

|||||
 論 文
 |||||

용탕단조법으로 제조된 AZ91 Mg/Al Borate 휘스커 복합재료의 미세조직 및 기계적 특성

김광천, 조영서, 이성학*, 박익민

Microstructure and Mechanical Properties of Squeeze Cast AZ91 Mg/Al Borate Whisker Composites

Kwang-Chun Kim, Young-Su Cho, Sung-Hak Lee* and Ik-Min Park

Abstract

This study aims at investigating the correlation of microstructure and mechanical properties of the AZ91 Mg/Al borate whisker composites fabricated by squeeze casting technique with a variation of applied pressure. Microstructure observation and in-situ fracture tests were conducted on the composites to identify the microfracture process. Detailed microstructural analyses indicated that the grain refinement could be achieved with applied pressure and the little change in volume fraction on reinforcing whiskers could be carried out. It was also found clearly from in-situ observation of crack initiation and propagation that in the composite processed by the lower applied pressure, microcracks were initiated early at whisker/matrix interfaces, thereby resulting in the drop in strength. In the composite processed by the higher applied pressure, on the other hand, planar slip lines were well developed in the matrix, and then propagated through whiskers without whisker/matrix decohesion. Thus, the effect of the applied pressure on microstructure and mechanical properties can be explained by grain refinement, increased amounts of reinforcements, and improvement of whisker/matrix interfacial strength as the applied pressure is increased.

(Received August 21, 1996)

1. 서 론

금속복합재료의 기지금속으로서 Mg 합금을 사용할 경우에는 비중이 범용 경량재료인 Al 합금의 2/3 수준으로 소재 경량화의 극대화를 이룰 수 있어 에너지 절약 및 환경공해규제에 대처할 수 있는 첨단 초경량 신소재로서 주목을 받아왔다[1-5]. 그러나 대기와의 산화폭발반응 등으로 인한 용해작업이 어렵고, 내식성 및 강도가 Al 합금에 비해 낮아 실용성 있는 구조재료로서의 적용이 제한되고 있다. 근래에는 SF₆와 CO₂ 가스를 이용한 Fluxless 용해조업의 개발, Fe, Mn,

Ni 등을 최소화하여 고내부식성, 진동흡수능력, 피로특성 등 기계적 성질이 크게 향상된 AZ91D Mg 합금이 개발되어 자동차산업뿐만 아니라 컴퓨터기기, 각종 생산기기 등에 폭넓게 사용되고 있다[2,3].

Mg 합금 복합재료를 제조하는 방법은 크게 분말야금방법과 주조방법으로 분류된다. 주조방법은 다단계 공정의 분말야금방법에 비해 제조가 격이 낮은 장점이 있으며, 액상교반주조법(stir-casting), 반응고주조법(compo-casting), 용탕단조법(squeeze casting) 등이 개발 적용되고 있다[3,5]. 이 중 용탕단조법은 액상의 금속을 금형

부산대학교 금속공학과(Dept. of Metallurgical Engineering Pusan National University)

*포항공과대학교 항공재료연구센터(Center for Advanced Aerospace Materials Pohang Institute of Science and Technology)

내에 주입하고 고압하에서 응고시키는 방법으로 급속한 열전달과 액상가압효과에 의한 조직의 미세화와 젖음성 향상을 기할 수 있으며, 기공과 수축공 등 구조결함을 감소시켜 치밀한 제품을 얻을 수 있어 기계적 성질을 다른 주조법에 비해 크게 향상시킬 수 있다. 또한 near-net shape로 대량생산할 수 있는 장점이 있고, 종래의 die-casting장치를 보완 사용할 수 있어 실용적 측면에서 가장 효율적이라 할 수 있다[6,7].

본 연구에서는 AZ91 Mg/Al borate 복합재료를 용탕단조법으로 제조함으로써 제조공정을 확립하였으며, 제조된 복합재료에 대해 미세조직과 기계적 특성을 평가함으로써 기계적 특성의 향상에 필수적인 제조공정상의 조건을 제시하고자 하였다. 이를 위하여 가압력, 용탕온도, 예비성형체(preform) 예열온도, 가압지연 및 지속시간 등의 제조공정 인자를 최적화하였다. 특히 용탕단조공정의 가장 중요한 인자인 가압력을 변화시켰으며, 이에 따른 예비성형체의 변형, 응고조직 변화, 미세파괴거동 등에 대한 가압력의 효과를 비교, 분석하였다.

2. 실험방법

본 연구에서는 Fe, Mn, Ni 등의 천이금속 원소를 최소화하여 내식성을 다이캐스트용 380 Al 합금 수준으로 향상시킨 AZ91D Mg 합금을 복합재료의 기지금속으로 사용하였다[5]. 강화재로는 저가이면서도 우수한 성질을 가진 Al borate ($9(Al_2O_3) \cdot 2(B_2O_3)$, 상품명 : Alborex) 휘스커를 사용하였으며, 기본적인 물성을 다른 강화재와 비교하여 Table 1에 나타내었다.

2.1 예비성형체의 제조

강화재를 일정량의 이온교환수에 혼입하여

slurry상태로 만든 후 이 slurry에 강화재의 배향성을 억제하고 강도향상을 위하여 유기바인더(cation starch)와 무기바인더(silica colloid)를 첨가하였다. 여수성과 강화재의 분산을 균일하게 하기 위하여 폴리비닐알콜, 폴리아크릴아마이드, 소포제 등을 미량(1ml이하) 첨가하였고, 유기바인더인 cation starch의 부착율을 높이기 위하여 초산으로 PH 5 이하로 용액의 산도를 맞추어 1000~3000rpm으로 반복 교반하였다. 또한 미세기공(micropore)이 없는 양호한 예비성형체를 제조하기 위해 진공 감압탈포처리하였다. 강화재 분율이 15vol.%가 되도록 $15 \times 32 \times 84$ mm의 크기로 예비성형체를 제조하였다. 제조된 예비성형체는 3일간 상온건조후 수분제거를 위해 열풍순환장치에서 108°C에서 24시간 건조시켰고, 예비성형체의 강도 향상 및 복합화 후의 압축변형의 저하를 막기위해 1100°C에서 3시간 동안 calcination하였다.

바인더의 첨가량을 최적화하기 위해 유기바인더와 무기바인더의 양을 변화시켰으며, 예비성형체 제조후 주물사 표면경도시험기기인 green-hardness tester를 이용하여 표면경도를 측정하였다.

2.2 복합재료의 제조

기지합금의 용해는 호세코사에서 제조된 MgCl-KCl-NaCl계와 CaF_2 - MgF_2 -MgO계의 flux를 사용하여 실시하였다. 용해된 기지금속과 강화재간의 젖음성을 향상시키기 위하여 예비성형체는 800°C까지, 그리고 금형은(40mm×90mm×80mm) 450°C로 예열하였다. 먼저 예비성형체를 금형에 장착한 후 곧바로 800°C의 용탕을 금형내에 주입하여, 가압지연시간 7초, plunger 이동속도 16mm/sec, 가압유지시간 60초로 하였다. 이때 가압력은 20MPa, 35MPa, 50MPa로 변화

Table 1. Room temperature basic properties of reinforcements.

Reinforcement	ρ (g/cm ³)	Dia. (μ m)	Length (μ m)	σ (GPa)	E (GPa)		
$9(Al_2O_3)$	3	0.5-1.0	10-30	7.8	392	whisker	Alborex
$(K_2O) \cdot 6(TiO_2)$	-	0.5-3.0	10-100	3.0-5.0	280	whisker	
$Al_2O_3 \cdot SiO_2(47:53)$	2.6	2.8	20-300	1.4	120	short fiber	Kaowool
$Al_2O_3(96-97) \cdot SiO_2(3-4)$	3.2	3.0	200	2.0	300	short fiber	Saffil

시켜 복합재료를 제조하였다.

2.3 미세조직 분석

비복합부의 가압력에 따른 수지상 형상 변화를 관찰하기 위해 plunger 하부 1cm에서 시편을 채취하여 광학현미경으로 관찰하였고, 복합부의 강화 휘스커의 분포를 관찰하기 위해 알코올 100ml, 질산 3ml 부식액으로 deep etching처리 후 최종적으로 carbon을 coating하여 주사전자현미경으로 관찰하였다. 비복합부와 복합부의 미세조직 내의 합금성분을 주사식현미경에 장착되어 있는 EDS로 분석하였다.

복합재료 제조시 강화재와 기지 계면에서 형성될 수 있는 MgAl₂O₄상의 생성여부를 조사하기 위하여 X-선 회절분석기(Rigaku Model D/Max-2400)로 CuK α X-선을 이용하여 가속전압 30kV, 전류밀도 20mA, 2 θ =10~90°, scan speed 2°/min., scattering 1°, receiving 0.3mm의 조건으로 분석하였다.

2.4 기계적 특성평가

제조된 복합재료시편의 비복합부와 복합부의 경도를 비커어스 경도계와 로크웰 경도계를 사용하여 측정하였다. 마모시험은 Multi-Purpose Friction & Wear Tester를 사용하여 total sliding contact block on roller type(rolling/sliding)으로 내마모성을 평가하였다. 상대재질은 S45C 강이며, sliding distance는 1km, sliding speed는 1.6m/sec로 하중을 변화시키면서 시험하였다. 또한 가압력에 따른 기계적 특성을 평가하기 위해 3-점 굽힘시험을 실시하였으며, 파괴강도를 ASTM D790에 의거하여 산출하였다.

2.5 In-Situ 파괴시험

복합재료의 파괴과정을 직접 관찰하기 위해 wedge loading stage가 부착된 주사전자현미경 내에서 in-situ 파괴시험을 행하였다. Wedge loading stage는 SEM chamber밖에 연결되어 있는 knob을 수동으로 회전시킴으로써 얇은 double cantilever beam(DCB) 시편에 하중을 가할 수 있으며, wedge를 단계적으로 시편의 노치로 삽입하면서 노치선단부의 변형 및 균열 전파양상을 관찰하였다[8].

3. 실험결과 및 고찰

3.1 예비성형체

AZ91 Mg합금 복합재료의 제조에 있어서 양호한 예비성형체의 제조는 필수조건이다. 강화재의 균일분산과 용탕단조시의 예비성형체 변형의 최소화를 위한 강도 유지를 위해서는 적정량의 바인더 첨가가 필요하다. 무기바인더는 주로 예비성형체의 강도 향상을 위해 그리고 유기바인더는 강화재의 균일한 분산을 위하여 첨가되나, 과도한 바인더의 첨가는 복합재료의 기계적 특성에 나쁜 영향을 미치므로 첨가량의 조절이 요구된다.

3.1.1 바인더와 각종 첨가제의 효과

Fig. 1은 유기바인더와 무기바인더의 양을 변화시켜 예비성형체를 제조한 후 주물사 표면경도 측정기기인 greenhardness tester를 이용하여 측정한 표면경도값을 보여준다. 2vol.% silica colloid+2vol.% cation starch로 제작된 예비성형체의 greenhardness는 5vol.% silica colloid의 양을 첨가한 예비성형체와 비슷한 greenhardness값을 가진다. 예비성형체의 제조시 유기 및 무기바인더의 양과 다른 첨가제들은 강화재의 배향성 및 예비성형체의 강도에 매우 큰 영향을 미친다. 일반적으로 무기바인더는 용탕단조시 발생하기 쉬운 예비성형체의 변형을 억제시키는 역할을 하지만, 그 양이 너무 많으면 복합재료내에서 휘스커/기지 계면 등에서 취성파괴를 유발하기 쉬운 결함으로 존재하기 때문에[5] 그 양을 제어하여야

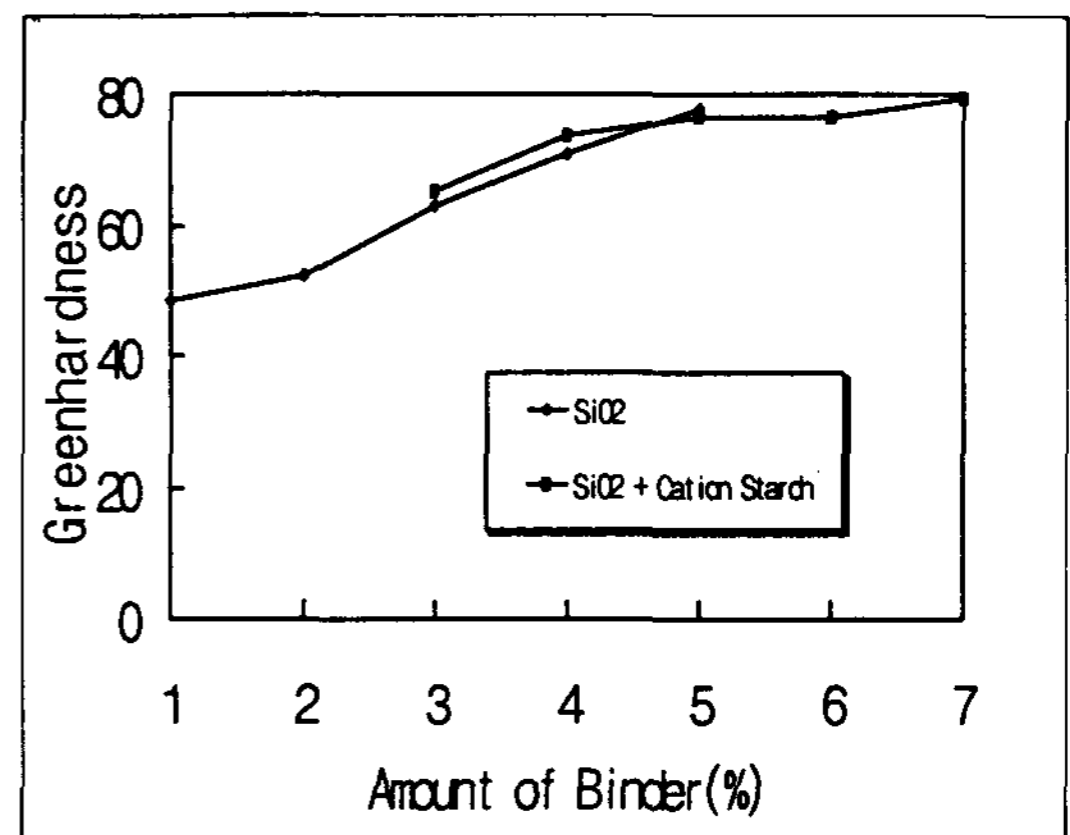


Fig. 1. Greenhardness as a function of the amount of binder.

