

.....  
論 文  
.....

# 용융 알루미늄내에서 개재물의 크기분포 및 농도측정에 관한 연구

안 정, 문광호, 이광학

## A Study on the Measurement of the Concentration and the Size Distribution of Inclusions in the Molten Aluminum

Jeong An, Kwang-Ho Moon and Kwang-Hak Lee

### Abstract

The concentration and particle size distribution of non-metallic inclusions which suspended in the molten aluminum at 700°C were measured by using LiMCA apparatus.

The result revealed that the number of inclusions increased with increasing the applied current or decreasing the orifice diameter, while decreased with increasing the purity of aluminum. And also, it was found that the number of inclusions increased with increasing the amount of boron added to molten aluminum.

This was found to be attributed to the formation of the inclusions of TiB and V<sub>3</sub>B<sub>2</sub>. It was investigated that the average concentration of inclusions in a constant volume of 20ml of molten aluminum was increased in the order of pure molten aluminum, molten aluminum containing 20ppm of boron and molten aluminum used repeatedly in the experimental casting in this study. (Received January 24, 1994)

### 1. 서 론

액상금속 내에서 비금속 개재물의 존재는 최종 제품에 바람직하지 못한 결과를 야기시킨다. 그 일례로, 알루미늄 캔제품의 재활용에 있어서 재활용 비율의 증가와 박판제품을 생산하는 경향으로 알루미늄의 경우, 비금속 개재물은 박판에서의 핀홀, bright trim에서는 실선흠, 음료수 캔 등에서는 구멍이나 찢김, 와이어 드로잉조업에서는 파손비율 증가와 판재상품에 있어 표면결합등을 일으킬 수 있다 또한 개재물은 수소가스에 대한 핵 생성자리를 제공하며, 소둔한 피에 기포를 발생시킬 수 있고, 극한의 경우 다이표피의 돌기를 증가시켜 압연표면에 결함을 야기시킨다.

또한, 가공한 알루미늄 합금에서 15μm보다 큰

개재물은 유해하며, 순탄소강에서는 10μm 이하의 알루미늄 개재물은 소성성형을 위해 사용된 lens mould의 연마성에 영향을 미친다고 보고되어 왔으며[1], Langerweger[2]는 개재물의 조성과 그 영향에 대한 연구 결과를 보고하였다.

보통 알루미늄과 그 합금에 존재하는 일반적인 개재물을 Table 1에 나타내었다[2]. Table 1에서 알 수 있듯이, 대부분의 개재물들은 원천적으로 존재하고 있음을 알 수 있다. 예를 들면, 보론 첨가는 titanium-vanadium borides[(Ti-V)B]의 형성으로 알루미늄의 전기전도도를 향상시키며, titanium diboride(TiB<sub>2</sub>)는 입자 미세제로 광범위하게 사용되고, 알루미늄 탄화물은 환원공정 동안 흑연음극과 용융알루미늄과의 반응에 의해 가끔 생성되어진다.

울산대학교 금속공학과(Dept. of Metallurgical Eng., University of Ulsan)

**Table 1.** Composition and source of non-metallic inclusions in Al[2].

composition	source
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	exposure to O <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> O
AlMgO <sub>4</sub>	carried over from reduction cells
Al <sub>4</sub> C <sub>3</sub>	exposure to O <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> O
MgO	exposure to O <sub>2</sub> , H <sub>2</sub> O
TiB <sub>2</sub>	grain refiner addition

실제, 일반적으로 알루미늄 캔의 재활용시 발생하는 개재물의 대부분은 그 크기가 너무 작기 때문에 전체에 대한 성분을 정확히 알 수는 없으나 대부분의 개재물에 대한 조성은 알 수 있으며, 또한 큰 개재물일지라도 성형작업 동안 이들이 용이하게 파괴된다면 허용될 수 있다[3].

이와 같이, 금속질에 대한 개재물 level의 중요성 때문에 금속정화 평가를 위한 다양한 접근방법이 개발되어져 왔다. 즉, 원소나 화합물의 bulk농도를 측정하는 화학적 방법[4-5]은 개재물이 금속내에 어떻게 분포되어 있는지를 알 수 없어 개재물 측정방법으로는 부적당하며, 물리적 방법[3,6,7]중 Alcan에 의해 제시된 여과비시험 (filtration rate test) 방법은 용융금속내에 부유하는 모든 입자들이 여과비가 매우 작은 산화막과 입자형성을 위한 미세핵들로 이루어졌을 때는 사용이 어려우며, 용접검사, 잉고트의 압출 등 거시적 결함검사에 일반적으로 사용되어온 초음파 시험(ultrasonics) 방법[8]은 Pitcher와 Young[9]이 용융금속에 적용하여 현재 용융 알루미늄의 정화측정을 위한 초음파기술의 적용분야에 관한 연구를 수행하고 있다. 또한 광학적 방법[3,6,10-13] 중 pre농도를 측정하는 방법으로 IMFA (in mould filtration apparatus) 시험과 이를 개량한 PoDFA (porous disk filtration apparatus) 시험이 있으나, 이 방법들은 산화가 적은 금속을 시료로 하였을 때 상이한 결과를 나타내는 경우가 있으며 복잡하고 측정에 많은 시간이 소비되는 문제점이 있다. 그밖에 공정이나 생산품의 검사수행에 주로 의존해온 조업적인 방법 등도 있다.

따라서, 본 연구에서는 용융 알루미늄내에 존재하는 비금속 개재물의 신속한 정량적 분석을 위하여 Coulter에 의해 개발된 저항과동원리에

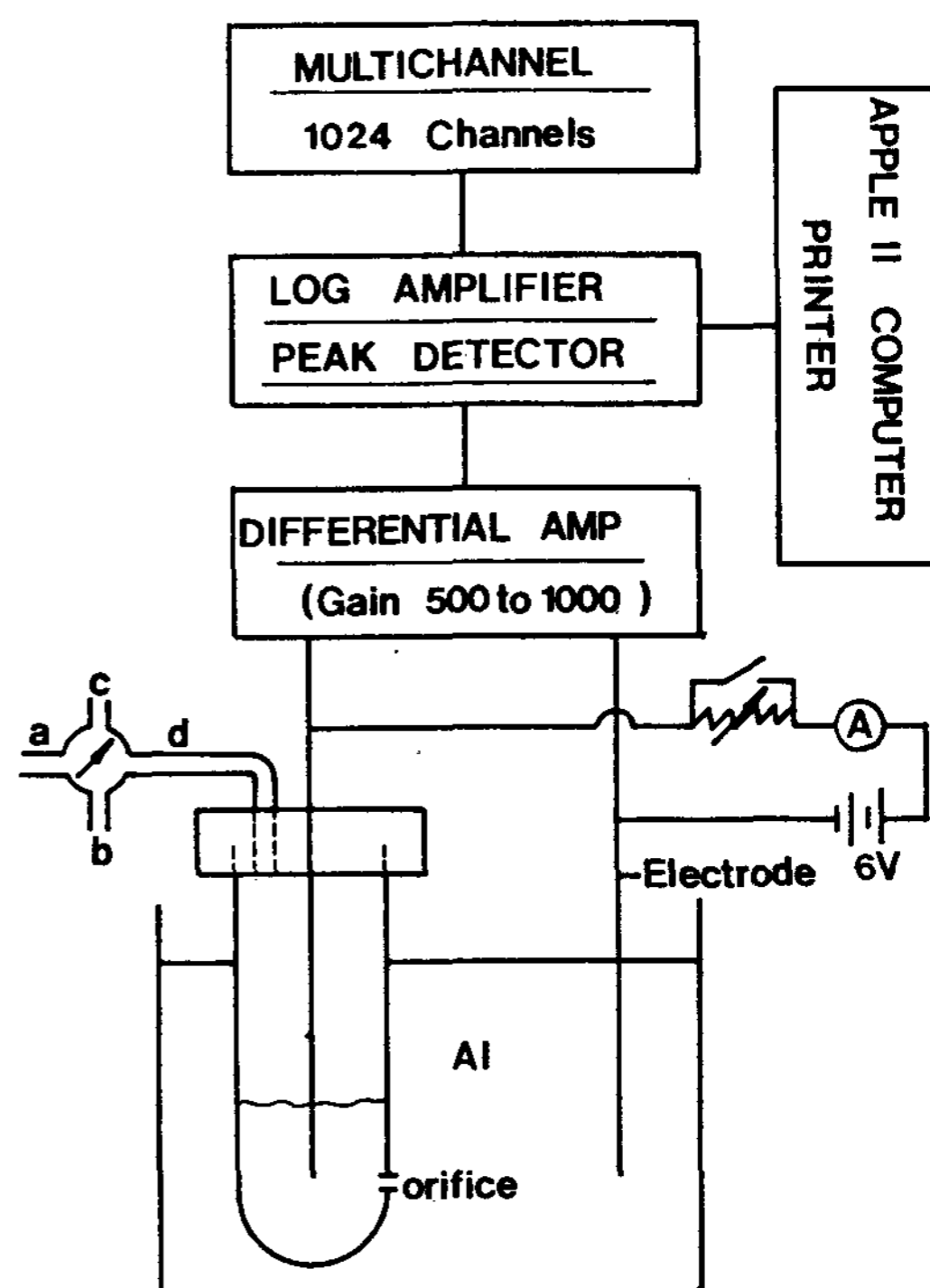
근거를 둔 입자크기 분석방법인 LiMCA (liquid metal cleanliness analyzer) 방법[14]을 이용하여 순수한 알루미늄과 보론을 첨가한 알루미늄 및 주조실험에서 반복사용한 알루미늄 용탕내에 존재하는 개재물의 크기와 농도를 측정해 봄으로써 정화장치로서의 1차적인 이용 가능성을 판단하는데 그 목적이 있다.

## 2. 실험장치

본 실험의 장치를 Fig. 1에 도식적으로 나타내었다.

이 장치는 감압하에 용융 알루미늄이 통과할 수 있도록 작은 오리피스가 있는 시료채취셀로 이루어졌으며, 오리피스를 통한 전류의 흐름은 일정한 전류공급과 알루미늄 용탕내에서 시료채취셀 내부와 외부에 침지되는 두 전극으로 이루어졌다.

시료채취 동안 두 전극을 통하는 전압변화는



**Fig. 1.** A schematic diagram of LiMCA apparatus (a : Ar gas, b : vacuum, c : outlet, d : inlet).

오실로스코프에 의해 관찰되어지며, 오리피스를 통과하는 입자들에 의해 발생하는 전압피크들은 증폭되어 다중 채널 분석기에 의해 기록되어진다. 본 실험의 장치는 다음과 같이 3가지 시스템으로 나뉘어진다.

