

## HVEM 실시간 변형 실험에 의한 비정질 재료의 전단띠 관찰 Observation of shear band in metallic glass by in-situ straining experiments in HVEM

장혜정, 김도향

연세대학교 금속공학과, 준결정 재료 연구단

### 1. 서론

일반적으로 비정질 합금은 상온에서 취성이 매우 커서 실제 산업에 적용하기에 많은 문제점을 안고 있다. 강도, 파단 인성, 소성 변형률과 같은 재료의 기계적인 성질을 향상시키기 위해서는 변형 시 파단과 균열의 전파 그리고 전단띠 거동에 대한 자세한 이해가 선행되어야 한다. 이러한 용도로서 투과 전자 현미경은 전단띠의 전파 거동과 원자 단위의 구조를 실시간으로 보일 수 있다는 점에서 효과적인 분석 방법이다. 그러나 이제껏 비정질 합금에서 전단띠를 관찰한 것은 대부분 압축 및 인장 실험 후 이루어졌다. 이러한 실험에서는 ion thinning과 같은 TEM 시편 준비 과정에서 기대하지 못했던 미세 구조의 변화가 생길 수도 있으며 전단띠 진위 여부에 대한 논란도 많이 남아 있는 상태다. 그러나 실시간 변형 실험을 통해서도 변형 시 재료의 실제 미세 구조 변화를 직접적으로 관찰할 수 있으므로 매우 효율적인 분석이 이루어질 수 있으며, 이전에 금속의 소성 변형과 파괴 거동 [1-3], 전위 및 균열 전파 [4,5] 등 TEM 실시간 변형 실험이 보고되어진 바 있다. 대부분의 경우 벌크 비정질 합금의 기계적 특성을 평가하기 위해 압축 실험을 실시하는데 이 때 실험 후 관찰하는 전단띠와 TEM에서 실시간 변형 실험을 하였을 때 관찰되는 전단띠에는 큰 차이가 있음을 미리 가정하여야 한다. 먼저 실시간 변형 실험에서는 벌크 시편이 아닌 thin sheet 형태의 시편으로 인장 테스트를 하는 것이며 TEM 관찰이 용이하기 위해 사전에 hole을 만들기 때문에 이미 hole 주위에 생기는 crack 으로부터 우선적으로 전단띠가 전파하게 된다. 또한 hole 주위로부터 국부적으로 시편의 두께가 다르므로 일반적인 벌크 시편의 인장 실험과는 큰 차이가 있음을 먼저 인지해야 한다.

본 실험에서는 벌크 비정질 중 비교적 연성이 좋은 것으로 보고되었으며(~6 %)[6] 압축 실험 후 TEM으로 관찰한 결과 전단띠 내부에 결정화가 이루어져 있음을 확인한 [7]  $Ti_{40}Zr_{29}Cu_9Ni_8Be_{14}$  합금에서 실시간 변형 실험을 하면서 전단띠 전파와 전단띠 내부의 미세 구조 변화를 관찰하였다.

## 2. 실험 방법

KBSI-HVEM (ARM1300S)에서 실시간 변형 실험을 하기 위해  $Ti_{40}Zr_{29}Cu_9Ni_8Be_{14}$  합금을 전체 두께 60  $\mu m$ , 길이 11.5 mm, 너비 2.5 mm의 시편으로 준비하였다. 그리고 시편 중앙 부분에 electro polishing 으로 thinning을 하였으며 이 때 사용된 용액은 perchloric acid 15 % + ethanol 이었고 약 233 K에서 thinning을 실시하였다. Gatan model 672 single tilt heating-straining holder를 사용하였으며 변형률은 1.0  $\mu m$  /s로 하였다. 시편 영상을 기록하기 위해 GIF(Gatan Imaging Filter)의 MS-CCD(Multi-Scan Charge Coupled Device, 1Kx1K)를 사용하였으며 Top TV를 이용하여 실시간 변형 거동을 동영상으로 기록하였다.

## 3. 결과 및 고찰

시편 준비 과정에서 형성된 노치(notch) 부분에서 먼저 균열의 전파가 이루어지는데 아직 파단이 일어나지 않은 균열의 선단에는 시편이 얇아짐에 의해 밝은 콘트라스트를 가지는 부분이 생성되고 더욱 더 얇은 두께의 흰 선들이 전진하는 것을 볼 수 있다(그림 1). 이 때 흰 띠의 폭은 약 2~3 nm에 지나지 않으며 이것이 바로 비정질 합금의 인장 모드에서의 전단띠인 것으로 판단된다. 취성이 큰 재료에서 관찰되는 것과는 달리 변형 도중 전단띠가 여러 갈래로 분리되며 진행 방향이 곧지 않고 꺾이는 것을 볼 수 있다. 이것은  $Ti_{40}Zr_{29}Cu_9Ni_8Be_{14}$  합금이 비교적 연성을 가지고 있다는 것을 보여주는 증거로 여겨진다. 그리고 파단면은 일반 금속 시편에서 일컫는 tearing 현상을 보이는 데(그림 2) 이는 일반 취성이 강한 세라믹 재료와는 달리 비정질 합금은 일정한 원자 배열을 가지고 있지 않고 원자간 결합력이 일정치 않기 때문으로 보인다.

