

이온 조사된 Fe-Cu 모델합금의 나노석출물 관찰 및 조사경화

최광진, 김주학, 조해동, 권상철
한국원자력연구소 원자력재료기술개발부

1. 서 론

원자로 압력용기강의 조사에 의한 경화현상은 원자력 재료에 있어서는 매우 중요한 문제이며 나노단위의 석출물, 공공(vacancy), 침입형원자 등에 의해 나타나게 된다. 특히 압력용기강의 용접부는 미량으로 함유된 Cu 석출물이 경화현상에 큰 영향을 미치는 것으로 알려져 있다.[1] 따라서 Cu 원소에 의한 경화현상 연구는 다른 원소의 영향이 제거된 Fe-Cu 모델합금을 제조하여 석출물의 크기 및 분포에 따른 물성변화를 측정하는 방법으로 수행된다. 그러나 Fe-Cu 모델합금에 나노단위 석출물 관찰은 쉽지 않은 것으로 나타나 있는데, 특히 이온조사의 경우 조사 표면으로부터 수 μm 의 깊이에 최대 조사층이 형성되기 때문에 TEM 시편의 제조가 어렵다는 점과 시료 자체에 나타나는 자성으로 인해 고배율에서의 관찰이 어렵다는 점 때문이다.[2]

따라서 본 연구에서는 Fe-Cu 모델합금을 제조하여 열처리 및 Fe^{4+} 이온조사에 따른 석출물의 크기 및 분포를 TEM 으로 관찰하였으며, 이에 따른 경화효과를 알아보기 위해 마이크로 비커스경도를 측정하였다.

2. 실험방법 및 결과

2.1 실험방법

Fe-Cu 모델합금은 Cu 함량이 각각 0.1wt%와 1.0wt%의 2 종류로 두께 10mm 에서 1mm 까지 10%의 압하율로 압연된 것이다. 압연된 시료는 $10 \times 10 \times 1 \text{mm}^3$ 로 가공하여 고용체 처리 및 시효처리를 실시하였다. 고용체 처리는 850°C의 진공중에서 5 시간동안 유지후 수냉하였으며, 시효처리는 500°C에서 30 시간동안 실시하였다. 조사조건은 Fe^{4+} 이온을 이용하여 8MeV 에서 조사량이 1.25×10^{26} ions/cm² 가 되도록 조사하였다.

TEM 관찰을 위해 조사되지 않은 시료는 일반적인 TEM 시료 제작법에 따라 두께가 50~70 μm 가 되도록 grinding 및 polishing 을 실시하였다. Thinning 은 Struers 사의 Tenupol-5 를 이용하여 5% Perchloric Acid 와 95% Methanol 의 혼합용액으로 -45°C에서

실시하였다. 그러나 조사된 시료의 경우에는 두께가 50~70 μm 가 되도록 조사되지 않은면을 grinding 및 polishing 한 후 최대 조사층을 관찰하기 위해 전해연마를 실시하였다. 조사면의 전해연마는 5% Perchloric Acid 와 95% Acetic Acid 를 혼합한 용액을 이용하여 상온에서 6 초간 실시하였다. 그 결과 조사면으로부터 제거되는 두께가 대략 1~1.5 μm 임을 확인하였다. Thinning 은 비조사재와 동일한 조건에서 실시하였으나, 조사면은 thinning 이 되지 않도록 back thinning 법을 사용하였다. TEM 관찰은 JEOL 사의 JEM-FXII 를 이용하였으며, 가속전압은 200kv 이었다.

비조사재와 조사재의 경화효과 측정에는 마이크로 비커스 경도기를 이용하였으며, 조사층의 존재로 하중에 따른 경도치가 달라지므로 최대 경도치를 알아내기 위해 하중을 0.5g ~ 25g 까지 변화시키며 각각 10 회 이상 측정하였다.

2.2 실험결과

조사이전의 열처리 이후 실시한 비커스 경도 측정결과 구리함량이 1.0wt%인 시료의 경우 850°C에서 수냉시 H_V 값이 124 로 나타난 반면 500°C에서 30 시간 수냉한 시료의 경우에는 188 로 나타나 시효경화 효과가 큰 것으로 나타났다. 이는 TEM 을 이용한 미세조직 관찰결과 대략 5nm 이하의 석출물이 생성되었기 때문이다. 그러나 구리함량이 0.1wt%인 시료에서는 850°C에서 수냉한 시료의 H_V 값이 113 으로 나타났으며, 500°C에서 30 시간 수냉한 시료의 경우에는 126 으로 나타나 시효경화 효과가 극히 적은 것으로 나타났다.

