

반복변형된 동 및 동알루미늄 단결정 표면형상의 나노-스케일 관찰

최 성 종, 이 권 용, Hitoshi ISHII*

대구대학교 자동차·산업공학부

*일본 시즈오카대학교 기계공학과

Nano-Scale Surface Observation of Cyclically Deformed Copper and Cu-Al Single Crystals

Sung-Jong CHOI, Kwon-Yong LEE, Hitoshii ISHII*

School of Automotive and Industrial Engineering, Taegu University

Department of Mechanical Engineering, Shizuoka University (Japan)

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 material surfaces. Using this technique, surface morphology of the cyclically deformed Cu or Cu-Al single crystal was observed. The surface became proportionately rough as the number of cycles increased, but after some number of cycles no further change was observed. Slip steps with the heights of 100 to 200 nm and the widths of 1000 to 2000 nm were prevailing at the stage. The slipped distance of one slip system at the surface was not uniform, and formation of the extrusions or intrusions was assumed to occur such place. By comparing the morphological change caused by crystallographic orientation, strain amplitude, number of cycles or stacking fault energy, some interesting results which help to clarify the basic mechanism of fatigue damage were obtained. Furthermore, applicability of the scanning tunneling microscopy to fatigue damage is discussed.

Keywords: SPM, STM, AFM, Single Crystal, Cu, Cu-Al, Fatigue Damage, Stacking Fault Energy, Slip, Slip Band, Surface Morphology

1. 서 론

기계와 구조물에서 일어나는 파괴의 주원인이 재료의 피로에 기인하고 있다는 사실은 잘 알려져 있다¹⁾. 피로파괴는 슬립띠(Slip band)의 형성 및 성장, 미시균열의 발생 및 성장에 의하여 발생하기 때문에, 그 기구해명을 위해서는 각 단계를 지배하는 인자(factor)에 대한 검토가 필요하다. 미시균열의 핵이 되는 슬립띠의 발생은 응력이나 환경과 같은 외적인 요인뿐만 아니라 재료조직에도 강하게 영향을 받으며 다결정체인 실용재료에서는 결정입계의 영향도 포함되어져 있다고 볼 수 있다. 따라서 슬립띠의 발생, 미시균열에의 성장과 같은 기구의 해명을 위해서는 조직적으로 단순한 단결정 재료에 관한 검토가 요구되어진다. 이와 같

은 이유로부터 많은 검토가 SEM(Scanning Electron Microscope)과 TEM(Transmission Electron Microscope)으로 대표되어지는 전자현미경에 의하여 수행 되어져왔다²⁾³⁾. 그러나 슬립띠의 폭과 높이가 격자정수의 단위로서 형성⁴⁾되는 것을 고려하면 그 형상(폭과 높이)을 변형률 진폭(strain amplitude), 반복변형 횟수 등과 관련 지워서 검토하기 위해서는 보다 고해상도에서의 3차원관찰이 필요하다.

한편, 1980년대에 개발되어진 주사형 터넬링 현미경(Scanning Tunneling Microscope: STM)⁵⁾과 원자간력 현미경(Atomic Force Microscope: AFM)⁶⁾같은 주사형 프로브 현미경(Scanning Probe Microscope: SPM)⁷⁾⁸⁾은 진공은 물론 대기 및 액체중에서도 표면의 3차원형상을 원자레벨의 해상도로 측정할 수 있다. 이와 같은 폭넓

은 응용성 때문에 많은 연구분야에서의 응용이 왕성하게 이루어지고 있으며 재료강도학 분야에서도 피로슬립띠와 균열의 발생⁹⁾, 부식 피로 피트의 발생과 성장과정¹⁰⁾, 응력 부식균열 (Stress Corrosion Crack: SCC)의 진전과정에서의 응용¹¹⁾ 등이 보고되어지고 있다. 그러나 반복 변형을 받은 단결정 표면의 피로 슬립띠 발달 과정을 SPM을 이용하여 계통적으로 검토한 예는 많지 않다.

본 연구에서는 Cu 또는 Cu-Al합금 단결정의 피로 슬립띠 발달과정을 STM로서 관찰하여 높이 정보를 포함한 3차원 정보를 분석함으로써 피로연구에의 SPM 응용성을 확인 하고자 하였다.

