Journal of Korean Powder Metallurgy Institute
Vol. 9, No. 2, 2002

성형압의 변화가 상용 2xxx Al 합금계 혼합분말의 소결특성에 미치는 영향

김대건 · 민경호 · 장시영* · 김영도
한양대학교 재료공학부
*한국항공대학교 항공재료공학부

Effect of Compacting Pressure on Sintering Characteristics of Commercial 2xxx Series Al Alloy Powders

Dae-Gun Kim, Kyung Ho Min, Si-Young Chang* and Young Do Kim
Division of Materials Science and Engineering, Hanyang University, Seoul 133-791, Korea
**Department of Materials Engineering, Hankuk Aviation University, Kyonggi-do 412-791, Korea*
(Received 26 March 2002 ; Accepted form 15 April 2002)

Abstract The characteristics of two commercial 2xxx series Al alloy powders, AMB2712 and 201AB, were evaluated and their compacting and sintering characteristics were discussed in terms of compacting pressure. The particle shapes of both two powder mixtures were irregular and their particle size distributions were broad. The compactibility of AMB2712 was superior to that of 201AB because of better fluidity. The sintered density was higher than the green density at low compacting pressure, however, it was lower than the green density when the samples were compacted at higher pressure due to the swelling during sintering. The sintered density was almost the same as the green density at the "homogeneous deformation" stage. It was observed that the pores were created at the triple points due to the rapid diffusion of Cu in Al.

Keywords: Sintering, 2xxx series aluminum powders, Compacting pressure, Homogeneous deformation

1. 서 론

Al은 전연성이 뛰어나며 전기 및 열전도도가 우수하고 비중이 2.7 g/cm^{3}로써 Fe에 비하여 비강도가 약 8배 이상 높다. 이러한 Al의 대표적인 합금인 2xxx, 6xxx와 7xxx는 Cu, Mg와 Zn 등을 함유하며, 가공과 열처리를 통해 기계적 특성을 향상시켜 주로 항공기나 자동차 등의 구조용 재료로 이용되고 있다.[1] 일반적으로 Al합금은 주조용해공정으로 제조되고 있으나, 부피가 작고 복잡한 형상의 부품을 대량으로 생산하기에는 후 가공공정에 의한 높은 제조단가나 주조공정시에 도입될 수 있는 결함 등의 문제점이 있다. 반면에 분말야금 공정은 합금원소를 편석없이 쉽게 첨가할 수 있으며, 미세하고 균일한 조직을 갖는 복잡한 형상의 부품을 대량으로 생산하기에 적합한 공정이다. 최근 복잡한 형상의 부품을 고강도 Al 합금의 제조에 분말야금법을 적용하는 많은 연구들이 이루어지고 있으며 특히, 자동차의 연비 개선을 위한 경량화를 목적으로 GM 등의 자동차 업계에서는 일부 철계 부품을 대체하여 실제로 적용하고 있다.[2,3] 한편, 국내에서는 Al 기지 복합재료의 개발에 대한 연구가 진행되었으나 소재특성의 한계, 가격 경쟁력의 취약성 및 양산기술의 부족 등으로 인해 아직까지 상용화에 이르지 못하고 있다. 국내 자동차 제작회사의 경우 지금까지 실린더 헤드 커버나 트랜스미션 케이스 등 비교적 하중을 받지 않아 요구조건이 까다롭지 않은 부품에 Al 합금을 주조공정으로 제조해서 적용하여 왔으며 Al 합금을 분말야금법으로 부품에 적용하기 위한 연구는 전무한 실정이다.