압축 시험 후 관찰한 전단띠 내부에서는 2~3 nm 크기의 결정상이 생성되었던 것에 비해 실시간 변형 실험에서는 전단띠 내부에 결정화 같은 변화는 나타나지 않았다(그림 3). 이것은 벌크 재료의 일축 압축 시험에서의 변형 에너지와 얇은 박판 형태 재료의 인장 시험에서의 변형 에너지에 차이가 있어 국부적으로 생성되는 단열 효과가 결정화에 영향을 미치지 못할 만큼 작을 것으로 생각된다.

## References

- [1] H. Saka and T. Imura, J. Phys. Soc. Jpn., 32 (1972) 702.
- [2] S. M. Ohr, Mater. Sci. Eng., 72 (1985) 1.
- [3] T. Imura, Mater. Trans., 32 (1991) 793.
- [4] Y. H. Chiao and D. R. Clarke, Acta Metall. 37 (1989) 203.
- [5] Y. Ikuhara, T. Suzuki and Y. Kubo, Phil. Mag. Lett., 66 (1992) 323.

[6] H. J. Chang, W. T. Kim and D. H. Kim, Mater. Sci. Forum, 475-479 (2004) 3409.

[7] H. J. Chang, D. H. Kim, will be submitted to Script. Mater. (2005).

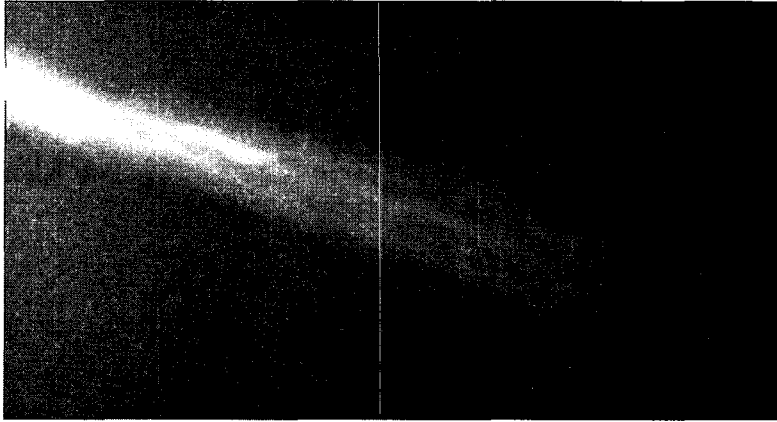


그림 1. 비교적 연성이 우수한 비정질 재료에서 실시간 변형 실험으로 관찰한 균열 및 전단띠의 전파.

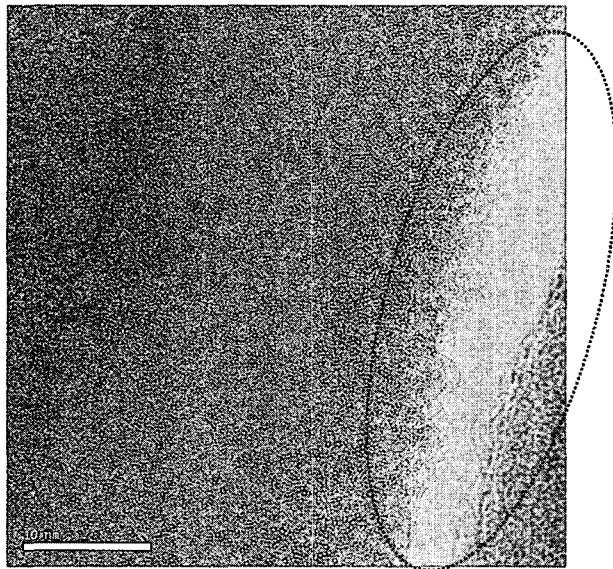


그림 2. 균열 전파 후 tearing 형상을 보이는 시편의 파단 부위.

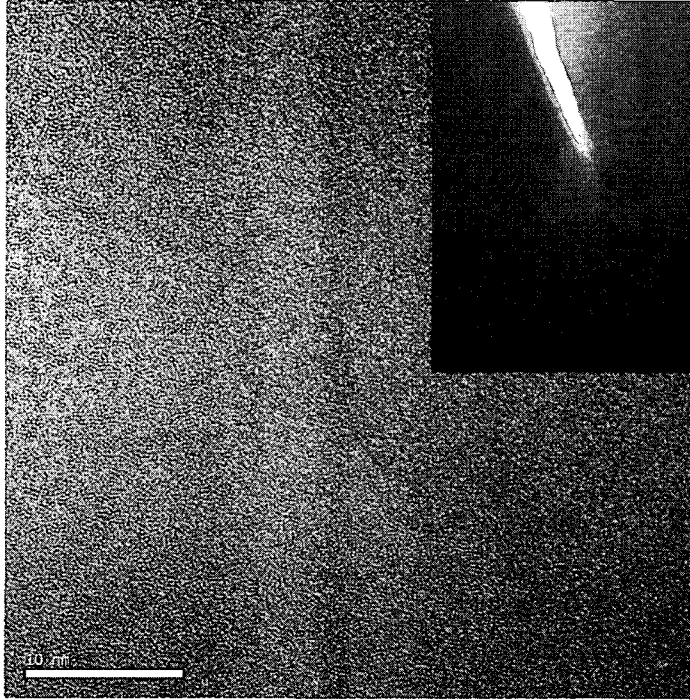


그림 3. 삼입한 저배율 이미지에서 표시된 균열 선단 영역의 전단파 고분해능 이미지