

음향재료신호를 이용한 강소성변형된 알루미늄 5052 합금의 탄성계수 측정

Determination of Elastic Modulus of Equal-Channel-Angular-Pressed Aluminum 5052 Alloy by Acoustic Material Signature

김정석*†, 박익근**, 장경영***, Chiaki Miyasaka****

Chung Seok Kim*†, Ik-Keun Park**, Kyoung-Young Jhang*** and Chiaki Miyasaka****

초 록 알루미늄 5052 합금의 탄성특성에 대한 ECAP 강소성변형과 어닐링효과를 연구하였다. 알루미늄 5052 합금은 용체화 처리 후 ECAP 가공하고 어닐링처리를 수행하였다. 탄성계수는 기존의 인장시험과 나노압입시험을 통해 측정하고 음향현미경의 음향재료신호를 이용하여 시료의 표면에서 탄성계수를 측정하였다. 기존의 시험법으로는 불가능한 소성변형과 열처리에 따른 탄성계수의 변화를 음향재료신호를 이용하여 성공적으로 측정하였고 개개의 결정립에서도 결정방위에 의존하는 탄성계수를 얻었다.

주요용어: 탄성계수, Al5052, 강소성변형, 음향현미경, 음향재료신호

Abstract The effects of severe plastic deformation, equal channel angular pressing, and annealing of Al 5052 alloy on elastic modulus have been studied. The Al 5052 alloy was plastically deformed by ECAP method after solution treatment, and then finally annealing heat treated. Elastic modulus was measured by conventional tensile and nano-indentation test, and also measured on the surface of the specimen using acoustic material signature of the acoustic microscope. The variation in the elastic modulus influenced by plastic deformation and heat treatment, inaccessible by the conventional techniques, was successfully measured by acoustic material signature and obtained the elastic modulus depending on crystal orientation at each grain.

Keywords: Elastic Modulus, Al 5052, Equal Channel Angular Pressing, Acoustic Microscope, Acoustic Material Signature

1. 서 론

재료의 탄성계수는 미시적으로는 원자들 간에 작용하는 인력과 척력에 대한 원자간 결합력과 관련된 것으로 외부로부터의 하중에 대한 재료의 탄성적인 특성을 나타내는 성질이다. 이러한 탄성특성으로는 영률, 전단탄성계수, 프와송비, 벌크탄성계수, 램상수 등으로 이들은 기계적 물성을 특성 짓

는 가장 근본적인 요소라 할 수 있다. 따라서 이들을 정확하게 측정하는 분석기술이 마이크로/나노화 되어가는 첨단과학기술분야에서 대단히 중요시되고 있다. 이들 탄성특성 중에서도 가장 기본이 되는 영률은 지금까지 많은 방법에 의해 측정되어져 왔다. 가장 잘 알려진 방법은 인장시험법이라 할 수 있다. 하지만 이는 소재들이 마이크로/나노화되면서 측정의 표준화 및 장비개발이 또 다른 문

[접수일: 2010. 1. 8, 수정일: 2010. 3. 26, 게재확정일: 2010. 4. 16] *한양대학교 자동차공학과, **서울산업대학교 기계공학과, ***한양대학교 기계공학과, ****Pennsylvania State University, Engineering Science & Mechanics, †Corresponding Author: School of Mechanical Engineering, Hanyang University, Seoul 133-791, Korea (E-mail: chs2865@hanyang.ac.kr)

제가 되고 있다. 그러므로 현재는 나노압입시험법이 미소크기의 벌크 및 박막소재에 대해서 널리 사용이 되고 있다[1-3]. 나노압입시험은 일정 기하학적 형상을 갖는 압입자를 대상시료의 표면에 하중을 인가하고 제거하는 과정에서 하중과 압입깊이를 동시에 기록하여 얻게 되는 하중-변위곡선을 해석함으로써 대상재료의 기계적 물성을 측정하는 기법이다. 이는 근본적으로 별도의 압흔 관찰이 없이 외부하중에 대한 저항성의 척도인 경도와 탄성변형에 대한 저항성의 척도인 탄성계수를 압입시험을 통해 동시에 측정하는 기법이다. 하지만 이들 방법은 압입자의 팁 무덤 현상은 피할 수 없는 근본적 문제가 되며 또한, 미소크기의 시편 수준에서는 가능하지만 국부적인 측정 범위와 큰 측정오차 특히 파괴적인 시험법으로 실제 제품수준 혹은 사용 중 모니터링 등의 응용에 한계가 있다고 하겠다. 따라서 탄성특성을 비파괴적이고 비접촉적인 방법으로 실시간 측정이 가능한 음향기법이 첨단 산업기술분야에 폭넓은 응용 가치가 있다.