- 1) 기체작용에 의한 금속시료채취계
- 2) 높은 암페어의 일정한 DC전류 공급
- 3) 전압파동측정시스템

### 2.1 금속시료채취계

Fig. 2는 시료채취장치를 나타낸 것이다.

시료채취관을 O링(silicon)으로 밀폐한 기체 충전 황동 고정체에 지지하였으며, 상하이동이 가능하도록 하였다. 고정체의 상부입구는 저압의

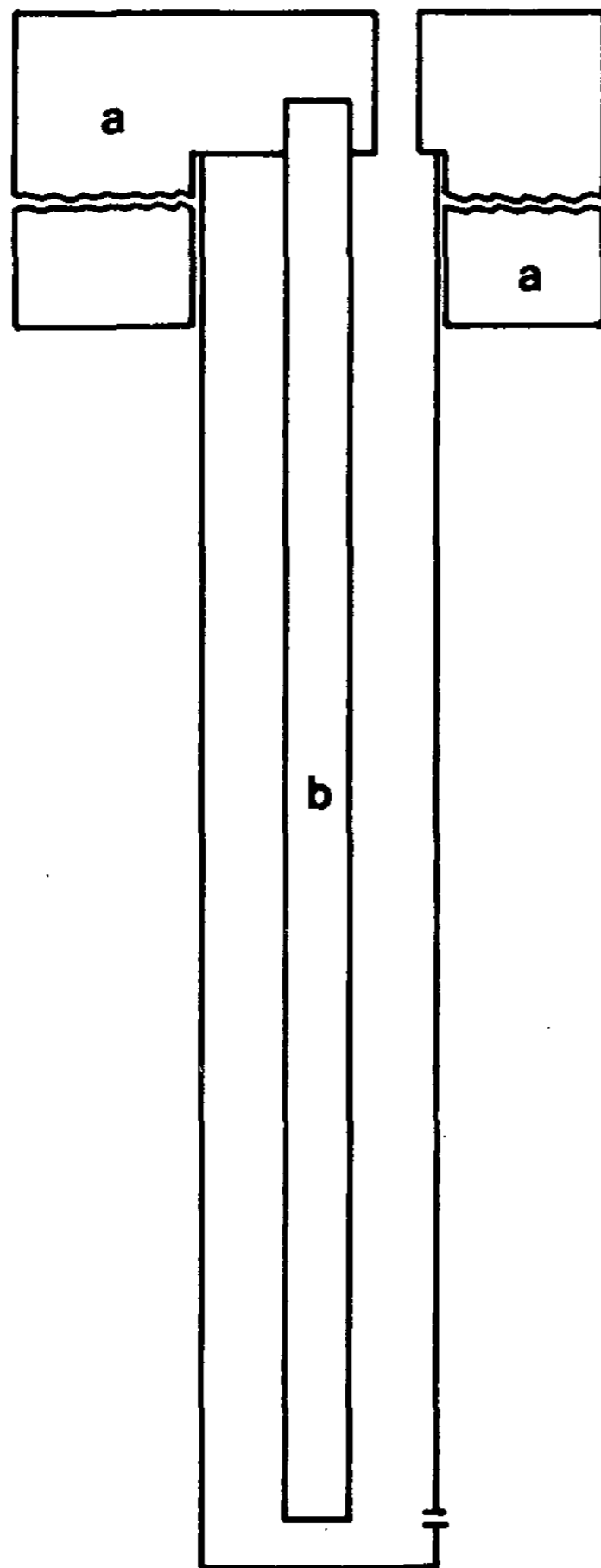


Fig. 2. A cross section of the sampling cell holder (a) and the current carrying electrode(b).

아르곤 가스를 통과하거나 진공시스템과 연결되어 있으며, 진공장치는 파동흐름을 피하기 위해 10ℓ 저장용기를 사용하여 진공펌프(roating-vane pump)로 필요시 펌핑하였다.

아르곤 가스의 사용목적은 관을 적절한 압력(15kPa)으로 가압하여 용탕으로부터 시료채취계를 제거하지 않고 재사용하거나, 용탕이 관으로 유입되는 동안 오리피스를 통과하는 용탕의 표면산화를 방지하기 위해 사용하였다. 또한, 배출로는 실험종료후 시료채취장치의 제거 동안 안전을 위해 관내에 대기압이 존재하도록 하기 위해 사용하였다.

시료채취관은 화학적으로 우수한 성질을 갖는 25φ×200ℓ인 pyrex tube를 사용하였다.

시료채취계를 제작하는데 있어 가장 큰 문제점은 오리피스를 뚫는 것으로 이를 만들기 위한 많은 방법들이[15] 시도되어졌으나, 본 실험에서는 텅스텐 와이어로 오리피스를 뚫은 다음 열을 가해 수축하는 방법을 이용하여 입구와 출구가 넓어지는 트럼펫 모양의 오리피스를 만들었다. 이런 형태의 오리피스는 일반적인 저항 파장 입자크기 분석에서 뒤틀리는 피크를 피하는데[16] 유용하게 사용된다.

시료채취관의 내부와 외부의 전극으로는 강(S45C)전극을 사용하였으며, noise 방지를 위한 방법의 하나로 전극에 유리피막을 하는 것이 좋으나, 본 실험에서는 900℃의 알루미늄 용탕내에 covering flux를 첨가하여 전극을 5분에서 10분 동안 유지시킨 후 사용하였다. 이러한 방법은 전극에 유리피막을 피복한 것과 같은 효과를[3] 나타내었다.

### 2.2 일정한 전류공급과 전기적인 연결

전류공급은 안정기와 충전가능한 6volt 배터리를 사용하였다. 안정기는 0.5Ω, 100watt 저항 10개를 병렬로 연결하여 12에서 120A까지 증가하도록 만들었으며, 오리피스가 이물질로 막혔을 때 과전압(200에서 300A)을 흘려 이물질을 태울 수 있도록 하기 위한 스위치를 설치하였다.

본 실험에서 전류는 매우 중요하므로 200A까지 측정할 수 있는 DC전류계를 사용하여 측정하였으며, 전류량은 안정기의 저항으로 조절하였다. 안정기로 조절한 전류량의 변화를 Table 2에

**Table 2.** Amount of current with changing the resistance of ballast.

갯수	저항( $\Omega$ )	전류(A)	갯수	저항( $\Omega$ )	전류(A)
1	0.5	12	6	0.083	72.289
2	0.25	24	7	0.071	84.507
3	0.166	36.15	8	0.063	96
4	0.125	48	9	0.056	107.43
5	0.1	60	10	0.05	120

나타내었다.

Table 2에서의 전류값은 배터리의 충전이나 교체시기를 가르쳐준다. 배터리는 방전시 DC power supply로 충전하여 사용하였다.

또한, 모든 전기적 케이블은 noise를 최소화하기 위하여 가능한 한 짧게 연결하였으며, 알루미늄 테이프로 감아 서로 꼬은 후 접지(ground)시켰다.

### 2.3 전압파동측정시스템

전압파동은 시료채취계에 의해 채취되는 용융 알루미늄내의 개재물이 오리피스를 통과할 때 발생하며, 이것을 용탕내에 설치된 두 전극이 감지하여 RG-59U 동축 케이블을 통해 증폭기를 거쳐 오실로스코프에 입력하였다.

케이블은 알루미늄 테이프로 감아 서로 꼬은 후, 접지(ground)시키고, 증폭기는 오실로스코프에 부착된 Tektronix사 모델 AM 502 differential amp.와 국보전자에서 제작한 증폭기를 병행하여 사용하였으며, 오실로스코프는 Tektronix사 모델 TM 503을 사용하여 오실로스코프의 baseline과 전압파동의 안정성을 관찰할 수 있도록 하였다.

최초에 발생한 신호는 증폭되어 오실로스코프에서 피크로 감지할 수 있으며, 이것은 다시 대수증폭기(국보전자 제품)에 입력되는데 그 출력식은 다음과 같다.

$$V_{OUT} = 3.33 \log_{10}(V_{IN}) + 6.67 \text{ (volts)} \quad (1)$$

여기서, 대수증폭기는 10mV에서 10V의 입력 전압을 0에서 10V의 대수출력전압으로 변화시키며, 이것은 작은 입자크기의 범위에서 분석의 증대효과를 가진다.

한편, 계속되는 짧은 파동들은 일반적으로 그 신호를 포착할 수 있는 다중채널분석기[multi-

channel analyzer(MCA)]를 필요로 하며, 본 실험에서는 Norland사 모델 ino-tech 5300의 다중채널분석기를 사용하였다.

이 장치는 전채널에서 매 채널마다  $10^6 \sim 1$ 의 신호를 셀 수 있으며, 0에서 8V의 입력범위를 1024채널로 나누고 상호변환으로 얻어진 기억을 두개의 512채널 영역으로 분할하여 선택할 수 있으며, 이와 같은 다중채널분석기는 채널수의 상응하는 개재물 수의 히스토그램을 512채널에 공급한다.

다중채널분석기의 각 채널은 선택된 실험조건에 따른 개재물의 크기에 해당되며, 개재물의 직경 d와 채널수 ch 사이의 관계는 다음과 같이 계산되어 질 수 있다.

개재물이 오리피스를 통과할 때 나타나는 최초의 신호  $\Delta V$ 는[17]

$$\Delta V = \frac{4\rho Id^3}{\pi D^4} f (d/D) \quad (2)$$

여기서,  $\Delta V$  = 입자지름에 대한 전압변화, I = 전류, d = 개재물 직경,  $\rho$  = 저항, D = 오리피스 직경, f = Smythe의 수정인자이다.

이것은 gain의 증가와 함께 오실로스코프에서 (3)식과 같이 증폭되어진다.

$$\Delta V^{IN} = g \Delta V \quad (3)$$

(3)식은 대수증폭기에 입력되며, 그 출력  $\Delta V_{out}$ 는

$$\Delta V_{out} = 3.33 \log_{10}(\Delta V^{IN}) + 6.67 \quad (4)$$

이 되며, 최종적으로 나타나는 채널수 ch는 (5)식과 같다.

$$ch = \Delta V_{out} \times \frac{512}{8} \quad (5)$$

그러므로, 어떤 주어진 실험을 위한 다중채널 분석기의 작동조건은 개재물의 직경에 대응하는 채널수를 맞추으로써 결정(전류, 증폭기 gain, 오리피스 직경)되어진다.

예를 들면, 아래의 실험조건하에서 채널수와 입자직경과의 대응값을 Table 3에 나타내었다.

전류 (I) = 90 amperes

증폭기 gain = 1000

오리피스 직경 = 500  $\mu$ m

또한, Apple II computer로는 개재물이 통과하면서 발생하는 피크를 탐지(20000/sec)하여 모니터에 나타낼 수 있도록 프로그램을 만들었다.

