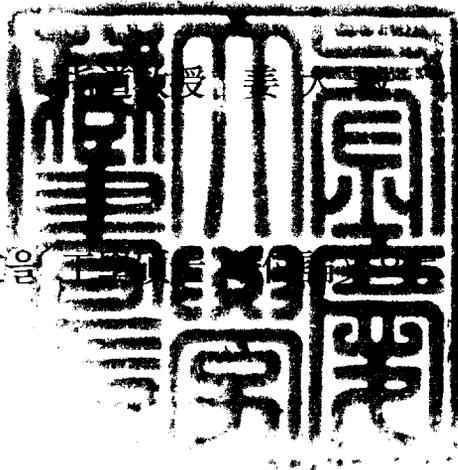


工學碩士 學位論文

ZME310 마그네슘 합금 크리이프  
變形特性에 관한 研究



이 論文을 提出함

2006年 2月

釜慶大學校 大學院

自動車工學科

朴 洙 燦

# 朴 洙 燦의 工學碩士 學位論文을 認准함

2005年 12月

주 심 공학박사 김 광 희



위 원 공학박사 김 병 탁



위 원 공학박사 강 대 민



# 目 次

## ABSTRACT

1. 序論	3
1.1. 研究의 背景	3
1.2. 研究의 目的	3
2. 크리이프 理論	4
2.1. 일반적인 크리이프 現狀	4
2.2. 크리이프 變形機構	6
2.2.1. 크리이프 溫度 依存性	6
2.2.2. 크리이프 變形率速度의 應力 依存性	8
3. 實驗 裝置 및 方法	9
3.1. ZME310 마그네슘 合金의 材料製作	9
3.2. 試片	11
3.3. 實驗 裝置	12
3.4. 實驗 方法	13
3.5. 實驗 方法 및 條件	15
4. 實驗 結果 및 考察	17
4.1. 크리이프 그래프觀察	18
4.2. 크리이프變形에 대한 活性化 에너지	22
4.3. 크리이프 變形과 應力 依存性	25
4.4. 크리이프 破斷壽命 豫測	31
4.5. 크리이프 變形特性의 Ca 影響	34
4.6. 破斷面 觀察	35
5. 結論	36
參考文獻	38

# A Study on the characteristics of creep deformation of ZME310 Magnesium Alloy

Soochan Park

*Department of Automobile Engineering  
Graduate School of Industry  
Pukyong National University*

## ABSTRACT

ZME310 Magnesium alloy was used for creep deformation characteristics and rupture time, whose alloy was casted with Mg, Zn 3%, Mn 1%, and Ca 0.3%. In order to confirm the creep behaviour of the material, the activation energy  $Q_c$ , the applied stress exponent  $n$ , and rupture life were obtained by constand creep load under the temperature range of 200~300°C and stress range of 2.39kgf/mm<sup>2</sup> to 7.96kgf/mm<sup>2</sup>, respectively. Also the results of creep rupture time of ZME310 magnesium alloy was compared with the results of creep rupture time of ZM31 Magnesium alloy, and the Larson-miller parameter was used to predict creep rupture time of the materaial. From the results, under the temperature of 200~220°C and stress level of 6.37~7.96 kgf/mm<sup>2</sup>  $n$  value was about 5.59 and  $Q_c$  value was about 147.97kJ/mol. And under the temperature of 280~300°C and the stress level of 2.38-3.98kgf/mm<sup>2</sup>,  $n$  value was about 3.77 and  $Q_c$  value was about 129.22kJ/mol. In addition, the rupture time of magnesium alloy was better than that of ZM31 magnesium alloy, and Lansos-Miller parameter is very useful to expect the rupture life of ZME310 magnesium alloy.

# 1. 序論

## 1.1 研究의背景

高溫, 高壓상태 하에서 사용되는 모든 장치 및 자동차부품들의 경우 그 수명 및 안정성에 있어서 고온 크리이프변형과 파단의 문제는 매우 중요한 설계요소이며, 또한 크리이프변형과 파단을 억제하는 材料開發을 위해 크리이프 거동에 대한 연구가 필요하게 되었다. 이러한 크리이프 實驗에 대한 연구는 20세기 초 이래 Phillip와 Andrade의 고전적 연구를 시작으로 오래전부터 크리이프 기구에 대한 상세한 연구가 이루어져 왔다. 크리이프 變形機構 중 고온( $0.8T_m$ 이상)에서 주로 일어나는 확산 크리이프에 관한 연구로는 Nabarro와 Herring<sup>1)2)</sup>등에 의하여 초기에 연구되었고 고온이고 낮은 응력 하에서 크리이프 변형이 용이하게 되는 것은 가해진 응력에 의하여 유도된 원자들의 확산의 결과라고 제안하고 변형속도가 응력에 1차적으로 비례함을 보였다.  $0.4\sim 0.7T_m$ 의 온도 범의에서 발생하는 전위 크리이프에 관한 연구로는 Lagneborg가 Mott에 의하여 제안된 회복 크리이프 이론을 전위 밀도의 온도와 응력의 의존성을 감안한 이론식을 제시하였다. 크리이프 活性化에너지에 관한 실험적 연구에서 Sherby<sup>3)</sup>는 크리이프 실험도중 온도를 변화시킨 후 크리이프를 진행시켜서 측정된 크리이프 온도변환 전후의 크리이프 속도를 구하여 크리이프 活性化에너지를 구한 결과  $0.5T_m$  이상온도 구간에서의 活性化에너지는 자기확산 活性化에너지와 거의 동일하여 이 구간에서의 크리이프 변형기구는 전위상승에 의한다고 언급했다. 이런 여러 실험결과에 의하여 여러 재료에 대하여 변형기구가 확인되고 크리이프변형속도에 대한 여러 가지 구성 방정식이 제안되어 최근에는 이와 같은 크리이프연구의 진전에 따라 여러 형태의 응력, 온도, 또는 재료조직에 따라 크리이프 변형과정의 예측을 가능케 함으로써 산업기술현장에 중요한 자료가 마련될 것으로 전망된다.

## 1.2 研究의 目的

자동차산업에서는 연비개선과 환경보호가 중요한 設計概念으로 차의 輕量化, 소재개발을 위하여 알루미늄합금, 플라스틱, 고장력강판, 엔지니어링플라

스틱, 등의 신소재개발이 부각되면서 마그네슘소재가 자동차, 항공기 등의 경량화를 위한 최적의 소재로 評價되고 있다. 밀도는 주강의 1/5, 철 합금의 1/4, 알루미늄 합금의 2/3 수준으로 현재까지 개발된 합금 중에서 최소의 밀도를 가짐과 동시에 우수한 비강도 및 비탄성 계수를 갖추고 있고 고온상태에서 활용도가 많으므로 마그네슘 합금의 부품개발을 위해서는 고온에서 크리이프 특성을 파악하는 연구가 절대적으로 필요하다. 이와 같은 마그네슘 합금의 고온 크리이프에 대한 研究로서는 Polmear는 마그네슘에 사용되는 대표적인 원소들의 물리적인 성질과 화학적인 성질에 대한 연구에서 Al첨가는 Mg17Al12상을 형성하는 석출강화원소로 첨가되고 Zn은 고용강화원소로 활용되어질 수 있고, Mn은 Fe와 화합물을 형성하여 내식성을 증대시킨다고 하였다. Sheerly등은 성형성 향상을 위해 고온에서 순수마그네슘의 슬립시스템과 온도의존성에 관하여 연구하였고 W.Blum<sup>4)</sup> 등은 여러 가지 마그네슘 합금의 크리이프 저항과 크리이프 기구에 대한 연구에서 새로운 크리이프 저항 합금 AJ51재료를 크리이프 실험한 결과 다른 마그네슘합금 재료보다 크리이프 저항이 대단히 우수했다는 것을 증명했다. 또한 Sheldon Robert<sup>4)</sup>의 연구에 의하면 ZK60, AZ80A는 강도적인 측면에서 매우 유리한 마그네슘 합금이며, 인장하중이 작용할 시에 비교적 큰 연성을 보여 소성가공에서 성형성이 양호하고 인성이 우수하여 압출에서도 적용이 가능하고 크리이프 저항성을 향상시키기 위하여 T-6열처리조건(용체화후 시효처리)을 이용하였다. 또한 Kang<sup>5)</sup>은 ZM31 마그네슘합금을 주조 제작하여 고온에서 크리이프 변형기구 및 파단시험에 대한 연구를 발표한 바 있다.

본 논문에서는 마그네슘모체에 Zn 3%, Mn 1%, 그리고 Ca 0.2%를 첨가하여 주조하여 만든 ZME310 마그네슘 합금에 대하여 고온에서 溫度條件 200℃~220℃와 應力條件 6.37~7.96(kgf/mm<sup>2</sup>) 온도조건 280℃~300℃과 응력조건 2.39~3.98(kgf/mm<sup>2</sup>)인 상태 하에서 응력을 가한 크리이프변형 및 파단시험을 행하여 부가응력지수(n) 및 활성화에너지(Qc)에 대한 실험결과를 토대로 하여 ZME310계 마그네슘 합금의 크리이프 변형특성과 파단수명을 豫側하고자 한다.

## 2. 크리이프 理論

### 2.1 일반적인 크리이프 現狀

재료가 일정하중 또는 일정응력 하에서 시간에 따라 서서히 연속적으로 소성 변형되는 현상을 크리이프라 하며 좀 더 일반적으로 表現하면 시간이 지남에 따라 서서히 변하는 모든 塑性變形을 크리이프라 할수 있다. 이러한 크리이프의 성질은 일정하중 또는 일정응력 하에서 시간에 따라 측정된 변형량을 “연신율-시간”의 좌표에 표시한 크리이프 곡선에 의하여 결정된다.

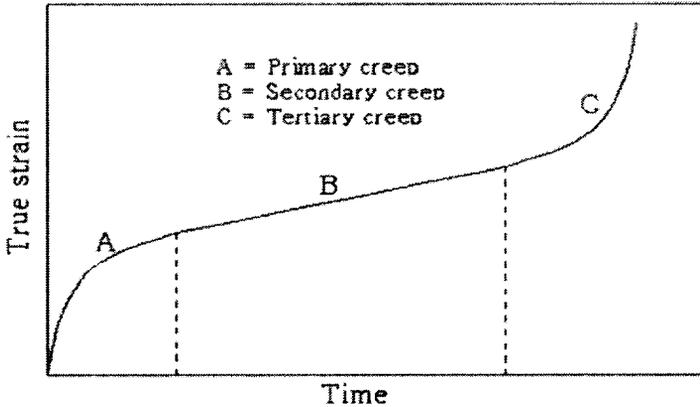


Fig.1 Typical creep curve

Fig.1을 보면 크게 크리이프 현상을 세 가지의 領域으로 분리 할 수 있다. 크리이프 초기 단계인 A는 1차 크리이프(Primary creep) 구역으로 크리이프 속도가 시간의 경과에 따라 점차 감소되는 특성을 보이고 이 구역에서는 塑性變形과 彈性變形이 공존한다. 1차 크리이프 종료 후 B영역에서는 크리이프 속도가 어느 정도 일정하게 되는데, 이 구간을 2차 크리이프(Steady state creep라고도 한다)라 한다. 이 구간에서는 연신과 시간이 일정한 기울기로 거의 직선 관계이며, 크리이프 속도가 가장 느리다. 定常狀態 크리이프 단계가 끝나 C영역에서는 크리이프 속도가 점점 증가하는 3차 크리이프(가속 크리이프)가 나타나서 결국 破斷에 이르게 된다. 1차 크리이프에서는 연신정화의 進行에 따라 내부응력이 增可하고 有效應力이 減少하므로 크리이프 속도는 감소한다. 이후 변형의 진행에 따라 점차 轉位の 소멸 및 재배열에 의한 回復이 일어나서 내부응력이 減少하게 되어 이때 연신정화로 인한 내부응력의 增加와 回復에 의한 内部應力의 減少가 相殺되어 내부응력이 일정하게 되면 유효응력이 일정하게 되고 결국 크리이프 속도가 일정하게 되는 2차 크리이프, 즉 정상 크리이프에 到達하게 된다. 변형이 계속되면 네킹에 의한

응력집중, 결정입내 또는 입계에서의 龜裂의 발생, 再結晶, 狀變化 등의 복잡한 현상들에 의해 3차 크리이프, 즉 가속 크리이프가 일어나게 된다. 이들 현상은 상호 원인이 되고 결과가 되기도 하여 어느 현상이 가속 크리이프의 직접적인 원인인가를 판단하기는 힘드나 가속 크리이프는 결국 破斷에 연결되므로 그 기구도 당연히 파단기구와 관련을 갖고 있음이 틀림없다. 가속 크리이프가 진행 중에는 재료 내부에 龜裂이나 空洞이 다수 발생하고 있는 것이 관찰되고 있어 변형이 진행함에 따라 이들이 성장 또는 전파하는 사실이 가속 크리이프의 重要的 原因으로 고려된다.