2. 실험방법

본 연구에 사용되어진 재료는 판상의 Cu (99.98%) 및 Cu-7.4wt%Al 합금의 단결정 (100mm×5mm×2mm)이며 Bridgeman법에 의하여 만든 것이다. 이 단결정으로부터 Fig. 1에 나타내는 형상과 치수의 시험편을 방전가공으로 채취한 뒤, 가공에서 오는 변형과 잔류응력의 제거를 위하여 Cu는 500℃에서 Cu-7.4wt%Al는 450℃에서 각각 풀림(annealing)처리를 하였다. 더욱이 시험편 표면의 평활화를 위하여 전해연마를 한 후에 피로실험을 행하였다. 또한 Fig. 1에는 전자 채널링 패턴(Electron Channeling Pattern: ECP)으로부터 얻어진 시편 표면에서의 (111)슬립면의 트레이스도 표시하였다.

실은, 공기중에서 전 변형을 일정한 4점굽힘 변형을 소정의 횟수만큼 가한 다음 STM으로 표면을 관찰했다. 사용한 STM은 본연구실에서 제작한 것이며¹²⁾ 최대 측정 범위는 7μm×7μm,

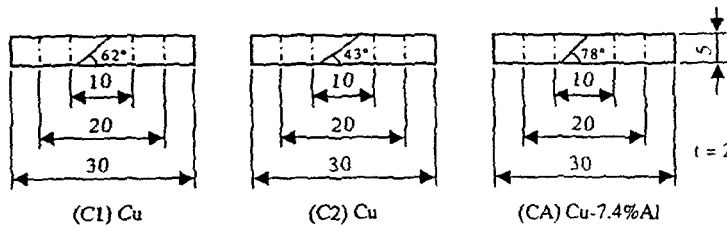
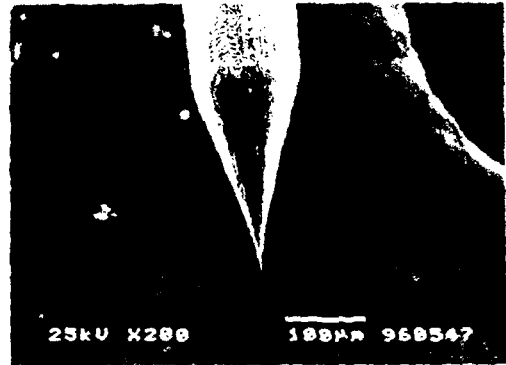


Fig. 1 Geometry and trace of (111) slip plane on the surface of specimens.



(a)



(b) Higher-Magnification view of tip.

Fig. 2 Pt-Ir tip used for STM imaging.

m, 높이방향의 해상도는 약 0.1 nm, 256×256 점의 데이터를 검출할 수 있다. STM관찰은 실온, 공기중에서 바이어스전압 0.1V, 터널링 전류 2nA의 조건으로 행하였다. Fig. 2에는 본 연구에 사용되어진 2단전해연마법¹³⁾에 의하여 제작되어진 Pt-Ir 탐침의 SEM 사진을 나타내었다.

관찰되어진 3차원상의 단면으로부터 슬립띠의 높이와 폭을 측정하였는데 Fig. 3에 나타낸 것과 같이 높이는 좌우평균값을, 폭은 골과 골의 투영길이를 취하였다.

3. 실험결과 및 고찰

Fig. 4에 변형을 진폭 2.5×10^{-3} , 반복속도 2Hz의 속도로 소정의 횟수동안 변형을 가한 Cu 단결정의 대표적인 STM상 및 단

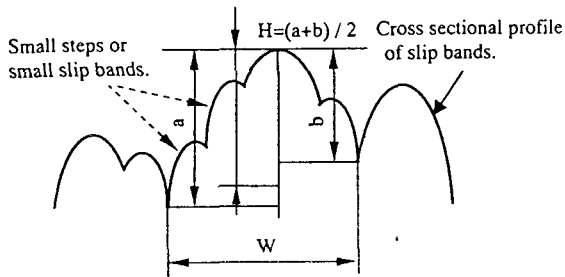


Fig. 3 Definition of height and width of slip band.

