

論文

Al_2O_3 -AC8A 복합재료의 가압력에 따른 미세조직과 인장강도

백경호* · 이규창* · 한경섭**

Effect of Applied Pressure on the Microstructure and Tensile Strength in Al_2O_3 -AC8A Composite.

K. H. Baik*, G. C. Lee*, K. S. Han**

ABSTRACT

Influences of applied pressure on the microstructure and mechanical properties of an alumina short fiber reinforced AC8A alloy, which was manufacture through a squeeze casting technique, have been examined. The study aims at establishing an optimum fabrication condition. The eutectic silicon in the matrix alloy is not affected by applied pressure but modified in the small interfiber spacing. The mechanical test results indicate that the impact energy shows no significant change and the tensile strength increases with increasing applied pressure. However, the tensile strength exhibits a noticeable decrease at applied pressure over 75 MPa. Microstructures and fracture surfaces of the tested composites are analyzed using optical microscope, SEM, and AES. The results show that the changing applied pressure affect defects in the matrix, the interfacial strength between a molten metal and the fiber, and the fiber damage. The changing behavior of the tensile strength of AC8A- Al_2O_3 composite is discussed based on the microstructural findings.

초 록

본 연구에서는 Al_2O_3 단섬유로 보강된 AC8A 복합재료의 미세조직과 인장강도에 대한 squeeze casting 제조변수중의 하나인 가압력 영향을 조사하였다. 복합재료는 가압력을 0~100 MPa로 변화시켰으며 나머지 제조변수들은 고정하여 제조하였다. 가압력의 증가는 섬유와 용탕간의 젖음성을 향상시켜 우수한 계면결합력과 치밀한 조직을 얻을 수 있으나, 너무 높은 가압력은 섬유의 파손을 유발한다. 기계적 시험결과, 충격에너지는 큰 변화가 없는 반면에 인장강도는 가압력 증가와 함께 뚜렷하게 변화하며 특정 가압력 이상에서는 크게 감소한다. 또한 예비성형체 온도가

* 정회원, 산업과학기술연구소 신소재부문

** 정회원, 포항공과대학 기계공학과

높을수록 더 큰 인장강도와 충격에너지 값을 나타내었다. 미세조직 및 파단면 관찰로부터 가압력의 변화가 기지금속의 결합, 섬유와 기지의 계면결합력, 그리고 섬유의 손상 등에 영향을 미침을 알 수 있었으며, 이러한 결과로부터 기계적 성질의 변화를 고찰하였다.

1. 서 론

산업이 다양하게 발전함에 따라 사용 용도에 맞는 재료의 선택이 주된 관심의 대상일 뿐만 아니라 이에 부응할 수 있는 우수한 물성을 나타내는 재료의 개발이 필요하게 되었다. 세라믹 섬유나 휘스커로 보강된 금속복합재료는 기존의 금속재료에 비해 월등한 비강도, 비강성을 나타내며 고온물성이 우수하여 여러 분야에 적용이 가능하다[1-3].

금속복합재료의 제조방법은 분말야금법, compo-casting, squeeze casting 등이 가장 널리 알려져 있다. 이 중에서 squeeze casting은 섬유를 이용하여 만든 예비성형체에 가압하에서 기지금속을 침투, 응고시켜 복합재료를 제조하는 방법으로서 제조방법이 간단하고 짧은 시간에 near-net shape로 복합화 할 수 있을 뿐만 아니라 가압력의 영향으로 인해 젖음성(wettability)이 나쁜 강화재와 기지금속간의 결합력이 향상되며 양질의 미세조직을 얻을 수 있는 잇점이 있다. 그러나 단점으로는 예비성형체 제조와 섬유의 부피분율을 제어하기 어렵고, 고액공존 온도범위가 큰 기지금속을 이용하면 합금원소의 편석이 생기거나 주조균열이 발생하기 쉽다[4].

Squeeze casting법으로 제조된 금속복합재료를 보다 폭넓은 분야에 응용하기 위해서는 복합재료의 기계적 성질과 미세구조간의 상호관계를 이해하고, 이들을 제어하는 제조공정 변수에 대한 분석이 필수적이다. 본 연구에서는 Al_2O_3 단섬유 강화 Al 복합재료를 squeeze casting의 가장 중요한 변수인 가압력을 변화시켜 제조하였으며, 가압력이 인장강도 및 충격성질에 미치는 영향을 미세조직과 관련하여 상세하게 조사하였다.

