

論 文

Al-Li / SiC 계면의 젖음성에 관한 연구

김 기 배*, 김 도 향*, 이 호 인*

A study on the wettability of the Al-Li/SiC interface

Ki-Bae Kim*, Do-Hyang Kim*, Ho-In Lee*

Abstract

The wetting behaviour of SiC / Al-Li composite interface has been investigated by using an infiltration method. The critical pressure for melt infiltration into SiC particulate preform has been determined by measuring the melt infiltration distance changes with the variation of applied pressure. The threshold pressure of pure Al, Al-0.2wt%Li, Al-0.5wt%Li for melt infiltration are 3.94, 3.93, 3.75Kg/cm² respectively, which implies a slight improvement in wettability of SiC / Al composite by addition of Li. The threshold pressure for melt infiltration also changes with the variation of other parameters such SiC particulate size, SiC particulate fraction and melt temperature.

1. 서 론

금속기복합재료는 고강도, 고비탄성, 낮은 열팽창계수, 우수한 마모특성 및 고온특성을 가지는 고급재료들을 복합화할 경우 기존재료들이 가질 수 없는 독특한 특성을 가지는 신소재로서의 개발이 가능하다. 이러한 금속기복합재료의 제조방법 중 주조법은 비교적 비싸지 않으며, 재료 및 가공 조건의 선택폭이 넓기 때문에 주목받고 있으나 제조시 고체세라믹상과 액체금속기지와의 강한 결합을 하여야만 복합재료로서의 그 역할이 기대되고, 따라서 이러한 강한 결합을 위해서는 구성재료간의 양호한 젖음성이 필수적이다.⁽¹⁾

고체세라믹과 액체금속과의 젖음성에 관한 연구는 주로 세라믹기판 위에 금속액적을 놓았을 때 나타나는 각도를 측정하는 정적법(sessile-drop test)이나 세라믹막대를 금속용탕에 넣었을 때 세라믹막대가 어느정도 가라앉는가를 측정하는 침적법(immersional test)등을 이용하여 측정 평가하여 왔으나, 이러한 젖음성 평가방법은 산화가 잘 일어나는 금속과의 젖음성측정에는 산화피막이 젖음성측정에 큰 영향을 주어 정확한 젖음성측정이 매우 어렵다고 알려져 있다.⁽²⁾ 더욱이 본 연

구에서와 같이 산화가 극히 심한 Al-Li합금에서는 문제점이 있다.

따라서 본 연구에서는 분말입자내에서의 젖음성을 평가할 수 있는 침투법(infiltration method)⁽³⁾을 사용하였다. 이 방법은 분말을 성형시킨 성형체를 금속용탕속에 넣고, 가스로 가압하여 성형체내로의 금속용탕이 침투해 들어간 길이를 측정하여 젖음성을 평가하는 방법이다. 따라서 산화에 대한 문제점을 해결할 수 있을 뿐만아니라 복합재료 제조시와 같은 상황에서 젖음성이 평가될 수 있고, 여러 조건들을 변화시켜 젖음성을 평가할 수 있어 최근 침투법을 이용하여 많은 연구가 되고 있다.^(4, 5)

따라서 본 연구에서는 복합재료제조시 중요한 제조조건인 SiC분말의 부피분율, 입자크기, 용탕 온도, 유지시간 및 Li첨가량 등에 따른 젖음성의 변화를 침투법을 이용하여 측정 평가하여, Al-Li / SiC 복합재료 제조시 적합한 제조조건들을 검토하여 보았다.

2. 실험 방법

본 실험에 사용된 Al-Li합금은 고주파 진공 유

* 한국과학기술연구원, 경량 합금 연구실(Light Alloy Lab., KIST)

도 용해로에서 일단 약 10^{-2} torr 정도의 진공상태로 만든 뒤 아르곤 가스를 거의 대기압까지 채워 넣은 분위기하에서, 고순도 알루미늄과 리튬금속으로 제조된 Al-4wt%Li모합금을 사용하여 제조하였으며 합금 조성은 Al-0.2wt%Li와 Al-0.5wt%Li였다. 젖음성 실험에는 위의 합금외에 비교를 위하여 순수한 알루미늄 금속(순도: 99.9%)도 함께 이용되었다. 본 실험에서 복합재의 제조를 위해 사용된 강화 재료로는 SiC분말을 이용하였으며 평균 입도는 7, 24, $70\mu\text{m}$ 의 종류의 분말을 이용하였다.

본 연구에서 Al-Li합금과 SiC분말과의 젖음성은 침투(Infiltration)법을 이용하여 측정하였다. Oh등⁽⁵⁾에 의하여 고안된 실험 장치를 응용하여 그림1에 나타낸 것과 같은 실험 장치를 제작하여 젖음성을 측정하였다. 즉 용탕에 최고 약 $5\text{Kg}/\text{cm}^2$ 까지의 압력을 가한 후 내경 7mm의 석영관내의 SiC분말 성형체를 정해진 시간내에 용탕이 침투한 거리로 젖음성을 측정하였다. 특히 본 연구에 사용된 실험 장치는 Oh등의 실험 장치에 비하여 석영관내 SiC분말 성형체의 길이(그림 1에 2로 표시되었음)를 약 20cm정도로 길게 하여 젖

음성 실험시 용탕이 침투할 수 있는 길이를 증가시켰으며 이로 인해 보다 넓은 범위의 젖음성을 측정하였다.

본 실험에서 가장 중요한 인자중의 하나가 균일하게 일정한 압력으로 성형된 SiC분말 성형체를 준비하는 것이다. 분말 성형체를 준비하기 전에 석영관의 표면은 알루미늄 합금과의 반응을 방지하기 위해서 Boron Nitride분말로 코팅을 하였다. 내경 7mm, 길이 40cm의 석영관내에 10-20g의 SiC분말을 넣은뒤 최종 성형체의 길이가 15-20cm가 되도록 성형하였다. 성형 방법은 외경 6mm, 길이 70mm인 스테인레스강 봉을 일정한 높이에서 자유 낙하하여 원하는 성형체의 길이가 되도록 하였다. 스테인레스강 봉의 자유낙하 거리가 일정토록 함으로서 각 성형체의 성형시 가해지는 압력이 일정토록 하였다. 본실험에서 표준 성형체는 10g의 분말을 최종길이 15cm가 되도록 하여 실험하였으며 용탕의 침투거리가 15cm를 초과할때는 최종 성형체의 길이를 20cm로 하여 확인 실험을 하였다. 본 실험에 사용된 SiC분말 성형체의 부피분율은 이론적으로 계산한 결과 약 40-50%로 통상적인 금속기 복합재료의 경우보다 높은 편이었으나 부피 분율이 낮은 경우에는 용탕이 침투 길이가 너무 길게 되어 조건에 따른 젖음성을 비교할 수 없었다. 용탕 가압은 질소가스를 이용하여 평균 $6\text{kg}/\text{cm}^2/\text{min}$ 의 속도로 가압이 이루어지도록 하였으며 가압 시간은 30초-5분으로 하였다. 가압 후 용기는 평균 $6\text{Kg}/\text{cm}^2/\text{min}$ 의 속도로 감압되었다. 용탕온도는 $700-860^\circ\text{C}$ 로 유지하였다. 본 실험에서의 표준 조건은 가압시간 5분, 용탕온도 760°C 로 하였으며, 그외 젖음성에 대한 가압 시간 및 용탕 온도의 영향을 알아보기 위해서 여러 조건하에서 실험을 행하였다.

