

## 액상화산접합법을 이용한 Ti금속기복합재료 제조에 관한 연구

김경미 · 우인수 · 강정운\* · 이상래

부산대학교 공과대학 금속공학과

### A Study on Fabrication of Ti Matrix Composites by Liquid Phase Diffusion Bonding

K. M. Kim, I. S. Woo, C. Y. Kang\*, and S. L. Lee

Department of Metallurgical Engineering, Pusan National University, Pusan 609-735

Key Words : CP Ti, TCN20, SiC, Liquid Phase Diffusion Bonding, Interface

**Abstract** The purpose of this study is to develop the processing techniques of Fiber Reinforced Metal by Liquid Phase Diffusion Bonding method with SiC fiber as a reinforcing material and CP Ti(Commercial Pure) as a matrix. The microstructure and the distribution of elements in reaction zone among CP Ti/Ti-15wt%Cu-20wt%Ni(TCN20)/SiC long fiber were investigated by Optical Microscope, SEM/EDX, EPMA, X-ray and AES. The results obtained in this study are as follows. 1) When Ti matrix composite materials are fabricated under the bonding condition of 1273K×1200sec, the SiC long fiber was the most suitable reinforcing material for Ti matrix composite materials. 2) With SiC long fiber under same condition, a TiC layer(1.0~1.6 $\mu$ m) was observed on the surface of SiC long fiber. 3) Liquid Phase Diffusion Bonding has shown the feasibility of production of Ti matrix composite materials.

### 1. 서 론

금속기지 중에 섬유상의 무기섬유를 충전하여 강도를 강화시킨 재료를 섬유강화 금속기복합재료(Fiber Reinforced Metal, FRM)라고 하며, 그 역사가 20년 정도로 다른 종류의 복합재료인 섬유강화 플라스틱(FRP)에 비해 뒤지고 있는 상태이다. 금속복합재료의 일반적인 기계적 특성은 고분자 복합재료와 마찬가지로 고강도, 강성의 보강섬유와 저밀도의 기지재료를 혼합하여 얻어진 높은 비강도 및 강성이다<sup>1~3)</sup>.

현재 가장 많이 연구, 개발되어 왔고 응용되어진 금속복합재료는 Al기지의 금속복합재료이다. 그러나 Al기지 금속복합재료는 적용 온도범위가 150~300°C로 제한되므로 고온환경 사용은 불가능하다<sup>4)</sup>. 따라서 고온환경 적용을 위해서는 고융점의 금속재료 기지인 금속복합재료이어야 하며, 그 중에서도 Ti금속

기복합재료가 가장 유망하다.

고온환경 사용의 고강도 Ti금속기복합재료는 Ti합금이 활성금속이고 반응성이 강하므로 제조 방법이 제한되고 있다. 그러므로 대량생산 및 균일한 품질을 얻기위한 PROCESS개발 및 2차 가공법의 개발이 필요하다<sup>5)</sup>. 용접 분야에서 사용되고 있는 고상화산접합 및 액상화산접합은 Hot Press법이나 HIP법과 원리가 같으나, 고가의 설비가 필요하지 않다는 잇점이 있다. 그러나, 고상화산접합법으로 복합재료를 제조한 결과 섬유의 파괴등이 발생하여 복합재료를 제조하는 방법으로는 문제점이 많은 것으로 나타났다.

특히 액상화산접합은<sup>6~8)</sup> 적정한 삼입금속을 사용함으로써 문제점으로 지적되고 있는 계면반응상의 생성을 억제할 수 있으며, 압력이 거의 필요하지 않아 간단히 FRM을 제조할 수 있는 제조법이라고 생각되어진다.

본 연구에서는 강화섬유 SiC와 기지 CP Ti

Table 1. Chemical Composition of Base Metal and Insert Metal(wt%)

Materials	Ti	Cu	Ni	Fe	C	S	O <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>
CP Ti	Bal.	—	—	0.027	0.0028	—	0.0016	0.0004
Ti-15Cu-20Ni	Bal.	14.45	19.52	—	0.007	0.008	—	—

(Commercial Pure)를 사용하여 액상화산접합법에 의한 섬유강화 금속기복합재료의 제조기술을 개발하는 것을 목적으로 한다. 따라서 복합재료 제조의 가능성 여부를 검토하기 위하여 먼저 삽입금속, 접합조건, 강화재의 종류 등을 조사하였다. 여기서 얻어진 결과로부터 Ti금속기복합재료를 제조하여 접합부의 조직을 관찰하였다. 또한 계면에서의 생성된 반응층에 대하여 반응속도론적으로 검토하였다.

## 2. 실험 방법

### 사용재료

CP Ti/Ti접합 및 복합재료 제조에 사용된 모재 및 삽입금속의 화학조성은 Table 1에 표시한다. 삽입금속은 Ti-15wt%Cu를 기본조성으로 하여 제3원소인 Ni의 양을 변화시켜 보성에 맞게 평량하고, 아크용해로에서 Ar분위기로 모합금을 제조하였다. 제조한 모합금은 편석을 방지하기 위하여 다시 석영관(∅10×50mm)을 이용하여 진공고주파로에서 재용해하였다. 용접은 DTA를 사용하여 Ar분위기 중에서 측정하였다.

보강섬유는 AVCO-Specially Materials Division에 의해 제조된 직경 140μm의 SiC 장섬유(SCS-2)를 사용하였다. 장섬유는 17μm Carbon monofilament core에 CVD(Chemical Vapor Deposition)처리 하였으며, 금속과의 결합을 증진시키기 위하여 1μm의 carbon 층이 존재한다.

### 접합방법 및 인장시험

CP Ti/Ti접합부의 조직관찰용 시험편은 ∅10×6mm의 크기로, 인장시험편은 ∅10×6mm 크기로 절단하여, 피접합면을 사포로써 1500번까지 연마하고, 삽입금속과 함께 초음파세척하였다. 복합재료 제조를 위한 시험편은 Fig. 1와 같이 냉간압연한 기지 CP Ti(t120μm)위에 화이버, 삽입금속(t120μm)순으로 5단 적층하였고, 시험편 고정을 위하여 원형 지그

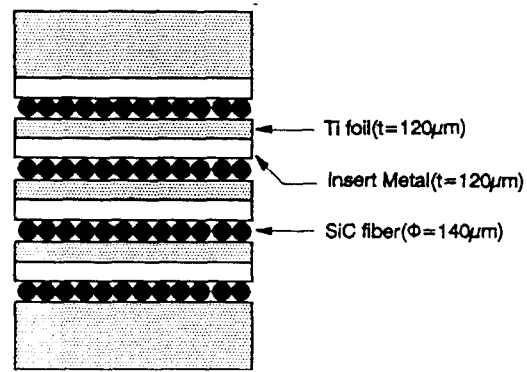


Fig. 1. Schematic illustration of fiber-matrix lay-ups.

