

액상가압성형 공정을 이용한 SiC 연속섬유 강화 마그네슘 복합재료 개발

조승찬*[†] · 이동현*** · 이영환*** · 신상민*** · 고성민* · 김정환* · 김양도** · 이상관* · 이상복*[†]

Development of Continuous SiC Fiber Reinforced Magnesium Composites Using Liquid Pressing Process

Seungchan Cho*[†], Donghyun Lee***, Young-Hwan Lee***, Sangmin Shin***, Sungmin Ko*, Junghwan Kim*, Yangdo Kim**, Sang-Kwan Lee*, Sang-Bok Lee*[†]

ABSTRACT: In this study, the possibility of manufacturing a magnesium (Mg) composites reinforced with continuous silicon carbide (SiC) fibers was examined using a liquid pressing process. We fabricated uniformly dispersed SiC fiber-AZ91 composites using a liquid phase pressing process. Furthermore, the precipitates were controlled through heat treatment. As a continuous Mg_2Si phase was formed at the interface between the SiC fiber and the AZ91 matrix alloy, the interfacial bonding strength was improved. The tensile strength at room temperature of the prepared composite was 479 MPa, showing excellent mechanical properties.

초 록: 본 연구에서는 액상가압성형 공정을 이용하여 SiC 연속섬유가 강화된 마그네슘 복합재료의 제조 가능성을 검토하였다. 액상가압성형 공정을 이용하여 SiC 섬유가 균일 분산된 AZ91 복합재료를 제조하였으며 열처리를 통하여 석출상을 제어하였다. SiC 섬유와 기지합금의 계면에 연속적인 Mg_2Si 상이 형성되면서 계면 결합력이 향상되었고, 제조된 복합재료의 상온 인장강도는 479 MPa로 우수한 기계적 특성을 나타내었다.

Key Words: 금속복합재료(Metal matrix composite), 마그네슘(Magnesium), 탄화규소 섬유(SiC fiber), 액상가압성형(Liquid pressing process)

1. 서 론

환경과 에너지 측면을 고려한 경량재료에 대한 사회적 수요가 증가함에 따라 철강 및 알루미늄 등 기존 소재를 대체하는 마그네슘(Mg) 소재의 개발 및 실용화에 대한 연구가 진행되고 있다. 마그네슘은 경량, 고비강도, 고비강성, 탁월한 진동·충격 흡수능 등의 특성을 가지고 있다[1]. 그러나, 현재 개발된 마그네슘 합금은 내열성과 강성/강도, 연성 등의 기계적 특성에 한계가 있어, 새로운 내열/고강도

마그네슘 소재 개발이 요구되고 있다.

복합재료(Composite material)란 두 가지 이상 구성물질의 혼합체로서 서로 화학적으로 구분되는 구성물질들이 각각의 특성을 유지한 채로 결합되어 있으면서 각 구성물질의 독특한 기계적, 물리적, 화학적 특성이 서로 상호 보완적으로 작용하여 개개의 구성물질이 분리되어 있을 때 보다 좋은 특성을 얻을 수 있다. 금속복합재료(Metal matrix composite, MMC)는 금속기지의 높은 인성과 산화물(Al_2O_3), 탄화물(SiC, B_4C), 질화물(TiN, AlN) 등 강화 입자의 고정

Received 12 October 2020; Received in revised from 23 October 2020; Accepted 25 October 2020

*Composites Research Division, Korea Institute of Materials Science, Changwon, Korea

*[†]Composites Research Division, Korea Institute of Materials Science, Changwon, Korea, Corresponding author (E-mail: sccho@kims.re.kr, leesb@kims.re.kr)

**School of Materials Science and Engineering, Pusan National University, Pusan, Korea

도, 고온 안정성, 화학적 안정성 등의 조합에 의해 기존의 금속재료에 비하여 비강도, 탄성계수 및 인성 등이 크게 향상된 우수한 기계적 성질을 가지면서 고분자 복합재료에 비하여 고온 강도, 전기 및 열전도도와 내마멸 특성이 우수하여 우주항공, 자동차 및 방위 산업 등에서 크게 대두되고 있는 소재이다[2-4]. 특히, 자동차, 항공 등 수송산업 분야에서는 기존의 화석에너지 고갈로 인해 에너지 절감 및 고연비의 중요성이 대두되고 있어 운송수단의 경량화가 필수적이며, 이를 위해 기존 소재의 성능 한계를 극복하여 경량화 및 고강도, 고강성의 혁신적인 소재 개발이 요구되고 있다.

