

## 반복변형된 Cu 및 Cu-Al 단결정 표면형상의 나노-스케일 관찰

최성종 · 이권용\*

영남대학교 공업기술연구소  
\*대구대학교 자동차 · 산업 · 기계공학부

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

Sung-Jong Choi and Kwon-Yong Lee\*

*Institute of Industrial Technology in Yeungnam University*

*\*School of Automotive, Industrial, and Mechanical Engineering, Taegu University*

**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.

**Key words** – SPM, STM, AFM, single crystal, fatigue damage, stacking fault energy, slip band, surface morphology.

#### 1. 서 론

기계와 구조물에서 일어나는 파괴의 주원인이 재료의 피로손상에 기인하고 있다는 사실은 잘 알려져 있다[1]. 피로파괴는 슬립띠(slip band)의 형성 및 성장, 미시균열의 발생 및 성장에 의하여 발생하기 때문에, 그 기구해명을 위해서는 각 단계를 지배하는 인자에 대한검토가 필요하다.

슬립띠는 외력에 의하여 금속 내부의 전위가 표면으로 이동하여 표면에 단(step)을 형성함으로써 발생하며 미시균열의 핵이 된다고 알려져 있다. 또한 응력이나 환경과 같은 외적인 요인 뿐만 아니라 재료 조직에도 강하게 영향을 받으며 다결정체인 실용재료에서는 결정입계의 영향도 포함되어져 있다고 볼 수

있다. 따라서 슬립띠의 발생, 미시균열의 성장과 같은 기구 해명을 위해서는 조직적으로 단순한 단결정 재료에 관한 검토가 요구되어진다. 이와 같은 이유로 부터 단결정에서의 초기피로 손상과 관련된 많은 검토가 주사형 전자현미경(Scanning Electron Microscope: SEM)과 투과형 전자현미경(Transmission Electron Microscope: TEM)에 의하여 수행되어져 왔다[2,3]. 그러나 슬립띠의 폭과 높이가 격자정수의 단위로서 형성되는 것[4]을 고려하면 그 형상(폭과 높이)을 변형을 진폭(strain amplitude), 반복변형 횟수 등과 관련 지어서 검토하기 위해서는 보다 고해상도에서의 3차원 관찰이 요구되어진다.

한편, 1980년대에 개발되어진 주사형 터널링 현미경(Scanning Tunneling Microscope: STM)[5]과 원자

간력 현미경(Atomic Force Microscope: AFM)[6]으로 대표되는 주사형 프로브 현미경(Scanning Probe Microscope: SPM)[7,8]은 진공은 물론 대기와 액체속에서도 표면의 3차원 형상을 원자레벨의 해상도로 측정할 수 있다. 이와 같은 폭넓은 응용성 때문에 많은 연구분야에서 응용이 왕성하게 이루어지고 있으며 재료강도학 분야에서도 피로슬립띠와 균열의 발생[9], 부식피로 피트의 발생과 성장과정[10], 응력 부식균열(Stress Corrosion Crack: SCC) 진전과정에의 응용[11] 등이 보고되어지고 있다. 그러나 반복변형을 받은 단결정 표면의 피로 슬립띠 발달과정을 SPM을 이용하여 계통적으로 검토한 예는 많지 않다.

본 연구에서는 Cu 또는 Cu-Al 합금 단결정의 피로 슬립띠 발달과정을 STM으로서 관찰하여 높이 정보를 포함한 3차원 정보를 분석함으로써 피로연구에의 SPM 응용성을 확인하고자 하였다.

## 2. 실험 방법

본 연구에 사용되어진 재료는 판상의 Cu(99.98%) 및 Cu-7.4wt%Al 합금의 단결정(100 mm×5 mm×2 mm)이며 Bridgeman법[12]에 의하여 제작된 것이다. 이 단결정으로부터 Fig. 1에 나타내는 형상과 치수의 시험편을 방전가공으로 채취한 뒤, 가공에서 오는 변형과 잔류응력의 제거를 위하여 Cu는 500°C에서, Cu-7.4wt%Al는 450°C에서 1시간 유지시킨 후 냉하여 각각 풀림처리를 하였다. 더욱이 시험편 표면의 평활화를 목적으로 전해연마를 한 후에 피로실험을 행하였다.