상용 Al 혼합분말을 이용하여 Al 합금을 제조하기

위해서는 혼합분말의 특성 분석과, 성형압과 소결온도에 따른 밀도와 미세조직 변화의 관찰이 중요하며, 혼합분말의 입자형상이나 입도의 분포, 혼합분말 내의 합금원소의 분포 및 상 구조 등은 성형이나 소결특성에 영향을 미친다. 상용 2xxx계 Al 합금 분말은 일반적으로 합금원소 분말을 첨가하여 혼합하는 공정으로 제조되기 때문에 Al 합금의 혼합분말은 소결공정시 Al-Cu 공정온도에서 합금원소 Cu의 불균일성에 의한 천이액상이 형성될 수 있으며 이것은 소결특성에 큰 영향을 미친다. 그러나 Al에서 Cu의 확산속도 (600°C에서 5.01×10^{-9} cm^2/s)가 Cu에서 Al의 확산속도 (600°C에서 1.14×10^{-12} cm^2/s)에 비해 약 5000배 정도 빨라서 소결시 Cu가 Al 내로 빠르게 확산하여 침투해 들어가기 때문에 소결과정에서 천이액상은 충분한 시간동안 존재할 수 없다. 그런데 Sn이나 Pb와 같은 제 3원소를 첨가하여 Al 내로 Cu의 확산을 지연시켜 보다 오랜시간 천이액상 형성을 유지함으로써 소결특성을 향상시킬 수 있다.[4,5] 또한, Al은 산화력이 매우 강하기 때문에 Al 분말의 표면에는 치밀한 산화막인 Al_2O_3가 형성되어 있으며 소결분위기를 제어하여 열역학적으로 매우 안정한 Al_2O_3를 환원시키는 것은 매우 어려운 일이다. 이렇게 Al 분말의 표면에 형성된 치밀한 산화막은 Al의 확산을 막기 때문에 소결공정을 통한 Al 분말의 치밀화는 어렵다. 그런데 Schaffer[6]는 Mg 등과 같은 활성합금원소를 첨가하면 $MgAl_2O_4$와 같은 spinel 상이 형성되어 치밀한 Al_2O_3가 제거됨으로써 Al의 확산 경로가 제공되기 때문에 소결특성이 향상된다고 보고하였다.

한편, 이와 같은 합금원소 첨가에 의한 소결특성의 향상에 관한 연구와 더불어, 치밀한 산화막을 파괴하고 입자들간의 접촉부를 증가시킬 수 있는 성형압력의 변화에 따른 소결특성을 조사하는 것은 Al합금 혼합분말을 이용한 제품의 실용화를 위해 매우 중요하다. 따라서, 본 연구에서는 두 종류의 상용 2xxx Al 합금계 혼합분말의 특성을 분석한 후, 성형압력의 변화가 밀도와 소결특성에 미치는 영향을 조사하였다.

2. 실험 방법

본 연구에서는 Ampal사의 AMB2712와 Alcoa사의 201AB로 대표되는 두 종류의 상용 2xxx Al 합금계 혼합분말을 사용하였다. 두 혼합분말의 합금 조성과 윤활제의 함량은 표 1에 나타내었다. 이러한 두 혼합분말을 성형한 후 l/d 비가 일정하도록 계산된 양으로 칭량하여 34~462 MPa의 압력 범위에서 양단압축으로 성형하였다. 각각의 압력으로 성형된 성형체를 그림 1에 나타낸 그래프와 같은 공정으로 자체 제작한 튜브형 소결로를 이용하여 질소 분위기에서 소결하였다. 열질량 분석 (Thermo-Gravimetry Analysis, TGA)의 결과, ACRAWAX C는 400°C 정도에서 분해가 완료되는 결과를 바탕으로 시료를 400°C에서 30분간 유지하고, 10°C/min로 승온하여 상태도상에서 액상이 충분이 형성될 수 있는 온도인 610°C에서 30분간 유지한 후 로냉하였다.

두 혼합분말의 초기 형상은 주사전자현미경 (Scanning Electron Microscope, SEM)을 이용하여 관찰하였고 EDS (Energy Dispersive Spectroscope) 분석을 통해서 합금원소의 분포를 확인하였다. 또한 X-선 회절분석기 (X-Ray Diffractometer, XRD)를 이용하여 상 분석을 실시하였고, 입도분석기 (Laser Particle Analyzer, LPA)를 통해서 3회 측정한 결과의 평균값으로 각각의 분말의 평균입도와 입도분포

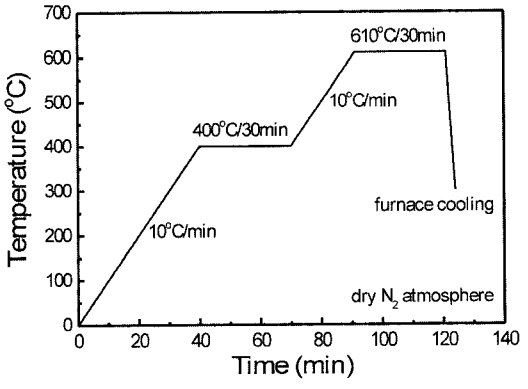

Fig. 1. Dewaxing and sintering cycle.

Table 1. Nominal compositions of elemental powders. (wt%)

	Al	Cu	Mg	Si	ACRAWAX C
AMB 2712	Bal.	3.8	1.0	0.75	1.5
201 AB	Bal.	4.4	0.5	0.8	1.5

를 평가하였다. 또한 두 혼합분말의 안식각 및 겉보기 밀도를 측정하였다.

