

기계적 합금화된 Al-8wt%Fe 분말의 고온 변형거동

조권구 · 이도인 · 안인섭 · 허보영 · 조종춘* · 김선진** · 문인형**

경상대학교 금속재료공학과

*한국기계연구원

**한양대학교 재료공학과

The High Temperature Deformation Behavior of Mechanically Alloyed Al-8wt%Fe Powders

Kwon-Koo Cho, Do-In Lee, In-shup Ahn, Bo-Young Hur, Jong-Choon Cho*, Seon-Jin Kim**, and In-Hyung Moon**

Dept. of Metallurgical & Materials & Engineering, Gyeong Sang National University, Chin Ju 900

*High Temperature Materials Lab., Korea Institute of Machinery & Metals, Changwon 641-010

**Dept. of Materials Engineering, Hanyang University, Seoul 133-791

초 록 기계적 합금화 방법으로 제조된 Al-8wt%Fe 합금분말의 진공고온 소결거동을 분석하였고 이 소결체의 고온변형거동을 연구하기 위하여 350°C-450°C의 온도 범위에서 여러 변형률속도로 압축 시험을 수행하였다. 또한 이 소결체의 열적안정성을 조사하기 위하여 300°C-500°C 온도 범위에서 각각 60시간 동안 열처리한 후 경도시험을 수행하였다. 압축응력은 변형률이 증가함에 따라 급격히 증가하여 변형률 약 3%에서 최대응력에 이르렀으며, 최대응력 이후 다소 연화현상을 보인 후 유동응력은 가공경화와 동적 재결정의 평형으로 변형률 30%까지 일정하였다. 또한 60시간 열처리에 따른 소결시편의 경도는 400°C 에서 부터 급격히 감소하였다.

Abstract The sintering behavior of the mechanically alloyed Al-8wt%Fe power during vacuum hot pressing was investigated and high temperature deformation behavior of the sintered specimen was studied through compression tests at various strain rates in the temperature range between 350°C and 450°C. In addition, thermal stability of the sintered specimen was examined by hardness measurement after annealing the specimen for 60 hours in the temperature range of 300°C~500°C. The compressive stress increased rapidly with strain and reached the maximum point at the strain about 3%. With slight decrement after reaching the maximum point, the flow stress became constant up to the strain of 30% and it was considered to be due to equilibrium between work hardening and dynamic recrystallization. The hardness of the 60 hrs annealed specimens began to decrease rapidly at 400°C.

1. 서 론

Al합금은 낮은 밀도에 비하여 강도가 높고 내식성도 우수하여 구조상 경량이 요구되는 항공기, 선박, 자동차 등의 구조재료로써 많이 사용되고 있으나 최대 사용온도가 150°C가 되는 것으로 알려진 항공기 엔진의 터어빈 날개 등과 같은¹⁾ 항공기용 엔진부품으로 사용

되기 위해서는 내식성은 물론 고온에서 장시간 사용함에 따른 기계적 성질의 급격한 저하가 없어야 한다. 이러한 요구에 부응하기 위하여 Al합금의 입자를 미세화하고, 고온에서 안정한 분산상들을 균일하게 분포시킬 수 있는 새로운 합금제조방법으로 기계적 합금화 방법과 금속용고법에 대한 연구가 많이 수행되고 있다.²⁻⁶⁾ 이와 같은 방법으로 제조된 합

금분말을 가공하기 위해서는 고온 성형과정이 수반되는데 일반적으로 금속재료의 고온 가공은 사용된 재료의 $0.5T_m(^{\circ}\text{C})$ 이상의 온도에서 행하여지며⁷⁾ 이때 열간 변형으로 인한 가공경화와 이것을 상쇄시키는 회복이나 재결정에 의한 동적 복구과정이 동시에 일어난다. 이러한 과정에서 일반적으로 적층결합에너지가 큰 재료에서는 전위의 상승, 교차슬립등에 의하여 축적된 큰 전위들이 소멸되어 동적회복(dynamic recovery)만이 일어나고 이와 반대로 적층결합에너지가 작은 재료에서는 국부적인 전위밀도의 차이로 인하여 동적 재결정이 일어나는 것으로 알려져 있다.^{8,9)} 실제로 면심 입방정 결정구조를 가지며 적층결합에너지가 비교적 낮은 γ -Fe, Ni, Pb, Cu 및 이들의 고용체 합금들은 고온에서, 고 변형률 속도로 변형하면 동적 복구과정의 하나인 동적 재결정현상을 나타내는 것으로 알려져 있다.¹⁰⁻¹²⁾

본 연구에서는 높은 용융점의 Al_3Fe 금속간 화합물상의 석출로 고온강도가 우수한 것으로 알려진 Al-8wt%Fe 합금분말을 기계적합금화 방법으로 제조하여 이들 합금분말의 진공고온 압축소결시 소결거동을 소결온도 및 시간의 변화에 따른 상대밀도 및 경도변화로써 조사하였고 열간 변형의 최적조건을 찾기 위하여 진공고온소결시킨 시편의 고온 압축거동을 조사하고 이 거동을 동적복구과정과 연관지어 규명하고자 하였다.

