

論文

Al/SiC whisker 복합재료의 Compocasting 에
의한 제조 및 파괴 특성

이세영* · 임태원** · 한경섭***

Processing of Al/SiC Whisker Reinforced
Composites by Compocasting

Se-Young Lee, Tae-Won Lim and K.S. Han

ABSTRACT

This study deals with fabrication and microstructural analysis of metal matrix composites. SiC whisker reinforced Al 6061 composites have been fabricated by the modified compocasting technique. Effects of processing variables such as mixing temperature, stirring time, whisker weight fraction, etc. on mechanical properties and microstructure are examined. Particular attention is focused on optimizing processing variables under the open atmosphere.

Energy dissipating capacity of metal matrix composites slightly depends on heat treatment and fabrication conditions. But the interfaces and distribution of whiskers are more determining factor. Heat treatment shows negligible effect on impact energy and total impact energy of metal matrix composites is less than that of Al matrix itself. As whisker content increases, stiffness of metal matrix composites increases linearly. Impact energy does not vary greatly by the change of stirring time.

Metallurgical examination shows that whiskers are homogeneously distributed but there are some agglomerations. Fractography shows that global failure mode is brittle. As temperature increases, failure mode changes into ductile to some extent by matrix ductile transition. On the other hand, increase of whisker content leads to brittle failure. And the failure mechanism of discontinuous fiber composites is considered well coincident with other papers which suggest that cracks are initiated at the matrix cavity, agglomeration of whiskers, imperfect bonding sites and propagate through interfaces of matrix and reinforcement, stress concentration sites of matrix.

* 정회원, 포항공대 기계공학과

** 정회원, 뉴욕주립대학(버팔로) 기계항공공학과

*** 정회원, 포항공대 기계공학과 및 산업기술연구소

초 록

본 연구에서는 SiC whisker 보강 알루미늄 금속복합재료의 Compocasting에 의한 제조와 그에 따르는 제조상의 변수들이 물성치와 조직에 미치는 영향 및 파괴형태를 다루었다.

에너지 흡수능력은 whisker의 첨가량에 따라 변화하였고 열처리와 교반시간 등의 변화에 의해서 크게 영향을 받지 않았다. 한편 강성은 보강재 첨가량의 증가에 따라 선형적으로 증가하였다. 조직검사에서 whisker가 작은 agglomeration의 형태로 대체적으로 균질하게 분포함을 알 수 있었고, 파괴형태는 전반적으로 취성 파괴의 양상을 보였다.

1. 서 론

복합재료는 첨단 신소재의 하나로써 경량화를 추구하며 비강도, 비강성이 높아 우주, 항공분야에 널리 쓰이고 있으며, 그 응용 영역을 넓혀가고 있는 추세이다. 특히 금속복합재료는 고온에서의 물성이 높고 수분등에 대한 환경저항성이 좋고 내마모성이 좋아 플라스틱 복합재료로는 불가능했던 또 금속보다 훨씬 효율적으로 이용될 수 있는 자동차 부품, 비행기 구조, 우주산업, 스포츠, 레저 등 여러분야에 응용될 수 있다. 금속복합재료는 보강재의 형상에 따라 크게 장섬유 복합재료와 단섬유 복합재료로 나누어 질 수 있다. 장섬유 복합재료는 일반적인 금속복합재료의 장점을 가지고 있을 뿐만 아니라 양호한 directional property를 가지고 있다. 한편, 단섬유 복합재료는 장섬유의 경우보다 기계적 성질은 다소 떨어지지만 연신율, 가공성은 매우 우수하다.

지금까지 단섬유 금속복합재료의 제조공정에 대한 연구가 활발히 진행되고 있으며, 그중 분말야금법, squeeze casting, rheocasting, compocasting, spray casting 등은 기초적이고 널리 알려진 방법이다[1-3].

