

반응 용탕단조한($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 + \text{Ni}$)/Al하이브리드 금속복합재료의 파괴거동 특성

김익우* · 김상석* · 박익민*

Fraccture Behavior of Recation Squeeze Cast ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 + \text{Ni}$)/Al Hybrid Metal Matrix Composites

Ik-Woo Kim, Sang-Suk Kim and Ik Min Park

.Key Words : hybrid MMC, reaction squeeze casting, intermetallic compound, in-situ fracture test

Abstract

Mechanical properties of ($10\% \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 + 5\% \text{Ni}$)/Al hybrid composites fabricated by the reaction squeeze casting were compared with those of ($15\% \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$)/Al composites. Intermetallic compound formed by reaction between molten aluminum and reinforcing powder was uniformly distributed in the Al matrix. These intermetallic compounds were identified as Al_3Ni using EDS and X-ray diffraction analysis. Microhardness and flexural strength of hybrid composites were higher than that of ($15\% \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$)/Al composite. In-situ fracture tests were conducted on ($15\% \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$)/Al composites and ($10\% \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 + 5\% \text{Ni}$)/Al hybrid composites to identify the microfracture process. It was identified from the in-situ fracture test of ($15\% \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$)/Al composites, microcracks were initiated mainly at the short fiber / matrix interfaces. As the loading was continued, the crack propagated mainly along the separated interfacial regions and the well developed shear bands. It was identified from the in-situ fracture test of ($10\% \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 + 5\% \text{Ni}$)/Al hybrid composites, microcracks were initiated mainly by the short fiber/matrix interfacial debonding. The crack proceeded mainly through the intermetallic compound clusters

1. 서 론

금속기 복합재료는 비강도, 비강성, 감쇠특성, 내마멸성이 우수하고, 낮은 열팽창계수, 높은 전기전도도 특성으로 인하여 일반 기계 구조물, 고온 환경 및 열변형이 심한 우주 환경 구조물 등에 응용 연구 개발되고 있으며 응용 가능한 범위가 넓다[1-3]. 그러나 Al 금속복합재료의 경우 고온에서 Al기지의 연화 및 강화재와 기지 합금과의 계면반응 등으로 인한 강도의 저하 등에 따라 고온 사용온도 범위가 제한되고 있는 실정이다. 최근에는 이러한 문제를 극복하기 위하여

용탕단조시 Al용탕과 금속 분말(Fe, Cu, Ni) 혹은 금속 산화 분말(TiO_2 , NiO)과의 반응에 의해 기지 내에 금속간 화합물을 형성시켜 Al 금속복합재료의 고온강도 등을 향상시키려는 반응 용탕단조법(Reaction squeeze casting)이 제안되고 있다[4-5]. 본 연구에서는 Alumino-silicate 단섬유와 Ni분말의 예비성형체를 제조하여 반응 용탕단조법으로 하이브리드 복합재료를 제조하고, 제조된 ($10\% \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 + 5\% \text{Ni}$)/Al 하이브리드 복합재료의 미세조직, 기계적 특성 등을 기존의 섬유 강화 효과만 고려한 ($15\% \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$)/Al 복합재료와 비교 평가하였다. 그리고 in-situ 파괴시험을 통해 ($10\% \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$)/Al 복합재료 및 ($10\% \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 + 5\% \text{Ni}$)/Al 하이브리드 복합재료의 미세파괴양상을 관찰하였다.

* 부산대학교 금속공학과

2. 실험방법

2.1 재료

본 연구에서는 기지재료로 순도 99.9%의 순수 알루미늄과 강화재로 Isolite사에서 제조된 평균직경 $2.8\mu\text{m}$, 길이 $20\sim 300\mu\text{m}$ 의 비정질 Kaowool 단섬유($47\%\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}53\%\text{SiO}_2$)와 평균 직경이 $2\sim 3\mu\text{m}$, 순도 99.9%의 Ni분말을(anatase type)을 사용하였다.

2.2 예비성형체 제조

하이브리드 예비성형체의 제조는 이온교환수에 강화재(단섬유, 분말)를 일정량 혼입한 후 slurry 상태로 만든 다음 교반하면서 무기바인더, 유기 바인더, 응집제 순으로 첨가하였다. 그런 다음 다시 교반한 후 포수제를 첨가한 후 closed micro pores가 없게 하기 위해 진공 감압 탈포 처리를 행하여 양호한 예비성형체를 제조하였다.

