

금속분말의 고압비틀림 성형시 나노결정화

윤승채¹, 곽은정¹, 김택수², 홍순익³, 김형섭[#]

Nanocrystallization of Metallic Powders during High Pressure Torsion Processing

Seung Chae Yoon, Eun Jeong Kwak, Taek-Soo Kim, Sun Ig Hong, Hyoung Seop Kim
(Received May 10, 2007)

Abstract

Microstructure and microhardness of metallic powders of pure copper were studied after high pressure torsion(HPT) processing with 10 turns of die rotation and high pressure of 6 GPa. The grain size of copper decreases drastically after HPT and reaches nanometer size ranges. During HPT, the hardness of consolidates of copper powders increases with increasing the temperature of HPT processing. Examinations of the fracture surfaces indicated evidence of ductile fracture. The results proved that HPT of copper powders has a beneficial effect for homogeneous deformation with reducing grain size.

Key Words : Nanocrystallization, High Pressure Torsion, Severe Plastic Deformation, Metallic Powders

1. 서론

최근 산업이 발달하면서 고밀도, 소형화를 위한 고강도의 소재에 대한 연구가 다양한 영역에서 활발히 진행되고 있는데, 이는 기존에 통상적으로 사용된 재료와 달리, 차별화된 고강도 다기능 소재를 광범위에 적용함으로써 고부가가치 산업을 창출할 수 있기 때문이다[1].

나노 미터(10^{-9} m) 크기의 영역에서 거대한 분자 구조의 수준에 이르기까지 소재, 장치, 시스템 제작 등에 활용되는 나노기술은 정보, 생명공학, 환경, 우주기술에까지 다 방면에 적용이 시도되고 있다. 또한 나노기술은 미래 국가산업을 선도할 첨단 기술로서, 국가의 주요 과학 정책으로 추진되고 있을 뿐만 아니라 거의 모든 과학영역에서 혁명적이라고 할 만큼이나 빠른 속도로 전개되고 있다. 따라서 나노기술은 현존하는 과학기술 중에 중요한

주제로 부각되고 있으며, 사회/경제적인 파급효과와 부가가치 창출에 엄청난 기여가 예상된다[2].

이러한 나노기술의 파급효과는 소재 분야에서 예외는 아니며, 금속재료의 나노 구조화를 이용한 미세구조 제어를 통해 소재의 강도 증가를 이루는 동시에 인성 및 연성의 개선이 기대되고 있다. 이러한 물리적 기능은 기존의 상용 재료에 비해 매우 우수한 특성이 구현되어 공학적인 이목이 집중되고 있다.

금속재료에 있어서 결정립도는 재료의 여러 가지 물성들을 결정하는 중요한 인자 중의 하나이다. 최근 재료의 결정립도를 1 μ m 이하로 작거나 혹은 수십nm에 이르기까지 제어하여 소재의 물리적 및 기계적 특성의 획기적인 향상을 꾀하는 시도들이 많이 이루어지고 있다[3~6]. 이러한 결정립 구조 제어를 통해 재료의 우수한 기계적 특성을 얻기 위한 공정 연구에 있어서, 기체응축법이나

1. 충남대학교 대학원 나노공학부

2. 한국생산기술연구원

3. 충남대학교 나노공학부

교신저자: 충남대학교 나노공학부, hskim@cnu.ac.kr

볼밀링법 등으로 미세한 분말을 제조한 후 분말 압출 혹은 소결 공정을 거치는 분말야금법이 많이 사용되고 있으나, 유효크기를 갖는 벌크재료를 만드는 과정에서 기공의 잔류, 결정립 성장, 또는 다른 물질로부터의 오염 등 문제가 있어 건전한 미세구조 결정립의 재료 공정에 어려움이 있다.

위와 같은 분말야금법에서의 문제들을 해결하는 동시에 초미세 결정립 구조 재료를 제조하는 강소성변형법(Severe Plastic Deformation: SPD)이 최근에 러시아에서 개발되어, 재료의 결정립 제어에 성공적인 많은 연구와 우수한 논문들이 세계적으로 발표되고 있다. 그러나 많은 강소성변형법에 대한 연구들 중에 실제 가공의 여러 변수와 공정 해석 혹은 소성변형 특성에 대한 내용들은 미세 조직과 기계적 성질에 대한 연구에 비해 미흡한 실정이다. 또한 강소성가공 공정상 큰 변형률을 부과하기 위하여 반복 가공이 필요한 경우에는 변형경로와 재료의 변형양상 및 미세조직 등이 달라지어 최종 물성에 차이가 날 수 있으므로, 여러가지 변수에 따른 공정의 타당성을 평가하는 것이 매우 중요하다[7-8].

