

# 연성-취성 천이 온도 평가를 위한 미소 스케일 기반 비파괴적 방법

오연주<sup>1</sup>, 고원석<sup>2</sup>, 장재일<sup>3</sup>, 한흥남<sup>1,\*</sup>

<sup>1</sup>서울대학교 재료공학부, <sup>2</sup>울산대학교 첨단소재공학부, <sup>3</sup>한양대학교 신소재공학부

## 1. 서론

핵융합 에너지, 항공 우주 및 전자 소자 분야와 같은 첨단 산업에서는 주기적인 피로 하중과 고온, 또는 플라즈마 조사 환경을 견딜 수 있는 내구성 높은 소재가 요구된다. 동시에, 이러한 최첨단 응용 분야에서 이슈가 되는 마이크로 장치나 플라즈마 조사에 의한 손상 층은 평가 영역이 수십 마이크로 미터 수준으로 매우 한정적이기 때문에, 서비스 수명 동안 물리적으로 손상된 재료의 구조적 결함과 노화를 평가할 수 있는 소규모 물성 평가 기술 개발 또한 매우 중요시되고 있다. 따라서, 최근에는 정밀 제조 기술의 발전으로 투과 전자 현미경(Transmission Electron Microscope, TEM), X선 회절(X-ray Diffraction, XRD), 나노압입시험(nano-indentation) 또는 전산모사(computer simulation) 등의 첨단 기술을 이용해 소규모 물성 평가 기술을 개발하기 위한 연구가 활발히 진행되고 있다 [1-3].

재료의 구조적 안정성을 대표하는 물성치 중, 특히

연성-취성 천이 온도(Ductile-to-Brittle Transition Temperature, DBTT)는 체심 입방체 구조(bcc)를 가지는 금속재료를 연구할 때 재료의 수명과 관련하여 매우 중요하게 다뤄지는 특성이다[4]. 금속재료의 DBTT는 일반적으로 진자식 해머 운동에 의한 샤르피 충격 시험기를 이용하여 측정된다. 샤르피 충격 시험은 노치(notch)가 새겨진 시험편에 해머로 충격을 가하여, 충격력에 대한 재료의 충격 저항을 시험함으로써 재료의 인성 또는 취성을 평가하는 시험법이다. 하지만 이러한 고전적인 방법은 평가 영역이 마이크로/나노 수준으로 국한된 재료에는 적합하지 않기 때문에, 재료공학자들은 소규모 펀치 시험(small-punch test), 노치 시험편을 사용한 in-situ TEM 기법 등을 개발하여 DBTT 평가 스케일을 축소하기 위해 꾸준히 노력해왔다. 이러한 새로운 시험법들은 나노/마이크로 수준의 소규모 재료에 적용 가능하다는 점에서 높이 평가되지만, 파괴적인 방법론이라는 점에서 취성 재료에 적용하기에는 여전히 어려움이 따른다. 충격 시험편에 날카롭고 균일한 노치를 제작하기 위해서는 보통 주기적인 피로



(fatigue) 시험이나 방전 가공이 사용된다. 이들은 합리적인 비용과 높은 정확도로 재료의 손상 가능성을 최소화하면서 날카로운 노치를 가공할 수 있는 방법이다. 하지만 텅스텐과 같이 취성이 강하다고 알려진 재료들은 DBTT가 상온보다 높아 작은 충격에도 쉽게 파단이 일어나며, 정교한 피로 시험이나 방전가공으로도 균일한 노치를 새기기 어렵기 때문에 노치가 필요한 파괴시험법을 통해 신뢰할 수 있는 물성 값을 얻기가 어렵다 [5]. 더 나아가, 파괴시험법을 통해 측정된 취성 재료의 파괴 인성은 노치 규격이나 가공법에 따라 달라진다고 알려져 있어 표준화된 노치 규격이나 가공법이 명확하게 정해져 있지 않은 실정이다.

따라서 본 고에서는 오연주 외 5명의 저자가 저널 “Journal of Material Science & Technology(JMS & T)” [6]에 제안하였던, 텅스텐의 DBTT 평가를 위한 미소스케일 기반의 비파괴적 방법을 소개하고자 한다. 2011년 ITER Council에서 플라즈마 대면 부품으로서 순수 텅스텐을 채택한 이래로 텅스텐 소재에 관한 연구량이 급증하고 있는 추세이다[7]. 텅스텐의 기초 물성 뿐만 아니라 중수소, 헬륨 등의 플라즈마 이온 조사에 의한 물성 변화에도 큰 관심이 더해지고 있다[8]. 하지만 텅스텐 재료 자체의 관심에 비해 이온 조사된 텅스텐의 기계적 물성을 평가하는 연구는 미비한 실정이다. 이는 핵융합로 내에서 텅스텐 재료에 가해진 플라즈마 이온 조사 깊이가 매우 얇아 손상층의 특성을 평가하는데 한계가 따르기 때문이다[9]. 보통 ITER 디버터 기준의 플라즈마 환경에서 텅스텐 재료의 손상층은 수십 마이크로미터 이내에 속하기 때문에, 벌크 물성을 제외한 손상층만의 물성 변화를 정량화하는 것은 매우 어렵다. 따라서 텅스텐의 물성을 조사하는 연구자들은 미소스케일에서 재료의 특성을 평가할 수 있는 소규모 기법에 큰 관심을 가지고 있다. 따라서, 본 연구진은 미소스케일에서 비파괴적으로 텅스텐 재료의 파단특성을 예측하고, DBT 거동을 분석할 수 있는 새로운 기법을 개발

하고자 하였다.

## 2. BDT 거동 평가를 위한 컨셉 제안

재료의 파단은 가해진 응력(stress)으로 인하여 2개 혹은 여러 개의 조각으로 분리되는 현상이다. 금속에서 파단은 크게 연성(ductile)과 취성(brittle) 파단, 두 가지로 나뉘어진다. 연성 파단은 파단 전에 높은 에너지를 흡수하며 충분한 소성변형(plastic deformation)을 한 뒤 나타나는 파단 유형을 나타내며, 균열(crack)의 진행 속도가 비교적 느리고 안정적인 편이다. 취성 파단은 파단 전에 소성변형을 거의 혹은 전혀 일으키지 않아 에너지 흡수량이 적은 파단을 일컫는다. 취성 파단 시, 균열의 진행속도는 매우 빠르며 소성변형이 거의 일어나지 않기 때문에 매우 불안정한 편이다. 이 두 유형의 파단은 모두 시험 온도에 영향을 받으며, 온도에 따른 이 둘 간의 경쟁관계로부터 재료의 궁극적인 파단 유형이 결정된다. 거시적으로 재료에 응력이 가해질 때, 재료 내부의 에너지적으로 불안정한 위치에서 국부 응력이 급격하게 증가하게 된다. 이 때, 소성 변형의 시발점이 되는 전위(dislocation)나 취성 파단을 일으킬 수 있는 균열이 생성 또는 성장하게 되어 결국 재료의 파단까지 이르게 한다. 재료 내 균열이 생기기 전에 전위가 먼저 생성되고 충분히 성장할 경우, 재료는 흡수한 에너지를 통해 소성변형을 일으키게 되고 궁극적으로는 연성 파괴에 다다른다. 하지만 재료 내에 전위가 성장하기도 전에 균열이 쉽게 생성되어 전파할 경우, 재료는 흡수한 에너지로부터 소성변형을 일으키지 못하고 바로 취성 파단에 이르게 된다[10]. 따라서 재료의 파단 거동을 이해하기 위해서는 전위 및 균열이 생성되고 성장하는 거동을 먼저 이해하고 그 두 요인의 경쟁 관계를 파악하는 것이 매우 중요하다고 할 수 있다.

