

《論 文》

기계적합금화된 분산형 Al-4Mg기 합금의 피로거동

편정우 · 조준식* · 권숙인 · 조윤성**

고려대학교, 금속공학과

*인스트론코리아(주)

**기아특수강(주) 금속기술연구소

The Fatigue Behavior of Mechanically Alloyed Al-4Mg Alloys Dispersed with Oxide Particles

J. W. Pyun, J. S. Cho*, S. I. Kwun and Y. S. Jo**

Department of Metallurgical Engineering, Korea University, Seoul

*Instron Korea, Ltd.

**Kia Special Steel Co., Ltd., R & D Center

ABSTRACT

The fatigue behaviors of mechanically alloyed Al-4Mg alloys dispersed with either Al_2O_3 or $MgAl_2O_4$ oxide particles were investigated. This study mainly concerned with the role of coherency of dispersed particles with the matrix on the fatigue behavior of the alloys. The $MgAl_2O_4$, which has a spinel structure with the lattice parameter of exactly the twice of Al showed the habit relation with the matrix.

The mechanically alloyed Al-4Mg alloys showed stable stress responses with fatigue cycles from start to failure regardless of strain amplitudes and of existence of dispersoids. The Al-4Mg alloy dispersed with $MgAl_2O_4$ showed not only the better static mechanical properties but also the better low cycle fatigue resistance than that with Al_2O_3 , i.e., much higher plastic strain energy dissipated to failure, at low strain amplitude. However, this alloy showed inferior fatigue resistance to that dispersed with Al_2O_3 or that without dispersion at high strain amplitude.

These results imply that $MgAl_2O_4$ may promote lowering the stacking fault energy of the alloy inherited from the coherency with the matrix so that dislocations shuttle back and forth on the same slip plane without cross slipping to other planes during fatigue at low strain amplitude resulting in long fatigue life.

1. 서 론

기계적 합금화란 목적조성의 혼합분말을 고에너지

ball mill안에 장입하여 회전시킴으로써 분말들끼리의 압접과 파괴를 반복시킴으로써 고체상태로 합금화를 시키는 방법을 말한다. 이렇게 제작된 재료는 일반적

으로 균질성을 가지며 결정립이 매우 미세하고 전위의 구조가 안정되며, 또한 금속산화물의 분산상을 쉽게 분포시킬 수 있다는 특징을 가지고 있다¹⁻⁶⁾. 이렇게 기계적합금화법에 의해 산화물을 분산시키면 실온강도가 높을 뿐만 아니라 고온강도에 특히 유용하게 이용될 수 있으며 실제로 많은 응용을 하고 있다. 그러나, 이러한 재료들의 피로거동에 대한 논문은 거의 찾아보기 힘든 실정이다.

기지와 정합을 이루는 석출물을 이용하여 강화효과를 얻는 재료들은 소성 변형시 전위의 이동에 의해 정합석출물이 전단되어 국부적인 소성을 야기시킴으로서 피로수명이 짧아진다는 것은 잘 알려진 사실이다⁷⁾. 이와 유사하게 분산상의 경우에도 계면성질이 고온성질이나 피로성질에 미치는 영향을 고려해 볼때 분산상의 기지와 정합성이 중요하리라는 점은 쉽게 추론할 수 있다.

본 연구에서는 정합성이 서로 다른 2가지 산화물을 각각 분산시켜 그들이 피로거동에 미치는 영향을 비교하였다. 즉, 한 가지는 Al-4Mg 기지와 부정합성을 갖는 Al_2O_3 를, 다른 한 가지는 Al 격자상수의 정확히 2배가 되며 spinel 구조를 갖고 있어 Al-4Mg 기지와 정합성을 이룰 수 있는 확률이 높은 $MgAl_2O_4$ 를 분산시켜 이들의 미세조직과 피로거동, 피로파괴까지의 발산 에너지, 그리고 전위와의 관계를 살펴보았다.