Compocasting은 완전히 용융된 금속을 liquidus temperature 이하까지 온도를 강하시키면서 기계적 교반을 통해 용융체 내에 반 고상화된 금속입자(α phase)가 생성되게 한 후, 보강재를 투입

하여 vortex와 고상화된 입자와의 전단효과에 의해 분산을 이루어 이를 주조하는 방법으로써, 제조원가가 저렴하고 대량생산에 적합한 장점이 있는 반면, 보강재의 편석(먼저 응고된 약 30-60 μ 정도의 α phase에 의해 보강재들이 interglobular region에 위치하여 생김)에 의한 기계적 성질의 저하, 보강재 첨가량의 제한, 그리고 교반시 교반기와 고상화된 금속입자에 의한 보강재의 파단등이 문제가 되고 있다[4-7].

본 연구에서는 compocasting의 단점을 보완하기 위하여 제조조건을 약간 달리하여 Al-SiC whisker 복합재료를 제조하였다. 이 제조방법(modified compocasting)에 의하면 보강재의 파단과 편석의 양을 줄일 수 있을 것으로 생각되어지는데, 이는 용탕의 온도를 상부는 반 고체상태, 하부는 완전 용융상태로 유지하면서 기계적 교반을 통하여 상부에서 분산되며 교반에 의해 지지와의 젖음이 일어난 보강재를 하부 용탕으로 다시 분산시켜 줌으로써 이루어질 수 있다. 한편 제조된 복합재료를 평가하기 위해 기계적 성질과 파괴형태에 관한 연구를 병행하여 실시하였다. 기계적 성질은 인장실험과 충격실험을 통하여 강성과 에너지 흡수능력에 대해 조사하였고, 파괴형태와 파괴기구는 SEM을 이용하여 제시하였다. 또한 상온에서 고온(300°C)까지의 온도변화에 의한 파괴형태와 충격에너지의 변화를 연구하였다.

2. 제조 및 실험 절차

Al/SiC whisker 복합재료의 제조절차는 다음과 같다.

- 1) SiC whisker(Table 1)를 수분 및 불순물을 제거하기 위하여 540°C에서 1시간동안 예열한다.
- 2) Al 6061 합금을 Fig. 1에 나타난 실험장치에서 용해시킨다.
- 3) 용해된 Al 6061 합금을 온도를 강하시키면서 교반을 통해 상부용탕은 약 630°C, 하부 용탕은 660°C로 유지하여 상부용탕 내에 반 고상화된 금속입자 생성되게 한 후 SiC whisker를 첨가하여 상호 전단효과에 의해 분산이 일어나게 한다. 이때 표면에 생성된 산화피막의 파손을 최소화 할 수 있도록 교반기를 용탕속에 적절히 위치시키고 교반속도를 whisker가 첨가됨에 따라 적절히 증가시키면서(400-600 rpm) slurry 상태를 계속 유지시킨다.
- 4) SiC whisker의 첨가가 끝난 후 첨가비율에 따라 5-10분간 교반을 계속한다.

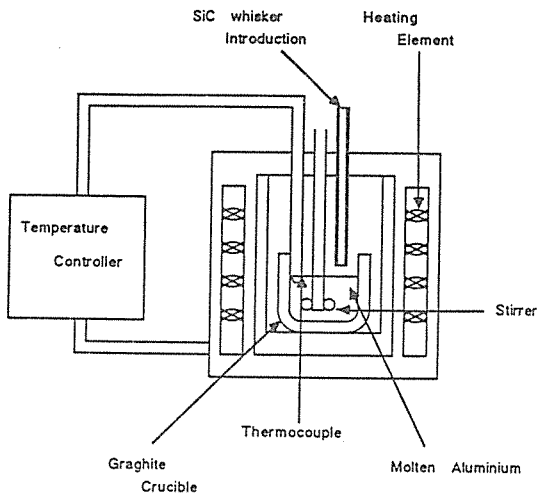


Fig. 1 Processing equipment for modified compocasting.

