

논문

용탕 침투법을 이용한 복합 삽입 금속의 제조

박흥일† · 김지태* · 김우열

Fabrication of Composite Filler Metal by Melt Infiltration

Heung-Il Park†, Ji-Tae Kim* and Woo-Yeol Kim

Abstract

The aim of this study is fabricating of composite filler metal (CFM) by a combination of selective laser sintering (SLS) of stainless steel powders (RapidSteel 2.0™ and liquid phase infiltration of Ag-28 wt.%Cu alloy. Porous stainless steel body with inter-connected pore channels was fabricated by SLS, binder decomposing and densification processes. By the direct contact infiltration, the narrow inter-particle channels of the porous body were completely filled with the Ag-28 wt.%Cu alloy infiltrant. During infiltration, the dissolved elements of Fe, Ni and Cr from the porous body were solved into copper solid solution phases, which consist of eutectic structure of composite metal matrix. The S10C/CFM/S10C joints, which have narrow clearance gaps between them up to 10 micrometers, were joined successfully by self-feeding of filler metal from the matrix of CFM. The CFM kept its original thickness and microstructure after brazing. The tensile strength of brazed specimen was higher than 30 kgf/mm² and showed a typical ductile fracture mode in the CFM. (Received August 8, 2003)

Key words : Composite filler metal, Selective laser sintering, Melt infiltration, Brazing

1. 서 론

용탕 침투법(melt infiltration)은 3차원적으로 서로 연결된 통로를 갖는 다공질 성형체 속으로 액상 금속을 침투시키는 금속기지 복합재료의 제조법으로 잘 알려져 있다[1-4]. 최근에는 기계가공이나 조립오차 등으로 브레이징 틈새의 설계 요구조건을 만족시키기 어렵거나, 접합 면적이 넓고 상대 접합재의 형상이 복잡한 곡면을 가진 넓은 틈새의 브레이징을 위한 복합삽입금속(CFM, composite filler metal)의 연구에 용탕 침투법의 원리가 응용되고 있다. 이는 상용적인 브레이징 공정에서 삽입금속이 삼투압 작용에 의하여 공급되면 브레이징될 접합 틈새의 치수 및 형상의 제한이 크기 때문이다[5].

삼투압에 의한 브레이징 틈새 설계의 한계를 극복하려는 CFM에 대한 연구보고들 가운데 W.H.Zhuang[6]

등은 Ni/Inconel 625 접합계면 사이에 다공성 분말입자 성형체와 용점 강하제(MDPs, melting point depressants)가 함유된 삽입금속 박판을 겹쳐 삽입하고, 브레이징 온도에서 MDPs를 성형체 속으로 침투시켜 5 mm까지의 틈새를 접합한 LIPB(liquid infiltrated powder interlayer bonding)에 대하여 보고하였다. 여기서 LIPB의 특징은 브레이징 온도에서 분말 성형체와 삽입금속이 반응하여 새로운 삽입금속 층을 형성시켜 접합하는 것이다. 한편 A.Cullison[7]은 금속/세라믹 또는 금속/복합재료와 같이 열팽창 계수의 차이가 심한 이종재료의 브레이징을 위하여 분말상의 삽입금속과 고용점 분말을 혼합한 매트(mat) 또는 페이스트상의 CFM을 제조하고, 이들 CFM을 이종금속의 넓은 틈새(0.25-2.5 mm)에 적층하는 방법을 시도하였다. 여기서 고용점의 분말 첨가제는 브레이징 온도에서 삽입금속의 복합화를 위한 삼투압 통로를 제공한다. 이들

부경대학교 신소재공학부(Division of Materials Science and engineering, Pukyong National University)

*부경대학교 산업대학원 소재프로세스공학과(Dept. of Materials Processing Engineering, Graduate School of Industry, Pukyong National University)

†E-mail : castpark@pknu.ac.kr

연구의 특징은 CFM을 구성하는 성형체 또는 고융점 분말과 삽입금속이 브레이징 과정 중에 반응하거나 복합화 되어 넓은 틈새를 접합하는 것이다.

그러나 본 연구는 앞선 연구들의 CFM 적용 개념과는 달리 브레이징 과정 중에 CFM 자체의 형상과 치수의 변화가 없는 정밀 형상체의 기능성 복합 삽입금속의 제조 가능성을 검토하려는 것이다. 이는 삽투압에 의하여 외부로부터 공급되는 삽입금속만으로는 건전한 접합성을 확보할 수 없는 접합부 뿐만 아니라, 삽입금속의 공급거리가 멀고 접합부의 형상이 복잡한 넓은 면적의 정밀접합에도 유용할 것이기 때문이다.

본 실험에서는 최근 금속분말의 신속조형법(rapid prototyping)으로 주목되고 있는 선택적 레이저 소결법(SLS, Selective laser sintering process)[8-11]으로 스테인리스 분말의 성형체를 만들고 이를 소결하여 다공성 성형체를 제조하였다. 그리고 Ag-28%Cu 합금[12]을 다공성인 스테인리스 성형체에 침투시켜 금속기지 복합 삽입금속을 제조하였다. CFM의 브레이징능을 검토하기 위하여 진공 유도 브레이징한 S10C/CFM/S10C의 접합계면 조직특성과 이들 접합부의 인장강도와 파단거동을 관찰하였다.

2. 실험 방법

2.1 다공질 소결 성형체의 제조

선택적 레이저 소결법(SLS)은 고분자, 세라믹 또는 금속의 분말재료에 고밀도 에너지인 레이저 빔을 선택적으로 조사(irradiation)하여 적층 소결하므로써 복잡 형상체의 소결체를 신속하고 정밀하게 제조하는 성형 기술이다. 본 실험에서 다공질 소결 성형체를 제조하기 위하여 사용된 분말은 DTM의 시판용 RapidSteel 2.0™[13,14]이다. 이 분말은 평균입자 크기가 30 μm인 구상의 SUS 316 스테인리스강 분말과 다각형의 폴리머 분말이 혼합되어 있다. SLS에서 CAD에 의하여 제어되는 CO₂ 레이저 빔이 혼합 분말 층에 조사되면 폴리머가 녹아 금속분말을 일시적으로 결합시켜(Fig. 1A) 정밀형상의 성형체를 만들어 준다. SLS 과정에서 스테인리스강 분말입자들은 직접 접촉하지 않고 폴리머로 결합되어 있으며, 이렇게 제조된 예비 성형체를 "green part"라 한다. 본 실험에 사용된 선택적 소결장치는 DTM의 SLS 2500이다[11].

