creative commons
COMMONS DEED

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

dCollection

공 학 석 사 학 위 논 문

# 열간압연한 AZ계열 마그네슘 합금의 열처리 조건이 미세조직과 진동 감쇠능에 미치는 영향

2018년 08월

부 경 대 학 교 대 학 원

마 린 융 합 디 자 인 협 동 과 정

안 재 현

Thesis for the Degree of Master of Engineering

# Effect of heat treatment conditions on microstructure and damping capacity of hot-rolled AZ-series magnesium alloy

by

Jaehyeon Ahn

Marine Convergence Design Co-work

The Graduate School

Pukyong National University

August 24 2018

공 학 석 사 학 위 논 문

# 열간압연한 AZ계열 마그네슘 합금의 열처리 조건이 미세조직과 진동 감쇠능에 미치는 영향

지도교수 김 권 후

이 논문을 공학석사 학위논문으로 제출함.

2018년 08월

부 경 대 학 교 대 학 원

마 린 융 합 디 자 인 협 동 과 정

안 재 현

# Effect of heat treatment conditions on microstructure and damping capacity of hot-rolled AZ-series magnesium alloy

Advisor: Prof. Kwon Hoo Kim

by

Jae Hyeon Ahn

PUKYONG NATIONAL UNIVERSITY
부경대학교

A thesis submitted in partial fulfillment of the requirements
for the degree of

Master of Engineering

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

August 2018

안재현의 공학석사 학위논문을 인준함.

2018년 8월 24일

위 원 장 공학박사 권 한 상 (인)

위 원 공학박사 최 준 호 (인)

위 원 공학박사 김 권 후 (인)

# 목차

1. 서론 ····· 1

2. 이론적 배경 ····· 3

2.1 진동 감쇠 기구 ····· 3
2.2 제진합금의 분류 ····· 4
2.3 마그네슘의 슬립계와 쌍정 ····· 14

3. 실험방법 ····· 18

3.1 시료 ····· 18
3.2 열간압연 및 시험편 제작 ····· 19
3.3 미세조직 측정 ····· 20
3.4 경도 측정 ····· 21
3.5 진동 감쇠능 측정 ····· 22

4. 실험결과 및 고찰 ····· 25

4.1 미세조직 관찰 및 분석 ····· 25
4.2 경도 측정 ····· 38
4.3 진동 감쇠능 거동 ····· 41
4.4 진동 감쇠능에 영향을 미치는 인자 ····· 43

5. 결론 ····· 50

참고문헌 ····· 52

Effect of heat treatment conditions on microstructure and damping capacity of hot-rolled AZ-series magnesium alloy

Jaehyeon Ahn

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

## Abstract

Magnesium and magnesium alloys have paid an attention on the automobile industry, because of their specific strength and vibration damping capacity. However, the damping capacity of AZ-series magnesium alloy does not have excellent vibration damping capacity, unlike the pure magnesium. Despite the low damping capacity of AZ-series magnesium alloys, studies of AZ- series magnesium alloys have focused on texture control and microstructure refinement, in order to improve room temperature formability. In this study, in order to clarify the influence of aluminum concentration on the damping capacity mechanisms, AZ-series magnesium alloys with different chemical composition(Pure Mg, AZ31, AZ61) were investigated by analyzing the microstructure and internal friction. Three kinds of ingots with different aluminum concentration were rolled at 673K with a rolling reduction of 30%, respectively. Damping capacity test specimens were machined out from rolled plate with parallel to the normal plane. These specimens were annealed at 623K-723K for 30-180 minutes. Then, microstructure was examined by using optical microscopy, and damping capacity was measured by using internal friction measurement machine. As a result in this study, at the beginning of heat treatment, twin structure was disappeared, and static recrystallization of equiaxed grain was occurred. As the heat treatment time and temperature increase, static recrystallization of equiaxed grains was developed, damping capacity was increased with increasing grain size. The $C_1$ value and $C_2$ value of Granato-Lücke equation in damping capacity were varied depending on grain size and solute concentration. With an increase of heat treatment time, $C_1$ value was increased with increasing grain size. Also, with an increase of

solute concentration, C2 value was decreased with increasing solute content. Therefore, it is concluded that damping capacity influenced by grain size and solute content.

# 1. 서론

온실가스 배출에 따른 지구온난화는 각종 환경문제를 야기시켰고, 이에 따른 환경문제를 개선하기 위해, 선진국만 포함된 교토의정서(Kyoto Protocol, 1997)와 195개국이 포함된 파리기후협정(Paris Climate Change Accord, 2015)를 체결하기에 이르렀다. 따라서 기존 화석연료를 사용하는 자동차, 항공기와 같은 수송기기의 연비 향상이 중요한 이슈로 부각되고 있으며, 차체의 경량소재의 적용이 가장 주목을 받고 있다[1-2].

구조재료로 사용되는 금속 중 비중량이 가장 낮은 마그네슘(1.738 g/cm$^3$)은 다른 구조재료인 철(7.87 g/cm$^3$), 알루미늄(2.7 g/cm$^3$), 타이타늄(4.506 g/cm$^3$)에 비해 1/4~2/3 정도의 낮은 비중을 가진다. 이러한 마그네슘 및 마그네슘 합금은 높은 비강도를 가지고, 전자파 차폐성, 진동 감쇠능, 방열성 등이 우수하여 수송기기 및 전자기기와 같은 분야에 적용가능하다.

마그네슘 및 마그네슘 합금은 조밀육방결정구조에서 기인한 낮은 대칭성과 제한된 슬립계의 활동으로 인해서, 낮은 상온 성형성을 타나내고 있다. 낮은 상온 성형성을 개선하기 위해서 다양한 합금화 및 제조공정의 변화에 관한 연구가 주로 이루어졌으며, 그 중 경제성과 기계적 성질이 우수한 AZ계열 마그네슘 합금에 대한 연구가 주목 받고 있다[3-8].

상기 언급한 바와 같이 마그네슘 합금에 대한 연구는 성형성 개선에 집중되어 왔다. 마그네슘 합금의 높은 비강도와 우수한 진동 감쇠특성은 수송기기 및 전자기기에 적합하게 적용될 수 있음에도 불구하고 마그네슘의 우수한 특성인 진동 감쇠능에 대한 연구는 상대적으로 미비한 실정이다.

진동 및 소음은 인체에 피로와 질병을 유발할 뿐만 아니라 구조물과 수송기기에 성능 저하와 피로파괴를 유발한다. 이러한 문제를 제어 및 방지하기 위하여 진동체에 댐퍼(oil damper, air damper)를 설치하여 진동 에너지

를 흡수하는 system damping과 감쇠계수(damping coefficient)가 우수한 고분자 재료 등을 부착하는 structural damping이 사용되어 왔다. 그러나 전자는 추가적인 부속품에 따른 설계공간과 경량화 측면에서 수송기기에 제한되며, 후자는 용접성, 가공성, 강도, 사용온도 등에 제한이 있어 한정적으로 이용된다[9-10]. 따라서 진동 감쇠능이 큰 재료를 소음원 및 진동원에 적용하여 부품에 사용된 소재 자체가 진동 에너지를 소산하는 근본적이고 적극적인 방법인 Material damping에 관심은 증가하고 있다.

금속재료의 경우 대체로 진동 감쇠능과 강도는 반비례하는 경향을 보이고 있으며, 그 중 마그네슘 및 마그네슘 합금의 경우 주파수에 비의존적이고, 변형진폭에 크게 의존하는 정적이력기구(Static hysteresis mechanism)에 따른 감쇠거동을 보인다[11]. 따라서 다양한 주파수 조건에서 효과적으로 진동 제어가 가능하다고 할 수 있으며, 이러한 진폭의존감쇠능에 영향을 미치는 요소는 전위밀도, 석출물, 용질원자량, 결정방위, 결정입도 등으로 알려져 있다. 수송기기 및 전자기기 등에 마그네슘 합금을 적용하기 위해서는 진동 감쇠능에 영향을 미치는 인자에 대한 체계적인 연구가 필요하며, 기계적 성질과 진동 감쇠능의 상관관계를 파악하기 위해 열처리 조건에 따른 데이터베이스 확립이 이루어져야한다.

따라서 본 연구에서는 이러한 측면을 고려하여 기계적 성질 중 비커스 경도와 진동 감쇠능에 대한 조건 확립을 위해 Pure Mg, Mg-3%Al-1%Zn, Mg-6%Al-1%Zn을 열간압연한 후, 다양한 열처리 조건에 따른 미세조직, 기계적 특성 및 진동 감쇠능 변화와 거동을 비교 분석하였다.

# 2. 이론적 배경

## 2.1 진동 감쇠 기구

금속재료의 진동 감쇠는 외부에서 주어진 진동 응력을 재료자체 내에서 내부마찰 시켜 진동을 약화시키는 성질로 정의된다. 이러한 내부마찰은 전위와 같은 결정결함들이 탄성구간에서 이동 및 저항을 하면서 발생하는 이력손실(hysteresis loss)에 기인한다.

진동 감쇠 기구는 에너지를 전환하는 방법에 따라 동적이력기구(Dynamic hysteresis damping)와 정적이력이구(Static hysteresis damping)로 구분할 수 있으며, 이력기구에 따른 진폭, 주파수, 온도 의존성을 Figure 1에 나타내었다[12]. 전자는 외부 응력에 의한 침입형 원자들의 재배열(Reconfiguration)과 규칙화(Ordering)에 의해 발생하는 것으로 원자의 확산속도와 밀접한 관련이 있다. 이 기구에 의한 진동 감쇠능은 변형진폭에 의존하지 않고 주파수와 온도에 의존한다. 후자는 탄성 변형 영역에서의 미소한 소성변형과 관련된 것으로 이 기구에서의 진동 감쇠능은 변형 진폭에 의존하고 주파수에 비의존하는 것으로 알려져 있다.

### 2.1.1 동적이력기구

동적이력은 응력에 의한 결함의 규칙화와 재배열에 의해 발생되며, 이에 따른 의탄성변형(anelastic strain)의 완화(relaxation) 과정을 Figure 2에 나타내었다[12]. 응력($\sigma_0$)이 작용함에 따라 순간적인 탄성변형이 발생하고, 시간의 흐름에 따라 용질원자의 확산제어(diffusion controlled) 재배열에 의해 의탄성 변형이 추가적으로 나타난다. 응력이 제거되면 즉각적인 탄성회복

이 일어나고, 추후에 내부회복력에 의한 의탄성변형이 시간적으로 일어난다. 이 경우 응력-변형거동은 Figure 3 (a)와 같이 탄성이력 현상을 나타내며, $\Delta W$ 만큼의 에너지가 소비된다. Figure 3 (b)는 이력손실에 의한 진동 감쇠능($\Delta W$)을 온도의 함수로 나타낸 것으로, 저온에서는 열 활성화된 의탄성변형이 최소가 되기 때문이며, 고온에서는 열 활성화된 의탄성변형은 높으나 응력과 동일한 위상을 같게 되어 진동 감쇠능이 낮아진다.

