초음파 미세 표면 냉간단조법(UNSM)을 적용한 AZ31 마그네슘 판재의 단면 미세조직 및 강도 향상 효과 분석

강명성¹ · 강주희² · 박현욱³ · 김준형⁴ · 편영식⁵ · 백민재^{6,7}
· 이동준⁶ · 이승진^{7,8} · 박상후⁷ · 김홍물⁹ · 박성혁¹⁰ · 최윤석^{1,*}

¹부산대학교 공과대학 재료공학부

²한국재료연구원 재료안전평가본부 재료정밀분석실

³LG 에너지솔루션 기술연구원 공정기술센터

⁴주 디자인메카 기술연구소

⁵선문대학교 공과대학 기계ICT융합공학부

⁶한국재료연구원 재료디지털플랫폼연구본부 항공우주재료연구센터

⁷부산대학교 공과대학 기계공학부

⁸주 대건테크

⁹하나AMT(주)

¹⁰경북대학교 신소재공학부

Through-Thickness Microstructures and Yield Strength Enhancement for AZ31 Mg Sheets Treated by Ultrasonic Nanocrystal Surface Modification

Myungsung Kang¹, Joo-Hee Kang², Hyeonuk Park³, Jun-Hyung Kim⁴, Young-Sik Pyoun⁵, Minjae Baek^{6,7}, Dong Jun Lee⁶, Seung Jin Lee^{7,8}, Sanghu Park⁷, Hong Moule Kim⁹, Sung Hyuk Park¹⁰, and Yoon Suk Choi^{1,*}

¹School of Materials Science and Engineering, Pusan National University, Busan 46241, Republic of Korea

²Department of Materials Analysis, Materials Testing & Reliability Division, Korea Institute of Materials Science, Changwon 51508, Republic of Korea

³Process Technology Center, LG Energy Solution R&D Campus, Daejeon 34122, Republic of Korea

⁴DesignMecha Technology Center, DesignMecha Inc., Asan 31460, Republic of Korea

⁵School of Mechanical and ICT Convergence Engineering, Sun Moon University, Asan 31460, Republic of Korea

⁶Center of Aerospace Materials, Materials Digital Platform Division, Korea Institute of Materials Science, Changwon 51508, Republic of Korea

⁷School of Mechanical Engineering, Pusan National University, Busan 46241, Republic of Korea

⁸DAEGUN TECH Inc., Changwon 51389, Republic of Korea

⁹HanaAMT Co. Ltd., Cheongju, Chungcheongbuk-do, 28126, Republic of Korea

¹⁰School of Materials Science and Engineering, Kyungpook National University, Daegu 41566, Republic of Korea

Abstract: An ultrasonic nanocrystal surface modification (UNSM) technique was applied to a 1-mm thick AZ31 magnesium sheet. UNSM is a relatively new surface modification technique in which a hard, hemispherical tip (2.38 mm in diameter) strikes the surface at an ultrasonic frequency to induce plastically deformed gradient microstructures and deep compressive residual stresses through the thickness. After the UNSM treatment, the through-thickness microstructures were thoroughly investigated using electron microscopy and electron backscatter diffraction analysis. The through-thickness microstructures revealed zones that were severely deformed (down to 200 μm from the surface) and twin-dominated (200~300 μm deep from the surface). The severely deformed zone consisted of shear banding, grain subdivision and reorientation, due to the strong plastic deformation, accompanied by the formation of $\{10\bar{1}2\}$ tensile twins (despite compressive strikes by the hemispherical tip), $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ double twins and $\{10\bar{1}1\}$ compression twins. The cause for tensile twinning was examined through a literature survey. In the twin-dominated zone, the twinning activity prevailed as the slip

activity gradually decayed through the thickness. The UNSM-induced hardness and microstructure enhancement was found to be effective down to about 300~400 μm deep from the surface. Finally, the source of the increase in yield strength after the

- 강명성 · 백민재 · 이승진: 석사과정, 박현욱: 연구원, 김준형 · 이동준: 선임연구원
· 강주희: 책임연구원, 김홍물: 대표이사, 편영식 · 박상후 · 박성혁 · 최윤석: 교수

*Corresponding Author: Yoon Suk Choi

[Tel: +82-51-510-2382, E-mail: choiys@pusan.ac.kr]

Copyright © The Korean Institute of Metals and Materials

UNSM treatment of the AZ31 sheet was analyzed, and focused on individual cases of microstructural enhancement in the severely deformed zone and the twin zone, and the compressive residual stress.

(Received 21 July 2021; Accepted 15 December 2021)

Keywords: AZ31 Mg, ultrasonic nanocrystal surface modification (UNSM), through-thickness microstructures, effective depth, strength

1. 서 론

초음파 미세 냉간단조(Ultrasonic Nanocrystal Surface Modification, UNSM)법은 직경 2.38 mm의 끝이 둥근 압자를 20,000 Hz의 주파수로 진동시키며 소재 표면에 설정된 경로를 따라 연속적으로 국부적인 충격을 가하는 표면처리 기술로서 기존의 피닝(peening) 공정을 대체할 기술로 주목 받고 있다 [1-4,9]. 끝이 둥근 미세 압자가 3,000~30,000 MPa의 압력으로 초당 20,000회에 걸쳐 소재 표면에 국부적인 충격을 가하므로 표면부에서 깊이 방향으로 슬립에 의한 미세조직의 분화 현상 및 압축잔류응력이 발생된다. 또한, 무작위로 소재 표면에 충격을 주는 일반적인 쇼트피닝(shot peening) 공정과는 달리 균일한 표면처리의 제어가 가능하며 표면조도 또한 상당히 감소하고 압축잔류응력의 깊이가 깊어[5-8], 이의 활용을 위한 연구가 활발히 진행되고 있다. 특히, UNSM은 소재 표면에 상당한 기계적 에너지를 단시간에 인가하므로 국부적인 소성변형으로 인해 표면부의 결정립이 나노 단위로 미세화되고 두께 방향으로 소성 변형의 정도가 다른 미세조직이 나타나는 것으로 보고되고 있다 [1-4,7,9].

