

**전자 및 고에너지 Fe 이온 조사에 의한
Fe-Cu 합금의 조사결함 성장 거동
Growth of Radiation Defects in Fe-Cu Alloy Irradiated
with High Energy Fe Ion and Electron**

권상철, 최광진, 조해동, 김주학, 김응선

한국원자력연구소, 원자력재료기술개발부, 대전광역시 유성구 덕진동 150

1. 서론

그동안 국내의 조사손상에 관한 연구는 조사재에 대한 기계적 특성 평가 위주로 이루어졌으며, 조사결함의 생성, 성장 및 결함의 조사재 특성에 미치는 효과와 같은 조사손상 기구 규명 연구는 부족하였다. 이에 2002년부터 원자력중장기 연구의 일환으로 조사결함에 대한 양전자 소멸 수명 측정, SANS, TEM 및 다양한 비파괴적 방법을 사용하여 조사손상의 기구를 파악하는 연구가 진행되고 있다. 하나로를 이용한 중성자 조사 및 가속기에 의한 이온 조사 방법을 사용하여 조사결함을 생성시켜 분석하였으나, 중성자 조사의 경우 다양한 조사량의 조건을 얻기 어렵고, 시료의 방사화로 인한 제약조건이 있으며, 가속기 조사의 경우 TEM 분석 시료의 제작이 어려운 단점을 갖고 있다. 또한 중성자 조사시료나 가속기 조사 시료는 일회성으로 조사량의 변화를 주기 위하여서는 많은 조사시료가 필요하다.

그러나 HVEM을 사용할 경우, 고에너지 전자빔 조사조건에서 실시간으로 조사결함의 거동을 관찰할 수가 있다. 한국기초과학지원연구원에서 1.25 MeV의 HVEM을 2004년 설치하여 국내에서도 사용이 가능하게 됨으로써, 최근 Fe-1.0%Cu합금에 Fe 이온으로 조사한 시료와 조사하지 않은 시료를 사용, 경도 시험에 의한 조사효과와 HVEM으로 전자빔을 조사시켜 조사결함의 성장거동을 분석하였다.

2. 실험방법 및 결과

시료는 조사에 의한 matrix damage 및 precipitation damage 효과를 관찰할 수 있도록 Fe-Cu합금을 사용하였다. Cu의 상온 고용도가 0.1% 이하인 점을 고려하여 Cu함량을 1% 정도로 하고 열처리를 통하여 조사과정에서 석출물의 생성 및 성장을 파악하고자 하였다. 1% Cu를 목표로 하여 용융, 단조, 압연, 850℃에서 5시간 가열 후, 수냉시킴으로써 두께 1 mm의 박판을 얻었다. 성분분석으로 Cu 0.99%, O 370 ppm, 기타 불순물은 100 ppm 이하인 Fe 1.0%의 합금을 확인할 수 있었다. 미세조직을 관찰하여 Cu 석출

물이 없는 것을 확인하였다.

두께 300 μm 정도로 전해연마한 후, Fe이온으로 조사한 것과 조사하지 않은 시료 두 종류를 준비하였다. Fe 이온조사는 조사율 2.6×10^{12} 개/s \cdot cm² (3.77×10^{-3} dpa/s), 조사량 1.9×10^{16} 개/cm² (27 dpa) 이었다. Fe 이온 조사면의 경도를 조사경화 효과를 측정하였다.

HVEM 분석시료는 이온을 조사하지 않은 면을 연마 및 polishing 하여 두께를 50-70 μm 로 하였다. 조사손상층의 깊이를 TRIM으로 계산한 결과 약 3 μm 정도 이어서, 조사된 면을 전해연마로 2 μm 정도 제거시켰다. TEM 시편을 제작한 후, 5% perchloric acid + 95% methanol을 사용하여 -45 $^{\circ}$ C에서 thinning하였다. 이온 조사시료는 조사하지 않은 면만을 back thinning하였다. HVEM 분석은 1.25 MeV에서 4.3×10^{18} e /s \cdot cm² (6.9×10^{-5} dpa/s)로 조사시키면서 실시간으로 결함의 거동을 관찰하였다. g=110으로 dynamical 및 kinematical 명시야상 조건에서 1분 간격으로 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 1은 850 $^{\circ}$ C 열처리 후, 수냉시킨 시료의 Fe 이온 조사 전후의 미세조직이다. 조사시키지 않은 시료에서는 석출물이 보이지 않으나 Fe이온을 조사시킨 시료에서는 2-20 nm 크기의 구형 Cu 석출물이 관찰된다. 이는 Fe 이온조사에 의하여 생성된 결합 즉, vacancy가 Fe 이온의 확산을 도와 과포화 상태에 있던 Fe를 석출시킴으로써 생성된 것이다[1]. Fe 이온에 조사에 의하여 생성된 조사결함, 즉 dislocation loop는 현재 관찰할 수 없었다. 이는 contrast condition이 loop를 관찰할 수 있는 조건이 되지 않은 상태이기 때문으로 사료된다.

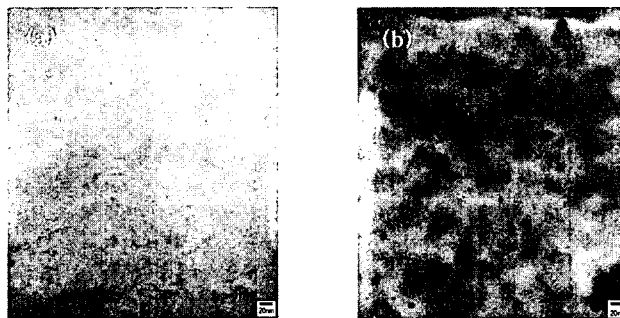


Fig. 1. (a) Fe-1.0% Cu. (a)Not-irradiated, (b) Irradiated with Fe ion.