### 2.1.2 정적이력기구

정적이력은 탄성 변형 영역에서 결함이 이탈함 따라 발생한 미소한 소성변형과 관련되며, 이에 따른 의탄성변형을 Figure 4와 같이 나타내었다[12]. 외부 하중이 주어졌을 때 선형적인 탄성반응 후 임계 응력($\sigma_U$)에서 이탈에 의한 의탄성변형이 나타난다. 하중이 제거되는 동안 변형의 회복경로는 하중이 가해질 때와 다르기 때문에, 이로 인한 이력손실($\Delta W$)이 발생한다. 또한 정적이력기구와 결합된 감쇠기구에서는 0K 이상의 온도에 따라 전위가 열활성화되어 변형 진폭에 의존하고 주파수에 약하게 의존하는 감쇠능이 나타날 수 있다.

## 2.2. 제진합금의 분류

Table 1은 제진합금의 감쇠원(Damping source)에 따라 분류한 것으로 유형별 감쇠기구와 대표적인 합금을 나타내었다[13]. Figure 5는 Table 1에 언급된 상용 제진합금의 인장강도와 비감쇠능을 나타낸 것그래프이다[13].

### 2.2.1 복합형 제진합금

복합형 제진합금의 감쇠기구는 강도와 인성이 높은 기지에 연한 2상이 혼재한 경우에 발생하는 것으로, 진동이 제 2상과 기지와의 계면에서 소성유동(또는 점성유동)이 일어나서 진동에너지를 소모하게 된다. 이러한 복합형 제진합금의 감쇠능은 동일한 조성이라도 제 2상의 형상에 따라 달라지는 것으로 보고된다[13].

### 2.2.2 강자성형 제진합금

강자성형 제진합금의 감쇠기구는 외부의 응력에 따라 자구벽(Magnetic domain wall)의 가역적인 이동으로 자기-기계적 정적이력이 생기고, 이것이 진동에너지를 소모하게 된다. 이러한 강자성형 제진합금의 감쇠능은 외부자장과 결정입도에 크게 의존하며, 자구벽의 이동을 방해하는 침입형 불순물 원자와 전위가 많을수록 감쇠능이 낮아지는 것으로 보고된다[13].

### 2.2.3 전위형 제진합금

전위형 제진합금의 감쇠기구는 Granato-Lucke 이론으로 설명할 수 있으며, 고착된 전위의 응력-변형률거동은 Figure 6과 같이 나타난다[14]. 전위가 강한고착점(Hard pinning point, 석출물, 결정립계)과 약한고착점(Weak pinning point, 용질원자, 공공)에 각각 $L_d$의 길이 $L_N$의 길이로 고정되었을 때 응력이이 작용하면 전위는 A→C와 같이 활모양으로 휘어지게 된다. 약한고착점의 고착력은 강한고착점 보다 작기 때문에 임계응력에 도달하였을 때 C→F와 같이 약한고착점을 이탈하게 된다. 약한고착점을 완전히 이탈하게 됨으로서 큰 변형이 발생하게 되고, 정적이력 현상을 통해 진동에너

지를 소모하게 된다. 이러한 전위형 제진합금의 감쇠능은 강한고착점간거리와 약한고착점간거리에 의존하며, 고착점간 거리에 영향을 미치는 합금원소량, 결정입도, 석출물 등에 따라 감쇠능이 달리지는 것으로 보고되고 있다[13].

### 2.2.4 쌍정형 제진합금

쌍정형 제진합금의 감쇠기구는 마르텐사이트 변태에 따른 미세 변태 쌍정에 의한 감쇠이며, 기계적 쌍정이나 어닐링 쌍정은 해당하지 않는다. 모상 격자가 격자변형 하여 형상 변화가 생겼을 때, 이 형상변화에 의한 응력을 완화하기 위하여 슬립변형 또는 쌍정변형을 하게 된다. 이러한 과정으로 마르텐사이트가 발생되며, 그 중 모상보다 경도가 높은 열탄성 마르텐사이트의 경우 미세한 변태쌍정으로 구성되어 있어 외부의 응력에 민감하게 이동하여 진동에너지를 소모한다[13].

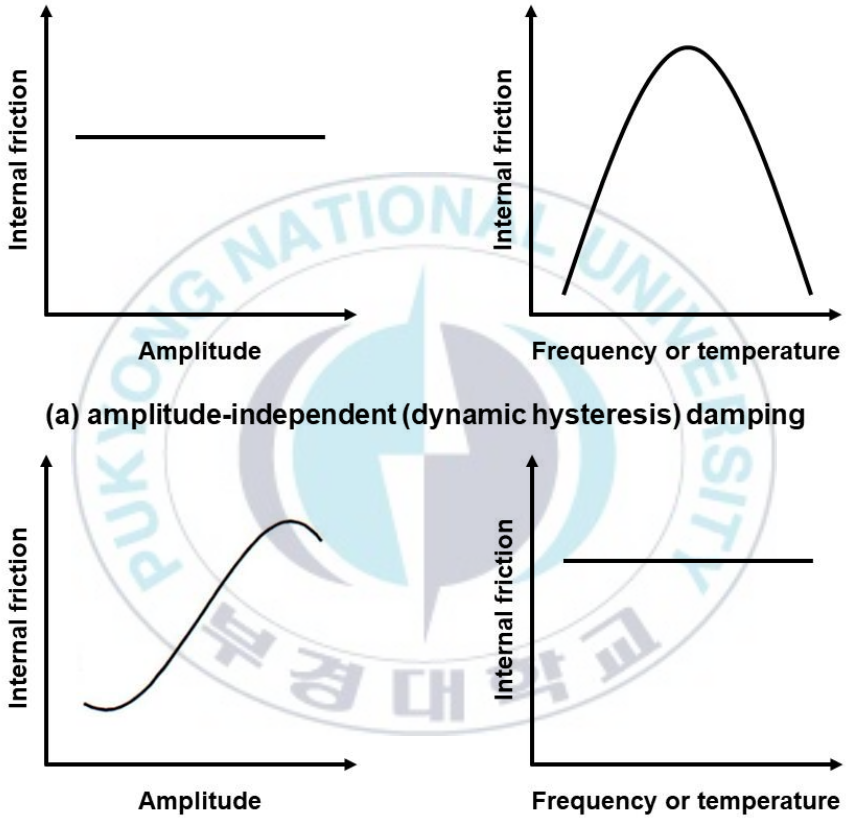


Figure 1. Schematic diagram of internal friction as a function of strain amplitude and temperature for
(a) amplitude-independent(dynamic hysteresis) and
(b) amplitude-dependent(static hysteresis) damping[12)]

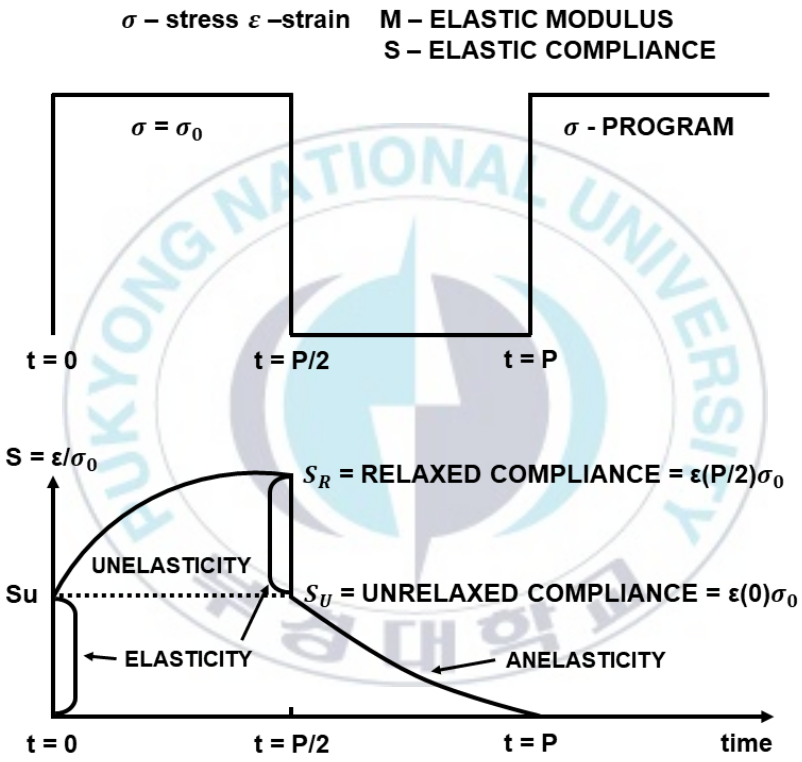


Figure 2. Schematic diagram of the anelastic response (lower curve) to a stress cycle(upper curve)[12)]

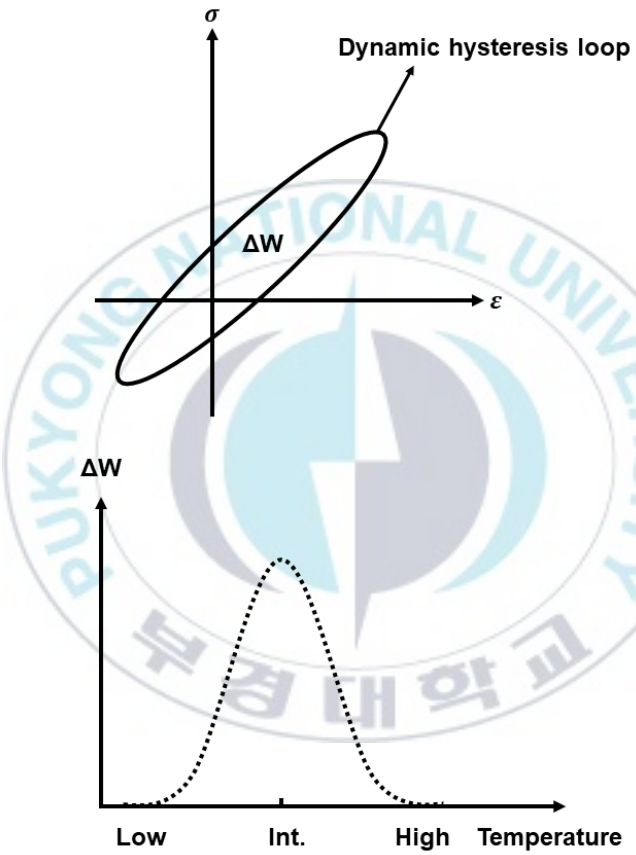


Figure 3. Dynamic hysteresis behavior (a) hysteresis loop in the stress-strain plane and (b) the resultant internal friction peak as a function of temperature[12)]

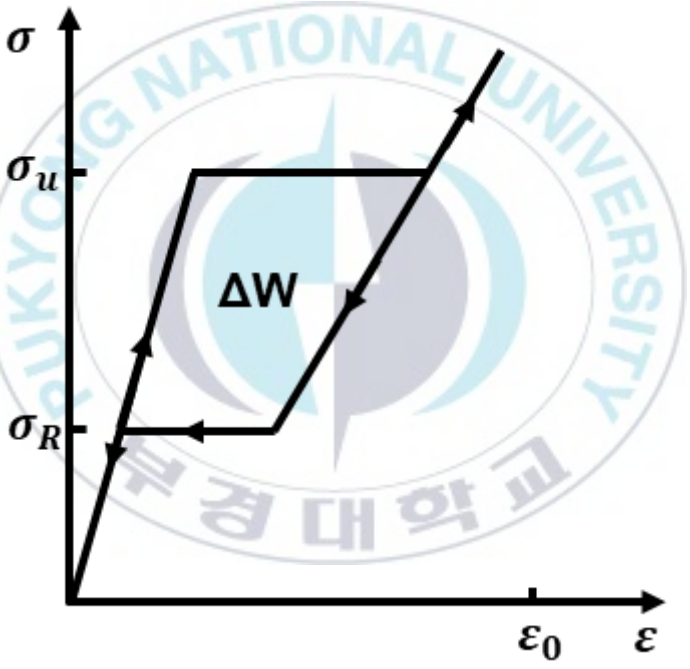


Figure 4. Static hysteresis behavior, The type of hysteresis loop obtain during defect unpinning[12)]