Fig. 1B는 예비 성형체를 소결한 다공질 스테인리스

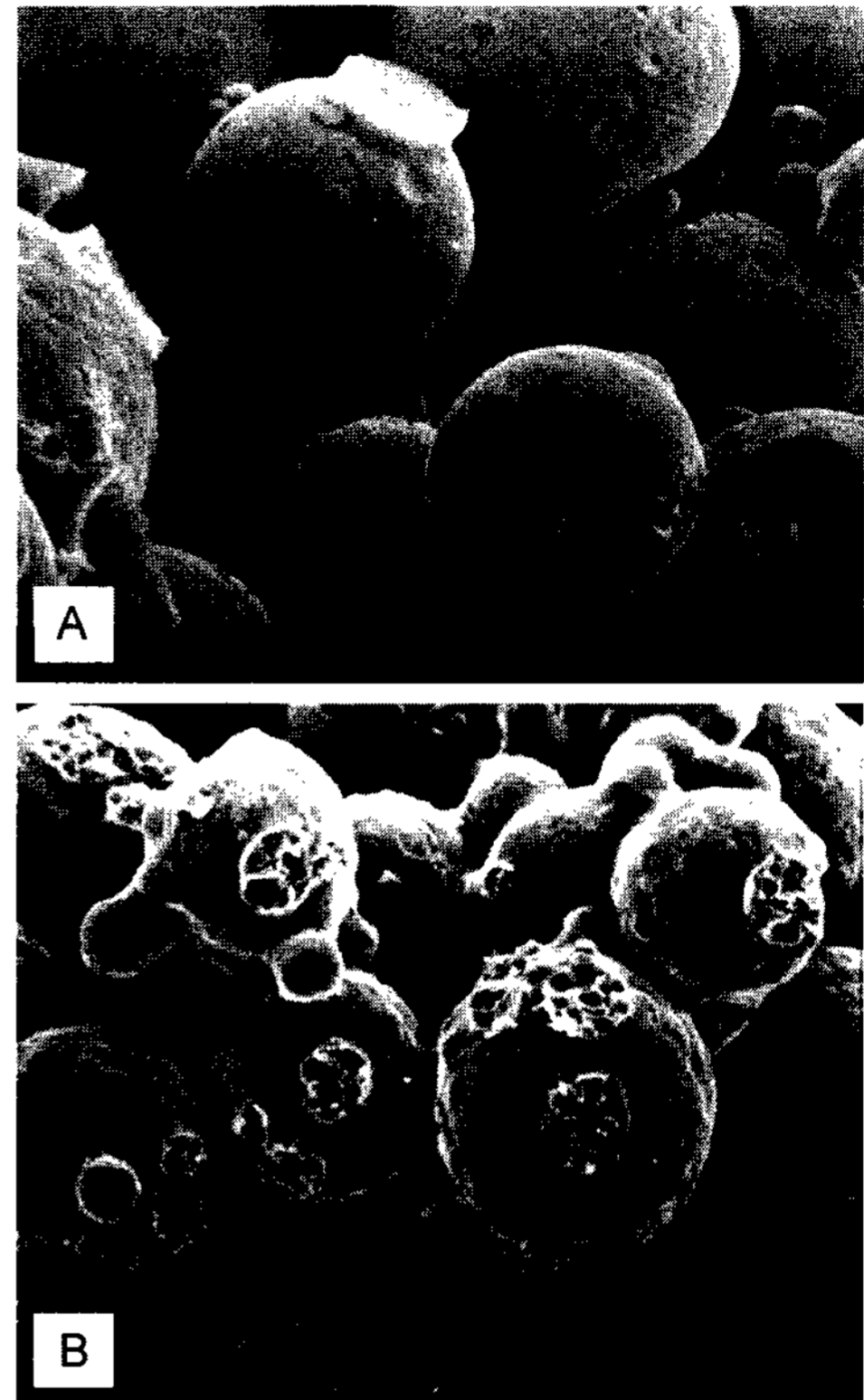


Fig. 1. Fractured morphologies of (A) a green part fabricated by selective laser sintering (DTM, SLS 2500) using stainless steel powder-polymer mixture and (B) a porous stainless steel body, which was decomposed of polymer binder and sintered for 3 hrs at 1150°C in 5H₂ + 10N₂ mixing gas.

성형체의 파단면이다. 여기서 스테인리스 분말입자의 성형 역할을 한 폴리머는 분해 제거되고, 스테인리스 분말 입자끼리 소결된 다공질의 성형체 구조를 볼 수 있다. 이 때 예비 성형체는 1150°C, 1 atm의 5H₂ + 10N₂의 혼합가스 분위기에서 3시간 동안 유지하여 소결하였고, 예비 성형체를 흑연도가니속에 넣고 알루미늄 분말을 덮어 균일한 가열조건이 유지토록 하였다. 다공질 소결 성형체의 단면을 연마하고 니탈 부식한 미세조직의 100배 자유시야 5곳을 화상해석 장치를 사용하여 측정된 결과 다공질 성형체의 기공 면적율은 약 37.5%이었다. 따라서 SLS에 의하여 제조된 스테인리스강 분말의 예비 성형체를 소결하여 기공들이 3차원적으로 서로 연결된 다공질 성형체를 제조할 수 있었다. 본 실험에 사용된 SLS의 예비 성형체 및 다공질 소결 성형체는 DTM(USA, Austin)에서 제조하였으

며, 100×50×5 mm 크기의 판상이었다.

2.2 복합삽입금속의 제조

용탕 침투법으로 MMCs를 성공적으로 제조하기 위하여는 성형체의 용점은 침투제(infiltrant)의 용점보다 높아야 하며, 액상 침투재가 성형체 속으로 침투되는 동안 성형체의 변형이 없어야 한다. 그리고 성형체와 침투제 상호간의 용해도는 낮고, 반응생성물이 생기지 않아야 침투제의 연속적인 공급 통로가 확보된다[3]. 본 실험에서 침투제로 사용된 Ag-28wt.%Cu 합금의 용점은 780°C이다[12].

Fig. 2는 용탕침투장치의 개략도를 나타낸다. 25×15×5 mm 크기로 절단된 판상의 다공질 성형체와 침투제인 Ag-28wt.%Cu 합금을 두께가 달린 20W×50L×30H mm 크기의 탄소도가니(내부치수 10W×40L×25H mm) 속에 넣고, 알루미늄 튜브를 사용하는 분위기 제어 고온 관상로를 사용하여 Ag-28wt.%Cu 합금기지 스테인리스강 분말 입자강화 복합삽입금속(CFM)을 제조하였다. 이 때 Ag-28wt.%Cu 합금의 침투제는 진공 아크로에서 공업용 순수 구리(>99.7wt.%Cu)와 시약용 은(>99.9wt.%Ag)를 사용하여 단추모양의 소형 합금괴(5-8 g)를 제조하고, 판상으로 절단하여 사용하였다. 이 때 Ag-28wt.%Cu 합금의 투입량은 다공성 성형체의 기공률로부터 계산된 소요중량의 1.2배로 하였다. 그리고 950°C의 아르곤 가스 분위기(0.2 liter/min.)에서 다공성 성형체와 Ag-28 wt.%Cu 합금을 직접 접촉시켜 10시간 유지한 후 노냉하였다. 이 때 용탕 침투 온도인 950°C까지 5°C/min.으로 천천히 승온시켰다. 본 실험의 직접 접촉 침투법의 조건으로 다공질 성형체의 형상과 치수의 변형없이 Ag-28wt.%Cu 합금 기지의 CFM을 제조할 수 있었다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 복합삽입금속(CFM)의 미세조직

