

알루미늄 합금 피로 스트라이에이션의 나노 스케일 관찰

최성종* · 권재도* · Hitoshi ISHII**
 (2000년 6월 27일 접수, 2001년 4월 24일 심사완료)

Nano-Scale Observation of Fatigue Striations for Aluminum Alloy

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

Key Words: AFM, Service Loading(실동하중), Stress Intensity Factor Range(응력확대계수), 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 , SH_l) 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) The relation of $SH = \alpha (SW)^{1.2}$ was obtained. (2) The ratio of the striation height to its width SH/SW , SH_h/SW and SH_l/SW did not depend on the stress intensity factor range ΔK and the stress ratio $R (=P_{min}/P_{max} = K_{min}/K_{max})$. (3) Effect of precipitate on the morphology of striation was changed by the relative dimensional difference between the striation width SW and the precipitates. From these results, the applicability of the AFM to nano-fractography is discussed.

1. 서론

기계구조물의 파괴는 대부분이 금속피로에 기인한 피로파괴에 의하여 발생한다고 알려져 있다. 그러므로 파괴의 원인과 파괴의 기구를 보여주는 특징적인 모양이 남아 있는 표면을 관찰하여 해석하는 프랙토그래피(fractography)가 일반적으로 확립⁽¹⁾되어져 있으며, 정량적인 해석을 포함한 피로파괴면의 프랙토그래피에 관한 많은 검토가 이루어져 왔다.

피로파괴면의 특징적인 형태로서 잘 알려진 스트라이에이션(striation)은 각 사이클의 반복변형에

대응하며, 특정범위의(약 $0.1\mu m \sim 1\mu m$) 폭에서 간격은 거시적인 균열성장속도 da/dN 와 일치한다고 알려져 있으며 많은 형성기구가 제안되고 있다.^(2,3) 한편 da/dN 및 스트라이에이션 폭(간격) SW 와 응력확대계수범위 $\Delta K (=K_{max} - K_{min})$ 가 Paris 법칙을 만족하는 점으로부터 표면에서 SW 를 측정하여 실동하중을 추정하고자 하는 노력들이 시도되어져 왔으나,⁽⁴⁾ 응력비 R 이 정해지지 않으면 SW 와 ΔK 의 관계를 결정할 수 없다. 또한 유효 응력확대계수범위 $\Delta K_{eff} (=K_{max} - K_{op})$ 와 da/dN 및 SW 는 R 에 관계없이 하나의 직선으로 정리된다⁽⁵⁾고 알려지고 있으나 이러한 경우에도 개구비 $U (= \Delta K_{eff} / \Delta K)$ 를 측정하지 않으면 ΔK_{eff} 를 결정할 수 없으며, 실제의 파괴에 있어서 U 의 측정은 거의 불가능한 것이 사실이다. 결국 표면에서 얻은 정보로부터 R 을 추정하여 개구비 U 와의 관련성을 검토하는 것이 실동하중 추정의 관건이 된다고 생각할 수 있다. 응력비 R 의 차이가

* 책임저자, 회원, 영남대학교 기계공학부
 E-mail : dgiches@hanmail.net
 TEL : (053)811-8876

* 회원, 영남대학교 기계공학부

** 시즈오카대학교 기계공학과

스트라이에이션 형상의 차이로 나타나며, 스트라이에이션 형상의 정량적인 관찰로부터 그 높이 SH와 폭 SW의 비(SH/SW)를 구하면 응력비 R을 추정 가능하다는 보고도 있다.⁽⁶⁾ 그러나 위와 같은 파면관찰은 SEM이나 TEM과 같은 전자 현미경을 사용한 예가 압도적으로 많고, SW의 약 1/10정도로 알려져 있는 SH의 높이 방향의 정보가 충분한 해상도로 관찰되었다고 보기는 어렵다.

한편, 1980년대에 개발되어진 주사형 터널링 현미경(Scanning Tunneling Microscope : STM)이나 원자력 현미경(Atomic Force Microscope : AFM)으로 대표되고 있는 주사형 탐침 현미경(Scanning Probe Microscope : SPM)^(7,8)은 원자레벨의 해상도로서 표면물리량의 3차원 측정이 가능하여 폭넓은 분야에서 응용이 왕성하게 이루어지고 있다.

