

## W 纖維強化 Al合金基地 複合材의 熱cycle에 다른 界面舉動에 關한 研究

許在根\*\* · 金政泰\* · 玄昌容\*\* · 金容奭\* · 金錫胤

\*弘益大學校 金屬工學科 · \*\*서울産業大學校 材料工學科

A Study on Interfacial Phenomena of Tungsten Fiber Reinforced  
Aluminium Matrix Composite under Thermal Cycles.

J. G. Huh\*\* · J. T. Kim\* · Ch. Y. Hyun\*\* · Y. S. Kim\* · S. Y. Kim\*

\* Dept. of Met. Eng. Hong-Ik Univ.

\*\*Dept. of Mat. Sci. & Eng. Seoul National polytechnic Univ.

### ABSTRACT

The reaction layer formed at interface between matrix and fiber has significant effects on the mechanical properties and behaviors of deformation in FRM.

In this study, the mechanical properties and interfacial behaviors according to surface finishing on the fibers and according to heat treatment in FRM were investigated.

FRM was fabricated by diffusion bonding method.

In W/Al alloy composite and W/Al composite, W of which was coated with  $WO_3$ , the heat treatment was carried out thermal cycling method from 373K to 673K.

In W/Al composite, W of which was coated with  $WO_3$ , growth of interface layer was hardly occurred in spite of the increasing various thermal cycles.

It was exhibited that oxidized W/Al composite were higher strength than non-oxidized W/Al composite with the increasing thermal cycles.

The compounds of fiber/matrix interface were analyzed into  $WAl_{12}$ ,  $WAl_3$  and  $AlWO_3$  respectively.

Therefore the interfacial compounds of fiber/matrix seriously affected the mechanical properties and behaviors of deformation in FRM.

### 1. 緒 論

FRM은 既存의 金屬材料에 比하여 比強度, 比彈性率, 耐摩耗性이 優秀하며 自動車, 宇宙, 航空, 레

저, 스포츠用品等 廣範圍하게 使用되고 있으며 또한 그 用途가 더욱 넓어져 가고 있다.<sup>1-4)</sup>

FRM의 強化纖維로서는 主로 SiC纖維,  $Al_2O_3$ 纖維, B纖維, W纖維, Mo纖維等の 高強度, 耐熱性纖

維가 사용되며 其地材料로서는 573K 程度의 環境에 적절한 Al 및 Al합금이 많이 사용되고 turbine blade用 材料와 같은 高溫環境(1473K)에서는 Ti, Ni, 金屬間化合物을 基地로 한 複合材料가 研究 開發되고 있다.

그러나 이러한 FRM은 製造工程中 혹은 高溫에서 使用時 脆弱한 界面層의 生成, 成長으로 그 性能이 低下하고 있다. 이러한 脆弱한 界面層의 成長을 抑制할 目的으로 強化纖維表面에 被覆處理하는 方法이 考案되고 있다.<sup>5)</sup>

本 研究는 W 複合材料의 製造時 혹은 高溫에서 使用時에 強化纖維와 其地金屬間의 젓음성 向上과 脆弱한 界面層 生成과 成長을 抑制할 目的으로 強化纖維인 W纖維 表面에 熱力學的으로 安定한 WO<sub>3</sub>를 形成시켜 複合材料를 製造한 後 界面反應과 機械的性質을 WO<sub>3</sub> 形成與否에 따라 比較 檢討하며, 이들 複合材料의 製造後 一定溫度 範圍에서 熱 cycle을 施行하여 이에 따른 界面 및 機械的性質의 變化를 比較·檢討하였다.

## 2. 實驗方法

### 2. 1. 實驗材料 및 WO<sub>3</sub>의 被覆

使用된 纖維는 純도가 99.99%의 W纖維를 使用하였으며 Al基地合金의 化學組成은 表 1에 나타내었다.

W纖維를 酸化雰圈氣인 熱處理爐內에서 溫度와 時間을 各各 773K, 10分의 酸化處理를 하였고 이 때 爐에 供給해 주는 酸素의 量은 100cc/min로 하였다.

