

용탕 단조법에 의한 AC4A/SiC_w 복합재료 제조에 관한 연구(II) -가압력 및 시효특성-

문 경 철 · 이 준 희*

대한알루미늄공업(주)

*동아대학교

Fabrication of AC4A/SiC_w composite by squeeze casting(II)

- Applied pressures and aging characteristics -

Kyung-Cheol Moon · Jun-Hee Lee*

Aluminium of Korea Ltd.

*Dong-A University

초 록 자동차용 부품재 및 일반산업용 재료로 사용되고 있는 AC4A Al합금에 SiC_w preform을 용탕단조법으로 강화시킨 복합재료의 시효 경화능은 SiC_w 30% > 10% > 20%의 순이며, 이는 100°C ~ 400°C까지의 동시시효에서도 같은 결과를 나타낸다.

복합재의 T6처리재가 AC4A I/M재 보다도 시효경화능이 크고 절대값이 높았으며 SiC_w 체적분을 증가에 따라 초기경화 현상을 나타내었다.

가압력에 의한 강화효과는 미시효매와 같이 가압력 75MPa일 때 가장 좋았으며, SiC_w는 30% > 10% > 20%의 순이었다.

가압력이 낮을경우 가압과 동시에 휘스커는 파단되지 않고 원래의 형상을 유지하거나 기지금속과 wetting으로 일부 변형된 다음 가압이 진행되면서 이부분의 응력 집중으로 wetting부가 파단하게 되어 휘스커가 원래의 형상을 유지하거나 파손된 길이가 길게된다. 가압력이 높을 경우는 가압과 동시에 가압력을 이기지 못하고 파단하게 되어 휘스커 모양도 다각형이거나 구형에 가깝게 되며 가압이 진행됨에따라 재차 파단되므로써 길이도 짧게된다.

한편 가압력 75MPa일 경우 휘스커의 형상은 일부 변형된 것과 잘게 파손된 것이 고르게 공존하고 있어 강화효과가 가장 우수한 것으로 사료된다.

Abstract This was studied about aging characteristic of AC4A/SiC_w 10~30v/o reinforced composite.

Aging hardenability was decreased SiC_w 30% > 10% > 20%.

Aging hardening of T6 treated composite was higher absolute value than AC4A I/M material. And this results indicated initial hardening phenomenon according to increase SiC_w volume fraction. Reinforced effect by pressure was the same effect as before aging treatment and the best condition pressure at 75MPa.

Similar to reinforced effect according to SiC_w volume fraction was 30% > 10% > 20%.

In case of pressure is low, whisker is not break the same time press with base metal after wetting. After it is wetting with base metal, a part transformed or wetting part break and whisker maintain original shape or a part transformed on the otherhand, in case of pressure is high, whisker is break in same time it was not against pressure and whisker's shape is near a polygon or spherical shape.

1. 서 론

알루미늄은 가볍고 그 독특한 성질로인하여 가장 용도가 다양한 공업재료의 위치를 차지

하고 있으며 21세기의 산업 발전에 관련된 개발목표 재료로 알려지고 있다. 그 가운데 두드러진 한가지가 차량의 경량화이다. CO₂가스 증가로 인한 지구 온난화 현상으로 세계

각국에서 차량의 배기 가스 규제가 날로 엄격해지고 있으며 이로 인하여 차량의 경량화는 필수불가결한 사항이다.

최근 알루미늄 복합화에 의한 신소재 개발^{1~5)}로 차량을 비롯하여 우주 항공용 재료에의 용도가 더욱 늘어나고 있다.

복합재료를 제조하는 방법에는 용탕단조법, 콤포캐스팅법, 정수압압출법 등이 있으나 최근 용탕단조법을 이용하여 휘스커강화 복합재료의 제조에 관한 연구가 활발히 진행되고 있다^{6~8)}. 그러나 기존의 휘스커를 이용하여 용탕단조법으로 복합재료를 제조 할 때에는 휘스커의 편재현상이 나타나게 된다. 따라서 본 연구에서는 이러한 휘스커의 편재현상을 방지하고자 SiC 휘스커 preform을 이용하여 AC4A 알루미늄 기지를 강화한 복합재료의 미세조직과 가압력 및 시효거동에 관하여 연구하였다.