**Table 3.** Correspondence between the channel numbers of the multichannel analyzer and the particle diameter (equation (5)  $I = 90A$ ,  $g = 1000$ ,  $D = 500\mu m$ , fluid = Aluminum).

channel numbers(ch)	particle diameter( $\mu m$ )
0 ~ 63	0 ~ 35
64 ~ 100	36 ~ 40
101 ~ 115	41 ~ 50
116 ~ 213	51 ~ 60
214 ~ 256	61 ~ 70
257 ~ 293	71 ~ 80
294 ~ 326	81 ~ 90
> 326	> 90

### 3. 실험방법

#### 3.1 시료

본 실험에 사용된 시료는 대한알루미늄공업(주)에서 제작한 99.7%의 순수 알루미늄 빌렛과 주조실험실에서 반복사용된 불순물의 함량이 높은 98.4%의 알루미늄괴를 사용하였으며, 두 시료에 대한 화학적 조성은 Table 4에 나타내었다.

또한, 첨가제로는 boron-rich(4%B) 알루미늄 합금을 사용하였다.

#### 3.2 실험방법

본 실험은 시료를 2kg 단위로 절단하여 알루미늄나도가니(10번)에서 700°C로 용해시킨 후 LiMCA 장치로 순수 알루미늄(99.7%), 보론을 첨가한 순수 알루미늄 및 주조실험에 반복 사용한 98.4%의 알루미늄에서 개재물의 입자크기 분포와 농도를 측정하였다.

용해로는 1200°C까지 온도를 올릴 수 있는 칸탈선을 사용하여 제작하였으며, 자동온도조절기로 용탕의 온도를 700°C ± 2°C 이내로 조절하였다.

700°C의 알루미늄용탕에서 오리피스 직경을 변화시키면서 개재물의 수를 측정하여 비교하였으며, boron-rich(4%B) 알루미늄합금을 첨가하여 정치 및 교반의 효과와 첨가량의 증가에 따른 개재물의 수와 입자크기 분포를 측정하였다.

보론 첨가시, 생성되는 개재물입자의 성분을 조사하기 위해 X-선 회절분석(X-ray diffraction, XRD : Rigaku, D/Max-1A)을 행하였다.

또한, 보론이 첨가된 알루미늄용탕을 응고시킨 후 용탕내에 존재하는 개재물의 분포를 관찰하기 위해 주사전자현미경(scanning electron microscope, SEM : Joel, Jsm 820)과 에너지분산분광기(energy dispersive X-ray spectrometer, EDS : Link Analytical Limited, AN 10/85)분석을 행하여 조사하였다.

한편, 용융알루미늄내에서 비금속 개재물의 입자크기 분포 및 농도를 측정하기 위한 조건은 다음과 같다.

orifice diameter	: 500 $\mu m$	600 $\mu m$
current	: 90A	90A
amplifier gain	: 1000	1000
differential pressure	: 2.9kPa	714Pa
sampling volume	: 20ml	20ml

### 4. 실험결과 및 고찰

#### 4.1 오리피스의 안정화 실험

진폭신호는 오리피스 직경의 4승에 의존하기 때문에[3] 실험전과 후의 오리피스 크기가 일정해야만 한다.

**Table 4.** Chemical compositions of samples. (A) : 99.7% Al, (B) : 98.4% Al

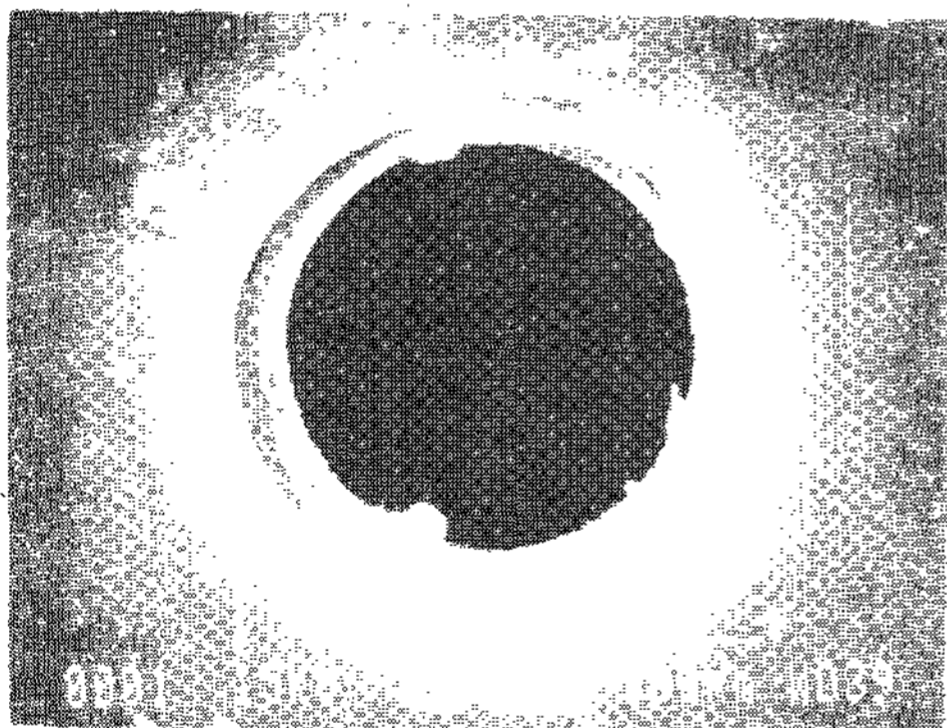
element(wt.%)	Al	Si	Cu	Mg	Fe	Zn
A	99.7198	0.0876	0.0007	0.0084	0.1530	0.0061
B	98.4436	0.3830	0.0732	0.0016	0.1870	0.90

Mn	Cr	Ti	V	Sn	Ni	Pb
0.0026	0.0010	0.0111	0.0059	0.0013	0.0021	0.0023
0.0080	-	0.0028	0.0008	-	-	-

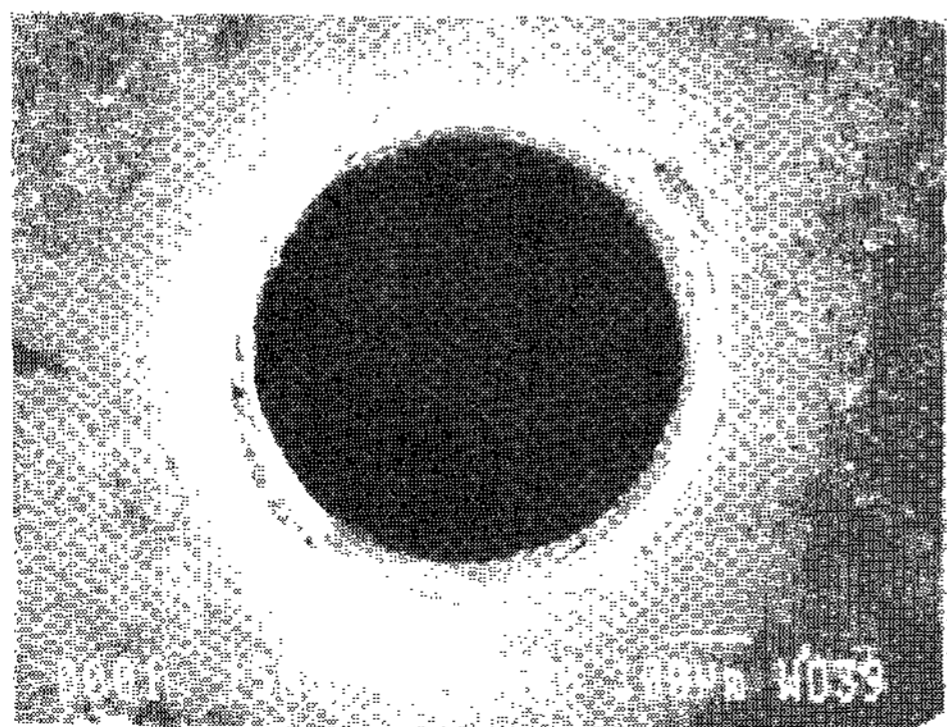
본 실험에 사용된 pyrex관은 700°C의 알루미늄용탕에서 화학적 저항성은 우수하나 열적 저항성이 떨어져 2회 이상 연속사용은 불가능하였으며, 따라서 본 실험에서는 1회 사용후 교체하였다.

실험종료후 알루미늄용탕에서 1회 사용한 관을 장치로부터 이동하면 관속은 비게 되고 절연상태가 되며, 상온까지 서서히 냉각시켰다. 이때 관에 부착된 미량의 알루미늄은 6N HCl용액에서 1시간 동안 용해시킨 후 주사전자현미경으로 사용 전과 사용후의 오리피스 형태를 비교하였으며, 그 결과를 Photo 1에 나타내었다. Photo 1에서 (a)는 사용 전인 pyrex관의 오리피스 형태를 보여주며, (b)는 700°C의 알루미늄용탕에서 1회 사용한 관의 오리피스 형태를 보여준다.

사진에서 알 수 있듯이, 700°C의 알루미늄용탕에서 1회 사용한 관의 오리피스와 사용 전 관



(a)



(b)

Photo. 1. Scanning electron micrographs of the orifice in pyrex tube (a) before use and (b) after one time of use at 700°C.

의 오리피스와의 크기나 모양에는 큰 변화가 없음을 알 수 있었다.

#### 4.2 흡입압력과 채취시료 부피와의 관계

정량적인 개재물의 농도측정을 위해서는 매 실험시 분석되는 금속의 부피가 동일해야만 한다.

이 목적을 위해 진공저장방법을 이용하여 시료채취관내에 일정한 차등압력을 유지하면서 일정시간 동안 시료를 채취하였다.

일정한 차등압력하에서 일정시간 동안 채취되어지는 금속의 양이 일정하다는 논리는 침전된 오리피스를 통과하는 준안정상태의 흐름 동안 장입속도(u, m/s)에 대한 Bernoulli's 방정식[3]에 의하여 입증되었으며, 이 방법으로 액체금속의 점성과 유사한 운동학적 점성을 갖는 물을 이용하여 500µm와 600µm 직경의 오리피스를 갖는 시료채취관에 일정시간 동안 채워지는 양을 측정하여 증명하였다.

