

■■■■■■■■■■
論 文
 ■■■■■■■■■■

용탕단조법에 의한 휘스커강화 Al 합금기 복합재료의 고속초소성

임석원[†] · 西田義則^{*}

High Strain Rate Superplasticity of Whisker Reinforced Aluminum Alloy Matrix Composites Fabricated by Squeeze Casting

Suk-won Lim and Yoshinori Nishida^{*}

Abstract

The superplastic behavior of whisker reinforced aluminum alloy matrix composites fabricated by squeeze casting as one of high pressure routes was investigated. The preforms of α -Si₃N₄ and β -SiC whiskers without any binder as a reinforcement were used. The matrix materials were 2024 and 7075 aluminum alloys. For the purpose of optimum superplastic condition, respectively, the whiskers volume fraction, extrusion temperature, tensile test temperature and initial strain rate were changed. Fracture surfaces of tested specimens were observed by SEM. By the results, it became possible to produce superplastic composites by applying only a hot extrusion process to composites obtained by the squeeze casting. The superplastic composites developed are α -Si₃N₄w/7075, α -Si₃N₄w/2024 and β -SiCw/2024 systems at high strain rate. (Received December 12, 2001)

Key words : High strain rate superplasticity, Aluminum alloy matrix composite, Squeeze casting, Si₃N₄ whisker, SiC whisker

1. 서 론

금속재료의 소성변형은 전위의 움직임으로 설명된다. 그러나 수백%의 연신률을 전위로 설명하는 것은 곤란하다. 이 사실은, 재료의 거시적 성질이 재료 고유의 미시적인 결정구조만으로 판단되지 않는다는 것을 나타내는 것이다. 결정구조의 전지에서 볼 경우, 조밀육방정의 결정구조를 지닌 Mg합금기 복합재료에 큰 변형을 일으키는 것은 매우 곤란하다. 그러나, 필자의 연구결과로는, TiC입자강화 Mg-5%Zn합금기 복합재료에 있어서 초소성을 발현시킬 수 있었으며[1], 그밖에도 Mg기 복합재료의 초소성에 관한 연구가 다소 보고되어 있다[2-4]. 따라서, 금속재료의 거시적 성질중의 몇몇은 원자레벨의 미세구조보다 조금 큰 레벨의 구조인자에 의해 결정될 것이라는 사실을 알 수 있다. 이러한 구조인자에는 결정립의 크기, 합금원소의 양, 불순

물, 개재물, 편석, 내부결함, 내부응력 등 여러 가지가 있을 것으로 사료된다. 이 인자들의 대부분은 재료의 제조단계에서 발단된다. 복합재료의 경우, 동일한 기지합금과 강화재를 사용하여도, 제조공정이 다르면 거시적인 재료성질은 크게 차이가 난다.

한편, 높은 연신률을 얻기 위해서 미세한 결정립으로 이루어진 조직이 필요하다는 것은 주지의 사실이다. 미세결정립조직의 복합재료를 제조하기에는, 미세한 합금분말을 이용한 분말야금법이 주조법보다 우수하다. 그러나, 미세합금분말은 고가이므로 복합재료의 상업화에 하나의 장벽으로 되어있다. 또한, 초소성을 발현하는 복합재료를 주조법으로 제조하는 것이 곤란하다고 인식되어 지금까지 보고된 초소성발현 복합재료의 대부분은 분말야금법에 의해 제조된 것이다[5-8]. 공업기술의 입장에서 볼 때, 용탕단조법은 금속기복합재료의 제조법으로서 가장 우수하며, 현재 실용화되어 있는 제

영동전문대학 신소재공학과(Department of Advanced Materials Engineering, Yeongdong College)

*日本産業技術総合研究所 中部センター(National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, Chubu Center)

[†]E-mail : swlim@yeongdong.ac.kr

품의 대부분은 이 방법으로 제조된 것이다[9-12].

금속재료에 강한 가공을 가하면 결정립이 파괴되어, 미세한 조직을 얻을 수 있으나, 재료에 거시적인 내부 결함을 발생시키지 않는 효율적인 가공을 하여야만 한다. 가공중에 내부결함이 발생하는 원인은, 내부에 인장응력이 발생하였을 경우일 것이다. 이러한 결함을 억제하며 강한 가공을 가하기 위해서는 고압축응력하에서의 가공이 필요하다고 사료된다. 따라서 고압축응력이 가해지는 상태에서의 가공법으로, 열간압출법에 의한 미세조직을 얻는 기술을 검토하였다. 압출시, 변경할 수 있는 요소로는 압출비와 압출온도이므로, 압출비를 일정하게 하여 최적압출온도를 조사하는 것에 중점을 두었다.

따라서, 본 연구는 공업적인 장점이 많은 용탕단조법에 의해, Si₃N₄ 및 SiC 휘스커강화 2024, 7075의 4종류의 Al합금 복합재료를 제조하여 열간압출만에 의한 초소성발현을 목적으로 한다.

2. 실험방법

강화재로서, タテホ化学(株)의 α-Si₃N₄ 휘스커 및 東海カーボン(株)의 β-SiC 휘스커를 사용하였다. 휘스커를 3차원적으로 random하게 분포시키기 위하여 습식법을 사용하였으며, 용매로는 binder를 사용하지 않고 증류수를 이용하였다. 용매중에 휘스커가 가능한 한 균일하게 분포된 상태에서 preform을 성형하기 위하여, 수분이 적은 slurry를 제조한 후, 성형·건조하여 Si₃N₄ 휘스커의 경우 약 25 vol.%, SiC 휘스커의 경우 25 및 20 vol.%의 preform을 제조하였다. 탈용매와 성형에는 유압프레스를 사용하였다.

기지금속으로 2024, 7075Al합금을 이용하여, 금형온도 550K, 주입온도 1023K, preform 예열온도 973K의 조건에서 주조하였다. 그리고 가압압력은 100 MPa이며, 주입 후 즉시 가압(약 9s로 가압완료)하여 응고 종료까지 약 90s간 유지함으로써 용탕단조법에 의해 복합재료를 제조하였다. 제조된 복합재료에 대해 container 내경 40 mm, die 내경 5 mm, 압출온도 673K, 723K, 773K의 조건하에서 열간압출을 실시하였으며, 압출비는 64이었다. 인장시험은 733~813K의 사이에서 crosshead 속도를 일정하게 하고, 초기 변형속도 0.03~0.92s⁻¹에서 행하였으며, 시험편의 형상은 평행부직경 2.5 mm, 평행부길이 9 mm로 가공하였다.

