

세라믹 입자/알루미늄 소재의 연속복합 균일분산

이동건*(부산대 대학원 기계공학과), 이승후**(부산대 대학원 기계공학과), 강충길(부산대 기계공학부)

Continuous Combined Process for Homogeneous Dispersion of Ceramic Particle and Aluminum Materials

D.G. Lee(Mech. & Precision Eng. Dept., PNU), S.H. Lee(Mech. & Precision Eng. Dept., PNU), C.G. Kang(Mech. Eng. Dept., PNU)

ABSTRACT

The combined stirring method to uniform distribution of particle is consisted of two stirring force both electro-magnetic stirring generated from induction heating and mechanical stirring with graphite stirrer. PMMC billets were fabricated with the volume fractions ranged from 0% to 20% and particle sizes ranged from 14 μm to 25 μm . It is important to control the size of primary α -Al solid particles because it could become the cause of the particle pushing or capture phenomena from the fact that secondary dendrite arm spacing size depends on the cooling rate during the solidification in hypoeutectic Al-Si alloy.

1. 서론

입자 강화형 금속복합재료 (Particulates reinforced metal matrix composites, 이하 PMMC)는 경량화, 제조 원가의 저렴, 2차 가공의 용이성 및 내마모성 때문에 부품 제조 공정에 있어서 최근 연구가 활발히 진행되고 있다. 강화제인 SiCp는 높은 비강도, 비강성 및 경도와 일정온도(500℃) 이상에서 상호 화학적 친화성을 가지는 특성을 가지므로[1], 비강화된 재료에 비해 내마모성, 내열성, 감쇄특성, 열전기특성 등이 우수하여 특히 자동차, 항공기 등 수송기기 관련 산업분야에서 개발의 초점이 되고 있다[2].

Cornie[3]등은 콤포캐스팅 공정을 이용하여 SiCp/Al7Si0.3Mg 소재를 제조하였다. 콤포캐스팅 방법은 기지체가 고·액 공존 구간에서 교반자에 의한 전단력을 받기 때문에 기지체의 고상 입자는 수지상 조직으로부터 구상화 조직으로 변한다. 또한 SiCp를 첨가했을 경우는 강화제와 초정 입자 사이의 계면 반응은 유변학적 특성에 따라 변하기 때문에 응고가 진행되는 동안 액상은 고상 사이에 포집한다. 또한 응고가 진행되는 동안 강화제가 액

상과 함께 조정의 수지상 조직과 파단 조직의 선단 부에서 강화제의 푸싱(Pushing) 및 포집(Capture) 현상이 나타난다[4].

Al 기지체에 SiCp강화제로 제조된 PMMC의 경우에는 성형품의 기계적 성질에 유해한 금속간 화합물인 Al_4C_3 등이 생성된다. Si를 첨가하거나 또는 기지체가 Si 함량(>7%)을 충분히 가지는 알루미늄 합금일 경우에는 Al_4C_3 의 화합물 생성이 억제되는 것으로 알려져 있다[5~7].

위에서 열거한 액상법의 단점을 보완하기 위하여 저자는 강화제의 균일한 분산을 위하여 전자기 유도가열에 의한 용탕 자체의 교반과 기계식 교반에 의한 강화제의 분산 상태를 제어하는 복합교반법을 제안하였다[8]. 저자가 복합재료를 제조하기 위하여 초기에 설계·제작한 장비는 강화제의 정량주입과 온도제어가 불가능하여 강화제의 균일분산과 교반 중 기공제어가 원활하지 못하였다. 따라서 본 연구에서 개발한 장비는 강화제의 정량주입과 정량주입시 강화제의 온도제어가 가능하도록 장비를 보완하여 복합재료의 제조에 이용하였다. 본 연구에서 설계·제작되어진 장비를 이용하여 빌렛트를 제조하는 실험장치와 강화제의 함유량 및 크기 변화

에 따른 제조 방법을 제시하였다. 입의 형상의 교반자로 용탕을 강제 교반시키면서 강화재를 첨가한 후 몰드에 증력 주조 및 팬칭하여 PMMC를 제조하는 방법을 제안하였다.

