

論 文

용탕단조에 의한 Al₂O₃-SiO₂ 단섬유 및 SiC whisker강화 알루미늄 합금기 복합재료의 제조

홍성길*, 윤중렬*, 최정철**

Fabrication of Aluminum Alloy Composites Reinforced with SiC whisker and Al₂O₃-SiO₂ Short Fiber by Squeeze Casting

Sung-Kil Hong*, Jung-Yul Yun* and Jung-Chul Choi**

Abstract

SiC whisker and Al₂O₃-SiO₂ short fiber reinforced AC8A, AC8B and AC8B(J) matrix composites were fabricated by squeeze casting method. Preform deformation, change of reinforcement volume-fraction and formation of macro-segregation in two composites were investigated by using micro Vickers hardness test, analysis of macro and micro structures with OM, SEM and EDAX. Al₂O₃-SiO₂ short fiber preform manufactured with 5% SiO₂ binder in this study was considerably deformed and cracked, nevertheless, the short fibers were distributed homogeneously in the composites. In SiC whisker reinforced composites, on the other hand, preform deforming and cracking were not occurred, however, macro segregation zone formed along the infiltration routes by interface reaction during infiltration of molten metal into the preform was observed at center-low area in the composites. The decrease of hardness in the macro segregation zone resulted from the depletion of Si and Mg atoms.

Key words : SiC whisker, Al₂O₃-SiO₂, AC8A, AC8B, squeeze casting, macro-segregation, interface reaction, EDAX. (Received July 24, 1996)

1. 서 론

최근 자동차 배기가스에 의한 환경오염의 대책으로서 차체의 경량화와 동시에 엔진의 성능향상을 통한 연비감소 대책으로 단섬유강화 Al합금기 복합재료의 실용화가 적극적으로 검토되고 있다. 그 중에서도 SiC, Al₂O₃, Si₃N₄ 등과 같은 단섬유강화 Al합금기 복합재료는 고비강도, 고비탄성률, 고내마모성 및 열팽창계수가 작고 고온에서 안정하여 고성능 경량 자동차의 엔진관련 부품에의 적용이 크게 기대되고 있다[1-4]. 기지재인 Al합금으로는 시효경화형합금인 2xxx, 6xxx, 7xxx계 합금이 주종을 이루어 왔지만[5-

9], 최근에는 5xxx, 8xxx 및 주조용 알루미늄합금인 A356, AC4C, AC8A 등을 기지재로 한 연구도 활발하다[10-14]. 그러나 이러한 단섬유강화 Al합금기 복합재료가 우수한 특성을 지니고 있음에도 불구하고 실용화가 늦어지는 장애요인으로는 기존의 재료에 비하여 고가이며, 각종 제조법에 따른 복합재료의 기계적 특성에 대한 신뢰성이 낮다는 점을 들 수 있다. 이들 복합재료의 제조법으로는 크게 주조법(Ingot metallurgy), 분말야금법(Powder metallurgy), Spray법, in-situ반응법[15] 등이 개발되어 있으나 제조원가, 부분복합화, 2차 가공성, 품질 및 생산성 등을 고려하면 주조법이 가장 유리하다고 할 수 있다.

*전남대학교 금속공학과(Dept. of Metallurgical Eng., Chonnam Univ.)
**아주대학교 재료공학과(Div. of Mechanical and Industrial Engineering, Ajou Univ., RASOM)

주조법에는 단섬유세라믹강화재의 예비성형체(preform)에 기지금속의 용탕을 가압침투시키는 용탕가압침투법과 세라믹 강화재를 용융, 혹은 반응용상태의 금속용탕에 첨가하여 교반주조하는 기계적 용탕교반법[16-17]으로 크게 대별할 수 있다. 용탕가압침투법으로는 용탕단조(squeeze casting), 저압주조, 진공가압주조 등으로 나눌수 있는데, 그 중에서도 강화재와 용탕과의 젖음성을 향상시키고 가스결함을 제거하기 위하여 고압력으로 가압하는 용탕단조법이 많이 사용되고 있다[18-23]. 용탕단조법의 원리는 액상인 기지금속용탕을 강화재로 만든 preform속으로 고압을 이용하여 순간적으로 침투시켜 응고시키는 방법으로 그 기술자체는 새로운 것이 아니지만, 강화재와 용탕의 접촉시간이 짧아 계면반응에 의한 강화재의 열화가 적고, 고압에 의해서 금형과 용탕간의 열교환이 빨라 급속응고에 의한 결정립 미세화 및 기공이나 수축공 등의 구조결함을 없앨 수 있다. 또한, 신속, 대량생산이 가능하며, 종래의 구조장치를 이용해서 복합재료를 제조할 수 있는 이점을 가지고 있어서 크게 기대되는 방법이다.

그래서 본 연구에서는 성능이 우수한 SiC whisker 및 가격이 저렴한 Al₂O₃-SiO₂ 단섬유를 각각 강화재로 하고, 피스톤재료인 AC8A, AC8B 및 AC8B(J)를 기지재료로한 복합재료를 각각 용탕단

조법으로 제조하여 제조시 preform의 변형 및 강화재의 분포상태, 강화재와 기지재료와의 반응에 의한 편석거동에 대하여 조사하였다.

2. 실험방법

본 연구에 사용한 복합재료의 기지재료로서는 엔진피스톤 소재인 AC8A, AC8B 및 고온강도향상을 고려하여 AC8B에 비하여 Cu, Ni, Mg의 함량을 증가시키고 Si함량을 감소시킨 AC8B(J)를 사용하였다. 그 화학조성을 Table 1에 나타내었다. 강화재로서는 日本東海社製인 φ55×70mm의 실린더형태인 SiC whisker preform(Vf=20, 30%)과 Al₂O₃-SiO₂ 단섬유의 preform을 직접 제작하여 용탕단조에 의해 복합재료를 제조하였다.

Table 2에 각각 Al₂O₃-SiO₂ 단섬유와 SiC whisker의 특성을 나타내었다. 특성에서 알 수 있듯이 Al₂O₃-SiO₂ 단섬유는 fiber형과 입자형이 혼합된 하이브리드형으로 SiC whisker에 비하여 aspect ratio가 대단히 커서 preform의 제작이 어렵다. 그래서 본 실험에서는 600cc의 이온교환수에 80g의 Al₂O₃-SiO₂ 단섬유를 혼합하여 20분간 교반한 후 mixer로 30, 45, 60, 75, 90min간 절단하여 각 조건에 따른 aspect ratio를 측정한다. 결과 30min은 50~100, 60min은 40~80, 75min은 25~50, 90min은 15~30정도로 절단시간의 증

Table 1. Chemical composition of AC8A, AC8B Al alloys.

| Alloys | Cu | Si | Mg | Zn | Fe | Mn | Ni | Ti | Pb | Sn | Cr | Al |
|---------|------|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| AC8A | 1.29 | 14.0 | 1.15 | 0.00 | 0.08 | 0.01 | 1.19 | 0.00 | 0.01 | 0.00 | 0.00 | Bal. |
| AC8B | 2.49 | 11.05 | 0.84 | 0.55 | 0.35 | 0.08 | 0.52 | 0.02 | 0.03 | 0.02 | 0.04 | Bal. |
| AC8B(J) | 2.98 | 9.92 | 1.18 | 0.01 | 0.16 | - | 1.08 | - | - | - | - | Bal. |

