

論文

복합교반법에 의한 금속복합재료의 제조공정에 따른 강화재의 분산성 검토

이동건*, 강충길**

Investigation of Reinforced Distribution in Fabrication Process of Metal Matrix Composites by Combined Stirring Process

D. G. Lee*, C. G. Kang**

ABSTRACT

The particulates reinforced metal matrix composites(PMMC) have a number of interesting mechanical properties, including high stiffness, strength and good resistance to wear at high temperature and low thermal expansion. The equipment structure to obtain the homogeneous distribution in composites are proposed for the continuous pouring of reinforcement at the desired temperature. The particulates reinforced metal matrix composites(A357/SiCp) were fabricated by the process of the combined stirring method with the various fabrication process. The combined stirring method to uniform distribution of particle is consisted of two stirring force both electro-magnetic stirring generated from induction heating and mechanical stirring with graphite stirrer. PMMC billets were fabricated with the volume fractions ranged from 0% to 20% and particle sizes ranged from $14\mu m$ to $25\mu m$. It is important to control the size of primary α -Al solid particles because it could become the cause of the particle pushing or capture phenomena from the fact that secondary dendrite arm spacing size depends on the cooling rate during the solidification in hypoeutectic Al-Si alloy. Therefore, the effect of primary α -Al on the reinforcement distribution in matrix alloys has been investigated. The microstructure of PMMC fabricated with various volume fractions(0%, 10%, and 20%) and particle size were observed.

초 록

본 논문은 금속복합재료를 반용융상태로 재가열하여 Thixoforming을 하는데 필요한 소재를 제공하기 위한 장비 설계와 제조방법 등에 관한 내용을 소개하고 있다. 장비 설계에서 기지재내에 강화재가 균일하게 분산되도록 하기 위하여 강화재의 연속주입 방법과 강화재의 온도를 제어하는 방법을 소개하고 있다. 일정한 양의 강화재를 기지재료 내에 분산시키는 것은 균일 혼합을 위하여 필요한 기술이다. 또한 분산 시 강화재의 수분제거를 위하여 강화재의 온도를 제어하면서 연속적으로 강제분산시키는 것은 균일분산을 위하여 필요하다. 기지재의 초정 α 의 크기가 강화재의 분산성에 크게 영향을 미치기 때문에 기지재의 초기 온도가 초정 α 의 크기에 미치는 영향 등을 검토하여 복합재료 빌렛의 제조조건에 이용하였다.

1. 서 론

입자 강화형 금속복합재료(Particulates reinforced metal

matrix composites, 이하 PMMC)에 이용되는 SiCp는 높은 비강도, 비강성 및 경도와 일정한 온도($500^{\circ}C$) 이상에서 상호 화학적 친화성을 가지는 특성을 가지므로, 비강화된 재료

* 부산대학교 기계공학부 대학원

** 부산대학교 기계공학부, 교신작자(E-mail:cgkang@hyowon.pusan.ac.kr)

에 비해 내마멸성, 내열성, 감쇄특성, 열전기특성 등이 우수하여 특히 자동차, 항공기 등 수송기기 관련 산업분야에서 개발의 초점이 되고 있다.

입자강화형 금속복합재료는 Rohatgi[1] 등에 의해 기계식 교반으로 용탕을 강제 회전시키면서 세라믹 입자를 주입하는 공정을 제안한 후 계속 발전하여 왔다.

Cornie[2] 등은 폼포캐스팅 공정을 이용하여 SiCp/Al7Si0.3 Mg 소재를 제조하였다. 폼포캐스팅 방법은 기지재가 고액 공존 구간에서 교반자에 의한 전단력을 받기 때문에 기지재의 고상 입자는 수직상 조직으로부터 구상화 조직으로 변한다. 또한 SiCp를 첨가했을 경우는 강화재와 조정 입자 사이의 계면 반응은 유변학적 특성에 따라 변하기 때문에 응고가 진행되는 동안 액상은 고상 사이에 포집한다. 또한 응고가 진행되는 동안 강화재가 액상과 함께 조정의 수직상 조직과 과단 조직의 선단부에서 강화재의 푸싱(Pushing) 및 포집(Capture) 반응이 나타난다[3].

이러한 반응때문에 강화재가 균일하게 분산된 복합재료를 제조 하기 위해서는 기지재의 조정 입자 크기를 제어하여 수직상 조직 사이의 간격을 강화재의 크기와 유사한 값을 갖도록 하여야 한다. 이와 관련하여 Labib[4]와 Samuel[5]등은 텐드라티트 압 간격(DAS)을 응고율의 함수로 나타내어 빌렛 단면부의 강화재 분포를 실험적으로 고찰하였다. Jin[6]등은 Al-SiCp를 이용하여 응고율(S_r)과 강화재 분포 사이의 관계를 제안하였다.

Al 기지재에 SiCp 강화재로 제조된 PMMC의 경우에는 성형품의 기계적 성질에 유해한 금속간 화합물인 Al4C3 등이 생성된다. Si를 첨가하거나 또는 기지재가 Si 함량(>7%)을 충분히 가지는 알루미늄 합금일 경우에는 Al4C3의 화합물 생성이 억제되는 것으로 알려져 있다[7~9].

PMMC 빌렛을 제조할 때 발생하는 기공의 감소를 위해 Morita[10]등은 1 μ m, 10 μ m 크기의 SiCp를 이용하여 폼포캐스팅할 경우 강화재 크기에 따라 각각 10, 104(Pa)의 진공도가 요구된다고 보고하고 있으며, Kim[11]등은 진공 폼포캐스팅법을 이용하여 상용 PMMC 빌렛(Duralcan社)과 비교하여 우수한 기계적 성질을 가짐을 보고하였다.

복합재료의 제조공정은 폼포캐스팅, 스위즈 캐스팅이 일반적으로 주류를 이루고 있다. 위에서 열거한 액상법의 단점을 보완하기 위하여 저자는 강화재의 균일한 분산을 위하여 전자기 유도가열에 의한 용탕 자체의 교반과 기계식 교반에 의한 강화재의 분산 상태를 제어하는 복합교반법을 제안하였다[12]. 저자가 복합재료를 제조하기 위하여 초기에 설계·제작한 장비는 강화재의 정량주입과 온도제어가 불가능하여 강화재의 균일분산과 교반 중 기공제어가 원활하지 못하였다.

따라서 본 연구에서 개발한 장비는 강화재의 정량주입과 정량주입시 강화재의 온도제어가 가능하도록 장비를 보완하여 복합재료의 제조에 이용하였다. 본 연구에서 설계·제작되어진 장비를 이용하여 빌렛트를 제조하는 실험장치와 강화재의 함유량 및 크기 변화에 따른 제조 방법을 제시하였다. 임의 형상의 교반자로 용탕을 강제 교반시키면서 강화재를 첨가한 후 몰드에 증력 주조 및 켄칭하여 PMMC를 제조하는 방법을 제안하였다.

2. PMMC 제조실험

2.1 실험장치

금속복합재료의 제조를 위하여 기지재는 알루미늄 합금 A357을, 강화재는 SiC입자를 이용하였으며, Fig.1에 나타난 균일 교반 장치를 이용했다.

