

## 2xxx Al 합금계 혼합분말의 소결온도에 따른 소결거동

민경호 · 김대건 · 장시영\* · 임태환\*\* · 김영도

한양대학교 재료공학부

\*한국항공대학교 항공재료공학과

\*\*선문대학교 재료화학공학부

## Sintering Behavior of 2xxx Series Al alloys with Variation of Sintering Temperature

Kyung Ho Min, Dae-Gun Kim, Si-Young Chang\*, Tae-Whan Lim\*\* and Young Do Kim

Division of Materials Science and Engineering, Hanyang University, Seoul 133-791, Korea

\*Department of Materials Engineering, Hankuk Aviation University, Kyounggi-do 412-791, Korea

\*\*Division of Material and Chemical Engineering, Sunmoon University, Chungnam 336-708, Korea

(Received 8 January 2003 ; Accepted form 12 February 2003)

**Abstract** Sintering behavior of 2xxx series Al alloy was investigated to obtain full densification and sound microstructure. The commercial 2xxx series Al alloy powder, AMB2712, was used as a starting powder. The mixing powder was characterized by using particle size analyzer, SEM and XRD. The optimum compacting pressure was 200 MPa, which was the starting point of the "homogeneous deformation" stage. The powder compacts were sintered at 550~630°C after burn-off process at 400°C. Swelling phenomenon caused by transient liquid phase sintering was observed below 590°C of sintering temperature. At 610°C, sintering density was increased by effect of remained liquid phase. Further densification was not observed above 610°C. Therefore, it was determined that the optimum sintering temperature of AMB2712 powder was 610°C.

**Keywords** : 2xxx series Al alloy, Transient liquid phase sintering, Densification

### 1. 서 론

Al은 대표적인 경량재료의 하나로서 비강도가 높고, 합금원소의 조절에 따라 가공성, 기계적 강도 등의 원하는 특성을 얻을 수 있다는 장점을 지니고 있다. 이러한 장점으로 인해 2xxx, 6xxx과 7xxx 계열의 합금들이 항공기 또는 자동차의 구조용 재료로 이용되어 오고 있다. 또한 최근에는 자동차의 연비개선과 배기가스 저감 등 경량화를 통한 환경 및 에너지 문제의 해결을 위해 자동차 엔진 부품에도 그 응용이 확대되고 있다. 그러나 지금까지 산업적으로 사용되고 있는 경량부품은 대부분 주조나 단조 등에 의해 제조되고 있으며 단순구조용 부품들이 대부분을 차지하고 있다. 주조와 단조의 경우 합금설계에 제약

을 가질 뿐 아니라 균일한 미세조직을 얻기 어렵고, 복잡한 형상 역시 제한된다는 한계점을 가지고 있다. 또한 복합재료를 설계하는데도 어려움이 있으며, 고비용의 후가공이 요구된다.

이러한 한계를 극복하기 위해, 최근 Al 부품제조에 분말재료기술을 적용하는 연구가 시도되고 있다. 이 경우, 용해주조공정으로 제조할 수 없는 다량의 합금 원소를 함유한 새로운 Al 합금의 개발을 통해 고강도내마모화가 가능하고<sup>1,2)</sup>, 용도에 따라 SiC, TiC, AlN 등의 입자강화제를 공정 중에 다양한 방법으로 첨가함으로써 내마모성과 내열성을 획기적으로 향상시킬 수 있으며 또한 near-net 성형기술에 의해 부품의 가공공정을 최소화함으로써 부품제조공정 비용을 절약할 수 있다는 장점이 있다<sup>3)</sup>. 그리고 기존의 공정

에 비해 저가격에 정밀부품의 제조가 가능하며, 현재 사용되고 있는 주조 및 단조부품 등을 대체하는 효과를 얻을 수 있을 것으로 예상된다.

