

## 고압비틀림 공정을 통한 급속응고 MgZn<sub>4.3</sub>Y<sub>0.7</sub> 합금 분말의 치밀화 및 기계적 거동

윤은유 · 채홍준<sup>a</sup> · 김택수<sup>a</sup> · 이종수 · 김형섭\*  
포항공과대학교 신소재공학과, <sup>a</sup>한국생산기술연구소 에코공정연구부

### Consolidation and Mechanical Behavior of Gas Atomized MgZn<sub>4.3</sub>Y<sub>0.7</sub> Alloy Powders using High Pressure Torsion

Eun Yoo Yoon, Hong Jun Chae<sup>a</sup>, Taek-Soo Kim<sup>a</sup>, Chong Soo Lee, and Hyoung Seop Kim\*

*Department of Materials Science and Engineering,*

*POSTECH (Pohang University of Science and Technology), Pohang, 790-784, Korea*

*<sup>a</sup>Eco-Materials and Processing department, Korea Institute of Industrial Technology,*

*7-47 Techno-park Songdo, Incheon, 406-130, Korea*

(Received March 12, 2010, Revised April 16, 2010, Accepted April 26, 2010)

**Abstract** In this paper, rapid solidified Mg-4.3Zn-0.7Y (at.%) alloy powders were prepared using an inert gas atomizer, followed by a severe plastic deformation technique of high pressure torsion (HPT) for consolidation of the powders. The gas atomized powders were almost spherical in shape, and grain size was as fine as less than 5 μm due to rapid solidification. Plastic deformation responses during HPT were simulated using the finite element method, which shows in good agreement with the analytical solutions of a strain expression in torsion. Varying the HPT processing temperature from ambient to 473 K, the behavior of powder consolidation, matrix microstructural evolution and mechanical properties of the compacts was investigated. The gas atomized powders were deformed plastically as well as fully densified, resulting in effective grain size refinements and enhanced microhardness values.

**Keywords:** Severe plastic deformation, High pressure torsion, Ultrafine grained material, Gas atomization, Mg alloy powder

## 1. 서 론

마그네슘 합금은 금속 구조재료로서 비중이 낮고 비강도가 높다는 특성으로 매우 각광을 받고 있다. 현재까지 많은 연구 결과들로 마그네슘 합금이 개발되었으며, 보다 폭 넓은 분야로 활용되기 위해 매우 중요한 기계적 특성으로 높은 강도를 가지면서 동시에 충분한 연성을 보이는 공정 또한 많은 연구와 개발이 되고 있다[1-9]. 그러나, 마그네슘 합금은 연성이 낮고 슬립계의 수가 적은 조밀육방구조(HCP)이고 전위의 이동이 제한적이라는 구조적 특성으로 인하여 연성 및 성형성이 좋지 않다는 치명적인 단점을

가지고 있다.

이러한 강도와 연성을 높이기 위한 연구가 활발히 진행되고 있다. 첫번째, 일반적으로 마그네슘 합금의 강도를 향상시키는 시도로서 합금 설계가 있으며 희토류(Rare Earth) 원소를 첨가하여 강도를 현저히 개선한 바 있다[10-12]. 예를 들어, Mg-Zn-Y 합금은 높은 강도와 경도를 가지는 것으로 보고되었으며 이러한 물성향상의 원인은 준결정상(Icosahedral Phase, I-Phase)에 의한 강화 효과와 준결정상과 기지간의 안정한 계면에 의한 것으로 보고되고 있다[13, 14].

두번째로, 연성과 성형성을 향상시키는 방법으로는 조직의 미세화가 있다[15-17]. 급속응고 공정(Rapid

\*Corresponding Author : [Tel : +82-54-279-2150; E-mail : hskim@postech.edu]

solidification, RS)을 활용할 경우 기계적 성질을, 조직의 미세화로 인하여, 획기적으로 향상시킬 수 있다고 알려져 있다[18, 19]. 최근 급속응고를 이용한 분말야금법이 단조 마그네슘합금의 낮은 생산성과 복잡한 절차의 용융방사의 결점에 대한 유망한 대안으로 고려되고 있다[20].