재료강도 분야에서도 이미 다양한 응용 예가 보고되고 있으며,^(9~11) 본 연구자들도 SPM을 이용한 피로 스트라이에이션의 3차원 관찰로부터 높이 SH, 폭 SW 및 SH/SW를 구하여 응력비 R에 대한 의존성을 검토하고, SPM의 나노 프랙토그래피(Nano-fractography)에의 유용성을 평가한 결과를 보고한 바 있다.⁽¹²⁾ 전보에서는 스트라이에이션 높이를 좌우의 평균값으로 처리하였고, 또한 하나의 SPM 3차원상에 속하는 스트라이에이션의 평균값으로 SH 및 SW를 분석하였다.

본 논문에서는 스트라이에이션 개개의 형상에 관한 정보 및 그 경향을 보다 세밀하게 평가하기 위하여 관찰되어진 전 스트라이에이션을 대상으로 하였다. 스트라이에이션 높이는 좌우높이가 서로 다른 점을 고려하여 좌우의 평균값 SH, 큰 값 SH_h, 작은 값 SH_l로 각각 분석하였으며, 폭과의 비도 SH/SW, SH_h/SW, SH_l/SW로 구분하여 분석하였다. 또한 이러한 값들과 폭 SW, 응력확대계수범위 ΔK 및 응력비 R과의 관계도 검토하였다. 또한 정성적이기는 하지만 스트라이에이션의 형상에 미치는 석출물의 영향도 검토하였다.

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, 0.5, 0.8의 조건에서 일정하중진폭으로 각각 피로 균열진전시험⁽¹³⁾을 수행하였다. 균열길이는 정밀도 0.01mm의 이동식 광학현미경으로 시험편 양면의 균열 길이를 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 장치는 세이코 전자(Seiko Electronic)의 주사형 원자력 현미경 유니트 AFM-SPA300을 프로브 스테이션 SPI3700에 접속한 것이며 스캐너는 주사 범위가 Z축 약 1.5 μm, X-Y축 20 μm×20 μm의 튜브형 압전소자를 사용

Table 1 Mechanical properties of material

Material	0.2% Yield strength (MPa)	Ultimate strength (MPa)	Young's modulus (GPa)	Elongation (%)
2017-T351	275	427	73	22

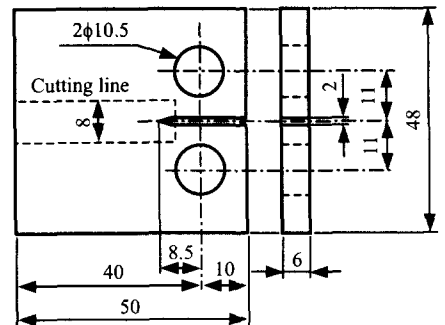


Fig. 1 Shape and dimensions of CT specimen

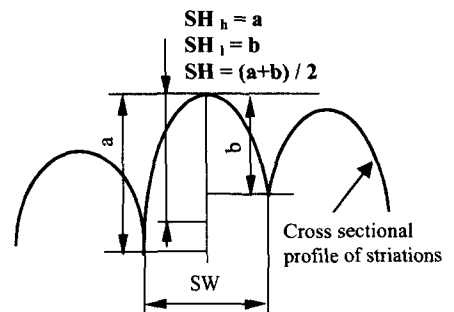


Fig. 2 Definition of striation width and height

하였다.

관찰에 사용한 캔틸레버는 DFM(Dynamic Force Microscope)모드용 SI-DF20이며 CC모드(Cyclic-Contact Mode)⁽¹⁴⁾로 측정하였다. 측정에 있어서는 스캐너의 주사범위가 허용하는 한, 연속적으로 측정하였다. 화상처리 후 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 정밀도 0.01mm의 이동식 광학현미경으로 측정하여 응력확대계수범위 ΔK 의 산출에 이용하였다.

연속측정으로 얻어진 AFM상의 단면 프로파일(profile)에서 Fig. 2에 나타낸 것과 같이 스트라이에이션의 폭(SW), 좌우 평균높이(SH), 좌우높이 중에서 큰 값(SH_h)과 작은 값(SH_l)을 측정하였으며, 폭은 골과 골의 투영길이를 채택하였다.

