

破面解析과 그 應用(I)

金 槟 圭 · 徐 昌 敏

<漢陽大 機械設計學科 · 慶北大 機械工學科>

함이 필요하다.

오늘날 電子顯微鏡의 급속한 발전 및 이에 의한 破面解析의 수 많은 연구 결과에 의해 파괴의 定性的인 연구로 부터 定量的인 연구로 발전하게 되었고, 또한 일부의 파면 모양은 균열 또는 결합선 단의 破壞力學의(fracture mechanics) 연구의 진전과 함께 파괴역학의 파라메타로서 정량적으로 정리할 수 있게 되어 실험적 증거를 제공하는 것으로 중요시 되고 있다.

본 강좌에서는 電子顯微鏡에 의한 破面解析을 중심으로 기술하고, 이것이 파괴원인 규명의 微視組織學의 및 破壞力學의 검토에 어떻게 이용되고 있는가를 설명한다.

2. 破面解析의 종류 및 기술

파면해석은 보통 2 가지로 나눈다. 즉 肉眼 및 저배율의 광학현미경에 의한 巨視的 破面解析(macro fractography)과 이 이상의 배율범위의 해석인 微視的 破面解析(micro fractography)이다. 후자는 주로 전자현미경에 의한 것으로 파면해석이란 용어도 전자현미경의 응용 이후에 널리 사용하게 된 것이다. 여기에서는 후자에 대하여 기술한다.

2.1. 透過電子顯微鏡(Transmission Electron Microscope: TEM)

TEM에 의한 파면관찰은 실제의 파면모양을 레프리카(replica)로 복사하여 간접적으로 관찰하는 것으로 1단 레프리카법(direct replica)과

1. 머 리 말

구조물은 사용중에 破壞가 일어나지 않도록 설계, 제작되어 있지만 파괴는 끊임없이 일어나고 있다. 따라서 파괴사고를 가장 경제적으로 예방하기 위해서는 파괴현상의 원인을 규명함에 있고, 또한 이에 의해 재료의 개발, 파괴를 생간한 설계방법, 시공법의 개선이 필요하다. 그런데 파괴기구나 파괴의 원인에 대한 중요한 정보를 얻을 수 있는 방법의 하나로서 破面解析(fractography)이 있다. 즉 재료의 파괴진행상황을 나타내는 특징적인 모양이 남아 있는 파단면을 상세히 관찰하고 해석함으로서 파괴발생의 원인 및 조건을 파악하는 것이다. 이 방법은 오래전부터 光學顯微鏡(optical microscope)에 의해 행하여 졌으나 광학현미경은 평坦한 파면이외의 관찰이 어려워 여러가지 제한이 있었다. 그러나 오늘날 電子顯微鏡(electron microscope)의 개발, 보급에 의해 요철(凸凹)이 심한 파면의 관찰뿐만 아니라 특히, 표면과 내부의 파괴기구의 차이가 문제로 되는 부분에서도 3차원적 상황을 쉽게 파악할 수 있어 종래 얻을 수 없었던 귀중한 많은 자료를 제공하고 있다. 破面解析의 약점은 파괴과정중에 있어서의 관찰이 아니고 파괴후에 남아 있는 흔적의 관찰이라고 하는 점이다. 따라서 파괴과정의 전부가 증거로서 반드시 남아 있다고 할 수 없음으로 다른 방법에 의한 해석을 병용하여 종합적으로 판단