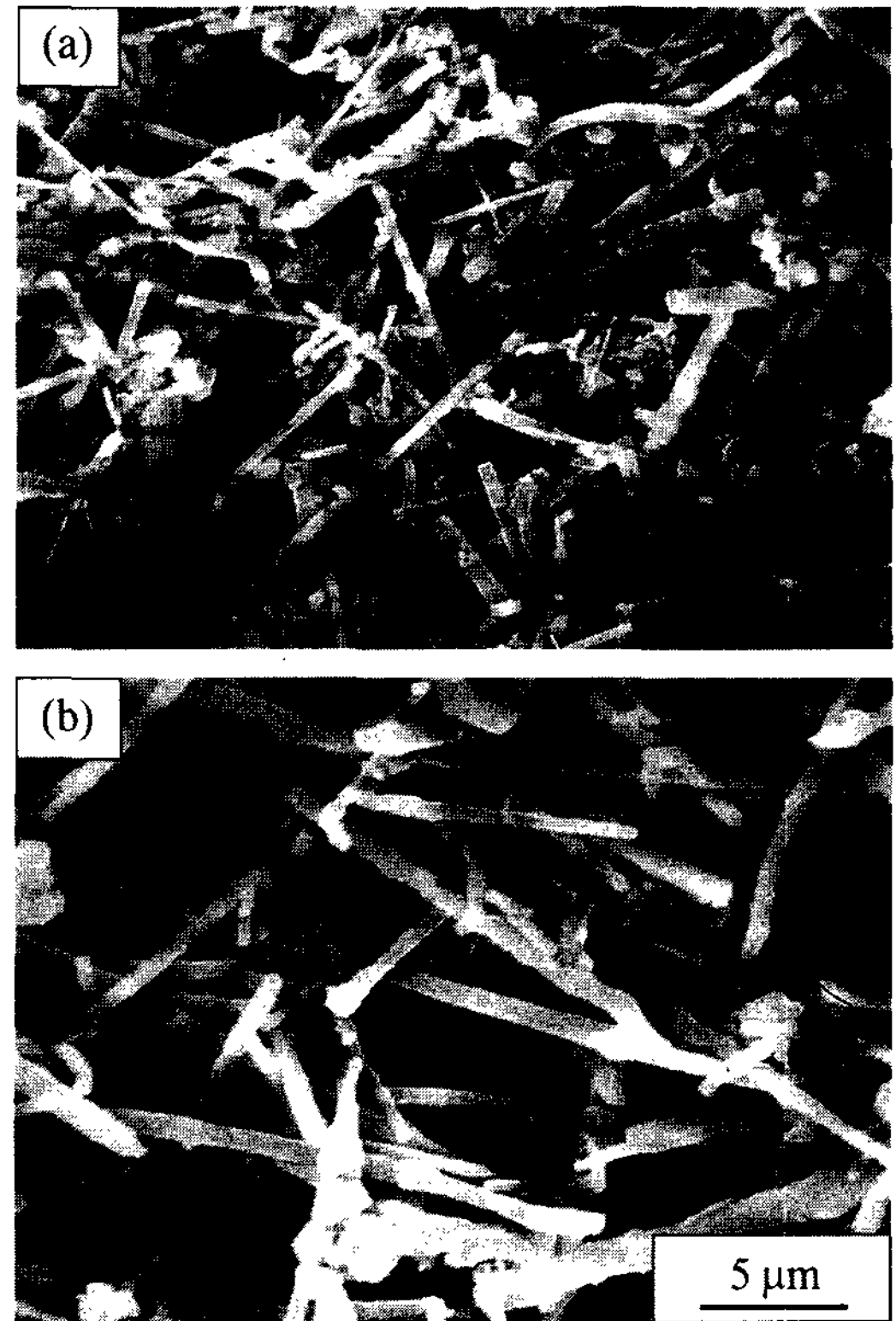


Fig. 1. Scanning electron micrograph of (a) α-Si₃N₄ and (b) β-SiC whiskers.

용탕단조후, 압출후 및 인장시험후의 파면은 SEM으로 관찰하였다. 휘스커의 preform은 용탕단조의 함침과정중 압축되어, 복합재료의 최종 Vf는 Si₃N₄ 휘스커의 경우 약 27vol.%, SiC 휘스커의 경우 21~31vol.%이었다.

Fig. 1은 본 실험에 사용된 휘스커의 상태를 나타낸 것이며, (a)α-Si₃N₄, (b)β-SiC 휘스커로 Si₃N₄의 경우가 SiC의 경우보다 비교적 직경이 가늘고, 길이도 짧다는 것을 알 수 있다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 7075Al합금기 복합재료

용탕단조후 휘스커의 분포상태를 Fig. 2(a)에, 압출후의 상태를 (b)에 나타내었다. 압출후 휘스커가 압출방향으로 나열되어 있는 것을 알 수 있다. 일정변형속도 0.18s⁻¹에 있어서 연신률과 시험온도와의 관계를 조사한 결과, 773K에서 최대연신률을 얻을 수 있었다. 변

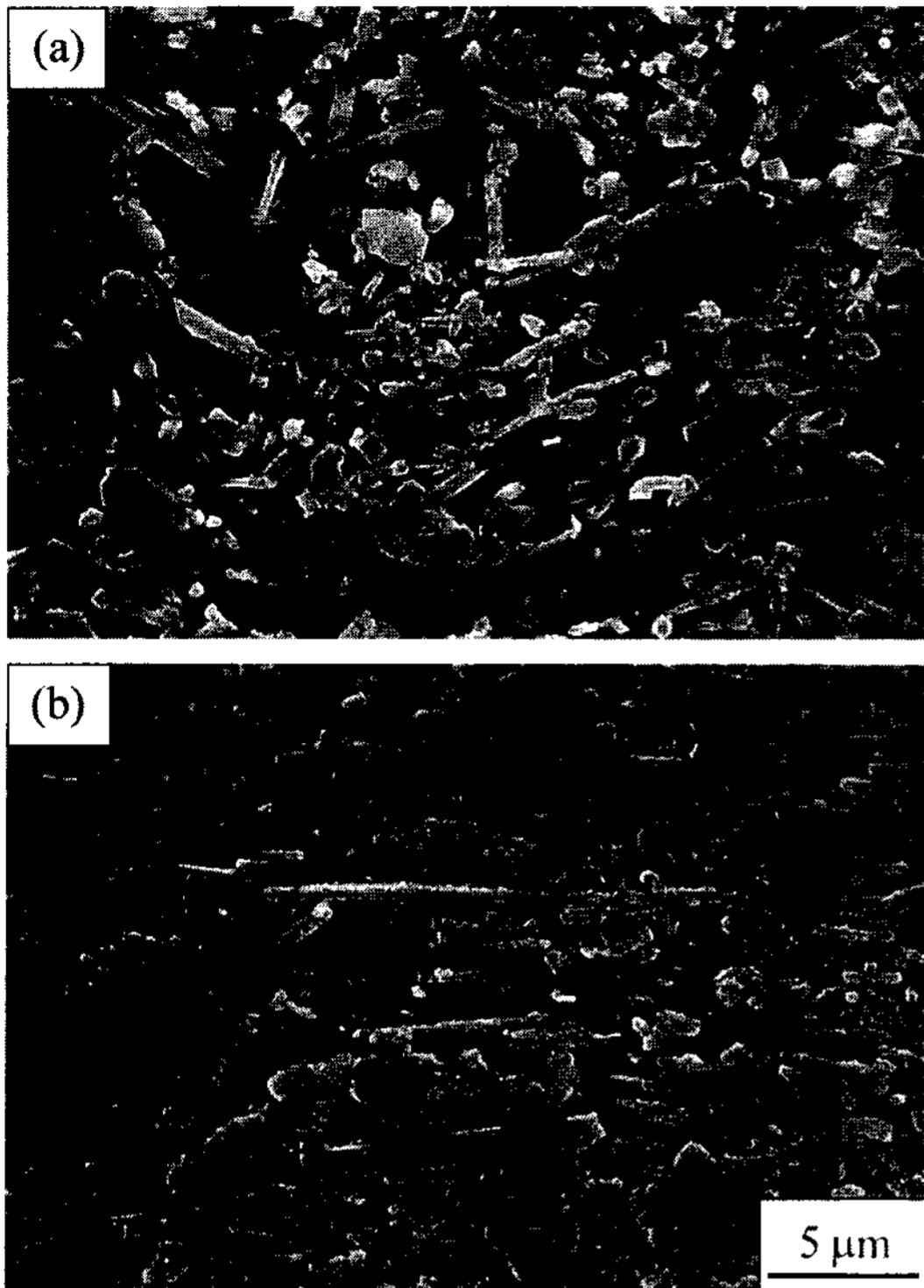


Fig. 2. SEM microstructures of a 27vol.% α -Si₃N₄w/7075 alloy composites (a) as-squeeze cast and (b) extruded after squeeze casting.