## 2.2 크리이프의 變形機構

일정한 溫度와 하중 條件下에 材料에 따라서는 각기 다른 고유의 塑性變形이 발생한다. 따라서 소성변형을 일으키는 원인을 糾明함으로써 크리이프 변형을 이론적인 解釋이 가능 할 뿐만 아니라 이러한 變形機構를 이용, 실제 크리이프 변형을 抑制시키는 합금이나 열처리 방법을 모색하여 크리이프 변형에 대한 저항이 큰 材料 開發을 가능하게 할 수 있다. 이러한 크리이프 변형을 일으키는 변형기구의 주된 요인이 되는 크리이프 활성화 에너지, 응력 지수, 파단면 사진, 크리이프 파단수명 實驗式을 파악하면 각 재료에 대한 크리이프 변형기구를 把握할 수 있다.

### 2.2.1 크리이프 溫度 依存性

크리이프 변형은 열적 活性化 過程이므로 주로 활성화 에너지  $Q_c$ 에 의해 좌우되며, 크리이프의 溫度 依存성은 결국 활성화 에너지의 특성을 조사함으로써 解釋할 수 있다. 크리이프 속도  $\dot{\epsilon}$ 와 활성화 에너지  $Q$ 를 Arrhenius式으로 표시하면 식(1)과 같다.

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n \exp(-Q/RT) \quad (1)$$

여기서 A ; 응력, 조직, 온도에 따른 구조상수

R ; 기체상수(8.3145kJ/mol)

Q ; 활성화 에너지

T ; 절대온도 (K)

식(1)에서 응력( $\sigma$ )을 일정한 상태로 두면 식(2)와 같다.

$$\dot{\epsilon} = B \cdot \exp(-Q/RT) \quad (2)$$

여기서 B는 응력과 연신에 대해서는 常數이지만 온도에 대해서는 약간 변화한다.

한편 Q는 크리이프를 주도하는 크리이프 기구의 실제 활성화 에너지로서 크리이프 기구가 명확하게 밝혀지지 않은 상태에서는 Q를 결정하는 것은 불가능하나 실험적으로 Q외의 다른 항을 포함할 수도 있는 實驗的 活性化 에너지( $Q_c$ )를 구하여 가장 가까운 근사치를 구할 수 있다. 즉, 일정하중, 일정 연신하의 작은 온도 범위에서 재료의 조직 및 내부응력의 변화가 일어나지 않는다고 가정하면 온도 급변 크리이프 시험방법에 의하여  $Q_c$ 를 구할 수 있고, 일정하중의 온도  $T_1$ 에서 어떤 연신에 도달 했을 때 신속하게 온도를  $T_2$ 로 變化시키면 식(3)과 같이 나타낼 수 있다.

$$Q_c = \frac{R \ln(\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1)}{1/T_2 - 1/T_1} \quad (3)$$

여기서  $\dot{\epsilon}_1$ 는 온도  $T_1$ 에서의 最終 크리이프 速度이고  $\dot{\epsilon}_2$ 는 온도  $T_2$ 에서의 初期 크리이프 速度이다.

Sherby는 온도에 따른 크리이프속도를 解釋함으로써 순수 Al과 Cd의 크리이프에 대한 실제 활성화 에너지( $Q_c$ )와 변형기구와의 연관성에 대해 다음과 같이 언급하였다. 첫째  $0.5T_m$ 이상의 모든 온도 범위에서는 이 금속들의 自己 擴散 活性化 에너지( $Q_{sd}$ ) 거의 같으며 이 구간에서의 크리이프 기구는 轉位 上乘(Dislocation climb)에 依한다고 하였다. 두번째  $0.3 \sim 0.4T_m$  온도 범위에서의 활성화 에너지는 자기확산 활성화 에너지( $Q_{sd}$ )보다 작은 일정한 값으로 나사 轉位の 交叉 슬립을 위한 활성화 에너지와 일치하며 이 구간에서의 크리이프 과정은 교차 슬립에 의한 機構로 說明하였고, 마지막으로  $0.3T_m$  이하의 온도에서는 온도 감소에 따라 활성화 에너지가 감소하였으며 이것은 전위의 교차과정 때문인 것으로 說明하였다. 또한 Sherby는 多結晶 Al의 크리이프 시험에서 온도 급변 크리이프 시험에 의한 활성화 에너지는 연신량의 변화에 관계없이 거의 일정한 값을 갖는다고 하였으며,  $0.5T_m$ 이상에서 같은

방법으로 행한 Garofalo의 스테인레스강에 대한 실험 결과에 의해서도 역시 활성화 에너지는 연신량과 무관한 것으로 나타났다. P. Feltham. 은 위에 언급된 내용과 비교적 일치를 보이는 금속은 Al, Au, Cu, In, Mg, Fe, Pb, Ni, Zn 등이 있고, 합금인 경우가 순수 금속에 비해서 활성화 에너지가 증가되고, 특히 鋼 경우 炭素량이 0.05%-0.79%까지는 비례해서 활성화에너지가 증가하였다(Feltham. P.) 활성화 에너지와 응력의 관계에 대한 Seeger<sup>6)</sup>의 제의에 의하면 실험적으로 측정된 활성화 에너지는 식(4)와 같이 표현 할 수 있다.

$$Q_c = Q_0 - Vf(\sigma) \quad (4)$$

여기서  $Q_0$ 는 부과응력이 없을 때의 활성화 에너지,  $V$ 는 활성화부피,  $f(\sigma)$ 는 부과응력의 함수이다.

또한 Weertmann<sup>7)</sup>의 다결정 주석의 시험에 의하면 부과응력의 감소에 따라  $Q_c$ 가 증가하는 것으로 나타났다. 따라서 활성화 에너지는 溫度 變化에는 상당히 민감하게 變化하지만 연신량에는 거의 무관하며, 부과응력의 변화에 따라 변화하지만 그 영향은 그다지 크지 않은 것을 알 수 있다.

## 2.2.2 크리이프 變形率速度의 應力 依存性

크리이프 變形率速度가 作用應力에 대하여 Cubby 와 Garofalo 가 제안한 定常變形率速度에 대해서 식(5)와 같이 나타낼 수 있다.

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n \quad (5)$$

여기서  $A$ 와  $n$ 은 일정온도에서의 상수이고 식(5)에서 양변에 대수를 취하면 식(6)과 같다.

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A + n \ln \sigma \quad (6)$$

또한 온도조건을 일정하게 하면  $A$ 는 일정상수가 되어  $\log A$ 는 상수  $C$ 로 둘 수 있다. 즉,  $\ln A = C = \ln \dot{\epsilon}_1 - n \ln \sigma_1 = \ln \dot{\epsilon}_2 - n \ln \sigma_2$  가 되어 응력지수  $n$ 값은 식(7)에서 구할 수 있다.

$$n = \frac{\ln(\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1)}{\ln(\sigma_2/\sigma_1)} \quad (7)$$

이 식에서 응력지수(n)는 응력의 변화에 따른 변형률 향으로 표시되어 응력지수 값을 계산할 수 있다.

### 3. 實驗 裝置 및 方法

#### 3.1 ZME 310 마그네슘 합금의 材料製作

본 연구에 사용된 4元係合金을 제조하기 위해서 우선 Mg과 용접차이가 큰 Mg-3%Mn 모합금을 製造하였다. 처음 母合金을 만들기 위해서 사용된 마그네슘은 純度 99.8%이상의 것을 사용하였고 720°C에서 순마그네슘을 용해 후 순수 Mn을 첨가하여 승온 800-820°C에서 40분을 유지 후 교반한 다음 다시 20분유지, 교반한 후 鑄造하였으며 이때 물온도는 150°C 예열하였다. 그후 Mg-3%Zn-1%Mn-0.2%Ca 4원계를 제조하기 위해서 순수 마그네슘과 순수 아연을 Photo.1에 표시된 전기저항식 溶解爐에 투입한 후 4원계 합금의 경우 Mg-3%Mn 모합금을 添加하였다. 4원계 합금제조에 사용된 순수 금속 및 모합금의 첨가순서와 합금량은 먼저 순수마그네슘 6,200g을 넣고 다음에 순수 Zn 300g을, Mg-3%Mn 모합금 3,300g을 첨가하여 720°C에서 溶解後 30분 유지한 다음 Ca, Mg-3%Ca를 投入하여 교반 후 鑄造하였다.

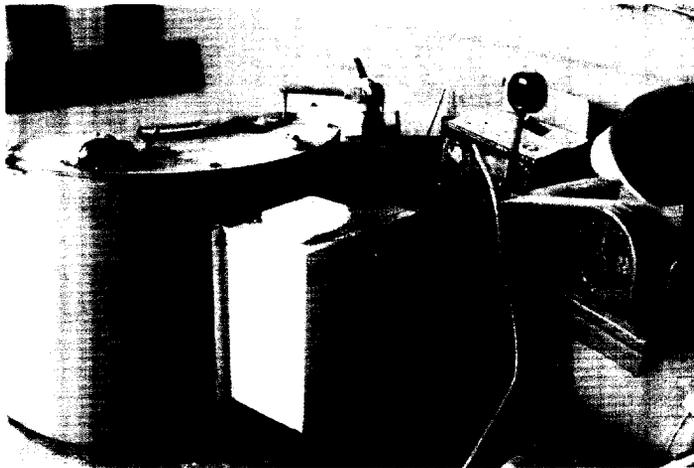


Photo.1 Furnace for ZME310 Magnesium alloy

용해된 마그네슘합금은 Photo.2에 나타난 바와 같이 150℃으로 豫熱된 금속 몰드에 용탕의 渦流를 최대한 억제하기 위하여 傾斜를 주어 주입하였다. Photo.4는 시편제작용 주조된 재료이고 Photo.3의 成分分析機로서 분석한 결과는 Table1과 같다.

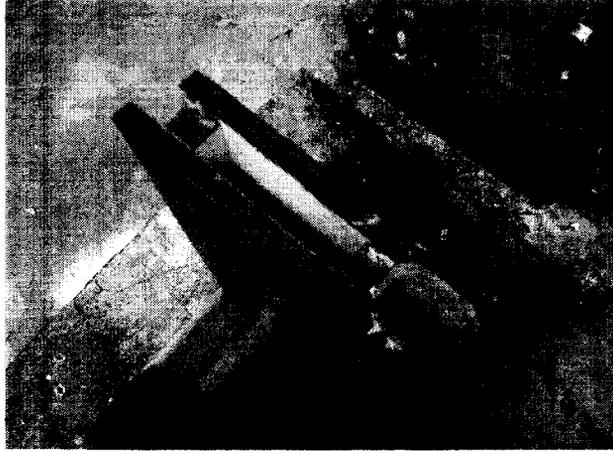


Photo.2 Mold for ZME 310 Magnesium alloy

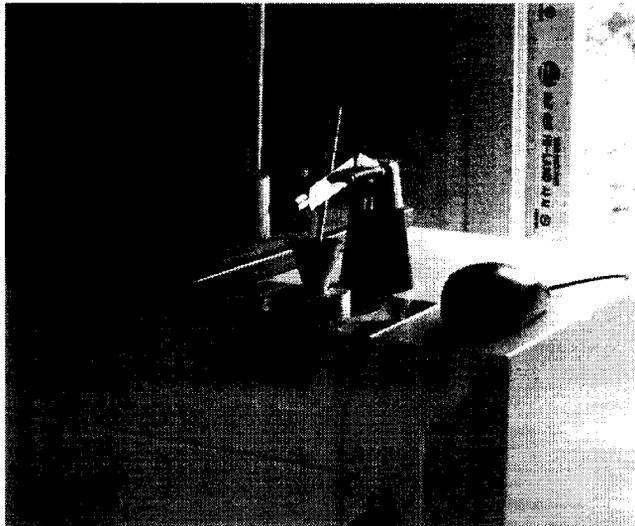


Photo 3. Equipment for Analysing speciemem

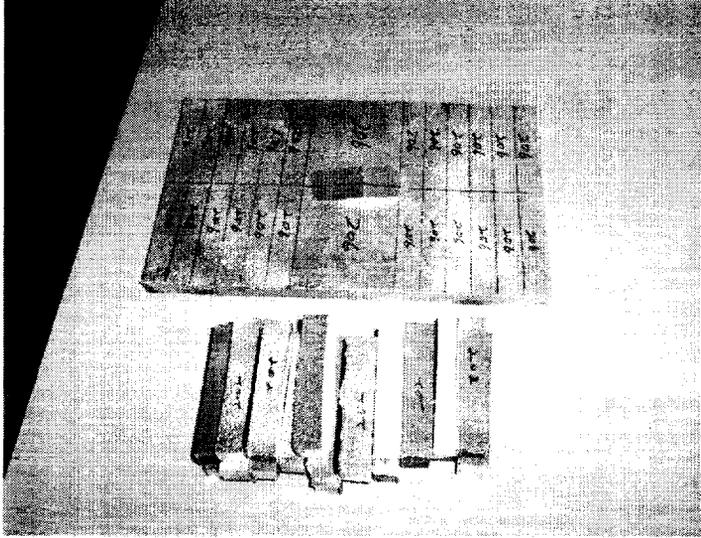


Photo.4 Molded Specimens

Table1 ZME 310 Magnesium

Mg	Al	Zn	Mn	Ca	Si	Fe	Cu	Ni
bal.	<0.0009	2.78	0.726	0.2096	<0.0028	<0.0007	<0.004	<0.002

### 3.2 試片

크리이프 實驗에 사용했던 材料는 제작된 ZME310 마그네슘 합금으로 4mm 표점거리 16.3mm의 시편을 제작하였다. 시편의 形狀은 Fig.2와 같다.