현재 국외의 경우, AI 소결체의 제조에 관한 연구가 상당부분 진행되어 왔으며, GM 등의 자동차 업체에서는 일부 부품에 AI 분말부품을 실제적으로 응용하고 있다. 그러나 국내에서는 출연연구소 및 대학을 중심으로 하여 기존 제조공정을 이용한 AI 기지 복합재료의 개발에 대한 기초 및 응용연구가 진행되어 왔지만 관련 연구의 대부분은 선진국의 연구를 뒤따르는 학문적 수준에 머물고 있고, 표면 산화막 형성 등의 소재특성의 한계, 가격 경쟁력의 취약성 및 양산기술의 미비로 인하여 아직까지 상용화에 이르지 못하고 있다. 국내 자동차 제작 회사의 경우 지금까지 비교적 하중을 받지 않아 요구조건이 까다롭지 않은 실린더 헤드 커버나 트랜스미션 케이스 등의 부품에 AI 합금을 주조공정으로 제조하여 적용하고 있으나, 경량 분말부품에 적용하기 위한 연구는 거의 수행되고 있지 않다.

상용 2xxx계 AI 혼합분말에서는 소결공정시 Al-Cu 공정온도에서 합금원소 Cu의 불균일성에 의해 생성된 천이액상이 소결특성에 큰 영향을 미치는 것으로 알려져 있다. 그러나, Cu의 Al내로의 확산속도가 그 반대의 경우에 비해 매우 빠르기 때문에 소결과정에서 천이액상이 충분한 시간동안 유지될 수 없다<sup>4)</sup>. 이러한 천이액상을 소결공정 중에 오랜 시간 유지시키기 위해, Schaffer<sup>5,6)</sup> 등은 Sn, Pb 등의 제 3합금원소를 첨가하여 Cu의 확산을 지연시킴으로써 소결성을 향상시킬 수 있다는 연구를 보고한 바 있다.

한편, 이러한 합금원소의 첨가에 의한 소결성 향상과 더불어, 천이액상 형성에 따른 소결거동의 관찰 역시 중요하다 할 수 있으나, 이에 관한 연구는 아직 구체적으로 보고 된 바 없다. 따라서 앞으로의 AI 분말부품의 응용가능성을 볼 때, 소결온도를 변수로 한 AI 혼합분말에서의 천이액상 형성거동에 관한 연구는 매우 중요하다 할 수 있다. 이에 본 연구에서는 상용 AI 합금계 혼합분말을 이용하여 실제에 응용함에 있어 혼합분말의 특성과 소결온도에 따른 소결체의 미세조직 등을 비교하여 천이액상이 소결특성에 미치는 영향을 관찰하고 그 적정 소결온도를 결정하고자 하였다.

## 2. 실험 방법

소결온도에 따른 소결체 물성평가를 위한 상용 혼합분말로는 미국 Ampal사의 AMB2712를 사용하였다. AMB2712는 전형적인 2xxx 계열 AI 합금조성을 지닌 혼합분말로서 Al분말에 최종조성이 3.8 wt.% Cu-1.0wt.%Mg-0.75 wt.%Si이 되도록 첨가원소가 분말상태로 혼합되어 있으며 윤활제로 1.5 wt.%의 Acrawax C가 첨가되었다. 혼합분말의 형태는 주사전 자현미경(SEM)을 이용하여 관찰하였으며, 상분석은 X선 회절분석기(XRD)를 이용하여 실시하였다. 그리고 분말의 평균입도와 입도분포는 Laser 입도분석기(LPA)를 이용하여 3회 측정된 결과의 평균값으로 측정하였다.

이러한 원료분말을 성형체의 높이와 직경의 비가 일정하도록 계산된 양으로 칭량하여 34-462 MPa까지 성형압을 변화시키며 성형체를 제조하여 그 성형 밀도를 측정하였다.

약 1.5 wt.%가량 함유되어 있는 Acrawax C의 제거온도를 확인하기 위해 열질량 분석(Thermo-Gravimetry Analysis, TGA)을 실시하였다. 소결은 dry N<sub>2</sub> 분위기에서 승온속도를 10°C/min로 하여 400°C에서 30분간 burn-off를 실시함으로써 Acrawax C를 제거하였으며 550°C-630°C까지 온도를 변화시켜 30분간 소결을 진행하였다.

제조된 성형체와 소결체의 밀도는 치수 측정 방법 및 아르키메데스 원리를 이용하여 5개의 시편의 평균값으로 측정하였으며 상대밀도 계산을 위한 이론밀도치는 제조회사에서 제시한 조성을 이용하여 계산한 값을 사용하였다. 그리고 소결온도에 따른 미세조직의 변화는 광학현미경(OM)을 이용하여 관찰하였다.

