

방전플라즈마 소결공법을 이용한 $Mg_{97}Y_2Zn_1$ 합금 소결체의 특성평가

홍지민 · 손현택 · 장세훈 · 이재설 · 차용훈* · 오익현†
한국생산기술연구원 광주연구센터, *조선대학교 기계공학부

Characteristics of $Mg_{97}Y_2Zn_1$ Alloy Compacts Prepared by Spark Plasma Sintering Process

Ji-Min Hong, Hyeon-Taek Son, Se-Hun Chang, Jae-Seoul Lee, Yong-Hun Cha* and Ik-Hyun Oh†

Korea Institute of Industrial Technology (KITECH), Gwangju Research Center, Gwangju, 506-824, Korea
*Chosun University, Gwangju, 501-759, Korea

(2007년 6월 12일 받음, 2007년 6월 20일 최종수정본 받음)

Abstract $Mg_{97}Zn_1Y_2$ alloy powders were prepared from gas atomization process, followed by consolidation using spark plasma sintering (SPS) process. The atomized $Mg_{97}Zn_1Y_2$ alloy particles were entirely spherical in shape and dendritic microstructure. The compacts sintered by SPS process had theoretical density more than 99%. The compressive yield strength was decreased as sintering temperature increased. It was found that the compressive strength showed the maximum value of 303MPa at the $Mg_{97}Y_2Zn_1$ specimen sintered under load of 255 MPa at 350°C.

Key words $Mg_{97}Y_2Zn_1$ alloy, spark plasma sintering, gas-atomized powder.

1. 서 론

마그네슘은 탁월한 경량성과 친환경성, 우수한 주조성, 기계가공성, 우수한 진동감쇠능과 전자파차폐능 등의 고유 특성으로 인해 최근 차세대 구조용 재료로 활용하기 위한 많은 연구가 진행중에 있다. 현재 마그네슘의 최대 수요처가 자동차산업 및 전자정보통신기기 임을 점을 고려할 때 전자파 차폐, 진동감쇠능 및 비강도등의 고유 특성은 가장 주목되어야 한다.^{1,2,3} Mg-Zn-Y합금은 고온에서 높은 강도와 연신 및 낮은 마찰계수와 계면 에너지를 가지는 것으로 보고되고 있으며, 이러한 고온에서의 물성 향상은 준결정상(Icosahedral phase)에 의한 강화효과와 준결정상과 기지간의 안정한 계면에 의한 것으로 보고되고 있다⁴. 이러한 마그네슘 합금은 주로 주조공정에 의해 제조되고 있으나, 최근에는 급속 응고법에 의해 제조된 Mg-Zn-Y 합금 분말을 분말성형 하여 기존의 주조재에 비해 우수한 강도를 가지는 결과가 발표되었다⁵

그러나 마그네슘 분말의 표면은 가열에 의하여 쉽게 깨지거나 제거될 수 없는 산화물 층으로 덮여있어 마그네슘 분말은 일반적인 소결법에 의한 성형체의 제작이 어려운 실정이다. 반면 방전플라즈마소결(spark plasma sintering)⁶ 공법을 이용할 경우 단시간에 소결이 이루어

지기 때문에 미세조직의 제어가 가능 할 뿐 아니라 소결중 발생하는 고온 스퍼터(sputter) 현상에 의해 분말 입자 표면에 존재하는 흡착가스, 불순물 및 산화물 층도 쉽게 제거할 수 있어 낮은 온도, 단시간에 고품질/고밀도의 소결체를 얻을 수 있다.^{7,8}

본 연구에서는 SPS공법으로 제조된 마그네슘 합금 성형체의 밀도, 미세조직 및 기계적 특성평가 등이 수행되었으며, 소결온도 및 소결압력 변화에 따른 성형체의 치밀화과정, 조직 변화 및 파괴거동에 대해서 규명하고자 하였다.

