

······
論 文
 ······

W 섬유강화 알루미늄합금 복합재료의 계면거동에 관한 연구

장기연·허재근*·현창용*·김석윤

홍익대학교 금속 재료공학과

*서울산업대학 재료공학과

A Study on the Interface Behavior of Aluminium Alloy Martrix Composites Reinforced with W Fiber

G. Y. Jang, J. G. Huh*, Ch. Y. Hyun* and S. Y. Kim

Dept. of Metallurgical Eng. & Materials Sci., Hong Ik University

*Dept. of Materials Sci. & Eng., Seoul National Polytechnic University

요 약

7072Al을 기지로하고 W 섬유를 강화재로 사용하여 진공 hot press에서 복합재료를 제조한 후 시간을 변수로 열처리하여 처리시간에 따른 계면층의 변화와 이에따른 기계적 성질의 변화를 비교 검토하였다. 각종기기(SEM, XRD 등)를 사용하여 계면층을 분석한 결과 처리시간이 10시간까지는 계면층의 변화는 미미하였으나 10시간을 초과하면서 계면층은 현저히 성장하기 시작했다. 이 계면층은 취성이 있는 WAl_{12} 및 WAl_6 의 화합물로 확인되었다. 이 화합물층의 생성은 기계적성질의 저하를 초래하고 있었다. 즉 인장강도가 처리시간이 10시간을 초과하면서 현저하게 감소하고 있었다. 또한, 파괴양상은 계면화합물층으로 인해 열처리한 후에는 열처리전의 연성파괴에서 취성파괴로 변화되었다.

ABSTRACT

A Study on the Interface Behavior of Aluminium Alloy Matrix Composites Reinforced with W Fiber.

In this study the tungsten fiber reinforced 7072 aluminium alloy martrixcomposites were fabricated using vacuum hot press. The fiber has been aligned on the aluminium alloy sheets and these sheets were bonded with diffusion at 873K and 49Mpa. The behaviors of interface layer and mechanical properites have been investigated as a function of holding time at 873K. Several compounds were formed at the interface layer. These compounds were growing in propotion to holding time. XRD analysis showed that these compounds were WAl_{12} WAl_6 . The tensile strength decreased as the heat treatment time over 10hr gradually. The ductile fractur mode was turned to brittle mode after heat treatment.

1. 서 론

내열용 금속기 복합재료로서는 내열성 섬유에 의해 내열합금을 강화한 FRM(Fiber Reinforced Metals), 금속간화합물 또는 금속산화물을 함유한 일방향용고 합금 및 주로 금속산화물을 분산 강화한 합금등을 들 수 있다. 내열용 복합재료에 관한 연구는 미국, 구주 및 일본등에서 활발하게 진행되고 있으나 그 결과에 대하여는 그다지 발표 건수가 많지 않다. 내열용금속기 복합재료의 기지로는 Stainless 계 및 jet engine 용 초내열재료인 초합금(Super Alloy)를 위하여 각종의 내열합금이 사용되고 있으며 섬유로서는 W, Mo, B¹⁻³⁾등의 금속섬유와 Al₂O₃, SiC 등 무기물질도 사용하고 있다.

FRM의 고온강도는 섬유의 강도에 의존하는 경향이 있다고 한다⁴⁾. W 섬유는 고온강도가 우수하며 그 활용도가 높은 것으로 생각된다. W 섬유의 재결정온도는 직경 0.1-0.2mm인 경우 1200°C-1250°C 정도이며 이에 대한 인장강도는 가공상태에 따라 310-380Kg/mm² 정도라고 한다⁵⁾. W 섬유는 상온 및 고온에서도 강도는 높으나 밀도가 19g/cm³ 정도 이므로 비강도가 크다고 할수는 없다. 그러나 고온용 내열재료로서 적합하므로 실용적으로는 Creep 고온강도, 내충격성, 내산화성, 내식성, 열적 안정성, 열전도도, Thermo Cycle에 대한 거동등 연구분야가 광범위 할 것으로 생각된다. 그러나 내열용금속기 복합재료의 본질적인 문제점으로서 섬유기지 계면에서의 여러가지 반응과 접착 변형이나 균열거동등 복잡한 현상이 많이 나타난다. 이들 계면문제는 복합재료의 특성을 결정하는 데 대단히 중요한 인자인 것이다.

