

論文

분말야금법에 의한 Al-SiCw 복합재료의 제조연구

김영환* · 이성학* · 이두영* · 한경섭**

Fabrication of Al-SiCw Composites by a P/M Process

Y.H. Kim*, S. Lee*, D.Y. Lee* and K.S. Han**

ABSTRACT

This paper investigates a powder metallurgy process to establish a fabrication method for high performance Al-SiCw composites. Rapidly solidified 2024 Al powders produced commercially by atomization and SiC whiskers produced from rice hulls were used in this study. The size and the size distribution of the as-received 2024 Al powders were found to be inadequate for homogeneously mixing Al powders and SiC whiskers. Therefore, sieving and sedimentation techniques were employed to reduce the size and the size distribution of 2024 Al powders. It was also found that a combined ultrasonic/mechanical mixing technique gives the best results on homogeneous mixing of 2024 Al powders and SiC whiskers. Finally, process variables of vacuum hot pressing were studied to consolidate Al-SiCw mixtures into Al-SiCw composite billets. Using the vacuum hot pressing conditions of 620°C, 50 Mpa and 10^{-5} torr, we can obtain good quality Al-SiCw composite billets having relatively homogeneous microstructures and sound Al/SiC interfacial bondings.

초 록

본 연구에서는 고품위 Al-SiCw 복합재료 제조공정을 확립하기 위하여 분말야금법에 의한 제조 공정 실험을 실시하였다. Atomization을 사용하여 급냉 응고법으로 제조된 2024 Al 분말과 쌀겨로부터 추출된 SiC 휘스커를 구입하여 혼합공정과 성형공정을 중점적으로 연구하였다. 2024 Al 분말의 특성분석 결과 as-received 상태에서는 분말의 입도가 너무 조대하고 입도 분포도 넓어서 SiCw와 균일한 혼합을 이루는데 부적절하다고 판단되었다. 따라서 sieving과 sedimentation의 분리공정을 거쳐 미세하고 좁은 입도분포의 합금 분말을 얻어 복합재료의 제조에 사용하였다. 또한

* 정회원, 포항공과대학 재료·금속공학과

** 정회원, 포항공과대학 기계공학과

Al-SiCw 복합재료의 billet 을 성형하기 위하여 vacuum hot press 성형조건에 영향을 분석하였다. 10^{-5} torr 의 진공하에서 620°C의 성형온도와 50MPa의 성형압을 사용할 때 잔류 기공이 거의 없고, 조밀한 Al-SiCw billet 을 얻을 수 있었으며, 성형된 billet 의 미세조직도 비교적 균일하였고 Al/SiCw 계면도 양호한 결합을 보였다.

1. 서 론

첨단 신소재의 하나인 복합재료는 비강도, 비강성이 높을뿐 아니라 재료의 경량화를 이룰 수 있어서 우주항공 분야를 중심으로 그 응용 영역을 넓혀가고 있다. 특히 금속 복합재료는 고분자 복합재료에 비하여 고온 물성과 내마모성이 우수하고, 수분 등에 대한 environment resistivity 가 우수하다는 장점으로 우주항공산업 뿐 아니라 자동차 부품, 스포츠 레저용품까지 다양한 응용이 기대되고 있다.

금속복합재료중 Al-SiCw(SiC whisker) 복합재료는 전술한 바와 같이 우수한 비강도, 비강성, 고온 기계적 성질을 가지면서도 부품 성형가공이 용이하여 공업적으로 그 중요성을 크게 인정받고 있다. 이 Al-SiCw 복합재료의 기계적 성질은 그 제조방법과 공정변수에 따라서 크게 영향을 받기 때문에 고품위의 복합재료를 저렴한 생산단가로 제조하기 위해서는 이들 제조방법에 대한 보다 체계적인 연구가 필요하다.

최근 분말야금 방법으로 제조한 Al-SiCw 복합재료의 제조공정과 물성의 향상에 관해 많은 관심이 집중되고 있는데[1-11], 이는 분말야금 방법이 주조 방법에 비해 훨씬 우수한 물성을 갖는 복합재료를 제조할 수 있는 방법이기 때문이다. Compocasting 이나 squeeze casting 과 같은 주조방법에서는 제조방법이 간단하고 비교적 짧은 공정으로 near-net-shape 으로 제조할 수 있는 장점이 있는 반면, 액상 기지금속과 휘스커간의 wettability 문제, 휘스커 계면의 손상, 높은 제조온도로 인한 계면반응층의 생성, 주조결합, 액상기지 금속내에서 휘스커의 응집현상과 같은 단점을 가지고 있다. 이에 비하여 분말야금 방법은 비교적 제조공정이 복잡하지만 급냉 응고로 제조된 금속 분말을 사용하여 기지금속의 미세조직이 급냉 응고에 의한 장점을 가지며, 금속 분말과 휘스커의 균일한 혼합이 용이하고, 제조온도

가 비교적 낮아 계면 석출물의 생성 가능성이 적다는 장점으로 고품위 금속 복합재료의 제조에 적합한 방법이다.

Fig. 1에 Al-SiCw 복합재료의 분말야금 제조공정을 간략히 나타내었다. Al-SiCw 복합재료의 분말야금 제조기술의 확보를 위해서는 상세한 공정절차 및 공정변수가 복합재료의 물성에 미치는 영향에 대한 다각적인 연구가 이루어져야 하며, 이를 토대로 복합재료의 제조공정을 최적화해야 한다. 즉, 분말야금을 통한 Al-SiCw 복합재료의 제조에 있어서는 원료 분말의 표면에 존재하는 산화물 층의 재분산 문제, 기지금속과 휘스커간의 계면반응을 최소화하는 문제, 보다 균일한 휘스커의 분포를 얻는 문제, 그리고 제조공정중 휘스커의 손상을 최소화하는 문제 등의 해결이 공정 최적화에 고려되어야 하며, 이를 통해 보다 고품위 Al-SiCw 복합재료를 제조할 수 있을 것이다.

따라서 본 연구에서는 금속분말과 SiC 휘스커의 혼합공정, vacuum hot pressing 을 통한 복합재료 billet 의 제조공정 등 각 공정단계에서의 공정변수가 복합재료의 미세조직과 물성에 미치는 영향을 분석하여 이들 공정변수를 최적화하고자 하였다.