본 연구에서는 최근 많은 각광을 받고 있는 강소성변형법 중 하나인 고압비틀림(HPT: high pressure torsion) 공정을 이용하여 재료에 심한 소성변형을 부여함으로써 분말소재의 벌크화 및 초미세/나노 결정화를 이루고자 한다. 고압비틀림 공정은 높은 압력을 통한 분말의 고형화를 효과적으로 이룰 수 있을 뿐만 아니라 가압과 동시에 비틀림 공정을 통해 재료 결정립을 미세화를 이루는데 매우 효과적이다 [9-12].

2. 실험 방법

Fig. 1은 고압비틀림 공정의 개략도로서, 압축력과 금형 회전에 의해 전단력을 동시에 가하는 변형 기구를 모식하고 있다. 초기 구리 분말의 크기는 $4\sim 6\mu\text{m}$ 가지고 있으며, 응집된 형태를 띠고 있음을 Fig. 2에서 관찰할 수 있다. 고압비틀림 공정을 위한 가압 압력은 6GPa을 가하였으며, 비틀림 회전은 1rpm의 일정한 속도를 유지하며 10회의 가공 횟수로 하였다. 또한 가공온도의 영향을 알아보기 위해 상온과 200°C에서 고압비틀림 공정을 시행하였다. 공정 결과 얻어진 시편의 크기는 Fig. 3에서 보는 바와 같이 지름이 약 11mm이고 두께는 약 0.8 mm에 해당하는 원형 디스크 형태이다.

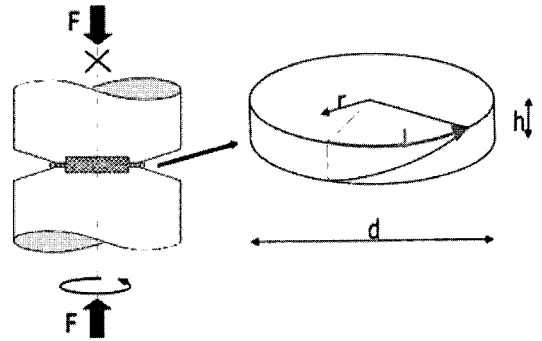


Fig. 1 Mechanics in HPT applying both compressive and torsional strain

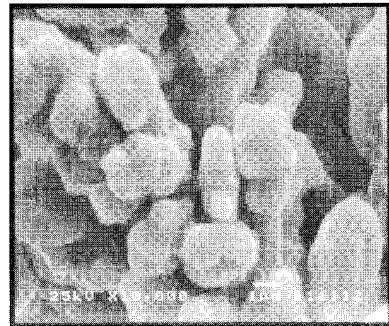


Fig. 2 Scanning electron micrograph of initial copper powders

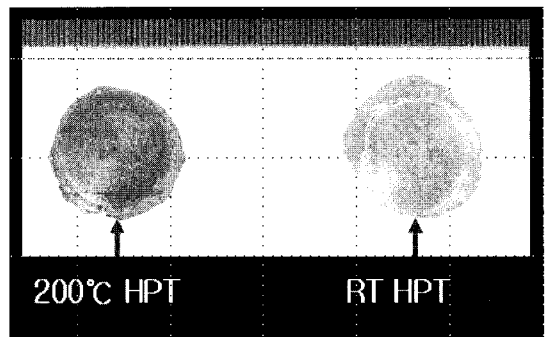


Fig. 3 Shape of HPT processed copper samples after 10turns at two different processing temperatures

고압비틀림 공정 수행 후 미소경도 시험을 통해 강소성가공된 분말압분체의 물리적 특성을 측정하였으며, 현미경 파면관찰을 통해 결정립미세화, 고압비틀림 공정의 분말 결합 및 고형화의 타당성을 평가하였다.