현재까지 UNSM 공정과 관련하여 철강소재[5,7,9], Al-6061 합금[10], Ti-6Al-4V 합금[6], 니켈기 초합금[8] 등 다양한 소재에 UNSM 공정을 적용한 후, 소재의 미세조직과 기능적 특성을 비교한 연구결과가 보고되어 있다. 반면, 마그네슘 합금에 대한 UNSM 처리 관련 연구는 타 소재에 비해 상대적으로 극히 드물게 진행되어 왔다. 이러한 관련 연구를 마그네슘 합금조성과 소재특성에 따라 구별해 보면, AZ31 마그네슘 판재의 전기화학적 성질에 관한 연구를 통해, UNSM 처리 후 AZ31 판재의 미세조직과 부식특성, 기계적 성질을 확인하고 이를 생체적합성과 연계하여 특성을 규명한 연구결과[2,3]와 AZ91 마그네슘 판재의 마찰특성에 관한 연구를 통해 UNSM 처리 후 AZ91 판재의 표면 마찰특성과 표면조도, 미세조직 간의 상관관계에 대해 규명한 연구결과가 있다 [4]. 하지만, UNSM 처리된 마그네슘 합금 판재의 깊이 방향으로의 체계적인 미세조직 변화 조사와 이와 연계된 기계적 물성 변화에 대

한 깊이 있는 고찰은 없었다.

높은 비강도 및 우수한 전자파 차폐능력 등의 장점을 바탕으로 구조 재료 및 기능 재료로써 활용이 날로 증가하고 있는[11-15] 마그네슘 합금에 대해 UNSM 처리를 통한 표면 강화 효과에 대한 체계적인 고찰은 의미가 있을 것으로 생각된다. 특히, 직경 2.38 mm의 반구형 압자가 기가파스칼 이상의 압력으로 초당 20,000회의 초음파 표면 고속 타격을 하며 이동할 때 마그네슘 합금의 깊이방향 미세조직 변화와 이로 인한 강화 효과를 이해함으로써 UNSM 공정 시 마그네슘 합금의 미세조직 제어를 위한 기초 자료로 활용될 수 있을 것으로 생각된다. 궁극적으로, UNSM 공정을 이용하여 표면 경화와 압축 잔류응력을 통해 내구성을 향상시킬 수 있는 구조용 마그네슘 합금 부품 적용 분야 확대를 위한 기초 연구로도 의미가 있을 것으로 생각된다.

이러한 기초 연구의 일환으로 본 연구에서는 AZ31 마그네슘 합금 판재에 대해 UNSM 처리 후 표면에서부터 깊이 방향으로의 미세조직 변화를 체계적으로 조사하였다. 특히, UNSM 처리 후 깊이 방향 미세조직 변화, 경도 변화 그리고 압축 잔류응력 변화를 비교 분석하였으며, 이러한 결과를 바탕으로 UNSM 처리된 AZ31 판재의 항복강도 강화에 미치는 미세조직과 잔류응력의 영향에 대한 정량적 계산법을 제안하고 그 결과를 고찰하였다.

2. 실험 방법

본 연구에서는 마그네슘에 Al 3 wt%, Zn 1 wt%의 합금 원소가 함유된 1 mm 두께의 상용 AZ31 압연 판재를 사용하였으며(조성은 표 1 참조), 텅스텐 카바이드(WC) 압자를 이용하여 각 판재의 양쪽 표면에 UNSM 처리를 수행하였다. UNSM의 공정 변수로는 압자를 일정하게 누르

Table 1. Chemical composition of the AZ31 Mg sheet used in this study.

Mg	Al	Zn
Bal.	3 wt%	1 wt%

Table 2. UNSM process parameters.

Static load (N)	Frequency (kHz)	Amplitude (μm)	Unit speed (mm/min)	Interval (mm)	Ball size (mm)
20	20	30	3,000	0.07	2.38

는 정하중(static load), 압자를 진동시키는 주파수(frequency), 압자의 진폭(amplitude), 압자의 이동속도(unit speed), 압자가 지나가는 경로의 간격(interval), 압자의 크기(ball size), 이렇게 여섯 가지가 있으며, 이 중 정하중은 소재에 정적에너지(static energy)를 부여하고, 주파수, 진폭, 이동속도, 간격은 동적에너지(dynamic energy)를 부여하는 변수가 된다 [1-10]. 본 연구에서는 여섯 가지의 공정 변수 중 정하중과 진폭을 주요 인자로 예비 실험을 하여 UNSM 공정 조건을 최종 선정하였으며, 전체 UNSM 공정 변수를 표 2에 수록하였다. 여기서, UNSM 진동 압자의 이동 경로는 판재의 압연 방향(RD)에 수직한 횡방향(TD)으로 설정하였다.

