

ECAP 공정을 이용한 분말의 치밀화

윤승채 · 서민홍 · 홍순익 · 김형섭*
충남대학교 나노공학부

Powder Densification Using Equal Channel Angular Pressing

Seung Chae Yoon, Min Hong Seo, Sun Ig Hong and Hyoung Seop Kim*

School of Nano Engineering, Chungnam National University, Daejeon, 305-764, Korea

(Received March 16, 2006; Accepted April 18, 2006)

Abstract In recent years, equal channel angular pressing (ECAP) has been the subject of intensive study due to its capability of producing fully dense samples having a ultrafine grain size. In this paper, the ECAP process was applied to metallic powders in order to achieve both powder consolidation and grain refinement. In the ECAP process for solid and powder metals, knowledge of the internal stress, strain and strain rate distribution is fundamental to the determination of the optimum process conditions for a given material. The properties of the ECAP processed solid and powder materials are strongly dependent on the shear plastic deformation behavior during ECAP, which is controlled mainly by die geometry, material properties, and process conditions. In this study, we investigated the consolidation, plastic deformation and microstructure evolution behaviour of the powder compact during ECAP.

Keywords : Powder Densification, Equal Channel Angular Pressing, Bulk Mechanical Alloying, Shear Deformation, Severe Plastic Deformation

1. 서 론

ECAP(등통로각압축, Equal Channel Angular Pressing) 공정은 특정한 교차각과 모서리각을 가지는 급형 통로의 내부로 피가공 재료를 통과시킴으로써, 다른 소성가공법에 비하여, 재료의 내부에 비교적 균일한 심한 전단변형을 가하는 소성가공 공정(SPD: Severe Plastic Deformation)이다. 이 공정은 구 소련의 Segal¹⁾에 의해 처음으로 개발되었으며, 재료를 통로에 반복해서 통과시키는 간단한 반복공정을 적용함으로써 시편의 초기의 단면 형상을 그대로 유지한 상태에서 초미세결정 조직을 만들 수 있으므로, 최근에 전 세계적으로 활발히 연구가 진행되고 있다. 최근에는 ECAP 공정으로 제조된 재료의 기본적인 특성에 대한 연구²⁻⁴⁾ 뿐만 아니라 해석적이나 수치적인 방법을 이용한 소성가공 공정의 해석⁵⁻¹¹⁾도

점차로 확산되어 수행되고 있다.

한편, 고기능의 급속응고분말, 기계적합금화분말, 나노분말 등으로부터 벌크형태의 고기능재료나 구조부품을 제조하기 위하여는 가능한 재료의 미세조직을 유지하면서 진밀도의 고형화(consolidation)를 이룰 수 있는 분말성형법이 필요하다. 고상에서 분말의 고형화는 소성변형에 의하여 주로 이루어지므로 응력, 온도, 가공시간 및 응력/온도의 비등이 재료의 미세조직을 유지하면서 치밀한 부품을 얻을 수 있는 중요한 공정변수가 된다. 지난 십 여년 동안 분말 또는 리본의 비정질 또는 나노결정질 상태의 미세조직을 유지하면서 진밀도의 벌크재료를 얻으려는 시도가 재료과학 분야에서 계속 되어왔다¹²⁾. 이들 중 몇몇 방법은 높은 압력을 가하여 전위의 미끄러짐에 의한 분말입자의 소성변형을 이용하여 기공을 채우고, 또 다른 방법들은 높은 온도에서 압력을 가하여 전위와 확

*Corresponding Author : [Tel : +82-42-821-6596; E-mail : hskim@cnu.ac.kr]

산유동을 동시에 이용하여 기공을 소멸시킨다.