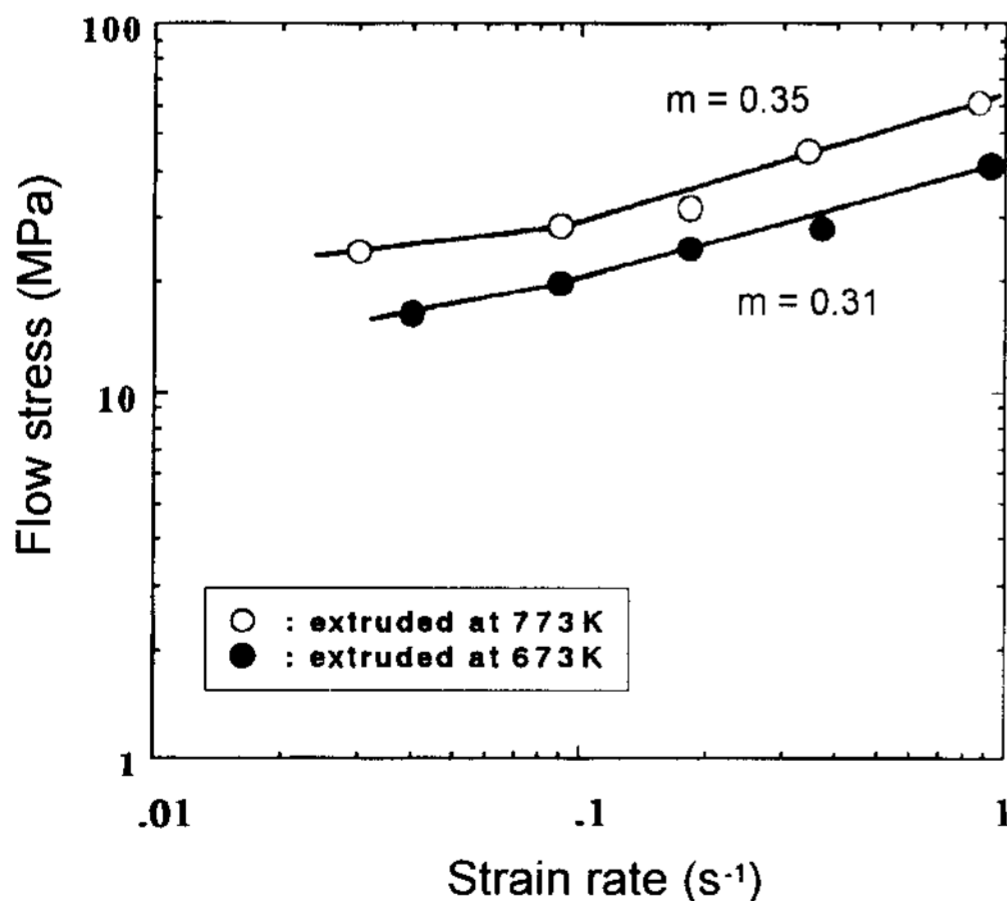


Fig. 3. Relationship between the flow stress and the strain rate of the 27 vol.% α -Si₃N₄w/7075 alloy composite tested at 773K.

형저항을 각 시험편에 대해 구하여, Fig. 3에 변형속도와의 관계를 나타내었다. 변형저항으로는, stress-strain

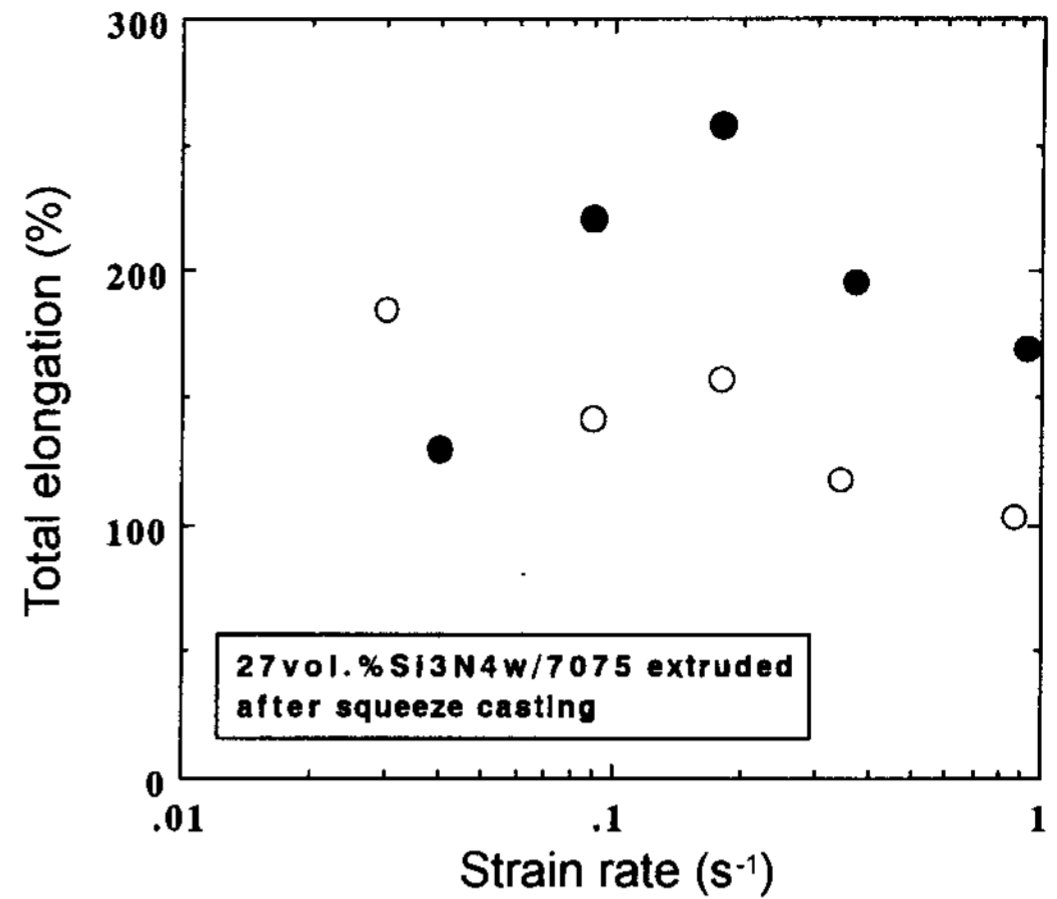


Fig. 4. Relationship between the total elongation and the strain rate of the 27 vol.% α -Si₃N₄w/7075 alloy composite tested at 773K.

곡선에서 최고 진응력을 취하였다. ○표시와 ●표시는 각각 압출온도 773K과 673K으로 대응하고 있으며, 인장시험은 773K에서 행하였다.

변형속도 감수성지수 m 값이 클수록 necking이 억제되어 높은 연신률을 얻을 수 있기 때문에, m 값이 0.3보다 큰 최적시험온도 및 변형속도를 찾기 위한 시도를 하였다. m 값은 압출온도 673K, 773K 모두에서 0.3보다 큰 값이 얻어졌다. Fig. 4는 시험온도 773K에서 연신률과 초기변형속도와의 관계를 나타낸 것이다. 673K에서 압출된 복합재료에 대한 170% 이상의 연신률이 변형속도 $0.1s^{-1} \sim 1s^{-1}$ 까지 폭넓은 범위에 걸쳐 얻어졌다. 최대 연신률은 260%이며, 이 값은 분말야금법으로 제조된 Al-Zn-Mg합금기 복합재료[13]에서 얻어진 값보다 훨씬 큰 값을 나타내고 있다.

또한, 본 연구에 의한 최적시험온도는 상기의 문헌치보다 조금 낮은 온도인 것이 명백해졌다. 그 이유로는, 본 실험에서 사용된 matrix 합금의 Cu와 Mg의 함유량이 높기 때문에, 7075Al합금의 고상선온도가 Al-Zn-Mg합금의 고상선온도보다 조금 낮기 때문일 것으로 사료된다. 따라서, 초소성이 발현되는 최적시험온도가 조금 낮아진 것이다.

시험전후의 시험편 외관을 Fig. 5에 나타내었다. 변형속도 $0.18s^{-1}$ 에서 파단까지 인장된 시험편에서 연신률이 260%이다. 이 시험편에서 알 수 있듯이 necking이 발생하지 않고 변형됨으로써 고속초소성을 확인할 수 있었다.

