

## 기계적으로 합금화된 Al-Fe합금의 풀림처리에 따른 기계적 특성

서 휘 성 · 정 석 주 \* · 구 본 권 \*\*

서울산업대학교 산업대학원 기계설계학과

\*서울산업대학교 기계설계학과

\*\* 서울산업대학교 금형설계과

Mechanical Characteristics of Mechanically Alloyed Al-Fe Alloys  
 according to Annealing Process

H. S. Seo, S. C. Chung, B. K. Koo

Dept. of Mechanical Design, Dept. of Die and Mould Design, Seoul National Polytechnic University,

### ABSTRACT

Mechanical alloying behaviour was investigated after adding 6, 8, 12wt% Fe powder into Al matrix, respectively, in order to develop Al alloy. And the mechanical characteristics of the alloy which was produced by the above method were studied.

The hardness and ultimate tensile strength of the material with different compositions were found to be increased with annealing temperatures and holding times. Intermetallic compound of  $Al_3Fe$  and carbide of  $Al_4C_3$  phases, which were generated from the different compositions during annealing, were found.

It was suggested that enhancement of mechanical properties of Al-Fe alloy system was due to the presence of these precipitates that constrained grain growth and blocked dislocation movement in the alloy system.

### 1. 서 론

기존의 구조용 Al 합금은 350℃ 이상의 온도에서 석출물 조대화 및 기지 조직과의 정합성(coherency) 상실 등으로 인해 강도가 감소하고, 열적 불안정성이 커지는 이유로 사용에 제약을 받는다. 따라서 우수한 기계적 특성과 고온특성을 갖춘 경량 고강도 신소재 개발이 중요한

과제로 부각되고 있다<sup>1,2)</sup>. 이러한 개발을 위한 방법으로 제시된 것이 기계적 합금화법(mechanical alloying : MA)<sup>3,4)</sup>으로 전위운동을 억제하고 미세조직을 고온 노출 시에도 안정화 시키는 분산상을 합금내에 균일하게 분산시켜 강도를 향상시키며 사용온도도 연장시킬 수 있다.

기계적 합금화법은 attritor를 이용, 합금화하기 어려운 원소들을 고상만의 반응하에서 처리하여 합금을 제조

할 수 있으며, 석출상의 분산강화 및 분말 가공경화, 첨가원소의 고용강화, 결정립 미세화에 의한 강화 등 여러 강화기구가 중첩되어 일반적인 분말야금법을 이용한 경우보다 더 우수한 조직특성을 기대할 수 있다.<sup>5,6)</sup>

본 연구에서는 Fe의 첨가량 변화에 따른 합금의 기계적 특성을 조사하고자 Al-6, 8, 12wt% Fe 조성을 선택하여 기계적으로 합금화하고, 분말의 합금화과정을 관찰하였으며 시료합금의 풀림처리시 분산상 형성에 따른 조직특성 및 분산상이 합금 강화기구에 미치는 영향 등에 관하여 연구하였다.

## 2. 실험 방법

### 2.1 원료분말과 기계적 합금화

Al 분말은 한국 비철분말사의 +200mesh입도의 분말을, Fe 분말은 Höganäs사의 +100~+40mesh의 분말을 사용했다. Photo 1, 2에는 SEM으로 본 Al, Fe 분말형태를 나타내었다.

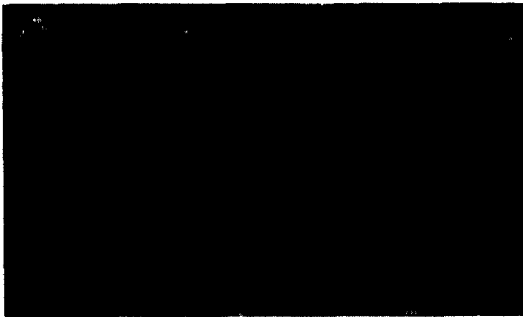


Photo 1. SEM morphology of Al Powder



Photo 2. SEM morphology of Fe powder

합금화는 Al-6wt% Fe, Al-8wt% Fe 및 Al-12wt% Fe 조성으로 수행되었다. attritor는 미국 Union Process사의 0-1 batch attritor를 모델로 제작된 것을 이용하였고, 실제사진을 Photo 3에 나타냈다.

