

GOVP1200211737

2000-N-NL-01-C-084

집합조직 제어기술
Texture Control Technology

집합조직 제어기술의 개발과 응용

Development and application of Texture control technology

서울대학교
Texture Control Lab.

과 학 기 술 부

제 출 문

과학기술부 장관 귀하

본 보고서를 “ 집합조직 제어기술의 개발과 응용 ” 의 보고서로 제출합니다.

2002 . 1. 31

주관연구기관명 : 서울대학교

주관연구책임자 : 이 동 녕

연 구 원 : 이 후 철

“ : 오 규 환

요 약 문

I. 제 목

집합조직 제어 기술의 개발과 응용

II. 연구개발의 목적 및 필요성

집합조직제어기술은 재결정, 가공, 분석의 3대 요소기술의 복합 기술로써 재료물성의 극대화를 위해 필요하다. 3대 요소기술의 하나인 재결정 제어 기술은 재결정을 통해 집합조직제어와 물성 제어를 하는 2차 복합제어 기술로 열처리, 상변태 기술과 병행하여 적용하여 최적 재결정 조건을 도출하기 위한 기술이다. 가공 집합조직 제어 기술은 가공 공정에 따라 1차적으로 집합조직을 제어하는 기술이다. 결정역학(Crystal Mechanics)을 통한 탄소성 가공, 응고, 증착/전착 기구의 해석을 통해 재료의 가공 시 집합조직의 생성기구를 이해하고 이를 응용하여 공정의 개선을 도모할 수 있고 공정의 안정도를 향상시킬 수 있다. 분석기술은 재료의 재결정과 가공 시 집합조직을 분석하는 기술이다. 이는 재결정 집합조직, 가공 집합조직을 정량적으로 평가하는 핵심 기술이다. 재료 물성을 극대화하기 위해 3대 요소기술을 개별적으로 발전시키고 동시에 유기적으로 연결시켜 집합조직 제어기술을 개발하는 것이 본 연구개발의 목적이다.

III. 연구개발의 내용 및 범위

신재결정이론과 기술 확립을 위해 신재결정 이론인 변형에너지 방출 최대화이론을 확립하고 알루미늄에칭박 공정기술 확보한다. 변형에너지 방출 최대화이론은 현재 구미에서 신이론의 타당성이 인정되고 있다. 변형에너지 방출 최대화이론을 이용하여 기존 이론이 적용 불가능한 분야에 새로운 해석이 가능하게 된다. 결정역학에 기초한 가공이론을 개발하여 결정의 변형기구와 유한요소해석에 접합하면 가

공 공정변수와 집합조직 발달을 동시에 해석할 수 있으므로, 이를 이용하여 고 Si 전기강판 박판주조기술을 확보할 수 있다. EBSD기술을 개발은 EBSD의 최적 Pattern을 얻는 기술과 조건을 확보하고 광범위하게 적용하는 것으로 요약될 수 있다. 이를 위해 현재 보유하고 있는 EBSD시설을 적극적으로 활용하고 기초 기술의 보급에 역점을 둘 것이며 in-situ 상변태와 집합조직 동시측정기술의 확보하여 그 기술을 국내에 보급한다.

IV. 연구개발결과

신재결정 이론인 변형에너지방출최대화이론을 확립하고 미세조직 관점에서의 이론의 근거를 확보하였다. 저압용 알루미늄 에칭박 공정기술 확보하고 일진소재(주)로 기술을 이전하여 알루미늄 에칭박 양산 설비를 확보하였다. Hi-B급 고Si전기강판의 생산 시 재가열공정, 열간압연공정 생략, 예비열처리와 제어냉각 생략, 1차재결정 공정 및 탈탄열처리 생략 방법을 개발하여 박판주조기술을 확보하고 에너지 절약공정을 개발 하였다. 차세대 금본딩와이어 개발에 있어서 고강도의 Breaking load 확보(280MPa)하였고 공정 개선을 통한 연신율 확보(5%)하였다. SEM/EBSD의 기본 기술을 확보하였고 500nm 공간분해능 측정기술 확보하였으며, Workshop 등을 통해 이를 전파하였다.

기타 성공 사례로 신재결정 이론인 변형 에너지 방출 최대화 이론으로 이동녕 박사는 호암상을 수상하였으며 전기 강판의 제조에 관한 연구로 포스코 논문상 우수상을 수상하였다. 그리고 매 3년마다 개최는 집합조직 분야에서 가장 주도적인 학회인 ICOTOM 13 (The 13th International Conference on Textures of Material)을 유치하고 서울대에서 행사를 갖기로 하였으며 집합조직제어 연구실이 주도적으로 학회의 운영과 기타 제반 사항에 대하여 지원하기로 하였다.

V. 연구개발결과의 활용계획

연구 결과물 중 이론적 결과물은 학술 사회를 통하여 본 연구실의 결과물을 알리고자 한다. 변형 에너지 방출 최대화 이론의 전파를 위하여 본 연구실이 주축이 되어 국제 심포지엄을 개최하고 외국의 저명학자를 초청하거나 본 연구실 구성원을

장단기로 파견하여 이론의 전파를 도모한다. 결정역학/유한요소 Code는 학술사회에서의 전파뿐만 아니라 상업화의 가능성을 검토한다. EBSD의 기술은 학술사회를 통하여 기업체와 학계에 전파한다. 이를 위하여 매년 사용자를 위한 EBSD Workshop을 개최하고 국내외 전자현미경학회의 기술강좌, 심포지엄을 통해 산학연의 이전을 도모한다. 즉 변형에너지방출 최대화 이론 적용을 위한 심포지엄 개최, HREBSD Workshop 개최, SCI 논문 발표 등을 통한 변형에너지방출최대화이론의 전파를 통해 이론적 결과물을 활용한다. 기술적 결과물의 활용은 중고압용 AI 에칭박, 고 Si 전기강판, 고성형성 알루미늄 판재와 같이 경제성이 큰 분야는 기술 개발의 정도에 따라 관련 기업의 참여를 기술 개발과제의 형태로 유도하고 산업화 단계에서는 기술개발 콘소시엄을 만들고자 한다. 기술이전 후에 발생하는 기술적 애로 사항은 실비로 본 연구실의 연구원이 자문을 한다.

S U M M A R Y

The main goal of this study is to develop texture control technology, with which materials properties can be improved and optimized. The texture control technology is composed of three elemental technologies, Recrystallization control technology, Deformation-texture control technology and Texture analysis technology. Each elemental technology has its own research fields and topics and is developed independently, e.g. recrystallization control technology for the maximization of properties of final products, deformation- texture control technology for the control of first texture with forming process and texture analysis technology for the quantitative texture measurements. To achieve the best materials properties, one needs the information to be shared among elemental technologies. The texture control technology means the systematic combination of three elemental technologies and could be applied to various production technology and could find the best processing conditions.

Aforementioned fundamental technologies have been developed and combined. These technologies are applied to industry and examples are Al etched film for electrolysis condenser, high Strength/Conductivity Copper Alloy for semiconductor connector and Fe-4.5%Si Steel Sheet with Strip Casting Process. These are good examples of the application of the texture control technology and several industries are trying a pilot production.

D.N.Lee has won the Ho-Am prize for his new recrystallization theory, Strain energy release maximization theory. This new theory makes it possible to explain various recrystallization phenomena and to predict well how a texture evolves during recrystallization. There is much room for the development of this theory and it is expected that new research and experiments will refine the theory further. Texture control laboratory held workshop and contributed to the development and spread of EBSD technique in Korea. Researchers from academy and industry could share their information and know-how of sample preparation technique. Texture control laboratory will hold ICOTOM13 (The 13th International Conference on Textures of Material), which is world best conference on texture in summer 2002. Texture control laboratory will continue to transfer fundamental technologies to industry and lead the texture research.

CONTENTS

Chapter 1 Introduction

Chapter 2 A state of the art

Chapter 3 Topics and Results of the research

Chapter 4 The Achievement and Performance of research objects

Chapter 5 Perspectives of research results

Chapter 6 References

목 차

제 1 장 서론

- 제 1 절 연구개발의 목적
- 제 2 절 연구개발의 필요성
- 제 3 절 연구개발의 목표 및 범위

제 2 장 국내외 기술개발 현황

- 제 1 절 국내외 관련 분야의 환경변화
- 제 2 절 국외 관련분야의 기술개발 현황
- 제 3 절 국내 관련분야의 기술개발 현황
- 제 4 절 국내외 기술개발 현황에서 차지하는 위치

제 3 장 연구개발수행 내용 및 결과

- 제 1 절 재결정 이론
- 제 2 절 집합조직 측정
 - 1. Neutron, X-ray
 - 2. EBSD
- 제 3 절 가공
 - 1. 스트립캐스팅
 - 2. 비대칭 압연
- 제 4 절 재결정 가공 복합
- 제 5 절 알루미늄 교류에칭에 미치는 집합조직의 영향

제 4 장 연구개발목표 달성도 및 대외기여도

- 제 1 절 최종목표
- 제 2 절 단계별 목표
- 제 3 절 연차별 연구목표 및 내용
- 제 4 절 주요 연구 개발 결과

제 5 장 연구개발결과의 활용계획

- 제 1 절 국내외 관련분야의 환경변화
- 제 2 절 추가 연구 개발의 필요성 및 방법
- 제 3 절 연구 성과의 활용 방안

제 6 장 참고문헌

제 1 장 서 론

제 1 절 연구개발의 목적

집합조직제어기술은 재결정, 가공, 분석의 3대 요소기술의 복합 기술로써 재료물성의 극대화를 위해 필요하다. 3대 요소기술의 하나인 재결정 제어 기술은 재결정을 통해 집합조직제어와 물성 제어를 하는 2차 복합제어 기술로 열처리, 상변태 기술과 병행하여 적용하여 최적 재결정 조건을 도출하기 위한 기술이다. 이는 최종제품의 특성을 결정하는 핵심 기술로 제품의 특성을 복합 제어한다. 이러한 재결정 기술의 개발을 위해 재결정의 메커니즘을 구명할 수 있는 신재결정 이론이 필요하며 신재결정 이론인 최대일방출이론을 통해 가공 집합조직의 2차 복합제어 기술을 확보할 수 있다.

가공 집합조직 제어 기술은 가공 공정에 따라 1차적으로 집합조직을 제어하는 기술이다. 결정역학(Crystal Mechanics)을 통한 탄소성 가공, 응고, 증착/전착 기구의 해석을 통해 재료의 가공 시 집합조직의 생성기구를 이해하고 이를 응용하여 공정의 개선을 도모할 수 있고 공정의 안정도를 향상시킬 수 있다.

분석기술은 재료의 재결정과 가공 시 집합조직을 분석하는 기술이다. 이는 재결정 집합조직, 가공 집합조직을 정량적으로 평가하는 핵심 기술이다. X-ray, Neutron을 사용하여 극점도를 측정하여 결정역학 해석 모델링을 위한 기본 물성정보를 확보할 수 있다. 그리고 EBSD(Electron Back-Scattered Diffraction)를 이용해 집합조직과 미세조직을 동시에 분석할 수 있다.

이상의 재결정 제어기술, 가공 집합조직 제어기술, 분석기술은 독자적인 영역을 갖고 개발되고 있으며 이 3대 요소기술사이에 가공조건 적합성, 최적 가공조건 도출, 최적 재결정 조건 도출, 다양한 집합조직 제품의 개발을 위해 정보를 상호 교환할 수 있다. 이와 같이 재료 물성을 극대화하기 위해 3대 요소기술을 개별적으로 발전시키고 동시에 유기적으로 연결시켜 집합조직 제어기술을 개발하는 것이 본 연구개발의 목적이다.

제 2 절 연구 개발의 필요성

집합조직 제어기술은 재결정, 가공, 분석의 3대 요소 기술로 구성되어 있는 복합화 기술로서 재료 산업의 전반에 걸쳐 광범위하게 적용되고 있다. 철강 산업, 비철 산업, 기능 재료의 분야에 적용되는 예를 통해 향후 기술개발에 있어서 집합조직 제어기술의 연구의 필요성을 알 수 있다.

철강산업분야의 Fe-Si 전기강판의 경우 Goss 집합조직 형성에 의한 Hi-B급의 개발이 세계적으로 완료되었으나 Goss 집합조직의 생산원가 감소 및 Cube 집합조직 전기강판의 생산기술의 연구가 필요하고, 이를 위해 신가공, 열처리, 분석기술의 개발이 필수적이다. 자동차용 고성형성 판재 개발을 위한 IF강은 냉간가공, 재결정 공정을 통하여 생산하고 있으며, 기존 400MPa 급을 600MPa 급으로 향상시키기 위해 재결정, 분석기술의 개발이 필요하다. 결정립 1 μ m의 초미세립강을 제조하기 위해서는 열간 가공기술의 획기적인 개발과 고온 집합조직의 분석이 필요하며 고성형성 평면 등방성 철강은 새로운 연속재결정공정의 개발을 통해 생산 가능하며 이 연구는 현재 유럽을 중심으로 활발히 진행되고 있다. 고부가 가치강의 박판주조를 위해 응고(가공), 미세조직, 집합조직의 제어가 필요하며 현재 전세계 철강회사가 SUS304의 박판주조공정을 개발하고 있다. 이 외에도 Invar, 초합금, 비철판재 등의 소량 고부가가치 제품의 개발에도 집합조직의 제어 기술이 필요하다.

비철산업분야 중 식품용기산업의 AI캔 재료는 현재 고속변형과 다단변형 모드에 따라 성형성을 향상시키기 위해 가공, 재결정 기술을 사용하고 있으며 고성형성과 동시에 발색성(Coloring)의 확보를 위해 신재결정기술의 개발 연구가 요구된다. 고성형성 자동차용 AI판재는 소성가공, 신재결정기술의 개발을 통해 제조 원가 감소를 위한 형상 동결성 확보와 철과 대등한 고가공성 판재의 생산이 가능하게 된다. 전해 콘덴서용 알루미늄 콘덴서용 에칭박의 에칭성 향상과 후공정 안정성을 위해서 새로운 가공, 재결정기술개발 요구된다. 고전력용 알루미늄, 철 복합전선 생산 시 알루미늄의 심한 변형과 집합조직의 발달은 2차 드로잉성을 감소시키므로 차세대 복합전선의 개발을 위해서는 집합조직 측정을 통한 공정의 정량화와 가공, 재결정, 분석 기술이 요구된다.

기능재료분야의 대표적 예인 반도체용 본딩 와이어는 현재 25 μ m 본딩와이어가 집중적으로 사용되고 있다. 고품질의 본딩 와이어의 생산을 위해서는 초정밀 가공

기술과 신재결정 기술의 개발이 요구되며 앞으로 15 μ m 수준의 본딩와이어 개발시에는 결정립 크기 조절과 집합조직을 동시에 조절할 필요가 있다. TiN 경질 피막은 기판 조건과 증착조건에 따라 기계적, 화학적 성질이 결정되며 집합조직의 제어에 따라 표면의 형상을 제어할 수 있다. 고분자, 세라믹전기접점재료의 경우 표면형상이 전기 접촉성을 결정하는 중요한 인자로 전착기술의 확보와 2단계 재결정에 따른 표면 형상의 확보가 필요하다.

또한 집합조직 분야는 기초적인 연구를 바탕으로 산업의 전반에 적용하는 기술로서 기술자체가 경제적, 산업적 측면에서 매우 중요하지만 대학 기초연구의 적극적 확장이라는 측면에서도 중요하다. 독일, 프랑스에는 집합조직만을 연구하는 곳도 있어 그 지역 경제와 기술의 발전에 기여하고 있다.

제 3 절 연구 개발의 목표 및 범위

본 연구 개발의 목표는 신재결정 이론과 기술의 확립을 통해 알루미늄 에칭박의 생산과 같은 응용기술에 적용하고 결정역학에 기초한 가공 이론과 기술의 확립을 통해 Fe-Si 전기강판등의 응용기술에 적용하는 것이다. 집합조직 측정 및 분석 기술로 EBSD 기술의 기초를 확립하고 적용을 하여 물성의 극대화를 위한 집합조직의 제어에 활용한다.

신재결정이론과 기술 확립을 위해 신재결정 이론인 최대일방출이론을 확립하고 알루미늄에칭박 공정기술 확보한다. 최대일 방출 이론은 현재 구미에서 신이론의 타당성이 인정되고 있다. 최대일방출이론을 이용하여 기존 이론이 적용 불가능한 분야에 새로운 해석이 가능하게 된다.

결정 역학에 기초한 가공이론을 개발하여 결정의 변형기구와 유한요소해석에 접합하면 가공 공정변수와 집합조직 발달을 동시에 해석할 수 있으므로, 이를 이용하여 고 Si 전기강판 박판주조기술을 확보할 수 있다.

EBSD기술을 개발은 EBSD의 최적 Pattern을 얻는 기술과 조건을 확보하고 광범위하게 적용하는 것으로 요약될 수 있다. 이를 위해 현재 보유하고 있는 EBSD시설을 적극적으로 활용하고 기초 기술의 보급에 역점을 둘 것이며 in-situ 상변태와 집합조직 동시측정기술의 확보하여 그 기술을 국내에 보급한다.

이러한 기초 기술의 개발을 통해 우수한 에칭성을 갖는 전착 Invar합금, 고강도

Invar합금의 고속도금기술과 재결정 기술의 확보하고 기존의 고속, 고전류 동박 제조기술을 활용하여 상업화 한다. 알루미늄 에칭박은 고용량 콘덴서를 얻기 위한 최적의 에칭박 제조조건을 도출하고 최적 집합조직을 얻기 위해 적절한 가공, 재결정 조건을 도출한다. 고 Si 전기강판의 제조를 위한 새로운 박판주조 공정을 개발하여 박판주조 고Si전기강판을 개발하고 Goss 집합조직을 얻기 위한 최적 후공정 조건을 도출한다. 비대칭압연을 통해 최대 전단변형조건을 결정역학적, 실험적 조건을 도출하고 고성형성 알루미늄의 제조를 위한 비대칭 압연, 재결정 조건의 확보한다.

가공, 재결정집합조직제어의 생산기술은 고성형성 자동차용 판재의 경우는 향후 2-3년 내에 재현할 수 있을 것이며 기반기술은 현재 포항제철과 자동차 3사의 연구 투자, 연구능력으로 볼 때 5년 후에는 선진국의 절반수준에 도달할 것으로 예상된다. 전기강판, 고부가가치강, 미세립강과 같이 기술집약적인 철강 소재의 경우 철강 생산 기술로 볼 때는 향후 5년 내에 세계최고의 기술수준을 가질 것이 예상된다. 비철분야의 경우 알루미늄소재의 해외 의존도로 인하여 비약적인 기술개발을 기대하기는 힘들지만 향후 5년 내에는 선진국 수준에 이를 것이다. 기능재료의 경우는 현재 선진국과 경쟁적인 생산분야에 연구가 집중되어 기반기술의 확보에 미흡하여 장기적이고 지속적인 투자가 요구된다.

현재의 집합조직기술은 철강산업의 소재핵심기술로 발전하고 있으며 고성형성장판, 전기강판, 고부가가치강, 평면등방성장 등의 제품 개발과 함께 일반강 고급화는 철강제품의 획기적 수요를 창출하고 있으며 현재 국내의 시장규모만 10조원에 이르고 있다. 고성형성 자동차용 판재의 수요는 현재 세계적으로 25조원이며 업계구조 조정 후 폭발적인 수요 창출이 기대되고 있다. 고용량 콘덴서의 에칭박 수요는 현재의 국내 시장이 약 3500억원 규모이며 IMF 후의 수출물량이 더욱 늘어나고 있다. 알루미늄, 철 복합전선은 현재수요는 1000억원대 이지만 장기적이고 안정적인 수요 증대가 기대된다. 반도체용, 자기기록용 제품의 수요는 현재의 반도체의 기술개발 추이에 따른 증대가 기대된다.

향후에는 철강제품의 기술개발은 공정의 고속화와 고부가가치화로 갈 것이며 특히 집합조직제어에 의한 고부가가치강(전기강판, Invar, 미세립강, 고성형성, 고강도강)이 철강산업에서 차지하는 비중이 늘어날 것이다. 고성형성알루미늄 판재의 수요는 식품용기와 자동차용 외판재의 사용이 늘어날 것이 확실시 되고 있다. 반도체용 배선 재료, 자기기록재료는 고집적화, 고기능화 할수록 집합조직의 기술이 지금의

기술수준보다는 더욱 필요하게 된다.

제 2 장 국내외 기술개발 현황

제 1 절 국내외 관련 분야의 환경변화

집합조직제어기술은 재결정, 가공, 분석의 3대 요소기술의 복합 기술이다. 재료 물성의 극대화를 위해 재결정/가공/분석 기술 개발이 필요하며 재결정 분야의 경우 신재결정 이론(최대일방출이론)을 통한 가공집합조직의 2차 복합제어기술확보가 필요하다. 가공 분야는 결정역학을 이용한 공정에 따른 가공 집합조직의 특성을 극대화할 수 있는 기술 개발이 요구되며 분석 분야에서는 미세 집합조직과 미세 조직을 동시 분석할 수 있는 기술이 필요하고 이에 EBSD를 이용하는 방법이 개발되고 있다. 위의 재결정/가공/분석의 3대 요소기술은 자체로 독립적인 기술이면서 상호간의 유기적인 정보 교환이 기술 개발에 필수적이다.

재결정 제어기술은 재결정을 통한 집합조직 제어와 물성 제어를 위한 2차 복합제어 기술로서 열처리와 상변태 기술을 병행 적용하여 최적 재결정 조건 도출을 위한 신이론이 필요하다. 최종 제품의 특성을 결정하는 핵심 기술은 제품의 특성을 복합 제어하는 기술로 이를 위해 현재 새로운 재결정 이론이 연구중이다.

가공 집합조직 제어기술은 가공 공정으로 1차 집합조직을 제어하는 기술로 가공 집합조직 생성 기구를 이해하고 응용하기 위해 결정 역학을 통한 탄소성 가공, 응고, 중착/전착 기구를 해석할 필요가 있다. 공정의 개선과 안정도 향상을 위해 가공 집합조직을 제어할 수 있는 기술의 확보가 요구된다.

분석 기술은 미세 조직과 집합조직의 동시 분석을 통해 공정의 핵심 기술의 정보를 확보하는 기술이다. 기본 물성 정보는 X 선 회절을 통해 방위분포함수를 측정하고 결정역학의 해석 모델링을 통해 이루어 질 수 있다. 최근에는 보다 정밀한 분해능으로 미세 집합조직을 측정할 필요가 있으며 이에 SEM을 이용한 EBSD 방법이 미세 집합조직과 미세 조직을 동시 분석할 수 있는 기술로 사용되고 있다.

재료의 방위를 측정하는 방법의 하나인 EBSD법은 SEM에서 이루어지기 때문에

원하는 측정 영역을 전체 시편에서 선택할 수 있다는 점과 방위 mapping이 가능하다는 점 때문에 그 사용이 늘어가고 있으며, 본연구실에서는 FEG(Field Emission Gun) SEM을 이용하여 8nm의 분해능을 갖는 EBSD가 설치되었다. 이를 이용하면 기존법으로는 분석할 수 없는 미세조직과 집합조직을 측정할 수 있으며 TEM 관찰 결과와의 비교가 보다 용이할 수 있어 재결정/가공 집합조직의 정보를 확보하는데 중요한 도구이다. 이를 통해 최적 가공조건과 최적 재결정조건을 도출할 수 있고 재결정 제어 기술과 가공 집합조직 제어 기술의 개발을 도모할 수 있다.

제 2 절 국외 관련분야의 기술개발 현황

현재까지의 국내외 관련 분야의 연구개발 실적을 정리하면 다음과 같다. 집합조직제어기술은 이미 언급한 대로 재결정, 가공, 분석의 3대 요소기술의 복합기술이며 그것을 크게 두분야로 구분하면 가공/재결정 분야와 분석기술분야를 구분할 수 있다. 그 중 가공/재결정 분야에서 자동차관련 연구는 전세계적으로 PNGV과제로 BIG3 자동차사 및 Alcoa사가 알루미늄 (AAS) 개발을 위한 연구를 수행하였으며, 고성형성 판재의 개발 및 실차 적용을 연구하였다. 현재는 형상의 동결성을 해결하는 단계에 있다. Los Alamos 연구소에서는 군사재료의 고속변형과 집합조직의 연구를 수행하고 있으며, NASA Langley 센터에서는 항공기재료의 집합조직 영향의 광범위한 연구, Alcoa사에서는 미국 알루미늄 집합조직 연구의 중심지로서, 현재 캔재료 및 자동차 판재의 연구를 수행하고 있다. 또한 Pittsburgh 대학에서는 Alcoa사와 공동연구를 통한 알루미늄계 합금의 집합조직 연구를 수행하고 있으며, Alcan에서는 캐나다의 알루미늄재료 연구와 PNGV과제로 자동차용 고성형성 판재를 연구하고 있다. 캐나다의 McGill대학에서는 Alcan과 공동으로 알루미늄계 판재의 성형성 연구에 주력하고 있으며, 독일계 철강회사들은 고성형성 강판 및 평면등방성 철강의 연구를 진행하고 있다.

또 다른 분야인 분석기술분야에서도 여러 대학들과 연구소에서 연구를 수행하고 있는데, Aachen 대학에서는 가공과 재결정 기초기술의 확보에 주력하고 있으며, Clausthal 대학에서는 집합조직 분석기술 개발 및 X-ray 해석, EBSD 해석의 전문인

력 양성에 주력하고 있다. 또한 Metz 대학에서는 집합조직의 분석 기술을 연구 중이며, Riso 연구소에서는 재결정 집합조직의 연구에 주력하면서, EBSD 적용을 시도하고 있다.

제 3 절 국내 관련분야의 기술개발 현황

가공/재결정 분야에서는 자동차용 고성형성 판재에 관한 연구가 진행중이며, 포항제철 연구소와 자동차 3사 연구소가 집합조직의 중요성과 가능성을 인식하여 연구를 진행 중이며, 알루미늄 판재는 자동차3사와 KIMM에서 그것의 적용과 생산에 필요한 연구를 수행하고 있다. 에칭박은 삼성전자가 국산화의 초기단계에 있으며, 본 연구실과 장기적인 연구수행하고 있으며, 에칭성 향상과 후공정의 안정성을 위한 집합조직의 조절을 목적으로 새로운 가공 및 재결정기술개발을 연구 중에 있다. 복합전선은 알루미늄의 심한 변형과 집합조직의 발달로 2차 드로잉성의 감소를 공정의 정량화와 차세대 복합전선의 개발의 연구를 수행하고 있다. 군사용 Projectile은 국방과학연구소에서 집합조직의 해석의 연구를 수행 중에 있으며, 반도체용 본딩 와이어는 극미세선의 수요의 증가로 이 또한 본연구실에서 초정밀 가공기술과 신재결정기술의 개발을 위한 연구를 수행하고 있다. 또한 분석기술 분야에서는 X-ray 분석기술과 전자현미경/EBSD 동시분석기술 등이 국내에서 연구가 진행되고 있으며, 이 또한 본연구실에서 연구를 수행 중에 있다. X-ray 분석기술은 90년대부터, 전자현미경 및 EBSD 동시분석 기술은 99년부터 적극적으로 광범위하게 연구를 수행하고 있는 실정이다.

제 4 절 국내외 기술개발 현황에서 차지하는 위치

집합조직제어기술은 재결정/가공/분석의 3대 요소기술로 구성되어 있는 복합화 기술로서 재료산업의 전반에 걸쳐 광범위하게 적용되고 있다. 다음에 열거한 철강산업, 비철산업, 기능재료의 분야의 적용 예는 집합조직제어기술이 직접 적용되는 예이며 향후 기술개발에 있어서 집합조직제어 기술의 연구가 반드시 필요한 분야이다 또한 본 연구실이 제안하는 집합조직제어기술의 위상은 산업기술분야에 있어서 적

용 예와 그 기술의 중요성을 파악하면 쉽게 이해할 수 있다. 그러므로, 그 적용 예를 구체적으로 살펴보면, 철강산업분야에서는 Goss 집합조직의 발달정도의 결정이 필요한 Fe-Si 전기강판, 자동차용 고성형성 판재 (IF강등), 제강기술, 열간압연기술 및 산화물제어 기술로 결정립의 크기를 제어한 초미세립강, 연속재결정 기술을 통한 등방성 획득기술이 필요한 고성형성 평면등방성철강, 2차 가공성의 확보를 위한 고부가가치강의 박판주조 등이 있으며, 비철산업분야에서는 연속재결정, 표면처리, 가공 (연속용해/주조, 냉간압연)기술이 필요한 식품용기산업의 AI켄 재료, 판재성형, 내충돌성, 내덴트성이 필요한 고성형성 자동차용 AI판재, 표면처리 및 에칭기술에 의한 에칭박의 표면형상 결정이 중요한 전해콘덴서용 알루미늄 에칭박, 정밀드로잉, 환경열화방지가 필요한 고전력용 알루미늄/철 복합전선, 고속변형해석기술을 통해 고속충돌성이 향상된 군사용 Projectile등이 있다. 또한 기능재료분야에서는 강성/연성조절 및 치수 정확도가 필요한 반도체용 본딩와이어, 사용환경에서의 열화, 팩킹을 위한 최적 방향성 결정으로 생산되는 반도체 배선의 EM, 가공증착기술로 생산되는 경질피막 (TiN), 가공증착기술에 의해 제조되는 자기기록매체 (Co-Cr), 접합 표면형상 결정기술에 의한 전기접점재료 등이 그 대표적인 예라 할 수 있다.

집합조직제어 경제적 중요성은 철강 분야, 비철분야, 기능재료분야로 구별할 수 있으며 이는 소재 산업뿐만 아니라 국가 경제의 근간이 되는 분야다.

철강산업분야에서는 현재 집합조직제어기술이 핵심기술로 발전하고 있으며 고성형성장판, 전기강판, 고부가가치강, 평면등방성장 등의 제품 개발과 동시에 일반강의 고급화 추세는 향후 철강제품의 기술개발이 공정의 고속화와 고부가가치화로 갈 것이며 특히 제품의 특성이 집합조직제어기술에 의존하는 고부가가치강(전기강판, Invar, 미세립강, 고성형성/고강도강)의 비중이 늘어날 것이다. 이는 철강산업의 자립화 측면에서 매우 중요하다.

비철분야에서는 집합조직제어기술의 적용과 연구가 대체로 알루미늄재료에 집중되고 있다. 특히 고성형성 알루미늄 판재는 그 기술이 미국을 중심으로 상당히 개발되었음에도 철강재의 성형성에 버금가는 판재의 개발이 필요하다. 특히 식품용기와 자동차용 외판재의 고급화는 고성형성 알루미늄의 개발이 필요하며 이는 과거의 기술을 뛰어넘는 새로운 제어 기술을 필요로 하게 된다. 고용량 콘덴서의 에칭박이

나 알루미늄/철 복합전선의 적용도 마찬가지로 새로운 기술의 개발을 필요로 한다.

기능재료분야에서는 반도체용 재료/자기기록재료는 고집적화, 고기능화 할수록 집합조직의 기술도 같이 고기능화 해야 되고 특히 부품의 고집적화에 따라 분석기술의 고성능화가 필요하다. 예를 들면 반도체용 본딩 와이어와 같은 극미세선은 초정밀가공과 재결정의 적절한 조합을 통해서 만이 가능하며 극미세선의 집합조직/기계적 특성의 분석은 새로운 분석 기술인 **EBSD**를 통해서 만이 가능하다.

집합조직 분야는 기초적인 연구를 바탕으로 산업의 전반에 적용하는 기술로서 기술자체가 경제적, 산업적 측면에서 매우 중요하지만 대학 기초연구의 적극적 확장이라는 측면에서도 그 중요성이 인식되고 있다. 강좌제를 운영하는 독일의 Aachen 과 프랑스의 Metz에는 집합조직만을 연구하는 곳도 있어 그 지역 경제와 기술의 발전에 기여하고 있다. 이는 단기적인 기술인력의 양성과 동시에 장기적인 연구인력의 배출을 통한 산업계의 고급인력 수요를 충족할 수 있다.

현재 집합조직제어기술이 산업분야에 광범위하게 적용되고 있는 것은 그 기술자체가 기초적이고 이론적인 바탕 위에 개발되어 적용되어온 것이 아니라 각 기술마다 나름대로의 경우에 맞도록 연구개발 되어 왔기 때문이다. 따라서 집합조직제어라는 관점에서의 기술은 초기 개념 정립 단계인 것이다. 이는 앞으로의 집합조직제어 기술의 개발은 그 영향이 산업의 전반에 미칠 수 있다는 사실과 일맥상통한다.

본 연구실은 1974년 설립되어 3대 요소기술을 20여년 동안 개발하여 왔다. 그 연구 결과로 다음의 성공사례를 들 수 있다.

번호	제 목	시 기 및 내 용
1	동복강선의 개발	1974년 (주)일진 구리전착도금강선의 드로잉공정의 개발
2	PCB용 범용/THE 동박 개발	1992/94년 (주)덕산 양산단계
3	알루미늄/스테인리스 복합판재 개발	1998년 (주)우성 양산단계
4	알루미늄 전해콘덴서용 에칭박 개발	1999년 삼성전자 현재 Pilot 생산단계
5	고강도/고전도형 커넥터용 동합금의 개발	1999년 LG금속 양산화
6	스트립캐스팅법을 이용한 Fe-4.5%Si 전기강판 개발	1999년 pilot 적용

현재 본 연구실의 기술 개발의 동향은 성공 사례에서 보았듯이 가공기술의 개발에 집중된 기술의 개발을 바탕으로 재결정 분야에 집중적으로 연구가 수행되고 있다. 재결정 연구는 과거 60여년에 걸친 재결정 연구의 새로운 획을 긋는 이론 **최대 일방출이론(Energy Release Maximization Theory)**의 확립을 눈앞에 두고 있다. 이러한 재결정 이론의 뛰어난 연구결과는 과거의 이론에 기초한 가공의 해석보다는 **결정역학에 기초한 새로운 가공해석 기술의 개발**을 요구하게 되었고, 또한 세계적인 **집합조직 분석기술**의 발달은 집합조직연구에서의 새로운 정보 확보와 함께 그 기술 자체로도 상업성을 갖게 되었다. 예를 들면 SEM에 이용되는 EBSD와 같이 현재 세계적인 개발 단계에 있는 분석기술을 도입하여 집중적 연구와 동시에 **산학연 보급을 위한 EBSD Workshop**을 본 연구실이 개최한 것은 좋은 예라고 하겠다. 또한 고분해능 TEM에 장착한 EBSD는 집합조직 분석분야의 최첨단 분야로서 본 연구실이 현재 적용을 검토 중이다.

본 연구실의 현재의 기술은 다른 선진국의 수준에 비하여 대등하다. 상업화 연구와 현재 집중적으로 연구하고 있는 재결정 분야는 오히려 선진국 연구를 이끌고 있다.

최근 5년간의 국내의 가공/재결정 집합조직에 대한 연구는 주로 생산기술 개발연구에 포함되어 연구비가 투자되었다. 자동차용판재의 경우는 정부의 연구비와 기업의 직접연구비만 하여도 연간 수백억원에 이른다. 성형성 향상을 위한 집합조직연구에만 직접 투자되는 연구비는 5년 전에 비하여 증가하고 있다. 기능재료의 연구분야에서는 대형연구과제내의 단위과제로 연구가 주로 수행되고 있고 집합조직을 연구하는 단위과제의 중요성이 점차 인식되어 향후 5년 내에는 대형과제의 중과제로 될 전망이다. 분석기술의 연구분야는 X-ray기술은 향후 광범위하게 이용될 것이며 전자현미경/EBSD의 분석설비는 1999년에야 도입되었다. 향후 집합조직/미세조직 동시분석기술의 수요가 점점 증대 되고 있으며 향후 5년내에 EBSD는 전자현미경의 기본장비로 자리잡을 것으로 예상된다.

제 3 장 연구개발수행 내용 및 결과

제 1 절 재결정 이론

1. 재결정 집합조직 연구의 배경

현재 사용되는 금속 재료들은 거의 대부분이 다결정질 재료이다. 이들의 결정학적 방위배열은 대부분의 경우 무질서하지 않고 특정한 방위의 배열이 강하게 나타난다. 무질서 하지 않는 결정방위를 갖는 재료를 우선 방위, 또는 집합조직(texture)을 갖고 있다고 말한다. 집합조직이 발달한 대부분의 재료는 자화방향, 탄성계수 등의 물리적 특성들이 등방적이지 않다.

집합조직은 재료의 물성에 영향을 끼치고, 고체 상태의 가공 및 열처리에 있을 수 있는 모든 변수에 의해 영향을 받는다. 그리고, 재료의 변형 및 열처리 이력을 그대로 나타낸다. 그렇기 때문에 재료의 물성을 제어하고 최종 생산품의 특성을 제어하기 위한 목적으로 집합조직의 연구가 필요하게 되었다.

열적, 기계적 가공에 의한 재료의 재결정과 이와 연관되어 나타나는 여러 현상들은 결정배열을 갖고 있는 모든 재료에서 나타나는 것이다. 이 분야에 대한 금속학적인 연구는 산업적인 요구에 의해 가속화 되었다. 다시 말하면, 집합조직을 포함한 미세구조 제어를 통한 최종 생산재의 물성 향상을 꾀하기 위한 재료의 가공방법에 적용시키기 위해서 였다.

변형 집합조직에 관한 연구에 비해서 재결정에 대한 연구는 쉽지 않다. 왜냐하면, 재결정에 의한 재료의 방위 변화 및 발달에 관한 연구는 다양한 실험 결과에 비해 해석의 관점에 따라 서로 다른 결론을 내리기도 하기 때문이다.

재결정 집합조직을 해석하기 위해 반세기 이상 연구가 이루어지고 여러 이론들이 제시되었으나, 아직 다양한 현상에 대해서 일관되게 적용할 수 있는 이론이 부재한 상황이다. 최근 이동녕은 변형된 재료내의 전위에 의한 응력장을 고려한 변형 에너지 방출 최대화 이론(strain energy release maximization model)을 이용하여 축 대칭 변형을 받은 금속재료의 재결정 집합조직 발달을 설명하였다. 이전의 여러 재결정 이론들이 변형기지와 재결정립 사이의 계면 특성에 주안점을 둔 반면, 변형 에너지

방출 최대화 이론은 재결정의 구동력이 되는 내부 변형 에너지와 재결정에 의한 에너지 감소의 방향성을 고려하여 기존의 이론들이 설명하지 못 하였던 여러 가지 계에서 일어나는 재결정 집합조직과 관련한 현상들을 설명하였다.

2. 금속 재료의 어닐링과 재결정

재료가 소성 가공 및 도금 등과 같은 공정을 겪게 되면, 내부에는 다양한 결함들, 즉 점결함, 전위, 결정립계의 증가를 통해 내부 변형 에너지가 축적되게 된다. 이러한 내부 변형 에너지의 존재는 열역학적으로는 불안정한 상태를 의미하나, 안정한 상태로의 이행 속도가 매우 느리므로 인간의 시간 개념으로는 변형에 의해 증가한 결함들은 그대로 유지된다고 볼 수 있다.

그러나, 변형된 재료가 가열될 때, 즉 어닐링 공정을 거치게 될 때, 변형된 재료 내부의 원자들은 열적으로 활성화 되며, 안정한 상태로의 이행이 가속화된다. 이러한 원자의 열적 활성화는 재료의 미세조직과 물성에 영향을 끼친다. 냉간 가공된 금속 재료의 어닐링 시 일반적으로 일어나는 미세 조직 변화를 그림 3.1-1 [Humphreys 1995]에 나타내었다.

그림 3.1-1에서 나타내었듯이, 회복(recovery)시 점결함들이 제거되고 조직내의 전위 구조가 재배열하게 된다. 이러한 미세 조직의 변화는 다소 균질하게 일어난다. 그러나 변형 중에 형성된 결정립계는 큰 영향을 받지 않는다. 이와 같은 정적 회복시의 미세 조직 변화는 열간 가공 시 발생하는 동적 회복(dynamic recovery)에서도 유사하게 관찰된다.

회복에 의해 전위조직이 재배열한다면, 재결정(recrystallization)에 이르러서는 전위의 밀도가 매우 작은 새로운 결정립들이 변형 기지를 소모시키면서 형성된다(그림 3.1-1(c)). 이러한 재결정 현상은 열간가공 시 별도의 어닐링 공정이 없더라도 일어날 수 있으며, 이를 동적 재결정(dynamic recrystallization)이라고 한다.

비록 재결정이 전위의 밀도를 상당히 낮춘다 하더라도, 재료 내에는 여전히 열역학적으로 불안정한 결정립계가 존재한다. 재결정이 완료된 후 계속되는 어닐링은 이러한 결정립계의 면적을 감소시킴으로서 계의 에너지를 낮추게 되는데, 이러한 과정에 의해 결정립들의 평균 크기가 증가하는 현상을 결정립 성장이라고 한다(그림 3.1-1(e)). 그리고, 특수한 상황에서 몇몇 결정립이 선택적으로 성장할 수 있는데

(그림 3.1-1(f)), 이러한 현상을 비정상 결정립 성장(abnormal grain growth) 또는 2차 재결정(secondary recrystallization)이라고 일컫는다.

위와 같은 어닐링 과정들에서, 종종 회복과 결정립 성장은 상대적으로 균질한 미세조직으로 나타나는 반면, 재결정과 비정상 결정립 성장에 의해서는 그 이전 단계의 미세조직에 비교했을 때 매우 상이한 조직이 형성된다. 그런데, 가공된 금속의 어닐링 시 보이는 이와 같은 과정들은 그 단계적 구분이 명확하지 않으며 동시에 일어날 수 있다. 또한, 재결정 조직이라고 하더라도 균질한 모습으로 일어날 수 있음을 유의해야 한다.

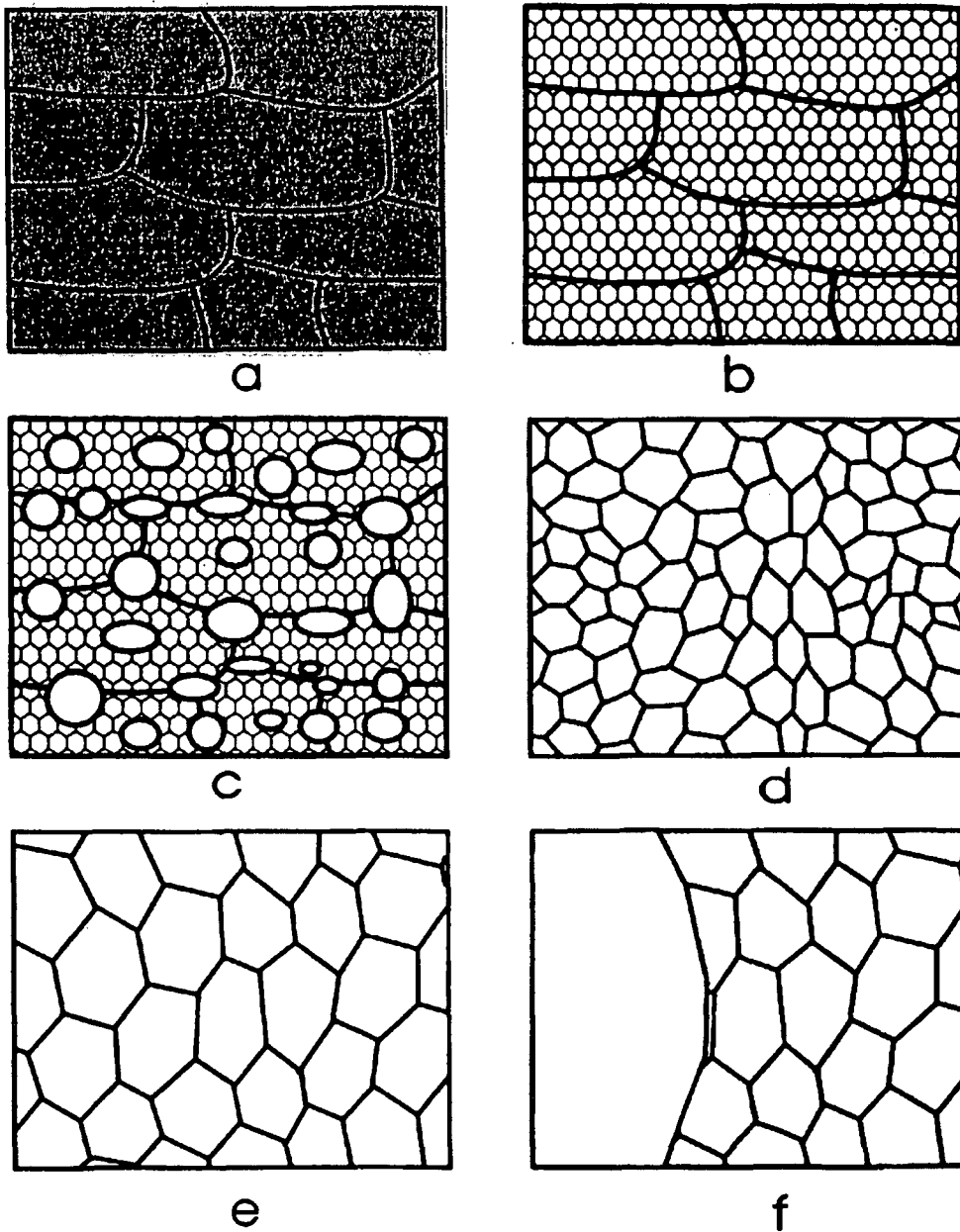


Fig. 3.1-1. Schematic diagrams of the main annealing processes; (a) deformed state (b) recovered, (c) partially recrystallized, (d) fully recrystallized, (e) grain growth, (f) abnormal grain growth [1].

많은 재료의 기계적 물성을 비롯한 거동 특성들이 전위구조, 결정립의 크기, 그리고 결정립들의 방위, 즉 집합조직에 의해 영향을 받는다. 특히 전위구조는 변형의 방법과 그 이후의 어닐링에 의한 재결정 과정에 매우 큰 영향을 미치게 된다. 또한 이들 전위구조, 결정립 크기, 그리고 집합조직은 소성 변형 및 어닐링 시 상호작용을 통하여 서로에게 영향을 끼친다.

3. 재결정 집합조직 발달을 설명한 기존 이론들

소성변형된 금속을 열처리 했을 경우 발달할 수 있는 재결정 집합조직에 관한 연구는 지금까지 계속되어오고 있다. 이는 재결정 집합조직이 발달함에 따라 최종 생산재의 이방성이 커지게 되고 이에 따라 재료의 물성이 집합조직이 발달하지 않은 경우와 다르게 된다. 재결정 집합조직 발달 양상에 따라 변하게 되는 재료 물성을 정확히 평가, 예측하기 위해서는 재결정 집합조직의 기원 및 발달 과정을 연구하는 것이 상당히 중요하기 때문이다.

이제부터 재결정이란 변형에 의해 생긴 내부 에너지를 해소하는 과정에서 고경각 입계의 형성과 이동에 의해서 변형된 기지에서 새로운 결정립 구조가 생기는 것이라고 정의한다. 여기서 고경각 입계는 약 10° - 15° 정도의 방위차(misorientation)보다 큰 것을 의미한다. 회복이란 변형된 기지에서 일어나는 모든 열처리 과정에서 생기는 현상으로 고경각 입계의 이동이 일어나지 않는 것을 의미한다. 일반적으로 회복에서는 에너지를 낮추기 위해 저경각 입계(low angle grain boundary), 아결정립(subgrain)발생 등 전위의 재배열이 일어나게 된다.

근 60여년에 걸쳐 주요한 논쟁거리로 남아있는 것 중의 하나가 심한 변형을 받은 후 강하게 발달하는 재결정 집합조직의 기원에 관한 것이다. 변형이 작은 경우 많은 경우에 재결정 집합조직은 거의 발달하지 않고 무질서한 방위를 나타내게 된다. 재료가 심하게 변형을 받게 된다면 재결정 집합조직이 강하게 발달하게 되는데 일부 변형 집합조직이 남아 있게 되나, 일반적으로 전과는 전혀 다른 새로운 집합조직이 형성되게 된다.

재결정 집합조직 연구는 새 결정립(new grain)의 방위와 이 결정립의 상대적인 핵

생성 및 성장속도 등의 두 가지를 결정하는 것으로 관심이 집중되어 왔다. 특정한 변형 집합조직을 갖는 미세구조에서부터 재결정 집합조직이 형성되는 인자에 관한 연구는 앞서 기술한 것처럼 수십년에 걸쳐 논쟁의 주제가 되어 왔다. 재결정 집합조직은 특정 방위의 결정립에서 재결정 핵이 우선적으로 발생한다는 배향 핵생성 (Oriented Nucleation) 이론과 비교적 무질서하게 배열된 핵에서 특정 방위의 결정립이 우선적으로 성장한다는 배향 핵성장 이론(Oriented Growth Theory)의 두가지 이론을 중심으로 연구되어 왔다.

배향 핵생성 이론 (Oriented Nucleation Theory)

배향 핵생성 이론은 완전히 재결정된 재료의 재결정 집합조직의 주방위 결정립이 다른 방위를 갖는 결정립에 비해 더 많은 핵이 생성한다는 이론이다. 이 이론은 Burgers 와 Louwse [Burgers 1931]에 의해 제창되었다. 그들은 알루미늄 단결정을 압축한 시편에서 전체 시편에 비해 더 많은 변형을 받은 국부적인 영역에서(파편 ; fragment) 재결정 핵이 나타나는 것을 보고하였다(이 영역을 결정학에서는 국부적 결정벽자의 만곡이라고 말한다). 그 후 많은 연구자들이 수년에 걸쳐 변형된 기지와 재결정된 결정립의 핵이 동일하거나 혹은 유사한 방위를 갖는 것을 확인하고자 하였다. 주로 투과 전자현미경을 통하여 미소한 부피 영역의 방위를 측정함을 반복하여 핵을 찾으려고 하였다. 이 분야에서 많은 발전이 있어 면심 입방정 금속의 경우 입방정 집합조직(Cube Texture) 과 관련이 있는 재결정 핵을 찾아내기도 하였으나, 왜 특정한 방위의 핵이 발달하는가에 대한 논의는 계속되고 있다.

이 이론의 기준이 되는 연구는 Dillamore 와 Katoh [Dillamore 1974]에 의해 이루어졌다. 그들은 다결정 철(polycrystalline Fe)을 압축할 때 결정회전을 계산하여 <411>에 중심을 둔 천이밴드(transition band)가 형성됨을 보였다. 그들은 압축한 철에서 재결정 후 <411> 섬유형 집합조직이 발달하므로, 이곳이 핵생성 및 성장에 좋은 위치가 되고 변형중 생긴 결정립에 의해 재결정이 지배된다고 하였다. 또 중요한 결과로는 압연한 구리에 대한 것이다. 이 경우 입방정 방위(Cube orientation)를 중심으로 하는 미소영역에서 철의 경우와 유사한 밴드가 생기게 됨을 계산하였다. 압연면에서부터 압연방향으로 어떤 결정립이 회전하게 되면서 입방정 방위로의 접근이 이루어진다. 입방정 방위에서 벗어난 방위들은 이 방위에 대해 서로 반대 방

향으로 발산하지만, 입방정에 가까운 방위는 여전히 그곳에 남아 있게되고, 이 입방정 방위들이 재결정시에 성장하여 재결정 집합조직의 주성분이 된다는 것이다.

입방정 집합조직에 관한 최초의 실험적 증명은 Ridha 와 Hutchinson [Ridha 1982]에 의해 제시되었다. 그들은 Dillamore 가 예측한 것과 같은 영역에서 핵이 생성되는 것을 투과 전자현미경을 통해 확인하였다. 이들의 실험 결과는 SAD 나 EBSD 등으로 다시 확인되었다.

배향 핵성장 이론 (Oriented Growth Theory;OG)

배향 핵성장 이론은 모든 방위의 핵들이 재결정 초기에 이미 존재하나, 이 중 변형 기지와 특정한 방위 관계가 있는 핵의 성장속도가 빨라 최종 집합조직을 결정한다고 설명한다. Barrett [Barrett 1940]은 어닐링시에 성장하는 재결정된 결정립과 변형된 알루미늄 단결정 기지와는 30° - $40^{\circ}\langle 111 \rangle$ 회전 관계가 있다는 것을 밝혀냈다. 이는 성장하는 재결정립 계면의 속도는 주변 방위에 의존한다는 것을 실험적으로 보여주는 것이다. 이후 알루미늄의 일차 재결정이나 이차 재결정 [Beck 1950]에서도 $40^{\circ}\langle 111 \rangle$ 회전 관계가 성립하는 것을 보였다. 이후 이를 뒷받침하는 실험결과가 많이 나왔는데, 특히 주목할 것은 “핵”이 무질서하게 나타난다는 것이다 [Beck 1949, Kohara 1958]. 알루미늄 표면에 인위적으로 심한 변형을 가한 후 짧은 시간동안 열처리했을 경우 작은 재결정립들이 무작위로 생기는 것을 확인하였다. 또한 이 무질서한 초기 재결정 방위는 선택적으로 성장(selective growth)하여 변형을 가한 부분에서부터 결정립이 발생하여 변형을 가하지 않은 방향으로 성장하여 최종적으로 아주 잘 발달한 재결정 집합조직을 나타내었다. 이후 주로 Lücke 그룹에서 이 이론에 관한 많은 실험적 결과를 보고하였다[Lücke 1984, Liebman 1956, Lücke 1974, Lücke 1976]. 면심 입방정 금속의 재결정시 입방정 집합조직이 발달하는 경우에 대해 $40^{\circ}\langle 111 \rangle$ 관계가 성립하는 결과 역시 많이 보고되었다 [Lücke 1984, Beck 1966].

지금까지 계속 논란의 여지가 있어왔던 입방정 집합조직의 발달은 S 방위 중 하나에서 위의 회전 관계를 만족시킬 때 나타나고, R 방위 역시 나머지 중 하나가 $40^{\circ}\langle 111 \rangle$ 방위 관계를 만족하면 발달하게 된다고 주장한다. 이 경우 8개의 결정학적으로 등가인 회전 중 단 한 개의 회전만이 입방정 방위 발달에 관여하므로 이를 예

측하기란 쉽지 않다.

선택적 성장 이론 (Growth Selection Model)

: Variant Inhibition – Orientation Pinning

삼차원 방위분포함수 및 EBSD 등의 실험 기술이 발달하였다 하더라도 앞의 두 이론에 대한 결론을 여전히 내리지 못하고 있다 [Doherty 1988]. 앞으로 두 가지 이론의 상대적인 역할을 검증하기 위해서는 재료의 미세조직, 즉 변형 및 재결정된 기지의 방위를 직접적으로 측정하여야 한다.

Duggan 등 [Duggan 1993]은 성장하는 결정립은 초기의 핵이 그와 유사한 방위들을 소멸시키기 때문에 이를 설명하는 데 근본적인 문제가 있음을 주장하였다. 이를 해결하기 위해 변형된 기지와 부분적인 재결정이 일어난 시편의 미소 영역의 집합조직을 EBSD 를 통해 관찰하는 것이 최근의 추세이다. 이는 많은 영역의 방위를 관찰하여 재결정 집합조직의 기원에 대한 정보를 보다 향상된 수준으로 제공할 수 있기 때문이다.

Ibe와 Lücke [Ibe 1966]가 주장한 선택적 성장 이론은 배향 핵생성과 배향 핵성장 이론이 동시에 만족되는 경우의 재결정립이 최종 재결정 집합조직을 지배한다는 것이다. 이는 면심 입방정 금속의 경우 입방정 방위 핵은 변형 기지 내에 존재하게 되고, 이 핵이 주변 결정립들과 $40^\circ\langle 111 \rangle$ 방위 관계를 만족시키는 경우에만 재결정 집합조직을 지배할 수 있다는 것이다. Hjelen [Hjelen 1991]은 주조한 방향성이 있는 알루미늄을 압연하여, 변형 기지 내에 부분적으로 재결정된 결정립이 존재하는 시편을 EBSD 를 이용하여 측정하였다. 미소영역의 집합조직을 관찰하여 Dillamore-Katoh 모델이 제시하는 천이밴드(transition band)에서 재결정핵이 존재하는 것을 확인하였고, 변형된 기지의 불균질한 부분은 대부분이 $40^\circ\langle 111 \rangle$ 관계를 만족시키는 것을 관찰하였다. 이 영역이 전단밴드(shear band)나 천이밴드(transition band)이고 대부분의 핵이 이곳에서 생성된다고 보고하였다. $\{112\}\langle 111 \rangle$ 과 입방정 방위는 공통의 $\langle 111 \rangle$ 축이 존재하지 않기 때문에 배향 핵성장 이론은 재고할 여지가 있다고 보고 앞의 회전 관계는 핵생성에 의한 것으로 보았다.

Doherty 등 [Doherty 1995]은 평면변형으로 변형된 알루미늄 연구에서 입방정 밴드(cube band)가 층상으로 밀집되어 존재하는 경우에 변형시 존재하던 입방정 방위

들이 재결정의 입방정 방위의 성장을 방해한다는 것을 보였다(Variant Inhibition). 이는 길이 방향으로 심하게 변형된 기지에서 흔히 보이는 미세하게 배열된 층상 구조 (fine interband spacing)에 있는 새로운 방위의 결정립은 기지와 동일한 방위를 갖는다면 성장이 방해된다는 것이다. 다시 말하면 방위의 결정립에 의해 생기는 저각 입계로 인해 성장속도가 느리게 되어 다른 결정립에 비해 발달이 느리게 된다는 것이다. 따라서 핵이 존재하더라도 주위 기지와 특정한 방위 관계를 만족시키지 못하면 성장할 수 없는 것이다. Jensen [Jensen 1995] 역시 방위 고정(Orientation Pinning)으로 재결정 집합조직의 발달을 설명하였다.

4. 변형 에너지 방출 최대화 이론을 통한 재결정 집합조직의 해석

앞에서 기술했듯이, 금속재료의 어닐링 시 발달하게 되는 재결정 집합조직을 설명하기 위하여 수 많은 노력이 기울여지고 다양한 계에 대해 여러 가지 모델들이 제시되어 왔다. 그러나, 여전히 일관되게 적용할 수 있는 이론이 부재한 상태로, 현재까지 제시되어 온 많은 이론들은 압연 및 어닐링에 의한 재결정 집합조직을 설명하기 위해 도출되었으나, 축 대칭 변형을 받은 재료에 대해서는 그 해석이 불가능한 실정이다.

최근 이동녕은 변형된 재료내의 전위에 의한 응력장을 고려한 변형 에너지 방출 최대화 이론(strain energy release maximization model) [Lee 1995-1]을 이용하여, 전착층 [Lee 1995-2, Choi 2000, Kim 2000, Lee 2000-1, Nam 1999, Yang 1999]과 증착층 [Lee 2002]은 물론 많은 소성가공된 금속(fcc, bcc) [Hong 2001, Hong 2002, Lee 1996, Lee 1998, Lee 1999-1, Lee 2001-1, Lee 2001-2, Park 1997, Park 1998, Ryu 2001]의 재결정 집합조직을 설명할 수 있었다. 이전의 여러 재결정 이론들이 변형기지와 재결정립 사이의 계면 특성에 주안점을 둔 반면, 변형 에너지 방출 최대화 이론은 재결정의 구동력이 되는 내부 변형 에너지와 재결정에 의한 에너지 감소의 방향성을 고려한다.

재결정은 재료의 가공 중 축적된 에너지를 감소시키기 위하여 일어난다. 축적된 에너지로는 원자공공, 전위, 결정립계, 표면 등으로 인한 에너지를 포함한다. 에너지는 방향성이 없고 집합조직은 방향성이 있다. 에너지가 아무리 높다고 하여도 결함

이 어떤 이방성 특성을 낳지 않으면 재결정집합조직과 직접 관련 맺을 수 없다. 격자표면에너지의 차이에 기인한 표면에너지의 이방성 효과는 결정립 크기가 시편 두께보다 크고 진공중이나 불활성 분위기에 있지 않은 한 무시할 수 있다. 결정립 계들 사이의 이동도(Mobility) 차이와 에너지 차이가 결정립 성장 중 집합조직 변화에서 고려할 중요한 인자임에 틀림없다. 원자공공은 그 특성이 비교적 등방성이므로 재결정집합조직 형성에 중요한 영향을 미치지 않을 것 같다. 전위가 어떤 이방성 특성을 낳지 않으면 재결정집합조직과 무관하게 될 것이다.

가공된 재료 속에는 칼날전위, 나선전위, 혼합전위 등이 복잡하게 배열되어있다. 그러나 전위의 버거스 벡터 (Burgers vector)는 재료의 변형방식과 집합조직에 의하여 결정되며 전위배열은 칼날전위의 안정한 배열로 어림할 수 있다. 그림 3.1-2는 칼날전위의 안정한 배열과 낮은 에너지배열에서의 주응력 분포를 보여준다. 이 응력분포는 개개 전위주위의 응력분포의 중첩으로 계산한 것이다. 이 그림으로부터 절대값이 최대인 수직응력의 방향이 버거스 벡터 방향과 같음을 알 수 있다.

Sutton 과 Balluffi [Sutton 1996]는 그림 3.1-3에 나타낸 무한 개의 칼날전위배열의 경우에 다음식과 같은 응력장을 얻었다.

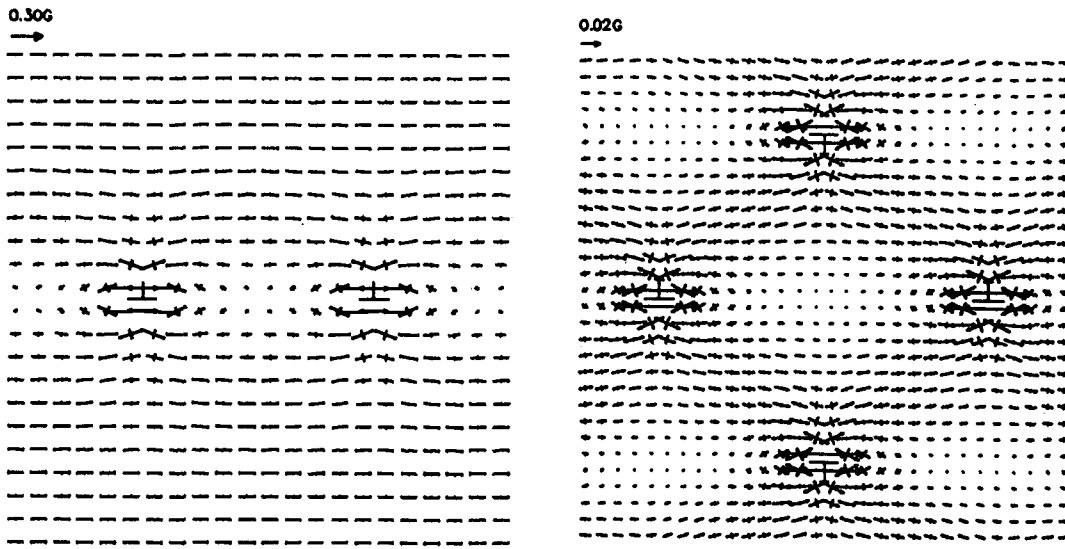
$$\begin{aligned}\sigma_{12} &= -\sigma_0 \sin X_1 (\cosh X_2 - \cos X_1 - X_2 \sin X_2) \\ \sigma_{11} &= -\sigma_0 [2 \sinh X_2 (\cosh X_2 - \cos X_1) - X_2 (\cosh X_2 \cos X_1 - 1)] \\ \sigma_{22} &= -\sigma_0 X_2 (\cosh X_2 \cos X_1 - 1)\end{aligned}\quad (3.1-1)$$

위 식에서 $X_1=2\pi x_1/D$, $X_2=2\pi x_2/D$ $\sigma_0=-Gb/[2D(1-\nu)(\cosh X_2-\cos X_1)^2]$ 이며, G, b, ν , D 는 각각 전단 탄성계수, 버거스 벡터(Burgers vector), 프와송 비(Poisson's ratio), 그리고 전위간 거리를 나타낸다.

x_2 가 $\pm\infty$ 로 접근할 때, σ_{22} σ_{12} 는 지수적으로 0에 가까워지며, σ_{11} 은 다음과 같은 값에 수렴한다.

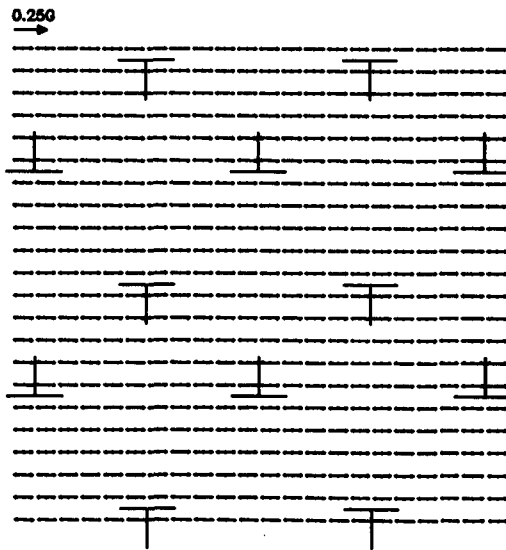
$$\sigma_{11} \rightarrow \frac{Gb}{D(1-\nu)} \text{sgn}(x_2) \quad (3.1-2)$$

$\text{sgn}(x_2)=-1$ if $x_2>0$, $\text{sgn}(x_2)=1$ if $x_2<0$



(a)

(b)



(c)

Fig. 3.1-2. Principal stress distributions around parallel edge dislocations calculated based on (a) 100 linearly arrayed dislocations with dislocation spacing of $10b$, (b) low energy array of 20×20 dislocations with horizontal dislocation spacing of $20b$, and (c) low energy array of 100×100 dislocations with horizontal dislocation spacing of $10b$. b is Burgers vector and G is shear modulus [Lee 1999]

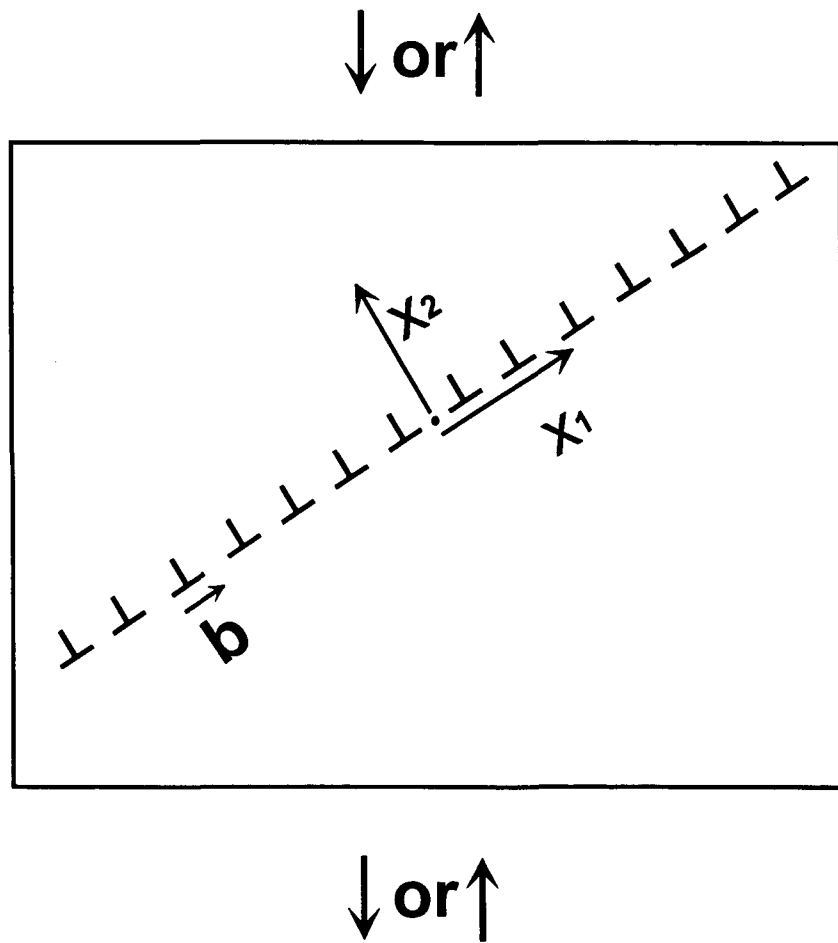


Fig. 3.1-3. Coordinates in edge dislocation array

최대 주응력의 절대치는 $|x_2|$ 값이 $D/2\pi$ 이상일 때 $|s_{11}|$ 값에 지수적으로 접근하게 되며, 최대 주응력 방향은 버거스 벡터 또는 슬립 방향이 된다.