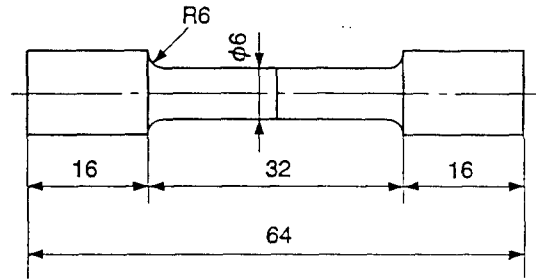


Fig. 2. Shape and dimension of test specimen

(∅30mm)를 사용하였다.

접합은 5×10<sup>-4</sup> torr의 진공분위기 중에서 소정의 접합온도까지 고주파 가열하였다. 접합시간은 0~1200sec, 압력은 0~3kgf/cm<sup>2</sup>까지 변화시켜가며 접합을 행하였다.

CP Ti/Ti접합이음부의 기계적 성질은 인장성질로 평가하였으며, 인장시험편은 Fig. 2와 같이 제작하여 사용하였다. 이때 크로스헤드 스피드는 0.5mm/min로 하였다.

### 접합부조직 관찰

접합부내에 존재하는 보이드의 정량적 측정에는 SEM을 사용하여 배율 1000배 조직의 10시야에 나타나 있는 보이드의 면적을 총측정 길이(1시야 : 140×170mm)로 나눈 값을 취하였다. 접합부의 조직은 광학현미경(OM)과 주

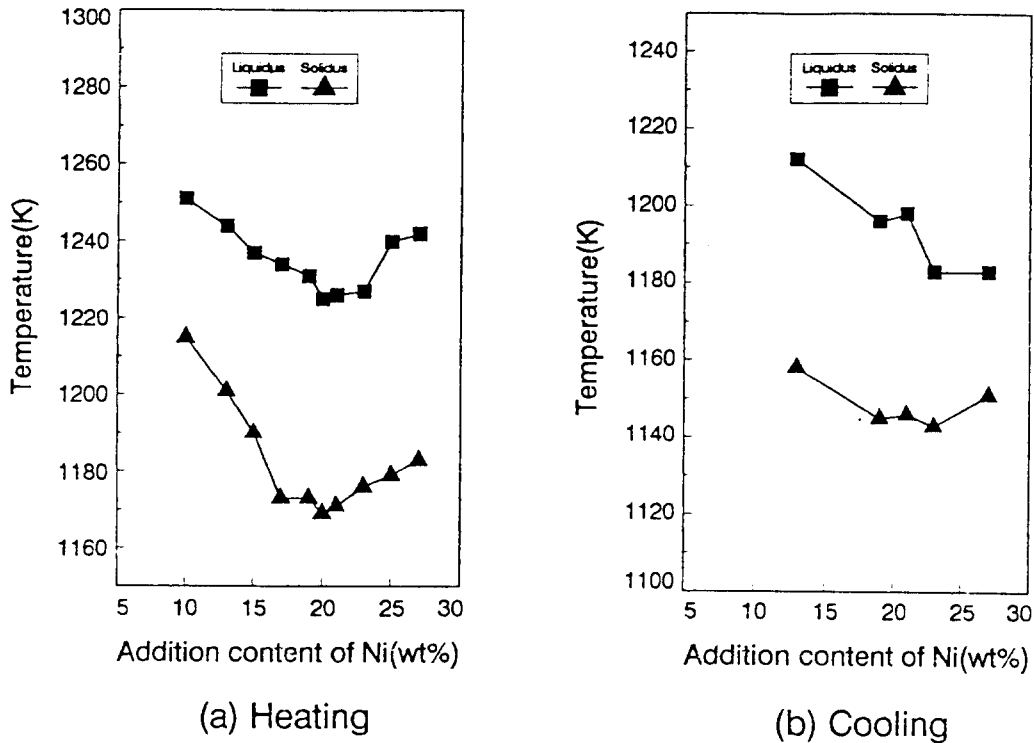


Fig. 3. Melting point changes of insert metal for wt%Ni

사식현미경(SEM)으로 관찰하였다. 또한 접합 부내의 생성상의 성분조성은 EDX, EPMA를 사용하였고, 생성상의 동정은 X-ray, AES으로 분석하였다.

### 3. 실험결과 및 고찰

#### 복합재료제조를 위한 예비적 검토

액상확산접합법은 브레이징과 달리 유지시간을 길게하여 용점저하원소를 모재로 확산시켜 액상을 등온응고시키는 것이 특징이다. 액상확산접합법을 이용한 Ti금속기복합재료는 기지 CP Ti, 강화재, 삽입금속순으로 적층하여 접합온도에서 유지하면 삽입금속내의 용점저하원소가 기지로 확산함에 따라 액상이 소멸되고 등온응고가 완료됨으로써 제조 가능하리라 생각된다. 이때 기지 CP Ti를 박판으로 하는 이유는 용융된 삽입금속이 기지CP Ti를 용융시켜 복합재료의 기지조직을 단시간에 균질화시킬 수 있을 것으로 생각되기 때문이다.

복합재료의 제조 조건을 선정할 목적으로 삽입금속, 접합조건, 강화재 등에 대하여 조사하였다. Ti합금의 브레이징에 사용되는 삽입

금속으로는 Al계, Ag계, Cu계, Ti계합금이 있으나, 복합재료의 기지의 강도등을 고려하면 Ti계 삽입금속이 최적일 것으로 생각된다. Ti계 삽입금속 중에서도 브레이징에 가장 널리 사용되는 합금은 Ti-Cu-Ni계이다<sup>9)</sup>. Ti-Cu-Ni합금의 적정조성은 될 수 있는한 용점이 낮고, 접합강도가 모재와 같은 정도의 접합성을 갖는 조성을 선택하고자 하였다.

Fig. 3은 Ti-15wt%Cu 2원계합금에 Ni함유량을 10~30wt%범위로 변화시켰을 때의 용점을 측정한 결과이다. Cu를 15wt%선정하는 것은 Ti-Cu-Ni계 삽입금속에서 가장 널리 사용되기 때문이다. (a)는 가열시, (b)는 냉각시 온도를 나타낸다. Ni함유량이 증가함에 따라 용점은 저하하고 약 20wt%근처에서 액상선 및 고상선의 온도가 가장 낮음을 알 수 있다. 이상의 결과로부터, 15wt%Cu, 20wt%Ni를 첨가한 Ti-15wt%Cu-20wt%Ni합금(TCN-20)을 삽입금속으로 사용하기로 하였다.