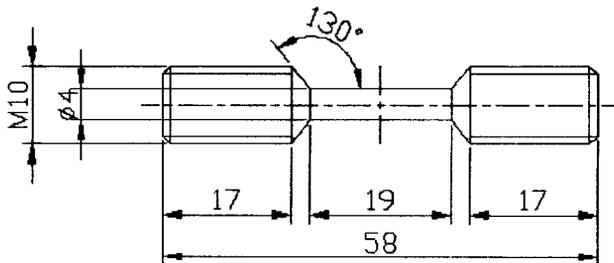


Fig.2 Creep specimens

### 3.3 實驗裝置

一般的으로 크리프시험에는 크리프 인장이 가장 많이 사용되고 비틀림 및 인장과 비틀림의 복합시험등도 있으나 많이 사용되고 있지 않다. 크리프 試驗裝置에는 1)하중장치, 2)변형률 측정장치(LVDT), 3)가열로, 온도측정 및 조정장치의 3부분으로 構成되어 있고, 표점간의 신장은 보통 爐밖에서 변형 측정장치로 自動測定을 한다. 크리프률은 절대온도의 상승과 指數函數的으로 증가하기 때문에 온도에는 세심한 주의가 필요하며 크리이프 시험기 JIS규격에 따르면 300~600℃에서  $\pm 3^{\circ}\text{C}$ , 600~800℃에서  $\pm 4^{\circ}\text{C}$  800~1000℃에서는  $\pm 6^{\circ}\text{C}$  이내의 精度가 요구되고 시험편의 상중하 3단계 온도 분포도 均一性을 요구한다. 하중이 일정한 상태에서 크리프를 측정하는 방법이지만 신장에 따라 진응력이 점차증가 하게 된다. 이런 응력을 補正하는 方法으로는 첫째 부력을 이용하는 방법으로 중추가 작용하는 부위에 부력이 작용하여 일정한 응력이 작용하도록 하는 방법이다.(Andrade식) 둘째 보조중추를 이용하는 방법으로 지렛대의 원리를 이용하여 보조중추의 위치를 조정하여 일정한 응력이 작용하도록 한다. 셋째로는 특수형상의 레버를 사용하는 방법 (Andrade-chalmers장치)이 있고 끝으로 진자형 중추와 토크를 이용하는 일정응력 시험기 등이 있다. 본 실험에서 사용한 크리이프 시험기는 고려전기로서 제작한 KF-CT-50으로 Fig.3과 같이 크게 운용 소프트웨어(part1)와 크리이프 시험기(part2)의 두 부분으로 나눌 수 있다. Fig.3의 파트2는 다시 전기로, 신장계 및 부하부로 구성되며 전기로 내에서는 열전대, 전열선 그리고 내화재로 구성 되어 있으며 노 내 온도유지와 시편의 산화 방지를 위해 잘 밀봉되어 있고 爐의 사용온도는 最高 1400℃이다.

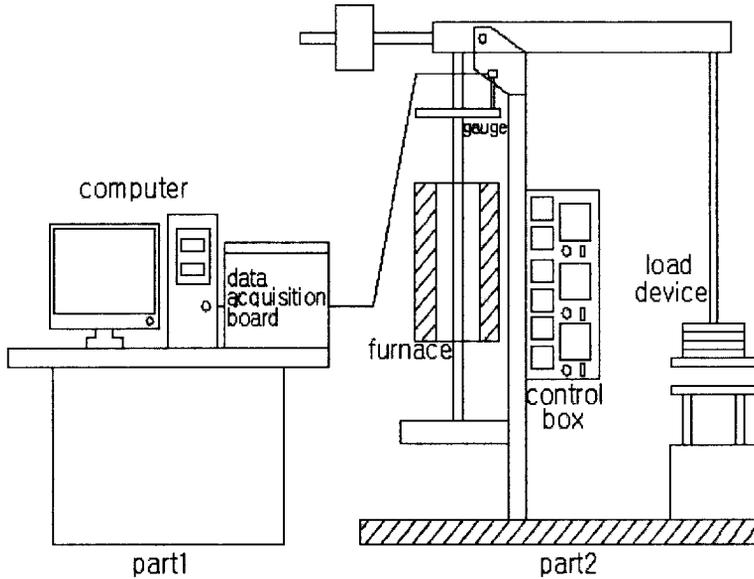


Fig.3 Equipment for creep test units

變形量을 측정하는 신장계는 컴퓨터와 직접 연결되어 실험 시 화면상에 데이터가 즉시 나타난다. 이때 아날로그 신호를 디지털 신호로 변환시켜주는 변환기에 의해 컴퓨터로 데이터가 전송된다. 그리고 하중부의 바로 밑 부분은 파단 시 衝擊을 흡수하고 기계의 安全을 위한 緩衝裝置가 부착되어 있고 하중을 부가하는 부하부의 레버比는 1:10이다. Fig.4의 파트1의 소프트웨어는 키보드 입력, 모니터 출력 제어, 아날로그 신호 제어, 그래픽 제어 및 프린터 제어로 構成되어 있다.

### 3.4 實驗方法

프로그램 데이터파일 중 荷重, 溫度, 試片의 각종 정보 등을 입력하고 각 부위의 연결 상태 점검과 센서의 연결 상태가 부드러운지 확인한 후 시편을 풀 로드 에 연결한다. 가장 윗부분인 레벨부분을 봉의 하단 부분의 調定나사를 이용해 水平을 맞춘 다음 컨트롤 박스에서 溫度와 時間을 Fig.4에 따라

화살표 方向으로 조건에 맞게 入力시킨다. 여기서 'LOC는 제어설정, PRG는 프로그램 設定, PTN은 패턴번호 설정, SEG는 각 부분의 온도 시간 설정'을 나타내고 PTN은 30번까지, SEG는 99번까지 세팅이 가능하다. 세팅 후 실행을 시키고 設定溫度까지 온도가 상승되면 하중을 부과하고 컴퓨터 프로그램을 作動시킨다. 작동이 되면 시간과 변위가 나타나고 그래프가 그려진다. 실험을 시작하면 목표치 온도까지 올라가기 전 열팽창으로 인한 약간의 변형이 나타나므로 목표치 온도가 되었을 때 荷重을 부과한 다음 실험 데이터를 記錄하기 시작한다. 실험이 시작되면 순간적인 彈性 變形이 나타난 후 서서히 소성 변형이 일어나기 始作한다. 변형과 함께 시편의 단면적은 줄어들며, 시편에는 일정한 하중이 작용하므로 시편이 받는 응력은 변형의 증가와 더불어 차츰 증가한다.

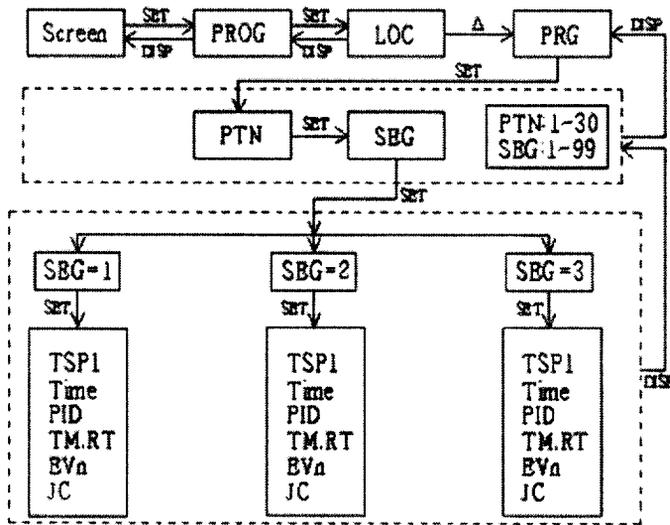


Fig.4 Flow chart for setting of temperature

시편에 네킹이 생기기 전의 비교적 적은 변형 하에서의 응력  $\sigma = WL/A_0L_0$  으로 표시되고 변형량만 알면 임의의 시간에서의 應力을 計算할 수 있다. 또한 초기 크리이프에서는 연신경화에 의하여 크리이프 속도는 계속 줄어들어 최소 크리이프 속도( $\dot{\epsilon}_m$ )에 도달한 후 다시 增加하므로 정상 크리이프 속도 ( $\dot{\epsilon}$ )는  $\dot{\epsilon}_m$ 와 같게 된다. 따라서 본 실험에서는 정상 상태에서의 크리이프 속

도의 응력의존성을 구하기 위하여 일정온도 하에서 하중의 변화에 따른 정상 크리이프 속도를 구하고, 활성화 에너지를 測定하기 위하여 一定荷重 下에서 溫度 變化에 따른 크리이프 曲線을 求하였다.

### 3.5 實驗 方法 및 條件

定常 크리이프 속도의 응력의존성과 온도의존성을 측정하여 변형을 주도하는 變形機構 糾明과 마스터 크리이프 曲線을 作成하기 위해서 定크리이프 實驗을 行하였다. 실험 조건은 Table 2와 같다.

Table 2 Stress-temperature matrix

Temperature(°C)	Stress(kgf/mm <sup>2</sup> )(Load(kgf))		
200	6.37(80)	7.16(90)	7.96(100)
210	6.37(80)	7.16(90)	7.96(100)
220	6.37(80)	7.16(90)	7.96(100)
280	2.39(30)	3.18(40)	3.98(50)
290	2.39(30)	3.18(40)	3.98(50)
300	2.39(30)	3.18(40)	3.98(50)

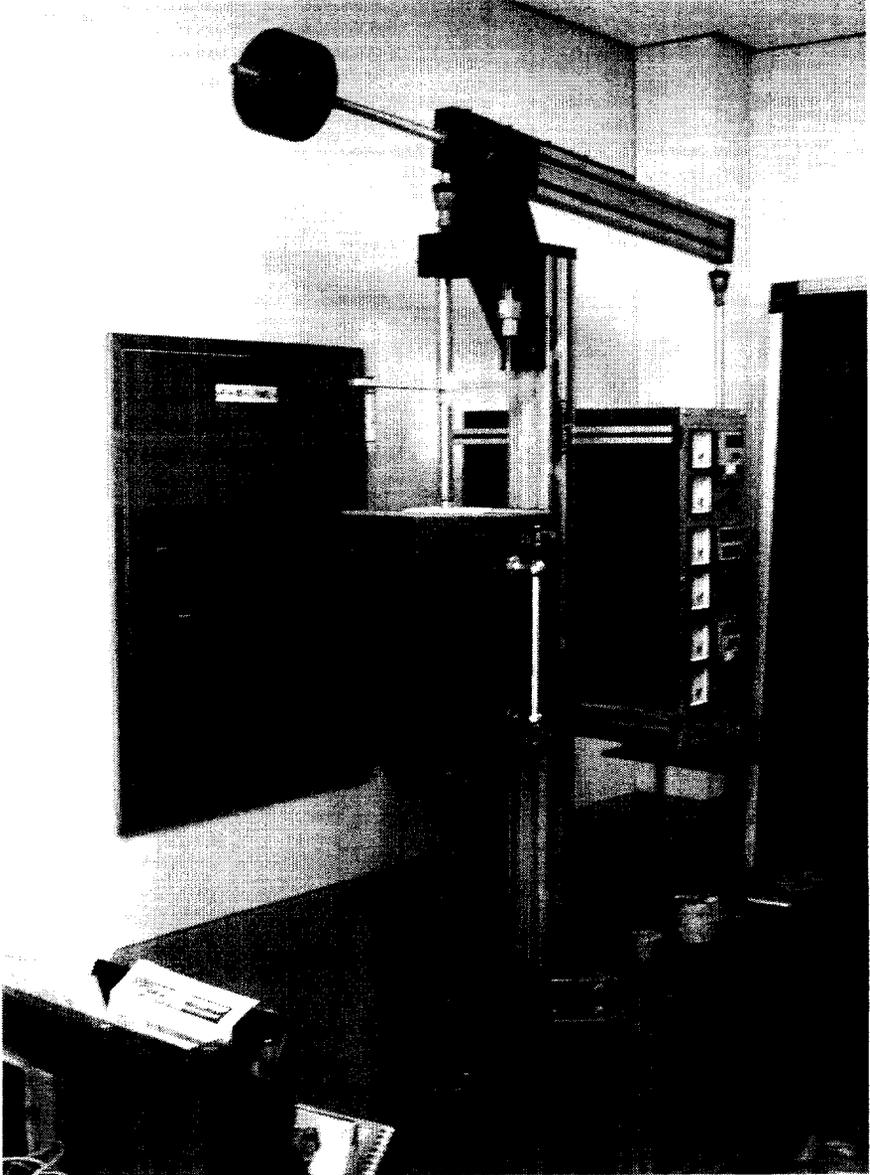


Photo.5 Equipment for creep test(part2)