Table 2. Characteristics of Al₂O₃-SiO₂ short fiber and SiC whisker.

| Characteristics | Al ₂ O ₃ -SiO ₂ | SiC whisker |
|-------------------------------|--|---|
| Fiber diameter(μm) | 2~4 | 0.3~0.6 |
| Ave. fiber length(μm) | <8000 | 5~15 |
| Aspect ration | <4000 | 10~40 |
| Density(g/cm ³) | 2.73 | 3.20 |
| Specific heat(Kcal/kg·°C) | 0.27 | - |
| Tensile strength(GPa) | - | 14.0 |
| Tensile modulus(GPa) | - | 400~700 |
| C.T.E.(×10 ⁻⁶ /°C) | - | 5.0 |
| Chemical Composition | Al ₂ O ₃ : 48% SiO ₂ : 52% | SiO ₂ : <1.5wt% Ca, Fe, Co, Cr : <0.05wt% |

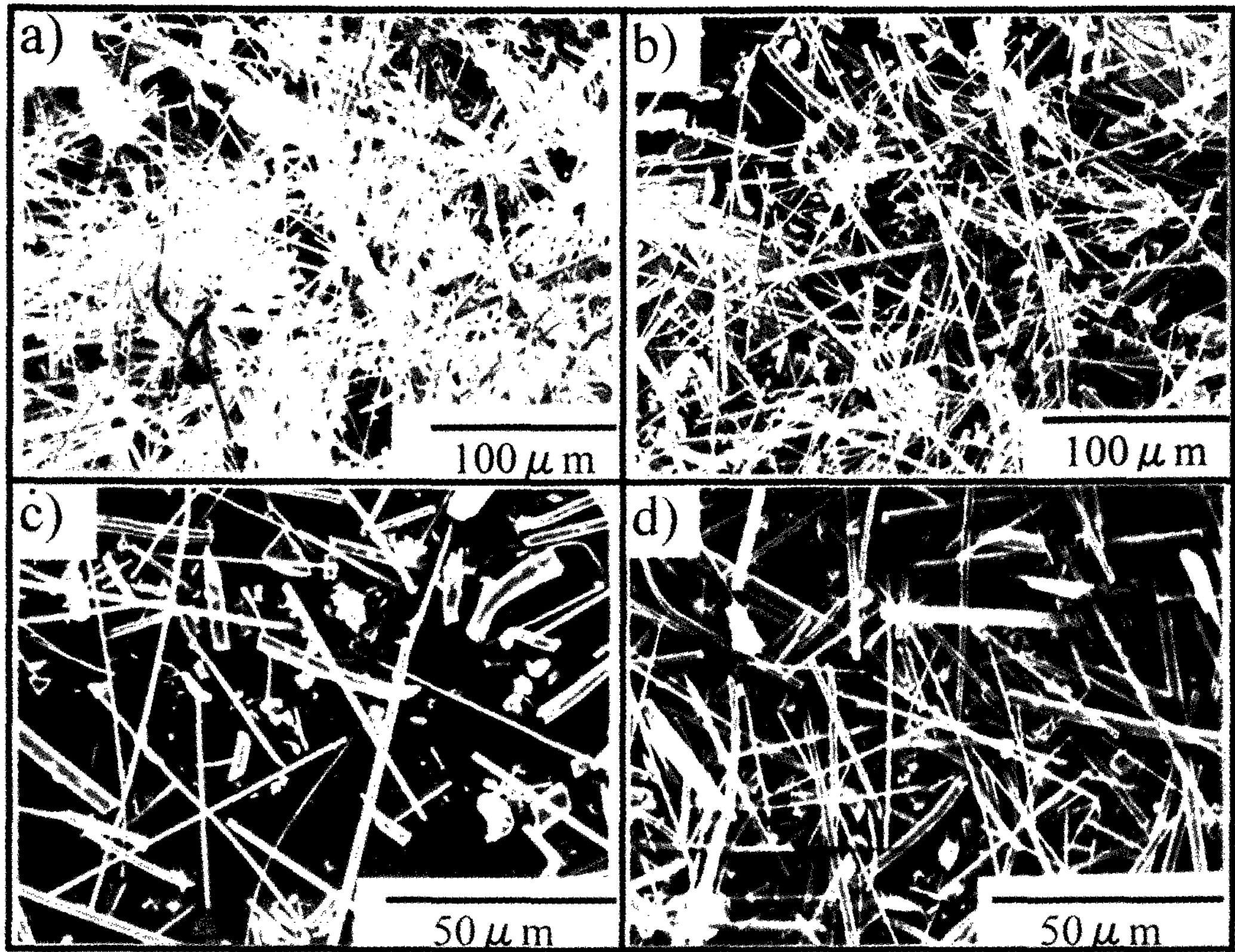


Fig. 1. Scanning electron micrographs of Al₂O₃-SiO₂ short fiber cut for (a) 30min, (b) 60min, (c) 75min and (d) 90min.

가에 따라 점차적으로 감소하였다.

또한 강화재간의 상호결합으로 용탕단조시에 발생하기 쉬운 압축변형을 억제하고 건전한 강도의 preform을 얻기 위하여 바인더로서 약 50% silica colloidal을 3% 정도 첨가하였다. preform 제작은 aspect ratio가 약 100이하인 30min간 절단한 Al₂O₃-SiO₂ 단섬유 slurry를 Fig. 2에 나타낸 장치를 사용하여 φ60×25mm크기의 실린더형 preform을 제조한 후 상온에서 1주일간 건조시켰다.

주문제작한 SiC whisker 및 자체제작한 Al₂O₃-SiO₂ 단섬유 preform을 이용하여 SiCw/AC8B (J) 복합재료의 경우에는 용탕온도 750°C, preform예열은 850°C의 Ar분위기에서 1시간 동안 가열한 후 가스 버너를 사용하여 300°C로 가열한 금형에 집어넣고 즉시 용탕을 주탕하여 100MPa의 고압으로 200s동안 11mm/s의 속도로 가압하여 제조하였다. 한편, Al₂O₃-SiO₂ 단섬

유강화 AC8A 및 AC8B복합재료의 제조조건은 Fig. 3에 모식적으로 나타낸 용탕단조기의 금형속에 미리 설치한 preform을 금형과 함께 400°C로 가열한 후, 750°C의 용탕을 주탕하여 plunger를 하강시켜 100MPa의 압력으로 60s동안 가압 응고시켰다.

