

논문

# Squeeze Casting에 의한 SiC 입자강화 Al합금기 복합재료의 미세조직 특성

김석원\*, 우기도, 한상원

## Microstructural Characteristics of SiC Particle Reinforced Aluminum Alloy Composite by Squeeze Casting

Sug-Won Kim\*, Kee-Do Woo and Sang-Won Han

### Abstract

In this study, the microstructural characteristics such as primary silicon, eutectic silicon, SiC<sub>p</sub>, dispersion behavior, compound amount and Si solubility in Al/SiC<sub>p</sub> composite fabricated by the squeeze casting under various conditions were investigated systematically. As applied pressure(MPa) increases, cooling rate and compound amount are increased. In gravity casting, the cooling rate of hypereutectic composite is slower than of hypoeutectic composite by exothermic reaction of primary Si crystallization. But the cooling rate of hypereutectic composite is faster than that of hypoeutectic composite fabricated by same applied pressure, because amount of primary Si crystallization in hypereutectic composite was decreased, on the contrary, primary  $\alpha$ -Al in hypoeutectic composite was increased due to increase of Si solubility in matrix by applied pressure. The crystalized primary silicon in hypereutectic composite fabricated by squeeze casting become more fine than that in non-pressure casting This is because mush zone became narrow due to increase of Si content of eutectic composition by pressure and time for growth of primary silicon got shorter according to applied pressure. It is turned out that eutectic temperture and liquidus are decreased by the increasing of squeeze pressure in all the composite due to thermal unstability of matrix owing to increasing of Si solubility in matrix by the increasing of applied pressure, as indicated in thermal anaiysis(DSC) results.

### 1. 서 론

금속기지 복합재료(metal matrix composites : MMCs)는 금속기지에 의한 높은 연성과 산화물, 탄화물 및 질화물(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, SiC<sub>p</sub>, B<sub>4</sub>C, TiN, AlN)등에 의한 고경도, 고온 안정성, 화학적 안정성 등에 의해 기존의 금속재료에 비하여 비강도, 비탄성계수 등이 크게 향상된 우수한 기계적 성질을 갖으므로 자동차 부품[1~5], 항공기 재료[6,7]

등에 사용이 확대되고 있다.

복합재료 제조방법중 용탕 가압주조법(squeeze casting)은 용융상태에 있는 금속을 기계적으로 가압하여 응고시키는 방법으로 용융점이 낮은 Al계 합금의 주조 방법중 하나로써 발전해 왔으며 젖음성이 좋지 않은 세라믹과 금속의 복합화가 가압력에 의해 가능하기 때문에 우수한 기계적 성질이 요구되는 복합재료 제조에 많이 활용되고 있다[8,9]. 본 연구에서는 AC8A 합금에

\*Rapidly Solidified Materials Research Center(RASOM)  
전북대학교 금속공학과(Dept. of Metallurgical Eng., Chonbuk National University)

18wt% SiC<sub>p</sub>를 첨가하고 가압력을 변화시키며 용탕가압주조 하고, 다시 젖음성을 향상시키는 합금성분(Mg, Ca)을 첨가하여 가압력의 변화와 합금원소 첨가가 미세조직에 어떤 영향을 주는지를 연구 조사하였으며, 열분석(DSC)을 하여 용탕가압 주조시 발생하는 기지내 Si고용도의 변화와 비평형 응고상이 공정온도나 액상선 온도에 어떤 관계성을 갖는지 고찰하였다.

2. 실험방법

2.1 시편제조

본 연구에 있어서 사용된 합금의 조성을 Table 1에 나타내었다. AC8A합금을 도가니에 장입하여 로의 온도를 740°C로 하여 용해하고 탈가스제(C<sub>2</sub>Cl<sub>6</sub>)로 탈가스를 하였다. 용탕표면에 부유된 드로스를 제거한 뒤 0.05%Sr을 첨가하여 개량화처리를 하였다. 또한 Mg과 Ca의 영향을 고찰하기 위하여 AC8A합금에 0.5 및 1.0% Mg과 2.16%Ca을 각각 첨가하였다. 용탕은 Ar 가스 분위기로 고액공존 온도인 560°C에서 흑연 impeller를 용탕에 침지시켜 교반하면서 SiC<sub>p</sub>(20 μm)를 첨가하였다. 교반은 약 20분 동안 500rpm으로 실시하고 용탕의 온도를 720°C까지 200rpm으로 하면서 승온시켜 중앙 아래로부터 2cm부위에 열전대를 설치한 50φ×100 l의 용탕가압주조 금형에 주입하여 640°C에서 무가압, 50, 220, 500MPa로 가압하면서, 동시에 냉각속도를 측정하였다.

2.2 조직관찰, X선 분석

조직 관찰은 0.5%HF 부식액 및 2%NaOH 수용액을 이용하였으며 광학현미경과 주사전자 현미경 및 EDAX를 이용하였다. 그리고 X-ray 회

절시험의 조건은 Table 2와 같다.

2.3 열분석

Dupon type 920 시차주사 열분석기(Differential scanning calorimetry)을 사용하였으며 상온에서 400°C까지는 20°C/min으로 승온 후 1분동안 등온유지 후 600°C까지 2°C/min으로 승온시켰다. 각 시편당 5회 실시하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 가압에 따른 냉각속도의 변화