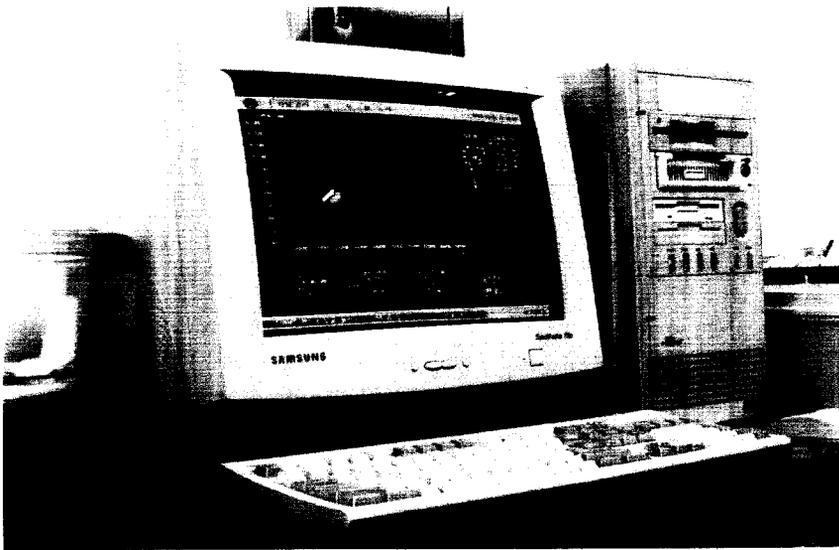


Photo.6 Equipment for data acquisition(part1)

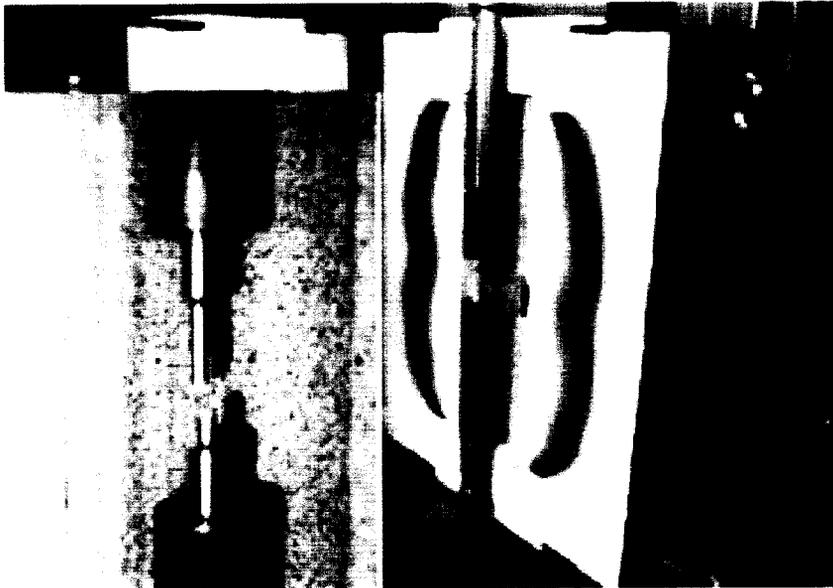


Photo.7 Creep specimen of inner furnace

#### 4. 實驗結果 및 考察

온도조건 200~220°C 응력조건 6.37~7.96kg/mm<sup>2</sup>, 온도조건 280~300°C  
응력조건 2.39~3.98kg/mm<sup>2</sup> 상태 하에서 실험하여 정크리이프 실험에 의한

結果를 시간 증가에 대한 진변형( $\epsilon-\epsilon_0$ )으로 도시한 결과를 Fig.5~Fig.10 에 나타내었다. 크리이프 곡선으로부터 구한 데이터 값은 Table 3에 나타내었다. Fig.5~Fig.10과 Table 3을 바탕으로 應力指數(n) 및 활성화 에너지(Qc) 를 구하고 ZME 310 마그네슘 합금의 크리이프 특성을 把握하고자 한다.

Table 3 Experimental creep data

Temperature (°C)	Stress(kgf/mm <sup>2</sup> ) (Load(kgf))	Creep rate (s <sup>-1</sup> )
200	6.37(80)	$3.87 \times 10^{-8}$
	7.16(90)	$8.2 \times 10^{-8}$
	7.96(100)	$1.63 \times 10^{-7}$
210	6.37(80)	$8.8 \times 10^{-8}$
	7.16(90)	$1.8 \times 10^{-7}$
	7.96(100)	$3.4 \times 10^{-7}$
220	6.37(80)	$1.95 \times 10^{-7}$
	7.16(90)	$3.8 \times 10^{-7}$
	7.96(100)	$6.8 \times 10^{-7}$
280	2.39(30)	$6.3 \times 10^{-8}$
	3.18(40)	$2.36 \times 10^{-7}$
	3.98(50)	$7.2 \times 10^{-7}$
290	2.39(30)	$1.09 \times 10^{-7}$
	3.18(40)	$3.84 \times 10^{-7}$
	3.98(50)	$1.14 \times 10^{-6}$
300	2.39(30)	$1.84 \times 10^{-7}$
	3.18(40)	$6.2 \times 10^{-7}$
	3.98(50)	$1.78 \times 10^{-6}$

#### 4.1 크리이프 그래프 觀察

本 研究에서 크리이프 조건을 Table2조건으로 실험하여 Fig5~Fig10의 크리이프곡선 시간(초)과 眞變形率 ( $\epsilon-\epsilon_0$ )으로 나타내었다

여기서 보면 1차와 3차 크리이프 단계에서는 크리이프변형 시간이 상당히 짧고 주로 2차 크리이프 변형이 全体 變形量을 주도한다는 것을 알 수 있다. 따라서 2차 크리이프 變形速度가 크리이프 변형기구와 파단수명에 큰 영향을 준다는 것을 알 수 있다. 따라서 실험의 관심은 2차 크리이프 변형속도에

關心이 있다.