Table 2. Classification of high damping alloys[13)]

| Type | Damping mechanism | Alloy system | Example |
|---|---|---|---|
| Natural Composite | Viscous flow (or plastic flow) across phase boundaries between matrix and the second phase | Fe-C-Si<br>Al-Zn | - Gray cast iron<br>- Rolled nodular cast iron |
| Ferromagnetic | Magneto-mechanical static hysteresis due to irreversible movement domain-walls | Fe and Ni<br>Fe-Cr<br>Fe-Cr-Al<br>Fe or Ni base | - T.D. Nickel<br>- 12Cr-steel<br>- Silentalloy<br>- Gentalloy |
| Dislocation | Static hysteresis due to the movement of dislocation loops breaking away from pinning points by impurity atoms | Mg<br>Mg-0.6Zr<br>Mg-Mg2Ni | - KIXI alloy |
| Twin boundary (or phase boundary) | Movement of internal twin boundaries in thermoselastic martensite or movement of the interface between the martensite and the high temperature phase | Mn-Cu<br>Mn-Cu-Al<br>Cu-Al-Ni<br>Cu-Al-Zn<br>TiNi | - Sonoston<br>- Incramute |

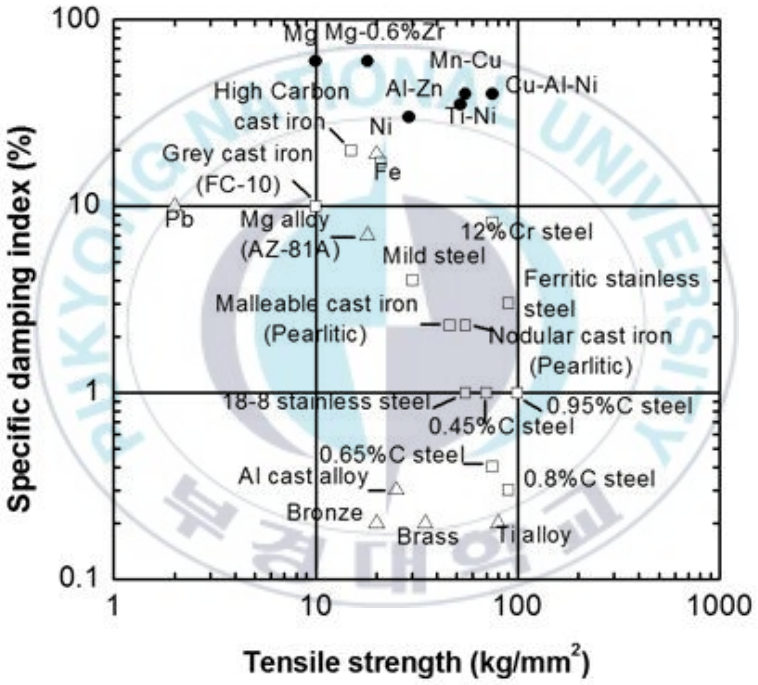


Figure 5. Tensile properties and specific damping capacities of various alloys[13)]

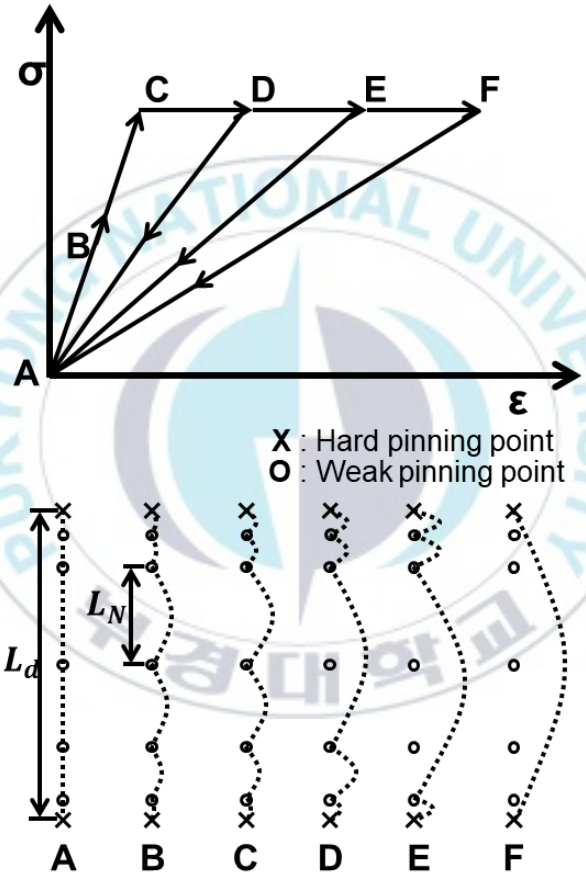


Figure 6. Granato-Lucke model of dislocation damping mechanism[14)]

## 2.3 마그네슘의 슬립계와 쌍정

마그네슘은 a = 0.3203 nm 및 c = 0.52 nm의 격자 상수를 갖는 조밀육방구조(Hexagonal close packed, HCP)를 가지며, 이때 축비는 (c/a)는 1.623으로 이상축비인 1.633과 가깝다. 축비가 이상축비와 같거나 큰 경우에는 <a> 슬립이 활성화되기 쉽고, 그보다 작은 경우에는 <a+c> 슬립이 활성화되기 쉽다.

HCP 금속에서 결정학적으로 중요한 면과 방향은 Figure 7, Table 2에 나타내었다[15]. 마그네슘의 슬립계는 최대 조밀면의 보유에 따라 저면 슬립계(basal slip system)와 비저면 슬립계(non-basal slip system)로 구분되며, 상온에서 소성변형은 {0001} <11$\bar{2}$0>의 성분을 갖는 저면 슬립이 발동된다.

마그네슘의 쌍정은 외부 하중의 방향에 따라 인장쌍정(Tensile twin)과 압축쌍정(Compression twin)으로 구분된다. 인장쌍정은 c 축에 평행하게 인장응력이 가해지거나, c 축에 수직하게 압축응력이 가해지는 경우 일어나며, 압축쌍정은 인장쌍정의 반대방향으로 응력이 작용할 경우 일어난다[16-17]. 상온에서 쌍정은 {10$\bar{1}$2} <10$\bar{1}\bar{1}$>의 성분을 갖는 인장쌍정이 발동되며, 이는 인장쌍정이 활성화되는 전단응력이 압축쌍정의 경우보다 낮기 때문이다[18].

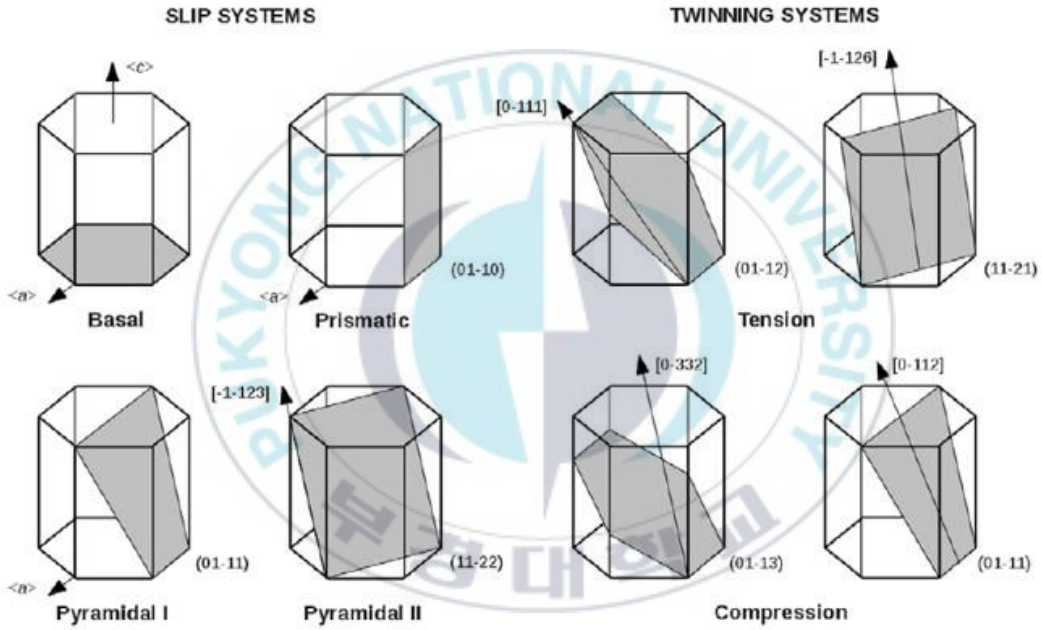


Figure 7. Slip and twin system in HCP metals and alloys[15)]

Table 2. The slip systems in close packed hexagonal metals

| Slip direction | Slip plane | | Slip systems |
|---|---|---|---|
| $<11\bar{2}0>$ | Basal | {0001} | 3 |
| $<11\bar{2}0>$ | Prismatic | $\{10\bar{1}0\}$ | 3 |
| $<11\bar{2}0>$ | Pyramidal | $\{10\bar{1}1\}$ | 6 |
| <1123> | Pyramidal | $\{11\bar{2}2\}$ | 6 |
| <0001> | Prismatic | $\{10\bar{1}0\}$ | 3 |
| <0001> | Prismatic | $\{11\bar{2}0\}$ | 3 |
| **Twin direction** | **Twin plane** | | **Twin systems** |
| $<10\bar{1}\bar{1}>$ | Tensile twin | $\{10\bar{1}2\}$ | 6 |
| $<\bar{1}\bar{1}26>$ | Tensile twin | $\{11\bar{2}1\}$ | 6 |
| $<10\bar{1}\bar{2}>$ | Compression twin | $\{10\bar{1}1\}$ | 6 |
| $<11\bar{2}\bar{3}>$ | Compression twin | $\{11\bar{2}2\}$ | 6 |

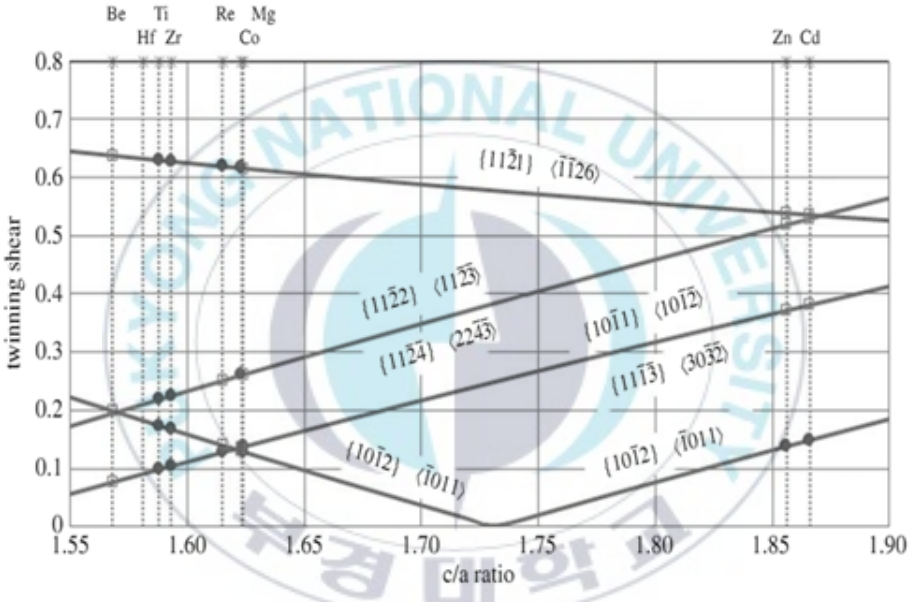


Figure 8. Twinning shear as a function of c/a ratio in HCP crystals[15)]

# 3. 실험방법

## 3.1 시료

본 연구는 열간압연 이후 열처리 조건에 따른 미세조직과 진동 감쇠능 변화를 용질함량이 다른 마그네슘 합금에서 실험하였으며, 조사한 Pure Mg, AZ31, AZ61의 화학 조성은 Table 3에 나타내었다.

