

원자력 현미경(AFM)에 의한 알루미늄 합금의 피로 스트라이에이션 관찰

최성종* · 권재도** · Hitoshi ISHII***

(1999년 6월 22일 접수)

The Observation of Fatigue Striations for Aluminum Alloy by Atomic Force Microscope(AFM)

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

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

Abstract

Scanning Probe Microscope (SPM) such as Scanning Tunneling Microscope (STM) and Atomic Force Microscope (AFM) was shown to be the powerful tool for nano-scale characterization of a fracture surface. AFM was used to study cross sectional profiles and dimensions of fatigue striations in 2017-T351 aluminum alloy. Their widths (SW) and heights (SH) 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=0.085(SW)^{1.2} was obtained. (3) The ratio of the striation height to its width SH/SW did not depend on the stress intensity factor range ΔK and the stress ratio R. (4) Not only the SW but also the SH changed linearly with the crack tip opening displacement (CTOD) when plotted in log-log scale. From these results, the applicability of the AFM to nano-fractography is discussed.

1. 서론

기계구조물의 파면에는 파괴의 원인과 파괴의 메커니즘을 보여주는 특징적인 모양이 남아있으며, 파면에서 이러한 특징적인 모양을 관찰하여 해석하는 프랙토그래피(fractography)가 루틴법으로서 확립되어져 있다.⁽¹⁾ 한편, 실제로 발생하는 파괴의 대부분이 금속피로에 기인하고 있기 때문

에 파괴역학과의 관련 등 정량적인 해석을 포함한 피로파면의 프랙토그래피에 관한 많은 검토가 이루어져 왔다.

전형적인 피로파면의 특징적인 형태로서 잘 알려진 스트라이에이션(striation)은 각 사이클에서의 반복변형에 대응하는 점, 그 간격은 거시적인 균열성장속도 da/dN와 일치하는 점 등이 알려져 있으며 많은 형성기구가 제안되고 있다.^(2,3) 또 스트라이에이션 관찰을 근거로 하여 파괴까지의 반복 변형횟수와 실동하중의 추정 등이 시도되어지고 있으며, 스트라이에이션의 높이와 폭의 비로부터 재료의 종류와는 무관하게 응력비가 추정 가능하다는 보고⁽⁴⁾도 있다. 그러나 위와 같은 파면관찰 수단으로 주사형 전자 현미경(Scanning Electron Microscope : SEM), 또는 투과형 전자 현미경

* 영남대학교 공업기술연구소

** 회원, 영남대학교 기계공학부

E-mail : jdkwon@ynucc.yeungnam.ac.kr

TEL : (053)810-2462 FAX : (053)813-3703

*** 시즈오카대학교 기계공학과

(Transmission Electron Microscope : TEM)을 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 주사형 터널링현미경(Scanning Tunneling Microscope : STM)이나 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 피로슬립퍼 및 균열의 발생,^(7,8) 부식피로 피트의 발생 및 성장과정,⁽⁹⁾ 응력부식 균열(Stress Corrosion Crack : SCC)진전과정⁽¹⁰⁾ 등의 관찰이 보고되고 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, 얻어진 새로운 정보를 토대로 SPM의 나노 프랙토그래피(nano-fractography)에의 유용성을 확인하고자 하였다.

2. 실험 방법

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

한 것이며 스캐너는 주사 범위가 Z축 약 1.5 μm, X-Y축 20 μm×20 μm의 튜브형 압전소자를 사용하였다. 관찰에 사용한 캔틸레버는 DFM(Dynamic Force Microscope)모드용 SI-DF20이며 흡착막, 산화막 등과 같이 파면에 존재하는 불안정 요소를 극복할 수 있는 CC모드(Cyclic-Contact Mode)로

Table 1 Mechanical properties of material

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

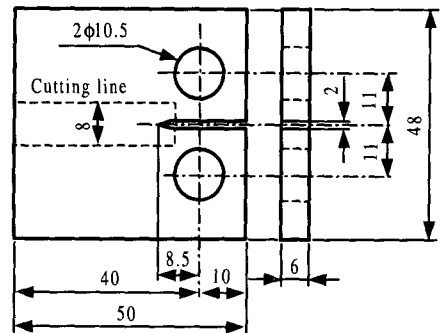
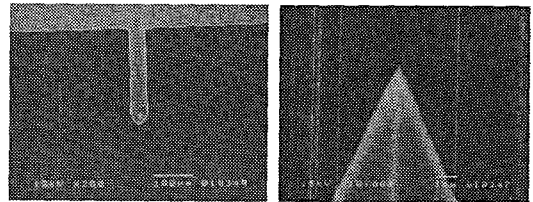