UNSM 처리된 판재에 대해 표면으로부터 깊이 방향으로 미세조직 변화를 분석하였다. 이를 위해 판재의 단면을 기계적 연마 후 주사전자현미경(SEM)으로 미세조직의 변화를 관찰하였으며, 깊이에 따른 미세조직 내의 결함 및 결정립 분포, 그리고 결정방위 변화를 확인하기 위해 후방 전자산란 회절(electron backscatter diffraction, EBSD) 분석을 수행하였다. 특히, UNSM 처리된 표면 근처에서 결정립 분포, 결정성, 격자결함 등을 확인하기 위해 투과전자현미경(TEM)을 이용하여 미세조직 분석을 진행하였다. 또한, UNSM 처리 후 표면에서부터 200 μm , 400 μm 깊이에서 X-선 회절(X-ray diffraction, XRD) 분석을 진행하였다. 그리고, 깊이 방향으로의 잔류응력 분포를 확인하기 위해 표면에서부터 300 μm 깊이까지 100 μm 간격으로 XRD 기법을 이용한 잔류응력 측정을 실시하였다. 잔류응력 측정을 위해 표면에서부터 100, 200, 300 μm 까지 각각 연마된 10×10 mm² 시편들을 준비하였으며, 잔류응력 측정 전용 X-선 회절기(XSTRESS3000®)를 이용하여 RD 방향의 잔류응력을 시편 당 2회 측정하였다. 이 때 잔류응력이 없는 표준 시편 대비 X-선 회절 피크의 각도 변화 정도를 측정하여 잔류응력을 계산하였으며, 측정에 사용된 X-선은 Cr-K α ($\lambda=2.29\text{\AA}$) 특성 X-선이고 응력 계산을 위해 $\sin^2\psi$ 법을 사용하였다. 여기서, 시편의 기울임 각도 ψ 는 -45°~45° 범위를 11개 각도로 나누었으며, 각각의 ψ 에서 표준 시편의 155° 피크를 기준으로 $\pm 2.5^\circ$ 에 해당하는 152.5°~157.5° 범위의 X-선 피크를 측정하였다. 잔류응력 측정을 위한 표준 시편으로 150°C에서 60분 동안 응력 해소(stress relief) 열처리를 행한 AZ31 분말을 사용하였다.

UNSM 처리로 인한 깊이 방향으로의 경도 변화를 조사하기 위하여 RD 단면의 표면에서부터 500 μm 깊이까지 50 μm 간격으로 미세 경도(micro-Vickers hardness, Hv) 측정을 실시하였다. 이때 압입 하중은 10 N으로 설정하였으며, 깊이 별 미세 경도의 측정 횟수는 5회 진행하였고, 측정치의 평균값을 사용하였다. 깊이 방향 표면부의 미세 경도는 데이터 신뢰도를 위해 압흔 자국이 마름모 모양으로 유지되는 깊이인 15 μm 에서의 값을 사용하였다. 또한, UNSM 처리 전 판재에 대해서도 같은 방식으로 경도를 측정하여 UNSM 처리 후 경도 변화 곡선과 비교하였다. 그리고, UNSM 처리된 판재에 대해 ASTM E8 subsize 규격의 시편을 사용하여 1.5 mm/min의 변형 속도로 인장 시험을 실시하여 UNSM 처리 전후 항복 강도 변화를 비교 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

그림 1은 UNSM 처리 전후 AZ31 판재 단면(표면에서부터 500 μm 깊이까지)의 미세조직 변화를 나타낸 것이다. 여기서, 그림 1(a)는 UNSM 처리 전 판재의 ND 방향에 대한 EBSD 방위맵(orientation map)이며, 그림 1(b)는 UNSM 처리 후 판재의 EBSD 결과이다. 그림 1(c)는 그림 1(b)로부터 계산된 kernel average misorientation (KAM) 이미지이다. 우선, 그림 1(a)에 나타난 바와 같이 UNSM 처리 전 AZ31 판재는 압연과 열처리로 인해 (0002) 저면(basal plane)이 ND 방향으로 배열하는 저면 집합조직이 강하게 발달했음을 알 수 있다 [12,13]. UNSM 처리 후 그림 1(b)에서와 같이 상단의 UNSM 처리 표면으로부터 약 50 μm 깊이까지는 선명한 Kikuchi 패턴이 나오지 않아 EBSD 분석이 어려운 강한 소성 구간임을 알 수 있으며, 깊이 방향으로 소성변형 정도, 결정 방위 등의 미세조직 특징이 점진적으로 변화함을 관찰하였다. 표면부에 가까울수록 KAM 수치가 큰, 즉 높은 전위밀도를 보이는 강소성 영역임을 알 수 있고 표면에서 멀어짐에 따라 KAM 수치가 점차 감소하는 경향성을 그림 1(c)의 KAM 맵에서 정량적으로 확인할 수 있었다.

강소성 구간으로 EBSD 측정이 어려운 표면에서부터 50 μm 사이의 영역에 대해 깊이 25 μm 위치에서 투과전자현미경 분석을 실시하였으며, 그 결과를 그림 2에 나타내었

Fig. 1. Through-thickness ND orientation maps of the AZ31 sheet (a) without and (b) with the UNSM treatment, and (c) kernel average misorientation (KAM) map calculated from (b).

Fig. 2. (a) TEM bright field image and (b) selected area electron diffraction (SAED) pattern taken on the RD-TD plane, which is 50 μm -deep from the surface for the UNSM-treated AZ31 sheet.

다. 그림 2(a)는 해당 영역의 TEM 명시야상 (bright field, BF) 이미지이며, 그림 2(b)는 동일 위치에서의 선택 영역 전자회절 (selected area electron diffraction, SAED) 패턴이다. 그림 2(a)에 보이는 바와 같이 결정립의 형상이 매우 불규칙하며 격자결함에 의한 음영이 많이 나타나고, 결정립 크기는 0.5~1 μm 정도로 확인되었다. 측정된 결정립 크기는 판재 기지의 평균 결정립 크기인 약 10 μm 와 비교하였을 때 매우 미세하며, 이는 UNSM 처리로 인해 표면 근처에서 상당한 소성 변형에 의한 결정립 분화가 이루어짐에 기인한 것으로 생각된다. 또한, 그림 2(b)를 통해 결정격자 변형이 매우 심하게 되었음을 확인할 수 있다.