다중 슬립이 일어날 경우, 작용하는 슬립계에서의 전단 변형률이 동일하지 않다. 다중 슬립 시, 전단 변형률이 증가할수록 전위밀도가 증가하며 (그림 3.1-4 [Zehetbauer 1993]), 최대 주응력의 크기 또한 증가한다. 그러므로, 최대 주응력 방향에 미치는 각 슬립계의 기여도는 각 슬립계에서의 전단 변형률에 비례하며 이를 다음 식으로 표현할 수 있다.

$$\gamma_i = \int |d\gamma_i / d\epsilon| d\epsilon \quad (3.1-3)$$

최대 주응력의 방향을 결정하기 위해서는 변형 시 작용하는 슬립계들과 각 슬립계에서 일어나는 전단 변형률을 알아야 하며, 이들은 변형 집합조직, 또는 변형 집합조직의 계산을 통해 얻을 수 있다.

재결정 시 새롭게 생성되는 결정립의 최소 탄성계수 방향이 최대 주응력 방향과 평행할 때 발생하는 에너지 감소의 모습을 모델화하여 그림 3.1-5에 도식적으로 나타내었다. 초기 재료(그림 3.1-5(a))을 일축 변형하면 재료의 내부에는 변형 방향으로 탄성 응력장이 형성된다 (그림 3.1-5(b)). 이 때 재료의 내부 변형 에너지는 그림 3.1-5(d)의 삼각형 OAC의 면적으로 나타낼 수 있다. 이러한 탄성 응력장이 존재하는 상황에서 응력장이 없는 동일한 재료로 대체된다면 재료 내의 내부에너지는 삼각형 OBC의 면적으로 감소한다. 이때 방출되는 에너지는 삼각형 OAB 면적에 해당하며, 이 방출 에너지는 대체되는 재료의 최소 탄성계수 방향이 이전에 존재했던 응력장의 방향에 평행할 때 최대가 된다.

어닐링 시, 재결정이 변위에 의해 제어되는 계이고 최대 내부 응력의 절대값이 일축 응력에 근사할 수 있을 때, 전위가 집적된 변형 기지와 재결정립은 각각 그림 3.1-5의 탄성 응력장이 걸려 있는 재료와 응력장이 없는 재료로 대응시킬 수 있다. 재결정 시, 재결정립의 최소 탄성계수 방향이 변형 기지의 최대 주응력 방향에 평행하게 될 때, 즉 변형 집합조직에 대해 특수한 방위 관계를 가지는 재결정 집합조직이 형성될 때, 계의 에너지 감소가 최대가 되어 (그림 3.1-6) 열역학적으로 안정한 계로의 이행이 가속화된다.

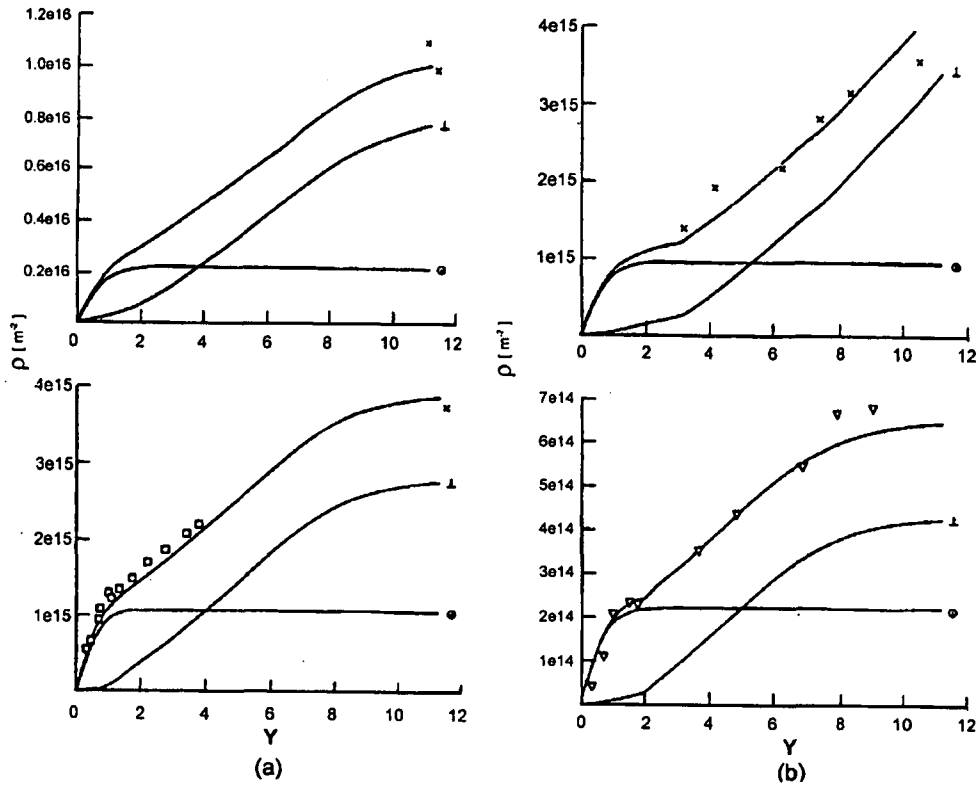


Fig. 3.1-4. Evolution of total dislocation density with shear strain γ , $d\gamma/dt = 0.01/s$
 Full lines: calculated values, signs: experimental data from resistometry and
 calorimetry, X torsion, \square compression; ∇ straight rolling, $d\gamma/dt = 1...10/s$; (a) Cu
 99.95%, T=77K (above) and 294(below); (b) Al 99.99%, T=77K (above) and 294
 (below). Evolution of screw and edge \perp densities is also demonstrated
 [Zehetbauer 1993].

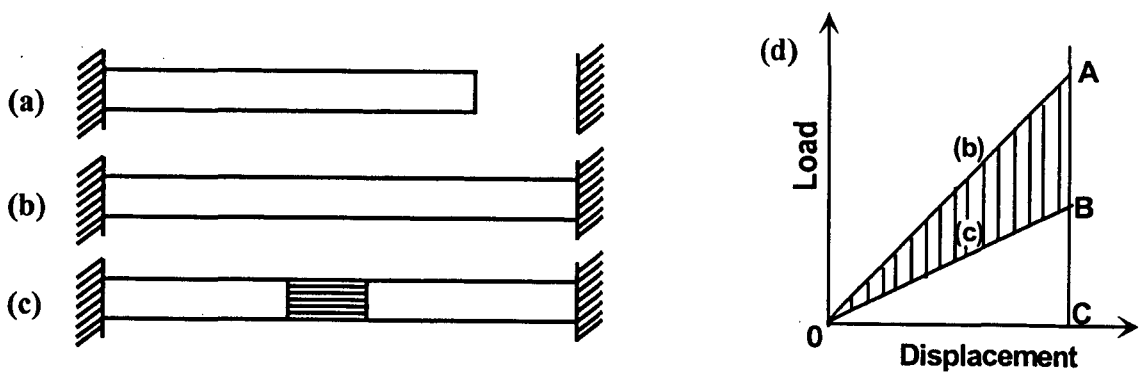


Fig. 3.1-5. Stress free body (a) is elongated and its both ends are fixed (b). Strain energy of body is represented by OAC. When small portion of stressed body is replaced by stress free material, strain energy of system is reduced to area OBC and energy release is represented by area OAB.

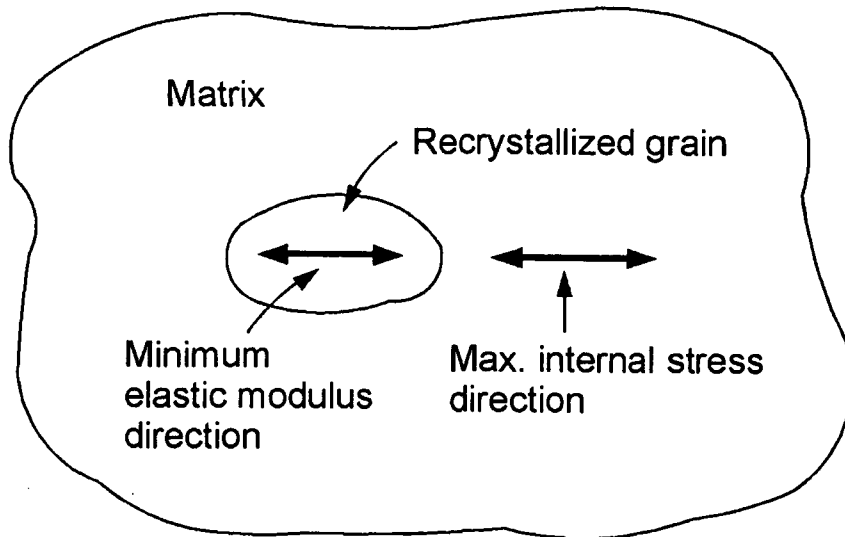


Fig. 3.1-6. Matrix with high dislocation densities and recrystallized grains constitute constant volume system, in which energy release can be maximized when absolute maximum stress direction becomes parallel to minimum elastic modulus direction of recrystallize

실제로는 전위배열에 의한 응력이 삼차원이지만 결정에서의 전위로 인한 응력분포를 알지 못하므로 달리 제 2의 방향을 찾아야 한다. 이에 대해서는 구체적인 예에서 설명 할 것이다.

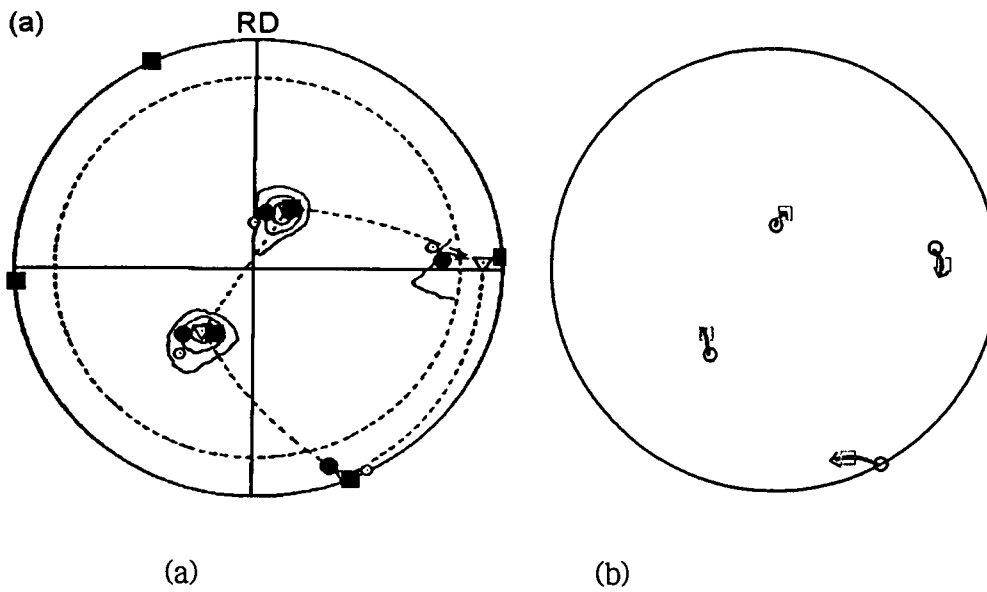
이 이론의 자세한 설명과 많은 응용예가 참고문헌 [Lee 1999-2, Lee 2000-2]에 기술되어있다.

5. 변형 에너지 방출 최대화 이론을 통한 재결정 집합조직의 해석에

가. 평면변형 압축한 $(123)[41\bar{2}]$ Al 단결정의 재결정집합조직

Blicharski 등 [Blicharski 1995]은 평면변형 압축한 $(123)[41\bar{2}]/(123)[\bar{4}1\bar{2}]$ 와 $(123)[41\bar{2}]/(\bar{1}\bar{2}\bar{3})[41\bar{2}]$ 2 방위결정의 재결정집합조직을 측정하였으나, 기존의 재결정 이론으로는 그 결과를 설명할 수 없었다. 이동녕 등은 변형 에너지 방출 최대화 이론을 이용하여 설명하였는데 이 이론의 설명에 좋은 예이다. 연구결과 구성단결정의 성질의 중복과 같았으므로, $(123)[41\bar{2}]$ 단결정의 문제를 취급한다. 이 결정을 평면변형 압축시험 시 압축방향은 $[123]$ 이고 연신방향은 $[41\bar{2}]$ 이며 폭방향의 변형을 억제하기 위하여 통로형 금형을 사용하였다.

90% 압축한 시편의 변형집합조직을 그림 3.1-7에 나타내었다. 변형 후에 약간의 결정회전이 있는데 이는 그림 3.1-7에서 보는 바와 같이 완전구속 변형속도민감도 모델 [Canova 1961, Toth 1988]의 예측과 잘 맞는다. 절대최대내부응력방향을 계산하기 위하여 작용 슬립계와 식(3.1-3)의 γ_i 의 값을 구하여야 한다. 이를 위하여는 $|dy/d\epsilon|$ 와 ϵ 의 관계를 알아야 한다. 이 관계는 변형집합조직의 모사과정에서 얻게 된다. $d\gamma_i/d\epsilon$ 와 ϵ 의 관계를 그림 3.1-8에 나타내었다. 이 슬립계들의 $d\gamma_i/d\epsilon$ 와 ϵ 관계곡선으로부터 $\epsilon = 2.3$ (90%단면감소에 해당) 까지의 면적을 구하면 식 (3.1-3)의 γ_i 값을 얻게 된다. 그 결과 작용 슬립계는 $(111)[10\bar{1}]$, $(111)[01\bar{1}]$, $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[110]$, $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[110]$, $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[011]$, $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[101]$ 이며 이들의 γ_i 값의 상대값은 각각 2091, 776, 1424, 2938, 76, 139가 된다. 여기서 한가지 주의할 점은 슬립방향이 압연방향과 예각을 이루도록 잡았다는 것이다. 예를 들면, $(111)[10\bar{1}]$ 슬립계와 $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}01]$ 슬립계는 같다. 전자의 슬립방향은 압연방향 $[41\bar{2}]$ 와 예각을 이루지만 후자의 슬립방향은 압연방향과



Contour Level: 1, 5, 15, 35

Fig. 3.1-7. (a) Measured [Blicharski 1995] and (b) simulated [Lee 1999-1] (111) pole figures showing deformation textures of Crystal $(123)[41\bar{2}]$ after 90% reduction in thickness by channel die compression. Simulation was made using strain rate sensitivity full constraints model with $m=0.01$. \circ Initial orientation of Crystal $(123)[41\bar{2}]$, \bullet \square Orientations of Crystal $\sim\{135\}\langle 211\rangle$, \blacksquare Orientations of Crystal $\sim\{011\}\langle 522\rangle$, \leftarrow : Calculated orientation of Crystal reduced by 90%

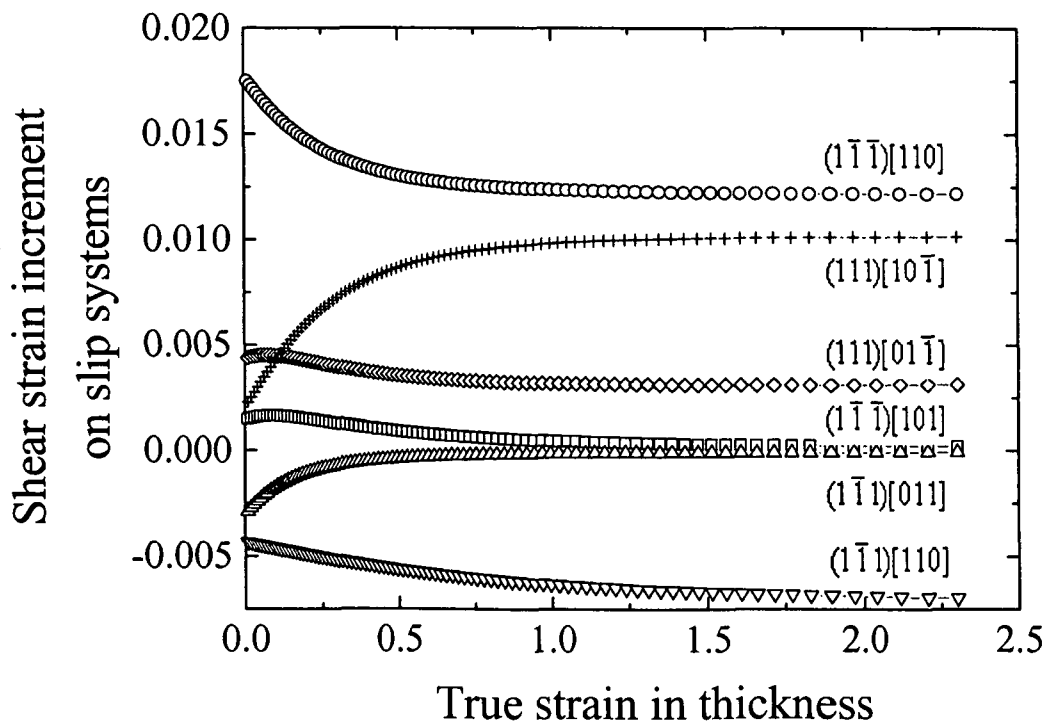


Fig. 3.1-8. The calculated shear increments at a thickness reduction of 0.01 on acting slip systems of the crystal $(123)[41-2]$ as a function of strain [Lee 1999-1]

둔각을 이룬다. 위 6개의 슬립계 중 마지막 2개는 그 기여가 작기 때문에 무시하였다.

절대최대내부응력은 다음과 같이 계산한다.

$$209[10\bar{1}] + 776[0\bar{1}\bar{1}] + 1424 \times 0.577[110] + 2938 \times 0.577[100] = [4608 \quad 3293 \quad \overline{2867}]$$

여기서 계수 0.577은 $(1\bar{1}1)[110]$ 와 $(\bar{1}11)[110]$ 슬립계가 $[110]$ 슬립방향을 공유하기 때문이다 [Lee 1999-2]. $[4608 \quad 3293 \quad 2867]$ 방향 또는 단위벡터 $[0.7259 \quad 0.5187 \quad 0.4516]$ 방향이 재결정 후에는 알루미늄의 최소 탄성계수방향 $\langle 100 \rangle$ 중 하나와 평행하게 된다.

변형된 기지와 재결정된 결정 사이의 또 다른하나의 방위관계를 얻기 위하여, 앞의 $\langle 100 \rangle$ 방향과 수직인 또 다른 하나의 $\langle 100 \rangle$ 방향과 평행한 변형기지의 방향을 찾아야 한다. 후보 방향 중에는 최대내부응력방향의 계산에 사용되지않은 $[011]$, $[101]$, $[1\bar{1}0]$ 을 들 수 있다. 왜냐하면 이 방향의 버거스 벡터를 가지고 있는 전위가 있을 수 있기 때문이다. 이 방향 중에 $[110]$ 방향이 최대내부응력방향과 87.3° 로 90° 에 가장 가깝다. $[110]$ 방향에 가장 가깝고 최대내부응력방향과 수직인 방향이 재결정후의 하나의 $\langle 100 \rangle$ 방향이 될 것이다. 이 방향을 그림 3.1-9에서 OB로 나타내었다. OB는 OC와 최대내부응력방향인 OA 둘 다와 수직이어야 한다. OC는 OA와 $[011]$ 방향의 벡터적으로 얻을 수 있고 OB는 OC와 OA의 벡터적으로 얻을 수 있다. 따라서 계산된 OA, OB, OC는 각각 $[0.7259 \quad 0.5187 \quad \overline{0.4516}]$, $[\overline{0.0345} \quad 0.6833 \quad 0.7294]$, $[0.6869 \quad \overline{0.5139} \quad 0.5139]$ 가 된다. 이들은 모두 단위 벡터이고 서로 수직이며 재결정 후에는 $[100]$, $[001]$, $[010]$ 에 평행하게 된다. 단위 벡터들의 성분들은 변형된 결정과 재결정된 결정의 좌표계를 관련 짓는 방향코사인이 된다. 그러므로 압연면수직방향 $[0.1534 \quad 0.5101 \quad 0.8463]$ 과 압연방향 $[0.8111 \quad 0.4242 \quad \overline{0.4027}]$ 이 재결정 후에는 다음계산을 통하여 얻을 수 있다.

$$\begin{pmatrix} 0.7259 & 0.5187 & -0.4516 \\ 0.6869 & -0.5139 & 0.5139 \\ -0.0345 & 0.6833 & 0.7294 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0.1534 \\ 0.5101 \\ 0.8463 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} -0.0062 \\ 0.2781 \\ 0.9606 \end{pmatrix}$$

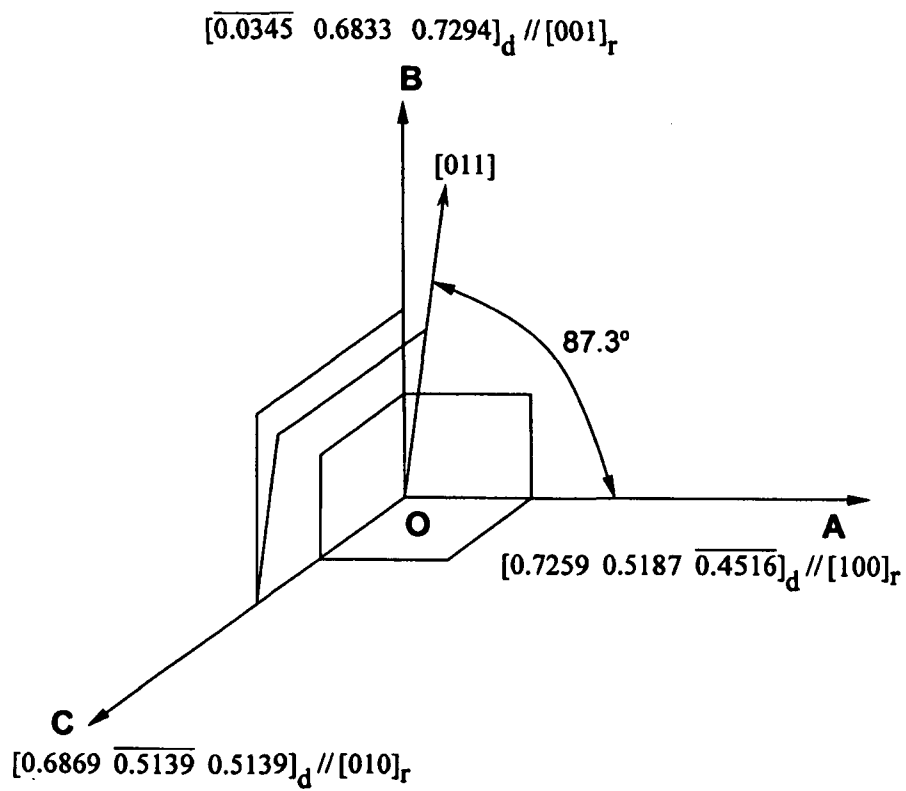


Fig. 3.1-9. Orientation relations in deformed and recrystallized states. Subscripts d and r indicate deformed and recrystallized states respectively

$$\begin{pmatrix} 0.7259 & 0.5187 & -0.4516 \\ 0.6869 & -0.5139 & 0.5139 \\ -0.0345 & 0.6833 & 0.7294 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0.8111 \\ 0.4242 \\ -0.4027 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0.9907 \\ 0.1322 \\ -0.0319 \end{pmatrix}$$

따라서 계산된 재결정 집합조직은 $(0.0062 \ 0.2781 \ 0.9606)$ [0.9907 0.1322 0.0319]이다. 만일 OA, OB, OC를 <100>의 순서를 다르게 하면 다른 계산결과가 나오지만 물리적으로는 같은 방위이다. 이 계산 재결정집합조직을 그림 3.1-10에 측정재결정과 함께 나타내었다. 실험값이 분산되어있으나 계산값과 비교적 잘 일치하고있다.

5.2. 면심입방정 다결정 금속판재의 재결정집합조직

적층결함 에너지가 중간 값에서 높은 값을 갖는 면심입방정 다결정금속의 냉연집합조직은 황동방위 110<211>, 구리방위 112<111>, 고스(Goss)방위 011<100>, S 방위 123<634>, 입방체방위 001<100> 로 구성되어있다. 오일러 공간에서 이러한 방위를 연결하는 선을 흔히 β 선 이라고 한다 (그림 3.1-11). 그림 3.1-12은 95% 냉간압연한 알루미늄의 (111) 극점도이다. 다결정 알루미늄과 구리의 평면변형압연집합조직의 주성분은 구리방위성분과 S방위성분이다. 냉연 구리와 알루미늄의 재결정집합조직이 입방체방위라는 것은 잘 알려져 있다. 그림 3.1-12에서 보는 바와 같이 S 방위와 입방체방위 사이에 40° <111> 관계 (<111>을 정축으로 40° 의 회전관계)가 있고 40° <111>의 입계의 이동도가 크다는 사실 때문에 S 방위가 재결정 후에 입방체방위가 된다고 수 십년 간 믿어왔다.

그러나 구리집합조직이 입방정재결정집합조직과 더 큰 관련이 있다는 증거가 있다. 표 3.1-1의 실험결과 [Necker 1990]를 보면 73% 이하의 압연에서는 변형집합조직이 강하게 발달하지않고 재결정집합조직도 무질서에 가깝다. 90%의 단면감소에서는 강한 구리집합조직이 얻어지고 재결정집합조직은 강한 입방체방위이다. 95%냉간압연한 Al - 0~9%Mg 합금을 598K에서 0.5~96시간 어닐링한 경우, 변형집합조직의 구리방위성분의 밀도와 재결정집합조직의 입방정방위성분이 모두 3%Mg에서 얻어졌다 (그림 3.1-13 [Koizumi 1999]). 위의 두 경우가 구리가공집합조직이 입방체재결

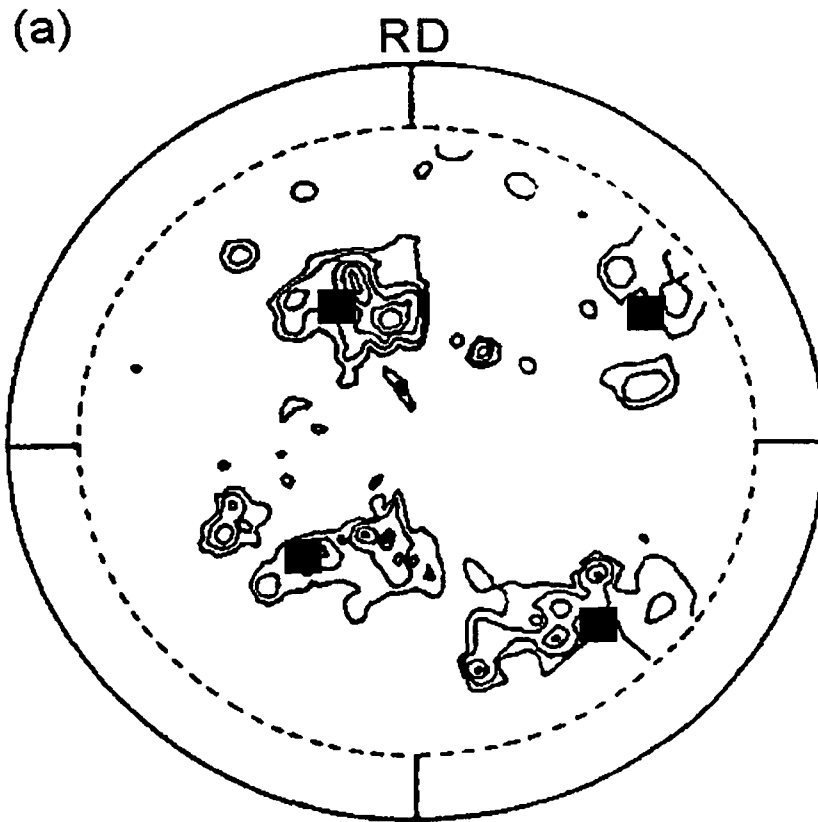
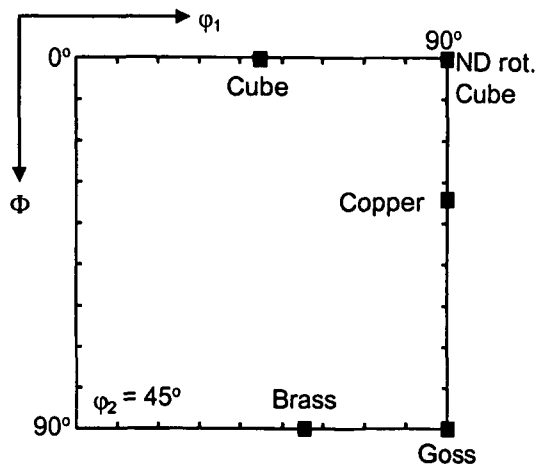
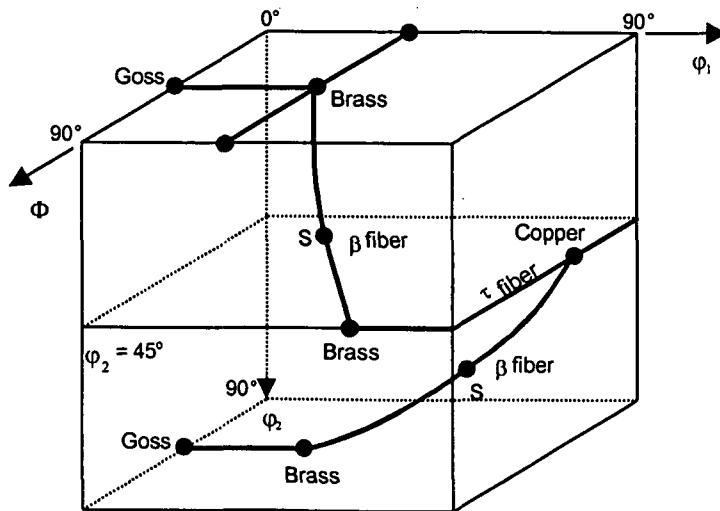


Fig. 3.1-10. Measured (contours [Blicharski 1995]) and calculated (solid squares [Lee 1999-1]) (111) pole figure showing textures of fully annealed specimen of Crystal (123)[41-2] after 90% reduction and annealing at 125°C for 5 min.



(a)



(b)

Fig. 3.1-11. (a) Position of some important ideal orientations (solid square). (b) Schematic diagram of important fcc orientation fibers in three dimensional Euler space.

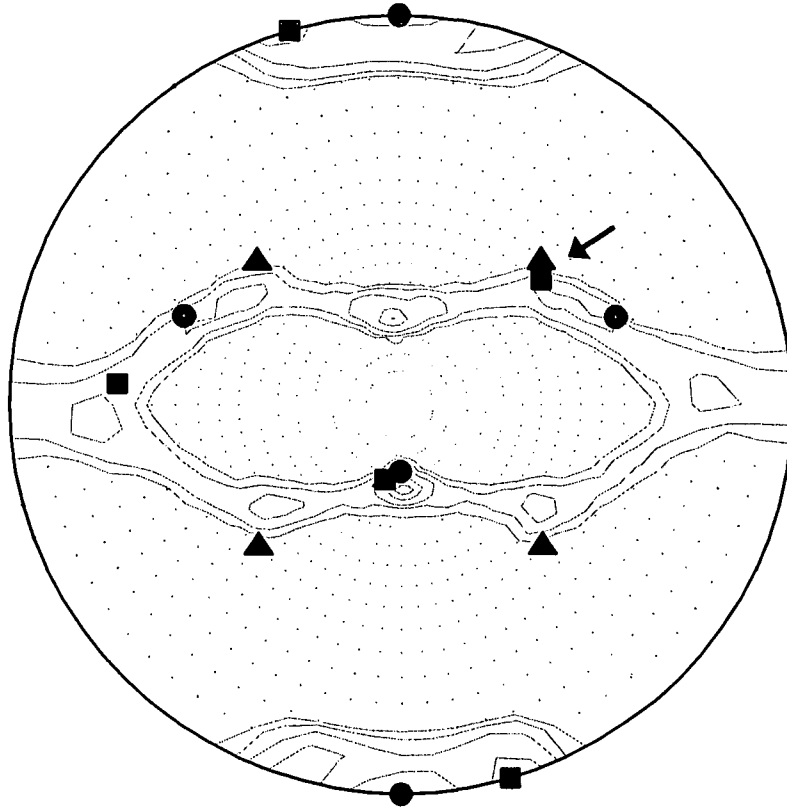


Fig. 3.1-12. (111) pole figure of 99% cold rolled aluminum specimen showing that the (123)[-6-3 4] and (100)[010] textures have a common $\langle 111 \rangle$ axis (arrow). ● (112)[-1-1 1], ■ (123)[-6-3 4], ▲(100)[010].

Table 3.1-1. Texture Component Strength of High Purity OFE copper [Necker 1990].

	Rolling reduction	Brass	Copper	Goss	S	Cube
Deformation Texture	58%	3.6	2.6	1.1	1.4	0.6
	73%	2.8	3.0	0.9	1.1	1.1
	90%	0.7	5.7	0.1	0.7	1.3
Recrystallizati on Texture	58%	2.1	1.4	1.0	1.3	1.2
	73%	1.8	1.5	1.3	1.4	2.1
	90%	0.2	0.8	0.2	0.4	20.0

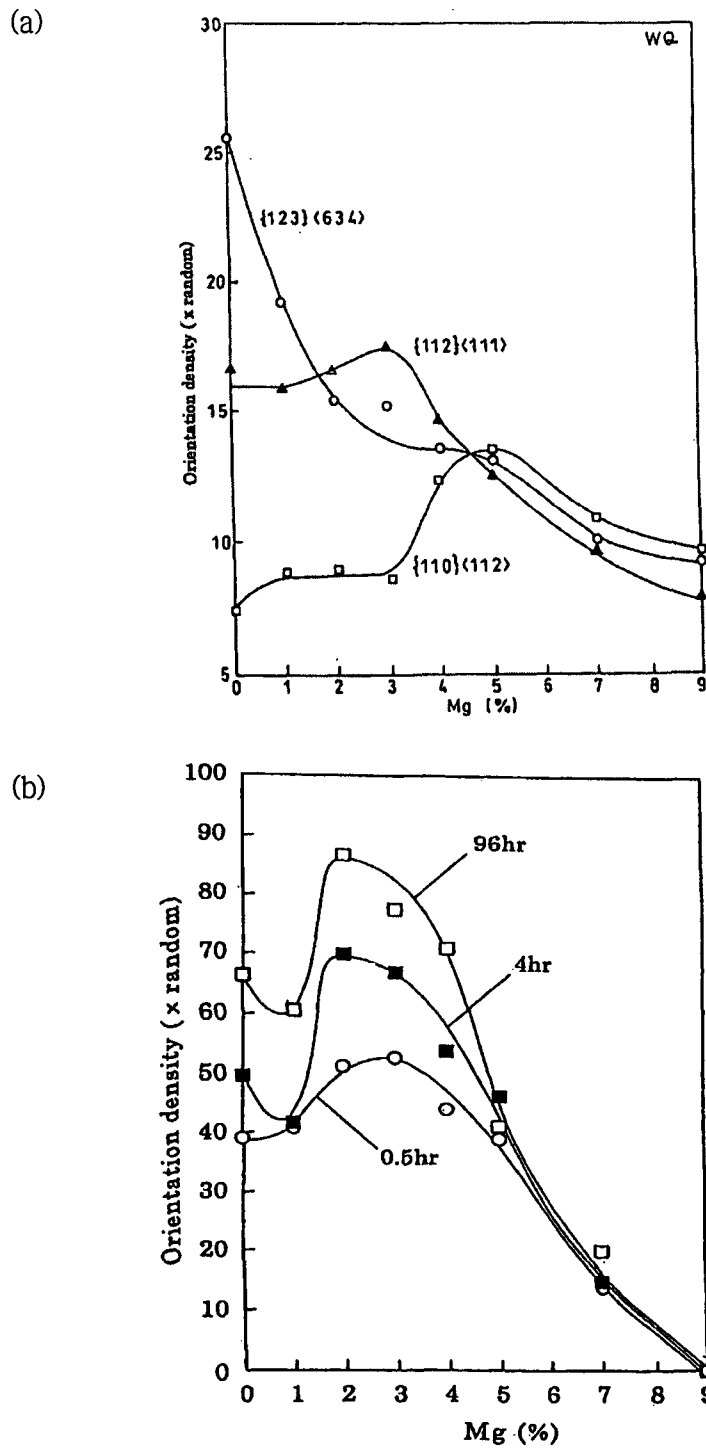


Fig. 3.1-13. Effect of Mg content on (a) densities of copper $\{112\}\langle 111\rangle$, S $\{123\}\langle 634\rangle$, and brass $\{110\}\langle 112\rangle$ orientations in Al-Mg alloys cold rolled by 95% and on (b) density of $\{001\}\langle 100\rangle$ orientation in specimens in (a) after annealing at 598 K for 0.5, 4, and 96h [Necker 1990].

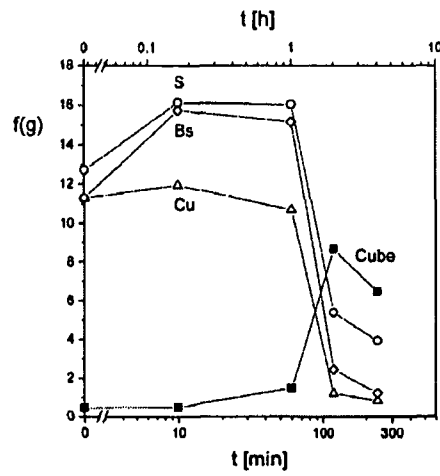
정집합조직으로 변한다는 것을 보여주는 것 같다. 그러나 이것만으로는 충분하지 않다. 왜냐하면 가장 높은 밀도의 가공방위성분이 반드시 가장 높은 재결정방위성분과 관련이 있지 않기 때문이다 [Engler 2001].

95% 냉간압연한 구리를 400~500°C 에서 어닐링하는 동안 방위밀도의 변화 (그림 3.1-14 [Huh 1998]), 95% 냉간압연한 AA8011 Al 을 350°C 에서 어닐링하는 동안 방위밀도의 변화 (그림 3.1-15 [Ryu 2001]), 95% 냉간압연한 Fe-50%Ni 을 600°C 에서 어닐링하는 동안 방위밀도의 변화 (그림 3.1-16 [Caleyo 2001]), 95% 냉간압연한 구리를 2.5 K/s 의 가열속도로 150-300°C 까지 가열하였다가 급랭하였을 때에 어닐링하는 동안 방위밀도의 변화 (그림 3.1-17 [Hong 2001])를 보면 입방정방위가 증가하기 시작하면 구리방위성분이 가장 빨리 사라진다. 이 결과로부터 구리가공방위가 입방정재결정방위와 관계 있음을 알 수 있다.

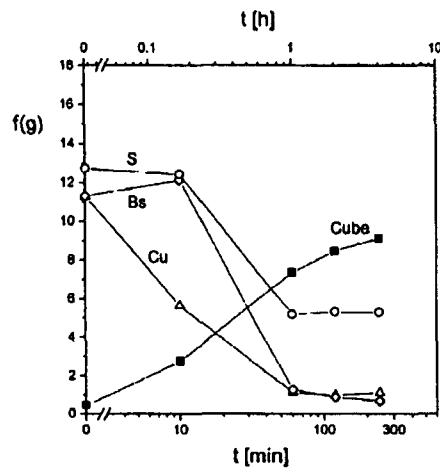
재결정은 변형에너지가 높은 영역에서 재결정이 일어나기 쉽다. 변형된 결정에 저장된 에너지가 Taylor 계수 (factor)에 비례한다는 것이 알려져 있다. 입방정방위, 구리방위, S 방위, 황동방위의 Taylor 계수는 각각 2.45, 3.64, 3.24, 2.45이다 [Hong 2001]. 1.5의 변형률까지 평면변형압축한 99.99% 알루미늄 결정의 저장된 에너지를 측정한 결과에 의하면, 구리방위영역이 S 방위영역 보다 높은 에너지를 가지고있다 [Godfrey 2001]. 따라서 구리방위를 가진 결정립이 S 방위를 가진 결정립 보다 재결정 구동력이 더 클 것으로 생각된다. 그러므로 구리방위가 S 방위보다 재결정 시 입방정방위로 변하려는 경향이 크다고 볼 수 있다.

구리방위로부터 입방정방위로의 전이를 변형 에너지 방출 최대화 이론으로 설명할 수 있다. 구리방위 $\{112\langle 111 \rangle$ 를 대표하여 $(112)[11\bar{1}]$ 결정의 평면변형압축 (압축방향: $[112]$, 연신방향: $[11\bar{1}]$)의 경우를 설명한다. $(112)[11\bar{1}]$ 결정의 평면변형압축 시 $(112)[11\bar{1}]$ 방위는 ϵ_{13} 이완 구속모델에 의하면 안정하며 슬립계가 $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[110]$, $(1\bar{1}\bar{1})[110]$, $(111)[10\bar{1}]$, $(111)[0\bar{1}\bar{1}]$ 이고 슬립계의 전단변형률이 모두 같은 것으로 계산된다. ϵ_{13} 에서 하첨자 1과 3은 압연방향과 압연면의 수직방향을 나타낸다. 슬립 방향을 압연방향과 예각을 이루도록 정한 것은 앞 예에서 이미 설명하였다. 따라서 절대최대내부응력 방향은 $[01\bar{1}] + [10\bar{1}] + 0.577 \times 2[110] \cong 2[11\bar{1}]$. 여기서 0.577은 앞의 예에서 언급한 바 있다. $[11\bar{1}]$ 방향은 재결정 후에는 최소탄성계수방향 $[100]$ 에 평행하게 된다.

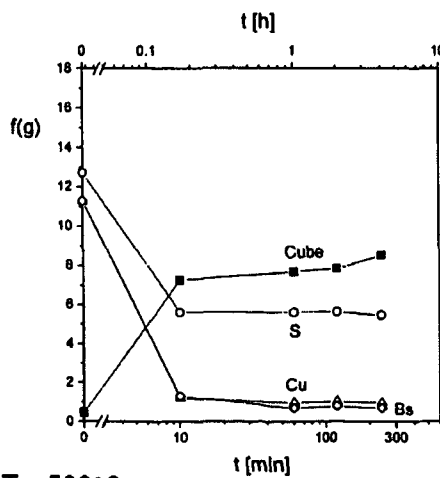
또 다른 하나의 방위관계를 정하여야 한다. 재결정상태에서의 최소탄성계수



(a) $T_R = 400^\circ\text{C}$



(b) $T_R = 450^\circ\text{C}$



(c) $T_R = 500^\circ\text{C}$

Fig. 3.1-14. Changes in densities of copper Cu, S, brass Bs, and cube orientations in 95% cold rolled copper during annealing at 400, 450, and 500°C [Engler 2001].

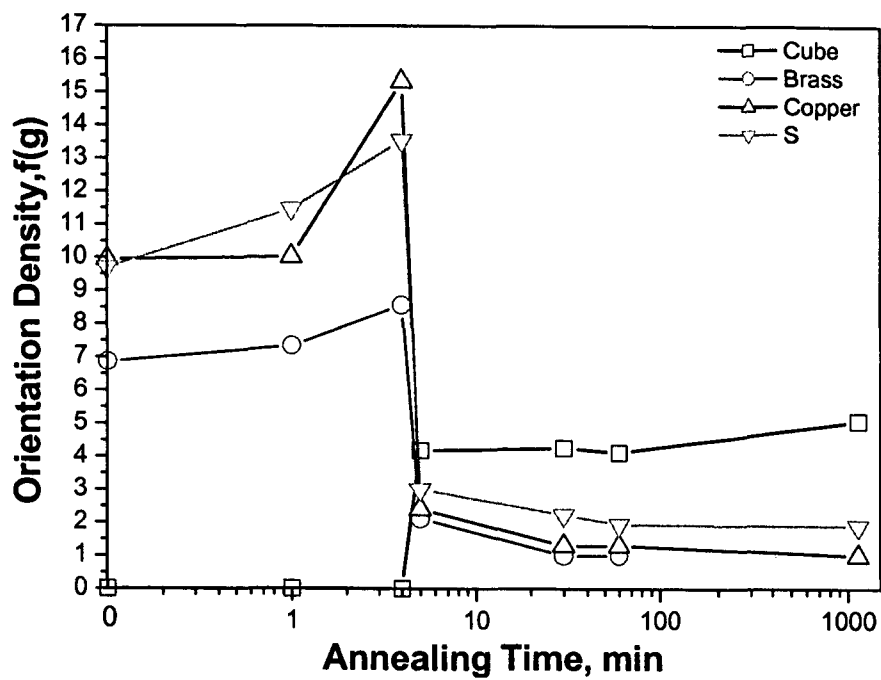
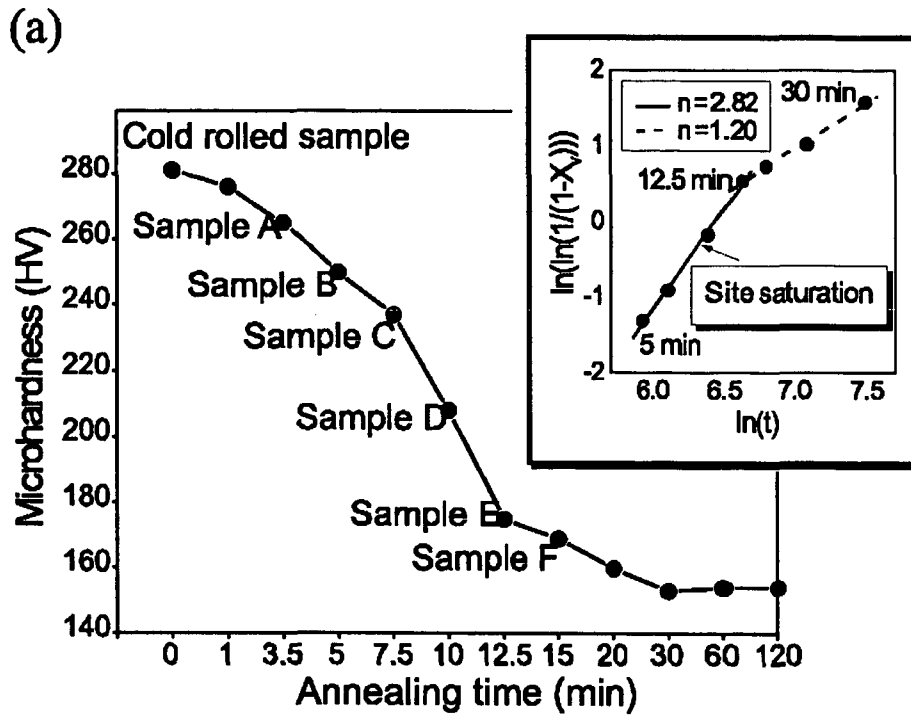


Fig. 3.1-15. Changes in densities of cube, brass, copper and S orientations in 95% cold rolled AA8011 during annealing at 350°C [Huh 1998].



(b)

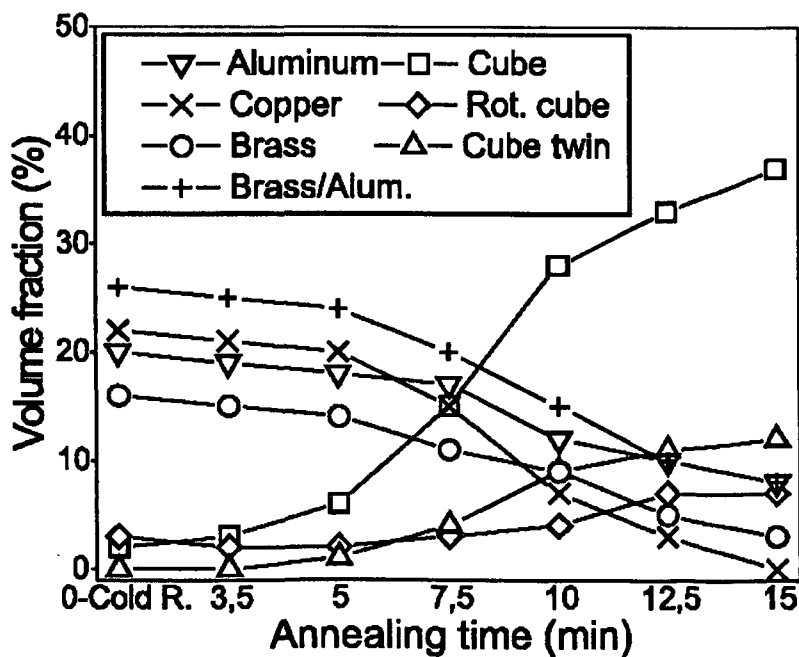


Fig. 3.1-16. Recrystallization of 90% cold rolled Fe-50%Ni at 600°C. (a) Microhardness vs. annealing time and JMAK plot. (b) Evolution of bulk textures with annealing time [Caleyo 2001].

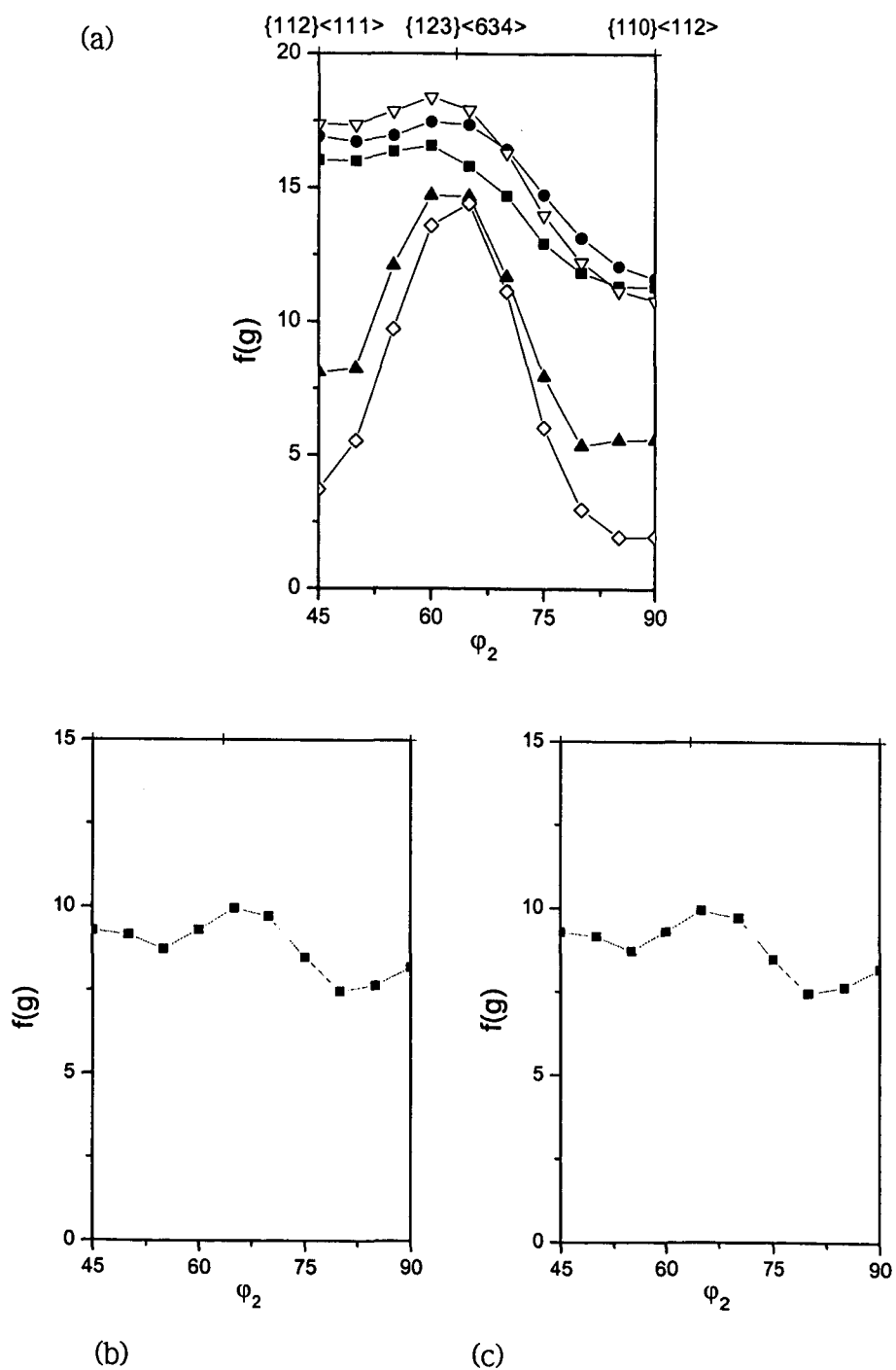
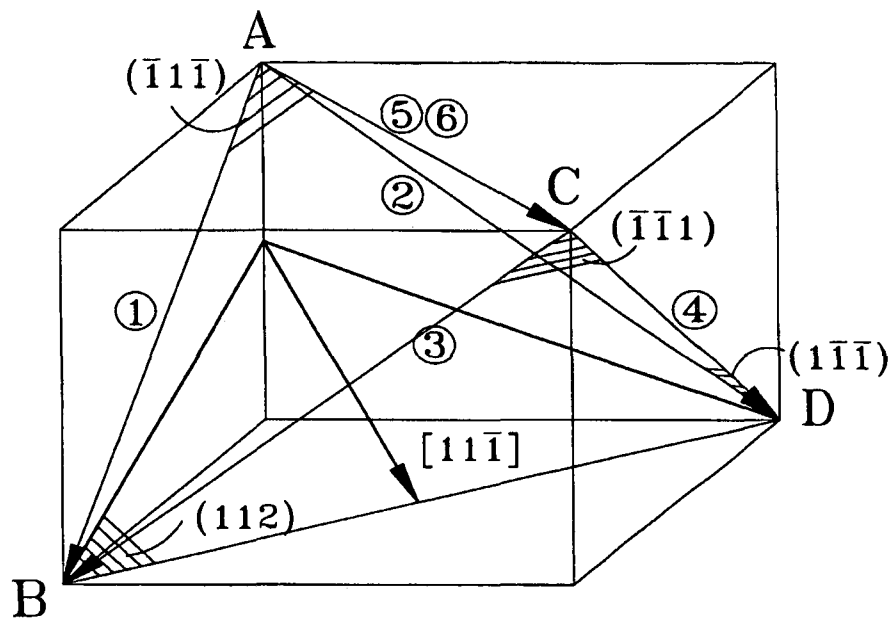


Fig. 3.1-17. (a) Orientation densities along β fiber measured by X-ray for center layer of copper sheet cold rolled by 95% and heated to various temperatures (∇ deformed, \bullet 425K, \blacksquare 475K, \blacktriangle 500K, \diamond 525K) at a rate of 2.5 K/s. Orientation densities along β fiber measured by EBSD for copper specimens cold rolled by 95% and heated to (b) 500K and (c) 525K at a rate of 2.5 K/s [Hong 2001].



- | | |
|--|--|
| ① $(111)[10\bar{1}]$ | ② $(111)[01\bar{1}]$ |
| ③ $(\bar{1}\bar{1}1)[0\bar{1}\bar{1}]$ | ④ $(\bar{1}\bar{1}1)[\bar{1}0\bar{1}]$ |
| ⑤ $(1\bar{1}\bar{1})[110]$ | ⑥ $(\bar{1}1\bar{1})[110]$ |

Fig. 3.1-18. Active slip systems (1, 2, 5, 6) of fcc crystal with orientation of $(112)[11\bar{1}]$.

<100> 방향들 중 하나에 평행할 변형상태에서의 방향은 그림 3.1-18을 참조하고 대칭성을 고려하면, 절대최대내부응력방향인 $[11\bar{1}]$ 과 수직인 비작용 슬립방향인 $[011]$, $[101]$, $[1\bar{1}0]$ 방향 중 $[1\bar{1}0]$ 이어야 한다. 만일 $[1\bar{1}0]_d \parallel [010]_r$ (여기서 하첨자 d와 r는 각각 변형상태와 재결정된 상태를 의미한다.) 되게 놓으면, 기하학적인 관계로부터 재결정집합조직은 $(001)[100]$ 으로 계산된다. 즉, $(112)[11\bar{1}]$ 압연집합조직은 $(001)[100]$ 재결정집합조직으로 변하는 것으로 계산된다. 대칭성을 감안하면 $\{112\}\langle 111 \rangle$ 압연집합조직이 $\{001\}\langle 100 \rangle$ 재결정집합조직으로 변한다.

이러한 전이가 일어나기 위하여서는 변형된 기지에서 생기든 이미 존재하는 입방정방위 띠로부터 입방정방위 핵이 필요하다. 입방정방위 띠가 핵의 역할을 하기 위해서는 어닐링 중 다른 방위로 변하지 않아야 한다.

완전구속모델계산에 의하면 입방정방위는 평면변형압축에 대해 준안정하며 작용슬립계는 $(111)[10\bar{1}]$, $(11\bar{1})[101]$, $(1\bar{1}\bar{1})[101]$, $(1\bar{1}1)[10\bar{1}]$ 이고 이 슬립계들의 전단변형률은 같다. 만일 입방정방위결정이 압연 후에 살아 남았다면, 이것은 앞의 슬립을 했을 것이다. 절대최대내부응력방향은

$$[10\bar{1}] + [101] + [101] + [10\bar{1}] = [400] \parallel [100].$$

이 방향은 최소 탄성계수 값과 같기 때문에 재결정이든 회복이든 간에 입방정방위는 어닐링 후에 방위가 변하지 않을 것이다 [Lee 2001]. 고체 속의 원자들은 특별히 필요하지 않는 한 제자리에 머물고자 할 것이기 때문이다. 변형에너지방출최대화이론은 입방정방위 핵이 어떻게 형성되는가에 대해서는 설명하지 않는다. 그러나 만일 입방정방위의 결정이 압연 중 생존하면 어닐링 중 생존하여 핵 역할을 하여 이웃의 구리방위의 결정을 맨 먼저 잠식하면서 성장할 것이다. 왜냐하면 구리방위의 결정은 입방정방위로 변하려고 하기 때문이다. 성장한 입방정방위의 결정은 S방위나 황동방위 같은 다른 방위의 결정을 잠식하면서 성장하여 결국 입방정방위 재결정방위를 형성할 것이다.

제 2 절 집합조직 측정

1. Neutron, X-ray

잔류 오스테나이트가 변형에 의해 마르텐사이트로 변태하는 특성을 이용하는 TRIP강은 기존의 강재가 갖지 못하는 높은 강도와 연성의 특성을 갖는 강으로 알려져 있다. 그러나, 성형성에 관한 연구는 미미한 실정이며 실제 부품으로의 적용도 제한되고 있는 실정이다. 변형에 따른 마르텐사이트 변태량과 가공경화의 정도에 의해서 TRIP강의 성형 특성은 영향을 받게 된다. 본 연구에서는 Rietveld법을 이용하여 TRIP강의 부피분율을 정량적으로 측정하였다.

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[R. L. Miller, 1968]. 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.

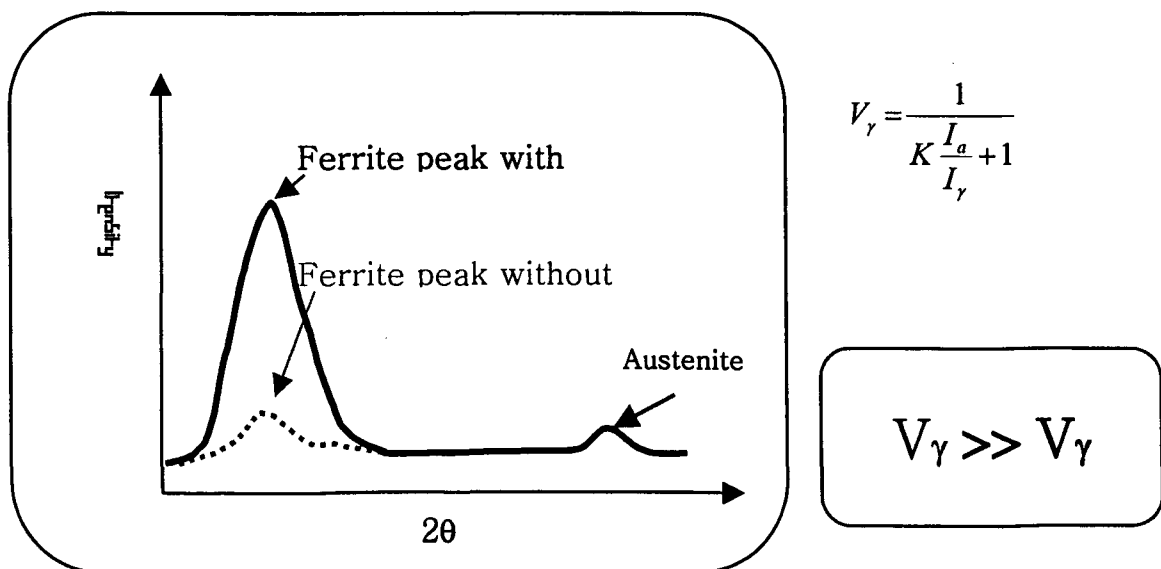


Fig. 3.2.1-1. Texture effect on quantitative analysis Austenite volume fraction

이러한 정량해석의 문제점들을 극복하기 위해서 다양한 Rietveld법들이 제안되어졌다. Rietveld법은 단결정 자료가 없는 분말의 중성자 회절선으로부터 결정구조를 해석하기 위하여 Rietveld[H.M.Rietveld, 1969]에 의해서 개발되었으며, Taylor와 Cox[G.W. Cox et al., 1973]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[H.Toraya et al., 1981]. 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[W.A. Dollase et al., 1986]이 제안되었으나 집합조직이 강하게 발달되어 있는 경우 많은 오차를 포함하게 된다.

Lutterotti [L. Lutterotti et al., 1997] 등은 여러 각도의 χ 와 Φ 에서 구한 회절선들로부터 각 단상의 방위분포함수(ODF)를 구하여 정량해석하는 Rietveld방법을 제안하였다.

본 연구에서는 복합재의 극점도로부터 구한 방위분포함수와 $\chi=\Phi=0$ 에서 구한1개의 회절선을 이용하여 Lutterotti[L. Lutterotti et al., 1997] 등이 제안한 방법을 이용한 새로운 정량해석 방법을 제안하였다. 중성자 및 X-선을 이용하여 제안된 방법의 정확성을 검증하였으며, 일축인장 변형율에 따른 STS 304의 마르텐사이트 부피분을 변화와 열간압연 TRIP강의 부피분율을 측정하였다

가. 특정 회절선을 이용하는 방법

현재 잔류 오스테나이트 체적 분율의 측정은 Cu와 Mo 타겟을 이용한 X-ray 회절법이 널리 사용되고 있다. 이 방법은 시료의 회절강도는 상분율에 비례한다는 것에 기초하여 각 단상의 특정 회절선의 적분강도를 비교하는 방법으로 다음과 같은 식을 이용하여 오스테나이트의 상분율, V_γ 를 구한다.

1) Mo target ;

$$V_{\gamma} = \frac{1}{K \frac{I_{\alpha}}{I_{\gamma}} + 1} \quad (3.2.1-1)$$

여기서

I_{α} ; 페라이트의 적분강도

I_{γ} ; 오스테나이트의 적분강도

$K=2.19$ for $(200)_{\alpha}/(200)_{\gamma}$, $K=1.35$ for $(200)_{\alpha}/(220)_{\gamma}$, $K=1.12$ for $(211)_{\alpha}/(200)_{\gamma}$ 이다.

2) Cu target ;

$$V_{\gamma} = \frac{1}{1 + 4.27 I_{(200)\alpha} / (I_{(200)\gamma} + I_{(220)\gamma})} \quad (3.2.1-2)$$

여기서,

$I_{(200)\alpha}$; 페라이트 (200)면의 적분강도

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

이다.

그러나 시료의 적분강도는 집합조직에 의해서 강한 영향을 받게 되어, 집합조직이 발달한 시료의 정량분석시 위에서 이용되는 통계적 상수값은 맞지 않게 된다.

나. Rietveld method

Rietveld법은 최소자승법을 이용하여 실험으로 측정된 전체 회절선과 결정구조, 측정기계의 영향, 격자상수 등의 시편 특성을 고려하면서 계산된 회절선을 실험값과 일치시키는 방법이다. 즉, 식(3.2.1-3)에서 실험으로 측정된 회절강도 y_i 와 계산으로 얻어진 강도 y_{ci} 의 차 S_y 를 최소화하여 원하는 정보를 얻게된다.

$$S_y = \sum_i w_i (y_i - y_{ci})^2 \quad (3.2.1-3)$$

여기서 $w_i = 1/y_i$ 이다.