2. 실험 방법

본 실험에 사용한 휘스커로는 일본 동해 카본제의 preformed SiC 휘스커로써 직경 0.1-10 μ m 길이 20-100 μ m인 β 형을 사용하였으며 체적분율 10%, 20%, 30%에 대하여 용탕단조법으로 복합재료를 제조하였다.

이때 가압력은 40, 75, 100MPa로 하였으며 preform 높이에 따른 휘스커의 체적분율과 가압력과의 상호관계를 조사하였으며, 제조된 시료는 전보⁹⁾에서와 같이 방사선 투과시험을 행하여 결함이 없는 재료를 사용하였다.

용체화 처리는 염욕에서 525 $^{\circ}$ C, 1시간 열처리하였으며 시효처리는 170 $^{\circ}$ C의 등온시효와 동시 시효로 100, 200, 300 및 400 $^{\circ}$ C의 실리콘 오일(KF-96)에서 1시간 처리하였다.

경도시험은 비커스 경도기 하중 1Kg, 유지시간 15초로 측정하였으며 미세조직은 전해연마 후 Keller 시약으로 부식시킨 후 광학 및 주사전자 현미경(Cambridge Instruments S360, 가속전압 20KV)으로 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3-1 Preform 높이, 휘스커 체적분율 및 가압력과의 관계

Fig. 1은 preform 높이에 따른 squeezing 후의 시편의 모양을 나타낸 모식도이다. a)의 SiC_w 10%, preform의 높이가 90mm일 경우

는 preform내 휘스커간의 공간이 제일넓고 가압력이 가장 큰 100MPa로 가압하였음에도 preform 내부로 기지금속은 거의 침투되지 않았다. 이는 preform이 커서 본 용탕단조기로 복합화 하기에는 어렵다는 것을 나타낸다. b)와 같이 preform 높이를 54mm로 하였을 경우, SiC_w10%, 100MPa에서 재료의 복합화는 어느정도 이루어졌으나 아직도 윗부분에 SiC_w가 덩어리 상태로 존재할뿐 아니라 개구되어 있음을 볼 수 있다. 이는 여전히 가압유지 시간동안 기지금속이 미처 preform 내부로 완전히 침투하지 못한 상태에서 비중이 가벼운 휘스커가 용탕 윗부분으로 부상했기 때문으로 사료된다.

한편 c)에서 높이가 45mm일 경우는 preform 내부의 휘스커간에 공간이 가장 조밀한 휘스커 체적분율 30%에서 75MPa로 가압하

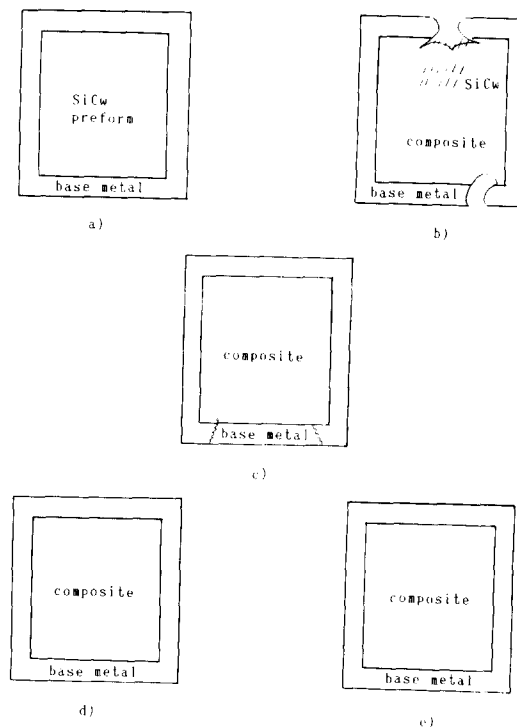


Fig. 1. Schematic diagram of after squeezing according to SiC_w preform height.