그러므로 본 연구에서는 보강재로서 W 섬유를, 기지로서 알루미늄합금(7072)합판을 사용하여 Hot press로 복합체를 제조한 후 이들을 열처리에 대한 기계적 성질을 조사하였으며 아울러 계면에서의 반응을 검토 하였다.

2. 실험방법

2.1. 시 료

복합재료 제조에 사용된 W 섬유의 직경은 176μm 이었으며 순도는 99.99wt%로서 일본 Toshiba Co 제품이였다. 또 기지로 사용한 알루미늄합금은 7072였으며 두께가 505μm인 판재였다. 기지로 사용한 알루미늄의 화학 분석 결과는 Table 1과 같다.

2.2. 시험편 제작

시험편 제조를 위하여 Al 합금 판재 및 W 섬유를 전처리 하였다. Al 판재는 초음파 탈지기에서 탈지한 후 표면의 산화피막을 제거하기 위하여 50% 질산용액에 30sec 담근후 물로 세척하였고 섬유의 경우는 50% 질산, 10% 불산 수용액으로 씻은후 물로 세척하고 초음파탈지기에서 탈지하였다. 전처리한 시료는 시험편제작을 위하여 서로 평행이 되도록 적층한 후 진공 Hot Press 를 이용 압력을 가하여 확산 접합방법으로 복합체료를 제조 하였다. 실험에 사용한 Hot press는 고진공(10⁻⁶ torr) 분위기의 Chamber 내 mold에서 가압(13.7GPa 까지)할 수 있도록 설계되었으며 1500°C까지 가열할 수 있는 장치였다. 본 실험의 복합재료 제조조건으로서는 가열온도가 873K, 가압력은 49MPa 상태하에서 1시간 동안 유지하였다. 이때 Chamber 내의 진공도는 2 × 10⁻⁵torr로 하였다.

2.3. 섬유체적분율의 측정

본 연구에서는 비교적 간편하고 비파괴적 측정방법인 기지와 섬유와의 밀도차를 이용하여 산출하는 방법^{6,7)}을 이용하였다. 즉,

$$\rho_c = \rho_f \times V_f + \rho_m(1 - V_f) \dots\dots\dots (1)$$

$$V_f = \rho_c - \rho_m / \rho_f - \rho_m \dots\dots\dots (2)$$

ρ_c : 복합재료 시험편의 밀도

ρ_f : 섬유의 밀도

ρ_m : 기지의 밀도

V_f : 섬유체적분율

시험편의 밀도를 측정하기 위하여 시험편의 중량은 직시천칭(Chyo balance S4-160D, Japan)으로 측정하였으며 부피측정은 5ml 피펫을 이용하여 상온의 물을 피펫

Table 1. Chemical Composition of the Al Alloy Matrix(wt%)

Element	Zn	Si	Cu	Fe	Mn	Cr	Mg	Ti	Al
Composition	0.823	0.185	0.040	0.267	0.013	0.016	0.027	0.008	bal

에 채우고 시편을 넣었을때 물의 증가량을 Cathetometer(PCTM 200PIKA, Japan)를 이용하여 부피를 측정하였다.

2.4. 열처리

열처리의 목적은 기지와 강화재 계면층에서 생성되는 화합물을 확인하고 이에 따른 복합재료의 기계적 성질의 변화를 알기 위한 것이었다. 이때 가열온도는 용점 이하인 873K로 일정하게 유지하였으며 열처리 시간을 변화시켜 열처리한 후 노냉하였다. 그후 인장시험, 파단면검사 및 계면층의 원소분석을 하였다.

2.5. 시험 및 검사

전체적인 시험과정을 요약하면 Fig.1과 같다.

