

## 폐 스테인레스강 단섬유로 강화한 알루미늄 복합분말의 자기펄스압 성형 및 소결 특성

현창용\* · 원철현 · 박재순<sup>a</sup>

서울산업대학교 신소재공학과, "한국원자력연구원 핵연료기공 Lab

## Magnetic Pulsed Compaction and Sintering Characteristics of Al Composite Powders Reinforced with Waste Stainless Steel Short Fibers

Chang-Yong Hyun\*, Chul Hyun Won and Jae Soon Park<sup>a</sup>

Department of Materials Science and Engineering, Seoul National University  
of Technology, Seoul 139-743, Korea

<sup>a</sup>Korea Atomic Energy Research Institute, Daejeon 305-353, Korea

(Received November 23, 2007; Accepted December 12, 2007)

**Abstract** Characteristics of Al-based composites with waste stainless steel short fiber, fabricated by magnetic pulsed compaction and sintering were investigated. The compacts prepared by magnetic pulsed compaction showed high relative density and homogeneous microstructure compared with that by conventional press compaction. The relative density of sintered composites at 430°C for 1 h exhibited the same value with compacts and decreased with increase in STS short fiber content. The reaction between Al and STS phase was confirmed by the microstructural analysis using EDS. The sintered composites, prepared by magnetic pulsed compaction, showed increased hardness value with increasing STS fiber content. Maximum yield strength of 100 MPa and tensile strength of 232 MPa were registered in the Al-based composite with 30 vol% STS short fiber.

**Keywords** : Al matrix composite, Stainless steel short fiber, Magnetic pulsed compaction, Sintering, Microstructure

### 1. 서 론

Al 기 복합재료는 높은 비강도, 내마모성 및 내식성 등의 우수한 기계적 및 화학적 특성으로 자동차 및 항공기 등 다양한 구조재료로의 응용을 위한 연구개발이 이루어지고 있다<sup>1,2)</sup>. 일반적으로 복합재료의 강화재로는 입자 또는 섬유형태를 사용하며 강화상의 종류 및 양을 용이하게 제어할 수 있는 분말야금 공정을 이용하여 제조하고 있다<sup>3,4)</sup>. 특히, 현저한 강도증가를 목적으로 연속섬유를 강화물질로 사용한 연구가 진행되었으나 미세조직의 이방성 및 소성가공에 따른 연속섬유 손상의 문제점 때문에 현재에는 금속 및 세라믹 등의 단섬유를 강화재로 사용하는 연

구가 이루어지고 있다<sup>5,6)</sup>. 그러나 분말야금법을 이용한 단섬유 강화 복합재료의 제조에 있어서는 기지상 분말과 강화재 간의 불균일한 혼합 및 조밀화의 어려움 때문에 다양한 응용에는 제한이 되고 있다.

일반적으로 복합분말의 고밀도 성형 및 조밀화를 위해서는 열간압축성형, 단조, 압출가공 등 다양한 공정들이 도입되고 있다. 최근에는 자기적 펄스를 응용하여 높은 압력으로 분말을 급속히 조밀화시키는 자기펄스 성형법 (Magnetic Pulsed Compaction)이 개발되었다<sup>7,8)</sup>. 이 방법은 기존의 성형방법보다 매우 짧은 시간(수  $\mu$ s) 동안에 수 GPa의 높은 압력을 가할 수 있어 높은 밀도를 갖는 성형체의 제조를 가능하게 한다. 따라서 단섬유와 입자들로 이루어진 난성형

\*Corresponding Author : [Tel : +82-2-970-6632; E-mail : cyhyun@snut.ac.kr]

성의 복합분말인 경우 이러한 성형공정으로 조밀한 성형체의 제조가 가능할 것으로 판단한다.

본 연구에서는 Al과 유사한 열팽창계수를 갖는 스테인레스 강(STS) 단섬유를 강화재로 선택하여 Al 기 복합재료를 제조하였다. 자원재활용의 측면에서 불순물이 제거된 폐 STS 단섬유를 사용하였으며, 높은 성형체 밀도의 구현을 위해서는 자기펄스 성형법을 적용하여 일반적인 프레스 성형법과의 성형성 차이를 비교하였다. 또한 Al 기 복합재료의 성형거동 및 소결체의 미세조직 특성을 분석하여 강화재의 첨가량에 따른 기계적 특성과의 상관관계를 고찰하였다.

