

알루미늄 합금 피로 스트라이에이션의 나노 스케일 관찰

최성종* · 권재도** · Hitoshi ISHII***

Nano-Scale Observation of Fatigue Striations for Aluminum Alloy

Sung-Jong CHOI, Jae-Do KWON and Hitoshi ISHII

Key Words: SPM, AFM, Fatigue Crack Growth(피로균열진전), Striation Width(스트라이에이션 간격), Striation Height(스트라이에이션 높이), Stress Ratio(응력비), Nano-Fractography(나노-프랙토그래피)

Abstract

Atomic Force Microscope (AFM) was used to study cross sectional profiles and dimensions of fatigue striations in 2017-T351 aluminum alloy. Their widths (SW) and heights (SH, SH_h) were measured from the cross sectional profiles of three-dimension AFM images. The following results that will be helpful to understand the fatigue crack growth mechanism were obtained. (1) Coincidence of the crack growth rate with the striation width was found down to the growth rate of 10⁻⁵ mm/cycle. (2) The relation of $SH = \alpha(SW)^{1.2}$ was obtained. (3) The ratio of the striation height to its width SH/SW and did not depend on the stress intensity factor range ΔK and the stress ratio R. From these results, the applicability of the AFM to nano-fractography is discussed.

1. 서론

기계구조물의 파면에는 파괴의 원인과 파괴의 메카니즘을 보여주는 특징적인 모양이 남아있으며, 파면에서 이러한 특징적인 모양을 관찰하여 해석하는 프랙토그래피(fractography)가 루틴법으로서 확립되어져 있다.⁽¹⁾ 한편, 파괴의 대부분이 급속피로에 기인하고 있기 때문에 정량적인 해석을 포함한 피로파면의 프랙토그래피에 관한 많은 검토가 이루어져 왔다.

전형적인 피로파면의 형태로서 잘 알려진 스트라이에이션(striation)은 각 사이클에서의 반복변형에 대응하는 점, 그 간격은 거시적인 균열성장속도 da/dN와 일치하는 점 등이 알려져 있으며 많

은 형성기구가 제안되고 있다.^(2,3) 또 스트라이에이션 관찰을 근거로 하여 파괴까지의 반복변형횟수와 실동하중의 추정 등이 시도되어지고 있으며, 스트라이에이션의 높이와 폭의 비로부터 재료의 종류와는 무관하게 응력비가 추정 가능하다는 보고⁽⁴⁾도 있다. 그러나 위와 같은 파면관찰 수단으로 SEM이나 TEM과 같은 전자 현미경을 사용한 예가 압도적으로 많고, 최근에는 원자 레벨에 가까운 2차원 해상도를 가진 기기도 개발되고 있으나 이러한 장비를 사용하여도 높이 방향의 정보를 같은 레벨의 해상도로 얻기는 어렵다. 한편 1980년대에 개발되어진 원자력 현미경(Atomic Force Microscope : AFM)과 같은 주사형 탐침현미경(Scanning Probe Microscope : SPM)은 원자 레벨의 해상도로서 표면물리량의 3차원 측정이 가능하여 폭넓은 분야에의 응용이 왕성하게 이루어지고 있으며^(5,6) 재료강도학 분야에서도 피로슬립피 및 균열의 발생^(7,8), 부식피로 피트의 발생 및 성장과정,⁽⁹⁾ 응력부식 균열(Stress Corrosion Crack : SCC)진전과정⁽¹⁰⁾ 등의 관찰이 보고되고

*영남대학교 공업기술연구소

**회원, 영남대학교 기계공학부

***시즈오카대학교 기계공학과

있다. 그러나 SPM을 프랙토그래피의 관찰 수단으로 사용하여 피로파면을 계통적으로 검토한 예는 찾아 볼 수 없다.

본 연구에서는 스트라이에이션이 형성되어져 있는 알루미늄 합금의 피로파면을 AFM으로 관찰하여 3차원적으로 해석함으로써, SPM의 나노 프랙토그래피(nano- fractography)에의 유용성을 확인하고자 하였다.