Fig. 3은 Ag-28wt.%Cu 합금기지 스테인리스강 분말 입자 강화 CFM의 미세조직을 나타낸다. Fig. 1C 및 D에서 관찰된 바와같이 스테인리스강 분말의 소결에 의하여 만들어진 3차원으로 연결된 기공을 통하여 Ag-28 wt.%Cu 합금이 성공적으로 침투되어 전형적인 입자강화 금속기지 복합재료의 조직을 보였다. 이 조직 시험편의 100배 자유시야 5곳을 화상 분석장치로 관찰하

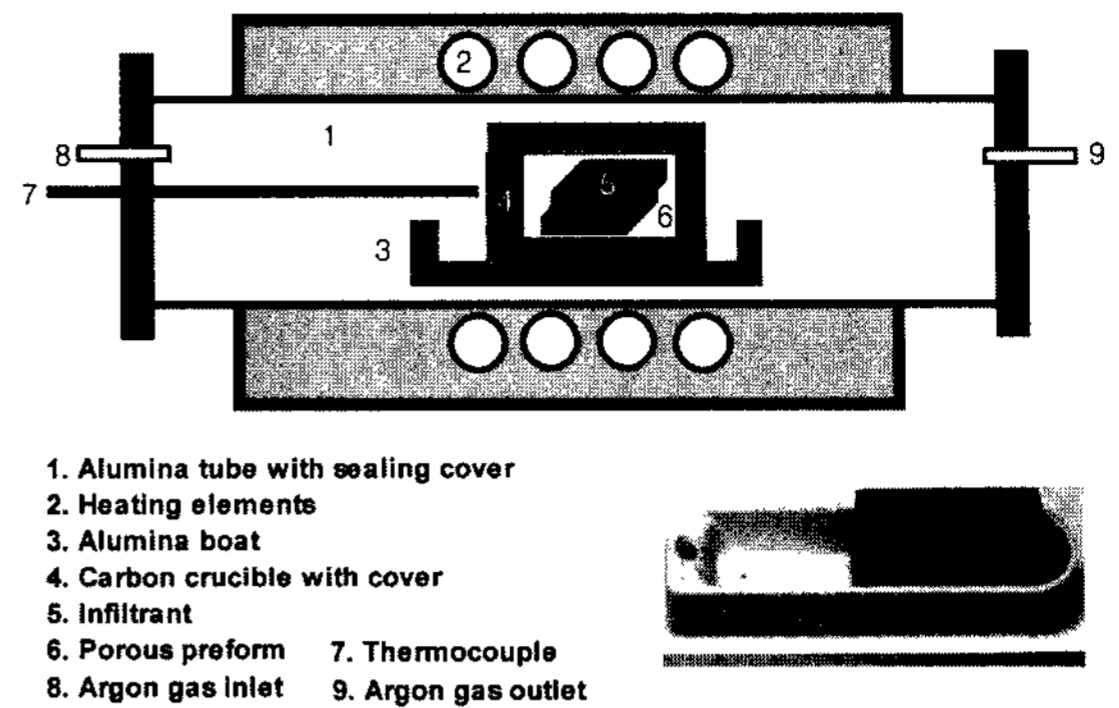


Fig. 2. Schematic drawing of the experimental arrangements of porous body and Ag-28wt.% Cu infiltrant. The contact infiltration was carried out at 950°C for 10 hrs in the alumina tube which was purged with argon gas of 0.2 liters per minute to prevent unwanted reaction with atmosphere.

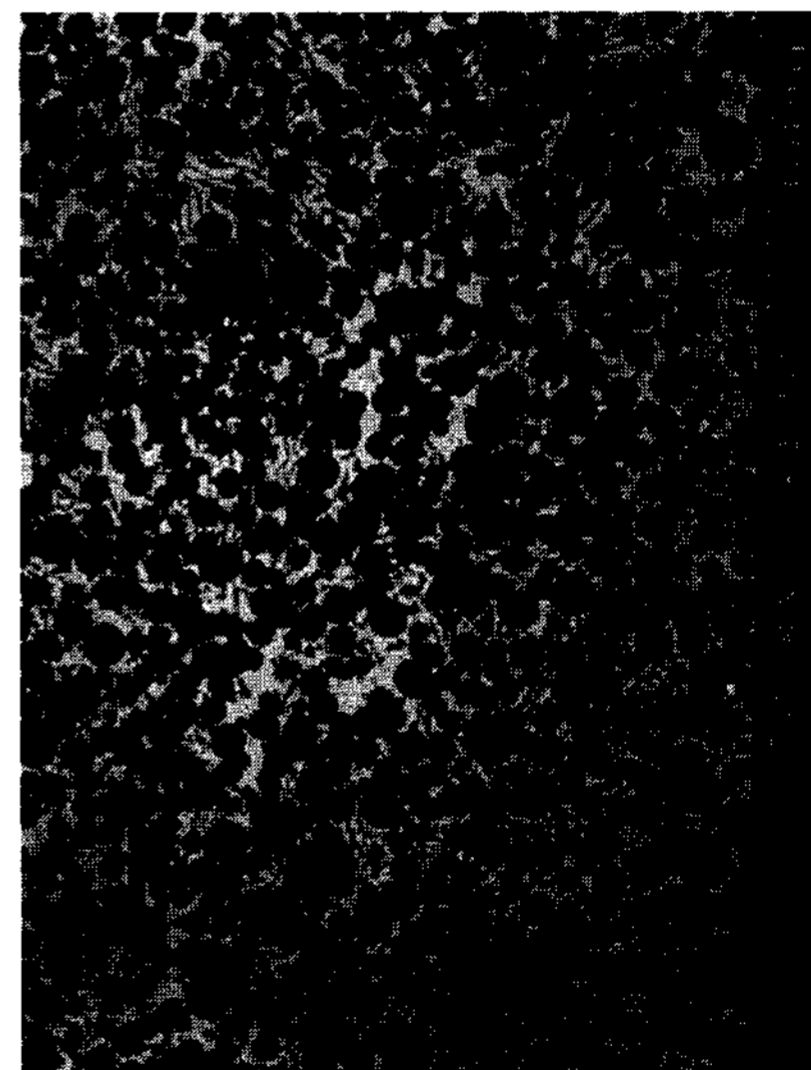


Fig. 3. Microstructure of Ag-28wt.%Cu alloy infiltrated stainless steel composite filler metal(CFM).

여 평균한 결과, 다공성 성형체의 골격을 이루는 스테인리스 입자의 면적율은 62.5%, 기지의 Ag-28 wt.%Cu 합금의 면적율은 35.2%, 그리고 기지속에 침투제의 미충전에 의한 약 2.3%의 기공이 관찰되었다.