한다. 그러므로 calcination 후 잔류할 수 있는 무기바인더의 양을 줄이면서 적절한 표면경도를 가지는 예비성형체를 제조하기 위하여 본 연구에서는 Al borate 휘스커에 2vol.% silica colloid + 2vol.% cation starch + other additives를 혼합하여 성형한 후 calcination 처리하여 예비성형체를 제조하였다. Fig. 2는 예비성형체 내부의 Al borate 휘스커의 분산상태를 보여 주는 SEM 사진이며, 휘스커들이 비교적 균일한 분포를 가지면서 방향성은 거의 존재하지 않는 것을 알 수 있다. 또한 휘스커의 표면에는 calcination 후 잔류할 수 있는 무기바인더는 ×5000배율의 SEM에서는 거의 관찰되지 않는다.

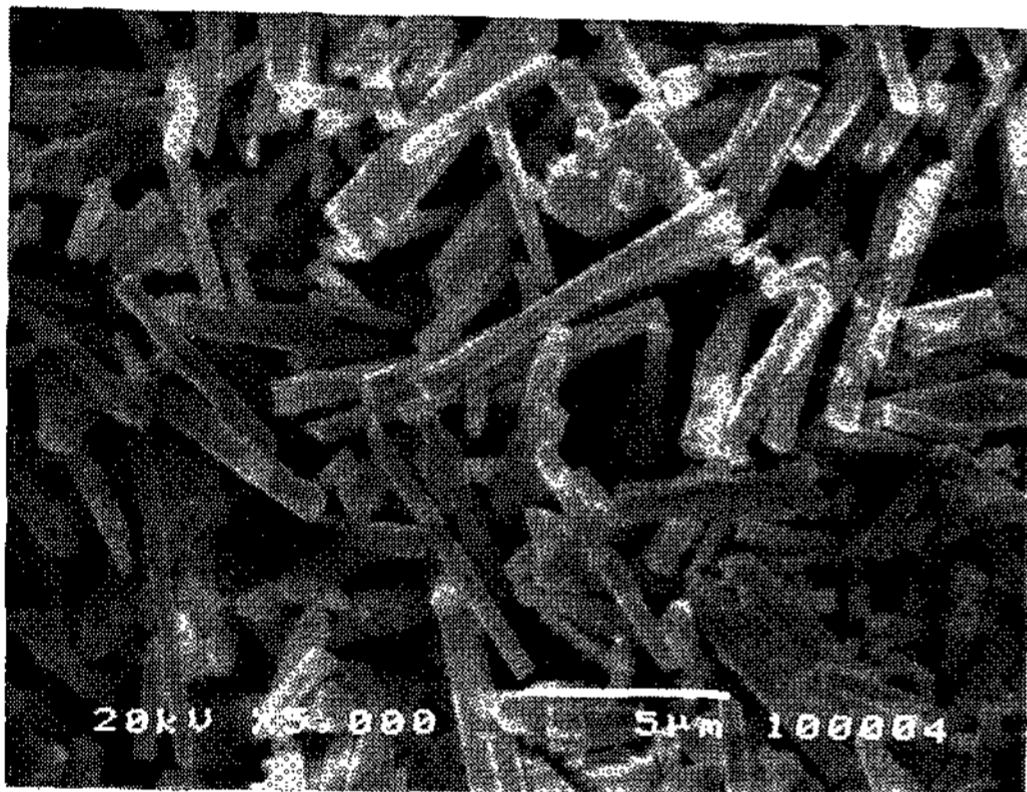


Fig. 2. SEM micrograph showing Al borate whiskers in the composite preform.

G. Kruger[9]에 의하면, 강화재와 무기바인더인 silica colloid는 각각 음이온으로 하전되기 때문에 반발력이 작용하나, 유기바인더인 cation starch를 첨가할 때는 상호인력이 작용하여 silica colloid를 휘스커의 교차점에 분포시킴으로써 건조 후 calcination하는 과정에서 예비성형체의 성형성을 향상시키고 강도도 유지된다고 하였다. 바인더 이외에도 중요한 역할을 하는 첨가제가 있는데, 응집제인 polyacrylamide의 첨가는 휘스커의 배향을 억제하고 여수성을 향상시키는 역할을 하고, acetic acid의 첨가는 PH조정제로서 PH를 5정도로 하여 무기바인더를 전량 강화재에 부착시키는 역할을 한다. 또한 포수제인 dodecylbenzenesulfonate의 첨가는 진공탈포시 slurry내의 미세기공을 제거하여 보다 양호하게 예비성형체가 제조되도록 한다.

3.1.2 예비성형체의 변형

Fig. 3(a)-(c)는 20MPa, 35MPa, 50MPa의 압력으로 용탕단조하여 제조한 복합재료의 저배율 광학현미경사진이다. 상부는 AZ91 Mg합금의 비복합부이고, 하부는 AZ91 Mg/Al borate 휘스커의 복합부이다. 복합부에는 가압방향으로 약간의 수축변형된 것이 발견되며, 가압방향에 수직인 방향으로의 변형은 관찰되지 않는다. 또한 모

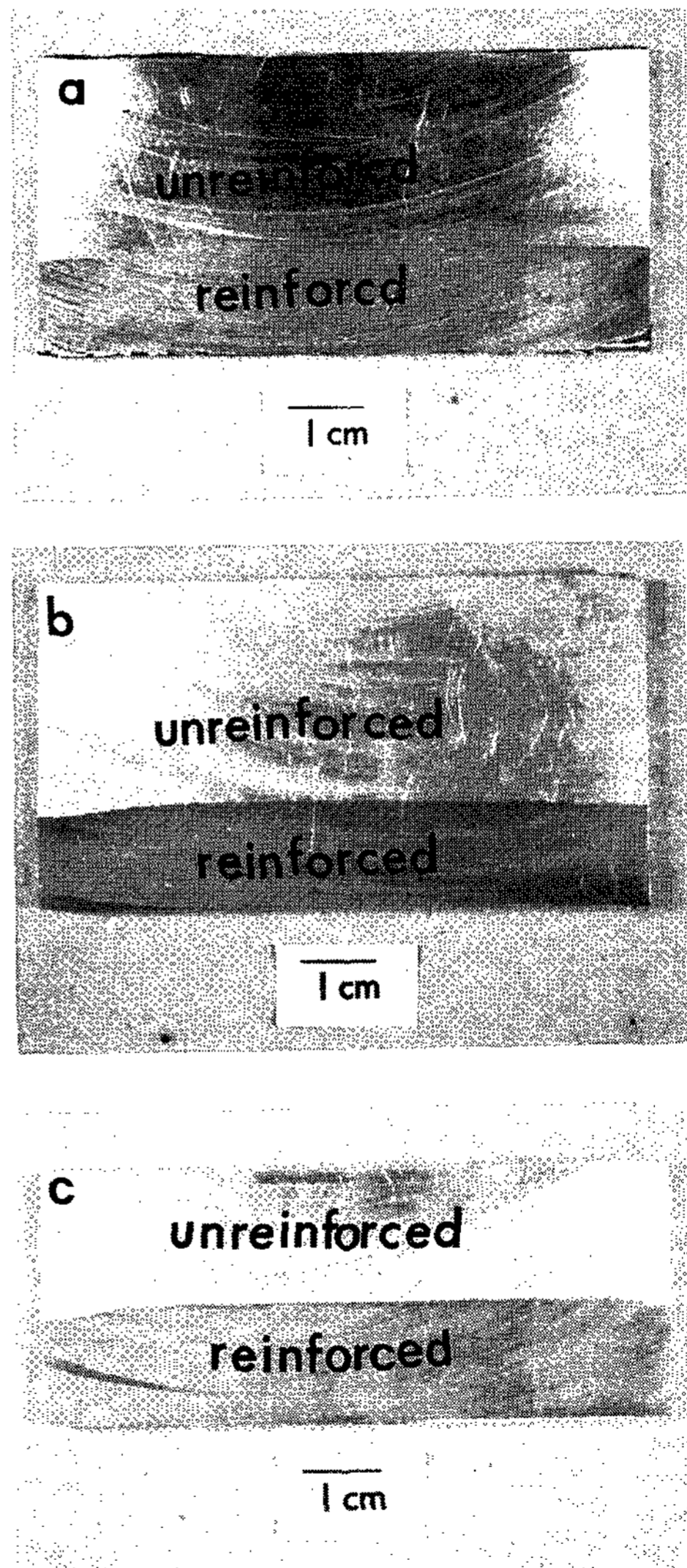


Fig. 3. Macroscopic optical photographs of the squeeze cast AZ91 Mg composites fabricated with applied pressure of (a) 20MPa, (b) 35MPa, and (c) 50MPa, showing the preform deformation.

Table 2. Preform deformation as a function of applied pressure.

Applied Pressure	h_s	$V_s\%$	h_f	$V_f\%$	Δh	$\Delta V\%$
20MPa	15.0	15.43%	13.5	17.15%	1.5	1.72%
35MPa	15.6	14.84%	14.2	16.30%	1.4	1.46%
50MPa	15.4	15.03%	13.8	16.77%	1.6	1.74%

h_s : Preform height before squeeze infiltration(Unit:mm)

h_f : Preform height after squeeze infiltration(Unit:mm)

$V_s\%$: Al borate whisker volume percent before squeeze infiltration

$V_f\%$: Al borate whisker volume percent after squeeze infiltration

서리 부분은 다른 부위보다 변형이 큰데, 이러한 모서리 부분의 수축변형은 용탕 주입시 금형벽에서 일차적으로 형성된 solid skin(α -Mg)이 예비성형체의 표면에 축적되어 용탕단조시 다른 부위보다 압력이 증가하여 발생하는 것으로 보고되고 있다[10,11]. 용탕단조후 예비성형체의 변형량을 Fig. 3(a)-(c)의 복합재료시편의 가운데 부분의 높이를 측정하여 Table 2에 나타내었다. 예비성형체의 높이 및 체적분율의 결과에서 보듯이 예비성형체의 변형은 약 10%로 가압력에 관계없이 거의 일정한 값을 유지하고 있다. calcination 처리를 하지 않은 예비성형체의 경우 변형량이 약 30%인 것과 비교해 볼 때 calcination 처리를 통하여 예비성형체의 강도가 크게 향상되었음을 알 수 있다[12].

용탕단조시 가압력에 의한 예비성형체의 변형을 일반보 이론(general beam theory)을 적용하여 모델링함으로써 정성적인 해석을 하였다[11, 12]. 즉 강화재로 사용한 Al borate 휘스커의 분포를 Fig. 4에서와 같이 단순보(simple beam)과 내다지보(cantilever beam)의 형상으로 가정하고, 예비성형체의 변형량을 휘스커들의 총변위량($\delta \times N$)으로부터 계산하였다.