최근에 연구되고 있는 새로운 기술로서 극심한 변형을 부과하여 초미세립/나노결정립 상태의 미세조직을 가지는 벌크 금속 소재를 만드는 강소성(Severe Plastic Deformation, SPD) 공정이 있다[21-23]. 강소성 공정을 통한 재료는 결정립도 1 μm 이하로 정의되는 초미세립(ultrafine grained) 또는 결정립도 100 nm 이하의 나노결정립(nanocrystalline) 상태의 미세조직으로 독특하고 향상된 기계적 특성을 나타내며, 이러한 나노 과학/기술이 새로운 영역으로 많은 각광을 받고 있다. 이에 나노결정립 구조재료를 얻기 위해, 초기 시작점을 분말상태로부터 이용하여 벌크 소재를 제조하는 Bottom-up 방식의 공정에 대한 관심이 높아지고 있다[24-26]. 강소성 공정중의 하나인 고압비틀림(High Pressure Torsion, HPT) 성형 공정은 다른 강소성 공정보다 높은 변형량을 부과할 수 있어 더욱 미세한 조직을 형성시키는데 효과적이다. 또한 고압비틀림 공정을 이용한 성형은 벌크 소재뿐만 아니라 분말의 미세조직의 결정립 성장을 억제하는 동시에 높은 치밀화를 얻을 수 있는 공정으로 비정질 분말 혹은 나노분말 등에까지 연구되고 있다[27-29].

본 연구에서는 기체분무법을 이용하여 제조한 미세화 조직을 가지는 마그네슘 합금분말을 각기 다른 온도(상온, 373 K, 473 K)에서의 고압비틀림 공정을 통해 분말의 고형화를 이루면서, 나노 결정립 미세조직의 벌크 재료를 제조하고, 제조된 재료의 기계적 성질을 고찰하고자 한다.

## 2. 실험방법

Mg-4.3Zn-0.7Y(at%) 조성의 합금분말을 제조하기 위해 모합금을 유도가열하여 5 mm의 용탕공급 노즐이 부착되어 있는 기체분사 장치의 용해 챔버에서 재용해 한 후 아르곤 기체를 분무하여 합금분말을 제조하였다. 이때 분무압력은 1.4 MPa였으며, 용해 온도는 충분한 용탕 유동도를 가지도록 합금의 용점보다 200°C 높은 온도로 유지하였다. 기체 분사로 제조된 Mg-4.3Zn-0.7Y(at%) 조성의 합금분말은 산업용의 체교반기(sieve shaker)를 이용하여 분말의 입도 분포를 측정하였다. 합금분말의 조직관찰을 위해 주사전자현미경(SEM: 5410 JSM)을 이용하여 분말의 입도와 입도분포에 따른 결정립의 크기를 관찰하였다.

본 연구에서는 상온, 373 K, 473 K의 세 가지 다른 온도에서 고압비틀림 공정을 진행하였으며 온도에 따른 치밀화와 기계적 특성의 변화를 고찰하였다. 승온과정에서는 시편 없이 상부 다이와 하부 다이만을 원하는 온도까지 도달시키고 그 후에, 하부 다이에 존재하는 0.25 μm 깊이의 원형 홀에 마그네

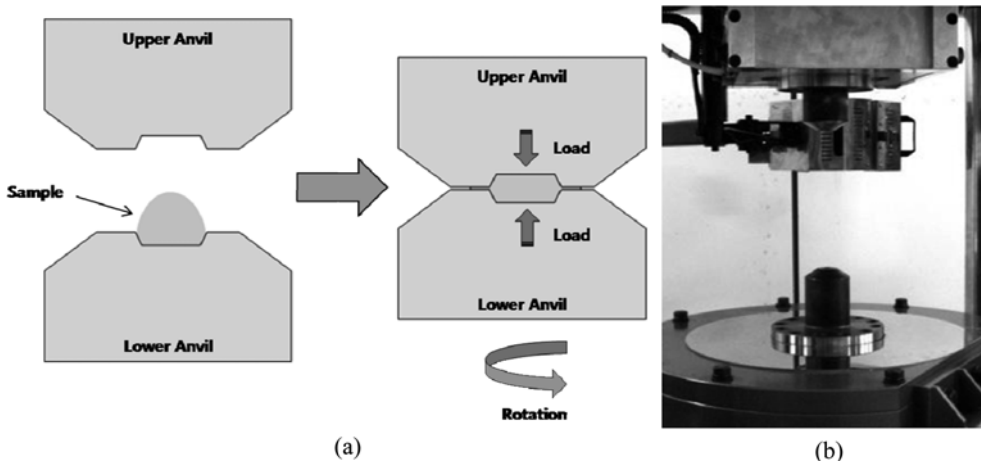


Fig. 1. (a) Schematic of HPT and (b) the HPT press and die set.