Fig.1의 균일 교반 장치의 구성은 전자기 유도 가열로에서 알루미늄 기지재를 가열한 후 흑연 임펠러 내부로 일정 직경(ψ ; 6mm)의 중공축을 통과하여 분사되는 가스와 함께 강화재를 직접 용탕 내부에서 정량 주입되도록 설계하였다.

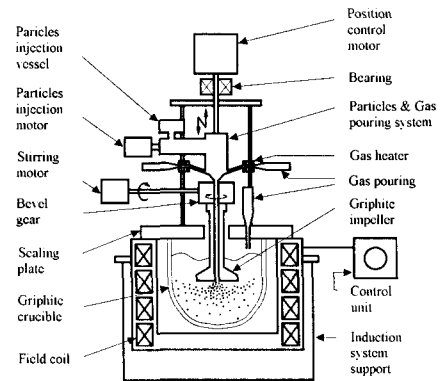


Fig. 1 Schematic diagram of fabrication equipment for particulates reinforced metal matrix composites.

교반 장치의 상하 이동 모터를 구동하여 교반 임펠러를 하강시켜 전자기 용해로 안의 일정 위치에 놓이도록 하고, 교반 임펠러 회전 모터를 작동시켜 임펠러가 회전하는 동안 강화재를 용탕에 정량 투입하고, 교반 완료 후 전자기 유도 가열로를 회전시켜 몰드에 용탕을 주입하기 위하여 교반 임펠러의 위치를 상승한다.

전기로서 예열된 강화재(350±5℃)를 정량 투입(50g/s) 하기 위해서 강화재 투입 용기에 강화재를 넣은 후 강화재 정량 투입 모터를 구동하여 강화재를 일정 속도(1~2rpm)로 수평 연속 이동시킨다.

투하되는 강화재의 분산 효과와 강화재를 용탕 내로 원활하게 주입하도록 불활성 가스인 아르곤 가스를 가스 투입관을 통하여 분사시키고, 가스압을 일정(2~3Kgf/cm²)하게 하였으며, 용탕과의 온도차를 고려하여 일정한 온도(150℃)로 아르곤 가스를 예열시키도록 가스 투입관에 예열 장치를 부착하였다.

교반 임펠러의 회전을 위하여 교반 임펠러 회전 모터를 부착하였으며, 강화재의 투입관이 임펠러 중공축까지 직선상으로 배열되었기 때문에 베벨 기어를 이용하여 회전되도록 하였다.

교반 임펠러의 고정부에 교반 임펠러를 나사 결합으로 부착하였으며, 회전 시 임펠러가 착탈되지 않도록 교반 임펠러 구동 모터의 회전 방향과 같은 방향으로 부착되게 하였다.

예열된 강화재는 상온 상태의 교반 장치의 각 부위에서 온도차를 가지게 되어 소착반응이 발생되며, 정량 투입 시 각종 연결부에서 강화재가 막히게 되므로 진동기를 이용하여 일정 강도의 진동을 주어야 한다. 본 실험에서는 진동기를 사용하지 않았으므로 인위적으로 진동을 주었다.

강화재의 수평 이송은 강화재 정량 투입 모터에 스크류형 축을 부착하여 이송하였으며, 비교적 장축이므로 스크류의 편심 발생을 고려하여 스크류 나사산 선단부와 원형관의 내측부 사이에 일정 치수의 간극(2~3mm)을 주었다.

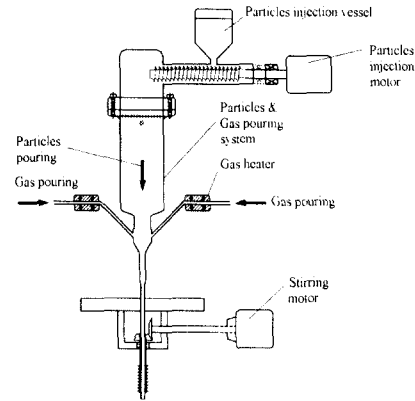
강화재 투입 용기에 강화재를 넣은 후 강화재 정량 투입 모터를 작동시켜 스크류 타입의 축으로 강화재를 수평 이송시킨 후 강화재 저장 용기 안으로 정량 투하시킨다.

가스 예열 장치에서 예열된 아르곤 가스가 가스관을 통과하여 일정 압력으로 하강하는 강화재에 분사되어 강화재의 뭉침 반응을 제거함과 동시에 교반 임펠러 회전 모터에 의해 일정 회전수로 회전하는 교반 임펠러 중공축을 따라 용탕 내로 분사되도록 유도한다.

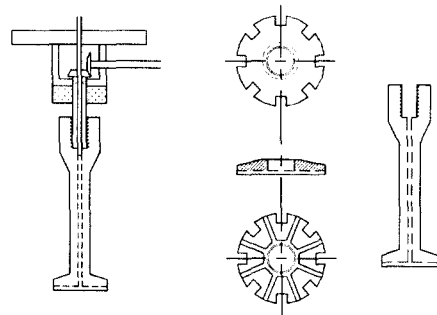
용탕 내로 분사되는 아르곤 가스의 압력이 약하고 회전하는 교반 임펠러의 회전수가 많을 경우 강화재는 큰 원심력에 의해서 교반 임펠러 중공축에서 다시 모이거나, 강화재 저장 용기 및 교반 임펠러 고정부에서 강화재가 모이게 되어 아르곤 가스압 및 임펠러 회전수를 적정 값으로 취할 필요가 있다.

또한 교반 임펠러의 날개 형상은 산업에서 보편적으로 많이 사용되고 있는 형상을 적용하였으며, Fig.2(a)는 교반 장치 및 교반 임펠러의 세부도를 나타낸 것이다. 실제 교

반에 있어서 강화재 저장 용기부터 임펠러 중공축을 따라 내려온 강화재는 용탕 내부로 분사될 때 아르곤 가스의 기포 속에 갇히게 되며, 용탕 내부의 가스 기포는 가스 압력과 임펠러 회전수에 따라 용탕 내부에서 크기가 달라지게 된다. 따라서 강화재를 함유한 가스 기포가 임펠러 하면의 흐름을 따라 나오다가 임펠러 날개 선단부나 지지재의 점성 및 유동에 의한 전단력에 의해 기포가 터지면서 일정량의 강화재가 균일하게 교반되는 효과를 가진다.



(a) Particles and argon gas pouring system



(b) Graphite impeller design for homogeneous distribution

Fig. 2 Detail drawing of fabrication equipment for particulates reinforced metal matrix composites.

2.2 실험재료

본 실험에 사용된 소재로서는 기지재로 프랑스 페시니사에서 전자기 교반법에 의해 제조되었던 A357 Al합금을 사용하였으며, Table 1에 성분 분석기로 구한 화학 조성을 나타낸 것이다.

강화재는 일본 Showa Denko사의 Green입자의 SiCp를 이

용하였으며, 입자 크기는 14 μm , 25 μm 를 사용하였다. Table.2는 평균 입자 크기가 14 μm 인 SiCp의 화학성분(JIS R6124) 및 PH(JIS R6129)를 나타내었으며, Table.3에서는 그 물성치를 나타내었다.