면 형상을 나타내었다. 변형이전의 전해연마면 (a)는 나노미터 레벨에 있어서 평활한 면이라는 것이 확실하다. 반복횟수가 2회의 (b)에는 슬립방향으로, 약 320nm 간격으로 깊이(높이) 35nm 정도의 골이 관찰되어져 있다. 반복횟수가 11회로 증가한 (c)에 있어서는 골의 깊이가 상당히 증가하였으며 높이 240nm 정도의 돌출부 (extrusion)라고 생각되어지는 장소도 있었다. 또한, 동일한 골에 있어서도 장소에 따라 깊이가 일정하지 않다. 반복횟수의 증가에 따라 표면 기복도 격해지는 경향이 나타나고 있으나 이것은 2차슬립의 활동에 의한 것으로 생각되어진다.

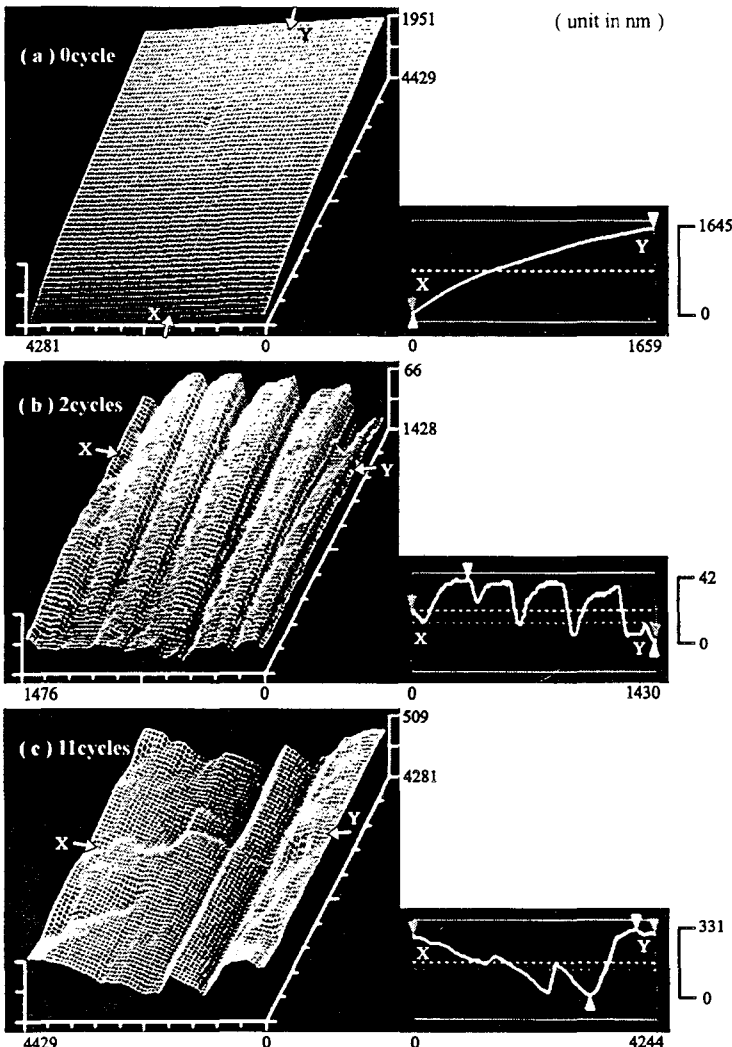


Fig. 4 The STM images of Cu single crystal (C1) strained cyclically at constant amplitude of 0.25% for various numbers of cycles.

Fig. 5에는 변형을 진폭 2.57×10^{-3} , 반복속도 2Hz의 속도로 변형을 100회 가한 Cu 단결정의 대표적인 STM상 및 단면 형상을 나타내었다. 이 시험편에서는 그림(a),(b)에 나타내는 것과 같이 높이 40nm 이하의 스텝들이 모여서 폭 2000~4000nm, 높이 100nm 정도의 규모가 크고 발달한 슬립띠가 관찰되었다. 그러나 (c)와 같이 복수의 슬립계에 의한 것으로 생각되어지는 2차슬립이 형성된 곳도 있었다.

Fig. 6에는 변형을 진폭 5.7×10^{-3} , 반복속도 2Hz로 반복변형을 가한 Cu-7.4%Al 단결정의 대표적인 STM상 및 단면 형상을 나타내었다. 또한 Fig. 7에는 각 반복횟수에서의 SEM사진을 나타내었다.