UNSM 처리 표면에서부터 각 깊이 구간에서의 미세조직을 보다 면밀히 관찰하기 위해 50 μm 깊이부터 400 μm 까지 50 μm 간격으로 측정한 EBSD 이미지를 해당 KAM 이미지와 함께 그림 3에 나타내었다. 표면에서부터 200 μm 깊이까지의 그림 3(a)~(c)에서는 강한 소성변형으로 인

해 결정립 분화가 두드러지게 관찰되었다. 50~100 μm 깊이 구간에서 소성변형으로 인해 분화된 결정립의 크기는 평균 1.40 μm 정도이며, 100~150 μm 와 150~200 μm 깊이에서는 각각 2.25 μm 와 3.18 μm 정도로 관찰되었다. 특히, 소성변형 정도가 상당히 심한 200 μm 깊이 구간까지는 (그림 3(a)~(c)) 결정립 분화와 쌍정이 동시에 관찰되었으나, 더 깊은 200~300 μm 구간에서는(그림 3(d), (e)) 소성변형의 정도는 점진적으로 약해지고 쌍정 생성이 두드러짐을 알 수 있다.

UNSM에 의한 소성 변형 구간별 쌍정 형성 거동을 관찰하기 위해 50~75 μm , 100~150 μm , 150~200 μm , 200~250 μm , 250~300 μm 깊이에서 측정된 EBSD 이미지와 이에 상응하는 쌍정 경계 구분도(twin boundary highlighted map) 및 회전각(misorientation) 분포도를 그림 4에 나타내었다. 일반적으로 소성 변형시 마그네슘 합금에 발달하는 쌍정은 $\{10\bar{1}2\}$ 인장 쌍정(tensile twin), $\{10\bar{1}1\}$ 압축 쌍정(compression twin) 그리고 압축 쌍정 내 인장 쌍정이 생성되는 $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ 이중 쌍정(double twin) 등이 있으며, 이러한 쌍정들은 모결정립(parent grain)과 특정한 방위각을 가지므로[20, 21] 이러한 회전각 분포를 비교 분석함으로써 쌍정의 종류 및 분율을 간접적으로 확인할 수 있다 [22]. 이러한 분석을 통해 그림 4 (f)~(o)에 나타난 바와 같이 200 μm 깊이까지의 심한 소성 변형 구간에서 $\{10\bar{1}2\}$ 인장 쌍정, $\{10\bar{1}1\}$ 압축 쌍정 그리고 $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ 이중 쌍정 등의 다양한 쌍정들이 생성되었음을 확인하였으며, 소성변형의 정도가 점진적으로 약해지는 200~300 μm 구간에서는 $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ 이중 쌍정 대비 $\{10\bar{1}2\}$ 인장 쌍정의 분율이 더욱 높아짐을 확인하였다(그

Fig. 3. Through-thickness orientation maps taken from (a) 50~100 μm , (b) 100~150 μm , (c) 150~200 μm , (d) 200~250 μm , (e) 250~300 μm and (f) 350~400 μm from the UNSM-treated surface, and (g) to (l) for the corresponding kernel average misorientation (KAM) maps. In each map, the starting and ending depths are from the left end and the right end, respectively.

림 4(i), (j), (n), (o)). 전반적으로 그림 4의 전 구간에 걸쳐 $\{10\bar{1}2\}$ 인장 쌍정의 생성이 두드러졌으며 $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ 이중 쌍정과 $\{10\bar{1}1\}$ 압축 쌍정이 그 다음으로 확인되었다.

그림 5는 그림 4(a) EBSD 스캔 영역에 해당하는 이미지 퀄리티 맵(image quality map)을 나타낸 것으로 UNSM 처리에 의한 심한 소성 변형으로 인해 화살표로 나타낸 것 과 같이 전단 밴드(shear band)가 형성되었음을

관찰할 수 있었다. 그림 4와 5의 결과를 종합하여 UNSM 처리시 강한 소성 변형이 관찰되는 200 μm 깊이까지의 변형 거동을 그림 6에 모식적으로 나타내었다. 우선, 50~100 μm 깊이까지는 강한 소성 변형으로 인한 전단 밴드가 형성되며 전단 밴드 사이에서는 결정립 분화와 $\{10\bar{1}2\}$ 인장, $\{10\bar{1}1\}$ 압축, $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ 이중 쌍정들이 생성된다(그림 4(a), (d), (g), 그림 5). 100~200 μm 깊이에서는 전단 밴드 형성 경향은 약해지지만 여전히 강한 소성

Fig. 4. Through-thickness orientation maps taken from (a) 50~75 μm , (b) 100~150 μm , (c) 150~200 μm , (d) 200~250 μm and (e) 250~300 μm from the UNSM-treated surface, and (f) to (j) for twin-boundary highlighted maps corresponding to (a) to (e), respectively. Also, (k) to (o) are the misorientation distribution corresponding to (a) to (e), respectively.

변형으로 인해 결정립 분화와 $\{10\bar{1}2\}$ 인장, $\{10\bar{1}1\}$ 압축, $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ 이중 쌍정들의 생성이 활발하다(그림 4(b), (c), (g), (h), (l), (m)). 특히, 이러한 쌍정들은 분화된 결정립 내에서 활발히 생성되었다.

