

탄소나노섬유 강화 알루미늄 복합재료의 제조 및 특성

장준호* · 오광환* · 한경섭**

Fabrication and characterization of graphite nanofiber reinforced aluminum matrix composites

J.H.Jang, K.H.Oh and K.S.Han

Abstract

Graphite nanofiber (GNF) and carbon nanotube (CNT) are novel fiber reinforcing materials which have outstanding physical and mechanical properties. Aluminum matrix composites reinforced graphite nanofiber were fabricated by conventional powder metallurgy (PM) method. The composites were prepared through ultrasonication, ball milling, and hot isostatic pressing. A uniform distribution of GNF in aluminum matrix could be obtained. To measure the mechanical properties of GNF-Al composites testings were done in indentation and compression. The compressive strength was enhanced according to reinforcing graphite nanofiber while the hardness was decreased. This study makes the high performance composites for future applications.

Key Words: Graphite nanofiber(GNF), MMCs, Powder metallurgy(PM), Mechanical properties

1. 서 론

산업 발전에 따른 장비의 고정밀화, 고집적화에 따른 소재의 내구성 향상 및 고기능화의 대안으로 복합재료에 대한 연구가 활발히 진행되어 오고 있다. 탄소나노튜브로 대표되는 나노소재는 보다 향상된 기계적, 물리적 물성으로 복합재료의 새로운 강화제로 각광을 받고 있다.

여러 가지 복합재료 중에서 탄소나노소재를 이용한 연구는 주로 고분자 기지 중심으로 진행되고 있다. 금속 기지의 경우 고분자와 달리 액상공정이 불가능하여 기지재내의 균일 분산이 어려우므로 고분자 복합재료에 비해 강도 및 고온 물성이 우수함에도 불구하고 그 연구 사례가 드물다[1]. 탄소나노튜브는 단일벽 탄소나노튜브(single-walled carbon nanotube, SWNT)와 다중벽 탄소나노튜브(multi-walled carbon nanotube, MWNT)로 나누어지는데, 가장 물성이 우수한 것으로 알

려진 단일벽 탄소나노튜브는 높은 비용과 낮은 생산성의 단점을 가지고 있으며, 다중벽 탄소나노튜브의 경우 튜브와 튜브 사이의 약한 결합력으로 그 사용이 제한되고 있다. 이러한 나노소재의 대안으로 탄소나노섬유(graphite nanofiber, GNF)가 있다[2].

본 연구에서 탄소나노튜브와 더불어 복합재료 강화제로 주목받고 있는 탄소나노섬유를 이용하여 금속복합재료를 제조하고 그 특성을 연구하고자 한다.

2. 실험

2.1 복합재료 제조

2.1.1 GNF-Al 혼합분말

본 연구에서는 강화제로 (주)나노텍의 graphite nanofiber를, 기지재로 미국 Valimet사의 2024 알루미늄 분말을 사용하였다. 소재의 기본 물성을 Table 1.에 나타내었다.

탄소나노섬유의 균일한 분산을 위하여 초음파 분산을 실시하였다. Bath 형태의 ultrasonic cleaner

* 포항공과대학교 기계공학과 대학원

** 포항공과대학교 기계공학과

Table 1 The characteristics of raw materials

	2024 Aluminum	graphite nanofiber
Diameter [nm]	28000	100 ~ 120
Length [μm]	-	30 ~ 40
Density [g/cm ³]	2.77	2
Modulus [GPa]	72.4	690
UTS [MPa]	185	12000

(Branson, Holland)를 이용하여 수행하였으며, 분산제로 탄소나노섬유와 화학적 안정성이 검증된 에틸알콜(ethyl alcohol)을 사용하였다.[3]

초음파 분산된 GNF와 알루미늄 분말의 혼합을 위해 BPR(ball to powder ratio) 6:1의 steel ball을 이용하여 60 rpm에서 ball mill 하고 진공건조 하였다. 본 연구에서는 GNF 무게분율 1 과 3 %로 두 종류의 복합 분말을 제조하였다.

