

## Spark Plasma Sintering에 의한 가스분무 Mg-Zn-Y 합금분말의 성형특성

이진규 · 김택수\* · 배정찬  
한국생산기술연구원 신소재본부

### Consolidation Behavior of Gas Atomized Mg-Zn-Y Alloy Powders by Spark Plasma Sintering

Jin-Kyu Lee, Taek-Soo Kim\* and Jung-Chan Bae

Advanced Materials Team, Korea Institute of Industrial Technology,

TechnoPark Songdo, Incheon 406-840, Korea

(Received March 22, 2007; Accepted April 19, 2007)

**Abstract** Using Spark Plasma Sintering process (SPS), consolidation behavior of gas atomized  $Mg_{97}Zn_1Y_2$  alloys were investigated via examining the microstructure and evaluating the mechanical properties. In the atomized alloy powders, fine  $Mg_{12}YZn$  particles were homogeneously distributed in the  $\alpha$ -Mg matrix. The phase distribution was maintained even after SPS at 723 K, although  $Mg_{24}Y_5$  particles were newly precipitated by consolidating at 748 K. The density of the consolidated bulk Mg-Zn-Y alloy was  $1.86 \text{ g/cm}^3$ . The ultimate tensile strength (UTS) and elongation were varied with the consolidation temperature.

**Keywords** : Mg-Zn-Y, Gas atomization, Powders, Spark plasma sintering

### 1. 서 론

Mg 합금은 구조재료 중 가장 가벼운 재료로, 가전 제품 및 자동차 경량화 목적에 가장 잘 부합 될 수 있는 소재임과 동시에 환경친화적인 소재로서 플라스틱소재를 대체할 재료로 최근 관심이 고조되고 있으며 이러한 이유로 많은 연구가 활발히 진행 되어 지고 있다<sup>1-2)</sup>. 하지만 마그네슘의 고유 특성인 낮은 강도와 내식성은 마그네슘 합금의 산업적인 적용에 제한 요인으로 작용하고 있으며, 이로 인해 고강도 및 고내식성을 가지는 마그네슘 합금개발에 대한 요구와 기대가 점차 커지고 있는 추세이다<sup>3)</sup>.

이러한 마그네슘 합금은 주로 주조공정에 의해 제조되고 있으나, 최근에는 급속응고법에 의해 제조된 Mg-Zn-Y 합금분말을 성형하여 기존의 주조재에 비해 우수한 강도를 가지는 결과가 발표되었다<sup>4,5)</sup>. 급속

응고 합금분말 제조기술 및 분말야금기술은 재료의 기계적특성 향상뿐만 아니라, 정밀성형이 가능하다는 장점이 있다. 최근에는 다양한 분말야금 공정 중에 온도조절이 용이하며 비교적 낮은 온도에서 신속하게 성형할 수 있는 SPS 공정의 활용성이 증가되고 있는 추세이다<sup>6)</sup>.

본 연구에서는 가스 아토마이저를 이용하여 Mg-Zn-Y 합금분말을 제조한 후, Spark plasma sintering (SPS) 공정에 따른 성형성을 분석하고자 미세조직 및 기계적 특성의 변화를 조사하였다. 이때 성형압력과 시간은 고정하고 온도에 따른 특성의 변화를 고찰하였다.

### 실험방법

$Mg_{97}Zn_1Y_2$ (atom%) 조성의 합금분말을 제조하기

\*Corresponding Author : [Tel : +82-32-850-0409; E-mail : tskim@kitech.re.kr]

위해 Mg, Zn의 Ingot 및 Mg-20Y 모합금을 5 mm의 용탕공급 노즐이 부착되어 있는 가스 아토마이저 장치의 용해 챔버에서 용해 한 후 가스를 분사하여 분말을 제조하였다. 이때 노즐크기와 분무압력은 5 mm와 5 MPa 이었으며, 용해온도는 충분한 용탕 유동도를 가지도록 합금의 용점보다 200°C 높은 온도로 유지하였다. 장입량 및 작업 소요 시간을 이용하여 계산한 용탕공급량은 약 4.5 kg/min 이었다. Mg 분말은 발화성이 매우 높으므로, 산화막을 생성시켜 핸들링 중 안정성을 확보하여야 한다. 본 실험에서는 가스분무공정 중 분사가스의 성분을 조절하여 약 70 nm의 산화물을 분말표면에 생성시켜 취급 시 안정성을 도모하였다.