용탕단조법으로 각각 제조한 복합재료를 약 10×10×20mm³크기로 절단하여 6면 전체를 연마

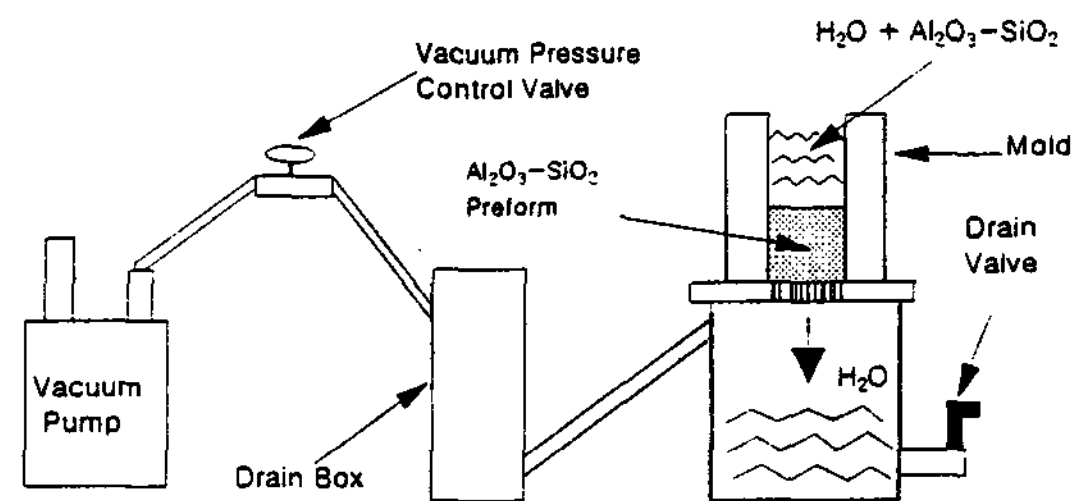


Fig. 2. Apparatus for manufacturing of Al₂O₃-SiO₂ short fiber preform.

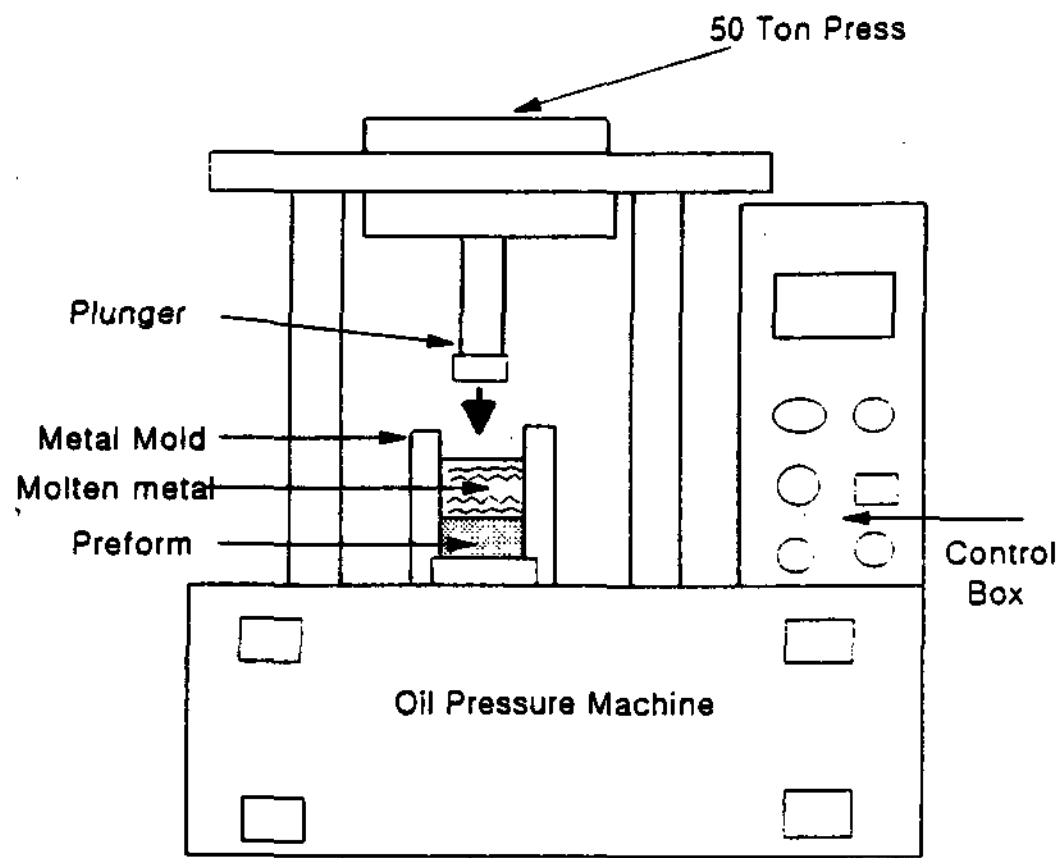


Fig. 3. Schematic illustration of experimental equipment for squeeze casting.

지 #1200까지 연마한 후 아세톤으로 20min이상 초음파세척을 한 후 직시천평을 사용해서 공기중 및 증류수 중에서 2회 질량측정을 실시하여 다음 식을 이용하여 강화재의 체적율을 구했다.

$$V_f(\%) = (M_c - M_m) / (M_r - M_m) \times 100 \quad (1)$$

M_c : 복합재료의 밀도 M_m : 기지재의 밀도

M_r : 강화재의 밀도 V_f : 강화재의 체적률

용탕침투시의 기지재와 강화재와의 계면반응에 의한 복합재료부에 있어서의 macro편석과 preform의 변형 유무를 관찰하기 위하여 복합재료의 중심부를 절단하여 내수 연마지 #100~#1200까지 연마한 후 10%HF부식액으로 부식시킨 후 광학현미경으로 관찰하였으며 주사전자현미경과 EDAX를 이용하여 복합재료부의 강화재 분산상태, 각종 화합물 및 편석영역에 대하여 조직과 성분을 분석하였다. 또한 각각의 시편에 대한 경도측정은 내수연마지 #800까지 연마한 후 Micro Vickers 경도계(Matsuzawa Seika제작소)를 이용하여 하중 500g, 하중유지시간 15s의 조건에서 10회 측정하여 최고, 최저치를 제외한 8회의 평균치를 경도값으로 하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 복합재료의 macro조직과 강화재 체적률

용탕단조법으로 제조한 $Al_2O_3-SiO_2/AC8A$, $Al_2O_3-SiO_2/AC8B$, $SiCw/AC8B(J)$ 복합재료의 macro조직을 Fig. 4에 각각 나타내었다. Fig. 4(a,b)의

$Al_2O_3-SiO_2$ 강화 복합재료의 경우 preform이 심하게 변형되고 균열이 발생하였음이 관찰된다. 그러나 Fig. 4(c,d)의 $SiCw/AC8B(J)$ 의 경우에는 preform의 변형은 발생하지 않았으나 preform 중앙하부에 용탕의 침투경로를 따라 형성된 이상영역(macro편석)이 관찰되며 그 크기는 체적률의 증가와 함께 증가함을 알 수 있다.