다양한 온도에서 재료의 파단 유형을 예측하기 위

하여 그림 1과 같은 다이어그램을 제안하였다. 본 다이어그램은 온도에 따른 국부 유효 항복 응력(local effective yield stress)과 국부 유효 취성 파단 응력(local effective fracture stress)을 도식화한 그래프로, 주어진 온도에서 항복 현상과 취성 파단 현상의 상대적 확률을 비교함으로써 파단 유형을 예측하는 데 유용하다. 유효 항복 응력은 재료의 국부적인 영역에서 전위의 생성 또는 전위의 이동에 의하여 항복 현상(yield), 즉 소성변형의 시작을 일으킬 수 있는 응력을 말한다. 이는 재료에 이론적인 전단 응력과 피어스 장벽(peierls barrier)과 같은 고유 물성과 깊은 관련이 있다. 유효 파단 응력은 재료의 국부적인 영역에서 인장력에 의한 파단을 일으킬 때 필요한 응력을 말하는 것으로, 결정립계(grain boundary)가 분리되는 입계파단(intergranular fracture)과 결정립 내부에서 나타나는 입내 파단(transgranular fracture)의 두 유형으로 나뉘어진다. 만약 두 원자면을 영구적으로 분리시키려는 응력, 즉 유효 파단 응력이 소성에 필요한 국부 응력, 즉 유효 항복 응력보다 낮을 경우, 재료는 소성변형을 거의 혹은 아예 일으키지 못하고 바로 취성 파단을

겪게 될 것이다.

따라서, 본 연구에서는 위 다이어그램을 도식화하기 위하여 미소스케일에서 물성 측정이 가능한 나노압입시험과 원자스케일에서 재료의 파단 거동을 분석할 수 있는 분자동역학 시뮬레이션(molecular dynamics simulation)을 이용하였다.

### 가. 나노압입시험을 이용한 유효 항복 응력 측정

나노압입시험의 초기 압입 단계에서는 재료의 표면에 탄성 변형이 일어난다. 압흔 하중이 증가하면, 압입자 아래에 걸리는 응력이 소성 변형에 필요한 임계강도를 초과할 때까지 증가하다가 재료 표면에 탄성-소성 변이가 일어나게 된다. 그 임계점을 ‘팝인(pop-in)’이라고 부르며, 하중-변위 곡선(load-displacement curve)에서는 일정한 하중 조건하에서 변위가 급격하게 증가하는 형태로 관찰된다. 이러한 팝인의 원인은 전위의 핵 생성(dislocation nucleation), 전위 소스의 활성화(dislocation source activation), 또는 기존에 존재하는 전위의 이동(movement of pre-existing dislocations)으로 여겨지며, 이 모든 현상은 열적으로

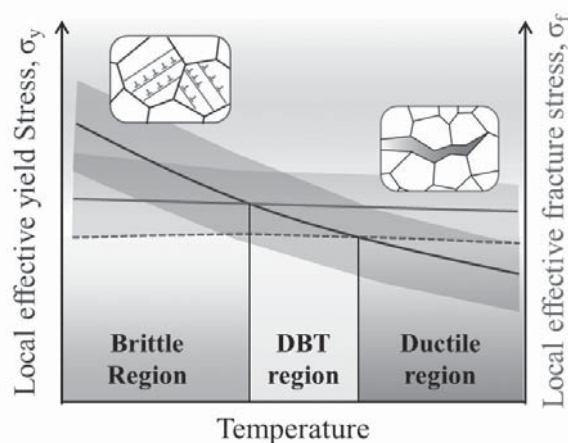


그림 1. 순수 텅스텐의 온도에 따른 파단 유형을 예측하기 위한 파단 분석 다이어그램 (온도에 따른 국부 유효 항복 응력과 국부 유효 파단 응력)

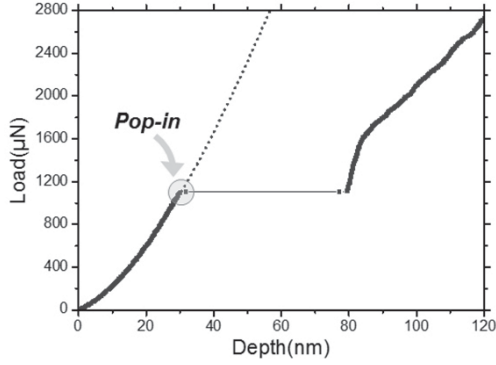
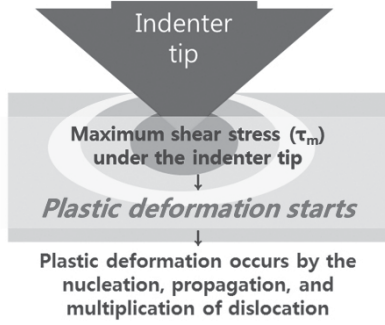


그림 2. 나노압입시험 시, 하중-변위 곡선에 나타나는 팝인 현상

활성화되는 과정이라고 알려져있다[11]. 따라서, 팝인 현상은 재료에 국부적으로 소성변형이 시작되는 현상이라고 간주되기 때문에, 본 연구팀은 파단 분석 다이어그램을 구성하는 유효 항복 응력을 팝인 지점의 전단 응력으로 정의하였다.