2.5.1. 인장시험

제조된 시험편의 체적분율의 변화와 열처리에 따른 복합재료의 강도변화를 조사하고자 최대하중 5ton인 만능재료시험기(Instron, Model No 1137, U.S.A.)를 사용하여 인장강도 및 항복강도를 측정하였다. Chart Speed는 10sec/cm, Cross head speed는 5mm/min였으며 시험하중 범위는 200kg으로 하였다. 인장시험편은 KSB 0801 7호 비례시험편으로 가공하였으며 시험편의 규격은 Fig.2와 같다.

2.5.2. 계면층 분석

열처리후 섬유와 기지 금속간의 계면층 형성과 원소 분포를 알아 보기 위하여 EDS를 이용하여 계면층을 조사하였다. EDS는 SEM으로 관찰할 계면위에 Al, W의 원소를 line profile 하였으며 계면층 중의 중앙부위를 정하여 정량분석을 하였다. 이때의 가속전압은 25KV였다. 또한 X선 회절장치(Rigaku D/MAX III A, Japan)를 이용하여 계면층에 생성된 화합물을 확인하였다. 이때 사용한 target는 Cu였으며 사용전압은 30KV, 사용

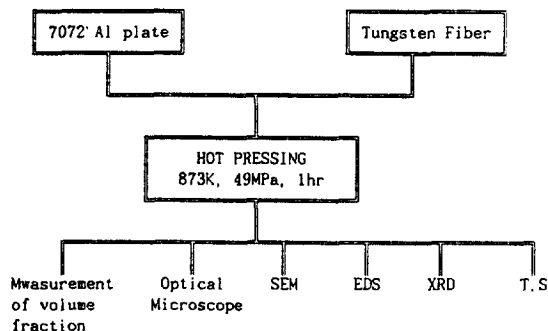
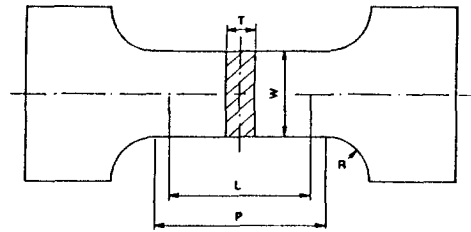


Fig.1. Schematic digram of experimental procedure



Unit:mm

W	L	P	R	T
2.5	7.5	8.9	15	1.2

Fig.2. The shape and dimension of tensile test specimen.

전류는 15mA였다.

2.5.3. 파단면 관찰

인장시험후 파단면은 주사전자현미경(Jeol, JSM-T 220A, Japan)을 이용하여 관찰하였으며 이때의 가속전압은 20KV였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 인장시험

제조된 복합재료의 섬유체적분율(V_f)을 달리 하였을 때 V_f 의 증가에 따라 Stress-Strain Curve 상에서 Ser

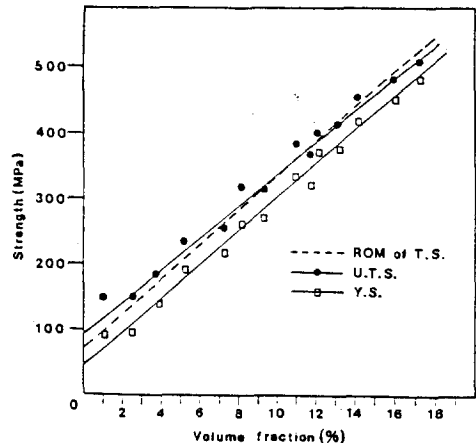


Fig.3. Effect of volume fractions and the tensile strength of W/Al(7072) alloy composites with R.O.M (Rule of Mixture)

ration 현상이 두드러지게 나타남을 알 수 있다. 이는 최초에 응력을 받은 W 섬유가 파단이 일어난후 이 응력이 기지를 통해 다른 W 섬유로 전파되어 계속되는 섬유의 파단과정에서 나타난 현상으로 보여진다. 또 V_f 의 변화에 따라 인장강도와 항복강도는 어떻게 변화하며 복합법칙(Rule of Mixture : ROM)과는 어느정도 차이가 있는가를 비교, 검토 하였으며 이 결과를 Fig.3에 나타내었다.