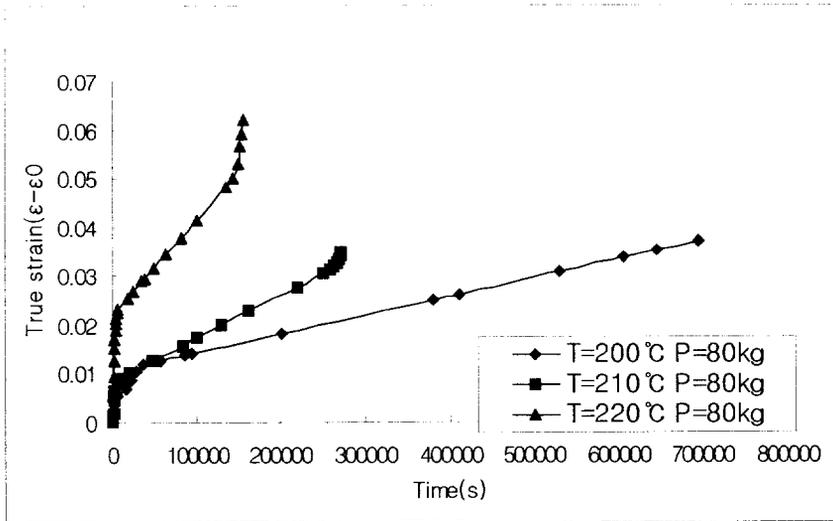


Fig.5 Family of creep curves at 80kgf

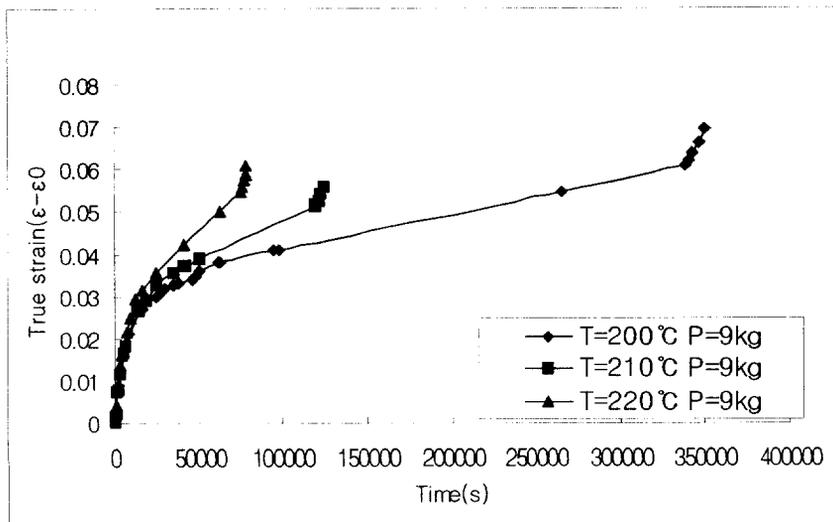


Fig.6 Family of creep curves at 90kgf

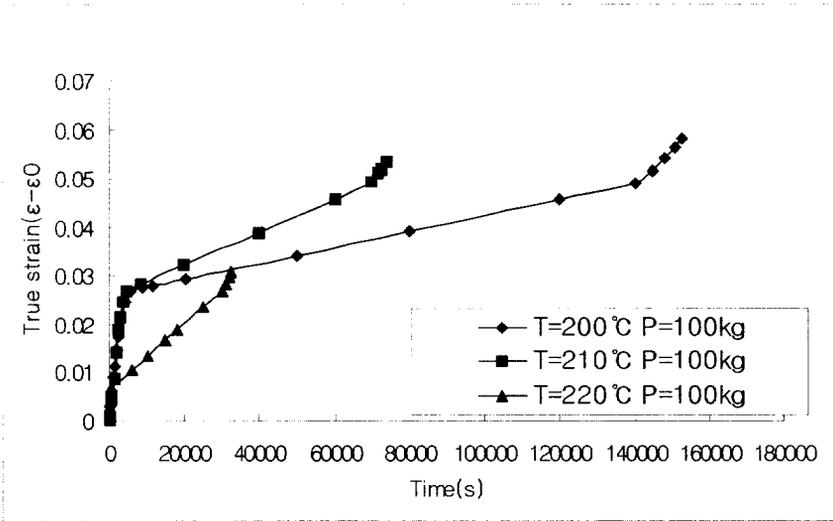


Fig.7 Family of creep curves at 100kgf

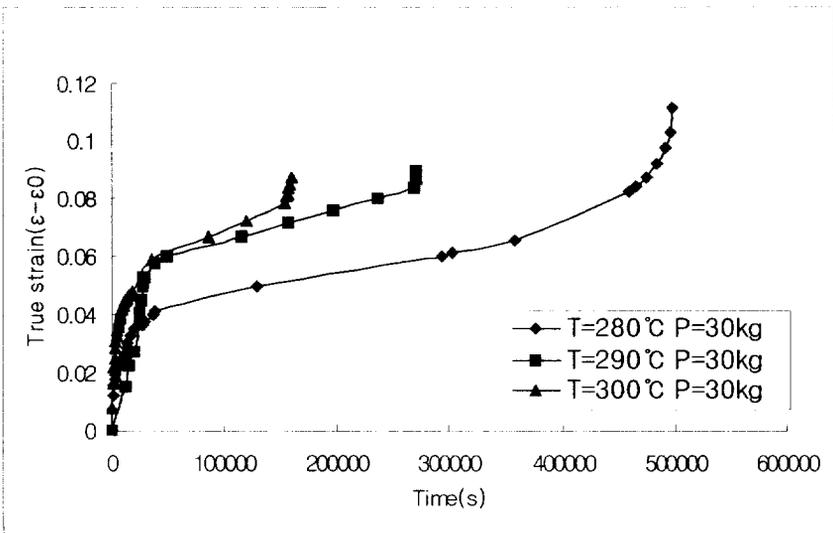


Fig.8 Family of creep curves at 30kgf

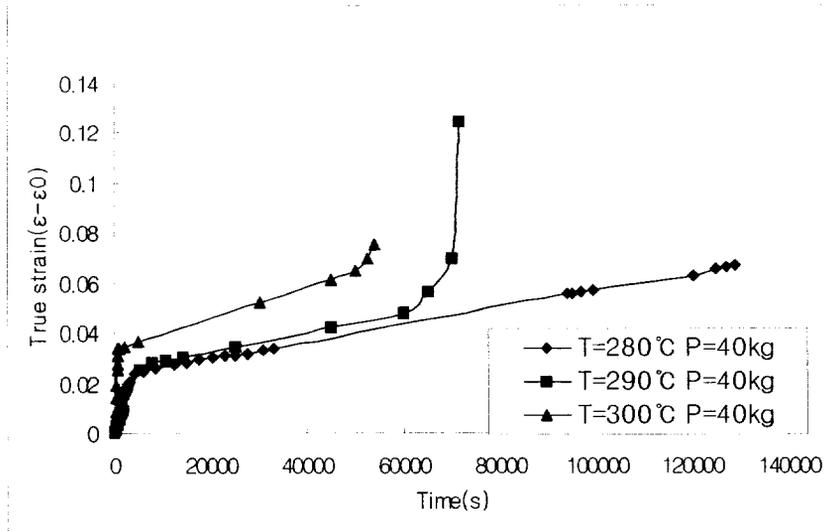


Fig.9 Family of creep curves at 40kg<sub>f</sub>

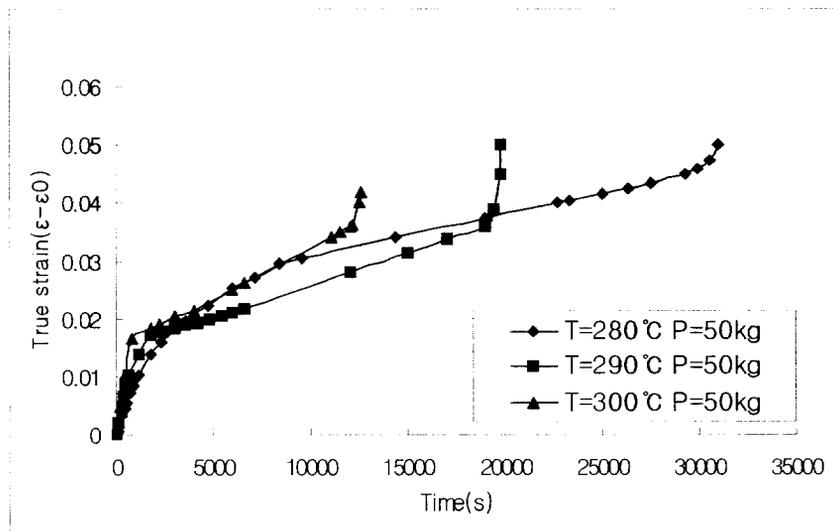


Fig.10 Family of creep curves at 50kg<sub>f</sub>

## 4.2 크리이프 變形에 대한 活性化에너지

對數 變形率과 온도사이의 관계에서 구한 기울기와 일반 기체상수 ( $R=8.3145\text{kJ/mol}^\circ\text{K}$ )을 곱하여  $200\sim 220^\circ\text{C}$ ,  $280\sim 300^\circ\text{C}$  조건하에서 活性化 에너지를 계산했다. Fig.11은 응력이  $6.37\sim 7.96\text{kgf/mm}^2$ , 온도가  $200\sim 220^\circ\text{C}$  인 조건하에서의 대수변형률과 온도사이의 關係를 나타낸 것이다. 여기서 응력이  $6.37$ ,  $7.16$  및  $7.96\text{kgf/mm}^2$ 일 때 각각 活性化 에너지는  $150.77$ ,  $148.66$  및  $138.48\text{kJ/mol}$ 로 平均值는  $147.97\text{kJ/mol}$ 로 나타났다. Fig.12는 응력이  $2.39\sim 3.98\text{kgf/mm}^2$ , 온도가  $280\sim 300^\circ\text{C}$ 인 조건에서의 對數 變形率과 온도사이의 關係를 나타낸 것이다. 응력이  $2.39$ ,  $3.18$  및  $3.98\text{kgf/mm}^2$ 일 때 각각의 活性化 에너지는  $141.19$ ,  $127.23$  및  $119.23\text{kJ/mol}$ 로 平均值는  $129.22\text{kJ/mol}$ 로 나타났다.

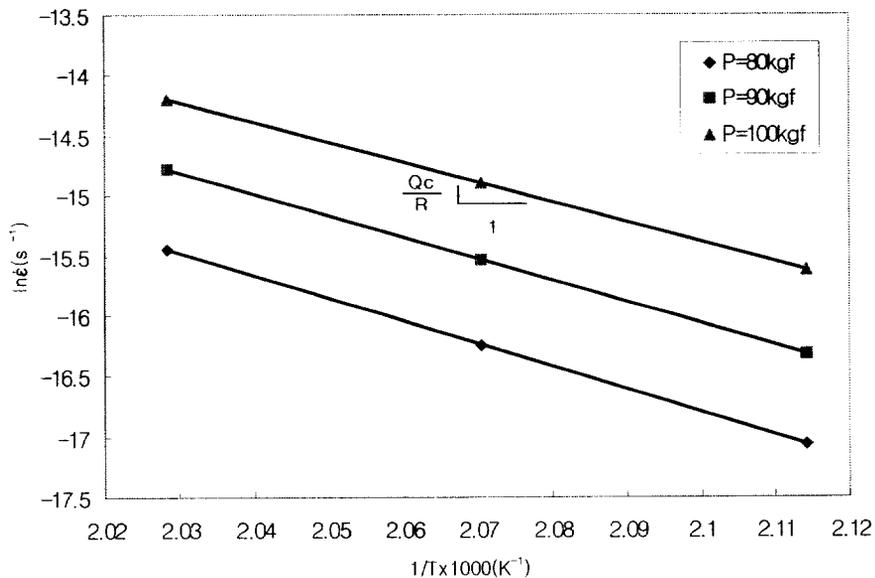


Fig.11 Creep rate vs. the inverse of temperature at load of 80~100kgf

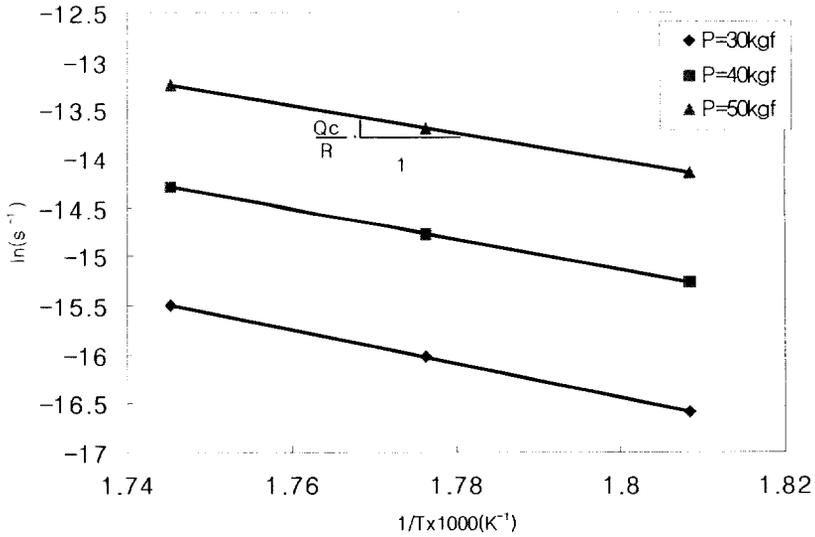


Fig.12 Creep rate vs. the inverse of temperature  
at load of 30~50kgf

Fig.11, Fig12 등에서 온도조건이 200°C~220°C, 응력이 6.37~7.96gf/mm<sup>2</sup>에서의 측정된 크리이프 활성화에너지는 약 147.97kJ/mol 로서 순수 마그네슘의 활성화에너지 값 135kJ/mol 보다 크게 나타났고 온도조건 280~300°C, 응력 조건이 2.39~3.98kgf/mm<sup>2</sup>에서의 측정된 크리이프 활성화에너지는 약 129,22kJ/mol 로서 순수마그네슘의 활성화 에너지 보다 약간 적게 나타났다. Fig.11, Fig12등의 결과에서 응력에 따른 크리이프 활성화에너지의 변화를 살펴보면 각각의 실험구간에서의 정크리이프의 활성화에너지 값은 응력이 증가할수록 선형적으로 감소되고 있음을 알 수 있다. Fig.13은 응력에 따른 활성화에너지변화를 나타내는 결과이다. 이 결과에서 온도범위가 200~220°C에서 결과식은

$$Q_c = -11.5\sigma + 230(\text{kJ/mol}) - (8)$$

나타났고 온도범위가 280~300°C에서는

$$Q_c = -13.8\sigma + 173(\text{kJ/mol}) - (9)$$

로 나타났다.

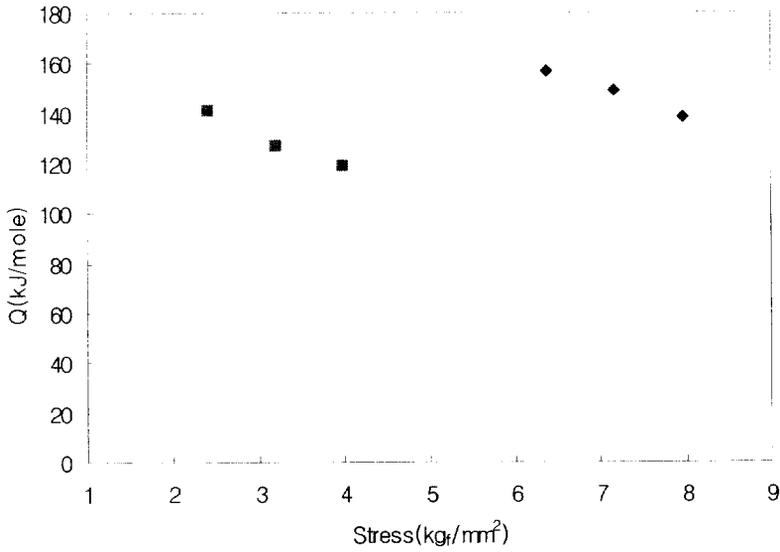


Fig.13 Activation energy vs. stress

식(8),(9)에서와 같이 활성화에너지가 應力에 따라 減少하는 傾向은 Seeger<sup>8)</sup>, Breen과 Weertman<sup>9)</sup>, Vladimiraba<sup>10)</sup> 및 Gold<sup>11)</sup> 등의 연구에서 설명된다. 즉, Seeger의 설명에 따르면 크리이프는 열적 활성화 과정으로 외부 應力이 크리이프 변형을 저지하는 장해를 낮게 하여 활성화 에너지  $Q_c$ 는 應力에 關係되어 식(10)과 같이 表示하였다.

$$Q_c = Q_{sd} - Vf(\sigma) \quad (10)$$

V : 활성화 체적  $\sigma$ : 작용된 應力

Breen과 Weertman 등은 다결정 주석으로 實驗하여 외부應力の 감소에 따라 활성화 에너지는 增加함을 보였고 Vladimirada는 Al과 Al-Mg 合金에서의  $Q_c$ 는 식 (11)과 같다.

$$Q_c = Q_{sd} - \gamma\sigma \quad (11)$$

또한 Gold 등은 저온이고 고 응력상태에서  $\alpha$  鐵의 활성화 에너지를 관찰한 결과 다음과 같이 응력이 증가함에 따라 活性化 에너지는 減少하는 식 (12)와 같다.

$$Q_c = (67000 - 0.147\sigma) \text{ cal/mol} \quad (12)$$

여기서  $\sigma$ 의 單位는 psi이다. 결국 활성화 에너지는 Fig13에서 보는바와 같이 외부 응력의 增加에 따라 減少하여 이것은 本 實驗結果와 같은 傾向을 보인다.

### 4.3 크리이프 變形과 應力 依存性

크리이프 속도의 응력 依存性을 구하기 위해서 식(7)을 利用했다. 여기서 작용응력  $\sigma_1, \sigma_2$ 하에서 정상 상태의 크리이프 속도는 각각  $\dot{\epsilon}_1$  및  $\dot{\epsilon}_2$ 이다. 응력지수  $n$ 값은 對數變形率과 대수 응력의 그래프에서 直線의 기울기로 表示된다.

