

기계적 합금화 및 스파크 플라즈마 소결에 의해 제조된 Al-Fe-X계 합금의 열적 안정성: I. Al-Fe

이현권* · 이상우 · 조경식
금오공과대학교 신소재시스템공학부

Thermal Stability of Al-Fe-X Alloy System Prepared by Mechanical Alloying and Spark Plasma Sintering: I. Al-Fe

Hyun-Kwun Lee*, Sang Woo Lee and Kyeong-Sik Cho
School of Advanced Materials and System Engineering,
Kumoh National Institute of Technology, Gumi 730-701, Korea
(Received 24 January 2005 ; Accepted 17 February 2005)

Abstract Mechanical alloying using high-energy ball mill and subsequent spark plasma sintering (SPS) process was applied to understand mechanical alloying processing of Al-Fe alloy system. The thermal stability of mechanically alloyed Al-Fe alloy was intended to be enhanced by SPS process. Various analytical techniques including particle size analysis, density measurement, micro-Vickers hardness test, SEM, TEM, and X-ray diffractometry were adopted to find optimum processing conditions for mechanical alloying and subsequent SPS and to estimate thermal stability of the prepared alloy. It was found from the treatment of mechanically alloyed Al-8wt.%Fe powder mixture that needle-shaped Al_3Fe precipitates was formed in the Al-Fe matrix, and the alloy compact showed enhanced densification and reached its full density with little loss of its fine microstructure. After heat treatment at 500°C, it was also shown that the thermal stability of Al-8wt.%Fe alloy fabricated in the present study was enhanced, which was due to its fine microstructure developed by fast densification of SPS.

Keywords : Al-Fe, Mechanical alloying, Spark plasma sintering, Thermal stability

1. 서 론

최근 Al계 비정질, 나노결정질 합금은 고강도 재료로서의 가능성을 인정받아 많은 관심을 받아왔다¹⁾. 우수한 경량 내열재료로서 많은 연구가 진행되어왔던 기존의 Ti계 합금은 제조가 어렵고 고가인 단점을 가지고 있는 반면, Al계 합금은 저가이면서도 더욱 가벼우므로 보다 우수한 비강도를 나타낼 것으로 기대되는 합금재료이다. 그러나 기존의 주조법으로 제조된 Al계 합금은 응고 시 고상 용해도의 제한으로 인한 편석과 고온에서 발생하는 석출물의 성장 및 기지와의 정합성 상실 등이 문제가 되며, 약 150°C

정도에서 급격한 강도저하가 일어나기 때문에 고온에서의 사용이 제한되는 단점을 갖고 있다²⁾. 따라서 이러한 문제점들을 해결하고 고온에서도 안정한 분산상을 균일하게 형성시켜 사용 온도를 높이기 위한 분산강화 Al계 합금에 관한 연구가 활발히 진행되고 있다.

분산강화 Al계 합금이 상온 및 고온에서 우수한 기계적 특성을 나타내기 위해서는 분산되는 제 2상의 부피 분율이 크고 미세하고 균일하게 분포되어야 하며, 상온 및 고온에서 원하지 않는 상으로의 변태가 억제되고 고온에서 조대화 저항성이 커야 한다. 이러한 요구 조건을 만족시킬 수 있는 분산상으로서

*Corresponding Author : [Tel : +82-54-478-7893; E-mail : hklee@kumoh.ac.kr]

고온에서 안정하고 강도가 큰 금속간화합물이 검토되고 있다. 이 중에서도 Al과 결정구조화합적으로 유사한 DO_{22} , DO_{23} 혹은 Li_2 구조의 Al_3M (M=천이원소)은 Al 기지 내에 분산될 경우 기지와 격자불일치도가 작기 때문에 기지와 정합 내지 반정합 상태를 유지할 수 있어 분산상과 기지간의 계면이 취약하지 않고 또한 계면에너지를 낮추어 조대화 저항성을 증가시킨다. 이러한 금속간화합물을 Al 기지 내에 분산시켜 사용온도를 500°C 까지 연장시키려는 목적으로 Al계 합금제조의 새로운 기술로서 분말야금법이 이용되고 있다³⁾. 이러한 분말야금 공정 중에서 많은 관심을 끌며 활발한 연구가 진행되어왔던 분야가 기계적 합금화 공정이다^{4,5)}.

기계적 합금화 공정(mechanical alloying, MA)은 합금에 필요한 분말들을 고속으로 회전하는 고에너지 볼밀 속에 넣어 압접과 파괴의 반복에 의해 균일하고 미세한 구조를 가지는 합금분말을 제조하는 공정으로 비정질상이나⁶⁾ 나노 미세결정질상의⁷⁾ 분말을 제조할 수 있다. 결국 기계적 합금화 방법은 액상의 개입 없이 고상만의 반응으로 합금화를 행하는 방법이다. 기계적 합금화 공정에 의한 Al계 합금 제조 중에서도 특히 Al-Fe계 합금은 고온에서 안정한 Al_3M 석출상을 형성시키며, 합금을 구성하는 원소의 경제적 실용성으로 인해 많은 관심과 연구가 진행되어 왔다⁸⁻¹⁰⁾.