3. 실험 결과 및 고찰

Fig. 3은 피로균열진전속도 da/dN 과 응력확대계수범위 ΔK 사이의 관계 및 AFM 상으로부터 구한 동일 플래토(plateau)에서의 평균 스트라이에이션 폭 SW와의 관계를 나타낸 것이다. 일반적으로 da/dN 는 10^{-7} m/cycle 정도 이상에서 성립한다고 알려져 있는 da/dN 과 SW와의 일치가 보다 저속도 영역인 6×10^{-8} m/cycle 정도에서 성립하는 것이 확인되었다.

R=0.1에서 관찰되어진 가장 대표적인 AFM 3차원 상을 Fig. 4의 (a)~(h)에 각각 나타내었으며 AFM 상에는 측정된 곳의 응력확대계수범위, 측정범위, 균열진전방향도 병기하였다.

본 연구의 수행 중에 AFM으로 관찰되어진 최소 스트라이에이션은 폭 40nm, 평균높이 6nm 정도이며 (a)와 (b)에 그 AFM 상을 나타내었다. 측정된 장소의 거시적인 균열진전 속도 da/dN 는 9.1×10^{-8} m/cycle, Rice의 해석결과⁽¹⁵⁾ 및 Elber의 균열단합이론⁽¹⁶⁾을 적용한 식으로부터 계산되어진 균열개구변위(CTOD)⁽¹²⁾는 약 193nm이었으며 더 작은 스트라이에이션은 측정되지 않았다. 이 사실로부터 본 연구에 사용되어진 재료에서 스트라이에이션이 형성되기 위해서는 적어도 190nm 정

도의 CTOD가 필요하다고 추정되어진다. 스트라이에이션은 서로 거의 평행하며 닳은 형상임을 (a)의 AFM 상으로부터 알 수 있다. 그러나 (b)로부터 알 수 있듯이 석출물이라고 여겨지는 돌기부 주변에서는 스트라이에이션의 방향성이나 폭이 일정하지 않고 심하게 변형된 것이 특징적이다. 실제로 이러한 미세한 스트라이에이션이 관찰된 곳에서 단결정의 슬립띠(slip band)⁽¹⁷⁾와 매우 유사한 스텝들이 관찰되는 곳도 있었다. 이러한 사실로부터 이와 같은 미세한 스트라이에이션이 형성되는 응력조건에서는 석출물의 존재, 결정방위 등 재료의 조직학적 영향이 파면형성에 크게 작용하고 있다고 여겨지며 스트라이에이션의 폭이 da/dN 보다 크게 형성되는 중요한 요인임을 알 수 있었다.

da/dN 이 1.43×10^{-7} m/cycle인 곳에서 관찰되어진 SW 140nm, SH 14nm 정도의 스트라이에이션은 (c), (d)에, da/dN 이 2.43×10^{-7} m/cycle인 곳에서 관찰된 SW 210nm, SH 30nm 정도의 스트라이에이션은 (e), (f)에 각각 나타내었다. 이 두 영역에서 측정된 스트라이에이션의 단면형태는 비교적 잘 발달한 연성 스트라이에이션이었으며, (c)와 (e)에 제시한 AFM 상에서 볼 수 있듯이 석출물의 탈락에 의해서 형성된 흔적들이 명료하게 측정되는

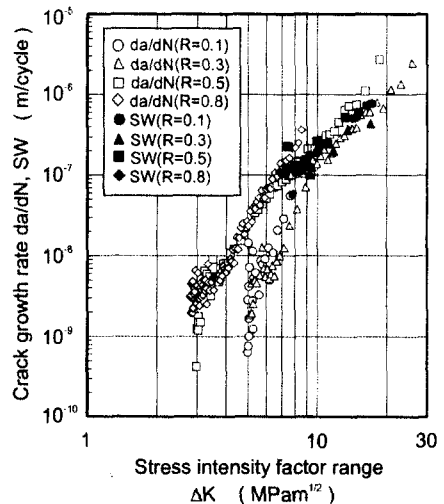


Fig. 3 Relationship between stress intensity factor range and crack growth rate, or striation width