Fig. 1와 2은 가압에 의한 냉각속도의 변화를 나타낸 것으로 가압력이 증가할수록 냉각속도가 크게 증가하고 있음을 알 수 있다. 이는 무가압

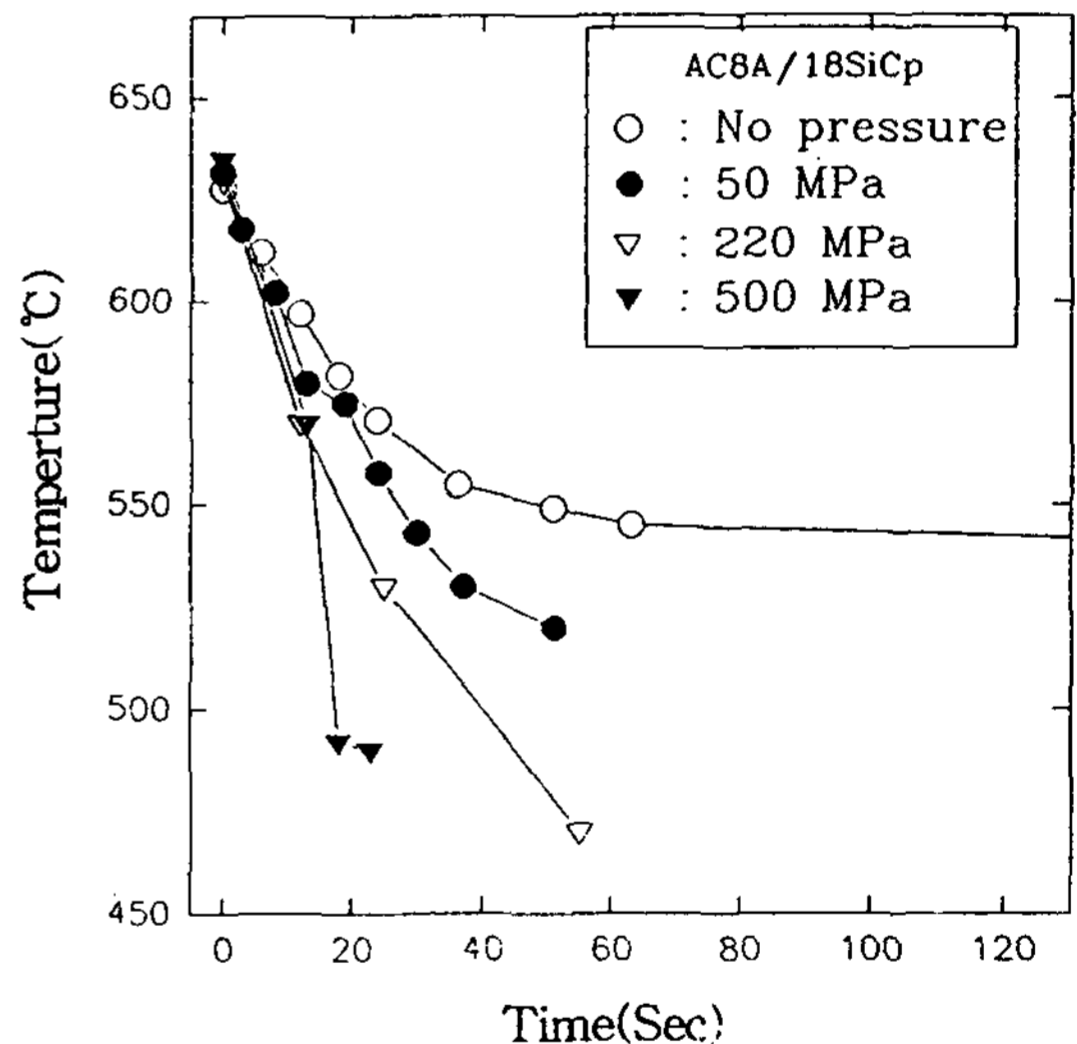


Fig. 1. Relationship between cooling rate and various applied pressures in hypoeutectic AC8A/SiC<sub>p</sub> composite

Table 1. Chemical composition of specimens

Elements Nomenclatures	Cu	Fe	Si	Ni	Mg	Ca	Al	Remarks
AC8A	1.23	0.21	11.32	1.63	1.32	—	Bal.	Hypoeutectic alloy (Near-eutectic alloy)
AC8A+2.0%Ca	1.23	0.21	11.32	1.63	1.32	2.16		
AC8A+0.5%Mg	1.23	0.21	11.32	1.63	1.86	—		
AC8A+1.0%Mg	1.23	0.21	11.32	1.63	2.32	—		
AC8A+6%Si	1.21	0.18	17.5	1.52	1.34	—	Bal.	Hypereutectic alloy

