

나노/마이크로 프로브 기술을 통한 틱소/레오 캐스트의 시효경화 특성 조사

조상현¹ 이창수¹ · 강충길[#]

Investigation on Age-hardening characteristic of thixo and rheo-cast by using Nano/Micro-probe Technology

S. H. Cho, C. S. Lee, C. G. Kang

Abstract

The nano/microstructure and mechanical properties of the eutectic regions in thixo and rheo cast A356 alloy parts were investigated using nano/micro-indentation and mechanical scratching, combined with optical microscopy and atomic force microscope (AFM). Most eutectic Si crystals in the A356 alloy showed a modified morphology as fine-fibers, however Si particles of network in eutectic region was formed quickly with aging time increase in thixo-cast. The aging responses of the eutectic regions in both the thixo and rheo cast A356 alloys aged at 150 °C for different times (0, 2, 4, 8, 10, 16, 24, 36, and 72 h) were investigated. Both Vickers hardness (H_V) and indentation (H_{IT}) test results showed almost the same trend of aging curves, the peak was obtained at the same aging time of 10 h.

Key Words: A356 Alloy, Thixo cast, Rheo cast, T5 Heat treatment, Continuous stiffness measurement (CSM), Vickers hardness test, Atomic force microscopy (AFM).

서 론

에너지 절약 및 환경보호의 중요성이 증대됨에 따라, 고강도/경량화 알루미늄 합금소재의 수송기기 부품으로의 응용이 증대하고 있다. 이러한 응용 분야에는 틱소성형 (thixoforming) 과 레오성형 (rheoforming) 공정과 같은 고액공존성형기술 (semi-solid forming process)이 사용되고 있다. 이러한 공정을 위한 알루미늄 합금소재들 중 Al-Si-Mg 합금 (A356 또는 A357 합금)은 재활용이 가능하고 주조성, 용접성, 인장/피로특성, 내부식성 등이 뛰어나 각종 부품에 응용되고 있다. Al-Si-Mg 합금의 장점은 T6 또는 T5 열처리가 가능하다는 점이다. 최근에는, 용체화처리 공정 없이 인공시효 처리만으로 자동차 부품에 적합한 경도와 연성을 동시에 얻을 수 있는 T5 열처리에 대한 관심이 높아지고 있다. T5 열처리의 단점은 인공시효 만으로 경화를 시키기 때문에 공정 Si 입자의 구상화 및 미세화에 의

한 연성의 개선이 어렵다는 점이다. 이러한 문제는, Sr 또는 Na 과 같은 합금원소의 첨가로써 개선될 수 있다 [1, 2].

T5 열처리에서 시효경화 거동은 공정영역 내의 Si 입자들이나 Mg_2Si 석출물의 모양, 크기, 분포에 큰 영향을 받는다. 공정 Si의 크기 및 형상은 시효경화 특성뿐만 아니라 부품의 파괴거동과도 밀접한 관련이 있다. 자동차용 Al 합금 성형품의 결함은 내부크랙보다 표면크랙이 지배적이며, 표면크랙은 표면에서 성장하며 제품 내부로 전달되어 최종적으로 파단을 일으킨다. 따라서, 공정 표면의 나노스케일 3 차원 관찰 및 변형기구 규명은 Al 합금 성형품의 응용 측면에서 아주 중요하다.

본 연구에서는 나노압입실험, 비커스 경도실험, 광학현미경 관찰 및 AFM 을 이용한 3 차원 표면관찰을 통해 공정 실리콘의 형상, 크기, 분포의 변화를 관찰하여 틱소와 레오 A356-T5 합금의 시효경화특성에 대하여 연구하였으며 그 결과를 비교해 보았다.