2. 실험 방법

기계적 합금화를 위해 장입한 각 분말들의 순도와 크기를 Table 1에 나타내었다. 이들의 분말을 목적조성에 맞도록 혼합한 후 공정제어제로 메탄올과 함께 Fig.1에 나타난 고에너지 ball mill에서 320rpm의 회전속도로 알곤 분위기 속에서 기계적 합금화를 행하였다. 이렇게 얻은 분말을 알루미늄 캔 속에 장입하여 3.8ton/cm²의 하중으로 냉각압축한 후 380°C, 10⁻⁴torr 하에서 12시간 탈가스 처리를 행하였다. 그런 후, 이것을 380°C에서 420ton 용량의 압출기를 이용하여

Table 1. Raw materials used in mechanical alloying

	Powder size	Purity
Al	-140/+200 mesh	99.6%
Mg	-40/+70 mesh	99.8%
$MgAl_2O_4$	8.22 μ m	99.9%
Al_2O_3	10.45 μ m	99.0%
PCA	CH ₃ OH	

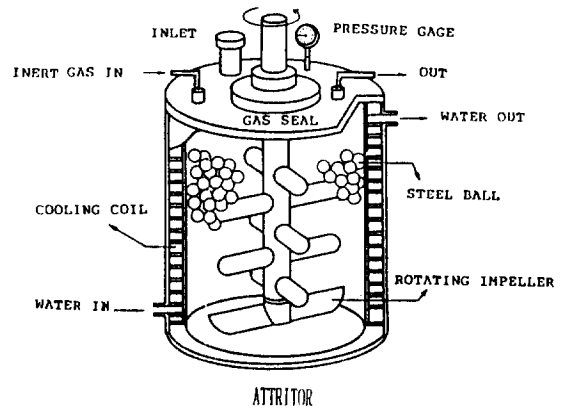


Fig.1. Schematic of high energy attritor ball mill

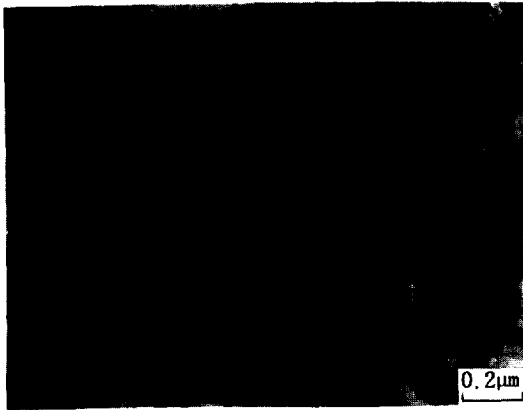
압출속도 10cm/sec의 속도로 압출하였다. 이때 압출비는 36 : 1로 행하였다. 시편의 명칭은 분산물상이 전혀 존재치 않는 Al-4Mg 합금을 A0, A0 합금에 Al_2O_3 를 3% 분산시킨 합금을 A3, A0 합금에 $MgAl_2O_4$ 를 3% 분산시킨 합금을 M3라 명명하였다.

저주기피로실험은 인스트론사의 만능시험기로 행하였으며, 이때 시편의 gage section에 extensometer를 부착시켜 $\Delta\epsilon/2=0.5\%$, 1.0%의 일정변형율하에서 변형을 제어로서 하였으며 일정한 변형속도를 주기 위하여 파형은 삼각파형을 사용하였다. 이때 hysteresis loop의 변형과정을 X-Y recoder로 추적해 나갔다.

3. 실험결과 및 고찰

3. 1. 압출재료의 미세조직

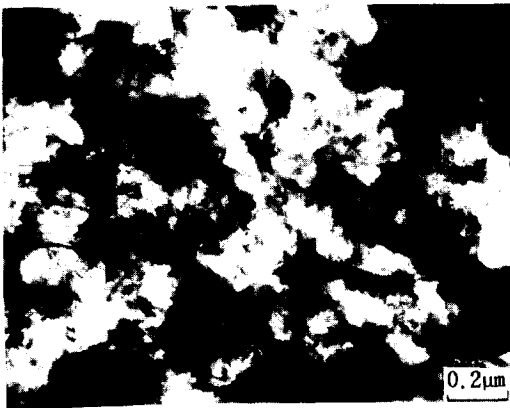
2시간동안 milling을 행하면 기계적합금화가 완전히



(a)