## 3. 결과 및 고찰

본 실험에 사용한 AMB2712 혼합분말의 미세조직 및 입도분석 결과를 그림 1에 나타내었다. 분말의 형태는 매우 불규칙한 형상이며 입도 또한 불균일하게 분포하고 있다. 입도분석기를 통하여 분석을 실시한 결과 원료분말의 입도는 수  $\mu\text{m}$ 에서 약 100  $\mu\text{m}$ 까지의 넓은 분포를 보였으며 계산된 평균입도는 약 24  $\mu\text{m}$ 정도였다.

그림 2는 혼합분말의 XRD 분석결과이다. 각각의

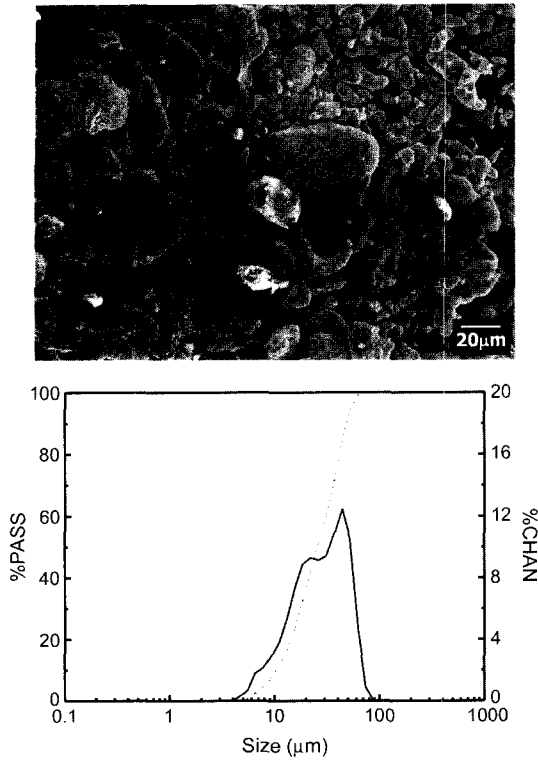


Fig. 1. Morphology and particle size distribution of elemental powder.

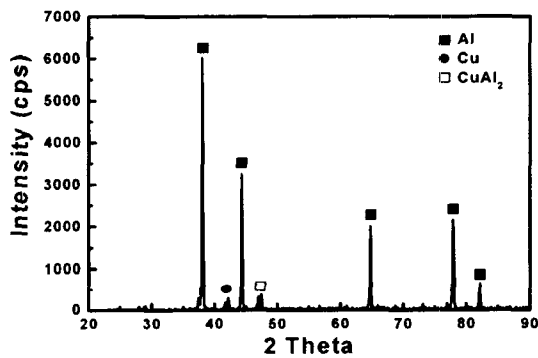


Fig. 2. X-ray diffraction pattern of elemental powder.

원소들은 합금상태가 아닌 elemental powder로서 첨가되어 단순 혼합된 것으로 명시되어 있으나 47° 부근에서  $\text{CuAl}_2$  상의 존재가 확인 되었다. 이는 분말 혼합시 발생한 열에 의해 Al과 Cu가 prealloying되어  $\text{CuAl}_2$  상의 형태로 존재하는 것으로 생각된다.

Al은 성형체 제조단계에서부터 200 MPa 인압의 낮은 압력으로도 95%에 가까운 성형밀도를 얻을 수

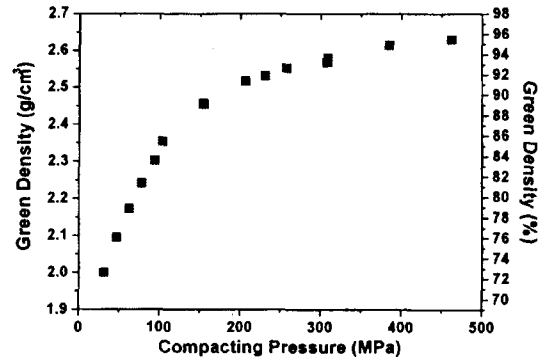


Fig. 3. Green density with variation of compacting pressure.

