

論 文

용탕단조법에 의한 Alumina단섬유강화 AC4C기 복합재료의 인장강도에 미치는 점결제 및 가압력의 영향

여인동*, 이지환**

Influence of Binder and Applied Pressure on Tensile Strength of AC4C/ Al_2O_3 Composites Made by Squeeze Casting Process

In-Dong Yeo* and Chi-Hwan Lee**

Abstract

The mechanical properties of $\text{Al}/\text{Al}_2\text{O}_3$ composites have been investigated in relation with manufacturing factors such as applied pressure of casting and binder amount of preform. It was found that tensile strength increases with an increase of applied pressure, but decreases with binder amount. Increase of tensile strength is attributable to refinement of microstructure, improvement of interfacial bonding between Al_2O_3 short fiber and matrix, decrease of porosity in the matrix. Due to the high thermal stability of alumina short fiber, tensile strength of composites at 150°C was superior to matrix alloy at room temperature. To evaluate the strength of composites, modified Kelly-Tyson's equation was introduced. Manufacturing factor M was obtained calculating from experimental data. M values were increased with applied pressure, but decreased with binder amount. The initiation of microcrack appeared to be at interface and reinforcement colony. Amount of micro-dimple was increased with applied pressure, and interfacial debonding phenomenon was remarkable with an increase of binder amount.

(Received January 28, 1995)

1. 서 론

Al 기 복합재료의 제조방법에는 여러가지가 있지만 그중에서도 용탕단조법을 이용한 Al 기 복합재료의 제조는 물성 및 실용화측면에서 가장 효과적이 방법이라고 할 수 있다. 지금까지 용탕 단조법에 의한 복합재료에 관한 연구는 열적유동 및 응고측면에서의 접근[1,2], 섬유특성 및 섬유 부피분율에 대한 연구[3~6], 용탕 및 예비성형 체온도 등의 접근[7,8]이나 강화기구를 모델링 [9~11]하는 방향으로 연구되어 왔다. 복합재료의 강도에 영향을 미치는 인자는 기지금속과 강

화재 사이의 계면상태, 기지금속 및 강화재의 강도, 강화재의 aspect ratio, 강화재의 배향성, 잔류응력, 재료내의 불순물이나 결함 등이 있다. 복합재를 제조할 때 용탕단조시 가압력에 따라서 섬유질이의 손상정도가 달라지고 섬유의 방향성에도 영향을 주게 되며 계면결합력의 향상과 내부기공의 감소에도 영향을 미친다. 또한 용탕단조시 점결제와 기지 및 강화재와의 반응으로 나타나는 반응생성물의 종류와 분포가 기계적성질에 영향을 미치게 된다. 따라서 본 연구는 Al_2O_3 단섬유강화 Al 기 복합재료의 미세조직과 강도에 영향을 주는 가압력 및 점결제의 양을 변화시켜

*생산기술연구원 생산기반기술센터(Foundry Technology Division, Production Technology Center, Korea Academy of Industrial Technology)

**인하대학교 공과대학 금속공학과(Dept. of Metallurgical Eng., Inha University)

이에 따른 연관성을 고찰하고자 한다.

2. 실험방법

2.1 시편제조

본 연구에서 사용한 모합금은 AC4C 알루미늄 합금으로 Table 1에 화학조성을 나타냈으며 Table 2는 강화재로 사용한 saffil RF-grade인 δ -Alumina 단섬유의 제특성을 나타내었다. 예비 성형체의 제조는 강화재를 점결제인 규산소오다 ($\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2$)가 각각 5, 7, 9% 섞인 수용액에 혼입하여 교반기로 30분 동안 균일하게 교반한 후 일축가압하여 제조하였으며 이때 예비성형체의 부피분율은 15V_r로 일정하게 하였다. 제조된 예비성형체는 자연건조 후 전기로에서 700°C로 가열하여 300°C로 유지된 금형에 넣은 후 용탕을 가압하여 복합재 시편을 제조하였다. 이때 용탕의 주입온도는 750°C, 가압력은 주조시 pre-form의 변형이 거의 없는 범위내에서 각각 10, 15, 20MPa로 하였다. 시료 제조시 용탕의 조기 응고 방지와 금형내 공기방출을 고려하여 펀치의 가압속도는 0.5-1mm/sec로 하였으며 가압 유지 시간은 90초로 일정하게 유지하였다. Fig. 1은 시험편 제조에 사용한 실험장치의 개략도를 나타낸 것이다.

2.2 인장강도 시험과 미세조직 및 파면관찰

인장시험은 Instron(model 8501)을 이용하여 cross head 속도 1mm/min으로 유지하여 상온 및 고온에서 시험하였다. 미세조직은 광학현미경을 이용하여 관찰하였고, 또한 각 시험조건에서 기지와 섬유사이의 결합상태와 균열발생 site 및 파면관찰을 하기 위해서 주사전자현미경을 이용

Table 1. Chemical composition of AC4C Al alloy.

Material	% Mg	% Si	% Cu	% Zn	% Fe	% Mn	% Ti	% Al	(Wt %)
AC4C alloy	0.3	7.2	<0.001	0.016	0.32	<0.001	0.15	Bal.	

Table 2. Specification of Al_2O_3 short fiber.

Material	Composition	Density	Diameter	Length	E	UTS
Saffil Rf grade	Alumina : 96-97% SiO_2 : 3-4%	3.3g/cm ³	Avg. : 3.0 μm	Avg. : 100 μm	300GPa	2GPa

