

《論 文》

Al-10wt% TiC_P 복합재료의 정적 크립 특성

임종국* · 박종건

충북대학교 대학원 재료공학과

*대림공업전문대학 공업재료과

Static Creep Characteristics of Al-10wt% TiC_P Composites

J. K. Rhim, J. K. Park*

Dept. of Materials Engineering, Chung Buk National Univ

*Dept. of Engineering Materials, Dae Lim Engineering College

ABSTRACT

Creep tests of the TiC particulate reinforced Al composite have been conducted in the temperature ranges from 200 to 500°C. The steady-state creep rate of the composite depended strongly on the temperature and applied stress. The stress exponent for the steady state creep rate of the composites was approximately 17.5 and the activation energy was calculated to be 390KJ/mol. The steady-state creep equation could be written as $\dot{\epsilon}_s (s^{-1}) = 1.5 \times 10^{-9} \sigma^{17.5} \exp(-390000/RT)$.

Fracture surface examination showed that the fracture mode of the particulate reinforced composite was ductile by plastic tearing of the aluminum matrix and TiC particle interfaces were offered as sites for crack.

1. 서 론

산업이 점차 고도화 됨과 아울러, 열효율 향상을 위해 재료의 사용온도가 증가 됨으로서 기존의 특성보다 더욱 우수한 특성을 갖는 신소재의 개발이 많이 요구되고 있다. 이러한 신소재의 하나로서 금속기지 복합재료(MMCs)가 많은 관심을 받고 있으며, 특히 기지를 금속으로 하는 재료는 높은 비강도와 stiffness 및 고온 특성이 우수하다. 이러한 재료의 상온 기계적 성

질에 관한 실험은 많이 행하여져 보고^{1,2,3,4,5,6)}되어져 있지만 고온 특성에 대한 보고는 거의 이루어져 있지 않았고, 또한 크립시험에 대해서도 아직 많은 연구가 되어 있지 못하고 극히 일부만이 보고^{7,8,9)}되어져 있는 실정이다. 또한 첨가 강화재의 형상이 입자일 경우는 섬유강화 복합재료와 비교하여 열전전도가 우수하고 더 커다란 전단압축강도 및 등방성질을 갖는다. 이러한 점들 때문에 공업용재료, 특히 구조용 재료로서 최근 활발하게 연구되고 있다. 이들 금속기지 복합재료

들 중에서도 Al을 기지로 하는 복합재료가 새로운 공정기술의 개발에 따라 여러가지가 개발되어 상용화되고 있으며 이들중 SiC강화 Al합금은 미국에서 항공기 구조물인 피스톤제조에 이용되고 있다. 이들은 (1) 원재료 가격이 싸고 (2) 기존의 제조방법을 사용하여 여러 형상들의 복합재료를 제조할 수 있으므로 제조단가가 저렴하며 (3) 비강화 Al과 비교하여 실질적으로 향상된 강도와 탄성율을 갖는 등방성질등의 특성을 가지고 있다.

본 연구에서는 TiC의 용점이 높기 때문에 열적 안정성이 크므로 고온 특성이 우수하며, 입자 미세화 효과를 비롯한 여러가지 물리적 특성이 우수한 것에 착안하여 TiC를 강화재로서 첨가하여 Al복합재료를 용탕교반법으로 제조하여 크립시험을 통하여 TiC첨가 알루미늄 복합재료의 고온특성을 확인하였다. 현재까지 Al-TiC_p복합재료의 creep 특성에 대해서는 전혀 발표된 바 없으나, 이와 유사한 SiC_p첨가 복합재료의 creep특성에 대한 발표를 참고하여 응력 범위 4-15 kg/mm² 온도범위 200~500°C에서 실험을 행하여 creep변형 mechanism과 과단 양상을 규명하고 Al-TiC_p복합재료의 고온 특성이 우수함을 입증함으로써 신소재로서의 사용가능성을 확인하기 위함이 본 실험의 목적이다.

2. 실험 방법

본 실험에서 사용된 TiC첨가 Al 복합재료는 Al 97%의 기지금속에 40μm의 TiC입자를 첨가하여 Fig.1과 같은 장치를 사용하여 용탕교반법으로 제조하였다.