Table 1. Chemical compositions of Al alloys used as composite matrices.

(wt%)				
Si	Cu	Fe	Mn	Cr
0.082	0.016	0.145	0.009	0.180
Mg	Zn	Ti	Al	
2.163	0.003	0.007	bal	

### 2. 2. 複合材料의 製造

두께 325 $\mu$ m Al板材와 直徑 176 $\mu$ m의 W纖維를 積

層한 後 Vacuum hot press로 壓力과 熱을 加하는 擴散接合法을 利用하였다. 이때 chamber內의 眞空度는 2 $\times$ 10<sup>-1</sup> torr이었다. 이때 纖維의 體積分率은 아래式에 依해 測定하였다.

$$\text{即, } V_f(\%) = (S_f \times N_f) \div (S_c) \times 100$$

여기서 V<sub>f</sub>: 纖維體積分率

S<sub>f</sub>: 纖維의 斷面積

N<sub>f</sub>: 纖維의 數

S<sub>c</sub>: 試片의 斷面積

### 2. 3. 熱 cycle

製造된 複合材料를 373K에서 673K의 溫度範圍로 하여 RTA를 사용하여 熱 cycle을 實施하였다. 이때 cycle의 回數는 150, 300, 450, 600 cycle로 設定하였다. 熱 cycle시 時間에 따른 溫度의 變化를 그림 1에 나타내었다.

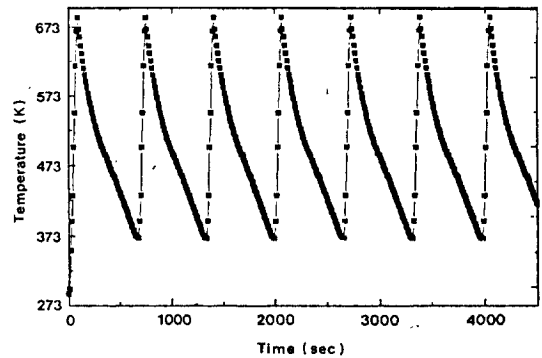


Fig. 1. The variation of temperature with time for W/Al specimens exposed to thermal cycle.

### 2. 4. 界面分析 및 機械的性質 試驗

熱 cycle이 終了된 試料를 引張試驗한 後 破斷面을 觀察하고, 熱 cycle에 따른 界面의 變化를 EDS와 XRD를 利用하여 分析하였다.

## 3. 結果 및 考察

### 3. 1. 界面의 觀察

纖維의 表面에 被覆시킨 酸化物을 파악하기 위

해 XRD 분석을 한 결과를 그림 2에 나타내었다.

그림에서 보는 바와 같이 W纖維의 表面酸化물은 WO<sub>3</sub>만 形成되었음을 알 수 있다.

W酸化물은 여러 가지가 存在하나, WO<sub>3</sub>는 가장 安定한 酸化물로서 大氣中에서도 573K에서 酸化가 始作되어 773K에서 急激한 反應이 일어난다.<sup>6)</sup>

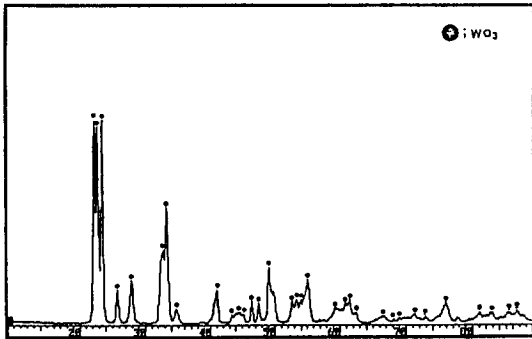


Fig. 2. XRD pattern of oxidized tungsten wire.

사진 1은 WO<sub>3</sub>를 形成시킨 強化纖維를 使用하여 製造한 複合材料의 界面을 나타내고 있다.

이들 界面의 成分을 分析하기 위하여 3곳을 選定하여 EDS로 定量分析을 하였다. 그 結果를 표 2에 나타내었다.

