

## EBSD 기법을 이용한 Gamma TiAl의 마이크로 조직파괴에 관한 연구

김윤해\* · 우병훈\*\* · 배창원\*\*\* · 배성열\*\* · 문경만† · Y-Higo\*\*\*\*

(원고접수일 : 2006년 8월 25일, 심사완료일 : 2007년 3월 21일)

### A Study on Gamma TiAl Micro-structural Fracture with EBSD Technique

Yun-Hae Kim\* · Byung-Hoon Woo\*\* · Chang-Won Bae\*\*\* · Sung-Yeol Bae\*\* ·  
Kyung-Man Moon† · Yakichi Higo\*\*\*

**Abstract :** A backscatter Kikuchi diffraction attachment to an SEM enables the convenient investigation of grain orientations on bulk or micro surface. Their relation to micro structural features gives insight into many aspects of anisotropic materials properties. In micro area such as Micro Electro Mechanical Systems(MEMS) devices is required in order to improve understanding of how they may be expected to perform upon the micro scale. Electro Back Scatter Diffraction (EBSD) helps us to find uniform area as MEMS material. The  $\gamma$ -TiAl has two different lamellar structures  $\gamma/a_2$ -Ti<sub>3</sub>Al phase which have shows  $\{111\}\gamma // \{0001\}a_2$  plane indexing. The micro size testing specimen was successfully made by this structural relation. Interlamellar structure specimen averagely show 20~25% lower fracture toughness value compare with translamellar specimens. Moreover micro fracture surface and micro crack progress were observed.

**Key words :** EBSD(Electro Back Scatter Diffraction), MEMS(Micro Electro Mechanical System), Interlamellar(인터라멜라), Translamellar(트랜스라멜라), FIB(집적 이온빔)

### 1. 서 론

MEMS(micro electro mechanical systems)는 시스템의 경박단소화를 추구하는 최근의 기술 추세에 의해 발전되어진 분야이다. 그 뜻은 마이크로

미터 크기의 전기적이면서도 기계적인 시스템이라고 말할 수 있으며, 이에 따라 미소기전시스템이라고 부르기도 한다. 이는 어떻게 하면 더 가볍고, 얇고, 작으면서도 동시에 복합적인 기능을 수행할 수 있는가 하는 것이다. 반지만한 크기의 휴대폰은 짧은 기

† 교신저자(한국해양대학교 기계소재공학부), E-mail:lab@hhu.ac.kr, Tel:(051)410-4352

\* 한국해양대학교 기계소재공학부 교수

\*\* 한국해양대학교 대학원 재료공학과

\*\*\* 한국해양수산연수원 교수

\*\*\*\* 동경공업대학 교수

간 '경박단소'를 실현한 예라고 들 수 있다. 또 잉크젯 프린터, 디지털 마이크로미터, 디스플레이 등과 몸 속을 돌아다니며 치료하는 나노 로봇 등 상상을 초월하는 제품들이 등장하리라 예상되고 있다<sup>[1]</sup>.