2. 실험방법

기계적 합금화 방법으로 Al-8wt%Fe 합금분말을 제조하기 위하여 한국비철분말사의 Al분말(99.5%)과 INCO사의 Fe분말로 -230+270mesh의 입도분말을 사용하였으며 합금화 과정중에 일어나는 과잉압접을 방지하기 위하여 가공조절제로 stearic acid를 1.5wt% 첨가하여 Al-8wt%Fe 분말을 건식혼합한 후 아르곤 가스 분위기하에서 300rpm의 교반속도로 1300분동안 기계적 합금화하였다.

이렇게 제조된 분말을 원통형 급형에 충전시킨 후에 100MPa의 압력으로 성형하였으며 이때의 성형밀도는 60%이었다. 냉간압축성형 후 시편을 자체 제작한 진공고온소결 장치를 이용하여 5×10^{-4} Torr의 진공하에서 $4^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 의 승온속도로 가열시켰고 소결온도에 도달되

면 200MPa의 압력으로 일정하게 유지한 후 노냉시키는 방법으로 조밀화 시켰다. 진공고온소결시키는 동안 본 시편의 소결거동 분석을 위해, 소결온도와 시간에 따른 밀도 및 록크웰 경도변화를 측정하였다. 이때 소결온도는 1300분동안 기계적 합금화시킨 Al-8wt%Fe 합금분말을 사용하여 시차열분석을 행한 결과로부터¹³⁾ 금속간 화합물상이 완전히 석출될 것으로 예상되는 440°C 와 470°C 의 온도를 택하였다. 본 시편의 열적 안정성을 평가하기 위하여 300°C - 500°C 온도 영역에서 각각 60시간 노출시켜 공냉한 후 경도변화를 비이커스 경도기를 사용하여 측정하였다.

진공고온소결된 시편을 $6\text{mm}\phi \times 9\text{mm}$ 크기로 가공하여 Instron machine에서 고온압축 시험을 행하였다. 압축시험온도는 350°C , 400°C , 450°C 로 하였고 각 시험 온도에서 10분간 유지 후 압축시험을 수행하였다. 변형률속도는 $5.56 \times 10^{-4}\text{S}^{-1}$, $1.85 \times 10^{-3}\text{S}^{-1}$, $2.22 \times 10^{-2}\text{S}^{-1}$ 로 하였으며 압축변형률이 30%에 다다른 후 미세조직 관찰을 위하여 급냉시켰다.

진공고온소결 시편의 미세조직은 광학현미경을 사용하여 keller용액으로 30초동안 에칭시킨 후에 관찰하였고 석출물 및 고온압축시험 동적 복구과정들을 관찰하기 위하여 변형률 30%까지 고온압축시험후 급냉시킨 시편을 10% 퍼크로릭 산으로 -35°C , 30V 조건에서 전해연마하여 thin foil시편을 준비한 후 투과전자현미경을 이용하였다.

3. 결과 및 고찰

기계적 합금화

사진1은 Al-8wt%Fe 혼합분말에 가공조절제로 1.5wt%의 stearic acid를 첨가하여 건식혼합 후 Ar 분위기에서 교반속도를 300rpm으로 1300분 동안 기계적 합금화한 분말의 형태를 주사전자현미경으로 관찰한 결과를 나타내었다. 기계적 합금화에서 합금과정이 정상상태에 이르게되면 합금분말들은 구형이되고 입도 분포도 일정하게 유지되며 경도는 포화상태에 이르는 것으로 알려져 있다.¹⁴⁾ 본 저자들의 Al-8wt%Fe 혼합분말의 기계적 합금화과정에 대한 연구 결과에 의하면¹³⁾ 본 실험과 동일한 조건에서 1000분간 기계적 합금화시 합금분말은 정상상태에 도달했다. 본 실

험의 경우 기계적 합금화 시간이 1300분이었고 또한 사진 1에, 분말입자의 형태가 구형인 것으로 보아 본 시편분말은 정상상태에 이른 것으로 생각된다.



Photo 1. SEM morphologies of the Al-8wt%Fe powders mechanically alloyed for 1300min.