2. 실험 방법

본 연구에 사용된 재료는 2017-T351 알루미늄 합금이며 그 기계적 성질을 Table 1에 나타내었다. 소재로부터 Fig. 1에 제시한 형상과 치수의 컴팩트(CT) 시험편을 기계가공으로 제작하고 MTS 전기 유압식 피로시험기를 사용하여 실온, 대기중에서 하중반복속도 10Hz, 응력비 0.1, 0.3,

Table 1 Mechanical properties of material.

Material	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_B (MPa)	E (GPa)	ϕ (%)
2017-T351	275	427	73	22

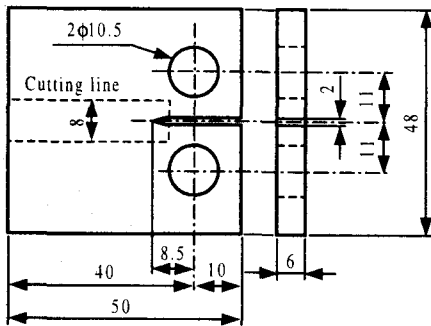


Fig. 1 Shape and dimensions of CT specimen.

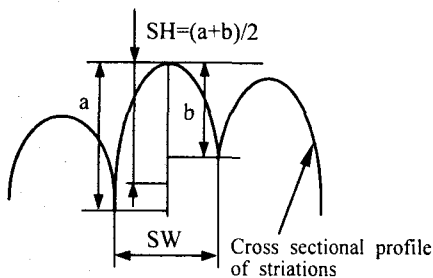


Fig. 2 Definition of striation width and height.

0.5, 0.8의 조건에서 각각 피로균열진전시험을 수행하였다. 균열길이는 정도 0.01mm의 이동식 광학현미경으로 시험편 양면의 균열 길이를 적당한 하중반복횟수 마다 측정하여 그 투영길이의 평균치를 채택하였다. 균열을 25mm 정도 성장시킨 후 Fig. 1의 점선과 같이 파면으로부터 약 4mm 떨어진 하중축에 수직한 위치를 절단하여 파면을 AFM으로 측정하였다.

파면 관찰에 사용한 장비는 세이코 전자(Seiko Electronic)의 주사형 원자력 현미경 유니트 AFM-SPA300을 프로브 스테이션 SPI3700에 접속한 것이며 스캐너는 주사 범위가 Z축 약 $1.5\mu\text{m}$, X-Y 축 $20\mu\text{m} \times 20\mu\text{m}$ 의 튜브형 압전소자를 사용하였다. 관찰에 사용한 캔틸레버는 DFM(Dynamic Force Microscope)모드용 SI-DF20이며 CC모드(Cyclic-Contact Mode)로 측정하였다. 측정에 있어서는 스캐너의 주사범위가 허용하는 한, 연속적으로 측정하였다. 화학처리 후에 각각의 화상을 연결하여 동일 플래토(plateau)에서의 시험편 두께방향 및 균열진전 방향에 따른 스트라이에이션의 형상 변화도 검토하였다. 또한 같은 플래토에서 관찰된 스트라이에이션의 응력확대계수범위 ΔK 는 동일시하였다.

균열 선단으로부터 AFM 관찰 장소까지의 거리는 정도 0.01mm의 이동식 광학현미경으로 측정하여 응력확대계수범위 ΔK 의 산출에 이용하였다.

연속측정으로 얻어진 AFM 상의 수직단면 프로필에서 스트라이에이션의 폭(SW), 좌우 평균높이(SH) 및 좌우높이 중에서 큰 값(SH_h)를 측정하였으며, Fig. 2에 나타낸 것과 같이 높이는 좌우 값의 평균치를, 폭은 골과 골의 투영길이를 채택하였다. 또한 좌우 높이 중에서 큰 값을 취하여 동일하게 분석하고, 평균높이로 채택했을 경우와 비교검토 하였다.