Cu 및 Cu-Al합금은 면심입방격자(Face-Centered Cubic lattice: FCC)를 가지기 때문에 원자밀도가 가장 큰 (111)면에서 [110]방향으로 슬립이 발생한다고 알려져 있다[13]. 본 실험에 사용된 시험편의 전자 채널링 패턴(Electron Channeling Pattern: ECP)으로 얻어진 시험편 표면에서의 (111)면의 트레이스를 Fig. 1에 각각 표시하였다.

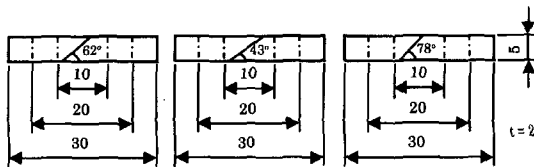


Fig. 1. Geometry and trace of (111) slip plane on the surface of specimens.

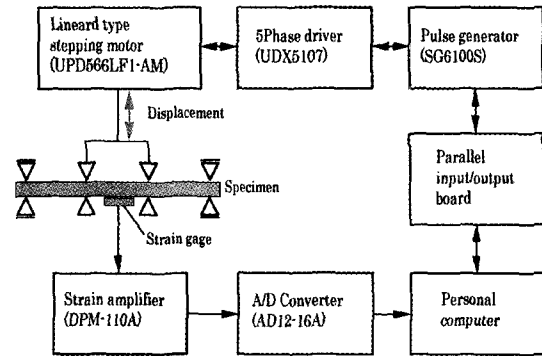


Fig. 2. The schematic diagram of the 4 point bending tester.

실은, 공기중에서 Fig. 2에 나타난 리니어 모터를 이용한 소형 피로시험기로 일정 전변형을 조건으로 4점 굽힘변형을 소정의 횟수만큼 가한 다음 STM으로 시험편 표면을 관찰했다.

관찰에 사용된 STM은 본연구실에서 제작한 것이며[14] 최대 측정 범위는 7 $\mu$ m×7 $\mu$ m, 높이방향의 해상도는 약 0.1 nm, 256×256점의 데이터를 검출할 수

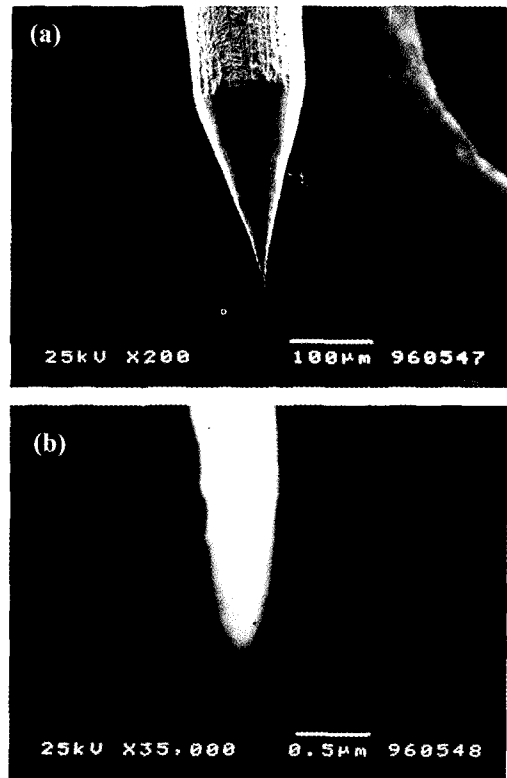


Fig. 3. Pt-Ir tip used for STM imaging.

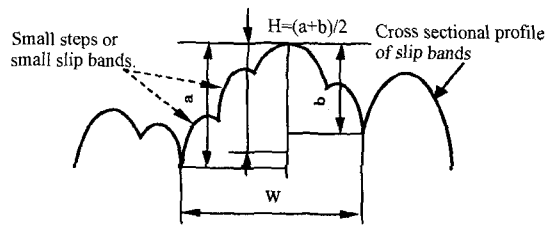


Fig. 4. Definition of height and width of slip band.

