

## 분말시스압연법에 의해 제조된 알루미늄 분말성형체의 조직 및 기계적 성질

이 성 희

한양대학교 금속재료공학과

### Microstructure and Mechanical Property of Aluminum Powder Compact by Powder-in Sheath Rolling Method

Seong Hee Lee

Department of Metallurgy and Materials Science, Hanyang University, Ansan 425-791, Kyunggi-Do, Korea

(Received 26 April 2002 ; Accepted form 27 May 2002)

**Abstract** A nitrogen gas atomized aluminum powder was consolidated by powder-in sheath rolling method. A pure aluminum tube with outer diameter of 12 mm and wall thickness of 1 mm was used as a sheath. The aluminum tube filled with the aluminum powder, first, was cold-rolled to the thickness of 6mm for preforming, and then consolidated by the cold rolling and/or subsequent hot rolling at 360, 460 and 560°C. The aluminum powder compact fabricated by the sheath rolling showed high relative density more than 0.96 at any rolling conditions. The 0.2% proof stress increased with increasing hot rolling reduction and hot rolling temperature. Tensile strength was hardly affected by change in the hot rolling reduction, whereas it decreased with increasing hot rolling temperature. The powder compact showed the large elongation when cold rolling or hot rolling reduction was large. It was found that the sheath rolling was an effective method for consolidation of aluminum powder.

**Keywords :** Powder-in sheath rolling, High pure aluminum powder, Microstructure, Mechanical property

#### 1. 서 론

알루미늄기 복합재료(MMC)는 고비강도, 뛰어난 내마모성등 우수한 기계적 성질을 나타내므로, 그 제조방법에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다.<sup>1)</sup> 지금까지 제안된 제조법으로는 용탕교반법(stir casting)을 비롯한 액상 프로세스<sup>2)</sup>와 분말야금법으로 대표되는 고상 프로세스<sup>3,4)</sup>로 크게 나눌 수 있다. 이 가운데, 분말야금법은 강화입자의 양을 쉽게 제어할 수 있으며, 강화입자의 종류와 모상의 종류를 자유롭게 선택할 수 있는 장점을 가지고 있다.<sup>3)</sup> 분말야금법에 의한 알루미늄기 복합재료의 제조를 위해서는, 알루미늄 입자의 표면에 형성되어 입자간의 결합을 방해하는 경질의 산화물 피막을 파괴하기 위하여 많은 양의 소성변형을 부여하여야 한다. 또한, 입자들간의 결합향상을 위하여 확산이 활발히 일어나야 한다. 그러

므로, 알루미늄 분말의 고화에는 큰 가공량을 부여할 수 있는 단조나 압출과 같은 소성가공법이 자주 이용된다.<sup>5)</sup> 그러나, 단조나 압출가공은 batch 프로세스이므로, 생산성에 한계를 가지고 있다. 만약에, 압연이 단조나 압출가공 대신에 사용된다면, 연속적인 분말의 고화가 가능할 것이며, 생산성이 더욱 증가할 것이다. 압연에 의한 금속분말의 고화에 대해서는 이론적<sup>6)</sup> 그리고 실험적인<sup>7)</sup> 연구가 발표되었으나, 시스압연(powder-in sheath rolling)에 의한 금속분말의 고화에 관한 연구는 거의 보고되지 않았다. 또한, 압연에 의해 금속분말을 고화 시키려는 시도는, 부여할 수 있는 소성변형 양이 단조나 압출가공에 비하여 크게 떨어지므로, 큰 성과를 얻고 있지 못하는 실정이다. 시스압연법에서는, 시스에 의해 입자들의 움직임이 구속을 받으므로, 입자들간에 큰 소성변형을 부여할 수 있으므로, 더욱 효과적으로 입자간의 결합을

달성할 수 있다.<sup>8)</sup> 그러므로, 시스압연법은 그 유효성과 생산성 면에 있어서 유망한 금속기 복합재료의 제조 프로세스로 기대된다. 본 연구는, 시스압연법이 알루미늄 분말의 고화에 유효한 방법인지, 또한 고화에 가장 좋은 압연조건이 무엇인지를 조사하여, 시스압연법에 의한 알루미늄기 복합재료의 제조에 관한 지침을 얻는 것이다.

