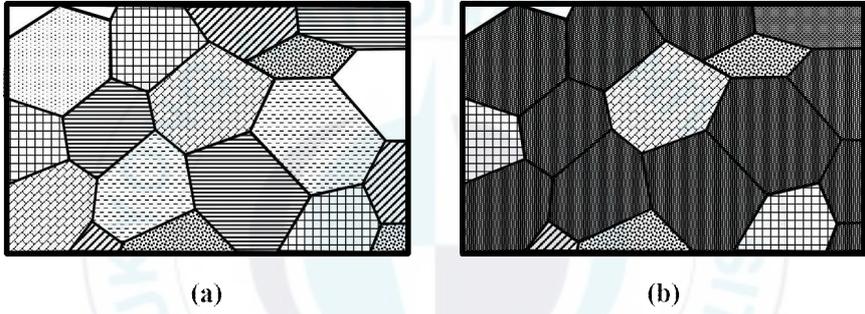


Figure. 1 Random texture and strong texture

2.2 수학적인 방위의 정의

하나의 직육면체 시료(specimen)를 Figure. 2에 나타내었다. 금속 판재는 대부분 판재 압연공정을 통하여 제조되며, 압연을 한 시료는 이와 같은 직육면체의 형태를 가진다. 집합조직 분야에서는 직육면체 형태의 시료의 시료축(specimen axis) S의 3개의 축을 관습적으로 3개의 방향 RD, TD, ND라 하는데, 이는 각각 압연방향(rolling direction), 측면방향(transverse direction), 압연면 수직방향(normal direction)을 뜻한다. RD, TD, ND는 단지 압연 판재에서 방향을 규정하는 것에만 사용하는 것이 아니라 Figure. 2과 같은 형태의 시료를 표현하는데 대부분 사용하고 있다.

한 시료의 RD, TD, ND는 시료축 S로 표현된다. 시료축 S는 시료축 단위벡터 $\vec{s}_1, \vec{s}_2, \vec{s}_3$ 로 정의된다. 3개의 시료축 단위벡터 $\vec{s}_1, \vec{s}_2, \vec{s}_3$ 는 길이(크기)가 1이며, 각각의 $\vec{s}_1, \vec{s}_2, \vec{s}_3$ 는 서로 수직의 관계를 가진다. 따라서 \vec{s}_3 는 \vec{s}_1 과 \vec{s}_2 의 벡터곱 $\vec{s}_1 \times \vec{s}_2 = \vec{s}_3$ 으로 얻어진다. Figure. 1과 같이 RD, TD, ND가 각각 결정방향 [uvw], [qrs], [hkl]에 놓여있다면, 시료축 단위벡터 \vec{s}_1 는 [uvw]에, \vec{s}_2 는 [qrs]에 그리고 \vec{s}_3 는 [hkl]에 평행하며, 각각 길이가 1인 단위벡터이다.

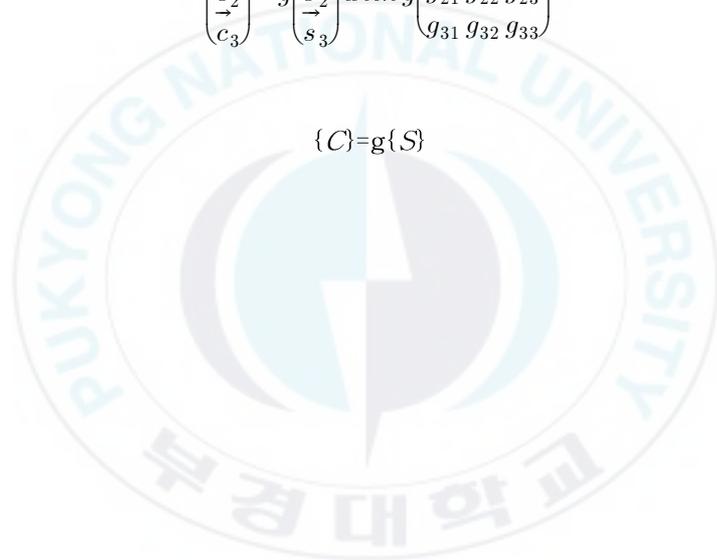
시료축 S에 대응한 결정축(crystal axis) C는 결정축 단위 $\vec{c}_1, \vec{c}_2, \vec{c}_3$ 로 구성된다. 결정축 단위벡터 $\vec{c}_1, \vec{c}_2, \vec{c}_3$ 는 Figure. 2과 같이 각각[100], [010], [001] 결정방향에 평행하며, 각각 길이가 1인 단위벡터이다. 수학적으로 방위(orientation)는 g로 쓰며, 방위 g는 시편축 S를 결정축 C로 회전하는데 필요한 회전조작(rotation operation)으로 정의된다. 시편축 단위벡터 $\vec{s}_1, \vec{s}_2, \vec{s}_3$ 와 결정축 단위벡터 $\vec{c}_1, \vec{c}_2, \vec{c}_3$ 사이에는 다음과 같은 관계가 성립한다.

$$\begin{aligned} \vec{c}_1 &= g_{11}\vec{s}_1 + g_{12}\vec{s}_2 + g_{13}\vec{s}_3 \\ \vec{c}_2 &= g_{21}\vec{s}_1 + g_{22}\vec{s}_2 + g_{23}\vec{s}_3 \\ \vec{c}_3 &= g_{31}\vec{s}_1 + g_{32}\vec{s}_2 + g_{33}\vec{s}_3 \end{aligned} \quad (\text{식 1})$$

여기서 행렬요소는 g_{ik} 는 2개의 벡터 \vec{c}_i 와 \vec{s}_k 사이의 방향 코사인(direction cosine)이다. (식 1)는 (식 2)와 같이 3×3 행렬식으로 나타낼 수 있으며, 3×3 행렬식을 (식 3)과 같이 간단하게 쓸 수 있다. (식 1)와 (식 2)에서 g 는 시편축 S 를 결정축 C 로 회전시키는데 요구되는 회전 조작(rotation matrix)인 g 가 방위인 것이다.

$$\begin{pmatrix} \vec{c}_1 \\ \vec{c}_2 \\ \vec{c}_3 \end{pmatrix} = g \begin{pmatrix} \vec{s}_1 \\ \vec{s}_2 \\ \vec{s}_3 \end{pmatrix} \text{ with } g \begin{pmatrix} g_{11} & g_{12} & g_{13} \\ g_{21} & g_{22} & g_{23} \\ g_{31} & g_{32} & g_{33} \end{pmatrix} \quad (\text{식 2})$$

$$\{C\} = g\{S\} \quad (\text{식 3})$$



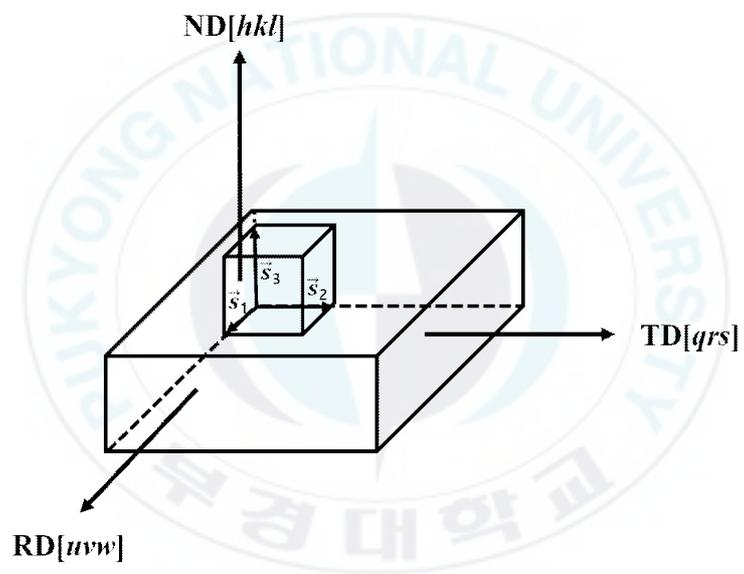


Figure. 2 Rectangular plate and specimen axis

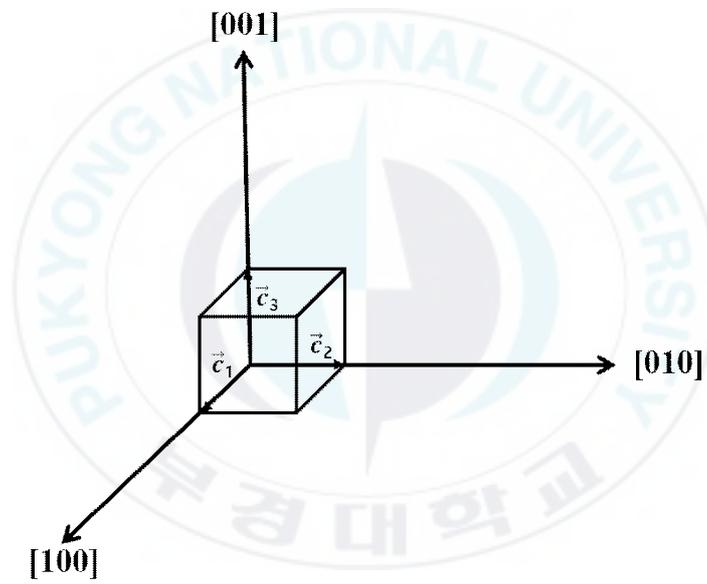


Figure. 3 Crystal axis

2.3 Miller 지수에 의한 방위의 표현

Figure. 4(a)와 같이 압연면 수직방향 수직방향 ND가 [hkl]이고, 압연방향 RD가 [uvw]인 시료가 있다면, 이 시료의 방위를 (hkl)[uvw]로 표기한다. 즉, (hkl)[uvw]은 ND=[hkl], RD=[uvw]를 뜻하는 것이다. 이와 같은 Miller 지수(indices) (hkl)[uvw]로 한 방위 gmf 표현하는 것을 집합조직 연구에서 가장 많이 사용한다. 이와 같이 한 방위 g는 압연면 ND의 결정면 (hkl)의 정보와 함께 압연방향 [uvw]의 정보를 모두 가지고 있는 것이다.

그러나 판재의 형태를 갖는 직육면체 형태의 모든 시료에서는 관습적으로 시료의 윗면을 (hkl) 그리고 시료의 긴 방향을 [uvw]로 표기한다.