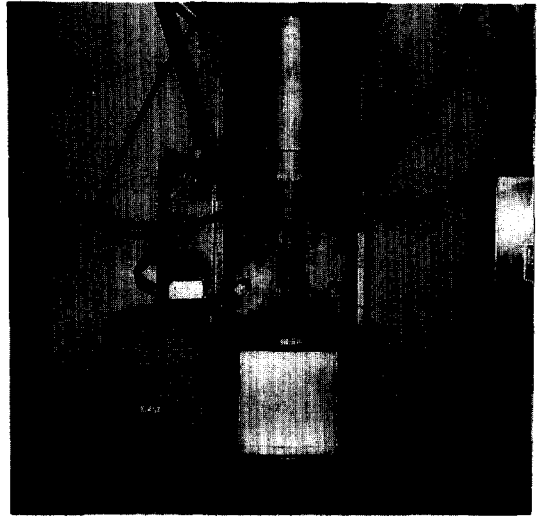


Photo 3. Experimental set-up of attritor

축과 impeller 및 용기는 스테인리스 강으로 제작되었다. 열발생에 의한 분말의 과도압접을 방지하기 위해 용기는 water jacket 방식으로 냉각시켰으며 용량은 2리터이다. ball은 자체 산화방지를 위해 3/16인치 스테인리스 강구를 이용하였다. 용기내의 분위기는 분말의 산화방지를 위해 아르곤 가스 분위기로 하였다. 축의 회전속도는 300rpm으로 고정시켰고, ball 대 분말의 중량비는 65:1로 고정시켜 합금화 공정이 매회 수행될 때마다 60g의 복합 분말을 얻도록 하였다. 분말의 과잉압접방지를 위해 사용되는 공정제어제는 스테아린산( $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{CO}_2\text{H}$ )을 2wt% 첨가하였고, 합금화가 시작되기 전에 미리 정량적으로 측정된 Al, Fe 분말과 함께 건식 혼합기에 넣어 분말과의 보다 높은 혼합을 유도하였다. 용기에 스테인리스 강구와 건식 혼합된 분말을 넣은 후 300rpm으로 축의 속도를 올리고, 시간을 1200분으로 설정하여 합금화를 수행하였다.

2.2 분말의 특성관찰

기계적 합금화 과정은 각 분말의 특성을 분석하여 관찰하였다. 정상상태(steady state)<sup>8)</sup>는 SEM(Scanning Electron Microscope)과 XRD(X-ray diffraction)분석을 통하여 판단하였고, X-선의 주사 속도는 8°/min, 각도는 10°~90°와 42°~46°로 하여 측정하였다. 정상상태 도달시의 첨가원소의 입도분포는 EDS(energy dispersive micro analysis spectrum)로 관찰하였다.

2.3 고온성형 및 풀림처리

압출을 위해 합금화 후 SEM, XRD, EDS로 확인, 정상상태에 도달되었다고 판단된 각 조성의 분말을 Al 캔에 채운 후 10ton의 압력으로 냉간성형하였고, Al 분말 표면에 존재하는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·nH<sub>2</sub>O와 공정제어제에 의해 발생하는 산소 및 수소를 제거하기 위해 550℃의 진공 상태에서 160분 동안 탈가스 처리하였다. 캔을 600℃에서 60분 동안 가열, 유지 시킨 후 520℃에서 450ton 용량의 압출력을 가진 램을 이용, 1.3mm/s의 속도로 압출하였다.

압출재를 기계가공하여 JIS Z 2201 14A호 시험편 규격을 참고로 Fig. 1에 나타낸 것처럼 봉상 인장시험편과 경도시편을 제작한 후 350℃, 450℃, 550℃에서 1, 2, 3시간 동안 풀림처리하였다.

2.4 인장 및 경도 시험

풀림처리가 완료된 시편의 인장시험은 Instron 만능시험기로 strain rate가 0.01mm/s인 조건에서 수행하였다. 경도시험은 Rockwell b-scale경도기로 5회 이상 측정, 평균을 구하였다.