있다. STM관찰은 실온, 공기중에서 바이어스전압 0.1 V, 터널링 전류 2 nA의 조건으로 행하였다. Fig. 3에는 본 연구에 사용되어진 2단 전해연마법[15]에 의하여 제작 되어진 Pt-Ir 탐침의 SEM 사진을 나타내었다.

STM관찰은 시험편 중앙부의 반경 1 mm 이내에서 시험편 길이 방향이 x방향, 폭 방향이 y방향으로 수행되었다. 관찰되어진 3차원상의 단면형상으로부터 슬립띠의 높이와 폭을 측정하였는데, 일반적으로 단

결정이 변형을 일으켜 슬립이 발생하면 원래의 표면은 변형에 의하여 위치를 이동하며 절대높이의 기준이 될 수 없다. 그러므로 본 실험에서는 Fig. 4에 나타낸 것과 같이 슬립띠의 폭과 높이의 평가에 있어서 높이는 인접한 골과 산 높이의 좌우평균값을, 폭은 골과 골의 투영길이를 취하였다.

### 3. 실험결과 및 고찰

Fig. 5에 변형률 진폭  $2.5 \times 10^{-3}$ , 반복속도 2 Hz의 속도로 소정의 횟수동안 변형을 가한 Cu 단결정의 대표적인 STM상 및 단면 형상을 나타내었다. 변형이전의 전해연마면 (a)는 나노미터 레벨에 있어서 평활한 면이라는 것을 알 수 있다. 반복횟수가 2회의 (b)에는 슬립방향으로, 약 320 nm 간격으로 깊이(높이) 35 nm 정도의 골이 관찰되어져 있다. 반복횟수가 11회로 증가한 (c)에 있어서는 골의 깊이가 상당히 증가하였으며, 높이 240 nm 정도의 돌출부(extru-

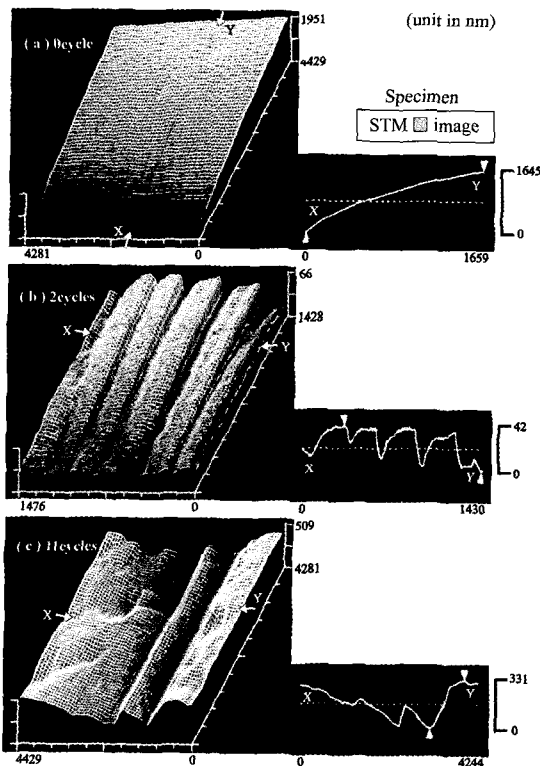


Fig. 5. The STM images of Cu single crystal (C1) strained cyclically at constant amplitude of 0.25% for various numbers of cycles.