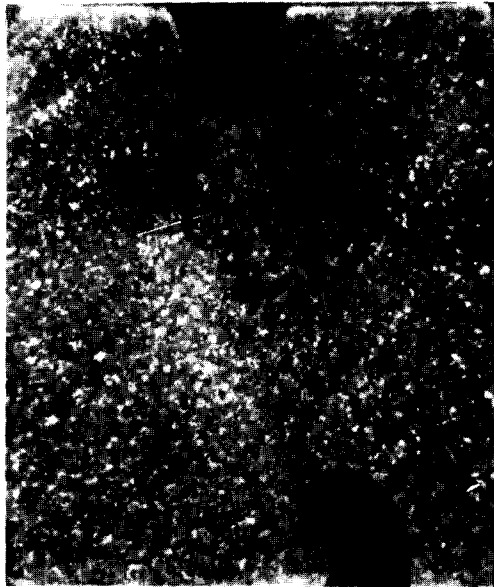
- a) SiC_w 10%, 100MPa, 90mm
- b) SiC_w 10%, 100MPa, 54mm
- c) SiC_w 30%, 75MPa, 45mm
- d) SiC_w 10%, 40MPa, 30mm
- e) SiC_w 30%, 40MPa, 30mm

게되면 재료의 밑부분에 미소크랙이 발생함을 알 수 있다. 반면 d), e)와 같이 높이를 30mm로 하였을 경우는 체적 분율과 가압력에 관계없이 40MPa로도 충분히 재료의 복합화는 골고루 잘 이루어진다는 것을 알 수 있다.

이상으로 휘스커 preform을 사용해서 용탕 단조법에 의한 재료의 복합화는 preform 크기와 가압력에 밀접한 관계가 있으며 preform의 높이가 높을 경우 휘스커 preform 내부까지 용탕이 골고루 침투하기 위해서는 보다 높은 가압력이 필요하다는 것을 알 수 있다. 최

대 가압력이 100MPa인 본 용탕단조기를 이용하여 $\phi 34$ 인 휘스커 preform을 높이 90, 54, 45 및 30mm로 시험한 결과 preform의 크기가 30mm일때 가장 우수하게 복합화가 잘 이루어짐을 알았다.

Fig. 2는 이상으로 살펴본 휘스커 높이에 따른 squeezing 후의 모식도중 대표적으로 54mm 및 30mm의 마크로 조직을 나타낸다. a)는 Fig. 1 b)에서와같이 윗부분의 개구된 주위에 휘스커가 덩어리 상태로 존재함을 볼 수 있으며 b)는 복합화가 잘되었음을 볼 수 있다.



(a)



(b)

Fig. 2. Photographs of after squeeze.

a) SiC_w 10%, 100MPa, 54mm

b) SiC_w 10%, 100MPa, 30mm

3-2 시효 처리

Fig. 3-5는 기지금속인 AC4A I/M재와 복합재의 시효거동을 나타낸다. AC4A I/M재의 경도는 시효에따라 약간 상승하지만 경화능은 크지 않으며 복합재는 AC4A I/M재에 비하여 경도가 훨씬 높을뿐 아니라 초기 경화현상을 나타내고 있다.

SiC_w 10%와 30%에서는 시효경화 현상이

크지만 20%에서는 그 상승폭이 작다. 이는 강화제에 의한 강화효과가 그다지 크지 않지만 30%에서 다시 상승하는 것으로 보아 강화효과가 나타난다는 것을 의미한다. Kohara 등¹⁰⁾이 SiC_w/Al 복합재료 제조시 분말야금법을 응용한 분체 소결법과 액상 압출법, 액상의 열간 프레스법에 의해서는 SiC_w 체적율 상승이 15%에서 한계에 이르렀으나 용탕단

조법으로는 SiC_w 체적분율이 30%까지 가능하였으며 인장강도 값도 상승하였다. 이는 용탕단조법에 의하여 복합재료 제조시 휘스커의 체적분율이 30%에서도 강화효과가 나타난다는 것을 의미하며 본 실험과도 잘 일치하고 있다.