있다. 그러나, 높은 밀도의 성형체의 경우, 폐기공 형성 등에 의해 소결 후 기계적 특성의 열화 가능성이 있기 때문에, 소결특성 향상을 위한 적정 성형압을 결정하기 위해 34~462 MPa까지 성형압을 변화시키며 성형체를 제조하였다. 그림 3에 성형압에 따른 성형체의 밀도를 도시하였다. 150 MPa 이하의 낮은 압력에서 성형압의 증가에 따라 성형밀도가 급격히 증가하지만 200 MPa 이상의 성형압에서 그 증가율이 상대적으로 감소하는 것을 관찰할 수 있다. German<sup>7)</sup>에 따르면 성형압에 따른 밀도변화는 낮은 압력에서 입자의 재배열에 의한 '입자 재배열 (rearrangement)', 국부적인 소성변형에 의해 밀도가 향상되는 '국부적인 변형 (localized deformation)'과 시편 전체에 걸친 소성변형에 의해 분말간의 압점이 고르게 이루어지는 '균일한 변형 (homogeneous deformation)', 끝으로 압축응력에 의해 최종적으로 소량의 밀도향상이 얻어지는 '벌크압축 (bulk compression)'으로 나뉘어진다. 성형압력에 따른 성형밀도의 변화에서 입자 재배열 영역은 매우 낮은 압력범위에서 이루어지기 때문에 본 연구에서 적용된 성형압력범위에서는 입자 재배열 영역은 관찰하기 어려울 것으로 판단되며, 성형압력에 따른 밀도변화를 고려할 때, 150 MPa까지의 압력에서 국부적인 변형이 진행되고, 200 MPa 이상의 압력에서 균일한 변형이 이루어지는 것으로 판단된다. 표면에 산화층이 형성되어 있는 Al 원료분말의 특성상, 성형압이 낮은 경우 표면에 존재하는 산화층을 파괴할 수 있는 충분한 압력이 가해지지 못하기 때문에 Al 분말 사이의 접촉이 이루어지지 않아 소결시 완전한 조밀화가 이루어지는데 어려움이

있을 것으로 생각된다. 따라서 산화층의 효과적인 제거와 동시에 소성변형을 동반한 Al 분말 사이의 접촉이 이루어지도록 가능한 높은 성형압이 필요하다. 따라서, 성형체 제조시 Al 분말의 표면 산화층을 효과적으로 파괴하고 분말 사이의 접촉을 유도하기 위해서는 ‘국부적인 변형’이 일어나는 영역 이상의 압력이 필요할 것으로 생각된다. 그러나, 너무 높은 성형압에서는 폐기공 형성에 의해 소결에 어려움이 있을 뿐 아니라 약 1.5 wt%가량 함유되어 있는 Acrawax C의 제거 역시 용이치 않다. 따라서 균일한 변형의 초기영역에 해당하는 200 MPa이 AMB2712 혼합분말의 적정 성형압력인 것으로 판단되며<sup>8)</sup>, 이 압력에서의 성형밀도는 평균 90.5%였다.

성형체의 소결에 앞서, 윤활제로 첨가된 Acrawax C의 제거온도를 확인하기 위해 TG분석을 실시하였으며, 그 결과를 그림 4에 도시하였다. 100°C의 온도

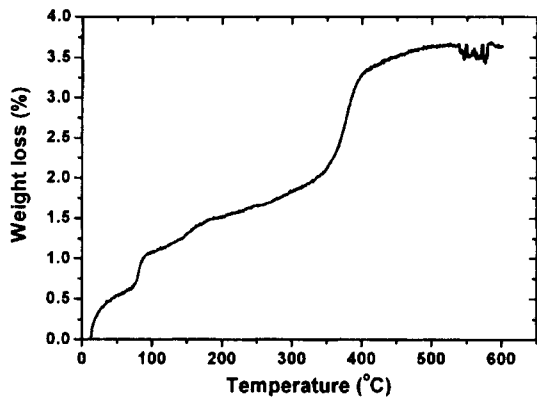


Fig. 4. Thermo-gravimetry analysis of elemental powder.

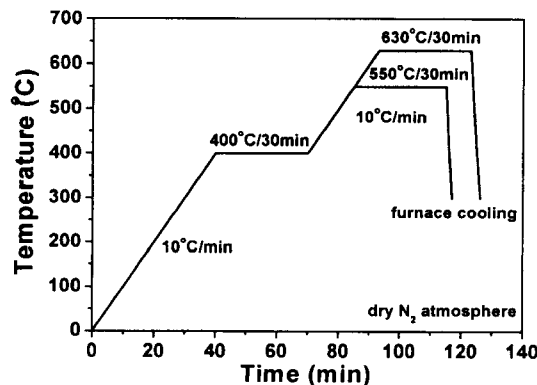


Fig. 5. Schematic diagram of dewaxing and sintering schedule.