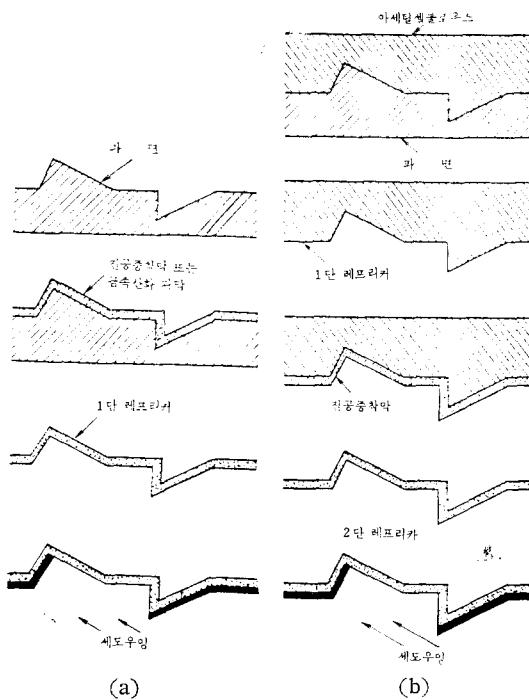
◆ 講 座

2단 페프리카법(two-stage replica)이 있다. 페프리카법의 특징은 분해능력이 뛰어난 사진을 얻을 수 있을 뿐만 아니라 커다란 과면에서 임의의 위치로부터 많은 사진을 찍을 수가 있다. 그러나 요철(凸凹)이 현저한試料에서는 과면의 모양을 완전하게 복사함이 곤란하고 또한 페프리카가 찢어 질 염려도 있다. 이 때문에 페프리카의 작성조건은 사진의 불량에 영향을 미치고 때로는 실제의 과면 모양과는 전혀 다른 사진(artifact)이 얻어져 破面解析에 잘못이 생기는 경우가 있음으로 페프리카의 작성에 충분한 주의가 필요하다. 또한 TEM은 최저배율이 500배 정도임으로 저 배율의 관찰이 불가능하기 때문에 배율의大小에 따른 과면과의 대응이 상당히 불편할 뿐만 아니라 실제 과면의 위치와 방향의 대응에도 상당한 기술적인 어려움이 있다.

(1) 페프리카 작성법

그림 1(a)(b)는 1단 및 2단의 페프리카 작성법을 나타낸 것이다. 1단 페프리카법은 과면에 탄소(carbon)를 직접 蒸着(deposition)하든가 또는 산화피막을 생성시켜 이들을 벗겨서 관찰하는 방법으로 현재 행하고 있는 과면관찰중에서 가장 분해능력이 뛰어난 사진을 얻을 수 있다. 그러나 膜을 벗길 때 곤란할 뿐만 아니라 膜 자신의 강도에도 문제가 있고 또한 과면자신이 손상하기 때문에 다시 試料를 작성할 수가 없다.

2단 페프리카법은 아세틸셀루로즈(acetyl-cellulose)의 얇은 막을 초산메칠(methyl acetate)을 이용하여 과면에 붙여 가압하고 전조시켜 1단 페프리카를 작성한다. 과면이 부사된 페프리카의 면위에 금속을 적당한 각도로서 세도우잉(shadowing)을 행하고, 탄소를 蒸着하여 2단 페프리카를 제작한 후, 아세틸셀루로즈를 녹여 탄소의 얇은 막을 얻어서 관찰한다. 이 방법은 페프리카의 조작이 용이하고 몇번이나 과면으로부터 페프리카를 채취할 수 있을 뿐 아니라 경우에 따라서는 과피한 구조물에 대해서 현장에서 페프리카를 채취하여 연구실에 가져와서 조사할 수 있는 이점 등이 있어 과면관찰에 많이 사용되고 있는 표준적인 방법이다.



(a) 1 단 페프리카의 작성법

(b) 2 단 페프리카의 작성법

그림 1 페프리카 작성법

(2) 페프리카의 콘트라스트(contrast)

페프리카의 콘트라스트는 電子線이 페프리카를 통과할 때의 散亂度에 의존한다. 산란도는 페프리카의 두께, 전자선과 페프리카가 이루는 각도 및 加速전압에 관계하고 있다. 이 중에서 페프리카의 두께가 가장 중요하고 부분적인 두께의 차이가 콘트라스트에 변화를 준다. 그러므로 시료의 미세한 모양을 명확하게 관찰하기 위해서 보통 세도우잉을 행한다.