CP Ti/Ti 접합은 삽입금속 TCN20을 사용하여 삽입금속의 냉각시 액상선 온도인 1193K보다 20K높은 1213K를 최저 접합온도로 하

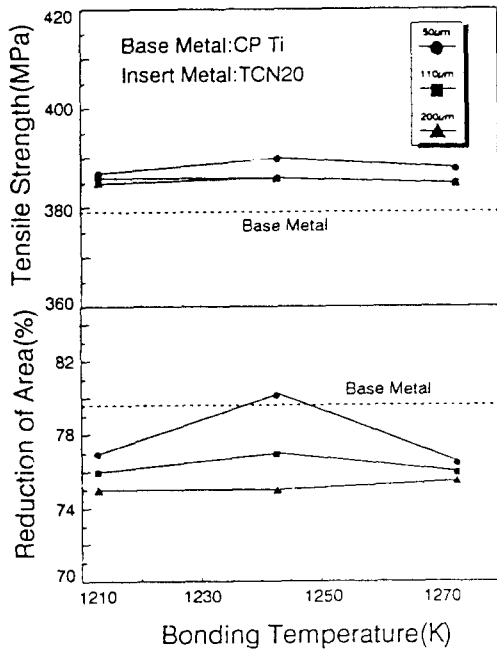


Fig. 4. Tensile properties of CP Ti joints bonded with the thickness of insert metal

고 1243K, 1273K에서 각각의 접합시간을 변화시켜가면서 행하였다. 접합온도가 1213K일 때는 접합시간 1200sec, 1243K, 1273K일 때는 900sec만에 등온응고가 완료되었다. 그래서 복합재료 제조시 접합온도는 이 중에 한 온도인 1273K로 하였다.

삽입금속 TCN20을 사용하여 CP Ti을 접합한 이음부의 강도는 인장시험을 통하여 검토하였다. Fig. 4은 삽입금속 TCN20을 사용하여 CP Ti/Ti접합부의 인장성질에 미치는 삽입금속의 두께 및 접합온도의 영향을 조사한 것이다. 접합시간은 1200sec로 고정하고, 접합온도를 1213K, 1243K 및 1273K로 변화시키고, 삽입금속의 두께는 50µm, 110µm, 200µm으로 변화시켰다. Ti합금 브레이징시 삽입금속의 두께에 따라 강도는 변하는 것으로 알려져 있으므로 두께를 변화시켜 보았다. 모든 접합조건에서 모재부에서 파단이 일어났고, 인장강도는 모재와 같거나 높은 값을 얻었다. 이것으로부터 삽입금속 TCN20과 모재 CP Ti의 접합이음부에 대한 인장성질은 우수하다는 것을 알 수 있다.

이상의 결과로부터 Ti금속기복합재료 제조

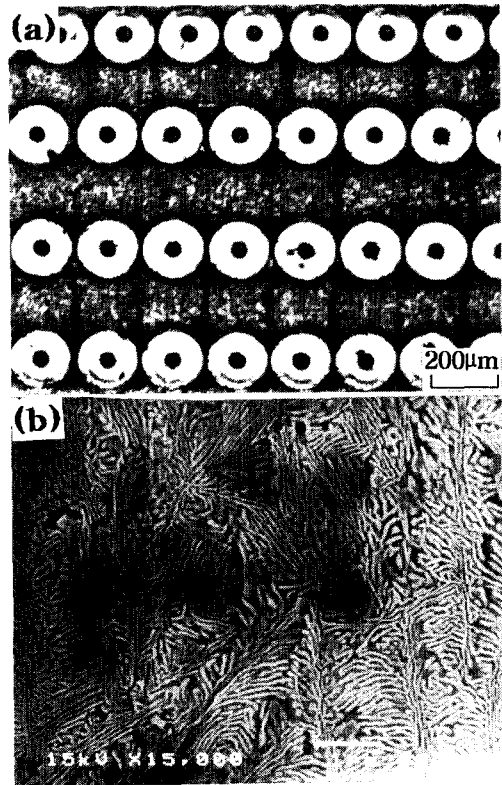


Photo. 1. (a) Microstructure of FRM used SiC long fiber at 1273K for 1200sec (b) Enlarged SEM structure of (a)

시 사용되는 삽입금속은 용점 및 접합강도면에서 보면 TCN20이 적절한 것으로 사료된다.

일반적으로 Ti금속기복합재료에 사용되는 강화재로는 SiC섬유, B섬유 등이 있다. 그러나 SiC섬유를 사용한 복합재료는 기지와 섬유사이의 계면문제가 발생된 것으로 보고되었고, 이러한 계면문제를 해결하기 위하여 제조방법을 개량함으로써 성능이 우수한 복합재료를 얻은 바 있다<sup>10)</sup>.

그래서 본 실험에서는 강화재로서 장섬유 SiC, 단섬유 SiC, 분말 SiC를 사용하여 액상확산접합법으로 복합재료를 제조하였다.

Photo. 1의 (a)는 장섬유 SiC를 사용하여 접합조건 1273K×1200sec에서 제조한 복합재료의 접합부 조직이다. 접합부근방의 조직은 크게 기지조직과 섬유표면의 반응층으로 분류할 수 있다. 기지조직은 삽입금속과 기지 CP Ti이 반응하여 그 경계층은 사라지고 대체적으로 균일한 조직을 나타내고 있다. 또한 섬

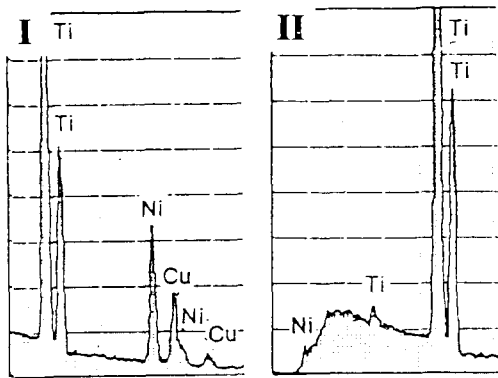
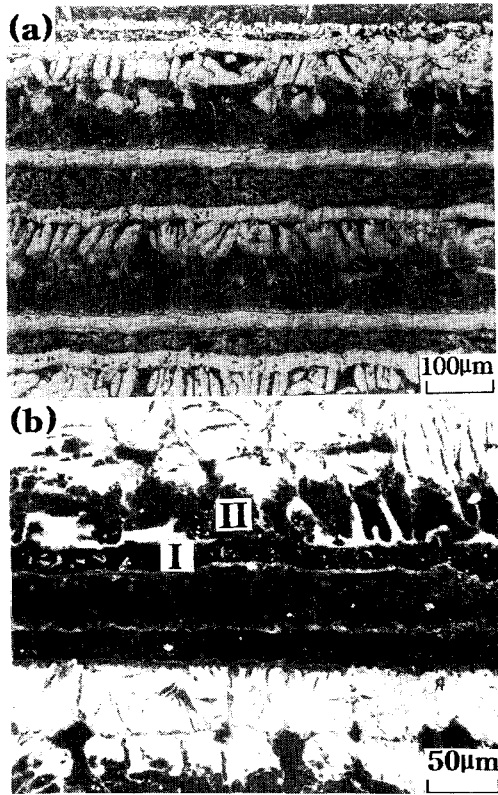


Photo. 2. (a) Microstructure of FRM used SiC short fiber at 1273K for 1200sec (b) Enlarged SEM structure and EDX analysis patterns of (a)

유근처에는 거시적으로 보아 흑색의 얇은 반응층이 존재하며 고상화산접합시 문제점으로 발생할 수 있는 섬유 손상은 나타나지 않았다.