한편 MEMS는 반도체 기술의 발달로부터 발전하게 된 기술이라고 할 수 있다. 반도체 기판 상에 전기적인 소자 뿐만 아니라 기계적으로도 움직이는 장치를 만들기 시작했다. 기초적인 기계들로 기어, 축, 모터와 같은 것이 있고, 최근기술로 외부 충격을 받아 자동차의 가속도를 계산해 에어백을 터뜨리는 결정을 내리는 마이크로 가속도계 혹은 캠코더를 들고 있는 사람의 손목 떨림으로부터 각 가속도를 검지하여 이를 전기적으로 보상해 줌으로써 화면을 떨리지 않게 해 주는 마이크로 자이로스코프 등을 들 수 있다. MEMS프로세서를 제작하는 공정으로써 실리콘을 이용한 Diffusion공정이나 Ion implantation, Deposition, Lithograph, etching, Surface micromachining 및 LIGA (Lithographie Galvano-formung Abformung) 기술 등이 있다. 그러나 마이크로 재료를 사용하는데 있어서 아직 많은 제약이 있는 것이 사실이다. 마이크로 재료의 기계적 특성 평가법이나 기준이 명확히 확립되어 있지 않기 때문에 실제 응용제품을 위해서는 신뢰성 평가에 대한 많은 연구가 이뤄져야 한다<sup>[2]</sup>. 한편, 재료 표면 손상의 평가에서 파괴인성평가는 마이크로 크기 재료의 매우 중요한 평가 중 하나이다. 그러나 현재 박막재료와 마이크로 사이즈 재료에 대한 파괴인성 등의 기계적 성질 평가 장치가 많이 존재하지만 시험장치와 실험방법에 대해서는 여러 문제점을 가지고 있다. 확실한 시험법 역시 확립되어 있지 않다. 그렇기 때문에 방위가 일정하고 특성을 가지는 재료를 쓰는 것은 중요하다. 그러므로 재료에 있어서도 금속의 경우 단결정을 사용하거나 아몰포스 구조를 사용할 수밖에 없다. 본 연구에서 사용하고자 하는  $\gamma$ -TiAl은 가벼운 무게, 높은 강도와 고온에서의 높은 파괴 저항력 때문에 여러 분야의 우수한 재료 후보자로 고려되어져 왔다. 그 중 대표적인 것이 항공기 및 자동차 분야에 많은 연구가 이루어져 왔으며 자리매김해 왔다<sup>[3],[4]</sup>. MEMS분야에서  $\gamma$ -TiAl을

사용이 기대되어지는 부분으로 대기권의 극고온(약 400°C)을 견딜 수 있어야 하는 로켓의 센서를 들 수 있겠다. 무게의 감소는 연료의 감소로 이어지고 비용의 감소로 이어질 수 있기 때문이다<sup>[5]</sup>. 일반적으로  $\gamma$ -TiAl은 2개의 라멜라상으로 이루어져 있다. 주 상으로서  $\gamma$ -TiAl (L10 규칙 face center cubic)과 두 번째 상으로서의  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al(규칙 hexagonal DO<sub>19</sub>)이다<sup>[6]</sup>. 고온용 MEMS 재료로서 이 재료가 고려되어지는 이유는 고온에서 기계적 성질의 우수함과 높은 Creep 특성을 들 수 있다. 또 일반적인 콜로니의 크기도 1mm이상이기 때문에 시험편을 얻는데 있어서 용이하다. 하지만 기존 연구의 마이크로 시험편을 얻어내는데 있어서는 많은 문제점을 가지고 있었다. 문제점으로 규칙 라멜라 구조를 지니는 Interlamellar 구조와 Translamellar 구조를 얻어내는데 있어서 Ion-radiation을 한 후 눈으로 그 영역을 찾았지만 내부의 조직을 알기도 힘들고 정확한 Interlamellar, Translamellar 구조를 찾는 것이 매우 힘들었다<sup>[7]</sup>. 그래서 본 연구에서는 EBSD(Electro Back Scattered Diffraction pattern)을 이용하여 금속의 마이크로 결정방위를 정확히 파악함과 더불어 아직 마이크로 시험편 파괴인성에 대한 명확한 시험법이 없지만 마이크로 인텐터를 이용하여 Interlamellar 시험편과 Translamellar 시험편의 파괴 형태에 따른 인성변화를 파악하고자 한다.

