

2000-N-NL-01-C-084

집합조직 제어기술의 개발과 응용

**Development and Application of
Texture Control Technology**

서울대학교

집합조직제어 연구실

Texture Control Laboratory

Seoul National University

과학기술부

제 출 문

과학기술부 장관 귀하

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

2004. 8. 30

주관연구기관명 : 서울대학교

주관연구책임자 : 오 규 환

연 구 원 : 이 동 녕

“ : 이 후 철

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. 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.

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 박관주조기술을 확보하고 에너지 절약공정을 개발 하였다. 차세대 금본딩와이어 개발에 있어서 고강도의 Breaking load 확보(280MPa)하였고 공정 개선을 통한 연신을 확보(5%)하였다. SEM/EBSD의 기본 기술을 확보하였고 500nm 공간분해능 측정기술 확보하였으며, Workshop 등을 통해 이를 전파하였다. 또한 In-Situ변형 측정장치를 개발하여, TRIP강과 알루미늄 합금에서의 변형률에 따른 집합조직의 변화와 이에 따른 기계적 성질의 변화는 고찰했으며, 비대칭 압연에 대한 IF Steel의 결정립 미세화를 분석하여, 가장 균질한 전단변형집합조직을 얻을 물의 비율을 구하였고, 페라이트 결정립의 비대칭 압연에 의한 결정립 미세화와 균일한 전단변형률을 통해 기계적 물성의 향상을 꾀하였다.

기타 성공 사례로 신재결정 이론인 변형 에너지 방출 최대화 이론으로 이동녕 교수는 호암상을 수상하였으며 전기 강판의 제조에 관한 연구로 포스코 논문상 우수상을 수상하였다. 이후철 교수는 대한민국 학술원에서 시상하는 제 49회 학술원상을 수상하였다. 또한 오규환 교수는 대한민국 금속학회에서 시상하는 제 24회 대한민국 학술원상을 수상하였다. 그리고 매 3년마다 개최는 집합조직 분야에서 가장 주도적인 학회인 ICOTOM 13 (The 13th International Conference on Textures of Material)을 개최하고 집합조직제어연구실의 주도 아래 이를 성공적으로 수행하였다.

V. 연구개발결과의 활용

연구 결과물 중 이론적 결과물은 학술 사회를 통하여 본 연구실의 결과물을 발표하였다. 변형 에너지 방출 최대화 이론의 전파를 위하여 본 연구실이 주축이 되어 국제 심포지엄을 개최하고 외국의 저명학자를 초청하거나 본 연구실 구성원을 장단기로 파견하여 이론의 전파를 도모하였다. 결정학적 정보를 이용하여 EBSD 데이터를 독자적으로 처리하는 Reds프로그램을 개발했으며, 학술계에서의 전파를 위한 세미나를 개최하였다. EBSD의 기술을 학술사회를 통하여 기업체와 학계에 전파하기 위하여 2003년까지 매년 사용자를 위한 EBSD Workshop을 개최하고 국내외 전자현미경학회의 기술강좌, 심포지엄을 통해 산학연예의 이전을 도모하였다. 또한 중고압용 Al 에칭박, 고 Si 전기강판, 고성형성 알루미늄 판재와 압연과 재결정을 통한 IF steel의 강화와, 금본딩 와이어의 어닐링처리등, 집합조직의 분석을 통한 재료의 개선된 공정을 개발하였다.

S U M M A R Y

The main goal of this study is to develop the 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, high–B grade high silicon steel plate annealing process, hot rolling process omission method, pre–annealing process omission method and controlled cooling omission method, first recrystallization process, tantalium annealing omission method 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 is recognized its propriety in America and Europe gradually, and makes it possible to explain various recrystallization phenomena and to predict well how a texture evolves

during recrystallization. Establishment of process theory and applying to the deformation procedure and finite element method (FEM) analysis makes simultaneous process variables and texture development. We have established the strain energy release maximization theory and found theoretical authorities in microstructure investigation. H.C.Lee has won the 49th Korean Academy of Arts and Science and K.H.Oh has won the 24th Yun, Dong Seok prize. And D.N.Lee has won the POSCO thesis prize, too.

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 held ICOTOM13 (The 13th International Conference on Textures of Material), which is world best conference on texture in summer 2002. Texture control laboratory developed the REDS (Reprocessing of EBSD Data in SNU), the EBSD data reprocessing program utilizing crystalline information. And we have been held EBSD workshop for new users every year, connected to the Korean Electron Microscope Society.

C O N T E N T S

Chapter 1. Introduction

- Section 1. Research objective
- Section 2. Necessities for research
- Section 3. Purpose and scope of research

Chapter 2. State of the art on domestic and foreign countries

- Section 1. Changes in related field circumstances
- Section 2. Status of technology development on domestic related field
- Section 3. Status of technology development on related field of foreign countries
- Section 4. The position of the technology development status

Chapter 3. Research contents and results

- Section 1. Texture measurement and development of analysis technology
 - 1. Neutron X-ray
 - a. X-ray diffraction
 - b. Measurement application on TRIP steel
 - c. Diamond cell measurement
 - 2. EBSD
 - a. Outline of EBSD
 - b. Diamond cell measurement with EBSD
 - c. Phase analysis and stability estimation of coiled TRIP steel
 - d. Deformation behavior and microstructure analysis with in-situ equipment
- Section 2. Recrystallization control technology development by the maximum work emission theory
 - 1. Recrystallization theory
 - 2. Recrystallized texture formation of IF steel

Section 3. Texture control and mechanical strength improvement by mechanical processing

1. Strip casting
2. Asymmetric rolling process
 - a. Aluminum alloy plate texture change by asymmetric rolling process
 - b. Grain fining of rolled IF steel
 - c. Study on the shear deformation induced ferrite nucleation of dynamic transformation
3. Analysis of deformed aluminum texture change by DCAP process.

Section 4. Texture control of bonding wire

1. Recrystallization of copper bonding wire
2. Cold rolled and annealed drawn-gold bonding wire

Section 5. Effect of etching on texture of Al alloy

Chapter 4. Achievements and contributions to the outside

Section 1. Final objective

Section 2. Stepwise objectives

Section 3. Yearly objectives and research results

Section 4. Representative results of research and development

Chapter 5. Application plan of research and development results

Section 1. Changes in domestic and foreign countries' related fields

Section 2. Necessity and methods of additional research and development

Section 3. Application plan of research products

Chapter 6. Developments and technologies acquired in the course of the research period

Chapter 7. References

목 차

제 1 장 서론	1
제 1절 연구개발의 목적.....	1
제 2절 연구개발의 필요성.....	2
제 3절 연구개발의 목표 및 범위.....	3
제 2 장 국내외 기술개발 현황	7
제 1절 국내외 관련 분야의 환경변화.....	7
제 2절 국외 관련분야의 기술개발 현황.....	9
제 3절 국내 관련분야의 기술개발 현황.....	10
제 4절 국내외 기술개발 현황에서 차지하는 위치.....	12
제 3 장 연구개발수행 내용 및 결과	19
제 1절 집합조직의 측정 및 분석 기술의 개발.....	20
1. 중성자, X-선.....	21
가. X-선 회절법.....	21
나. TRIP 강 측정응용.....	30
다. 다이아몬드 셀 측정.....	44
2. EBSD	57
가. EBSD	57
나. EBSD를 이용한 다이아몬드 셀 측정.....	79
다. 권취 후 TRIP강의 잔류 오스테나이트의 정량적 상분석 및 안정성 평가.....	103
라. In-Situ장치를 이용한 변형시 변형거동과 미세조직분석.....	174
3. REDS(Repressing of EBSD Data in SNU).....	184
제 2절 변형에너지방출 최대화 이론을 통한 재결정 제어기술의 개발.....	193
1. 재결정 이론.....	194
2. IF Steel의 재결정 집합조직 형성.....	226

제 3절 가공을 통한 집합조직의 제어와 기계적 강도의 향상.....	263
1. 스트립캐스팅.....	264
2. 비대칭 압연	284
가. 알루미늄 합금판재의 비대칭 압연가공에 따른 집합조직의 변화.....	284
나. 압연에 의한 IF steel 의 결정립 미세화	311
다. 동적 변태시 전단변형에 따른 페라이트 핵생성 연구.....	346
3. DCAP 공정에 의한 알루미늄 변형집합조직의 변화 해석..	452
제 4절 본딩와이어의 가공.....	465
1. 구리본딩 와이어의 재결정.....	465
2. 금본딩 와이어의 냉간 압연 및 드로잉 와이어의 어닐링 처리에 따른 미세집합조직 분석.....	494
제 5절 알루미늄 교류에칭에 미치는 집합조직의 영향.....	573
제 4장 연구개발목표 달성도 및 대외기여도	591
제 1절 최종목표.....	591
제 2절 단계별 목표.....	592
제 3절 연차별 연구목표 및 내용.....	593
제 4절 주요 연구 개발 결과.....	597
제 5 장 연구개발결과의 활용계획	653
제 1절 국내외 관련분야의 환경변화.....	653
제 2절 추가 연구 개발의 필요성 및 방법.....	655
제 3절 연구 성과의 활용 방안.....	677
제 6 장 연구개발과정에서 수집한 해외과학기술정보	679
제 7장 참고문헌.....	683

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 $1\mu\text{m}$ 의 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 초합금, 비철판재 등의 소량 고부가가치 제품의 개발에도 집합조직의 제어 기술이 필요하다.

비철산업분야 중 식품용기산업의 Al캔 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 Al판재는 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 $25\mu\text{m}$ 본딩와이어가 집중적으로 사용되고 있다. 고품질의 본딩 와이어의 생산을 위해서는 초정밀 가공

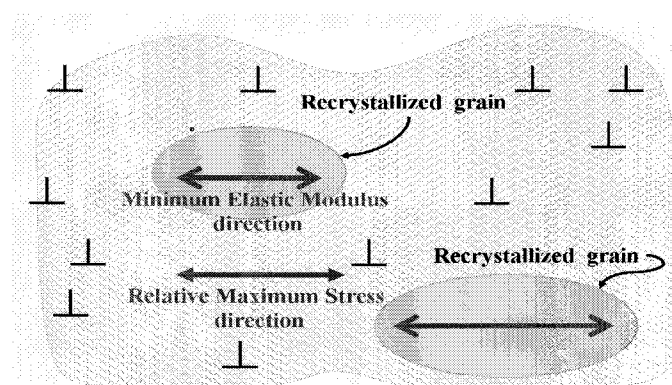
기술과 신재결정 기술의 개발이 요구되며 앞으로 $15\mu\text{m}$ 수준의 본딩와이어 개발시에는 결정립 크기 조절과 집합조직을 동시에 조절할 필요가 있다. TiN 경질 피막은 기관 조건과 증착조건에 따라 기계적, 화학적 성질이 결정되며 집합조직의 제어에 따라 표면의 형상을 제어할 수 있다. 고분자, 세라믹전기접점재료의 경우 표면형상이 전기 접촉성을 결정하는 중요한 인자로 전착기술의 확보와 2단계 재결정에 따른 표면 형상의 확보가 필요하다.

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 전세계적으로 재결정 신이론의 타당성이 인정되고 있다. 최대일방출이론을 이용하여 기존 이론이 적용 불가능한 분야에 새로운 해석이 가능하게 된다.



1 - 1 Conceptual Diagram of Strain Energy release Maximization Theory

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

가공, 재결정집합조직제어의 생산기술은 고성형성 자동차용 판재의 경우는 수년 내에 재현할 수 있을 것이다. 전기강판, 고부가가치강, 미세립강과 같이 기술집약적인 철강 소재의 경우 철강생산 기술로 볼 때는 향후 5년 내에 세계최고의 기술수준을 가질 것이 예상된다. 비철분야의 경우 알루미늄소재의 해외 의존도로 인하여 비약적인 기술개발을 기대하기는 힘들지만 본 연구를 통하여 선진국 수준에 이를 것으로 기대된다. 기능재료의 경우는 현재 선진국과 경쟁적인 생산분야에 연구가 집중되어 기반기술의 확보에 미흡하여 장기적이고 지속적인 투자가 요구된다.

현재의 집합조직기술은 철강산업의 소재핵심기술로 발전하고 있으며 고성형성장판, 전기강판, 고부가가치강, 평면등방성강 등의 제품 개발과 함께 일반강 고급화는 철강제품의 획기적 수요를 창출하고 있다. 고성형성 자동차용 판재의 수요와 고용량 콘덴서의 에칭박 수요는 현재의 국내 시장이 비약적으로 늘어나고 있다. 알루미늄, 철 복합전선은 장기적이고 안정적인 수요증대가 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, 미세립강, 고성형성, 고강도강)이

철강산업에서 차지하는 비중이 늘어날 것이다. 고성형성알루미늄 판재의 수요는 식품용기와 자동차용 외판재의 사용이 늘어날 것이 확실시 되고 있다. 반도체용배선 재료, 자기기록재료는 고집적화, 고기능화 할수록 집합조직의 기술이 지금의 기술수준보다는 더욱 필요하게 된다.

여 백

제 2 장 국내외 기술개발 현황

제 1 절 국내외 관련 분야의 환경변화

집합조직제어기술은 과거에는 drawing, rolling, 열처리등에 의하여 구조재료의 기계적 특성을 향상시키는데 주로 연구가 이루어 졌다고 한다면 최근에는 도금, sputtering 등에 의한 박막 성장의 방위, 실리콘의 결정성장방위 관찰 등 반도체, 디스플레이 장치들의 전자, 전기적 성질을 제어하는 분야에도 새로이 응용되고 있다. 어떤 분야에서든 열에 의한 혹은 stress에 의한 재결정 거동, drawing이나 rolling등을 통해 grain이 미세해지는 가공영향 등이 재료의 집합조직과 물성변화와의 관계를 관찰하는 포인트가 되고 있어, 집합조직제어기술에서 핵심적인 재결정, 가공에 관한 연구는 그 중요성이 더욱 증가하고 있고 측정범위가 nm 단위로 낮아지고, 사람의 손으로 제작할 수 있는 시료의 한계에 이르고 있는 만큼 시료준비, 분석방법의 다변화가 요구되고 있는 점도 두드러진 현상이라 하겠다.

이와 같이 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, 증착/전착 기구를 해석할 필요가 있다. 공정의 개선과 안정도 향상을 위해 가공 집합조직을 제어할 수 있는 기술의 확보가 요구된다.

집합조직 제어기술 = 3대 요소기술의 유기적 결합

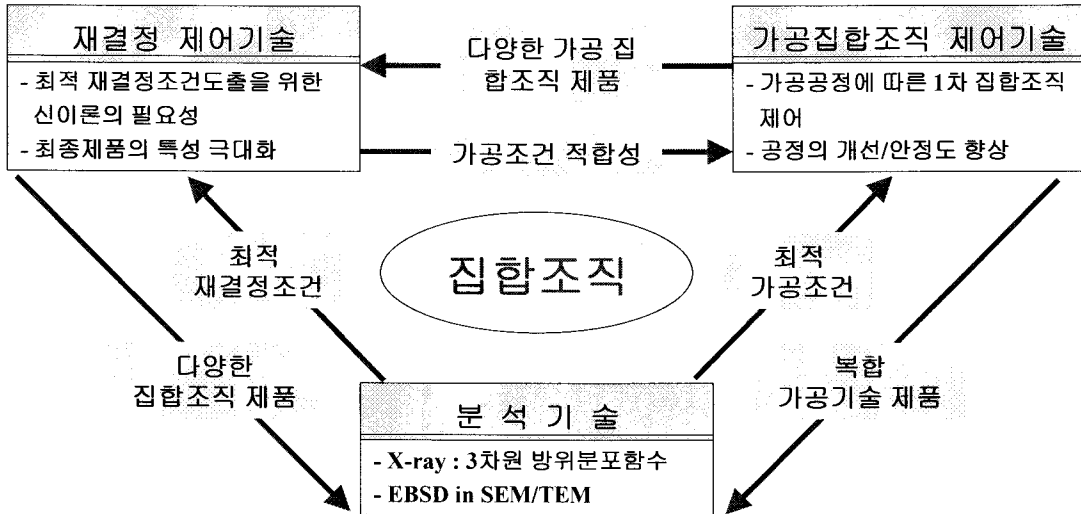


Fig 2-1 집합조직제어기술의 개요

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.

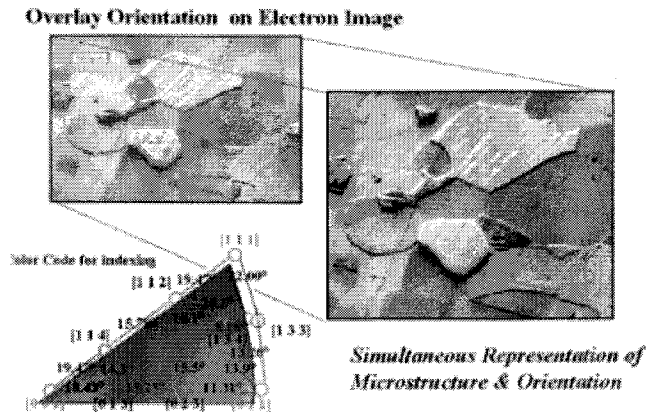


Fig.2-2 EBSD를 이용한 SEM image와 결정의 방위정보 동시 표현

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.

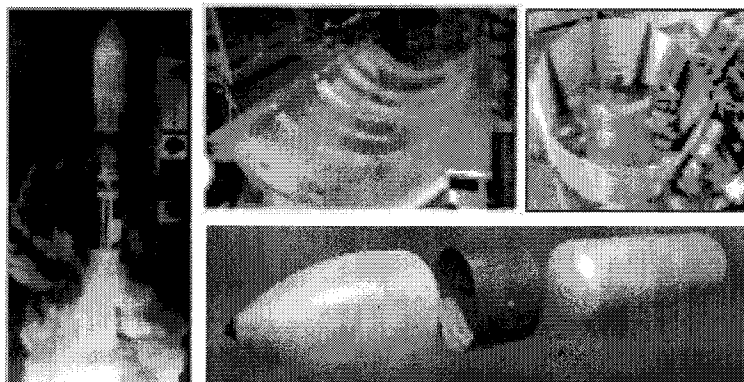


Fig 2-3. 우주선과 항공기 동체 제작 공정

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 전문인력 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 연구소에서 강재의 기계적 성질에 대한 개선의 방식으로 집합조직의 중요성과 가능성을 인식하여 주도적으로 연구를 진행 중이며, 차체제작등에 많이 쓰이는 알루미늄 판재에서도 기계적 성질향상과 압연과 용접등의 가공에 대한 안정성 증가의 가능성으로서 집합조직제어에 관심을 두고 KIMM과 각 자동차회사에서 집합조직 제어기술의 개발 및 적용에 대한 연구를 수행하고 있다.

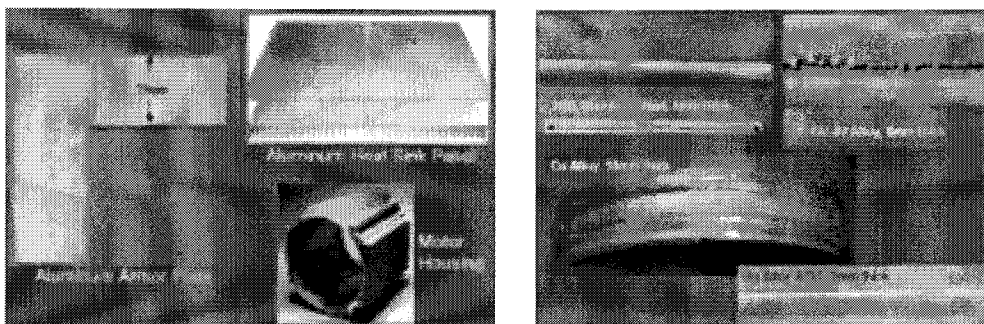


Fig 2-4. 연구진행중인 자동차, 선박용 판재 접합 기술
에칭박은 삼성전자가 국산화의 연구 수행중으로 에칭성 향상과 후공정의 안정성을

위한 집합조직의 조절을 목적으로 새로운 가공 및 재결정기술개발을 연구 중에 있다. 복합전선의 개발에 대해서는 본 연구실에서 알루미늄의 심한 변형과 집합조직의 발달로 2차 드로잉성의 감소를 통해 공정의 정량화와 차세대 복합전선의 개발의 연구를 수행하고 있다.

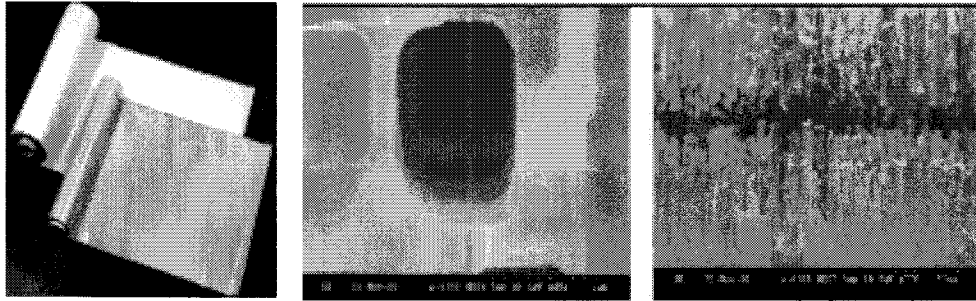


Fig 2-5. 에칭박 일정한 방위의 grain 발달

군사용 Projectile은 국방과학연구소에서 집합조직의 해석의 연구를 수행 중에 있으며, 반도체용 본딩 와이어는 극미세선의 수요의 증가로 이 또한 본연구실에서 초정밀 가공기술과 신재결정기술의 개발을 위한 연구를 수행하였다. 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 있으며, 2001년부터 In-Situ변형의 관찰 기술에 대한 개발을 추진하였다.

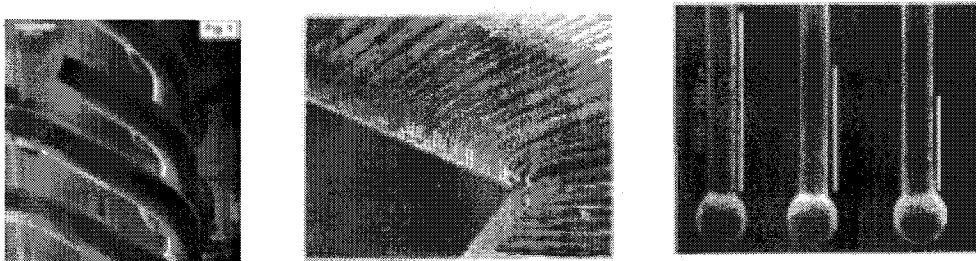


Fig 2-6. 반도체용 본딩 와이어

제 4 절 국내외 기술개발 현황에서 차지하는 위치

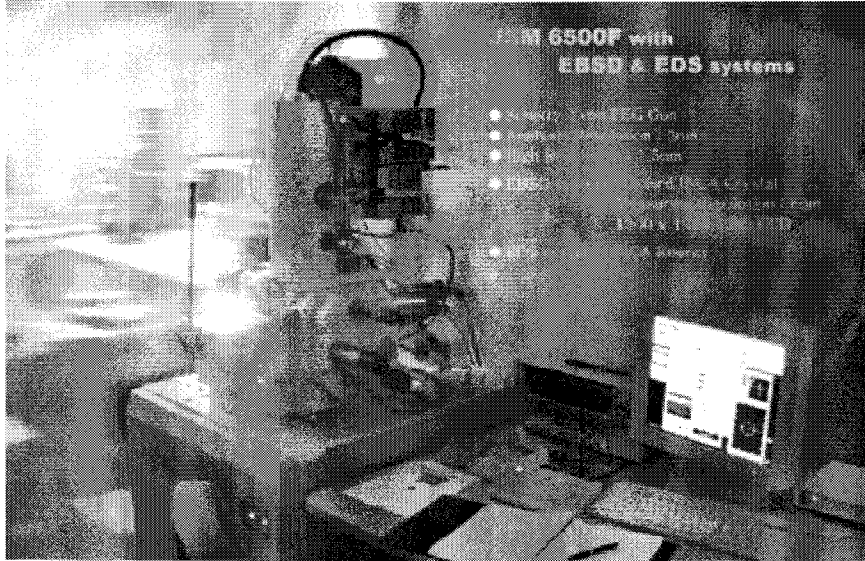


Fig 2-7. High Resolution SEM & EBSD system

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 적용 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, 내텐트성이 필요한 고성형성 자동차용 AI판재, 표면처리 및 에칭기술에 의한 에칭박의 표면형상 결정이 중요한 전해콘덴서용 알루미늄 에칭박, 정밀드로잉, 환경열화방지가 필요한

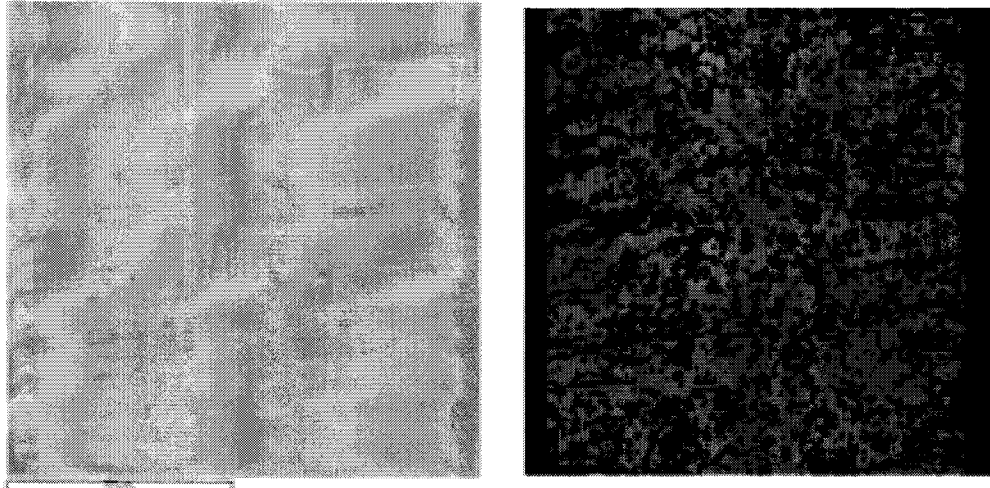


Fig 2-8. Aluminum condensed foil etched along <100> direction

고전력용 알루미늄/철 복합전선, 고속변형해석기술을 통해 고속충돌성이 향상된 군사용 Projectile등이 있다. 또한 기능재료분야에서는 강성/연성조절 및 치수 정확도가 필요한 반도체용 본딩와이어, 사용환경에서의 열화, 패키징을 위한 최적 방향성 결정으로 생산되는 반도체 배선의 EM, 가공증착 기술로 생산되는 경질피막 (TiN), 가공증착기술에 의해 제조되는 자기기록매체 (Co-Cr), 집합 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 고성형성강판, 전기강판, 고부가치강, 평면등방성강 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

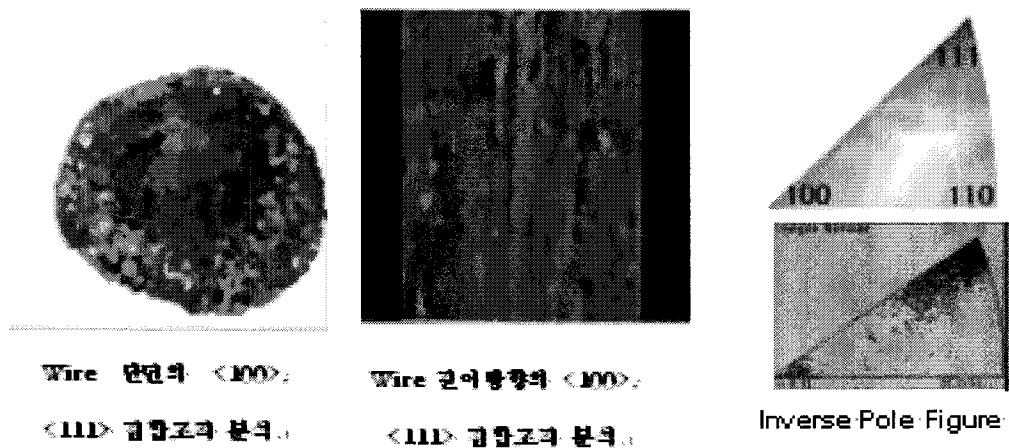


Fig 2-9. Gold Bonding Wire에 EBSD 분석

콘덴서의 에칭박이나 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 EBSD를 통해서 만이 가능하다.

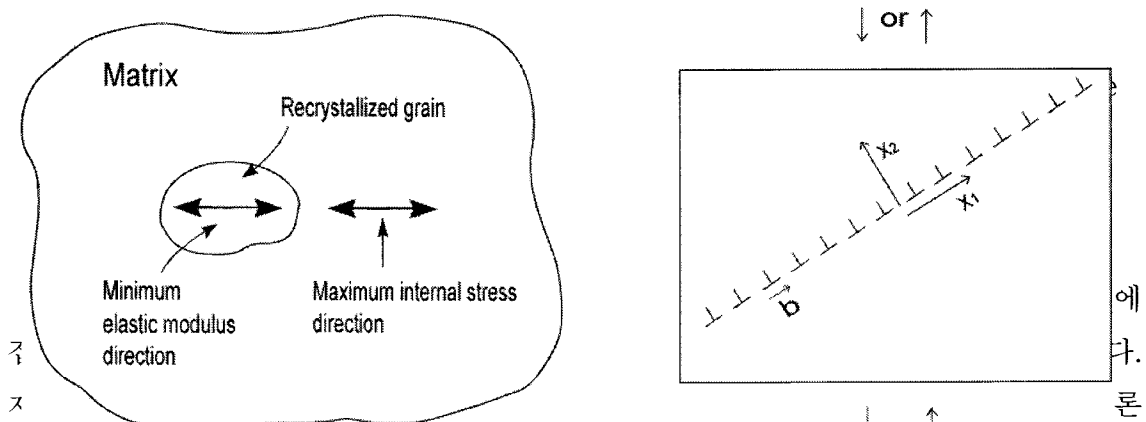
집합조직 분야는 기초적인 연구를 바탕으로 산업의 전반에 적용하는 기술로서 기술자체가 경제적, 산업적 측면에서 매우 중요하지만 대학 기초연구의 적극적 확장이라는 측면에서도 그 중요성이 인식되고 있다. 강좌제를 운영하는 독일의 Aachen과 프랑스의 Metz에는 집합조직만을 연구하는 곳도 있어 그 지역 경제와 기술의 발전에 기여하고 있다. 이는 단기적인 기술인력의 양성과 동시에 장기적인 연구인력의 배출을 통한 산업계의 고급인력 수요를 충족할 수 있다.

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 ㈜일진 구리전착도금강선의 드로잉공정의 개발
2	PCB용 범용/THE 동박 개발	1992/94년 ㈜덕산 양산단계
3	알루미늄/스테인리스 복합판재 개발	1998년 ㈜우성 양산단계
4	알루미늄 전해콘덴서용 에칭박 개발	1999년 삼영전자 현재 Pilot 생산단계
5	고강도/고전도형 커넥터용 동합금의 개발	1999년 LG금속 양산화
6	스트립캐스팅법을 이용한 Fe-4.5%Si 전기강판 개발	1999년 pilot 적용
7	알루미늄 에칭박 양산화 기술 확보	2000년 기술확대, 적용
8	고 Si 전기강판 박판주조기술 적용 (Hi-B급 방향성 전기강판 방위집적도 < 5도)	2000년 결정역학가공기술 적용
9	비대칭압연 기초기술의 확보	2000년 SEM/EBSD 기술광범위 적용
10	구리분당와이어의 반도체 패키징 와이어로서의 기계적 성질 향상	2001년 신선과 어닐링을 통한 집합조직 제어기술개발
11	비대칭 압연을 통하여 결정립의 미세화를 통한 판재 합금강도 증가	2001년 ㈜포스코 제출
12	EBSDB기술의 HR-SEM적용	2001년 500nm공간분해능 측정기술 확보
13	SEM내의 In-Situ 변형장치 도입 및 개발	2001년 In-Situ 인장 및 압연시 미세조직 분석 기술
14	ECAP공정에 의한 알루미늄 변형집합조직	2002년 집합조직중 {111}<110> 방위의 우선성장으로 성형성을 향상
15	비대칭 압연을 통한 페라이트 동적변태 기구해석 및 오스테나이트 변형조직 관찰	2002년 균일한 전단변형을 위한 온도 및 압연조건 개발
16	미세립 IF강에서의 재결정 열처리에 의한 집합조직의 변화와 기계적 성질개선	2003년 5 μ m수준의 미세립 재결정 성장조건 개발
17	페라이트의 전단변형에 따른 동적/정적변태 거동 분석	2004년 페라이트의 동적/정적변태에 대한 분석 완료
18	고온고압 합성다이아몬드 압력셀 내 결정방위 분포 고찰	2004년 EBSD와 중성자회절을 이용한 합성 다이아몬드 압력셀 측정으로 집합 조직의 정량적 분석기법 표준화

Table 2-1. 수행한 연구목록 및 개발 성공 사례



최대일방출이론(Energy Release Maximization Theory)의 확립을 눈앞에 두고 있다.

이러한 재결정 이론의 뛰어난 연구결과는 과거의 이론에 기초한 가공의 해석보다는 결정역학에 기초한 새로운 가공해석 기술의 개발을 요구하게 되었고, 또한 세계적인 집합조직 분석기술의 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 Workshop을 본 연구실이 개최한 것은 좋은 예라고 하겠다. 또한 고분해능 TEM에 장착한 EBSD는 집합조직 분석분야의 최첨단 분야로서 본 연구실이 현재 적용하고 있다.

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

과거의 국내의 가공/재결정 집합조직에 대한 연구는 주로 생산기술 개발연구에 포함되어 부수적 연구 대상으로서 연구비가 투자되었다. 자동차용판재의 경우는 정부의 연구비와 기업의 직접연구비만 하여도 연간 수백억원에 이른다. 그러나

집합조직에 대한 중요성이 부각되면서 차츰 집합조직에 대한 연구과제가 진행되고 있고, 가공과 재결정 그리고 가공과 재결정의 복합적인 작용에까지 연구분야가 확장되고 있다. 기능재료의 연구분야에서는 대형연구과제내의 단위과제로 연구가 주로 수행되고 있었으나 집합조직을 연구하는 단위과제의 성과에서 집합조직이 기능성 재료의 주요 특성에 작용하는 중요성이 점차 인식되어 최근 과제에서 대형과제의 중과제로 진행되었으며 향후에도 이러한 연구는 계속될 전망이다. 분석기술의 연구분야는 X-ray기술은 향후 광범위하게 이용될 것이며 전자현미경/EBSD의 분석설비는 1999년에 도입된 이후 집합조직/미세조직의 동시분석기술 개발과 함께 그 사용범위와 분석기술이 차츰 발전하고 있다. 최근에는 전자현미경 내에서 재료의 인장 및 압축실험을 수행하는 변형장치가 도입되어, 재료의 변형과정중의 미세조직을 분석 할 수 있는 기술이 개발되고 있다. 최근 5년간 EBSD는 전자현미경의 기본장비로 자리잡았으며 앞으로도 그 활용범위가 증가할 전망이다.

여 백

제 3장 연구 개발수행 내용 및 결과

집합조직의 제어는 재료물성의 극대화를 위하여 반드시 필요한 기술이며, 이러한 집합조직 제어기술은 재결정, 가공, 분석의 3대 요소의 조합으로 이루어져있다. 가공분야는 결정 역학을 이용한 공정에 따른 가공집합조직의 특성을 극대화할 수 있는 기술이 필요하며, 분석분야에서는 미세 집합조직과, 미세조직을 동시에 연관지어 분석 할 수 있는 기술이 필요하다. 또한 재결정을 통하여 가공에 의해 발달한 집합조직을 다시 제어하는 2차 복합 제어기술이 필요하다. 이러한 3대 요소의 상호 유기적인 개발을 위하여 본 연구실에서 연구 개발수행방향을 정하여 진행하였으며, 구체적인 연구 진행 방향은 다음과 같이 셋으로 나눌 수 있다.

1. 집합조직의 측정 및 분석 기술의 개발
2. 변형에너지방출최대화이론을 통한 재결정 제어기술의 개발
3. 드로잉, 압연등의 가공을 통한 집합조직의 제어와 기계적 강도의 향상

이러한 진행방향을 기본으로 하여, 알루미늄, TRIP 및 IF강재, 금본딩와이어등 여러 재료에 관한 집합조직의 분석을 하였고 가공과 재결정을 통하여 집합조직의 변화와 재료의 기계적성질 강화에 대한 연구를 수행하여, 냉간압연, 드로잉, 비대칭 압연등의 가공에 대해 집합조직의 거동에 대한 분석과 이를 통한 물리적 성질의 향상을 이끌어 내었다.

또한 이렇게 측정된 EBSD 데이터를 해석하기 위한 독자적인 프로그램으로 REDS(Reprocessing of EBSD Data in SNU)를 개발하였다. EBSD 분석을 통해 얻어진 방위정보를 바탕으로 방위분포도를 그리고 물리적인 특성을 예측할 수 있고 몽타주 기법을 이용해 여러 장의 그림을 한 장으로 모아 한눈에 들어오지 않는 큰 그림을 그릴 수 있다. 또한 그래픽 출력 자체를 연구자 개개인의 연구 기준에 맞도록 편집할 수 있도록 하여 데이터의 활용도를 높일 수 있게 해준다.

제 1 절 집합조직의 측정 및 분석 기술의 개발

1절에서는 집합조직의 측정 기구와 이를 이용한 분석기술의 개발에 대하여 다루었다. 집합조직 측정에는 중성자, X-선과 EBSD(전자 후방 회절 장치)의 방식이 주로 사용되며, 각 방식마다 상대적인 장단점을 나타내었다.

X-선 회절법은 매우 짧은 파장을 가진 전자기파를 사용하여, 가시광선이 유리를 투과하듯이 금속재료의 크랙이나 미세구조를 측정하는 전통적인 방법이다. 중성자의 경우에는 X-선에 비하여 그 투과거리가 깊어서 많은 결정립을 측정하므로, 통계적 신뢰성 측면에서 우수한 장점을 가지나 측정되는 회절선의 강도가 매우 낮다는 단점이 있다.

본 연구에서는 X-선을 이용한 Rietveld 정량분석을 이용하여 TRIP강의 페라이트와 오스테나이트의 분율을 측정하였고, X-선 및 중성자회절을 이용한 다이아몬드 압력셀에서의 집합조직의 특징을 살펴보았으며, 이 결과는 EBSD에 비해 통계적 신뢰성을 보이는 것으로 나타내었다.

EBSD(전자 후방 회절 장치)는 SEM(주사전자현미경)에서 생성되는 Kikuchi pattern을 이용하여 방위를 측정할 수 있는 방식으로, TEM(투과전자현미경)보다 분해능과 정확성은 뒤떨어지지만 벌크 상태의 시편에서 원하는 측정영역의 방위를 측정할 수 있으며, 그 선택영역이 자유롭다는 장점이 있어 그 이용이 증가하고 있다. 본 연구에서는 EBSD의 특징을 이용한 권취 후 TRIP강의 잔류 오스테나이트의 정량적 상분석을 하였고, X-선 회절결과와 비교평가를 하였다. 또한 EBSD내에 변형스테이지를 장치하여, 재료의 변형에 따른 미세조직의 변화를 In-Situ로 측정하는 기술을 개발하였다.

