

## IN 617의 아결정립계의 전위간격 분석법에 관한 고찰

安成郁, 李鍾敏\*

한국과학기술연구원 특성분석센터

Observation and Analysis of Dislocation Spacing in the Subgrain boundary on IN 617

Seong-Uk An, Jong-Min Lee\*

Advanced Analysis Center, Korea Institute of Science and Tehnology, Seoul 136-791

\*Department of Metallurgical Engineering, Korea University, Seoul

**초 록** IN 617의 시편으로 1073K의 온도에서 주로 107과 180MPa의 응력에서  $\epsilon=0.03-0.30$ 까지 정압크립변형을 하여, 투과전자현미경(TEM)에서 약 십만배의 배율로 아결정립의 전위간 거리  $s$ 를 측정하고, TEM에서 측정이 불가능한 경우, 아결정립계가 이루는 각도( $\theta_s=\sin^{-1}(b/s)$ )를 Kikuchi line을 이용하여 측정하였다. TEM에서 직접 구한  $s$ 값들을  $\theta_s$ 값으로 환산하여, Kikuchi line으로 측정한  $\theta_k$ 값을 비교한 결과 거의 같았다. 즉, TEM에서  $s$ 의 측정이 불가능할 때,  $\theta_k$ 를 측정하여  $s$ 값으로 사용하여도 됨을 알 수 있었다.

**Abstract** IN 617 was crept under stresses of 107 and 180 MPa with monotonic deformation to strains of  $\epsilon=0.03-0.30$  at 1073K. In order to determine the distances between the subgrain boundaries, the deformed specimens were examined at magnifications of one hundred thousand times by TEM. In cases where TEM observations were not possible, subgrain angles( $\theta_s=\sin^{-1}(b/s)$ ) were measured by Kikuchi diffraction lines. The  $\theta_s$  converted from  $s$  values measured directly by TEM agreed very well with those measured from Kikuchi lines. Therefore, it was found that the  $\theta_k$  values could be used in obtaining  $s$ , especially in cases where it is impossible to measure  $s$  by TEM.

### 1. 서 론

산업의 첨단화에 따라 많은 부품들은 600-1200°C의 고온에서 높은 하중이나 불규칙 반복하중하에 놓이게 되어 예측하지 못했던 부품의 파손으로 대형사고를 유발한다. 따라서 이러한 최첨단 핵심부품의 수명예측을 정확하게 함으로써, 대형사고를 예방할 수 있으며, 부품의 수명도 연장할 수 있다. 이러한 재료의 수명, 특성, 및 변형을 조절하는 데에 여러 인자가 있으나, 그중에서도 전위(dislocation)의 역할이 지배적이다. 예를들면 Blum등<sup>1,2)</sup>은 변형과 변형속도(응력)에 따른 전위구조를 분석하여 재료의 수명, 특성, 변형 및 가공방법에 기여할 수 있게 하였다. 즉, 자유전위밀도  $\rho_s \propto \sigma^{1/2}$ , 아결정립의 크기  $L \propto 1/\sigma$  및 아결정립내의 전위간 간격  $s \propto 1/\sigma$ 의 응력과 전위구

조의 실험적인 결과를 보고하고 있으므로, 이들 전위구조와 응력은 상호 밀접한 관련이 있음을 알 수 있다. 또한 변형속도를 설명하는데 있어서, 매우 중요한 인자인 activation area  $\Delta a$ 를 측정할 때,  $\Delta a = b \cdot s$ 도 사용을 한다<sup>1)</sup>. 그러므로  $s$ 값은 변형속도를 규명하는 데에도 중요함을 알 수 있다. 여기서  $b$ 는 Burgers vector이다. 본연구에서 다른 아결정립계의 전위간격은 투과전자현미경(TEM)에서 십만배 이상의 고배율로 관찰하여야 하나, 아결정립내의 전위배열의 모양과 배열 및 구조적인 한계 때문에  $s$ 를 측정하는데에 어려움이 자주 있다. 아결정립을 실제로 관찰함에 있어서, Caillard등<sup>3)</sup>은 서로 다른  $b$ 를 갖는 전위가 상호 반응을 하여 2차원 및 3차원적으로 형성할 수 있는 아결정립계의 전위구조의 가능성을 Fig. 1과 같이 나타내었다. 여기서 Fig. 1