한편, 1968년 Bennt 등¹¹⁾이 가스 방전 소결(gas discharge sintering, GDS)에서 치밀화가 상당히 증진된다는 현상을 보고한 이래, 초고속 소결에 대한 많은 관심이 모아졌다. 초고속 소결은 미세구조를 이루는 결정립이 미세하게 되어 특성을 향상시킬 수 있으므로 분말의 미세화와 함께 지속적인 연구의 관심사가 되었다. 최근 고속 치밀화를 이루기 위해 스파크 플라즈마 소결(spark plasma sintering, SPS)이라 불리는 새로운 소결법이 1990년대 일본에서 개발되었다¹²⁻¹⁷⁾. 스파크 플라즈마 소결은 몰드 내의 시편이 가압 상태에서 가열되어 소결이 이루어진다. 몰드내의 분말이 가압상태에서 가열되어 소결이 이루어지므로 고온 가압 소결(hot press, HP)과 유사한 방법이라고 할 수 있다. 그러나 고온 가압 소결은 외부의 열원에 의해 시편이 가열되는데 반해, SPS는 압분체의 입자간극에 직접 on-off로 제어된 펄스상의 전기 에너지를 투입하여, 불꽃방전에 의해 순식간에 발생

하는 고온 플라즈마(스파크 플라즈마)의 고에너지를 열화산, 전기장의 작용 등에 효과적으로 활용하는 공정이다. 발생된 플라즈마에 의해 저온에서부터 2000°C 이상까지 소결온도를 조절할 수 있으며, 다른 소결 공정에 비해 $200\sim 500^\circ\text{C}$ 정도 낮은 온도영역에서 승온 및 유지시간을 포함해서 대략 5~40분 정도의 단시간 내에 소결 혹은 소결접합을 할 수 있는 독특한 공정이다. 이처럼 급속한 승온이 가능하기 때문에 입자성장을 억제시키면서 조직이 치밀한 소결체의 제조 및 비정질 구조나 나노결정 조직을 가진 분말에 대해서 원료분말의 미세 형상 그대로의 조직을 가지는 소재 제조가 가능한 방법으로 기대되고 있다. SPS 공정은 스파크 활성화 소결(plasma activated sintering, PAS)¹⁸⁻²⁰⁾ 혹은 펄스 전류 소결(pulse electric current sintering, PECS)²¹⁻²²⁾로도 호칭된다. SPS 공정이 치밀화를 촉진하는 기구는 현재까지 완전히 규명되지 않았지만 SPS가 세라믹스 및 금속분말의 치밀화를 급속하게 촉진시키는 것은 기존의 보고를 통해 많이 알려져 있다.

본 일련의 연구는 기계적 합금화에 의한 Fe 및 제 2 합금원소의 첨가와 SPS법의 조합을 통한 Al-Fe 합금의 열적 안정성 향상을 목적으로 하였다. SPS법의 급속 가열과 단시간 내에 완료되는 치밀화 특성은 기계적 합금법으로 제조된 나노 크기의 미세 결정립 Al-Fe-X 분말의 소결 및 이 후 고온 사용 시의 입자성장을 억제하여 열적 안정성을 향상 시킬 것으로 기대된다. 그 출발점으로서 본 연구에서는 제 2의 합금원소가 첨가되지 않은 Al-Fe 혼합 분말만을 기계적 합금화 한 후 SPS하였다. 기계적 합금법으로 제조된 합금 분말의 입도, 경도, 미세구조 및 조성 분석을 통하여 Al-Fe 기계적 합금화 공정의 이해와 최적화를 목적으로 하였으며, SPS 후 소결체의 밀도, 경도, 미세조직을 관찰하여 SPS 공정변수가 소결성에 미치는 영향을 관찰하였다. 이 후, 소결체를 열처리한 후 경도 변화를 조사하여 Al-Fe 합금의 고온 안정성을 관찰하였다. 제 2합금원소의 첨가와 SPS 공정을 통한 Al-Fe합금의 열적 안정성에 관한 결과는 별도로 보고하였다²³⁾.

2. 실험방법

2.1. 기계적 합금 분말의 제조

본 연구에서는 Al-Fe계 합금 분말을 제조하기 위하여 일본 고순도화학연구소에서 제조된 순도 99.9%, 입경 53~106 μm 크기의 Al 분말과, 순도 >99% 입경 74 μm 이하의 (-200 mesh) Fe 분말을 사용하였다.

Al 분말에 첨가되는 Fe 분말의 양은 8wt.%로 하여 Al-8wt.%Fe의 배치조합으로 고정하였으며 유성구 볼 밀(planetary ball mill)을 사용하여 기계적 합금화하였다. 125 ml 용량의 스테인리스 용기에 3/8 in. 강철 볼과 혼합 분말을 20:1의 비율로 넣고 400 rpm으로 50시간까지 밀링을 행하였다. 이때 분말의 과도한 압접 방지와 미세한 분산상을 형성시키는 역할을 하는 공정제어제로 스테아린산($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$)을 2wt.% 첨가하였고 합금화 과정 중 분말 표면의 산화를 방지하기 위하여 Ar 가스를 주입, 탈산화 분위기를 유지하였다.