1. Neutron, X-ray

가. X-선 회절법

X-선은 고속으로 움직이는 전자가 표적 원자와 충돌하여 발생하는 전자기파로서, 고속의 전자가 궤도 전자와 충돌하여 특성 X-선(Characteristic X-ray)이 발생하고, 원자핵과 상호작용 하여 연속 X-선(Continuous X-ray)이 발생한다. X선은 매우 짧은 파장을 가진 전자기파로서 가시광선이 유리 같은 것을 투과하듯이 X선은 종이, 목재, 인체의 섬유조직 외에도 금속재료의 크랙이나 미세구조를 관찰하는데도 사용된다. X-선 또는 중성자의 회절을 이용한 집합조직의 측정은 이미 오랫동안 많은 재료의 집합조직 측정에 이용해온 전통적인 방법이다. 기본적으로 X-선과 중성자 회절은 동일한 원리에 의하여 행한다. 이는 해당 재료에서 특정한 결정면으로부터의 회절 선의 강도가 시료를 회전시킴에 따라서 변하는 것을 측정하고, 그로부터 얻은 극점도 (Pole figure)들을 이용하여 방위분포함수 (orientation distribution function: ODF) 를 얻는 것이다. 그림 3.1.1-1은 각각 회절을 이용하여 극점도를 얻는 원리와 이러한 방식으로 집합조직 측정을 수행하는 사축 단결정 회절장치 (four circle diffractometer: FCD) 를 나타낸 것이다. 고정된 λ 와 θ 로부터 특정한 결정면에서만 회절이 일어나게 되고, 이러한 결정면의 공간상의 분포를 시편의 특정 축에 대한 회전 각 α 와 β 값을 변화시킬 때의 회절 강도의 변화로부터 알아낼 수 있다.

X-선의 경우는 그 투과 깊이가 수 십에서 수 백 μm 로 시편의 표면 부근의 결정립으로부터의 회절선을 이용하는 것이 된다. 따라서 조대한 결정립을 가지는 재료나 특정 방향으로 집합조직이 불균일한 재료에 대해서는 충분한 수의 측정 결정립을 가지지 못하므로 통계적인 문제점을 가지게 된다. 반면 중성자의 경우는 수 cm에 까지 이르는 깊은 투과 깊이를 가져서 훨씬 많은 수의 결정립에 대해 측정하는 것이 가능하고, 따라서 통계적 신뢰성 측면에서 우수한 장점을 가진다. 일반적으로 중성자 회절의 경우 1 cm³ 크기의 입방체에 대해 측정을 행하며 시료 표면 상태에 대한 제약도 거의 없는 편이어서 시편의 준비 측면에서도 수월하다는 장점을 가진다. 그러나 이러한 장점에도 불구하고 중성자 회절의 경우 일반적으로 X-선 회절에 비해 측정되는 회절선의 강도가 매우 낮다. 이는 중성자가 주로 원자핵에 의한 산란으로 회절선을 얻는데 비해 X-선은 전자각에서의 산란을 이용하기 때문이다. 따라서 일반적인 X-선 장비에서 하나의 극점도를 얻는데 대략

30분 미만의 시간이 걸리는데 반하여, 중성자 회절에서는 대략 6 시간에서 48 시간까지도 걸리게 된다. 이는 중성자 장비를 이용하는데 있어 장비 자체의 회소성과 함께 가장 큰 제약으로 작용한다고 볼 수 있다. 중성자 회절이 X-선에 대하여 가지는 큰 장점 중 하나는 산란 강도가 회절각도에 거의 영향을 받지 않는다는 점이다. 그림 3.1.1-2에서 보는 바와 같이, X-선이나 전자빔의 경우 산란각이 커짐에 따라 강도가 급격히 감소함을 볼 수 있다. 반면 중성자빔의 경우 그 변화가 거의 없으며, 따라서 큰 산란 각도에서의 회절도 분석이 가능하다. 그리고 X-선에 비하여 상대적으로 우수한 분해능은 많은 복잡한 회절도형을 그리는 다상 복합 재료 또는 저대칭 (low symmetry) 구조의 집합조직 측정에 강점을 가진다.

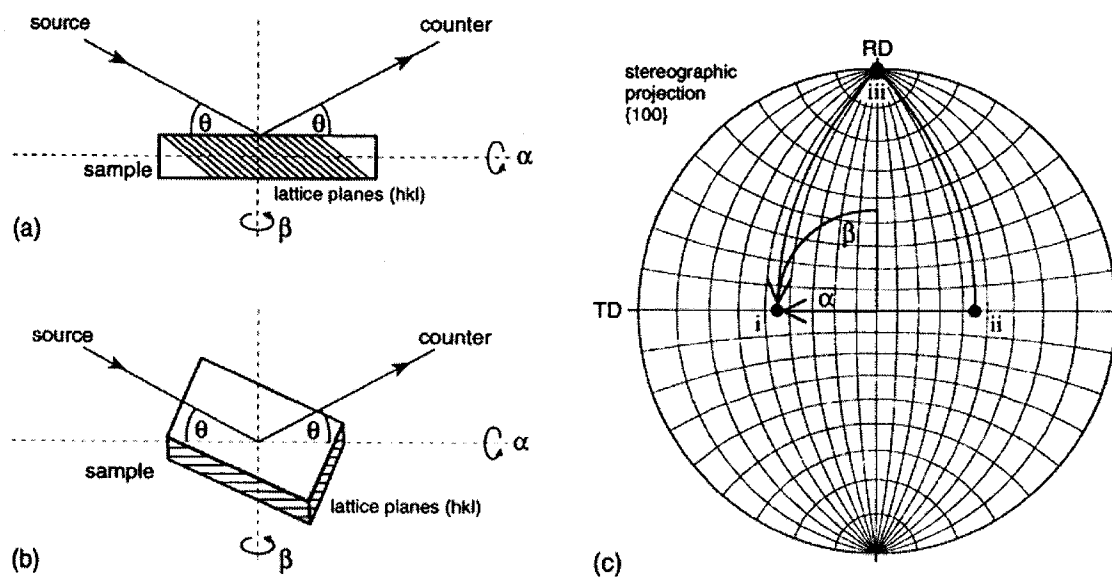


Fig. 3.1.1-1 Sketch to illustrate the effect of sample rotation of the arrangement of the lattice planes. (a) untilted position; (b) sample tilted such that the lattice planes are in Bragg condition; (c) reflection peaks of a Goss- $\{110\}\langle 001\rangle$ oriented crystal in the stereographic projection at (i) $\alpha = 35^\circ$, $\beta = 90^\circ$, (ii) $\alpha = 35^\circ$, $\beta = 270^\circ$, (iii) $\alpha = 90^\circ$, $\beta = 0^\circ$

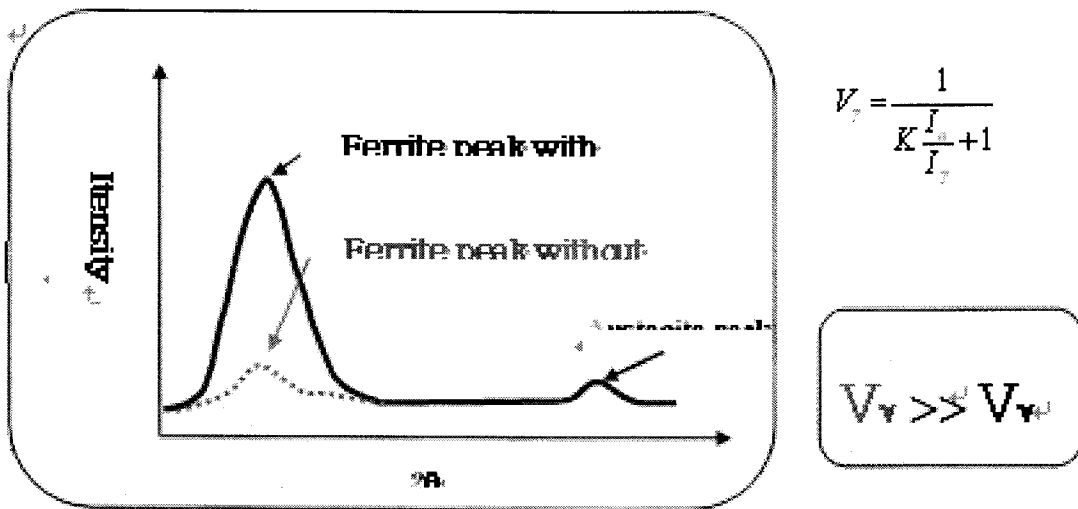


Fig. 3.1.1-2 Texture effect on quantitative analysis Austenite volume fraction

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. 이러한 정량해석의 문제점들을 극복하기 위해서 다양한 Rietveld법들이 제안되어졌다.

(1). 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 ;

$$V_\gamma = \frac{1}{K \frac{I_\alpha}{I_\gamma} + 1} \quad (3.1.1-1)$$

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 ;

$$V_\gamma = \frac{1}{1 + 4.27 I_{(200)\alpha} / (I_{(200)\gamma} + I_{(220)\gamma})} \quad (3.1.1-2)$$

여기서,

$I_{(200)\alpha}$; 페라이트 (200)면의 적분강도

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

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

(2). Rietveld method

Rietveld법은 최소자승법을 이용하여 실험으로 측정된 전체 회절선과 결정구조, 측정기계의 영향, 격자상수 등의 시편 특성을 고려하면서 계산된 회절선을 실험값과 일치시키는 방법이다. 즉, 식(3.1.1-3)에서 실험으로 측정된 회절강도 y_i 와 계산으로 얻어진 강도 y_{ci} 의 차 S_y 를 최소화하여 원하는 정보를 얻게된다.

$$S_y = \sum_i w_i (y_i - y_{ci})^2 \quad (3.1.1-3)$$

여기서 $w_i = 1/y_i$ 이다.

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

$$y_{ci} = s \sum_K L_K |F_K|^2 \phi(2\theta_i - 2\theta_K) P_K A + y_{bi} \quad (3.1.1-4)$$

여기서,

s ; 크기인자(scale factor)

K ; Bragg회절선의 Miller지수

L_K ; Lorentz, polarization 등의 인자

ϕ ; 반사함수

P_K ; 극밀도 분포함수(pole-density distribution function)

A ; 흡수인자

F_K ; k번째 회절선의 구조인자

y_{bi} ; 회절음영의 강도

이다.

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

대한 산란각에 의존한다.

Rietveld 법은 다음과 같은 관계식을 이용하여 정량적인 상분석을 한다

$$W_p = \frac{s_p(ZMV)_p}{\sum_{i=1}^n s_i(ZMV)_i} \quad (3.1.1-5)$$

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

해석의 신뢰도는 다음과 같은 값에 의하여 평가된다.

$$\begin{aligned} R_B &= \frac{\sum |I_k - I_{ck}|}{\sum I_{ck}} \\ R_{wp} &= \left\{ \frac{\sum w_i (y_i - y_{ci})^2}{\sum w_i (y_{ci})^2} \right\}^{1/2} \\ R_{exp} &= \left\{ \frac{N - P}{\sum w_i y_i^2} \right\}^{1/2} \\ \chi &= \frac{R_{wp}}{R_{exp}} \end{aligned} \quad (3.1.1-6)$$

여기서,

I_k ; 측정된 K 번째 Bragg 회절 강도

I_{ck} ; 계산된 K 번째 Bragg 회절 강도

N ; 관측자료의 수

P ; 정련하고자 하는 변수의 수이다.

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 Rietveld 정련 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].

(3). 집합조직을 고려한 Rietveld 법

Lutterotti 등은 복합재의 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.

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 제안되어졌으나 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 Rietveld

방법을 제안하였다.

(4). 중성자 산란법 [원자로 이용기술개발, 과학기술부]

중성자 산란법은 중성자의 큰 투과력과 연구용 원자로에서 얻을 수 있는 넓은 빔 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.

나. TRIP강의 관찰

(1). 이론적 배경

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]. 그림 3.1.2-3은 상에 따라 달라지는 X선 회절이미지를 나타낸다. 그러나 제2상인 잔류 오스테나이트가 미세하게 분포되어 있는 TRIP강에서 상분석기를 이용하여 잔류 오스테나이트의 부피분율을 측정하는 경우 많은 오차를 포함하게 된다. 또한 특정 회절선의 적분강도 비로부터 부피분율을 구하는 X-선 회절법의 경우 재료의 집합조직 성분에 따라 동일한 시편에 대해서도 측정 결과가 달라지게 된다.

이러한 정량해석의 문제점들을 극복하기 위해서 다양한 Rietveld법들이 제안되었다. 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

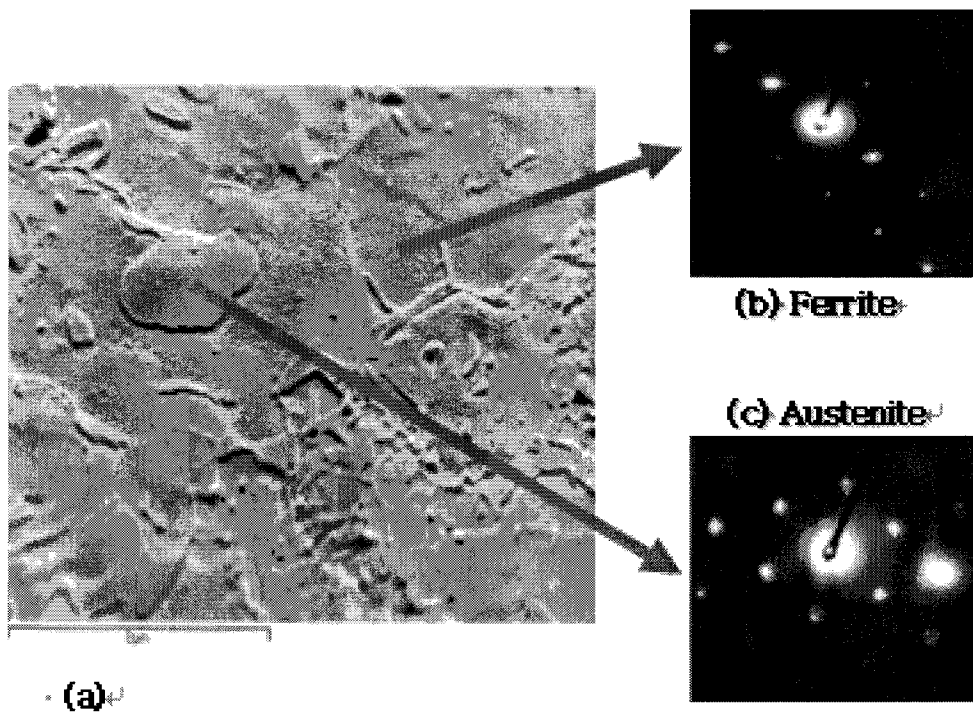


Fig.3.1.1-3 Method of Phase Identification of TRIP Steel. (a) SEM Image of TRIP Steel and X-ray diffraction image of (b) Ferrite (c) Austenite

제안되어졌으나 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 부피분을 측정하였다.

나. 실험 방법 및 결과

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 정량해석 방법을 통하여 회절선의 적분강도 비를 이용한 방법보다 우수한 정량분석 결과를 얻을 수 있었으며, 중성자 및 X-선을 이용한 정량분석 결과는 일치하였다.

그림 3.1.2-4은 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 정련결과의 신뢰도가 높으며, 실험값과 계산값이 잘 일치함을 알 수 있다. 계산된 마르텐사이트의 부피분율은 14%이다. 그림 3.1.2-5와 3.1.2-6은 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 3.1.2-7은 오스테나이트와 페라이트의 방위분포함수를 이용한 Rietveld 정련결과이다. $R_{wp}=11.9\%$, $R_b=8.9\%$, $R_{exp}=2.7\%$, $\chi=4.3$ 로 Rietveld

정련결과의 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), 적층결합 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 회절범의 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)를 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.

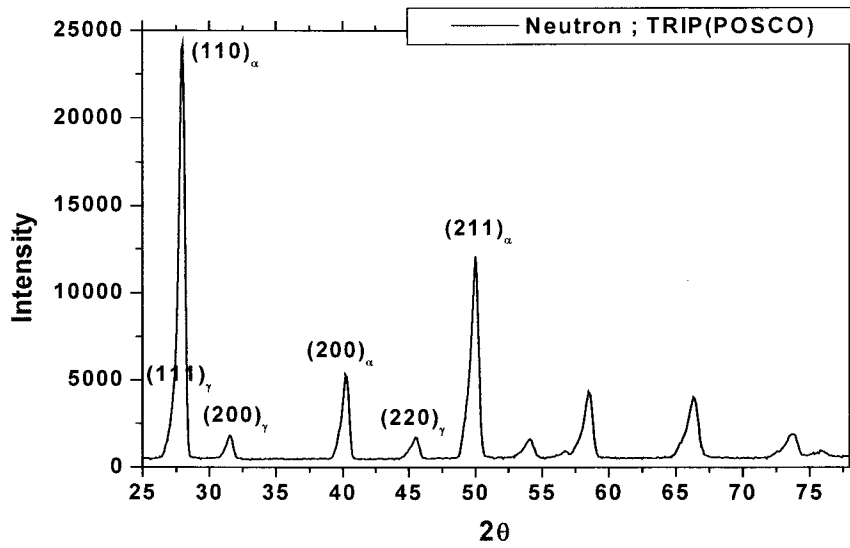
그림 3.1.2-8는 Si-Mn TRIP강의 표면에서 측정한 X-선 회절선과 집합조직을 고려하지 않은 Rietveld 정련결과이다. $R_{wp}=63.7\%$, $R_b=53.9\%$, $R_{exp}=3.5\%$, $\chi=18$ 로 Rietveld 정련결과의 신뢰도가 매우 낮으며, 계산된 마르텐사이트의 부피분율은 13%이다.

그림 3.1.2-9과 3.1.2-10은 X-선으로 측정한 오스테나이트와 페라이트의

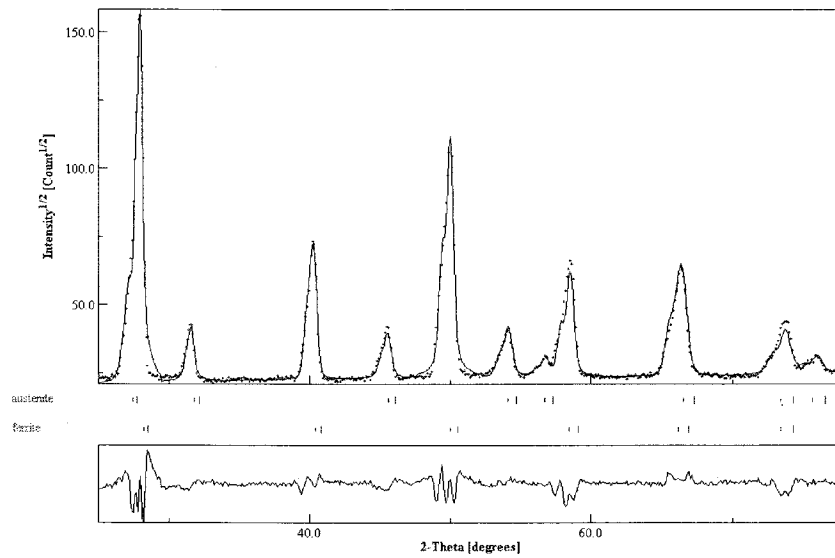
방위분포함수이다. 오스테나이트와 페라이트의 최대 ODF값은 5로 집합조직이 약하게 발달하였다. 그림 3.1.2-11은 오스테나이트와 페라이트의 방위분포함수를 이용하여 Rietveld 정련한 결과이다. $R_{wp} = 9.2\%$, $R_b = 5.1\%$, $R_{exp} = 3.5\%$, $\chi = 2.6$ 으로 집합조직을 고려한 결과 Rietveld 정련결과의 신뢰도는 매우 양호하며 실험값과 계산값이 거의 일치함을 알 수 있다. 계산된 마르텐사이트의 부피분율은 13%이다.

페라이트의 (200)회절선과 오스테나이트의 (200) 및 (220) 회절선의 적분강도값을 식(3.1.1-2)에 대입하여 구한 오스테나이트 부피분율은 26%이다.

표 3.1.1-1과 표 3.1.1-2는 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 3.1.1-3은 Rietveld와 식 (3.1.1-1)을 이용한 정량분석의 결과이다. 집합조직을 고려한 중성자와 X-선을 이용한 Rietveld 정련의 정량분석 결과는 거의 같음을 알 수 있다. 그러나, 식 (3.1.1-1)을 이용한 정량분석 결과와 집합조직을 고려한 X-선 Rietveld 정량분석 결과는 매우 큰 차이를 보이고 있다. 이로부터 간단한 경험식으로부터 유도된 식 (3.1.1-1)을 이용한 정량분석은 시편에 발달한 집합조직에 따라 많은 오차를 포함할 수 있음을 알 수 있다.



(a)



(b)

Fig. 3.1.1-4. Neutron spectrum and Rietveld refinement of TRIP steel

(a) Neutron Spectrum

(b) Rietveld refinement without texture correction

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

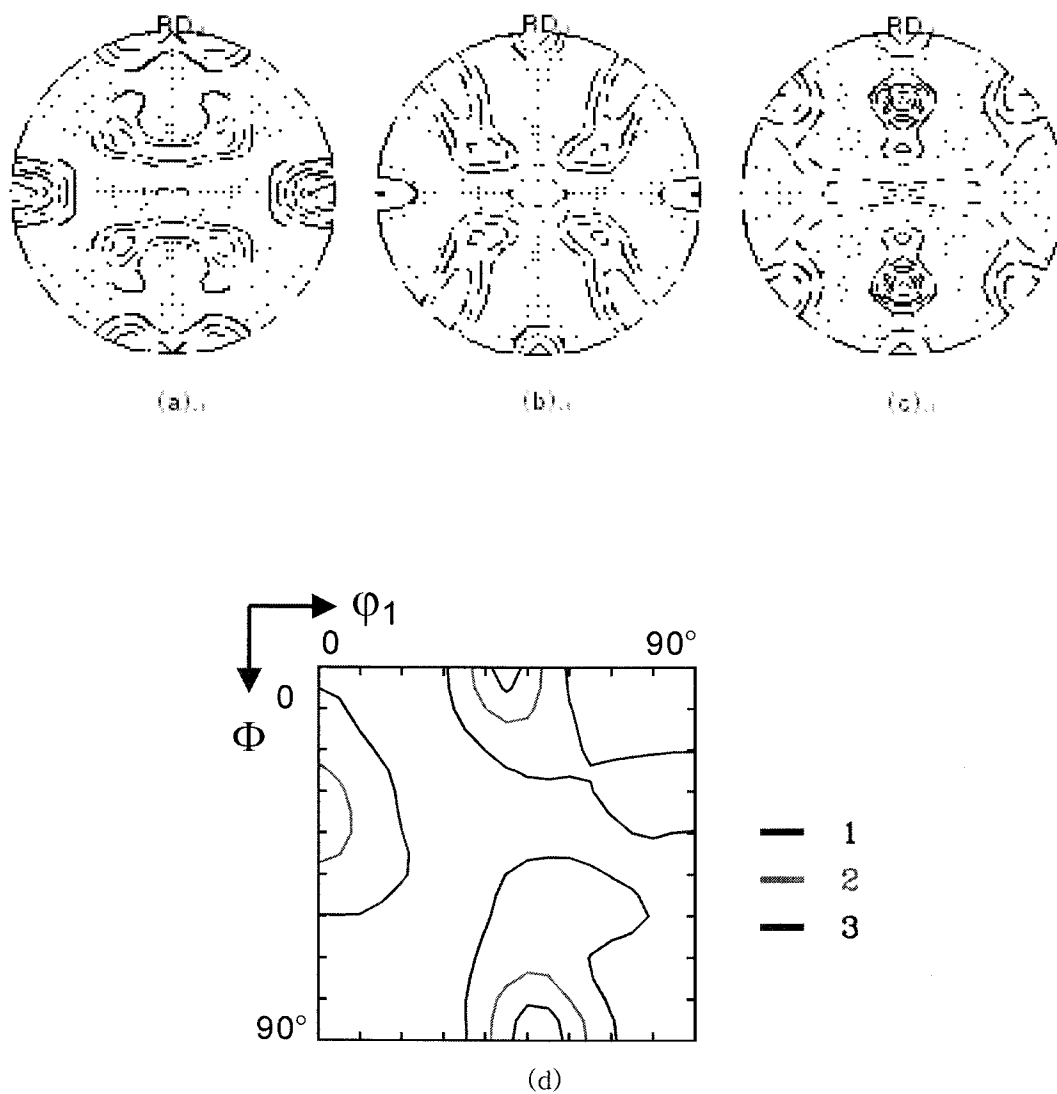


Fig. 3.1.1-5. Pole figures and ODF of Austenite of TRIP steel by Neutron

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

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

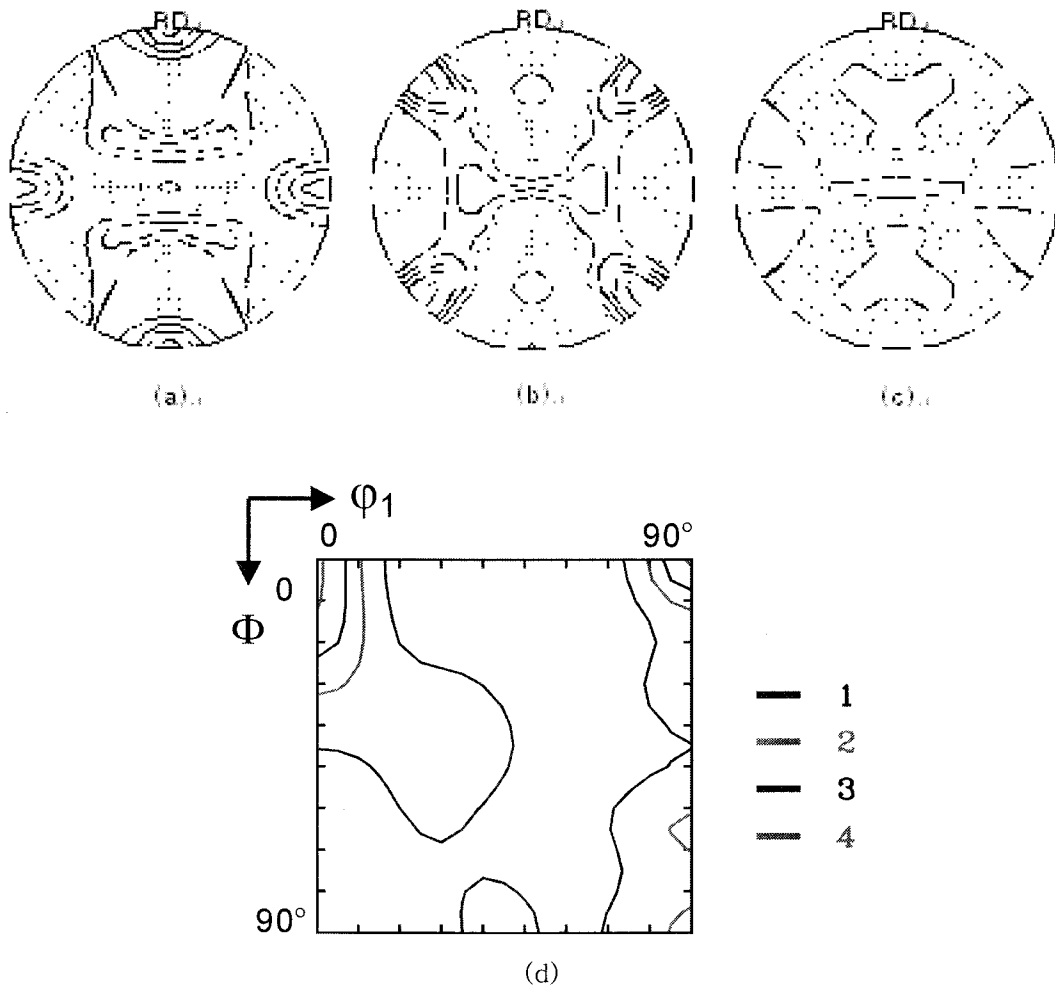


Fig. 3.1.1-6. Pole figures and ODF of Ferrite of TRIP steel by Neutron
 (a) 110 (b) 200 (c) 211, contour: 1,1.2,1.4,1.6,1.8
 (d) ODF $\phi_2 = 45^\circ$ section

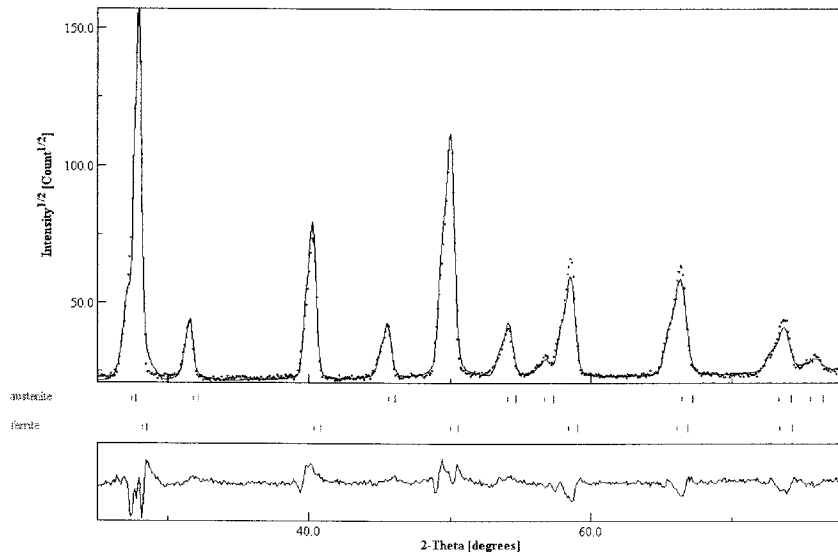
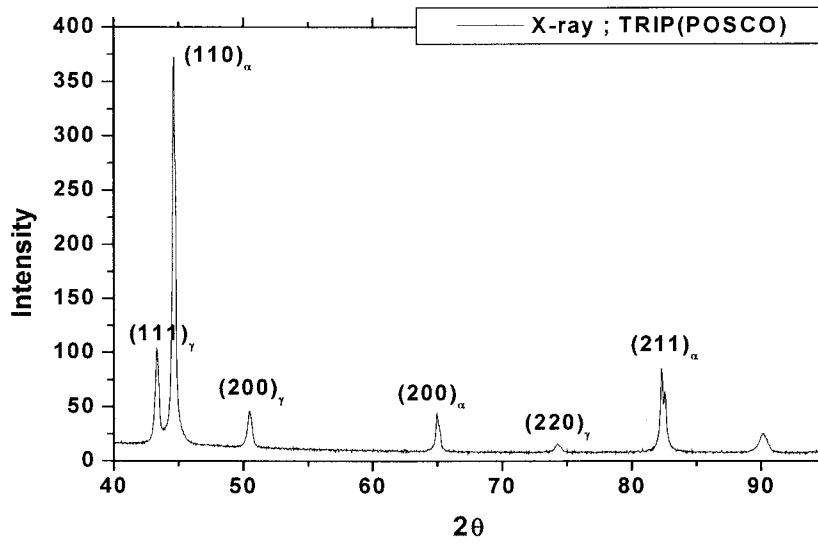
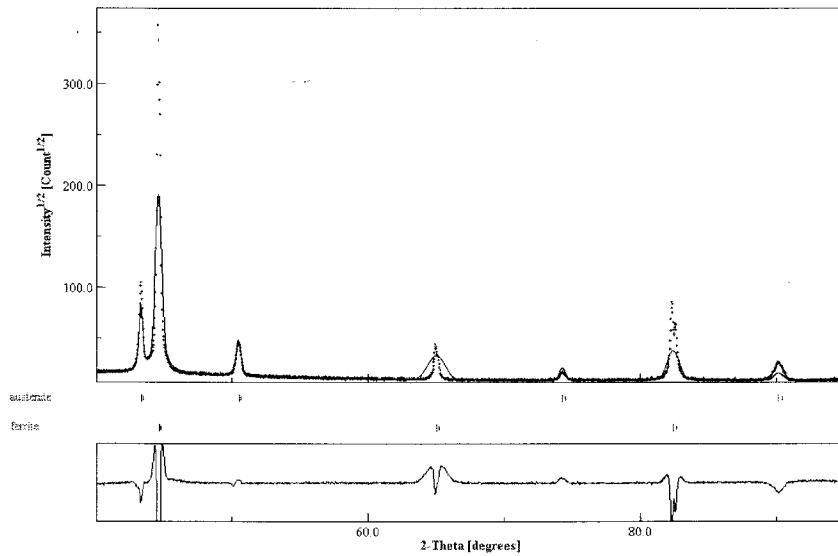


Fig. 3.1.1-7. Rietveld refinement of TRIP steel with texture correction by Neutron
 $(R_{wp}=11.9\%, R_b=8.9\%, R_{exp}=2.7\%, \chi=4.3, a_\alpha=2.855\text{\AA}, a_\gamma=3.594\text{\AA}, v_\gamma=14\%)$



(a)



(b)

Fig. 3.1.1-8. X-ray spectrum and Rietveld refinement of TRIP steel

(a) X-ray Spectrum

(b) Rietveld refinement without texture correction

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

$a_\gamma=3.609\text{\AA}$, $v_\gamma=13\%$)

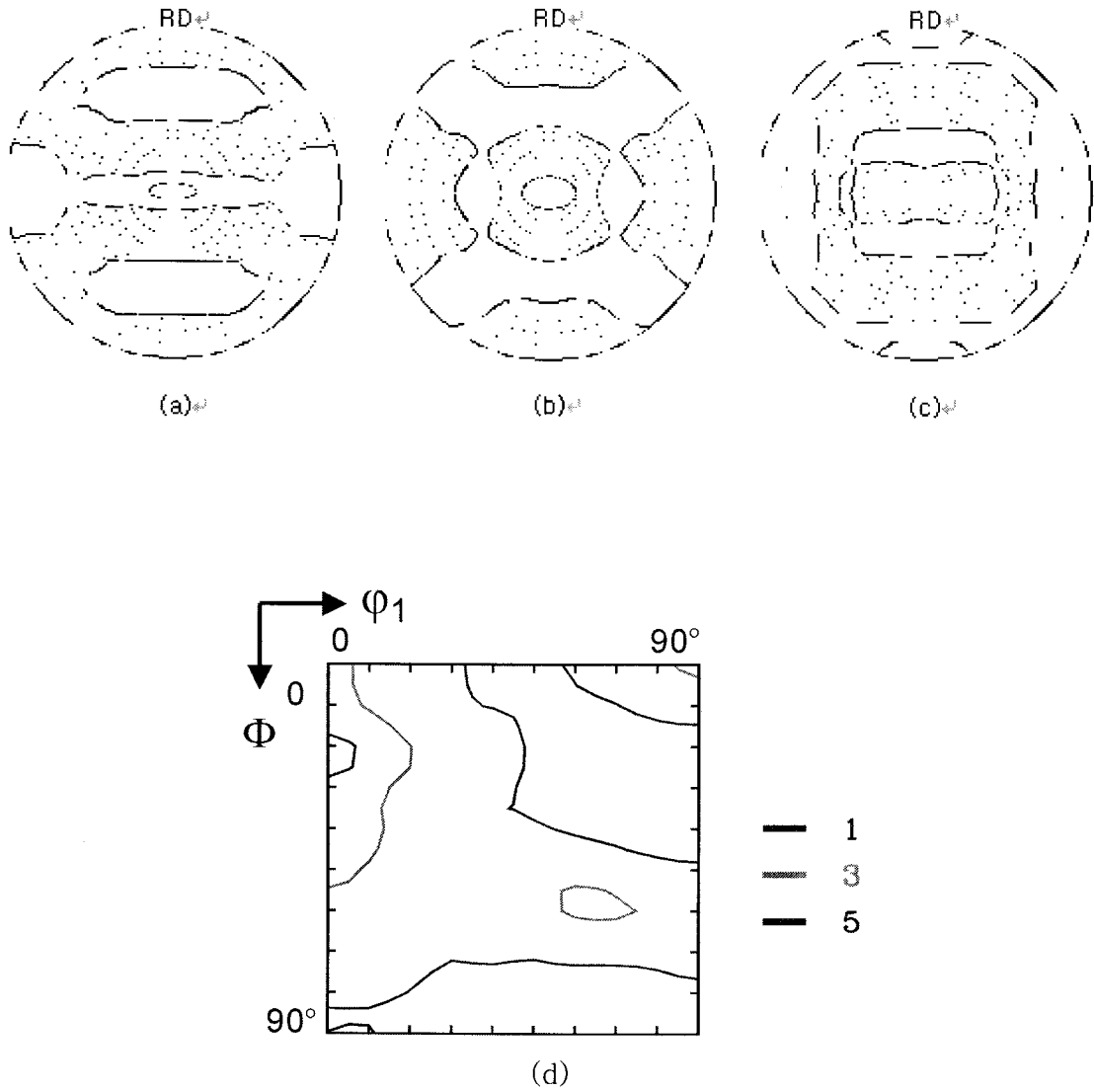


Fig. 3.1.1-9 Pole figures and ODF of Austenite of TRIP steel by X-ray

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

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

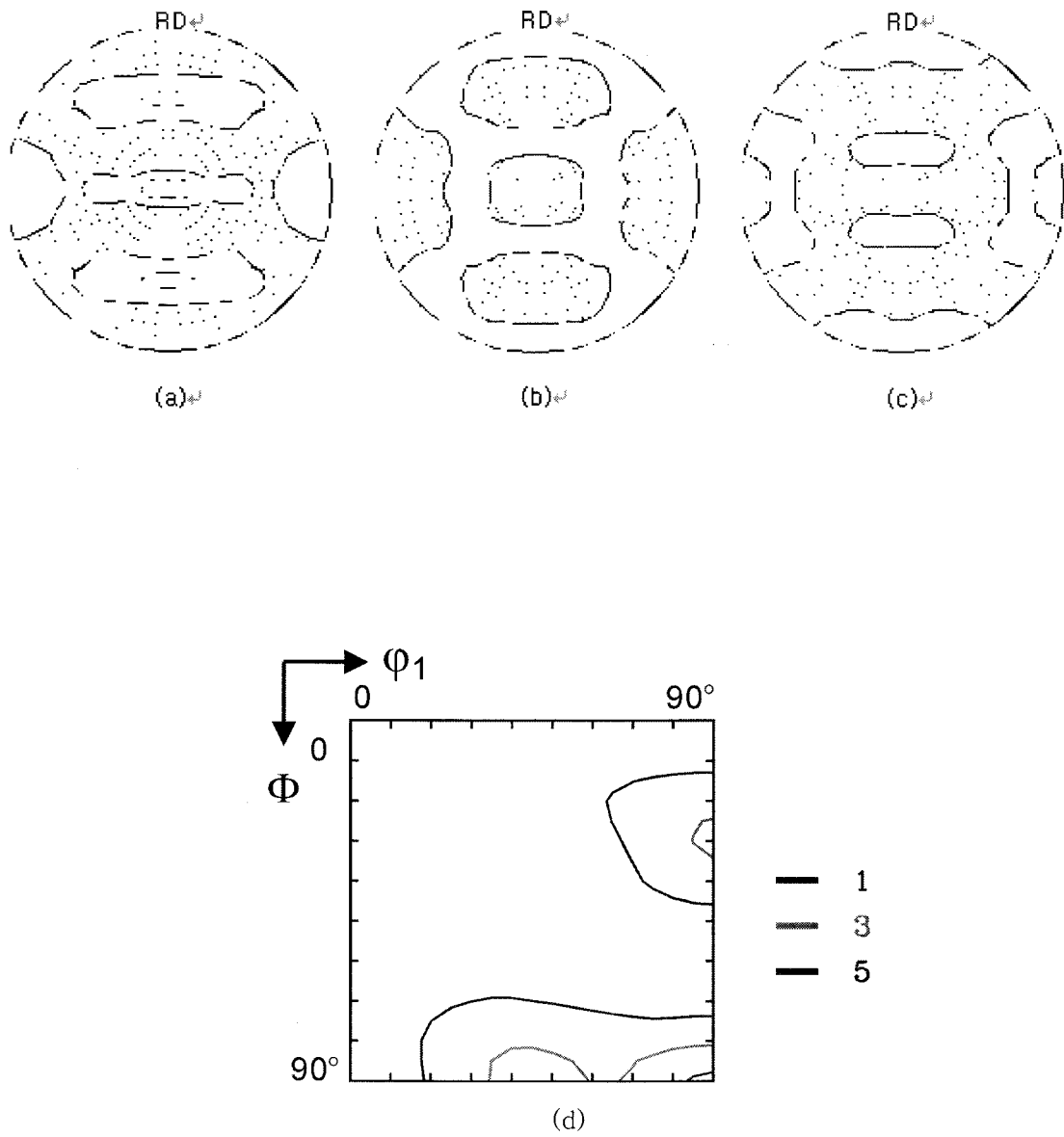


Fig. 3.1.1-10. Pole figures and ODF of Ferrite of TRIP steel by X-ray

(a) 110 (b) 200 (c) 211, contour: 1,2

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

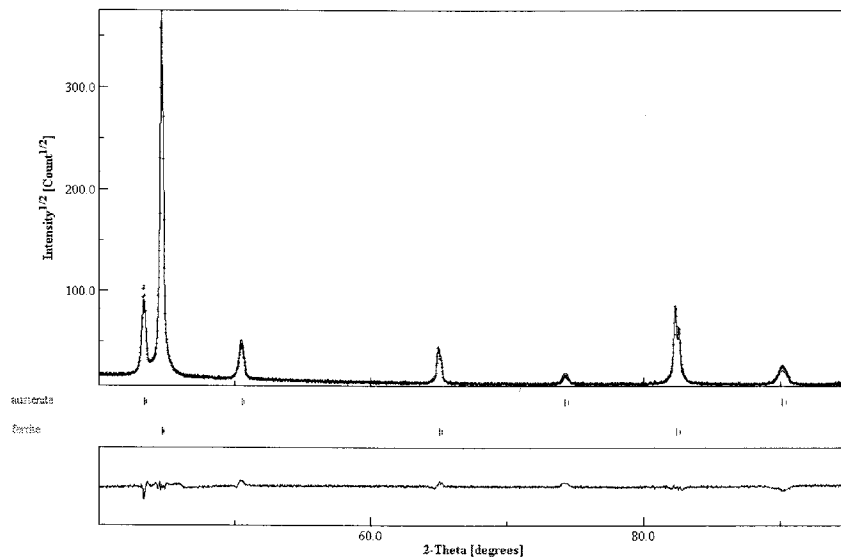


Fig. 3.1.1–11. Rietveld refinement of TRIP steel with texture correction by
 X-ray
 ($R_{wp}=9.2\%$, $R_b=5.1\%$, $R_{exp}=3.5\%$, $\chi=2.6$, $a_\alpha=2.865\text{\AA}$, $a_\gamma=3.609\text{\AA}$, $v_\gamma=13\%$)

	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 3.1.1-1. Reliability factor of TRIP steel

	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

Tabel 3.1.1-2. Calculated lattice parameter of TRIP steel by Rietveld method(Å)

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

Table 3.1.1-3. Austenite volume fraction of each method for TRIP steel

다. 다이아몬드 셀 측정

(1). 이론적 배경

다이아몬드 압력셀은 촉매금속과 흑연의 혼합을 통하여 합성방 (reaction cell) 을 구성하고, 이를 고온 고압에서의 액상 소결을 통하여 다이아몬드를 합성해 낸 것이다. 소결 완료 후의 압력셀은 따라서 촉매금속 기지에 다이아몬드 결정이 분산되어있는 상태로서, 사실상 현재의 가공 장비로는 실험을 위하여 압력셀을 임의로 자르고, 연마하는 등의 작업이 매우 힘들고, 따라서 전자현미경에 기반한 미시적 결정방위 측정이 대단히 힘든 재료이다 또한 압력셀은 촉매금속과 다이아몬드, 그리고 기타 석출상 등이 혼합된 다상 복합 재료로서 이러한 재료는 일반적으로 많은 수의 특정 회절선 (diffraction peak or Bragg angle) 을 가지는 복잡한 회절 도형 (diffraction spectrum) 을 보이고, 따라서 거시적 집합조직 측정 기법에 있어서도 역시 큰 어려움이 따른다. 따라서 이러한 재료의 특성은 역설적으로 각 집합조직 측정 기법이 갖는 장·단점의 비교에 도움이 되며, 나아가 상호 보완의 가능성을 타진해 볼 수 있는 기회를 제공한다고 할 수 있겠다.