마그네슘 기지 금속 복합재료는 경량 금속 중에서도 비중이 매우 낮은 뿐만 아니라 우수한 비강도, 비강성을 가지므로 경량 구조용 복합재료에 적용이 가능하다[5,6]. 하지만, 제조공정중에 마그네슘의 산화가 문제가 되기 때문에 제조 분위기의 제어가 필요하다.

탄화 규소(SiC) 섬유(SiC_f)는 강도, 경도 등 기계적 물성이 뛰어나 다양한 복합재료의 강화재로 사용되고 있다. SiC의 경우 분말, 섬유 등의 형태가 있는데 분말 및 단섬유의 경우 분말 야금 공정 혹은 주조 공정으로 모두 제조가 가능한 반면, 장섬유의 경우 분말 야금 공정으로 제조할 경우 균일 혼합이 어려운 문제가 있어 제조에 한계가 있다.

따라서, 본 연구에서는 분위기를 제어하면서 용융된 금속을 저압으로 가압하여 복합재료를 제조 가능한 액상가압성형공정(liquid pressing process)[7,8]을 이용하여 탄소섬유 및 SiC 장섬유가 강화된 마그네슘 복합소재를 제조하였다.

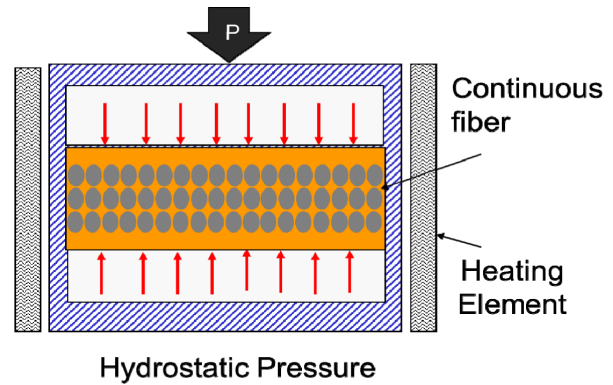
2. 실험 방법

SiC 섬유 강화 Mg 복합재료 제조에 사용된 기지합금은 AZ91이며 강화재는 β-SiC 결정구조를 가지는 Nicalon™ SiC fiber를 사용하였다. Table 1에 실험에 사용된 AZ91 및 SiC fiber의 물성을 정리하였다.

금형 크기로 절단한 SiC 섬유를 금형 내부에 AZ91 기지 금속과 함께 적층한 후 액상가압성형 장비에 장입하고 680°C에서 10 MPa 이하의 압력으로 가압하여 연속섬유 강화 마그네슘 복합재료를 제조하였다. 기지합금과 강화재의 열팽창계수 차이에 의한 잔류응력을 제거하기 위하여 263°C에서 1시간 열처리를 진행하였고 균질화(T4)를 위하여 413°C

Table 1. Properties of AZ91 alloy [9] and SiC fiber [10]

| | AZ91 | SiC fiber |
|-----------------------------|------|-----------|
| Density(g/cm ³) | 1.81 | 2.55 |
| Diameter(μm) | - | ~14 |
| Tensile strength(MPa) | 230 | ~ 3000 |
| Modulus(GPa) | 45 | ~220 |
| Elongation(%) | 15 | ~1.4 |
| CTE(ppm/K) | 26 | ~4.0 |



| Melt temperature [°C] | Infiltration pressure [MPa] | Pressing time [sec] | Atmosphere | Cooling media |
|-----------------------|-----------------------------|---------------------|------------|---------------|
| 680 | ≤10 | 1 | vacuum | water |