세도우잉의 방법으로는 真空蒸着裝置중에 蒸發源(증착물질)과 시료를 넣고 진공으로 한 후, 蒸發源에 전류를 보내어 고온으로 가열하고, 증착물질이 微細한 입자로 되어 시료에 부착하게 한다. 이 경우, 유효한 세도우잉의 조건으로서 증착물질의 두께를 가능한 얕게하고, 콘트라스트를 증대시킬 필요가 있다. 그래서 증착물질로서는 전자선의 照射에 대해서 粒狀化 하기 어려운 것을 택하고(백금, 텅스텐, 크롬등), 증발원의 크기를 가능한 작게 하고, 그리고 像의 관찰

에 가장 적합한 세도우ing을 택할 것 등의 고려가 필요하다.

2.2. 走査電子顯微鏡(Scanning Electron Microscope: SEM)

電子線을 가늘게 하여 試料의 표면을 비추면 2次電子, 反射電子, 透過電子 등의 量子가 발생하고, 이들의 발생량은 시료의 三次元的 모양이나 재질 및 그 밖의 물리적 성질에 의해 변화한다. SEM은 이 원리를 이용한 것으로 2차전자선의 분해능력이 뛰어나 파면관찰에는 주로 2차전자선이 이용되고 있다. 그림 2는 SEM의 원리를 나타낸 것이다.

보통 사용되고 있는 SEM의 분해능력은 100~300Å정도이고, 이것은 TEM에 비해 떨어진다. 또한 TEM은 시료를 절단하지 않고 레프리카에 의해 비파괴적으로 파면을 관찰할 수 있으나 SEM은 파면을 어떤 일정한 크기로 절단할 필요가 있다. 그러나 TEM으로서 얻을 수 없는 몇 개의 특징을 가지고 있다. (가) 시료(파면)의 직접 관찰이 가능, (나) 레프리카를 작성할 수 없는 요철이 심한 파면의 관찰도 가능하며 또한 입체관이 뛰어난 상이 얻어짐, (다) 저배율에서 고배율까지 넓은 범위에 걸쳐 배율을 연속적으로 변화할 수 있기 때문에 저배율의 경우와 고배율의 경우는 위치관계의 대응이 용이하다.

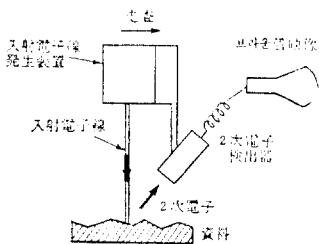


그림 2 走査電子顯微鏡의 원리

(1) 試料 작성

시료의 작성은 파면을 적당한 크기로 잘라 내어 시료고정대(holder)에 고정하면 끝나지만 電導性이 나쁜 경우에는 파면관찰이 어려워 진다. 이와 같이 시료의 작성은 레프리카처럼 복잡하

지 않지만 파면의 관리(더더움, 산화등 방지)에 주의할 필요가 있다. 파면의 관리는 破面解析에 있어서 필수조건으로 파면보존에는 시판의 유기 피복제가 이용되고 있지만 보통 재료의 경우 알코올(또는 초산 메칠) 중에 침적하든지 혹은 전공용기중에 보존한다. 그러나 파손이 장기간에 걸친것 또는 파손 후 장기간 방치되어 산화가 현저한 경우에는 산화막의 제거방법으로 다음과 같은 방법이 소개되고 있다.

(가) 機械的方法 : 블랭크 레프리카(blank replica)법으로 아세틸셀루로즈막을 파면에 여러번 붙여서 벗기는 방법.

(나) 陰極電解法 : 무식방지제를 소량 침가한 1% H_2SO_4 수용액중에서 電解를 행하여 제거하는 방법.

(다) 酸洗法 : 稀鹽酸에 의해 酸을 씻는 방법.

(2) 2次電子像의 콘트라스트(contrast)

2차 전자상의 콘트라스트는 시료에서放射되는 電子의 변동량에 의해 변하고, 이 변동량은 入射 전자선의 加速電壓, 전류, 시료의 종류나 모양, 시료면에 대한 입사 전자선이 이루는 각도에 의해 다르다. 파면관찰의 경우 가장 중요한 것은 모양인자이고, 시료표면에 수직인 방향과 입사 전자선이 이루는 각도를 θ 라고 하면 放出係數는 거의 $sec\theta$ 에 비례함으로 입체감이 있는 상이 된다. 따라서 시료와 입사전자의 각도, 檢出器의 위치관계로 부터 파면의 모양은 변한다. 또한 시료에 요철(凸凹)이 있으면 검출기에서 보아서 시료의 陰이 되는 凹부분에서 방출되는 2차전자선은 약간 검출되기 어려워 상은 약간 어두워 진다.