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

$$y_{ci} = s \sum_K L_K |F_K|^2 \phi(2\theta_i - 2\theta_K) P_K A + y_{bi} \quad (3.2.1-4)$$

여기서,

s ; 크기인자(scale factor)

K ; Bragg 회절선의 Miller지수

L_K ; Lorentz, polarization 등의 인자

ϕ ; 반사함수

P_K ; 극밀도 분포함수(pole-density distribution function)

A ; 흡수인자

F_K ; k 번째 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.

Rietveld 법은 다음과 같은 관계식을 이용하여 정량적인 상분석을 한다

$$W_p = \frac{s_p (ZMV)_p}{\sum_{i=1}^n s_i (ZMV)_i} \quad (3.2.1-5)$$

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

해석의 신뢰도는 다음과 같은 값에 의하여 평가된다.

$$\begin{aligned}
R_B &= \frac{\sum |I_k - I_{ck}|}{\sum I_{ck}} \\
R_{wp} &= \left\{ \frac{\sum w_i (y_i - y_{ci})^2}{\sum w_i (y_{ci})^2} \right\}^{1/2} \\
R_{exp} &= \left\{ \frac{N - P}{\sum w_i y_i^2} \right\}^{1/2} \\
\chi &= \frac{R_{wp}}{R_{exp}}
\end{aligned}
\tag{3.2.1-6}$$

여기서,

I_k ; 측정된 K번째 Bragg 회절 강도

I_{ck} ; 계산된 K번째 Bragg 회절 강도

N; 관측자료의 수

P; 정련하고자 하는 변수의 수

이다.

실험과 계산된 전체 회절선의 차이를 나타내는 R_{wp} 와 실험과 계산된 Bragg 회절선의 강도차이를 나타내는 R_b 및 측정된 데이터의 통계적 안정성을 나타내는 R_{exp} 값이 작을 수록 Rietveld정련 결과가 양호함을 나타낸다. 'Goodness of fit'으로도 불리는 χ 는 1.5보다 큰 경우 Rietveld 정련 초기에 가정된 모델이 잘못되었음을 나타내며, 1.0보다 작은 경우 초기에 가정된 모델이 측정된 회절선으로부터 구하여질수 있는 변수보다 많은 변수를 포함하고 있음을 나타낸다[H. Toraya et al., 1981].

다. 집합조직을 고려한 Rietveld 법

Lutterotti 등은 복합체의 수 많은 회절선들을 사용하여 다른 변수들과 함께 시행한 Rietveld 정련결과로부터 방위분포함수(ODF)를 얻는 방법을 제안하였다. 이 방법은 Le Bail 법[A. Le Bail et al., 1988]을 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 [L. Lutterotti et al, 1997] 등이 개발한 MAUD를 이용하여 Rietveld 정량해석을 하였다.

라. 중성자 산란법 [원자로 이용기술개발, 과학기술부]

중성자 산란법은 중성자의 큰 투과력과 연구용 원자로에서 얻을 수 있는 넓은 범 단면적 때문에 물질의 정적, 동력학적 특성연구에 많이 이용되어 왔으며, 특히 큰 시료에 대하여 통계적으로 정밀한 집합조직을 측정할 수 있는 장점이 있다. 중성자는 물성 연구에 다음과 같은 특성을 갖고 있으며 이러한 여러 특성들은 연구 분야와 접근하고자 하는 문제에 따라 단독적으로 또는 서로 결합되어 다양하게 이용되고 있다

- (1) 전기적으로 중성이기 때문에 투과 능력이 높고, 이를 활용한 다양한 시료환경장치를 쉽게 적용할 수 있는 등 in-situ 연구가 가능하다
- (2) 중성자의 산란 단면적은 원자번호와 무관하고 주기율표 상의 대부분의 원소에서 비슷한 크기 정도를 갖는다. 따라서 X-선과 달리 중원소 환경하의 경원소들에 높은 민감도를 가지며, 같은 원자번호의 동위원소들이나 인접한 원소들도 구별하기 쉽다
- (3) 중성자는 자기 능력을 갖고 있어 자성 연구의 직접적인 도구로서 높은 민감도의 자성 연구등이 가능하다.

또한 중성자는 X-선과 다르게 물질에 대한 투과율이 좋고, 시료에 입사하는 중성자 빔은 매우 균일하고 빔 크기가 보통 직경이 3cm 이상 되므로, 크기가 1cm×1cm×1cm 정도인 시료를 사용한다. 따라서 극점도 측정시에는 시료에

입사하는 빔의 각도에 따라 빔의 단면적의 차이에 주로 기인한 defocusing 효과는 무시할 수 있으며, 시료의 기하학적 배치에 의한 흡수효과를 고려해야 한다. 그러나 이것도 대부분의 시료에서도 무시할 수 있으며, 흡수가 큰 경우에는 집합조직 측정 시료와 크기와 밀도가 동일한 분말시료에 대한 극점도를 측정함으로써 이들에 대한 효과를 보정한다. 본 연구에서는 대전 원자력연구소의 중성자원과 4축 단결정 회절장치(Four Circle Diffractometer; FCD)를 이용하여 시료의 회절선 및 극점도를 측정하여 시료의 집합조직 해석 및 정량분석을 하였다.

본 연구에서는 복합재의 회절선과 각 단상의 계산된 방위분포함수(ODF)와 Rietveld법을 이용한 새로운 정량분석 방법을 제안하였다. STS 304 (오스테나이트-60%)와 STS 420 (마르텐사이트-40%)로 구성된 표준 시편을 제작하여 중성자 및 X-선을 이용하여 제안된 측정 방법의 정확성을 검증하였다. 위 방법을 이용하여 열간압연 TRIP강의 잔류 오스테나이트 부피분율과 집합조직 변화를 중성자 및 X-선을 이용하여 측정, 비교하였다. 또한 기존에 사용되어온 회절선의 적분강도 비를 이용한 측정방법과 새로이 제안된 방법을 이용한 정량분석 결과를 비교하였다. 새로운 정량분석 방법을 통하여 회절선의 적분강도 비를 이용한 방법보다 우수한 정량분석 결과를 얻을 수 있었으며, 중성자 및 X-선을 이용한 정량분석 결과는 일치하였다.

그림 3.2.1-2은 Si-Mn TRIP강의 중성자 회절선과 집합조직을 고려하지 않은 Rietveld 정련결과이다. $R_{wp}=13.3\%$, $R_b=9.5\%$, $R_{exp}=2.7\%$, $\chi=4.8$ 로 Rietveld 정련결과 신뢰도가 높으며, 실험값과 계산값이 잘 일치함을 알 수 있다. 계산된 마르텐사이트의 부피분율은 14%이다. 그림 3.2.1-3와 3.2.1-4은 Si-Mn TRIP강의 오스테나이트와 페라이트의 계산된 극점도와 방위분포함수 이다. 오스테나이트의 최대 ODF값은 3이며, Brass 성분과 Cube 성분의 집합조직이 약하게 발달해 있다. 페라이트의 최대 ODF값은 4로 역시 집합조직이 약하게 발달해 있다. 그림 3.2.1-5은 오스테나이트와 페라이트의 방위분포함수를 이용한 Rietveld 정련결과이다. $R_{wp}=11.9\%$, $R_b=8.9\%$, $R_{exp}=2.7\%$, $\chi=4.3$ 로 Rietveld 정련결과 신뢰도가 높으며, 실험값과 계산값이 잘 일치함을 알 수 있다. 계산된 마르텐사이트의 부피분율은 14%이다. 표준시편과 달리 TRIP강의 경우 집합조직을 고려하지 않고 Rietveld

정련을 하여도 실험값과 계산된 회절선이 잘 일치하였으며, 정련의 신뢰도도 높게 평가되었다.

중성자와 X-선 회절선의 강도, 모양 및 위치는 회절장치와 시편의 특성에 의해서 많은 영향을 받게 된다. 동일한 측정장치에 있어서 회절선의 강도는 집합조직에 의해 가장 많은 영향을 받으며, 또한 결정립의 크기(crystallite size), 미소변형(microstrain), 적층결함 및 모자이크구조(mosaic structure) 등에 의해서 변화한다. 결정이 변형 등에 의해서 부결정립계(sub-grainboundary)를 갖는 모자이크구조를 갖게 되거나 결정립이 작아지게 되면, 완전한 결정(perfect crystal)에 비하여 회절빔의 적분강도가 증가하는 소쇠현상(extinction)이 일어나게 된다[R. A. Young, 1996, B. D. Cullity, 1977, D. L. Bish et al., 1989]. 본 Rietveld 정련에서는 결정립 크기와 미소변형에 의한 회절선 폭의 이방적 증가(anisotropic broadening)을 고려하기 위하여 Popa model을 이용하였다. TRIP강과 표준시편의 최대 ODF값은 4정도로 집합조직이 약하게 발달하였지만, TRIP강과 달리 표준시편은 STS 304와 수 μm 의 마르텐사이트로 구성되어진 STS 420으로 이루어져 집합조직뿐만 아니라 결정립 크기 및 미소변형의 이방성 등이 회절선의 강도에 영향을 미치게 된다. 표준시편의 경우 약하게 발달한 집합조직과 마르텐사이트의 결정립 크기와 미소변형의 이방성이 회절선의 강도에 영향을 미쳐 집합조직을 고려하지 않은 Rietveld 정련의 신뢰도와 해석 결과는 집합조직을 고려한 Rietveld 정련과 차이를 나타내었다. 그러나 TRIP강은 약하게 발달한 집합조직만이 회절선의 강도에 영향을 미쳐 집합조직을 고려하지 않은 Rietveld 정련의 신뢰도와 해석 결과가 집합조직을 고려한 Rietveld 정련결과와 유사한 것으로 생각된다.

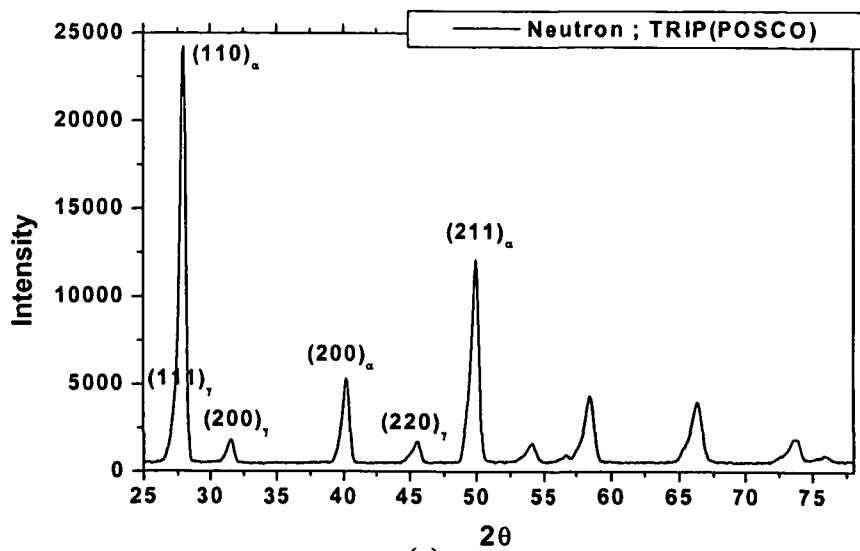
그림 3.2.1-6는 Si-Mn TRIP강의 표면에서 측정한 X-선 회절선과 집합조직을 고려하지 않은 Rietveld 정련결과이다. $R_{wp}=63.7\%$, $R_b=53.9\%$, $R_{exp}=3.5\%$, $\chi=18$ 로 Rietveld 정련결과의 신뢰도가 매우 낮으며, 계산된 마르텐사이트의 부피분율은 13%이다.

그림 3.2.1-7은 X-선으로 측정한 오스테나이트와 페라이트의 방위분포함수이다. 오스테나이트와 페라이트의 최대 ODF값은 5로 집합조직이 약하게 발달하였다. 그림 3.2.1-8은 오스테나이트와 페라이트의 방위분포함수를 이용하여 Rietveld 정련한 결과이다. $R_{wp}=9.2\%$, $R_b=5.1\%$, $R_{exp}=3.5\%$, $\chi=2.6$ 으로 집합조직을 고려한 결과

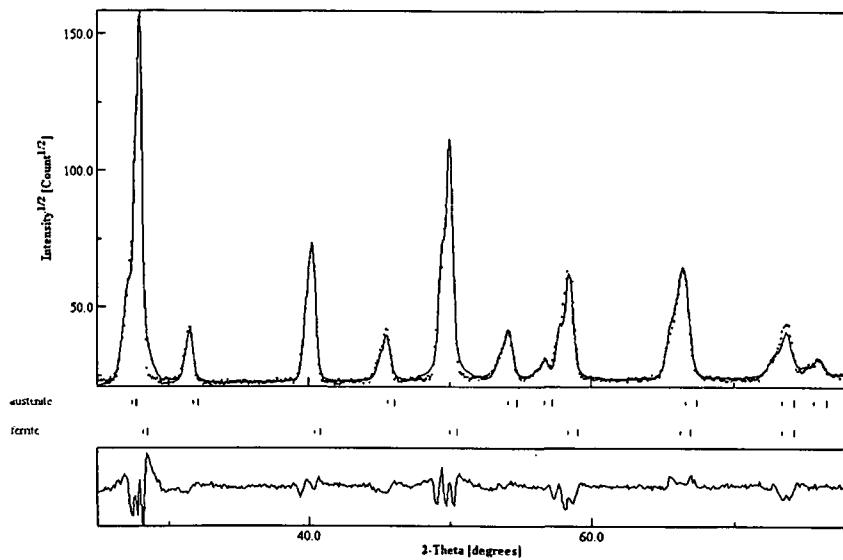
Rietveld 정련결과의 신뢰도는 매우 양호하며, 실험값과 계산값이 거의 일치함을 알 수 있다. 계산된 마르텐사이트의 부피분율은 13%이다.

페라이트의 (200)회절선과 오스테나이트의 (200) 및 (220) 회절선의 적분강도값을 식(4.2-1)에 대입하여 구한 오스테나이트 부피분율은 26%이다.

표 3.2.1-1과 3.2.1-2는 TRIP강에 대한 중성자 회절 및 X-선을 이용한 Rietveld 정량분석으로부터 구한 신뢰도 값과 각 상의 격자상수값이다. 중성자와 X-선을 이용한 Rietveld 정련의 신뢰도는 모두 높으며, 표준시편과 STS 304에 대한 Rietveld 정련과 같이 중성자와 X-선으로부터 구한 격자상수 값에 차이가 있음을 알 수 있다. 표 3.2.1-3은 Rietveld와 식 (3.2.1-1)을 이용한 정량분석의 결과이다. 집합조직을 고려한 중성자와 X-선을 이용한 Rietveld 정련의 정량분석 결과는 거의 같음을 알 수 있다. 그러나, 식 (3.2.1-1)을 이용한 정량분석 결과와 집합조직을 고려한 X-선 Rietveld 정량분석 결과는 매우 큰 차이를 보이고 있다. 이로부터 간단한 경험식으로부터 유도된 식 (3.2.1-1)을 이용한 정량분석은 시편에 발달한 집합조직에 따라 많은 오차를 포함할 수 있음을 알 수 있다.



(a)



(b)

Fig. 3.2.1-2. Neutron spectrum and Rietveld refinement of TRIP steel

(a) Neutron Spectrum

(b) Rietveld refinement without texture correction

($R_{wp}=13.3\%$, $R_b=9.5\%$, $R_{exp}=2.7\%$, $\chi=4.8$, $a_\alpha=2.854\text{\AA}$, $a_\gamma=3.592\text{\AA}$, $V_\gamma=14\%$)

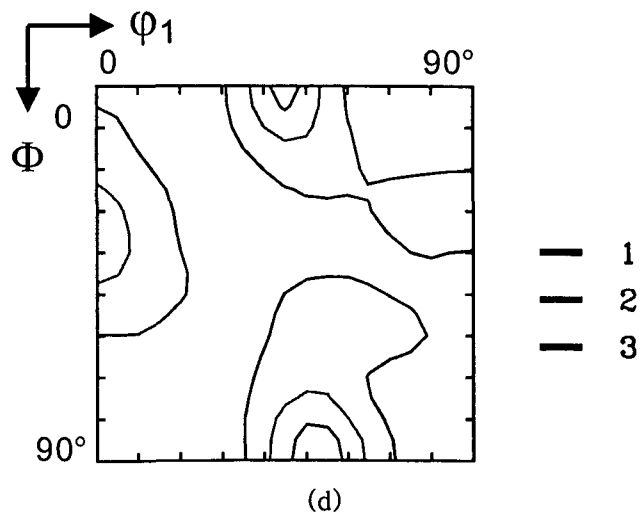
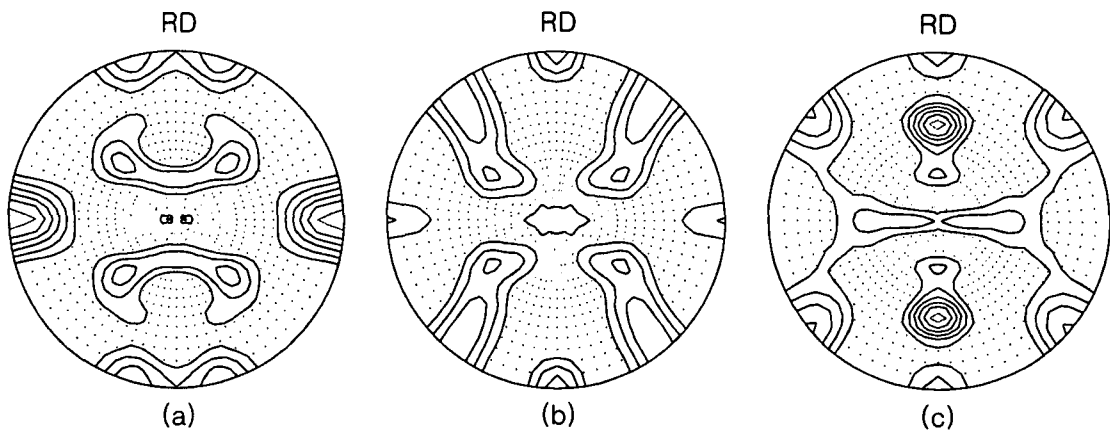


Fig. 3.2.1-3. Pole figures and ODF of Austenite of TRIP steel by Neutron

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

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

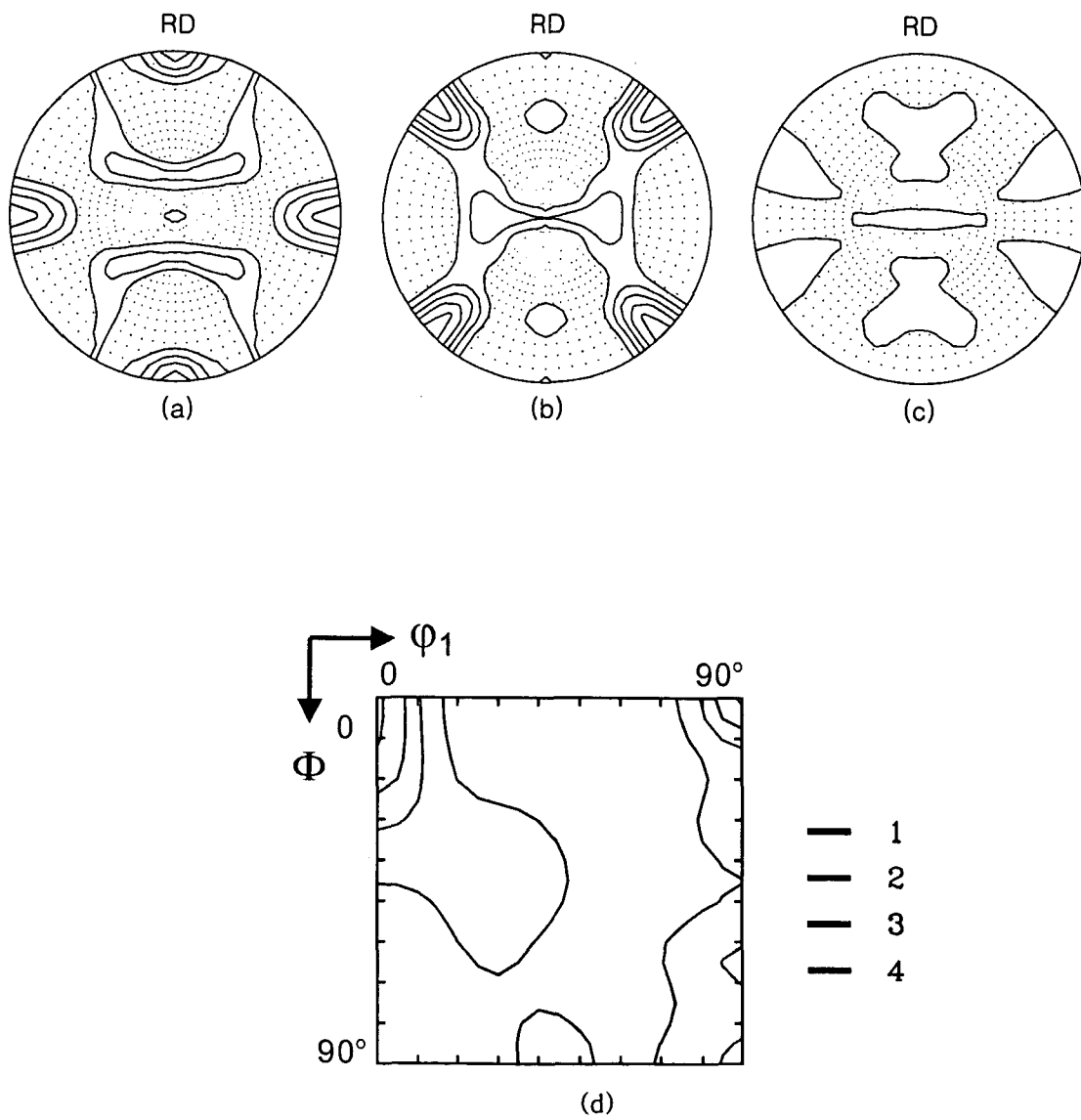


Fig. 3.2.1-4. Pole figures and ODF of Ferrite of TRIP steel by Neutron
 (a) 110 (b) 200 (c) 211, contour: 1,1.2,1.4,1.6,1.8
 (d) ODF $\phi_2 = 45^\circ$ section

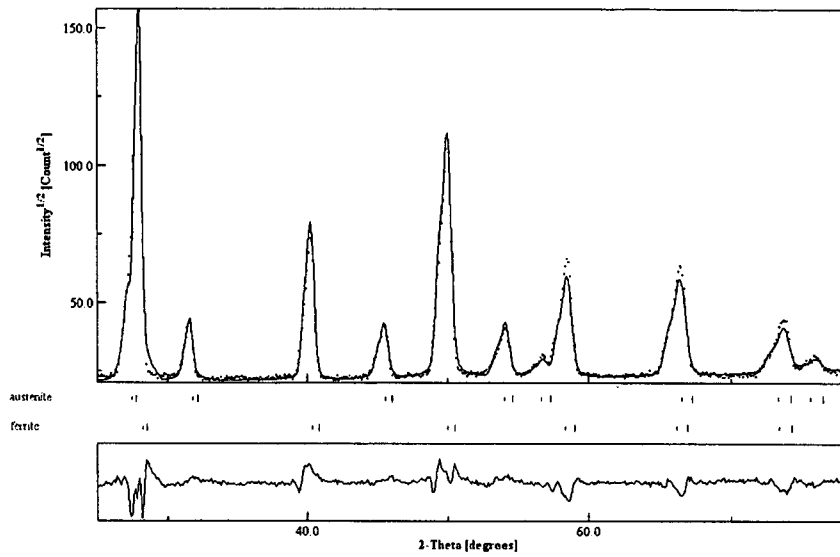
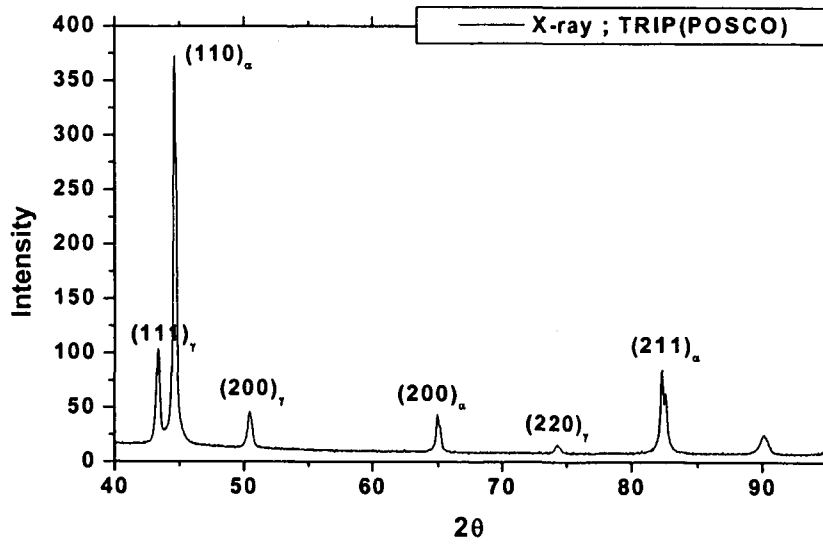
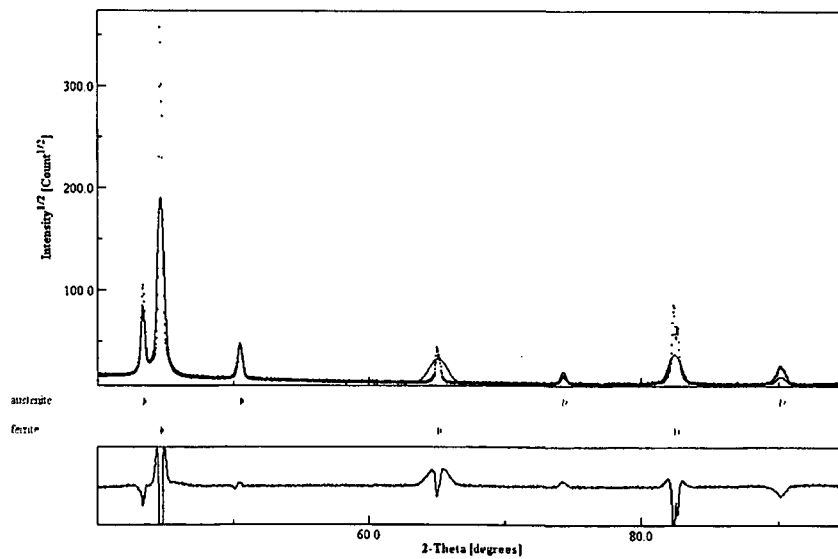


Fig. 3.2.1-5. Rietveld refinement of TRIP steel with texture correction by Neutron
 ($R_{wp}=11.9\%$, $R_b=8.9\%$, $R_{exp}=2.7\%$, $\chi=4.3$, $a_\alpha=2.855\text{\AA}$, $a_\gamma=3.594\text{\AA}$, $V_\gamma=14\%$)



(a)



(b)

Fig. 3.2.1-6. X-ray spectrum and Rietveld refinement of TRIP steel

(a) X-ray Spectrum

(b) Rietveld refinement without texture correction

($R_{wp}=63.7\%$, $R_b=53.9\%$, $R_{exp}=3.5\%$, $\chi=18.0$, $a_\alpha=2.865\text{\AA}$, $a_\gamma=3.609\text{\AA}$, $V_\gamma=13\%$)

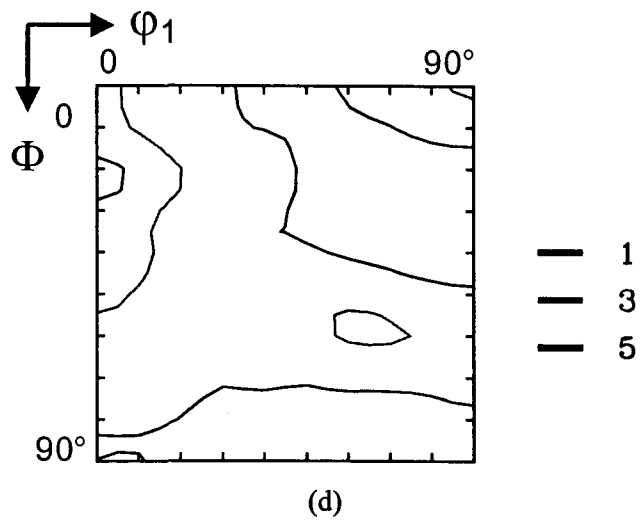
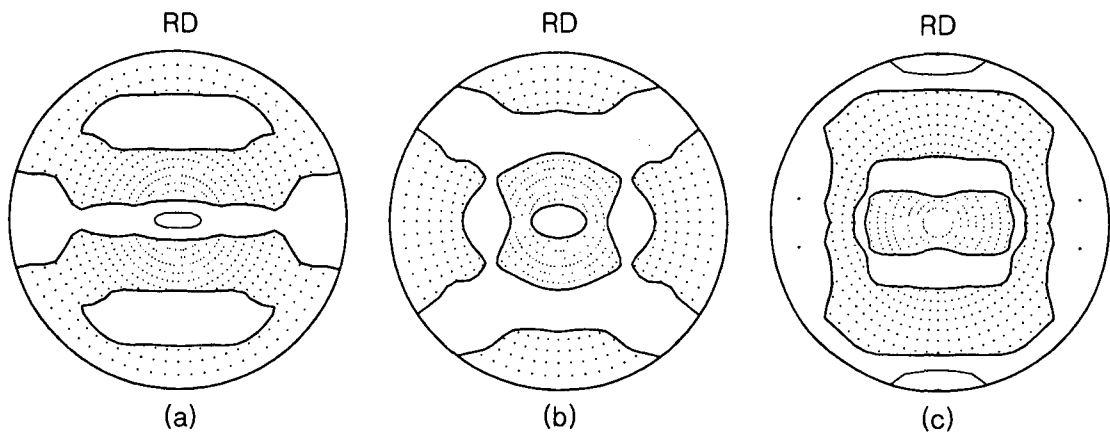


Fig. 3.2.1-7 Pole figures and ODF of Austenite of TRIP steel by X-ray

(a) 111 (b) 200 (c) 220, contour: 1, 2,3

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

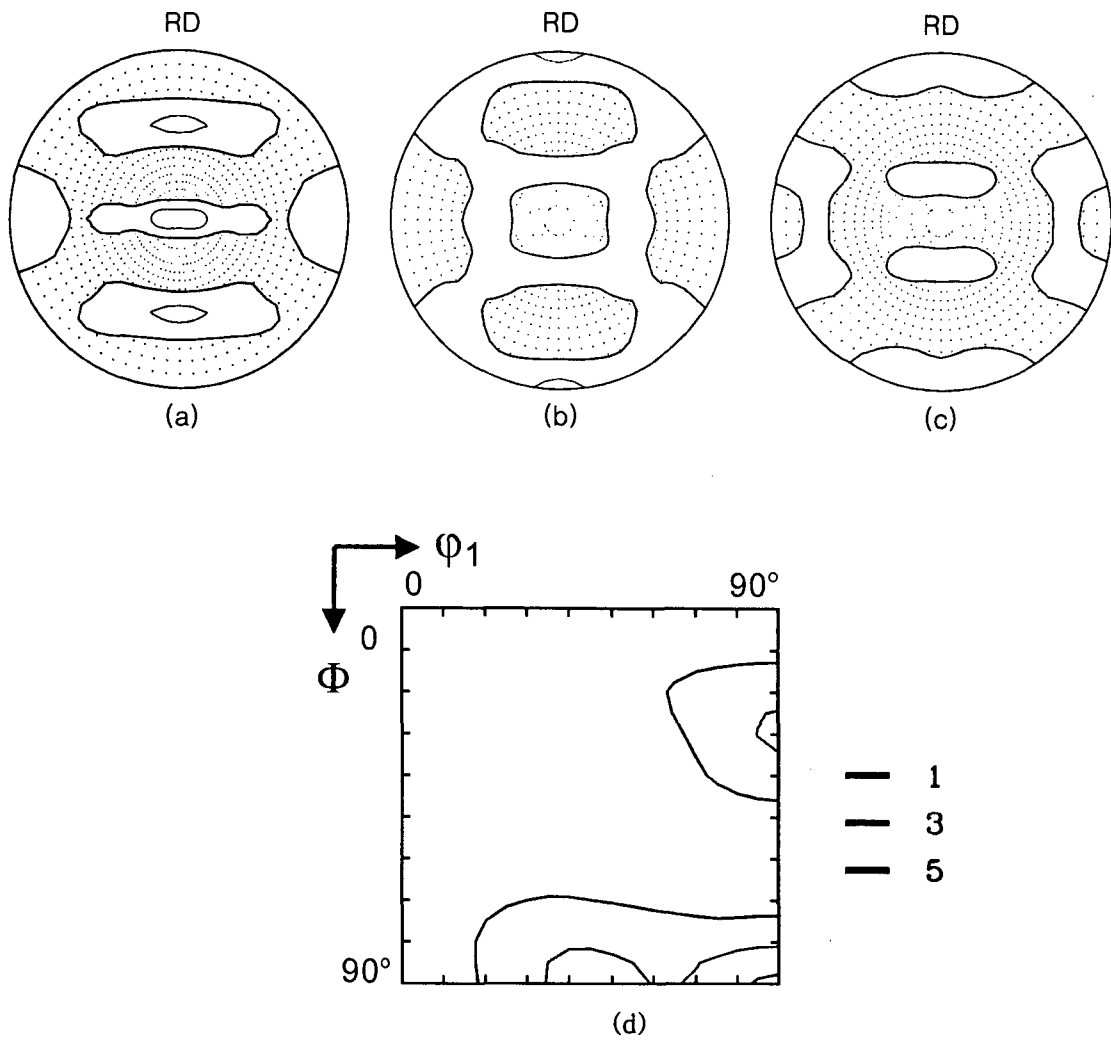


Fig. 3.2.1-8. Pole figures and ODF of Ferrite of TRIP steel by X-ray
 (a) 110 (b) 200 (c) 211, contour: 1,2
 (d) ODF $\phi_2 = 45^\circ$ section

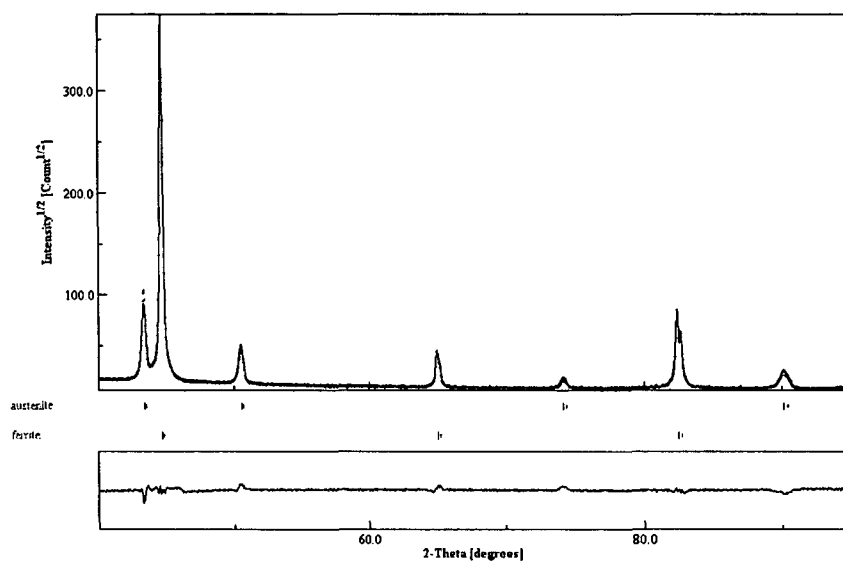


Fig. 3.2.1-9. Rietveld refinement of TRIP steel with texture correction by X-ray
 $(R_{wp}=9.2\%, R_b=5.1\%, R_{exp}=3.5\%, \chi=2.6, a_\alpha=2.865\text{\AA}, a_\gamma=3.609\text{\AA}, V_\gamma=13\%)$

Table 3.2.1-1. Reliability factor of TRIP steel

	Method	χ	$R_{wp}(\%)$	$R_b(\%)$	$R_{exp}(\%)$
No Texture	Neutron	4.8	13.3	9.5	2.7
	X-ray	18.0	63.7	53.9	3.5
Texture Correction	Neutron	4.3	11.9	8.9	2.7
	X-ray	2.6	9.2	5.1	3.5

Table 3.2.1-2. Calculated lattice parameter of TRIP steel by Rietveld method(Å)

	Method	Ferrite	Austenite
No Texture	Neutron	2.85392856	3.59196287
	X-ray	2.86504080	3.60890639
Texture Correction	Neutron	2.85430670	3.59405078
	X-ray	2.86502963	3.60904852

Table 3.2.1-3. Austenite volume fraction of each method for TRIP steel

	Specific diffraction ; eqn. (4.2-1)	X-ray	Neutron
No Texture	26	13	14
Texture Correction	-	13	14

2. EBSD

가. EBSD 시스템의 발달

1924년 극점도가 처음으로 도입된 이래 재료의 방위 측정에는 X-선 회절 시험이 주로 이용되었다. X-선 회절 시험을 통해서도 벌크 시편에서 거시적인 집합조직의 정보를 얻을 수 있으며, 재료의 물성을 결정할 수 있는 수천, 수만 개의 결정립에서 얻어지는 평균적인 정보를 얻을 수 있다. 최근 들어 집합조직의 발달에 대해 보다 근본적으로 이해하고자 하는 시도가 이루어지면서, 결정립 하나 하나의 방위를 파악하고 결정립 사이의 misorientation을 측정하는 미세집합조직에 관한 연구가 이루어지게 되었다.

그러나 X-선 회절 시험은 측정원으로 X-선을 사용하여 분해능이 수백 m- 수십 mm에 이르기 때문에 결정립 각각에 대한 분석을 요하는 미세집합조직의 연구에는 적합하지 않으며, 전자를 측정원으로 하는 투과 전자현미경을 통한 연구가 이루어지게 되었다. 투과 전자현미경을 이용하는 경우 미세 조직을 관찰하면서 방위 측정이 가능할 뿐 아니라, 분해능이 10nm에 이르고, 방위 측정의 정확도에 있어서도 0.2° 이내의 정확성을 갖기 때문에 아결정립 간의 방위측정이나 결정립계 특성 분석 등과 같은 작업에 많이 사용되고 있다. [Schwarzer, 1997]

그러나 투과 전자현미경을 이용한 실험은 시편 준비가 어렵고 실제 관찰되는 영역이 일부 영역으로 제한된다는 단점을 가지고 있어서, 주사전자 현미경(이하 SEM)에서 생성되는 Kikuchi pattern을 이용하여 방위를 측정할 수 있는 전자후방회절산란법 (Electron Back Scattered Diffraction method : 이하 EBSD)이 개발된 후 분해능과 정확성이 투과전자현미경(이하 TEM)에 뒤떨어짐에도 불구하고 벌크 상태의 시편에서 원하는 측정 영역을 찾아 방위를 측정할 수 있다는 점에서 그 이용이 증가하고 있다.

그림 3.2.2-1은 EBSD 시스템의 개략도를 나타낸 것이다. EBSD system은 크게 3부분으로 이루어 지는데, 첫째는 EBSD pattern을 생성시키는 source인 SEM 부분이다. SEM에서는 빔을 모아 측정을 원하는 지점으로 입사시키고, 정보를 얻은 후 다음 지점으로 이동시키는 역할을 하게 된다. 둘째는 생성된 pattern을 녹화하는 camera 부분이다. 실제 생성되는 EBSD 패턴은 매우 약한 신호이기 때문에 형광 스크린과

매우 민감한 camera를 필요로 한다. Camera의 contrast, brightness, gain을 조정하는 부분이 모두 이곳에 포함된다. 셋째는 camera가 읽어 들이는 신호를 digital화 하여 capture하는 frame grabber 부분과 이렇게 얻어진 digital image를 분석하여 방위 정보를 구하고 다음 측정을 위한 명령을 SEM에 보내는 컴퓨터 부분이다. 이러한 세가지 부분이 순환 고리를 이루어 한 점의 방위를 분석하고 다시 옆에 점의 방위를 분석하는 식으로 반복되게 되면 원하는 영역 전체의 방위 정보를 얻게 되는 Orientation Image Mapping이 가능하게 된다.

EBSD 시스템의 발전은 Hardware적인 면에서 먼저 이루어 졌다. EBSD에 대한 연구는 1972년부터 1980년 사이에 Venables등에 의해 처음으로 이루어 졌다. [Schwarz,2000] 1982년부터 1984년 사이에는 computer를 이용한 EBSD pattern 해석 기술이 개발되었는데, SEM 내에서 생성되는 Kikuchi pattern을 읽어들이기 위해 기존의 이미지를 5배까지 증폭할 수 있는 Silicon Intensified Target (SIT) Camera가 선택되었고, 얻어진 pattern을 컴퓨터 그래픽으로 인식하기 위한 interface(frame grabber card)도 개발되었으며, 원하는 위치를 정확하게 찾아 한 점에서 얻어지는 방위정보를 얻기 위해 SEM을 컴퓨터에서 control하는 interface 또한 개발되었다. 1990년에는 Hough transform 기법을 도입함으로써 pattern indexing을 완전 자동으로 할 수 있는 기능이 개발되었는데, 그림 3.2.2-2는 Hough transformation을 간단히 설명한 것이다.

그림에서 보는 바와 같이 X-Y space상의 모든 점은

$$Y = x \cos T + y \sin T \quad (\text{식 3.2.2-1})$$

에 의해 Y-T space로 변환된다. 이때 X-Y space 상의 모든 직선은 Y-T space 상에서는 하나의 점으로 변환되기 때문에 Hough transformation을 이용하면 EBSD pattern (이하 EBSP) 상의 line들을 컴퓨터에서 쉽게 인식할 수 있게 되었고, 기존에 수동으로 행해지던 패턴의 위치 인식을 컴퓨터가 수행하게 됨에 따라 컴퓨터를 이용한 완전 자동 indexing이 가능해지게 되었다. 이러한 컴퓨터를 이용한 완전자동 indexing기술은 한꺼번에 많은 데이터를 얻을 수 있게 하였고, SEM으로 보여지는 전체 영역의 방위의 지도를 그리는 Orientation Image Mapping (이하 OIM) 기술이 개발되게 되었다. 이러한 기술 개발을 바탕으로 1990년도에는 EBSD 시스템의 software 적인 발전이 주로 이루어지게 되었는데, TSL, Oxford,

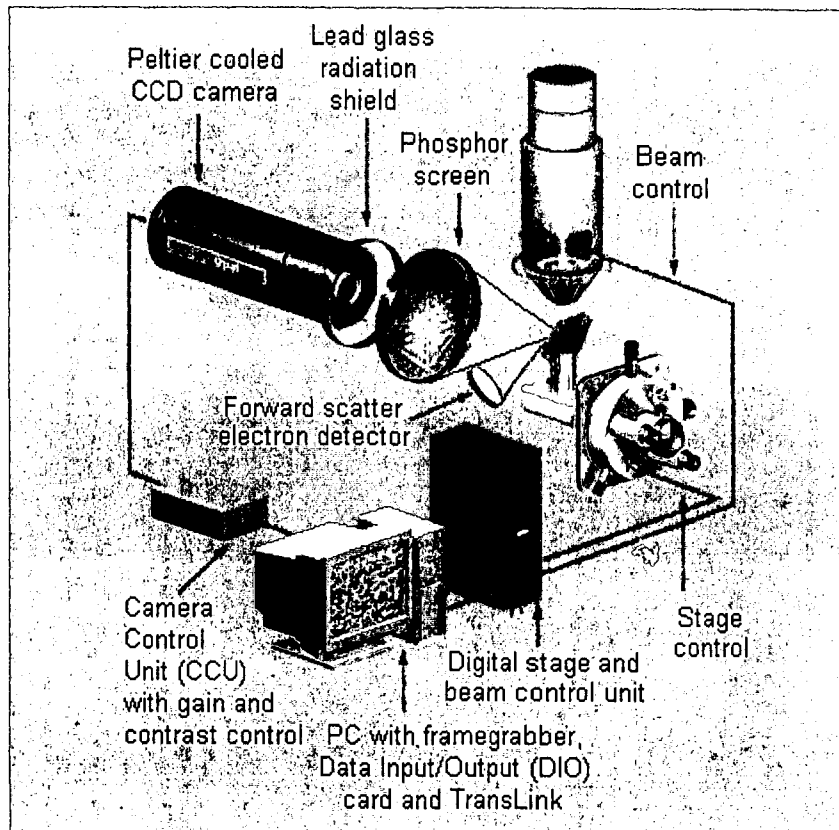


Fig. 3.2.2-1. Basic Layout of EBSD system

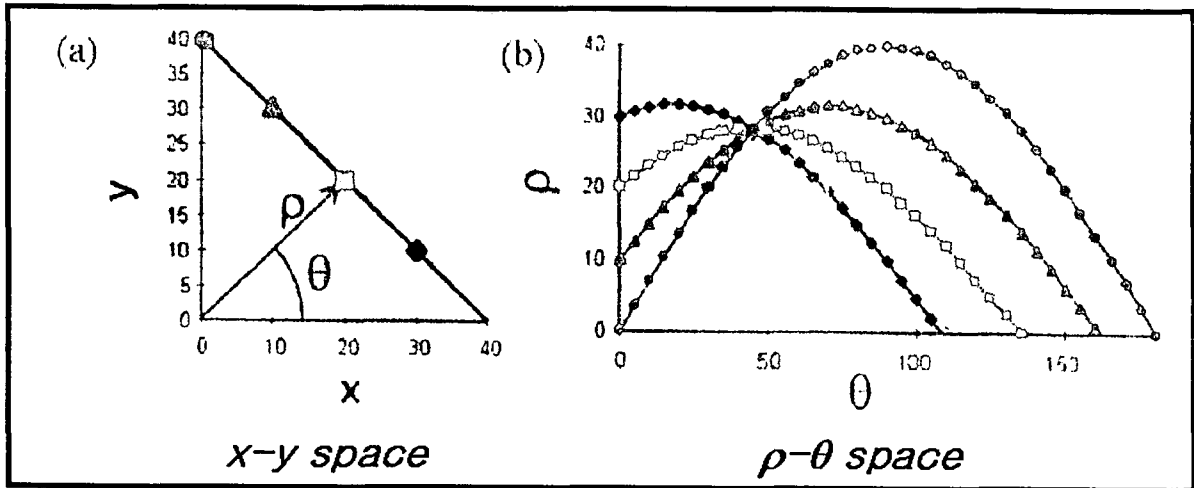


Fig. 3.2.2-2. Simple description about Hough Transformation

HKL, Noran 등의 상업적 회사들이 독자적인 상용 시스템을 갖추고 경쟁하게 되는 것이 이 시기이다. 이러한 경쟁은 software적 측면에서 비약적인 발전을 가져왔다.

Grain boundary misorientation과 CSL boundary 분석 등과 같은 boundary 특성 관찰이 가능해 졌을 뿐 아니라 결정 방위 특성에 대한 통계적 처리나 집합조직 해석이 가능하게 되었고, 결정구조에 따른 pattern 변화를 이용한 상분석도 가능하게 되었다. 이러한 software의 발전은 2000년이 되면서 거의 완성단계에 오게 되었으며, 근래에 있어서는 다시 hardware에 대한 발전이 이루어지고 있다. 우선 EBSP의 source가 되는 SEM 입사빔에 대한 발전이 두드러 진다. 기존의 텅스텐 필라멘트를 이용한 SEM에 장착된 EBSD는 여러가지 장점에도 불구하고 100-500nm 수준의 분해능 때문에 그 활용에 한계가 있어 왔다. 이에 1999년 8월 캐나다 몬트리올에서 열린 ICOTOM 12 (International Conference On Textures Of Material)에서는 Humphreys가 [Humphreys, 1999] schottky type의 FEG SEM인 Philips XL-30F/ HKL technology CHANNEL EBSD system을 이용하여 알루미늄의 EBSD를 측정할 때는 20nm의 분해능을, Brass를 측정할 때는 9nm의 분해능을 보일 수 있음을 발표하였고(그림 3.2.2-3) 그 후 전 세계적으로 FEG SEM에 EBSD를 장착하여 고분해능 EBSP를 얻으려는 시도가 이루어지고 있다. 표 3.2.2-1은 gun 종류에 따른 SEM 성능을 정리해 놓은 것으로 source로 FEG SEM을 이용할 경우 입사빔의 크기가 작아져 높은 분해능을 얻을 수 있을 뿐 아니라, 전류밀도가 높아지기 때문에 보다 깨끗한 EBSP를 얻을 수 있게 된다. 또 입사빔의 total probe current 또한 중요한 역할을 하게 되는데, 한 점으로 입사되는 총전자의 양이 많게 되면 그 점에서 후방 산란 되는 전자의 양이 많아지게 되고, 따라서 짧은 시간에도 높은 quality의 패턴을 얻게 된다. 현재 EBSD에 사용되는 SEM은 기본적으로 FEG SEM, FEG SEM 중에서도 total probe current이 큰 Schottky type SEM이 사용되고 있으며, 같은 Schottky type SEM중에서도 고전류를 흘려줄 수 있는 High Current SEM을 사용하는 방향으로 발전이 이루어지고 있다.

국내에서는 1990년대 후반부터 EBSD 시스템이 장착되기 시작되었는데, EBSD 전용 시스템이 아닌 관계로 image 관찰용이나 화학 분석의 목적으로 더 많이 사용되고 있고 EBSD의 본 목적인 방위 관찰용으로는 그 활용도가 낮은 편이었다. 이에 서울대학교 집합조직 제어 연구실에서는 1999년부터 EBSD workshop을 개최하여

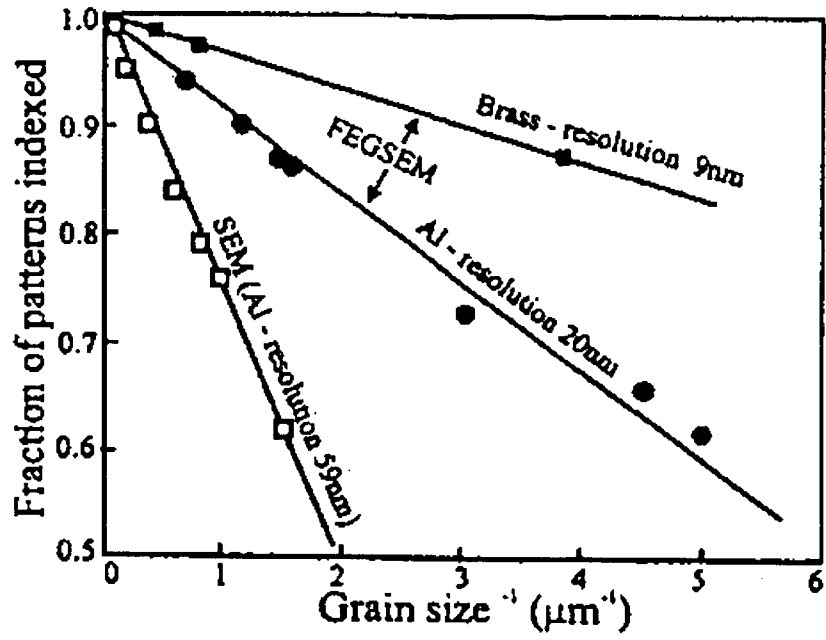


Fig 3.2.2-3 The effect of grain size on the fraction of patterns indexed

Table 3.2.2-1 Comparison of SEM performances according to Emitter type.

(Data from LEO catalog)

	W	LaB ₆	Cold FE	Schottky FE
Cathode	Hair pin W	LaB ₆	W(310)	ZrO/W (100)
Effective source radius [nm]	15,000	5,000	2.5	15
Emission Current density [A/cm ²]	3	30	17,000	5,300
Total Emission Current [A]	200	80	5	200
Brightness [A/cm ² .sr.KV]	1x10 ⁴	1x10 ⁵	2x10 ⁷	1x10 ⁷
Maximum probe current [nA]	1000	1000	0.2	10
Emission current drift [%h]	0.1	0.2	5	<0.5
Image resolution [nm, operational]	100	50	1-2	1-10
EBSD resolution [nm, operational]	200-500	100-200	N.A.	15-20

EBSD법에 대한 소개와 더불어 EBSD 사용을 위한 시편 준비방법에 대한 교육을 실시하고 있으며, 대한금속학회, 대한 전자현미경 학회등에서 연구내용을 발표함으로써 EBSD를 이용한 연구분야에 대한 안내 역할을 수행하고 있다.

나. 결정방위의 측정

EBSD를 이용한 집합조직 측정의 가장 큰 장점은 bulk 상태의 시편에서 미세집합조직을 측정할 수 있다는 점이다. EBSD나 TEM을 이용한 미세집합조직의 측정은 시편에서 정의되는 시편 좌표계와 결정구조에서 정의되는 결정 좌표계의 관계로 정해진다. EBSD 실험은 SEM에서 행해지기 때문에 관심 있는 영역을 설정하여 특정부위의 방위를 측정하는 데도 상당히 유리할 뿐 아니라 시편에서 관심있는 특정 방향을 설정하는 데 있어서도 TEM에 비해 상당히 유리하다. 일반적으로 압연한 판재의 경우 압연한 판재의 normal 방향을 SEM의 빔 입사방향에 70° 기울어진 holder normal로 놓고 transverse 방향을 sample의 tilting axis와 일치시켜 주는데, 시편의 특정한 방향의 방위 정보를 알고 싶은 경우 그 방향을 특정 시편 좌표계에 일치시키면 그 방향의 결정 좌표계 정보가 얻어지게 되는 것이다. 그림 3.2.2-4은 Cu-Sn solder에서 Cu_6Sn_5 상이 성장하는 것을 성장방향이 tilting axis와 평행하게 놓고 측정한 것으로 결정학적 측면에서 <001>방향으로 성장하고 있음을 알 수 있었다.

다. 결정립계 분석

EBSD를 통한 결정립 형상 관찰은 결정학적 관점에서 이루어지기 때문에 기존의 화학적 에칭에 의한 결정립 형상의 관찰과는 종종 다른 결과를 보여준다. 그림 3.2.2-5는 화학적 에칭에 의해 나타난 입계가 결정학적 의미의 결정립계가 아님을 보여준다. 그러한 boundary가 나타나는 원인으로서는 특정 원소의 편석 또는 특정한 미세상의 석출에 의한 재료 내부의 불안정한 부분이 etching되는 가능성이 제기되고 있으나, 일반적으로 정의되는 결정립계로 볼 수 없다. 반면에 EBSD를 통한 결정립계 분석에서는 화학적 etching으로는 관찰되지 않는 결정립계가 관찰되기도 한다. 그림 3.2.2-6은 Ni-Cr-Fe alloy의 결정립 형상과 결정립계

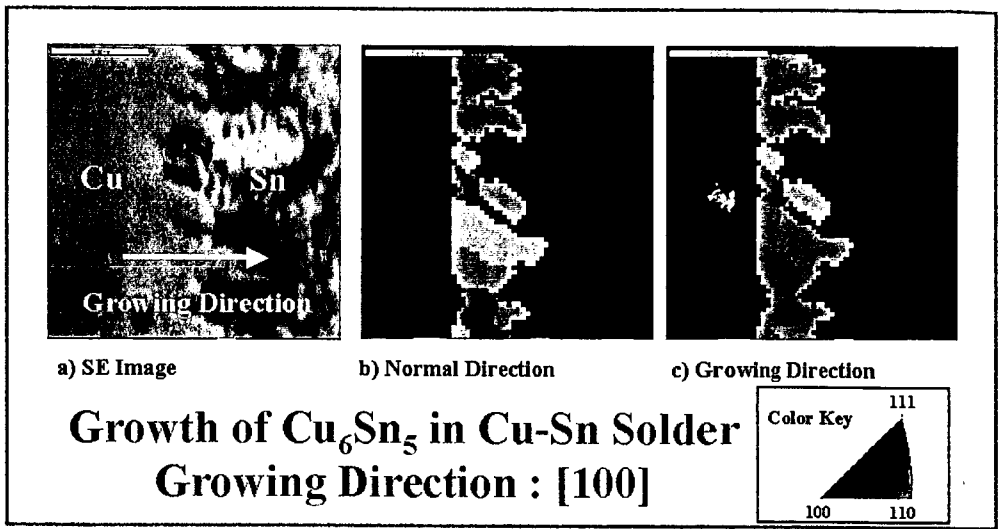


Fig.3.2.2-4. Cu_6Sn_5 growth direction analysis in Cu-Sn solder

(Sample by Y.S.Kim of Hongik Univ.)

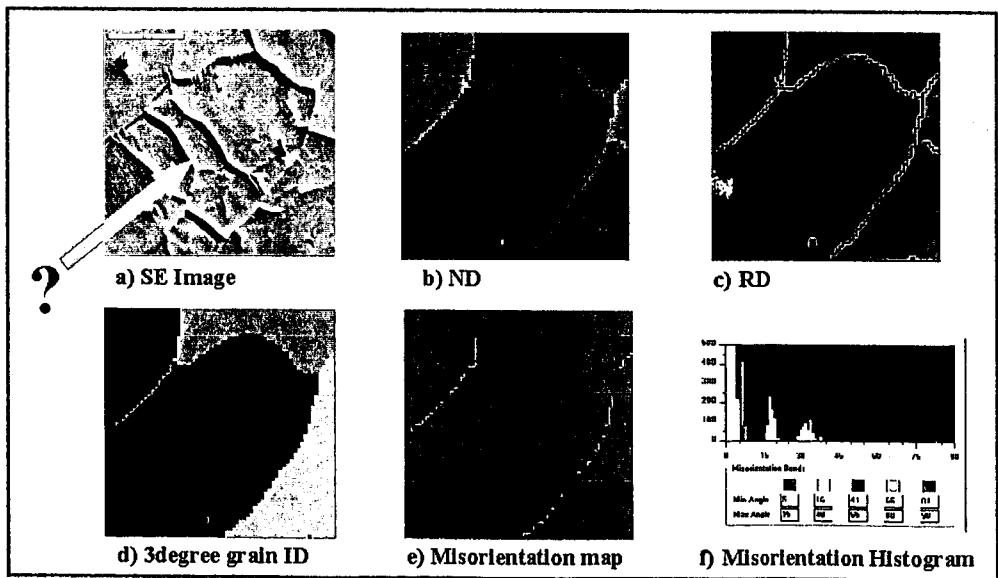


Fig.3.2.2-5. Ghost microstructure in Aluminum

(Sample by Y.C.Yoo of Inha Univ.)

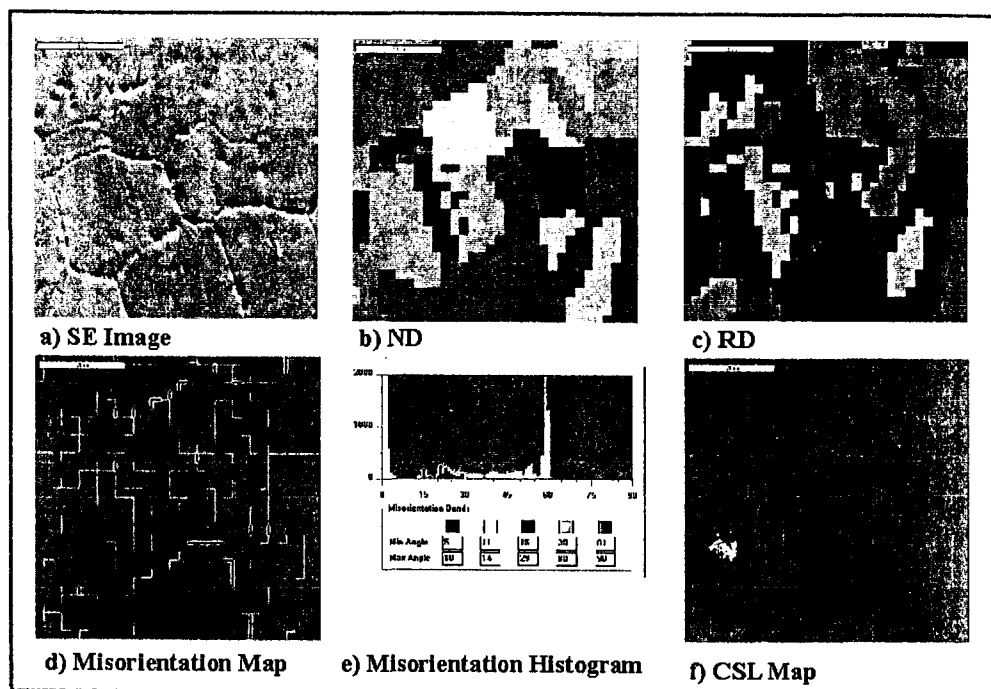


Fig. 3.2.2-6. Boundary characterization in NI-Cr-Fe(Sample by J. S. Jang of KAERI)

특성을 분석한 결과로 화학적 etching을 통해서 관찰하지 못했던 결정립계가 EBSD mapping을 통해 관찰되는 것을 볼 수 있다. 이때의 결정립계는 twin 관계를 이루는 3 CSL boundary로서 정합성이 강하기 때문에 화학적 에칭을 통해서 관찰이 쉽지 않고 TEM이나 EBSD에서 결정구조 분석을 행함으로써 관찰이 되어지고 있다. 이와 같이 EBSD를 이용하면 기존에 TEM에서만 가능하고 광학이나 SEM상으로는 불가능했던 결정학적 관점의 결정립계 형상의 관찰과 결정립계의 특성 분석이 가능하다.

라. EBSD를 통한 상분석

EBSD는 결정구조의 정보를 갖고 방위를 측정하기 때문에, 결정구조가 다른 두 상을 EBSD를 통해 측정하면, 결정구조로부터 계산된 Kikuchi pattern과 측정된 Kikuchi pattern 사이의 비교를 통해 자동 상분석을 해 줄 수 있다. 그림 3.2.2-7는 오스테나이트와 페라이트 혼합 TRIP강에서 EBSD를 이용하여 상분석을 실시하고 각각의 결정방위와 결정립계 특성을 분석한 것이다. 이 재료에서 잔류 오스테나이트는 0.5-3 μm 의 크기를 갖는데 이러한 결정립들은 기존의 텅스텐 필라멘트를 이용한 EBSD 시스템에서는 분석이 불가능 하였고 이번에 서울대학교 집합조직 제어 연구실에 설치된 FEG SEM을 이용한 EBSD 시스템을 통해 분석을 행하였다. EBSD를 통해 측정된 오스테나이트의 분율 12.9%는 X-ray와 Neutron을 통해 측정된 (그림 3.2.2-8) 13%, 14%와 거의 일치하는 값으로 EBSD를 통한 상분석이 상당한 신뢰성을 가지는 것을 보여주는 결과이다. 이 때 정보를 생성하는 interaction depth는 3cm(Neutron), 100 μm (X-ray), 20nm(EBSD)로 측정 방법에 따라 각각 다른데, 일반적으로 3차원 상분석 방법으로 정확도가 크다고 알려져 있는 Neutron을 이용한 상분율과 2차원 방법인 X-ray, EBSD를 이용하여 측정한 상분율이 모두 비슷한 값을 보여줌으로서 앞으로 상분석 연구에 EBSD와 같은 2차원적인 방법을 이용한 연구가 일반적으로 사용될 수 있음을 보여주는 결과이다. 또 EBSD 실험을 통해 잔류되는 오스테나이트들의 결정립계 특성을 분석한 결과 SEM 이미지 상으로 관찰시 하나의 결정립으로 생각되는 결정립들 중에 다결정 형태의 결정립들이 존재하는 것을 알 수 있었으며 이 때 다결정 결정립의 결정립계는 정합성이 뛰어난 63 결정립계를 갖고 있음을

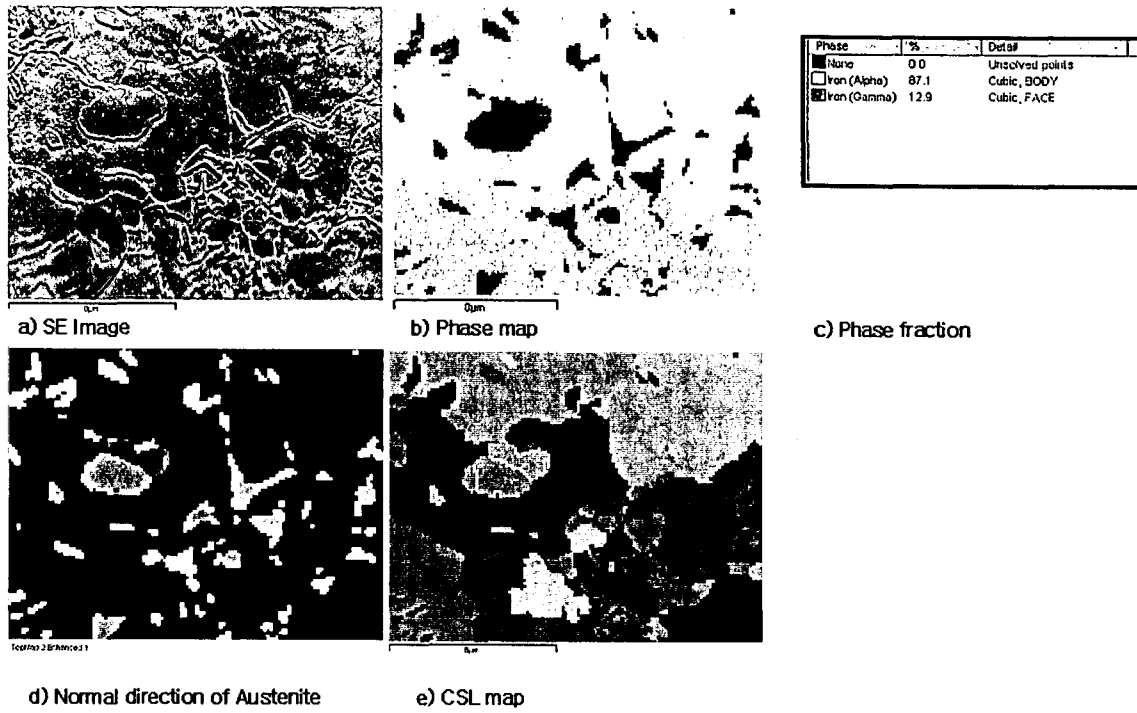


Fig. 3.2.2-7 Phase analysis of TRIP steel by EBSD

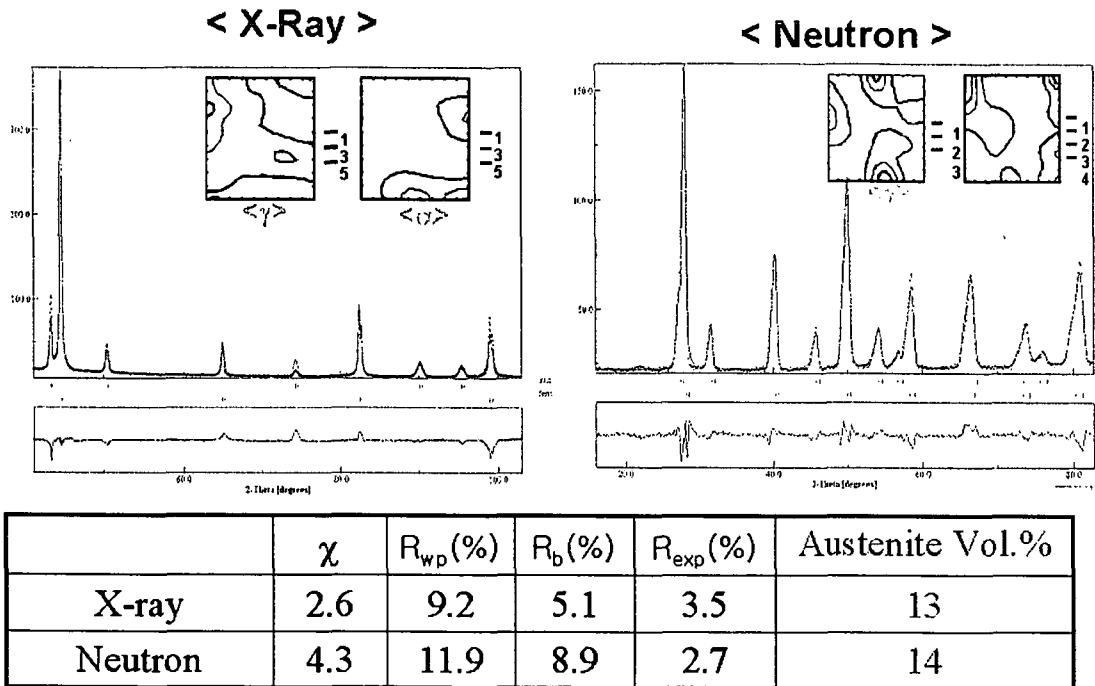


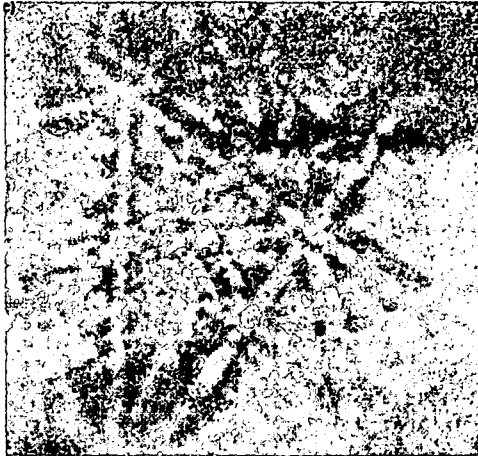
Fig. 3.2.2-8 Phase analysis of TRIP steel by X-ray and Neutron

알 수 있었다. 이러한 결정립계 특성은 EBSD와 TEM을 통해서만 관찰이 가능한 것이다. Cubic 구조를 갖는 ZrC와 hexagonal 구조를 갖는 ZrB₂의 혼합물 같이 완전히 다른 구조를 갖는 상들이 혼합되어 있는 경우에는 EBSD를 통한 상분리가 쉽게 이루어 지지만, 결정구조의 차이가 별로 나지 않는 경우에는 EBSD만으로는 완벽하게 분리가 이루어 지지 않으며, EDS등의 화학적 정보를 동시에 이용하는 방법이나 결정내에 잔류된 strain에 의한 EBSD pattern quality의 차이를 이용하는 방법이 시도되고 있다.