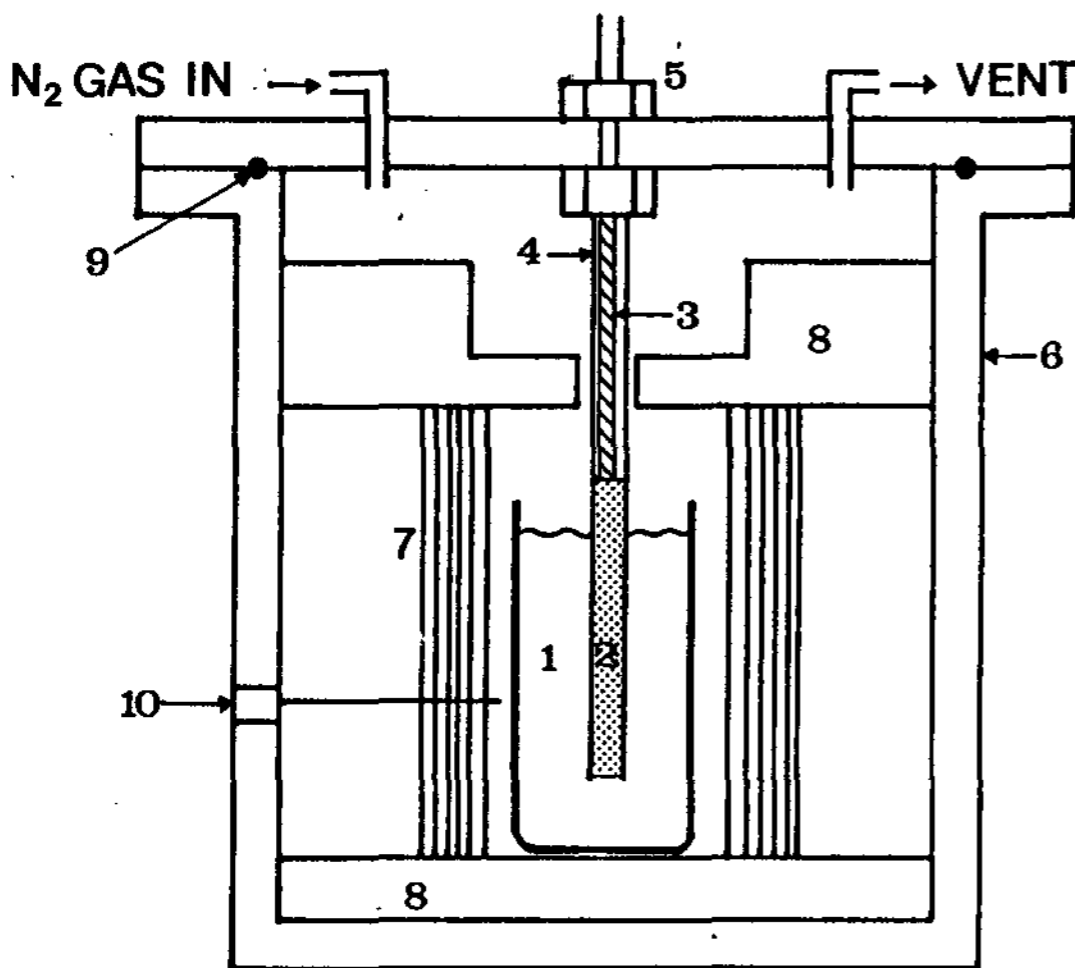


Fig. 1. Schematic diagram of the pressure chamber used for pressure infiltration.

- 1. molten metal, 2. specimen,
- 3. supporting rod, 4. quartz tube,
- 5. supporting cap, 6. steel cylinder,
- 7. heating element, 8. alumina board,
- 9. O-ring, 10. thermocouple.

3. 실험 결과 및 고찰

3.1 젖음성 측정

본 연구의 목적은 Li첨가에 의한 알루미늄 합금의 젖음성 향상을 살펴보는 것이므로 여러 조건에서 가압력에 따른 침투길이를 측정함으로써 알루미늄 합금이 SiC분말 성형체에 침투를 위한 임계 압력(threshold pressure)을 구하여 비교하였다. 가압 침투법에서 임계 압력은 합금 용탕이 분말 성형체로 침투하기 위한 최소의 압력을 임계