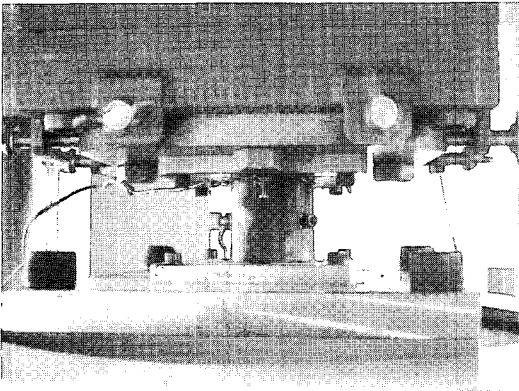
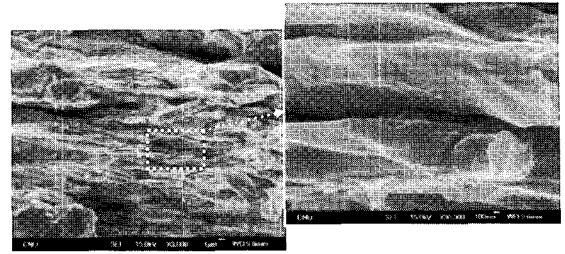


Fig. 4 HPT press and die set with heating furnace for powder consolidation

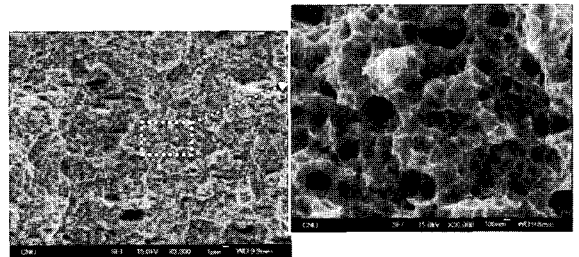
3. 결과 및 고찰

Fig. 4는 실험 공정에 사용된 고압비틀림 가공 공정의 금형 및 열처리로의 사진이다. 프레스의 내부는 Fig. 1과 같이 두 개의 상부와 하부의 금형으로 이루어져 있으며, 상부 금형에서 고압을 가한 이후 아래의 금형이 회전하여 비틀림 공정을 수행하게 된다. 또한 외부에 300°C까지의 열간 공정이 가능하도록 열처리로가 부착되어 있다.

Fig. 5는 분말 고형화의 목적으로 구리의 고압 비틀림 가공을 수행한 이후 얻어진 원형 디스크 시편의 파면을 주사전자현미경을 이용하여 관찰한 사진이다. Fig. 5(a)는 상온에서 수행한 고압비틀림 시편의 파면으로서 두가지 흥미로운 사실을 관찰할 수 있다. i) 분말이 가공을 받기 전의 초기에 가지고 있는 형상을 따라 파괴가 일어난 것과, ii) 분말 형상이 소성가공으로 인하여 길게 연신된 것을 관찰할 수 있다. 이를 통해, 상온에서 분말의 고압비틀림 가공에 의한 강소성공정을 수행하였을 때 비록 100%의 상대밀도에 도달했음에도 불구하고, 기대했던 냉간소결(cold sintering) 효과는 일어나지 않고 분말 계면 상태의 결합이 효과적이지 못했음을 알 수 있다. 반면 Fig. 5(b)의 경우는 저배율 관찰에서는 취성 파면을 가지고 있는 듯 하였으나, FE-SEM 을 통해 관찰하였을 때 연성 파괴에서 나타나는 미세 덩플을 발견할 수 있었다. 따라서, 연성파괴가 나타나는 좋은 분말 결합이 이루어 졌음을 알 수 있다.



(a) HPT at Room temperature



(b) HPT at 200°C

Fig. 5 Fracture surface of HPT samples at each temperature

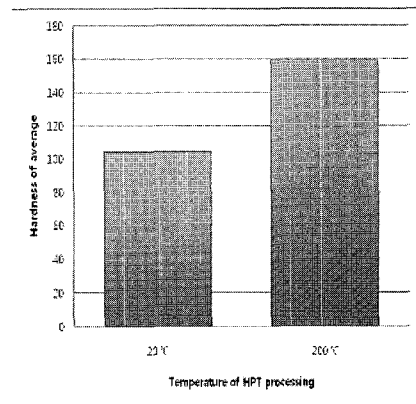


Fig. 6 HPT sample hardness at each temperature

파괴 단면에서 분말의 형상이 관찰되지 않았음을 통해, 200°C의 온간 또는 열간에서 분말 고형화를 위한 고압비틀림 공정이 매우 우수한 것으로 사료된다. 또한 파단 면에서의 덩플 크기가 매우 미세한 것으로 보아 결정립 크기가 매우 미세할 것으로 예상되고 있으나, 이는 추후 EBSD 및 투과전자현미경의 정량적 연구를 통해 상세히 고찰하고자 한다.