## 2. 실험방법

### 2.1 시편준비

질소가스 아토파이즈법으로 제조된 고순도 알루미늄 분말(Cu:1, Fe:1, Si:2, O<sub>2</sub>:533 mass ppm, Al: bal.)을 본 연구에 사용하였다. 알루미늄 입자의 크기 분포를 표 1에 나타내었다. 그림 1은 분말의 SEM사진을 보여 주는데, 입자는 거의 구형을 하고 있으며, 평균 입경은 36 μm이다. 시스 재료로서, 외경 12 mm, 벽 두께가 1 mm 인 상업용 순알루미늄 튜브를 사용하였다. 튜브의 안쪽면에는 고화 후에 분말 성형체와의 분리를 용이하게 하기 위해 흑연을 도포하였다.

시편의 준비절차가 그림 2에 나타나 있다. 알루미늄 분말을 미리 한쪽 끝을 봉해 놓은 길이 300 mm

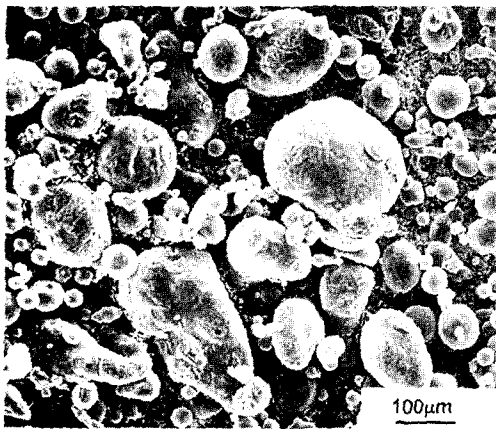


Fig. 1. SEM micrograph of high pure aluminum powder used.

Table 1. Particle size distribution of high pure aluminum powder used.

diameter/μm	75	63	45	35	30	25	20	15	10	5	1
%	1.1	20.1	13.7	18.9	12.2	10.4	9.2	8.0	4.4	1.7	0.3

의 알루미늄 튜브에 충전한 후, 다른 한쪽도 진공할 수 있을 정도의 틈만 남겨놓고 봉하였다. 그 후, 370°C에서 1h 동안 전기로 내에서 탈가스 처리를 행하고, 완전히 봉한 후, 롤직경이 100 mm인 압연기를 사용하여, 두께 6 mm의 시스(sheath)의 형상으로 예비성형을 하였다. 그 후, 냉간압연(냉연) 및 열간압연(열연)을 하여, 시스의 최종 두께를 3 mm(전 압하율 50%)로 압연하였다. 이 때, 냉연과 열연의 압하율은 표 2와 같이 6가지 패턴으로 배분하였다. 열연은 360, 460, 560°C 의 각 온도에서 30 min간 가열 후, 롤경 530 mm의 압연기로 15 m/s의 속도로 행하였으며, 압연된 시편은 30 ms 후에 수냉하였다. 열연 압하율 0%의 시편은, 소정의 온도에서 30 min

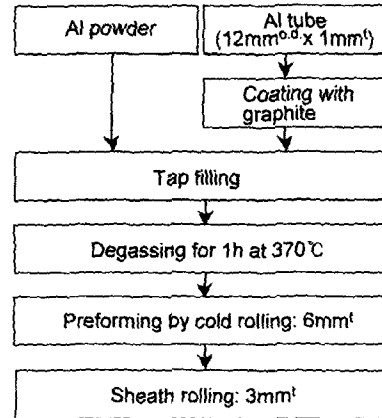


Fig. 2. Experimental procedure for consolidation of Al powder by sheath rolling.

Table 2. Reduction schedule of cold rolling and hot rolling in sheath rolling.

Thickness of specimen after preforming/mm	Cold rolling reduction (%)	Hot rolling reduction (%)	Thickness after sheath rolling/mm
6	50	0	3
	44	10	
	38	20	
	28	30	
	16	40	
	0	50	

간 가열한 후 압연하지 않고 냉각하였다. 시스압연 후, 길이방향의 양쪽 끝부분을 자른 후에 시스를 벗겨내어 알루미늄 분말성형체를 시편으로 얻을 수 있었다.