용탕교반법은 액상교반법으로 알루미늄 용탕을 고주파 유도로를 이용하여 용해 하였으며 산화 방지를 위해 Ar으로 쉴드하였고 유도로 직상에 구동을 위한 모터를 설치하였고 회전속도를 제어하기 위해 타코메타를 설치 모터의 속도를 제어하였다. 이때 임펠러는 고순도 흑연판을 두께 5mm로가동한후 텅스텐봉에 알루미늄시멘트로 접합하여 사용하였다. 임펠러의 크기는 혼합강도에 크게 영향을 미치는데 본 실험에서는 가로 세로 각각 7cm의 크기로써 양날 임펠러의 형태로 사용하였다. 먼저 Al를 용해한 후 용탕온도를 850°C로

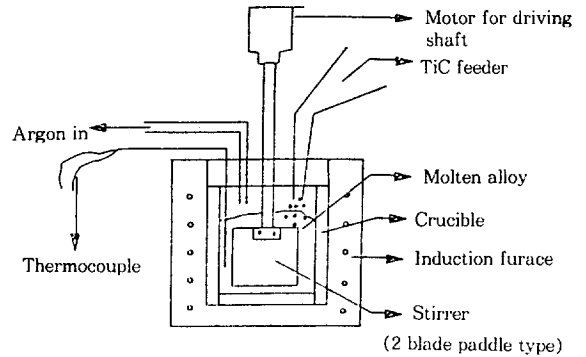


Fig.1. Induction furnace for the fabrication of TiC composites.

유지 시킨후 미리 예열시켜둔 TiC입자를 분당 3g의 속도로 첨가하면서 교반을 시작하였다. 교반은 1000 rpm의 속도로 15분간 행하였으며 교반이 끝난 후 금형에 주입하였다. 이때 사용한 Al기지금속의 분석은 Table 1과 같으며 TiC의 분석은 Table 2에 보인바와 같이, 첨가입자의 평균입도는 40μm, TiC함량은 중량비 10%로 하였다. 또한 용탕교반시 TiC의 젖음성을 향상시키기 위하여 Mg을 1.5%첨가하였다. 용해로로서는 고주파 유도로를 사용하였는데 이것은 유도자기에 의한 자력선의 영향으로 자동교반 작용이 이루어져 입자의 편석을 방지하는 효과를 얻을 수 있었다.

Table.1. Chemical Composition of Commercial Pure Aluminum Ingot

Fe	Mg	Si	Zn	Cu	Mn	Cr	Ti	Al
0.132	0.037	0.038	0.005	0.002	0.002	0.002	0.000	Bal

Table.2. Content Analysis for Titanium Carbide.

Density	4.91
Total Carbon	19.78%
Free Carbon	0.009%
Combined Carbon	19.69%
Fe	0.35%
+ 170	1.0%
170/325	98.6%
- 325	0.40%

교반이 완료된 후 예열된 금형에 주입하여 응고시켰으며 응고가 완료후 표피를 제거해 난후 열간압연을 행하여 두께 3mm의 판상으로 만들었다. 압연완료후 압연방향으로 Fig. 2와 같은 크립시편을 제작하였으며, 450°C에서 4시간 용체화 처리후 크립 실험을 행하였다.

일정응력 크립시험은 230, 290, 340°C에서 하중을 4~15kg/mm²으로하여 대기중에서 행하였다. 하중을 걸기전 대략 30분동안 실험온도로 유지 했다. 크립시험기로는 constant stress creep시험기를 자체 제작하여 사용하였으며 변형량은 LV-DT의 출력을 증폭하여 strip chart기록계로 기록하였다. 이때 시편의 게이지 길이는 25.4mm로 하였다. 온도는 시편 gage length중심에 열전대를 놓고 온도비례 제어식 controller를 사용하여 측정하였으며 온도편차는 ±1°C이하였다. 미세조직은 광학현미경과 SEM을 이용하여 조사하였다.

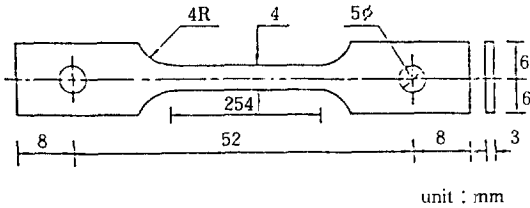


Fig. 2. Design of tensile creep specimen.