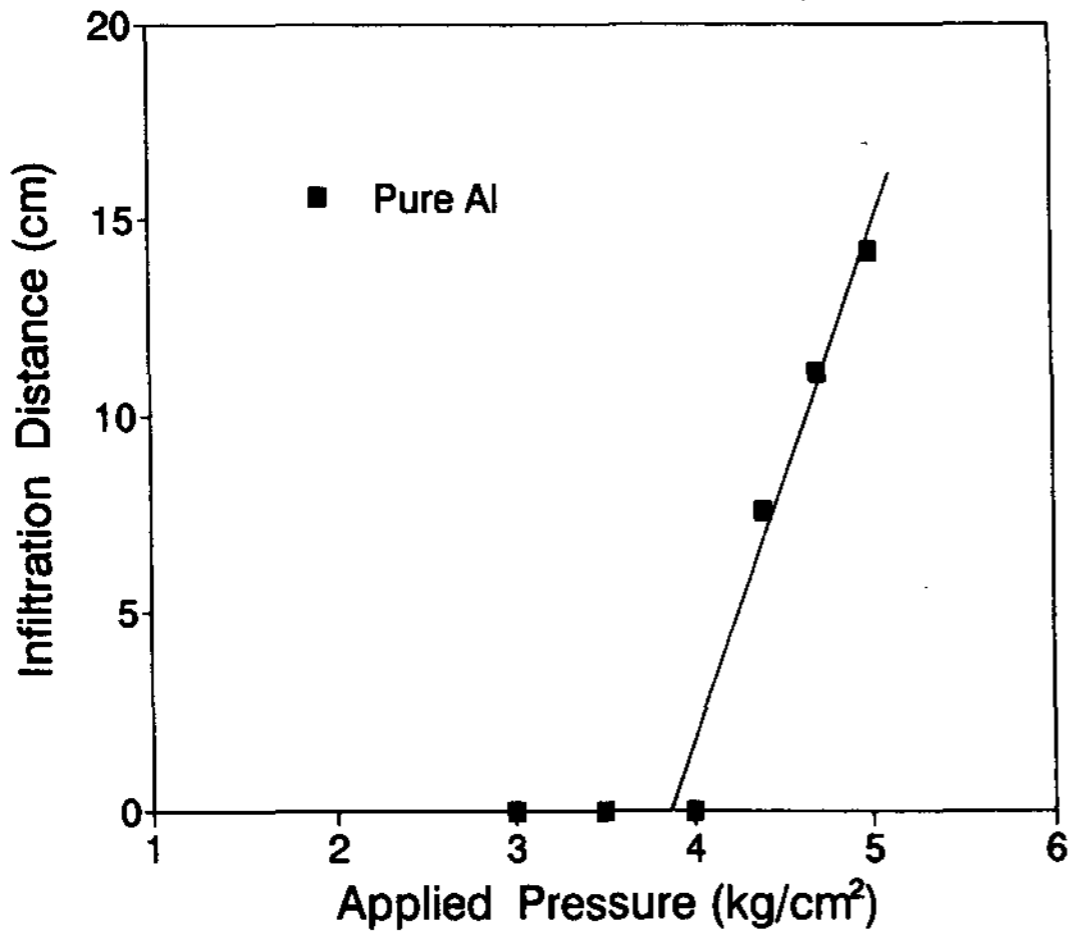


Fig. 2. Variation of the infiltration distance with applied pressure for SiC particulate specimens infiltrated in pure Al at 760°C.

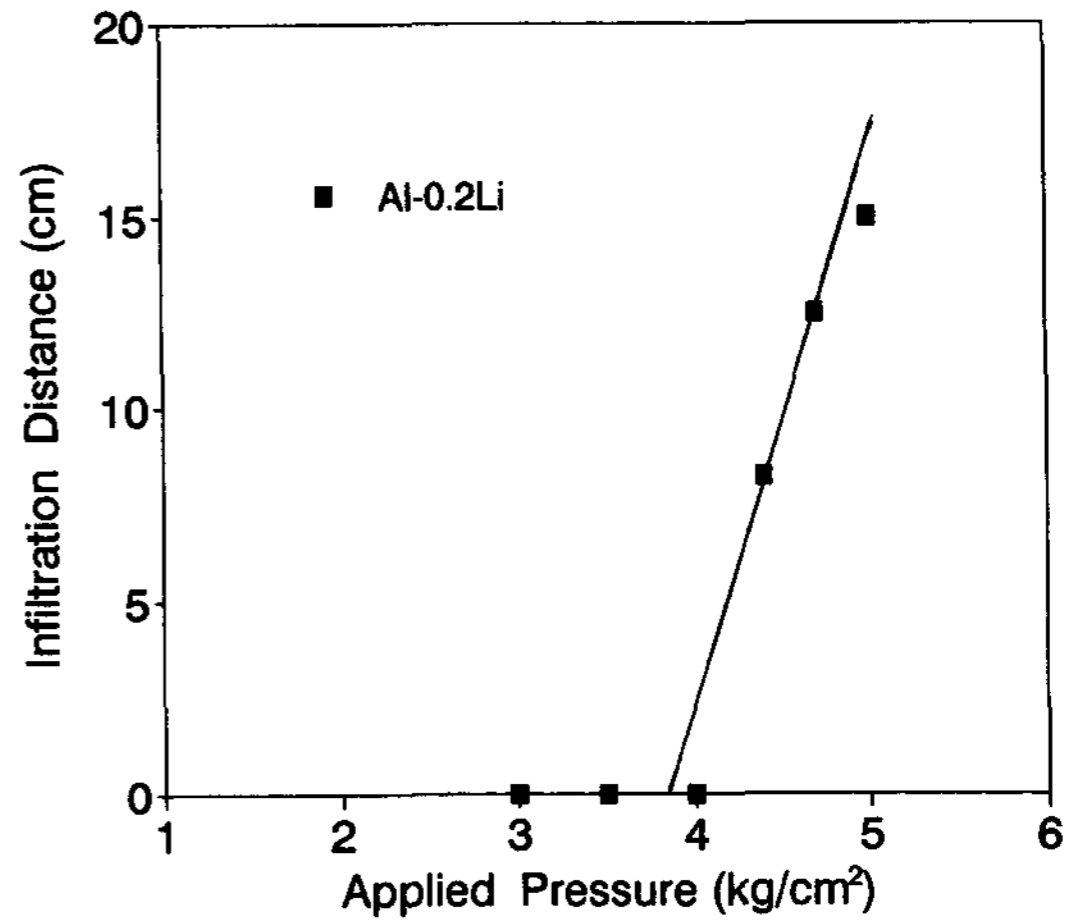


Fig. 3. Variation of the infiltration distance with applied pressure for SiC particulate specimens infiltrated in Al-0.2%Li alloy at 760°C.

압력이라고 하며, 각각의 조건에서 가압력에 따른 침투 길이를 측정하여 가압력과 침투 길이 사이의 관계를 직선적으로 고려하여 외삽법에 의해 침투 길이가 0이 될때의 압력으로 이 임계 압력을 구한다. 그림 2 및 3은 760°C에서 유지된 순 알루미늄 및 Al-0.2wt%Li합금에 대하여 여러 용탕 가압력에 의해 5분간 침투된 용탕의 길이를 보여 주고 있다. Al-0.5wt%Li합금의 경우는 그림 4의 입자 크기 24 μ 의 경우에 나타내었다. 가압력이 3, 3.5Kg/cm²인 경우에는 용탕이 침투되지 못했으며 4Kg/cm²이상의 압력에서 용탕이 SiC성형체 속으로 침투되었다. 그림 2의 순알루미늄인 경우 가압력과 침투거리사이의 직선적인 관계가 얻어졌으며 이와 같은 관계는 그림 3, 4의 Al-0.2wt%, 0.5wt%Li의 경우에서도 거의 같은 정도로 관찰되었다. 이와같은 가압력과 침투거리사이의 직선적인 관계는 글래스 화이버와 순 알루미늄 사이에 Fukunaga와 Goda에⁽⁶⁾ 의해서도 보고되었다. 그림 2-4와 같이 침투 거리와 가압력사이의 관계가 거의 직선적일 경우에는 간단한 외삽법에 의해서 용탕의 침투를 위한 임계 압력이 구해질 수 있으며, 그림 2의 순 알루미늄의 경우는 그림에 표시한 대로 약 3.94Kg/cm²이었다. 그림 3 및 4로부터 Al-0.2wt%Li 및 Al-0.5wt%Li의 경우는 각각 3.93Kg/cm² 및 3.75Kg/cm²였다.