Table 1. Mechanical and physical properties of SiC whisker

Elastic modulus (GPa)	: 350-380
UTS (MPa)	: 5000-7000
Ductility (%)	: <1
Chemistry	: Stoichiometric SiC
Structure	: Beta phase (Cubic)
Impurity	: Less than 1000 ppm
Diameter	: 1-3 μ
Length	: 30-200 μ
Specific gravity	: 3.21

- 5) 교반을 통하여 SiC whisker의 적절한 분산을 이룬 후, 금형 주입시에 유동성을 좋게 하기 위하여 재가열한다.
- 6) 용탕내에 용해된 수소를 제거하기 위해서 질소가스를 이용해 탈가스작업을 한다.
- 7) 약 300°C의 온도로 예열된 금형에 위의 Al/SiC whisker 혼합물을 한번 더 교반하여(약 1분간) 주입한 후, 물에 담금질 시킨다.
- 8) T-6처리(540°C에서 4시간 동안 용체화 처리와 180°C에서 4시간 동안 시효처리)를 행한다.

한편 이상과 같은 과정을 통해 제작된 복합재료에 대한 Charpy 충격실험과 인장실험을 행하였다. Charpy 충격 실험 시편은 ASTM E23-82의 simple beam type A에 따라 제작하였고 notch를 넣지 않은 경우의 시편에 대해서도 충격실험을 행하였다. 고온실험은 각각 100°C, 200°C, 300°C에서 행하여졌는데, 이는 시편을 1시간 동안 각각의 온도에서 가열한 후 충격파단시켰다. 탄성율을 측정하기 위한 인장실험은 ASTM D3552-77의 shouldered specimen(gage length: 1 in, cross section diameter: 0.14 in)에 대해 상온 실험만이 행하여졌다. 제조된 금속복합재료의 조직과 파단면을 SEM(Hitachi 社 Model No. S-570)으로 관찰하였다. 조직내 whisker 분포를 좀 더 명확히 살펴보기 위하여 재료의 표면을 30% HCl 용액에 침하게 부식시켜 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. Al-SiC whisker 복합재료의 제조

본 연구에서 제안된 modified compocasting 은 고점성유체의 거동을 나타내는 Al 용탕의 상부에서 반 고상화된 금속입자와 보강재와의 전단효과에 의해서 whisker 의 적절한 분산이 일어나게 한 후 어느 정도 교반을 시켜 주면 금속기지와의 접합이 일어나서 agglomeration 의 양이 줄어들게 되며 이때 교반기를 움직여서 whisker 를 하부의 용탕속으로 확산시켜 줌으로써 파단을 줄여줌과 동시에 균질한 분산을 이룰 수 있게 된다. 이는 보강재가 먼저 응고된 α phase 사이에 존재함으로써 생기는 편석을 어느 정도 줄여줌과 동시에 교반시간을 조절함으로써 계면생성물의 발생정도를 기계적 성질을 향상시키는 방향으로 이끌 수 있다(SiC whisker 를 용융 알루미늄속에 약 15분간 유지시켰을 때 반응이 일어난 두께가 약 3μ 정도인 것으로 나타나 있다.)[8]. Fig. 2에 modified compocasting에 의해 제조된 금속복합재료의 조직사진이 나타나 있다. 알루미늄 기지속에 있는 SiC whisker 의 분포상태를 알 수 있는데 전체적으로 작은 agglomeration 의 형태로 분포하고 있는 것이 보인다. 이는 2차가공을 통해서 SiC whisker 의 분포와 조직내 결합을 개선시킬 수 있을 것이다.

대기중에서 본 실험을 통해 제조된 Al/SiC whisker 복합재료는 whisker 의 첨가 한계량이 약 9% 정도였는데 이는 용탕의 양이 적어서 교반중 생기는 산화피막의 파손과 금속용탕의 고상화 정도가 빠르기 때문에 전체 혼합물의 교반기를 통한 분산에 문제가 발생하기 때문이다. 한편 whisker 의 첨가량이 많지 않을 경우에도 agglomeration 의 발생이 보이는데, 이는 기계적 교반을 통해 어느 정도 줄일 수 있다. 하지만 교반시간만의 증가는 whisker 의 파단과 계면생성물 및 산화물의 생성량을 증대시킴으로 인해 기계적 성질을 저하시키게 된다. 따라서 이는 보강재를 질소가스의 분위기를 통해서 투입시키면 보강재의 사전 튀임도 막아주고 투입시 보강재