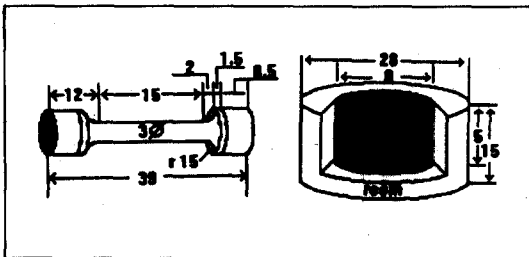


Fig. 1 Dimensions of tensile and hardness test specimen

2.5 미세조직 관찰

풀림처리에 따른 조직의 변화를 조사하기 위해, 연마된 표면을 Keller시약 (20ml 증류수 + 20ml HCl + 20ml HNO<sub>3</sub> + 5ml HF)으로 부식시킨 후 SEM으로 관찰하였고, 분산상 검출을 위해 X-선 회절 분석을 병행하였다. 인장시편 역시 SEM으로 미세조직과 파단면을 관찰하였다.

III. 실험 결과 및 고찰

3.1 합금화가 완료된 분말의 특성

Photo 4는 정상상태 도달시의 전체적인 분말형태와 Al 기지내의 Fe 분포를 dot mapping한 SEM과 EDS사진이다. Al-8wt% Fe를 대표적으로 나타내었다. 입자는 대개 구형으로 10µm정도의 평균크기를 가지고 있고, 각 입상내에 Fe가 균일하게 분포되었으며 첨가량이 증가된 조성일수록 입도분포가 조밀해짐을 알 수 있다.

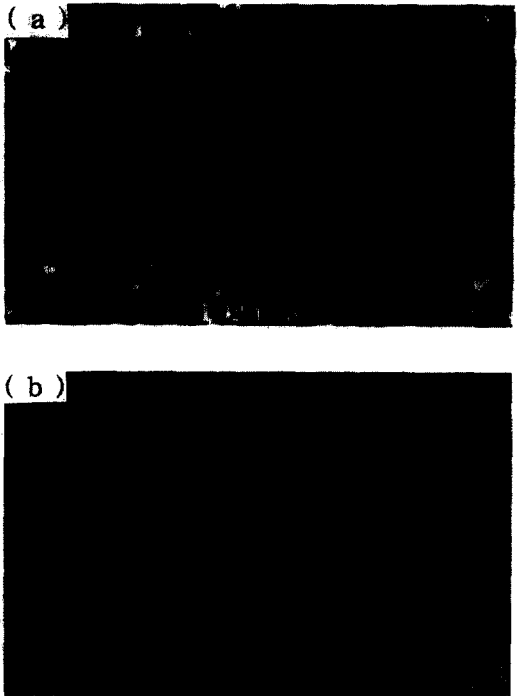


Photo 4. Full scale of SEM morphology and EDS analysis of MA powders

- (a) morphology of 1200min. MA Al-8wt% Fe
- (b) X-ray image of Fe element powder in Fig (a)

Fig. 2는 합금화의 시간증가에 따른 평균 입자크기와 정상상태 도달시간에 대한 그림으로서 각 조성은 합금화를 시작한 지 약 200분에서 100~117 $\mu\text{m}$  정도의 평균 입자크기를 나타내었다. 초기 분말들의 압점이 활발히 일어났음을 알 수 있다. 한편 합금화 시간이 증가할수록 곡선은 계속하여 감소하고 있다. 이것은 분말내부에 불균일한 strain이 점차적으로 증가하여 분말이 단단해져서 ball과의 충돌로 인해 미세해졌기 때문으로 보인다.

각 조성의 정상상태에 도달시간에는 차이가 있었는데, Al-6wt% Fe는 합금화를 시작한 후 960분, 8wt% Fe는 1200분, 12wt% Fe는 1400분에서 평균 10 $\mu\text{m}$  정도의 입자크기를 유지하였다.

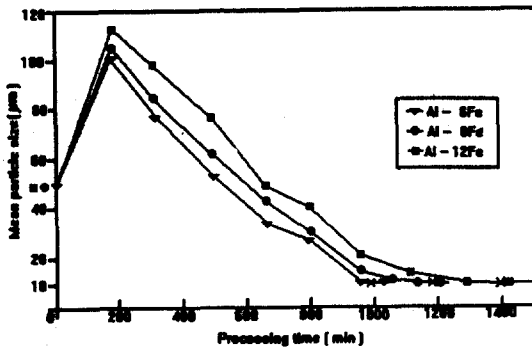


Fig. 2 Relationship between mean particle size and processing time of mechanically alloyed Al-6, 8, 12wt% Fe

정상상태 도달시간은 Fe 첨가량이 증가할수록 늘어났으며, 이는 초기 분말의 대부분을 차지하는 Al과 Fe 분말의 입도분포가 너무 좁아졌기 때문으로 생각된다. 또한 분말의 미세화는, 합금화시 투입되는 에너지의 양에 비례한다고 할 때, 분말의 경도가 증가할수록 늦어진다. 따라서 Fe 첨가량이 증가함에 따라 분말내부에 불균일한 strain이 축적되는 속도는 저하되기 때문에 정상상태 도달시간은 증가한다.

