

최종보고서

## 하나로 공동이용 활성화 사업

중성자회절을 이용한 다상 재료의 부피분율 측정에 관  
한 연구

Study on the volume fraction measurement of multiphase  
materials using Neutron Diffraction

주관연구기관  
한국원자력연구소

과 학 기 술 부

# 제 출 문

과 학 기 술 부 장 관 귀 하

본 본고서를 “ 하나로 공동이용 활성화 사업” 관제 (세부과제 “중성자 회절을 이용한 다상 재료의 부피분율 측정에 관한 연구”)의 최종보고서로 제출합니다.

2000. 10. 14

주관연구기관명 : 서울대학교

주관연구책임자 : 오 규 환

연 구 원 : 배 진 호

신 찬 선

# 요 약 문

## I. 제 목

중성자 회절을 이용한 다상 재료의 부피분율 측정에 관한 연구

## II. 연구개발의 목적 및 필요성

중성자 산란법은 중성자의 큰 투과력과 연구용 원자로에서 얻을 수 있는 넓은 빔 단면적 때문에 물질의 동적, 동력학적 특성연구에 많이 이용되어 왔으며, 특히 큰 시료에 대하여 통계적으로 정밀한 집합조직을 측정할 수 있는 장점이 있다. 또한 X-선보다 좋은 분해능 및 정확성이 있어, 격자변형이 심한 마르텐사이트 상 등의 구조해석 및 집합조직해석에 유리한 점이 있다.

본 연구에서는 중성자 빔을 이용한 정량해석 방법을 개발하여 집합조직을 갖는 복합재의 정량분석을 하고자 한다. 또한 개발된 방법을 X-선의 정량해석에도 적용하여 현장에서 필요로 하는 분석 기술을 제공하고자 한다. 정확한 정량분석 기술이 개발됨으로서 복합재에서 미소조직이 기계적 물성에 미치는 영향을 보다 정량적으로 평가하는 것이 가능하며, 이로부터 제조 공정의 개선 및 신물질의 개발이 가능하다.

## III. 연구개발의 내용 및 범위

- 집합조직을 갖는 다결정 재료의 Rietveld 해석 방법개발
- SUS 304의 변형에 따른 집합조직 해석 및 변태분율 측정
- 열연 TRIP강의 집합조직 해석 및 정량분석

## IV. 연구개발결과

Rietveld 법을 이용한 정량해석시 시료의 집합조직을 고려하기 위하여 다음과 같은 방법을 이용하였다. FCD 장치를 이용하여 시료의 극점도를 구한 후, 이로부터 방위분포함수를 구하였다. 각 단상의 방위분포함수와 Rietveld 법을 결합하여 복합재의 회절선을 정량분석하였다. SUS 304와 SUS 420으로 표준시편을 만들어 위 방법의 정확성을 검토하였으며, 구하여진 부피분율은 실제값과 비슷하였다.

제안된 방법을 이용하여 일축인장된 SUS 304 및 열연 TRIP강의 집합조직을 고려한 정량분석을 하였다.

## V. 연구개발결과의 활용계획

개발된 정량분석 기법을 이용하여 새로이 개발된 복합재의 변형특성과 미소구조와의 관계를 정량적으로 해석하고자 한다. 이 결과로부터 복합재의 제조공정 및 금형의 형상을 최적화 할 수 있으며, 새로운 복합재의 제조도 가능할 것이다.

# S U M M A R Y

## I. Project Title

Study on the volume fraction measurement of multiphase materials using Neutron Diffraction

## II. Objective and Importance of the Project

The neutron diffraction method has been used in many study field because it can penetrate long distance and large beam area. Especially, it has advantage to measure statically precise texture of big specimen. It has better resolution and accuracy than X-ray, so it can analyze the structure and measure the texture of heavily deformed martensite.

The objective of this study is to develop new quantitative analysis method for composite material with texture using neutron diffraction and to apply the developed method to X-ray diffraction. It will be possible to analyze the relation between mechanical properties and microstructure of composite material using the developed quantitative analysis method.

## III. Scope and Contents of the Project

- Development of the Rietveld analysis method for composite materials with texture
- Analysis of texture and measurement of fraction of phase transformation of SUS 304 by deformation
- Analysis of texture and quantitative analysis of hot rolled TRIP steel

## IV. Result of the Project

In order to consider texture of composite material in quantitative analysis using Rietveld method, pole figures of material were measured and ODF were calculated. Quantitative analysis was carried out by combination of ODF of each single phases and Rietveld method. Accuracy of the proposed method was verified by reference specimen consisted of SUS 304 and SUS 420. The measured volume fraction was good agreement with the volume fraction of reference specimen.

It was carried out that quantitative analysis of uniaxial tensioned SUS

304 and hot rolled TRIP steel using the proposed method.

#### V. Utilization plan of research and development products

The relation of mechanical properties and microstructure of new composite material will be analyzed by the proposed quantitative analysis method. From the results, it can be possible to optimize the production process of composite material and mold design

# CONTENTS

Summary (Korean) . . . . .	i
Summary (English) . . . . .	ii
Contents (English) . . . . .	iv
Contents (Korean) . . . . .	v
Chapter 1. Introduction . . . . .	1
Chapter 2. State of the art of on domestic and foreign technique . . . . .	3
Chapter 3. The contents and results of performing research and development . . . . .	4
Section 1. Theoretical background . . . . .	4
1. Rietveld method . . . . .	4
2. Rietveld method with texture correction . . . . .	5
Section 2. Experimental procedures . . . . .	6
Section 3. Results and discussion . . . . .	13
1. Reference specimen . . . . .	13
2. Uniaxial tensioned SUS 304 for $e=30\%$ . . . . .	22
3. Uniaxial tensioned SUS 304 for $e=50\%$ . . . . .	34
4. Si-Mn TRIP steel . . . . .	46
5. Conclusions . . . . .	55
Chapter 4. Achievement of Objectives and External Contribution . . . . .	56
Chapter 5. Plan for application of results . . . . .	57
Chapter 6. References . . . . .	58

# 목 차

제 1 장 서론	1
제 2 장 국내·외 기술개발 현황	3
제 3 장 연구개발수행 내용 및 결과	4
제 1 절 이론적 배경	4
1. Rietveld 법	4
2. 집합조직을 고려한 Rietveld 법	5
제 2 절 실험방법	6
제 3 절 결과 및 고찰	13
1. 표준시편	13
2. 공칭변형률 30% 인장한 SUS 304	22
3: 공칭변형률 50% 인장한 SUS 304	34
4. Si-Mn TRIP 강	46
5. 결론	55
제 4 장 연구개발 목표 달성도 및 대외 기여도	56
제 5 장 연구개발결과의 활용계획	57
제 6 장 참고문헌	58

## 제 1 장 서 론

산업현장에서 요구되어지는 기계적 특성을 갖는 재료를 만들기 위하여 이상복합강(DP; Dual Phase steel), 페라이트-펄라이트 강, TRIP강 및 금속기지 복합재 등 다양한 복합재들이 연구, 개발되어지고 있다[1,2]. 오늘날 계속되는 경쟁과 환경규제는 자동차산업으로 하여금 연료소모를 줄일 수 있는 경량차체의 개발을 요구하고 있으며 자동차 업계는 이와 같은 요구를 만족시키기 위하여 잔류 오스테나이트가 변형에 의해 마르텐사이트로 변태하는 변태유기소성(Transformation Induced Plasticity)을 이용한 TRIP강에 대한 연구를 하고 있다[3,4].

이러한 복합재의 기계적 성질은 제2상의 부피분율, 형상 및 배열 등에 의해서 결정되며, 특히 제2상의 부피분율이 복합재의 기계적 성질에 미치는 영향이 가장 크다. 이러한 제2상의 부피분율을 측정하고자 상분석(Image analysis)기, X-선 회절법 및 Rietveld 법 등이 이용되고 있다[5,6]. 그러나 제2상인 잔류 오스테나이트가 미세하게 분포되어 있는 TRIP강에서 상분석기를 이용하여 잔류 오스테나이트의 부피분율을 측정하는 경우 많은 오차를 포함하게 된다. 또한 특정 회절선의 적분강도 비로부터 부피분율을 구하는 X-선 회절법의 경우 재료의 집합조직 성분에 따라 동일한 시편에 대해서도 측정 결과가 달라지게 된다.

이러한 정량해석의 문제점들을 극복하기 위해서 다양한 Rietveld법들이 제안되어졌다. Rietveld법은 단결정 자료가 없는 분말의 중성자 회절선으로부터 결정구조를 해석하기 위하여 Rietveld[7]에 의해서 개발되었으며, Taylor와 Cox[8]는 Rietveld법을 X-선 분말 회절선에 적용할 수 있도록 개발하였다. 전체 회절무늬를 이용하는 Rietveld법은 소멸의 효과가 감소되는 장점이 있으며, 여러 상을 가진 복합재에 대하여 회절무늬에 대한 각 상의 기여를 모델화 할 수 있는 장점이 있다[9]. 그러나 집합조직이 강하게 발달한 복합재의 경우 기본적으로 분말시료에 대하여 개발된 Rietveld법을 사용할 수 없으며, 이에 대한 보완이 필요하다. 정량분석에 가장 큰 영향을 미치는 집합조직의 영향을 고려하기 위해 1개나 2개의 매개변수를 갖는 극밀도 분포함수를 Rietveld법에



적용하는 방법들[10]이 제안되어졌으나 집합조직이 강하게 발달되어 있는 경우 많은 오차를 포함하게 된다. Lutterotti [11] 등은 여러 각도의  $\chi$ 와  $\varphi$ 에서 구한 회절선들로부터 각 단상의 방위분포함수(ODF)를 구하여 정량해석하는 Rietveld방법을 제안하였다.

본 연구에서는 복합재의 극점도로부터 구한 방위분포함수와  $\chi=\varphi=0$ 에서 구한 1개의 회절선을 이용하여 Lutterotti[11] 등이 제안한 방법을 이용한 새로운 정량해석 방법을 제안하였다. 중성자 및 X-선을 이용하여 새로이 제안된 방법의 정확성을 검증하였으며, 일축인장 변형율에 따른 SUS 304의 마르텐사이트 부피분율 변화와 열간압연 TRIP강의 부피분율을 측정하였다

## 제 2 장 국내·외 기술개발 현황

단결정 자료가 없는 분말의 중성자 회절선으로부터 결정구조를 해석하기 위하여 Rietveld에 의하여 개발된 Rietveld 정련법은 이후 구조분석 및 정량분석을 하는 여러 연구자들에 의하여 개발되어왔다. Rietveld 정련법은 시료의 흡수, 시편 변위, 소멸, 측정장치의 기계적 불안정, 2 $\theta$ -zero 오차 및 집합조직에 의하여 영향을 받으며, 특히 집합조직에 의한 오차가 크다. 대부분의 공업용 재료는 제조 공정의 특성상 집합조직을 갖게 된다. 이러한 우선방위를 고려하기 위해 집합조직해석 기법을 Rietveld 법에 응용하고자 여러 연구자들이 노력하고 있다. Ahtee 등과 Popa는 낮은 차수의 조화함수로 전개한 방위분포함수를 이용하여 약한 집합조직을 갖는 원통대칭시료의 Rietveld 정련을 하였다. 그러나 이러한 방법은 복합재에 강한 집합조직이 발달해 있는 경우 정량분석시 많은 오차를 포함하게 된다. Choi 등은 집합조직을 갖는 복합재의 역극점도를 구한 후, 일정한 시료방향에 대한 극밀도로서 우선방위인자를 계산하여 회절선을 Rietveld 정련하였다. Lutterotti 등은 복합재의 수 많은 회절선들로부터 극점도를 구하여 Rietveld 정련을 하였다.

본 연구에서는 복합재의 집합조직을 고려하기 위하여 각 단상의 극점도로부터 결정된 방위분포함수를 이용하였으며, Lutterotti 등이 개발한 Rietveld법을 이용하여 정량분석을 하였다. 제안된 방법을 이용하여 상용 SUS 304의 일축인장에 따른 집합조직의 변화와 변태분율을 측정하였으며, 또한 TRIP강의 정량분석을 하였다.

### 제 3 장 연구개발수행 내용 및 결과

#### 제 1 절 이론적 배경

##### 1. Rietveld 법

Rietveld법은 least-square 법을 이용하여 실험으로 측정된 전체 회절선과 결정구조, 측정기계의 영향, 격자상수 등의 시편 특성을 고려하여 계산된 회절선을 실험값과 일치시키는 방법이다. 즉, 식(1)에서 실험으로 측정된 회절강도  $y_i$ 와 계산으로 얻어진 강도  $y_{ci}$ 의 차  $S_y$ 를 최소화하여 원하는 정보를 얻게된다[13].

$$S_y = \sum_i w_i (y_i - y_{ci})^2 \quad (1)$$

여기서  $w_i = 1/y_i$  이다.

$y_{ci}$ 는 결정구조 모델과 회절음영으로부터 다음 식에 의해서 결정된다.

$$y_{ci} = s \sum_K L_K |F_K|^2 \phi(2\theta_i - 2\theta_K) P_K A + y_{bi} \quad (2)$$

여기서,

$s$  ; 크기인자(scale factor)

$K$  ; Bragg회절선의 Miller지수

$L_K$  ; Lorentz, polarization 등의 인자

$\phi$  ; 반사함수

$P_K$  ; 극밀도 분포함수(pole-density distribution function)

$A$  ; 흡수인자

$F_K$  ; k번째 회절선의 구조인자

$y_{bi}$  ; 회절음영의 강도

이다.

회절무늬를 나타내는 함수  $\phi(2\theta_i - 2\theta_K)$ 는 대부분 분말시료의 회절무늬에 대한 규격화된 Gaussian 또는 Lorentzian으로 표시되며, 회절장치의 콜리메타 특성에 의하여 결정되는 실험장치의 분해변수, 단색화 결정의 mosaic spread와 단결정에 대한 산란각에 의존한다.

Rietvel 법은 다음과 같은 관계식을 이용하여 정량적인 상분석을 한다[13].

$$W_p = \frac{s_p(ZMV)_p}{\sum_{i=1}^n s_i(ZMV)_i} \quad (3)$$

여기서,  $W_p$ 는  $n$ 개 혼합물의 상 속에서  $p$ 상의 무게분율이다. 그리고  $S$ ,  $Z$ ,  $M$ 과  $V$ 는 각각 Rietveld 크기인자, 단위셀당 공식수, 무게 그리고 부피분율이다.

해석의 신뢰도는 다음과 같은 값에 의하여 평가된다[12]

$$R_B = \frac{\sum |I_k - I_{ck}|}{\sum I_{ck}} \quad (4)$$

$$R_w = \left\{ \frac{\sum w_i (y_i - y_c)^2}{\sum w_i (y_{ci})^2} \right\}^{1/2}$$

여기서,

$I_k$ ; 측정된  $K$ 번째 Bragg 회절 강도

$I_{ck}$ ; 계산된  $K$ 번째 Bragg 회절 강도

이다.

또한, 식(4)의 수치적인 기준과 함께, 정련 결과를 도식화하여 피크의 일치 여부를 직접확인하고 정련된 결과들이 물리적으로 의미가 있는지 확인하는 것이 중요하다.

## 2. 집합조직을 고려한 Rietveld 법

Lutterotti 등은 복합체의 수 백개 회절선들을 사용하여 다른 변수들과 함께 시행한 Rietveld 정련결과 방위분포함수(ODF)를 얻는 방법을 제안하였다[11]. 이 방법은 Le Bail 법을 이용하여 이론적인 회절선의 강도와 실험적으로 측정된 강도의 비를 구하고 이로부터 극점도를 구하여 방위분포함수를 계산한다. 구하여진 방위분포함수로부터 계산된 극점도를 시작 값으로 하여 주어진 수렴조건을 만족할 때까지 반복 계산하게 된다. 결정학적인 구조인자가 회절선의 강도에 미치는 영향은 집합조직이 회절선의 강도에 미치는 영향과 관계없는 점을 이용하여 반복계산의 초기에 결정구조, 측정장치 상수값, 미소구조 및 잔류 응력 등을 Rietveld 정련 하고 반복 계산의 뒷부분에서 Le Bail과 WIMV를 이용한 집합조직 해석을 한다. 그러나, 위 방법을 이용하여 정량해석을 하기 위해서는

계산의 시작 값으로 이용되는 극점도를 구하기 위하여 수 많은 회절선을 구하여야 하는 단점이 있다.

본 연구에서는 이러한 단점을 극복하기 위하여 각 단상의 극점도를 측정하여 방위분포함수를 구하였으며, 이를 이용하여 Lutterotti[11] 등이 개발한 MAUD를 이용하여 Rietveld 정량해석을 하였다.

## 제 2 절 실험방법

그림 1은 중성자 및 X-선 측정에 사용된 표준시편이다. 두께가 3mm인 상용 SUS 304(오스테나이트) 판재와 두께가 2mm인 SUS 420(마르텐사이트) 판재를 10mm×10mm로 절단하여 그림 1과 같이 높이 10mm인 입방형태로 적층하여 마르텐사이트(SUS 420)의 부피분율이 40%인 표준시편을 제작하였다. 중성자 회절선 및 완전극점도는 한국원자력연구소 하나로원자로의 ST-2빔 포트(beam port)에 설치되어 있는 중성자 4축 단결정회절장치(four circle diffractometer, FCD)를 사용하여 측정하였다. 그림 2는 한국원자력연구소 하나로원자로의 FCD 장치이다. 주 파장은  $\lambda = 0.9947\text{\AA}$ 이며 단색화 결정의 미소 변형에 기인한 약 25%의  $\lambda = 0.9847\text{\AA}$ 인 부 파장이 존재한다. 시료에 입사하는 중성자 빔은 매우 균일하고 빔 크기가 보통 3cm이며 투과깊이가 깊어 그림 1의 표준시편 전체의 결정립들에서 회절이 일어나므로 시료 전체에 대한 평균적인 완전극점도를 얻게 된다.

X-선의 경우 투과깊이가 약 100 $\mu\text{m}$ 로 그림 1의 표준시편 옆면을 측정하여 회절선과 불완전극점도를 구하였다. X-선 회절선 및 극점도는 Cu  $K_{\alpha}$ -선을 이용하여 측정하였다. 그림 3은 서울대의 X-선(Seifert 3000PTS) 장치이다. 직경 1mm FOX를 장착하였으며, X-선 검출기와 1mm 수광슬릿 사이에 C 단결정을 설치하여 백그라운드 X-선을 제거하였다.

그림 4는 SUS 304의 일축인장 시편이다. 일축인장 시편을 공칭변형률 30%와 50%로 각각 인장하여 중성자 및 X-선을 이용하여 집합조직 해석 및 정량분석을 하였다. 두께층에 따른 집합조직 및 X-선 회절선의 측정은 시편의

표면층(S=1), 표면에서 1/4 두께층(S=0.5)에서 하였다.

표 1은 정량분석에 사용된 TRIP강의 조성이다. 그림 5는 TRIP강의 열처리 단계를 개략적으로 나타낸 것이다. 두께 3mm의 TRIP강을 800°C에서 5분간 이상영역 열처리후, 400°C의 염욕로에서 4분간 열처리한 다음 공냉하였다. 중성자 및 X-선을 이용하여 집합조직 해석 및 정량분석을 하였다.