### 2.2 시험 및 특성분석

분말성형체의 상대밀도는 아르키메데스법에 의해 측정하였다. 기계적 성질은 상온에서의 인장시험으로 평가하였다. 인장시험을 위한 시편은 시스를 제거한 후, 인장방향이 압연방향과 평행하도록 방전 가공기로 잘라서 준비하였다. 인장시험은, 평행부의 길이가 15 mm, 폭이 6 mm, 두께가 1.7 mm의 시편을 사용하여 행하였다. 또한, 시험은  $10^{-3}s^{-1}$ 의 일정한 변형속도로 하였으며, 시험 후의 파면은 SEM으로 관찰하였다. 미세조직은 과염소산용액에서 전해부식을 한 후에 광학현미경으로 관찰하였다. 비커스 경도시험은 2.9 N의 하중으로 25초간 유지하여 측정하였다.

## 3. 결 과

### 3.1 기계적 성질

그림 3은 시스압연법에 의해 제작한 분말성형체(열연 온도: 560°C)의 폭 방향에 따른 비커스 경도의 변화를 나타내고 있다. 경도는 양쪽 단부에서 크게 떨어짐을 알 수 있는데, 이것은 단부에서는 압연시에 작은 압축변형을 받으므로 분말 성형체의 치밀화가 불충분하게 이루어졌기 때문이다. 일정한 경도를 나

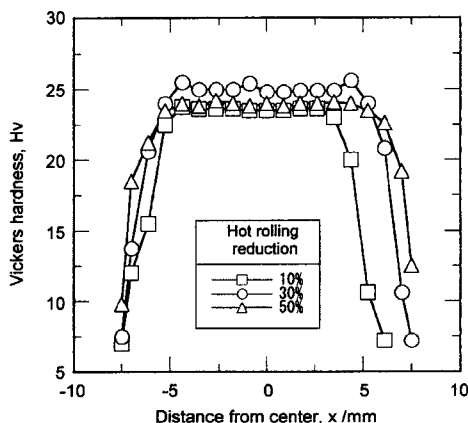


Fig. 3. Variation in Vickers hardness in width direction of aluminum powder compact fabricated by sheath rolling (hot rolling temperature: 560°C).

타내는 대부분의 영역들은 벌크 재료로서 실제 사용할 수 있는 부분이다. 그 영역의 폭은 열연 압하율이 증가할수록 증가하므로, 생산성 있는 분말성형체를 얻기 위해서는 고압하율에서의 열연을 하는 것이 유리함을 알 수 있다. 그림 4는 분말성형체의 상대밀도에 끼치는 열연온도와 압하율의 영향을 보여준다. 상대밀도는 열연조건에 관계없이 96%이상인 것을 알 수 있다. 또한, 열연 압하율이 클수록 밀도가 다소 증가하는 경향을 보임을 알 수 있다. 이상의 결과들을 통해서 볼 때, 시스압연법은 벌크재료의 완전밀도

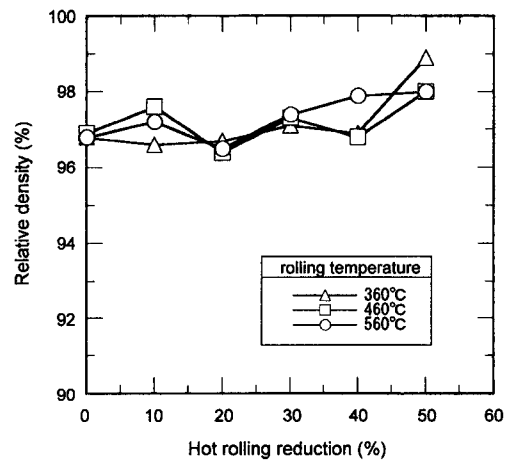


Fig. 4. Changes in relative density of aluminum powder compact with hot rolling conditions in sheath rolling.

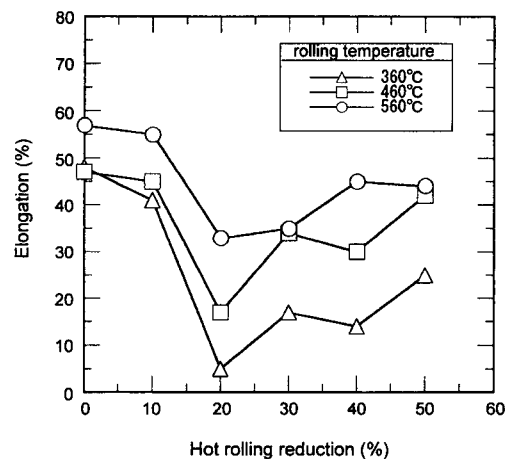


Fig. 5. Effect of hot rolling conditions on tensile elongation of aluminum powder compact fabricated by sheath rolling.

