

## Cu와 Cu-Zn 합금의 저주기피로 동안 발달한 미세조직 평가를 위한 비파괴기술

### Nondestructive Techniques for Characterization of Microstructural Evolution during Low Cycle Fatigue of Cu and Cu-Zn Alloy

김정석\*, 장경영\*\*†, 현창용\*\*\*

Chungseok Kim\*, Kyung-Young Jhang\*\*† and Changyoung Hyun\*\*\*

초 록 본 연구에서는 Cu와 Cu-Zn 합금의 저주기 피로 동안 발달한 전위 하부조직의 변화를 비파괴적으로 구분하고 평가하고자 하였다. 비파괴시험으로 초음파속도, 전기비저항 그리고 양성자소멸시간을 측정하였다. 서로 다른 적층결함 에너지를 갖는 Cu와 Cu-Zn에 대해 반복피로시험을 수행하고 이들 재료에서의 전위거동과 비파괴평가 파라미터와의 상관성을 연구하였다. Cu는 전위셀 하부구조를 형성하였지만, Cu-Zn 합금은 피로 사이클에 따라서 전위밀도는 증가하고 단지 평면배열의 전위구조를 형성하였다. 상온에서의 반복적인 피로에 의해 발달한 격자결함인 전위와 공공으로 인해 초음파속도의 감소, 전기비저항의 증가 그리고 양성자소멸시간이 증가하였다. 비파괴평가파라미터의 지속적인 변화를 보이는 평면배열의 전위구조를 갖는 Cu-Zn에서와 달리, Cu에서는 전위셀구조가 발달하면서 더 이상의 큰 변화를 보이지 않았다.

주요용어: 피로, 비파괴기술, 미세조직 발달, 전위

**Abstract** The object of this study is to evaluate and discriminate nondestructively the dislocation substructures of Cu and Cu-Zn alloy subjected to the low-cycle-fatigue. The ultrasonic wave velocity, electrical resistivity and positron annihilation lifetime(PAL) were measured to the nondestructive testing. Cyclic fatigue test of Cu and Cu-Zn alloy with much different stacking fault energies was conducted and the correlations between dislocation behavior and nondestructive parameters were studied. Dislocation cell substructure was developed in Cu, while planar array of dislocation structure was developed in Cu-35Zn alloy only increasing dislocation density with fatigue cycles. Decrease in ultrasonic wave velocity, increase in electrical resistivity and PAL were shown because of the development of lattice defects, dislocations and vacancies, by cyclic fatigue at room temperature. In contrast to Cu-Zn alloy of the planar-array dislocation substructure showing continuous changes in the nondestructive parameters, it does not make any noticeable changes in the nondestructive parameters after the evolution of dislocation cell substructure in Cu.

**Keywords:** Fatigue, Nondestructive Techniques, Microstructural Evolution, Dislocations

#### 1. 서론

반복적인 피로 손상에 의한 소성 변형을 통하여 대부분의 금속기 구조물들은 그 기계적 물성

이 변하게 되고 구조물의 성능이 저하하며 결국 파손에 이르게 된다. 이러한 기계적 물성변화는 미소역학적으로 전위의 발달과 슬립 등 기본적으로 전위밀도와 전위구조의 변화와 밀접한 관계가

있다. 소성변형에 따라 전위가 발달하고 이러한 전위는 서로 엉키게 되어 미소균열의 생성원이 되기도 한다. 따라서 급속기 구조물의 기계적 손상을 비파괴적으로 평가하는데 있어 소성 변형의 영향을 파악하는 것이 하나의 중요한 문제가 되고 있다. 구조물의 소성변형을 모니터링할 수 있는 비파괴기술로 기존의 다양한 기술들이 연구되어 지고 있다.

첫째, 초음파는 고체재료 내를 전파하는 탄성파로써 전파속도는 물리적으로 고체재료의 탄성특성과 밀도에 크게 의존하게 된다[1,2]. 그러므로 고체재료의 탄성특성의 변화 혹은 밀도의 변화를 정밀하게 모니터링 하는데 널리 이용되어 왔다. 초기 사용재료가 정해지고 추가적인 열처리나 후공정이 가해지지 않는다면 일반적으로 사용 중 밀도의 변화는 거의 나타나지 않는다. 다만 고온에서 크리프손상에 의해 크리프 기공이 발달하고 미소균열이 생성되면 밀도는 감소하게 된다. Kobayashi는 소성 변형제에서의 탄성계수와 초음파 속도 변화에 대한 음탄성 이론을 수식화한 바 있다[3]. Kwun 등은 탄성파의 전파 특성에 미치는 인장 하중의 영향을 보고한 바 있다[4].