단순보의 경우 변위량은

$$\delta = \frac{W \times (S + \mu m)^3}{48EI} \quad (1)$$

이며, 내다지보의 경우 변위량은

$$\delta = \frac{W \times ((S + \mu m)^3 / 2)}{3EI} \quad (2)$$

P : pressure

S : interfiber spacing

E : Young's modulus

I : moment of inertia

N : 예비성형체의 fiber 총갯수

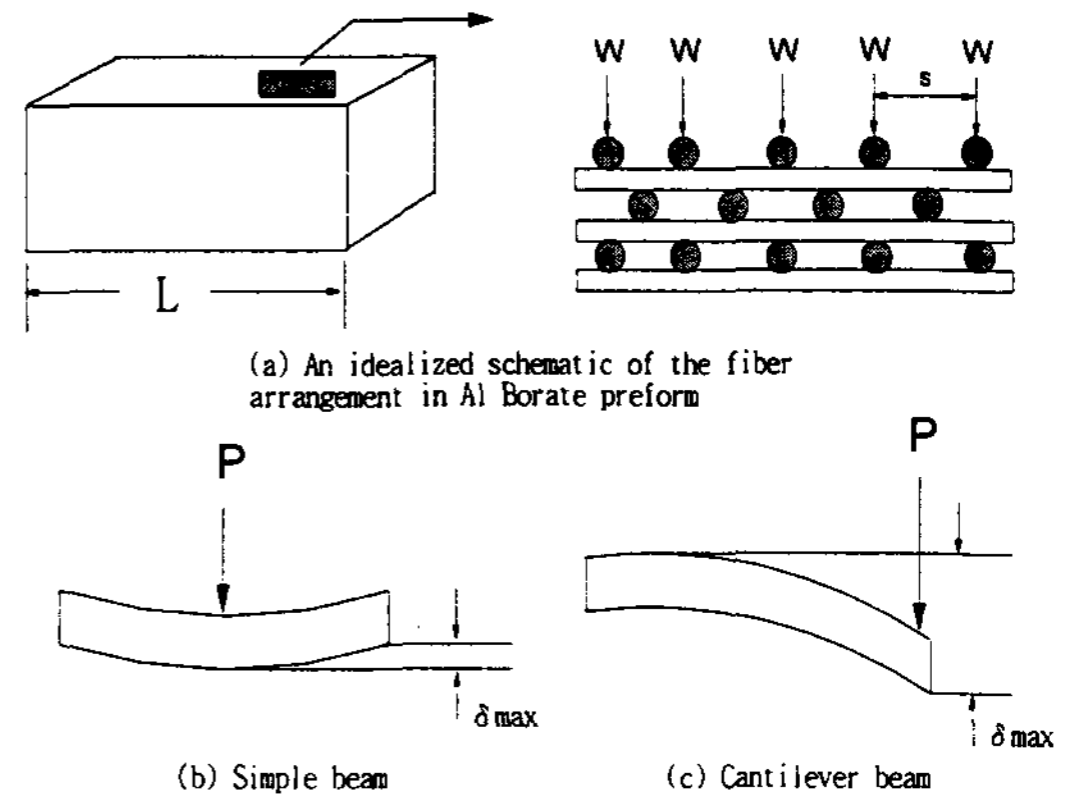


Fig. 4. Deflection of beams based on beam theory.

으로 나타낼 수 있다. 예비성형체의 변형량은 총 변위량 $\delta \times N$ 으로 계산된다. 이 모델로부터 계산한 가압력에 따른 예비성형체의 변형량과 실측변형량을 비교하여 그 결과를 Fig. 5에 나타내었다. 예비성형체의 수축량은 단순보와 내다지보로

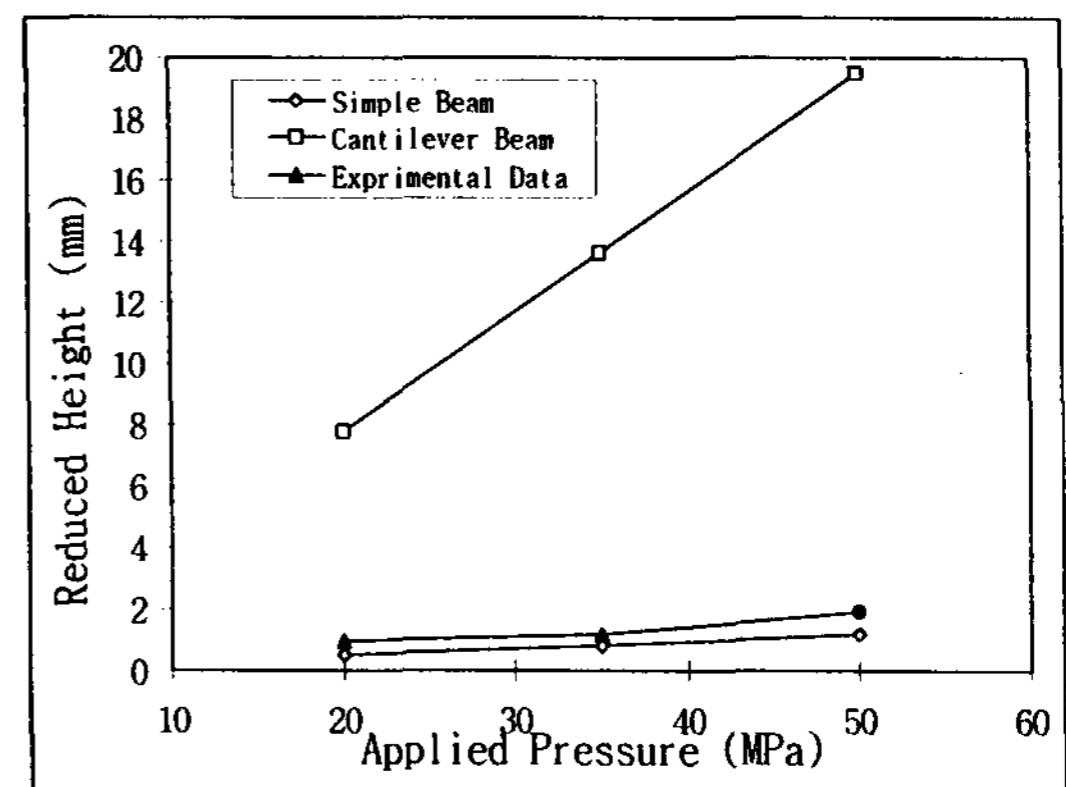


Fig. 5. Preform deformation indicated by the reduced height as a function of applied pressure. Experimentally measured values of preform deformation are compared with the calculated values.

부터 계산한 수축량 사이에 있으며, 단순보로 계산한 결과에 더 접근하고 있다. 이는 예비성형체 내의 휘스커들이 양쪽 끝에서 모두 다른 휘스커와 연결되어 있지 않아 예비성형체의 변형은 내다지보의 변형에 가깝고, 변형이 진행되면 휘스커간의 접촉이 증가하여 예비성형체 변형의 후반에는 단순보 형상의 변형이 생길 수 있기 때문이다.

3.2 미세조직

3.2.1 비복합부의 미세조직

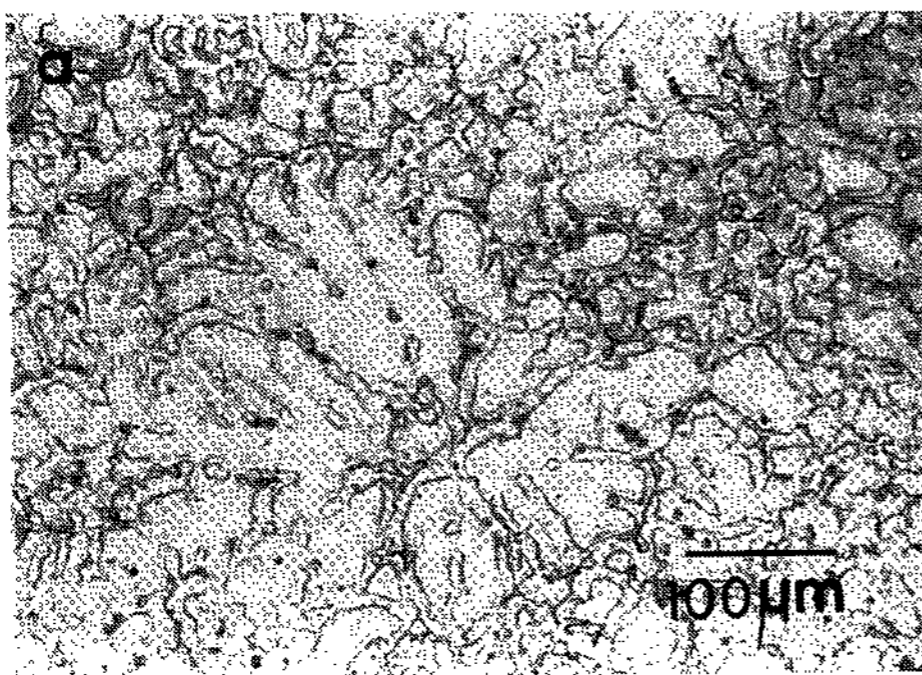
Fig. 6(a)-(c)에 AZ91 Mg합금의 광학현미경 사진을 나타내었다. 열방출이 빠른 plunger 하부 1cm에서 관찰한 것으로 가압력에 따른 AZ91 Mg합금에서의 수지상 형태의 변화를 보여준다. 가압력이 증가함에 따라 2차 수지상의 가지 간격이 좁아지는 것을 관찰할 수 있다(Table 3). 이러한 조직의 미세화는 가압력 증가에 의해 열 전달계수가 증가되고, 이에 따라 냉각속도가 증

가되는 효과와 가압시 용탕유동에 의한 Mg 합금 수지상정의 분리(dendrite arm detachment)에 의한 것이다[13,14].

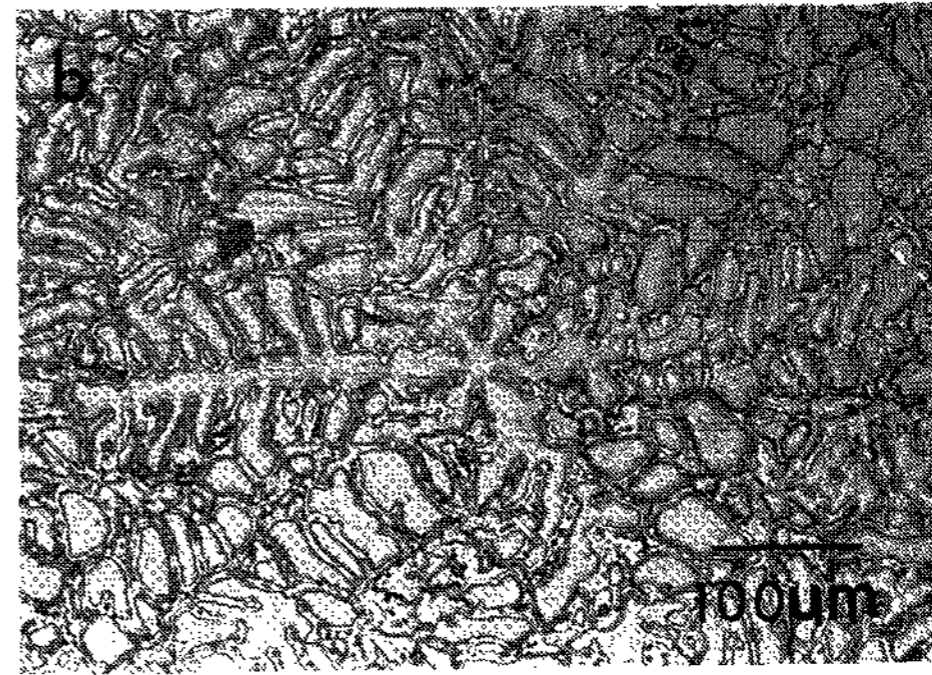
3.2.2 복합부의 미세조직

Fig. 7(a)-(c)는 가압력을 달리하여 제조된 복합재료시편의 복합부의 SEM 사진으로, 가압력에 따라 휘스커의 분포와 부피분율(V_f)이 거의 변화하지 않는 것을 관찰할 수 있다. 휘스커의 분포는 가압력에 상관없이 거의 균일하며, 휘스커의 배열방향도 random하다. 이는 예비성형체 제조시 첨가된 양이온 전분과 분산제의 효과에 의한 것이다. 또한 가압력의 증가에 의한 예비성형체의 변형으로 발생하는 휘스커 부피분율은 20MPa가압의 경우 17.2%, 35MPa의 경우 16.3%, 50MPa의 경우 16.8%로 나타나 가압력별로 큰 차이가 없으며, 따라서 예비성형체의 소결에 따른 강도 향상으로 용탕단조시 변형이 거의 없는 것을 확인할 수 있다.

