

EF-TEM 직접가열 실험을 통한 titanium의 고온 상전이 연구

김진규, 이영부¹, 김윤중^{1*}
충남대학교 물리학과, ¹한국기초과학지원연구원

A Study of Titanium Phase Transition through In-situ EF-TEM Heating Experiments

Jin Gyu Kim, Young Bu Lee¹ and Youn Joong Kim^{1*}

Dept. of Physics, Chungnam National University, 220 Gung-dong, Yuseong-gu,
Daejeon 305-764, Korea,

¹Division of Nano-Material & Environment Science, Korea Basic Science Institute,
52 Yeoeun-Dong, Yuseong-Ku, Daejeon, 305-333, Korea

(Received January 28, 2003; Accepted February 21, 2003)

ABSTRACT

The α β phase transition of titanium was investigated through in situ EF TEM heating experiments. Three different areas of a titanium foil were observed to minimize statistical errors. Systematic recording of diffraction patterns and images was carried out from RT \rightarrow 600°C \rightarrow 900°C \rightarrow RT on each area. The following results were obtained: (1) Transition of titanium takes place very rapidly at 900°C. Two phases of titanium, α and β , coexist at this temperature. (2) The transitioned β phase appears in the form of twinned plates which are arranged in rotation relationship one another. (3) Analyses of electron diffraction patterns and EDS data indicate that the thermal oxidation layer is gradually formed on the surface of titanium above 600°C, which hinders the reversible $\beta \rightarrow \alpha$ phase transition upon cooling.

Key words : Martensite, Phase Transition, Thermal Oxidation, Titanium, Twinning

서 론

Titanium은 높은 강도, 낮은 밀도, 부식에 대한 저항 등, 타 금속에 비해 월등히 뛰어난 성질을 가지고 있기 때문에 산업 전반에 걸쳐 그 응용이 크게 증가

하고 있다. 특히, 고온에서의 응용이 중요성을 띠게 됨에 따라 고온 상전이 관계에 따른 구조적 규명이 필요하다. 순수한 titanium은 상온에서 조밀충진 육방정계의 α -상 구조를 이루고 있으나, 대략 900°C 근처에서 β -상의 체심 입방정계로 상전이가 된다(Pennan et al., 1950). 또한 상온으로 냉각할 경우 다시

* Correspondence should be addressed to Dr. Youn-Joong Kim, Division of Nano-Material & Environment Science, Korea Basic Science Institute, 52 Yeoeun-Dong, Yuseong-Ku, Taejeon, 305-333 Korea. Ph.: 042-865-3596, FAX: 042-865-3419, E-mail: y-jkim@kbsi.re.kr
Copyright © 2003 Korean Society of Electron Microscopy

α -상 구조로 전이되는 가역반응을 가지고 있는 것으로 알려져 있다. 이러한 가역반응은 철(iron)의 전형적인 상전이 형태인 martensitic 상전이 특성을 가지고 있으며, martensitic 상전이의 결정학적 관계는 일반적인 쌍정과 같은 방식으로 접근할 수 있다고 알려져 있다(Kelly et al., 2000). 최근 Titanium의 상전이에 대한 연구는 Synchrotron X-ray Topography를 이용한 표면의 dislocation 관찰(Jourdan et al., 1991), Ultrasonic Method를 통해 음파의 전파속도 변화의 관찰(Semashko et al., 2002), Pulse-heating를 이용한 상전이 온도 근처의 엔탈피 변화 측정(Kaschnitz & Reiter, 2002)을 비롯한 여러 가지의 방법으로 진행되었으나, 이러한 대부분의 연구가 kinetics와 thermodynamics에 관련되어 있으며, TEM을 이용한 직접가열 실험은 전무한 상태이다.

본 실험에서는 TEM 직접가열을 통하여 titanium의 고온에서의 상전이 구조와 가열시 발생할 수 있는 산화층의 형성을 연구하였다.

실험 방법

TEM 시편은 순도 99.94%의 titanium foil (Alfa Aesar)을 절단기를 사용하여 직경 3 mm인 디스크로 만들고, 두께가 약 10 μm 가 되도록 dimpling (Model 656, Gatan)을 하였다. 마지막으로 Ar 이온에 의한 ion-milling (PIPS, Model 691, Gatan)을 통하여 중앙에 썩기 모양의 hole을 내었다. 장비로는 에너지여과 기능이 있는 TEM(EM912 Ω , Carl Zeiss)과 1000°C까지 가열이 가능한 double-tilt heating holder (Model 652, Gatan)를 사용하였고, TEM 경통 내의 진공도는 대략 3×10^{-7} hPa ($\sim 10^{-7}$ torr) 상태를 유지하면서 실험을 수행하였다.

Titanium의 상전이를 관찰하기 위해 900°C까지 분당 10°C의 속도로 가열을 하였으며, 통계적 분석 오차를 줄이기 위해 서로 다른 3군데의 관찰영역을 선택하였다. TEM을 이용한 가열실험은 여타 다른 실험과는 달리 매우 얇은 시편을 사용하기 때문에 가열시 시편의 요동으로 인해 기기에 치명적인 손상을 줄 수 있으므로, 지속적인 시편의 관찰과 기기상의

주요 파라미터의 점검을 병행하였다(Kim et al., 2001). 또한 시편의 정보를 기록하기 위해 필름을 사용할 때는 TEM 내에 필름 적재의 한계가 있으므로 본 실험에 앞서 여러 차례의 예비 실험을 수행하였다. 예비 실험을 통해 중간온도까지 가열시 상변화가 없었으므로 600°C 미만의 관찰은 기록하지 않고, 600°C의 관찰온도에서는 약 30분간의 holding time을 유지하며 회절패턴과 이미지를 기록하였고, 900°C에서는 1시간 정도의 holding time을 두어 충분히 영역별 변화상을 관찰하였으며, 마지막으로 실온으로 냉각시킨 후의 상변화를 살펴보았다. 각 단계별 회절패턴과 이미지는 강도 및 콘트라스트의 변화를 점검하기 위해 동일 조건으로 기록하였다. 또한 발생 가능한 산화에 대해서는 동일한 장비를 사용하여 EDS 분석을 하였다.