Table 1 Chemical compositions of ALTIHX A357

Composition W(%)	Composition									
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Ni	Zn	Ti	Pb	
Min(%)	6.5	-	-	-	0.5	-	-	-	-	-
Max(%)	7.5	0.15	0.03	0.03	0.6	0.03	0.05	0.2	0.03	

Table 2 Chemical compositions of silicon carbide particle

Composition W(%)	Composition				
	SiC	F · C	F · SiO ₂	T · Fe	PH
G.C	99.5	0.1	0.3	0.05	6.5~8.5

Table 3 Physical properties of silicon carbide particle

Density (g/cm ³)	Decomposition Point (°C)	Young's Modulus (GPa)	Thermal Expansivity (10 ⁻⁶ /°C)	Specific Heat (J/Kg · K)
3.2	2,220	400~500	3.5~5.5	669

한편, PMMC의 제조에 있어서 기지재와 강화재의 함유율은 체적 함유율로 계산하였다.

2.3 실험방법

강화재의 체적함유율(V)을 계산하여 기지재(750~1300g)에 함유될 강화재량(M_p)을 정하고, 강화재의 수분 제거 및 혼합될 기지재의 용융 온도를 고려하여 전기로에서 분위기 온도를 300~350°C로 설정하여 강화재를 예열한다.

흑연 도가니로부터 이물질의 함유를 제거하기 위해 도가니 내벽을 Unifrax社(미국)에서 제조된 Fiberfrax(ceramic fiber coating cement)로 도포한 후 20kw 저주파 유도 가열로 내부에 장착하고 아세톤으로 세척된 기지재를 도가니에 넣는다. 용탕의 온도를 제어하기 위해 열전대를 도가니에 삽입한 다음 알루미늄 기지재를 용융 온도까지 가열하고, 흑연 재질의 임펠러를 기지재의 용융 상부 표면에서부터 가까운 높이(용탕 표면으로부터 10mm상부)에 위치시켜 예열한다. 기지재가 가열되어 용융되기 시작하면 용탕의 불활성 분위기를 유도하기 위해 용탕 표면 위로 대략

5.0Kg/cm²의 압력으로 아르곤 가스를 용탕 상부에 분사시키며, 임펠러 중공축을 통해 용탕 내부로 분사될 아르곤 가스의 예열(150°C)을 위해 히터를 가열시킨다. 용탕이 완전히 용융 상태로 되면 용탕의 상부 표면에 존재하는 산화피막을 제거하고 전기로에서 예열된 강화재를 강화재 저장 용기에 투입한다. 가스 가열장치를 통하여 가열된 가스를 교반 임펠러의 중공축을 통해 분사시키면서 임펠러를 용탕 내부로 주입시킨다. 임펠러와 용탕의 온도차를 조절하기 위해 일정시간(2min)동안 임펠러를 회전(300~400rpm)시키면서 아르곤 가스를 계속 공급한다. 용탕 온도가 설정 온도에 도달하면 강화재 주입 모터를 작동시켜 아르곤 가스와 함께 강화재를 소량 주입(10~20g)한다. 이때 온도 제어 기로부터 기지재의 실제 용융 온도는 반응용 온도 구간(mushy zone)의 온도로 유지되며, 교반중 임펠러의 교반 속도를 일정하게 회전시키고 가스의 적정 압력을 파악한다.

초기 1분간 강화재의 주입 정도가 양호한 상태에 이르러 아르곤 가스의 적정 압력을 확인한 다음 교반 임펠러의 회전 속도를 상승(700±50rpm)시키면서 강화재의 정량 투입(50±10g/s)을 위하여 도가니 내의 용탕 속으로 아르곤 가스와 함께 주입한다. 가스압이 약할 경우 강화재는 삽입된 임펠러 중공 부위의 용융 금속 표면 위에 모이게 되어 기지재의 표면과 세라믹-금속의 비점응성으로 인해 강화재는 분산되지 못하고 교반 임펠러의 중공축에 모이거나 임펠러 하부에 축적된다. 한편, 가스압이 강하고 기지재의 용융 온도가 높을 경우(완전 액상 상태) 기지재의 점성이 떨어져 기포 속에 갇힌 강화재가 기포와 함께 용탕 표면까지 상승하여 대기 중으로 배출되게 된다.

강화재의 투입 시간은 3단 유도 가열 조건의 유지시간(t_{h3})중에 시작되며, 복합재료의 제조 조건에 따라 교반 시간을 가능한 짧게 가져가도록 하였다.

강화재 투입이 완료되면 균일한 강화재의 분산 정도를 향상시키기 위해 일정 시간 교반 임펠러의 회전을 지속한다. 교반 완료 후 내부로 분사되는 아르곤 가스 공급을 중단하고 1분간 교반시킨 후 임펠러를 도가니 내의 용융 기지재로부터 상승시키고, 삽입된 열전대를 제거한 다음, 용탕 내부로의 가스 공급을 중단한다. 용탕 내부에 잔존하는 가스 함유량을 일부 제거하기 위해 일정시간 동안 임펠러의 회전을 유지한 후 용해로를 회전시켜 흑연 몰드 내로 용탕을 신속히 주입한 후 10~15초간 유지한 다음 켄칭하여 복합재료 빌렛을 제조하였다.

제조되어진 금속복합재료는 직경(ψ) 60mm, 높이 110~120mm이며, 흑연 몰드의 체적은 제조될 금속복합재료의 체적 및 반응용 성형될 다이 캐비티의 체적을 고려하여 제작하였다.

2.4 제조조건

본 실험에서는 강화재의 체적함유율(V_f)을 각각 0%, 10%, 20%로 하였다. 제조 조건으로서는 임펠러의 회전수, 교반 시간, 용탕 내부에서의 임펠러 위치, 강화재의 정량 주입량, 강화재의 예열 온도, 용탕의 유도 가열 조건 및 출탕 온도 등이며, 주요 교반 조건을 Table.4에 나타내었다. Table 4에서 제시한 조건은 시행착오법에 의하여 실험적으로 복합재료를 제조하기 위한 조건을 나타낸 것이다. 단 Table 4의 조건은 강화재의 균일분산을 위한 조건으로써 초정 α 의 크기가 분산성에 미치는 영향은 고려하지 못하였다.

Table 4 Combined stirring conditions for fabrication of particulates reinforced metal matrix composites (Al-SiCp)

Particle V_f	Size (μm)	Ar. Gas Injection Pressure (kgf/cm^2)	Impeller R.P.M. (rpm)	Stirring Time (min)	Particulates Injection Rate (g/min)
0%	-	1~1.5	600~700	6' 30"	-
10%	14	1~1.5	600~700	11' 30"	40~50
10%	25	1~1.5	600~700	11' 30"	40~50
20%	14	1~1.5	600~700	14' 30"	40~60
20%	25	1~1.5	600~700	14' 30"	40~60

Induction Heating Process Melt Alloys for PMMC Fab.								
Heating time t_a (min)			Heating Temp. T_h ($^{\circ}\text{C}$)			Holding Time t_b (min)		
t_{a1}	t_{a2}	t_{a3}	T_{h1}	T_{h2}	T_{h3}	t_{b1}	t_{b2}	t_{b3}
5	20	3	400	530	600	2	2	60
5	15	3	400	530	595	2	2	60
5	15	3	400	530	595	2	2	60
5	15	3	400	530	605	2	2	60
5	15	3	400	530	605	2	2	60

용탕의 유도 가열 조건은 3단 방식을 취하였으며, 3단계 유지 온도(t_{h3}) 단계가 되면 흑연 임펠러와 용탕의 온도차를 줄이기 위해 1~2분간 400rpm으로 용탕을 교반한 후 강화재가 주입되기 시작하면 700rpm으로 상승시켰다. 강화재의 주입이 완료되면 출탕시 용탕의 주조성을 향상시키기 위해 열전대를 용탕으로부터 제거하고 용탕의 온도를 상승시켰으며, 신속히 출탕하여 복합재료를 제조하였다. Fig. 3은 복합교반 시의 제조 조건에 대하여 용탕의 유도

가열 조건에 따라 지지재의 가열 및 유지 구간, 교반 구간 및 교반후 몰드의 주입온도(출탕온도)의 관계를 간략히 나타낸 개략도이다.