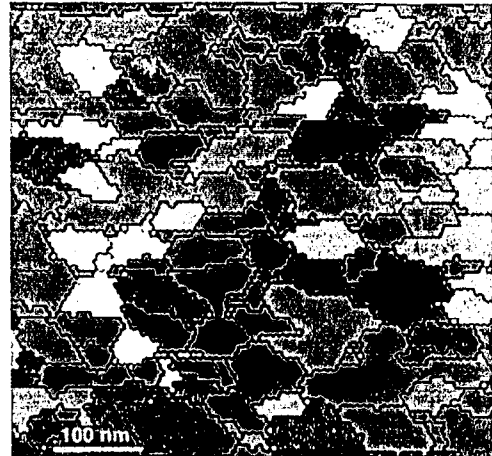
마. 고분해능 EBSD

일반적으로 정의되는 현미경의 분해능은 두개의 인접한 점을 구별할 수 있는 한계를 말한다. EBSD의 분해능은 따로 정의되어 있지 않기 때문에 여기서 한 번 정의해보려고 한다. 그림 3.2.2-9의 (a)그림[Schwarz,2000-1]은 전가빔이 결정립계에 위치하는 경우 두개의 결정립에서 나온 Kikuchi pattern이 겹쳐지는 것을 나타낸 것이다. 이러한 경우 EBSD software는 두가지 결정립 중의 한 결정립으로 인식을 하는 경우가 많지만 경우에 따라 패턴을 제대로 인식하지 못하고 pattern이 나오지 않은 것으로 인식하거나 엉뚱한 방위로 인식하게 되는 경우가 많다. 따라서 EBSD 시스템의 분해능 이하의 step size로 mapping을 하게 되면 직선적인 결정립계가 울퉁불퉁하게 표현되거나 결정립계를 따라 많은 분석되지 않는 영역이 생기게 된다.

그림 3.2.2-10은 EBSD 분해능 측정을 위해 SEM image 분해능 측정에 사용되는 gold particle을 15만배 배율에서 EBSD mapping한 결과이다. 그림에서 보는 바와 같이 10nm step으로 측정하였으나 직선 결정립계를 상당히 정확하게 구현하고 있는 것을 볼 수 있다. 이는 서울대 집합조직 제어 연구실에 설치된 EBSD 시스템의 분해능이 10nm 이하라는 것을 보여주는 결과이다. 또한 mapping이 아닌 point measurement 방법을 사용하여 측정하는 경우 20만배 배율에서도 방위 분석과 방위차 분석이 가능하다.



(a) Overlap of EBSP at G.B.



**(b) EBSD map from platinum
- Resolution : 20nm(smallest grains)**

Fig. 3.2.2-9. Resolution of EBSD

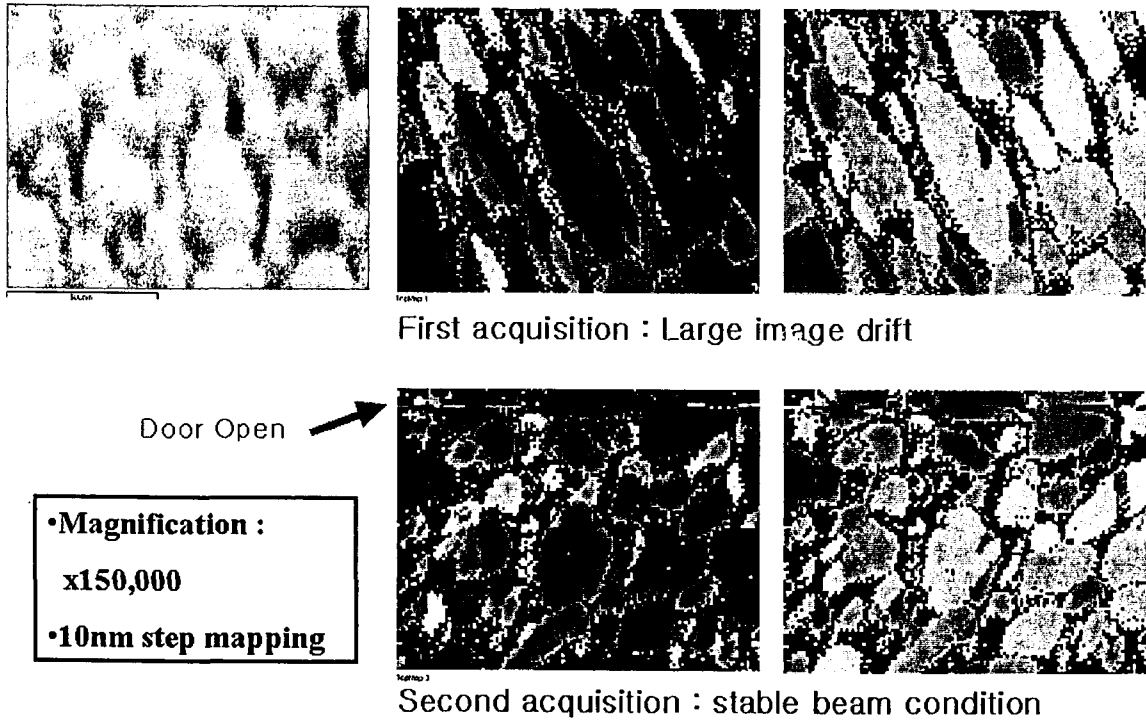


Fig. 3.2.2-10. Mapping of gold particle at x150,000

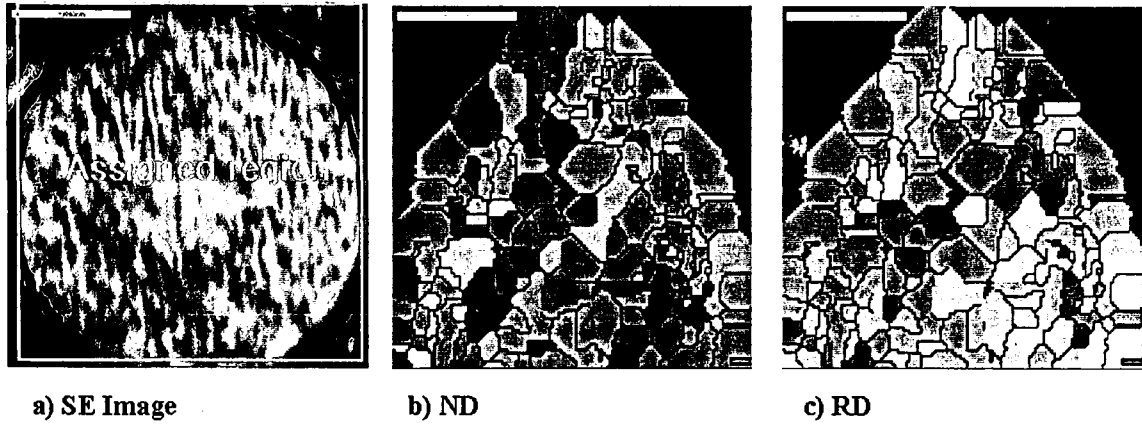


Fig. 3.2.2-11. Image drift of gold wire

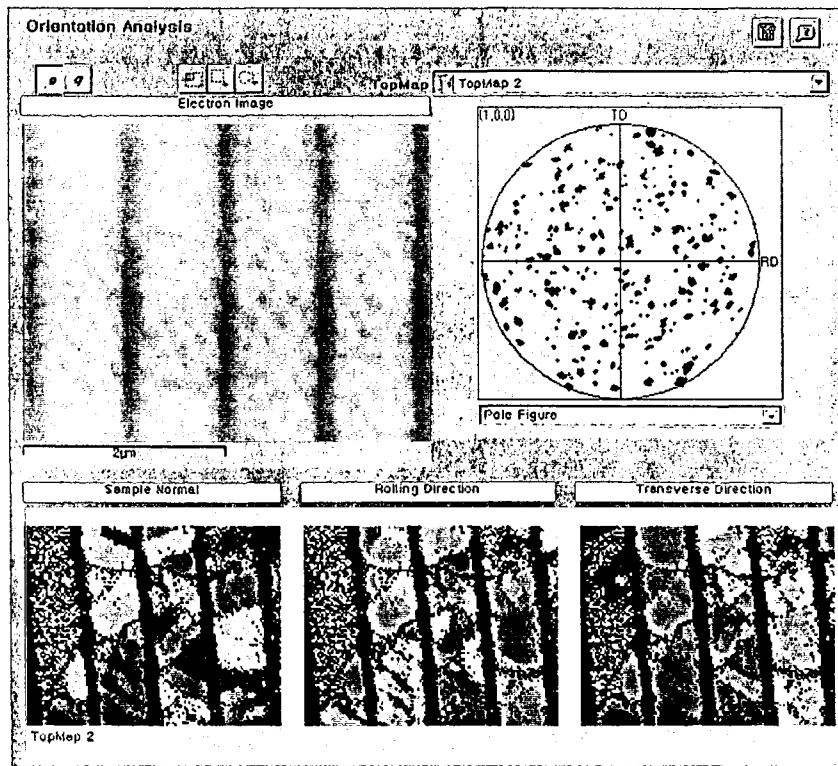


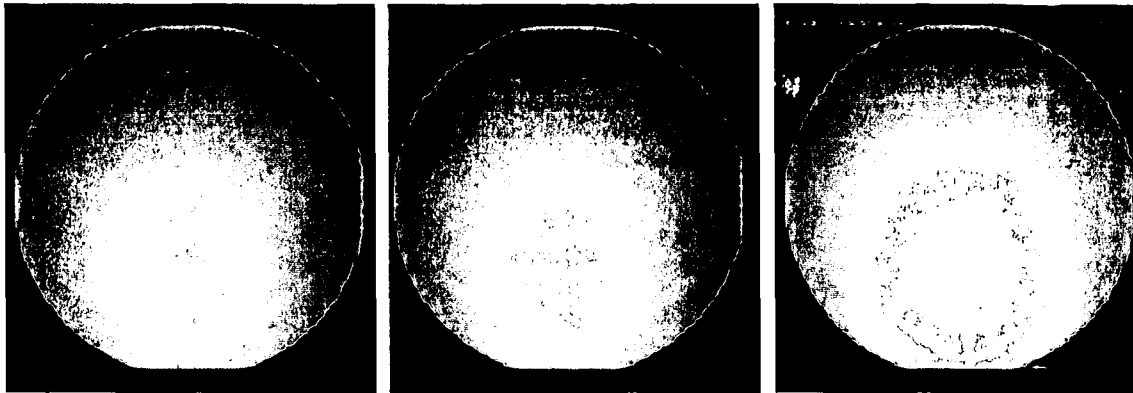
Fig. 3.2.2-12. Image drift of Copper interconnect

바. 고전류 EBSD

그림 3.2.2-10의 측정 결과를 살펴보면 첫번째 측정의 경우 측정된 결정 방위에서 얻어지는 미세조직이 SEM image에서 보이는 모습과는 달리 한쪽 방향으로 길게 늘어나 있는 것을 볼 수 있다. 이는 전자빔 또는 시편 지지대가 완전히 안정화 되지 않아 측정하는 도중에 조금씩 밀렸기 때문이다. 이러한 현상을 image drift라고 하는데, 이와 같은 image drift 현상은 텅스텐 필라멘트 SEM에서 8,000배로 mapping한 금본딩 와이어(그림 3.2.2-11)와 Feg SEM에서 측정된 copper interconnect의 측정 결과(그림 3.2.2-12)에서도 마찬가지로 볼 수 있다. 이러한 image drift는 그리 크지 않은 양일지라도 배율이 증가함에 따라 그 영향이 크게 나타나게 되며 고분해능 실험에서 반드시 해결해야 할 문제로 떠오르게 되었다.

우선 측정을 원하는 조건으로 SEM을 설정한 후 5-10분 정도 시간을 기다린 후 측정함으로써 어느 정도 피할 수 있다. 이러한 안정화의 효과는 그림 3.2.2-10에서도 볼 수 있는데, 똑 같은 영역을 전자현미경이 안정화 된 후 찍었을 때 image drift가 훨씬 감소하는 것을 볼 수 있다. Image drift를 줄이는 다른 방법으로는 시편 전체를 같은 상으로 만들어 균일한 전류 흐름을 보이기 위해 시편 전체를 탄소코팅을 하는 방법도 사용되고 있으나, 시편 측정 시간을 줄이는 방법이 더욱 효과적인 방법이다.

시편의 측정시간을 줄이는 방법은 단순히 image drift를 줄이는 것 외에도 단위 시간 내에 더욱 많은 데이터를 얻을 수 있기 때문에 상당히 중요한 방법이다. 그림 3.2.2-13은 probe current를 늘렸을 때 똑 같은 quality의 pattern을 얻기 위해 필요한 시간을 나타낸 그림이다. 그림에서 보는 바와 같이 probe current의 증가는 integration time의 감소와 정비례 한다. 이와 같은 현상은 전압을 올려주는 효과가 일정 양 이상에서는 거의 영향이 없어지는 것(그림 3.2.2-14)에 비하면 상당히 고무적인 현상이다. 따라서 EBSD 관찰에는 분해능에 영향을 미치지 않는 범위내에서 최대한 probe current를 높이는 것이 유리하고, 현재 고전류가 가능한 SEM에 EBSD를 장착하는 방향으로 EBSD의 발전이 이루어지고 있다.

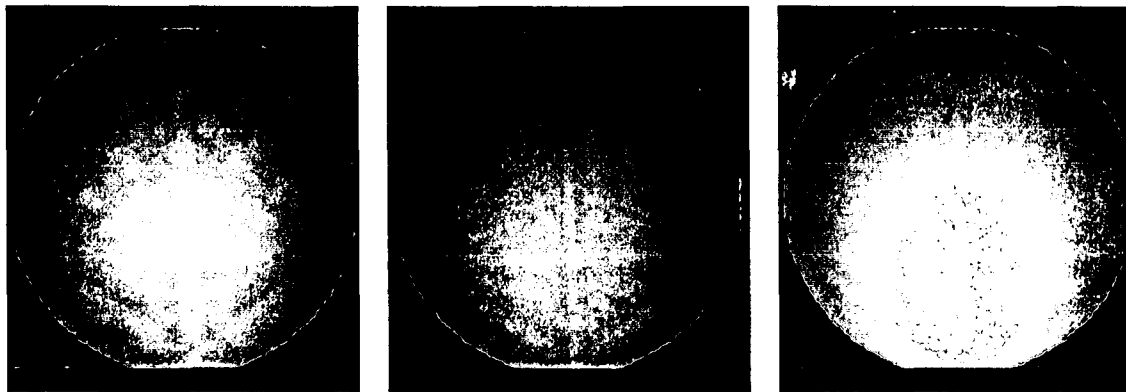


Acc. Voltage : 20KV
 Prove current : 200pA
 Integration time : 2500ms
 Camera gain : 50

Acc. Voltage : 20KV
 Prove current : 1nA
 Integration time : 400ms
 Camera gain : 50

Acc. Voltage : 20KV
 Prove current : 10nA
 Integration time : 40ms
 Camera gain : 50

Fig. 3.2.2-13. Current effect on EBSD pattern quality



Acc. Voltage : 5KV
 Prove current : 4nA
 Integration time : 1000ms
 Camera gain : 50

Acc. Voltage : 15KV
 Prove current : 4nA
 Integration time : 100ms
 Camera gain : 50

Acc. Voltage : 20KV
 Prove current : 4nA
 Integration time : 100ms
 Camera gain : 50

Fig. 3.2.2-14. Voltage effect on EBSD pattern quality

사. SEM emitter type 변화에 따른 EBSD quality의 변화

앞에서 언급한 표 3.2.2-1은 emitter type 변화에 따른 SEM의 여러가지 성능 변화를 정리한 표이다. 여기서 고분해능 EBSD를 위해 관심을 갖고 살펴봐야 할 데이터는 'Effective source radius'와 'Maximum probe current' 값이다. 전자현미경에서 고분해능을 얻기 위해서는 우선 시편에 입사 되는 전자 probe size가 적은 것이 유리하다. 따라서 'Effective source radius'가 15,000nm와 5,000nm인 텅스텐 필라멘트나 LaB₆ 보다는 Field Emission Gun이 고 분해능에 유리하다. 이러한 결과는 image resolution에 그대로 반영이 되어 일반적으로 analytical 작업에 사용되는 조건에서 얻어지는 image resolution에서(operational resolution) Field Emission Gun을 사용하는 경우의 분해능이 훨씬 뛰어남을 볼 수 있다. EBSD는 시편이 70° tilting된 상태에서 측정되기 때문에 EBSD의 분해능은 operational resolution의 3배정도로 알려져 있으며, 따라서 각 emitter type에 따른 분해능은 텅스텐 필라멘트가 200-500nm, LaB₆가 100-200nm, Schottky FE가 20nm 정도로 알려져 있다.

'Maximum probe current'값은 EBSD pattern quality와 관련되어 중요한 factor이다. EBSD pattern은 입사된 빔의 후방산란 회절에 의해 얻어지기 때문에 입사된 전자의 양이 많을수록 더 깨끗한 EBSD pattern을 얻게 된다. Cold FE의 경우 operational resolution이 가장 뛰어나므로 EBSD의 분해능도 가장 뛰어날 것으로 예상되었으나, analytical 조건으로 사용되는 경우에도 probe current가 수십 pA 수준이기 때문에 좋은 EBSD quality를 얻기 위해서는 Schottky FE emitter를 이용할 때 보다 20배 이상의 적분시간이 필요하여, 실제 EBSD 측정에 있어서는 유용성이 떨어지는 것으로 나타났다.

그림 3.2.2-15~그림 3.2.2-17은 80% 냉연된 IF강에서 emitter type 변화에 따른 EBSD quality의 변화를 나타낸 것이다. 그림 3.2.2-15에서 보는 바와 같이 텅스텐 필라멘트를 이용한 EBSD 시스템의 경우 어느 정도 데이터를 얻을 수 있으나 변형이 많이 가해진 부분에서는 연속적인 데이터 값을 얻을 수 없어 전체적인 데이터의 신뢰성이 떨어지는 것으로 나타났다. Cold FEG SEM을 이용한 시스템의 경우 좋은 EBSD quality를 나타내었다. 그러나 EBSD를 얻기 위한 high current mode에서 실험을 행하는 경우 image resolution이 손상되어 원하는 측정

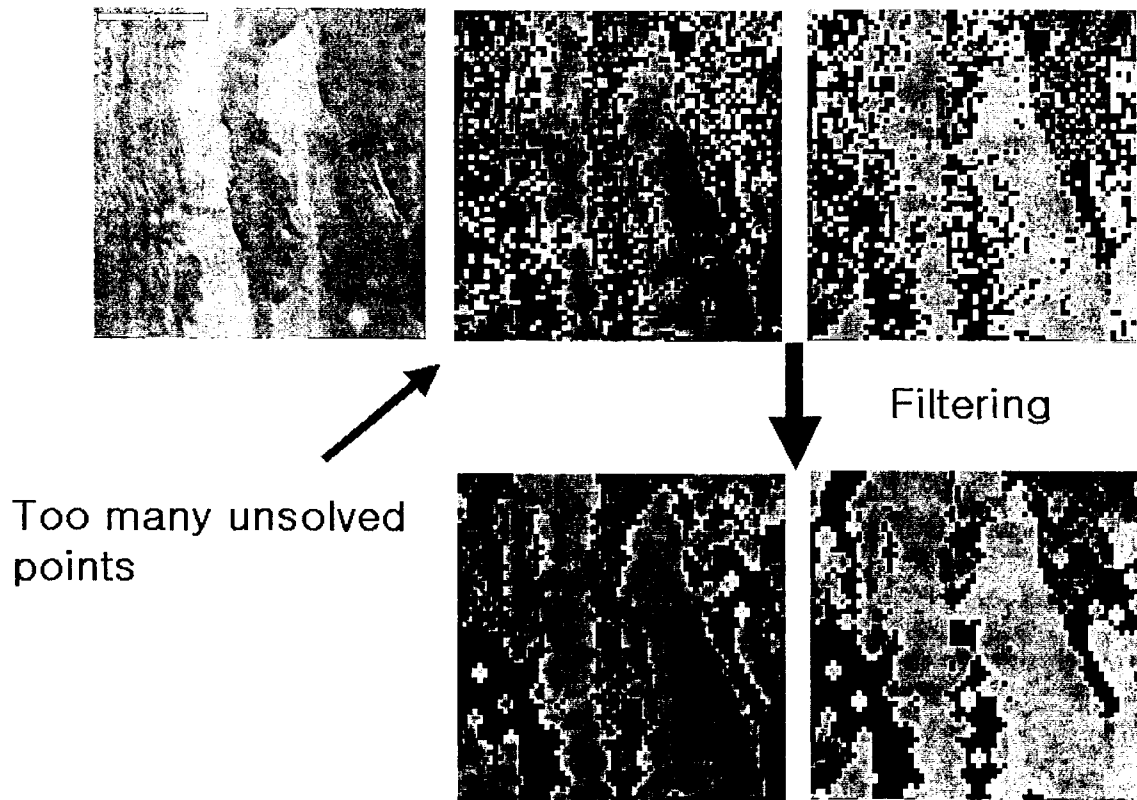


Fig. 3.2.2-15. Mapping of 80% cold rolled IF steel by W-filament SEM

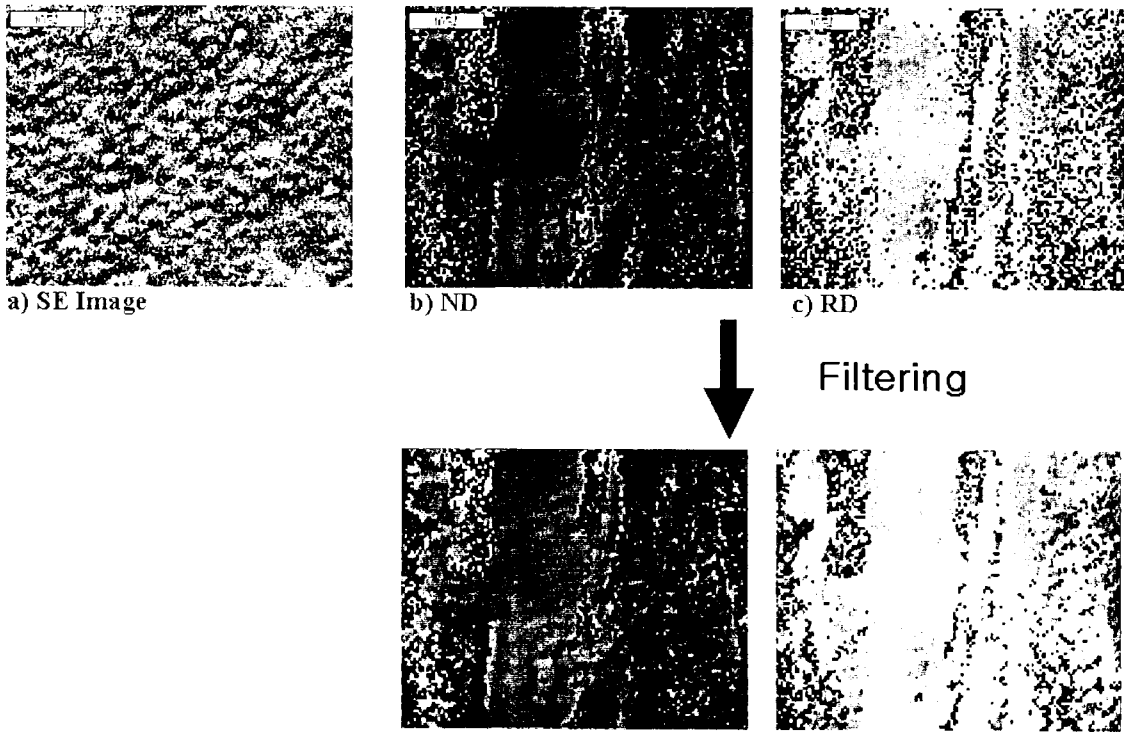


Fig. 3.2.2-16. Mapping of 80% cold rolled IF steel by W-filament SEM

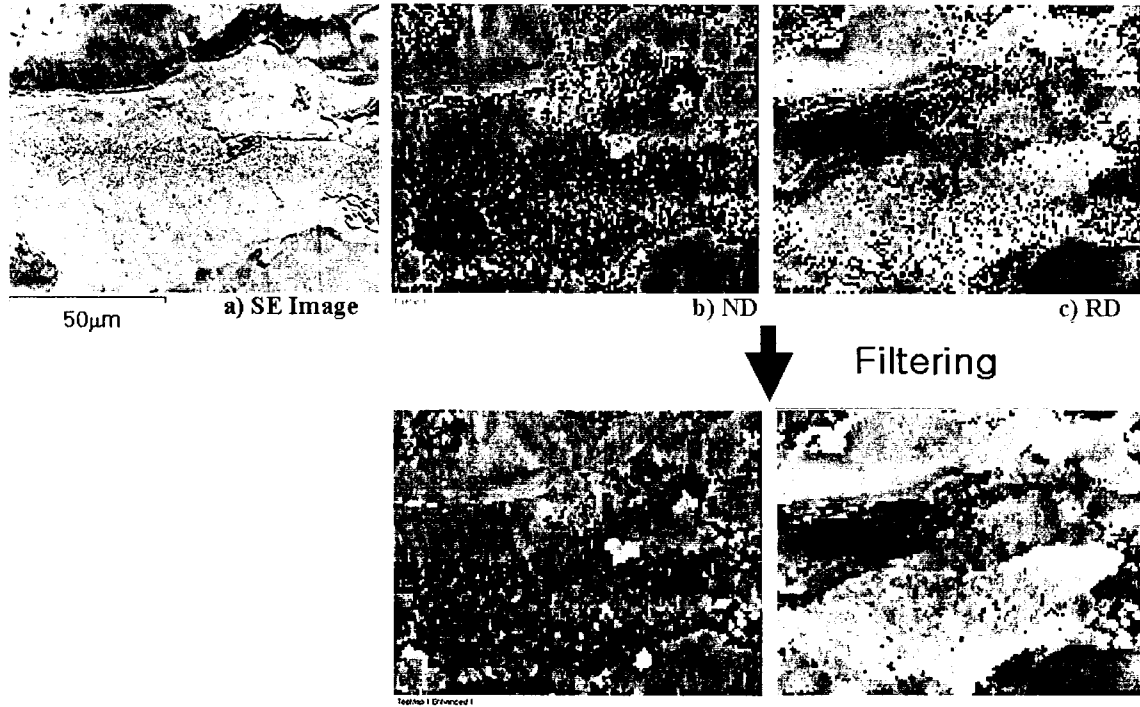


Fig. 3.2.2-17. Mapping of 80% cold rolled IF steel by thermal FEG SEM

부위를 제대로 선정할 수 없는 단점을 나타내었으며, 앞에서 언급한 것과 같이 측정 시간이 많이 소요되었다. 이에 비해 Schottky FEG SEM을 이용한 시스템의 경우 뛰어난 데이터 신뢰성과 함께 image resolution도 함께 유지하고 있는 것을 볼 수 있다.

아. IF강의 재결정 거동 분석

IF강의 재결정 거동 관찰은 (0.49wt% Mn, 0.008wt% P) bake hardening IF강을 중심으로 관찰하였다. 우선 각 온도별로 2분간 염욕처리 하면서 Vickers 결도를 측정하여 재결정 온도를 측정해 보았는데, 그림 3.2.2-18에서 보는 바와 같이 600°C에서 700°C 사이에 재결정이 급격하게 일어나는 것을 볼 수 있다.

기존의 EBSD를 이용한 재결정 거동 연구들은[홍승현, 2000] 재결정이 일어난 결정립의 경우 변형 상태의 결정립에 비해 뒤틀림이 적은 결정구조를 갖게 되고 높은 Pattern quality를 나타내는 것을 이용하여 재결정 여부를 판단하였다. 그러나 실제로는 그림 3.2.2-19에서 보는 바와 같이 재결정이 완전히 일어나지 않고 회복만 일어나는 경우에도 상당히 높은 pattern quality를 나타내어 pattern quality만으로는 재결정 여부를 결정지을 수 있는 척도가 되지 못함을 알 수 있었다. 따라서 본 연구에서는 재결정 여부를 판단하는 기준으로 pattern quality 뿐 아니라 결정립 내부에 저각으로 이루어진 sub structure가 발달하는 지 여부를 가지고 판단하게 되었다. 이런 식으로 판단되어진 재결정립들을 그림 3.2.2-20에서 보는 바와 같이 결정립의 크기에 따라 다시 분류하고 각 재결정 단계에서 이러한 집합조직이 어떻게 변화하는 지 알아보았다.

우선 재결정 현상의 시작과 마침을 파악하기 위해서 냉간압연된 상태와 재결정 열처리 된 상태의 집합조직을 X-ray를 통해 측정하였고 이를 그림 3.2.2-21에 표현하였다. 냉간 압연된 판재에서는 전형적인 IF강의 변형집합조직인 $\{112\}<110>$ 집합조직이 발달하였고, 재결정 열처리된 시편은 재결정 집합조직인 $\{111\}<112>$ 집합조직이 발달함을 알 수 있었다. 그러나 이러한 X-ray를 이용한 집합조직 관찰을 통해서만은 거시적인 집합조직 변화만을 알 수 있고, 실제 재결정립들의 방위가 어떤식으로 변화하는 지는 관찰할 수 없었다. 따라서 초기 재결정립들의 재결정 거동을 측정하기 위해 650°C에서 30초간 열처리한 시편을 EBSD를 통해서 분석하고

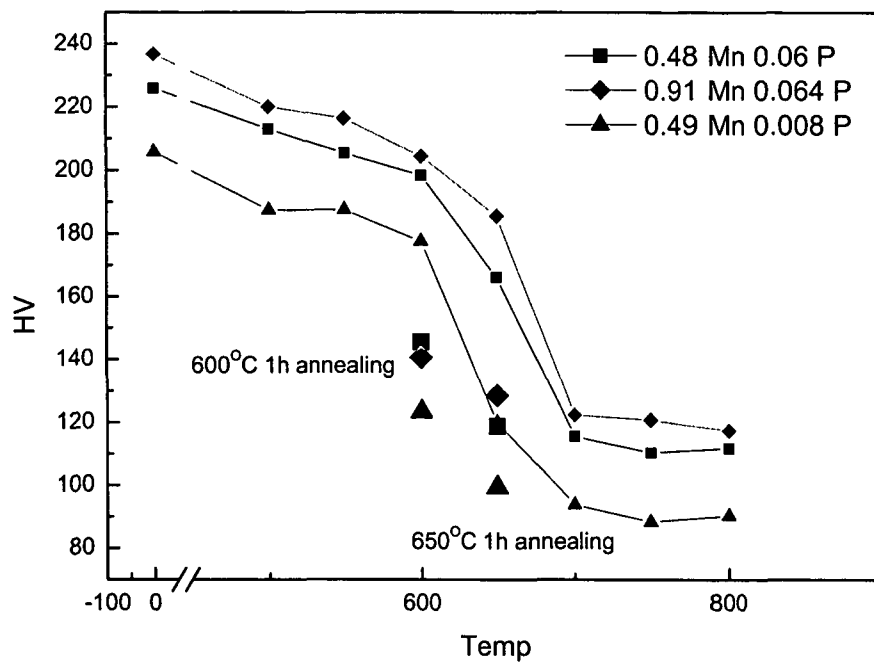


Fig. 3.2.2-18. Vickers hardness variations after 2min annealing at different Temp.

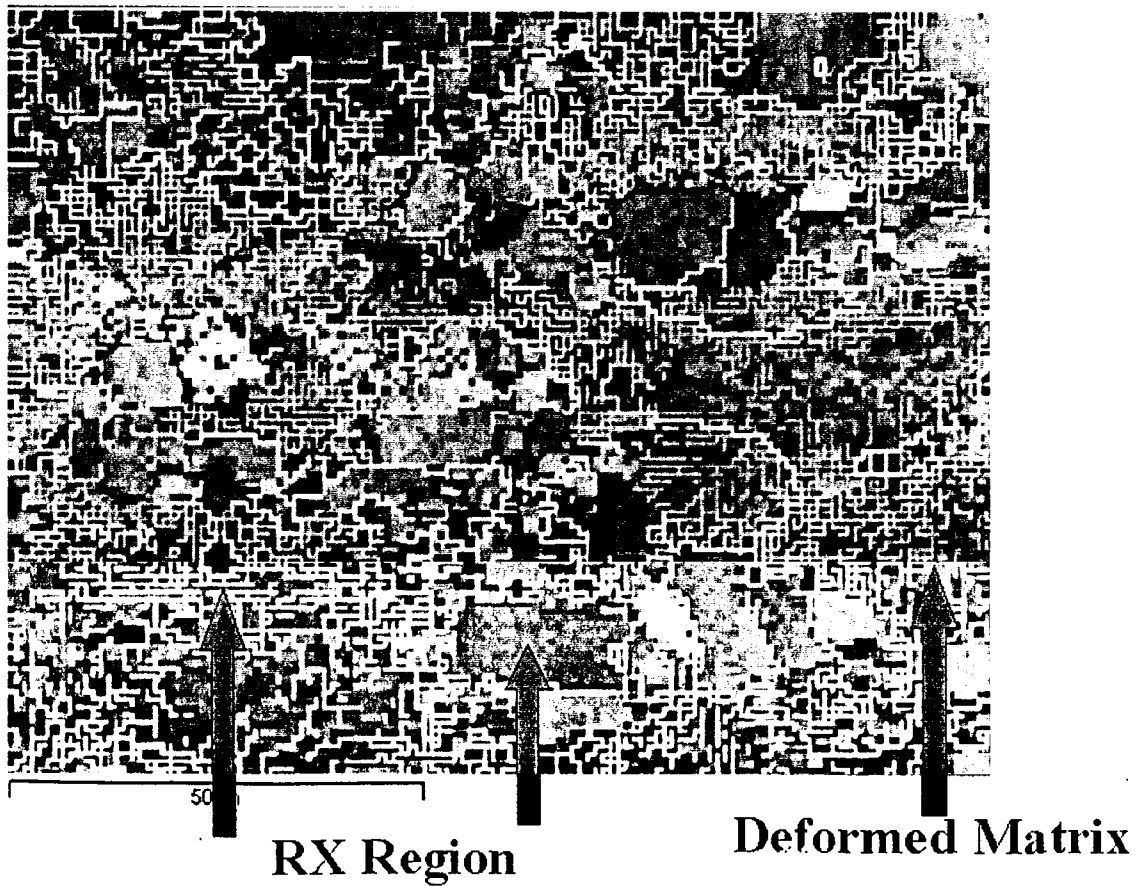
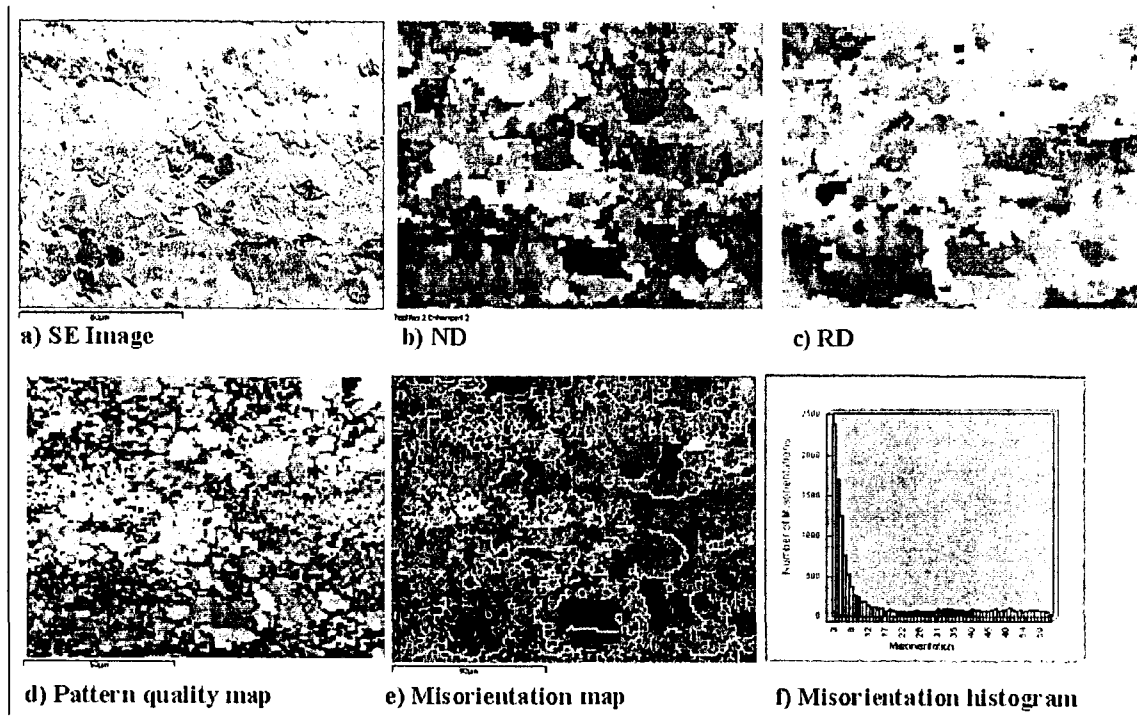


Fig. 3.2.2-19. EBSD map of 0.49Mn 0.008P specimen after 5min annealing at 600°C

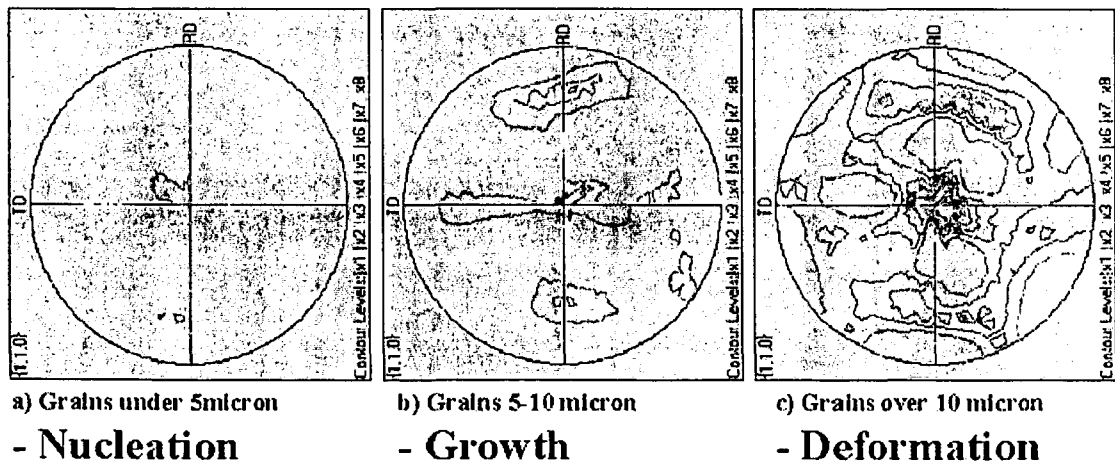
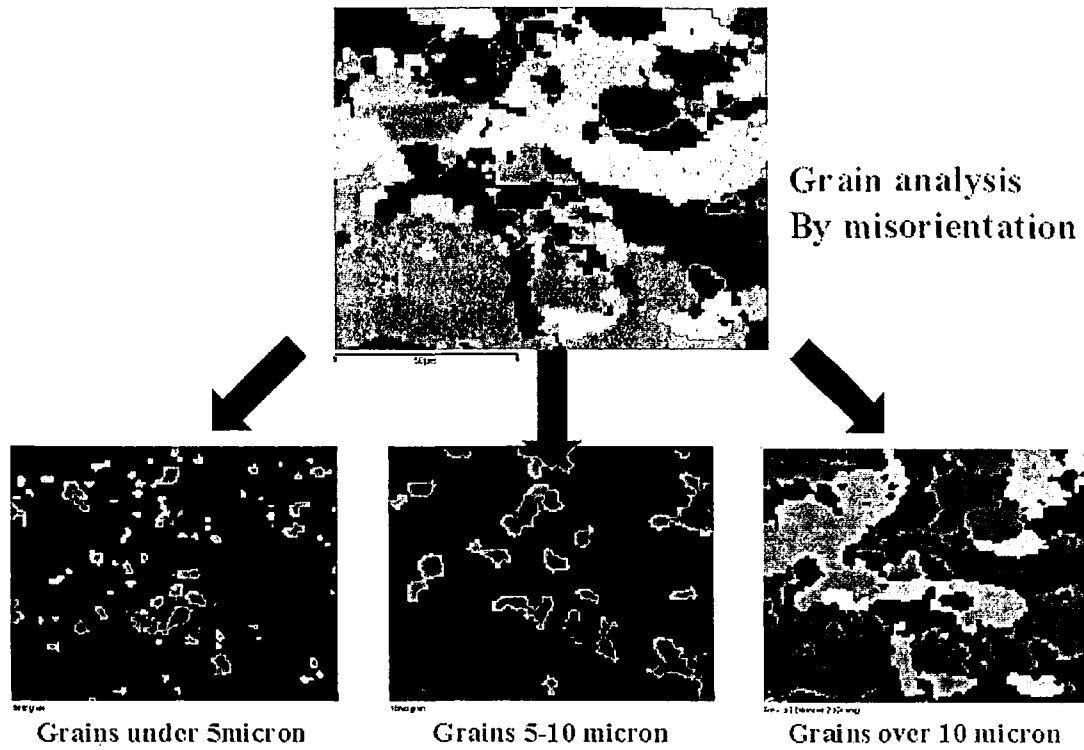


Fig. 3.2.2-20. Separation of recrystallized grains by size and texture calculation

그 결과를 그림 3.2.2-22에 나타내었다. 이 때 0-2 μ m 크기의 결정립들은 주로 {122}<110> 방위를, 2-5 μ m 크기를 갖는 결정립들은 {100}<100> 방위를 가짐을 알 수 있었다. 이 때 특이할 만한 내용은 재결정 결정립들의 방위가 {100}<100> cube 방위가 나온다는 점이다. 이는 일반적인 강의 재결정 거동에서는 볼 수 없는 결과이다.

이에 좀 더 재결정이 서서히 일어나는 600°C에서 5분과 10분 열처리한 시편을 관찰하고 이를 그림 3.2.2-23~3.2.2-25에 나타내었다. 여기서도 역시 {100}<100> cube 방위가 초기 재결정립에서 나타나고 있는 것을 볼 수 있는데 이 것이 bake hardening IF강의 특성인지 아니면 일반적인 강의 재결정 거동과 관련이 있는지는 좀 더 연구가 필요할 것으로 생각되며, 이는 2단계 연구의 in-situ 실험을 통해 고찰될 것이다.

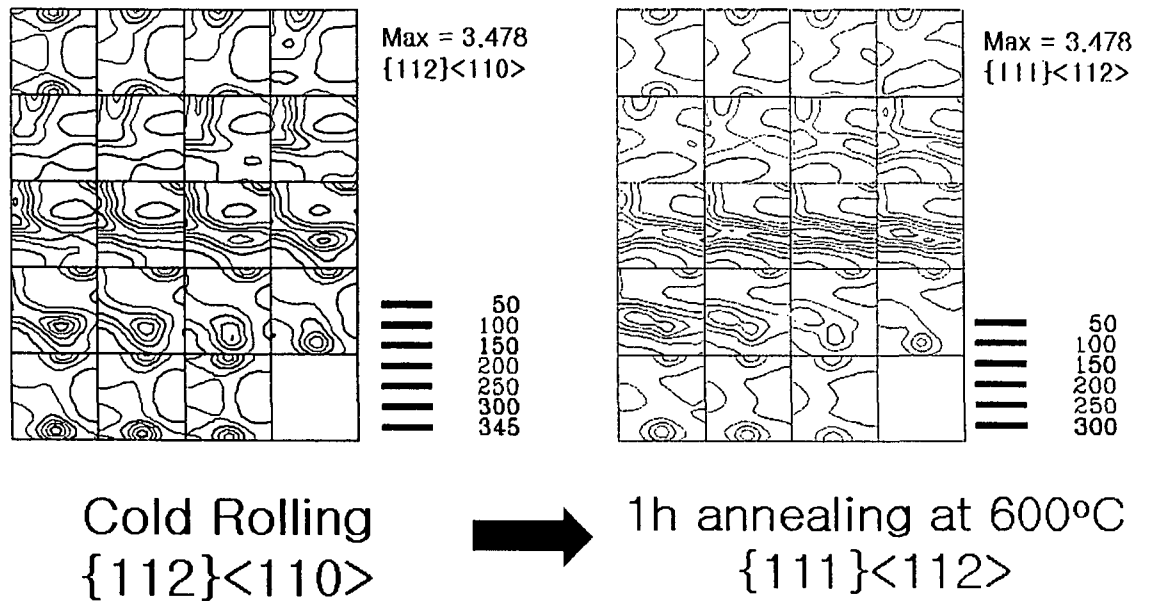
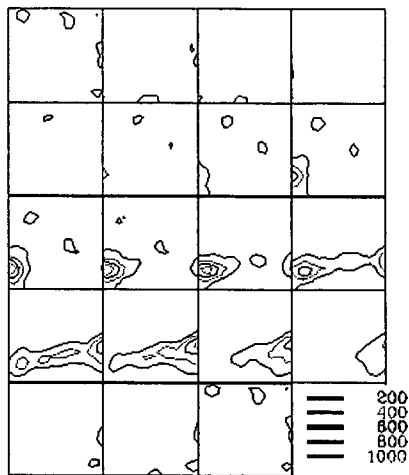
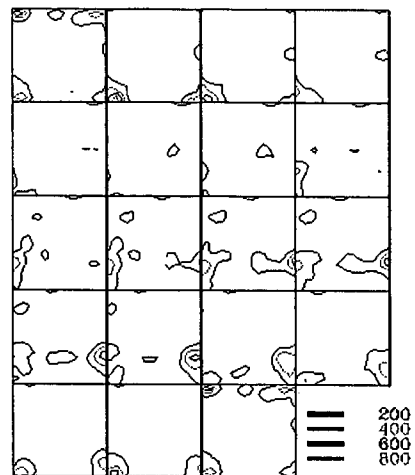


Fig. 3.2.2-21. Macro texture variation of 0.49Mn 0.008P specimen according to annealing



Max=10.60
{122}<110>
 $\varphi_1=0, \phi=70, \varphi_2=40$

0-2 μm



Max=9.06
{100}<100>
 $\varphi_1=10, \phi=90, \varphi_2=5$

2-5 μm

Fig. 3.2.2-22. Texture of recrystallized grains of 0.49Mn 0.008P specimen

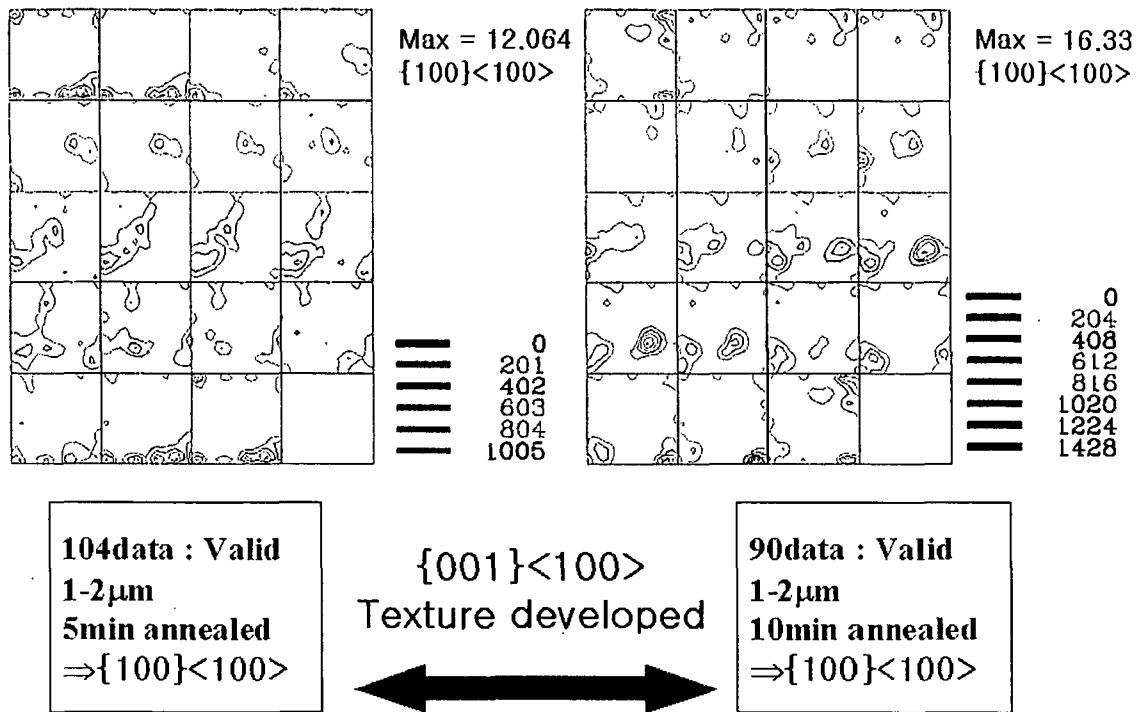


Fig. 3.2.2-23. Texture of 1-2µm recrystallized grains of 0.49Mn 0.008P specimen after annealing at 600°C

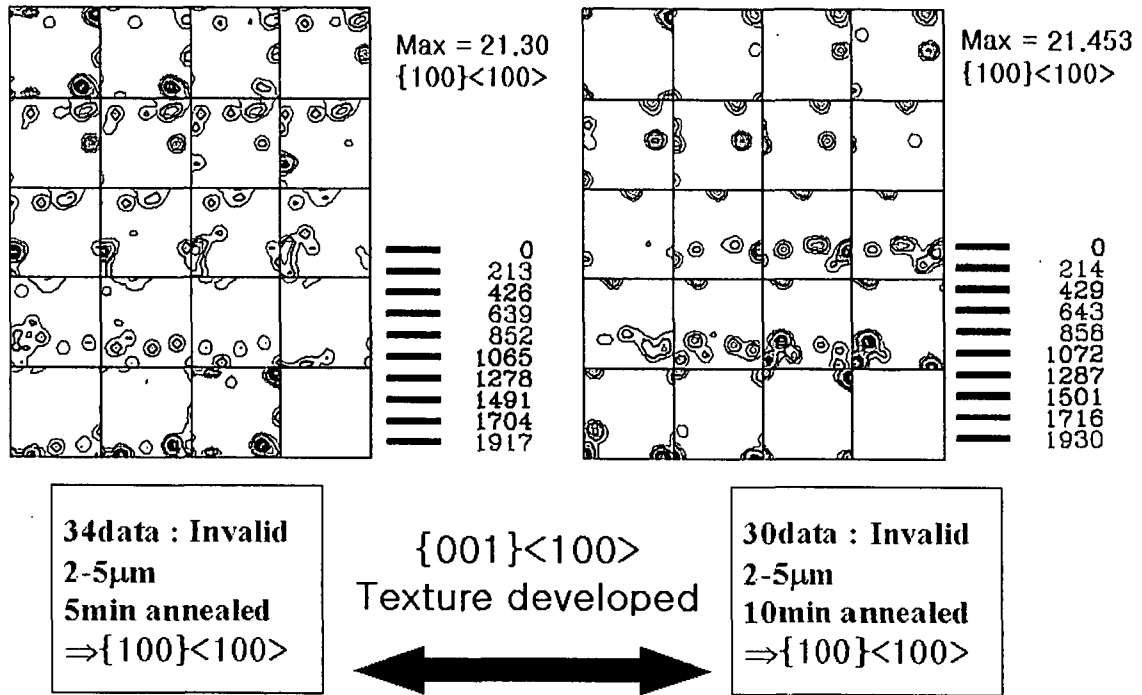
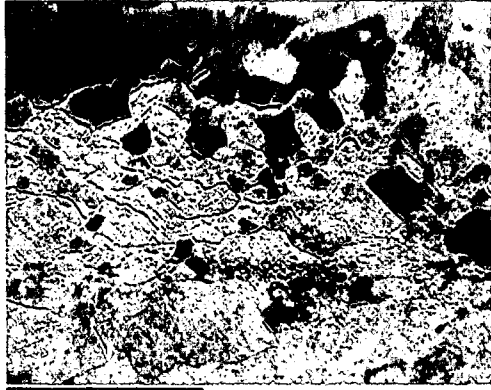
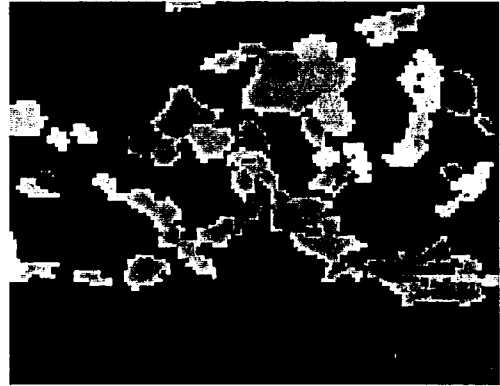


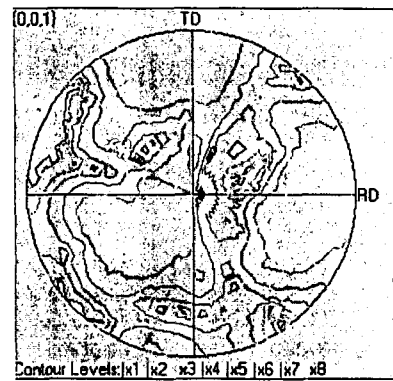
Fig. 3.2.2-24. Texture of 2-5 μ m recrystallized grains of 0.49Mn 0.008P specimen after annealing at 600°C



(a) SE image



(b) ND



(d) (100) Pole figure

Fig. 3.2.2-25. $\{100\}\langle 100\rangle$ orientation development in 2-5mm grain sized recrystallized grains

제 3 절 가 공

1. 스트립 캐스팅

가. 이론적 배경

(1) 스트립 캐스팅 법

스트립 캐스팅이란 연속주조 법의 한 종류로써 주조 시 생산되는 판재 두께가 5mm 이하인 공정을 말한다. 스트립 캐스팅 시 용융금속의 응고는 냉각 단롤 혹은 쌍롤에 의해 이루어지며, 이에 대한 개략도를 그림 3.3.1-1에 나타내었다. 스트립 캐스팅 법에 의해 생산된 금속 판재는 그 형상 및 두께가 최종 제품에 근접하므로, 열간 압연 등과 같은 판재의 2차 가공이 단축 혹은 생략되는 장점을 갖는다. 이러한 스트립 캐스팅 판재의 경우 열간 압연 공정과 같은 2차 가공의 단축으로, 그 물성이 주로 응고 시의 미세조직에 의해 결정되어지게 된다. 따라서 많은 연구자들에 의해 스트립 캐스팅 시 판재의 응고 양상, 결합의 예측, 집합조직의 변화 등이 연구되어 왔으며, 현재에도 이들의 제어에 관한 연구가 활발히 진행되고 있다[Takuda, 1993].

(2) 고규소 전기강판

고규소 전기강판은 강 내부 미세조직의 제어로 자기 이방성을 증가시켜 고주파 자기 특성을 증가시킨 강재를 칭하며, 이러한 특성은 강재 내 조대 결정립의 특정 집합조직 형성에 기인한다. 그림 3.3.1-2에 BCC 금속에서 일반적으로 관찰되는 섬유 집합조직을 나타내었으며, 이 중 고규소 전기강판의 자기 이방성은 (110)[001] Goss 집합조직에 기인하는 것으로 보고되고 있다[Goss, 1935]. 이러한 집합조직은 고규소 강재의 냉간 압연 시 발생한 (111)[112] 전단집합조직이, 후열처리 시 (110)[001] 집합조직으로 변화하는 것에 기인하는 것으로 보고되고 있다[Mishra, 1984]. 일반적으로 고규소 전기강판의 제조는 주조된 강재의 자기 이방성 유도를 위한 열간 압연, 석출물 제어, 냉각 압연, 재결정 열처리 등의 반복 공정에 의해 이루어진다. 그러나 이러한 전기강판의 제조 방법은 일반 강재 제품에 비하여 2배 이상의 후처리 공정을 요구하며, 특히 고주파 자기 특성의 증가를 위한 규소의 다량 첨가를 제한하는

단점이 있다.

(3) 스트립 캐스팅법에 의한 전기강판의 제조

스트립 캐스팅 법에 의한 고규소 전기강판의 제조는 집합조직을 제어하기 위한 열간 압연 및 냉각 압연의 2차 가공이 단축되어, 규소의 다량첨가를 가능하게 한다. 그러나 이러한 경우 압연에 의한 전단집합조직이 발달이 적어, 강판의 자기 이방성을 나타내기 위한 Goss 집합조직의 생성이 억제되는 것으로 보고되고 있다. 따라서 스트립 캐스팅에 의한 전단집합조직의 형성은 그림 3.3.1-1에 나타난 쌍률의 위치를 조절하여 강재에 전단변형이 일어나도록 하는 것이 필요하나, 쌍률의 표면에서 과도한 압하력에 의해 열균열이 발생할 수 있기 때문에 강재의 응고완료점 (metallurgical length)이 될 nip point가 되도록 주조 변수를 조절하여야 한다. 본 연구에서는 이러한 변수 외에, 고규소 전기강판의 제조 시 주요 변수인 C의 함량 및 Si의 함량에 관하여 고찰하였다.[Park, 2000]

(가) 석출물과 C의 함량

고규소 전기강판 내에 조대한 결정립 조직을 발달시키기 위해서는, 미세하고 균일한 석출물(AIN, MnS 등) 의한 1차 재결정립의 발생 및 성장을 억제하는 것이 중요하다. C는 강 내 Al, N, Mn, S의 고용도에 영향을 미치며, 따라서 AIN, MnS의 석출 및 성장에 큰 영향을 미치는 것으로 보고되고 있다. 미세하고 균일한 AIN, MnS의 석출을 위해서는 강재의 C 함량이 일반적으로 0.06wt% 이상이 되어야 하는 것으로 보고되고 있으나, C는 고규소 전기강판의 마크네틱 시효를 유발하므로 일반 공정에서는 판재의 탈탄 처리를 하고 있다. 본 연구에서는 스트립 캐스팅 시 C의 함량 제어가 스트립 내 AIN, MnS 석출 양상에 미치는 관계를 고찰하고, 이에 따른 집합조직의 변화를 고찰하고자 하였다.[Lee, 1997]

(나) Si 함량 증가 및 영향 고찰

규소의 함량이 증가할수록 고규소 전기강판의 자기적 특성은 개선되는 것으로 보고되고 있으며, 이는 조대한 결정립 조직의 발달에 기인한다. 그러나 Si의 과량 첨가는 강판의 취화를 유발하는 단점이 있어, 일반 공정에서는 그 함량을 3wt% 정도로 제한하고 있다. 본 연구에서는 스트립 캐스팅 시 Si의 함량 증가와 고규소 스트

립의 기계적 특성의 관계를 고찰하여, 스트립 캐스팅 법에 의한 고규소 전기 강판의 제조에 있어 적정 Si의 첨가량에 관한 기초적 자료를 구축하고자 하였다.[Ruder, 1979]

나. 실험방법

(1) 스트립 캐스팅

수직형 쌍롤 스트립 캐스터를 이용하여 난가공성 합금인 Fe-4.5wt% 스트립을 주조하였다. 주조 시 용탕 과열도를 20°C, 30°C의 두 종류로 하였으며, 주조에 사용된 C의 함량을 10ppm 이하로 제어하였다. Al, N, Mn, S의 함량은 기존 고규소 전기강판의 조성을 참고하였다. 본 연구에서 사용된 고규소 전기강판의 조성을 표 3.3.1-1에 나타내었다. 용해로는 50KW 유도로를 사용하였으며, 강재의 용해를 위한 도가니는 MgO도가니를 사용하였다. 1 홀 타입의 BN 소결체 재질의 노즐이 장착된 턴디쉬로 용강을 주입하였고, 주조 전의 턴디쉬와 래들의 온도는 1200°C로 유지하였다. 턴디쉬와 래들은 흑연도가니를 사용하였으나 C의 용강내 고용을 억제하기 위하여 도가니 내부에 알루미늄을 도포하여 사용하였다. 용해와 주조는 질소분위기에서 이루어졌으며, 롤 간격 1.6mm에서 13rpm의 속도로 주조하였다.

그림 3.3.1-3에 본 실험에 사용된 스트립 캐스터의 개략도를 나타내었다. 롤의 직경은 200mm, 폭은 100mm이고 롤 재료는 SKD61을 사용하였다. 롤의 냉각은 롤의 표면으로부터 14mm 하단부에 8mm 직경의 냉각 공 40개를 제조하여 121L/min의 냉각수가 흐르게 하였다.

(2) 스트립의 냉간 압연과 열처리

각각의 용탕 과열도에서 주조된 두께 1.6mm의 스트립 표면을 산세, brushing하고 중간 소둔과 2단 냉간 압연 법을 이용하여 0.25mm 두께의 시편으로 제조하였다. 2단 냉간 압연에서는 먼저 주조된 스트립을 0.8mm 두께가 될 때 까지 냉간 압연하고, 이를 건조한 수소분위기의 1050°C에서 5분 간 중간 소둔한 후, 다시 0.25mm까지 같은 방법으로 냉간 압연하였다.

냉간 압연된 스트립은 75%H₂+25%N₂ 분위기에서 700°C까지 230°C/hr로 승온 후 다시 20°C/hr로 1200°C까지 승온하고, 이 온도에서 100%H₂ 분위기로 20시간 유지하는

고온 열처리를 하였다. 이 때 열처리 중 850°C에서 시편을 채취하여 미세조직과 집합조직을 관찰하여 열처리 도중의 1차 재결정 유무를 고찰하였다. 그림 3.3.1-4에 고온 재결정 열처리의 개략도를 나타내었다.

(3) 집합조직 분석

스트립의 표면으로부터 각 두께에 따른 집합조직을 측정하였으며, 측정부위에 관해 그림 3.3.1-5에 나타내었다. 시편은 두께방향 각 층까지 기계적으로 연마한 후, 연마 시 발생한 전단변형 stress를 제거하기 위해 90ml H₂O₂ + 10ml HF 용액으로 연마면을 에칭하였다. 시편의 집합조직은 XRD로 측정하였으며, 극점도 측정은 Seifert D3000 PTS goniometer를 이용하였다. Co 타겟으로 (110), (200), (211)의 불완전 극점도 (0~70°)를 Schultz 반사법으로 측정하였으며, 조건적 Ghost보정을 해주는 WIMV 방법으로 방위분포함수를 계산하였다[Matthies, 1982]. 주조재와 최종 열처리된 시편에서 결정립의 미소 방위를 관찰하기 위하여 Link Opal 시스템으로 작동되는 EBSD(JEOL 6300)로 분석을 행하였다

(4) 급속 응고된 고규소 강판의 냉간압연 후 열처리 특성분석

Y자형 수냉 동 주형을 사용하여 스트립 캐스팅을 모사한 고규소 강판 시편을 제조한 후, 압연 특성을 고찰하였다. 시편의 조성은 Fe-4.5wt%Si와 Fe-5.5wt%Si 두 가지를 사용하였으며, 용강의 과열도를 30°C와 70°C 두 가지로 하여 결정립의 모양을 등축정과 주상정 조직으로 변화하였다. 주조된 강판을 총 압하율 20%가 되도록 일 방향으로 압연하고 2차 재결정 열처리를 행한 후 미세 조직 및 집합조직을 EBSD로 관찰하였다.