방위분포함수는 WIMV를 이용하여 계산하였으며, 집합조직을 고려한 X-선 회절선의 Rietveld 정련결과와 X-선의 특정 회절선을 이용하여 구한 정량분석 결과를 비교하여 보았다. Cu-K<sub>α</sub>선의 특정 회절선을 이용하는 경우 잔류 오스테나이트의 부피분율은 다음과 같이 구하여진다.

$$V_{\gamma} = \frac{1}{1 + 4.27I_{(200)\alpha} / (I_{(200)\gamma} + I_{(220)\gamma})} \quad (5)$$

여기서,

$V_{\gamma}$ ; 잔류 오스테나이트의 부피분율

$I_{(200)\alpha}$ ; 페라이트 (200)면의 적분강도

$I_{(200)\gamma}$ ,  $I_{(220)\gamma}$ ; 잔류 오스테나이트 (200), (220)면의 적분강도이다.

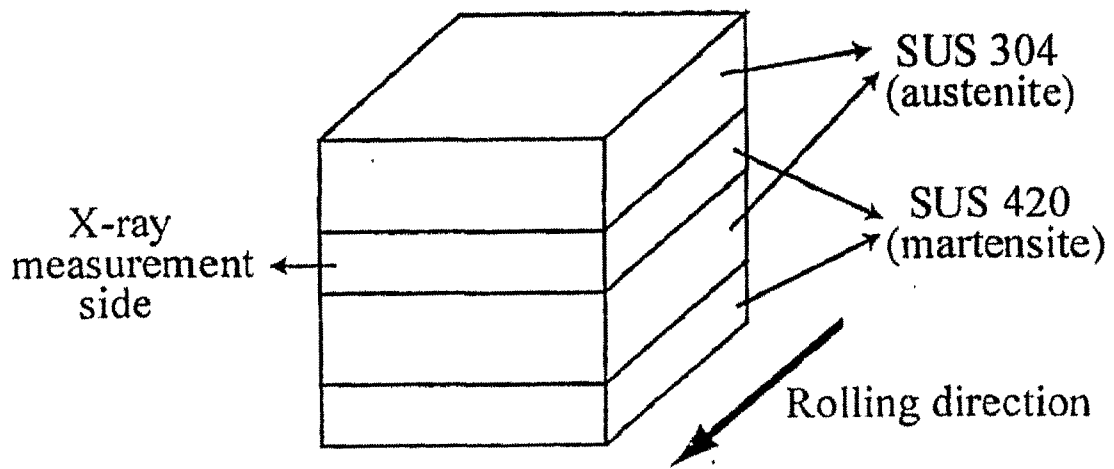


Fig. 1 Reference specimen with SUS 304(austenite, 60%) and SUS 420(martensite)

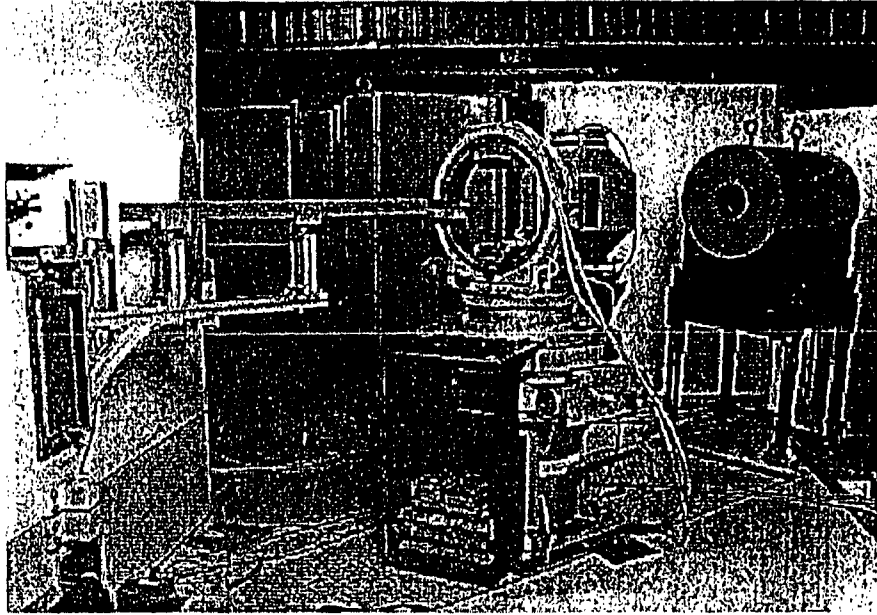


Fig.2 FCD in KAERI



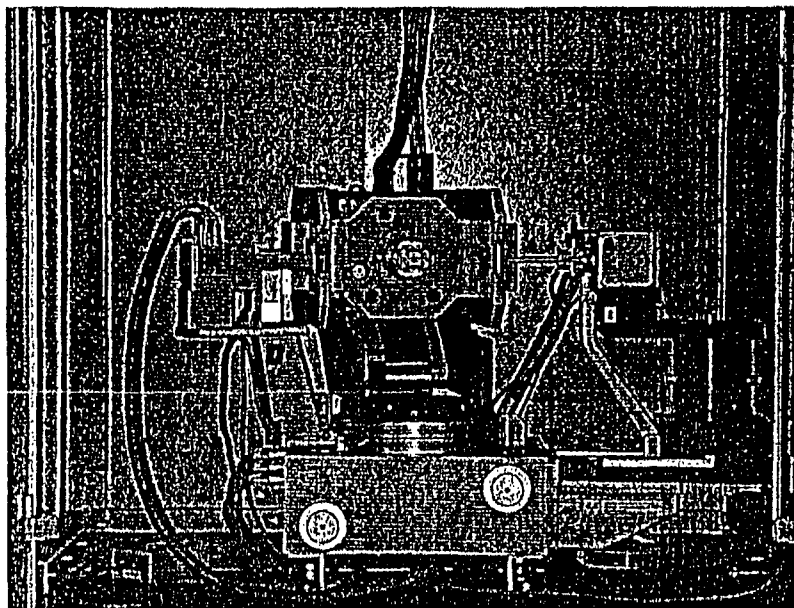


Fig.3 X-ray instrument in Seoul National University

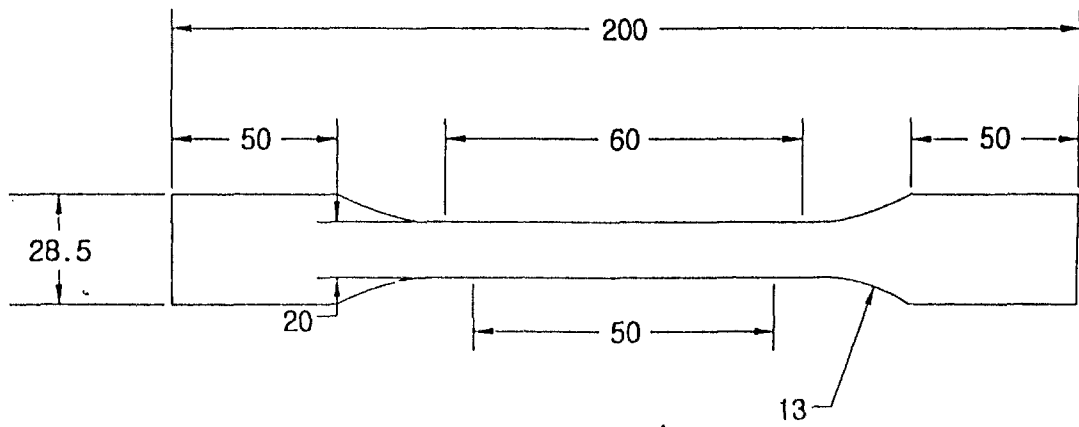


Fig. 4 Uniaxial tension specimen of SUS 304

Table 1. Chemical composition of specimen (wt%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Nb	N	Fe
0.2	1.63	1.6	$13 \times 10^{-3}$	$3 \times 10^{-3}$	$2 \times 10^{-2}$	$3 \times 10^{-3}$	$108 \times 10^{-4}$	Bal.

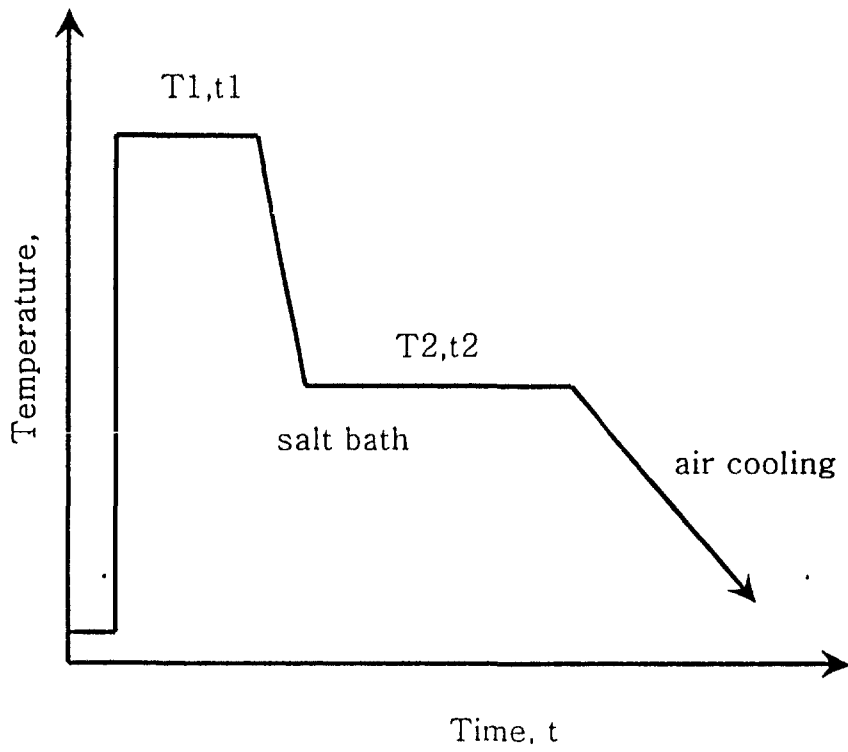


Fig. 5 Schematic diagram of heat treatment of TRIP steel

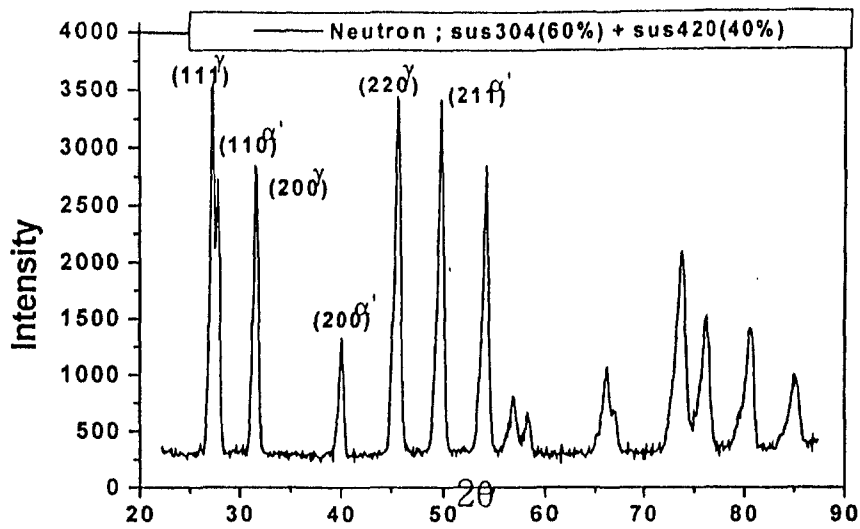
### 제 3 절 결과 및 고찰

#### 1. 표준시편

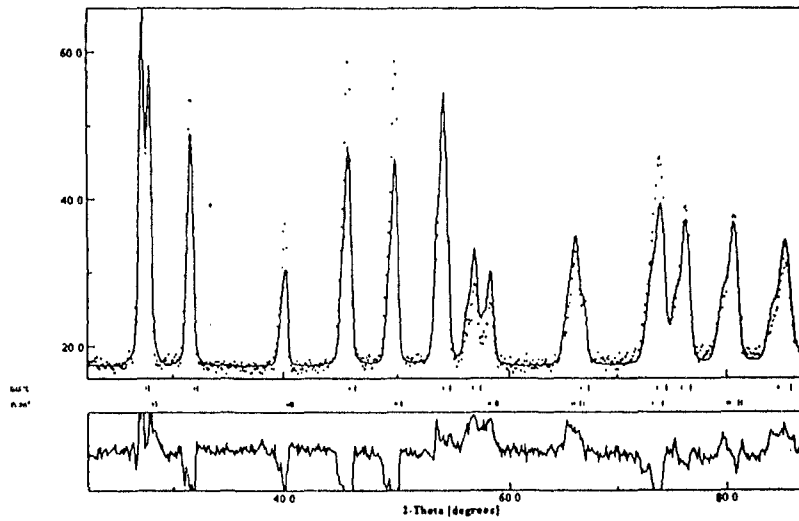
그림 6은 부피분율 60%의 SUS 304(오스테나이트)와 부피분율 40%의 SUS 420(마르텐사이트)로 구성된 표준시편의 중성자 회절선과 집합조직을 고려하지 않은 Rietveld 정련결과이다. 그림 6 (b)에서 이산된 점은 실험치이며, 실선은 Rietveld 정련결과이고, 중간의 수직선은 각 단상의 회절선의 Bragg 위치를 나타낸다. 그리고 하단의 실선은 실험치와 계산치의 차이를 나타낸다. 그림 6에서 볼 수 있듯이 실험값과 계산값에 큰 차이는 없음을 알 수 있으며,  $R_B=14%$ ,  $R_w=18%$  으로 Rietveld 정련결과가 양호함을 알 수 있다. Rietveld 정련으로부터 구한 마르텐사이트의 부피분율은 37%이다. 그림 7과 8은 표준시편의 계산된 오스테나이트와 마르텐사이트의 극점도와 방위분포함수를  $\varphi_2=45^\circ$  단면에서 나타낸 것이다. 오스테나이트의 경우 최대  $f(g)$  값이 약 2로 집합조직이 약하게 발달해 있으며, 마르텐사이트의 경우 최대  $f(g)$  값이 4로 역시 집합조직이 약하게 발달해 있음을 알 수 있다. 이와 같이 집합조직이 약하게 발달해 있는 경우 집합조직을 고려하지 않은 Rietveld 정련으로 양호한 정량분석 결과를 얻을 수 있었다.

그림 9는 표준시편의 적층면에서 측정된 X-선 회절선과 집합조직을 고려하지 않은 Rietveld 정련 결과이다.  $R_B=15%$ ,  $R_w=24%$ 로 Rietveld 정련결과의 신뢰도가 낮지만 실험치와 계산치 간에 큰 차이는 없음을 알 수 있다. Rietveld 정련으로부터 구한 마르텐사이트의 부피분율은 42%이다.

그림 10과 11은 표준시편의 계산된 오스테나이트와 마르텐사이트의 극점도와 방위분포함수를  $\varphi_2=45^\circ$  단면에서 나타낸 것이다. 오스테나이트와 마르텐사이트의 최대  $f(g)$  값이 2로 거의 집합조직이 발달하지 않았음을 알 수 있다. 표 2는 표준시편에 대한 중성자 회절 및 X-선을 이용한 Rietveld 정량분석 및 식 (5)를 이용한 정량분석의 결과이다. 표준시료의 집합조직이 약하게 발달한 결과 세 방법 모두 실제 부피분율과 큰 차이가 없는 값을 얻을 수 있었다.



(a)



(b)

Fig. 6 Neutron spectrum and Rietveld refinement of reference specimen by Neutron

(a) Neutron Spectrum

(b) Rietveld refinement without texture correction

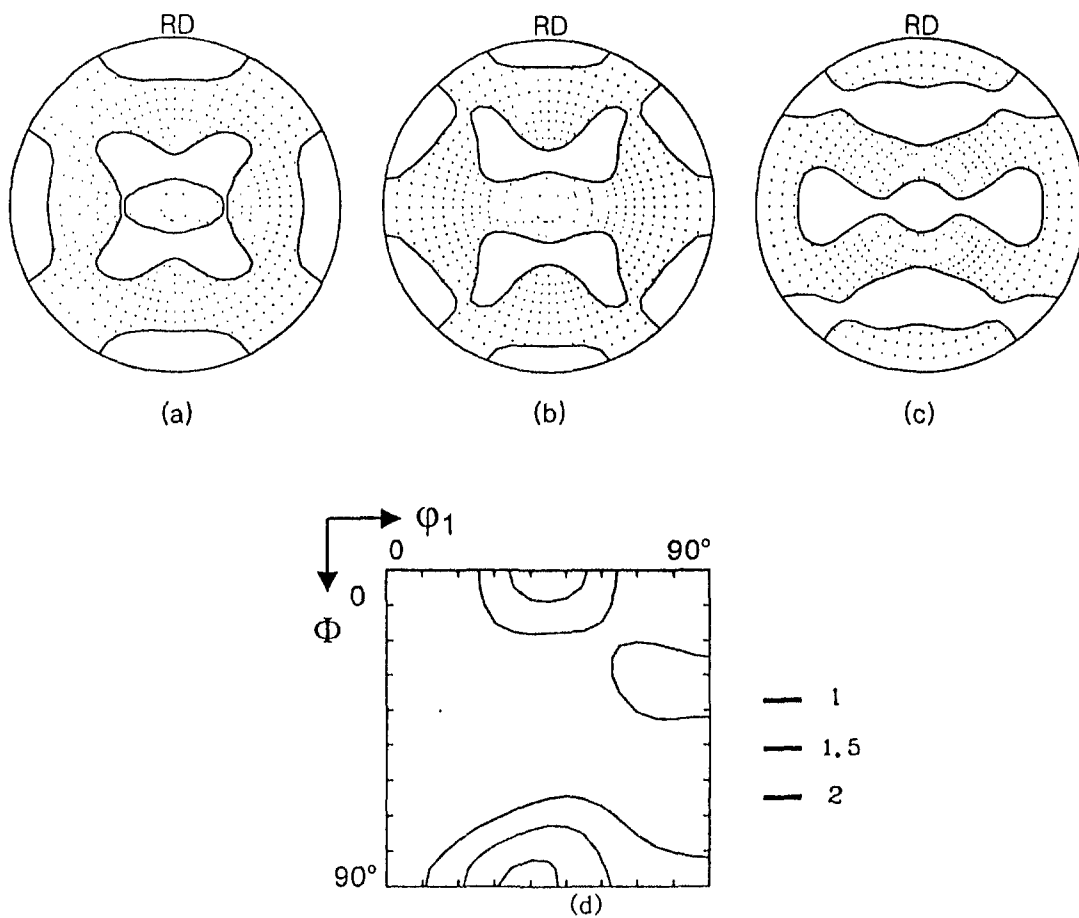


Fig. 7 Pole figures and ODF of Austenite of Reference specimen  
 by Neutron  
 (a) 111 (b) 200 (c) 220, contour: 1  
 (d) ODF  $\varphi_2=45^\circ$  section