그림 2는 대표적인 나노압입시험 하중-변위 곡선이며, 압입 초기에서 선명한 팝인 현상이 나타나는 것을 관찰할 수 있다. 압입 시작부터 팝인 전까지 점선으로 피팅되어 있는 곡선은 헤르지안(hertzian) 탄성 곡선으로, 구형의 압입자에 대한 접촉 이론(contact theory)으로 풀어낸 이론 공식이다. 헤르지안 솔루션은 다음과 같이 정의된다[12].

$$P = \frac{4}{3} E_r \sqrt{Rh^3}$$

위 식에서 P는 압입하중, h는 압입 변위,  $E_r$ 는 reduced 탄성 계수, R은 압입자의 반지름이다. 첫 번째 팝인이 일어나고 나면 압입 곡선은 더이상 헤르지안 곡선은 따르지 않고 벗어나게 된다. 이는 재료의 탄성 구간이 끝나고 소성 변형의 상태가 시작되었다는 것을 의미한다. 이 때, 팝인 하중을 이용하여 탄성-소성 변이가 일어나는 최대 전단 응력(maximum shear stress)은 계산할 수 있다.

$$\tau_{\max} = \frac{0.47}{\pi} \left( \frac{4E_r}{3R} \right)^{2/3} P_p^{1/3}$$

이 때,  $P_p$ 는 팝인이 일어나는 하중을 나타낸다.

위에서 언급하였듯이, 나노압입시험의 팝인은 주로 전위 생성, 소스의 활성화 또는 기존 전위의 이동으로 발생하는 거동이며, 이는 모두 온도에 의존하는 열적 활성화 과정(thermal activation process)이다. 따라서 팝인이 일어나는 속도를 아레니우스 식(arrhenius equation)으로 표현하면 다음과 같이 팝인 과정에 필요한 활성화 엔탈피를 계산할 수 있다.

$$\dot{n} = \frac{dn}{dt} = \eta \exp\left(-\frac{Q - \tau_{\max} V^*}{kT}\right)$$

여기서,  $\eta$ 는 pre-exponential factor를, Q는 활성화 엔탈피를,  $V^*$ 는 활성화 부피를 나타낸다. 위 식을 다시 정리하면, 팝인의 최대 전단 응력을 온도에 대한 선형 관계식으로 나타낼 수 있다.

$$\tau_{\max} = \gamma_p' kT + \frac{Q}{V^*}$$

이 때,  $\gamma$ 는 팝인 속도와 관련된 인자로 그의 적분인 팝인의 누적 분포값(cumulative probability)에 따라

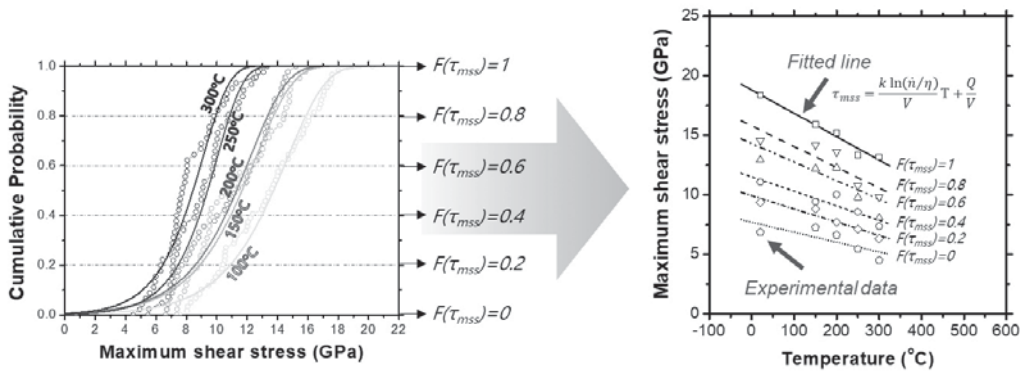


그림 3. (왼쪽) 나노압입시험으로 측정된 온도에 따른 최대전단응력의 누적 분포. (오른쪽) 최대전단응력 분포에서 누적함수 값이 각각 0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1에 해당하는 값들을 온도에 대한 선형 회귀 모델로 피팅 한 결과.

결정된다. 따라서 위 식은 팽인의 누적 함수값이 동일한 데이터들의 선형 피팅으로 구성된다고 볼 수 있다 [13, 14].

다결정 텅스텐 재료에서 발생할 수 있는 다양한 슬립 방향과 집합조직 의존성을 반영하기 위해 다양한 방위를 가지는 결정립에 대하여 나노압입시험을 진행하였다. 그림 3과 같이, 같은 온도에서 평가된 최대 전단 응력 분포값 중, 같은 누적 함수를 가지는 값끼리 선형 곡선을 그려 그림 1에서 붉은색 영역에 해당하는 온도에 따른 구부 유효 항복 응력분포를 완성하였다.

#### 나. 원자스케일 시뮬레이션을 이용한 유효 파단 응력 계산

텅스텐의 약한 결정립계와 벽개면(cleavage plane)은 텅스텐의 취화에 큰 영향을 준다. 따라서 텅스텐의 입내 파단과 입계 파단 강도는 파단 분석 다이어그램을 구성하는 매우 중요한 정보이다. 소성 변형의 영향을 제외한 파단 분석은 실험적으로는 쉽게 접근할 수 없기 때문에 시뮬레이션 기법을 도입해야만 한다. 가능한 시뮬레이션 방법 중 DFT(density Functional Theory) 계산은 결정립계의 고유 속성에 대한 가장 정확한 정보를 제공할 수 있으나, 이 방법만으로 다양한 균열 경로

방향과 온도를 동시에 고려하기에는 너무 높은 비용이 소모되어 파단 분석 다이어그램을 구성하는데 필요한 모든 정보를 얻기는 매우 어렵다. 따라서 DFT 계산과 분자동역학 계산을 적절하게 결합 및 이용하여 다양한 온도에서 일어날 수 있는 다양한 균열면의 특성을 계산하고자 하였다.

우선 DTF 계산을 이용하여 텅스텐의 원자간 포텐셜을 개발하기 위한 데이터기반(fitting database)을 구축하였다. 그리고 개발된 MEAM(Modified Embedded Atoms Method) 포텐셜을 이용하여 텅스텐 슈퍼셀의 분자동역학 계산을 수행하였다[15]. 텅스텐의 인장 파단 강도를 계산하기 위하여 단결정 모델과 이결정 모델이 사용되었다. 입내 파단을 모사하기 위해 생성된 단결정 모델은 각각 파단면이 [100], [110], [111]이 되도록 설정되었으며, 인장 로딩 방향으로 셀 크기가 45 Å 이상이 되도록 형성되었다. 입계 파단의 경우, 특수, 저각, 고각 결정립계를 포함하는 다양한 방위를 가진 [100], [110], [111] 대칭 경사 결정립계(symmetrical tilt grain boundary)를 대표 결정립계로 선정하였다. 각 결정립계는 x, y, z축으로 주기 경계 조건(periodic boundary condition)을 갖는 쌍결정체로 형성되었다(그림 4). 이 때, 인장 로딩 방향으로 쌍



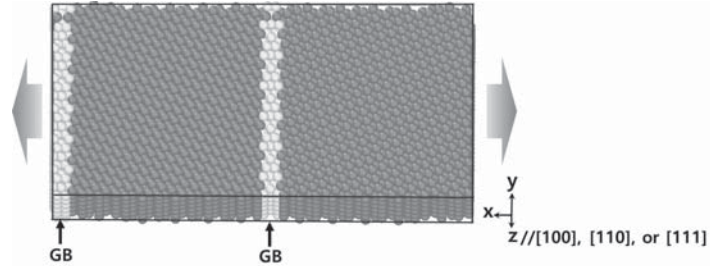


그림 4. 분자동역학 전산 모사에 사용된 대칭 경사 결정립계를 가지는 쌍결정체.