### 2. 실험방법

복합분말의 제조를 위하여 사용한 출발원료는 Al (순도 99.2%, 평균입도 70  $\mu\text{m}$ )과 폐 stainless steel (STS) 단섬유(평균직경 30  $\mu\text{m}$ )이다. 그림 1은 원료분말인 Al과 STS 단섬유의 사진으로서 Al은 약간 중황비가 큰 형태를 보이며 STS 단섬유는 최대 약 1 mm의 길이를 갖는 것을 알 수 있다. 폐 STS 단섬유는 표면의 불순물을 제거하기 위하여 acetone을 이용하여 세척하였다. 표 1은 폐 STS 단섬유의 조성분석표로서 304 계 스테인레스 강임을 알 수 있다. Al 기지상에 분산상의 첨가량이 각각 10, 20 및 30 vol% STS가 되도록 칭량한 분말은 polyethylene pot를 이용하여 고순도  $\text{Al}_2\text{O}_3$  볼(직경 5 mm) 및 에탄올 용액 내에서 24시간 동안 균일하게 혼합한 후 건조하였다.

성형체는 일반적인 프레스 성형법 및 자기펄스 성형법을 각각 적용하여 제조하였다. 프레스 성형에서는 300 MPa의 압력을 가하여 직경 25 mm의 성형체로 제조하였다. 고압성형을 위하여 자기펄스 성형

Table 1. Chemical composition of waste STS short fiber (wt%)

Fe	C	Cr	Ni	Mn	Si	P	S
Bal.	0.36	18.20	8.48	1.18	0.38	0.021	0.152

기(한국원자력연구원 원자력나노소재응용랩)를 이용하였으며, 수  $\mu\text{s}$ 의 자기펄스를 주어가며 2.1 GPa의 압력으로 성형하였고 최종 성형체의 직경은 15 mm, 높이는 약 5 mm 이었다. 복합분말 성형체의 소결은 430°C 진공분위기에서 1시간 동안 행하였으며, 특성 분석을 위하여 소결체의 표면을 0.3  $\mu\text{m}$ 의  $\text{Al}_2\text{O}_3$  입자로 연마하였다.

성형체 및 소결체의 밀도는 Archimedes원리를 이용하여 측정하였으며 미세조직은 X선 회절(XRD) 및 주사전자현미경(SEM)을 이용하여 분석하였다. 소결체에서 기지상과 강화상 간의 계면반응을 확인하고자 SEM에 부착된 EDS를 이용하여 계면영역의 조성을 정량적으로 분석하였다. 소결체의 경도는 Brinell 경도계를 이용하여 측정하였으며, 시편 당 5회 측정하여 분석하였다. 소결체의 항복강도 및 인장강도는 다양한 압입하중에 따른 변위곡선의 해석을 통해 금속재료의 기계적 특성을 계산할 수 있는 연속압입 시험법<sup>9,10)</sup>을 적용하여 측정하였다.

### 3. 결과 및 고찰

일반적인 프레스 성형법 및 자기펄스 성형법을 각각 적용하여 제조한 성형체를 그림 2에 나타내었다. 일반적인 성형법으로 제조한 시편의 경우 결정입계 및 표면에 STS 단섬유가 서로 분리된 상태로 불균일하게 존재하나, 자기펄스 성형체의 경우는 단섬유가 결정입계에 균일하게 분포하며 Al 기지상 역시

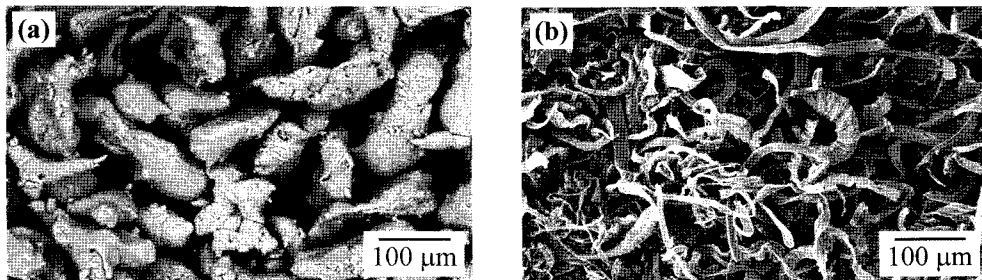


Fig. 1. SEM micrographs of raw materials; (a) Al powder and (b) waste STS short fiber.