* E : Young's modulus, UTS : Tensile strength

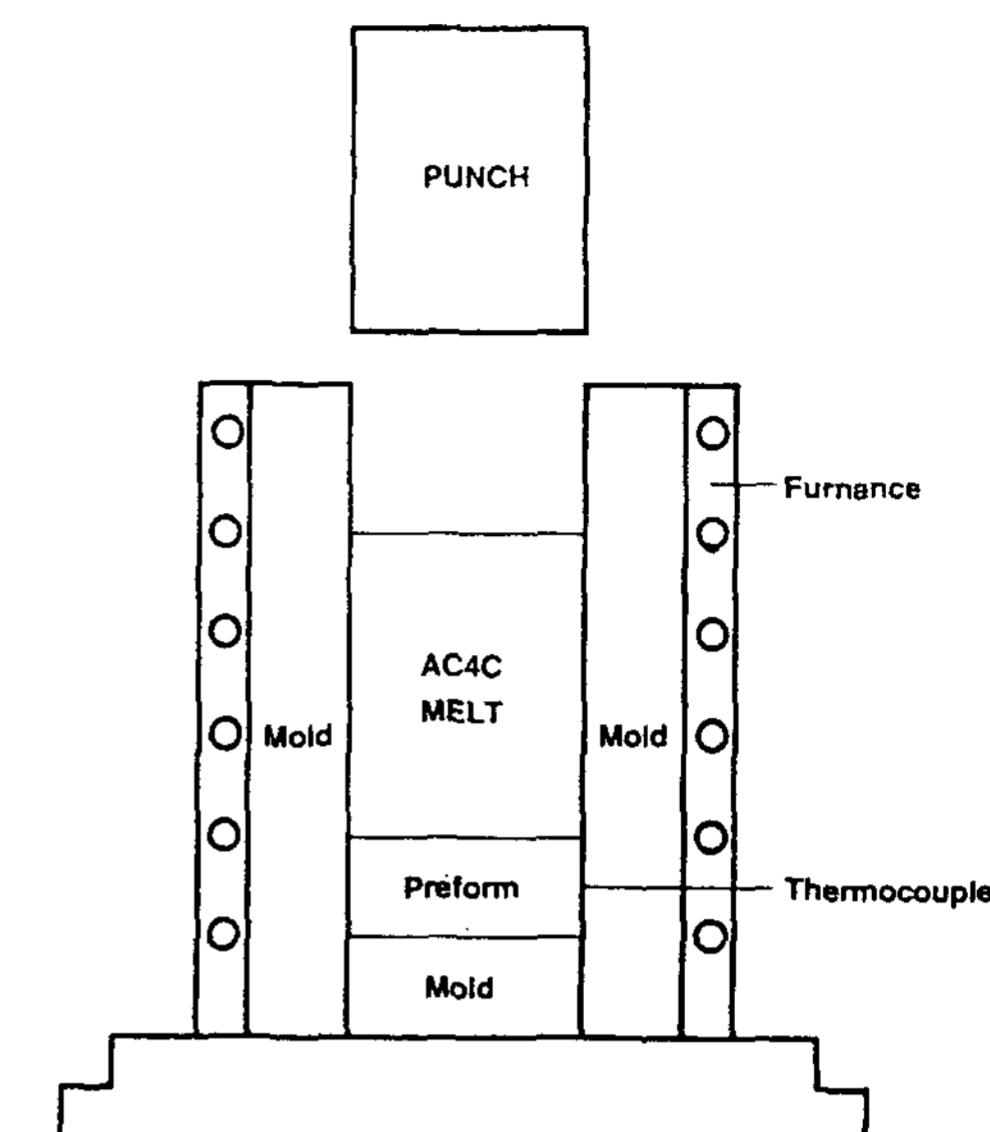


Fig. 1. Schematic representation of experimental apparatus.

하였다.

2.3 강화섬유의 길이측정

주조시의 가압력변화나 점결제양의 변화에 따른 Al_2O_3 단섬유의 길이변화측정은 기지합금의 선택적 용해액인 10% NaOH 수용액에 시료를 넣어 섬유를 추출하여 행하였다. 추출한 강화섬유를 초음파세척기를 이용하여 세척후 image analyzer를 이용하여 측정하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 미세조직

Photo 1은 가압력의 변화에 따른 기지합금 및 5% 점결제를 사용한 복합재료의 미세조직을 나

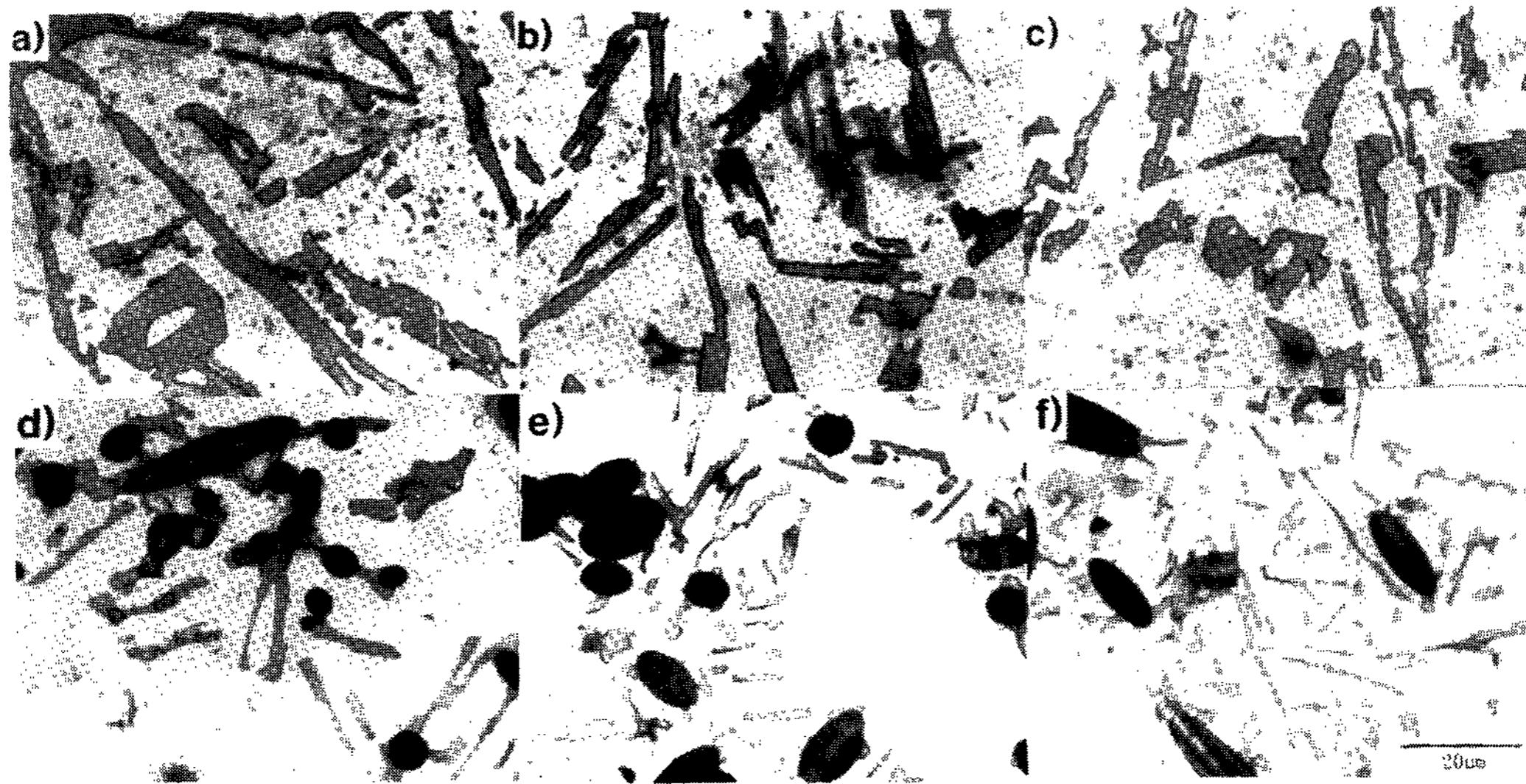


Photo 1. Optical microstructures of matrix alloy and composites made by various pressure
(a,d) 10MPa (b,e) 15MPa (c,f) 20MPa