Fig. 3은 각 조성 분말의 초기 혼합분말과 정상상태 도달시의 혼합분말의 X-선 회절분석 결과로서 6wt%를 대표적으로 나타냈다. 초기의 회절분석에 비해 정상상태 도달시의 회절분석 결과를 보면 회절피크는 낮아지고 폭은 넓어지는데, 이같은 현상은 X-선이 합금화 초기의 순수한 Al, Fe 격자구조에 투과될 때는 각 원소에 대해 동

일한 피크가 검출되므로 피크가 높았으나 합금화가 진행될수록 각 원소의 격자구조가 강제적으로 깨어져 결정화도가 감소하고, 합금화된 분말내에서 복합적으로 피크가 검출되기 때문에 피크의 높이가 낮아지며 그 폭도 넓어지는 것으로 생각된다.

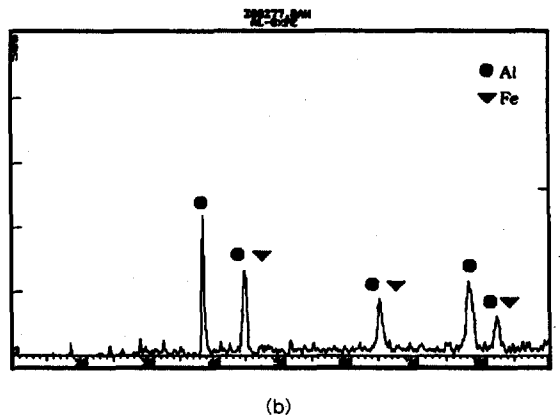
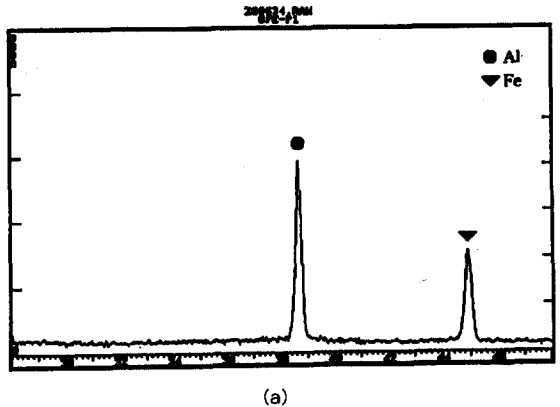


Fig. 3 X-ray diffraction patterns of Al-6wt% Fe powder  
(a) 0min MA (b) 960min MA

### 3.2 압출재의 미세구조 및 X-선 회절 분석

Fig. 4는 600 $^{\circ}\text{C}$ 에서 60분 동안 가열된 후 압출된 성형체의 X-선 회절 결과로 각 조성의 성형체 모두에서 석출물  $\text{Al}_3\text{Fe}$ 가  $2\theta = 44.2^{\circ} \sim 45^{\circ}$  부근에서 형성됨을 확인할 수 있었다. 이처럼 단시간의 가열처리에도  $\text{Al}_3\text{Fe}$ 상이 석출되는 것은 합금화시 ball과의 연속적인 충돌로 격자

구조가 깨어져 결함이 발생하였으며, 이에 따른 총상구조의 미세화로 인해 확산거리가 감소하여 Fe가 Al 기지 내에 보다 쉽게 확산, 고용될 수 있었기 때문인 것으로 생각된다.