(d)는 이론적으로 형성이 될 수 있는 구조로서 실제의 전자현미경관찰에서는 현재까지 발견되지 않고 있다. 그리고 Fig. 1에 열거한 아결정립의 전위모양은 전자현미경에서 관찰하는 빔의 위치가 변함에 따라 다르다<sup>3,4)</sup> König<sup>2)</sup>은 아결정립계의 전위간격을 구하기 위하여, 한 예로서 Fig. 2와 같이  $s$ 값을 정의하였다. 그러나, 매우 높은 응력을 가하거나, 심하게 변형된 시편에서는 아결정립계의 전위배열이 복잡하여  $s$ 를 전자현미경사진으로 직접 구하는 것이 불가능하게 된다. 이때, Kikuchi line을 활용하여 간접적으로  $s$ 의 측정이 가능하다<sup>5)</sup>;

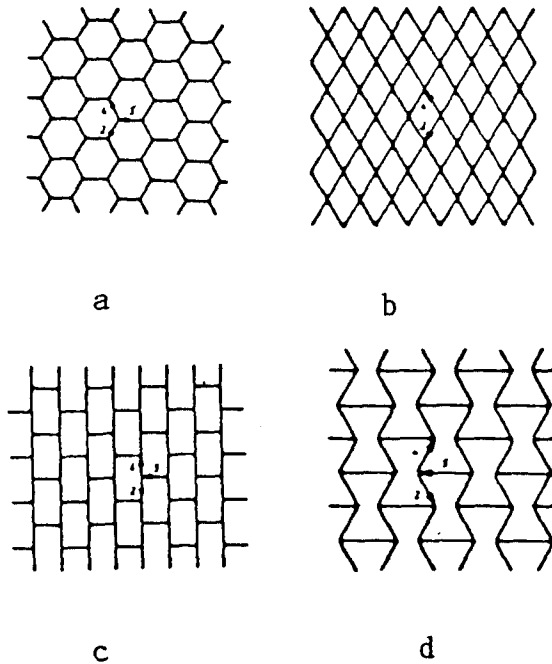


Fig. 1. Stable dislocation network built with 3 coplanar Burgers vectors.

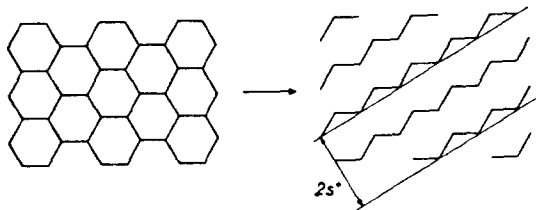


Fig. 2. Schematic representation of a dislocation network (cell boundary) with one set of dislocations with equal Burgers vector being out of contrast<sup>2)</sup>.

$$\theta_s = \sin^{-1}(b/s) \Rightarrow b/s = \sin\theta_s \quad (1)$$

일반적으로 아결정립계가 이루는 각도는 회절상으로 구할 수 있지만 1°에서 5°에 이르기까지 오차가 심하다. 그러나, Kikuchi line은 한쌍을 이루는 Line을 활용하여 회절상보다 입사빔의 위치를 정확하게 정할 수 있고, 그 오차도 0.1° 이하로 정확도를 향상시킬 수 있다<sup>6-9)</sup>. 예를 들면, TEM의 Camera Length(L)을 1150mm하여 TEM사진으로 각도를 측정할 때, 그 측정 오차가 1mm 미만이기 때문에  $\sin^{-1}(1\text{mm}/1150\text{mm})=0.05^\circ$ 이다. 아결정립의 생성은 전위가 3차원적으로 상호 반응을 하여서 이루어지기 때문에, 아결정립은 Fig. 3에 나타낸 바와 같이 (a) tilt 혹은, (b) twist될 수도 있다. 실제에 있어서 아결정립계는 대개 3축의 tilt 가능성에, twist의 가능성이 공존함을 유의하여야 한다. 그러나 Schwarzkopff<sup>10)</sup>는 이러한 아결정립계의 각도를 측정할 때, Fig. 4에서와 같이 2개의 다른 Kikuchi line쌍만 있어도 쉽게 그 각도를 측정할 수 있는 방법을 제시하였다;