Fig. 1. Schematic and experimental conditions of liquid pressing process

에서 16시간 열처리 후 수냉하였다. 액상가압공정에 의해 제조된 SiC_f-AZ91 복합재료의 건전성을 평가하기 위해 주사 전자 현미경(Scanning Electron Microscope, JSM-6700E, JEOL) 및 electron probe micro-analyzer (EPMA)를 이용하여 미세조직을 분석하였다. 기계적 물성 평가를 위해 만능 시험기(Universal Testing Machine, 5882 model, Instron)를 이용하여 SiC 섬유 배향 방향으로 인장 시험을 하였다. 인장 시험은 두께 1.5 mm, 폭 2 mm, 게이지 길이 5 mm 규격의 시험편을 사용하였으며, 3.33 × 10⁻⁴/s의 속도로 시험하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 미세조직 및 상 분석

액상가압성형 공정으로 제조된 SiC_f-AZ91 금속복합재료의 미세조직을 살펴보기 위해 SEM 분석을 실시한 결과를

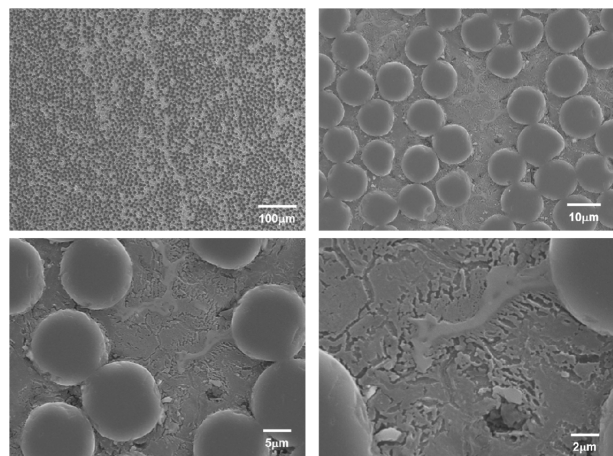


Fig. 2. SEM images of as-fabricated SiC_f-AZ91 composites

Fig. 2에 나타내었다. 저배율 SEM 이미지에서 알 수 있듯이 SiC_f사이로 AZ91이 균일하게 함침되어 있음을 알 수 있다. 고배율 이미지에서 일부 SiC_f 사이의 국부적인 응집이 관찰되지만 기공이나 결함이 거의 없는 건전한 복합재료가 제조되었고, AZ91 기지합금에 석출상이 형성되어 있는 것을 확인하였다.

SEM-EDX를 이용하여 석출물의 성분을 분석한 결과를 Fig. 3에 나타내었다. SiC 섬유와 AZ91 기지합금의 계면에 Mg₂Si 석출상이 형성되어 있음을 알 수 있었고 기지합금에 Mg₁₇Al₁₂ 석출상의 형성도 관찰되었다. Mg₂Si상의 경우 액상의 Mg와 SiC의 반응에 의하여 SiC 표면을 따라 형성된 것을 알 수 있다. 한편, 일부 MgO상이 형성되어 있음을 확인할 수 있었는데, 이는 AZ91기지합금 및 SiC_f에 존재하는 산소(12.3 wt.%) 혹은 산화물과 Mg의 반응에 의해 형성된 것으로 판단된다.

강화재와 기지합금의 계면에 균일한 반응상을 형성할 경우 계면 결합력을 향상시켜 복합재료의 전체 구조 강도를 향상시킬 수 있지만 불규칙하고 조대한 석출물이 기지합금이나 계면에 존재할 경우 오히려 복합재료의 강도 및 연신율을 감소시킬 수 있다. 따라서 본 연구에서는 제조된 복합재료의 미세조직 균질화를 위하여 T4 용체화 열처리를 진행하였다.