2.3 반응 용탕단조에 의한 복합재료의 제조

복합재료의 제조시 기지 금속과 강화재 사이의 젖음성을 향상시키기 위하여 예비성형체를 예열 용 전기로에서 400°C 로 예열하여, 400°C 로 가열된 금형 내에 장착하였다. 그리고, 용탕온도 800°C 의 기지금속을 예비성형체가 장착된 금형 내에 주입하고 plunger로 가압하여 제조하였다.[6]

2.4 미세조직 관찰 및 기계적 특성 평가

제조된 $(10\%\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 + 5\%\text{Ni})/\text{Al}$ 하이브리드 복합재료와 $(15\%\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2)/\text{Al}$ 복합재료를 Dix-keller 부식액으로 에칭한 후 주사식 전자현미경(SEM)으로 반응 생성물과 강화재 분포상태 등의 미세조직을 관찰하였으며, XRD 및 EDS 분석으로 반응 생성물을 조사하였다.

경도는 Micro-Vickers 경도기로 측정하였으며, 3점굽힘시험은 ASTM D350규격에 의거하여 crosshead speed $2.0\text{mm}/\text{min}$ 로 하여 실험을 행하였다.

2.5 In-situ 파괴시험

복합재료의 파괴과정을 직접 관찰하기 위해 wedge loading stage가 부착된 주사식 전자현미경내에서 In-situ파괴시험을 행하였다. Wedge loading stage는 SEM chamber밖에 연결되어 있

는 knob을 수동으로 회전시킴으로써 얇은 double cantilever beam(DCB)시편에 하중을 가할 수 있으며, wedge를 단계적으로 시편의 노치로 삽입하면서 노치선단부의 변형 및 균열 전파양상을 관찰하였다.[6]

3. 실험결과 및 고찰

3.1 미세조직

Figure 1에는 용탕단조법으로 Al용탕을 하이브리드 예비성형체에 가압침투 시켜 제조한 복합재료의 SEM 조직 사진을 나타내었는데 (a)는 $(\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2)$ 단일섬유강화 복합재료, (b)는 $(\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 + \text{Ni})$ 하이브리드 복합재료의 조직이다. (a)와 (b) 모두 용탕가압 침투공정에 따른 재료에서 가압력에 따른 $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ 단섬유의 파손은 관찰되지 않았으며, micro-porosity 등의 구조 결함도 관찰되지 않아 비교적 양호한 복합재료가 제조된 것을 확인할 수 있다. 하이브리드 복합재료 (b)의 경우 용탕단조시 Al용탕과 Ni분말과의 반응에 의하여 형성된 Al-Ni 금속간 화합물이 시편에 고루 분포되어 있음을 관찰할 수 있다.

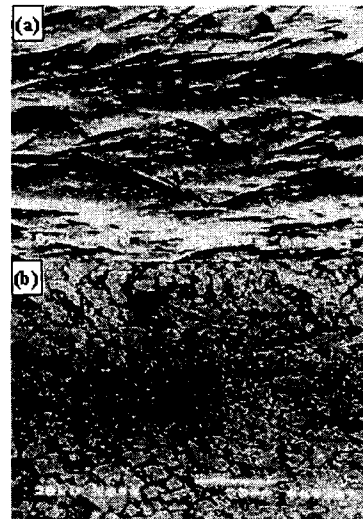
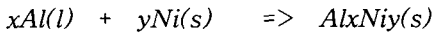


Figure. 1 SEM microstructure of squeeze cast Al matrix composites.
(a) $(15\%\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2)/\text{Al}$
(b) $(10\%\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 + 5\%\text{Ni})/\text{Al}$

Al용탕과 Ni분말과의 반응은 다음과 같이 일어날 수 있다.



$Al_xNi_y(s)$ 상은 반응조건에 따라 Al_3Ni , $AlNi$, Al_3Ni_2 등의 금속간 화합물을 생성하는 것으로 보고 되고 있다.

Figure 2는 $(10\%Al_2O_3 \cdot SiO_2 + 5\%Ni)/Al$ 하이브리드 복합재료의 X선 회절 분석 결과를 나타내었는데 Al_3Ni 의 금속간 화합물의 피크가 주요한 피크였고, 다른 Al-Ni 화합물 피크는 미미하여 관찰할 수 없었다.[7]

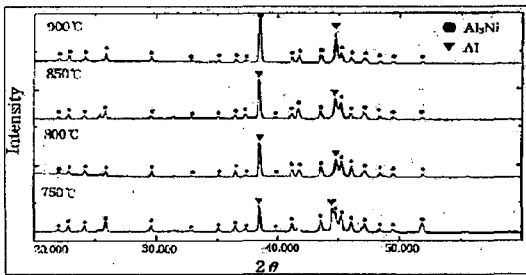


Figure 2. X-ray diffraction pattern of $(10\%Al_2O_3 \cdot SiO_2 + 5\%Ni)/Al$ hybrid composites.