GNF-AI 복합재료의 제조상태를 분석하기 위한 소형의 성형체를 제조하기 위하여 570 °C의 진공 분위기에서 50 MPa의 압력으로 30분간 열간일축 성형(hot pressing) 하였다.

2.1.2 열간등가압성형 (Hot isostatic pressing)

준비된 GNF-AI 혼합분말은 열간등가압성형 (Kobelco system 30T, Japan)법을 이용하여 성형하였다. 분말의 충전하기 위한 용기(container)로 ϕ 24×100 mm, 두께 0.5 mm의 강판과 판의 밀봉할 수 있는 뚜껑 그리고, 탈가스 작업시 배기관으로 사용되는 지름 8 mm의 관으로 스테인리스 강을 사용하였다. 용기에 30 MPa의 압력으로 분말을 충전 한 후 TIG 용접으로 밀봉하고, 용기내의 불순

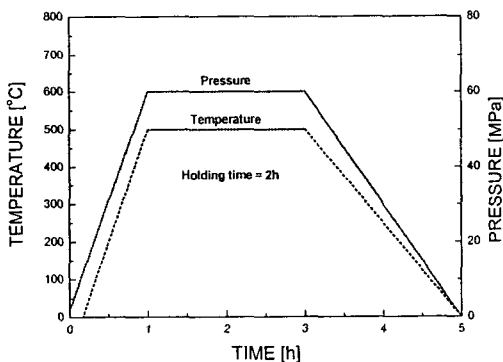


Fig.1 Working procedure of hot isostatic pressing

물을 제거하기 위하여 온도 470 °C에서 5시간 동안 탈가스(degassing) 작업을 하였다. 열간등가압 성형은 600 °C에서 50 MPa의 압력으로 아르곤 (Ar) 분위기에서 2시간동안 유지하였으며, 작업 공정은 Fig.1 과 같다.

시편 형상으로 가공 후 잔류 응력을 제거하기 위해서 343°C의 진공 분위기에서 1시간 동안 어닐링(annealing) 하였다. 제조된 복합재료의 밀도를 아르키메데스 원리를 이용하여 측정하고, 이론밀도와 비교하여 상대밀도를 계산하였다.

2.2 실험방법

2.2.1 경도 시험

제조된 복합재료의 제조 상태와 경도를 측정하기 위해 micro Vicker's hardness tester (Future-tech, Japan)를 이용하였다. 시편 당 10개의 압입 시험을 하여 평균 경도를 얻었다.

2.2.2 압축 시험

GNF-AI 복합재료의 압축강도를 측정하기 위하여 ϕ8 × 12 mm의 원통형 시편을 제조하였다. UTM (Shimadzu, Japan)을 이용하여 1 mm/min의 변위제어로 복합재료 종류 당 5개의 시편을 시험 하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 제조 상태 분석

기지재 내의 나노섬유의 효과적인 분산에는 초음파 분산 시간의 조절이 중요하다. 과도한 초음파 분산은 나노섬유의 graphene layer를 파괴하여 소재의 물성을 저하시키고, 나노소재의 응집 크기가 복합재 물성에 영향을 미치므로[4,5], 적절한 분산 시간을 결정하는 것이 필요하다. 여러 시간 동안 초음파 분산을 하고 6시간 경과 후 나노섬유의 부유 여부를 관찰한 결과, 본 연구에 사용된 나노섬유의 분산시간은 2시간이 적절하였다. Fig.2는 초음파 분산이 기지재 내의 나노섬유의 균일한 분산에 필수적인 공정임을 보여준다.