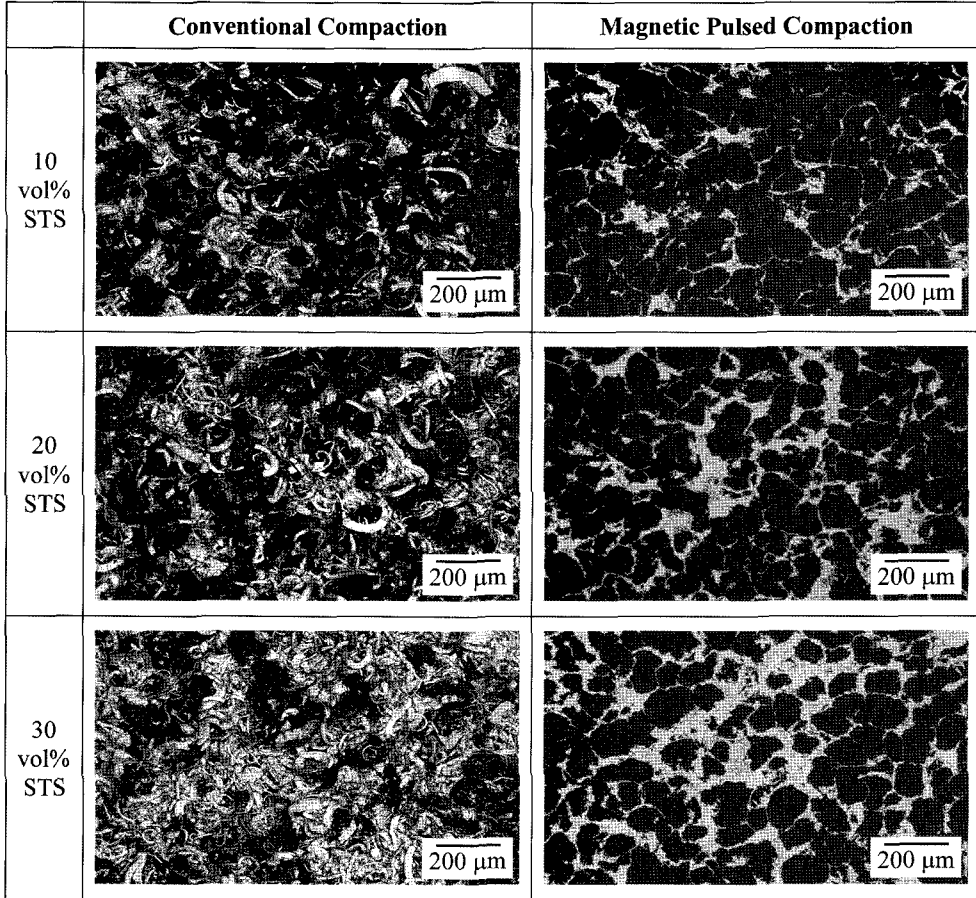


Fig. 2. SEM micrographs of powder compacts with various compaction method and STS short fiber content.

Table 2. Relative densities of powder compacts with different compaction method and STS short fiber content

Compaction Method	Relative Density (%)		
	10 vol% STS	20 vol% STS	30 vol% STS
Conventional	82	73	64
Mag. pulsed	100	95	92

기공이 관찰되지 않을 정도로 매우 조밀화된 미세조직 특성을 보여준다. 그러나 강화재의 첨가량이 증가할수록 국부적으로 STS 단섬유가 크게 응집된 불균일한 미세조직을 보여준다.