여기서 한가지 특이한 것은 그림 4에 나타난 바와 같이 UNSM 처리에 의해 저면 집합조직을 가지는 기지 대비 c-축 방향이 거의 수직한 격자 배열을 하고 있는 다량의 $\{10\bar{1}2\}$ 인장 쌍정들이 형성된다는 것이다. 일반적으로 마그네슘 합금에서는 $\{10\bar{1}2\}$ 인장 쌍정과 $\{10\bar{1}1\}$ 압축 쌍정 중 임계 분해 전단응력(critical resolved shear stress)이 낮은 $\{10\bar{1}2\}$ 인장 쌍정이 변형 중에 쉽게 생성되어 강한 쌍정 집합조직 발달을 야기한다 [23]. $\{10\bar{1}2\}$ 인장 쌍정은 c-축에 수직한 방향으로의 압축이나 c-축에 평행한 방향으로의 인장 시 생성되는 인장 쌍정이나[24], 저면 집합조직이 발달한 관재에서 c-축에 평행한 ND 방향으로 UNSM 압축 타격에 의해 이러한 인장 쌍정들이 관찰된 것은 매우 특이한 경우이다. 관련 문헌조사 및 고찰을 통해서 인장 쌍정 생성이 다음의 세 가지 원인의 복합적인 효과의 결과일 것으로 유추하였다. 첫째, 마그네슘 합금의 경우 변형속도와 변형량이 증가할수록 측면(prismatic) 슬립에 비해 $\{10\bar{1}2\}$ 쌍정 활동도가 증가하는 것으로 보고되고 있다 [25]. Chapuis 등의 연구 결과에 따르면 1/sec 변형속도에서는 약 10% 이상의 변형량에서, 그리고 100/

Fig. 5. The image quality map corresponding to Fig. 4(a) showing the shear bands.

sec의 변형속도에서는 3% 이상의 변형량에서 $\{10\bar{1}2\}$ 쌍정의 활동도가 측면 슬립의 활동도 보다 높은 것으로 보고되고 있다 [25]. 특히, UNSM 타격 시 변형속도는 100/sec 이상으로 빠르므로 측면 슬립 대비 $\{10\bar{1}2\}$ 쌍정의 활동도가 높을 것으로 예상된다. 둘째, UNSM 공정 시 직경 2.38 mm의 반구형 압자를 이용하여 시편 표면에 타격을 가하므로 실제 국부적인 표면이 받는 변형은 반구 톱질하부를 제외하고는 순수 압축과 상이할 수 있다 [26].

Fig. 6. The schematic illustration showing shear banding, the grain subdivision and the twin formation in the severely deformed region down to the depth of about 200 μm from the surface after the UNSM treatment.

Fig. 7. Schematic illustration of loading directions underneath the contact surface between the striking tip and the AZ31 sheet. Schematically re-drawn after [22].

이해를 돕기 위해 반구형 압자의 타격 시 압자 접촉 하단부에 발생할 수 있는 다양한 하중 방향을 그림 7에 모식적으로 나타내었다 [25]. 그림에서 보는 바와 같이 압축 타격 시 반구 팁 측면부에 위치한 영역에서는 c-축에 사선 방향 또는 수직하게 압축 하중이 발생할 수 있으며, 이럴 경우 $\{10\bar{1}2\}$ 쌍정의 생성을 촉진시킬 수 있다. 마지막으로, 결정립 당 6개의 쌍정 변이(twin variant)가 존재하며 변형 모드 및 결정 방위에 따라 활성화되는 쌍정 변이가 달라질 수 있다. 특히, 다결정의 경우 결정립간 변형 구속으로 인해 Schmid factor가 낮은 쌍정 변이가 국부적으로

Fig. 8. Through-thickness variations of hardnesses before and after the UNSM treatment, and the average KAM values (calculated row-wise from the KAM map of Fig. 1(c)) after the UNSM treatment. ND inverse pole figures measured from 0 to 200 μm (A), 200 to 300 μm (B) and 300 to 500 μm (C) are also shown in the figure.

활성화되는 non-Schmid 거동이 관찰되기도 한다 [27, 28]. 위 내용들을 요약하면, UNSM 공정 시 100/sec 이상의 빠른 변형속도가 인가되고 타격 팁의 위치에 따라 판재가 국부적으로 받는 하중 모드가 상이하고, 여기에 결정립간 소성 구속도 작용할 경우 국부적으로 복잡한 응력 상태가 발생하는 복합적인 영향으로 인해 $\{10\bar{1}2\}$ 쌍정 생성이 용이할 수 있었을 것으로 생각된다.

그림 1~4에 나타난 바와 같이 UNSM 처리된 시편의 표면부는 강한 소성변형을 보이며 깊이 방향으로 내려갈수록 소성과 쌍정이 공존하다가 쌍정 영역으로 바뀌는 미세 조직상의 구배가 존재함을 확인하였다. 이러한 깊이에 따른 미세조직 구배 거동을 정량적으로 분석하기 위해 그림 1(c)의 KAM 이미지로부터 각 깊이에서의 KAM 평균값을 계산하여 깊이에 따른 평균 KAM 값 변화 곡선을 그림 8에 파란색 선으로 나타내었다. 또한 UNSM 처리 전후 깊이 방향으로 경도 변화 곡선도 비교를 위해 그림 8의 같은 도표에 나타내었다. 여기서, UNSM 처리 전 판재의 깊이 방향으로 경도 범위를 회색의 밴드(band) 형태로 표시하였다. 그림 8로부터 표면에서부터 약 200 μm 깊이까지는 KAM값이 일정하게 높은 영역(그림에서 A로 표시된 영역), 200~300 μm 깊이의 KAM값이 점진적으로 감소하는 영역(그림에서 B로 표시된 영역), 그리고 300 μm 깊이 이하의 KAM값이 낮은 영역(그림에서 C로 표시된 영역)으로 구분할 수 있음을 확인하였다. 그림 2~4의 깊이별 미세

Fig. 9. X-ray diffraction profiles taken at the depths of 0, 200 and 400 μm from the surface of the UNSM-treated AZ31 sheet.