## 2. 시험방법

### 2.1 EBSD 기법에 의한 금속 결정 방위 분석

금속재료의 결정방위를 측정하기 위한 방법으로 X-선 회절법과 투과 전자현미경을 이용한 전자 회절법이 있다. X-선 회절법은 측정시편의 측정방법이 비교적 간단하기 때문에 가장 널리 사용되는 방법이나 측정원으로 X-선을 사용하기 때문에 측정 분해능이 수십 마이크로 미터에 이르러, 미세 영역의 방위 결정에는 적합하지 않다. 따라서 미세 조직의 방위 결정을 알기 위해서는 투과현미경을 이용한 전자 회절법이 널리 이용되고 있다. 그러나

투과 전자현미경의 경우 시편 준비가 까다로울 뿐 아니라, 홀 주위의 극히 미세한 영역만을 관찰할 수 있기 때문에 재료의 전체적인 특성을 파악하는 데는 어느 정도 한계가 있을 수 밖에 없다. 이러한 단점을 보완하기 위해 SEM에서 입사각과 고각을 이루는, 후방으로 산란되는 Kikuchi 회절도형으로 결정 방위를 측정하는 EBSD(Electro Back Scattered Diffraction)법이 개발되었다. EBSD 측정은 SEM에서 이루어지기 때문에, 투과 전자현미경에서의 CBED법과 비교할 때 정확도와 분해능은 떨어지지만 시편의 준비의 용이성과 원하는 영역을 찾아 측정할 수 있다는 점과 일정영역의 mapping이 가능하다는 장점이 있다. 기본적으로 EBSD는 이미지 형성 깊이가 10-20nm에 불과하기 때문에 Nano소자가 multi layer로 존재하는 경우에도 하부 layer에 영향없이 각 layer만의 정보를 얻을 수 있다는 장점이 있어 Nano 소자의 새로운 분석기술로 관심을 모으고 있으며, 그 밖에 재결정 초기의 핵생성 기구 연구, 아결정립의 연구 등과 같이 미세결정립의 방위관계 연구를 위해 고분해능 EBSD 기술의 개발이 요구된다<sup>[8]</sup>.

## 2.2 가공방법 이온 임플란테이션

이온 임플란테이션 방법은 실리콘 웨이퍼에 불순물을 주입하는 방법으로 현재 집적회로를 제작하는 반도체 공정에서는 diffusion공정 보다는 이온 임플란테이션을 주로 사용한다. 이온 임플란테이션은 diffusion 공정에 비해서 정확한 양의 불순물을 실리콘 내부로 주입할 수 있다. 또한 diffusion에 비해서 작은 영역에 불순물을 넣을 수 있다는 장점을 가지고 있다. 그 이유는 lateral diffusion현상이 나타나지 않기 때문이다. 이온 임플란테이션은 불순물을 매우 빠르게 가속시켜서 실리콘 웨이퍼에 충돌을 시키면서 불순물을 주입하는 데 이때 불순물이 웨이퍼에 충돌을 조절하면 깊이 불순물을 주입할 수가 있다. 이렇게 되면 우리가 원하는 방향으로만 불순물을 주입할 수 있게 되고 우리가 원하는 영역에만 불순물이 들어가게 되는 것이다<sup>[11]</sup>. 이온 소스로는 Ga<sup>+</sup>이온을 사용되었으며 높은 분해능 때문에 수 $\mu$ m 구조물을 제작하는 것이 가능하다.