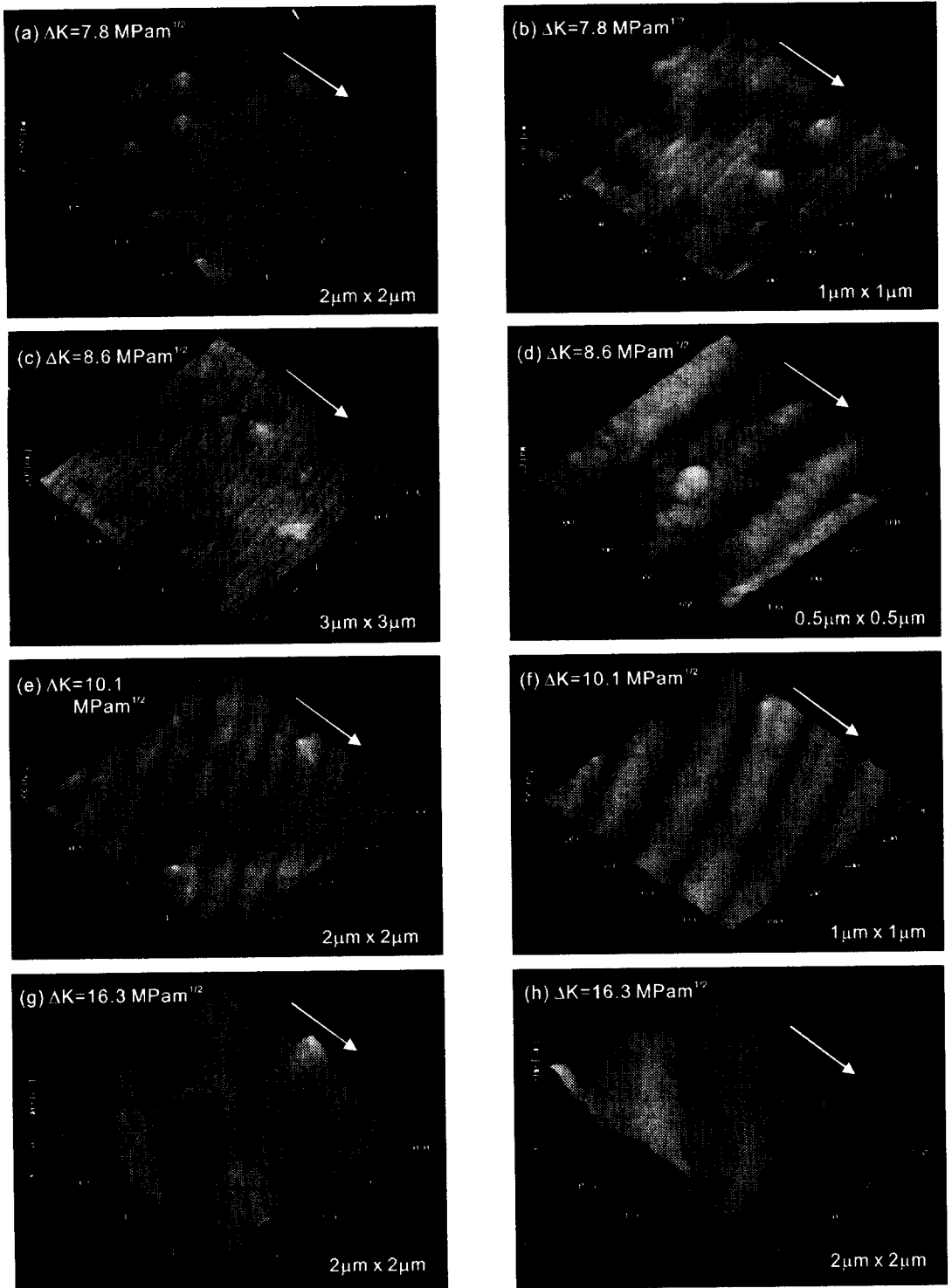


Fig. 4 AFM images of fatigue fracture surface under stress ratio $R=0.1$ for 2017-T351 aluminum alloy. White arrow indicates the direction of crack growth