(hkl)[uvw] 방위를 가지는 시료축 단위벡터 \vec{s}_3 는 ND의 결정방향 [hkl]에 평행한 단위벡터이며, 시료 축 단위벡터 \vec{s}_1 는 RD의 결정방향 [uvw]에 평행한 단위 벡터이다. \vec{s}_3 와 \vec{s}_1 은 결정축 단위벡터 $\vec{c}_1, \vec{c}_2, \vec{c}_3$ 와 다음과 같은 관계를 가진다.

$$\vec{s}_3 = \frac{h}{M}\vec{c}_1 + \frac{k}{M}\vec{c}_2 + \frac{l}{M}\vec{c}_3 \quad (\text{식 4})$$

$$\vec{s}_1 = \frac{u}{N}\vec{c}_1 + \frac{v}{N}\vec{c}_2 + \frac{w}{N}\vec{c}_3 \quad (\text{식 5})$$

여기서 $M = \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$ $N = \sqrt{u^2 + v^2 + w^2}$ 이다. TD의 결정방향 [qrs]에 평행한 결정축 단위벡터 \vec{s}_2 는 벡터곱 $\vec{s}_2 = \vec{s}_3 \times \vec{s}_1$ 로부터 얻어진다. 또는 $q = kw - lv, r = lu - hw, s = hv - ku$ 이다. 하나의 방위 $g = (hkl)[uvw]$ 는 (식 6)과 같은 행렬요소 g_{ij} 를 가지는 방위 행렬(orientation matrix)로 쓸 수 있다.

$$g((hkl)[uvw]) = \begin{pmatrix} \frac{u}{N} & \frac{kw-lv}{MN} & \frac{h}{M} \\ \frac{v}{N} & \frac{lu-hw}{MN} & \frac{k}{M} \\ \frac{w}{N} & \frac{hv-ku}{MN} & \frac{l}{M} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} g_{11} & g_{12} & g_{13} \\ g_{21} & g_{22} & g_{23} \\ g_{31} & g_{32} & g_{33} \end{pmatrix} \quad (\text{식 6})$$

Figure. 4(b), (c), (d)는 각각 (001)[100], (011)[100], (111)[110] 방위에 있는 시편들을 보여 준다. (001)[100]방위 시편의 TD의 결정 방향[qrs]는 [010]이다. 여기서 주목할 것은 (001)[100]방위에 있는 시편은 시편축과 결정축이 일치한다. (011)[100], (111)[110] 방위의 TD는 각각 [011], [112]이다.

TD는 앞에서 설명한 식 $q = kw - lv$, $r = lu - hw$, $s = hv - ku$ 을 이용하면 쉽게 구해진다.



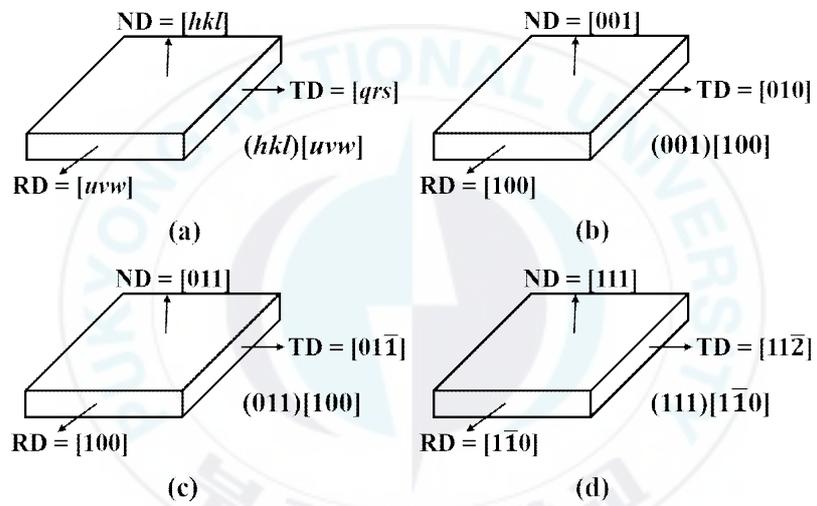


Figure. 4 Representation of orientation according to Miller index
 (a) $(hkl)\{uvw\}$, (b) $(001)\{100\}$, (c) $(011)\{100\}$, (d) $(111)\{110\}$

2.4 극점도에 의한 방위의 표현

원점 (0,0,0)을 가지는 직각 좌표계에서 3차원 공간에 존재하는 하나의 위치는 (x,y,z)로 규정할 수 있다. Figure. 5는 (0,2,2)와 (0,4,4)에 놓여있는 2개의 점을 보여준다. 2개의 점은 원점으로부터 놓여진 거리는 다르지만 (0,0,0) 원점으로부터 선을 그으면 같은 선위에 놓이게 되므로 같은 방향에 놓여있는 것이다. 즉, 방향은 거리에 무관한 것이다

Figure. 6는 크기가 다른 2개의 직육면체 시료를 보여주는데, 2개의 시료에서는 크기에 상관없이 같은 방위, 즉 RD, TD, ND를 가진다. 즉, 방위와 결정방향은 시료의 크기 또는 위치에 무관하다. 결정방향 지수 [uvw] 또는 결정면 지수(hkl)는 크기와 무관한 단지 '방향'의 정보만 가지고 있는 것이다.

대부분의 인간은 2차원적인 평면에 자기가 관찰하고 있는 것을 3차원적으로 표현하는데 어려움을 가진다. 그런데 결정학자들은 스테레오 투영(stereo-projection) 기법을 창안하여 3차원적인 공간의 결정방향을 2차원적인 평면에 정확히 표기하는 기법을 만들었다.

Figure. 7(a)는 3차원으로 그려진 구의 중심에 RD, TD, ND를 가지는 하나의 시편을 보여 준다. 이 시편의 RD, TD, ND 방향을 스테레오 투영하는 방법은 다음의 순서를 따른다.

- 순서 1 : RD, TD, ND 방향이 구의 표면을 통과하는 3개의 점 PS_{RD} , PS_{TD} , PS_{ND} 를 표시한다.(Figure. 7(b))
- 순서 2 : 남극으로부터 출발하여 점 PS_{RD} , PS_{TD} , PS_{ND} 를 지나가는 3개의 선을 그린다.(Figure. 7(c))
- 순서 3 : 이3개의 선들이 구의 위도 0° 를 자른 면인 회색의 적도 면을 통과하는 위치에 3개의 점 P_{RD} , P_{TD} , P_{ND} 을 표시한다.(Figure. 7(d)) 이 3개의 점 P_{RD} , P_{TD} , P_{ND} 을 RD, TD, ND의 극점(pole)이라 한다.
- 순서 4 : 그림 Figure. 7(e)는 Figure. 7(d)의 적도 면을 펼쳐서 평면적으로 보여주는데, 여기에는 3차원 공간에서는 서로 직교하는 방향인 RD, TD, ND

가 2차원적인 평면에 극점 P_{RD} , P_{TD} , P_{ND} 로 나타낸다.

Figure. 7(e)의 스테레오 투영에서는 RD, TD의 반대방향인 $-RD$, $-TD$ 가 보여진다. RD, TD, $-RD$, $-TD$ 는 모두 ND와 직교하므로 각각 90° 의 각도를 가진다. 또한 RD는 $-RD$ 와 TD는 모두 $-TD$ 와 반대방향이므로 각각 180° 의 각도를 가진다. 그리고 RD는 $-TD$ 와 270° 의 각도를 가진다. 이런 3차원 공간에 존재하는 방향들이 Figure. 7(e)의 2차원적인 평면인 스테레오 투영에서 표현될 수 있는 것이다.

Figure. 8(a)는 3차원인 구에 RD, TD, ND와 모두 45° 의 각을 가지는 한 결정방향 $[hkl]$ 이 보여진다. $[hkl]$ 결정방향은 구의 표면에 한 개의 점 PS_{hkl} 로 표시될 수 있다. 즉 한 점이 하나의 결정방향을 표시하는 것이다. 이제 남극으로부터 출발하여 점 PS_{hkl} 를 지나가는 선을 그리면, 이 선이 적도 면을 지나가면서 만드는 점인 결정방향 $[hkl]$ 의 극점 P_{hkl} 를 얻게 된다. Figure. 8(b)는 적도 면을 펼쳐 보여 주는데, 스테레오 투영에는 서로 직교하는 RD, TD, ND와 함께 이 RD, TD, ND와 모두 45° 의 각을 가지고 놓여진 한 결정방향 $[hkl]$ 의 극점 P_{hkl} 가 보여진다. 이와 같이 시편축과 함께 결정방향 $[hkl]$ 또는 결정면 (hkl) 결정면을 표기하면 이것을 (hkl) 극점도라 한다.