2. 실험방법

본 연구에 사용한 재료는 AC8A 주물합금과

ICI사의 'Saffil' RF grade인 $\delta-Al_2O_3$ 섬유이다. AC8A 합금은 내열성, 내마모성이 우수하며 열팽창 계수가 작아서 자동차의 내연기관에 주로 사용되고 있다. $\delta-Al_2O_3$ 섬유는 2 GPa 정도의 인장강도와 300 GPa의 탄성계수를 갖는 비강도, 비강성이 탁월한 재료로서 3~4wt% SiO_2 를 함유하고 있다[5]. 또한 2.5~3.5 μm 의 직경과 약 65 μm 의 길이를 가지고 aspect ratio는 10~40 사이이며, silica가 섬유의 표면이나 결정입계에 편석되어 있는 경우도 있다[6].

금속복합재료 제조공정은 크게 예비성형체(pre-form)의 제조와 squeeze casting 공정으로 나눌 수 있다. 우선 예비성형체 제조는 섬유에 2~3 w/o SiO_2 colloid를 첨가하여 물에서 고르게 분산시킨 후 이 용액을 일정한 형태를 가진 틀에 주입하고 진공펌프를 이용, 빠른시간 내에 용매를 제거하였다. 이 방법은 제조시간을 단축할 수 있으며, 또한 용매의 제거가 지연됨으로써 발생하는 부위별 섬유크기와 부피변화를 최대한 억제할 수 있다. 본 실험에서는 크기가 30×100×35~40mm이며 20%의 부피분율을 가지는 예비성형체를 제조하였다. 이와같은 방법으로 제조된 예비성형체를 AC8A 합금의 용융점(580°C)을 기준으로 450°C와 600°C로 변화하여 예열시킨 후 Fig. 1에 나타나 있는 수직형 50 ton 용량의 squeeze casting 장치에서 Al 합금과 복합화 하였다.

제조방법은 금형온도를 300°C로 유지하고 예열된 예비성형체를 장입하며 이어서 700°C로 가열된 AC8A 용탕을 주입한 후 소정의 압력으로 용탕을 가압하여 복합재료를 제조하였다. 이때 punch의 이동속도는 1.6cm/sec이며 가압시간은 2분이다. 금형은 squeeze casting 완료 후 시편을 쉽게 제거하기 위하여 좌우분리형으로 제작하였으며, 열전대를 부착하여 금형의 온도를 조절하였다. AC8A 용탕에 가하여지는 압력은 압력 gauge에 의하여 시간변화에 따른 가압력의 변화로 recorder에 기

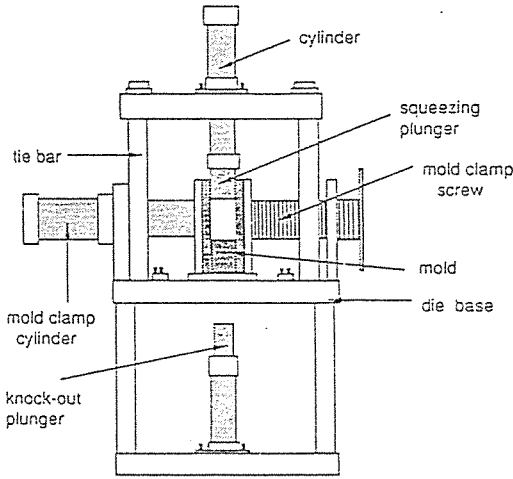


Fig. 1 Schematic illustration of the squeeze casting apparatus.

록하였다. 본 실험에서는 여러 제조변수 중에서 복합재료의 미세조직에 가장 큰 영향을 미치리라 예상되는 인자인 가압력(applied pressure)을 0~100 MPa로 변화시켜 제조하였다. 제조된 Al₂O₃-Al 복합재료는 520°C에서 15시간 균질화 및 용체화 처리를 하고 급냉한 후 170°C에서 4시간 시효처리(T6)를 하였다. 시효처리는 시효시간에 따른 Vickers 경도(하중 10 Kg)를 측정하여 최고 경도를 나타낼때의 시간으로 결정하였다.