2. PMMC 제조실험

2.1 실험 재료

본 실험에 사용된 소재로서는 기지재로 프랑스 페시니사에서 전자기 교반법에 의해 제조되어진 A357 Al합금을 사용하였으며, Table.1에 성분 분석기로부터 화학 조성을 나타낸 것이다.

Table.1 Chemical compositions of ALTHIX A357

Composition W(%)	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Ni	Zn	Ti	Pb
Min(%)	6.5	-	-	-	0.5	-	-	-	-
Max(%)	7.5	0.15	0.03	0.03	0.6	0.03	0.05	0.2	0.03

강화재는 일본 Showa Denko社의 고품위 미세 연마제인 Green입자의 SiCp를 이용하였으며, 입자 크기는 14 μ m, 25 μ m를 사용하였다. Table.2는 평균 입자 크기가 14 μ m인 SiCp의 화학성분(JIS R6124) 및 PH(JIS R6129)를 나타내었다.

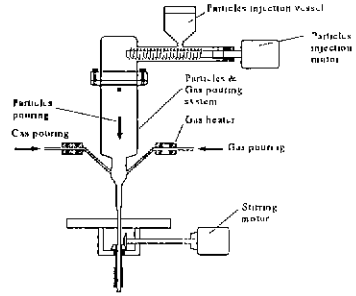
Table.2 Chemical compositions of silicon carbide

Composition W(%)	particle				
	SiC	F·C	F·SiO ₂	T·Fe	PH
GC	99.5	0.1	0.3	0.05	6.5~8.5

한편, PMMC의 제조에 있어서 기지재와 강화재의 함유율은 체적 함유율로 계산하였다.

2.2 실험 방법

강화재의 체적함유율(V_f)을 계산하여 기지재(750~1300g)에 함유될 강화재량(M_p)을 정하고, 강화재의 수분 제거 및 혼합될 기지재의 용융 온도를 고려하여 전기로에서 분위기 온도를 300~350 $^{\circ}$ C로 설정하여 강화재를 예열한다. Fig.1(a)는 교반 장치 및 교반 임펠러의 세부도를 나타낸 것이다.



(a) Particles and argon gas pouring system

Fig.1 Detail drawing of fabrication equipment for particulates reinforced metal matrix composites

흑연 도가니로부터 이물질의 함유를 제거하기 위해 도가니 내벽을 Unifrax社(미국)에서 제조된 Fiberfrax(ceramic fiber coating cement)로 도포한 후 20kw 저주파 유도 가열로 내부에 장착하고 아세톤으로 세척된 기지재를 도가니에 넣는다. 용탕의 온도를 제어하기 위해 열전대를 도가니에 삽입한 다음 알루미늄 기지재를 용융 온도까지 가열하고, 흑연 재질의 임펠러를 기지재의 용융 상부 표면에서부터 가까운 높이(용탕 표면으로부터 10mm 상부)에 위치시켜 예열한다. 기지재가 가열되어 용융되기 시작하면 용탕의 불활성 분위기를 유도하기 위해 용탕 표면 위로 대략 5.0Kg/cm²의 압력으로 아르곤 가스를 용탕 상부에 분사시키며, 임펠러 증공축을 통해 용탕 내부로 분사될 아르곤 가스의 예열(150 $^{\circ}$ C)을 위해 히터를 가열시킨다. 용탕이 완전히 용융 상태로 되면 용탕의 상부 표면에 존재하는 산화피막을 제거하고 전기로에서 예열된 강화재를 강화재 저장 용기에 투입한다. 곧바로 가스 가열장치를 통하여 가열된 가스를 교반 임펠러의 증공축을 통해 분사시키면서 임펠러를 용탕 내부로 주입시킨다. 임펠러와 용탕의 온도차를 조절하기 위해 일정시간(2min)동안 임펠러를 회전(300~400rpm)시키면서 아르곤 가스를 계속 공급한다. 용탕 온도가 설정 온도에 도달하면 강화재 주입 모터를 작동시켜 아르곤 가스와 함께 강화재를 소량 주입(10~20g)한다. 이때 온도 제어기로부터 기지재의 실제 용융 온도는 반응용 온도 구간(mushy zone)의 온도로 유지되며, 교반중 임펠러의 교반 속도를 일정하게 회전시키고 가스의 적정 압력을 파악한다.