2. 실험방법

2-1. Al 합금 분말과 SiC 휘스커의 특성 조사

본 연구에 사용한 2024 Al 분말은 한국비철분말(주)에서 atomizing 방법으로 제조한 급냉응고 분말이었다. 먼저 SEM 을 이용하여 분말의 형태와 분말 표면을 관찰하였고, 혼합에 사용할 분말을 분리하기 위하여 rotation-tapping type 의 sieve shaker 를 사용하여 -350, -400 mesh 로 sieving 하였으며, 조대한 분말의 효과적인 제거를 위해 sed-

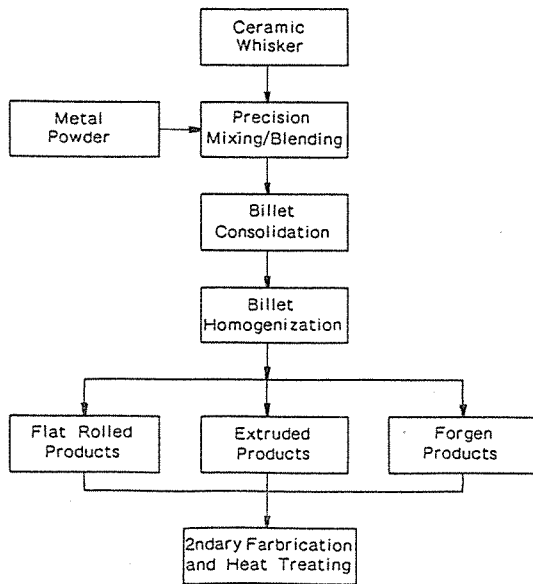


Fig. 1 P/M fabrication process of SiC whisker reinforced metal matrix composites.

imentation에 의한 입자 분리실험을 행하였다.

Sedimentation에서는 ethanol 용매 중에 약 14 vol. %의 Al 분말을 첨가한 후 ultrasonic mixer를 사용하여 suspension 상태로 만들고, 이를 settling하여 큰 입자들이 침적되도록 한 후, 잔류 suspension을 분리 여과하여 미세한 분말을 cake 상태로 얻었다. 이들을 다시 약 30분간 진공흡인한 후 건조기에서 120°C의 온도로 1시간 동안 가열하여 잔류용매와 수분을 제거하였다. 이렇게 준비된 Al 합금 분말은 laser scattering 방법을 이용한 granulometer를 사용하여 평균 분말입도, 입도분포, 비표면적을 측정하였다.

입도분석은 as-received 상태의 분말과 sieving한 분말, 그리고 sedimentation 방법으로 분리한 분말에 대해 실시하여 각 분리과정에서의 분말입도를 비교하였다.

SiC 휘스커는 American Matrix 사, Tateho 사, Textron 사의 제품을 비교 분석하였다. 우선 휘스커의 길이와 aspect ratio를 조사하기 위하여 이들을 용매 중에 분산시킨 후 유리판 위에 정착시

켜 휘스커들이 유리판 위에 평행하게 배열되도록 한 후, 길이분포와 형태를 SEM으로 관찰하였다. 휘스커의 길이 측정에는 5 μ m 이하의 길이를 갖는 particulate들은 제외하였다.

2-2. Al 합금 분말과 SiC 휘스커의 혼합

혼합공정은 다음과 같이 두가지로 나누어서 조사하였고, Fig. 1에 이들 각 공정을 개략적으로 나타내었다. 첫째, 초음파 분산에 의한 혼합에서는 SiC 휘스커를 먼저 ethanol 용매 중에 첨가한 후, 이를 ultrasonic mixer를 이용하여 충분히 deagglomeration하였다. 그 후 Al 분말을 서서히 첨가하면서 초음파 분산을 계속하여 각 성분이 균일하게 혼합되도록 하였다. 이때 Al 분말과 휘스커의 용매 중에서의 부피 분율은 초음파 분산중 침적이 일어나지 않는 조건에서 정하였다. 혼합된 분산액을 여과하여 cake 상태의 혼합체를 얻고, 이를 vacuum aspiration과 150°C에서 1시간 동안 건조처리하여 최종 혼합체를 얻었다.

둘째, 분산후 교반에 의한 혼합에서는 SiC 휘스커를 먼저 초음파 분산으로 충분히 deagglomeration시킨 후 이에 Al 분말을 점차적으로 첨가하면서 기계적인 교반을 행하였다. 이 경우에는 전술한 초음파 분산방법에서와는 달리 용매 ethanol의 양을 휘스커의 deagglomeration에 적합한 양만으로 한정하였으므로, 분산액의 농도가 초음파 분산에서 보다 훨씬 낮았으며, 혼합 초기에는 묽은 suspension 상태였다가 혼합을 진행하면서 점차 slurry 상태로 변화하도록 하여 휘스커와 Al 분말의 크기 차이로 인한 여과중의 재분리 현상을 억제하였다. 혼합된 slurry는 초음파 분산방법에서와 같이 vacuum aspiration과 건조처리를 하였다.

이들 두가지 혼합방법에 있어서 혼합 효과에 미치는 Al 분말 및 휘스커 특성의 영향을 조사하였고, 특히 Al 분말입도의 영향을 분석하여 복합재료의 제조에 적합한 Al 분말입도를 제시하였다. 또한, 각 방법으로 제조된 혼합체의 혼합상태를 조사하기 위하여 혼합체를 cold compaction하기 전의 상태와 한 후의 상태를 SEM을 사용하여 관찰하였다.

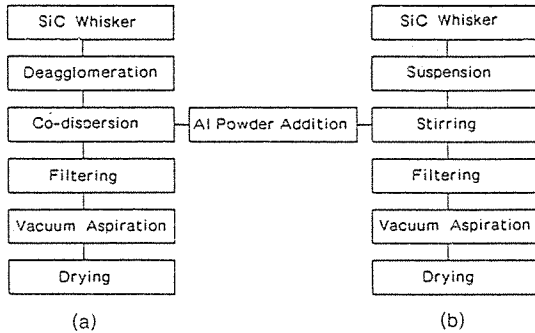


Fig. 2 Two different methods for the mixing of Al powders and SiC whiskers; (a) ultrasonic mixing and (b) mechanical stirring after ultrasonic dispersion.

2-3. Vacuum hot pressing 에 의한 복합재료 billet 성형

Billet 성형을 위해 vacuum hot press를 제작하였다. 하중용량 25 tonf의 press에 vacuum furnace chamber를 설치하였으며, diffusion pump와 rotary vane pump를 이용하여 10^{-5} torr의 고진공을 얻었다.

Heating element는 graphite를 사용하였고, SKD-61 재질의 cylindrical mold를 사용하여 성형하였다. Mold의 내경은 30mm이며, mold 주변에는 석면을 사용하여 단열함으로써 mold의 온도 분포를 최소화 하였다. 온도측정을 위해 압축성형이 행해지는 mold 중심 부위에 깊이 10mm의 구멍을 뚫고, 그 내부에 CA type의 thermocouple을 장입하였다.