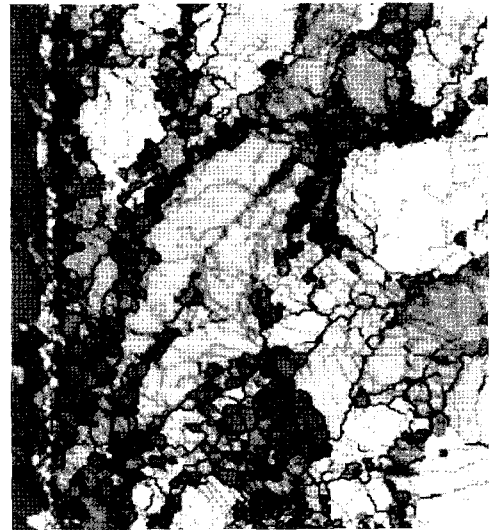
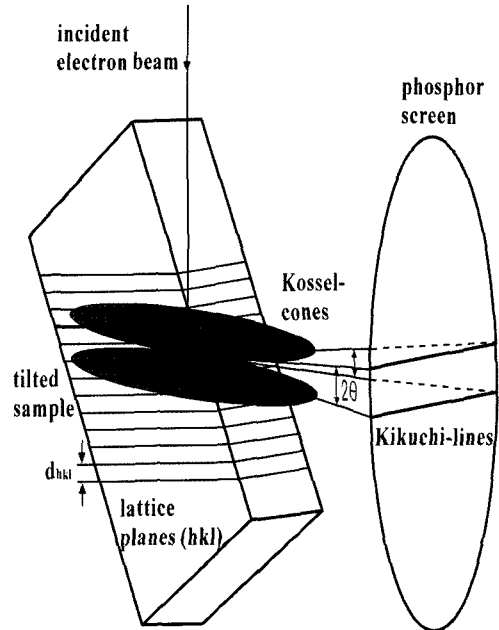


Fig. 1 Formation of a backscatter Kikuchi band (schematic).

## 2.3 마이크로 시험편의 파괴인성에 관한 시험법

본 실험은 기본적으로 ASTM E399의 파괴인성에 관한 실험을 기본으로 실시되었다<sup>[9]</sup>. Fig. 2는 실험에 사용되어진 시험기로써 마이크로 시험편에 힘을 가하기 위한 액추에이터 TERPENOL\_D (TeDyFe)이고 그것에 의해 얻어지는 변위 범위는  $\pm 10\mu$ m 변위분해능은 10nm이다. 재료표면의 마

이크로 영역의 기계적 성질을 측정하기 위한 방법으로 나노 인덴테이션법을 사용하였다. 하중측정을 위해 변위 게이지식의 로드셀이 이용되었으며 변위 관찰을 위해 3000배의 CCD 카메라를 이용하여 마이크로 사이즈를 모니터로 실시간 확인 후 파괴 인성시험을 시작하였다. X-Y스테이지는 변위를 정확히 결정하기 위한 실험장치로써 0.01 $\mu\text{m}$ 의 변위 결정 능력과 위치제어의 오차는 0.1 $\mu\text{m}$ 이하이다. 마이크로 사이즈에 가해진 하중, 변위는 매우 작기 때문에, 시험장치 전체를 방진장치 위에 설치되어져 있다. 또 시험기 본체는 항온 항습으로 유지되어진 Class 10000의 크린 룸 안에 설치되어져 있다.

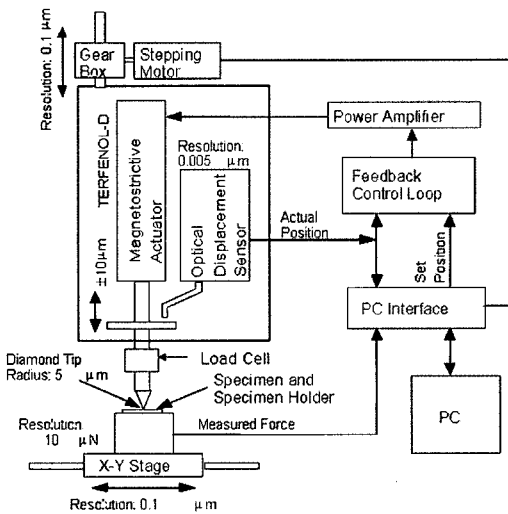


Fig. 2 Block diagram of mechanical testing machine for micro sized specimens.