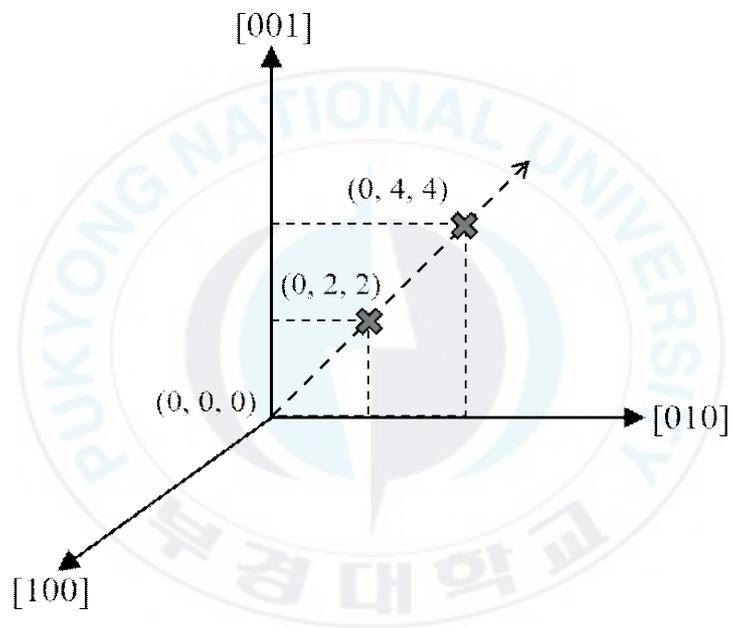


Figure. 5 Two points with same direction

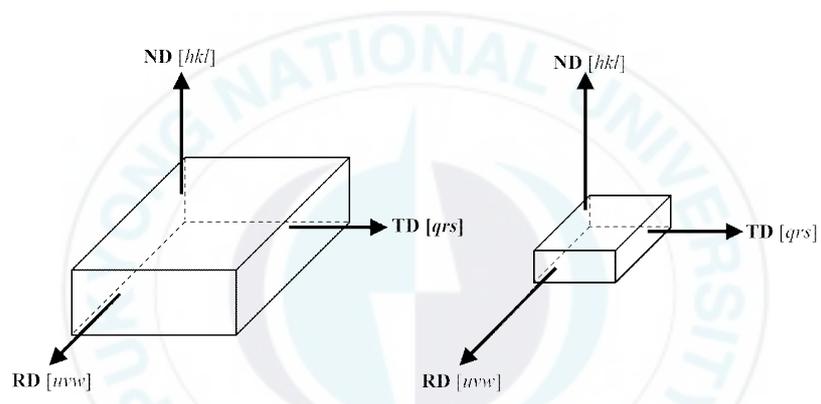


Figure. 6 Orientation is independent with size of specimens

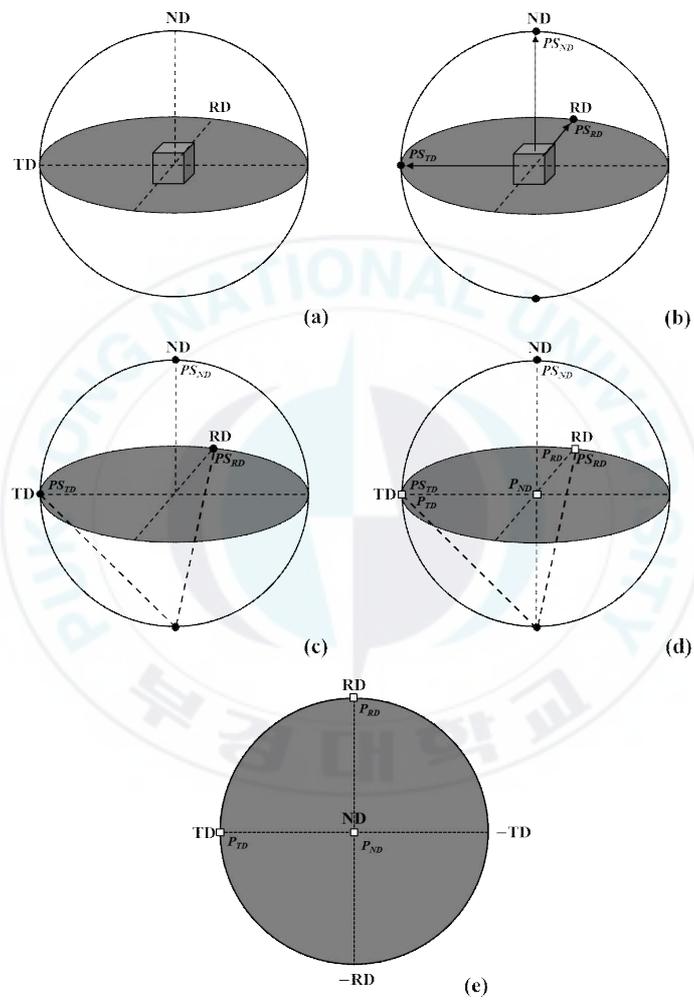


Figure. 7 Stereo projection of the specimen axis

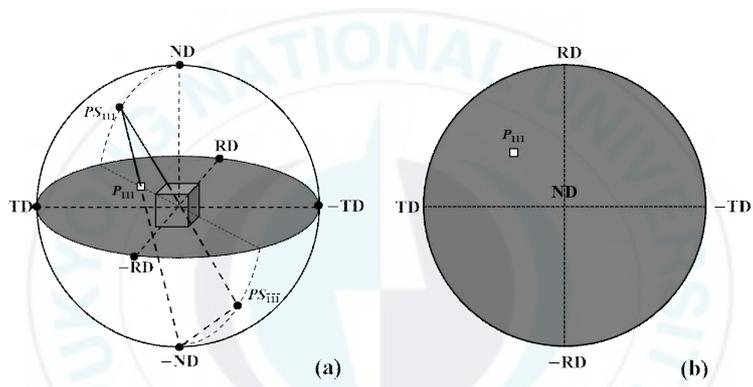


Figure. 8 Stere projection of plane $[hkl]$ and direction (hkl)

2.5 마그네슘의 소성변형기구

2.5.1 슬립변형

단결정에 있어서 슬립의 정도는, 외력에 의해 생기는 전단 응력의 크기, 결정구조의 형태, 전단 응력에 대한 활동 슬립면의 방위 등에 의해서 지배된다. 슬립면에서 슬립 방향으로 작용하는 전단 응력이 임계분해 전단 응력(critical resolved shear stress)이라 하는 임계 치에 도달될 때, 슬립이 시작된다. 이 값은 통상 단결정의 응력-변형을 곡선에서 항복응력에 대응한다. 이 임계 분해 전단 응력값은 주로 조성과 온도에 의존한다.

방위가 다른 단결정 인장 시편을 슬립 변형시키는 데 필요한 인장 응력이 방위에 따라 다르다는 사실은 임계 분해 전단 응력에 의해 합리화 될 수 있다. 이것을 처음에 알아낸 사람이 Schmid 이다.

인장 시험으로 단결정의 임계 분해 전단 응력을 계산하기 위해서는 X-선 회절 시험에 의해서, 인장축과 슬립이 일어나는 면 및 방향이 이루는 각도를 알 필요가 있다. Figure. 9와 같이 단면적에서 A인 원주형의 단결정이 있다고 가정하였을 때 슬립면의 법선과 인장축이 이루는 각을 ϕ , 슬립 방향과 인장축이 이루는 각을 λ 라고 하면, 각 ϕ 로 경사진 슬립면의 면적은 $A/\cos\phi$ 일 것이고, 슬립면에서 슬립 방향으로 작용하는 하중 성분은 $P\cos\lambda$ 이다. 그러므로 임계 분해 전단 응력은 다음 식8과 같이 주어진다¹¹⁾.

$$\tau_R = \frac{P}{A} \cos\phi \cos\lambda \quad (\text{식8})$$

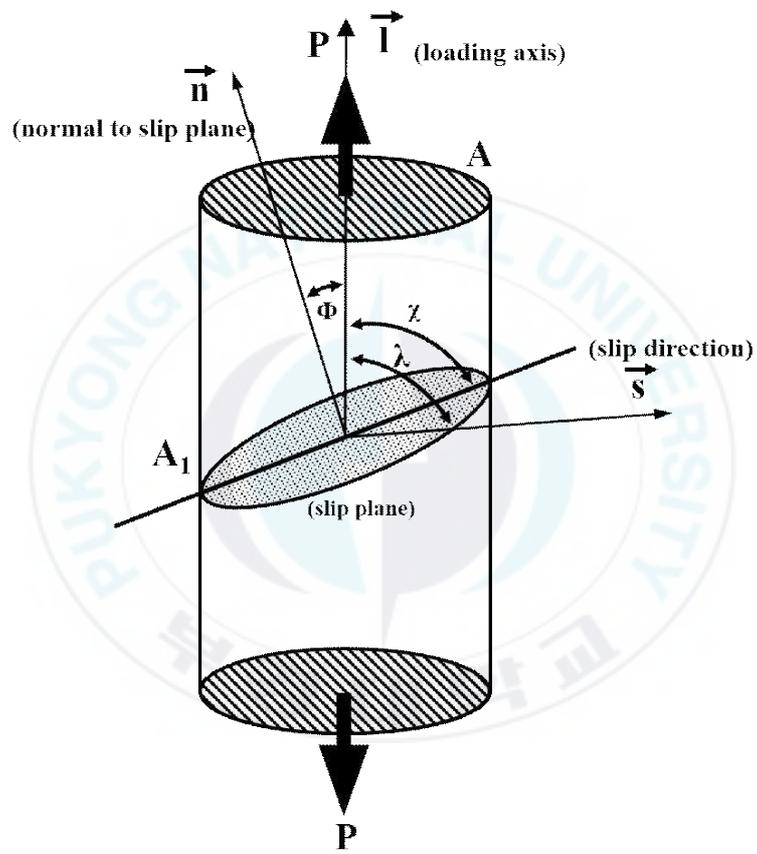


Figure. 9 Illustration of geometry of slip in single crystalline

2.5.2 마그네슘의 슬립계

HCP 구조를 가지는 마그네슘의 조밀면은 basal면 $\{0001\}$ 으로서 조밀방향은 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 이다. 결정의 슬립변형은 최대 조밀면(close packed plane)의 조밀방향에서 일어나는 경우가 많은데 마그네슘의 경우에도 주 슬립계는 basal면 슬립계이다. HCP금속에서 활동하는 전위의 버거스 벡터(Burgers vector)에 의해 전위의 슬립은 a 슬립($b=1/3[11\bar{2}0]$)과 a+c 슬립($b=1/3[11\bar{2}3]$)으로 분류된다. 일반적으로 HCP 결정구조를 가지는 금속은 축비 c/a 를 가지는데 이상축비(1.633)와 크거나 같은 경우에는 basal슬립이 작동하기 쉽고 prismatic슬립이나 pyramidal슬립은 특별한 경우나 고온에서만 활동하는 경우가 많기 때문에 basal면 슬립이외의 슬립계는 non-basal 슬립계라고 한다¹²⁻¹⁴⁾.

마그네슘은 Figure. 10에 나타난 4개의 주된 슬립면을 보유하고 있으며, Table. 2는 일반적인 HCP 금속의 독립적인 슬립계를 나타내고 각 슬립계는 슬립면과 슬립방향의 조합을 통해 이루어진다.

또한 앞서 언급한 basal 슬립과 non-basal슬립의 임계분해전단응력(critical resolved shear stress)는 온도의존성을 가지며 Figure. 11에 나타내었다.

상온 부근에서는 non-basal면 슬립의 임계분해전단응력이 basal면 슬립의 임계분해전단응력보다 높기 때문에 basal면이 주된 슬립계가 되고 온도가 증가함에 따라 basal면 슬립의 임계분해전단응력은 큰 차이를 두지 않지만 non-basal슬립은 온도가 증가함에 따라 큰 감소의 폭을 보인다. 따라서 basal면 슬립과 non-basal슬립의 임계분해전단응력의 차가 작아지면 연성의 증가가 기대된다.

또한 쌍정변형은 슬립변형은 아니지만 독립적인 슬립시스템이 부족한 HCP 금속의 소성변형에 있어서는 상당히 중요한 역할을 한다. 가장 일반적인 HCP의 쌍정으로는 c/a 의 축비가 1.633보다 큰 Zn, Cd에서는 압축쌍정인 $\{10\bar{1}1\}\langle 10\bar{1}2 \rangle$ c/a 의 축비가 1.633보다 작은 Mg, Be와 같은 금속에서는 인장 쌍정인 $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1 \rangle$ 이 일어난다. 이와 같이 쌍정을 형성한 부분은 모 결정과 쌍정면에 관하여 면대칭이 되게 때문에 해당 부분이 슬립변형이 일어나기 좋은 방위가 되어 그 후 슬립변형

을 용이하게 하는 효과가 있다¹⁵⁾.