이 시험편에 있어서도, 변형이전의 전해 연마면에서 관찰된 STM상 및 단면형상은 Fig. 4(a)와 같이 나노미터 레벨에 있어서 평활한 면이라고 할 수 있었다. Fig. 6(a)는 반복횟수가 2회인 시료로부터 관찰된 것으로, 깊이 약 190nm의 골이 관찰되어져 있다. 단면형상에 화살표가 지시하는 곳과 같이 슬립이 발생한 영역과 발생하지 않은 영역이 분명히 구별되어지는 것을 알 수 있다. 그러나 이 이외의 장소에서는 전해 연마면이 다수 관찰되었고, 스텝이 관찰되는 곳은 없었다.

(b)에는 반복횟수가 5일때 관찰되

어진 대표적인 STM상 및 단면형상을 나타내었다. 폭 1600nm, 높이 100nm 정도의 돌출부(단면의 ①)와 높이 약 10nm 전후의 평탄한(단면의 ②)면을 가지는 스텝(단면의 ③)이 관찰되었다. 단면형상에도 표시하였지만 단면이 둥근 부분에서는 거의 전면에서 슬립이 발생하였다고 생각되어지며, 평탄한 부분에서는 아직 슬립이 일어나지 않은 전해 연마면이며 슬립이 일어난 부분은 스텝부만이라는 것을 알 수 있다. 이 영역에서는 스텝이 형성되지 않은 전해 연마면이 주로 관찰되었다. 동일한 반복횟수일

때의 SEM 관찰로부터 슬립변형의 영역이 30~70 μm 간격으로 형성 되어져있는 것이 확인되었다. 이러한 슬립띠를 확대한 Fig. 7(a)의 SEM 사진과 STM상의 비교로부터 STM상의 스텝들이 슬립띠라는 것을 알 수 있으며 많은 연구자들에 의하여 보고되어진 단결정의 슬립띠¹⁴⁾와도 그 형상이 일치하고있다.

반복횟수가 100회에 도달하면 시험편의 거의 모든 곳에서 Fig. 6(c)에 나타낸 STM상 및 단면형상과 같이 폭 1000~2000nm, 높이 30~130nm 정도의 슬립띠가 관찰되었다. 단면형상에 흰색 화살표로 표시한 부분과 같이 폭이 1000nm 이상의 돌출부에 깊이 20~60nm 정도의 규모가 적은 스텝들이 형성되어져 있는 곳이 다수 관찰되었다. 이것은 반복횟수의 증가와 함께 슬립이 발생하지 않은 장소에서 새로운 슬립이 발생하여 형성되었다고 사료되어진다.

(d)는 반복횟수가 1000회에 달했을 때 관찰되어진 STM상 및 단면형상을 보여 주고 있는데 규모가 적은 스텝을 포함한 폭 500~2000nm, 높이 50~150nm 정도의 슬립띠가 시험편의 거의 전역에서 관찰되었다. 그러나 드물기는 하지만 슬립띠의 산에 아직 슬립이 발생하지 않은 평탄한 전해연마면을 가지는 경우도 있었다.

반복횟수가 3000회의 (e)에는 400~1200nm의 간격으로 높이 30~120nm 정도의 슬립띠가 관찰되어져 있으며 그 단면은 곡면으로 이루어져있다. 이것은 하나의 슬립띠 내에 속하는 거의 전면에서 슬립이 발생한 것을 시사하고 있다고 여겨진다. SEM 사진에 의한 동일한 반복횟수에서의 표면형상을 Fig. 7(b)에 나타내지만 STM상과의 비교로부터 해상도뿐만 아니라 상대적인 높이 및 폭의 분석, 형상판단 등의 면에서 STM이 표면관찰 수단에 있어서 유리한 방법이라는 것을 알 수 있다.