### 3. 실험

사용된 재료의 조성은 Ti-45.6Al-2.25Nb-1Cr-0.7Mn-0.15C-0.1Si at%이다. 가로 10mm, 세로 10mm, 길이 150mm 봉을 방전가공기(EDM)를 이용하여 100 $\mu\text{m}$ 두께의 박막으로 절단하였다. 마이크로 시험 중 윗면과 아랫면의 가공 중 변형을 최소화 하기 위하여 기계연마를 양면에 모두 해주었다. 연마지(2000#)로 양면 각각 두께 35 $\mu\text{m}$ 까지 연마를 해주었다. 35 $\mu\text{m}$  이상에서는 작은 충격만으

로도 부서지기 쉽기 때문에 거울면을 만들어주는데 초점을 맞추기 보다는 벤딩 및 기울기 없이 평평한 면을 만들어 주는데 주안점을 두었다. 변형층을 제거하기 위해서 과염소산 : 부탄 1ol : 메탄올=1 : 6 : 13의 비율로 전해 연마를 해주었다. 이를 EBSD를 이용하여 표면의 정보로 내부 정보도 알아 보기 위하여 라멜라 구조로 되어있는  $\gamma$ -TiAl은 FCT구조인  $\gamma$  상의 {111}면과 HCP 구조인  $\alpha_2$  상의 {0001}면이 평행을 이루는 것과  $\langle 11\bar{0} \rangle_{\gamma} // \langle 11\bar{2} \rangle_{\alpha_2}$ 이라는 면관계에 대한 EBSD의 결과를 토대로 계면에 대한 정보 및 방위에 대한 정보를 알 수 있다<sup>(10)</sup>. 정확한 Interlamellar 및 translamellar구조를 찾은 DATA를 이용하여 금속표면에 표시를 한 다음 FIB를 이용하여 Fig.3과 같은 방위로 시험편을 제작하였다. 시험편의 크기는 두께가 25 $\mu\text{m}$ , 폭 10 $\mu\text{m}$ , 길이가 50 $\mu\text{m}$ 이다. 노치의 크기와 두께의 비인 a/w비는 약 0.3~0.5를 기준으로 하여 노치(notch)를 넣었다.

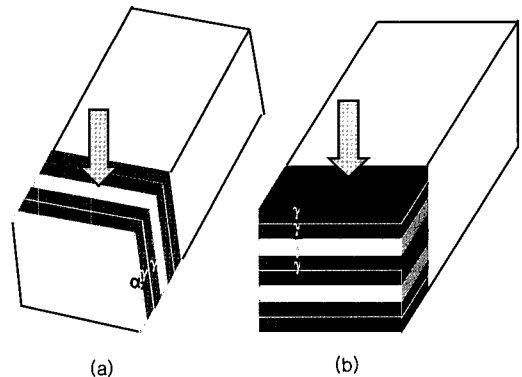


Fig. 3 Orientation of introduced notch related to a lamellar orientation showing samples intended to (a) Inter lamellar mode (b) Trans lamellar mode.