음향법을 이용한 탄성계수 측정법으로 공진주파수를 이용하는 초음파공진법(sonic resonance), 공진초음파분광법(resonance ultrasonic spectroscopy)이 있다[4-6]. 그리고 고전적이 방법으로 초음파 종파 및 횡파 속도를 이용한 동적탄성계수측정법이 있지만 이들 역시 시편을 준비하는 문제로 제품 수준의 측정에 한계가 있다. 하지만 음향재료신호(acoustic material signature, AMS)를 이용한 표면파의 음속측정으로 재료의 탄성계수를 정밀하게 측정하는 것이 가능하다[7-10]. 또한, 재료의 탄성계수는 이상에서 설명한 바와 같이 원자들 간에 작용하는 원자간력과 원자간 분리거리에 관련된 특성으로 이는 물리적으로 원자들의 배열(즉, 결정방향)과 관련한 결정학적 특성에 따라 그 차이가 나타난다. 따라서 단결정 소재에 대한 탄성계수는 인장시험, 혹은 압입시험 등으로 결정의 방위에 따른 탄성계수를 측정하는 것이 가능하다. 하지만 다결정체의 경우 인장방향에 대한 탄성계수만을 측정할 뿐 결정의 방위에 따른 탄성계수를 측정하는 것은 인장시험과 나노압입시험 모두 불가능하다.

다결정재료는 다양한 크기와 형태의 결정립들의 집단이므로 거시적인 특성은 개개의 결정립들에 영향을 받는다. 단결정의 탄성변형은 대부분의 재료에 있어 이방성을 나타내고 결정립들의 방위에 의존하게 된다. 하지만 재료가 임의의 결정방위와 구

조적 우선방위를 가질 때 다결정재료의 거시적인 거동은 등방적이고 균질하다고 간주된다. 탄성특성에 대한 개개 결정립이 갖는 결정방위의 영향은 최소가 된다. 그러므로 공학적으로 구조재료의 경우, 개개 결정립의 특성이 아니라 그들의 영률과 프와송비 등과 같은 혼합특성을 알아야 한다. 하지만 이러한 가정은 재료가 충분한 수의 결정립으로 구성되지 않으면 사실과 크게 다르게 된다. 즉, 소수의 결정립을 갖는 미소구조체의 영률은 개개의 결정방위에 크게 영향을 받으며 게다가 단결정 특성에 의존한다. 또한, 국부적인 탄성계수의 변화는 결정립계 주위에 구속되어진 높은 응력과 변형률에 따라서 나타나게 된다.

금속재료의 결정립을 미세화 시키면 강도가 증가하고 인성과 초소성 특성이 향상되는 등 전반적으로 기계적 특성이 우수해지는 경향을 보인다[11,12]. 최근 강소성변형(equal channel angular pressing, ECAP)이라는 매우 효과적인 소성가공법이 개발되어 초미세 결정립 크기를 갖는 소재를 얻을 수 있는 가능성이 제시되었다. ECAP은 동일한 단면적을 갖는 두 개의 채널을 가진 금형을 통해 소재를 정수압 상태에서 압출하는 가공 방법으로, 두 채널이 만나는 교차 지점을 통과 시 소재에 심한 전단변형을 가하는 가공방법이다. 또한 ECAP은 지속적인 반복 변형으로 가공량이 증가하더라도 소재의 단면적 감소를 수반하지 않으므로 재료 내에 높은 변형에너지를 축적시킬 수 있어 결정립의 초미세화가 가능하다.

본 연구에서는 우수한 내식성, 성형가공성, 용접성 등으로 자동차 및 선박, 건축자재로 각광 받는 소재인 알루미늄 5052 합금에 강소성변형을 도입하여 소성변형을 받은 전후 인장시험과 나노압입시험 그리고 음향현미경을 이용하여 탄성계수를 측정하고 ECAP 강소성변형이 탄성계수 변화에 미치는 영향을 고찰하였다. 그리고 개개의 결정립에서 측정된 탄성계수와 결정방위 관계에 대해 고찰하고자 하였다.

2. 시험장치 및 방법

2.1. 시험재료

ECAP으로 얻어진 소재의 경우 결정립 크기가 마이크로미터 이하로 매우 미세하므로 초소성과 같

Table 1 Chemical composition of aluminum 5052 alloy

Alloy	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
5052	0.04	0.15	0.006	0.04	2.2	0.16	0.01	.	bal.

은 부가적인 성질을 얻을 수 있으므로 매우 효과적인 가공기술이다. 본 연구에 사용된 재료의 합금조성은 Table 1과 같다. 직경이 18 mm, 길이가 140 mm인 원통형의 Al 5052 합금 압출재를 500°C에서 1시간 동안 균일한 고용체를 만들기 위해서 용체화 처리 후 공랭 하였다. ECAP은 $\Phi = 90^\circ$, $\Psi = 40^\circ$ 다이(die)로 150°C에서 3 mm/s로 가공하였다. 시계방향으로 90°씩 회전하여 가공하는 방법으로 1 pass와 4 pass 가공하였으며, ECAP 가공 후 시편은 극심한 냉간가공에 따른 가공경화효과를 제거하기 위해서 170°C에서 2시간 동안 어닐링 처리를 실시하였다.