그리고 둘째, 전기비저항은 전도 전자의 산란에 의한 것으로 격자진동에 의한 포논산란(phonon scattering), 불순물(impurities), 격자 결함(lattice defects) 등에 의해 크게 영향을 받는다. 특히 전도전자의 산란에 유효한 원자 단위의 결합이 전기비저항에 가장 크게 영향을 미치는 미세조직 인자로 알려져 있다[5]. 전기비저항 역시 초기 사용재료에 대해서 열에 의한 격자진동 영향은 동일한 것으로 간주할 수 있다. 하지만 열적현상으로 석출물의 생성과 성장 혹은 소멸 등으로 격자간 불순물의 거동이 달라지게 되거나 소성변형으로 인해서 대표적인 격자결함인 전위가 발달하게 되면 이들은 전도전자의 주요한 산란체가 되어 전기비저항에 큰 영향을 미치게 된다. Schaffler 등은 냉간가공을 받은 순철에서 잔류 전기비저항의 증가를 X선 회절 분석을 통하여 비교하였으며 전기비저항의 변화를 이용하여 전위밀도를 측정하였다[6]. Eikum과 Hlowech는 피로손상동안 전기비저항의 증가와 변형을 진폭 0.21%에서 대략적인 포화값 100 nΩcm을 보고하였다[7].

마지막으로, 양전자소멸 측정법은 물질의 전자

구조, 결합 측정, 전자의 밀도분포 및 운동량 분포 등 핵과 고체 물질간의 상호작용 연구에 응용된다. 반입자인 양전자는 전자와의 상호 작용을 통한 재료내의 원자 단위의 크기 결합 특성을 측정하는 수단으로 연구되어 왔다. 양성자소멸은 금속재료에서 공공(vacancy)형 결합에 매우 민감한 기술로 널리 알려져 있다. 공공형 결합에서 양극으로 하전된 어떠한 핵도 존재하지 않기 때문에, 양성자들은 공공에 빠지게 되고 주위의 전자들과 결합하여 소멸하게 된다. 그러므로 양성자들은 공공형 결합 주위의 국부적인 전자상태에 대한 정보를 제공하게 된다. 양성자소멸 분석기술은 결합의 밀도나 변형으로 유기된 공공집합체의 크기에 대한 특정정보를 제공할 수 있다[8,9].

일반적으로 적층결합 거동의 차이에 의해서 금속재료들의 변형 거동은 서로 다르게 나타나게 된다. 두 부분전위들의 평균 분리거리는 적층결합에너지(stacking fault energy, SFE)에 반비례적인 관계에 있다. 부분전위는 적층결합 면내에서만 움직이게 되고 적층결합 에너지에 따라서 서로 다른 슬립모드를 갖게 된다. 즉, 높은 SFE를 갖는 재료는 부분전위의 분리거리가 작아서 각 부분전위를 결합하는데 낮은 응력이 필요하며 파형(wavy) 슬립모드를 갖고 전위구조적으로는 전위셀을 형성한다. 하지만, 낮은 SFE를 갖는 재료는 부분전위 간의 분리거리가 커지게 되고 재결합에 필요한 높은 응력이 필요하게 되며 평면(planar) 슬립모드를 갖고 평면배열 전위구조를 형성한다. 이에 대해서는 전위의 교차슬립의 용이 정도와 관련되며 이들에 대한 기존의 많은 연구가 진행되어 왔다. 특히, Feltner와 Laird는 구리와 구리합금에 대한 피로변형 연구를 통해서 이러한 전위 하부구조에 미치는 인자들에 대해서 Fig. 1과 같은 개략도를 제안하였다[10]. 이는 각 재료의 적층결합에너지(SFE,  $\gamma$ )와 변형을 혹은 피로 사이클에 따라서 서로 다른 전위구조(planar, cell, mixture, vein, patches)로 발달하는 것을 나타내고 있다. 저주기에 소성변형이 크고 적층결합 에너지가 높을수록 B영역의 전위셀 구조를 형성함을 알 수 있다. 이렇듯, 금속 재료는 동일한 변형을 받았다 하더라도 미세조직(전위구조)이 다르게 발달되기 때문에 이들 변화로 인한 물리적, 기계적 영향은 서로 상이하게 나타나며, 비파괴평가 파라미터에 미치는 영향 역시 다르게