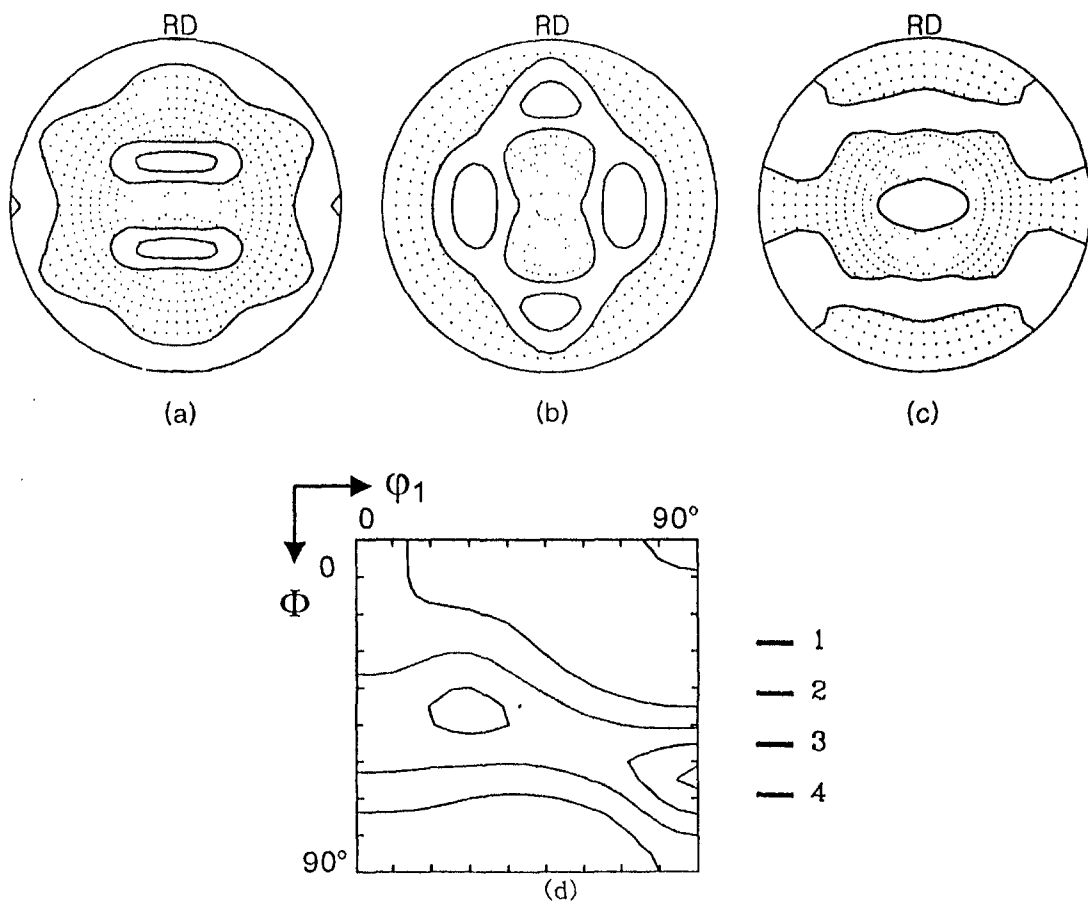


Fig. 8 Pole figures and ODF of Martensite of Reference specimen  
 by Neutron  
 (a) 110 (b) 200 (c) 211, contour: 1,1.5  
 (d) ODF  $\phi_2=45^\circ$  section



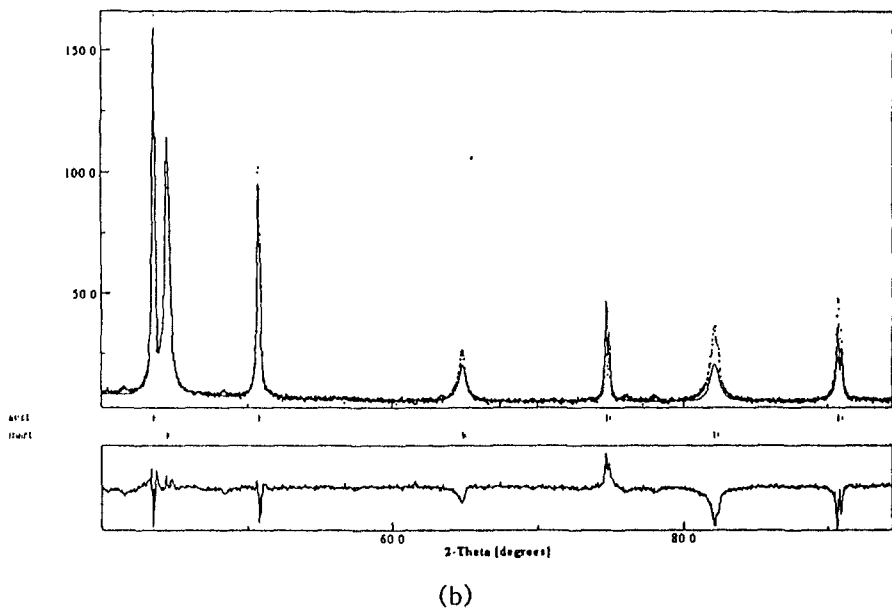
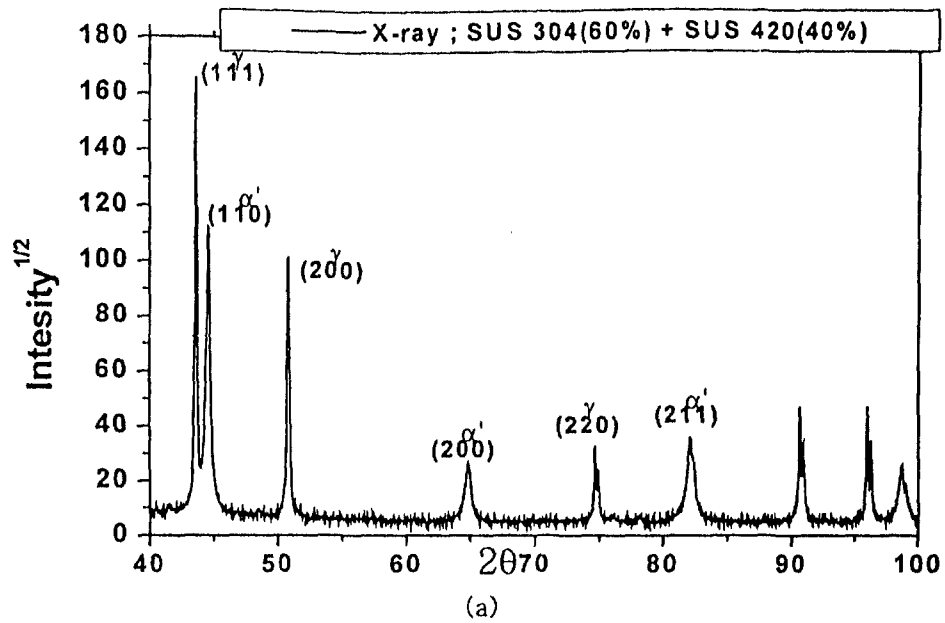


Fig. 9 X-ray spectrum and Rietveld refinement of reference specimen  
 (a) X-ray Spectrum  
 (b) Rietveld refinement without texture correction

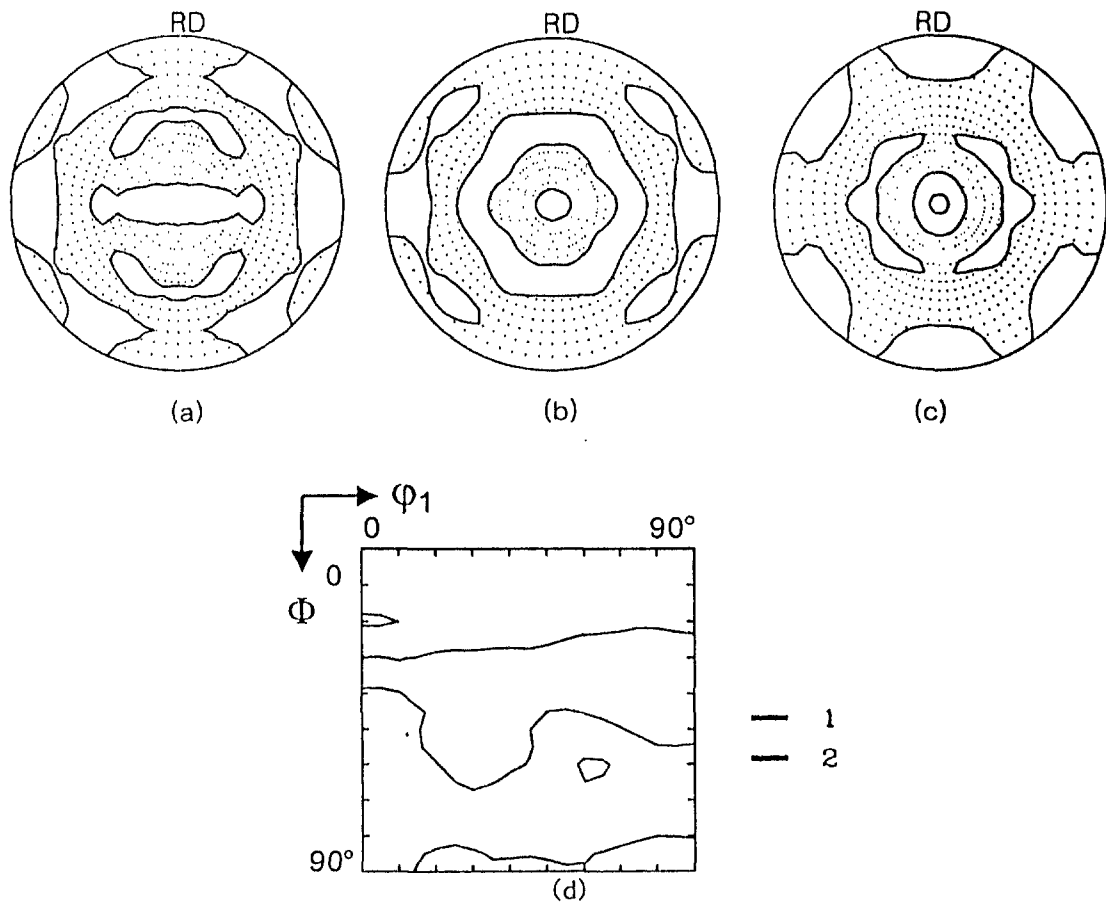


Fig. 10 Pole figures and ODF of Austenite of Reference specimen  
 by X-ray  
 (a) 111 (b) 200 (c) 220, contour: 1  
 (d) ODF  $\phi_2=45^\circ$  section

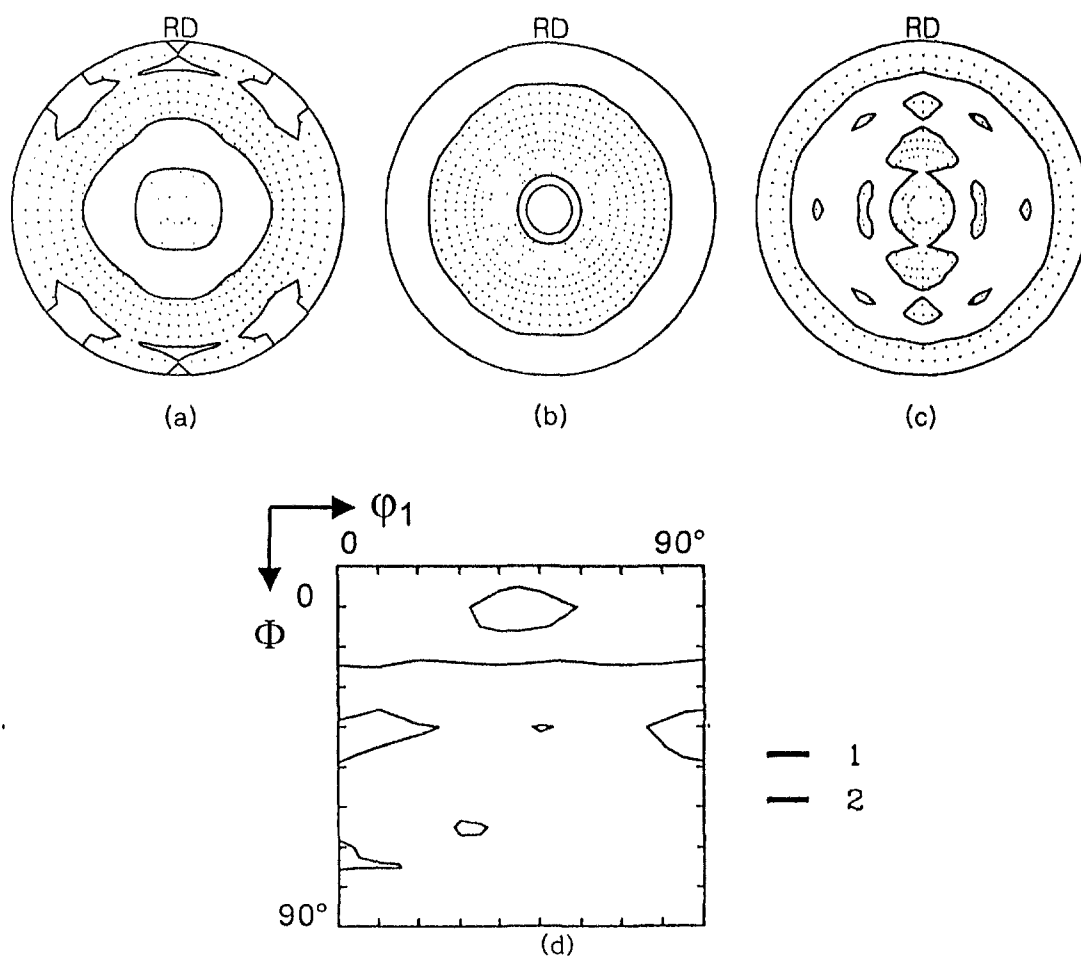


Fig. 11 Pole figures and ODF of Martensite of Reference specimen  
 by X-ray  
 (a) 110 (b) 200 (c) 211, contour: 1  
 (d) ODF  $\phi_2=45^\circ$  section

Table 2. Comparison of each method for reference specimen

	Neutron	X-ray	Specific diffraction ; equ.(4)	Reference Specimen
Martensite vol%	37	42	35	40

## 2. 공칭변형률 30%로 인장한 SUS 304

그림 12는 SUS 304 판재를 공칭변형률 30%로 인장 후 측정된 중성자 회절선과 집합조직을 고려하지 않은 Rietveld 정련결과이다. 집합조직을 고려하지 않은 결과 오스테나이트의 (220)과 마르텐사이트의 (211) 회절선의 실험값과 계산값에 큰 차이가 있으며,  $R_B=21\%$ ,  $R_w=30\%$  으로 Rietveld 정련결과의 신뢰도가 낮음을 알 수 있다. 집합조직을 고려하지 않은 Rietveld 정련으로부터 구한 마르텐사이트의 부피분율은 4%이다.

그림 13과 14는 중성자를 이용하여 측정된 공칭변형률 30%로 인장한 SUS 304의 계산된 오스테나이트와 마르텐사이트의 방위분포함수를  $\varphi_2=45^\circ$  단면에서 나타낸 것이다. 일축인장의 결과 오스테나이트의 최대  $f(g)$ 값은 7이며 강한 P와 Copper {112} <111> 성분 및 Cube {001} <100> 성분의 집합조직이 발달해 있다 또한 마르텐사이트의 최대  $f(g)$ 값은 4이며 {112} <152> 성분 및 {221} <114> 성분의 집합조직이 발달하였다.

그림 15는 WIMV로부터 구한 오스테나이트와 마르텐사이트의 방위분포함수를 이용하여 공칭변형률 30%로 인장한 SUS 304를 Rietveld 정련한 결과이다. 집합조직을 고려한 결과 오스테나이트의 (220)과 마르텐사이트의 (211) 회절선의 실험값과 계산값이 잘 일치함을 볼 수 있다.  $R_B=6.7\%$ ,  $R_w=9.8\%$ 로 Rietveld 정련결과의 신뢰도가 높으며, 계산된 마르텐사이트의 부피분율은 20%이다.

X-선을 이용한 정량분석의 경우 투과 깊이가 약  $100\mu\text{m}$ 로 중성자를 이용한 회절법과 같이 시편전체의 평균적인 값을 한번의 측정으로 얻을 수 없다. 따라서 본 연구에서는 일축인장한 SUS 304시편의 표면과 표면으로부터 약 1/4되는 지점에서 X-선 회절선을 측정하여 중성자 회절선으로부터 구한 실험결과를 비교하였다.

그림 16은 공칭변형률 30%로 인장한 SUS 304의 표면( $S=1$ )과 표면에서 1/4되는 지점( $S=0.5$ )에서 측정된 X-선 회절선과 집합조직을 고려하지 않은 Rietveld 정련결과이다.  $S=0$ 에서  $R_B = 27\%$ ,  $R_w = 35\%$ ,  $S=0.5$ 에서  $R_B = 33\%$ ,  $R_w = 40\%$ 으로 Rietveld 정련결과의 신뢰도가 낮음을 알 수 있다. 집합조직을

고려하지 않은 Rietveld 정련으로부터 구한 마르텐사이트의 부피분율은 S=0에서 48%, S=0.5에서 2%이다.

그림 17과 18은 공칭변형률 30%로 일축인장한 SUS 304의 표면(S=1)과 표면에서 1/4되는 지점(S=0.5)에서 계산된 오스테나이트와 마르텐사이트의 극점도이며, 그림 19는 오스테나이트와 마르텐사이트의 방위분포함수 이다. 오스테나이트의 경우 표면과 중심부에 P와 Cube {001}<100> 성분 및 Copper {112}<111>성분의 집합조직이 발달해있으며, 중심부로 들어 갈 수록 집합조직이 강하게 발달했음을 알 수 있다. 마르텐사이트의 경우 표면에는 {011}<2 $\bar{1}$ 1> 성분 및 {213}< $\bar{1}$ 22> 성분의 집합조직이, 표면에서 1/4되는 지점에서는 {144}<3 $\bar{2}$ 1> 성분 및 {212}<1 $\bar{8}$ 3> 성분의 집합조직이 발달하였다.

그림 20은 오스테나이트와 마르텐사이트의 방위분포함수를 이용하여 공칭변형률 30%로 인장한 SUS 304의 표면(S=1)과 표면에서 1/4되는 지점(S=0.5)에서 측정한 X-선의 Rietveld 정련결과이다. S=0에서  $R_B=24\%$ ,  $R_w=32\%$ , S=0.5에서  $R_B=26\%$ ,  $R_w=34\%$ 로 Rietveld 정련결과의 신뢰도가 낮으나 회절선의 실험값과 계산값은 대략 일치하고 있다. 집합조직을 고려한 Rietveld 정련으로부터 구한 마르텐사이트의 부피분율은 S=0에서 35%, S=0.5에서 4%이다. 마르텐사이트의 (200)회절선과 오스테나이트의 (200) 및 (220) 회절선의 적분강도값을 식(2)에 대입하여 구한 S=0에서의 마르텐사이트의 부피분율은 50%이며, S=0.5에서의 부피분율은 0.5%이다. .

표 3은 공칭변형률 30%로 일축인장한 SUS 304의 중성자 회절선과 X-선 회절선의 Rietveld 정련 결과를 요약한 것이다. X-선의 부피분율은 표면(S=1)에서 구한 부피분율과 표면에서 1/4 지점(S=0.5)에서 구한 부피분율의 평균이며, 특정 회절선을 이용한 부피분율은 식(5)를 이용하여 구한 값이다. 중성자 회절선으로부터 구한 마르텐사이트의 부피분율에 비하여 X-선으로부터 구한 마르텐사이트의 부피분율이 작음을 알 수 있다.