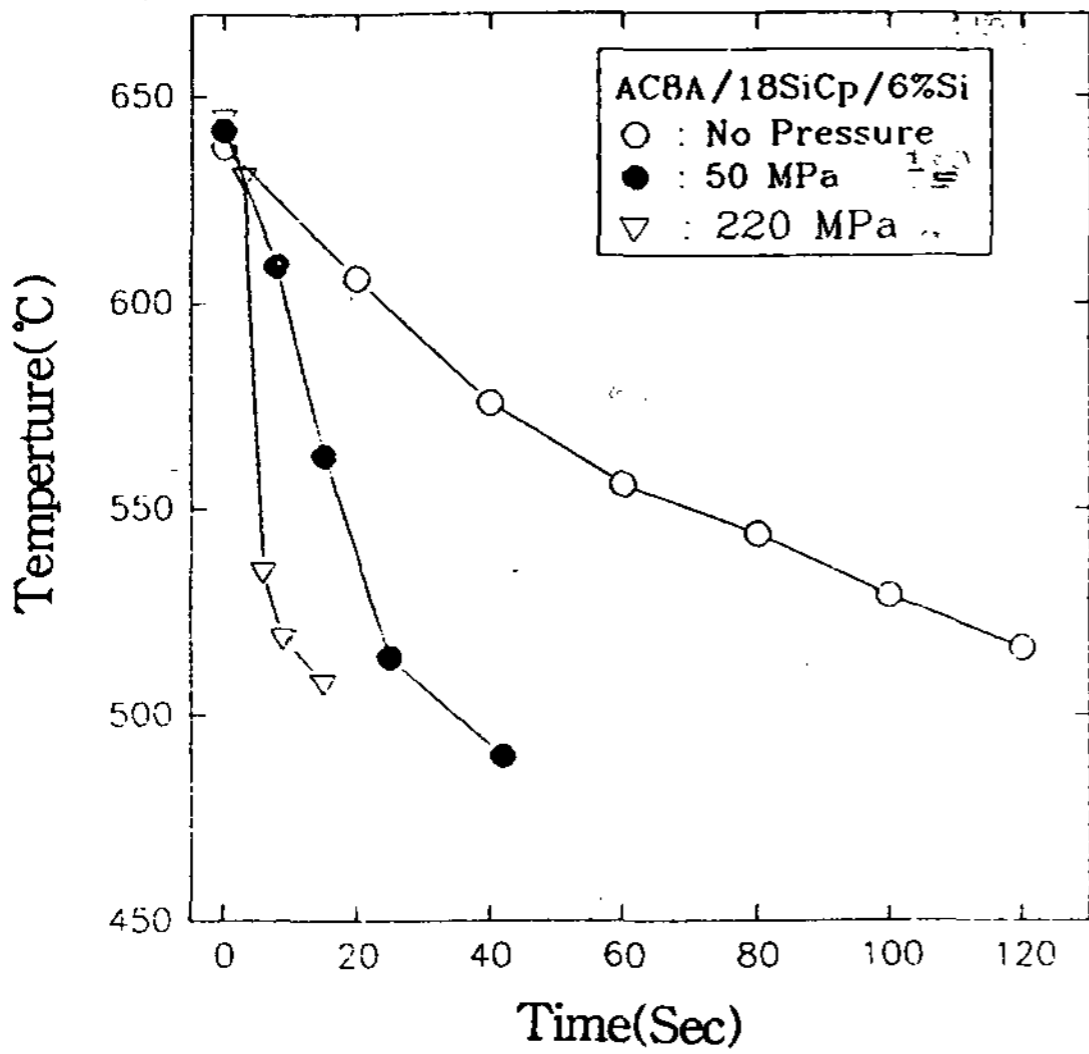


Fig. 2. Relationship between cooling rate and various applied pressures in hypoeutectic composite AC8A/SiC<sub>p</sub>

에는 응고할 때 금형과 용융금속의 계면(금형/용탕)에 air gap이 발생하여 열전달을 방해하지만 가압시에는 그 air gap이 생기지 않으므로써 열전달이 금형을 통해서 빠르게 되어 전체적인 냉각속도가 크게 증가하기 때문이다. Fig. 1에서 알 수 있듯이 고액공존구역(530°C~570°C)에서 무가압 보다 220MPa일때 냉각속도가 상당히 증가하고 있지만 500MPa에서는 다소 증가폭이 감소하고 있는데, 이는 냉각속도에 미치는 가압의 효과에는 어느정도의 임계값이 있음을 나타내 주고 있다. Chvorinov법칙에서 응고시간은  $t=k(V/A)^2$ 로 나타낼 수 있고, 이 식에서 비례상수 k는 가압재가 중력재 보다 훨씬 크므로 220MPa로 가압할 때가 중력주조할때 보다 1.5배 이상 빠른 응고속도를 보여주고 있다.

Fig. 1, 2는 AC8A/18SiC<sub>p</sub>(Hypo-eutectic composite)와 AC8A/18SiC<sub>p</sub>/6Si(Hyper-eutectic composite)의 Squeeze casting에 따른 냉각속도

의 변화를 나타내고 있다. 중력주조(무가압)에서는 아공정보다 과공정복합재료에서 냉각속도가 감소하였는데 이는 과공정에서 정출하는 초정 Si가 발열반응을 하므로 전체적인 냉각속도가 감소하였기 때문이다. 그러나 가압력이 증가됨에 따라 과공정조성의 복합재료가 아공정조성의 복합재료보다 큰 냉각속도를 나타내고 있다. 이 원인은 가압에 의해서 Si가 Al에 고용할 수 있는 양이 증가되고 또한 Welter등의 시험결과에 의하면 200Kg/cm<sup>2</sup> 가압력에 의하여 Al-Si합금에선 공정점이 12.6%에서 18%로 증가된다고 하였다. 따라서 과공정인 AC8A/18SiC<sub>p</sub>/6Si composite가 가압시에는 공정조성에 근접하여[10] 초정Si가 감소되어 냉각속도가 증가되고 아공정인 AC8A/18SiC<sub>p</sub> composite는 α-dendrite의 생성량이 증가되어 그 결과 냉각속도가 감소되어 나타나는 결과로 생각된다.

### 3.2 가압에 따른 기지조직의 변화

Photo 1은 무가압, 50MPa, 220MPa로 용탕가압 주조한 시편의 조직을 비교한 것으로 압력이 증가하면 냉각속도가 증가되어 초정 α상들이 훨씬 미세한 수지상정으로 형성되며, 수지상정의 거리(DAS)는 훨씬 짧아짐을 알 수 있다. 수지상정의 크기는 무가압시에는 α상이 크게 형성되었지만 50MPa으로 가압할 경우 미세화되었고 200MPa 가압할 경우에는 더욱 미세화 되었음을 알 수 있다. 수지상정의 형상은 중력주조에서는 크고 두꺼운 반면 가압시에는 가늘고 갈게 성장하였고 1차 가지에 비하여 2차의 가지는 적어지고 수지상정의 셀은 적어짐을 알 수 있었다.

Photo 2는 공정 Si상들의 현미경조직을 나타내고 있다. 무가압에서는 공정 실리콘이 초정 α에서 공정셀 중심쪽으로 길다란 봉상이지만 가압력에 따라 점차 미세한 구상의 공정으로 변화되었으며 방향은 무질서하게 나타나고 있다. 이는 α상의 주위로 부터 점차 응고가 일어날 공정셀 중심쪽으로 향하고 있음을 나타내 주고 있다. 가

Table 2. XRD conditions

Target	Filter	Voltage	Current	Scanning speed	Diffraction angle
Cu	Ni	30KV	20mA	1°/min	10~120°