2.2. 합금 분말의 특성 평가

기계적 합금화의 밀링 시간에 따른 분말의 형상은 일본 Hitachi사의 S-2400 SEM으로 관찰하였다. 경도는 합금 분말을 호마이카에 마운팅한 후 SiC 연마지 #2000까지 연마하고, 0.3 μm Al_2O_3 분말로 미세 연마 후, 일본 Matsuzawa사의 MXT- α 7 미세경도기를 이용하여 측정하였다. 하중은 20 g중으로 하였으며 10회 실시하여 평균값을 구하였다. 낮은 고용도 (0.025wt.% Fe)를 갖는 Al과 8wt.%의 Fe 혼합 분말을 밀링 하여 과고용 시키는 과정에서 비정질화 혹은 새로운 상이 형성되었는가를 확인하기 위하여 X선 회절분석을 하였다. 사용한 X선 회절기는 Bruker Axs사의 D5005이고 Co-K α 선을 이용한 Schulz 반사법을 이용하였다. 가속전압은 40 kV, 전류는 30 mA 이며, $2\theta = 40\sim 110^\circ$ 의 범위에서 0.02 $^\circ$ 마다 0.8초간 유지시켜 측정하였다.

2.3. SPS 및 열처리

분말을 직경 20 mm의 디스크형 흑연 몰드 안에 장입 후 그림 1에 보인바와 같은 SPS장치(Dr. Sinter 1050, Sumitomo Coal Mining Co, Ltd., Japan)에서 소결하여 두께 약 3 mm의 소결 시편을 제조하였다. 30 및 40 MPa의 압력을 가하면서 100 $^\circ\text{C}/\text{min}$ 의 승온속도로 최고온도 550 $^\circ\text{C}$ ~600 $^\circ\text{C}$ 까지 승온 하여 1~10 min까지 유지시킨 후 압력을 해제하였다. 이때 산화를 방지하기 위하여 Ar 분위기(500

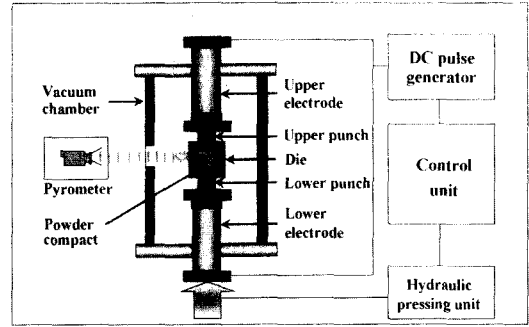


Fig. 1. Schematic diagram of spark plasma sintering apparatus.

cc/min)를 유지하였으며, 이상의 SPS의 실험 조건을 표 1에 요약하였다. 또한 제조된 소결체를 500 $^\circ\text{C}$ 에서 각각 30~70시간 동안 열처리하여 제조된 Al-8wt.%Fe 합금의 열적안정성을 관찰하였다.

2.4. 소결체 및 열처리 후 소결체의 특성 평가

소결된 Al-8wt.%Fe 합금의 부피밀도는 Archimedes 방법으로 측정하였다. 이론밀도는 Al과 Fe 분말 배합 비율에 의한 혼합법칙으로 구했으며, 상대밀도는 이론 밀도와 측정밀도의 백분율로 하였다.

경도는 200 g중의 하중으로 10회 비커스 압입시험을 실시하여 평균값을 구하였다. 소결시편의 XRD 패턴의 변화를 통해 석출상을 확인하였다. 소결체를 미세 연마한 후 Keller 시약(H_2O : 95 ml, HNO_3 : 2.5 ml, HCl : 1.5 ml, HF : 1 ml)으로 부식한 후 SEM(S-2400, Hitachi)으로 표면 관찰하였고, 열처리 전과 후의 석출물의 형상 및 크기의 변화를 영상분석기를 사용하여 관찰하였다. 소결체의 TEM(JEM-2010, Jeol) 박막 시료는 100 μm 두께까지 기계적으로 연마 후, 덤플링(Model 150, Fischione)하고, 액체 질소로 냉각하여 이온 밀링(Model 1010 LAMP Ion Mill,

Table 1. Spark plasma sintering condition

Batch composition	Al-8wt.%Fe
Sintering temperature	550~600 $^\circ\text{C}$
Soaking time	1~10 min
Atmosphere	Ar (500cc/min)
Heating rate	100 $^\circ\text{C}/\text{min}$
Applied pressure	30,40 MPa

Fischione)하여 제조하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 기계적 합금화 분말

출발 원료와 기계적 합금화된 Al-8wt.%Fe 분말의 평균입자 크기변화를 그림 2에 나타내었다. 초기 75 μm 의 평균 크기를 갖는 Al, Fe 혼합분말은 밀링 시작 후 2시간까지는 직경이 약 300 μm 까지 급증했다가, 이후 평균 크기가 급속하게 감소하고 10시간 이후에는 미세한 크기 감소만을 보이고 있음을 알 수 있다. 이렇게 평균 크기가 2시간까지 급격히 증가하는 이유는 불과 불 사이에서의 압접이 주로 작용하여 기계적 합금화가 진행되는 과정 중 일반적으로 관찰되는 초기단계(판상입자 형성단계) 및 압접 지배단계가 지배하기 때문으로 생각되며, 2시간 이후 관찰되는 평균 크기의 감소는 계속되는 밀링에 의하여 보다 작은 층상구조의 분말로 파괴되는 등축입자 형성 단계로 넘어가는 과정으로 생각 된다²⁴⁾. 10시간 이후부터 40시간까지는 미세한 크기 감소만을 보이는 것으로 보아 형성된 등축입자들이 임의의 불규칙한 방향으로 압접을 일으키기 시작하는 임의방향 압접단계

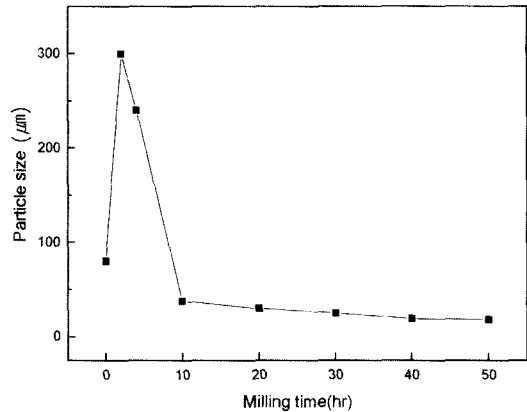


Fig. 2. Variation in average particle size of mechanically alloyed Al-8wt.%Fe powder with milling time.

