

# BN 입자 강화 Al - 5 wt.% Mg 기지 복합재료의 고온 크립 변형에서의 임계응력 해석

송명훈\* · 권 훈\* · 김용석\*

## A Study of Threshold Stress during High Temperature Creep of BN<sub>f</sub>/Al-5 wt.% Mg Metal Matrix Composite

M.H. Song, H. Kwon and Y.S. Kim

### Abstract

High temperature creep behaviour of Al-5 wt.% Mg alloy reinforced with 7.5% BN flakes was studied. The composite specimens showed two main creep characteristics; (1) the value of the apparent stress exponent was high and varied with applied stress, (2) the apparent activation energy for creep was much larger than that for self-diffusion in aluminum. The true stress exponent of the composite was set equal to 5. Temperature dependence of the threshold stress of the composite was very strong, which could not be rationalized by allowing for the temperature dependence of the elastic modulus change. AlN particles which were incorporated into the Al matrix during fabrication of the composite by the PRIMEX<sup>TM</sup> method were found to be effective barriers to dislocation motion and to give rise the threshold stress during creep of the composite

**Key Words** : Creep, BN<sub>f</sub>, MMC, Pressureless Infiltration, PRIMEX<sup>TM</sup>, Threshold Stress, Activation Energy

### 1. 서론

알루미늄(Al)기지 복합재료의 고온 변형특성은 지난 10여년 간 많은 연구자들에 의해서 연구되어져 왔다. 최근 까지 연구된 주된 재료는 SiC로 강화시킨<sup>(1-3)</sup> 복합재료였고, 그 외에 TiC 나 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiB<sub>2</sub> 등으로 강화된 Al 기지 복합재료도 연구 되어져 왔다. 이 가운데서 SiC와

TiC는 고온 크립 특성 향상에 가장 효과적인 강화상으로 연구되었다<sup>(4)</sup>. 이는 이들 강화상과 알루미늄 기지 사이의 계면이 높은 계면 접합강도를 보이고 이로써 효과적인 하중전달이 이루어진 때문으로 설명된다<sup>(5)</sup>. 그러나 연구자에 따라 달리 선택된 복합재료의 고온 크립 특성은 상반되는 결과를 보이는 경우가 많았다. 그 간 연구의 주된 논의 주제는 알루미늄 합금보다 크게 측정되는

\* 국민대학교 금속재료공학부

크립 변형 중의 임계응력(threshold stress)과 활성화에너지 근원에 대한 것으로, 임계응력의 근원과 그 온도 의존성은 최근까지도 많은 논란이 있다.<sup>(1, 2, 6)</sup>

최근에 Li와 Langdon은<sup>(7)</sup> 크립과 고온 초소성 거동의 비교를 통해, 임계응력의 주요 발생 근원으로 크게 두 요인을 들었다. 그들은 임계응력이, 강화상이 기지가 받는 하중을 덜어주므로 발생하는 하중전달(load transfer) 효과와 강화상과 기지간의 열팽창계수 차이에 의해서 형성되는 많은 전위로 인하여 발생하는 하부 미세조직 강화(substructure strengthening)효과 때문에 나타난다고 주장하였다. 본 연구에 사용된 복합재료는 hcp-BN<sub>r</sub>입자로 강화된 Al-5wt.% Mg 기지 복합재료로, 이 복합재료의 크립변형 거동에 대해서는 현재까지 연구 발표된 결과가 없다. 본 연구에 사용된 복합재료의 제조에는 Lanxide Co.에서 개발된 무가압 침투법(pressureless infiltration)을 이용하였는데, 이 공정으로 제조된 복합재료의 고온 크립 특성을 연구한 결과 또한 거의 없는 실정이다. BN으로 강화된 복합재료 내부에는 많은 미세 석출물(AlN, AlB<sub>2</sub>, αAlB<sub>2</sub>)이 존재하고, 이 석출물들은 재료의 기계적 특성을 향상시키는 효과를 제공하는 것으로 알았다<sup>(9)</sup>.