액상의 열간 프레스법이나 액상 압출법에서는 복합재료 제조시 휘스커와 용융 Al이 모두 함께 유동하며, 전자는 휘스커의 편재가 나타나고 후자는 가압시 용융 Al과 휘스커가 함께 유출한다. 반면 용탕단조법에서는 가압하여도 휘스커는 어느 정도의 길이를 가진 상태에서 어떤 특정한 방향으로 배향되지 않고 무질서한 방향으로 preform을 형성하고 있으

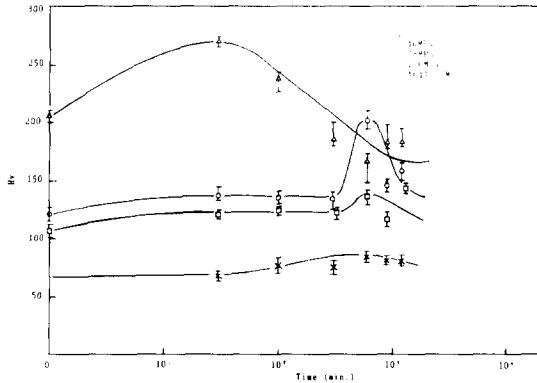


Fig. 3. The results of vickers hardness test according to aging time at 170°C after solution treatment for an hour at 525°C

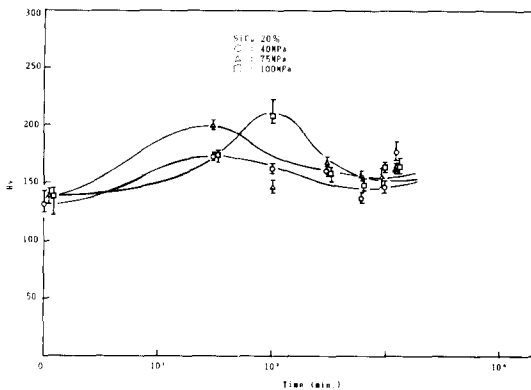


Fig. 4. The variation of vickers hardness value according to aging time at 170°C after solution treatment for an hour at 525°C

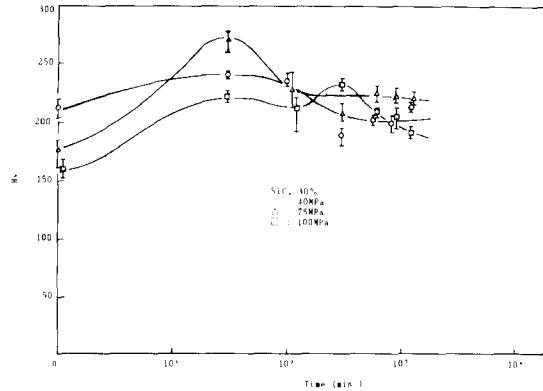


Fig. 5. The variation of vickers hardness value according to aging time at 170°C after solution treatment for an hour at 525°C

며, 휘스커 사이사이에 공간을 형성하고 있어 휘스커의 유동없이 용융 Al이 유동하여 preform 내로 침투하기 때문에 SiC_w 30%에서도 강화 효과가 나타나는 것으로 사료된다.

한편 전보⁹⁾에서와 같이 가압력 75MPa일때 정도가 최대값을 나타내고 있어 가압력 75MPa가 최적조건이라는 사실을 입증시켜주고 있다.

SiC_w 체적분율로 볼때 경화능의 크기는 SiC_w 30% > 10% > 20%의 순이며 체적분율이 증가할수록 초기경화 현상을 나타내고 있다.

3-3 등시 시효

Fig. 6~8은 각 온도에서 1시간동안 등시시효 처리한 결과를 나타낸다. Fig. 6의 AC4A I/M재는 약간 감소하면서 낮은 값을 나타낸다. 반면 SiC_w 10%는 가압력 40 및 100MPa의 경우 400°C까지 큰 변화가 없으며 I/M재에 비하여 절대값이 약 2배 이상으로 큼을 알 수 있다.

이는 400°C에서도 내열성을 그대로 유지하고 있음을 나타낸다. 특히 가압력 75MPa에서는 온도가 400°C까지 상승하여도 경도값이 오히려 약간 증가하고 있으며 I/M재 보다 약 4배 이상 우수하다. 따라서 등온시효 경우와 같이 가압력 75MPa인 경우가 기계적 성질 및 내열성이 가장 우수하며 최적의 조건이다

는 것을 알 수 있다. Fig. 7은 SiC_w 20%에 대한 동시시효처리 결과를 나타낸다. 경도값은 I/M 재에 비하여 약 3배 정도로 높고 SiC_w 10%의 75MPa를 제외하고는 10%보다 우수하다.