다. 결과 및 고찰

(1) 스트립 캐스팅한 고규소 스트립의 조직 특성

(가) 용탕 과열도에 따른 스트립의 미세조직 변화

그림 3.3.1-6에 용탕의 과열도에 따른 미세조직 변화에 관해 나타내었다. 과열도가 증가할수록 초기 등축상의 성장은 감소하고, 수지상의 성장이 증가하는 것을 관찰

할 수가 있으며, 이는 Kurz가 제안한 액상의 과냉영역 변화에 기인한다[Kurz, edit. 10].

(나) 용탕 과열도에 따른 Si 부편석

용탕의 과열도가 30°C에서 20°C로 감소할수록 스트립 내 Si의 편석은 중심부에서 부편석의 형태로 나타나는 것으로 관찰되었으며, 이에 대한 SMA 결과를 그림 3.3.1-7에 나타내었다. 롤압하에 의한 스트립의 단면감소율은 용탕의 과열도가 감소할수록 증가하게 된다. 따라서 과열도가 작을수록 롤압하에 의한 스트립 중심부의 고농축 액상의 squeeze out이 증가하게 되며, 이에 따라 Si 중심부의 부편석 양상이 나타나는 것으로 해석된다[Shibuya, 1991].

(다) MnS 와 AlN의 석출

고규소 전기강판의 조대 결정립 형성은 미세하고 균일한 석출물의 1차 재결정 억제에 크게 의존한다. 그림 3.3.1-8에 이러한 석출물의 TEM 이미지와 석출물의 조성을 나타내는 EDS 분석결과를 도시하였고, 그림 3.3.1-9에 이러한 석출물들의 분포를 나타내었다. 스트립 캐스팅을 한 경우 Al, N, Mn, S 등이 용체화, 급냉 등의 특수한 열처리 공정 없이 미세한 석출물들이 고르게 분포하는 것을 알 수가 있으며, 따라서 스트립 캐스팅 고규소 강판의 경우 특별한 열처리 공정 없이 1차 재결정이 억제될 수 있을 것으로 판단된다.

(라) 스트립의 집합조직

과열도가 20°C인 경우 스트립의 표면에서는 (100)<uvw>의 섬유조직이 발달하고, S=0.8~0.6 영역에서는 (100)<110>의 Goss 집합조직이 발달하며, 중심부에서는 (100)<uvw>의 섬유조직이 발달하는 것을 관찰할 수가 있으며, 이에 관한 ODF를 그림 3.3.1-10에 나타내었다. 이러한 집합조직으로부터 압하률에 의한 변형은 S=0.8~0.6에 집중된 것을 알 수가 있으며, 이는 스트립 표면은 냉각에 의해 강성의 증가되어 변형이 적게 일어나며, 스트립 중심부의 조직은 평면변형 집합조직이 주를 이루기 때문인 것으로 판단된다.

과열도가 30°C인 경우 스트립의 전체에서 주로 (100)<uvw>의 섬유조직이 발달하는 것을 관찰할 수가 있으며, Goss 집합조직은 거의 관찰되지 않는 것을 관찰할 수가

있다. 이에 관한 ODF를 그림 3.3.1-11에 나타내었으며, 이는 과열도가 증가하는 경우 압하율이 적어져 전단변형이 감소하였기 때문으로 판단된다.

(2) 압연 및 2차 재결정된 고규소 스트립의 미세조직과 집합조직

일반적인 고규소 전기강판의 경우 조대한 Goss 집합조직을 얻기 위하여 석출물의 미세분포를 위한 열처리를 거친 후 2차 재결정 열처리를 행하게 된다. 그러나 본 연구에서는 스트립 캐스팅한 고규소 스트립을 20% 냉간압연 한 후 2차 재결정을 행하였으며, 그 결과 특별한 전 열처리 공정 없이 지름 1cm의 조대한 결정립을 얻을 수 있는 것을 확인할 수 있었으며, EBSD 관측 결과 조대 결정립은 (100)<110>의 Goss 집합조직을 갖는 것으로 관찰되었다. 이에 대한 결과를 그림 3.3.1-12에 나타내었다.

(3) 고찰

스트립 캐스팅한 고규소 강판의 집합조직을 고찰하였다. 스트립 캐스팅 법으로 제조된 고규소 강판은 일반 제조공정에서 요구되는 AlN, MnS 등의 석출 열처리 및 탈탄 열처리 등과 같은 특수한 공정이 생략된 경우에도 높은 유도 자기 특성을 가질 수 있는 미세조직을 갖는 것으로 관찰되었다. 이는 스트립 캐스팅 시 석출물이 자연적으로 미세하고 균일하게 석출되며, 롤압하에 의한 스트립의 전단변형이 Goss 집합조직을 유도하는 집합조직을 형성하기 때문으로 판단된다.

Table 3-3-1.1 chemical composition of the strip-cast Si steel sheet (wt%)

C	Si	Al	Mn	S	N	Fe
<0.001	4.46	0.014	0.054	0.013	0.015	Bal.

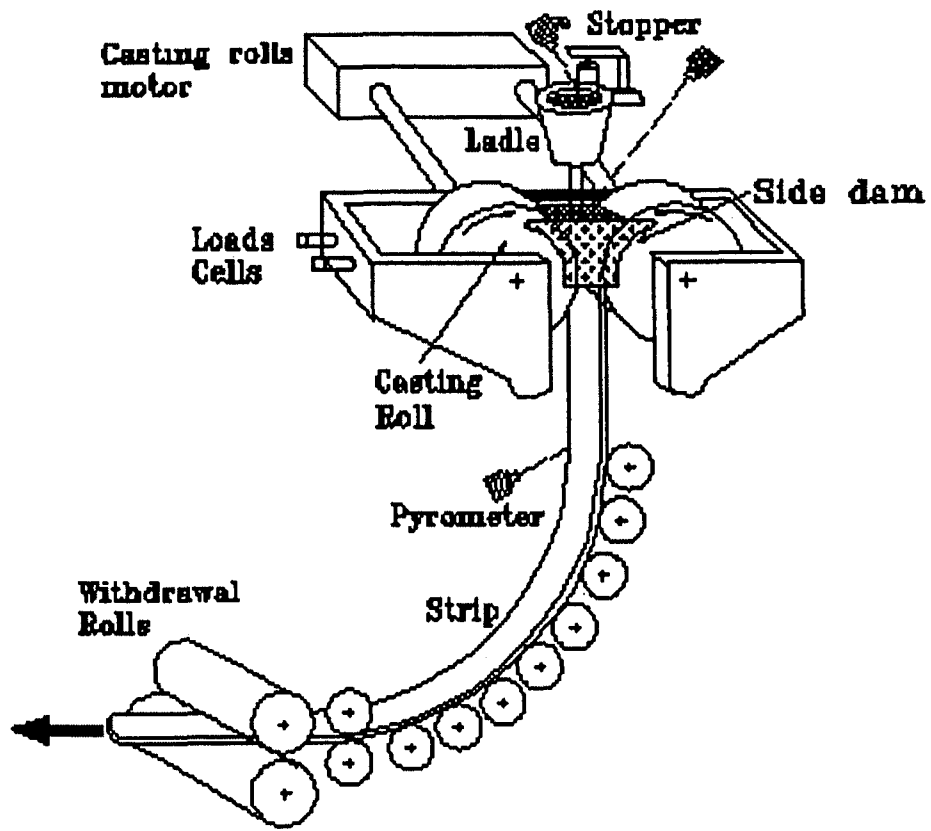


Fig. 3.3.1-3 Schematic diagram of twin roll strip caster

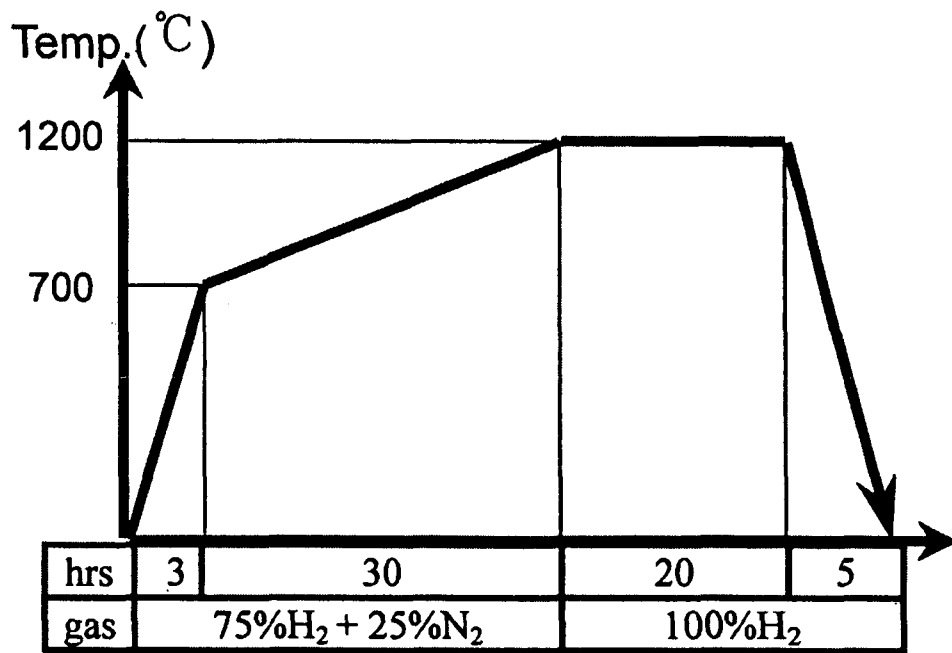


Fig. 3.3.1-4 Heating cycle of the final high temperature annealing

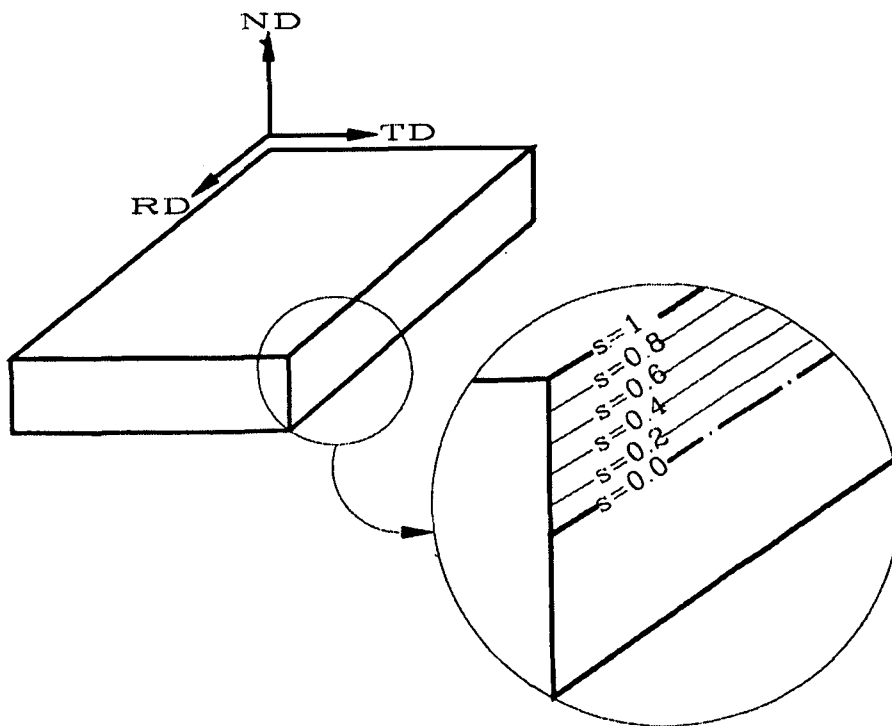


Fig. 3.3.1-5 Definition of S parameter

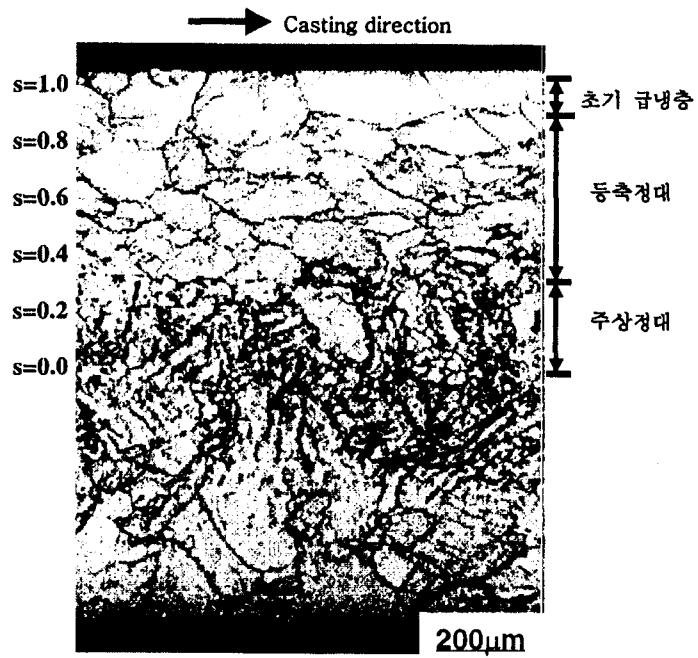


Fig. 3.3.1-6 (a) Microstructure of as-cast strip at $\Delta T=20^{\circ}\text{C}$

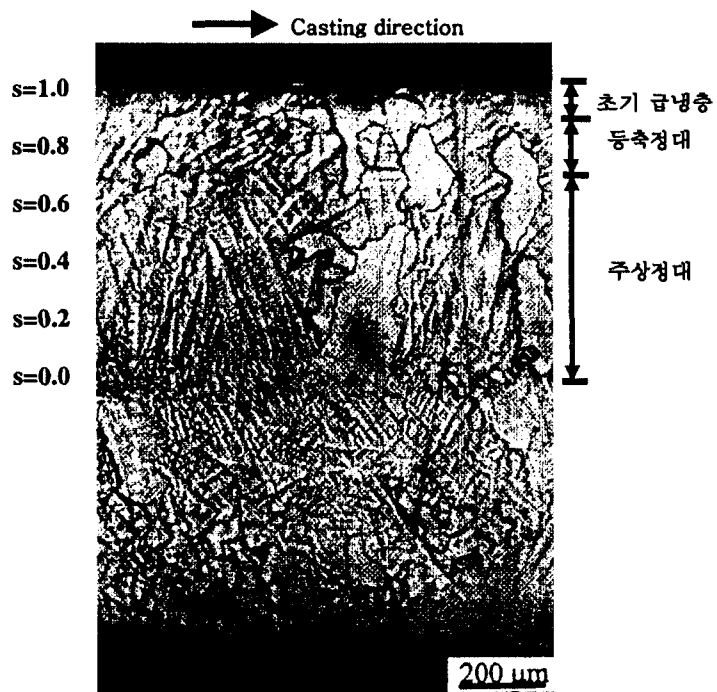


Fig. 3.3.1-6 (b) Microstructure of as-cast strip at $\Delta T=30^{\circ}\text{C}$

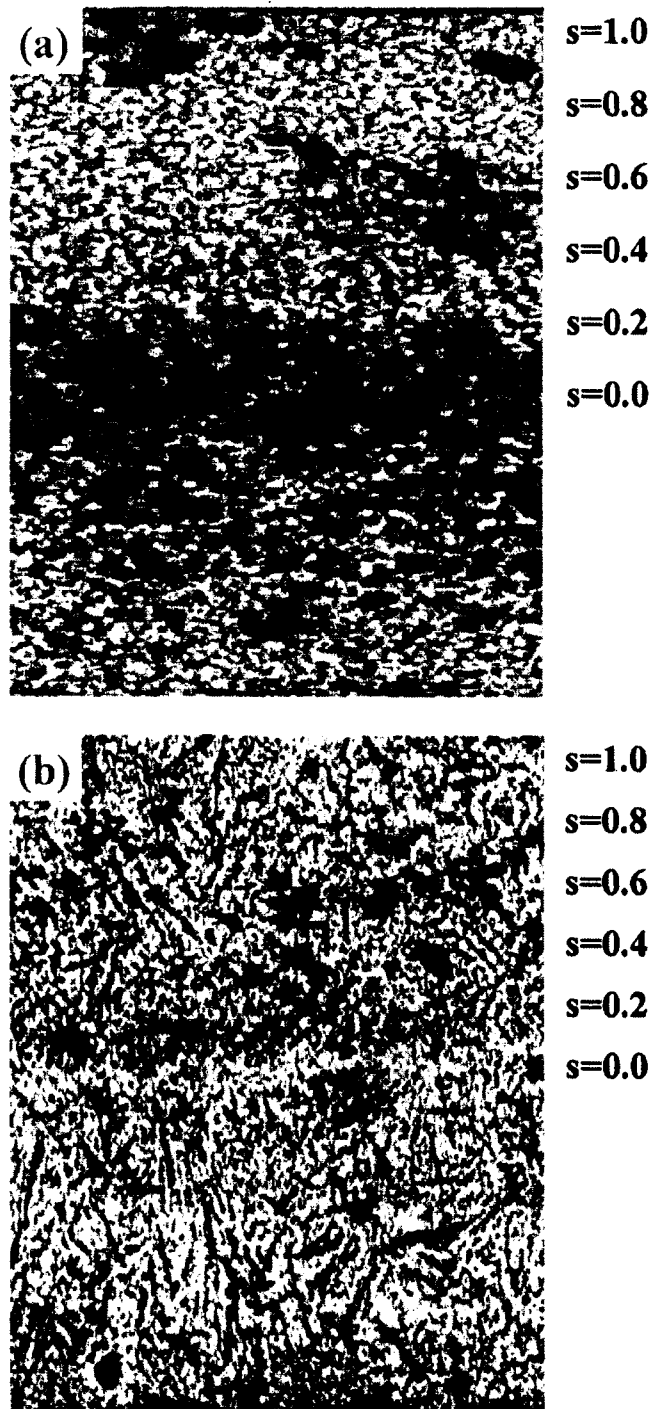


Fig. 3.3.1-7 SMA of Si for as-cast Fe-4.5wt%Si strip

(a) $\Delta T=20^{\circ}\text{C}$ (b) $\Delta T=30^{\circ}\text{C}$

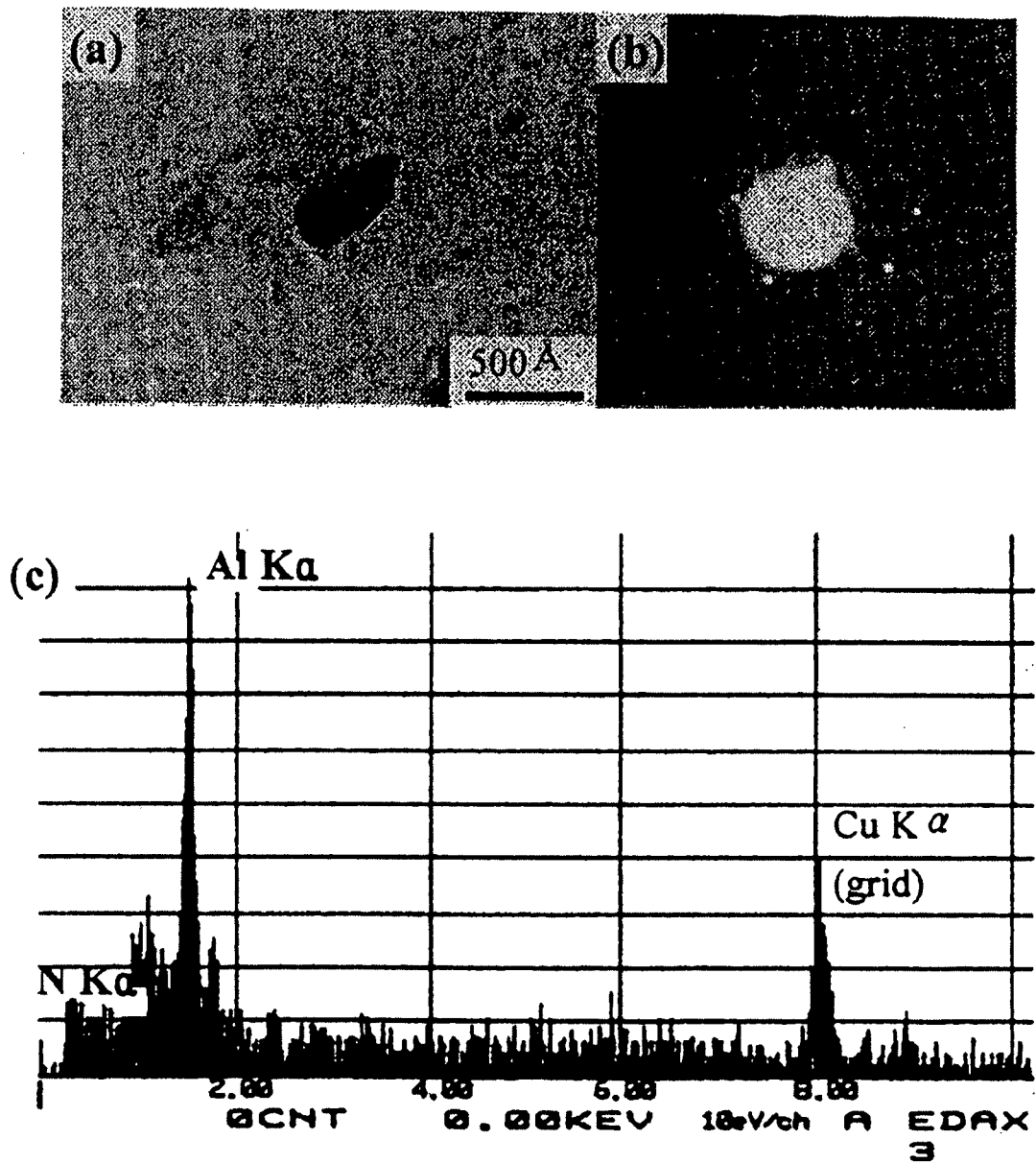


Fig. 3.3.1-8 (a) TEM image and EDS analysis of AlN in as-cast Fe-4.5wt%Si strip

(a) Bright field image (b) spot pattern (c) EDS analysis

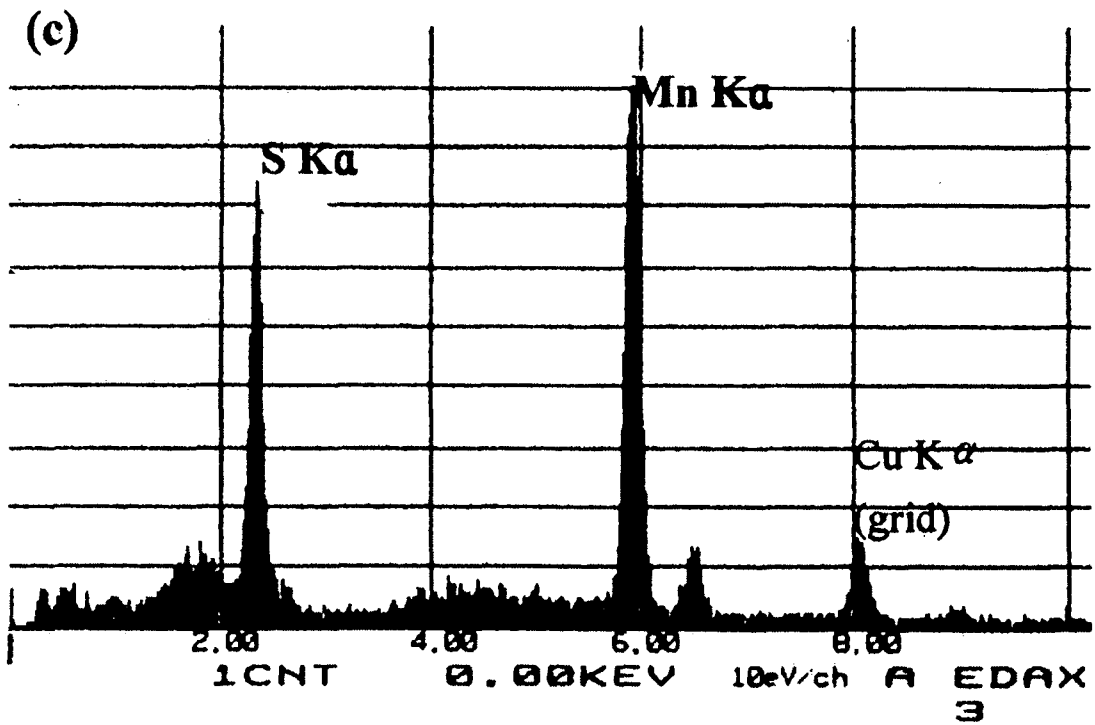
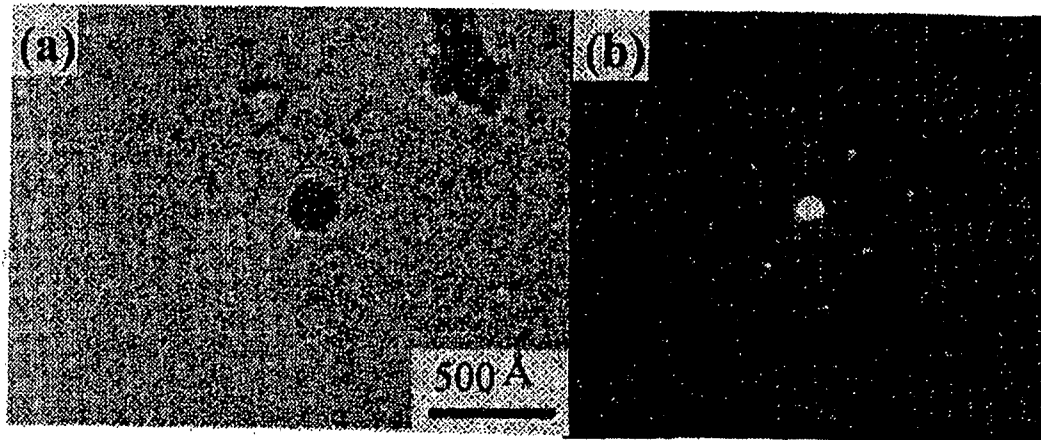


Fig. 3.3.1-8 (b) TEM image and EDS analysis of MnS in as-cast Fe-4.5wt%Si strip

(a) Bright field image (b) spot pattern (c) EDS analysis

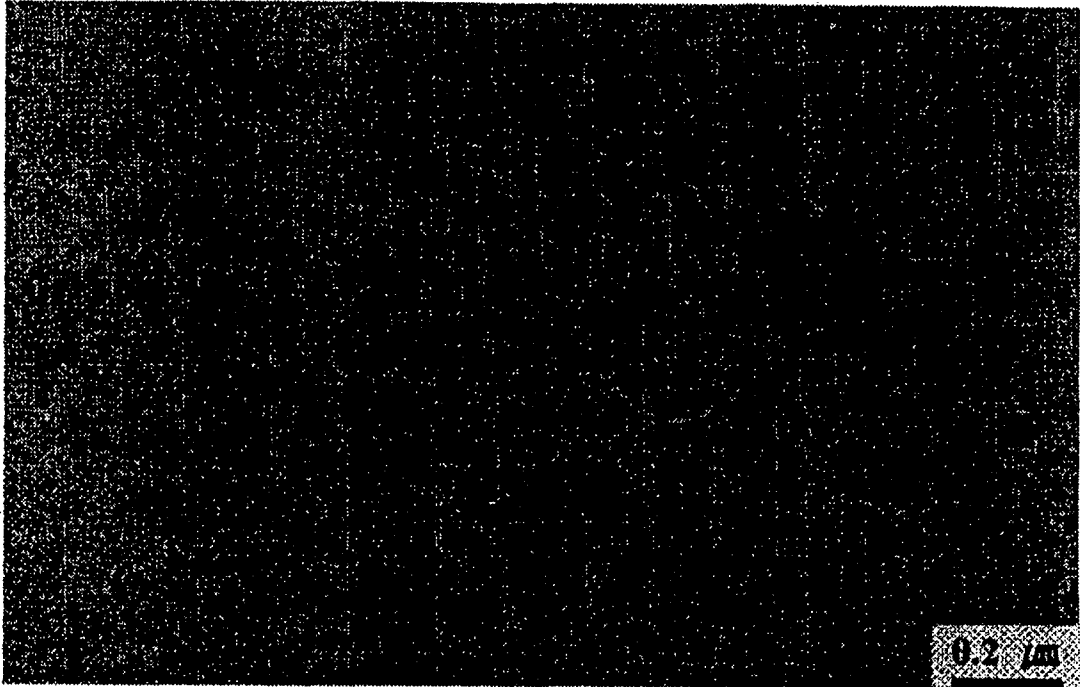


Fig. 3.3.1-9 TEM bright field image of precipitates in as-cast Fe-4.5wt%Si strip

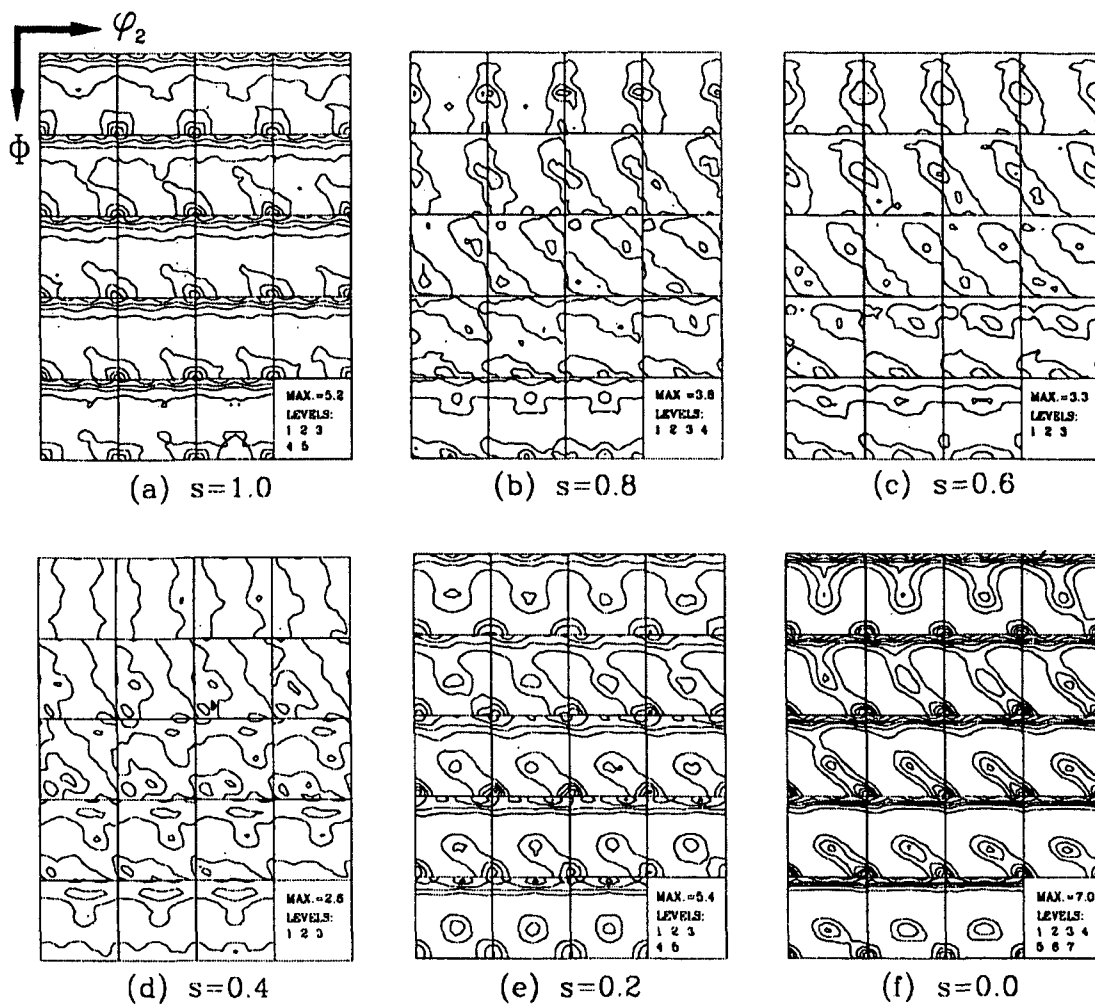


Fig. 3.3.1-10 Φ_1 section of ODF in various thickness layer of as-cast Fe-4.5wt%Si strip at $\Delta T=20^\circ\text{C}$

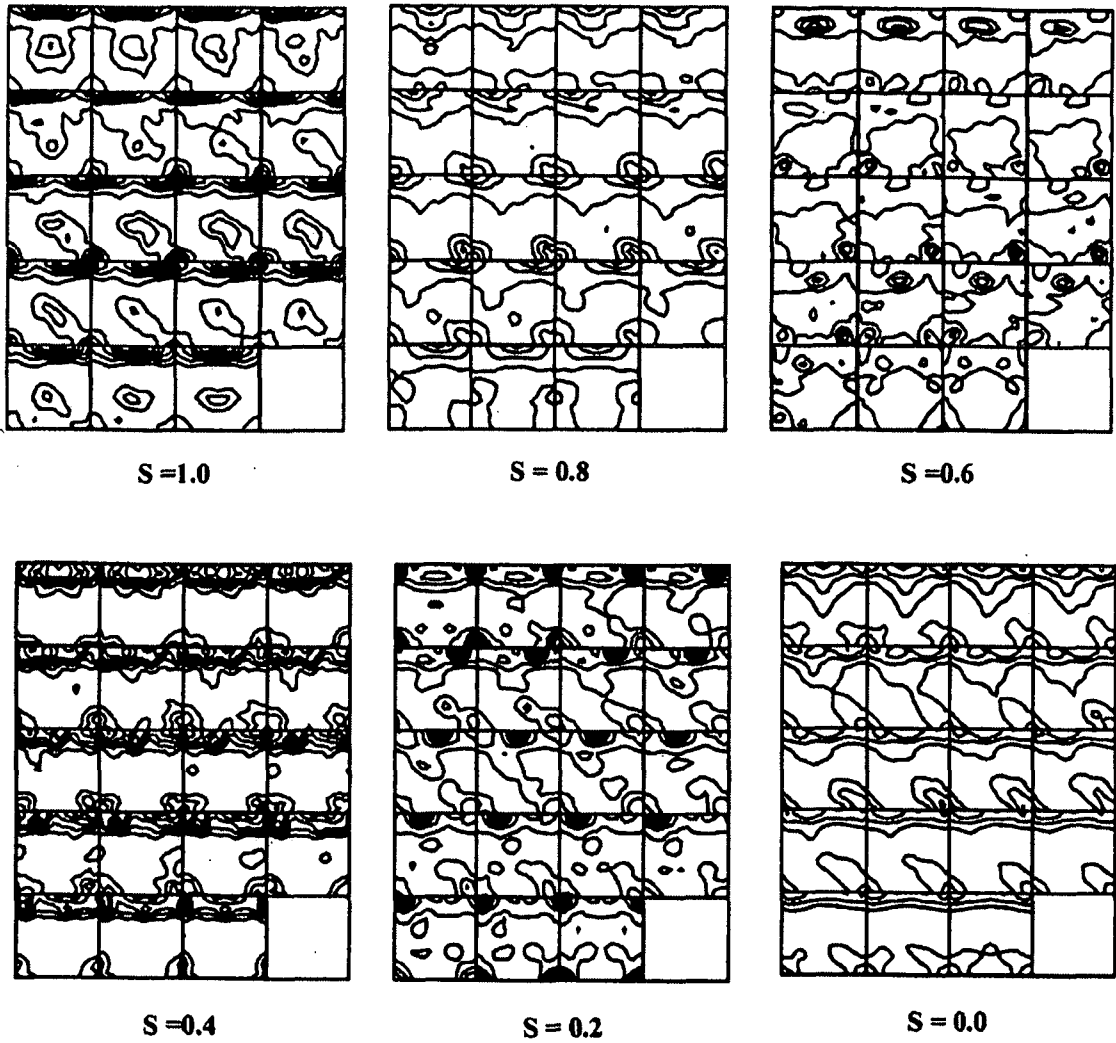


Fig. 3.3.1-11 $\Phi 1$ section of ODF in various thickness layer of as-cast Fe-4.5wt%Si strip at $\Delta T=30^\circ\text{C}$

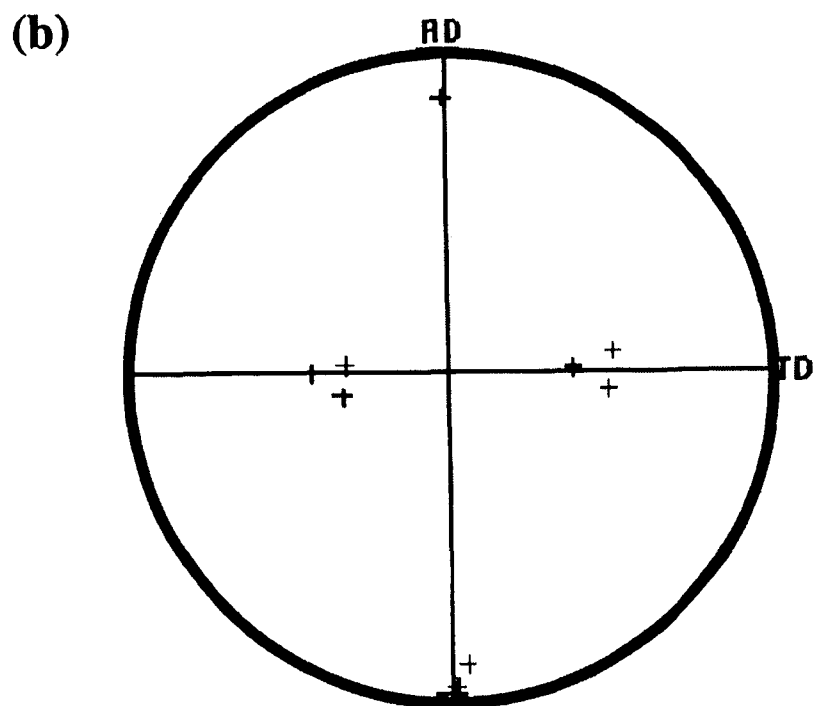
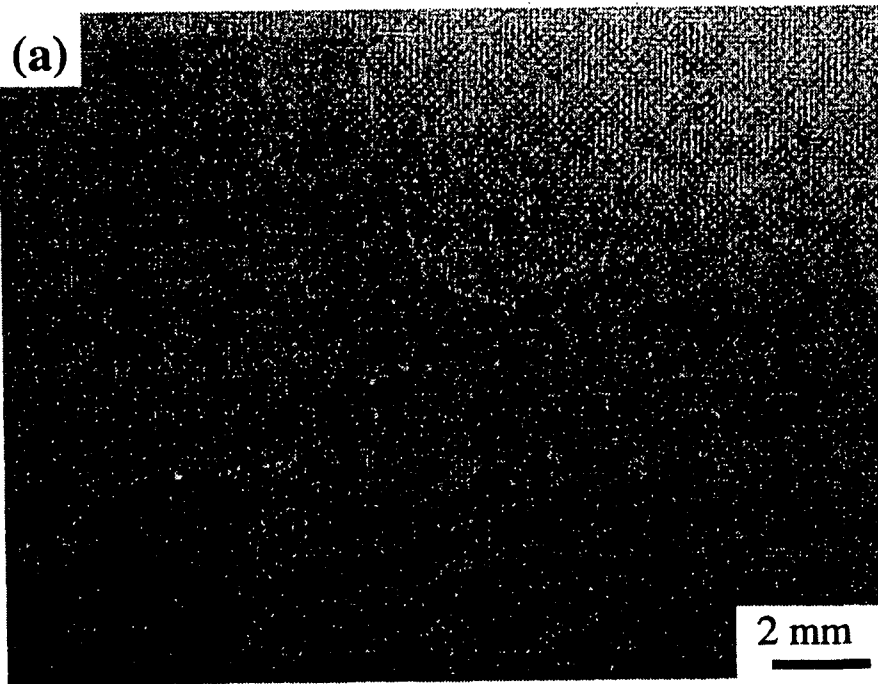


Fig. 3.3.1-12 (a) SEM image of the secondary recrystallized Fe-4.5wt%Si strip

(b) (100) pole figure of the secondary recrystallized Fe-4.5wt%Si strip

2. 비대칭 압연

가. 이론적 배경

금속판재의 성형성에는 여러가지 인자들이 영향을 미친다. 우선 가공경화지수 n 과 변형속도민감도 m , 소성변형비 R 등을 들 수 있다. 소성불안정개시의 주요인자인 n 과 그 이후의 연신율을 지배하는 m 은 알루미늄의 경우 다량의 합금원소를 첨가하여 상당한 수준까지 개선되었다. 여기에는 석출경화, 고용경화, 시효경화 등 많은 강화기구들이 이용된다[W. F. Smith 1981]. 그러나 소성변형비의 경우는 여전히 1.0에도 못 미치는 낮은 값을 보이는데 이는 알루미늄 합금판재의 집합조직과 깊은 관련이 있다. n 값은 재료의 고유한 값인 반면 소성변형비는 판재의 결정방위에 강하게 의존하며 동일한 재료라도 집합조직에 따라 매우 다른 값을 보인다. 면심입방정 금속의 일반적인 냉간압연에서 나타나는 평면변형에 의한 압연집합조직은 $Cu\{112\}\langle 111\rangle$ 에서 $S\{123\}\langle 634\rangle$ 를 거쳐 $B\{110\}\langle 112\rangle$ 에 이르는 섬유형태의 집합조직이 발달하며 이를 통상 E형섬유집합조직으로 부른다[L. Dillamore 1964, J. Pospiech 1975, P. van Houtte 1981, A. Skalli 1985, J. Hirsch 1988, J. Hirsch 1988, J. Hirsch 1988, Y. Zhou 1992, Cl. Maurice 1997]. 구리의 경우는 고용합금원소가 증가함에 따라 Copper-S-Brass방위에 이르는 '순금속형'집합조직으로부터 Brass방위만 나타나는 '합금형'집합조직로의 천이를 나타내는 것으로 알려져 있다[1]. 그러나 알루미늄 합금의 경우는 적층결함에너지가 높고 동합금에서와 같은 현저한 천이는 거의 나타나지 않는다. E형섬유집합조직을 어닐링하게 되면 주로 $C\{001\}\langle 100\rangle$ 즉 입방정성분으로 바뀌거나 잔류하게(R-texture) 된다[K. Lucke 1984]. 특히 이 입방정집합조직이 금속판재의 디프드로잉성을 가장 저해시키는 성분으로 알려져 있다. 기존의 공정에서 나타나는 이러한 집합조직들로 인하여 알루미늄 합금판재에서는 1.0이하의 평균소성변형비를 보이는 경우가 대부분이다.

그러나 알루미늄 합금판재 압연시 판재의 표면에서는 중심층의 E형섬유집합조직과는 다른 불균질 집합조직이 나타난다. 지금까지 많은 선행 연구가 이를 뒷받침하고 있으며 이는 다결정 뿐만 아니라 단결정에서도 두께방향으로 불균질성이 보고되어 왔다[W. Bunk 1954, R. Bauer 1969, H. O. Asbeck 1973, R. Bauer 1970, J. Hansen 1975, K. Lucke 1976, K. Ito 1981, G. D. Kohlhoff 1981, P. S. Mathur 1973, W. Oesterle 1981, D. Raabe 1996]. 이러한 불균질성의 원인으로는 다이인 로울과 시편간의 기하학적인 형상이나

고속압연, 고온열간압연 그리고 마찰로 인한 전단변형등을 들 수 있다. Truskowski 등[T. Sakai 1987, T. Sakai 1991]이 이러한 기하학적인 영향을 형상인자를 통하여 l/d 값이 0.5 이하 또는 5.0 이상의 값에서 전단변형집합조직이 발달한다고 하였으며 표면으로부터의 침투정도를 조사하였다. T.Sakai 등[T. Sakai 1988, J.-K. An 1999, B. Major 1992]은 강의 고속열간압연을 통하여 강의 표면에 강한 전단변형집합조직을 얻었으며 H.Abe[H. Abe 1979]과 T. Kamijo [T. Kamijo 1972]는 열간압연을 통하여 각각 스테인리스강과 Al-Mg합금에서 전단변형집합조직을 얻은 바 있다. 최근에는 다층압연을 통하여 여러가지 금속에서 전단변형집합조직과 평면변형집합조직을 분리하여 얻을 수 있었다[S. H. Lee 1998, S.-H. Hong 1997, N. Tsuji 1998]. 이러한 면심입방정금속의 전단변형집합조직으로는 $\{001\}\langle 110 \rangle$, $\{111\}\langle 110 \rangle$, $\{111\}\langle 112 \rangle$ 성분들이 안정한 것으로 알려져 있다. 이들 중 $RP//\{111\}$ 성분이 금속판재의 디프드로잉성에 가장 바람직한 성분이다. 이는 강판[S. Mishra 1982]을 통하여 잘 알려진 사실로서 냉간압연과 재결정을 통하여 $\{111\}\langle uvw \rangle$ 성분을 발달시키는 기술은 이미 확립되어 있으며 소성변형비가 2.0을 넘는 고디프드로잉용 강판을 생산하고 있다.

극히 최근에 이르러 알루미늄 합금판재에 이러한 $RP//\{111\}$ 성분을 최대한 발달시켜 성형성을 향상시키고자 하는 노력이 시작되고 있다. T.Kamijo[T. Kamijo 1972]등은 Al-Mg합금을 고온에서 압연하여 향상된 소성변형비를 보고하였으며 J.Hu[J. Hu 1996]은 이주속압연을 통하여 전단변형집합조직을 얻은 바 있다.

이 연구에서는 알루미늄 합금판재에서 전단변형집합조직을 판재 두께 방향에 걸쳐서 고르게 발달시키기 위하여 비대칭 압연(asymmetric rolling)을 고안하였다. 비대칭 압연공정의 도식적인 형태를 그림 3.3.2-1 에 나타내었다. 즉, 지름이 다른 상부롤과 하부롤을 같은 각속도로 회전시키게 되면 판재의 윗면과 아래면을 활주하는 두 로울의 원주회전속도가 다르게 된다. 따라서 압연되는 재료의 유동거동이 두께 방향에 따라 연속적으로 변하게 되고 이에 따라 두께방향에 걸쳐 비교적 고르게 전단변형이 가해질 것으로 예상된다. 이때 로울의 지름의 비와 원주회전속도의 비가 같으며 이를 로울비(Roll ratio)라 부르기로 한다. Lin[Z.-C. Lin 1994]등은 비대칭 압연되는 판재의 곡률과 변형장등을 계산하였으며 Hwang[Y.-M. Hwang 1995]등은 슬랩해를 이용하여 비대칭 압연의 중립점, 압력, 토크등을 계산하는 등 지금까지 비대칭 압연공정에는 주로 변형해석 또는 공정해석 등이 이루어졌을 뿐이며

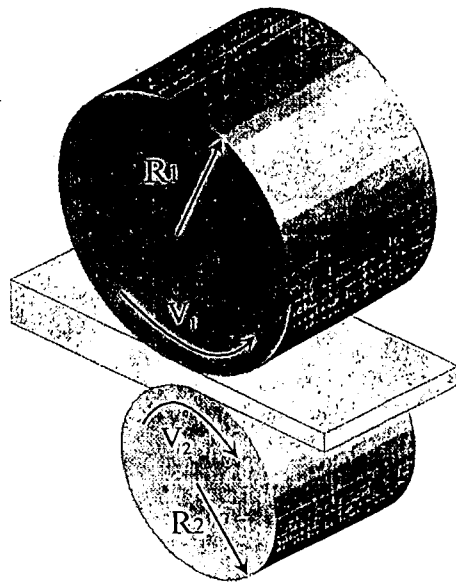


그림 3.3.2.-1 Schematic diagram of asymmetric rolling process

$$\text{Roll ratio(R.R.)}=R_1 \cdot R_2 = v_1 : v_2$$

[V. A. Nikolaev 1992, A. G. Svichinskii 1992, R. Shivpuri 1988] 이를 이용하여 집합조직을 제어한 예는 아직 보고된 바가 없다.

그러나 최근 이동녕 등은 이러한 비대칭 압연공정을 알루미늄 합금판재의 전단 변형집합조직형성에 응용하여 괄목할 만한 소성변형비의 향상을 얻은 바 있다[김근환 1996, 김근환 1998, 최창희 1997, C.-H. Choi 1998, C.-H. Choi 1997, D. N. Lee 1997, D. N. Lee 1998, K.-H. Kim 1999].

이 연구에서는 비대칭 압연을 이용하여 압연공정에서 수반되는 전단변형과 이에 의한 집합조직의 변화를 정확히 규명하고 해석하고자 하였다.

나. 실험방법

재료는 99.99% 고순도 알루미늄을 사용하였다. 먼저 두께 75mm의 알루미늄 잉곳을 40mm까지 냉간단조가공하여 450°C에서 10분간 열처리한 후 두께 2.0mm까지 윤활상태에서 냉간압연하였다. 이로부터 강한 평면변형집합조직인 E형섬유집합조직을 갖는 판재를 얻었다

비대칭 압연을 하기 위하여 세가지의 비대칭 로울을 제작하였다. 비대칭 압연공정의 개략도는 그림3.3.2.-1 에 나타내었다. 지름 126mm, 폭203mm의 하부로울에 대하여 지름 248mm, 190mm, 160mm 의 세가지 상부로울을 제작하였으며 각각 로울비 2.0, 1.5, 1.25로 사용하였다. 또한 로울비가 전단변형집합조직의 발달에 미치는 영향을 조사하기 위하여 초기두께 2.0mm의 고순도 알루미늄 판재의 옆면을 연마한 후 두께방향으로 흠집을 내어 표시한 다음 1회에 50%의 압하율로 비대칭 압연하였다. 압연된 판재의 위면과 아래면 그리고 중심층에 대하여 극점도를 측정하였다.

기계적 연마와 화학연마를 거친 시편에 대하여 Schulz반사법으로 극점도를 측정하였다. X선 회절기는 Rich. Seifert & Co.의 XRD 3000PTS를 사용하였으며 Fe 필터와 Co K α 타겟, 가속전압 및 전류는 각각 40kV, 30mA의 측정조건을 이용하였다. 측정된 {111}, {200}, {220} 극점도로부터 WIMV법을 이용하여 방위분포함수로 정량화하였다.

다. 실험결과

유한요소해석을 이용하여 비대칭 압연공정과 기존의 대칭 압연 공정을 비교하였다. 그림3.3.2.-2 은 비대칭 압연공정의 초기 요소망을 나타낸다. 로울의 지름은 실제

실험에 사용한 로울과 같게 하였다. 상부로울의 지름은 190mm, 하부로울의 지름은 128mm로 하였으며 시편의 초기두께는 2mm로 50%의 압하율을 가할 수 있도록 하였다. 그림3.3.2.-2의 초기 요소망으로 계산된 후의 변형된 요소망을 그림3.3.2.-3(b)에 나타내었으며 상,하부 모두 126mm의 로울을 사용하여 초기두께 2mm에서 압하율 50%로 대칭 압연한 후의 변형된 요소망을 그림3.3.2.-3(a)에 나타내었다. 각각의 계산과정에서 로울과 압연되는 판재사이의 마찰계수는 Coulomb 마찰상수 0.4로 하였다.

그림3.3.2.-3(b)에서 보는 바와 같이 비대칭 압연된 판재에서는 두께 방향으로 비교적 균질하게 전단변형되었음을 알 수 있다. 그러나 그림3.3.2.-3(a)에서 알 수 있듯이 대칭 압연된 판재는 양쪽 표면에서는 전단 변형을 받았지만 중심층으로 들어갈수록 급격히 평면변형을 받는, 두께에 따른 변형의 심한 불균질성(inhomogeneity)을 보였다.

이러한 모사결과는 지금까지의 실험결과와 잘 일치한다. 압연공정에서 뿐만 아니라 인발, 압출, 단조, 프레스 가공 등 금속재료의 가공공정은 기본적으로 다이에 의한 재료의 소성변형을 이용한다. 이러한 소성가공공정에는 다이와 재료사이의 마찰을 수반하게 되어 전단변형이 불가피하며 이에 따라 변형이 불균질하게 된다. 특히 압연공정은 이상적인 평면변형에만 의한 두께감소가 이루어지기 어렵고 압연조건에 따라 전단변형이 도입되며 이러한 전단변형은 판재에서 나타나는 전단집합조직의 원인이 된다.

압연공정에서 도입되는 전단변형의 원인은 크게 두가지로 분류될 수 있다. 첫째는 로울과 판재사이의 기하학적인 형상인자에 의한 것으로 이는 주로 l/d 인자로 표현된다. 여기서 l 은 로울과 판재사이의 접촉길이, d 는 압연 전,후의 판재의 평균두께를 나타낸다. H. O. Asbeck과 H. Mecking은 l/d 인자가 0.5이하로 매우 작은 값에서 불균질 변형이 나타나며[H. O. Asbeck 1978] W. Truszkowski, B. Major등은 5이상의 큰 값에서도 전단변형에 의한 불균질 변형이 발생한다고 보고하였다[W. Truszkowski 1980, W. Truszkowski 1982]. 즉, 0.5이하에서는 재료의 유동거동이 납혀진 W자 형태로 판재의 중간층(intermediate layer)에서 전단변형을 받으며, 5이상의 큰 값에서는 주로 판재의 표면층에서 가장 큰 전단변형을 받으며 중심층으

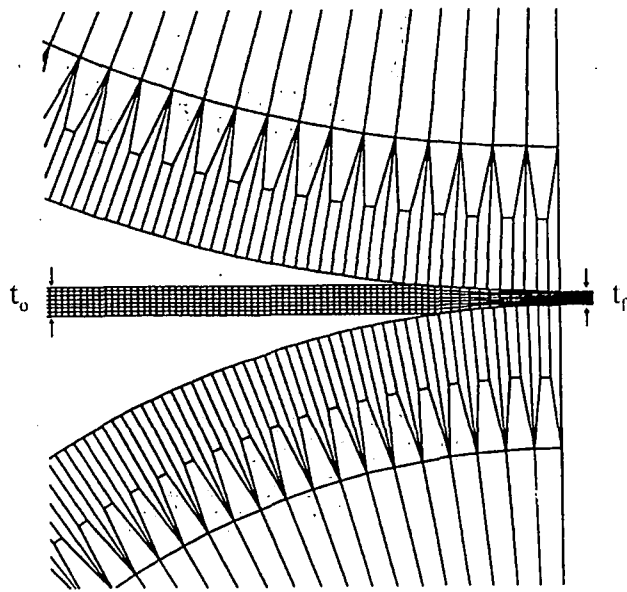
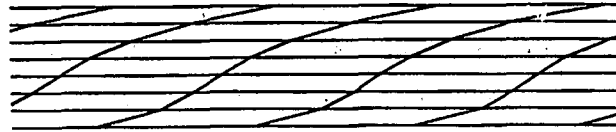


그림 3.3.2.-2 Initial mesh of asymmetric rolling geometry with roll ratio of 1.5. ($D_{upper\ roll}=198\text{mm}$, $D_{lower\ roll}=126\text{mm}$, $t_0=2.0\text{mm}$, $t_f=1.0\text{mm}$)



(a)



(b)

그림3.3.2.-3 Deformation meshes of aluminum sheets after (a) symmetric rolling and (b) asymmetric rolling by 50% ($I_r=0.4$).

로 가면서 약해진다. A. J. Tselikov는 이러한 두 가지 경우에 대하여 로울 사이의금속의 변형에 관한 모델을 제안한 바 있다[A. J. Tselikov 1961].

둘째는 로울과 판재사이의 마찰에 의한 전단변형을 들 수 있다. 실제로 압하량이 크거나 열간압연 시에는 로울과 판재사이의 강한 마찰력이 불가피하며 이는 또한 압연공정의 특성이기도 하다. 이러한 마찰력이 판재가 받는 전단응력의 원인이 된다. Bauer, Mecking과 Lucke등은 판재의 두께방향으로의 불균질성이 로울사이에서의 응력이 균질하지 않은 특성에서 비롯된다고 하였으며[R. E. Bauer 1977] Sakai와 Saito등은 스테인리스강의 고속, 고온 압연시 표면에서의 전단 변형과 전단집합조직을 보고하였다[T. Sakai 1987, T. Sakai 1991].

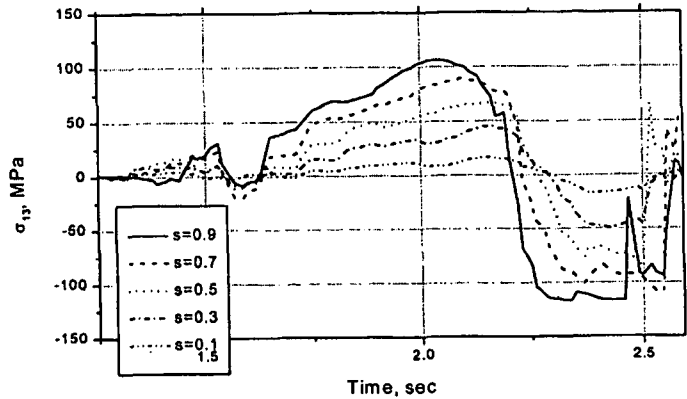
그러나 그림3.3.2.-3(b)에서와 같이 비대칭 압연된 판재는 높은 마찰조건에서 오히려 두께방향에 따라 균질하게 전단변형을 받았으며 따라서 균질한 전단변형집합조직을 나타낼 것으로 생각된다.

각각의 압연 변형시 판재의 두께방향으로의 요소들에서 계산되어진 전단응력을 그림3.3.2.-4에 나타내었다. 판재내에서 두께방향으로의 위치는 다음과 같이 s 를 사용하였다.

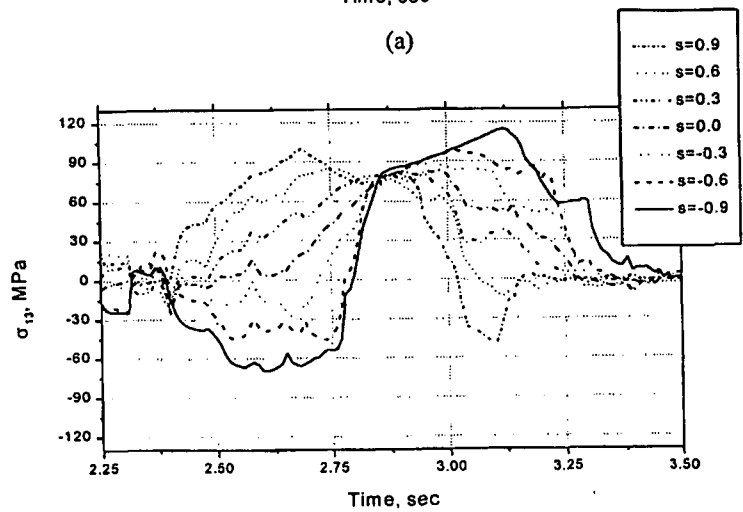
$$s = \frac{2d}{t} \quad (3.3.2.-1)$$

여기서 d 는 판재의 중심층으로부터의 거리, t 는 시편의 전체두께를 나타낸다. 따라서 판재의 중심층에서 $s=0.0$ 이며, 윗쪽 표면에서 $s=1.0$, 아래쪽 표면에서 $s=-1.0$ 이다.

그림3.3.2.-4(a)에서 알 수 있듯이 대칭 압연에서는 판재의 표면층에서 가장 큰 전단응력을 받으나 중심층으로 들어감에 따라 급격히 감소한다. 또한 중립점을 중심으로 전단응력의 방향이 역전되며 거의 같은 크기의 반대방향의 전단응력이 작용한다. 그러나 그림3.3.2.-4(b)에서와 같이 비대칭 압연에서는 그 양상이 매우 다르다. 우선 판재의 위치에 상관없이 균일한 크기의 전단응력을 받는다. 특히 중심층에서도 대칭 압연의 경우와 달리 높은 전단응력을 받음을 알 수 있다. 또한 대칭 압연의 경우와 달리 판재의 중심층 이하 아랫층만이 로울 사이에 장입되는 초기에 음의 전단응력을 받은 후 양의 전단응력으로 역전된다. 이는 비대칭 압연에 의한 압연 변형의 특성에 기인한다. 그림3.3.2.-5는 비대칭 로울 사이에서 압연 변형되는 판재의 요소망을 나타낸다. 비대칭 압연에서는 재료의 윗면을 활주하는 상부로울의



(a)



(b)

그림 3.3.2.-4 Calculated distributions of shear stress in (a) symmetric and (b) asymmetric roll gap.

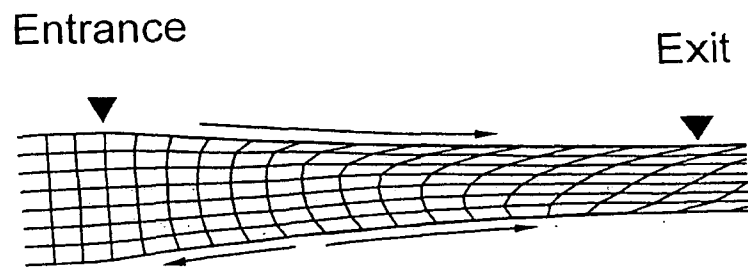
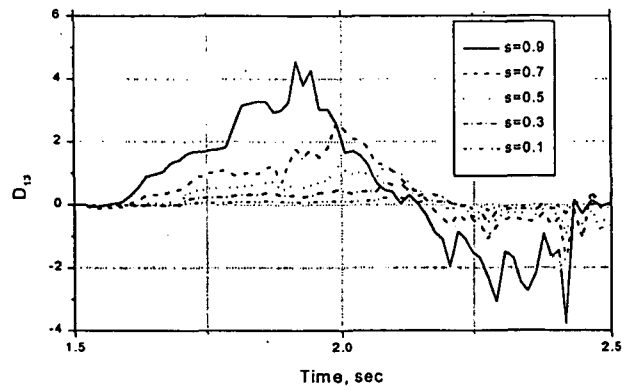


그림 3.3.2.-5 Mesh being rolled in the gab of asymmetric rolls

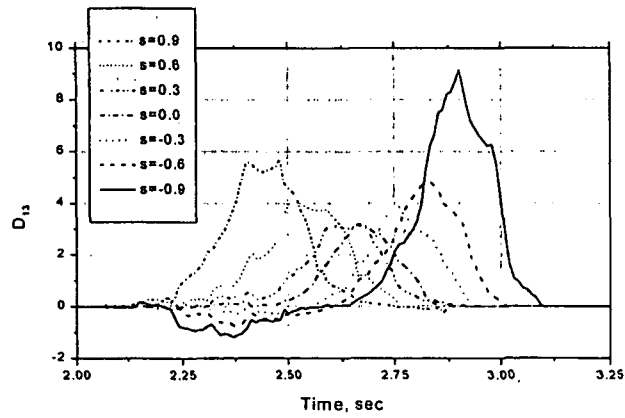
원주회전속도가 하부로울의 그것보다 빠르기 때문에 재료의 출구쪽 윗면의 속도가 가장 빠르게 되고 입구쪽 아랫면의 속도가 가장 느리다. 이에 따라 재료의 유동거동도 대각선 형태에 가깝게 된다. 이는 그림3.3.2.-3(b)에서 보는 바와 같다. 또한 상대적으로 지름이 작은 하부로울에 의해 판재의 아랫면은 윗면에 비해 로울사이에서 늦게 장입된다. 따라서 판재의 윗면은 로울사이에서 양의 전단응력만을 받게되지만 아랫면으로 감에 따라 로울에 장입되는 초기에 하부로울에 의해 음의 방향으로 전단응력을 받게 되는 것이다.

그림3.3.2.-6에는 각각의 압연 변형시 판재의 두께방향으로의 요소들에서 계산되어진 변형속도텐서(rate of deformation tensor, \mathbf{D})의 전단성분(D_{13})을 나타내었다. 그림 3.3.2.-6(a)의 대칭 압연의 경우는 전단응력에서와 같이 판재의 표면층에서 가장 큰 전단변형을 받으나 중심층으로 들어감에 따라 급격히 감소한다. 또한 중립점을 중심으로 전단변형의 방향이 역전됨을 알 수 있다. 그러나 그림3.3.2.-6(b)에서 보는 바와 같이 비대칭 압연되는 판재는 두께방향 전체에 걸쳐서 모두 양의 전단변형만을 받음을 알 수 있다. 또한 중심층에서는 전단변형률이 상,하부 표면보다는 작으나 대칭 압연되는 판재의 중심층에 비하여 매우 큰 값을 알 수 있다. 그림3.3.2.-6의 전단변형률 이력으로부터 대칭 압연과 비대칭 압연의 가장 큰 차이점을 알 수 있다. 첫째로 대칭 압연과 달리 비대칭 압연되는 판재는 전단변형의 방향이 역전되지 않으며 일방향의 전단변형만을 받는다는 점이다. 둘째로 비대칭 압연을 통하여 판재의 두께방향에 걸쳐서 균질하게 전단변형을 가할 수 있다는 점이다. 기존의 대칭 압연의 경우는 높은 마찰조건과 압하량을 가하여도 판재 두께의30%이상 전단변형을 가하기 어려우며 중심층에서 발달하는 강한 평면변형 집합조직을 피할 수가 없다[T. Sakai 1987, T. Kamijo 1995]. 그러나 비대칭 압연된 판재는 그 중심층까지 전단변형이 되며, 이에 따라 판재의 두께 전체에 걸쳐서 전단변형집합조직을 얻을 수가 있다. 따라서 전단변형집합조직에 의한 알루미늄 합금판재의 성형성 향상에도 유용할 것으로 생각된다.