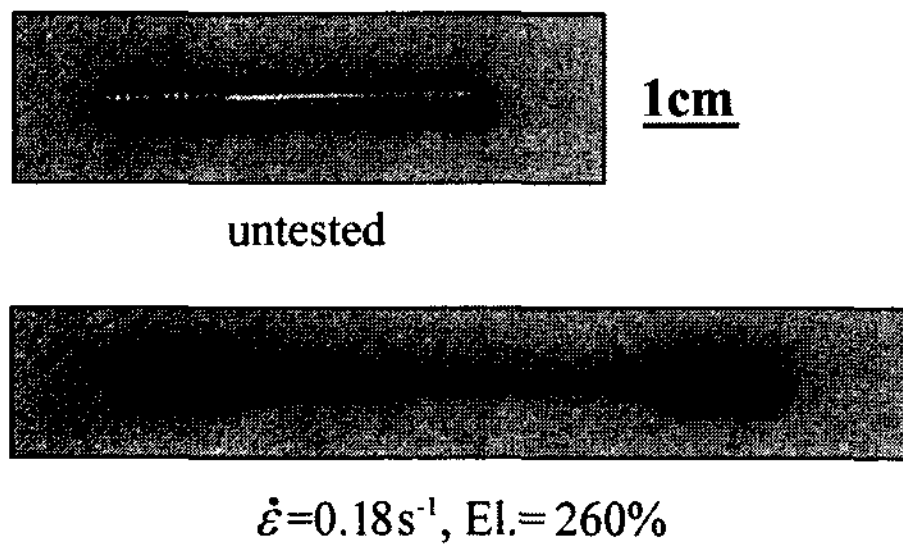


Fig. 5. A superplastically deformed sample of the 27 vol.% α -Si₃N₄/7075 alloy composite.

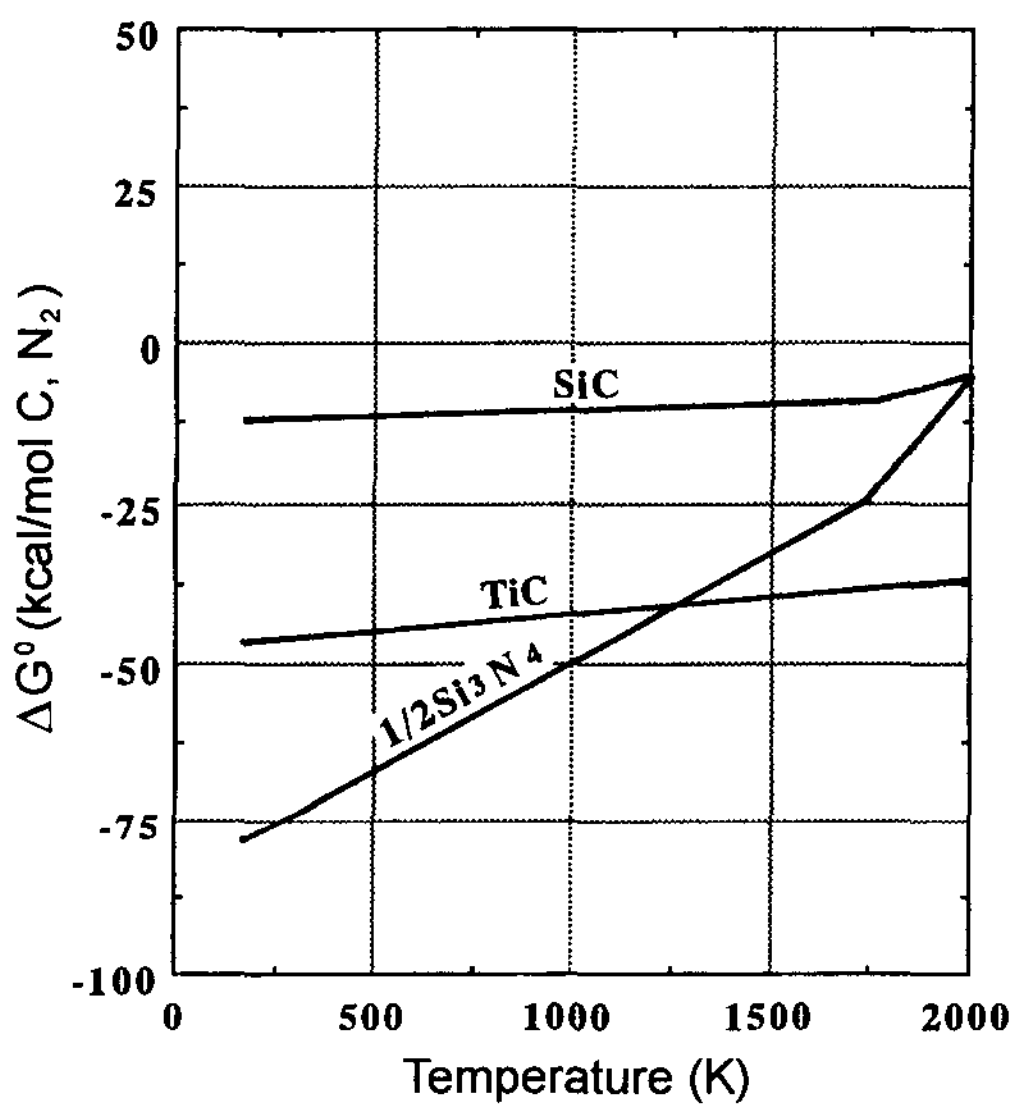


Fig. 6. Free energy formation for the carbide and nitride vs. temperature.

한편, 동일 합금에 대해 동일한 방법으로 SiC 휘스커강화 복합재료를 제조하여 시험을 하였으나, 최대 연신률은 100%가 한계이었다. α -Si₃N₄ 휘스커강화 복합재료가 높은 연신률을 나타내는 이유의 하나는, 사용된 휘스커의 크기가 東海カ-ボン(株)의 SiC 휘스커보다 상당히 작고, 결정구조의 차이에 의한 것으로 생각되며, 다른 이유로는 Si₃N₄ 휘스커가 SiC에 비해 안정된 화합물로 휘스커의 분해가 억제되었기 때문으로 사료된다. 이는 Fig. 6에서 알 수 있듯이 α -Si₃N₄가 SiC보다 표준생성 자유에너지가 훨씬 작기 때문이다.

인장시험후의 파면조직을 Fig. 7에 나타내었다. (a)가 연신률 130%, (b)가 220% 시험편의 파면이다. 일반적으로 고속초소성이 발현된 시험편의 파면에는 섬유상의 물질이 관찰되는 경우[15]가 많으나, 본 실험에서는