습 합금분말을 그림 1의 개략적인 모식도와 같이 넣었다. 하부 다이를 상승시켜 상부 다이에 분말이 접촉하게 될 때 정수압 6 GPa을 가하였다. 상부 다이는, 하부 다이가 6 GPa의 압력을 가하고 1 rpm의 속도로 10 회전을 하는 동안, 위치를 고정시켰다.

HPT 공정 후 제조된 다이 홈과 같은 크기의 10 mm 지름과 높이 0.8 mm의 디스크 시편에 대하여 기계적 특성을 평가하기 위해 연마지와 0.25  $\mu\text{m}$  다이아몬드 분말을 이용해 표면을 매끄럽게 처리하여 비커스 경도를 측정하였다. 비커스 경도는 100 gf의 압력을 가한 후 10 초간 유지시켜, Future-Tech FM-700 테스터기로 측정하였다. 측정 위치는 디스크의 중심에서 가장 자리방향으로, 0.5 mm의 간격의 지점과 상하좌우로 균일하게 0.15 mm 떨어진 다섯 지점의 평균 값으로 경도를 추정하여 보다 정확한 반지름에 따른 경도의 변화를 측정하였다.

HPT 공정 후 디스크 내부의 미세구조 분석은 디스크의 중심에서 5 mm 떨어진 부분에서 Focused Ion Beam(FIB) 기술을 이용하여 시편 준비 후, 투과전자현미경(TEM; JEOL JEM-2100F)을 통하여 분석하였다.

### 3. 결과 및 고찰

기체분무를 이용한 분말의 생성은 고속으로 흐르는 기체의 운동에너지에 의해 용탕이 분말로 분쇄되는 것으로서, 분말의 입도분포는 단위시간당 분사노즐에 흐르는 기체유량과 용탕의 유량비에 의하여 큰 영향을 받으며, 일반적으로 기체유량과 용탕유량의 비가 클수록 분말의 평균입도는 감소한다. 그림 2는 기체분무 Mg-4.3Zn-0.7Y 합금분말의 형상을 주사전자현미경으로 관찰한 것으로, 산업용 체교반기로 측정된 입도분포는 32~150  $\mu\text{m}$ 로 넓은 입도분포를 보이고 있었으며, 분말의 형상은 대체적으로 구형을 이루고 있음을 알 수 있었다. 이러한 구형의 형상이 나타나는 이유는 기체분사에 의해 분말을 제조하는 동안 입자는 구형화되며, 응고는 시작하자마자 완료되기 때문이다. 하지만 비교적 큰 분말(150  $\mu\text{m}$  이상)은 구형보다는 타원형의 모양으로 약간의 거친 표면을 보이고, 분말 주위에 아주 작은 위성분말(Satellite Powder)이 용착되어 있었으며[30], 이는 조대한 분말과 미세분말의 비행속도와 응고속도의 차이가 영향을 주어 표면의 수지상을 감소시킨 것으로 보인다.