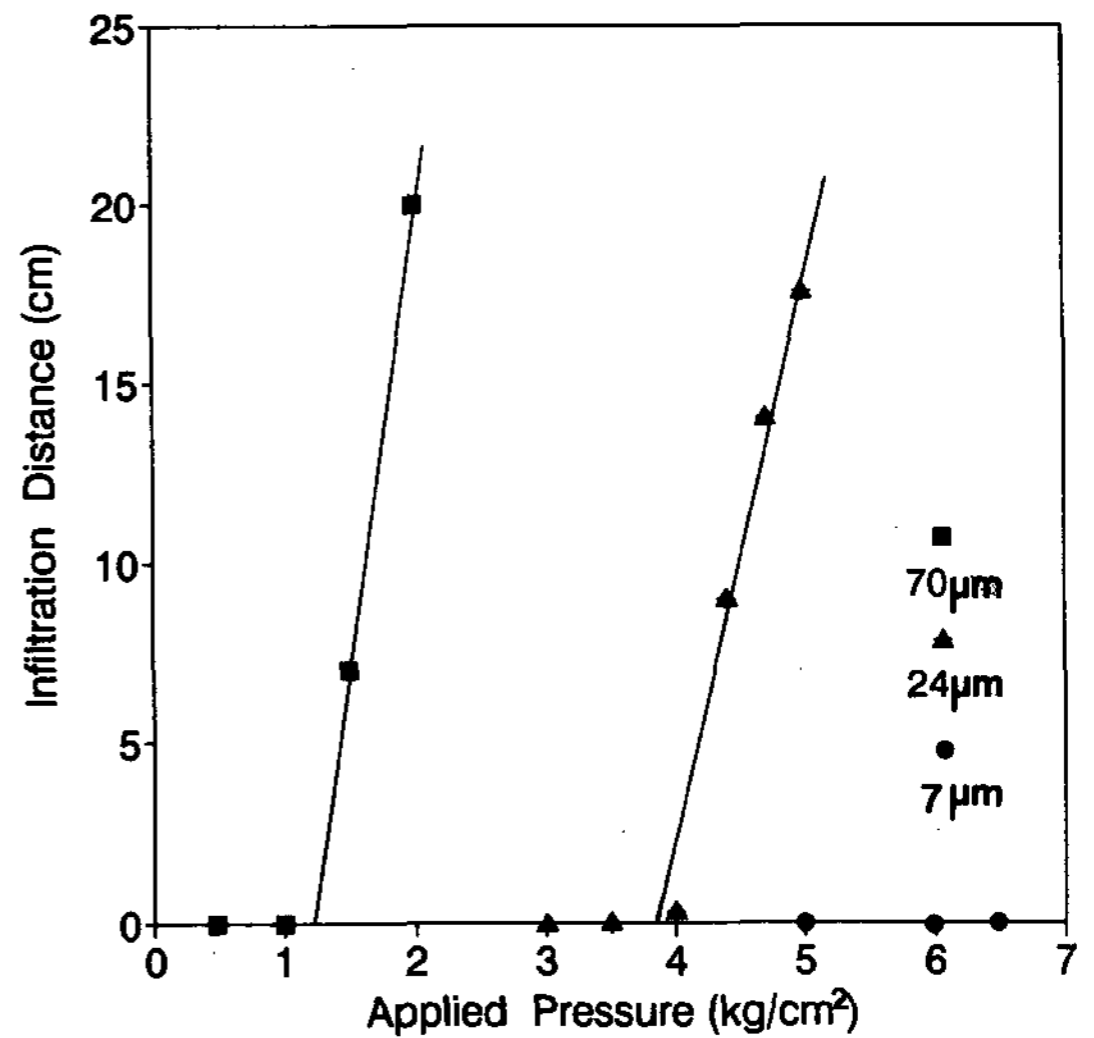


Fig. 4. Variation of the infiltration distance with applied pressure for SiC particulate specimens with average size of 24 and 70 μ m infiltrated in Al-0.5%Li alloy at 760°C.

3.2 젖음성에 대한 SiC입자 크기의 영향

그림 4는 SiC입자 크기가 7, 24, 70 μ m인 경우 가압력에 따른 Al-0.5wt%Li합금의 SiC성형체

로의 침투깊이를 보여주고 있다. SiC의 크기가 7 μ m인 경우에는 가압력이 6.5Kg/cm²되어도 침투가 되지 않았다. 그림 2 및 3에서와 마찬가지로 외삽법에 의해서 임계 침투압을 구해 본 결과 SiC입자의 크기가 70, 24, 7 μ m인 경우 각각 1.23Kg/cm², 3.75Kg/cm² 그리고 >6.5Kg/cm² 이었다. 즉, 입자의 크기가 감소함에 따라 임계 침투압이 급격히 증가하였다.

일반적으로 금속기 복합재료의 제조과정은 용탕의 침투과정과 침투후 성형체의 입자들 공간에서의 응고 과정으로 이루어지므로 입자 성형체내에서 용탕의 유동은 매우 중요하며 입자 크기와 공공 분율에 따라 크게 좌우되어진다. 즉 입자의 크기가 커질수록 공공 분율이 커지며 이에 따라 임계 침투압이 감소하게 된다. 그러나 합금과 접하는 입자의 표면적이 감소하므로 전반적인 재료의 강도는 저하되게 된다.