타낸 것으로 가압력이 증가함에 따라 정출상인 공정실리콘의 형상이 점차 미세하게 변화되는 것을 관찰할 수 있었다. 이와같은 미세화 현상은 가압력 증가에 따른 금형과 용융금속간의 밀착성이 증대되어 냉각속도가 빨라지는 것이 주 원인이라 생각된다. 물론 가압력 증가에 따른 과냉으로 융점이 상승되어 미세화되는 효과도 있을 것이고, dendrite arm의 부분적인 절순 효과도 있을 것이다. 또한 공정 실리콘은 복합재료의 경우가 기지합금의 경우에 비해 좀더 미세화되는 것을 관찰할 수 있었다. 복합재료의 경우가 기지합금의 경우에 비하여 좀더 미세한 공정실리콘이 정출한 것은 강화재로 첨가한 Al_2O_3 단섬유가 기지합금의 응고시 공정실리콘의 성장을 저지하고, 이질 핵생성 site 수가 증가되기 때문인 것으로 생각된다. 즉 섬유 사이로 침투된 용탕에서 일차적으로 정출하는 초정 α 상은 섬유 사이의 빈 공간에서 성장을 하는 반면, 최종 정출하는 공정 Si은 섬유쪽이 핵생성 site로 작용하여, 성장이 억제되고, 이질 핵생성 site의 수가 증가되어 미세화된다.

Photo 2는 가압력 및 점결제의 양에 따른 복합재료의 미세조직 변화를 광학현미경으로 관찰한 사진으로 복합재료의 경우 가압력이 10MPa로부터 20MPa로 증가함에 따라서는 섬유의 길

이가 약간 짧아지는 것을 볼 수 있으며 가압방향으로 섬유가 배향되어 가는 것을 볼수 있다. 이 때 preform의 V_t 는, 주조시 가압력이 커짐에 따라 압축이 되어 약간 증가된다고 볼 수 있으나 예비실험을 통하여 preform의 변형이 일어나지 않는 범위로 가압력을 설정(10, 15, 20MPa)하였기 때문에 V_t 변화는 크지 않다고 생각된다. 한편 점결제의 양이 증가함에 따라서는 미세조직의 큰변화를 관찰 할수 없었다.

Photo 3은 각 시료의 제조조건에서 추출한 섬유의 길이를 image analyzer를 이용하여 측정한 것이다. 평균길이 약 $100\mu\text{m}$ 인 Al_2O_3 단섬유는 용탕단조후 평균길이 $70\text{--}80\mu\text{m}$ 로 산포를 나타내었으며 aspect ratio는 약 23에서 27을 나타내었다. Photo의 (a)~(c)는 5% 점결제를 사용하였을 때의 가압력에 따른 섬유의 평균길이 변화를 보여주고 있다. 섬유의 평균길이는 10MPa의 주조 가압력에서는 $80.7\mu\text{m}$, 15MPa에서는 $78.6\mu\text{m}$, 20MPa에서는 $71.5\mu\text{m}$ 로 짧아졌다. 주조압력이 높아질수록 섬유의 파괴가 심해진다는 것을 알 수 있다. Photo의 (d) 및 (e)는 가압력을 10MPa로 하였을때 점결제 양의 변화에 따라서 측정한 결과로 섬유길이는 5% 점결제에서 $80.7\mu\text{m}$, 7% 점결제에서는 $81.3\mu\text{m}$, 9% 점결제에서는 $82.9\mu\text{m}$ 로서 점결제가 많아지면 preform의

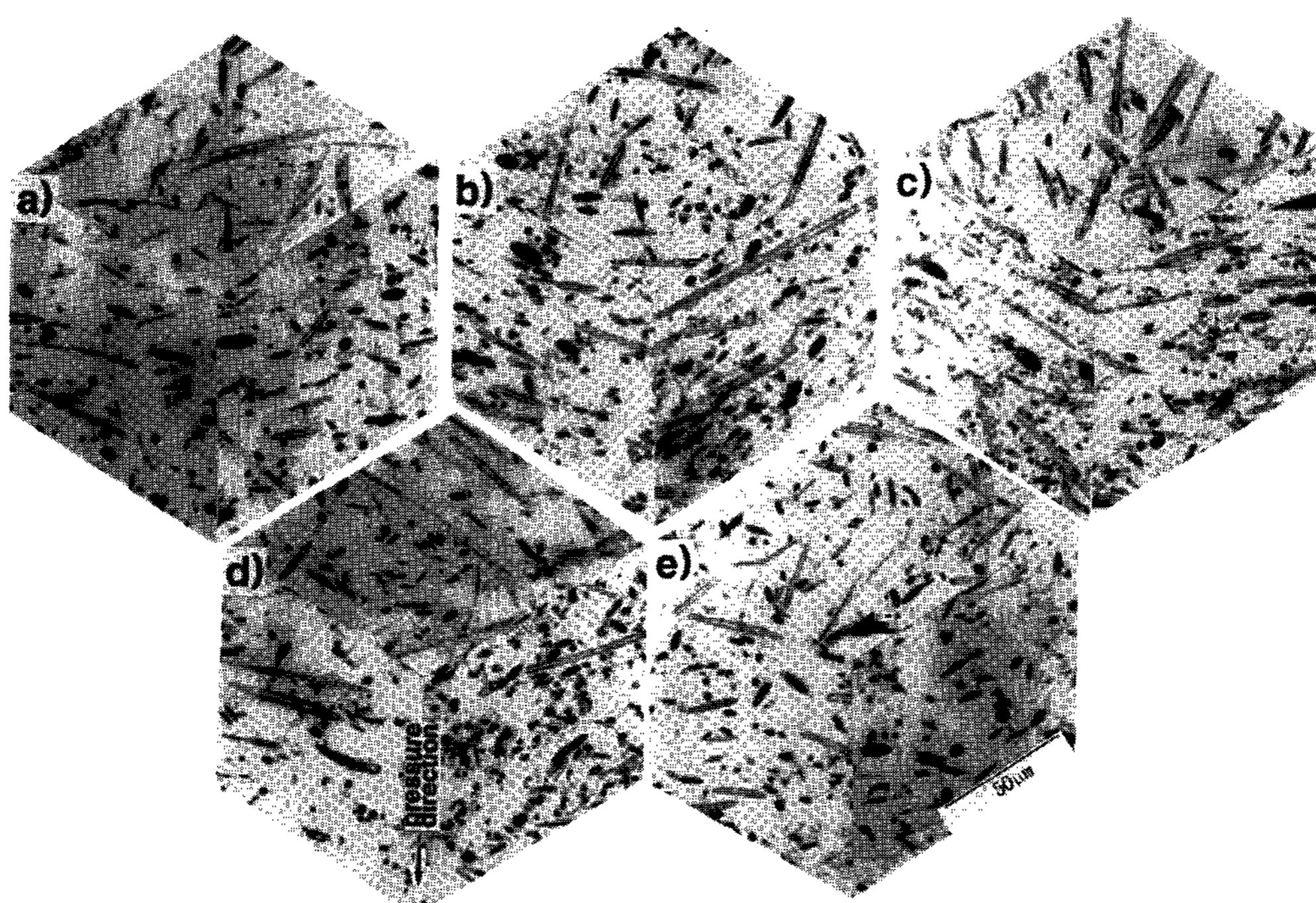


Photo 2. Optical microstructures of composites made by various pressure and binder amount