3. 실험결과 및 고찰

Photo. 1은 본 실험에서 사용한 TiC입자강화 Al복합재료의 전자현미경 사진이다. 사진에서와 같이 약간의 편석이 보여지나 비교적 고루 분포되었음을 알 수 있다. 이러한 입자의 존재가 기지의 탄성률을 향상시키고 그 결과 기지가 크게 강화되는 것으로 알려져 있다.⁷⁾ 또한 기지와 강화재 사이의 열팽창 계수차이로 인해 입자주위의 기지금속에 전위밀도가 높아져 기계적 성질을 향상시키는 것으로 알려져 있다.⁴⁾

Fig 3은 본 실험에서 사용한 Al-TiC_p복합재료의 크립 곡선이다. 이것은 전형적인 크립곡선임을 알 수 있으며 1차크립이 매우 짧고, 정상상태크립이 매우 길며 3차크립은 거의 무시할 정도로 끝나는 것을 보여

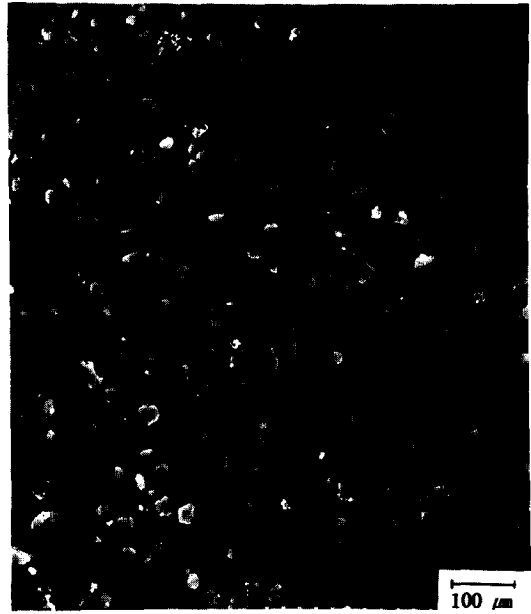


Photo. 1. Showing the TiC distribution of the Al/10wt% TiC composites.

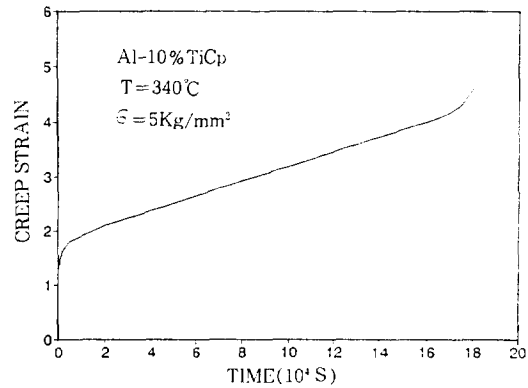


Fig. 3. A typical creep for the Al-10wt% TiC composites. The steady-state stage dominates the creep life.

준다. 크립실험으로부터 얻어진 데이터는 Table 3에 요약되어 있다. 이 재료의 파단 변형량(rupture strain)은 2~4.7%이다. 온도와 적용응력에 대한 파단변형량의 의존성은 발견할 수 없었다. 이 도표에서 살펴보면 일정온도에서 응력이 증가함에 따라 creep strain rate는 증가함을 알 수 있었다. 적용응력의 함수로서의 정상상태 크립속도를 여러 온도에 대하여

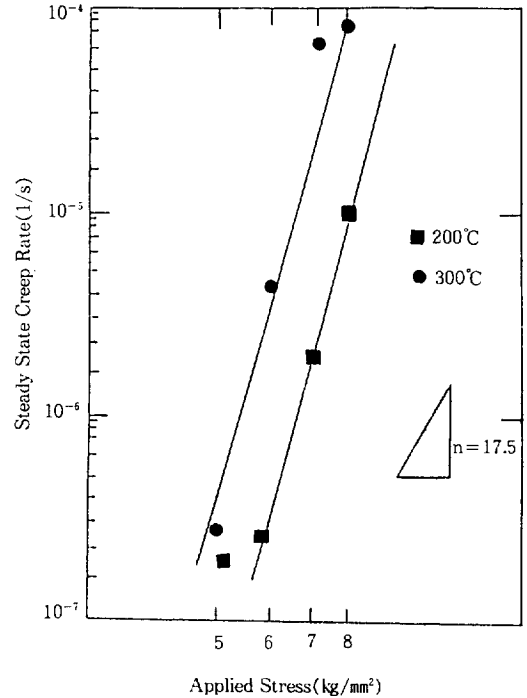
Table 3. Creep Data of Al-10%TiC_p Composites.