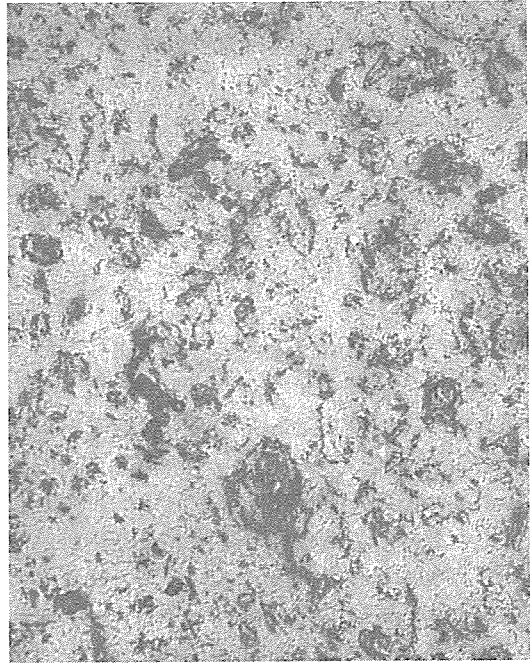


Fig. 2 Microstructure of Al/6 w/o SiC MMC.

와 함께 용탕으로 들어가는 공기의 양도 최소화시킴으로써, 혹은 lithium 이나 Mg 등의 젖음성을 향상시키는 용재를 금속기내에 적당량 투입하거나 Ni, Cu 등을 표면에 코팅하여 금속기지와의 젖음성을 좋게 함으로써 보완할 수 있을 것이다.

일반적으로 상용의 compocasting에서는 교반시 보강재의 파단과 보강재가 먼저 응고된 α phase 의 interglobular region 에 위치하게 되나, modified compocasting에서는 이를 줄일 수 있을 뿐만 아니라 혼합물의 유동성이 향상되므로 대기하에서 적절한 제조방법으로 생각되어 진다.

3.2. Al/SiC whisker 복합재료의 기계적 성질

일반적으로 세라믹 보강 금속복합재료는 상온 및 고온에서의 강성 및 강도가 증가하는 반면 세라믹 섬유유의 낮은 연신율과 높은 강성이 금속기지의 유동

을 제한하기 때문에 취성파괴의 양상을 나타낸다 [9-10]. SiC whisker의 첨가량에 따라 금속복합재료의 충격에너지가 변화하는 관계가 unnotched specimen의 경우에 대해 Fig. 3에 나타나 있다. T-6 열처리의 경우와 열처리 하지 않은 경우 공히 보강재의 첨가량이 증가함에 따라 충격에너지가 감소하였다. 이는 금속복합재료의 경우는 보강재와 금속기지사이의 계면, whisker의 agglomeration 지역등이 precrack site로 작용하여 파괴 변형율을 감소시키는 반면 Al 합금의 경우에는 충격에 의한 파단시까지 시편의 전체적인 변형이 충격에너지를 증가시키기 때문인 것으로 사료된다. 한편, 열처리가 충격에너지의 변화에 미치는 정도는 거의 없는 것을 알 수 있는데, 이는 열처리에 의한 석출경화에 의해 금속기지가 약간의 취성전이를 나타내게 되지만, 전체 파괴형태의 변화에는 보강재의 접합과 분산등이 주된 변수로 작용하게 되기 때문에 큰 영향을 미치지 못하는 것으로 생각된다.

Fig. 4는 충격에너지와 교반시간과의 관계를 보

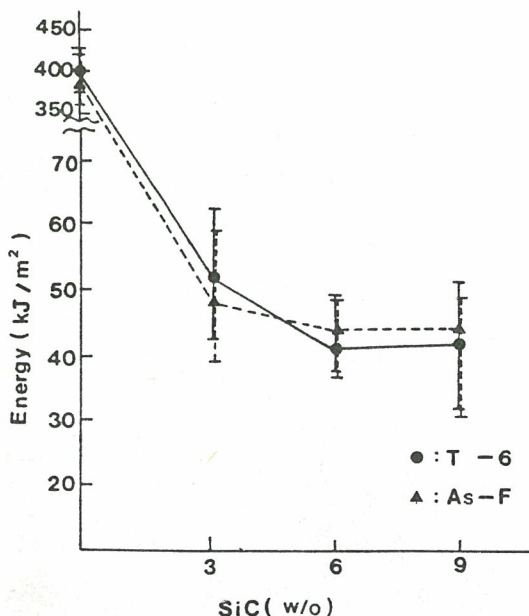


Fig. 3 Effects of weight fractions of whiskers on impact energy.