고성능의 완전치밀화 분말야금 벌크재료를 얻기 위해서는 고형화 공정에서 치밀화와 뿐만 아니라 분말 간 결합(adhesion)이 중요하며, 미세조직을 유지하며 이 두 가지(치밀화, 분말결합)를 모두 얻기 위해서는 재료에 따른 공정의 선택 및 가공변수를 잘 조절할 필요가 있다. 특히 최근에 재료분야에서 중요하게 떠오르고 있는 나노분말재료와 비정질나노복합분말재료의 고형화 과정에서는 결정화 및 결정립성장을 억제해야 하므로, 최대한 가공 온도를 낮추고 높은 치밀화를 이룰 수 있는 공정 및 가공기술이 필요하다¹³⁾. 최근에 강소성가공법을 이용한 분말의 벌크화에 대한 연구가 조금씩 이루어지고 있는데¹⁴⁻²⁰⁾, 이 분말의 강소성가공을 통하여는 분말의 고형화와 동시에 기지 금속의 결정립 미세화가 동시에 일어나므로 더욱 향상된 물성을 기대할 수 있다.

이 연구에서는 금속분말의 치밀화를 달성하기 위하여 강소성 공정의 대표적인 기술인 ECAP 공정을 이용한 사례와, ECAP 가공된 분말재료의 미세조직에 대한 결과를 소개하고자 한다.

2. 분말의 ECAP공정

그림 1은 일반적인 ECAP 공정의 개략도이다. 동일한 단면을 가지는 두 통로는 비스듬히 교차하여 Φ 의 교차각을 이룬다. 기하학적 구속조건에 의하면 금형 모서리각 Ψ 는 $0 < \Psi < \pi - \Phi$ 의 범위를 갖는다. 고체 금속의 경우 재료에 가해지는 소성변형률의 크기가 미세조직을 결정하므로 전단변형률의 제어가 아주 중요하다. 분말의 경우에는 전단변형만 가해지면 분말 결합보다는 파괴가 더 쉽게 일어나므로 과도한 전단변형보다는 정수압 응력의 구현이 중요한 요인이다. 한 번의 공정을 거친 후 재료에 가해지는 유효변형률 ϵ 은 금형 형상만을 고려하면 Iwahashi 등²¹⁾이 유도한 다음의 식 (1)로 표시될 수 있다.

$$\epsilon = \frac{1}{\sqrt{3}} \left[2 \cot\left(\frac{\Psi + \Phi}{2}\right) + \Psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\Psi + \Phi}{2}\right) \right] \quad (1)$$

그림 2는 본 연구에서 사용한 ECAP 장치이다. 40 ton 복동식 프레스에서 공구강으로 제작된 좌우 분리형 금형을 이용하였다. 피가공재 내부의 불균질 변형을 줄이고 한 번에 대변형을 주기 위하여 금형

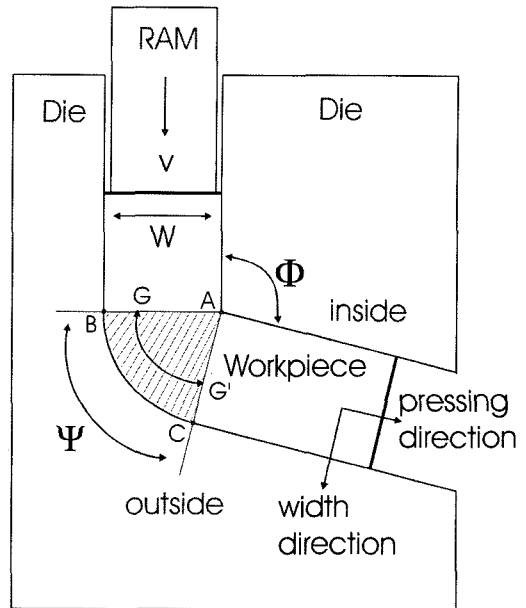


Fig. 1. Schematic illustration of ECAP showing the channel angle Φ and the inner coner angle Ψ , and the outer coner angle Ψ_o .

의 교차각은 90° , 모서리각은 0° 로 하였다. 시편의 단면은 $6 \text{ mm} \times 6 \text{ mm}$ 와 $12 \text{ mm} \times 12 \text{ mm}$ 로 하였다. 분말시편은 기체분사법으로 제조된 금속용고 Al-Ni-Mm 합금(Mm=misch metal)과 (주)창성에서 제공된 Cu와 Co의 혼합분말을 사용하였다. 금속용고 Al-Ni-Mm 합금분말의 경우 약 $20 \mu\text{m}$ 이하의 미세한 분말은 순수비정질상이고, 그 이상의 조대한 분말은 나노 결정 석출물과 비정질 기지상과의 혼합된 상태로 존재한다. 본 연구에서는 기계적 성질(강도)과 기체분무 공정에서 분말의 회수율이 더 높은 조대한 분말을 사용하였다.