Temp °C	Stress, Mpa	Steady state Creep Rate, S ⁻¹	Rupture Strain, Pct
200	49	1.8×10^{-7}	—
200	58.8	2.14×10^{-7}	—
200	68.6	1.14×10^{-6}	4.3
200	78.4	9.71×10^{-6}	4.7
275	49	1.3×10^{-7}	—
305	58.8	3.3×10^{-7}	2.5
320	68.6	1.38×10^{-5}	2.9
350	78.4	2.03×10^{-5}	4.3
300	49	2.3×10^{-7}	3.7
300	58.8	4.17×10^{-6}	2.7
300	68.6	7.03×10^{-5}	3.5
300	78.4	8.09×10^{-5}	4.2
440	49	3.3×10^{-6}	2.8
455	58.8	2.2×10^{-5}	3.3
470	68.6	6.0×10^{-4}	3.2
500	78.4	9.17×10^{-4}	2.3

Fig. 4에 나타내었다. 이 복합재료의 응력지수 n 값은 본 실험의 온도와 응력범위내에서 거의 일정한 값을 보였다. 실험 데이터를 최소자승법으로 분석한 결과 n 값이 대략 17.5를 보였다. 이러한 높은 응력지수 값은 TiC입자가 알루미늄 기지에서 안정한 산화물의 분산과 같은 작용 때문이라 사료된다. 정상상태크립의 고응력지수는 산화물분산강화 (ODS:Oxide Dispersion Strengthened) 합금에서 볼 수 있는 일반적인 현상이다.

임계응력은 보편적인 ODS재료의 크립에서 흔히 발견된다. 그러나 본 연구에서 일어나지 않는지 아니면, 지극히 느린 속도에서 일어나는지 임계응력의 존재를 나타내는 증거는 없었다. 본 연구에서는 통상적인 ODS 재료의 분산입자보다 더 큰 입자를 사용하였기 때문에 전위이동에 대한 효과적인 방해물이 될 수 없었다는 것을 알 수 있었다. 임계응력의 존재를 알 수 있는 정확한 기구는 아직 발견되지 못했다.

Orowan bowing과정¹⁰⁾에 의해 방해물을 통과하는데 전위가 필요한 응력은 본 조사에서 사용한 응력보다도 훨씬 작았다. 이것은 본 연구에서 임계응력이 존재하지 않음을 설명할 수 있다. 앞에서 언급했듯이 복합재

**Fig.4.** Steady state creep rate as a function of applied stress for Al/10wt% TiC at temperature between 200°C and 300°C.

료의 미세조직의 불균일성이 임계응력의 출현에 영향을 끼쳤을 것이다.

그렇지만 전위가 루프나 국부상승, 교차슬립등에 의해 방해물을 통과할 것이 예상되므로 임계응력의 존재가 예견된다. 따라서 이것에 대해서는 좀더 많은 연구를 통하여 규명하고자 한다. 본 실험에서 복합재료의 크립변형은 온도에 대한 의존성이 상당히 높았다. Fig. 5에 보인 것과 같이 결보기 활성화에너지는 대략 390KJ/mole로 계산되었는데 이 값은 알루미늄의 자기확산에 대한 활성화에너지가 140KJ/mol¹¹⁾ 보다 훨씬 큰 값으로 강화되었음을 알 수 있었다.

Al기지 복합재료의 정상상태 크립 변형은 다음과 같이 3가지로 설명되어있다.