까지 급격한 질량감소가 있었으며, 이후 350°C 부근까지 완만한 질량감소를 보이다가 350°C에서 400°C까지의 구간에서 급격한 질량감소를 나타낸다. 100°C에서의 질량감소는 수분의 증발에 의한 것으로 보이며 350°C에서 400°C까지에서의 온도에서 Acrawax C가 제거된 것으로 판단된다. 따라서 Acrawax C의 제거를 위한 burn-off 공정은 400°C에서 진행하였다.

소결공정의 개략도를 그림 5에 도시하였다. 소결은 수평식 관상로를 이용하여 10°C/min의 승온속도로 승온하여 진행하였으며 소결 분위기는 소결중의 추가적인 산화반응을 억제하기 위해 실리카겔을 통해서 수분을 제거한 dry N<sub>2</sub> 분위기에서 수행하였다. 그리고, TG분석결과에 따라 윤활제의 제거를 위해 400°C에서 30분간 유지를 한 뒤 소결온도까지 승온하였다. 소결온도는 Al-Cu 2원계 합금의 공정온도 바로 위인 550°C부터 630°C의 온도까지 20°C의 간격을 두고 설정하였다. 각각의 온도에서 30분간 유지를 한 후 분위기를 계속 유지하며 로냉하였다.

각각의 온도에서 제조된 소결체의 상대밀도를 그림 6에 나타내었다. 550°C의 온도에서 소결한 시편의 경우 89.7%의 낮은 소결밀도를 나타내었으며 570°C의 경우 약 91.2%로 소결밀도가 급격히 향상되었음을 확인할 수 있었다. 이후 590°C와 610°C에서 소결한 소결체의 경우 약 91.6, 91.8%의 소결밀도를 얻을 수 있었다. 그러나 630°C에서 더 이상의 밀도향상은 이루어지지 않았다. 성형체의 성형밀도가 90~91%를 감안하였을 때, 550°C에서 소결한 시편의 경우 오히려 밀도가 약간 감소하였음을 확인할 수 있었는데, 이는 소결에 앞서 burn-off 공정에서 연소

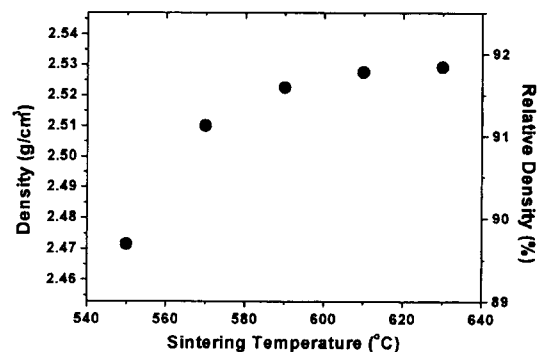


Fig. 6. Relative density of sintered parts with variation of sintering temperature.