결과 및 고찰

Titanium의 α -상에서 β -상으로의 상전이를 이미 알려진 결정학적 데이터(Table 1)를 가지고, atomic scale에서 모델링을 해보면(Fig. 1), 각각의 원점으로부터 (0, 0, 0, 1) $_{\alpha}$ 원자까지의 거리는 4.683Å이며, (0, 1, 1) $_{\beta}$ 까지의 거리는 4.695Å임을 알 수 있다. α -상이 고온에서 상전이가 발생하여 정확한 β -상의 격자를 형성하기 위해서는 격자이동과 관련된 변형력이 필요한데, (0001) $_{\alpha}$ 면과 (011) $_{\beta}$ 면을 서로 평행하도록 겹쳐 놓으면, β -상의 (011)면이 약간 뒤틀린 α -상의 기저면을 형성하고 있는 것을 볼 수 있다. 이로부터 β -상의 격자는 α -상의 격자를 $[2\bar{1}\bar{1}0]$ 을 따라 12.4%를 팽창시켜 $[100]$ 을 만들고, $[01\bar{1}0]$ 을 따라 8.2%를 축소시켜 $[01\bar{1}]$ 을 만들고, $[0001]$ 을 따라 0.25%를 축소시켜 $[011]$ 을 만들 수 있기 때문에 격자 변형력(S_{ij})을 다음과 같이 근사시킬 수 있다.

Table 1. Crystallographic data of titanium polymorphs

| | α -phase | β -phase |
|-----------------|---|--------------------------------|
| Crystal system | Hexagonal system | Cubic system |
| Cell parameter | $a=2.953\text{\AA}$, $c=4.683\text{\AA}$ | $a=3.320\text{\AA}$ |
| Space group | $P6_3/mmc$ (#194) | $Im\bar{3}m$ (#229) |
| Atomic position | 0, 0, 0; $2/3$, $1/3$, $1/2$ | 0, 0, 0; $1/2$, $1/2$, $1/2$ |

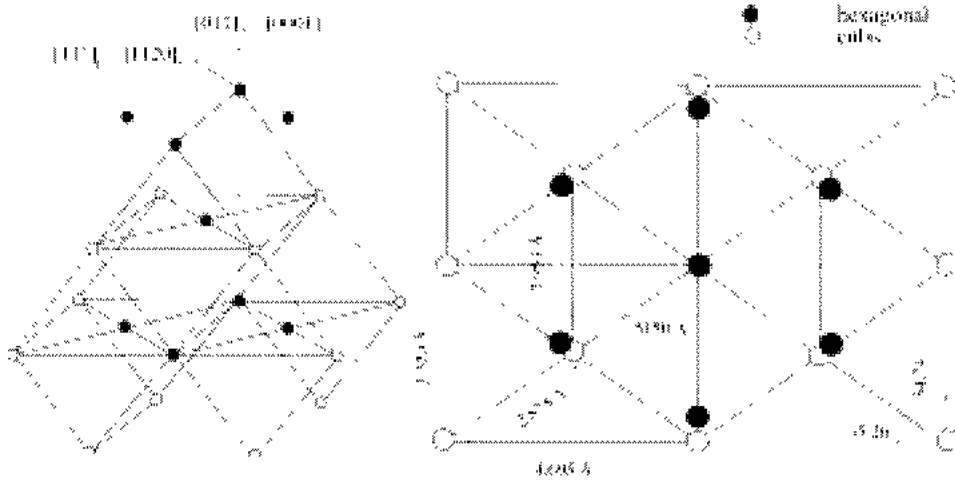


Fig. 1. A schematic diagram showing relation between hcp and bcc lattices of titanium in real space.

$$S_{ij} = \begin{pmatrix} 0.124 & 0 & 0 \\ 0 & -0.082 & 0 \\ 0 & 0 & -0.0025 \end{pmatrix}$$

또한 titanium의 (0001)_α면과 (011)_β면의 겹침으로부터 두 격자사이의 방향관계도 구할 수가 있는데 두 격자의 대응관계를 matrix 관계식으로 표시하면

$$\begin{bmatrix} u \\ v \\ w \end{bmatrix} = C \begin{bmatrix} p \\ q \\ r \end{bmatrix} \quad C = \begin{pmatrix} 1 & -\frac{1}{2} & 0 \\ 0 & \frac{1}{2} & 1 \\ 0 & -\frac{1}{2} & 0 \end{pmatrix}$$

으로 나타낼 수 있는데, [uvw]는 β-상의 격자 방향을 표시하고, [pqr]은 α-상의 격자방향을 three-index로 표시한 것이다. 관계식으로부터 [0001]_α 방향과 [011]_β 방향, 네 개의 <1120>_α 방향과 <111>_β 방향, 두개의 <1120>_α 방향과 <100>_β 방향이 거의 평행하다는 것을 알 수 있다. 그러므로 titanium의 상전이 특성을 파악하기 위해서는 최소한 3곳 이상의 정대축 방향을 관찰하는 것이 필요하다.