에 도달한 것으로 보인다. 40시간 이후에는 입자 크기의 변화가 없었으며 입자 크기 분포가 균일하고 등축다면체 형상을 띠는 것으로 보아 압접과 파괴가 균형을 이루어 정상상태에 도달하였음을 알 수 있다²⁴⁾.

그림 3에 기계적 합금화 과정중의 Al-8wt.%Fe 혼합분말의 형상 변화를 나타내었다. 불규칙 다면체 형상의 Al-8wt.%Fe 혼합분말(그림 3(a))은 기계적 합금화가 진행됨에 따라 압접으로 인해 판상모양의 분

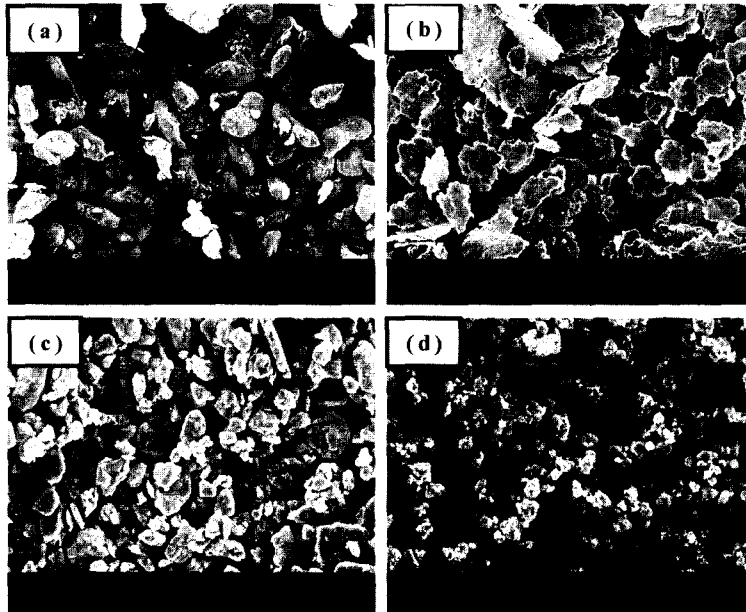


Fig. 3. SEM micrographs of mechanically alloyed Al-8wt.%Fe powder with milling time; (a) as-received, (b) 4 h, (c) 10 h, and (d) 40 h.

말형태로 변화하며(그림 3(b)), 이 후 입자크기 감소와 등축입자 형성단계를 거쳐(그림 3(c)) 최종적으로는 크기변화가 더 이상 관찰되지 않는 정상상태(그림 3(d))에 도달하는 것으로 관찰되었다. Al-8wt.%Fe 혼합분말의 기계적 합금화 과정중의 형상변화는 그림 2에 나타난 입자크기 변화 및 위에서 언급한 기존의 보고²⁴⁾와도 잘 일치하였다.

그림 4는 기계적 합금화 과정 중 밀링시간에 따른 분말 입자의 비커스 경도변화를 나타낸 것이다. 밀링 초기에는 볼과 분말의 충돌로 인한 가공경화와 결정립 미세화에 의한 강화 그리고 과고용에 따른 고용 강화 등으로 인하여 급격한 경도의 증가를 보이다가, 20시간 이후부터 40시간까지 완만하게 증가한다. 40시간 이후부터 경도값의 변화가 거의 없이 330 Hv 전후의 포화 경도값을 나타내고 있다. 이는 분말들이 기계적 합금화 과정에서 볼의 충돌로 인해 내부변형 에너지가 축적되는데 이 값이 어느 정도 커지게 되면 더 이상의 변형을 견디지 못하고 동적회복현상이 나타나기 때문으로 판단된다²⁵⁾. 이와 같은 동적회복 현상으로 경도는 포화 값에 이른다. 이런 결과는 더 이상의 경도증가가 일어나지 않는다는 정상상태의 특성과도 잘 일치하는 것이다²⁴⁾.

그림 5에 밀링시간에 따른 X선 회절패턴을 나타내었다. 밀링 시간이 증가함에 따라 회절 강도는 감소하고 회절선의 폭은 넓어지는 것을 알 수 있다. 밀링으로 인해 분말내의 불균일한 응력이 증가하고 결정립이 미세화 혹은 비정질화 됨과 동시에 Fe가 Al 기지내로 고용됨을 나타낸다²⁶⁾. 또한 Al과 Fe는

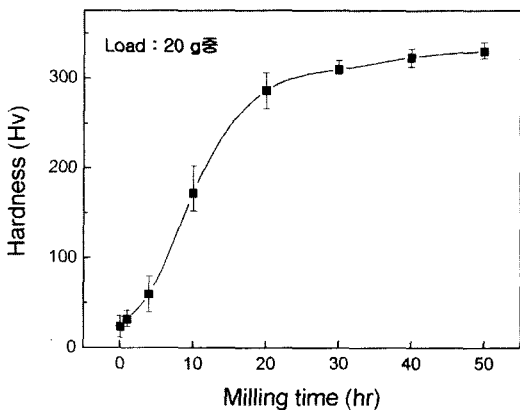


Fig. 4. Variation in Vickers hardness of mechanically alloyed Al-8wt.%Fe powder with milling time.