중성자 회절은 X-선에 비해 장비 자체의 회소성으로 인한 접근성이 떨어진다는 단점은 있으나 보다 우수한 분해능을 가지며, 중성자가 가지는 우수한 투과성으로 인해 기존의 X-선 회절에서는 측정이 힘든 재료에 대해서도 집합조직을 평가할 수 있다는 장점이 있다. 최근의 전자후방산란회절장치 (electron backscattered diffraction: EBSD) 를 이용해 비교적 대면적에 대해 재료의 미세 / 집합조직을 동시에 평가하는 기술이 비약적으로 발달하였다. 기존의 투과전자현미경 (TEM) 에서의 제한시야회절 (selected area diffraction: SAD) 이나 기쿠치 도형 (Kikuchi pattern) 의 해석을 통해 재료의 미세조직과 집합조직을 동시에 측정하는 방법에서는 불가능했던 넓은 영역에 대한 미세조직 평가 및 결정방위 분포의 정량적 평가가 EBSD를 통하여 가능해졌다. 집합조직의 정량적 평가를 위한 이상의 방법들은 개별적으로는 나름의 장·단점을 가지며, 따라서 상호보완 가능하다. 본 연구에서는 크게 분류했을 경우 거시적 집합조직 측정 기법에 속하는 X-선과 중성자 회절, 그리고 미시적 측정 기법에 속하는 EBSD 등, 각각의 방법을 이용해서 고온 고압 합성 다이아몬드 압력셀 내의 다이아몬드 결정 방위 분포를 정량적으로 평가하고자 하며, 나아가 각 측정 기법 간의 상호 보완의 가능성에 대해 고찰하고자 한다.

(2). 실험과정 및 결과

그림 3.1.1-12은 분말법으로 합성한 다이아몬드 압력셀을 X-선을 이용하여 그 회절 스펙트럼을 얻은 결과이다. 사용한 X-ray는 1.5405Å 파장의 Cu K α 에 해당하며, 압축방향에 수직인 결정면의 회절을 측정하였다. 다이아몬드는 그 소멸법칙을 고려했을 때 43.9, 75.3, 91.5° 에 해당하는 각도에서 각각 {111}, {220}, {311} 결정면의 회절선 (diffraction peak) 이 나타나게 된다. 실제 회절 스펙트럼은 상당히 복잡한 모양을 보이며, 또한 낮은 강도의 회절선이 상호간에 상당히 겹치는 모습을 보인다. 26° 부근의 흑연 (0002) 면의 회절선에 비하여 전반적인 회절선의 강도가 낮고 따라서 회절선의 상호간 분리가 상당히 힘들 것으로 예상된다. 이는 X-ray의 시편 내 투과깊이가 불과 100 μ m 내외로 짧기 때문으로 기지 내에 묻혀있는 400 μ m 정도의 다이아몬드 결정으로부터는 충분한 회절 강도를 얻지 못하기 때문이다. 따라서 이러한 시료의 특수성으로 투과깊이가 깊은 중성자 회절을 이용하여야만 신뢰성 있는 결과를 얻을 수 있다.

분말법 압력셀 내에는 다이아몬드 뿐 아니라, 금속 촉매와 흑연으로부터 생성되는 다양한 결정상이 존재하게 된다. 본 연구에 사용된 Fe-30Ni-20C 조성에서는 철과 니켈이 이루는 완전 고용체 합금과 흑연, 그리고 대략 15% 가량의 부피 분율을 가지는 다이아몬드 상이 존재할 것으로 예상하였다. 이 때 문제는 압력셀이 다상 복합 재료인데다, 흑연 상의 경우 육방 (hexagonal) 결정 구조를 이루는 재료여서 전체 회절 스펙트럼이 매우 많은 수의 회절선을 가지는 복잡한 양상을 보이고, 따라서 측정에 필요한 다이아몬드 결정의 Bragg 각도와 다른 상의 그것이 겹치거나 지나치게 인접하는 경우이다. 따라서 FCD를 이용한 집합조직 측정에 앞서 고분해능 중성자 분말 회절 장치 (high resolution powder diffractometer: HRPD) 를 이용하여 압력셀 내에 존재하는 상과 그들의 회절 각도를 알아보았다. 이 때 사용한 중성자 빔의 파장은 Ge (331) 단결정 단색기 (monochromator) 를 사용하여 1.836Å이었으며, 압력셀의 압축방향에 평행한 면에 대해 측정하였다. 그림 3.1.1-13는 HRPD를 이용하여 얻은 회절선의 강도를 회절각도 2θ 에 따라서 나타낸 것이다. 그림에서 보는 바와 같이 매우 많은 수의 회절선이 존재하고, 또한 상당 수가 서로 인접하여 나타남을 볼 수 있다. Rietveld 법에 기반한 회절도형 분석 프로그램인 Fullprof을 이용하여 다이아몬드와 철-니켈 합금, 흑연의 Bragg 각도를 확인하여 보았으며, 결과는 표 3.1.1-4에 나타내었다. 실제 회절도형에서는

표에 나타난 각도 외에도 상당수의 회절선을 나타내며, 이들이 철-니켈 고용체와 다이아몬드, 흑연 등 주요 상의 회절선과 일부 겹칠 가능성도 크다. 이는 압력셀 내에 존재하는 개재물들에 의한 것으로, 주로 Fe_3C 를 포함한 탄화물로 여겨지며 또는 다른 소량 함유 원소에 의한 것으로 여겨진다. 표 3.1.1-4에 나타난 결과에서 보듯, 다이아몬드와 Fe-Ni 고용체 간의 Bragg 각의 차이가 매우 작음을 볼 수 있다. 이는 다이아몬드가 격자상수 3.567\AA 의 다이아몬드 결정 구조이고, Fe-Ni는 그 조성에 따라 다소의 차이가 있으나 본 연구에서는 격자상수 3.600\AA 의 면심입방 (face centered cubic: FCC) 결정 구조로서, 상호간에 격자상수가 거의 같으며, 결정 구조 또한 매우 비슷하기 때문이다. 그림 3.1.1-14은 집합조직 측정을 위해 필요한 다이아몬드 회절선의 위치를 확대한 그림으로, Fe-Ni와의 회절선간 거리가 매우 가까움을 명확히 보여주고 있다. $\{111\}$ 피크의 경우 불과 0.5° 의 각도 차이를 가지게 되며, 큰 회절 각도를 갖는 $\{311\}$ 피크에서도 불과 1.6° 정도의 차이를 가진다. 이는 FCD를 이용하여 다이아몬드의 집합조직을 측정할 때 실험상의 제약으로 작용하게 된다. 현재 한국 원자력 연구소에서 FCD에 사용하는 단색기는 Ge (331) 단결정으로 파장은 0.997\AA 이다. 따라서 그림 3.1.1-15와 3.1.1-16에서 볼 수 있듯, FCD에서 Fe-Ni와 다이아몬드의 Bragg 각도는 더욱 인접하게 된다. 이때 $\{111\}$ 회절선의 경우 불과 0.26° 의 각도 차이를 가지며 $\{311\}$ 에서도 겨우 0.54° 의 각도 차이를 보인다. FCD에서는 극점도의 측정을 위하여 HRPD와는 달리 시편이 앞서서 언급한 바와 같이 α 와 β 의 회전 각도를 가지게 되며, 이에 의하여 회절선을 검출하는 데에 있어서의 분해능이 떨어질 수 밖에는 없다. 결국 FCD를 이용한 측정에서 Fe-Ni와 다이아몬드 회절선은 부분적으로 겹치게 되며, 그림 3.1.1-16에서 볼 수 있듯, 장비 분해능의 한계상 이 둘을 확실히 구분할 수가 없는 상황이다. 이의 해결을 위하여 보다 긴 파장의 빔을 사용해 인접한 회절선간의 거리를 멀게 함으로써 둘 사이의 구별을 가능하게 할 수도 있다. 그러나 이때 90° 이상의 큰 2θ 각을 가지는 회절선의 경우는 빔-검출기의 회전 각도의 한계로 얻지 못하게 될 수도 있다. 이와 비슷한 원리로 더욱 짧은 파장의 빔을 이용하여 이차 회절 (secondary diffraction) 선들을 이용할 경우에도 배경강도 (background intensity)에 대한 상대적인 강도가 낮다는 문제점으로 인해 한계를 가진다. 보통 회절선들이 겹치게 되더라도, 해당 상들이 서로 확연히 다른 결정 구조를 가질 경우, 예를 들어 체심입방구조 (body centered cubic: BCC) 의 페라이트와 면심입방구조의 오스테나이트를 가지는 이상 복합 강재에서와 같이 오스테나이트 $\{111\}$ 피크와

페라이트 {011} 피크 만이 부분적으로 겹칠 때는 다른 회절선으로부터의 극점도를 이용하여 각 상의 집합조직을 독립적으로 측정 가능하다.

기본적으로 정량적인 방위분포함수를 얻는데에는 3개 이상의 극점도가 필요하다. 그러나 본 연구에서의 경우 방위분포함수를 얻기 위한 3개 이상의 극점도를 얻는 것이 위에서 언급한 이유로 인해 불가능하였다. 따라서 방위분포함수를 통한 정량적인 집합조직의 측정은 할 수 없지만, HRPD의 경우는 Fe-Ni와 다이아몬드 회절선의 구분이 가능하므로, 이를 이용해 우선방위 지수 (texture index 또는 orientation index) 를 계산하여 정성적이거나 집합조직의 발달 여부를 확인하였다. 우선방위 지수는 완전히 무배향성을 가지는 분말시료로부터 얻은 회절선의 강도에 대한 실제 시료가 가지는 회절선 강도의 상대적인 비로서 나타내며, 따라서 해당 결정면에 대한 우선방위 지수가 1에 가까운 값을 가지면 실제 시료의 결정방위 분포는 무배향성에 가깝게 된다. 우선 무배향 방위분포의 회절 스펙트럼을 얻기 위하여 다이아몬드 분말을 이용하여 분말법 압력셀과 동일한 조건에서 HRPD를 이용한 중성자 회절 시험을 행하였으며, 그 결과는 그림 3.11-17에 나타내었다. 그림 3.1.3-6의 각 회절선의 강도와 분말법 압력셀에서 측정한 다이아몬드 회절선의 강도로부터 얻은 우선방위 지수는 {111}면에서 1.18, {220}면에서 0.89 {311}면에서 0.90 이었다. 따라서 매우 약하게 {111} 면이 압력셀의 압축방향에 수직하게 발달하는 것으로도 볼 수 있으나, 우선방위 지수가 1에 매우 근접하므로 사실상 무배향에 가깝다고 보는 것이 옳을 것이다.

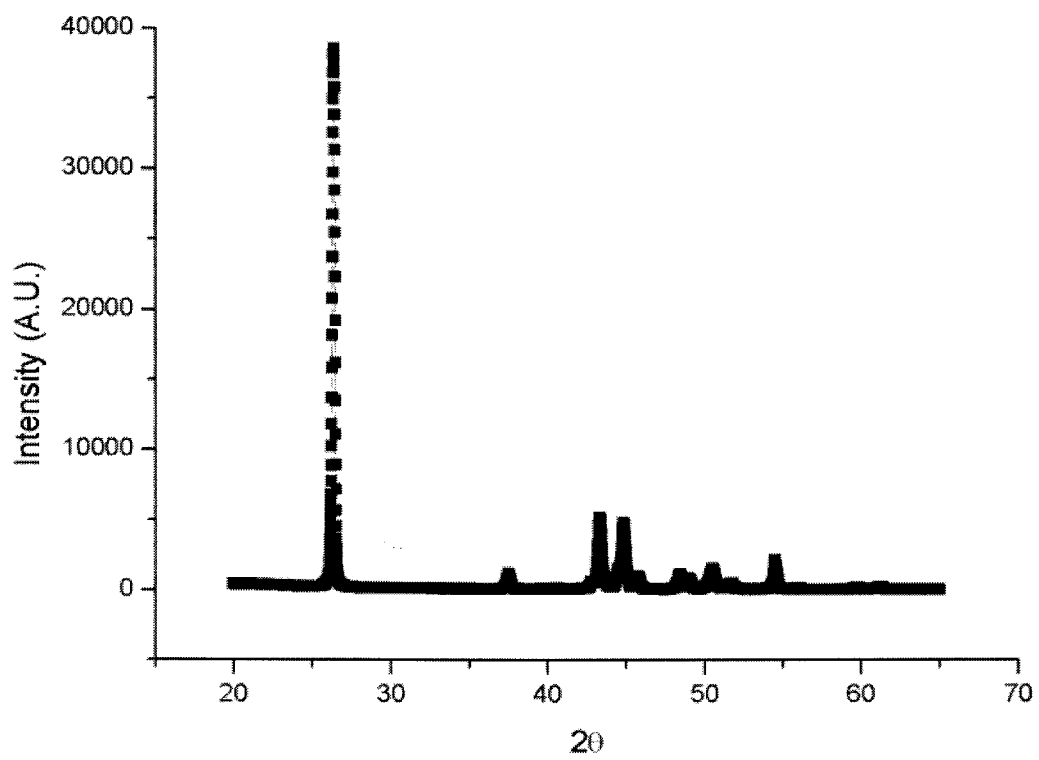


Fig. 3.1.1-12. X-ray diffraction spectrum of powdered cell

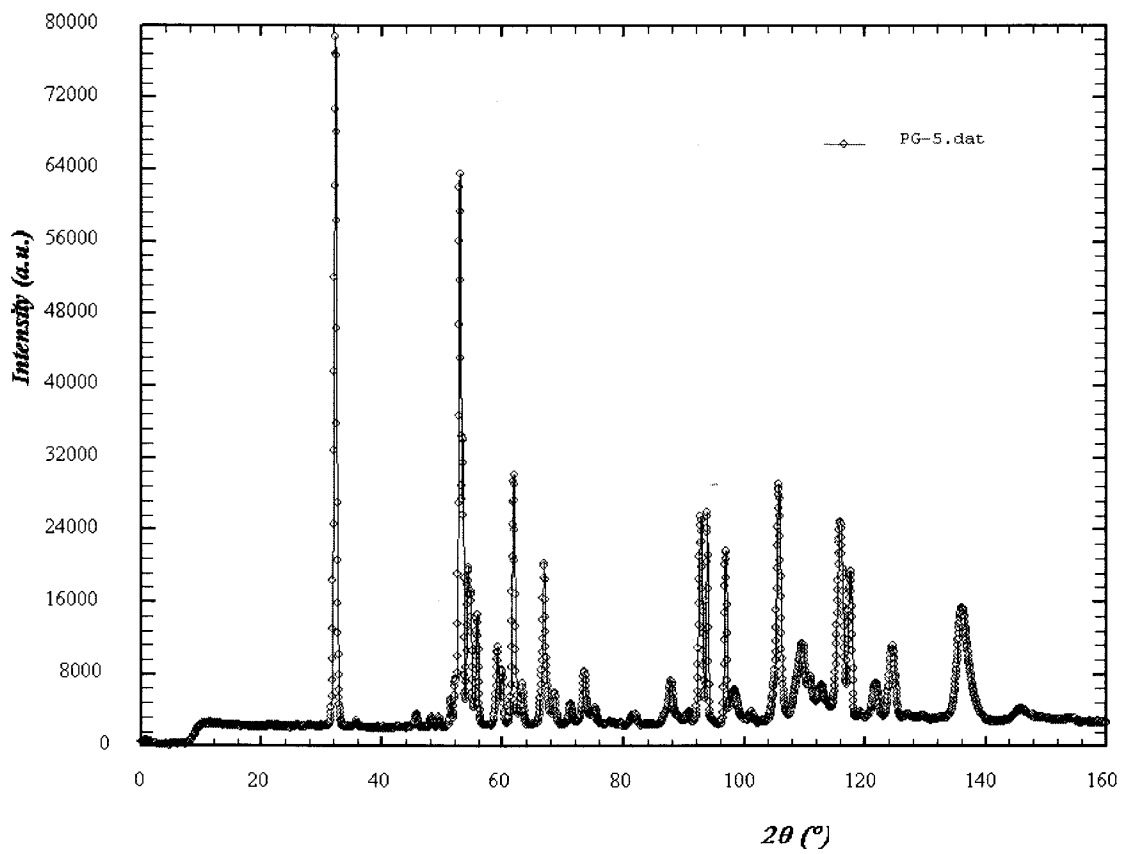


Fig. 3.1.1-13. Diffracted neutron spectrum of powdered cell by HRPD

Phase	Bragg angle {reflection plane} (°)
Diamond	52.938 {111}, 93.413 {220}, 117.184 {311}
Fe-Ni	52.428 {111}, 61.335 {200}, 92.329 {220}, 115.523 {311}
Graphite	31.858 {002}, 50.997 {100}, 53.722 {101}, 61.398 {102}, 66.583 {004}, 73.118 {103}, 88.465 {104}, 96.426 {110}, 105.222 {112}, 108.190 {105}, 110.843 {006}, 118.852 {200}, 121.346 {201}, 129.286 {202}

Table 3.1.1-4. Bragg angles of Main Phases

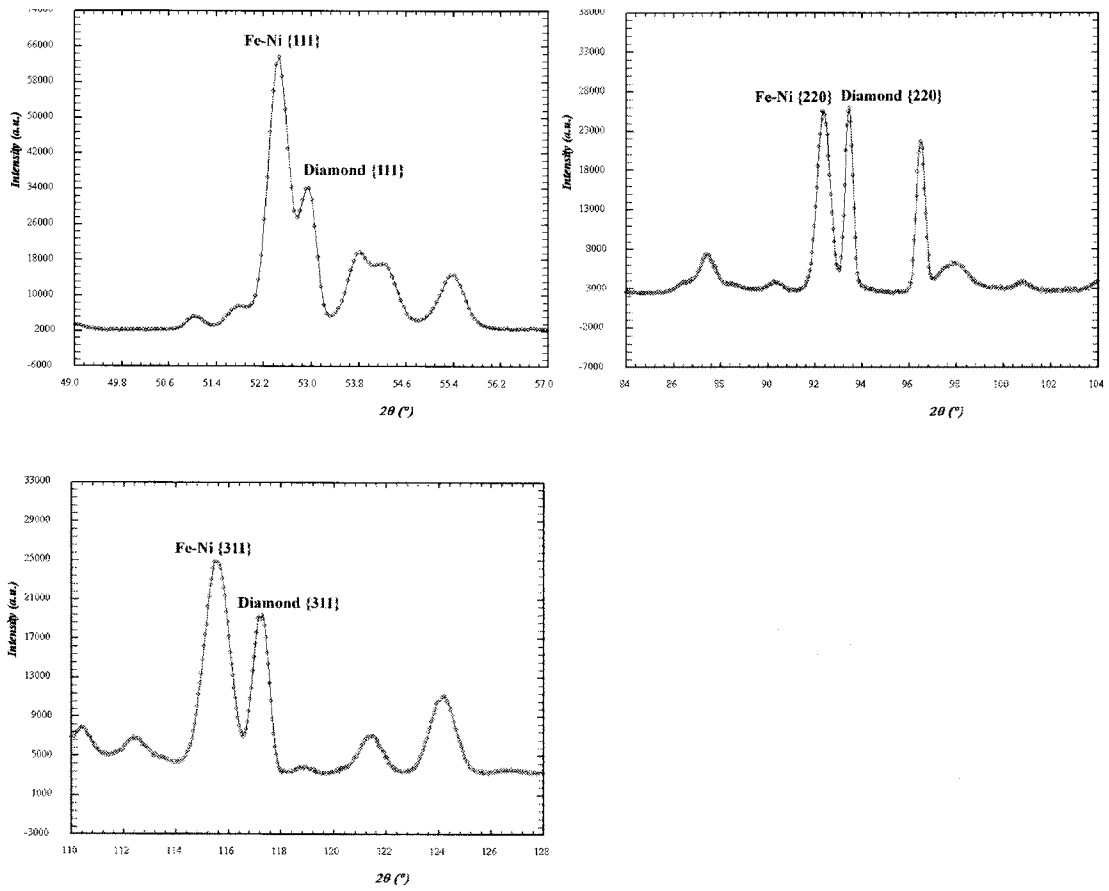


Fig. 3.1.1-14. Intensity peaks of diffracted neutron beam by Fe-Ni (austenite) and Diamond ($\lambda = 1.836\text{\AA}$)

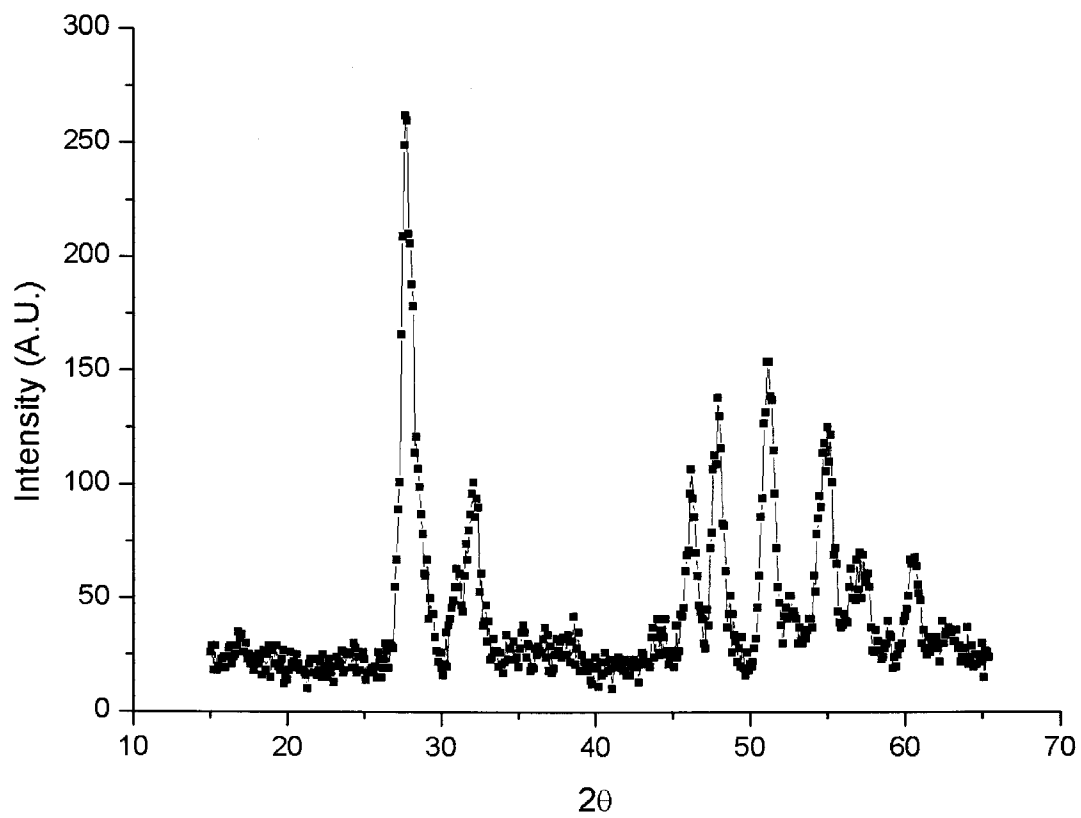


Fig. 3.1.1–15. Diffracted neutron spectrum of powdered cell by FCD

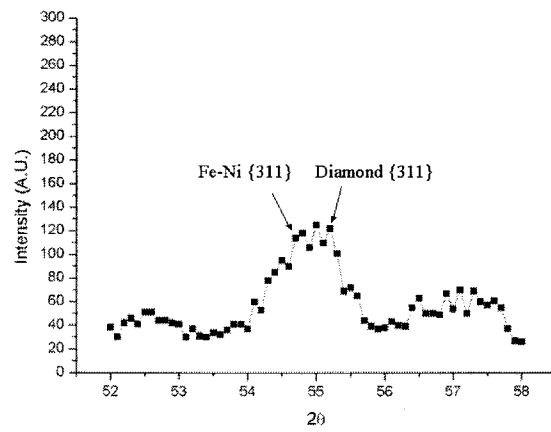
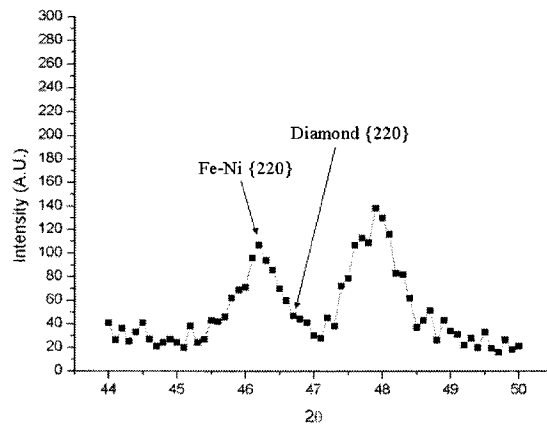
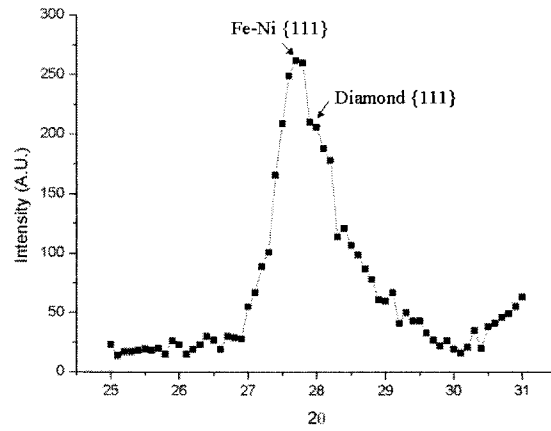


Fig. 3.1.1-16. Intensity peaks of diffracted neutron beam by Fe-Ni (austenite) and Diamond ($\lambda = 0.997\text{\AA}$)

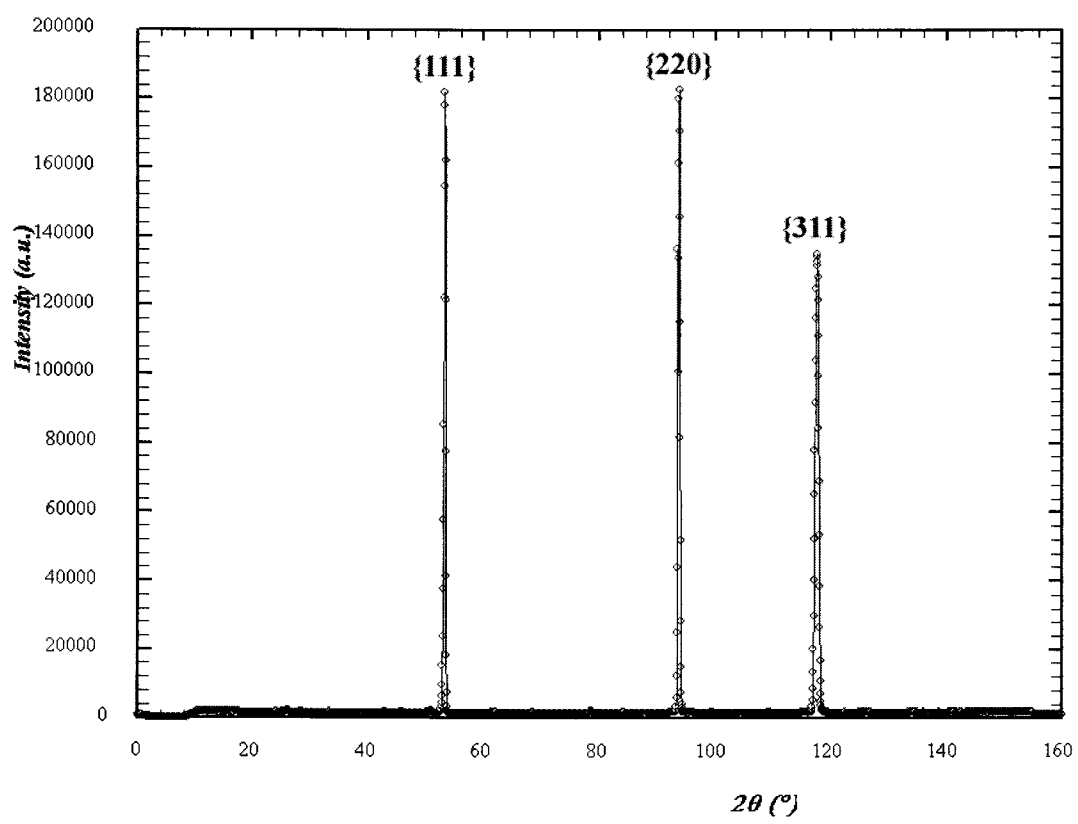


Fig. 3.1.1-17. Diffracted neutron spectrum of diamond powder by HRPD

(3). 결론

다이아몬드 결정이 상당한 분율로 촉매 금속 사이에 층을 이루어 존재하는 적층법 압력셀 내의 다이아몬드 결정 방위를 EBSD를 통하여 분석하였으며, 이때 다이아몬드의 {111} 결정면이 압축 방향에 수직하게 배열하는 형태의 집합조직이 약하게나마 발달함을 확인하였다. 반면 분말법 다이아몬드 압력셀은 다이아몬드가 전체 합성방 내에 고르게 분포하며, 그 분율 또한 적층법의 경우에 비해 작아서 EBSD를 통해서도 충분한 측정 자료를 얻기가 힘들었다. 또한 일반적인 방법으로는 시편의 가공 및 표면처리가 거의 불가능하여 EBSP를 얻을 수가 없었다. 이에 중성자 회절을 이용한 집합조직 측정을 시도하였으나 본 연구에서는 촉매 금속 기지를 이루는 Fe-Ni 합금과 다이아몬드가 거의 같은 격자상수에 유사한 결정 구조를 가짐으로 인하여 두 결정상으로부터의 회절선을 정량적 집합조직 측정에 이용하는 FCD로는 구분할 수가 없었다. 따라서, HRPD를 이용하여 무방위성을 가지는 다이아몬드 분말 시료와 분말법 압력셀에서의 다이아몬드 회절선 간의 비교를 통해 우선방위 지수를 계산하여, 정량적이거나 집합조직의 발달 여부를 알아보았고, 그 결과 분말법 압력셀 내의 다이아몬드는 집합조직을 발달시키지 않음을 확인할 수 있었다. 미세조직 및 집합조직을 동시에 측정할 수 있는 EBSD는 특히 본 연구에서처럼 다상 복합 재료에서 특정 상만의 집합조직을 추출할 경우 미세조직에 기반하여 상분석을 쉽게 행할 수 있다는 이점으로 인하여 매우 유리하다고 할 수 있다. 그러나 시편의 전처리가 잘 이루어져야 한다는 요구조건은 본 연구에서의 분말법 압력셀 같은 경우에 큰 제약으로 작용함을 알 수 있다. 또한 기본적으로 거시적 집합조직 측정법에 비해 정보를 얻는 영역이 매우 좁아서 통계적 신뢰성 측면에서 열악하다는 근본적 한계를 가진다. 거시적 집합조직 측정법인 X-선 및 중성자 회절은 통계적 신뢰성 측면에서 EBSD에 대해 강점을 가진다. 특히 중성자는 그 우수한 투과성으로 시편 전처리 상의 제약이 거의 없으며, 통계적 신뢰성 역시도 더욱 향상된다. 그러나 두 방법 모두 재료의 미세조직 상의 형상 정보에 대한 직접적 정보를 얻을 수 없으며, 따라서 본 연구에 사용한 다이아몬드 압력셀 내의 Fe-Ni 고용체와 다이아몬드의 경우와 같이 회절선을 이용한 상구분이 어려운 경우 특정상만의 집합조직을 정확히 평가하는데 많은 어려움이 따름을 확인하였다. 그러나 이는 중성자의 파장 등을 조절함으로써 경우에 따라서는 해결이 가능하며, 특정 방위의 부피 분율과 관련한 정량적인 집합조직의 평가는 힘들더라도, 정성적으로 집합조직의 발달 유무는 파악이

가능함을 알 수 있다.

적층법 압력셀에서의 {111} 결정면이 압축방향에 수직으로 발달하는 것은 다이아몬드 성장 방향의 반대 방향에 해당하는 촉매금속 층 부근에 저농도의 탄소 용매층이 형성되고, 따라서 주로 표면에너지가 가장 낮은 {111}면이 성장 방향에 수직하게 성장하기 때문으로 판단된다. 균질한 탄소 농도의 용매층이 다이아몬드를 고르게 둘러싸고 있는 분말법 압력셀에서는 따라서 다이아몬드의 우선 방위가 보이지 않는다고 결론 내릴 수 있다.

2. EBSD

가. EBSD 시스템의 발달

(1) 개요

1924년 극점도가 처음으로 도입된 이래 재료의 방위 측정에는 X-선 회절 시험이 주로 이용되었다. X-선 회절 시험을 통해서는 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 이루어 지게 되었다.

그러나 X-선 회절 시험은 측정원으로 X-선을 사용하여 분해능이 수백 μm 에 이르기 때문에 결정립 각각에 대한 분석을 요하는 미세집합조직의 연구에는 적합하지 않으며, 전자를 측정원으로 하는 투과 전자현미경을 통한 연구가 이루어 지게 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 분석등과 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 3.1.2-1은 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 읽어들이는 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 얻기위해 SEM을 컴퓨터에서 control하는 interface 또한 개발되었다. 1990년에는 Hough transform 기법을 도입함으로써 pattern indexing을 완전 자동으로 할 수 있는 기능이 개발되었는데, 그림 3.1.2-2는 Hough transformation을 간단히 설명한 것이다.

그림에서 보는 바와 같이 X-Y space상의 모든 점은

$$\rho = x \cos \theta + y \sin \theta \quad (\text{식 3.1.2-1})$$

에 의해 $\rho-\theta$ space로 변환된다. 이때 X-Y space 상의 모든 직선은 $\rho-\theta$ 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, HKL, Noran등의 상업적 회사들이 독자적인 상용 시스템을 갖추고 경쟁하게 되는 것이 이 시기이다.

