

가스분무 공정에 의한 고강도 과공정 Al-Si 합금 분말의 제조 및 특성 연구 I. 분말 제조 및 성형성

김용진 · 김진천
한국기계연구원 분말재료연구센터

Fabrication and Properties of High Strength Hypereutectic Al-Si Powder by Gas Atomization Process I. Powder Production and Compressibility

Yong-Jin Kim and Jin-Chun Kim

Korea Institute of Machinery and Materials, Powder Materials Research Center

(Received July 25, 2005; Accepted August 17, 2005)

Abstract In order to improve mechanical properties, the hypereutectic Al-20 wt%Si based prealloy powder was prepared by gas atomization process. Microstructure and compressibility of the atomized Al-Si powder were investigated. The average powder size was decreased with increasing the atomization gas pressure. Size of primary Si particles of the as-atomized powder was about 5-8 μm . The as-atomized Al-Si powder such as AMB 2712 and AMB 7775 to increase compressibility and sinterability. Relative density of the mixed powder samples sintered at 600°C was reached about 96% of a theoretical density.

Keywords : Hypereutectic Al-Si alloy, Gas atomization, Compressibility, Sinterability

1. 서 론

최근 전 세계적인 환경오염 규제에 따라 자동차 산업에서도 에너지 소비 감소를 위한 연비 향상 기술과 배기가스 저감 기술, 즉 새로운 소재 개발에 의한 무게 경량화와 배기가스 자체를 억제하는 무공해 전기 혹은 하이브리드(Hybrid) 자동차 개발이 활발하게 진행되고 있다. 자동차 경량화 기술로는 철계 부품을 알루미늄, 마그네슘, 티타늄 합금 등의 경량 소재로 대체하고자 하는 기술이 진행되고 있으며, 이중 알루미늄 합금의 응용 연구가 가장 활발하게 진행되고 있다^[1-3].

알루미늄은 구리(Cu), 마그네슘(Mg), 아연(Zn), 실리콘(Si) 등의 첨가원소에 의해 미세구조 및 기계적 특성을 향상시킬 수 있다^[4]. 특히 Si를 첨가한 Al-Si 계 합금은 기계적 특성 향상뿐만 아니라, 내마모 특

성을 크게 향상 시킬 수 있다는 점에서 고강도 경량 소재로 매우 적합하다^[5]. Al-Si 합금에서 기계적 특성은 Si 함량에 따라 증가하며, 과공정(hypereutectic, Si > 12.6 wt.%) 조성이 일반적인 아공정(Hypo-eutectic) 합금에 비하여 고강도 소재로서의 가능성이 높다. 하지만, 과공정 Al-Si 합금은 경질의 Si 함량 증가에 따른 취성 증가로 가공성이 크게 떨어지며, 특히 용고 시 Si 입자의 성장이 급격히 일어나 기계적 특성을 크게 저하시킨다. 이에 따라 전통적인 주조공정으로는 과공정 Al-Si 합금에서 Si 입자의 성장 억제와 미세화에 한계가 있다고 알려져 있다^[6].

따라서 본 연구에서는 우수한 기계적 특성을 보이는 과공정 Al-Si 합금에서 Si 입자의 미세화를 위한 가스분무(gas atomization) 공정기술을 이용하여 경량, 고강도, 내마모 Al-Si 합금분말 소재를 개발하고자 하며, 본 논문에서는 1차적으로 이들 과공정 Al-Si

*Corresponding Author : [Tel : +82-55-280-3573; E-mail : jckimpml@kmail.kimm.re.kr]

합금 분말의 제조 공정과 특성, 성형/소결이 가능한 첨가 원소 및 상용 혼합분말의 영향을 살펴보고자 한다.

2. 실험방법

본 연구에서 용해용 원료로 사용한 Al은 99.5% 순도의 평균입도 5 mm의 Si는 99.7% 순도의 2~3 mm 크기의 불규칙형 이었다. 이 외에 첨가원소로는 99.9% 이상의 고순도를 가지는 Cu, Ni, Fe, Mg, Mn을 사용하였다. 합금 조성은 현재 자동차용 베인(vane) 소재로 상용중인 과공정 조성 Al-20 wt%Si을 선택하였다. 본 연구의 가스분무 공정으로 제조되는 분말들은, 각각의 분말 모두가 균일한 조성을 갖게 하는 것이 중요하다. 따라서 분무 공정 전에 원료분말들을 혼합한 후 유도진공 용해로에서 용융시켜 약 2 kg 내외의 모재를 만든 후 가스분무 장치의 용해부에 장입하였다.