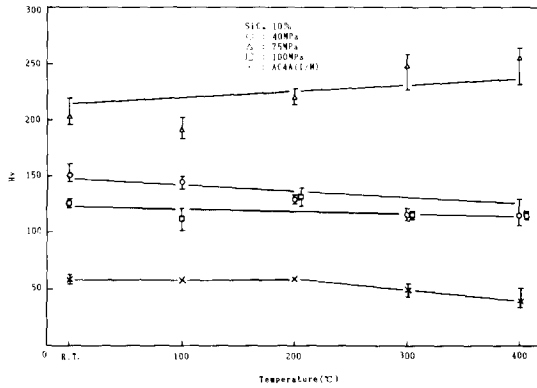


Fig. 6. Variation of micro vickers hardness of AC4A/SiC_w at various temperature for 1hr.

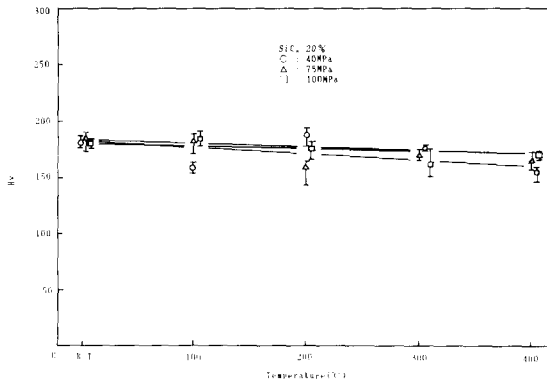


Fig. 7. Variation of micro vickers hardness of AC4A/SiC_w at various temperature for 1hr.

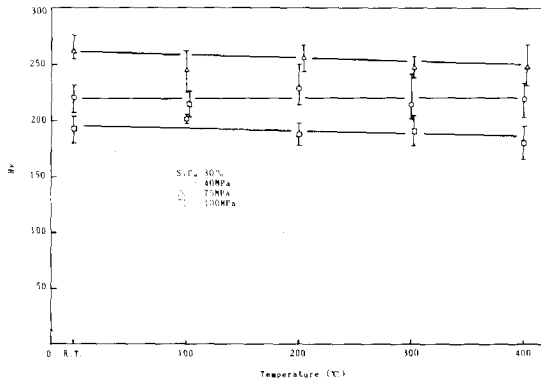


Fig. 8. Variation of micro vickers hardness of AC4A/SiC_w at various temperature for 1hr.

Fig. 8은 SiC_w 30%에 대한 동시시효 결과이다.

I/M재에 비하여 경도값이 4배가량 높을 뿐만 아니라 큰 변화없이 400°C까지 유지됨을 알 수 있으며 내열성이 가장 우수함을 나타낸다.

Park등¹¹⁾은 Al합금에 있어서 시효효과는 열처리하는 시간보다는 온도에 더 민감하여 상 변화의 전체적인 변화과정을 파악하기 위해서는 동시 시효 하는것이 좋으며, 상의 열안정성을 조사하기 위해서는 장시간 동은시효 하는 것이 바람직하다고 하였다.

이상의 결과로 SiC_w 강화한 복합재료는 체적분율에 관계없이 400°C까지 경도가 큰 감소없이 유지되며 내열성 또한 우수함을 알 수 있다.

3-4 미세조직

Fig. 9는 본 실험에서 사용한 SiC 휘스커 preform의 SEM 조직을 나타내며 휘스커에 소구체가 부착되어 있는 것을 볼 수 있다. 휘스커에 흔히 나타나는 이러한 소구체에 대하여 Wagner¹²⁾는 휘스커 제조시 휘스커의 성장기구로써 VLS(Vapor-Liquid-Solid)기구에 의해 성장한다고 하였다. 즉, 휘스커 합성시 불순물이 존재하게 되면

첫째, 이들 불순물이 휘스커의 구성물질들과 액상의 합금액적으로 되며,

둘째, 기재상에 있는 이 액적은 기상으로부터 휘스커의 구성물질을 받아 과포화되고,

셋째, 액상-고상계면에서는 휘스커 구성물의 석출이 일어난다.