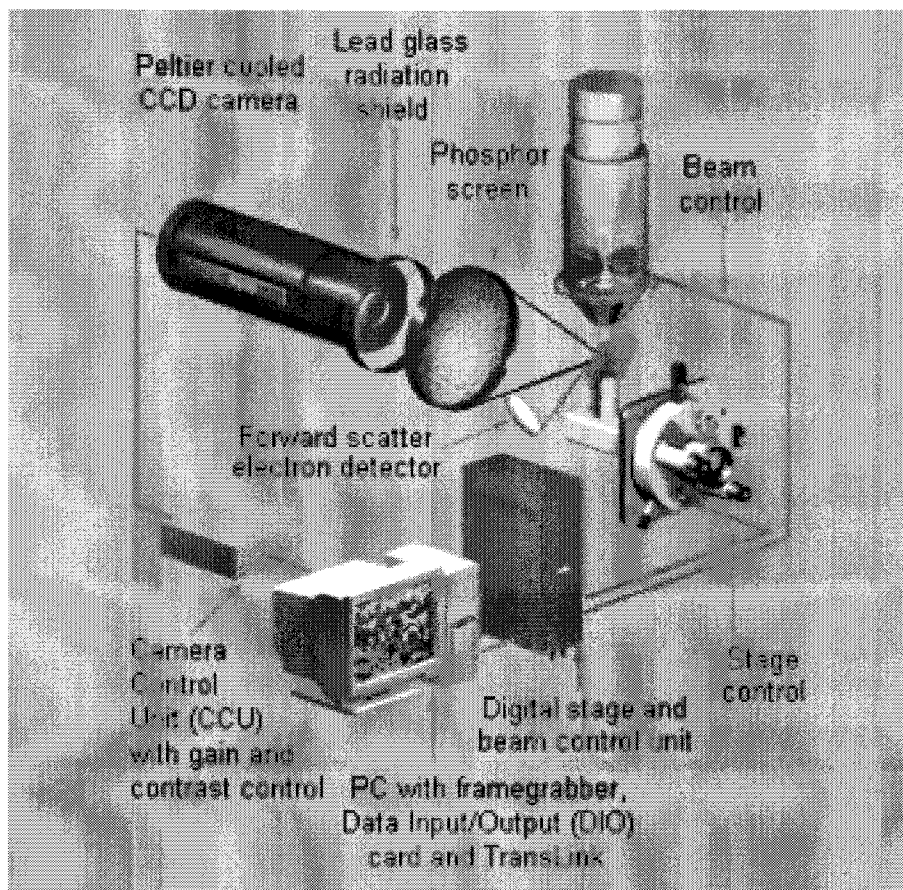


Fig. 3.1.2-1. Basic Layout of EBSD system

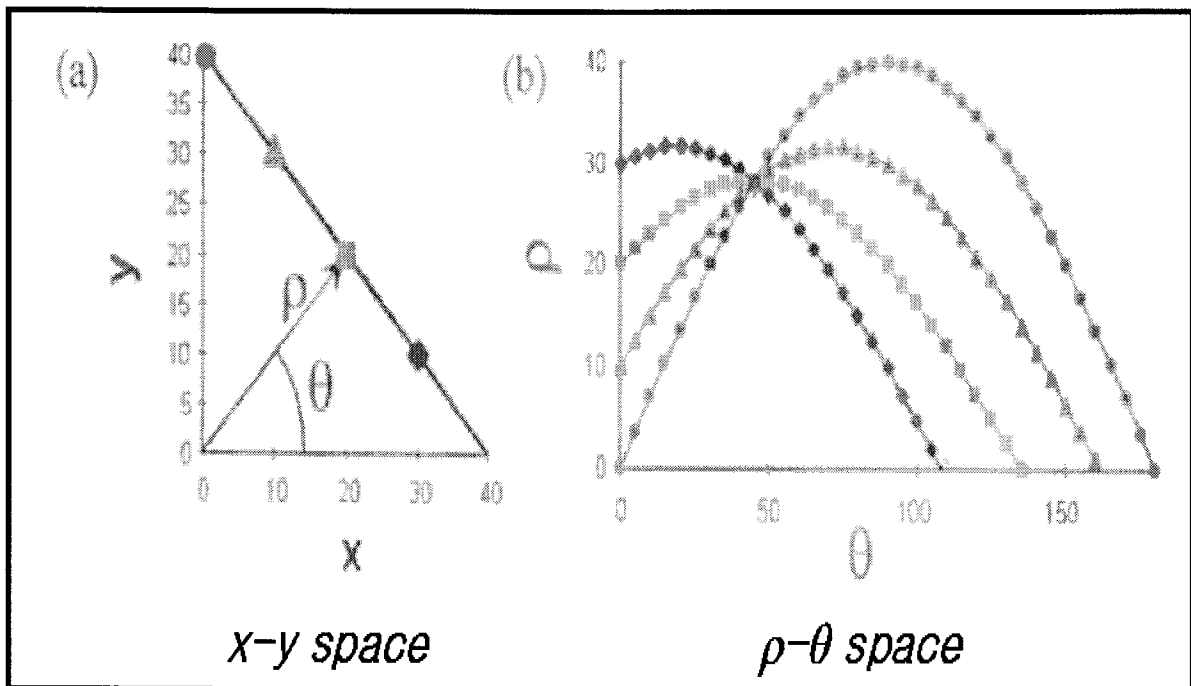


Fig. 3.1.2-2. Simple description about Hough Transformation

. 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 3.1.2-3), 그 후 전 세계적으로 FEG SEM에 EBSD를 장착하여 고분해능 EBSP를 얻으려는 시도가 이루어지고 있다. 본 연구실에서도 8nm 수준의 고분해능을 실현하여서, 더욱 정확한 분석을 할 수 있게 되었다. 표 3.1.2-1은 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 EBSD법에 대한 소개와 더불어 EBSD 사용을 위한 시편 준비방법에 대한 교육을 실시하고 있으며, 대한금속학회, 대한 전자현미경 학회등에서 연구내용을 발표함으

로써 EBSD를 이용한 연구분야에 대한 안내 역할을 수행하고 있다.

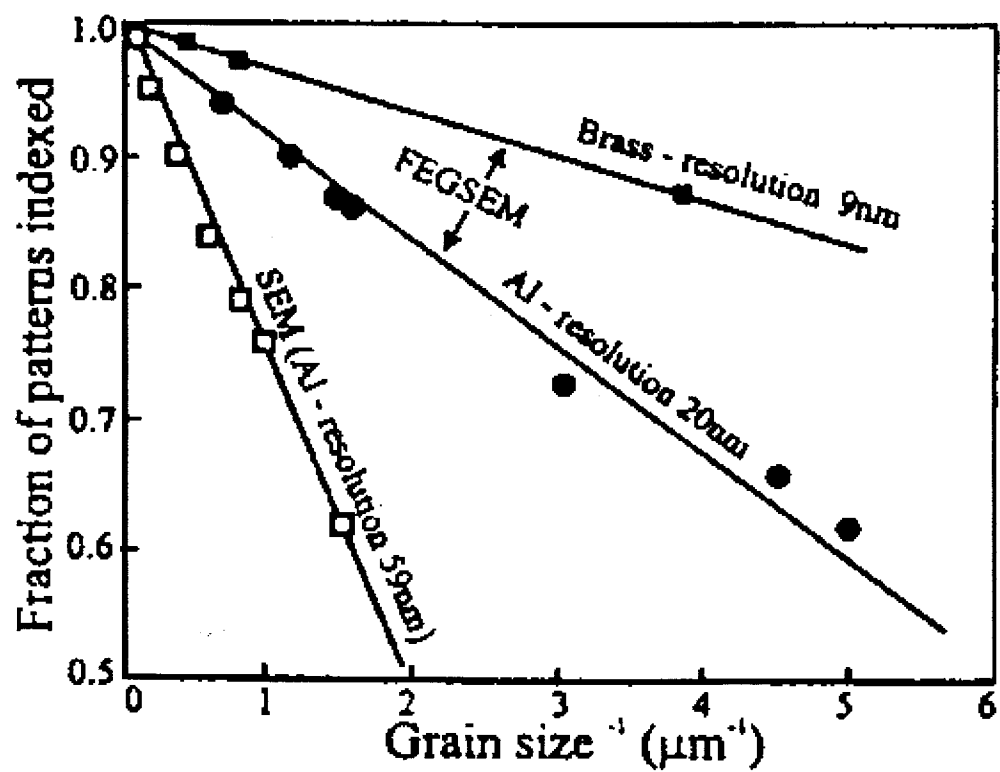


Fig 3.1.2-3 The effect of grain size on the fraction of patterns indexed

	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

Table 3.1.2-1 Comparison of SEM performances according to Emitter type.

(Data from LEO catalog)

(2) 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 3.1.2-4은 Cu-Sn solder에서 Cu_6Sn_5 상이 성장하는 것을 성장방향이 tilting axis와 평행하게 놓고 측정한 것으로 결정학적 측면에서 $\langle 001 \rangle$ 방향으로 성장하고 있음을 알 수 있었다.

(3) 결정립계 분석

EBSD를 통한 결정립 형상 관찰은 결정학적 관점에서 이루어지기 때문에 기존의 화학적 에칭에 의한 결정립 형상의 관찰과는 종종 다른 결과를 보여준다. 그림 3.1.2-5는 화학적 에칭에 의해 나타난 입계가 결정학적 의미의 결정립계가 아님을 보여준다. 그러한 boundary가 나타나는 원인으로는 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 3.1.2-6은 Ni-Cr-Fe alloy의 결정립 형상과 결정립계 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

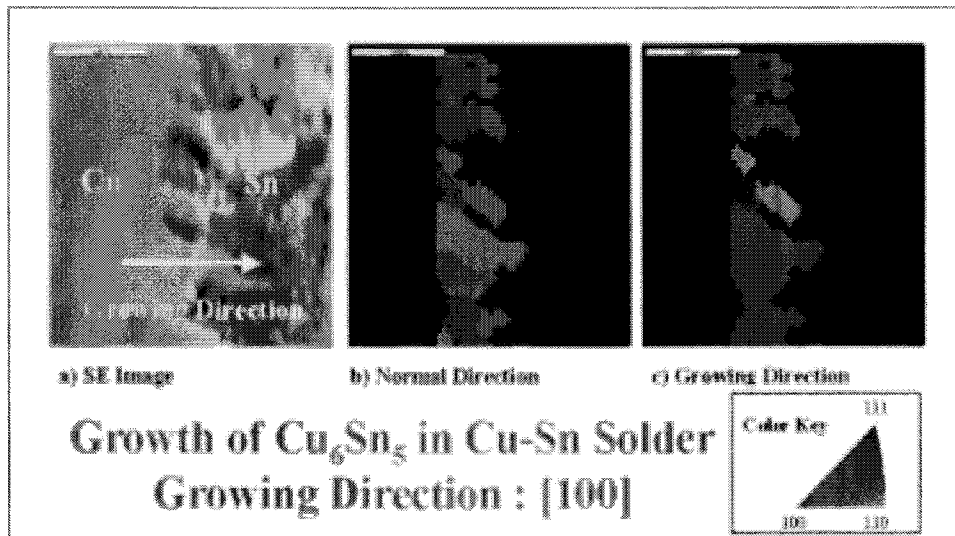


Fig.3.1.2-4. Cu_6Sn_5 growth direction analysis in Cu-Sn solder

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

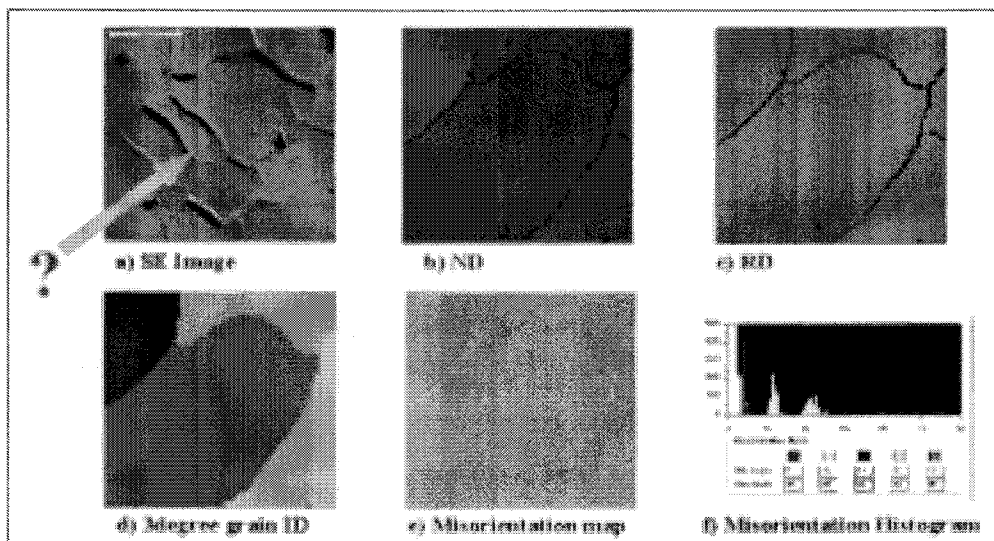


Fig.3.1.2-5. Ghost microstructure in Aluminum

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

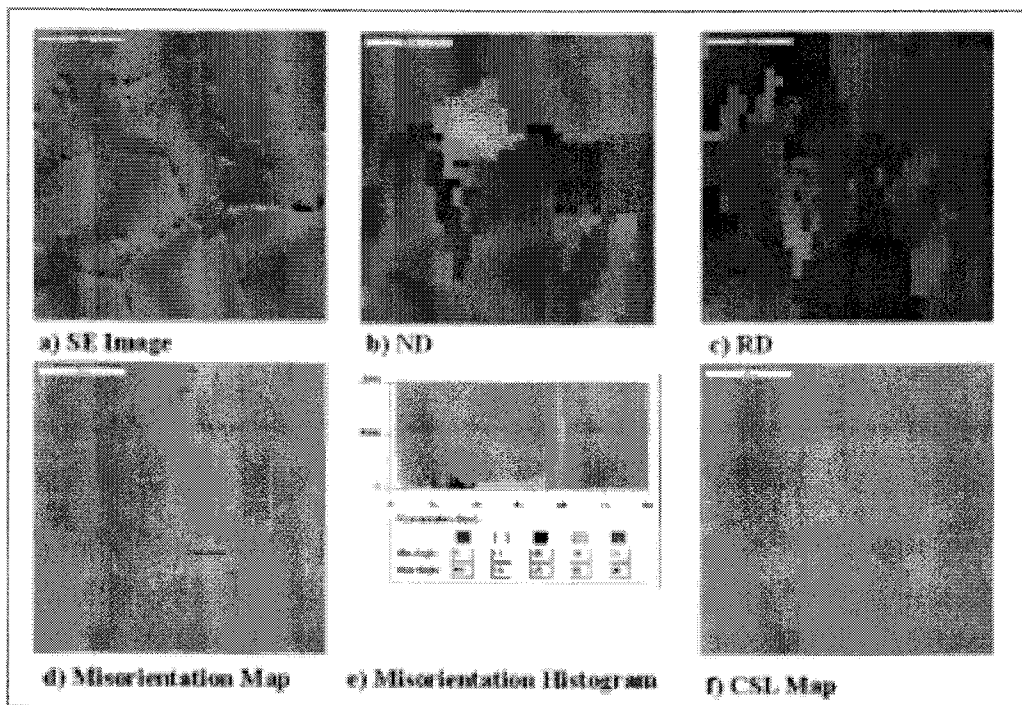


Fig. 3.1.2-6. Boundary characterization in NI-Cr-Fe (Sample by J. S. Jang of KAERI)

결정립계의 특성 분석이 가능하다.

(4) 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 3.1.2-7는 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 3.1.2-8) 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 $\Sigma 3$ 결정립계를 갖고 있음을 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.

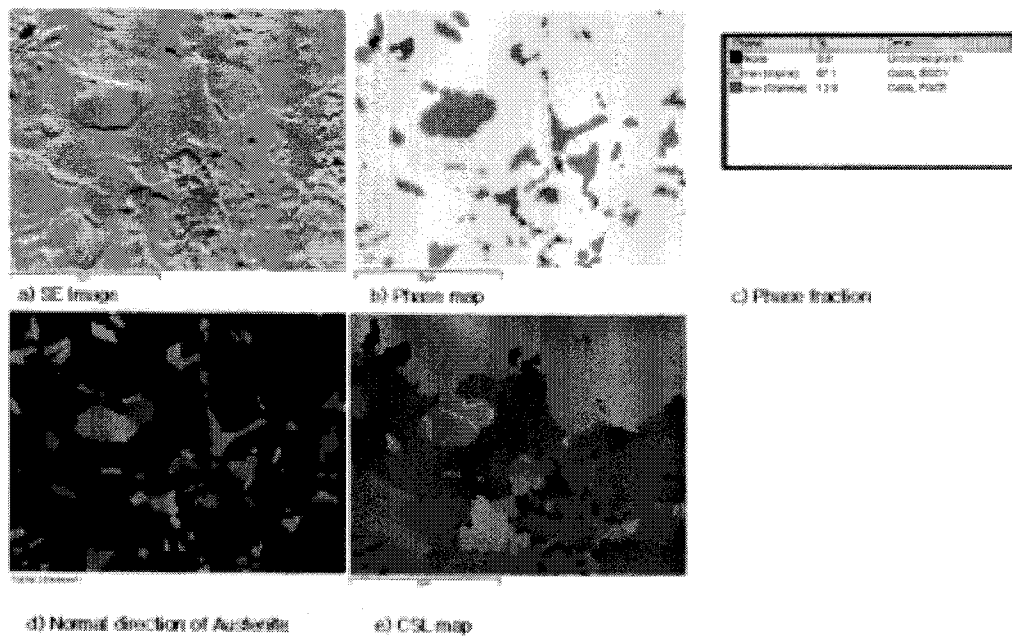


Fig. 3.1.2-7 Phase analysis of TRIP steel by EBSD

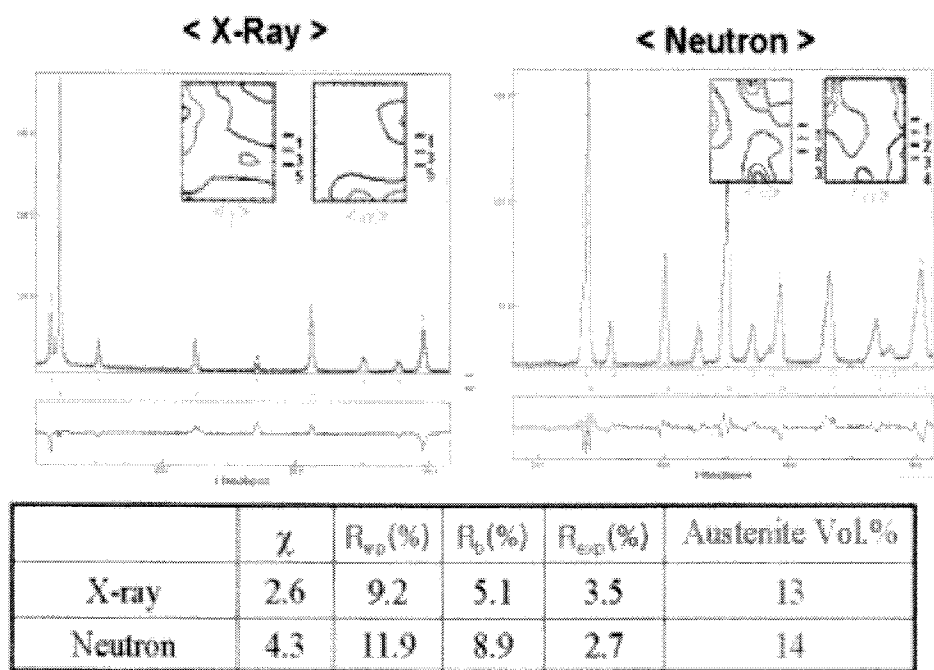


Fig. 3.1.2-8 Phase analysis of TRIP steel by X-ray and Neutron

(5) 고분해능 EBSD

일반적으로 정의되는 현미경의 분해능은 두개의 인접한 점을 구별할 수 있는 한계를 말한다. EBSD의 분해능은 따로 정의되어 있지 않기 때문에 여기서 한 번 정의해 보려고 한다. 그림 3.1.2-9의 (a)그림 [Schwarz,2000-1]은 전자빔이 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 3.1.2-10은 EBSD 분해능 측정을 위해 SEM image 분해능 측정에 사용되는 gold particle를 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.

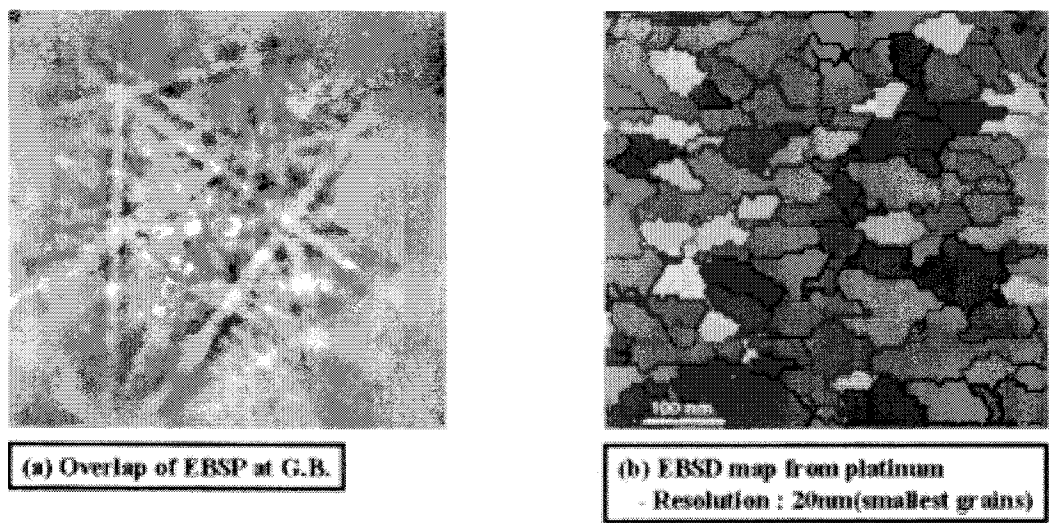


Fig. 3.1.2-9. Resolution of EBSD

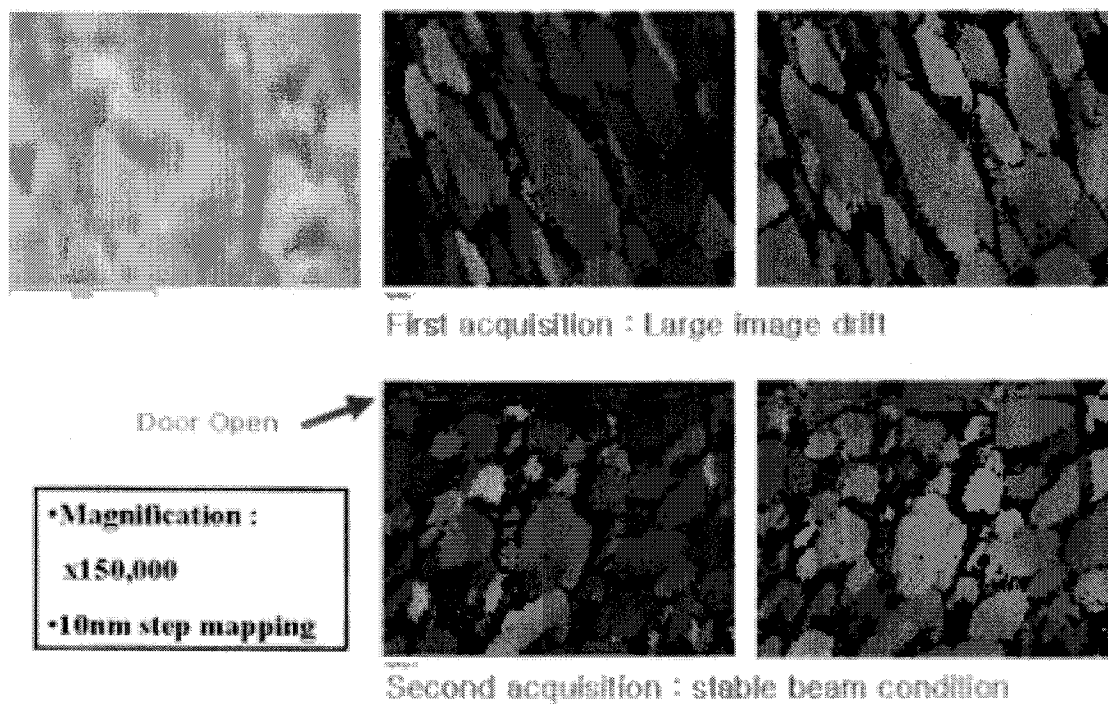


Fig. 3.1.2-10. Mapping of gold particle at x150,000

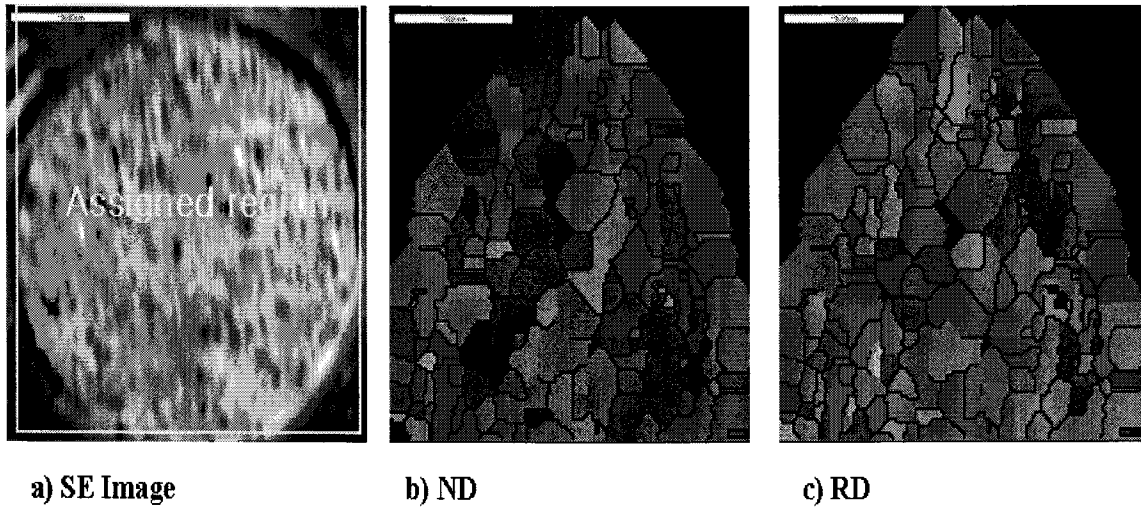


Fig. 3.1.2-11. Image drift of gold wire

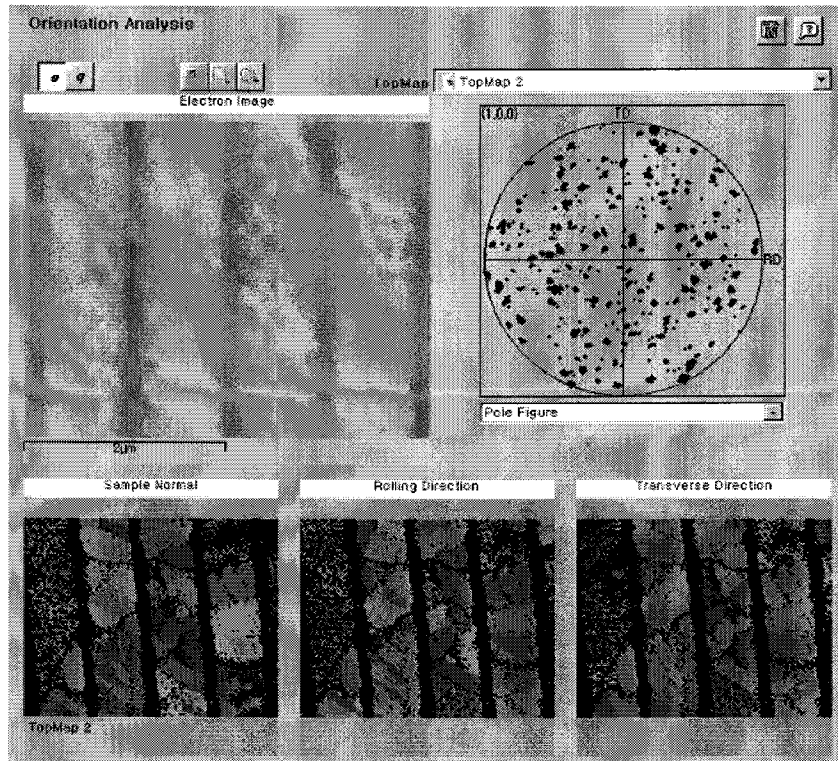


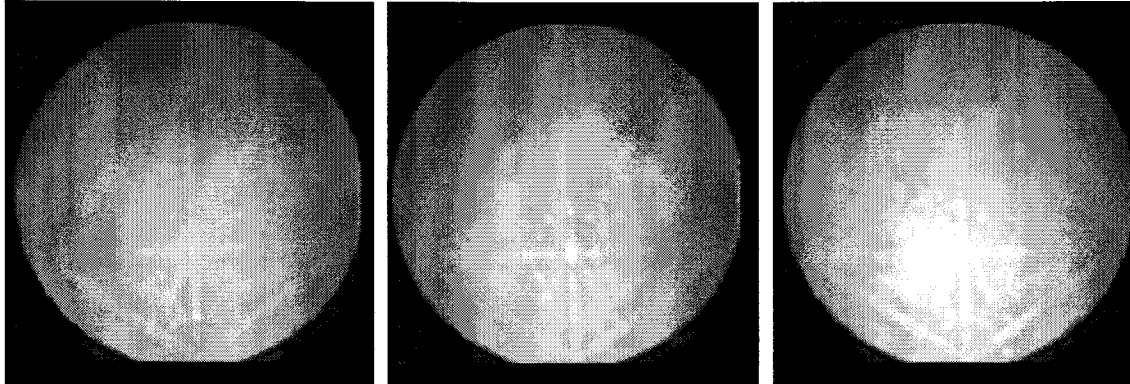
Fig. 3.1.2-12. Image drift of Copper interconnect

(7) 고전류 EBSD

그림 3.1.2-10의 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 3.1.2-11)와 Feg SEM에서 측정된 copper interconnect의 측정 결과(그림 3.1.2-12)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 3.1.2-10에서도 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 3.1.2-13은 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 3.1.2-14)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.

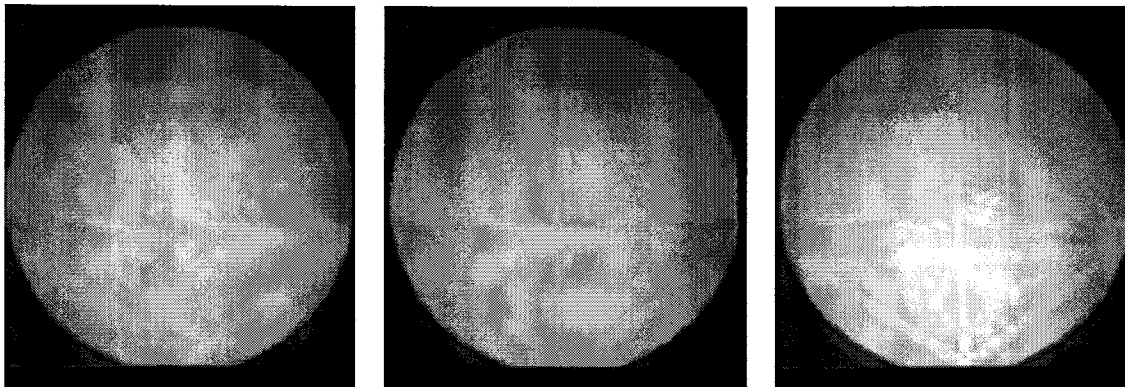


Acc. Voltage : 20KV
 Prove current : 200pA
 Integration time : 2500ms
 Camera gain : 50

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. 3.1.2-13. 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. 3.1.2-14. Voltage effect on EBSD pattern quality

(8) SEM emitter type 변화에 따른 EBSD quality의 변화

앞에서 언급한 표 3.1.2-1은 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 고 분해능을 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 3.1.2-15~그림 3.1.2-17은 80% 냉연된 IF강에서 emitter type 변화에 따른 EBSD quality의 변화를 나타낸 것이다. 그림 3.1.2-15에서 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 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.

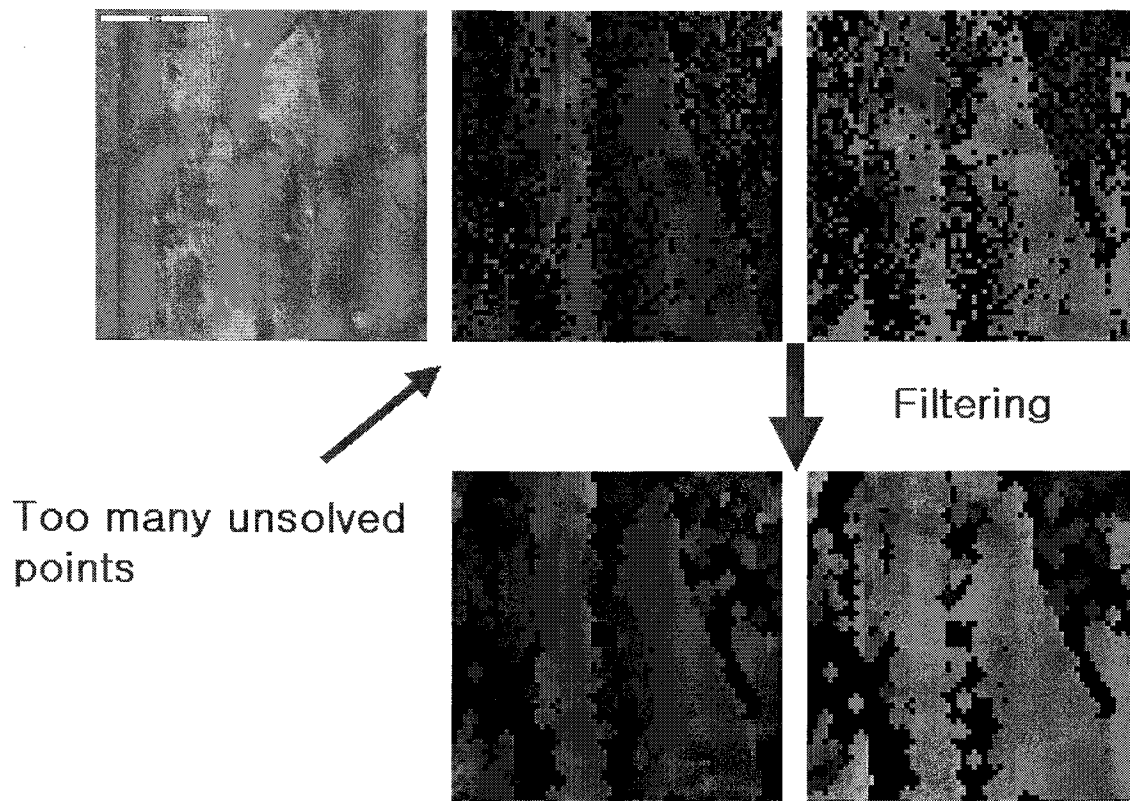


Fig. 3.1.2-15. Mapping of 80% cold rolled IF steel by W-filament SEM

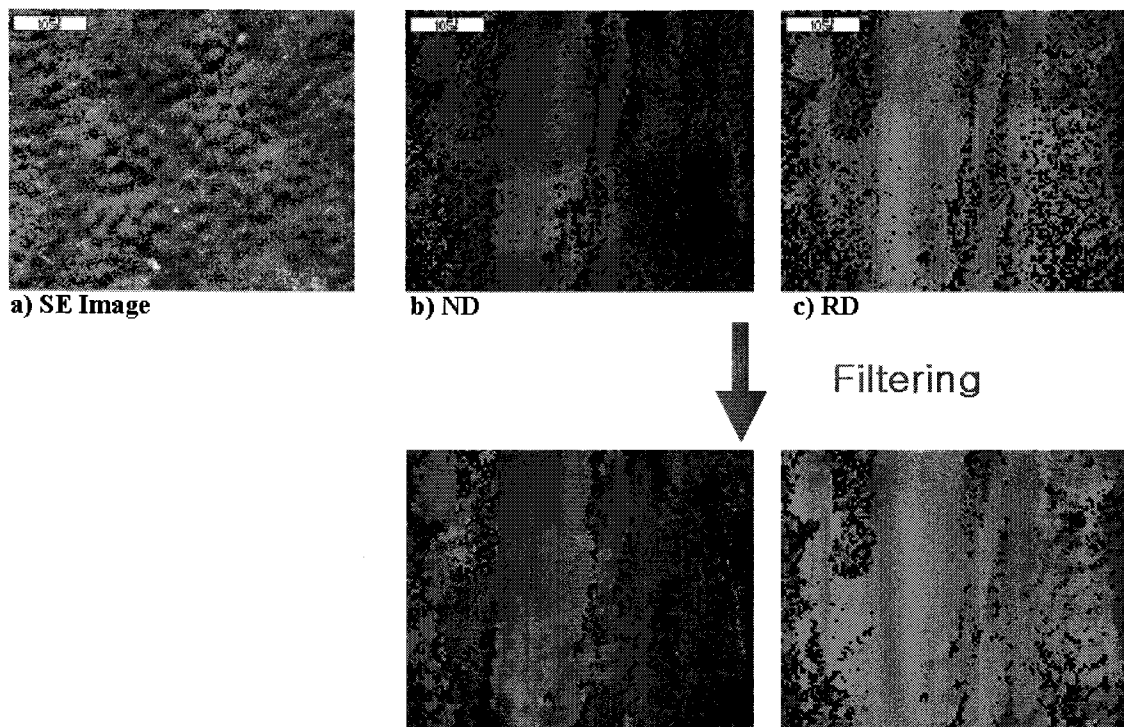


Fig. 3.1.2-16. Mapping of 80% cold rolled IF steel by W-filament SEM

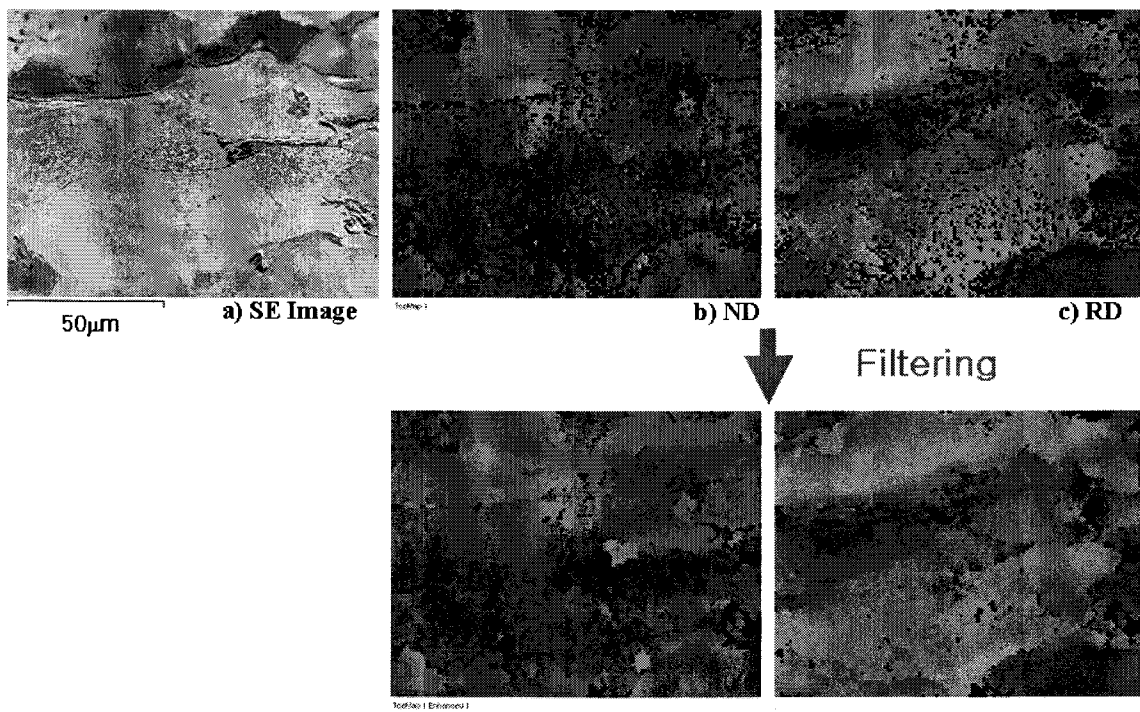


Fig. 3.1.2-17. Mapping of 80% cold rolled IF steel by thermal FEG SEM

나. EBSD를 통한 다이아몬드 셀 측정

(1) 중성자 회절과 EBSD

(가) 중성자 회절

X-선 또는 중성자의 회절을 이용한 집합조직의 측정은 이미 오랫동안 많은 재료의 집합조직 측정에 이용해온 전통적인 방법이다. 기본적으로 X-선과 중성자 회절은 동일한 원리에 의하여 행한다. 이는 해당 재료에서 특정한 결정면으로부터의 회절 선의 강도가 시료를 회전시킴에 따라서 변하는 것을 측정하고, 그로부터 얻은 극점도 (Pole figure) 들을 이용하여 방위분포함수 (orientation distribution function: ODF) 를 얻는 것이다. 그림 3.1.2-18과 3.1.2-19는 각각 회절을 이용하여 극점도를 얻는 원리와 이러한 방식으로 집합조직 측정을 수행하는 한국 원자력 연구소의 사축 단결정 회절장치 (four circle diffractometer: FCD) 를 나타낸 것이다. 고정된 λ 와 θ 로부터 특정한 결정면에서만 회절이 일어나게 되고, 이러한 결정면의 공간상의 분포를 시편의 특정 축에 대한 회전 각 α 와 β 값을 변화시킬 때의 회절 강도의 변화로부터 알아낼 수 있다.