진공고온소결 및 미세조직

기계적 합금화된 Al-8wt%Fe 합금분말을 440°C와 470°C에서 진공고온소결할 때 소결 시간에 따른 상대밀도의 변화를 그림1에 나타내었다. 440°C에서 진공고온소결시킨 시편

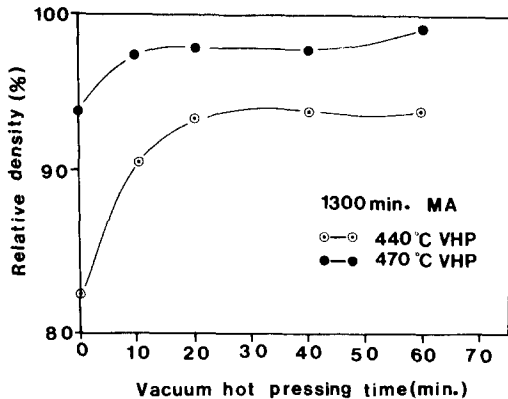


Fig.1. Variation of relative density of MA Al-8wt%Fe powder with vacuum hot pressing time.

의 경우 소결시간이 증가함에 따라 소결밀도는 급격히 증가하며 소결시간 20분에서 상대밀도가 93.6%에 다다랐으며 더이상의 소결시간 증가에도 소결밀도는 증가하지 않고 거의 일정한 값을 나타내었다. 470°C에서 진공소결

시킨 시편의 경우 시편의 예열과정에서 이미 비이론밀도가 93.8%에 다다랐으며 소결시간 60분에서는 비이론밀도가 99.3%로 거의 이론밀도에 가까운 값을 나타내었다. 그림2에 440°C와 470°C에서 진공 고온소결시킨 시편의 소결시간의 변화에 따른 경도측정결과를 나타내었다. 그림에서 보는 바와같이 소결시편의 경도치는 소결시간이 증가함에 따라 서서히 증가하다가 20분 이후에 일정한 포화 정도치에 도달하였으며, 그림1과 같은 소결시편의 상대밀도 변화거동과 유사한 경향을 나타내었다. 또한 440°C에서 소결했을 때보다도 470°C에서 진공고온소결한 경우가 약 HRB 10정도 더 높은 경도값을 보였다. 본 실험조건과 동일한 조건에서 1300분 동안 기계적 합금화시킨 Al-8wt%Fe 합금분말에 대하여 본 저자들이 시차열분석을 해 본 결과 Fe와 Al이 반응함에 따른 평형상인 $Al_{13}Fe_4$ 또는 준안정상인 Al_6Fe 상의 석출은 440°C에서 완전히 끝남을 알 수 있었다¹³⁾. 따라서 470°C에서 진공고온소결시켰을 때의 경도가 440°C의 경우보다

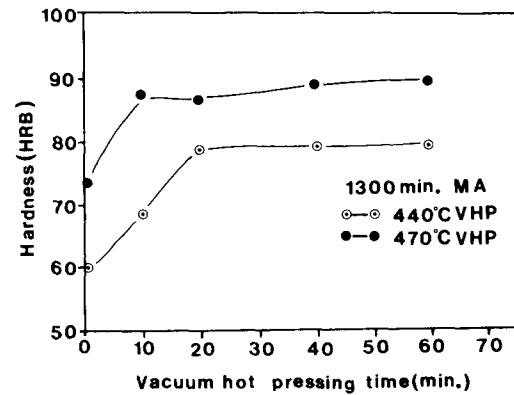


Fig.2. Variation of hardness of MA Al-8wt%Fe powders with vacuum hot pressing time.

높은 것은 소결온도 증가에 따른 석출물의 석출량의 증가보다는 소결온도의 증가에 따른 소결밀도의 증가때문인 것으로 생각된다. 사진 2는 470°C에서 1 시간동안 진공고온소결시킨 시편의 미세조직을 광학현미경으로 관찰한 것으로, 사진 (a)와 (b)는 시편의 횡단면과 종단면을 나타내었다. 사진에서 보는 바와같이 입자들은 기계적 합금화된 분말상태로