둘째와 셋째의 과정이 계속됨으로써 휘스커는 성장하게 된다고 하였으며, 이는 액적합금이 존재할때는 VLS 기구에 의해 성장하나 액적합금이 없다면 결정성장은 정지하게 될 것이라고 하였다. 또한 Park등¹³⁾은 소구체가 부착되어 있는 휘스커는 합성반응의 중단으로 성장이 중지되어 그 길이가 짧으며 소구체가 없는 끝이 무딘 휘스커는 액적이 없어질때까지 성장하였으므로 그 길이가 긴 것으로 추정된다고 하였다. 본 실험에서 이러한 소구체는 휘스커의 체적분율에 관계없이 나타나고 있음을 알 수 있다. 따라서 본 실험에 사용한 휘스커는 이러한 합성반응의 중단으로 인하여 그 길이가 짧은 것으로 추정된다.

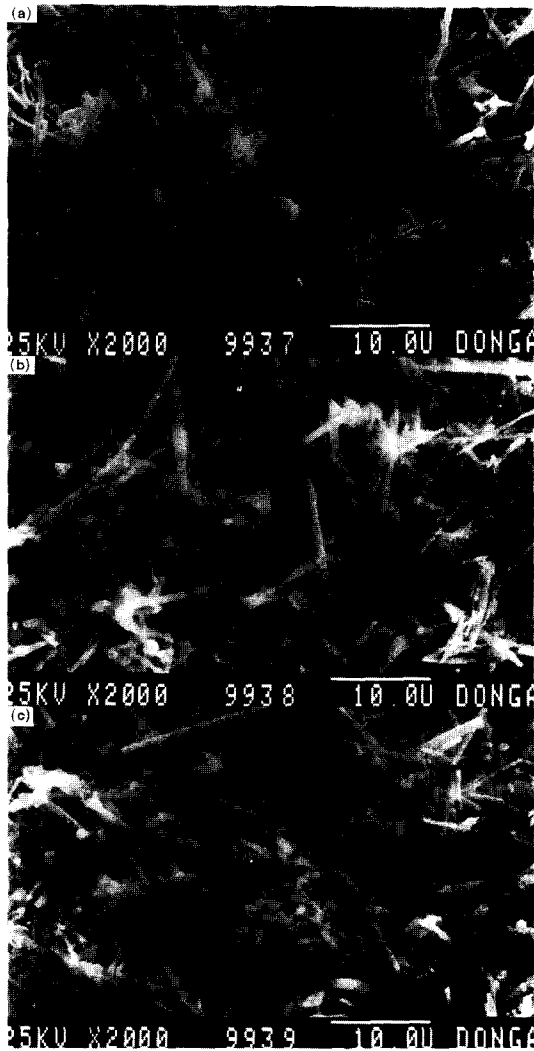


Fig. 9. SEM micrograph of SiC_w whisker
 1) 10% b) 20% c) 30%

휘스커의 체적분율이 증가할수록 휘스커내의 공간이 조밀함을 알 수 있으며 이러한 공간에 AC4A 기지금속이 침투해 들어가므로써 재료의 복합화가 이루어지게 된다. 따라서 가압력이 중요한 변수로 작용하게 되며, 가압력이 너무 낮으면 preform 내부에 있는 휘스커 사이의 공간 깊숙히까지 용융금속이 침투해 들어가지 못하게 되거나 휘스커와 용융금속간에 접촉이 나쁘게 되며 반면에 너무 높게되면 가압시 휘스커가 심하게 손상을 받아 기계적인 성질이 나쁘게 된다.

본 그림에서 휘스커의 방향이 일정하지 않고 무질서함을 볼 수 있으며 이러한 무방향성은 휘스커 강화한 복합재료가 장섬유 강화한 복합재료에 비하여 보다 등방적이다.

Fig. 10은 상온에서 가압력 40MPa로 squeeze한 SEM조직을 나타낸다. 그림 a)에서



(a)



(b)

Fig. 10. SEM micrograph of AC4A/SiC_w composite at 40MPa, R.T.

a) SiC_w 10% b) SiC_w 30%

SiC_w 10%는 체적분율이 낮으며 preform과 기지금속과의 경계부에서 squeezing시 가압순간 휘스커가 변형됨과 동시에 잘게 파손되어 기지금속의 용탕속으로 튀어나간다고 추정할 수 있다.