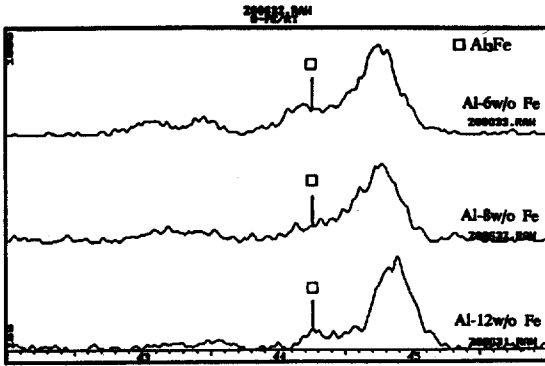


Fig. 4 X-ray diffraction patterns of as-extruded round bar

3.3 인장 및 경도 특성

Fig. 5에 압출성형한 각 시료합금의 풀림처리 온도와 시간에 따른 경도의 변화를 나타내었다. 350℃, 450℃, 550℃에서 1, 2, 3시간 동안 풀림처리 후 풀림처리를 하지 않은 압출시편에 비교하였을 때 모두 경도의 감소는 없었으며, Fe의 함량이 많을수록 높은 경도를 보였다. 6wt% Fe의 경우 각 온도에서 1시간 동안 풀림처리를 했을 때, 풀림처리를 하지 않은 압출시편에 비해 약

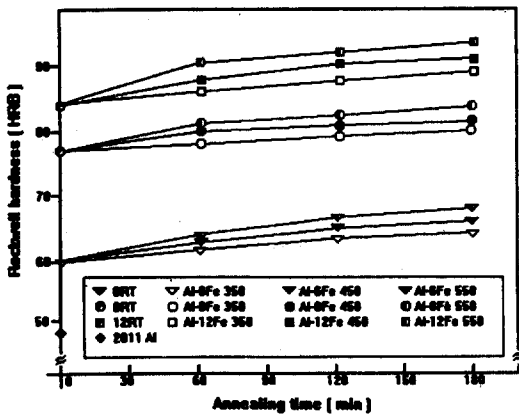


Fig. 5 The variation of hardness after annealing for Al-6, 8, 12wt% Fe

1.5%, 2.5%, 4.3% 정도의 경도가 증가했으며 이러한 경향은 8wt% Fe와 12wt% Fe의 경우에도 유사하였다. 이것은 합금내부에 Al<sub>3</sub>Fe가 미세하고 균일하게 분산되어 기계적 강도를 향상시켰으며, 공정제어제외의 반응으로 인해 발생한 Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> 등이 결정립 성장을 저해하였기 때문에 일어나는 현상으로 생각된다.

Photo. 5에는 이러한 설명을 뒷받침해 줄 수 있는 Al<sub>3</sub>Fe상과 탄화물상을 나타내었다. Al<sub>3</sub>Fe상은 다른 연구 결과에서 제시한 것보다 3~4배 정도 큰 것으로 장시간 노령을 하였기 때문에 조대화된 것으로 생각된다. 또한 탄화물은 크기가 10~20μm 정도로 합금내에서 전위이동을 저해하거나 결정립의 성장을 억제하는 것으로 보인다.

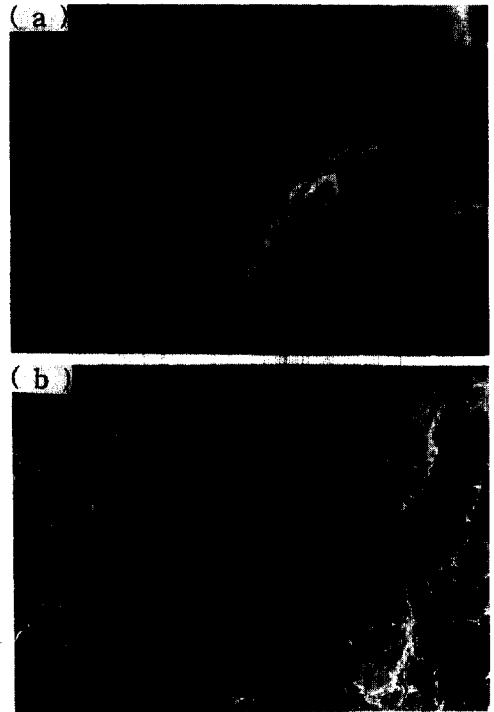


Photo 5. SEM morphology of intermetallic compound (a)Al<sub>3</sub>Fe (b) carbon phase

Fig. 6에는 각 압출재의 풀림처리 온도와 시간에 따른 인장실험의 결과를 나타냈다. 각 조성의 풀림처리를 하지 않은 시편의 극한강도는 2011 Al과 급냉용고범 (Rapid Solidification Process : RSP)을 이용하여 제작된 Al-8wt% Fe합금에 비해 모두 높았다. RSP Al-