2.2. 나노인덴테이션

원자현미경에 장착되어진 캔틸레버의 다이아몬드 압입자가 대상 소재의 표면을 일정하중으로 압입하는 동안 압입 깊이에 대한 시간 그리고 응력에 대한 시간을 동시에 기록하게 되고 데이터가 저장된 후 하중-깊이 곡선 그리고 팁 접촉 면적-접촉 깊이로부터 나노표면 영역에서의 탄성계수를 구하게 된다. 압입자를 이용하여 시편에 하중을 가할 때 압입자와 시편이 접촉하고 있는 깊이를 접촉 깊이(h_c)라고 정의한다. 압입하중의 제거곡선의 초기 부분에서 접선의 기울기는 재료의 강성률(stiffness, S)에 해당하고 이 접선을 하중이 "0"인 상태로 외삽한 지점은 절편 깊이(h_i)로 정의하게 된다. 압입을 통한 표면에서의 탄성계수를 측정하기 위해서 다음과 같이 면적함수를 고려해야 한다. 면적함수는 접촉 깊이에 대한 투영접촉 면적(A)과 관련하여 얻어진다. 이상적인 피라미드형 팁(Berkovich)의 경우, 투영접촉 면적은 다음의 식과 같이 나타낸다 [13,14].

$$A = 24.5h_c^2 \quad (1)$$

여기서, 접촉 깊이 $h_c = h_{\max} - \omega(h_{\max} - h_i)$, ω 는 압입자의 형태에 의존하는 상수로 평면편치의 경우

1, 원뿔형 압입자 0.72, 그리고 포물선 압입자 0.75를 갖는다. 초기 무부하 접촉강성, $S = (dP/dh)$ 는 하중을 제거한 후 초기의 기울기로 주어진다.

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \quad (2)$$

투영접촉면적은 다음과 같이 다시 나타낼 수 있다.

$$A = \frac{\pi}{4} \left(\frac{S}{E_r} \right)^2 \quad (3)$$

감소탄성계수 E_r 은 압입자와 시편 모두에 의존하여 다음과 같이 구해지게 된다.

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu_s^2)}{E_s} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \quad (4)$$

여기서, E 와 ν 는 각각 시편(s)과 압입자(i)의 탄성계수와 프와송비이다.

이상의 식(4)와 같이 나노압입시험을 통해 E_r 을 측정하고 대상재료의 프와송비와 압입자의 탄성계수 및 프와송비를 고려하여 시료 자체의 탄성계수를 측정하게 된다.

2.3. 음향현미경

음향현미경(acoustic microscope, AM)은 사파이어 지연로드와 결합된 종파 탐촉자인 음향렌즈를 사용한다. 다음의 Fig. 1은 본 연구에 사용한 음향현미경의 개략도를 나타낸 것이다. 음향렌즈는 구형의 표면을 가지므로 음향렌즈 초점을 갖게 한다. 렌즈는 접촉매질 즉, 증류수를 통해서 시편의 표면에 초음파가 전달되게 된다. 만일 음향렌즈의 조리개 각이 표면에서 표면파의 발생을 만족하는 임계각을 포함한다면 탐촉자에 수신된 신호는 시편의 표면에서 직접 반사한 신호와 시편의 표면에서 발생되어진 표면파에 의한 두 신호간의 상호간섭의 결과로 수신된다.

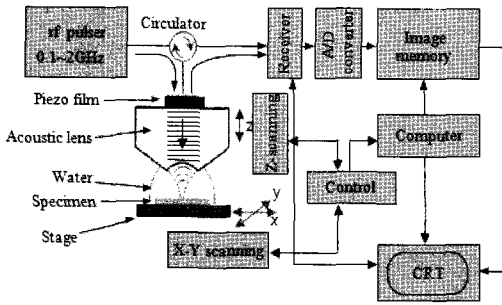


Fig. 1 Block diagram of AM for the measurement of surface wave velocity

이러한 두 개 빔의 경로는 시편으로부터 탐촉자 간 분리거리 z 에 의존하게 되며 이들의 상호간섭은 수신신호의 감쇠와 함께 연속적으로 일어난다. 각각의 빔의 위상이 z 가 변할 때 서로 다른 속도에 상쇄와 보강이 일어나게 된다. 이러한 조건하에서 수신신호는 분리거리 z 에 따라 간격 Δz 의 진동을 나타내고 이를 음향재료신호 즉, $V(z)$ 곡선이라 한다. 개개의 전파속도에 의해 특성지어 지는 서로 다른 모드들은 $V(z)$ 곡선을 고속 푸리에 변환을 함으로써 추출할 수 있다. 이론적인 $V(z)$ 모델은 음장의 전파를 기본으로 하고 있다. 수신신호의 진폭 V 는 다음과 같이 표현된다[15,16].

$$V_z = \int_0^{\theta_{\max}} P^2(\theta) R(\theta) \exp(2jk_0 z \cos\theta) \times \sin\theta \cos\theta d\theta \quad (5)$$

여기서 $P^2(\theta)$ 는 렌즈의 퍼필함수 (pupil function), $j = \sqrt{-1}$, θ_{\max} 는 렌즈의 조리개 각, $R(\theta)$ 는 반사함수, 그리고 접촉매질 내에서의 파수 $k_0 = 2\pi/\lambda$ 이다.