성형체의 밀도는 치수로 계산된 부피와 측정된 질량으로부터, 소결체의 밀도는 아르키메데스 법을 적용하여 5회 이상 실시하여 평균값으로부터 구하였다. 성형체와 소결체의 미세조직은 성형 축에 수평한 면의 가운데를 광학현미경 (Optical Microscope, OM)으로 관찰하였다.

3. 결 과

3.1. 혼합분말의 특성분석

그림 2는 SEM으로 관찰한 두 혼합분말의 형상을 나타낸 것이다. 두 혼합분말 모두 불규칙한 입자 형태를 가지고 있으며 분말 입자의 크기도 매우 불균일하게 분포하고 있다. 이러한 두 분말은 합금상태의 분말이 아니라 혼합된 상태이기 때문에 EDS (그림 3)와 XRD (그림 4)를 이용하여 각각의 합금원소의 분포를 관찰하였다. 합금원소인 Cu는 두 혼합분말 모두 특정 Al 입자와 중첩되어 나타나고 있으며, XRD 분석 결과 Cu와 $CuAl_2$로써 존재하고 있음을 알 수 있다. Mg의 분포는 AMB2712의 경우, 뚜렷한 입자의 형태가 아니라 Al 입자의 분포와 같이 나타나고 Cu가 분포하는 Al 입자에는 Mg의 분포가 관찰되지 않는다. 이것은 Mg가 첨가되기 이전에 $CuAl_2$가 형성된 것을 의미한다. 반면 201AB에서 Mg의 분포는 Al 입자와 구별되어 독립적인 입자로 분포하고 있다. 이와 같은 AMB2712와 201AB의 Mg 분포 양상의 차이는 두 혼합분말의 제조시 상이한 방법으로 Mg

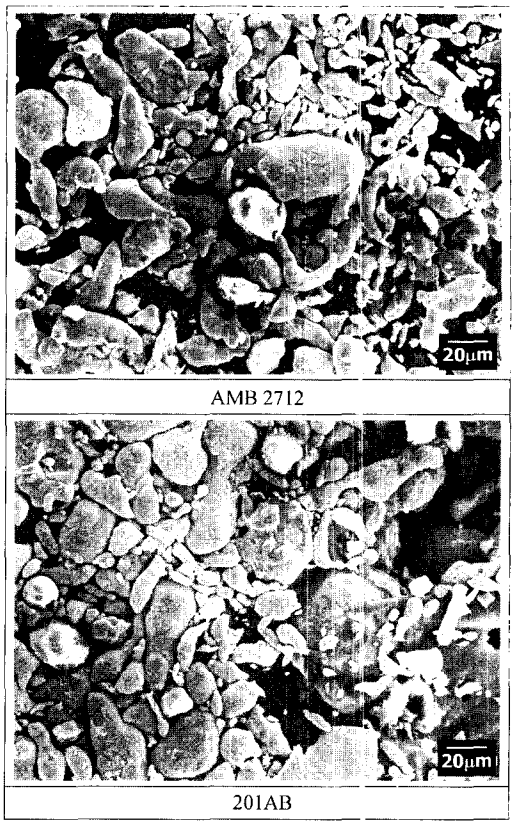

Fig. 2. Morphologies of starting mixed powders.

가 첨가되었기 때문이라고 생각된다. 한편 Si은 두 혼합분말 모두 Al 입자와 구별되어 입자 형태로 분포하고 있다.

이러한 두 혼합분말의 평균입도와 입도분포를 조사하기 위하여 입도분석한 결과를 그림 5에 나타내

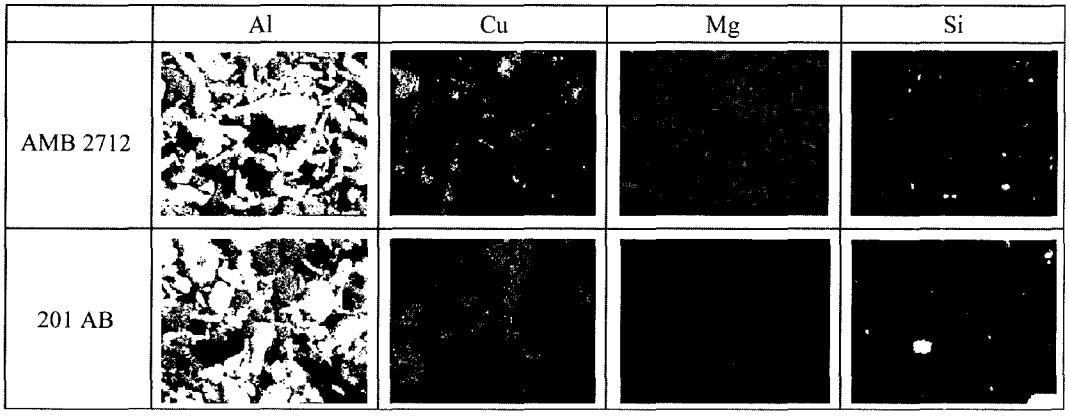

Fig. 3. EDS maps of starting mixed powders.