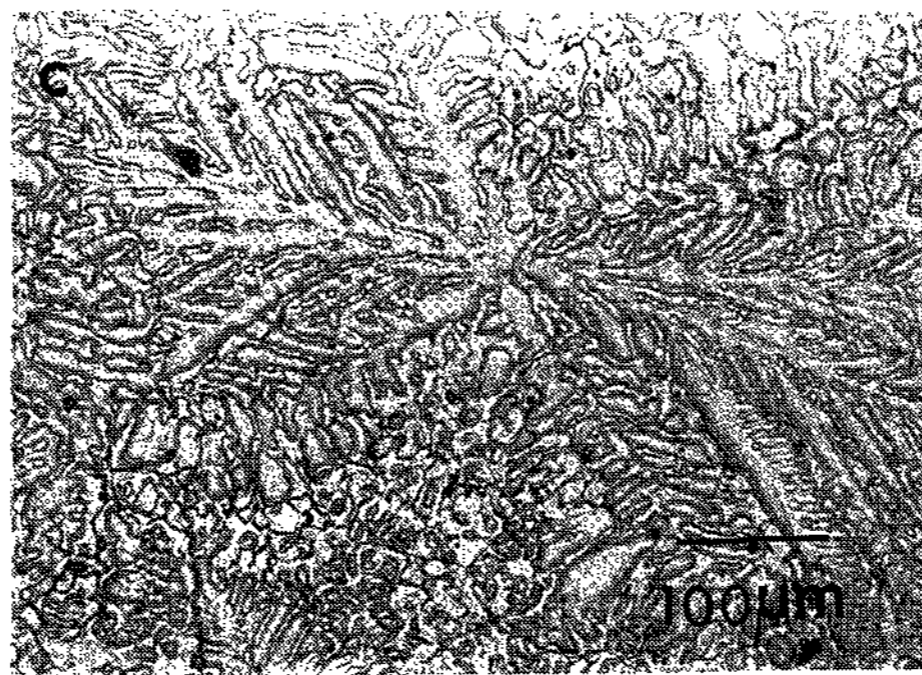
Fig. 8은 복합재료 시편을 깊게 에칭하여 휘스



(a)



(b)



(c)

Fig. 6. Optical micrographs of the squeeze cast AZ91 Mg alloys fabricated with applied pressure of (a) 20MPa, (b) 35MPa, and (c) 50MPa.

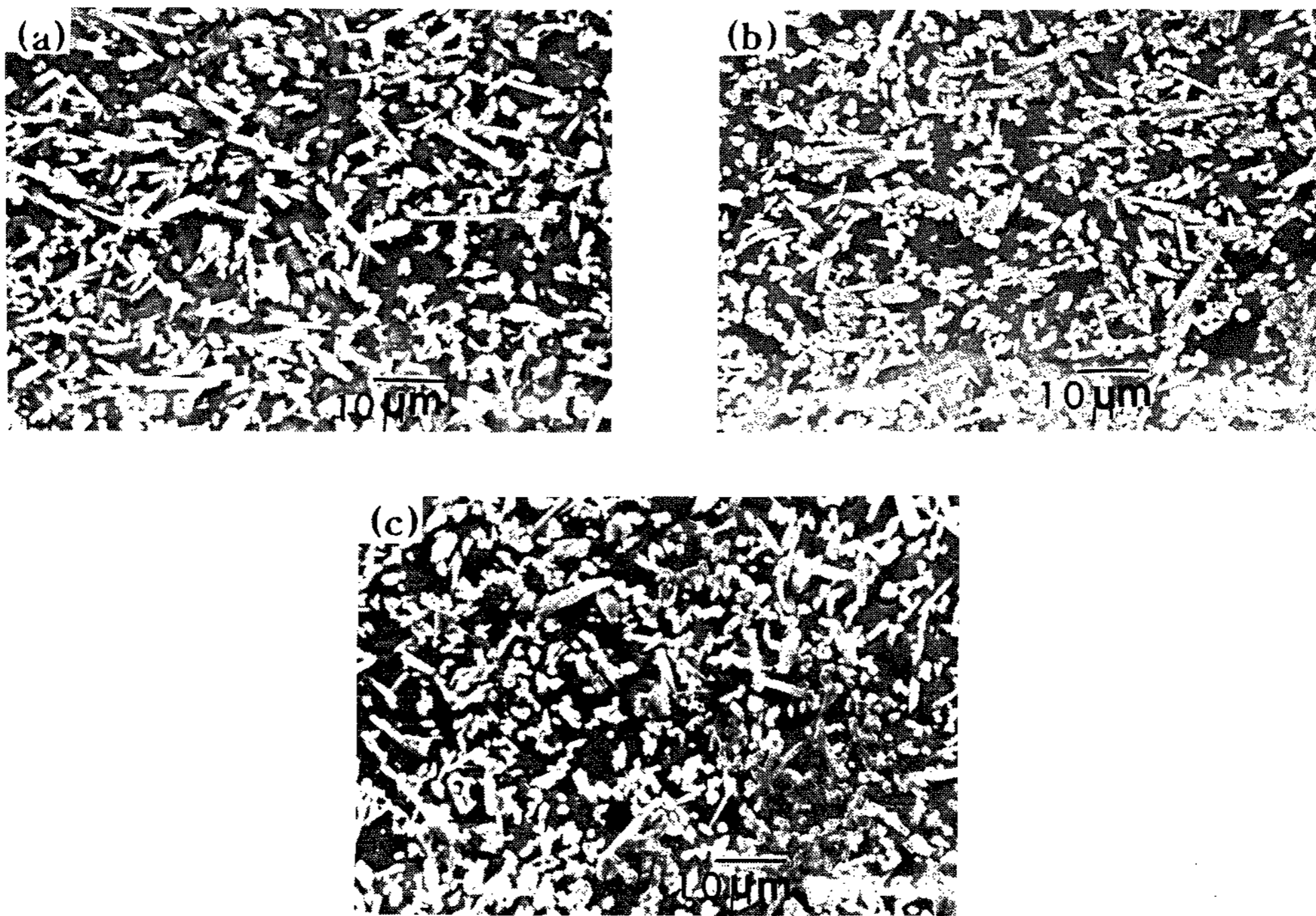


Fig. 7. SEM micrographs of the squeeze cast AZ91 Mg composites fabricated with applied pressure of (a) 20MPa, (b) 35MPa, and (c) 50MPa.

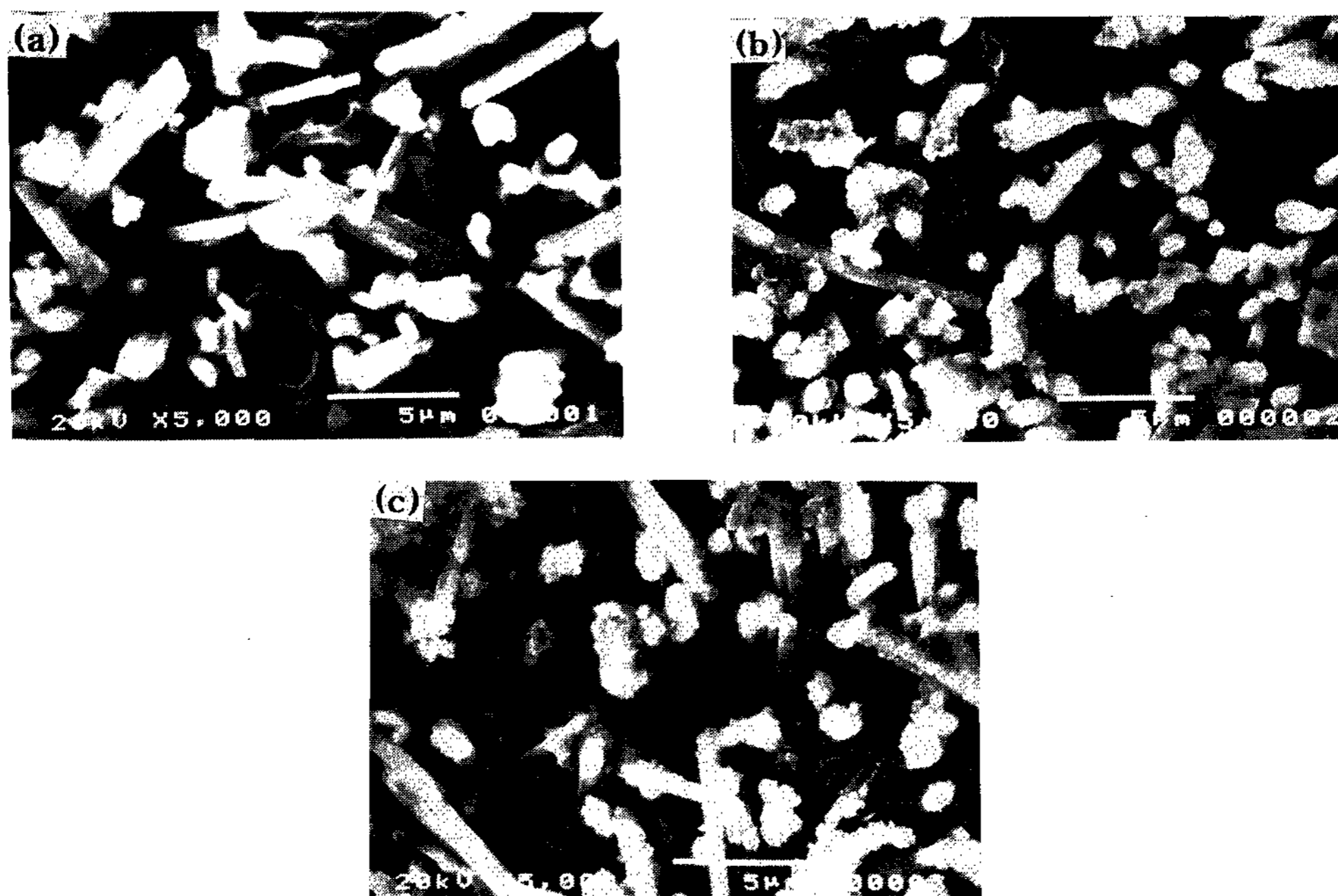
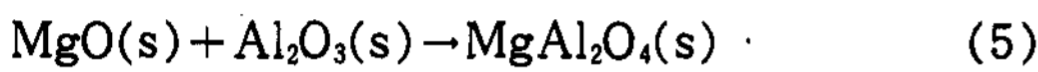
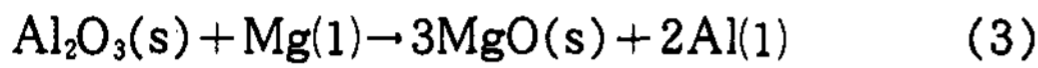


Fig. 8. SEM micrographs of the squeeze cast AZ91 Mg composites fabricated with applied pressure of (a) 20MPa, (b) 35MPa, and (c) 50MPa, showing pulled-out Al borate whiskers. Samples were deeply etched.

커의 표면을 조사한 SEM사진이다. 가압력이 증가함에 따라 휘스커 표면에는 반응생성물로 인해 표면요철이 증가하는 경향이 나타난다. 가압증가에 따른 밀착성 증가에 따라 응고속도가 증가되는 것을 예상할 수 있겠지만, 가압증가에 따라 계면 젖음성이 향상되어 시료 전체에 걸쳐 계면 반응물이 증가되는 것으로 관찰되었다. Mg 또는 MgO의 경우 열역학적으로 가능하다고 보고된 Al₂O₃와의 반응은 다음과 같다[15-18].



이와 같이 형성된 MgAl₂O₄는 휘스커와 알루미늄 기지합금과의 계면에서 형성되며[19], 젖음성을 향상시킨다고 보고되었다[3]. 또한 Suganuma [4]는 AC8A 알루미늄을 기지합금으로, Al borate를 강화재로 한 복합재료의 계면반응에 대한 연구에서 고압주조법으로 제조할 경우 MgAl₂O₄가 기지와 휘스커의 계면에서 형성되며, 고온에서 복합재의 강도를 저해한다고 하였다.

이 MgAl₂O₄상의 생성여부를 조사하기 위하여 X-선 회절시험을 하였으며, 그 결과를 Fig. 9에 나타내었다. 20, 35, 50MPa로 가압제조한 시편에서 MgAl₂O₄ spinel의 peak는 검출되지 않는데, 이는 휘스커와 기지사이에서 생성되는 반응물의 양이 미소하기 때문으로 사료된다. Spinel(MgAl₂O₄)등 반응물 등은 TEM 등의 고배율 관찰로 확인할 수 있겠지만 본 연구에서의 SEM-EDX 관찰 수준으로는 분석이 불가능하였다.