2. 실험 방법

본 연구에서는 $Mg_{97}Y_2Zn_1$ (at.%)합금분말의 성형체를 제조하기 위하여 SPS공법을 적용하였으며 분말의 제조는 가스아토마이저법에 의해 제조되었다. $Mg_{97}Y_2Zn_1$ 모합금을 철 도가니에 장입한 후, 750°C의 용해온도에서 SF_6 와 Ar 분위기에서 용해 후 가스분무법을 이용하여 구형 분말을 제작하였고, 이때 Ar의 압력은 1.2 MPa이었다. 제조된 분말을 흑연 몰드 및 텅스텐카바이드 몰드에 충전시킨 후 SPS공법을 이용하여 성형하였다. 승온 속도는 50°C/min로 성형온도는 350°C, 400°C, 450°C, 500°C로 가열 후 5분간 유지후, 적용압력은 30 MPa, 255 MPa의 압력을 가압하여 성형체를 제조하였다. SPS 공정시 소

†Corresponding author
E-Mail : ihoh@kitech.re.kr (I. - H. Oh)

결 챔버내의 진공은 3×10^{-4} torr을 유지하였다. 또한, 미세조직을 관찰하기 위하여 초산-피그리산 용액(피그리산 4.2 g, 초산 10 ml, 에탄올 70 ml, 증류수 10 ml)에 에칭한 후 광학현미경(O. M; Nikon), 주사전자현미경(SEM; JSM6450)을 이용하여 분석하였다. 경도의 측정은 비커스를 이용하여 4.9 N의 하중으로 15초 유지 후 측정 하였으며, 또한 소결 조건에서 얻은 시편의 밀도는 아르키메데스 원리를 이용하여 측정하였다. 압축시험은 만능시험기(Shimadzu AG-IS)을 이용하였으며, 이때 변형속도는 10^{-3} /sec이었다.

3. 결과 및 고찰

본 연구에서는 가스아토마이저법으로 제조된 $Mg_{97}Y_2Zn_1$ 합금 분말을 SPS공정 적용 후 소결온도 및 소결압력 변화에 따른 성형체의 미세조직 및 기계적 특성을 분석하였다.

Fig. 1은 가스아토마이저법으로 제조된 분말의 전자현미경사진과 광학현미경사진을 보여주고 있다. 분말의 형상은 크기에 관계없이 매끄러운 표면과 구형에 가까운 형상을 가지고 있었다. 가스아토마이저법으로 제조된 분말은 Fig. 1의 (a), (b)에서 보듯이 작은 위성(satellites)들이 부착되어 있음이 관찰 되며 이는 분말 제조 과정 중 분쇄 및 용융 되어진 작은 분말들이 비산 하는 과정에

서 큰 분말들과 충돌하여 순간적으로 점착된 현상으로 사료된다. Fig. 1의 (c)의 경우 가스아토마이저로 제조된 합금 분말 단면의 미세구조를 나타내고 있다. 그림에서 보는 바와 같이 미세조직은 수지상 구조를 나타내고 있으며, 수지상 평균 간격 크기는 $1.7 \mu m$ 로 측정되었다.

Fig. 2는 $Mg_{97}Y_2Zn_1$ 합금분말의 소결온도 및 압력 변화에 따른 밀도 변화를 나타낸 그래프이다. 소결압력 30 MPa 조건에서 성형할 경우 소결온도가 증가 함에 따

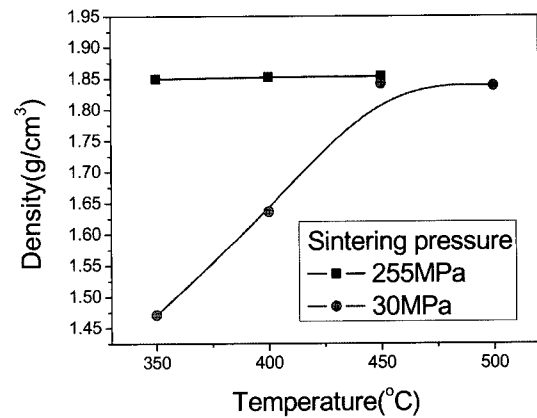


Fig. 2. Density variation of $Mg_{97}Y_2Zn_1$ specimens sintered by spark plasma sintering process as a function of sintering pressure and temperature.