Fig. 1 Shape and dimensions of CT specimen



(a) Cantilever of DFM (b) Higher-Magnification view of tip

Fig. 2 SEM micrographs of DFM cantilever (Si-DF 20) used for AFM imaging

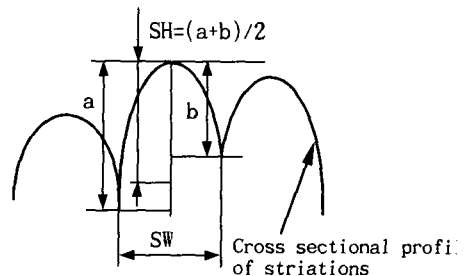


Fig. 3 Definition of striation width and height

측정하였다. 측정에 있어서는 스캐너의 주사범위가 허용하는 한, 균열진전 방향으로 뿐만 아니라 시험편 두께방향을 따라 연속적으로 측정하였다. 화상처리 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.

Fig. 2에 SI-DF20의 탐침부 SEM 사진을 나타내었다. 균열 선단으로부터 AFM 관찰 장소까지의 거리는 정도 0.01mm의 이동식 광학현미경으로 측정하여 응력확대계수범위 ΔK 의 산출에 이용하였다.

얻어진 AFM 데이터는 기본적으로 경사보정과 Z축을 강조하는 화상처리를 하였지만 경사보정에 의하여 형상이 현저히 변화할 경우에는 보정 없이 데이터를 분석하였다. 연속측정으로 얻어진 AFM 상의 수직단면 프로필에서 스트라이에이션의 폭(SW) 및 높이(SH)를 측정하였으며, Fig. 3에 나타낸 것과 같이 높이는 좌우 값의 평균치를, 폭은 골과 골의 투영길이를 채택하였다. 또한 각 AFM 상에서 5~10개의 스트라이에이션에 대하여 평균 SW 및 SH 값을 구하고 이것을 하나의 데이터로서 취급하였다.

3. 실험 결과 및 고찰

Fig. 4에 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 시사하고 있다고 사료되어진다.

$R=0.1$ 에서 관찰되어진 가장 대표적인 AFM 상 및 단면형상을 Fig. 5의 (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 9.1×10^{-8} 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 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 스텝들이 관찰되는 곳도 있었다. 강한 방향성을 가진 서로 다른 두 방향의 스텝이 공존하는 이러한 스텝의 형상들은 단결정에서 관찰되어지는 슬립⁽¹¹⁾과 매우 유사하다. 위와 같은 사실로부터 이와 같은 미세한 스트라이에이션이 형성되는 응력조건에서는 결정방위 등 재료의 조직학적 영향도 파면형성에 크게 작용하고 있다고 여겨진다.

da/dN 가 1.43×10^{-7} m/cycle인 곳에서 관찰되어진 SW 140nm, SH 14nm 정도의 스트라이에이션은 (c)에, da/dN 가 2.43×10^{-7} m/cycle인 곳에서 관찰된 SW 210nm, SH 30nm 정도의 스트라이에이션은 (d)에 각각 나타내었다. 이 두 영역에서 측정된 스트라이에이션의 단면형태는 비교적 잘 발달한