- (a) 10MPa, 5% (b) 15MPa, 5% (c) 20MPa, 5%
- (d) 10MPa, 7% (e) 10MPa, 9%

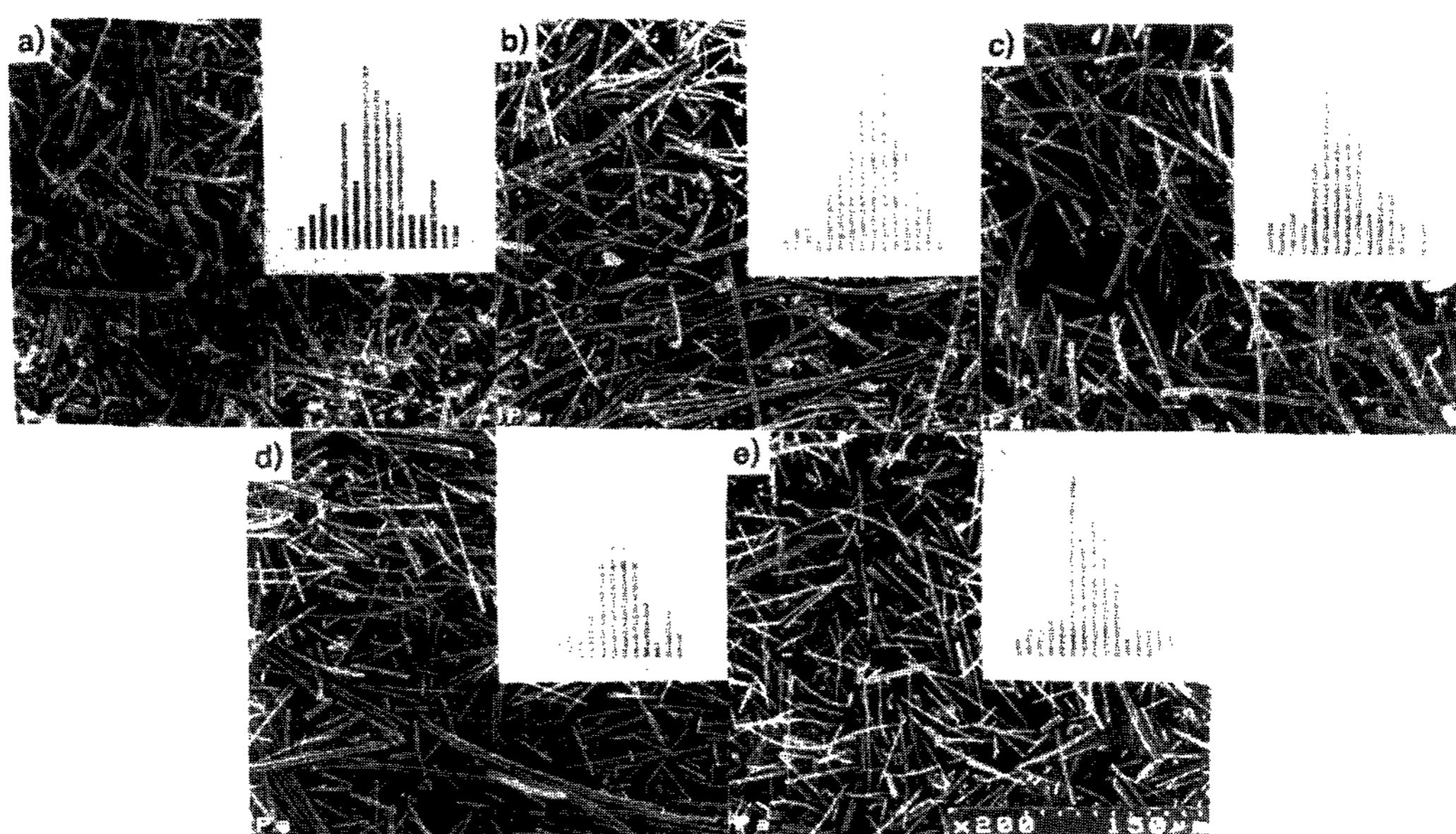


Photo 3. SEM micrographs of Al_2O_3 short fiber extracted from composites made by various pressure and binder amount

- (a) 10MPa, 5% (b) 15MPa, 5% (c) 20MPa, 5%
- (d) 10MPa, 7% (e) 10MPa, 9%

강도가 증가하여 주조시 섬유의 파손이 줄어든다고 볼 수 있으나 그 차이는 크지 않았다.

3.2 인장강도

불연속 섬유강화 복합재료의 강도는 섬유의 aspect ratio, 섬유의 방향성, 기지와 강화재사이의 계면상태 및 강화재와 기지금속의 강도 등 많은 인자에 의하여 영향을 받는다. 이들 각각의 인자는 단독으로 작용하기 보다는 복합적으로 작용을 하며 복합재료의 강도에 영향을 미치게 된다. 일방향으로 배향된 단섬유강화 복합재료의 인장강도에 대한 표현식은 Kelly-Tyson[12]에 의하여 아래와 같이 제안되었다.

$$\sigma_c = \sigma_f(1 - \ell_c/2\ell)V_f + \sigma_m^*V_m : \ell_c \leq \ell$$

여기서

σ_c : 복합재료의 인장강도

σ_f : 강화섬유의 인장강도

σ_m^* : 섬유가 항복변형이 일어났을 때 기지합금에 작용하는 응력

ℓ_c : 강화섬유의 임계섬유길이 ($\ell_c = \sigma_f/2\tau \cdot d$)

ℓ : 섬유의 평균길이

d : 섬유의 직경

τ : 기지조직의 전단강도

($\tau = 0.55 * \sigma_{my}$, σ_{my} : 기지합금의 항복강도)

그러나 위의 제안식은 계면상태가 완벽하며 섬유가 일방향으로 배향되었을 때를 고려한 식이다. 따라서 복합재료의 강도에 큰 영향을 미치는 dimension, 계면상태 등 강화효율에 영향을 주는 제조인자를 반드시 고려하여야 한다. 본 연구에서는 이와같은 인자를 고려하여 실험결과로 부터 계산된 다음과 같은 수정식을 나타내었다.