Table 3에 각각의 복합재료의 체적률 측정결과를 나타내었다. $Al_2O_3-SiO_2$ 단섬유 preform의 체적률은 측정하지 않았으나 제조한 복합재료의

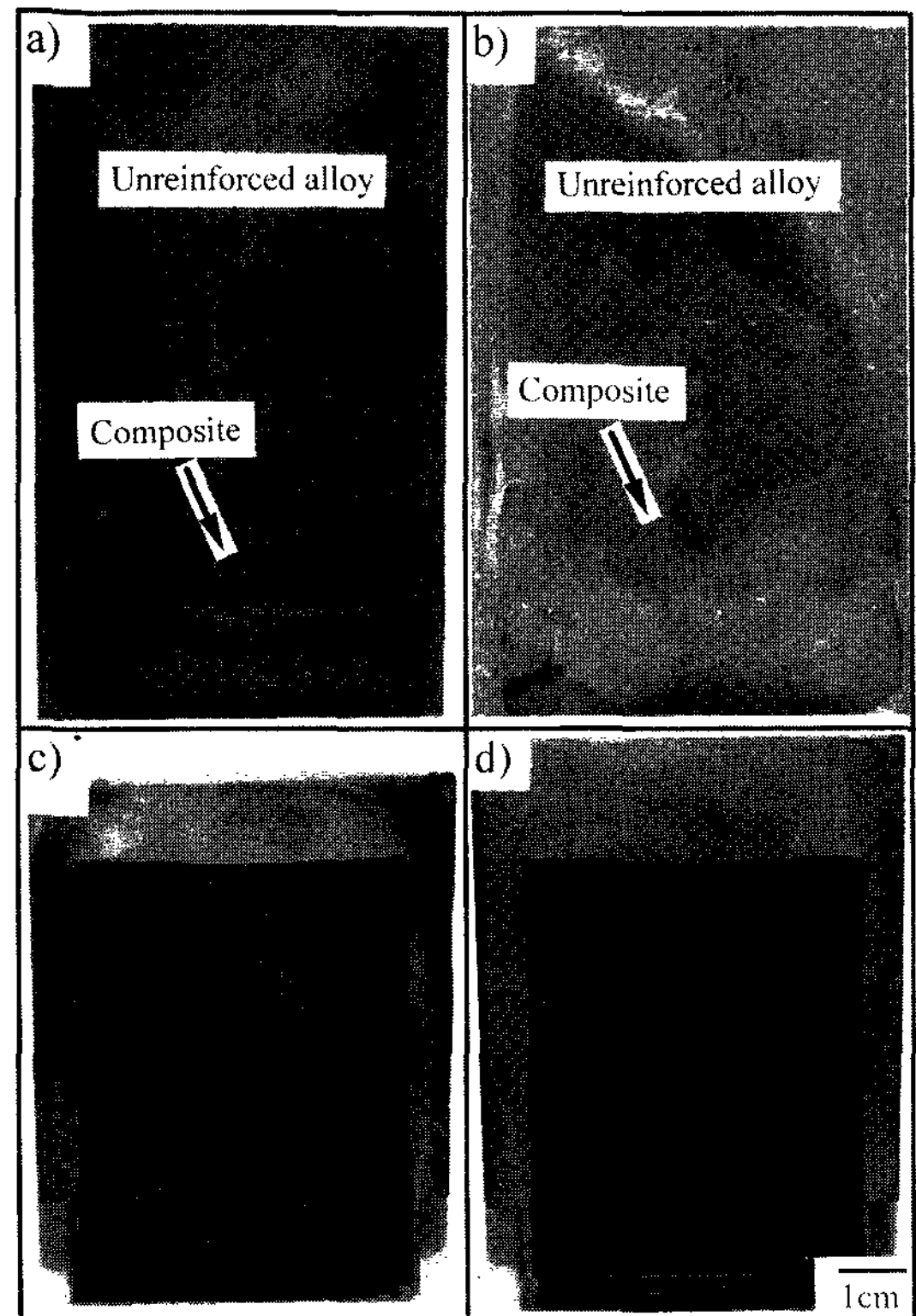


Fig. 4. Macrostructures of (a) $Al_2O_3-SiO_2/AC8A$, (b) $Al_2O_3-SiO_2/AC8B$, (c) 20% and (d) 30% $SiCw/AC8B(J)$ composites fabricated by squeeze casting.

Table 3. Actual volume fractions(%) of $Al_2O_3-SiO_2$ short fiber and SiC whisker reinforcements in the composites.

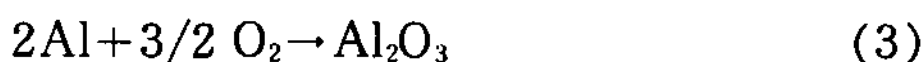
| Composites | $V_f(\%)$ |
|----------------------|-----------|
| $Al_2O_3-SiO_2/AC8A$ | 17.1 |
| 20% $SiCw/AC8B(J)$ | 22.3 |
| 30% $SiCw/AC8B(J)$ | 31.1 |

체적률은 약 17.1%를 나타내었으며, SiCw 강화 복합재료의 경우는 20% → 22.3%, 30% → 31.1%로 체적률이 약간 증가하였음을 알 수 있다. 이처럼 Al₂O₃-SiO₂ 단섬유를 이용하여 자체제작한 preform이 심하게 변형되고 균열이 발생하였는데 개선책으로서 binder재로 사용한 silica colloidal의 투입량을 증가시켜 preform의 강도를 향상시키되 binder재와 용탕과의 계면반응을 고려하여야 하며, preform에의 용탕침투 경로를 상부 및 측면으로 함과 동시에, 제조시 유입되는 공기나 가스의 배출구를 preform의 하부에 설치하여 용탕이 preform에 침투하기 쉽게 preform 하부로부터 로타리펌프를 이용하여 흡입하는 등의 개선이 요구된다.

3.2 Macro편석과 계면반응

SiC whisker 강화 알루미늄 합금기 복합재료를 용탕단조법에 의하여 제조할 때 Fig. 4의 c,d에서 보여지듯이 복합재료부에 용탕의 침투경로에 따라서 형성된 macro편석영역이 관찰되는데 저자 등의 연구결과에 의하면 특히 Li이나 Mg 등과 같은 활성화 원소가 첨가된 알루미늄 합금을 기지재로 한 경우에는 더욱 현저히 나타난 것이 확인되었다[24]. 이러한 macro편석영역은 SiC whisker preform 제작시 binder재인 SiO₂가 whisker 표면에 부착되어 용탕 침투시 계면에서 다음과 같은 반응에 의하여 형성됨이 밝혀졌다.

(SiCw/Al-Li)



(SiCw/Al-Mg)

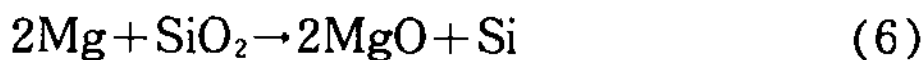


Fig. 5에 체적률 30%의 SiCw/AC8B(J)의 단면 macro조직과 편석영역 부근을 거리에 따라 측정된 경도변화를 나타내었다. 편석영역(Zone A)의 경도는 정상영역(Zone B)에 비하여 급격히 저하한다. Fig. 6에 Zone A와 Zone B에 대하여 0.5% HF로 부식한 후 주사전자현미경으로 관찰한 조직을 나타내었다. 경도값에 커다란 영향을 미치는 SiC whisker의 체적률을 각각 측정