성형공정은 다음과 같다. 우선 혼합체를 mold내에 충전하고 이를 chamber내에 장입한 다음, 약 10 MPa의 압력으로 cold compaction 하였으며, 그 후 상온에서 10^{-5} torr의 진공에 이르기까지 evacuation을 하였다. Degassing과 hot pressing을 함께 실시하였으며, degassing은 450°C의 온도와 10^{-5} torr의 진공도에서 2시간 동안 행하였다. Degassing 후 다시 승온하여 성형온도에 이른 후 열평형을 위해 5분간 유지하고 가압을 시작하였다. 가압시 ram speed의 정확한 조절은 어려웠지

만 대략 1~1.5mm/min의 ram speed로 가압이 되도록 하였다. 성형압은 50 MPa로 고정하였고, 성형압까지 가압된 후, 다시 5분간 유지한 후 압력을 제거하고 냉각시켰다.

성형온도의 결정은 성형온도에서 생성될 기지금속의 액상량을 기준으로 하여 행했으며, 액상량의 평가는 -400 mesh의 2024 Al 분말을 별도로 DTA 분석하여 고상선 온도와 액상선 온도 사이에서의 thermogram peak를 얻고, 이 peak area와 각 성형온도까지의 partial peak area의 비를 구하는 방법[12, 13]으로 실시하였다.

본 실험에서는 액상량이 각각 약 15, 35vol.%가 되는 600°C, 620°C의 성형온도를 택하였고, 이들 두 성형온도에서 제조한 billet의 미세구조를 비교분석하였다. 제조된 billet의 미세구조를 광학현미경과 SEM으로 관찰하여 billet 내부의 기공분포와 휘스커의 배합상태, 그리고 잔류 기공의 형태를 조사하였고, 휘스커와 기지금속의 결합상태를 조사하기 위하여 billet의 파단면을 SEM으로 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

3-1. Al 합금 분말과 SiC 휘스커의 특성

SiC 휘스커로 보강된 Al 합금 복합재료의 분말야금 공정에서 가장 중요한 공정목표의 하나가 SiC 휘스커의 기지금속속 내의 균일한 분포이다. 이를 위해서는 최적의 혼합효과를 얻을 수 있는 혼합공정의 개발이 요구되며, 더욱 중요한 것은 이러한 혼합공정이 혼합하려는 대상, 즉 Al 분말과 휘스커의 물리적 화학적 특성을 파악하여 이를 근거로 이루어져야 한다는 점이다. 특히 Al 분말의 입도와 입도분포, 표면상태 그리고 SiC 휘스커의 크기 및 분포가 혼합공정에 큰 영향을 미칠 것으로 생각된다. 또한 분산용매를 사용하여 suspension 상태로 혼합하고자 하는 경우, 이들 입자의 분산용매 내에서의 분산정도와 안정성이 큰 변수가 된다.

Fig. 3(a)는 이 합금 분말의 측정결과를 나타낸다. As-received 상태의 분말은 평균 입도가 약 34 μm 정도였고, 100 μm 이상의 매우 큰 분말들이 상당히 많이 존재하므로 혼합과정에서 이와 같은 조대

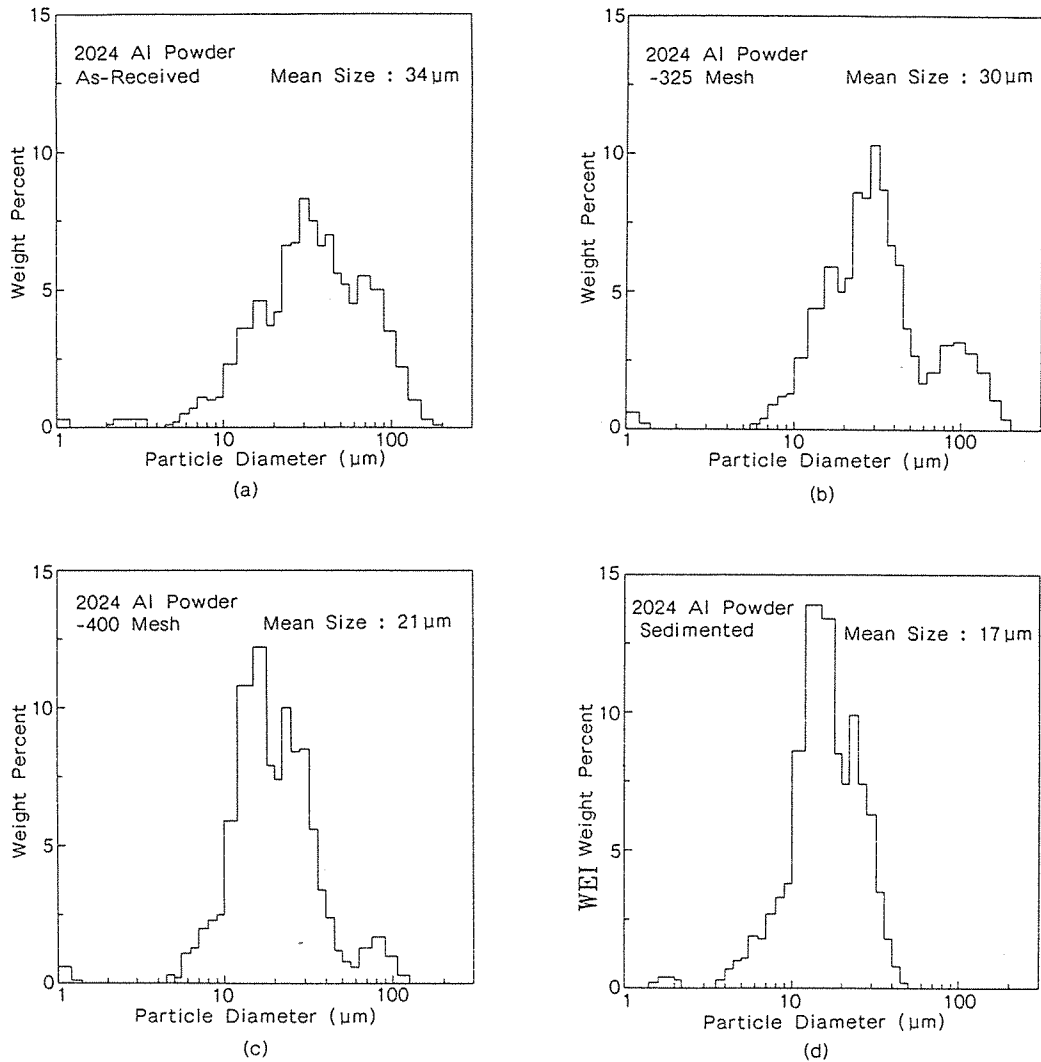


Fig. 3 Particle size distributions of the 2024 Al powders; (a) as-received, (b) -325 mesh sieved, (c) -400 mesh sieved and (d) separated by sedimentation.

한 분말 주위에는 휘스커들이 고른 분산이 불가능해질 것이며, 따라서 이러한 상태의 분말은 복합재료의 제조에 부적절할 것으로 예상된다.