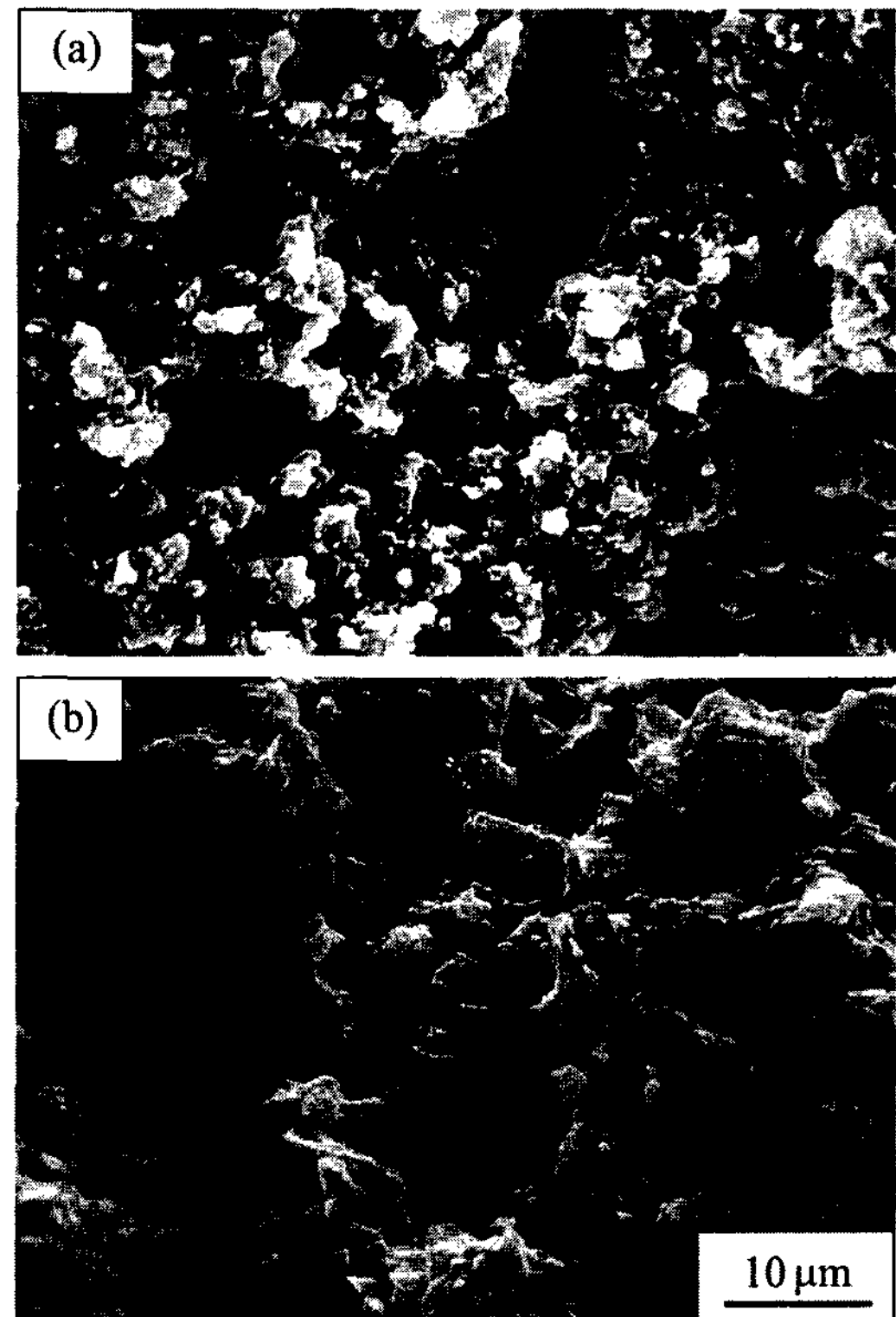


Fig. 7. Fracture surfaces of the 27 vol.% α -Si₃N₄/7075 alloy composite deformed superplastically at the initial strain rate of (a) 0.04s⁻¹ and (b) 0.09s⁻¹.

그러한 물질은 관찰되지 않았다. Fig. 7(b)의 시험편이 높은 연신률을 나타낸 것인데, 파면에 액상물질이 존재하였던 것과 같은 양상을 나타내고 있다.

3.2 2024Al 합금기 복합재료

주조상태에서는 불규칙적으로 분포되어 있던 휘스커가 압출후 압출방향으로 나열되어 있는 상태를 Fig. 8 및 Fig. 9에 나타내었다. 높은 연신률을 나타낼 수 있는 0.3이상의 m값이 얻어지는 조건을 찾아 최적시험온도와 변형속도와의 관계를 조사하였다.

일정변형속도 0.17s⁻¹에서 Si₃N₄ 휘스커강화 복합재료의 시험온도와 연신률과의 관계를 조사한 결과, 최대연신률은 773K에서 얻어졌다. 변형저항과 변형속도 및 연신률과의 관계를 Fig. 10에 나타내었으며, ○표시와 ●표시는 각각 압출온도 773K과 673K을 나타낸 것이다. α -Si₃N₄/2024Al 복합재료의 최대연신률은 773K에서 175%이었으나, data는 오차의 폭이 컸다. 673K에서 압출된 복합재료의 경우, 변형속도 0.19~

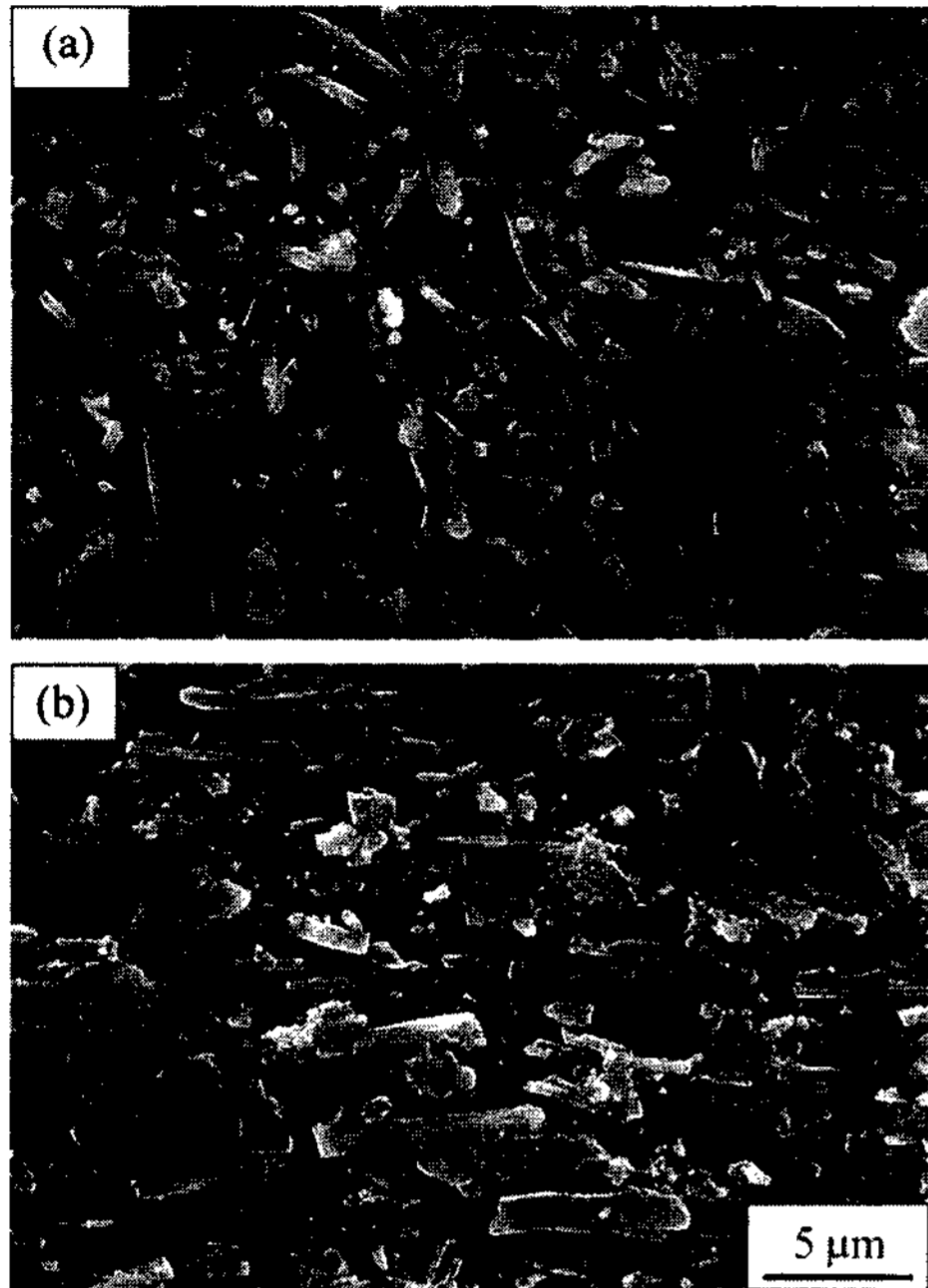


Fig. 8. SEM microstructures of a 27 vol.% α -Si₃N₄w/2024 alloy composites (a) as-squeeze cast and (b) extruded after squeeze casting.