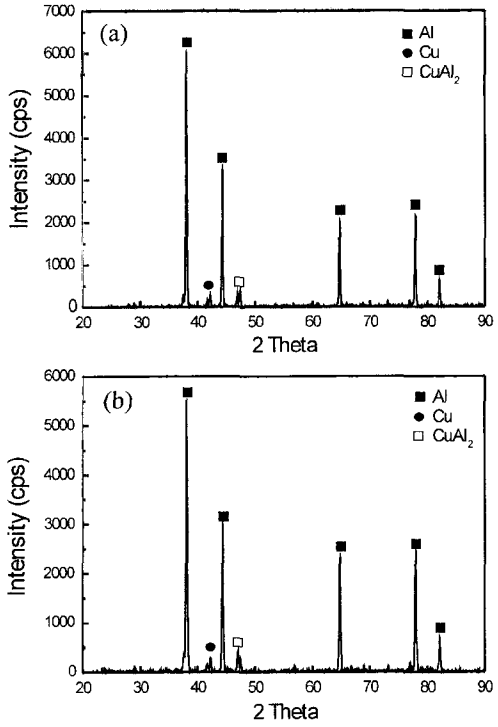

Fig. 4. X-ray diffracted patterns of elemental powders, AMB 2712 (a) and 201 AB (b).

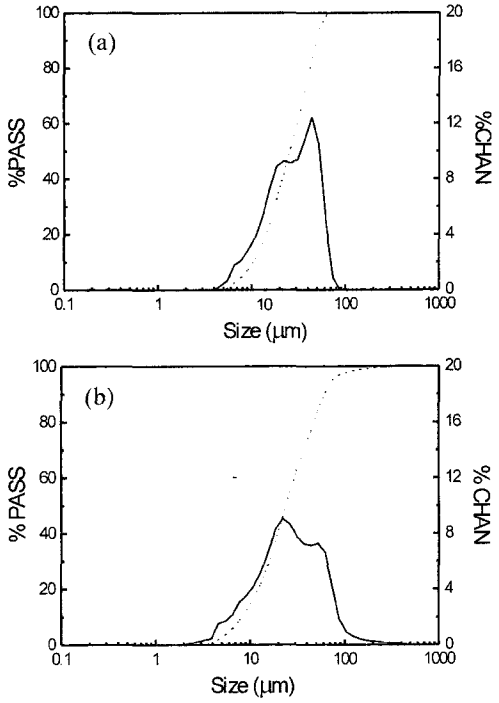

Fig. 5. Particle size distributions of elemental powders, AMB 2712 (a) and 201 AB (b).

었다. AMB2712와 201AB의 평균입도는 각각 24.33과 22.13 μm로 AMB2712가 201AB에 비해 다소 크게 나타났다. 201AB의 입도분포는 AMB2712보다 넓게 나타나고 있으며, AMB2712의 경우, 상대적으로 큰 입자의 분포가 두드러지게 나타났다. 분말의 유동성을 평가하기 위해 두 혼합분말의 안식각과 겉보기 밀도를 측정한 결과, AMB2712와 201AB의 안식각은 각각 37.41과 40.80°, 겉보기 밀도는 1.268 g/cm^3 (46.04%)와 1.270 g/cm^3 (45.80%)로 나타났다, 이상의 결과로부터 상대적으로 좁은 입도분포와 큰 평균입자크기를 갖는 AMB2712가 201AB에 비해서 분말의 유동성이 우수하기 때문에 AMB2712가 201AB에 비해서 상대적으로 분말의 충진 특성이 우수한 것으로 판단된다.