나타날 것으로 예상된다. 그러나 아직까지 소성 변형에 의해 형성된 전위구조에 따른 초음파의 전파특성, 전기비저항 특성, 그리고 양성자소멸 특성에 미치는 영향에 대한 이해가 미진하기 때문에 소성 변형 과정뿐만 아니라 피로열화를 비파괴기술을 통해 모니터링 하는데 있어서 큰 어려움이 있다. 본 연구에서는 소성 변형 (저주기 피로)에 따른 초음파 전파속도, 전기비저항, 양성자소멸시간을 정밀하게 측정하고 금속물리학적 관점에서 고찰하여 Cu와 Cu-Zn합금의 저주기 피로동안 발달한 전위구조의 변화를 비파괴기술을 이용하여 평가 하고자 하였다.

## 2. 실험 방법

### 2.1. 저주기피로시험

본 연구에서는 상용 Cu (순도 99.9%)와 Cu-Zn (Cu-35 wt.% Zn)을 두께 20 mm의 압연 판재로 준비하였다. 피로 시험편은 게이지 길이가 12 mm로 가공은 하고 Cu의 경우 450 °C, Cu-Zn의 경우 600 °C에서 각각 1시간동안 열처리하여 재결정화하였다. 재결정화처리 후 두 재료의 결정립의 크기는 선형절편 (liner intercept)법에 의해 구하였으며 결정립크기는 각각 41  $\mu\text{m}$  그리고 54  $\mu\text{m}$ 로 측정되었다. 상온 저주기 피로시험을 위해 10 톤 용량의 유압식 만능시험기를 사용하였으며 일정 변형률 속도 ( $6 \times 10^{-4}/\text{s}$ )를 주기 위하여 완전 인장-압축의 삼각파형을 사용하였다. 피로수명 ( $N_f$ )은 하중의 20%가 감소했을 때 피로 사이클 수로 정의하였다.

저주기피로에 의한 매크로 미세조직의 변화를 관찰하고자 광학현미경을 이용하여 표면상태를 관찰하였다. 표면상태 관찰을 위한 시편은 연마지를 이용하여 #2000까지, 그리고 0.5  $\mu\text{m}$  입경의 다이아몬드 연마액을 이용하여 정밀 기계연마를 하였다. 표면부식을 위해서 습식부식액 (5g FeCl<sub>3</sub> + 50 ml HCl + 100ml H<sub>2</sub>O)으로 부식하였다.

저주기 피로동안 발달한 전위구조 관찰을 위해 시편은 게이지부분에서 응력 방향에 수직하게 절단하여 채취하였으며, 미세구조의 변화를 투과 전자현미경 (JEOL, 120 kV)을 이용하여 관찰하였다. 이때 모든 박판시험편은 Struers Tenupol-3 제트 연마기를 이용하여 33% 질산 +

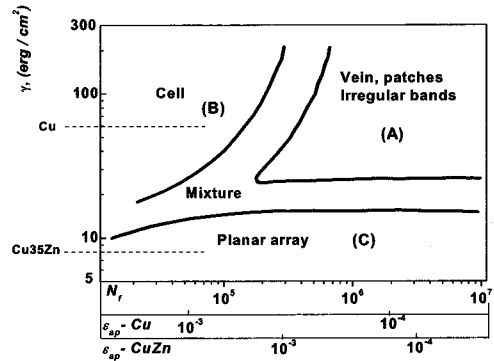


Fig. 1 Type of dislocation substructure in dependence on the SFE  $\gamma$  and on the plastic strain amplitude  $\epsilon_{ap}$

67% 메탄올 전해액으로 -25 °C, 2 V의 조건에서 전해 연마하여 최종 준비하였다.

### 2.2. 초음파 전파속도 측정

초음파의 송수신은 Panametrics 사의 펄서/리시버 (5800)를 사용하였으며, 데이터 수집을 위해 디지털 스토리지 오실로스코프 (LeCroy 9374M)를 사용하였다. 또한 잡음신호를 제거하기 위해 1000회의 신호를 시간 평균을 낸 신호를 최종적으로 얻었다. 탐촉자는 중심주파수가 10 MHz인 Panametrics 사의 수침식 종파 탐촉자 (A312S-SU)를 사용하였으며, 사용된 탐촉자의 지름은 0.25 인치이다. 초음파 전파 속도는 시간영역에서 펄스 에코법으로 구하였다[11]. 이때 탐촉자의 근거리 음장한계 효과를 피하기 위해서 각각 두 번째와 세 번째 저면 반사 에코의 시간차를 전파 시간으로 결정하였다. 시험편의 두께는 10 mm이고 두께 차이는  $\pm 1 \mu\text{m}$  이내가 되게 평행 연마하였다. 시편의 표면은 기계적 연마후에 기계가공으로 인한 시료 표면층의 미소 변형층을 제거하고자 자동 연마기를 이용하여 10% 질산 전해액으로 정밀 전해연마 하였다.