그림3.3.2.-7에는 각각의 압연 변형시 판재의 두께방향으로의 요소들에서 계산되어진 속도구배(velocity gradient, \mathbf{L})의 전단성분(L_{13})과 압연방향으로의 인장성분(L_{11})의 비, $\frac{L_{13}}{L_{11}}$ 를 나타내었다. 여기서 Δ 를 전단변형비라고 부르기로 하겠다. 압연공정에서 판재는 기본적으로 단면감소에 의한 압축변형을 받게되며 이에 수반하여 잉여의 전단변형을 받게된다. 따라서 전단변형만이 가해지는 비틀림 시험과 달리

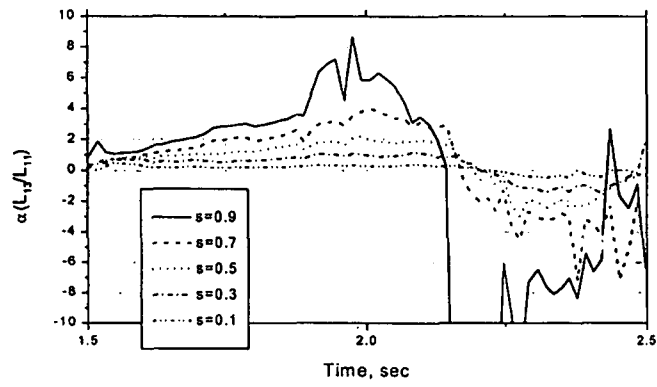


(a)

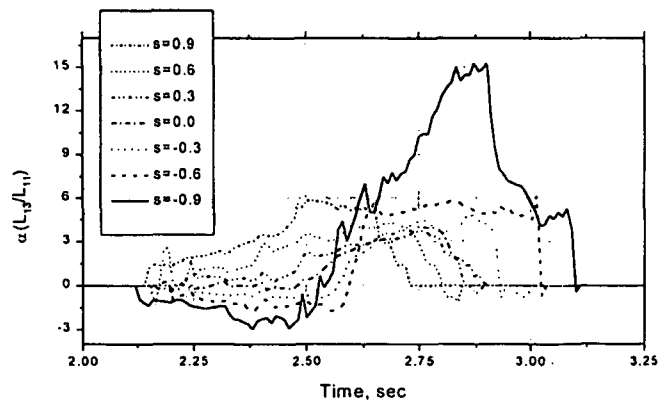


(b)

그림3.3.2.-6 Calculated distributions of shear strain increment in (a) symmetric and (b) asymmetric roll gaps.



(a)



(b)

그림3.3.2.-7 Calculated distributions of Δ in (a) symmetric and (b) asymmetric roll gap

압연공정에서의 전단변형집합조직 해석에는 전단변형률성분과 압축변형률성분이 함께 고려되어야 한다. 이에 따라 Δ 를 도입하였으며 다음과 같다.

$$\Delta = \frac{L_{13}}{L_{11}} \quad (3.3.2.-2)$$

그림3.3.2.-7에서 보는 바와 같이 Δ 는 그림3.3.2.-5의 전단변형률 성분의 이력과 유사한 양상을 보이지만 표면층과 중심층의 차이가 심화되는 경향을 보인다.

그림3.3.2.-3(a)의 변형된 요소망에서 계산된 (111)극점도를 그림3.3.2.-8에 나타내었다. 극점도는 무질서 방위분포를 갖는 978개의 결정방위들에 대해 유한요소해석에서 얻어진 변형이력에 따라 계산하였다. 결정의 회전은 Taylor-Bishop-Hill의 완전구속모델을 사용하여 계산하였으며 각각의 결정방위를 가우시안 분포($L_{max}=22$, $\sigma=10^\circ$)를 가정하여 극밀도 등고선(pole density contour)으로 나타내었다. 판재의 표면부인 $s=0.9$ 과 표면 직하부인 $s=0.7$ 에서는 전단변형에 의한 안정성분으로 알려진 $rotC_{ND}\{001\}\langle 110 \rangle$ 성분과 $ND//\langle 111 \rangle$ 성분이 발달하고 있음을 알 수 있다. $s=0.5$ 의 중간층을 거치면서 사방정 대칭성이 깨진 형태의 극점도를 거쳐 중심층에서는 평면변형에서 나타나는 $Cu\{112\}\langle 111 \rangle$, $D\{4\ 4\ 11\}\langle 11\ 11\ 8 \rangle$, $S\{123\}\langle 634 \rangle$, $B\{110\}\langle 112 \rangle$ 와 $G\{110\}\langle 001 \rangle$ 등의 성분들이 발달함을 알 수 있다. 이는 지금까지의 많은 실험결과와 일치하며 최근 최창희 등은 알루미늄의 다층압연 실험을 통하여 이러한 압연집합조직의 불균질성을 확인하였다[C.-H. Choi 1997].

그림3.3.2.-3(b)의 변형된 요소망에서 계산된 (111)극점도를 그림3.3.2.-10에 나타내었다. 우선 판재의 두께방향 전체에 걸쳐서 매우 균질한 집합조직을 나타내며 동시에 전단변형 집합조직으로 이루어져 있음을 알 수 있다. 또한 중심층에서도 평면변형 집합조직 성분이 발달하지 않았다. 그러나 전체적으로 그림3.3.2.-8의 대칭 압연된 판재의 표면층에서와 같이 사방정 대칭이 잘 맞는 전단변형 집합조직을 보이지는 않는다. 이는 앞서 언급한 바와 같이 비대칭 압연에 의해 가해지는 일방향 전단변형에 기인하는 것이다. 그림3.3.2.-16는 실제 비대칭 압연된 판재에서 측정된 (111)극점도를 나타낸다. 실제로 중심층과 중간층에서도 전단변형집합조직을 얻을 수 있었으며 이는 그림3.3.2.-9의 계산된 결과와 잘 일치함을 알 수 있다.

그림3.3.2.-10에는 세가지 로울비로 비대칭 압연한 판재에서 재료의 유동거동을 나타내었다. 이를 위하여 초기두께 2mm의 고순도 알루미늄 판재의 옆면을 연마한 다음 판재의 두께방향으로 표시를 한 후 비대칭 압연을 수행하였다. 전체적으로 출

구쪽 윗면에서 입구쪽 아랫면으로 기울어지는 유동거동을 보이며 로울비가 증가함에 따라 그 기울어지는 각도가 점차 증가하는 양상을 보였다. 로울비가 가장 작은 1.25의 경우는 대칭 압연에서 보이는 옆으로 누운 U자 형태에서 그 중심점이 약간 아랫면으로 내려온 형태를 보였는데 이는 상대적으로 상,하부 로울 지름의 차이가 작기 때문이다. 이 경우 중심층 부근에서는 평면변형집합조직이 발달할 것으로 생각된다. 로울비가 1.5에서는 1.25에서 보이는 곡선의 중심점이 거의 나타나지 않으며, 로울비가 더욱 증가된 2.0의 경우는 재료의 유동거동이 윗면에서 아랫면으로 감에 따라 직선적으로 나타났다. 이 경우는 로울비 1.25의 경우와 달리 판재의 윗면을 활주하는 상부로울의 속도가 아랫면을 활주하는 하부로울의 속도에 2배로 가장 큰 차이를 나타내기 때문이다.

이를 유한요소해석으로 모사하여 얻은 변형된 요소망을 그림3.3.2.-11에 나타내었다. 판재와 로울사이의 마찰계수는 $\mu=0.4$ 로 하였으며 1회에 50% 압연하였다. 그림 3.3.2.-10의 실험에서 얻은 결과와 그 경향이 잘 일치함을 알 수 있다.

각각의 로울비로 비대칭 압연된 판재가 받는 전단변형을 알아보기 위하여 변형 속도텐서(rate of deformation tensor, \mathbf{D})의 전단성분(D_{13})을 계산하였다. 우선 각각의 판재의 윗면에서 계산되어진 전단성분(D_{13})을 그림3.3.2.-12에 나타내었다. 로울비 1.25에서 최대값 6정도의 가장 높은 전단변형률을 나타내었으며 로울비 1.5에서 그보다 약간 낮은 값을 나타내었다. 그러나 로울비 2.0에서는 앞서 두 경우에 비하여 현저히 낮은 2정도의 값을 보였다. 그림3.3.2.-13에는 각각의 로울비에 대하여 중심층에서 계산된 전단변형률을 나타내었다. 로울비 1.25의 경우는 최대값이 약 1.2로 판재의 윗면에서 받은 전단변형률에 대하여 가장 큰 감소폭을 보였으며 로울비 2.0의 경우는 거의 같은 값을 유지하였다. 그림3.3.2.-14에는 판재의 아랫면에서 계산되어진 값으로 전체적으로 중심층에 비하여 향상된 수준을 보였으나 역시 로울비 2.0의 경우가 가장 낮은 값을 나타내었다. 이 계산결과는 그림3.3.2.-11의 변형된 요소망에서 예상되는 바와 매우 다른 경향을 보인다. 로울비 2.0의 경우는 상,하부로울의 원주속도의 차이가 심하여 판재와 로울사이에서 미끌림 현상이 발생할 것으로 생각된다. 따라서 로울에 의한 전단변형보다는 미끌림에 의하여 판재의 두께방향으로의 유동속도에 차이만 발생하게 되며 이로 인하여 약한 전단변형을 받게 된다. 그러나 로울비 1.25의 경우는 대칭 압연에서 크게 벗어나지

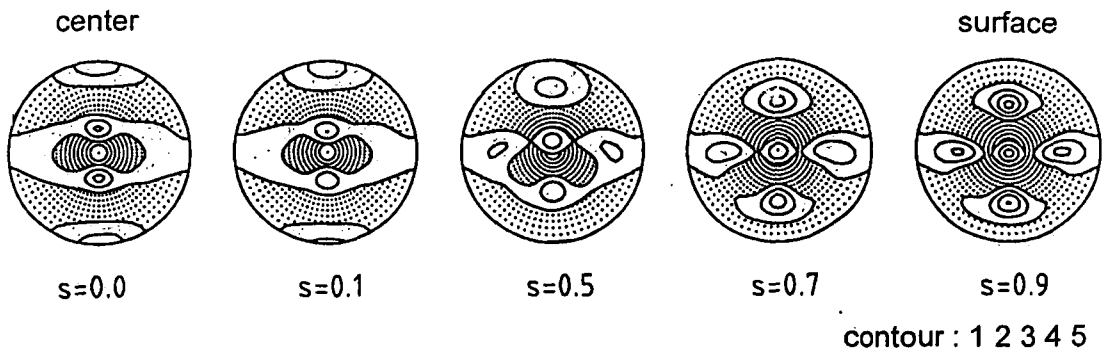


그림3.3.2.-8 Calculated (111) pole figures of symmetrically rolled sheet through thickness direction.

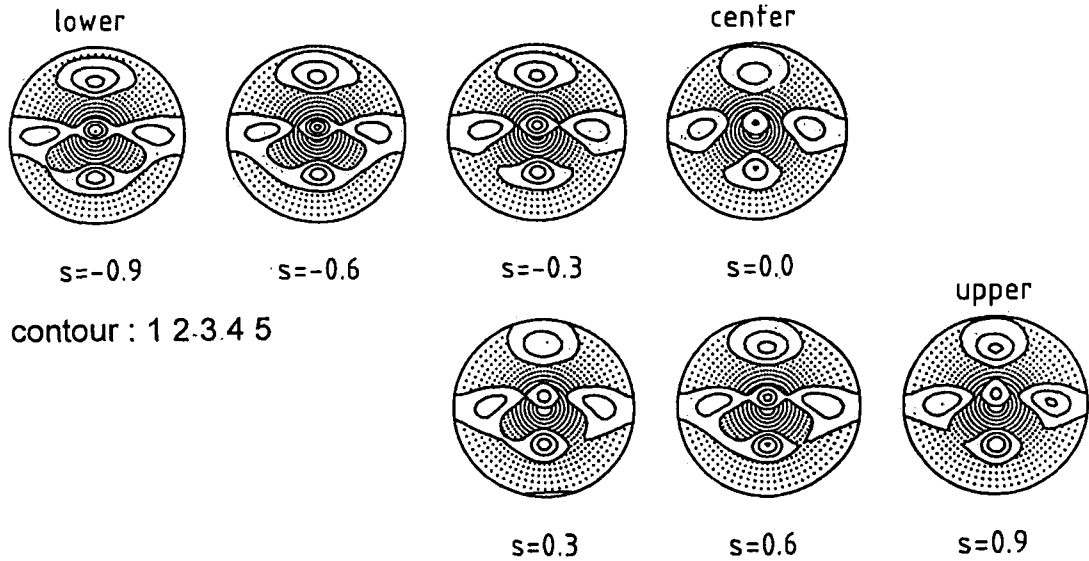


그림3.3.2.-9 Calculated (111) pole figures of asymmetrically rolled sheets through thickness direction.

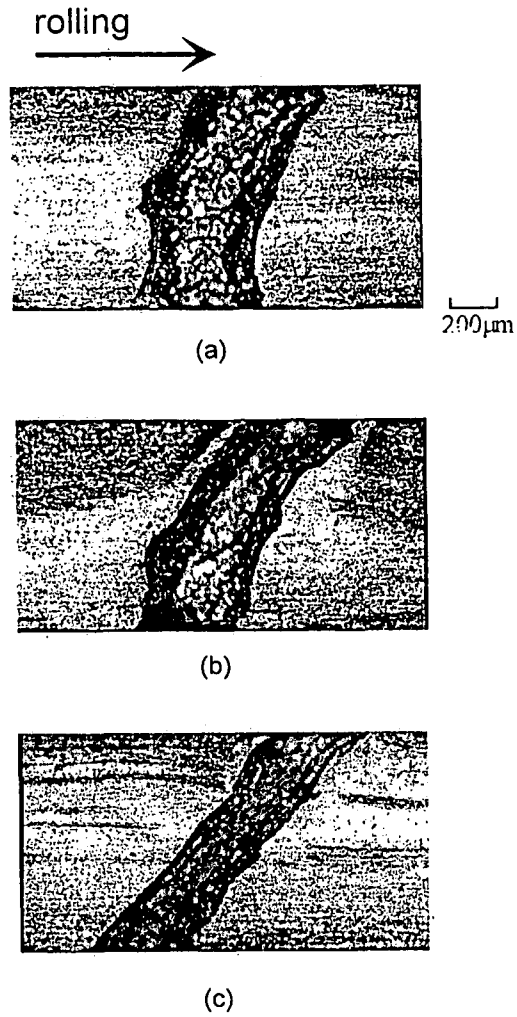


그림 3.3.2.-10 Distortion of marked line of asymmetrically rolled sheets by 50% with roll ratios of (a) 1.25, (b) 1.5, and (c) 2.0.

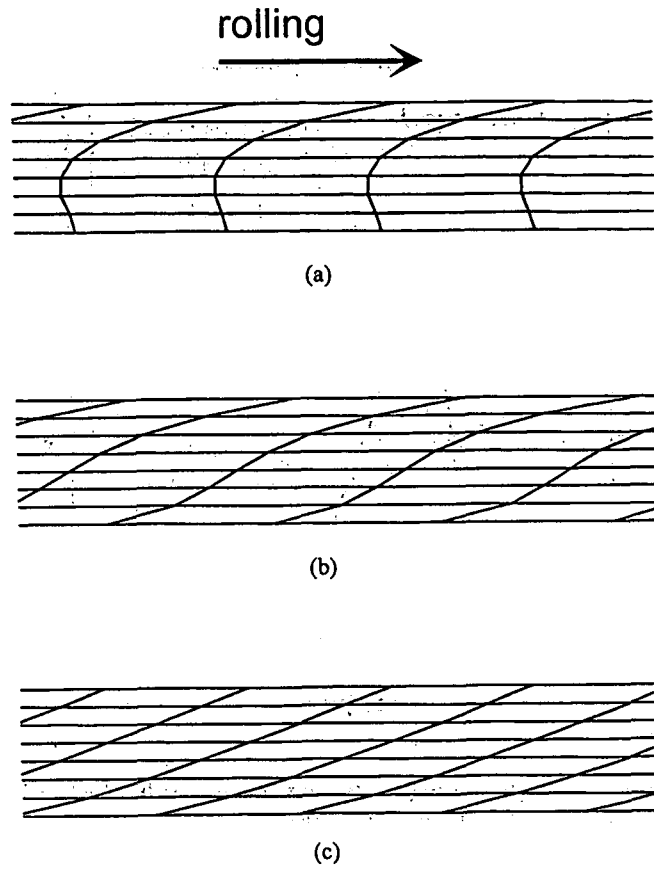


그림3.3.2.-11 Deformation mesh of aluminum sheets asymmetrically rolled by 50% at roll ratios of (a) 1.25, (b) 1.5, and (c) 2.0.

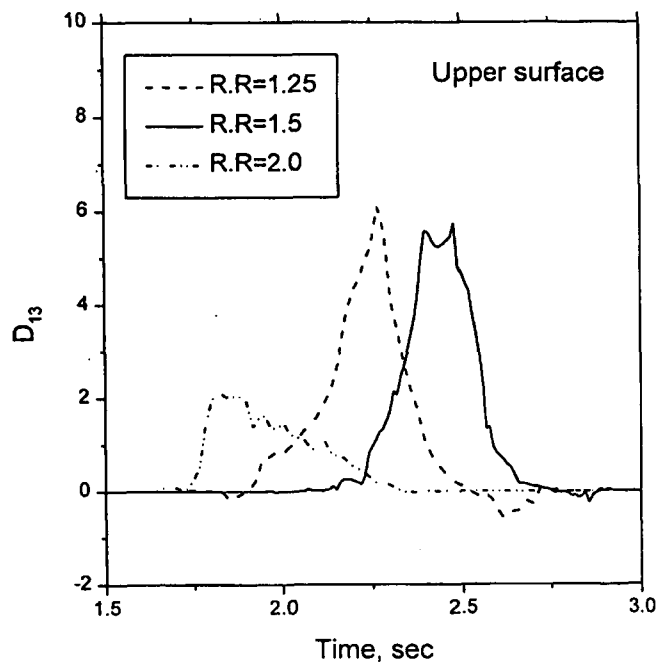


그림3.3.2.-12 Calculated rate of deformation in the upper surface layer of aluminum sheets asymmetrically rolled by 50% with various roll ratios.

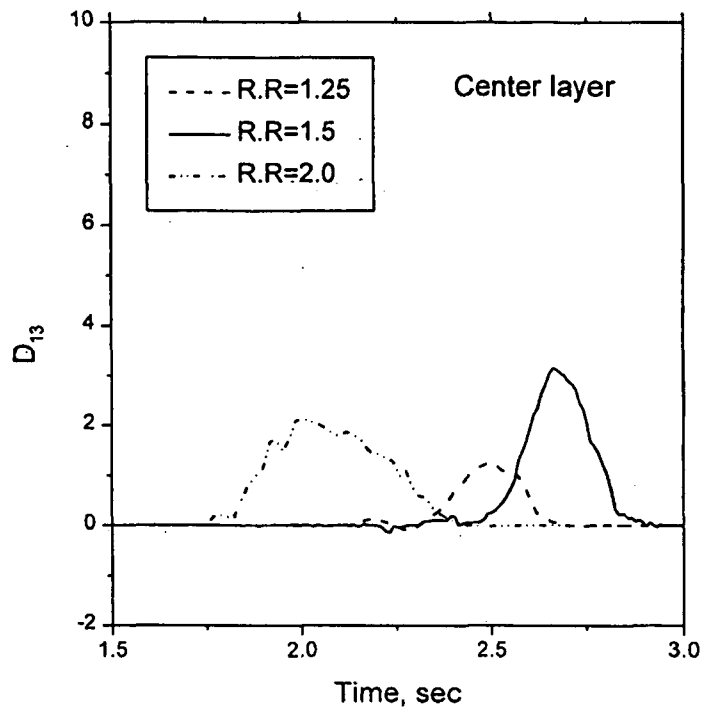


그림 3.3.2.-13 Calculated rate of deformation in center layer of aluminum sheets asymmetrically rolled by 50% with various roll ratios.

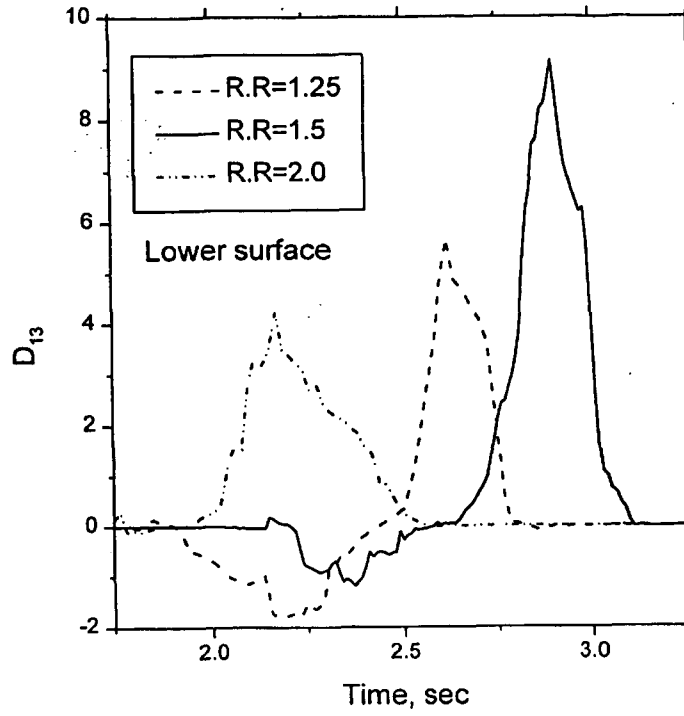


그림3.3.2.-14 Calculated rate of deformation in the lower surface layer of aluminum sheets asymmetrically rolled by 50% with various roll ratios.

않는 경우로서 로울과 판재 사이에서 미끌림이 적고 강한 마찰력에 의하여 판재가 전단변형될 것으로 생각된다. 그러나 이 경우는 상,하부로울의 회전속도의 차이가 작아 중심층에서의 전단변형률이 표면층에 비하여 급격히 감소하여 평면변형되는 영역이 존재하게 된다. 반면에 로울비 1.5의 경우는 판재의 위,아래면과 중심층 모두에서 비교적 고른 전단변형률을 보였으며 그 평균수준도 가장 높다.

위에서 언급한 세가지 로울비가 집합조직의 발달에 미치는 영향을 알아보기 위하여 각각의 비대칭된 판재의 위,아래면 및 중심층에서 극점도를 계산하였다. 계산된 (111)극점도를 그림3.3.2.-15에 나타내었다. 로울비 1.25의 경우는 판재의 위, 아래면에서는 로울비 1.5와 2.0에 비하여 전단변형집합조직 성분으로 가장 많이 회전된 결과를 보였으나 중심층에서는 평면변형 집합조직과 크게 다르지 않음을 알 수 있다. 이는 앞서 계산된 전단변형률(D_{13})의 경향과 일치한다. 또한 로울비 2.0의 경우는 두께방향에 걸쳐서 가장 균질한 집합조직을 나타내었으나 전단변형집합조직 성분으로 가장 회전이 덜 된 양상을 보였다. 로울비 1.5의 경우 판재의 두께방향에 따른 집합조직의 균질성과 전단집합조직 성분으로의 회전 정도를 가장 잘 만족시키는 결과를 보임을 알 수 있다. 따라서 비대칭 압연된 판재의 전단변형집합조직은 압연되는 판재에 가해지는 전단변형량과 강한 상관관계가 있음을 의미한다.

그림3.3.2.-15의 계산 결과를 바탕으로 비대칭 압연을 수행하여 측정된 극점도를 그림3.3.2.-16에 나타내었다. 압연 전,후의 집합조직의 변화를 잘 관찰하기 위하여 초기집합조직으로 95% 대칭 압연되어 충분히 잘 발달한 E형 섬유집합조직을 사용하였으며 초기두께 2mm의 99.99pct 고순도 알루미늄 판재를 1회에 50% 비대칭 압연하였다. 그림3.3.2.-15의 계산결과와 매우 잘 일치하는 결과를 보임을 알 수 있다. 측정된 주요방위의 위치와 $ND//\langle 111 \rangle$ 성분 즉 (111)극점도의 중심과의 각도를 측정하여 그림3.3.2.-17에 나타내었다. 여기서 벗어난 각도가 클수록 평면변형 집합조직에 가까우며 0°에 가까울수록 전단변형집합조직에 가깝다. 그림에서 보는 바와 같이 로울비 2.0에서는 두께방향에 걸쳐서 균일한 각도를 보였으나 150로 가장 크게 벗어났음을 알 수 있다. 반면에 로울비 1.25의 경우는 중심층에서 거의 회전이 이루어지지 않아 가장 불균질한 양상을 나타내었다. 따라서 비대칭 압연시 로울비 1.5의 경우에서 가장 균질한 전단변형집합조직을 얻을 수 있음을 알 수 있다.

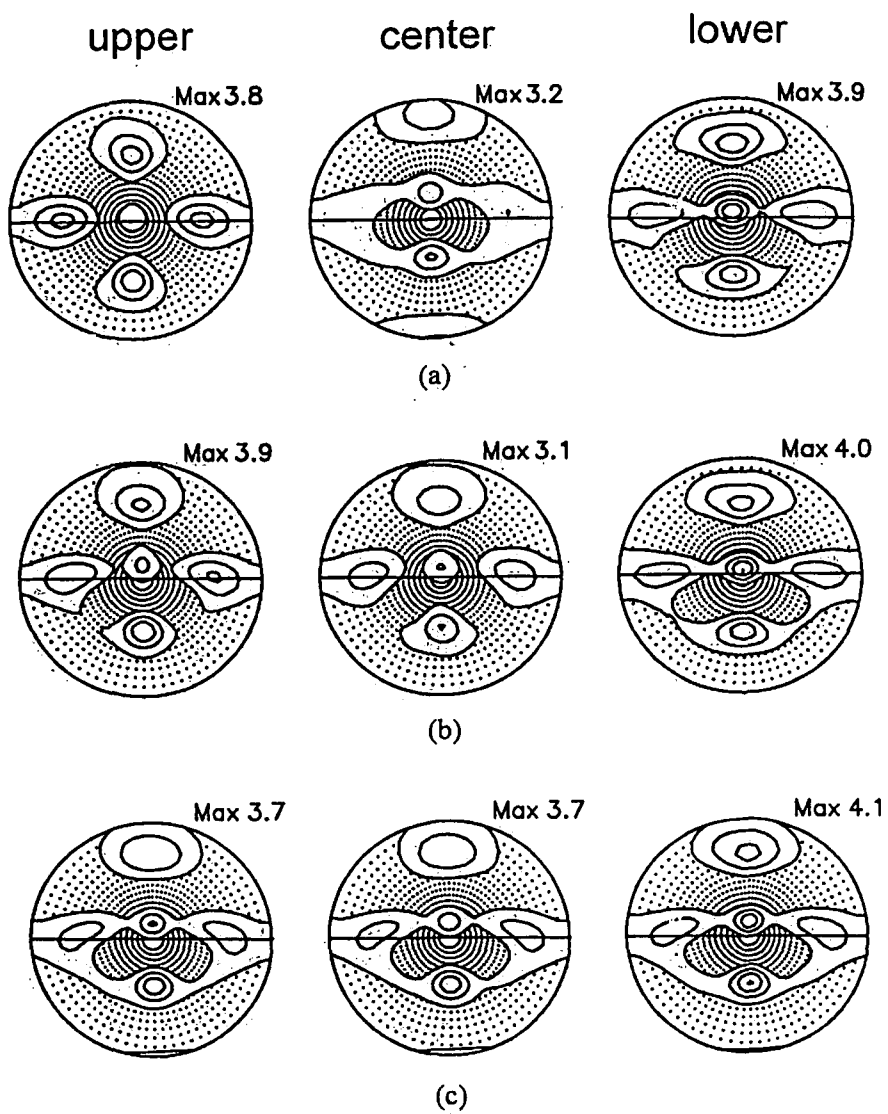


그림3.3.2.-15 Calculated (111) pole figures of aluminum sheets asymmetrically rolled by 50% at roll ratios of (a) 1.25, (b) 1.5, and (c) 2.0.

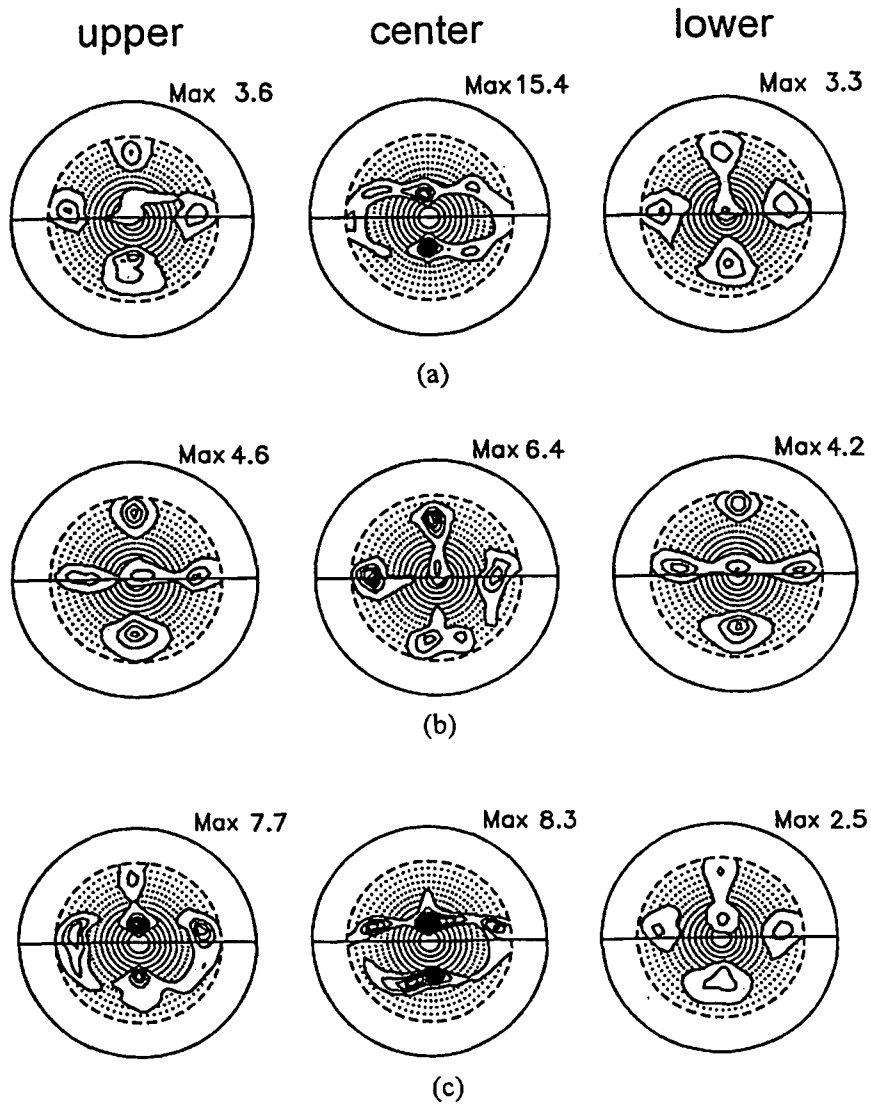


그림 3.3.2.-16 Measured (111) pole figures of aluminum sheets asymmetrically rolled by 50% at roll ratios of (a) 1.25, (b) 1.5, and (c) 2.0

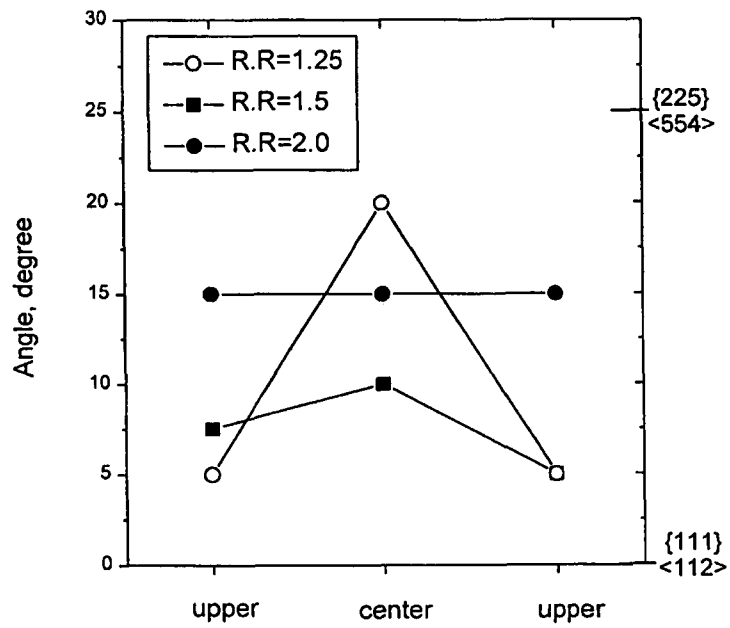


그림 3.3.2.-17 Measured rotation angles from $\{111\}\langle 112 \rangle$ orientation component in texture of aluminum sheets asymmetrically rolled by 50% at various roll ratios.

제 4 절 재결정, 가공 복합

1. 차세대 금본딩 와이어 개발

가. 서론

최근 반도체의 동작속도가 급격히 빨라지고 크기도 극소형화됨에 따라 chip과 lead frame 사이를 연결해 주는 금본딩와이어는 더욱 미세해지는 추세이다. 이에 따라 조립 시의 불량발생율과 packaging 높이를 최소화하기 위해서 FC wire는 기존 제품보다 우수한 파단강도와 연신률을 요구하고 있다. wire의 파단강도를 높이기 위해 현재 널리 사용하고 있는 합금법은 전기비저항의 상승 문제를 안고 있어 더욱 미세해지고 있는 차세대 금본딩와이어 개발에는 적합하지 않은 방법이다. 최근 연구자료(97년 신일본제철 중앙연구소 보고서)에 의하면 고순도(4N 이상) wire의 경우 직경은 18 μm , 파단강도는 연신을 4%에서 약 280 MPa 정도까지 향상시킨 제품의 생산이 가능한 것으로 판단되며 이 경우 기계적 성질 이외의 다른 품질기준(불 형성, 접합강도, 열영향부 길이, neck 파단강도, sagging 등)도 만족할만한 수준이라고 보고하고 있다. 고강도 극세선 금본딩와이어를 제조하기 위해서는 미세합금원소의 최적설계와 더불어 현재보다 우수한 신선가공 및 재결정열처리 기술이 요구된다. 이를 위해서 기존 생산공정에 대한 정확한 진단과 각 공정별 설비 및 작업조건 최적화를 위한 연구가 중요하다. 특히 합금원소 최적화, 용해주조공정 안정화 및 조성 균질화와 더불어 신선 및 annealing 공정의 최적화 또한 최종적인 고강도 극세선 금본딩와이어 개발에 반드시 필요한 핵심요소기술이다.

일반적으로 신선과 같은 축대칭 변형은 재료내부에 특정한 결정 방향이 축방향으로 배열하는 섬유집합조직을 발달시키며 Au와 같은 면심입방금속에서는 강한 $\langle 111 \rangle$ 과 약한 $\langle 100 \rangle$ 섬유집합조직이 발달한다. 그러나 신선공정에서 발생하는 다이와의 마찰이나 형상에 의한 구속은 전단변형을 유발하여 불균질 변형을 발생시키고 선재내의 반지름 방향으로 위치에 따른 집합조직 차이를 발생시킨다. 선재의 표면과 중심부에서는 이상적인 섬유집합조직이 형성되며 선재 표면의 아래층에선 전단 집합조직이 발달한다고 알려져 있다. MK전자에서 제공한 bonding wire를 EBSD/SEM (Electron backscattering diffraction /Scanning Electron microscope)를 이용하여 관찰한 결

과, 와이어의 반지름 방향으로 집합조직과 입자의 크기 분포가 불균질함을 관측하였다. 이러한 결과는 FC wire 생산에 필요한 기계적 강도와 연신률의 확보를 위해선 신선공정, 특히 최종단계에서의 신선과 annealing의 최적화 과정이 필요함을 보여준다.

극미세선에 필요한 고강도 고연신율을 위한 최적의 미세구조를 확보하기 위한 신선공정 최적화와 미세구조제어에 대한 연구는 FC wire 개발을 위해 필수적인 부분이라 할 수 있다. 유한요소해석을 통해 신선공정에서의 재료유동과 응력분포를 간단히 살펴보고, EBSD 를 이용하여 최종 제품 와이어의 미세조직 및 미세집합조직을 검토하였다. 이러한 연구 결과들을 바탕으로 Au 와이어의 강도와 연신률에 영향을 미치는 요인들을 보다 정확히 파악하고 나아가 우수한 제품을 생산하기 위한 자료로서 이용할 수 있다. 와이어의 단면감소와 미세집합조직과의 연관성은 EBSD 를 이용하여 관측하였고 초기 와이어의 직경이 최종 와이어에서의 집합조직과 밀접한 관련이 있음을 지적하였다. {111} 집합조직 성분의 발달은 파단강도 등의 증가와 관계가 있음이 밝혀졌고, 초기 직경의 증가로 전체 변형량이 증가함에 따라서 {111}성분의 증가가 나타났으며 {111}성분과 {100}성분은 와이어의 어닐링에 의해서도 영향을 받음을 알 수 있었다. 이에 따라 향후 연구의 진행방향은 어닐링에 따른 집합조직의 변화 혹은 미세조직의 변화 등을 살펴보고 나아가 패키징에서의 좋은 성질을 보유하기 위한 미세조직의 불균일성 해소에 역점을 두어야 할 것으로 생각된다. 이 과정에서 정밀한 미세조직에 대한 이해, 즉, 변형과 동적재결정, 최종 어닐링, 중간 어닐링 등에서 발생하는 미세조직과 미세집합조직에 대한 이해를 위해서는 TEM HR-EBSD 등의 고분해능 측정장비의 이용이 필요하리라 생각된다.

나. 미세조직과 미세집합조직

(1) 초기 Casting Gold Bar의 미세조직

그림 3.4-1은 SEM을 이용하여 측정한 초기 직경 7 μ m 와이어의 단면방향 조직 사진이다. 결정입자가 길게 성장한 주상정의 모습을 보이고 있으며 평균적인 결정입자의 너비는 100nm 정도이다. 초기 와이어에 존재하던 이와 같은 결정입자는 와이어 드로잉을 통하여 변형되게 된다.

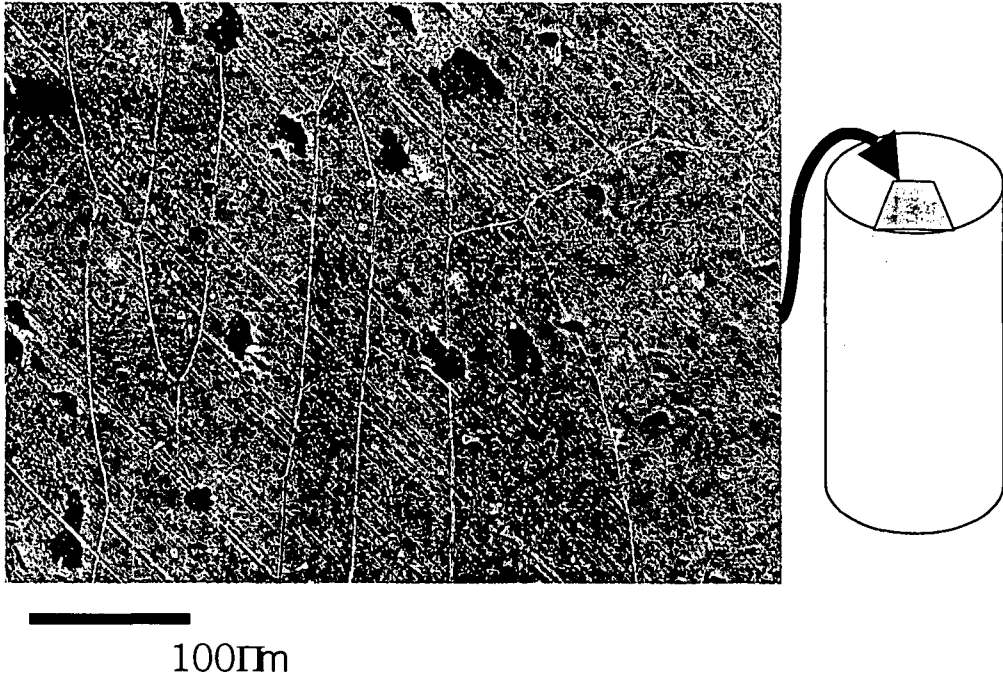


Fig. 3.4-1. Micrograph for 7I Initial ingot cast bar section

(2) 금와이어의 집합조직과 미세 집합조직의 측정

(가) L, NT, R wire (MKE, 7I cast bar)

최종적으로 생산된 1.2MIL 와이어의 미세구조와 미세집합조직을 살펴보기 위한 방법으로 기존에 사용하던 X-ray를 이용한 측정은 시편 크기의 제약 때문에 사실상 불가능하다. 따라서 와이어의 미세집합조직과 미세구조의 관찰을 위하여 적절한 방법으로 와이어를 가공하여 SEM시편을 만들고 EBSD를 측정하여 방위를 결정하였다. 현재 MKE에서 생산하고 있는 세 종류의 와이어, 즉, L, NT, R에 대하여 EBSD를 측정하였다. NT는 기존의 T형에 Ca등이 더 많이 첨가된 종류이다.

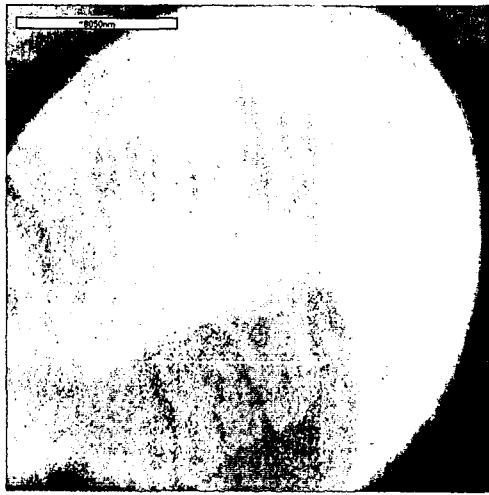
Cold drawn 상태의 L, NT와이어

그림 3.4-2, 3, 4, 5는 L형과 NT형의 cold drawn상태의 와이어를 EBSD를 이용하여 측정한 결과이며 그림 3.4-2, 4의 a)는 와이어의 이미지, b)는 결정립을 나타낸 것으로 방위차가 5° 이내인 경우 하나의 결정립으로 표현했으며 결정립을 구분한 그림에서의 색은 방위를 의미하지는 않는다. c), d)는 각각 법선방향(ND), 압연방향(RD), 혹은 수직방향(TD)에서 각각 방위를 살펴본 결과이다. 와이어에서 법선방향은 드로잉 방향이며 압연방향과 수직방향은 와이어의 변형 드로잉방향에서 축대칭임을 고려하면 개념상으로 동일한 방향이 된다. 그림 3.4-2의 c), ND방향에서 살펴본 방위는 중심부가 {100}성분이 나타나며 와이어의 바깥쪽으로는 다시 {100}성분과 {112}성분(보라색)이 나타남을 알 수 있다. 그 외에 대부분의 와이어 단면은 {111}성분이 주가 됨을 알 수 있다. 일반적으로 fcc금속의 드로잉 집합조직은 {111}성분이 드로잉 방향으로 배향한다고 알려져 있으며 Au의 와이어 드로잉에서도 같은 결과가 얻어졌다. 와이어 단면방향에서의 방위의 분포는 전체적으로 불균질함을 알 수 있다. 즉 와이어의 가장 중심부로부터 100성분, 111성분 100, 111, 112혼합성분, 다시 와이어가장 자리의 100성분으로 와이어 전체적으로 집합조직의 분포가 다양하다. 그림 3.4-3은 방위분포를 각각 111극점도(a), 법선방향 역극점도(b), 수직방향 역극점도, (c)에서 나타낸 것이다. 111극점도와 역극점도에서 보다 분명하게 드로잉 집합조직 성분인 {111}와 {100}성분을 확인 할 수 있다. X-ray측정법과는 달리 EBSD를 이용함으로써 시편의 위치에 따른 방위분포를 알 수 있어 와이어의 단면 방향 방위분포의 균질성을 검토할 수 있다. 방위분포의 균질성은 미세조직과 함께 극미세선의 기계적 성질에 영향을 끼칠 수 있다. 그림 3.4-4는 NT형의 와이어를 EBSD로 측정한 결과이다.

L형과 마찬가지로 ND방향에서 살펴본 방위는 주로 {111}성분이며 와이어의 중심부와 와이어의 가장 바깥부분에 100성분이 위치하고 그 사이에는 112에 가까운 성분이 분포함을 알 수 있다. 그림 3.4-5를 보면 111극점도에서 L형에 비해 발달한 {111}, {100}섬유집합조직성분을 나타낸다. 역극점도 역시 {111}성분과 {100}성분이 보다 명확하게 보여진다. 극들이 {100}과 {111}부분에 주로 집적되어 있음을 볼 수 있다. 전체적으로 NT형은 L형에 비해서 드로잉 집합조직의 잘 발달하고 있으나 와이어 단면방향에서 살펴본 방위들의 전체적인 분포는 사중구조의 형태를 띠고 있다는 점에서 비슷한 경향을 보인다.

최종 annealing된 상태의 L, NT, R 와이어

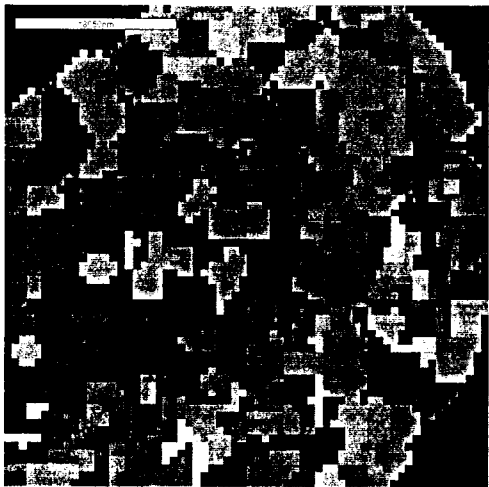
Cold drawn 된 L, NT, R형의 와이어를 annealing처리를 하고 필요한 수준의 연신률과 파단강도를 얻게 한 최종 와이어를 이용하여 EBSD를 측정하였다. 그림 3.4-6, 7, 8은 각각 L, NT, R형 와이어의 EBSD측정결과이며 이미지와 방위가 나와 있다. 그림에서 L, NT, R형의 단면 방향의 방위 분포는 annealing전의 분포와 상당히 유사하게 나오고 있다. Annealing 이후의 와이어에서 R형의 와이어가 상대적으로 {100}성분이 적고 단면방향에서 본 집합조직의 균질성도 높다. 그러나 전체적으로 와이어 중심으로부터 외곽으로 나아가면서 방위분포가 달라지는 양상은 비슷함을 알 수 있다. 그림 3.4-9는 앞의 그림 3.4-6, 7, 8에서 측정된 방위로부터 얻어진 111극점도와 ND, RD역극점도를 나타낸 것이다. R형의 Annealing와이어가 상대적으로 드로잉 집합조직이 발달해 있다.



(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 3.4-2. Orientation for cold drawn L type Au wire

a) Image b) Grain($\Gamma=5^\circ$) c) ND d) RD

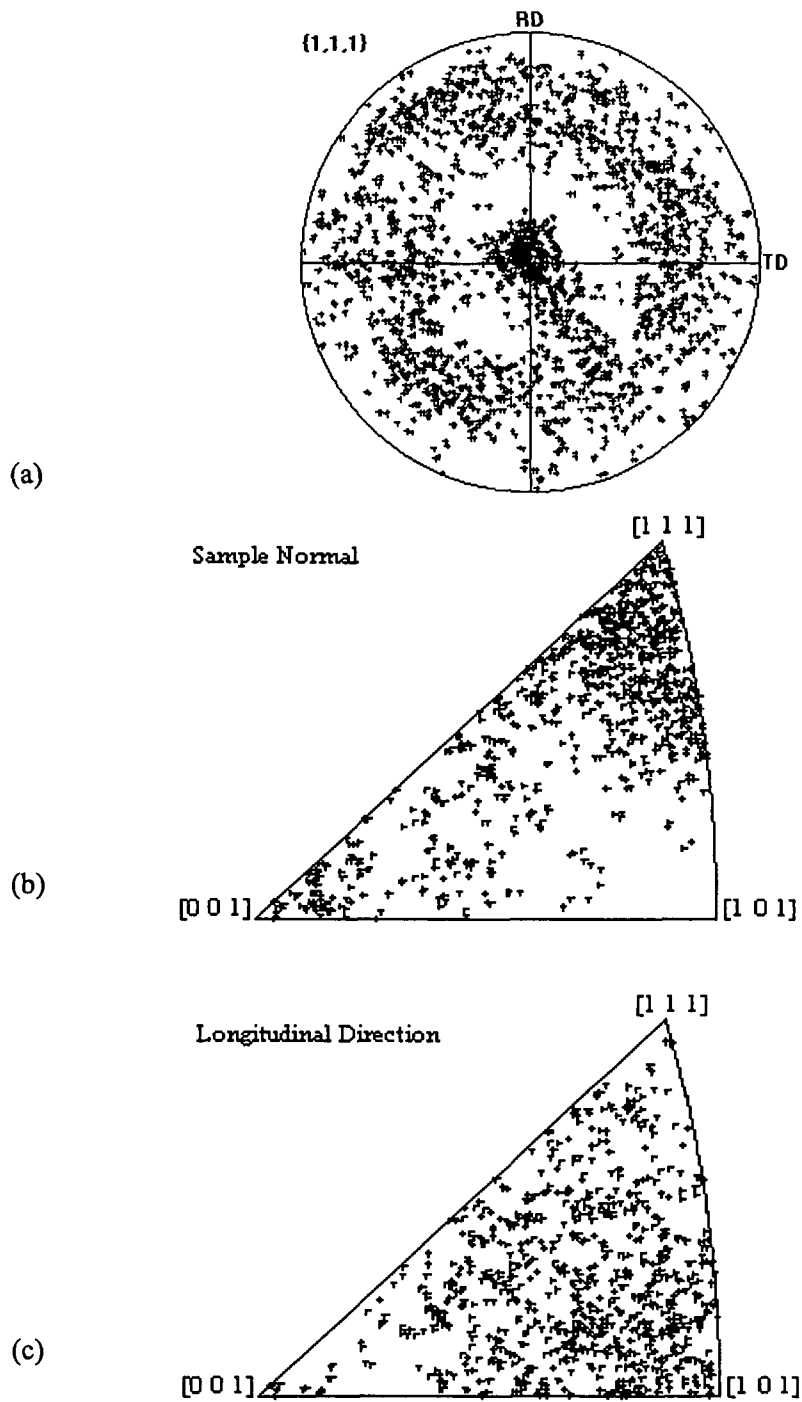


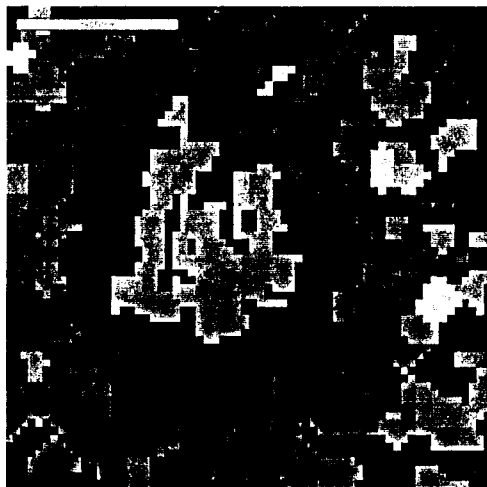
Fig. 3.4-3. Pole figure and inverse pole figure for cold drawn L wire
 a) 111 pole figure b) ND inverse pole figure(IPF) c) RD IPF



(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 3.4-4. Orientation for cold drawn NT type Au wire

a) Image b) Grain($\Gamma=5^\circ$) c) ND d) RD

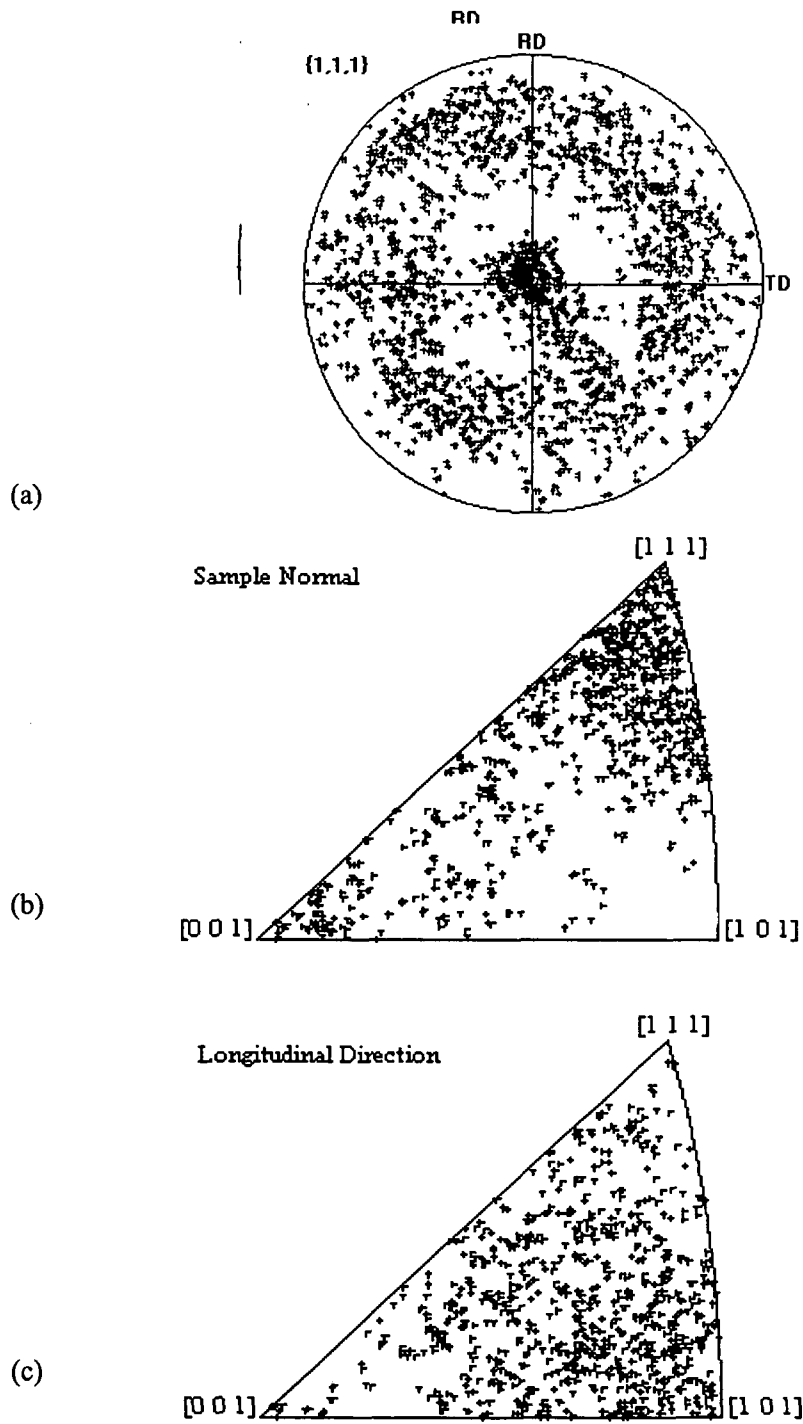
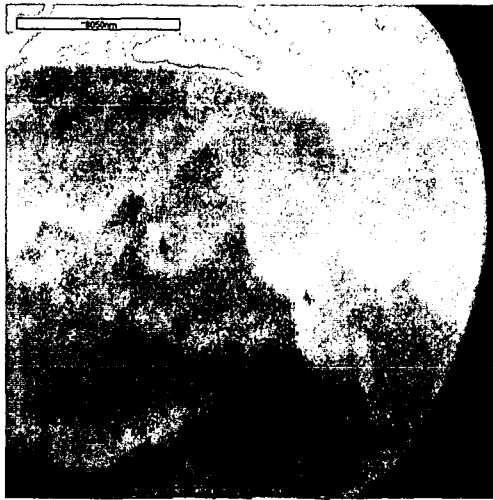
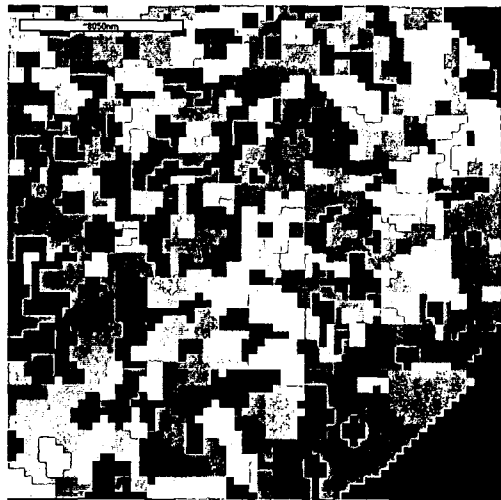


Fig. 3.4-5. Pole figure and inverse pole figure for cold drawn NT wire

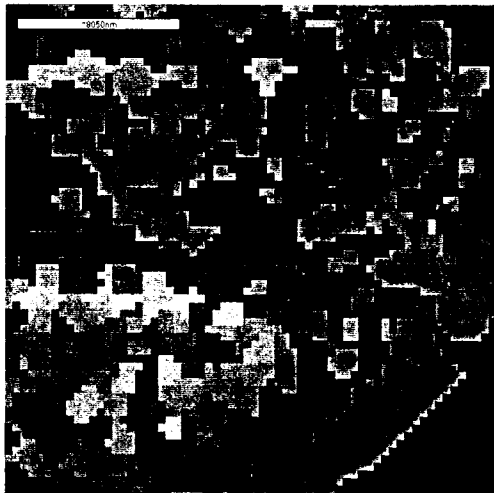
a) 111 pole figure b) ND IPF c) RD IPF



(a)



(b)



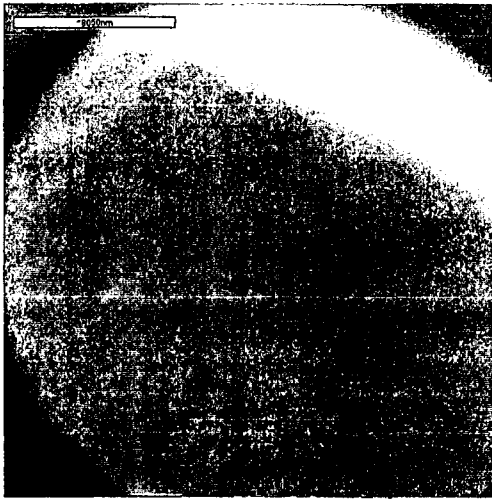
(c)



(d)

Fig. 3.4-6. Orientation for L type annealed wire

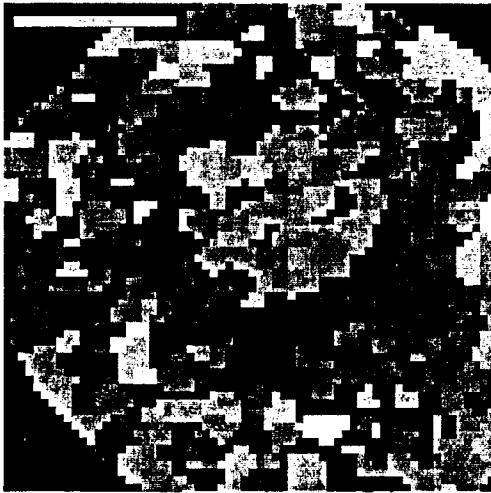
a) Image b) Grain($\Gamma=5^{\circ}$) c) ND d) RD



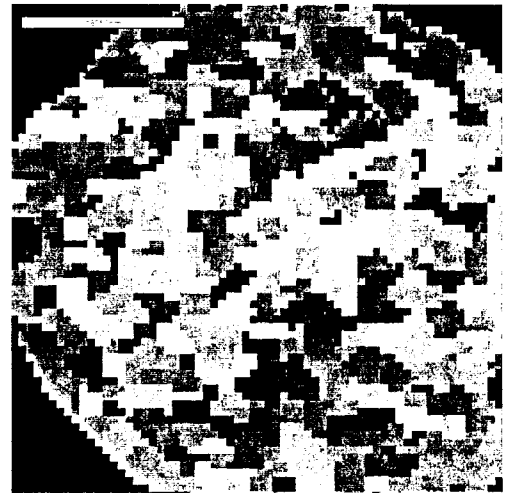
(a)



(b)



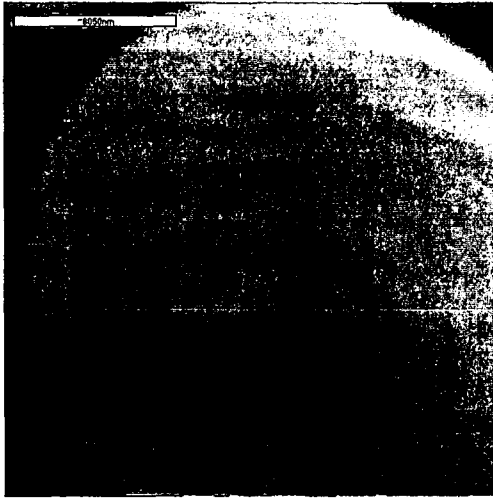
(c)



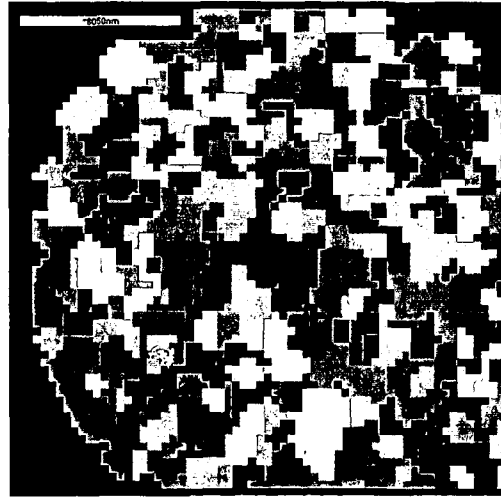
(d)

Fig. 3.4-7. Orientation for NT type annealed wire

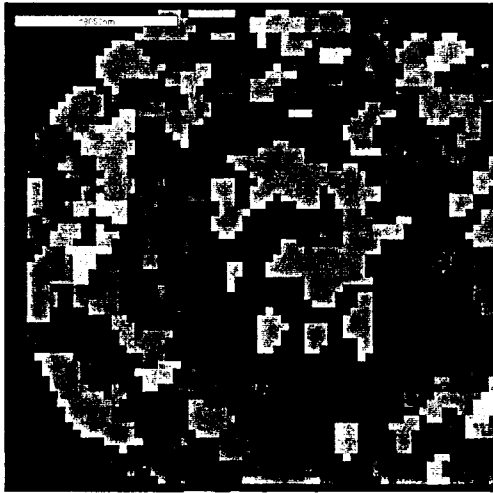
a) Image b) Grain($\Gamma=5^\circ$) c) ND d) RD



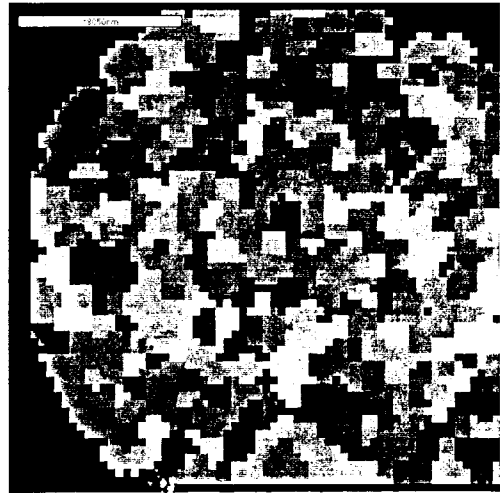
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 3.4-8. Orientation for R type annealed wire

a) Image b) Grain($\Gamma=5^\circ$) c) ND d) RD

111 PF

ND IPF

RD INF

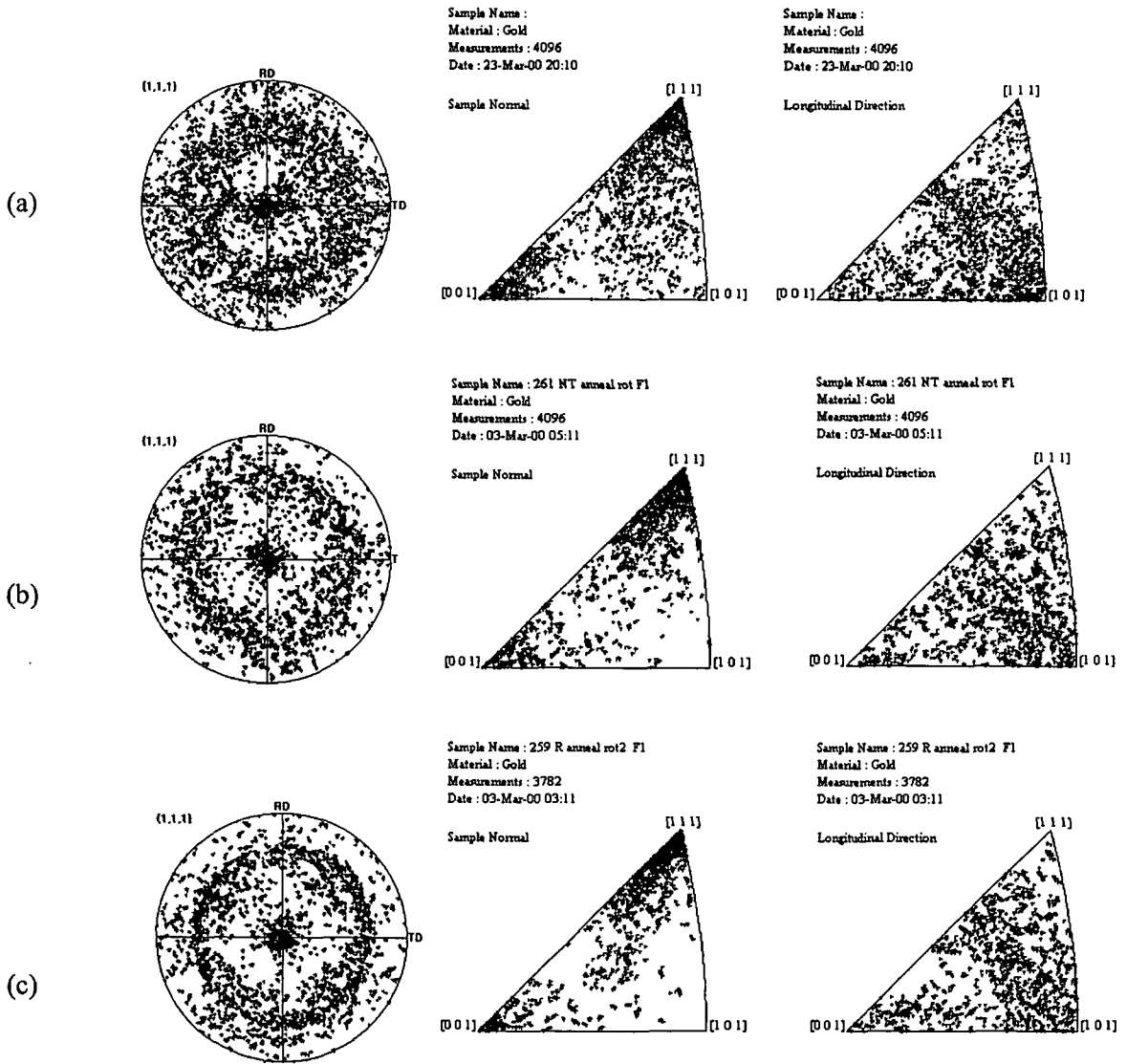


Fig. 3.4-9. 111 pole figures, ND/RD inverse pole figures
for L, NT, R type annealed wire respectively

a) L

b) NT

c) R

(나) Initial Cast Bar size effect (MKE, NT, 7I, 11I)

직경 7I 초기 casting bar(기존 공정, 7I casting bar) vs 25 μ m wire)

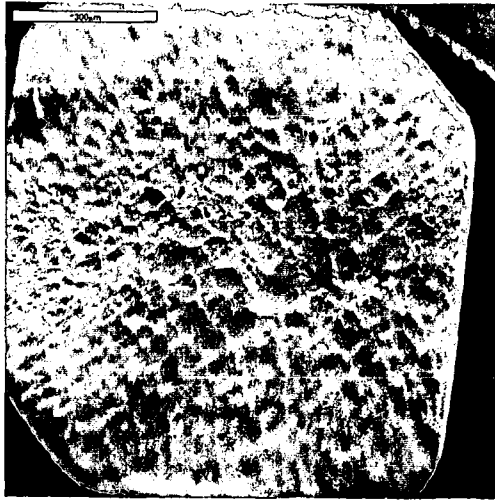
NT형의 와이어를 초기 7I에서 25 μ m까지 와이어를 생산하는 경우 가장 큰 미세조직상의 특징은 냉간 인발 상태의 와이어는 4중구조에 가까운 형태를 나타내고 (그림 3.4-4) 이를 annealing하는 경우 3중구조의 형태를 나타내는 것이다(그림 3.4-7). 즉 가장 중심부는 {100}성분이 발달하며 그 다음 층은 {111}, 그리고 여러 방위가 혼재되어 있는 천이대, 그리고 가장 바깥쪽을 이루고 있는 {111}, {100}층이다. Annealing전후에 집합조직의 급격한 변화는 눈에 띄지 않으나 앞에서 언급하였듯이 대체로 집합조직의 발달정도는 감소하며 {100}성분은 증가한다. Annealing전후에 있어서 발생하는 와이어의 변화는 기계적성질의 변화를 통해 간접적으로 유추할 수 있다. 경도의 경우는 As cast된 7I의 재료의 경우 경도값이 35HV이나 와이어 드로잉 제품의 경우 90~100HV, annealing재료의 경우 80HV 정도의 분포를 보여준다. Annealing 시 충분한 와이어에서 일어나는 미세구조 상의 변화에 대한 보다 정확한 이해를 위해서는 TEM등을 통한 관찰이 필요하리라 생각된다.