베르누이 식은 다음과 같이 나타낼 수 있다.

$$u = \left[ \frac{2(\Delta P + \rho g \Delta h)}{\rho} \right]^{1/2} \quad (6)$$

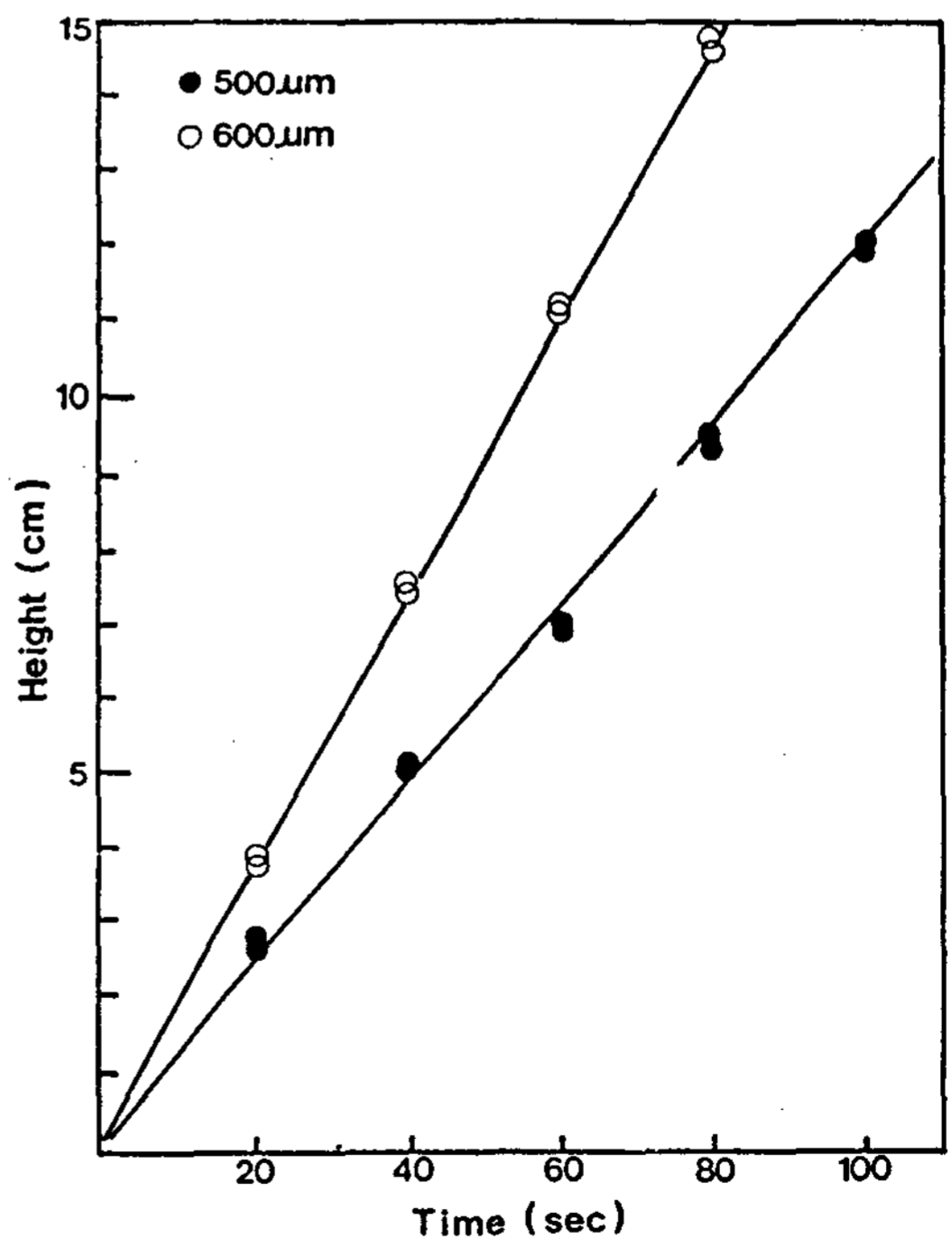


Fig. 3. The height of water aspirated as a function of time in sampling tubes.

여기서,  $\Delta P$  : 진공저장에 의해 응용되는 차동 압력(Pa),  $\rho$  : 유체밀도(kg/m<sup>3</sup>),  $g$  : 중력가속도(m/s<sup>2</sup>),  $\Delta h$  : 시료채취관 내부와 외부의 유체 수 준차이다.

이 결과들을 Fig. 3와 Fig. 4에 나타내었으며, 그림에서 알 수 있듯이 (6)식의 이론적 값과의 오차는  $\pm 5\%$  미만이었다.

한편, (6)식에 오리피스 면적을 곱하여 이론적인 용적을 구하면,

$$Q_{Theoretical} = Au \tag{7}$$

(7)식은 이론치이므로 실험에서는 유출계수( $C_D$ )를 계산하여 사용하였다. 오리피스에 대한 유출계수  $C_D$  계산은 (8)식과 같으며,

$$C_D = \frac{Q_{Actual}}{Q_{Theoretical}} \tag{8}$$

(7)식과 (8)식을 곱하면 분당 채취되어지는 알루미늄의 부피를 예측할 수 있다.

$$\text{즉, } Q_{Al} = C_D Au \tag{9}$$

(9)식을 이용하여 알루미늄에서 차동압력에 대한 채취시료의 부피를 구하면 Table 5와 같다.

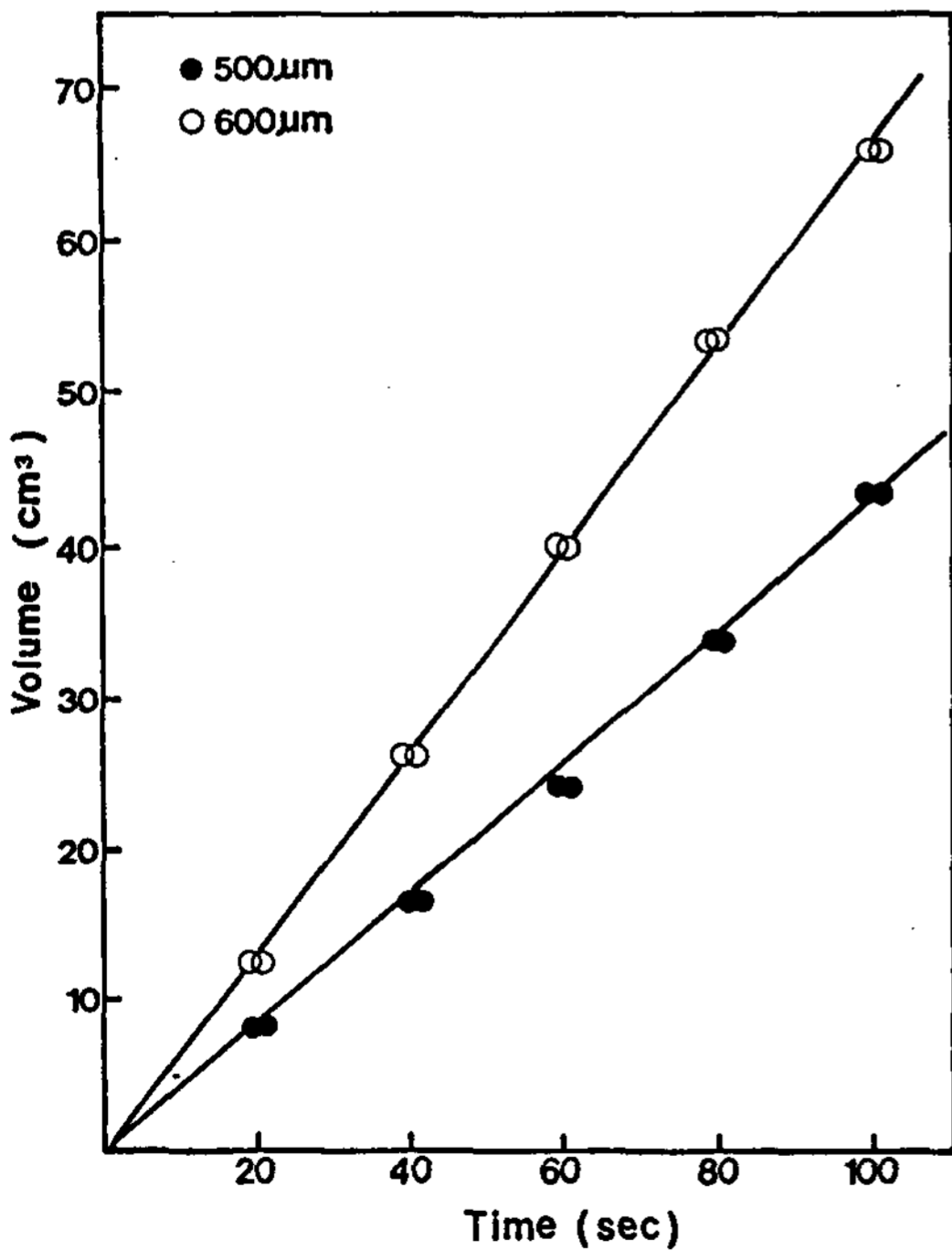


Fig. 4. The volume of water aspirated as a function of time in sampling tubes.

Table 5. Sampling volume for the differential pressure in Al.

sampling volume (ml/min)	differential pressure	
	500µm	600µm
20	2900	714
30	8184	3261
40	15580	6828
50	25088	11413
60	36710	17018

### 4.3 입자크기 분포실험

#### 4.3.1 순수 알루미늄 내에서의 측정

700°C의 순수 알루미늄(99.7%) 용탕내에서 개재물의 입자크기를 측정한 결과를 Fig. 5에 히스토그램으로 나타내었다.

그림에서 알 수 있듯이, 500µm의 오리피스 직경에서는 35µm~60µm, 600µm에서는 45µm~60µm의 입자크기 범위를 나타내었으며, 탐지한 계인 34µm와 44µm 이하에서는 개재물이 발견되지 않음을 알 수 있었다.