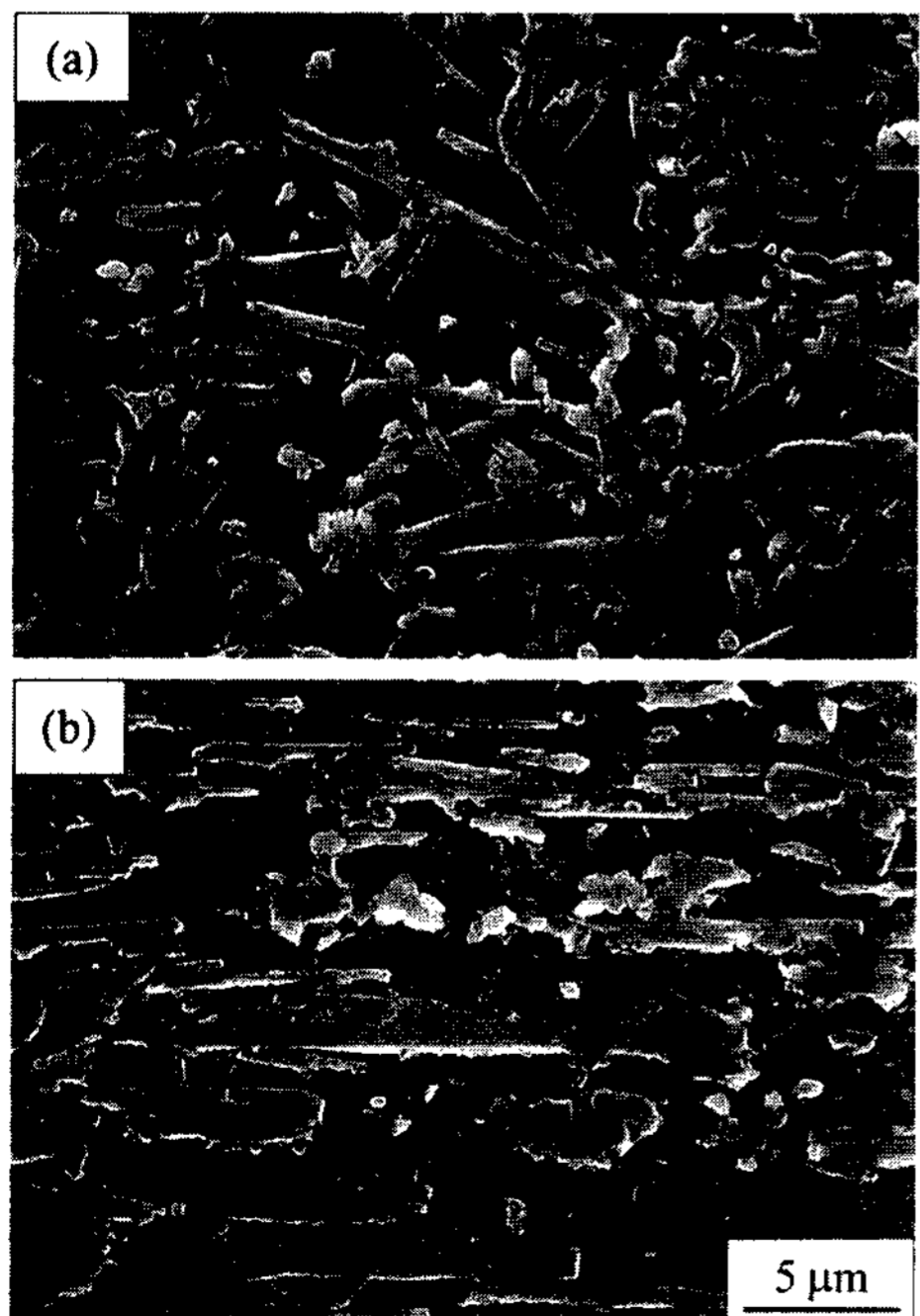


Fig. 9. SEM microstructures of a 21 vol.% β -SiCw/2024 alloy composites (a) as-squeeze cast and (b) extruded after squeeze casting.

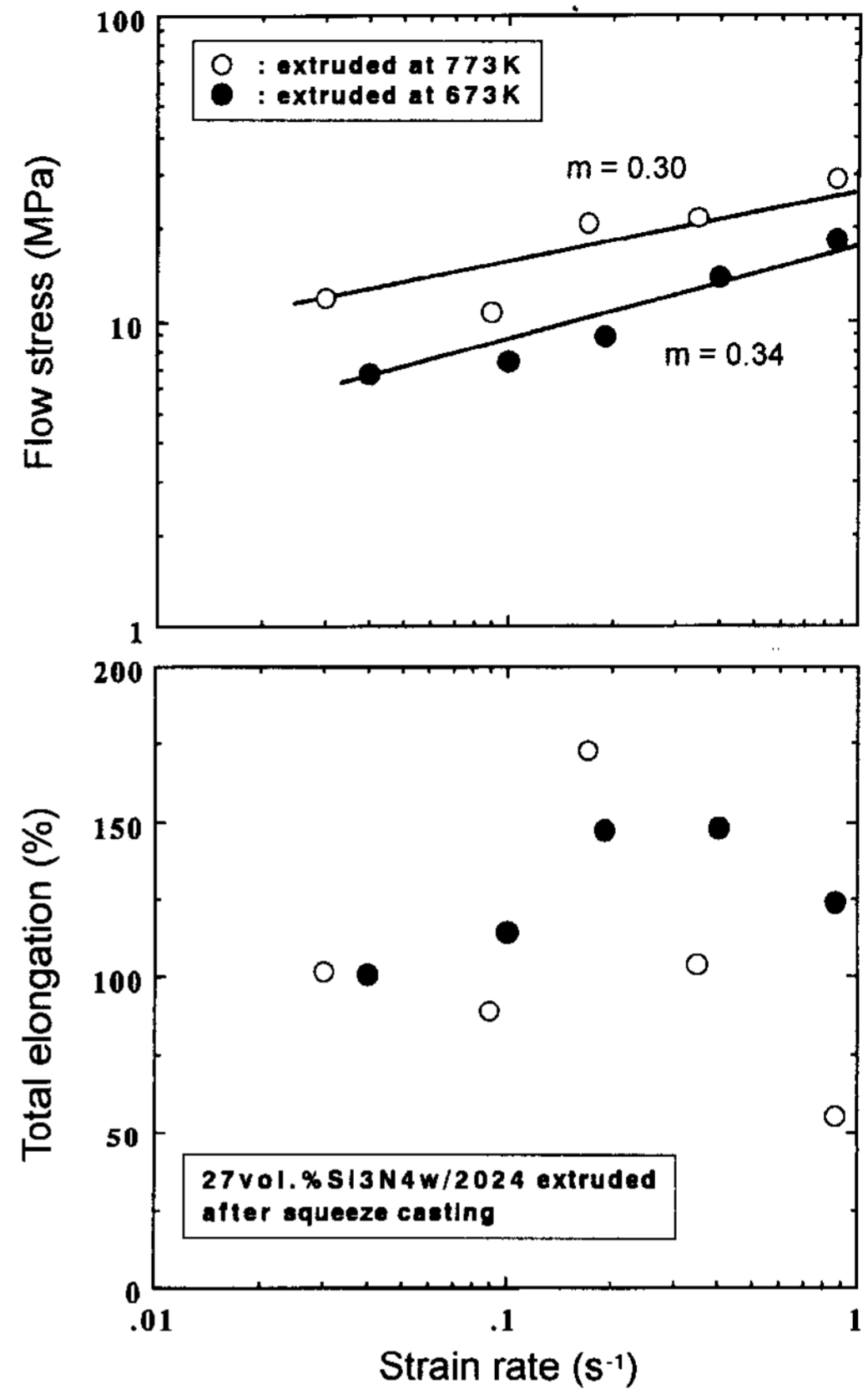


Fig. 10. Flow stress (top) and total elongation (bottom) as a function of strain rate for the 27 vol.% α -Si₃N₄w/2024 alloy composite tested at 773K.

0.40s⁻¹의 넓은 범위에서 시험을 행하여, 약 150%의 최대연신률이 얻어졌으며, m값은 0.34이었다. 최대연신률은 분말야금법에 의해 제조된 β -Si₃N₄ 휘스커강화 2124Al합금 복합재료의 경우[8]와 거의 동일하나, 최적 온도는 25°C 낮은 값이다. 시험편의 외관은 Fig. 11(a)에서 나타나는 바와 같이, 거의 necking이 발생하지 않고 파단에 이르는 것에서 초소성이 발현된 것을 확인할 수 있었다.

