

나노/마이크로 인덴터와 AFM 을 이용한 스퀴즈 캐스트 A356 합금의 시효경화특성 평가

윤성원*(부산대 정밀기계공학과), 김현일, 강충길(부산대 기계공학부)

Evaluation of Age-Hardening Characteristics of Squeeze-Cast A356 Alloy by Using Micro/Nano Indenter with AFM

S. W. Youn(Mecha. Precis. Eng. Dept. PNU), K. D. Kim, C. G. Kang(School of Mecha. Eng., PNU)

ABSTRACT

The nano/microstructure, the aging response (in T5 heat treatment), and the mechanical/tribological properties of the eutectic regions in squeeze-cast A356 alloy parts were investigated using nano/micro-indentation and mechanical scratching, combined with optical microscopy and atomic force microscope (AFM). Most eutectic Si crystals in the A356 alloy showed a modified morphology as fine-fibers. The loading curve for the eutectic region was more irregular than that of the primary Al region due to the presence of various particles of varying strength. In addition, the eutectic region showed lower pile-up and higher elastic recovery than the primary Al region. The aging responses of the eutectic regions in the squeeze-cast A356 alloys aged at 150°C for different times (0, 2, 4, 8, 10, 16, 24, 36, and 72 h) were investigated. As the aging time increased, acicular Si particles in the eutectic regions gradually came to a fine structure. Both Vickers hardness (H_V) and indentation (H_{IT}) test results showed almost the same trend of aging curves, and the peak was obtained at the same aging time of 10 h. A remarkable size-dependence of the tests was found. The friction coefficient for the eutectic region was lower than that for the primary Al region.

Key Words : Al-Si-Mg alloy (Al-Si-Mg 합금), Squeeze casting (용탕단조법), T5 heat treatment (T5 열처리), Indentation test (입입실험), Scratch test (스크래치 실험), Atomic force microscope (원자력간 현미경)

1. 서론

최근, 고강도/경량화 알루미늄 합금소재의 수송기기 부품으로의 응용이 증대하고 있다. 수송기기의 경량화에 의한 연료소비량의 감소는 에너지 절약뿐만 아니라 환경보호 측면에서도 중요하다. 알루미늄 합금소재들 중 Al-Si-Mg 합금 (A356 또는 A357 합금)은 재활용이 가능하고 주조성, 용접성, 인장/피로특성, 내부식성 등이 뛰어나 각종 부품에 응용되고 있다. Al 합금 성형품의 기계적 성질에 영향을 미치는 주요 인자로는 합금의 화학조성, 응고속도, 주조조직, 열처리 조건 등을 예로 들 수 있다. Si 은 주조성, 유동성, 열 크랙이나 열팽창을 감소시킨다. 또한, Mg 는 비강도를 향상시키고 열처리 (T5 나 T6)시 Mg_2Si 를 형성 함으로써 기계적 성질을

향상시킨다.^{1,4} 최근, 용체화처리 공정 없이 인공시효 처리만으로 자동차 부품에 적합한 경도와 연성을 동시에 얻을 수 있는 T5 열처리에 대한 관심이 높아지고 있다.¹ 일반적으로 경도가 상승하면 연성이 감소하게 되며, 연성은 공정 Si 입자의 구상화 및 미세화에 의해 개선시킬 수 있다. T5 처리의 단점은 인공시효 단으로는 공정 Si 을 구상화시키기 어려워서 연성을 높이기 어렵다는 점이다. 그러나, Sr 또는 Na 의 소량 첨가에 의해 공정 Si 을 미세한 구상입자로 만들 수 있다.^{5,6} Al 합금의 시효경화와 관련된 합금원소들은 주로 공정영역에 분포하며,⁷ T5 열처리에서 시효경화 거동은 공정영역 내의 Si 입자들이나 Mg_2Si 석출물의 모양, 크기, 분포에 큰 영향을 받는다.