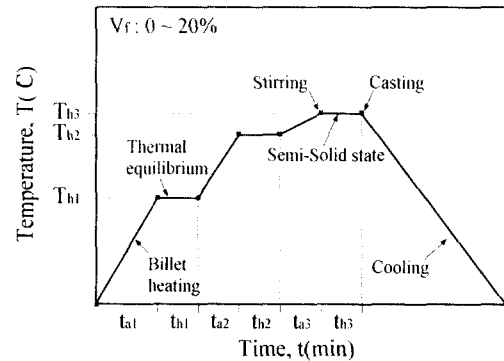


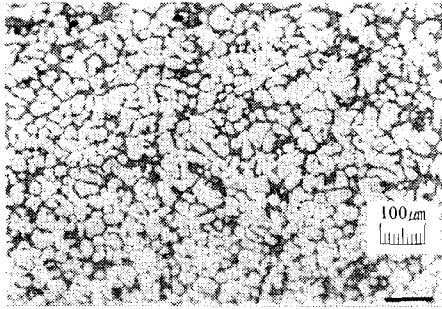
Fig. 3 Schematic diagram of induction heating condition of melt alloys for particulates reinforced metal matrix composites billets fabrication before controlling primary α -Al of A357 aluminium alloy.

강화재의 연속주입을 원활하게 하기 위하여 강화재 예열 온도를 $350 \pm 10^{\circ}\text{C}$, 외부 Ar가스 분사 압력을 5Kgf/cm^2 로 하였으며, 임펠러 위치는 용탕 표면에서 하부로 20~30mm에 위치시켰다. 강화재가 혼합된 복합재료를 몰드에 주입하는 온도는 0%, 10%인 경우 각각 $625 \pm 10^{\circ}\text{C}$, $630 \pm 10^{\circ}\text{C}$ 로 하였으며, 20%의 경우에는 강화재 크기가 25 μm 인 경우 $750 \sim 780^{\circ}\text{C}$ 로, 14 μm 인 경우 $790 \sim 830^{\circ}\text{C}$ 로 하였다. 강화재의 체적함유율이 20%인 경우에는 용탕의 점도가 매우 높아 출탕시 14 μm 의 경우 용탕을 830°C 까지 가열하더라도 주조성이 좋지 않았다.

2.5 제조결과 및 고찰

금속복합재료는 강화재의 체적함유율(V_f)이 각각 0, 10, 20%이며, 강화재 크기가 14, 25 μm 인 5종류이다. Fig. 4은 Table. 4의 $V_f = 0\%$ 인 조건에 의하여 제조한 지지재료(A357)의 미세 응고조직을 나타낸 것이다. Fig.4에서 보여주는 바와같이 덴드라이트 아암의 성장이 거의 관찰되지 않음을 보여주고 있다. Fig. 5은 Table 4에 나타낸 제조 조건으로 교반한 후 흑연 몰드에 주입하여 제조된 복합재료의 미세조직을 나타낸 것이다. 교반 정도를 판단하기 위하여 빌렛 단면부의 중앙부와 표면부를 관찰하였다. Fig 5에서 SS(14 μm , 10%)와 LS(25 μm , 10%)의 경우 조대화된 초정 α 와 강화재 푸싱 작용에 의해 일정 조직상에 강화재가 포집되어 강화재의 비균일한

분산이 관찰되었다. 반면, SL(14 μ m, 20%)과 LL(25 μ m, 20%)의 경우에는 중앙부와 표면부위에서 모두 비교적 균일한 강화재의 분산을 보이고 있다. 제조되어진 금속복합재료는 대기압 하에서 교반 및 흑연 몰드에 주입하여 제조되었기 때문에 기공이 관찰되었다.



$V_f = 0\%$

Fig. 4 Microstructure of the effect of fabrication conditions on microstructure of matrix alloy.

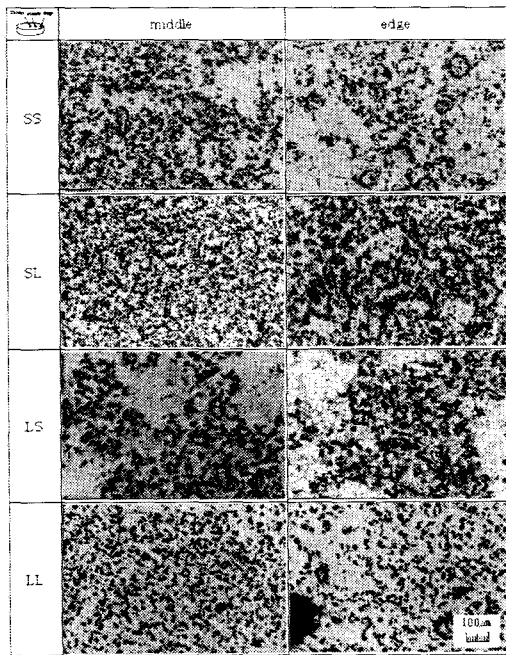


Fig. 5 Microstructure of particulates reinforced metal matrix composites with SS(14 μ m, 10%), SL(14 μ m, 20%), LS(25 μ m, 10%), LL(25 μ m, 20%)

복합교반법에서는 액상교반법(liquid stirring method)에 비

해 용탕의 점도가 상대적으로 높아 강화재의 균일 분산에 효과적이거나 Fig 5에서 볼 수 있듯이 강화재의 체적 함유율이 10%인 경우 불균일한 분산이 관찰되었다. 위의 원인은 초정 α 의 크기가 완전히 구상화가 되어있지 않기 때문이다. 따라서 본 실험에서는 기지상의 조대화 현상이 강화재의 분산성에 미치는 영향을 파악하기 위하여 초정 α 의 변화에 따라서 강화재의 분산성을 조사하였다.

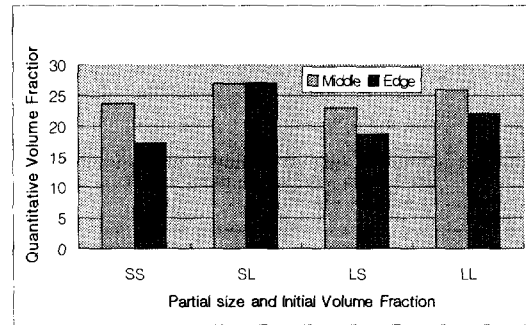


Fig. 6 The quantitative volume fraction of fabricated metal matrix composites without control of primary α (SS:14 μ m,10% SL:14 μ m, 20% LS:25 μ m, 20% LL:25 μ m, 20).