제조된 합금분말을 WC 몰드에 장입 후 온도 (698 K, 723 K 및 748 K)의 함수로 Spark Plasma Sintering(SPS)을 실시하여, 직경 20 mm, 두께 5 mm의 디스크 타입 성형체를 얻었다. 이때, SPS 압력, 시간 및 가열속도는 모두 300 MPa, 10분 및 45 K/min. 이었다. 미세 조직 관찰은 나이탈 용액으로 에칭 후 주사 전자 현미경(SEM, JSM 2410)으로, 이온밀링 후 투과 전자 현미경(TEM, JEM2010)으로 관찰하였으며, Cu K $\alpha$  X-선 회절(XRD, Philips 1729) 시험을 통하여 결정구조를 조사하였다. 기계적인 특성은 상온에서  $1 \times 10^{-3}$  s $^{-1}$  속도의 인장시험(Instron, UTM)을 통하여 측정하였으며, gauge length는 13 mm, 두께 2 mm의 판형 인장시험편을 사용하였다.

## 결과 및 고찰

그림 1은 가스분무 Mg $_{97}$ Zn $_1$ Y $_2$  합금 분말의 형상을 관찰하기 위한 주사전자현미경 이미지로서, 전반적으로 구형을 이루고 있으며, 약간의 위성분말들이 약 60 mm의 평균입도 분말표면에 부착되어 있음을 알 수 있다. 본 합금분말의 경우,  $\alpha$ -Mg기지 내에 Mg $_{12}$ YZn 상이 형성되어 있음을 그림 2의 X선 회절 패턴으로 확인할 수 있다. Mg $_{12}$ YZn 상은 내열 고강도 합금(Mg $_{97}$ Zn $_1$ Y $_2$ )의 대표적 강화상으로서, 급속응고 시 기지상과 함께 미세화 되어 추가적인 강도향상을 유도할 수 있다고 알려져 있다<sup>4)</sup>.

그림 3은 SPS 공정을 이용하여 698 K에서 10분 동안 소결한 가스분무 Mg $_{97}$ Zn $_1$ Y $_2$  합금 분말 성형체

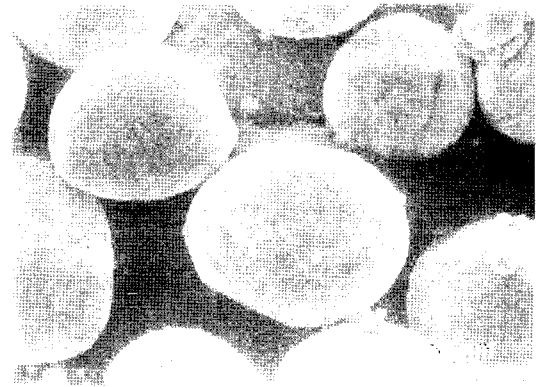


Fig. 1. SEM images of the Mg $_{97}$ Zn $_1$ Y $_2$  powders.

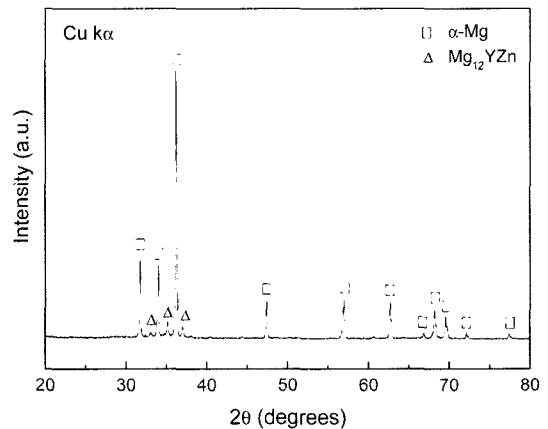


Fig. 2. XRD patterns of the Mg $_{97}$ Zn $_1$ Y $_2$  powders.

