

# EF-TEM을 이용한 직접가열 실험을 통한 Titanium의 고온에서의 상변화 연구

김진규<sup>1</sup>, 이영부<sup>2</sup>, 김윤중<sup>2</sup>

<sup>1</sup>충남대학교 물리학과,

<sup>2</sup>한국기초과학지원연구원 중앙분석기기부

Titanium은 높은 강도, 낮은 밀도, 부식에 대한 저항 등, 타 금속에 비해 월등히 뛰어난 성질을 가지고 있기 때문에 산업 전반에 걸쳐 그 응용이 크게 증가하고 있으며, 특히 고온에서의 응용이 중요성을 띠게 됨에 따라 고온으로의 상전이 관계에 따른 구조적 규명이 필요하다. 순수한 titanium은 상온에서 조밀충진 육방정계의  $\alpha$ -상 구조( $a=2.953\text{\AA}$ ,  $c=4.683\text{\AA}$ ,  $P6_3/mmc$ )를 이루고 있으나, 대략  $880^\circ\text{C}$  이상에서는  $\beta$ -상의 체심입방정계 ( $a=3.320\text{\AA}$ ,  $Im3m$ )로 상전이가 되는 것으로 알려져 있다. 이에 대한 대부분의 연구가 kinetics와 thermodynamics에 관련되어 있으며, TEM을 이용한 직접가열 실험은 거의 전무한 상태이다. 본 실험에서는 TEM 직접가열을 통하여 titanium의 고온에서의 상전이와 가열시 발생할 수 있는 산화층 형성을 연구하였다.

TEM 시편은 순도 99.94%의 titanium foil(Alfa Aesar, #00360, 0.025mm thick)를 이용하였고, 분석 장비로는 에너지여과 기능이 있는 TEM(EM912 Omega, Carl Zeiss)과 Gatan사의 double-tilt heating holder를 사용하였다. Titanium의 상전이를 관찰하기 위해  $900^\circ\text{C}$  까지 분당  $10^\circ\text{C}$  의 속도로 가열을 하였다. 통계적 분석 오차를 줄이기 위해 서로 다른 4군데의 관찰영역을 선택하여, 상온 -  $600^\circ\text{C}$  -  $900^\circ\text{C}$  - 상온의 단계별로 회절패턴을 관찰 및 기록하였고, 발생 가능한 산화에 대해서는 동일한 장비를 사용하여 EDS 분석을 하였다.

상온에서의 서로 다른 영역의 회절패턴들은 결함의 존재에 상관없이, 온도가 증가함에 따라 그 결함수가 증가하게 된다. 특히  $600^\circ\text{C}$  에서는 쌍정과 관련된 회절점들이 본래의 회절점 주위에 형성되어있지만, 각 면들의 격자상수의 변화는 나타나지 않았다. 그러나  $900^\circ\text{C}$  에서는 쌍정에 의한 회절점의 수가 증가하며, 회절점 사이에 발달한 뚜렷한 막대모양의 강도분포와 격자상수의 변화를 관찰할 수 있었다. 다시 상온으로 냉각시킨 후 관찰한 각각의 회절패턴에서는 격자 상수의 감소와 함께  $900^\circ\text{C}$ 에 보여진 막대 모양의 강도분포와 쌍정에 의한 회절점들이 여전히 남아있었다. EDS분석 결과 가열 실험을 통해 시편이 열적 산화가 되어 있음을 확인 할 수 있었다.

순수한 titanium의  $\alpha$ -상에서  $\beta$ -상으로의 상전이를 파악할 수 있는 격자상수의 변화 자체는 매우 작은 값이기 때문에 상온과 900°C 에서 기록된 전자회절패턴 상에서의 면간거리와 면간각도의 측정만으로는 상전이 여부를 명확히 구별할 수 없었다. 그러나, 결합에 의한 상변화가 900°C 에서 심하게 관찰되어지는 것은 상전이와 관계가 있는 것으로 볼 수 있다. 고온에서 상온으로의 가역적 반응을 관찰할 수 없었던 이유는 열적 산화로 생긴 산화층의 산소원자들이 고온의 상전이 과정 중에 Ti 원자와 반응이 일어나  $TiO_x$  구조로 전이되었기 때문으로 추정하고 있다.