Fig. 4는 Ag-28wt.%Cu 합금의 침투제가 다공질 소결 성형체를 통하여 침투하기 전과 침투후의 미세조직 및 화학조성의 변화를 SEM-EDX로 분석하여 요약한 것이다. Fig. 4A의 (a)는 초청 덴드라이트상의 Ag 고용체[91.2Ag-8.8Cu(wt.%)]이고, (b)는 72.7Ag-27.3Cu

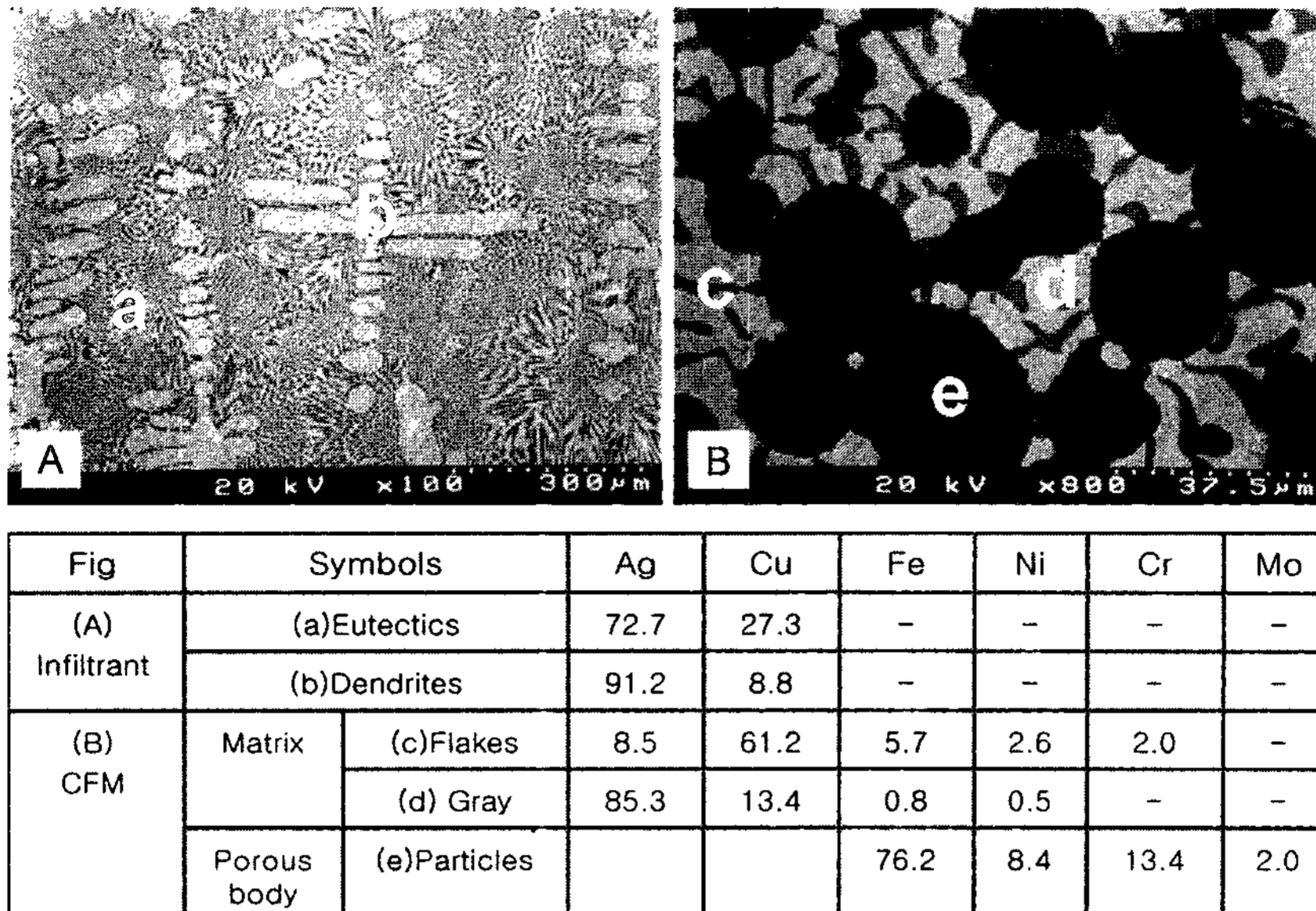


Fig. 4. Microstructural and compositional changes of Ag-28wt.%Cu alloy infiltrant (A) before and (B) after infiltration

(wt.%) 조성의 공정조직이다. Fig. 4B의 기지조직은 (c)로 표시된 흑색 편상인 Cu 고용체[8.5Ag-81.2Cu-5.7Fe-2.6%Ni-2.0%Cr(wt.%)]와 (d)로 표시된 백색상의 Ag 고용체[85.3Ag-13.4Cu-0.8Fe-0.5Ni(wt.%)]로 이루어진 공정조직을 보였다. 그리고 흑색의 구형입자는 (e)는 CFM의 골격을 이루는 스테인리스 분말[76.2Fe-8.2Ni-13.4Cr-2.0Mo(wt.%)]이다. 여기서 침투체가 다공질 성형체의 기공을 통과할 때 성형체에서 용출된 Fe, Ni 및 Cr 성분의 대부분은 기지를 구성하는 흑색 편상의 Cu 고용체에 용입되었고, 미량의 Fe 및 Ni은 백색의 Ag 고용체에 용입되었으며, 이들 두 조직 성분 이외에 새로운 화합물상은 관찰되지 않았다. 이는 Ag-28wt.%Cu 합금의 침투체가 스테인리스강 분말 성형체에 대한 고용도가 낮음을 나타내며, 그 결과 성형체의 기공이 폐쇄되지 않고 Ag-28wt.%Cu 합금의 침투체가 연속적으로 공급될 수 있었음을 뒷받침한다.

Fig. 5A는 침투체가 성형체와 처음부터 접촉하여 침투된 곳의 SEM 조직이다. 여기서 Ag-28wt.%Cu 합금이 스테인리스 분말입자의 결정립계에 용입된 흔적이 관찰되었으며, 분말입자의 형태나 크기의 변화는 거의 없었다. 한편 950°C에서 10시간 동안 성형체와 침투체가 접촉된 조건에서 분말입자의 결정립계 속으로 침투체의 용입반응이 일어난 반응 깊이는 표면에서 약 60 μm 정도의 아주 좁은 구역에 한정되었다. Fig. 5B