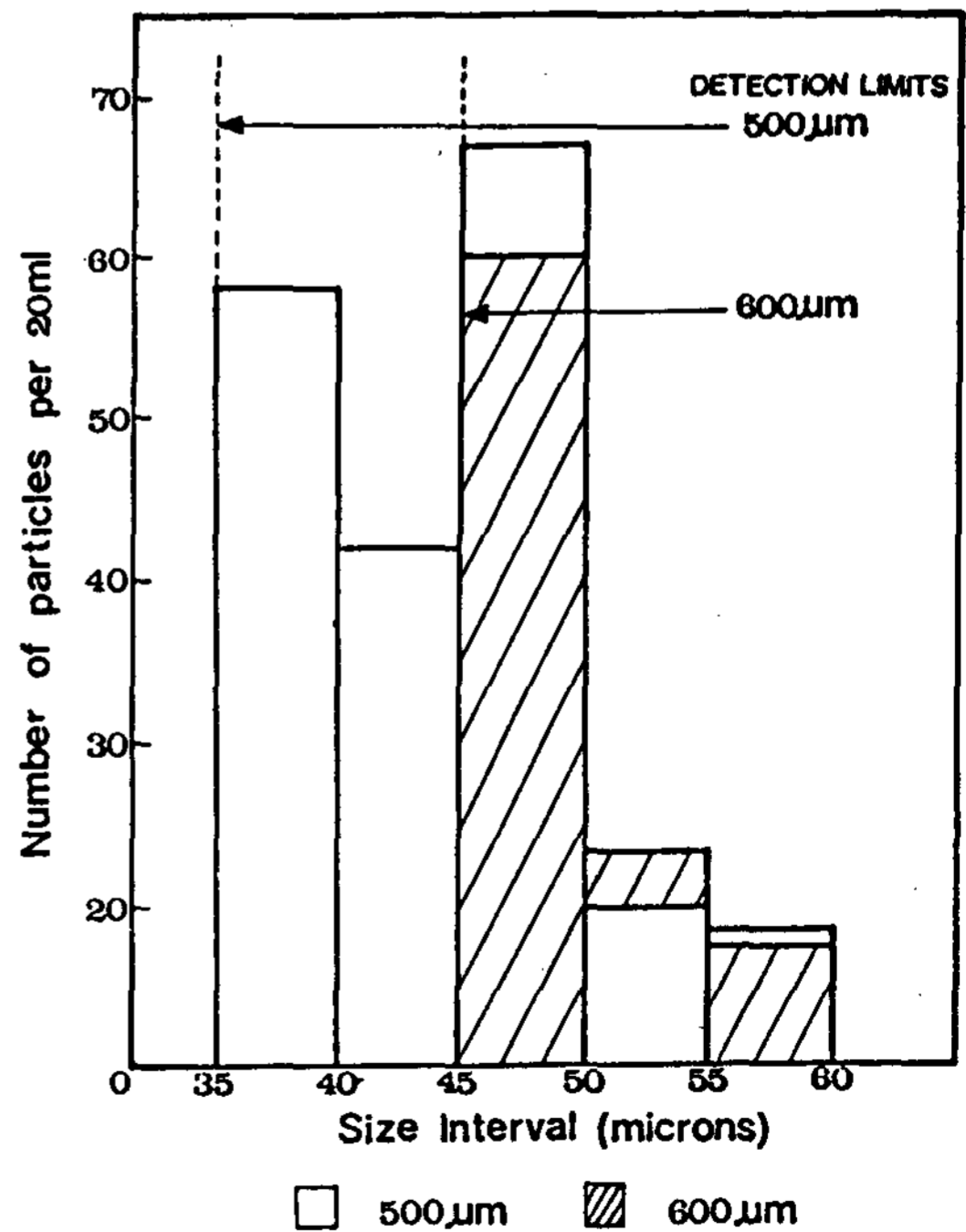


Fig. 5. Size distribution of inclusions in the molten aluminum(99.7%).

4.3.2 Boron-rich(4%) 알루미늄합금의 첨가

Fig. 6과 Fig. 7은 700°C의 순수 알루미늄(99.7%) 용탕에서 각각 500 $\mu$ m와 600 $\mu$ m의 오리피스를 이용하여 boron-rich(4%B) 알루미늄합금 첨가량의 증가에 따른 분당 입자수를 측정하는 것이다. 그림에서 보듯이, 보론의 첨가량이 증가함에 따라 측정되어지는 개재물의 수도 증가함을 알 수 있었으며, 오리피스의 직경이 클수록 측정되어지는 개재물의 수는 감소됨을 알 수 있었다. 이러한 이유는 오리피스의 직경이 커짐에 따라 개재물의 크기에 대한 탐지한계가 커지기 때문인

에 따라 측정되어지는 개재물의 수도 증가함을 알 수 있었으며, 오리피스의 직경이 클수록 측정되어지는 개재물의 수는 감소됨을 알 수 있었다. 이러한 이유는 오리피스의 직경이 커짐에 따라 개재물의 크기에 대한 탐지한계가 커지기 때문인

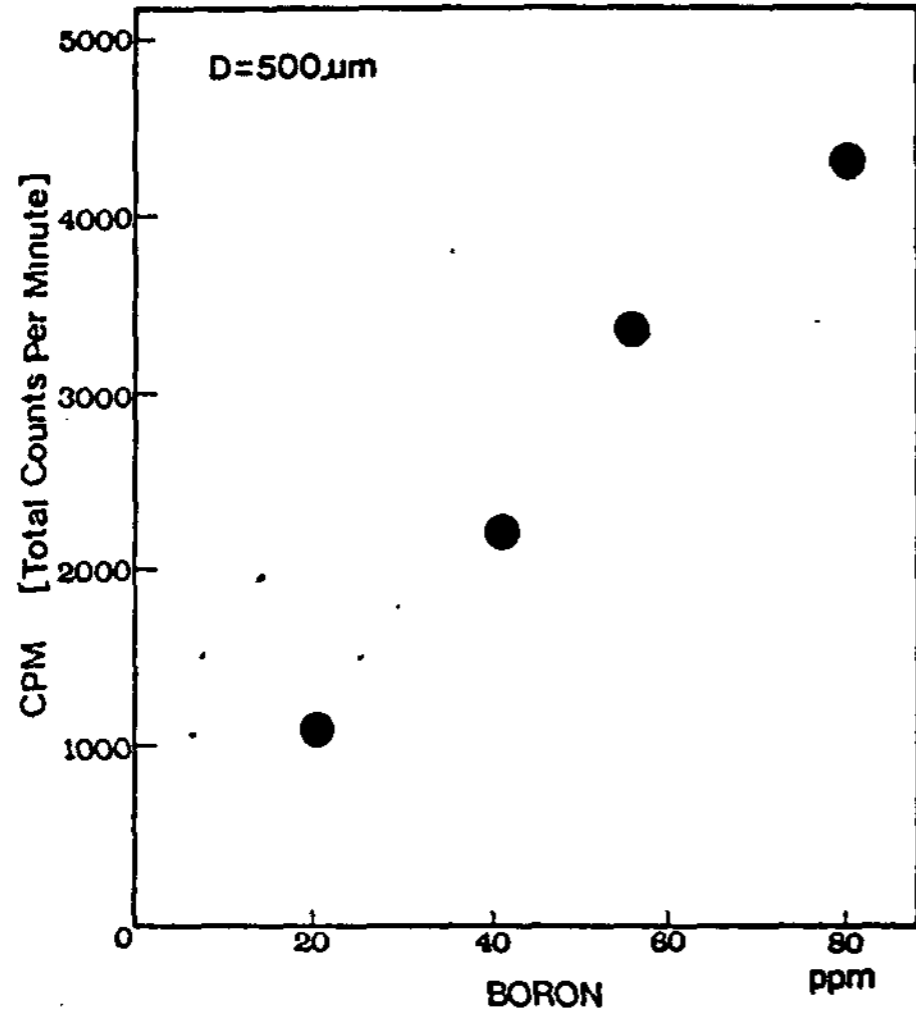


Fig. 6. CPM as a function of the quantity of boron-rich(4%B) aluminum alloy added to the molten Al.

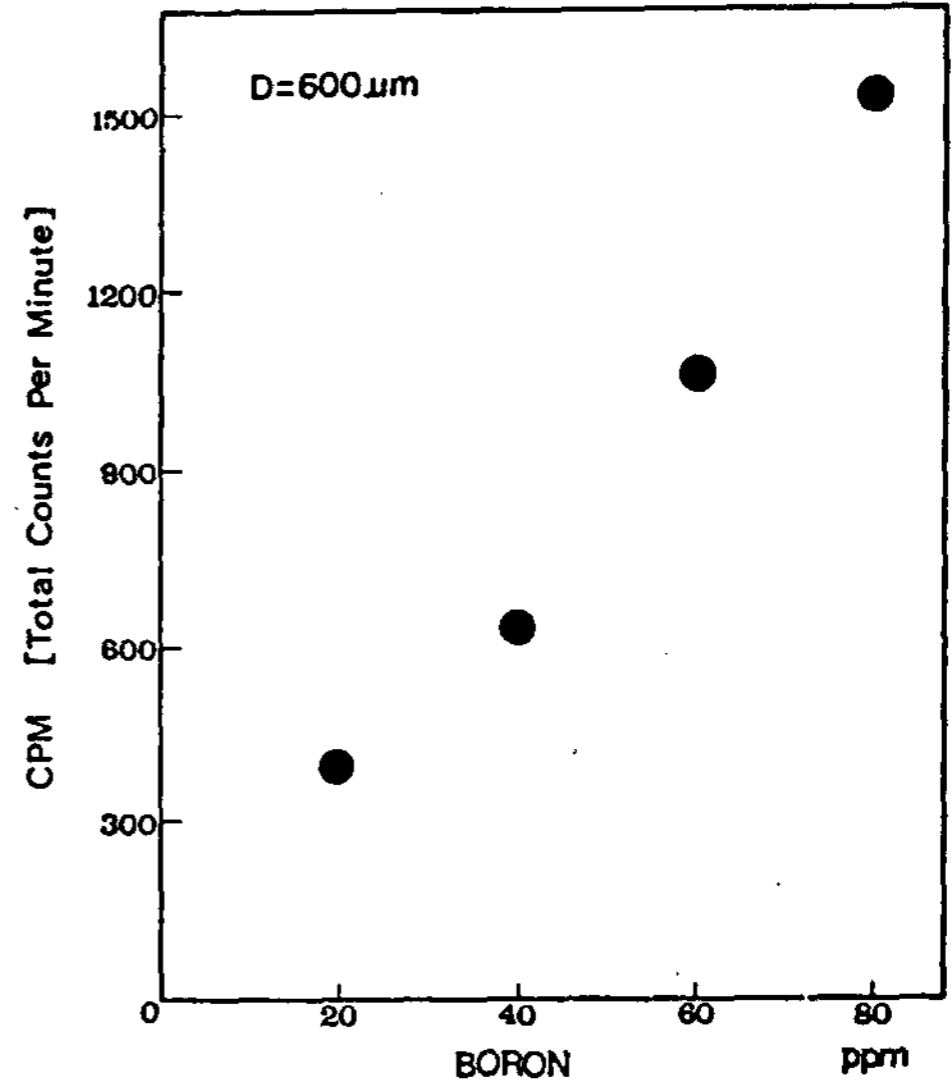


Fig. 7. CPM as a function of the quantity of boron-rich(4%B) aluminum alloy added to the molten Al.