소재의 물성을 저하를 최소화하고 가장 균일한 분산 상태를 나타낸 ball mill 혼합시간은 4시간이었다. Fig. 3는 본 연구의 조건으로 제조된 GNF-AI 복합재료의 광학사진이다. GNF가 나노 단위로 분산이 이루어지지 않았지만, 거시적으로 고른 분포를 가진

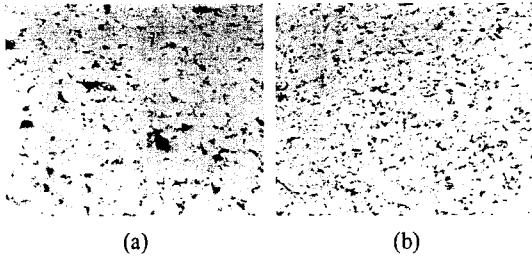


Fig.2 Optical images of compacted 3 wt.% GNF-Al mixture (a)without and (b)with ultrasonication



Fig.3 The optical image of GNF-Al composites

복합재료를 제조할 수 있다[6].

제조된 복합재료의 밀도를 Table 2에 나타내었다. 이론밀도 계산에 사용된 나노섬유의 밀도는 2 g/cm³으로 가정하였다[7]. 알루미늄의 경우 상대밀도 100%에 이르는 고밀도의 성형체를 얻을 수 있었다. 나노섬유의 양이 증가할수록 상대밀도가 낮아지는 이유는 나노섬유 응집체에 존재하는 기공(void)으로 인해 공극률(porosity)이 증가하는 것을 생각된다.

3.2 경도

Fig.4은 나노섬유 강화분율에 따른 미세경도의 변화이다. 1과 3 wt.%의 경우, 알루미늄 합금과 비교하여, 경도가 약 70 %로 감소하여 비슷한 수준을 보여주고 있고, 5 wt.%의 경우, 경도가 약

Table 2 Density of the compacted GNF-Al mixtures

	Measured density [g/cm ³]	Theoretical density [g/cm ³]	Relative density
unreinforced Al	2.7492	2.77	1
GNF 1 wt.%	2.7205	2.7594	0.99
GNF 3 wt.%	2.6679	2.7384	0.97

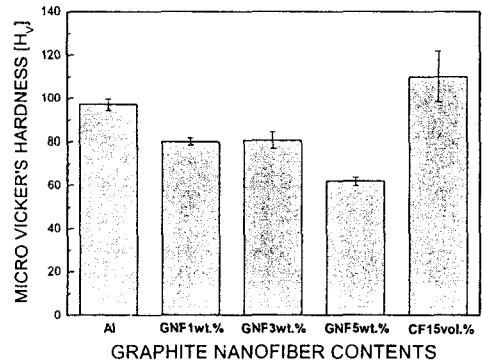


Fig.4 The hardness variations according to graphite nanofiber contents

30 % 감소하였다. 이는 나노튜브 강화 고분자 나노복합재료의 기계적 강도가 감소하는 경향과 비슷하다. 마이크로 크기의 탄소 섬유인 경우, 경도가 약 12% 향상된 결과를 보였는데, 마이크로 탄소섬유와 달리 복합재료 제조 시 나노섬유와 기지금속과의 불완전한 결합(bonding)으로 응력전달이 이루어지지 않았으며, 기공을 가진 나노섬유 응집체가 복합재료의 결합(defect)으로 작용한 것으로 판단된다[8].

3.3 압축강도

Table 3 과 Fig.5 에 나노섬유 강화량에 따른 압축강도를 나타내었다. 경도와는 달리 나노섬유가 압축강도의 향상을 가져왔으며, 강화량이 증가할수록 서서히 감소하는 경향을 보였다. Table 3의 압축강도(compressive strength)는 파단변형률(fracture strain)이 가장 낮은 3 wt.% GNF-Al 복합재료의 파단변형률에서의 강도를 나타낸 것이다. 압축하중을 받는 분말야금 복합재료의 변형은 경계면 슬립(boundary slip)과 결정입자 변형(grain deformation) 두 가지로 분류할 수 있다[9]. 강화제의 양이 모재의 임계기공체적(critical void volume)

Table 3 Compressive properties of GNF-Al composites according to graphite nanofiber contents

	Elastic Modulus [GPa]	Compressive strength [MPa]	Fracture strain
unreinforced Al	2.215	127	-
GNF 1 wt.%	2.479	132	0.3585
GNF 3 wt.%	2.009	128	0.3022