3.2. 성형 및 소결 특성

AMB2712와 201AB 혼합분말의 성형압력 변화에 따른 성형밀도와 소결밀도의 변화를 그림 6에 함께 도시하였다. 두 혼합분말의 이론밀도 값은 각각

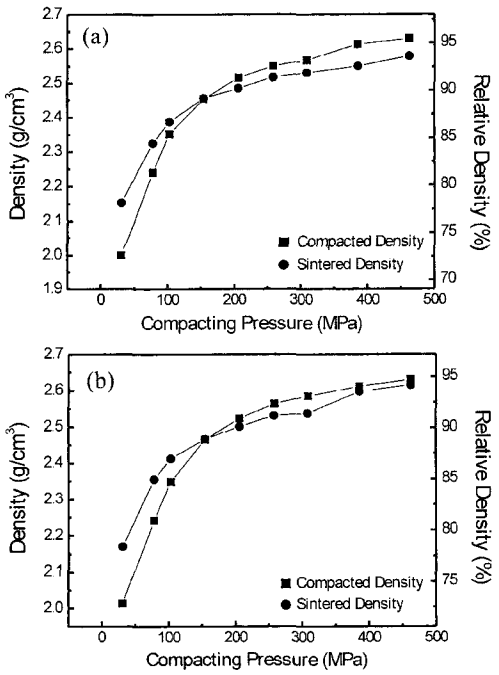

Fig. 6. Compacted and sintered densities with variation of compacting pressures: (a) AMB2712 and (b) 201 AB.

2.754와 2.773 g/cm^{3}로써 Cu 함량이 큰 201AB가 다소 높은 이론밀도 값을 갖고 있다. 두 혼합분말들은 비슷한 성형밀도를 나타내고 있지만 상대적으로 AMB2712가 201AB보다 이론밀도 값이 더 낮기 때문에 성형체의 상대밀도는 AMB2712가 201AB보다 다소 높게 나타났다. 이것은 앞에서 언급한 바와 같이 분말의 낮은 안식각과 높은 겉보기 밀도와 같은 분말 충진특성의 향상에 기인한 결과라고 생각된다.

이러한 두 혼합분말은 성형압력의 증가에 따라 성형밀도가 증가하는데, 낮은 성형압력의 범위에서는 성형밀도의 증가폭이 급격히 변하지만 대략 200 MPa의 압력 이상의 높은 성형압력에서는 성형압력의 증가에 따른 성형밀도의 증가폭이 둔화되고 약 350 MPa의 압력 이상에서는 성형밀도의 변화가 거의 나타나지 않고 있다.

소결밀도도 또한 성형밀도와 같이 성형압력이 증가할수록 증가하는 경향을 나타내고 있으나, 대략 100 MPa보다 낮은 성형압력의 성형체를 소결한 경우에는 성형밀도보다 소결밀도가 높은 것을 볼 수 있다. 그러나 약 200 MPa 정도의 성형압력의 성형체를 소결한 경우에는 소결밀도가 성형밀도와 거의 유사하고 그 이상의 압력으로 성형한 성형체를 소결한 경우에는 소결밀도가 성형밀도보다 더 낮게 나타나고 있다.