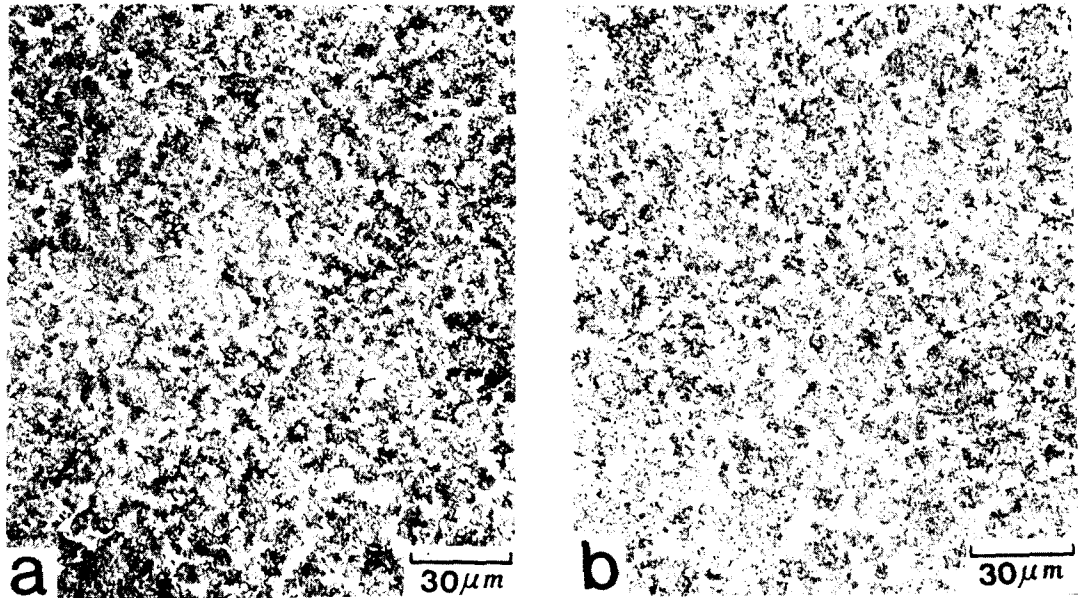


Photo 2. Optical micrographs of vacuum hot pressed specimen at 470°C for 1hr.

a) transverse section b) vertical section

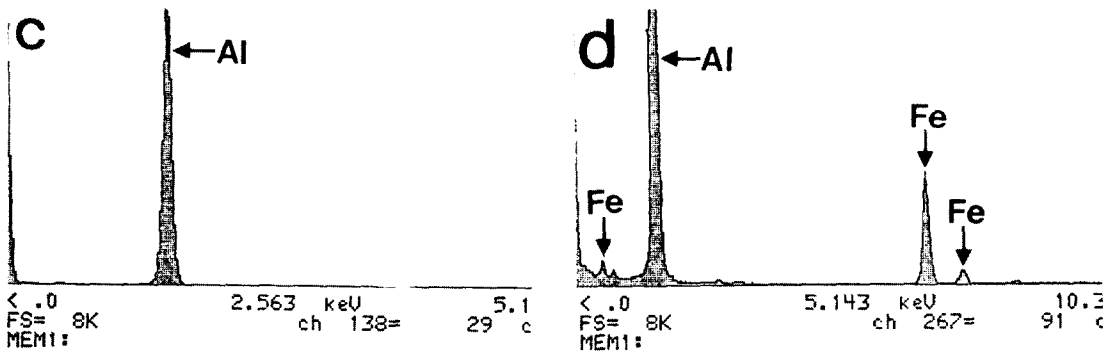
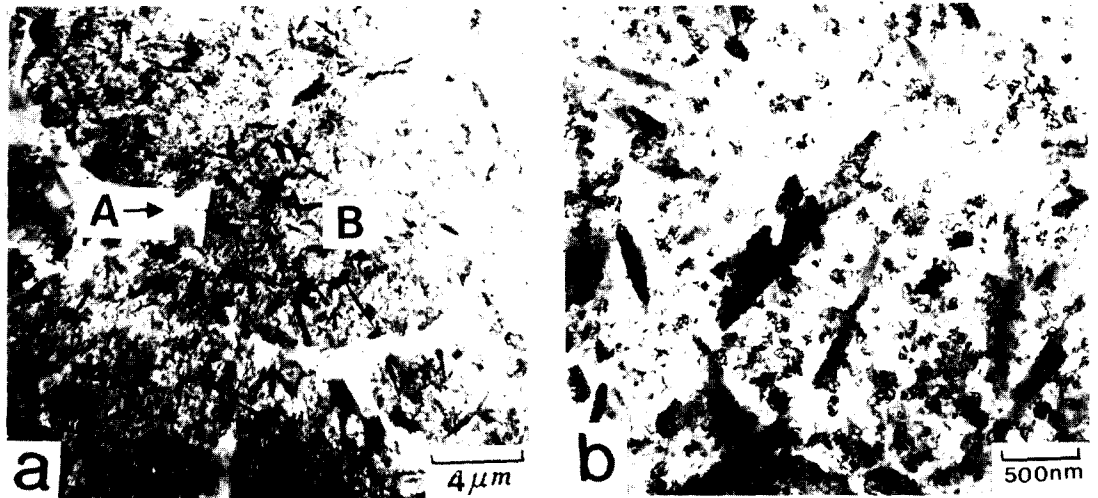


Photo 3. TEM micrographs of vacuum hot pressed specimen at 470°C for 1hr. a) bright field image, b) magnified bright field image of B region c, d) results of EDS analysis of grain boundary (A) and particle(B)

유지되었으며 그림 1의 결과로부터 예측할 수 있듯이 내부에 기공이 거의 존재하지 않았다.