한편, 환경친화적이면서 고품질 Al 합금 부품

을 제작할 수 있는 정밀정형기술의 하나로서, 용탕단조법 (Squeeze casting) 이 널리 연구되어 왔다. 용탕단조법은 소재를 100 MPa 의 고압에서 성형하여 기공이나 수축공과 같은 결함이 적은 3 차원 복잡형상 부품을 성형하는 기술이다.⁸

자동차용 Al 합금 성형품의 결함은 내부크랙보다 표면크랙이 지배적이며, 표면크랙은 표면에서 성장하며 제품 내부로 전달되어 최종적으로 파단을 일으킨다. 따라서 표면크랙이 발생하는 원인과 표면 변형기구를 규명하는 것은 Al 합금 성형품의 응용 측면에서 아주 중요하다. 또한, 공정 Si 의 크기 및 형상은 부품의 파괴거동뿐만 아니라 기계적 성질과도 밀접한 관련이 있다.¹⁷

본 연구에서는 나노압입실험, 비커스 경도실험, 광학현미경 관찰 및 AFM 관찰을 통해 스퀴즈 A356-T5 합금의 시효경화특성에 대하여 연구하였다. T5 열처리 조건에 따른 공정영역의 기계적 성질 3 차원 표면형상 등의 변화를 정량적으로 측정하였다.

2. 실험장치 및 소재

시편제작을 위한 소재로는 A356 합금 (Al-7wt%Si-0.37Mg-0.025Sr)을 사용하였다. 용탕단조공정을 위한 최대가압력, 플러지속도, 성형온도 조건은 각각 100 MPa, 0.3 m/s, 600°C로 설정하였다. 성형 후 절단하여 시험편을 제작하였으며, 150°C 에서 시효시간을 0, 2, 4, 8, 10, 16, 24, 36, 72 시간으로 변화시키면서 T5 열처리를 실시하였다. 나노/마이크로 경도실험, 광학/원자력간 현미경 관찰을 위하여 시험편의 표면을 경면으로 연마하였다. 공정영역에 대한 경도-시효시간 곡선을 얻기 위하여 연속강성측정법(continuous stiffness measurement, CSM)⁹ 과 비커스 경도(Vickers microhardness)실험을 동시에 수행한 후 비교하였다. 나노 압입실험을 위한 장비로는 Nanoindenter® XP(MTS, USA)를 사용하였으며 압입자로는 다이아몬드 베르코비치 압자를 사용하였다. 시편 표면의 분석에는 광학현미경(Olympus, Japan)과 AFM 장비인 XE-100(PSIA, Korea)을 사용하였다(contact-mode).

3. 결과 및 고찰

3.1 스퀴즈 A356 합금조직 관찰

Fig. 1(a)는 스퀴즈 A356 합금의 미세조직을 나타내고 있다. 기계적 성질 및 열처리능을 감소시키는 기공은 관찰되지 않았으며, 초정상과 그 주위를 둘러싸고 있는 공정상을 관찰할 수 있다. 초정상의 형상, 크기, 분포는 기계적 성질에 큰 영향을 미치

며, 주조공정, 합금온도, Sr 함량에 의해 변화된다.^{3,6} 600°C의 온도에서 356 합금은 완전히 용해된 상태지만, 소재의 슬러브로의 이동 중에 발생하는 온도 감소로 인해 초정영역의 면적이 증가된다. 일반적으로 Al-Si-Mg 합금의 공정영역은 α -Al+Si+ Mg₂Si 으로 구성된다고 가정되는데, 이러한 구성요소들은 공정영역 내에 침상의 형태로 불균일하게 분포된다. 공정 Si 의 크기 및 형상은 합금의 기계적 성질이나 파괴거동에 큰 영향을 미친다. 알루미늄 합금의 파괴는 공정상에서 발생하며 크랙의 시작점은 Si 입자가 되는데, 이는 고경도 취성 물질인 Si 이 주위의 지지(matrix)인 연성 물질의 소성변형을 견디지 못하기 때문이다.⁷ 크고 긴 모양의 Si 입자가 많을수록 크랙이 쉽게 발생한다. 또한, 조대한 조직에서는 낮은 변형을 조건에서도 입자균열이 급격히 발생하는 반면, 조밀한 조직에서는 입자 균열의 진행이 원만하다.² 그러나, Sr 이 0.020 % 이상 첨가되면 구상에 가까운 형상의 미세한 공정 Si 입자(modified Si particle)를 얻을 수 있다.⁵ 공정영역 표면의 AFM 관찰결과 구상에 가까운 형상의 미세한 Si 입자들이 균일하게 분포하고 있었다. 그러나, 국부적으로 크고 긴 모양의 Si 입자들이 관찰되었다(Fig. 1 (b)). AFM 분석결과 공정영역의 표면조도는 $R_a = 60-90$ nm 였다 (45 $\mu\text{m} \times 45 \mu\text{m}$). Fig. 1 (c)는 초정과 공정의 계면을 나타내고 있다. 연마공정 중 상대적으로 경도가 낮은 초정이 공정보다 연마가 더 잘 되었기 때문에, 공정의 높이가 초정 보다 약 400-600 nm 높았다.