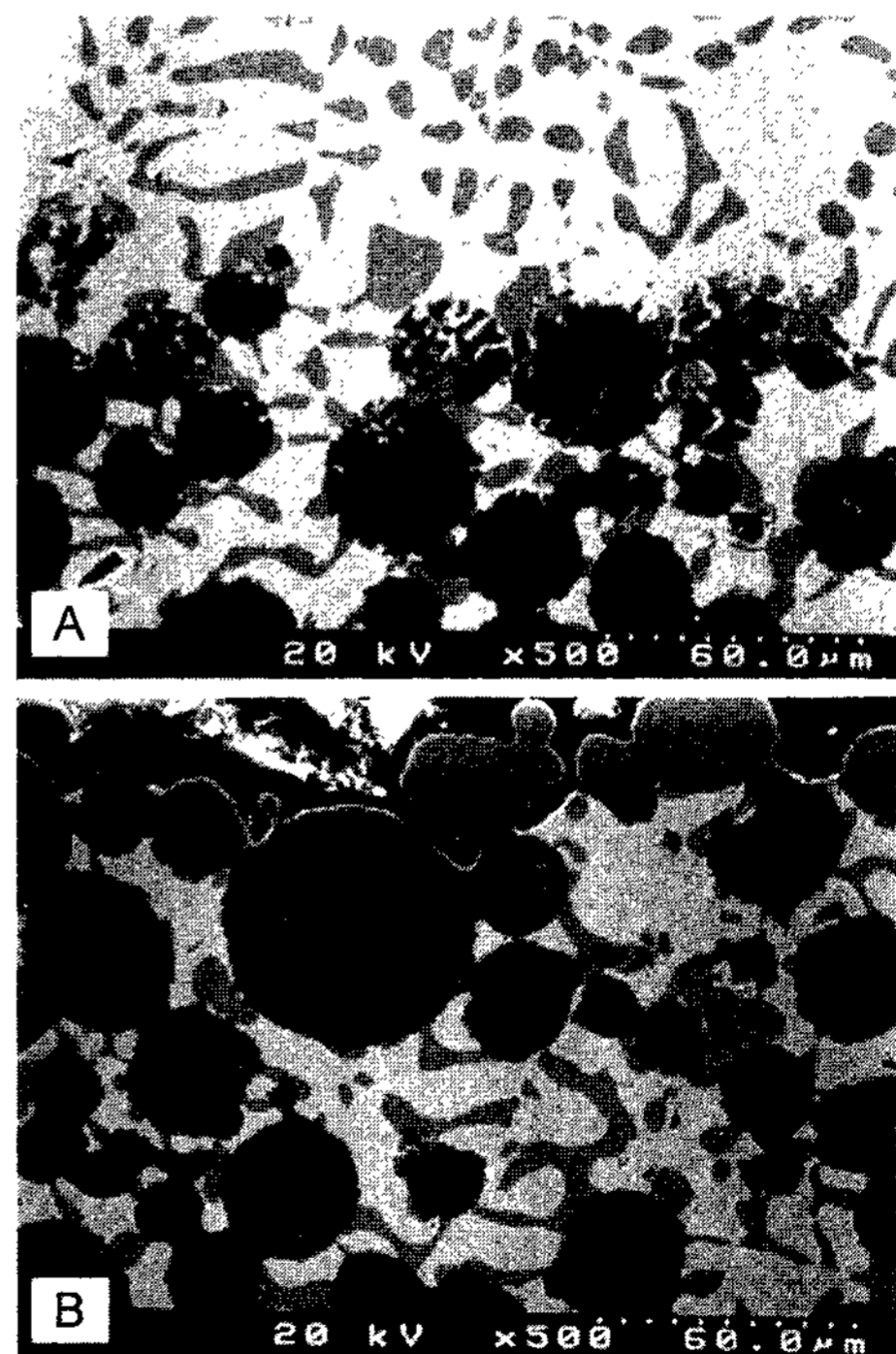


Fig. 5. (A) Microstructures of infiltration side of porous body and (B) opposite free surface of CFM.

는 침투체가 성형체와 접촉하지 않은 반대쪽의 복합조직을 나타낸다. 침투체는 외력을 가하지 않아도 다공

질 성형체의 반대편 자유표면까지 잘 침투되었음을 보여준다.

3.2 S10C/CFM/S10C 접합재의 진공 유도 브레이징

본 실험의 기본 개념인 CFM을 구성하는 기지에 의한 접합특성을 검토하기 위하여 상대 접합재로 시판용 S10C 환봉을 선택하였다. 이는 탄소강의 접합에 Ag-Cu 합금계가 널리 사용되 때문이다. 용탕 침투법으로 제조된 CFM을 9×9×5 mm 크기로 절단하고 열간 마운팅하여 9×9×1.1 mm 크기로 미세 절단하고 연마하여 두께 1.0 mm의 CFM 삽입금속을 준비하였다. 그리고 접합 상대재인 직경 10 mm인 환봉의 S10C는 길이 50 mm으로 절단하였다. CFM의 양면과 S10C 환봉의 접합계면은 #1200의 사포로 연마하고 아세톤으로 세척하였다. S10C 환봉과 CFM을 S10C/CFM/S10C 순서로 조립하였으며, 조립된 접합재의 양쪽 끝단은 원반상의 세라믹으로 지지하고 공압 실린더로 가볍게 가압한 상태에서 브레이징하였다. 이 때 접합부의 온도 제어를 위하여 CFM에 인접한 곳의 S10C 환봉 끝 부분에 CA 열전대를 점용접하였다. Fig. 6A는 본 실험에 사용된 진공 유도 브레이징 장치(vacuum induction brazing system)를 보여주며, Fig. 6B는 S10C/CFM/S10C 접합재의 조립 개략도이다.

S10C/CFM/S10C 접합재는 830°C, 진공도 6.5×10⁻⁵ torr에서 각각의 시험편을 1, 30, 및 60 sec 동안 브레이징하였다. 이때 브레이징 온도 830°C까지의 승온시간은 40sec 소요되었고, 주어진 브레이징 시간에 달하

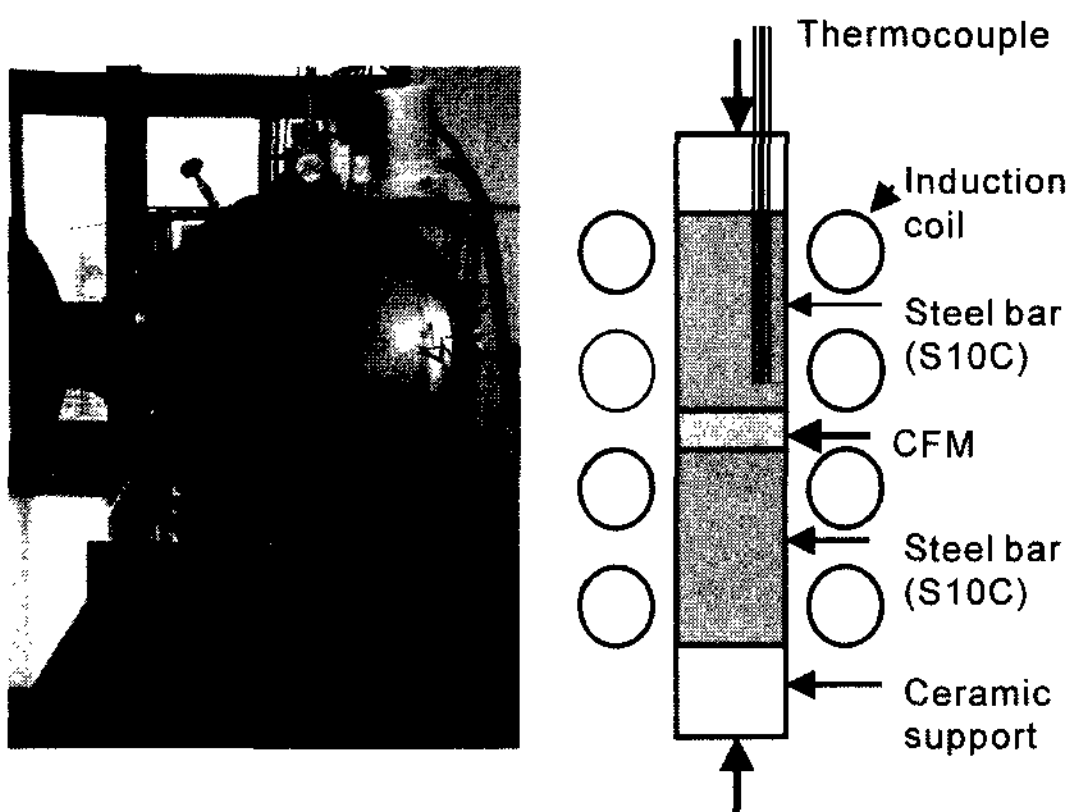


Fig. 6. (A) Vacuum induction brazing system and (B) schematic drawing of S10C joint assembly using composite filler metal (CFM)