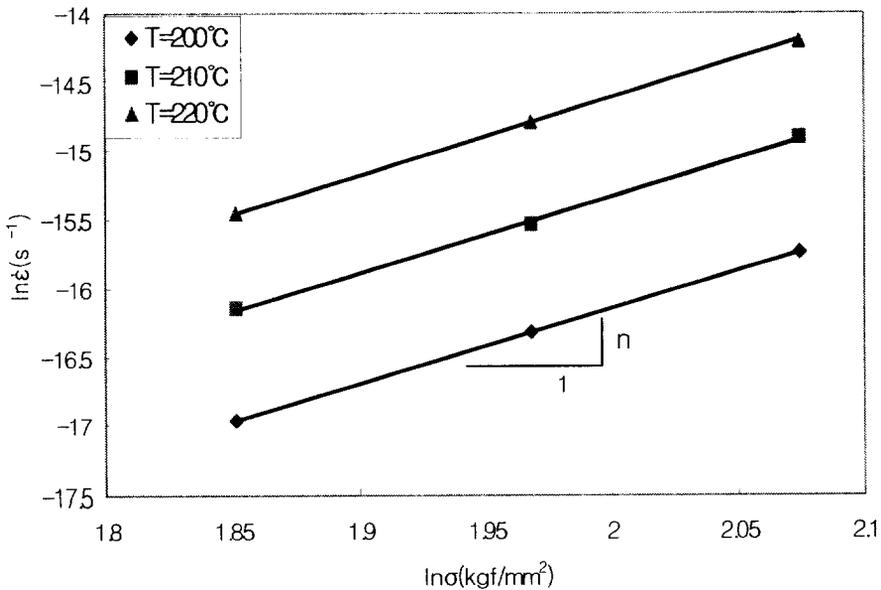


Fig.14 Stress-dependent of creep rate under 200~220°C

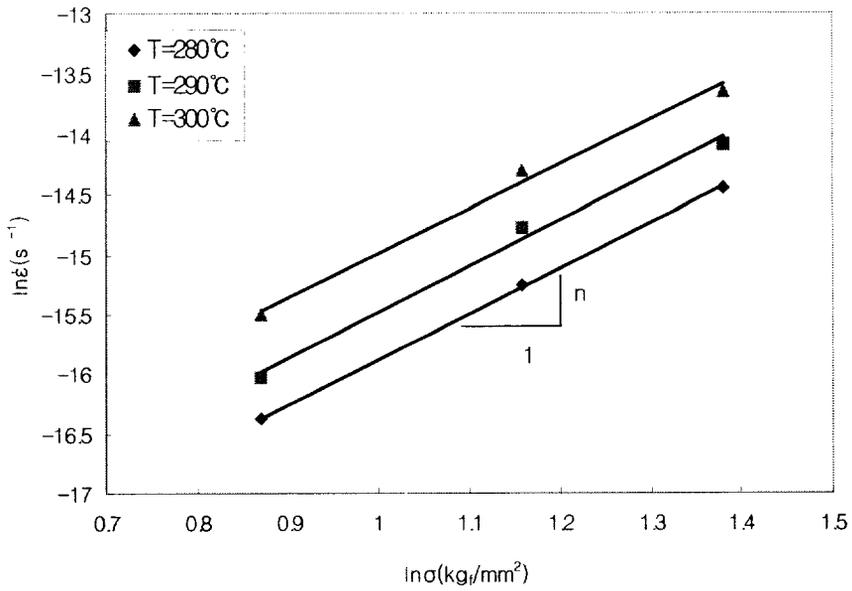


Fig.15 Stress-dependent of creep rate under 280~300°C

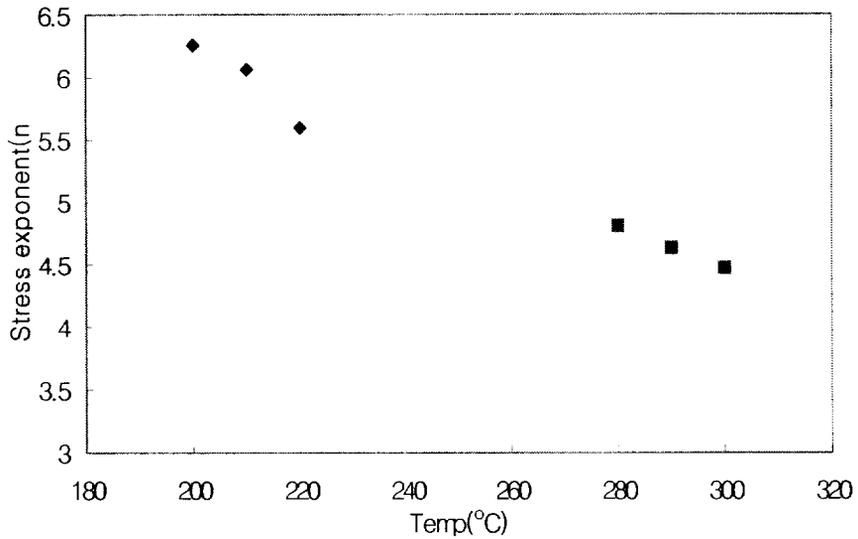
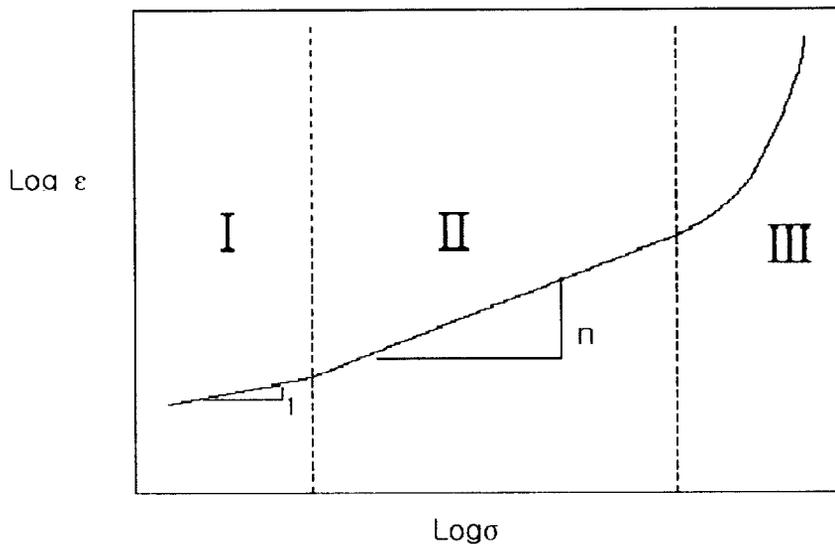


Fig.16 Stress exponent, n vs. temperature

Fig.14와 Fig.15 등은 200~220°C 및 280~300°C에서 크리이프 속도와 응력과의 關係를 나타낸 것이다. 여기서 온도가 200~220°C, 응력이 6.37~

7.96kgf/mm<sup>2</sup>인 조건에서의 應力指數 값은 각각 6.525, 6.06 및 5.59으로 약 5.59로 나타났다. 또한 온도가 280~300°C, 응력이2.39~3.98kgf/mm<sup>2</sup>인 조건에서의 應力指數 값은 4.8, 4.63, 및 4.46 으로 약 3.77정도로 나타났다. Fig.16에서 나타내었듯이 각각의 실험구간에서 정크리이프에 대한 응력지수 온도와의 관계를 살펴보면 온도가 增加할수록 응력지수 값은 거의 線形的으로 減少하는 傾向이 있다.

즉, 온도범위 200~220°C 에서의 응력지수와 온도와의 관계는  $n = -0.0468T + 15.876$  으로 나타났고, 온도범위 280~300°C 에서의 응력지수와 온도와의 관계는  $n = -0.017T + 9.65$  로 나타났다.



- I:  $T > 0.8 T_m$ : Stress directed diffusion
- II:  $T \geq 0.5 T_m$ : Dislocation climb  $\dot{\epsilon} = A\sigma^n$   
 $n = 5, Q_c = Q_{sd}$   
 Dislocation glide  
 $n = 3, Q_c < Q_{sd}$
- III:  $T < 0.4 T_m$ : Dislocation intersection:  
 $\dot{\epsilon} = a' \exp(\beta\sigma) \quad Q_c \ll Q_{sd}$

Fig.17 Influence of stress on steady state creep rate for a typical pure polycrystalline metal

크리이프 속도의 응력의존성으로서 豫想되는 變形機構를 考察하기 위해서

Sherby와 Burke<sup>12)</sup>의 研究를 언급하면 크리이프 속도와 부과응력의 사이에는 Fig.17 에서 보는 바와 같이 3領域이 있다. 즉 I 영역과 II 영역은 변형속도가 응력의 n승에 비례하는 식으로 표시되는 크리이프 變形이라 한다. 다시 말하면 제 I 영역에서는  $0.8T_m$  이상으로 擴散이 주로 변형을 主導하고 응력지수 n값은 1이 된다. 제II 영역에서는 온도가  $0.5T_m$  이상으로 轉位滑走와 轉位上昇이 變形을 지배하며 응력지수 n값은 각각 3, 5가 된다. 또한 III영역은 크리이프 변형속도가 응력의 지수함수에 비례하여 증가함을 알 수 있고 실험적으로 III영역이 발생하는 것은 낮은 온도에서 높은 응력을 작용하는 경우이다. 이러한 현상을 좀 더 자세히 설명하기 위해서 앞의 고온 크리이프 이론을 다시 살펴보면 Weertman, Barrett와 Nix, Lagneborg 등이 제의한 전위상승 이론에서 정상 크리이프 속도는 응력의 4~5승에 비례하고 Weertman과 Friedel의 轉位 滑走모델에 의하면 정상 크리이프 속도는 응력의 3승에 비례한다고 하여 결국 앞에서 언급한 여러 전위상승 및 활주이론은 전부 멱 함수식  $\dot{\epsilon}_s = A\sigma^n$ 으로 된다(Sherby와 Burke논문의 II영역) Nabarro와 Herring에 의해서 제의된 擴散크리이프 이론에서 結晶粒度가 커지면 괭호내의 두 번째 항이 1보다 훨씬 적어지고 온도가 극히 높으면 결정입도가 자연히 성장하여  $D_B/D_V$ 의 값이 크게 감소하므로 이식은 다음 식으로 변형된다. 또한 온도가 비교적 낮아서 괭호의 둘째항의 기여도가 커져  $D_B/D_V$ 값이 상당히 커질 때는 다음과 같이 변형된다.

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{14\pi\Omega A_b D_B}{KTd^3} \cdot \sigma \quad (13)$$

위의 두 가지 경우 변형률 속도의 應力依存性은 同一하고 응력에 일차적으로 비례하는 것, 즉  $n=1$ 이 됨을 알 수 있다(Sherby와 Burke논문의 I 영역) 고 응력에서는 응력과 변형률 속도관계는 지수 함수적 관계이고 이것은 다음과 같이 說明된다. 고 응력에서는 交叉 슬립 과정에 의해 空孔(vacancy)이 과다하게 발생하여 전위 상승과정을 도와 결과적으로 크리이프 변형이 쉽게 일어날 수 있다. 저 응력일 경우는 공공이 과다하게 발생하지 않고 熱的 平衡空孔들이 상승 과정을 지배한다고 가정하면 Barret와 Nix의 전위 조그 크리이프 이론에서 전위는 항상 공공의 소우스(source) 또는 싱크(sink)로서 작용하고 있다. 공공을 방출하는 전위에서의 농도는 식 (14)와 같다.

$$C = C_0 \exp(-N_0 b^2 / KT) \quad (14)$$

크리이프 속도는 空孔의 濃度勾配에 비례하고 다음과 같이 식(15), (16)로 표시된다.

$$\dot{\epsilon} = KC_0 [\exp(-N_0 b^2 / KT) - \exp(-N_0 b^3 / KT)] \quad (15)$$

또는

$$\dot{\epsilon} = K' \sinh(N_0 b^3 / KT) \quad (16)$$

온도가 비교적 낮고 응력이 커지면 식(17)로 나타낼 수 있다.

$$\dot{\epsilon} = K' \exp(\beta \sigma) \quad (17)$$

Sherby 와 Burke의 이론에 따르면 III領域에 해당한다.