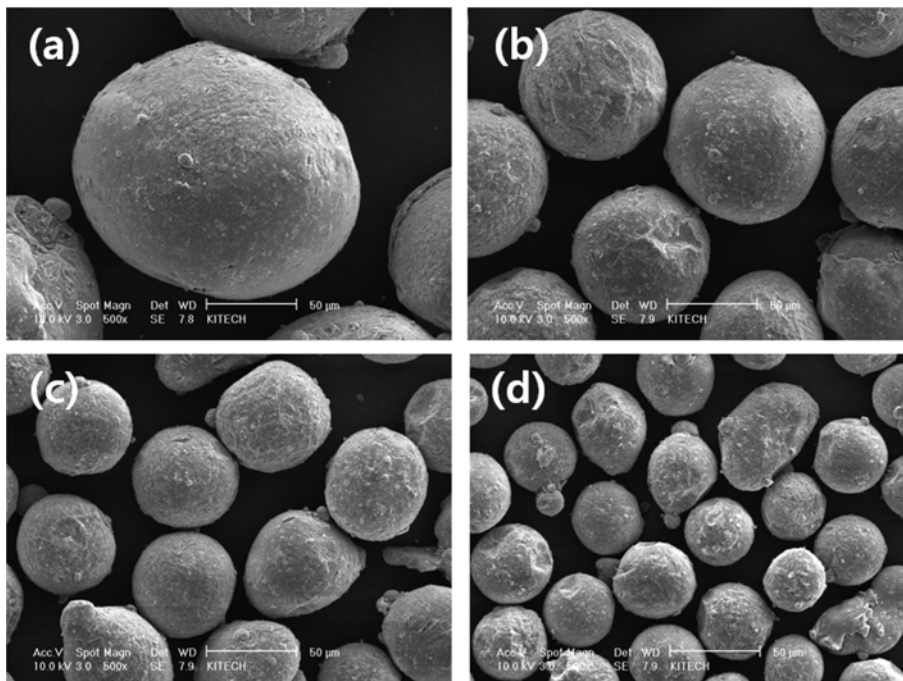


Fig. 2. Morphology of typical spherical MgZn<sub>4.3</sub>Y<sub>0.7</sub> alloy powders formed by gas atomization: powder size, (a) 150-90  $\mu\text{m}$ , (b) 90-63  $\mu\text{m}$ , (c) 63-45  $\mu\text{m}$  and (d) 4-32  $\mu\text{m}$ .

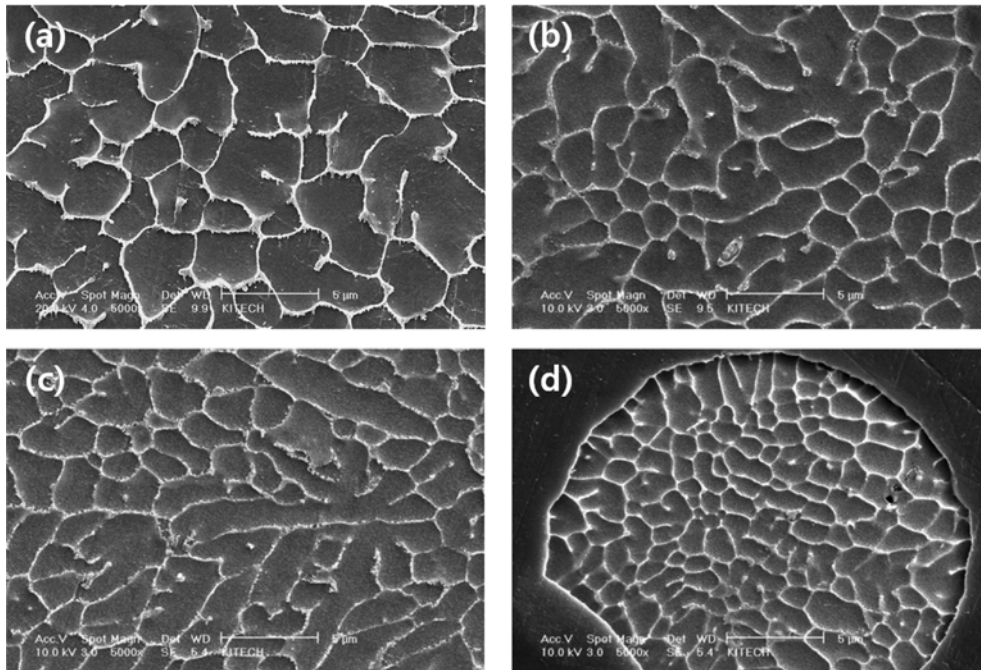


Fig. 3. Microstructure of MgZn<sub>4.3</sub>Y<sub>0.7</sub> alloy powders: grain sizes of (a) 4-5 μm, (b) 2-5 μm, (c) 1-5 μm and (d) 1-2 μm

그리고 46~63 μm의 크기를 보이는 분말이 가장 구형에 가까운 형상과 매끄러운 표면을 보인다(그림 2(c)). 일반적으로는 분말이 미세해 질수록 구형의 형태이고 표면상태가 깨끗한데 반하여 본 연구에서 46~63 μm가 가장 구형이고 매끄러운 이유는, 본 공정 중에서 작은 분말의 경우 급속 응고 시 다른 분말과 응집되어 냉각되어 가장 구형을 이루지 못한 것으로 생각된다. 이에 대한 명확한 이유는 추후 진행할 예정이다.

그림 3은 분말의 크기에 따른 미세조직의 단면 사진을 보여주고 있으며 전형적인 cell구조로 형성이 되어있다. 그림 3(b)의 경우 결정립의 크기가 약 4~5 μm, 분말 크기가 작아질수록 조직이 더욱 미세해지고, 그림 3(d)의 경우는 약 1~2 μm의 결정립 크기를 보여주고 있다. 이는 동일합금 조성의 주조재의 결정립이 약 30 μm임을 고려할 때, 급속응고에 의해 조직이 매우 미세해졌음을 알 수 있다.