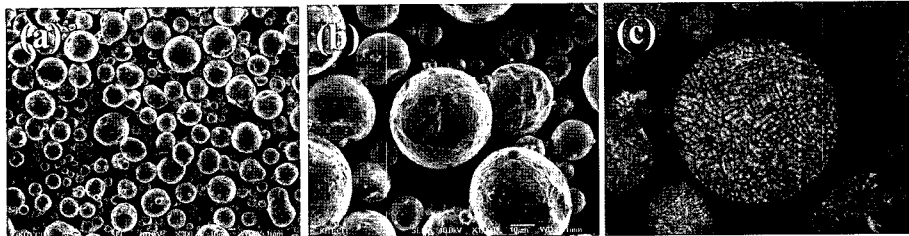


Fig. 1. SEM micrographs ((a) and (b)) and optical micrographs (c) of gas atomized $Mg_{97}Zn_1Y_2$ alloy powder.

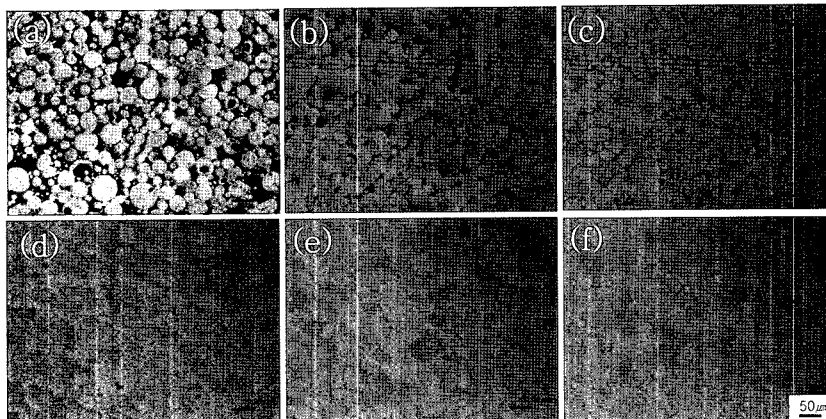


Fig. 3. Microstructures of $Mg_{97}Y_2Zn_1$ specimen sintered under load of 30 MPa ((a)-(c)) and 255 MPa ((d)-(f)) as a function of sintering temperature: (a)-(d) 350°C, (b)-(e) 400°C, (c)-(f) 450°C.

라 밀도가 급격하게 증가 됨을 알 수 있었으며, 소결온도 450°C에서 성형 된 경우 마그네슘 합금의 상대 밀도 99%의 치밀한 성형체를 얻을 수 있었다. 반면 255 MPa의 압력으로 소결한 성형체의 경우 온도가 증가함에 따라 밀도는 큰 경향을 나타내지 않으며, 350°C의 비교적 낮은 온도에서도 상대밀도 99%이상의 치밀한 성형체를 얻을 수 있었다.

Fig. 3은 온도 및 압력 변화에 따른 Mg₉₇Y₂Zn₁ 합금 분말 성형체의 기공분포를 보여주고 있다. 또한 Fig. 3의 미세조직은 성형체의 중앙 부분을 광학현미경으로 관찰한 사진이다. 30 MPa의 소결압력으로 성형한 경우 Fig. 3의 (a)~(b)에서 보여지는 것처럼 소결온도 350°C와 400°C 성형체에서는 큰 기공 및 변형되지 않은 초기 분말 형상이 관찰 되었으며, 소결온도 450°C에서는 Fig. 3의 (c)에 나타난 바와 같이 기공이 보이지 않는 치밀한 성형체를 얻을 수 있었다. Fig. 3의 (d)~(f)는 소결압력 255MPa에서 제조한 성형체의 기공분포를 보여주고 있다. 언급한 바와 같이 소결압력을 255 MPa로 증가 시킨 후 소결한 성형체의 경우 낮은 온도에서도 기공이 보이지 않는 치밀한 성형체를 얻을 수 있었다.