2. 실험장치 및 소재

틱소성형 및 레오성형 공정에 의한 임의 형상 부품의 제작을 위한 소재로는 A356 합금 (Al-7wt%Si-0.37Mg-0.025Sr)을 사용하였다. 성형장비로는 다이캐스팅기를 사용하였다. 틱소성형에서는 반응고 금속을 고상율 55~60% 일때까지 재가열하여 반응용 상태에서 성형을 하였고, 레오성형에서는 완전히 용해된 합금을 전단력을 가하면서 냉각시켜 액상율 55~60% 인 반응용 슬러리(slurry) 상태로 만든 후 곧바로 성형하였다. 성형 후 절단하여 시험편을 제작하였으며, 150°C 에서 시효시간을 0, 2, 4, 8, 10, 16 24, 36, 72 시간으로 변화시키면서 T5 열처리를 실시하였다. 초, 공정영역에 대한 경도-시효시간 곡선을 얻기 위하여 연속강성측정법(CSM)[3]과 비커스 경도실험을 동시에 수행한 후 비교하였다. 나노 압입실험을 위한 장비로는 Nanoindenter® XP 를 사용하였으며 압입자로는 다이아몬드 베르코비치 압자를 사용하였다. 시편 표면의 분석에는 광학현미경과 AFM 장비인 XE-100 을 사용하였다.

3. 결과 및 고찰

2.1 틱소/레오 캐스트 A356 합금조직

Fig. 1(a) 는 틱소 A356 합금의 미세조직을 나타내고 있는데, 구상의 초정상과 그 주위를 둘러싸고 있는 공정상을 관찰할 수 있다. 초정의 크기가 작고, 분포가 균일하며, 구상일수록 합금의 기계적 성질은 향상된다. Fig. 1 (b) 의 AFM 사진은 공정조직의 표면모습을 나타내고 있는데, 구상의 Si 입자들을 발견할 수 있는데, Sr 이 0.020 % 이상 첨가되면, 구상에 가까운 형상의 미세한 공정 Si 입자를 얻을 수 있다 [4]. 공정 Si 의 크기 및 형상은 합금의 기계적 성질이나 파괴거동에 큰 영향을 미친다. 크고 긴 모양의 Si 입자가 많을수록 크랙이 쉽게 발생한다. 틱소의 경우 성형 시 초정들이 합쳐지면서 생긴 entrapped eutectic phase 가 관찰 되었다. AFM 분석결과 공정영역의 표면조도 $R_a=70-100nm$ 였다($45 \mu m \times 45 \mu m$).

Fig. 2(a), (b) 는 레오 A356 합금의 미세조직과 AFM 사진을 나타내고 있다. 틱소와 비교했을 때 entrapped eutectic phase 가 없는 비교적 깨끗한 표면을 나타내고 있다. 또한 틱소와 마찬가지로 구상에 가까운 형상의 미세한 Si 입자들을 관찰할 수 있다. 레오의 AFM 분석결과 공정영역의 표면조도 $R_a=60-90nm$ 였다.

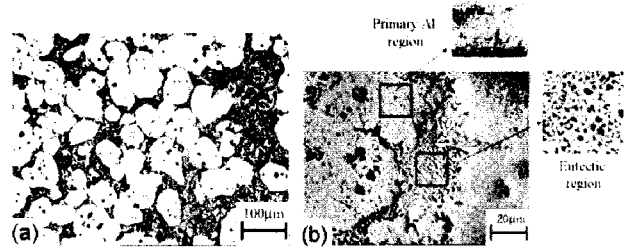


Fig. 1 Microstructure and AFM scan of thixoformed A356 alloy (a) Microstructure (b) AFM scan image

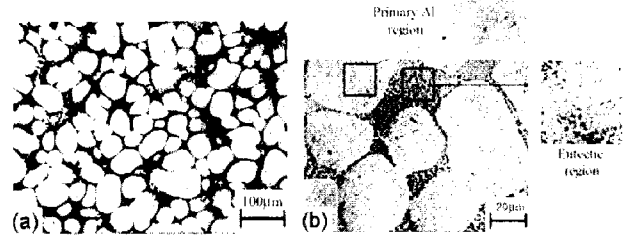
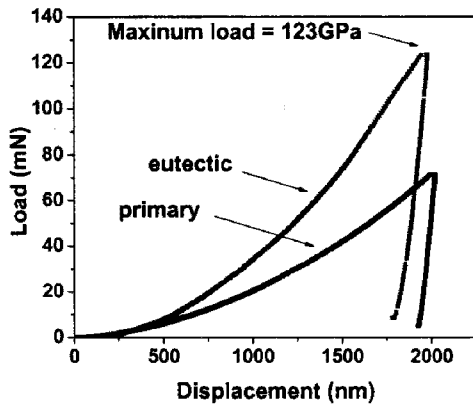