3.3 기계적 특성

3.3.1 경도

20, 35, 50MPa로 가압제조한 복합재료시편의 비복합부와 복합부의 경도를 측정하였으며, 그 결과를 비커스 경도값으로 환산하여 평균값을 (오차범위 : ±5) Fig. 10에 나타내었다. 비복합부에서의 미세경도는 가압력이 증가할수록 조직의 미세화에 의해 다소 증가된다. 복합부와 비복합부의 경도값의 비교로부터 휘스커에 의해 약 2~3배의 향상이 이루어짐을 알 수 있다. 또한 복합부의 미세경도 역시 가압력이 증가될수록 향상되는데, 이는 가압력이 증가함에 따라 냉각속도의 증가로 기지부 조직이 미세화되었기 때문이다.

3.3.2 마멸특성

Fig. 11은 하중을 변화시키면서 상온에서 마멸 시험을 행한 결과이다. 하중이 증가할수록 세 시

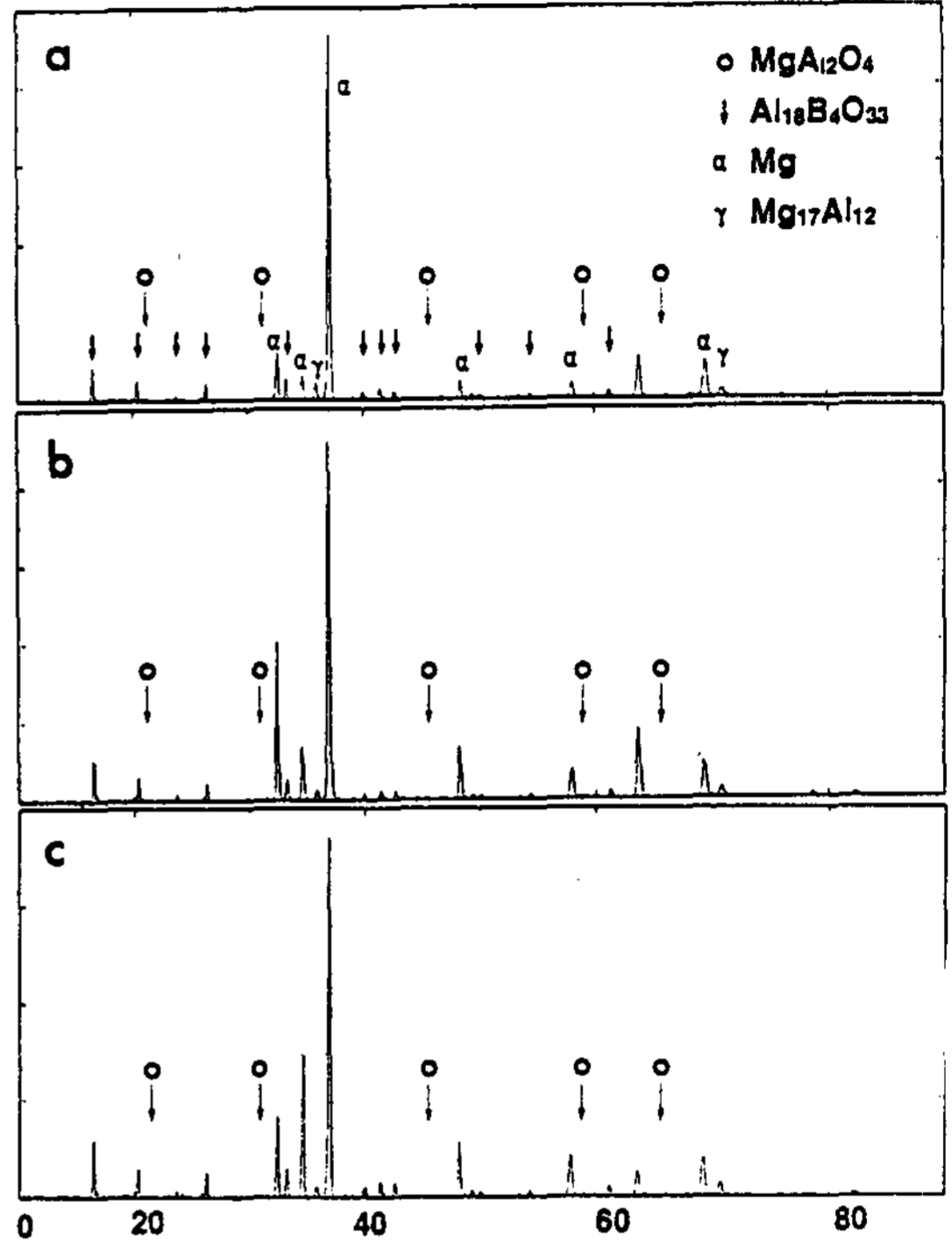


Fig. 9. X-ray diffraction patterns obtained from the squeeze cast AZ91 Mg composites fabricated with applied pressure of (a) 20MPa, (b) 35MPa, and (c) 50MPa.

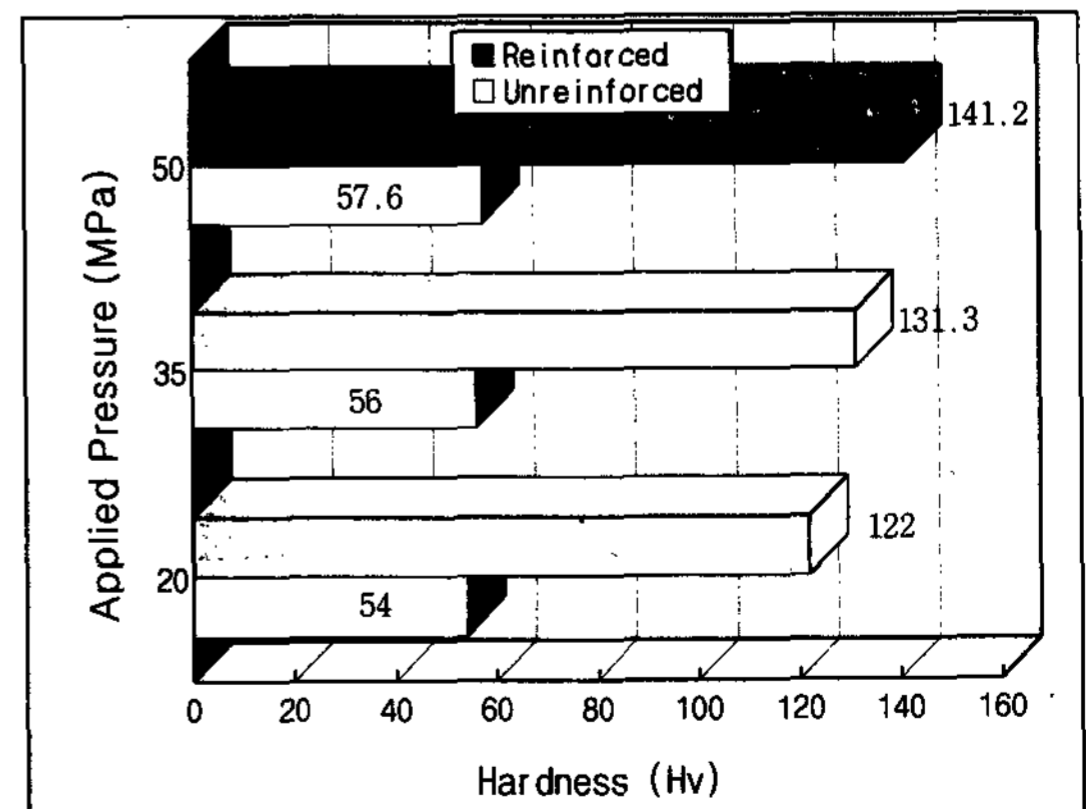


Fig. 10. Hardness of the squeeze cast AZ91 Mg alloys and composites as a function of applied pressure.

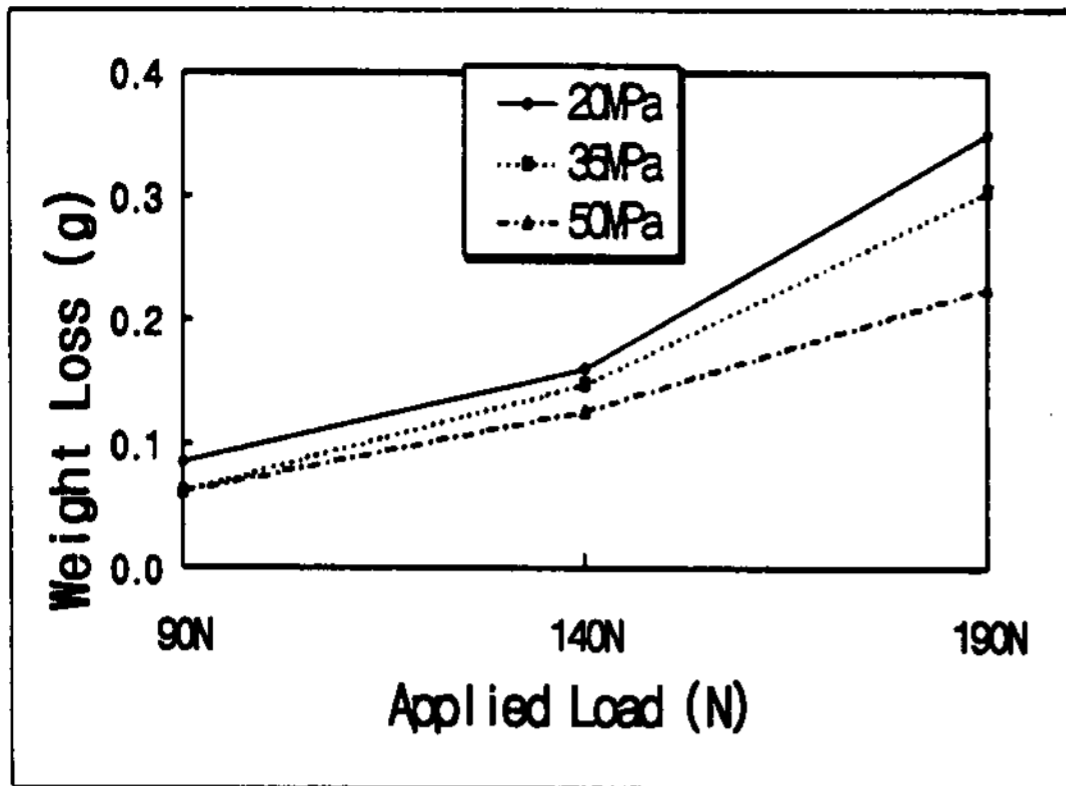


Fig. 11. Weight loss of the squeeze cast AZ91 Mg composites as a function of applied pressure.

편 모두 마멸률이 증가하는 경향을 보이며, 시편들의 마멸률의 차이가 커진다. 또한 가압력 20MPa, 35MPa, 50MPa로 제조된 시편의 순서로 마멸률은 감소한다. 복합재료의 마멸특성은 휘스커의 성질 및 부피분율 및 경도에 크게 좌우되기 때문에 경도가 가장 높은 50MPa로 가압제조된 복합재료가 내마멸성이 가장 우수하다.

20MPa과 50MPa의 가압력으로 제조된 시편을 189N의 마멸하중, 1.6m/sec의 속도에서 마모 시험한 후 마모면을 Fig. 12(a)-(b)에 보였다. 마모시 마찰열에 의한 온도 상승으로 시편이 연화되고, 이에 따라 소성변형된 영역을 관찰할 수 있다. 또한 20MPa로 제조된 시편(Fig. 12(a))이 50MPa로 제조된 시편(Fig. 12(b))보다 응착된 면의 골이 더욱 깊고, 마모 궤적도 심하게 나타난다. 이는 50MPa로 제조한 시편의 경우 가압력 증가로 인한 조직의 미세화에 기인한 경도 증가와 휘스커 부피분율의 증가에 의해 마찰마멸에서 응착마멸으로의 천이가 지연되었기 때문으로 사료된다.