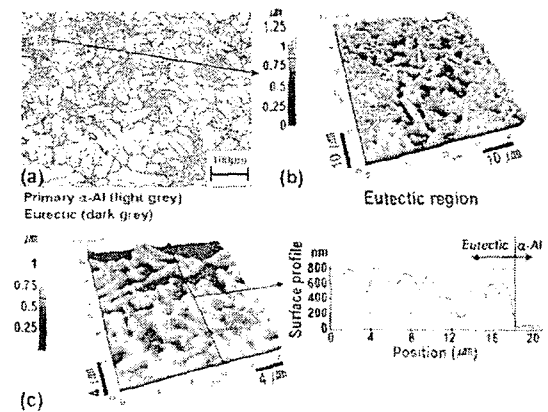


Fig. 1 Analysis of squeeze-cast: (a) optical scan (b) AFM scan of eutectic surface (c) AFM scan and surface profile for both eutectic and primary α -Al

Fig. 2 는 스퀴즈 A356 합금의 공정과 초정 영역을 2 μm 깊이로 압입 함으로써 얻은 허중-변위 곡선

을 나타내고 있다. 압입깊이가 동일할 때, 공정의 압입에 필요한 하중이 조정의 경우보다 더 높았고, 총 압입깊이에 대한 공정과 조정의 탄성회복률(%)은 각각 7.4 % 와 4 %였다. 공정이 조정보다 강하고 탄성회복률이 큰 원인은 공정 Si 과 Mg_2Si 와 같은 금속간 화합물이 존재하기 때문이다. 또한, 공정 영역에 대한 하중-변위곡선이 조정의 것에 비해 불연속적인 것은, 공정영역 내에 서로 다른 기계적 성질을 가지는 입자들 (ex: Si, Mg_2Si)이 공존하기 때문으로 판단된다. 또한, 전위, 쌍정, 크립, 상 변태의 발생 정도 하중-변위 곡선의 불연속성의 원인이 될 수 있다.⁹

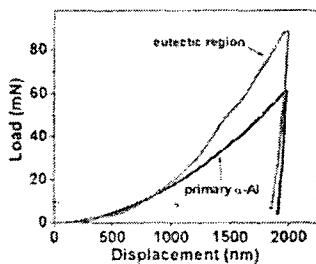


Fig. 2 Indentation load-depth curves for both eutectic and primary α -Al regions of squeeze-cast A356 alloy

3.2 스쿼즈 A356 합금의 T5 열처리

Fig. 3 은 T5 열처리 조건의 변화 (0, 2, 4, 8, 16, 24, 72 h-150°C)에 따른 스쿼즈 A356 합금의 미세조직의 변화를 나타내고 있다. 시효시간이 증가함에 따라 침상의 공정 Si 입자들은 미세하게 변화하였다. 공정조직의 미세화는 기계적 성질과 연성을 동시에 향상시킨다. 또한, 16 시간부터는 Si 입자들의 분포가 극부적으로 매우 조밀해 점을 관찰할 수 있었다. 72 시간에는 공정과 조정의 경계영역이 선명하지 않았다. 전체적으로 공정 Si 의 구상화 현상은 관찰되지 않았다.

Fig. 4 는 공정영역에 대한 2 μm -CSM 실험(88 mN) 및 비커스경도 실험(1,000 mN)을 통해 조사한 경도-시효시간 곡선을 나타내고 있다. Fig. 4(a)는 비커스 실험결과를 나타내고 있다. 시효시간이 10 시간일 때 최고경도($H_V=85.78 \text{ kg/mm}^2$)가 얻어졌다. Fig. 4(b)는 2 μm -CSM 실험 결과를 나타내고 있다. 일반적으로, CSM 실험에서는 압입크기 효과 (ISE)를 고려해야 한다. ISE 는 압입깊이 감소에 따른 경도 및 탄성계수의 증가로 조사될 수 있다. ISE 의 원인이 되는 입자들로서는 다이아몬드 톱 반경, polishing 중 발생한 가공경화, 표면조도 등이 있다.⁹ 레오 A356 시편을 이용한 25 회의 2 μm -CSM 실험의 결과, 압입깊이가 0-500 nm 영역에서는 ISE 의 영향이