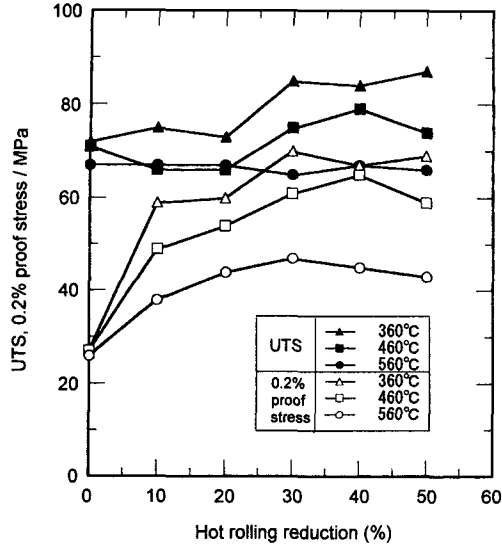


Fig. 6. Effect of hot rolling conditions on UTS and 0.2% proof stress of aluminum powder compact fabricated by sheath rolling.

에 가까운 분말성형체의 제조에 유효한 방법임을 알 수 있다.

분말성형체의 인장 연신율에 끼치는 열연 조건의 영향을 그림 5에 나타내었다. 연신율은 압하율에 관계없이 압연온도가 증가함에 따라 증가한다. 열연압하율이 0, 10%에서, 연신율이 45~60%의 큰 값을 나타내며, 이 값은 분말성형체로서 충분한 값이다. 압하율이 40, 50%에서도, 비교적 큰 연신율을 나타낼 수 있다. 그러나, 20, 30% 압하율에서는, 비교적 낮은 연신율을 나타낸다. 이것은, 냉연 압하율이든 열연 압하율이든 큰 압하율의 압연이 분말성형체의 고화에 유리하다는 것을 나타낸다. 다시 말해서, 냉연 압하율과 열연 압하율의 중간적 조합은 분말성형체의 고화에 비효과적이라는 것이다. 알루미늄 분말성형체의 0.2%항복강도(0.2% proof stress) 및 인장강도(tensile strength)를 그림 6에 나타내었다. 열연 압하율이 0에서 30%까지 증가함에 따라 항복강도가 증가하나, 그 이상의 압하율에서는 거의 변화

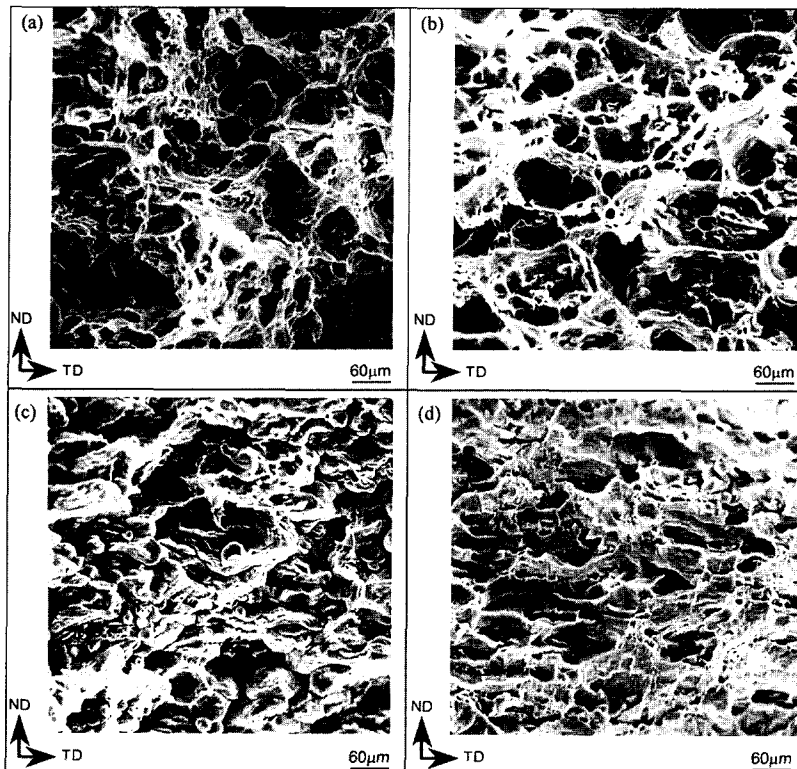


Fig. 7. SEM micrographs of fracture surface of aluminum powder compact fabricated by sheath rolling. Observed at center of width direction after hot rolling by reduction of 0%(a), 10%(b), 20%(c) and 50%(d) at 560°C.