(다) Pre-deformation effect (MKE, TG, initial 9.5I)

Casting bar의 초기 결정립들은 그림 3.4-1에서 보았듯이 수백 μ m이상의 주상정 조직을 나타낸다. 이러한 초기의 결정립 분포는 최종적으로 1MIL, 혹은 1.2MIL 정도의 와이어가 가지는 결정립자의 크기나 분포와 연관성을 가지고 와이어의 기계적 성질에 영향을 줄 수 있다. 또한 앞에서 지적한 중간 annealing 역시 최종 제품의 기계적 성질을 최적화하는 방법으로 고려될 수 있다. 초기 와이어를 주상정조직 그대로 사용하지 않고 groove rolling이나 혹은 ECAP변형, Torsion등의 변형을 주고 결정립을 미세화 시킨 후 중간 annealing없이 와이어를 생산할 수도 있고 혹은 중간 annealing을 이용하여 와이어를 생산할 수도 있다. 앞의 실험 결과에 의하면 초기 casting bar의 직경이 클수록 최종 와이어의 {111}성분은 증가하고 와이어 단면에서 관찰한 방위분포는 보다 균일해짐을 알 수 있었다. Groove rolling은 TKK와 같이 초기에 주피를 만들어 와이어를 생산하는 경우에 쓰이고 있는데, 이러한 이유는 주피 자체는 크기가 크고 드로잉을 하기에는 적합한 형태도 아니며 주조공정에서 발생할 수 있는 편석 등의 해소의 방법으로서 groove rolling이 적합하기 때문이다.

초기 직경 9.5I인 cast bar를 이용하여 1mm까지 groove rolling을 실시하고 450°C

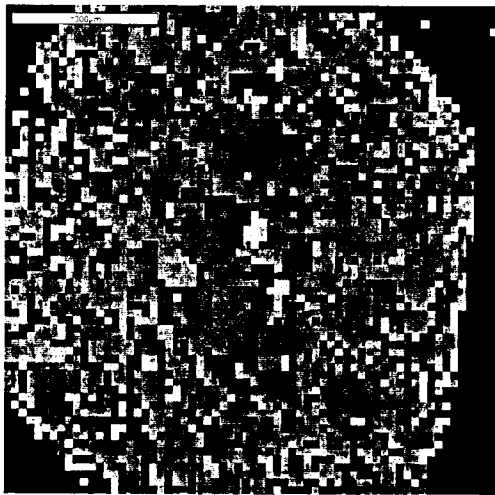
에서 1시간 annealing한 후 와이어 드로잉을 한 시편(TG02)과 중간 annealing은 없고 단지 groove rolling만 한 시편(TG01)을 EBSD측정하였다. 그림 3.4-11은 1mm까지 중간 annealing처리를 한 후 와이어의 단면을 측정한 결과이다. Groove rolling에 의해 와이어 단면의 형상은 각이 나타나 있음을 알 수 있으며 groove rolling에 의해서 이미 {111}, {100}성분이 발달한 섬유집합조직의 형태를 보여주고 있음을 알 수 있다. 그러나 드로잉 집합조직과 같이 집적하여 발달하지는 않았으며 극들이 넓게 퍼져있음을 알 수 있다. 이와 같은 초기 집합조직을 가지고 와이어 드로잉이 실시 되는 경우 보다 잘 발달한 드로잉 집합조직을 예상할 수 있다. TG2의 경우 직경 1mm에서 1시간의 annealing 처리를 하였기 때문에 전체적인 전위의 집적도와 변형에너지의 축적은 거의 초기 cast bar와 같이 극히 작을 것을 예상할 수 있으며 평균결정립자의 크기는 25 μm 정도이다. 이러한 평균 결정립 크기는 초기의 수백 μm 에 비하면 대폭 작아진 결과이다. 즉, TG2의 와이어는 대부분의 {111} 성분과, 소수의 {100} 성분을 가지는 평균크기 25 μm 정도의 결정들로 구성된 1mm와이어가 초기 시편의 역할을 한다. 반면 annealing처리가 없던 TG1 시편은 초기 9.5I 부터 변형이 누적되어 생산된 최종 와이어이다. 그림 3.4-12는 TG1, TG2에서 생산된 각각 25, 30 μm 의 와이어의 EBSD다. {100}/{111}성분의 비율을 보면 30 μm 와이어의 방위분포가 보다 균질하면서도 우수함을 알 수 있다. 최종 단계에서 annealing 공정에 따른 방위의 발달도 함께 고려되어야 하기 때문에 25 μm 와이어와 30 μm 와이어의 방위분포 차이가 단지 와이어 직경과 관계가 있다고 지적하기는 힘들다. Groove rolling이 들어가는 변형의 경우 순수하게 드로잉변형만 받은 와이어에 비해서 집합조직의 발달정도가 낮게 나타나고 있으며 미세구조도 상대적으로 균일한 모습을 보여주지는 않고 있다. 이러한 결과만을 놓고 보면 초기 casting bar의 직경이 pre-deformation방법보다 집합조직의 발달에 중요하게 작용한다고도 말할 수 있으나, 이에 덧붙여 Groove rolling이 실제 공정에서 적용될 때 기존 드로잉 공정과 최적화하는 과정이 필요함을 알 수 있다.



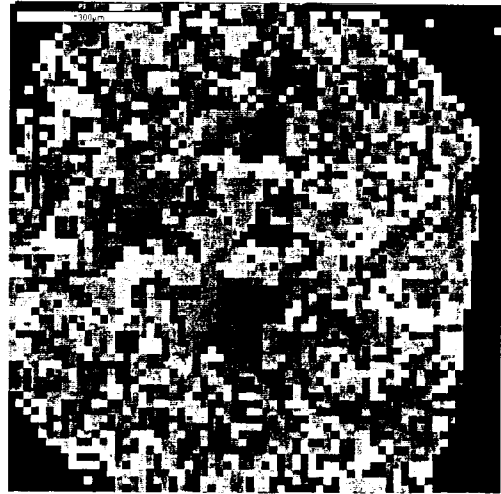
(a)



(b)



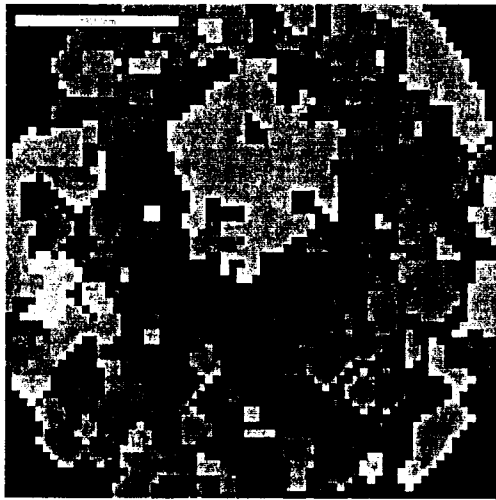
(c)



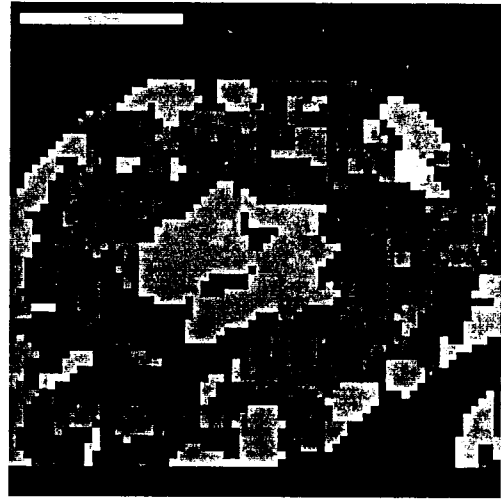
(d)

Fig. 3.4-11. Orientations for cold drawn NT type Au wire. Groove rolling was carried out from initial 9.5I cast bar to 1mm wire and then orientations were measured with EBSD.

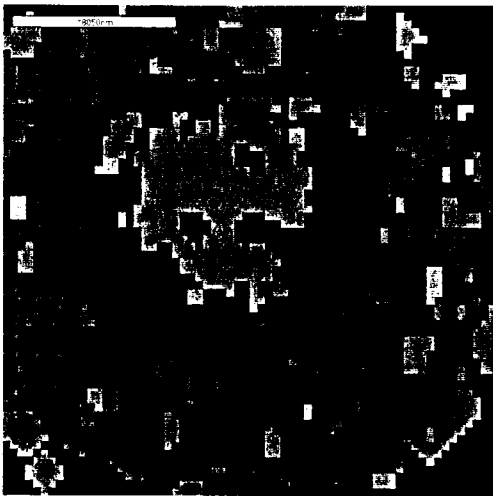
a) Image b) Grain($\Gamma=5^\circ$) c) ND d) RD



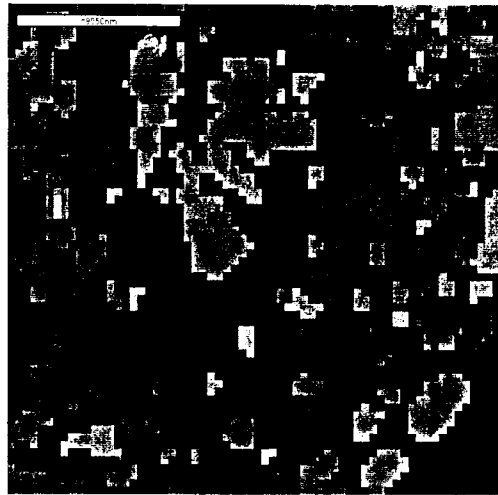
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 3.4-12. Orientation for TG wire produced from 9.5f Initial casting bar

a) TG1 annealed 25mm wire b) TG2 annealed 25mm wire

c) TG1 annealed 30mm wire d) TG2 annealed 30mm wire

(라) Temperature effect (MKE, NT, initial 111 wire)

Bonding wire는 최종단계에서 annealing 처리를 함으로써 실제 packing 공정에서 안정되게 와이어를 사용할 수 있는 연신률과 파단강도를 얻게 된다. Annealing온도와 시간에 따른 Au와이어의 미세집합조직의 변화를 살펴보기 위해서 초기 직경 111에서 생산된 NT형의 cold drawn 30 μ m와이어를 이용하여 여러 가지 온도에서 시간을 달리하며 annealing처리를 하고 EBSD를 측정하였다. 그림 3.4-13는 300°C에서 1분, 2분, 10분, 30분, 1시간, 24시간을 annealing처리한 후 EBSD를 측정한 결과이다. Annealing 시간이 증가하면서 결정립자의 평균크기가 증가하며 동시에 {100}/{111}성분의 비율이 증가한다. 300°C에서 30분 annealing처리하는 경우의 집합조직 발달이 가장 바람직해 보인다. 집합조직 지수도 크고 {111}성분의 발달도 상대적으로 크다. 이후 시간이 지나면 결정입자의 성장이 나타나고 24시간이 지난 후 {100}성분의 발달이 두드러진다. 300°C annealing에서 나타나는 이와 같은 경향은 400°C에서 annealing 처리를 할 때 좀 더 분명히 드러난다. Annealing 시간이 늘어나면 결정립이 성장하고 그에 따라 {111}, {100}성분이 증가한다. 집합조직 성분의 증가속도는 {100}성분이 빠르며 24시간 후 대부분의 집합조직 성분은 {100}으로 변해있음을 알 수 있다. 드로잉 집합조직으로 발달해 있던 방위들, 즉 {111}<uvw> 혹은 {100}<uvw>은 재결정립의 성장 시 그 잔류흔적을 남기며 점차 <uvw>방향으로 불연속적이 된다.

MKE에서 생산되는 L, NT, R형의 와이어를 이용하여 460°C에서 1시간 annealing 처리를 한 후 EBSD를 측정하였다. 그림 3.4-14을 보면 앞의 NT의 400°C결과와 마찬가지로 주요 집합조직 성분은 {111}, {100}성분이며 {100}성분의 빠른 증가가 나타남을 알 수 있다. 픽셀간의 방위차를 5°차이로 하여 결정립의 크기를 계산한 경우 그 평균크기는 3 μ m이상이다.

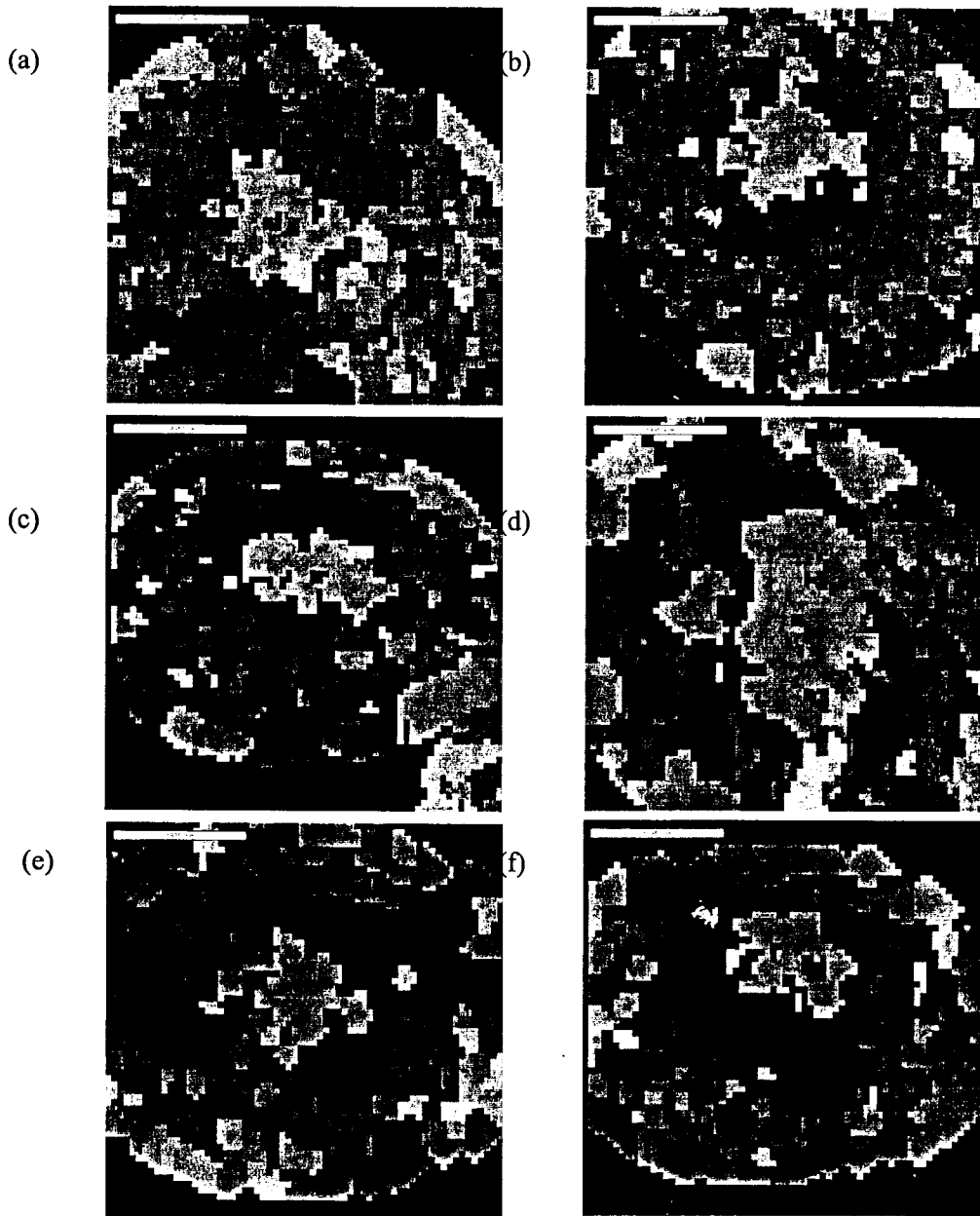


Fig. 3.4-13. Orientation for NT cold drawn wire after annealing at 300°C

- a) for 1 min b) for 2 min c) for 10 min
d) for 30 min e) for 60 min f) for 24 hours

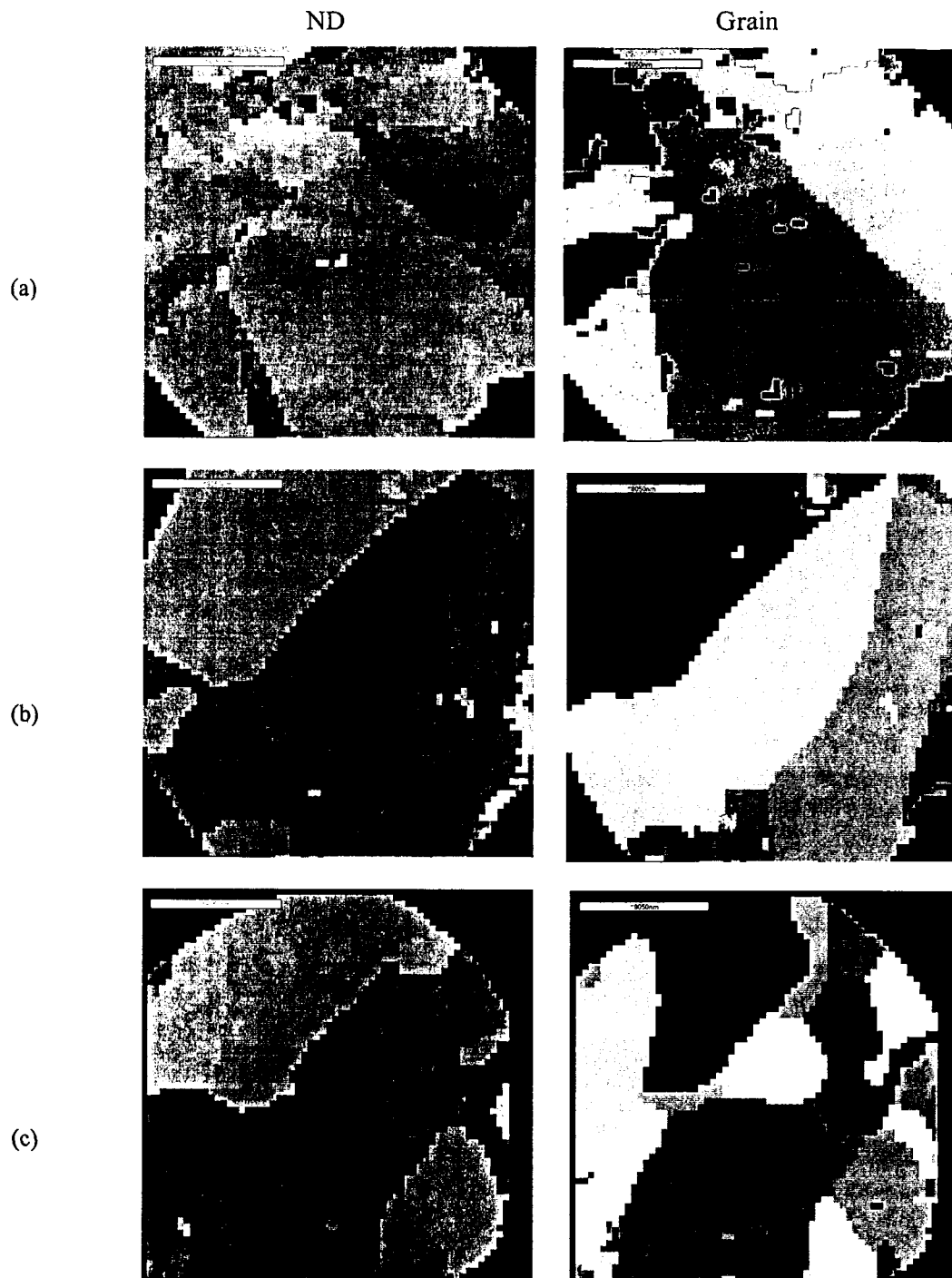


Fig. 4-36. Orientations for L, NT, R type wire after annealing
at 460°C for 1 hour

a) L type

b) NT type

c) R type

제 5 절 알루미늄 교류에칭에 미치는 집합조직의 영향

1. 이론적 배경

오늘날, 전자 산업은 갖아 활발하게 진행되고 있는 첨단 산업의 하나로서 하루가 다르게 발전을 계속하고 있다. 이러한 전자 산업의 급속한 발전의 추세 중의 하나가 제품의 정밀화, 소형화 경향이다. 따라서, 콘덴서도 단위 면적당의 정전 용량을 증가시키고 크기를 줄임으로써 이러한 경향에 부응하여야 하는데 이를 위해서는 전해콘덴서에 양극박으로 사용되고 있는 알루미늄박의 표면적을 극대화하기 위한 에칭 기술이 요구된다.

알루미늄은 양쪽성 금속 원소로서 산 및 염기 수용액과 모두 반응하여 산화 반응으로 알루미늄이 Al^{+3} 이온으로 되며 환원 반응으로 수소기체가 발생한다. 한편, 염산, 염화나트륨 등 Cl^{-} 이온을 함유한 수용액에서 알루미늄에 전류를 공급해 줄 경우, 알루미늄에서는 국부적인 부식(pitting)이 일어나며 이로 인해 알루미늄의 표면조도가 커져 결과적으로 표면적이 증가하게 된다. 전해 에칭은 이러한 성질을 이용하여 인위적으로 표면적을 증가시키는 방법으로 이는 알루미늄 전해 축전기용 전극 재료를 제조하는데 이용되고 있다.

전해 에칭 방법에는 크게 고압용 축전기 재료로 쓰이는 알루미늄박에 적용되는 직류에칭 방법과 저압용 축전기 재료로 쓰이는 알루미늄 박에 적용되는 교류에칭방법이 있다. 직류에칭의 경우에는 에칭 시에 에칭 터널이 형성되며 (001) 방향으로 성장하는 것으로 알려져 있다[R. S. Alwitt1984]. 따라서 에칭에 의해 균일한 방향으로 에칭 터널을 성장시키는 것이 매우 중요하다. 이를 위해 알루미늄을 냉연한 후 이를 재결정하여 (001)[100]의 입방정 집합조직을 80%이상 생성시켜야 한다. 반면, 교류에칭의 경우에는 냉연하여 생성된 β 형 섬유집합조직을 갖는 박을 사용하고 있다. 그림 3.5-1은 Dyer 등이 제안한 교류 전해 에칭 기구의 모식도이다[C. K. Dyer 1981]. 교류 전해 에칭에서의 길이 방향의 에칭 터널이 아닌 정육면체 형태의 에칭 피트가 공급 교류 전류의 한 사이클 당 새로운 에칭 피트 생성 위치마다 하나씩 매 사이클마다 연쇄적으로 생성된다. 공급 전류의 양극 반 사이클에서는 산화 반응으로 알루미늄이 알루미늄 이온으로 용해되며 이 때 (001)면을 갖는 정육면체 형태의 에칭 피트가 형성된다. 음극 반 사이클에서는 환원 반응으로 알루미늄 표면에 $Al(OH)_3$ 의 막이 형성된다. 다음 양극 반 사이클에서는 이 피막중 약한 부분이 파괴

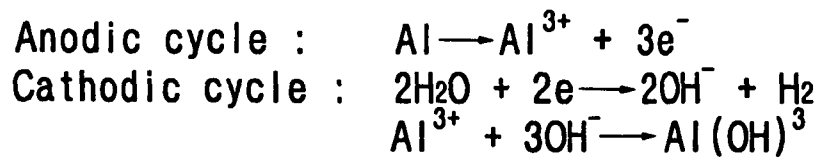
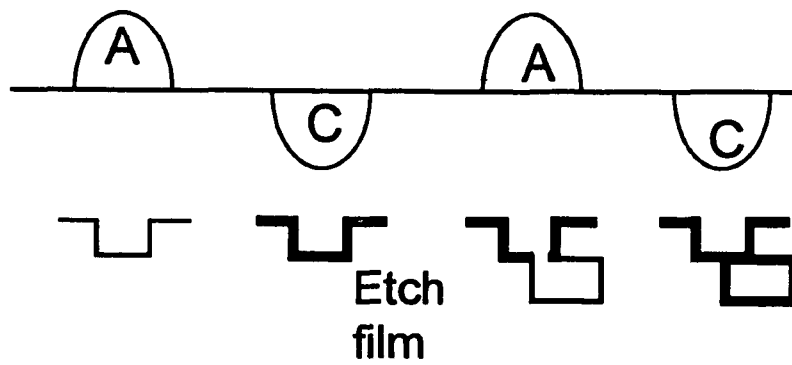


Fig. 3.5-1. Cube etch-pit growth model in the AC etching proposed by Dyer et al

[C. K. Dyer1981].

되면서 다시 정육면체 형태의 에치 피트가 형성되며, 이러한 과정의 반복에 의해서 교류 전해 에칭이 진행된다고 알려져 있다.

이러한 교류 전해 에칭의 양상을 좌우하는 변수에는 우선 공급 전류에 대한 변수로서 공급 전류의 주파수, 전류밀도, 파형, 공급전하량 등이 있으며, 전해액에 대한 변수로서 전해질의 종류, 전해액의 농도 및 조성 등이 있다. 이들의 영향에 대해서는 연구된 바 있다[J-H. Jeong1994, J-H. Jeong1997, E. SUGANUMA1991, K. Vu Quang1983, J-H. Jeong1995, 정세영1997]. 한편, 에칭되는 알루미늄에 대한 변수로서 알루미늄의 순도, 불순물의 종류 및 조성, 알루미늄의 표면 상태, 열처리 상태, 결정립의 크기, 집합조직 등이 있다.

이 연구에서는 첫째로 여러가지 방위를 가진 단결정 알루미늄 시편들을 교류 전해 에칭하여 에치 피트의 형상 등을 관찰하였고, 고순도 알루미늄 박을 에칭하면서 시간에 따른 에치 피트의 생성, 분포 및 성장 양상을 관찰하였으며, 이러한 관찰 결과를 바탕으로 알루미늄 박을 200°C에서 500°C까지 50°C 간격으로 1시간씩 열처리 하여 교류전해 에칭을 수행한 후 정전 용량을 측정, 비교해 보았다.

2 실험방법

교류 전해 에칭 및 정전용량 측정을 위한 절차는 다음과 같다. 우선 에칭 시편으로는 알루미늄 단결정과 알루미늄 박의 두 가지가 사용되었다. 단결정은 (001), (110) (112)의 면 지수를 갖는 세 가지이며, 알루미늄 박으로는 100 μm 두께로 압연된 고순도 (>99.9%)의 알루미늄 박을 사용하였다.

에칭될 시편의 표면 균일화를 위해 NaOH 수용액에서 전처리를 2분간 한 후, 염산 (0.5 ~ 3M)을 주로 하여 질산, 황산, 등 각종 첨가제를 첨가한 에칭 용액에서 교류 전류를 가하여 에칭 하였고, 에칭 후 알루미늄 박의 표면에 잔류해 있는 염소 이온을 제거하기 위한 질산 처리를 한 후, 박 건조 및 자연 산화 피막 형성을 위한 열처리를 거쳐 Ammonium adipate 수용액에 직류 22V를 인가하여 알루미늄 박을 양극산화 한 후 LCR 미터로 정전용량을 측정하였다. 에칭 셀에 사용된 전극은 반응성이 적은 탄소 전극이며 셀 가운데에 에칭될 알루미늄 박을 끼워 넣고 에칭을 하도록 되어 있다. 에칭 반응은 발열 반응이므로 실험 중 온도 증가를 최대한 막기 위해 용액을 순환시키는 방법을 택하였다. 용액을 순환시키면 온도 상승 억제 및 이점 이외에도 녹아 나온 알루미늄 이온이 박 근처에 남아 있지 않고 순환하게 되므

로 순환하지 않은 상태에서 에칭할 때보다 반응 계면과 용액과의 농도 구배를 줄일 수 있어서 더 좋은 에칭 효율을 기대할 수 있다.

한편, 단결정 실험에서는 세 시편 모두 1N 염산 수용액에 피크 전류 밀도 $0.3A/cm^2$, 주파수 1Hz로 480초 동안 에칭하였다. 알루미늄 박의 열처리 온도에 따른 에칭 양상을 알아보기 위해서 고순도 알루미늄 박을 $200^{\circ}C$ 부터 $550^{\circ}C$ 까지 $50^{\circ}C$ 간격으로 1시간씩 열처리하였으며, 주파수 15Hz, 공급전하량 $50C/cm^2$, 피크 전류밀도 $0.3A/cm^2$ 의 정현파로 에칭을 하였다. 단결정 시편의 에칭 양상 및 알루미늄 박의 결정립 크기, 에칭 양상 등은 광학 현미경, SEM, TEM 등을 이용하여 관찰하였다.

3. 연구 결과

가. 시간에 따른 교류 전해 에칭의 진행 양상 관찰

공급 교류 전류의 사이클 수에 따른 에칭 진행 양상은 그림 3.5-2 (a) ~ (g) 와 같으며 이는 주파수 1Hz, 피크 전류 밀도 $0.3A/cm^2$ 의 사인파를 공급하여 두께 100 μm 의 알루미늄 박을 에칭한 결과이다.

교류 전류 1 사이클 공급 후의 사진인 그림 3.5-2 (a)에 작고 검은 형태로 드물게 관찰되는 것이 에치 피트이며 검은 직선들은 알루미늄 시편의 NaOH용액에서의 전처리를 통해 부각된 압연 롤 자국이다. 전류 5 사이클 공급 후인 그림 3.5-2 (b)에서는 1 사이클의 경우보다 많아진 에치 피트를 관찰할 수 있다.

전류 15 사이클 공급 후인 그림 3.5-2 (c)에서는 검은 점으로 나타난 에치 피트들의 평균 크기가 1 및 5 사이클의 경우보다 조금 크며 이를 확대해 보면 2~5 개 정도의 에치 피트들이 모여 있는 것으로 관찰된다. 한편, 이 검은 점들은 5~20 μm 정도의 폐곡선을 따라 배열되어 있음을 관찰할 수 있는데, 이 박이 $300^{\circ}C$ 부근에서 1 시간 정도 열처리 된 것이며, 이 때의 결정립의 크기 및 형상이 이와 비슷한 것을 감안할 때 이 폐곡선이 결정립계임을 알 수 있다. 결정립계를 따라 에칭이 진행되는 이유는 결정립계가 입내보다 높은 자유에너지를 갖기 때문이다. 이를 통해 볼 때 결정립계의 분포, 즉 결정립의 크기가 에칭의 초기 진행 양상에 영향을 주는 것을 알 수 있으며 이에 대해서는 3.5(나)에서 보다 자세히 다루고자 한다.

전류 30 사이클 공급 후인 그림 3.5-2 (d)에서는 검은 점들의 크기가 더욱 커졌음을 볼 수 있는데 이는 에치 피트 군의 형성을 의미한다. 그림 3.5-2 (c)에서와 같이 일

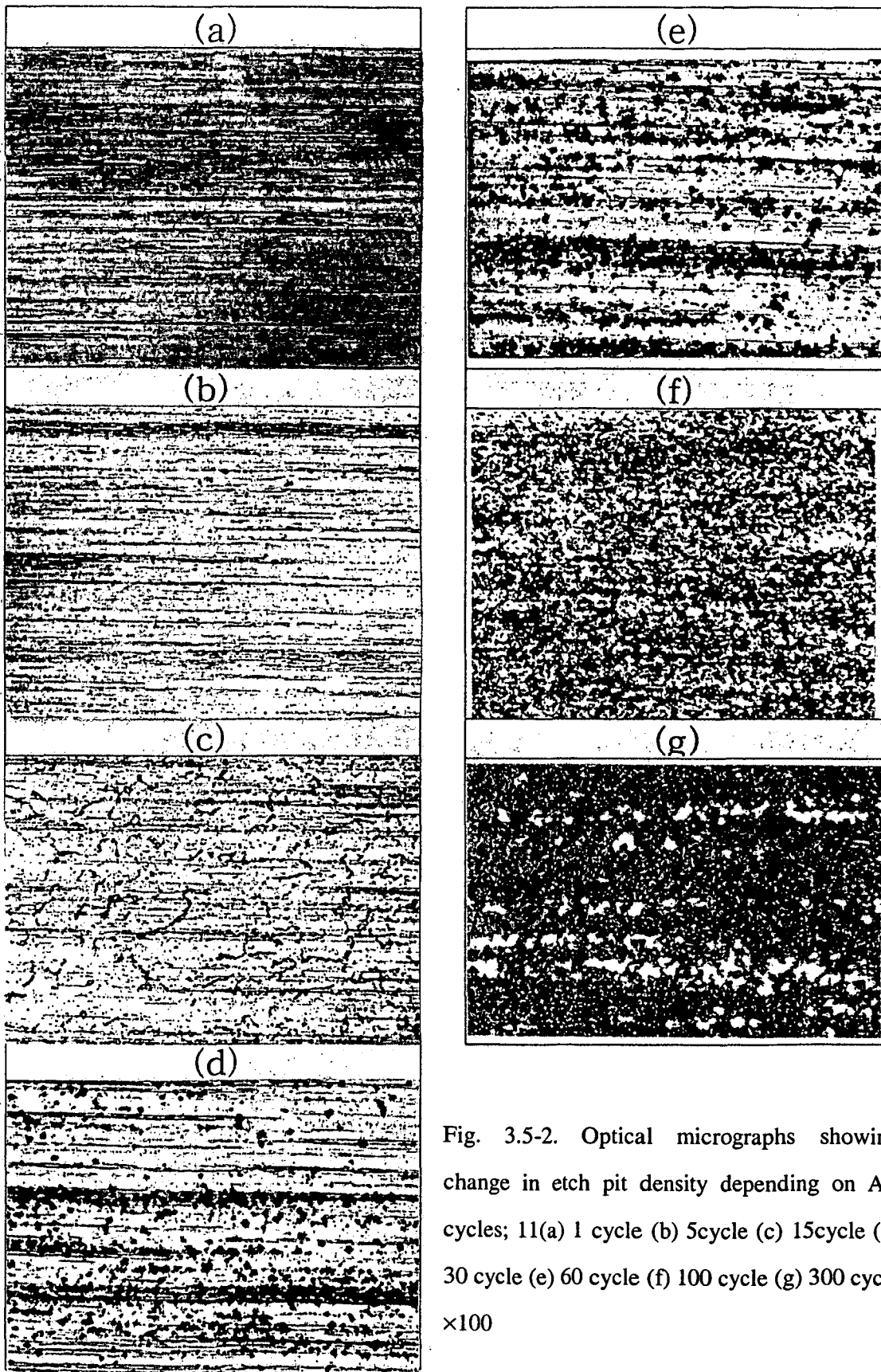


Fig. 3.5-2. Optical micrographs showing change in etch pit density depending on AC cycles; 11(a) 1 cycle (b) 5cycle (c) 15cycle (d) 30 cycle (e) 60 cycle (f) 100 cycle (g) 300 cycle $\times 100$

단 에칭 피트가 두 세 개 정도 모이게 되면, 그 부분은 에너지적으로 불 안정 피트가 생성되지 않은 곳이나 피트가 하나인 곳보다 불안정하므로 그곳이 집중적으로 에칭이 되는 경향이 강하게 되어 사진과 같이 에칭 피트 군이 형성된다. 또한, 그림 3.5-2 (d)에서 발견할 수 있는 사실은 압연 롤 자국도 일종의 표면 결함으로서 기지에 비해 높은 자유에너지를 갖기 때문인 것으로 생각된다.

그림 3.5-2 (e) ~ (g)에는 에칭이 진행됨에 따라 계속 에칭 피트 군의 수가 많아져 결국 300 사이클에서는 표면의 대부분이 에칭 되었음을 알 수 있다. 300 사이클 이상 계속 에칭을 진행하게 되면 박의 전체적인 에칭으로 인해 두께 감소가 일어나 결국에는 박이 완전히 용해되어 없어지게 되는데 이는 에칭 실험에 공급된 교류 전류의 주파수가 1Hz의 저주파수이기 때문이다. 정전 용량이 최대가 되는 특정 주파수에 대해서는 저자 등을 비롯한 많은 연구자들에 의해 연구되었으며[J-H. Jeong1994, J-H. Jeong1995, E. SUGANUMA1991, K. Vu Quang1983, 정세영1997, 최창희1996], 저자의 연구에 의하면 교류 전해 에칭의 경우 일반적으로 10 ~ 20Hz 의 주파수대에 특정 주파수가 존재한다. 하지만, 이론적 배경에서 언급하였듯이 교류 전해 에칭에서는 매우 많은 변수가 있기 때문에 이들 조건에 따라 특정 주파수는 변할 수 있다.

특정 주파수에서의 교류 전해 에칭 양상은 그림 3.5-3과 같다. 이 사진은 15Hz의 사인파를 공급하여 524초동안 에칭을 행한 것으로 사이클 수로 보면 7860 사이클에 달하지만 그림 3.5-2 (g)와 달리 박의 전체적인 부식이 일어나지 않고 박의 두께는 그대로 유지하면서 비교적 균일한 분포를 가진 에칭 피트 군을 형성하고 있음을 관찰할 수 있다. 이러한 경우 실제적인 표면적 증가 효과가 크게 되어 높은 정전용량을 얻을 수 있다.

나. 알루미늄 박의 열처리 온도에 따른 미세조직 및 정전용량

열처리 온도에 따른 알루미늄 박의 집합조직 및 광학 현미경 사진, TEM 사진은 각각 그림 3.5-4, 그림 3.5-5, 그림 3.5-6과 같다.

냉간 압연된 알루미늄 박의 집합조직은 그림 3.5-4 (a)와 같이 구리형집합조직과 S-집합조직, 황동형집합조직으로 구성된 전형적인 β 형 섬유집합조직을 나타낸다. 이 시편을 250°C에서 1시간 열처리한 경우의 집합조직은 그림 3.5-4 (b)와 같으며 이는 그림 3.5-4 (a)의 경우와 그다지 큰 차이를 보이지 않는다.

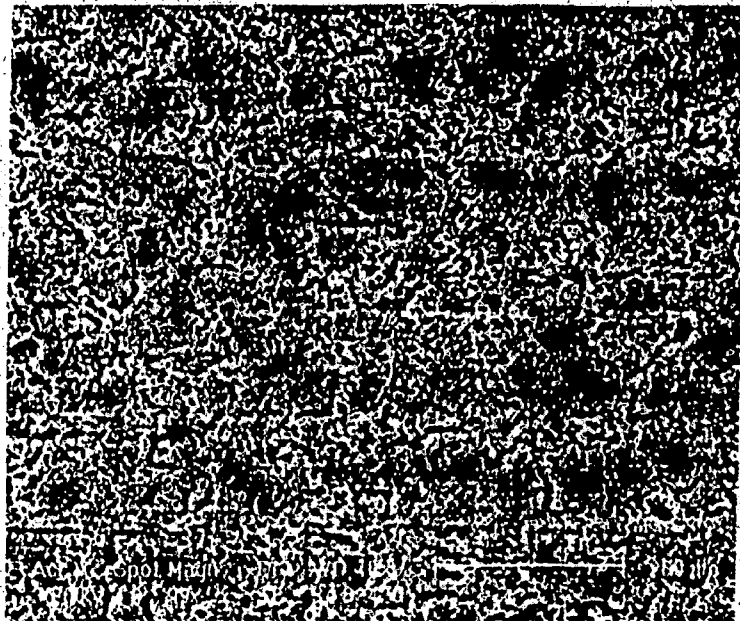


Fig. 3.5-3. SEM microstructure of aluminum foil AC etched at the characteristic frequency showing high capacitance; (sinusoidal wave, 15 Hz, 30°C, HCl and some additive containing aqueous solution)

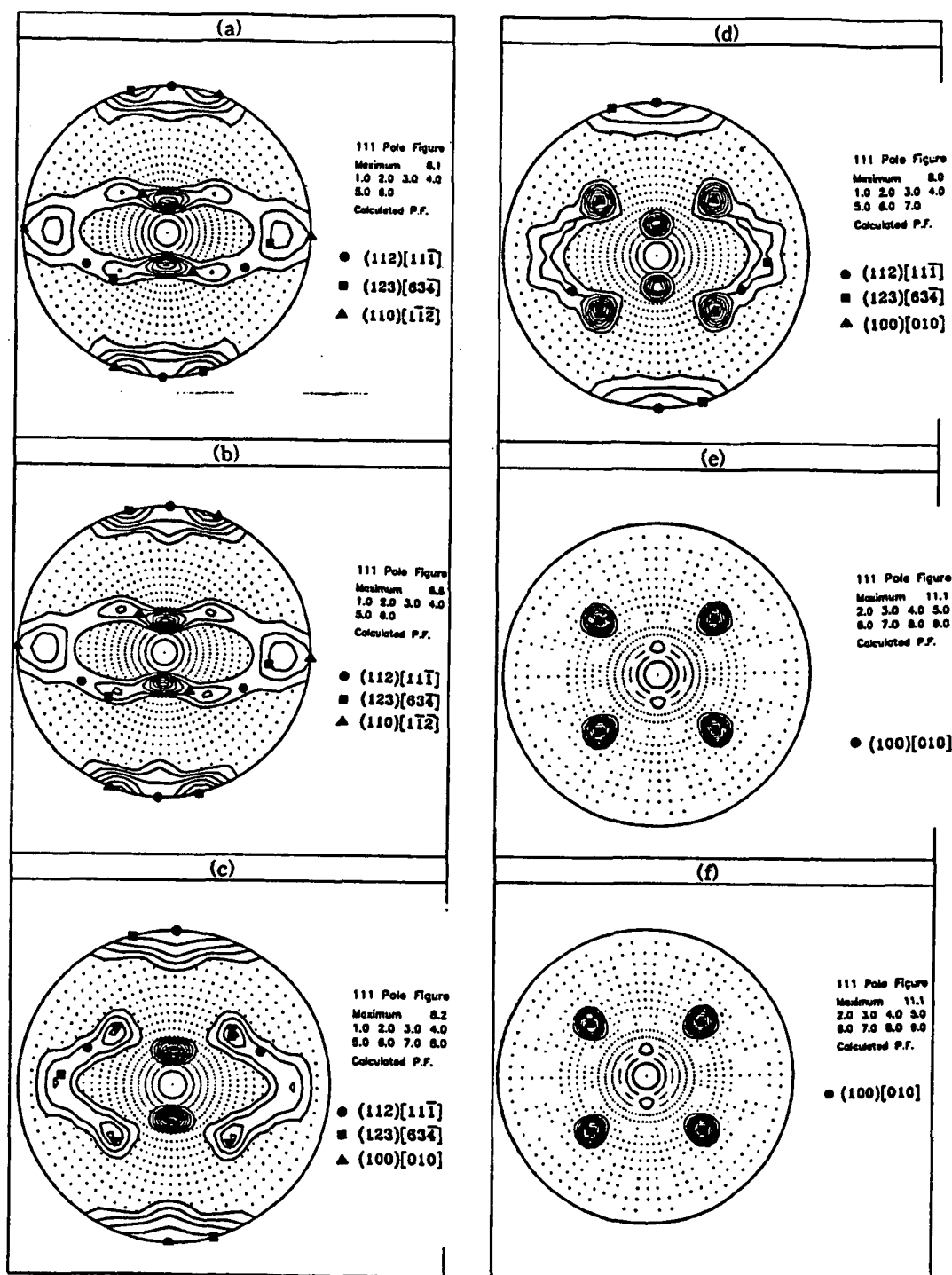


Fig. 3.5-4. (111) pole figure of (a) as rolled aluminum foils and (b) 250 °C (c) 300 °C (d) 350 °C (e) 400 °C and (f) 450 °C, for 1 hr

그림 3.5-5의 광학 현미경 사진을 비교해 보면 두 경우 모두 냉간 압연에 의해 전단 변형된 결정립들이 아직 재결정 온도에 도달하지 못해서 압연방향으로 연신되어 있으며 이들이 뚜렷이 관찰되지는 않는다.

하지만, 그림 3.5-6의 TEM 사진을 비교해 보면 둘 사이에 차이가 존재한다. 냉간 압연된 시편에 비해 250°C에서 열처리한 시편의 경우 뚜렷한 아결정립계를 관찰할 수 있는데 이는 열처리에 의해 아결정립내부의 변형장이 거의 사라졌기 때문이다 [최창희1996]. 이와 같이 집합조직의 변화가 아닌 결정 내에서의 전위의 재배열에 의해 미세 구조가 바뀌는 현상을 회복이라 한다. 그림 3.5-7에서 냉간 압연 시편과 250°C 열처리 시편의 인장강도를 비교해 보면 250°C에서 그 값이 현저히 감소하는데 이는 앞에서 설명한 회복에 기인한 것이다.

300°C에서 열처리한 시편은 그림 3.5-4(c)에서 보는 바와 같이 재결정이 일어나기 시작하며, 그림 3.5-7에서 보듯이 인장강도도 250°C에 비해 감소한다. 그림 3.5-5의 광학현미경 사진을 보면 시편 전체에 걸쳐 결정립들을 관찰할 수 있으며 이 역시 재결정이 일어났음을 의미한다. TEM 사진을 보면 250°C 시편에서 존재했던 아결정립계는 사라졌으며, 결정립내에 국부적으로 약간의 전위들이 모여 있는 것이 관찰되는데 이들은 350°C 이상으로 열처리한 시편들에서는 완전히 소멸하였다.

350°C에서 1시간 열처리한 시편에서는 입방정집합조직의 강도가 300°C 때보다 더욱 증가하고 냉간압연집합조직의 성분들은 급격히 감소하였으며, 400°C에서 1시간 열처리한 시편은 β형 섬유집합조직의 성분들이 더더욱 감소하며 전형적인 재결정 집합조직인 입방정집합조직을 나타내었다.

400°C 이상에서 1시간 열처리한 시편들은 모두 전형적인 입방정집합조직을 갖는 유사한 극점도를 나타내지만 그림 3.5-5의 광학 현미경 사진을 통해볼 때 결정립의 크기에 있어서 특이한 변화 양상을 보여준다. 결정립의 크기는 300 ~ 400°C까지는 온도 증가에 따라 커지나 450°C에서 그 크기가 약간 작아지며 다시 여기서부터 550°C까지는 결정립 크기는 증가한다. 재결정은 핵의 생성과 결정립의 성장에 의해 진행되는데[11], 300°C-400°C 구간 및 450°C-550°C 구간에서는 온도 상승에 따라 결정립의 성장 속도가 핵의 생성 속도보다 빨라지기 때문에 결정립의 크기가 커진다. 그런데, 450°C에서의 재결정의 경우는 이 온도에서 재결정핵의 생성 속도가 결정립의 성장 속도를 추월하게 되어 400°C에서보다 많은 새로운 핵이 생성됨으로 인해 결정립의 수가 많아지고 그 크기는 작아지게 된다.

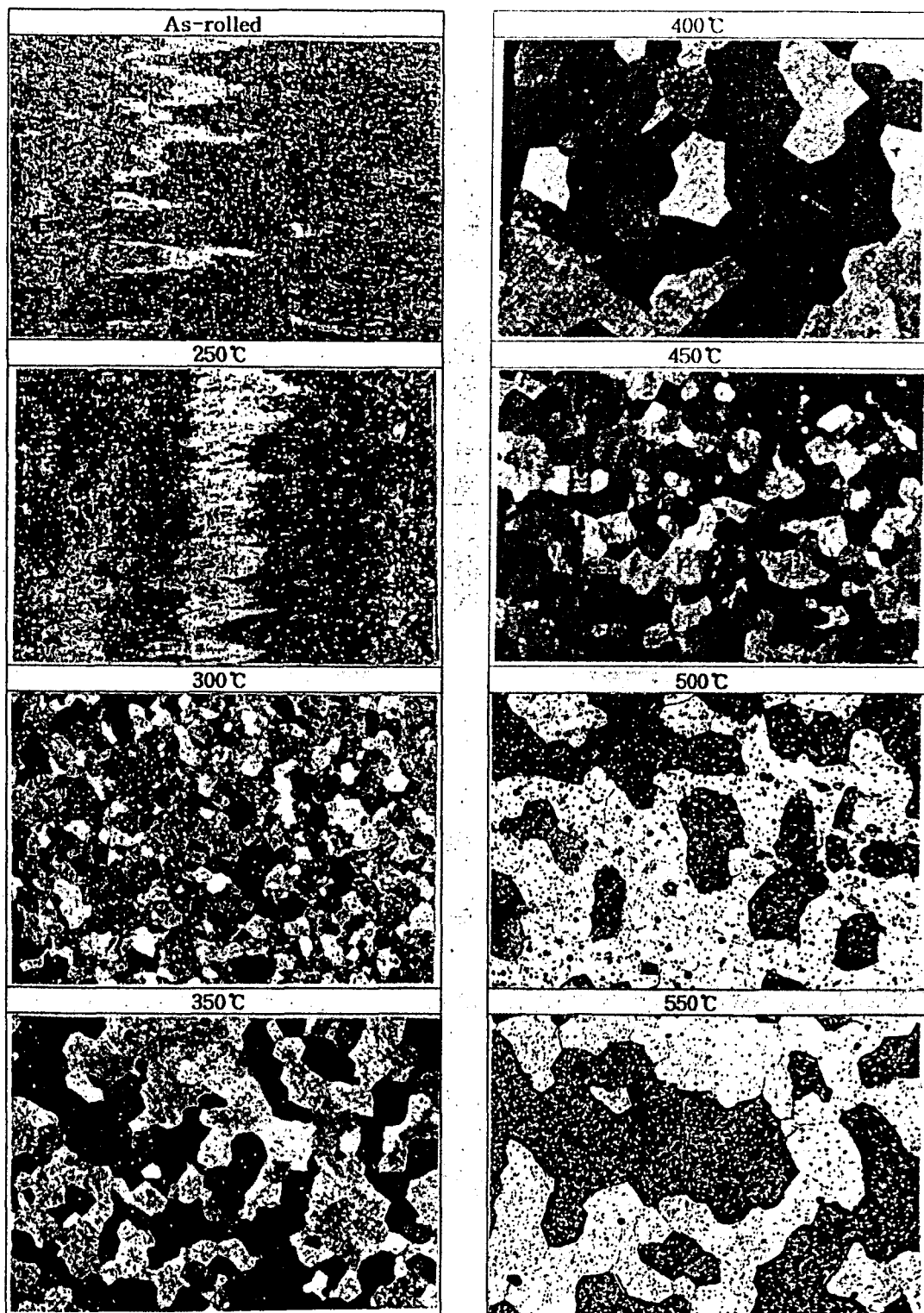


Fig. 3.5-5. Optical micrographs of aluminum foil annealed at various temperatures, $\times 40$

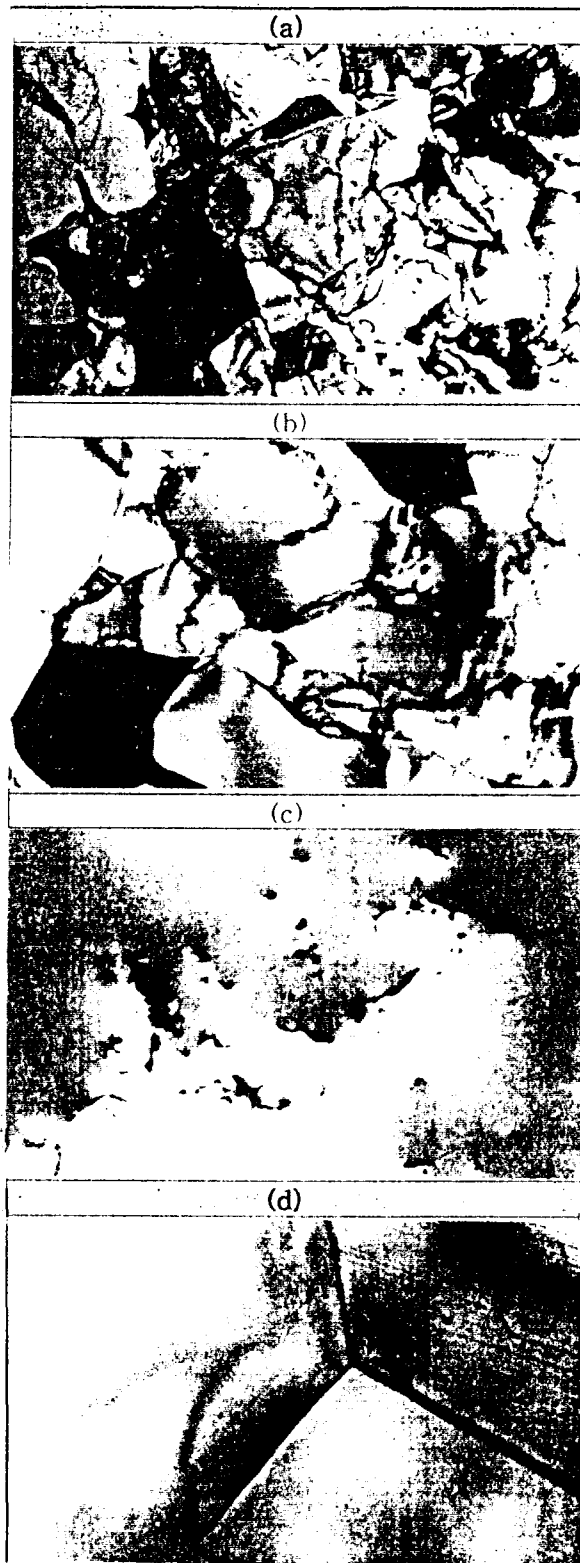


Fig. 3.5-6. TEM micrographs of aluminum foils (a) as rolled and annealed at (b) 250°C (c) 300°C and (d) 400°C for 1hr.

알루미늄 박의 열처리 온도에 따른 정전용량을 그림 3.5-8 에 나타내었다. 250 °C, 300 °C, 350 °C, 450 °C 에서 각각 1시간 열처리한 시편의 경우 약 38 $\mu\text{F}/\text{cm}^2$ 의 높은 정전용량을 나타낸 반면, 냉간 압연 시편 및 400 °C, 550 °C 에서 1시간 동안 열처리한 시편의 경우 이보다 약 4-14%정도 낮은 33.0-36.5 $\mu\text{F}/\text{cm}^2$ 의 정전용량을 나타내었다. 이러한 시편의 열처리 온도에 따른 정전용량 결과에 대해서는 위에서 언급한 결정립 크기 및 미세조직과 연관시켜 이해할 수 있다. 3.5.3 (가)에서 관찰한 바에 의하면 에치 피트 군은 결정립계를 따라 생성되는 경향이 있으므로 결정립계의 크기가 작을수록 단위 체적당 결정립계의 총 면적, 즉, 단위 면적당 결정립계의 총 길이가 크기 때문에 에칭이 잘 진행되어 큰 정전용량이 얻어질 것으로 예상되었는데 이는 그림 3.5-8의 결과와 대체로 잘 일치하고 있다. 결정립의 크기가 작은 300 °C, 350 °C, 450 °C 열처리 시편의 경우 높은 정전용량을 나타내었으며 결정립의 크기가 큰 400 °C 및 550 °C 열처리 시편의 경우가 가장 낮은 정전용량을 나타내고 있다.

한편, 200 °C 와 250 °C 열처리 시편의 경우는 재결정에 의해 결정립이 생성되지 않았음에도 불구하고 각각 37.0 $\mu\text{F}/\text{cm}^2$ 와 38.4 $\mu\text{F}/\text{cm}^2$ 의 높은 정전용량을 보이는데, 이를 통하여 볼 때 아결정립계 등의 결함도 결정립계와 마찬가지로 에치 피트의 개시점 역할을 하고 있음을 알 수 있다.

그런데, 냉간 압연 시편의 경우는 일단 예외로 생각하는 것이 타당하다. 냉간 압연 시편은 가장 낮은 정전용량을 나타내는데 이는 미세조직의 영향이라기보다는 시편의 표면 상태에 기인하는 것이기 때문이다. 냉간 압연 시편은 표면에 압연유 등의 이물질이 묻어 있기 때문이며 열처리를 하면 이들이 표면으로부터 제거된다. 박의 전처리 단계인 NaOH 수용액에서 이 시편을 2분간 담가 둔 결과 다른 열처리가 된 시편과는 달리 표면에서 알루미늄과 OH⁻ 과의 반응으로 인해 발생하는 수소의 양이 현저히 적었으며 이는 표면에 NaOH 수용액에 대해 불용성인 이물질이 묻어 있기 때문으로 생각된다.

다. 알루미늄 단결정의 교류 전해 에칭

그림 3.5-9는 세 가지 알루미늄 단결정 시편에서의 에치 피트 향상을 보여준다. 그림 3.5-9 (a)는 표면이 (001)인 단결정 시편이며 화살표 방향이 [100] 방향이다. 따라서, 정사각형 형태로 보이는 에치 피트는 실제로 정육면체이며 에치 피트 면의

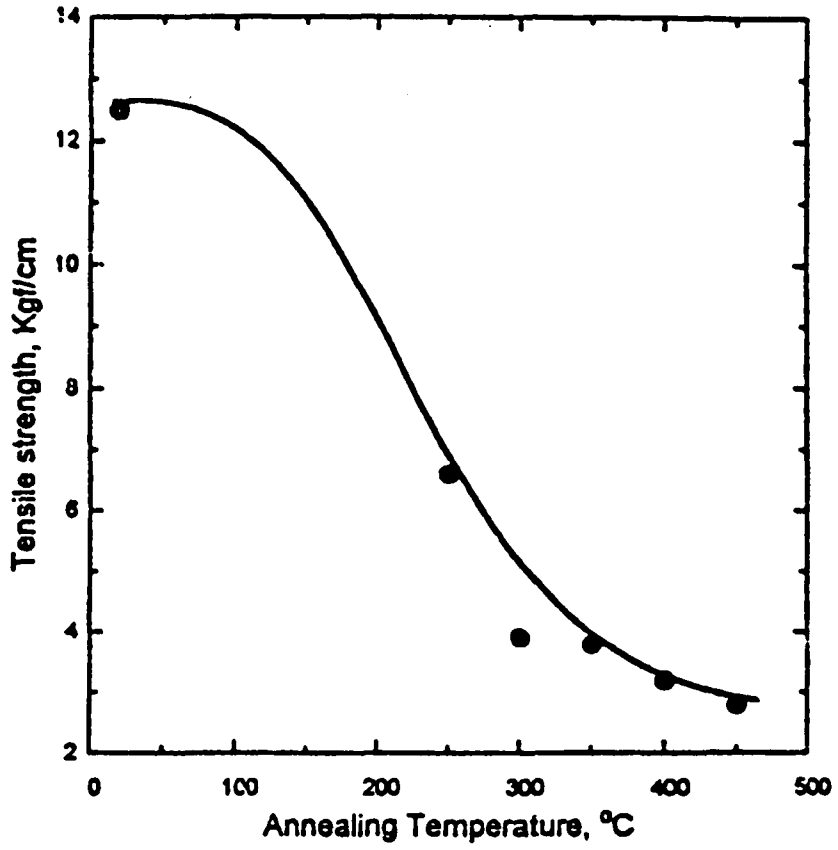


Fig. 3.5-7. Tensile strengths of aluminum foils annealed at various temperatures

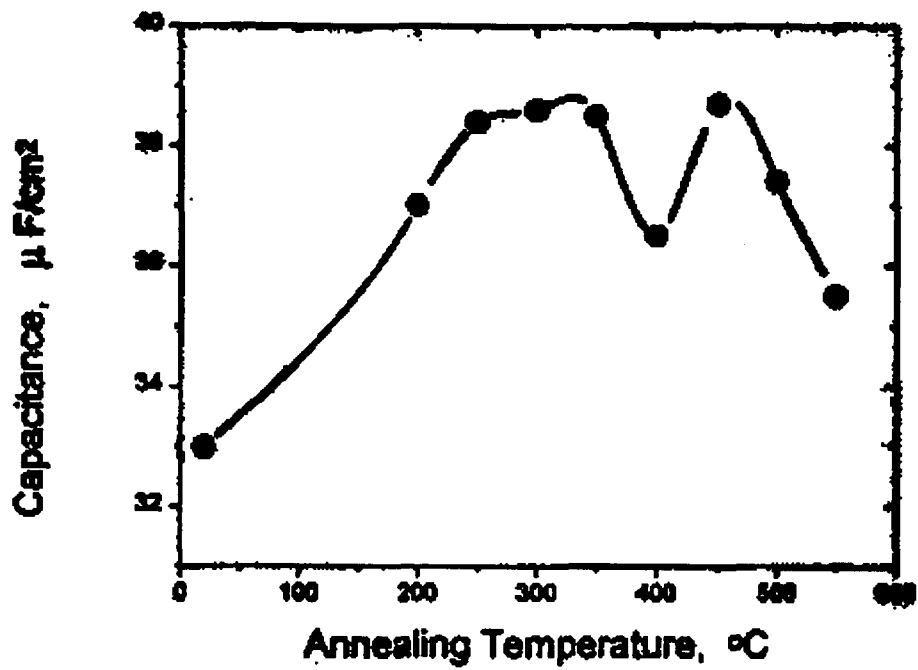


Fig. 3.5-8. Capacitance of AC etched aluminum foils after annealing at various temperatures.

지수는 (001)임을 알 수 있다. 사진에 나타난 모든 피크들 중 어느 하나도 회전이나 일그러짐 없이 모두 일정한 방향으로 생성되어 있으므로 에칭 피트는 면지수가 (001)이 되도록 생성되는 것임을 확인할 수 있다. 그림 3.5-9 (b) 및 그림 3.5-9 (c)는 각각 (110), (112)의 결정면을 가진 결정 시편이며 알루미늄의 결정학적 우선 부식의 사실을 더욱 명확히 해주고 있다. 한편, 동일 조건에서 동일 시간 에칭을 하였을 경우, 단위 면적당 피트의 수는 (112) < (110) < (100) 순이다. 이는 Kiyoshi 등[9]이 실험한 결과에 의해 잘 설명된다. Kiyoshi의 연구 결과에 따르면 서로 다른 결정면을 갖는 결정으로 정전류 에칭 (Galvanostatic Etching) 실험을 한 결과 피트 전위는 (100) 방위를 갖는 결정의 경우에 가장 높으며, 피크 전위 도달 시간도 가장 길었다. 한편, (111) 방위를 갖는 결정의 경우는 피크 전위가 가장 낮고 피크 전위 도달 시간은 가장 짧았다. 즉, (100)면은 가장 안정하므로 에칭이 일어나기 어렵고 이로 인해 단위 면적당 에칭 피트의 수가 가장 적으며, 가장 불안정한 면인 (111)면과 유사한 (112)면을 가진 결정의 경우 단위 면적당 에칭 피트의 수가 가장 많게 되는 것이다. 그림 3.5-9 (d)는 그림 3.5-9 (a)의 시편을 1200초간 더 교류 에칭을 한 사진이다. 그림 3.5-9 (a)보다 단위 면적당 에칭 피트의 수가 더 많으며 수많은 에칭피트들이 모여 이루어진 에칭 피트 군과 크기 30 μm 정도의 거대 에칭 피트도 관찰된다. 거대 에칭 피트는 단지 한 사이클의 교류 전류 공급에 의해 생성되었다고 보기에는 그 크기에 있어 불가능하다고 생각되며, 따라서 이는 수 사이클에 걸쳐 생성되었다고 볼 수 있는데, 수 사이클에 걸친 산화와 환원의 반복에 의해 이런 규칙적인 평탄면을 가진 거대 에칭 피트가 형성되었다고 보기는 어렵다.