Fig. 6은 각 온도에서 수행한 고압비틀림 시편의 미세비커스경도 값을 나타낸 그림으로써, 상온에서 수행하였을 때 평균 약 105(±10)Hv를 나타내었으며, 200°C의 시편은 약 160(±10)Hv의 경도를 얻을 수 있었다. 이를 통해 200°C에서의 고압비틀림 가공이 분말 고형화 및 결정립 미세화에 효과적인 것을 확인할 수 있었다[11]. 이는 분말의 고형화와 더불어 강소성가공에 의한 결정립미세화 효과에 기인하는 것으로 판단된다.

4. 결론

금속의 나노벌크 재료를 제조하기 위하여 Top-down 방식의 대표적인 공정인 강소성가공(Severe Plastic Deformation: SPD)이 주목을 받고 있는데, 이는 나노 분말로부터 시작하는 Bottom-up 방식과 대별되어 내부에 기공 및 결정립 제어에 효과적이기 때문이다. 이에 본 연구에서는 이 두 공정이 결합된 분말의 SPD 공정을 시도하였으며, SPD 공정으로는 고압 비틀림(High Pressure Torsion: HPT) 공정을 사용하였다.

이는 고압을 이용하여 분말의 높은 치밀화를 이룰 수 있는 동시에, 비틀림 공정을 통해 분말 표면의 산화막 및 이물질 등을 파괴시켜 분말의 건전한 결합을 유도하는 것이 매우 효과적이기 때문이다. 공정 수행 후 건전한 시편의 형상을 얻을 수 있었는데, 미세 덩플의 발견됨과 경도 값을 통해 분말 고형화 및 결정립 미세화 제어에 매우 효과적인 공정으로 사료된다.

후 기

이 논문은 2007년도 과학기술부의 재원으로 한국과학재단의 국가 지정연구실 사업으로 수행된 연구입니다.

참 고 문 헌

- [1] R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, I. V. Alexandrov, 2000, Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation, *Prog. Mater. Sci.*, Vol. 45, pp. 103~189.
- [2] K. L. Choy, 2000, Vapor Processing of Nanostructured Materials, *Handbook of Nanostructured Materials and Nanotechnology*, edited by H. S. Nalwa, Academic Press, p. 533.
- [3] M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, T. G. Langdon, 2002, The use of severe plastic deformation for microstructural control, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 324, pp. 82~89.
- [4] T. C. Lowe, Y. T. Zhu, 2000, Observation and issues on mechanisms of grain refinement during ECAP process, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 291, pp. 46~53.
- [5] M. G. Glavicic, A. A. Salem, S. L. Semiatin, 2004, X-ray line broadening analysis of deformation mechanisms during rolling of commercial purity titanium, *Acta Mater.*, Vol. 52, pp. 647~655.
- [6] V. V. Stolyarov, Y. T. Zhu, T. C. Lowe, R. Z. Valiev, 2001, Microstructure and properties of pure Ti processed by ECAP and cold extrusion, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 303, pp. 82~89.
- [7] S. C. Yoon, M. H. Seo, H. S. Kim, 2006, Preform effect on the plastic deformation behavior of workpieces in equal channel angular pressing, *Scripta Mater.*, Vol. 55, pp. 159~162.
- [8] H. S. Kim, 2001, Prediction of temperature rise in equal channel angular pressing, *Mater. Trans.*, Vol. 42, pp. 536~538.
- [9] A. Vorhauer, R. Pippan, 2004, On the homogeneity of deformation by high pressure torsion, *Scripta Mater.*, Vol. 51, pp. 921~925.
- [10] J. Sort, D. C. Ile, A. P. Zhilyaev, A. Concustell, T. Czeppe, M. Stoica, S. Surinach, J. Eckert, M. D. Baro, 2004, Cold-consolidation of ball milled Fe-based amorphous ribbons by high pressure torsion, *Scripta Mater.*, Vol. 50, pp. 1221~1225.
- [11] C. Xu, Z. Horita, T. G. Langdon, 2007, The evolution of homogeneity in processing by high pressure torsion, *Acta Mater.*, Vol. 55, pp. 203~212.
- [12] T. Ungar, L. Balogh, Y. T. Zhu, Z. Horita, C. Xu, T. G. Langdon, 2007, Using X-ray microdiffraction to determine grain sizes at selected positions in disks processed by high pressure torsion, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 444, pp. 153~156.