제일 먼저 Fig. 2에 나타난 것처럼 [0001] 정대축 방향의 영역을 관찰하였다. 첫 번째 관찰 영역(Fig. 2c)으로부터 얻은 상온에서의 회절패턴은 전형적인

육방정계의 [0001] 패턴을 얻을 수 있었으며 (Fig. 2a), 600°C의 회절패턴에서는 어떠한 변화를 관찰할 수 없었다 (Fig. 2b). 하지만 900°C에서는 급격히 구조가 변화된 복잡한 회절패턴을 나타내고 있었는데 (Fig. 2c), 약한 강도를 가진 다수의 회절점들과 streaking이 화살표(1, 2, 3)가 가리키고 있는 방향으로 생성되었음을 알 수 있다. 이것들은 동일한 온도에서 획득한 이미지 (Fig. 2f)에서 보이는 것처럼 상전이 결과로 형성된 썩기 혹은 렌즈 모양을 가진 plate들이 세 방향 (1', 2', 3')으로 형성되어 있음을 알 수 있다. 각 방향의 plate들이 형성하는 각도 (∠1'2' ≈ 53.5°, ∠1'3' ≈ 67.5°, ∠2'3' ≈ 59°)가 약간 뒤틀린 정삼각형을 이루고 있는 것은 상전이가 일어나는 plate들의 형성이 α-상과의 결정학적 관계에 의존한다고 짐작할 수 있으며, 고분해능 이미지를 통한 방향관계의 확인이 필요하다.

이와 같은 복잡한 회절패턴의 원인을 파악하기 위해서는 [0001]_α과 상응하는 [011]_β의 회절패턴을 고려할 필요가 있다. 두 구조의 중첩된 회절패턴을 Fig. 2d에 모델링 하였다. [011]_β의 회절패턴은 (011̄)_β면과 (200)_β면의 면간 거리는 2.3476Å과 1.66Å으로 (101̄0)_α면의 면간거리 2.5574Å과 다소 차이를 보이며, (011̄)_β과 (211̄)_β의 면간각도는 54.74°로 α-상의 면간각도와 5.26°의 차이를 보이는 rectangular 형태를 이루고

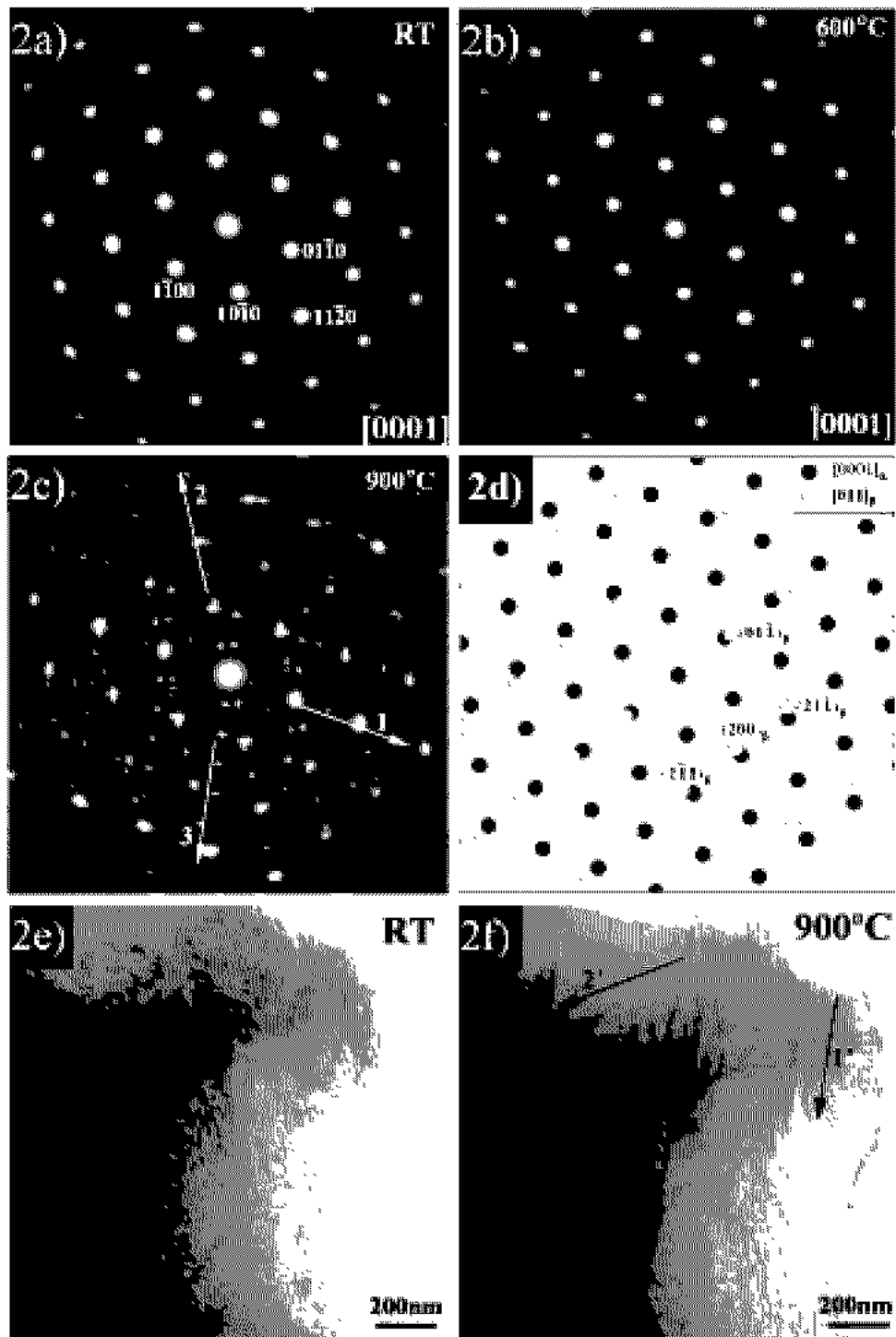


Fig. 2. [0001] SAED patterns and BF images of titanium as temperature variation.