Table 2. Result of EDS point analysis

Element	wt %		
	■	★	●
O	13.42	31.68	37.01
Al	7.82	8.37	10.96
W	78.76	59.95	52.03

上記 結果로부터 W纖維로부터 멀어질수록 W의 量이 줄어들고 Al과 O의 量이 增加함을 알 수 있다.

이것으로 보아 WO<sub>3</sub>와 Al이 反應하여 어떤 化合物을 形成하고 있음을 豫測할 수 있다. 이 化合物의 分析을 XRD를 利用하여 分析하였으며 그 結果는 그림 3에 나타내고 있다.

그림 3에서 알 수 있듯이 AlWO<sub>3</sub>라는 3元素 化合物은 熱 cycle에 關係없이 形成되고 있음을 알



Photo 1. A SEM micrographs of oxidized W/Al alloy interface.

수 있었다. WO<sub>3</sub>를 形成시키지 않는 境遇의 熱 cycle에 따른 界面化合物은 熱處理한 境遇와 마찬가지로 WAl<sub>12</sub>, WAl<sub>5</sub>로 判明이 되었다.<sup>7)</sup>

이것으로 보아 熱 cycle에 依한 境遇나 熱處理에 依한 境遇나 모두 熱에너지에 의해 成分元素間 相

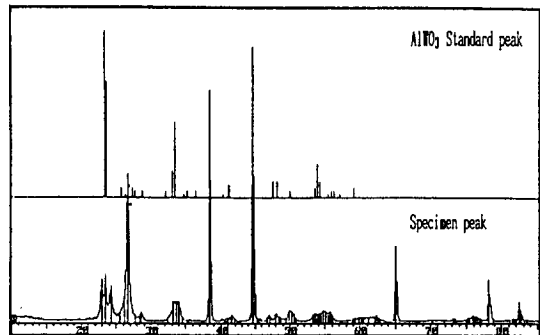


Fig. 3. XRD pattern of oxidized W/Al alloy composites.

互擴散에 의해 界面化合物이 生成·成長해 나가는 것으로 보여진다.

그러나  $WO_3$ 를 形成시킨 境遇 界面層의 成長은  $WO_3$ 를 形成시키지 않는 境遇보다 큰 變化를 보이지 않고 있었다. 이는  $WO_3$ 가 安定한 化合物로 熱的影響에 의해서 基地金屬과 強化纖維間에 反應을 抑制하는 役割에 起因한 것으로 보여진다.

### 3. 2. 機械的性質의 變化

#### (1) 界面硬度

$WO_3$ 를 形成시키지 않은 W/Al 複合材의 境遇, 界面層의 硬度는  $mHv=93.6$ ,  $WO_3$ 를 形成시킨 W/Al 複合材의 境遇는  $mHv=49.0$ 이었다. 實驗값에서 알 수 있듯이  $AlWO_3$ 가  $WAl_{12}$ ,  $WAl_5$ 에 비하여 比較的 延性を 나타내고 있다. 이들 脆弱한 界面化合物은 外部應力を 받을 때 優先적으로 龜裂을 發生시킨 後 漸次 界面層間에 서로 傳播되어 結果적으로 複合材 全體를 脆弱하게 하는 結果를 招來할 수 있으므로 界面化合物의 特性 및 두께에 留意해야 할 것이다.

#### (2) 熱 cycle에 따른 引張特性的 變化

373K에서 673K까지의 範圍에서 熱 cycle에 따른 引張特性을 그림 4에 나타내었다.

$WO_3$ 를 形成시키지 않은 W/Al 複合材의 境遇, 熱 cycle이 進行될수록 引張強度값도 漸次 減少하고 있다. 이것은 複合材 製造直 後 볼 수 있었던 脆弱한 界面化合物層이 熱 cycle의 횟수가 增加함에 따라 漸次 成長하는 것에 起因하고 있는 것으로 思料된다.

그러나  $WO_3$ 를 形成시킨 W/Al 複合材의 境遇는 150回 熱 cycle이 進行될 때까지는 引張強度값은 減少하고 있으나 그 以後는 一定한 값을 維持하고 있다. 이는 熱 cycle이 反復되면서 Al의 擴散이 進行되어 150回 程度에서  $AlWO_3$ 가 形成된 後 더 以上の 反應이 進行되지 않아 引張強度의 變化가 없는 것으로 보여진다.