표 2는 STS 단섬유의 첨가량과 성형방법에 따른 성형체 밀도를 나타낸 것이다. 자기펄스 성형법으로 제조한 시편의 상대밀도가 일반 프레스 성형체 보다 더 높은 값을 나타내며 특히 10 vol% STS 단섬유

가 첨가된 경우는 100%의 상대밀도로 완전 조밀체의 특성을 보여준다. 이러한 높은 성형체 밀도는 자기펄스 성형법에서의 인가압력이 프레스 성형법의 경우인 300 MPa 보다 7배정도 높은 2.1 GPa이라는 점을 고려하여 설명할 수 있다. 또한 그림 2의 미세조직 사진에서 보여주듯이, 자기펄스 성형체는 높은 밀도와 함께 균일한 미세조직 특성을 보여주는바, 이는 자기펄스 성형과 같은 동적성형에서는 초기에 가해지는 큰 압력에 의해 성형체 표면에서 압력파가 발생하여 이 파동이 각각의 분말을 흔들어 주는 효과를 야기함으로써 분말의 재배열을 촉진시켜 조밀화 및 미세조직 균일화에 기여하였기 때문으로 해석된다<sup>11)</sup>. 한편 강화재의 첨가량이 증가함에 따라 밀도는 감소하는 경향을 나타내는 바, 이는 불규칙한 배열을 하고 있는 STS 단섬유가 성형성을 감소시켰기 때문으로 설명할 수 있다.

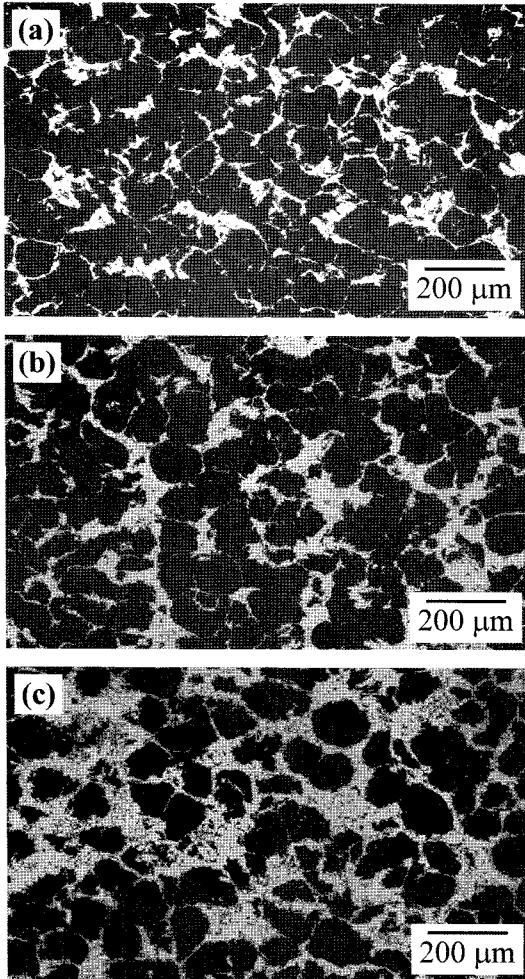


Fig. 3. Sintered microstructures of magnetic pulsed compacts with different content of STS short fiber; (a) 10 vol%, (b) 20 vol% and (c) 30 vol%.

그림 3은 자기펄스 성형법으로 제조한 시편을 430°C 진공분위기에서 1시간 동안 소결하여 미세조직을 관찰한 결과이다. XRD 분석결과 소결체는 Al과 STS상으로만 이루어졌고 기기의 분해능 내에서 다른 반응상은 관찰되지 않았다. 소결체의 상대밀도는 10 vol% STS가 첨가된 경우는 100%, 20 vol%는 94% 및 30 vol%는 93%로 오차범위 내에서 성형체와 거의 동일한 값을 나타내었다. 20 vol% 이상의 강화재를 첨가한 복합재료에서 소결에 따른 조밀화 효과가 없는 것은 강화재에 의한 기지상 원자 확산의 방해효과<sup>12)</sup> 때문이며, 따라서 완전한 조밀화를 위해서는 추후 고온 및 장시간 소결에 대한 후속연