(3) X선분석(X-Ray Analysis)

파면에는 여러가지의 介在物이나 析出物, 第2相粒子등이 관찰되는 경우가 많다. 이들의 구성원소를 아는 것은 파괴발생의 원인규명에 중요함으로 오늘날 종종 이상의 SEM에서는 分析器를 설치할 수 있도록 설계되어 있는 경우가 많고, 파면을 관찰하면서 미소영역에 존재하는 원소의 분석을 정성적, 정량적으로 행할 수 있다. 분석기로는 非分散式 또는 分散式 線分光器

◆ 講 座

가 주로 사용되고 있다. 비분산식은 시료에 전자선을 비추었을 때에 발생하는 X선을 직접 검출기로서 조작하고 각 원소에 대응한 파동(pulse)을 증폭한 후 다단채널(multichannel)의 波高分析器를 이용하여 에너지選別을 행하고, 브라운(Braun)관 또는 記錄紙 위에 각 원소의 X線 강도를 표시하는 구조로 되어 있다. 또한 이 방식은 분석을 짧은 시간에 행 할 수 있지만, 검출기를 항상 액체질소로서 냉각하여야 함으로 관리가 불편하다. 한편 분산식은 전자선 照射에 의해 시료면에서 방출되는 X線의 파장이 원소의 종류에 의해 고유의 값을 갖고 있음으로 이들의 파장을 分光結晶을 이용하여 선별함으로서 定性定量分析을 할 수 있도록 한 장치이다. 그림 3은 알루미늄합금의 疲勞破面에 관찰된 介在物을 분산식 X선 분광기를 사용하여 線分析을 행한 결과의 예이다.

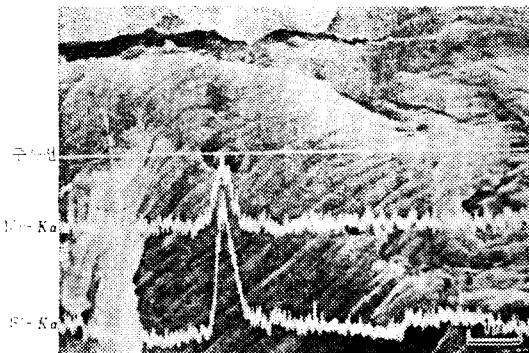


그림 3 알루미늄합금의 疲勞破面 중에 介在物을 분산식 X선 분광기로서 선분석을 한 예

2.3. 透過電子顯微鏡像과 走査電子顯微鏡像

透過(TEM)와 走査電子顯微鏡(SEM)像是 각 장단점을 갖고 있다고 앞에서 설명하였으나 특히 TEM像是에서는

- (가) 試料를 직접 관찰한 결과가 아니기 때문에 과면의 凹凸에 대응한 형상의 레프리카(replica)가 얹어 졌는지?
- (나) 레프리카를 과면에서 벗길 때 과면의 모양이 늘어나지 않았는지?
- (다) 2 단의 증착막 레프리카는 최종적으로 물

의 표면장력을 이용하여 넓힌 후 사이트 메시(sheet mesh)에 얹어 관찰하지만 이 때 필요이상으로 레프리카가 늘어나지 않았는지?

등의 염려로 SEM像과 과면이 약간 다를 가능성이 예상된다. 그러나 과면에 대하여 TEM像과 SEM像을 비교한 ASM에서 출판된 Metal Handbook에 의하면 과면의 2차원적인 형태의 대응은 잘 일치하고 있음을 보여주고 있다. 그림 4는 스트레치 존*(stretch zone)의 TEM像과 SEM像의 비교를 나타낸 것이다.