Fig 6은 Fig 5에 대응하는 강화재의 분산상태를 정량적으로 표시하기 위해 Image 분석결과를 나타낸 것이다. 초기 실험조건에서 보여준 10%(SS, LS)와 20%(SL, LL)의 체적 함유율이 복합교반후 각각 17~23%와 22~26%임을 보여 주고 있다. SL(14 μ m, 20%)을 제외하고는 표면부분(Edge부분)보다 중앙부분(Middle부분)이 강화재의 밀도가 높게 되어 있다.

복합교반법에 의해 제조되어진 실제강화재의 분포에 있어서 초기강화재의 체적함유율보다 높게 나타난 이유는 분산 중 기지재의 산화 때문에 상대적으로 강화재의 체적함유율이 증가된 것으로 사료된다. 또한 강화재의 체적함유율이 높을수록 복합재료 빌렛의 중앙부분과 표면부분에서 강화재의 분산상태가 균일함을 알 수 있다.(Fig 6의 SL, LL). 위의 원인은 복합교반중 소재의 강화재가 기지재의 분리현상이 어렵기 때문으로 판단된다. 따라서 복합재료의 설계에 있어서 기지재의 산화량에 따라서 강화재의 체적함유율을 향후 예측하여야 한다.

2.6 제용탕온도에 따른 초정(α -Al)크기 변화

2.6.1 실험조건

복합교반시 용탕 온도 제어에 따른 미세 조직의 변화를

관찰하기 위해 실험 변수를 출탕 온도(최종 유지 온도, T_{H3})로 정하고, 기지재 A357 알루미늄 합금을 사용하였으며, 교반 속도는 750~800rpm으로 일정하게 하였다. 또한 빌렛제조 의 최종온도(출탕 온도)를 각각 590, 600, 610 및 620°C로 정하여 실험을 하였다.

2.6.2 실험결과 및 고찰

기지재의 초정 α 의 크기가 강화재의 균일분산성에 미치는 영향을 파악하기 위하여 Table 5의 조건에 의하여 제조한 미세조직을 Fig. 7에 나타내었다. 출탕 온도(T_{H3})가 590°C, 600°C인 경우 조대화된 초정 α -Al이 관찰되어지며, 600°C보다 590°C의 경우가 조대화 경향이 더 많음을 알 수 있다. 위의 원인은 상온몰드인 경우 기지재의 주입온도가 낮은 경우가 냉각속도가 감소하기 때문이다. 따라서 실제 고액공존 구간(mushy zone)에서 짧은 시간(1min) 동안 교반할 때, 고상인 초정 α 가 액상 위로 부상하여 교반되고 용탕 온도가 감소할수록 유변학적 변형을 거듭하여 구형화(spheroid)된 후 다시 조대화 과정이 진전되는 것으로 사료된다[13].

출탕 온도가 610°C의 경우는 590°C, 600°C에 비하여 보다 미세한 초정 α -Al이 관찰되었다. 이는 출탕 온도가 액상선(615°C)보다 5°C 낮은 고액공존상태에서 출탕되어 초정 α -Al이 생성되기 시작하는 순간 응고가 진행되었기 때문에 미세한 응고 조직을 형성하는 것으로 사료된다. 620°C의 경우 590, 600°C에 비해 조대화 경향은 적으나 610°C에 비해 수지상정 조직이 많이 관찰되었다. 이는 액상선 이상에서 교반되어 응고가 진행되었으므로 핵생성시 용탕이 유동에 의한 전단력을 거의 받지 않았기 때문으로 사료된다.

이와 같은 급랭온도변화에 따른 미세조직의 변화는 과공정 조직을 가지는 A390 알루미늄 합금에 대해서도 유사한 경향을 가진다. Lee[14]의 보고에 따르면 과공정 합금의 초정 Si의 크기는 급랭온도에 따라 천이점을 형성하며 변화하고, 그때의 천이온도는 610°C 부근으로 보고되었다. 아공정 조직의 A357 알루미늄 합금에서는 초정 α -Al의 크기가 Fig. 5에서 관찰할 수 있듯이 610°C에서 가장 미세하였으며, 610°C보다 낮은 온도에서는 조대화 반응이, 높은 온도에서는 수지상정 조직이 생성됨을 알 수 있다. 이와 같이 아공정 합금에서 초정 α -Al의 크기를 제어하는 것은 균일한 강화재의 분산 정도를 획득하기 위해 매우 중요한데, 이는 기지재의 수지상정 조직의 공간과 강화재의 크기가 비교적 유사할 때 균일한 분산 효과를 얻을 수 있기 때문이다[6].

따라서 출탕 온도를 제어하여 응고율이 일정한 상온의 응

연 몰드에서 주조할 경우 몰드 상에서 빌렛의 응고가 수초간에 진행되어 급냉됨으로 용탕 온도에 따라 초정 α -Al 크기를 더욱 미세하게 가져가기 위해서는 출탕 온도의 제어와 금속복합재료의 응고를 급속히 진행시키고, 몰드 내부의 응고율을 제어해야 함을 알 수 있다.

Fig. 8은 초정 α 의 크기가 강화재의 균일분산성에 미치는 영향에 대하여 조사한 것이다. Fig. 8(a)~(d)의 결과는 Fig. 7(a)~(d)에서 각각 제조한 복합재료의 분산상태를 나타낸 것이다. Fig. 8(a)~(d)에서 보여주는 바와같이 강화재가 비교적 균일하게 분산되는 최종빌렛의 온도(T_{H3})은 610°C 정도임을 알 수 있었다.

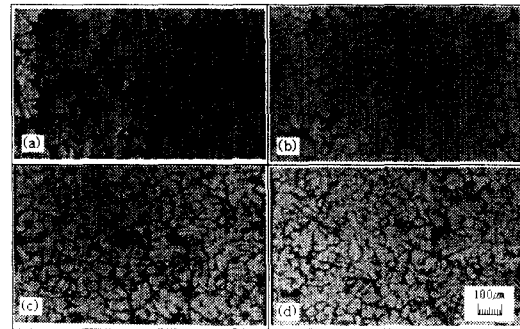


Fig. 7 Comparison of primary α -Al creation according to casting temperature. (a) $T_{H3} = 590^\circ\text{C}$ (b) $T_{H3} = 600^\circ\text{C}$ (c) $T_{H3} = 610^\circ\text{C}$ (d) $T_{H3} = 620^\circ\text{C}$

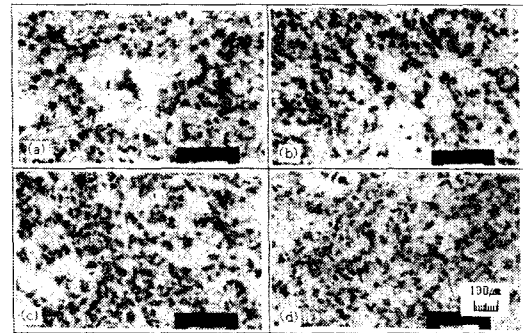


Fig. 8 The Effect of primary α -Al on the reinforcement distribution in matrix alloys. ($V_f = 20\%$, $25\mu\text{m}$) (a) $T_{H3} = 590^\circ\text{C}$ (b) $T_{H3} = 600^\circ\text{C}$ (c) $T_{H3} = 610^\circ\text{C}$ (d) $T_{H3} = 620^\circ\text{C}$

Fig. 8(d)에서 보여주는 바와같이 $T_{H3} = 620^\circ\text{C}$ 인 경우는 전체적으로 강화재가 비교적 균일하게 분산되어 있는 것처럼 보이지만 강화재의 Band(띠) 반응을 볼 수 있다. 이것은 응

고도중 기지재의 초정 α 주위에 강화재가 응집되어 나타나는 것으로 추정된다.