$$e_1 = g / |g| \quad (2a)$$

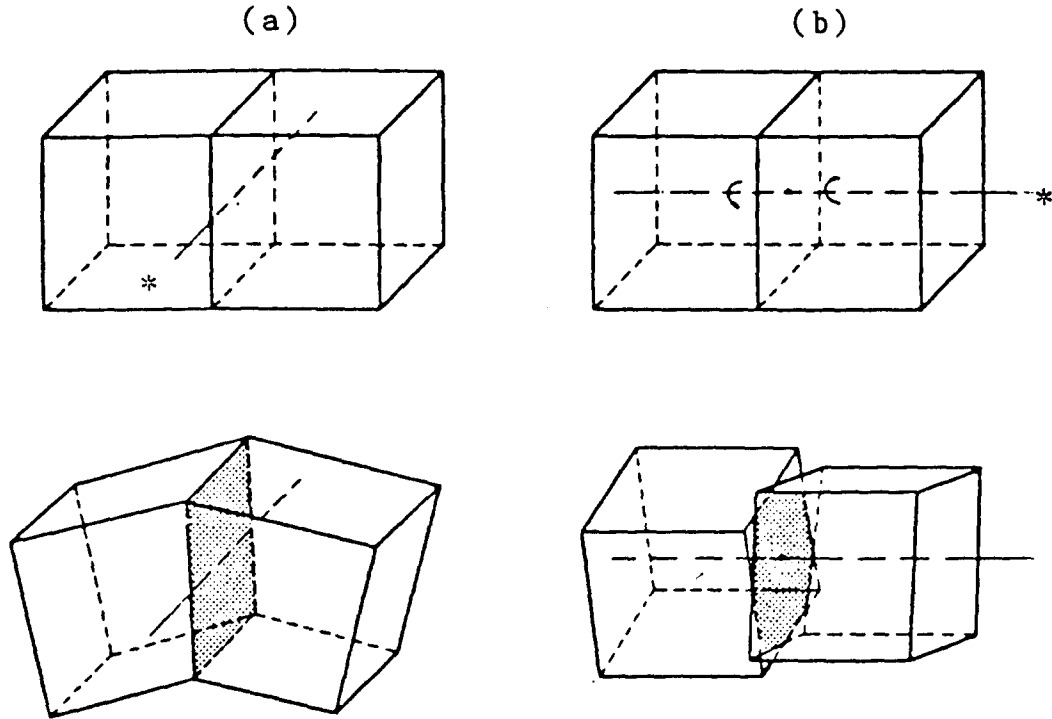
$$e_2 = k \times g / |k \times g| \quad (2b)$$

$$e_3 = k / |k| \quad (2c)$$

여기서  $e_1$ ,  $e_2$  및  $e_3$ 는 Kikuchi line을 사용하여 매우 미세하고 정확하게 ( $<0.1^\circ$ ) 측정할 입사빔의 새로운  $x, y, z$ 의 공간좌표로서 reference system이라 한다.  $g$ 는 사진의 평면방향과 평행한 reference vector,  $k$ 는 사진평면에 수직인 방향벡터,  $g \times k$ 는 실격자와 역격자의 단순한 벡터,  $c$ 는 입사빔(primary beam)에 가장 인접한 Kikuchi line 쌍이 이루는 거리,  $\xi$ 는  $g$ 와  $d$ 가 이루는 각도이며(Fig. 4 참고),  $g$ 는 Fig. 4에서  $c$ 로 표시한 line쌍(입사빔에 가장 근접한 Kikuchi line쌍)에 수직한다. 이렇게 앞서 언급한 식들로 아결정립들이 이루는 각도( $\eta$ )는 다음과 같다;

$$\eta = \frac{d}{c} \lambda |g| \quad (3)$$

본 연구에서 수행한 전자현미경의 가속전압의 파장( $\lambda$ )은 100keV에서  $0.037 \times 10^{-10}$ m이며, 위의 식들로 구해진 두개의  $\xi$ ,  $\eta$ 각도에 의해서 다음과 같은 정확한 reference system을 구할 수 있다<sup>6)</sup>;



\* : tilting axis

Fig. 3. (a) Tilt- and (b) Sub-grain boundaries.