Fig.17에서 구분된 것처럼 정상 크리이프 속도  $\dot{\epsilon}_s$ 와 부과응력  $\sigma$ 의 사이에는 3가지의 다른 관계를 나타내는 3개의 영역이 있다. 확산계수 D에 대한 정상 크리이프 속도  $\dot{\epsilon}_s$ 의 비  $\dot{\epsilon}_s/D$ 가  $10^2$ 이 되는 응력 이하에서는 I 구역의 저응력 법칙  $\dot{\epsilon}_s = K\sigma$ 이 성립하고,  $\dot{\epsilon}_s/D$ 가  $10^2$ 에서  $10^9$ 이 되는 응력 범위에서는 II 구역의 중간 응력 법칙  $\dot{\epsilon}_s = K\sigma^n$ 이 성립하며 이때 순금속의 n값은 보통 5정도이다.  $\dot{\epsilon}_s/D$ 가  $10^9$ 이상인 III區域에서는  $\dot{\epsilon}_s = Ke^{B\sigma}$ 의 關係가 성립한다. 크리이프 속도가 매우 클 때에는 斷熱 가열이 일어날 수 있기 때문에 위의  $\dot{\epsilon}_s$ 와  $\sigma$ 의 관계가 깨어지기 시작한다. 고응력 하에서는 연신이 상당히 클 때 정상 크리이프에 도달하므로 연신이 일어나는 동안 재료가 계속적으로 가열되어 정상 크리이프 속도에 대한 명확한 解釋이 어렵게 된다. 크리이프 변형은 여러 가지의 독립적인 변형 과정중의 어느 하나에 의해서도 발생할 수 있기 때문에 가장 빠른 과정이 항상 크리이프 속도를 지배한다. 따라서 I 구역에서의 크리이프 과정은 II 구역에서의 과정을 I 구역에 연장시켰을 때 보다 더 큰 크리이프 속도를 일으키기 때문에 I 구역의 크리이프 기구는  $\dot{\epsilon}_s = K\sigma$ 가 된다. 여러 가지 응력 범위에서의 크리이프 속도를 지배하는 가능한 과정과 요인들을 살펴보면 다음과 같다. 즉 저응력 범위에서의 응력과 정상 크리이프 속도와와의 관계는 응력이 매우 낮게 되면 직선적인 비례 관계가 성립한다. 이 범위에서의 크리이프는 일반적으로 轉位滑走나 上昇에 의한 것이 아니라 오히

려 擴散過程으로 알려져 있으며 Nabarro<sup>1)</sup>와 Herring<sup>2)</sup>에 의하면 식(18)과 같이 표시된다.

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{10D\sigma b^3}{KTL^2} \quad (18)$$

여기서 D는 확산계수, K는 볼츠만 상수, L은 입자지름, b는 격자상수이다. Fig.17의 B구역과 같이 중간정도의 응력 범위에서의 크리이프 변형은 전위의 상승 또는 나사전위의 조그의 비 보존적 운동에 의한 것으로 알려져 있으며, Weertman<sup>13)</sup>에 의하면 이 범위의 크리이프 속도는 자기확산의 확산계수  $D_{sd}$ 에 비례하여 탄성계수 E와 積層缺陷 에너지  $\gamma$ 의 函數로써 식(19)과 같이 표시된다.

$$\dot{\epsilon}_s = AD_{sd}\gamma^{3.5}(\sigma/E)^5 \quad (19)$$

위 식을 부과응력  $\sigma$ 에 대한 식으로 고쳐 쓰면 식(20)과 같다.

$$\sigma = \left( \frac{\dot{\epsilon}_s}{AD_{sd}\gamma^{3.5}} \right)^{1/5} \quad (20)$$

이것은 재료의 고온 강도가 탄성계수에 비례하고 확산계수와 적층결함 에너지에 반비례함을 나타낸다.

한편 합금에서의 크리이프 거동은 순금속의 크리이프 거동과는 상당히 다른 것으로 알려져 있으며 전위선과 함께 이동하는 용질금속의 속도에 의해 지배될 때 정상 크리이프 속도는 식(21)와 같이 나타난다.

$$\dot{\epsilon}_s = KD_{sd}\sigma^3/G^4 \quad (21)$$

여기서 K는 용질 분위기와 전위의 상호 작용력에 의존하는 상수이며,  $D_{sd}$ 는 용질의 확산계수, G는 전단 탄성계수이다. 이 모델을 일반적으로 Weertmann<sup>13)</sup>의 미시크리이프 이론이라 하며 이 식은 합금에서의 크리이프 속도는 순금속의 크리이프 속도가 응력의 5승에 비례하는 것과는 달리 응력의 3승에 比例함을 나타낸다.

#### 4.4 크리이프 破斷壽命 豫測

Photo.8는 크리이프 實驗을 통해 파단 된 시편을 나타낸 것이고 어느 온도에서 破斷壽命을 알고 있을 때 다른 온도범의에서의 파단수명을 豫測하기 위해 식(22)과 같이 Larson-Miller Parameter (LMP)를 利用하였다.

$$P = (T+460)(C+\log t_r) \quad (22)$$

Table4. Comparisons between ZME310 magnesium alloy  
ZM31 magnesium for creep rupture time

Temperature (°C)	Stress(kgf/mm <sup>2</sup> ) (Load(kgf))	Rupture time (s)	
		ZME 310	ZM31
200	6.37(80)	709,740	428,700
	7.16(90)	339,400	195,060
	7.96(100)	152,820	54,840
210	6.37(80)	271,761	156,240
	7.16(90)	123,960	62,980
	7.96(100)	74,000	37,980
220	6.37(80)	157,200	98,460
	7.16(90)	78,259	23,500
	7.96(100)	32,220	14,280
280	2.39(30)	497,160	229,560
	3.18(40)	128,720	72,720
	3.98(50)	30,950	16,740
290	2.39(30)	270,600	171,360
	3.18(40)	71,340	33,060
	3.98(50)	19,760	13,500
300	2.39(30)	159,000	135,180
	3.18(40)	54,000	24,000
	3.98(50)	12,600	4,800

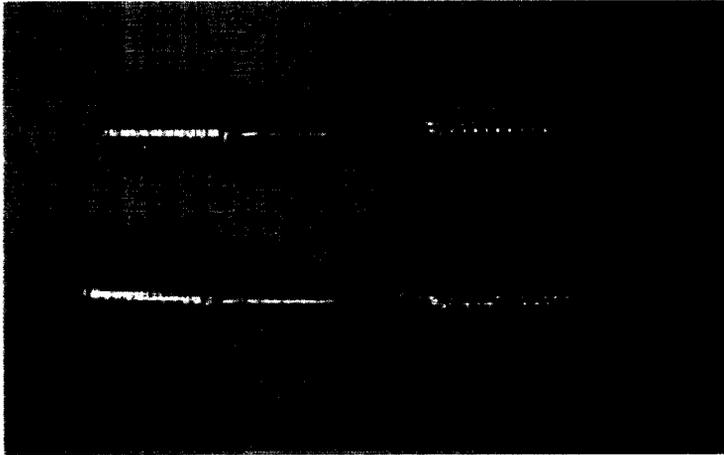


Photo.8 Specimens at the rupture of creep

위식에서 C는 Table 3의 데이터를 이용하여 온도의 역수와 로그를 취한 파단시간의 좌표에서 외삽법으로 질편을 구하여 얻어질 수 있는 상수 값이고 일반적으로 20~23의 값을 가진다. 본 실험에서는 21을 사용하였다. 여기서 구한 LMP와 應力과의 關係를 Fig.18에 나타내었다.

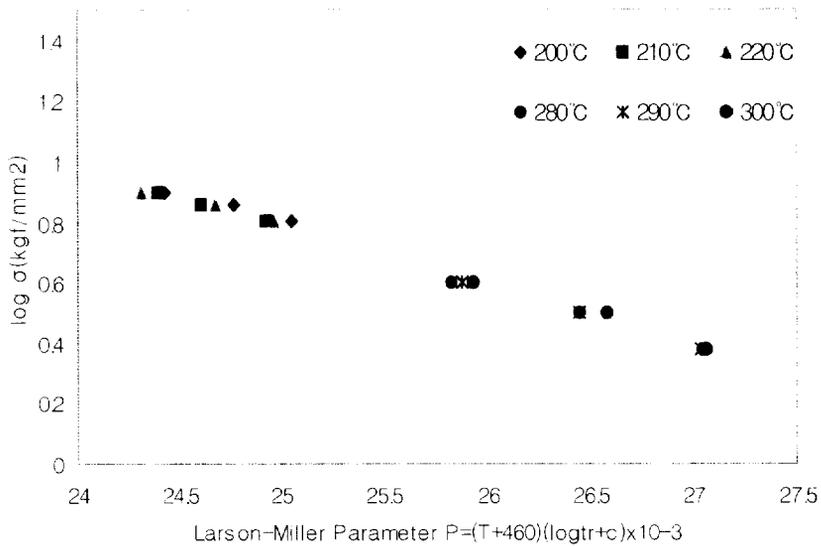


Fig.18 Relationship between Larson-Miller parameter and stress

Fig.18로부터 특정온도 특정하중에서의 파단수명을 豫測할 수 있고 그 식은 (23), (24)와 같다.

$$\log \sigma = -0.28 \times 10^{-3} (T+460)(\log t_r+21)+4.46 \quad (23)$$

$$\log \sigma = -0.35 \times 10^{-3} (T+460)(\log t_r+21)+5.54 \quad (24)$$

溫度條件 200~220°C, 應力條件 6.37~7.96kgf/mm<sup>2</sup>에서는 (23)식으로, 溫度條件 280~300°C, 應力條件 2.39~3.98kgf/mm<sup>2</sup>에서는 (24)식으로 파단수명을 예측할 수 있다.

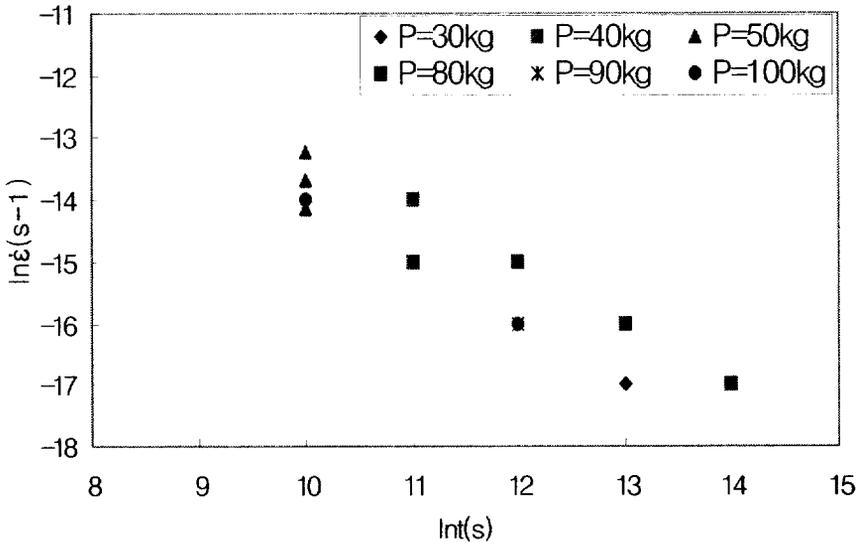


Fig.19 Relation between rupture life and creep rate

Fig.19는 定常크리이프 속도와 파단시간과의 관계를 나타낸 그래프이다. 가로축을 파단시간, 세로축을 정상크리이프 속도로 두면 서로 線形的으로 반비례함을 알 수 있고 파단시간과 크리이프 속도와의 곱은 일정한 상수 값으로 나타난다. 이러한 실험결과는 Ashby, Monkman과 Grant, Raj의 이론에서 설명할 수 있듯이 파단시간과 정상크리이프 속도의 관계를 서로 線形的으로 反比例 관계가 됨을 알 수 있다.