### 2.3. 전기비저항 측정

전기비저항은 직류 4단자전위차법 (DC four terminal potential method)으로 상온에서 측정하였다[12]. 이때 컴퓨터로 제어되는 직류 전류원 (Keithley 203)을 이용하여  $\pm 0.5 \text{ A}$  범위에서 전류

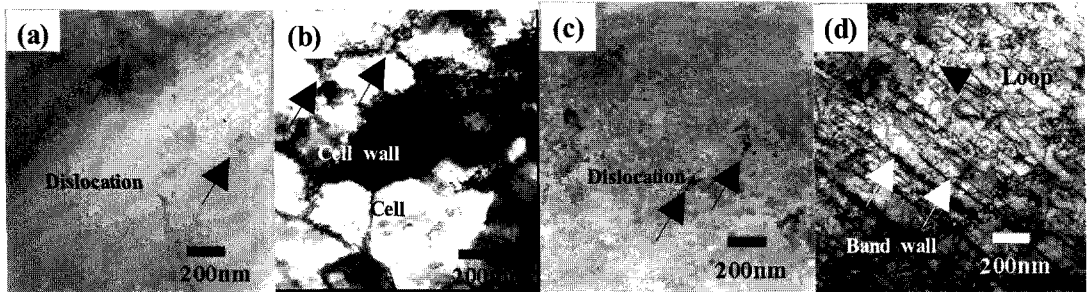


Fig. 2 TEM micrographs showing the dislocation structure with fatigue cycles in Cu and Cu-Zn alloy; (a) as-annealed Cu, (b) 4002 cycles, (c) as-annealed Cu-Zn and (d) 14400 cycles

를 시험편에 공급하였으며, 전압은 나노볼트미터 (Keithley 224)를 사용하여 1 nV까지 측정하였다. 시험편은 가로, 세로, 두께가 각각  $10 \times 10 \times 1 \text{ mm}^3$ 인 박판형으로 하였으며 시험편의 두께는  $\pm 1 \mu\text{m}$  이내가 되도록 평행연마 하였다. 최종적으로 시험편의 표면은 초음파 측정용 시험편과 동일하게 전해연마하여 준비하였다.

#### 2.4. 양성자 소멸시간 측정

동시계수 양성자 소멸 분광실험을 위해 피로손상시험 후 한 쌍의 시험편을  $10 \times 10 \times 1 \text{ mm}^3$ 로 가공하고 표면을 전해연마하여 최종 준비하였다. 양성자의 소스는 활성화 면적이  $9.53 \text{ mm}^2$ 이고 직경이  $5 \mu\text{m}$  두께의 니켈 호일로 양면을 감싸고 있는  $25 \mu\text{mC}$ ,  $^{22}\text{Na}$ 를 사용하여 시료 한 쌍의 가운데에 샌드위치 형태로 배치하였다. 양성자소멸에 의한 511 keV 감마선 에너지 검출을 위해서 ORTEC사의 HPGe(GEM20P) 검출기 그리고 내외부 증폭기를 이용하여 측정하였다. 각각의 스펙트럼은  $4 \times 10^6$  카운트를 수집하였다. 소스성분과 백그라운드 성분을 소거한 후, 모든 스펙트럼에서 PATFIT-88 프로그램을 이용하여 소멸시간을 측정하였다[13].

### 3. 시험 결과 및 고찰

#### 3.1. 저주기 피로에 의한 전위구조의 발달

어닐링한 면심입방체 (fcc) 다결정 Cu와 Cu-Zn 합금은 반복변형에 따라 피로 초기부분에서 매우 빠른 반복경화특성을 보였고 이후 사이클이 더

증가를 하더라도 경화율은 감소하였다[14]. 이상의 결과를 미세조직적으로 규명하기 위하여 피로 변형에 의해 생성된 전위구조를 관찰하였다[14]. Fig. 2의 투과전자현미경 명시야상은 Cu와 Cu-Zn에서 피로 사이클이 증가함에 따른 전위구조의 변화를 보여주고 있다. fcc 금속의 전형적인 전위하부구조는 변형울진족 그리고 적층결합에너지에 크게 의존하며 온도에도 다소 영향을 받는다.