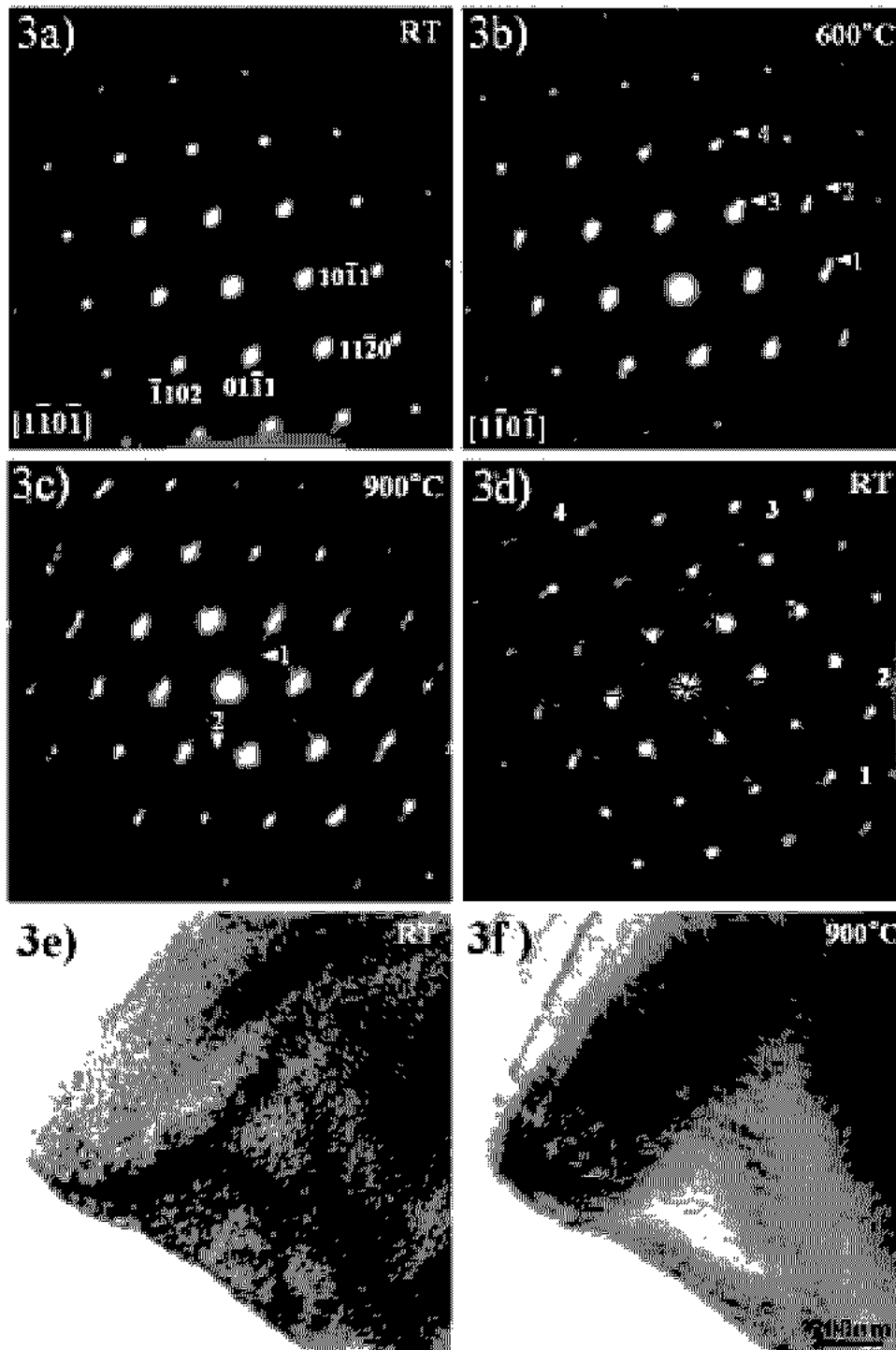


Fig. 3. $[1\bar{1}0\bar{1}]$ SAED patterns and BF images of titanium as temperature variation.

있다. 이로부터 900°C의 회절패턴에서 주된 강도를 보이고 있는 hexagon 형태의 회절점들은 상전이가 일어나지 않은 α -상 구조를 나타내고 있으며, 주위에 약한 강도의 분리된 회절점들은 상전이가 일어난 β -상의 plate들로부터 형성된 것이라 볼 수 있으며 고차 회절점으로 갈수록 면간거리의 차이로 인해 분리된 회절점 사이의 간격의 커짐은 Fig. 2c와 Fig. 2d에서 정확하게 일치하고 있다. 또한 이미지에서는 확인이 불가능하지만, 각각의 plate들은 c^* -축을 중심으로 180° 회전대칭성을 보이는 쌍정 구조를 이루면서 특정방향으로 배열되기 때문에 전체적으로는 복잡한 회절패턴(Fig. 2c)을 보인다. 이러한 일련의 특성들은 무확산 변태에 해당하는 martensitic 상전이와 잘 합되는 것이며, titanium이 고온에서 martensitic 상전이를 통해 α -상에서 β -상으로 전이됨을 시사하고 있다. 또 하나 주목할만한 것은 900°C의 회절패턴에서는 저온의 회절상에서 발견할 수 없었던 diffuse ring들이 관찰된다는 것이다. TEM을 이용한 이러한 이미지와 회절패턴의 해석은 매우 국부적인 영역에 해당이 되므로 사소한 오류를 피하기 위해서는 동일 조건에서 다른 영역의 관찰이 필수적으로 요구된다.