여주고 있다. whisker 첨가량이 증가함에 따라 교반시간을 길게 했다. 각 경우 공히 교반시간의 변화에 따라 whisker의 분산 및 파단, 계면생성물과 산화물의 발생 등에 의해 충격에너지가 변화하게 되는데 이는 또한 파괴형태의 변화의 주된 요인이다. 몇몇 시편들은 평균값보다 2배정도 높은 값을 보이는 경우도 있는데, 이는 파괴분석을 통해 matrix cracking, fiber pull-out, fiber debonding 등 crack 전파에너지를 증가시키는 파괴기구에 의한 것이라 생각되었다. 실험온도가 충격에너지 변화에 미치는 영향이 Fig. 5에 나타나 있다. 또한 각각의 온도에서의 평균값에 대해 시편에 따른 분산정도를 알 수 있다. 이로부터 온도가 증가함에 따라 금속기지가 연성변화를 하므로 충격에너지가 약간씩 증가함을 볼 수가 있다. SiC whisker 첨가에 의해 복합재료의 강성은 선형적으로 증가한다. 이에 대한 실험치와 이론치[11, 12]와의 비교가 Table 2에 나타나 있다. 여기서 계산치는 whisker가 3차원적으로 무질서한 배열을 하고 있는 경우에 대한 것이므로, 본 Al/SiC whisker 복합재료는 거의 그와 같은 배

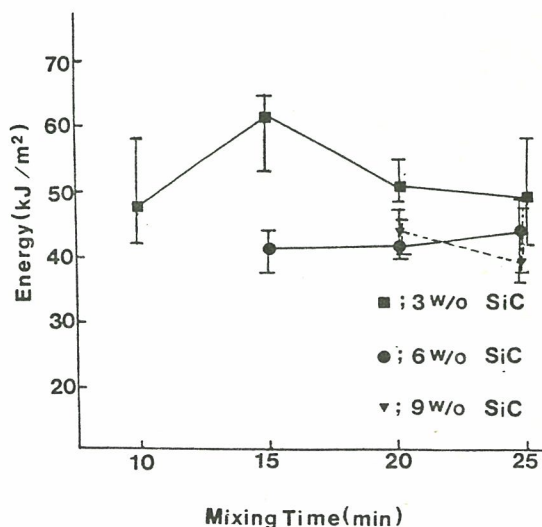


Fig. 4 Effect of stirring time on impact energy.

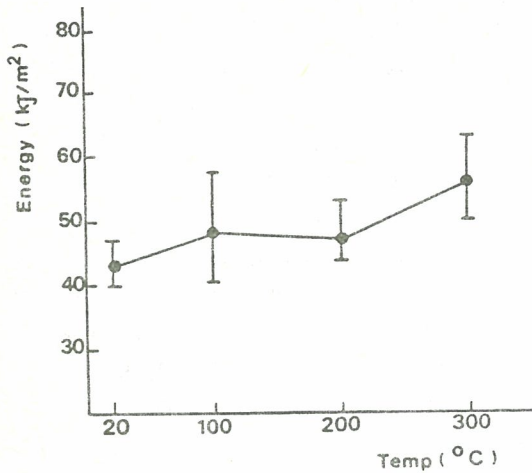


Fig. 5 Effects of testing temperature on impact energy (6w/o SiC).

Table 2. Comparison of stiffness between experimental and theoretical values

Experimental data		Theoretical values	
Al606 T6	69 GPa		
3 w/o Al/SiC	73 GPa	74.85 GPa	
6 w/o Al/SiC	78 GPa	80.7 GPa	
9 w/o Al/SiC	80 GPa	86.5 GPa	

열을 하고 있다고 생각되어진다. 이는 SEM을 통해서도 확인되었다.