미세조직의 관찰은 광학현미경을 사용하여 섬유 분포, 배열상태와 석출물의 종류, 크기 등을 조사하였다. 또한 가압력 변화에 따른 기계적 성질을 측정하기 위해 인장시험과 instrumented Charpy 충격시험을 행하였다. 이때 인장시험의 gauge와 충격시험의 notch 부분은 가압력 방향에 수직이 되게 제작하였으며, 이러한 인장 및 충격 시험에 의하여 파괴된 시험편들의 파면은 주사전자현미경(SEM)으로 자세하게 관찰하였다. 또한 Auger 전자현미경을 사용하여 초진공상태(10^{-9} ~ 10^{-11} torr)의 chamber 안에서 Auger 시험편을 in-situ 파괴시켜 섬유와 기지금속간의 계면상태 및 파면을 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

3-1. 복합재료 제조와 미세조직

가압력은 젖음성이 좋지 않은 세라믹 섬유와 금속계에서 예비성형체로의 Al 용탕의 침투 구동력을 말한다. 용탕의 침투가 가능한 이론적인 최소 가압력은 섬유의 형태, 부피분율 그리고 기지금속의 종류 등에 의해 차이가 있으나 일반적으로 5~7 MPa 정도로 보고되어 있다[7]. 실제 이 조건에서는 금형과 ram과의 마찰 등으로 인해 용탕의 침투가 일어나지 않는다. 본 실험의 경우 3~4cm의 높이를 가지는 예비성형체를 모두 복합화하기 위해서는 최소한 25 MPa 이상의 압력을 가하여야 했다.

Al 합금의 경우 가압력이 증가할수록 기공의 형성이 억제되며 조직이 치밀화된다. 마찬가지로 복합재료에서도 가압력이 증가함에 따라 섬유와 용탕의 젖음성 향상으로 용탕의 침투가 용이해지므로 밀도가 증가하게 된다. Fig. 2는 가압력에 따른 밀도변화를 나타낸 것으로 밀도가 75 MPa까지는 크게 증가하며 그 이상의 압력에서는 포화상태에 이르는 것을 보여준다. 특히 예비성형체 온도(T_p)가 낮을수록 소정의 밀도를 갖기 위해서는 더 큰 가압력을 필요로 하며 포화밀도값도 낮다. Fig. 3은 예비성형체 온도 600°C에서의 가압력 변화에 따른 광학사진들로서 가압력이 증가하면서 기공이 미세해짐을 볼 수 있으며, 75 MPa에서는 거의 관찰할

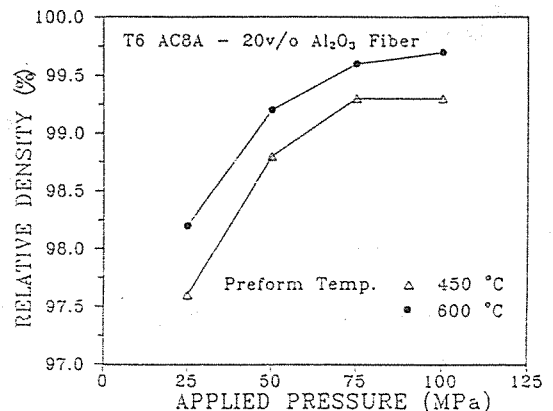


Fig. 2 Effect of applied pressure on relative density of T6-AC8A composite reinforced with Al₂O₃.