Micro Vickers 경도 측정 결과 Fe이온을 조사시키지 않았을 때, Hv=124에서 Fe이온 조사후에는 Hv=296으로 증가하였다. 이것은 Cu 석출물과 조사결함의 생성으로 인한 것

이다. 이는 500℃에서 aging 시켜 Cu를 석출시켰을 때, 최대경도가 Hv=189 정도로서 Cu 석출에 의한 효과만으로는 설명할 수 없음을 알 수 있다[2].

Fig. 2는 각 시료를 8×10^{21} e/cm² 로 조사한 후의 결함을 관찰한 결과이다.

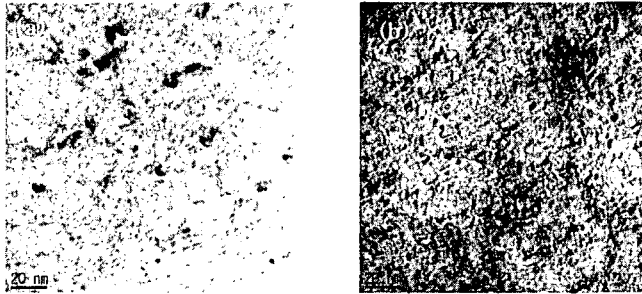


Fig. 2. Microstructure of Fe 1.0%Cu sample. (a) Irradiated with Fe ion and high energy electron. (b) Irradiated with high energy electron.

Fe 이온을 조사한 시료에서는 전자 조사전에 이미 결함이 생성되어 거의 포화 상태를 이루었고, 크기도 거의 변화가 없었다. 화면상으로는 전위 loop의 이동을 관찰할 수 있었으나, 사진에서는 정확한 contrast condition의 유지 및 상을 포착하지 못하였다. 결함은 주로 Cu 석출물로 파악되며, 일부 interstitial loop가 포함된 것으로 판단된다. 조사량이 매우 많은 관계로 dislocation loop는 성장과 함께 소멸함으로써 오히려 결함의 밀도는 적다. 결함의 크기는 큰 것이 4 nm 정도이다. 1 nm 이하의 결함은 현재로서는 구분이 곤란하다. 많은 결함들이 dislocation loop에 걸쳐있음이 관찰되었다. 이는 결함의 석출이 dislocation과 상호 작용함을 알 수 있다. 반면에 전자만 조사한 시료에서는 1-2 nm 크기의 결함이 조사량이 증가함에 따라 급격히 생성되다가 일정 시간이 지나면 포화됨을 알 수 있었다. 1.2×10^{21} dpa 정도에서는 dislocation loop를 확인 할 수 있었다. Two beam dynamical condition에서 black white contrast image로부터 결함이 주로 한 종류의 loop로 구성되어 있다고 사료된다. 현재의 분석결과로서는 Cu 석출물과 loop의 구별을 할 수 없지만 결함의 크기에 관한 한, 기존의 연구 결과와 잘 일치한다고 할 수 있다[3].

Fig. 3에서 Fe이온 조사후 전자빔으로 조사한 시료와 전자빔만 조사한 시료의 결함 밀도가 조사량에 따라 차이가 있음을 비교하였다.

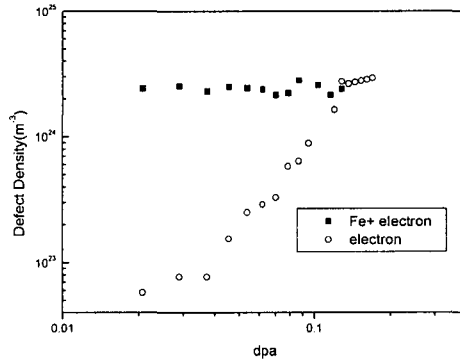


Fig. 3. Defect density of irradiated samples with electron after Fe ion, ■ and with only electron, ○.

Fe 이온으로 조사한 시료의 Cu 석출물의 크기가 전자빔만으로 조사한 시료의 결함보다 큰 것은 조사손상량이 크고 이로 인한 Cu의 확산량이 많았음을 알 수 있다.

3. 결론

Fe-1.0%Cu합금을 Fe이온으로 조사한 시료와 조사하지 않은 시료에 대하여 국내 최초로 HVEM을 사용하여 실시간 조사결함의 성장 거동을 관찰하였다. Fe ion을 조사한 시료에서는 조사결함이 이미 포화된 상태로서 전자 조사에 의한 조사결함의 증가를 관찰할 수 없었지만, Fe 이온을 조사하지 않은 시료에서는 조사시간에 따라 결함의 수가 증가하는 것을 알 수 있었다. 이러한 조사결함 들은 기계적 강도에 영향을 미치며 Fe 이온만을 1.9×10^{16} 개/cm² 로 조사시킨 시료와 시키지 않은 시료의 Vickers경도를 비교한 결과 2배 이상 증가함을 보였다.

References

- [1] A. Barbu, M. H. Mathon, F. Maury, J.F. Belliard, B. Beunen, C.H. de Novion, J. Nucl. Mater. 257 : 206, 1998.
- [2] 최광진, 김주학, 권상철, 2004년 대한금속·재료학회 제47회 추계학술대회, 부산, 2004
- [3] M. H. Mathon, A. Barbu, F. Dunstetter, F. Maury, N. Lorenzelli, C. H. de Novion, J. Nucl. Mater. 245 : 224, 1997.