Fig. 3은 $[1\bar{1}0\bar{1}]$ 정대축 방향을 나타내고 있는 두 번째 관찰영역의 회절패턴과 이미지를 나타내고 있다. 상온에서 얻은 회절패턴(Fig. 3a)의 회절점들은 각각 $[\bar{1}102]$ 과 $[1\bar{1}0\bar{2}]$ 방향으로 짧은 streaking을 보이고 있다. 이러한 회절점들은 가열되면서 600°C에서부터 약한 강도를 가진 회절점(\blacktriangleright 1, 2, 3, 4)으로 분리되며(Fig. 3b), 정대축을 기준으로 하여 180° 회전된 쌍정 구조를 띠고 있다. 하지만 이것은 상전이와 관계되는 것은 아니며, 단순히 시편 제작 과정에서 초래된 외부응력에 의한 변형이 온도가 상승되면서 열팽창으로 인해 진행된 것으로 사료된다. 이 관찰영역에서는 600°C에서부터 비정질 층의 diffuse ring들의 형성을 보이는 것이 앞서 관찰한 영역과의 다른 점이라 할 수 있겠다. 상전이 온도 근처에서의 회절패턴은 예상한 바와 같이 $[0001]$ 의 관찰 영역과 마찬가지로 martensitic 쌍정 구조를 이루고 있었다. 이러한 martensite plate들은 시편의 표면과 만나는 곳 주위에서 탄성변형이 일어나거나 또는 표면의 굴곡을 형성하게 되는데, Fig. 3f에서 보이는 조밀한 줄무늬 형태

의 plate들이 이에 해당하고 상응하는 회절패턴(Fig. 3c)에서는 plate들의 수직 방향으로 선명한 streaking의 강도 분포(\blacktriangleright 1, 2)를 나타내고 있다. 이를 다시 상온으로 냉각시켜 관찰한 회절패턴(Fig. 3d)에서는 고온에서 보였던 streaking의 강도가 약해진 반면, 약한 강도를 가진 회절점이 다수 형성되어 있었고, 예상과는 달리 초기의 상태로 회복되는 가역반응을 보이지 않았다. 이 현상은 중간온도부터 형성된 비정질층과 상전이의 원인이 되는 결합들과의 상호작용에 기인한 것으로 추정하고 있다. 또한 쌍정과 관련된 약한 강도를 가진 회절점들의 방향관계를 살펴보면, 연결선 1, 2와 연결선 3, 4를 이루고 있는 회절점들의 회전방향이 서로 다른 것은 plate들이 하나의 특정방향으로 형성되는 것이 아니라 여러 개의 방향에 대해서 선택적으로 형성된다는 것을 시사하고 있다.

통계적 오차를 줄이기 위해 세 번째로 $[\bar{1}2\bar{1}0]$ 정대축을 가지는 영역의 관찰을 시도하였다. 상온에서의 회절 패턴에서는(Fig. 4a) 소멸법칙($000l=2n, hk2hl=2n$)에 의해 구조인자가 '0'이 되어야 하는 (0001) 회절점이 동역학적 회절($\bar{1}010+10\bar{1}1=0001$)에 의해 나타난 것을 알 수 있다. 900°C의 회절패턴(Fig. 4b)은 회절점들의 열이 정확한 일직선을 이루지 않고 좌우로 약간 비스듬히 엇갈려 있는 zigzag 형태로 $\frac{1}{3}(0001)$ 규칙격자를 이루는 회절점들을(\blacktriangleright) 보이고 있다. 상전이 온도 근처인 900°C에서는 α -상과 β -상이 공존하게 되므로, 회절패턴(Fig. 4d)에서는 두 상의 회절패턴이 중첩하여 나타나게 된다. $[\bar{1}2\bar{1}0]$ 에 대응하는 β -상에서의 방향이 $\langle 111 \rangle_{\beta}$ 임을 고려할 때, bcc-구조인 $\langle 111 \rangle_{\beta}$ 의 회절패턴은 정육각형을 이루며 각 면간각도는 60°를 이루고 있는데 반해, hcp-구조인 α -상에서는 $(0002)_{\alpha}$ 와 $(10\bar{1}1)_{\alpha}$ 가 이루는 각도는 61.36°이고 $(10\bar{1}1)_{\alpha}$ 와 $(10\bar{1}\bar{1})_{\alpha}$ 가 이루는 각도는 57.28°이다. 또한 $(0002)_{\alpha}$ 와 $(011)_{\beta}$ 의 면간거리는 각각 2.3415Å와 2.3476Å으로 거의 같으나, $(10\bar{1}1)_{\alpha}$ 의 면간거리는 2.2445Å으로 $(011)_{\beta}$ 의 면간거리와 약 0.1031Å의 차이를 두고 있다. 이러한 면간각도와 면간거리의 차이로 인해 회절점들이 zigzag 형태로 나타난다고 해석된다. 상전이에 관련된 plate들은 α -상과 β -상의 결정학적 관계에 따른 몇몇의 특정방향으로만 생성되