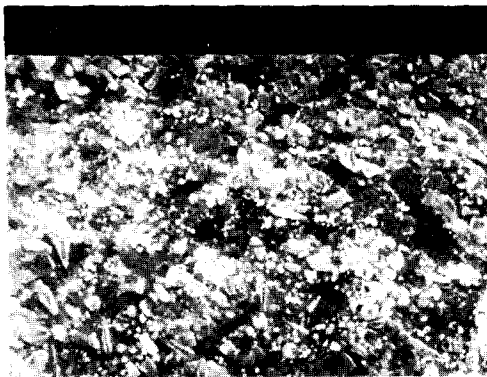
한편 SiC_w 30%에서의 휘스커는 기지금속과 접촉하게 되면 그림 b)의 A와 같이 wetting으로 오목하게된 후 응력집중으로 인

하여 더 이상의 가압력을 견디지 못하고 B와 같이 파단하게 되어 잘게 나누어 짐을 알 수 있다. 이러한 현상은 가압력이 높을수록 심하여 100MPa에서는 휘스커 본래의 형상보다는 다각형의 것이 많이 존재함을 알 수 있다. 반면 가압력 75MPa에서는 휘스커의 체적분율에 관계없이 휘스커는 원래의 형상과 다각형의 것이 함께 존재함을 볼 수 있으며, 이러한 까닭으로 가압력 75MPa일때 기계적 성질이 가장 우수한 것으로 사료된다.

Fig. 11은 525°C에서 1시간 용체화 처리후 170°C에서 10시간동안 시효처리한 경우의 SEM조사를 나타낸다. Fig. 10의 경우와 유사하게 가압력 40MPa일 경우 휘스커는 본래의 형상을 어느 정도 유지하면서 기지금속과의 접촉에 의해 끝이 뾰족하게 변형되어 있음을 볼 수 있다. 이는 휘스커 체적분율 10%에서



(a)



(b)

Fig. 11. SEM micrograph of AC4A/SiC_w 10% composite at 170°C, 10hrs aging after solution treatment for 1hr at 525°C

a) 40MPa b) 100MPa

는 preform 내 휘스커간의 공간이 넓어 squeezing시 이러한 공간속으로 기지금속이 침투해 들어감으로 휘스커와 접촉할 수 있는 기지금속 양이 많은데다 가압력이 40MPa로 낮기 때문에 휘스커는 원래의 형상을 유지하면서 끝이 뾰족하거나 오목하게 wetting되기 때문이라 사료된다.

가압력 100MPa에서는 휘스커가 원래의 형상을 거의 찾아볼 수 없을 뿐 아니라 잘게 파손되어 다각형이거나 구형에 가까운 것이 많이 존재함을 볼 수 있다. 또한 휘스커와 기지금속과의 계면접촉에 의하여 휘스커가 변형된 것도 가압력 75MPa와 40MPa에서와는 달리 거의 나타나지 않는다는 것을 알 수 있다. 이는 가압과 동시에 휘스커가 파단된 후 가압유지 시간 동안에 높은 높은 가압력을 견디지 못하고 재차 파단에 이르게 되므로써 휘스커는 원래의 형상과는 달리 잘게 파손되고 본래의 특성을 다소 잃는 것으로 사료된다. 한편 휘스커의 모서리는 이렇게 파손된 휘스커가 기지금속과 충분히 wetting하지 못하여 직각을 이루거나 최초부터 wetting하고 있었던 것에 의해 일부 다각형을 이루는 것으로 사료된다.

Fig. 12는 이상으로 살펴본 휘스커의 파단 과정을 도식적으로 나타낸 것이다. 가압력이 낮을 경우 squeezing시 휘스커는 파단강도에 이르기까지 시간이 걸리게 되므로 가압과 동시에 파단되지 않고 a)처럼 변형되거나 b)처럼 휘스커와 기지금속간에 wetting이 보다 잘 이루어지게 된다.

이때 최초의 휘스커는 wetting으로 오목하게 된후 이 부분의 응력집중으로 인하여 더 이상의 가압력을 견디지 못하고 마침내 파단에 이르게 된다. 이와같이 1차 파단된 다음 가압유지 시간동안에는 낮은 가압력을 극복하여 재차 파단이 진행하지 않게 되므로써 길이형상도 원래처럼 길게되는 것이 많다. 또한 이때 휘스커의 모서리 부분도 기지금속과의 wetting으로 인하여 직각을 이루지 않고 다각형이거나 일부 구형에 가까운 형상을 하게 된다.

