

고온에서의 형상기억복합재료의 비파괴평가에 관한 연구

강동현* · 이진경** · 박영철*** · 구후택* · 이규창****

A Study on Nondestructive Evaluation of Shape Memory Alloy Composite at High Temperature

Jin-Kyung Lee, Young-Choul Park, Dong-Hyun Kang, Hoo-Taek Ku
and Kyu-Chang Lee

Key Words: compressive residual stress(압축잔류응력), shape memory effect(형상기억효과), pre-strain(예변형), shape memory alloy(형상기억합금), AE source location(위치추정)

Abstract

Tensile residual stress happen by difference of coefficients of thermal expansion between fiber and matrix is one of the serious problems in metal matrix composite(MMC). In this study, TiNi alloy fiber was used to solve the problem of the tensile residual stress as the reinforced material. TiNi alloy fiber improves the tensile strength of composite by occurring compressive residual stress in matrix using shape memory effect of it. Pre-strain was added to generate compressive residual stress inside TiNi/Al6061 shape memory alloy(SMA) composite. It was also evaluated the effect of compressive residual stress corresponding to pre-strains variation and volume fraction of TiNi alloy. AE technique was used to clarify the microscopic damage behavior at high temperature and the effect of pre-strain difference of TiNi/Al6061 SMA composite. In addition, two dimensional AE source location technique was applied to inspect the crack initiation and propagation in composite.

1. 서 론

일반적으로 금속복합재료(Metal Matrix Composite, MMC)^(1,2)는 강화재와 기지재 사이의 열팽창 계수의 차이에 의해 기지재 내에 발생하는 잔류응력의 문제로 인해 복합재료 전체의 강도가 저하되고 있다. 따라서 최근에는 복합재료의 강화재로써 형상기억합금을 사용한 지능형 복합재료에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다.

형상기억합금은 큰 변형을 가하여도 일정한 온도로 가열하면 원래의 형상으로 돌아가는 현상을

가진 합금이므로 이러한 특성을 잘 이용하면 복합재료내의 잔류응력의 문제를 해결할 수 있을 뿐만 아니라 고강도 복합재료개발을 위한 강화재로써 매우 유익한 재료라고 할 수 있다. 한편, TiNi 형상기억합금(shape memory alloy, SMA)⁽³⁻⁶⁾은 마르텐사이트 변태의 주된 특성을 가지고 있으며, 이러한 특성으로 인해 형상 회복성의 우수한 기능을 가진 재료이다. TiNi 형상기억합금을 강화재로 사용한 복합재료는 기존의 금속복합재료에 있어서 가장 큰 문제점으로 지적되었던 잔류응력에 의한 강도저하의 문제를 TiNi 형상기억합금의 형상기억효과를 이용하여 압축잔류응력을 유발시킴으로써 해결할 수 있다는 이점이 있다.

TiNi/Al6061 형상기억복합재료는 오스테나이트 상인 TiNi와이어를 Al기지내에 강화시킨 후 제조한 복합재료에 형상기억 시효 열처리를 행하고 급

* 동아대학교 대학원
** 동의대학교 기계공학과
*** 동아대학교 기계공학과
**** 산업과학연구원 신뢰성 평가센터

냉시키면 강화재인 TiNi는 마르텐사이트 상이 된다. 강화재가 마르텐사이트 상인 TiNi/Al6061 복합 재료에 인장 예변형(pre-strain)을 가하고 TiNi의 오스테나이트 변태 완료 온도인 A_r 점 이상(363K)으로 가열을 하면 TiNi의 형상기억효과에 의하여 TiNi와 이어는 원래의 길이로 수축되려 한다. 이러한 TiNi 와이어의 수축력은 Al기지 내에 압축 잔류응력을 발생시켜 복합재료의 인장강도가 향상된다.