### 4. 실험 및 고찰

#### 4.1 EBSD 분석 결과

실험결과 EBSD를 이용한 결과에서 Fig.4, Fig.5와 같이 표면의 라멜라를 방위의 변화에 따

라 각각의 색으로 나타나 있는 것을 알 수 있었다. 그리고 그 라멜라는 주로  $\gamma$ 상의 FCT(Face Centered-Tetragonal)구조가 거의 대부분을 차지하는 것을 알 수 있었고  $\gamma$ 상 사이 영역에 소수 영역  $\alpha$ 상이 있는 것을 알 수 있었다. 방위에 따른 결과로  $\gamma$ 상의 {111}면과  $\alpha$ 상의 {0001}면이 접하는 평행면이라는 것을 생각하여 pole figure에서 {111}면에 대한 pole figure의 정보를 얻을 수 있었다. 이 정보를 기본으로 하여 각각 시험편의 표면 mapping 되어진 영역 중에서 {111}면이 표면과 수직인 Interlamellar구조와 {111}면이 표면과 수평을 이루는 평행한 면 Translamellar 구조를 선별하였다. 그 결과 금속 표면상에서 Fig.4, Fig.5와 같은 영역을 발견할 수 있었고, 면에 따른 면족(planes of family or form)은 이온 라디에이션 한 후의 금속면 라멜라의 방위를 확인하였다. 라멜라 방위와 pole figure의 방위가 일치함을 확인한 다음 Fig. 6과 같이 FIB화면과 라멜라 각을 정확하게 맞춰서 빔으로 가공하였다. 하지만 Fig. 7과 같이 표면 라멜라 방위가 Interlamellar구조로 간주하여 시험편을 제작하여 파괴 시험을 하였지만, 시험 내부측 cantilever 파면 밑 부분에 결정 방위가 약 15°정도 기울어져 있는 Translamellar로 결정 방위가 바뀌었다. 이런 경우 정확한 마이크로의 파괴에 대한 파괴인성치의 규명이 어렵기 때문에 충분한 크기를 가진 콜로니의 중간부분에 여유 구역을 두고 시험편을 가공하여야만 한다. 또 콜로니의 계면이 바뀌는 곳도 주의하여 제작하여야 한다. Fig. 8과 Fig. 9는 시험후의 파단면을 보여준 것이다. Fig. 8의 Interlamellar구조는 Translamellar구조에 비하여 상대적으로 깨끗한 파면을 나타내는 것을 보여준다. 평면 변형 파괴인성을 이용한 계산에서도 약  $3.77 \sim 4.4 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 로써  $5.47 \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 보다 약 20~25%정도 작은 것을 알 수 있었다. 그에 반해 Translamellar구조는 우선 파괴가 노치를 통해 일어나지만 크랙이 계면을 따라 전진되다가 면파괴가 다시 일어나는 순서로 일어나서 변위-하중 그래프가 지그재그 형태

로 일어나는 것을 확인할 수 있었다. Table 1에서의 결과를 보는 것과 같이 상대적으로 큰 파괴인성치를 나타내는 1~3번 시험편이 Translamellar 구조이다. 그리고 4~6번이 interlamellar구조이다. 시험에 따른 파괴 인성치의 값은 차이가 크지 않지만 크랙이 일어나기 위한 면 적분값은 충분히 크다는 것을 알 수 있었다. 금후의 연구에서는 면 적분에 대한 시험값의 비교가 더 정확한 재료파괴 인성 비교가 될 수 있을 것으로 판단된다.

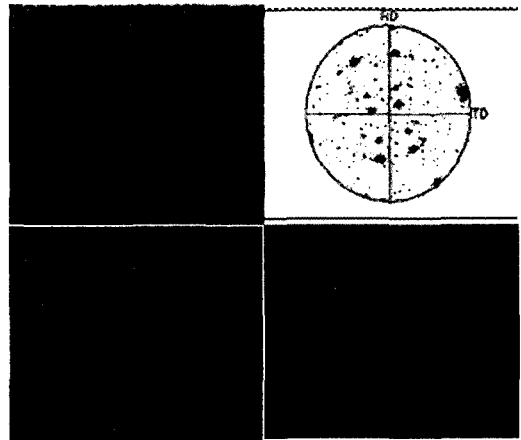


Fig. 4 EBSD result : Interlamellar structure area (a) Normal direction (b) Pole figure of {111}plane (c) Rolling direction (d) Transverse direction.