반면 가압력이 높을 경우 최초의 휘스커는 squeezing시 가압됨과 동시에 파단되므로 파

단에 이르기까지의 시간이 매우 짧다. 따라서 기지금속과 충분한 wetting을 이루지 못하고 파단되기 때문에 파단된 후의 형상은 직각이거나 혹은 일부 기지금속과의 wetting에 의해 다각형을 이루게 된다. 이러한 과정은 가압유지 시간동안 1차 파단된 것이 높은 가압력을 견디지 못하고 재차 파단이 거듭 진행되므로써 휘스커의 길이 형상도 초기와는 달리 작아지게 된다.

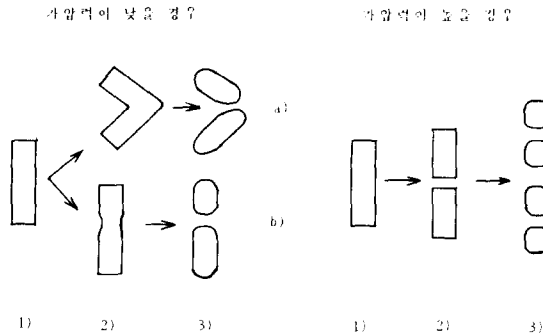


Fig. 12 Schematic diagram of SiC_w fracture mode to squeezing.

1) 초기형상 2) 가압직후 3) 가압유지후

4. 결 론

용탕단조법으로 AC4A Al 기지 금속에 SiC 휘스커 preform의 체적분율 10에서 30%까지 가압력에 따라 복합재료를 제조하여 시효처리 한 결과는 다음과 같다.

1) SiC_w의 체적분율이 30%까지 증가할수록 정도값은 증가하였으며 SiC_w 20%에서는 가압에 의한 큰 효과는 없었다.

2) 복합재의 T6처리재가 AC4A I/M재 보다 시효경화능이 크고 절대값이 높을 뿐 아니라 초기경화 현상을 나타내며 강화효과는 SiC_w 30% > 10% > 20%의 순이다.

3) 가압력이 낮을 경우 휘스커는 가압과 동시에 파단되지 않고 기지금속과 wetting 된 후 일부 변형되거나 wetting부가 파단하게 되어 휘스커는 원래의 형상을 유지하거나 일부

변형되며 가압력이 높을 경우는 가압과 동시에 가압력을 이기지 못하고 파단하게 되므로써 휘스커의 모양도 다각형이거나 구형에 가깝게 된다.

4) 휘스커의 형상이 일부 변형된 것과 함께 파손된 것이 공존하는 가압력 75MPa인 경우가 최적이었다.

인 용 문 헌

1. J. E. Schoutens and K. Tempo : Introduction to Metal Matrix Composite Materials, DOD-Metal Matrix Composites Information Analysis Center (1982)
2. A.P. Divecha, S.G.Fishman and S.D. Karmarkar : J. Met., 9, 12 (1981)
3. R.J. Arsenault : Met. Sci. Eng., 64, 171 (1984)
4. O. Watanabe : in Proc. Conf. on Composite Materials. Japanese Inst. of Metals, Tokyo, 17 (1983)
5. 王 殿 斌, 大橋 照男 : 輕金屬, 39(10), 699 (1989)
6. D. Juul Jensen, N. Hansen and Y.L.Liu : Material Science and Technology April 7, 369 (1991)
7. R.J.Arsenault, C.S. Pande : Scripta Metallurgica, 18, 1131 (1984)
8. Y. Imose, J. Kaneko, M. Sugamata : 輕金屬, 40(3), 221 (1990)
9. 문경철, 이준희 : 한국재료학회지, 2(6), 461 (1992)
10. KOHARA, ASADA : 輕金屬, 37(7), 483 (1987)
11. 박원옥, 김동훈 : 大韓金屬學會誌, 23(1), 11 (1985)
12. R.S. Wagner and W.C. Ellis : Trans. Met. Soc. AIME, 233, June, 1053 (1965)
13. 朴光源, 金壽植 : 大韓金屬學會誌, 26(1), 44 (1988)