분말만을 ECAP한 경우와 피복을 이용한 경우, 단일금속분말(Al-Ni-Mm 합금, Cu)의 경우와 혼합분말(Cu-Co)의 경우에 대하여 비교, 고찰하였다. 단일분말 또는 혼합분말은 냉간정수압압축(CIP) 하여 초기 밀도를 높인 후 상온에서 ECAP 공정을 실시하였다.

분말은 주사전자현미경으로 관찰하였고, 제조된 시편은 광학현미경으로 관찰하였다. 혼합분말의 합금화를 고찰하기 위하여 주사전자현미경의 EDX를 이용하여 ECAP 공정 횟수에 따른 조성의 변화를 관찰하였다.

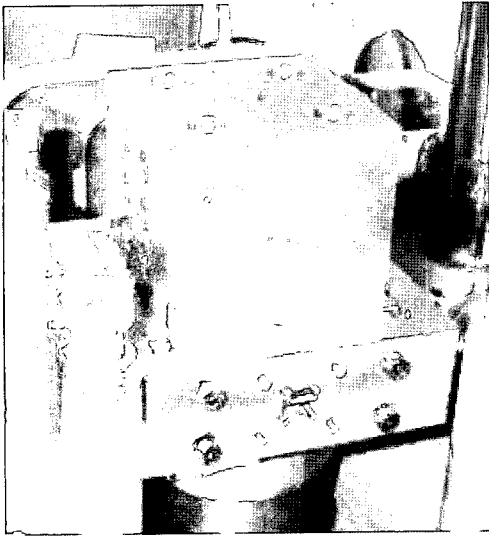
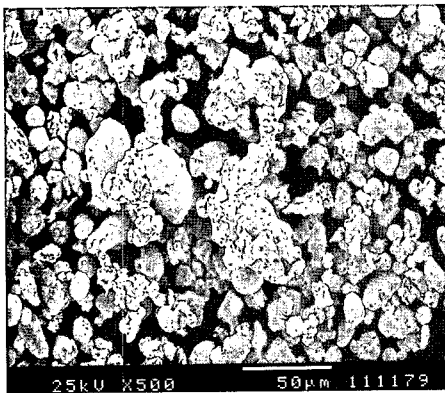


Fig. 2. A photograph of the ECAP die set.

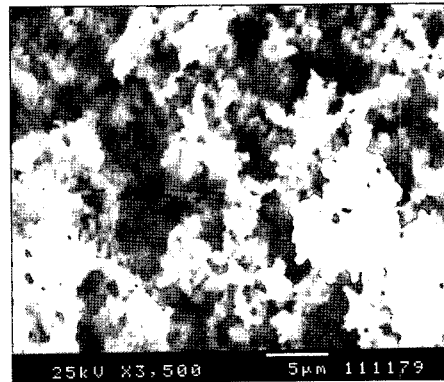
3. 결과 및 고찰

그림 3은 (a) Cu 분말, (b) Co 분말, (c) Cu와 Co의 혼합분말, (d) Cu-Co 혼합분말의 정수압압축된 압분체의 주사전자현미경 사진이다. 주사전자현미경에서 관찰한 결과, Cu+Co의 혼합분말은 균질하게 혼합이 되었고 (b), 정수압압축된 압분체 (d)는 치밀화 밀도는 60% 이상으로 ECAP 공정을 하기에 만족스러우나 분말입자간의 기계적 결합으로만 이루어진 상태이고 입자 개개의 변형은 없었음을 알 수 있다.