그림 5는 입자 크기가 24, 70 μ m인 경우 용탕이

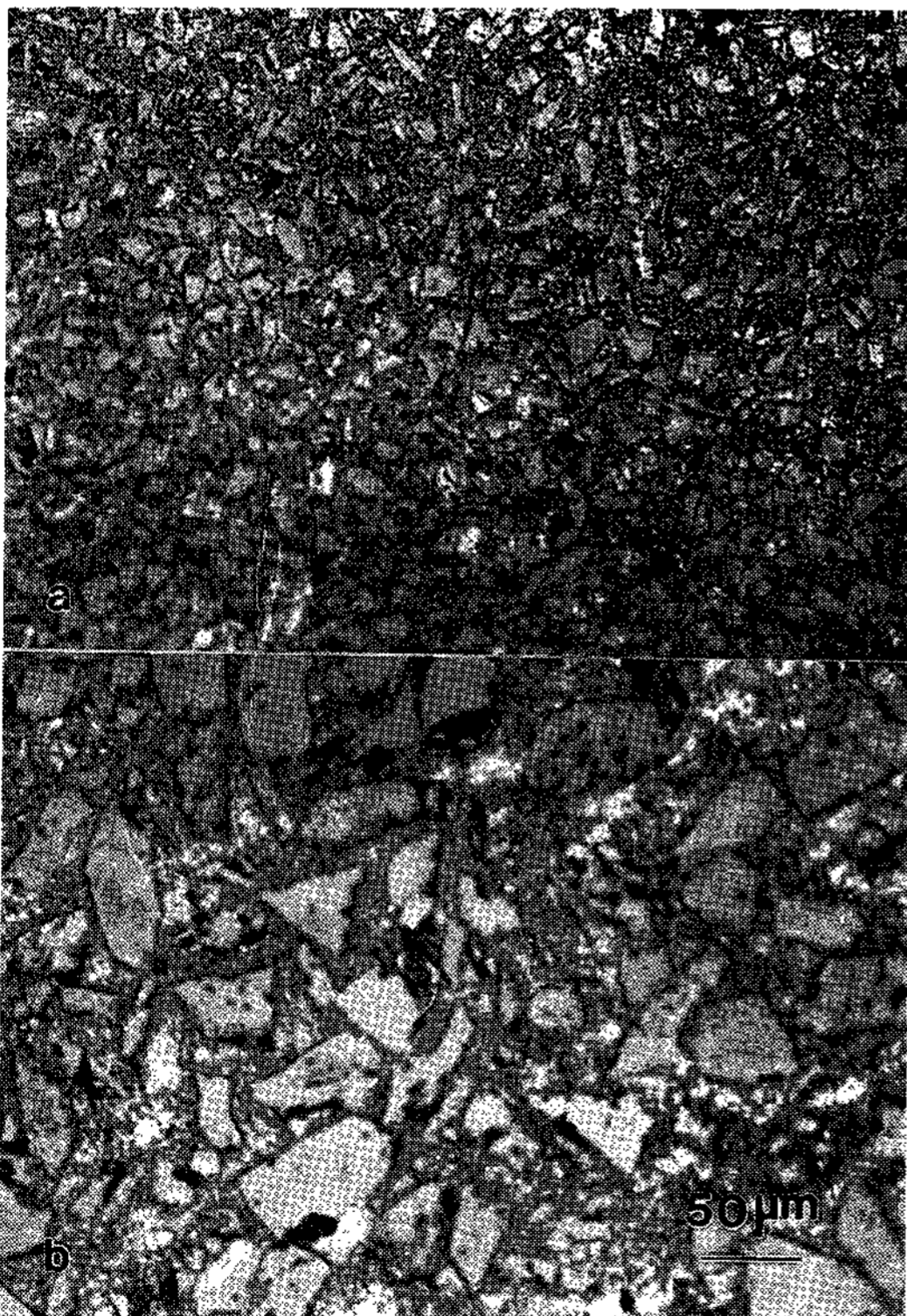


Fig. 5. Microstructures of SiC / Al-0.5%Li alloy system with particle size infiltrated at 760°C. (a) 24, (b) 70 μ m.

침투된 성형체의 조직을 보여 주고 있다. 용탕이 침투된 후에도 입자들은 균일하게 분포되어 있으며 위의 그림 4에서도 확인 되었듯이 입자 크기가 70 μ m인 경우 24 μ m와 비교하였을 때 같은 부피분율하에서도 용탕의 흐름을 위한 공공 크기가 큼을 알 수 있다.

3.3 젖음성에 대한 SiC 부피 분율의 영향

그림 6은 Al-0.5wt%Li합금의 경우 SiC 부피 분율에 따른 임계 침투압의 변화를 보여 주고 있다. SiC 부피분율이 40, 46, 52%인 경우 임계 침투압은 2.2kg/cm², 2.90Kg/cm², 3.75Kg/cm²였으며, 예측했던 대로 SiC부피 분율이 증가함에 따라 임계 침투압은 증가하였다.

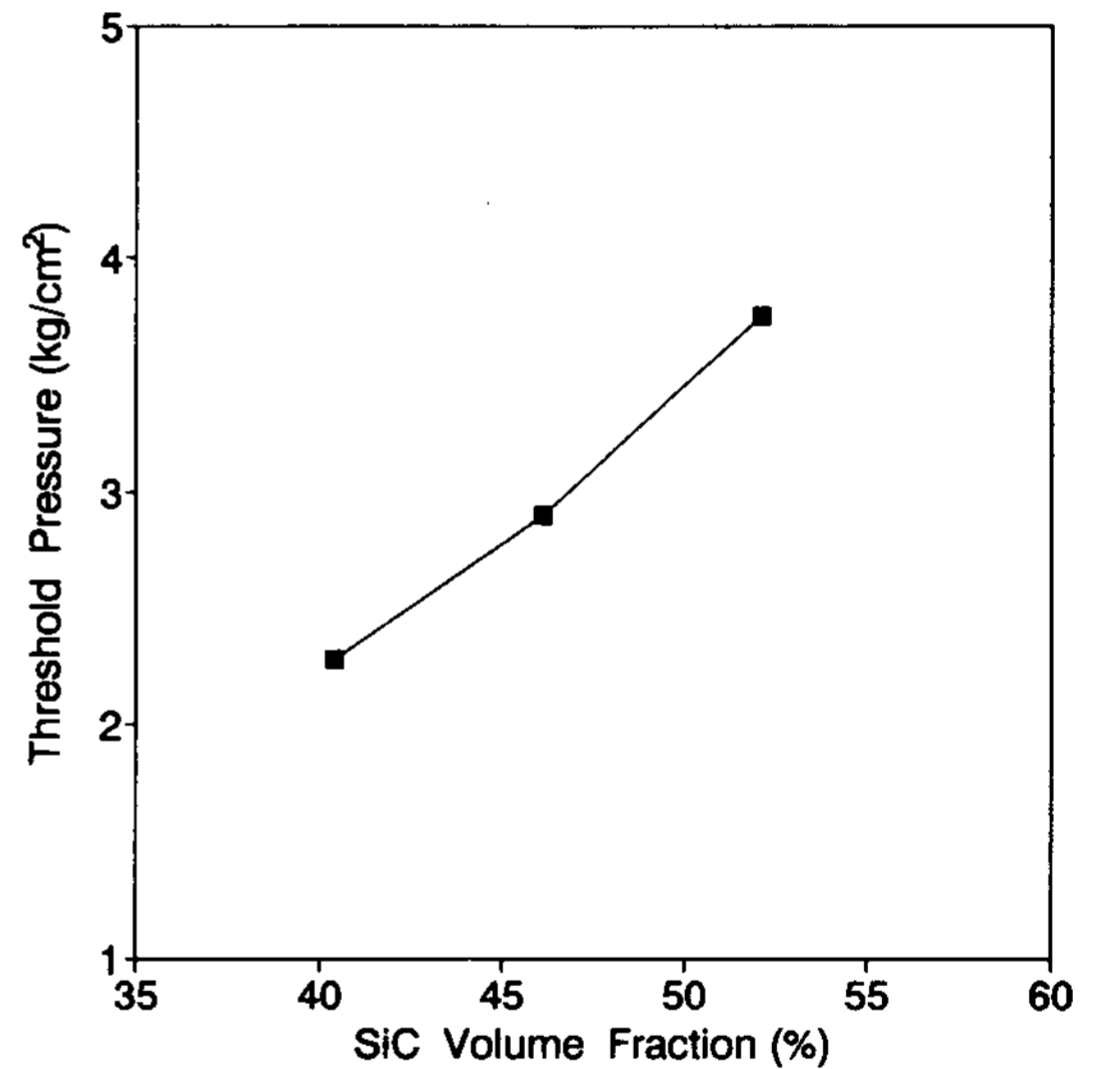


Fig. 6. Change in threshold pressure with SiC volume fraction in Al-0.5%Li alloy at 760°C.