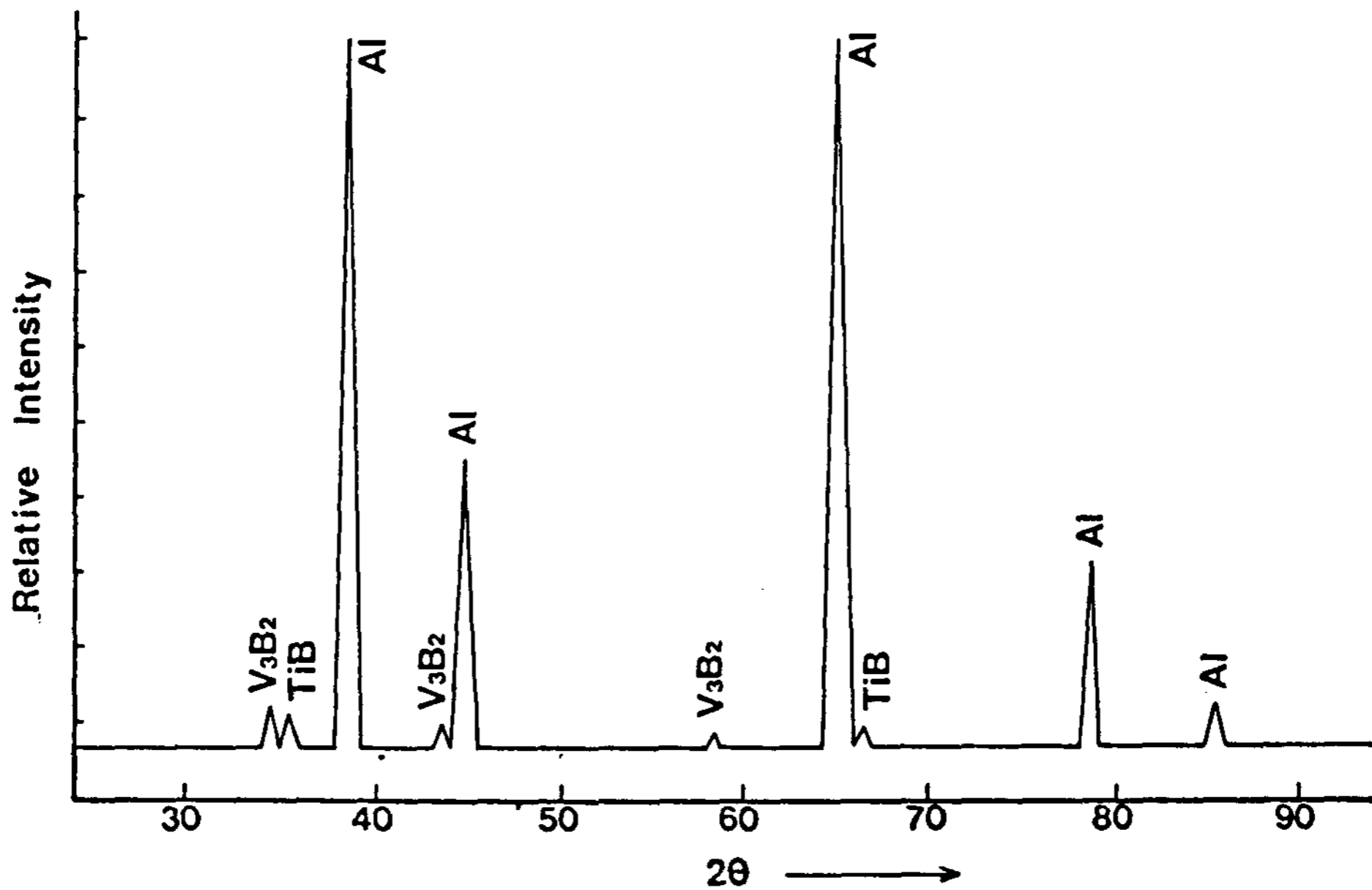


Fig. 8. Diffraction patterns of X-ray for 20ppm boron added to the molten Al(99.7%).



것으로 사료된다.

첨가된 보론이 순수 알루미늄용탕내에서 생성한 화합물의 성분을 조사하기 위하여 X-ray회절 분석을 하였으며, 그 결과를 Fig. 8에 나타내었다. 그림에서 보듯이, 첨가한 보론은 순수 알루미늄내에 존재하는 티타늄(Ti)이나 바나듐(V)과 반응하여 소량의 TiB와 V<sub>3</sub>B<sub>2</sub>를 생성함을 알 수 있었다. 따라서, TiB와 V<sub>3</sub>B<sub>2</sub> 같은 화합물들이 알

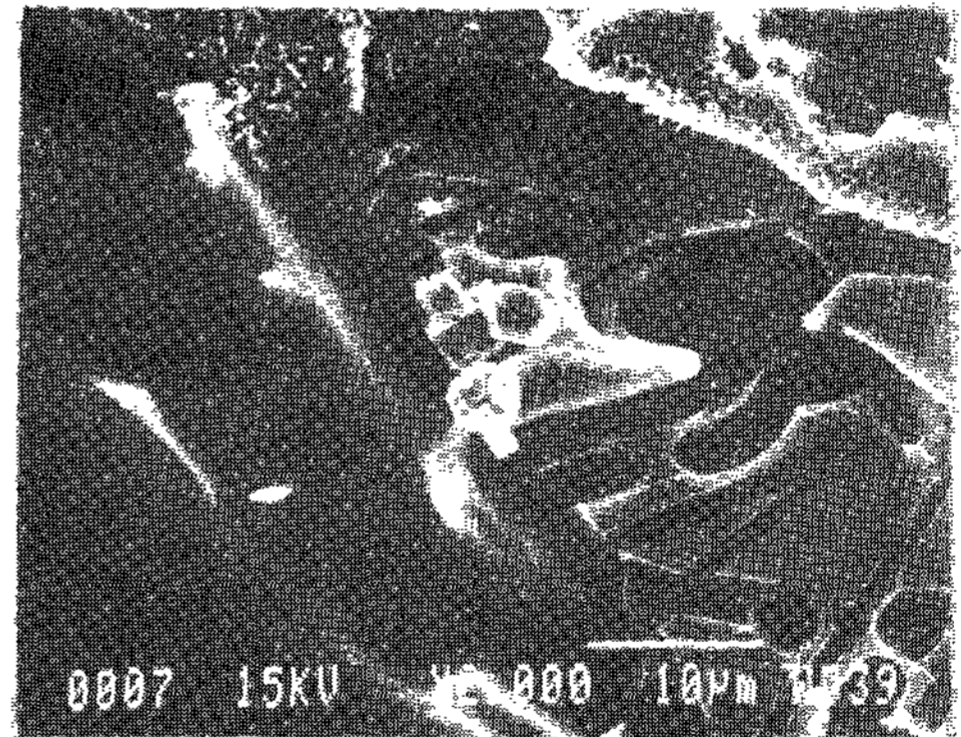
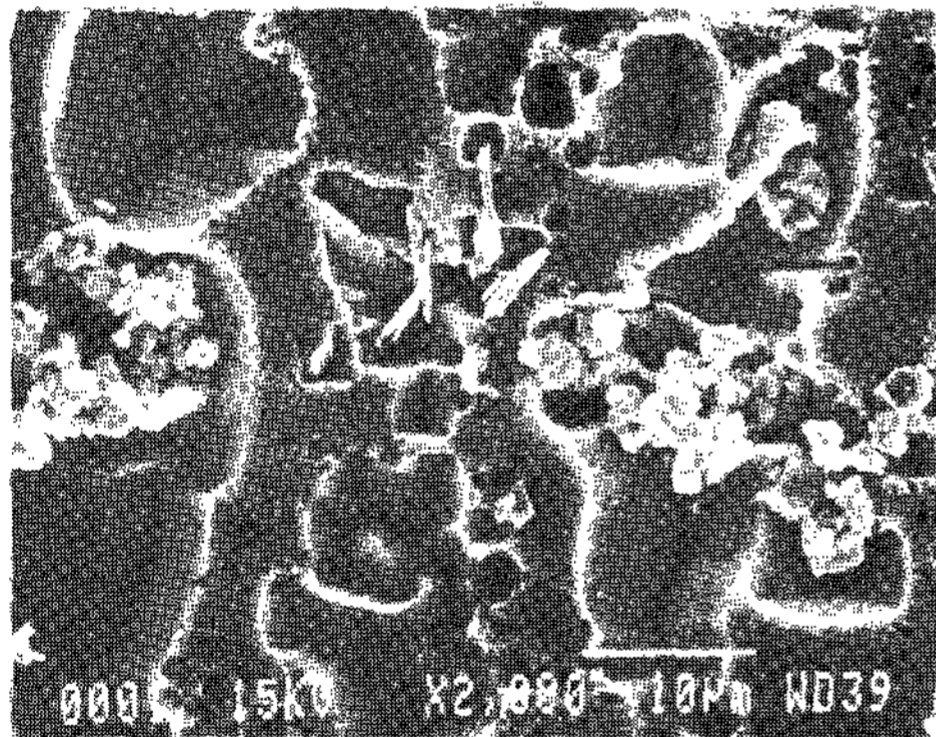
루미늄용탕내에서 개재물의 역할을 하는 것으로 사료된다.

Table 6은 보론을 첨가한 후 정치와 교반의 효과를 관찰한 것으로 생성된 개재물은 정치를 하면 침전하고, 교반을 시키면 부유함을 알 수 있었다.