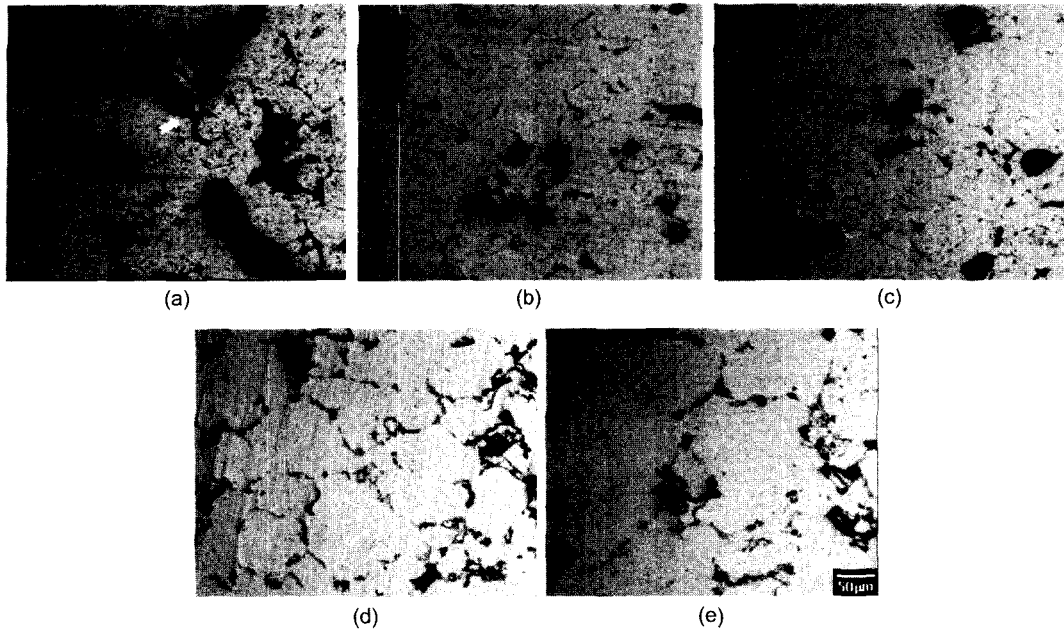


Fig. 7. Optical micrographs of sintered parts with variation of sintering temperature; sintered at (a) 550°C, (b) 570°C, (c) 590°C, (d) 610°C and (e) 630°C.

된 윤활제가 소결체 밖으로 빠른 속도로 제거되면서 시편 내부에는 기공을 남기는 반면, 천이액상의 형성이 충분치 않아 조밀화가 진행되지 못하였기 때문인 것으로 판단된다.

550°C에서 610°C까지 각각의 온도에서 소결된 소결체의 미세조직을 광학현미경을 이용하여 관찰하여 그림 7에 나타내었다. 550°C에서 소결된 소결체에서는 큰 기공이 다수 관찰되었으며 전체적으로 원료분말의 형태를 유지하고 있다(그림 7a). 소결온도가 상승함에 따라 큰 기공은 관찰되지 않았으며 작은 기공들이 고르게 분포하는 것을 관찰할 수 있으며(그림 7b, 7c), 610°C 이상의 소결온도에서는 대부분의 기공이 채워진 균일한 미세조직을 얻을 수 있었다(그림 7d, 7e).

보고 된 바에 의하면, Cu가 4%가량 첨가된 2xxx 계열 Al 합금분말의 소결에서, 분말상태로 첨가된 Cu로 인한 국부적인 조성 불균일로 인하여, 소결초기에 Al-Cu 2원계 합금의 액상형성에 의한 부분적인 액상소결이 일어나며, 시간이 지남에 따라 Cu가 Al 기지상으로 확산되면서 액상이 사라지는 천이액상소결 거동이 나타나는 것으로 알려져 있다<sup>9)</sup>. 550°C에서 소결한 시편의 경우 부분적으로 원료분말상태인

Cu를 발견할 수 있으며(그림 7a, 화살표), 이 온도에서는 충분한 액상이 형성되지 못하여 밀도향상이 없는 것으로 판단된다. 이후 570°C에서 소결한 소결체부터 천이액상이 형성되고, 형성된 천이액상에 따른 입자 재배열로 인해 이 구간에서의 밀도향상이 이루어지는 것으로 판단된다. 한편, 형성된 액상에서 합금원소인 Cu가 Al 기지상 내로 확산해 들어감에 따라 액상이 형성되었던 부분에 기공이 남게 되는데, 이러한 현상을 swelling<sup>9)</sup> 현상이라고 한다. 그림 7b, 7c에서 발견되는 기공은 윤활제의 burn-off로 인해 생성된 기공과 swelling 현상에 의한 기공이라 판단된다.

610°C 이상의 온도에서 소결된 소결체에서는 Cu가 기지상으로 확산된 후에도 swelling에 의해 생성된 기공이 대부분 소멸되고 균일한 미세조직을 얻을 수 있었는데, 이는 Al-Cu 2원계 평형상태도를 통해 설명이 가능하다. 610°C에서는 그 이하의 온도에 비해 Al 내 Cu의 고용도가 낮아지기 때문에 swelling 현상이 적게 일어나는 한편, 액상의 유지시간이 증가하게 된다. 따라서, 천이액상소결 단계에서 다량의 액상이 오랜 시간 유지됨으로 인해 보다 향상된 밀도를 얻을 수 있다. 또한, 3.8 wt.%Cu의 합금조성에서

610°C의 온도는 상태도의 고상선 위에 위치하기 때문에 swelling 현상에 의해 천이액상소결이 종료된 이후에도 소량의 액상이 잔존하게 되고, 소결유지시간 동안 소량의 액상이 계속적으로 밀도향상에 영향을 미치게 된다.