Fig. 4에 균질화 열처리한 SiC_f-AZ91 금속복합재료의 미세조직을 나타내었다. 열처리 전과 비교하여 SiC_f의 분산 및

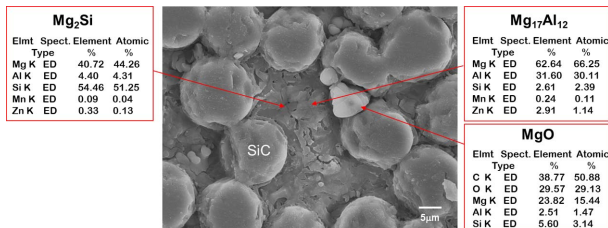


Fig. 3. SEM-EDS analysis of as-fabricated SiC_f-AZ91 composites

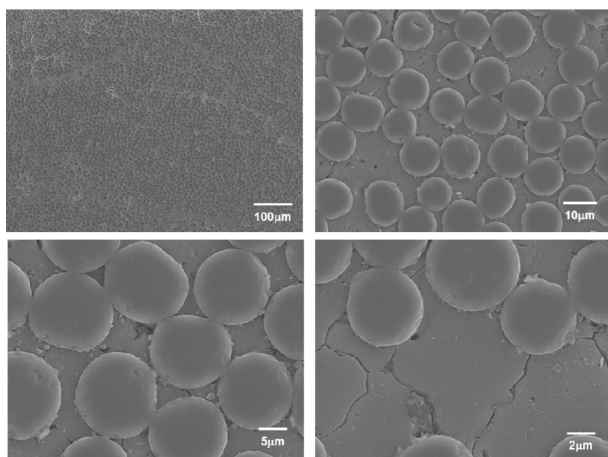


Fig. 4. SEM images of heat-treated SiC_f-AZ91 composites

거시적인 미세조직의 변화는 없었지만 고배율 SEM 이미지에서 알 수 있듯이 기지합금의 결정립 크기는 약 20~30 μm로 결정립계가 확실하게 관찰되었으며 기지합금의 조대한 석출물이 감소한 것을 확인하였다.

SEM-EDS 분석을 진행한 결과, 용체화 처리 후 SiC_f 주위에 미세한 Al₈Mn₅상이 존재하는 것을 확인하였으며 입계에 존재하던 Mg₁₇Al₁₂상의 경우 Mg 기지로 고용된 것을 알 수 있었다. Mg₁₇Al₁₂상 및 Al₈Mn₅상의 경우 AZ91 합금에서 일반적으로 발견되는 금속간 화합물로 SiC_f-AZ91 복합재료에서도 동일하게 형성되는 것을 확인할 수 있었다.

Fig. 6의 EPMA 분석 결과에서도 SiC_f와 AZ91 기지합금 사이에 균일하게 얇은 조성의 중첩을 확인할 수 있어 계면에서의 균일한 Mg₂Si 형성을 확인할 수 있다. 또한, SiC_f 주위에 미세한 Mn이 석출되어 있고 동일 부위에 Al의 농도가 감소한 것으로 보아 부분적인 Al₈Mn₅의 형성을 알 수 있다. 따라서 SiC_f-AZ91 복합재료의 경우 SiC_f와 AZ91기지합금의 계면 반응에 의하여 Mg₂Si 계면 석출상이 형성되지만 용체화 열처리에 의하여 조대한 Mg₁₇Al₁₂상을 제어할 수 있음을 확인하였다.