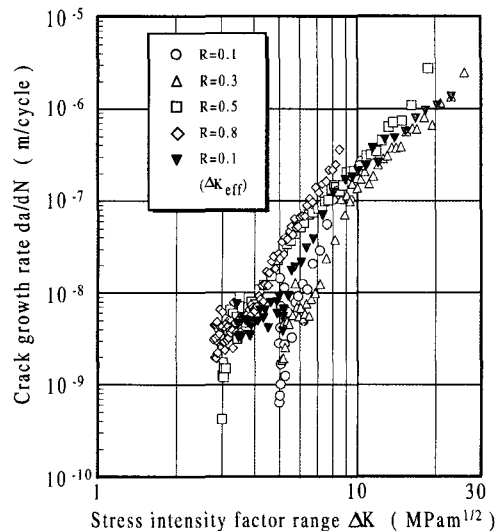


Fig. 4 Relationship between stress intensity factor range and crack growth rate

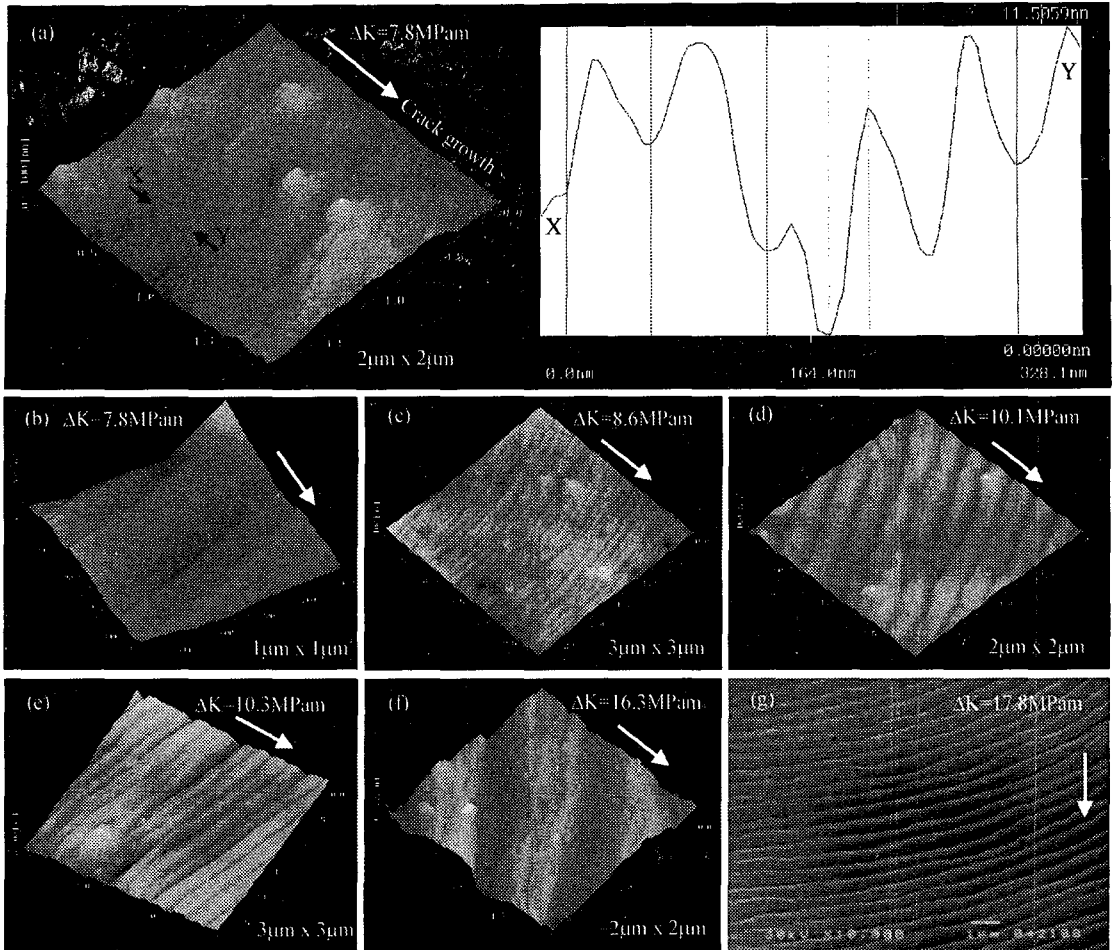


Fig. 5 AFM images and cross-sectional profile along the line X-Y, and micromorphology of fatigue fracture surface under stress ratio R=0.1 for 2017-T351 aluminum alloy

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 균열이라고도 불리워지는 내부균열이 스트라이에이션 사이에 존재하고 있다. 이러한 곳에서는 AFM 탐침의 영향으로 내부균열의 형상이 정확하게 측정되지 않았다고 여겨지지만 스트라이에이션 골(valley)에 비하여 깊이가 현저히 깊게 나타날 뿐 아니라 인접하는 스트라이에이션이 골에서 분리되어진 듯이 나타나므로 그 존재여부의 확인은 가능하다.