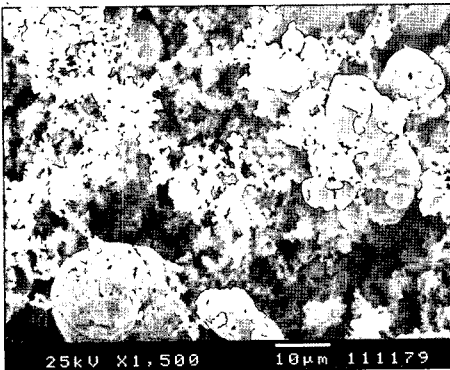
그림 4에는 (a) 피복(sheath)없이 ECAP 공정된 Cu 분말, (b) 피복을 이용하여 ECAP 공정된 기체분무 급속응고 Al-Ni-Mm 분말, (c) 피복을 이용하여 ECAP 공정된 Cu 분말의 외관사진을 보였다. 피복



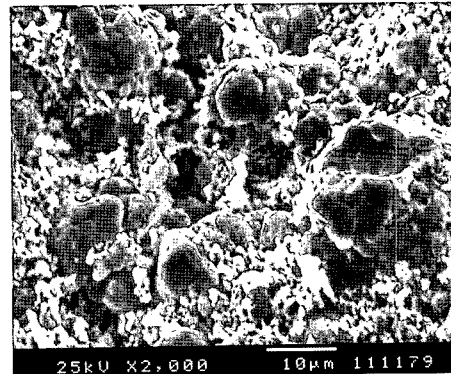
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 3. Scanning electron micrographs of powders; (a) Cu, (b) Co, (c) Cu+Co mixture and (d) cold isostatically pressed Cu+Co mixture.

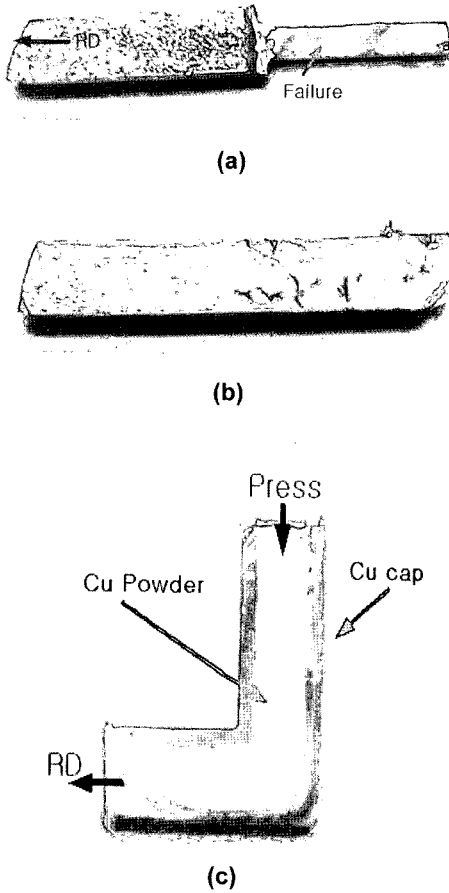


Fig. 4. ECAP pressed powder samples; (a) Cu powder without sheath, (b) gas atomized Al-Ni-Mn powders with sheath and (c) Cu powder with sheath.

을 이용하지 않고 분말 ECAP한 경우 (a) 압분체 내부의 분말간 결합은 매우 약하였으며, 피복을 이용하여 ECAP한 경우도 공정조건이 적당하지 않으면 (b)와 같이 분말결합 불충분으로 인한 내부파괴뿐 아니라 피복에서도 균열이 발생하였다. 한편, 공정조건을 최적화시킨 경우 (c)에는 분말간 치밀한 결합이 이루어질 뿐 아니라 중간 열처리 없이 여러 번 ECAP 공정을 거친 경우에도 건전한 결과를 얻을 수 있었다.

그림 5는 혼합분말의 반복 ECAP를 통하여 점차로 Cu와 Co 원자들의 기계적합금화가 이루어지는 것을 보여준다.

4. 결 론

심한 소성가공을 반복해서 부여할 수 있는 ECAP 공정을 이용하여 다결정 Cu 분말, 비정질 Al-Ni-Mn 분말, Cu-Co의 혼합분말의 치밀화를 시도하였다. 공정변수를 조절하고 피복을 이용하여 성공적인 분말의 벌크성형이 가능하였다. ECAP공정을 통하여 분말의 치밀화와 기계적합금화를 동시에 달성할 수 있었다.