고강도 Al-Si 합금 분말의 제조는 그림 1과 같은 가스 분무 장치로 제조하였다. 분무노즐의 크기는 약 2.5 mm였으며, 용해온도는 950°C로 하여, 충분한 용탕 유동도를 가지도록 하였다. 가스분무 공정 시 압력은 각각 2 MPa와 3 MPa로 변화시켰으며, 사용 가스매체는 고순도(99.9%)의 질소가스(N_2)와 N_2+20 wt.% O_2 혼합가스를 사용하였다. 질소+산소 분위기에 의한 분말의 제조는 추후 실제 산업체에서 응용이 쉬운 공기(air) 분위기를 고려함과 동시에, 산화성이 매

Table 1. Processing parameters of gas atomization

Atomization gas	N_2 (high purity), N_2+O_2
Atomization pressure	2 MPa, 3 MPa
Inner diameter of nozzle	2.5 mm
Pouring temperature	950°C

우 큰 Al의 산소함량에 따라 제조분말의 특성 변화를 조사하기 위해 선택하였다. 표 1에서는 본 연구에서 사용한 가스 분말 공정의 조건을 나타내었다.

가스 분무 공정으로 제조한 분말의 평균입도는 레이저 입도 분석기(Laser Particle Size Analyzer; Micromeritics, ASAP200)를 이용하여 3회를 측정한 후 평균을 취하여 평균입도와 입도분포를 분석하였다. 제조 분말의 산소 분석은 질소-산소 분석기(Eltra ON 90)로 분석하였다. 미세조직은 분말 시료를 열경화성 수지에 장입한 후 기계적 연마 과정을 거친 후 광학 현미경을 이용하여 분석하였으며, 분말의 형상은 주사전자현미경(SEM, JEM 5800, Jeol)으로 분석하였다.

성형성 및 소결성 향상을 위한 혼합분말은 미국 Ampal사의 AMB 2712, AMB 7775를 사용하였으며, 본 연구에서 제조한 가스분무 Al-Si 분말과 상용 분말을 3차원 혼합기로 균일하게 혼합하여 성형 및 소결 특성을 조사하였다. 성형 특성은 양단 압축기로 성형압에 따라 직경 20 mm의 원통형 시편을 제조한 후 비밀도를 측정하여 성형압에 따라 조사하였다. 소결 특성은 Al-Si 분말과 상용 AMB 7775 분말을 각각 무게비로 9:1, 7:3, 5:5로 혼합한 후, 소결온도를 560, 600°C로 변화시켜 조사하였다. 또한 본 연구에서 제조된 합금 분말과의 성형성 비교를 위해 상용중인 합금분말인 일본 T사의 T2 분말을 사용하였다.

3. 결과 및 고찰

본 연구에서는 서론에서 언급한 바와 같이 우수한 고강도, 내마모 특성을 보이는 과공정의 Al-Si 합금 분말을 제조하고자 하였다. 최종 Si 목표 조성은 현재 자동차용 압축기 베인(vane) 제품으로 사용 중인 실 제품을 구입하여 조성 분석과 특성을 조사한 후 결정하였다. 현재 상용 및 개발 중인 고강도 알루미늄은 주로 Al-10~25 wt%Si가 응용되고 있다. 표 2에서는 구입된 알루미늄 베인 실제품의 형상 특성을

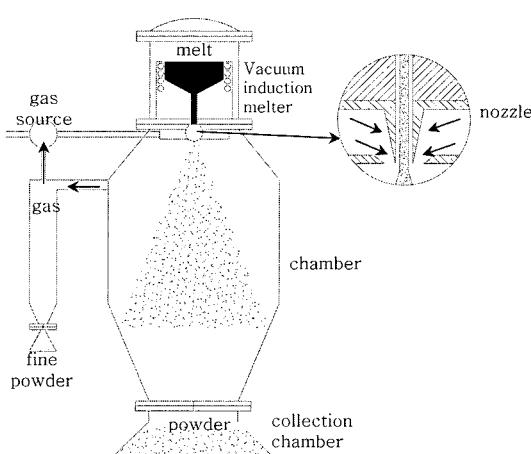


Fig. 1. Schematic illustration of Gas atomizer.