본 연구에서는 TiNi/Al6061 형상기억복합재료를 제조하여 복합재료 내부에 잔류응력의 변화를 평가하기 위하여 예변형(pre-strain)을 1, 3%로 가하여 고온에서의 복합재료의 강도를 측정하였으며 또한 TiNi 합금의 체적율에 따른 복합재료의 강도 변화를 평가하였다. 특히 고온에서의 TiNi/Al6061형상기억합금 복합재료의 파손기구(failure mechanism) 및 예변형률에 따른 손상거동을 비파괴 평가 기술로 모니터링하기 위하여 재료가 하중을 받아 소성 변형을 일으키거나 균열이 발생, 성장할 때 발생하는 탄성파를 이용하여 균열발생, 성장과 같은 동적인 과정(Dynamic Process)을 연속적으로 온라인 모니터링 하는데 아주 유용한 음향방출(Acoustic Emission, AE) 기법⁽⁷⁻⁹⁾을 이용하여 규명하였다. 더불어 2차원 AE 위치추정(source location)기법^(10,11)을 이용하여 복합재료가 하중을 받아 재료 내부에 미소균열의 발생 및 성장과정을 평가하였다.

2. 재료 및 시험편

2.1 재료

본 연구에서는 Al6061과 500 μm 의 TiNi(Ti-50 at.%)와이어를 사용하여 TiNi/Al6061형상기억합금 시험편을 제조하였다. 먼저 최고 1000°C까지 온도 유지가 가능한 250톤 용량의 고온 프레스(hot press)⁽¹²⁾를 제작하여 시험편을 제조하였다. Fig. 1에서는 시험편 제조과정을 나타낸 것으로 기지재인 Al6061 사이에 TiNi 와이어를 일정한 간격으로 고정시킨 후 고온 프레스의 온도조건을 833K, 60MPa의 압력으로 고정하고 30분동안 가압하였다. 또한 Al6061 표면은 공기중에서 쉽게 산화되므로 아르곤 분위기에서 시험편을 제조하였으며 기지재인 Al6061의 강도를 증가시키기 위해 T6열처리를 실시하였다.

TiNi/Al6061 형상기억복합재료에 대하여는 공기 중에서 793K와 813K에서 1시간동안 용체화처리

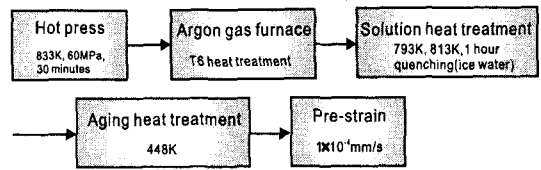


Fig. 1 Specimen manufacturing process

후 냉각수에 담금질을 실시하였으며, 시험편의 기계적 특성을 증가시키기 위하여 공기 중에서 448K로 시효처리를 실시하였다. 마지막 단계로, 상온에서 시험편에 $1 \times 10^{-4} \text{mm/s}$ 로 예변형을 가하였다. 이러한 방법에 의해 제작된 시험편에 예변형을 가하여 363K에서 인장시험을 실시하였다.

Fig. 2는 형상기억복합재료의 내부에 압축잔류응력을 발생시키기 위하여 본 연구에서 실시한 가공열처리 과정과 강화기구를 도식적으로 나타내었다. 그림에서 보여주는 바와 같이 Fig. 1의 방법으로 가공 제작한 TiNi/Al6061 형상기억합금 복합재료(A)를 TiNi 형상기억합금의 형상기억온도인 773K에서 30분간 가열처리하여 TiNi 섬유에 형상기억 열처리를 실시한 후, 빙수 냉각하여 TiNi 섬유를 마르텐사이트상으로 만들었다(B). 이와 같이 마르텐사이트상으로 된 TiNi 섬유는 마르텐사이트로 조직이 변태함에 따른 전위의 이동으로 대단히 연화되어 기지금속인 Al보다 더욱 낮은 강도를 갖게 된다.

이와 같이 열처리된 시료를 (C)단계에서 인장하중에 의하여 예변형을 가한다. 그러면 Al기지는 소성변형이 발생하지만 TiNi 섬유는 마르텐사이트상 그대로의 초탄성영역을 유지하게 된다.