또한 그림 1 에 나타낸 바와 같이 조사에 따른 조사경화 효과도 구리함량이 높은 1.0wt%Cu 시료가 더 크게 나타는 것으로 나타났다. 특히 850°C에서 수냉한 시료의 경우에 있어서는 조사 전·후의 경도 차이가 매우 크게 나타나 있다. 이는 조사에 의한 석출물의 생성 및 성장에 기인한 것으로 그림 2 및 그림 3 에 조사 전·후에 관찰한 TEM 사진을 나타냈다. 그림에서 조사 이전에는 고용체 처리에 의해 석출물을 관찰할 수 없으나, 조사이후에는 5nm 이하의

작은 석출물에서부터 20nm 이상의 큰 석출물도 관찰된다.

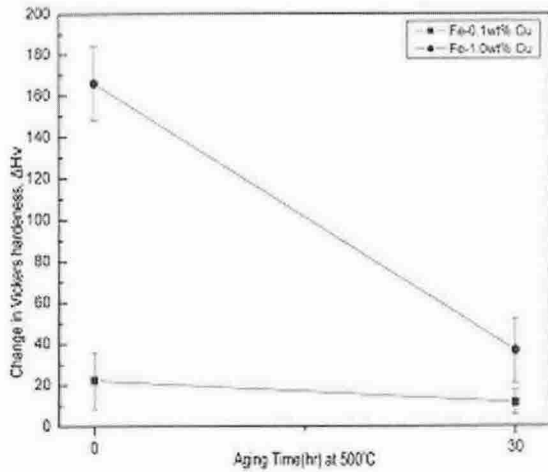


그림 1 조사 전·후의 경도 변화 (ΔHv)



그림 2 조사 이전 TEM 사진 (850°C-5hr-WQ, Fe-1.0wt%Cu)

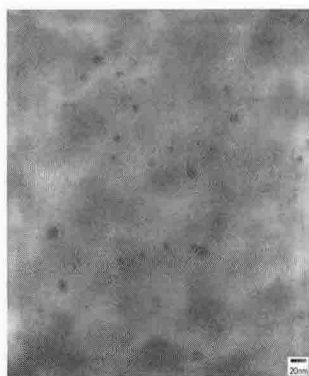


그림 3 조사 이후 TEM 사진 (850°C-5hr-WQ, Fe-1.0wt%Cu)

상대적으로 구리함량이 적은 0.1wt%Cu 시료에 있어서도 조사경화 효과는 850°C에서 수냉한 시료에서 다소 높게 나타나는 것으로 나타난 것을 볼 수 있다. 이는 500°C에서 시효처리한 시료는 조사전에 생성된 미세한 석출물로 인해 조사시 석출물의 성장이 상대적으로 빠르기 때문에 석출물 조대화에 기인한 것으로 나타났다.

3. 결론

구리함량이 0.1wt% 및 1.0wt%로 제조된 모델합금을 이용한 열처리 및 조사에 따른 경화현상을 연구한 결과 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

열처리에 의한 시효경화현상은 구리함량이 낮은 0.1wt%Cu 에서 매우 적게 나타나는 반면, 구리함량이 1.0wt%Cu 로 높은 시료에 있어서는 매우 크게 나타나는 것으로 나타났다. 이는 500°C에서 30hr 시효처리시 대략 5nm 이하의 석출물 생성에 기인한다.

Fe⁴⁺이온 8MeV 로 1.25×10²⁶ ions/cm² 으로 조사시킨 조사경화 효과는 구리함량이 많은 1.0wt%Cu 에서 그리고 시효 처리된 시료보다는 고용체 처리된 시료에서 크게 나타났다. 이는 시효처리된 시료의 경우 기존에 존재하는 석출물의 성장으로 석출물의 조대화에 기인한다.

참고문헌

- [1] A. Iwases, T. Hasegawa, Y. Chimi, T. Tobita, N. Ishikawa, M. Suzuki, T. Kambara, S. Ishino, Hardening of Fe-Cu alloys by swift heavy ion irradiation, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 195, p309-314, 2002.
- [2] H. Kawanish, M. Suzuki, Hardness and Microstructure Changes with Thermal Annealing of Neutron Irradiated Fe-Cu Alloys, Effects of Radition on Materials, 20th International Symposium, ASTM, P218-236, 2001.