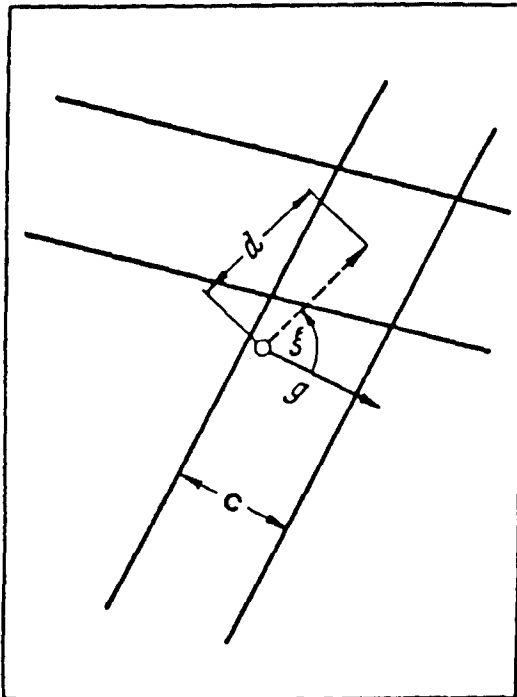


Fig. 4. Determination of the exact reference system from Kikuchi lines<sup>9)</sup>.

$$e_3 = e_3 \cos \eta \cdot \frac{\sin \eta}{\sqrt{1 - \sin^2 \eta \sin^2 \xi}} (e_1 \cos \xi + e_2 \cos \eta \sin \xi) \quad (4a)$$

$$e_1 = e_1 - e_3 (e_1 \cdot e_3) \quad (4b)$$

$$e_2 = e_3 \times e_1 \quad (4c)$$

측정하고자 하는 이웃 아결정립의 reference system ( $e'_1, e'_2, e'_3$ )은 ( $e_1, e_2, e_3$ )를 구한 방법을 다시 사용하면 된다. 이렇게 구한 정확한 두 개의 reference system으로 부터 다음과 같은 Euler식을 이용하면 아결정립간의 미세한 각도를 측정할 수 있다<sup>9)</sup>;

$$u \tan \frac{\theta_k}{2} = \frac{(e'_1 - e_1)(e'_2 - e_2)}{(e'_1 + e_1)(e'_2 - e_2)} \quad (5)$$

$u$ 는 unit vector (Fig. 3에서 \*로 표시),  $\theta_k$ 는  $u$ 축의 회전각도로서 본 연구에서 구하고자 한 아결정립계의 총괄적인 각도를 나타낸다.

## 2. 실험방법

본 실험에서 사용한 시편은 IN 617로서 화학조성을 Table 1에 나타내었다. 크립시편은

1473K에서 1시간동안 용체화처리한 다음, 6mm와 길이 30mm의 변형영역을 갖는

Table 1 : Chmical Composition of IN 617 (NiCr22Mo9) in wt. %

Ni	Cr	Co	Mo	Al	Fe	Ti, C, S etc.
54.6	21.9	12.0	8.9	1.0	1.0	Rest

총길이 100mm의 원통형 모양으로 가공하였다. 크립장비는 크립시험중에 일정한 응력을 유지시키기 위하여 Andrade-Charlmers arm을 사용하였으며, 실험온도는 IN 617이 고온용 부품으로 사용이 될 때의 온도인 1073K였다. 107과 180MPa 등의 응력으로  $\epsilon = 0.03$ 에서 0.25까지 정압변형을 하여, 변형에 따른 전위구조를 관찰 및 분석하였다<sup>10)</sup>. 즉, 본 연구에서는 아결정립계의 전위간격  $s$ 를 TEM에서 고배율로 측정하였다. 고배율로  $s$ 를 직접 측정을 할 때, 입사빔과 시편의 각도에 따라  $s$ 값이 상이하므로, 시편을 여러방향으로 기울여 가며 아결정립의 전위 모양이 가장 크고 뚜렷할 때의 전위상을 촬영하였다. TEM에서 고배율로  $s$ 의 측정이 불가능한 경우, Kikuchi line을 이용하여 아결정립계의 각도  $\theta_k$ 를 측정하였으며,  $\theta_k$ 값이 타당한지를 알기 위하여, TEM에서 측정한  $s$ 값으로부터 계산한  $\theta_s$ 값과 상호 비교를 하였다.  $s$ 를 측정하기 위하여 투과 전자현미경 Philips 400T와 Jeol 200CX를 사용하였으며,  $\theta_k$ 를 측정하기 위하여 100keV에서 Kikuchi line을 형성하였다.