본 연구에서는 Fig. 2(a)와 Fig. 2(b)에 화살표로 나타낸 바와 같이 Cu의 경우 초기 전위밀도가 매우 낮은 재결정상태인 Fig. 2(a)에서 피로 사이클의 증가로 전위밀도는 증가하고 전위엇김과 증식이 일어나 약 피로수명의 40%정도에서는 안정한 전위구조인 전위셀을 형성하고 이후 셀경계가 보다 명확하게 발달하는 전위거동을 관찰하였다 [참고 Fig. 2(b)]. 반면, Cu-Zn은 평면전위구조로 형태의 변화는 없고 전위밀도만 증가하는 것으로 이전의 연구와 일치하는 결과를 얻을 수 있었다 [참고 Fig. 2(d)][15].

#### 3.2. 초음파 전파속도의 변화

Fig. 3은 피로 사이클의 증가에 따른 Cu와 Cu-Zn에서의 초음파 종파속도의 변화를 나타낸 것이다. 초기 초음파 속도는 탄성계수가 더 높은 Cu의 경우 약 4757 m/s로 Cu-Zn의 경우 4500 m/s로 측정되었다. 두 재료 모두 피로 사이클에 따라서 초음파 속도가 감소하였다. 이러한 피로변형에 따른 초음파 속도 감소를 전위발달 측면에서 고찰하였다. Cu와 Cu-Zn의 경우 피로 사이클이 증가함에 따라서 반복경화 효과로 인해서 계속하여 유동 응력이 증가하고 있다. 이는

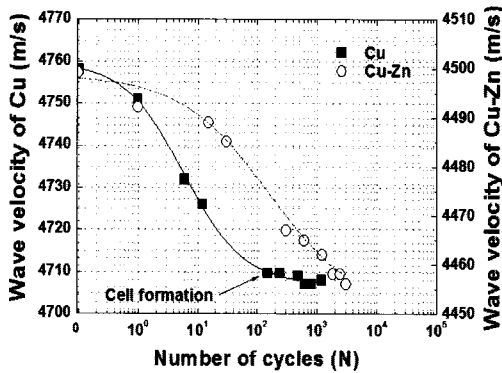


Fig. 3 Wave velocity of Cu and Cu-Zn as a function of number of fatigue cycles showing decrease in wave velocity

미세조직 측면에서 보았을 때는 주로 전위밀도의 증가에 의한 것이라고 볼 수 있다. 따라서 저주기 피로 변형에 따른 초음파 속도 변화는 미세조직적으로 전위밀도의 증가와 밀접한 관련이 있는 것으로 생각된다.

Cu의 경우 피로손상 초기 급격한 음속의 감소를 나타내었고 이후 피로 사이클이 증가해도 큰 변화를 나타내지 않았다. 하지만 Cu-Zn 합금은 지속적인 감소를 관찰할 수 있다.

일반적으로 다결정체내에서 각각의 결정립에서는 서로 다른 결정방위에 따른 탄성이방성이 나타나며, 이로 인한 초음파의 속도가 변화된다. 초음파의 속도변화는 탄성계수, 밀도, 포와송비, 온도 등에 의존한다. 따라서 초음파의 속도는 Voigt-Reuss근사를 통하여 다음 식으로 표현된다 [2].

$$V_L = \sqrt{\frac{E}{\rho} \frac{(1-\nu)}{(1+\nu)(1-2\nu)}} \quad (1)$$

여기서,  $E$ 는 탄성계수,  $\rho$ 는 밀도,  $\nu$ 는 포와송비이다. 본 연구에서인장시험을 통해 측정된 Cu의 정적탄성계수는 125 GPa이고 Cu-Zn의 경우 105 GPa이다. 또한 수중치환법에 의해 측정된 밀도는 각각 8.94 gcm<sup>-3</sup>, 8.47 gcm<sup>-3</sup>로 나타났다. 포와송비는 두 재료 모두 0.35로 하여 식(1)을 이용하여 초음파의 속도를 계산하면 Cu는 4730 m/s, Cu-Zn은 4460 m/s로 펄스-에코법으로 측정된 전파속도와 매우 유사하게 나타났다.

또한 음속변화에 기여하는 요인인 전위에 의한 흡수가 고려되어야 한다. 초음파의 속도는 전위 루프 길이와 전위밀도에 역비례하는 것으로 보고되고 있다[16]. 소성 변형시 원자공공과 같은 점결합이 생성될 수도 있으나 저주기피로 변형에 의한 가장 주된 미세조직 변화는 전위의 증식이다. 전위들은 재료의 점성으로 인해 위상지연에 따른 초음파 압력에 따라서 진동하게 되고 에너지가 소실된다.