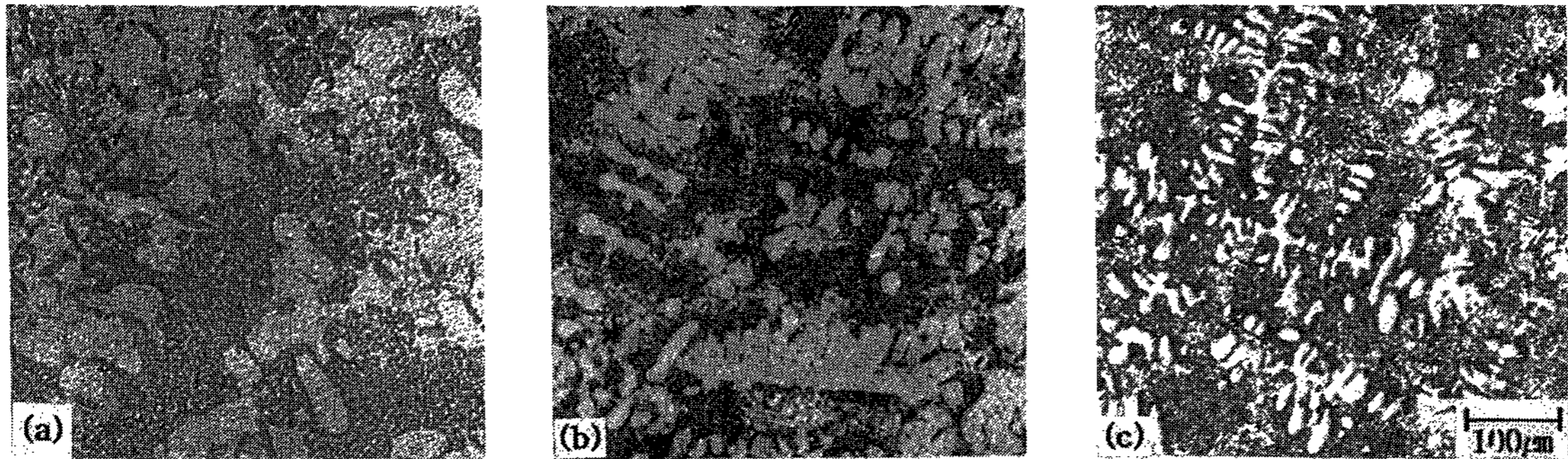


Photo 1. Changes of microstructure with various applied pressures(AC8A)  
 (a) Non-pressure (b) 50MPa (c) 220MPa

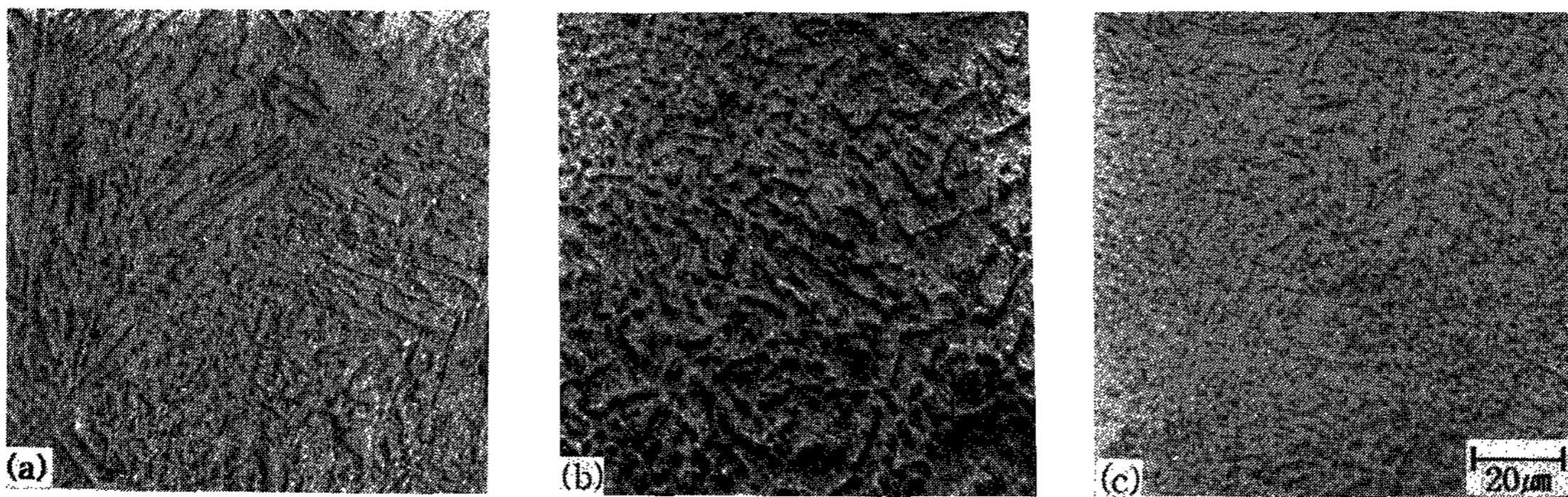


Photo 2. Morphologies of eutectic Si with various applied pressures(AC8A)  
 (a) Non-pressure (b) 50MPa (c) 220MPa

압에 따라서 냉각속도가 증가되면서 공정 Si의 핵생성 수가 증가하고 Si가 핵생성될 때 서로의 간접효과 때문에 공정상들이 미세화된 것으로 사료된다.

Photo 3은 가압력에 따른 SiC<sub>2</sub>의 분포도를 나타내고 있다. 무가압 주조시에는 SiC<sub>2</sub>가 부분적으로 편석 분포되어 있으며 이것은 중력주조시 응고속도가 낮기 때문에 일부 입자들이 응고 과정에서 입계쪽으로 밀리는 pushing effect[11,12]의 영향에 기인한다. 그러나 가압력이 220MPa과 500MPa로 증가할때 응고속도가 증가하여 균일한 입자의 분포를 얻을 수 있어 가압에 의해서 SiC<sub>2</sub>들을 기지조직에 균일하게 분포시킬 수 있음을 알 수 있었다. 그러나 500MPa, 220MPa에서 현저한 차이를 얻을 수 없음은 가압력이 어느정도 증가 후에 SiC<sub>2</sub>의 균일분포에는 큰 영향을 주지 못함을 알 수 있다.

Photo 4는 AC8A합금에 Mg 1wt%와 Ca 2.16wt%를 각각 첨가한 후 220MPa로 가압한 것으로 이들 원소의 계면활성 영향으로 SiC<sub>2</sub>분산성이 양호하며 Ca첨가 합금에서는 SiC<sub>2</sub>주위에 초정Si가 나타나는 것으로 보아 Ca이 초정 Si 정출을 조장하는 것으로 사료된다.

Photo 5는 SiC강화입자와 공정 Si생성과의 관계를 알아보기 위하여 FE-SEM으로 관찰한 것으로서 SiC입자 표면에서 공정Si가 일부 생성되고 있음을 보여준다. 이는 SiC입자 표면에서 불균일하게 농축된 Si가 공정Si의 불균일 핵생성자리로 작용한 것으로 사료된다.