### 3. 결과 및 토의

Fig. 5는 107MPa의 정압크립변형에서  $\epsilon = 0.03 - 0.04$ 에서부터  $\epsilon = 0.23$ 으로 변형이 진행됨에 따라 아결정립이 발달하는 과정을 나타낸다; 우선 변형 초기인  $\epsilon = 0.03 - 0.04$ 까지 아결정립계의 전위들은 느슨하게 연결되어 있기 때문에(Fig. 5의 (a)와 (b)), 그 전위간격은 약 70-100nm로서 비교적 크다. 이 전위간격은 변형이 진행됨에 따라 치밀하여 지면서 전위 모양도 규칙적인 모양으로 바뀌어진다. 그 결과 Fig. 5(c)의  $\epsilon = 0.10$ 에서 아결정립계의 전위간격은 약 20nm로서  $\epsilon = 0.03 - 0.04$ 의 경우보다 현저히 감소하였다. 따라서 107MPa에서

는 변형이 진행됨에 따라 아결정립계의 전위들이 치밀해지면서, 아결정립계를 발달시키고, 동시에 아결정립의 전위간격도 현저히 감소함을 알 수 있었다. 이러한 아결정립계의 성장으로 볼때, 전위운동에 의한 변형이 107MPa의 정압변형에서는 Al<sup>12)</sup>에서와 같이 시편의 전역에 균질한 변형을 야기하기 때문에, 변형이 진행되는 동안, 연속적이고 규칙적인 아결정립을 성장하는 것으로 사료된다.

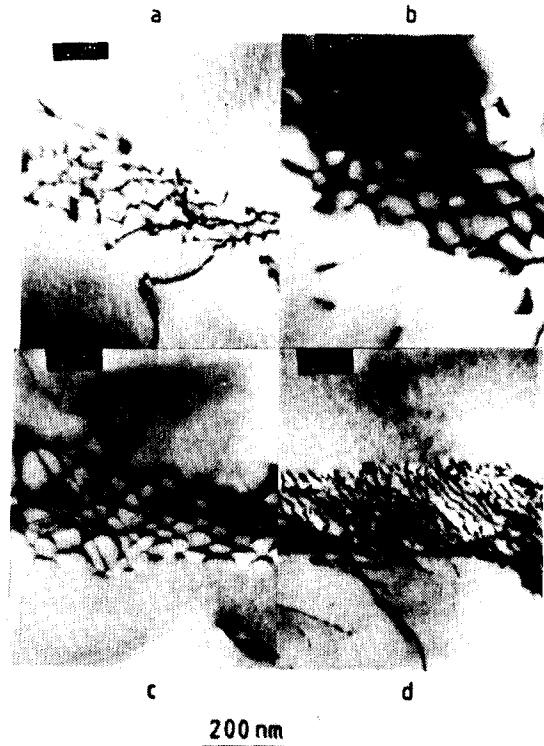


Fig. 5. Detailed view of subgrain boundaries with strain(a : 0.03, b : 0.04, c : 0.10 and d : 0.23) at 107 MPa and 1073K.