3. 3. Al/SiC whisker 복합재료의 파괴 분석

일반적으로 단섬유 금속복합재료에서 문제시 되고 있는 낮은 충격인성 (impact toughness)은 파괴 형태와 파괴기구에 의해 유추 해석할 수 있다. 이는 충격시험의 파단면을 전자현미경을 통해 조사함으로써 이루어졌다. Fig. 6은 Al/SiC whisker 복합재료의 전형적인 파단면 사진이다. 여기서 전반적으로는 취성파괴, 보강재 부근에서의 취성파괴와

(Fig. 7-(b)의 확대사진에 잘 나타나 있다.) 약간의 국부적인 금속기지의 연성파괴형태를 가진다는 것을 알 수 있다.

Fig. 7은 crack 전파의 경향을 보여주고 있는데 (a)는 crack이 전파하다 whisker와 matrix의 결합력이 좋은 밀집지역에서 whisker의 pullout, 즉 crack이 계면생성물과 금속기지의 계면을 통해 진행되는 것으로 생각되고, (b)는 2차 crack의 양상을 나타내고 있는데 이는 crack이 전파하다 조직 내의 tough region에서 재차 생성된 crack이 whisker의 끝부분을 통해서 전파하는 것으로 생각되어지고, 취성파괴의 양상을 나타내고 있다.

Crack의 전파시 나타나는 whisker pullout은 계면생성물과 matrix의 계면을 통해 진행되는 경우와 whisker와 matrix의 계면을 통해 진행되는 경우가 있는데, Fig. 8에 이의 양상이 나타나 있다. 금속기지의 온도가 증가함에 따라 연성전이 (ductile transition)를 하게 된다. 단섬유 금속복합재료에서도 whisker의 분산이 좋지 않은 금속기지만이 존재

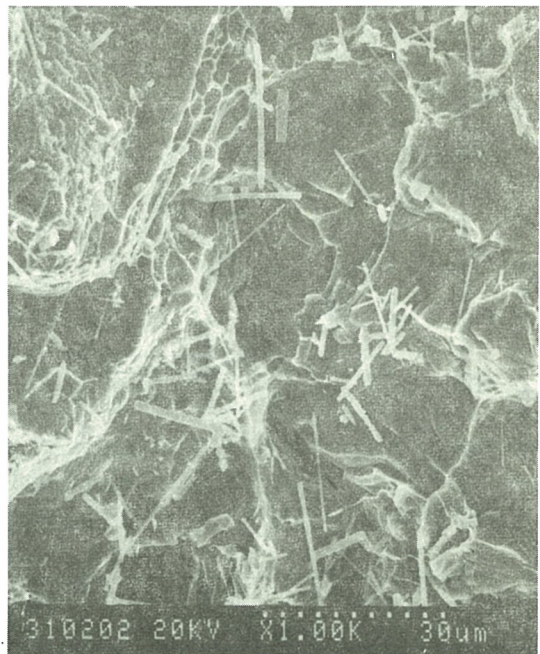


Fig. 6 General fracture surface of Al/SiC MMC.