Table 2. Shape and composition of commercial aluminium P/M vane

Shape	Type A	Type B						
	Composition(wt%)							
Alloy	Si	Cu	Fe	Mg	Mn	Al	경도 (HRB)	밀도 (gr/cm ³)
Type A	20	3.3	5.5	1.2	0.5	bal.	90.3	2.82
	20	3.3	5.5	1.2	0.5	bal.	95.6	2.87

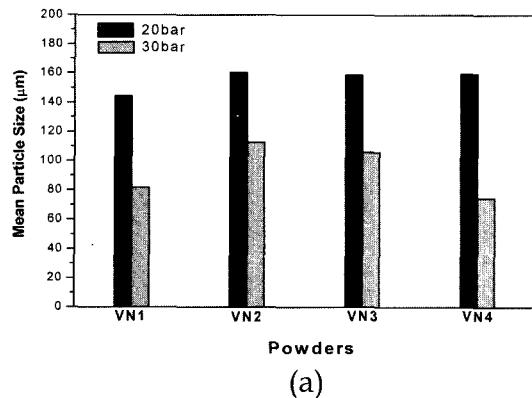
Table 3. Composition of VN (Al-Si) powder prepared in this study

Alloy	Al	Si	Cu	Fe	Ni	Mg	Mn
VN1	bal	20	3.5	5.5	-	1.2	0.5
VN2	bal	20	3.5	-	7.5	1.2	0.5
VN3	bal	20	3.5	5.0	2.5	1.2	0.5
VN4	bal	20	-	5.5	-	1.2	0.5

나타내었다. 상용되고 있는 제품은 크게 2 종류이며, 이중 Type A가 본 연구에서 개발하고자하는 형상이다. 분말의 합금조성은 Al 기지에 Si가 20 wt%, Fe 가 5.5 wt%를 함유하고 있는 조성이며, 경도는 HRB로 90~95, 밀도는 각각 2.82, 2.87 g/cm³로서, 두 제품 모두 분말압출공정에 의해 제조되었다.

전술한 바와 같이, 본 연구에서는 상용 베인 제품 분석과 관련 자료 분석을 통하여 표 3과 같은 4 종류의 합금을 설계하였다. VN 1 합금의 경우 상용 베인의 대표적인 성분이며, VN 2는 Fe를 대체하여 고온특성 개선을 위해 Ni을 첨가한 성분, VN 3에는 Ni과 Fe를 동시에 첨가하였으며, VN 4는 VN 1의 성분에 Cu를 제거한 성분으로 설계하였다. 이는 Cu의 효과를 규명함과 동시에 분말혼합 시 분말의 성형성과 소결성 변화를 규명하고자 하는 목적으로 설계되었다.

그림 2는 가스분무 공정으로 제조된 VN 합금 분말의 분사기스 압력에 따른 분말 조성별 평균입도 및 VN 1 분말의 입도분포 변화를 나타낸다. 분사압력 20 bar에서 분말의 평균입도는 145~160 μm 범위로 나타났으며, VN2~VN4 분말의 평균입도는 158~160



(a)

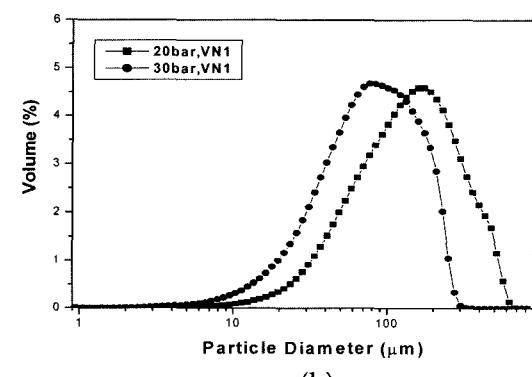


Fig. 2. (a) Average size and (b) size distribution of gas atomized powder with atomization pressure.