초기 1분간 강화재의 주입 정도가 양호한 상태에 이르면 아르곤 가스의 적정 압력을 확인한 다음 교반 임펠러의 회전 속도를 상승(700 \pm 50rpm)시키면

서 강화재의 정량 투입($50 \pm 10 \text{g/s}$)을 위하여 도가니 내의 용탕 속으로 아르곤 가스와 함께 주입한다.

교반 완료 후 내부로 분사되는 아르곤 가스 공급을 중단하고 1분간 교반시킨 후 임펠러를 도가니 내의 용융 기지체로부터 상승시키고, 삽입된 열전대를 제거한 다음, 용탕 내부로의 가스 공급을 중단한다. 용탕 내부에 잔존하는 가스 함유량을 일부 제거하기 위해 일정시간 동안 임펠러의 회전을 유지한 후 용해로를 회전시켜 흑연 몰드 내로 용탕을 신속히 주입한 후 10~15초간 유지한 다음 켈칭하여 복합재료 빌렛을 제조하였다.

제조되어진 금속복합재료는 직경 $\varphi 60 \text{mm}$, 높이 110~120mm이며, 흑연 몰드의 체적은 제조될 금속복합재료의 체적 및 반응용 성형될 다이 캐비티의 체적을 고려하여 제작하였다.

2.3 제조 조건

본 실험에서는 강화재의 체적함유율(V_f)을 각각 0%, 10%, 20%로 하였다. 제조 조건으로서는 아르곤 가스 분사 압력, 임펠러의 회전수, 교반 시간, 용탕 내부에서의 임펠러 위치, 강화재 정량 주입량, 강화재 예열 온도, 용탕의 유도 가열 조건 및 출탕 온도 등이며, 주요 교반 조건을 Table.4에 나타내었다. Table.4에서 제시한 조건은 시행착오법에 의하여 실험적으로 구한 조건을 나타낸 것이다.

Table.4 Combined stirring conditions for fabrication of particulates reinforced metal matrix composites(Al-SiCp)

Particulate Size (μm)	Ar Gas Injection Pressure (kgf/cm^2)	Impeller R.P.M (rpm)	Stirring Time (min)	Induction Heating Condition of PMMC Fab								Particulates Injection Rate (g/min)	
				Heating Time t ₁ (min)		Heating Temp T ₁ (°C)			Holding Time t ₂ (min)				
				t ₁₁	t ₁₂	T ₁₁	T ₁₂	T ₁₃	t ₂₁	t ₂₂	t ₂₃		
0*	1~1.5	600~700	6' 30"	5	20	3	400	530	600	2	2	60	-
10	14	600~700	11' 30"	5	15	3	400	530	595	2	2	60	40~50
10	25	600~700	11' 30"	5	15	3	400	530	595	2	2	60	40~50
20	14	600~700	14' 30"	5	15	3	400	570	605	2	2	60	40~60
20	25	600~700	11' 30"	5	15	3	400	530	605	2	2	60	40~60

이상의 제조 조건에서 용탕의 유도 가열 조건은 3단 방식을 취하였으며, 3단계 유지 온도(t_{h3}) 단계가 되면 흑연 임펠러와 용탕의 온도차를 줄이기 위해 1~2분간 400rpm으로 용탕을 교반한 후 강화재가 주입되기 시작하면 700rpm으로 상승시켰다. 강

화재의 주입이 완료되면 출탕시 용탕의 주조성을 향상시키기 위해 열전대를 용탕으로부터 제거하고 용탕의 온도를 상승시켰으며, 신속히 출탕하여 복합재료를 제조하였다.