X-선의 경우는 그 투과 깊이가 수 십에서 수 백 μm 로 시편의 표면 부근의 결정립으로부터의 회절선을 이용하는 것이 된다. 따라서 조대한 결정립을 가지는 재료나 특정 방향으로 집합조직이 불균일한 재료에 대해서는 충분한 수의 측정 결정립을 가지지 못하므로 통계적인 문제점을 가지게 된다. 반면 중성자의 경우는 수 cm 에 까지 이르는 깊은 투과 깊이를 가져서 훨씬 많은 수의 결정립에 대해 측정하는 것이 가능하고, 따라서 통계적 신뢰성 측면에서 우수한 장점을 가진다. 일반적으로 중성자 회절의 경우 1 cm^3 크기의 입방체에 대해 측정을 행하며 시료 표면 상태에 대한 제약도 거의 없는 편이어서 시편의 준비 측면에서도 수월하다는 장점을 가진다. 그러나 이러한 장점에도 불구하고 중성자 회절의 경우 일반적으로 X-선 회절에 비해 측정되는 회절선의 강도가 매우 낮다. 이는 중성자가 주로 원자핵에 의한 산란으로 회절선을 얻는데 비해 X-선은 전자각에서의 산란을 이용하기 때문이다. 따라서 일반적인 X-선 장비에서 하나의 극점도를 얻는데 대략 30 분 미만의 시간이 걸리는데 반하여, 중성자 회절에서는 대략 6 시간에서 48 시간까지도 걸리게 된다. 이는 중성자 장비를 이용하는데 있어 장비 자체의 희소성과 함께 가장 큰 제약으로 작용한다고 볼 수 있다. 중성자 회절이 X-선에 대하여 가지는 큰 장점 중 하나는

산란 강도가 회절각도에 거의 영향을 받지 않는다는 점이다. 그림 3.1.2-20에서 보는 바와 같이, X-선이나 전자빔의 경우 산란각이 커짐에 따라 강도가 급격히 감소함을 볼 수 있다. 반면 중성자빔의 경우 그 변화가 거의 없으며, 따라서 큰 산란 각도에서의 회절도 분석이 가능하다. 그리고 X-선에 비하여 상대적으로 우수한 분해능은 많은 복잡한 회절도형을 그리는 다상 복합 재료 또는 저대칭 (low symmetry) 구조의 집합조직 측정에 강점을 가진다.

(나) 후방 산란 전자 회절 (EBSD)

재료 집합조직의 발달은 그 미세조직 상의 특징과 매우 밀접한 관련을 가지고 있다. 따라서 재료를 구성하는 개별 결정립 각각의 결정 방위를 측정하는 미세집합조직 (microtexture) 의 측정 기술로서 주사전자현미경 (SEM) 에 기반한 EBSD 가 각광을 받고 있다. 이는 기존의 투과전자현미경에 기반한 회절도형의 분석, 즉 제한시야회절이나 기쿠치 도형의 분석을 통한 미세집합조직 측정과 비교했을 때 시편 준비 상의 수월함과 정보를 얻는 영역이 넓다는 점에서 장점을 가진다. 또한 최근의 전계 방출형 주사전자현미경과의 결합은 방위 측정의 정확도와 공간분해능을 보다 향상시켜 그 응용 폭을 더욱 넓혔다고 할 수 있다.

그림 3.1.2-21는 SEM에서의 후방산란전자회절도형 (Electron BackScattered Diffraction Pattern: EBSP) 의 생성 모습을 보여주고 있다. EBSP는 기본적으로 Kikuchi 도형과 동일한 결정학적 정보를 담고 있어서 가성 Kikuchi 도형 (pseudo-Kikuchi pattern) 으로도 불린다. 그러나 밝고 어두운 한 쌍의 회절선으로 나타나는 Kikuchi 도형과는 달리, EBSP는 밝은 밴드의 형태로 나타나고 있다. 이는 EBSP의 생성 원리가 Kikuchi 도형의 그것과는 다소의 차이가 있음을 나타낸다. 그림 3.1.2-22는 EBSP의 생성원리를 전자의 파동적 특성에 기반하여 설명하고 있다. 입사 각도에 따른 전자빔은 결정 격자의 원자 위치에서 최대의 존재 확률을 갖는 Bloch wave I과 원자 사이에서 최대의 존재 확률을 갖는 Bloch wave II의 다양한 조합으로 나타낼 수가 있다. 기본적으로 전자의 후방 산란 현상은 시료를 이루는 원자핵과의 반응에 의한 것이라 할 수 있으며, 따라서 앞의 Bloch wave I은 원자핵과 반응하여 후방 산란될 확률이 크고, 후자는 원자핵과 반응하여 후방 산란될 확률이 상대적으로 낮다. 이때 전자빔에서 Bloch wave I과 II의 구성 비율은 Bragg 각도를 기준으로 크게 변화한다. 그림에서 보는 바와 같이 Bragg 각 보다 작은 입사각에서는 Bloch wave I의 비율이 커져서 후방 산란의 강도가 높아지게

된다. 반대의 경우는 후방 산란의 강도가 떨어져서 결과적으로 그림 3.1.2-21에서와 같은 밝은 밴드 형태의 도형의 집합이 얻어진다.

EBSD는 시료의 미세조직과 동시에 집합조직을 측정할 수 있는 매우 유용한 장비임에는 틀림 없다. 그러나 비록 TEM에서의 회절도형 해석의 경우에 비하여는 우수하다 하더라도, 집합조직의 측정 측면에서 필요로 하는 통계적 신뢰성에는 다소 미치지 못하는 약점을 가질 수 밖에 없다. 이는 기본적으로 정보를 얻는 영역이 TEM에 기반한 방법들 보다는 넓지만, 앞의 X-선이나 중성자를 이용한 경우에 비하여는 훨씬 작기 때문이다. 또한 EBSP가 시료 표면으로부터 겨우 수십 nm 이내의 영역에서 얻어진다는 점은 EBSP를 얻기 위한 시료의 표면 처리라는 작업 준비상의 어려움을 수반하게 된다. 특히 물리적 마모성이나 화학적 반응성이 서로 다른 상들이 공존하는 다상 복합 재료의 경우 시료의 표면 처리가 매우 어렵게 된다. 또한 본 연구에서의 다이아몬드와 같이 가공 자체가 쉽지 않은 재료는 EBSD를 이용한 분석은 큰 어려움을 가진다. 그러나 조직상에 나타나는 결정면의 실제 결정면 지수를 직접적으로 얻을 수도 있으며, 조직의 형상을 직접 관찰할 수 있어 원하는 상만을 분석할 수 있다는 점은 매우 큰 장점이라 할 수 있다.

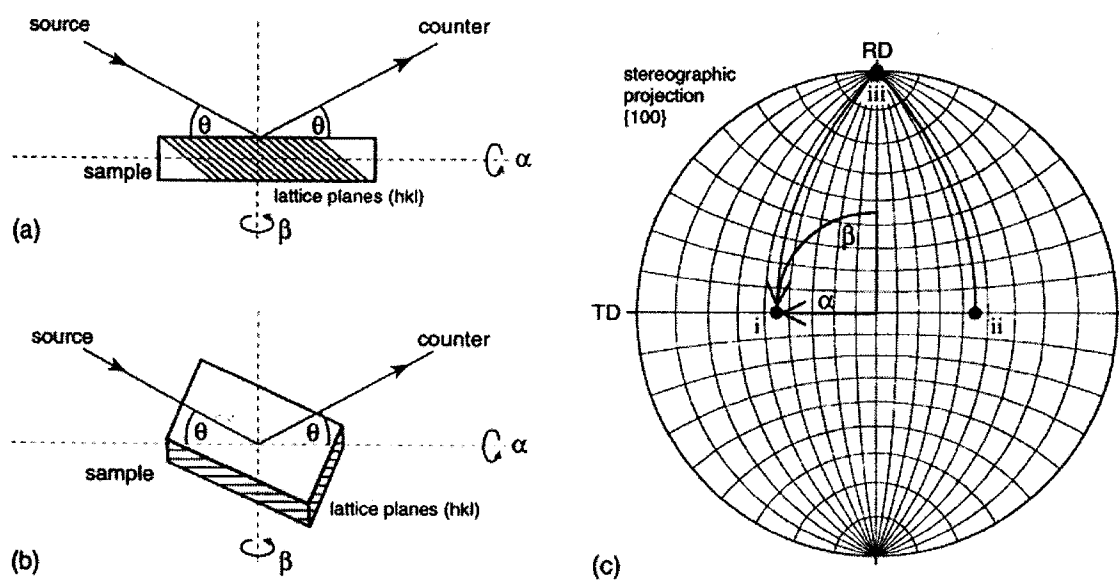


Fig. 3.1.2-18. Sketch to illustrate the effect of sample rotation of the arrangement of the lattice planes. (a) untilted position; (b) sample tilted such that the lattice planes are in Bragg condition; (c) reflection peaks of a Goss- $\{110\}\langle 001\rangle$ oriented crystal in the stereographic projection at (i) $\alpha = 35^\circ$, $\beta = 90^\circ$, (ii) $\alpha = 35^\circ$, $\beta = 270^\circ$, (iii) $\alpha = 90^\circ$, $\beta = 0^\circ$ [Randle, V. et al. 2000]

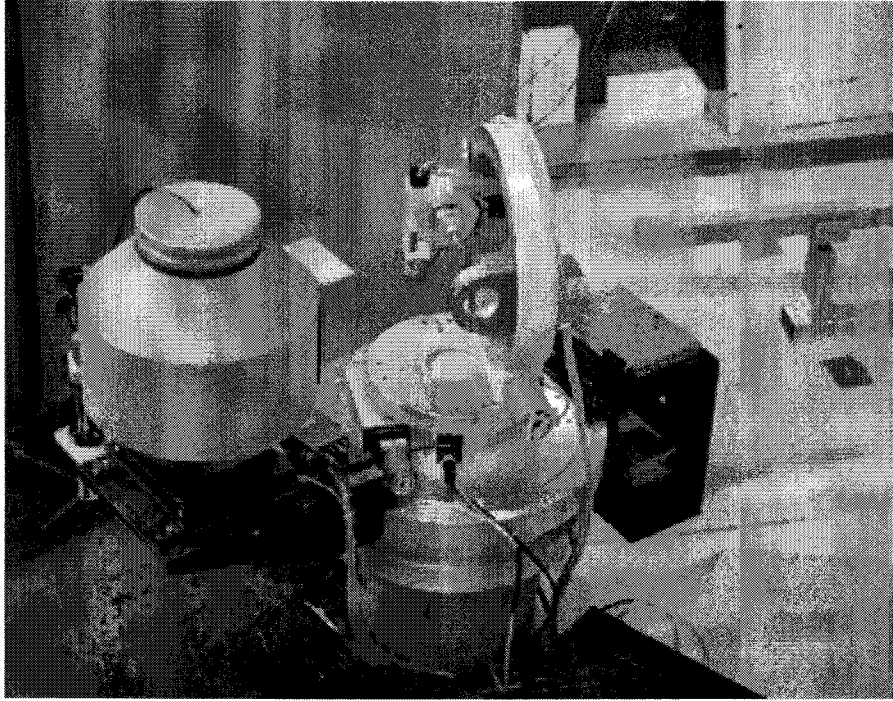


Fig. 3.1.2-19. Four circle diffractometer (FCD) in Korea atomic energy research institute (KAERI)

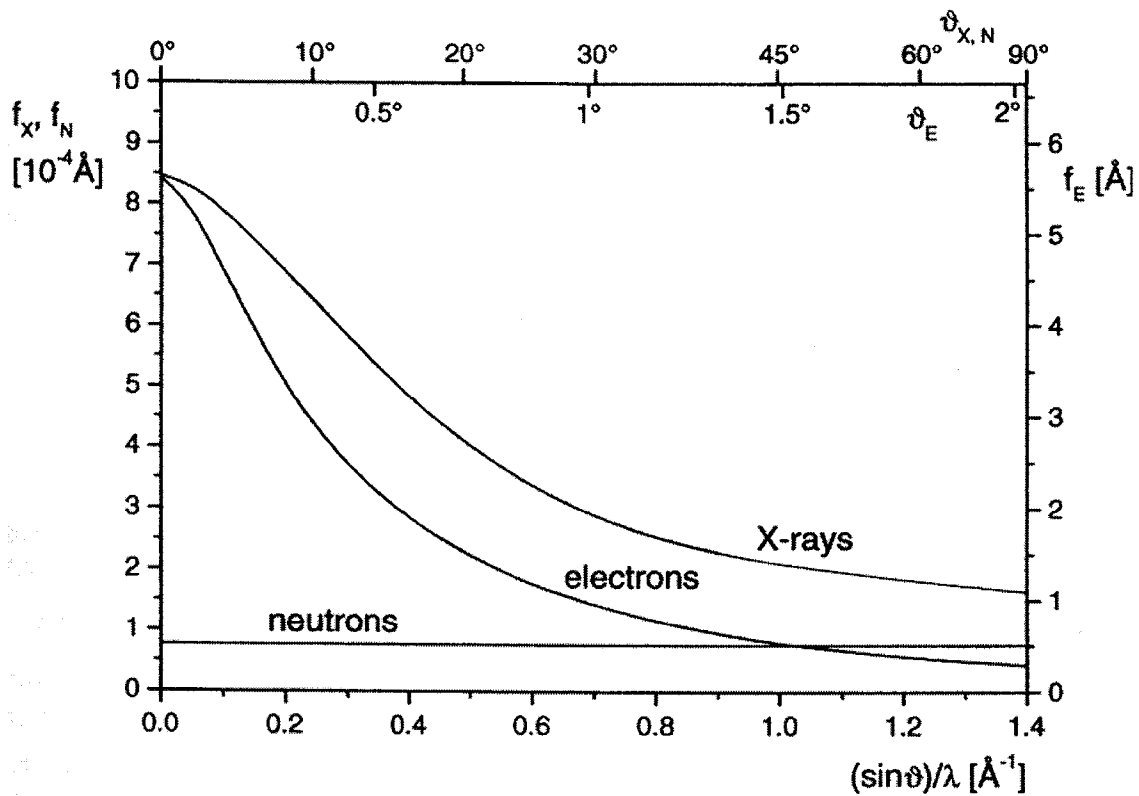


Fig. 3.1.2-20. Angular variation of the atomic scattering amplitude f of copper for X-rays, electrons and neutrons. The reflection angles of the upper axis were calculated with $\lambda=0.07107\text{nm}$ for X-rays and neutrons and with $\lambda=0.00251\text{nm}$ for electrons [Randle, V. et al. 2000]

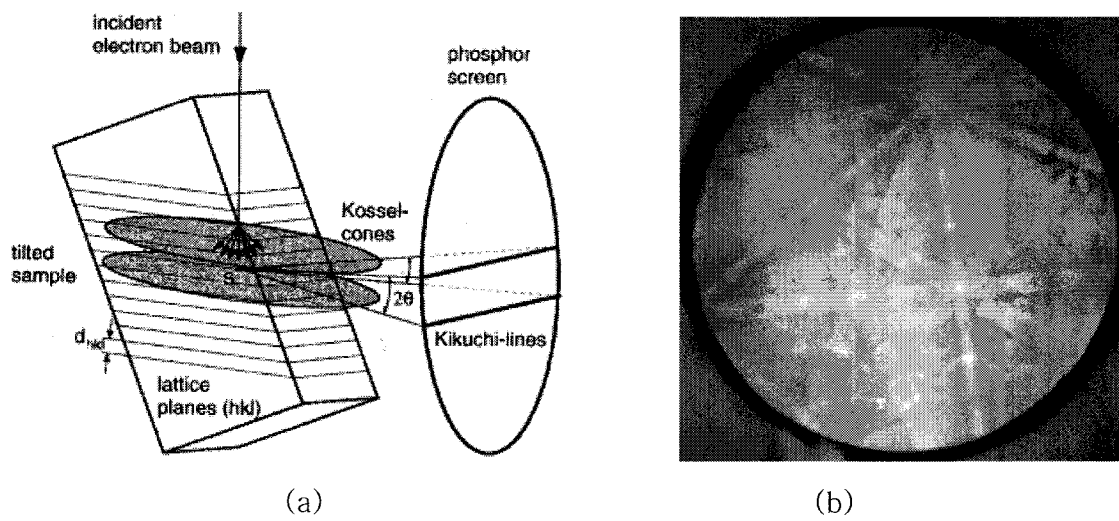


Fig. 3.1.2-21.

(a) Formation of Electron BackScattered Pattern (EBSP) like (b)

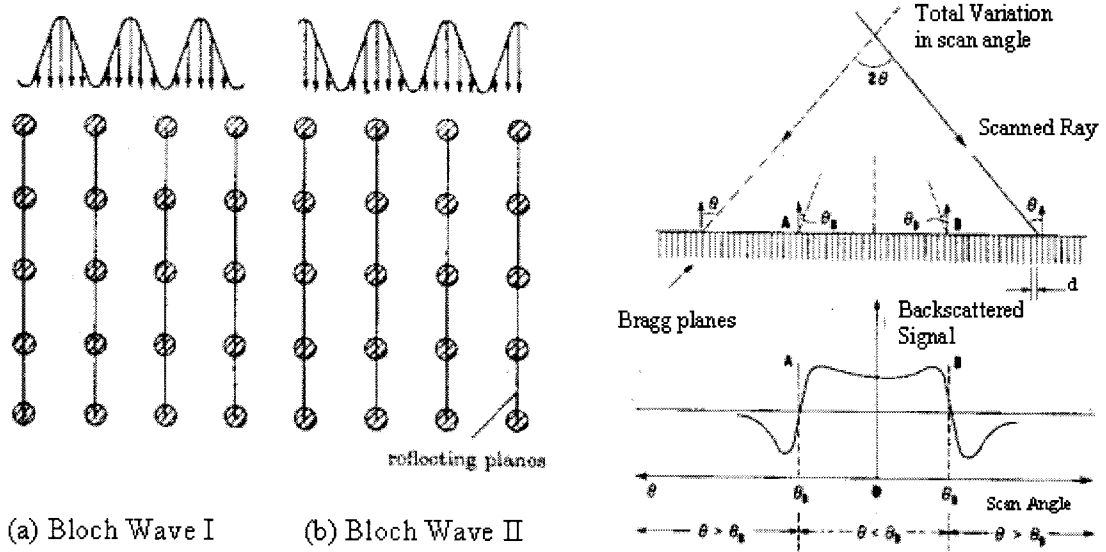


Fig. 3.1.2-22. Principle of EBSD formation

(2) 실험방법

본 연구에서 사용한 다이아몬드 압력셀은 Fe, Ni를 촉매 금속으로 하여, 하나는 적층법을 이용하여 합성한 것이고, 다른 하나는 분말법을 이용하여 합성한 것이다. 적층법에 의한 다이아몬드 압력셀은 그림 3.1.2-23에서 보는 바와 같이 다이아몬드-촉매 금속의 층상 구조로 인해 압력셀을 쉽게 잘라서 다이아몬드 층이 드러나게 하는 것이 가능하였고, 따라서 EBSD 측정을 위한 시료의 준비가 수월하였다. 반면, 분말법에 의한 것은 시료에 무작위적으로 박혀있는 다이아몬드 결정으로 인하여 절삭에 의해서는 평평한 면을 얻는 것이 사실상 불가능하였고, 따라서 표면에 다이아몬드가 일정 분율 이상 드러난 깨끗한 표면을 얻을 수가 없어서, EBSD 측정에 의하여 신뢰성 있는 집합조직의 분석은 거의 불가능하였다. 따라서 본 연구에서는 적층법에 의한 합성 다이아몬드 결정은 EBSD를 통하여 집합조직을 분석하고, 분말법에 의한 것은 고수압 절삭기 (high pressure water jet) 를 이용하여 압력셀의 중심부에서 1x1x1cm 크기의 시편을 얻은 후 한국 원자력 연구소의 하나로에 장착된 FCD를 이용하여 그 집합조직을 측정하였다. 적층법 다이아몬드 압력셀은 압축방향에 수직으로 절단한 후 왕수로 에칭하여 다이아몬드가 표면에 잘 드러나게 하였다. EBSD 실험은 JEOL 사의 JSM-6500F 모델의 schottky 방식 FEG-SEM에 장착된 Oxford 사의 INCA Crystal EBSD system을 이용하였다. 이때 가속전압은 20kV, 탐침전류는 4nA로 하였으며, 개별 측정점에서 EBSD를 얻는데 소모하는 시간은 110ms로 하였다. EBSD에서 얻은 방위 데이터와 중성자 회절에서 얻은 극점도 들은 WIMV 법의 단결정 계산 프로그램을 이용하여 방위분포함수를 계산하였다.

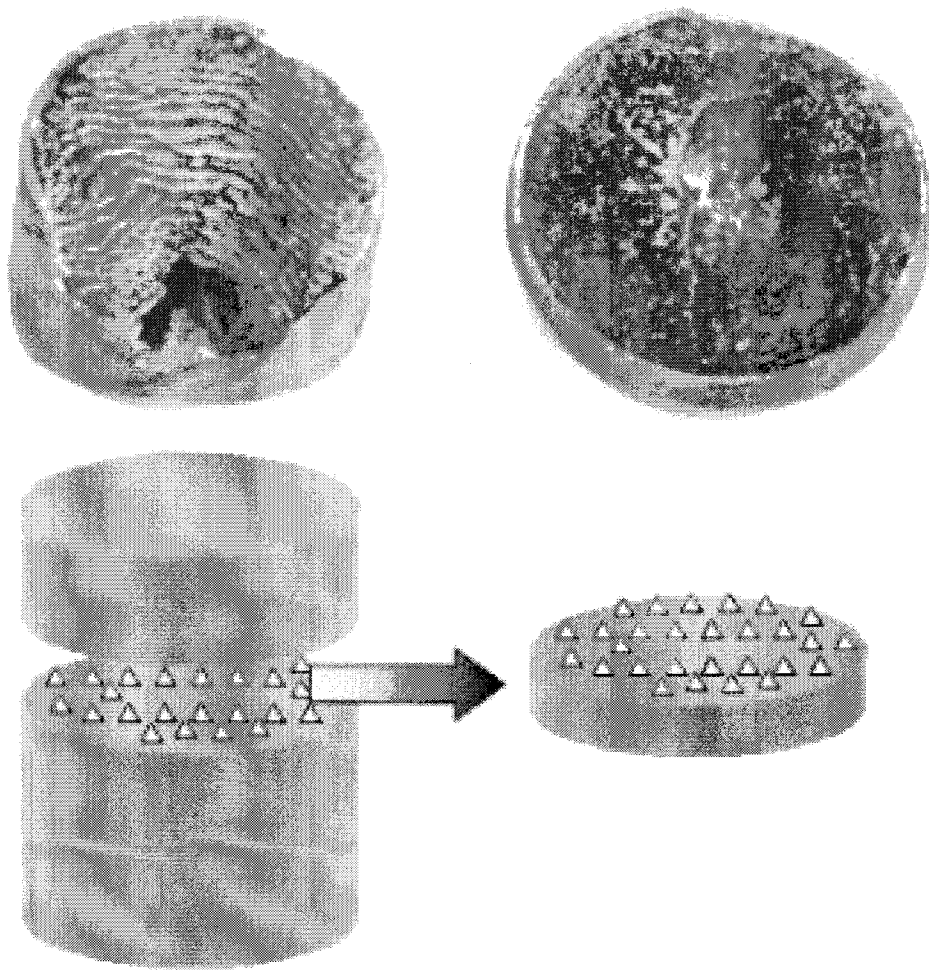


Fig. 3.1.2-23. Layered cell after completion of synthesis and its schematic diagram

(가). EBSD를 이용한 적층법 다이아몬드 압력셀 내의 다이아몬드 결정방위 측정

EBSD를 통한 다이아몬드의 방위 측정은 압력셀 절단면 상에 노출된 각각의 다이아몬드 결정에 대하여 하나씩의 측정점을 부여하고, 해당 측정점에서의 방위를 ODF 계산에 이용하였다. 일반적으로 EBSD의 결과로부터 ODF를 얻을 시, 하나의 결정립 내에서 나오는 방위는 거의 일정하지만, 해당 결정립의 부피 또는 면적 비율을 계산에 고려하여야 하기 때문에 본 연구에서와 같은 점 측정 (point measurement) 이 아닌 면 측정에 해당하는 맵핑 (mapping) 을 이용한다. 그러나 본 연구에서는 시편 준비상의 어려움에 따른 EBSP 의 선명도 저하로, 맵핑의 속도가 매우 느리고, 방위 인식 상의 오류를 낼 확률도 높은 관계로 점 측정 방식을 채택하였다. 이는 표면에 노출된 다이아몬드 결정 각각이 사실상 단결정에 해당하며, 그 결정의 크기 분포가 대략 $400\mu\text{m}$ 정도로 매우 균일하다는 점을 고려하면 충분한 신뢰성을 가진다고 볼 수 있다. 점 측정에서는 하나의 EBSP를 얻는데 상당히 긴 집적시간 (integration time) 을 부여할 수 있어서 선명한 EBSP를 얻을 수 있고, 따라서 방위 측정의 신뢰성을 높일 수 있다. 반면 맵핑 시에는 표면 상태가 좋은 특정 결정립에서 신뢰성있는 측정 결과를 많이 내고, 다른 방위의 결정립에서는 적은 수의 측정 결과를 내게 되면 최종적으로 ODF의 신뢰성을 점 측정 방식에 비해 더욱 크게 떨어뜨릴 가능성도 있다. 본 연구에서의 EBSD를 이용한 다이아몬드의 결정 방위 측정의 예는 그림 3.1.2-24에 잘 나타나 있다. 그림에서 다이아몬드의 정사각형 모양의 결정면과 정삼각형 모양의 결정면이 시편 장착 방향에 수직하게 배열되었을 때의 해당 방위가 나타나 있다. 일반적으로 다이아몬드는 그림 3.1.2-25에서 보는 바와 같이 형상에 따라 표면을 이루는 결정면을 알 수 있다. 그림 3.1.2-24에서 측정된 결정방위는 사각형 면의 경우는 대략 $(1\ 1\ 7)[11\ 3\ -2]$ 로 측정되었고, 이는 $\{0\ 0\ 1\}\langle 1\ 0\ 0\rangle$ 방위에 가깝다고 볼 수 있다. 따라서 이 사각형의 표면은 사실상 $(0\ 0\ 1)$ 면으로 결론 지을 수 있다. 또 삼각형 면은 $(3\ -4\ -3)[-1\ -9\ 11]$ 의 방위로 측정되었으며 이는 $\{111\}\langle 110\rangle$ 방위와 가깝다고 볼 수 있다. 따라서 삼각형의 표면은 $(1\ 1\ 1)$ 결정면으로 생각할 수가 있다. 이처럼 EBSD를 이용하면 해당 결정의 방위 뿐만 아니라 표면을 이루는 결정면의 면지수도 측정할 수 있다는 장점을 가진다. 그러나 일반적인 경우 이처럼 관심있는 결정의 표면이 시편의 장착 방향을 따라 수직하게 잘 배열되어 있지는 않고, 따라서 해당 면의 면지수 측정을 위하여는 그 면이 기울어진 각도를 측정하여 보정해 줄 필

요가 있다.[Han, J. H. et al. 2002] 그러나 본 연구에서는 다이아몬드 결정들의 집합조직 측정이 목표이므로 이에 대한 구체적인 언급은 생략한다.

EBSD를 통해 집합조직을 측정하는 경우에는, 시편의 종류와 측정 조건 등에 따라 다르지만, 보통 600개 이상의 결정립에서 측정점을 얻어야 방위 분포 함수의 값을 신뢰할 수 있다고 알려져 있다. 그러나 방위 분포 함수의 절대값을 고려하지 않을 경우 정성적으로 집합조직의 발달 경향을 판단하는데는 200개 정도의 측정점 만으로도 가능하다고 알려져 있다.[Engler, O. et al. 1999] 그림 3.1.2-26은 Al 합금의 재결정 집합조직에 해당하는 ODF이다. EBSD로 측정한 100 개의 결정립 방위 만으로도 전반적인 집합조직의 발달 경향을 평가할 수가 있음을 보여준다. 결정립 방위의 수, 즉 측정점의 수가 1000으로 증가하면 보다 X-선에 의한 결과에 근접함을 볼 수 있다. EBSD를 통한 집합조직 평가의 통계적 신뢰성을 평가하는데에는 Pospiech 등이 제안한 ρ 값과[Pospiech, J. et al. 1994] Matthies와 Wagner가 제안한 F_2 값을[Matthies, S. et al. 1996] 이용한다. ρ 값은 EBSD로부터 얻은 N 개 방위의 방위 분포 함수, f_N 과 X-선 회절 등을 이용해 같은 시편에서 얻은 방위 분포 함수 f_0 사이의 편차를 백분율로 나타낸 값으로 다음과 같이 정의한다.

$$\rho_{0,N} = \int (f_0 - f_N)^2 dg / \int f_N^2 dg \cdot 100 \% \quad (3.1.1-7)$$

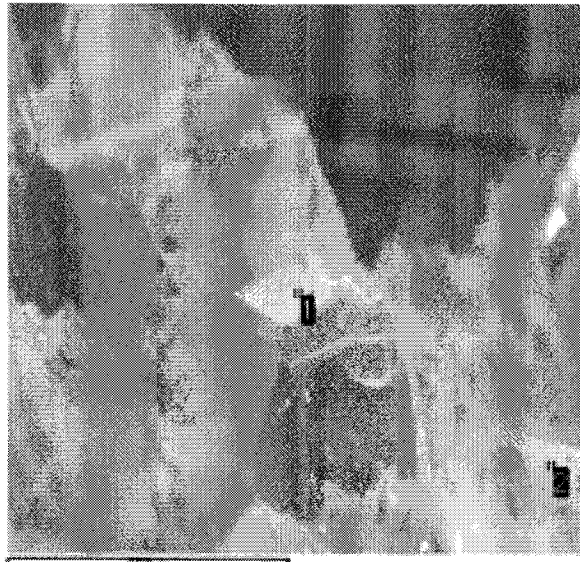
그림 3.1.2-27(a)에는 그림 3.1.2-26의 Al 합금에서의 $\rho_{0,N}$ 값의 측정 방위의 개수 N 값에 따른 변화를 보여주고 있다. 그림에서 볼 수 있듯, 방위 분포 함수의 크기가 큰 방위에서 ρ 값이 작음을 알 수 있다. 따라서 강한 집합조직이 발달할수록 측정회수 N 값을 줄일 수 있다. 기준값인 f_0 를 사용함에 있어, 만약 X-선이나 중성자 회절 결과가 없을 경우 대신 $f_{N'}$ 값을 사용할 수 있다. 여기서 N' 은 역시 EBSD를 이용한 방위 측정의 횟수로서 동일 재료에 대하여 개별적으로 측정하여 얻은 방위 분포 함수 $f_{N'}$ 을 기준 값으로 쓴 것이다. 이는 위의 $\rho_{0,N}$ 과 비교했을 때 그 절대값에서는 차이가 있지만 결정립 수가 증가하면서 수렴하는 거동면에서 비슷하며, 따라서 신뢰성있는 ODF를 얻기 위한 최소의 측정회수를 결정하는데 사용할 수 있다. 이는 그림 3.1.2-27(a)에 나타나 있다. EBSD를 통한 결정방위의 측정은 시편의 국부 영역에 대한 결과이기에 측정점 간의 거리 (step size) 역시 상당한 영향을 줄 수 있다. 측정점 간의 거리가 클수록 해당 결과는 전체 시편에 대한 대표성을 가질 확률이 높아짐을 그림 3.1.2-27(b)를 통해 알 수 있다. 측정점 간의

거리가 $80\mu\text{m}$ 일 때는 대략 2000 개 정도의 측정 결정립 수에서 ρ 값이 수렴함을 알 수 있다. 반면 $4\mu\text{m}$ 일 때에는 5000 개 정도가 필요함을 보여주고 있다. ρ 값과 비슷한 개념으로 F_2 값을 이용하기도 한다. F_2 값은 선명화 (sharpening) 처리를 한 방위 분포 함수로부터 얻으며, 다음과 같다.

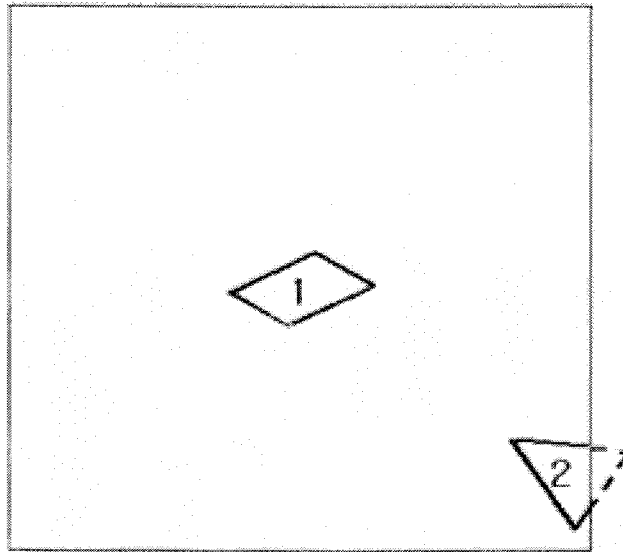
$$F_2(N) = \int_G [f_N(g)]^2 dg \quad (3.1.1-8)$$

그림 3.1.2-28에서는 본 연구에 사용된 시편의 F_2 값의 변화를 나타내었는데, 그림에서 본 것과 같이 5 개의 인접 F_2 값으로부터 계산한 근사 F_2 값인 F_2 asymptotic 값이 측정횟수의 증가에 따라 계속 증가하는 추세로, 하나의 값으로 수렴하지 못함을 알 수 있다. 일반적으로 충분한 결정립에서 측정된 시편의 경우에는 그림 3.1.2-29에서 보는 바와 같이 측정 결정립 개수의 역수 값이 0에 수렴함에 따라서 일정한 값으로 수렴해야 하는데, 아직 측정 결정립의 개수가 부족하다고 할 수 있다. 따라서 선명화 처리를 한 방위 분포 함수를 이용한 정량적인 집합조직의 발달을 파악할 수는 없으며, 평탄화 (smoothing) 처리만을 거친 방위 분포 함수를 통해 정성적인 집합조직 발달의 분석을 행하였다.

그림 3.1.2-30은 측정 결정립 개수의 증가에 따른 집합조직 변화를 방위 분포 함수로 나타낸 것인데, 측정 순서에 따른 영향을 배제하기 위하여 모든 결정 방위를 난수 발생 프로그램으로 재배열하고, 측정 결정 방위의 수가 77개씩 늘어날 때 집합조직의 변화를 계산하였다. 초기에는 $\{001\}\langle 110\rangle$ 과 $\langle 111\rangle//\text{ND}$ 결정 방향을 갖는 결정립들이 발달하는 것으로 보이나, 측정 결정립의 수가 증가함에 따라 점점 무배향성이 되면서 안정화되며, 약한 $\langle 111\rangle//\text{ND}$ 방위가 발달하고 있음을 볼 수 있다. 이는 극점도 형태로 나타낸 그림 3.1.2-31에서도 같은 경향을 보이고 있는데, 결정립 개수가 200 개를 넘어가면서 거의 일정한 방위 분포를 나타내고 있는 것을 볼 수 있다. 그림 3.1.2-32는 이러한 경향성을 방위 분포 함수 $f(g)$ 와 극점도의 최대값의 변화로 나타낸 것인데, 결정립의 개수가 200개가 넘어가면서 $f(g)$ 값은 2.2 극점도 값은 1.5 정도로 안정되고 있다. 일반적으로 $f(g)$ 가 2이상의 값을 가질 때 약하게나마 우선방위가 존재한다고 이야기하며, 따라서 적층법 압력셀 내의 다이아몬드는 매우 약하지만 $\{111\}$ 면이 적층방향, 또는 압축방향에 수직하게 배열하는 집합조직이 발달한다고 말할 수 있다.