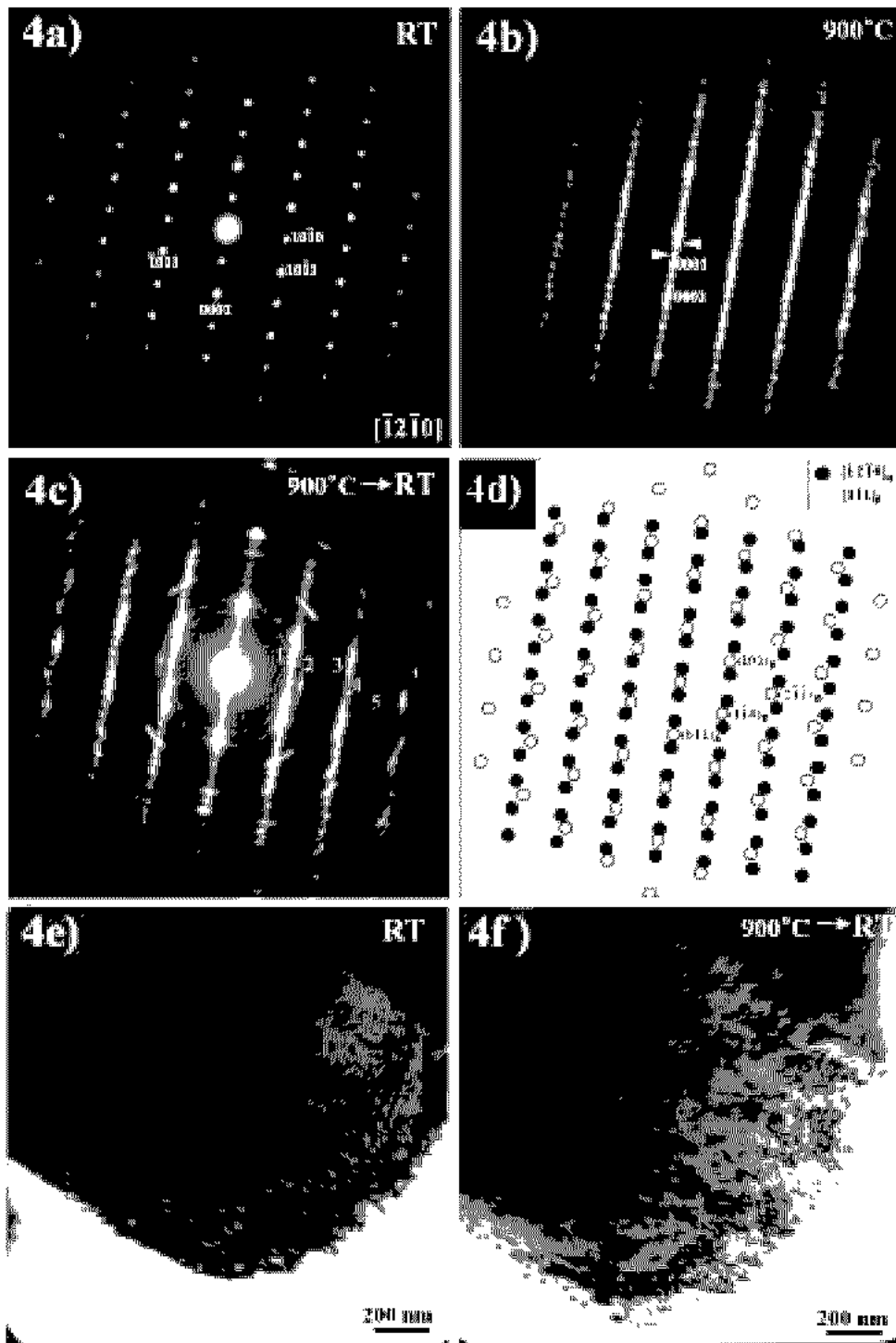


Fig. 4. $[\bar{1}2\bar{1}0]$ SAED patterns and BF images of titanium as temperature variation.

는데 Fig. 2c의 [0001] 방향으로 회전 배열된 plate들은 $[\bar{1}2\bar{1}0]$ 방향에서 보면 plate들의 회전과 관계없이 동일한 층상에 형성되기 때문에 상대적으로 규칙적인 회절도형을 보이게 된다. 하지만 이에 대해서는 현재로서는 명확하게 판단할 수 없고, 고분해능 이미지 기법을 통해 상전이에 대한 직접적인 해석이 추가로 필요하다. 상온으로 냉각시킨 회절패턴(Fig. 4c)에서는 투과빔을 중심으로 일정한 간격을 가진 불연속적인 원형 패턴이 형성되었다. 또한 이런 원형 패턴들과 면간거리가 일치하는 특정 회절점의 강도가 주위의 회절점에 비해 타원형태로 증가한 것을 알 수 있다.

Fig. 4에서 보았던 회절패턴의 현상을 좀더 자세히 알아보기 위해서 동일한 관찰영역에서 30° 기울여서 $[\bar{1}100]$ 정대축을 관찰하였다(Fig. 5). 상온에서의 회절패턴(Fig. 5a)에서는 $[\bar{1}2\bar{1}0]$ 정대축과 달리 소멸법칙에 의해 (0001), (11 $\bar{2}$ 1)과 같은 회절점들은 관찰할 수 없었다. 900°C 의 회절패턴(Fig. 5b)에서 c^* -축 방향으로 분리된 강한 강도를 나타내고 있는 추가적인 회절점(▶1)을 관찰할 수 있었다. Fig. 4에서 나타났던 c^* -축 방향으로 형성된 규칙격자는 나타나지 않았지만, $\frac{1}{2}(11\bar{2}2)$ 의 규칙적인 회절점(▶2)을 관찰할 수 있었다. 이것은 α -상에 상응하는 β -상의 정대축의 방향의 불일치로 인해 Fig. 4와 달리 β -상의 특정면만이 관찰이 가능하므로 두 상간의 중첩패턴의 확인이 어려워 앞으로 추가적인 연구가 요구된다. 상온으로 냉각한 후의 회절도형(Fig. 5c)은 Fig. 4c와 마찬가지로 불연속적인 ring 패턴이 추가되는데, 이것은 앞서 언급한 600°C 이상의 가열로 생긴 열적 산화층내의 산소 원자들이 급격히 진행되는 상전이 과정