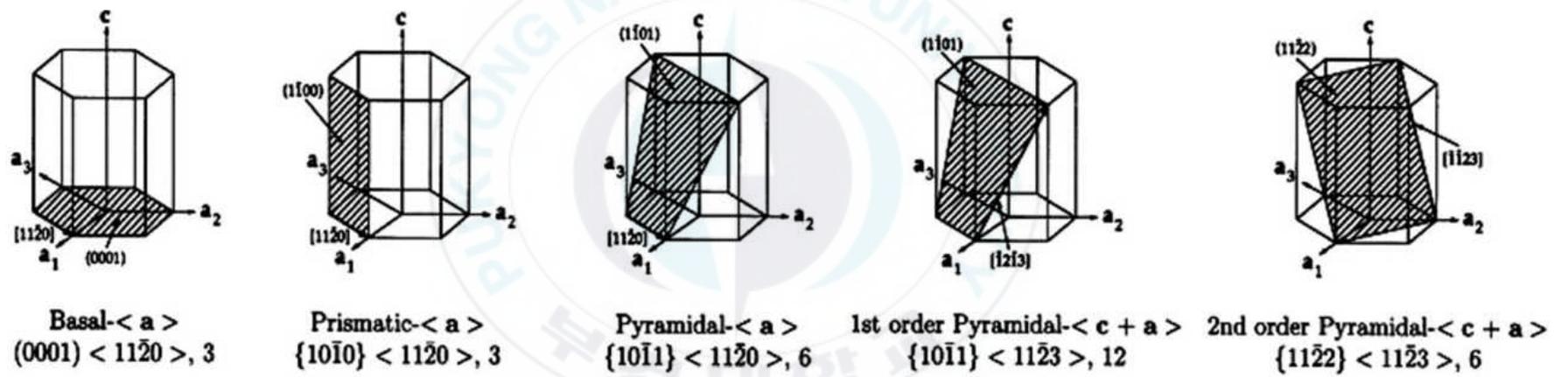


Figure. 10 Slip system in Mg: basal $\langle a \rangle$, prismatic and pyramidal $\langle a \rangle$ and pyramidal $\langle c+a \rangle$

Table. 1 Slip system of hexagonal crystal structure

슬립방향	슬립면	독립적인 모드의 수
$a\langle 11\bar{2}0 \rangle$	{0001} basal plane	2
$a\langle 11\bar{2}0 \rangle$	{10 $\bar{1}$ 0} prismatic plane	2
$a\langle 11\bar{2}0 \rangle$	{10 $\bar{1}$ 1} pyramidal plane	4
$a+c\langle 11\bar{2}3 \rangle$	{hkl1} 교차슬립이 존재하는 면	5

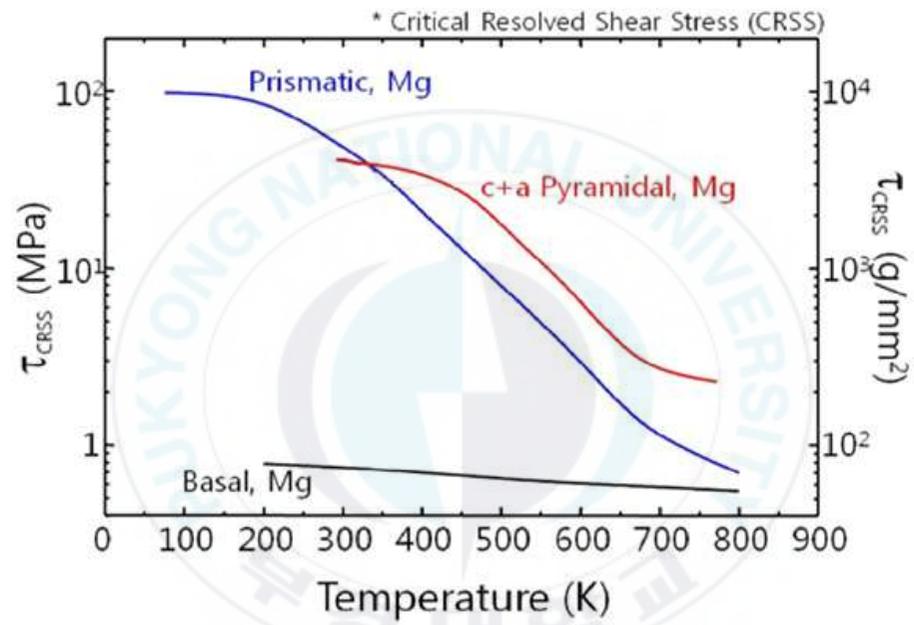


Figure. 11 Critical resolved shear stress for slip in pure Mg

3. 실험방법

3.1 시료

본 연구에서는 AZ계열 마그네슘 합금에서 주 용질인 알루미늄 함량에 따른 고온 변형동안의 기계적 성질 및 집합조직 형성거동 특성에 관한 메커니즘을 파악하기 위하여 알루미늄 함량으로서 다른 상용 AZ31, AZ61, AZ91이 사용되었으며, 그 화학 조성은 Table. 2에 나타내었다.

Table. 2 Chemical composition of AZ system magnesium alloys (wt.%)

Alloy code	Al	Zn	Mn	Mg
AZ31	2.5-3.5	0.7-1.3	>0.1	Bal.
AZ61	5.8-7.2	0.4-1.3	>0.1	Bal.
AZ91	7.8-9.2	0.4-0.9	>0.1	Bal.

3.2 열간압연 및 시편제작

본 연구에서는 앞서 제시한 3종류의 시료를 잉곳 60mm(폭)×60mm(너비)×40mm(두께) 크기로 절단 및 기계 가공하여 400℃의 온도로 두께감소량 30% 즉 최종두께 28mm를 목표로하여 열간압연을 하였다. 그 후 단축압축시편은 직경이 12mm 높이가 18mm인 원통형 시편으로, 압연면과 시험편의 압축면이 평행하게 제작되었다. 열간압연 및시편의 제작의 개략도는 Figure. 12와 같다. 또한 압연과정 및 시편제작의 기계가공 과정에서 시편내부에 존재하는 내부응력의 제거 및 압축실험 이전에 균일한 단상의 형성과 등축정의 형성을 위하여 세 종류의 시료는 Figure. 13의 마그네슘-알루미늄 평형상태도에 근거하여 α 상 단상영역인 450℃에서 1시간 열처리를 실시하였다.

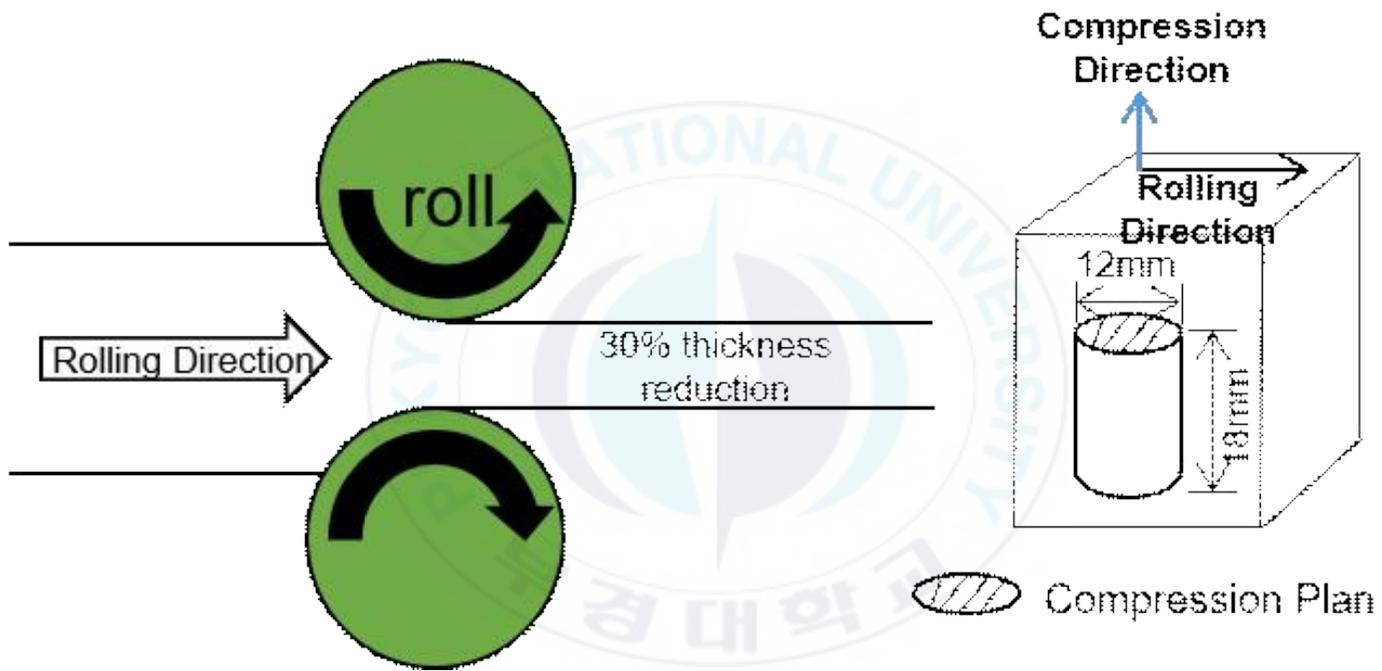


Figure. 12 Schematic illustration of rolling and the geometry of the specimen

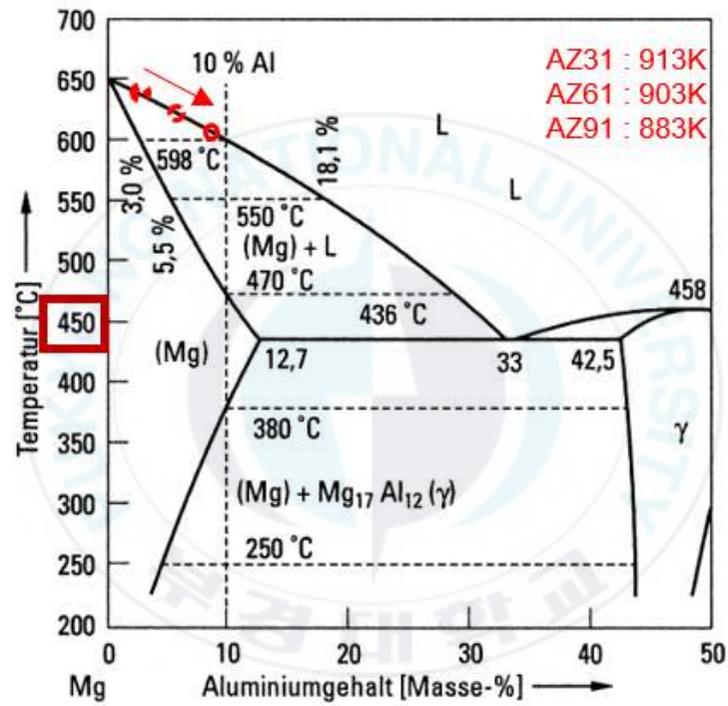
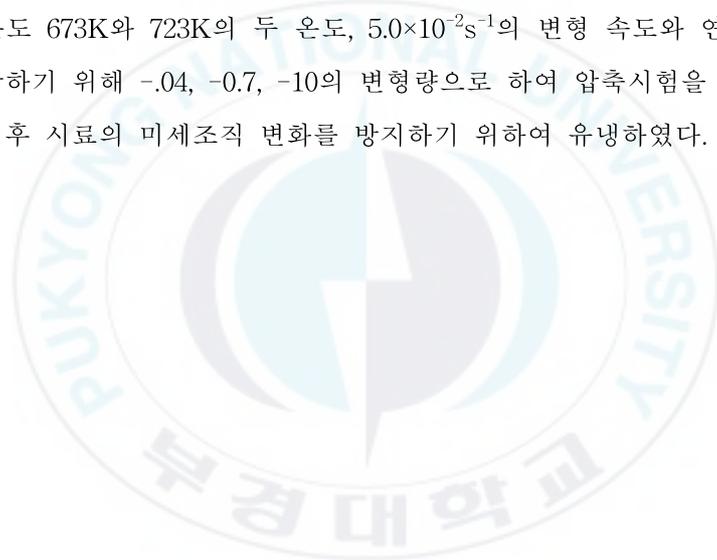