Mg 합금분말 표면의 산화층은 대기 중에서도 산소와 반응하는 활발한 반응성 때문에, Mg 분말의 표면은 의도적으로 산화 마그네슘 필름을 형성시키는 것이 필수적이다. 그러나 분말표면의 산화층과 분말 안의 오염물질로 인하여, 불안정한 분말의 치밀화가 압

출, 소결과 단조같은 일반적인 분말야금 공정에서 발생할 수 있으며, 이 산화층은 분말의 결합을 방해하

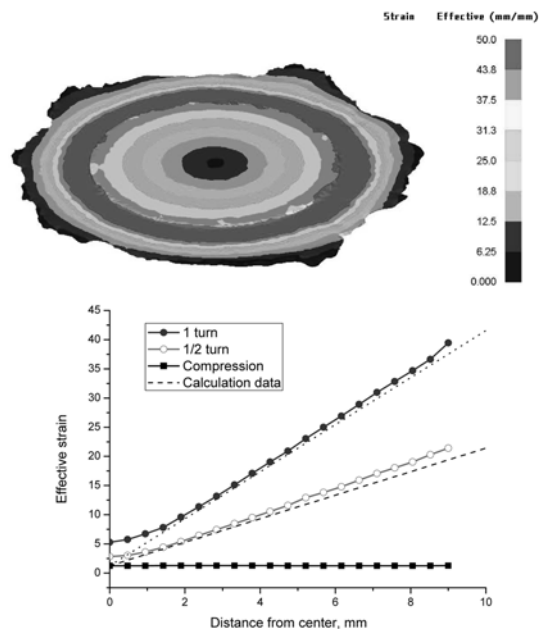


Fig. 4. Geometry of HPT processed disk by finite element analysis and effective strain distribution. The dash lines represent analytical solutions obtained by Eq.  $\gamma = r\theta/\sqrt{3}h$ .

는 주 요인이다. 이 산화층으로 덮인 분말은 물리적 방법 혹은 열적 방법을 통하여 분말의 입자간 결합력을 향상시킬 수 있다. 그 중 물리적인 방법이 산화층을 분쇄하여 산화층으로부터 덮여있던 원자들을 노출시키고 이 원자들을 서로 가깝게 함으로서 보다 좋

은 금속결합을 이루게 하여, 효과적으로 입자간 결합력을 향상시킬 수 있다.

고압비틀림 공정 중 시편이 받는 변형량은 유효변형률(equivalent strain)  $\nu = r\theta/(\sqrt{3}h)$ 의 식으로 표시되며, 여기서  $\theta$ 은 회전각도(라디안),  $h$ 는 원통형 시편의