3.3.3 굽힘강도

용탕단조시 예비성형체의 강도가 적절하지 못할 경우 가압시 3.1.2절에서 설명한 것보다 더욱 심한 수축변형과 함께 복합재료의 기계적 특성의

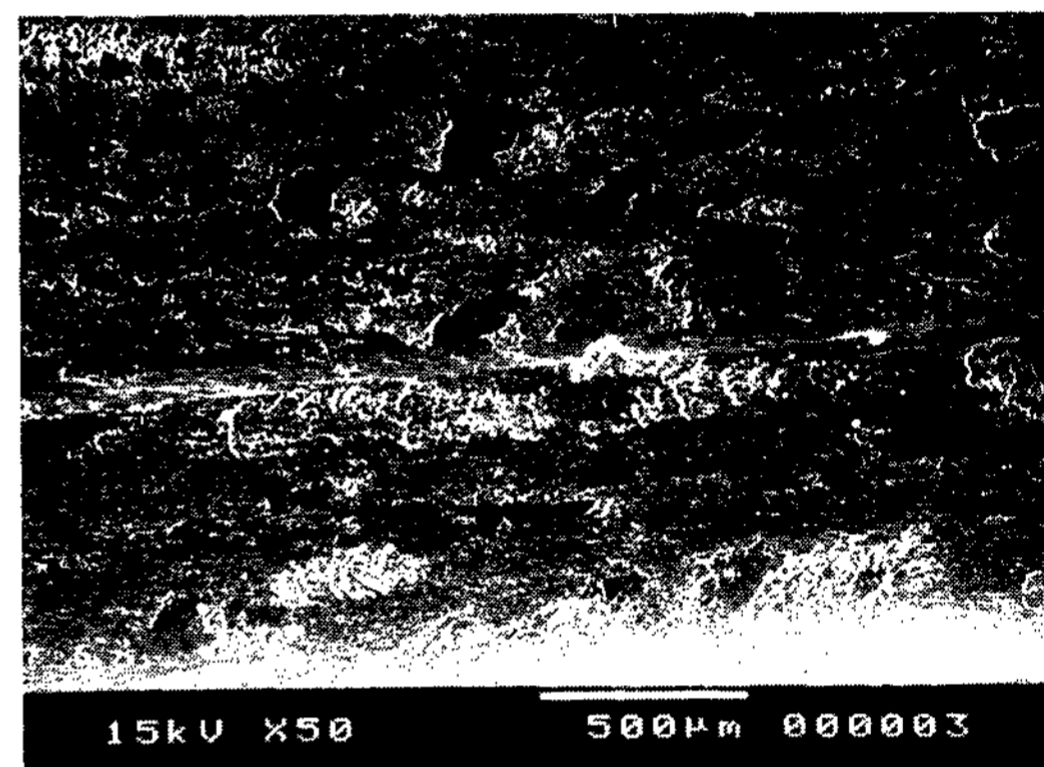
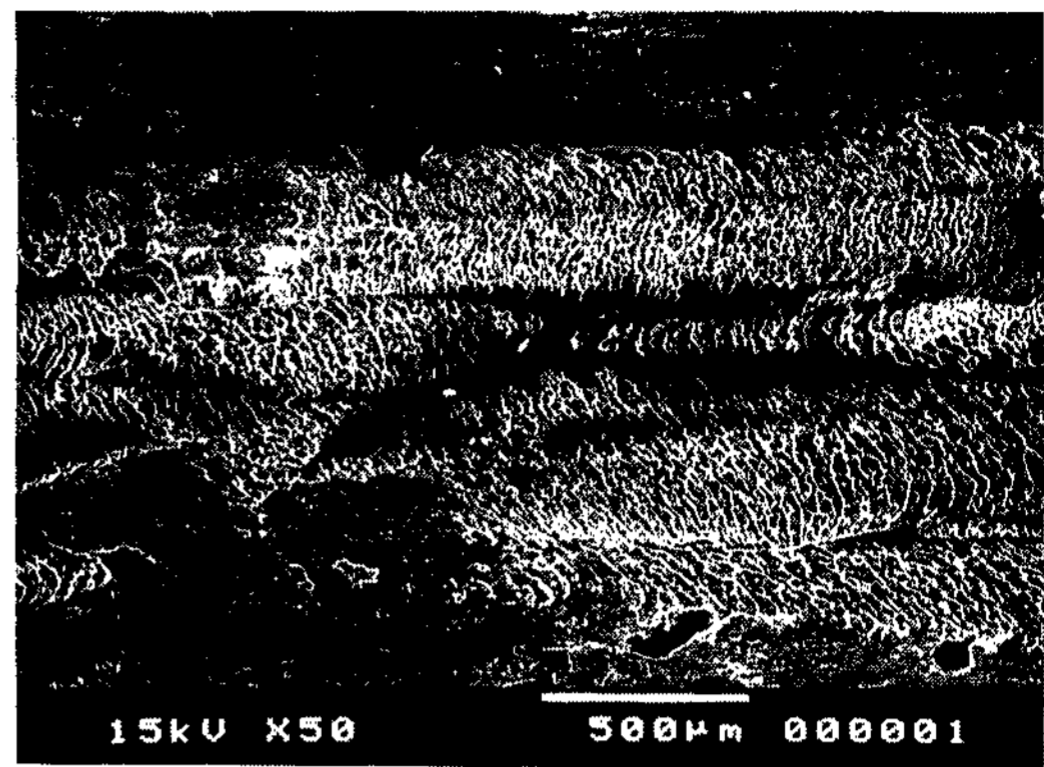


Fig. 12. SEM micrographs of the worn surfaces for the squeeze cast AZ91 Mg composites fabricated with applied pressure of (a) 20MPa and (b) 50MPa.

저하를 유발한다. 가압력을 달리하여 제조한 Mg 복합재료를 3-점 굽힘시험한 결과를 Fig. 13에 나타내었다. 이전의 연구들에서[20,21] Kaowool 과 Saffill 단섬유 등으로 강화시킨 경우 가압력이 증가함에도 불구하고 굽힘강도가 감소하는 결과를 나타낸 바 있다. 이에 비하여 Al borate 휘스커로 강화시킨 복합재료의 경우에는 가압력에 관계없이 모두 굽힘경도가 100MPa이상의 향상이 이루어지며, 가압력이 증가함에 따라 굽힘강도가 증가하는 것을 확인할 수 있다. 이 결과는 Table 3에서와 같이 가압력 증가에 의해 기지조직이 미세화되었기 때문이다[21].

Fig. 14에 35MPa로 제조한 복합재료의 실제

Table 3. Average spacing of secondary dendrite arms.

Applied Pressure	20MPa	35MPa	50MPa
2nd Dendrite Arm Spacing	28.6µm	17.2µm	12.7µm

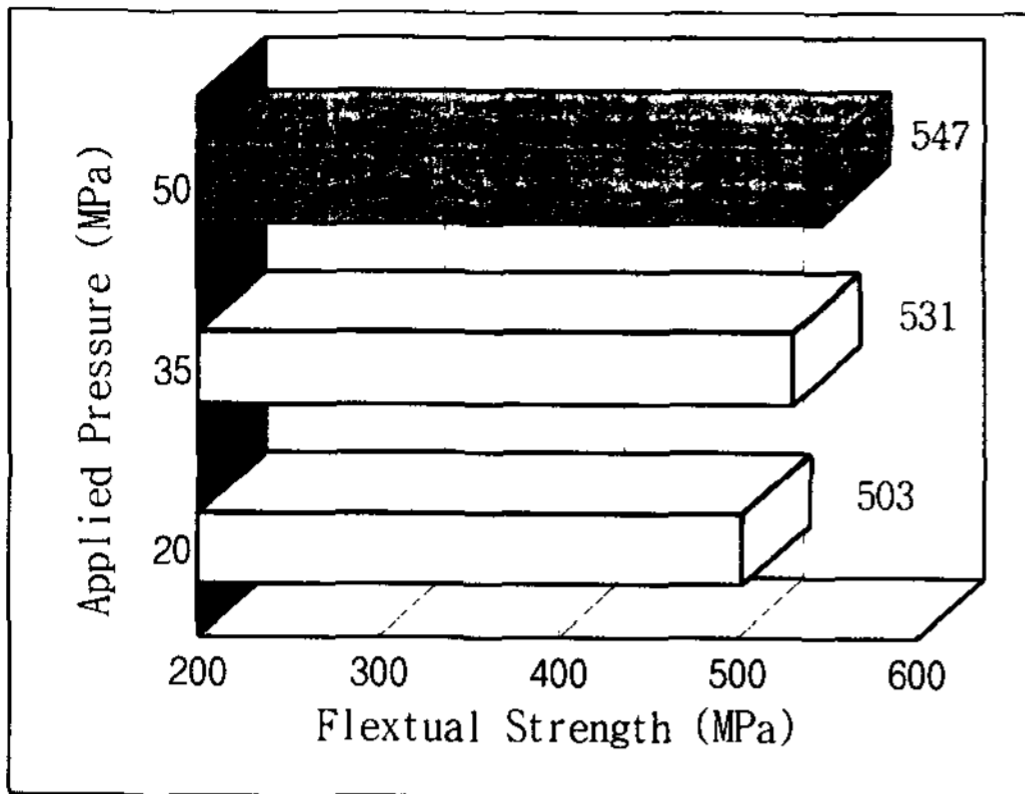


Fig. 13. Flexural strength of the squeeze cast AZ91 Mg composites as a function of applied pressure.

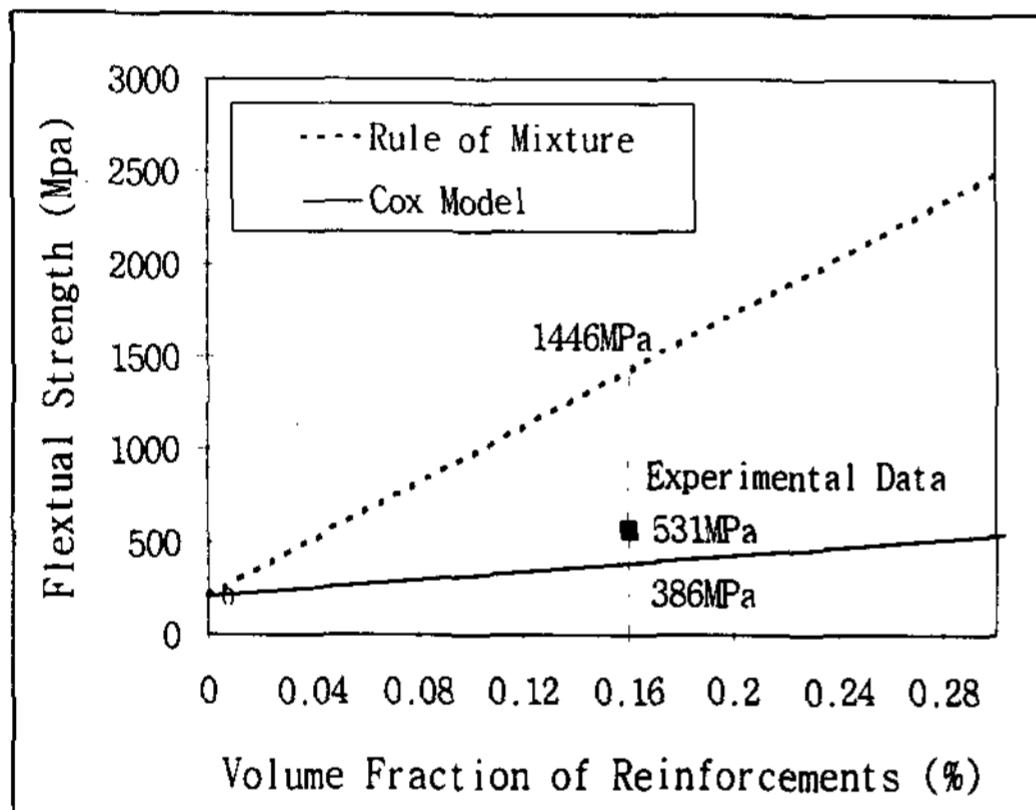


Fig. 14. Flexural strength of the squeeze cast AZ91 Mg composite fabricated with applied pressure of 35MPa as a function of volume fraction of whiskers. Experimentally measured strength values are compared with the calculated values.

굽힘강도와 rule of mixture와 Cox model로[22] 계산한 값을 비교하였다. Rule of mixture의 경우 휘스커는 연속섬유의 배열을 따른다고 가정하였으며, 이로부터 복합재료의 굽힘강도는 다음 식에 의하여 계산된다.

$$\sigma_{cp} = \sigma_f V_f + \sigma_m' (1 - V_f) \quad (6)$$

Rule of mixture의 경우 σ_f 에 Al borate 휘스커 자체의 강도를 대입하였으나, Cox model에서는 random하게 분포된 불연속강화재로 구성된 예비성형체의 강도를 다음과 같이 가정하여 계산

하였다[22].

$$\bar{\sigma}_f = \frac{1}{6} \sigma_f \quad (7)$$

그러므로 Cox model에 의한 복합재료의 굽힘강도는 다음 식과 같다.

$$\sigma_{cp} = \bar{\sigma}_f V_f + \sigma_m' (1 - V_f) \quad (8)$$

σ_{cp} : 복합재료의 굽힘강도

σ_f : 강화재의 굽힘강도

σ_m' : 강화재의 인장강도에서 기지의 굽힘강도

$\bar{\sigma}_f$: 예비성형체의 굽힘강도

Fig. 14에 나타내었듯이 복합재료의 실제굽힘강도는 Cox model에 의하여 구한 굽힘강도에 보다 접근한다. 이는 rule of mixture의 경우 휘스커를 연속섬유로 가정하였기 때문이다. 그러나 Cox model에서는 휘스커의 굽힘강도 대신 예비성형체의 굽힘강도를 사용하였기 때문에 이 모델에 의하여 계산된 결과는 실험치보다 작게 나타난다.