수식(5)에서 두 전파 모드간의 위상 차이는 $2k_0 z \cos\theta$ 이다. 그리고 이러한 $V(z)$ 곡선은 종파나 횡파보다도 느린 위상속도를 갖는 표면파의 영향을 크게 받게 된다. 이러한 표면파의 속도는 접촉매질에서의 음속 V_0 과 진폭의 패임 간격(dip interval, Δz), 그리고 측정 주파수 f 에 의존하여 다음의 식으로 표현된다[17-19].

$$V_R = V_0 \sqrt{1 - \left(1 - \frac{V_0}{2f\Delta z}\right)^2} \quad (6)$$

음단성파들이 미소음향학적 관점에서 고려될 때

탄성파들은 대상재료 내에서 가역적이며 아주 미소한 기계적인 변위를 만들게 된다. 이러한 이유로 대상재료의 기계적인 거동은 고전적 선형탄성이론에 의해 정의된다. 따라서 벨크등방체의 경우에 있어 밀도와 초음파의 속도는 탄성계수 혹은 프와송비와 밀접한 관련성을 갖게 된다. 재료의 동적탄성계수는 서로 다른 모드의 초음파(종파와 횡파) 속도와 밀도를 이용하여 측정할 수 있다. 또한, 표면파의 음속으로부터 프와송의 비를 다음과 같이 가정하여 재료의 탄성계수를 식(7)과 같이 나타낼 수 있다[20].

$$E = k\rho V_R^2, \quad k = \frac{2(1+\nu^3)}{(0.87 + 1.12\nu)^2} \quad (7)$$

여기서, ρ 는 시편의 밀도, ν 는 프와송의 비이다.

이상에서 설명하고 식(5)에서 나타낸 바와 같이 수신신호의 진폭 $V(z)$ 는 두 성분 즉, 첫 번째 성분은 시편으로부터 직접 반사되는 z 축에 근접한 음파이고 다른 두 번째 성분은 접촉매질인 증류수와 시편의 표면 경계에 존재하는 누설표면파로서 시편으로부터 재발산되는 음파성분으로서 이들 두 성분간의 조합으로 다음의 수식과 같이 개념적으로 간략하게 나타낼 수 있다.

$$V_z = V_I(z) + V_L(z) \quad (8)$$

여기서 $V_I(z)$ 는 선이론(ray theory)에서 유도되어지며 두 성분 간의 간섭에 의존하는 진폭 그리고 $V_L(z)$ 은 렌즈의 응답으로 음향렌즈의 치수와 작동 주파수 즉, 음장분포에 크게 의존하게 된다[15].

따라서 음향재료신호, $V(z)$ 곡선으로부터 정밀한 표면파 속도를 측정하기 위해서는 이들 신호에 대한 분해과정이 매우 중요하다. 초기 $V(z)$ 곡선으로부터 $V_L(z)$ 에 근사한 Pb에서의 $V(z)$ 데이터 (참조 신호), 즉 $V'_L(z)$ 신호를 빼줌으로써 Δz 에 대한 $V_I(z)$ 만의 신호를 얻게 된다. 그리고 FFT 분석을 통해서 주파수 분포를 얻어 패임간격(dip interval, Δz)에 해당되는 최대 스펙트럼을 갖는 중심주파수를 얻게 된다. 마지막으로 식(6)으로부터 표면파의 속도를 정밀하게 측정하게 된다. 표면파의 정밀한 속도를 측정하기 위해서 음향현미경은 ZnO 압전소자로 400 MHz의 중심주파수를 갖는 직경이 383 μ m인 음향렌즈(ALAM631)를 사용하였다. 렌즈의 조

리각 작은 120도이고 집속거리는 577.52 μm 이다. 접촉매질은 일정하게 유지된 20°C의 증류수를 사용하고 RF 톨버스트파로 작동하였다.

3. 실험 결과

Fig. 2는 ECAP 가공된 알루미늄 5052 합금의 전자후방산란회절(electron backscattered diffraction, EBSD) 이미지와 투과전자현미경(transmission electron microscope, TEM) 사진이다. EBSD로 관찰한 Al 5052 합금은 용체화 처리 직후로 ECAP 가공을 하지 않은 상태의 미세조직 사진이다. 평균 결정립 크기는 약 86 μm 로 등방형의 결정립 구조를 나타내었다. Fig. 2(a)에서 EBSD로 관찰한 바와 같이 용체화 처리 후 우선결정방위는 발달되지 않았다. 그림에 화살표로 표시한 바와 같이 진한 붉은색으로 표시된 부분은 (001)면이고 진한 파란색으로 표시된 부분은 (111)면으로 분석되었다. 용체

화 처리 후 ECAP 가공하지 않은 재료의 전위밀도는 매우 낮은 상태이고 개개의 전위루프를 관찰하였다. 하지만 ECAP 가공한 후 미세조직을 TEM으로 관찰한 결과 1 pass는 가공방향으로 길게 연신된 전위 band 구조를 Fig. 2(b)에서와 같이 명확하게 보이며 ECAP 하지 않은 재료에 비해 매우 높은 전위밀도를 나타내고 있다. 4 pass 후에는 Fig. 2(c)와 같이 0.2~0.6 μm 의 등축형의 미세 하부 결정립이 형성되었으며 전위밀도의 차이는 크게 보이지 않았다. 하지만 4 pass 재료를 150°C에서 1시간 동안 어닐링한 후에는 어닐링에 의해서 미세 결정립 내부에 전위가 약간 회복되었으며, 결정립 성장은 거의 나타나지 않았다. 이러한 이유는 열처리가 비교적 저온에서 이루어져 재결정이 일어나기에는 충분하지 않은 것으로 판단된다.