1) Nieh와 동료¹²⁾들에 의한 단순한 Power-law creep

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n \exp(-Q/RT)$$

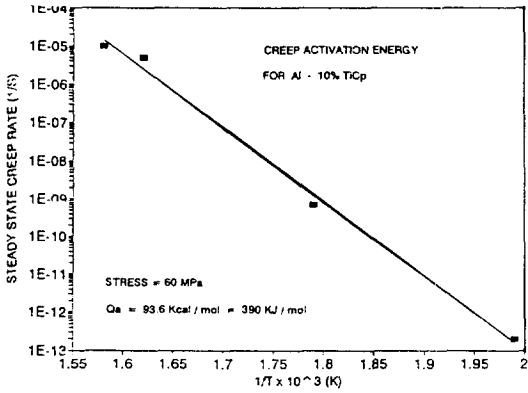


Fig. 5. Activation energy for creep of Al/10wt% TiC. Q_a is calculated to be 390KJ/mol, while the activation energy for self diffusion of Al is only 140KJ/mc

(여기서는 $\dot{\epsilon}$ 정상상태 크립 속도, σ 는 적용응력, Q 는 활성화에너지, T 는 절대온도, R 은 기체상수, n 은 응력지수, A 는 상수이다.)

2) Nardone과 Strife⁷⁾에 의해 threshold stress를 갖는

$$\text{power-law Creep, 즉 } \dot{\epsilon} \propto (\sigma - \sigma_0)^n$$

(여기서 σ_0 는 임계응력)

3) Morimoto등¹³⁾에 의해 exponential law, 즉 $\dot{\epsilon} = B \exp(C\sigma)$

(여기서 B, C는 주어진 온도에서 상수이다.)

본 실험의 데이터를 적용응력에 따른 정상상태 크립 속도를 비교하면 앞의 power law 의존성을 예견할 수 있다.

또한 온도의 함수로 변환한 활성화에너지도 응력에 무관하게 일정하였다. 그러므로 정상상태 크립방정식은 앞의 1)의 경우에 해당되어 단순한 Power-law creep으로서 다음과 같이 쓸 수 있다.

$$\dot{\epsilon}_{ss} (s^{-1}) = 1.5 \times 10^{-9} \sigma^{17.5} \exp(-Q_a/RT)$$

여기서 $\dot{\epsilon}_{ss}$ 는 정상상태크립속도, σ 는 Mpa의 단위원 적용응력, Q_a 는 390KJ/mol의 값으로서 겉보기 활성화에너지, RT 는 통상의 의미이다. 유사한 식이 많은

ODS 재료의 크립 거동을 약술하는데 적용된다. 정상상태크립 속도의 Power law 의존성은 현재 이론을 사용하여 만족스럽게 설명할 수 없다. 전위상승에 기초한 이론이 응력지수가 아주 낮거나 적용응력에 대한 정상상태 크립속도의 지수 의존성을 예견해 준다. 또한 거의 일정하게 이들 모델들은 온도의존성이 어느 과정이 우세한가에 따라 체확산이나 파괴확산과 같이 될 것을 예견된다. 어떤 과정도 본 연구의 높은 활성화에너지를 올바르게 설명할 수 없다. 정량적인 이론적 계산값들은 실제의 데이터 보다도 보통 수십 배의 크기로 더 빠른 크립속도를 보여준다. 정성적으로나 정량적으로 이러한 편차는 현재의 이론의 주 요소를 개조하거나 새로운 이론적 접근이 필요하다는 것을 제시해 준다. TiC_p첨가에 따른 강화 효과를 구하기 위하여 Al에 TiC_p를 첨가한 것과 그렇지 않은 것의 정상상태크립성질을 직접비교하여 Fig. 6에 나타내었다. Al의 1차크립이 없는 것과 정상상태크립의 응력지수 값이 대략 3인 것은 이 재료가 Class 1 고용체와 같다는 것을 나타내 준다. 즉 크립변형에 대한 속도올속 과정이 전위의 활주이다. Al의 용질원자는 주로 Mg (1.5wt%)이다. 용질원자가 실험온도 (300°C)에서 고용체이므로 본 시료의 크립거동이 Al-Mg합금과 유사하다는 것은 당연하다. 그리고 이것은 본 실험 응력범위에서 3의 지수식을 따른다고 알려져 있다.¹⁴⁾ 본 연구에서 얻어진 크립테네타도 역시 이들 연구와 정량적으로 잘 일치하고 있다. Fig. 5로부터 알루미늄기지에