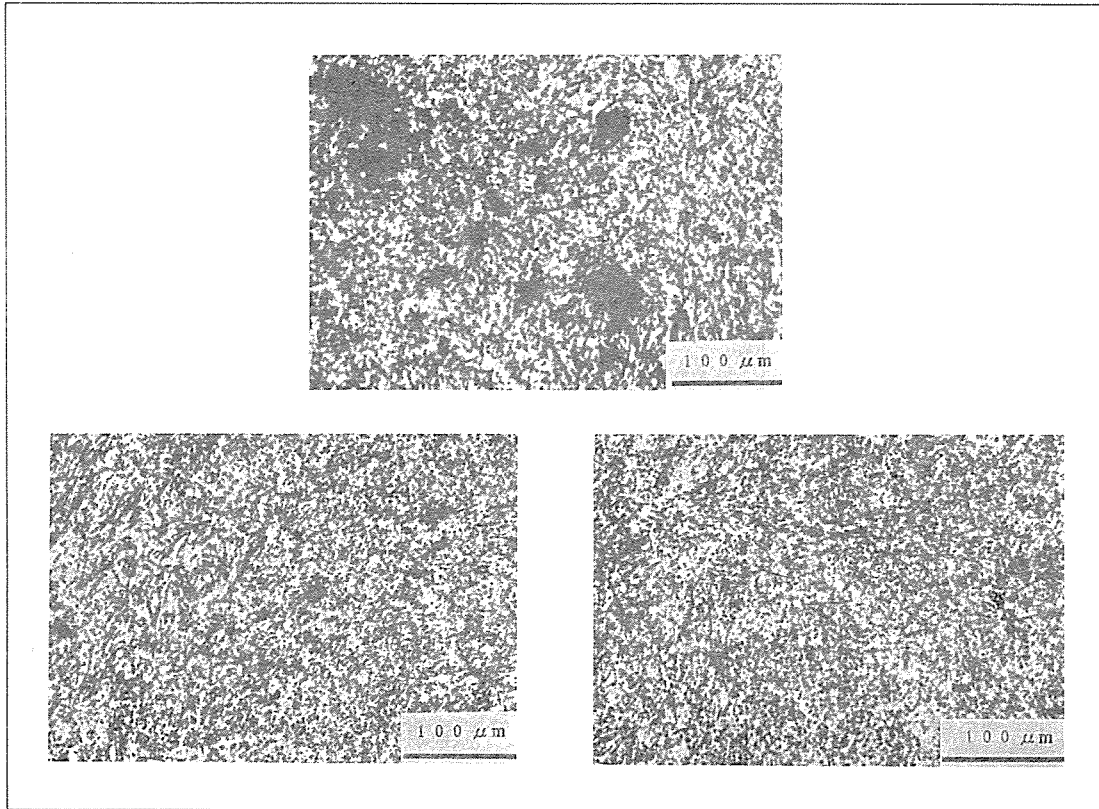


Fig. 3 Optical micrographs of the Al_2O_3 -AC8A composite fabricated by squeeze casting at (a) 25 MPa, (b) 50 MPa, (c) 75 MPa.

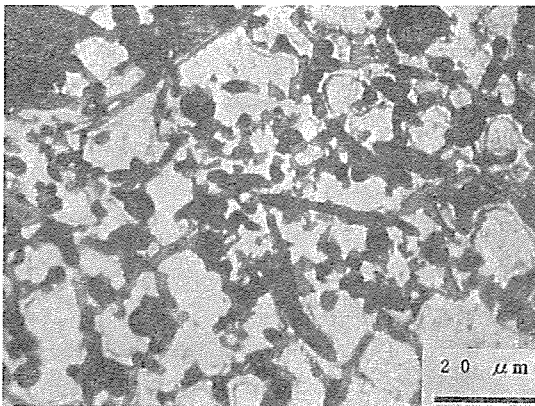


Fig. 4 Typical microstructure of the Al_2O_3 -AC8A composite.

수 없다.

Fig. 4는 복합재료의 전형적인 광학조직을 나타낸 것으로 α 알루미늄 수지상이 공정 Si과 Al_2O_3 섬유들에 의해 둘러싸인 interdendrite 형태를 이루고 있다. 이러한 조직은 섬유가 AC8A 합금 용탕의 응고핵으로 작용하지 않고 섬유사이의 액체로부터 α 상의 응고가 시작하여 섬유들에 의하여 α 수지상의 성장이 억제되었음을 의미한다.

Fig. 5는 복합재료에서의 공정 Si의 크기와 형태변화를 보여주는 것으로 섬유거리에 크게 영향을 받는다. 섬유의 밀집정도가 낮은 경우 Fig. 5(a)에서 보는것 같이 공정 Si의 성장방향이 이방적이며 조대한 침상형태를 보인다. 그러나 섬유가 밀집되어 있는 경우(Fig. 5(b)), 미세하고 원형에 가까운 공정 Si으로 개량화(modified) 된다. 이는 섬유의 밀도가 낮은 영역에서는 섬유간의 거리가 7~8 μm

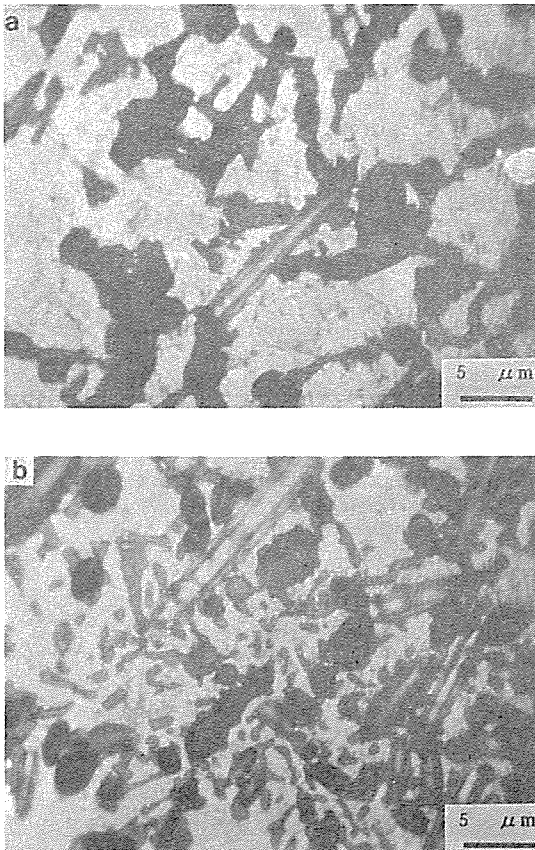


Fig. 5 Optical micrographs of the Al_2O_3 -AC8A composite showing modified and unmodified eutectic Si around the Al_2O_3 fiber. Note modified Si is affected by volume fraction of fibers but not applied pressure.