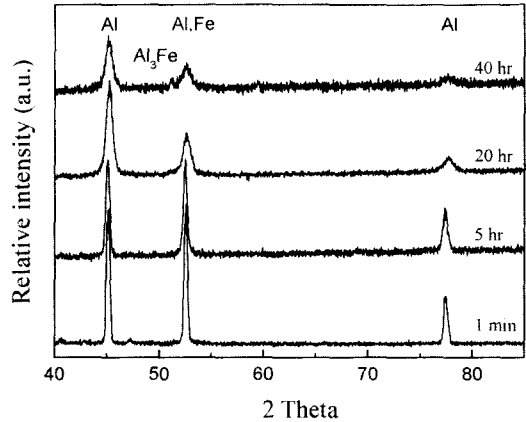


Fig. 5. XRD patterns of mechanically alloyed Al-8wt.%Fe powder with milling time.

XRD 데이터에서 회절피크가 서로 겹치므로 피크의 회절강도 감소와 회절선 폭의 증가만으로는 고용 여부를 판단하기가 어려우나 40시간 밀링 하였을 경우 그 전에는 없었던 Al₃Fe 피크가 50.5°에서 관찰되어 Fe 원자가 Al 기지 내로 고용되고 이후 Al₃Fe 석출물도 형성되었음을 확인할 수 있다.

이상의 기계적 합금화 시간에 따른 분말의 형상 및 크기 분포, 비커스 경도값, 상분석 결과로부터 Al과 Fe 분말을 400 rpm 회전수의 유성구 볼밀에서 40시간 밀링한 Al-8wt.%Fe 합금 분말이 기계적 합금화의 최적조건이며 이러한 조건으로 제조한 합금 분말을 이후 실험에 사용하였다.

3.2. 스파크 플라즈마 소결체

그림 6은 40 MPa로 가압하고 550°C~600°C의 온도에서 10분간 소결한 소결체의 미세구조(a)와 40 MPa, 600°C의 소결압력과 온도에서 유지시간에 따른 미세구조의 변화(b)를 보여준다. 온도가 증가할수록, 그리고 동일온도에서 유지시간이 길어질수록 기공률과 기공크기가 감소하면서 치밀해지는 것을 보여주고 있다. 이러한 소결조건에 따른 미세구조의 치밀화는 그림 7에 나타난 상대밀도 측정결과로부터 확인할 수 있는데, 그림 7에서 소결온도가 증가하고, 소결압력이 증가하며, 일정 소결온도에서의 유지시간이 길어짐에 따라 상대밀도가 증가함을 알 수 있다. 아울러 상대적으로 낮은 소결온도 영역에서는 (550°C와 575°C) 치밀화에 기여하는 압력의 영향이 유지시

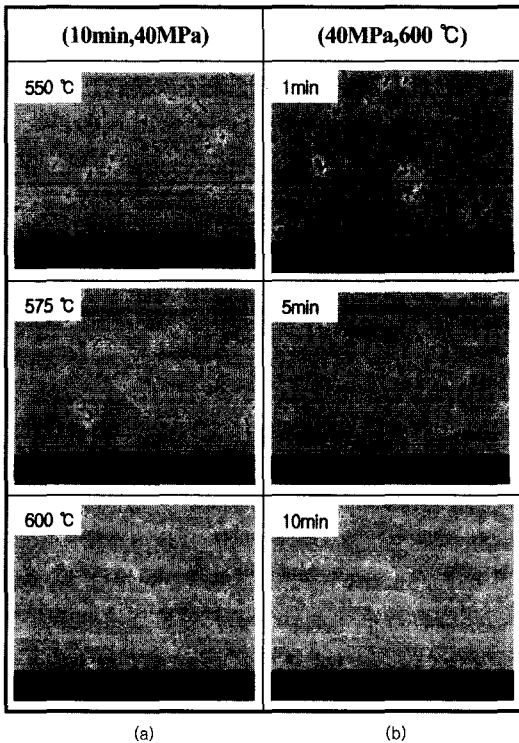


Fig. 6. Microstructural changes of spark plasma sintered Al-8wt.%Fe with sintering temperature and time.

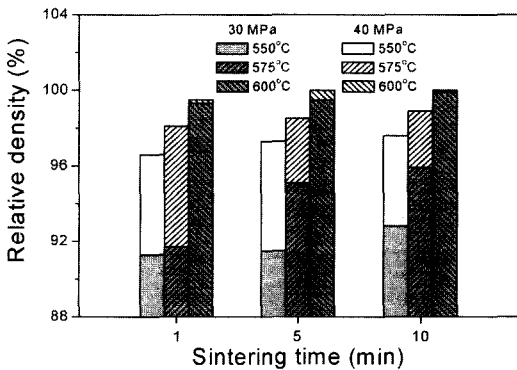


Fig. 7. Variation in relative density of spark plasma sintered Al-8wt.%Fe with sintering time at each soaking temperature and pressure.