사진 3에 470°C에서 1시간 동안 진공고온 소결시킨 시편의 TEM 미세조직을 나타내었

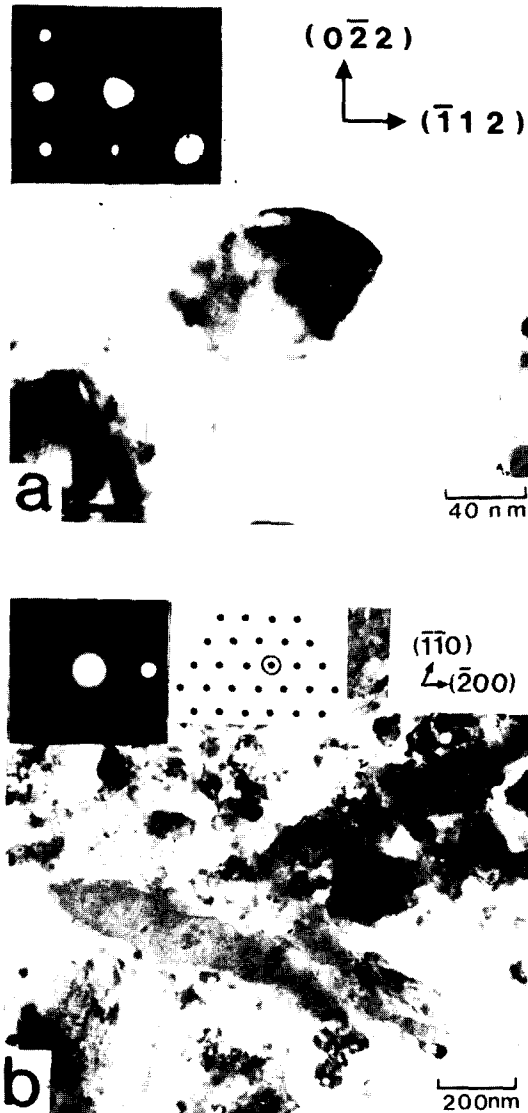


Photo 4. TEM micrographs of precipitates of near-spherical shape(a) and needle shape(b).

- a) Al₆Fe phase of a near-spherical shape: insert is a [311] Al₆Fe zone selected area diffraction pattern.
- b) Al₃Fe₄ phase of a needle shape: insert is a [011] Al₆Fe zone selected area diffraction pattern.

다. (a)는 명시야상을 나타낸 것으로서 입자 크기는 약 18 μ m 정도였으며 구형의 형태를 나타내었고 (b)는 (a)의 입내부분을 확대한 사진으로서 미세한 구형의 석출상과 침상의 석출물이 존재하였다. (c)와 (d)는 입계 및 입자를 EDS분석한 결과를 나타낸 것으로서 입계에서는 Al의 α 상만이 존재하였고 입자내에서는 Al 및 Fe 원소들이 나타나는 것으로 보아 급속간 화합물상이 존재하는 것으로 보인다. 따라서 입자내에 존재하는 미세한 구형 및 침상의 석출물들을 분석하기 위하여 투과전자현미경으로 관찰한 내용을 사진 4에 나타내었다. 사진에서 보는 바와 같이 (a)는 구형석출물의 명시야상과 제한시야회절도형을 나타낸 것으로서 [311] 정대축을 갖는 사방정(orthorhombic)의 Al₆Fe상이었으며 (b)는 침상석출물의 명시야상과 제한시야회절도형으로서 단사정(monoclinic)의 [001]정대축을 갖는 Al₃Fe₄상임을 확인할 수 있었으며 급속응고한 Al-Fe합금분말을 압출가공한 시편에서는 α -Al입계에 미세한 석출물인 Al₃Fe₄ 및 Al₆Fe상들이 존재한다고 보고한 바가 있으나¹⁵⁾ 본 연구에서는 이러한 현상을 관찰할 수 없었다.