그림에서 인장강도의 값은 복합법칙에 따른 값과 거의 유사하였으며 V_f 가 증가함에 따라 인장강도, 항복강도의 증가를 알 수 있었으나 $V_f = 12\%$ 이상에서는 복합법칙에 따른 이론값보다 실제 실험값이 다소 저하하고 있었으며 인장강도값과 항복강도값의 차이가 적어지고 있음을 알 수 있었다. 또 873K에서 시간을 변수로 하여 열처리한 시편의 인장강도값의 변화를 Fig.4에 나타내었다.

이 때 복합재료의 V_f 는 11%인 것을 열처리 하였다. 이 때 열처리는 873K에서 10h 간격으로 유지하여 주었다. 열처리 시간이 10h 시간까지는 인장강도값의 변화는 거의 없었으나 10h 이상 열처리 하면서 부터는 조금씩 감소하다가 20h, 30h, 40h 유지한 것은 계속 큰 폭으로 감소하고 있다. 이는 뒤에 언급되지만 X-Ray로 확인한 바 있는 계면층에 생성된 화합물이 시간의 경과에 따라 크게 성장하였으며 이것이 취약하여 인장강도값을 저하한 것으로 보여진다. 이와같이 복합재료의 섬유와 기지간의 반응은 Wettability를 좋게하여 필요하지만 반응이 필요 이상으로 진행되면 섬유의 손상이 일어나고 또한 대부분 취약한 금속간화합물이 생성하여

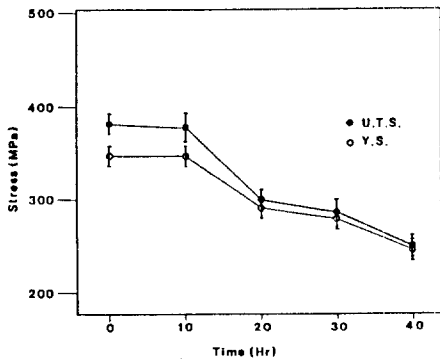


Fig.4. Variation of Tensile strength of W fiber/Al(7072) alloy composites with heat treatment at 873K (interval 10hr)

강도는 현저히 저하하고 있는 것으로 사료된다.

3.2. 계면관찰

복합재료의 인장강도에 미치는 계면층의 영향을 조사하고자 인장시험에 사용된 동일한 시험편의 계면을 관찰했다. Photo 1은 일정온도(873K)에서 유지시간의 변화(10hr, 20hr, 30hr, 40hr)에 따른 계면층의 변화를 공학현미경으로 촬영한 사진이다.

사진에서 보는 바와 같이 계면층은 유지시간의 증가와 더불어 성장을 계속하고 있다. 즉, 열처리 시간이 10hr 까지는 광학현미경으로 계면층을 관찰할 수 없었으나 시간이 증가함에 따라 계면층의 성장을 확실히 구분할 수 있다. 이는 시간대의 진행에 따른 기지와 섬유간의 확산에 의해 계면반응이 진행되고 있는 것으로 보여진다.

앞에서 언급했듯이 이 계면반응층은 섬유와 기지간의 결합성 향상에는 큰 도움이 되나 과도한 계면반응층은 섬유의 손상 및 취약한 금속간화합물의 형성으로 응력을 받을때 계면층에서 crack을 형성하여 이 crack이

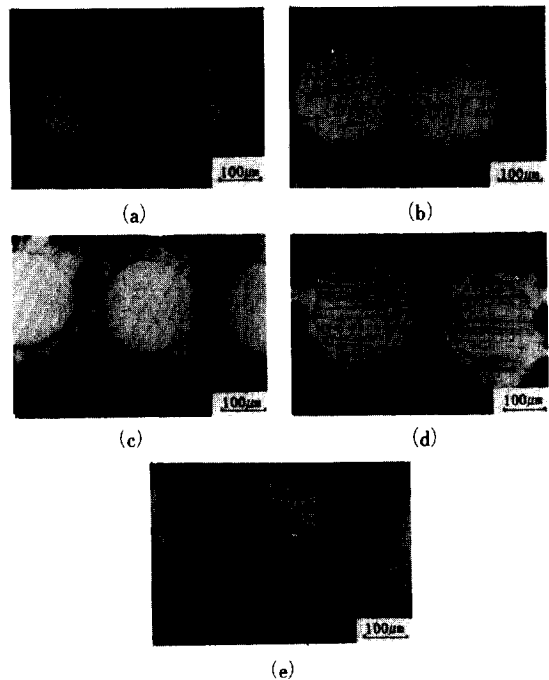


Photo 1. Interface of W fiber/Al(7072) alloy composite after heat treatment at 873K
(a) Before heat treatment (b) 10hr
(c) 20hr (d) 30hr (e) 40hr