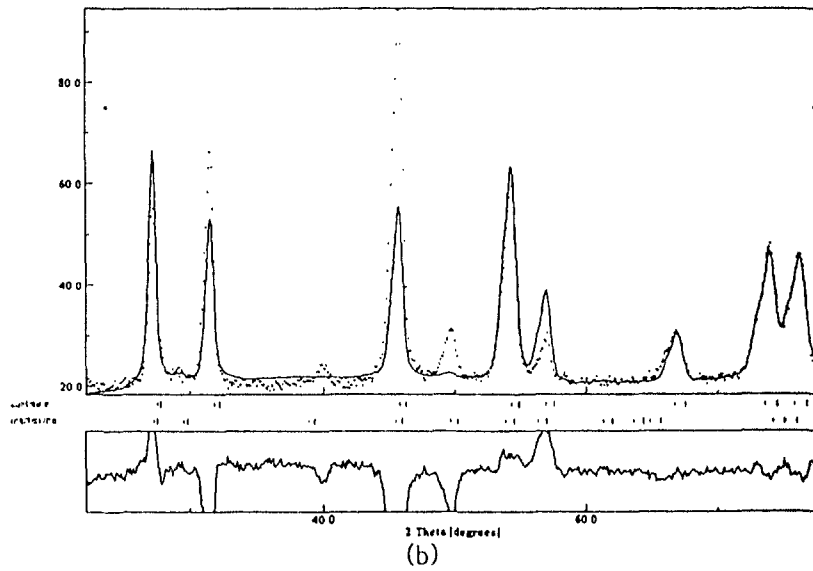
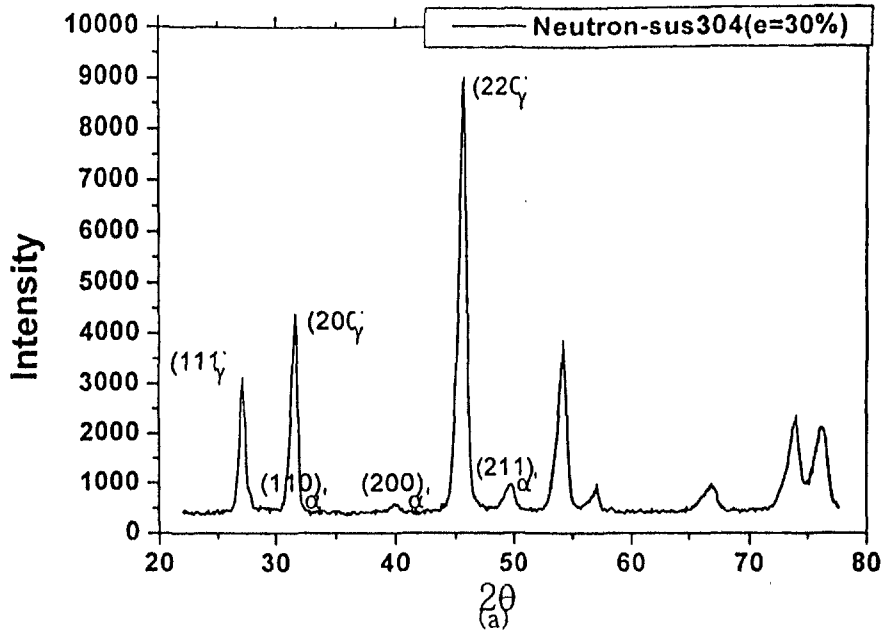


Fig. 12 Neutron spectrum and Rietveld refinement of SUS 304 (e=30%)

(a) Neutron Spectrum

(b) Rietveld refinement without texture correction

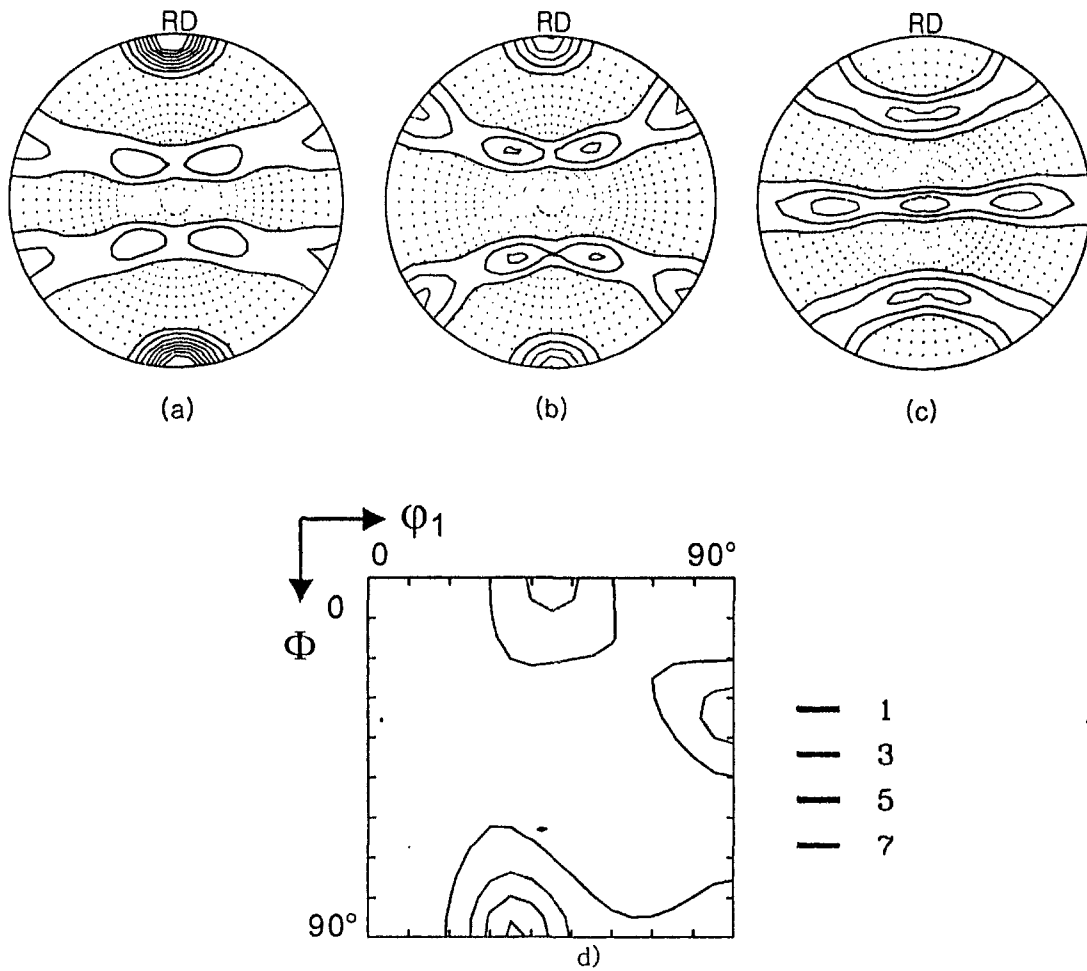


Fig. 13 Pole figures and ODF of Austenite of SUS 304 ( $e=30\%$ )

(a) 111 (b) 200 (c) 220, contour: 1,1.5,2,2.5,3,3.5,4,4.5,5,5.5  
 (d) ODF  $\phi_2=45^\circ$  section



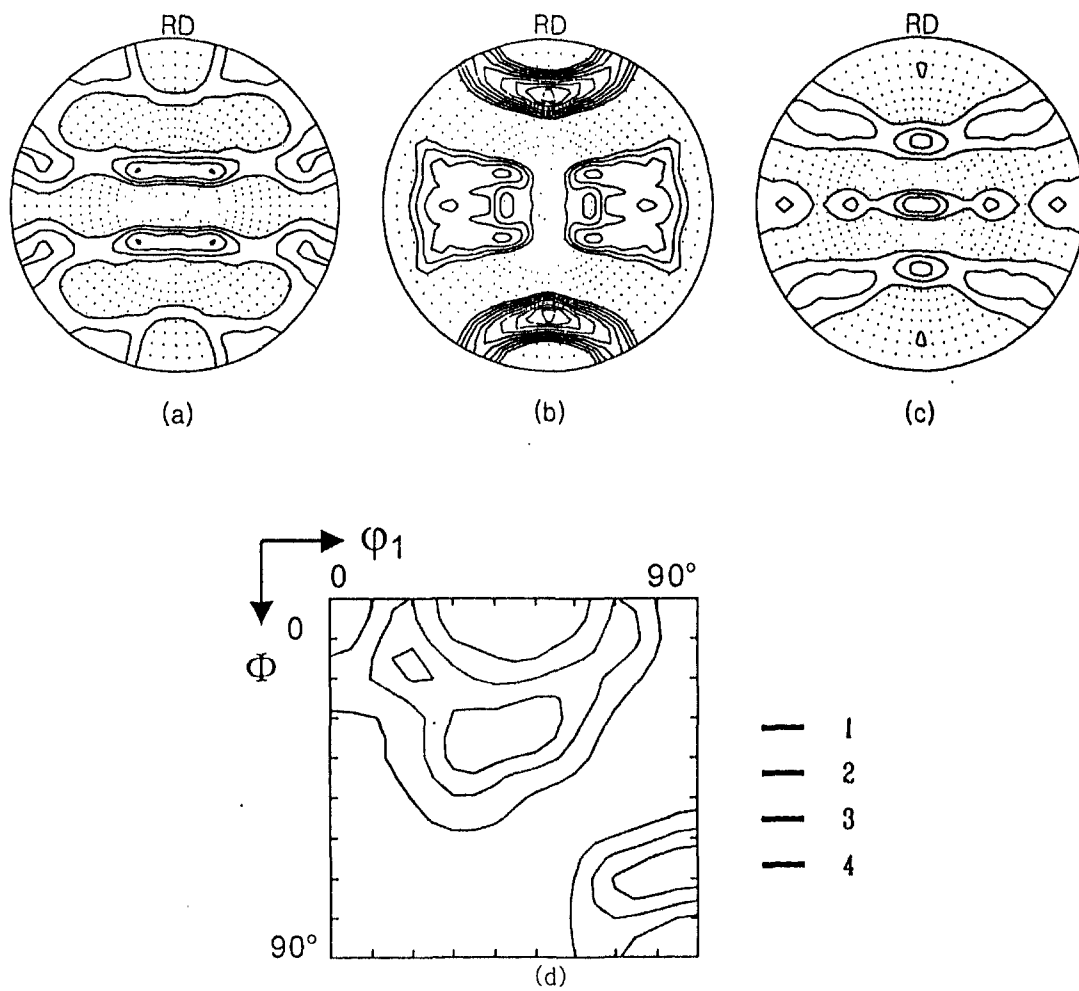


Fig. 14 Pole figures and ODF of Martensite of SUS 304 ( $\epsilon=30\%$ )

by Neutron

(a) 110 (b) 200 (c) 211, contour: 1,1.2,1.4,1.6,1.8,2,2.2,2.4,2.6

(d) ODF  $\phi_2=45^\circ$  section

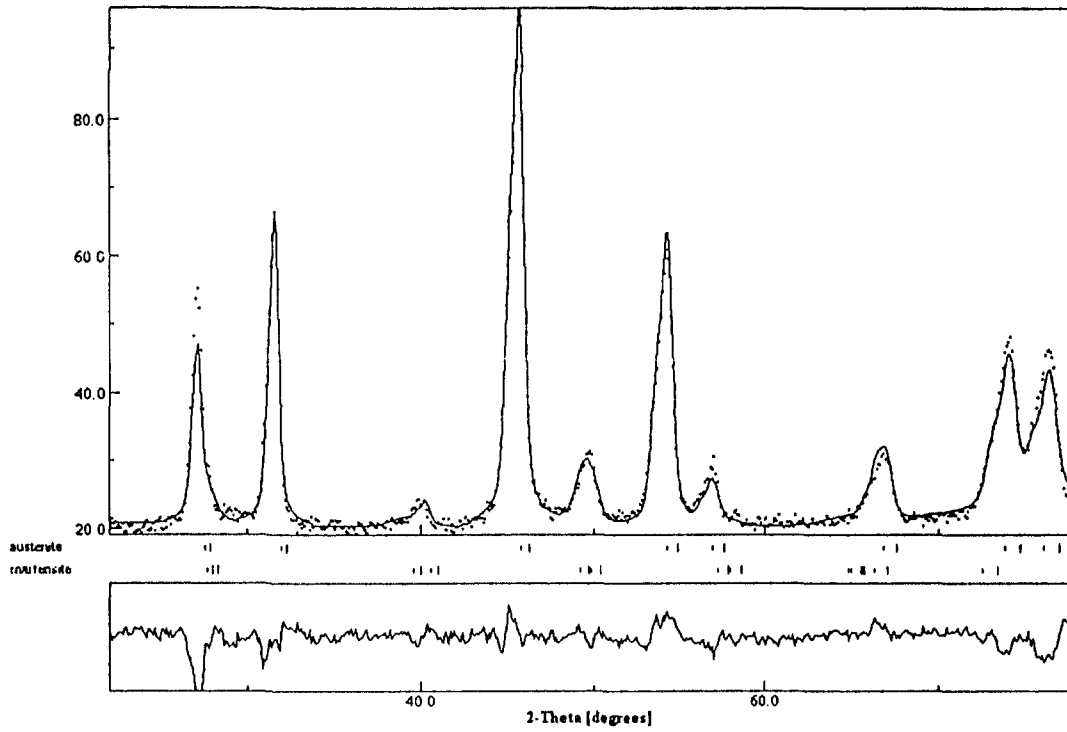
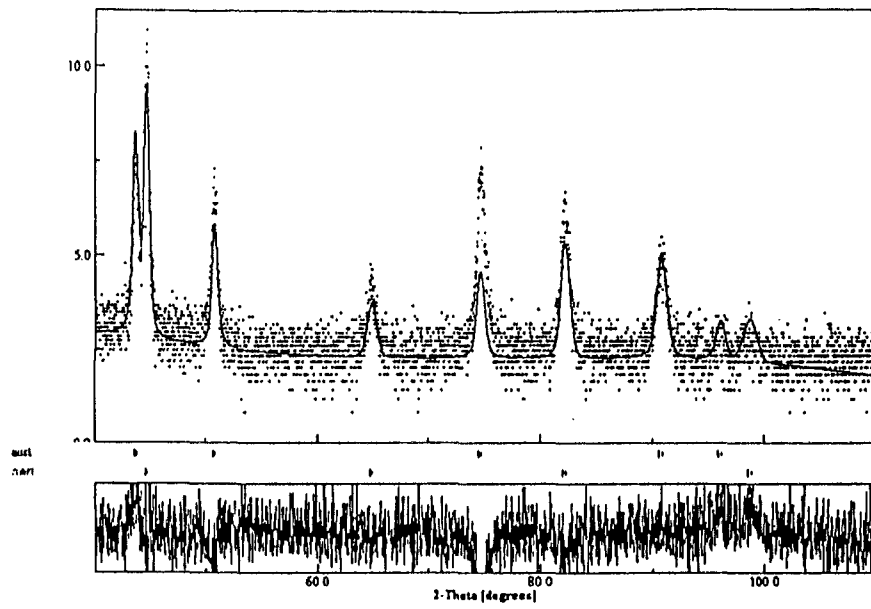
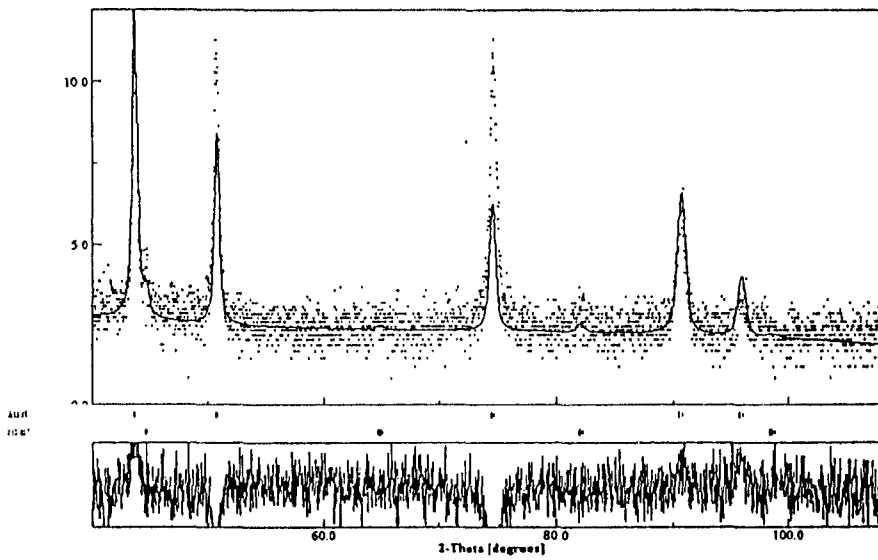


Fig. 15 Rietveld refinement of SUS 304 (e=30%) with texture correction by Neutron



(a)



(b)

Fig. 16 Rietveld refinement of SUS 304 ( $e=30\%$ ) without texture correction by X-ray  
 (a) Surface ( $s=1$ )  
 (b) 1/4 from Surface ( $s=0.5$ )

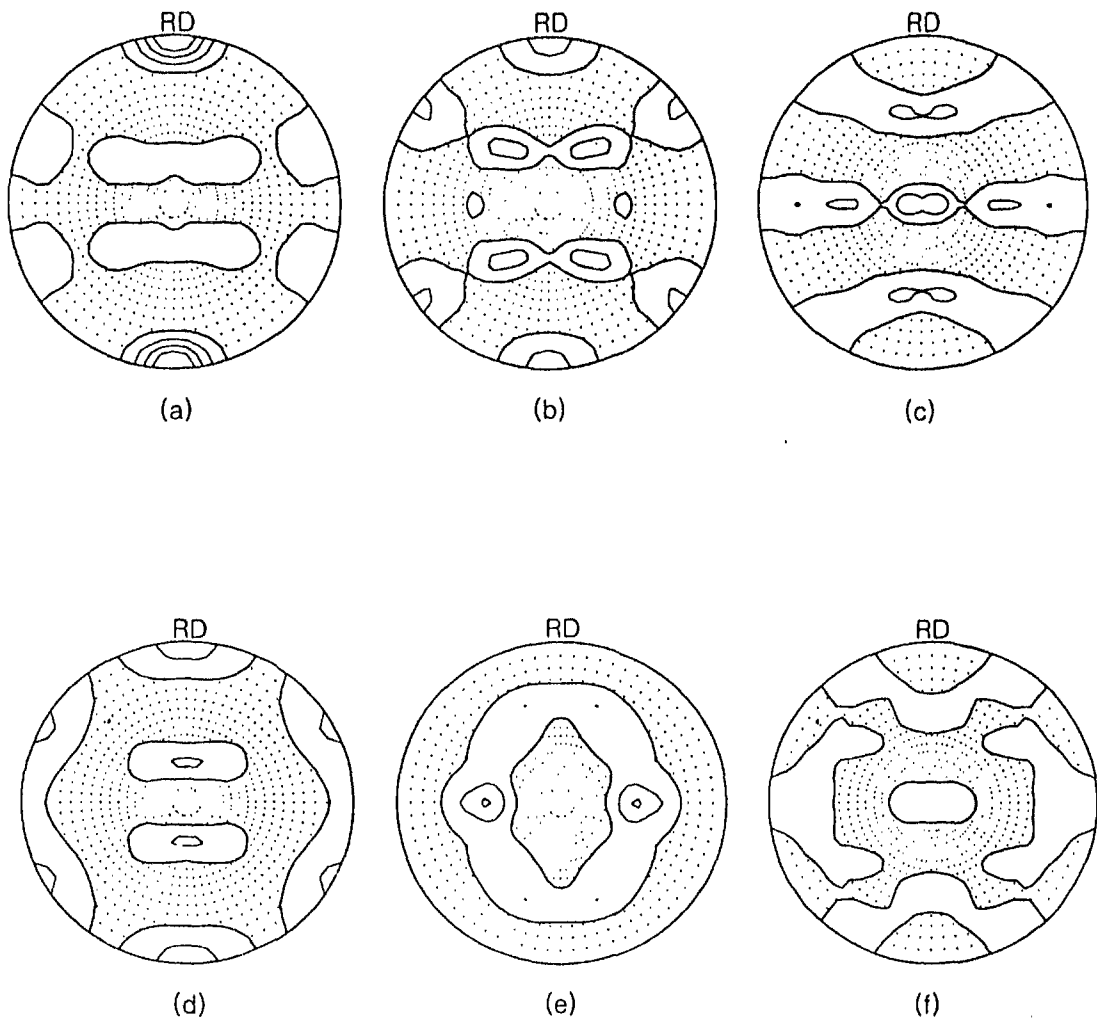


Fig. 17 Pole figures of Austenite and Martensite of SUS 304 ( $\epsilon=30\%$ ) at Surface (S=1) by X-ray