Table 3. Chemical composition of the alloys (wt. %)

| Alloy code | Al | Zn | Mn | Mg |
|---|---|---|---|---|
| Pure Mg | 0.02 | 0.07 | 0.04 | Bal. |
| AZ31 | 3.12 | 0.75 | 0.28 | Bal. |
| AZ61 | 6.04 | 0.82 | 0.30 | Bal. |

PUKYONG NATIONAL UNIVERSITY 부경대학교

### 3.2 열간압연 및 시험편 제작

Pure Mg, AZ31, AZ61 마그네슘 합금을 길이 60 mm, 폭 60 mm, 높이 40 mm로 기계 가공한 후 400 ℃의 온도에서 압연량 30%로 열간압연을 실시하였다.

진동 감쇠능 측정을 위한 시험편은 Figure 9와 같이 압연재의 RD-TD 면과 평행하게 길이 120 mm, 폭 20 mm, 높이 2 mm의 판형 시험편으로 가공하였다. 시험편 가공 시 제작 정밀도가 높고, 열에 의한 영향이 적은 방전가공을 실시하여 시험편에 가해지는 외부 변수를 최소화하였다.

제작된 시험편은 열처리에 따른 미세조직과 진동 감쇠능의 변화를 파악하기 위하여 전기로에서 350 ℃, 400 ℃, 450 ℃의 온도조건과 30 분, 60 분, 120 분, 180 분의 시간조건에서 열처리를 실시하였고, 열처리 이후 미세조직 변화를 막기 위해 유냉을 실시하였다.

PUKYONG NATIONAL UNIVERSITY 부경대학교

### 3.3 미세조직 측정

열처리를 실시한 시험편의 높이 중앙부인(mid plane, ND plane)를 측정면으로 하였으며, #1000, #2000, #4000 연마지(abrasive paper)를 사용하여 연마한 후 Struers사의 OP-Chemical polishing cloth과 0.04μm $SiO_2$ 입자를 사용하여 기계 연마를 실시하였다. 증류수 5ml, 에틸알코올(순도 99.99%) 40ml, 피크린산 2.1g, 아세트산 5ml 혼합용액을 사용하여 화학적 부식을 행한 후, 광학현미경을 사용하여 미세조직을 관찰했다.

PUKYONG NATIONAL UNIVERSITY
부경대학교

### 3.4 경도 측정

본 연구에서는 경도변화를 파악하기 위하여 비커스 경도계를 사용하였으며, 20회를 측정한 뒤, 최솟값과 최댓값을 뺀 평균값을 사용하였다.

비커스 경도는 다이아몬드 각추(Θ=136°)를 상온에서 0.3N으로 10초의 dwell time 동안 하중을 가하고, 이때 생성된 사각형 압흔의 면적비를 통하여 비커스 경도를 구한다. 이후 평균 비커스 경도값을 사용하여 열처리에 따른 재결정 정도를 나타내는 연화 분율(Fractional softening) 값을 아래와 같은 식을 통하여 계산하였다.

$$X_H = \frac{H_0 - H_i}{H_0 - H_r} \qquad (Eq.1)$$

여기서 $X_H$는 연화 분율, $H_0$는 열처리 이전 경도, $H_i$는 열처리 이후 경도, $H_r$은 완전 재결정이 일어난 이후 경도를 각각 나타낸다.

### 3.5 진동 감쇠능 측정

진동 감쇠능의 측정은 횡형 진동법을 이용하는 내부마찰 측정장치 ITF-1500(진공이화학)을 사용하여 대수감쇠율을 측정하였으며, 측정기기는 Figure 10과 같다.

이 실험방법은 시험편의 한 쪽 끝을 외팔보 형태로 평행하게 고정시킨 다음, 진동을 검출하는 Detection Sensor를 시험편 고정부 근처에 고정하고, 진동을 가하는 Impact hammer를 Detection Sensor 반대쪽에 평행하게 위치시킨다. 그 후 시험편을 Impact hammer로 진동시킨 후 자유 감쇠시켜 최종 감쇠까지의 변화를 Oscilloscope를 통해 시간과 진폭에 따른 전기적 신호로 변환하고, 이때의 진동 파형(wave form)을 컴퓨터에 기록한다. 각각의 진동 파형의 파수를 측정하여 아래와 같은 대수감쇠율을 구할 수 있다.

$$\delta = \frac{1}{n} ln\left(\frac{A_0}{A_n}\right) \qquad (Eq.2)$$

여기서, δ는 대수감쇠율, n은 파수, $A_0$는 초기 파장의 진폭, $A_n$은 n번째 파장의 진폭이다. 진동 감쇠능을 나타내는 방법에는 대수감쇠율 이외에도 내부마찰계수(coefficient of internal friction), 비감쇠능(SDC, Specific damping capacity) 등이 있으며, 아래와 같은 관계식을 통해 환산이 가능하다. 본 논문에서는 내부마찰계수를 사용하여 진동 감쇠능을 비교하였다.

$$Q^{-1} = \frac{\delta}{\pi} = -\frac{1}{2\pi} \cdot \ln(1 - SDC) \qquad (Eq.3)$$

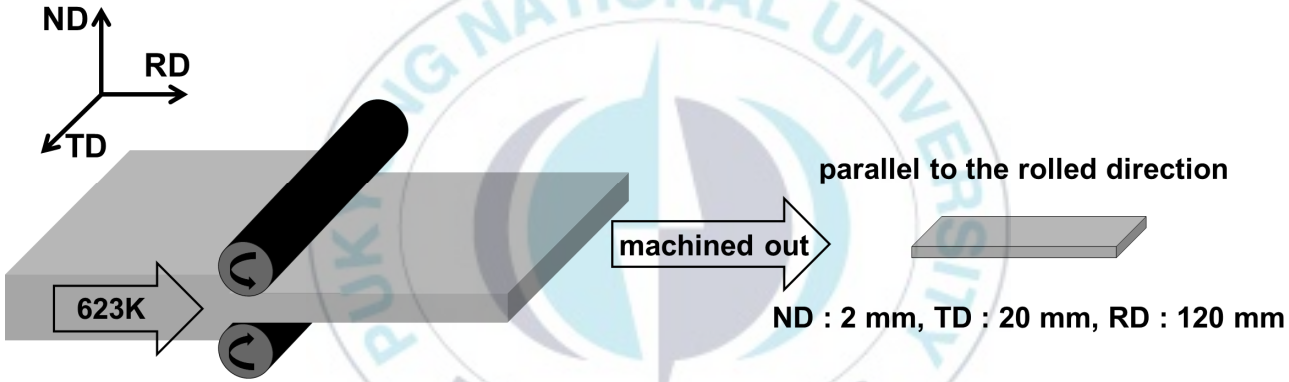


Figure 9. Schematic diagram of hot-rolling process and fabrication of damping capacity specimens

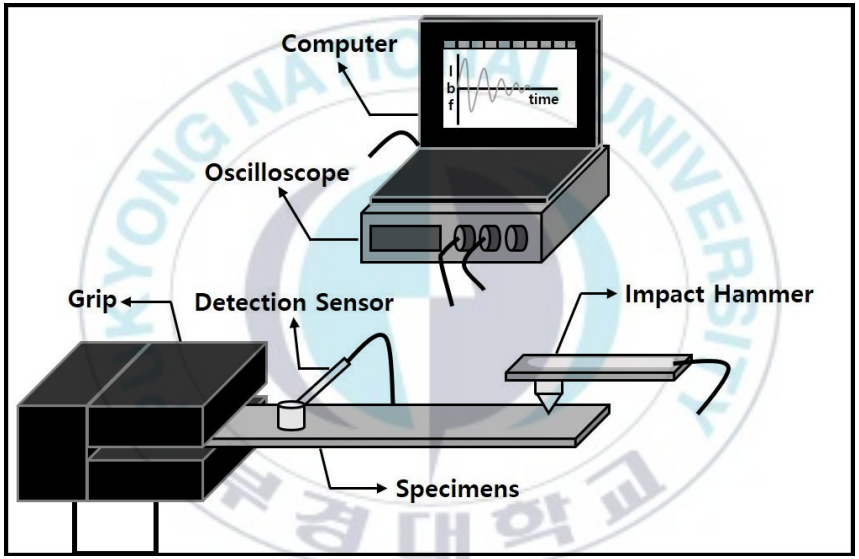


Figure 10. Schematic diagram of internal friction measurement machine

# 4. 실험 결과 및 고찰

## 4.1 미세조직 관찰

### 4.1.1 열처리 전 미세조직 관찰

Figure 11은 열간압연을 실시한 시험편의 미세조직을 광학현미경으로 관찰한 결과이다. Figure 11 (a), (b), (c)에서와 같이 압연량 30%로 열간압연을 실시하였을 때, Kwak[19]의 연구처럼 쌍정조직이 전체적으로 발달되어 있는 것을 확인 할 수 있다. 이러한 쌍정조직은 동일한 압연량에서 Pure Mg에 비해 AZ31과 AZ61에서 더욱 발달된 것을 확인 할 수 있었다.

PUKYONG NATIONAL UNIVERSITY 부경대학교

### 4.1.2 열처리 이후 미세조직 관찰

Figure 12-17은 Pure Mg, AZ31, AZ61을 압연량 30%로 압연한 후 623K, 723K에서 등온 열처리 (Isothermal heat treatment)을 실시한 미세조직 변화이다. Figure 11 (a)에서 확인된 Pure Mg의 쌍정조직은 623K와 723K에서 30분간 열처리를 실시하였을 때 관찰되지 않았으며, 미세한 등축정과 조대한 등축정이 전체적으로 균일하게 형성된 것을 확인 할 수 있다. 이러한 등축정 재결정립들은 Figure 12, 13에서 볼 수 있는 것과 같이 열처리 시간을 60분에서 180분까지 증가 시켰을 때 점차적으로 조대해지는 것을 관찰 할 수 있다.