액상가압성형 및 용체화 열처리한 SiC_f-AZ91 복합소재의 인장시험 결과를 Fig. 7에 나타내었다. SiC_f-AZ91 복합소재의 경우 소성변형없이 파단되었으며 최대인장강도는 479 MPa로 측정되었다(Fig. 7a). 문헌에 보고되는 AZ91의 인장강도

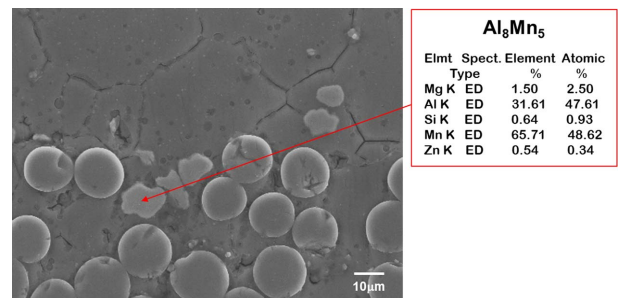


Fig. 5. SEM-EDS analysis of heat-treated SiC_f-AZ91 composites

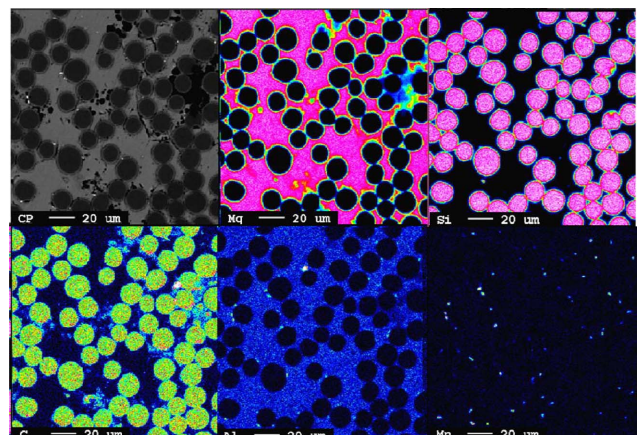


Fig. 6. EPMA images of heat-treated SiC_f-AZ91 composites

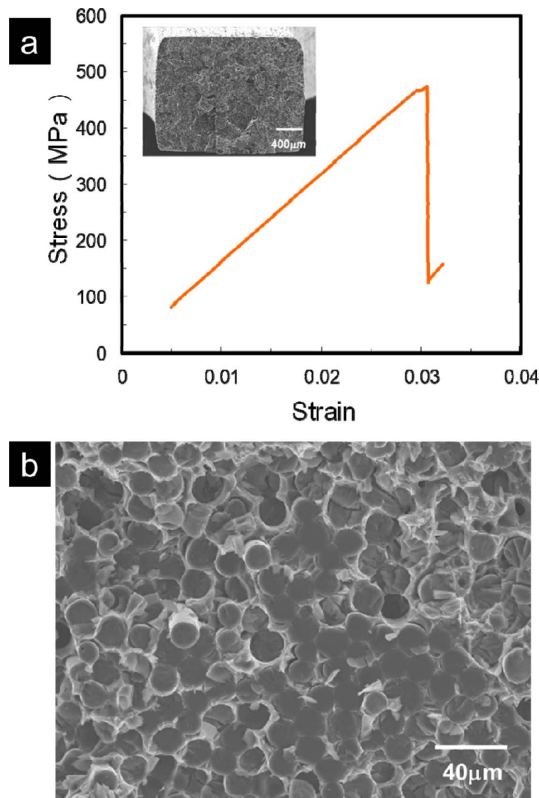


Fig. 7. (a) Tensile stress-strain curve, and (b) fractured surface SEM images of heat-treated SiC_f -AZ91 composites

가 약 275 MPa임을 고려할 때 SiC_f 를 첨가함에 따라 약 200 MPa 이상의 인장강도가 향상되었음을 알 수 있다. Fig. 7b의 SEM 파단면 분석 결과에서도 소성 변형이 거의 없는 취성 파괴 양상을 확인할 수 있었으며 SiC_f 의 개별적인 박리도 관찰되지 않고 깨끗한 파단면을 형성하였다. 따라서 SiC_f 와 AZ91 기지합금의 계면에 Mg_2Si 가 형성됨으로 인해 계면 결합력이 향상시킨 결과 기지합금에서 SiC_f 로 효과적인 하중전달이 일어나면서 복합소재의 인장강도가 증가한 것으로 판단된다.