3.2 기계적 특성

Figure 3는 용탕단조한 Al기지, $(15\%Al_2O_3 \cdot SiO_2)/Al$ 단일섬유강화 복합재료, $(10\%Al_2O_3 \cdot SiO_2 + 5\%Ni)/Al$ 하이브리드 복합재료의 미세 경도 및 3점 굽힘강도 측정 결과를 나타낸다. 경도 및 굽힘강도는 $(10\%Al_2O_3 \cdot SiO_2 + 5\%Ni)/Al$ 하이브리드 복합재료가 $(15\%Al_2O_3 \cdot SiO_2)/Al$ 단일섬유강화 복합재료에 비해 100Hv, 66MPa 정도 각각 높게 나타났다. 이러한 경도 및 강도의 향상은 하이브리드 복합재료의 경우 반응에 의해 형성된 Al_3Ni 금속간화합물에 의한 기지의 강화 효과 때문으로 판단된다. 그러나 경도 증가에 비해 3점 굽힘강도의 증가는 그다지 높게 나타나지 않고 있는데 이는 경한 금속간 화합물을 함유하는 하이브리드 복합재료가 다소 취성적이기 때문으로 사료된다.

3.3 In-situ 파괴과정 관찰

Figure 4과 Figure 5에는 $(15\%Al_2O_3 \cdot SiO_2)/Al$ 단일섬유강화복합재료 및 $(10\%Al_2O_3 \cdot SiO_2 + 5\%Ni)/Al$ 하이브리드 복합재료의 in-situ 파괴거동을 나타낸다.

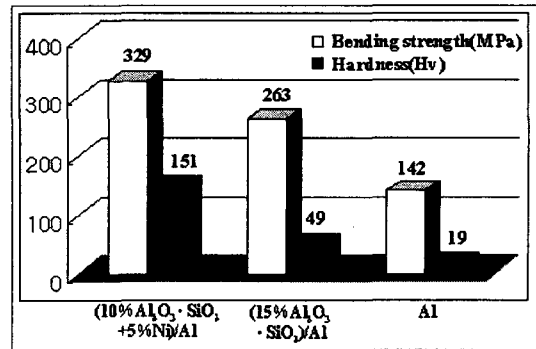


Figure 3. Hardness(Hv) and flexural strength(MPa) of squeeze cast Al and Al matrix composites.

Figure 4(a)는 하중이 주어지는 초기단계 (stress intensity factor(K_Q)= $8.5MPa\sqrt{m}$)에서의 $(15\%Al_2O_3 \cdot SiO_2)/Al$ 단일섬유강화 복합재료의 CT시편의 노치선단부근 SEM사진으로 단섬유/기지의 계면분리가 우선적으로 일어난 것을 관찰할 수 있다. 하중이 증가함에 따라 ($K_Q=10.9MPa\sqrt{m}$) Al 기지 내에 국부적인 소성변형 (shear band) 및 단섬유 선단부분에 void가 생성되고 노치선단 부근에 미세균열의 합체에 의한 미세균열의 전파가 되는 것을 Figure 4(b)에서 관찰할 수 있다. 특히 노치선단 부근에서 미세균열의 합체가 관찰된다. Figure 4(c)에서 하중이 계속 가해졌을 때의 균열의 전파를 보여주는데 미세균열은 단섬유/기지의 계면분리가 일어난 부분과 Al기지 내에 형성된 shear band를 따라 전파되는 것을 보여준다. 그리고 단섬유 선단부의 void 및 단섬유가 손상된 부분에도 균열전파가 일어나는 것을 관찰할 수 있다.