Fig. 4는 소결압력 30MPa 유지 후 소결온도 변화에

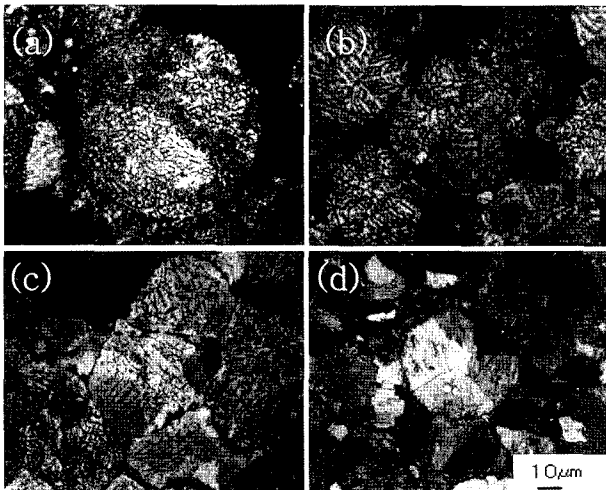


Fig. 4. Optical micrographs of Mg₉₇Y₂Zn₁ specimen sintered under load of 30MPa as a function of sintering temperature: (a) 350°C, (b) 400°C, (c) 450°C and (d) 500°C.



Fig. 5. Optical micrographs of Mg₉₇Y₂Zn₁ specimen sintered under load of 255 MPa as a function of sintering temperature: (a) 350, (b) 400°C and (c) 450°C.

따른 합금분말의 미세조직을 보여주고 있다. 앞에서 언급한 바와 같이 350°C와 400°C에서 성형된 성형체의 경우 큰 기공이 보여지고 있으며, 450°C 및 500°C의 경우 기공이 보이지 않는 치밀한 성형체임을 확인할 수 있었다. 또한 소결온도 350, 400°C의 경우 미세조직은 Fig. 1(c)의 초기 가스아토타미저법으로 제조된 합금분말과 동일한 미세조직을 보여주고 있었으나, 소결온도 450°C에서는 부분적으로 결정립성장이 관찰되었으며, 500°C의 경우 미세조직은 초기 분말과 비교해 볼 때 결정립이 매우 조대화 됨을 관찰 할 수 있었다.

소결압력 255MPa의 압력에서 소결온도 변화에 따른 미세조직을 Fig. 5에 나타내었다. 255 MPa의 압력에서 제조된 성형체는 30 MPa의 소결압력으로 제조된 성형체의 미세조직(Fig. 4)과 마찬가지로 소결온도 450°C에서 부분적으로 결정립 성장이 이루어 짐을 관찰할 수 있었다.

방전플라즈마 소결법으로 소결된 합금분말 성형체의 기계적특성 평가를 위하여 4×4×8mm의 직사각형 모양으로 시편을 제작 후 압축강도 시험을 행하였다. Fig. 6은 소결압력 30MPa로 고정 후 소결온도 변화에 따른 압축강도 시험 결과를 나타내고 있다. 350°C에서 제조된 성형체의 경우, 분말과 분말 사이의 약한 결합력에 의해 압축시험편을 제작 할 수 없었다. 소결온도 400, 450, 500°C에서 항복강도는 165, 227, 174 MPa를 나타내고 있었으며, 최대 압축강도는 각각 200, 337, 364 MPa로, 연신율은 6.8, 14.5, 17.4%로 증가 됨을 알 수 있었다. 소결온

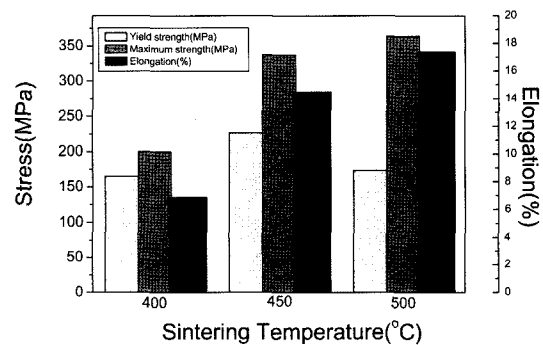


Fig. 6. Compressive yield strength, maximum strength and elongation of Mg₉₇Y₂Zn₁ specimen sintered under load of 30 MPa as a function of sintering temperature.