또한 熱 cycle이 施行되지 않았을 境遇  $WO_3$ 를 形成시킨 W/Al 複合材가  $WO_3$ 를 形成시키지 않은 W/Al 複合材보다 낮은 引張應力값을 나타내고 있는 것은 W纖維에  $WO_3$ 를 形成시킴으로서 酸

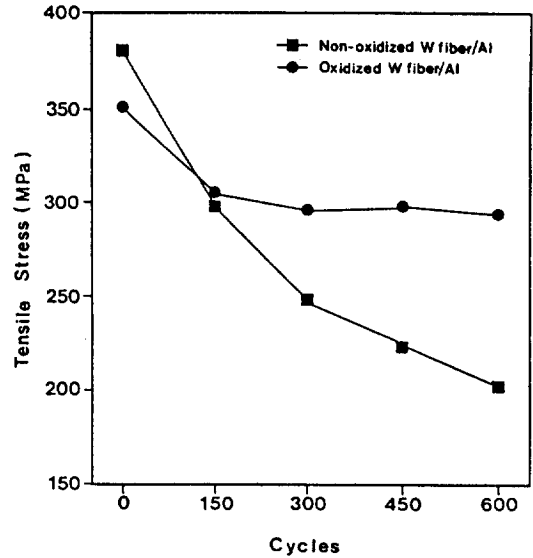


Fig. 4. Tensile strength of W/Al alloy composites with thermal cycle.

化에 의한 W纖維의 有効斷面積 減少에 따른 것으로 보여진다.

이와 같이  $WO_3$ 를 形成시킨 W/Al 複合材에 生成된 界面化合物은 W纖維와 Al基地間의 과도한 反應을 抑制함으로써 熱的影響에 의한 機械的性質의 低下를 防止하는 데 有効한 役割을 하는 것으로 思料된다.

### 3. 3. 破面觀察

사진 2와 3은 引張試驗 後 破斷面을 SEM으로 觀察한 것이다.

사진 2는  $WO_3$ 를 形成시키지 않은 W/Al 複合材의 境遇로 界面에 生成된 化合物이 앞에서 言及했던 것과 같이 脆弱하여 破斷時 界面과 基地의 剝離現像을 招來하고 있으며 또한 W섬유는 脆性破壞의 形態를 보이고 있다.

사진 3은  $WO_3$ 를 形成시킨 W/Al 複合材의 境遇로 破斷時 界面化合物의 剝離現像은 찾아볼 수 없으며 또한 W섬유도 延性破壞 樣相을 나타내고 있다.

이것으로 미루어 보아 界面化合物이 纖維와 基

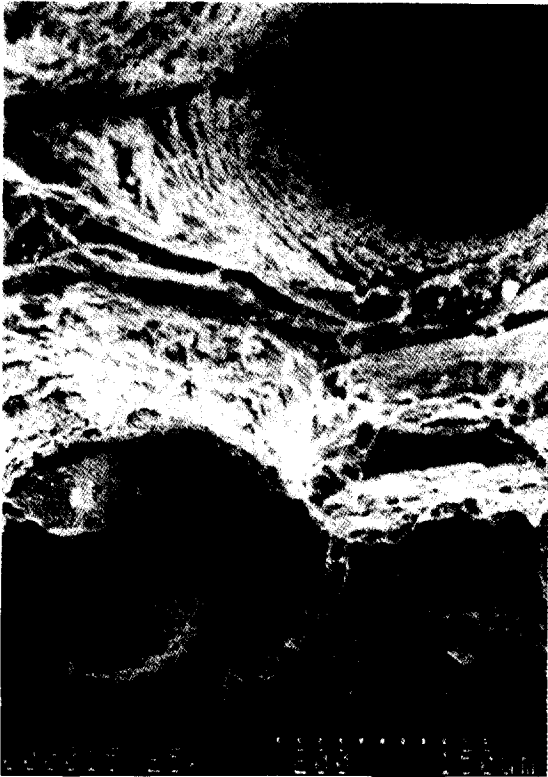


Photo 2. A SEM micrograph of fracture surface of non-oxidized W/Al alloy composite.