하지 않는다. 또한, 항복강도는 열연 압하율에 관계 없이, 열연 온도가 증가할수록 감소한다. 단지, 열연 압하율이 0%에서는 항복강도에 끼치는 열연 온도의 영향은 그리 크지 않다. 인장강도는 압하율이 10% 이상에서는 항복강도의 변화와 유사한 변화를 보인다. 열연 압하율 0%의 분말성형체의 항복강도와 인장강도간의 차이가 아주 큰데, 이것은 그림 5의 큰 연신율과 깊은 관계가 있다. 이상과 같이, 시스압연법에 의해 제조된 분말성형체의 기계적 성질은 단조등에 의해 제조된 고순도 알루미늄 판재와 필적함을 알 수 있다.<sup>9)</sup>

**3.2 인장파면**

그림 7은 560°C의 온도에서 열연에 의해 제조된 분말성형체의 인장시험 후의 파면의 SEM사진을 나타내고 있다. 연신율이 컸던 0, 10, 50%의 열간 압하율에서 압연된 분말성형체의 파면은 덩플조직을 나타내어, 연성파면이 지배적이며, 입자간의 결합이 잘 이루어졌음을 알 수 있다. 그러나, 연신율이 낮았던 20% 열연재료는 분말들의 형태가 그대로 남아 있는 부분도 관찰되며, 고화가 불충분 함을 잘 알 수 있다.

시스압연법에 의한 고화에서, 냉연, 가열, 열연의 각각의 역할을 조사하기 위하여, 냉연 후 및 560°C, 30분간 가열 후 열연하기 전의 각각의 파면을 관찰하였다. 그림 8은 냉연 압하율이 44%와 0%인 시편의 가열 후의 SEM 파면 사진이다. 두 재료를 각각 10, 50% 열연한 시편은 그림 5에서와 같이 좋은 연성을 보여준다. 그러나, 열연 전의 고화상태는 서로 크게 다르다. 압하율 44%의 냉연 후에는 거의 고화가 되지 않았음이 확인되었으며, 가열 중에 고화가 크게 진행되었다(그림 8a). 이 경우, 압하율 10%의 열연은 고화에 크게 기여하지 않는다. 이것은 50%의 냉연 후, 열연을 하지않고 가열만으로 거의 완전한 고화를 달성한 경우(그림 7a)와 유사하다. 열연 압하율이 50%(냉연 압하율0%)일 때, 열연 전의 가열만으로는 고화를 유발시키지 않는다 (그림 8b). 그러나, 압하율 50%의 열연은, 분말성형체를 거의 완전히 고화 시키는 것을 SEM사진을 통해 확실히 알 수 있다 (그림 7d). 이것은, 고화가 열연 중 및 열연 후 냉각 되기까지의 짧은 시간동안에 진행됨을 의미한다. 본 실험에서, 압하율 50%의 열연 후의 두께가 3 mm이고, 롤 반경이 265 mm였으므로, 롤과 피가공