## 2. 실험 방법

### 2.1 시편 준비

본 연구에서 사용된 소재는 Al 평균 입자 크기가 50 μm이고 Mg의 평균 입자 크기가 13 μm인 분말로 제조된 Al-5 wt.% Mg (이하 Al-5Mg로 표기함)에 평균 길이가 3.5 μm이고 평균 두께가 0.8 μm인 판상(flake) 형태의 BN 입자를 7.5 vol.% 로 강화시킨 복합재료이다 (이하 BN<sub>r</sub>/Al-5Mg로 표기함). 이 BN<sub>r</sub>/Al-5Mg 복합재료는 알루미늄 용탕이 BN 입자사이로 자발적으로 침투하여 복합재료가 제조되는 무가압 침투법 (PRIMEX™)에 의하여 제조되었다. 제조된 BN<sub>r</sub>/Al-5Mg 주괴를 열간 압출(압출비 8:1) 하였고, 압출된 봉재로부터 크립시편을 제조하였다. 판상 크립시편의 표점거리와 두께는 각각 25.4 mm, 2 mm 이었다.

### 2.1 크립 시험

크립 시험은 일정응력 크립 시험기 (constant stress creep tester)를 이용하여 실시되었다. 크립 시험이 행해진 온도는 573K, 603K, 633K이었고, 각 시험 온도는 ± 2K 이내로 제어되었다. 시험 응력은 15~90 MPa의 범

위였다. 시험 시간에 따른 크립 시편의 변형율은 LVDT를 이용하여 측정 계산되었고, 데이터 획득 장치를 통하여 컴퓨터에 자동입력 되었다. 전체 실험은 정상상태 크립 속도가 10<sup>-3</sup>~10<sup>-9</sup>의 범위에 들게 행해졌다. 크립 시험이 끝난 시편은 급냉시켜 고온 조직이 보존되도록 하였다.

## 3. 실험 결과

Fig. 1은 330°C (603K)에서 실험된 크립시험 결과를 시간에 따른 변형률 속도의 변화로 나타낸 그림이다. 일반적으로 크립 곡선은 크립 속도가 시간에 대해 감소하는 1차 크립 구간과 속도가 일정한 2차 크립 구간 그리고 크립속도가 급격히 증가하는 3차 크립 구간으로 나뉘는데, Fig. 1은 응력 변화에 따라서 큰 차이를 보이고 있다. 44 MPa의 고응력 하에서는 1차 크립 구간과 3차 크립 구간이 전체 변형 시간에서 차지하는 비율이 높으나, 21 MPa의 저 응력 하에서는 1차와 3차 크립 구간은 상대적으로 매우 작고, 2차 크립 구간이 전체 변형률의 거의 대부분을 차지하였다. 또한 실험 중에 측정된 총 변형률은 고응력에서는 30~40%가 늘어졌으나, 저응력에서는 10% 내외의 작은 총변형률이 늘어졌다.

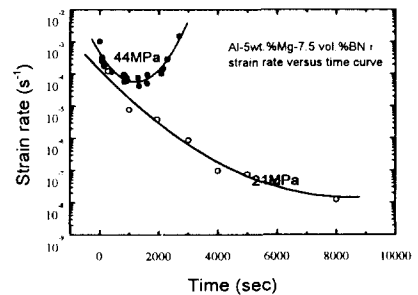


Fig. 1 A typical strain rate vs time curve for the BN<sub>r</sub>/Al-5Mg composite tested at the stress of 44MPa and 21MPa at 603K

Fig. 2는 BN<sub>r</sub>/Al-5Mg 복합재료의 응력에 따른 정상크립 속도를 로그 그래프로 보여주고 있다. Fig. 2는 정상상태 크립 속도가 높은 응력에서 낮은 응력으로 응력이 감소하며 급격히 감소하는 것을 보인다. 이 같은 결과는 타 연구결과에서도 관찰된 결과로, 복합재료 크립 변형 중의 임계응력(threshold stress)의 존재를 잘 나타내 보인다.