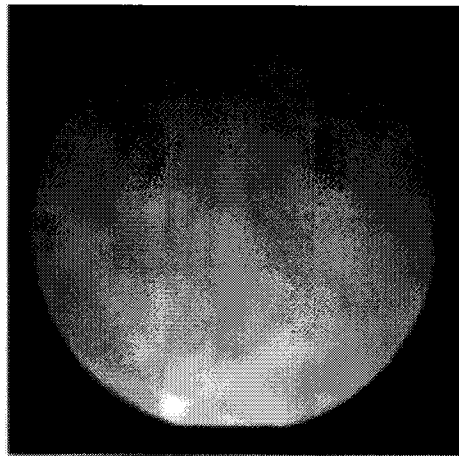


a) SE image

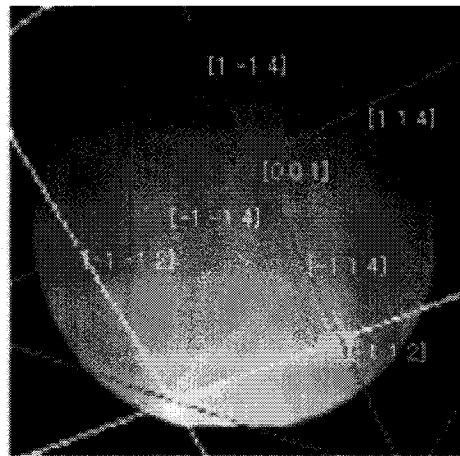


b) Schematic Diagram

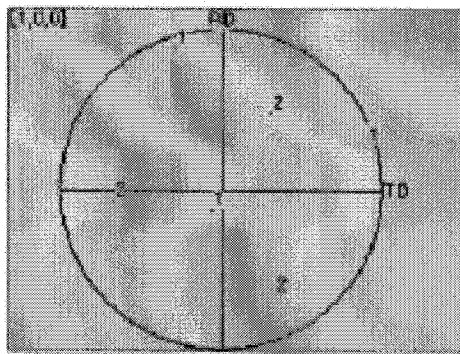
Fig. 3.1.2-24 Crystallographic orientation measurement using EBSD



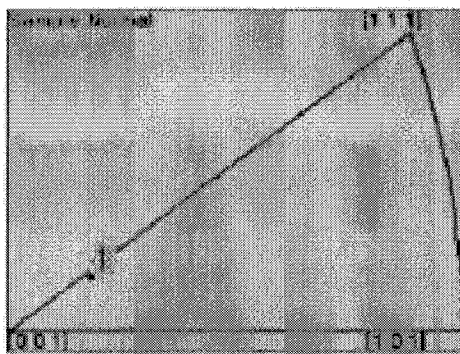
c) EBSD pattern of Site 1



d) Pattern indexing of Site 1

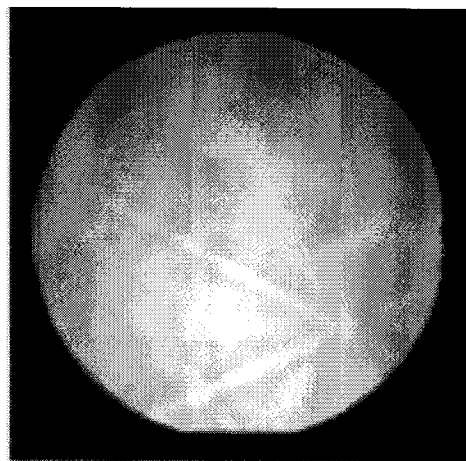


e) (001) pole figure of interest sites

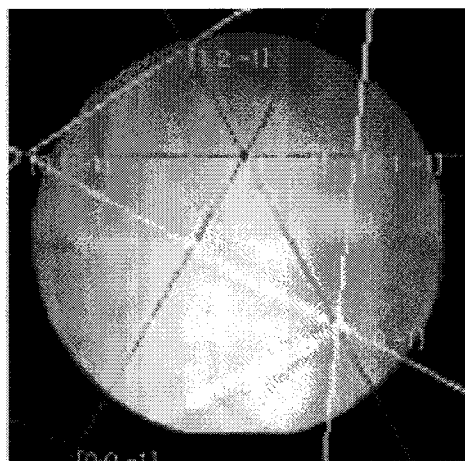


f) ND inverse pole figure of site 1

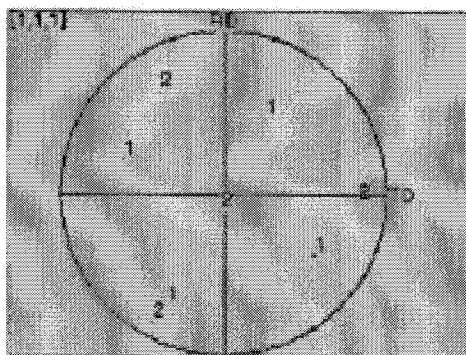
Fig. 3.1.2-24 Continued



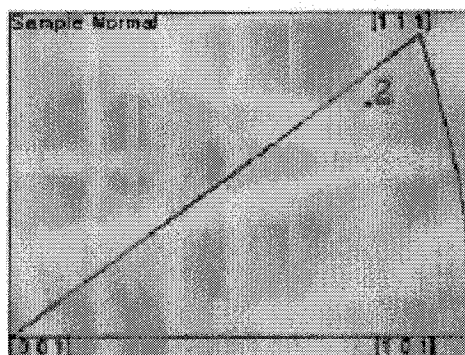
g) EBSD pattern of Site 2



h) Pattern indexing of Site 2



i) (111) pole figure of interest sites



j) ND inverse pole figure of site 2

Fig. 3.1.2-24 Continued

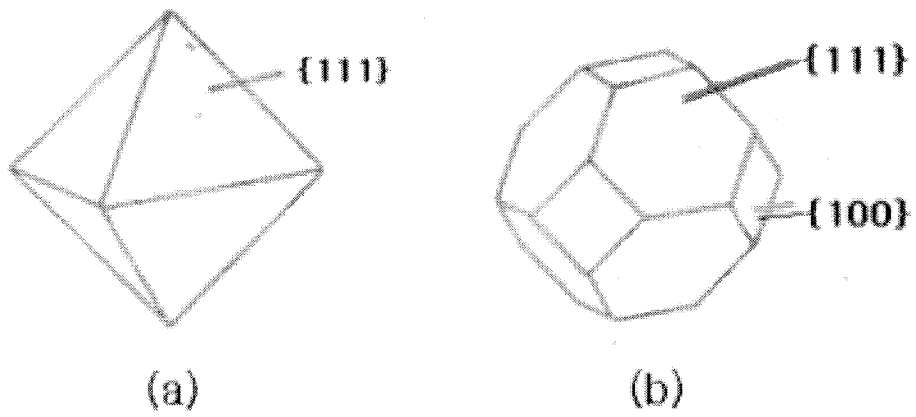


Fig 3.1.2-25 Crystal plane indexing according to plane shape

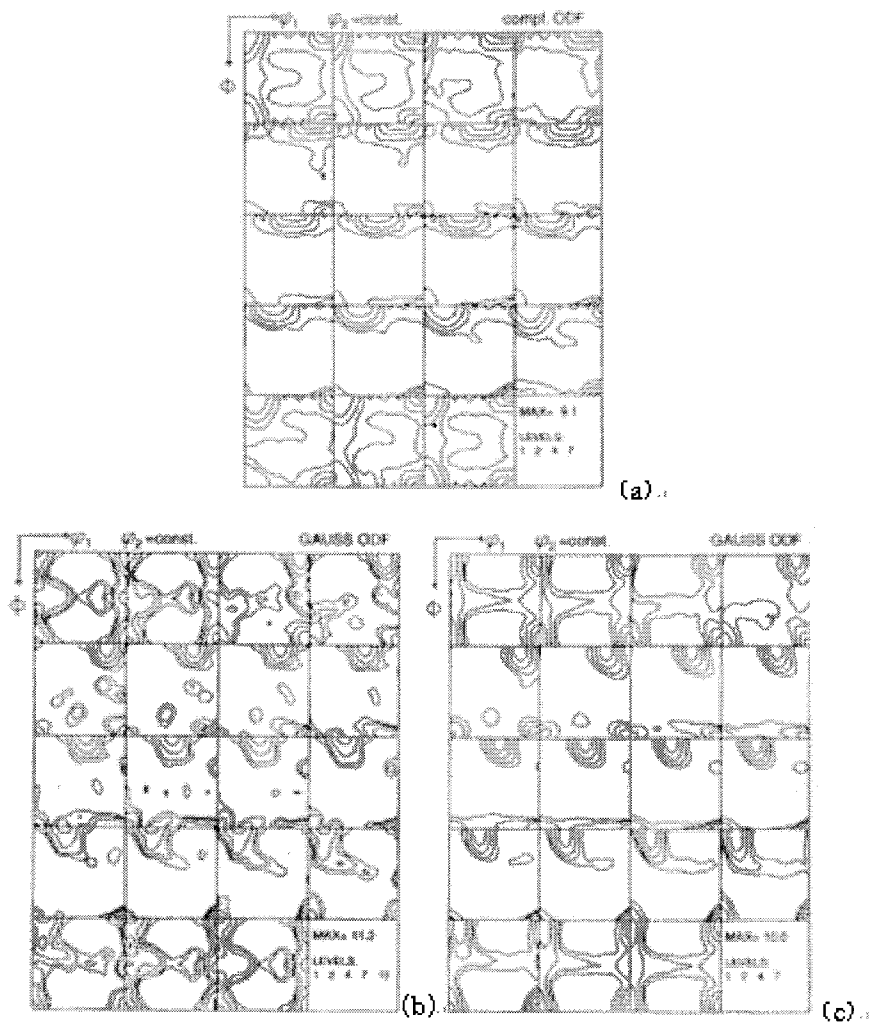


Fig. 3.1.2-26 ODFs of recrystallized Al-1.3%Mn (rolled to 92% reduction, annealed for 10s at 450°C) (a) from X-ray pole figures, (b) from EBSD single grain orientation measurements for 100 grains, and (c) for 1000 grains

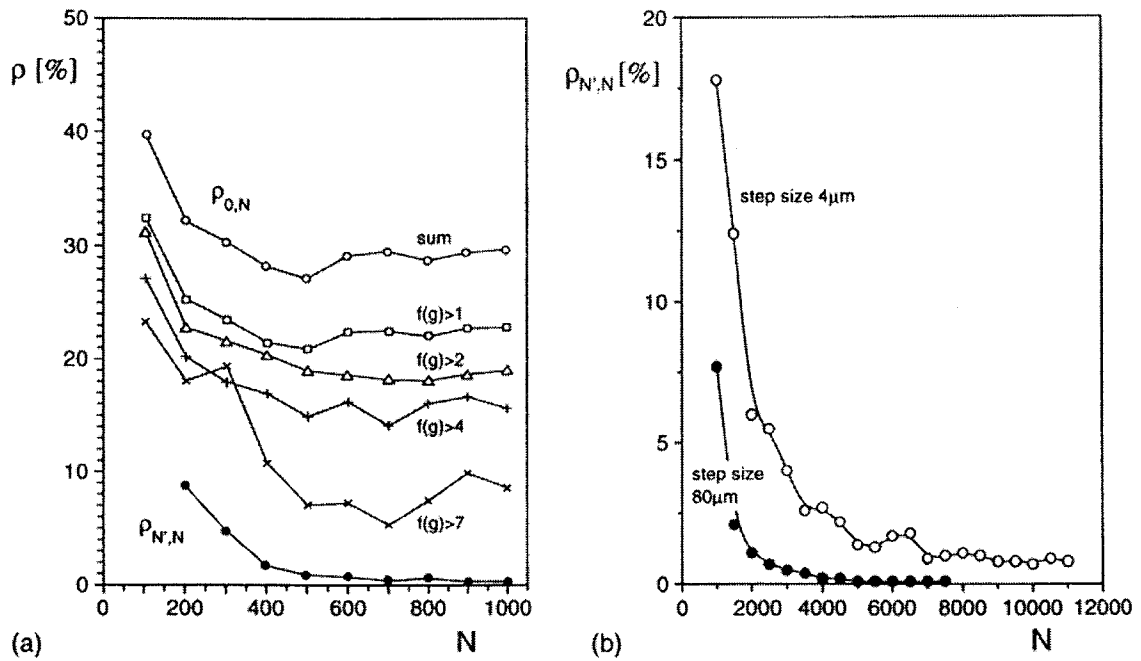


Fig. 3.1.2-27 Evolution of the statistical parameter ρ with increasing number of single grain orientation measurements N for different examples. (a) Evolution of $\rho_{0,N}$ and $\rho_{N',N}$ for recrystallized Al-1.3%Mn, (b) evolution of $\rho_{N',N}$ for recrystallized Ni₃Al, obtained by orientation microscopy with two different step sizes

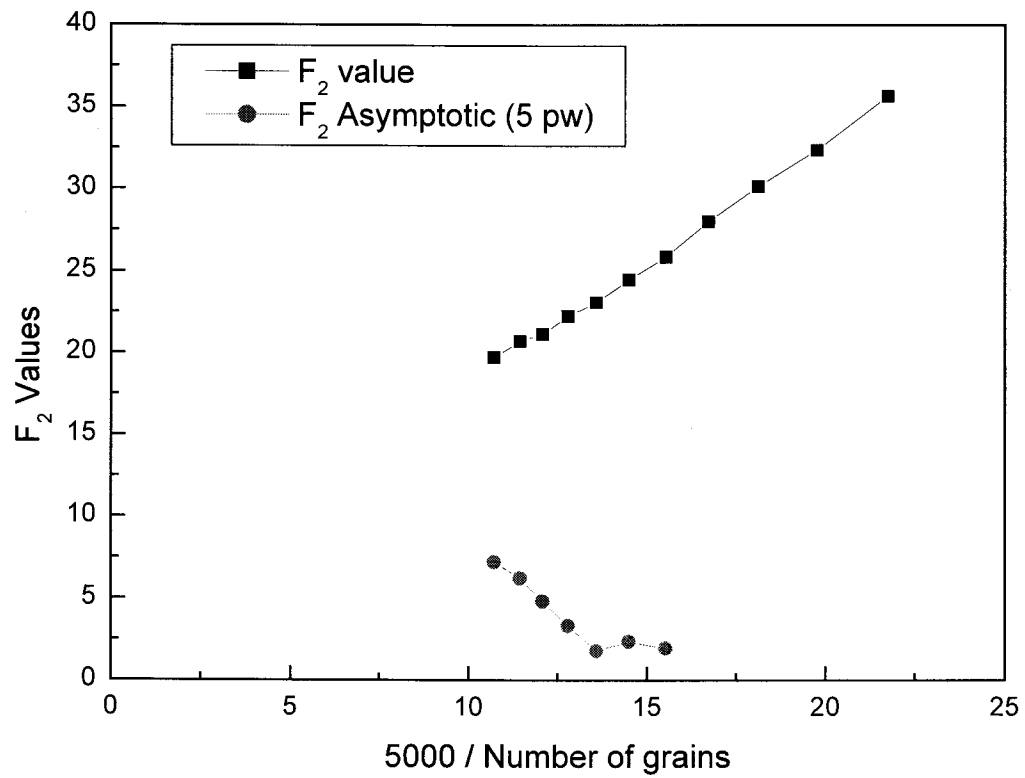


Fig. 3.1.2-28 F_2 value analysis of specimen

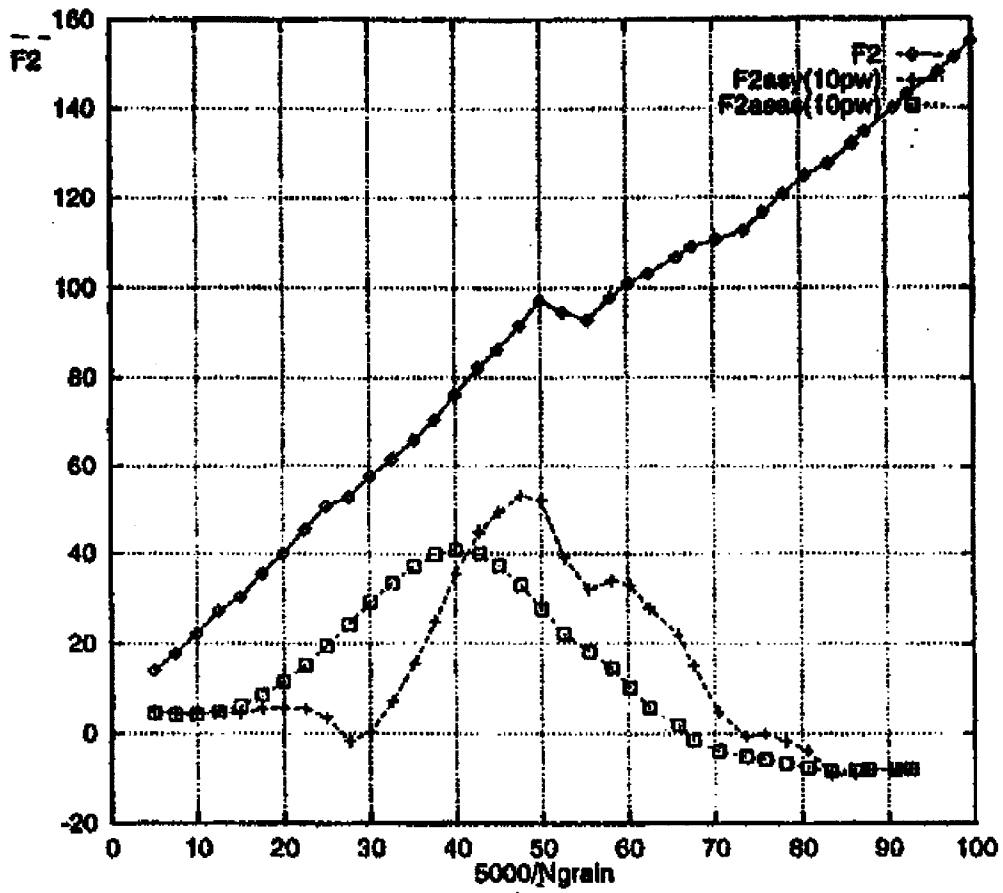


Fig. 3.1.2-29 Typical F_2 value analysis results [Engler, O. et al. 1999]

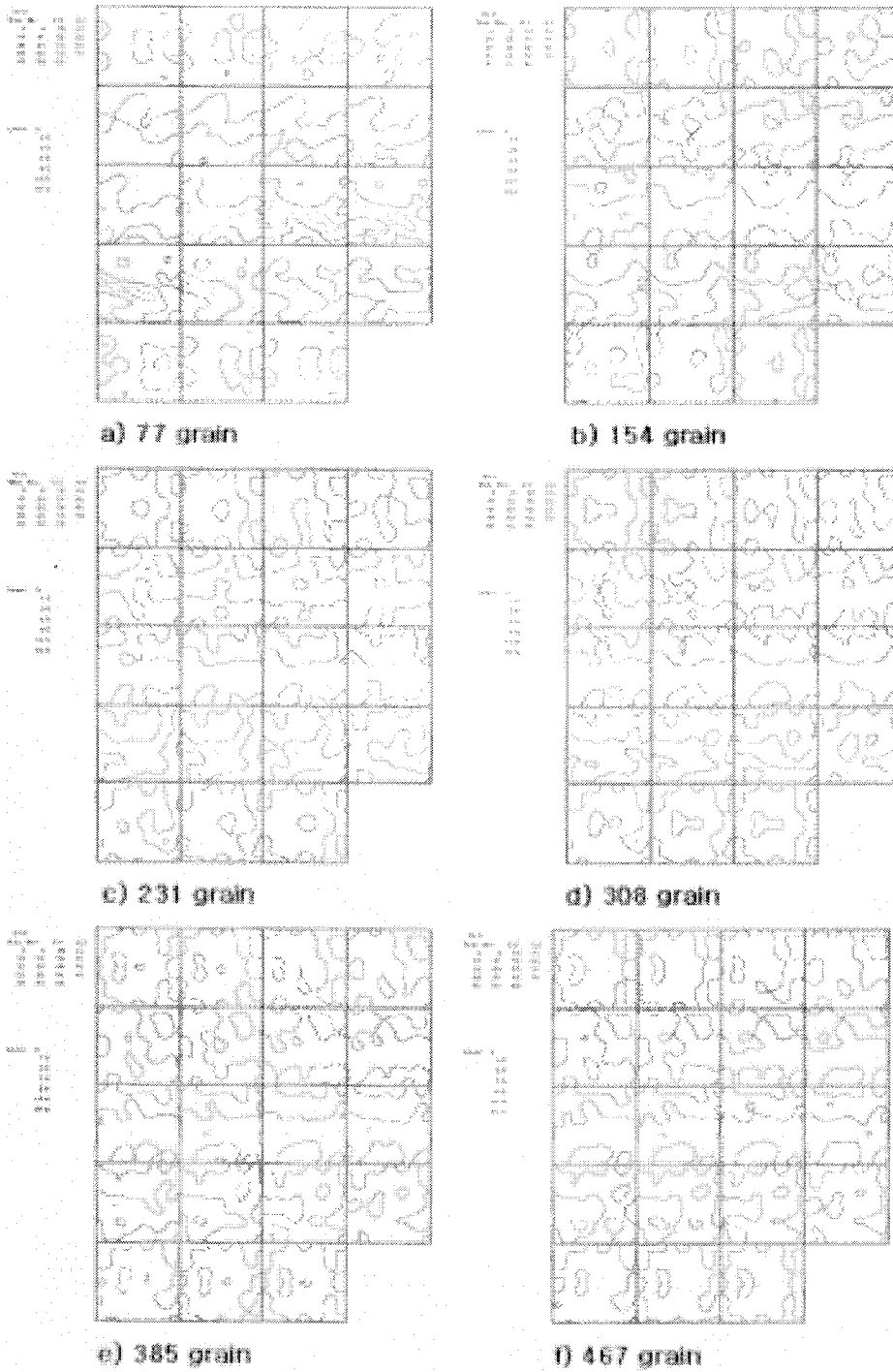


Fig. 3.1.2–30. Orientation as a function of number of grains measured(ODF)

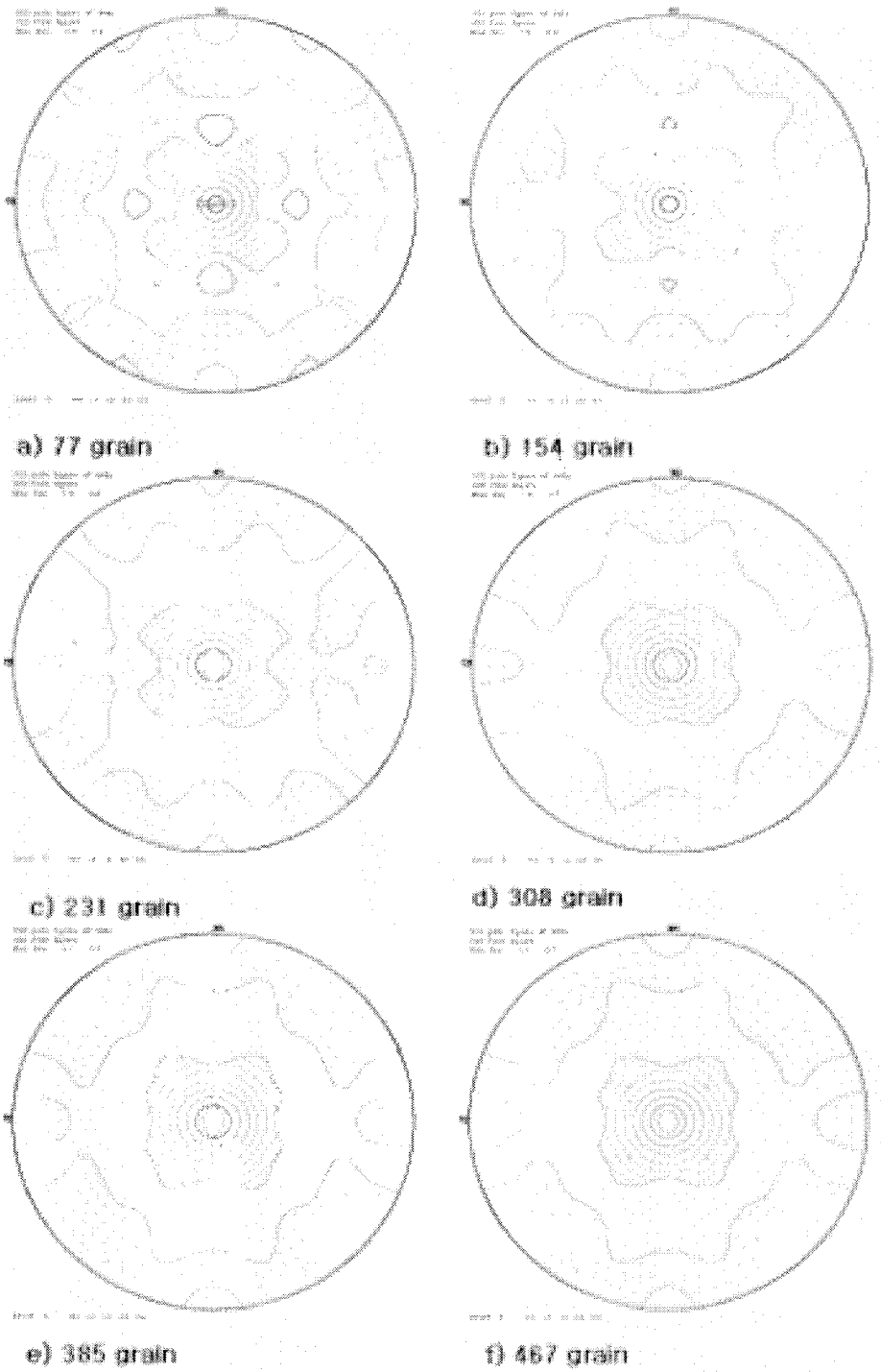
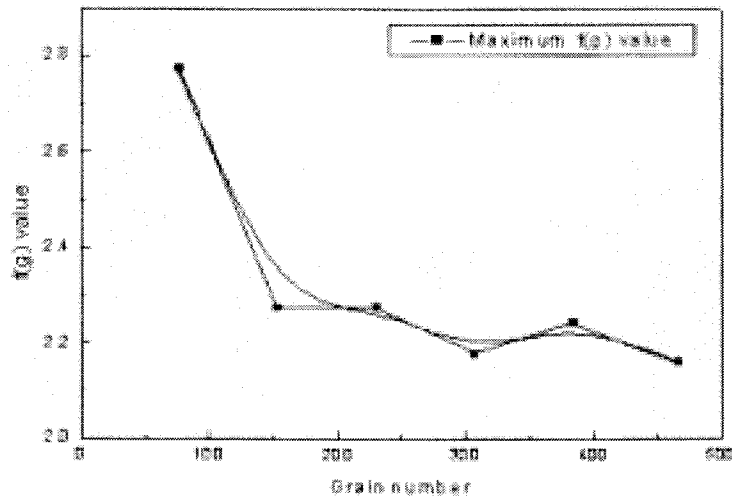
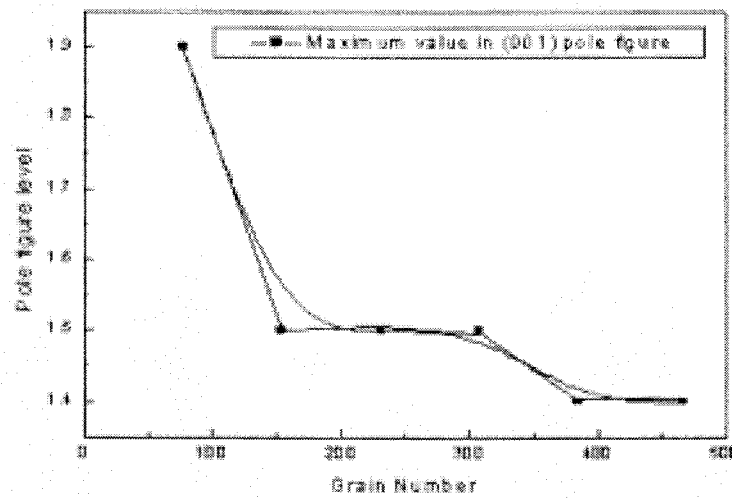


Fig. 3.1.2-31 (100) pole figure as function of number of grains



a) $f(g)$ value variations.



b) Pole figure level variations.

Fig. 3.1.2-32 Orientation change according to grain number increase a) Maximum $f(g)$ value, b) Maximum pole figure level

다. 권취후 TRIP강의 잔류 오스테나이트 측정

(1) 이론적 배경

(가) 냉연 TRIP 강의 제조

TRIP 강은 잔류 오스테나이트의 변형/응력 유기 마르텐사이트 변태에 의한 기계적 물성의 향상에 그 목적이 있다. 따라서 미세조직은 잔류 오스테나이트를 적정량 이상 함유하는 것이 바람직하며, 아울러 용질원소의 partitioning 에 의한 잔류 오스테나이트의 Ms 온도 저하가 가장 중요한 요인으로 인식되고 있다. 이러한 미세조직을 얻기 위해서는 미세조직 제어를 위한 열처리 공정이 필요하며, 2 상역 소둔과 ausforming 을 조합하여 얻을 수 있다.

이에 따라 초기 TRIP 강에 대한 연구 [K.Sugimoto 1992, O.Matsumura 1992, H.C.Chen 1989]는 주로 냉연 강관의 intercritical annealing 에 초점이 맞추어졌다. Fig. 3.1.2-34 에 냉연 TRIP 제조 열처리 공정과 그에 따른 미세조직의 변화를 나타내었다. 냉연 강관에서는 강을 페라이트 + 오스테나이트 2 상영역으로 가열하게 되면 구성조직은 페라이트와 오스테나이트의 2 상조직으로 되며, 조직의 구성비율은 성분에 따른 A_{r1} 과 A_{r3} 및 가열온도, 유지시간에 의해서 결정된다. 이것을 베이나이트 변태온도까지 급속 냉각하게 되면 냉각도중에 오스테나이트로부터 초석페라이트 혹은 변태페라이트 (proeutectoid ferrite or transformed ferrite) 가 생성하게 되며, 이 단계에서 변태페라이트로부터 오스테나이트로 탄소 등의 합금원소가 확산 이동하게 된다. 그 후 베이나이트 변태가 진행되는 온도에서 일정시간 유지하게 되면 오스테나이트가 베이나이트로 변태 하면서 미변태 오스테나이트로 합금원소는 농축되게 된다. 특히 C 등 오스테나이트 안정화 원소가 농축된 오스테나이트는 Ms 점이 낮아져서 상온으로 냉각하여도 그대로 잔류하게 된다.

(나) 열연 TRIP 강의 제조

냉연재의 intercritical annealing 에 대한 연구와 함께, intercritical annealing 공정이 열간압연 제조 공정 확립을 통해 재현 가능하다는 판단아래, TRIP 강을 열간압연에 의해 제조하고자 하는 연구 [I.Tsukatani et al 1991, US Patent 1991] 가 진행되어, 냉연 TRIP 강과 유사한 미세조직을 가지는 열연 TRIP 강을 제조하게 되었다. Fig. 3.1.2-34 에 열간압연 공정과 각 공정에서의 미세조직을 나타내었다. 저탄소 합금강의 통상 열간압연과 마찬가지로 마무리 압연은 오스테나이트 단상역에서 수행하거나, 오스테나이트/페라이트 이상역에서 마무리 압연을 수행하게 된다. 그 후 2 상역에서 서냉 및 일정시간 유지를 통해 페라이트가 생성되고, 수냉에 의해 미변태 오스테나이트의 펄라이트 변태가 억제되면서 권취공정이 이루어진다. 권취공정에서 미변태 오스테나이트가 베이나이트로 변태되면서 intercritical annealing 의 항온유지와 동일한 효과를 얻으므로써 잔류 오스테나이트를 상온까지 안정화시키게 된다. 따라서, 열연 TRIP 강의 미세조직은 냉연 TRIP 강과 유사한 3 상의 미세조직을 가지게 되며, 이러한 과정에서 정확한 냉각 제어가 중요하다

(다) TRIP 강의 연성향상 기구

변형 도중에 생성되는 변형유기상 (쌍정, 마르텐사이트 등)이 연성향상에 기여하는 기구는 준안정 오스테나이트계 합금을 이용한 연구에서 출발하였다. McReynolds [A.W.McReynolds 1949]는 오스테나이트계 강의 연구에서 변형 중에 마르텐사이트가 생성되면 준안정 오스테나이트의 가공경화가 촉진되어 necking 이 억제된다는 기구를 제안하였다. (Fig. 3.1.2-36) 이 제안은 오스테나이트계 단상조직의 변형 시에 생성되는 ϵ 마르텐사이트, α' 마르텐사이트 및 변형쌍정 등과 같은 변형유기상이 강의 연성과 파괴인성을 현저히 향상시킨다는 실험결과 [G.B.Olson et al. 1978, K.Sipos et al. 1976, K.Sato et al. 1989]의 뒷받침으로 널리 인정받고 있다.

반면 페라이트와 마르텐사이트로 구성된 2 상조직강 (dual phase steel : DP steel)에 함유된 수 %의 잔류 오스테나이트가 연성향상에 기여하는 효과는 Marder [A.R.Marder 1979], Rigsbee [J.M.Rigsbee et al. 1979] 등에 의해 제안되었다. 이들은 2 상조직강에 소량으로 존재하는 잔류 오스테나이트가 변형

중에 마르텐사이트로 가공유기변태되며, 이때의 부피팽창에 의해 인접한 페라이트에 가동전위가 발생되어 가공경화되며, 변형 후기에는 먼저 변태된 마르텐사이트 주위에 전위의 증식이 일어남으로써 가공경화율이 높게 되어, necking 이 억제됨으로써 강도, 연성이 동시에 향상된다고 설명하였다. 그러나 강중에 함유된 모든 잔류 오스테나이트가 모두 연성향상에 기여하는 것은 아니며, 잔류 오스테나이트의 체적분율, 크기, 분포 및 안정성 등에 따라 연성향상에 기여하는 정도가 달라지게 된다. 즉, 잔류 오스테나이트가 너무 안정하면 변형도중에 변태가 일어나지 못하여 강도 및 연성향상에 기여하지 못하며, 반면 너무 불안정하면 변형초기에 거의 모든 오스테나이트가 마르텐사이트로 변태함으로써 복합조직강과 유사한 특성을 나타내어 강도는 증가하지만 연성을 오히려 열화하게 되며, 따라서 적당한 안정도를 갖는 잔류 오스테나이트만이 연성과 강도 향상에 기여한다고 보고하였다.

(라) Bainite Incomplete reaction Theory

일반적으로 high Si steel 에서 upper bainitic ferrite 는 carbide 석출을 동반하지 않으며, 그러므로 bainite 변태의 결과로서 upper bainite 의 platelets 사이에 trapped 된 오스테나이트는 carbon 으로 enriched 된다. Bainite 변태의 온도에서 방해하는 secondary reaction (carbides or pearlite)이 없을때 반응종료전 bainitic-ferrite 의 한계된 양만 형성한다 [H.K.D.H. Bhadeshia 1992, A.Ali 1993 M.A.Yescas 2002, H.K.D.H. Bhadeshia 1980]. Fig. 3.1.2-37 에서 보는바와 같이 premature termination 은 남은 감마의 탄소농도가 외삽된 A_{e3} curve 로 지시된 평형 level 에 도달전에 일어난다. (A_{e3} = paraequilibrium temperature, i.e with no substitutional partitioning) 이때 획득가능한 변태의 최대량은 Bs 온도 아래의 과냉 증가에 따라 증가하게 되며, 얻어진 변태의 정도가 T_0 or T_0' curves 를 따르기 때문에 martensitic subunits 의 전파에 따라 bainite 가 성장하게 된다. 이때 보통 잔류오스테나이트의 탄소량은 bainite reaction 의 빠른 종료를 이끌게 되며, 잔류오스테나이트의 탄소농도가 T_0 에 도달전에 종료된 bainite reaction 은 최대 tolerable carbon 이 fully supersaturated bainitic-ferrite 의 형성을위해 사용되는 것을 표시한다. (만약 bainitic-ferrite 의 stored energy 가 고려된다면) 그러므로 변태의 양은 온도에 민감한 함수이고 이것은 incomplete reaction phenomena 의 특성이다.

이상과 같은 bainite incomplete reaction phenomena 를 정의하면 오스테나이트의 평형조성은 A_{e3} curve 이나 그전에 멈추기 때문에 자연적으로 이점에서 잔류오스테나이트는 bainite 에 최대허용농도에 도달하는 탄소농도로 가장 안정하여 변태가 지연되는 것이다. 여기서 T_0 선 이란 같은 조성의 오스테나이트와 페라이트가 동일한 자유에너지를 갖는 곳에서 온도와 탄소농도의 plot 의 모든 점의 locus 을 말한다.

이와 같은 bainite 의 incomplete reaction phenomena 가 일어나는 경우의 특성은 Fig. 3.1.2-38 에서 보는 보와 같다 [A.Ali et al. 1993]. 즉, bainite 형성은 B_s 온도 이하에서 등온 변태온도가 감소함에 따라 상대적 길이 변화는 (dilatometry 결과에서) 증가한다. 반응은 초기에 빠르고, 나중에 분해가 느려진다. Bainite 변태량은 B_s 밑 온도에서 변태온도에 의존하며, 어떤 data 도 bainitic ferrite 0.4% (초기설정된 오스테나이트의 분율)를 초과 못한다. 즉, 얻어진 변태의 정도는 T_0 or T_0' 에 적용되기 때문에 martensitic subunits 의 전파에 의해 bainite grain growth 가 일어나며, bainite complete transformation 이 아니라, 일정 온도에서 일정시간동안 bainite 변태가 지연되는 현상이 일어나게 되는데 이것이 bainite incomplete reaction theory 이다. 이와 같은 반응에 의해서 오스테나이트로의 탄소 enrich 가 발생할 것이며, 이때 상온까지 잔류하는 오스테나이트량은 전체 반응이 진행되는 상황에서 가장 높게 잔류할 수 있다. 이러한 반응은 상대적인 고온에선 carbide 형성이 이루어질 것이며, 이 경우 Incomplete reaction 을 넘기 위한 potential energy 는 고온으로 인한 Carbon 의 활동도 증가 때문이며, 상대적 고온에선 고온으로 인한 carbon 의 활동도 증가로 incomplete reaction 이 빨리 끝나게 된다.

(마) 잔류오스테나이트의 안정화 인자

이상과 같이 페라이트, 베이나이트 및 잔류 오스테나이트로 구성된 3 상 조직 TRIP 강에서의 높은 연신율은 잔류오스테나이트의 가공유기변태에 크게 의존한다. 이러한 TRIP 강의 연성은 M_s 온도와 잔류 오스테나이트의 부피분율에 의해 결정된다 [K.Sugimoto 1992, S.C.Baik 2001]. 따라서 연성의 향상은 변형유기변태를 적당히 억제함으로써 얻어질 수 있으며, 다음과 같은 방법이 고려될 수 있다. 1) C, Mn, Si and Al 등을 첨가함으로써 잔류 오스테나이트의 부피분율을 증가시키며, 잔류오스테나이트의 안정성을 향상시킨다 [K.Sugimoto

1992, O.Matsumura 1987, H.C.Chen 1989]. 2) 2 차상 (베이나이트 및 잔류오스테나이트) 형상을 제어함으로써 void 형성을 억제하고 내부 응력을 소성 완화 시키며, 동시에 잔류오스테나이트의 형상 제어를 통한 안정성을 향상시킨다 [K.Sugimoto 1993].

즉, 높은 균일 연신율을 얻기 위해서는 적당한 안정성을 갖는 오스테나이트를 페라이트 기지내에 분포시키는 것이 바람직하다. 오스테나이트가 너무 안정하면 큰 변형 후에도 변태되지 않은 상태로 존재하여 단순히 석출물의 효과만을 보이게 되고, 반대로 너무 불안정하면 변형 초기에 변태되어 페라이트, 마르텐사이트로 구성된 2 상 조직강 (Dual phase steel)과 같은 결과를 얻게 된다. 따라서 본 절에서는 오스테나이트의 안정성에 영향을 미치는 인자들을 고려한다.

(바) 합금원소의 영향

TRIP steel 에 첨가되는 Si 은 초석 페라이트 생성을 촉진하고, 페라이트내 Carbon 원소의 활동도를 높여, 이상역에서는 오스테나이트로의 탄소원소 농축을 조장하고, 아울러 베이나이트 생성에 따른 탄화물의 생성을 억제함으로써, 잔류오스테나이트로의 탄소원소의 농축을 조장한다. 일반적으로 Si 은 1.0-2.0%의 첨가가 바람직하며, 이 이상 첨가시 열연에서 연주시 혹은 열간압연시 표면 scale 문제 유발되어 역효과가 발생된다 [H.K.D.H. Bhadeshia 1979, H.K.D.H. Bhadeshia 1954, . W.S.Owen 1954, O.Matsumura 1991, R.L.Houillier 1971].

Mn 은 오스테나이트 안정화 원소로 강의 소입성을 향상시키고, A_3 온도와 T_0 온도를 저하시켜, 결과적으로 T_0 에서의 오스테나이트 내 탄소함량을 저하시켜 잔류오스테나이트의 부피분율을 높이는 합금원소로 일반적으로 2.0%가 적당하다. 이 함량을 초과시 T_0 온도에서의 탄소함량을 너무 낮춰, 탄소 enriched 잔류오스테나이트 형성에 앞서 베이나이트로 쉽게 변태한다. T_0 온도가 너무 저하하여 잔류감마에 enrich 된 탄소가 적어 쉽게 bainite 변태로 변태된다.

Nb 는 오스테나이트 고용강화원소로 오스테나이트 결정립계에 생성하며, 페라이트의 핵생성 site 로 작용하여 페라이트 변태 촉진한다. 또한 석출물을 형성하여 재결정된 오스테나이트의 grain growth 를 막고 효과적 강화한다. 또한 오스테나이트 no-recrystallization 온도의 상승 효과를 가지며, M_s 온도의 저하 효과로 잔류오스테나이트의 분율을 향상시킨다.