μm 사이로 거의 같은 크기로 나타났다. 반면에 VN1 분말의 경우, 평균입도가 145 μm로 다른 조성의 분말에 비해 상대적으로 미세하게 나타났다. 한편 30 bar의 압력으로 분말을 제조한 경우에는, 평균입도가

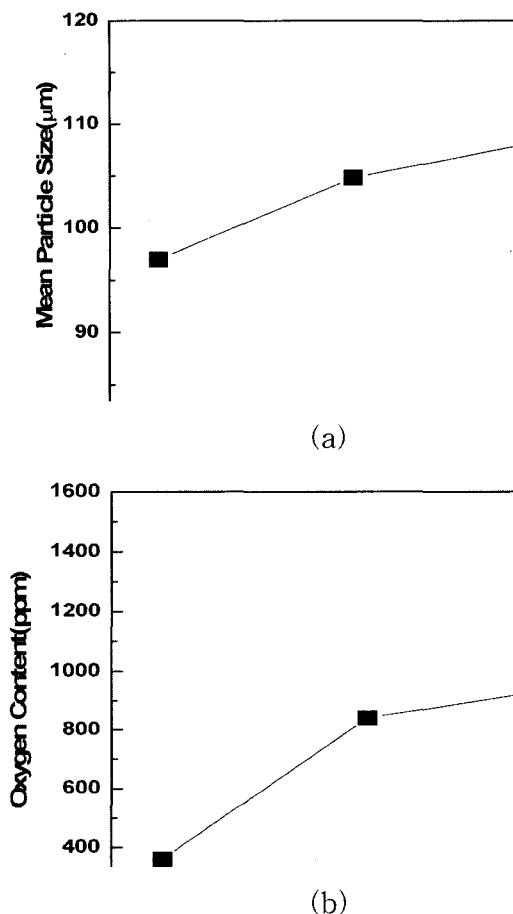


Fig. 3. (a) Mean size and (b) oxygen content of Al-Si powder with the variation of oxygen content in the atomizing gas.

80~112 μm 범위로 나타났으며, 동일한 조성의 분말에 대하여 분사압력을 10 bar 증가시킴으로서 분말평균입도는 48~75 μm 로 크게 감소하였다. 입도분포는 일반적인 분말에서 볼 수 있는 monodisperse형을 나타내었다. 분사가스압력이 20 bar인 경우, 분말크기는 최저 10 μm 에서 최대 630 μm 로 나타났으며, 30 bar인 경우에는 5~300 μm 범위의 분말이 분포하고 있음을 알 수 있었다.

그림 3, 4는 가스분무 공정 중에 분사 가스의 산소함량에 따라 제조된 VN 합금분말의 산소함량 변화와 형상 및 미세구조의 변화를 보여준다. 산소 함량이 증가할수록 입자 크기 및 분말의 진존 산소함량도 증가함을 보여 주고 있다. 산소함량은 약 1000 ppm 이하였으며, 평균 입자의 크기는 110 μm 이하

였다. 분말의 형상은 그림 4와 같이 사용되는 분사 가스의 종류에 따라 달라지는데, N₂ 가스 분사에서는 완전 구형의 형상을 가지며, N₂+O₂ 혼합 가스 분사의 경우에는 불규칙한 모양을 가졌다. 분말의 미세구조는 분사가스 종류에 따라 크게 변화하지 않았으며, 초정 Si 입자가 분말내에 편석없이 균일하게 분산되어 있었고, 그 크기는 약 5~8 μm 였다. 그림 5는 분사가스의 산소함량 변화 및 성형압에 따른 제조 분말의 성형성을 나타낸 것으로, 산소함량의 변화에 상관없이 성형체 성형밀도는 70~80%의 높은 값을 가졌으며, 이는 일본 S사 분말보다도 우수하였다. 성형압이 300 MPa에서 500 MPa로 증가할수록 상대밀도는 70%에서 80%로 증가하였다. 한편 순수 질소를 분사가스로 사용한 경우에 있어서는 성형 후 성형체 내에 균열이 발생하였다. 이는 제조된 분말이 구형이기 때문에 분말 상호간의 성형에 의한 결합력이 불규칙한 형상의 분말보다 약하기 때문이다. 따라서 순수 질소를 분사가스로 사용해 제조한 분말은 프레스 성형용 분말로서는 적합하지 않음을 알 수 있다.