면 전력을 차단하고 브레이징 챔버속에서 노냉하였다. Fig. 7은 브레이징 온도 830°C, 진공도 6.5×10⁻⁵ torr에서 30 sec 동안 유지하여 접합한 S10C/CFM/S10C 접합부의 대표적인 단면 미세조직을 보여준다. 여기서 두께 1.0 mm로 가공하여 삽입된 CFM의 두께와 미세조직은 변화하지 않았으며, 외부로부터 별도의 삽입금속 공급없이 CFM만으로 양호한 접합이 가능함을 볼 수 있다.

Fig. 8은 S10C/CFM의 틈새 간격에 따른 접합 계면 조직을 나타낸다. CFM/S10C의 틈새간격이 1µm 정도로 아주 좁은 Fig. 8A의 접합계면을 보면 CFM의 골격을 이루는 스테인리스강 분말입자와 S10C의 좁은 틈새로 브레이징 온도에서 재용융된 CFM의 기지인 Ag-28wt.%Cu 합금이 잘 흘러 들어가 양호한 접합조직을 보이고 있다. Fig. 8B는 CFM/S10C의 틈새간격이 10µm 정도로 넓은 경우이며, CFM의 기지로부터 공급된 Ag-28wt.%Cu 합금의 양호한 충전상태를 볼 수 있다. 그러나 Fig. 8C와 같이 CFM/S10C의 틈새간격이 20µm 정도로 넓어진 경우에는 미충전 기공이 관찰되었다. 이는 CFM의 기지로부터 공급될 수 있는 Ag-28wt.%Cu 합금의 양이 부족하였기 때문으로 여겨진다. 따라서 본 실험의 조건에서 CFM을 사용할 경우 접합틈새 10µm까지는 CFM을 구성하는 기지로부터 공급되는 접합금속으로 양호한 접합이 가능하였다.

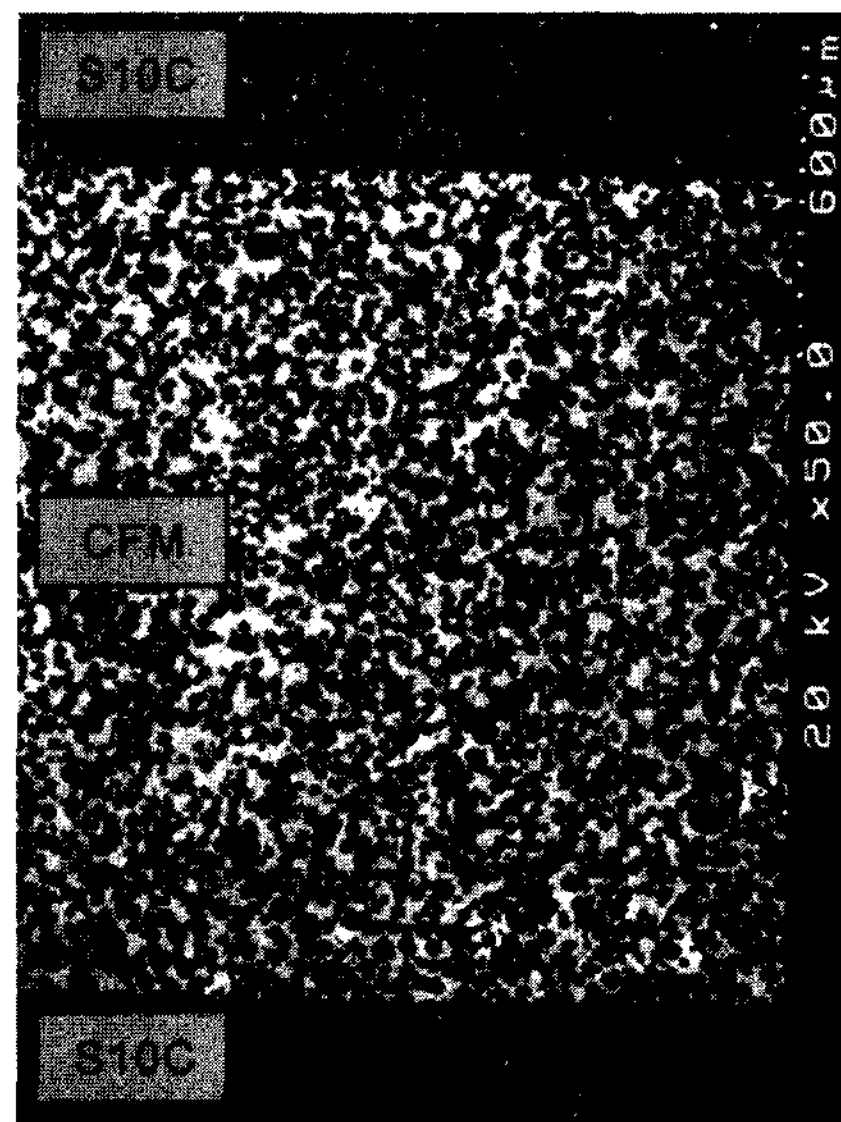


Fig. 7. Microstructure of vacuum induction brazed S10C/CFM/S10C joint.