Fig. 9은 Fig. 7(c)에서 보여주는 바와 같이 초정 α 가 미세하게 제어되어진 조건에서 복합재료를 제조한 후 중력주조에서 유동성의 개선을 위하여 최종주입온도(T_{in})을 610~780°C까지 상승한 후 빌렛트를 제조한 결과의 조직사진이다. 중력주조법에 의하여 빌렛트의 원할한 성형을 위하여 최종주입온도(T_{in})은 출탕 온도가 제어되기 전의 Fig.5 보다 강화재의 분산 정도가 개선되었다.

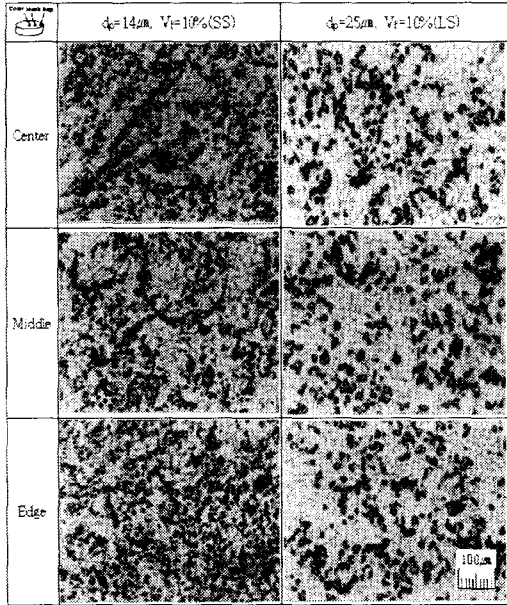


Fig. 9 Microstructure of particulates reinforced metal matrix composites.

위의 원인은 강화재의 크기가 25 μ m인 경우는 단위표면적이 14 μ m보다 크기 때문에 기계식방법과 전자교반식 방법을 이용하여 강화재를 분산시키는동안 강화입자의 뭉침반응을 억제하는 전단력이 크게 작용하기 때문이다. 동일한 덴드라이트 압간격을 가진 기지재의 경우 강화재의 크기가 작을수록 공정조직에 강화재의 푸싱(pushing)반응이 쉽게 일어나고 있음을 보여주고 있다[15].

Fig. 10은 Fig. 9에서 보여주는 분산상태의 정량적인 결과를 보여주고 있다. 초정 α 가 미세하게 제어된 후의 분산상태는 Fig. 6보다 비교적 균일하게 분산되어 있음을 알 수 있다. 그러나 강화재의 체적함유율을 초기설계($V_f=10%$)보다 최소 12%에서 최대 18%까지 증가됨을 알 수 있다. 복

합교반중 기지재의 손상부분을 고려하지 않고 강화재의 양을 투입하였기 때문이다.

제조되어진 복합재료 빌렛($\varphi 60 \times h 85$)의 강화재 분포를 전체적으로 관찰하기 위해 Fig.11에 나타난 부위에 대해서 미세 조직을 관찰하였다. Fig. 12은 LS(25 μ m, 10%) 빌렛을 Fig. 11에 나타난 부위에 따라 강화재의 분산 정도를 나타낸 것이다. 전반적으로 양호한 분산 상태를 보이고 있으나, 하부보다 상부에 강화재가 많이 존재하고 있음을 알 수 있다. 이러한 반응은 강화재를 주입할 때 Fig.1에서 보여주는 그라파이트 임펠러의 위치에 관련이 있다고 사료된다. 또한 빌렛트의 성형성을 개선하기 위하여 출탕온도를 액상선 온도 이상으로 가열한후 몰드에 주입하기 직전에 금속슬러리를 교반하므로써 도가니내에서 불규칙한 와류반응이 유발되기 때문이다.

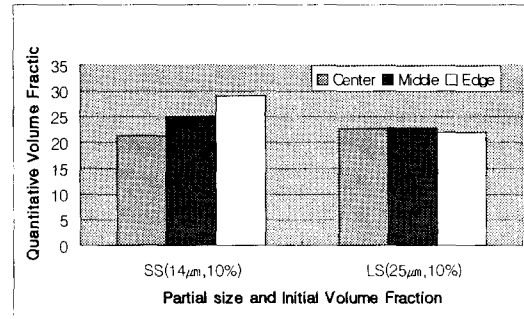


Fig. 10 The quantitative volume fraction of fabricated metal matrix composites with controled primary α .

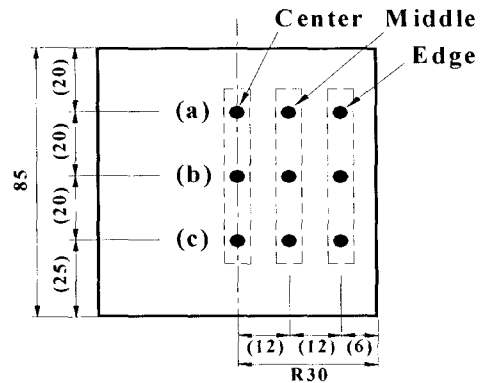


Fig. 11 Schematic diagram of investigation position for distribution of reinforcement.

Table. 5은 기지재의 미세 조직을 제어한 금속기지 복합재

료의 제조 공정 중 용탕의 유도 가열 조건을 강화재의 체적 함유율에 따라 정리 할 것이다.

SO(0%)의 경우는 각각 완전 액상 상태인 630℃에서 2단 유지 시간(t_{h2})동안 교반하고, 교반 후 20℃/min의 냉각속도로 용탕온도를 610℃까지 교반하면서 하강시킨 후 최종 유지 온도(T_{h3})에 도달하면 신속히 교반을 중지하고 출탕하여 PMMC 빌렛을 제조하였다. SS(14 μ m, 10%), LS(25 μ m, 10%)의 경우에는 용탕 온도가 2단 유지 온도(T_{h2})에 이르면 교반을 시작하여 용탕 전체의 열평형을 위한 시간(2min)을 주었으며, 이후 시간(8min)동안 강화재를 용탕에 투입하며 교반하였다. 강화재의 투입이 완료되면 용탕 온도는 기지재가 완전 액상 상태인 630℃(T_{h3})에 이르게 되며, 용탕의 열평형을 위한 유지 시간(t_{h3})이 지나자마자 최종 유지 온도(T_{h4})로 하강하여 출탕한 후 신속히 수냉하였다. SL(14 μ m, 20%), LL(25 μ m, 20%)의 경우에는 강화재의 체적 함유율이 높아 용탕 점도가 비교적 높기 때문에 교반 후의 구조성을 확보하기 위해 최종 유지 온도(T_{h4})를 800℃까지 높였으며, 교반 온도는 체적 함유율이 10%인 경우와 같이 605℃에서 교반하였다.