의 횡단면을 주사전자현미경으로 관찰한 이미지로서, 결합이 존재하지 않는 치밀한 미세조직을 형성하고 있음으로 보아 Mg 합금분말의 성형이 비교적 양호하게 이루어졌다고 판단된다. 사진에서 볼 수 있는 입체는 SPS에 의한 분말 간의 소결 경계면으로서, 가스분무 합금분말(그림 1)과 비교하여 볼 때, 크기는 평균 약 60 mm 이하에서 약 40 mm 이하로 감소하였음을 알 수 있다. 이는, SPS 공정 중 673 K 이상의 높은 온도와 동시에 인가되는 300 MPa의 압력에 의한 변형 때문이며, 이는 분말 형상이 매끈한 구형에서 SPS 후 찌그러진 형상으로 변화된 사실로부터도 확인가능하다. 성형체의 밀도는 동일합금 분말압출재의 밀도(1.85 g/cm $^3$ )<sup>4)</sup>를 상회하는 값인 약 1.86 g/cm $^3$ 이었으며, 비커스 경도 또한 더 높은 응고 속도를 가지는 Mg $_{97}$ Zn $_1$ Y $_2$  합금 리본과 거의 유사한 값인 평균 105 Hv를 나타내었다<sup>5)</sup>. 이는 SPS공정이

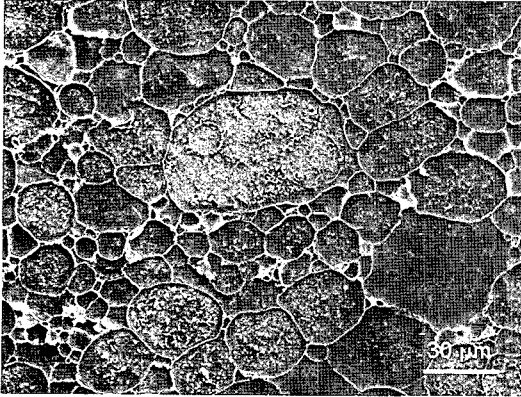


Fig. 3. SEM image of the consolidated  $Mg_{97}Zn_1Y_2$  alloy.

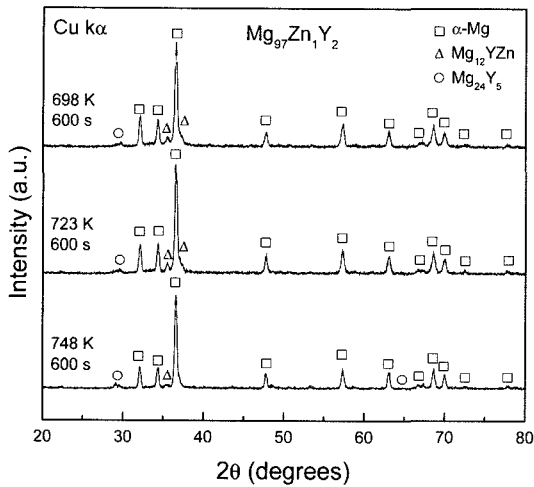


Fig. 4. XRD patterns of the consolidated  $Mg_{97}Zn_1Y_2$  alloys.

Mg분말의 성형에 매우 적합한 분말야금공정 중의 하나라고 판단된다. 온도 향상에 따른 미세조직의 차이는 뚜렷이 관찰되지 않았다.

한편, 합금분말의 성형성에 미치는 SPS 온도의 영향을 조사하기 위해, 698K, 723K, 748 K에서 10분간 동일하게 성형하였으며, 온도에 따른 상의 변화를 XRD를 이용하여 조사하였다(그림 4). 저온(673K 및 723K) 성형의 경우 가스분무 분말에서 확인되었던  $\alpha$ -Mg+ $Mg_{12}YZn$  상의 분포가 그대로 유지된 반면, 성형온도를 723K로 상승시킬 경우  $\alpha$ -Mg+ $Mg_{12}YZn$  상 외에 Cubic  $Mg_{24}Y_5$  상이 새롭게 석출됨을 알 수 있었다. 동시에,  $Mg_{12}YZn$  피크 강도는 소멸되는 현상이 발생되었다.  $Mg_{24}Y_5$  상은 주조 합금에서 Mg-Zn-Y 과고용체의 열처리 시 형성되는 일

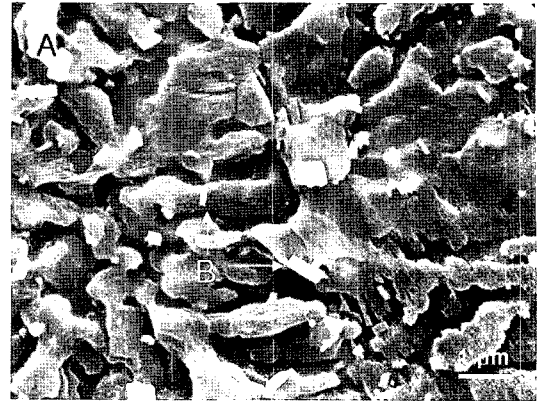


Fig. 5. SEM image of the consolidated  $Mg_{97}Zn_1Y_2$  alloy.