$$\sigma_c = M\sigma_f(1 - \ell_c/2\ell)V_f + \sigma_m^*V_m : \ell_c \leq \ell$$

여기서

$M = D * I * S$

D = Dimension factor

I = Factor depending on effect of interfacial reaction

S = Stress concentration factor of fiber edge parts

Fig. 2는 본 연구의 실험 값을 Kelly-Tyson의 제안식 및 섬유의 방향성 인자를 고려한 몇몇 다른

연구자[13~15]들의 실험결과와 비교하여 나타낸 그림으로 이상 조건을 전제로 한 Kelly-Tyson의 제안식과는 상당한 차이를 나타낸다. 즉, 지금까지 섬유의 방향성에 기인한 인자는 0.18~0.5까지 다양하며 복합재료의 강도에 큰 영향을 미치는 계면상태와 상호 연관하여 연구된 결과는 거의 없는 실정이다. 용탕단조를 이용한 복합재료의 제조시 점결제 및 가압력의 영향은 반드시 고려되어야 하며 이들 인자는 단독으로 작용하기 보다는 복합적으로 작용하게 된다. 인자 D는 주로 가압력에 영향을 받고 인자 I와 S는 가압력 및 점결제의 영향을 받을 것이다. 본 연구에서 제안한 제조영향 인자는 약 0.33~0.41을 얻었으며 이 값은 점결제의 양이 증가함에 따라 감소하며 가압력이 증가함에 따라서는 증가하였다. 즉 점결제가 첨가됨으로서 강화효율을 감소시키고 가압력이 증가함에 따라서는 강화섬유의 손상은 있지만 기지와 강화재 사이의 계면결합상태가 개선되어 강화효율을 증대시키는 것을 알수 있다. 한편 점결제의 양이 증가함에 따라 강화효율이 감소하는 것은 점결제가 첨가될수록 계면에 점결제의 잔류물이 존재[16]하여 계면결합력에 악영향을 미치기 때문이라 생각된다.

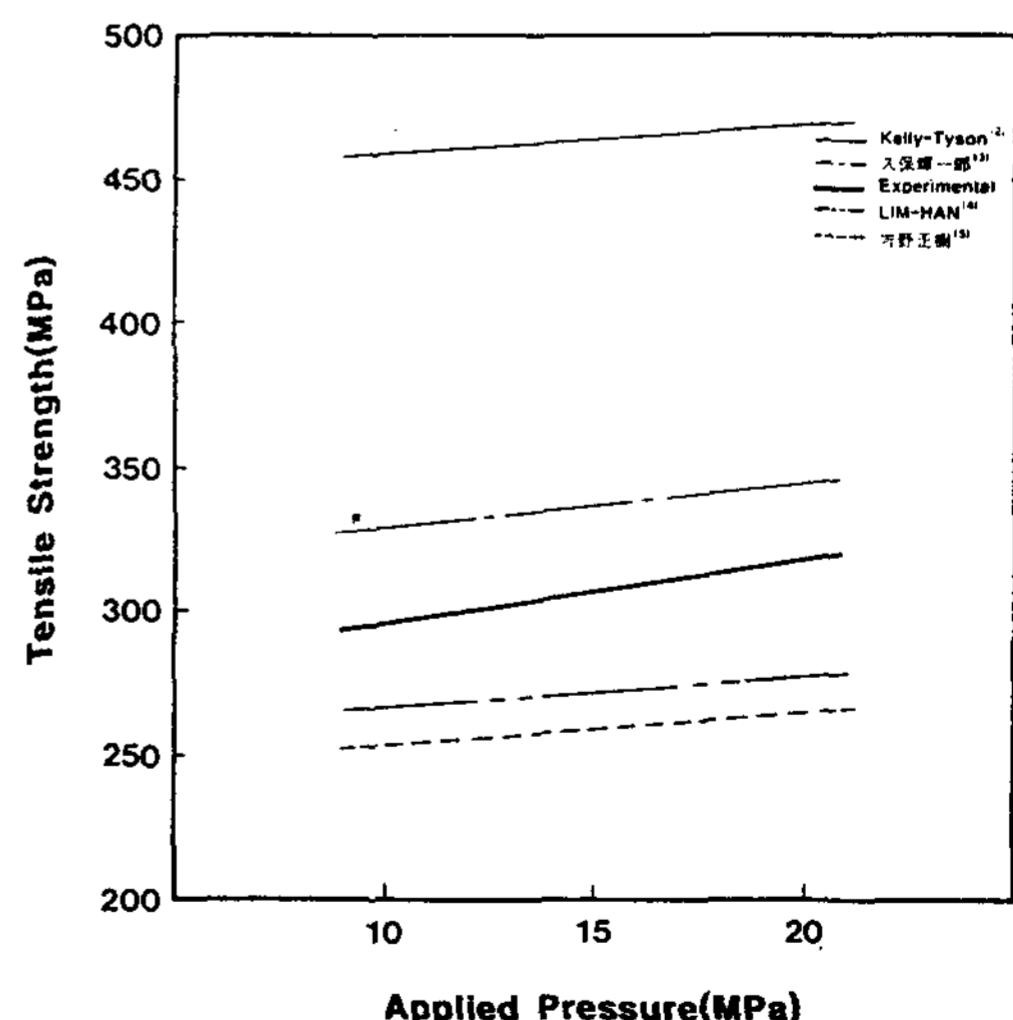


Fig. 2. Comparison of experimental data and various theoretical equation to the tensile strength of composites.

Fig. 3은 가압력 및 점결제 양의 변화에 따른 인장강도의 변화를 나타낸 그림으로서 기지합금 및 복합재료 모두 가압력이 증가함에 따라 인장강도가 증가하였으나 점결제의 양이 증가함에 따라 복합재의 인장강도는 감소하였다. 가압력이 증가함에 따라 인장강도가 증가한 것은 강화섬유의 손상에 따른 인장강도의 감소효과보다 계면결합력의 향상이 크기 때문에 증가한 것이라 생각할 수 있다. 본 연구에서는 계면결합력 강화에