간의 영향보다 더 크다는 것을 관찰할 수 있으며, 이는 종래의 가압소결기구와 일치하는 것이다. 그러나 소결온도가 증가할수록 (600°C) 열적확산기구에 의한 치밀화 효과가 압력이나 유지시간에 의한 효과보다 지배적으로 작용하는 것을 관찰할 수 있다. 40 MPa

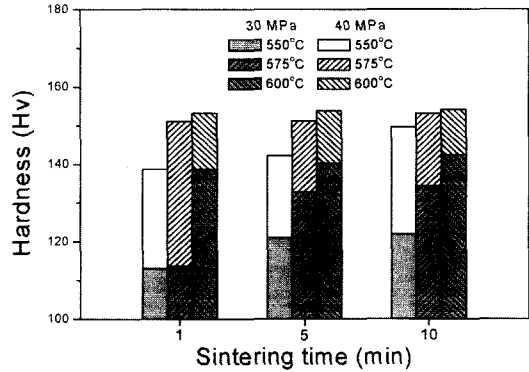


Fig. 8. Variation in Vickers hardness of spark plasma sintered Al-8wt.%Fe with sintering time at each soaking temperature and pressure.

의 압력을 가할 경우 모든 소결조건에서 ~96% 이상의 상대밀도를 보였으며 600°C로 소결했을 때 소결 압력과 소결시간에 상관없이 모두 ~99% 이상의 상대밀도를 나타내었다.

그림 8에 온도와 압력과 유지시간의 변화에 따른 경도값의 변화를 나타내고 있다. 경도값의 변화 역시 온도가 높아지고 압력이 증가하며 최고 온도에서의 유지시간이 길어질수록 증가하는 것을 확인할 수 있었다. 이는 앞에서 본 상대밀도와 비슷한 경향을 나타낸다. 따라서 경도값의 증가는 밀도 증가에 의한 것이라고 할 수 있다.

그림 9에 40 MPa 가압조건에서 600°C, 5분 동안 스파크 플라즈마 소결한 Al-8wt.%Fe 소결체의 TEM 미세구조를 나타내었다. 구형의 Al-Fe 합금 기지 결정립과 침상의 Al₃Fe 석출물을 관찰 할 수 있으며, Al-Fe 합금 기지 결정립의 평균 크기는 ~230 nm 이었고 침상 석출물의 장축 길이는 ~1-2 μm, 단축 길이는 ~200 nm 이었다. Al-Fe기지 결정립간의 콘트라스트 차이가 큰 것으로 보아 기지 결정립들은 서로 대경각 입계를 이루는 것으로 생각된다.

3.3. 열처리에 따른 소결체의 특성 변화

기계적 합금화된 Al-8wt.%Fe 분말을 40 MPa의 압력을 가하며 600°C에서 5분간 스파크 플라즈마 소결을 행하였다. 이렇게 제조된 소결체를 500°C에서 70시간까지 열처리한 후 열처리에 따른 소결체의 특성을 비교하였다.



Fig. 9. TEM observation of spark plasma sintered Al-8wt.%Fe at 600°C for 5 min under 40 MPa.

그림 10은 소결 후 500°C에서 10시간까지 열처리 한 Al-8wt.%Fe 합금의 부식처리 후 미세구조 사진이다. 열처리 전, 후 모두 1~2 μm 크기의 침상 석출물이 생성, 분포되어 있음을 확인하였다. 기존의 연구¹⁰에서 Al₃Fe가 침상으로 형성된다고 보고한 바 있으며, 그림 11의 X선 회절과 침상의 석출물에 대한 EDS 성분분석 결과를 통해 침상의 석출물이 Al₃Fe임을 확인하였다.

그림 12에 Image Analysis에 의한 Al-Fe 기지 결정립의 크기 및 Al₃Fe 석출물의 크기 변화와 비커스 경도값을 500°C에서의 열처리 시간에 따라 나타내었다. 침상 Al₃Fe 석출물의 크기는 침상의 투영면적을 동일 면적 원형의 지름으로 취하는 투영면적 원상당경을 취하였다. 열처리 시간이 증가함에 따라 구형 Al-Fe 기지 결정립의 크기는 ~200 nm에서 ~300 nm로 증가 하였으며, Al₃Fe 석출물의 크기 역시 ~600 nm에서 ~750 nm로 증가하였다. Al-8wt.%Fe의 기계적 합금화에 관한 기존의 보고²⁷에 의하면, 기계적 합금화 후 압출 성형하고 400°C에서 등은 열처리 한 침상 Al₃Fe₄ 석출물 및 Al-Fe 기지 결정립의 크기는 각각 약 400~800 nm, 약 500 nm이었다. 본 연구에서 기계적 합금화 후 600°C의 스파크 플라즈마 소결과 500°C에서의 열처리공정과 같은 상대적으로 더 높은 온도의 영향을 고려할 때, 관찰된 더 미세한 기지상 및 석출물 입자는 스파크 플라즈마 소