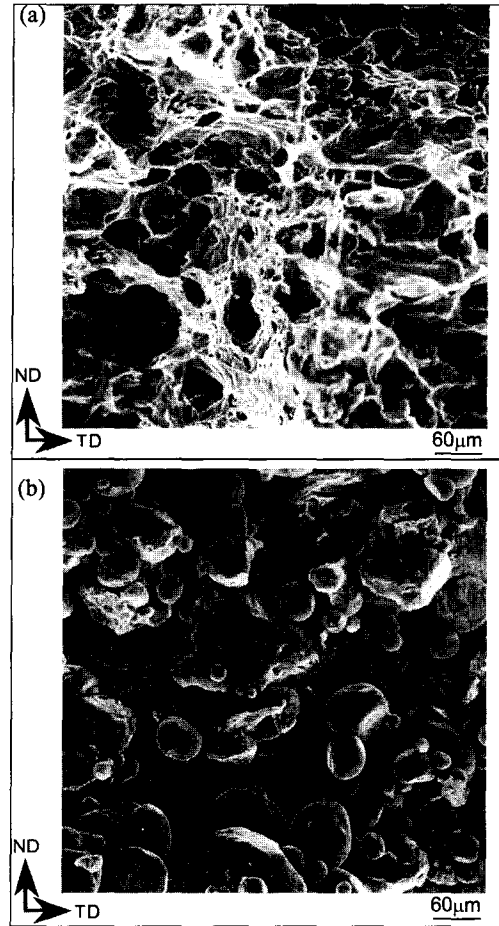


Fig. 8. SEM micrographs of fracture surface of aluminum powder compact water-quenched after holding for 0.5h at 560°C. Cold rolling reduction before heating is 44% (a), 0% (b) respectively.

재의 접촉호의 투영길이는 28 mm이다. 또한, 롤 스피드는 15 m/s였으므로, 압연에 의해 변형되는 시간은 19 ms이다. 또한, 압연 후 냉각 될 때까지의 시간은 30 ms로 매우 짧다. 그러므로, 열연에 의한 변형으로 인하여, 열연 중 및 열연 후에 확산이 활성화 되어서, 충분한 고화가 달성되었다고 추정된다.

**3.3 미세조직**

그림 9는 560°C의 열연(압하율: 10, 20, 50%)에 의해 고화된 분말성형체의 종단면의 광학현미경 사진을 나타낸다. 각 입자들의 거시적인 변형은 냉연과 열연의 압하율에 상관없이 전변형양(즉, 전압하율)이

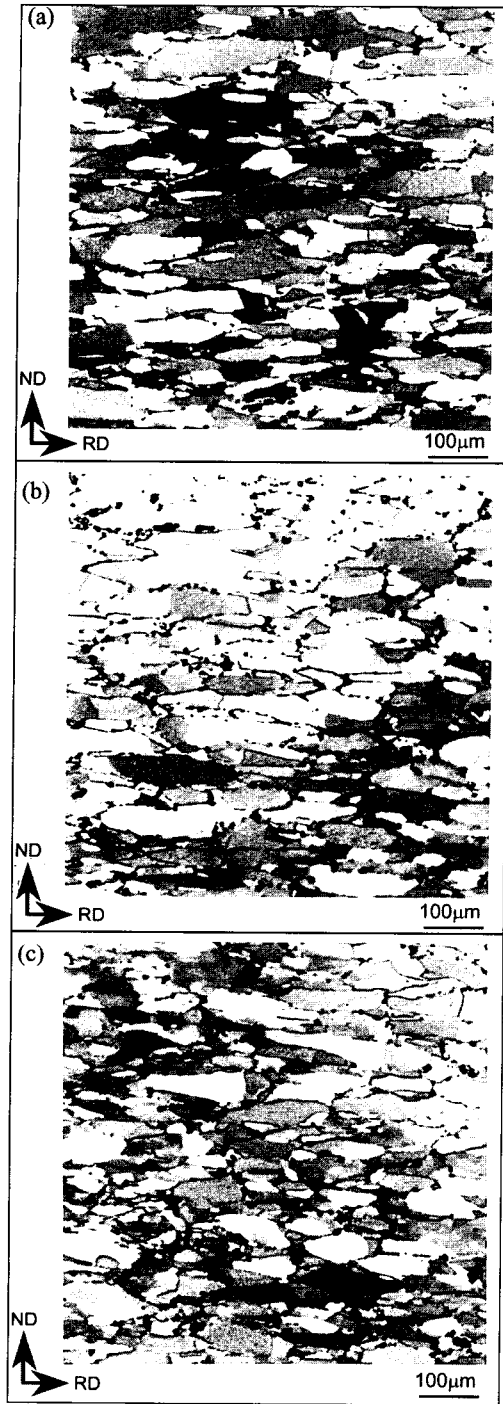


Fig. 9. Optical micrographs of aluminum powder compact fabricated by sheath rolling. Observed at plane perpendicular to transverse direction(TD) after hot rolling by reduction of 10% (a), 20% (b) and 50% (c) at 560°C.