Fig. 3.1.2-29.는 Ms 온도에 따른 잔류오스테나이트량의 변화를 보이는 그림이다 Ms 증가에 따라 ferrite 의 변태는 지연되서 higher Mn steel 에서 부분적으로 변태된 오스테나이트의 soluble C 농도 감소시킨다. S.C.Baik et al [S.C.Baik 2001]은 여러 가지 성분계의 TRIP 강의 실험결과, 잔류오스테나이트 분율은 Ms 온도로 예측 가능한 Fitting curve 를 갖는다고 하였으며, 이때 Ms 온도의 계산식은 $Ms = 550 - (360x\%C) - (40x\%Mn)$ 을 사용하였다. Fig. 3.1.2-30 [Jacques et al. 1999]는 Si 첨가에 따른 bainite 변태특성을 보이는 그림으로 Si 첨가량이 증가함에 따라 bainite 변태량이 일정시간에서 유지되는 incomplete reaction transformation 을 보이고 있으며, 이때 오스테나이트의 탄소농도는 To 선을 한계로 농축되어 있는 것을 보이고 있다. 즉, 온도증가에 따라 오스테나이트에 enrich 될 수 있는 carbon 량이 감소하며 (To 선 증가) incomplete 반응이 빨리 끝나게 되며, 이때의 오스테나이트량은 증가하게 된다. 또한 carbon kinetic energy 가 증가된다. 반면에 온도의 감소시 To locus 에서 감마에 최대 enrich 될 수 있는 carbon 량이 증가하므로 bainite 변태의 정도가 증가하게 된다. 이때 반응속도는 늦어지게 된다. 다시 설명하자면 Si 량의 증가에 따라 carbide 형성이 억제되며 오스테나이트의 enrich 정도가 증가하여 오스테나이트로 전부다 변태하지 못하는 기간이 생기게 된다. 그러나 isothermal holding 온도가 증가하면 변태속도가 증가하여 그러한 기간이 빠르게 없어지고 일반적인 bainite 변태 (bainite complete reaction) 이 일어나게 된다. 그러나 이러한 온도에선 bainite 변태량이라기 보단 kinetic 의 영향에 의한 carbide 형성으로 오스테나이트량이 감소하는 경향도 있다. high Si 에서 To 선에 오스테나이트의 carbon 농도가 표시되며 carbon diffusion 이 금지된 martensitic type mechanism 의 bainite growth 로 여겨진다. 그러므로 bainitic reaction 은 같은 조성의 모상 (오스테나이트)와 생성물 (supersaturated ferrite)의 Gibbs energy 가 동일할 때까지 진행되는 것이 관찰된다. 이때 To curve 와 A_{e3} locus 사이의 큰 gap 은 carbon diffusion control 로 bainite growth 가 일어나게 되며, 이때는 carbide 형성이 조장된다. 그러므로 시간이 길어질수록 (large time gap (20-30hr) diffusionless (dispassive) 변태는 끝났으나, diffusion growth 는 멈추지 않았으므로 pearlite 변태가 일어나게 될 것이다. 이것은 초기 incomplete reaction 이 일어나는 기간의 bainite 변태온도에서 불충분한 thermal activation energy 가 공급되기 때문이다.

(사) 오스테나이트 morphology 에 따른 영향

Fig. 3.1.2-43.에서 보는 바와 같이 일반적으로 잔류오스테나이트의 morphology 는 그것의 잔류되는 위치와 크기에 따라 구별된다 [W.Bleck 1998]. 1) film type 은 bainite lath boundary 에 잔류되며 이것은 너무 안정하여 재료의 파괴시까지 잔존하게 되며 일반적으로 1 μ m 이하의 크기를 갖는다. 2) island type 은 페라이트 결정립내에 잔존하며, 매우 안정하여 거의 변태되지 않으며, 그것의 size 효과에 의해 안정성이 증가되며, 일반적으로 1 μ m 정도 크기의 구형의 형상을 가지게 된다. 3) granular type 은 페라이트 입계 및 페라이트와 베이나이트 입계에서 잔류되며 변형에 따라 점차적으로 마르텐사이트로 변태 되며 이것이 재료의 연성 향상에 기여하는 종류로 구별된다. 이것은 수 μ m 의 size 를 갖는다.

Fig. 3.1.2-44 은 bainite 내 film type 의 잔류오스테나이트의 형성온도에 미치는 morphology 변화를 보이고 있다. 등온변태 온도 300 $^{\circ}$ C는 lower bainite 변태 온도로 일반적으로 lower bainite lath 사이의 interlayer film type 의 오스테나이트가 생기며, 500 $^{\circ}$ C는 upper bainite 변태 온도로 이때는 thick upper bainite 로 둘러싸인 plate-like 오스테나이트가 잔류된다.

표 3.1.2-9 에 잔류오스테나이트의 morphology 의 자세한 비교를 정리하였다.

(아) 등온변태 온도의 영향

Fig. 3.1.2.-46 는 등온변태의 온도가 잔류오스테나이트량에 미치는 영향을 비교한 것으로 제조 공정시 1200 $^{\circ}$ C solutionizing 시 Nb(CN)과 AlN 의 용해되고 초기조직에서 석출물로 보이고 있다. 또한 700 $^{\circ}$ C holding 은 polygonal ferrite 을 형성키 위해 일정시간 유지한 것으로 포항제철의 hot coil 제조시의 ROT 영역의 초석페라이트를 변태시키는 공정에 해당한다. 500 $^{\circ}$ C와 400 $^{\circ}$ C에선 잔류오스테나이트의 작은 차이만 보이고 있으나, 300 $^{\circ}$ C에선 급격하게 감소하는 것으로 알 수 있다. 전술한 바와 같이 고온에선 incomplete reaction 현상이 빨리 마무리되며, carbide 생성이 빨리 시작하여 잔류오스테나이트의 양이 낮게 됨을 알 수 있다.

(자) 등온변태 시간의 영향

일반적으로 2% Si 첨가강에서 변태 초기에 carbide free bainitic ferrite 형성되고 등온변태 (TTT) curve 는 2 개로 구성된다. 즉, 1) proeutectoid ferrite + pearlite 변태, 2) lower C-curve 는 bainite 변태 (350℃ 위에선 upper bainite (ferrite laths) 형성, 그 밑 온도에선 bainitic ferrite 의 carbide 석출특성은 lower bainite 로 변함.)

Fig. 3.1.2.-47 는 400℃ 등온변태온도에서의 유지시간에 따른 잔류오스테나이트의 분율변화를 보이는 것으로, 5 분 유지시 가장 많은 잔류오스테나이트량을 보이며, 이때가 incomplete reaction 현상이 일어나 가장 탄소가 오스테나이트에 enrich 된 상태이며, 그 후 유지시간이 10 분으로 증가하면 incomplete reaction 현상이 소멸되며 carbide 형성이 발생하게 된다. 이때 형성된 carbide 는 bainite lath boundary 에 형성되며 Fig 3.1.2-48.에 그 예를 나타내었다.

상기와 같은 문헌조사를 토대로 하여 TRIP 강이 일정 등온 변태 온도에서 유지될 때 그것의 시간에 따른 상분율 변화를 모식도로 나타낸 것이 fig. 3.1.2-48 이다. 이 그림은 본 연구의 열처리 path 에 의해 생산된 시편으로 ROT 에서 일정량의 초석페라이트의 생성으로 탄소 enrich 된 오스테나이트를 일정 등온 온도에서 유지한 후 상온에서 시편을 채취하였을 때로 그 변태량들을 고려하였다. 각각의 영역별 변태의 상황을 정리하면 다음과 같다.

- 1 영역 : 오스테나이트의 안정성이 떨어져 martensite 변태하는 것이 있음 [Y.Sakuma 1991].
- 2 영역 : Si 첨가강의 특성으로 오스테나이트에 carbon enrich 로 안정화가 시작되는 부분. Bainite 변태가 지연되고 있음 [A.Ali 1993, M.A.Yescas 2002, H.K.D.H. Bhadeshia 1980].
- 3 영역 : Si 첨가강의 특성으로 오스테나이트로의 carbon enrich 가 계속 진행되어 일정 오스테나이트량이 유지되는 부분이고 bainite 변태도 크게 증가하지는 않음 [A.Ali 1993, M.A.Yescas 2002, H.K.D.H. Bhadeshia 1980, H.K.D.H. Bhadeshia 1983, W.Bleck et al 1998].
- 4 영역 : 일정시간 지난 후에 오스테나이트에 enrich 된 carbon 이 carbide 석출물을 형성하면서 bainite 로 변태가 진행되는 부분.
- 5 영역 : 일정시간이 지난 후 pearlite 변태가 시작되는 영역으로 유지시간이 길어질수록 (large time gap (20-30hr) pearlite 변태 [H.K.D.H. Bhadeshia 1980]가 일어나는 영역. diffusionless (dispassive) 변태는 끝났으나, diffusion

growth 는 멈추지 않았기 때문에 pearlite 변태가 일어날 수 있으며 이때는 bainite 변태온도에서 불충분한 thermal activation energy 를 초과하는 energy 의 공급으로 변태되는 영역.

(차) 잔류 오스테나이트 정량해석

이상과 같이 페라이트, 베이나이트 및 잔류 오스테나이트로 구성된 3 상 조직의 TRIP 강에서의 기계적 성질은 잔류 오스테나이트의 가공유기변태에 크게 의존한다 따라서 TRIP 강에서의 잔류 오스테나이트의 체적 분율 및 특성이 매우 중요하다. 현재 TRIP 강의 잔류 오스테나이트 체적 분율은 특성 X 선 회절선로 구해지고 있으나, 본 연구에서는 EBSD 를 이용한 상구분을 통한 잔류오스테나이트의 분석을 하였다. 현재 사용되고 있는 잔류 오스테나이트의 정량적 분석 방법의 특성 및 원리에 따라 X-ray Diffractometer, Transmission electron microscopy, 중성자 회절법, Rietveld refinement 를 이용한 XRD 회절선 해석등이 있다. 이중 Rietveld refinement 는 정량적인 상분석, 정확한 격자상수 결정, 미세구조와 잔류응력등에 사용된다.

(카) Rietveld refinement 를 이용한 XRD 회절선 해석

Rietveld method 는 Rietveld 에 의해서 단결정 자료가 없는 상태에서 분말의 중성자 회절선으로부터 결정구조를 해석하기 위하여 개발되었으며, Taylor 와 Cox [J.C.Taylor 1973]는 Rietveld method 를 X-ray 분말 회절선에 적용할 수 있도록 개발하였다. 최근에 여러 연구자들 [H.M.Rietveld 1969, L.Lutterotti 1997]이 Rietveld method 를 결정구조 해석뿐 아니라, 정략적인 상분석, 정확한 격자상수 결정, 미세구조와 잔류 응력 등의 측정에 이용하고 있다.

Rietveld method [R.A.Young 1996]는 최소자승법을 이용하여 실험으로 측정된 회절선과 결정구조, 측정기계의 영향, 격자상수 등의 시편 특성 등을 고려하여 계산된 회절선을 일치시키는 방법이다. 즉 아래 식에서 실험으로 측정된 회절강도 y_i 와 계산으로 얻어진 강도 y_{ci} 의 차 S_y 를 최소화하여 원하는 정보를 얻게 된다.

$$S_y = \sum (y_i - y_{ci})^2 / y_i \quad (3.1.2-1)$$

y_{ci} 는 결정구조 모델과 백그라운드로부터 다음 식에 의해서 구해진다.

$$y_{ci} = s \sum_k L_k |F_k|^2 \phi(2\theta_i - 2\theta_k) P_k A + y_b \quad (3.1.2-2)$$

여기서

s : 크기 인자(scale factor)

k : Bragg 회절의 Miller 지수

L_k : Lorentz, polarization 등의 인자

ϕ : 반사함수

P_k : pole-density distributed function

A : 흡수인자

F_k : 구조인자

y_b : 배경 강도 이다.

Rietveld method 는 정량적인 상분석에서 다음과 같은 관계식을 이용한다.

$$W_p = \frac{S_p(ZMV)_p}{\sum_i S_i(ZMV)_i} \quad (3.1.2-3)$$

여기서 W_p 는 n 혼합물의 상 속에서 p 상의 무게분율이다. 그리고 S, Z, M 과 V 는 각각, Rietveld 크기인자, 단위셀당 원자수, 무게 그리고 부피 분율이다.

위와 같이 다른 방법 보다 상대적으로 쉽게 사용할 수 있는 XRD 회절선을 이용하여 잔류 오스테나이트의 정량분석을 할 수 있으며, 그 정확성을 피스바우어 분광분석, 중성자 회절법 등을 이용하여 확인될 수 있다.

(카) EBSD 을 이용한 상분석

미세조직(microstructure)는 주어진 상(phase) 내부에서 결정입자의 크기나 모양 분포 등과 관련된 용어이며 결정학은 결정내부의 구조와 대칭성을 포함하는 개념으로 특정 결정계 (crystal symmetry)에서 결정면의 배열과 관련된다 [Adam J. Schwartz 2000]. 미세구조와 결정학은 전통적으로 크게 두 가지 방법을 해석되어 왔다. 광학현미경이나 SEM 을 이용한 미세구조와 이미지 해석과 X-ray 와 TEM 을 이용한 집합조직 해석이다. 이러한 접근은 미세구조와 결정학사이의 연결고리의 부재를 낳게 되고 거시적인 방위들의 분포(집합조직)을 얻음에도 불구하고 개개의 결정들의 방위에 대한 정보는 얻을 수가 없다.

최근들어 보급되기 시작한 EBSD [Adam J. Schwartz 2000, S.I.Wright 1992, R.A.Schwarzer 1997, K.Z.Baba-Kishi 1989]는 SEM에 부착된 장치를 이용하여 kikuchi pattern을 분석함으로써 결정의 미세구조와 더불어 결정학적인 정보까지 얻게 된 새로운 기술이다. 즉 EBSD의 가장 큰 특징이라면 보통의 SEM에서 0.5 μm 의 공간분해능을 가지는 이미지와 더불어 결정학적 정보를 제공하는 회절데이터를 처리할 수 있는 능력을 겸비한 것이다. EBSD 방법은 미세구조와 결정학, 집합조직해석을 결합함으로써 미세집합조직(microtexture) 연구를 활성화시키고 있으며 상구분(phase identification : α -iron, γ -iron), 입계에 관한 연구(Grain boundary), 소성변형 등에 적용되고 있다. 현재 다양한 금속과 그 합금, 세라믹, 반도체, 초전도체 등의 연구에 이용되고 있다.

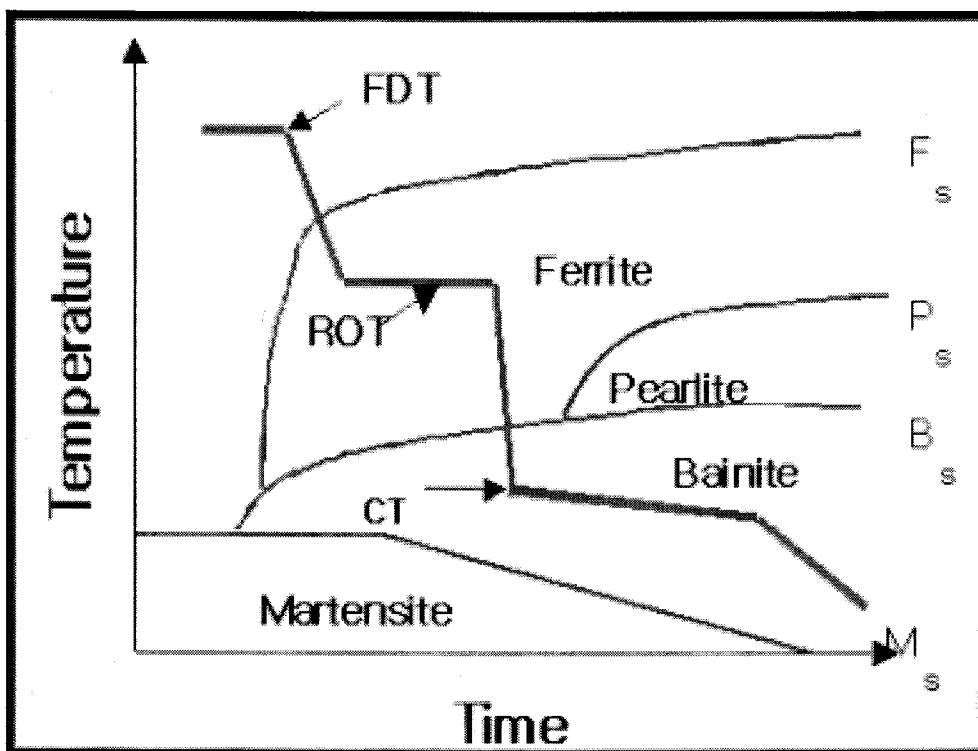


Fig. 3.1.2-33. Schematic diagram showing heat treatment of TRIP steel [H.N.Han 2001].

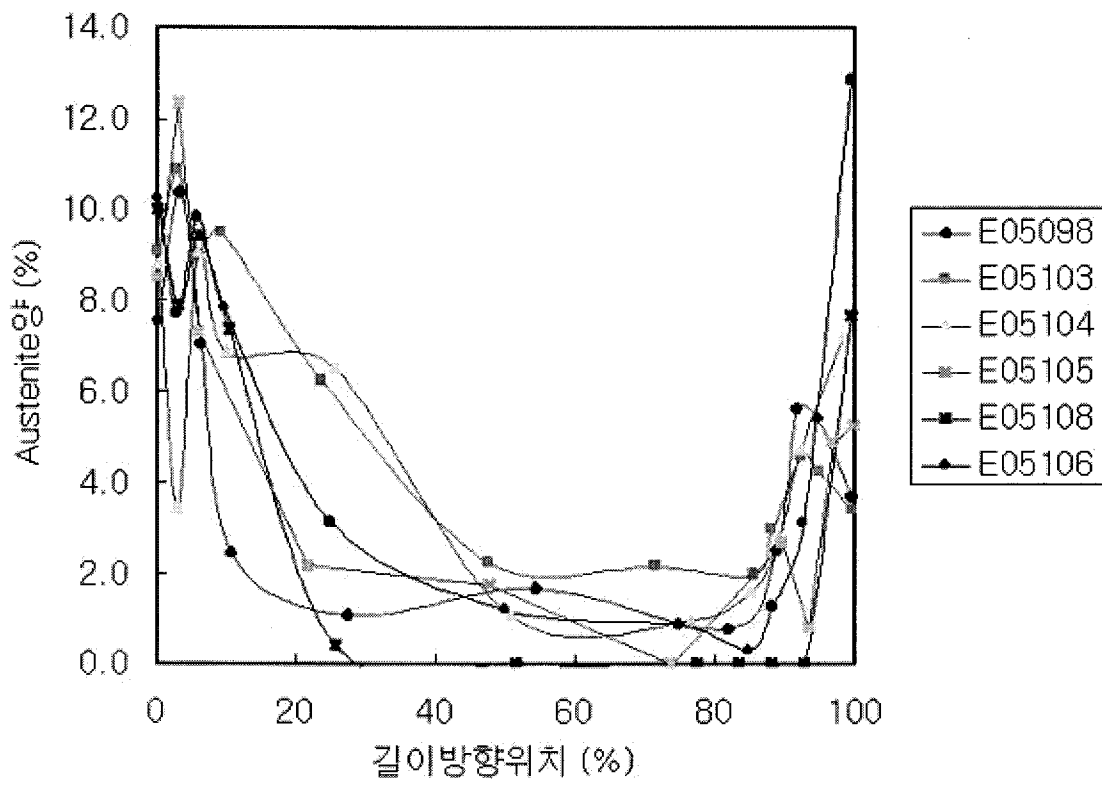


Fig. 3.1.2-34. Retained austenite distribution after coiling [H.N.Han 2001].

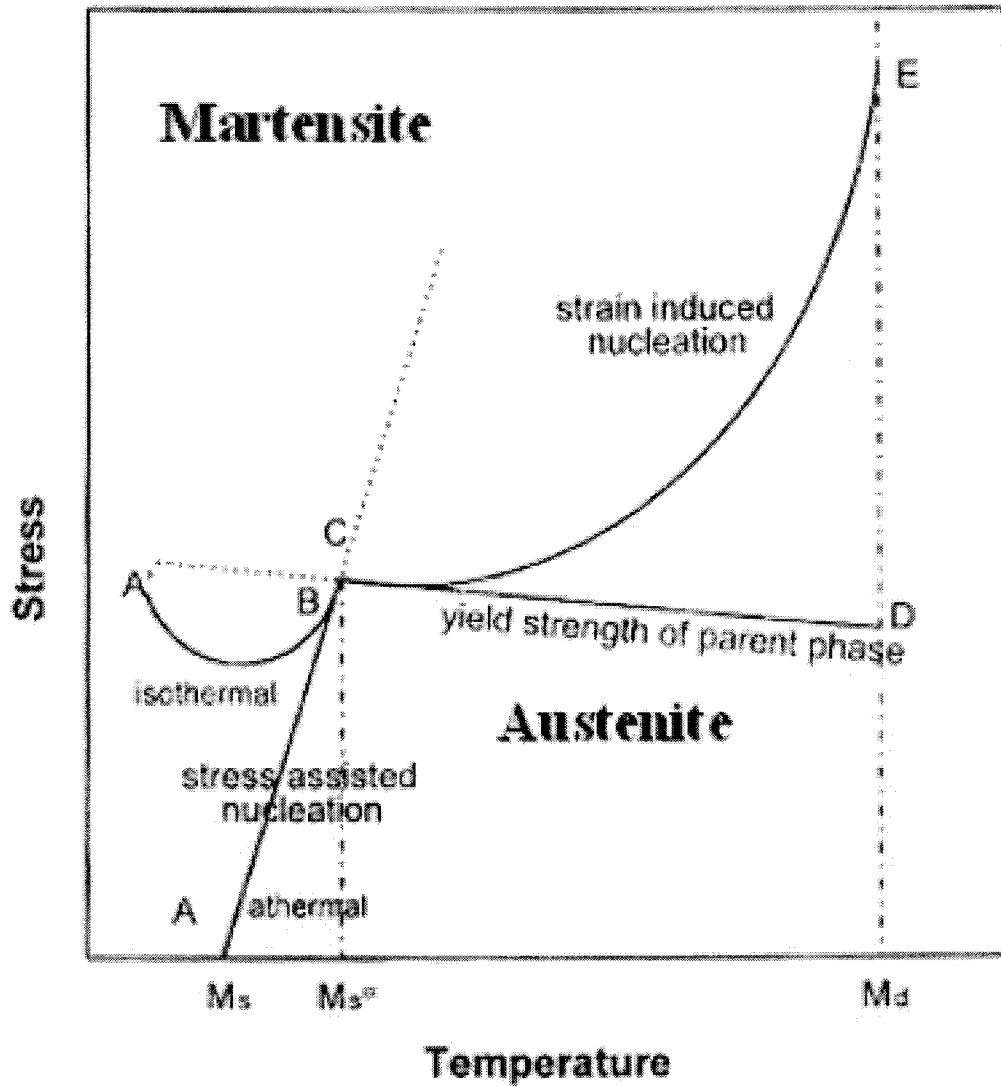
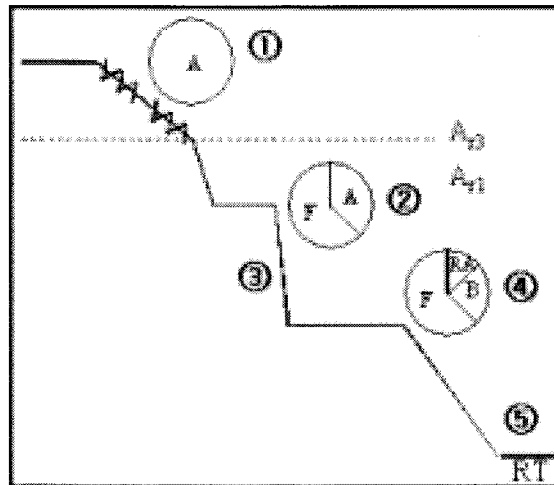
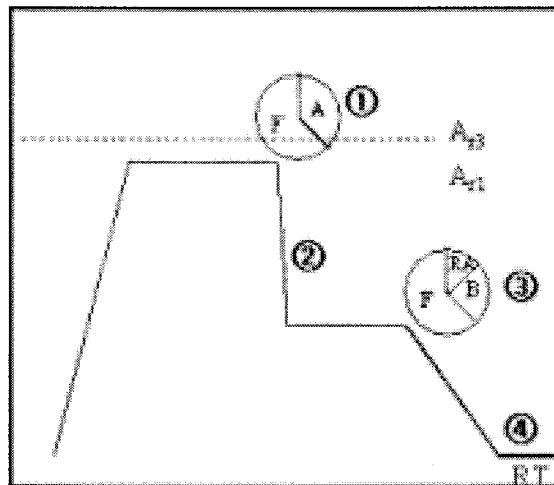


Fig. 3.1.2-35. Schematic diagram of the stress-assisted and strain-induced martensite transformation [G.B.Olson 1976].

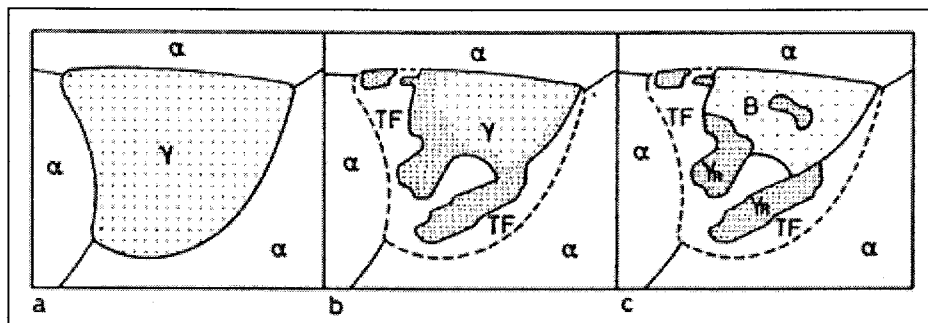


Controlled Hot Rolling Process



Inter-critical Annealing Process

Fig. 3.1.2-36 Schematic drawing for producing TRIP steels and microstructural change of (a) cold rolled TRIP steel and (b) hot rolled TRIP steel.




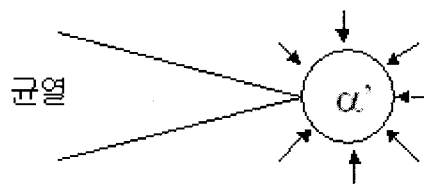

Bainitic Transformation Time

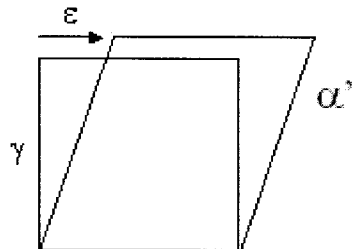
Fig. 3.1.2-37 Schematic procedures of the retained austenite formation
 [H.K.D.H. Bhadeshia 1992].

□ 넥킹 및 균열억제에 의한 연성향상



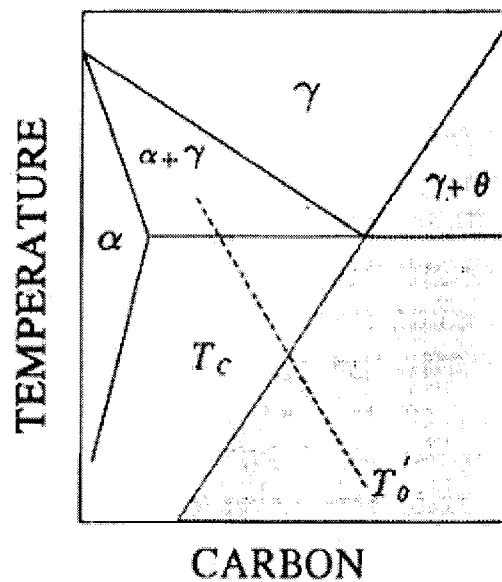
부피팽창에 의한 압축응력 발생
→ 균열전파 억제

□ Martensite transformation



- 1) Shear strain
- 2) Volume expansion :
0.02~0.05

Fig. 3.1.2-38 Schematic diagram for improved mechanical properties in TRIP steel [K.Sugimoto 1993].



***Bainite incomplete reaction theory : reaction sequence**

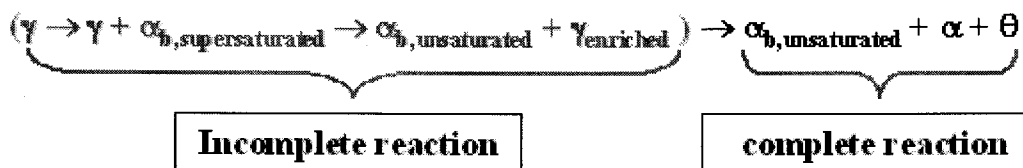


Fig. 3.1.2–39 Schematic diagram for bainite incomplete reaction theory in TRIP steel [H.K.D.H. Bhadeshia1992, A.Ali 1993, M.A.Yescas 2002, H.K.D.H Bhadeshia 1980].

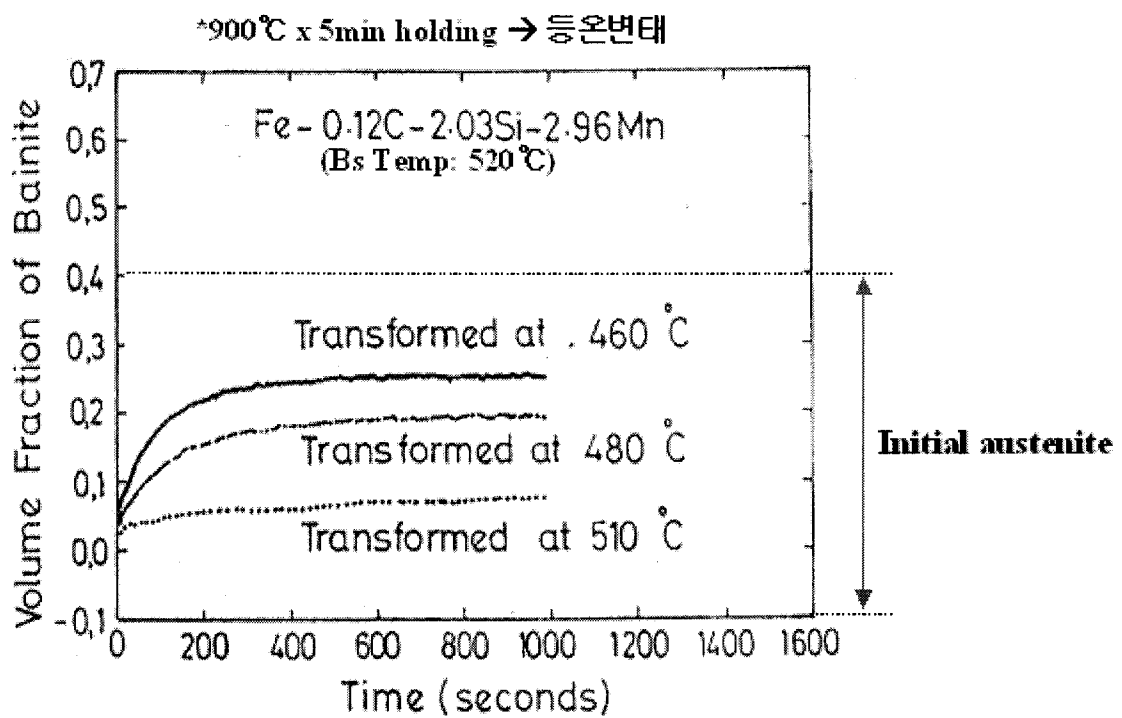
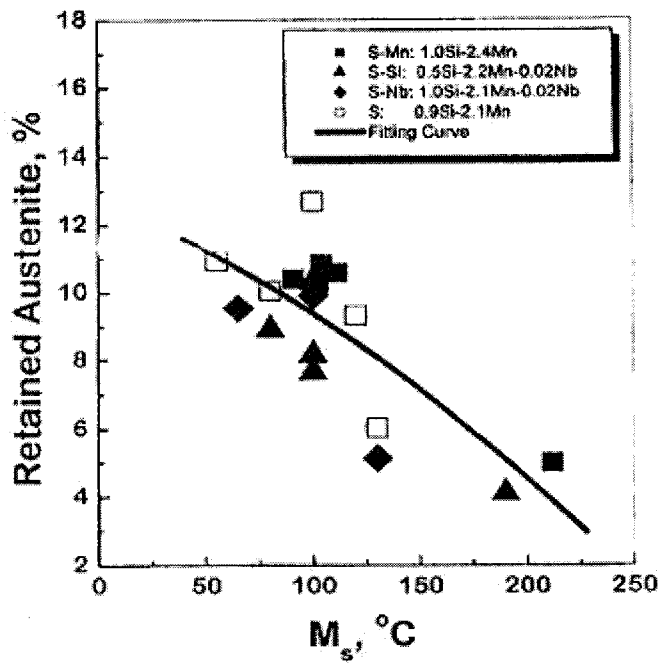


Fig. 3.1.2-40 Effect of isothermal transformation temperature on the relative length change observed by dilatometry during the formation of bainite below Bs temperature in alloy, but after a period, the decomposition slows down. [A.Ali 1993]



- 열처리 : 이상영역 (720~780 °C) → austempered 450 °C for 0-900s

Fig. 3.1.2-41 Volume fraction of retained austenite as a function of martensite start temperature, M_s , for various steels austempered at 450 °C for 0-900sec [S.C.Baik 2001].

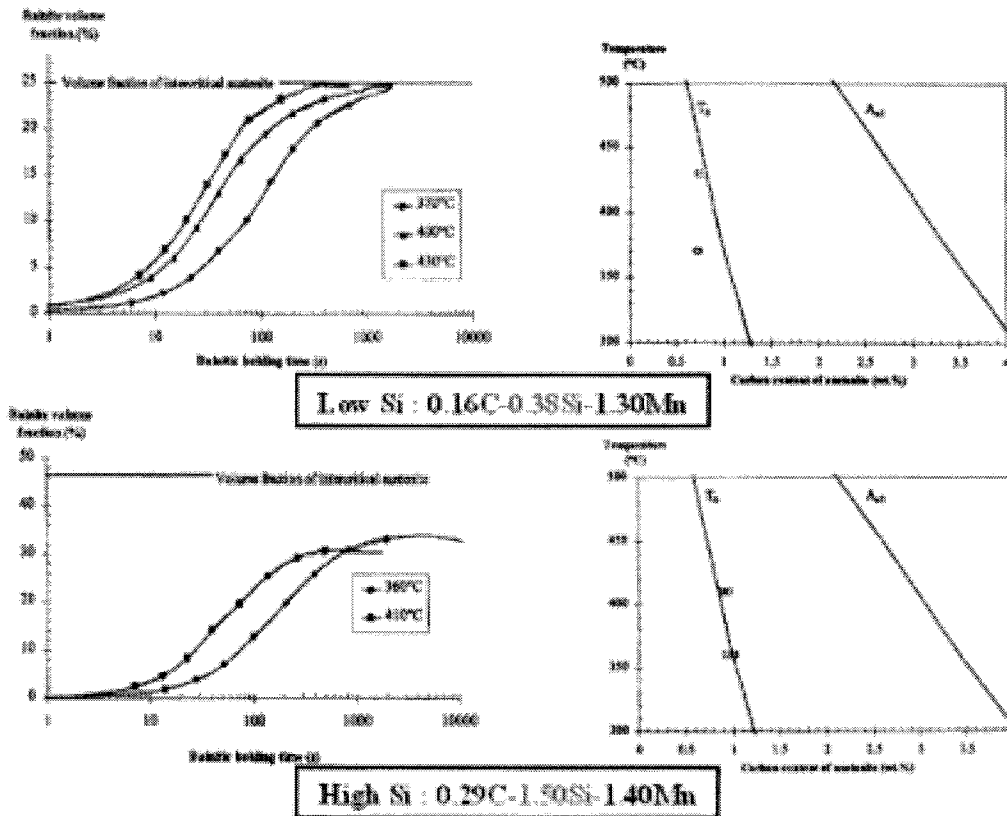


Fig. 3.1.2-42 Evolution of the volume fraction of bainite in steel High Si and low Si during isothermal holding at 360 and 410 °C (intercritical annealing was carried out at 760°C for 6 min) [Jacques et al 1999].

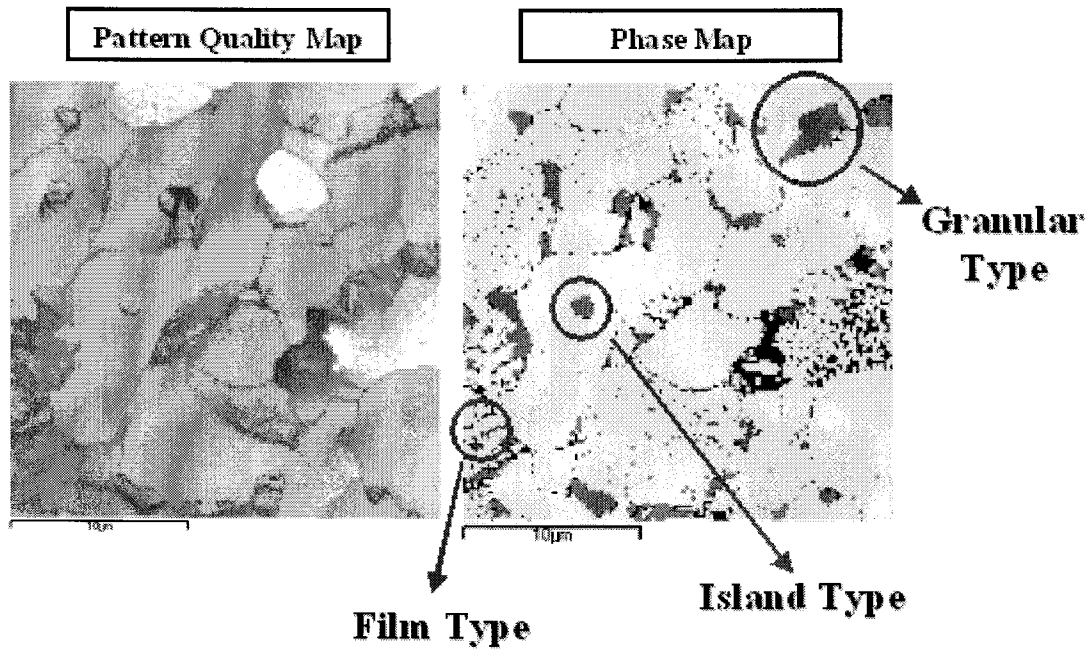


Fig. 3.1.2-43. Morphology of retained austenite with high resolution EBSD.

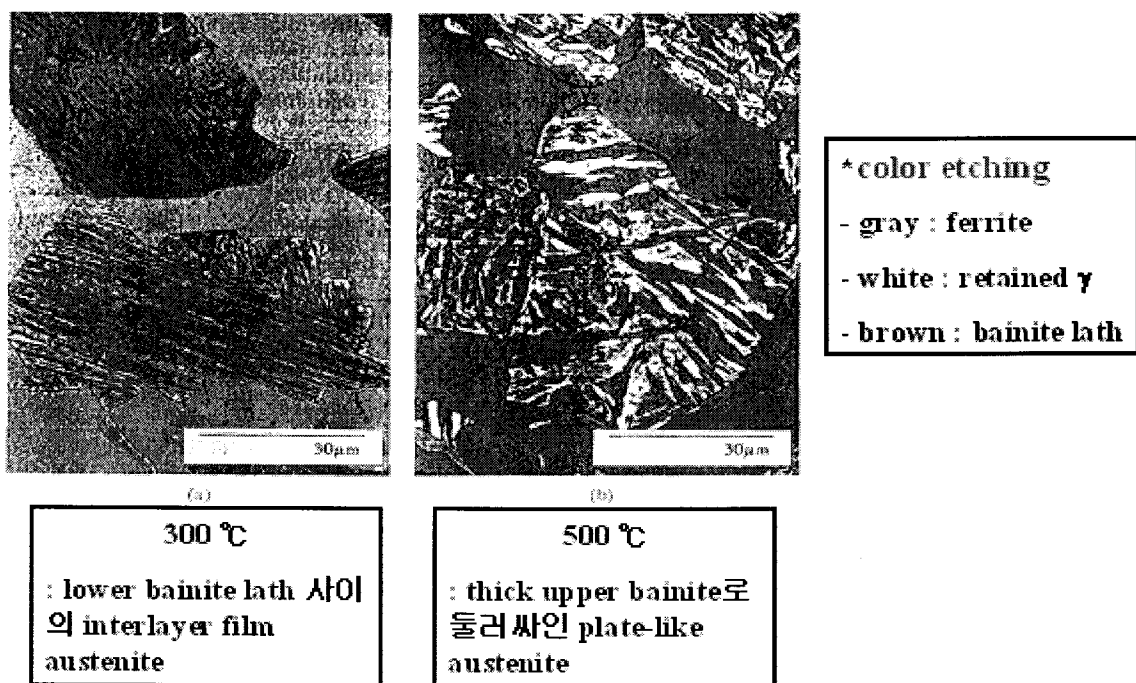


Fig. 3.1.2-44 Bainite 내 Film type 잔류오스테나이트의 형성온도에 따른 morphology.