Photo 2는 정치와 교반의 영향을 증명하기 위하여 보론이 첨가된 알루미늄용탕을 응고시킨 후

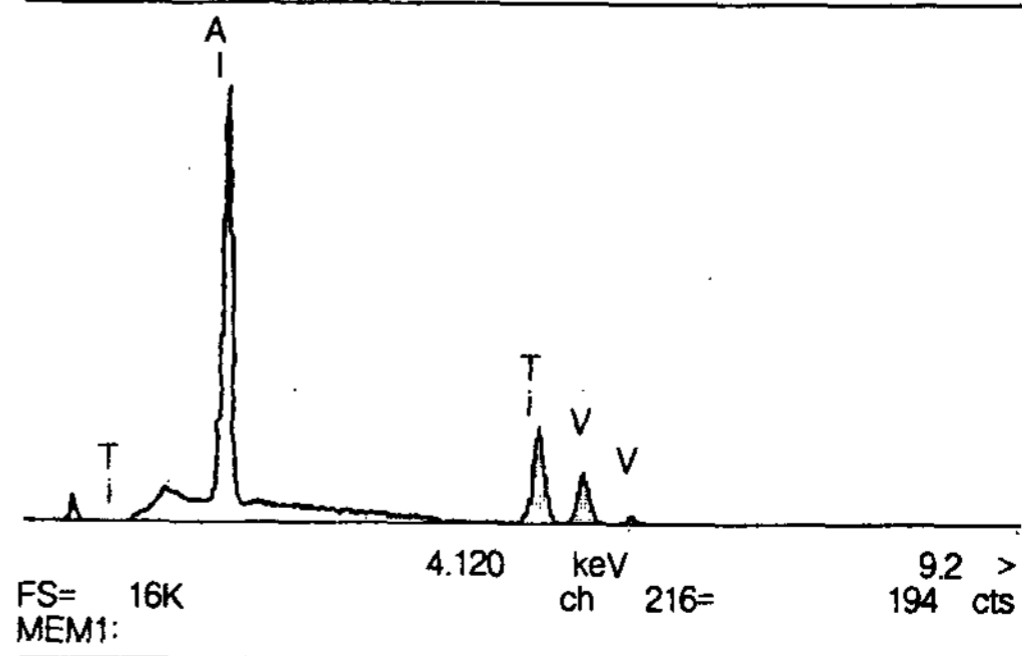
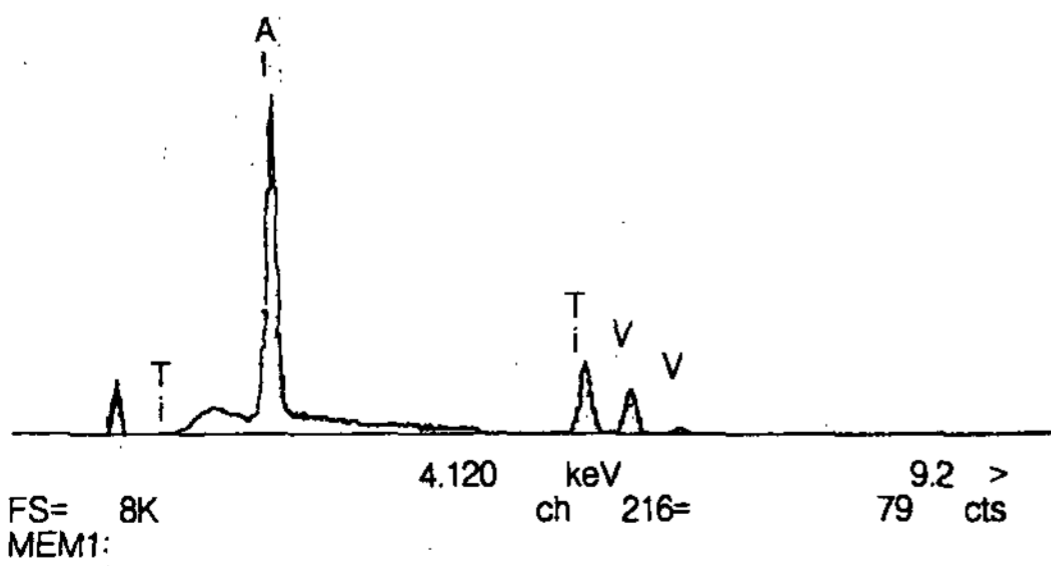
Table 6. Effect of setting and stirring on the molten aluminum.

process operation	total counts per minute	
	500 $\mu$ m	600 $\mu$ m
1. 20ppm addition of boron stirred into melt	1177	390
2. following a 30minutes setting period	324	105
3. melt stirred	1098	412
4. following a 1-hour setting period	114	38
5. 80ppm addition of boron stirred into melt	4324	1536
6. following a 10minutes setting period	1436	423



X-RAY: 0 - 20 keV  
 Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s  
 Real: 116s 14% Dead

X-RAY: 0 - 20 keV  
 Live: 100s Preset: 100s Remaining: 0s  
 Real: 130s 23% Dead



(a)

(b)

Photo. 2. Analysis of SEM-EDX 20ppm boron addition to the molten Al(a : bottom part, b : middle part).

중앙부와 하부를 SEM-EDX로 조사한 결과를 나타낸 것이다.

사진에서 보듯이, 하부(a)에는 많은 양의 티타늄과 바나듐이 존재하나 중앙부(b)에는 이들이 미량 존재함을 알 수 있었다.

Fig. 9는 500 $\mu\text{m}$  직경의 오리피스를 사용하여 순수 알루미늄용탕과 보론(20ppm)을 첨가한 알루미늄용탕에서 측정된 개재물의 입자크기 분포를 히스토그램으로 비교하였다. 그림에서 알 수 있듯이, 주어진 입자크기에서 보론이 첨가됨에 따라 개재물의 수가 상당히 증가함을 알 수 있었다. 이러한 사실은 Fig. 8에서 언급한 것과 동일한 원인에 기인하는 것으로 사료된다.

4.3.3 주조실험실에서 반복사용된 알루미늄 실험

주조실험실에서 반복 사용된 98.4%의 알루미늄을 700 $^{\circ}\text{C}$ 에서 용융시킨 후 500 $\mu\text{m}$  직경의 오리피스로 개재물의 입자크기 분포를 관찰하였으며, 그 결과를 Table 7에 나타내었다. 표에서 알 수 있듯이, 주조용 알루미늄용탕에서는 순수 알루미늄용탕에서 거의 탐지할 수 없었던 입자크기 범위인 60~80 $\mu\text{m}$  크기의 개재물들이 탐지되었

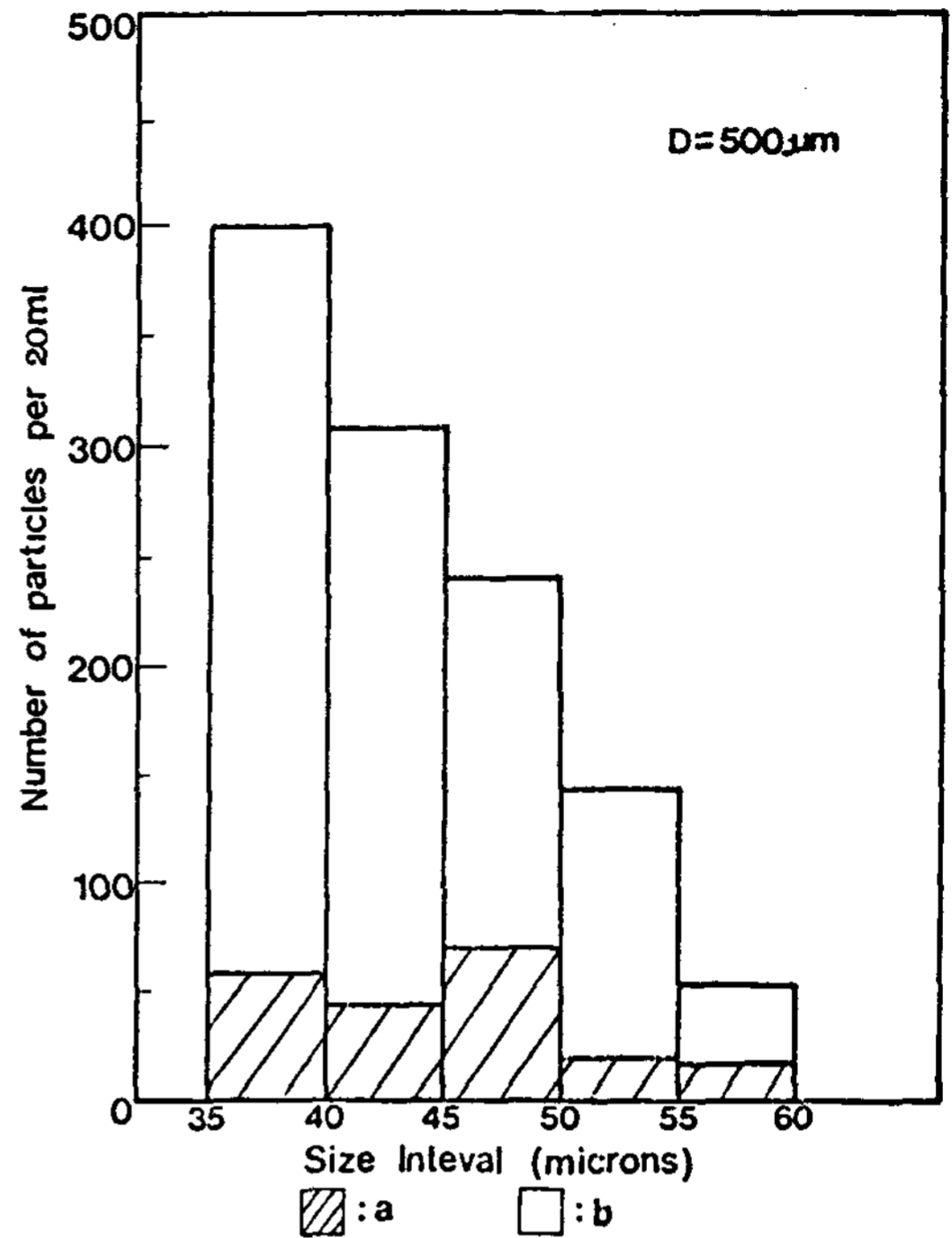


Fig. 9. Size distribution of inclusions in the molten Al(a) and by doping 20ppm boron(b).

Table 7. Size distribution for the repeating experimental Al casting at 700 $^{\circ}\text{C}$ .

channel numbers(ch)	particle size d( $\mu\text{m}$ )	CPM (counts per minute)
63~100	35~40	328
101~133	41~45	447
134~162	46~50	535
163~189	51~55	422
190~213	56~60	136
214~256	61~70	82
257~293	71~80	58
>294	>81	13

음을 알 수 있었다. 이러한 이유는 앞의 Table 4의 시편분석표에 나타낸 바와 같이 99.7% 순수 알루미늄에 비해 주조실험실에서 사용된 98.4% 알루미늄이 보다 많은 불순물을 함유하고 있으며, 반복용해에 의해 특히 Si와 Zn의 함량이 높아 이들이 입자가 큰 개재물을 형성한 것으로 사료된다.