일정하므로, 동일하다. 각각의 입자의 형상은 산화피막의 잔피 또는 기공으로 보이는 점은 점들에 의해 식별할 수가 있다. 산화물 또는 기공들은 알루미늄분말 주위로 목걸이와 같은 형상을 이루고 있으며, 그 산화물 또는 기공들 사이로 알루미늄 원자들의 확산에 의해 금속결합이 이루어져 있음을 확인할 수 있다.

#### 4. 고 찰

분말소결체의 기계적 성질에 영향을 주는 인자는 기공율, 모든 입자의 표면적에 대한 금속결합한 면적의 분율, 그리고 각각의 입자의 기계적 성질 등이다. 본 연구에서, 기공율은 압연조건에 관계없이 4% 미만이었으므로, 기계적 성질에 끼치는 기공의 영향은 무시될 수 있다고 여겨진다.

냉연과 열연의 압하비에 따른 연성의 변화는 알루미늄 입자간의 결합면적의 차이로 설명될 수 있다. 그림 7c를 보면, 열연 압하율 20%의 시편의 경우, 입자간의 결합이 불충분하여, 입자간 경계에서 파단되었음을 알 수 있다. 그러나, 높은 연신율을 보인 시편(냉연 압하율 50%의 압연 후 가열, 또는 냉연 압하율 0%, 열연 압하율 50%)은 덩플 패턴의 연성파면을 보여준다(그림 7a, d). 이 경우는, 입자의 경계를 가로지른 확산에 의해 입자간에 금속결합이 달성된 것이다. 앞서서도 말한 바와 같이, 알루미늄 입자의 표면은 경질의 산화물피막으로 덮혀져 있어서 입자간의 결합을 방해한다. 본 연구에서는, 산화물피막이 냉연 또는 열연에 의해 파괴되었다. 이런 산화물피막의 파괴에 의한 입자간의 결합은, 압연에 의한 판재의 접합방법의 일종인 압접(pressure welding)과 매우 유사하다. 압접에서는, 접합을 위한 최소한의 압하율(threshold reduction)이 존재한다.<sup>10,11)</sup> 판재에 가해지는 압하율이 threshold reduction보다 적을 경우에는 충분한 결합강도에 도달하지 못한다. 그러나, 그 이상일 때는, 결합강도의 크기는 압하율과 함께 증가한다. 또한, 압접을 위한 threshold reduction은 변형온도가 증가함에 따라 감소한다.<sup>11)</sup> 본 실험에서, 예비성형을 위한 6 mm까지의 냉간압연 후에 분말들의 변형상태를 살펴보면, 그림 8b와 같이, 작은 입자들은 그대로 구형을 유지하고 있고, 큰 입자들도 약간 변형되었을 뿐임을 알 수 있다. 그러므로, 시스압

연에 있어서의 압하율은 각 분말들의 변형의 척도로 간주해도 무난할 것이다. 50%의 냉연만에 의한 변형은 알루미늄 입자간의 결합을 유발시키는데 불충분하다. 결합을 위해서는 고온에서의 열처리가 필요하다(그림 7a). 한편, 50%의 압하율에서의 열연은 결합을 달성 시키기에 충분했다(그림 7d). 그러나, 냉연과 열연의 압하율이 서로 비슷할 경우, 냉연 압하율이 산화물피막을 파괴시키기에는 낮으므로, 그 후에 가열을 해도 여전히 남아있는 산화물피막이 확산결합을 방해하고, 그 후의 열연의 압하율도 threshold reduction보다 크지 않으므로, 입자들간의 결합에는 크게 기여하지는 못한다.

분말성형체의 0.2%항복강도는, 입자들간의 확산결합 및 기계적 결합의 척도인 각각의 입자들의 0.2% 항복강도에 의해 영향을 받는다. 벌크재료의 항복강도는 높은 정확도로 비커스 경도에 의해 구할 수 있다. 다공질 재료에서는, 상대밀도가 항복강도와 경도사이의 관계에 영향을 줄 수 있다.<sup>12)</sup> 본 실험에서, 분말성형체의 상대밀도는 0.96~0.99의 범위내에 있으므로(그림 4), 항복강도와 경도사이의 관계에 거의 영향을 주지 않을 것이다. 그러므로, 각 입자의 항복강도의 변화는 분말소결체의 경도의 변화에 의해 표현할 수 있다. 그림 10은 열연 조건에 따른 비커스 경도의 변화를 보여준다. 경도는 낮은 열연 압하율에서는 가공경화로 인하여 압하율이 증가함에 따라 증가한다. 그러나, 높은 압하율에서는, 압연중 및 압