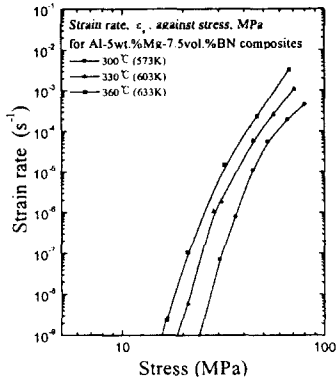


Fig. 2 variation of the steady-state creep rate with applied stress on the double logarithmic axes for the BN/Al-5Mg composite at different temperatures ranging from 573 to 633K

응력이 감소함에 따른 정상 상태 크립 속도의 감소는 응력지수(apparent stress exponent)에 대한 값으로도 표현할 수 있다. 높은 응력 하에서는 응력지수가 작고 ( $\approx 6$ ) 응력 변화에 대해 그 변화가 크지 않으나, 낮은 응력에서는 높은 응력지수가 계산되고 응력 변화에 따라 그 변화가 급격함을 관찰할 수 있다.

크립 변형에 있어서 결보기 활성화에너지(apparent activation energy)는 정상 상태 크립 속도와 활성화 에너지 간의 관계식,  $Q=R[\partial \ln \dot{\epsilon}_s / (\partial 1/T)]$ 를 이용하여 간단히 구할 수 있다. 본 연구에서 계산된 BN flake로 강화된 복합재료의 활성화 에너지는 낮은 응력 하에서는 그 값이 컸고 ( $\approx 300\text{KJmol}^{-1}$ ) 급격하게 변화하였다. 그러나 높은 응력 하에서는 낮은 활성화 에너지( $\approx 160\text{KJmol}^{-1}$ )가 계산되었고, 응력 변화에 대해서도 민감하게 변화하지 않았다. 이러한 계산 결과들은 BN/Al-5Mg 복합재료의 크립 활성화에너지 값들이 시험된 전체 응력 범위에서 알루미늄의 자기 활성화에 필요한 활성화에너지 값보다 더 큰 것을 말해주고 있다.

#### 4. 고찰

Fig. 2는 온도 증가에 따라서 임계응력이 감소함을 보이는데 이는 임계응력이 온도에 의존하는 것을 보인다. 임계온도의 온도 의존성을 분석하기 위하여는 결보기 응력지수가 아닌 진응력지수가 필요로 되므로, 먼저 Fig. 3과 같이 응력에 따른 정상상태 크립 속도의 변화를 응력

대 정상상태 크립속도<sup>1/(응력지수)</sup>의 관계로 나타내었다. 가장 선형적 관계를 보이는 응력지수가 구하는 진응력지수이며, Fig. 3의 결과는 모든 시험온도에서 응력지수가 5일 때 가장 선형적인 관계가 관찰되었다. Fig. 4는 진응력지수를 이용하여 구한 임계응력  $\sigma_0$ 를 이용하여 유효응력,  $(\sigma - \sigma_0)/E$ 에 대한 확산계수로 정규화된 정상상태 크립 속도( $\dot{\epsilon}_s/D_L$ )의 관계를 나타낸다. Fig. 2에 보인 결과는 기 연구 보고된, 가압 주조법으로 제조된 Al-5Mg 합금의 크립 결과<sup>8)</sup>와는 큰 차이를 보였다. Fig. 4에서 점선으로 표시된 결과는 문헌에 보고된<sup>8)</sup> Al-5Mg의 결과로, Al-5Mg 합금은 응력지수가 3이고 점성활주(viscous glide)에 의해 크립 변형이 제어됨을 보인다. 그러나 Fig. 4에 보여진 BN/Al-5Mg 복합재료의 결과는 시험된 전 응력 구간에서 복합재료의 정상상태 크립 속도가 낮음을 보이고, 응력지수도 5임을 보인다.

각 시험온도에서의 임계응력은 정상상태 크립 속도가 0일 때의 응력값이므로, 진응력지수 값을 5로 취한 직선을 크립 속도가 0인 점까지 연결시켜 응력축과의 교차점으로 부터 임계응력을 구할 수 있다. 표 1은 각 온도에서 계산된 임계응력을 보여주고 있다.