3. 실험 결과 및 고찰

Fig. 3에 각종 응력비의 균열진전 실험으로부터 얻어진 응력확대계수범위 ΔK 와 거시적인 균열진전속도 da/dN 와의 관계를 나타내었다. 또한 응력비 $R=0.1$ 에서의 da/dN 을 유효응력확대계수범위 ΔK_{eff} 로서 정리한 결과도 병기하였는데, 이 값보다 R 이 0.5 이상의 값이 크게 나타났다. 이것은 ΔK_{eff} 의 값보다 낮은 R 에서의 균열단합현상을 시

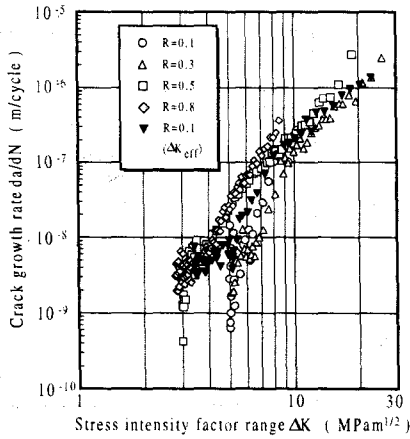


Fig. 3 Relationship between stress intensity factor range and crack growth rate.

사하고 있다고 사료되어진다.

R=0.1에서 관찰되어진 가장 대표적인 AFM 상 및 단면형상을 Fig. 4의 (a)~(f)에 그리고 SEM 사진을 (g)에 각각 나타내었다. 각 AFM 상에는 측정된 곳의 응력확대계수범위, 측정범위, 균열진전방향도 병기하였다.

본 연구의 수행 중에 AFM으로 관찰되어진 최소 스트라이에이션은 폭 40nm, 평균높이 6nm 정도이며 (a)에 그 AFM 상과 단면형상을 나타내었다. 측정된 장소의 거시적인 균열진전 속도 da/dN 는 $9.1 \times 10^{-8} \text{m/cycle}$, 식 (2)의 계산으로부터 얻어진 균열개구변위(CTOD)는 약 193nm이었으며 더 작은 스트라이에이션은 측정되지 않았다. 이 사실로부터 본 연구에 사용되어진 재료에서 스트라이에이션이 형성되기 위해서는 적어도 190nm

