

## 분말시스압연법에 의해 제조한 Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합재료의 미세조직 및 집합조직

이성희 · 이충효  
목포대학교 신소재공학과

### Microstructures and Texture of Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composites Fabricated by a Powder-in Sheath Rolling Method

Seong-Hee Lee and Chung Hyo Lee

Department of Advanced Materials Science and Engineering, College of Engineering,  
Mokpo National University, 61 Dorim-ri, Chyunggye-myun, Muan-gun, Chonnam, South Korea  
(Received 18 March 2003 ; Accepted form 1 April 2003)

**Abstract** Aluminum-based Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites were fabricated by a powder-in sheath rolling method. A stainless steel tube with outer diameter of 12 mm and wall thickness of 1 mm was used as a sheath. A mixture of aluminum powder and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles of which volume content was varied from 5 to 20%, was filled in the tube by tap filling and then rolled by 75% reduction in thickness at ambient temperature. The rolled specimen was then sintered at 560°C for 0.5 h. The mixture of Al powders and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles was successfully consolidated by the sheath rolling. The Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite fabricated by the sheath rolling showed a recrystallized structure, while unreinforced Al powder compact fabricated by the same procedure showed a deformed structure. The unreinforced Al powder compact was characterized by a deformation (rolling) texture of which main component is {112}<111>, while the Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite showed a mixed texture of deformation and recrystallization. The sintering resulted in recrystallization in Al powder compact and grain growth in the composite.

**Keywords** : Powder-in sheath rolling, Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite, Microstructure, Texture

## 1. 서 론

금속기 입자분산 복합재료(MMC)는 고비강도, 뛰어난 내마모성 및 고온 안정성 등 우수한 기계적 성질을 나타내므로, SAP(Sintered aluminum powder product)의 발견<sup>1)</sup> 이래로 많은 연구자들의 관심의 대상이 되어 왔다. 특히, 알루미늄기 복합재료는 자동차를 비롯한 수송기기의 유망한 구조재료로서, 그 제조 방법에 대해 많은 연구가 이루어지고 있다<sup>2)</sup>. 그러나, 아직까지도 제조기술의 한계 또는 고비용의 제조 단가로 인하여 그 이용범위가 극히 한정되어 있는 실정이다. 그러므로, 알루미늄기 복합재료의 더 한 층의 실용화를 위해서는 저비용이며 신뢰성이 높은 새로운 제조 프로세스의 개발이 시급하다고 할 수 있다.

알루미늄기 복합재료는 화학반응법(chemical inter-

action)<sup>3)</sup>, 용탕교반법(stir casting)<sup>4)</sup>, 가압주조법(pressurized casting)<sup>5)</sup>등과 같은 액상공정과 분말야금법으로 대표되는 고상공정<sup>6,7)</sup>에 의해 주로 제조된다. 액상공정은 제조공정이 간단하므로 저비용의 이점이 있으나, 강화 입자를 균일하게 분산시키는 것과 그 양의 조절이 어려운 단점이 있다. 한편, 분말 야금법은 강화 입자의 양을 쉽게 제어할 수 있으며, 강화 입자의 종류와 모양의 종류를 자유롭게 선택할 수 있는 장점이 있으나, 제조 공정이 복잡하여 고비용의 단점이 있다. 분말야금법에 의한 알루미늄기 복합재료의 제조를 위해서는, 알루미늄 입자의 표면에 형성되어 입자간의 결합을 방해하는 경질의 산화물 피막을 파괴하기 위하여 많은 양의 소성변형을 부여하여야 한다. 그러므로, 알루미늄 분말의 벌크(bulk)화에는 큰 가공량을 부여할 수 있는 열간 단조나 열간 압출과 같

은 소성가공법이 자주 이용된다<sup>8)</sup>. 그러나, 단조나 압출가공은 단속 공정이며, 2차 가공을 필요로 하므로 생산성에 한계를 가지고 있다. 저자는 알루미늄 분말의 벌크화를 위한 간편한 방법으로 분말시스압연법을 제안하였다<sup>9)</sup>. 분말시스압연법은 연속생산이 가능한 압연공정만을 이용하므로, 생산성 면에 있어서 다른 방법들에 비해 월등히 우수하다. 저자는 이전 연구에서<sup>10)</sup> 분말시스압연법을 이용하여 간편하게 Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합재료를 제조할 수 있음과 그 기계적 특성을 보고하였다. 본 연구에서는 동일한 분말시스압연법으로 제조한 Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입자분산 복합재료의 미세조직과 집합조직을 조사하였다.