(b)



(c)

Fig. 2. TEM micrographs of as extruded mechanically alloyed alloys
a) A0, b) A3, c) M3

일어났음을 X-선 회절분석과 EDS방법으로 확인된 것은 이미 보고된 바 있다⁴⁾. 기계적합금화가 끝난 분말들을 압출한 재료의 미세조직이 Fig.2에 나타나 있다. 열간압출을 하였음에도 불구하고 기계적합금화의 장점으로 주목받고 있는 입자미세화와 전위조직의 안정화가 여전히 남아 있음을 알 수 있다. 결정립의 크기는 A0의 경우 약 0.3 μm 정도로 매우 미세하였으며, 분산상이 있는 경우에는 결정립이 더욱 미세해져 A3의 경우에는 약 0.20 μm , M3의 경우에는 약 0.15 μm 정도가 되었다. 이렇게 같은 양의 분산물을 분산시켰을 때 MgAl_2O_4 가 Al_2O_3 보다 결정립의 크기를 더 미세하게 만드는 이유는 분명치 않으나 TEM으로 미세조직을 자세히 관찰한 결과 MgAl_2O_4 가 보다 미세하게 분포하고 있음을 발견하였다. 따라서 보다 미세한 입자들의 분포가 열간압출시 결정립의 성장을 보다 효과적으로 억제하는 것으로 사료된다.

또한 MgAl_2O_4 와 기지와의 정합관계를 SADP를 통해 확인한 결과 뚜렷한 정합성은 발견치 못하였으나 이들 계면사이에 habit관계가 존재하는 것은 확인할 수 있었다(Fig.3).

3. 2. 압출재료의 기계적 성질

Table 2에 기계적합금화된 분말들을 압출한 후의 기계적 성질을 나타내었다. 분산물로 Al_2O_3 를 첨가한

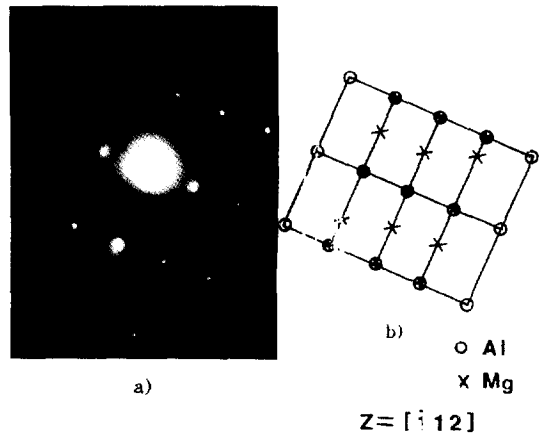


Fig. 3. Habit relations of MgAl_2O_4 particles and Al-4Mg matrix
a) SADP, b) analysis of SADP

Table 2. Mechanical properties of as extruded alloys

	As Extruded				
	Y.S MPa	UTS MPa	Elongation %	HRB	density
A0	600	662	4.2	80	2.63
A3	607	672	4.0	85	2.65
M3	617	699	4.3	88	2.65

A3의 경우보다 MgAl₂O₄를 첨가한 M3의 경우가 인장강도의 증가폭도 컸으며 연신율도 분산물을 첨가하지 않은 A0에 비해 떨어지지 않는 것을 알 수 있다. 즉 MgAl₂O₄의 첨가가 연신율의 희생없이 정적 기계적 성질을 증진시키는데 Al₂O₃보다 더욱 효과적인 것을 말해주고 있다. MgAl₂O₄의 첨가가 Al₂O₃보다 더욱 효과적으로 강도를 증진시키는 이유는 MgAl₂O₄ 입자들이 Al₂O₃보다 미세하게 분포할 뿐 아니라 기지와 정합성으로 인해 전위의 이동을 보다 어렵게 하기 때문으로 사료된다. 즉 입자들이 기지와 정합성을 이룰 경우 전위들은 교차슬립이 어려워져 외부의 열적에너지(열간압출)에도 어닐링 저항성이 커져 높은 전위밀도를 여전히 유지하게 된다.