(b)는 (a)의 섬유사이에 존재하는 기지를 확대한 SEM조직이다. 기지는 미세한 층상으로 구성되어있으며, 전반적으로 균일한 조직을 나타내고 있다. 섬유표면의 반응층과 기지

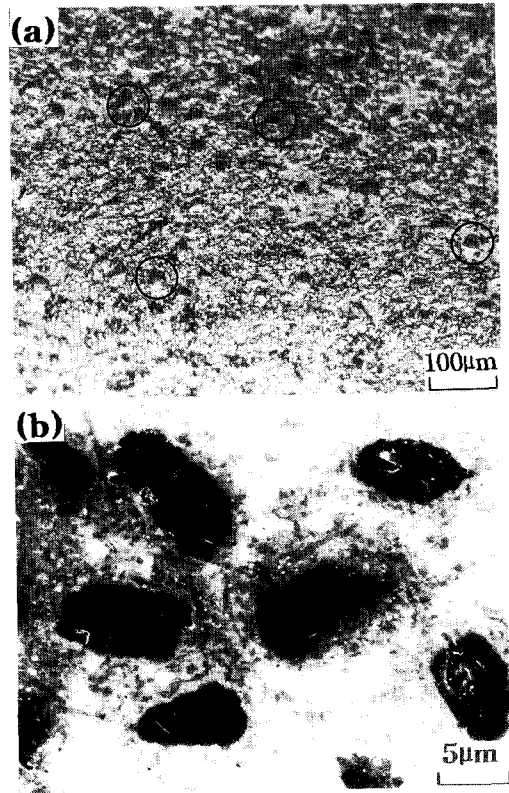


Photo. 3. (a) Microstructure of FRM used SiC powder at 1273K for 1200sec (b) Enlarged SEM structure of (a)

조직에 대한 것은 후술하기로 한다.

Photo. 2의 (a)는 접합조건 1273×1200sec에서 단섬유 SiC를 사용하여 제조한 복합재료의 접합부근방의 조직이다. 접합부 조직은 크게 흑색의 기지조직, 삽입금속과 기지 CP Ti이 반응한 백색상의 계면반응층, 단섬유 SiC와 삽입금속이 반응한 조직으로 분류된다. 삽입금속과 기지 CP Ti사이의 경계층에 존재하는 계면반응층은 복합재료의 기지강도에 영향을 미치게 되므로 각각의 접합부조직에 대하여 EDX분석을 하였다. (b)는 (a)조직을 확대한 SEM조직과 접합부내의 각각의 조직에 대한 EDX분석 결과를 나타낸 것이다. 삽입금속과 기지의 반응층인 I부분(광학현미경상의 백색상)은 Ti 및 Cu, Ni의 피크가 존재하며, 기지조직인 II부분은 Ti피크가 존재한다. 그러므로 접합부내에 존재하는 계면반응층은 Ti와 Cu, Ni의 화합물인 것으로 생각된다. 접합

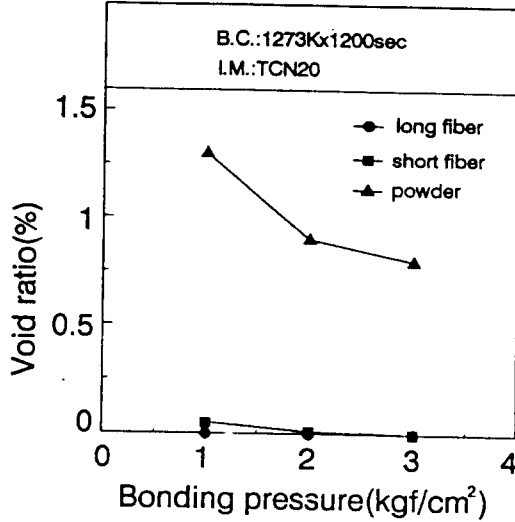


Fig. 5. Effect of bonding pressure on the ratio of void

부내에 이러한 계면반응층이 존재한다는 것은 접합조건 1273×1200sec에서 기지조직의 균일화가 되지 않았다는 것을 뜻한다. 따라서 단섬유 SiC는 이 접합조건에서 복합재료의 강화재로 부적합한 것으로 생각된다.

Photo. 3의 (a)는 접합조건 1273×1200sec에서 분말 SiC를 사용하여 복합재료를 제조한 것이다. 접합부내의 기지조직은 대체적으로 균일한 조직을 나타내고 있으나 분말근방에 보이드가 관찰되었다. 그래서 SEM을 사용하여 분말근방에 존재하는 보이드에 대하여 자세히 관찰하였다. (b)는 (a)를 확대한 SEM 조직을 나타내는 것으로 접합부내에 존재하고 있는 보이드는 대체적으로 분말자체와 분말과 기지사이의 계면에서 관찰되었다.

접합시 접합압력이 작용하면 분말입자의 이동과 회전이 일어나서 액상의 삼입금속이 분말입자 사이로 침투함으로써 보이드를 감소시킬 수 있다. 따라서 접합부내에 존재하는 보이드를 감소시키기위한 방법으로 접합조건 1273K×1200sec에서 압력변화에 대한 보이드율을 측정하였다. Fig. 5는 장섬유, 단섬유 및 분말을 사용하여 복합재료를 제조할 시, 압력 증가에 따른 보이드율을 측정하는 것이다. 장섬유, 단섬유 SiC의 경우는 압력증가에 따른 보이드율의 변화가 없으며, 분말 SiC의 경우에는 압력이 증가함에 따라 보이드율은 약간 감소하는 경향을 보이나, 보이드는 완전히 소멸

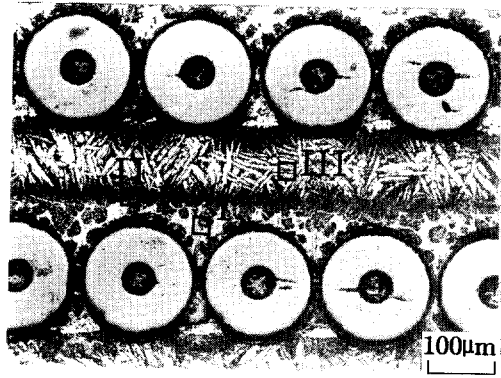


Photo. 4. SEM structure of FRM at 1273K for 60sec

되지 않는 것이다.