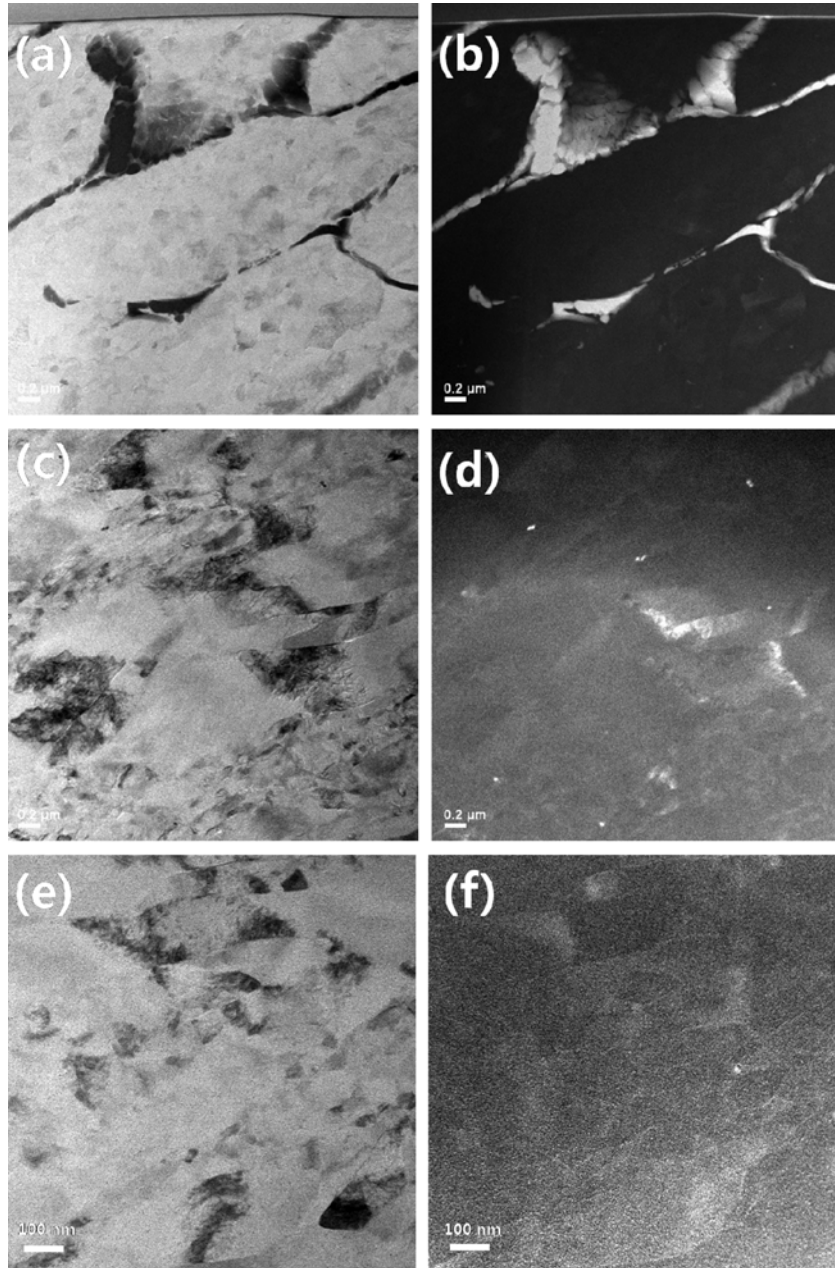


Fig. 5. Bright field and dark field TEM images obtained from (a), (b) ambient temperature, (c)-(f) 473 K processed samples and (e), (f) their high magnification micrographs.

높이 그리고 r은 시편 중심에서의 거리를 뜻한다. 고압 비틀림 공정에서 r이 9, 회전 수 1인 경우 이 식에 의해 계산된 최대 유효변형률은 40으로 다른 SPD 공정에서 보통 얻어지는 5~10 값에 비하여 굉장히 높은 값을 보인다[31, 32]. 이와 같은 변형 거동을 효과적으로 고찰하기 위해 고압 비틀림 공정을 상용 유한요소코드 DEFORM 3D로 계산하여 비교하였다. 실제 시험과 일치하는 계산 결과로 분말 고압 비틀림 공정을 1회 회전 중의 디스크 시편의 변형 거동을 확인할 수 있었으며, 회전 각에 따른 시편이 받은 변형량 증가와 최대 유효변형률은 대략 40 정도가 됨을 확인하였다(그림 4).

그림 5는 고압 비틀림 공정 후 온도에 따른 치밀화 효과를 보기 위해 Mg합금 디스크 내부 구조를 투과 전자 현미경을 통하여 디스크의 모서리부분에서 측정된 결과이다. 그림 5(a), (b)는 상온에서, 그림 5(c)-(f)는 473 K에서의 명시야상과 암시야상 사진이며, 그림 5(e), (f)는 보다 높은 배율에서 미세 조직을 측정하였다. 이를 통하여 상온에서의 공정에서는 진밀도 성형이 되었으나 산화층이 분쇄되지 않은 분말의 산화층(명시야상에서 어두운 부분)이 존재함을 확인하였으며 공정온도를 상승시킴으로써 산화층들이 충분히 분쇄되었음을 확인할 수 있다. 또한 높은 온도에서의 HPT 공정 시 전위의 이동이 용이하여 공정에 따른 성형이 잘 되어 입자 크기가 초기 분말의 2~5 μm에 비해 미세한 200~500 nm의 분포를 보이며, 473 K 온도의 HPT 공정을 통한 산화층 분쇄와 입자미세화가 잘 진행되었음을 판단할 수 있다.