Fig. 8에는 슬립띠의 폭과 높이의 분포상태를 관찰되어진 전 슬립띠

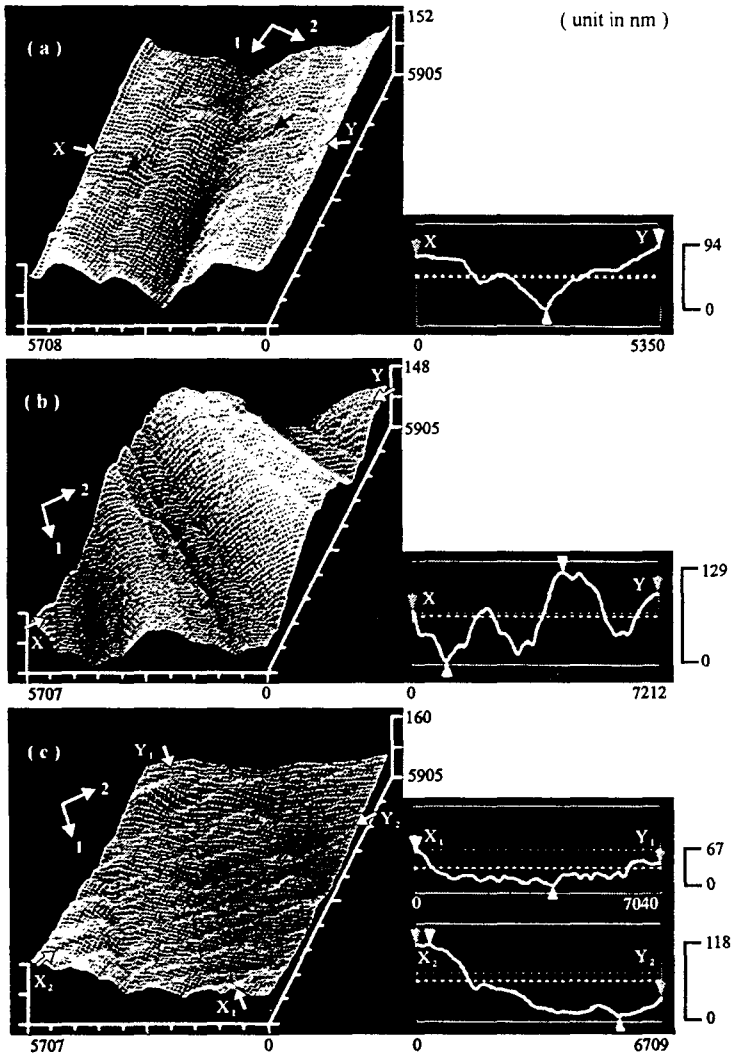


Fig. 5 The STM images of Cu single crystal (C2) strained cyclically at a constant amplitude of 0.57% for various numbers of cycles.

에 대한 백분율로서 나타내었다. (a)를 보면 알 수 있듯이 폭은 1000~2000nm가 가장 많고 반

복횡수의 증가와 함께 500~800nm의 폭을 가지는 슬립띠가 차지하는 비율이 증가하였다. 이것은 1000nm이상의 폭을 가지는 슬립띠내에 새로운 슬립의 발생에 의한 것으로 생각되어진