Figure 11 (b)에서 확인된 AZ31의 쌍정조직은 623K, 723K에서 30분간 열처리를 실시하였을 때 관찰되지 않았으며, 623K의 30분 열처리 조건에서 잔류한 모상조직을 관찰할 수 있다. 그리고 Pure Mg을 30분간 열처리 하였을 경우에 비해 AZ31을 30분간 열처리해서 형성된 등축정이 미세한 것을 확인 할 수 있고, 이러한 등축정은 10 $\mu$m 정도의 크기를 가지는 미세 등축정과 그 이상의 크기를 가지는 조대한 등축정이 전체적으로 균일하게 형성된 것을 관찰 할 수 있다. 다음과 같은 등축정 재결정립들은 Figure 14, 15과 같이 열처리 시간이 증가함에 따라 점차적으로 조대해지는 것을 관찰 할 수 있으며, 이러한 과정 중에서 잔류한 모상조직이 사라지는 것은 확인 할 수 있다.

Figure 11 (c)에서 확인된 AZ61의 쌍정조직은 623K, 723K 열처리를 실시하였을 때 관찰되지 않았으며, AZ31 30분간 열처리 조건과 같이 10 $\mu$m 정도의 크기를 가지는 미세 등축정과 그 이상의 크기를 가지는 조대한 등축정이 전체적으로 균일하게 형성된 것을 확인 할 수 있다. 이러한 등축정 재결정립들은 Figure 16, 17과 같이 열처리 시간이 증가함에 따라 전체적

으로 조대해지는 것을 관찰할 수 있다.

Figure 18, 19은 Pure Mg, AZ31, AZ61을 열간압연한 뒤, 623K, 673K, 723K에서 열처리를 실시하였을 때 평균결정입도이다. 열처리 시간과 온도가 증가함에 따라 평균결정입도가 증가하는 것을 확인할 수 있다. 일반적으로 정적재결정은 열처리 시간과 온도에 따라 결정입도가 변화되는데, 이를 크게 세 가지로 구분할 수 있다. ① 결정입도의 변화가 거의 없는 잠복기, ② 급격한 결정입도 상승이 일어나는 결정립 성장구간, ③ 결정립이 완만하게 증가하는 결정립 성장구간이다[21]. 이 세 단계 중에서 정적재결정이 완료되는 단계는 두 번째 단계이며, Pure Mg, AZ31, AZ61 시험편에서 열간 압연 후 열처리에 따른 급격한 미세조직 변화와 점차적인 결정입도 증가를 통해 열처리에 따른 정적재결정이 완료되었음을 예상할 수 있다[22].

AZ31과 AZ61은 623K에서 30-180분 동안 열처리를 실시하였을 때 비슷한 평균결정입도인 것을 Figure 19를 통해 확인 할 수 있다. 반면에 723K에서 열처리를 실시하였을 때, AZ61의 평균결정입도 증가가 AZ31보다 높은 것을 확인 할 수 있다. 이러한 원인으로는 Figure 20의 Mg-Al-Zn 삼원계 상태도에서와 같이 용질 알루미늄 함량이 증가함에 따라 Mg-Al계 합금의 융점이 감소하여, 고용질 조건인 AZ61이 동일한 온도 조건에서 열처리에 대한 영향을 많이 받는 것으로 예상할 수 있다.

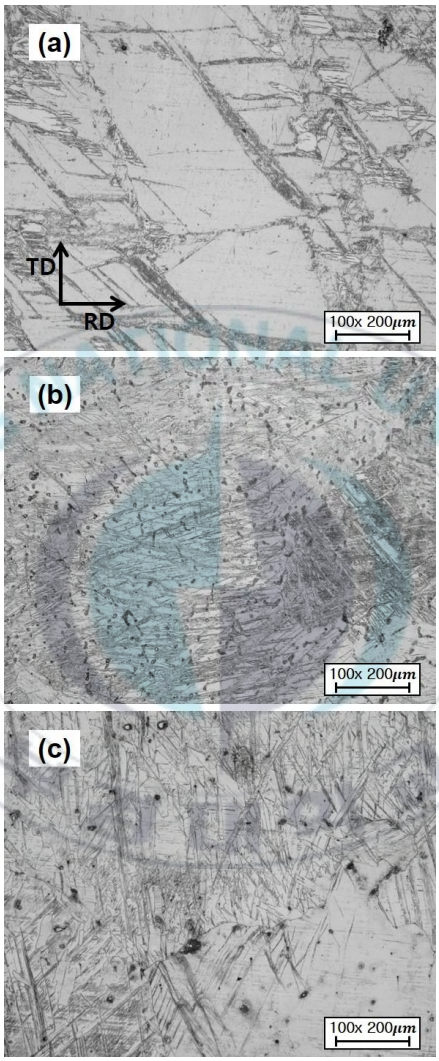


Figure 11. Microstructure after hot rolling at 623K (a) Pure Mg, (b) AZ31, (c) AZ61

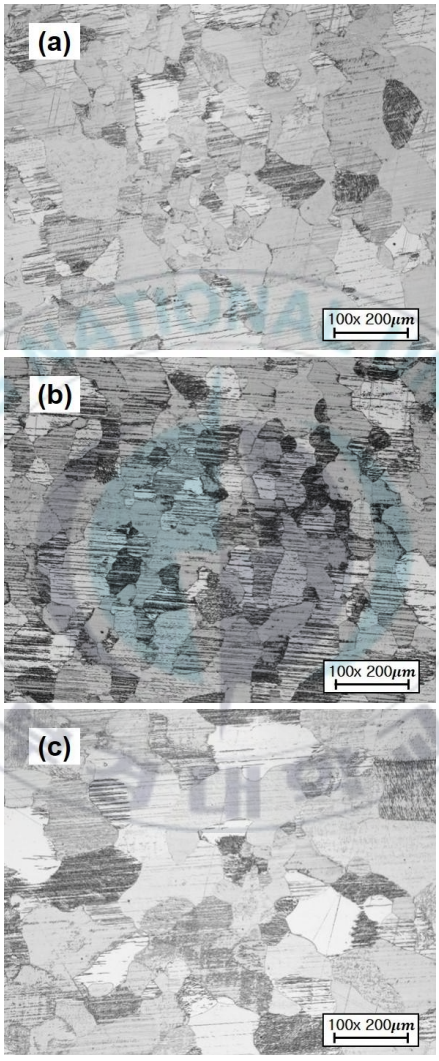


Figure 12. Microstructure of Pure Mg after heat treatment at 623 K (a) 30 min, (b) 60 min, (c) 180 min

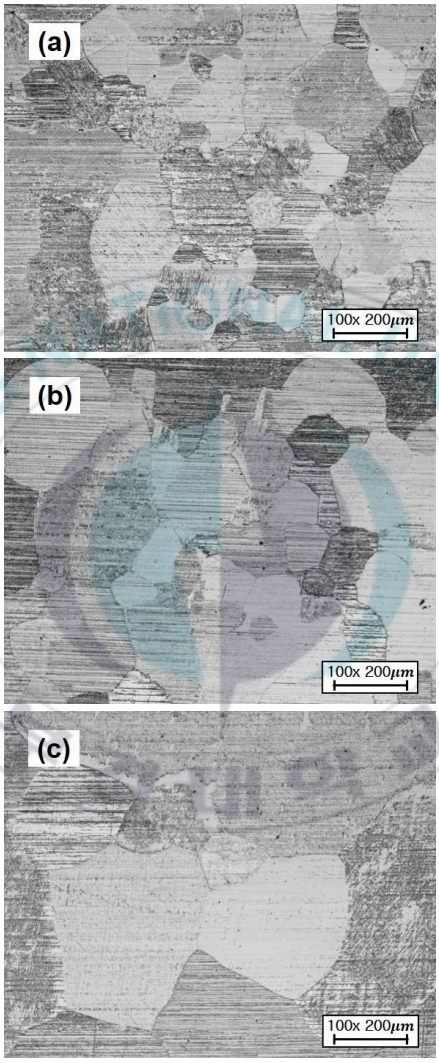


Figure 13. Microstructure of Pure Mg after heat treatment at 723 K (a) 30 min, (b) 60 min, (c) 180 min

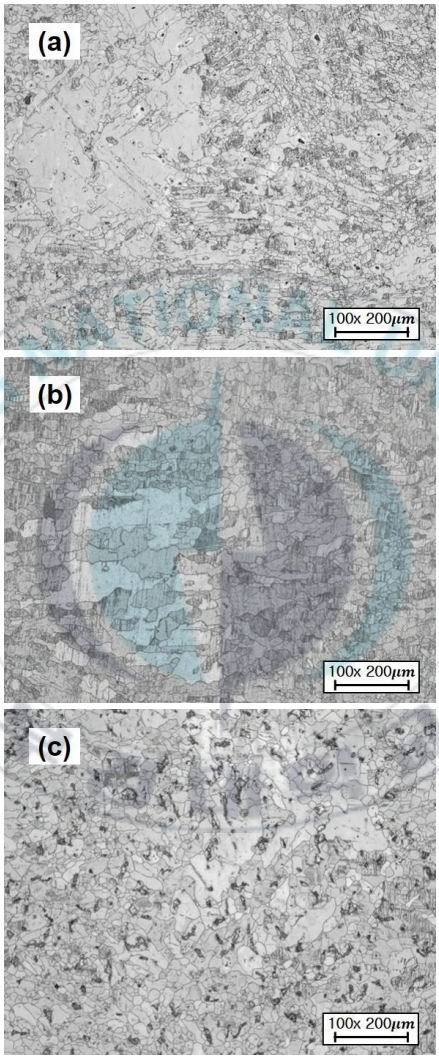


Figure 14. Microstructure of AZ31 after heat treatment at 623 K (a) 30 min, (b) 60 min, (c) 180 min

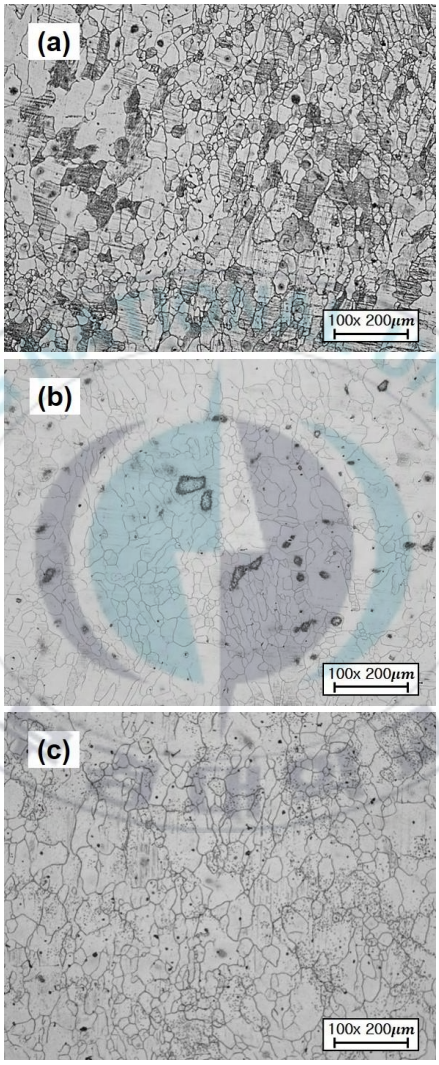


Figure 15. Microstructure of AZ31 after heat treatment at 723 K (a) 30 min, (b) 60 min, (c) 180 min