$(10\%Al_2O_3 \cdot SiO_2 + 5\%Ni)/Al$ 하이브리드 복합재료의 경우는 Figure 5(a)에서 보듯 하중이 주어지는 초기단계($K_Q=10.76MPa\sqrt{m}$)에서 단섬유/기지 및 금속간화합물/기지의 계면과 단섬유 선단부에서 미세균열이 발생된다. 하이브리드 복합재료의 미세조직에서 보듯이 높은 부피분율의 금속간화합물 cluster가 관찰되는데 Figure 5(b)에서 보듯 하중이 증가함에 따라($K_Q=11.16MPa\sqrt{m}$) 미세균열의 전파는 금속간화합물/기지 계면의 분리된 부분들의 합체에 의해 cluster내를 통해 발생하는 것을 관찰할 수 있다. $(10\%Al_2O_3 \cdot$

SiO₂+5%Ni)/Al 하이브리드 복합재료의 shear band의 형성량은 (15%Al₂O₃ · SiO₂)/Al 단일섬유강화복합재료에 비해 적었다. CT 시편의 노치선단부 전방부에 하중이 계속 가해졌을 때 Figure 5(c)에서 보듯 긴 균열의 전파가 관찰된다. 이때 균열은 주로 금속간화합물 cluster 및 단섬유/기지의 계면을 따라 전파된다. 그리고 Al기지 부분은 균열이 형성된 shear band를 통해 발생하는 것을 관찰할 수 있다.

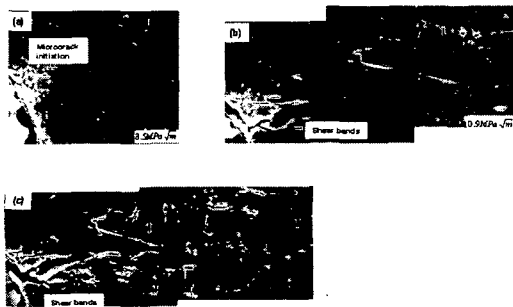


Figure 4. A series of SEM micrographs near a notch tip of (15%Al₂O₃ · SiO₂)/Al composite (a) K_Q=8.5 MPa√m (b) K_Q=10.9 MPa√m and (c) the cracks proceed mainly along the separated interfacial regions.



Figure 5. A series of SEM micrographs near a notch tip of (10%Al₂O₃ · SiO₂+5%Ni)/Al hybrid composite, (a) K_Q=10.76MPa√m, (b) K_Q=11.16 MPa√m and (c) crack propagation mainly along the intermetallic compound clusters.

4. 결론

1. 반응 용탕단조법에 의해 (10%Al₂O₃ · SiO₂+5%Ni)/Al 하이브리드 복합재료를 성공적으로 제조할 수 있었다.

2. 용탕단조시 Ni분말과 Al용탕간의 반응에 의해 Al₃Ni 금속간화합물이 형성되는 것을 확인할 수 있었다.

3. (10%Al₂O₃ · SiO₂+5%Ni)/Al 하이브리드 복합재료는 단일섬유강화 효과만 고려한 (15%Al₂O₃ · SiO₂)/Al 복합재료에 비해 기계적 특성이 향상됨을 확인할 수 있었다.

4. In-situ 파괴시험으로부터 (15%Al₂O₃ · SiO₂)/Al 단일섬유강화복합재료와 (10%Al₂O₃ · SiO₂+5%Ni)/Al 하이브리드 복합재료의 미세균열은 두경우 모두 주로 단섬유/기지의 계면분리에 의해 발생하는 것을 알 수 있었다. (15%Al₂O₃ · SiO₂)/Al 단일섬유강화 복합재료의 미세균열은 계면분리가 일어난 곳과 기지부분에 잘 발달된 shear band를 따라 전파됨을 확인할 수 있었다. 그리고 (10%Al₂O₃ · SiO₂+5%Ni)/Al 하이브리드 복합재료의 경우의 균열전파는 주로 금속간화합물 cluster를 통과하면서 발생하였고 (15%Al₂O₃ · SiO₂)/Al 단일섬유강화 복합재료에 비해 생성되는 shear band의 양은 적음을 확인할 수 있었다. 이는 하이브리드 복합재료의 기지에 생성된 취성적인 금속간화합물의 영향으로 사료되었다.

참고문헌

- [1] 박익민, 김부섭 : 대한금속학회보. vol. 9, No. 2, (1996), p.112
- [2] J.E.Allision, G.S. Cole : Journal of Metals, January (1993), p.19
- [3] M. G. Mckimpson, T. E. Scott : Materials Science and Engineering, A107 (1987), p.93
- [4] H. Fugunaga, J. of Soc. Mater. Sci., Jpn., 43(4) (1994), 373-381
- [5] I. Tsuchitori and H. Fukunaga, J. of Jpn. Inst. of Light Metals, 43(1) (1993), p.26-32
- [6] 김광천, 조영서, 이성학, 박익민: 한국주조 공학회지, vol. 16, No.6(1996) p.537-549
- [7] T.B. Massalski : Binary Phase Diagram, ASM, Metal Park, Ohio(1986), p.1585-1891