매우 컸으며, 500-2000 nm 에서도 기록이 관찰되었다. 이는 공정영역에는 서로 다른 기계적 성질을 가지는 입자들이 공존하기 때문이다. 500-2000 nm 의 압입깊이 구간에서 얻어진 경도 값의 평균값을 Fig. 4 (b)에 나타내었다. 비커스경도 실험결과와 같은 경향의 시효곡선이 얻어졌으며, 10 시간의 시효처리 조건에서 최고경도 ($H_V=1.22 \text{ GPa}$)가 얻어졌다. 비커스경도(H_V) 와 압입경도(H_{IT}) 값을 비교하기 위하여, Fig. 4(a)의 비커스 경도 값을 $H_{IT} \text{ (GPa)} = H_V \text{ (kg/mm}^2) / 92.65 \text{ (N/s}^2/\text{m)}$ 의 관계식을 이용하여 압입경도 값으로 환산한 후 (H_{IT}) Fig. 4 (c)에 나타내었다.⁹ H_{IT} 값이 H_{IT} 에 비해 0.25-0.35 GPa 를 관찰할 수 있다. H_V - H_{IT} 환산 식에서는 베르코비치 압자와 비커스 압자가 이상적인 형상을 가진다고 가정하므로, 압입깊이에 따라서 오차범위가 변한다. 압입깊이(하중) 조건 차이에 따른 경도측정 값의 차이를 배제하기 위하여 나노인덴터의 기본법(basic mode indentation test)⁹을 이용하여 120 gf의 하중 조건에서 5 회의 압입실험을 하였다. 압입하중이 동일한 경우 H_{IT} 와 H_{VT} 값의 차이는 감소하였다. 이러한 경향은 공정영역의 크기가 작을수록 뚜렷하였다. 반면에, 공정영역의 크기가 클수록 하중증가에 따른 경도의 변화는 감소하였다. 이는 공정의 아래에 위치한 조정영역의 지지재 효과 (substrate effect)⁹가 한 원인으로 판단된다.

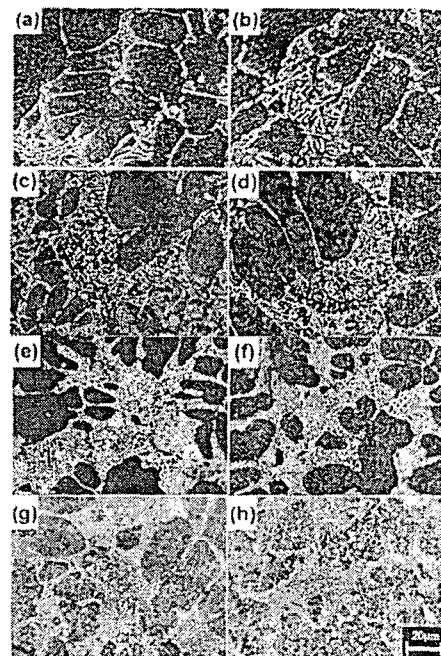


Fig. 3 Contrast micrographs of squeeze-cast A356 alloys aged at 150°C for different times of (a) 0, (b) 2, (c) 4, (d) 8, (e) 16, (f) 24, (g) 36, and (h) 72 h

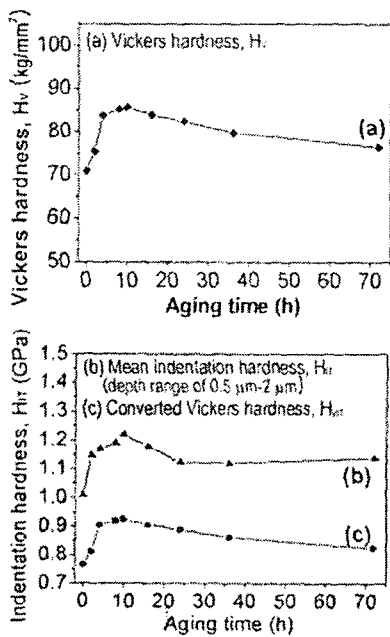


Fig. 4. The aging curves for eutectic regions of squeeze-cast A356 alloys aged at 150°C for different times