- Austenite : (a) 111    (b) 200    (c) 220, contour: 1,2,3,4,5
- Martensite: (d) 110    (e) 200    (f) 211, contour: 1,2,3

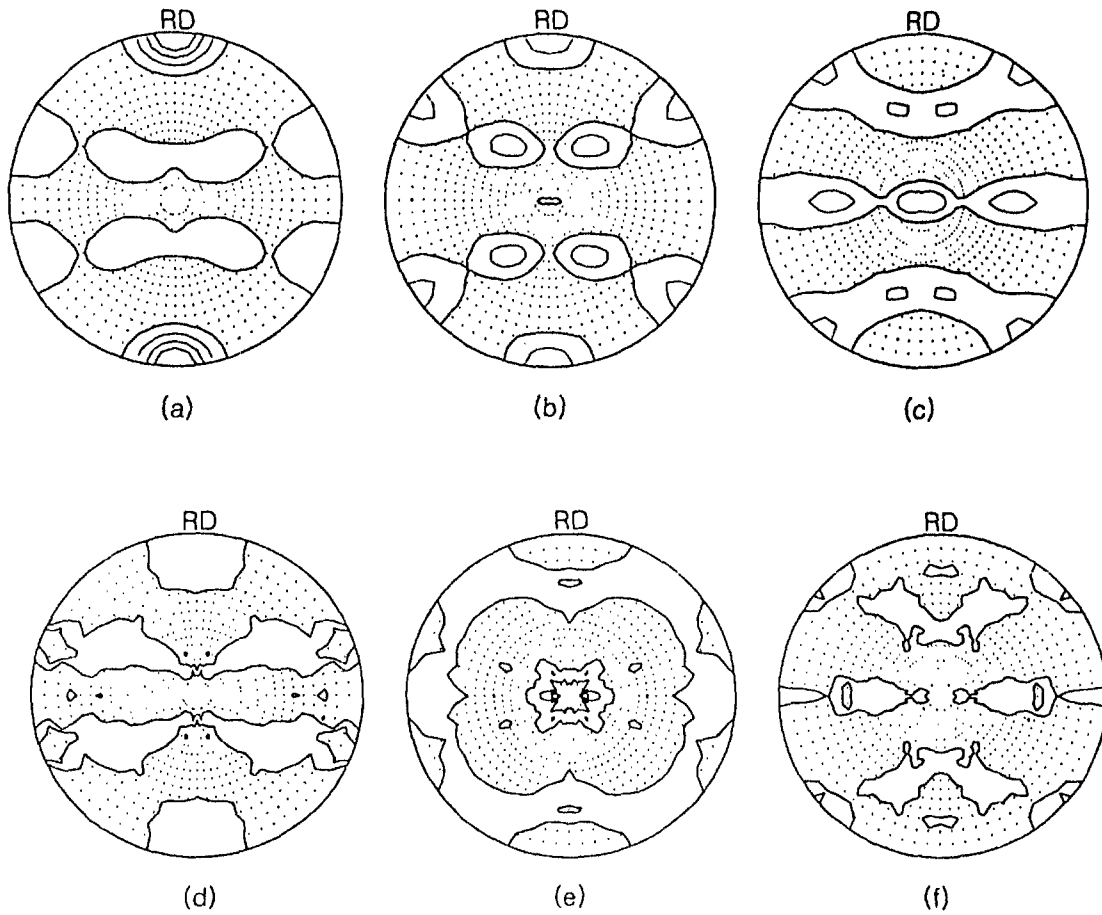


Fig. 18 Pole figures of Austenite and Martensite of SUS 304 ( $\epsilon=30\%$ )  
at 1/4 from Surface ( $S=0.5$ ) by X-ray

-Austenite : (a) 111 (b) 200 (c) 220, contour: 1,2,3,4,5  
-Martensite: (d) 110 (e) 200 (f) 211, contour: 1

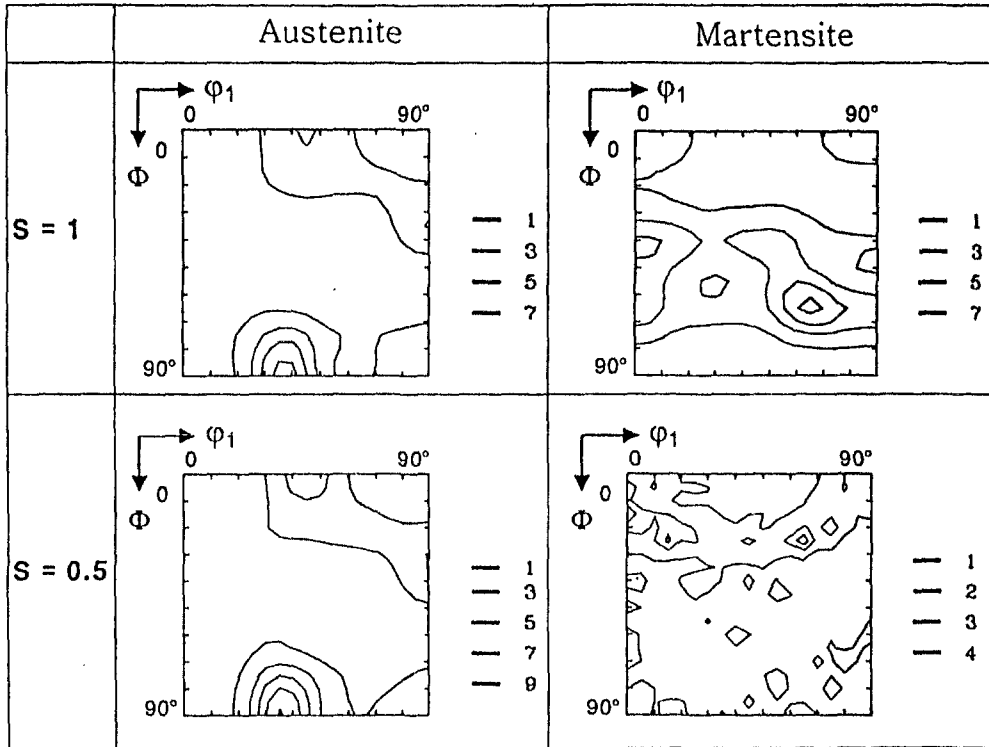
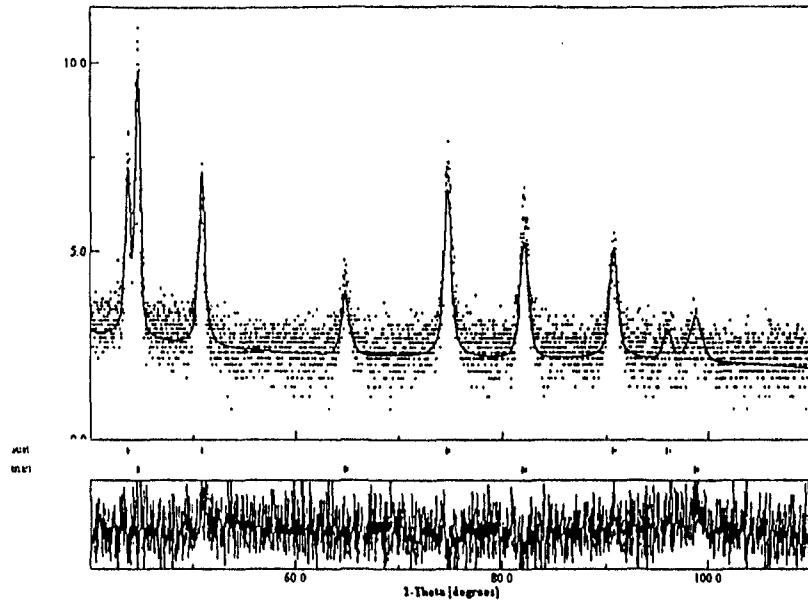
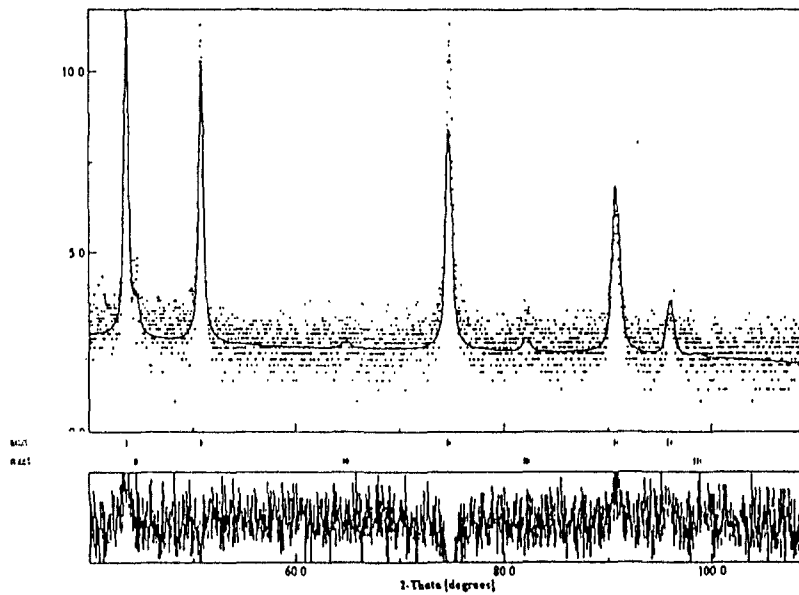


Fig. 19 ODFs of Austenite and Martensite of SUS 304 ( $\epsilon=30\%$ )  
at Surface ( $S=1$ ) and 1/4 from Surface ( $S=0.5$ ),  
ODF  $\phi_2=45^\circ$  section



(a)



(b)

Fig. 20 Rietveld refinement of SUS 304 with texture correction ( $e=30\%$ )

Table 3. Comparison of each method for SUS 304 ( $e=30\%$ )

	Neutron	X-ray	Specific diffracton ; eqa. (4)
No Texture	4	5	3.5
Texture correction	20	6	-



### 3. 공칭변형률 50%로 인장한 SUS 304

그림 21은 SUS 304 판재를 공칭변형률 50%로 인장 후 측정된 중성자 회절선과 집합조직을 고려하지 않은 Rietveld 정련결과이다. 오스테나이트의 (220)과 마르텐사이트의 (200) 및 (211) 회절선의 실험값과 계산값에 큰 차이가 있으며,  $R_B=23\%$ ,  $R_w=32\%$ 로 Rietveld 정련결과의 신뢰도가 낮음을 알 수 있다. 집합조직을 고려하지 않은 Rietveld 정련으로부터 구한 마르텐사이트의 부피분율은 15%이다.

그림 22와 23은 중성자를 이용하여 측정된 공칭변형률 50%로 인장한 SUS 304의 오스테나이트와 마르텐사이트의 계산된 극점도와 방위분포함수를  $\varphi_2=45^\circ$  단면에서 나타낸 것이다. 오스테나이트의 경우 공칭변형률 30%로 인장한 SUS 304와 같이 P와 Copper{112}<111> 성분 및 Cube{001}<100> 성분의 집합조직이 발달해 있다. 최대  $f(g)$ 값은 10으로 공칭변형률 30%로 인장한 경우보다 강한 집합조직이 발달해 있음을 알 수 있다. 마르텐사이트의 경우 {144}<4 $\bar{2}$ 1> 성분 및 {313}< $\bar{1}$ 11> 성분의 집합조직이 발달하였으며, 최대  $f(g)$ 값은 4로 공칭변형률 30%로 인장한 SUS 304의 마르텐사이트와 같다.

그림 24는 WIMV로부터 구한 오스테나이트와 마르텐사이트의 방위분포함수를 이용하여 공칭변형률 50%로 인장한 SUS 304를 Rietveld 정련한 결과이다. 집합조직을 고려한 결과 오스테나이트의 (111) 회절선의 실험값과 계산값이 차이를 보이지만, 오스테나이트의 (220)과 마르텐사이트의 (200) 및 (211) 회절선의 실험값과 계산값은 잘 일치함을 볼 수 있다. Rietveld 정련결과의 신뢰도는  $R_B=7.6\%$ ,  $R_w=10.7\%$ 로 높으며, 계산된 마르텐사이트의 부피분율은 27%이다.

X-선을 이용한 정량분석의 경우 공칭변형률 30%로 인장한 경우와 같이 표면( $S=1$ )과 표면으로부터 약 1/4( $S=0.5$ )되는 지점에서 X-선 회절선을 측정하여 중성자 회절선으로부터 구한 실험결과와 비교하였다.

그림 25는 공칭변형률 50%로 인장한 SUS 304의 표면( $S=1$ )과 표면에서 1/4되는 지점( $S=0.5$ )에서 측정된 X-선 회절선과 집합조직을 고려하지 않은 Rietveld 정련결과이다.  $S=0$ 에서  $R_B=28\%$ ,  $R_w=36\%$ ,  $S=0.5$ 에서  $R_B=29\%$ ,  $R_w=36\%$ 로 Rietveld 정련결과의 신뢰도가 낮음을 알 수 있다. 집합조직을 고려하지

않은 Rietveld 정련으로부터 구한 마르텐사이트의 부피분율은 S=0에서 15%, S=0.5에서 8%이다.

그림 26과 27은 공칭변형률 50%로 인장한 SUS 304의 표면(S=1)과 표면의 1/4되는 지점(S=0.5)에서 구한 오스테나이트와 마르텐사이트의 계산된 극점도이며, 그림 28은 오스테나이트와 마르텐사이트의 방위분포함수이다. 오스테나이트의 경우 표면과 중심부에 P와 Cube {001} <100> 성분 및 Copper {112} <111>성분의 집합조직이 발달해있으며, 중심부로 들어 갈 수록 집합조직이 강하게 발달했음을 알 수 있다. 마르텐사이트의 경우 표면에는 {011} <1 $\bar{1}$ 1> 성분 및 {211} < $\bar{1}$ 32> 성분의 집합조직이, 중심부에서는 {212} <1 $\bar{1}$ 2> 성분의 집합조직이 발달하여 표면과 중심부의 집합조직 성분이 다름을 알 수 있다.

그림 29는 오스테나이트와 마르텐사이트의 방위분포함수를 이용하여 공칭변형률 50%로 인장한 SUS 304의 표면(S=1)과 표면에서 1/4되는 지점(S=0.5)에서 측정한 X-선의 Rietveld 정련결과이다. S=0에서  $R_B=25\%$ ,  $R_w=33\%$ , S=0.5에서  $R_B=21\%$ ,  $R_w=30\%$ 으로 Rietveld 정련결과의 신뢰도가 낮으나 회절선의 실험값과 계산값은 대략 일치하고 있다. 집합조직을 고려한 Rietveld 정련으로부터 구한 마르텐사이트의 부피분율은 S=0에서 43%, S=0.5에서 21%이다.

표 4는 공칭변형률 50%로 일축인장한 SUS 304의 중성자 회절선과 X-선 회절선의 Rietveld 정련 결과를 요약한 것이다. X-선의 부피분율은 표면(S=1)에서 구한 부피분율과 표면에서 1/4 지점(S=0.5)에서 구한 부피분율의 평균이며, 특정 회절선을 이용한 부피분율은 식(5)를 이용하여 구한 값이다. 중성자 회절선으로부터 구한 마르텐사이트의 부피분율과 X-선으로부터 구한 마르텐사이트의 부피분율이 거의 일치함을 알 수 있으며 특정 회절선을 이용하여 구한 마르텐사이트의 부피분율은 시편에 발달한 집합조직에 의하여 집합조직을 고려한 Rietveld 정련결과와 차이를 나타내고 있다.

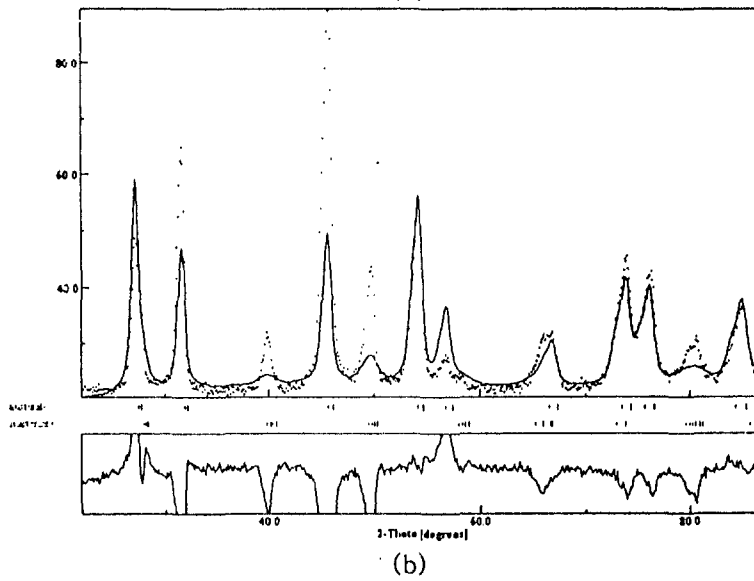
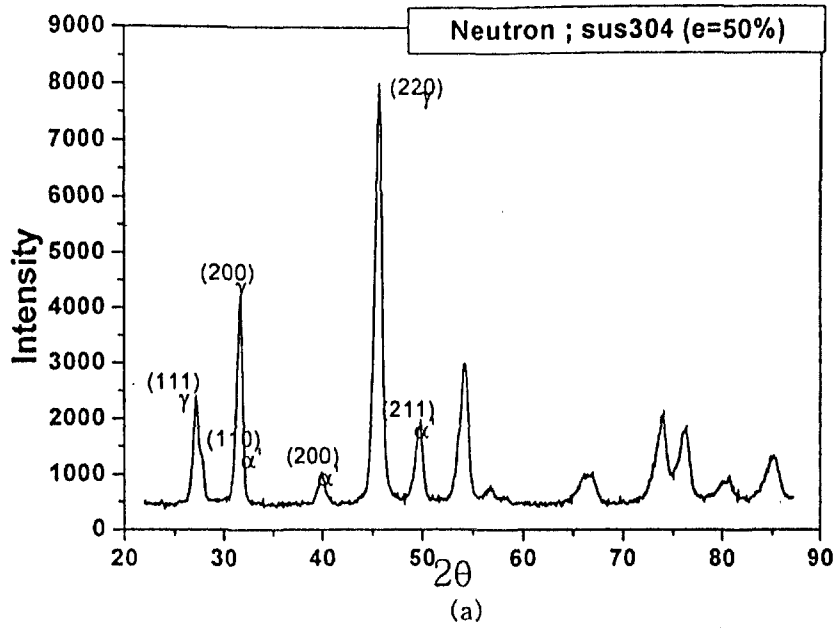


Fig.21 Neutron spectrum and Rietveld refinement of SUS 304 (e=50%)  
 (a) Neutron Spectrum  
 (b) Rietveld refinement without texture correction