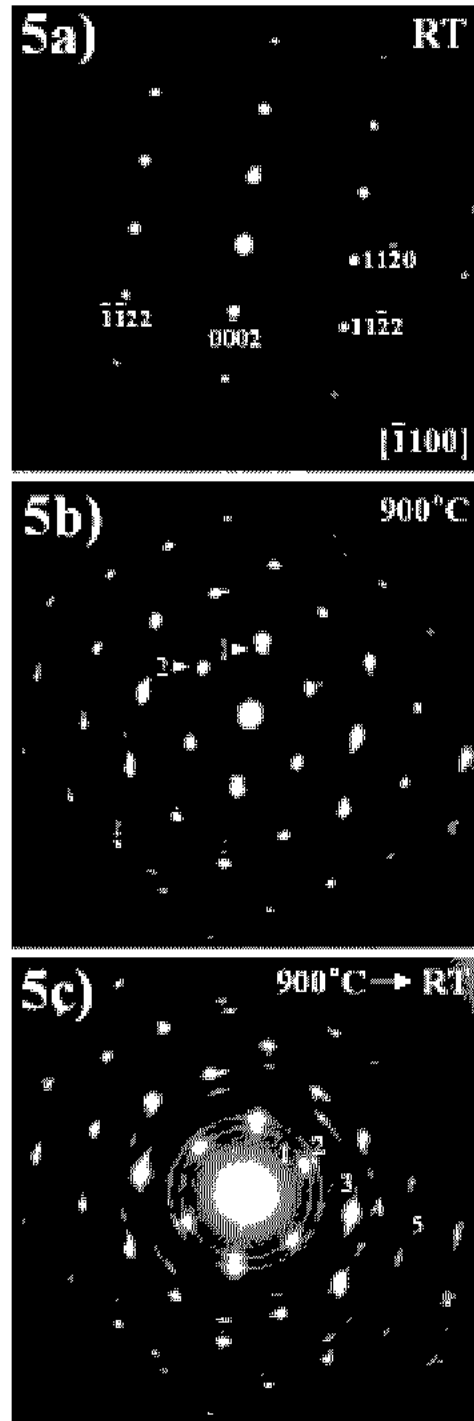


Fig. 5. $[\bar{1}100]$ SAED patterns tilted from the $[\bar{1}2\bar{1}0]$ orientation as temperature variation.

Table 2. Comparison of the measured values with the calculated values for the ring patterns in the diffraction patterns shown in Fig. 4c and Fig. 5c.

| Ring No. | Measurement | | Calculation | |
|----------|-------------|---------|------------------------|------------------------|
| | Fig. 4c | Fig. 5c | Ti ₂ O | Ti ₂ O |
| 1 | 2.56Å | 2.53Å | 2.56Å/(01 $\bar{1}$ 0) | 2.57Å/(11 $\bar{2}$ 0) |
| 2 | 2.18Å | 2.16Å | 2.26Å/(10 $\bar{1}$ 1) | 2.17Å/(02 $\bar{2}$ 1) |
| 3 | 1.55Å | 1.53Å | 1.61Å/(0003) | 1.53Å/(11 $\bar{2}$ 5) |
| 4 | 1.26Å | 1.26Å | 1.26Å/(11 $\bar{2}$ 2) | 1.26Å/(30 $\bar{3}$ 4) |
| 5 | 1.09Å | 1.09Å | 1.09Å/(11 $\bar{2}$ 3) | 1.09Å/(30 $\bar{3}$ 6) |

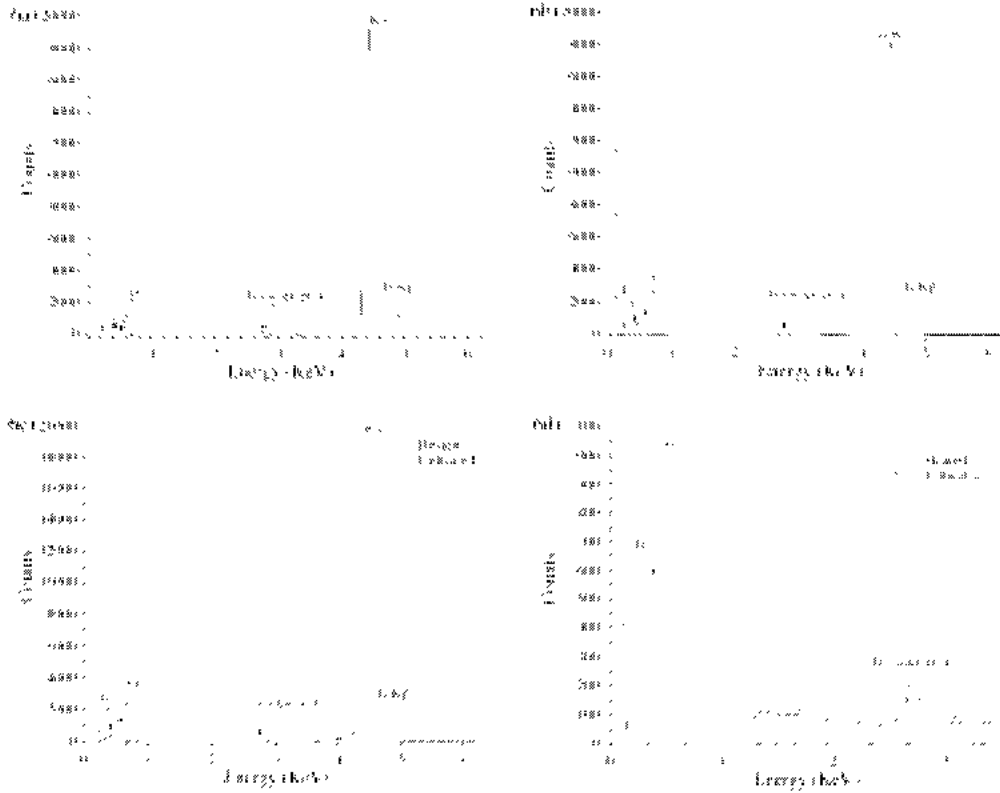


Fig. 6. TEM-EDS analysis of titanium before and after heating: a) before heating; b) after heating; c) comparison of EDS data between before and after heating; d) enlargement of the low-energy region.