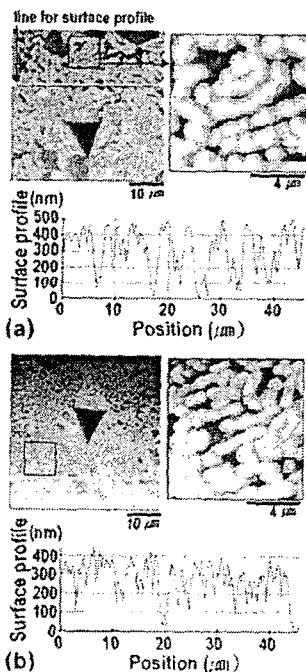


Fig. 6. AFM scans of the eutectic structure in squeeze-cast A356 alloys aged at 150°C for different times of (a) 0 and (b) 8 h

Fig. 5는 열처리 전과 T5 열처리 (8 h-150°C) 후 스퀘즈 A356 합금의 AFM 사진을 나타내고 있다.

열처리 후 실리콘 입자들의 크기가 감소하였으며, 조밀한 구조로 변화하였음을 알 수 있었다.

4. 요약

CSM 실험, 비커스 경도실험, 광학현미경 관찰, AFM 관찰을 통해, T5 열처리 조건 (0, 2, 4, 8, 10, 16, 24, 36, 72 h-150°C)에 따른 스퀘즈 A356 합금 공정 조직의 서효거동 및 경도의 변화를 조사하였다. 스퀘즈 A356 합금의 공정영역은 대부분 미세한 Si 입자들의 균일한 분포를 보였다. 압입깊이가 같을 때, 공정영역의 압입을 위하여 부하된 하중이 초정에 비해 높았으며, 총 압입깊이에 대한 공정과 초정의 탄성복원율은 각각 7.4%와 4%였다. 공정영역에 대한 2 μm -CSM 실험(88 mN) 및 비커스경도 실험 (1,000 mN)의 결과에 따르면, 압입경도(H_{IT})와 비커스경도(H_V)의 경우 모두 10 시간의 서효시간일 때 최고경도를 얻을 수 있었다($H_{IT}=85.78 \text{ kg/mm}^2$, $H_V=1.22 \text{ GPa}$). 열처리 전과 T5 열처리 (8 h-150°C) 후 공정영역 표면의 AFM 사진을 비교하였다. 열처리 후 공정 Si 입자들의 크기가 감소하였으며, 조밀한 구조로 변화하였음을 알 수 있었다. 그러나, 열처리 조건으로써의 적합성을 평가하기 위해서는 인장 시험을 통한 연성의 평가가 추가적으로 필요하다고 판단된다.

후 기

본 연구는 과학기술부 국가저장연구실(NRL) 사업으로 진행된 결과입니다.

참고문헌

- Basner, T., SAE paper 2000010059, SAE International, Warrendale, Pa, pp. 1-5, 2000.
- Caceres, C.H., Sellling, B. I., Mater. Sci. Eng. A, Vol. 220, pp. 109-116, 1996.
- Li, R.X., Li, R.D., Zhao, Y. H., He, L. Z., Li, C. X., Guan, H.R., Hu, Z.Q., Mater. Lett., Vol. 58, pp. 2096-2101, 2004.
- Abou El-khair, M.T., Mater. Lett., Vol. 59, No. 8-9, pp. 894-900, 2005.
- Hengcheng, L., Yu, S., Guoxing, S., Mater. Sci. Eng. A Vol. 358, pp. 164-170, 2003.
- S. Shankar, Y. W. Riddle, M.M. Makhlof, Acta Mater. Vol. 52, pp. 4447-4460, 2004.
- Cerri, E. and Nenna S., Mat. Sci. Eng. A, Vol. 355 pp. 160-166, 2003.
- Youn, S. W., Kang, C. G. and Seo, P. K., J. Mater. Process. Technol., vol. 146 (3), pp. 294-302, 2004.
- Fischer-Cripps, Anthony C., "Nanoindentation (Mechanical series), Springer-Verlag, 2002.