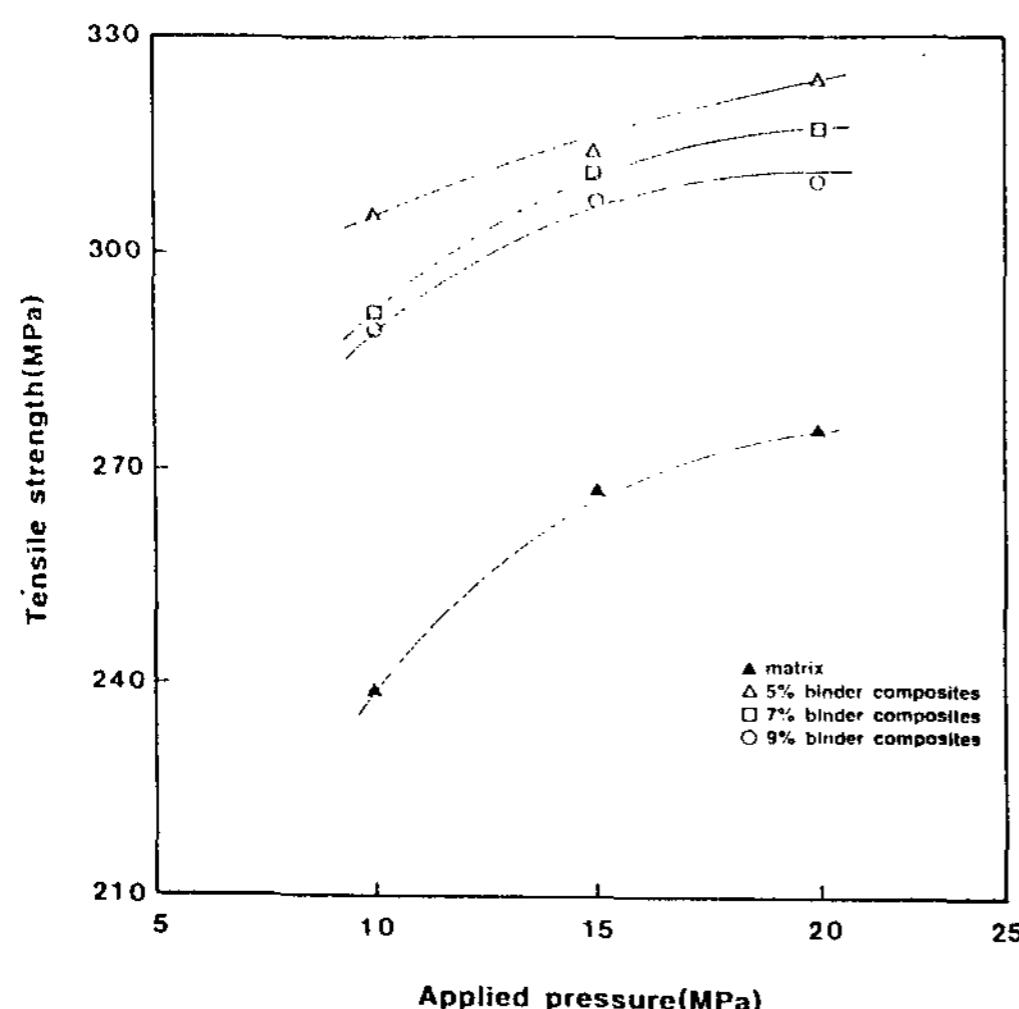


Fig. 3. Tensile strength of composites and matrix alloy made by different pressure and binder amount.

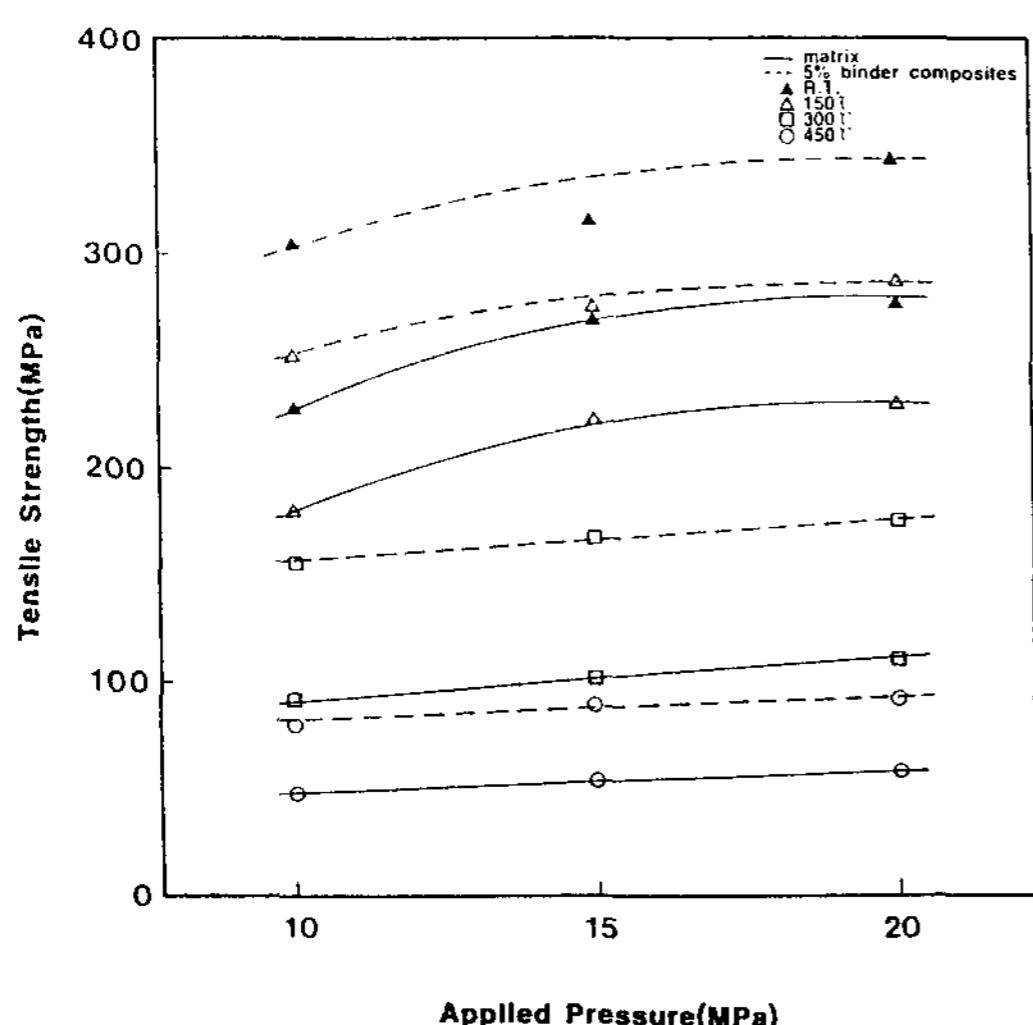


Fig. 4. Tensile strength of composites at elevated temperatures

따른 인장강도의 증가는 강화섬유 손상에 따른 인장강도 감소율의 약 2배를 얻을 수 있었으며 강화재 첨가에 따른 복합재료의 강도이득은 기지금속의 약 0.13~0.28을 얻었다. Fig. 4는 기지합금 및 5% 점결제를 사용한 복합재료 제조조건에서 가압력에 따른 각 시험온도 별 인장강도 변화를 나타낸 것으로 복합재료의 경우 강화섬유인 Al_2O_3 단섬유의 높은 열적안정성에 기인하여 기지합금에 비하여 고온특성이 우수한 것을 알수 있으며 복합재료의 경우 시험온도 150°C까지는 기지합금의 상온강도 이상을 유지하는 것을 볼수 있으며 시험온도가 300°C 및 450°C로 증가함에 따라 큰 폭으로 감소하는 것을 알수 있다.