이와같이 분말SiC를 사용하여 복합재료를 제조한 결과 나타나는 보이드는 분말제조시에 형성된 보이드가 그대로 잔류하고 있기 때문이라고 생각된다. 그러므로 분말 SiC는 Ti금속기복합재료의 강화재로 부적합한 것으로 사료된다.

이상의 결과로부터, 거시적으로 보아 복합재료 제조시 강화재로는 장섬유 SiC가 적당할 것으로 예상되었다.

#### CP Ti과 삼입금속의 반응조직

예비실험결과로부터 선정된 삼입금속 TCN-20 및 장섬유 SiC를 사용하여 액상화산접합법으로 복합재료를 제조하였다. 접합부내의 조직은 크게 액상삼입금속과 Ti이 반응한 조직, 액상삼입금속과 장섬유 SiC가 반응한 조직으로 나눌 수 있다.

Photo. 4는 장섬유 SiC를 사용하여 접합조건 1273K×60s에서 복합재료를 제조하였을 때 접합부 근방의 조직사진이다. 접합부조직은 크게 접합부내의 삼입금속(I부분)인 초정(괴상의 흑색)과 백색조직, 삼입금속과 기지 CP Ti이 반응한 계면조직(II부분) 그리고 침상의 기지조직(III부분)으로 분류될 수 있다. 삼입금속내의 백색조직은 SEM으로 확대한 결과(Photo. 6)공정조직인 것으로 확인되었다. 따라서 접합부내에 초정과 공정으로 구성된 조직은 접합온도에서 액상이었음을 암시한다.

그래서 기지조직에 대해 자세히 검토하고자 각 조직에 대한 성분 분석과 상동정을 행하여 보았다. Photo. 5는 장섬유 SiC를 이용하여

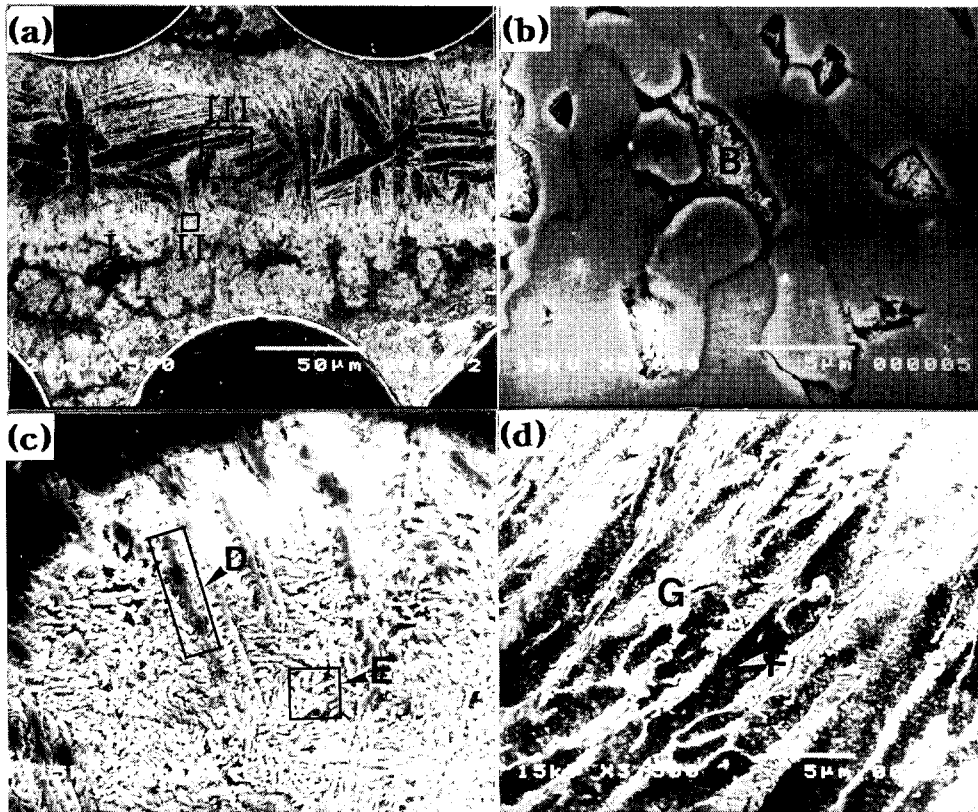


Photo. 5. (a) SEM structure of FRM at 1273K for 60sec (b) part I (c) part II (d) part III

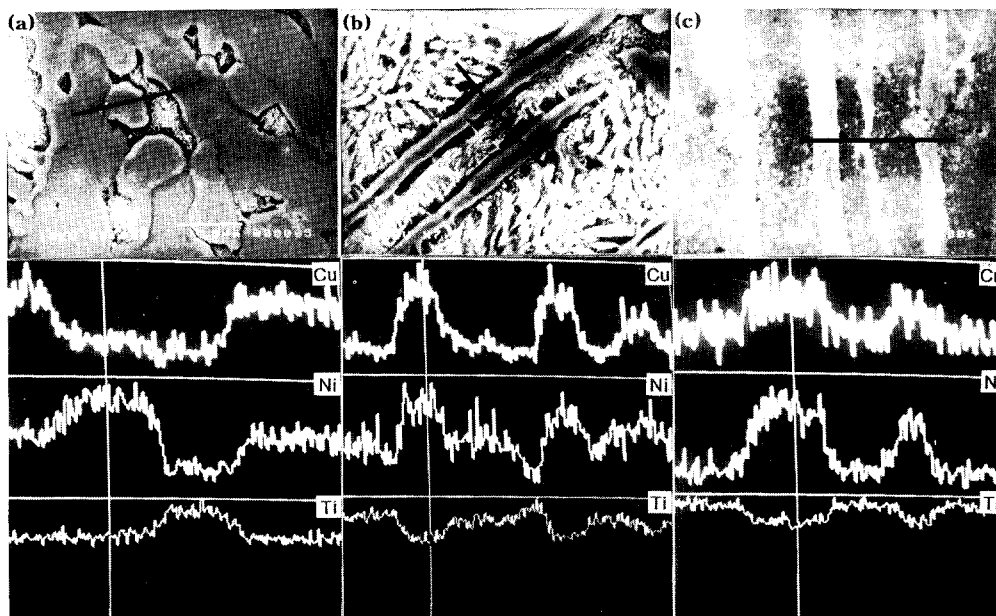


Photo. 6. SEM structure and EDX line scan of FRM (a) part I (b) part II (c) part III