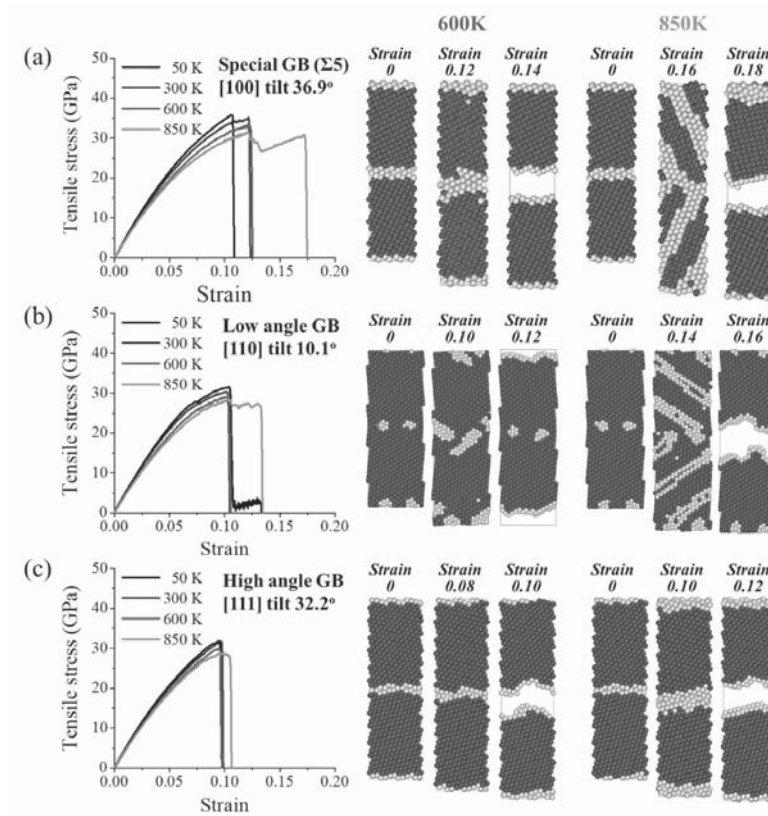


그림 5. 세 타입 ((a) [100] tilt 36.9°, (b) [110] tilt 10.1°, and (c) [111] tilt 32.2°)의 대칭 경사 결정립계를 가지는 쌍결정체의 인장 시뮬레이션 결과. 600K과 850K에서 각 인장 연신율에서의 원자 구조 스냅샷[16] (파란색 : bcc 텅스텐 구조를 가지는 원자, 회색 : 변형된 구조를 가지는 원자) [6]

결정체의 크기는 90 Å 이상이 되도록 설정되었다. 모든 단결정 및 이 결정 셀은 하중이 가해지는 도중 소성 변

형의 발생을 최소화하기 위해 인장 방향에 수직인 방향으로 가장 작은 치수를 설정해주었다. 먼저, 에너지 최

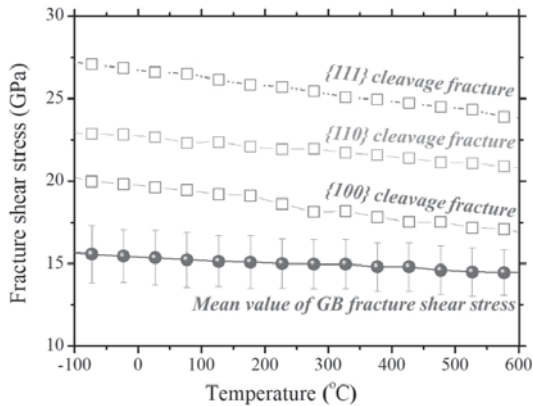


그림 6. 온도에 따른 벽계 파단 및 결정립계 파단 강도

소화(energy minimization) 프로세스를 이용하여 각각의 셀을 0K에서 평형화(equilibration)시킨 후, 추가 계산을 위한 가장 안정적인 구성을 선택하여 사용하였다.

다양한 종류의 벽계면 및 결정립계의 파단 강도를 계산하기 위해 파단면에 수직인 방향으로 인장 로딩을 가해주었다. 온도에 따른 파단 강도 변화를 평가하기 위해 0K부터 850K까지 계산을 수행하였다. 그림 5는 세타입의 결정립계에 대한 인장 시뮬레이션 결과를 나타낸 그래프이다. 모든 쌍결정은 인장 하중의 초기 단계에서 탄성 변형이 일어났으며, 소성변형없이 파단이 발생하였다. 온도가 증가할 경우, 파단 강도가 낮아짐이 관찰되었으며 일부 셀에서는 쌍정(twin)이 관찰되기도 하였다. 모든 경우에 대해서 최대 인장 응력일 때 파단이 일어났으므로 최대 인장 응력을 파단 응력으로 정의하였다. 이와 같이 얻어진 파단 응력을 그림 1과 같이 나노압입시험의 최대 전단 응력과 함께 도식화하기 위하여 전단 응력 상태로 변환해주었다. 최대 전단 응력은 일축 인장상태에서 수직 응력의 절반으로 정의되기 때문에 파단에 필요한 임계응력은 분자동역학 계산을 통해 도출된 최대 인장 응력의 절반으로 계산하였다. 그림 6은 전단 응력 상태로 변환된 입내 및 입계 파단

응력을 온도에 따라 도식화한 그래프이다. 다양한 파단 경로를 고려했을 때, 모든 온도대에서 입계 파단 응력이 입내 파단 응력보다 낮은 것을 알 수 있었다. 이 결과는 결정립계에서 일어나는 파단 유형이 텅스텐의 취화 특성에 가장 치명적임을 나타내며, 따라서 파단 분석 다이어그램을 구성하기 위하여 입계 파단 응력 분포를 사용하였다.