그리고 예변형이 가해진 복합재료를 (D)단계에서와 같이 다시 A_r 온도 이상인 363K로 재가열하면 TiNi 섬유는 마르텐사이트상에서 오스테나이트상으로 역변태가 일어남으로써 (C)단계에서 가해진 초탄성영역에 해당되는 예변형은 형상기억효과에 의하여 수축되어 원래의 (B)상태로 되돌아간다. 이에 반하여 기지금속인 Al은 온도변화에 따라 변형이 일어나지 않으므로 구속을 받게 된다. 따라서 섬유 내부에는 인장응력이 발생하고, 기지내부에는 역으로 압축응력이 발생하게 된다.

Fig. 3는 Fig. 2의 제작과정을 통하여 제작한 TiNi/Al6061형상기억합금 복합재료의 인장시험편의 규격을 나타낸 것으로 TiNi 와이어를 10가닥 강화

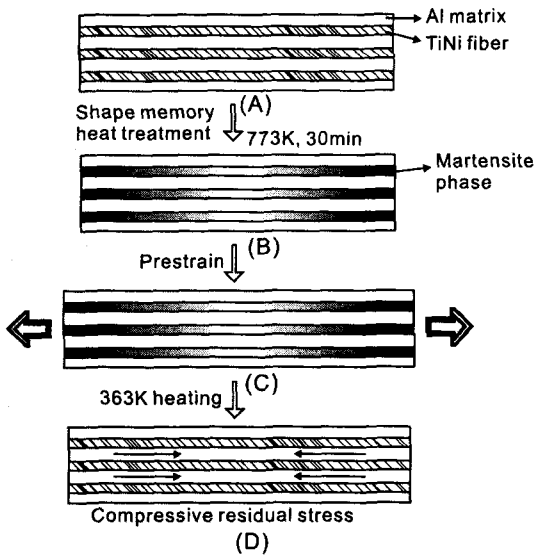


Fig. 2 Typical mechanism for shape memory effect in composite

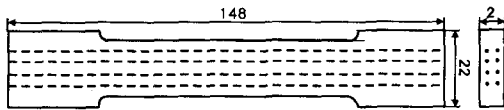


Fig. 3 Dimensions of specimen

하였다.

2.2 실험방법

본 연구에서는 AE 기법을 이용하여 TiNi/Al6061 형상기억합금의 고온 인장시험의 동적거동을 모니터링하기 위해 Fig. 3에 보여주는 바와 같이 TiNi/Al6061 형상기억합금 시험편에 대하여 인장시험기(SHIMADZU)에 노를 장착하여 시험편의 온도를 363K에서 30분간 유지한 후 1.0mm/min의 변형속도로 인장시험을 행하였다.

시험편에 하중이 가해지게 되면 시험편내의 미시적 손상거동 및 시험편 내에 균열이 발생함에 따라 탄성파가 발생하게 되며 발생된 탄성파는 AE 센서에 의해 감지된후 프리앰프(Preamp)에서 40dB 증폭된다. 증폭된 신호는 AE 본체(MISTRAS 2001)에서 AE 파라미터를 분석하여 컴퓨터에 저장된다. 그리고 고온의 노내 시험편에 광대역(wide band) AE 센서를 부착하여 고온에서의 TiNi/Al6061 형상

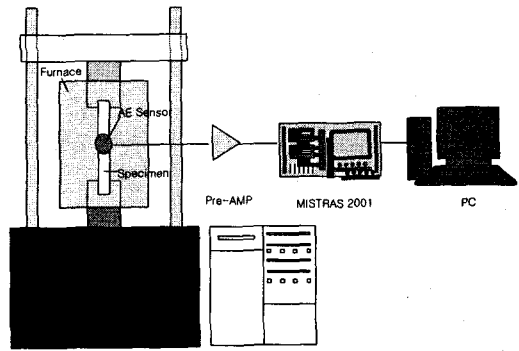


Fig. 4 Schematic diagram of experimental set-up

기억합금의 동적거동을 모니터링하였으며 주위의 잡음(noise)을 제거하기 위하여 문턱전압값(threshold level)은 45dB로 정하였다.