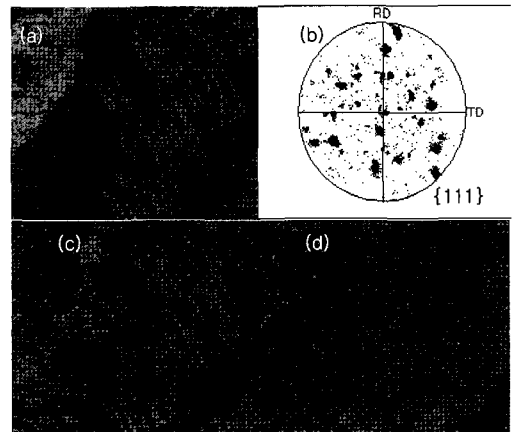
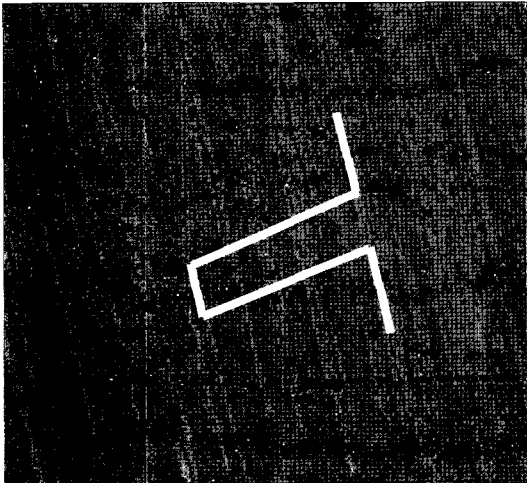


Fig. 5 EBSD result : Translamellar structure area (a) Normal direction (b) Pole figure of {111}plane (c) Rolling direction (d) Transverse direction.

**Table 1** Fracture toughness data from micro sized sample

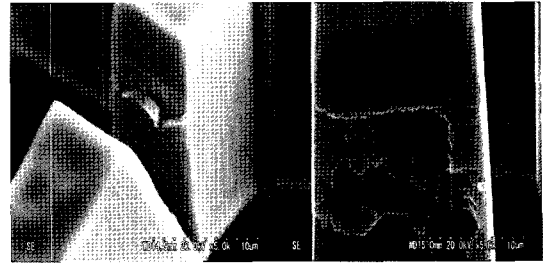
Specimen	Load (P) / mN	Fracture toughness (K <sub>Q</sub> )/MPa√m
1	22.4	5.20
2	21.3	5.47
3	22.3	5.94
4	16.01	3.77
5	20.21	4.48
6	22.54	4.93



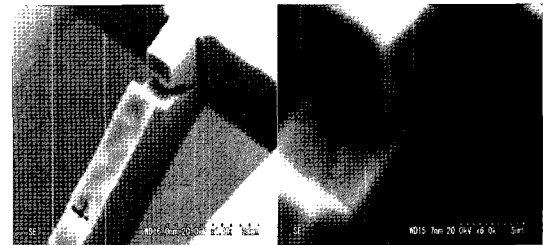
**Fig. 6** Fabricate cantilever beam parallel the Interlamellar structure's EBSD result.



**Fig. 7** Micro sized fracture toughness samples showing interlamellar failure with some section of translamellar failure. The image taken at 30° vertical tilt.



**Fig. 8** S.E.M images of samples interlamellar failure mechanism. (K<sub>Q</sub>=3.77 MPa√m).



**Fig. 9** S.E.M images of samples with translamellar failure mode (K<sub>Q</sub>=5.47 MPa√m).

## 5. 결 론

고온용 MEMS 재료로 사용이 기대되어지는  $\gamma$ -TiAl의 마이크로 사이즈 시험편의 제작 및 시험이 EBSD를 이용하여 이뤄졌다.  $\gamma$ -TiAl은 mode 시험에 있어서 서로의 라멜라 방향의 영향 때문에 크랙의 진전의 변화가 매우 심하다. 그러므로 마이크로 크기에서 조직에 대한 정확한 선별 없이는 MEMS 재료로 사용하는데 있어서 어려움이 많다. 또 이 결과는 터빈 블레이드로 사용되고 있는 이 재료의 마이크로 사이즈를 조정함으로써 매크로 사이즈의 기계적 특성 역시 조절하는 것이 가능하리라 기대된다. Interlamellar 구조의 시험편에 있어서 그 값은 약 4.00 MPa√m 되는 것을 알 수 있었고 Translamellar 구조는 약 5.4 MPa√m 의 파괴 인성을 가지는 것을 볼 수 있었다. 이는 앞의 Macro 시험편의 시험결과 보다 1/3 정도의 크기 밖에 되지 않는다는 것을 확인할 수 있었다<sup>[11]</sup>. 이는 크랙의 진전에 있어서 석출물이나 계면이 크랙의 진전을 방해하는 것과 같은 것으로 이해하면 될 것이다.