Fig. 3은 용체화 처리와 ECAP 가공한 알루미늄 5052 합금 시편에 대한 나노압입시험의 대표적인 응력-변위곡선을 나타내었다. 응력-변위곡선에서 나

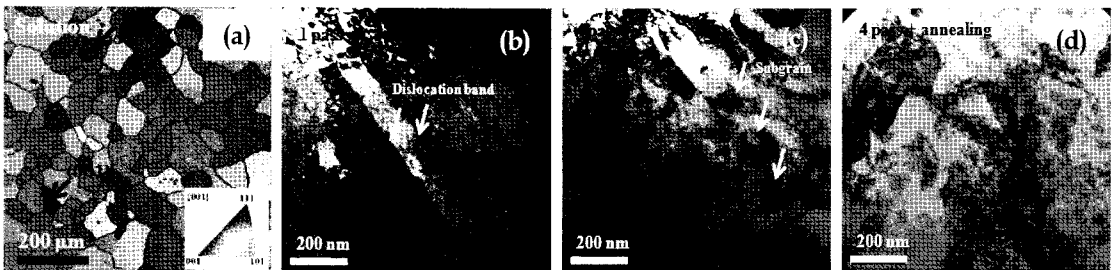


Fig. 2 Microstructure of the solution treated and ECAPed aluminum 5052 alloy: (a) EBSD image showing orientation map and color code for the orientation, (b) TEM image of 1pass showing dislocation band structure, (c) TEM image of 4pass showing subgrain development, and (d) TEM image of 4 pass+annealing showing dislocation recovery

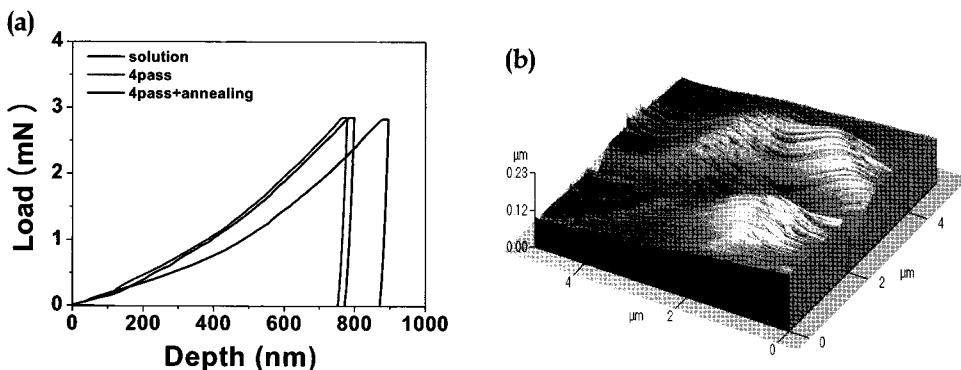


Fig. 3 Nanoindentation test of Al 5052 alloy: (a) load-displacement curves for solution and ECAPed Al 5052 alloy showing difference of indentation depth, (b) Typical AFM topograph image of ECAPed Al 5052 corresponding to the indentation curve shown in (a)

타낸 바와 같이 ECAP 가공과 열처리에 따라서 압입깊이가 크게 차이가 있음을 알 수 있다. 이는 동일 구동하중에 따라서 최대 압입깊이가 변하는 것으로 이는 재료 표면의 강도와 큰 관련이 있다. 하지만, 텃-시편간의 접촉강성인 하중 제거 시 곡선의 기울기는 현저한 변화를 나타내지 않았다. 이 곡선의 기울기 즉, 접촉강성은 재료의 탄성계수와 관련되므로 이를 통해 탄성계수의 변화 정도를 정성적으로 볼 수 있다. 이미 미세조직적으로 관찰한 바와 같이 재료의 탄성특성을 현저하게 변화시킬 만큼 커다란 미세조직적인 변화를 보이지는 않았다. Fig. 3(b)는 4 pass ECAP 가공한 알루미늄 5052 합금에 대해서 최대 하중 압입 후 하중을 제거하고 표면을 AFM으로 관찰한 표면 이미지 사진이다. 명확한 압입 모양과 주위에 압입으로 인한 pile-up 현상을 관찰할 수 있다.

Table 2는 알루미늄 5052의 인장시험과 나노압입 시험의 측정결과를 나타낸 것이다. 일반적으로 불순물의 정도에 차이는 있지만 순수 알루미늄 단결정의 탄성계수는 71 GPa, 상용 알루미늄 5052 합금은 약 70 GPa 정도이다. 본 연구에서 인장시험을 통하여 측정된 탄성계수(E_T)는 벌크 알루미늄 5052 합금에서 각각 61~64 GPa를 나타내어 알려진 탄성계수보다 낮은 값을 나타냈었다. 또한 인장결과를 통해 얻은 탄성계수는 ECAP나 열처리에 의한 효과를 구분할 수가 없으며 그 측정오차 범위 내에서 변화하므로 소성변형이나 열처리에 의한 영향을 인장시험으로는 평가하는 것이 불가능하였다. 나노압입 시험 역시 시편의 나노표면영역에서 측정된 탄성계수(E_I)는 ECAP가공과 열처리에 따른 미소한 변화를 구별하는 것이 불가능하였다. 측정 오차도 마찬가지로 소성변형과 열처리에 의해 변한 정도와 근사하므로 변형에 따른 탄성특성효과를 평가하는 데는 부적절한 것으로 확인되었다. 용체화(solution)처리 후 ECAP 가공(1 pass와 4 pass)의 소성변형으

로 기계적 강도 값인 비이커스 경도(H_v), 인장강도(UTS), 항복강도(YS) 등은 증가하였고 연신율(e)는 감소하였다. 하지만 어닐링처리 후에는 미소한 강도의 감소와 연신율이 증가함으로써 연성의 회복을 나타내었다. Fig. 4는 400 MHz의 음향렌즈를 이용하여 용체화 처리한 알루미늄 5052 합금의 표면 탄성이미지와 A지점에서 얻은 raw data와 분해된 FFT분석 스펙트럼을 나타내었다.