Photo 6는 과공정을 가압주조하였을 때 초정 Si이 미세화되는 것을 보여준다. 가압력에 따라 초정 Si의 크기에 변화가 없다는 연구결과[13]도 보고 된바 있었으나 본 실험에서는 무가압상태에서는 초정 Si이 크지만 가압력이 증가할수록

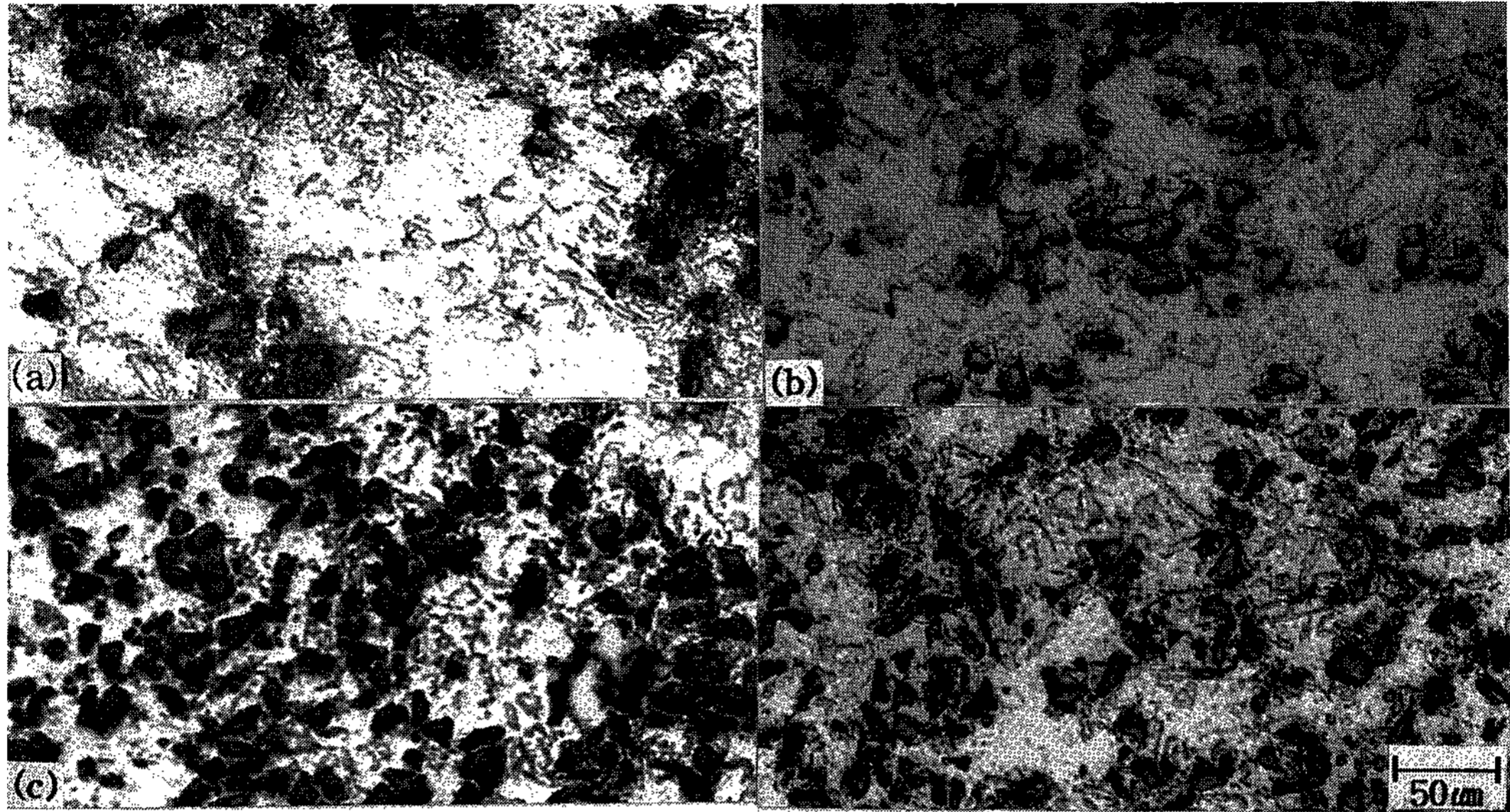


Photo 3. Changes of SiC<sub>p</sub> dispersion with various applied pressures(AC8A/SiC<sub>p</sub>)  
 (a) Non-pressure (b) 50MPa (c) 220MPa (d) 500MPa