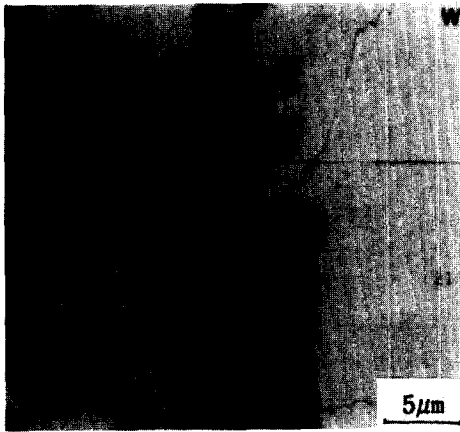


Photo 2. EDS(Energy Dispersive Spectropy) line profile analysis

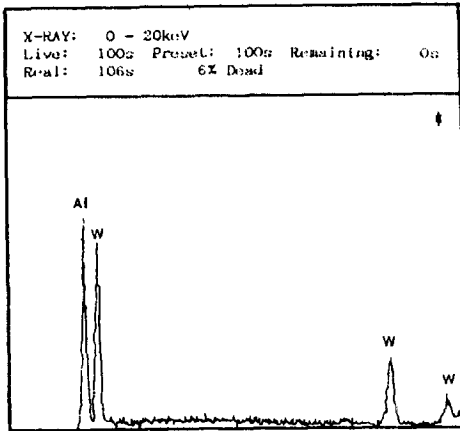


Fig. 5. EDS point analysis of W fiber/Al(7072) alloy composites. after heat treatment at 873K for 10hr.

주위 계면층에 전파되면서 결국 복합재료를 파단 시키고 있는 것으로 보여진다. 그리고 계면층에 생성된 화합물을 분석코저 EDS 및 XRD를 이용하였다.

Photo 2는 W/Al 복합재료를 열처리한 후 나타난 계면층의 각 성분원소 분포를 line profile 한 것이다.

사진에서 알 수 있듯이 ★로 나타낸 계면층은 Al과 W으로 이루어진 것임을 알 수 있다. 이부분(★)의 원소를 정량분석한 결과를 Fig.5에 나타내었다.

이것은 반정량적인 방법으로 횡축에는 각 원소에 따른 energy level을 나타냈으며 종축에는 계면에 존재하는 각 성분의 양에 대한 비교치를 나타낸 것이다.

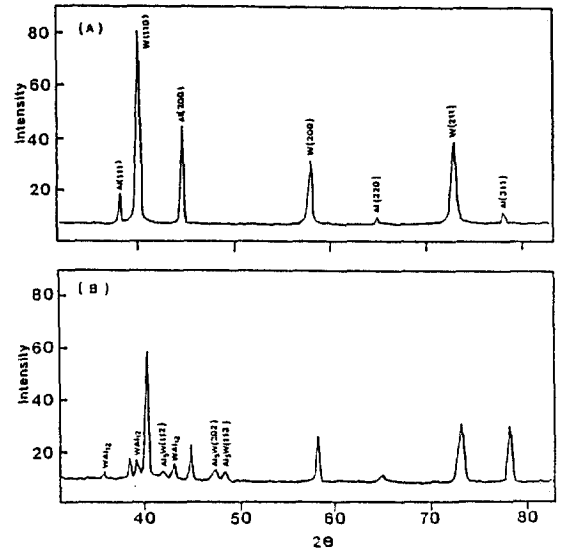


Fig. 6. X-ray diffraction patterns of W-Al composites (a) Before heat treatment (b) After heat treatment

생성된 화합물을 알기위한 X-Ray 회절결과를 Fig.6에 나타내었다.