조직 변화 거동과 상기 영역들을 서로 비교 분석한 결과 첫 번째는 강한 소성 변형과 쌍정 생성이 동시에 우세한 영역, 두 번째는 소성 변형이 점진적으로 약해지면서 쌍정 생성이 상대적으로 우세한 영역, 그리고 세 번째는 점진적으로 기지(matrix) 미세조직으로 천이하는 영역으로 구분할 수 있었다. 이러한 A~C 영역의 EBSD 데이터로부터 측정된 ND 방향에 대한 역극점도(inverse pole figure, IPF)를 그림 8의 상단에 추가로 나타내었다. 또한, 비교 분석을 위해 표면, 200 μm , 400 μm 깊이에서 X-선 회절 분석 결과도 그림 9에 나타내었다. 우선, A 영역의 경우 타 영역 대비 저면 집합조직 강도가 상당히 낮으며 $\{10\bar{1}1\}$ 과 $\{10\bar{1}2\}$ 의 추면(pyramidal) 강도가 상대적으로 높게 나타남을 알 수 있다. 이는 저면 집합조직을 이루고 있는 기지에 반복적인 ND 방향(즉, c-축에 평행한 방향) 압축 타격으로 인해 추면 슬립이 활발해지고 [16,17], 이로 인해 저면 집합조직 결정립들의 슬립면인 추면이 압축 방향인 ND에 수직하게 배열하는 결정방위 회전에 기인한 것으로 생각된다. 또한, 그림 9의 표면(0 μm)과 200 μm 깊이에서 미세한 $\{10\bar{1}0\}$ 피크가 관찰되는데, 이는 c-축이 ND 방향에 거의 수직하게 배열된 $\{10\bar{1}2\}$ 인장 쌍정 생성에 기인한 것으로 생각된다(그림 4 참조). 그림 8에서 깊이 방향으로 경도 변화 곡선과 KAM 평균값 변화 곡선을 비교해 볼 때 UNSM 처리에 의한 경도 및 미세조직의 변화가 대략 300~400 μm 깊이까지 존재함을 알 수 있다. 그림 10은 UNSM 처리 후 판재의 깊이에 따라 압연 방향의 잔류 응력 측정 결과를 나타낸 것이다. 판재 표면에서부터 100 μm 깊이까지는 압축 잔류응력이 급격하게 증가하고,

Fig. 10. Residual stress profile of the UNSM-treated AZ31 sheet.

이후로는 완만하게 감소하는 경향을 보이다가 300 μm 깊이에서는 압축 잔류응력 값이 11.5 MPa로 낮아졌음을 알 수 있다.

지금까지의 미세조직 및 경도 측정 결과를 종합적으로 분석해 보면 다음과 같이 정리될 수 있다. UNSM 처리 시 마그네슘 판재 표면에 가해진 기계적 에너지 중 일정 부분은 전단 밴드 형성, 결정립 분화, 쌍정 형성과 같은 소성 변형을 일으키는데 사용되고, 남은 부분 중 일부는 탄성 에너지인 잔류 응력의 형태로 남게 되는 것으로 볼 수 있다. 이 중 대략 200 μm 깊이까지의 표면부에서는 강한 소성 변형으로 인한 전단 밴드, 결정립 분화, 그리고 $\{10\bar{1}2\}$ 인장, $\{10\bar{1}1\}$ 압축, $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ 이중 쌍정 생성이 우세한 영역을(그림 2~4), 내면부 쪽에서는 소성 변형 보다 쌍정 생성이 우세한 영역을 남기며(그림 3, 4), 300~400 μm 깊이 구간에서 원래 기지 미세조직으로 천이된다. 여기서 표면부의 높은 경도 값은(그림 8) 강한 소성 변형으로 인한 표면 미세조직의 분화 및 경화와 압축 잔류 응력의 복합 효과로 판단된다. 다시 말하면 UNSM 처리 시 표면부 경도 증가에 영향을 미치는 상당 부분은 미세조직 강화 효과와 압축 잔류응력에 기인한 것이라는 의미로 볼 수 있다.

UNSM 처리에 의한 이러한 미세조직과 압축 잔류응력이 AZ31 판재의 항복강도 강화에 미친 영향을 정량적으로 분석하기 위하여 UNSM 처리 전후 인장 곡선을 그림 11에 비교하였다. UNSM 처리 전후 항복 강도(0.2% offset)는 각각 187.5, 219.4 MPa로 측정되어 UNSM 처리 후 17%(31.9 MPa)의 항복강도 강화 효과가 나타남을 확인하였다. 본 연구에서는 AZ31 판재에 UNSM 처리 후 항복

Fig. 11. Stress-strain curve before and after the UNSM treatment for AZ31 sheets.

강도 변화에 영향을 주는 미세조직 및 잔류응력의 영향을 정량적으로 분석하기 위하여 식(1)을 제안하였다. 식(1)에서 총 항복강도 증가량($\Delta\sigma_{UNSM}$)은 강한 소성 변형 및 쌍정 생성으로 인한 미세조직 강화에 의한 강도 증가량($\Delta\sigma_M$)과 압축 잔류응력 생성에 의한 강도 증가량($\Delta\sigma_R$)에 의해 결정된다.