(f)는 da/dN 가 $1.4 \times 10^{-6} \text{m/cycle}$ 인 곳에서 관찰되

어진 SW 740nm, SH 180nm 정도의 스트라이에이션의 AFM 상이며, 규모가 상당히 큰 스트라이에이션의 산에 스텝이 형성되어 있다. 이 스텝을 슬립띠 또는 저응력비의 피로시에 상하 한 쌍의 파면이 서로 접촉함으로써 형성되는 상흔이라는 주장이 있으나 본 연구의 결과로도 어떤 결론에도달할 수는 없었다.

(g)에는 위에서 언급한 AFM 상이 관찰된 동일한 파면의 SEM 사진을 보여주고 있는데 이 사진으로부터는 높이 데이터 뿐 아니라, 음영에 드리워진 부분의 영향으로 스트라이에이션의 폭조차 산출하기 어렵다. 이들의 비교로부터 고해상도의 3차원 형상 측정에 있어서는 AFM이 SEM이나 TEM보다 압도적으로 우수한 관찰수단임을 알 수 있다.

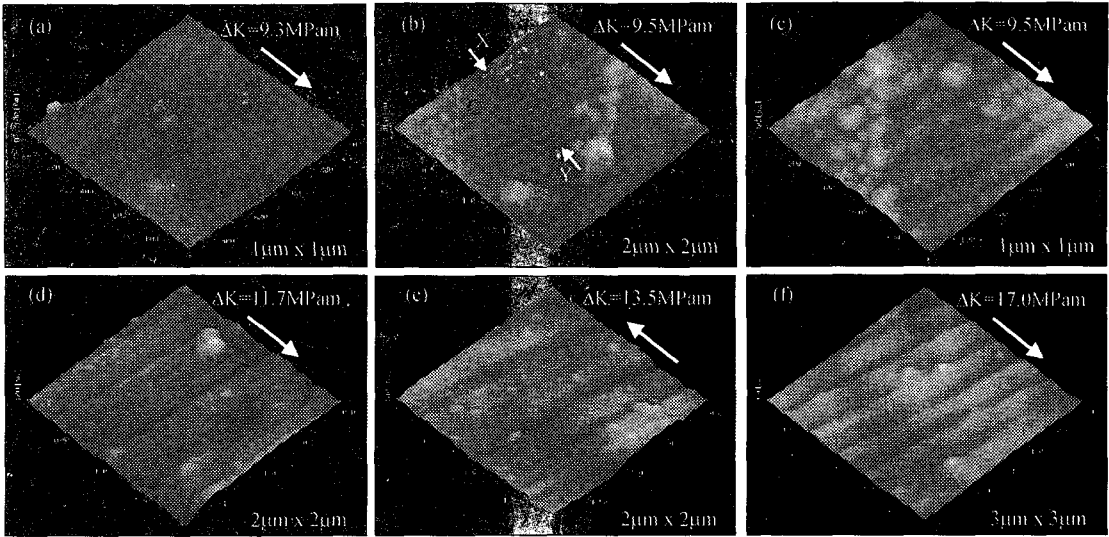


Fig. 6 AFM images of fatigue fracture surface under stress ratio R=0.3 for 2017-T351 aluminum alloy. White arrow indicates the direction of crack growth