위 결과를 바탕으로 보다 경제성있고 프레스 성형이 가능한 분말제조 공정을 수립하기 위해서는 분사가스를 불활성가스 대신에 질소와 산소의 혼합가스 혹은 압축공기를 사용하여야 한다는 결과를 얻을 수 있었으며, 분사압력도 30 bar 이하로 가능함을 알 수 있었다. 이 결과를 이용, 압축공기를 분사가스로 사용하여 제조한 분말의 형상은 그림 6과 같이 불규칙하였으며, 성형성은 일본 T사 분말보다 비밀도 10 % 이상 우수하였고, VN4 조성이 가장 우수한 성형성을 나타내었다.

가스 분무공정으로 제조된 Al-Si 합금분말은 분말입자 내에 초정 Si 성분이 균일하게 분포되어 있어 기계적 특성이 우수하지만, 상대 밀도는 최대 약 80 %를 가진다. 본 연구에서는 상대밀도를 더욱 향상시키기 위하여, 합금분말과 상용분말을 일정 비율로 혼합하여, 상용분말의 첨가에 의해 성형성과 소결성을 향상시키고자 하였다. 합금분말은 본 연구에서 제조한 성형성이 가장 우수했던 VN4 분말을 사용하였으며, 상용분말은 미국 Ampal사의 AMB 2712, 7775 혼합분말을 사용하였다. 또한 본 연구에 의해 제조된 분말의 성형성을 상대적으로 비교하기 위해 일본 T사의 Al-Si 합금분말인 T2 분말을 사용하였다. 표 4는 사용된 분말의 성분을 나타낸다. T사의 T2는 Si

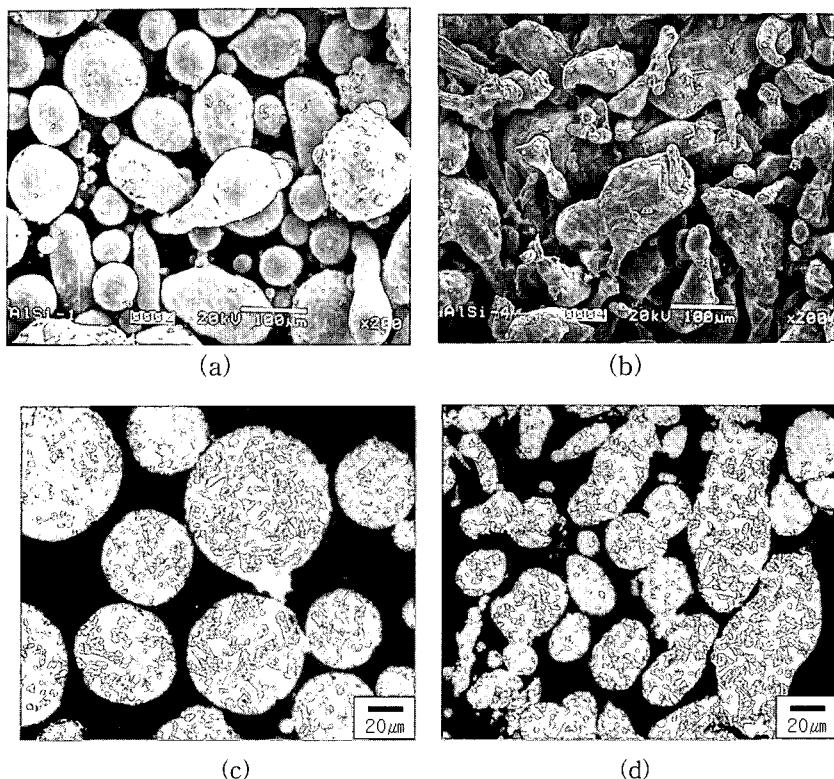


Fig. 4. Shape and microstructure of the as-atomized powder with the variation of atomization gas: (a), (c) N_2 gas, (b), (d) N_2+O_2 mixed gas.