Figure. 13 Phase diagram of magnesium–aluminum system alloy

3.3 고온단축압축

본 연구에서는 AZ계열 마그네슘 합금에서 알루미늄함량에 따른 미세조직과 집합조직의 형성거동을 파악하기 위하여 단축압축시험은 2ton 오토그래프(DSC-2000) 시험기를 이용하여 수행하였다. 시료를 장치에 설치하고 압축이 밖의 적외선 가열로로 목표온도까지 가열하였다. 압축시험의 개략도는 Figure. 14과 같다. 로내 온도는 압축지그에 장착된 열전대와 온도컨트롤러에 의해 제어되었으며 시료온도가 목표온도까지 도달한 후 시료의 열팽창에 따른 온도상승을 고려하여 시간 유지 및 온도안정 이후 여러 가지 변형조건하에서 압축실험을 실시하였다. 변형조건으로는 절대온도 673K와 723K의 두 온도, $5.0 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ 의 변형 속도와 연속적인 변형 거동을 파악하기 위해 -0.04, -0.7, -10의 변형량으로 하여 압축시험을 실시 하였다. 압축시험 이후 시료의 미세조직 변화를 방지하기 위하여 유냉하였다.



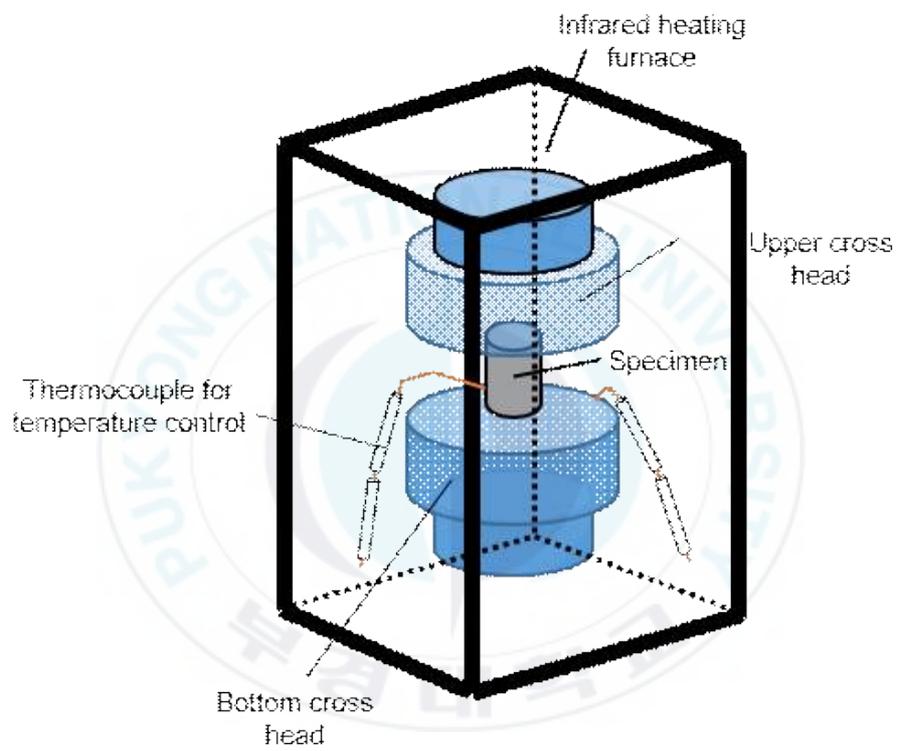


Figure. 14 Schematic illustration of the testing device for uniaxial compression test

3.4 집합조직의 측정

압축 변형된 시편의 두께 중심부를 대상을 측정면으로 하여 Schulz반사법을 기반으로 집합조직의 측정이 이루어졌다. 시료의 전처리는 #4000까지 sand paper을 활용하여 연마한 후 Struers사의 OP-Chem polishing cloth에서 0.04 μm 의 SiO₂ 입자가 포함된 OPS를 활용하여 최종 기계 연마하였다. 측정 장치는 맥 사이언스사의 반자동 디플랙토미터를 사용하였으며 조직이 함유하고 있는 격자변형과 시료에 장착시에 생기는 회절각의 차이를 확인하기 위해 각 시료마다 θ - 2θ 스캔하는 회절 선을 결정하였다. 사용한 X-선은 니켈필터를 통한 Cu-K α 선이며 측정면은 {0001}, {1010}, {1011}, {1012}, {1120}면이다. 압연과 열처리의 과정을 거친 즉, 압축시험 이전의 초기 집합조직 분석을 통해 나타난 {0001} 극점도는 아래의 Figure. 15에 나타내었다.

Figure. 15에서 극밀도는 압축면에 집중되어 있으며 평균 극 밀도를 1로하는 단위로 지정하여 각각의 극밀도가 측정이 되었다. 그림에서 알 수 있듯이 각시험편은 압연의 공정에 의하여 저면집합조직을 가지는 것을 확인 할 수 있었으며 최대 극밀도는 각각 평균의 4.5, 3.9 그리고4.6배의 최대 극밀도를 가진다는 것을 확인 할 수 있었다.

또한 X-선에 의한 측정과 동일하게 시편의 중심부를 측정면을 대상으로 하여 EBSD (Electron back scattering Diffraction)법을 이용하여 시편의 각 위치의 결정방위를 측정했다¹⁶⁾. 측정장비는 TSL사의 OIM(Orientation Imaging Microscopy)을 이용하였다. 이것은 측정 영역을 설정하면 최소 0.1~0.2 μm 간격으로 전자빔을 입사하여 자동 스캔하여 각 위치에서 시편의 결정방위를 EBSD 패턴을 기반으로 자동 분석하는 방식이다. 앞서 언급한 X-선 분석 전처리과정과 동일하게 기계연마한 후 최종 전해연마 및 에탄올을 활용한 표면의 세척이 이루어진 후 EBSD분석이 실시되었다. X-선 분석과 마찬가지로 압연과 열처리의 과정을 거친 즉, 압축시험 이전의 초기 EBSD 분석은 다음의 Figure. 16와 같다.

Figure. 16은 압연과정과 열처리과정을 거쳐 압축시험 이전의 AZ31, AZ61, AZ91의 EBSD측정 결과이다. 우측 상단에 보이는 표준삼각형(standard triangle)

에 의거하여 각각의 결정방위를 서로 다른 색상으로 표현함으로써 분석하고자 하는 시편중심부의 결정방위분포를 표현하는 것이다. 앞선 XRD의 분석과 동일하게 AZ31, AZ61 그리고 AZ91에서 붉은색 즉 {0001}방위가 지배적인 것을 확인 할 수 있었으며 이는 압축실험 이전 저면집합조직을 가지는 것을 EBSD분석을 통해서 확인 가능했다. 또한 열처리 과정을 통하여 등축정이 형성되었음을 확인 할 수 있었으며 AZ31, AZ61 그리고 AZ91의 평균결정입도의 크기는 각각 18 μm , 19 μm 그리고 39 μm 였다. 이렇듯 평균결정입도의 차이는 용질 함량이 증가함에 따라 나타나는 용점의 감소로 인하여 동일한 723K 의 온도에서 고용질인 AZ91은 결정립 성장의 구동력이 보다 높을 것으로 예상된다.



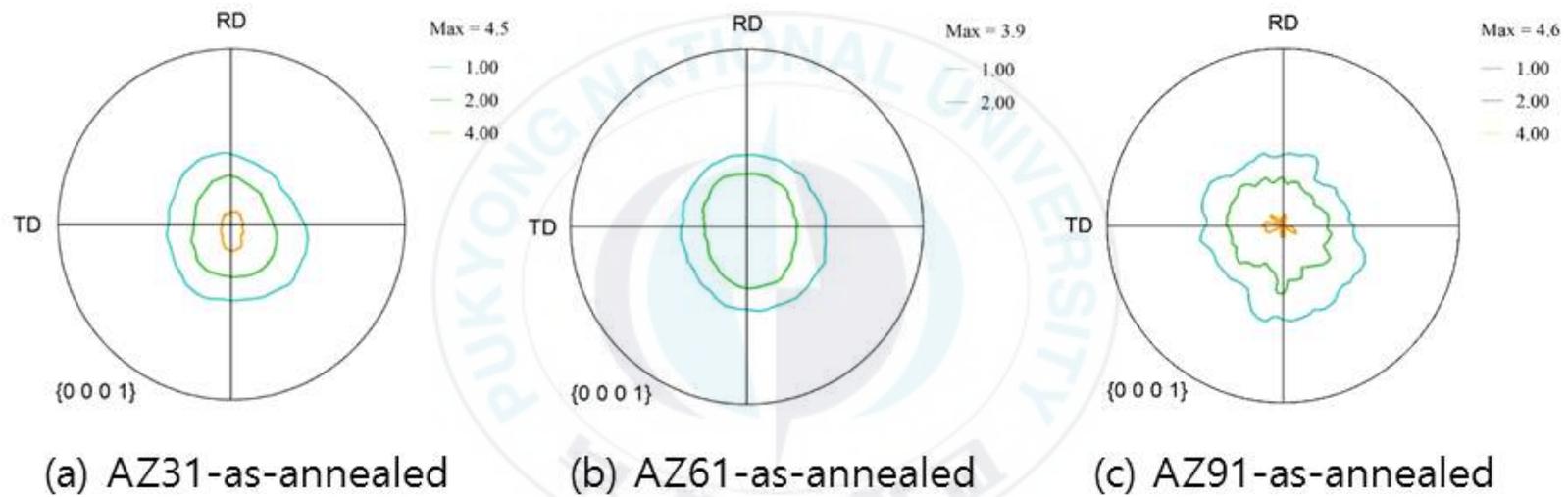


Figure. 15 {0001} pole Figures of three kinds of specimens before deformation. (a), (b) and (c) indicated AZ31, AZ61 and AZ91 respectively.