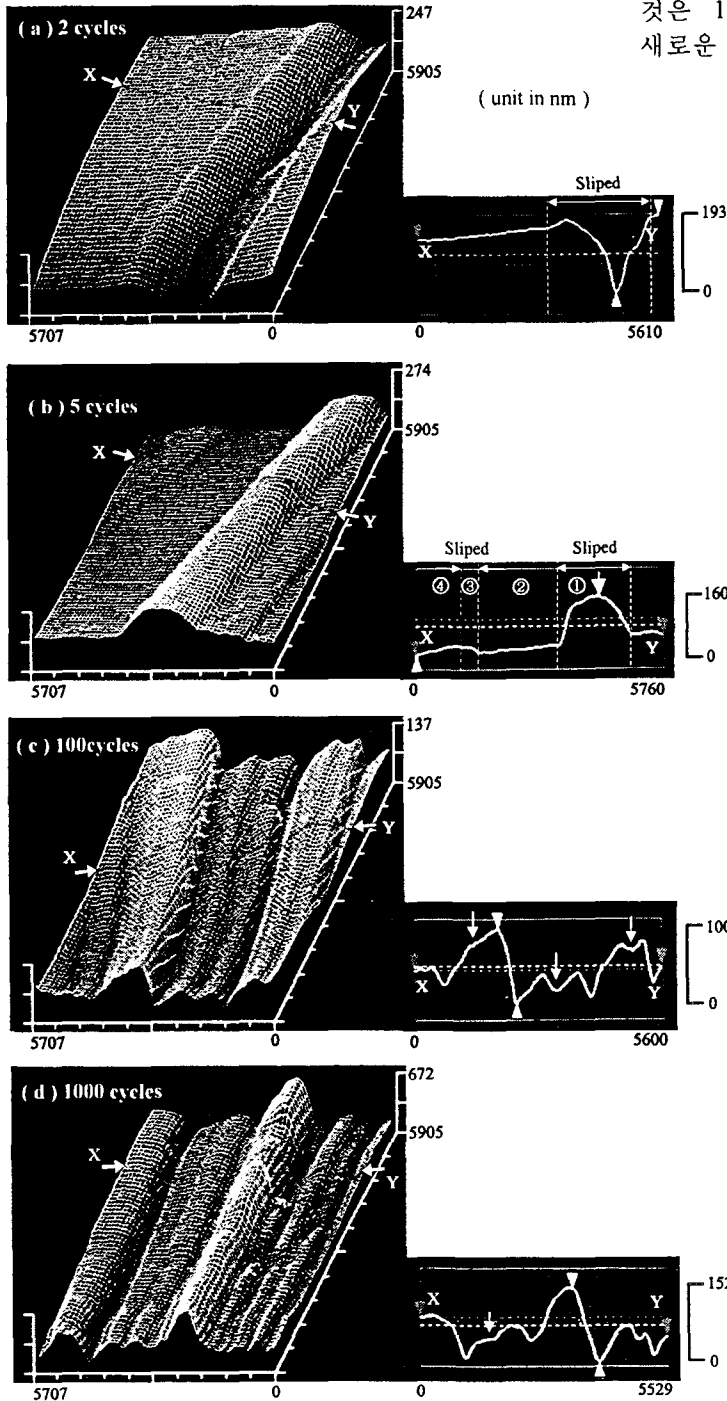


Fig. 6 The STM images of Cu-7.4%Al single crystal (CA) strained cyclically at a constant amplitude of 0.57% for various numbers of cycles.

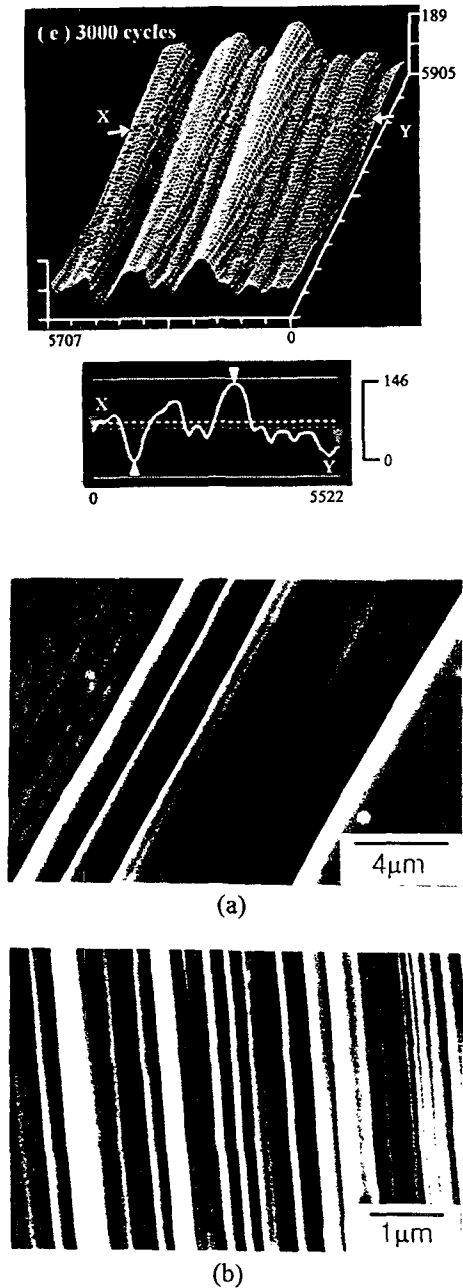
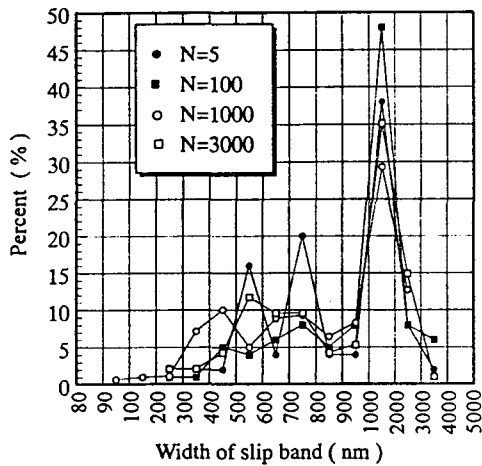
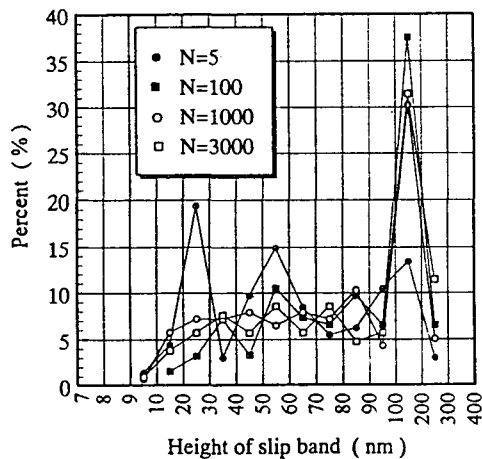