(a) Propagation along interfaces between interfacial compounds and matrix

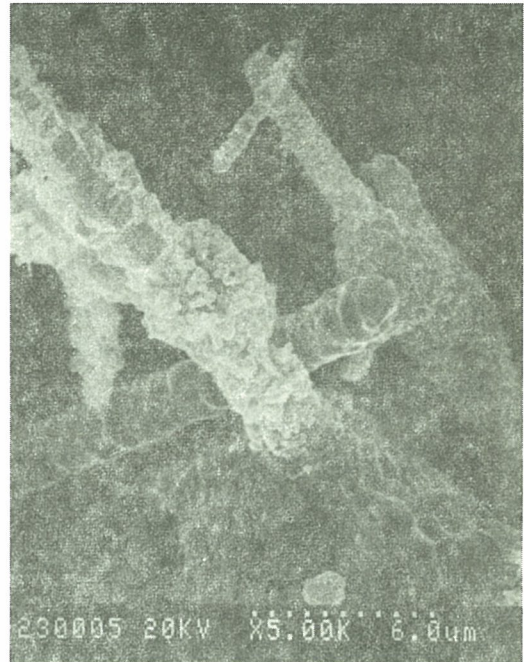
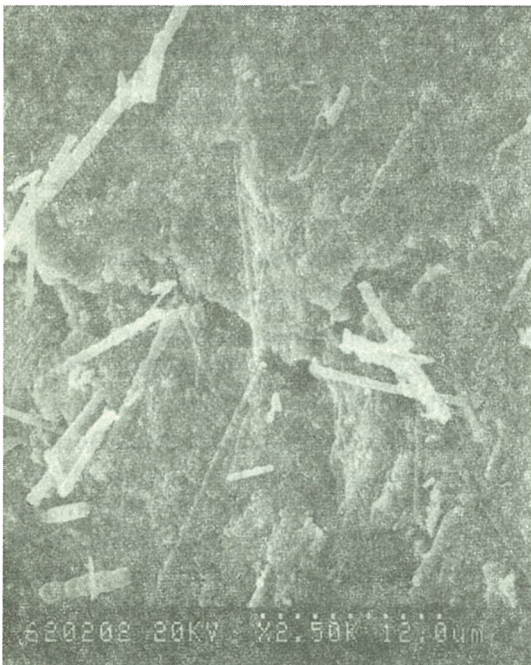


Fig. 8 Whisker pullout phenomena.



(b) Propagation along ends of whiskers

Fig. 7 Trends of crack propagation of Al/SiC MMC.

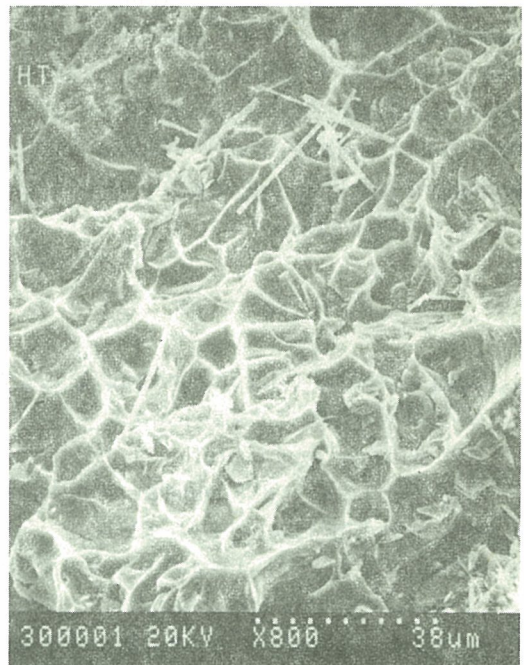


Fig. 9 Fracture surface of Al/SiC MMC at high temperatures.

하는 영역에서는 dimple의 깊이, 발생량 등이 많아 지는데 이 경우가 Fig. 9에 나타나 있다. 이상에서 SEM을 통해 파단면을 관찰한 결과 파괴기구는 다음과 같이 요약될 수 있다.

- 1) crack은 제조시 생기는 금속기지의 cavity[13], 보강재의 agglomeration 부분, 보강재의 끝부분 등에서 생성되기 시작한다.
- 2) 응력집중이 심한부분, 보강재와 금속기지의 계면, 계면생성물과 금속기지의 계면을 따라, 그리고 이미 생성된 matrix crack들을 서로 연결시키는 방향으로 전파한다.
- 3) crack이 전파함에 따라 파괴응력이 감소하여 급작스런 파괴가 일어난다.

한편 고온에서는 금속기지내의 dimple이 깊어지고 국부화된 연성정도가 증가하나 이는 whisker가 전혀 없는 부분에서만 나타나는 양상이므로 파괴기구는 상온에서의 경우와 근본적으로 유사하다. 이것은 온도의 증가가 금속기지의 연성화를 촉진시키지만 보강재가 소성유동을 제한하므로 전체적인 파괴형태에는 큰 변화가 없는 것에 기인한다. 그러므로 단섬유 금속복합재료의 충격인성(impact toughness)을 증진시키기 위해서는 whisker의 고른 분산에 의한 조직내 결함의 감소와 제조조건에 따른 계면생성물의 양과 교반속도와 냉각속도의 조절을 통한 조직의 미세화를 통하여 whisker pullout, secondary cracking 등을 유도하면 이룰 수 있을 것으로 생각된다[14].