Table 1 Estimated values for the threshold stress

Material	Temperature (K)	Threshold Stress (MPa)
BN/Al-5Mg	573	18.1
	603	15.2
	633	13.8

산화물 분산강화 (ODS) 합금에서의 임계응력,  $\tau_0$ 의 온도 의존성은 다음과 같은 식으로 표현되었다.

$$\frac{\tau_0}{G} = B_0 \exp\left(\frac{Q_0}{RT}\right) \quad (1)$$

식에서  $B_0$ 는 상수이고,  $Q_0$ 는 에너지 항, R은 기체 상수, 그리고 T는 절대온도를 나타낸다.

식 (1)을 이용하여  $1/T$ 에 대해  $\tau_0/G$ 의 변화를 나타내면 임계응력의 온도 의존성을 알 수 있다.  $1/T$ 에 대한 전단 탄성계수의 변화를 고려하더라도  $\tau_0/G$ 의 값은 양의 기울기 값을 보였는데 이는 임계응력이 온도에 강하

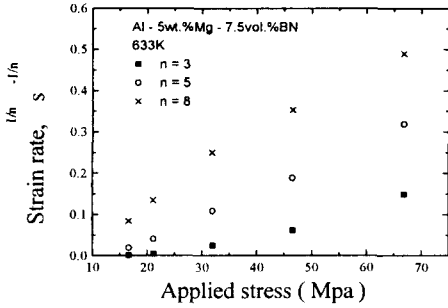


Fig. 3 A plot of  $\dot{\epsilon}_s^{1/n}$  vs. applied stress on linear scales to show the true stress exponent. Stress exponents of 3, 5, and 8 are used and the exponent 5 is shown to be the true exponent

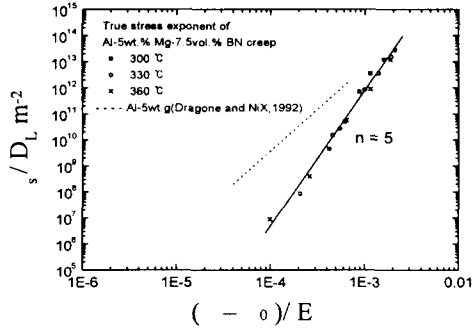


Fig. 4 A plot of the lattice-diffusivity compensated creep rate against the normalized effective stress on double logarithmic axes for the BN/Al-5Mg composites

게 의존함을 보여준다.

Fig. 5는 온도에 따라 변화하는 일정 유효응력에서의 정상상태 크립 속도를 보인다. Fig. 5에서 측정되는 복합재료의 크립 진화 활성화에너지는  $131 \text{ KJ mol}^{-1}$ 로 Al의 격자 확산에 필요한 활성화에너지  $142 \text{ KJ mol}^{-1}$ 과 유사한 값이 측정되었다. 이 같은 결과는 BN/Al-5Mg 복합재료의 고온 크립 거동은 기지의 확산에 의해서 제어됨을 보인다.

앞서 언급된 대로 본 연구에 사용된 복합재료는 무가압 침투를 이용한 제조법으로 제조되었다. 이 공정 중에는 용융 금속의 자발적 침투를 유발시키기 위해서 제조 중의 분위기를 질소( $\text{N}_2$ ) 가스 분위기로 유지해야 하고, 제조 분말에 마그네슘 분말이 필수적으로 요구된다. 이에 따라 복합재료 제조 중, 질소 개스와 알루미늄이 반응하여  $1\mu\text{m}$  내외의 크기를 갖는 알루미늄 질화물(AIN)

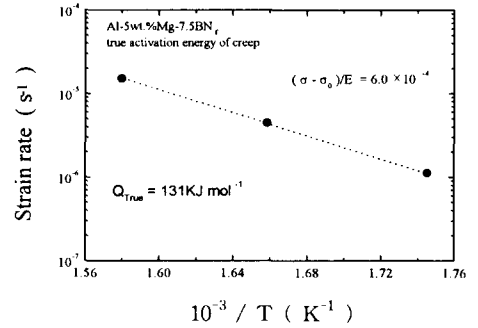


Fig. 5 A plot of the steady-state creep rate versus  $10^3/T$  for the BN/Al-5Mg composites