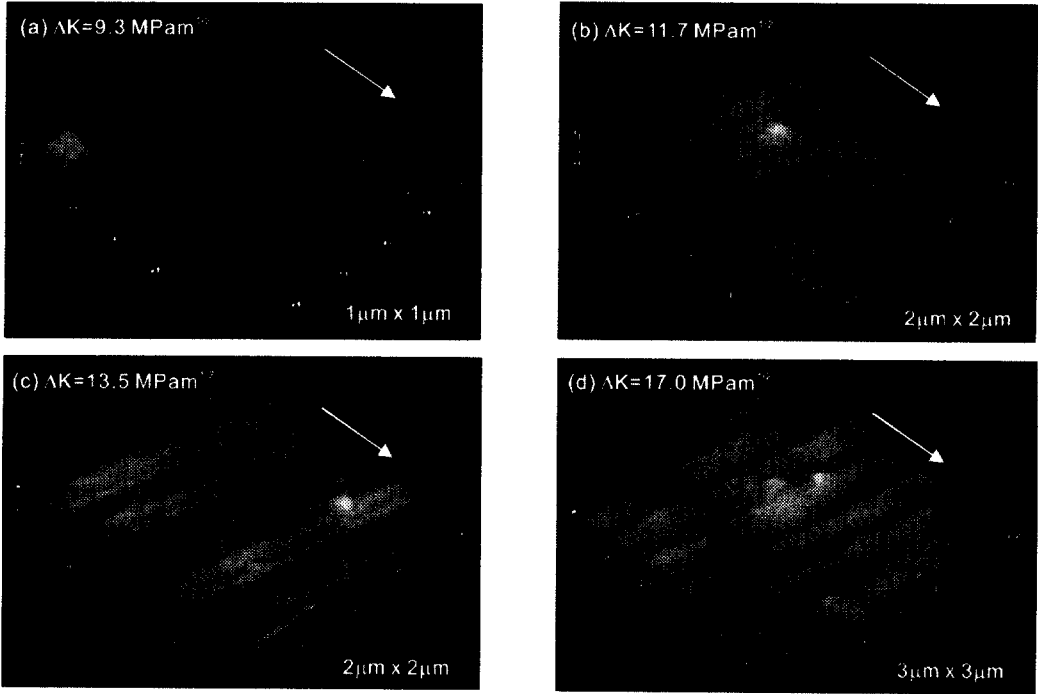


Fig. 5 AFM images of fatigue fracture surface under stress ratio $R=0.3$ for 2017-T351 aluminum alloy. White arrow indicates the direction of crack growth

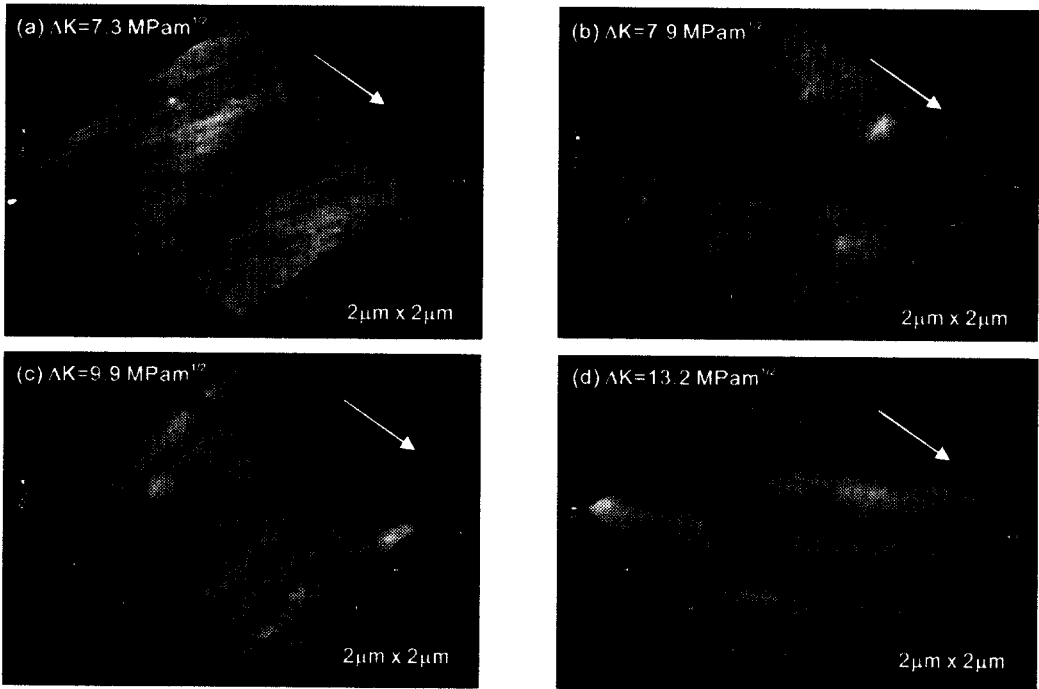


Fig. 6 AFM images of fatigue fracture surface under stress ratio $R=0.5$ for 2017-T351 aluminum alloy. White arrow indicates the direction of crack growth