SiC 휘스커강화 복합재료에 대해서도 동일한 방법으로 조사하였다. 최대연신률은 변형속도 0.19s⁻¹, 시험온도 783K에서 얻어졌다. 이 경우 최적 인장온도는 분말야금법에 의한 SiCw/2124Al합금 복합재료[5]와 비교하여 15°C 낮다. 그 이유도, 합금원소량의 차이일 것으로 사료된다.

Fig. 12에 변형저항과 변형속도 및 연신률과 변형속도와의 관계를 나타내었으며, 이 재료는 체적함유율

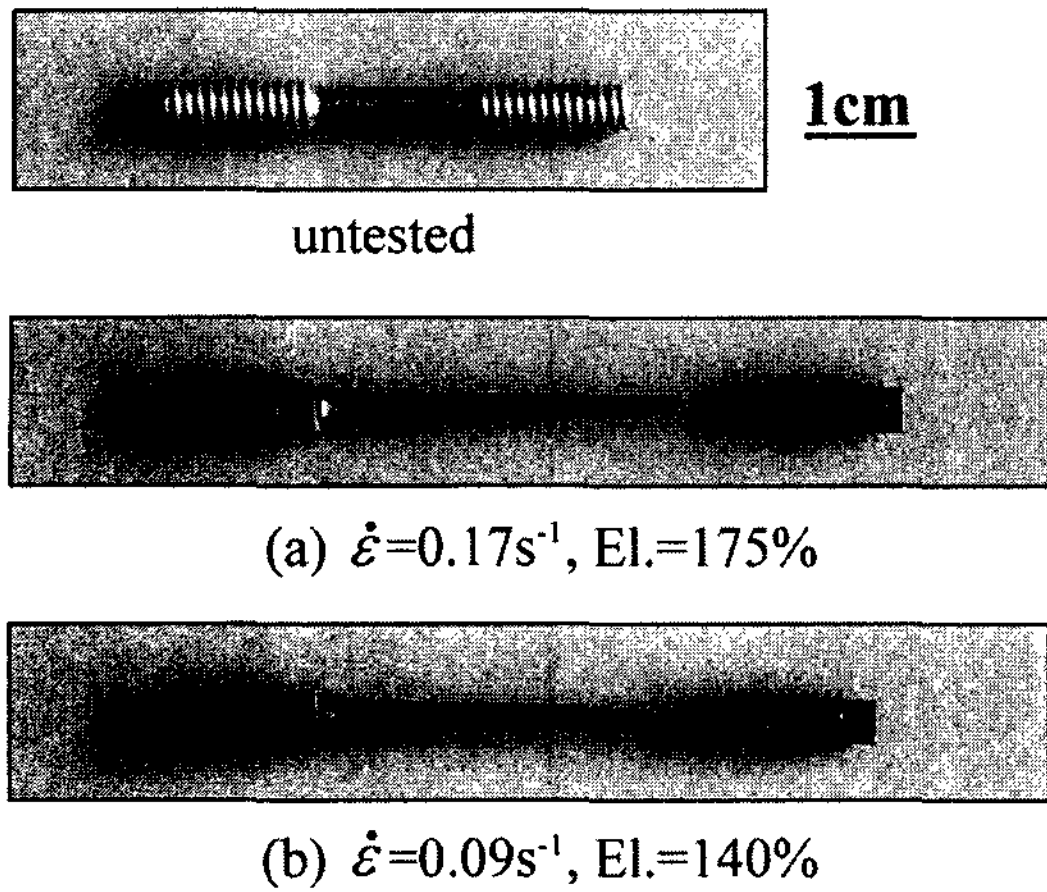


Fig. 11. A superplastically deformed sample of (a) 27 vol.% α -Si₃N₄w/2024 and 21 vol.% β -SiCw/2024 alloy composites.

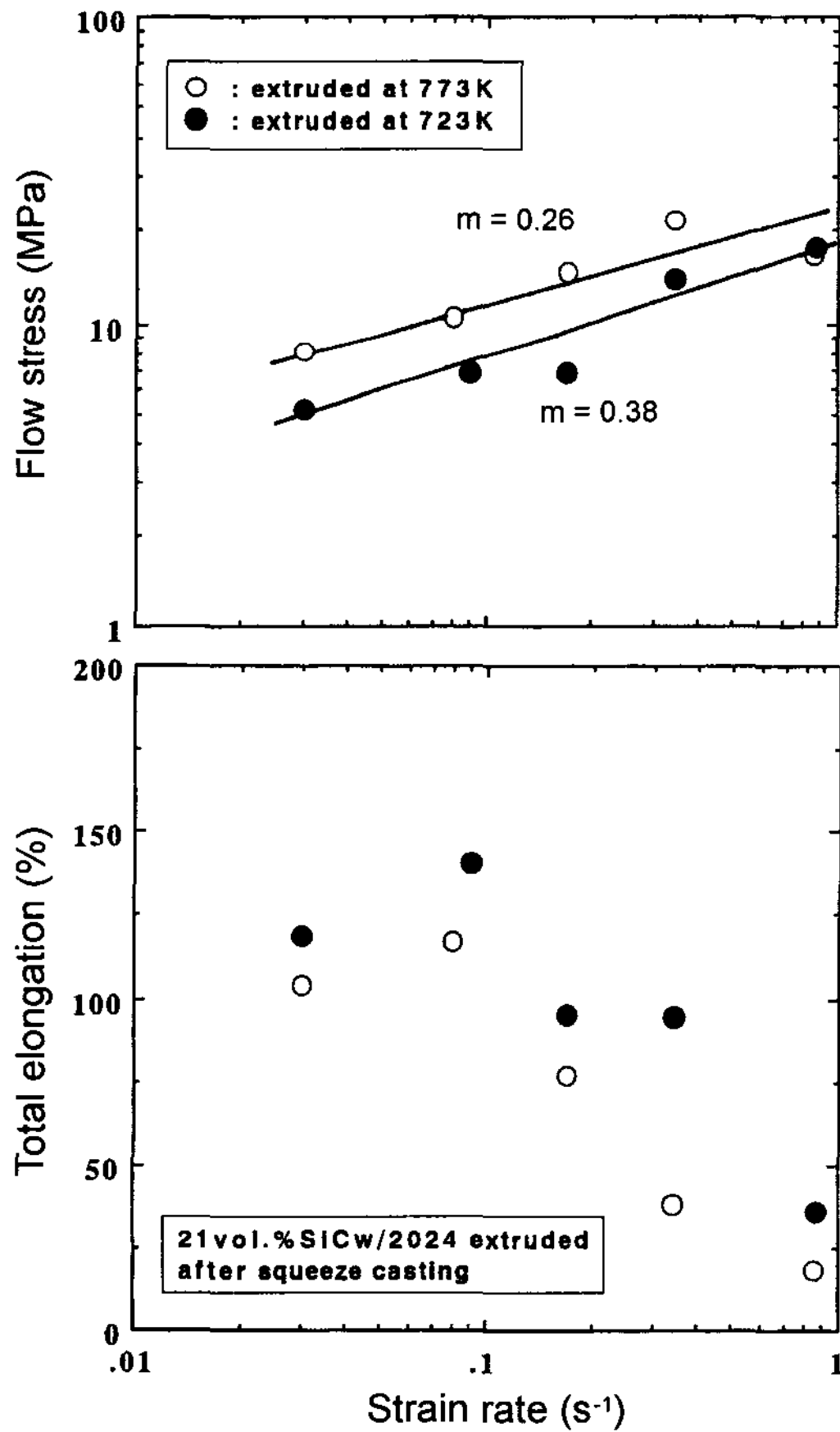


Fig. 12. Flow stress (top) and total elongation (bottom) as a function of strain rate for the 21 vol.% β -SiCw/2024 alloy composite tested at 783K.

21%의 SiC 휘스커를 함유하고 있다. ○표시와 ●표시는 각각 압출온도 773K과 723K을 나타낸 것이다. 인장시험은 783K에서 행하였으며, 변형속도 0.09s⁻¹에서 140%의 최대연신률이 얻어졌다. 이 복합재료는 723K에서 압출된 것으로 m값은 0.38이었다. 773K에서 압출된 복합재료에 있어서 연신률의 최대치는 120%이며 m값은 0.26이었다. 인장시험편 시험전후의 외관을 Fig. 11(b)에 나타내었으며, necking이 발생하지 않고 연신되어 있는 상태로 보아 초소성현상을 확인할 수 있었다.