Fig. 7 SEM micrographs of cyclically deformed Cu-7.4%Al single crystal for (a) 5 cycles and (b) 3000 cycles.

다. 또한, 높이분포는 (b)와 같이 100~200nm의 슬립띠가 가장 많았다. 이와 같이 특정의 폭과 높이를 가지는 슬립띠가 많이 발생하는 경향은 Cu에 있어서도 인정되어지지만, 슬립띠의 형상은 재료에 따라 다른 양상을 띠고있었다. 이것은 적층결함에너지 즉, 교차슬립 발생의 난이도를 반영하고 있다고 사려되어진다.



(a) Distribution of step width



(b) Distribution of step height

Fig. 8 Distribution of step spacing and step heights of Cu-Al single crystal at various numbers of cycles.

4. 결론

피로연구에의 SPM(STM/AFM) 응용을 목표로 하여, Cu 및 Cu-Al 합금 단결정의 표면에서 발생하는 피로슬립띠의 발달과정을 STM을 이용하여 관찰하였다. 관찰되어진 표면형상과 변형률진폭, 반복횟수, 적층결함에너지 등과 관련 지워서 분석함으로써 초기 피로 손상과정에서 슬립띠 발생기구 해명에 도움이 되는 나노미터 레벨의 3차원정보가 STM에 의하여 얻어질 수 있음을 분명히 하였다.

참고문헌

- 1) for example, N.J. Jin and A.T. Winter: *Basic Questions in Fatigue: Vol I*, ASTM STP 924, J.T. Fong and R.J. Fields, Eds., 17 (1988)
- 2) Z.S. Basinski and S.J. Basinski: *Acta Metall.* 37, 3263 (1989)
- 3) I.B. Kwon, M.E. Fine and J. Weertman: *Acta Metall.* 37, 2937 (1989)
- 4) R.W. Hertzberg: *"Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials"*, 71 (1976) John Wiley & Sons
- 5) G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber and E. Weibel: *Appl. phys. Lett.* 40, 178 (1982)
- 6) G. Binnig, C.F. Quate and Ch. Gerber: *Phys. Rev. Lett.* 56, 930 (1986)
- 7) D. Sarid: *"Oxford Series on Optical Science, Scanning Force Microscopy"*, (1991) Oxford University Press
- 8) R. Wiesendanger: *"Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy Method and applications"*, (1994) Cambridge University Press
- 9) T.S. Sriram, M.E. Fine and Y.W. Chung: *Acta Metall.* 40, 2769 (1992)
- 10) H. Masuda, N. Nashima and S. Matsuoka: *Trans. JSME*, A-57, 2270 (1991)
- 11) K. Komai, K. Minoshima and T. Miyawaki: *Trans. JSME*, A-62, 1827 (1996)
- 12) 宮津 信: "走査型トンネル顕微鏡の試作および疲労すべり帯への應用", 일본 静岡大學大學院碩士學位論文, (1991)
- 13) I.H. Musselman, P.A. Peterson and P.E. Russel: *PRECISION ENGINEERING*, 12, 3 (1990)
- 14) for example, T.S. Sriram, M.E. Fine and Y.W. Chung: *Acta Metall.* 40, 2769 (1992)