Fig.19로부터 破斷時間과 크리이프 速度와의 關係를 알 수 있고 그 식은

(25)과 같다.

$$\ln \dot{\epsilon} = -1.03 \ln t - 3.40 \quad (25)$$

#### 4.5 크리이프變形特性의 Ca影響

마그네슘은 두 차례 세계대전을 치르면서 그 사용량이 증가하였으나 제조공정상의 용탕의 산화성, 介在物混入, 가스처리 등의 문제로 경쟁재료인 Al합금에 밀려 그 사용량이 제자리에 머물고 있으나 에너지 절약, 교토의정서 같은 환경규제의 등장으로 자동차, 항공기 등의 수송기기의 소재경량화가 주요 설계요소가 됨으로 최경량소재합금인 마그네슘합금의 개발이 중요시 되었다. 따라서 마그네슘합금의 제반 특성의 개선을 위한 연구가 구미, 일본 등 선진국에서 활발히 진행 중인데 주로 미량원소추가, 열처리기술, 용해, 주조기술 개선 등이 크게 이루어지고 있다. Mg합금은 크게 Mg-Al계 와 Mg-Zn계로 분류된다. Mg-Al계 합금이 가장 보편적으로 實用化된 합금으로 AZ91, AZ31 등이 있다. 그러나 Mg-Al계 합금은 경쟁재료인 Al합금에 배해서 낮은 강도특성과 내식성이 短點으로 지적되고 있다. 이러한 강도특성, 특히 고온 강도 및 Mg합금의 가장 문제되는 내식성을 향상시키기 위하여 Mg-Zn계 합금은 주조, 가공용 합금으로서 다른 Mg보다 강도특성, 내식성이 우수하여 수송기기의 경량화를 위한 적합한 합금으로 연구가 활발히 진행되고 있다. Mg-Zn은 2원계합금으로 주조시 조직의 결정립조대화, 미세한 기공, 용접성, 가공성저하등의 문제점이 있다.<sup>14)</sup> 이러한 문제점을 보완키 위하여 제3원소로써 Zr, Ca, Cu, Mn 등이 있다. 본 연구에서는 Ca添加時에 Mg-Zn합금에서 結晶立微細化 效果를 살펴보기 위하여 ZME310 마그네슘합금시편으로 크리이프特性에 대한 考察을 하였다. Table4에서 보는 바와 같이 본 연구에서 사용된 ZME310 마그네슘합금의 크리이프 파단수명은 ZM31의 Kang<sup>5)</sup>의 연구와 비교해 볼 때 크리이프파단수명이 상당히 改善되었다. 입자크기에 대한 연구로써 0.5Tm에서 입자크기가 증가됨에 따라서 크리이프수명이 짧아진다(Parker.1985). 0.6Tm에서 크리이프속도가 粒子크기에 比例한다(Feltham. 1960)는 주장도 있으나 그 反對傾向도 있다. 본 시험에서도 전체적으로 크리이프수명이 대폭 개선되었으나 최적실계조건을 찾기 위해서는 더욱더 많은 연구가 필요하다고 사료된다.

## 4.6 破斷面 觀察

마그네슘합금의 多結晶組織에서 破斷面을 관찰해보면 粒子들이 應력에 따른 연속적인 슬라이딩이 허용된 회복의 과정으로 粒界移動의 흔적을 SEM사진을 통하여 破斷面을 관찰해보면 크리이프 破斷수명에 따른 特性을 관찰할 수 있다. Fig.20에서 溫度 200°C ,應力 7.16kg/mm<sup>2</sup>에서의 破斷面에 딴플이 많이 존재하고 입자의 연속적인 미끄러짐의 진행에 따라 서서히 粒界破斷에 도달함으로 나타났다. Fig.21은 溫度 220°C, 應力 7.96kg/mm<sup>2</sup> 條件에서의 破斷面에는 딴플<sup>15)</sup>이 없어지고 거친 슬립밴드 형태인 표면이 거친 톱날 형태 의 平面이 存在함은 應력이 增加함에 따라 슬립밴드간의 간격이 좁아지고 (Wood.et.al.1949) 粒界破斷이 급속히 進行됨을 알 수 있고, 일부 입계破斷면 이 관찰된다. Fig.22은 온도 290°C, 應力 2.39kg/mm<sup>2</sup>에서 破斷面에는 딴플 이 있고 딴플面에 작은 용털모양의 돌기가 있어서 고온에 따른 인성이 더욱 커짐에 따라 입계破斷에 도달함에 시간이 많이 소요됨을 알 수 있다. Fig.23은 온도 300°C , 應力 3.18kg/mm<sup>2</sup>에서 破斷面에 딴플이 없고 가장자리 엔 매끈한 슬립형태인 주름진 평면과 매끈한 평면이 존재함에 따라서 破斷 이 급속히 進行됨을 알 수 있다

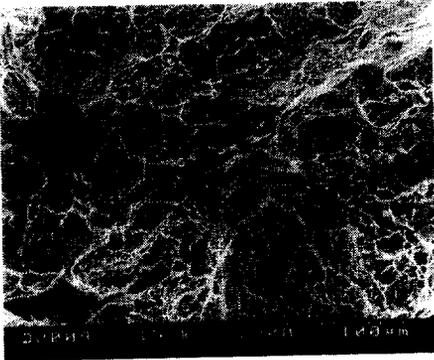


Fig.20 SEM under 7.16kg/mm<sup>2</sup>  
and 200°C



Fig.21 SEM under 7.96kg/mm<sup>2</sup>  
and 220°C

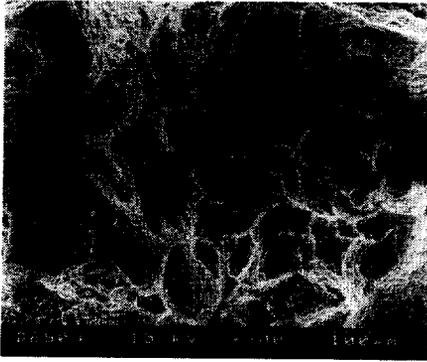


Fig.22 SEM under 2.39kg/mm<sup>2</sup>  
and 290°C

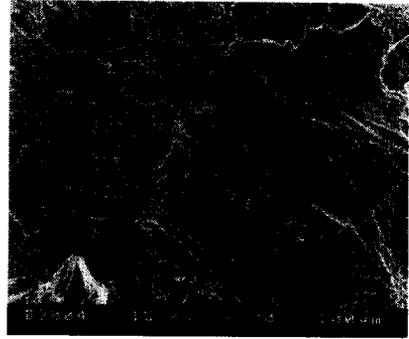


Fig.23 SEM under 3.18kg/mm<sup>2</sup>  
and 300°C

## 5. 結論

마그네슘 母材에 Zn을 3%, Mn을 1%, Ca를 0.2% 첨가하여 주조한 ZME310 마그네슘 합금을 이용해서 온도조건 200~220°C 응력조건 6.37~7.96kgf/mm<sup>2</sup>, 온도조건 280~300°C 응력조건 2.39~3.98kgf/mm<sup>2</sup>상태 하에서 크리이프 活性化에너지와 應力指數, 그리고 크리이프 파단수명을 측정한 結果 다음과 같은 結論을 얻었다.

1) 200~220°C 應力條件이 6.37~7.96kgf/mm<sup>2</sup>인 경우의 크리이프 定常狀態 速度의 應力 依存性(n)은 약5.59로 나타났고 測定된 크리이프 活性化 에너지(Qc)는 대략 147.97kJ/mole로 나타났다. 또한 280~300°C 應力條件이 2.39~3.98kgf/mm<sup>2</sup>인 경우의 크리이프 定常狀態速度의 應力 依存性(n)은 약 3.77로 나타났고 측정된 크리이프 活性化 에너지(Qc)는 대략 129.22kJ/mole로 나타났다.

2) 위 結果로 보아 溫度條件 200~220°C, 應力條件 6.37~ 9.55kgf/mm<sup>2</sup>인

조건에서의 變形機構는 轉位上昇(Dislocation climb), 溫度條件 280~300°C  
應力條件 2.39~3.98kgf/mm<sup>2</sup>인 조건에서의 변형기구는 轉位滑走로 추측된다.

3) 定常크리이프 速度가 증가할수록 크리이프 파단 수명은 減少하였고 定  
常크리이프 速度와 破斷 壽命과의 關係는 실험식  $\ln \dot{\epsilon} = -1.03n t_f - 3.40$  와 같이  
나타났다. 응력과 파단 수명사이의 관계는 Lason-Miller 파라메타를 사용하  
여 구한결과, 응력조건 6.37~7.96kgf/mm<sup>2</sup>, 2.39~3.98kgf/mm<sup>2</sup>군에서 각각 實  
驗式이

$$\log \sigma = -0.28 \times 10^{-3} (T+460) (\log t_f + 21) + 4.46$$

$$\log \sigma = -0.35 \times 10^{-3} (T+460) (\log t_f + 21) + 5.54 \text{으로 나타났다.}$$

4) 마그네슘합금의 多結晶組織의 破斷面을 SEM사진으로 觀察해보면 저온,  
저응력에서는 파단면에 덩플면이 많이 존재하는 입자의 연속적인 미끄러짐  
의 진행이 느린 粒界破斷이고, 파단시간이 짧은 고온, 고응력조건에서는 덩  
플이 존재하지 않고 매끈한 슬립 형태인 매끈한 평면과 튜날모양의 거친 평  
면이 존재함에 따른 빠른 입계파단에 도달함을 알 수 있다.

5) ZME310 마그네슘합금의 크리이프 파단수명은 ZM31 마그네슘합금의 크  
리이프 파단수명보다 상당히 개선된 효과를 보였고 이것은 Ca원소 添加로  
인한 結晶粒子의 微細化의 結果로 추측되어 차후 열처리 조건을 포함하여  
다양한 조건에서의 研究가 필요하다고 사료된다. 아울러 마그네슘모재에  
Zn3%, Mn1%, Ca0.2%를 첨가한 ZME310 마그네슘합금에 대해 위와 같은  
고온크리이프 특성파단수명의 기초자료를 활용하면 경량화 소재의 부품설계  
에 많은 參考資料가 될 것으로 展望된다.

## 參考文獻

- 1) F.R.N. Nabarro, In Report of a Conference on the Strength of Solids, The Physical Society, London, p.75, 1948
- 2) C. Heering, J. of Appl. Phys. Vol.21, p.437, 1950
- 3) O.D. Sherby, J.L. Lytton, and J.E. Dorn: Acta. Met. Vol.5, pp.219~227, 1957
- 4) W.Blum, et.al, 'Creep Resistance and Creep Kinetics of Mg-alloys', Preceedings of the 6th International Conference Magnesium Alloys and Their Applications 2003, pp.62~67
- 5) Kang. A study on The creep deformation of ZM31 MG Alloy. p45, 2005
- 6) A. Seeger, Phil. Mag., Vol.45, Ser.7, pp.771~773, 1954
- 7) J. Breen and J. Weertmann, Trans. AIME, Vol.203, pp.1230~1234, 1955
- 8) A. Seeger, The Temperature Dependence of the Critical Shear Stress and of Work Hardening of Metal Crystals, Phil. Mag., Vol.45, pp.771~773, 1954
- 9) J. Breen, and J. Weertman, Creep of Polycrystalline Tin, Trans, AIME, Vol. 203, pp.1230~1234, 1955
- 10) C.V Vladimiloba, and V.A. Likhachov, Activation Energy of Creep process of Metals, Fiz metal metalloved, Vol. 28, No. 4, pp.165~169, 1969
- 11) K. Linga Murty, M. Gold, and Arthur L. Ruoff, High-Temperature Creep Mechanisms in a Iron and Other Metals, J. of App. Phy., Vol.41, pp.4917~4927, 1970
- 12) O.D. Sherby and P.M. Burke, Progress in Material Science, Vol.13, pp.325~390, 1968
- 13) J. Weertmann, Trans. AIME, Vol.218, p207, 1960
- 14) 엄정필, 한국주조학회지 제19권 1호 1999. Mg-Zn-(Mn, Ca)합금의 개발
- 15) 한국자동차공학회 논문집 제13권 제3호 2005. Creep characteristics of Titum alloy at 0.3Tm

## 感謝의 글

本 論文이 完成되기까지 研究 分野와 主題를 定하여 實驗을 하기 위하여 어려운 試片制作과 實驗過程 그리고 理論的 背景까지 仔詳하게 指導해 주신 姜大敏 教授님께 眞心으로 感謝를 드립니다.

또한 바쁜신 중에도 論文審査를 맡아서 細密하게 檢討 指導하여 주신 김광희 교수님, 김병탁 교수님께 感謝드립니다.

그리고 本 論文이 完成되기까지 實驗 및 資料整理에 도움을 준 塑性力學 實驗室 윤여웅, 윤경진에게도 고마움을 표합니다.

늘 바쁜 幼稚院일과 더운 여름날 함께 발일을 하면서도 늘 마음과 時間을 配慮해 준 아내 朴元順과 멀리 公州에서 열심히 學業을 하면서 아버지에게 변함없는 愼賴를 表해준 아들 賢敏이, 그리고 사랑과 祈禱로 激勵을 해 주신 장모님, 妻弟에게 깊은 感謝를 表하고 싶습니다.

그리고 追憶 속에 사랑하는 父母님, 兄弟姉妹, 教會 聖徒님들, 親舊들에게도 고마움을 전합니다.

끝으로 恒常 저를 지켜주시고 智慧와 恩惠를 내려주시는 하나님께 感謝를 드리며 이 모든 榮光을 돌립니다.

2005年 12月 어느 날 오후

사무실 창틈으로 찾아든 따스한 햇살에서 행복을 느끼며

朴 洙 燦 씬