3. 실험결과

3.1 응력-변형을 곡선

본 연구에서는 고온에서 TiNi/Al6061 형상기억합금 복합재료의 강화재인 TiNi 합금과 Al기지재의 압축잔류응력의 영향을 평가하기 위하여 예변형을 각각 달리하여 실험을 실시하였다.

Fig. 5에서 보여주는 바와 같이 예변형을 전혀 받지 않은 시험편에서의 강도가 가장 낮게 나타났으며 예변형을 1, 3%로 증가함에 따라 인장강도가

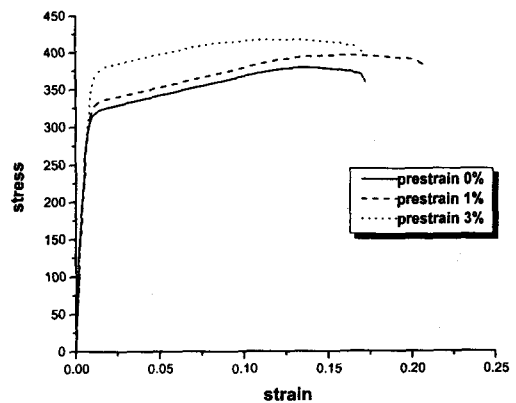


Fig. 5 Stress and strain curve corresponding to pre-strain variation

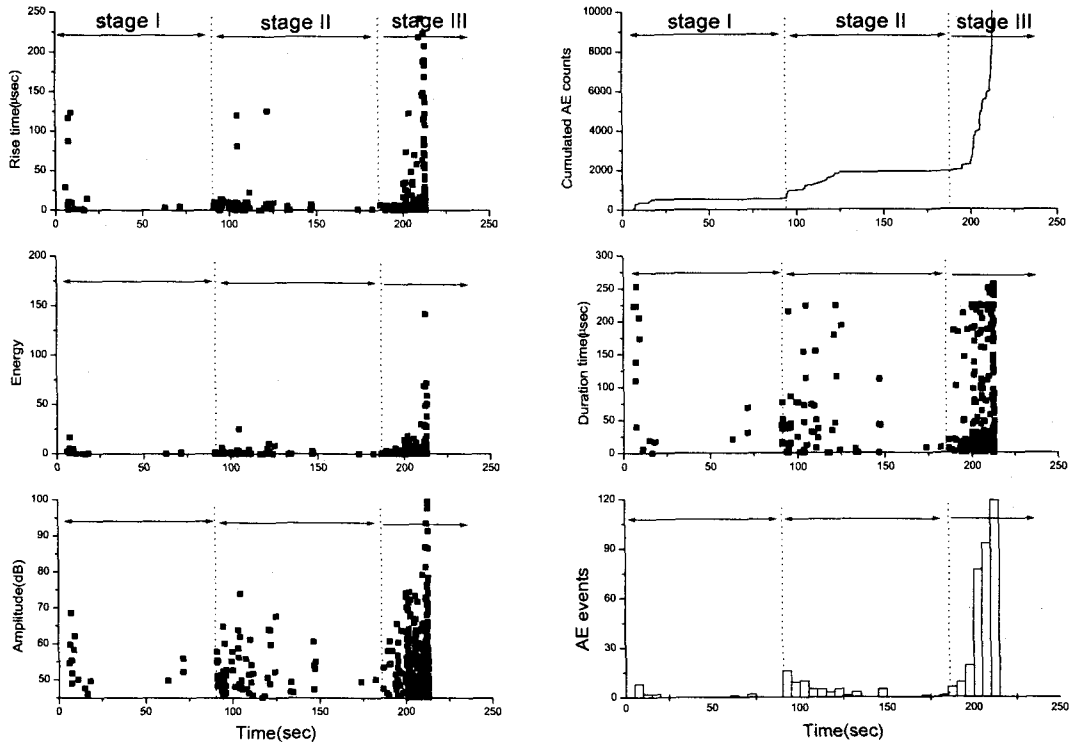


Fig. 6 AE parameters vs. time (pre-strain:1%)

점차적으로 증가함을 알 수 있다. 그러나 각 시험편에서의 Young's modulus(E)는 예변형률의 영향을 거의 받지 않음을 알 수 있다.