Fig.2은 복합교반 시의 제조 조건에 대하여 용탕의 유도 가열 조건에 따라 기지체의 가열 및 유지 구간, 교반 구간 및 출탕(casting)의 관계를 간략히 나타낸 개략도이다.

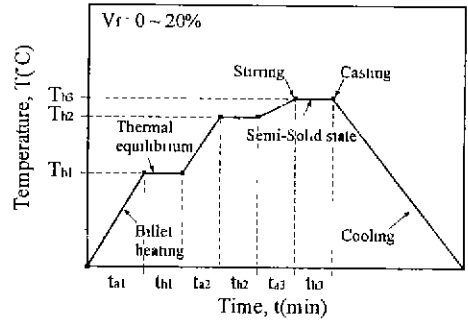


Fig.2 Schematic diagram of induction heating condition for particulates reinforced metal matrix composites billets fabrication before controlling primary α -Al of A357 aluminium alloy

강화재의 연속주입을 원활하게 하기 위하여 강화재 예열 온도를 $350 \pm 10^\circ\text{C}$, 외부 Ar가스 분사 압력을 5kgf/cm^2 로 하였으며, 임펠러 위치는 용탕 표면에서 하부로 20~30mm에 위치시켰다. 몰드로의 출탕시 용탕 온도는 0%, 10%인 경우 각각 $625 \pm 10^\circ\text{C}$, $630 \pm 10^\circ\text{C}$ 로 하였으며, 20%의 경우에는 강화재 크기가 $25 \mu\text{m}$ 인 경우 $750 \sim 780^\circ\text{C}$ 로, $14 \mu\text{m}$ 인 경우 $790 \sim 830^\circ\text{C}$ 로 하였다. 강화재의 체적 함유율이 20%인 경우에는 용탕의 점도가 매우 높아 출탕시 $14 \mu\text{m}$ 의 경우 용탕을 830°C 까지 가열하더라도 주조성이 좋지 않았다.

2.4 제조 결과 및 고찰

대기압하에서 중력 주조된 금속복합재료는 각각 강화재의 체적함유율(V_f)이 0, 10, 20%이며, 강화재 크기가 14, $25 \mu\text{m}$ 의 5종류이다.

복합교반법에 의해서 Table 4에 나타낸 제조 조건으로 교반한 후 흑연 몰드에 중력 주조하여 제조된 복합재료의 미세조직을 Fig.3에 각각 나타내었으며, 교반 정도를 판단하기 위하여 빌렛 단면부의

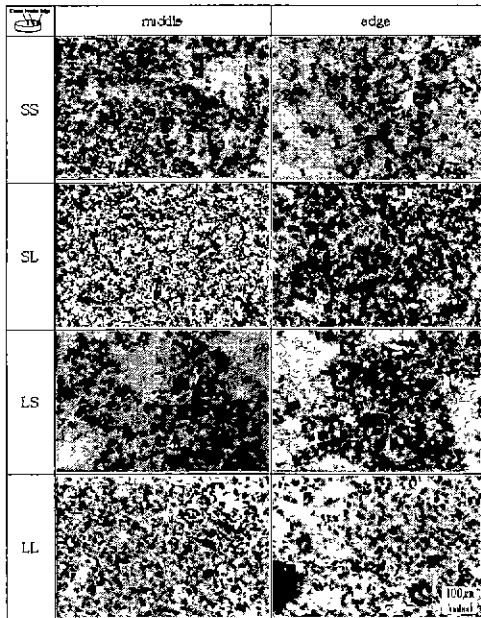


Fig.3 Microstructure of particulates reinforced metal matrix composites with SS(14 μ m, 10%), SL(14 μ m, 20%), LS(25 μ m, 10%), LL(25 μ m, 20%)