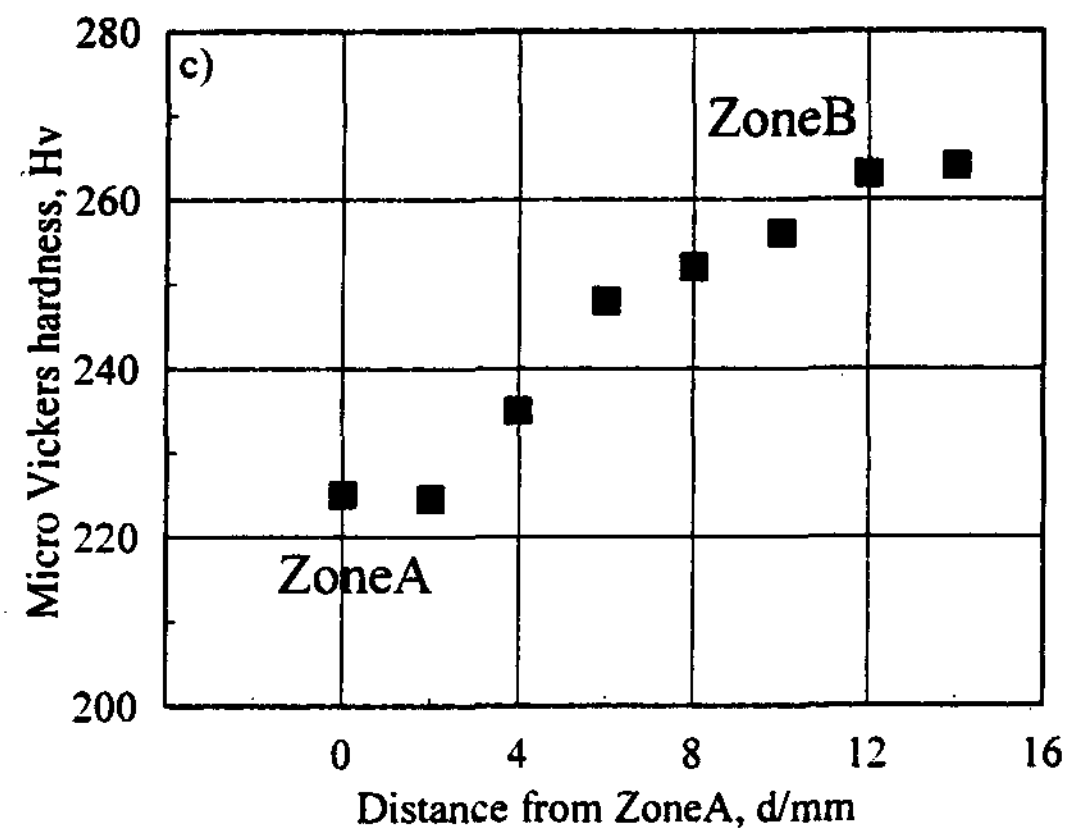
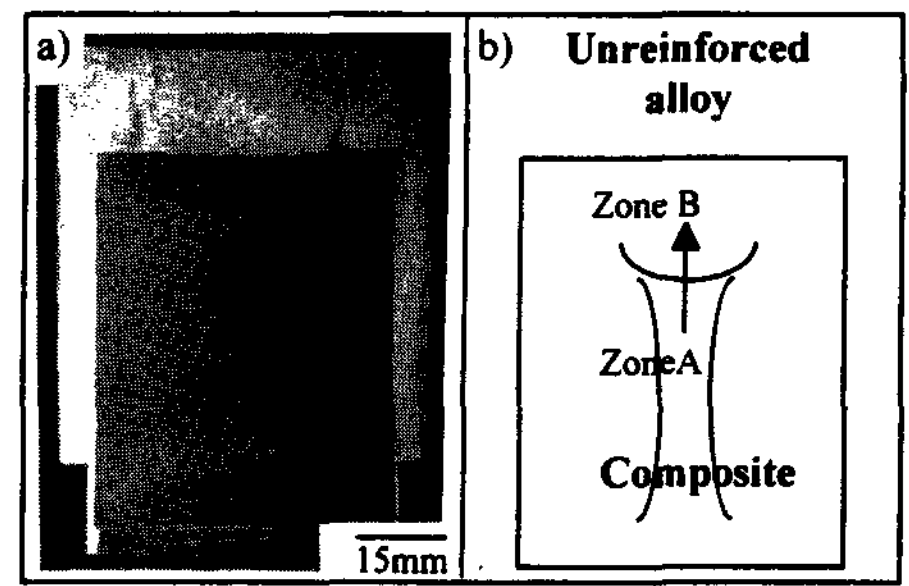


Fig. 5. Macrostructure(a), schematic illustration(b) and (c) distribution of micro Vickers hardness from Zone A to Zone B in the SiCw/AC8B(J)

결과에 의하면 Zone A, Zone B 두 영역에서 차이가 없음이 확인되었으며 사진에서 알 수 있듯이 공통적으로 미세한 SiC whisker가 3차원적으로 균일하게 분포되어 있다.

Fig. 5에 나타낸 Zone A와 Zone B에 대하여 EDAX로 성분분석한 결과를 Fig. 7에 나타내었다. Fig. 7 a는 Fig. 5의 Zone A, Fig. 7 b는 Zone B에 대한 원소분석 결과이다. 정상영역에 비하여 편석영역에서는 상대적으로 Ni이나 Cu의 함량은 큰 차이가 없으나 Si과 Mg의 농도가 상대적으로 크게 감소하였음을 알 수 있다. Al-Si, Al-Mg 합금은 공정형 합금으로 응고시 정편석되어 최종응고부인 Zone A의 농도가 Zone B부분보다 Si이나 Mg의 농도가 높을 것으로 사료되나 오히려 정반대현상을 나타내고 있는 점으로 보아 SiCw/AC8B(J) 복합재료의 경우에 있어서도 용탕 침투시의 계면반응에 의하여 복합재료부에 이상영역이 발생하였음을 시사하고 있다.

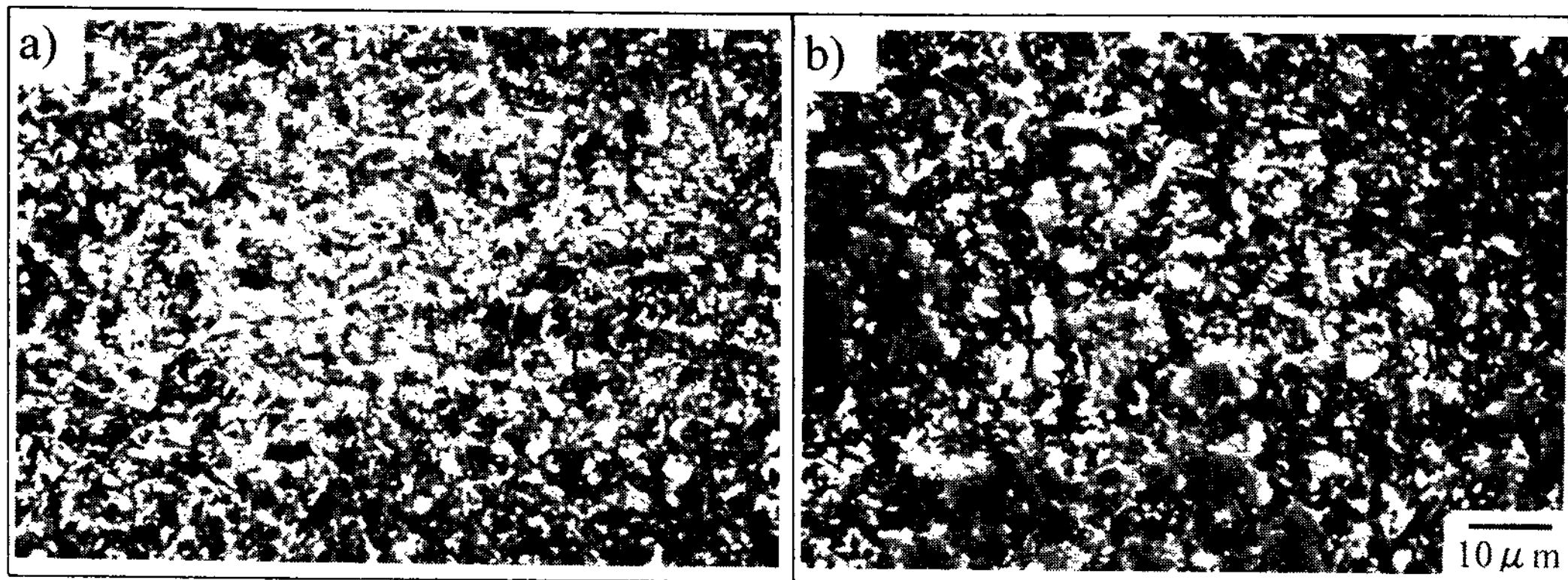


Fig. 6. Scanning electron micrographs of (a) macro-segregated area (Zone A) and (b) normal area (Zone B) in Fig. 5.