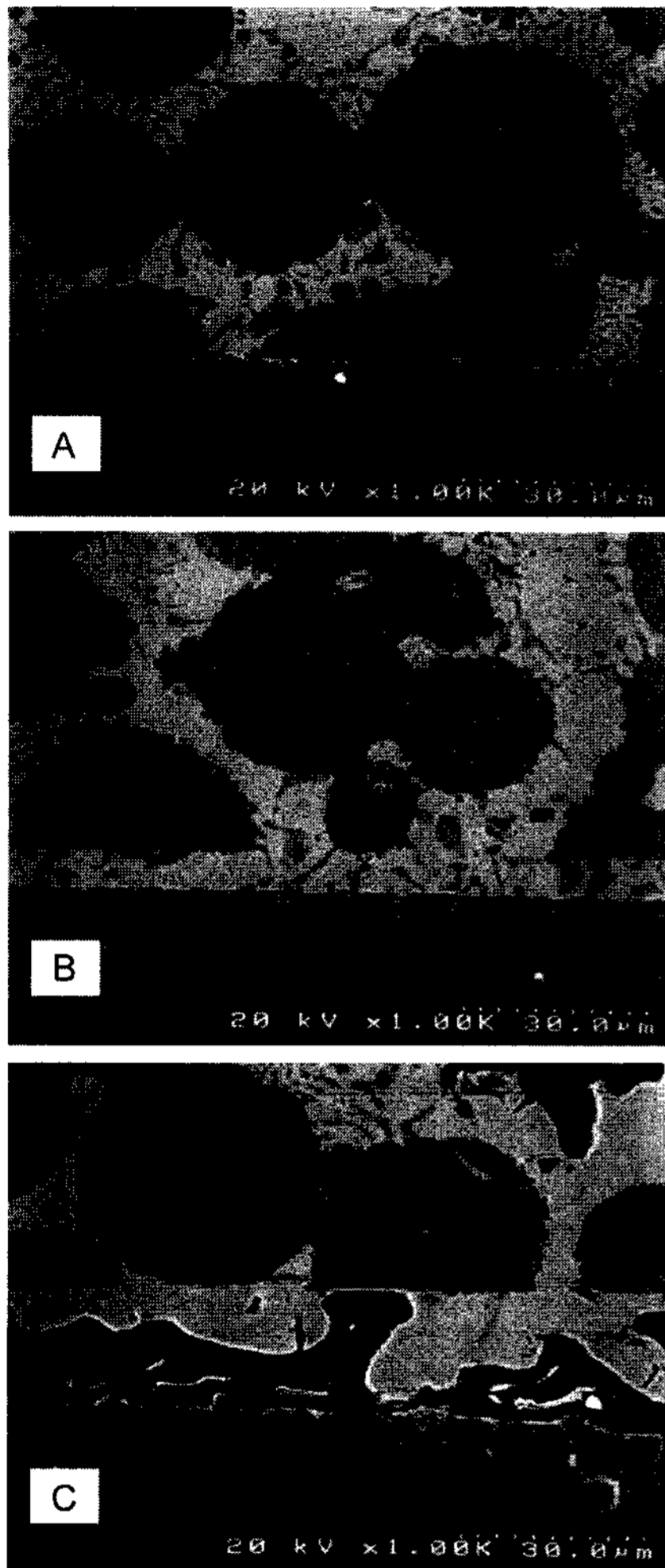


Fig. 8. Brazing morphologies at CFM/S10C interface with different clearance gaps.

3.3 인장시험과 파단형태

Fig. 9는 두께 1.0 mm인 CFM을 삽입한 S10C/CFM/S10C 접합재를 가공한 인장 시험편 모양을 나타낸다. 인장 시험편은 JIS Z 2201 14A 규격에 따라 가공하였으며, Instron 4204의 인장시험기를 사용하여 인장속도 1 mm/min 조건으로 시험하였다. 인장시험에 사용된 시험편은 접합온도 830°C, 진공도 6.5×10^{-5} torr에서 각각의 시험편을 1, 30, 60 sec 동안 브레이징하였다.

브레이징 시간이 30 sec 및 60 sec인 시험편의 경우에는 각각 39.8 kgf/mm² 및 34.2 kgf/mm²으로 높은 인장 강도값을 보였다. 이들 시험편의 인장 파단면은 Fig. 10A와 같이 삽입금속인 CFM의 자체에서 파단되

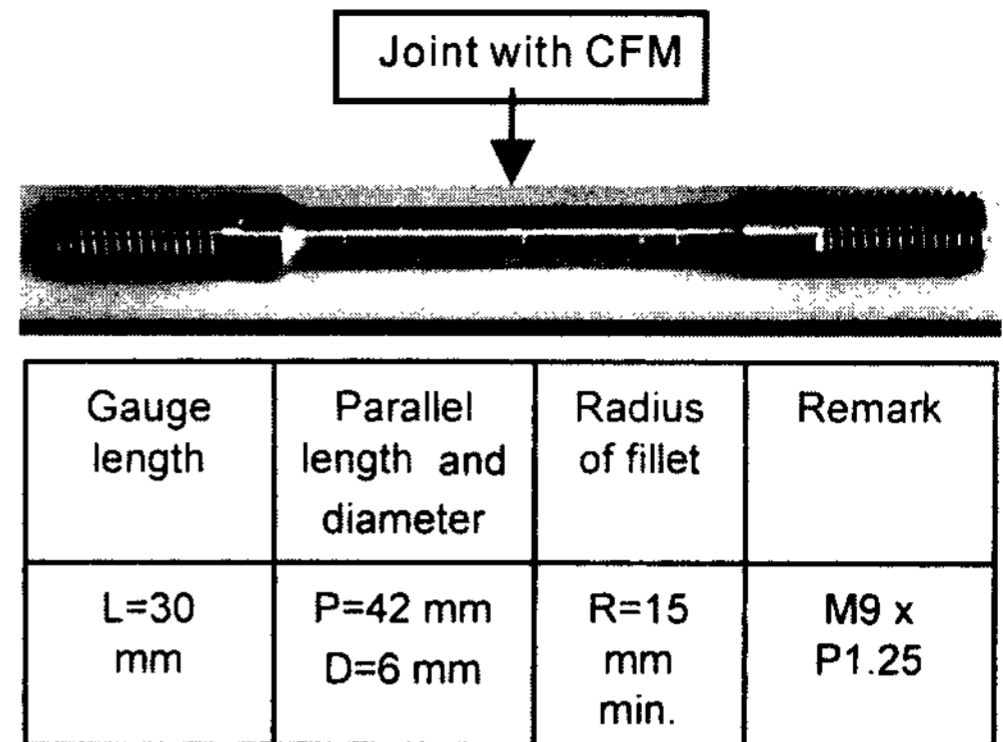


Fig. 9. Shape and dimensions of tensile test specimen for S10C/CFM/S10C joint

었으며, 기지가 연성파괴하는 전형적인 입자강화 MMC의 파단형태를 보였다. 한편 브레이징 시간 1 sec인 S10C/CFM/S10C 접합 시험편의 경우 인장강도는 15.7 kgf/mm² 수준으로 낮게 측정되었으며, Fig. 10B와 같이 S10C/CFM의 접합계면에서 파단되었고, 파단계면에는 미충전 기공들이 관찰되었다. 이는 접합온도에서의 유지시간이 짧아 CFM의 기지의 재용융으로 공급되어야 할 삽입금속의 부족에 기인한 것으로 여겨진다.

4. 결 론

선택적 레이저 소결법과 용탕 침투법으로 스테인리스 분말입자로 강화된 Ag-28%Cu 합금 기지 복합 삽입금속(CFM)을 제조하고, 진공 유도 브레이징된 S10C/CFM/S10C 접합부에 대한 접합특성을 검토한 결과는 다음과 같다.