경우도 있었다. 또한 확대 관찰한(d), (f)에서는 스트라이에이션의 표면에 규모가 작은 석출물들이 다수 존재하고 있었으며 석출물의 크기에 따라서 스트라이에이션의 형상에 미치는 영향이 다를 수 있다. 즉 SW를 기준으로 특정규모 이상의 석출물만이 스트라이에이션의 형상에 크게 영향을 미치며, 그 이하의 크기를 가지는 석출물은 스트라이에이션의 일부가 되어 국부적인 형상에 기여한다고 할 수 있다.

(g)와 (h)는 da/dN가 1.4×10^{-6} m/cycle인 곳에서 관찰되어진 SW 740nm, SH 180nm 정도의 스트라이에이션의 AFM 상이며, 규모가 상당히 큰 스트라이에이션의 산에 스텝이 형성되어 있다. 또한 스트라이에이션의 표면에는 많은 석출물들이 관찰되었으며 (g)에서는 초기 딴플(dimple)이라고 여겨지는 흔적이 나타나고 있는 점으로부터 조직학적 민감성이 현저해지는 피로파괴의 II(c)단계로의 진입단계⁽¹⁾라고 추정되어진다.

Fig. 5와 Fig. 6에 나타내는 것과 같이 응력비 0.3 및 0.5의 조건에서 얻어진 피로파괴면에서 관찰된 스트라이에이션의 AFM 상에서도 응력비 등에 의한 명확한 의존성은 나타나지 않았다.

정성적이기는 하지만 공통적으로 석출물의 크기가 SW의 1/2보다 작을 경우에는 석출물에 의한 단면 및 형상의 국부적인 변형에 영향을 미치며 석출물의 크기가 그보다 클 경우에는 그 전후에서 균열진전속도가 감소 및 가속되어 SW가 상대적으로 감소 및 증가하고 스트라이에이션 형상 및 단면에 심한 변형을 일으키는 경향이 있었다.

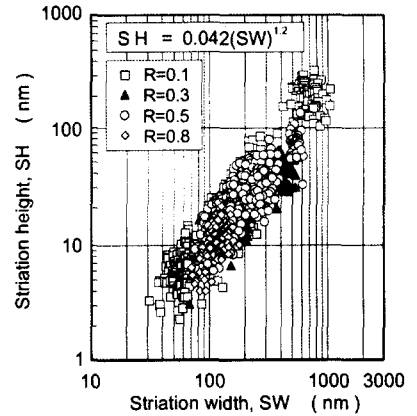
서로 다른 응력비에 의해서 얻어진 표면의 다양한 균열성장속도에 대응하는 위치에서 약 250곳의 스트라이에이션을 AFM으로 측정하여 그 단면 프로파일로부터 SW, SH, SH_h 및 SH_l을 분석하였다.

Fig. 7(a), (b), (c)에는 스트라이에이션의 단면 프로파일에서 얻어진 높이의 좌우평균 값 SH, 큰 값 SH_h 및 작은 값 SH_l과 SW의 관계를 나타낸 것으로, 로그-로그 그래프에서 밴드(band)로서 분포하고 있으며 SH, SH_h 및 SH_l이 SW에 대해 직선적으로 증가하는 관계가 명백하다. 이들 그래프가 거의 같은 분포를 보이는 것은 미세한 값들을 로그-로그 그래프에 표현한 이유도 있겠으나 동일한 폭을 가지는 스트라이에이션의 높이가 최대 약 7배 정도의 차이를 보이고 있기 때문이다. 그 그래프에서 얻은 SH, SH_h 및 SH_l와 SW의 관계는