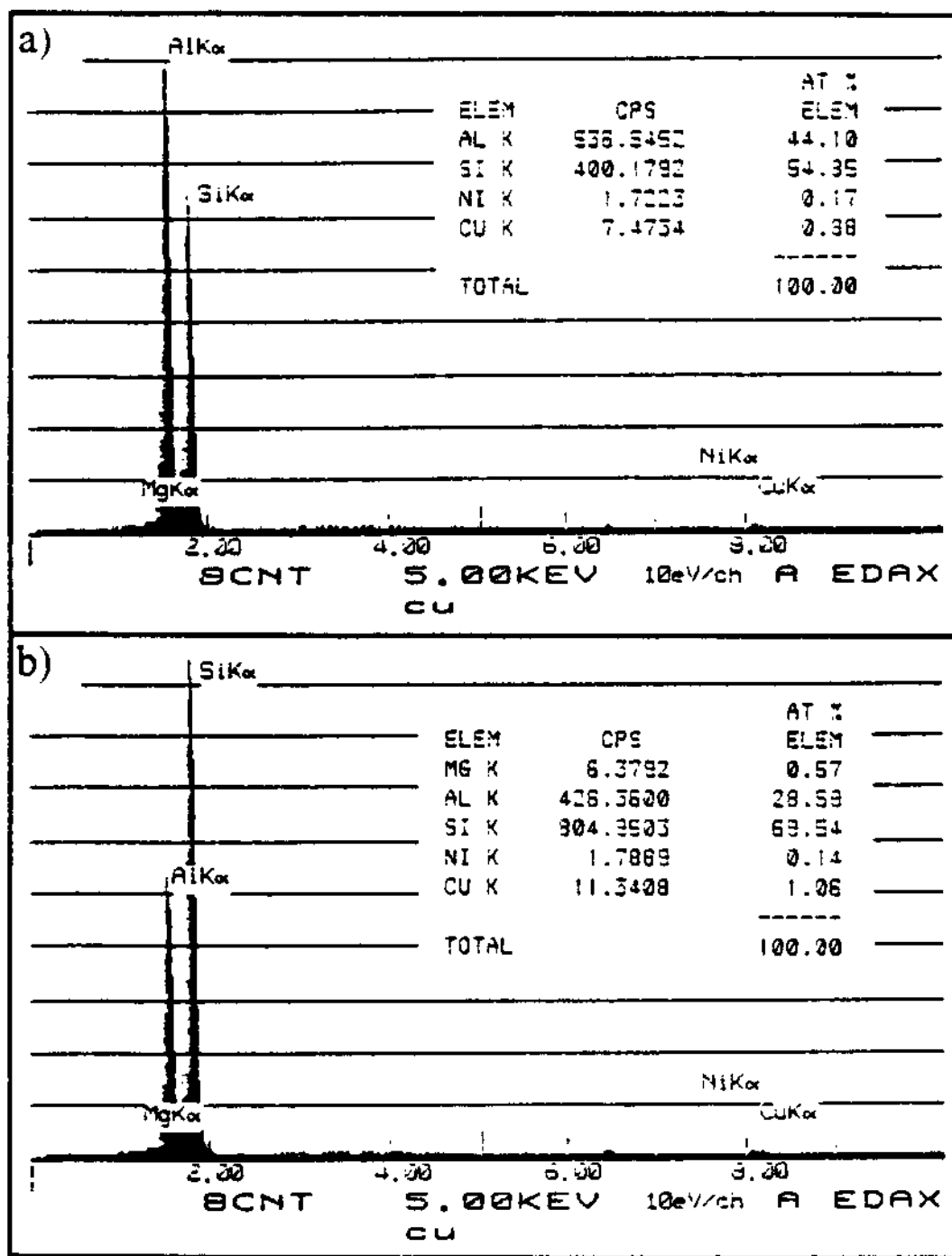


Fig. 7. Results of composition analysis by EDAX for (a) Zone A and (b) Zone B in Fig. 5, showing decrease of Si and Mg content in Zone A compared to Zone B.

3.3 미시조직과 경도

Fig. 8은 용탕단조한 AC8A, AC8B, AC8B(J) 합금의 주사전자현미경 사진이다. 전반적으로 AC8A나 AC8B가 비슷한 정출물들을 가지고 있는데, 초정 α 상과 Si공정상 외에도 여러가지 화합물이 관찰된다. Fig. 8 a에 A~E로 표시한 각

화합물에 대한 EDAX에 의한 분석결과 A는 Al_3Ni , B는 Mg_2Si , C는 공정 Si, D는 초정 α , 그리고 E는 Al-Cu-Ni 3원계의 Cu_4NiAl_7 이나 $CuNiAl_3$ 로 여겨진다. 이외에도 Al-Fe나 Al-Fe-Si계의 화합물도 정출되어 있을 것으로 사료되는데 이러한 화합물들은 고온에서도 안정하여 복합재료의 고온내마모특성을 향상시킬 것으로 사료된다. 한편, Fig. 9는 $Al_2O_3-SiO_2$ 단섬유강화 AC8A 및 AC8B 복합재료의 주조조직을 0.5% HF로 부식시켜 관찰한 주사전자현미경 조직이다. SiC whisker에 비하여 상대적으로 size와 aspect ratio가 큰 $Al_2O_3-SiO_2$ 단섬유가 기지금속내에 비교적 균일하게 분포되어 있음을 알 수 있으며 Fig. 8 a의 AC8A 기지재에서 확인된 화합물도 다수 관찰된다.