이 생성된다. 알루미늄 질화물 외에 침투시간이 증가하면 다른 계면생성물 ( $\text{AlB}_2$ ,  $\alpha\text{AlB}_{12}$ )도 생성되는 것이 보고되어 있다<sup>(10)</sup>. 이 같은 AIN 등의 반응생성물은 강도를 증가시키는데, 주조법에 의해 제조된 일반 Al합금 보다 무가압 침투법에 의해 제조된 Al합금은 15%와 25% 내외로 상온 인장강도와 항복강도가 높은 것으로 보고되어 있다. 여기서 알루미늄 질화물 AIN은 기지 내에 생성되므로, AIN은 전위의 움직임에 효과적인 방해물로 작용할 수 있을 것으로 생각된다.



Fig. 6 SEM Micrograph showing reaction products, AIN, after dissolving away Al alloy matrix<sup>(9)</sup>

Fig. 6은 무가압 침투법으로 제조된 Al-5Mg 합금에 생성된 AIN을 SEM으로 분석한 결과이다. AIN은 초기에 Al 입자 주위에 형성되고, 열간 압출을 거치며 기지 내에 고루 분산된다. 이 같은 AIN 입자들은 고온 크립 변형 동안에 전위의 움직임에 대하여 장애물로 작용하는 것으로 여겨지고, 임계응력의 근원으로 작용한 것으로 판단된다. 그러나, 임계응력의 보다 더 확실한 근원 규명을 위하여는 더 많은 연구가 요구된다. 후속 연구로는, 제조 과정 중에 형성되는 석출물들을 시간에 대한 함수

로써 정량화하고, 이에 따른 고온 크립 특성을 평가하는 연구 등을 제안할 수 있다.

## 5. 결 론

- (1) BN flake로 강화된 Al-5Mg 기지 복합재료는 크립 변형 시 높은 응력지수(apparent stress exponent)와 활성화 에너지를 보이고, 응력 변화에 대하여 민감하게 반응함이 관찰되었다.
- (2) BN/Al-5Mg 복합재료는 진응력 지수가 5로 격자 확산이 지배적인 고온 변형 거동을 보였다.
- (3) BN/Al-5Mg 복합재료의 임계응력은 전단탄성계수의 온도 의존을 고려해도, 온도 변화에 크게 민감한 것으로 관찰되었다.
- (4) BN/Al-5Mg 복합재료의 임계응력은 복합재료 제조 중에 기지내에 형성되는 석출물들(AIN 등)에 의한 것으로 고찰되었다.

## 후 기

본 연구는 1998년도 한국학술진흥재단 과학기술기초중점연구지원 (사업명: 신소재연구, 분야명: 신금속재료)에 의하여 수행되었으며, 이의 지원에 감사드립니다.

## 참 고 문 헌

- (1) K. T. Park, E. J. Lavernia and F. A. Mohamed, 1990, Acta Metall. Mater., Vol. 38, p. 2149.
- (2) A. B. Pandey, R. S. Mishra and Y. R. Mahajan, 1992, Acta Metall. Mater., Vol. 40, p. 2045.
- (3) Y. Li and F. A. Mohamed, 1997, Acta Metall. Mater., Vol. 45, p. 4775.
- (4) A. B. Pandey, R. S. Mishra and Y. R. Mahajan, 1996, Mater. Sci. Eng., Vol. 206A, p. 270.
- (5) R. S. Mishra, 2000, TMS Proceeding, p. 65.
- (6) L. Kloc, E. Cerri, S. Spigarelli, E. Evangelista and T. G. Langdon, 1996, Mater. Sci. and Eng., Vol. 216A, p. 161.
- (7) Y. Li and T. G. Langdon, 1999, Acta Metall. Mater., Vol. 47, p. 3395.
- (8) T. L. Dragone and W. D. NiX, 1992, Acta Metall.

Mater., Vol. 40. 10, p. 2781.

(9) K. B. Lee, H. S. Sim, S. W. Heo, S. Y. Cho and H. Kwon, 2000, Met. and Mater., Vol. 6. 1, p. 25.

(10) K. B. Lee and H. Kwon, in press, Metall. & Mater. Trans.