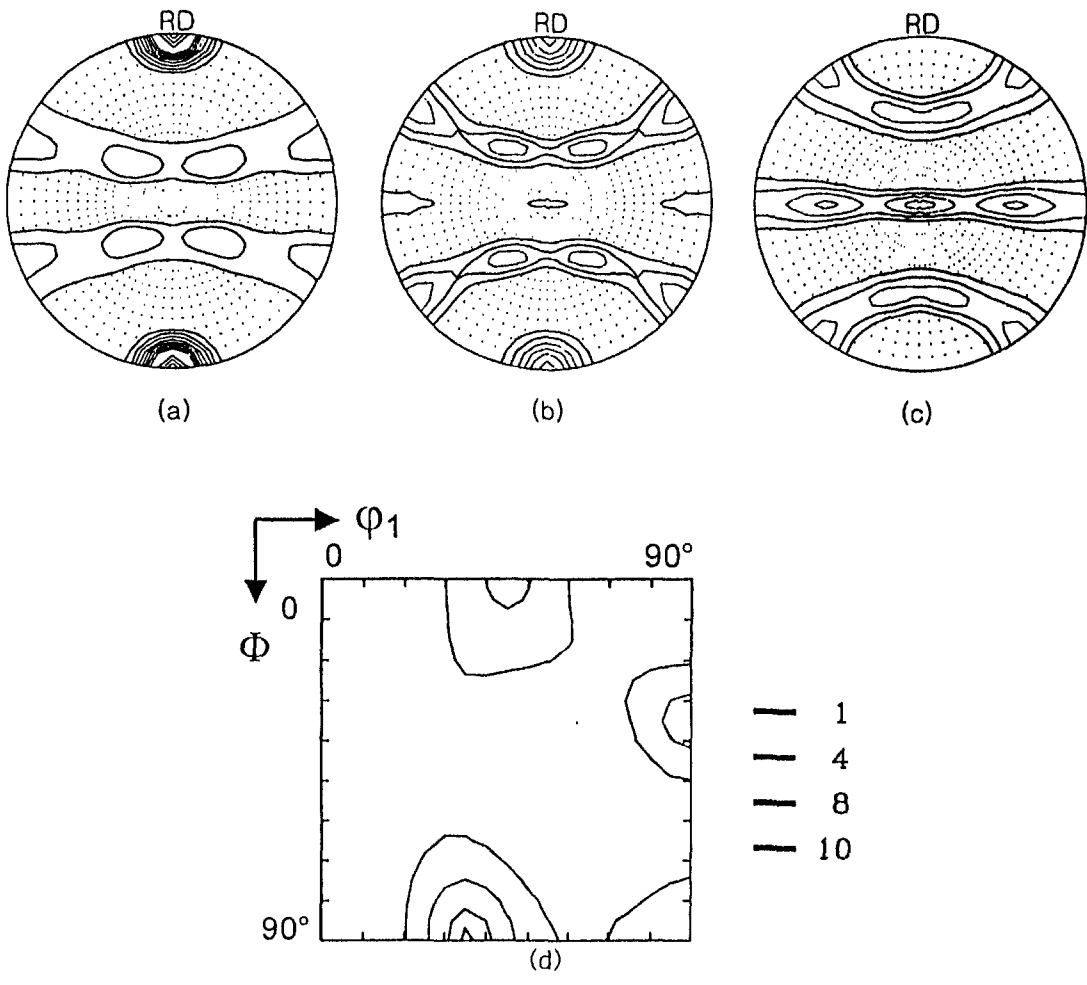


Fig. 22 Pole figures and ODF of Austenite of SUS 304 ( $e=50\%$ ) by Neutron  
 (a) 110 (b) 200 (c) 220,  
 contour: 1, 1.5, 2, 2.5, 3, 3.5, 4, 4.5, 5, 5.5, 6, 6.5, 7  
 (d) ODF  $\phi_2=45^\circ$  section

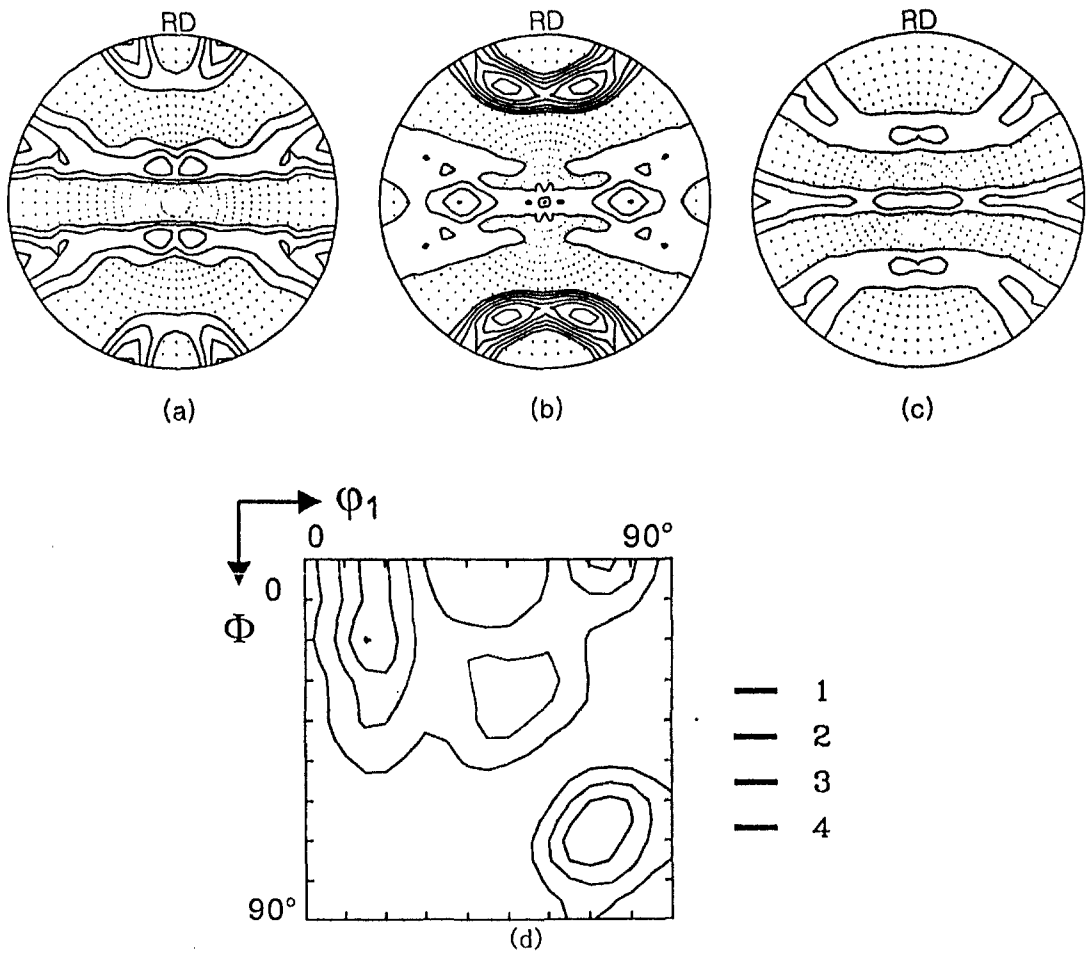


Fig. 23 Pole figures and ODF of Martensite of SUS 304 ( $\epsilon=50\%$ )  
 by Neutron  
 (a) 110 (b) 200 (c) 211, contour: 1,1.2,1.4,1.6,1.8,2.0  
 (d) ODF  $\phi_2=45^\circ$  section

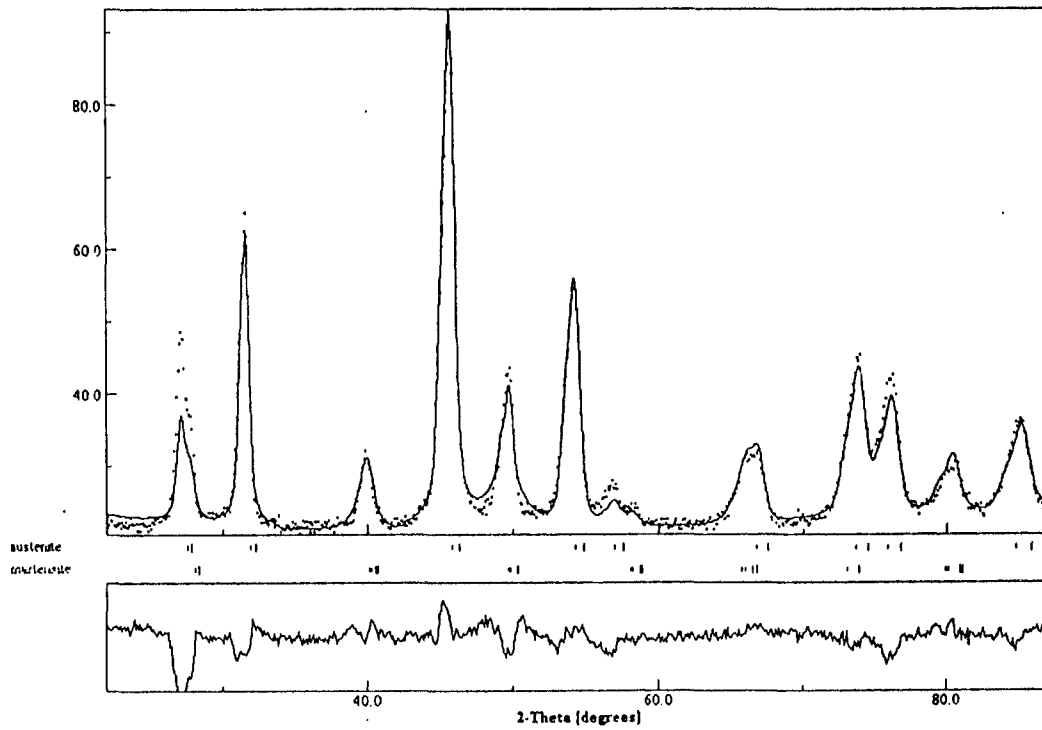
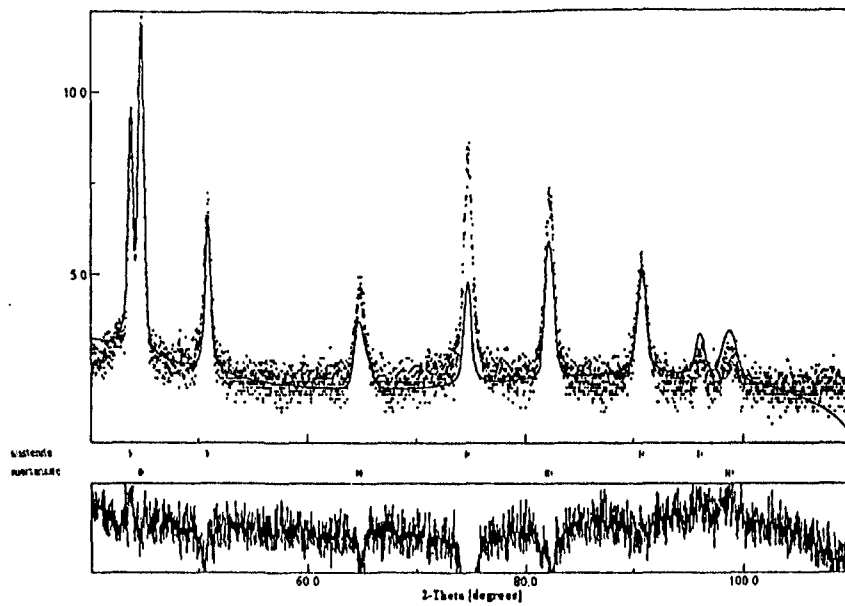
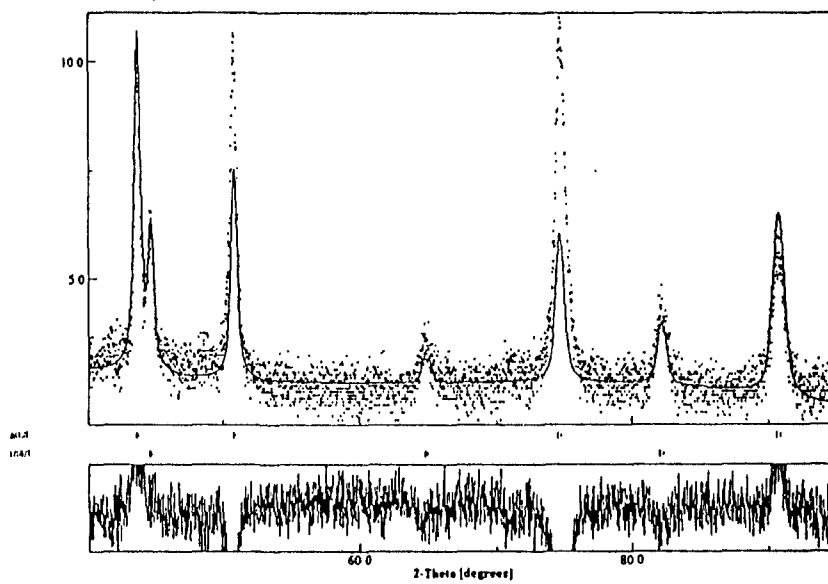


Fig. 24 Rietveld refinement of SUS 304 (e=50%) with texture correction by Neutron



(a)



(b)

Fig. 25 Rietveld refinement of SUS 304 ( $e=50\%$ ) without texture correction by X-ray  
 (a) Surface ( $s=1$ )    (b) 1/4 from Surface ( $s=0.5$ )

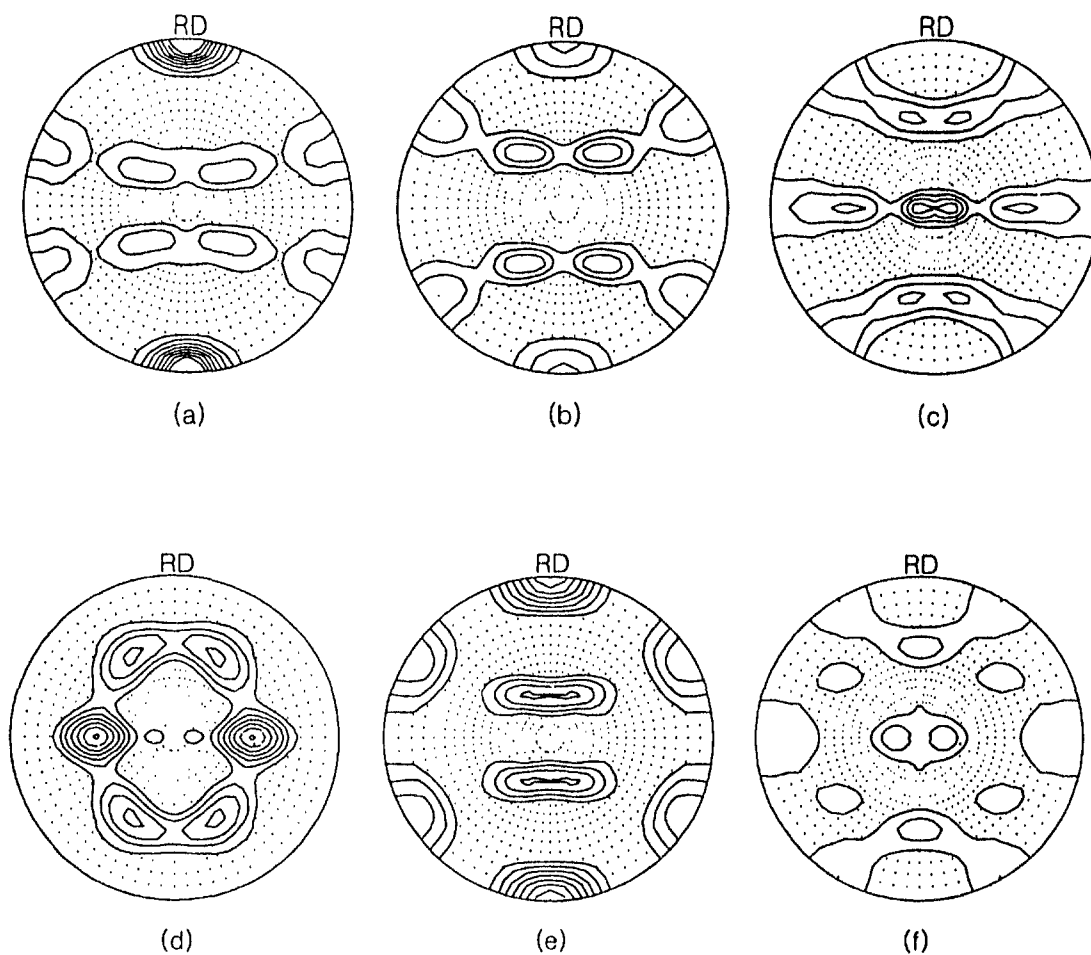


Fig. 26 Pole figures of Austenite and Martensite of SUS 304 ( $\epsilon=50\%$ )  
at Surface ( $S=1$ ) by X-ray

-Austenite : (a) 111 (b) 200 (c) 220  
contour: 1, 1.5, 2, 2.5, 3, 3.5, 4, 4.5, 5, 6  
-Martensite : (d) 110 (e) 200 (f) 211,  
contour: 1, 1.2, 1.4, 1.6, 1.8, 2, 2.2, 2.4



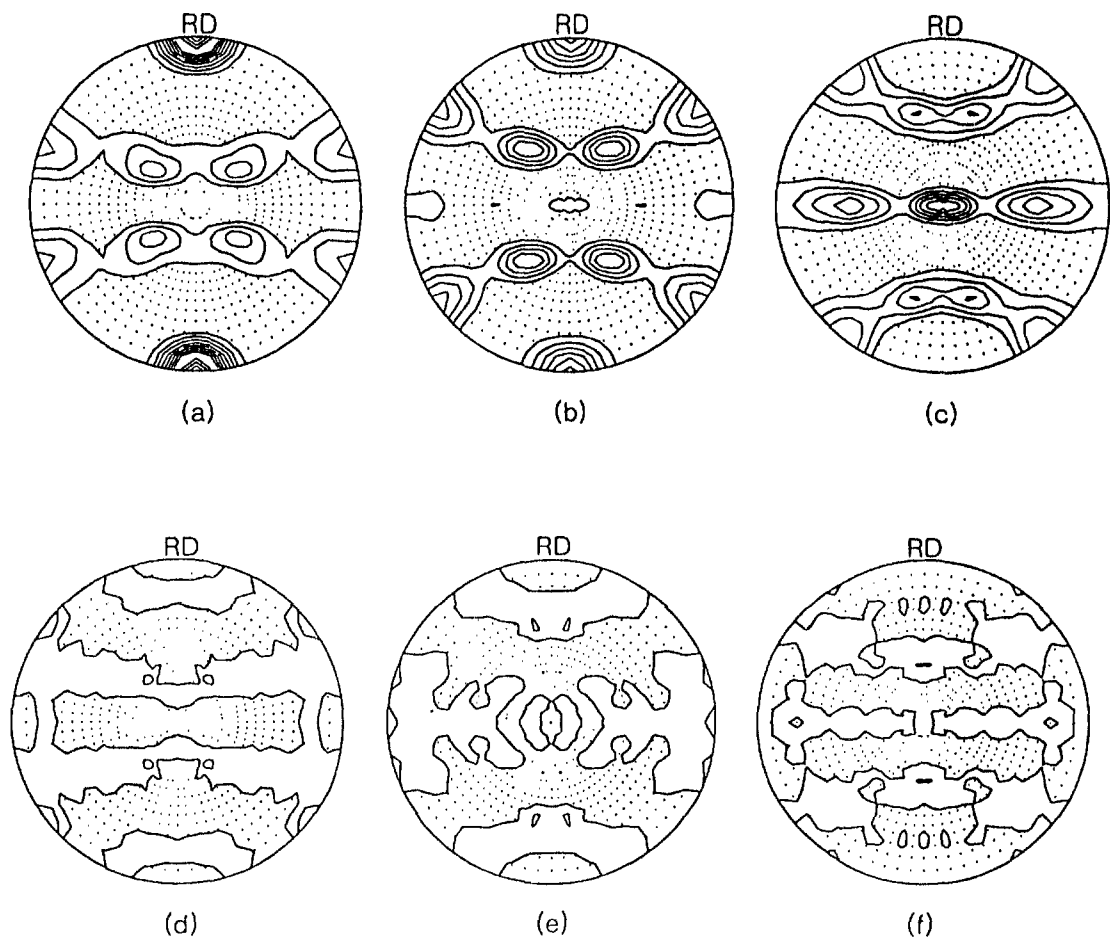


Fig. 27 Pole figures of Austenite and Martensite of SUS 304 ( $\epsilon=50\%$ )  
 at 1/4 from Surface ( $S=0.5$ ) by X-ray  
 -Austenite : (a) 111 (b) 200 (c) 220,  
 contour: 1,1.5,2,2.5,3,3.5,4,4.5,5,5.5,6,6.5,7,7.5  
 -Martensite: (d) 110 (e) 200 (f) 211, contour: 1,2