그림에서와 같이 Fig. 4(a)와 4(b)는 음향렌즈의 비촉점거리 $z=0$ 과 $z=-25$ 일 때 각각 관찰한 결과이다. 비촉점거리 $z=0$ 일 경우 시편의 표면에서 직접 반사되는 신호만이 존재하고 표면파가 발생되지 않으므로 어떠한 컨트라스트 차이도 구분되지 않는다. 이와 달리 비촉점거리 $z=-25$ 일 경우 음향렌즈의 일정부분에서 표면파 발생의 입체각을 만족하게 되고 시편의 표면에는 표면파가 발생하게 된다. 따라서 결정의 불연속부인 결정립계는 결정립 내부와 컨트라스트 차이를 갖게 되고 Fig. 4(b)와 같이 결정립 구조를 명확하게 관찰할 수 있다.

Fig. 4(c)는 A점에서의 음향재료신호를 나타내었다. 압전센서가 시편으로부터 반사되는 부분주파수 성분들의 대부분의 음파들을 수신할 수 있기 때문에 $V_L(z)$ 의 진폭은 촉점거리 $z=0$ 에서 최대가 된다. z 축 방향으로 렌즈와 시편간의 거리가 가까워지면 빔 축 상에서 더 낮은 부분주파수 성분을 갖는 음파성분들은 현저하게 압전센서에 의해 수신되어지고 진폭은 급격하게 감소하게 된다. 이와 같은 이유로 해서 Fig. 4(c)에서와 같이 Δz 가 증가함에 따라서 음향재료신호의 진폭은 급격하게 감소함을 알 수 있다. 이 신호는 참조신호(즉, Pb신호)를 이용하여 분해한 후 FFT한 결과를 나타내었다. 이 주파수 스펙트럼에서 최대 피이크에서의 파수를 이용하여 표면파의 속도를 계산하였다. Fig. 5는 ECAP과 어닐링한 후 음향현미경으로 관찰한 음향현미경 이미지를 나타내었다. Fig. 4(b)에서 관찰한 바와 같

Table 2 Mechanical properties of Al 5052 alloy measured by nanoindentation and tensile test

	E_I (GPa)	E_T (GPa)	H_v	UTS (MPa)	YS (MPa)	e (%)
solution	71±7	61±7	70	226	93	34
1 pass	82±4	63±3.5	104	285	233	11
4 pass	79±8	62±4	115	345	307	12
4 pass+ann.	74±4.5	64±6	105	325	291	14

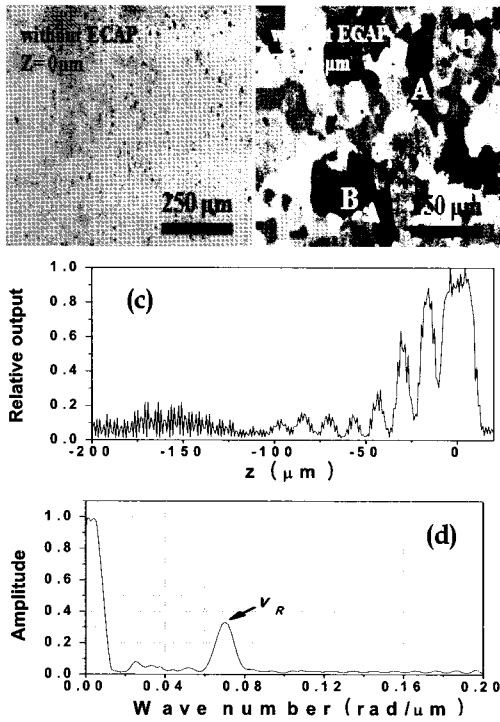


Fig. 4 AM images and $V(z)$ curve of as-solution heat treated Al 5052 alloy. As indicated by arrow in (b), point A and B show distinctly the different grain orientation, and thus have different contrast depend on surface wave velocity. (c) and (d) are the raw data and FFT spectrum of point A

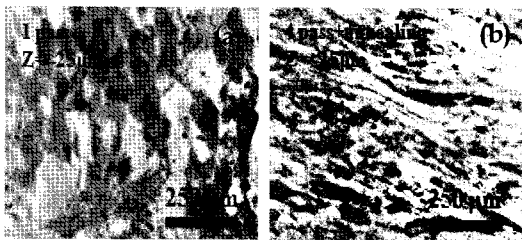


Fig. 5 AM images of Al 5052 alloy with ECAP process and heat treatment. (a) is 1 pass ECAP, (b) is annealing after 4 pass ECAP