이와 같이 예변형률이 증가함에 따라 인장강도가 많이 증가하는 것은 앞에서 언급하였듯이 TiNi형 상기억합금의 열탄성 특성에 의하여 363K에서는 마르텐사이트상에서 오오스테나이트상으로 역변태가 일어나므로 변형이 없는 원래의 상태로 수축되지만 기지금속인 알루미늄은 363K에서도 예변형이 그대로 소성변형으로 잔류하게 되므로 TiNi와 Al 사이의 열팽창의 차이에 의해 복합재료내에서 압축잔류응력이 발생하게 된다.

따라서 예변형률을 증가시킬수록 TiNi/Al6061형 상기억합금 복합재료내에는 압축잔류응력이 증가하여 인장강도 역시 증가되어짐을 알 수 있다.

3.2 TiNi/Al6061 복합재료의 미시적 손상거동에 따른 AE 신호특성

본 연구에서는 TiNi 합금이 7%의 체적율을 차지하는 TiNi/Al6061 복합재료를 제작하여 고온에서

인장하중을 받았을 때 AE 기법을 이용하여 복합재료의 미시적 손상거동을 평가하고자 하였다.

Fig. 6은 TiNi 합금의 체적율이 7%인 TiNi/Al 6061 복합재료가 예변형률 1% 받을 때의 인장하중이 가하여 졌을 때 발생하는 AE 신호의 여러 인자들을 나타낸 것이다.

그림에서 보여주는 바와 같이 AE 신호의 카운터와 사상수의 발생경향에 따라 크게 3영역으로 나눌 수 있다. 먼저 하중초기에 AE 카운터와 사상수가 발생하여 하중이 증가하더라도 더 이상 카운터와 사상수가 거의 변하지 않는 I영역, 하중이 증가함에 따라 AE 카운터가 다시 단계적으로 증가하며 사상수 또한 다수 발생하는 II영역, 그리고 최대 파괴시점의 약 90% 지점부터 AE 카운터와 사상수가 급격히 발생하는 III영역으로 구분지을 수 있다.

먼저 하중초기, 즉 I영역에서는 하중이 가해짐에 따라 재료 내부의 국부적인 응력집중에 의해 AE 신호가 다수 발생하게 된다. 이때 발생하는 AE 신호는 그림에서 보여주는 바와 같이 상승시간이 50 μ s 이상의 신호, 진폭은 60dB 이상, 지속시간 역시

100 μ s 이상의 신호가 발생하게 된다. 그러나 하중이 점차적으로 증가함에 따라 극소수의 AE 신호가 재료 내부의 TiNi 합금과 기지재인 Al 사이의 계면분리에 의해 발생하게 되며, 하중이 가하여져 II 영역에 도달하게 되면 급격하게 계면분리 현상이 진행되어 다수의 AE 신호가 발생하게 된다.

이때 발생하는 AE 신호는 TiNi 합금과 Al 사이의 계면분리의 크기와 방향 등의 여러 인자에 의해 AE 파라미터의 여러 인자들도 광범위하게 분포하고 있음을 보여준다. 먼저 상승시간은 대부분 25 μ s 이하지만 100 μ s의 신호도 발생하며 에너지는 25 이하의 신호가 다수 발생하고 진폭 또한 70dB 이하의 신호가 대부분이다. 그리고 지속시간은 100 μ s 이상부터 230 μ s까지의 신호도 다수 발생하였다. 그러나 이 영역에서 하중이 점차적으로 가해지면 이러한 급격한 계면분리 현상은 감소하여 AE 신호는 거의 발생하지 않는다. 그리고 파단시점의 90% 지점, 즉 III영역에 도달하게 되면 복합재료의 급격한 소성변형과 더불어 복합재료 내부의 거시적 균열의 진전 및 TiNi 합금의 파단에 의해 AE 신호가 현저히 증가하게 된다.