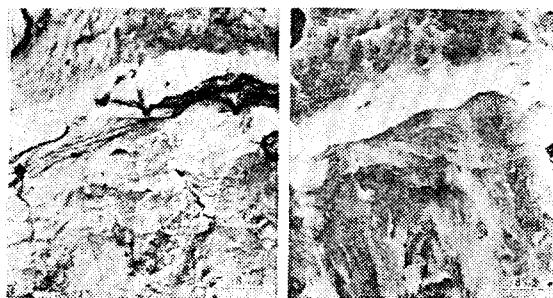


그림 4 스트레치 존의 TEM像과 SEM像의 비교

3. 破面의 특성적 모양

電子顯微鏡으로 관찰한 과면은 과피기구와 과피원인을 해석하기 위한 정보를 제공한다. 여기에서는 주로 미시적 과면의 특성적 모양을 설명하지만 破面解析의 기본은 거시적 관찰에 의해 이들의 모양을 미시적으로 관찰하는 것이다. 미시과면의 모양을 나누면 다음과 같다.

첫째, 粒內破壞(transgranular fracture): 균열이 결정립의 내부를 지나서 일어나는 과피

- (1) 미소空洞의 연결(microvoid coalescence)
- (2)劈開(cleavage)
- (3)擬劈開(quasi cleavage)
- (4)疲勞(fatigue)

둘째, 粒界破壞(intergranular fracture): 균열이 결정립의 경계를 지나서 일어나는 과피

* 破壞韌性과 定量的 관계가 있는 것으로 4장에서 상세히 설명

(1) 미소空洞의 연결에 의한 입계분리(intergranular ductile fracture)

(2) 미소空洞의 연결에 의하지 않은 입계분리(intergranular brittle fracture)

3.1. 粒內破壞

(1) 미소空洞의 연결

연성의 금속재료는 전체적이든 부분적이든 과학중에 의해 파괴하는 경우, 소성변형의 진행에 따라 재료내의 介在物, 析出物의 微粒子가 핵이 되어 많은 미소空洞이 형성되고, 이들이 3축 인장응력 하에서 연결 합체하여 파단하게 된다. 파면에는 이 미소공동의 연결, 합체의 결과 그림 5에 보인 바와 같이 딥풀(dimple)이라고 하는 많은 컵(cup)형태가 관찰된다. 딥풀모양은 그림 6과 같이 외부응력의 상태에 의해 지배된다. 그림 6에서 (a)는 等軸디플(equiaxed dimple)로서 균일한 인장이 작용하는 경우이고 (b)(c)는 伸張形디플(elongated dimple)로서 전단 또는 불균일한 인장이 작용한 경우이다. 전단파 테어(tear)의 차이는 상대하는 양 파면의 딥풀의 방향에 의하고, 테어의 경우는 딥풀방향으로 부터 균열의 전파방향을 알 수 있다.

핵이 되는 微粒子가 적은 순도가 높은 금속등에서는 空洞이 형성되지 않고 그림 7과 같이 기복이 있는 줄무늬 모양(serpentine glide), 파도모양(ripple) 또는 립풀이 더욱 늘어난 모양(stretching)이 관찰되어 진다.

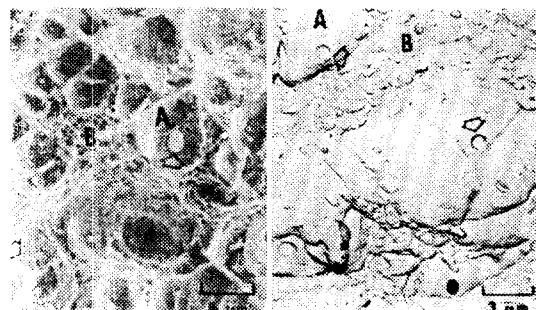


그림 5 딥풀파면(A: large dimple, B: small dimple, 화살표는 介在物)