정도로서 α 상의 수지상 끝 부분 또는 섬유에서 핵 생성한 공정 Si이 섬유를 우회하는 성장이 가능하기 때문이다. 그러나 섬유의 밀도가 높은 영역에서는 (섬유간의 거리가 $1\sim 2\mu\text{m}$) 공정 Si의 성장이 섬유들에 의해 억제되어 이방성장이 불가능해진다.

이상과 같은 기지금속의 미세조직은 가압력 변화보다는 섬유간의 거리에 더 큰 영향을 받고 있음을 알 수 있다. 비록 가압력이 기지금속의 미세 조직에는 별 영향을 주지 않고 있으나, 섬유/기지금속의 계면성질과 섬유에 어느정도 영향을 미치리라는 것은 쉽게 예상할 수 있다. T.W. Clyne

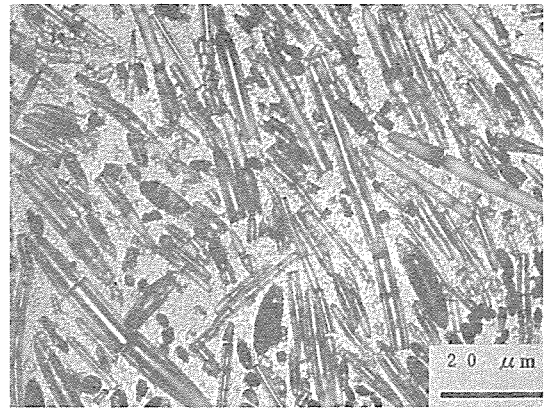


Fig. 6 Fiber breaking under highly applied pressure of AC8A composite reinforced with Al_2O_3 fibers.

등[8]에 의하면 가압력이 용탕을 통해 예비성형체에 압축응력으로 작용하여 섬유의 파단을 일으킨다고 한다. 이론적으로 계산한 섬유파단의 압력은 단지 수 MPa에 불과하다. 그러나 본 실험의 T_p 600 $^{\circ}\text{C}$ 에서 제조된 복합재료의 경우 75 MPa 이상에서 섬유의 파단이 일어나고 있으며, 100 MPa에서는 Fig. 6에서 보듯이 그 현상이 매우 심함을 관찰할 수 있다. 즉 가압력이 너무 높은 경우에는 기공억제, 섬유와 기지금속간의 젖음성 향상 등의 잇점이 있는 반면에 섬유의 심한 파손을 초래한다.

3-2. 계면성질

Al_2O_3 /AC8A 복합재료의 계면성질을 조사하기 위하여 SAM(Scanning Auger Microscopy)을 이용한 in-situ 파괴실험을 행하였다. Fig. 7은 75 MPa에서 제조된 복합재료의 파면에 나타난 기지금속과 섬유의 Auger Spectra로써 섬유의 표면에 기지금속에 비해 Ni, Mg, Si이 많이 나타났다. 섬유 표면에서의 Si과 Ni의 함량이 높게 나타나는 것은 원소의 편석상태가 아니라 공정 Si과 Ni 화합물임을 TEM을 통하여 확인하였으며, 이와같은 현상은 기지금속의 응고거동이 섬유들 사이의 용탕에서 α 상의 응고로부터 시작하여 섬유/기지의 계면 또는 근처에서 종결됨으로 인하여 제2상 화합물 형

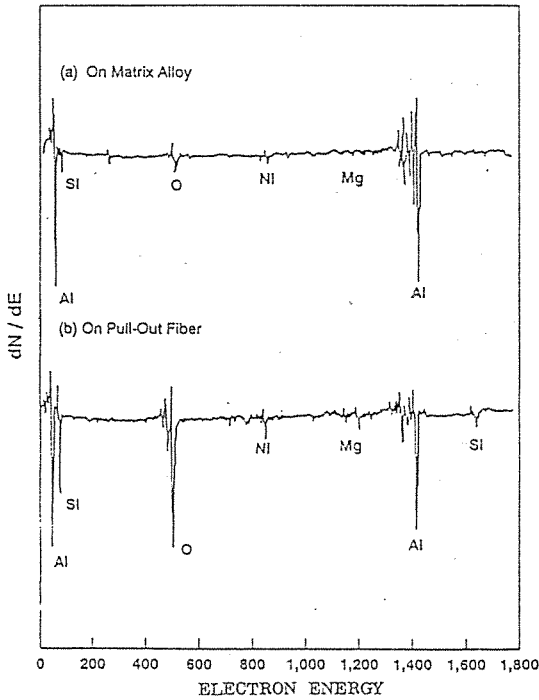


Fig. 7 Auger spectra from fracture surface of 20 v/o Al_2O_3 -AC8A fabricated by squeeze casting.