3.3 균열발생 및 파면관찰

Photo 4는 균열발생 site를 조사하기 위하여 각 가압력으로 제조된 인장시험편의 인장시험후 파괴된 종단면을 주사전자현미경을 이용하여 파면근처에서 관찰한 사진으로 Photo의 (a)는 가압력이 10MPa이었을때 관찰한 것으로 micro and macro 균열 모두 기지와 강화재 사이의 계면에서 발생한 것을 볼 수 있으며 계면을 따라 균열이 전파됨을 볼수 있다. Photo의 (b) 및 (c)는 가압력이 20MPa 조건인 시편에서 관찰한 사진으로 (c)는 (b)의 A부분을 확대한 사진이다. 균열발생은 강화재가 뭉쳐져 있는 부분이나 강화재와 기지합금 사이의 계면에서 발생하지만 높은 가압력으로 제조된 복합재료는 가압력이 낮은 조건으로 제조된 복합재보다 강화섬유와 기지와의 계면결합력이 크기 때문에 균열이 계면을 따라 전파하지 않고, 인장방향과 수직한 방향으로 균열이 진전해 나감을 볼수 있다. 따라서 초기 균열발생은 기지와 강화재 사이의 계면이나 강화재 집합체가 형성된 부분에서 동시 다발적으로 일어나며 계면결합력이 낮은 경우 계면을 따라 균열이 전파되고 계면결합력이 큰 경우는 균열진행방향의 섬유로 하중이 전이된 후, 섬유의 파단으로 이어지기 때문에 섬유가 하중을 전달 받을 만큼 계면결합력이 좋을때, 파괴강도가 증가한다. 복합재료의 파괴거동에 관한 연구는 그들의 기계적특성 향상이나 응용측면에서 매우 중요하다. 특히 기지합금과 강화상 사이의 계면은 기계적특성에 매우 중요한 역할을 하게 된다. 단

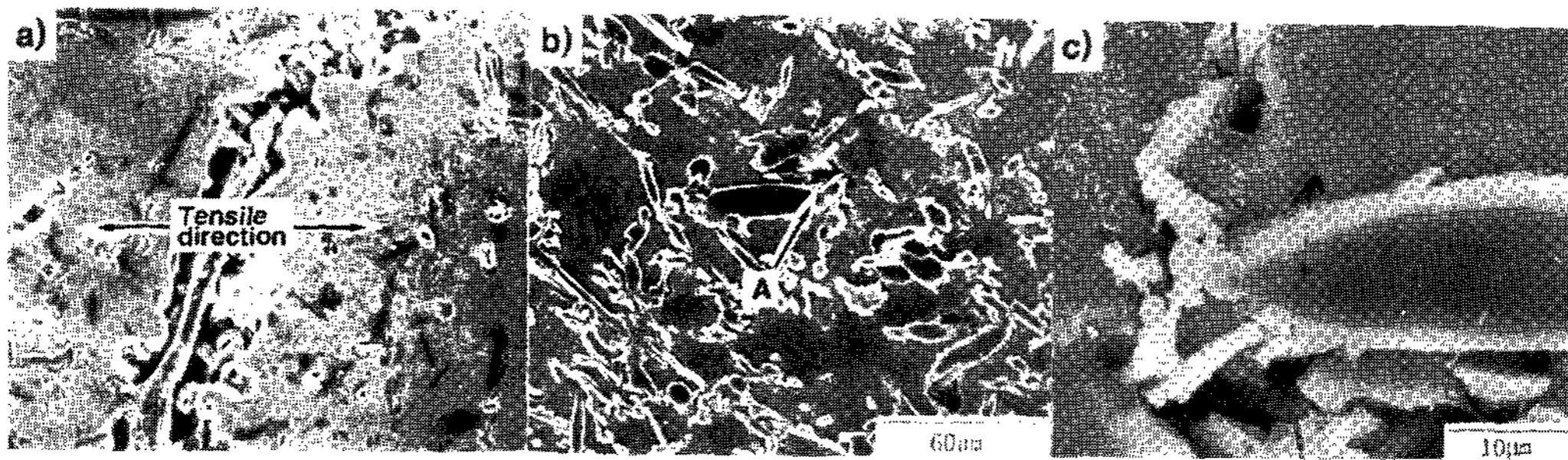


Photo 4. SEM micrographs of crack initiation sites of composites
(a) 10MPa (b) 20MPa (c) detailed structure of A

섬유강화 알루미늄기 복합재료의 경우 강화섬유는 벽개파괴, 기지합금은 연성파괴를 나타내게 되며, 계면 결합력이 약할 경우 강화섬유 선단의 응력집중에 기인한 dimple의 중심에서 pull-out [17] 현상이 나타나게 된다.

용탕단조법에 의해 제조된 단섬유강화 금속기 복합재료의 경우 균열발생은 강화섬유 응집 부분, 강화섬유-기지합금 계면, 개재물 등에서 일어남을 볼 수 있으며 거시적으로 벽개파면 양상 을 나타내게 된다.

Photo 5는 가압력 및 점결제의 양에 따른 인장파단면을 관찰한 사진으로 5% 점결제를 사용한 시료의 경우 가압력이 10MPa일 때의 파단양상은 섬유와 기지의 계면분리 및 섬유를 기점으로 한 micro-dimple이 혼합된 파면을 나타냈으며 가압력이 20MPa로 증가함에 따라 pull-out 현상은 줄어들고, micor-dimple의 양은 더욱 많아졌다. 사진의 (a), (d), (e)는 가압력이 10MPa 이었을 때 점결제가 각각 5, 7, 9% 첨가된 시험편의 파면으로 점결제의 양이 증가함에 따라 계