### 3. 파단 분석 다이어그램을 이용한 텅스텐 소재의 DBTT 예측

DBT 평가에 사용된 네 시편의 미세조직을 그림 7에 나타내었다. As-received 시편은 Plansee, SE에서 생산하는 상용 텅스텐 시트로, 일반적인 분말 야금법을 통해 80% 이상 치밀화 한 후, 열간 압연(hot rolling) 및 어닐링(annealing) 공정을 통해 최종적으로 100% 치밀화한 판재이다. 이 시편에 대하여 재결정(recrystallization) 온도 이하에서 추가

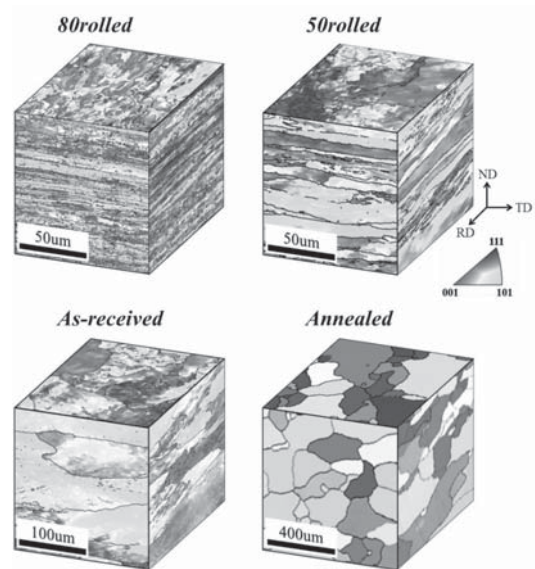


그림 7. 미세조직이 다른 네 종류의 다결정 순수 텅스텐 소재[6]

적인 냉간 압연(cold rolling)을 진행하였고, 압하율(rolling reduction)이 다른 두 냉간 압연재를 각각 50rolled(50% 냉간 압연된 판재)와 80rolled(80% 냉간 압연된 판재)로 명명하였다. 또한, 초기 시편을 1450°C에서 1시간 열처리하여 완전히 재결정된 시편을 제조하였다.

Section, 2에서 소개한 방법으로 결정된 네 시편의 파단 분석 다이어그램을 그림 8에 나타내었다. 통계학에서 신뢰구간을 설정할 때, 평균값에서 표준편차(standard deviation)의 두 배만큼 떨어진 영역을 컷오프(cut off) 값으로 가장 많이 사용한다. 데이터 분포에 로그 정규 분포 함수를 적용한 경우, 평균에서 표준편

차의 두 배만큼 떨어진 영역은 누적함수분포의 2.28 - 97.72 %에 해당한다. 따라서 그림 8의 파단 분석 다이어그램에는 2.28 - 97.72 % 해당하는 데이터 영역을 나타내었다. 붉은색으로 음영처리가 된 영역은 나노압입시험을 이용하여 측정된 국부적인 소성 변형이 시작될 때 필요한 전단 응력에 해당된다. 푸른색으로 음영처리가 된 부분은 분자동역학으로부터 계산된 입계 파단에 필요한 전단 응력 범위를 나타낸다.

나노압입시험으로 얻어진 팝인의 최대 전단 응력은 단일 결정립에서 특정 슬립 시스템이 작동할 때의 응력으로, 압입이 되는 결정립의 방위 정보에 따라 결정된다. 다결정 재료에서 거시적인 소성변형이 일어나기 위

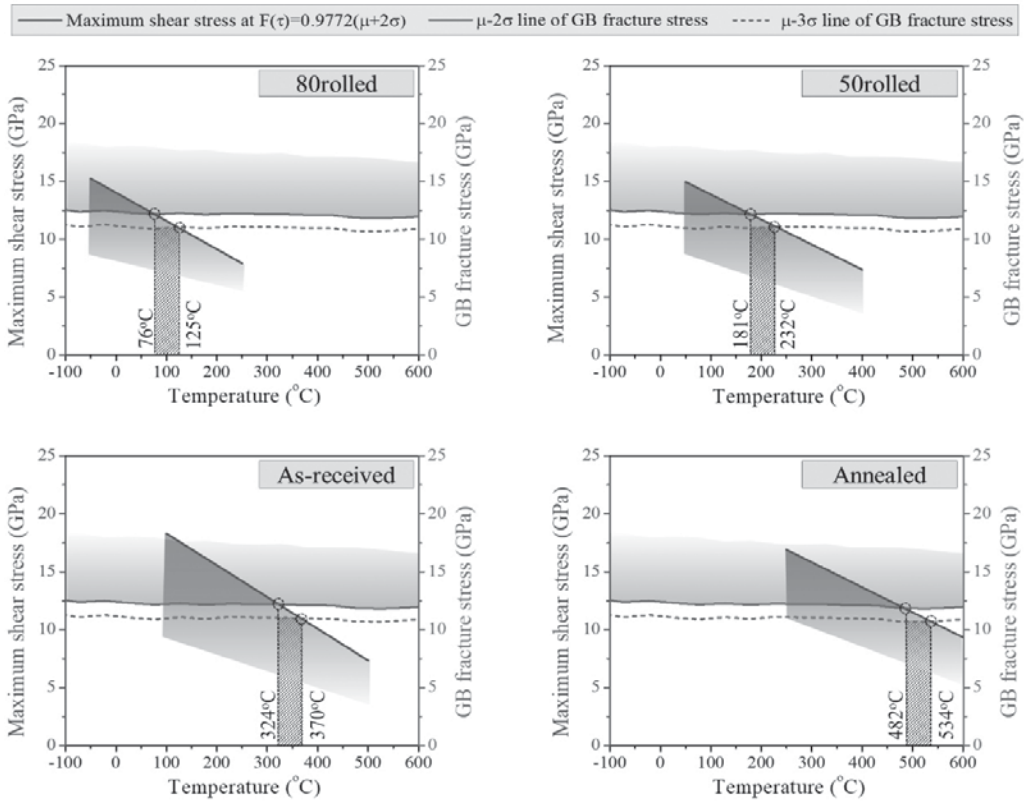


그림 8. 미세조직이 다른 순수 텅스텐 소재의 파단 분석 다이어그램[6]



해서는 최소 5개 이상의 인접한 결정립들 간의 변형 호환성(compatibility)이 만족되어야 한다. 즉, 단일 원자에서 팝인 거동이 일어날 수 있는 조건이 만족 되었다 하더라도 다결정 재료의 항복은 일어날 수 없다는 것이다. 따라서 소성 항복의 시작을 유발하는 응력 값을 대표하기 위해서는 여러 결정립에서 동시에 소성변형을 수용할 수 있는 범위의 값을 선택해야 한다. 새롭게 개발된 파단 분석 다이어그램에서는 나노압입시험의 최대 전단 응력 범위 중 2 표준편차의 범위에서 상한치에 해당하는 값을 유효 항복 응력으로 사용하였으며, 그림 8에는 붉은 선으로 표시하였다.

