

## HVEM 에 의한 Fe-Cu 합금의 조사결함 성장 거동 관찰

In situ Observation of the Defect Growth Behavior  
in Fe-Cu Alloy under HVEM irradiation권상철<sup>a</sup>, 최광진<sup>a</sup>, 조해동<sup>a</sup>, 김주학<sup>a</sup>, 김응선<sup>a</sup>, 김영민<sup>b</sup>, 김윤중<sup>b</sup><sup>a</sup> 한국원자력연구소, 원자력재료기술개발부, 대전광역시 유성구 덕진동 150<sup>b</sup> 한국기초과학지원연구원, 전자현미경팀, 대전광역시 유성구 어은동 52

## 1. 서론

그동안 국내의 조사손상에 관한 연구는 조사재에 대한 기계적 특성 평가 위주로 이루어져 조사결함의 조사손상에 미치는 효과에 대한 연구가 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 HVEM 을 사용할 경우, 고에너지 전자빔 조사조건에서 실시간으로 조사결함의 거동을 관찰할 수가 있다. 한국기초과학지원연구원에서 1.25 MeV 의 HVEM 을 2004 년 설치하게 되어 국내에서도 사용이 가능하게 되었다.

본 논문에서는 Fe-1.0%Cu 합금 시료를 사용하여 HVEM 을 사용하여 조사결함을 분석한 결과를 설명하고자 한다.

## 2. 실험방법 및 결과

시료는 조사에 의한 matrix damage 및 precipitation damage 효과를 관찰 할 수 있도록 Fe-Cu 합금을 사용하였다. Cu 의 상온 고용도가 0.1% 이하인 점을 고려하여 Cu 함량을 1% 정도로 하고 열처리를 통하여 상온에서 과포화 시킴으로써 조사과정에서 석출물의 생성 및 성장을 파악하고자 하였다. 1% Cu 를 목표로하여 용융, 단조, 압연, 850°C 에서 5 시간 가열후 수냉시킴으로써 두께 1 mm 의 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 석출물이 없는 것을 확인하였다.

두께 300  $\mu\text{m}$  정도로 전해연마한 후, Fe 이온으로 조사한 것과 조사하지 않은 시료 두 종류를 준비하였다. Fe 이온조사는 조사율  $2.6 \times 10^{12}$  개/s $\cdot\text{cm}^2$  ( $3.77 \times 10^{-3}$  dpa/s), 조사량  $1.9 \times 10^{16}$  개/cm $^2$  (27 dpa) 이었다.

HVEM 분석시료는 이온을 조사하지 않은 면을 연마 및 polishing 하여 두께를 50-70  $\mu\text{m}$  로 하였다.

조사손상층의 깊이를 TRIM 으로 계산한 결과 약 3  $\mu\text{m}$  정도 이어서, 조사된 면은 전해연마로 2  $\mu\text{m}$  을 제거 시켰다. 직경 3 mm 의 TEM 시편을 제작한 후, 5% perchloric acid + 95% methanol 을 사용하여 -45°C 에서 thinning 하였다. 이온 조사시료는 조사하지 않은 면만을 back thinning 하였다. HVEM 분석은 1.25 MeV 에서  $4.3 \times 10^{18}$  e $^-$ /s $\cdot\text{cm}^2$  ( $6.9 \times 10^{-5}$  dpa/s)로 조사시키면서 실시간으로 결함의

거동을 관찰하였다.  $g=110$  으로 dynamical 및 kinematical 명시야상 조건에서 1 분 간격으로 관찰하였다.

Fig. 1 은 각 시료를  $8 \times 10^{21} \text{ e}^-/\text{cm}^2$  로 조사한 후의 결함을 관찰 결과이다.

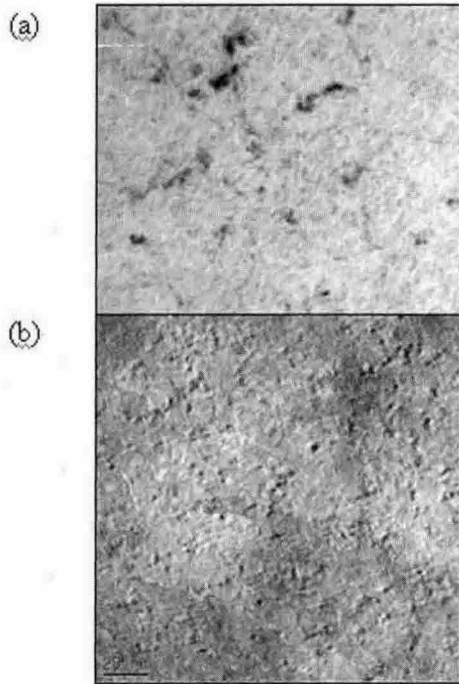


Fig. 1. Microstructure of Fe-1.0%Cu sample. (a) Irradiated with Fe ion and high energy electron. (b) irradiated with high energy electron.

Fe 이온을 조사한 시료에서는 전자 조사전에 이미 결함이 생성되어 거의 포화 상태를 이루었고, 크기도 거의 변화가 없었다. 화면상으로는 전위 loop 의 이동을 관찰할 수 있었으나, 정확한 contrast condition 의 유지 및 상을 포착하지 못하였다. 결함은 주로 Cu 석출물로 파악되며 일부 interstitial loop 가 포함된 것으로 판단된다. 조사량이 매우 많은 관계로 dislocation loop 는 성장과 함께 소멸함으로써 오히려 결함의 밀도는 적다. 결함의 크기는 큰 것이 4 nm 정도이다. 1 nm 이하의 결함은 현재로서는 구분이 곤란하다. 많은 결함들이 dislocation loop 에 걸쳐있음이 관찰되었다. 이는 결함의 석출이 dislocation 과 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.  $1.2 \times 10^{-1}$  dpa 정도에서는 dislocation loop 를 확인할 수 있었다. Two beam dynamical condition 에서 black-white contrast image 로부터 결함이 주로 interstitial 형의 cluster 임을 알 수 있었다.

현재의 분석결과로서는 Cu 석출물과 loop 의 구별을 할 수 없지만 결함의 크기에 관한 한, 기존의 연구 결과와 잘 일치한다고 할 수 있다.

Fig. 2.에 Fe 이온 조사후 전자빔으로 조사한 시료와 전자빔만 조사한 시료의 결함밀도를 조사량에 따라 차이가 있음을 비교하였다.

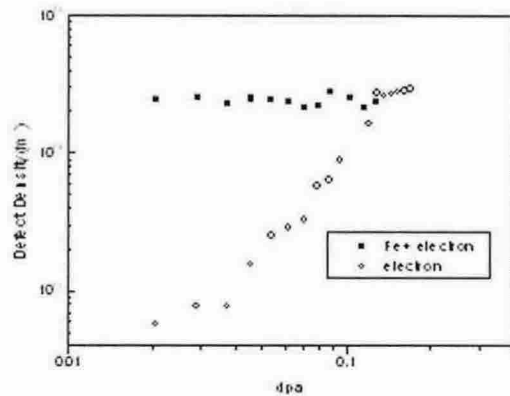


Fig. 2. Defect density of irradiated samples with electron after Fe ion, ■ and with only electron, ○.

### 3. 결론

Fe-1.0%Cu 합금을 Fe 이온 조사한 시료와 조사하지 않은 시료에 대하여 국내 최초로 HVEM 을 사용하여 실시간 조사결함의 성장 거동을 관찰하였다.