이러한 비탄성적 거동으로 인해서 초음파의 속도 역시 감소하게 된다. 이에 대한 전위와 초음파 속도에 관해서 Granato 등은 전위밀도와 전위루프 길이의 함수로 나타내었고 다음 식과 같이 표현하였다 [17].

$$(V_0 - V)/V_0 = \left(\frac{4Gb^2}{\pi^4 C}\right) \Lambda L^2 \quad (2)$$

여기서,  $G$ 는 전단계수,  $\Lambda$ 는 전위밀도,  $L$ 은 전위 루프길이 그리고  $b$ 는 버거스 벡터.  $C$ 는 전위의 선장력, 그리고  $V_0$ 는 전위와 무관한 초음파의 속도이다. 따라서 초음파 속도의 감소는 전위 증가에 의한 격자 뒤틀림 효과 때문이며 일반적으로 초음파의 속도는 전위밀도와 전위루프의 길이에 반비례한다는 기존의 보고와 유사한 결과를 얻었다. 또한 Nowick 등에 의하면 점결합들은 MHz의 주파수 대역을 갖는 초음파와 효과적으로 반응할 수 없는 것으로 알려져 있다[18]. Hirao 등은 피로 손상재에서 초음파 속도의 감소 현상에 대해 연구한 바 있으며, 이 연구에서 손상에 의해 도입될 수 있는 점결합, 전위 등의 격자결함 중에서 초음파 속도에 영향을 줄 수 있는 미세조직 인자를 고려함에 있어서 점결합의 영향을 Nowick 등[18]의 주장과 같은 이유로 배제하였다[19].

이상과 같이 교차슬립이 용이하여 안정한 전위 셀구조를 보이는 Cu는 지속적인 피로 사이클 증가에도 큰 변화를 보이지 않는다. 반면에 교차슬립이 어려운 Cu-Zn합금은 평면배열을 이루고 사이클의 증가에 따라서 지속적인 음속의 감소를 나타내었다. 특히, Cu의 경우 피로손상의 초기에 급격한 속도의 감소를 보였고 전위셀이 발달한 이후 속도의 변화를 나타내지 않았다. 하지만 Cu-Zn은 전 피로수명 과정동안 단조로운 속도의 감소를 보였다.

### 3.3. 전기비저항의 변화

Fig. 4에 나타난 바와 같이 전기비저항은 피로 사이클에 따라서 증가하였다. 전기비저항은 전도 전자의 산란에 의한 것으로 원자 단위의 결함이 크게 영향을 미치게 된다.

이런 점에서, 본 재료에서의 전기비저항의 증가는 피로손상에 의한 격자결함 (전위) 생성과 밀접한 관련이 있어 보인다. 일반적으로 전위의 상호작용에 의해 조그 (jog)가 생성되고 이러한 조그의 움직임에 의해서 격자공공이나 침입형 원자와 같은 점결함을 형성하게 된다. 나선전위가 슬립면을 이동시 일반적으로 나선전위 숲과 만나서 많은 전위교차가 일어나고 이들 교차의 일부는 공공조그 (vacancy jog)가 될 것이고 일부는 침입형 조그 (interstitial jog)를 형성하게 된다. 이들은 나선전위를 따라 활주하게 되고 서로 반응하여 소멸되고 결국에는 같은 부호의 조그만이 남게 된다. 이렇듯 전위는 조그 뒤에 공공이나 침입형 원자를 남기면서 이동하게 된다. 특히, fcc 금속에서 공공형성과 침입형원자를 생성시키는데 필요한 에너지는 각각 0.7 eV와 4.8 eV로 공공의 형성이 매우 유리하다. 이와 같이 전도전자의 산란 센터로 작용을 할 수 있는 피로손상중의 미세 조직적 인자는 전위와 전위의 상호작용에 의해 생성된 공공으로 전기비저항의 증가를 일으킨 것으로 사료된다[20].