유효 파단 응력도 위와 같은 통계적 분석을 바탕으로 기준선을 결정하였다. 재료 내에 미소 균열이 처음 발생할 경우, 그 균열은 결합력이 가장 약한 경로를 따라 성장하여 재료를 거시적인 파단에 이르게 한다. 이때 균열의 발생은 전위의 생성보다 재료의 파단 유형을 결정하는데 더 치명적인 요인으로 작용되기 때문에 계산된 응력 범위의 하한치를 파단의 기준선으로 선택하는 것이 더 적합하다. 다결정 텅스텐 재료에서 균열은 파단 강도가 가장 낮은 결정립계에서 우선적으로 생성되어 아주 빠르게 전파하기 때문에, 극소의 확률이라도 균열이 발생할 수 있는 가능성을 아주 배제할 수는 없다. 따라서 파단 분석 다이어그램을 구성하는 취성 파단 응력의 기준은 2-표준편차(2-standard deviation)와 3-표준편차(3-standard deviation)를 모두 고려하여 하한치로 결정하였다. 이들은 그림 8의 푸른색 실선과 점선으로 각각 표시하였다.

이와 같이 파단 분석 다이어그램의 기준이 각각 결정되면, 그림 8에 보이는 바와 같이 다이어그램을 세 영역으로 나눌 수 있다. 유효 항복 응력선과 유효 파단 응력 선이 만나는 교점이 두 개가 발생하는데, 이 두 교점의 사이에 해당하는 온도 범위가 바로 텅스텐 재료의 연성-취성 변이가 일어나는 변이 영역(DBT range)에 해당한다. 변이 영역 이전에 온도 영역은 재료가 취

표 1. 미세조직이 다른 텅스텐 소재의 파단 분석 다이어그램으로 예측된 DBTT 영역

시 편	DBTT 영역 (°C)
80rolled	76-125
50rolled	181-232
as-received	324-370
annealed(recrystallized)	482-534

성 특성을 보이는 구간(brittle region)으로, 소성 항복에 필요한 전단 응력이 대부분 파단에 필요한 전단 응력보다 높다. 변이 영역보다 높은 온도 구간에서는 소성 변형에 필요한 전단 응력이 파단 응력보다 낮아 재료가 연성 파괴 유형을 보인다. 이 구간을 연성 영역(ductile region)이라 부르며, 이 온도 구간에서 재료는 전위의 생성 또는 이동을 통해 소성 항복 현상을 경험하게 된다. 반면, 변이 영역에서는 시편 치수나 하중 방향 등의 실험 조건 또는 열 변동과 같은 확률적 요인에 의해 파단 거동이 결정된다. 따라서, 이 온도 구간에서는 취성 파단 또는 소성 항복 현상이 확률적으로 발생하며 때로는 공존하기도 한다.

파단 분석 다이어그램을 이용하여 결정된 미세조직이 다른 네 종류의 텅스텐 재료의 DBTT 영역은 다음의 표 1과 같다.

#### 4. 거시 물성 평가법과의 비교를 통한 미소스케일 기반 DBT 평가법의 신뢰성 검증

새롭게 개발된 DBT 평가법을 검증하기 위하여 일축 인장(uniaxial tension)과 3점 굽힘(3-point bending) 시험을 진행하였다. 각 시편에 대하여 다양한 온도 범위에서 파괴시험을 진행하고, 파단면 관찰을 통해 각 온도에서 어떤 파단 유형이 나타나는지 확인하였다. 우선 상온에서 시험을 진행한 결과, 모든 시편에서 소



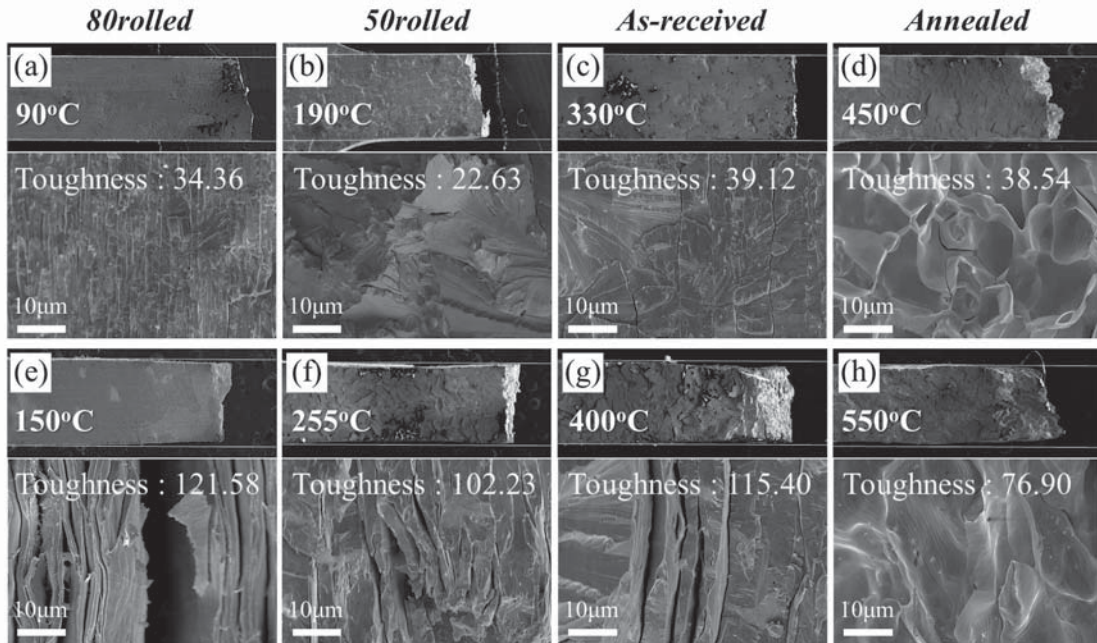


그림 9. 일축 인장 시험 후, 각 시편의 파단면 형상. (위) 취성 영역에서 파단 된 경우. (아래) 연성 영역에서 파단 된 경우[6]

성 회복 현상이 발견되지 않았다. 이는 모든 시편의 DBTT가 상온보다 높다는 것을 의미하며, 시험 온도가 증가하면서 DBT가 일어날 것임을 예측할 수 있다. 그림 9는 일축 인장 시험 후 파단면을 주사전자현미경 (Scanning Electron Microscope, SEM)으로 관찰한 결과이다. 전반적으로 벽계 파단과 입계 파단이 혼합되어 보였으며 시험 온도가 달라짐에 따라 파단면의 형상이 달라지는 것을 관찰할 수 있었다. 상대적으로 낮은 온도에서는 파단면에 소성 변형의 흔적이 전혀 관찰되지 않았으며, 인장 곡선에서도 소성 회복 현상이 발견되지 않았다. (그림 9에서 상단에 해당함.) 온도가 증가하였을 때, 특정 온도 이후부터 소성 회복 현상이 관찰되기 시작하였으며 그 임계 온도 범위는 각 시편별로 다르게 나타났다. 상대적으로 큰 연신율을 가지는 시편들의 파단면을 관찰하였을 때, 결정립들의 necking 현상이 상당히 많이 관찰되었으며, 이로부

터 전위 슬립에 의해 소성변형이 일어났음을 알 수 있었다 (그림 9의 하단에 해당함). SEM에서 관찰된 이미지를 기준으로 각 시편의 DBT가 어느 범위에서 발생하는지 예상할 수 있다.