Table 5 Combined stirring conditions of particulates reinforced metal matrix composites fabrication for the observation on micro-structure transformation

Exp. No.	Induction Heating Condition for PMMC Fabrication								
	Heating time			Heating Temp.			Holding Time		
	t_{h1}	t_{h2}	t_{h3}	T_{h1}	T_{h2}	T_{h3}	t_{h1}	t_{h2}	t_{h3}
(1)	5	20	1	450	630	590	2	5	1
(2)	5	20	1	450	630	600	2	5	1
(3)	5	20	1	450	630	610	2	5	1
(4)	5	20	1	450	630	620	2	5	1

교반이 완료된 후 흑연 몰드로 출탕된 용탕의 응고율은 PMMC의 중앙부에서 대략 3±1℃/s의 응고율로 응고가 진행되다가 540℃ 내외에서 수냉된다. 따라서 빌렛의 응고 단면의 미세 조직은 출탕 이후 몰드에서의 응고율에 직접적인 영향을 받게 된다. Labib[4]의 보고에 따르면 용탕의 응고율이 빠를수록 DAS의 크기가 작아지 강화재의 균일한 분산을 획득할 수 있으며, 이 때 응고율의 함수인 DAS를 구하는 식은 아래와 같다.

$$d = Ar^n \quad (1)$$

여기서, $d(\mu$ m)와 A 는 각각 DAS 크기와 재료상수이며, $r(℃s^{-1})$ 은 응고율, $n=-0.334$ 로 지수를 나타낸 것이다. 단, n 의 값은 Si 중량비가 10%인 Al합금과 SiC의 V_f 가 10%인 경우의 값이다. 본 실험에서는 $d=32.174\mu$ m의 값으로 추정된다.

그러나 Fig. 4와 Fig. 7의 응고조직에서 보여주고 있는 바와같이 본 연구에서는 초정a가 구상화 조직으로 되어 있어 보다 정확한 $d(\mu$ m)을 측정 할 수가 있다.

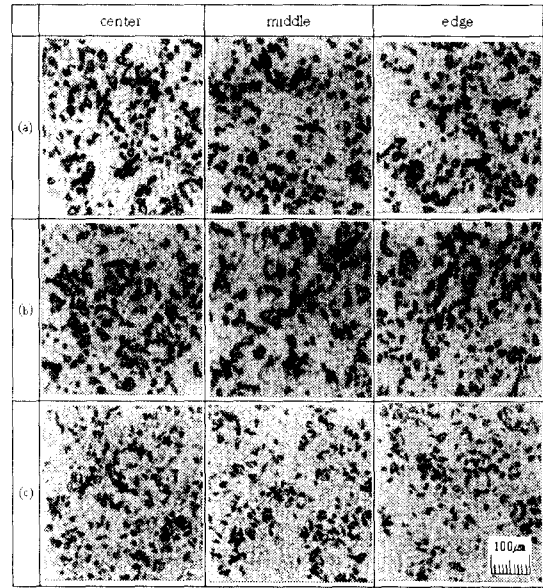


Fig. 12 Microstructure of particulates reinforced metal matrix composites with LS(25 μ m, 10%)

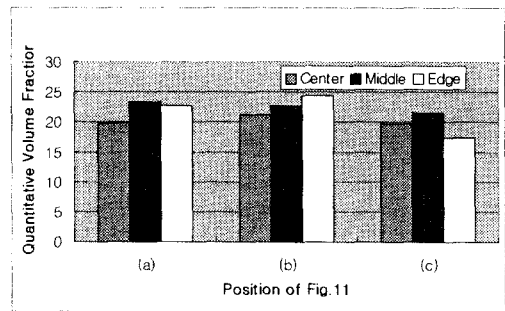


Fig. 13 The quantitative volume fraction at various positions of particulates reinforced metal matrix composites with 25 μ m and initial volume fraction 10%(LS)

Fig. 13은 Fig. 12의 강화재의 분산상태(Fig.11의 위치)를 정량적으로 나타낸 것이다. 초정 α 가 미세하게 제어된 상태에서는 초기 강화재의 체적함유율이 10%임에도 불구하고 단면 전체에 있어서 비교적 균일하게 분산되어 있음을 알 수 있다. 기지재의 초정 α 가 제어되지 않은 상태에서는 Fig. 6에서 보여주는 바와같이 초기 강화재의 함유율이 20%인 경우(Fig. 6의 SL, LL)은 비교적 중앙부분과 표면부분이 균일하게 분산되어 있으나 10%인 경우(Fig.6의 SS, LS조건)는 불균일한 분산상태를 보이고 있다.

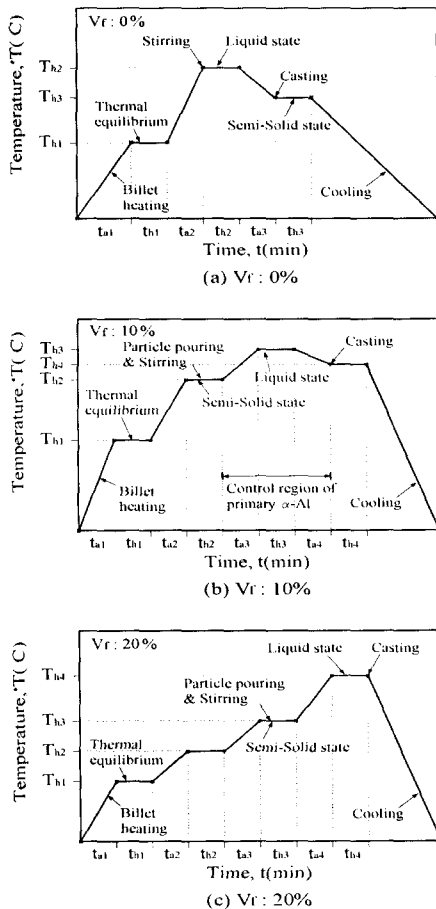


Fig. 14 Schematic diagram of induction heating condition for fabrication of particulates reinforced metal matrix composites billets after controlling primary α -Al of A357 alloy.

Fig. 14는 미세 조직을 제어한 후 용탕의 유도 가열 조건을 도식적으로 나타낸 것이다. Fig. 3에서는 용탕의 유도 가열을

3단 가열 방식으로 하였으며, 초기가열시간(t_{a1})동안 빌렛을 가열하고 초기유지온도(T_{h1})까지 가열되면 빌렛 전체의 열평형을 위해 초기유지온도(T_{h1})에서 유지시간(t_{b1})을 주었다. 이와 같이 2단 가열된 후 용탕의 온도가 최종유지시간(t_{b3}) 및 유지온도(T_{h3})에 이르면 교반을 시작하였으며, 이때의 용탕의 온도는 반응용 구간에 해당한다. 교반이 최종유지시간(t_{b3})동안 진행되어 완전 완료가 되면 신속히 몰드로 용탕을 출탕하여 PMMC 빌렛을 제조하였다.