3.4 젖음성에 대한 가압 시간의 영향

그림 7은 Al-0.5wt%Li합금을 5Kg/cm²의 압력으로 가압한 뒤 유지시간에 따른 침투거리의 변화를 보여 주고 있다. 용탕의 온도는 760°C였으며 가압후 유지시간은 30초, 1, 3, 5분이었다. 가압 시작후 유지시간이 3분 이내의 경우에는 침투거리가 거의 변화하지 않았으나 유지시간이 5분인 경우 침투거리가 상당히 증가하였다. 더욱이 증가 정도는 순 알루미늄의 경우보다는 Al-Li합금의 경우가 더욱 크게 나타났다.

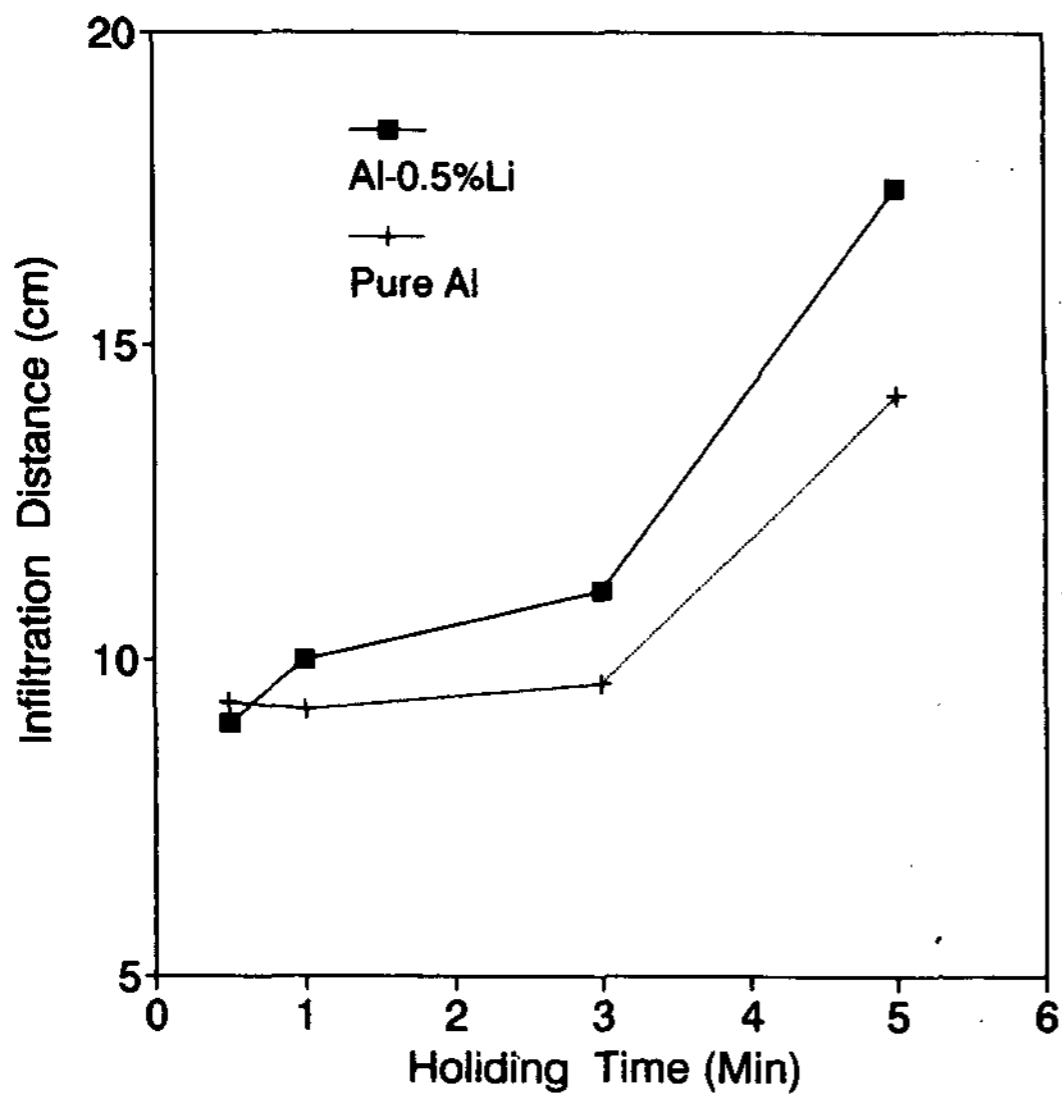


Fig. 7. Variation of the infiltration distance with holding time for SiC particulate specimens infiltrated with pure Al and Al-0.5%Li alloy at 760°C.