그림 7은 103, 206 및 385 MPa의 압력으로 성형

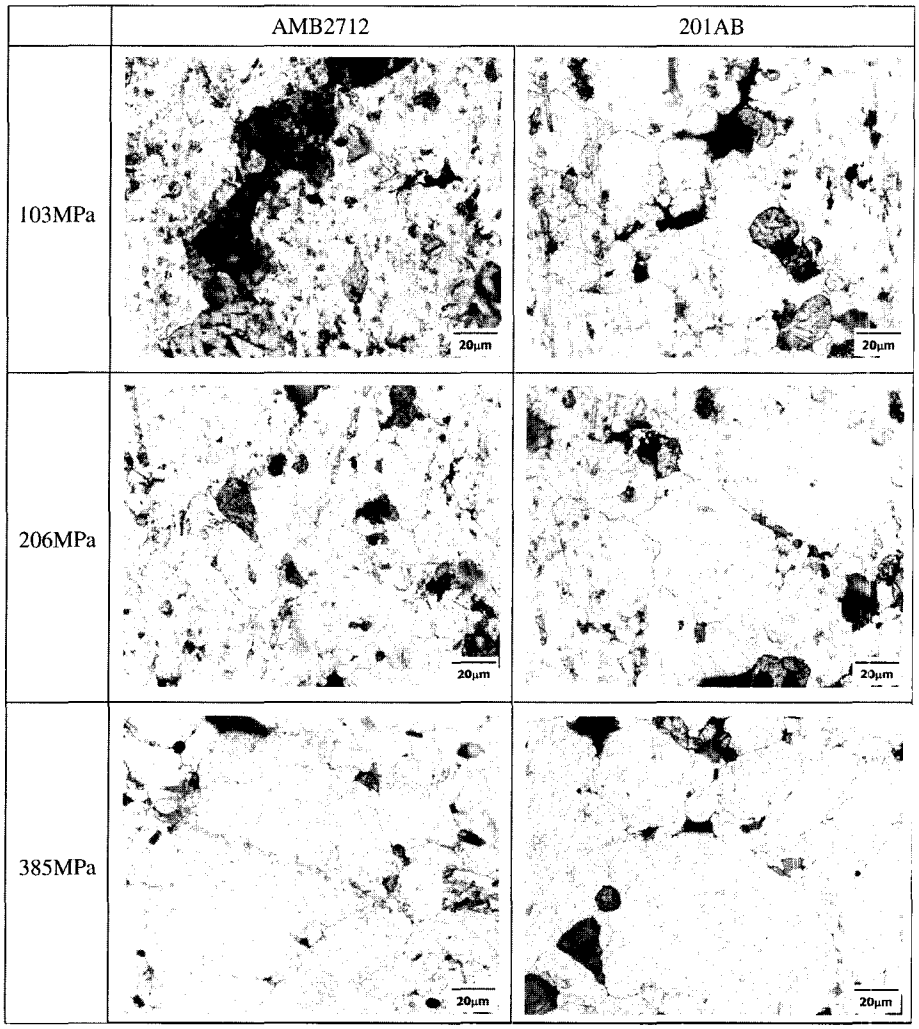

Fig. 7. Optical micrographs of compacted parts with AMB 2712 and 201AB.

한 각각의 성형체를 광학현미경으로 관찰한 미세조직이다. 두 혼합분말 모두 성형압력이 증가할수록 성형체의 미세조직은 치밀해지는 것을 볼 수 있다. 103 MPa의 성형체에서는 크고 작은 다수의 기공이 고립되지 않고 서로 연결되어 있어 결과적으로 분말간의 치밀하지 못한 경계면을 보여주고 있다. 206 MPa의 압력으로 성형한 성형체에서는 분말 사이의 삼중점에 남아있는 작은 기공들이 관찰되어 분말간의 경계면이 더욱 치밀하게 구성되어 있음을 알 수 있다. 성형압력이 크게 증가한 385 MPa의 성형체의 미세조직에서는 성형체내의 분말들이 매우 치밀하게 분포하는 것을 볼 수 있다. 분말 사이에 남아 있는 기공의 형태가 구형을 띠고 있는 것이 관찰되는데 이러한 기공들은 분말 사이에서 고립되어 있는 것으로 보인다.

그림 8은 소결체의 미세조직을 나타낸다. 성형압력이 증가할수록 기공이 감소하며 치밀한 미세조직을 관찰할 수 있지만, 구형의 기공들이 삼중점에서 관찰된다. 모든 소결체에서 관찰되는 이러한 구형의 기공들은 합금원소로 첨가되었던 Cu가 소결시 Al 내로 확산해 들어가면서 생성된 것으로 판단된다. 103 MPa의 낮은 압력으로 성형한 후 소결한 소결체