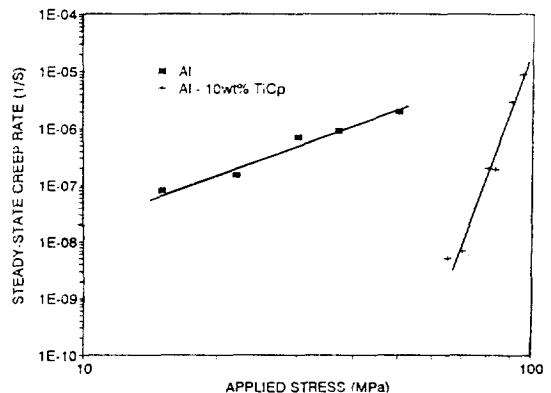


Fig. 6. Comparison of steady-state creep rate vs stress for Al and Al-10wt% TiC, respectively, at 290C

TiC_p의 첨가가 재료의 크립저항을 상당히 증가시킨다는 것을 분명히 알 수 있다. 그러나, 이들 두 재료의 정상상태 크립 속도의 큰 차이 때문에 강화량은 적용응력과 크립속도에 의해 좌우된다.

일반적으로 크립속도가 작으면 작용수목 TiC_p로 인한 강화효과는 더 커진다. 그러나 Fig. 6에서 응력을 크게하거나 크립속도를 더 빠르게 하면 두 곡선의 값은 더욱 상승할 것이고 이것은 Al-TiC_p가 알루미늄기지보다도 고응력에서는 더 약하게 된다고 결론내릴 수 있다. 이것은 고응력 98 MPa 이하에서 Al-TiC_p가 알루미늄기지보다 더 강하지만 응력 98 MPa 이상에서는 약하게 된다고 결론 내릴 수 있다. Al의 정상상태 크립의 응력지지수는 빠른 크립속도($10^{-4}/s$)에서 지수법칙을 벗어나게 되고 그림에서 예견된 3보다도 훨씬 크게 된다. 고응력에서의 본 데이터는 이와같은 경향을 보여준다.

실험시편 모두는 동일한 방법으로 파단 되는데 파단면은 항상 적용응력의 방향과 일정한각을 이룬다. 파단 면과 적용응력사이의 각은 최대전단이 일어나는 대

체로 45도로 측정되었다. Photo. 2에 보인바와 같이 파단면의 미세관찰은 재료가 연성파괴임을 보이며 또한 많은 양의 알루미늄 기지가 소성변형되는 것이 관찰되었다. 복합재료는 통상 크립변형 동안에 기지에 발달된 공공의 합체에 의해 파단된다. 대부분의 덩풀이 Photo 2에 보인바와 같이 TiC_p와 관련되어 발견되었으며 이것은 TiC_p-Al기지 계면이 기공형성의 선택 위치가 된다는 것을 제시한다.

TiC_p와 Al의 열팽창계수의 커다란 차이와 재료변형시 TiC_p-Al계면에서 응력과 변형량의 불연속적인 관점에서 계면이 크랙형성의 선택적인 위치가 될 것이라고 기대된다. 반면 Photo. 1에 보인바와 같이 변형하기 앞서 TiC_p-Al계면에서 기공형성의 증거는 없었으나, 이것이 두 상사이에 강한 결합이 존재하는 것을 의미한다고는 생각되지 않는다.