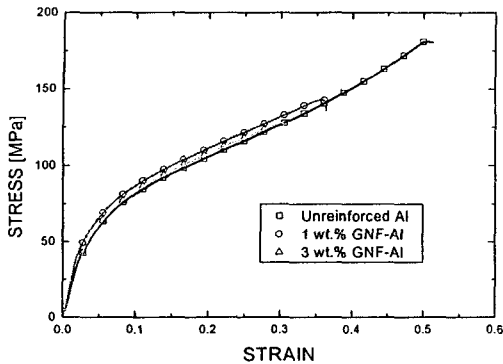


Fig.5 Compressive stress-strain curves of composites according to graphite nanofiber contents

을 초과하면 슬립을 야기하여 압축 강도를 저하시키는 원인이 된다. 나노섬유의 체적이 기지재의 임계기공체적을 초과하지 않아 경계면 슬립을 야기하지 않고, 기지재 사이의 기공에서 하중을 지지하여 압축강도가 증가한 것으로 판단된다.

4. 결론

나노복합재 성형의 기초 연구로서 시행된 본 연구의 결론은 다음과 같다.

- (1) 분말야금법을 이용하여 상대밀도 97% 이상의 탄소나노섬유 강화 알루미늄 복합재료를 제조하였다.
- (2) 경도와 압축시험 통한 GNF-Al 복합재료의 기계적 물성을 평가하였다.
- (3) 다양한 탄소나노섬유 강화량에 따른 물성 변화와 열적 안정성과 같은 물리적 특성 평가에 대한 추가적인 연구가 요구된다.

후 기

본 연구는 2004년도 두뇌한국21 사업에 의하여 지원되었으며, 이에 감사드립니다.

참고문헌

[1] Erik T. Thostenson, Zhifeng Ren, Tsu-Wei Chou, *Advances in the science and technology*

of carbon nanotubes and their composites: a review, *Composites Science and Technology*, 61(2001), pp.1899-1912

- [2] Kim J. Y., Yu L., and Hahn T., Graphite nanoplatelet/epoxy vinyl ester composites, *Proceedings of the ICCM-14*
- [3] 김태욱, 김진봉, 공진우, 정재한, 김준현, 분산 방법에 따른 카본나노섬유/에폭시 복합재료의 유전율, 2003년 한국복합재료학회 추계학술대회, pp.55-58
- [4] Kingsuk Mukhopadhyay, Chandra Dhar Dwivedi, Gyanesh Narayan Mathur, Conversion of carbon nanotubes to carbon nanofibers by sonication, *Carbon*, 40(2002), pp.1369-1383
- [5] J.B.Bai, A. Allaoui, Effect of the length and the aggregate size of MWNTs on the improvement efficiency of the mechanical and electrical properties of nanocomposites - experimental investigation, *Composite A*, 34(2003), pp.689-694
- [6] Toru Kuzumaki, Osamu Ujiie, Hideki Ichinose, and Kunio Ito, Mechanical characteristics and preparation of carbon nanotube fiber-reinforced Ti composite, *Advanced Engineering Materials*, 40(2000), pp.419-418
- [7] Hongming Ma, Jijun Zeng, Mary Lynn Realf, Satish Kumar, David A. Schiraldi, Processing, Structure, and properties of fibers from polyester/carbon nanofiber composites, *Composites Science and Technology*, 63(2003), pp.1617-1628
- [8] Kin-Tak Lau, San-Qiang Shi, Li-Min Zhou and Hui-Ming Cheng, Micro-hardness and flexural properties of randomly-oriented carbon nanotube composites, *Journal of Composite Materials*, 37(2003), pp.365-376
- [9] Y.C.Lin, H.C.Li, S.S.Liou, M.T.Shie, Mechanism of plastic deformation of powder metallurgy metal matrix composites of Cu-Sn/SiC and 6061/SiC under compressive stress, *Materials Science & Engineering A*, 373(2004), pp.363-369