### 3.4. 양성자 소멸시간의 변화

본 연구에서 피로손상전 재결정화처리된 Cu와 Cu-Zn의 경우 일차 양성자소멸시간 ( $\tau_1$ )은 각각 118 ps와 140 ps 측정되었다. 이러한 양성자소멸시간은 기존에 보고된 Cu와 Cu-Zn에서의 결함없는 벌크 양성자 소멸시간 110 ps와 130 ps와 매우 유사한 값을 나타내었다[9]. Fig. 5는 피로사이클에 대한 일차 양성자소멸시간을 나타내었다. 양성자 소멸시간은 피로사이클에 따라서 전체적으로 증가하였다. 3.4에서 전술한 바와 같이 반복적이 피로변형동안 조그의 이동에 의해서 공공이 생성된다. 따라서 Fig. 5에서 두 재료 모두 피로사이클의 증가함에 따라서 일차 양성자소멸시간이 증가한 것은 공공의 생성이 그 원인이라 생각된다. 단일 공공에 의한 양성자소멸시간은 Cu

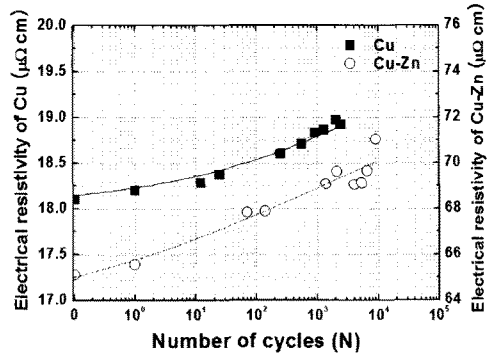


Fig. 4 Electrical resistivity of Cu and Cu-Zn as a function of number of fatigue cycles showing monotonous increase in electrical resistivity

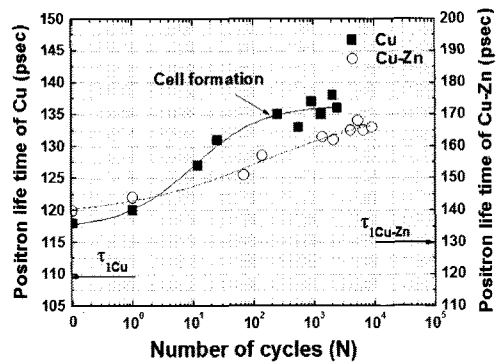


Fig. 5 Primary positron lifetime  $\tau_1$  as a function of number of fatigue cycles for fully recrystallized Cu and Cu-Zn

와 Cu-Zn의 경우 173 ps 정도로 유사하다. 이러한 공공을 생성시키는 조그는 전위조그와 매우 밀접한 관련이 있으며 덩어리지는 경향이 있다. 이러한 공공 덩어리짐 (vacancy clustering)은 양성자소멸시간이 250 ps에 달한다[9].

게다가 피로변형이 지속되면 이들 공공 덩어리들은 3차원 보이드로 성장하거나 혹은 전위쌍극자루프에 모이게 되어 Frank-Read 전위 생성원으로 작용하게 된다. 이러한 보이드의 경우 양성자소멸시간은 500 ps에 달한다[9]. 피로변형에 의한 공공의 생성과 공공 덩어리 생성, 전위원의 생성으로 초기 양성자소멸시간이 증가한 것으로 판단된다.

## 4. 결론

본 연구에서는 저주기 피로변형에 따른 초음파 전파속도, 전기비저항, 양성자소멸시간 등을 정밀

하게 측정하고 금속물리학적 관점에서 고찰하여 Cu와 Cu-Zn합금의 저주기 피로동안 발달한 전위 구조의 변화를 비파괴기술을 이용하여 평가 하고자 하였으며 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1) 피로사이클의 증가로 Cu는 전위밀도가 증가하고 전위엇김과 증식이 일어나 약 피로수명의 40%정도에서는 안정한 전위구조인 전위셀을 형성하였고, Cu-Zn은 평면전위구조로 형태의 변화는 없고 전위밀도만 증가하였다.
- 2) Cu의 경우 피로손상의 초기에 급격한 속도의 감소를 보였고 이후 속도의 변화를 보이지 않았다. 이는 안정한 전위구조인 전위셀의 발달에 기인하는 것이며, Cu-Zn은 전 피로수명 과정동안 단조로운 속도의 감소를 보였다.
- 3) 전기비저항은 두 재료 모두 피로사이클의 증가에 따라서 단조로운 증가를 나타내었고 전위구조적인 차이는 보이지 않았다.
- 4) 일차 양성자소멸시간은 피로사이클에 따라서 증가하였다. Cu는 피로손상의 초기에 급격한 증가 이후 큰 변화를 보이지 않았지만, Cu-Zn은 전 피로수명과정동안 단조로운 증가를 보였다. 이는 피로변형에 의한 공공의 생성과 공공 덩어리생성, 전위원의 생성과 전위밀도의 증가와 밀접한 관련이 있는 것으로 판단된다.