1. 선택적 레이저 소결법으로 제조된 스테인리스 분말의 다공질 소결 성형체의 기공 면적율은 약 37.5%이었으며, 외력을 가하지 않고 용융상태의 Ag-28wt.%Cu 합금 침투제와 소결 성형체를 접촉시키는 방법으로 CFM을 제조할 수 있었다.
2. Ag-28wt.%Cu 합금의 침투제가 스테인리스 성형체의 기공을 통과할 때 성형체로부터 용출된 Fe, Ni 및 Cr 성분의 대부분은 CFM의 기지조직을 구성하는 흑색 편상의 Cu 고용체에 용입되었다. 그리고 액상의 침투제가 성형체와 장시간 접촉하면 스테인리스 분말 입자의 결정립계에 침투하는 현상이 관찰되었다.
3. 본 실험의 조건에서 S10C/CFM/S10C 접합재를 진공 유도 브레이징한 결과, 접합 전후의 CFM 두께변

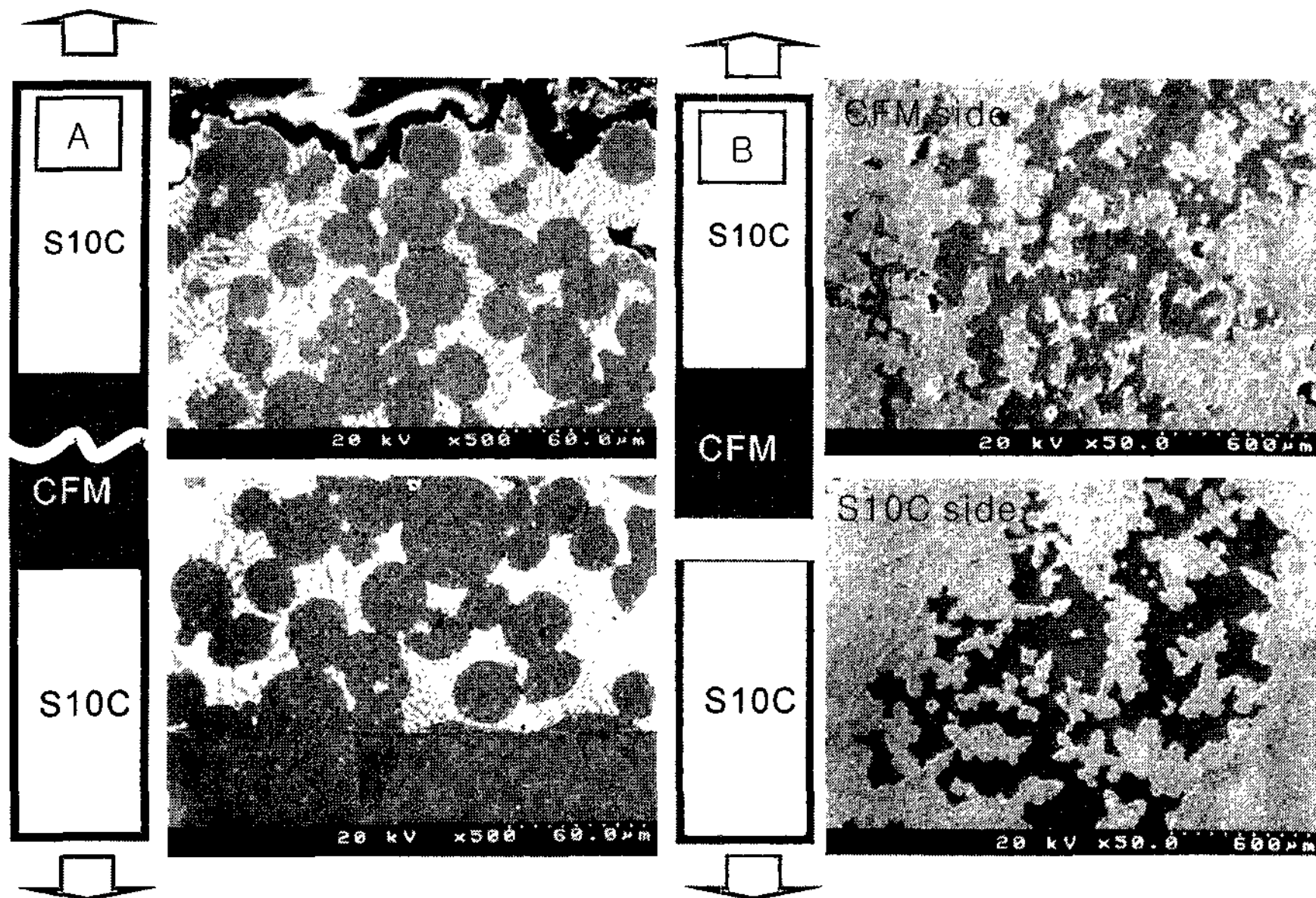


Fig. 10. (A) Cross-sectional microstructures of ductile fracture modes in CFM of S10C/CFM/S10C joint and (B) fracture appearance on CFM/S10C interface with large pore

화는 없었으며, S10C/CFM의 접합틈새 10 μm 까지 양호한 접합조직을 보였다. 한편 틈새 간격이 20 μm 정도로 넓어진 경우에는 CFM에서 공급되는 삽입금속의 부족에 의한 미충전 기공이 관찰되었다.

4. S10C/CFM/S10C 접합재를 인장시험한 결과, 복합 삽입금속인 CFM 자체에서 파단될 경우 30 kgf/mm² 수준 이상의 높은 인장강도를 나타내었다.

5. 이상의 결과로부터 접합전후 치수 변화가 없는 복잡 형상체의 CFM 제조 가능성은 입증되었다. 그러나 CFM/접합계면 틈새는 매우는데 필요한 삽입금속은 CFM을 구성하는 기지로부터 재용융 공급되어야 하는 양적인 제한성과 CFM의 기지의 재용융 유출에 기인하는 CFM 자체의 물성 저하를 개선하는 지속적인 연구가 필요하다.

후 기

이 논문은 2002년도 부경대학교 기성회 학술연구비에 의하여 연구되었으며, 이에 감사 드립니다.

참 고 문 헌

[1] Powder Technologies and Applications, "Infiltration", ASM Handbook, Vol. 7 (1998), 541-564

[2] A.Mortensen and J.A.Cornie : Metallurgical Transactions A, "On the Infiltration of Metal Matrix Composites", Vol. 18A (1987) 1160-1163.
 [3] E.R.Lumperkins, Jr. : Powder Metallurgy International, "A theoretical review of the copper infiltration of PM components", Vol. 17 (1985) 120-123.
 [4] W.B.Hillig : American ceramic Society Bulletin, "Making ceramic composites by melt infiltration", Vol.73 (1994) 56-62.
 [5] M.Schwartz : "Brazing: For the Engineering Technologist", Chapman & Hall, (1995) 8-55, 266-337, 381.
 [6] W.D.Zhuang and T.W.Eagar : Welding Journal, "High Temperature Brazing by Liquid Infiltration", (1997) 526s-531s.
 [7] Andrew Cullison : Welding Journal "Dissimilar Materials Joined by Brazing", (1999) 49-50.
 [8] Rapid prototyping technologies, www.atirapid.com/tech/sls.html.
 [9] Powder Technologies and Applications, "Powder Metallurgy Methods for Rapid Prototyping", ASM Handbook, Vol. 7. (1998) 426-436.
 [10] S.S.Dimov, et al : Assembly Automation, "Rapid tooling applications of the selective laser sintering process", Vol.21, No.4 (2001) 296-302.
 [11] Selective Laser Sintering System, www.3dsystems.com.
 [12] Welding : Brazing and Soldering, "Fundamentals of brazing", ASM Handbook, Vol. 6, (1993) 117-118.
 [13] Guide to materials: RapidSteel 2.0, DTM (1999).
 [14] K.Dalgarno and T.Stewart : Rapid Prototyping Journal, "Production tooling for polymer molding using the Rapid-Steel process", Vol.7 (2001) 173-179.