도가 증가함에 따라 최대 압축강도 및 연신율의 증가는 기공의 감소에 의한 성형체의 치밀화에 기인한 것으로 사료된다. 또한 500°C의 항복강도의 감소는 소결온도가 증가함에 따라 결정립의 조대화 때문으로 판단된다. Fig. 7은 30MPa에서 제조된 합금분말 성형체의 상온 압축시험 후 파단면을 주사현미경으로 관찰한 사진이다. 파단면의 관찰에서 알 수 있는 바와 같이 Fig. 7 (a)의 400°C에서 소결한 성형체의 파단면은 형태는 초기 분말 형태를 지니고 있으며, 낮은 소결온도에 의한 약한 결합에 의한 분말과 분말사이의 목(neck)부분에서 파단이 일어남을 알 수 있었으며, 소결온도 450°C로 증가함에 따라 소결시 목성장애 의한 접촉면적 증가와 함께 분말과 분말사이의 파단면적도 증가 됨을 알 수 있었다. 반면 500°C에서 제조된 성형체의 파단면의 경우 분말과 분말의 강한 결합력과 치밀화에 따른 분말 접촉부분에서 파단이 발생하지 않고, 결정립의 입내에 일어나는 취성 파단면을 나타냄을 관찰 할 수 있었다.

Fig. 8은 소결압력 255MPa에서 소결온도 변화에 따른 압축강도 시험 결과를 나타내고 있다. 소결온도가 350, 400, 450°C로 증가함에 따라 항복강도는 303, 241, 210 MPa를 감소함을 알 수 있었고, 최대 압축강도는 442, 584, 549 MPa, 연신율은 10.9, 16.9, 16.4%로 400°C까지 증가하다가 450°C에서는 감소함을 알 수 있었다. 이는 미세조직에서 나타낸 바와 같이 450°C에서 결정립성장이 부분적으로 이루어졌기 때문으로 사료된다. 또한, 255MPa에서 소결한 성형체는 30 MPa의 압력에서 소결한 성형체(Fig. 7)의 경우와 비교해 볼 때 같은 온도에서 강도 및 연신율이 증가함을 알 수 있었으며, 이는 255 MPa의

큰 압력에 의한 성형체의 치밀화에 기인한것으로 사료된다.

255 MPa의 압력으로 소결한 시편의 압축강도 시험후 파단면의 주사현미경 사진을 Fig. 9에 나타내었다. 그림에서 볼 수 있듯이 350 MPa이 경우 분말의 형태를 나타내고 있었으며, 분말과 분말 사이에서 파단이 일어남을 알 수 있었다. 반면 소결온도가 증가함에 따라 분말간의 강한 결합력에 의한 치밀화에 의해 마그네슘 합금의 전형적인 파단 거동인 결정립 내에서의 파단이 발생하는 취성 파괴 거동을 나타냄을 알 수 있었다.

4. 결 론

본 연구에서는 가스아토타미저법으로 제조된 Mg₉₇Y₂Zn₁ 합금 분말을 SPS 공법을 적용하여 성형체를 제조하였으며, 소결온도 및 소결 압력 변화에 의해 난성형 마그네

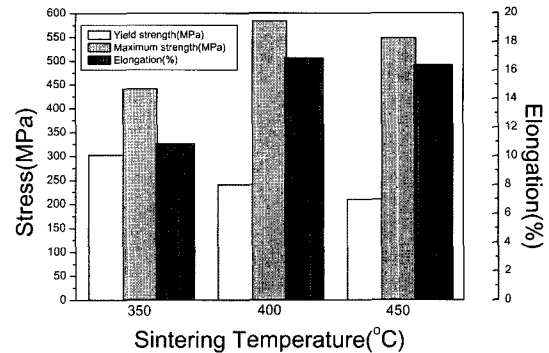


Fig. 8. Compressive yield strength, maximum strength and elongation of Mg₉₇Y₂Zn₁ specimen sintered under load of 255 MPa as a function of sintering temperature.