## 2. 실험 방법

### 2.1. 시편 준비

모상(母相)으로 질소가스 분사법으로 제조된 고순도 알루미늄 분말(Cu:1, Fe:1, Si:2, O<sub>2</sub>:533 mass ppm, Al:bal.)을 사용하였다. 알루미늄 분말은 이전 연구<sup>9,10)</sup>에 사용한 것과 동일한 것으로 거의 구형을 하고 있으며, 평균 입경은 36 μm이다. 강화재료도 이전 연

구<sup>10)</sup>에서 사용한 것과 동일하며 평균 입경 5 μm의 α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입자이다. 시스 재료로서는 외경 12 mm, 벽 두께가 1 mm인 SUS304 스테인리스 튜브를 사용하였다.

시편의 준비절차를 그림 1에 나타내었다. 알루미늄 분말을 미리 한쪽 끝을 봉해 놓은 길이 300 mm의 스테인리스 튜브에 탭핑(tapping)에 의해 충전한 후, 다른 한쪽도 진공할 수 있을 정도의 틈만 남겨 놓고 봉하였다. 그 후, 370°C에서 1 h 동안 전기로 내에서 탈가스 처리를 하고, 완전히 봉한 후, 롤 직경이 100 mm인 압연기를 사용하여, 두께 3 mm(전압하율 75%)로 냉간 압연하여 복합재료를 제작하였다. 이후 이 복합재료를 시스압연 복합재료라고 칭한다. 그 후, 시편을 전기로 내에서 560°C에서 0.5 h 동안 소결(sintering)하였다. 이후 이 복합재료를 소결 복합재료라고 칭한다.

### 2.2. 조직관찰 및 집합조직 측정

미세조직은 과염소산 용액에서 전해부식을 한 후에 광학현미경으로 관찰하였다. 집합조직(texture)은 CuKα선 40 kV, 30 mA을 이용하여 Schultz의 반사법으로 측정하였으며, 무방향성 표준시료에 의하여 규격화하여 {111} 불완전 극점도(Pole figure)를 작성하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1. 시스압연 복합재료의 미세조직

시스압연 복합재료의 미세조직이 그림 2에 나타나 있다. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 함유되어 있지 않은 알루미늄 분말성형체(그림 2a)는 결정립(grain)이 압연방향으로 신장(伸長)되어 있고, 큰 종횡비(aspect ratio)를 가진 전형적인 가공조직(deformation structure)을 나타내고 있다. 조직내에 관찰되는 검은 점들은 알루미늄 분말을 감싸고 있었던 산화물(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 피막의 잔해라고 사료된다. 이러한 산화물은 분산 강화 입자의 역할을 하므로, 분말야금법에 의해 제조한 벌크재료가 액상법에 의하여 만든 벌크 재료보다 높은 강도를 가지는 이유이다<sup>1)</sup>. Al+ 5 vol.%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합재료(그림 2b)의 경우, 알루미늄 분말성형체보다 모상인 알루미늄의 결정립 크기가 비교적 크며, 종횡비가 작아져 있는 것을 알 수 있다. 그리고, 결정립계(grain boundary)

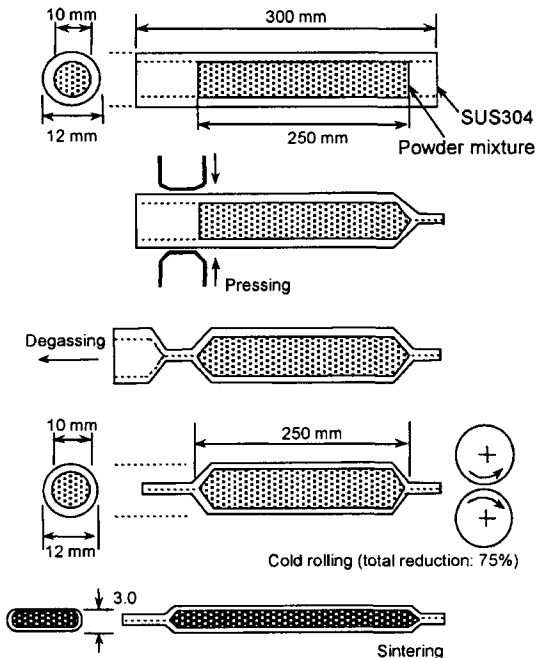


Fig. 1. Schematic illustration showing preparing procedure of the specimen.