휘스커의 고른 분산을 위해서는 Al 합금 분말의 입도가 미세하고 입도분포가 좁으며, 조대한 입자가 제거되어야 한다. 이를 위해 sieving과 sedimentation을 이용한 분말의 분리실험을 행하며, Fig. 3(b)-(d)에 그 결과를 나타내었다. -400mesh까지

의 sieving에서도 조대한 분말입자는 완전히 제거되지 않았다. 이것은 Fig. 4에서 보여주는 바와 같이 분말의 형태가 불규칙하고, 일부 긴 potato type의 조대한 분말들이 sieving에 의해 제거되지 않았기 때문이며, 이의 완전한 제거를 위해서는 불활성 가스를 분위기로 한 보다 정밀한 atomization과 같은 분말 제조공정에 의해 제조된 구형에 가까운 분말을 사용하거나, 또는 sedimentation 등의 추가적

인 분리공정을 해주어야 한다.

Fig. 3(d)는 이와 같은 sedimentation 방법으로 조대입자가 효과적으로 제거됨을 보여준다. 최초 $34\mu\text{m}$ 이었던 평균 분말입도는 sedimentation으로 약 $17\mu\text{m}$ 까지 작아졌으며, 최대 분말입도는 $45\mu\text{m}$ 를 넘지 않는 비교적 균일한 분포의 분말을 얻을 수 있었다.

Fig. 4는 as-received 상태와 sieving 후, 그리고 sedimentation을 거친 후의 Al 분말의 SEM 사진이다. 분말의 형태는 atomizing으로 제조된 전형적인 불규칙 형태로서 분말 표면에는 많은 주름이 형성되어 있음을 보여준다. As-received 상태에서는 매우 큰 분말들이 많이 존재하고 입도분포도 넓으나 sedimentation을 거친 분말의 경우, 입도분포는 매우 고르다. 입도분포가 넓으면 국부적인 agglomeration에 의하여 조직의 불균일을 초래하고,

휘스커의 고른 분산에도 해가 된다.

Fig. 5는 시험에 사용한 Tateho 사, American Matrix 사, Textron 사의 휘스커 길이 분포를 도시한 것이다. 세 종류의 휘스커 중에서 American Matrix 사의 휘스커가 평균 길이가 가장 긴 $13\mu\text{m}$ 이었으며, Tateho 사와 Textron 사의 휘스커는 각각 $10\mu\text{m}$, $8\mu\text{m}$ 의 평균 길이를 나타내었다. 그러나 American Matrix 사의 휘스커는 Tateho 휘스커에 비하여 직경이 훨씬 커서 aspect ratio는 Tateho 휘스커가 평균 20으로 American Matrix 휘스커의 7보다 현저히 크게 나타났다.

Fig. 6은 이들 두 종류의 휘스커 형태를 보여준다. American Matrix 휘스커는 표면이 매끄럽지 못하고 휘스커 제조과정에서 유발된 쌍정구조를 나타내고 있으나[14, 15], Tateho 휘스커는 표면상태가 훨씬 매끄러워 복합재료 제조시 액상의 기지금속

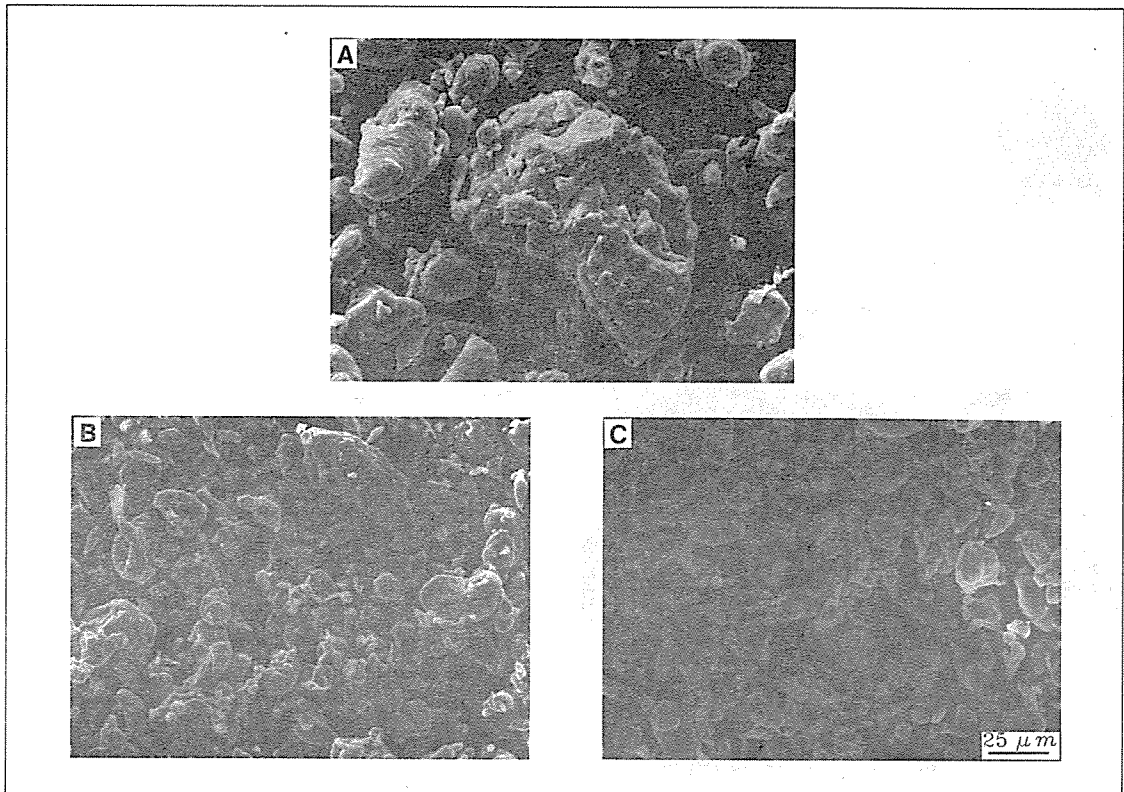


Fig. 4 Scanning electron micrographs of the 2024 Al powders, (a) as-received, (b) -400 mesh sieved and (c) separated by sedimentation.

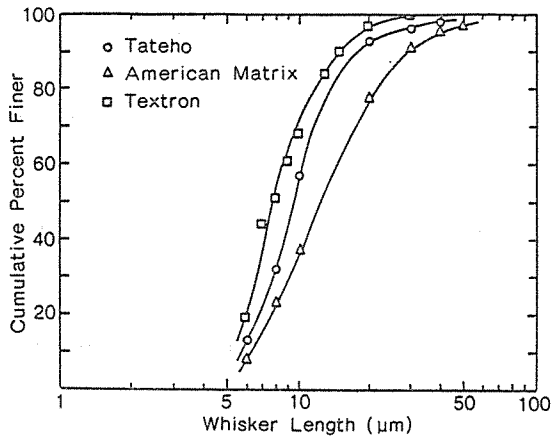


Fig. 5 Whisker length distributions for the Tateho, American Matrix and Textron SiC whiskers.