기계적합금화 방법으로 제조된 재료와 일반적인 잉고트 방법으로 분산강화 제조된 금속기지 복합재료와의 기계적 성질의 비교를 Table 3에 나타내었다. 기계적합금화로 제조된 합금이 일반적인 방법으로 제조된 합금에 비해 분산물이 없을 경우 앞에서 언급한 바와 같이 기계적합금화 도중 도입된 높은 전위밀도로 인해 연신율은 많이 저하되었으나 인장강도는 무려 180MPa나 증가하였으며 특히 MgAl₂O₄를 3% 분산시킨 M3의 경우에는 일반적인 방법으로 Al₂O₃를 20%나 분산시킨 합금보다 연신율도 약 4배이면서 인장강도도 약

Table 3. Tensile properties of metal matrix composite (Duralcan)¹⁰⁾.

	Y.S (MPa)	UTS (MPa)	Elongation (%)
2014-0% Al ₂ O ₃	414	482	13.0
2014-10% Al ₂ O ₃	482	517	3.3
2014-15% Al ₂ O ₃	475	502	2.3
2014-20% Al ₂ O ₃	482	502	0.9

200MPa나 더 높은 것을 볼 수 있다.

3. 3. 저주기 피로거동

Fig.4는 기계적합금화된 합금들의 저주기 피로거동을 보여주고 있다. 0.5%의 작은 변형을 진폭에서와 1.0%의 큰 변형을 진폭에서 모두 그리고 분산물의 존재여부에 관계없이 피로사이클이 지나감에 따라 반복경화나 반복연화없이 첫 사이클부터 피로파괴시까지

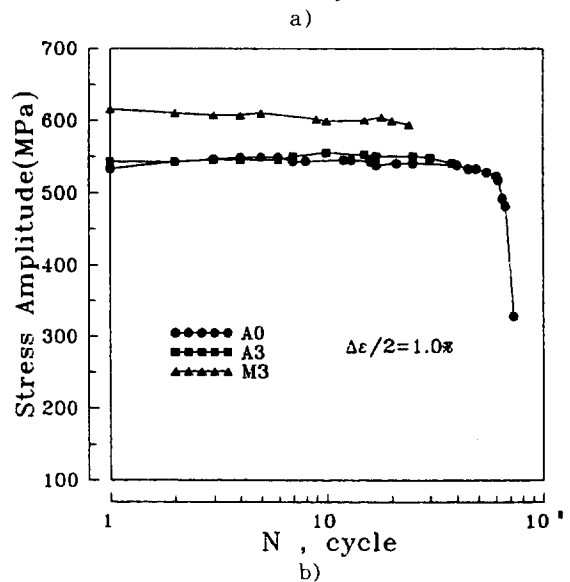
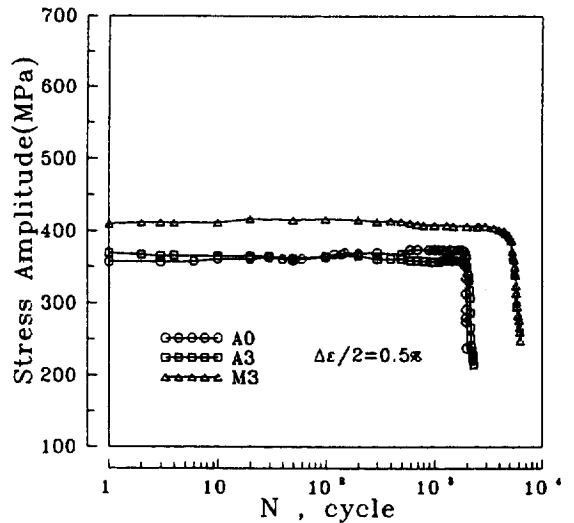


Fig.4. Stress responses of mechanically alloyed alloys at constant strain amplitudes
a) $\Delta\epsilon/2=0.5\%$, b) $\Delta\epsilon/2=1.0\%$