3.3.4 In-Situ 파괴과정 관찰

Fig. 15(a)-(c)는 20MPa의 가압력으로 제조된 Mg합금 복합재료 시편이 wedge에 의해 하중을 받아 노치선단부근에서 파괴가 진행되는 과정을 보여준다. 초기하중(0.77kgf)하에서 노치선단부는 약간의 변형을 받으나, 휘스커는 거의 손상되지 않는다(Fig. 15(a)). 하중이 증가되면(6.13kgf), 휘스커/기지 계면에서 미세한 균열이 발생되며, 이 미세균열들은 성장하고 다른 미세균열들과 연결되면서 비교적 큰 균열로 성장한다(Fig. 15(b)). 간혹 화살표로 나타내었듯이 휘스커 자체가 파괴된 것도 관찰되며, 이러한 휘스커의 파괴 또는 휘스커/기지의 계면분리에 의해 균열이 생성되는 것을 알 수 있다. 더욱 하중이 가해지면(6.28kgf), 크게 성장된 균열은 노치선단과 연결되면서 파괴가 급격하게 일어나게 된다(Fig. 15(c)). 균열의 전파는 주로 휘스커들이 많이 밀집되어 있는 영역의 균열들과 연결되면서 진행되며, 균열들 사이를 연결할 때에만 기지합금으로 진행된다.

50MPa의 가압력으로 제조된 Mg합금 복합재료의 미세파괴과정을 Fig. 16(a)-(c)에 나타내었다. Fig. 16(a)에서 보듯이 노치선단부의 미세조직은 가압력의 증가에 따라 20MPa의 가압력으로 제조된 복합재료(Fig. 15(a))에 비해 치밀

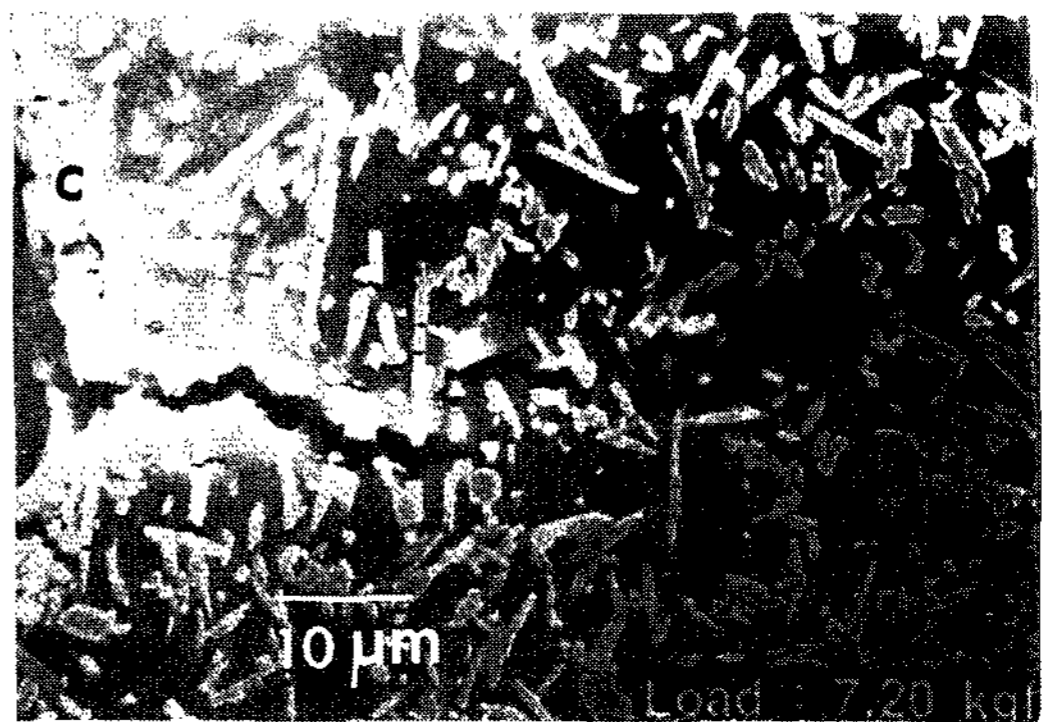
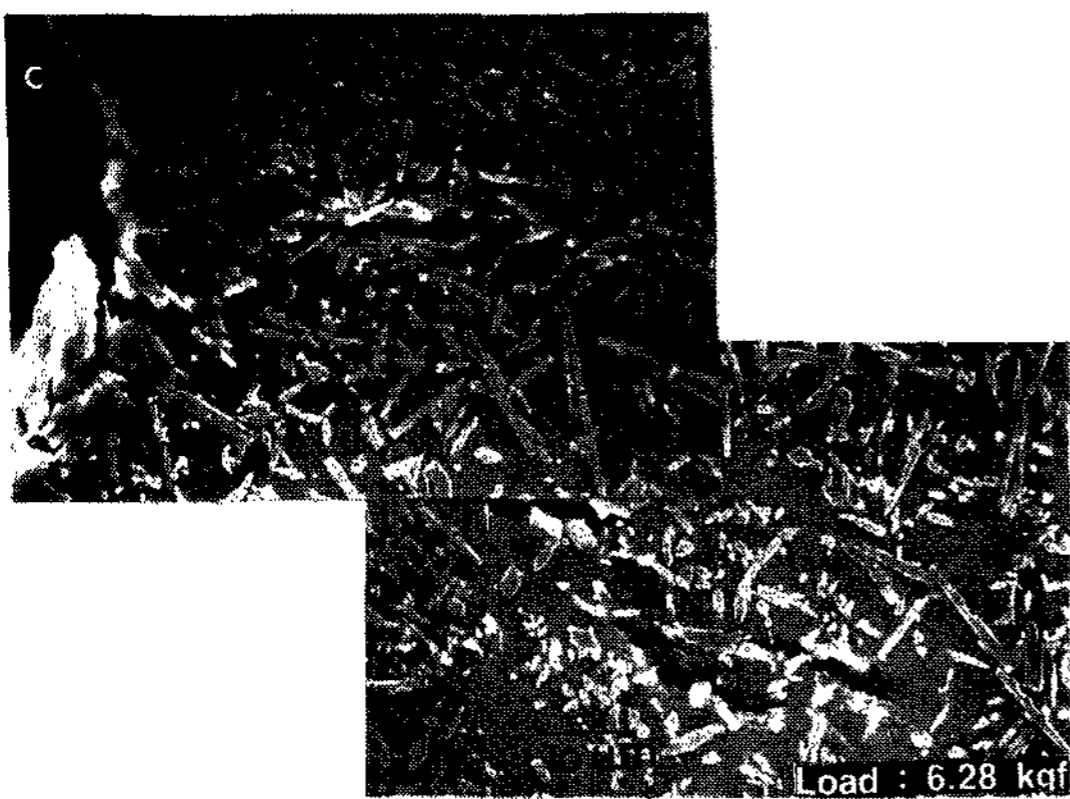
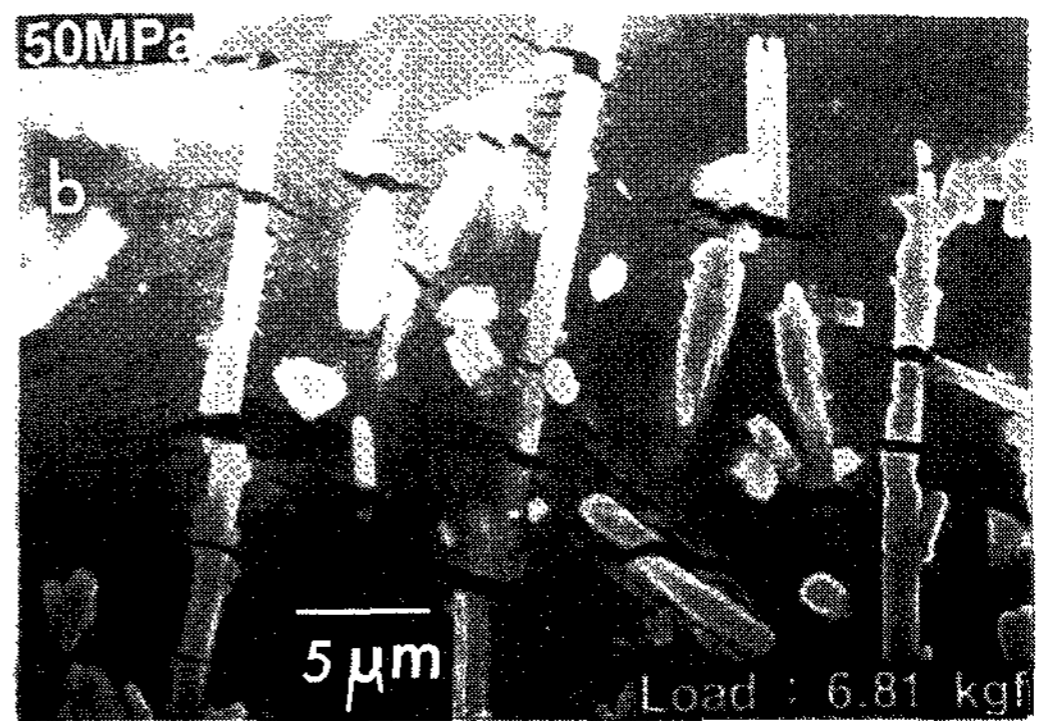
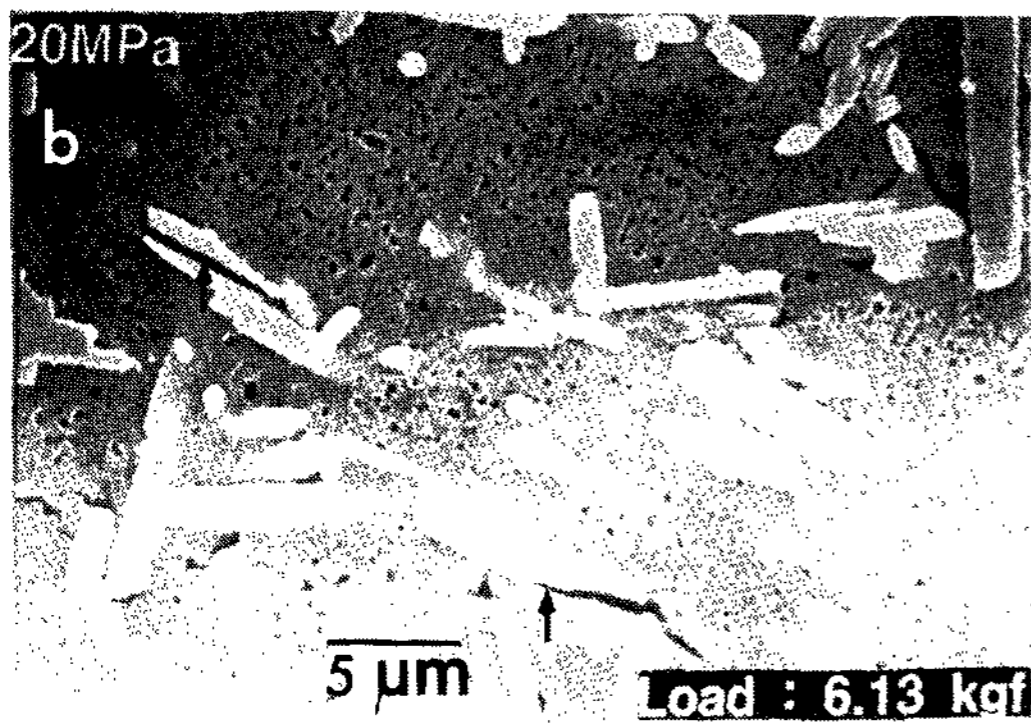
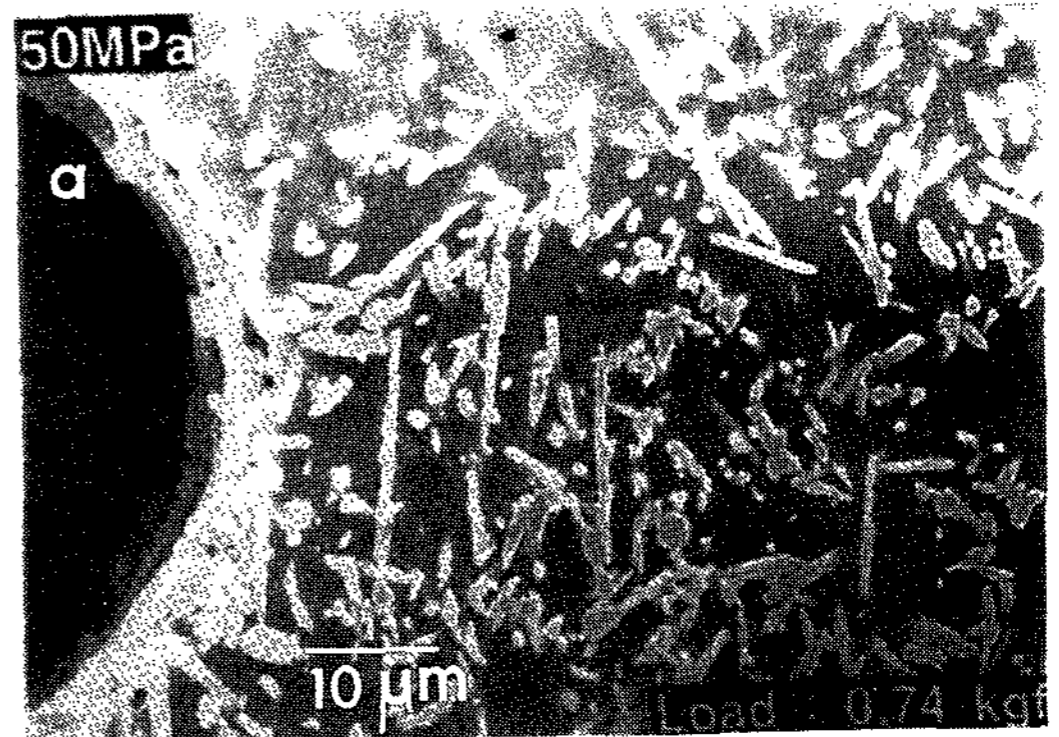
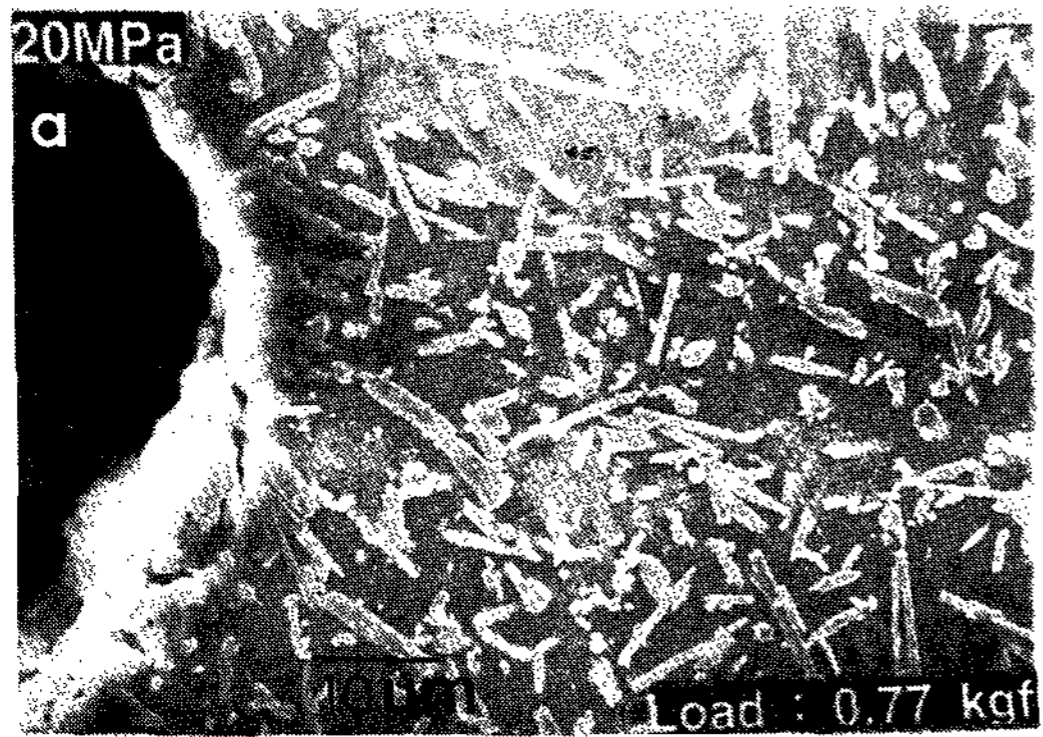