Fig. 6은 180MPa의 정압크립변형에서  $\epsilon = 0.05$ 에서 부터  $\epsilon = 0.22$ 로 변형이 진행됨에 따른 아결정립의 발달을 나타낸다; 107MPa에서와는 달리 변형 초기인  $\epsilon = 0.05$ 부터 아결정립계의 전위는 치밀하게 형성이 되어 전위간격은 약 20nm이며, 변형이 계속되어  $\epsilon = 0.22$ 에 도달하더라도, 변형초기와 비교를 하여도 아결정립계의 모양과 전위간격의 차이를 나타내지 않았다. 이러한 이유는 107MPa에서와는 달리 180MPa의 정압변형에서 변형이 국부적

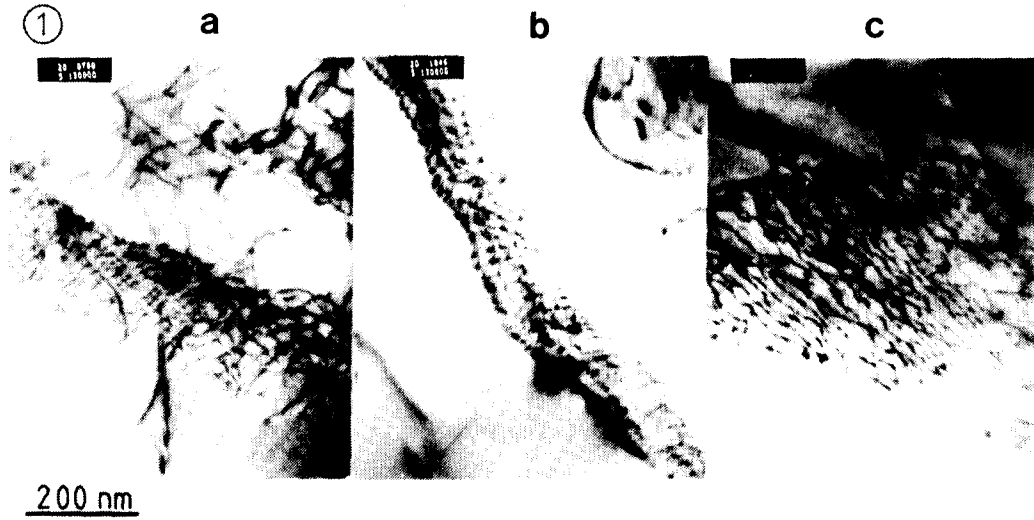


Fig. 6. Detailed view of subgrain boundaries with strain(a : 0.05, b : 0.10 and c : 0.22) at 180 MPa and 1073K.

으로 일어나기 때문에, 변형이 진행됨에 따라 새롭게 생성되는 아결정립계의  $s$ 값은 일정하게 유지되는 것으로 사료가 된다. 그러므로 König 등<sup>2)</sup>이 보고한 바와 같이 크립 변형은 아결정립계의 전위간격 등과 밀접한 관계가 있음을 알 수 있었다. 그런데  $s$ 를 측정할 때 높은 응력에서 크립변형을 하거나 Fig. 6(b)와 같이 아결정립계가 복잡하게 형성되어 있을 때,  $s$ 를 측정하기에 어려운 것을 알 수 있다. 이때,  $\theta_k$ 값을 측정하여 (1)식을 사용하면  $s$ 값을 간접적으로 구할 수 있다. 이를 입증하기 위하여 Fig. 7에 나타낸 바와 같이 아결정립계에서  $s$ 와  $\theta_k$ 를 동시에 측정하여 그 구한 값들을 상호 비교를 하였다. Fig. 7은  $\epsilon=0.10$ 까

지 107MPa의 정압변형한 아결정립계를 나타낸다. 아결정립계의 양쪽의 회절상(Fig. 7에 ○로 표시)에 의해 각각의 Kikuchi line을 얻을 수 있었고, 아결정립계 양쪽의 회절상에 나타난 Kikuchi line에 의하면 흰색 화살표가 보여주는 바와 같이 상당한  $\theta_k$ 값의 차이가 있는 것을 알 수 있었다. 그 결과 Fig. 7의 사진으로부터  $s=17.95\text{nm}$ 였으며, IN 617의  $b=0.254\text{nm}$ 이므로  $s$ 로 구한  $\theta(\theta_s)$ 는 식(1)에 의하여  $\theta_s=0.81$ 이 된다. 또한 Fig. 7의 Kikuchi line의 회절상에서 구한  $\theta(\theta_k)$ 는 식(5)로 구한 결과  $\theta_k=0.84$ 이므로, Fig. 7은  $\theta_s$ 와  $\theta_k$ 가 거의 일치하는 함을 알 수 있고,  $\theta_k$ 를 측정하여  $s$ 값으로 대신 사용하여도 됨을 알 수 있었