4. 결 론

Al/10wt% TiC_p 복합재료의 크립실험 결과 다음과

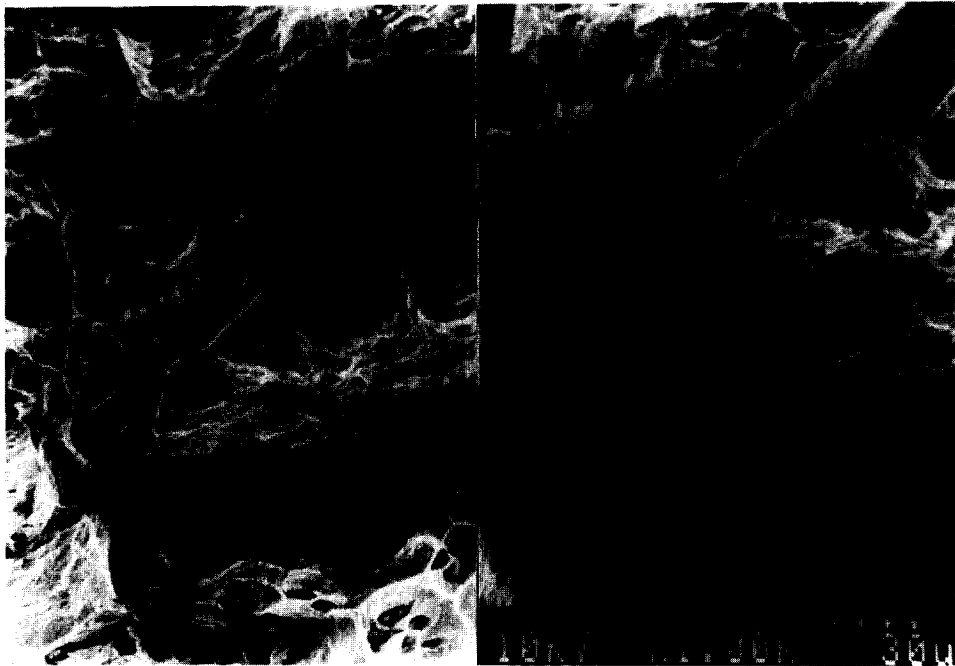


Photo. 2. Scanning electron micrograph of the fracture surface of Al/10wt% TiC particle.

같은 결론을 얻었다.

1) 알루미늄의 자기확산에 대한 활성화에너지는 오직 140KJ/mol 인데 비해 Al/10wt% TiC_p 복합재료의 경우 결보기 활성화에너지는 대략 390KJ/mole로 계산되었다. 또한 응력지수값은 17.5의 값을 값을 보임으로서 크립특성의 우수함을 입증하였다.

2) 본 실험재료에서의 정상상태 크립 방정식은 단순한 Power-law creep으로서 다음과 같이 쓸수 있다.

$$\dot{\epsilon}_{ss}(s^{-1}) = 1.5 \times 10^{-9} \sigma^{17.5} \exp(-Q_a/RT)$$

3) TiC 강화 Al복합재료의 크립시험시 파단양상은 연성파괴를 보였고, TiC입자계면이 크랙형성의 위치가 되었다.

참 고 문 헌

1. Y. Lin, R. H. Zee, and B. A. Chin : Metall. Tran. A, April.1991, Vol. 22A, pp.859-865.
2. Jayantial M. Panchal, Tim Vela : Advances in Powder Metallurgy 1990, Vol. 2, pp.497-515.
3. K. Satyaprasad, Y. R. Mahajan and V. V. Bhanuprasad : Scripta Metallurgica et Materialia, 1992, Vol. 26, pp.711-716.
4. A. K. Kuruvilla, V. V. Bhanuprasad, K. S. Prasad and Y. R. Mahajan : Bull. Mater. December 1989, Sci., Vol. 12, No.5, pp.495-505.
5. M. H. Stacey : Marerials Science and Technology, march 1988 Vol. 4 pp.227-230.
6. J. M. Papazian and P. N. Adier : Metall. Trans., Feb.1990, Vol. 21A, pp.401-410.
7. V. C. Nardone and J. R. Strife : Metall. Trans., Vol. 18A, Jan. 1987, pp.109-114.
8. Kyung-Tac Park, Enrique. J. Lavernia and Farghalli A. Mohamed : Acta.metall. mat-er., 1990, Vol. 38, No.11, pp.2149-2159.
9. F. A. Mohamed and T. G. Langdon : Met-all. Trans., 1974, Vol. 5, pp.2339-2345.
10. E.Orowan, symposium on "Internal Stress in Metals and Alloys," Inst. of Metals, 1948, pp. 451.
11. F. A. Mohamed and T. G. Langdon : Met-all. Trans., Vol. 5, 1974, pp.2339-2345.
12. K. Xia, T. G. Nieh, J. Wadsworth and T. G. Langdon : Proceedings of a Symposium, Structural Materials and Flow and Fracture Committes, Oct.1989, in Indianapolis, Indiana., pp.543-556.
13. T. Morimoto, T. Yamaoka, H. Lilholt, and M. Taya : J. Eng. Mater Technol., 1988, Vol. 110, pp.70-76.
14. R. S. Mishra, A. B. Pandey : Metall. Trans.A, 1990, Vol. 21A, pp.2089-2090.