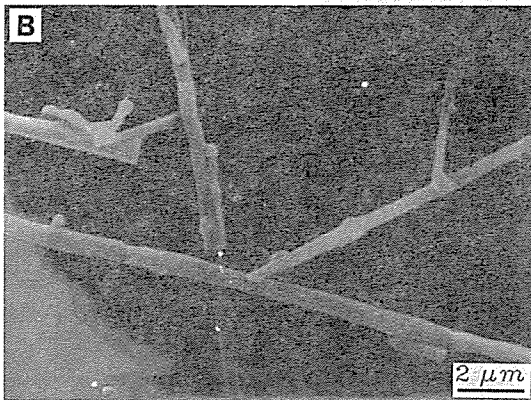
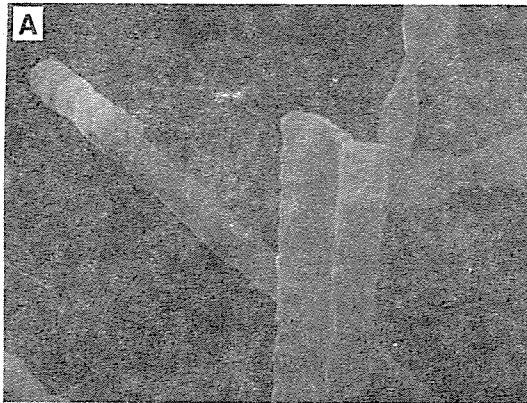


Fig. 6 Scanning electron micrographs of the SiC whiskers; (a) American Matrix whiskers and (b) Tateho whiskers.

에 의한 wetting이 보다 용이하고, 휘스커 표면의 거칠기에 의한 응력집중 효과가 보다 적을 것으로 판단된다.

Table 1에 이들 각 휘스커의 특성을 나타내었다. 이와 같이 휘스커 길이와 aspect ratio, 그리고 표면상태를 종합 검토한 결과, Tateho 휘스커가 보강재로서 가장 적합하였다.

3-2. 혼합공정과 혼합에 대한 분말특성의 영향

혼합공정은 전술한 바와 같이 초음파 분산에 의한 혼합과 분산 후 교반에 의한 혼합의 두가지로 실시하였다. 초음파 분산에 의한 혼합에서는 미시적으로는 매우 잘 해교된 Al 분말과 휘스커의 분산을 얻을 수 있었으나, 여과시에 거시적인 분리현상이 나타나 결과적으로 균일한 혼합을 얻을 수 없었다.

효과적인 초음파 분산을 위해서는 Al 분말입도가 충분히 작아서 $10\mu\text{m}$ 정도이어야 suspension이 안정되어 여과중의 재분리 현상을 막을 수 있다. 따라서 이 방법을 이용하여 균일한 혼합을 이루기 위해서는 우선 Al 합금 분말의 크기를 조절하여 매우 미세한 분말을 사용하여야 한다.

본 연구에서 사용한 -400mesh의 Al 분말에서는 초음파 분산에 의한 방법보다는 분산 후 교반에

Table 1. Characteristics of the three different SiC whiskers used in this study

	Tateho SCW #1	American Matrix SiC	Textron. TWS-100
Crystal Type	β	β	β
Diameter(μm)	0.05 - 1.5 av. 0.5*	1 - 3 av. 2*	0.3 - 0.6
Length (μm)	5 - 200 5 - 50* av. 10*	30 - 200 5 - 70* av. 13*	5 - 15 5 - 30
Aspect Ratio	20 - 200 av. 20*	av. 7*	10 - 40
Density (g/cm^3)	3.18	3.21	3.20
Particulate Content	47 n/o*	27 n/o*	< 1w/o 45 n/o*

* : measured values

others: values from the maker's specifications

의한 혼합이 더 효과적이었다. 이 때 초기에 suspension 상태에서 휘스커들이 충분히 해교되고 Al 분말을 첨가함으로써 점차 slurry 상태로 변화시켜 나가는데, 최적의 혼합효과를 보인 용매의 양은 기지금속 내에 약 15vol. %의 휘스커를 혼합하는 경우, 분말과 용매의 무게비가 1 : 1.2 정도일 때의 양이었다. 이 방법으로 Fig. 7에 보인 것과 같이 우수한 혼합체를 얻을 수 있었다.

3-3. 복합재료 billet 성형공정과 미세조직

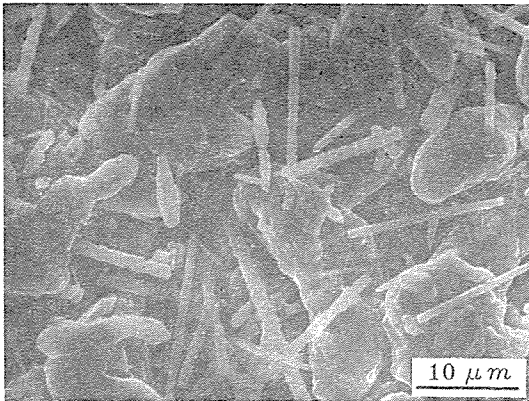


Fig. 7 Photograph of 2024 Al powders and 15 vol. % SiC whiskers mixed by the dispersion-stirring method.

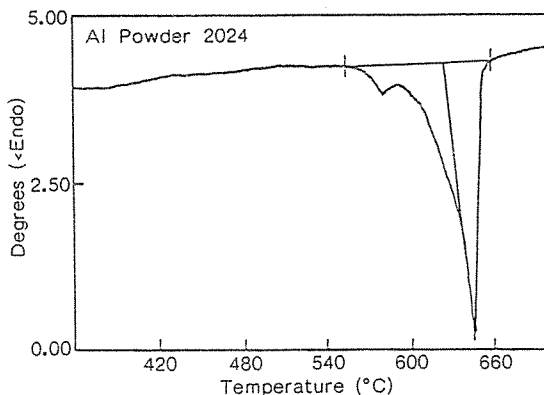


Fig. 8 Differential thermal analysis (DTA) curve of the 2024 Al powders.

혼합체의 billet 성형온도를 결정하기 위하여 실시한 -400mesh의 2024 Al 분말의 DTA 분석결과를 Fig. 8에 나타내었다. 이들 분말의 고상선 온도와 액상선 온도는 각각 557°C와 643°C로 측정되었다. 측정된 액상선 온도는 2024 Al에 대하여 이미 알려진[16] 액상선 온도인 638°C보다 약간 높지만 큰 차이를 보이지는 않는다. 그러나 고상선 온도의 경우는 기존에 알려진[16] 502°C 보다 무려 55°C나 높게 측정되었다. 이와 같은 결과는 Al 합금 분말 표면에 존재하는 산화물층에 의한 효과인 것으로 생각되며, 실제 복합재료 기지금속에서 발표된[17] 고상선 온도인 554°C와 액상선 온도 649°C에 가까운 결과이다.