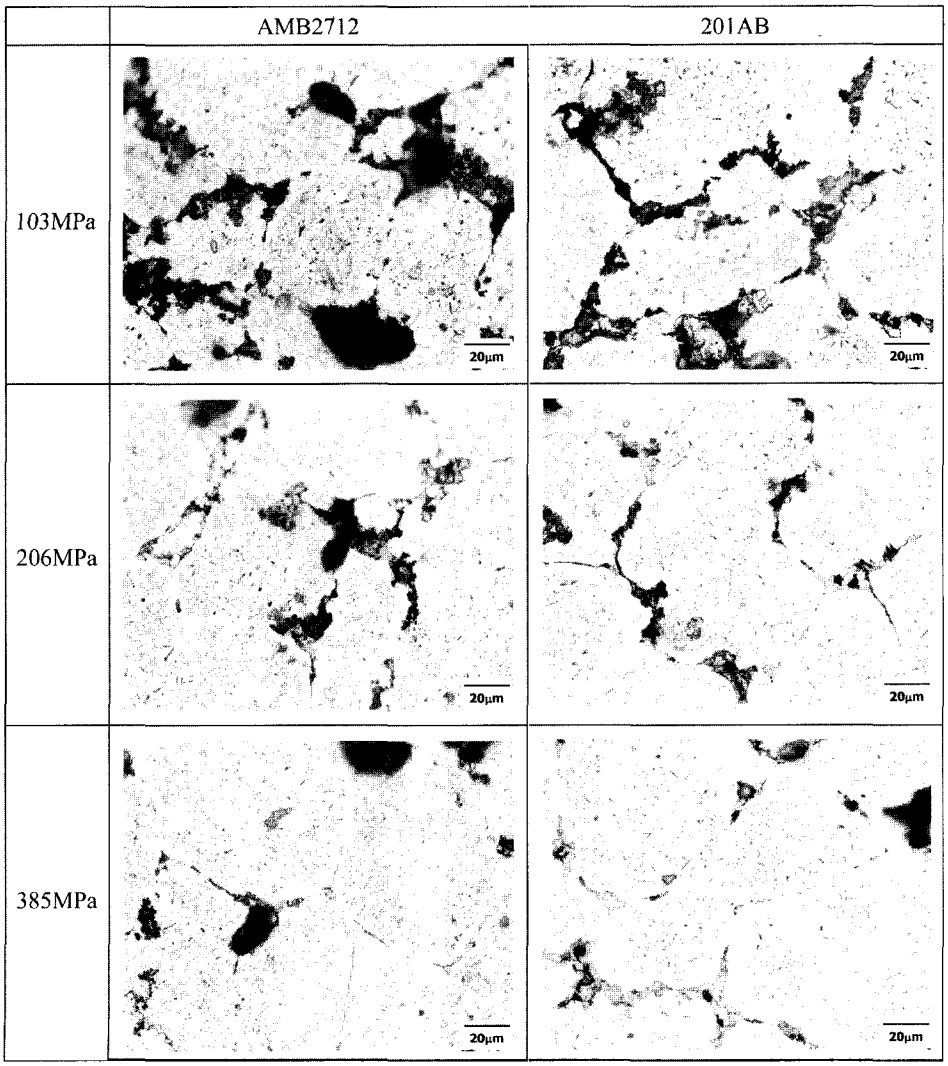

Fig. 8. Optical micrographs of sintered parts with AMB2712 and 201 AB.

에서는 국부적으로 소결이 진행되지 않아 입자간의 결합이 이루어지지 않은 형태의 많은 결함들이 입계 주위에서 관찰된다. 이러한 결함들은 성형압력이 증가할수록 현저히 감소된다. 그리고 모든 시료의 입내에는 소결공정 후 냉각과정에서 생성된 커다란 석출상들이 균일하게 분포하고 있으며 이는 진한 회색의 점이나 긴 막대 형태로 관찰된다. 입계에는 Cu가 Al과 합금을 이루며 남아 있는데 미세조직 사진에서는 밝은 회색으로 검은색의 기공이나 개재물과 구별되어 관찰된다.

4. 고 찰

본 연구에서 사용된 두 종류의 상용 2xxx Al 합금계 혼합분말의 성형은 성형압력에 의해서 많은 소성변형이 수반된다. 일반적으로 Al 합금계 분말은 성형과정에서 90% 이상의 성형밀도를 얻을 수 있다고 알려져 있다.[2] 이렇게 소성변형이 수반되는 분말의 성형에 대해서 German[7]은 성형압력에 따른 성형밀도의 변화를 '입자 재배열(rearrangement)', '국부적인 변형(localized deformation)', '균일한 변형(homogeneous deformation)'과 '벌크 압축(bulk compression)'의 네 가지 영역으로 구분하였다. 이러한 영역들은 그 경계가 뚜렷이 구분되어지지는 않으며 서로 중첩되는 부분을 포함하고 있다. 성형압력과 성형밀도의 관계는 로그함수의 형태로 성형압력이 낮은 영역에서는 성형압력의 증가에 따라 성형밀도가 급격히 증가하는 반면 성형압력이 높은 영역에서는 성형압력의 변화에 성형밀도는 민감하지 않다.