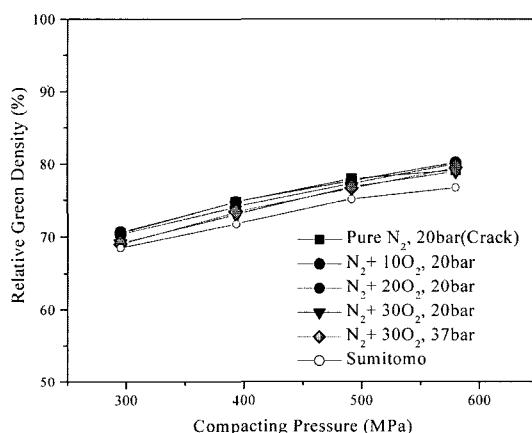


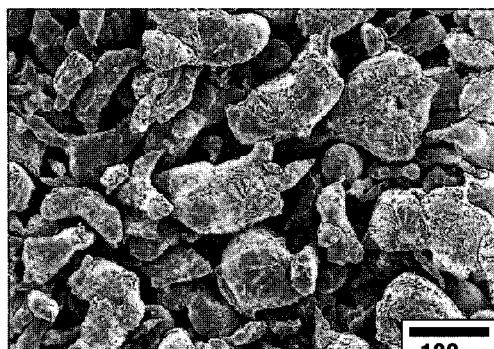
Fig. 5. Variation of green density with compacting pressures and oxygen contents.

함량이 24.2 wt%에 Fe와 Ni 성분을 각각 함유하고 있으며, AMB 2712는 Cu 3.8 wt%와 소량의 Mg와 Si 성분을 함유하고 있다. 분말 혼합시 AMB2712의 함유량을 최대 50 wt%까지로 하였으며, 성형성 개선

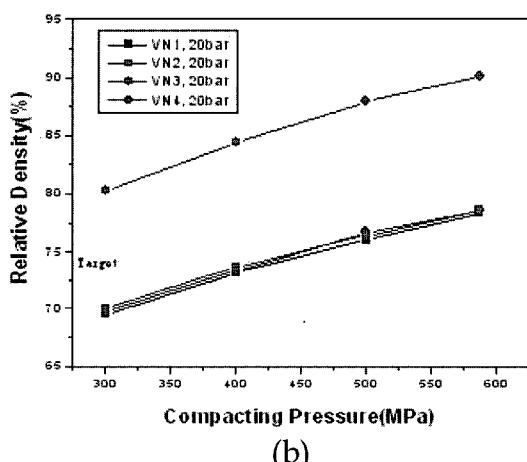
을 위해 Binder인 Acrawax를 1.5 wt%로 모든 시편에 균일하게 첨가하였는데, 이는 일반적인 Al 분말 혼합 시 사용되고 있는 Binder 첨가 조건과 동일하다.

그림 7은 혼합분말의 성형압력에 따른 상대 성형밀도를 나타낸다. 본 연구에 의해 제조된 VN4 분말은 10 wt% AMB2712를 첨가함으로써, 상대밀도 85% 이상의 우수한 성형성을 나타내었다. 또한 혼합분말의 양이 증가함으로써 성형밀도도 점점 증가하여 상대밀도 95% 이상의 높은 성형성을 얻을 수 있었다. 반면에 T분말을 사용한 경우에 있어서는 상용 AMB 2712 분말이 30 wt% 첨가되어도 600 MPa의 높은 압력에도 불구하고 상대밀도 85% 정도에 머무르고 있음을 알 수 있다. 이는 본 연구에서 제조된 합금분말이 성형성면에서는 매우 우수하다는 것을 확인시켜 준 것이다.

본 연구에서 개발한 VN 합금 분말은 그림 8에서와 같이 520~630°C 범위에서 3개의 발열 피크로 이루어져 넓은 범위에서 액상이 형성된다. 550°C의 첫 번째 피크는 Al-Cu의 공정온도⁷⁾에 의한 영향이며,



(a)



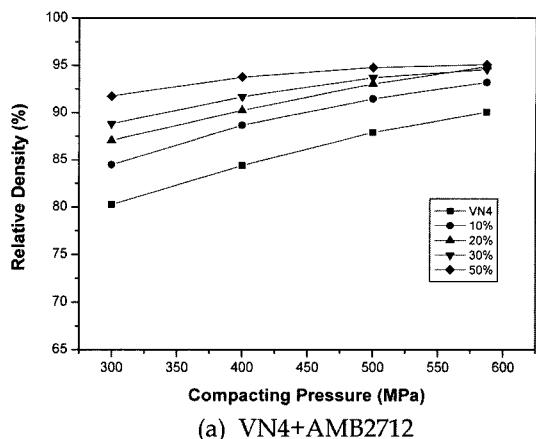
(b)

Fig. 6. (a) Shape and (b) green density of Al-Si powder prepared under compressed air with various compacting pressures.