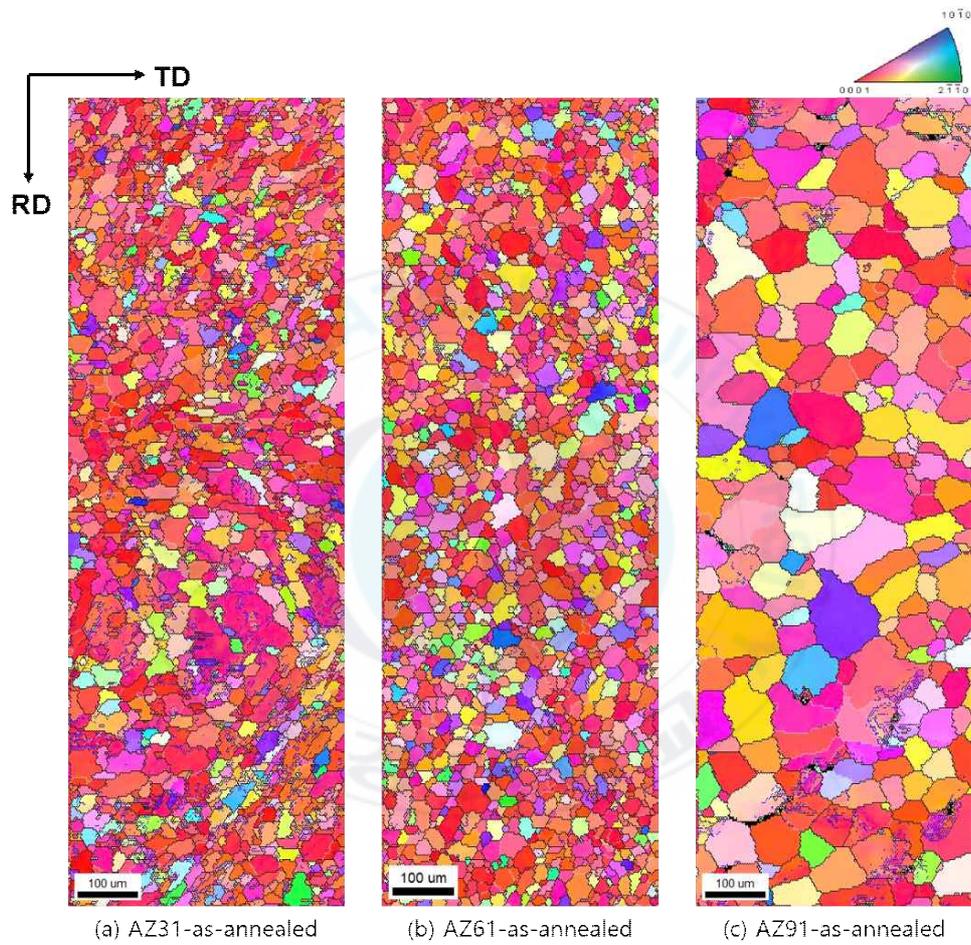


Figure. 16 Grain structure map observed on the mid-plane section by EBSD measurement before deformation, (a), (b) and (c) show the AZ31, AZ61 and AZ91 respectively.

4. 실험결과 및 고찰

4.1 진 응력 - 진 변형을 곡선

Figure. 17은 서로 다른 용질 함량을 가지는 AZ계 마그네슘 합금(AZ31, AZ61, AZ91)에 대하여 변형온도 673K, 723K에서 $5.0 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ 의 변형속도로 한 압축 시험 결과를 나타내는 진 응력-진 변형을 곡선이다. 그래프 x축의 변형을 값은 절대값으로 나타내었다. 모든 진 응력-진 변형을 곡선에서 변형초기에 최대응력(peak stress)가 나타나고 그 이후 가공연화가 일어나는 현상을 관찰 할 수 있으며, 온도가 낮아짐에 따라 유동응력이 높아지는 것을 관찰 할 수 있다⁶⁻⁷.

4.2 변형 집합조직

Figure. 18은 서로 다른 용질 함량을 가지는 AZ계 마그네슘 합금(AZ31, AZ61, AZ91)에 대하여 변형온도 673K, 723K에서 $5.0 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ 의 변형속도로 한 압축 시험을 실시하고 시편의 중심부 즉 압축면의 {0001} 극점도로서 집합조직의 측정 결과이다. 극밀도는 압축면에 집중되어 있으며 평균 극 밀도를 1로 하는 단위로 지정하여 각각의 극밀도가 측정이 되었다. 고온 변형동안 극 밀도의 분포는 동심원이며, 모든 변형 조건에서 섬유집합조직의 형성을 확인 할 수 있었다. 이는 변형에 의해 집합조직이 형성되었다는 것을 의미한다.

AZ61과 AZ91의 결과에 반해 AZ31은 723K의 온도와 $5.0 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ 의 변형속도에서 {0001} 극점도의 최대 극밀도의 동심원이 특정방향으로 기울어지는 현상이 발견되고 있다.

Figure. 19는 723K에서 $5.0 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ 의 변형속도에서 변형량에 따른 {0001} 극점도의 최대 극밀도 값이 나타나 있으며 AZ계 마그네슘 합금에서 공통적으로 변형량이 증가함에 따라 {0001} 극점도의 최대 극밀도 값이 점진적으로 증가한다는 경향을 발견 할 수 있었으며, 이는 변형 동안에 {0001} 방위는 안정하다는 것을 의미

한다. 또한 동일한 변형 조건에서 알루미늄함량이 증가함에 따라 {0001} 극점도의 최대 극밀도 값이 증가한다는 것을 확인 할 수 있었다⁶⁻⁷⁾.



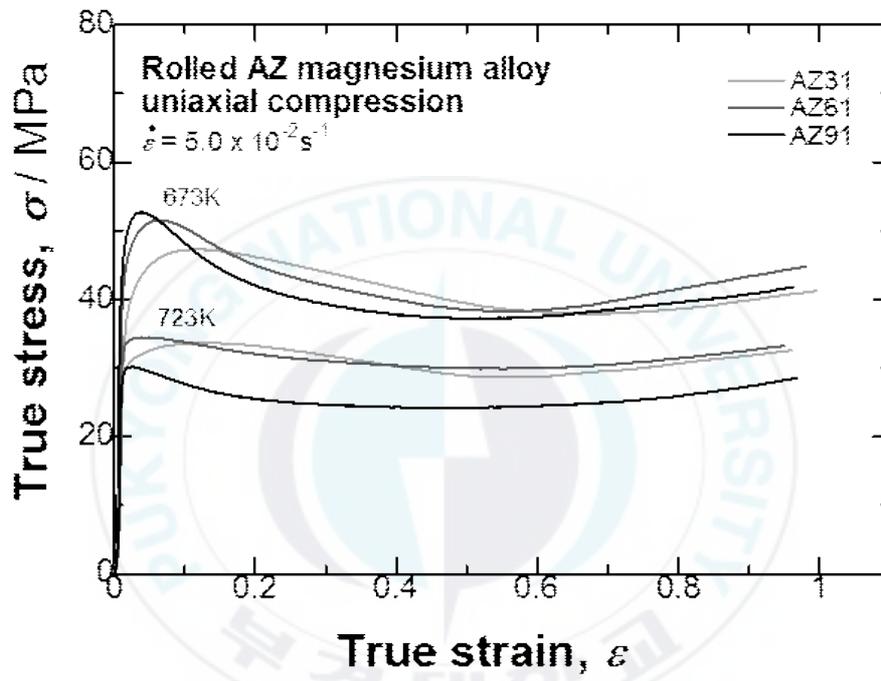


Figure. 17 True stress-True strain curves for compressed AZ system magnesium alloy with three different solute concentrations

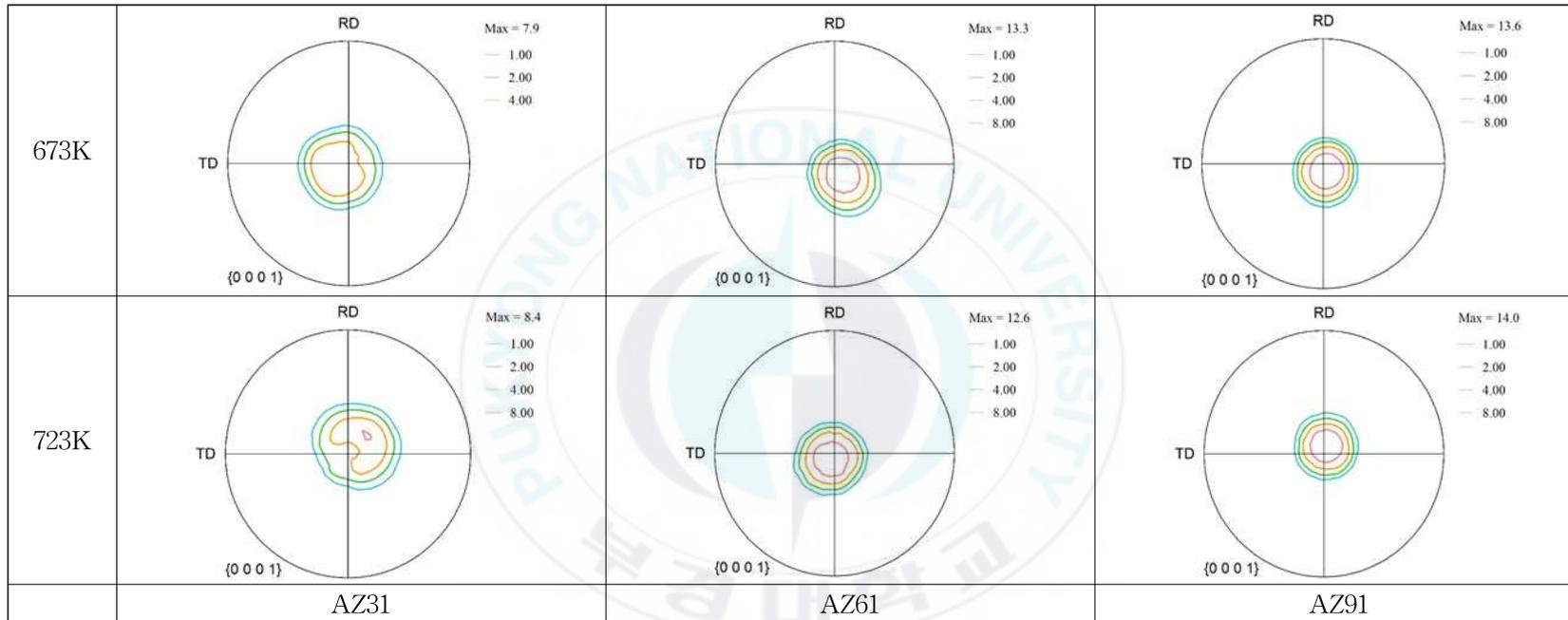


Figure. 18 {0001} pole Figures for AZ system magnesium alloy deformed at 673K and 723K and strain rate of $5.0 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ up to strain of -1.0.