4. 결 론

- 1) Open system 하에서 compocasting을 이용한 Al/SiC whisker 복합재료의 제조를 통해서 약간의 whisker agglomeration이 보이기는 하지만 대체적으로 건전한 whisker의 분산과 파단이 적은 복합재료를 얻을 수 있었다.
- 2) Whisker의 첨가량이 변화할 경우에 충격에너지의 변화는 보강재에 의해 지배되지만, 온도변화의 경우에는 금속기지의 연성전이에 의해서 좌우된다.
- 3) Stiffness는 보강재의 첨가량이 증가함에 따라 선형적으로 증가한다.

- 4) 파괴형태는 전반적으로 취성파괴를 보이거나 국부적인 금속기지의 연성파괴도 보인다.
- 5) Crack은 제조시 생기는 금속기지내의 cavity, 보강재의 agglomeration, 불완전한 bonding 부분 등에서 생성되어 보강재, 혹은 계면생성물과 금속기지와의 계면, 응력집중이 심한 금속기지 등을 통해 전파한다.

참 고 문 헌

1. A.P. Divecha, S.G. Fishman, and S.D. Karmarkar, 1981, "Silicon Carbide Reinforced Aluminum-A Formable Composite", J. of Metals, Sept., pp.12-17.
2. T.W. Chou, A. Kelly, and A. Okura, 1985, "Fiber-Reinforced Metal Matrix Composites", Composites, Vol. 16, No. 3, July, pp.187-206.
3. F.A. Girot, J.M. Quenisset, and R. Naslain, 1987, "Discontinuously Reinforced Aluminum Matrix Composites", Composites Science and Technology, 30, pp.155-184.
4. Deonath, R.T. Bhat, and P.K. Rohatgi, 1980, "Preparation of Cast Aluminum Alloy-Mica Particle Composites", J. of Materials Science, 15, pp.1241-1251.
5. M.K. Surappa and P.K. Rohatgi, 1981, "Preparation and Properties of Cast Aluminum-Ceramic Particle Composites", J. of Materials Science, 16, pp.983-993.
6. B.F. Quigley, G.J. Abbaschian, R. Wunderlin, and R. Mehrabian, 1982, "A Method for Preparation of Aluminum-Alumina Composites", Metallurgical Transaction A, Vol. 13A, Jan., pp.93-100.
7. F.M. Hosking, F. Folgar Portillo, R. Wunderlin, and R. Mehrabian, 1982, "Composites of Aluminum Alloys: Fabrication and Wear Behavior", J. of Materials Science, 17, pp.477-498.
8. J.E. Restall, A. Burwood-Smith, and K.F. Walles, 1970, Metals Mater., Vol. 4, pp.467-473.

9. K.M. Prewo, 1972, "The Charpy Impact Energy of Boron-Aluminum", J. of Composite Materials, Vol. 6, Oct., pp.442-456.
 10. C.M. Friend and A.C. Nixon, 1988, "Impact Response of Short-Alumina Fiber/Aluminum Alloy Metal Metrix Composites", J. of Materials Science, 23, pp.1967-1973.
 11. T. Lim and K.S. Han, 1989, "The Effective Stiffness of The Random Fiber Composites", to be published, ICCM-VII, Beijing, China
 12. R.M. Christensen and F.M. Waals, 1972, "Effective Stiffness of Randomly Oriented Fiber Composites", J. of Composite Materials, Vol. 6, Oct., p.518.
 13. A. Kohyama, N. Igata, Y. Imai, Teranishi, and T. Ishikawa, 1985, "Microstructures and Mechanical Properties of Silicon Carbide Fiber Reinforced Aluminum Composite Materials and Their Preform Wires", ICCM-V, Edited by W.C. Harrigan, Jr., J. Strife and A.K. Dhingra, Metallurgical Society of AIME, Warrendale, PA, pp.609-621.
 14. F.A. Girot, L. Albingre, J.M. Quenisset and R. Naslain, 1987, "Rheocasting Al Matrix Composites", J. of Metals, Nov., pp.18-21.
-