성원소들이 섬유 주위에 위치하기 때문이다. TEM을 통한 계면관찰에서 Mg 화합물은 발견할 수 없었으며, Mg의 화학적 특성을 고려해 볼때 섬유 표면에 존재하는 Mg는 원소보다는 MgO 형태로 예상된다[9].

또한 Fig. 7의 결과는 섬유에 기지금속이 묻어 있음을 뒷받침해 주는 현상으로서, 가압력이 증가함에 따라 섬유와 용탕간의 젖음성이 향상되었기 때문이다. 그러나 25 MPa에서 제조된 시편의 경우는 용탕침투의 흔적이 있는 부분에서도 부도체인 섬유가 그대로 드러나 Auger peak를 조사할 수 없었으며 이러한 결과는 높은 가압력하에서 제조된 복합재료가 보다 나은 계면결합력을 가짐을 입증한다. 이와같은 현상은 가압력의 역할이 섬유의 예비성형제와 Al 용탕간에 발생하는 모세관 압력을 극복하여 젖음성 향상에 있음을 설명한다.

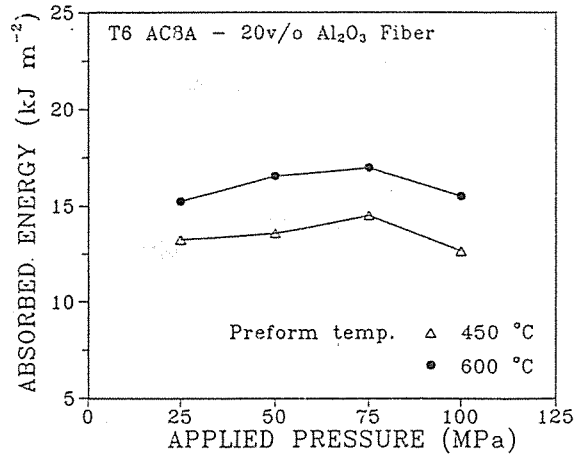


Fig. 8 Effect of applied pressure on absorbed energy of T6-AC8A composite reinforced with Al_2O_3 .

3-3. 충격에너지 및 인장강도

Fig. 8은 충격에너지에 미치는 가압력의 영향을 나타낸 것이다. 모든 조건에서 복합재료의 충격에너지 값은 기지금속인 AC8A의 것(19KJ/m^2) 보다 다소 낮은 값을 나타내고 있다. 가압력이 75 MPa까지는 다소 증가하고 있으나 100 MPa에서는 25 MPa에서 제조된 경우의 값과 비슷하거나 감소하는 것을 볼 수 있다. 그러나 충격시험기의 용량이 30Kg인 데 비해 충격에너지값이 너무 작으며, 또한 그 값의 차이가 약 5KJ/m^2 로 매우 작기 때문에 가압력의 영향을 제대로 파악하기 어렵다. 이것은 AC8A 합금의 충격에너지 값이 작기 때문이며, 따라서 정확한 충격에너지값을 측정하기 위해서는 작은 용량의 시험기가 필요하다. 이러한 충격에너지 값의 작은 변화에 반하여 인장성질은 크게 변화한다.

Fig. 9는 Al_2O_3 -AC8A 복합재료의 인장성질을 나타낸 것이다. T_p 600°C에서 제조된 복합재료의 경우 가압력이 25에서 75 MPa까지는 인장 및 항복강도의 증가가 뚜렷하며, 100 MPa에서는 75 MPa에 비해 낮은 값을 가짐을 볼 수 있다. 특히 가압력이 25 MPa에서 제조된 복합재료의 경우 기

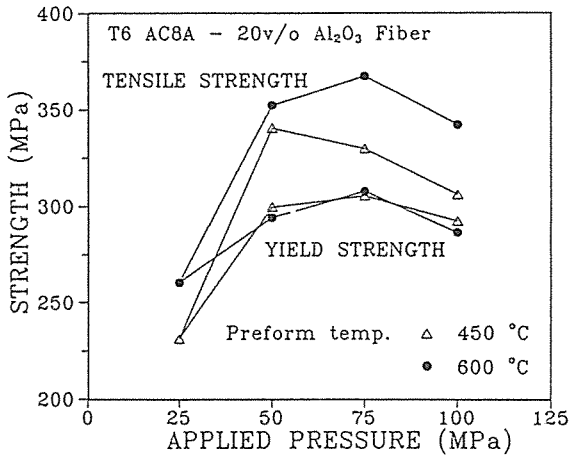


Fig. 9 Effect of applied pressure on U.T.S. and Y.S. of T6-AC8A composite reinforced with Al₂O₃.