4. 결 론

본 연구에서는 분위기 제어 및 저압의 성형 압력을 이용하여 강화재에 액상의 금속을 효과적으로 함침시킬 수 있는 액상가압성형 공정을 이용하여 결합이 거의 없는 SiC 연속 섬유가 균일하게 분산된 SiC_f -AZ91 복합재료를 성공적으로 개발하였다. 또한, 용체화 열처리를 통하여 조대한 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 상의 제어가 가능함을 확인하였고 SiC_f 와 AZ91 기지합금의 계면에 균일한 Mg_2Si 계면상이 형성되면서 계면

결합력을 향상시켜 479 MPa의 우수한 상온 인장강도를 나타내었다. 공정최적화를 통한 SiC_f 의 분산성 향상 및 계면 반응상의 정밀 제어를 통하여 구조 물성의 추가적인 향상이 기대되며, 상온 물성뿐만 아니라 내열성 및 고온강도의 향상이 기대된다.

후 기

본 연구는 소재혁신선도프로젝트(NRF-2020M3H4A3105943)의 지원으로 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

REFERENCES

1. Cho, E.-H., Jun, J.-H., and Kim, Y.-J., "Microstructure and Mechanical Properties at Room and Elevated Temperatures in AM50-0.3 wt%CaO Alloy", *Korean Journal of Materials Research*, Vol. 22, No. 10, 2012, pp. 499-503.
2. Shin, S., Cho, S., Lee, D., Kim, Y., Lee, S.-B., Lee, S.-K., and Jo, I., "Microstructural Evolution and Strengthening Mechanism of SiC/Al Composites Fabricated by a Liquid-Pressing Process and Heat Treatment", *Materials*, Vol. 12, 2019, pp. 3374.
3. Lee, D., Cho, S., Kim, Y., Lee, S.-K., Lee, S.-B., and Jo, I., "Mechanical Properties and Wear Performance of the Al7075 Composites Reinforced with Bimodal Sized SiC Particles", *Composites Research*, Vol. 30, No. 5, 2017, pp. 310-315.
4. Lee, T., Park, J., Lee, J., Jo, I., Cho, S., Lee, S.B., Lee, S.K., Muslih, M.R., and Ryu, H.J., "Residual Stress Measurement of SiC Tile/ Al-SiC_p Hybrid Composites Using Neutron Diffraction", *Functional Composites and Structures*, Vol. 1, No. 3, 2019, pp. 035002.
5. Jeon, E.K., Kim, K.C., Choi, I.D., and Park, I.M., "Microstructure and Properties of Squeeze Cast AZ91Mg-(Y, Nd)/ Al_2O_3 Metal Matrix Composites", *Journal of the Korean Society for Composite Materials*, Vol. 9, No. 2, 1996, pp. 15-22.
6. Kim, H., Lee, S., Yi, J., Lee, S., and Kim, Y., "Fabrication and Characterization of CNFs/Magnesium Composites Prepared by Liquid Pressing Process", *Journal of the Korean Society for Composite Materials*, Vol. 25, No. 4, 2012, pp. 93-97.
7. Cho, S., Jo, I., Jung, B.M., Lee, E., Choi, J.R., Lee, S.K., and Lee, S.B., "Interfacial Analysis of TiO_2 Coated Carbon Nanofibers and Mg-Al Alloy Matrix Fabricated Using a Liquid Pressing Process", *Scripta Materialia*, Vol. 136, 2017, pp. 50-54.
8. Ko, S., Park, H., Lee, Y.H., Shin, S., Jo, I., Kim, J., Lee, S.B., Lee, S.K., and Cho, S., "Study on the Microstructure and Mechanical Properties of High Volume Fraction TiB_2 -Al1050 Metal Matrix Composites", *Composites Research*, Vol. 32, No. 1, 2019, pp. 1-5.
9. Matweb Material Property Data, <http://www.matweb.com>.
10. Kister, G., and Harris, B., "Tensile Properties of Heat-treated Nicalon and Hi-Nicalon Fibers", *Composites Part A*, Vol. 33, 2002, pp. 435-438.