$$\Delta\sigma_{UNSM} = \Delta\sigma_M + \Delta\sigma_R \quad (1)$$

여기서, 이 두 가지에 대한 기여분은 그림 12에 나타난 방법으로 정량화하였다. 그림 12는 UNSM 처리 후 표면에서부터 깊이 방향으로 경도 및 압축 잔류응력 변화 곡선을 나타낸 것이다. 여기서, 가로 축은 시편 두께로 나누어 분율로 나타내었다. 그림 12를 이용할 경우 식(1)의 $\Delta\sigma_M$ 값은 그림 12(a)의 경도 면적 A_H 를 응력 값(MPa)으로 환산하고 그림 12(b)의 압축 잔류응력 면적 A_R 만큼 뺀 후 2를 곱한(양쪽 면을 UNSM 처리했으므로) 값으로 정량화할 수 있다. 즉, UNSM 처리에 의한 경도 증가분에서 압축 잔류응력의 기여분을 뺀 값이 된다. 여기서, 그림 12(a) 면적 A_H 에 해당하는 경도 값을 응력으로 환산하기 위해서 그림 13에 나타난 바와 같이 문헌조사를 통해 AZ31 합금에 대한 경도(Hv)와 응력사이의 상관관계를 우선 파악하였다. 그림 13은 문헌조사를 통해서 얻은 다양한 가공 및 열처리를 거친 AZ31 합금에 대한 경도 및 항복 강도 값을 도표에 나타낸 것이다. 관련 참고 문헌과 가공 처리 조건들을 그림의 좌측 표에 따로 요약하였다. 또한, 본 연구에서 사용된 UNSM 처리 전 판재의 경도와 항복 강도 데이터에 포함시켰다. 그림 13으로부터 다양한 가공 처리된 AZ31 합금의 경도(Hv)와 항복 강도 사이에는 선형

Fig. 12. Schematic diagrams showing (a) the through-thickness hardness profile and (b) the residual stress profile. Here, A_H and A_R indicate the shaded areas for the hardness and residual stress profiles, respectively.

비례 관계가 성립하며 경도가 1 Hv 증가함에 따라 대략 3.9 MPa의 응력 증가를 확인할 수 있었다. 이러한 경도-응력 상관관계를 활용하여 그림 12(a)의 경도 면적(A_H)를 응력으로 환산하였으며 그 결과값에서 압축 잔류 응력 면적(A_R)을 뺀 결과 21.4 MPa의 $\Delta\sigma_M$ 값을 얻을 수 있었다. 여기서, 압축 잔류 응력 면적(A_R)으로부터 얻은 $\Delta\sigma_R$ 값은 26 MPa로 나타났으며 $\Delta\sigma_M$ 과 $\Delta\sigma_R$ 을 전부 합하면 47.4 MPa로써, 인장 시험을 통해 얻은 항복강도 증가량인 31.9 MPa과는 15.5 MPa의 차이를 보이는 것을 확인하였다. 이 차이값은 식(1)을 통해 계산한 강도 증가량의 33%에 해당하며, 이는 판재의 UNSM 처리시 양쪽 표면에 생성되는 압축 잔류응력에 대응하여 중심부에 생성되는 인장 잔류응력에 의한 항복강도 감소 효과에 기인한 것으로 추정된다. 실제, 쇼트 피닝(shot peening) 처리한 마그네슘 AZ31 합금의 내부에 압축 잔류응력 이후 인장 잔류응력이 생성되는 것으로 보고되고 있다 [18,19]. 식(1)의 계산 결과를 요약하면 1mm 두께의 AZ31 판재에 UNSM 처리시 항복강

Fig. 13. A profile showing the relationship between the yield stress (MPa) and Vickers hardness (Hv) for AZ31 alloys processed by different thermo-mechanical treatments. Each data point was indexed by the reference number cited for the current study. The detailed thermo-mechanical treatment conditions were summarized in the table next to the figure.

도에 영향을 주는 요인 중 압축 잔류응력에 의한 강도 증가량이 전체의 55%를, 강한 소성 변형 및 쌍정 생성의 미세조직 변화에 의한 강도 증가량이 45%를 차지함을 알 수 있다.

4. 결 론

본 연구에서는 1 mm 두께의 AZ31 판재에 UNSM 공정을 적용하여 표면에서부터 깊이 방향으로 미세조직의 변화를 분석하고 유효 깊이의 정량화를 통해 UNSM 처리에 따른 미세조직, 잔류응력, 기계적 물성 변화 효과를 조사하였다. 주요 결과를 요약하면 다음과 같다.

1) UNSM 처리된 AZ31 판재의 단면 미세조직 분석 결과 표면에서부터 200 μm 까지의 깊이에서는 강한 소성변형으로 인한 전단 밴드 형성(특히, 100 μm 이하 구간), 결정립 분화와 함께 $\{10\bar{1}2\}$ 인장, $\{10\bar{1}1\}$ 압축, $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ 이중 쌍정들의 생성이 두드러졌으며, 200~300 μm 깊이 구간에서는 소성변형의 정도가 점진적으로 약해지고 $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ 이중 쌍정 대비 $\{10\bar{1}2\}$ 인장 쌍정의 생성이 더욱 활발하였다. 이러한 깊이 구간별 차이는 두께 방향 EBSD 데이터로부터 계산된 깊이에 따른 KAM 평균값 변화 곡선에서도 확인되었다.

2) 판재 표면의 반복된 압축 타격에도 불구하고 $\{10\bar{1}1\}$ 압축, $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ 이중 쌍정 대비 $\{10\bar{1}2\}$ 인장 쌍정이 4~5배 이상 큰 분율을 차지하였다. 이는 UNSM 공정 시 상대적으로 빠른 변형속도(타격속도), 타격 반구 팁 주변의 위치에 따른 다양한 하중 조건 및 결정립간 국부적 소성구속 등의 복합적인 영향으로 인해 발생한 것으로 생

각된다.

3) 깊이 방향으로 경도 변화와 KAM 평균값 변화 곡선을 비교 분석한 결과, UNSM 처리에 의한 경도 향상 및 미세조직 강화 효과가 대략 300~400 μm 깊이까지 영향을 미치는 것으로 나타났다.

4) UNSM 처리에 의해 판재의 항복강도가 17%(31.9 MPa) 증가하는 것으로 나타났다. UNSM 처리된 판재의 항복강도 증가에 미치는 미세조직과 압축 잔류응력의 영향을 정량화 하는 계산법을 제안하였으며 계산 결과, 전체 항복강도 증가분 중에서 압축 잔류응력이 55%, 강한 소성 변형과 쌍정 생성의 미세조직 강화 효과가 45%를 차지하는 것으로 나타났다.