기계적 성질을 관찰하기 위해 비커스 경도를 측정하였으며 시편의 중심에서 모서리까지 일정한 간격으로 측정하였다(그림 6). 동일한 Mg 합금 분말을 20:1의 비율로 653 K의 온도에서 압출공정을 거친 Mg-4.3Zn-0.7Y 합금 막대의 경도가 92 Hv를 보임에 비해, HPT 공정 후 시편은 모두 높은 경도 값으로 좋은 기계적 성질을 보임을 확인하였다[33]. 또한 값의 차이는 나타나지만 고압 비틀림 공정을 거친 모든 시편들은 중심에서 2.5 mm 떨어진 중간영역(middle)에서부터 5 mm 떨어진 모서리영역(edge)까지 모두 경도가 증가하였다. 특히, 473 K의 온도에서의 공정을 거친 시편의 경우 모서리 부분에서 가장 높은 150 Hv 값을 보였으며 이는 i) 온도 상승

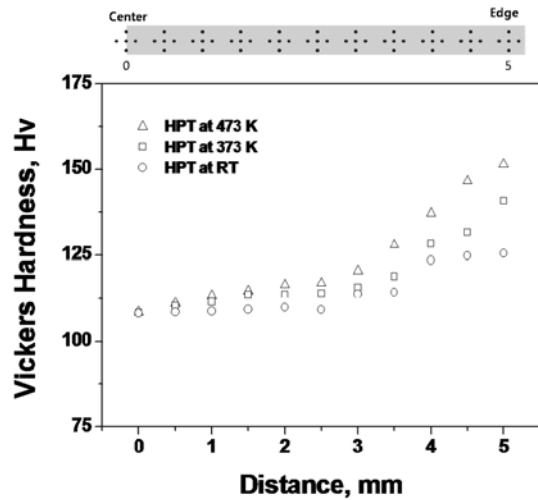


Fig. 6. The average Vickers microhardness, Hv, various distances from the center of the disk after processing by HPT.

에 의한 산화층 분쇄에 의한 입자간 결합력을 상승과 ii) 중심에서 모서리로 갈수록 큰 변형율로 변형이 모서리 영역에 집중되면서 치밀화가 잘 일어나기 때문, 그리고 iii) 기지의 결정립 미세화의 복합효과로 볼 수있다.

요약하면, HPT 공정 온도를 상승 시킴으로써 Mg-4.3Zn-0.7Y 분말합금의 산화층을 물리적으로 분쇄하여 치밀화 성형하였으며, 초기 분말보다 초미세 결정립을 형성할 수 있었고 많은 변형량의 모서리 영역에서 보다 균일하고 완벽히 변형된 구조를 얻을 수 있었다.

#### 4. 결 론

본 연구에서는 가스분무로 제조된 Mg-4.3Zn-0.7Y 분말합금을 고압 비틀림 공정을 통하여 치밀화 고형화 하였다.

1) 가스분무 공정에 의해 제조된 Mg-4.3Zn-0.7Y 분말합금은 구형에 가까운 형상을 가졌으며, 분말의 입자 크기는 32-150 μm의 분포를 보이며 분말 크기에 따라 결정립 크기는 1~2 μm에서 4~5 μm로 변화됨을 알 수 있었다.

2) 유한요소분석을 통하여 고압비틀림 공정을 계산하였으며 다른 SPD공정의 1회 공정 시 소성변형률이 5~10 임에 비해 고압비틀림 공정은 40으로 보다

효과적인 공정임을 확인하였다.

3) 상온, 373 K, 473 K의 세 가지 다른 온도에서의 고압비틀림 공정을 통해 Mg-4.3Zn-0.7Y 분말 합금을 치밀화 정도를 비교하였으며 고온 (473 K)의 공정에서 보다 치밀화 되었다.

4) 고압비틀림 공정을 통한 성형으로 압출재 대비 높은 경도 값을 보였으며 고온에서의 높은 치밀화와 시편 모서리 영역에서의 많은 변형량으로 높은 기계적 특성이 관찰되었다.

### 감사의 글

본 연구는 전략기술개발사업의 일환인 '차세대 신기술 개발 사업단'의 연구비 지원으로 수행되었습니다.