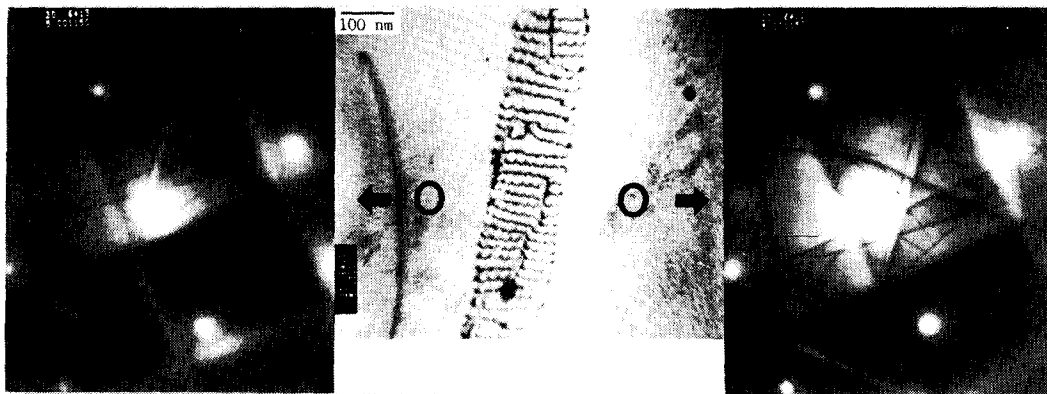


Fig. 7. Observation of subgrain boundaries ; direct measurement of dislocation spacing(middle) and measurement of misorientation angles of respective subgrains symbolized with ○.

Table 2. Misorientation angle  $\theta_k$  and dislocation spacing  $s$  in subgrain boundaries at different stresses and strains.

$\sigma$ /MPa	$\epsilon$	$\theta_k/^\circ$	$s$ /nm	$\theta_s = \sin^{-1}(b/s)$
107	0.03 and 0.037	0.11	53.6	0.27
		0.42	53.6	0.27
		0.08	45.5	0.13
		0.13		
		0.24		
		0.28		
		0.31		
		0.37		
		0.39		
		0.40		
			81.7	0.18
		(0.33±0.11)	(58.6±18.1)	(0.26±0.08)
107	0.10	0.07	57.0	0.26
		0.20	42.8	0.34
		0.55	25.1	0.58
		0.84	18.1	0.81
		(0.42±0.48)	(35.7±24.4)	(0.50±0.35)
107	0.23	0.28	17.2	0.85
		0.32	17.4	0.84
		0.45	18.7	0.78
		1.97	12.6	1.16
		0.59		
		0.90		
		2.43		
			24.1	0.60
			25.8	0.56
		(0.99±0.77)	(19.3±4.9)	(0.80±0.22)

다. 특히, 본 연구의 결과를 Table 2에 모두 요약하여 비교를 하면,  $\sigma=107$ MPa와  $\epsilon=0.23$ 의 경우  $\theta_k$ 와  $\theta_s$ 의 측정값의 오차가  $0.6^\circ$ 까지 크게 나타날 수 있다. 그러므로 가능한 한 많은 측정값을 구하여 평균값을 하므로써 그 오차를 줄이고자 하였다. 또한,  $\theta_k$ 와  $s$ 를 측정할 때, 같은 아결정립계에서  $\theta_k$ 와  $s$ 를 동시에 측정하기가 매우 어렵기 때문에 107MPa의  $\epsilon=0.03-0.04$ 에서는 오직 3개의 아결정립계에서  $\theta_k$ 와  $s$ 를 동시에 측정할 수 있었다(Table