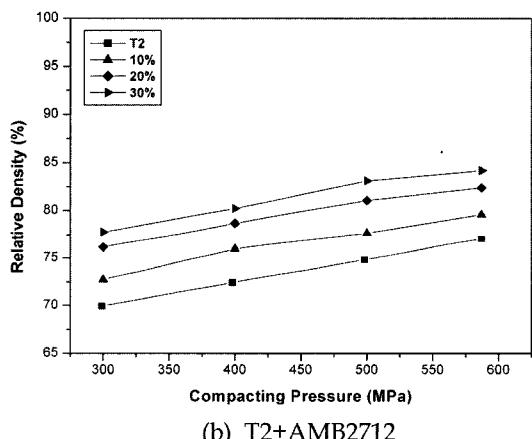
Table 4. Comparison of composition of VN4, T2, and AMB 2712 powder

Alloy	Al	Si	Zn	Cu	Fe	Ni	Mg	Remark
VN4	bal.	20.0	-	-	5.5	-	1.2	KIMM
T2	bal.	24.2	-	-	5.5	2.0	1.2	T
AMB 2712	bal.	0.75	-	3.8	-	-	1.0	Ampal
AMB 7775	bal.	-	7.0	1.0	-	-	2.5	Ampal

가장 큰 피크는 Al-Si 합금의 공정 반응⁸⁾, 세 번째 피크는 Al-Fe의 공정 반응에⁹⁾ 기인하는 것이다. 그림 9(a)에서는 VN1-VN4 합금 분말을 사용하여 560°C에서 소결한 시편의 외형을 보여주고 있다. 그림에서 보는 바와 같이, VN4 합금 분말을 제외하고, 시편 외



(a) VN4+AMB2712



(b) T2+AMB2712

Fig. 7. Compacting ability of VN4+AM2712 mixed powder.

형에 달랑의 Al 액상의 용출(extruded) 현상이 발생하여 매끈한 최종 시편을 얻기가 매우 어려웠다. 표 3에 제시한 바와 같이, VN4는 Cu 첨가원소가 없기 때문에, VN1~VN3 합금분말에서의 Al 용출은 첨가 Cu 원소의 영향이라 판단된다. 한편, 민^[10]과 공^[11]등의 Ampal 2712와 Ampal 7775 혼합분말의 소결 특성 연구에 따르면, Ampal 2712의 소결 최적 온도는 약 610°C이며, Ampal 7775은 Zn, Cu의 혼합으로 액상 형성이 510~579°C에서 이루어진다. 이러한 Ampal 7775 혼합분말의 액상 형성 온도는 본 VN 합금분말의 액상 출현온도에 비하여 10°C 낮아, 합금분말의 소결과 형체 안정성을 향상시킬 것으로 예상된다. 그럼 9(b)는 소결특성이 가장 우수한 것으로 확인된 VN4 합금 분말에 AMB 7775을 각각 9:1, 7:3, 5:5의 비율로 혼합하여 600°C에서 소결한 시편의 외형이다. 완전 액상이 출현되는 온도 이상에서 7:3, 5:5

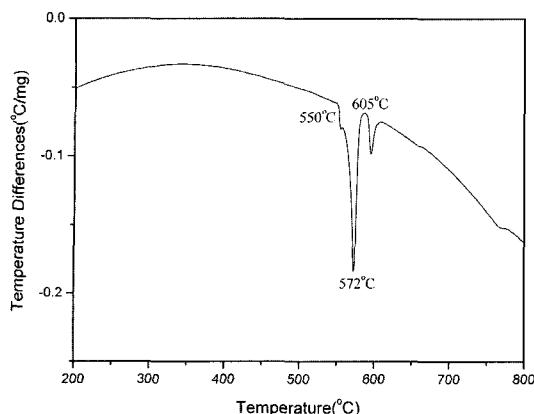


Fig. 8. DSC trace of the atomized Al-Si powder.