Fig. 2 Microstructure and AFM scan of rheoformed A356 alloy (a) Microstructure (b) AFM scan image

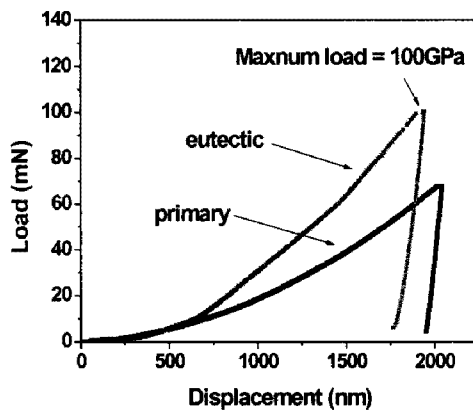
Fig. 3 틱소와 레오캐스트의 공정과 초정 영역을 2 μm 깊이로 압입 함으로써 얻은 하중-변위 곡선을 나타내고 있다. 압입깊이가 동일 할 때, 공정의 압입에 필요한 하중이 초정의 경우보다 더 높았고, 틱소와 레오의 초정 영역의 압입 하중은 거의 동일 하였으며, 공정영역에서는 23GPa 의 차이를 보였다. 이러한 결과 차이는 공정 영역의 시효처리에 따른 석출물의 영향으로 보여진다. 또한 총 압입깊이에 대한 공정과 초정의 탄성복원율(%)은 틱소의 경우 각각 10.1 % 와 4.7 %였으며, 레오의 경우 9.2 % 와 4.6 %를 나타내었다.

2.2 T5 열처리

Fig. 4,5 은 T5 열처리 조건의 변화 (0, 2, 4, 8, 16, 24 and 72 h-150°C) 에 따른 틱소와 레오 A356 합금의 미세조직의 변화를 나타내고 있다. 틱소의 경우 Si 의 입자 변화가 레오에 비해 뚜렷하게 나타나고 있다. 틱소의 경우 시효시간이 4h-10h 까지 증가하면서 빠른 network Si 입자구조를 형성 시킨다. 이러한 network Si 입자구조가 경도에 영향으로 미치는 것으로 보인다. 반면 레오의 경우 시효시간 8h 부터 network Si 입자구조를 나타내기 시작한다. 그리고 72h 에서 입자들은 다시 깨끗하고 조밀한 구조를 나타내었다. 또한 틱소와 레오캐스트의 network Si 입자 구조를 비교했을 때 틱소의 경우가 레오에 비해 network Si 입자구조가 약 35-50nm 정도 높게 나타났다. 결론적으로 이러한 Si 구조와 크기에 따라 경도 차이를 나타내게 된다.



(a)



(b)

Fig. 3 Indentation load-depth curves for both eutectic and primary α -Al regions (a) thixo-cast (b) rheo-cast

2.3 틱소/레오 캐스트 A356 합금의 나노/마이크로 특성 평가

Fig. 7 은 틱소/레오 캐스트의 비커스 경도 실험 (100 gf) 을 통해 조사한 경도-시효시간 곡선을 나타내고 있다. 시효시간이 10 시간일 때 각각 최고 경도(H_V) (108.12 kg/mm^2 , 87.74 kg/mm^2)가 얻어졌다.

Fig. 8 은 틱소/레오 캐스트의 공정영역에 대한 $2 \mu\text{m}$ -CSM 실험 (88 mN) 에 의한 경도 (H_{IT}) 와 변환된 비커스경도 (H_{VIT}) 의 결과를 나타내고 있다. 틱소/레오의 경우 시효시간 증가와 함께 경도가 증가하여 함께 10h 에서 peak 를 나타내었다. 하지만 전체적인 경도는 틱소의 경우가 높게 측정되었다 이러한 결과는 틱소의 경우 초기의 짧은 시효시간에도 공정영역에서의 크고, 기지(matrix)에서의 높은 Si 와 Mg_2Si 의 석출화합물의 형성에 의해서 경도가 높게 나온 것으로 보인다.