Fig. 15. A series of SEM micrographs near a notch tip of the squeeze cast AZ91 composite fabricated with the applied pressure of 20MPa, showing (a) basic SEM microstructure(load : 0.77kgf), (b) microcrack formation by the separation of whisker/matrix interface and the whisker cracking under the relatively low applied load level (6.13kgf), and (c) crack propagation mainly along the separated interfacial regions(load : 6.28kgf).

Fig. 16. A series of SEM micrographs near a notch tip of the squeeze cast AZ91 composite fabricated with the applied pressure of 50MPa, showing (a) basic SEM microstructure(load : 0.74kgf), (b) development of planar slip lines and their propagation through whiskers(load : 6.81kgf), and (c) crack propagation mainly along the well-developed : palnнар slip bands(load : 7.2kgf). A number of planar slip lines are observed near the propagating crack.

해지고, 그 미세파괴 과정도 상당히 달라지는 것을 알 수 있다. 하중이 가해지면(6.81kgf), Mg 기지합금에서 변형이 먼저 일어나 면슬립선(planar slip band)이 방향성을 가지고 많이 발생한다. 이러한 면슬립이 잘 발달되면, 기지내에 미세균열이 형성되고, 이 미세균열들이 전파하면서 휘스커들을 절단하게 된다(Fig. 16(b)). 더욱 높은 하중하에서(7.20kgf) 미세균열들은 서로 연결되면서 보다 큰 균열로 성장하고, 노치선단과 연결되며, 계속적으로 다른 미세균열들과 연결되면서 전파된다(Fig. 16(c)).

이상과 같은 강화재의 분포가 균일한 AZ91 Mg합금 복합재료의 파괴과정 관찰결과는 용탕단조 가압력에 따라 그 파괴과정이 크게 달라지는 것을 알려 준다. 낮은 가압력으로 제조된 복합재료에서는 일반 복합재료에서 흔히 관찰되는 휘스커/기지 계면에서의 균열생성으로 낮은 하중하에서도 파괴가 진행되나, 가압력이 커짐에 따라 미세조직은 보다 치밀해져서 휘스커/기지 계면물성이 크게 향상된다. 따라서 높은 가압력 하에서는 휘스커/기지 계면결합력이 좋아지기 때문에 휘스커의 손상이나 계면의 분리가 거의 없는 상태에서 기지의 소성변형이 일어날 수 있다. 그러나 hcp구조의 Mg합금에서는 슬립계의 수가 적기때문에 변형이 잘 일어나지 못하고 한 방향으로 집중되어 발달하는 면슬립이 일어나게 된다. 이 면슬립선은 미세균열로 발전하며, 이 미세균열이 전파되면서 휘스커들을 절단하게 된다. 이때 휘스커/기지 계면상태는 좋기때문에 계면의 분리는 거의 일어나지 않는다. 따라서 용탕단조시 가압력이 너무 낮으면, 휘스커/기지 계면이 취약하여 파괴가 계면을 따라 발전되고, 더 이상 하중을 감당할 수 없다. Fig. 13에서 보듯이 가압력이 감소함에 따라 굽힘강도가 감소하게 된다. 또한 본 연구에서 다루지는 않았지만, 연성과 파괴인성 등 다른 기계적 성질도 저하될 것으로 생각된다.

4. 결 론

저가의 Al borate 휘스커로 강화시킨 AZ91 Mg 합금 복합재료를 용탕단조법으로 제조하였으며, 미세조직 및 기계적 특성에 미치는 가압력

의 영향을 조사함으로써 다음과 같은 결과를 얻었다.

1) 유기, 무기바인더를 첨가하고 고온성형을 통하여 예비성형체를 제조하였으며, 이 예비성형체로부터 변형이 적게 일어나고 휘스커의 분포가 우수한 복합재료 시편을 제조할 수 있었다.

2) 가압력이 20, 35, 50MPa로 증가됨에 따라 비복합부 조직에서의 수지상 간격이 감소하였으며, 복합부에서는 주조결함이나 휘스커의 손상은 거의 발견되지 않았다.

3) 저가의 Al borate 휘스커를 강화재로 사용하여 Saffil, Kaowool 단섬유 강화 복합재료에 필적하는 기계적 특성을 가지는 Mg 합금 복합재료를 제조하였으며, 가압력이 증가함에 따라 경도, 내마멸성, 3-점 굽힘강도가 증가하였다.

4) In-situ 파괴시험결과 낮은 가압력으로 제조된 복합재료에서는 휘스커/기지 계면에서의 균열생성으로 낮은 하중하에서도 파괴가 진행되었으나, 가압력이 증가함에 따라 휘스커/기지 계면물성이 크게 향상되고 휘스커의 손상이나 계면의 분리가 거의 없이 기지합금에서 면슬립이 잘 발달되었다.

5) AZ91 Mg/Al borate 휘스커 복합재료에서 가압력이 증가함에 따라 기계적 특성이 향상되는 현상을 결정립미세화, 휘스커의 부피분율 증가 등의 물성향상 효과와 휘스커/기지 계면물성 향상 및 면슬립변형 발달 등의 조직개선 효과로 설명할 수 있었다.

후 기

본 연구의 일부는 급속응고신소재연구소의 지원으로 이루어졌으며 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

[1] E. Jeon, M. Kim, L. Choi, K. Cho and I. Park : 2nd Pacific Rim Intern. Conf. on Advanced Materials and Processing, K. S. Shin, J. K. Yoon and S. J. Kim, eds., KIM, Kyungju, June (1995) 2675.
 [2] A. Mortensen and V. Tanake : Metall. Trans. A, 21A (1990) 2059.

- [3] T. W. Clyne and J. F. Mason : Metall. Trans. A, 18A (1987) 1519.
- [4] K. Suganuma, G. Sasaki, T. Fujita and M. Tokuse : J. Japan Inst. Light Metals, 41 (1991) 297
- [5] S. K. Hong, H. Tezuka and A. Kamio : The 3rd Asian Foundry Congress, Z. H. Lee, C. P. Hong and M. H. Kim. eds., Kyungju, Nov. (1995) 312-319
- [6] 박익민, 신광선, 윤의박 : 한국주조공학회지, 8 (1988) 412
- [7] 박익민, 김부섭 : 대한금속학회보, 9 (1996) 2, 112
- [8] 이성학, 손기선, 정성실, 박익민, 남태운 : 대한금속학회지, 31 (1993) 1315-1323
- [9] G. Kruger, K. U. Kainer : 9th Intern. Conf. on Composite Materials, A. Miravete, ed., Madrid, Spain, July (1993), vol.2, 15
- [10] A. D. McLedd and C. M. Gabryel : Metall. Trans. A, 23A (1992) p.1279
- [11] S. H. Crandall, N. C. Dahl and T. J. Lardner : An Introduction to Mechanics of Solids, 2nd ed., McGraw Hill (1978) Chap. 8, p.531
- [12] K. Cho, I. Park, S. Jhung, S. Lee and N. J. Kim : 9th Intern. Conf. on Composite Materials, A. Miravete, ed., Madrid, Spain, July (1993) 247
- [13] 김진수, 안재영, 한요섭, 이호인, 홍준표 : 주조, 14 (1994) 54
- [14] K. C. Kim, Y. S. Cho, I. Choi and I. Park : The 3rd Asian Foundry Congress, Z. H. Lee, C. P. Hong and M. H. Kim. eds., Kyungju, Nov. (1995) 328
- [15] A. Munitz, M. K. Surappa and R. Mehrabian : Metall. Trans. A, 10A (1979) 1491
- [16] B. F. Quigley, G. J. Abbaschian, R. Wundrlin and R. Mehrabian : Metall. Trans. A, 13A (1982) 93
- [17] K. Suganuma, T. Okamoto, T. Hayami, Y. Oku and N. Suzuki : J. Mater. Sci., 23 (1988) 1317
- [18] B. C. Pai, G. Ramani, R. M. Pillai and K. G. Satyanarayana : J. Mater. Sci., 30 (1995) 1903
- [19] A. Mortensen and J. A. Cornie : Metall. Trans. A, 18A (1987) 1160
- [20] S. Lee, K. -S. Sohn, I. Park and K. Cho : Metals and Materials, 1 (1995) 37-47
- [21] Y. S. Choi, K. Cho, I. Park, K. S. Shin and S. Lee : 10th Intern. Conf. on Composite Materials, A. Poursartip and K. N. Street. eds., Whistler, Canada, Aug (1995) vol.2, 51-82
- [22] R. F. Gibson : Principles of Composite Material Mechanics, McGraw-Hill Intern. Ed., (1994) chap. 6