이 용체화 처리 후에는 결정립들이 구상으로 균일한 분포를 보였다. 하지만 Fig. 5(a)와 같이 1 pass 후에 가공방향으로 연신된 많은 결정립 구조를 볼 수 있다. 이는 4 pass가 됨에 따라서 큰 소성변형에 의해서 결정립계의 재배열로 초기 결정립계의 명확한 구분이 어렵게 되었다. 이후 어닐링 처리에 의해서도 4 pass와 어떠한 차이도 구분되지 않았다. 따라서 표면파의 속도는 결정립계의 구분이 명확한 1 pass까지만 각각의 결정립에서 측정을 하고 입계의 구분이 불가능한 4 pass와 어닐링 후에는 여러 지점에서 가능한 콘트라스트가 구분되는 곳에서 측정하였다. Table 3은 음향재료신호를 이용하여 Fig. 4(b)에 표시한 바와 같이 음향이미지 상에서 밝은 곳 (A)과 어두운 곳 (B)에 대해서 10개의 지점에 대해 측정하고 이에 대한 평균 표면파의 속도와 식(7)을 이용하여 계산한 동적탄성계수를 나타내었다. 상용 알루미늄 5052의 프와송비는 0.33으로 밀도는 2700 kg/m^3 으로 가정하였다. A와 B에서는 표면파의 속도가 명확하게 차이가 남을 알 수 있다. 용체화 처리 후 명확하게 결정립이 구분되는 시편에서 밝은 A부분에서 표면파의 속도는 2991 m/s 이고 어두운 B부분에서는 2807 m/s 로 측정되었다. 동일 지점에 대한 속도 측정에 대한 오차는 $\pm 1 \text{ m/s}$ 였으며 속도로부터 계산한 탄성계수는 73.9 GPa 이고 측정오차는 $\pm 0.05 \text{ GPa}$ 로 매우 정밀한 측정 결과를 나타내었다. 게다가 이미 보고되어진 Al 5052 합금의 거시적인 탄성계수와 매우 유사하게 측정되었다. ECAP이 진행된 후에 탄성계수의 큰 차이를 보이지 않았지만 A와 B부분만을 비교해 보면 강소성변형에 따라서 미소하지만 탄성계수는 감소하였다.

이는 알루미늄합금을 용체화 처리 후 ECAP 가공을 함으로써 강소성변형으로 인해 전위밀도가 증가하고 보이드가 증가하여 탄성특성의 저하요인으로 작용한 것으로 판단된다. 결정립에 관계없이 모든 결정립들에서 Al 5052 합금의 전체 평균탄성계

Table 3 Surface wave velocity and elastic modulus measured by acoustic material signature

	A (bright)		B (dark)	
	V_R (m/s)	E_{SAM} (GPa)	V_R (m/s)	E_{SAM} (GPa)
solution	2991	73.9	2807	65.1
1 pass	2986	73.7	2803	64.9
4 pass	2916	70.3	2913	70.1
4 pass+ann.	2917	70.4	2916	70.3

수는 69.5~70.3 GPa로 측정되었다. 또한, 면심입방체의 결정구조를 갖는 알루미늄은 $S_{11}=15.7$, $S_{12}=-5.7$, $S_{44}=35.1$ 를 갖는다. 이로부터 이론적으로 계산한 각각의 결정면에 대한 탄성계수는 $E_{100}=63$ GPa, $E_{110}=72$ GPa, 그리고 $E_{111}=76$ GPa이다. 이 결과는 Fig. 4(b)에서 표시한 밝은 부분 A와 어두운 부분 B는 표면과의 속도로부터 측정한 탄성계수와 이론적으로 계산한 결정방위에 따른 탄성계수 그리고 Fig. 2(a)의 EBSD결과로 보아 (111)면과 (001)면이라고 판단된다. 그리고 본 연구에서 사용한 알루미늄 5052가 순수 알루미늄 특성과 차이가 있다고 볼 때 매우 정밀한 탄성계수측정법이 할 수 있다.

4. 결 론

알루미늄 5052 합금의 탄성 특성의 변화에 대한 강소성변형과 어닐링효과를 연구하고 개개의 결정립에서 탄성계수를 정밀하게 측정하고자 하였다. ECAP 가공으로 1 μm 이하의 초미립 결정립을 얻을 수 있었다. 이로 인해 경도 및 인장강도 등 기계적 성질의 향상을 얻을 수 있었다. 강소성변형 및 열처리와 재료의 탄성특성 간에는 밀접한 상관성을 보였다. 특히, 인장시험과 나노압입시험으로 얻은 탄성계수는 그 변화 정도가 측정오차보다 작거나 근사하여 소성변형과 열처리에 대한 영향을 평가하기에는 부적절 하였다. 이에 반해 음향재료 신호를 이용하여 정밀하게 측정한 표면파 속도와 탄성계수는 측정오차가 매우 작고 소성변형과 열처리에 따라서 미소한 탄성계수의 변화를 보였다. 용체화 처리 후 소성변형에 따라서 탄성계수는 감소를 하고 어닐링 후에는 현저한 변화를 보이지 않았다. 미소영역의 정밀측정이 가능한 음향재료신호를 이용하여 개개의 결정면에 대한 탄성계수의 측정이 가능하였다.

후 기

이 논문은 2009년도 정부(교육과학기술부)의 재원으로 한국과학재단의 지원을 받아 수행된 연구임 (No.2009-0032796). 음향현미경을 이용한 표면파의 정밀측정에 도움을 주신 펜실베니아 주립대학교의 B. R. Tittmann 교수께 감사사를 드립니다.