반응용력이 거의 변하지 않는 안정된 반응을 보였다. 재료에 미세한 산화물이 분산되어 있거나 전위가 전달할 수 없는 조대한 석출물이 분산된 경우에는 대부분 피로사이클이 지남에 따라 반응용력이 점차 커지는 반복경화현상이 나타난다^{8,9)}. 이는 피로도중 분산물이 전위이동에 방해작용을 하여 피로사이클이 진행됨에 따라 전위루프나 전위 debris 등의 전위밀도가 증가하게 되어 전위이동에 보다 높은 용력이 필요되기 때문이다. 또한 템퍼링된 마르텐사이트나 냉간가공을 행하여 피로전에 높은 전위밀도를 갖는 금속재료는 피로도중 반대부호들의 전위들이 서로 상쇄되거나 보다 안정된 전위구조인 전위셀을 형성하여 전위밀도를 낮추면서 반복연화를 한다는 것은 잘 알려진 사실이다. 그러나 본 연구에서의 기계적합금화에 의해 제조된 합금들은 높은 전위밀도를 갖고 있으면서 미세한 산화물들이 분산된 합금이다. 이러한 합금들이 반복경화를 보이지 않고 안정된 반응을 보이는 것은 기계적합금화에 의해 도입된 전위밀도가 원체 높은데다가 분산물이 미세하게 분포되어 전위의 피로도중 평균자유행정거리가 짧아 전위들끼리 상호작용할 기회가 적어 전위밀도에 영향을 미치지 못하기 때문으로 사료된다. 이러한 고찰은 Fig.5에서 볼 수 있듯이 피로후의 전위밀도가 피로전에 비해 많은 변화가 없음을 바탕으로 할 수 있다.

3. 4. 피로 소성변형을 에너지

재료의 기계적 성질을 평가할때 항복 또는 인장강도와 연신율을 동시에 고찰한다. 즉 인성을 평가한다. 인성이라는 것은 파괴될 때까지 재료가 발산할 수 있는 소성변형을 에너지를 말하며 대체로 강도가 높은 재료들이 낮은 인성을 나타내는 경향이 있다. 이와 유사한 개념을 피로에 도입하여 매 사이클에 재료가 발산하는 소성변형을 에너지는