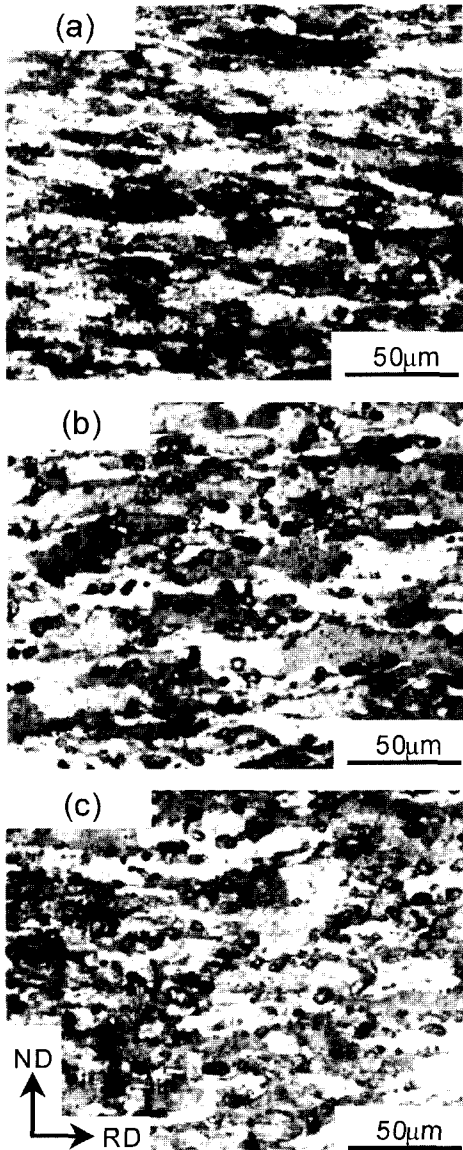


Fig. 2. Optical microstructures of Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites fabricated by sheath rolling: (a) unreinforced powder compact, (b) Al+5 vol.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and (c) Al+10 vol.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

의 형상이 알루미늄 분말성형체의 경우보다 더 완만해져(smooth) 있음을 알 수 있다. 이러한 특징들은 Al+5 vol.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합재료에서 부분적으로 회복 및 또는 재결정이 발생했음을 시사해 준다. 이와 같은 현상은 Al+10 vol.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합재료(그림 3b)에서 더욱 심화되어, 결정립의 중형비가 더 작아져 있음을 조직 사진을 통해 확인할 수 있다. 이와 같이 복합재

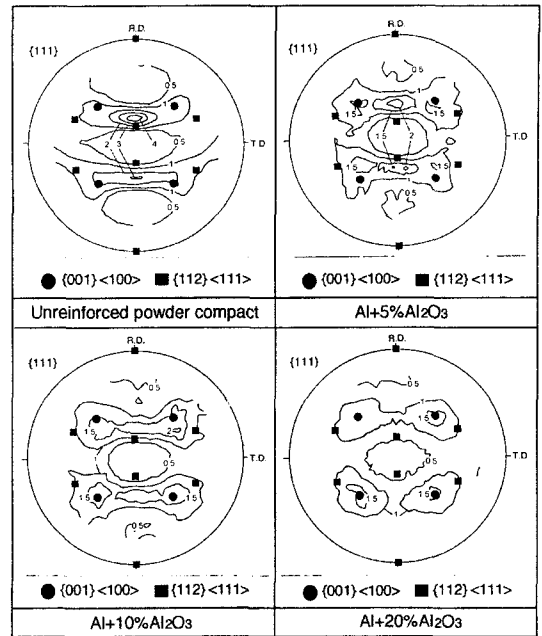


Fig. 3. {111} pole figures of Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites fabricated by sheath rolling.

료에서 재결정이 더욱 쉽게 일어나는 것은 입자유기 핵생성(Particle Simulated Nucleation, PSN)<sup>11</sup> 때문인 것으로 사료된다. 즉, 가공(압연) 중에 강화입자(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 부근의 금속 모상(알루미늄)에는 여분의 변형이 추가되고 재결정에 필요 불가결한 변형 구배가 더 커지기 때문에 강화입자 부근의 모상에서는 재결정이 쉽게 발생하게 되는 것이다. 그런데, 여기서 주목해야 할 점은 냉간 시스압연에 의해 재결정이 발생했다는 점이다. 일반적으로, 알루미늄의 재결정 온도는 순도와 가공도에 따라 차이가 있지만 약 250°C 정도이다. 그러므로, 냉간압연에 의해 재결정이 발생했다는 것은 쉽게 납득하기 어려울 수도 있다. 이 점은 다음의 세 가지를 통하여 이해할 수 있다. 첫째, 본 연구에 사용된 알루미늄 분말은 99.9999%의 고순도 분말이라는 점이다. 알루미늄의 순도가 이처럼 높아지면 재결정 개시온도가 약 100°C 정도로 크게 감소하게 된다<sup>12</sup>. 둘째, 높은 압하율(가공율)로 인한 재결정 온도의 저하이다. 본 실험에서의 겉보기 압하율은 75%였으나 알루미늄 분말의 실제 압하율은 대략 80% 정도이다<sup>10</sup>. 이것은 높은 냉간 가공율에 해당되며 이로 인하여 재결정 온도가 낮아졌을 것이다. 셋째, 스테인리스 튜브와 알루미늄 분말 자체의 소성