접합조건 1273K×60s로 접합한 Ti금속기복합재료의 접합부 근방에 대한 SEM조직이다. 접합부 조직은 크게 접합부내의 삼입금속조직(I), 삼입금속과 모재가 반응한 계면조직(II), 모재조직(III)으로 분류되고 있다. (b), (c), (d)는 (a)의 I, II, III부분을 확대한 SEM조직이다. (b)의 조직은 피상조직(A), 층상조직(B), 기지조직(C)으로 이루어져 있으며, (c)의 조직은 막대상의 조직(D)과 층상조직(E)으로 이루어져 있다. (d)의 조직은 기지조직(F)과 미시적으로 층상조직으로 되어 있는 침상조직(G)으로 이루어져 있다. 이들 각 조직을 점 분석한 결과 Ti을 주피크로 하고, Ni 및 Cu피크가 나타났다. 그래서 각 상의 조성을 명확히 하기 위해서 이들 원소에 대하여 선분석을 행하였다. 그 결과를 Photo. 6에 나타낸다.

이것으로부터 (b)의 조직에서는 기지는 Cu 피크가, 피상은 Ni피크가, 층상은 Ti피크가 높고, (c)의 막대상 조직은 층상조직보다도 Cu, Ni농도가 높고, (d)의 조직에서는 층상조직으로 이루어진 침상조직이 Cu 및 Ni이 기지조직보다 많이 함유한 것을 알 수 있다.

각 조직이 어떤 상들인가를 조사하기 위하여 접합계면과 평행한 방향으로 접합부 위치에서 절단하고, 각각 Photo. 5의 (b) 및 (c)조직, (d)조직이 전면에 나타나도록 연마한 후, XRD로 분석하였다. 그 결과 모든 조직에서  $\alpha$ Ti,  $Ti_2Ni$  및  $Ti_2Cu$ 가 동정되었다.

이상의 분석결과로부터, 기지조직은  $\alpha$ Ti이지만, Cu 및 Ni고용량이 부위에 따라서는 다를 것으로 추측되고, 막대상은  $Ti_2(Ni, Cu)$ 이고, 층상조직 및 침상조직은  $\alpha Ti + (Ti_2Ti, Ti_2Cu$  혹은  $Ti_2(Ni, Cu))$ 의 혼합조직인 것으로 추측된다.

각 온도에서 Ti-Ni-Cu 3원계 상태도를 구할 수 없기 때문에 Ti-Cu 및 Ti-Ni 2원계 상태도를 참고하여 각 조직의 생성과정을 고찰하면 다음과 같다. 액상삼입금속은 냉각도중에 초정  $\beta$ 상을 정출하고, 잔류액상은  $\beta Ti + Ti_2Ni$  혹은  $Ti_2(Ni, Cu)$ 로 공정변태를 하거나, Cu rich인 잔류액상은 포정반응( $L + \beta = Ti_2Cu$ )에 의해서  $Ti_2Cu$ 가 정출될 것이다. 이와같이 정출된  $\beta$ 상은 더욱 냉각됨에 따라 공석반응에 의해서  $\alpha Ti + Ti_2Ni, Ti_2Cu$  혹은  $Ti_2(Ni, Cu)$ 의

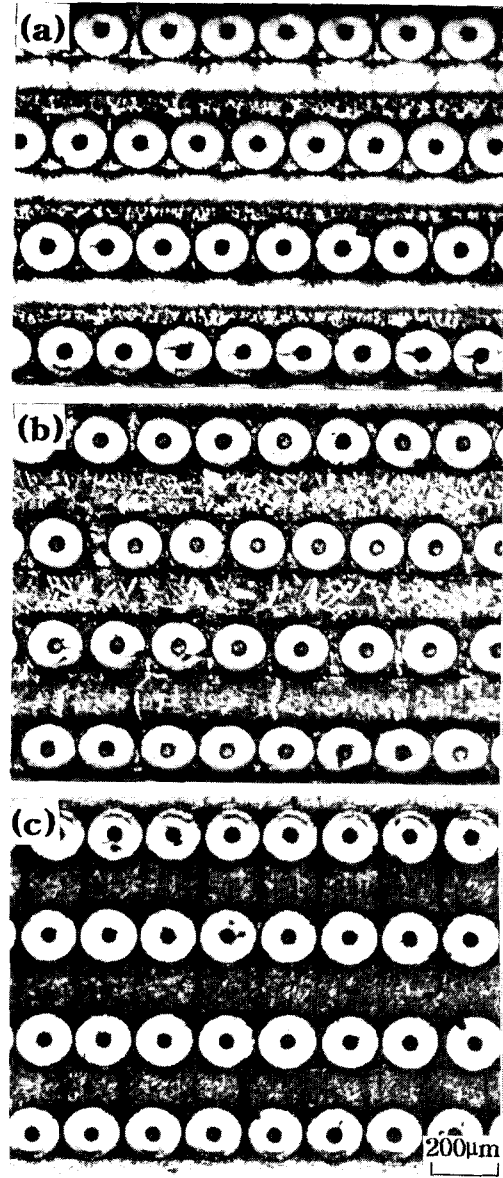


Photo. 7. Microstructure of FRM with bonding time at 1273K (a) 0sec (b) 300sec (c) 1200sec

공석조직으로 변태된다. 실온에서도 이들 상은 안정하게 존재할 것이다.

기지, 피상, 층상조직으로 이루어진 I의 조직은 잔류액상이 공정반응 혹은 포정반응 후 공석변태에 의해서 생긴 아공정 조직인 것으로 사료되고, 삼입금속내의 층상조직인 II 조직은 냉각도중에 정출한 초정  $\beta Ti$ 이 공석변태에 의해서 생긴 조직이라고 생각된다. 침상조직인 III의 조직은 기지의 용융반응과 확산