### 참고문헌

- [1] E. Abe, Y. Kawamura, K. Hayashi and A. Inoue: Acta Mater., **50** (2002) 3845.
- [2] K. T. Kwon, S. B. Kang and C. G. Kang: Trans. Mater. Process., **17** (2008) 586.
- [3] S. H. Kim, K. D. Park, J. H. Jang, K. T. Kim, H. W. Lee, G. A. Lee, K. P. Kim and Y. S. Lee: Trans. Mater. Process., **17** (2008) 466.
- [4] M. H. Lee, K. K. Kim, H. Y. Kim and S. I. Oh: Trans. Mater. Process., **17** (2008) 501.
- [5] J. G. Park, B. S. You and Y. S. Kim: Trans. Mater. Process., **17** (2008) 412.
- [6] Y. G. Ko, Y. M. Kim, S. Namgung and D. H. Shin: Trans. Mater. Process., **18** (2009) 625.
- [7] D. M. Kang, J. O. An and M. C. Kang: Trans. Mater. Process., **18** (2009) 342.
- [8] J. H. Jung, Y. S. Lee, Y. N. Kwon and J. H. Lee: Trans. Mater. Process., **17** (2008) 473.
- [9] S. W. Kim, Y. S. Lee, Y. N. Kwon and J. H. Lee: Trans. Mater. Process., **17** (2008) 373.
- [10] J. Cai, G. C. Ma, Z. Liu, H. F. Zhang and Z. Q. Hu: J. Alloy. Compd., **422** (2006) 92.
- [11] M. Suzuki, T. Kimura, J. Koike and K. Maruyama: Scripta Mater., **48** (2003) 997.
- [12] S. M. He, X. Q. Zeng, L. M. Peng, X. Gao, J. F. Nie and W. J. Ding: J. Alloys Compd., **427** (2007) 316.
- [13] J. Zhang, X. Niu, X. Qiu, K. Liu, C. Nan, D. Tang and J. Meng: J. Alloys Compd., **471** (2009) 322.
- [14] Y. Kawamura, K. Hayashi, A. Inoue and T. Masumoto: Mater Trans., **42** (2001) 1301.
- [15] D. H. Bae, S. H. Kim, W. T. Kim and D. H. Kim: Mater. Trans., **42** (2001) 2144.
- [16] S.-Y. Chang, S.-W. Lee, K. M. Kang, S. Kamado and Y. Kojima: Mater. Trans., **45** (2004) 488.
- [17] S. R. Agnew, J. A. Horton, T. M. Lillo and D. W. Brown: Scripta Mater., **50** (2004) 377.
- [18] D. W. Brown, S. R. Agnew, M. A. M. Bourke, T. M. Holden, S. C. Vogel and C. N. Tome: Mater. Sci. Eng. A, **399** (2005) 1.
- [19] J. Cai, G. C. Ma, Z. Liu, H. F. Zhang and Z. Q. Hu: J. Alloy. Compd., **422** (2006) 92.
- [20] M. Nishida, Y. Kawamura and T. Yamamoto: Mater. Sci. Eng. A, **375-377** (2004) 1217.
- [21] E. W. Wong, P. E. Sheehan and C. M. Lieber: Science, **277** (1997) 1971.
- [22] A. Manedov, N. A. Kotov, M. Prato, D. M. Guldi, J. P. Wicksted and A. Hirsch: Nature Mater., **1** (2002) 190.
- [23] E. T. Thostenson, Z. Ren and T. W. Chou: Compos. Sci. Technol., **61** (2001) 1899.
- [24] S. C. Yoon, S. J. Hong, M. H. Seo, Y. G. Jeong and H. S. Kim: J. Kor. Powder Metall. Inst., **11** (2004) 233.
- [25] H. S. Kim and D. N. Lee: Mater. Trans., **45** (2004) 1829.
- [26] J. Robertson, J. T. Im, I. Karaman, K. T. Hartwig and I. E. Anderson: J. Non-Cryst. Solids, **317** (2003) 114.
- [27] S. C. Yoon and H. S. Kim: Mater. Sci. Forum, **503-504** (2006) 221.
- [28] E. W. Wong, P. E. Sheehan and C. M. Lieber: Science, **277** (1997) 1971.
- [29] A. Manedov, N. A. Kotov, M. Prato, D. M. Guldi, J. P. Wicksted and A. Hirsch: Nature Mater., **1** (2002) 190.
- [30] S. J. Hong, T. S. Kim, H. S. Kim, W. T. Kim and B. S. Chun: Mater. Sci. and Eng. A, **271** (1999) 469.
- [31] H. S. Kim: Mater. Sci. Eng. A, **315** (2001) 122.
- [32] B. S. Moon, H. S. Kim and S. I. Hong: Scripta Mater., **46** (2002) 131.
- [33] T.-S. Kim: J. Alloys Compd., (2010) in press.