가공열의 발생으로 인한 온도 상승이다. 스테인리스강의 압하율은 45%정도에 불과하나 가공열에 의한 온도상승은 이론적으로 약 125°C에 달한다<sup>10)</sup>. 또한 알루미늄의 가공열은 30°C 정도이다. 그러므로, 가공열로 인한 온도상승으로 고순도 알루미늄에 재결정을 유발시킬 수 있을 것이다. 그럼에도 불구하고 강화입자가 첨가되지 않았던 알루미늄 분말 성형체의 경우 재결정이 발생하지 않은 것을 고려하면, 입자유기핵생성(PSN)이 복합재료의 재결정의 주된 기구(機構)임을 시사해 준다고 할 수 있다.

### 3.2. 시스압연 복합재료의 집합조직

금속기 복합재료에 있어서 강화입자는 금속 모상의 집합조직에 큰 영향을 끼치는 것은 잘 알려져 있다. 일반적으로, 강화입자는 금속 모상의 가공 집합조직의 강도를 약화시킨다<sup>12)</sup>. 즉, 강화입자의 체적함량이 증가할수록 가공 집합조직의 강도가 약화된다. Humphreys 등은 80% 냉간압연된 Al/SiC 복합재료에 있어서, SiC가 2 vol.% 첨가된 경우보다 10 vol.% 첨가된 경우에 압연집합조직의 강도가 크게 약화됨을 보고하고 있다<sup>13)</sup>. 강화입자에 의해 집합조직의 강도가 약화되는 이유는 강화입자 주위에 변형영역(deformation zone)이라고 불리는 특수한 영역이 형성되어 집합조직의 형성이 방해받게 되는 것과 강화입자 그 자체가 가공 중에 모상의 슬립 양상을 혼란스럽게 하기 때문이다. 본 연구에서는 압연 중에 재결정이 발생하였으므로, 압연집합조직의 강도가 약화됨과 동시에 재결정 집합조직이 형성되는 다소 특이한 집합조직을 나타냈다. 그림 3은 냉간 시스압연 후의 알루미늄 분말 성형체와 복합재료의 극점도를 나타낸다. 그림 3a에 보여지듯이, 분말 성형체는  $\{112\}<111\}$ 성분을 주성분으로 하는 전형적인 압연 집합조직을 나타낸다. 그러나, Al+5 vol.%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합재료에서는(그림 3b) 압연 집합조직의 강도가 많이 약화되어 있으며,  $\{001\}<100\}$ 성분을 주성분으로 하는 재결정 집합조직이 약하기는 하나 형성되어 있음을 알 수 있다. 그리고, Al+10 vol.%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합재료에서는(그림 3c) 압연 집합조직이 크게 약화되고 재결정 집합조직의 강도가 증가한 것을 확실히 알 수 있다. 또한, Al+20 vol.%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합재료의 경우는(그림 3d) 압연 집합조직은 거의 모습을 감추고, 재결정 집합조직이 지배적임을 알 수 있다. 이와 같은 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