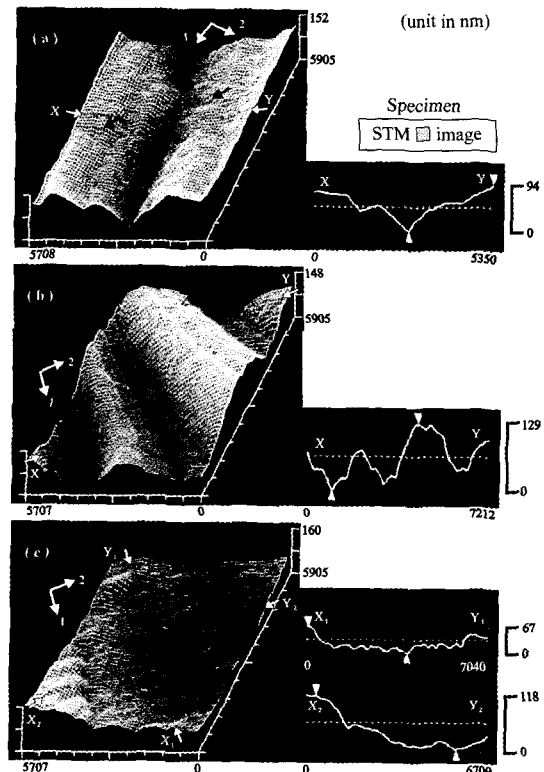


Fig. 6. The STM images of Cu single crystal (C2) strained cyclically at a constant amplitude 0.57% for 100 cycles.

sion)라고 생각되어지는 장소도 있었다. 또한, 동일한 골에 있어서도 장소에 따라 깊이가 일정하지 않고 반복횟수의 증가에 따라 표면 기복도 격해지는 경향이 있었다.

Fig. 6에는 변형률 진폭  $2.57 \times 10^{-3}$ , 반복속도 2 Hz의 속도로 변형을 100회 가한 Cu 단결정의 대표적인 STM상 및 단면 형상을 나타내었다. 이 시험편에서는 그림 (a), (b)에 나타낸 것과 같이 화살표 1방향으로 높이 40 nm 이하의 스택들이 모여서 폭 2000~4000 nm, 높이 100 nm 정도의 규모가 크고 발달한 슬립띠가 관찰되었다. 그러나 (c)와 같이 화살표 2방향으로 또 다른 슬립계에 의한 것으로 생각되어지는 2차슬립이 형성된 곳도 있었다.

Fig. 7에는 변형률 진폭  $5.7 \times 10^{-3}$ , 반복속도 2 Hz로 반복변형을 가한 Cu-7.4%Al 단결정의 대표적인 STM상 및 단면 형상을 나타내었다. 또한 Fig. 8에는 각 반복횟수에서의 SEM사진을 나타내었다. 이 시험편에 있어서도, 변형이전의 전해 연마면에서 관찰된 STM상 및 단면형상은 Fig. 7(a)와 같이 나노미터 레

벨에 있어서 평활한 면이라고 할 수 있었다. (b)는 반복횟수를 2회 가한 시료로부터 관찰된 것으로, 깊이가 약 190 nm의 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, 스택이 관찰되는 곳은 없었다.

(c)에는 반복횟수가 5일때 관찰되어진 대표적인 STM상 및 단면형상을 나타내었다. 폭 1600 nm, 높이가 100 nm 정도의 돌출부(단면의 ①)와 높이 약 10 nm 전후의 평탄한(단면의 ②)면을 가지는 스택(단면의 ③)이 관찰되었다. 단면형상에도 표시하였지만 단면이 등근 부분에서는 거의 전면에서 슬립이 발생하였다고 생각되어지며, 평탄한 부분에서는 아직 슬립이 일어나지 않은 전해 연마면이며 슬립이 일어난 부분은 스택부만이라는 것을 알 수 있다. 이 영역에서는 스택이 형성되지 않은 전해연마면이 주로 관찰되었다. 동일한 반복횟수일때의 SEM 관찰로부터 슬립변형의 영역이 30~70  $\mu\text{m}$  간격으로 형성되어져 있