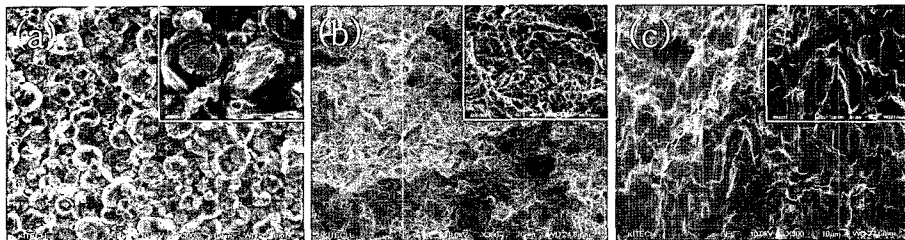


Fig. 7. Fracture surfaces of the Mg₉₇Y₂Zn₁ specimen sintered under load of 30 MPa as a function of sintering temperature: (a) 400, (b) 450 and (c) 500°C.

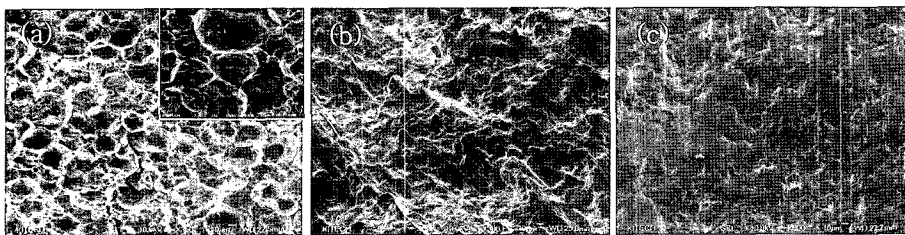


Fig. 9. Fracture surfaces of Mg₉₇Y₂Zn₁ specimen sintered under load of 255MPa as a function of sintering temperature: (a) 350, (b) 400 and (c) 450°C.

습 합금분말에 대한 미세조직, 기계적 특성평가 및 성형성에 대한 연구를 수행하였다. 가스아토마이저법으로 제조된 $Mg_{97}Y_2Zn_1$ 합금 분말의 미세조직은 균질한 수지상정을 가지고 있었으며, $Mg_{97}Y_2Zn_1$ 합금 분말을 30 MPa로 성형할 경우 온도가 증가할수록 밀도는 증가 하였으나, 450°C에서 부분적으로 결정립성장이 발생하였으며, 500°C의 성형체의 경우 결정립이 크게 성장하는 것을 관찰할 수 있었다. 또한 성형온도 450°C에서 항복강도 약 227 MPa, 연신율 14.5%를 나타내었다.

$Mg_{97}Y_2Zn_1$ 합금 분말을 255 MPa 압력으로 성형한 경우, 350°C의 낮은 온도에서 상대밀도 99%이상의 치밀한 성형체를 얻을 수 있었으며, 온도가 증가할수록 항복강도가 감소하였으며, 이는 온도가 증가함에 따라 결정립이 성장하였기 때문으로 사료되며, 성형온도 350°C에서 약 303MPa의 높은 항복강도와 약 11% 연신율을 나타내었다.

참 고 문 헌

1. I. A. Anyanwu, Y. Gokan and A. Suzuki, S. Kamado and Y. Kojima, S. Takeda and T. Ishida, *Mater. Sci. Eng., A* **380**, 93-99 (2004).
2. J. Cadek, V. Sustek, L. Kloc, E. Evangelista, *Mater. Sci. Eng.*, **A215** 73-83 (1996).
3. G.Y. Yuan, Z.L. Liu, Q.D. Wang, W.J. Ding., *Materials letters*, **56**, 53-58 (2002).
4. D.H. Bae, S.H. Kim, D.H. Kim, W.T. Kim, *Acta Materialia*, **50**, 2343-2356 (2002).
5. M. Nishida, Y. Kawamura and T. Yamamoto, *Mater. Sci. Eng.*, **A375** 1217 (2004).
6. Mamoru Omori, *Mater. Sci. Eng. A287* 183-188 (2002).
7. I. H. Oh, H. T. Son and S. H. Chang, H. M. Kim and K.Y. Lee, S. S. Park and H. Y. Song, *J. Kor. Inst. Met. & Mater.*, **44**(6), 441-445 (2006).
8. Information on <http://www.scm-sps.com>