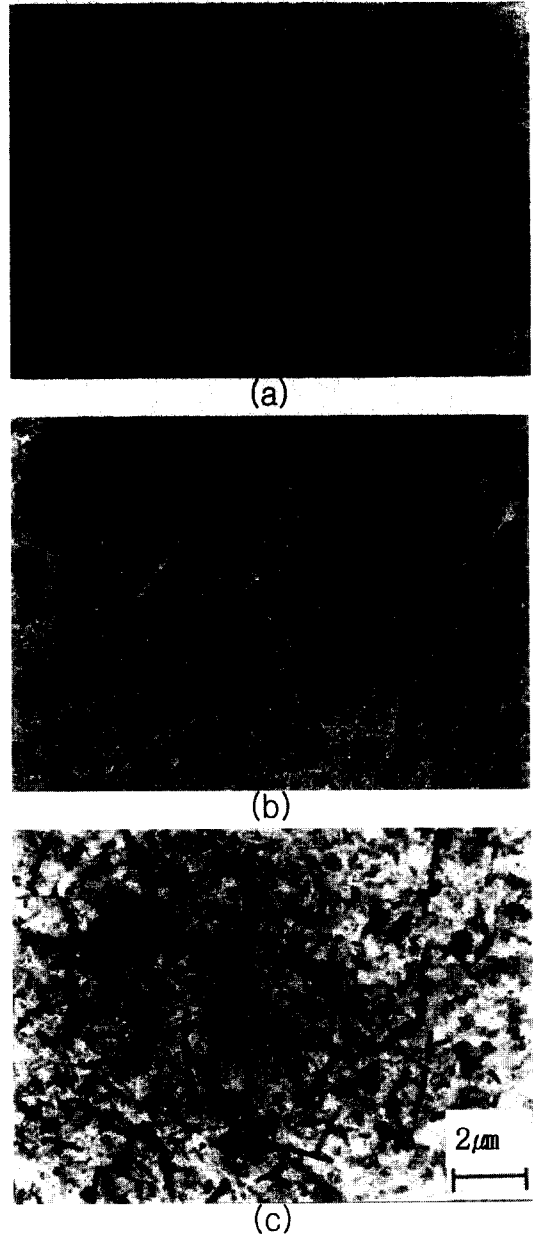


Fig. 10. Microstructural changes of sintered Al-8wt.%Fe alloy during heat treatment at 500°C ; (a) as-sintered, (b) 5 h and (c) 10 h.

결 시 급속한 승온 속도와 짧은 소결시간에 의해 입자성장이 억제된 결과라고 생각된다. 한편, 생성 Al₃Fe 석출물에 의한 Al-Fe 합금 기지상의 입성장 억제 효과도 가정해 볼 수 있으나, 침상 석출물의 크

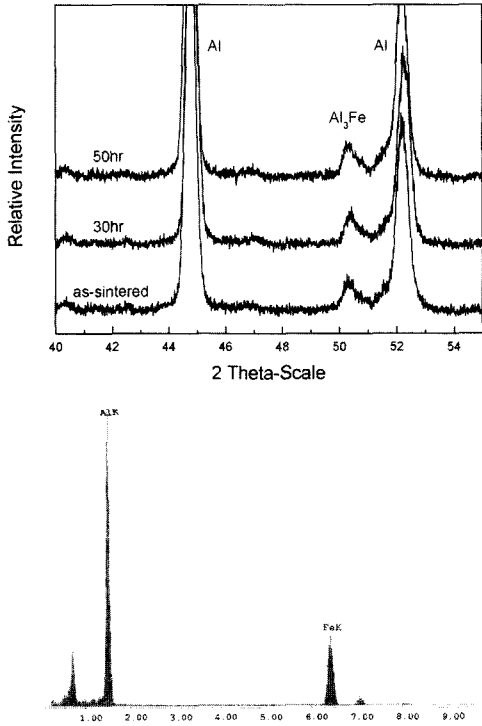


Fig. 11. Phase analysis of sintered Al-8wt.%Fe after heat treatment at 500°C.

기가 기지상보다 훨씬 크고 석출물이 존재하지 않는 영역에서의 Al-Fe 기지상 크기와 석출물 인접 영역에서의 크기가 거의 비슷한 TEM 관찰 결과로 볼 때 기지상 입성장 억제에 대한 석출물의 영향은 거의 없을 것으로 판단된다. 열처리 시간이 증가함에 따라 경도값은 131 Hv에서 123 Hv로 (~6% 감소) 서서히 감소하였다. 이전의 보고¹⁰⁾에서 450°C에서 50시간 열처리 후 약 11%의 경도 감소와 550°C에서 50시간 열처리 후 약 32%의 경도 감소가 관찰되었는데, 이와 비교해 볼 때 상대적으로 적은 경도값의 감소는 스파크 플라즈마 소결법의 입성장 억제 효과로 인한 Al-Fe 합금조직의 미세화 및 열적 안정성의 향상 때문인 것으로 판단된다.

4. 결 론

Al-8wt.%Fe 조성의 혼합분말을 기계적 합금화 및 SPS법을 이용하여 Al-Fe 합금을 제조한 후, 이의 열적 안정성을 관찰한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

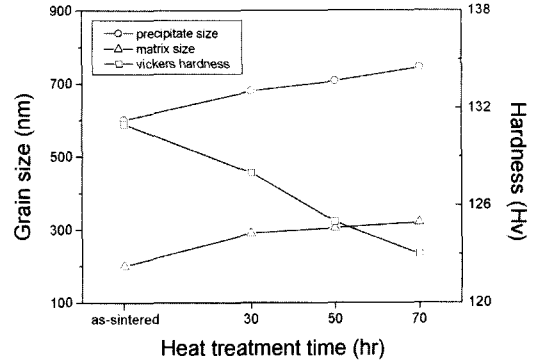


Fig. 12. Changes in precipitate size, matrix size, and Vickers hardness of sintered Al-8wt.%Fe with heat treatment time.