지금속의 인장강도(약 280 MPa)보다 낮은 값을 나타내고 있으며, 연성이 약 0.2% 정도로 소성변형을 전혀 수반하지 않기 때문에 항복강도를 측정할 수 없었다. 항복전에 파괴가 일어나는 이유는 조대한 기공의 존재와 섬유/기지금속간의 계면결합력이 나쁨으로 인해 섬유의 첨가가 오히려 더 많은 결함을 형성하기 때문인 것으로 사료된다. 가압력 75 MPa까지의 인장 및 항복강도의 증가는 앞서 살펴본 기공형성 억제와 섬유와 기지금속간의 계면결합력 향상에 따른 결과이다. 100 MPa에서의 복합재료의 인장 및 항복강도의 감소는 Al 합금에서는 나타나지 않는 현상으로서 높은 가압력에 의해 발생된 섬유의 파손이 주요인이며, 이러한 섬유의 파손은 aspect ratio(복합재료의 주요한 강도증가요인) 감소 및 미세균열 발생 등을 초래하여 강도에 악영향을 미치리라 사료된다. 가압력 증가에 따른

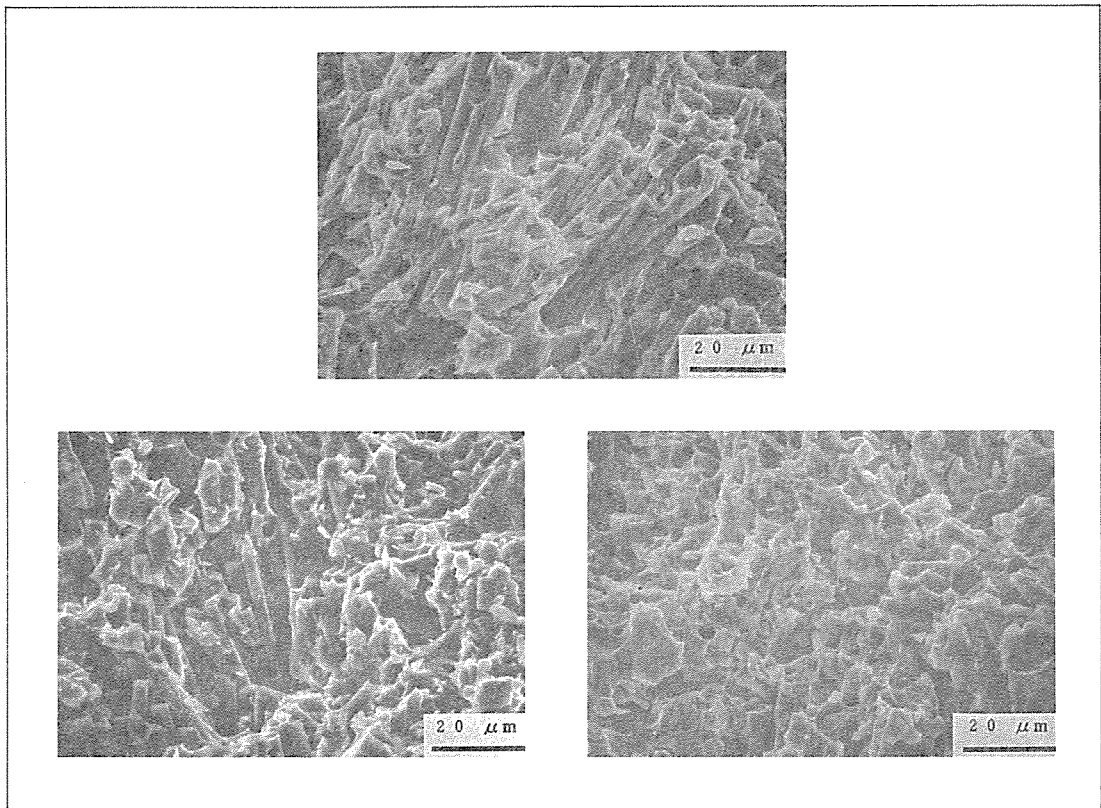


Fig. 10 SEM fractographs of tensile specimen of the Al₂O₃-AC8A composites fabricated by squeeze casting at (a) 25 MPa, (b) 50 MPa, (c) 75 MPa.