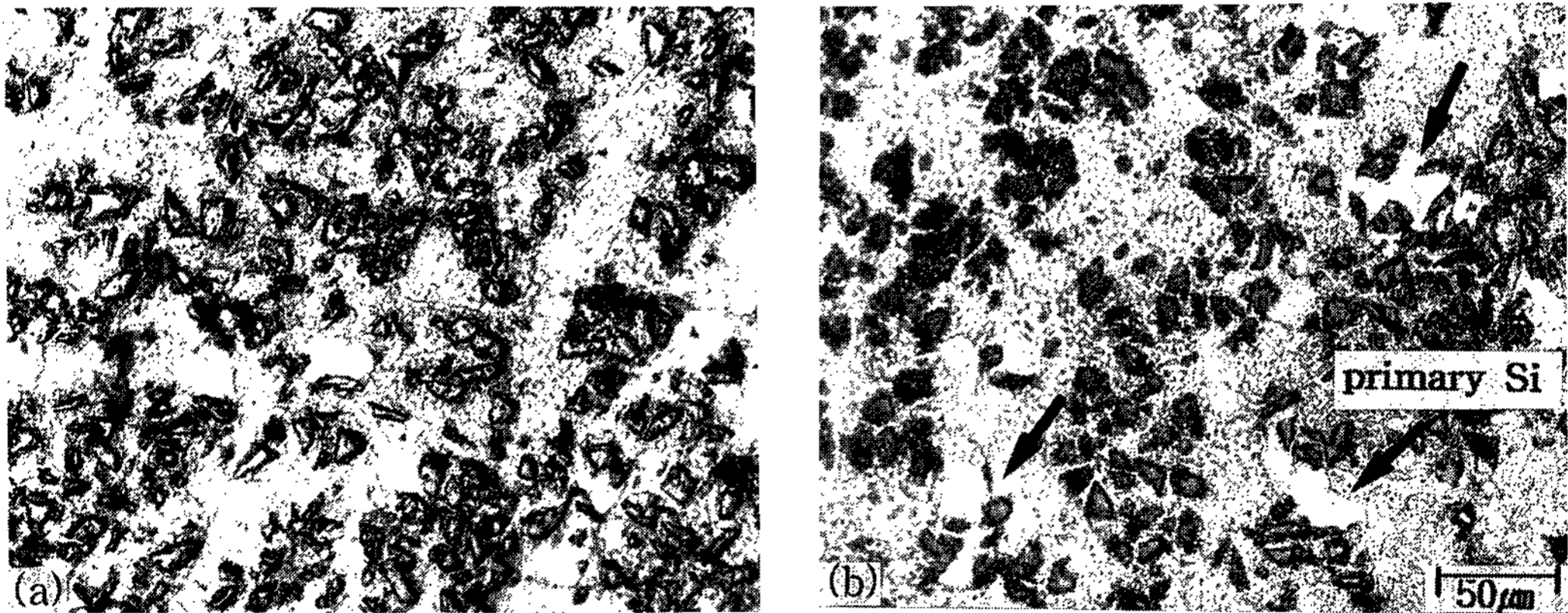


Photo 4. Comparison of heat affected zone and abrasive morphologies of AC8A/SiC<sub>p</sub> vs. AC8A + 6Si/18%SiC<sub>p</sub> composite  
 (a) AC8A/SiC<sub>p</sub> composite (b) AC8A + 6Si/18%SiC<sub>p</sub> composite

초정 Si의 숫자는 증가하고 크기는 상당히 적어 짐을 알 수 있다. 이는 가압력에 의해서 과공정 Al-Si합금의 응고시 액상선이 저하되므로[10] 높은 액상온도에서 정출되는 초정보다 낮은 액상온도에서 정출되는 초정이 작아지므로 미세한 초정 Si으로 정출된다. 그러나 50MPa과 220MPa로 가압주조한 시편의 초정의 크기와 형상은 큰 차이를 볼 수 없는데 이는 Fig. 2에서 나타낸 바와 같이 두 가압력 사이에는 냉각속도의 큰 변화

가 없고, 핵생성수가  $\Delta T$ 에 지수함수관계[14]이기 때문에 일정 압력 이상에서는 큰 차이를 나타내지 않았다. Fig. 3(a)는 제조된 시편에서 SiC 입자로부터 500nm 떨어진 곳을 EDAX분석하여 나타낸 것으로 가압력이 증가함에 따라  $\alpha$ -Al기지에 Si고용도가 증가됨으로  $\alpha$ -Al기지 Si를 다량 고용시켜 그 결과 Si peak가 증가함을 보인다.