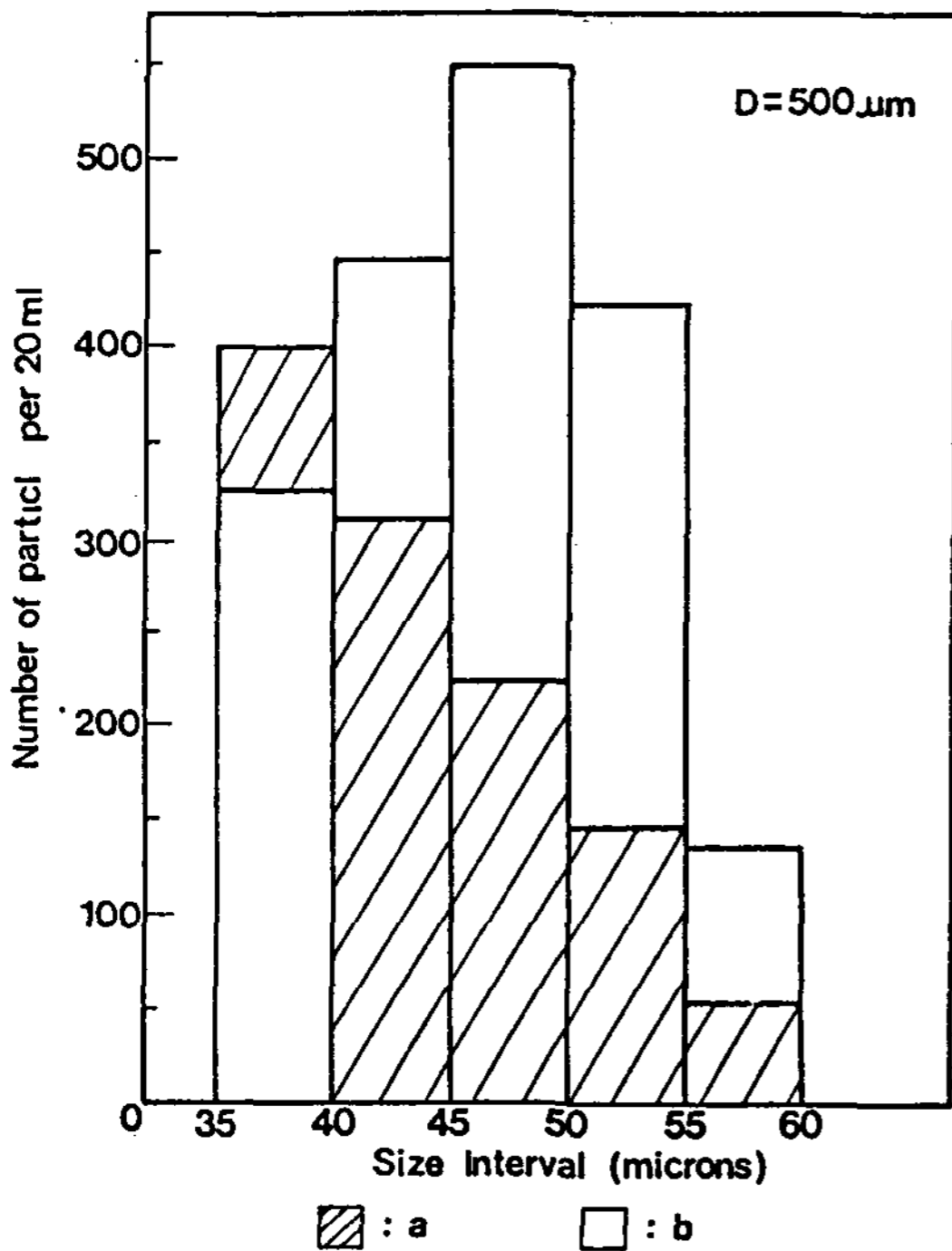
한편, Fig. 10은 500 $\mu\text{m}$  직경의 오리피스를 사용하여 20ppm의 보론을 첨가한 알루미늄용탕과 주조실험실에서 반복사용한 알루미늄용탕내에서 개재물들의 입자크기 분포를 히스토그램으로 비교하여 나타내었다. 그림에서 보듯이, 일정한 입

Table 8. Concentration of average particle size in the molten Al(20ml).

입자크기범위 ( $\mu\text{m}$ )	평균입자크기 ( $\mu\text{m}$ )	평균입자 1개의 부피 (ml)	평균입자 1개의 농도 (V%)
30~40	37.5	$2.76 \times 10^{-8}$	$1.38 \times 10^{-7}$
40~45	42.5	$4.02 \times 10^{-8}$	$2.02 \times 10^{-7}$
45~50	47.5	$5.61 \times 10^{-8}$	$2.81 \times 10^{-7}$
50~55	52.5	$7.57 \times 10^{-8}$	$3.78 \times 10^{-7}$
55~60	57.5	$9.95 \times 10^{-8}$	$4.98 \times 10^{-7}$

**Table 9.** The comparison with average concentration on the particle size of inclusion.

입자크기범위 ( $\mu\text{m}$ )	평균입자크기 ( $\mu\text{m}$ )	평 균 농 도(ppm)		
		순수 Al	보론첨가(20ppm)	주조용 Al
35~40	37.5	8.00	55.1	45.2
40~45	42.5	8.46	62.2	90.1
45~50	47.5	18.90	67.5	150.0
50~55	52.5	7.57	54.2	159.6
55~60	57.5	8.46	26.4	67.7
60~70	65.0			59.1
70~80	75.0			64.1
total		51.3	265.4	635.8



**Fig. 10.** Size distribution of inclusions by doping 20ppm boron(a) and experimental casting (b).

자크기 범위에서 보론을 첨가한 용탕보다 주조실험실에서 반복사용한 알루미늄용탕에서 보다 많은 개재물을 형성하고 있음을 알 수 있었다.

**4.4 농도측정**

500 $\mu\text{m}$  직경의 오리피스와 600 $\mu\text{m}$  직경의 오리피스를 사용하여 순수 알루미늄용탕내에서 20ml를 채취하였을 때 개재물의 농도측정은 히

스토그램에 나타나는 각 범위의 계급값에 대한 평균값을 그 범위에 대한 평균입자 크기로 계산 하였으며, 그 결과를 Table 8에 나타내었다. 표에서 보듯이, 37.5 $\mu\text{m}$  크기를 갖는 평균 입자 1개의 농도는 1380ppb(part per billion)로 매우 낮음을 알 수 있었다.

Table 9는 500 $\mu\text{m}$  직경의 오리피스를 사용하여 20ml의 알루미늄용탕 내에서 입자크기를 실험한 각각의 결과를 토대로 개재물의 평균농도를 입자크기 범위별로 비교하여 나타내었다. 표에서 보듯이, 일정한 20ml의 용탕내에서 평균입자크기 범위에 대한 평균농도는 순수 알루미늄용탕  $\rightarrow$  200ppm의 보론을 첨가한 용탕  $\rightarrow$  주조실험실에서 반복 사용한 알루미늄용탕 순으로 상당히 증가함을 알 수 있었다. 이는 입자크기 분포실험에서 순수 알루미늄  $\rightarrow$  보론을 첨가한 알루미늄  $\rightarrow$  주조실험실에서 사용한 알루미늄의 순으로 개재물의 수가 증가한 것과 일치하였으며, 이는 앞에서 설명한 이유와 같은 것으로 사료된다.

**5. 결 론**

LiMCA(Liquid Metal Cleanliness Analyzer) 장치를 이용하여 알루미늄용탕내에 존재하는 비금속 개재물의 입자크기 분포 및 농도측정에 관한 실험결과는 다음과 같다.

- 1) 전류의 공급을 증가시키거나 오리피스의 직경을 작게 할수록 탐지되는 개재물의 수는 증가하였으며, 알루미늄의 순도가 높을수록 측정되어지는 개재물의 수는 감소함을 알았다.
- 2) 보론을 첨가한 알루미늄용탕을 교반하거나

첨가량을 증가시킴에 따라 탐지되는 개재물의 수는 증가함을 알 수 있었으며, 이는 보론이 Ti 및 V과 반응하여 TiB, V<sub>3</sub>B<sub>2</sub>와 같은 화합물을 형성하여 이들이 개재물의 역할을 하는 것으로 사료된다.

3) 일정한 20ml 알루미늄용탕에서 평균입자들에 대한 평균농도는 순수 알루미늄용탕→20ppm의 보론을 첨가한 용탕→주조실험실에서 반복 사용한 용탕순으로 증가함을 알 수 있었다.

## 후 기

이 연구는 1992년도 교육부지원 한국학술진흥재단의 자유공모(지방대학육성)과제 학술연구조성비에 의하여 연구되었음을 밝히며 이에 감사드립니다.

## 참 고 문 헌

- [ 1 ] K. Bengtsson, "Inclusions and Polishability", (1981) 450~462
- [ 2 ] J. Langerweger, "Nonmetallic Particles as the Cause of Structural Porosity, Heterogeneous Cell Structure and Surface Cracks in DC Cast Aluminum Products", Light Metals, The Metallurgical Society of AIME, (1981) 685~705
- [ 3 ] Don A. Doure, "The Development and Application of a Rapid Method of Evaluation Molten Metal Cleanliness", McGill University
- [ 4 ] C. J. Siemensen, "Gas Chromatographic Analysis of Carbides in Aluminum and Magnesium", Fresenius. Z. Anal. Chem., 292 (1978) 207~212
- [ 5 ] C. J. Siemensen, "Sedimentation Analysis of Inclusions in Aluminum and Magnesium", Met. Trans. B, 12B (1981) 733~743
- [ 6 ] S. A. Levy, "Applications of the Union Carbide Particulate Tester", Light Metals, The Metallurgical Society of AIME, (1981) 723~733
- [ 7 ] S. A. Levy, J. C. Miller, P. McNanara and D. A. Feitig, "Molten Metal Quality-Particulate Tests", Light Metal, The Metallurgical Society of AIME, (1977) 149~169
- [ 8 ] M. G. Silk, "Sizing Crack-like Defects by Ultrasonic Means", in Research Techniques in Nondestructive Testing, R. L. Sharpe Ed., Vol. 3, Academic N. Y., (1977) 97
- [ 9 ] D. E. Pitcher and R. S. Young, "Methods of an Apparatus for Testing Molten Metal", U. S. Patent, 3, 444, 726, May 20, (1969)
- [ 10 ] J. E. Dore and J. C. Yarwood, "Ceramic Foam-A Unique Method of Filtering Molten Aluminum Alloys", Light Metals, The Metallurgical Society of AIME, (1977) 171~189
- [ 11 ] D. A. Bates and L. C. Hutter, "An Evaluation of Aluminum Filtering Systems Using a Vacuum Filtration Sampling Device", Light Metals, The Metallurgical Society of AIME, (1981) 707~721
- [ 12 ] F. R. Mollard, J. E. Dore and W. S. Peterson, "High Temperature Centrifuge for Studies of Melt Cleanliness", Light Metals, The Metallurgical Society of AIME, (1972) 483~500
- [ 13 ] D. J. Hedjazi, G. H. J. Bennet and V. Kondic, "Removal of Nonmetallic Inclusions and their Assessment of Al-alloy Melts", British Foundryman, 68 (1975) 305~309
- [ 14 ] W. H. Coulter, "High Speed Automatic Blood Cell Counter and Cell Size Analyzer", Proc. of the National Electronic Conf., 12, 1034, 1956
- [ 15 ] W. H. Hedley, R. G. Olt, H. R. DuFor and A. L. Wurstner, "Fabrication and Calibration of Ultrafine Capillaries having Diameters between 0.5 and 60 $\mu$ ", Rev. Sci. Instrum, 48 (1977) 64~67

[16] R. Kahrun, R. Davies, B. H. Kaye and M. J. Clinch, "Investigation into the Effect of Orifice Geometry and Flow Direction on the Measurement of Particle Volume".

Powder Technology, 11 (1975), 157~171

[17] J. C. Maxwell. "A Treatise on Electricity & Magnetism(Clarendon, Oxford), 3rd Ed.," 1 (1904) 429