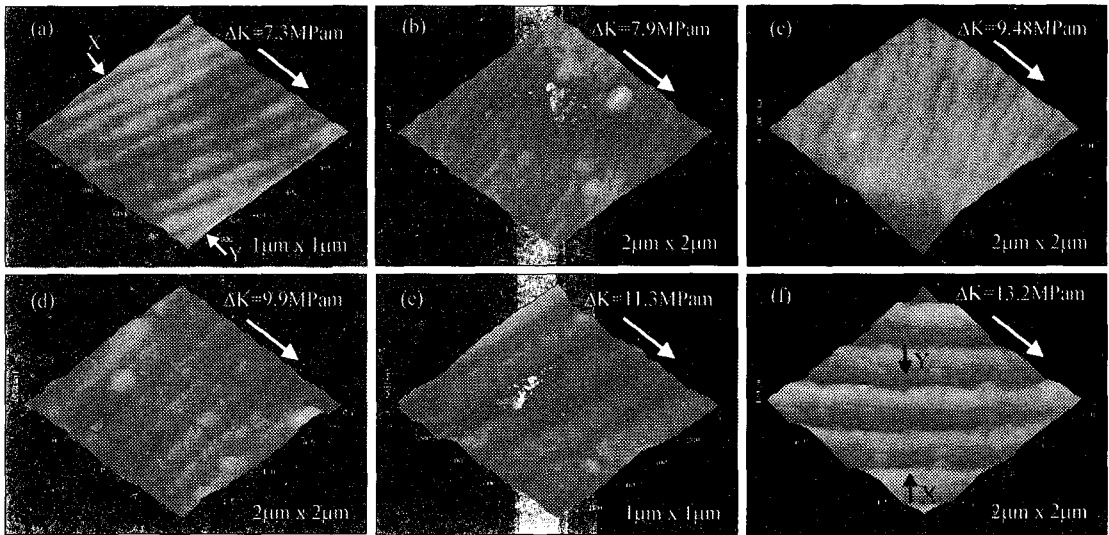


Fig. 7 AFM images of fatigue fracture surface under stress ratio R=0.5 for 2017-T351 aluminum alloy. White arrow indicates the direction of crack growth

Fig. 6과 Fig. 7에 응력비 0.3 및 0.5의 조건에서 얻어진 피로파면에서 관찰된 대표적인 스트라이에이션의 AFM 상을 나타내었다. 공통적으로 석출물에 의한 스트라이에이션의 단면 및 형상의 국부적인 변형은 인정되나 후술하겠지만 응력비 등에 의한 명확한 의존성은 인정되지 않았다.

한편, Fig. 5(a)의 단면형상과 같이 AFM에 있어서는 일반적으로 높이 방향의 정보를 강조하여 표시 하고있으나 스트라이에이션 단면 형상의 비

교를 쉽게 하기 위하여 실제 스케일로 표시한 것이 Fig. 8이며, 여기에 나타낸 단면은 Fig. 5, Fig. 6 및 Fig. 7에 각각 표시한 X-Y 단면의 실제 형상이다. Fig. 4에서도 언급한 것과 같이 ΔK_{eff} 선 하부에 정리되어지는 저응력비의 피로에 있어서 균열단합 현상이 스트라이에이션 형상에 미치는 영향과 응력비가 SH/SW에 미치는 영향을 검토하기 위하여 실제 스케일로 나타내었다. 이러한 실제 스케일로 표시한 단면 형상의 비교로부터도

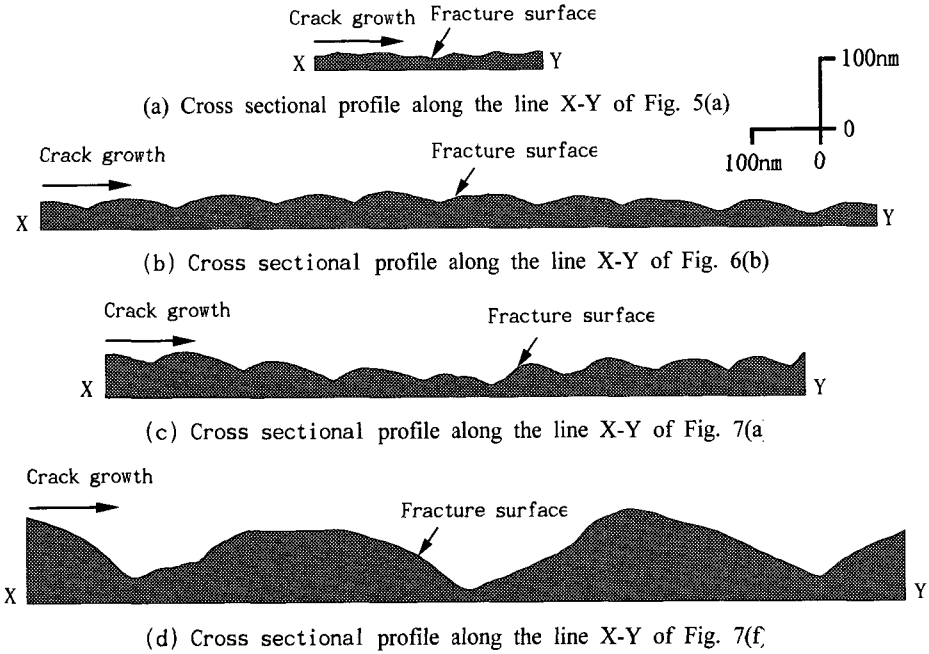


Fig. 8 The cross-sectional profile of striations in normal scale under different stress ratios