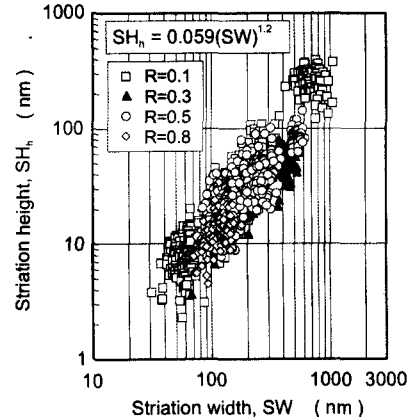
$$SH = 0.042(SW)^{1.2} \quad (1)$$

$$SH_h = 0.059(SW)^{1.2} \quad (2)$$

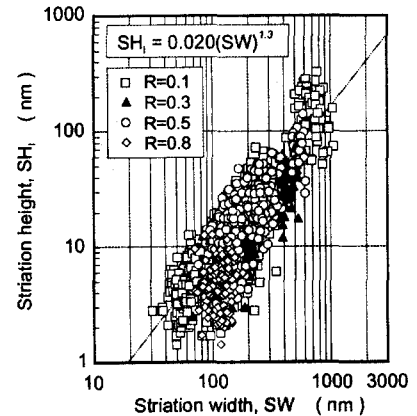
$$SH_l = 0.020(SW)^{1.3} \quad (3)$$



(a)



(b)



(c)

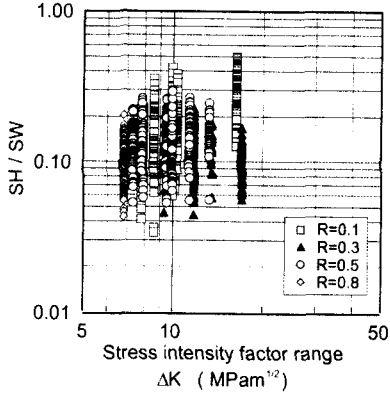
Fig. 7 Relationship between striation width and striation height

식 (1), (2), (3)과 같이 나타내어진다.

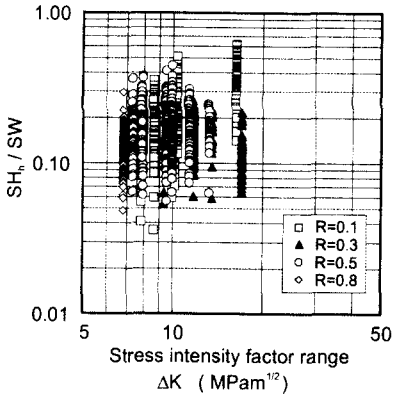
위의 세 식을 비교하여 보면 식 (3)이 약간의 차이는 있으나 스트라이에이션의 높이와 폭의 관계에 있어서 $SH \approx \alpha(SW)^{1.2}$ 로 정리됨을 알 수 있

었다.

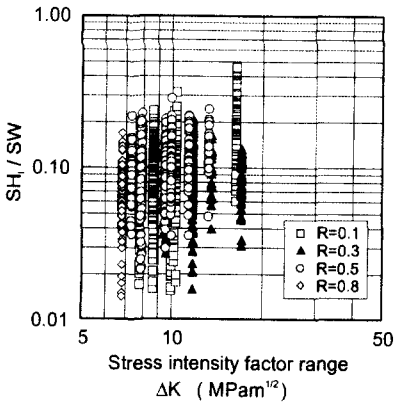
Fig. 8 (a), (b), (c)는 응력확대계수범위와 스트라이에이션 폭과 높이의 비, SH/SW , SH_h/SW 및 SH_l/SW 와의 관계를 나타낸 것으로서 상호 의존 관계는 확인할 수 없었다.



(a)

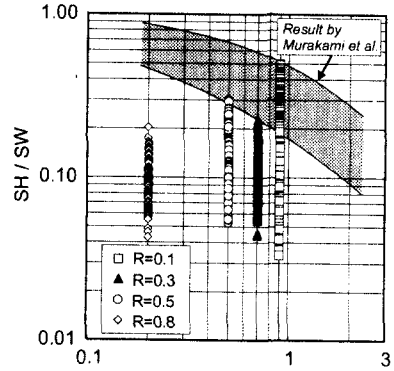


(b)

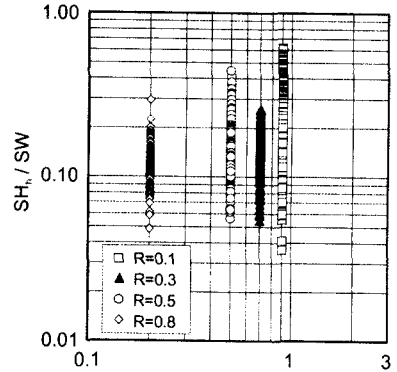


(c)