2024Al합금 복합재료의 경우에 있어서도, Si₃N₄ 휘스커와 SiC 휘스커강화에 따라 연신률의 차이를 나타내고 있다. 이것은 앞에서 기술한 7075Al합금 복합재료의 경우와 같은 이유로 설명된다. 한편 773K에서 압출된 복합재료보다, Si₃N₄ 휘스커강화에 있어서는 673K에서, SiC 휘스커강화에 있어서는 723K에서 압출된 복합재료의 경우가 변형저항이 작은 것을 알 수 있다. 이것은 보다 낮은 온도에서 압출된 재료가 결정립이 더욱 미세화되었기 때문으로 사료된다.

Si₃N₄w/2024 및 SiCw/2024Al합금 복합재료의 인장시험 파단면을 SEM으로 관찰한 결과, Fig. 13에 나타

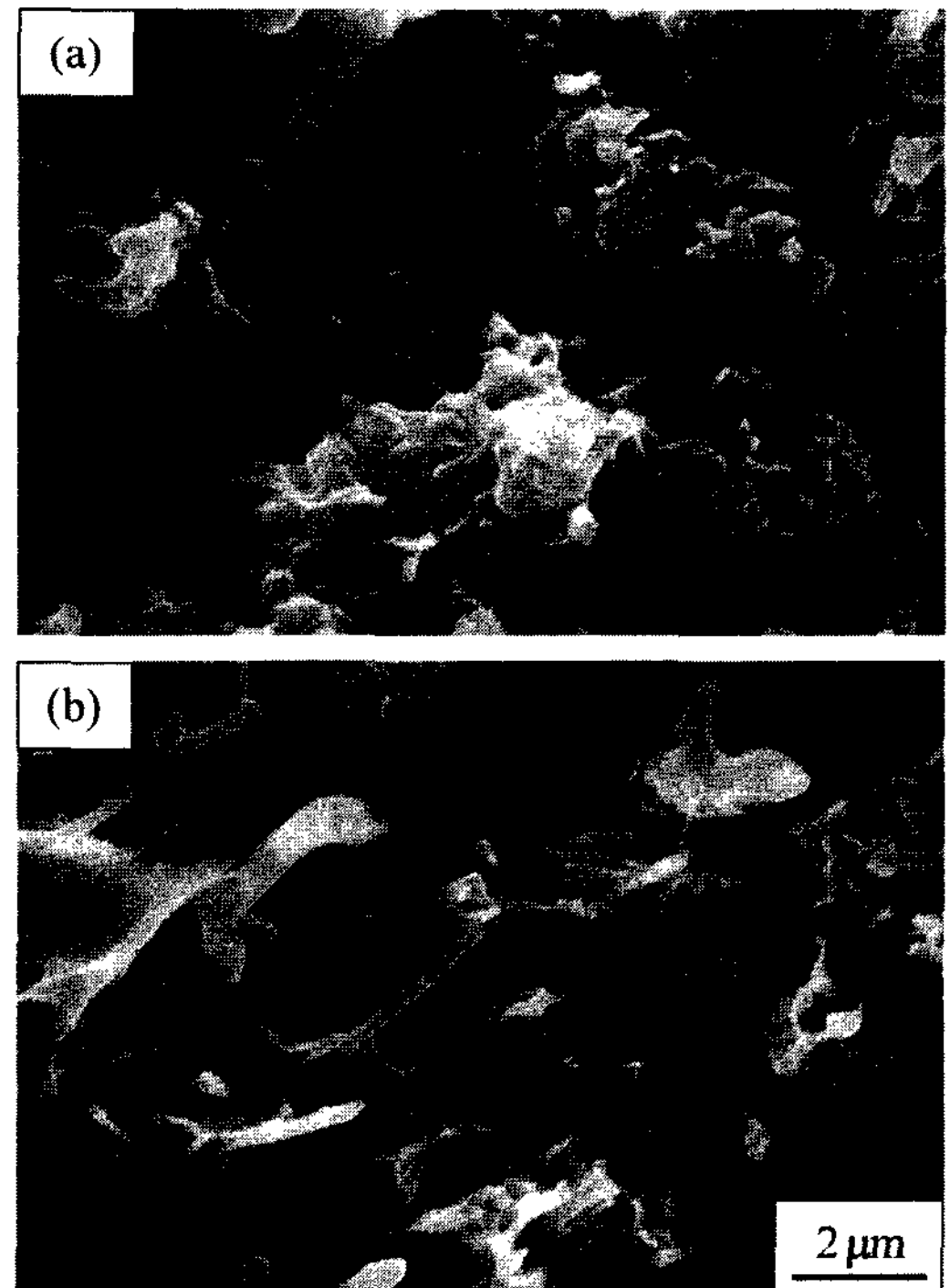


Fig. 13. Fracture surfaces of (a) 27 vol.% α -Si₃N₄w/2024 and 21 vol.% β -SiCw/2024 alloy composites.

나는 바와 같이 전형적인 섬유상물질이 모두의 경우에 있어서 관찰되었다.

4. 결 론

공업적인 장점을 추구하여 용탕단조법으로 복합재료를 제조한 후, 열간압출만으로 초소성발현 복합재료의 제조를 시도한 결과, 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) 초소성발현 α -Si₃N₄w/7075, α -Si₃N₄w/2024, β -SiCw/2024Al합금 복합재료를 용탕단조법으로 제조하는 것에 성공하였다.

(2) 7075Al합금기 복합재료는 변형속도 0.18s⁻¹, 시험 온도 773K에서 260%의 최대연신률을 나타내었으며, 변형속도 0.1~1s⁻¹의 넓은 범위에서 고속초소성이 발현되었다.

(3) 2024Al합금기 복합재료의 초소성은 빠른 변형속도 영역 0.09~0.40s⁻¹에서 발현되었다.

(4) 이 복합재료들의 초소성은 휘스커 체적함유율 20~30 vol.%에서 발현되었으며, 이는 공업적으로 최적의 체적함유율로 사료된다.

참고문헌

- [1] Suk-won Lim, Tsunemichi Imai, Yoshinori Nishida and Takao Choh, Scripta Metallurgica et Materialia, 32(1995) 1713.
- [2] M. Mabuch, K. Kubota and K. Higashi, Scripta Metallurgica et Materialia, 33(1995) 331.
- [3] T. G. Nieh, A. J. Schwartz and J. Wadsworth, Materials Science and Engineering, A208(1996) 30.
- [4] T. Imai, S. W. Lim, D. Jiang and Y. Nishida, Scripta Materialia, 36(1997) 661.
- [5] T. G. Nieh, C. A. Heshall and J. Wadsworth, Scripta Metallurgica, 18(1984) 1405.
- [6] Murray W. Mahoney and Amit K. Ghosh, Metallurgical Transactions A, 18A(1987) 653.
- [7] G. Gonzalez-Doncel, S. D. Karmarkar and A. P. Divecha, Composites Science and Technology, 35(1989) 105.
- [8] Tsunemichi Imai, Mamoru Mabuch, Yoshihisa Tozawa and Mamoru Yamada, Journal of Materials Science Letters, 9(1990) 255.
- [9] Nikkei New Materials, 5(1988) 8.
- [10] Nikkei New Materials, 6(1990) 66.
- [11] Jun Ohkijima, Akira Oguri and Toru Yokoi, Bulletin of the Japan Institute of Metals, 31(1992) 324.
- [12] Nikkei Material & Technology, 5(1993) 61.
- [13] M. Mabuch, K. Higashi, S. Tanimura, T. Imai and K. Kubo, Scripta Metallurgica et Materialia, 25(1991) 1675.
- [14] 日本金屬學會, 金屬データブック, 丸善, (1993) 98, 99.
- [15] T. Hikosaka, T. Imai, T. Kobayash and H. Toda, Journal of Japan Institute of Light Metals, 49(1999) 600.

[1] Suk-won Lim, Tsunemichi Imai, Yoshinori Nishida and