$Al_2O_3-SiO_2$ 와 SiC whisker 강화재가 경도향상에 미치는 효과를 알아보기 위하여 기지재와 복합재료의 주조재에 대한 경도측정 결과를 Fig. 10에 나타내었다. $Al_2O_3-SiO_2$ 단섬유강화 복합재료는 기지재에 비하여 조금밖에 경도가 향상되지 않았으나 SiC whisker 강화 복합재료는 경도가 크게 증가되어 체적률 20%인 경우에는 기지재에 비해 약 2.5배정도 향상되었다. 이처럼 주조용 알루미늄합금에 다른 강화재에 비하여 가격이 아주 저렴한 $Al_2O_3-SiO_2$ 단섬유를 첨가할 경우 경도향상에는 크게 기여하지 않으나 내마모특성을 조사한 결과[25]에 의하면 고속마모조건에서의 내마모특성이 기지재에 비하여 크게 향상됨이 확인되어 원가절감과 함께 고속에서의 내마모성 향상이 요구되는 자동차피스톤이나 실린더라이

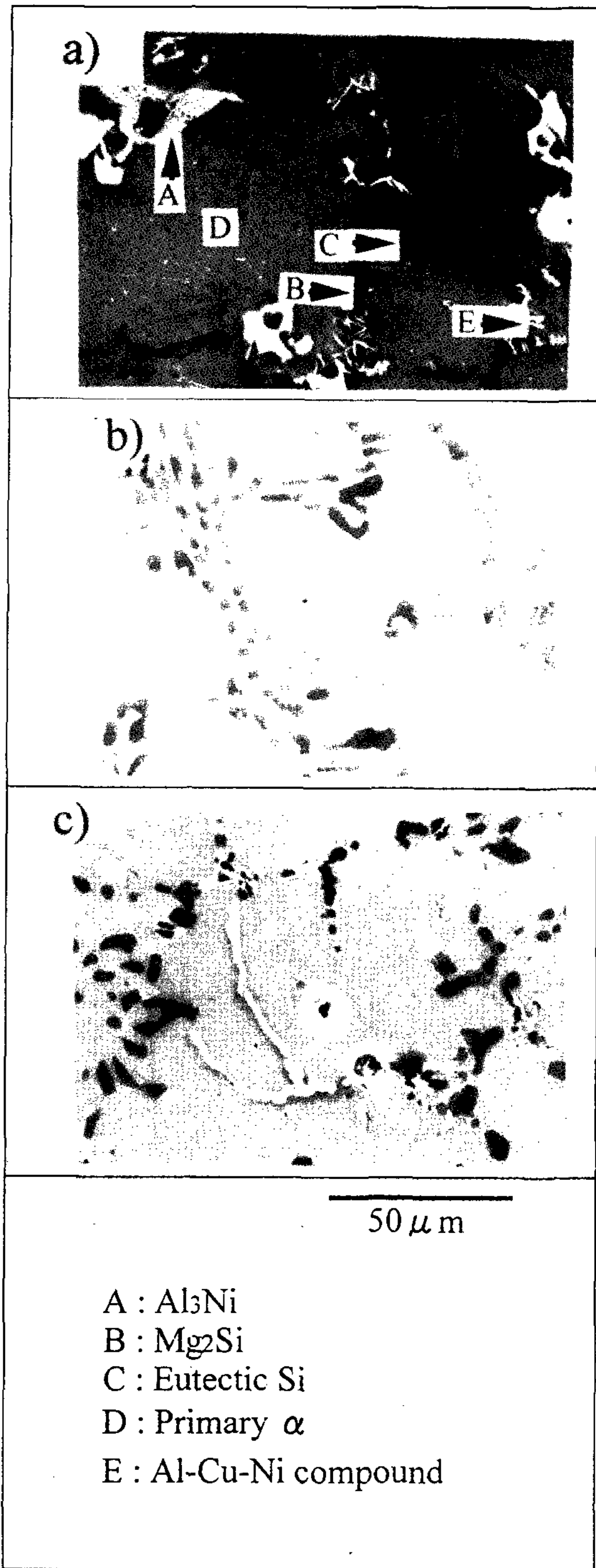


Fig. 8. Microstructures of the unreinforced matrix alloys, (a) AC8A, (b) AC8B, and (c) AC8B (J). Many kinds of intermetallic compounds are detected by EDAX analysis.

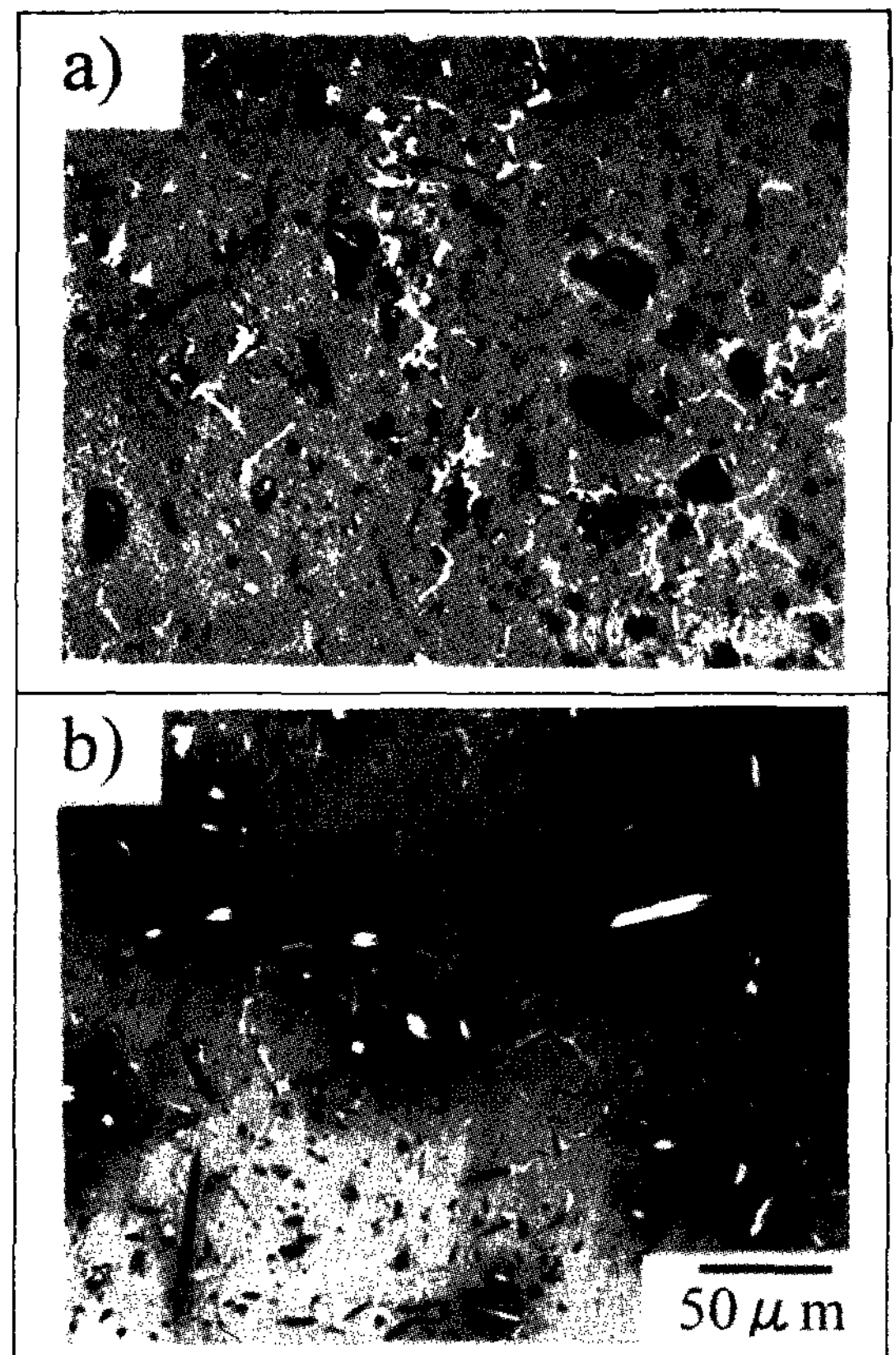


Fig. 9. Scanning electron micrographs of $Al_2O_3-SiO_2$ short fiber reinforced (a) AC8A and (b) AC8B composites, showing a homogeneous distribution of reinforcement.