DBT 거동의 더 정확한 판단을 위하여 재료의 변형에너지를 기준으로 거시적인 DBTT를 측정해 보고자 하였다. 그림 10은 일축 인장 및 3점 굽힘 시험으로 측정된 각 시편의 온도에 따른 변형 에너지 그래프이다. 각 실험값은 하중-변위 곡선을 항복점부터 파단점까지 적분하여 계산하였으며, 이는 소성 변형 동안 단위 부피당 흡수한 에너지 양을 의미한다. 변형 에너지는 온도가 증가하면서 점진적으로 증가하였으며, 변형량이 급격하게 증가한 구간에서 취성과 연성의 변이가 일어났다고 할 수 있다. 본 연구에서 개발된 DBT 평가법의 신뢰성을 검증하기 위하여 그림 10에 함께 도식화하였다. 비파괴적인 시험법으로 예측된 DBT 영역은 일축

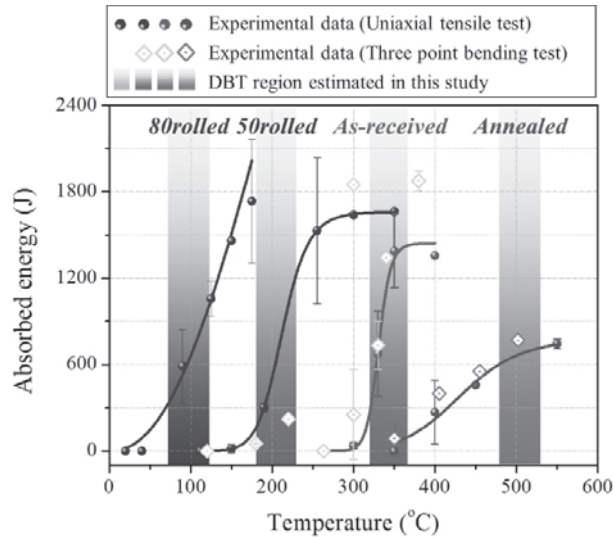


그림 10. 각 시편의 일축 인장 시험 및 3점 굽힘 시험을 통해 측정된 온도에 따른 소성 변형 에너지 분포 및 파단 분석 다이어그램을 통해 예측된 DBTT 영역[6]

인장 및 3점 굽힘 시험에서 관찰된 변이 구간과 상당히 잘 일치하고 있음을 알 수 있었다. 또한 각 시편에서 나타나는 변이 온도의 차이도 본 연구에서 개발된 시험법으로 잘 재현되고 있음을 확인할 수 있었다. 이로부터, 기존의 파괴 시험법으로 파괴 인성을 측정하기 까다로운 취성 금속 재료에 대해 DBT 거동을 평가하기 위한 도구로서 본 방법의 잠재력과 가능성을 다시 한 번 확인하였다.

### 5. 순수 텅스텐의 DBT 거동에 대한 미세조직 의존성

다양한 미세조직을 가지는 다결정 텅스텐 소재에 대하여 DBT를 평가한 결과를 바탕으로 텅스텐의 파단 거동에 대한 미세조직 의존성에 관련하여 고찰해보았다. 그림 10에 의하면 재료의 변형량이 증가할수록 DBT 온도 구간이 감소하는 것을 볼 수 있다. 텅스텐 재료에서 전위 밀도가 증가할수록 DBT가 감소하는 현상은 잘 알

려진 사실이다. 일반적인 금속에서는 전위 밀도가 증가하면 강화 기구에 의한 하드닝(hardening) 현상과 함께 연성의 열화가 나타나지만, 텅스텐 소재는 이와 상반되는 현상이 관찰된다. 그 이유를 더 자세히 살펴보기 위하여 각 텅스텐 시편에 존재하는 전위 종류에 따른 밀도를 정량해보고자 하였다. XRD의 반값폭을 기반으로 전위 대비 인자(dislocation contrast factor)를 정량화하고, 이를 수치적으로 해석하여 칼날 전위(edge dislocation)와 나선 전위(screw dislocation)의 전위 밀도를 분리하여 계산하였다[17, 18]. 그 결과를 그림 11에 나타내었다. 총 전위 밀도가 증가할수록 칼날 전위의 비율이 증가하는 것을 알 수 있다. 반면, 열처리 공정을 통하여 재결정된 경우에는 칼날 전위 비율이 현저하게 감소하여 칼날 전위량에 비해 나선 전위량이 우세해짐을 알 수 있다. 칼날 전위는 나선 전위에 비해 이동 속도가 빠르다고 알려져 있다[19]. 따라서 칼날 전위의 잔존 비율이 재료의 거시적인 변형량에 영향을 줄 것임을 예상해 볼 수 있다.

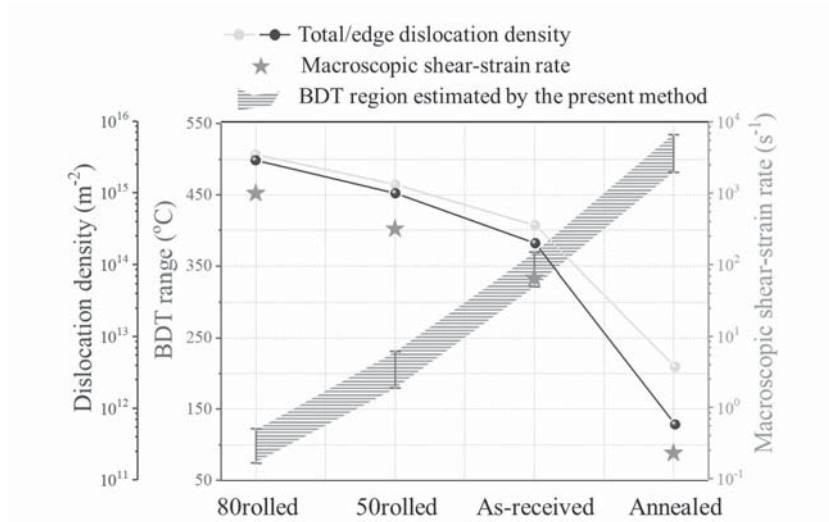


그림 11. 순수 텅스텐의 DBT 영역에 대한 미세조직 의존성과 거시 변형률 속도와의 상관관계

Taylor–rowan equation을 이용하여 각 전위 종류에 의해 결정되는 거시적인 변형률 속도를 계산해보고자 하였다[4].