중의 Ti 원자들과의 상호작용으로 형성된 미세한 Ti-O 결정들이 다양한 방향으로 배열되어 있기 때문이라고 추측된다(Malinov et al., 2002). 한편 TEM 내에는 고진공이 유지되므로 Ti-O 결정은 안정상인 TiO₂에 비해 산소가 결합된 Ti₂O 또는 Ti₃O의 형태로 존재하리라 추측된다. Table 2에 기재된 값들을 고려해보면 이 중에서도 Ti₃O의 형태로 존재할 확률이 높다.

Fig. 6은 실험 후 열적 산화를 판단하기 위해 가열하지 않은 시편과 가열한 시편에 대해 화학 분석을 한 결과를 나타내었다. 가열 전(Fig. 6a)과 가열 후(Fig. 6b)의 Ti-K_α와 Ti-K_β의 피크 강도 거의 일치하는 반면(Fig. 6c), Ti-L과 중첩되어 있는 산소의 피크 강도는 가열 후에 주목할 만큼 증가했음을 보여준다(Fig. 6d). 보다 정확한 해석을 위한 정량적 분석이

앞으로 요구되지만, 이로부터 가열 실험을 통해 시편이 열적 산화가 되어 있음을 확인 할 수 있었고, titanium이 고온에서 열적산화로 형성된 산화층의 산소 원자들과 결합하여 시편 내에 다른 미세구조들을 형성하였기 때문에 위에서 언급한 관찰영역마다 조금씩 다른 형상을 보이는 여러 형태의 복잡한 변형 구조를 형성 하고 있다고 추정할 수 있다.

결론

TEM 직접 가열을 통한 titanium의 고온에서의 상변화를 관찰한 결과 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

- (1) 순수한 titanium은 고온에서 급격히 진행되는 부

분적 상전이로 α -상과 β -상이 공존하고 있다. 또한 β -상은 쌍정구조를 가진 plate 형태로 나타나며, 이들은 α -상과 β -상의 결정학적 관계에 따른 몇몇의 방향으로 서로 회전 대칭배열을 하고 있다. 이러한 특징으로 보아 titanium의 고온 상전이는 martensite 상전이로 사료된다.

(2) 600°C 이상의 가열 시료에서 관찰되어지는 원형 회절도형과 EDS 분석결과로부터 고온에서는 Ti-O의 미세결정들이 형성됨을 알 수 있다.

(3) 냉각 시 고온 Ti상에서 상온 Ti상으로의 가역적 반응을 관찰할 수 없었던 이유는 열적 산화로 생긴 산화층의 산소원자들이 고온의 상전이 과정 중에 Ti 원자와 반응이 일어나 Ti₂O 또는 Ti₃O 구조로 전이되었기 때문으로 사료된다.

참 고 문 헌

- Jourdan C, Gastaldi J, Grange G: In situ study of the titanium phase transformation. *Phase Transitions* 31: 137-143, 1991.
- Kaschnitz E, Reiter P: Enthalpy and temperature of the titanium alpha beta phase transformation. *International Journal of Thermophysics* 23(5), 2002.
- Kelly A, Groves GW, Kidd P: *Crystallography and Crystal Defects*. John Wiley & Sons pp. 345-351, 2000.
- Kim YJ, Jeung JM, Lee YB, Lee SJ, Song JH: An investigation of in situ TEM heating experiments of powder samples. *Korean J Electron Microscopy* 31(4): 315-323, 2001 (Korean).
- Malinov S, Sha W, Voon CS: In situ high temperature microscopy study of the surface oxidation and phase transformation in titanium alloys. *Journal of Microscopy* 207: 163-168, 2002.
- Perman RR, Eppelseimer DS: Accurate Determination of the lattice of beta titanium at 900°C. *Nature* 166: 960, 1950.
- Semashko NA, Lanovenko EV, Lanovenko VV, Frolov AV, Yakimov A: An ultrasonic study of phase transformations in titanium and titanium alloys. *Metal Science and Heat Treatment* 44: 51-52, 2002.

< 국문초록 >

BF TEM 직접가열 실험을 통하여 titanium의 α β 상 전이를 연구하였다. 통계적 오차를 줄이기 위해 서로 다른 3군데의 titanium foil의 영역을 관찰하였고, 각각의 영역에 대해 단계별로 (RT \rightarrow 600 \rightarrow 900 \rightarrow RT) 회절패턴과 이미지를 기록하였다. 이 연구를 통해 얻은 결과는 다음과 같다. (1) Titanium은 900°C에서 급격히 상전이가 진행된다. 이 온도에서는 α 와 β 상이 같이 존재한다. (2) 상전이가 일어난 β 상의 영역은 쌍정구조를 가진 plate 형태로 나타나며, 그들은 서로 상호 회전 배열되어 있다. (3) 전자회절도형과 EDS 분석 결과, 600°C 이상의 가열에서는 열적 산화에 의해 Ti의 산화물이 표면에서 생성되기 시작하며 이들은 냉각 시 Ti의 $\beta \rightarrow \alpha$ 가역 상 전이를 저해한다.