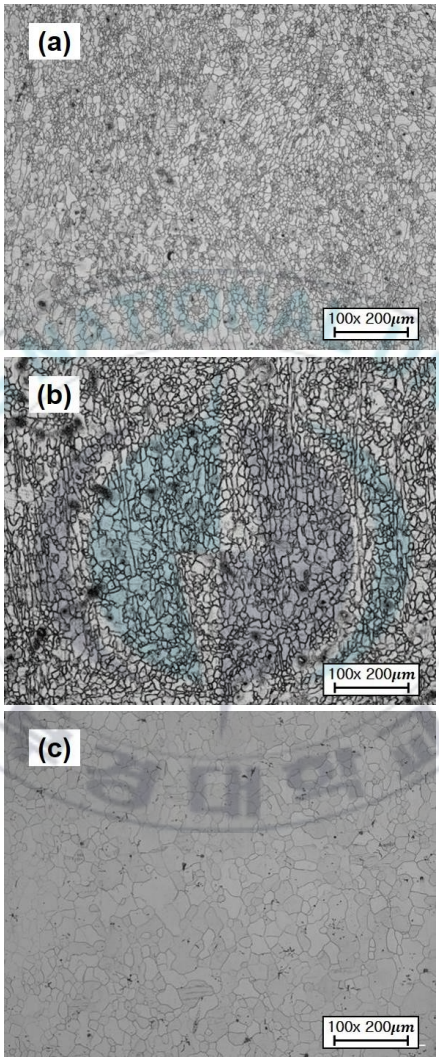


Figure 16. Microstructure of AZ61 after heat treatment at 623 K (a) 30 min, (b) 60 min, (c) 180 min

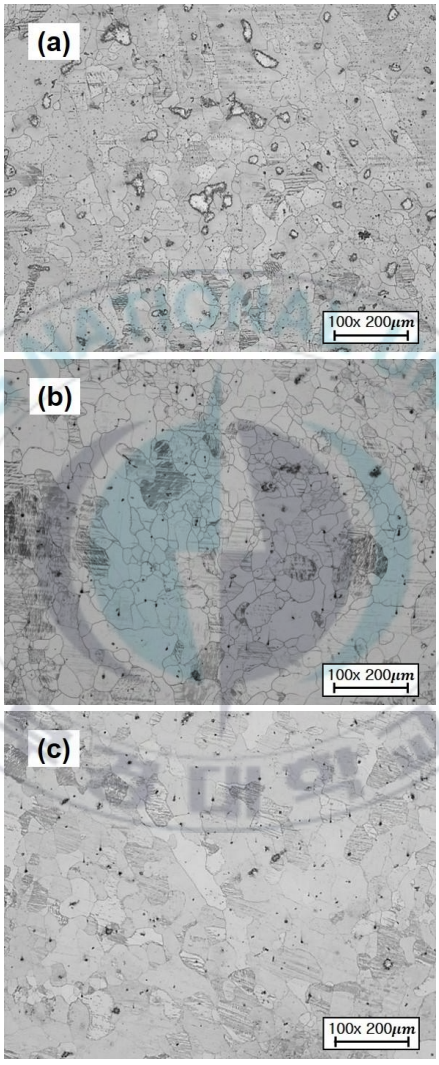


Figure 17. Microstructure of AZ61 after heat treatment at 723 K (a) 30 min, (b) 60 min, (c) 180 min

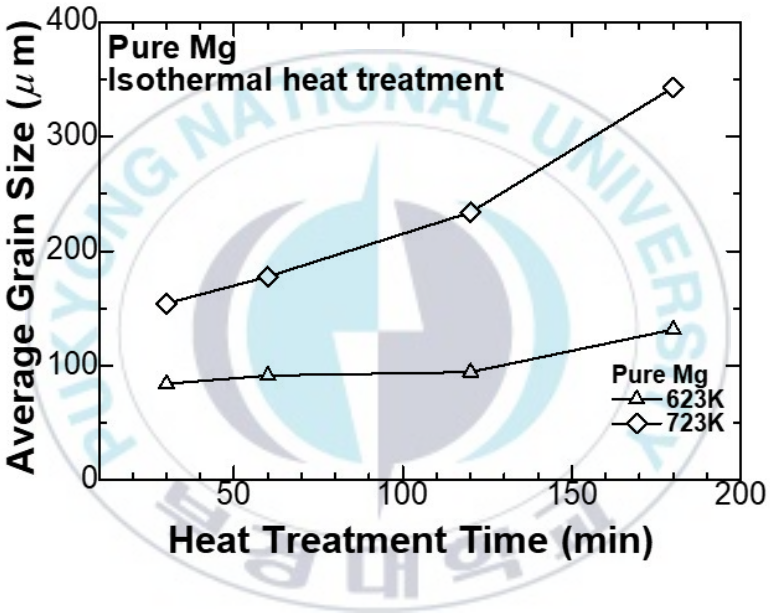


Figure 18. Grain size after heat treatment in Pure Mg

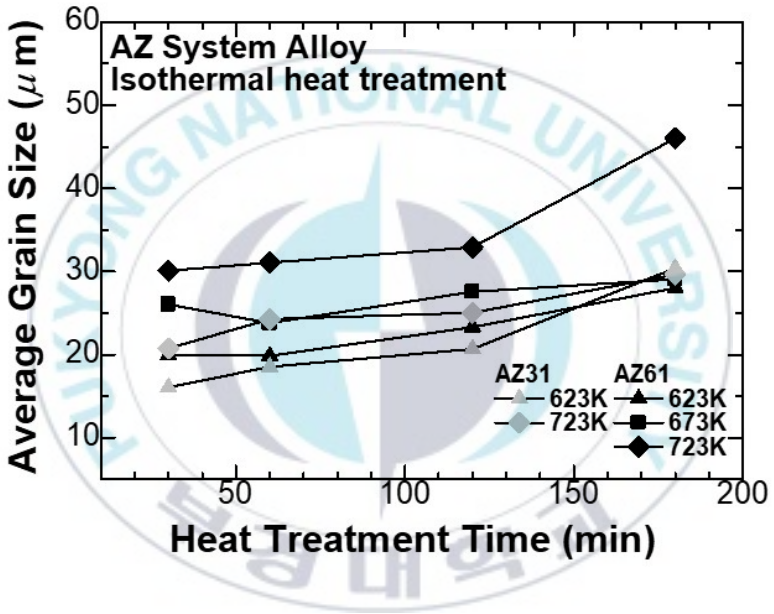


Figure 19. Grain size after heat treatment in AZ31 and AZ61

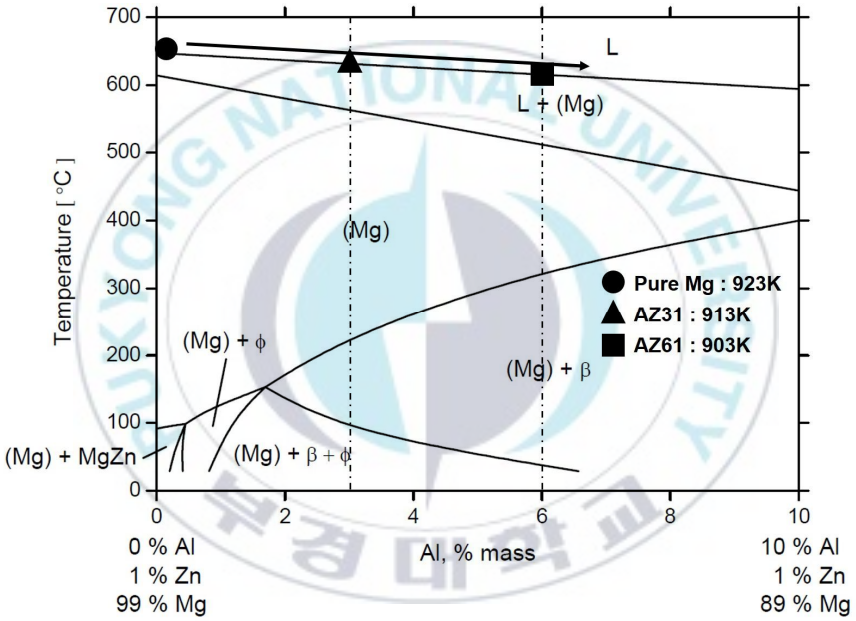


Figure 20. Phase diagram of Mg-Al-Zn system at 1% mass Zn[20)]

## 4.2 경도 측정

Pure Mg, AZ31, AZ61의 열처리 시간과 온도에 따른 경도변화는 Figure 21이다. 가공으로 발생한 가공경화는 60분간 열처리 시 감소하는 것을 확인 할 수 있으며, 60분 이후에는 열처리 시간이 증가함에 따라 경도값이 큰 변화가 없는 것을 확인 할 수 있다. 동일한 온도 조건에서 Pure Mg의 경우 AZ31, AZ61 합금에 비해 낮은 경도값을 가지며, AZ31 합금이 동일한 열처리 조건에서 AZ61보다 높은 경도값을 가지는 것을 확인 할 수 있다.

일반적으로 AZ61 합금은 AZ31 합금보다 고용질 조건으로 높은 경도값을 가진다. 하지만 본 실험에서는 동일한 열처리 조건에서 AZ61의 평균결정입도와 경도는 AZ31과 비교했을 때 비슷하거나 낮은 값을 나타내었다. 이러한 원인은 강도와 결정입도가 반비례하는 Hall-Petch 관계에 따라 조대한 결정립을 가지는 AZ61이 AZ31의 경도보다 낮은 것으로 예상할 수 있다.

Figure 22는 시험편의 경도 변화를 기반으로 연화분율(Fractional softening)을 측정한 것으로, Pure Mg, AZ31, AZ61 시험편에서 30분간 열처리시 급격한 연화거동을 보이는 것을 관찰 할 수 있고, 60분간 열처리시 약 80% 이상의 연화거동을 보이는 것을 확인 할 수 있다. 또한 열처리 온도가 높을수록 더 빠른 연화거동을 가지는 것을 확인 할 수 있으며, 이러한 거동은 앞서 설명한 4.1과 같이 열처리에 따른 정적재결정의 발생과 성장에 따른 연화로 예상된다.