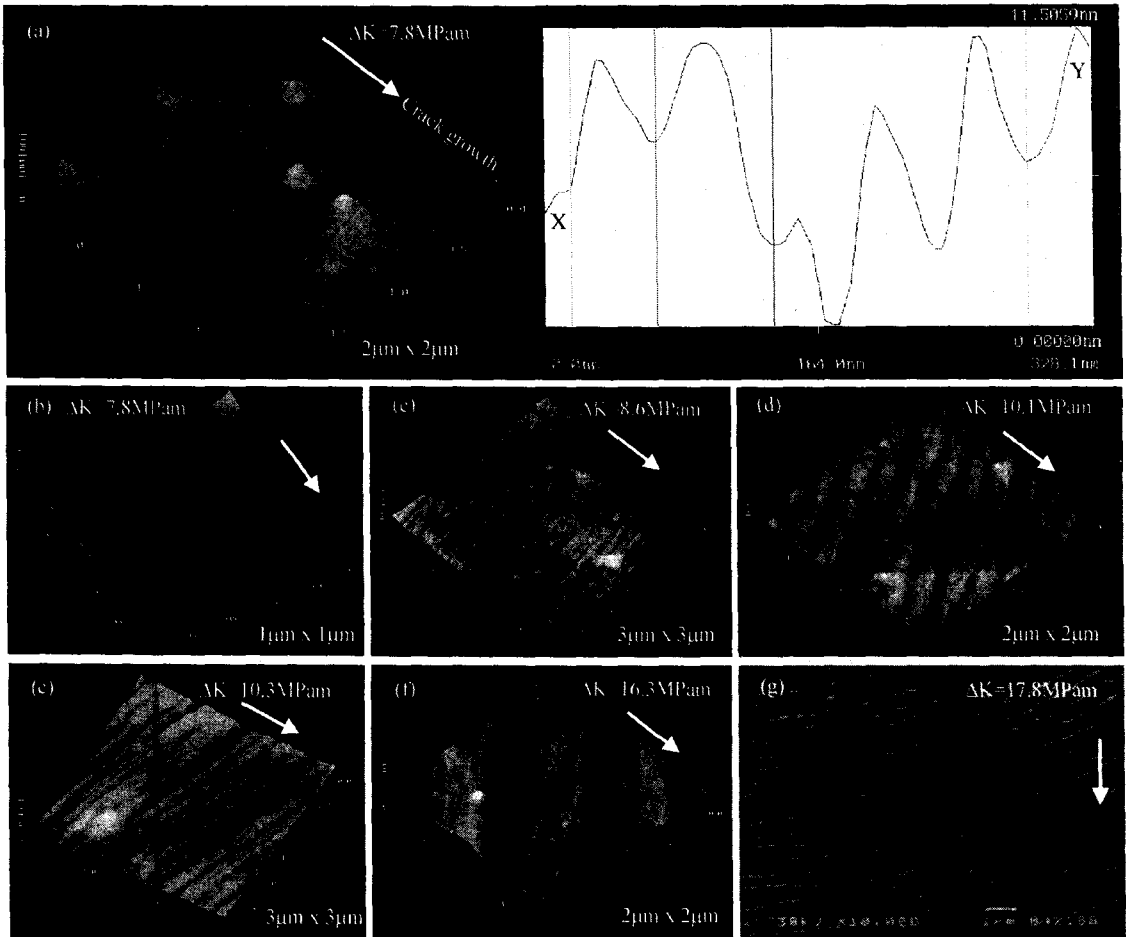


Fig. 4 AFM images and cross-sectional profile along the line X-Y, and micromorphology of fatigue fracture surface under stress ratio R=0.1 for 2017-T351 aluminum alloy.

정도의 CTOD가 필요하다고 추정되어진다. 스트라이에이션은 서로 거의 평행하며 단면형상도 서로 닮은 형상임을 (a)의 AFM 상과 단면형상으로부터 알 수 있다. 그러나 석출물이라고 여겨지는 돌기부 주변에서는 스트라이에이션의 방향성이나 단면형상이 일정하지 않고 심하게 변형된 것이 특징적이다. 또한 이곳에서 수 $10\mu\text{m}$ 떨어진 곳에서는 (b)와 같이 슬립띠(slip band)로 보이는 스택들이 관찰되는 곳도 있었다. 강한 방향성을 가진 서로 다른 두 방향의 스택이 공존하는 이러한 스택의 형상들은 단결정에서 관찰되어지는 슬립⁽¹¹⁾ 과 매우 유사하다. 위와 같은 사실로부터 이와 같은 미세한 스트라이에이션이 형성되는 응력 조건에서는 결정방위 등 재료의 조직학적 영향이 파면형상에 크게 작용하고 있다고 여겨진다.

da/dN 가 $1.43 \times 10^{-7} \text{m/cycle}$ 인 곳에서 관찰되어진 SW 140nm, SH 14nm 정도의 스트라이에이션은 (c)에, da/dN 가 $2.43 \times 10^{-7} \text{m/cycle}$ 인 곳에서 관찰된 SW 210nm, SH 30nm 정도의 스트라이에이션은 (d)에 각각 나타내었다. 이 두 영역에서 측정된 스트라이에이션의 단면형태는 비교적 잘 발달한 연성 스트라이에이션이며, 제시한 AFM 상에서 볼 수 있듯이 석출물의 탈락에 의해서 형성된 흔적들이 명료하게 측정되는 경우도 있었다.

(e)는 da/dN 이 $2.73 \times 10^{-7} \text{m/cycle}$ 인 곳에서 관찰되어진 SW 241nm, SH 60nm 정도의 스트라이에이션의 AFM 상을 보여주고 있는데, 중앙부에 깊이 120nm 이상의 2차 균열이 스트라이에이션 사이에 존재하고 있다. 이러한 곳에서는 AFM 탐침의 영향으로 내부균열의 형상이 정확하게 측정되지 않았다고 여겨지지만 스트라이에이션 골에 비하여 현저히 깊게 나타날 뿐 아니라 인접하는 스트라이에이션이 골에서 분리되어진 듯이 나타나므로, 균열 존재여부의 확인은 가능하다.