성형압력에 따른 성형밀도의 변화에서 입자 재배열 영역은 매우 낮은 압력범위에서 이루어지며[7] 사용된 혼합분말의 입자 형상이 매우 불규칙하기 때문에 본 연구에서 적용된 성형압력의 범위에서는 입자 재배열 영역은 관찰하기 어렵고, '국부적인 변형'의 영역 이상의 성형밀도 분포를 갖는 것으로 판단된다. 성형압력이 낮은, 약 150 MPa 이하의 압력에서는 성형압력이 증가할수록 급격한 밀도의 증가가 나타나고 있으며, 불균일한 기공의 분포와 치밀하지 못한 미세조직이 관찰되는 것은 '국부적인 변형'이 수반되기 때문으로 판단된다. 이러한 영역에서는 '국부적인 변형'에 기인한 Al 산화막의 파괴와 개기공 구조를 통해 분해된 윤활제의 배출이 용이하기 때문에 성형밀도보다 소결밀도가 더 높게 나타나는 것으로 생각된다. 성형압력이 증가하여 약 200 MPa 정도의 압력이 적용된 영역에서는 성형압력의 증가에 따른 성형밀도의 증가폭이 감소되며 '균일한 변형'이 이루어지는 영역으로 판단된다. 이 영역의 미세조직은 보다 치밀한 구조를 가지며 구형의 고립된 형태의 기공들이 관찰되었다. 이러한 '균일한 변형'이 수반된 경우에는 성형밀도와 소결밀도가 유사하게 측정되었는데 이는 치밀화에 의한 밀도의 증가분과 합금원소 Cu의 확산에 의한 기공의 형성과 폐기공에 의해 trap된 가스의 팽창에 의한 swelling의 밀도 감소분의 크기가 같기 때문으로 판단된다. 성형압력이 약 250 MPa 이상의 높은 압력 범위에서는 성형압력이 증가하여도 성형밀도의 증가는 크게 일어나지 않는데 이것은 '벌크 압축'의 영역에서 관찰되는 현상으로 성형압력이 크게 증가하여도 이미 생성된 폐기공을 제거할 수 없기 때문으로 생각된다. 또한 이 영역에서의 소결밀도는 성형밀도보다 낮게 나타나고 있다. 이것은 성형밀도가 높은 경우에는 성형한 후 잔류하는 기공들이 대부분 폐기공이기 때문에 소결시 치밀화에 의한 밀도의 증가분보다 앞서 언급한 밀도 감소분의 크기가 크기 때문이라고 판단된다.

본 연구에서의 성형압력에 따른 성형밀도와 소결밀도의 변화에 대한 결과로부터, 성형밀도와 소결밀도가 유사한 '균일한 변형'이 수반되는 영역의 압력에서 상용 2xxx계 Al 합금인 AMB2712와 201AB의 혼합분말을 성형함으로써 균일한 미세조직을 갖는 정밀한 치수의 제품을 얻을 수 있다고 생각된다.

5. 결 론

AMB2712와 201AB의 두 상용 2xxx Al 합금계 혼합분말들은 모두 불규칙한 형태의 모양을 가지며 넓은 입도분포를 나타내었다. AMB2712의 경우 Mg의 분포가 Al과 중첩되어 나타나는 반면 201AB의 경우 입자형태로 분포하는 것으로 관찰되었다. 또한 상대적으로 낮은 안식각과 높은 겉보기 밀도를 갖는 AMB2712가 201AB보다 분말의 성형성이 우수하게 나타났다. 이러한 혼합분말은 성형압력의 증가에 따라 로그함수 형태로 성형밀도와 소결밀도가 증가되는데, 낮은 성형압력에서는 성형밀도보다 소결밀도가 높게 나타나지만 높은 성형압력에서는 소결밀도가 성

형밀도보다 낮게 나타났다. 이는 치밀화에 의한 밀도 증가분보다 소결시 trap된 가스의 팽창과 Al 내로 Cu의 확산에 의한 swelling 현상으로 해석되었다. 성형압력이 증가할수록 소결체의 미세조직은 치밀해지며 계면 주위에 분포하는 결함들은 감소하였다. 모든 소결체에는 삼중점에 존재하는 기공과 Cu가 Al내로 확산해 들어가면서 생긴 기공들이 존재하였다.

감사의 글

본 연구는 과학기술부의 21세기 프론티어연구개발사업의 일환인 '차세대소재성형기술개발사업단'의 연구비 지원으로 수행되었습니다.

참고문헌

1. I. J. Polmear: "Light Alloys", Arnold, London (1995).
2. F. V. Beaumont: Int. J. of Powder Metall., **36** (2000) 41.
3. C. Lall and W. Heath: Int. J of Powder Metall., **36** (2000) 45.
4. T. B. Sercombe and G. B. Schaffer: Mater. Sci. Eng. A, **368** (1999) 32.
5. T. B. Sercombe and G. B. Schaffer: Acta Mater., **47** (1999) 689.
6. G. B. Schaffer, T. B. Sercombe and R. N. Lumley: Mater. Chem. Phys., **67** (2001) 85.
7. R. M. German: "Particle Packing Characteristics", MPIF, Princeton, New Jersey (1989) 219.