2 참고).  $\theta_s$ 는  $s$ 로부터 (1)식에 의해 계산하여  $\theta_k$ 와 비교를 하였으며, 그 결과가  $0.1\sim 0.2^\circ$ 의  $\theta_k$ 와  $\theta_s$  평균측정값 오차가 발생함을 알 수 있다. 107MPa의  $\epsilon=0.23$ 에서는 4개의 아결정립에서  $\theta_k$ 와  $\theta_s$ 를 동시에 모두 측정 가능하였으며,  $\theta_k$ 와  $\theta_s$ 의 평균측정값이 약  $0.2^\circ$ 의 오차를 발생함을 알 수 있었다(Table 2 참고). 즉, Fig. 7에 나타낸 바와같이  $\theta_k$ 와  $\theta_s$ 의 값이 일치하는 이유는 이들의 아결정립들이 인접한 또 다른 아결정립의 뒤틀림에 거의 영향을 받지 않았기 때문이고,  $\theta_k$ 와  $\theta_s$ 값이 최대  $0.6^\circ$ 의 오차를 나타내는 이유는 인접한 다른 아결정립의 (+) 혹은 (-) 방향의 뒤틀림에 따라 동일한 아결정립에서도  $\theta_k-\theta_s$  값이 (+) 혹은 (-)값의 오차를 나타내는 것으로 사료된다. 이러한 오차는 확률적으로 거의 동일하므로  $\theta_k$ 와  $\theta_s$ 을 Table 2에서와 같이 통계학적으로 구하는 것이 타당하다.

#### 4. 결 론

IN 617의 시편으로 1073K의 온도에서 주로 107과 180MPa의 응력에서  $\epsilon=0.05-0.30$ 까지 정압크리얼변형을 하여, TEM의 고배율로  $s$ 를 측정하고, TEM에서 측정이 불가능한 경우, 아결정립계가 이루는 각도  $\theta_k$ 를 Kikuchi line을 이용하여 측정하였다. TEM에서 직접 구한  $s$ 값들을  $\theta_s$ 값으로 환산하여, Kikuchi line으로 측정한  $\theta_k$ 값을 비교한 결과 거의 같았다. 즉, TEM에서  $s$ 의 측정이 불가능할 때,  $\theta_k$ 를 측정하여  $s$ 값으로 사용하여도 됨을 알 수 있었다.

107MPa에서는 변형이 진행됨에 따라 아결정립계의 전위들은 변형초기에 무질서하게 형성되었으며, 변형이 진행됨에 따라 규칙적으로 바뀌고 동시에 전위간격이 현저하게 감소하였다. 이러한 전위구조의 발달은 107MPa의 정압크리얼변형하는 동안 전시편에 걸쳐 전위운동이 균일하게 발생하기 때문인 것으로 사료가 되었다. 반면에 180MPa의 정압 크리얼변형에서는 변형이 진행이 되어도 아결정립계의 전위간격과 모양이 변화하지 않았다. 이러한 이유는 180MPa의 정압 크리얼변형에서 전위운동이 시편내에서 국부적인 변형을 하기 때문에 기지내의 아결정립이 발달하지 않은 부분에서 새로운 아결정립들을 연속적으로 발달하

여가기 때문인 것으로 사료가 되었다.

### 참고문헌

1. W. Blum and P.D. Portella, Proc. of the 4th Riso Intern. Symp. on Metallurgy and Materials Science, pp. 161, Roskilde (1983).
2. G. König and W. Blum, Acta Metall. 25, 1531 (1977).
3. D. Caillard, J.L. Martin, Acta Metall. 30, 437 (1982).
4. D. Caillard, J.L. Martin, Acta Metall. 30, 791 (1982).
5. M.V. Heimendahl, Einführung in die Elektronenmikroskopie, Vieweg, (1970).
6. K. Schwarzkopff, Metall. 2, 119 (1969).
7. M.V. Heimendahl, W. Bell and G. Thomas, J. of Applied Physics 35, 3614 (1964).
8. P.H. Pumphrey and K.M. Bowkett, Phys. Stat. Sol. (a) 2, 339 (1970).
9. H.O. Martikainen, M.A. Korhonen and V. K. Lindroos, Phys. stat. Sol. (a) 75, 559 (1983).
10. 안 성욱, 대한금속학회지, 30(3), 247 (1992).