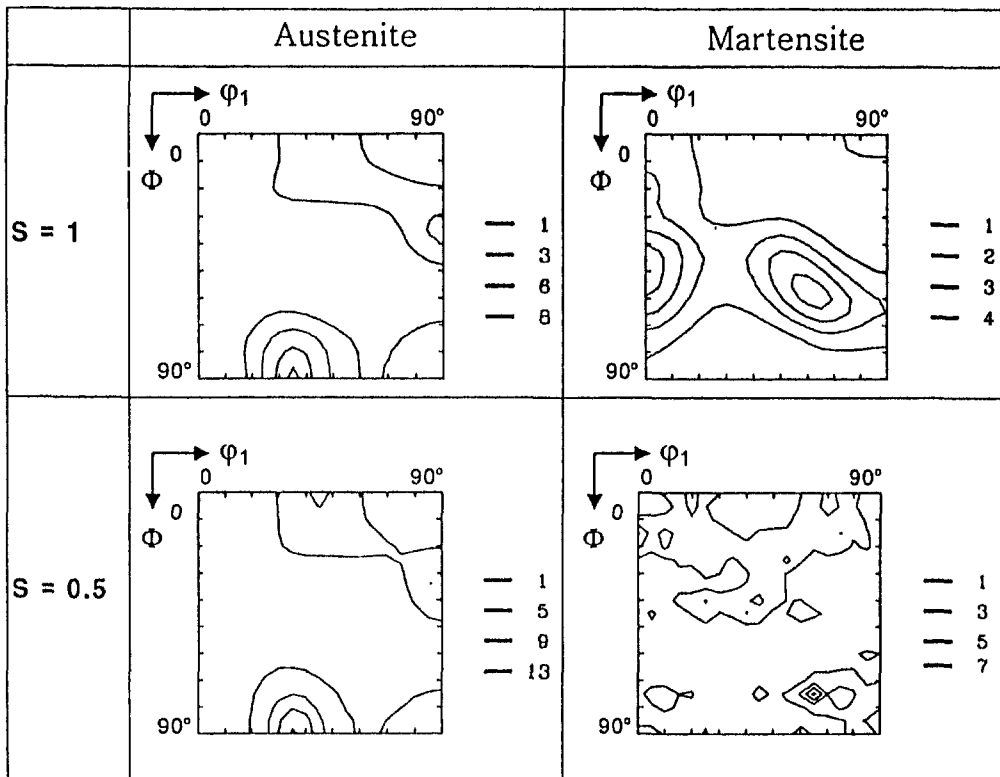
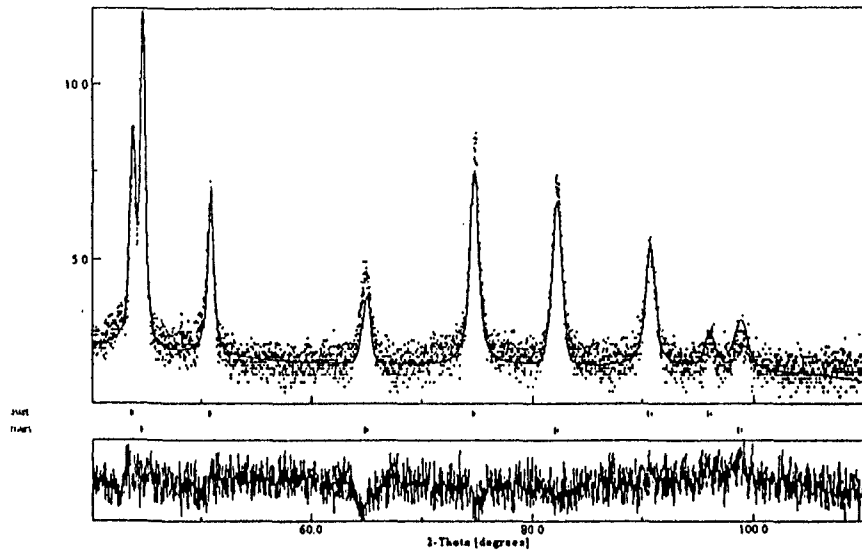
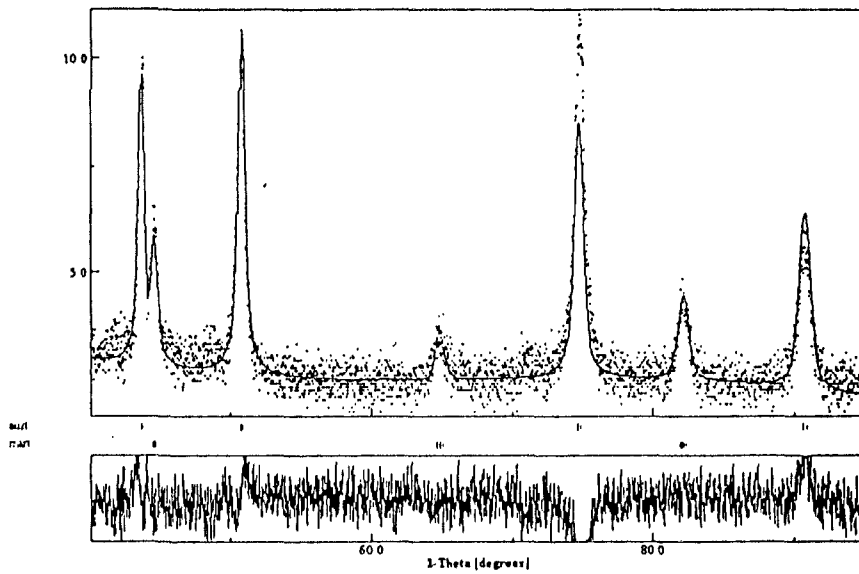


Fig. 28 ODFs of Austenite and Martensite of SUS 304 ( $\epsilon=50\%$ ) at Surface ( $S=1$ ) and 1/4 from Surface ( $S=0.5$ ); ODF  $\phi_2=45^\circ$  section



(a)



(b)

Fig. 29 Rietveld refinement of SUS 304 ( $\epsilon=50\%$ ) with texture correction by X-ray  
 (a) Surface ( $s=1$ )  
 (b) 1/4 from Surface ( $s=0.5$ )

Table 4. Comparison of each method for SUS 304 ( $e=50\%$ )

	Neutron	X-ray	Specific diffraction ; eqa. (4)
No Texture	15	10	16
Texture correction	27	23	-

#### 4. Si-Mn TRIP steel

그림 30은 Si-Mn TRIP강의 중성자 회절선과 집합조직을 고려하지 않은 Rietveld 정련결과이다.  $R_B=8\%$ ,  $R_w=10\%$  로 Rietveld 정련결과의 신뢰도가 높으며, 실험값과 계산값이 잘 일치함을 알 수 있다. 계산된 마르텐사이트의 부피분율은 14%이다.

그림 31과 32는 Si-Mn TRIP강의 표면에서 측정된 오스테나이트와 페라이트의 계산된 극점도와 방위분포함수이다. 오스테나이트의 최대  $f(g)$  값은 3이며, Brass 성분과 Cube 성분의 집합조직이 약하게 발달해 있다. 페라이트의 최대  $f(g)$  값은 4로 역시 집합조직이 약하게 발달해 있다. 표준시편과 같이 집합조직이 약하게 발달해 있는 경우 집합조직을 고려하지 않은 Rietveld 정련으로도 양호한 정량분석 결과를 얻을 수 있다.

그림 33은 Si-Mn TRIP강의 표면에서 측정된 X-선 회절선과 집합조직을 고려하지 않은 Rietveld 정련결과이다.  $R_B=32\%$ ,  $R_w=40\%$ 로 Rietveld 정련결과의 신뢰도가 낮으며, 계산된 마르텐사이트의 부피분율은 6%이다.

그림 34는 X-선으로 측정된 오스테나이트와 페라이트의 방위분포함수이다. 오스테나이트와 페라이트의 최대  $f(g)$  값은 5로 집합조직이 약하게 발달하였다. 그림 35는 오스테나이트와 페라이트의 방위분포함수를 이용하여 Rietveld 정련한 결과이다.  $R_B=8\%$ ,  $R_w=22\%$  으로 Rietveld 정련결과의 신뢰도는 조금 낮으나, 실험값과 계산값이 거의 일치함을 알 수 있다. 계산된 마르텐사이트의 부피분율은 11%이다.

표 5는 Si-Mn TRIP강의 중성자 회절선과 X-선 회절선의 Rietveld 정련 결과를 요약한 것이다. 특정 회절선을 이용한 부피분율은 식(5)를 이용하여 구한 것이다. 중성자 회절선과 X-선 회절선으로부터 구한 오스테나이트의 부피분율은 거의 일치함을 알 수 있으며 특정 회절선을 이용하여 구한 마르텐사이트의 부피분율은 시편에 발달한 집합조직에 의하여 집합조직을 고려한 Rietveld 정련결과와 차이를 나타내고 있다.

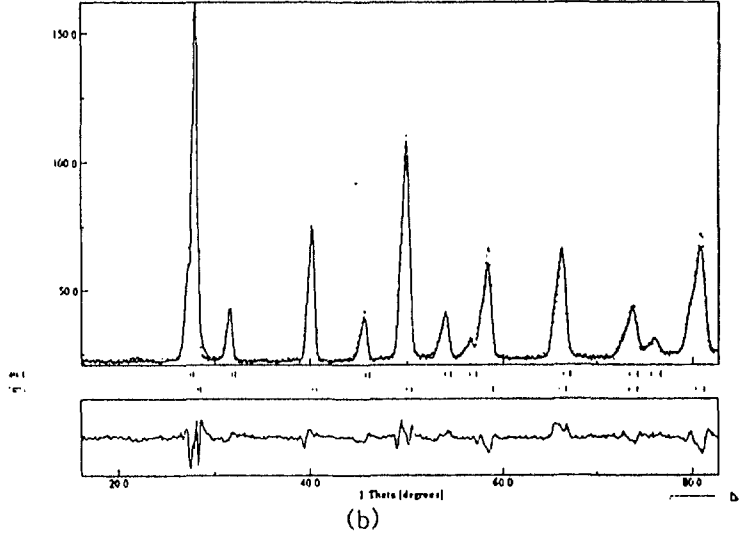
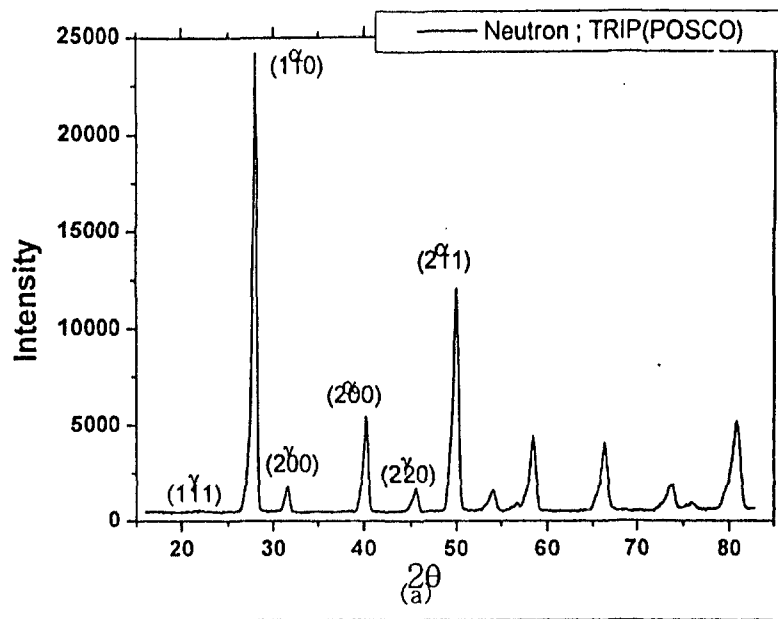


Fig.30 Neutron spectrum and Rietveld refinement of TRIP steel  
 (a) Neutron Spectrum  
 (b) Rietveld refinement without texture correction

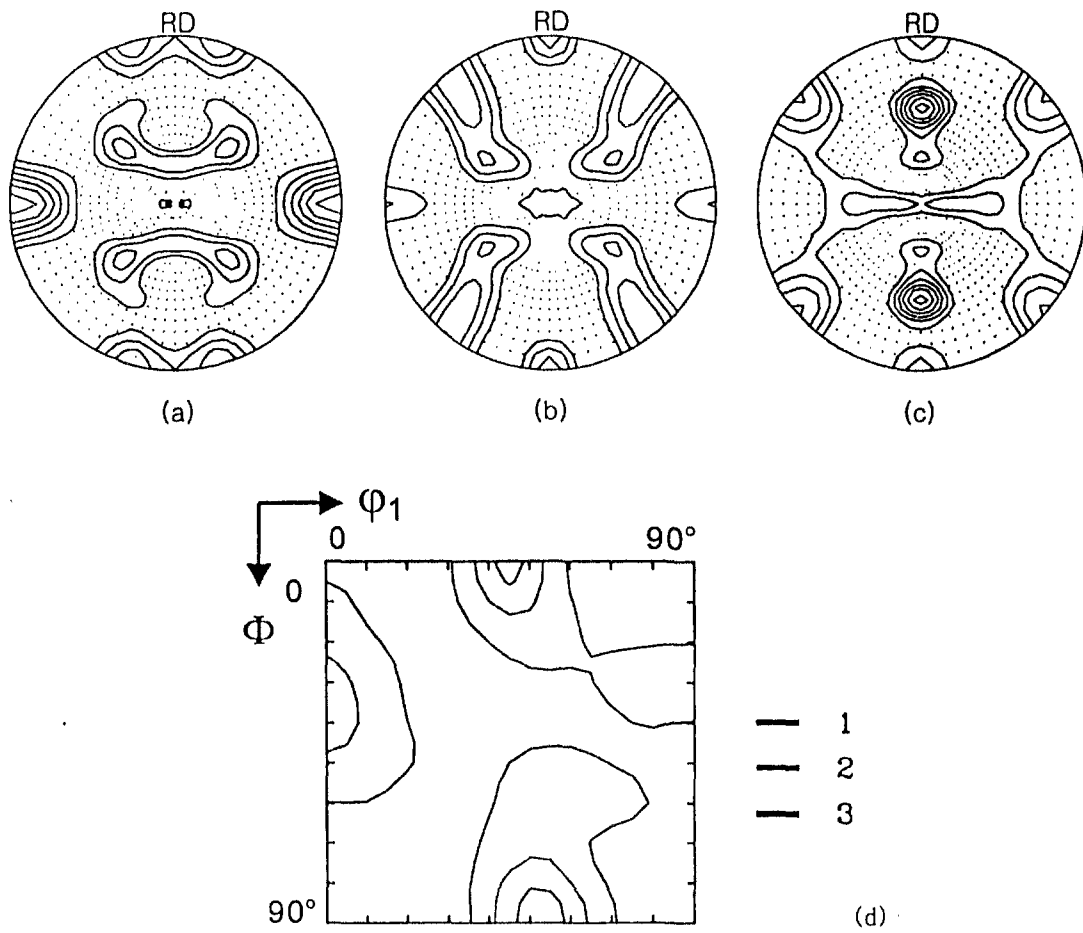


Fig. 31 Pole figures and ODF of Austenite of TRIP steel by Neutron

(a) 111 (b) 200 (c) 220, contour: 1,1.2,1.4,1.6,1.8,2

(d) ODF  $\phi_2=45^\circ$  section

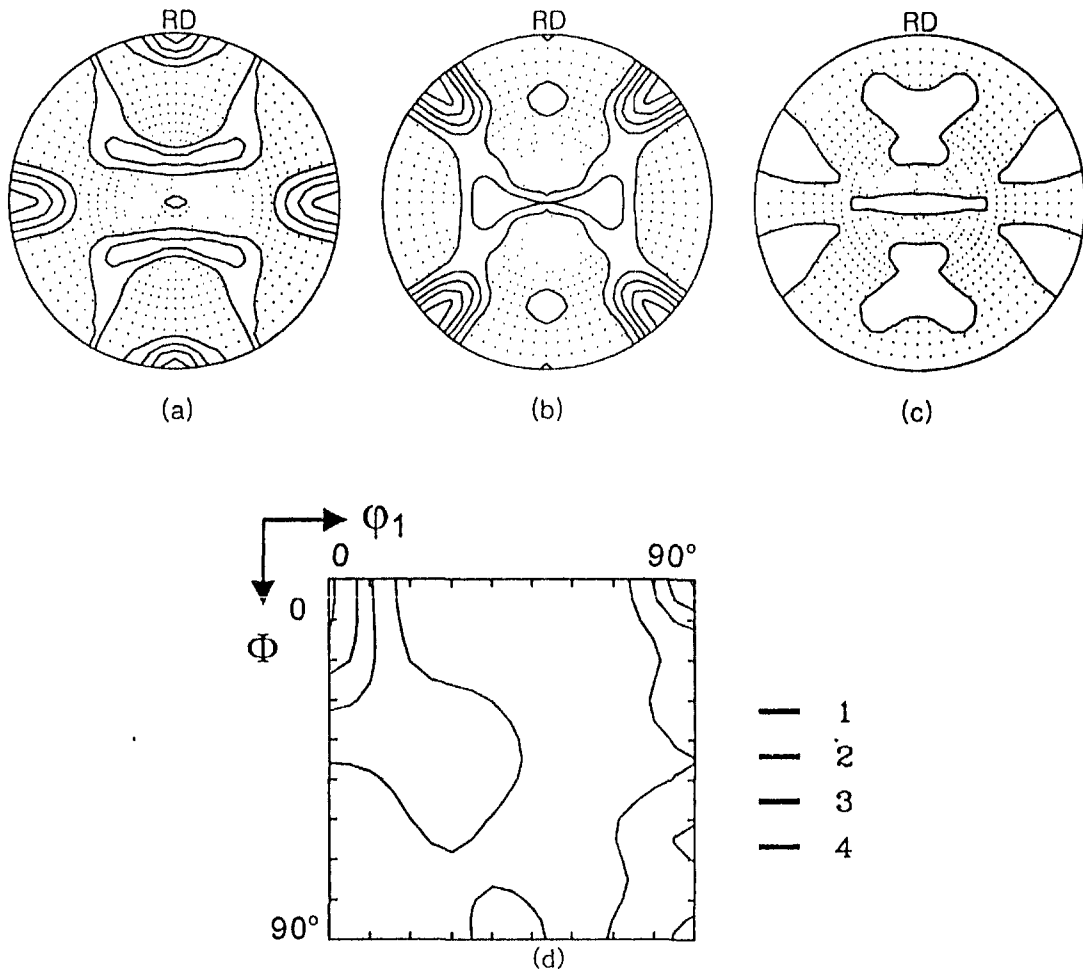
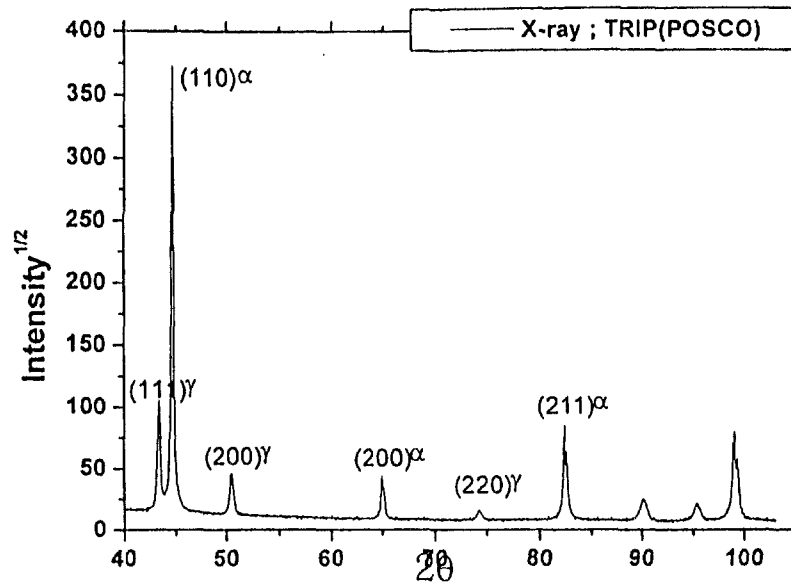