열적 안정성 평가

그림3은 470°C에서 1시간 진공고온소결시킨 후 300°C-500°C 온도 범위에서 60시간 동

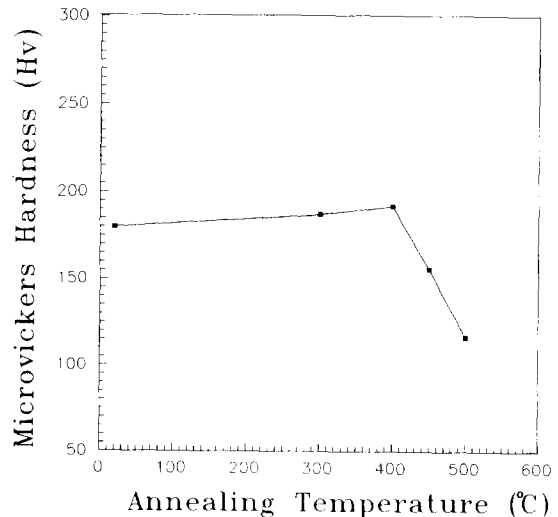


Fig.3. Variation of microvickers hardness after annealing at various temperatures for 60hrs.

안 노출시킨 후 노출온도 증가에 따른 비커스 경도변화를 나타내었다. 경도는 상온에서부터 400°C까지 소둔온도가 증가함에 따라 다소 증가하였으나 400°C 이상에서는 경도가 급격히 감소하였다. 400°C 이상에서의 급격한 경도감소는 전위구조에서 일어나는 회복현상과 열적으로 불안정한 석출물 특히 구형의 Al₃Fe 상의 조대화에¹⁶⁾ 기인하는 것으로 생각된다.

고온 압축변형거동

그림4는 Al-8wt%Fe 합금을 350°C, 400°C, 450°C 각각의 온도에서 $2.22 \times 10^{-2} \text{S}^{-1}$ 의 변형률 속도로 압축시험하여 얻어진 유동곡선으로 응력축에 최대점을 보인 후에는 변형률이 증가함에 따라 변형률에 무관하게 응력이 일정한 정상상태를 나타내었다. 이러한 결과를 변형률이 3% 이내로 작을 경우에는 가공경화 현상에 의해서 급격한 응력의 증가를 보이다가 응력이 최대값에 도달한 이후에 동적재결정의 발생으로 인하여 응력이 점차 감소하여 가공경화와 동적재결정이 평형을 이루는 정상상태의 거동을 보이는 것으로 생각된다.^{17), 18)}

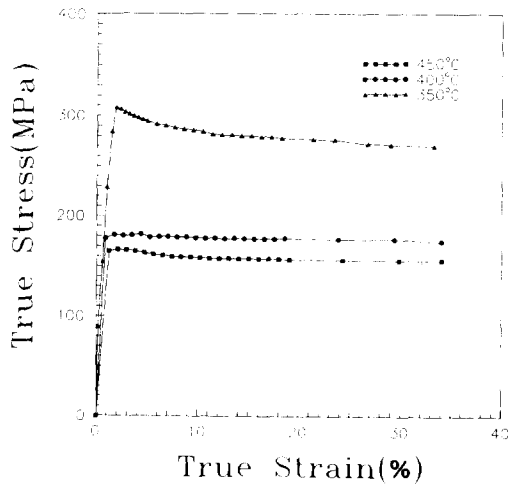


Fig.4. True stress-strain curves obtained from compression test at a strain rate of $2.22 \times 10^{-2} \text{S}^{-1}$.

350°C, 400°C, 450°C 각각의 온도에서 $1.85 \times 10^{-3} \text{S}^{-1}$, $5.56 \times 10^{-4} \text{S}^{-1}$ 의 변형률 속도로 압축시험한 결과를 그림 5, 6에 나타내었다. 진응력 대 진변형률 곡선은 그림 4와 거의 유사한 경향을 보이고 있으며 온도가 낮고, 변형률 속도가 빨라짐에 따라 최대응력이 증가

하였음을 볼 수 있었고 최대응력에 이르는 변형률은 온도가 증가할수록 낮아지고 변형률 속도가 증가함에 따라 증가하였다. 이는 고온 변형시 최대응력의 감소로 나타나는 연화가 온도가 증가함에 따라 지수함수적으로 증가하고¹⁹⁾ 변형률속도가 빠를수록 축적되는 에너지가 증가하나 계속되는 변형으로 연화가 억제되기 때문으로 생각된다.²⁰⁾ 또한 온도가 높을수록 가공경화와 동적재결정이 평형을 이루는 정상상태의 응력이 감소하였는데 이는 온도가 높을수록 변형에 필요한 에너지는 작지만 재