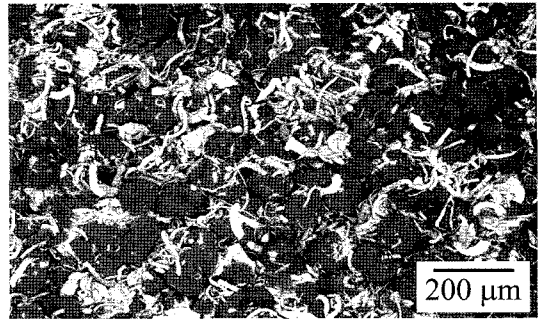


Fig. 4. SEM micrograph of 10 vol% STS fiber reinforced Al composite, compacted by conventional pressing and sintered at 430°C for 1h.

구가 요구된다. 한편 일반적인 프레스 성형법으로 제조한 시편을 동일조건에서 소결한 경우에 대한 미세조직 분석결과를 그림 4에 나타내바, 소결체는 그림 2의 성형체와 유사한 미세조직 특성을 나타내며 전혀 조밀화가 이루어지지 않았음을 알 수 있다. 따라서 STS 단섬유를 강화재로 첨가한 Al 기 복합재료의 제조에 있어서는 자기펄스 성형법이 매우 유용한 공정임을 알 수 있다.

일반적으로 Al상과 STS상간에는 고온에서의 계면반응에 따른  $FeAl_3$  및  $Fe_3Al_5$  등의 금속간화합물을 형성하며 이는 복합재료의 강도저하를 초래하는 것으로 보고되었다<sup>5,13)</sup>. 따라서 10 vol% STS 단섬유가 첨가된 소결체 시편에서의 계면반응여부를 확인하고자 EDS분석을 행하여 그림 5에 나타내었다. Al 기지상(A)과 STS 단섬유상(C)의 EDS 분석에서는 각각 순수한 Al 피크 및 Fe, Cr, Ni 피크가 나타나, 계면영역(B)에서는 Al 피크와 함께 STS의 피크가 관찰된다. 따라서 소결열처리에 의한 계면반응상이 형성되었음을 알 수 있으나 상의 종류에 대해서는 투과전자현미경을 통한 연구가 요구된다.

일반적인 프레스 성형과 소결로 제조한 복합재료는 너무 낮은 소결밀도를 나타내어 경도 및 강도측정이 불가능하므로, 본 연구에서는 430°C에서 소결한 자기펄스 성형체에 대해서만 Brinell 경도를 측정하였다. 10 vol% STS 단섬유를 갖는 복합재료의 경우 49 HB의 경도값을 나타내며 단섬유 첨가량이 20 vol% 및 30 vol%로 증가함에 따라 각각 51 HB 및 55 HB로 증가된 값을 나타내었다. 이러한 증가는 상대적으로 경도가 높은 STS 단섬유의 첨가량이 증가