DTA 분석을 통해 얻은 thermogram으로부터 용해반응의 total peak area를 측정하고, 이에 대한 각 온도에서의 partial peak area의 비를 구하는 방법[12, 13]으로 성형온도에 따른 액상량을 평가하였고, 그 결과를 Fig. 9에 나타내었다.

액상량은 580°C에 이르기까지 크게 증가하지 않으나 600°C에서 약 15vol. %, 620°C에서 약 35vol. %로 서서히 증가하고 있으며, 그 이상의 온도와 액상선 온도인 643°C의 온도구간에서 급격히 증가한다. 압력 하의 액상소결에서 조밀화는 액상량에 크게 의존한다. Homogeneous system의 경우 충분한 조밀화를 이루기 위해서는 일반적으로 15~20vol. % 이상의 액상이 필요하나[18] 복합재료와 같은 non-wetting의 heterogeneous system인 경우는 더 많은 액상이 요구된다. 액상량이 너무 적으면 입자 재배열과 whisker agglomerates로의 액상의 용침이 충분히 일어나지 않고, 또 액상량이 너무 많으면 과대한 입자 성장이 일어날 뿐 아니라 용융-재응고에 따른 미세편석, 응고수축에 의한 기공 생성[19]이 발생하며, 균일하게 혼합되어 있던 휘스커들이 재응집할 수 있다.

본 연구에서는 이와 같은 준고상 상태(semi-solid state)에서의 hot pressing에 의해 복합재료를 성형할 때, 성형체의 미세구조와 성형밀도에 대한 액상량의 영향을 조사하기 위하여 액상량의 큰 차이를 보이는 600°C와 620°C의 두 온도에서 고온 압축성형을 행하였다.

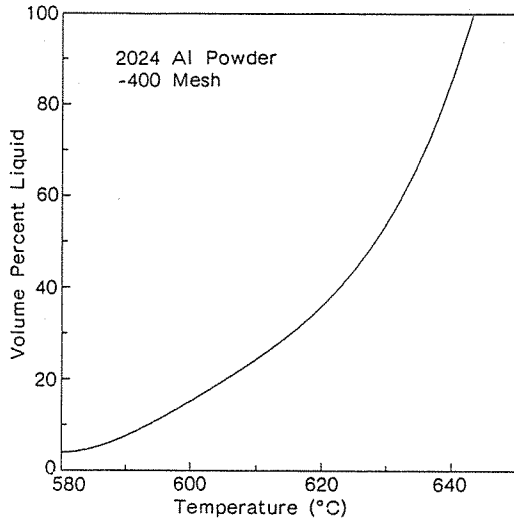


Fig. 9 Relationship between liquid volume percent estimated from the DTA curve of the 2124 Al powders.

가압력의 작용은 성형온도에서의 액상량의 증가와 입자 재배열을 야기하는 capillary force의 증가 효과를 준다[20, 21]. 따라서 압력을 가함으로써 충분한 조밀화 효과를 얻는데 필요한 성형온도를 낮출 수 있으며, 조밀화에 필요한 액상량 역시 감소시킬 수 있다. 이러한 효과는 고온 제조로 인한 제면반응을 억제하고, 기지금속의 급냉응고 특성을 보다 많이 유지하게 하는 요인이 된다. 그러나 복합재료의 고온 압축성형과 같은 non-wetting system의 supersolidus hot pressing에서 가압력의 보다 중요한 영향은 소결과정에서의 유동현상에 있다.

Semi-solid 상태에서 Al-SiCw 복합재료를 hot pressing 하여 제조할 때 고체 기지분말 입자와 휘스커의 유동현상에 대한 정량적인 연구는 거의 이루어지지 않고 있으나, 이와 유사한 경우로서 Young과 Clyne[2]은 Al-Mg 합금 분말과 δ -alumina 휘스커를 사용한 실험에서 가압 없이 액상소결만 행한 경우보다 semi-solid 상태의 slurry를 die injection을 거쳐 주조한 경우, 주조 후 휘스커의 분산이 크게 향상된다고 보고한 바 있다.

그러나 semi-solid 상태에서 hot pressing 하면

고체분말과 휘스커, 기지금속의 액상 그리고 기공이 함께 존재함으로 인해 액상의 유동은 액상에 의해 전혀 wetting 되지 않는 휘스커들을 기공쪽으로 이동시켜 결과적으로 혼합공정에서 균일하게 분포하였던 휘스커들을 다시 segregation 시키게 되므로, 이러한 액상의 유동은 엄밀하게 조절되어야 한다. 즉, 성형온도와 가압력 그리고 가압방법은 조밀화 효과외에도 이러한 액상 유동에 의한 휘스커의 재배열 효과도 함께 고려하여 선택되어야 한다. 본 연구에서는 가압력을 50MPa로 하고, 각 성형온도에서 조밀화 및 재배열 효과를 성형체의 미세조직 관찰을 통해 조사하였다.

Fig. 10과 11은 각각 600°C와 620°C의 성형온도에서 50MPa의 압력으로 고온 압축성형한 복합재료 billet의 부위별 광학현미경 조직이다. Fig. 10에서 보는 바와 같이 600°C에서 제조된 billet은 매우 불균일한 밀도분포를 가졌고, 이러한 밀도분포는 고상 압축성형에서 나타나는 전형적인 밀도분포[22]와 매우 잘 일치하였다. 이러한 현상은 액상량이 액상에 의한 급속한 조밀화를 이루기에 불충분했기 때문인 것으로 판단된다. 액상량이 충분히 클 경우 분말간의 마찰이 감소하고, 등압 성형의 상태에 가까워질 것이므로 이와 같은 불균일한 밀도분포를 피할 수 있을 것이다. 600°C에서 제조된 성형체의 비이론 밀도는 94%로서, 후속 소성가공을 위한 billet에서 요구되는 정도에 크게 못 미치는 조밀화를 나타내었다.

또한 잔류 기공의 내부를 관찰한 결과, Fig. 12에서와 같이 기공 내부에 기지금속과 결합하지 못한 휘스커들이 다량 발견되고 있는데, 이는 전술한 바와 같이 성형온도에서 액상의 유동에 의해 밀려나간 휘스커들이 액상의 유동이 최종적으로 멈추게 되는 잔류 기공쪽으로 모이게 되기 때문인 것으로 판단된다. 이와 같은 기공들은 후속 소성가공 후에도 심각한 결함 요인으로 남을 것이므로, 이는 billet의 제조단계에서 필히 제거되어야 할 것이다.