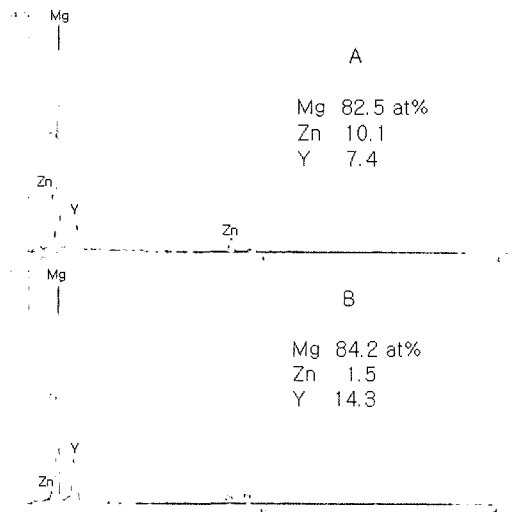


Fig. 6. EDS spectrum of precipitates in the SEM image.

반적으로 미세 석출물로 기계적 특성 개선에 효과가 있다고 알려져 있다.<sup>7)</sup> 본 연구에서의  $Mg_{24}Y_5$  석출은 급속응고 효과로 형성된  $Mg_{97}Zn_1Y_2$  과고용체의 열적 소성변형(SPS)에 기인한 것이다. 그러나, 일반적인 주조합금의 열처리에 비해 SPS성형공정이 짧은 시간에 이루어지므로, 저온(698K 및 723K) 성형보다는 고온(748 K)에서 석출을 위한 구동력이 확보 되어질 수 있었다고 판단된다. 748K성형체를 SEM으로 관찰한 결과(그림 5), 두 종류의 석출물-비교적 1mm 이상의 조대한 A형 및 미세한 B형 화합물이 Mg기지 내에 형성되어 있음을 알 수 있다. 이를 Energy Dispersive X-ray Spectroscopy(EDS)를 이용하여 분석한 결과, 각 원소의 조성비가 XRD

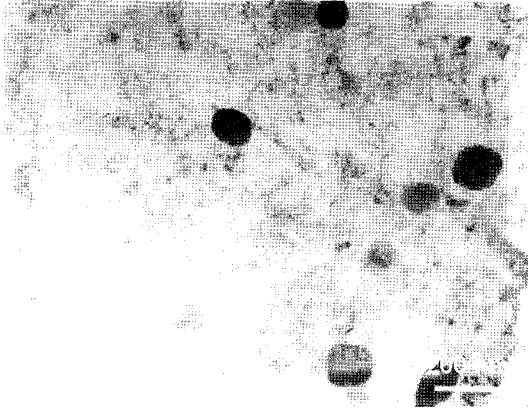


Fig. 7. Bright filed TEM image obtained from the consolidated  $Mg_{97}Zn_1Y_2$  alloy.

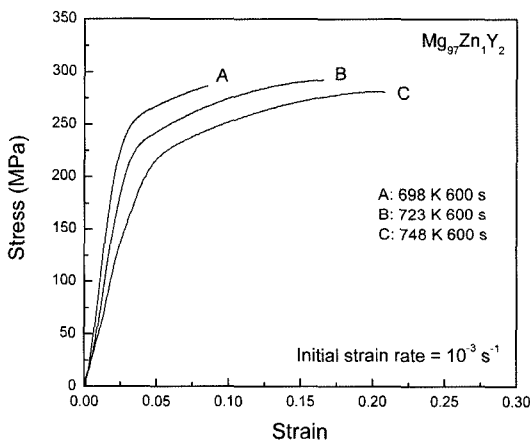


Fig. 8. Stress-strain curves of the  $Mg_{97}Zn_1Y_2$  alloys consolidated at different temperatures.