Fig. 8 은 500-2000 nm 의 압입깊이 구간에서 얻어진 경도 값의 평균값을 나타내었다.

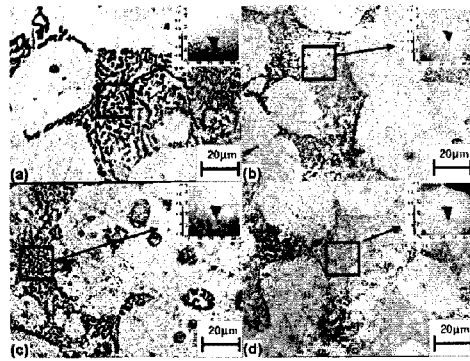


Fig. 4 Indented eutectic surface of thixo-cast for different aging times of (a) 4h, (b) 8h, (c) 10h, (d) 72h

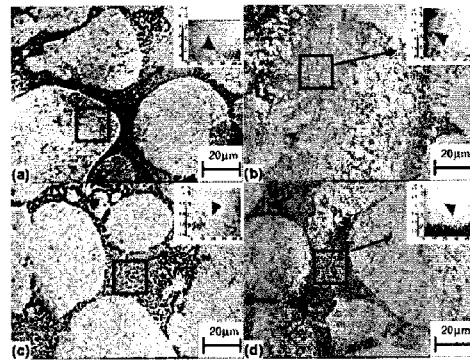
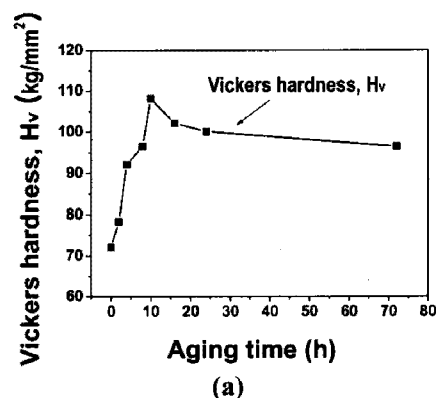


Fig. 5 Indented eutectic surface of rheo-cast for different aging times of (a) 4h, (b) 8h, (c) 10h, (d) 72h

비커스경도 실험결과와 같은 경향의 시효곡선이 얻어졌으며, 10 시간의 시효처리 조건에서 최고경도는 틱소/레오 각각 ($H_{IT}=1.69 \text{ GPa}$, $H_{IT}=1.54 \text{ GPa}$)가 얻어졌다. 비커스경도(H_V) 와 압입경도(H_{IT}) 값을 비교하기 위하여, Fig. 7 의 비커스 경도 값을 H_{IT} ($\text{GPa}) = H_V (\text{kg/mm}^2) / 92.65 (\text{N/s}^2/\text{m})$ [3.5] 의 관계식을 이용하여 압입경도 값으로 환산한 후의 경도 (H_{VIT})를 Fig. 8 에 나타내었다. H_{IT} 값이 H_{VIT} 의 결과값보다 크게 나타남을 관찰할 수 있는데 이러한 원인은 H_V - H_{IT} 환산 식에서는 베르코비치 압자와 비커스 압자가 이상적인 형상을 가진다고 가정하므로, 압입깊이에 따라서 오차범위가 변하게 된다.