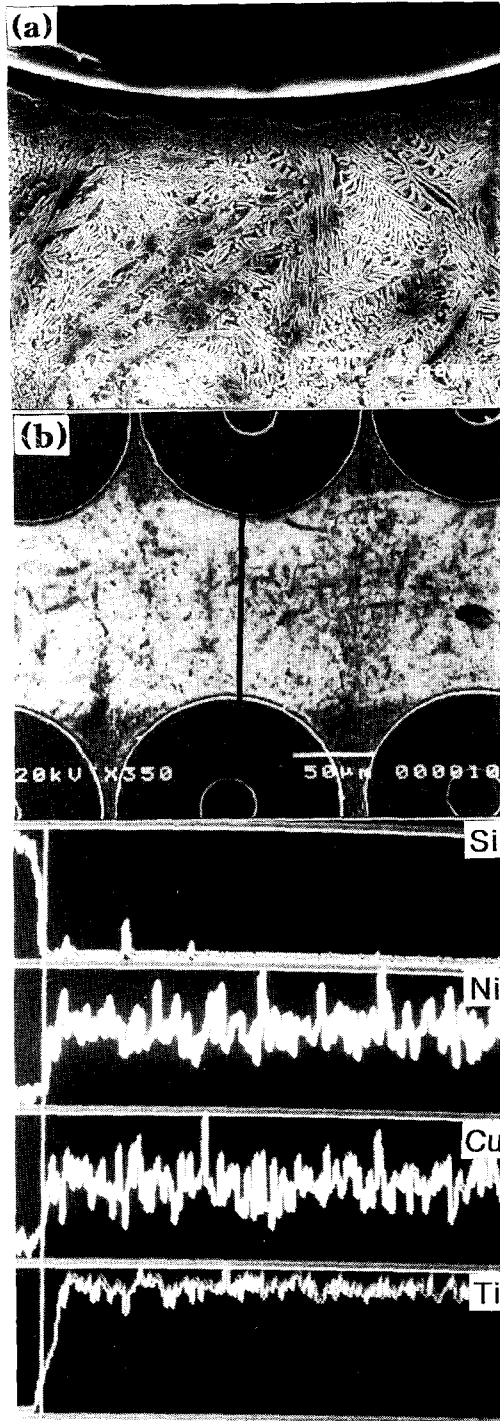


Photo. 8. SEM structure and EDX line scan of FRM  
(a) SEM structure (b) EDX line scan

에 의해서 Cu 및 Ni의 농도가 높은 기지 혹은 등온응고한  $\beta$ Ti이 냉각도중에 공석변태하

여 생긴 혼합조직이라고 사료된다.

Photo. 7은 접합온도 1273K에서 접합시간 변화에 따른 접합부의 조직변화를 나타낸 것이다. (a)는 접합온도까지 가열한 후, 즉시 냉각시킨 조직으로 전술한 바와 같이 접합부 조직은 삼입금속조직, 계면조직, 기지조직으로 분류된다. 그러나 접합시간이 증가함에 따라 삼입금속내의 액상이라 추정되는 초정과 공정의 혼합조직은 감소하여 1200sec만에 완전히 소멸하였고, 기지조직 또한 삼입금속과 반응하여 새로운 조직이 생성되었음을 알 수 있다.

Photo. 8은 접합조건 1273K×1200s에서 복합재료를 제조하였을때 SEM조직과 선분석 결과를 나타낸다. (a)는 섬유근방의 조직을 확대한 SEM조직으로서, 장섬유 SiC표면은 기지와 반응한 흑색의 반응층이 존재하며, 기지조직은 층상인 공석조직으로 이루어져 있다. 이것은 접합온도에서 등온응고가 완료되어 공석변태하였음을 의미한다. 장섬유표면의 반응층에 대해서는 후술한다. (b)는 섬유사이의 기지조직에 대한 선분석한 결과로서 Ti, Cu, Ni의 피크가 변화없이 균일한 것을 나타내고 있다. 접합조건 1273K×1200s에서 기지조직이 균일화된 것은 기지 CP Ti이 박판이기 때문에 용융 삼입금속내의 용점저하원소인 Cu, Ni이 기지로 확산하는 거리가 짧기 때문이라 생각된다.

#### SiC 계면반응층에 대한 검토

Ti금속기복합재료 제조시 기지 Ti은 다른 금속에 비하여 보강섬유와 반응성이 강하므로 보강섬유와의 반응에 의해 계면반응층을 형성한다. 형성된 계면 반응층은 기지금속과 보강섬유와의 결합에 영향을 미치게 되므로 복합재료의 접합강도에 직접적인 관계가 있다. 그래서 반응층의 제어를 할 필요가 있기에 섬유 SiC와 기지금속사이의 계면조직, 계면에 생성된 반응상의 분석, 반응속도 정수에 대하여 검토하였다.

Photo. 9는 접합조건 1273K×1200sec에서 CP Ti/TCN20/SiC 복합재료의 반응층에 대해 장섬유 SiC와 기지금속 사이의 계면 부근의 SEM조직 및 EPMA정성분석한 결과이다. 기지와 접하고 있는 계면반응층의 두께는 거의 일정하지만 조금 돌출해 있는 부분이 보이고

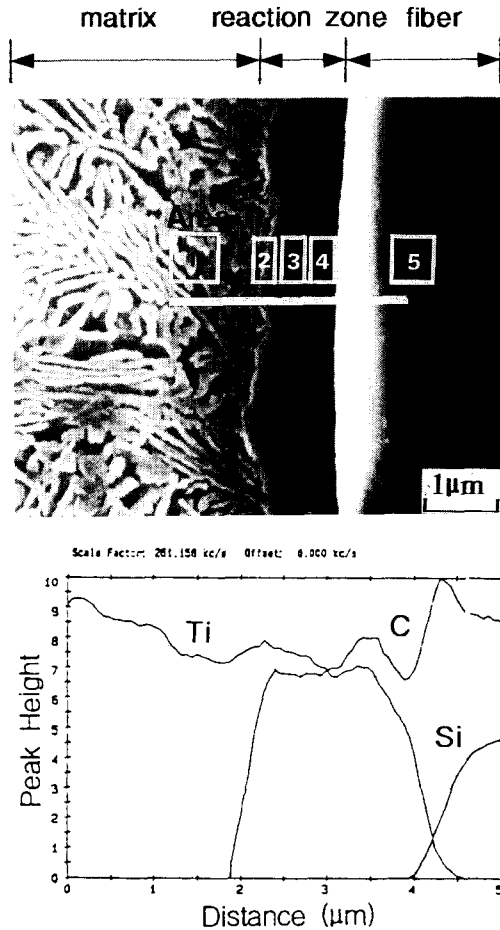


Photo. 9. SEM/EPMA of fiber/Matrix interface

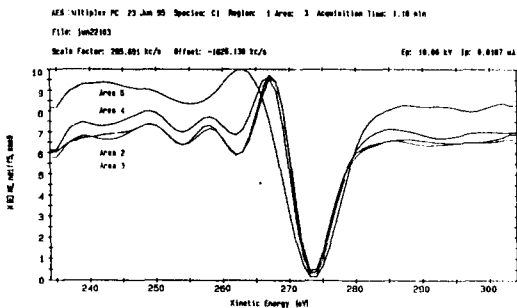


Fig. 6. The Auger spectra of reaction in the area 2, 3, 4, 5

그 두께는 약 1.0~1.6 $\mu\text{m}$ 이었다. 또한 장섬유 SiC의 계면반응층에 대하여 원소분석한 결과를 보면, 반응층의 주된 구성원소는 Ti 및 C임을 알 수 있다.