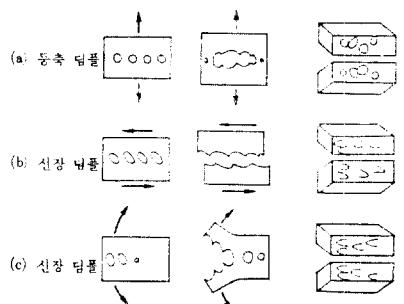


그림 6 딥풀의 형성기구

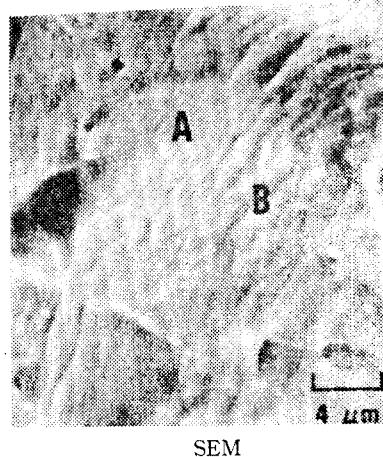


그림 7 슬립(slip)面 파괴(A: serpentine glide, B: ripples)

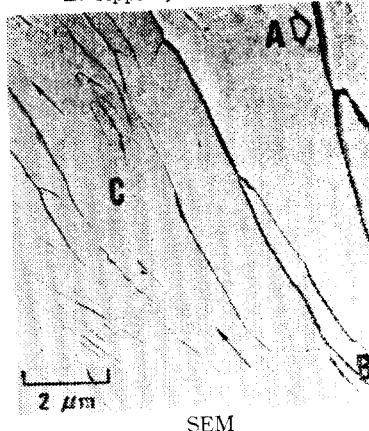


그림 8 裂開파면(A: cleavage steps, B: river patterns, 화살표는 파괴진행 방향)

(2) 裂開

취성파괴의 전형적인 것은 裂開破壞(cleavage fracture)이고 이 파괴의 특징적인 파면형태는

◆ 講 座

그림 8과 같다. 이 파면은 거의 소성변형을 하지 않는劈開面(cleavage plane)에서 파괴하기 때문에劈開파센(cleavage facet)이라고 하는 결정립 정도의 미소파면단위로 구성된다. 또한劈開파괴가 1개의 결정입내를 통과하여 전파할 때 1개의劈開면에서 일어나지 않고 평행한 몇개의 면에 따라, 평행한 균열이 각각 불연속으로 진행하여 각각의 균열이 2차劈開, 소성적인 국부수축(necking) 또는 전단에 의해 합체한 결과단(cleavage step)이 생기고 물의 흐름의 모양(river pattern)을 나타낸다. 따라서 이 모양의 방향은 파괴의 진행 방향과 일치하게 된다. 그리고 균열이 전파할 때, 기계적雙晶(twin)이 형성되기 때문에 그림 9와 같이 혀모양의 파면(tongue)이 가끔 관찰된다.

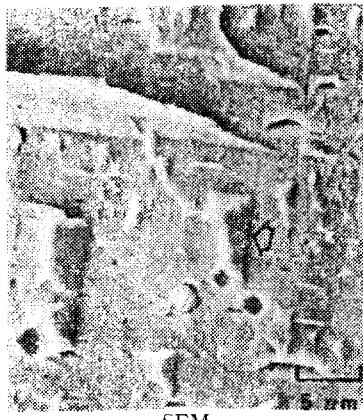


그림 9 혀 모양의 파면(tongue)



그림 10 摘劈開 파면

(3) 摘劈開

취성파면층에서도 벽개의 모양을 나타내면서 상당한 소성변형을 가진 파괴로서 이를 벽개와 구분하여 摘劈開라 한다. 그림 10은 뜨임한 마르텐사이트강의 摘劈開破面으로 벽개와 같은 형태를 가지고 있지만 파괴의 기점이 가끔 각 파면의 단위의 중앙에 있다. 이것은 많은 미소균열이 합체하여 파괴가 일어났음을 의미하고, 미소파면(facet)의 주변에는 테어리지(tear ridge)라고 하는 積모양의 부분이 있다.