결과적으로 2xxx계열 Al 혼합분말의 소결에서 충분한 밀도향상을 위해서는 610°C 이상의 온도가 필요한 것으로 판단된다. 그러나, 630°C에서 소결한 소결체의 경우, 소결체의 입도가 610°C에 비해 성장한 것을 관찰할 수 있었다. 이 경우, 입도에 의한 영향으로 최종 제품에서의 기계적 특성에 열화가 있을 것으로 판단된다. 따라서, 본 연구에서는 상용 Al 2xxx 계열 혼합분말인 AMB2712의 적정 소결온도를 610°C로 결정하였다.

이와 같은 Al-Cu 2원계에서의 천이액상소결에 의한 밀도향상 이외에도, 혼합분말에 제 3원소로 첨가되어 있는 Mg 역시 소결성에 영향을 미치게 된다. Mg는 Al 분말의 표면에 형성된 산화피막과 반응하여 spinel 구조를 형성함으로써 산화피막의 제거에 기여하게 되는데, 이러한 산화피막의 거동에 따라 Cu의 확산과 액상형성거동이 달라진다. 본 연구에서는 성형시 가압을 통해 산화피막을 깨뜨리고 Al-Al 분말간 접촉을 시도하였으나, Mg 첨가에 의한 산화피막의 제거효과에 대해서는 논의하지 않았다. 그러나, 원료분말에 첨가된 소량의 Mg 역시 밀도향상에 기여했을 것으로 판단되며, 이에 관한 지속적인 연구가 필요할 것으로 판단된다.

#### 4. 결 론

성형압에 따라 밀도를 측정된 결과 ‘균일한 변형’이 시작되는 성형압은 200 MPa이었고, 폐기공 형성을 막고 윤활제의 제거를 용이하게 하기 위해 이 압력을 상용 Al 2xxx계열 혼합분말인 AMB2712의 적

정 성형압으로 결정하였다. 또한, TG분석결과 윤활제로 첨가된 Acrawax C의 제거온도는 400°C였다. 성형체를 550°C에서 630°C까지 20°C 간격으로 온도를 변화시켜 30분간 소결한 결과 590°C 이하의 온도에서 천이액상 형성에 의한 밀도 향상을 관찰할 수 있었으며, 610°C 이상의 온도에서는 초기 천이액상형성에 의한 밀도향상 이외에 소량의 잔존 액상에 의한 밀도향상을 확인하였다. 한편, 630°C에서는 추가적인 밀도향상 없이 입자성장만 이루어졌다. 따라서, 본 연구에서는 610°C를 상용 Al 2xxx계열 혼합분말인 AMB2712의 적정 소결온도로 결정하였다.

#### 감사의 글

“본 연구는 과학기술부의 21세기 프론티어연구개발사업의 일환인 ‘차세대소재성형기술개발사업단’의 연구비 지원으로 수행되었습니다”.

#### 참고문헌

1. F. V. Beaumont: Int'l J of Powder Metall., **36** (2000) 41.
2. C. Lall and W. Heath: Int'l J of Powder Metall., **36** (2000) 45.
3. W. H. Hunt Jr: Metal Powder Report, **55** (2000) 28.
4. T. B. Sercombe and G. B. Schaffer: Acta Mater., **47** (1999) 689.
5. G. B. Schaffer: *Aluminum Powder Metallurgy: Process, Properties and Design Solutions*, The American Association Inc, Washington (2000).
6. G. B. Schaffer, T. B. Sercombe and R. N. Lumley: Mater. Chem. Phys., **67** (2001) 85.
7. R. M. German: *Particle Packing Characteristics*, MPIF, Princeton, New Jersey, (1989) 219.
8. D.-G. Kim, K. H. Min, S.-Y. Chang and Y. D. Kim: J. Kor. Powder Metall. Ins., **9** (2002) 116
9. R. M. German: *Sintering Theory and Practice*, John Wiley & Sons, New York, (1996) 236.