Fig. 6은 Photo. 9의 area 2, 3, 4, 5에 대하

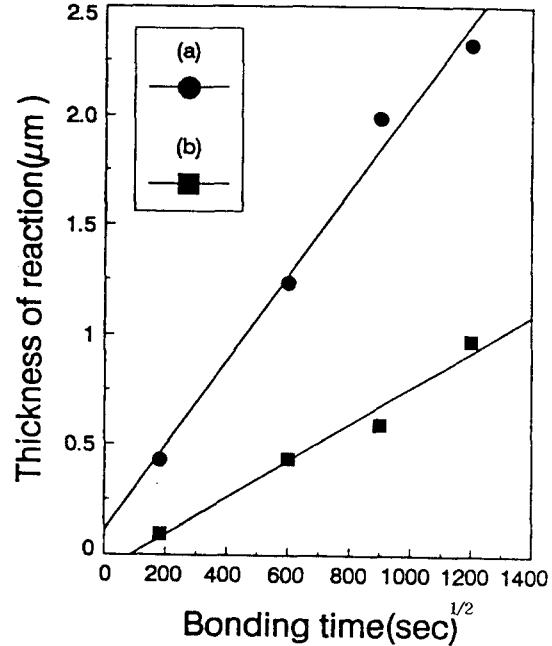


Fig. 7. Effect of bonding time on the thickness of reaction

여 AES분석시 미분 스펙트럼 결과이다. Area 1은 기지조직, area 2, 3, 4는 반응층, area 5는 섬유부분을 나타낸다. 각 영역의 특징을 비교하여 보면 2, 3, 4 영역에서는 4개의 돌기(bump)가 형성되어 있는 것이 뚜렷이 보이며, 5의 영역도 2개의 돌기모양이 나타나는 것이 특징이다. Kay와 Kleefeld<sup>11)</sup>에 의하면 Ti와 C이 반응하여 TiC를 형성하는 경우, 이와같은 돌기가 나타나는 것으로 보고하고 있다. 따라서 2, 3, 4영역에서는 TiC가 형성되어 있음을 예상할 수 있다.

이상의 분석결과로부터 접합조건 1273K $\times$ 1200sec에서 생성된 계면반응상은 SiC표면층의 C과 Ti이 반응한 TiC이고 SiC가 분해하여 생긴 Si과 Ti이 반응한 화합물은 생성되지 않았다. 井關孝善등의<sup>12)</sup> 연구결과에서 보면 반응상 TiC는 복합재료의 기계적 성질을 개선하는 것으로 나타나 있는 바, 본 실험에서 SiC계면에 생성된 TiC는 양호한 결합강도를 가질 것으로 예측할 수 있다. Fig. 7은 접합온도 1273K에서 장섬유 SiC와 삼입금속, 장섬유 SiC와 기지 CP Ti사이의 계면 반응층의 두께와 접합시간의 관계를 나타낸다. 여기서

(a)는 액상삽입금속과 장섬유 SiC와의 반응층, (b)는 기지 CP Ti과 장섬유 SiC의 반응층이다. 이 그림에서 반응층의 두께와 접합시간<sup>1/2</sup>은 거의 직선적인 관계가 있으므로 반응층의 평균 두께(x)와 접합시간(t)은 다음 식으로 표시될 수 있다.

$$x = Kt^{1/2} \quad (K: \text{반응속도 정수})$$

이 식의 결과로 부터 접합온도 1273K에서 반응시간이 증가할수록 반응층의 두께는 증가하였으며, (a)의 경우 반응속도 정수는  $1.914 \times 10^{-3} (\mu\text{m}^2/\text{sec})$ , (b)의 경우 반응속도 정수는  $0.805 \times 10^{-3} (\mu\text{m}^2/\text{sec})$ 이므로 (a)는 (b)보다 반응층의 성장 속도가 빠름을 알 수 있다. 이와 같은 현상은 접합온도 1273K에서 (a)는 액상의 삽입금속 TCN20과 SiC의 반응이지만, (b)는 고상의 CP Ti과 SiC의 반응이므로 (a)의 경우가 (b)보다 반응이 빨리 일어나기 때문이라 생각된다.

#### 4. 결 론

Ti금속기복합재료를 제조하기 위한 방법으로 액상확산접합법을 선택하여 삽입금속, 접합조건, 강화재의 종류등을 검토하였다. 이 결과로 부터 Ti금속기복합재료를 제조하여 접합부내의 조직 변화와 계면의 반응층에 대하여 검토한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) 강화재 종류를 선정하기 위하여 접합조건 1273K×1200sec에서 복합재료를 제조한 결과, 단섬유 SiC는 기지에 계면반응층이 나타났고, 분말 SiC는 보이드가 존재하며, 장섬유 SiC는 접합 결함이 없는 균일한 기지조직을 얻었다. 따라서 Ti금속기복합재료를 제조하기 위한 강화재로 장섬유 SiC가 가장 적합하다.

2) 접합조건 1273K×1200sec에서 장섬유 SiC를 사용하여 복합재료를 제조하여 선분석한 결과 균일한 기지조직을 얻었다.

3) 복합재료 제조시 장섬유 SiC계면에는 두께 약 1.0~1.6 $\mu\text{m}$ 의 반응생성상이 존재하였으며 AES분석 결과 TiC임이 확인되었다.

4) Ti금속기복합재료는 액상확산접합법을 이용하여 접합하면 복합재료 제조가 가능하다.

#### 후 기

본 연구는 1992년 한국과학재단 일반목적 기초 연구비에 의하여 수행된 것으로 이에 감사드립니다.

#### 참 고 문 헌

1. M. R. Piggott : Load-Bearing Fiber Composites, Pergamon Press Oxford, (1980), P. 187
2. E. A. Feest : Metal Matrix Composites, MRS Europe, (1985), P. 223
3. P. Niskanen, W. R. Mohn : Versatile Metal Matrix Composites, Advanced Materials & Processes, (1988), P. 39
4. K. Otori, H. Watanabe, Y. Takeuchi : Silicon Carbide Whisker Reinforced Aluminum Composites : Fabrication and Properties, Composites, MRS Europe, (1985), P. 233
5. 坂本 : 日本 溶接 學會志 56-1, (1987), P. 22
6. J. F. Lynch : W. J., 38-2, (1959), P. 85S
7. G. S. Hoppin : W. J., 49-11, (1970), P. 505S
8. D. S. Duvall : W. J., 53-4, (1974), P. 299S
9. 正野進, 高野元大 : 日本 溶接 學會志 4, (1987), P. 130
10. Texton Specialty Materials, Private Communications.
11. D. Briggs & M. Pseah : Practical surface Analysis, (1987), P. 102
12. A. K. Dhingra : Japan Society For Composite Materials, (1981), P. 239