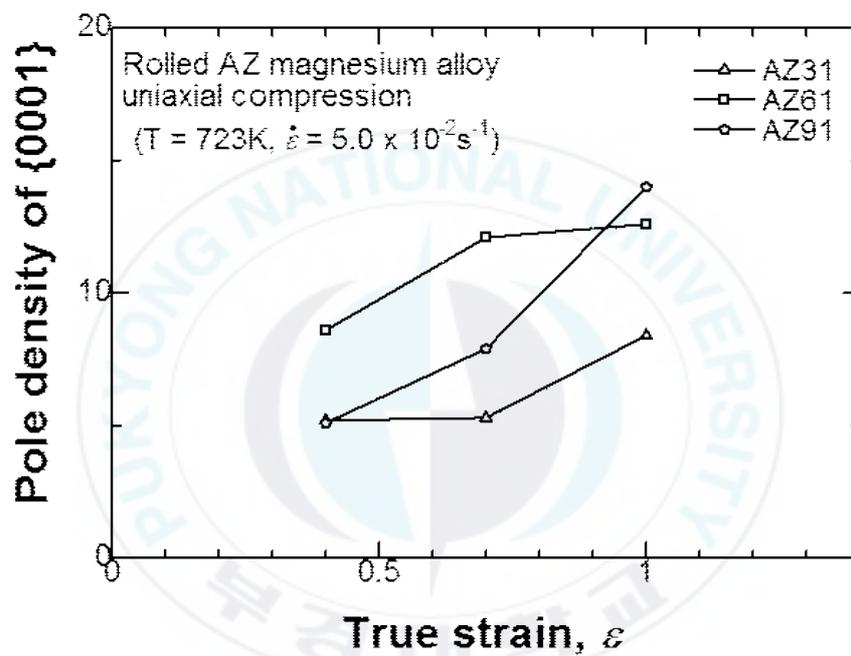


Figure. 19 True strain vs. pole density of {0001} for AZ system magnesium alloy deformed at 723K and strain rate of $5.0 \times 10^{-2}\text{s}^{-1}$ up to strain of - 1.0.

4.3 미세조직 관찰

Figure. 20은 673K, 723K에서 $5.0 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ 의 변형속도에서 변형량 - 1.0으로 하는 단축 압축 이후 시료의 압축면을 EBSD로 측정된 미세조직 결과이다. 압축면의 각 결정립의 색상은 표준 삼각형에 대응하고 있다. 인접한 결정립과 15° 이상 차이를 가지는 경정립계는 검은선으로 표현하였다.

시편의 전체적인 집합조직의 분석을 나타내는 Figure. 19와 같이 시료의 특정부분의 결정방위를 나타내는 EBSD분석에서도 변형량이 증가함에 따라 {0001}방위를 가지는 결정립이 AZ계 마그네슘 합금에서 공통적으로 점진적으로 증가한다는 경향을 확인 할 수 있었다.

Figure. 21은 EBSD분석 결과를 TSL 프로그램 내 grain-file을 추출하여 723K에서 $5.0 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ 의 변형속도에서 변형량에 따른 평균 결정립의 크기를 나타내는 결과이다. AZ계 마그네슘 합금에서 공통적으로 변형량이 증가함에 따라 평균 결정립의 크기가 점진적으로 감소하는 경향을 발견할 수 있었다. 또한 고온에서 상당한 변형량으로 변형이 되었음에도 불구하고, Figure. 20에서 등축정의 생성을 관찰할 수 있었으며 이는 변형 중 동적 재결정을 수반했다는 것을 의미한다⁶⁻⁷.

결과적으로 알루미늄 함량이 서로 다른 세 가지 시료에서 변형량이 증가함에 따라 {0001} 방위의 극밀도가 연속적으로 증가하는 것과 동시에 Figure. 21에서 평균 결정립의 크기가 점진적으로 감소하는 것을 통해 동적재결정은 저면집합조직의 생성에 상당한 영향을 미치는 것으로 판단된다.

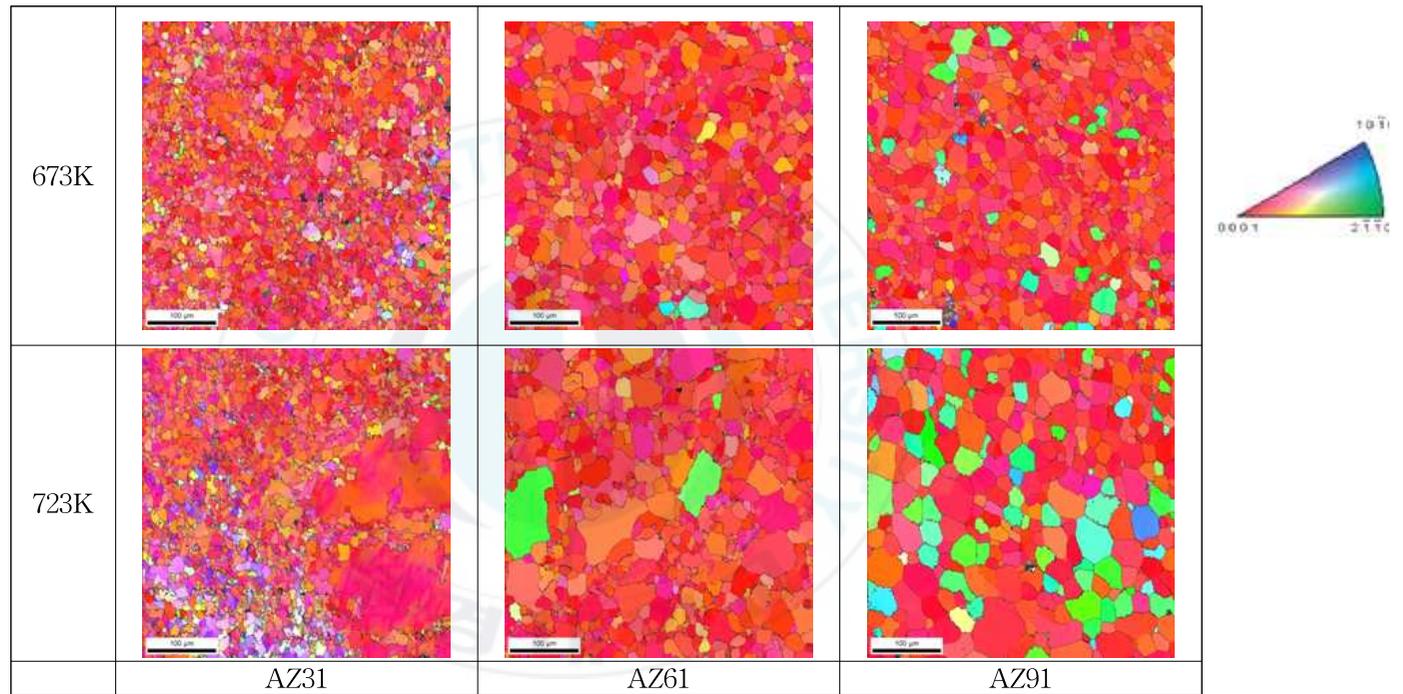


Figure. 20 Grain structure maps, derived from EBSD measurement for AZ system magnesium alloy deformed at temperatures 673K and 723K and strain rate of $5.0 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ up to strain of - 1.0.

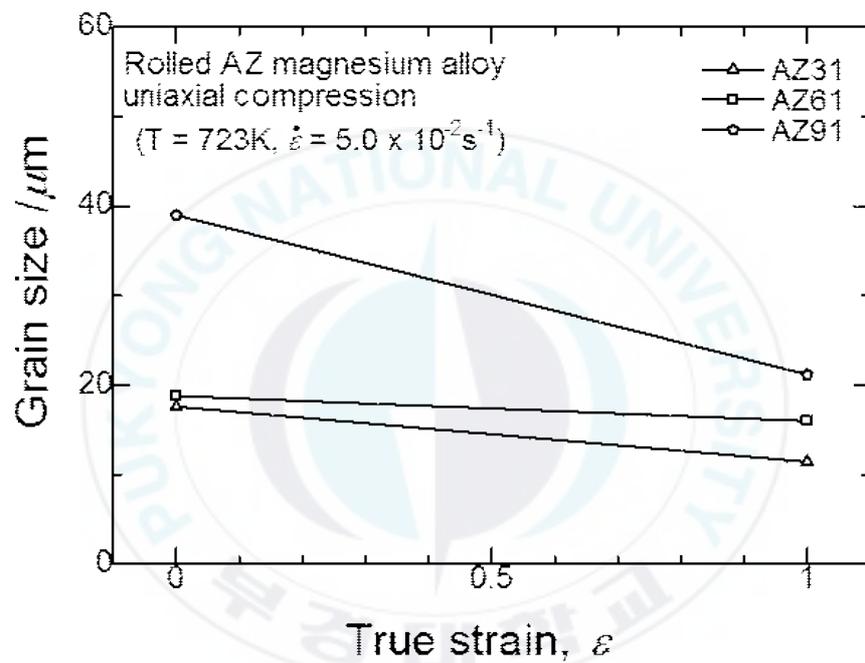


Figure. 21 True strain vs. grain size for AZ system magnesium alloy deformed at 723K and strain rate of $5.0 \times 10^{-2}\text{s}^{-1}$ up to strain of -1.0.

4.4 알루미늄 함량과 {0001} 집합조직 형성의 상관관계

앞선 4.3장까지 다음의 결과를 도출하였다. (1) 변형동안에 섬유집합조직이 형성되었다. (2) 변형량이 증가함에 따라 저면집합조직의 집적이 증가하였다. (3) 알루미늄의 함량이 증가함에 따라 동일한 변형 조건에서 저면집합조직의 집적이 증가하였다. (4) 변형 중 동적 재결정 현상이 관찰되었다. (5) 저면집합조직의 생성은 동적재결정에 상당한 영향을 미친다.