(4) 疲勞파면

疲勞파면의 가장 중요한 특징은 반복응력의 사이클에 대응하는 스트라이에이션(striation)이라고 부르는 모양이다. 모든 疲勞파면에 스트라이에이션이 존재한다고 할 수 없지만, 보통 강, 알루미늄합금, 티탄합금, 구리합금등 대부분의 금속재료의 疲勞파괴의 부분에는 거의 나타나고, 보통 관찰되고 있는 것은 그림 11과 같이 延性 스트라이에이션(ductile striation)이다. 이것

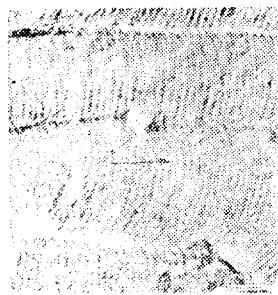


그림 11 延性 스트라이에이션(7075-T6 알루미늄합금, 화살표는 균열진전방향)

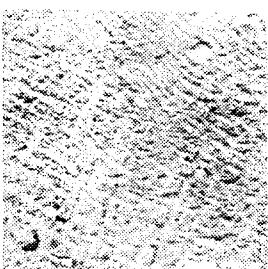


그림 12 脆性 스트라이에이션(2014 알루미늄합금, 화살표는 균열진전방향)

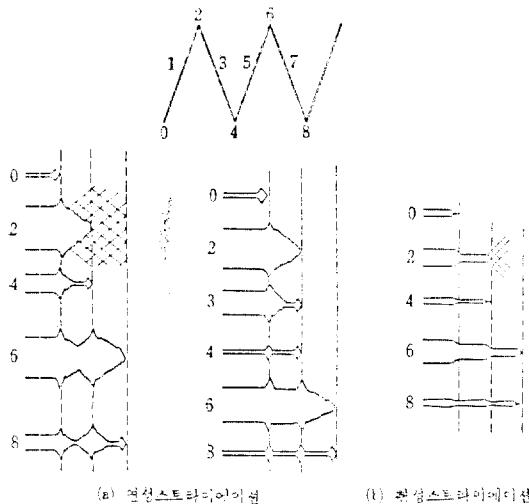


그림 13 스트라이에이션의 형성기구

은 미시적으로 현저한 소성변형이 있었음을 나타낸 것으로 plateau 경계에서 균열진전이 지연됨으로 균열전과 방향은 완만한 곡선으로 되어 있는 것이 많고, 이로 부터 균열전과방향을 알 수 있다. 그림 12는 고장력 알루미늄합금 등의 단단한 재료에서 부식성분위기에서 나타난 脆性 스트라이에이션(brittle striation)으로 형성기구는 전자와 비슷하다. 그림 13은 스트라이에이션의 형성기구를 나타낸 것이다. 응력 최소의 상태(0)에서, 선단에서 달한 균열은 인장응력을 증가하면($0 \rightarrow 1 \rightarrow 2$) 선단부근의 응력집중에 의해 최대전단응력 방향에 가까운 슬립면에 따라 소성변형을 발생하고, 균열선단은 개구 또는 鈍化하여 균열은 진전한다. 다음除荷과정($2 \rightarrow 3 \rightarrow 4$)에서는 역방향의 소성변형때문에 균열선단의 개구, 再銳化가 일어나서 그 형태는 본래의 상태(4)로 돌아간다. 이러한 과정을 반복하여 1사이클마다 스트라이에이션을 형성하면서 균열은 진전을 계속한다. Meyn에 의해 정의된 스트라이에이션의 특징은 다음과 같다.

(가) 기본적으로 서로 평행이고, 균열전과의 부분적 방향으로 직각이다.

(나) 그 간격은 응력진폭의 대소에 의해 변한

* 이러한 표면을 擬스트라이에이션(quasi striation)이라고도 한다.

다.

(다) 그 수는 부하 사이클수와 같다.

(라) 보통 plateau (또는 patch)내에 모여 있고, 이 내에서는 연속적이고 거의 같은 길이이다.

파로파면에는 이를 스트라이에이션 이외에 연성스트라이에이션과 비슷한 형태로서 응력사이클에 대응하지 않는 불규칙적인 모양*이 있다. 이 모양은 응력사이클에 대응하지 않음으로 균열전파속도의 정량해석은 할 수 없고 정량 해석을 할 때에는 스트라이에이션의 판별에 충분히 주의하여야 한다. 또한 파괴에 직접 관계한 모양은 아니지만 사고해석에 유용한 모양으로서 타이어트랙(tire track)이 있다. 그림 14는 이 모양을 나타낸 것으로, 이것은 균열이 형성된 후에 상하의 표면이 응력반복시에 상대파면의 돌기부에 의해 눌러져서 생긴 흔적으로 이 모양의 존재는 이 부분에 반복응력이 가해졌음을 의미한다.