Acknowledgement

This work was supported by a 2-Year Research Grant of Pusan National University.

REFERENCES

1. A. Amanov, I. S. Cho, Y. S. Pyoun, C. S. Lee, and I. G. Park, *Wear* **286**, 136 (2012).
2. X. Hou, H. Qin, H. Guo, S. Mankoci, R. Zhang, X. Zhou, Z. Ren, G. L. Doll, A. Martini, N. Sahai, Y. Dong, and C. Ye, *Mater. Sci. Eng. C* **78**, 1061 (2017).
3. S. M. Baek, I. Y. Choi, J. H. Moon, U. Rakhmatjon, J. H. Kim, N. J. Kim, J. K. Kim, A. Amanov and H. S. Kim, *Materialia* **12**, 100821 (2020).
4. A. Amanov, O. V. Penkov, Y. S. Pyoun, and D. E. Kim,

- Tribol. Int.* **54**, 106 (2012).
5. B. Wu, P. Wang, Y. S. Pyoun, J. Zhang, and R. Murakami, *Surf. Coat. Technol.* **213**, 271 (2012).
6. A. Amanov, I. S. Cho, D. E. Kim, and Y. S. Pyun, *Surf. Coat. Technol.* **207**, 135 (2012).
7. M. S. Suh, C. M. Suh, and Y. S. Pyoun, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* **36**, 769 (2013).
8. A. Gill, A. Telang, S. R. Mannava, D. Qian, Y. S. Pyoun, H. Soyama, and V. K. Vasudevan, *Mater. Sci. Eng. A* **576**, 346 (2013).
9. M. Yasuoka, P. Wang, K. Zhang, Z. Qiu, K. Kussaya, Y. S. Pyoun, and R. Murakami, *Surf. Coat. Technol.* **218**, 93 (2013).
10. A. Amanov, S. Sasaki, D. E. Kim, O. V. Penkov, and Y. S. Pyoun, *Tribol. Int.* **64**, 24 (2013).
11. Y.-K. Kim, M.-J. Kim, Y.-J. Hwang, S. K. Kim, H.-K. Lim, and K.-A. Lee, *Korean J. Met. Mater.* **59**, 365 (2021).
12. B. H. Lee, Y. W. Kim, S. H. Park, and C. S. Lee, *Transactions of Materials Processing* **16**, 6 (2007).
13. S. H. Park, S. -G. Hong, J. H. Lee, and C. S. Lee, *Transactions of Materials Processing* **19**, 7 (2010).
14. J. Yu, M. Lee, Y. H. Moon, Y. Noh, and T. Lee, *Korean J. Met. Mater.* **58**, 43 (2020).
15. V. V. Ramalingam, P. Ramasamy, M. D. Kovukkal, and G. Myilsamy, *Metals and Materials International* **26**, 409 (2020).
16. Gehrmann, M. M. Frommert, and G. Gottstein, *Mater. Sci. Eng. A* **395**, 338 (2005).
17. N. V. Dudamell, I. Ulacia, F. Gálvez, S. Yi, J. Bohlen, D. Letzig, I. Hurtado, and M. T. Pérez-Prado, *Acta Mater.* **59**, 6949 (2011).
18. S. Bagherifard, D. J. Hickey, S. Fintova, F. Pastorek, I. Fernandez-Pariente, M. Bandini, T. J. Webster, and M. Guagliano, *Acta Biomater.* **66**, 93 (2018).
19. A. Yazdanmehr and H. Jahed, *Materials* **13**, 5190 (2020).
20. M. D. Nave and M. R. Barnett, *Scripta Mater.* **51**, 881 (2004).
21. M. R. Barnett, Z. Keshavarz, A. G. Beer, and X. Ma, *Acta Mater.* **56**, 5 (2008).
22. J. H. Kim, B.-C. Suh, T. T. T. Trang, J. H. Hwang, and N. J. Kim, *Scripta Mater.* **170**, 11 (2019).
23. S.-G. Hong, S.H. Park, and C.S. Lee, *Acta Mater.* **58**, 5873 (2010).
24. Y. Xin, M. Wang, Z. Zeng, G. Huang, and Q. Liu, *Scripta Mater.* **64**, 986 (2011).
25. A. Chapuis and Q. Liu, *J. Mag. Alloys.* **7**, 433 (2019).
26. B. Wu, J. Zhang, L. Zhang, Y. Pyoun, and R. Murakami, *Appl. Surf. Sci.* **321**, 318 (2014).
27. R. Xin, C. Guo, J. Jonas, G. Chen, and Q. Liu, *Mater. Sci. Eng. A* **700**, 226 (2017).
28. S. Hong, S. Park, and C. Lee, *Acta Mater.* **58**, 5873 (2010).
29. M. Jamalain and D.P. Field, *Mater. Charact.* **149**, 9 (2019).
30. S. Ishihara, Z. Nan, and T. Goshima, *Mater. Sci. Eng. A* **468**, 214 (2007).
31. K.S. Fong, D. Atsushi, T.M. Jen, and B.W. Chua, *J. Manuf. Sci. Eng.* **137**, 051004 (2015).
32. H.K. Kim and W.J Kim, *Mater. Sci. Eng. A* **385**, 300 (2004).
33. Z. Wang, Y. Guan, T. Wang, Q. Zhang, X. Wei, X. Fang, G. Zhu, and S. Gao, *Mater. Sci. Eng. A* **745**, 450 (2019).
34. M.Y. Lee and J.J. Kim, *J. Weld. Join.* **37**, 293 (2019).