따라서 본 장에서는 알루미늄 함량과 {0001} 집합조직의 형성관계에 관하여 논하고자 한다.

Figure. 21은 완전전위가 2개 이상의 부분전위로 나누어지는 Cross slip의 이해를 위한 모식도이며 그에 대한 설명은 다음과 같다.

완전전위가 서로 다른 면에 분리되어 부분전위₁과 부분전위₂로 분리되는 것을 Cross slip라 한다. 부분전위₁과 부분전위₂ 사이에는 척력과 인력이 존재한다. 그 척력과 인력의 조화로 인한 힘의 균형이 생기는데 이때 생기는 거리는 평형 분리거리d라 한다. 위와 같은 크로스 슬립이 일어나기 위해서는 아래와 같은 조건일 때 발생 가능하다.

완전전위 > 부분전위₁ + 부분전위₂ + 분리된 두 부분전위를 확장전위로 합치는데 필요한 에너지

위의 수식을 정리하면 완전전위가 이동하는데 필요한 에너지가 부분전위₁과 부분전위₂로 나누어져서 이동하는데 필요한 에너지의 합과 분리된 두 부분전위를 확장전위로 합치는데 필요한 에너지의 총합보다 크게 될 경우 보다 효율적인 경우이므로 크로스 슬립이 발생된다.

평형 분리거리d는 부분전위₁과 부분전위₂ 사이의 거리를 의미하기 때문에 이 거리가 멀어지면 멀어 질수록 확장전위로 합치는데 필요한 에너지가 많아지게 된다. 따라서 평형분리 거리 d가 늘어나면 적층결함에너지가 작아지게 된다.

$$\gamma(SFE) = \frac{Gb^2}{4\pi d} \quad (\text{식 9})$$

γ : 적층결합 에너지(변수) G : 전단계수(상수), b : 버거스벡터(상수), π :
3.14(상수), d : 평형 분리거리(변수)

평형 분리거리 d가 작아지면 적층결합에너지 γ 은 증가하게 되어 크로스 슬립이 원활하게 일어나게 된다.

완전전위 > 부분전위₁ + 부분전위₂ + 분리된 두 부분전위를 확장전위로 합치는데
필요한 에너지

평형 분리거리 d가 커지면 적층결합에너지 γ 은 감소하게 되어 크로스 슬립이
제한되게 된다.

완전전위 < 부분전위₁ + 부분전위₂ + 분리된 두 부분전위를 확장전위로 합치는데
필요한 에너지

또한 적층결합 상호작용(stack-fault interaction)은 용질 원자들이 확장 전위로 둘러 싸여진 적층 결함에 우선적으로 편석 한다. 이 상호작용이 일어나기 위해서는 용질원자가 적층결합의 HCP구조에 어느 정도 용해도가 있어야한다. 적층결합 내 용질 원자의 농도가 증가함에 따라 적층결합에너지는 감소하며 부분전위의 간격은 멀어지게 된다. 이렇게 됨으로써 확장 전위의 이동은 더욱더 어려워지게 되고 한 쌍의 부분전위를 확장전위로 수축시키기 위해서는 더 많은 일이 필요해진다.

Table. 3은 마그네슘 합금에서 알루미늄 함량에 따른 적층에너지의 계산 값을 나열한 표이다¹⁷⁾. 표에서 알 수 있듯이 마그네슘 합금에서 알루미늄의 함량이 증가

함에 따라 적층결함에너지의 값이 감소하는 경향이 관찰된다.

따라서 HCP 결정 구조를 가지는 저 용질의 마그네슘 합금에서는 평행분리거리 d 가 좁아져 적층결함에너지 γ 은 증가하여 크로스슬립이 원활하게 일어나며 반대로 고 용질에서는 평행 분리거리 d 가 넓어져 적층결함에너지 γ 은 감소하여 크로스슬립의 제한이 일어나게 된다.

크로스슬립의 원활함은 어느 특정 면에서 다른 면으로의 전위의 이동이 원활하다는 것을 의미하며 전위밀도의 집적은 슬립이 일어날 가능성을 의미한다. 결과적으로 마그네슘 합금에서 CRSS가 가장 낮은 저면 이외 비 저면슬립계의 활성이 가능하다는 의미로 해석된다. 이와 반대로 크로스슬립의 제한은 특정면의 전위집적이 우선적으로 일어나게 되어 전위의 균일한 분포를 야기 할 수 있는 근거가 된다¹⁸⁾.

이러한 현상은 동일한 변형조건에서 용질의 함량이 증가함에 따라 {0001} 집합조직이 증가하는 결과와 EBSD분석에서 {0001} 방위와 유사한 방위의 집적이 증가한다는 것이 해석 가능하다.

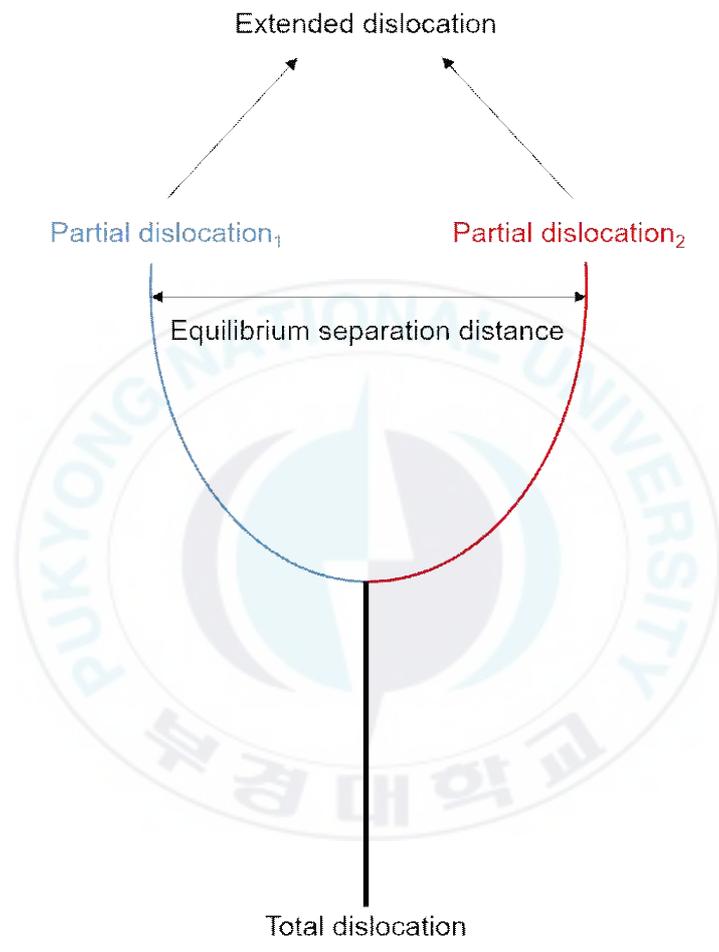


Figure. 21 Illustration of complete dislocation separate with partial dislocation

Table. 3 The stacking fault energy in pure magnesium and Mg-Al based alloys(calculated)

Materials	Stacking fault energy(mJm ⁻²)
Pure Mg	78
Mg-3wt.%Al	27.8
Mg-6wt.%Al	16.4
Mg-9wt.%Al	5.8

5. 결론

AZ계열 마그네슘 합금의 고온 변형 중 알루미늄 함량에 따른 집합조직 형성 거동을 파악하기 위하여 알루미늄 함량이 서로 다른 세 가지 시편(AZ31, AZ61, AZ91)이 고온 단축압축 변형이 실시되었다. 결과는 아래와 같다.

- 1) 모든 시편에서 고온 단축압축 변형동안 섬유집합조직이 형성과 동적 재결정 현상이 관찰되었다.
- 2) 저면집합조직은 변형동안 안정하였으며, 동일한 변형조건에서 용질함량이 증가함에 따라 저면집합조직의 집적이 높은 것을 관찰하였다.
- 3) 저면집합조직의 생성은 동적재결정에 영향을 받는다.
- 4) AZ계열 마그네슘 합금에서 알루미늄 함량이 증가함에 따라 적층결함에너지가 감소하는 원인으로 저면의 전위집적이 우선적으로 되어 {0001} 방위의 생성이 높아진다.

참고문헌

- 1) E. Aghion, B. Bronfin and D. Elizer, "The Role of the Magnesium Industry in Protecting the Environment", *Materials Processing Technology*, (2001), pp. 381~385.
- 2) H. Friedrich and S. Schumann, "The Research for a New Age of Magnesium in Automotive Industry", *Materials Processing Technology*, (2001), pp. 276~281.
- 3) R. Gehrman, M. M. Frommert, G. Gottstein, *Mater. Sci. Eng. A*, A395 (2005) pp. 338.
- 4) S. R. Agnew, M. H. Yoo and C. N. Tome, *Acta Mater*, 49 (2001) pp. 4277.
- 5) S. R. Agnew, *Magnesium Technology 2002*, 2002 TMS Annual Meeting, Washington, 169 (2002).
- 6) J. Kim, K. Okayasu and H. Fukutomi: *Mater. Trans.* 54 (2013) 192-198.
- 7) L. Helis, K. Okayasu and H. Fukutomi : *Mater. Sci. Eng. A* 430 (2006) 98103.
- 8) X. Huang, K. Suzuki, Y. Chino and M. Mabuchi : *Mater. Sci. Eng. A* 633 (2015) 144-153
- 9) Q. Jin, S.-Y. Shim and S.-G. Lim: *Scr. Mater.* 55 (2006) 843846.

- 11) G. I. Taylor, *J. Inst. Met.*, 62 (1938),307-324
- 12) A. Styczynski, C. Hartig, J. Bohlen, D. Letzig, *Scripta. Mater.*, 50 (2004) 943-947
- 13) F. A. Hauser, P. R. Landon, and J. E. Dorn, *Trans. AIME*, 206 (1956) 589-593
- 14) J. Zheng-Johansson, O. Eriksson, and B. Johansson, *Phys. Rev. B* 59, (1999) 6131 - 6138

- 15) M. T. Pérez-Prado, J. A. del Valle, O. A. Ruano, *Scripta Mater.*, 50 (2004) 667-671
- 16) A. Kelly, G.W.Groves, *Crystallography and crystal defects*, LongmanInc(1970), chapters1-3
- 17) H. Somekawa, K. Hirai, H. watanabe, Y. Takigawa and K. Higashi : *Mater. Sci. Eng. A* 407 (2005) 53-61
- 18) H. Nakashima and H. Yoshinaga: *J. Japan Inst. Metals* 56(1992) 254-261.