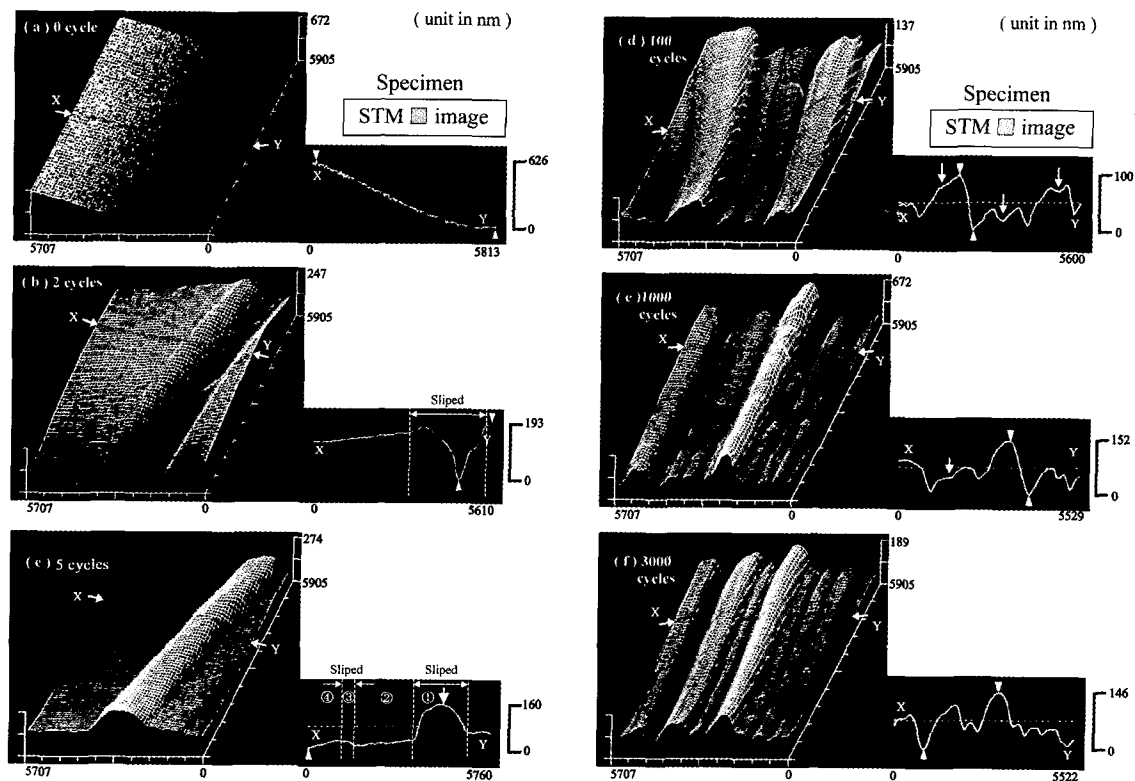


Fig. 7. The STM images of Cu-7.4%Al single crystal (CA) strained cyclically at a constant amplitude of 0.57% for various numbers of cycles.

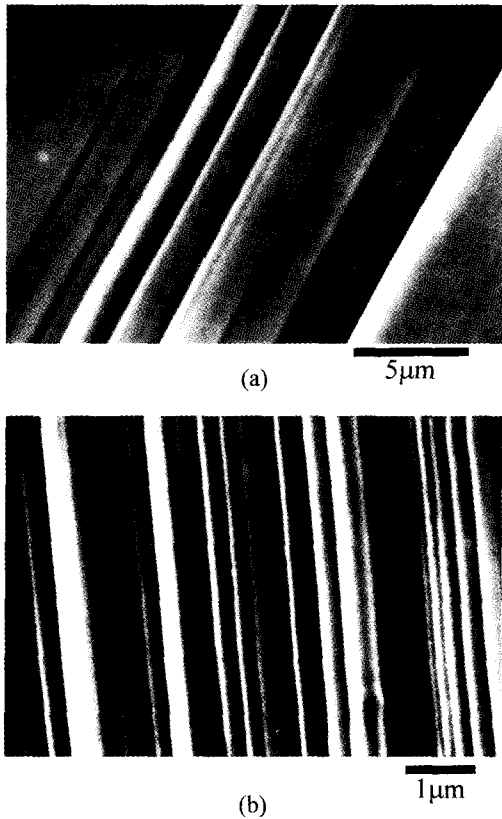
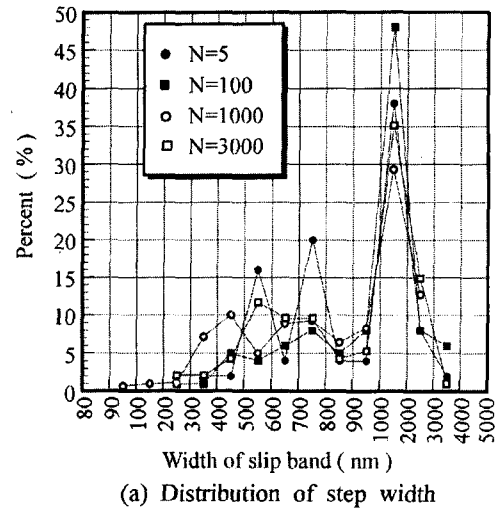


Fig. 8. SEM micrographs of cyclically deformed Cu-7.4%Al single crystal for (a) 5 cycles and (b) 3000 cycles.