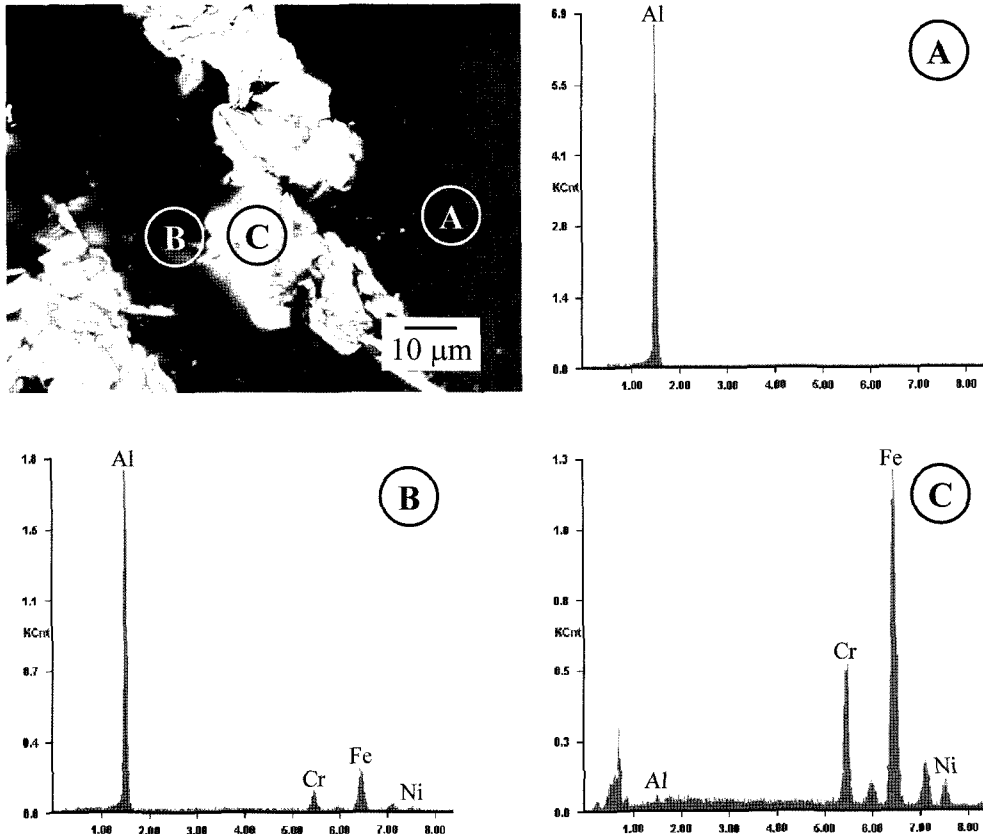


Fig. 5. EDS analysis for Al matrix phase (A), interface region (B) and STS fiber phase (C) on SEM micrograph.

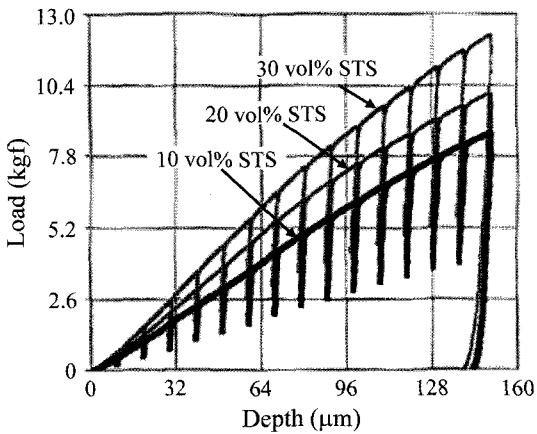


Fig. 6. The multiple load-displacement curves obtained from continuous indentation tests.

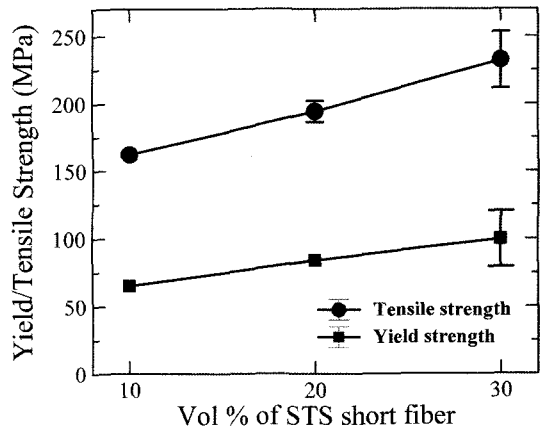


Fig. 7. Tensile strength and yield strength of sintered Al composites in a function of STS short fiber content.

함에 따른 혼합법칙으로 설명되며, 특히 STS 단섬유의 첨가량이 20 vol% 및 30 vol%인 시편의 상대밀도가 낮은 것을 고려하면 매우 흥미 있는 결과이다.

430°C에서 소결한 자기필스 형성체의 기계적 특성을 분석하고자 연속압입시험기로 측정된 연속하중과 변위의 관계를 그림 6에 나타내었다. 이러한 관계로

부터 논문에서 보고된<sup>9)</sup> 유동특성 평가식을 고려하여 항복강도와 인장강도를 계산하여 그림 7에 나타내었다. STS 단섬유의 첨가량이 증가할수록 항복강도 및 인장강도가 증가함을 알 수 있으며 30 vol% STS 단섬유가 첨가된 경우 항복강도는 100 MPa, 인장강도는 232 MPa로 최대값을 나타내었다.