참고문헌

- [1] J. K. Luo, A. J. Flewitt, S. M. Spearing, N. A. Fleck and W. I. Milne, "Young's modulus of electroplated Ni thin film for MEMS applications," *Materials Letters*, Vol. 58, pp. 2306-2309 (2004)
- [2] S. U. Jen and T. C. Wu, "Young's modulus and hardness of Pd thin films," *Thin Solid Films*, Vol. 492, pp. 166-172 (2005)
- [3] E. C. Jeon, D. I. Kwon, Y. Choi and J. I. Jang, "Nondestructive advanced indentation technique: The application study from industrial structure to nanomaterial," *Journal of the Korean Society for Nondestructive Testing*, Vol. 22, No. 4, pp. 333-346 (2002)
- [4] Z. S. Li, Q. F. Fang, S. Veprek and S. Z. Li, "Evaluation of the internal friction and elastic modulus of the superhard films," *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 370, pp. 186-190 (2004)
- [5] S. H. Kim, "Determination of mechanical properties of electroplated Ni thin film using the resonance method," *Materials Letters*, Vol. 61, pp. 3589-3592 (2007)
- [6] C. L. Dai and Y. M. Chang, "A resonant method for determining mechanical properties of Si₃N₄ and SiO₂ thin films," *Materials Letters*, Vol. 61, pp. 3089-3092 (2007)
- [7] Z. S. Li, Q. F. Fang, S. Veprek and S. Z. Li, "Evaluation of the internal friction and elastic modulus of the superhard films," *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 370, pp. 186-190 (2004)
- [8] M. J. Bamber, K. E. Cooke, A. B. Mann and B. Derby, "Accurate determination of Young's modulus and Poisson's ratio of thin films by a combination of acoustic microscopy and nanoindentation," *Thin Solid Films*, Vol. 398 - 399, pp. 299-305 (2001)
- [9] H. S. Cao, J. J. Hunsinger and O. Elkedim, "Determination of elastic modulus of nanocrystalline iron and titanium of acoustic

- microscopy," *Scripta Materialia*, Vol. 46, pp. 55-60 (2005)
- [10] M. Doghmane, F. Hadjoub, A. Doghmane and Z. Hadjoub, "Approaches for evaluating Young's and shear moduli in terms of a single SAW velocity via the SAM technique," *Materials Letters*, Vol. 61, pp. 813-816 (2007)
- [11] A. Benbelghit, D. Boutassouna, B. Helifa and I. K. Lefkaier "Determination of the elastic properties of some coated materials by simulation of the analogue signal of the reflection acoustic microscope," *NDT&E International*, Vol. 39, pp. 76-81 (2006)
- [12] H. Akamatsu, T. Fujinami, Z. Horita and T. G. Langdon, "Influence of rolling on the superplastic behavior of an Al-Mg-Sc alloy after ECAP," *Scripta Materialia*, Vol. 44, pp. 759-764 (2001)
- [13] E. A. El-Danaf, M. S. Soliman, A. A. Almajid and M. M. El-Rayes, "Enhancement of mechanical properties and grain size refinement of commercial purity aluminum 1050 processed by ECAP," *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 458, pp. 226-234 (2007)
- [14] K. Matoy, H. Schönherr, T. Detzel, T. Schöberl, R. Pippan, C. Motz and G. Dehm, "A comparative micro-cantilever study of the mechanical behavior of silicon based passivation films," *Thin Solid Film*, Vol. 518, pp. 247-256 (2009)
- [15] Y. Gaillard, E. Jiménez-Piqué, F. Soldera, F. Mucklich and M. Anglada, "Quantification of hydrothermal degradation in zirconia by nanoindentation," *Acta Materialia*, Vol. 56, pp. 4206-4216 (2008)
- [16] S. Parthasarathi, B. R. Tittmann and R. J. Ianno, "Quantitative acoustic microscopy for characterization of the interface strength of diamond-like carbon thin films," *Thin Solid Films*, Vol. 300, pp. 42-50 (1997)
- [17] J. M. R. Weaver, M. G. Somekh, A. D. Briggs, S. D. Peck and C. Ilett, "Applications of the scanning reflection acoustic microscope to the study of materials science," *IEEE Transactions on Sonics Ultrasonics*, Vol. SU-32, No. 2, pp. 302-312 (1985)
- [18] H. S. Ju and B. R. Tittmann, "Recent advances in scanning acoustic microscopy for adhesion evaluation on thin films," *Journal of the Korean Society for Nondestructive Testing*, Vol. 29, No. 6, pp. 534-549 (2009)
- [19] 김정석, 김용권, 박익근, 권숙인, "표면파를 이용한 쇼트 피닝된 Al 7075 합금의 잔류응력 평가", *비파괴검사학회지*, Vol. 26, No. 5, pp. 291-296 (2006)
- [20] C. S. Kim, D. S. Cho and I. K. Park, "Ultrasonic characterization of residual stress in shot peened Al 7075 alloy using acoustic signature," *Key Engineering Materials*, Vol. 321-323, pp. 1475-1478 (2006)
- [21] L. Robert, N. Brunet, T. Flaherty, T. Randles, E. Matzhaei-Schulz, H. Vettters, D. Rats and J. von Stebut, "Characterization of TiN and carbon-doped chromium thin film coatings by acoustic microscopy," *Surface and Coatings Technology*, Vol. 116-119, pp. 327-334 (1999)