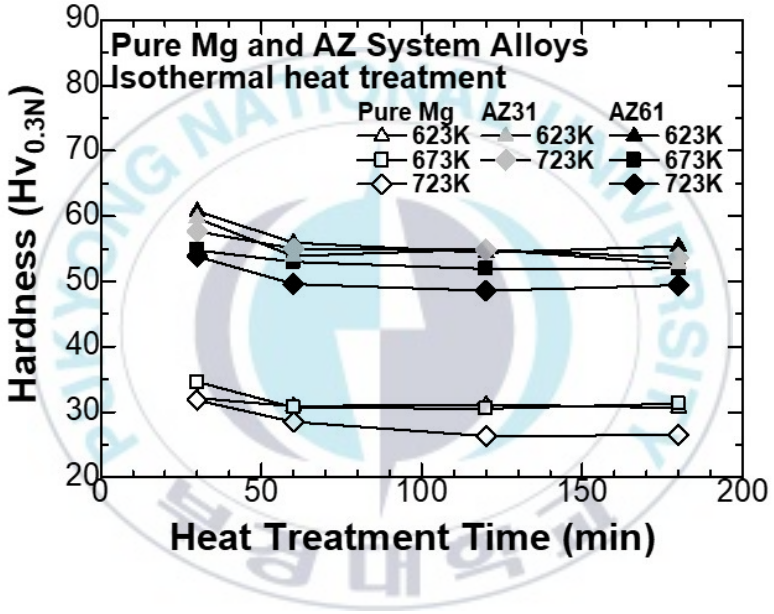


Figure 21. Vicker's Hardness after heat treatment in Pure Mg, AZ31 and AZ61

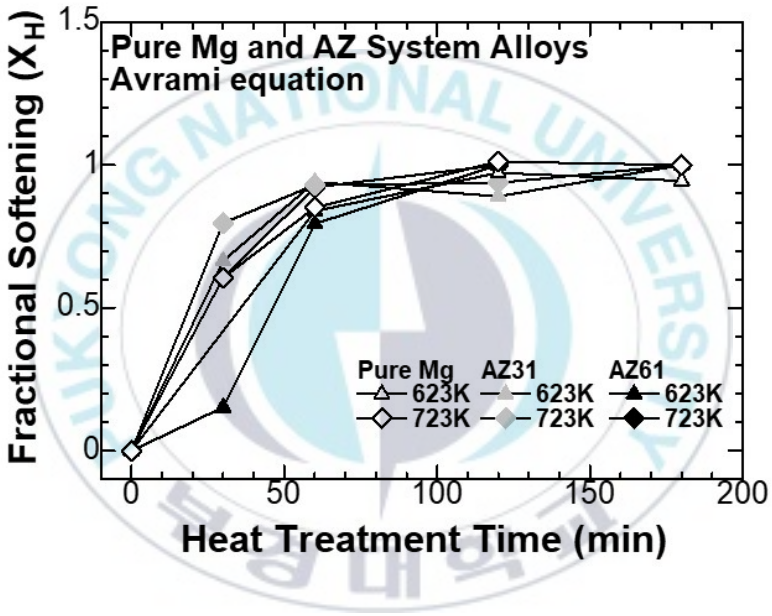


Figure 22. Fractional softening after heat treatment in Pure Mg, AZ31 and AZ61

### 4.3 진동 감쇠능 거동

Pure Mg, AZ31, AZ61을 열간압연한 뒤, 623K, 673K, 723K에서 열처리를 실시하였을 때의 진동 감쇠능 변화는 내부마찰계수($Q^{-1}$)를 사용하였으며, 그 결과는 Figure 23이다. Pure Mg, AZ31, AZ61의 내부마찰계수는 열처리 시간과 온도가 증가함에 따라 점차적으로 증가하는 것을 확인 할 수 있으며, 673K 이후로는 Pure Mg, AZ61, AZ31 순으로 내부마찰계수가 높은 것을 확인 할 수 있다.

앞선 4.1.2에서 확인한 평균결정입도와 내부마찰계수를 비교하였을 때, 열처리 시간과 온도가 증가함에 따라 평균결정입도와 내부마찰계수는 증가하는 것을 확인 할 수 있다. 동일한 열처리 조건에서 평균결정입도는 Pure Mg가 가장 조대하였고, AZ31과 AZ61은 623K에서 30-180분 열처리시 유사한 평균결정입도를 보였으나 열처리 온도가 723K로 증가시켰을 때 AZ61의 결정입도가 AZ31보다 조대해지는 것을 확인 할 수 있었다. 내부마찰계수의 경우 동일한 열처리 조건에서 Pure Mg가 가장 높았으며, AZ31과 AZ61은 623K에서 723K까지 열처리를 실시하였을 때 AZ31보다 AZ61의 내부마찰계수의 증가가 높은 것을 확인 할 수 있다. 이러한 결과를 통해 열처리에 따른 평균결정입도의 변화는 내부마찰계수에 직접적인 영향을 미친다고 예상할 수 있다.

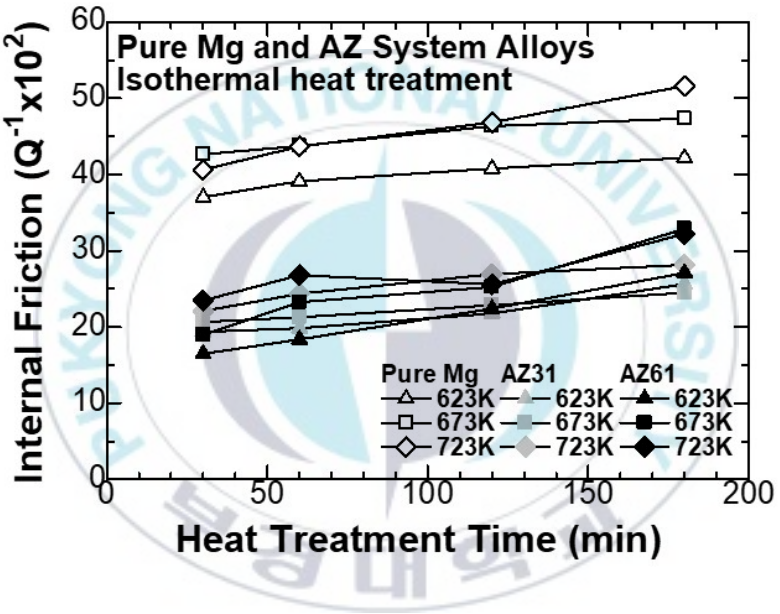


Figure 23. Internal friction after heat treatment in Pure Mg, AZ31 and AZ61

### 4.4 진동 감쇠능에 영향을 미치는 인자

#### 4.4.1 전위형 진동 감쇠기구

앞선 결과들로부터 열처리에 의한 정적재결정이 진동 감쇠능에 영향을 미치는 것을 확인 할 수 있었으며, 마그네슘 및 마그네슘 합금의 주된 감쇠기구인 전위형 감쇠기구를 통해 추가적인 분석을 하였다.

전위형 감쇠기구는 앞선 이론적 배경 2.2.3과 같이 Granato-Lücke 식과 전위 끈 모델(Dislocation string model)로 설명할 수 있다.[23] (Eq. 4)부터 (Eq. 8)은 Granato-Lücke 전위 끈 모델을 나타낸 식으로, 전체 내부마찰계수($Q^{-1}$)는 (Eq. 5)의 진폭 비의존 내부마찰($Q_0^{-1}$)과 진폭 의존 내부마찰($Q_H^{-1}$)의 합으로 설명된다. 이 식에서 진폭 비의존 내부마찰은 이탈응력(breakaway stress) 이하의 외력이 작용할 때 발생하는 것으로 전체 내부마찰에서 작은 값을 나타낸다. 진폭 의존 내부마찰은 이탈응력 이상의 외력이 작용할 때 발생하는 것으로 진폭 비의존 내부마찰보다 큰 값을 가져 전체 내부마찰은 진폭 의존 내부마찰($Q_H^{-1}$)에 크게 영향을 받는다.

$$Q^{-1} = Q_0^{-1} + Q_H^{-1} \qquad (Eq.4)$$

$$Q_0^{-1} \approx \rho L_N^4 \qquad (Eq.5)$$

$$Q_H^{-1} = \frac{C_1}{\varepsilon} exp\left(-\frac{C_2}{\varepsilon}\right) \qquad (Eq.6)$$

$$\mathrm{Ln}\, Q_H^{-1} \cdot \quad \epsilon = \mathrm{Ln}\, C_1 - \frac{C_2}{\epsilon} \qquad (Eq.7)$$

$$C_1 = \frac{2Ga\rho F_B L_d^3 \Omega}{\pi^3 RE L_N^2 c},\ C_2 = \frac{\pi F_B}{4aL_N RE} \qquad (Eq.8)$$

$Q_0^{-1}$와 $Q_H^{-1}$는 (Eq. 5, 6)과 같이 나타낼 수 있으며, 각각의 인자는 다음과 같다. $\varepsilon$은 변형진폭(strain amplitude), $G$는 전단계수(shear modulus), $a$는 원자반경(atomic radius), $\rho$는 전위 밀도(dislocation density), $F_B$는 전위와 약한고착점간의 결합력(binding force between the dislocation impurity atoms), $L_d$는 전위의 강한고착점간거리(average dislocation distance between strong pinning points), $\Omega$은 방위인자(orientation factor), $R$은 분해전단응력인자(resolved shear stress factor), $E$는 영률(Young's modulus), $L_N$은 전위의 약한고착점간거리(average dislocation distance between weak pinning points), $c$는 전위선의 장력(line tension of dislocation)을 의미한다.

(Eq. 7)을 통해, $C_1$ 값이 커지고, $C_2$ 값이 작아질수록 진폭 의존 내부마찰의 값이 커지게 되는 것을 확인 할 수 있으며, (Eq. 8)에서 나타낸 $C_1$, $C_2$ 값을 결정하는 인자들 중에서 방위인자($\Omega$), 분해전단응력인자($R$), 약한고착점간거리($L_N$), 강한고착점간거리($L_d$)는 내부마찰에 주요한 영향으로 작용한다. 마그네슘 및 마그네슘 합금에서 정적재결정에 의해 집합조직의 변화가 크게 발생하지 않는 것으로 알려져 있음으로 모든 열처리 조건에서 방위인자와 분해전단응력인자는 유사한 값을 가진다고 가정한다면, 본 실험에서 내부마찰에 영향을 미치는 인자는 강한 고착점간 거리와 약한고착점간거리인 것을 알 수 있다. 강한고착점에 해당하는 것은 석출물과 결정립계이며, 약한고착점에 해당하는 것은 용질원자와 공공이다.

### 4.4.2 결정입도의 영향

2.2.3, 4.4.1에서 설명한 것과 같이, 전위형 진동 감쇠기구에서 강한고착점 간거리는 석출물과 결정립계에 영향을 받는다. 본 연구는 용질 알루미늄과 아연을 마그네슘 모상에 완전히 고용시키는 열처리 조건이므로 석출물이 발생하지 않았다고 생각할 수 있으며, 결정립계가 주된 영향을 미치는 것으로 예상할 수 있다. Figure 24는 Pure Mg, AZ31, AZ61 시험편에서 결정입도에 따른 내부마찰을 나타낸 것으로 결정입도가 커짐에 따라 내부마찰이 증가하는 것을 확인 할 수 있다. 결정입도에 따른 영향을 자세하게 분석하기 위해 (Eq. 6)식에 자연로그 Ln을 양변에 대입하여 (Eq. 7)과 같이 정리한 후 각각의 시험편의 열처리에 따른 $C_1$, $C_2$ 값을 계산한 결과는 Figure 25, 26이다. 그래프에서 나타낸 것과 같이 Pure Mg, AZ61에서 열처리 시간이 증가함에 따라 강한고착점간거리를 포함하는 $C_1$ 값이 증가하는 것을 확인 할 수 있다. 이러한 결과를 통해 결정입도 증가에 따른 강한고착점간거리($L_d$)의 증가로 Pure Mg, AZ31, AZ61의 내부마찰이 증가하는 것으로 여겨진다.