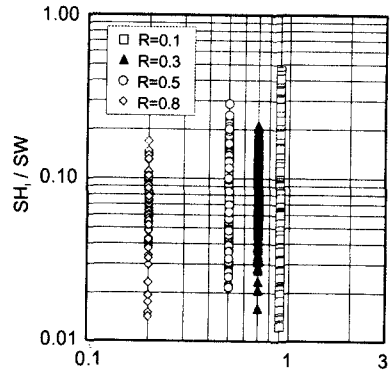
Fig. 8 Relationship between stress intensity factor range and ratio of striation height to striation width



(a)



(b)



(c)

Fig. 9 Relationship between stress ratio, (1-R) and ratio of striation height to striation width

Fig. 9 (a), (b), (c)에는 스트라이에이션 단면형상의 응력비에 대한 의존성을 평가하기 위하여 SH/SW , SH_b/SW 및 SH_t/SW 와 (1-R)의 관계를 구한 것이다. 또한 그래프 (a)에는 Murakami의 결과⁽⁶⁾도 나타내고 있는데 SH/SW , SH_b/SW 및 SH_t/SW 가 그들의 결과와 겹치는 부분도 있으나 재료에 관계없이 (1-R)에 의존한다는 이들의 결과는 본 연구 결과와 일치하지 않았다.

4. 결 론

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

(1) 석출물의 크기가 SW의 1/2보다 작을 경우에는 석출물에 의한 단면 및 형상의 국부적인 변형에 영향을 미치지 석출물의 크기가 그보다 클 경우에는 스트라이에이션 형상과 단면에 심한 변형을 일으키는 경향이 있었다.

(2) 스트라이에이션 높이 SH, SH_b 및 SH_t 과 폭 SW는 로그 그래프에서 거의 직선적인 관계를 가지며, 동일 SW에서 SH는 약 7배까지 분포하고 있으며, $SH = \alpha(SW)^{1.2}$ 로 정리할 수 있었다.

(3) 스트라이에이션의 폭에 대한 높이 비 SH/SW , SH_b/SW 및 SH_t/SW 는 응력비 R과 (1-R) 및 응력확대계수범위 ΔK 에 대하여 의존성이 나타나지 않았다.

후 기

본 논문은 BK21 지역대학 육성사업에 의한 연구비지원으로 이루어진 것으로서, 이에 관계자 여러분께 감사드립니다.

참고문헌

- (1) Koterazawa, R., 1981, *Fractography and its application*, 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) Kitsunai, Y. and Maeda Y., 1987, "Fatigue Failure Analysis of Machine Parts by means of Fractography," *J. Soc. Mater. Science, japan*, Vol.

36, pp. 431~436.

- (5) Jono, Y., Song, J. H., Mikami, S. and Ohgakai, M., 1984, "Fatigue Crack Growth and Crack Closure Behavior of Structural Materials," *J. Soc. Mater. Science, japan*, Vol. 33, pp. 468~474.
- (6) 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.
- (7) Sarid, D., 1991, *Oxford Series on Optical Science - Scanning Force Microscopy*, Oxford University Press.
- (8) 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.
- (9) 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.
- (10) 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, pp. 418~419.
- (11) 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, pp. 1827~1833.
- (12) 최성종, 권재도, Hitoshi ISHII, 2000, "원자력 현미경(AFM)에 의한 알루미늄 합금의 피로 스트라이에이션 관찰," 대한기계학회 논문집, 제24권, 제4호, pp. 955~962.
- (13) John, R. N., 1992, *ASM Handbook Volume 8-Mechanical Testing*, pp. 377~402.
- (14) Magonov, S. N. and Whangbo, M. H., 1996, *Surface Analysis with STM and AFM*, VCH, pp. 21~46.
- (15) Rice, J. R., 1967, "Mechanics of Crack Tip deformation and Extension by Fatigue," *ASTM STP*, 415, pp. 247~309.
- (16) Elber, W., 1971, "The Significance of Fatigue Crack Closure," *ASTM STP*, 486, pp. 230~242.
- (17) 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. 683~688.