III영역에서 발생하는 AE 신호의 AE인자들 중

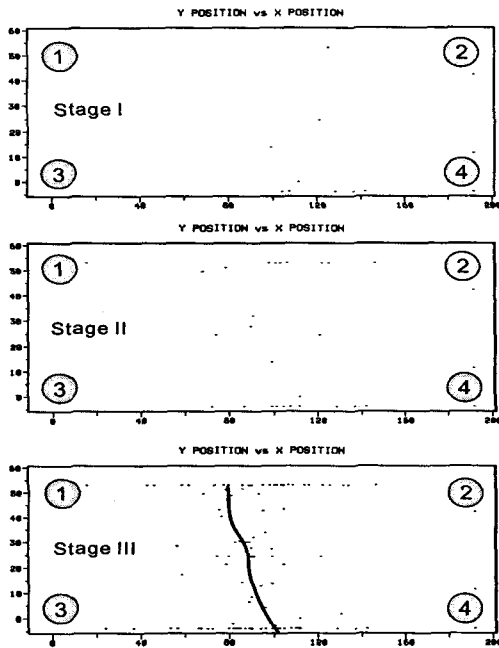


Fig. 7 The result of AE source location

상승시간은 복합재료의 거시적 균열이 발생함에 따라 150 μ s 이상의 신호가 발생하며 TiNi 합금의 파단에 의해서는 250 μ s까지의 신호가 발생한다. 그리고 에너지, 진폭 및 지속시간 또한 다른 영역에 비하여 현저히 높은 신호가 발생하고 특히 TiNi 합금이 파단될 때에는 두드러지게 높은 신호가 발생하게 된다.

3.3 2차원 AE 위치추정

본 연구에서는 TiNi/Al6061형상기억합금 복합재료내에 미소 균열이 발생, 성장하는 위치를 측정하기 위하여 4개의 AE 센서를 시험편의 한 쪽에 부착하여 2차원 AE 위치추정을 실시하였다.

2차원 AE 위치추정을 위하여 300 \times 90 \times 2(mm)으로 시험편을 제작하여 시험편 양쪽에 노치를 도입하였다. 그리고 각 센서간의 거리는 190 \times 50(mm)로 정하였다. 한편 Fig. 7에서 보여주는 바와 같이 하중초기인 stage I 영역에서는 복합재료 내부의 국부적인 응력집중에 의해 노치부분에서 AE 신호가 발생하고 있으며 하중이 점차적으로 증가하여 stage II에 도달하게 되면 강화재인 TiNi 합금과 Al 기지재 사이의 계면에서 계면분리에 의해 소수의 AE 신호가 계면분리가 발생하는 지점에서 발생하게 된다. 그리고 최종 파단시점인 stage III에 도달하게 되면 시험편에 거시적 균열이 발생함과 동시에 균열을 따라 다수의 AE 신호가 발생하게 된다. 따라서 AE 신호가 발생하는 위치를 측정함에 따라 복합재료 내부의 미시적 손상거동을 평가할 수 있으면 균열이 발생, 성장하는 시점 및 위치를 정확하게 측정할 수 있다.

4. 결론

본 연구에서는 AE기법을 이용하여 TiNi 합금의 체적율과 예변형에 따른 TiNi/Al6061 복합재료의 미시적 손상을 평가한 결과 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 7%의 TiNi 체적율을 가지는 TiNi/Al6061형상기억합금 복합재료에서 예변형율이 증가함에 따라 인장강도의 값은 증가하였으며 TiNi 체적율이 증가함에 따라 인장강도 및 Young's Modulus가 증가하였다.
2. AE 기법을 이용하여 TiNi/Al6061형상기억합금 복합재료의 미시적 손상을 평가한 AE 신호사상수

및 발생경향에 따라 크게 3 영역으로 나눌 수 있었으면 각 영역에서 발생하는 AE 신호의 파라미터를 이용하여 복합재료의 손상정도를 평가할 수 있었다.