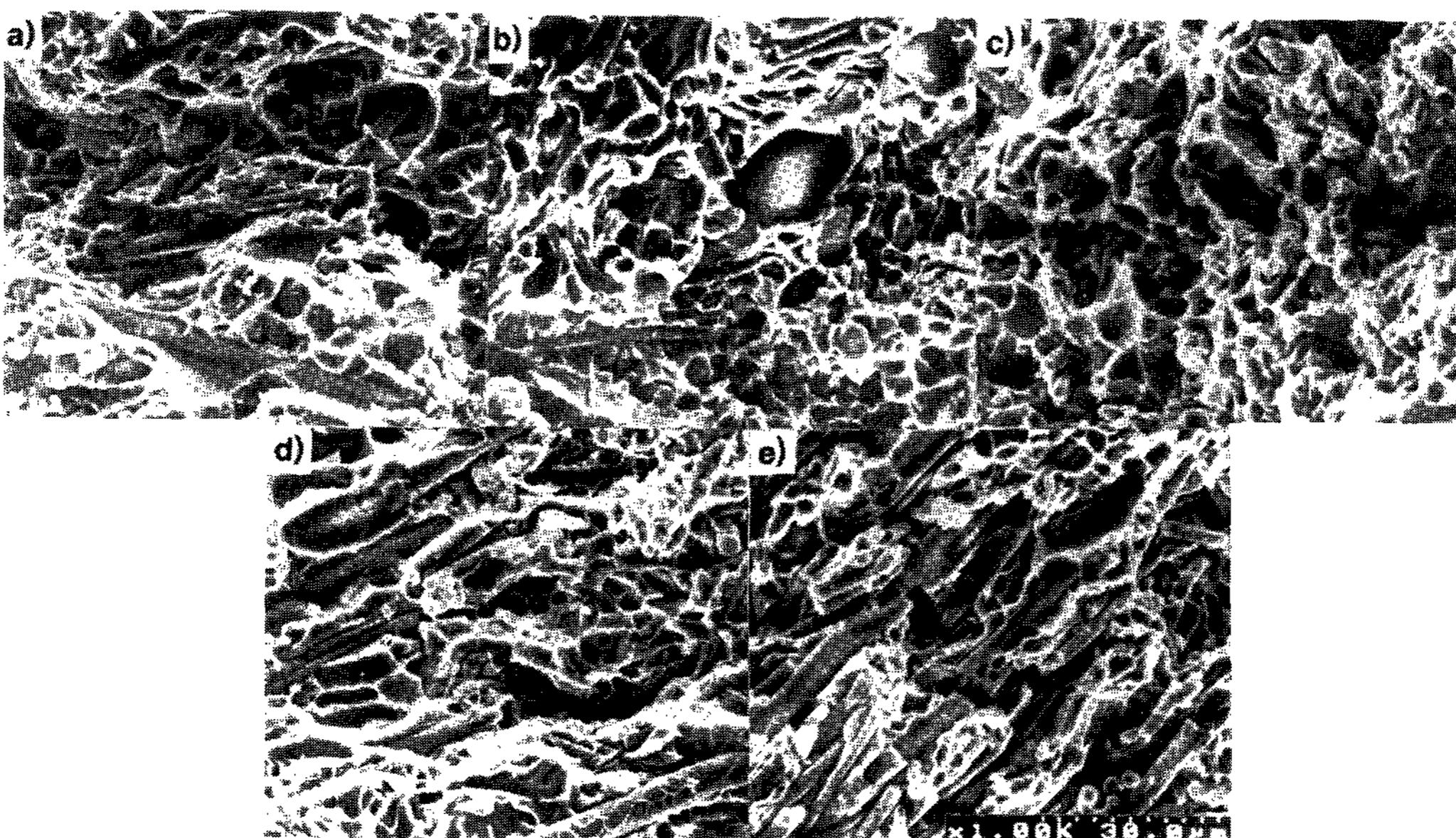


Photo 5. Fractographs of fractured surface of tensile specimens made by different pressure and binder amount
(a) 10MPa, 5% (b) 15MPa, 5% (c) 20MPa, 5%
(d) 10Mpa, 7% (e) 10MPa, 9%

면분리 현상이 더욱 심해진 것을 볼수 있었다.

4. 결 론

본 연구에서는 용탕단조법을 이용하여 복합재료를 제조하였으며 제조인자인 점결제 및 가압력을 변화시켜 실험한 결과로 부터 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

1. 주조시 가압력이 10MPa로 부터 20MPa로 증가함에 따라서 AC4C합금의 기지조직은 미세하게 되었으며 가압력에 따라 가압방향으로 섬유가 배향되는 경향을 나타냈고, 섬유질이의 손상도 관찰되었다.

2. 가압력이 증가함에 따라 강화섬유의 손상으로 평균길이 100 μm 인 Al_2O_3 강화섬유는 70~80 μm 의 산포를 나타내었으며 점결제의 양에 따른 강화섬유의 길이변화는 크지 않았다.

3. 불연속 섬유강화 복합재료를 제조할때 제조인자 M을 도입하여 아래와 같은 이론식을 나타낼수 있으며 본 연구에서 얻은 M값은 0.33~0.41로 가압력이 증가함에 따라서는 증가하며 점결제의 양에 따라서는 감소하였다.

$$\sigma_c = M \sigma_f (1 - l_c / 2 \ell) V_f + \sigma_m * V_m; \ell_c \leq \ell$$

여기서 $M = D \times I \times S$

D=Dimension factor

I=Factor depending on effect of interfacial reaction

S=Stress concentration factor of fiber edge parts

4. 인장강도는 가압력이 증가함에 따라 증가하였으나 점결제의 양에 따라서는 감소하였다. 또한 시험온도 150°C까지는 Al_2O_3 강화섬유의 우수한 열적안정성에 기인하여 기지합금의 상온강도 이상을 유지할 수 있었다.

5. Al_2O_3 단섬유강화 AC4C기 복합재료의 경우 균열발생은 기지와 강화재 사이의 계면과 강화재 융집 부분에서 발생하며, 파면의 양상은 가압력이 증가함에 따라 섬유를 기점으로한 micro-dimple의 양이 많아지며 점결제의 양이 증가함에 따라 계면분리 현상이 심해지는 것을 관찰하였다.

5. 참고문헌

- [1] P. JARRY, V. J. MICHAUD, A MORTENSEN, A. DUBUS, and R, TIRARD-COLLET; Metal Trans. A, 23 (1992)2281
- [2] 森信幸 外 2人; 鑄物 64 (1992) 252
- [3] M. Roy et al; Metall Trans. A, 23 (1992) 2833
- [4] 山森哲夫外 2人; 輕金屬 40 (1990) 845
- [5] 恩宮正洋外 3人; 輕金屬 37 (1986) 285
- [6] W. J. Clegg, I. Horsfau, J. F. Mason and Edward; Acta Metall. 36 (1988) 2151
- [7] W. J. Baxter; Metall. Trans. A, 23 (1992) 3045
- [8] S. Bengtsson and R. Warren; Master. Sci. Technol. 9(1993) 319
- [9] V. C. Nardone, J. R. Strife and K. M. Prewo; Metall. Trans. A, 22 (1991) 171
- [10] S. V. Kamat, J. P. Hirth and R. Mehrabian; Acta Metall. 37 (1989) 2395
- [11] Yoko Yamada, Minoru Taya and Ryuzowatanabe; Materials Trans. JIM, 34 (1993) 254
- [12] A. KELLY and W. R. Tyson; High Strength materials, John Willy and sons (1965) 578
- [13] 久保輝郎外 2人; 複合材料と界面, 總合技術出版 (1986) 96, 100
- [14] T. Lim; Fabrication and mechanical behaviour of aluminum matrix composite material, PHD. paper, New York State Univ., (1990)
- [15] 吉野正樹外 3人; 輕金屬, 38 (1988) 593
- [16] 여인동, 이지환; 주조, 14 (1994) 345
- [17] S. Bengtsson, C. H. Li and R. Warren; "Microstructural studies of delta-alumina fiber reinforced aluminum and Al alloys" in Proceeding ICCM-VII, 3 (1989) 607