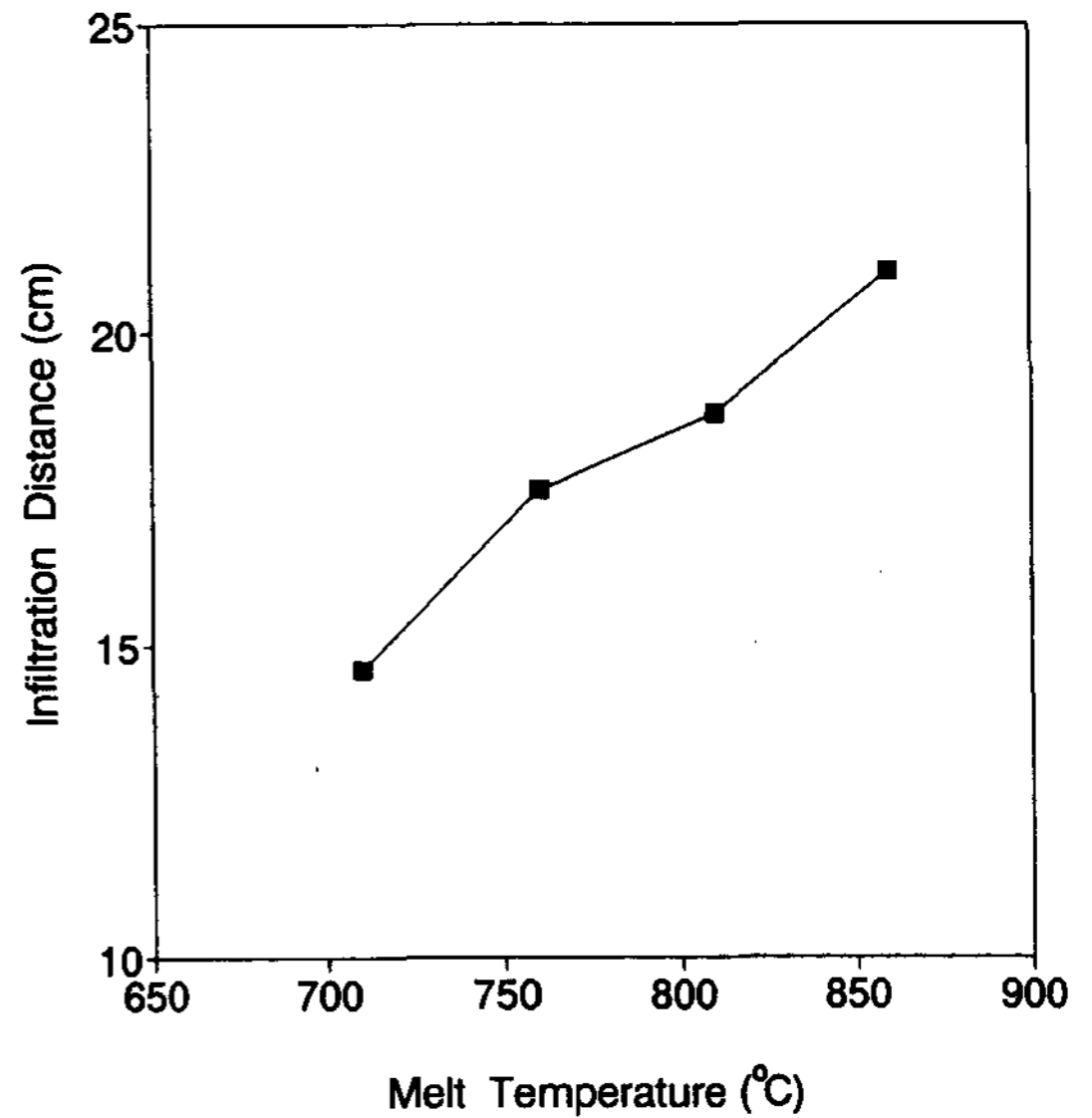


Fig. 8. Variation of the infiltration distance with melt temperature for SiC particulate specimens infiltrated in Al-0.5%Li alloy during 5 minutes.

젖음성의 시간 의존성은 금속/세라믹 계면에서의 반응 kinetics에 의해 설명되어질 수 있다. 반응성이 높은 경우에는 세라믹에 합금 용탕이 접촉되면서 반응이 시작되게 될 것이며 계면에서의 반응물이 물리, 화학적으로 안정하게 되면 더 이상의 반응은 아주 느린 속도로 진행되거나 혹은 반응이 멈춰지게 될 것이다. Li가 첨가된 경우 침투 거리가 증가한 것도 이와 같은 계면에서의 반응성의 향상에 기인되었을 것으로 고려된다.

3.5 젖음성에 대한 용탕온도의 영향

그림 8은 Al-0.5wt%Li합금의 용탕 온도에 따른 SiC 분말 성형체로의 침투거리 변화를 보여주고 있다. 압력 유지시간은 5분이었으며 용탕 온도는 700, 750, 800, 850°C로 유지하였다. 예측한 대로 침투 거리는 용탕 온도가 증가함에 따라서 거의 직선적으로 증가하였다. 용탕의 온도가 높아질수록 세라믹 입자와 금속 합금사이의 젖음성이 향상되는 사실은 이전의 많은 연구에서도⁽⁷⁾ 확인되었다.

3.6 젖음성에 대한 Li의 첨가 효과

그림 9는 Li첨가량에 따른 침투길이의 변화를

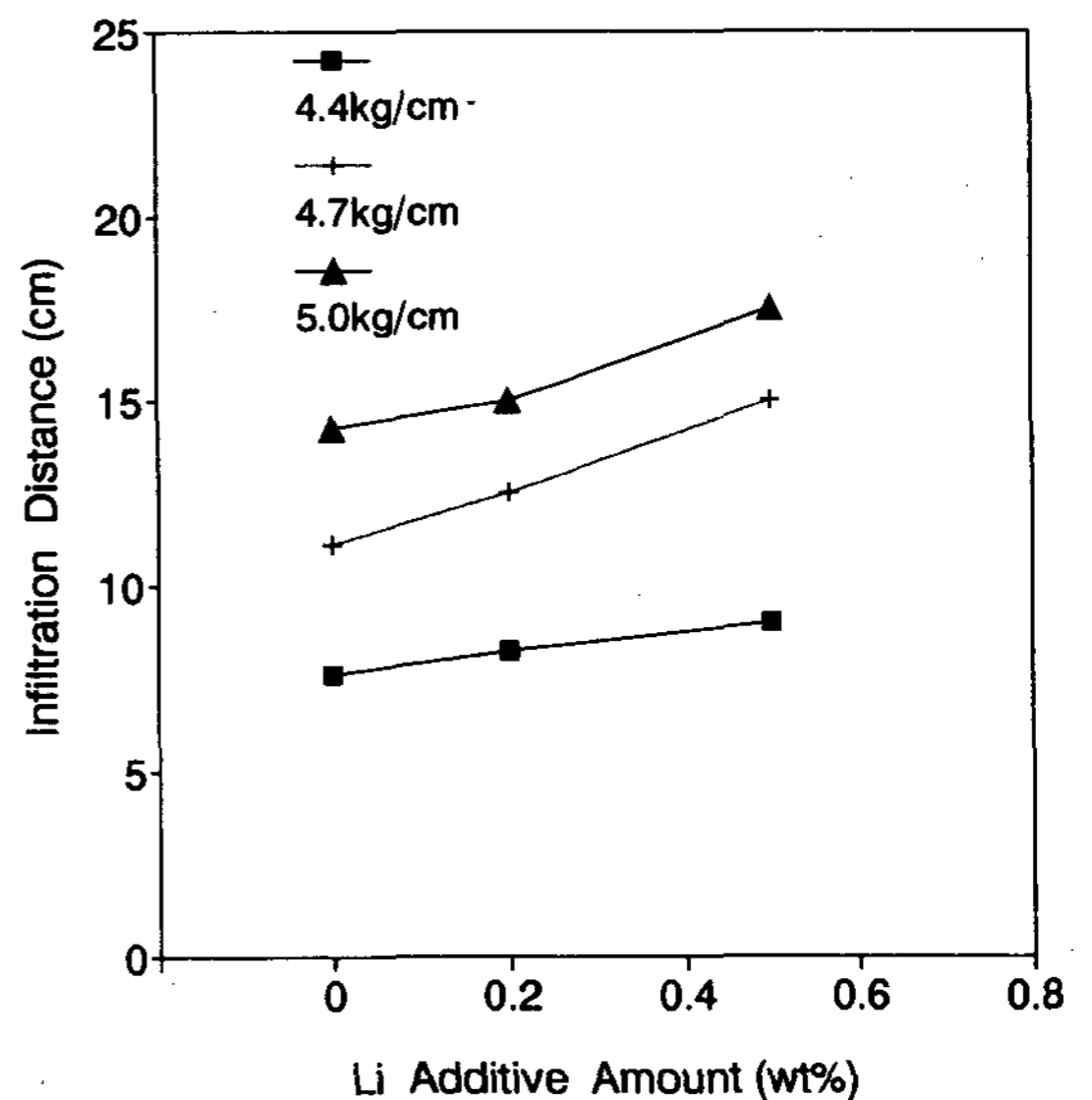


Fig. 9 Variation of the infiltration distance with Li additive amount for SiC particulate specimens infiltrated in Al alloys at 760°C with the applied pressure.