### 4.4.3 용질함량의 영향

2.2.3, 4.4.1에서 설명한 것과 같이, 전위형 진동 감쇠기구에서 약한고착점 간거리는 용질원자와 공공이 증가함에 따라 감소하게 된다. 공공의 경우 열처리 시간이 증가함에 따라 도입될 수 있으며, 용질원자의 경우 열처리에 의해 모상 마그네슘에 전부 고용되므로 Pure Mg에서 AZ61로 갈수록 증가한다. Figure 25, 26에 나타낸 $C_1$, $C_2$ 값에서 확인 할 수 있듯이 용질함량이 증가함에 따라 $C_2$ 값이 증가하는 것을 확인 할 수 있다. 그러나 열

처리 시간과 온도가 증가함에 따른 $C_2$ 값은 불규칙하였으며, 이러한 원인으로는 공공의 변화에 따른 약한고착점간거리가 용질에 의한 변화보다 상대적으로 미비하였기 때문이라 생각된다. 이러한 결과를 통해, 용질함량이 많은 조건의 약한고착점간거리($L_N$)가 용질함량이 적은 조건보다 낮으며, 그 결과 $C_2$ 값이 증가하므로 용질함량이 많은 AZ61이 AZ31 보다 유사한 결정입도에서 낮은 내부마찰을 보인다.

PUKYONG NATIONAL UNIVERSITY
부경대학교

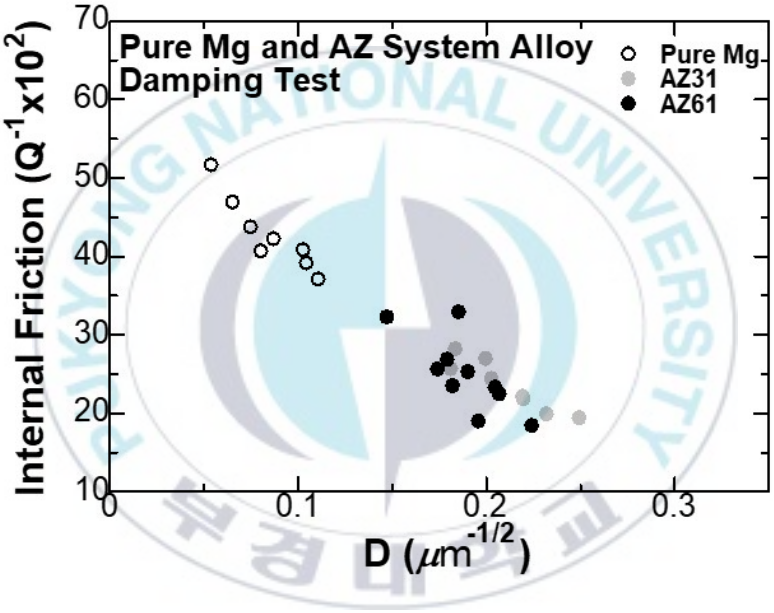


Figure 24. Effect of grain size on internal friction in Pure Mg, AZ31 and AZ61

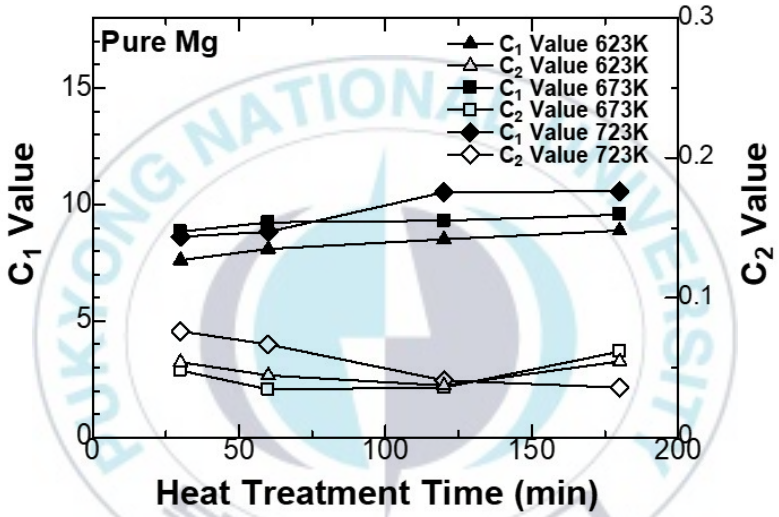


Figure 25. Effect of heat treatment time on $C_1$ and $C_2$ value in Pure Mg

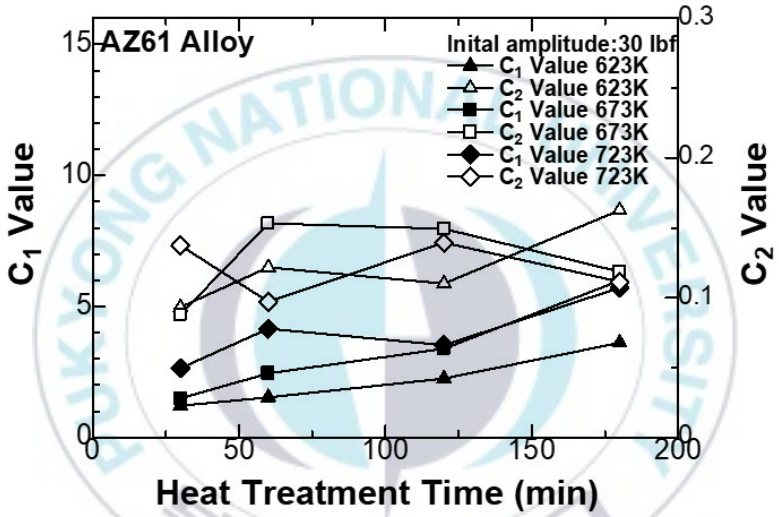


Figure 26. Effect of heat treatment time on $C_1$ and $C_2$ value in AZ61

# 5. 결론

AZ계열 마그네슘 합금에서 열처리조건이 미세조직과 진동 감쇠능에 미치는 영향을 파악하기 위하여 Pure Mg, AZ31, AZ61을 압연량 30%로 열간압연 후 623 K, 673 K, 723 K 온도 조건과 30 분, 60 분, 120 분, 180 분 시간조건에서 열처리를 하고, 미세조직, 비커스 경도, 진동 감쇠능을 측정한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 열간압연한 Pure Mg, AZ31, AZ61에서 쌍정조직이 관찰되었으며, 열처리 시간과 온도가 증가함에 따라 전체적으로 균일하게 형성된 정적재결정들이 확인된다.

2. 열처리 시간과 온도가 증가함에 따라 평균결정입도는 증가하였고, 경도값은 감소하였다. 동일한 열처리조건에서 AZ31, AZ61, Pure Mg의 순으로 경도값은 높게 나왔으며, 그 중 AZ31과 AZ61의 경도차는 용질함량에 따라 융점변화가 발생하여 생긴 열처리 효과라고 생각된다.

3. 열처리 시간과 온도가 증가함에 따라 내부마찰은 증가하였으며, 동일한 열처리조건에서 Pure Mg, AZ61, AZ31 순으로 높은 내부마찰 값을 가진다.

4. 결정입도가 증가함에 따라 내부마찰은 상승하였으며, 이러한 원인으로 강한고착점간거리($L_d$)의 증가에 따른 $C_1$ 값의 상승으로 판단된다.

5. 유사한 결정입도에서 AZ61의 내부마찰은 AZ31보다 낮았다. 이러한 원

인으로 약한고착점간거리($L_N$)의 감소에 기인한 $C_2$ 값의 증가로 용질함량이 높은 AZ61에서 낮은 내부마찰을 보이는 것으로 판단된다.

# 참고문헌


1) E. Aghion, B. Bronfin and D. Elizer, "The Role of the Magnesium Industryin Protecting the Environment", J. Mater. Proc. Technology, (2001), 381-385.

2) M. K. Kulekci, 'Magnesium and its alloys applications in automotive industry", J. Adv. Manuf. Technol, (2008), 851-865

3) X. Huang, K. Suzuki, Y. Chino and M. Mabuchi, "Influence of aluminum content on the texture and sheet formability of AM series magnesium alloys", Mater. Sci. Eng. A, 633 (2015) 144-153

4) S. R. Agnew, M. H. Yoo and C. N. Tome, "Application of texture simulation to understanding mechanical behavior of Mg and solid solution alloys containing Li or Y", Acta Mater, 49 (2001) 4277-4289

5) F. Zarandi, G. Seale, R. Verma, E. Essadiqi, S Yue, "Effect of Al and Mn additions on rolling and deformation behavior of AZ series magnesium alloys", Mater. Sci. Eng. A, 496 (2008) 159-168

6) M. Kohzu, K. Kii, Y. Nagata, H. Nishio, K. Higashi and H. Inoue, "Texture Randomization of AZ31 Magnesium Alloy Sheets for Improving the Cold Formability by a Combination of Rolling and High-Temperature Annealing", J. JILM, (2010), 749-755

7) L. Helis, K. Okayasu and H. Fukutomi, "Microstructure evolution and texture development during high-temperature uniaxial compression of magnesium alloy AZ31" Mater. Sci. Eng. A, 430 (2006) 98-103.

8) J. Kim, K. Okayasu and H. Fukutomi: "Deformation Behavior and Texture Formation in AZ80 Magnesium Alloy during Uniaxial

Compression Deformation at High Temperatures", Mater. Trans, 54 (2013) 192-198.

9) R. de. Batist, "High Damping Materials : Mechanism and Application", Journal de Physique Colloques, 44 (1983) C9-39-C9-50.

10) A. S. Nowick, "Anelasticity : An Introduction", 13 (1977) 1-28.

11) J. ZHANG, R. J. PEREZ, E. J. LAVERNIA. "Documentation of damping capacity of metallic, ceramic and metal-matrix composite materials", J. Mater. Sci. 28 (1993) 2395-2404

12) I. G. Ritchie and Z-L. Pan, "High damping metals and alloys", Metall. Trans. A, 22A (1991) 607-616

13) K. Sugimoto, "Basic and applied research on high-damping alloys for application to noise control", J. Iron Steel Inst, 35 (1978) 31-44.

14) A. Granato and K. Lücke, "Theory of Mechanical Damping Due to Dislocations", Journal of Applied Physics, 27 (1956) 583-593

15) M. H. Yoo, "Slip, twinning and fracture in hexagonal close packed metals", Metall. Trans. A, 12, (1981) 409

16) M. R. Barnett, "Twinning and the ductility of magnesium alloys - Part I. "Tension" twins", Mater. Sci. Eng. A, 464 (2007) 1-7

17) M. R. Barnett, "Twinning and the ductility of magnesium alloys - Part II. "Contraction" twins", Mater. Sci. Eng. A, 464 (2007) 8-16

18) M. H. Yoo, "Slip, twinning and fracture in hexagonal close packed metals", Metall. Trans. A, 12, (1981) 409

19) J. Kwak, C. Kang ,K. Kim, "Internal Friction Behavior in AZ31 Magnesium Alloy after Annealing Treatment", The Korea Society for Power System Engineering, 22 (2018) 87-93

20) C. Kammer, “Magnesium Taschenbuch”, Aluminium Verlag Marketing & Kommunikation, 2000

21) X. Yang, Y. ZHU, H. Miura and T. Sakai, “Static recrystallization behavior of magnesium AZ31 alloy subjected to high speed rolling” Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 20, (2010) 1269-1274

22) A. Takayma, X. Yang, H. Miura and T. Sakai, Mater. Sci. Eng. A, 478, (2008) 221-228