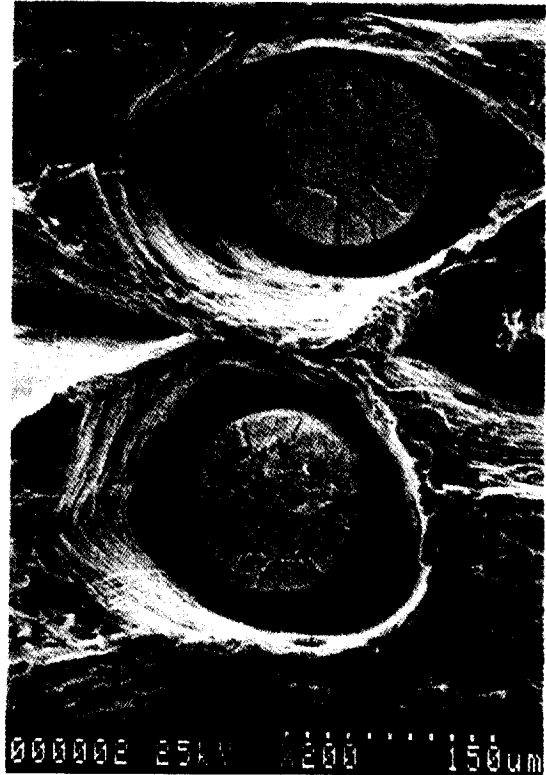


Photo 3. A SEM micrograph of fracture surface of oxidized W/Al alloy composite.

地間の界面接着性を左右하는 媒介體로서 重要な役割을 하는 것으로 思料된다.

#### 4. 結 論

1) W纖維를 酸化處理하였을 때 表面 生成物은  $WO_3$ 뿐이었다.

2)  $WO_3$ 를 形成시킨 W/Al 複合材料의 境遇 熱 cycle에 따른 界面反應層의 生成은 微微하였으나  $WO_3$ 를 形成시키지 않은 W/Al 複合材料는 熱 cycle이 進行됨에 따라 界面層의 成長이 현저히 나타났다.

3) 纖維의 破斷 現象은  $WO_3$ 를 形成시킨 境遇 延性破壞,  $WO_3$ 를 形成시키지 않은 境遇 脆性破壞 樣相을 나타냈다.

4) 界面化合物은  $WO_3$ 를 形成시킨 W/Al 複合材料의 境遇  $AlWO_3$ 가  $WO_3$ 를 形成시키지 않은 W/Al 複合材料의 境遇  $WAl_3$ ,  $WAl_{12}$ 가 形成되었다.

5) 熱 cycle에 따른 引張強度는  $WO_3$ 를 形成시킨 W/Al 複合材料의 境遇 熱 cycle 횟수가 增加하여도 큰 變化가 없었으나  $WO_3$ 를 形成시키지 않은 W/Al 複合材料는 急激히 減少하였다.

#### 後 記

本 研究는 産學 協同財團의 研究費 支援에 依하여 이루어진 것으로 이에 感謝드립니다.

#### 參 考 文 獻

1. J. R. Vinson, R. L. Sierakowski; The Behavior of Structures Composed of Composite Materials, Martinus Nijhoff Publishers, Dordrecht (1946)
2. D. H. Middleton; Composite Materials in Aircraft Structure, Longman Scientific & Technical (1990)

3. Stuart M. Lee; Reference book for Composites Technology, (1989) 5
4. Robert r. Irving; Metal matrix composites pose a big Challenge to conventional alloy, Iron Age., January 12 (1983) 35
5. K. Prewo, G. McCarthy; J. Mater. Sci. 7 (1972) 919
6. 岩波; 理化學 辭典 第3版 (1972) 798
7. 金錫胤 外 3人; 熱處理工學會誌. Vol. 7, No. 5. (1992) 213