중앙부와 표면부를 관찰하였다. Fig.3에서 SS(14 μ m, 10%)와 LS(25 μ m, 10%)의 경우 중앙 부위에서 조대화된 초경과 강화재 푸싱 작용에 의해 공정 조 직상에 강화재가 포집되어 강화재의 비균일한 분산 이 관찰되었다. 반면, SL(14 μ m, 20%)과 LL(25 μ m, 20%)의 경우에는 중앙부와 표면부위에서 모두 비교적 균일한 강화재의 분산을 보이고 있다. 이는 체 적함유율이 20%인 금속복합재료의 제조에 있어서 Table.4에 나타낸 경우가 복합교반법을 적용하여 균일 교반시키는 기계식 교반법에서 비교적 성공적 인 조건으로 사료되어진다. 한편 제조되어진 금속 복합재료는 대기압 하에서 교반 및 흑연 몰드로 중 력 주조하여 제조되었기 때문에 기공이 관찰되었 다.

3. 결론

(1) 복합교반법에 의하여 강화재의 연속주입과 주 입시 강화재의 온도제어가 가능한 금속복합재 료의 제조장비가 개발되었으며, 강화재의 체 적함유율에 따른 복합재료의 제조조건을 도출 하였다.

(2) 복합 교반법에 의한 금속기지 복합재료의 제 조 시 A357의 초경 크기를 제어하여 균일한 강화재의 분포를 얻을 수 있었으며, 기지재의 교반 시 용탕의 온도가 액상선에 가까울수록 균일한 초경의 형상을 얻을 수 있었다.

(3) 복합교반 중에 강화재의 균일분산을 위하여 기지재의 용해과정을 다단 온도제어를 통하여 초경 α 을 균일하게 하도록하여 복합재료를 제조하는 방법을 제시하였다.

4. Reference

1. Y. Elom and R. J. Arsenault. *J. Mct.*, 38 (1986) 31
2. D. B. Kim, S. H. You. "Recent Trend in Composite Materials Technology(*in Korean*)". Korea Institute of Industry & Technology Information, Technical Report, No.96, 1996, pp.127~144
3. J. A. Cornie, H. K. Moon, M. C. Flemings, "A Review of Semi-Solid Processing of Al Matrix Composites". Proc. of an International Conf. on Fabrication of Particulates Reinforced Metal Matrix Composites, ASM International, Montréal, Québec, Canada, 17-29, Sep., 1990, pp.63~78
4. J. Hashim, L. Looney and M. S. J Hashmi, "Metal Matrix Composites : production by the str casting method", *J. of Materials Processing Tech.* 92-93, 1999
5. L. Salvo, G. L'Esperance, M. Suery and J. G. Legoux, "Interfacial reactions and age hardening in Al-Mg-Si metal matrix composites reinforced with SiC particles", *Materials Science and Engineering*, A177, 1994, pp 173~183
6. B. C. Pai, R. M. Pillai and K. G. Satyanarayana, "Semi-Solid Processed Aluminium Alloy Matrix Composites", Proc of 5th. Int. Conf. on semi-solid alloys and composies, Golden, Colorado. June 23-25, 1998, pp.423~430
7. Jea-Chul Lee, Ji-Young Byun, Chang-Seok Oh and Ho-In Lee, "Alloy design of Thixoformable Wrought SiC/Al Alloy Composites(*in Korean*)", *J. of the Korean Institute of Metals and Materials*, Vol. 35, No.11, 1997, pp.1529~1539
8. 안성수, 강충길, 조형호, "Thixoforming을 위한 금속복합재료의 계가열공정", *한국복합재료학회지* 13-4, 2000, pp.19~32