그림에서 (a)는 열처리를 하지 않은 것이고 (b)는 873K에서 20hr 열처리한 후의 결과이다. 그림에서 보는 바와 같이 (a)의 경우는 W과 Al의 peak만이 확인되었으며 (b)의 경우는 새로 생성된 peak를 볼 수 있다. 이 peak를 분석한 결과 WAl_{12} , WAl_5 등의 화합물임을 확인할 수 있었다. 이와같이 계면에 대한 모든 결과를 종합하면 열처리에 따라 계면화합물인 WAl_{12} , WAl_5 가 생성하며 이들 생성물은 시간의 경과에 따라 성장하고 있다. 아울러 이들 화합물의 지속적인 성장은 복합재료의 강도를 저하시켰다고 본다.

XRD 결과에 의하면 873K에서 10hr 열처리한 것도 그림 (a)와 같이 화합물의 생성은 볼 수 없었다. 이것은 광학현미경의 결과와 같았음을 알 수 있었고 생성된 화합물인 WAl_{12} , WAl_5 가 873K에서 처음으로 생성되는 임계시간과 확산에 의한 성장과정 및 속도가 어떻게 변화하는가 하는 것은 앞으로 연구되어야 할 과제라고 생각된다.

3.3. 파단면 관찰

Photo 3은 인장시험이 종료된 시편의 파단면을 주사전자현미경으로 관찰한 것이다.



(a)



(b)

Photo 3. Scanning electron micrographs of fracture surface of Cu coated W fiber/Al(7072) alloy composites.

(a) Before heat treatment

(b) After heat treatment(at 873K for 20hr)

Photo 3의 (a)는 열처리 하지 않은 시료의 파면을 나타내고 있고 (b)는 열처리한 시료의 파면을 나타내고 있다. 열처리 하지 않은 시료는 전형적인 연성파괴 양상을 보이고 있고 열처리한 시료는 취성파괴 양상을 보이고 있다. 이는 열처리에 따른 W 섬유와의 자경성과 또 계면의 취약한 화합물의 생성으로 인한 것으로 보여진다.

4. 결 론

7072Al 합금을 기지로한 W 섬유 강화 복합재료의 열

처리에 따른 계면거동에 대한 연구결과는 다음과 같다.

1) V_f 의 증가에 따른 인장강도와 항복강도는 복합체에 거의 근접하고 있었다.

2) 873K에서 열처리 시간을 10시간까지 유지한 경우 인장강도의 변화는 거의 없었으나 그 이상 유지시간이 증가됨에 따라 현저한 감소를 나타냈다.

3) 열처리 시간이 10시간 이상됨에 따라 계면층에 화합물이 생성되었다.

4) 열처리후 섬유와 기지간에 생성된 화합물은 WAl_{12} , WAl_6 의 취약한 금속간화합물이었다.

5) 열처리한 복합재료의 섬유파괴는 취성파괴였으며 열처리를 하지 않는 복합재료는 연성파괴 양상을 보였다.

「후 기」

본 연구는 재단법인 한원장학회의 연구비 지원에 의해 수행되었기에 이에 감사드립니다.

참고문헌

1. Jones, R. H ; *Metall, Trans.*, 8A. 2, (1977) 378.
2. King, G. W. and Petrusek, D. W ; *Advanced Fibers and Composites for Elevated Temperatures.* (ed. Ahmad, I and Noton, B. R) Met. Soc. AIME, (1980) 17.
3. Weeton, J. W ; *Composites ; State of the Art* (ed. Weeton, J. W. and Scala, E.) Met. Soc. AIME, (1974) 255.
4. Weeton, J. W. and Signorelli, R. A. ; *NASA TND* (1966) 3530.
5. Cornie, J. A. and Dawson, C. W ; *IWLA Technical Rep, BLTR* (1966) 323-4.
6. W. H. Sutton ; *Materials Science Reserch.* 3. (1966) 577.
7. Akimitsu Ikura ; *生産研究* 32, P. (1980) 435.