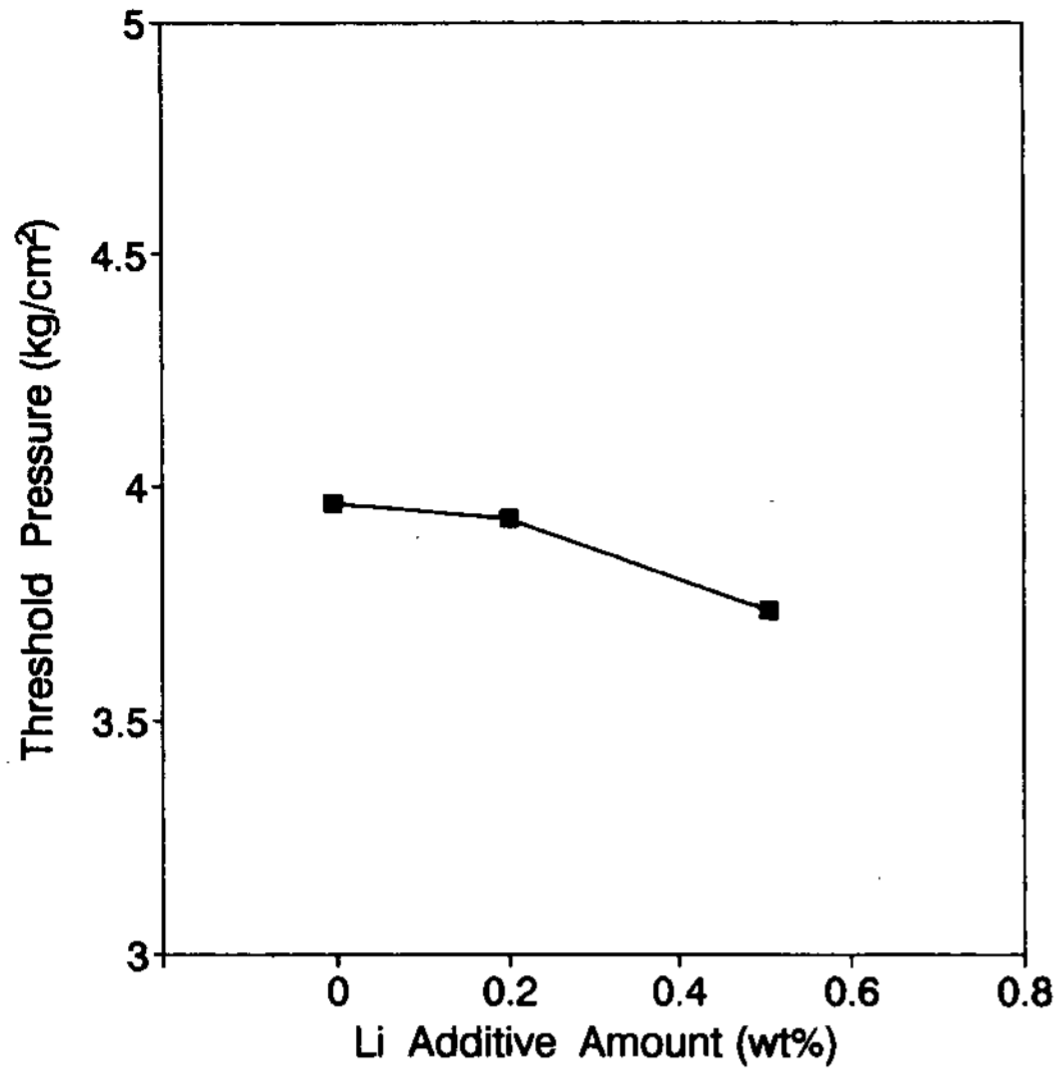


Fig. 10. Change in threshold pressure with Li additive amount in SiC /Al alloys.

보여주고 있다. Li의 양이 증가함에 따라서도 침투깊이는 증가하였으며 이와 같은 경향은 4.4Kg/cm²에서 5.0Kg/cm²으로 증가함에 따라서 더욱 뚜렷이 나타났다. 그림 2, 3에 나타내었던 Li첨가에 따른 임계 압력의 값을 그림 10에 나타내었다. Li의 양이 0.5wt%로 증가함에 의해서 임계 침투압은 약 0.3Kg/cm²정도 감소하였으며 Li의 첨가에 따른 계면에서 젖음성의 향상을 보여주고 있다.

4. 결론

본 연구에서는 침투법을 이용하여 Li첨가에 의한 SiC /Al-Li 복합재 계면에서의 젖음성 변화

에 관한 연구를 행하였으며 다음의 결론을 얻었다.

1) 본 연구에서 제작된 실험 장치에 의해서 SiC성형체로 Al-Li합금 용탕이 침투하기 위한 임계 압력을 측정하였다. Al, Al-0.2wt%Li, Al-0.5wt%Li합금의 경우 각각 3.94, 3.93, 3.75Kg/cm²였으며 이는 Li의 첨가에 의해서 SiC/Al-Li 복합재의 젖음성이 향상되었음을 보여주고 있다.

2) Al합금의 침투를 위한 임계 압력은 여러 실험 조건에 의해 영향을 받았다. 즉, SiC분말 입자의 크기가 커질수록, 성형체내 SiC분말 입자의 부피분율이 작아질수록 임계 압력은 감소하였으며, 또한 용탕의 온도가 높아질수록 용탕의 침투를 위한 임계 압력은 감소하였다.

참고 문헌

1. T.W.Chou, A.Kelly, and A.Okura : Composites, 16(1985), 187.
2. J.J.Brennan and, J.A.Pask : J. Am. Ceram. Soc., 51(1968), 569.
3. O.Y.Oh, J.A.Cornie, and K.C.Russell : Metall. Trans., 20A(1989), 527.
4. T.R.Fletcher, J.A.Cornie, and K.C.Russell : in Cast Reinforced Metal Matrix Composites, S.G.Fishman and A.K.Dhingra eds., ASM International, 1988, p. 21.
5. O.Y.Oh, J.A.Cornie, and K.C.Russell : Metall. Trans., 20A(1989), 533.
6. H. Fukunaga and K. Goda : Bull. JSME, 27 (1984), 1245.
7. W. Kohler : Aluminium, 51 (1975), 443.