3.2. 粒界破壊

粒界 및 그 근방은 결정의 불규칙성 때문에 불순물이나 합금원소가 편석(segregation)하기 쉽고 또한 2次相의 석출이 용이 하므로 물리적 및 화학적 성질이 粒內와 다르다. 이러한 금속재료는 부하응력, 분위기, 온도등의 환경효과에 의해 粒界破壊가 일어나는 경우가 많다.

粒界延性破壊는 임계에 따라 미소空洞이 형성



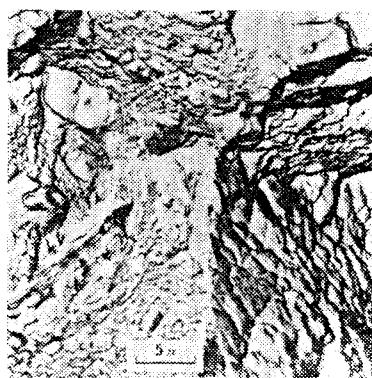
그림 14 타이어 트랙의 표면모양

◆ 講 座

되고 합쳐되어 파괴가 된 것으로 파면에 딥풀이 보인다. 그림 15는 미소공동의 연결에 의한 粒界破壞의 예이다. 粒界脆性破壞는 거의 소성변형을 하지 않고 파괴한 것으로 파면은 粒狀이고 粒의 표면은 평坦하지 않다. 응력부식, 수소취화, 뜨임취화, 담금질 균열 크리이프파괴(W型) 등에 많다. 그림 16은 粒界脆性破面의 예이다.

이 이외에 破壞非性과 定量의 관계가 있는 파면으로서 그림 17에서 보는 바와 같이 스트래치 존의 형태가 있다. 이 파면은 疲勞균열부분과 急速破壞부분의 경계에 생기는 것으로 急速破壞의 발생 기구 및 破壞力學的 檢討에 중요한 자료를 제공하고 있다.

이상 電子顯微鏡에서 본 파면에 나타나는 모양중에서 가장 기본적인 것에 대하여 간단히 설명하였다. 그런데 실제의 파면형태는 복잡하고



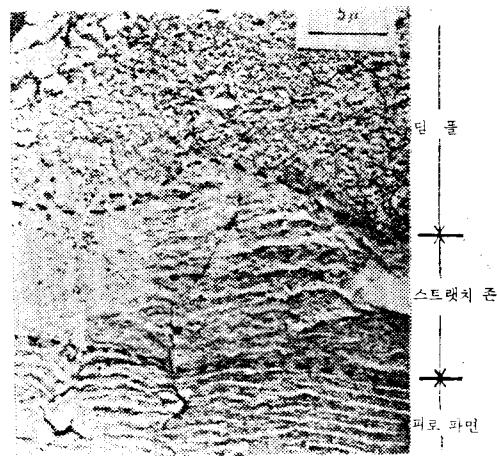
TEM

그림 15 粒界延性 破面



SEM

그림 16 粒界脆性 破面



TEM

그림 17 破壞非性 試驗破面의 스트래치 존

지금까지 설명한 파면형태가 뚜렷히 구분되어 있다고는 할 수 없으며, 또한 미소영역이라 할지라도 여러가지 종류의 파면이 같이 존재하는 경우가 많다. 그림 18은 剪開와 딥풀이 같이 존재하는 파면의 예이다. 따라서 破面解析은 여러 가지 형태의 파면에서 어떠한 파면에 집중하여 판찰할 것인가 또는 배울이 다른 많은 사진 및 연속적인 사진에 의해 전체적인 모양을 파악하는 것이 定量的 평가에 있어서 중요하다.



SEM

그림 18 剪開와 딥풀이 존재하는 破面

4. 定量 破面解析과 破壞力學

(다음호에 계속)