$$\Delta W = \phi \sigma d \epsilon_p \dots \dots \dots (1)$$

라 할 수 있으며 이러한 소성변형을 에너지가 파괴까지 발산하는 총량은

$$W_f = A(2N_f)^a \dots \dots \dots (2)$$

이 된다. 여기서 A와 a는 재료의 저주기 피로거동을

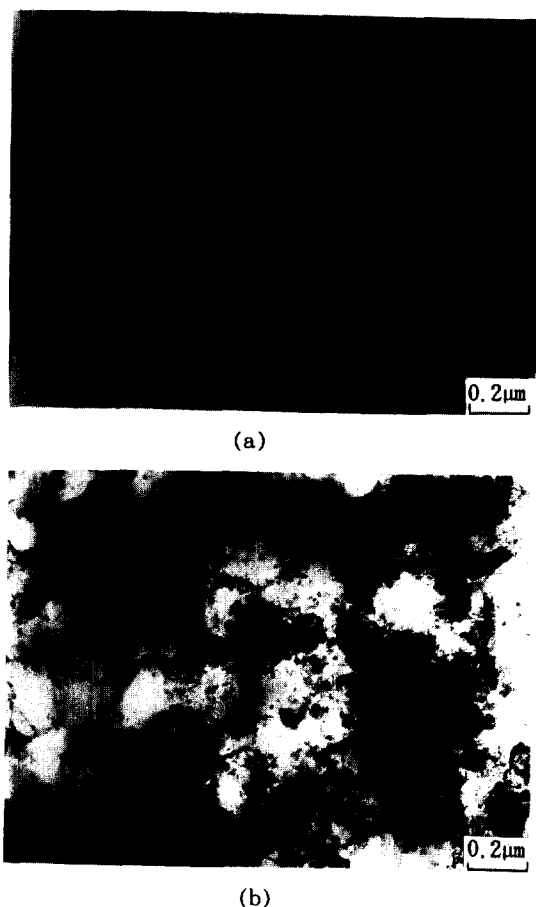


Fig.5. TEM micrographs of A0 and M3 after fatigue
a) A0, b) M3

규명하는 변수들이고 N_f 는 파괴까지의 사이클을 말한다¹⁰⁾. 즉 W_f 값은 피로시 파괴까지 견딜 수 있는 재료의 인성이라 할 수 있다. 매 사이클마다 발산하는 소성변형을 에너지(식(1))는 피로시 hysteresis루프의 면적을 말하므로 이 면적을 파괴까지 추적하여 총합을 구하면 W_f 를 구할 수 있으며 그 결과를 Table 4에 나타내었다. 0.5%의 변형율하에서는 분산물의 존재여부가 총 소성변형 에너지의 크기에 별로 영향을 미치지 못하지만 1.0%의 변형율하에서는 분산물이 존재하면 총 소성변형 에너지가 매우 많이 감소함을 알 수 있다. 이는 분산물이 존재하는 경우 강도가 높을 뿐 아니라 분산물들 사이의 간격이 작아 전위의 이동에

의한 변형율을 소화하기 어렵기 때문이라 생각한다. 그러나 본 실험에서의 기계적합금화된 합금들의 총 소성변형율 에너지의 크기($\sim 10^8$ J/m³)를 고장력 알루미늄합금인 7050Al의 크기($\sim 10^6$ J/m³)⁹⁾와 비교해 볼때 약 100배 가량의 높은 총 소성변형율 에너지를 발산할 수 있는 능력이 있음을 알 수 있다.

Table 4. Total cyclic plastic strain energy dissipated to failure

designation	total energy(J/m ³)	
	$\Delta\epsilon_t/2=0.5\%$	$\Delta\epsilon_t/2=1.0\%$
A0	2.42×10^8	7.48×10^8
A3	3.06×10^8	2.67×10^8
M3	3.44×10^8	1.83×10^8

4. 결 론

Al-4Mg를 기지로 하고 Al₂O₃와 MgAl₂O₄를 기계적합금화 방법으로 분산시킨 후 압출한 재료의 저주기 피로성질을 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 정적 인장강도를 증진시키는데는 MgAl₂O₄가 Al₂O₃보다 훨씬 효과적이다.
2. 분산물의 종류에 관계없이 그리고 제어변형율 크기에 관계없이 사이클수에 따라 파괴까지 일정한 반복용력을 나타낸다.
3. MgAl₂O₄를 분산시킨 합금(M3)이 Al₂O₃를 분산시킨 합금(A3)보다 작은 변형율하에서는 피로저항성이 더 크지만 높은 변형율하에서는 오히려 피로 저항성이 낮다.
4. 파괴까지 피로도중에 발산하는 소성변형율에너지는 기계적합금화 방법으로 제조된 합금이 잉고트 방법으로 제조된 합금보다 크다.

후 기

본 연구는 고려대학교 교내 연구비로 수행된 일부이며 연구비 지원에 감사드립니다.

참 고 문 헌

1. J. S. Benjamin : Sci. Am., 1976, Vol. 234, no. 5, p40
2. W. E. Quist, G. H. Narayanan and A. L. Wingert : Aluminum-Lithium Alloy II, E. A. Starke, Jr. and T. H. Sander, Jr., eds, TMS-AIME, 1984, p313
3. D. L. Erich and S. J. Donachie : Metal Prog., 1982, Vol. 2, p22
4. 조준식, 권숙인 : 대한금속학회지, 1992, 30권, p648
5. Joon Sic Cho and S. I. Kwun : Scripta Met., 1992, Vol. 27, p789
6. Joon Sic Cho and S. I. Kwun : Scripta Met., 1992, Vol. 27, p1813
7. A. Gysler, R. Crooks and E. A. Starke, Jr., Aluminum-Lithium Alloy, T. H. Sanders, Jr. and E. A. Starke, Jr., eds., AIME, 1981, p69
8. 조준식, 권숙인, 신명철 : 대한금속학회지, 1989, Vol. 27, p463
9. C. Laird, V. J. Langelo, M. Jollrah and R. De La Veux : Mat. Sci. & Eng., 1978, Vol. 32, p137
10. British Alcan Technical Report(1990)
11. G. R. Halford : J. Mater., 1966, Vol. 1, p3