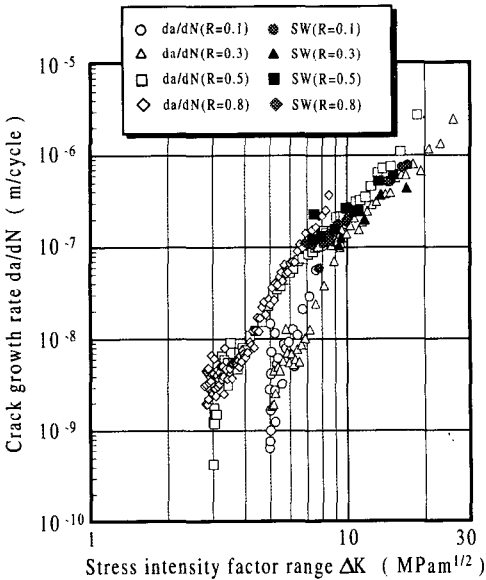


Fig. 9 Relationship between stress intensity factor range and crack growth rate, or striation width

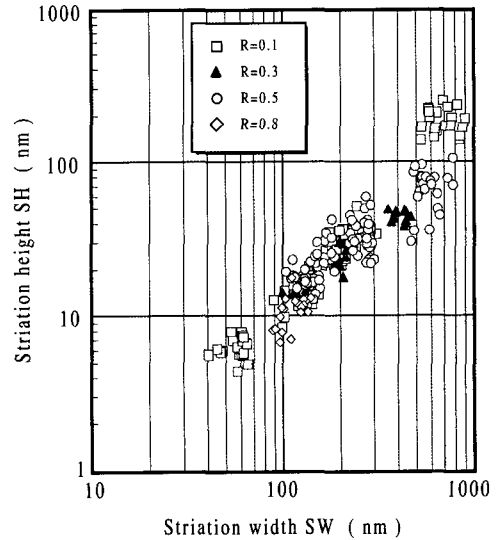


Fig. 10 Relationship between striation width and striation height

균열단합 현상 및 응력비의 의존성은 인정되지 않았다.

서로 다른 응력비에 의해서 얻어진 파면의 다

양한 균열성장속도에 대응하는 위치에서 약 250 곳의 스트라이에이션을 AFM으로 측정하여 그 단면 프로필로부터 SW 및 SH 데이터를 해석하였다.

Fig. 9는 피로균열전속도 da/dN 과 응력확대계

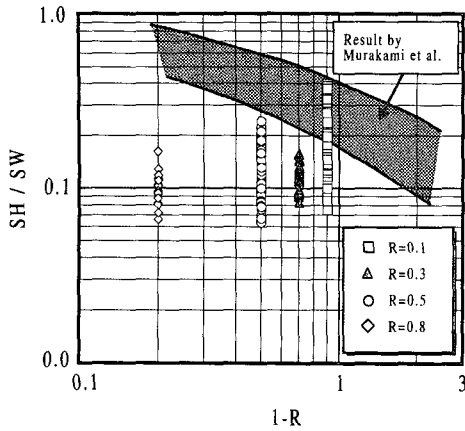


Fig. 11 Relationship between stress ratio, (1-R) and ratio of striation height to striation width

수범위 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 $6 \times 10^{-8}m/cycle$ 정도에서 성립하는 것이 확인되었다.

Fig. 10에는 스트라이에이션의 단면프로필에서 얻어진 SW와 SH의 관계를 나타낸 것으로 로그-로그 그래프에서 SH가 SW에 대해 직선적으로 증가하는 관계가 명백하다. 이들 관계는 응력비에 의존하지 않으며 다음과 같이 표현되어진다.

$$SH = 0.0585(SW)^{1.2} \quad (1)$$

Fig. 11은 스트라이에이션 단면형상의 응력비에 대한 의존성을 평가하기 위하여 스트라이에이션 폭에 대한 높이의 비 SH/SW와 (1-R)의 관계를 구한 것이다. 이 그래프에는 Murakami의 결과⁽⁴⁾도 병기하였는데 SH/SW가 어느 정도 변동폭은 있으나 재료에 관계없이 (1-R)에 의존한다는 이들의 결과는 본 연구 결과와 일치하지 않았다.