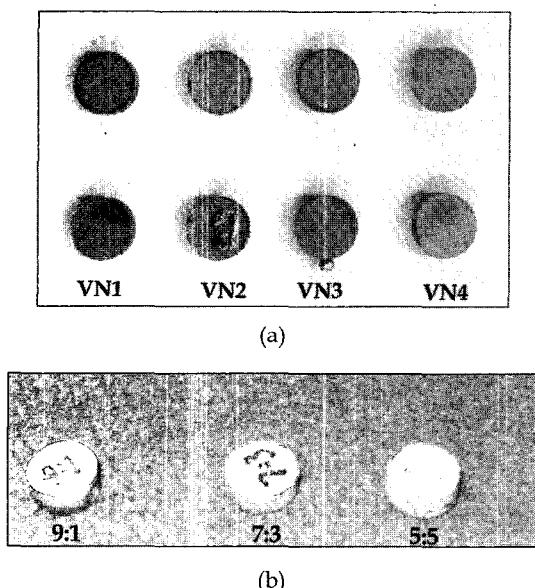


Fig. 9. Sintered parts of (a) VN1~VN4 powder and (b) VN4+AMB 7775 mixed powder.

로 혼합한 분말은 과다 액상의 출현이 일어나 완전 조밀화가 어려웠으며, 9:1로 혼합한 경우에는 과다 액상의 출현없이 상대밀도 96%의 소결체를 얻을 수 있었다. 이들 VN 합금분말 및 VN+AMB 7775 혼합분말의 소결 거동 및 미세구조 변화는 추후 2차 논문에서 다시 논의될 예정이다.

4. 결 론

본 연구에서는 경량 고강도 특성을 가지는 과공정

의 Al-Si 합금분말을 가스분무공정으로 제조하고, 제조된 분말의 성형 및 소결특성 향상을 위한 혼합분말의 첨가 영향을 조사하였다. 합금 조성은 현재 상용중인 제품의 특성분석을 통하여 Al-20 wt.%Si을 선택하였다. 가스분무시 분사가스의 압력이 20 bar에서 30 bar로 증가할수록 평균입도는 감소하였으며, 제조분말의 입도분포는 monodisperse하였다. 분무가스의 산소함량에 따라 제조되는 분말의 형상은 구형에서 불규칙한 모양으로 변화하였으며, 초정 Si의 입자의 크기는 약 5-8 μm였다. 공기를 분사가스로 하여 제조한 분말의 성형성은 일본 T사 분말보다 상대밀도 10% 이상 우수하였다. VN 합금의 소결 거동은 Cu가 포함되지 않은 VN4 합금 분말이 Cu의 용출없이 가장 우수한 소결 특성을 보였으며, 특히 AMB 7775 상용분말과 9:1로 혼합한 경우에 600°C에서 96%의 상대밀도를 가졌다.

후 기

본 연구는 산업자원부의 21세기 프론티어 연구개발사업의 일환인 “차세대소재성형기술 개발사업단”의 연구비 지원으로 수행되었습니다.

참고문헌

1. Aluminum Industry Technology Roadmap, the Aluminum Association, Washington (2003).
2. J. M. Torralba, C. E. da Costa and F. Velasco: *J. Materials Processing Technology*, **133** (2003) 203.
3. Automotive Lightweighting Materials, FY 2002 Progress Report (2002).
4. P. Delarbre and M. Kréhl: Sinterstahl GmbH Report (2001).
5. H. Yamagata: *Materials Science Forum*, **797** (1999) 304.
6. T. Ohmi, M. Judo, K. Ohsasa, Y. Itoh, K. Matsuura and K. Ishii: *J. Japanes Light Metals*, **44** (1994) 91.
7. T. B. Massalski: *Binary Alloy Phase Diagrams*, Metals Park, Ohio (1986) 106.
8. ibid, (1986) 165.
9. ibid, (1986) 112.
10. 민경호, 김대건, 장시영, 임태환, 김영도: *한국분밀야금학회지*, **10** (2003) 40.
11. 공민석, 배이대, 민경호, Panyu, 장시영, 김영도: *한국분밀야금학회지*, **11** (2004) 69.