4. 결 론

가. 고순도 알루미늄 박의 공급 교류 전류의 사이클 수에 따른 에칭 양상을 관찰한 결과 결정립계 및 롤 자국 등의 표면 결함에서 에칭 피트가 생성하고 성장하는 경향을 관찰하였다.

나. 알루미늄의 열처리 온도에 따른 결정립 크기 측정 결과, 450°C 의 경우 400°C 에서 열처리한 시편보다 결정립의 크기가 더 작은 것을 관찰하였다.

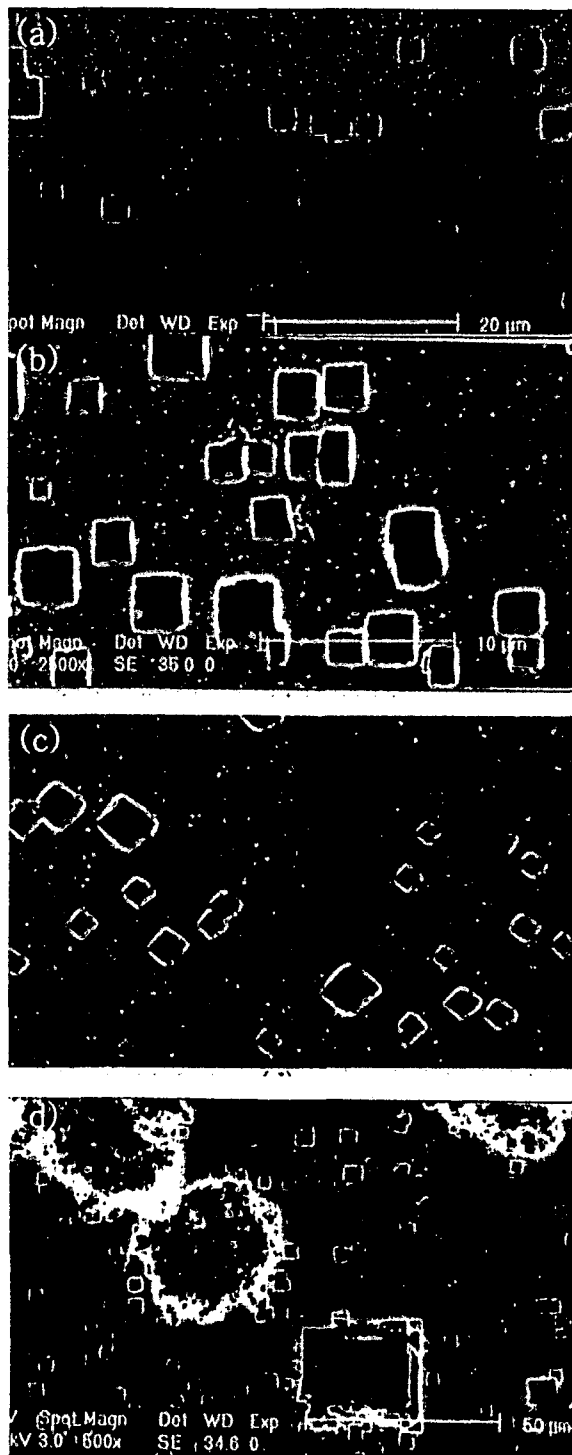


Fig. 3.5-9. SEM microstructures of 8min. AC etched aluminum single crystals, (a) (001) (b) (110), and (c) (112), and more than 20 min. etched (d) (001)

다. 열처리 온도를 달리한 알루미늄 박을 교류 전해 에칭하여 정전용량을 측정한 결과, 열처리 온도마다 다른 정전용량을 나타내었으며, 이를 통해 결정립의 크기, 아결정립계 등의 미세조직이 정전용량에 영향을 주는 것을 알 수 있다.

라. 알루미늄의 단결정을 교류 전해 에칭하여 정육면체 형태의 에칭 피트가 존재하며 그것을 이루고 있는 면들의 방위가 모두 (100)면임을 확인하였다.

마. (100) 알루미늄 단결정을 장시간 동안 교류 전해 에칭을 한 결과 에칭 피트 군 및 크기 $30\ \mu\text{m}$ 이상의 거대 에칭 피트가 관찰되었다.

제 4 장 연구개발목표 달성도 및 대외기여도

제 1 절 최종목표

본 연구실의 연구개발의 최종 목표는 집합조직제어의 3대 요소기술의 개발과 그 응용에 있으며, 이미 기술된 대로 재결정기술에서는 신재결정이론 (변형에너지방출최대화이론)을 통한 집합조직의 복합제어기술과 가공기술에서는 결정역학을 이용한 가공공정에 따른 물성 극대화 및 공정기술의 개발에 있으며, 분석기술에서는 EBSD를 이용한 집합조직 및 미세조직의 동시분석기술의 개발이 최종 목표이다.

본 내용을 간략하게 정리하면 다음과 같다.

집합조직제어 3대 요소기술의 개발과 응용

- 재결정: 신재결정이론(변형에너지방출최대화이론)을 통한 집합조직의 복합제어기술
- 가공 : 결정역학을 이용한 가공공정에 따른 물성 극대화 공정기술개발
- 분석 : EBSD를 이용한 집합조직/미세조직의 동시분석기술의 개발

제 2 절 단계별 목표

1단계는 1999.9월부터 2001.8월까지로 알루미늄 에칭박의 응용기술인 신재결정이론과 그 기술의 확립, S/C 전기강판이 응용기술인 결정역학 가공이론과 기술확립, EBSD기술의 기초확립 및 적용으로 구분할 수 있으며, 세부적인 연구개발 목표는 다음과 같다.

구분	연구개발 목표
1단계 (1999.9~2001.8)	<ul style="list-style-type: none"> ○ 신재결정이론과 기술의 확립 (응용기술 : 알루미늄 에칭박) ○ 결정역학 가공이론과 기술확립 (응용기술 : S/C전기강판) ○ EBSD기술의 기초확립 및 적용 (응용기술 : SEM/EBSD)

제 3 절 연차별 연구목표 및 내용

구분	연구목표	연구내용
1차년도 ('99)	<ul style="list-style-type: none"> ○ 신재결정이론과 기술확립 ○ 결정역학가공이론확립 ○ EBSD기술의 SEM적용 	<ul style="list-style-type: none"> ○ 변형에너지방출최대화이론을 통한 알루미늄에칭박 공정기술 확보 (직류고압박내의 집합조직중 Cube성분 80%) ○ 결정역학가공이론을 이용한 고 Si전기강판 박판주조기술 확보 (4.5%Si전기강판 Energy단축공정;20%공정 단축) (Hi-Br급 방향성 전기강판의 방위집적도향상 Goss Grain들간의 Misorientation $\leq 6^\circ$) ○ 차세대 고강도 극세선 금본당와이어 (Breaking load 향상 및 연신율증가: 280MPa, 5%) ○ SEM/EBSD의 분석 기술확보 (SEM/EBSD 분석기술 개발 및 보편화)
2차년도 ('00)	<ul style="list-style-type: none"> ○ 신재결정기술 확대/적용 ○ 결정역학가공기술 적용 ○ SEM/EBSD기술광범위적용 	<ul style="list-style-type: none"> ○ 알루미늄에칭박 양산화 기술 확보 및 전착 Invar 합금의 기초 연구 (교류 저압 AI박 20V정전용량 50 F/cm² 이상) ○ 고Si 전기강판 박판주조기술 적용 및 (Hi-B급 방향성전기강판 방위집적도 $\leq 5^\circ$) ○ 비대칭압연 기초 기술의 확보 ○ SEM/EBSD의 광범위한 적용/보급 (SEM/EBSD workshop 년 1회 이상 개최)

제 4 절 주요 연구 개발 결과

1. 연구개발 평가의 착안점 및 척도

이론적 평가

- 최대일방출이론의 확립 : SCI 논문 50편 발표, 관련특허 3편
- 결정역학이론에 근거한 가공해석 유한요소Code의 확보
- EBSD를 이용한 미세조직/집합조직 동시분석기술의 확보와 전파
: Workshop 4회 개최(기술의 공유를 위한 산학연의 중추적 역할 수행)

기술적 평가

- 전착Invar합금을 이용한 Shadow Mask개발
- 고용량 전해콘덴서용 알루미늄 에칭원박기술의 산업체 이전
- 박판주조법 고Si전기강판 공정개발과 산업체로 기술이전
- 비대칭 압연기술을 이용한 고성형성 알루미늄합금 판재의 개발과 적용

2. 단계별/연차별 평가의 착안점 및 척도

【1단계 연차별 평가의 착안점 및 척도】

구 분	평가의 착안점 및 척도
1차년 (1999년)	<ul style="list-style-type: none"> ○ Internet을 통한 기술정보의 공유 System구축 : Homepage ○ SEM/EBSD관련 Workshop 개최 ○ 결정역학 유한요소Code의 확보
2차년 (2000년)	<ul style="list-style-type: none"> ○ 최대일방출이론의 확립 : SCI 논문 20편 발표, 특허 1편 ○ 박판주조법/고Si 전기강판 산업체 기술이전 ○ EBSD관련 Workshop 개최 및 분석기술의 산학연 심포지엄 개최

3. 계획대비 달성도

번호	세부연구개발목표 (연구계획서상에 기술된 연구목표)	달성내용	달성도 (%)
1	신재결정이론과 분석기술확립	-변형에너지방출최대화이론의 확립 -미세조직관점에서 이론의 근거 확보	100%
2	저압용 알루미늄 에칭박 개발	-저압용 알루미늄 에칭박 공정기술 확보 -일진소재(주)에서 알루미늄 에칭박 양산설비 확보	100%
3	Hi-B급 고Si전기강판 박판구조 기술의 확보 및 에너지 절약공정 개발	-재가열공정, 열간압연공정 생략 -예비열처리와 제어냉각 생략 -1차재결정 공정 및 탈탄열처리 생략 -2단계 냉간압연법으로 Goss Grain의 Misorientation $\leq 6^\circ$	100%
4	차세대 금본딩와이어 개발	-고강도의 Breaking load 확보 (280MPa) -공정 개선을 통한 연신을 확보(5%)	100%
5	SEM/EBSD 기본 기술 확보 SEM/EBSD 기본 기술 전파	-500nm 공간분해능 측정기술 확보 -1999년 제1차 Workshop : EBSD 측정의 정확도 향상을 위한 시편 준비방법 -2001년 제2차 Workshop : EBSD 측정의 분해능 향상을 위한 SEM과 Camera 작동조건 : 화합물, 산화물 측정을 위한 시편준비법	100%

4. 관련분야의 기술발전예의 기여도

가. 이동녕 교수 호암상 공학상 수상

호암재단(이사장 이현재)은 1일 오후 서울 호암아트홀에서 2001년 호암상 시상식을 가졌다. 수상자인 임의철(林毅喆) 미 애크런대 석좌교수(과학상), 이동녕(李東寧) 서울대 교수(공학상), 강호(姜虎) 미 테네시대 교수(의학상), 이우환(李禹煥) 서양화가(예술상), 강홍조(姜弘造) 충북재활원이사장(사회봉사상)이 각각 1억원의 상금과 순금 메달을 받았다. 공학상 이동녕 박사는 1995년 재료의 새로운 재결정 집합조직 형성이론으로 "최대일 방출 이론"을 독창적으로 제시했다. (2001년 4월 11일 중앙일보기사)

나. 4.5%Si 전기강판의 제조에 관한 연구로 포스코 논문상 우수상 수상

박준철·이준택(서강대학원 경영)씨와 박재영(서울대학원 금속 박사과정)씨가 12일 포철 인재개발원에서 개최된 제5회 포스코 철강논문상 발표대회에서 공동으로 우수상에 선정돼 각각 상장과 장학금 500만원을 받았다. 이날 대회에서(중략)...박재영 씨는 "스트립캐스팅법에 의한 방향성 고규소 전기강판의 제조에 관한 연구" 주제로 발표했다. 포철은 접수된 논문을 모두 포스코 경영연구소와 포철 기술연구소 전문 연구팀의 박사 연구원과 관련 분야 임원들로 구성된 심사위원회에서 예비심사 및 본심사를 거쳐 7편의 논문을 선정, 이날 발표대회에서 박정우 상무와 신수철 상무를 비롯한 관련분야 전문위원들의 심사로 최종 수상 등급을 가렸다. (포스코신문)

다. MK 전자(주) 고강도(280MPa) 금본딩 와이어 개발

현재 반도체의 접합에 사용되고 있는 본딩 와이어의 강도보다 20% 높은 강도를 가지면서 연신률을 유지하는 차세대 금 본딩와이어를 (주) MK 전자와 한국과학기술연구소와 공동으로 개발하였다. 특히 극미세선의 미세조직/집합조직 관찰을 위한 EBSD 시편준비 방법을 개발하였고 공정상 고강도 와이어를 위한 집합조직을 유도하는 방법을 연구하여 고강도의 금본딩 와이어 개발에 성공하였다. 현재는 차세대 구리 와이어의 개발에 관한 연구가 진행중이다.

라. ICOTOM 13유치(The 13th International Conference on Textures of Material)

매 3년마다 개최는 집합조직 분야에서 가장 주도적인 학회로 서울대 이동녕교수가 13번째 학회를 유치하고 서울대에서 행사를 갖기로 하였으며 집합조직제어연구

실이 주도적으로 학회의 운영과 기타 제반 사항에 대하여 지원하기로 하였다.

마. 기타 계획하지 않은 연구성과

연구 내용	연구 결과
<ul style="list-style-type: none"> o TEM을 이용한 재료의 미세조직/집합조직 분석 	<ul style="list-style-type: none"> -Cu-Al 변형시의 변형미세구조에 대한 방위차 확인 -TEM Kikuchi 패턴을 이용한 방위 분석기술 확보 -미세조직관찰 및 미세집합조직 측정 능력 확보
<ul style="list-style-type: none"> o 25 m 극미세선의 집합조직/미세조직의 측정 	<ul style="list-style-type: none"> -금본딩와이어 집합조직은 111, 100 섬유집합조직 -공정조건(다이각, 단면감소율)이 Breaking load와 섬유집합조직의 제어에 중요한 요소 -극미세선의 EBSD 분석을 위한 기반 기술의 확보
<ul style="list-style-type: none"> o Mapping step에 따른 EBSD 분해능의 측정 	<ul style="list-style-type: none"> -500nm 분해능 확보 (결정립계의 명확한 구분 가능) <li style="padding-left: 20px;">: 150nm가 Conventional SEM의 한계 -FEG SEM과 차세대 EBSD를 통하여 8nm의 분해능
<ul style="list-style-type: none"> o 다양한 재료의 EBSD분석 	<ul style="list-style-type: none"> -NiAl의 경우 <ul style="list-style-type: none"> : 기계적 연마 후 화학적 에칭을 하는 경우 : 10-20% 정도의 영역에서 EBSD 패턴 우수 : 전해연마후 90% 이상 영역에서 EBSD 패턴 우수 -Cu₆Sn₅의 경우 <ul style="list-style-type: none"> : 이온밀링에서 EBSD 패턴 우수 -산화물인 ZnO, Al₂O₃의 경우 <ul style="list-style-type: none"> : 열에칭에서 EBSD 패턴 우수

바. 연구개발성과 현황

【총괄표】

구분	기술이전		기술료수입		특허출원			특허등록			논문게재			학술발표		
	건수	건수	금액(억원)	국내	국외	계	국내	국외	계	국내	국외	계	국내	국외	계	
1차년도('99)	1						1		1	3	21	24	16	16	32	
2차년도('00)	2						1		1	1	52	53	26	32	58	
총계	3						2		2	4	73	77	42	48	90	

(1) 기술이전

연월	업체명	기술명	주요내용
1999	(주)일진소재	저압용 알루미늄 에칭 박 제조기술	- 집합조직제어를 통한 에칭원박 제조 기술 - 정전용량극대화를 위한 원소재 특성 향상
2000	(주)MK전자	반도체용 Gold bonding wire 제조기술	- 극미세선의 EBSD 분석기술 개발 - 280MPa, 5% 고강도 제조기술 - 집합조직 제어를 통한 소재의 균일화
2000	(주)POSCO	스트립캐스팅법을 이용한 Fe-4.5wt%Si 방향성 고규소 강판의 제조기술	- 박판주조법을 이용한 제조법 - 4.5% Si 전기강판 제조기술의 확보 - 20%이상의 공정 단축설비 개발

(2) 연구결과의 산업화 실적

- 저압 알루미늄 에칭박: (주) 일진소재
: 현재 양산화 설비 시험중이며 시제품의 제조 단계
- 차세대 고강도 금분당와이어의 개발
: 현재 양산하여 시판 단계

(3) 특허등록

국명	특허제목	등록번호	등록년,월 (출원년,월)	주요내용
한국	알루미늄 및 알루미늄 합금의 성형성 향상을 위한 압연방법	제0232732호	1999. 9. 8	
한국	구리-알루미늄 합금판재를 이용한 알루미늄 분산동 판재의 제조방법	제10-0259910호	2000.3.29	

(4) 논문게재

학술논문 : 총 76 편 (국외 : 73 편, 국내 : 3 편)
 학술발표 : 총 90 편 (국외 : 48 편, 국내 : 42 편)

- (1) Deformation and annealing textures of silver wire, *Materials Science and Engineering*, 2000, **A279**(1-2) 244
- (2) The evolution of texture during annealing of nanocrystalline electroless Ni alloy deposits, *Textures and Microstructures*, 2000, **V34**, 181
- (3) Thermodynamic assessment of the Fe-C-P system, *Zeitschrift, Metallkunde*, 2000, **V34**, 181
- (4) Plastic behavior of perforated sheets with slot-type holes under biaxial stress state, *International Journal of Mechanical Sciences*, 2000, **V42**, 523
- (5) Characterization of dislocations in copper electrodeposits, *Journal of Materials Science*, 2000, **35**, 6161
- (6) Acicular ferrite microstructure in Ti-bearing low carbon steels, *Materials Science and*

- Technology, 2000, **16** (11-12), 177
- (7) Effect of Si and Al on acicular ferrite formation in C-Mn steel, *Metallurgical and Materials Transactions*, 2001, **32A** (1) 75
 - (8) Mn absorption characteristics of Ti₂O₃ particle in low carbon steel, *Scripta Materialia*, 2001, **44** (1) 49
 - (9) Microstructure of electrodeposited soft magnetic CoNiFe thin film, *Thin Solid Films*, 2001, **384** (2), 288
 - (10) Recrystallization of alumina dispersion strengthened copper strips, *Materials Science and Engineering*, 2001, **A313**, 24
 - (11) Texture and deformation behavior through thickness direction in Strip Cast 4.5wt%Si Steel, *ISIJ*, 2000, **v40** 1210
 - (12) The Effects of Superheating on Texture and Microstructure of Fe-4.5%Si Steel Strip by Twin-roll Strip Casting, *ISIJ*, 2001, **v.41** pp70
 - (13) Prediction of Cracks in Continuously Cast Beam Blank Through Fully Coupled Analysis of Fluid Flow, *Met.Trans.A*, 2000, **31**: (1) 225
 - (14) Plastic behaviour of perforated sheets with slot-type holes under biaxial stress state, *IJMS*, 2000, **vol 42**, 523
 - (15) Texture evolution of FCC sheet metals during deep drawing process, *International Journal of Mechanical Science*, 2000, **Vol 42**, Issue 8, 1571
 - (16) Mechanical Behavior of Carbon Steels in the Temperature Range of Mushy Zone, *ISIJ*, 2000, **Vol 40**, 356
 - (17) Spontaneous Deformation during High Temperature Oxidation of Fe-20Cr-5Al-(0,0.06)La alloy Thin Strip, *Materials Science and Engineering A*, 2000, **Vol 278**, 77
 - (18) Deformation and annealing textures of drawn Al-Mg-Si alloy tubes, *Journal of Materials Processing Technology*, 2001, **113**, 551
 - (19) The evolution of textures in aluminum alloy 8022 during annealing, *Metals and Materials International*, 2001, **7** (3), 251
 - (20) Analysis of deformation textures of asymmetrically rolled aluminum sheets, *Acta materialia*, 2001, **49**, 2583
 - (21) Inoculated acicular ferrite microstructure and mechanical properties, *Materials Science and Engineering*, in press
 - (22) Analysis of Solidification Cracking Using the Specific Crack Susceptibility, *ISIJ*, 2000, **Vol 40**, 129
 - (23) Formulation of Rod forming Models and Application in Spray Forming, *Metal Trans*, 2000, **V 31A**, 1479
 - (24) A New Criterion for Internal Crack Formation in Continuously Cast Steels,

- Metallurgical and Materials Transactions B, 2000, V31B, 779
- (25) The effect of rolling conditions on the strength and microstructure of dispersion strengthened copper strips, *Materials Science and Engineering, A*, in press
 - (26) Deformation and recrystallization textures in cross-rolled copper sheets, *Journal of Engineering Materials and Technology (ASME JEMT)*, in press
 - (27) Use of thermodynamic data to calculate surface tension and viscosity of Sn-based soldering alloy systems, *Journal of Electronic Materials*, in press
 - (28) Analysis of deformation textures of asymmetrically rolled steel sheets, *International Journal of Mechanical Sciences*, in press
 - (29) A stability criterion for deformation and deposition textures of metals during annealing, *Journal of Materials Processing Technology*, in press
 - (30) Influence of Mn on microstructure of Ti-killed C-Mn steel, *Materials Science and Engineering A*, 2000, submitted
 - (31) Annealing behavior of alumina dispersion strengthened copper strips, *Metallurgical and Materials Transaction A*, submitted
 - (32) Ferrite nucleation potency of non-metallic inclusions in carbon steels, *Acta materialia*, 2001, Vol.49 2115
 - (33) The evolution of recrystallization texture from cold rolled IF steel sheets, *ISIJ International*, submitted
 - (34) Interpretation of abnormal growth of giant grains in silver thin films, *Scripta Materialia* submitted
 - (35) Effects of Tellurium addition on the Internal oxidation of Ag-Sn alloys, *Scripta Materialia*, 2000, Vol.42, pp169
 - (36) FEM Modeling of Flow Curves for Ferrite/Pealite Two-Phase Steels, *ISIJ Int*, 2001, Vol. 41(7), pp.782
 - (37) Effects of Alloying Elements on Mechanical and Fracture Properties of Base Metals and Simulated Heat-Affected Zones of SA508 Steels, *Metallurgical and Materials Trans.A*, 2001, Vol. 32A, pp.903
 - (38) Effects of carbide precipitation on the strength and Charpy impact properties of low carbon Mn-Ni-Mo bainitic steels, *Journal of nuclear materials*, 2001, Vol. 297, 138
 - (39) Model for compaction of metal powders, *International Journal of Mechanical Sciences*, 1999, 41, 121
 - (40) Calculation of phase equilibria and evaluation of glass forming ability of Ni-P alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, 1999, 282, 175
 - (41) Fabrication of alumina dispersion strengthened copper strips by internal oxidation and hot roll bonding, *Materials Science and Technology*, 1999, 15, 352

- (42) Thermodynamic evaluation and calculation of phase equilibria of the Ti-Mo-C-N quaternary system, *Journal of Alloys and Compounds*, 1999, **282**, 142
- (43) Variation of plastic strain ratios of α -brass sheet with tensile strain, *Textures and Microstructures*, 1999, **32**, 355
- (44) Textures and structures of vapor deposits, *Journal of Materials Science*, 1999, **34**, 2575
- (45) The evolution of texture during annealing of electroless Ni-Co-P deposits, *Scripta Materialia*, 1999, **40**, 1333
- (46) Recrystallization textures of aluminum bicrystals with S orientation deformed by channel die compression, *Materials Science and Engineering*, 1999, **A269**, 49
- (47) Nucleation of intergranular ferrite at Ti₂O₃ particle in low carbon steel, *Acta materialia* 1999, **47**, 2751
- (48) Power-law creep model for densification of powder compacts, *Materials Science and Engineering*, 1999, **A 272**, 424
- (49) Recrystallization textures of silver electrodeposits, *Journal of Electrochemical Society*, 1999, **146** (9), 3300
- (50) Macroscopic Anisotropy in AA 5019A sheet, *Acta Metallurgica*, 2000, Vol 48 1853
- (51) Effect of initial sheet thickness on shear deformation in ferritic rolling of IF-steel sheets, *ISIJ International*, 2000, **40**(1), 58
- (52) Analysis of precipitate structure in a Cu-Ni-P alloy, *Scripta Materialia*, 2000, **42**(7), 637
- (53) Strain energy release maximization model for evolution of recrystallization textures, *International Journal of Mechanical Sciences*, 2000, **42**, 1645
- (54) An upper-bound solution of channel angular deformation, *Scripta Materialia*, 2000, **43**(2) 115
- (55) Hot deformation and acicular ferrite microstructure in C-Mn containing Ti₂O₃ inclusions, *ISIJ International*, 2000, **40**(6), 819
- (56) The influence of tension on the development of rolling textures, *Materials Science Research International*, 2000, **6**(3), 161
- (57) The evolution of the Goss texture in silicon steel, *Materials Science Research International*, 2000, **6**(3), 167
- (58) Modelling of deformation textures of cold rolled bcc metals by the rate sensitivity model, *Key Engineering Materials*, 2000, **177-180**, 115
- (59) Fracture and Strength of solids associated with their textures, *Key Engineering Materials*, 2000, **183-187**, 679
- (60) Precipitation characteristics of Cu-Mn-P alloy, *Journal of Materials Science*, 2000, **35**, 4151

- (61) Relationship between deposition and recrystallization textures of copper and chromium electrodeposits, *Journal of Materials Science*, 2000, **35**, 4055
- (62) Prediction of Mechanical Properties of TRIP Steels by FEM and Micromechanics, *Key Engineering Materials*, 2000, Vols. 177-180, 449
- (63) Strain energy release maximization model for recrystallization textures, *Metals and Materials*, 1999, **5** (5), 401
- (64) The deposition and recrystallization textures of copper electrodeposits obtained from a copper cyanide bath, *Metals and Materials*, 1999, **5** (5), 465
- (65) Analysis of Heat transfer in Hot Rolled Coils for Optimum Condition of Forced Cooling, *Metals and Materials*, 1999, vol 5 369
- (66) A Fully Coupled Analysis of Fluid, Heat Transfer and Stress in Continuous Round Billet Casting, *ISIJ*, 1999, vol 39, 435
- (67) Microstructure and Crystallographic Texture of Strip-Cast 4.3wt%Si Steel Sheet, *Scripta Materialia*, 1999, vol 40, 881
- (68) Model for uniaxial compaction of ceramic powders, *Powder Metallurgy*, 1999, vol 42, No 3, 269
- (69) A Finite Element Method for 2-Dimensional Slice of Cast Strand, *ISIJ*, 1999, vol 39, 445
- (70) Prediction of Yield Surface of Textures Sheet Metals, *Met Trans. A*, 1999, Vol 30, 377
- (71) High Temperature Deformation Behavior of Carbon Steel in the Austenite and Ferrite Regions, *ISIJ*, 1999, Vol 39, No 1, 91
- (72) A Mathematical Model of Unidirectional Solidification in Cooled Mold, *METALS AND MATERIALS*, 2000, Vol6. No3, pp. 189
- (73) Texture and related phenomena of electrodeposits, *J. Kor. Inst. Surf. Eng.*, 1999, 32(3), 317
- (74) Cu-Mn-P-(Sn) 합금의 시효특성 및 석출상 분석, *대한금속학회지*, 1999, **37**(8), 917
- (75) 원자로 압력용기용 SA 508 강의 기계적 성질 향상을 위한 합금설계 연구, *대한금속재료학회지*, 2000, 38(6), pp771
- (76) 결정소성 유한 요소법을 이용한 FCC 다결정 금속의 변형 집합조직 예측, *대한금속학회지*, 1999, Vol 37, No 1, p101

(5) 학술발표

- (1) Texture analysis of fine wire with EBSD, OIM Academy-Users group meeting, Utah,

- USA, (2000.4.19-20)
- (2) Effects of uniaxial stress on the nucleation behavior of ferrite from deformed austenite, THERMEC 2000 Las Vegas, USA, (2000.12.4-8)
 - (3) Precipitation of austenite particles at grain boundaries during aging of Fe-Mn-Ni steel, 7th APEM Singapore, (2000.6.26-29)
 - (4) Effect of external stress on the nucleation behavior of ferrite in low carbon steel, The 3rd Workshop on development of high performance structural steels, Pohang, KOREA, (2000. 9.7-8)
 - (5) Effect of Over-aging on the Microstructure and Mechanical Properties of Cu, Ni Containing AC8A Aluminum Casting Alloy, The 2nd international Conference on Light Materials for Transportation systems, (2001.5.6-10)
 - (6) Effect of Precipitates on the Recrystallization behavior of Ti-added IF steels, Microscopy and Microanalysis L.A., U.S.A., (2001.8.5-9)
 - (7) Nucleation of Intragranular Accicular Ferrite in a Ti- containing Low Carbon Steel of high N, Microscopy and Microanalysis 2001 L.A., U.S.A., (2001.8.5-9)
 - (8) Fracture and Strength of solids associated with their textures, Pohang, Korea, August 16-18, 2000
 - (9) The evolution of recrystallization textures from plastically deformed aluminum crystals Ottawa, Ontario, Canada, August 20-23, 2000
 - (10) The evolution of texture in aluminum alloy sheet during asymmetric rolling, Ottawa, Ontario, Canada, August 20-23, 2000
 - (11) Recrystallization textures from different cold rolling textures of IF steel, Ottawa, Ontario, Canada, August 20-23, 2000
 - (12) The Effect of rolling conditions on the strength and microstructure of dispersion strengthened copper strips, Asiloma California, Aug. 28-Sept. 1, 2000
 - (13) Effects of asymmetric rolling parameters on texture development in aluminum sheets, New Orleans, Louisiana, Feb. 11-15, 2001
 - (14) Texture and structures of asymmetrically rolled aluminum sheets, Busan, May 6-10, 2001
 - (15) Effect of precipitation on the formation of recrystallization textures in AA 8011 aluminum alloy sheet, Japan, 27-31 May, 2001
 - (16) The strength and structure of asymmetrically rolled sheets, Japan, 27-31 May, 2001
 - (17) Deformation and annealing textures of a 90% drawn electrolytic copper wire, Las Vegas, USA, 4-8 Dec. 2000
 - (18) Average texture and plastic anisotropy in Nb bearing high strength steels, Las Vegas, USA, 4-8 Dec. 2000

- (19) The influence of tension on the rolling textures of steel and aluminum, Las Vegas, USA, 4-8 Dec. 2000
- (20) Transformation from rolling texture to recrystallization texture in copper, Las Vegas, USA, 4-8 Dec. 2000
- (21) Variation of shear texture with shear to effective strain ratio in rolled fcc metal sheet, Las Vegas, USA, 4-8 Dec. 2000
- (22) A stability criterion for deformation and deposition textures of metals during annealing, Las Vegas, USA, 4-8 Dec. 2000
- (23) The Evaluation of Elastic Modulus and Adhesion Energy of Diamond-Like Carbon Film with Adhesion Method, Boston, MRS, November 27 - December 1, 2000
- (24) Texture analysis in Gold wire, St. Louis, Missouri USA, TMS, October 22-25, 2000
- (25) The Brimacombe Memorial Symposium, BRITISH COLUMBIA, CANADA, Oct. 2000
- (26) Displacement boundary conditions in 3D discrete dislocation dynamics, Acquafredda di Maratea, Italy, 16-21, Sep. 2000
- (27) Twin components in rolling and recrystallization textures of Fe-Ni alloys, San Diego California, Feb. 28-March 4, 1999
- (28) The evolution of recrystallization textures of cross rolled copper sheets, Japan, 1999
- (29) Deformation and annealing textures of silver wire, Japan, 1999
- (30) Analysis of inhomogeneous rolling texture of fcc metal sheets, Ottawa Canada, 1999
- (31) Relationship between deposition and recrystallization textures of electrodeposits, Ottawa Canada, 1999
- (32) Recrystallization texture of aluminum bicrystals with S orientations deformed by channel die compression, Ottawa Canada, 1999
- (33) The deformation textures and Lankford values of asymmetrically rolled aluminum alloy sheets, Ottawa Canada, 1999
- (34) Effect of roll bite geometry on sheet deformation in ferritic rolling of IF-steel sheets, Ottawa Canada, 1999
- (35) The texture of drawn high-carbon steel wire, Ottawa Canada, 1999
- (36) Texture evolution of aluminum single crystals during asymmetric rolling, Ottawa Canada, 1999
- (37) The evolution of deformation and recrystallization textures of cross rolled copper sheets, Ottawa Canada, 1999
- (38) The influence of tension on the development of rolling textures, Beijing, 1999
- (39) The evolution of the Goss texture in silicon steel, *ibid*, 1999
- (40) Strain energy release maximization model for evolution of recrystallization textures,

India, 14-16 Feb., 2000

- (41) Relation between deposition and recrystallization textures of copper and chromium electrodeposits, TMS, USA
- (42) Modelling of deformation textures of cold rolled bcc metals by the rate sensitivity model, Hong Kong, 12-16 June 2000
- (43) The stability of textures of asymmetrically rolled aluminum alloy sheets during annealing, Whistler, Canada, July, 6-20, 2000
- (44) Mechanical Behavior of Carbon Steels in the Temperature Range of Mushy Zone, NASHVILLE, TENNESSEE U.S.A, March 12-16, 2000
- (45) The Evaluation of Elastic Modulus and Adhesion Energy of Diamond-Like Carbon Film with Adhesion Method, NASHVILLE, TENNESSEE U.S.A, March 12-16, 2000
- (46) Recrystallization texture and asymmetric rolling of aluminum alloy sheets, Alcoa Technical Center, 2001. 2. 18
- (47) The evolution of recrystallization textures in plastically deformed metals, Proc. Plasticity 99, Cancun, 1999. 1.5-13
- (48) Effect of External Stress on the Nucleation Behavior of Ferrite in Carbon Steel, The First Joint International Conference on Recrystallization and Grain Growth, Aachen, Germany, (2001.8.27-31)
- (49) 외부응력이 탄소강의 페라이트 핵생성 거동에 미치는 영향, 추계금속학회, 한양대학교, (2000.10.27-28)
- (50) Ti 첨가 저탄소강에서의 침상형 페라이트 핵생성 기구에 대한 연구, 추계금속학회, 한양대학교, (2000.10.27-28)
- (51) EBSD를 이용한 미세집합조직 측정, 춘계한국전자현미경학회, 한양대학교, (2000.5.26-27)
- (52) K-S 방위관계로부터 탄소강의 페라이트와 마르텐사이트 방위차 해석, 춘계금속학회, 부산전시·컨벤션센터, (2001.4.27-28)
- (53) 시효경화용 Fe-Mn-Ni강에서의 석출현상과 입계취화, 춘계금속학회, 부산전시·컨벤션센터, (2001.4.27-28)
- (54) 저탄소 Mn-Ni-Mo계 베이나이트강의 강도와 충격특성에 미치는 탄화물의 영향, 춘계금속학회, 부산전시·컨벤션센터, (2001.4.27-28)
- (55) Phase-filed model을 이용한 철강재료의 응고해석, 대한금속학회 춘계 학술대회, 경북대학교, 1999.4.23-25
- (56) 기관의 강성을 고려한 다이아몬드상 카본(DLC) 필름의 응력해석, 대한금속학회 춘계 학술대회, 경북대학교, 1999.4.23-25
- (57) Ti 첨가 IF 강 of 구속전단연속가공 변형에 따른 미세 집합조직 변화 고찰, 춘계금속학회, 부산전시·컨벤션센터, (2001.4.27-28)

- (58) Ti 첨가 극저탄소강의 재결정거동에 미치는 석출물의 영향, 한국전자현미경학회 춘계학술대회, 한국기초과학지원연구원 강당, (2001.5.25-26)
- (59) Nucleation of Intragranular Acicular Ferrite in a Ti-containing Low Carbon Steel of high N content, 한국전자현미경학회 춘계학술대회, 한국기초과학지원연구원 강당, (2001.5.25-26)
- (60) 연속주조 주형의 3차원 변형해석, 대한금속학회 추계 학술대회, 인하대학교, 1999.10.22-24
- (61) Mn-Mo-Ni 저합금강의 결정방위차 분석에 의한 계면 특성 및 결정립 크기 고찰, 대한금속학회 추계 학술대회, 인하대학교, 1999.10.22-24
- (62) 자동차 차체용 강판의 프레스성형성, 대한금속학회 춘계 학술대회, 경북대학교, 1999.4.23-25
- (63) 열변형률과 임계응력을 기초로 한 탄소강의 주편균열 예측, 열변형률과 임계응력을 기초로 한 탄소강의 주편균열 예측, 1999.4.23-25
- (64) 유동을 고려한 박슬라브 연속주조 주편의 주형내 변형거동 해석, 대한금속학회 춘계 학술대회, 경북대학교, 1999.4.23-25
- (65) 연속주조시 주형내 주편변형거동 해석절차 개발, 대한금속학회 춘계 학술대회, 대한금속학회 춘계 학술대회, 경북대학교, 1999.4.23-25
- (66) 비정상 벌징에 의한 박슬라브 연주기의 MHL해석, 대한금속학회 춘계 학술대회, 경북대학교, 1999.4.23-25
- (67) 모폴로지를 고려한 페라이트 변태기구 규명, 대한금속학회 춘계 학술대회, 대한금속학회 춘계 학술대회, 경북대학교, 1999.4.23-25
- (68) 유한요소법과 미소역학을 이용한 TRIP강의 기계적 성질예측, 대한금속학회 춘계 학술대회, 경북대학교, 1999.4.23-25
- (69) 비틀림-역비틀림 시험시 FCC금속의 집합조직 발달, 대한금속학회 춘계 학술대회, 경북대학교, 1999.4.23-25
- (70) Analysis of Texture Evolution of Cubic metals by Full Constraint and Two Self-consistent Viscoplastic Models, 대한금속학회 춘계 학술대회, 경북대학교, 1999.4.23-25
- (71) 집합조직구배를 가지는 Al 판재의 인장변형시 집합조직변화, 대한금속학회 춘계 학술대회, 경북대학교, 1999.4.23-25
- (72) EBSD를 이용한 DCAP 가공시 단위 결정의 방위 변환 관찰, 춘계금속학회, 부산전시·컨벤션센터, (2001.4.27-28)
- (73) ECAP가공시 초기 집합조직이 1050 Al 합금의 성형성과 이방성에 미치는 영향, 춘계금속학회, 부산전시·컨벤션센터, (2001.4.27-28)
- (74) Rietveld법을 이용한 복합재의 정량분석 방법, 춘계금속학회, 부산전시·컨벤션센터, (2001.4.27-28)

- (75)유한요소법과 미소역학을 이용한 TRIP강의 약압성형성 해석및 Rietveld법을 이용한 TRIP강의 정량해석, 춘계금속학회, 부산전시·컨벤션센터, (2001.4.27-28)
- (76)EBSD를 이용한 금본딩와이어의 미세집합조직 고찰, 춘계금속학회, 부산전시·컨벤션센터, (2001.4.27-28)
- (77)Ti첨가 IF강의 구속전단연속가공 변형에 따른 미세집합조직 변화 고찰, 춘계금속학회, 부산전시·컨벤션센터, (2001.4.27-28)
- (78)1050 Al 합금의 반복 ECAP가공에 따른 집합조직의 변화, 춘계금속학회, 부산전시·컨벤션센터, (2001.4.27-28)
- (79)ECAP가공에 의한 알루미늄 판재의 집합조직 해석, 춘계금속학회, 부산전시·컨벤션센터, (2001.4.27-28)
- (80)3차원 전위동력학 시뮬레이션, 춘계금속학회, 부산전시·컨벤션센터, (2001.4.27-28)

그 외 국내 학술 발표 10편

(6) NRL 해당기술 관련 수상실적

연도	수상명	수상내용
2001	호암상	공학상 수상
1999	포스코 논문상 우수상	4.5%Si 전기강판의 제조에 관한 연구로 수상

바. 연구책임자의 타 연구과제 참여실적

구분	과제명	지원사업 또는 기관명	연구비 (천원)	참여율 (%)	연구기간 (부터-까지)	역할 (연구책임자 또는 연구원)
완료	인발된 관의 변형 및 재결정 집합조직 해석	한국학술진흥재단	38,000	10	1998.11.1 - 1999.10.31	연구원
완료	성형성 개선 알루미늄 합금판재 개발	현대자동차(주)	29,150	10	1999.3.1 - 2000.2.29	연구책임자
완료	IF 극저탄소강에 있어서 석출물 및 Texture에 미치는 S의 영향	포항종합제철(주)	23,330	10	1999.2.15 - 1999.12.14	연구책임자
완료	고장력강의 변태집합조직 분석	포항종합제철(주)	45,011	10	1998.12.1 - 1999.11.30	연구책임자
완료	원심분사공정의 최적화를 위한 공정변수 모사	창성(주), 산자부 공업기반기술개발사업	18,000	10	1998.8.1 - 1999.7.31	위탁연구책임자
완료	전기도금 공정 모델링 및 시뮬레이션 연구	산자부 공업기반기술개발사업, (주)코삼	20,408	10	1999.5.1 - 2000.4.30	위탁연구책임자
완료	알루미늄 압출공정의 최적화를 위한 연구	일진경금속(주)	9,000	10	1999.5.1 - 1999.10.31	연구책임자
완료	알루미나 분산동 판재의 고온 어닐링 거동 해석	(재) 덕천 장학회	5,000	10	1999.3.1 - 1999.8.1	연구책임자
진행	전기도금 공정 모델링 및 시뮬레이션 연구	(주)코삼	19,388	10	2000.9.1 - 2001.8.30	연구책임자
완료	페라이트계 스테인리스강의 압연조건에 따른 두께별 집합조직 예측 및 ridging 발생기구 조사	포항종합제철(주)	29,837	10	2000.2.1 - 2001.1.31	연구책임자
완료	알루미나 분산동 판재의 어닐링 거동에 미치는 압연조건의 영향	(재) 덕천 장학회	5,000	10	2000.5.1 - 2000.10.31	연구책임자
완료	강의 변태집합조직 예측과 분석	포철연구기금	10,000	10	2000.10.1 - 2001.5.31	연구책임자

사. 공공기능수행실적

(1) ICOTOM13 (The 13th International Conference On Textures Of Materials)를 유치하였다. 이를 통하여 한국의 집합조직의 기술을 널리 홍보하고 특히 새로운 재결정이론의 타당성과 우수성을 널리 홍보할 수 있는 여건을 확보하였다. 이 학회는 약 500명의 학자가 모이는 집합조직 분야의 연구방향을 주도하는 주요한 학회이다.

(2) 2001년 초 1.5nm정도의 분해능을 갖는 JSM 6500F 장비를 도입하였고, 여기에 INCA Oxford EDS, EBSD 장비를 부착하여 결정립의 방위측정을 위한 도구를 설치하였다. 본 연구실의 연구, 실험과 다른 산·학의 연구의 원활한 진행을 위하여 홈페이지(<http://ebzd.snu.ac.kr/>)를 구성하여 운영하고 있다. 현재 약 10건의 대학과의 공동연구가 진행 중이며 향후 이 숫자는 급진적으로 늘어날 것으로 기대된다. 특히 산업계에서 이를 이용하기 위한 많은 접촉이 시작되고 있으며 향후 본연구실의 적극적인 봉사를 통한 공동협력연구가 예상되고 있다.

(3) 2001년 6월 서울대학교 신소재 공동 연구소에서 제 2회 EBSD WORKSHOP을 개최하여 High resolution EBSD와 앞으로의 EBSD 기술발전에 대해 장비와 함께 실습이 가능한 강좌를 실시하였다. 이 Workshop에는 국내 여러 연구소와 대학에서 20명 이상 참가하여 전자현미경을 이용한 미세집합조직의 측정 기술에 대해 토론하는 자리가 되었다. 이를 통해 새로 설치된 JSM 6500F/EBSD 장비를 기반으로 산·학·연의 공동 연구가 활발히 진행중이다.

제 5 장 연구개발결과의 활용계획

제 1절 국내외 관련분야의 환경변화

재료 물성의 극대화를 위한 재결정/가공/분석 기술 개발의 필요성은 요구되는 재료의 물성이 높아짐에 따라 더욱 절실해지고 있다. 재결정 분야의 경우 신재결정 이론(변형에너지 방출 최대화 이론)을 통한 가공집합조직의 2차 복합제어기술확보가 주요 과제이며 가공 분야는 결정 역학을 이용한 공정에 따른 가공 집합조직의 특성을 극대화할 수 있는 기술 개발이, 분석 분야에서는 미세 집합조직과 미세 조직을 동시 분석할 수 있는 기술이 주요 연구 주제이다. 이에 EBSD를 이용하는 방법이 개발되고 있다.

재결정 제어기술의 핵심인 변형에너지 방출 최대화 이론은 열처리와 상변태 기술을 병행 적용하여 최적 재결정 조건 도출을 위한 신이론으로 그 중요성이 높아지고 있다. 최종 제품의 특성을 결정하는 핵심 기술은 제품의 특성을 복합 제어하는 기술로 이를 위해 현재 변형에너지 방출 최대화 이론을 더욱 발전시키고 있다.

가공 집합조직 제어기술은 가공 공정으로 1차 집합조직을 제어하는 기술로 공정의 개선과 안정도 향상을 위해 가공 집합조직을 제어할 수 있는 기술의 확보를 위한 연구가 진행되고 있다.

분석기술 중 재료의 방위를 측정하는 방법의 하나인 EBSD법은 SEM에서 이루어지기 때문에 원하는 측정 영역을 전체 시편에서 선택할 수 있다는 점과 방위 mapping이 가능하다는 점 때문에 그 사용 빈도와 중요성이 높아가고 있으며, 본 연구실에는 FEG(Field Emission Gun) SEM을 이용하여 8nm의 분해능을 갖는 EBSD가 설치되었다. 이를 이용하면 기존 방법으로는 분석할 수 없는 미세조직과 집합조직을 측정할 수 있으며 TEM 관찰 결과와의 비교가 보다 용이할 수 있어 재결정/가공 집합조직의 정보를 확보하는데 중요한 도구이다. 이를 통해 최적 가공조건과 최적 재결정조건을 도출할 수 있고 재결정 제어 기술과 가공 집합조직 제어 기술의 개발을 도모할 수 있다.

제 2절 추가 연구 개발의 필요성 및 방법

1단계의 연구개발을 통해 재결정/가공/분석 기술의 유기적 연결을 통해 철강분야, 비철분야, 기능재료분야의 집합조직제어기술을 적용하였으며, 집합조직제어의 소재 산업의 경제적 중요성을 고려하여 신재결정 이론의 계속되는 연구와 적용, 전파, 고분해능 EBSD를 이용한 미세 집합조직의 분석, 결정 역학의 적용을 통한 가공 집합조직의 제어하는 연구를 계속할 필요가 있다. 결정 역학 가공 이론은 비대칭 압연기를 설치하여 실용화할 필요가 있고, 신재결정 기술은 학문적으로 계속 연구되고 새로운 실험 방법과 이론의 적용이 요구된다. 최근 8nm 분해능의 EBSD를 이용하여 기존의 집합조직 분석과는 다른 새로운 분석이 가능하므로 재결정 집합조직과 가공 집합조직을 미세하게 측정, 분석하여 자료를 수해 재결정, 가공 이론의 발전을 도모할 수 있다.

제 3절 연구 성과의 활용 방안

연구 결과물 중 이론적 결과물은 학술 사회를 통하여 본 연구실의 결과물을 알리고자 한다. 변형 에너지 방출 최대화 이론의 전파를 위하여 본 연구실이 주축이 되어 국제 심포지엄을 개최하고 외국의 저명학자를 초청하거나 본 연구실 구성원을 장단기로 파견하여 이론의 전파를 도모한다. 결정역학/유한요소 Code는 학술사회에서의 전파뿐만 아니라 상업화의 가능성을 검토한다. EBSD의 기술은 학술사회를 통하여 기업체와 학계에 전파한다. 이를 위하여 매년 사용자를 위한 EBSD Workshop을 개최하고 국내외 전자현미경학회의 기술강좌, 심포지엄을 통해 산학연의 이전을 도모한다. 즉 변형에너지방출 최대화 이론 적용을 위한 심포지엄 개최, HR-SEM/EBSD Workshop 개최, SCI 논문 발표 등을 통한 변형에너지방출최대화이론의 전파를 통해 이론적 결과물을 활용한다.

기술적 결과물의 활용은 중고압용 AI 에칭박, 고 Si 전기강판, 고성형성 알루미늄 판재와 같이 경제성이 큰 분야는 기술 개발의 정도에 따라 관련 기업의 참여를 기술 개발과제의 형태로 유도하고 산업화 단계에서는 기술개발 콘소시엄을 만들고자 한다. 기술이전 후에 발생하는 기술적 애로 사항은 실비로 본 연구실의 연구원이 자문을 한다. 필요에 따라서 애로기술심포지엄을 개최한다. 또한 비대칭압연기술을

이용한 고성형성 알루미늄의 개발을 완료한다.

본 연구의 전파와 발전을 위해 전문가 확보가 필요하며 국내 전문가는 대학의 교육기능을 활용하여 박사과정과 박사후 과정의 적극적 활용으로 가능하며 ICOTOM 학회를 기점으로 해외 우수전문가는 북방국가는 직접 초청하고 선진국의 전문가는 단기 초청을 통하여 확보한다. 국내 기관과는 기술개발을 위한 연구공조체제를 구축하고 국내학회를 적극적으로 활용한다. 특히 동시분석기술은 전자현미경학회와 관련 학회를 통하여 기술의 보급과 확산에 노력한다. 그리고 내부 연구원을 대학의 교육기능을 이용하여 일차적으로 양성하고 정기적인 내부 및 외부 세미나 참여를 통하여 연구 및 기술교육을 행한다.

제 6 장 참고문헌

- Barrett, C. S., Trans. AIME, 137, 128, 1940.
- Beck, P. A. and Hu, H., Trans. AIME, 185, 627, 1949.
- Beck, P. A., Sperry, P. R. and Hu, H., J. Appl. Phys., 21, 420, 1950.
- Beck, P. and Hu, H., in Proc. Recrystallization, Grain Growth and Textures, eds. Margolin, H. ASM, pp. 393, 1966.
- Blicharski, M., Liu, J., and Hu, H., Acta Mater. 43, 3125, 1995.
- Burgers, W. G. and Louwerse, P. C., Z. Phys., 67, 605, 1931.
- Caleyo, F., Baudin, T., Penelle, R., and Venegas, V., Scripta Mater. 45, 413-420, 2001.
- Canova, G. R., Fressengeas, C., Molinari, A., and Kocks, U. F., Acta metall. mater., 36, 1961, 1988.
- Choi, J.-H., Kang, S. Y., and Lee, D. N., J. Mater. Sci., 35, 4055-4066, 2000.
- Dillamore, I. L. and Kato, H., Met. Sci., 8, 73, 1974
- Doherty, R. D., et. al., in Proc. 8th International Conference on Texture of Materials, eds. Kallend, J. S. and Gottstein, G., Warrendale, The Metallurgical Society, pp. 563, 1988.
- Duggan, B. J., Lucke, K., Kohlhoff, G. and Lee, C. S., Acta metal., 41, 1921, 1933.
- Engler, O., Acta mater., 49, 1237-1247, 2001.
- Godfrey, A., Juul Jensen, D., in Proc. Recrystallization and Grain Growth, Gottstein, G., Molodov, D. A. (Eds.), Springer, Berlin, pp. 843, 2001.
- Hjelen, J., Orsund, R. and Nes, E., Acta metal., 39, 1377, 1991.
- Hong, S.-H. and Lee, D. N., Mater. Sci. Eng., 2001, Submitted.
- Hong, S.-H. and Lee, D. N., ISIJ International, 2002, in press.
- Humphreys, F. J. and Hatherly M., Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Pergamon Press, Oxford, 1995.
- Huh, M. Y., Cho, Y. S., and Engler, O., Mater. Sci. Eng. A247, 152-164, 1998.
- Ibe, G. and Lucke, K., in Proc. Recrystallization, Grain Growth and Textures, eds. Margolin H., ASM, pp. 434, 1966.
- Kim, I. and Lee, S. K., Textur. Microstr., 34, 159-169, 2000.

- Kohara, S., Parthasarathi, M. N. and Beck, P. A., *Trans. AIME*, 212, 875, 1958.
- Koizumi, M., Saitou, T., and Inagaki, H., in *Proc. ICOTOM12*, pp. 848-853, 1999.
- Lee, D. N., *Script. Metall. Mater.*, 32, 1689, 1995.
- Lee, D. N., Kang, S. Y., and Yang, J. S., *Mar., Plat. & Surf. Fin.*, 82, 76, 1995.
- Lee, D. N., *Textur. Microstr.*, 26-37, 361, 1996.
- Lee, D. N. and Jeong, H.-T., *Scripta Mater.* 38, 1219, 1998.
- Lee, D. N. and Jeong, H.-T., *Mater. Sci. Eng. A269*, 49, 1999.
- Lee, D. N., *Metal. Mater.* 5, 401-417, 1999.
- Lee, D. N., *Inter. J. Mech. Sci.*, 42, 1645, 2000.
- Lee, D. N. and Hong, S.-H., in *Proc. Recrystallization and Grain Growth*, Gottstein, G. and Molodov, D. A. (Eds.), Springer, Berlin, pp. 1349-1354, 2001.
- Lee, D. N., *J. Mater. Process. Tech.*, 2001, in press.
- Lee, D. N., *Mater. Sci. Forum*, 2002, to be published.
- Lee, Y.-S. and Lee, D. N., *J. Mater. Sci.*, 35, 6161-6168, 2000.
- Liebman, B., Lucke, K. and Masing, G., *Z. Metallkd.*, 47, 57, 1956.
- Lucke, K., *Canad. Met. Quart.*, 13, 261, 1974.
- Lucke, K., Rixen, R. and Senna. M., *Acta Metall.*, 24, 103, 1976.
- Lucke, K., in *Proc. 7th International Conference on Texture of Materials*, eds. Brakman, C. M et. al., Netherlands Society for Materials Science, Noordwijkerhout, The Netherlands, pp. 195, 1984.
- Nam, H.-S. and Lee, D. N., *J. Electrochem. Soc.*, 146, 3300, 1999.
- Necker, C. T., Doherty, R. D., and Rollett, A. D., *Textur. Microstr.*, 14-18, 635, 1990.
- Park, Y. B., Lee, D. N., and Gottstein, G., *Mater. Sci. Tech.*, 13, 289, 1997.
- Park, Y. B., Lee, D. N., and Gottstein, G., *Acta mater.*, 46, 3371-3379, 1998.
- Ridha, A. A. and Hutchinson, W. B., *Acta metal.*, 30, 1929, 1982.
- Ryu, J. H. and Lee, D. N., *Mater. Sci. Eng.*, 2001, in press.
- Sutton, A. P. and Balluffi, R. W., *Interfaces in Crystalline Materials*, Clarendon Press, Oxford, pp. 115, 1996.
- Toth, L. S., Gilormini, P., and Jonas, J. J., *Acta metall. mater.*, 36, 3077, 1988.
- Yang, J. S. and Lee, D. N., *Metal. Mater.*, 5, 465, 1999.

- Zehetbauer, M., *Acta metall. mater.*, 41, 589, 1993.
- R. L. Miller : *Trans. ASM.*, 61 (1968) 692
- H. M. Rievelde : *J. Appl. Cryst.* 2 (1969) 65
- J. C. Taylor and G. W. Cox : *AAEc/E257* (1973)
- H. Toraya and F. Marunmo : *Mineral. J.* 10 (1981) 211
- W. A. Dollase and R. J. Reeder : *Am. Mineral.* 71 (1986) 163
- L. Lutterotti, S. Matthies and H. R. Wenk : *J. Appl. Phys.* 81 (1997) 594
- 원자로 이용 기술 개발, 과학기술부
- A. Le Bail, H. Duroy and J. L. Fourquet : *Mater. Res. Bull.* 23 (1988) 447
- R. A. Young : *The Rietveld Method*, Oxford University Press, 1996
- B. D. Cullity : *Elements of X-ray Diffraction*, University of Notre Dame, 1977
- D.L.Bish and J.E.Post : *Morden Powder Diffraction*, The Mineralogical Society of America, 1989
- R. A. Schwarzer : *MRS 1997 Spring meeting Symposium 1 San Francisco, P.1*, 1997
- Adam J. Schwarz, 'Electron Backscattered Diffraction in Materials Science', Kluwer academic/plenum publishers, pp.5-8, 2000
- F. J. Humphreys, *ICOTOM 12*, pp.74-79, 1999
- Adam J. Schwarz, 'Electron Backscattered Diffraction in Materials Science', Kluwer academic/plenum publishers, pp.12, 2000-1
- 홍승현 : "압연한 입방정 금속의 재결정 집합조직 해석", 서울대학교 금속공학과 박사학위논문, 2, 2000
- C.S. Lee, J.S. Woo, K.S.Choi and J.H. Oh : *POSCO Tech. Report*, 1997
- H. Taguda, S. Kikuchi, N. Hatta and J.I. KoKada : *Steel Research* 64, No. 3, pp. 132, 1993
- J.Y. Park : *Ph. D. thesis*, Seoul Natl. Univ. 2000
- K. Shibuya and M. Ozawa : *ISIJ inter.*, vol. 31, pp.661, 1991
- N.P. Goss : *Tran. Am. Soc. Metals* vol. 23, pp. 511, 1935
- S. Matthies and G.W. Vinel : *Phys. Stat. Sol.* Vol. 112, pp. 111, 1982
- S. Mishra, C. Darmann and K.L. cke : *Acta matall.*, vol. 32, No. 2185, 1983
- W. Kurz and D.J. Fisher : *Fundamentals of solidification*, Edit. 10
- W. F. Smith, in *Structure and Properties of Engineering Alloys*, McGraw-Hill ,198)
- I. L. Dillamore and W. T. Roberts, *Acta metall.* 12, March, 281, 1964

- J. Pospiech and K. Lucke, *Acta metall.* **23**, 997, 1975
- P. van Houtte, in *Proc. ICOTOM 6*, p.428, Iron and Steel Inst. of Japan, Tokyo, 1981
- A. Skalli, R. Fortunier, R. Fillit and J. H. Driver, *Acta metall.* **33**, 997, 1985
- J. Hirsch and K. Lucke, *Acta metall.* **36**, 2863, 1988
- J. Hirsch and K. Lucke, *Acta metall.* **36**, 2883, 1988
- J. Hirsch, K. Lucke and M. Hatherly, *Acta metall.* **36**, 2905, 1988
- Y. Zhou, L. S. Toth and K. W. Neale, *Acta metall. Mater.* **40**, 11, 3179, 1992
- Cl. Maurice and J. H. Driver, *Acta mater.* **45**, 11, 4627, 1997
- K. Lucke, in *proc. ICOTOM 7*, p195, Netherlands Society for Materials Science, Noordwijkerhout, 1984
- W. Bunk, K. Lucke and G. Masing, *Z. Metallkde*, **45**, 584, 1954
- R. Bauer, H. Mecking and K. Lucke, in *Textures in Research and Practice*, Grewen and Vassermann Ed., Springer, p.136, 1969
- H. O. Asbeck, Doctoral Thesis, RWTH Aachen, 1973
- R. Bauer, Doctoral Thesis, RWTH Aachen, 1970
- J. Hansen and H. Meking, in *Proc. ICOTOM 4*, p.147, The Metal Society, Cambridge, 1975
- K. Lucke, R. Rixen and M. Senna, *Acta metall.* **24**, 103, 1976
- K. Ito, N. Mizui, F. Togawa and H. Abe, in *Proc. ICOTOM 6*, p.478, Iron and Steel Inst. of Japan, Tokyo, 1981
- G. D. Kohlhoff, J. Hirsch, U. v. Schlippenbach and K. Lucke, in *Proc. ICOTOM 6*, p.489, Iron and Steel Inst. of Japan, Tokyo, 1981
- P. S. Mathur and W. A. Backofen, *Meall. Trans.* **4**, 643, 1973
- W. Oesterle and H. Wever, *Z. Metallk.* **72**, 230, 1981
- D. Raabe and J. Keichel, *J. Mater. Res.* **11**, 7, 1694, 1996
- T. Sakai, Y. Saito and K. Kato, *Translations ISIJ*, **27**, 520, 1987
- T. Sakai, Y. Saito, M. Tatsuo and K. Kawasaki, *ISIJ International*, **31**, 1, 86, 1991
- T. Sakai, Y. Saito, K. Hirano and K. Kato, *Transactions ISIJ*, **28**, 1028, 1988
- J.-K. An, K.-H. Kim, K.-K. Um and D. N. Lee, in *Proc. 4th IMMM'99*, Beijing, China, 1999, submitted
- B. Major, *Mater. Sci. Tech.* **8**, 510, 1992

- H. Abe, F. Togawa, Y. Kinoshita and K. Nakagawa, 鐵 と 鋼, 第65年, 第6号, p.45, 1979
- T. Kamijo, K. Sekine, Y. Matsukawa and N. Noguchi, 日本金屬學會誌, 第36号, 第7号, 669, 1972
- S. H. Lee and D. N. Lee, *Mater. Sci. Eng.* **A249**, 84, 1998
- S.-H. Hong, H.-T. Jeong, C.-H. Choi and D. N. Lee, *Mater. Sci. Eng.* **A229**, 174, 1997
- N. Tsuji, Y. Nagai, T. Sakai and Y. Saito, *Materials Transactions, JIM*, **39**, 2, 252, 1998
- S. Mishra and C. Darmann, *Int. Met. Rev.* **27**, 6, 307, 1982
- J. Hu, K. Ikeda and T. Murakami, 日本金屬學會誌, 第60号, 第11号, 1130, 1996
- 左海哲夫, 第174回 塑性加工シンポジウム, p.33, 日本塑性加工學會, 日本機械學會, 東京, 平成9年
- Z.-C. Lin and Y.-N. Cheng, *JSME Int. J. series A*, **37**, 4, 502, 1994
- Y.-M. Hwang and G.-Y. Tzou, *J. Mater. Eng. Performance*, **4**(3), 265, 1995
- V. A. Nikolaev, V. A. Satskii, V. S. Movshovich, V. T. Tilik and A. G. Vasil'ev, *Steel in Translation*, **22**, 181, 1992
- A. G. Svichinskii, E. V. Binkevich, B. L. Mazur and A. K. Golubenko, *Steel in Translation*, **22**, 494, 1992
- R. Shivpuri, P. C. Chou and C.W. Lau, *Int. J. Mech. Sci.* **30**, 9, 625, 1988
- 김근환, 최창희, 이동녕, 압연기술의 현재와 미래(제2회압연심포지엄 논문집, 이준정, 황상무 편), 한국소성가공학회 및 대한금속학회, 포항, p.11, 1996
- 김근환, 최창희, 이동녕, 대한금속학회보, **11**, 3, 284, 1998
- 최창희, 김근환, 정세영, 이동녕, 대한금속학회지, **35**, 4, 429, 1997
- C.-H. Choi, K.-H. Kim and D. N. Lee, *Materials Science Forum*, **273-275**, 391, 1998
- C.-H. Choi, K.-H. Kim and D. N. Lee, in *Synthesis/Processing of Lightweight Metallic Materials II* (ed. C. M. Ward-Close, F. H. Froes, D. J. Chellman and S. S. Cho), Florida, USA, TMS, p.37, 1997
- D. N. Lee, K.-H. Kim, C.-H. Choi and H.-g. Kang, in *Proc. International Conference on Advanced Automobile Materials* (ed. Wang Xianjin and Wang Zubin), The Chinese Soc. for Metals, Beijing, China, p.67, 1997
- D. N. Lee and K.-H. Kim, in *Proc. of '98 International Symposium of the RCPAM*, Suncheon, Korea, p.39, 1998

- K.-H. Kim, C.-H. Choi and D. N. Lee, in *Proc. ICOTOM 12*, Monteval, PQ Canada, 1999, submitted
- H. O. Asbeck and H. Mecking, *Mater. Sci. Eng.* **34**, 111, 1978
- W. Truszkowski, J. Król and B. Major, *Metall. Trans. A*, **11A**, 749, 1980
- W. Truszkowski, J. Król and B. Major, *Metall. Trans. A*, **13A**, 665, 1982
- A. J. Tselikov, in *Stress and Strain in Metal Rolling*, Mir Publ., Moscow, 1961
- R. E. Bauer, H. Mecking and K. Lucke, *Mater. Sci. Eng.* **68**, 31, 1977
- T. Sakai, Y. Saito and K. Kato, *Translations ISIJ*, **27**, 520, 1987
- T. Sakai, Y. Saito, M. Tatsuo and K. Kawasaki, *ISIJ International*, **31**, 1, 86, 1991
- T. Kamijo and H. Fukutomi, in *Microstructural and Crystallographic Aspects of Recrystallization* (Proc. of the 16th Risø International Symposium of Materials Science, Ed. N. Hansen, D. Juul Jensen, Y. L. Liu and B. Ralph), Denmark, , p.377, 1995
- C.-H. Choi and D. N. Lee, *Met. Mater. Trans A*, **28A**, 2217, 1997
- R. S. Alwitt, H. Uchi, T. R. Beck and R. C. Alkire, *J. Electrochem. Soc.*, **138**, 13, 1984
- C. K. Dyer, R. S. Alwitt : *J. Electrochem. Soc.*, **128**, 300, 1981
- J-H. Jeong, S-S. Kim, H-K. Kim, C-H. Choi, D. N. Lee and K-H. Oh, *J. of the Korean Inst. of Met. & Mater.*, **32**, 1362, 1994
- J-H. Jeong, S-S. Kim, H-G. Kim, K. Y. Park and D. N. Lee, *Acta Technica Belciaca Metallurgie*, **37**, 79, 1997
- E. SUGANUMA, Y. TANNO, I. UMETSU, A. FUNAKOSHI, K. MATSUKI, **42**, 928, 1991
- K. Vu Quang and F. Brindel, G. Laslaz, R. Buttoudin, **130**, 1249, 1983
- J-H. Jeong, S-S. Kim, H-K. Kim, C-H. Choi, D. N. Lee, *J. of Korean Inst. of Met. & Mater.*, **33**, 1219, 1995
- K. Fukuoka, N. Ohsawa, 住友輕金屬技報, **35**, 90, 1994
- N. F. Jackson, *Electrocomponent Science and Technology*, **2**, 33, 1975
- P. A. Beck and H. Hu, in *Recrystallization Grain Growth and Textures*, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 393, 1965
- 정세영, 서울대학교 석사학위논문, 1997
- 최창희, 서울대학교 박사학위논문, 1996