1. 유성구 불밀을 이용하여 회전수 400 rpm, 공정 제어제로 스테아린산 2wt.%, 볼 대 분말비가 20 : 1, 그리고 3/8 in.인 강철 볼을 사용한 기계적 합금화 공정은 40시간 이후 분말 크기, 형상 그리고 경도값의 변화가 없는 정상상태에 도달하였다. 기계적 합금화 공정 중 Fe는 Al 기지 내에 고용되어 합금화되었으며, Al₃Fe 석출상이 생성되었다.

2. 스파크 플라즈마 소결 시 40 MPa의 소결압력을 가할 경우, 모든 소결온도에서 ~96% 이상의 상대밀도를, 600°C의 소결온도에서는 소결압력 및 시간에 관계없이 ~99% 이상의 상대밀도를 나타내었으며 소결체의 경도는 치밀화정도에 크게 의존하였다. 600°C에서 소결한 결과 ~230 nm 크기의 구형의 Al-Fe 기지상과 ~600 nm 크기의 침상 Al₃Fe 석출물이 관찰 되었으며 스파크 플라즈마 소결공정의 입성장 억제효과를 확인하였다.

3. 소결 후 500°C 열처리 시, 침상의 Al₃Fe 석출물 및 Al-Fe 기지의 입자 크기는 열처리 시간이 증가함에 따라 증가하고 경도값은 미세하게 감소(~6%) 하였다. 이러한 열적 안정성은 기존의 Al-Fe 합금의 열적 안정성에 관한 연구결과에 비하여 향상된 것이며, 이는 스파크 플라즈마 소결공정의 입성장 억제효과에 의한 것으로 판단되었다.

감사의 글

본 연구는 금오공과대학교 학술연구비 지원에 의하여 연구된 논문으로 이에 감사드립니다.

참고문헌

1. Y. He, S. J. Poon and G. J. Shiflet: Science, **241** (1988) 1661.
2. F. H. Froes: Metal Powder Reports, **1** (1989) 59.
3. F. H. Froes: Metal Powder Reports, **5** (1998) 342.
4. J. S. Benjamin and T. E. Volin: Metall. Trans., **5** (1974) 1929.
5. C. Suryanarayana, E. Ivanov and V. V. Boldyrev: Mater. Sci. Eng., **A304** (2001) 151.
6. K. F. Kobayashi: J. Mater. Sci., **25** (1990) 3149.
7. M. A. Morris and D. G. Morris: Mater. Sci. Eng., **A136** (1991) 59.
8. B. Huang, K. N. Ishihara and P. H. Shingu: Mater. Sci. Eng., **A231** (1997) 72.
9. V. I. Fadeeva and A. V. Leonov: Mater. Sci. Eng., **A206** (1996) 90.
10. K. W. Oh and K. S. Lee: J. Korean Inst. Met. Mater., **30** (1992) 611 (*Korean*).
11. C. E. G. Bennet, N. A. McKinnon and L. S. Williams: Nature, **217** (1968) 1287.
12. I. Kondoh, T. Tanaka and N. Tamari: J. Cer. Soc. Japan., **102** (1994) 505.
13. M. Tokita: J. Powder Tech. Jpn., **30** (1993) 790.
14. N. Tamari, T. Tanaka, K. Tanaka, I. Kondoh, M. Kawahara and M. Tokita: J. Ceram. Soc. Jpn., **103** (1995) 740.
15. K. S. Cho, S. J. Kim, S. H. Baek, H. J. Choi and J. K. Lee: J. Korean Cer. Soc., **38** (2001) 687 (*Korean*).
16. Y. Minamino, Y. Koizumi, N. Tsuji, N. Hirohata, K. Mizuuchi and Y. Ohkanda: Sci. Tech. Adv. Mater., **5** (2004) 133.
17. K. S. Cho and K. S. Lee: Key Engineer Mater., **287** (2005) 329.
18. J. R. Groza, S. H. Risbud and K. Yamazaki: J. Mater. Res., **7** (1992) 2643.
19. S. H. Risbud, J. R. Groza and M. J. Kim: Phil. Mag. B, **69** (1994) 525.
20. S. H. Risbud, C. H. Sha, A. K. Mukherjee, M. J. Kim, J. S. Bow and R. A. Holl: J. Mater. Res., **10** (1995) 237.
21. N. Murayama: Bull. Ceram. Soc. Jpn., **32** (1997) 445.
22. M. Yishimura, T. Ohji, M. Sando and Y. Nihara: J. Mater. Sci. Lett., **17** (1998) 1389.
23. H. K. Lee, S. W. Lee and K. S. Cho: J. Korean Powder Metall. Inst., **12** (2005) 44 (*Korean*).
24. J. S. Benjamin: Metall. Trans., **1** (1970) 2943.
25. J. H. Ahn, H. S. Chung, R. Watanabe and Y.H. Park: Mechanical Alloying, P. H. Shingu (Ed.), Proc. Inter. Symp. on Mechanical Alloying, (1991) 347.
26. S. K. Kang and R. C. Benn: Metall. Trans. A, **18** (1987) 747.
27. K. J. Oh, K. M. Kang, K. K. Cho, I. S. Ahn and S. J. Kim: J. Powder Metall. Inst., **1** (1994) 4 (*Korean*).