## 후 기

이 논문은 2010년도 정부(교육과학기술부)의 재원으로 한국연구재단의 지원을 받아 수행된 연구임(No. 2010-0007349)

## 참고문헌

- [1] C. S. Kim, S. I. Kwun and I. K. Park, "Characterization of creep-fatigue in ferritic 9Cr-1Mo-V-Nb steel using ultrasonic velocity," *Journal of Nuclear Materials*, Vol. 377, pp. 496-500 (2008)
- [2] K. Goebbels, "Materials Characterization for Process Control and Product Conformity," pp. 3-37, CRC Press, Florida, USA, (1994)
- [3] M. Kobayashi, "Ultrasonic nondestructive evaluation of microstructural changes of solid materials under plastic deformation-Part I. Theory," *International Journal of Plasticity*, Vol. 14, No. 6, pp. 511-522, (1998)
- [4] H. Kwun and C. M. Teller, "Tensile stress dependence of magnetically induced ultrasonic shear wave velocity change in polycrystalline A-36 steel," *Applied Physics Letters*, Vol. 41, pp. 144-146 (1982)
- [5] R. E. Hummel, "Electronic Properties of Materials," pp. 67-85, Springer-Verlag, New York, USA (1985)
- [6] E. Schafner, M. Zehetbauer, A. Borbely and T. Ungar, "Dislocation densities and internal stresses in large strain cold worked pure iron," *Materials Science Engineering A*, Vol. 234-236, pp. 445-448 (1997)
- [7] A. K. Eikum and I. Holwech, "Recovery in copper after fatigue at 78°K," *Scripta Metallurgica*, Vol. 2, pp. 605-609 (1968)
- [8] Th. Hehenkamp, Th. Kürschat and W. Luhr-Tanck, "Positron lifetime spectroscopy in copper," *Journal of Physics F: Metal Physics*, Vol. 16, pp. 981-987 (1986)
- [9] P. Alexopoulos and J. G. Byrne, "Positron lifetime changes during the fatigue of Cu," *Metallurgical Transactions A*, Vol. 9, pp. 1978-1829 (1978)
- [10] C. E. Feltner and C. Laird, "Cyclic stress-strain response of F.C.C. metals and alloys—II Dislocation structures and mechanisms," *Acta Metallurgica*, Vol. 15, pp. 1633-1653 (1967)
- [11] C. S. Kim, C. J. Lissenden, K. M. Kang and I. K. Park, "Influence of dislocation substructure on ultrasonic velocity under tensile deformation," *Journal of the Korean Society for Nondestructive Testing*, Vol. 28, No. 6, pp. 477-482 (2008)
- [12] 김정석, 남승훈, 현창용, "전기비저항 측정에 의한 구리와 구리합금의 미시적 열화평가," *비파괴검사학회지* Vol. 30, No. 5, pp. 444-450 (2010)

- [13] C. Y. Lee, J. H. Kwon, H. H. Kim and J. M. Jeong, "Defect analysis in Gd<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S:Tb by using X-ray radiation with positron annihilation methods," *Journal of the Korean Physical Society*, Vol. 51, No. 3, pp. 1172-1175 (2007)
- [14] C. S. Kim, "Nondestructive Assessment of Microstructural Change by Fatigue and Creep," pp. 46-77, Ph. D. Thesis, Korea University, Korea (2007)
- [15] P. Lukáš and M. Klesnil, "Cyclic stress-strain response and fatigue life of metals in low amplitude region," *Materials Science and Engineering*, Vol. 11, pp. 345-356 (1973)
- [16] A. Granato and K. Lücke, "Theory of dislocation damping due to dislocations," *Journal of Applied Physics*, Vol. 27, No. 6, pp. 583-593 (1956)
- [17] A. Granato, A. Hikata and K. Lücke, "Recovery of damping and modulus changes following plastic deformation," *Acta Metallurgica*, Vol. 6, pp. 470-480 (1958)
- [18] A. S. Nowick, "Early work on dislocations and point defects at low and intermediate frequencies," *Journal of Alloy and Compounds*, Vol. 211-212, pp. 4-6 (1994)
- [19] M. Hirao, H. Ogi, N. Suzuki and T. Ohtani, "Ultrasonic attenuation peak during fatigue of polycrystalline copper," *Acta Materialia*, Vol. 48, pp. 517-524 (2000)
- [20] A. Seeger, "The generation of lattice defects by moving dislocations, and its application to the temperature dependence of the flow-stress of F.C.C. crystals," *Philosophical Magazine*, Vol. 46, pp. 1194-1217 (1995)