3. 예변형율에 따라 발생하는 AE 신호를 평가한 결과 예변형을 받은 시험편에서의 AE 카운터 및 사상수와 예변형율 1, 3% 받은 시험편에서의 AE 카운터와 사상수의 발생경향이 상이하므로 AE 신호를 평가함으로써 예변형율의 유무 및 정도를 평가할 수 있다.

4. 2차원 AE 위치추정결과 하중이 증가함에 따라 복합재료 내부의 손상 위치 및 정도를 평가할 수 있었으며 특히 균열이 발생, 성장함에 따라서는 다수의 AE 신호가 균열을 따라 발생함으로써 2차원 AE 위치추정은 양호한 결과를 나타내었다.

참고문헌

1. Park BG, Crosky AG, Hellier AK, 2001, "Material characterization and mechanical properties of Al₂O₃-Al metal matrix composites," *J. of Materials Science*, Vol. 36, No. 10, pp. 2417~2426
2. Oguocha INA, Radjabi M, Yannacopoulos S., 2000, "The effect of cooling rate on the quench sensitivity of 2618 Al/Al₂O₃ MMC," *J. of Materials Science*, Vol. 35, No. 22, pp. 5629~5634
3. N. Kashiwagura, Y. Ohsawa, S. Iwata, J.-Y. Jin, H. Kamioka, 2000, "Ultrasonic Behavior of Ti_{0.49}-Ni_{0.51} Shape Memory Alloy between 0°C and 90°C," *Japanese Journal of Applied Physics Part 1-Regular Papers Short Notes & Review Papers*, Vol. 39, No. 5B, pp. 2928~2932
4. 김홍진, 2001, "형상기억입자 강화 복합체의 탄성계수 평가," 대한기계학회논문집A, 제25권 제1호, pp.25~31
5. Liu M, Zhang XM, Liu L, Li YY, Shelyakov AV, 2000, "In situ TEM observations of martensite-austenite transformations in a Ni₄₉Ti₃₆Hf₁₅ high temperature shape memory alloy," *J. of Materials Science Letters*, Vol. 19 No. 15, pp. 1383~1386
6. 구병춘, 1998, "미시역학적 접근에 의한 형상기억합금의 기계적 거동 모델링," 대한기계학회논문집A, 제22권 제6호, pp.1063~1072
7. 이진경, 이준현, 최홍석, 이민래, 2000, "Cocure/Precure 경화공정에 의해 제조된 Carbon/Epoxy 복합재료의 미시적 파손거동에 대한 AE 특성," 대한기계학회논문집A, 제24권 제10호, pp.2520~2528
8. Enoki M, Ohtake S, Kishi T., 2001, "Classification of micro-fracture process type in glass matrix composites by quantitative acoustic emission method," *Materials Transactions*, Vol. 42 No. 1, pp. 108~113
9. Fregonese M, Idrissi H, Mazille H, Renaud L, Cetre Y., 2001, "Monitoring pitting corrosion of AISI 316L austenitic stainless steel by acoustic emission technique: Choice of representative acoustic parameters," *J. of Materials Science*, Vol. 36 No. 3, pp. 557~563
10. 장경영, 김달중, 이원흠, 1998, "전파속도를 알 수 없는 재료에서의 AE 발생위치 온라인 측정" 대한기계학회논문집A, 제22권 제3호, pp. 688~694
11. Li ZJ, Li FM, Li XS, Yang WL, 2000, "P-wave arrival determination and AE characterization of concrete", *J. of Engineering Mechanics-ASCE*, Vol. 126 No. 2, pp. 194~200
12. Yano T, Budiyanto K, Yoshida K, Iseki T, 1998, "Fabrication of Silicon Carbide Fiber-Reinforced Silicon Carbide Composite by Hot-Pressing", *Fusion Engineering & Design*, Vol. 41, pp. 157~163