(a)

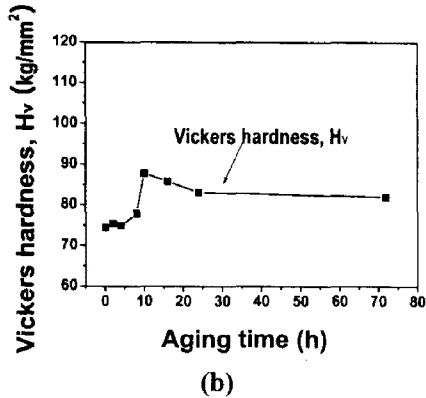


Fig. 7 Vickers hardness (H_V) of (a) thixo-cast (b) rheo-cast

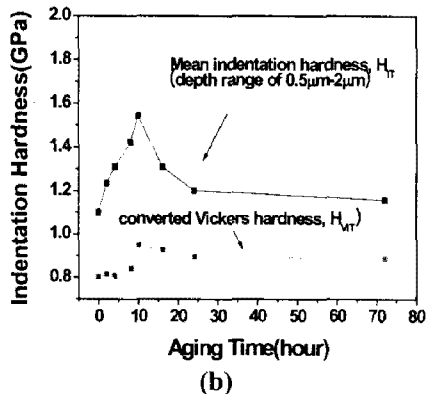
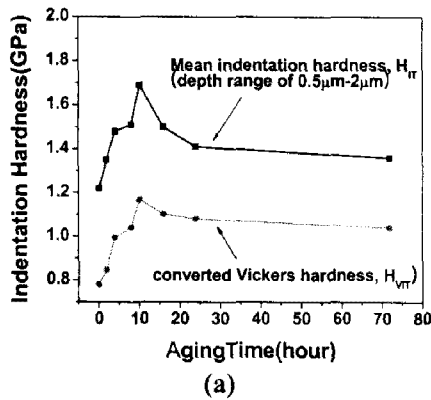


Fig. 8 The indentation hardness (H_{IT}) for the eutectic region versus the aging time and the converted Vickers hardness (H_{VIT}) values (a) thixo-cast (b) rheo-cast

4. 결론

CSM 실험, 비커스 경도실험, 광학현미경 관찰, AFM 관찰을 통해, T5 열처리 조건 (0, 2, 4, 8, 10, 16,

24, 36, 72 h-150°C)에 따른 틱소/레오 A356 합금의 나노/마이크로 조직, 시효거동, 경도의 변화를 조사하였다. 공정영역에 초점을 두고 연구를 수행하였으며, 결과는 다음과 같이 요약될 수 있다.

(1) A356 합금의 공정영역은 틱소와 레오 캐스트에 따라 차이가 있었는데 이것은 틱소의 경우 시효시간이 증가함에 따라 Si 입자의 변화가 레오에 비해 두드러진 양상을 보였다. 또한 압입깊이가 같을 때, 공정영역의 압입을 위하여 부하된 하중이 초정에 비해 높았으며, 총 압입깊이에 대한 공정과 초정의 탄성복원율은 틱소의 경우 각각 10.1%와 4.7%였으며 레오의 경우 9.1%와 4.6%였다.

(2) 공정영역에 대한 2 μ m-CSM 실험 및 비커스경도 실험(100 gf)의 결과에 따르면, 압입경도(H_{IT})와 비커스경도(H_V)의 경우 모두 시효시간이 10 시간일 때 최고경도 틱소 ($H_V=108.12$ kg/mm², $H_{IT}=1.69$ GPa) 레오 ($H_V=87.74$ kg/mm², $H_{IT}=1.54$ GPa) 를 얻을 수 있었다. 그러나, T5 열처리 조건으로써의 적합성을 결정하기 위해서는 인장시험을 통한 연성의 평가가 추가적으로 필요하다고 판단된다

후 기

본 연구는 과학기술부 지정 Thixo/Rheo 성형 국가 지정연구실(NRL) 사업으로 수행되었으며, 이에 감사 드립니다.

참 고 문 헌

- [1] L. Hengcheng, S. Yu, S. Guoxing, Master. Sci. Eng. A Vol. 358 (2003) 164-170.
- [2] S. Shankar, Y. W. Riddle, M.M. Makhmour, Acta Mater., Vol. 52 (2004) 4447-4460.
- [3] Anthony C. Fischer-Cripps. : Nanoindentation, (2002), Springer-Verlag.
- [4] G. Wang, X. Bian, J. Qiao, J. Zhang, J. Mater. Eng. Perform., Vol. 13, No. 1(2004), p. 99-102.
- [5] TS, Nanoindenter XP manual 2002.