연 후의 회복(recovery)현상으로 인하여 경도가 감소한다. 입자들의 경도는 분말성형체의 항복강도(그림 6)와 유사한 변화를 보임을 알 수 있다. 그러나, 중간 압하율에서 경도의 최대값은, 항복강도에서는 분명하게 드러나지는 않는다. 그 이유는, 이런 최대값은 그림 5에 보여지듯이 입자간의 불충분한 결합에 기인한 것이기 때문이다.

### 5. 결 론

분말시스압연법을 고순도 알루미늄 분말의 고화에 적용하였다. 최종 두께(전압하율)가 일정한 값을 갖도록 냉간압연과 열간압연의 압하 비율을 조합한 시스압연을 하여, 고화에 최적의 압연조건을 조사하였다. 얻어진 결과는 다음과 같다.

- (1) 시스압연법에 의해, 상대밀도가 0.96 이상의 벌크재료에 가까운 분말성형체를 제조할 수 있었다. 상대밀도는 열연 압하율이 증가할수록 증가한다.
- (2) 0.2%항복강도는 열연 압하율이 증가할수록 그리고 열연 온도가 증가할수록 증가한다. 인장강도는 열연 압하율에는 크게 영향을 받지 않으나, 열연 온도가 감소할수록 증가한다.
- (3) 분말성형체의 연신율은 냉연과 열연의 압하 비율에 영향을 받는다. 큰 압하율의 냉연 후의 가열 또는 작은 압하율에서의 열연이 분말성형체의 기계적 성질에 좋은 결과를 가져온다. 또한, 큰 압하율의 열연도 분말성형체의 연성을 향상시킨다.
- (4) 입자간 결합은 큰 압하율의 냉연 후의 가열 중에 달성된다. 열연의 압하율이 클 경우, 입자간 결합은 열연 중 및 열연 후에 달성된다.

### 참고문헌

1. E. A. Bloch: Metall. Rev., **6** (1961) 193.
2. Y. Genma, Y. Tsunekawa, M. Okumiya and N. Mohri: Mater. Trans., JIM, **68** (1997) 232.
3. N. C. Kothari: Powder Metall. Int., **18** (1986) 321.
4. S. H. Hong and K. H. Chung: Mater. Sci. Eng., **A194** (1995) 165.
5. R. M. German: *Powder Metallurgy Science*, 2nd, Metal Powder Institute Federation, Princeton, New Jersey, (1994) 312.
6. S. Shima and M. Yamada: Powder Metall., **27** (1984) 39.

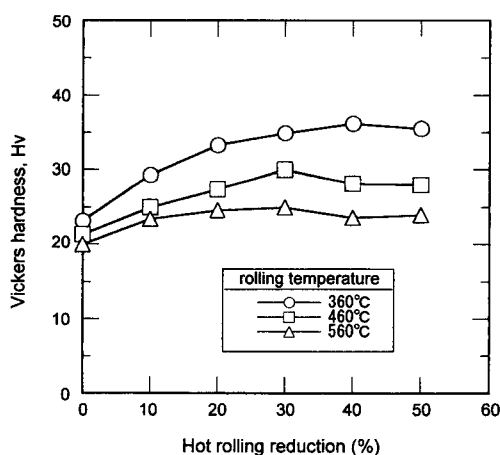


Fig. 10. Effect of hot rolling conditions on micro-Vickers hardness of aluminum powder compact fabricated by sheath rolling.

7. W. F. Wang: Powder Metall., **38** (1995) 289.
8. K. Mizuuchi, Y. Okada and I. Ohnaka: Mater. Trans., JIM, **34** (1993) 703.
9. I. J. Palmear: Light Alloys, 3rd ed., Arnold, London (1995) 91.
10. L. R. Vaidyanath, M. G. Nicholas and D. R. Milner: Brit. Weld. J., **6** (1959) 13.
11. M. G. Nicholas and D. R. Milner: Brit. Weld. J., **8** (1961) 375.
12. T. Tabata, S. Masaki, T. Yamaoka and T. Yabe: Trans. JSME, **49** (1983) 473.