본 연구와 Murakami의 결과가 일치하지 않는 이유는 관찰되어진 스트라이에이션이 그들이 측정 한 것보다 훨씬 작으며 관찰방법이 다르기 때문이라고는 사료되지만, 이 부분에 관한 보다 충분한 연구 검토와 시험결과의 축적이 필요하다고 판단되어진다.

Fig. 12에는 SW 및 SH와 CTOD의 관계를 나타

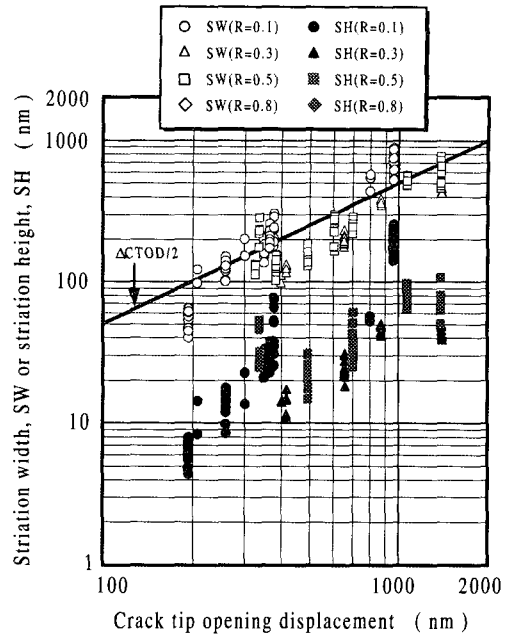


Fig. 12 Relationship between crack tip opening displacement and striation width or striation height

내었는데, 여기에서 사용한 CTOD는 균열의 소성 둔화 이론에 근거한 식에 Rice의 해석결과⁽¹²⁾ 및 Elber의 균열단합이론⁽¹³⁾을 적용한 다음 식으로부터 구하였다.

$$\begin{aligned} \Delta CTOD &= (1-\nu^2) \frac{\Delta K_{I,eff}^2}{4E\sigma_{ys}} \\ &= (1-\nu^2) \frac{(0.5+0.4R)^2 \Delta K_I^2}{4E\sigma_{ys}} \quad (2) \end{aligned}$$

여기서 ν 는 푸아송비(poisson's ratio), $\Delta K_{I,eff}$ 는 모드 I에서의 유효 응력확대계수범위이다. 스트라이에이션 높이도 폭과 같이 $\Delta CTOD$ 와 거의 직선적인 관계로 표현되는 것이 명백해 졌으며 그 그래프 내의 실선은 McClintock에 의한 $da/dN \approx \Delta CTOD/2$ 을 나타낸 것으로⁽¹⁴⁾ 본 연구 결과와도 좋은 일치를 보여주고 있다.

4. 결론

프랙토그래피에 AFM을 응용할 목적으로 2017-T351알루미늄 합금에 형성된 피로 스트라이에이

션을 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/dN 과 거의 일치하였다.

(2) 스트라이에이션 높이 SH와 스트라이에이션 폭 SW는 로그 그래프에서 직선적으로 표현되었으며, $SH=0.0585(SW)^{1.2}$ 의 관계식을 얻었다.

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

(4) 스트라이에이션 높이 SH도 스트라이에이션 폭 SW와 같이 균열개구변위 $\Delta CTOD$ 와 거의 직선적으로 표현되어 겹친 SW와 McClintock에 의한 $da/dN \approx \Delta CTOD/2$ 도 좋은 일치를 보여주었다.

(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," *APCFS'96*, pp. 688~683.
- (12) Rice, J. R., 1967, "Mechanics of Crack Tip deformation and Extension by Fatigue," *ASTM STP*, 415, pp. 247~309.
- (13) Elber, W., 1971, "The Significance of Fatigue Crack Closure," *ASTM STP*, 486, pp. 230~242.
- (14) McClintock, F. A., 1967, "Fatigue Crack Propagation (discussion)," *ASTM STP*, 415, pp. 169~180.