반면, 620°C, 50MPa에서 제조된 billet의 경우는 Fig. 11에서 보여주는 것과 같이 불균일한 밀도분포가 전혀 나타나지 않았으며, 거의 이론 밀도에 가까운 조밀화를 보였다. 이러한 차이는 결국 액상량의 차이에 기인한 것으로 이 온도에서의 35vol. %

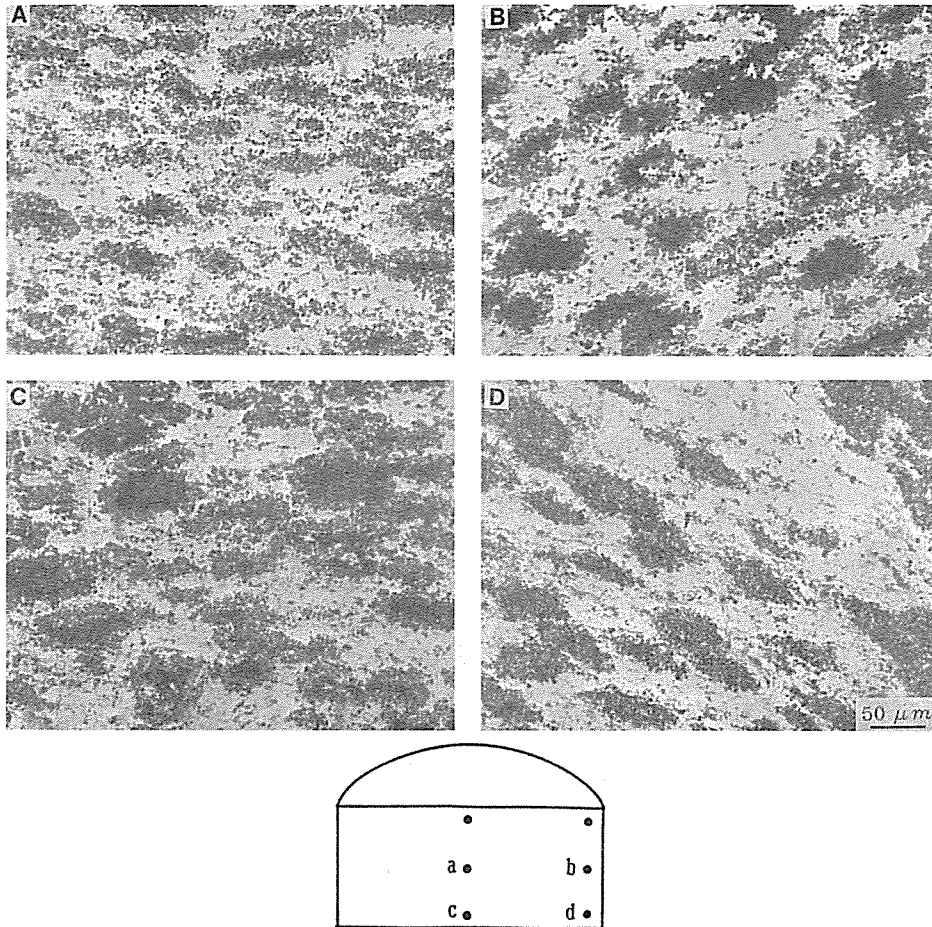


Fig. 10 Optical micrographs of the Al-SiCw composite billet consolidated at the condition of 600°C/50 MPa, showing the non-uniform density pattern.

의 액상량은 billet의 조밀화에 충분한 양임을 알 수 있다. 그러나 이 경우에도 휘스커의 분포상태는 600°C의 경우와 거의 비슷하여 두 경우 모두 같은 휘스커-rich 영역과 휘스커-deplete 영역이 관찰되었다. 이러한 불균일은 후속 소성가공 단계에서의 휘스커의 재배열에 의해, 그리고 고온 압축성형전의 cold compaction에서 성형압을 크게 함으로써 개선될 수 있을 것이며, 이에 대해서 지속적인 연구가 진행될 것이다.

Fig. 13에 두 온도에서 성형한 billet의 파면조직을 나타내었다. 600°C에서 제조한 billet은 잔류 기

공을 따라 파괴가 진행되어 파면상에 기지금속과 결합하지 못한 휘스커들이 존재하고 있는 것을 볼 수 있으나, 620°C의 경우에는 주로 dimple 형태의 파면조직을 보여주고 있고, 파면상에 결합하지 못한 휘스커는 발견되지 않아서 비교적 양호한 휘스커-기지결합이 이루어졌음을 알 수 있다.

4. 결 론

본 연구에서는 분말야금 방법을 통한 Al-SiCw 금속 복합재료의 제조기술 확립을 위하여 분말야금

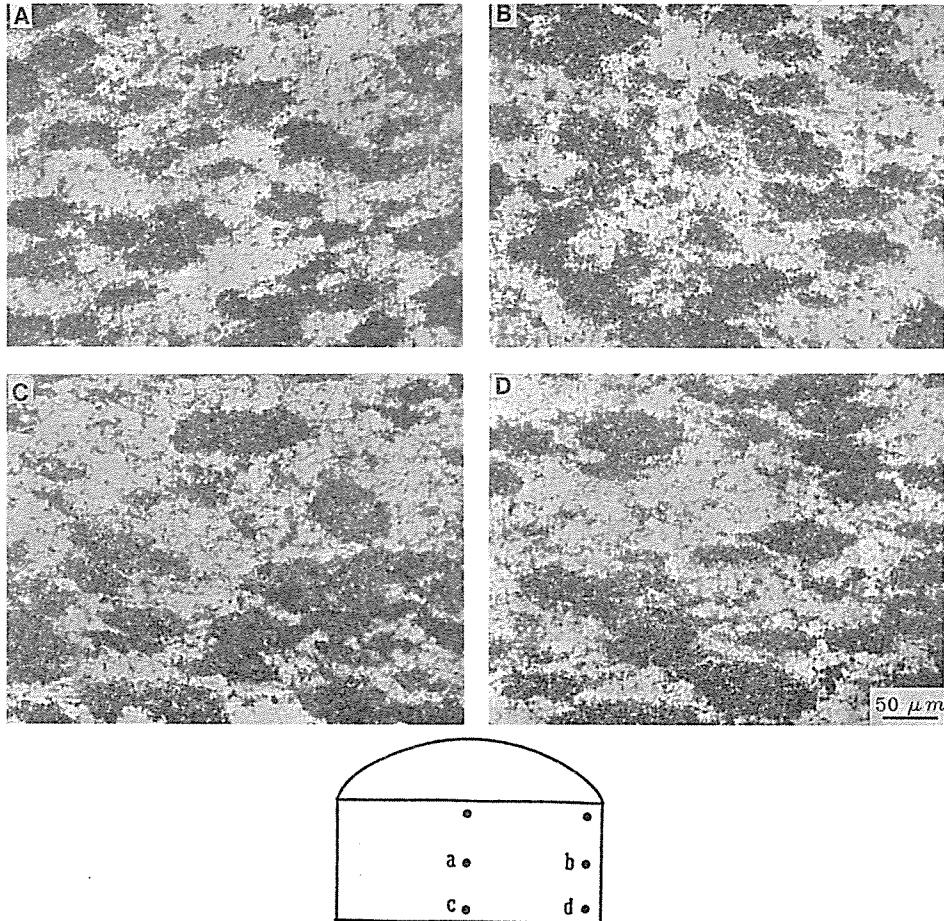


Fig. 11 Optical micrographs of the Al-SiCw composite billet consolidated at the condition of 620°C/50 MPa, showing the uniform density pattern.