열간가압성형법을 이용하여 600°C에서 1시간 동안 소결한 Al-STS 단섬유 복합재료에 대한 앞선 연구결과<sup>14)</sup>에서는 10 vol% STS 단섬유가 첨가된 경우가 157 MPa의 최대 인장강도를 나타내었으며 강화제의 첨가량이 증가할수록 단섬유의 불균일 분산에 의하여 인장강도가 크게 낮아짐을 보고하였다. 따라서 본 실험에서 적용한 자기펠스 성형 및 소결은 STS 단섬유 강화 Al 기 복합재료의 기계적 특성 향상에 매우 유용한 공정임을 알 수 있다.

#### 4. 결 론

본 연구에서는 페STS 단섬유를 강화재로 선택하고, 높은 성형체 밀도를 구현할 수 있는 자기펠스 성형법을 적용하여 Al 기 복합재료를 제조하고 특성을 분석하였다. 일반적인 프레스 성형과 비교하여 자기펠스 성형법으로 제조한 성형체는 높은 성형밀도와 균일한 미세조직 특성을 보여주었다. 430°C에서 1시간 동안 소결한 복합재료의 상대밀도는 성형체와 거의 동일하였으며 STS 단섬유의 첨가량이 증가할수록 낮은 값을 나타내었다. EDS를 이용한 소결조직의 조성분석 결과 Al상과 STS상간에 계면반응이 일어났음을 확인하였다. 430°C에서 소결한 자기펠스 성형체는 STS 단섬유의 첨가량이 증가함에 따라 증가된 정도 값을 나타내었다. 연속압입시험기로 측정된 항복강도와 인장강도는 30 vol% STS 단섬유가 첨가된 복합재료가 각각 100 MPa 및 232 MPa로 최대값을

나타내었다.

#### 감사의 글

자기펠스 성형기의 이용에 도움을 주신 한국원자력연구원 원자력나노소재응용랩에 감사 드립니다.

#### 참고문헌

1. I. J. Polmear: *Light Alloys-Metallurgy of the Light Metals*, Butterworth-Heinemann, London (1995) 325.
2. Y. Genma, Y. Tsunekawa, M. Okumiya and N. Mohri: *Mater. Trans. JIM*, **38** (1997) 232.
3. F. Tang, I. E. Anderson, T. Gnaupel-Herold and H. Prask: *Mater. Sci. Eng. A*, **383** (2004) 362.
4. S.-H. Lee and H.-W. Kim: *J. Korean Powder Metall. Inst.*, **13** (2006) 39 (Korean).
5. R. B. Bhagat: *Metall. Trans. A*, **16** (1985) 623.
6. D. Mandal, B. K. Dutta and S. C. Panigrahi: *Wear*, **257** (2004) 654.
7. G. H. Lee, C. K. Rhee, M. K. Lee, W. W. Kim and V. V. Ivanov: *Mater. Sci. Eng. A*, **375-377** (2004) 604.
8. J. K. Lee, S. J. Hong, M. K. Lee and C. K. Rhee: *J. Korean Powder Metall. Inst.*, **12** (2005) 345 (Korean).
9. J.-H. Ahn, Y. Choi and D. Kwon: *J. Kor. Inst. Met. & Mater.*, **38** (2000) 1606 (Korean).
10. J.-I. Jang, D. Son, Y. Choi, D. Kwon, S.K. Park and W.-S. Kim: *Journal of KWS*, **20** (2002) 160 (Korean).
11. G. H. Lee, C. K. Rhee, W. W. Kim, J. W. Yun and K. S. Lee: *J. Korean Powder Metall. Inst.*, **12** (2005) 24 (Korean).
12. L. C. Stearns, J. Zhao and M. P. Harmer: *J. Eur. Cer. Soc.*, **10** (1992) 473.
13. R. P. Baron, J. A. Wert, D. A. Gerard and F. E. Wawner: *J. Mater. Sci.*, **32** (1997) 6435.
14. Young Ho Kim: M. S. Thesis, Seoul National University of Technology, (2006) (Korean).