Fig. 3(b)의 XRD결과에서 가압력에 따라 Si

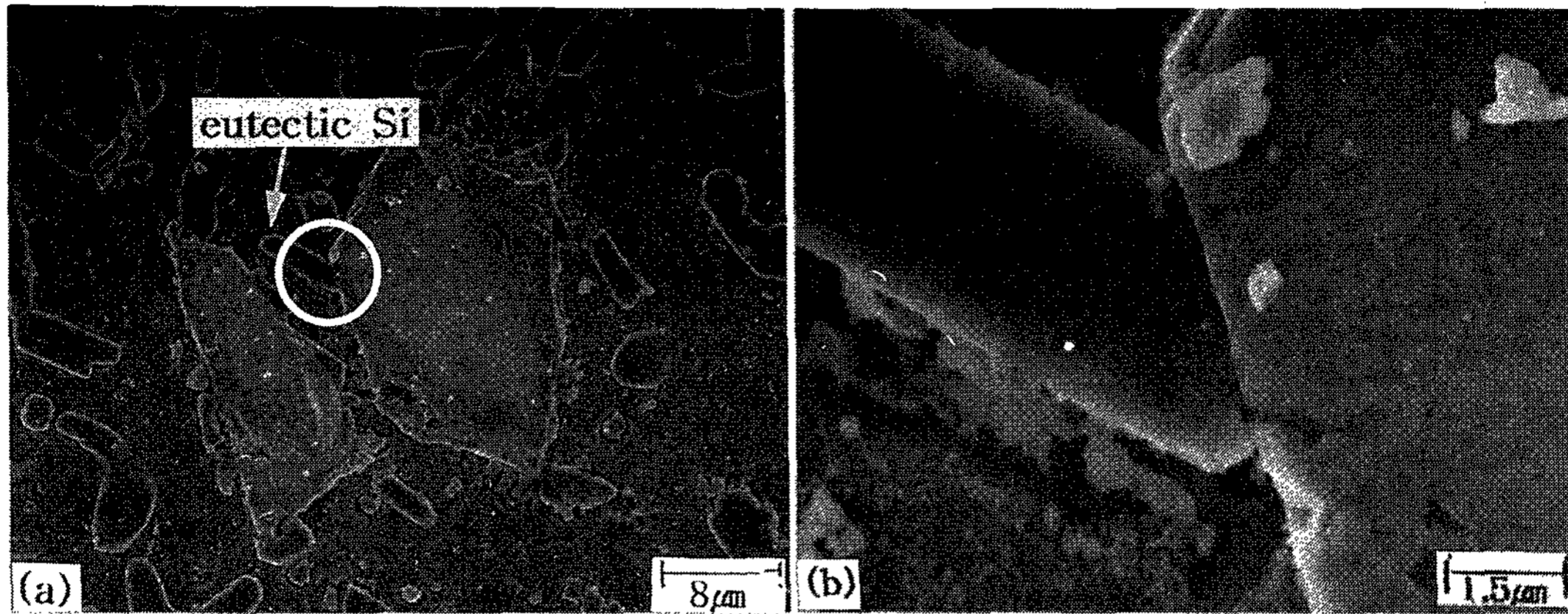


Photo 5. Crystallization of eutectic Si from SiC<sub>p</sub> surface

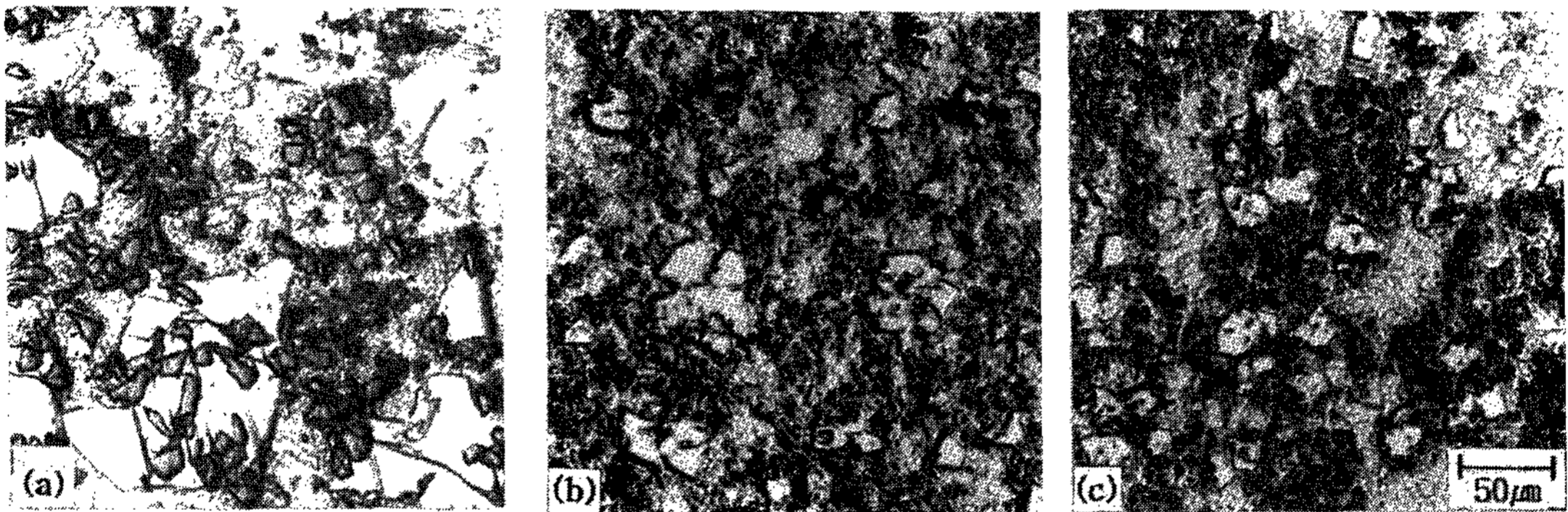


Photo 6. Morphologies of primary Si with various applied pressures(AC8A + 6Si/SiC<sub>p</sub>)  
 (a) Non-pressure (b) 50MPa (c) 220MPa

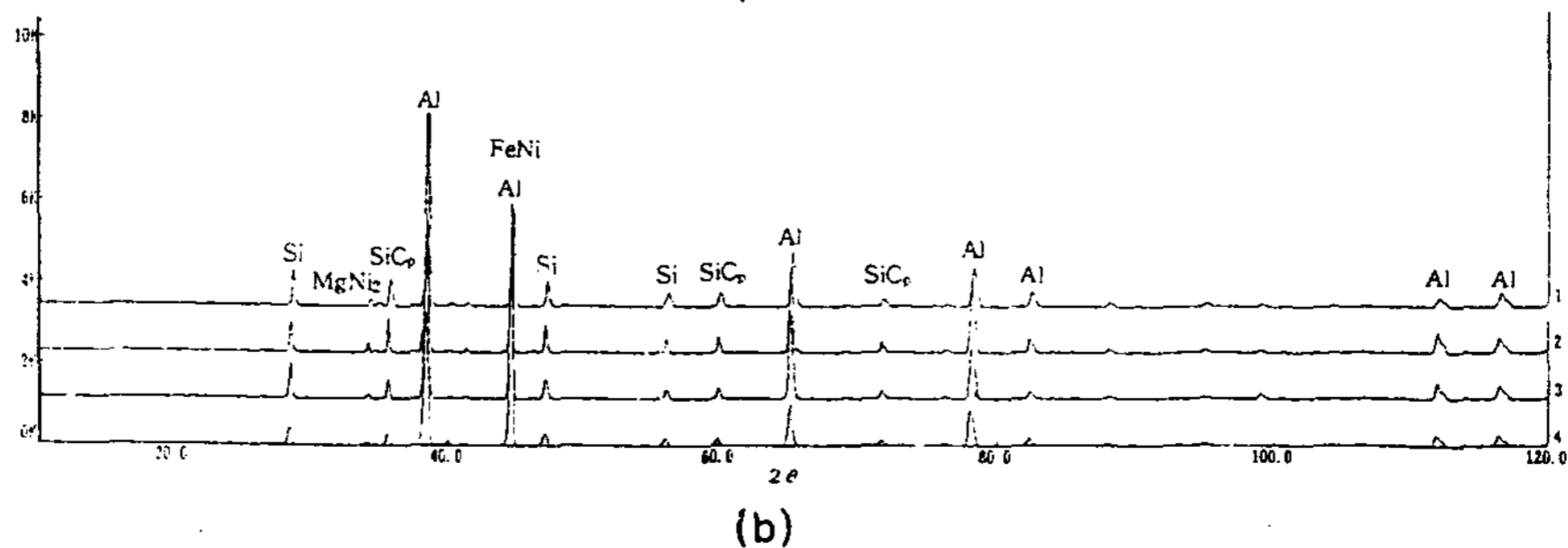
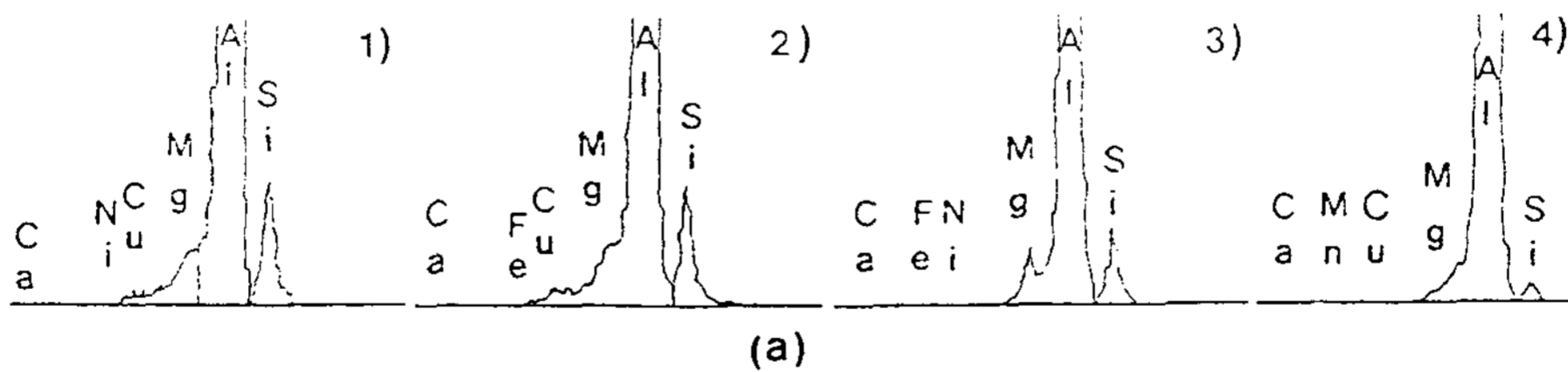