Fig. 32 Pole figures and ODF of Ferrite of TRIP steel by Neutron

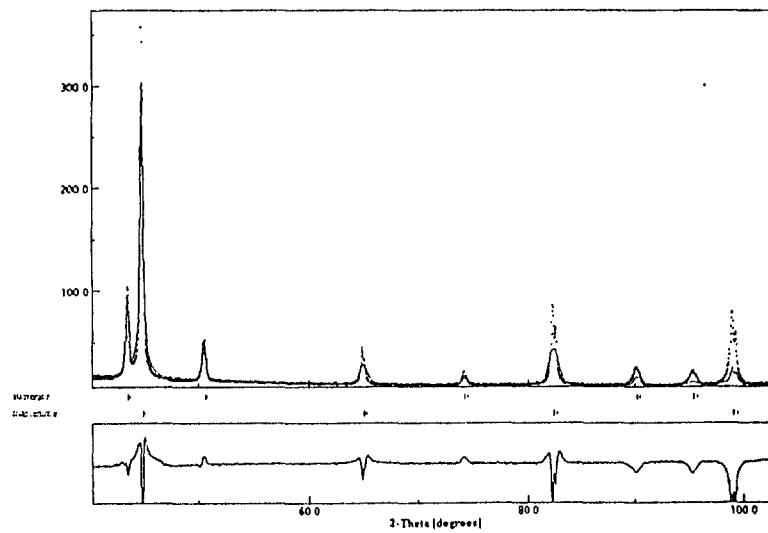
(a) 110 (b) 200 (c) 211, contour: 1,1.2,1.4,1.6,1.8

(d) ODF  $\varphi_2=45^\circ$  section





(a)



(b)

Fig. 33 X-ray spectrum and Rietveld refinement of TRIP steel  
 (a) X-ray Spectrum  
 (b) Rietveld refinement without texture correction

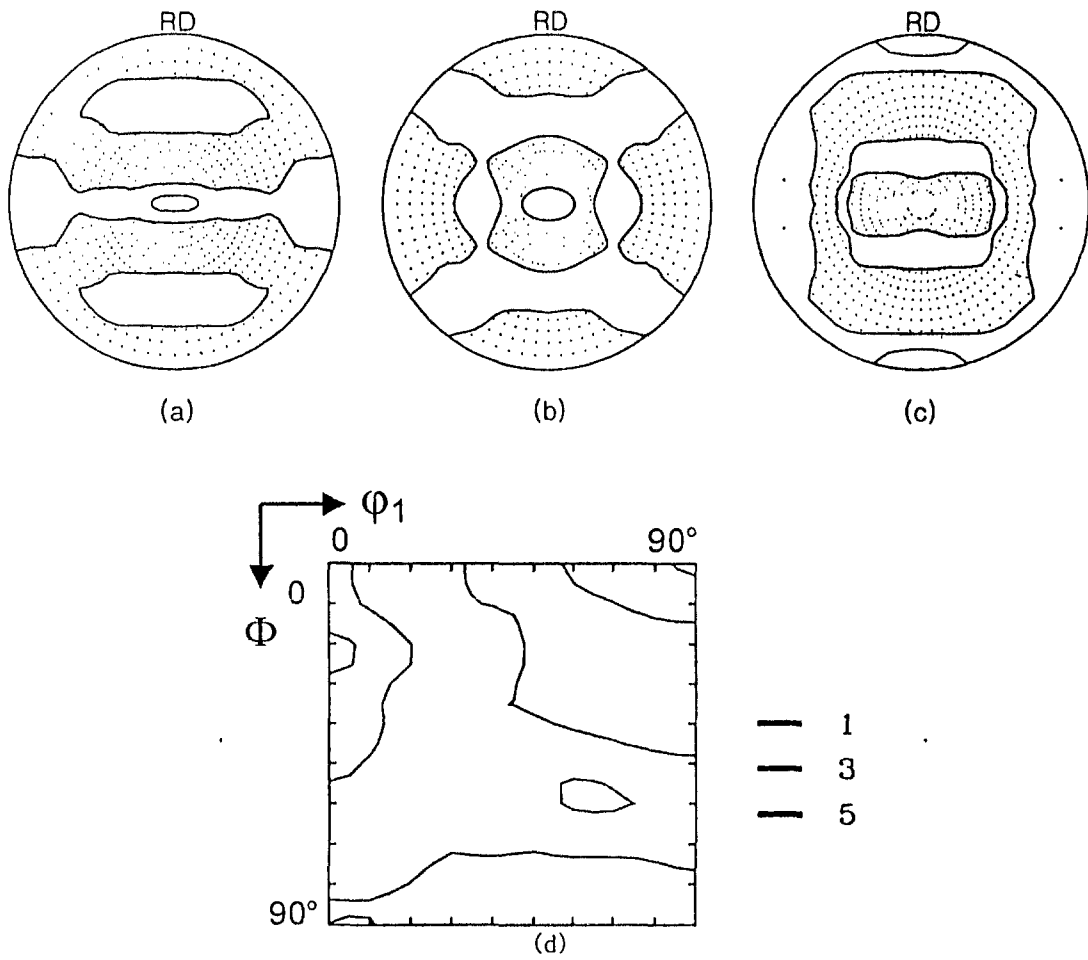


Fig. 34 Pole figures and ODF of Austenite of TRIP steel by X-ray  
 (a) 111 (b) 200 (c) 220, contour: 1, 2,3  
 (d) ODF  $\phi_2=45^\circ$  section

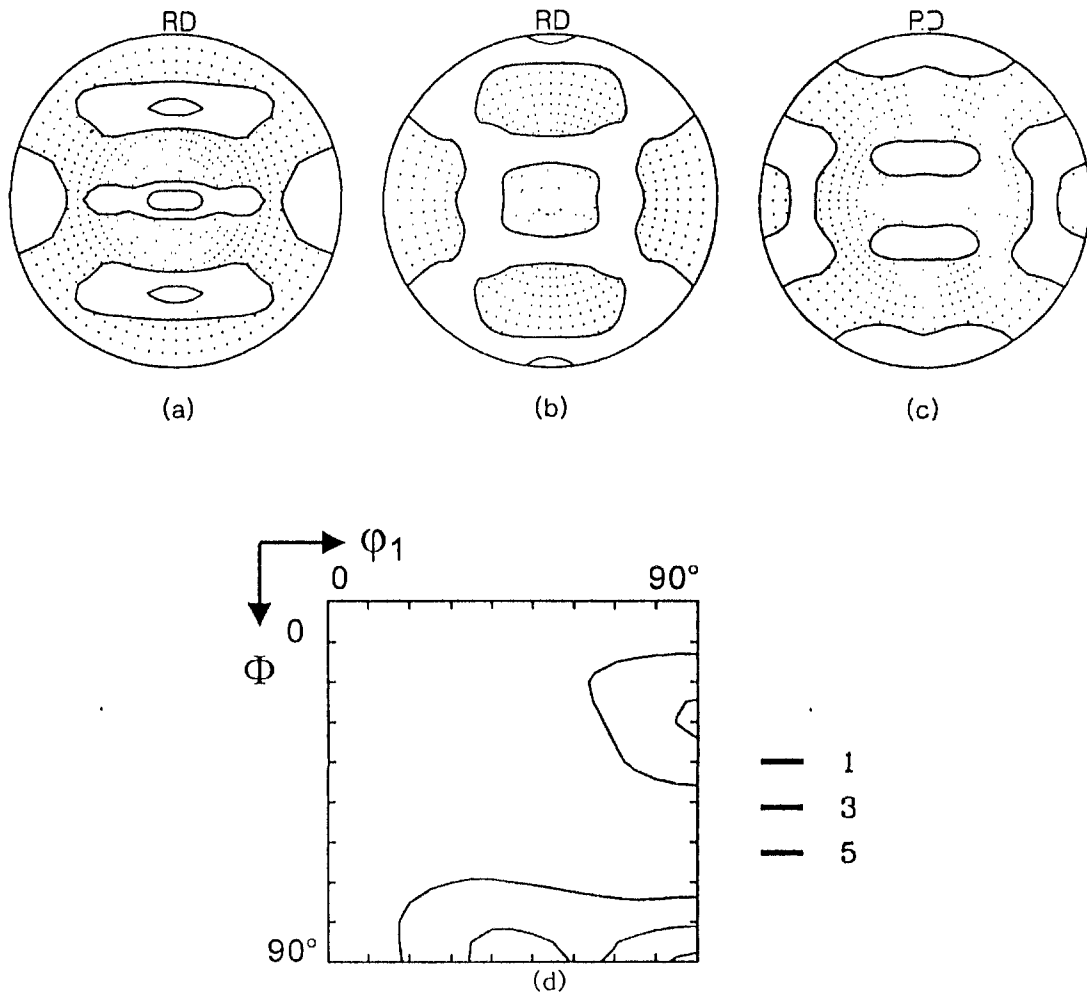


Fig. 35 Pole figures and ODF of Ferrite of TRIP steel by X-ray  
 (a) 110 (b) 200 (c) 211, contour: 1,2  
 (d) ODF  $\phi_2=45^\circ$  section

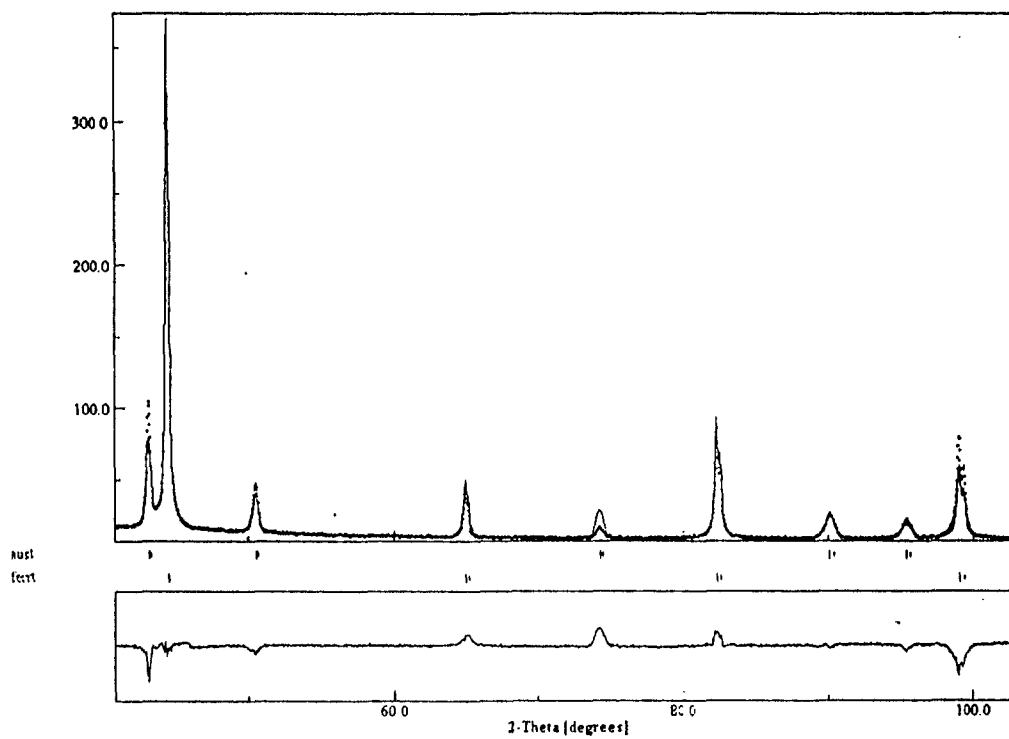


Fig. 36 Rietveld refinement of TRIP steel with texture correction by X-ray

Table 5. Comparison of each method for TRIP steel( $\epsilon=30\%$ )

	Neutron	X-ray	Specific diffraction ; equ. (a)
Austenite vol%	14	11	26

## 5. 결론

복합재의 극점도에서 계산한 각 단상의 방위분포함수와 1개의 회절선을 이용하여 집합조직이 발달한 복합재를 정량분석할 수 있는 새로운 Rietveld법을 제안하였으며, 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) 새로이 제안된 정량분석법을 이용하여 마르텐사이트 40%와 오스테나이트 60%로 구성된 표준시편의 중성자 및 X-선 회절선을 Rietveld 정련한 결과 각각 37%와 43%의 마르텐사이트 부피분율을 얻었다.

(2) 공칭변형률 30%와 50%로 일축인장한 SUS 304를 중성자 빔을 이용하여 집합조직 분석한 결과 오스테나이트 상은 P성분과 Cube 성분 및 Brss성분이 강하게 발달하였으며, 마르텐사이트 상은 30%인장한 경우  $\{112\}\langle 152\rangle$  및  $\{221\}\langle 114\rangle$  성분의 집합조직이, 50%인장한 경우  $\{144\}\langle 4\bar{2}1\rangle$  성분 및  $\{313\}\langle \bar{1}\bar{1}1\rangle$  성분의 집합조직이 발달하였다.

(3) 공칭변형률 30%와 50%로 일축인장한 SUS 304를 X-선을 이용하여 두께 방향의 집합조직 분석을 한 결과 오스테나이트 상은 표면과 중심부에 P성분과 Cube 성분의 집합조직이 발달하였으며 중심부로 갈 수록 강한 집합조직이 발달하였다. 마르텐사이트 상의 경우 30% 인장시 표면에는  $\{011\}\langle 2\bar{1}1\rangle$  성분 및  $\{213\}\langle \bar{1}\bar{2}2\rangle$  성분의 집합조직이 내부에는  $\{144\}\langle 3\bar{2}1\rangle$  성분 및  $\{212\}\langle 1\bar{8}3\rangle$  성분의 집합조직이 집합조직 성분이 발달하였다. 50% 인장시에는 표면에는  $\{011\}\langle 1\bar{1}1\rangle$  성분 및  $\{211\}\langle \bar{1}\bar{3}2\rangle$  성분의 집합조직이, 내부에서는  $\{212\}\langle 1\bar{1}2\rangle$  성분의 집합조직이 발달하였다.

(4) 각 단상의 방위분포함수를 이용하여 일축인장된 SUS 304와 Si-Mn TRIP 강의 중성자 및 X-선 회절선을 Rietveld 정련한 결과 실험값과 계산값은 잘 일치하였다.

## 제 4 장 연구개발 목표 달성도 및 대외 기여도

본 연구에서는 중성자 및 X-선을 이용하여 집합조직이 발달한 복합재의 정량분석 기술을 수립하고자 하였다. 기존의 방법들은 복합재에 발달한 집합조직의 영향을 고려하기 위하여 몇 개의 매개변수를 이용하거나, 수 많은 회절선들을 이용하였다. 그 결과 한정된 원자로의 빔타임을 이용하여 정량분석을 하는데 문제가 있으며, 집합조직이 발달한 경우 정량해석에 있어서 정확하게 집합조직을 고려하는 것이 불가능하였다. 그러나 본 연구에서는 복합재의 집합조직을 정확히 고려하기 위하여 각 단상의 극점도를 중성자 및 X-선을 이용하여 측정 후 방위분포함수를 구하였다. 이 방위분포함수를 이용하여 Lutterotti 등이 제안한 Rietveld 법을 이용하여 정량분석을 하였다. 제안된 방법의 정확성을 검증하기 위하여, SUS 304와 SUS 420을 이용한 표준시편을 만들어 집합조직 분석 및 정량분석을 하였다. 정량분석으로 얻어진 부피분율은 실제의 부피분율과 비슷한 값을 나타내었다.

제안된 방법을 사용하여 SUS 304를 공칭변형률 30%와 50%로 일축인장하여 변형에 따른 집합조직의 변화와 마르텐사이트 생성분율을 중성자 및 X-선을 이용하여 분석하였다. 중성자의 경우 Rietveld 정련의 결과는 모두 양호하였지만, X-선의 경우 마르텐사이트의 생성분율이 작은 경우 측정된 극점도의 정확성이 낮아 Rietveld 정련의 결과는 좋지 않았다.

제안된 방법의 현장 적용 가능성을 확인하기 위하여 최근에 많은 연구가 이루어지고 있는 TRIP강의 정량분석을 시도하였다. 중성자 및 X-선 모두 Rietveld 정련의 신뢰도가 높았으며, 정량분석의 결과도 잘 일치하였다.

## 제 5 장 연구개발결과의 활용계획

최근에 자동차 산업 등을 중심으로 활발히 연구되고 있는 TRIP강은 변형에 의해 잔류 오스테나이트가 마르텐사이트로 변태하는 특성을 이용한 강재이다. 이러한 TRIP강의 변형모드에 따른 변태 특성 및 이에 따른 강재의 기계적 성질 연구를 위해서는 마르텐사이트 부피분율을 정밀하게 측정하는 것이 매우 중요하다. 변형특성에 따른 마르텐사이트의 부피분율 변화로부터 정확한 TRIP강의 변태모델 수립이 가능하며 이를 이용하여 최적의 성형 공정 및 금형설계를 할 수 있다.

또한 신소재 및 박막 등의 집합조직 및 잔류응력 등을 측정, 해석하여 새로운 재료의 공정에 따른 문제점 해소 및 물성 향상에 기여할 수 있다.



## 제 6 장 참고문헌

1. Y. Tomot, K. Kuroki, T. Mori and I. Tamura : Mat. Sci. Eng., 24 (1976), 85
2. J. Lian, Z. Jiang and J. Liu : Mat. Sci. Eng., A147(1991) 55
3. A. Zarei-Hanzaki and S. Yue : ISIJ International 37(1997) 583
4. J. H. Bae, S. J. Park, K. H. Oh, C. G. Lee and S. J. Kim : Key Engineering 177-180 (2000) 449
5. R. L. Miller : Trans. ASM., 61 (1968) 692
6. D. L. Bish and S. A. Howard : J. Appl. Cryst. 21 (1988) 86
7. H. M. Rietveld : J. Appl. Cryst. 2 (1969) 65
8. J. C. Taylor and G. W. Cox : AAEC/E257 (1973)
9. H. Toraya and F. Marunmo : Mineral. J. 10 (1981) 211
10. W. A. Dollase and R. J. Reeder : Am. Mineral. 71 (1986) 163
11. L. Lutterotti, S. Matthies and H. R. Wenk : J. Appl. Phys. 81 (1997) 594
12. R. A. Young, E. Prince and R. A. Sparks ; J. Appl. Cryst. 15 (1982) 357
13. R. A. Young : The Rietveld Method, Oxford University Press, 1996