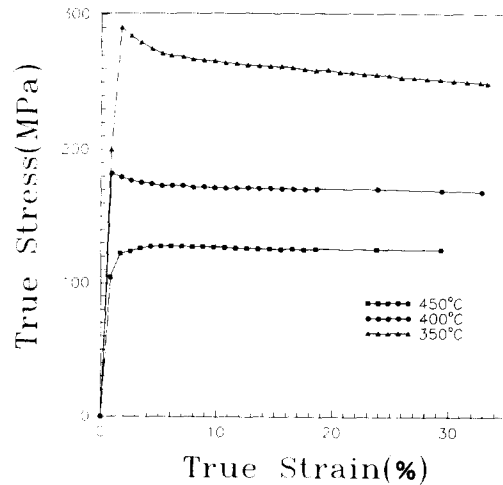


Fig.5. True stress-strain curves obtained from compression test of a strain rate of $1.85 \times 10^{-3} \text{S}^{-1}$.

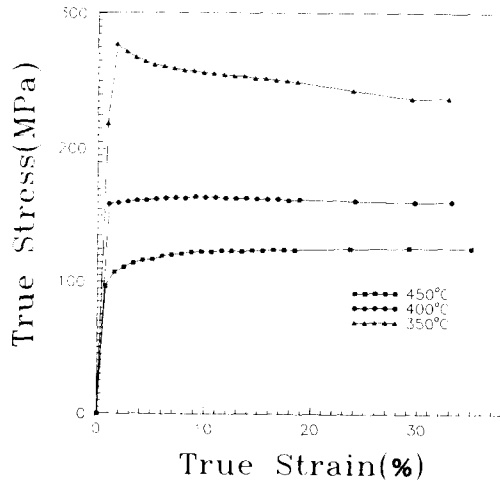


Fig.6. True stress-strain curves obtained from compression test at a strain rate of $5.56 \times 10^{-4} \text{S}^{-1}$.

결정, 핵생성에 대한 열적 활성화 효과가 커지기 때문에 국부적인 전위밀도의 차이로 발생하는 동적재결정이 쉽게 일어나 가공경화와 평형을 이루는 정상상태가 낮은 압축응력하에서 이루어지기 때문이라 생각된다.

사진 5는 $1.85 \times 10^{-3} \text{S}^{-1}$ 의 변형률 속도로 30% 압축변형된 시편에서 얻어진 TEM 미세조직을 나타낸 것이다. 350°C에서 압축변형된 시편에 있어서 (a) 입자내부에서는 큰 변화를 찾을 수 없었지만 입계의 α -Al 상에서 재

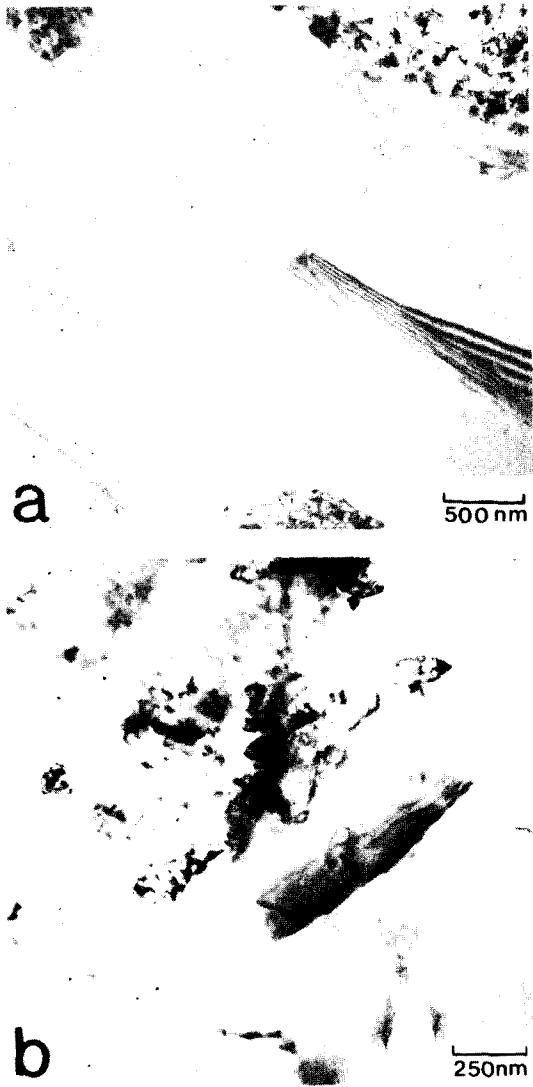


Photo.5. TEM micrographs taken from a sample deformed 30pct. in compression at 350°C(a) and 450°C(b) at a strain rate of $1.85 \times 10^{-3} \text{S}^{-1}$.