$$\dot{\gamma}_m = b\rho_e v_e + b\rho_s v_s$$

이 식에서 b는 전위의 버거스 벡터,  $\rho_e$ 와  $\rho_s$ 는 각각 칼날(e) 전위와 나선(s) 전위의 밀도,  $v_e$ 와  $v_s$ 는 칼날 전위와 나선전위의 평균 속도이다. 계산된 변형률 속도 값을 그림 11에 전위 밀도와 함께 도식화하였다. 그 결과 전위 밀도가 가장 높은 80rolled 시편이 재결정 시편보다 약 104 배의 변형률 속도를 가짐을 알 수 있었다. 이는 압연된 시편이 재결정된 시편보다 더 많은 양의 변형률을 수용할 수 있음을 의미한다. 상당량의 칼날 전위를 포함하는 시편은 전위의 이동성이 향상되어 상대적으로 낮은 온도에서도 소성 항복 현상을 수용할 수 있다. 그러나 칼날 전위가 충분하지 않은 경우에는, 변형률 속도가 너무 낮아 저온에서 충분한 변형률을 수용하지 못하고 쉽게 거시적인 파단에 이르게 된다. 따라서 어닐링된 시편의 경우에는 기계적 에너지 외에도 나

선 전위의 활성화에 필요한 열에너지가 추가적으로 필요하게 되는 것이다. 따라서, 순수 텅스텐은 전위밀도가 감소할수록 이동성이 좋은 칼날 전위의 기여도가 줄어들게 되어 DBTT가 증가하게 되는 것이다.

## 6. 맺음말

텅스텐은 고온 및 내플라즈마 특성이 우수하여 핵융합, 우주항공 산업 등의 다양한 분야에서 각광받고 있는 소재이지만, 취성이 강하다는 단점 때문에 응용이 제한될 뿐만 아니라 물성 평가에도 큰 어려움을 겪고 있다. 따라서, 본 고에서는 순수 텅스텐 소재의 DBT 거동을 평가할 수 있는 미소스케일 기반의 비파괴적 방법을 소개하였다. 본 연구에서 제안된 컨셉은 원자 단위에서 시작되는 국부적인 소성 변형과 입내/입계 파단을 특성화(characterization)한 파단 분석 다이어그램에 기반한다. 파단 분석 다이어그램은 온도에 따른 국부 유효 항복 응력과 국부 유효 파단 응력으로 구성 되어 있다. 이 때, 국부 유효 항복 응력, 즉 원자 단위



의 활성화 부피(Activation volume)에서 소성 변형이 시작될 수 있는 전단 응력 값의 온도 의존성은 나노 압입 시험 중에 관찰되는 팝인 거동을 분석하여 측정되었다. 또한, 국부 유효 파단 응력은 본 연구에서 새롭게 개발된 MEAM 포텐셜을 사용한 분자동역학 전산모사를 통해 계산되었다. 텅스텐의 DBTT는 파단 분석 다이어그램을 구성하는 두 응력 분포의 적절한 경계 조건을 설정함으로써 특정 온도가 아닌 통계적 유의성을 지니는 온도 범위로 정의되었다. 본 연구팀은 새롭게 제안된 DBT 평가법을 검증하기 위하여 미세조직이 다른 네 종류 텅스텐 시편의 파단 분석 다이어그램을 구축하고, 거시적인 물성 시험을 통해 온도에 따른 파단 유형을 직접 관찰해보았다. 거시스케일에서 관찰되는 BDT 거동과 파단 분석 다이어그램에 의해 예측된 DBTT 영역이 상당히 유사함을 확인함으로써, 새롭게 제안된 방법이 텅스텐의 DBT 거동 예측에 활용 가능성을 정량적으로 검증하였다. 이로부터, 기존의 파괴 시험법으로 파괴 인성을 측정하기 까다로운 취성 금속 재료에 대해 DBT 거동을 평가하기 위한 도구로서 본 방법의 잠재력과 가능성을 확인하였으며, 본 방법의 개발 및 응용에 대한 자세한 내용은 참고문헌[6]에 보다 더 상세하게 기술되어 있다.

## 7. 참고문헌

1. T. Shen, Y. Dai, Y. Lee, *J. Nucl. Mater.* **468**, 348-354 (2016)
2. S. Arunkumar, *Met. Mater. Int.*, 1-20 (2019)
3. G.M. Pharr, W.C. Oliver, *MRS Bull.* **17**, 28-33 (1992)
4. G.E. Dieter, D.J. Bacon, *Mechanical metallurgy*, McGraw-hill, New York (1986)
5. B.S. Kong, J.H. Shin, C. Jang, H.C. Kim, *Materials* **13**, 244 (2020)
6. Y. Oh, W.-S. Ko, N. Kwak, J.-i. Jang, T. Ohmura, H.N. Han, *J. Mater. Sci. Technol.* **105** 242-258 (2022)
7. Y. Oh, N. Kwak, K. Lee, W.-S. Ko, H.N. Han, *J. Alloys Compd.* **787** 801-814 (2019)
8. X. Fang, A. Kreter, M. Rasinski, C. Kirchlechner, S. Brinckmann, C. Linsmeier, G. Dehm, *J. Mater. Res.* **33** 3530-3536 (2018)
9. O. El-Atwani, A. Suslova, T.J. Novakowski, K. Hattar, M. Efe, S.S. Harilal, A. Hassanein, *Mater. Charact.* **99** 68-76 (2015)
10. J.J.W. Morris, Z. Guo, C.R. Krenn, Y.H. Kim, *ISIJ Int.* **41** 599-611 (2001)
11. C.A. Schuh, J.K. Mason, A.C. Lund, *Nat. Mater.* **4** 617-621 (2005)
12. C.A. Schuh, *Mater. Today* **9** 32-40 (2006)
13. S.-P. Wang, J. Xu, *J. Mater. Sci. Technol.* **35** 812-816 (2019)
14. J. Mason, A. Lund, C. Schuh, *Phys. Rev. B: Condens. Matter*, **73** 054102 (2006)
15. B.-J. Lee, M.I. Baskes, H. Kim, Y.K. Cho, *Phys. Rev. B: Condens. Matter* **64** 184102 (2001)
16. A. Stukowski, *Modell. Simul. Mater. Sci. Eng.* **18** 015012 (2010)
17. T. Ungár, I. Dragomir, Á. Révész, A. Borbély, *J. Appl. Crystallogr.* **32** 992-1002 (1999)
18. E. Schafner, M. Zehetbauer, T. Ungar, *Mater. Sci. Eng. A* **319** 220-223 (2001)
19. H.W. Schadler, *Acta Metall.* **12** 861-870 (1964)