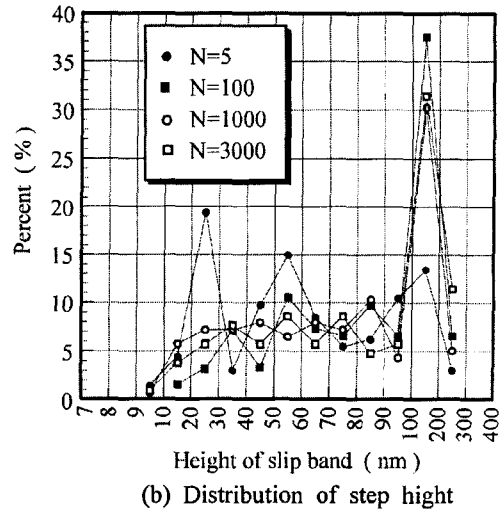
는 것이 확인되었다. 이러한 슬립띠를 확대한 Fig. 8(a)의 SEM 사진과 STM상의 비교로부터 STM상의 스텝들이 슬립띠라는 것을 알 수 있으며 많은 연구자들에 의하여 보고되어진 단결정의 슬립띠[9]와도 그 형상이 일치하고있다.

반복횟수가 100회에 도달하면 시험편의 거의 모든 곳에서 Fig. 7(d)에 나타낸 STM상 및 단면형상과 같이 폭 1000~2000 nm, 높이 30~130 nm 정도의 슬립띠가 관찰되었다. 단면형상에 흰색 화살표로 표시한 부분과 같이 폭 1000 nm 이상의 돌출부에 깊이 20~60 nm 정도의 규모가 작은 스텝들이 형성되어져 있는 곳이 다수 관찰되었다. 이것은 반복횟수의 증가와 함께 슬립이 발생하지 않은 장소에서 새로운 슬립이 발생하여 형성되었다고 사료되어진다.

(e)는 반복횟수가 1000회에 달했을 때 관찰되어진 STM상 및 단면형상을 보여 주고 있는데 규모가 작은 스텝을 포함한 폭 500~2000 nm, 높이 50~150 nm



(a) Distribution of step width



(b) Distribution of step height

Fig. 9. Distribution of step width and step height of Cu-7.4%Al single crystal at various numbers of cycles.

정도의 슬립띠가 시험편의 거의 전역에서 관찰되었다. 그러나 드물기는 하지만 슬립띠의 산에 아직 슬립이 발생하지 않은 평탄한 전해 연마면을 가지는 경우도 있었다.

반복횟수가 3000회의 (f)에는 400~1200 nm의 간격으로 높이 30~120 nm 정도의 슬립띠가 관찰되어 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. 8(b)에 보는 바와 같이 SEM은 2차원적인 관찰 수단이며 빛의 명암 차이로 표면을 관찰하는

원리 때문에 어두운 부분에 가려지는 부분이 필연적으로 존재하며 정확한 폭조차도 측정하기가 곤란하다. 또한 어떠한 형상의 높이를 측정하기 위해서는 테이퍼 절단법(Taper Sectioning Technique)[16]이나 단면 절단법(Cross Sectioning Technique)[17]같은 방법으로 측정할 수 밖에 없다. 이를 경우 시료를 절단해야 하며 절단면의 가공이 어렵고 절단면의 변형을 피할 수 없다. 그러나 STM은 시편에 변형을 주지 않고 표면의 3차원 형상을 고해상도로 관찰이 가능하기 때문에 폭 뿐만 아니라 상대적인 높이 및 폭의 분석, 형상판단 등의 면에서 표면관찰 수단으로서 유리한 방법이라는 것을 알 수 있다.