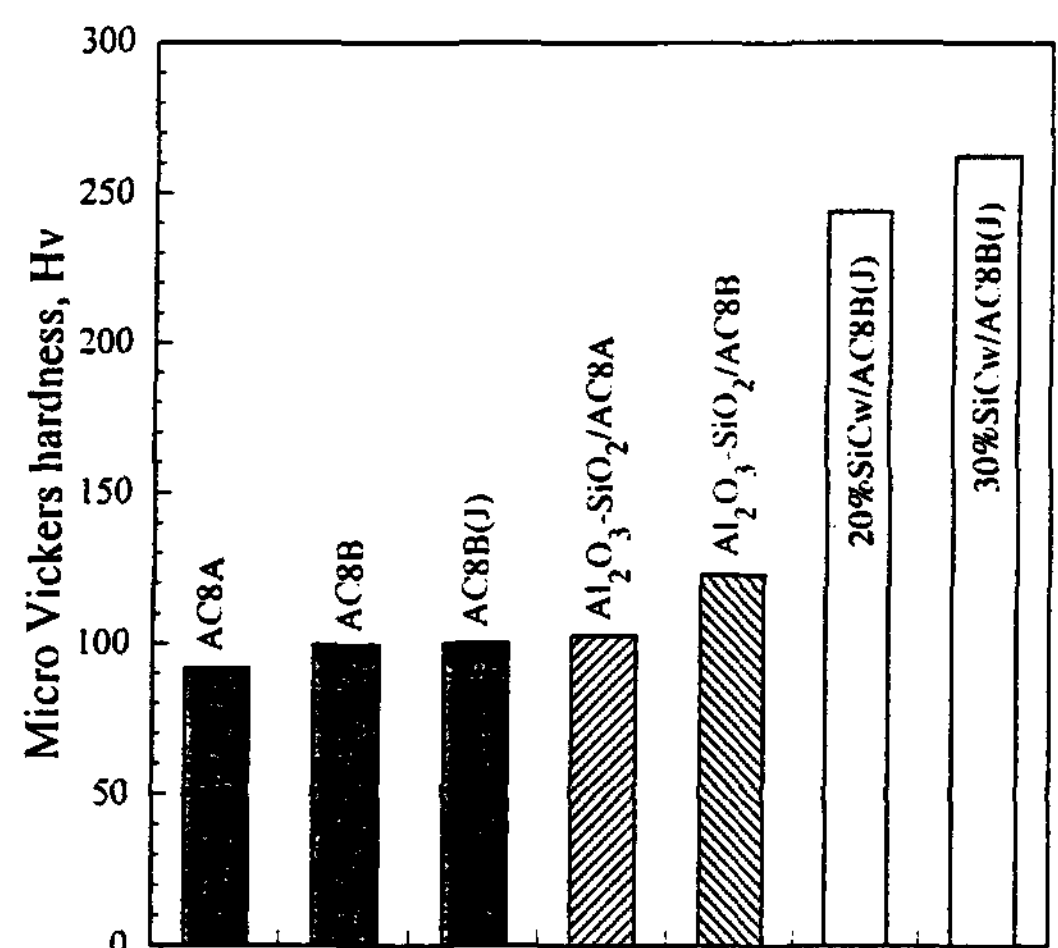


Fig. 10. Effect of the addition of $Al_2O_3-SiO_2$ short fiber and SiC whisker reinforcements on hardness.

너에의 적용이 기대된다.

4. 결 론

가격이 저렴한 $Al_2O_3-SiO_2$ 단섬유와 성능이 우수한 SiC whisker를 각각 강화재로한 AC8A, AC8B 및 AC8B(J) 복합재료를 용탕단조법을 제조하여, 제조시 preform의 변형 및 강화재의 분포상태, 그리고 강화재와 기지와 반응에 의한 편석에 대하여 조직관찰을 통해 검토한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) $Al_2O_3-SiO_2$ 단섬유를 이용하여 preform을 자체 제작하여 복합재료를 제조한 결과 $Al_2O_3-SiO_2$ 단섬유는 비교적 균일하게 분포하였으나 preform이 크게 변형되고 균열이 발생하여 preform의 강도향상이 요구되었다. 그러나 SiC 강화 복합재료의 경우는 preform의 변형이 거의 발생하지 않고 체적률의 변화도 작았다.

2) SiCw/AC8B(J) 복합재료를 용탕단조법으로 제조할 경우 preform내부에 용탕의 침투경로에 따른 macro편석이 발생하였으며 편석영역의 크기는 강화재 체적률의 증가와 함께 증가하였다.

3) SiCw/AC8B(J) 복합재료의 macro편석 영역에서는 preform에의 용탕침투시 강화재와의 반응에 의하여 Si, Mg의 농도가 저하하였으며 정도도 감소하였다.

참 고 문 헌

[1] I. Dutta and D. L. Bourell : Acta Metall, Mater., 38 (1990) 2041
 [2] J. M. Papazian and P. N. Alder : Metall. Trans. A., 21A (1990) 401
 [3] 자동차 경량화를 위한 신금속기술 개발전략 : 상공자원부, (1994)
 [4] 森本, 大内 : 輕金屬, 38 (1988) 658
 [5] M. Vogelsang, R. J. Arsenault and R. M.

Fisher : Metall. Trans. A, 17A (1986) 379
 [6] T. Christman and S. Suresh : Acta Metall, 36 (1988) 1691
 [7] R. J. Arsenault and S. B. Wu : Mater. Sci. Eng., 96 (1987) 77
 [8] G. E. Beltz and J. R. Rice : Acta Metall, Mater., 40 (1992) S321
 [9] C. Voituriez and I. W. Hall : Mater. Sci., 26 (1991) 4241
 [10] 牛尾英明, 林直義 : 輕金屬, 41 (1991) 778
 [11] 菅沼徹哉, 田中淳夫 : 鐵と鋼, 75 (1989) 1790
 [12] 洪性吉, 手塚裕康, 神尾彰彦 : 輕金屬, 43 (1993) 82
 [13] 洪性吉, 手塚裕康, 神尾彰彦 : 輕金屬, 43 (1993) 328
 [14] 青柳, 河原, 中川, 小島 : 輕金屬, 43 (1993) 403
 [15] 中田博道, 長降郎 : 輕金屬, 43 (1993) 152
 [16] 윤여창, 최정철, 홍성길 : 주조, 15 (1995) 368
 [17] 林爽原, 長降郎, 朴龍鎮 : 주조, 12 (1992) 458
 [18] T.W. Clyne and J. F. Mason : Metall. Trans. A, 18A (1987) 1519
 [19] A. Mortensen and J. A. Cornie : Metall. Trans. A, 18A (1987) 1160
 [20] 福永秀春 : 輕金屬, 38 (1987) 740
 [21] 恒川好樹 : 輕金屬學會研究部會報告書, 21 (1991) 59
 [22] 오혁진, 방명성, 이의길, 남승의 : 주조, 12 (1992) 464
 [23] 김석원, 우기도, 한상원 : 주조, 15 (1995) 566
 [24] 洪性吉, 手塚裕康, 神尾彰彦, 千炳善, 趙誠錫 : 日本金屬學會誌, 60 (1996) 218
 [25] 홍성길, 윤중렬, 최정철 : 大韓金屬學會誌, 34 (1996) 1644