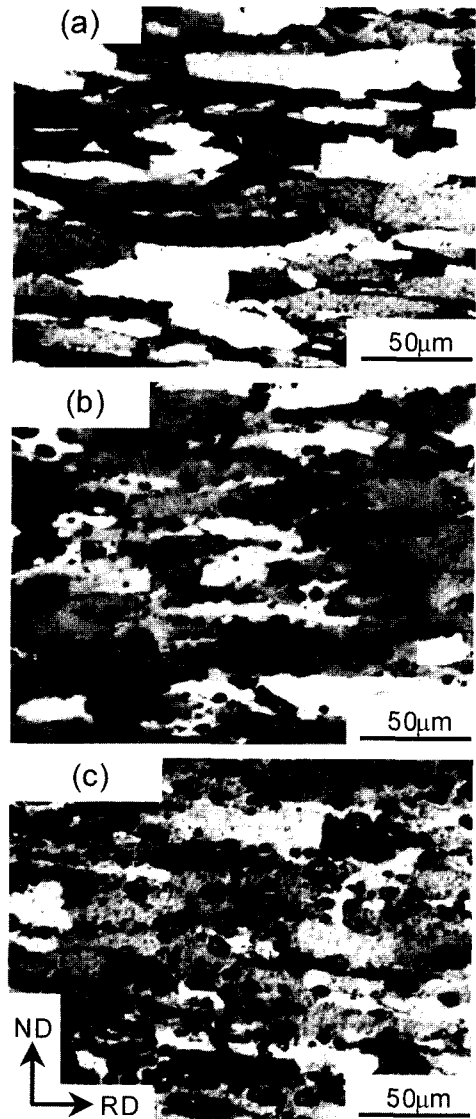


Fig. 4. Optical microstructures of Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites fabricated by sheath rolling and subsequent sintering: (a) unreinforced powder compact, (b) Al+5 vol.%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and (c) Al+10 vol.%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

의 체적함량의 증가에 따른 집합조직의 변화는, 상술한 모상 금속의 조직변화와 좋은 대응을 나타낸다. 특히, 강화 입자가 함유되어 있지 않은 알루미늄 분말성형체에서는 가공 집합조직을 나타내지만, 강화입자의 함량이 증가함에 따라 압연 집합조직에서 재결정 집합조직으로 점차적으로 변화해 가는 모습은 압연 중에 강화입자 부근의 모상 알루미늄에 유기(誘起)

되는 여분의 변형이 재결정 발생의 주된 요인임을 입증하는 것이라 할 수 있다.

### 3.3. 소결 복합재료의 미세조직

그림 4는 소결 복합재료의 미세조직을 나타낸다. 각각의 결정립들은 완만한 결정립계를 가지고 있으며, 그 크기는 시스압연 복합재료의 그것(그림 2)보다 더 커져 있음을 알 수 있다. 이것은 소결 중에 비강화재료에서는 재결정이 발생했으며 복합재료에서는 결정립 성장이 일어났음을 나타낸다. 그런데, 재결정이 일어났음에도 불구하고 결정립 모양이 등축이 아니고 압연방향으로 신장되어져 있다. 이것은 알루미늄 분말의 경계를 가로지른 결정립계의 이동이 어렵다는 것을 시사해 준다.

## 4. 결 론

분말시스압연법에 의하여 제조한 Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입자분산 복합재료의 미세조직 및 집합조직을 조사하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 분말시스압연법에 의해 제조한 Al 분말성형체는 가공조직을 나타내지만, 복합재료는 회복과/또는 재결정 조직을 나타내었다.
2. 분말시스압연법에 의해 제조한 Al 분말성형체는 가공집합조직을 나타낸다. 그러나, 동일한 방법에 의해 제조한 입자분산 복합재료에서는 가공집합조직과 재결정집합조직이 혼합된 집합조직을 나타내고, 강화

입자의 함량이 증가함에 따라 가공집합조직의 강도는 점차적으로 약화되고 재결정 집합조직이 지배적으로 된다. 이와 같은 집합조직의 변화는 미세조직의 변화와 잘 대응하며, 복합재료에서 재결정이 쉽게 발생함을 입증해 준다.

3. 소결 후, Al 분말성형체에서는 재결정이 발생하고, 복합재료에서는 결정립 성장이 발생한다.

## 참고 문헌

1. E. A. Bloch: Metall. Rev., **6** (1961) 193.
2. I. J. Palmear: *Light Alloys*, Arnold, London (1995) 325.
3. B. F. Quigley, G. J. Abbaschian, R. Wunderlin and R. Mehrabian: Metall. Trans., **13A** (1982) 93.
4. Y. Genma, Y. Tsunekawa, M. Okumiya and N. Mohri: Mater. Trans., JIM, **38** (1997) 232.
5. K. Ohori, H. Watanabe and Y. Takeuchi: Mater. Sci. Tech., **3** (1987) 57.
6. N. C. Kothari: Powder Metall. Int., **18** (1986) 321.
7. S. H. Hong and K. H. Chung: Mater. Sci. Eng., **A194** (1995) 165.
8. W. F. Wang: Powder Metall., **38** (1995) 289.
9. S. H. Lee: 한국분말야금학회지, **9** (2002) 153.
10. S. H. Lee: 한국분말야금학회지, **10** (2003) 97.
11. Ferry and F. J. Humphreys: Acta Mater., **44** (1996) 3089.
12. 日本輕金屬學會:アルミニウムの組織と性質, (1991) 160.
13. F. J. Humphreys, W. S. Miller and M. R. Djazeb: Mater. Sci. Tech., **6** (1990) 1157.