(f)는 da/dN 가 $1.4 \times 10^{-6} \text{m/cycle}$ 인 곳에서 관찰되어진 SW 740nm, SH 180nm 정도의 스트라이에이션의 AFM 상이며, 규모가 상당히 큰 스트라이에이션의 산에 스택이 형성되어 있다. 이 스택을 슬립띠 또는 저응력비의 피로시에 상하 한 쌍의 파면이 서로 접촉함으로써 형성되는 상흔이라는 주장이 있으나 본 연구의 결과로도 어떤 결론에 도달할 수는 없었다.

(g)에는 위에서 언급한 AFM 상이 관찰된 동일한 파면의 SEM 사진을 보여주고 있는데 이 사진

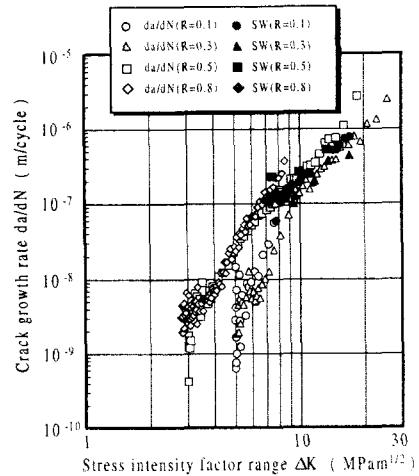


Fig. 5 Relationship between stress intensity factor range and crack growth rate, or striation width.

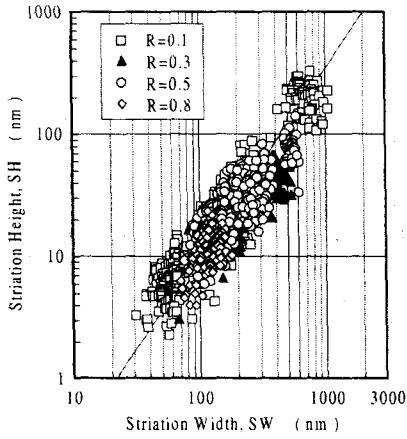
으로부터는 높이 데이터 뿐 아니라, 스트라이에이션의 폭조차 산출하기 어렵다. 이들의 비교로부터 고해상도의 3차원 형상 측정에 있어서는 AFM이 SEM이나 TEM보다 압도적으로 우수한 관찰수단임을 알 수 있다.

응력비 0.3 및 0.5의 조건에서 얻어진 피로파면에서 관찰된 스트라이에이션의 AFM 상에서도 공통적으로 석출물에 의한 단면 및 형상의 국부적인 변형은 인정되나 응력비 등에 의한 명확한 의존성은 인정되지 않았다.

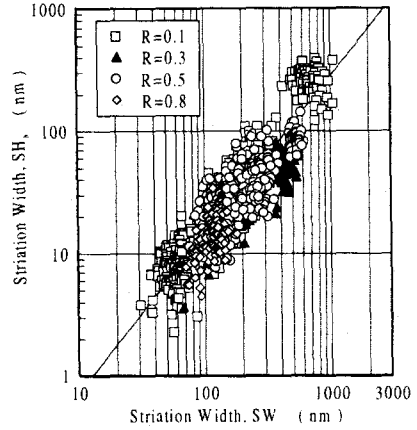
서로 다른 응력비에 의해서 얻어진 파면의 다양한 균열성장속도에 대응하는 위치에서 약 250곳의 스트라이에이션을 AFM으로 측정하여 그 단면 프로필로부터 SW, SH, SH_b 를 분석하였다.

Fig. 5은 피로균열전전속도 da/dN 과 응력확대계수범위 ΔK 사이의 관계와 AFM 상으로부터 구한 동일 플래토(plateau)에서의 평균 스트라이에이션 폭 SW를 병기한 것이다. 일반적으로 da/dN 는 10^{-7}m/cycle 정도 이상에서 성립한다고 알려져 있는 da/dN 과 SW와의 일치가 보다 저속도 영역인 $6 \times 10^{-8} \text{m/cycle}$ 정도에서 성립하는 것이 확인되었다.