후 기

이 논문은 2006년도 한국학술진흥재단의 지원을 받아 연구되었습니다(KRF-2005-202-D00205).

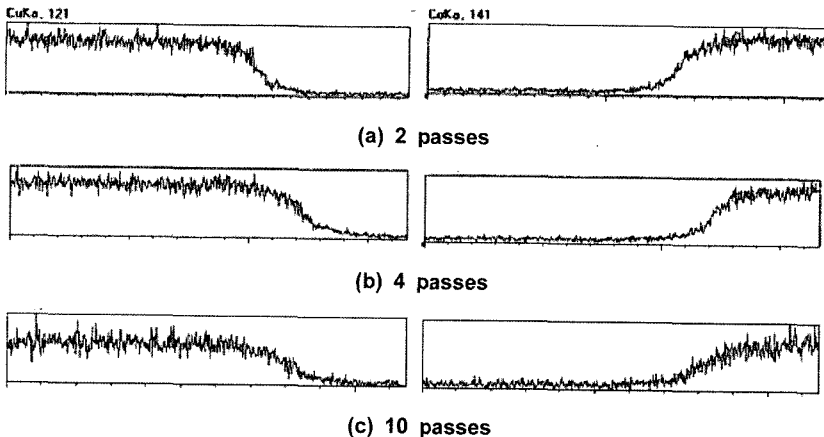


Fig. 5. EPMA line profile of multi-passed Cu-Co interface.

참고문헌

1. V. M. Segal: Mater. Sci. Eng., **A197** (1995) 157.
2. B. S. Moon, M. H. Seo, Y. S. Kim, K. H. Lee, H. S. Kim and S. I. Hong: Mater. Sci. Forum, **386-388** (2002) 577.
3. R. Z. Valiev, E. V. Kozlov, Yu. F. Ivanov, J. Lian, A. A. Nazarov and B. Baudelet: Acta Metall., **42** (1994) 2467.
4. M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, R. Z. Valiev and T. G. Langdon: Acta Mater., **44** (1996) 4619.
5. H. S. Kim, M. H. Seo and S. I. Hong: Mater. Sci. Eng., **A291** (2000) 86.
6. H. S. Kim: Mater. Trans., **42** (2001) 536.
7. H. S. Kim, S. I. Hong and M. H. Seo: J. Mater. Res., **16** (2001) 856.
8. H. S. Kim: Mater. Sci. Eng., **A315** (2001) 122.
9. J. Alkorta and J. Gil Sevillano: J. Mater. Proc. Tech., **141** (2003) 313.
10. H. S. Kim: J. Mater. Res., **17** (2002) 172.
11. H. S. Kim: Mater. Sci. Eng., **A328** (2002) 317.
12. H. S. Kim: Mater. Sci. Eng., **A251** (1999) 100.
13. S. J. Hong, H. S. Kim, T.S. Kim, W. T. Kim and B. S. Chun: Mater. Sci. Eng., **A271** (1999) 466.
14. I. V. Alexandrov, K. Zhang, A. R. Kilmametov, K. Lu and R. Z. Valiev: Mater. Sci. Eng., **A234-236** (1997) 331.
15. A. Parasiris and K. T. Hartwig: Inter. J. Refrac. Met. Hard Mater., **18** (2000) 23.
16. K. Matsuki, T. Aida, T. Takeuchi, J. Kusui and K. Yokoe: Acta Mater., **48** (2000) 2625.
17. J. Robertson, J. T. Im, I. Karaman, K. T. Hartwig and I. E. Anderson: J. Non-Crystal. Solids, **317** (2003) 144.
18. S-Y. Chang, K-S. Lee, S-H. Choi and D. H. Shin: J. Alloys Comp., **354** (2003) 216.
19. G. G. Yapici, I. Karaman, Z. P. Luo and H. Rack: Scripta Mater., **49** (2003) 1021.
20. V. M. Skripnyuk, E. Rabkin, Y. Estrin and R. Lapovok: Acta Mater., **52** (2004) 405.
21. Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon: Scripta Mater., **35** (1996) 143.