결정이 일어나는 것을 관찰할 수 있었다. 이것은 입자 내부에 급속한 화합물의 존재로 인하여 입자들이 상당히 brittle한 반면에 입계에서는 상당히 연한 α -Al상이 존재하기 때문에 입계부위에 상당한 변형을 받아 재결정이 일어나는 것으로 보인다. 또한 450°C에서 압축변형된 시편에서는 상대적으로 연한 입계의 α -Al상에서 뿐만 아니라 입자 내부에서도 재결정이 일어남을 관찰할 수 있었으며 이것은 온도가 증가함에 따라 열적 활성화가 증가되어 연화가 빨리 진행되기 때문일 것으로 사료된다.

4. 결 론

1) 기계적으로 합금화된 Al-8wt%Fe 합금 분말을 200MPa의 압력으로 진공고온소결시킨 경우 470°C에서 60시간 소결시켰을 때 거의 이론밀도에 가까운 99.3%의 비이론 밀도 값을 얻을 수 있었으며 440°C에서는 소결시간 20분 이후 포화값인 93.6%의 비이론 밀도 값을 보였으며 더 이상의 소결시간 증가에도 소결밀도는 증가하지 않았다.

2) 진공고온소결에 따른 경도 값은 소결온도 470°C에서 소결시간 10분후에 포화경도치인 약 HRB 88의 값을 나타내었으며 440°C에서는 소결시간 20분후에 포화경도치인 HRB 78의 값에 도달하였다.

3) 미세조직 관찰결과 소결시편의 입계에는 α -Al상만이 존재하였고 입내에 존재하는 구형의 석출물은 Al_6Fe 이었고 침상의 석출물은 $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ 임을 확인하였다.

4) 60시간 열처리에 따른 소결시편의 경도 값은 400°C이상에서 부터 급격히 감소하였다. 이는 구형의 Al_6Fe 상의 조대화와 전위구조에서의 회복에 의한 것으로 생각되었다.

5) 고온압축시험결과, 압축응력은 변형률이 증가함에 따라 가공경화 현상으로 급격히 증가하여 변형률 3%이하에서 최대응력을 보인 후 동적재결의 발생으로 다소 연화 현상을 보인 후 최대변형률 30%까지 일정한 압축응력을 보이는 정상상태의 거동을 보였다. 이는 가공경화의 동적재결정의 평형때문인 것으로 생각되었다.

후 기

본 연구는 한국과학재단 연구비 지원에 의해 수행된 것으로 이에 감사를 드립니다.

참 고 문 헌

1. P.P. Millan, Jr.: *J. of Metals*, 3(1983) 76
2. J. S. Benjamin: *Metall. Trans.*, 1(1970) 2943
3. J. S. Benjamin and R. D. Schelleng: *Metall. Trans.*, 12A(1981) 1827
4. G. Jangg, F. Kutner and G. Korb: *Powder. Metall. Int.*, 9(1977) 24
5. J. P. Lyle, Jr., W. S. Cebulak and K. E. Buchovecky: *Progress in Powder Metallurgy*, 28(1972) 93
6. J. P. Lyle, Jr., W.S. Cebulk: *Metals Engineering Quarterly*, 14(1974) 52
7. H. J. McQueen and J. J. Jonas: "Treatise on Metal Science and Technology", Vol 6, Academic Press, London, (1975) 393
9. T. Sakai, J. J. Jonas: *Acta Metall*, 32 (1984) 189
10. 作井誠太, 酒井拓: *鐵と鋼*, 63(1977) 285
11. R. C. Gifkins: *J. Inst. Metals*, 87(1959) 255
12. R. A. Petkovic: M. J. Luton and J. J. Jonas, *Acta Metal.*, 27(1979) 1633
13. 이도인, 안인섭, 허보영, 문인형: *대한금속학회지*, 29(1991) 943
14. J. S. Benjamin and T. E. Volin: *Metall. Trans.*, 5A (1974) 1929
15. 전경식, 한형기, 유연철, 이호인: *재료강도 심포지움*, (1990) 119
16. 문인형: KOSEF 89-04-15 연구보고서: 기계적 합금화 방법에 의한 고온용도강도 Al-합금의 개발연구(1992) 435
17. H. J. McQueen and J. J. Jonas: "Treaties on Metal Science and Technology", vol. 6 Academic press, London(1975) 393
18. T. Sakai and J. J. Jonas: *Acta. Met.* 32 (1984) 189
19. J. Sanker, D. Hawkins and H. J. McQueen: *Met. Tech.*, 6(1979) 325
20. W. Kundsen, J. Sanker, H. J. McQueen, J. J. Jonas and D. Hawkins: *Hot working and forming process*, (1979) 51