Fig. 3. EDAX and XRD with various applied pressure  
 (a) EDAX (b) XRD(AC8A/SiC<sub>p</sub> composite)  
 (1) 500MPa (2) 220MPa (3) 50MPa (4) No pressure

Table 3. Results of DSC analysis

	액상온도(°C)	공정온도(°C)	열용량(Cal/g.sec)
AC8A/SiC <sub>p</sub> (Non-pressure)	571.58	529.09	95.93
AC8A/SiC <sub>p</sub> (50MPa)	571.15	528.63	103.2
AC8A/SiC <sub>p</sub> (220MPa)	568.38	528.21	108.7
AC8A/SiC <sub>p</sub> (500MPa)	567.95	528.01	110.5
AC8A+1%Mg/SiC <sub>p</sub> (220MPa)	572.02	529.17	113.4
AC8A+2.16%Ca/SiC <sub>p</sub> (220MPa)	582.14	529.17	114.1

peak가 증가하고 MgNi<sub>2</sub>와 FeNi peak가 가압력에 따라 상승하는 것으로 보아 가압시 기지내의 비평형응고상인 금속간 화합물이 국부적으로 정출한 것으로 사료된다.

### 3.3 열분석(DSC)고찰

Table 3은 무가압 및 가압에 의하여 제조된 시편을 열분석한 결과를 나타낸 것이다. 용융점은 peak점에서 선의 기울기와 동일한 가상선을 그어서 기준선과 만나는 점으로 하였으며 액상선은 열분석을 미분곡선으로 바꾸어서 그려 변곡점을 택하여 그 점의 온도로 정하였다. AC8A/SiC<sub>p</sub>는 가압력의 증가에 따라서 공정온도 및 액상온도가 저하되었는데, 이는 가압력의 증가에 따라 α고용체에 고용되는 용질 Si와 FeNi, MgNi<sub>2</sub> 등의 비평형응고상이 증가되었기 때문에 이 고용체는 열적 불안정으로 인하여 빠른 용융과 공정 변화가 일어나서 액상선온도와 공정온도가 저하되었다고 생각된다. 220MPa에서 Mg과 Ca를 첨가한 시편과 첨가하지 않은 시편을 비교해 보면 이들 원소의 첨가로 공정온도와 액상온도가 상승하였음을 알 수 있으며 열용량은 가압력이 증가된 시편에서 크게 증가되었는데 이는 가압응고중에 열적으로 불안정한 금속간화합물이 생성되고 그 생성량도 가압에 따라 증가됨을 나타내며 이는 XRD분석과도 일치하고 있다.

### 4. 결 론

- 1) 가압에 따른 냉각속도는 급격히 증가하였고 220MPa이상에서는 가압력이 증가하여도 냉각속도는 크게 증가하지 않았다.
- 2) SiC 입자표면에서 공정Si가 불균일 핵생성되어 성장하는 것으로 나타났다.

3) 과공정은 가압력이 증가함에 따라서 초정 Si가 감소하기 때문에 냉각속도가 증가하며 과공정에서 초정 Si도 미세화되었다.

4) 가압력이 증가할수록 SiC<sub>p</sub>분산상태가 균일하였고 Si고용도가 증가되며 금속간화합물의 양도 증가하였다.

5) 가압력에 따라 Si고용도 증가로 기지가 열적으로 불안정하여 공정온도와 액상온도가 저하는 것으로 나타났다.

### 후 기

본 연구는 1994년도 급속응고 신소재 연구소의 지원에 의해 수행된 결과의 일부입니다. 이에 감사드립니다.

### 5. 참고문헌

- [ 1 ] P.K. Rohatgi, Modern Casting, American Foundrymen Society(1988) 47
- [ 2 ] D. M. Stefanescu, B.K. Dhindaw, S.A. Kacia and A. Moitra : Metall. Trans., 19A (1988) 2847
- [ 3 ] Mary Vogelsang, R.J. Arseuault, and R. M. Fisher : Metall. Trans. 17A (1986) 379
- [ 4 ] K. Marsden : J. Net., 37 (1985) 59
- [ 5 ] R. R. Bowles, D. L. Manciri and M. W. Toan : Manf. Eng., 98-5(1989) 61
- [ 6 ] 正木彰樹 : 日本 ガスタービン學會誌, 14-55 (1986) 14
- [ 7 ] 中村敏則, 西山辛夫 : 鐵と鋼, 73-3 (1987) 662
- [ 8 ] H. Fukunaga and T. Ohide : ICCM-IV

- (1982) 1443
- [ 9 ] A. Mortensen and J.F.Mason : Metall. Trans., 18A (1987) 1519
- [10] G. A. Chadwick : "The Squeeze Casting of Light Alloy and Composite" MRS-Europew (1985) 213
- [11] K. C. Russel, J.A. Cornie and S.Y.Oh, Proc, Conf., New Orleans (1986) 69
- [12] P.K. Rohatgi, R. Asthana and S. Das : Int. Met. Real, 31 (1986) 69
- [13] Y. Nishida and H. Matsubara : Z. Metall. 71 (1982) 189
- [14] David Porter and Kenneth Easterling : Phase Transformations in Metal and Alloy, Van Nostrand Reinhold Co. Ltd (1981) 196