Fig. 6(a), (b)에는 스트라이에이션의 단면프로필에서 얻어진 SH 및 SH_b 와 SW의 관계를 나타낸 것으로 로그-로그 그래프에서 SH 및 SH_b 가 SW에 대해 직선적으로 증가하는 관계가 명백하다. 두 그래프가 거의 같은 분포를 보이는 것은 미세

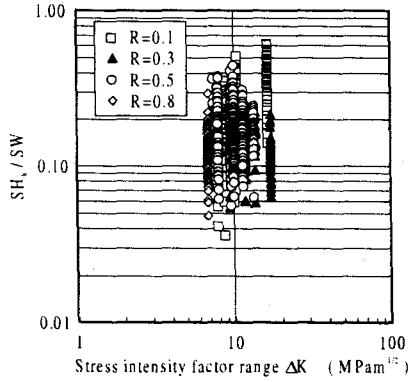


(a)

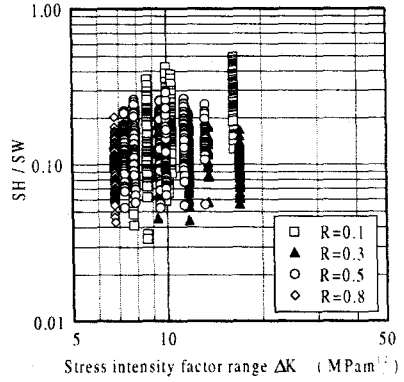


(b)

Fig. 6 Relationship between striation width and striation height.

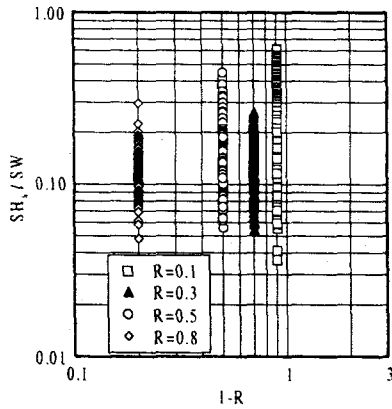


(a)

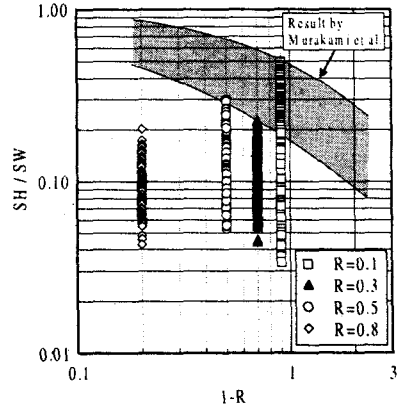


(b)

Fig. 7 Relationship between stress intensity factor range and ratio of the striation height to its width.



(a)



(b)

Fig. 8 Relationship between stress ratio, (1-R) and ratio of striation height to striation width.

한 값들을 로그-로그 그래프에 표현한 이유도 있겠으나 동일한 폭을 가지는 스트라이에이션의 높이가 최대 약 7배 정도의 차이를 보이고 있기 때문이다. 그래프에서 얻은 SH 및 SH_b와 SW의 관계는 다음 식으로 나타내어진다.

$$(a) \quad SH = 0.0423(SW)^{1.2} \quad (1)$$

$$(b) \quad SH_b = 0.0589(SW)^{1.2} \quad (2)$$

Fig. 7(a), (b)는 응력확대계수범위와 스트라이에이션 폭과 높이의 비, SH/SW 및 SH_b/SW와의 관계를 나타낸 것으로서 상호 의존관계는 인정되지 않았다.

Fig. 8(a), (b)는 스트라이에이션 단면형상의 응력비에 대한 의존성을 평가하기 위하여 SH/SW 및 SH_b/SW와 (1-R)의 관계를 구한 것이다. 또한 그래프 (a)에는 Murakami의 결과⁽⁴⁾도 병기하였는데 SH/SW 및 SH_b/SW가 어느 정도 변동폭은 있으나 재료에 관계없이 (1-R)에 의존한다는 이들의 결과는 본 연구 결과와 일치하지 않았다.