8wt% Fe의 극한강도는 풀림처리를 하지 않은 6wt% Fe의 94%, 8wt% Fe의 78%, 12wt% Fe의 74% 정도임을 나타냈으며, 2011 Al의 극한강도는 풀림처리를 하지 않은 6wt% Fe의 73%, 8wt% Fe의 63%, 12wt% Fe의 57% 정도로 나타났다. 또한 Fe 첨가량이 많을수록 극한강도는 증가하였다. 첨가량이 2배 차이가 나는 6wt% Fe와 12wt% Fe의 극한강도의 차이에 비해 8wt% Fe의 극한강도는 12wt% Fe의 약 92%에 달했는데 이는 액상일 때의 용해도가 0.06wt%에 불과한 Fe를 강제적으로 고용시켰을 때의 Al 기지내에 고용될 수 있는 Fe 고용도의 한계점에 근접한 결과인 것으로 생각된다.

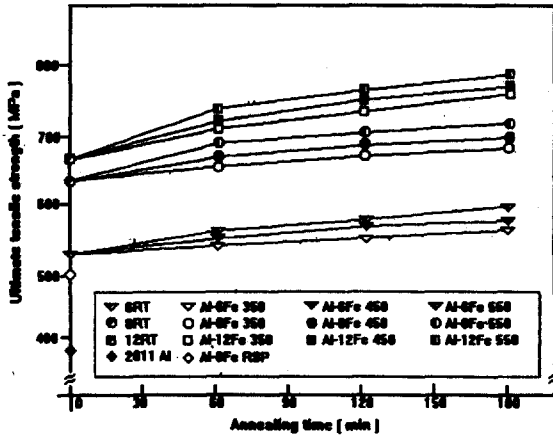


Fig. 6 The variation of UTS after annealing for Al-6, 8, 12wt% Fe

Al-6wt% Fe의 경우, 풀림처리 온도와 시간의 증가에 따른 극한강도는 풀림처리를 하지 않은 압출시편에 비해 증가량이 적었으며, 그 중 550℃의 온도에서 3시간 동안 풀림처리한 것이 최고 8%정도의 증가를 보였다. 8wt% Fe의 경우에도 풀림처리 온도와 시간의 증가에 따라 극한강도는 계속해서 증가하는 경향을 보였고, 특히 550℃에서 3시간 동안 풀림처리한 시편을 압출시편과 비교했을 때 최고 11%의 증가를 보였다. 12wt% Fe의 경우에도 550℃에서 3시간 동안 풀림처리한 시편의 극한강도는 풀림처리를 하지 않은 압출시편에 비해 11.3%의 증가를 보였다.

3.4 파단면과 미세조직 관찰

Photo 6에 인장실험한 각 조성의 시료합금 및 2011

Al의 대표적인 파단면을 SEM으로 촬영하여 나타냈다. Photo 6(a)는 2011 Al의 파단면으로 입자는 10 $\mu$ m 정도의 크기를 가졌으며, 전체적으로 신장된 입자형상을 보였다. 한편 550℃에서 3시간 열처리된 Al-6wt% Fe시