Fig. 9에는 슬립띠의 폭과 높이의 분포상태를 관찰되어진 전 슬립띠에 대한 백분율로서 나타내었다. (a)를 보면 알 수 있듯이 폭은 1000~2000 nm가 가장 많고 반복횟수의 증가와 함께 500~800 nm의 폭을 가지는 슬립띠가 차지하는 비율이 증가하였다. 이것은 1000 nm 이상의 폭을 가지는 슬립띠내에 새로운 슬립의 발생에 의한 것으로 생각되어진다. 또한, 높이 분포는 (b)와 같이 100~200 nm의 슬립띠가 가장 많았다. 이와 같이 특정의 폭과 높이를 가지는 슬립띠가 많이 발생하는 경향은 Cu에 있어서도 인정되어 지지만, 슬립띠의 형상은 재료에 따라 다른 양상을 띠고 있었다. 이것은 적층결합 에너지 즉, 교차슬립 발생의 난이도를 반영하고 있다고 사려되어진다.

#### 4. 결 론

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

#### 참고문헌

- Jin, N. J. and Winter, A. T., "Basic questions in fatigue," Vol. I, ASTM STP 924, Fong, J. T. and Fields, R. J., Eds., pp. 17-25, 1988.
- Basinski, Z. S. and Basinski, S. J., "Copper single crystal PSB morphology between 4.2K and 350K," *Acta Metall.*, Vol. 37, pp. 3263-3273, 1989.
- Kwon, I. B., Fine, M. E. and Weertman, J., "Fatigue damage in copper single crystals at room and cryogenic temperatures", *Acta Metall.*, Vol. 37, pp. 2937-2946, 1989.
- Hertzberg, R. W., "Deformation and fracture mechanics of engineering materials," John Wiley & sons, pp. 71-100, 1976.
- Binnig, G., Rohrer, H., Gerber, Ch. and Weibel, E., "Tunneling through a controllable vacuum gap," *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 40, pp. 178-179, 1982.
- Binnig, G., Quate, C. F. and Gerber, Ch., "Atomic force microscopy," *Phys. Rev. Lett.*, Vol. 56, pp. 930-933, 1986.
- Sarid, D., "Oxford series on optical science- scanning force microscopy," oxford university press, 1991.
- Wiesendanger, R., "Scanning probe microscopy and spectroscopy method and applications," cambridge university press, 1994.
- Sriram, T. S., Fine, M. E. and Chung, Y. W., "The application of surface science to fatigue: The role of surface chemistry and surface modification in fatigue crack initiation in silver single crystals," *Acta Metall.*, Vol. 40, pp. 2769-2780, 1992.
- Masuda, H., Nagashima, N. and Matsuoka, S., "In-situ observation on metal surface in aqueous solution with an electrochemical STM," *Trans. JSME.*, A-57, pp. 2270-2277, 1991.
- Komai, K., Minoshima, K. and Miyawaki, T., "In-situ observation of stress corrosion cracking of high-strength aluminum alloy by scanning atomic force microscopy and influence of vacuum," *Trans. JSME.*, A-62, pp. 1827-1833, 1996.
- 日本金屬學會編: "金屬物性基礎講座 17, 結晶成長," 丸善株式會社, pp. 107-165, 1975.
- Smith, W. F., "Foundations of materials science and engineering," *McGraw-Hill Series*, pp. 212-230, 1993.
- 宮津 信: "走査型トンネル顕微鏡の試作および疲勞すべり帯への應用," 日本 静岡大學大学院碩士學位論文, 1991.
- Musselman, I. H., Peterson, P. A. and Russel, P. E., "Fabrication of tips with controlled geometry for scanning tunneling microscopy," *PRECISION ENGINEERING*, Vol. 12, pp. 3-6, 1990.
- Wood, W. A., "Formation of fatigue cracks," *Phil. Mag.*, Vol. 3, pp. 692-699, 1958.
- Basinski, Z. S. and Basinski, S. J., "Formation and growth of subcritical fatigue cracks," *Scripta Metall.*, Vol. 18, pp. 851-856, 1984.