Fig. 14에서는 기지재의 초정 α -Al의 크기를 최소화하고, 복합재료의 빌렛 단면부에서 강화재의 균일 분산이 비교적 양호한 최종 유도 가열 조건의 온도 제어를 도식화한 것이다. 체적 함유율(V_r)이 각각 0%는 Fig. 14(a), 10%는 Fig. 14(b) 및 20%는 Fig. 14(c)에 나타내었다. Fig. 14(a)는 3단 유도 가열 방식으로 가열하였으며, 2단 유지 온도(T_{h2})가 기지재의 액상선 온도 이상에 해당하기 때문에 완전 액상 상태에서 용탕의 교반이 시작된다. 2단 유지 시간(t_{b2})이 완료되면 3단 가열 시간(t_{a3})동안 용탕의 온도는 20°C/s의 응고율로 강하하여 최종유지온도(T_{h3})에 이르게 된다. 이때 몰드로 용탕을 출탕하여 쉐칭 후 PMMC를 제조하였다. Fig.14(b)의 경우는 4단 유도 가열 방식을 취하였으며, 반응용 상태에서 강화재를 첨가하는 복합교반법을 적용하기 위하여 용탕의 온도가 반응용 구간인 2단 유지온도(T_{h2})에서 교반 및 강화재를 주입하였다. 강화재의 주입이 완료되면 용탕의 온도를 액상선 이상의 온도(T_{h3})로 상승시켜 일정시간(t_{b3})동안 유지한 후 최종가열시간(t_{a4})동안 용탕의 온도를 하강시켰다. Fig.14(c)의 경우는 Fig.14(b)와 같이 4단 유도 가열 방식을 취하였으며, 반응용 구간에서 교반 및 강화재를 주입한 후 용탕의 온도를 상승시켰다. 강화재의 체적함유율(V_r)이 20%인 경우에는 용탕의 점도가 상당히 높기 때문에 용탕의 온도를 액상선 이상의 온도(780~800°C, T_{h4})로 계속 상승시켜 몰드로의 주조성이 양호하도록 용탕의 유도 가열 조건을 설정하였다.

3. 결론

전자교반식 온도제어와 기계식 교반법을 겸용하여 복합 재료를 제조하는 복합교반 공정을 수행하여 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

- (1) 복합교반법에 의하여 강화재의 연속주입과 주입시 강화재의 온도제어가 가능한 금속복합재료의 제조장비가 개발되었으며, 강화재의 체적함유율에 따른 복합재료의 제조 조건을 도출하였다.
- (2) 복합 교반법에 의한 금속기지 복합재료의 제조 시

A357의 초정 크기를 제어하여 균일한 강화재의 분포를 얻을 수 있었으며, 기지재의 교반시 용탕의 온도가 액상선에 가까울수록 균일한 초정의 형상을 얻을 수 있었다.

(3) 복합교반 중에 강화재의 균일분산을 위하여 기지재의 용해과정을 다단 온도제어를 통하여 초정 α 을 균일하게 하도록하여 복합재료를 제조하는 방법을 제시하였다.

(4) 복합교반중 기지재의 산화량을 고려하지 않고 복합재료를 제조한 경우는 강화재의 초기 함유량이 각각 10%와 20%일 때 실제적인 체적함유율이 18~23%와 22~27%까지 증가함을 알 수 있었다.

후기

본 연구는 부산대학교 ERC/NSDM의 지원에 의한 연구의 일부분임.

참고문헌

- 1) P. Rohatgi, R. Asthana, "The Solidification of Metal-Matrix Particulate Composites." *J. of Minerals, Metals and Materials Society*, 1991, pp. 35~41.
- 2) J. A. Cornie, H. K. Moon, M. C. Flemings, "A Review of Semi-Solid Processing of Al Matrix Composites," *Proc. of an international Conf. on Fabrication of Particulates Reinforced Metal Matrix Composites. ASM International, Montréal, Québec, Canada, 17-29, Sep., 1990, pp. 63~78.*
- 3) J. Hashim, L. Looney and M. S. J. Hashmi, "Metal Matrix Composites : production by the stir casting method," *J. of Materials Processing Tech.* pp. 92-93, 1999.
- 4) A. Labib, H. Liu and F. H. Samuel, "Effect of solidification rate(0.1-100°Cs-1) on the microstructure, mechanical properties and fractography of two Al-Si-10vol.%SiC particle composite castings," *Materials Science and Engineering*, A160, 1993, pp. 81~90.
- 5) A. M. Samuel, H. Liu, F. H. Samuel, "Effect of melt, solidification and heat-treatment processing parameters on the properties of Al-Si-Mg/SiC(p) composites," *J. of Materials Science* 28, 1993, pp. 6785~6798.
- 6) I. Jin, D. J. Lloyd, "Solidification of Sic Particulate Reinforced Al-Si Alloy Composites." *Proc. of an International Conf. on Fabrication of Particulates*

- Reinforced Metal Composites. ASM International, Montréal, Québec, Canada. 17-29, Sept., 1990, pp. 47~52.*
- 7) L. Salvo, G. L'Esperance, M. Suery and J. G. Legoux, "Interfacial reactions and age hardening in Al-Mg-Si metal matrix composites reinforced with SiC particles," *Materials Science and Engineering*, A177, 1994, pp. 173~183.
- 8) B. C. Pai, R. M. Pillai and K. G. Satyanarayana, "Semi-Solid Processed Aluminium Alloy Matrix Composites," *Proc. of 5th. Int. Conf. on semi-solid alloys and composies*, Golden, Colorado, June 23-25, 1998, pp. 423~430.
- 9) Jea-Chul Lee, Ji-Young Byun, Chang-Seok Oh and Ho-In Lee, "Alloy design of Thixoformable Wrought SiC/Al Alloy Composites(in Korean)," *J. of the Korean Institute of Metals and Materials*, Vol. 35, No.11, 1997, pp. 1529~1539.
- 10) Y. Morita, K. Ozawa, Y. Ando, S. Yahata and A. Nanba, "Compcasting conditions and mechanical properties of aluminum matrix composite reinforced by SiC particles," *Proc. of 3th. Int. Conf. on semi-solid processing of alloy and composies, Institute of Industrial Science University of Tokyo, Tokyo, Japan, June 13-15, 1994, pp. 429~439.*
- 11) W. S. Kim, "Microstructure and Mechanical Properties of A356 Al-SiCp Composites Processed by Vacuum Compo-Casting Method(in Korean)," *Master Dissertation, Pohang University of Science & Technology, 1997.*
- 12) 안성수, 강충길, 조형호, "Thixoforming을 위한 금속복합재료의 재가열공정," *한국복합재료학회지* 제13권 4호, 2000, pp. 19~32.
- 13) Merton C. Flemings, "Behavior of Metal Alloys in the Semisolid State." *Metallurgical Transactions A*, Vol. 22A, May, 1991, pp. 957~981.
- 14) Jung-Moo Lee and Suk-Bong Kang, "Effects of solidification Rate and Quenching Temperature on the Microstructures of Hypereutectic Al-Si Alloy." *J. of the Korean Inst. of Met. & Mater.*, Vol. 35, No.11, 1997, pp. 1585~1590.
- 15) D. M. Stefanescu, A. Moitra, A. S. Kacar and B. K. Dhindaw, "The Influence of Buoyant Forces and Volume Fraction of Particles on the Particle Pushing/Entrapment Transition during Directional Solidification of Al/SiC and Al/Graphite Composites," *Metallurgical Transactions A*, 21A, 1991, pp. 231~239.