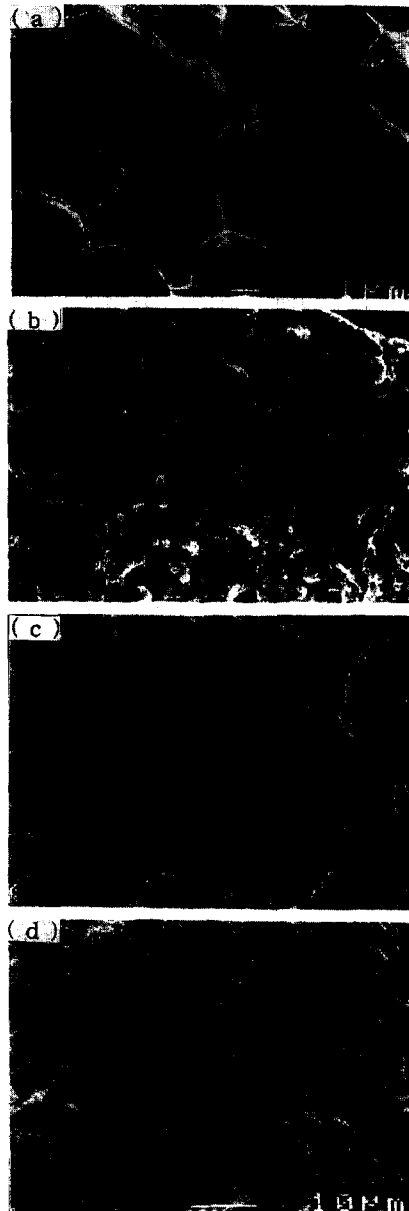


Photo 6. SEM fractographs of MA after tensile test

- (a) 2011 Al
- (b) Al-6wt% Fe
- (c) Al-8wt% Fe
- (d) Al-12wt% Fe

편은(Photo 6(b)) 2011 Al의 파단면과는 대조적으로 평균 0.5~1 $\mu$ m 정도의 입자크기를 가졌으며 역시 전체적으로 신장된 형상을 보였다.

Photo. 6(c)는 550 $^{\circ}$ C에서 3시간 동안 풀림처리된 Al-8wt% Fe시편의 조직으로 표면이 합물된 형상을 보이는데, 이것은 소성변형을 하는 Al은 신장되었으나 분산상은 Al에 비해 단단하므로 탄성변형을 하여 기지 조직으로부터 분리된 것으로 생각된다. Photo 6(d)는 550 $^{\circ}$ C에서 3시간 동안 풀림처리된 12wt% Fe의 파단면으로 6wt% Fe나 8wt% Fe에서 볼 수 있었던 2~5 $\mu$ m 크기의 microvoid에 비해 그 수나 크기가 감소하였으며, 취성에 가까운 특성을 보였다. 연신을 또한 압출된 6wt% Fe와 비교했을 때 1/30배(1.2%), 단면 수축률도 1/15배(2.0%) 정도로 감소함을 나타냈다. 이와 같이 Fe 고용의 증가 및 탄화물의 분산과 더불어 합금내에 풀림처리 온도와 시간이 증가하면서 보다 많은 석출물이 발생하여 연성은 감소시킨 반면 탄성을 증가시켜 결과적으로 강도를 향상시켰을 것으로 사료된다.

이상의 고찰로 볼 때, 풀림처리 온도와 풀림시간의 증가는 각 조성에서 강도의 향상을 가져왔고, 또한 Fe 첨가량이 많은 시편일수록 분산상을 보다 많이 유도하여 기계적 강도가 향상됨을 알 수 있었다.

## V. 결 론

본 논문에서는 Al기지에 Fe원소를 6wt%, 8wt%, 12wt% 첨가하여 기계적 합금화를 수행하고, 풀림온도와 시간을 변화시켰을 때의 기계적 특성에 관하여 연구하였다. 연구를 통하여 얻어진 결론은 다음과 같다.

1. Fe의 첨가량이 증가할수록 정상상태에 도달하는 시

간은 길게 나타났으며 12wt% Fe의 경우 6wt% Fe에 비해 45% 이상 소요되었다.

2. 인장강도는 풀림온도의 증가에 따라 증가하였으며 12wt% Fe의 경우 풀림처리 하지 않은 경우보다 25% 이상 인장강도가 향상되었다.
3. Fe의 조성에 따른 파단면 관찰 결과, 6, 8wt% Fe를 첨가한 경우 연성파단면을, 12wt% Fe의 경우 취성파단면을 나타냈으며, 이는 Fe의 첨가량이 증가함에 따라 조직내부에 석출물의 생성이 증가되어 조직의 경화가 이루어진 것으로 사료된다.

## 참고문헌

1. H. R. Alan : Mater. Sci. Eng., (1991) A143, pp. 31.
2. 정석주 : 대한기계학회 논문집 제34권 제5호 (1994) pp. 392.
3. R. M. K. Young and J. H. Tweed : Mater. Sci. Eng., (1991) A134, pp.1553.
4. F. Carre o, G. D. Gonz lez and O. A. Ruano : Mater. Sci. Eng., (1993) A164, pp. 216.
5. S. Ludwig : Mater. Sci. Eng., (1988) pp. 15.
6. J. S. Benjamin : Sci. Am., (1976) 234, pp. 40.
7. 이광민 : 한양대학교 대학원 박사학위논문 (1991) pp. 17.
8. J. S. Benjamin and T. E. Volin : Metall. Trans., (1974) Vol.5, pp. 1929.
9. M. A. Morris and D. G. Morris : Mater. Sci. Eng., (1991) A136, pp. 59~70.