4. 결 론

프랙토그래피에 AFM을 응용할 목적으로 2017-T351알루미늄 합금에 형성된 피로 스트라이에이션을 AFM으로 관찰하여 그 형상과 높이를 분석함으로써 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) SEM과 같은 종래의 관찰수단으로는 불가능했던 폭이 약 40nm 정도의 미세한 스트라이에이션부터 1000nm 정도까지의 것을 측정할 수 있었으며, 이 영역에서 스트라이에이션 폭 SW는 거시적인 균열진전속도 da/dN과 거의 일치하였다.

(2) 스트라이에이션 높이 SH 및 SH_b와 폭 SW는 로그 그래프에서 직선적으로 표현되었으며, $SH=0.0423(SW)^{1.2}$, $SH_b=0.0589(SW)^{1.2}$ 의 관계식을 얻었다.

(3) 스트라이에이션의 폭에 대한 높이 비 SH/SW와 SH_b/SW는 응력비 R, (1-R) 및 응력확대계수범위 ΔK에 대하여 의존성이 인정되지 않았다.

(5) 프랙토그래피에 AFM을 응용함으로써 균열 성장기구를 고려할 때 필요한 고해상도의 3차원 정보를 얻을 수 있음을 분명히 했다.

참고문헌

- (1) Koterazawa, R., 1981, *Fractography and its application*, (in Japanese) Nikkan Kogyo Shinbunsha.
- (2) Laird, C., 1967, "The Influence of Metallurgical Structure on the Mechanisms of Fatigue Crack Propagation," *ASTM STP.*, Vol. 415, pp. 131~168.
- (3) McMillan, J. C. and Pelloux, R.M.N., 1967, "Fatigue Crack Propagation Under Program and Random Load," *ASTM STP*, Vol. 415, pp. 505~532.
- (4) Hurukawa, K., Murakami, Y. and Nishida, S., 1998, "A Method for Determining Stress Ratio of Fatigue Loading from The Width and Height of Striation," *Int. J. Fatigue.*, Vol. 20, pp. 509~516.
- (5) Sarid, D., 1991, *Oxford Series on Optical Science - Scanning Force Microscopy*, Oxford University Press.
- (6) Ching, S. and Wilson, R. J., 1991, "Surface Imaging by Scanning Tunneling Microscopy," in *Images of Materials.*, Edited by Wilson, D. B., Pelton, A. R. and Grosky, R., pp. 241~265.
- (7) Sriram, T. S., Fine, M. E. and Chung, Y. W., 1992, "The Application of Surface Science to Fatigue: The Role of Surface Chemistry and Surface Modification in fatigue Crack Initiation in Silver Single Crystals," *Acta Metall. Mater.*, Vol. 40, pp. 2769~2780.
- (8) Nakai, Y., Fukuhara, S. and Ohnishi, K., 1996, "Microscopic Observation of Fatigue Slip Bands and Fatigue Cracks by Scanning Atomic Force Microscopy," *Proc. 73rd JSME, Annual Meeting, II* (in Japanese), pp. 418~419.
- (9) Masuda, H., Nagashima, N. and Matsuoka, S., 1991, "In-Situ Observation on Metal Surface in Aqueous Solutions with an Electrochemical STM," *Trans. JSME, A-57* (in Japanese), pp. 2270~2277.
- (10) Komai, K., Minoshima, K. and Miyawaki, T., 1996, "In-Situ Observation of Stress Corrosion Cracking of High-Strength Aluminum Alloy by Scanning Atomic Force Microscopy and Influence of Vacuum," *Trans. JSME, A-62* (in Japanese), pp. 1827~1833.
- (11) Choi, S. J., Ishii, H. and Tohgo, K., 1996, "Nano-Scale Surface Observation of Cyclically Deformed Copper and Cu-Al Single Crystals," *APCF'S'96*, pp. 688~683.