## 참고문헌

- [1] 윤준보, 조일주, 최윤석, 알기 쉽고 재미있는 MEMS 이야기, 2004
- [2] S. Hata, K. Sato, and A. Shimokobe :proc. Part of the Conference on Device and Process Technology for MEMS and Microelectronics pp.97-108 (1999)
- [3] P.A.McQuay. Cast Gamma TiAl Alloys: Are We There Yet? in Proceedings of Third International Symposium on Structural Intermetallics (ISSI 3), Structural Intermetallics 2001, TMS, Warrendale, USA. 2001
- [4] E.A.Loria, Quo Vadis Titanium Aluminide. Intermetallics, pp. 997-1001, 2001. 9
- [5] Jean Benoit, Micro and Nanotechnologies: a Challenge on the Way Forward to New Markets Materials Science & Engineering .pp.254-257, 1998
- [6] K.T.Venkateswara-Rao, et al., Fatigue Crack Growth and Fracture Resistance of a Two-phase ( $\gamma + \alpha_2$ )TiAl Alloy in Duplex and Lamellar Microstructures. Materials Science and Engineering .A 192/193, pp.474-482, 1995
- [7] T.P.Halford, K.Takashima, Y.Higo &P.Bowen, The Fracture Toughness Properties of Micro Sized High Strength  $\gamma$ -TiAl ATEM03, JSME-MMD 2003
- [8] Robert A. Schwarzer, Automated Crystal Lattice Orientation Mapping Using a Computer-controlled SEM, 1997
- [9] ASTM, Standard E 399: Standard Test Method for Plane-strain Fracture Toughness Testing of Metallic Materials. Annual Book of ASTM Standards, pp. 443-473, 1997
- [10] M. Yamaguchi and H. Inui, Structural Intermetallics(edited by R. Darolia, J. J. Lewandowski, C. T. Liu, P. L. Maracle and M. V.nathal). TMS, Warrendale, Pa, pp.127, 1993
- [11] T.P.Halford, "Fatigue and Fracture of a High Strength, Fully Lamellar  $\gamma$ -TiAl based Alloy", PhD Thesis, The University of Birmingham, 2003
- [12] 材料の強度と破壊の基礎, 村上理一, 金允海, 楠川量啓, 西日本法規出版

## 저자 소개



## 김윤해(金允海)

1983. 2. 한국해양대학교 졸업, 1990. 3. 일본도쿠시마대학교 대학원 졸업(공학석사), 1993. 3. 일본규슈대학교 대학원 졸업(공학박사), 1997. 8. 미국국립표준과학연구소 객원교수, 현. 한국해양대학교 기계소재공학부 교수



## 배창원(배창원)

1960년 10월 7일생, 1983년 한국해양대학교 기관학과 졸업, 1997년 한국해양대학교 대학원 재료공학과 수료(공학석사), 2003년 한국해양대학교 대학원 재료공학과 수료(공학박사), 1994년~현재 한국해양수산연수원 교수



## 배성열(裴成烈)

1981년 7월생, 2006년 한국해양대학교 기계·시스템 공학부 졸업, 2007.6~현재 동 대학 재료공학 대학원 석사과정

**문경만(文慶萬)**

1976년 한국해양대학교 기관학과 졸업  
(공학사), 1978년 한국해양대학교 대학  
원 졸업(석사), 1992년 일본 나고야대  
학 졸업(박사), 현 한국해양대학교 공  
과대학 기계소재공학부 교수