제조공정 실험을 실시하였으며, 이를 근거로 고품위 Al-SiCw 복합재료의 제조공정을 제시하고자 하였다.

1) Al 합금 분말의 특성을 조사해 본 결과, as-received 상태의 분말은 입도분포가 넓고 조대하여 휘스커와의 균일한 혼합을 이루는데 부적절하였으며, sieving과 sedimentation 등 조대 입자의 분리공정을 거쳐 미세하고 좁은 입도분포를 갖는 분말을 얻는 것이 필요하였다. 따라서 복합재료의 제조에 사용될 Al 합금 분말은 atomizing 조건을 세밀히 조절하여 이들 요구조건을 충족시킬 수 있도록

제조되어야 한다.

2) Tateho 사, American Matrix 사, Textron 사의 SiC 휘스커 제품을 비교분석한 결과, Tateho 휘스커가 가장 큰 aspect ratio와 양호한 표면상태를 보여 복합재료의 제조에 가장 적합하였다.

3) 혼합공정은 초음파 교반방법과 분산 후기제적 교반방법을 사용하였다. Al 합금 분말의 입도가 미세하고, 그 분포가 좁은 경우는 초음파 교반방법이 효과적인 것이나, 본 실험에 사용한 평균 분말입도 $21\mu\text{m}$ 의 Al 합금 분말은 휘스커의 분산 후 slurry



Fig. 12 Scanning electron micrograph of the residual pore in the Al-SiCw composite billet consolidated at the condition of 600°C/50 MPa, showing the agglomeration of SiC whiskers.

상태로 혼합하는 것이 더 우수한 혼합효과를 보였다.

4) Vacuum hot pressing 을 통한 billet 성형시

성형온도에서 형성되는 액상량이 약 35vol. % 정도 되는 620°C에서 50MPa의 성형압을 가했을 때, 잔류 기공이 거의 없는 완전 조밀화된 billet을 얻을 수 있었다. 성형된 billet의 미세조직은 비교적 균일하였고 휘스커와 기지금속의 결합도 양호하였다.

후 기

본 연구는 88년도 문교부 신소재분야 연구지원 (Ministry of Education Research Fund for Advanced Materials)에 의해 이루어졌으며, 이에 감사를 드립니다.

참고문헌

1. A.P. Divecha, S.G. Fishman and S.D. Karmarkar, J. Metals, Sep. 1981, 12.
2. R.M.K. Young and T.W. Clyne, J. Mat. Sci., 21(1986), 1057
3. R.J. Arsenault and S.B. Wu, Scripta Metall., 22(1988), 767
4. Y. Fujita, H. Fukumoto and Y. Kurita, In Proc. 6th International Conference on Composite Materials and 2nd European Conference on

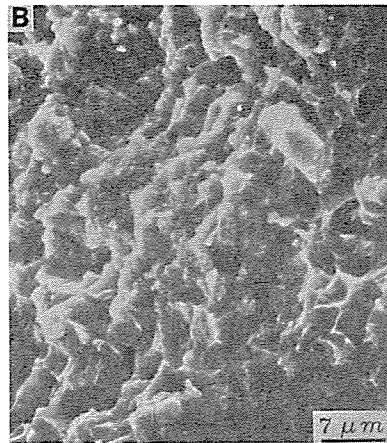
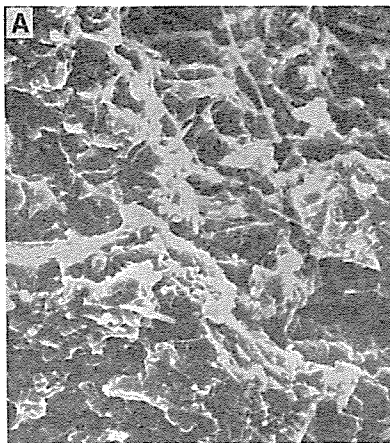


Fig. 13 Fracture surfaces of the Al-SiCw composite billets consolidated at the condition of (a) 600°C/50 MPa and (b) 620°C/50 MPa.

Composite Materials ICCM & ECCM, Vol. 2, ed. F.L. Matthews et al., Elsevier, London, 1987, 2340.

5. T. Christman and S. Suresh, *Acta Metall.*, 36(1988), 1691

6. T.G. Nieh, R.A. Rainen and D.J. Chellman, In *Proc. 5th International Conference on Composite Materials ICCM-V*, ed. W.C. Harrigan et al., TMS-AIME, Warrendale, 1985, 825

7. S.R. Nutt and J.M. Duva, *Scripta Metall.*, 20(1986), 1055

8. T. Christman and S. Suresh, *Mat. Sci. Eng. A*, 102(1988), 211

9. H.J. Rack, T.R. Baruch and J.L. Cook, In *Proc. 4th International Conference on Composite Materials*, ed. T. Hayashi et al., Tokyo, 1982, 1465

10. D.L. McDanel, *Met. Trans. A*, 16A(1985), 1105

11. H.J. Rack, In *Dispersion Strengthened Aluminum Alloys*, ed. Y.W. Kim and W.M. Griffith, TMS, 1988, 649

12. M. Jeandin, J.L. Koutny and Y. Bienvenu, *Powder Metall.*, 26(1983), 17

13. M.I. Pope and M.D. Judd, *Differential*

Thermal Analysis, Heyden, London, 1977, 78

14. S.R. Nutt, *J. Am. Ceram. Soc.*, 67(1984), 428

15. S.R. Nutt, *J. Am. Ceram. Soc.*, 71(1988), 149

16. *Metals Handbook*, 9th ed., Vol. 2, ASM, 1979, 72

17. J.A. Lee and D.L. Mykkanen, *Metal and Polymer Matrix Composites*, Noyes Data Corp., Park Ridge, 1987, 71

18. R.M. German, In *Powder Metallurgy for Full Density Products*, ed. K.M. Kulkarni, MPIF, 1987, 262

19. M. Jeandin, J.L. Koutny and Y. Bienvenu, *Int. J. Powder Metall. Powder Tech.*, 18(1982), 217

20. W.D. Kingery, J.M. Woulbroun and F.R. Charvat, *J. Am. Ceram. Soc.*, 49(1963), 391

21. Y.V. Naidich, I.A. Lavrinenko and V.A. Erdokimov, *Soviet Powder Metall. Metal Ceramic*, 13(1974), 26

22. F.V. Lenel, *Powder Metallurgy*, MPIF, Princeton, 1980, 112