강도감소는 Fig. 9에서 보듯이 T_p 가 낮을수록 더 낮은 가압력에서 큰 폭으로 일어나고 있다.

인장시편의 파면을 SEM으로 관찰하면 25 MPa에서 제조된 복합재료는 Al 용탕의 침투가 일어나지 않은 영역도 관찰되며 섬유 표면이 그대로 드러나 있다(Fig. 10(a)). 반면에 75 MPa의 경우(Fig. 10(c)), 섬유 표면에 기지금속이 다량 묻어 있으며, 파괴시 기지금속의 변형을 수반하는 것을 볼 수 있다. 즉 가압력이 증가할수록 섬유와 기지금속간의 결합력이 향상되어 기지금속에서 섬유로의 보나온 하중전이(load transfer)가 가능하므로 기지금속의 소성변형이 일어난다. 50 MPa에서 제조된 복합재료는 용탕의 침투가 일어나지 않은 영역은 크게 줄었으나, Fig. 10(b)에서 보듯이 섬유의 pull-out된 길이가 75 MPa의 경우보다 큼을 알 수 있다. 이것은 계면결합력이 부분적으로 다르기 때문에 나타나는 현상으로 예비성형체로의 용탕침투가 균일한 압력으로 일어나지 않음을 뜻한다. 그러나 100 MPa에서 제조된 복합재료의 인장파면은 75 MPa에서의 것과 비교할때 뚜렷한 차이점을 발견할 수 없었다.

이상의 결과로부터 기계적 성질에 영향을 미치는 인자는 기지금속의 결합, 섬유와 기지금속간의 계면결합력 그리고 섬유의 aspect ratio임을 알 수 있으며, 이들은 가압력 변화와 아주 밀접한 관계를 갖고 있다. 본 연구에서 건전한 조직과 인장강도와 충격성질의 최대치를 얻을 수 있는 복합재료를 제조하기 위한 최적 가압력은 75 MPa임을 알았다. 그러나 이 조건은 강화재, 기지금속 그리고 제조 온도 등에 따라 달라질 수 있다. Squeeze casting 법에서 고 압력하에서의 복합재료 제조는 생산원가의 상승과 섬유의 손상이 따르므로 최근의 연구 방향은 최적 가압력을 낮추는 방법을 모색하고 있으며, 그 방법으로 합금원소의 첨가, 섬유의 금속 피복 그리고 예비성형체의 전처리 등[10]을 들 수 있다.

4. 결 론

1) 복합재료의 미세조직은 가압력보다는 섬유의 밀도에 더 큰 영향을 받는다. 즉 섬유의 밀도가 높은

영역에서는 공정 Si이 미세하고 원형에 가까운 형태로 개량화 된다.

2) 가압력의 증가는 섬유와 용탕금속간의 젖음성을 향상시켜 보다 우수한 계면결합력을 갖게 한다. 그러나 가압력이 너무 높을 경우에는 섬유의 심한 파손이 일어난다.

3) 가압력이 증가함에 따라 복합재료의 인장강도는 크게 증가하고 있으며 그 요인으로 계면결합력 향상과 조직 치밀화를 들 수 있다. 그러나 가압력이 너무 높은 경우 강도의 감소현상이 일어나며 이는 섬유의 파손에 의한 aspect ratio 감소와 미세 균열발생으로 설명할 수 있다.

참고문헌

1. J.D. Forest, Gneral Dynamics, Convair, March, 1985.
2. Engineered Material Handbooks, Composites (Vol. 1), ASM-International, 1987, pp.896.
3. H. Armstrong, 5th. MMCs Technology Conference, Silver Spring, MD, May, 1983.
4. H. Hukunaga, T. Ohde, ICCM-IV, 1982, pp.1443.
5. Data Sheet on Saffil(ICI Mond Division, Runcorn, Cheshire, UK, 1982)
6. G.R. Cappleman, J.F. Watts, T.W. Clyne, J. of Mat. Sci., Vol. 20, 1985, pp.2159.
7. T.W. Clyne, ICCM-V, 1983, pp.755.
8. T.W. Clyne and J.F. Mason, Met. Trans. A, 18A, 1987, pp.1519.
9. P.K. Rohatgi, R. Asthana and S. Das, Int. Metals Reviews, 31, 1986, pp.115.
10. A. Mortensen, J.A. Cornie and M.C. Flemings, J. of Metals, Dec., 1988, pp.1.