분석과 일치하게  $Mg_{12}YZn$ (A형) 및  $Mg_{24}Y_5$ (B형)으로 이루어졌음을 확인할 수 있었다. 그림 6은 748 K에서 10분간 성형한  $Mg_{97}Zn_1Y_2$  합금의 투과전자현미경(TEM) 조직으로서, 약 150 nm의 구형 입자들이 형성되어 있음을 알 수 있으며, TEM-EDS로 확인한 결과  $Mg_{24}Y_5$ 의 조성비를 나타내었다.

그림 7은 성형 온도에 따른  $Mg_{97}Zn_1Y_2$  합금의 상온 인장거동으로서, 온도가 673K로부터 773K로 증가함에 따라 인장강도(UTS)는 280 MPa로부터 273 MPa로 약 3% 정도 감소함을 나타내고 있다. 그러나, 연신률의 경우에는 약 8%로부터 약 21%로 급격하게 증가되고 있음을 알 수 있다. 인장강도의 감소는 성형온도의 증가에 따른 결정립의 성장 및 급속응고 효과의 저하에 기인한다고 판단된다. 그러나, 연신률

의 증가에 비해 비교적 미미한 인장강도의 저하는 미세한  $Mg_{24}Y_5$  상의 석출에 기인할 것이다. 다른 분말 성형공정과 비교하여 신속한 SPS의 성형성 또한 이와 같은 특성개선의 기여요소라 판단된다. SPS성형 시 인가되는 pulsed current의 효과라 알려진 분말표면의 청정화 및 활성화 또한 연신률의 급격한 증가의 한 요인일 것이다. 그러나, 연신률에 비해 비교적 낮은 강도를 개선하기 위해서는 SPS공정 상의 변수 최적화-압력, 온도, 전처리 등 - 및 SPS공정에 적합한 합금조성의 설계 등과 같은 연구가 추후 이루어져야 하리라 판단된다. 결론적으로, 산업용 규모의 Mg합금분말 제조기술과 SPS성형기술의 조합은 고품성 Mg합금의 산업적 활용 가능성을 높일 수 있는 효과적인 방법 중의 하나라 할 수 있다.

#### 4. 결 론

SPS를 이용하여 성형온도에 따른 가스분무  $Mg_{97}Zn_1Y_2$  합금분말의 미세조직 및 기계적 특성을 조사하였으며, Mg분말의 산업적 응용성을 고찰하였다. 그 결과,  $\alpha$ -Mg +  $Mg_{12}YZn$ 상으로 이루어진 급속응고 분말의 미세조직이 저온(698K 및 723K) 성형구간에는 유지되었으나, 748K로 성형온도를 증가시킬 경우 기존의 상위에  $Mg_{24}Y_5$  상이 새로이 석출되었다. 온도가 증가함에 따라 UTS는 약 3% 감소한 반면, 연신률을 3배 이상 증가하였는데, 이는 성형온도의 증가에 따른 급속응고 효과의 저하를 SPS의 신속한 성형 효과 - 미세한  $Mg_{24}Y_5$  석출상의 형성, pulse current 인가 등 - 에 의해 상쇄되었기 때문이다. 본 연구결과를 통하여 안정성 및 산업화를 고려한 가스분무 Mg 기지 합금분말의 성형 가능성을 확인할 수 있었다.

#### 참고문헌

1. H. J. Chae, J. K. Lee, J.C. Bae and T. S. Kim : J Korean Powder Metall. Inst., 13 (2006) 427 (Korean).
2. E. J. Lavernia, J. D. Ayers and T. S. Srivatsan: Rapid Solidification Technology, Technomic Publishing, Lancaster (1982) 134.
3. M. Sugamata, S. Hanawa and J. Kaneko: Mater. Sci. Eng A, 226-228 (1997) 861.
4. Y. Kawamura, K. Hayashi, A. Inoue and T. Masumoto: Mater. Trans., 42 (2001) 1172.

5. A. Inoue, Y. Kawamura, M. Masushita, K. Hayashi and J. Koike: *J. Mater. Res.*, **16** (2001) 1894.
6. S. Ishihara, W. Zhang, H. Kimura, M. Omori and A. Inoue: *Mater. Trans.*, **44** (2003) 138.
7. E. Abe, Y. Kawamura, K. Hayashi and A. Inoue: *Acta Mater.*, **50** (2002) 3845.