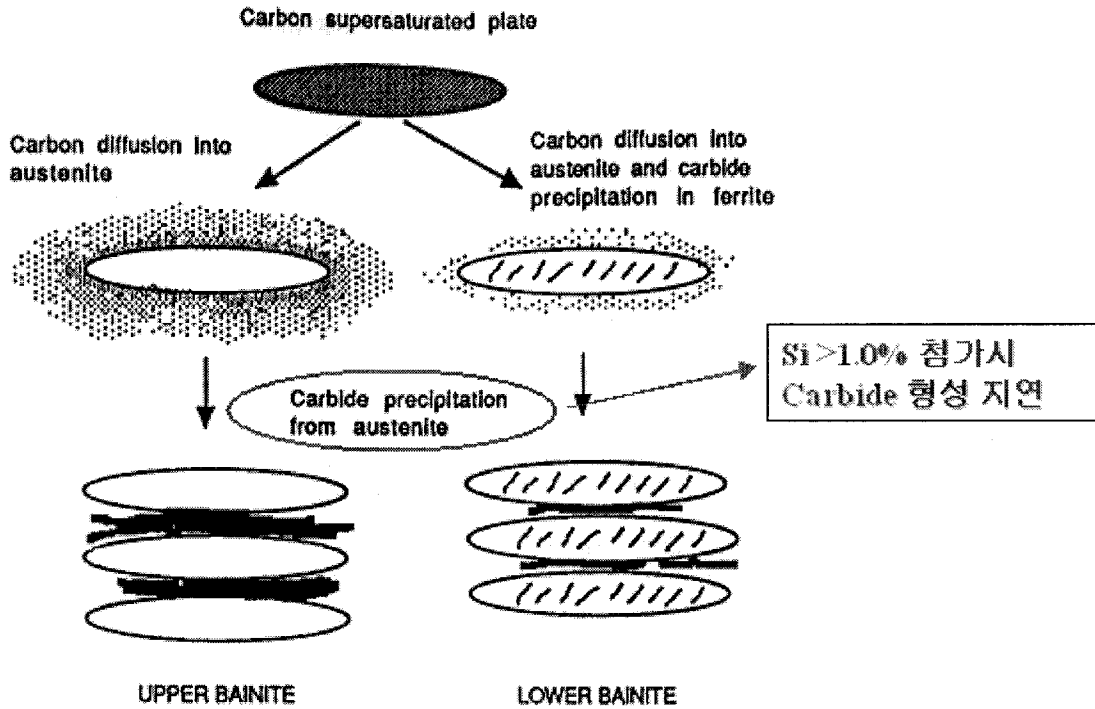


Fig. 3.1.2-45 Bainite transformation with isothermal temperature [H.K.D.H. Bhadeshia 1992].

구 분	잔류 위치	특 징	크 기
Film type	bainite lath boundary	재료의 파괴시까지 잔존	~1 μm
Island type	Ferrite 결정립내	매우 안정하여 거의 변태되지 않음	1μm 정도의 구형
Granular type	Ferrite 입계 or ferrite/bainite 입계	변형에 따라 점차적으로 마르텐사이트로 변태 → 연성향상에 기여	수 μm
Partly transformed type	Bainite 입내	Bainite로 변태되고 부분적으로 남은 γ	크기다양
Filmgranular type	ferrite/ferrite 입계	Intercritical annealing시 관찰	~2 μm

표. 3.1.2-9 Comparison of retained austenite morphology.

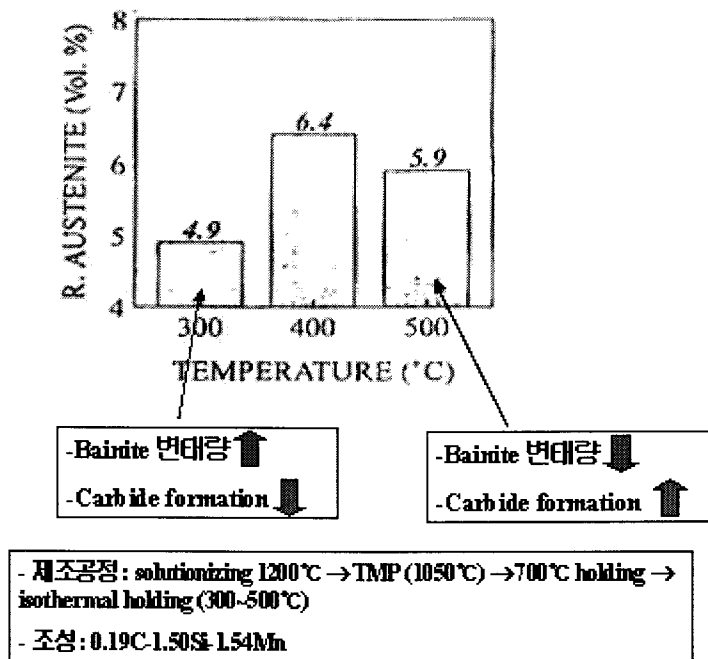


Fig. 3.1.2-46 Variation of the retained austenite with the temperature of bainite formation.

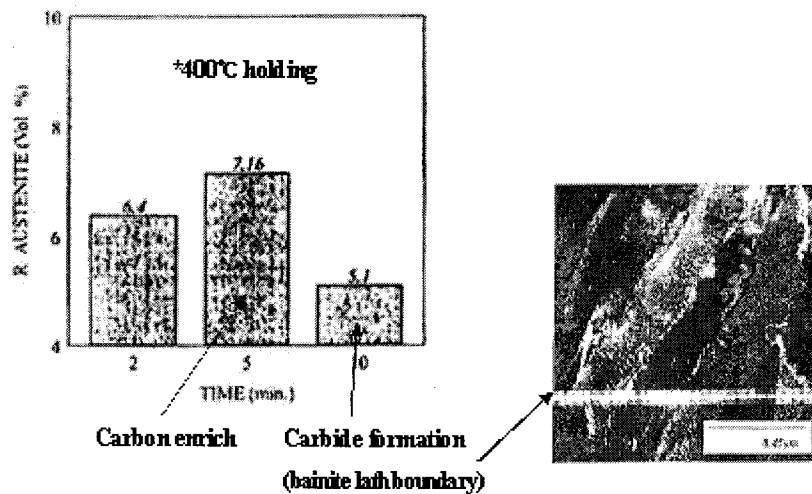


Fig. 3.1.2-47 Variation of the retained austenite volume fraction with holding time at 400°C in TRIP steel.

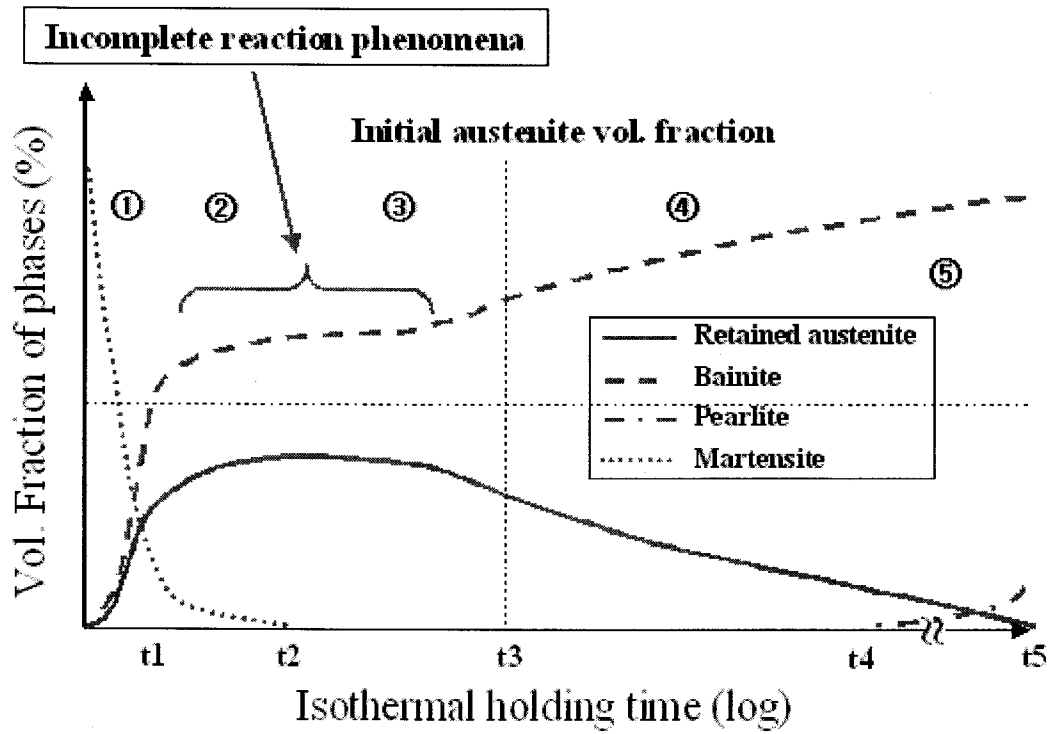


Fig. 3.1.2-48 Schematic diagram of volume fraction of transformed phases in isothermal holding time at arbitrary austempering temperature.

(2) 실험 방법

(가) 합금조성

본 연구에서 사용한 TRIP 강은 현재 가장 기본적인 TRIP 강의 조성으로 알려져 있는 C-Mn-Si 계와 함께 석출물 강화 효과를 위해 Nb 을 첨가한 강으로 그 조성은 다음의 표. 3.1.2-10 과 같다. 연구의 강재는 포항제철에서 생산한 4 차 시생산재를 사용하였다.

Table 3.1.2-10 Chemical composition of specimen (wt%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Nb	N	Fe
0.2	1.84	1.48	0.013	0.003	0.02	0.052	0.0038	Bal.

(나) Hot coil 모사 시험

열간압연 조건이 잔류 오스테나이트에 미치는 영향을 관찰하기 위하여 hot coil 모사시험을 행하였다. 이를 위하여 본 그룹에서 자체 제작한 변태소성측정장치 (fig. 3.1.2-49)에서 열처리 이력을 압연공정과 유사하게 모사하여 실험하였다.

열간압연 시편을 그림 3.1.2-49 과 같은 인장시험편 형태의 시편을 이용하였다. 시편은 중앙에 직경 0.5mm 의 T/C 를 용접하여 온도를 제어하였다.

재가열 온도는 950℃에서 3 분간 유지하였으며, FDT (870℃), 중간온도(ROT, 680℃), 권취온도를 거쳐 시편을 열처리하였다.

포항제철 4 차 시생산재의 열처리는 크게 3 가지로 나누어 시편을 생산하였다. 첫째, 고온에서의 상변태량을 결정하기 위해 0.5, 5, 10, 40 K/sec 로 연속냉각 (fig. 3.1.2-53)과 둘째, 고온에서의 압연조건을 모사를 통한 오스테나이트를 권취직전에 일정량 가지고 있는 상태에서 일정온도와 일정시간으로 austempering 하는 등온변태 (fig. 3.1.2-54), 셋째, 실제 냉각되는 코일의 edge 와 center 부의 열이력을 계산하여 계산된 열이력을 바탕으로 본 그룹에서 자체 제작한

변태소성측정장치를 통한 모사실험을 물로 냉각한 경우와 공냉하는 경우를 구분하여 실험하였다. (fig. 3.1.2-55)

(다) 잔류오스테나이트 측정

EBSO 패턴은 표면으로부터 10-20nm 두께의 매우 낮은 영역에서 생성된다. 따라서 시편의 표면 상태는 패턴의 질에 직접적인 영향을 미치게 된다. Fig. 3.4.는 기계 연마 후 표면에 잔류응력이 남아 있는 것을 보여주는 그림이다. 그림에서 보는 바와 같이 기계 연마에 의한 응력은 어느 정도 에칭을 한 후에도 시편 표면에 잔존하며 이는 패턴의 질을 급격히 떨어뜨린다. 따라서 이를 방지 하기 위한 방법으로 과도한 에칭, 산성 또는 알칼리성 성질을 갖는 콜로이달 실리카(Colloidal Silica)를 이용한 마무리 폴리싱, 전해 연마, 이온 빔 에칭, 세라믹 시편에서의 열간 에칭 등의 방법을 사용할 수 있다.

특히 표면상의 약간의 오염이나, 산화도 패턴 질에 쉽게 영향을 미치기 때문에 전해 연마나 에칭 후 시편의 세척 및 건조와 시편의 보관에 세심한 주의가 필요하며, 세라믹 재료나 그 밖에 차징(Charging)이 일어나는 물질의 경우에는 코팅 두께 조절에도 주의를 기울여야 한다.

본 연구에 사용된 EBSO 실험용 시편은 2000 번까지 사포로 연마한 후 STRUERS 사의 LectroPol5 전해 연마기를 이용하여 전해 연마하여 준비하였다. 전해 연마는 STRUERS 사의 A2 전해액(5% 2-Butoxyethanol, 25% Perchloric acid, 30% water, and 40% Ethanol)을 이용하여 시험하였다. A2 전해액의 경우 -5° C 에서 10V 전압과 18 flow rate 조건을 사용하여 30 초 동안 연마 후 필요에 따라 2V 전압과 16 flow rate 조건에서 1 초 동안 전해 에칭을 행하였다.

EBSO 실험에는 JEOL 6500F 모델의 Schottky 방식 FEG-SEM 을 사용하였고, EBSO 장치로는 Oxford 사의 INCA Crystal EBSO 장치와 프로그램을 사용하였다. 가속전압은 20KV, 탐침전류는 4nA 조건에서 실험하였으며 각각의 측정점에서의 EBSO 는 60~80ms 동안 집적되었다. 패턴 질의 저하가 있는 경우에는 집적시간을 90ms 까지 증가시켰다.

(라) 미세조직 관찰

전자현미경 관찰은 광학현미경과 주사전자현미경으로 관찰하였으며, 시편을 연마한 뒤 2% nital 용액으로 에칭후 관찰하였다. SEM 실험에 사용된 장비는 JEOL 6500F 모델의 Schottky 방식의 FEG-SEM 을 사용하였다.

오스테나이트 내의 탄소농도를 측정하기 위해서 HR-TEM (Jeol JEM-3000F)의 EDX 를 사용하였다.

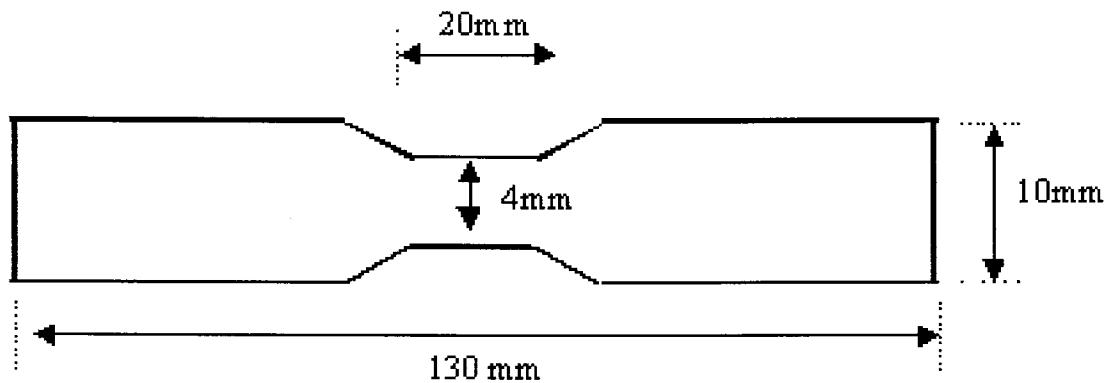


Fig. 3. 1.2-49 Schematic diagram of Specimen for heat treatment.

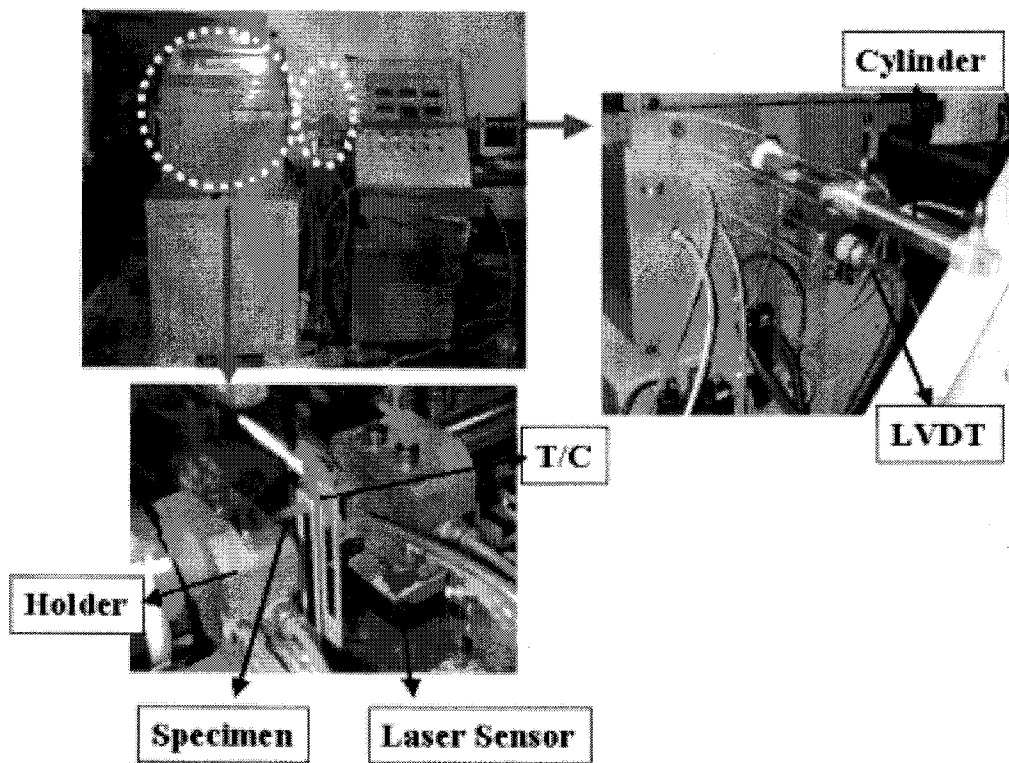


Fig. 3. 1.2-50 Experimental setup.

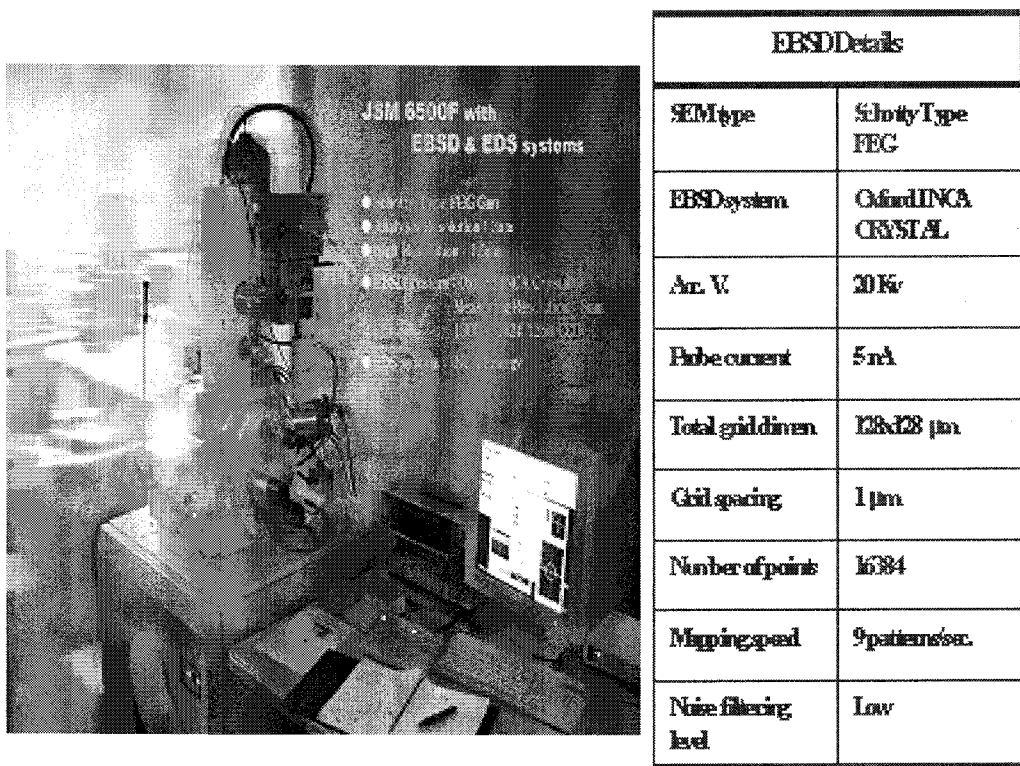


Fig. 3. 1.2-51 EBSD system (Jeol 6500F with Oxford INCA) at texture control lab. in SNU.

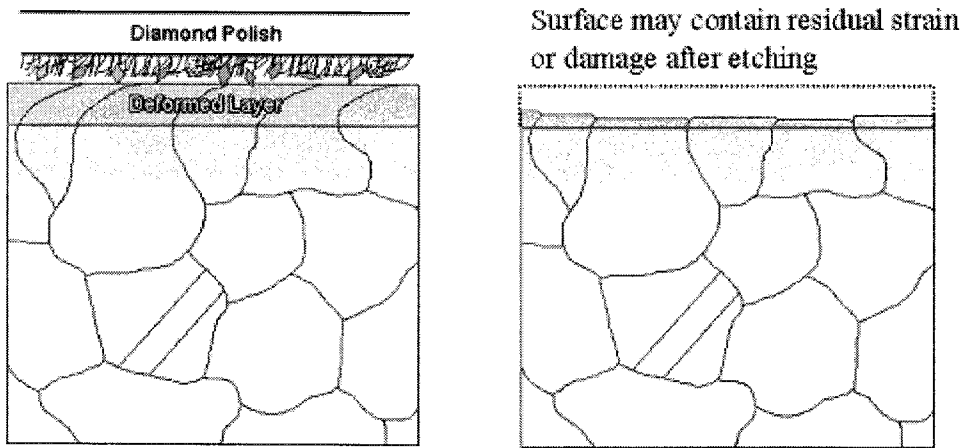
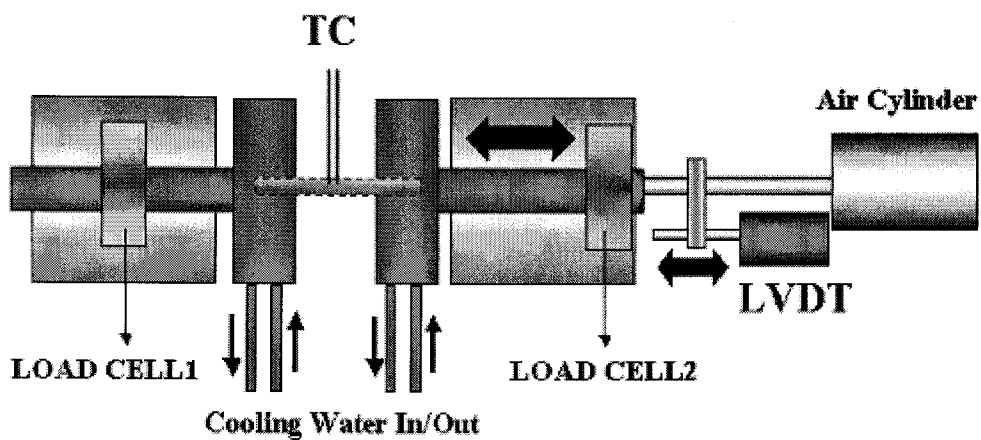


Fig 3. 1.2-52 Residual strain remaining after mechanical polishing



▪Schematic diagram of Grip part

Fig. 3. 1.2-53 Schematic diagram showing the configuration of the chamber

◆ 실험방법

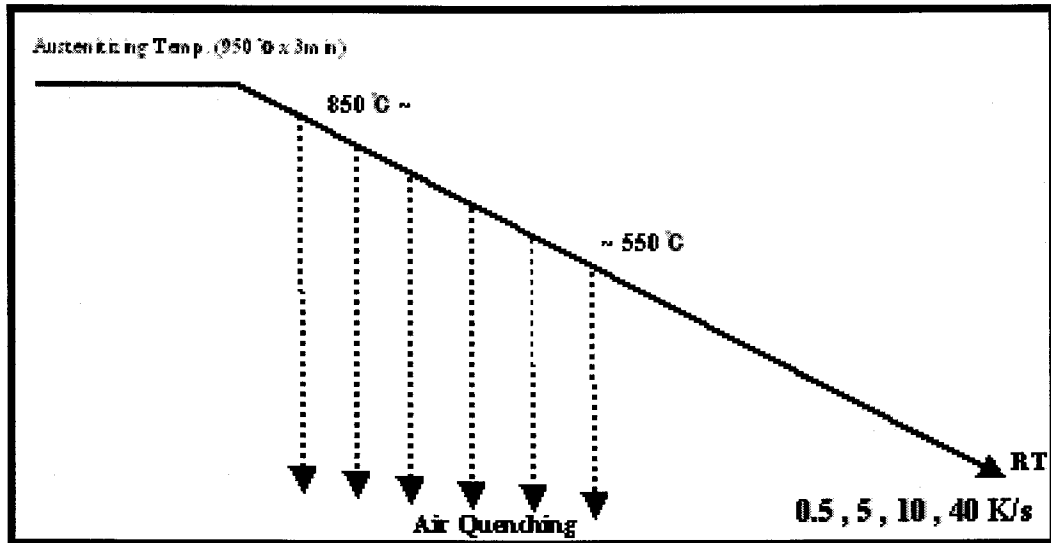


Fig. 3.1.2-54 Schematic diagram of heat treatment history of TRIP steel and chemical compositions.

◆ 실험방법 (압연조건 모사)

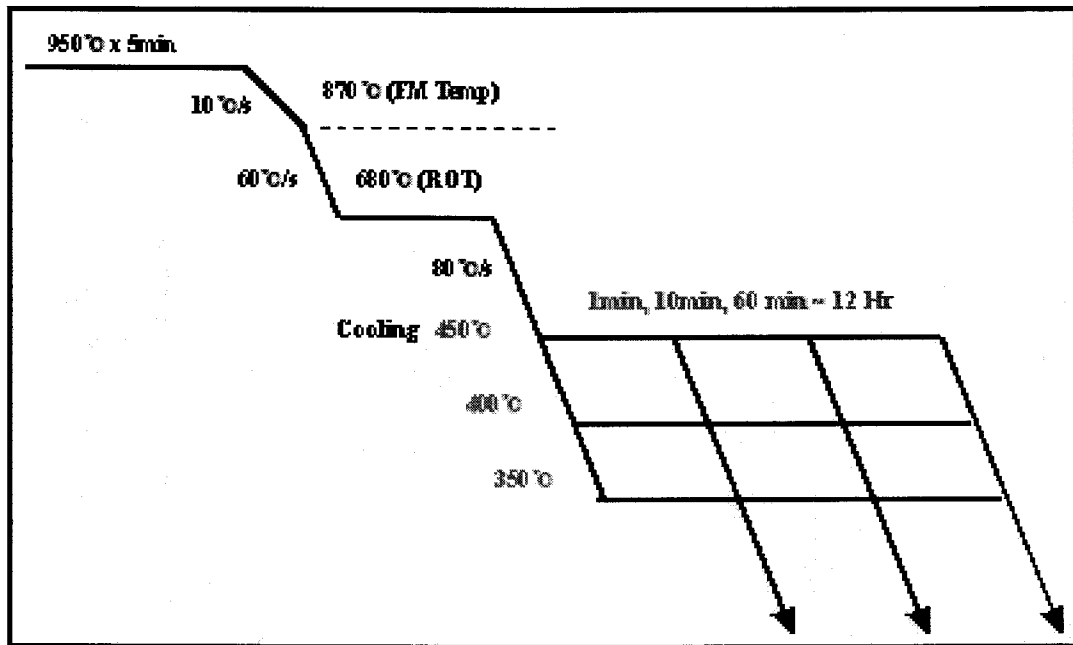


Fig. 3. 1.2-55 Schematic diagram of heat treatment history of isothermal holding transformation.

◆ 시험방법 (압연조건 및 냉각조건 모사)

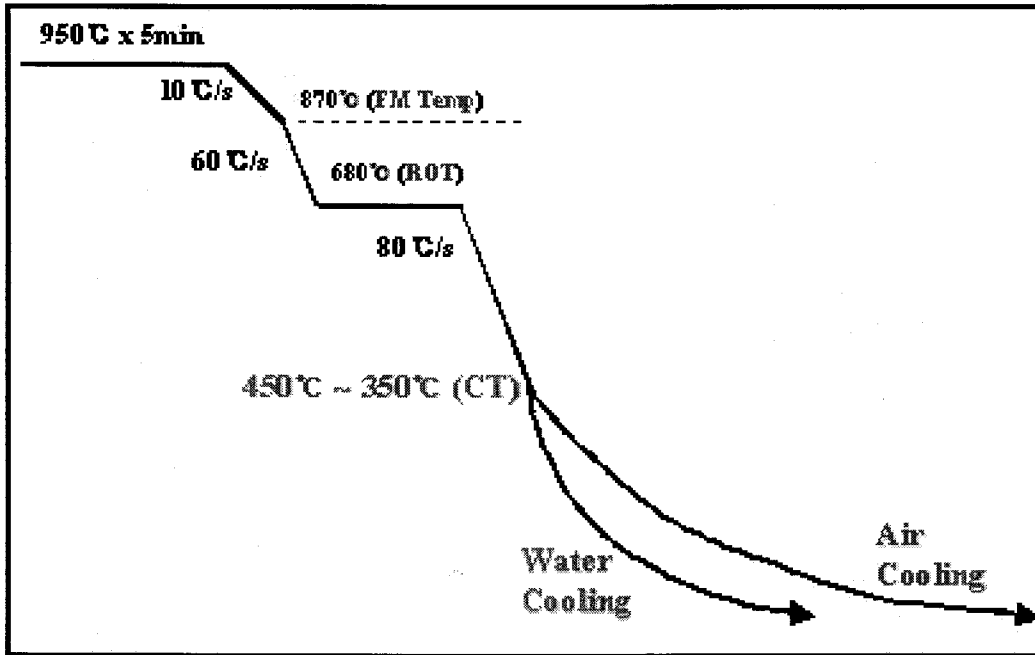


Fig. 3. 1.2-56 Schematic diagram of heat treatment history of real coiling cooling condition with air and water cooling.

(3). 결과 및 고찰

(가) 해석모델의 Flow chart

Fig. 3.1.2-57 는 개발된 해석모델의 program 흐름도를 보여주고 있다. 데이터 입력은 시간, 온도의 조합으로 입력되며, Thermo-Calc 에서 계산된 열역학 데이터를 이용하여 A3 이하 변태점에서의 석출가능한 최대 초석페라이트량을 기준으로 입력된 시간과 온도에 따른 각 단계의 페라이트량을 계산하게 되며 이때 Avrami 식과 가산법칙을 이용하여 베이나이트와 펄라이트의 분율을 계산한다. 이때 생성된 페라이트와 베이나이트에서 방출된 탄소가 오스테나이트에 enrich 되며, 최대 1.7wt%까지로 가정하였으며, ferritic bainite 의 탄소함유 정도는 0.18wt%, 초정페라이트의 탄소함유는 0.0072wt% (Thermo-Calc DB)라고 가정하였다. 계산시 각 단계마다 생성된 상분률로 output 이 발생되며, 이때 냉각의 조건이 빠른 냉각으로 Ms 온도를 통과하게 된다면 Marburger-Koistinen eq.에 의해 마지막 단계의 일정량 carbon enrich 된 오스테나이트가 마르텐사이트로 변태시 사용될수 있게 고안되었다. 프로그램의 종료는 마지막 단계의 시간, 온도의 input 이 없는 경우 자동으로 종료되도록 하였다.

(나) 연속냉각시 예측된 상분률

Fig. 3.1.2-58 는 Thermo-Calc 로 계산된 Fe-C-Mn-Si 상변태도 이다. 그려진 상태도는 포항제철 4 차 시생산재인 0.186wt%C - 1.48wt%Mn - 1.84wt%Si 성분계를 기준으로 그려졌으며, 이들 데아타 베이스에서 얻어진 초석페라이트의 최대 부피분율을 각 input 단계의 온도에서의 최대 생성될수 있는 부피분율로 가정하였으며, 이를 각 온도에 따른 초석페라이트의 부피분율로 그리면 Fig. 3.1.2.-59 과 같다.

개발된 모델은 크게 450℃를 기준으로 나누어지며, 450℃이상의 고온에서는 포항제철에서 개발한 모델의 상수를 사용할 수 있음을 fig. 3.1.2-60~3.1.2-63 를 통해 확인할 수 있었다. 표 3.1.2-11 은 포항제철 (한홍남 박사)에서 작성된 고온 (450℃이상)의 온도에서 사용이 가능한 Avrami eq 의 k, n 상수를 나타냈다. 표 3.1.2-11 의 상수를 가지고 각각의 냉각속도에서 4 차시생산재로 냉각시험으로

측정된 상분률과 계산결과를 Fig. 3.1.2-60~3.1.2-63 에서 보여주고 있으며, Fig. 3.1.2-62 의 연속냉각 10K/s 의 베이나이트와 펄라이트의 분률에서의 약간의 차이를 제외하고는 잘 일치하고 있다.

Fig. 3.1.2-64 은 본 연구의 권취온도 직전에서의 상분률을 결정하기 위하여 상기의 모델로 계산된 그림 (a, b)을 보여주고 있으며, 그림 (c, d)는 ROT 바로 직후 급냉하여 측정된 조직을 보여주고 있으며, 계산결과와 측정결과가 잘 일치하고 있음을 보여주고 있다. 그림 3.1.2-65 는 권취 과정의 코일중심부분과 모서리부분에 대해 개략적으로 보여주고 있다. 그러므로 본 연구에서는 페라이트 62%, 베이나이트 18%, 오스테나이트 20%, 펄라이트 0%를 권취직전의 상분률을 기준으로 모델링하였다.

(다) 권취시 상변태 모델

통상 권취과정을 거친 열연 코일은 공랭에 의한 냉각과정을 거치면서 코일 내부가 권취온도에서 상당 시간노출 되게 된다. 그러므로 코일의 위치에 따른 미세조직의 불균일이 형성되는데 이를 유사하게 모사하기 위해서 권취 온도까지는 현장조업과 유사하게 모사 하였고, 그 후 권취 되는 온도와 시간의 변화를 주어 오스테나이트의 안정성을 관찰하였고 그 결과를 토대로 모델을 개발하였다.

일반적으로 베이나이트는 페라이트와 탄화물의 혼합상으로 알려져 있다. 그러나 보통 TRIP 강 내에서는 카바이드가 존재하지 않는 carbide free bainite (ferritic bainite)로 존재한다. Bhadeshia 등은 Si 이 다량 첨가된 강의 경우 베이나이트 변태 처리시 C 의 활동도를 높여 카바이드 형성을 억제하여, 카바이드가 존재하지 않는 베이나이트가 형성된다고 하였다. 일부 연구자들은 이러한 조직을 bainitic ferrite 로 명명하기도 하였다. 또한 이 경우 fully bainite 변태로 bainite 의 lath 를 구성하는 bainitic ferrite (unsaturated ferrite)와 Fe₃C 등의 carbide 생성물과 secondary ferrite 생성으로 완전한 bainite 변태를 하는 complete reaction 이 어느 기간동안 억제된다고 보고되고 있다. 이는 문헌조사에서 설명한 bainite incomplete reaction theory 로 본 연구의 권취 조건 (등온 변태 조건)의 400℃에서 관찰된 결과를 설명할 수 있다. 즉, 400℃에서 1 분간 유지한 경우 약 4.0%의 오스테나이트가 잔류했지만 10 분 유지시에는 7.2%가 잔류되었다. 그 후 시간이 지남에 따라 60 분에서는 약 3.0%의 오스테나이트가 잔류함이 확인되었다. 이것은 Fig. 3.1.2-48 의 등온 변태 시간에 따른 bainite 변태에 대한 모식도에서

설명이 된다. 즉, 400°C에서 1 분간 유지한 경우 초기 오스테나이트량은 일정량 정해져 있고 1 분까지 유지되는 동안 bainite 변태에 따른 오스테나이트로의 carbon enrich 정도가 적으므로 인하여 오스테나이트의 안정성이 낮은 것들은 상온까지의 냉각에 의해 martensite 로 변태되며, 그나마 어느 정도 carbon enrich 되어 안정성이 높은 오스테나이트가 상온까지 잔류하게 된다. 이때 측정된 값이 약 4.0%의 잔류오스테나이트이다. 그 후 bainite 변태가 진행됨에 따라 bainite incomplete reaction phenomena 에 따라 carbon enrich 된 오스테나이트의 양이 증가할 것이고 그에 따라 400°C에서 10 분간 유지한 경우 7.2%의 오스테나이트가 잔류하게 된 것이다. 그러나 이미 설명했듯이 bainite incomplete reaction phenomena 는 어느 기간동안 bainite 변태를 억제할 뿐이지 종료하는 것이 아니기 때문에 400°C에서 60 분간 유지할 경우와 같이 오스테나이트의 carbide enrich 정도가 To 선을 넘어서게 되며 이때 과포화된 carbon 은 carbide 로써 석출되게 되어 오스테나이트의 안정성을 저감시키게 되고 이로 인해 bainite 변태가 일어나게 되며, 서서히 bainite 변태에 의한 오스테나이트의 분율 저하로 연결되게 된다.

권취시 측정된 실험결과를 가지고 Rosenberg hill climbing procedure 의 non-linear curve 의 optimization 을 하여 모델 fitting 한 결과가 Fig. 3.1.2-66~3.1.2-69 이다. 모델 fitting 은 실제냉각상태의 코일의 center 와 edge 의 냉각조건에서 실험한 결과를 토대로 실시하였으며 그중 350°C의 결과가 Fig. 3.1.2-66 에 표시하였다. Fig. 3.1.2-67 의 경우 400°C 권취시의 결과를 토대로 모델의 fitting 을 한 그림으로 350°C에 비해 거의 모든 data 에서 정확하게 fitting 되고 있다. 마찬가지로 Fig. 3.1.2-68 는 450°C의 fitting 결과를 표시하고 있다.

전술한 것처럼 350°C보다 400°C의 fitting 결과가 더욱 우수하게 나타났는데, 이것은 두가지의 원인으로 인한 것으로 판단된다. 첫째는 본 연구에서의 ferritic bainite 의 carbon 함유량이 0.18%라고 가정한 것인데, 실제 여러 가지 문헌에서는 이보다 더 많은 양의 carbon 량을 제시하고는 있으나, 약간씩의 성분계의 차이로 정확하게 본 실험강종과 부합하지는 않는 상태이다. 그리고 본 연구에서는 이 0.18%의 함유량이 모든 권취온도 즉, 350°C, 400°C, 450°C에서 동일하다고 가정하였는데, 실제적으로 낮은 온도에서의 carbon 이나 다른 오스테나이트 안정화 원소인 Mn 등의 치환형합금의 확산속도는 350°C에서 가장 낮을 것으로 예상된다. 또한 그것과 반대로 낮은 권취온도에서의 To 선 (ferrite 와 오스테나이트의 free energy curve 가 같아지는 선) 은 일반적으로 오스테나이트에

carbon 이 enrich 될수 있는 최대값으로 제시되고 있는데, 본 연구에서는 그양을 최대 1.7%로 모든 권취 온도에서 동일하다고 가정하였다. 그러므로 온도에 따른 가정들의 변화에 의해 400°C에 비해 350°C의 fitting 값이 잘 안 맞을 수 있는 가능성이 있다고 판단된다.

둘째는 Ms 식이다. 본 연구에서 사용한 Ms 식은 일반적인 TRIP 강에서 범용적으로 많이 사용하는 식을 사용하였는데, 실제 350°C 권취의 계산에서 austempering 의 초기단계를 제외하고는 모든 영역에서 martensite 가 발생하지 않는 것으로 계산되었다. 실제 계산된 오스테나이트의 탄소량과 Ms 식을 적절하게 조합한다면 350°C 권취의 경우도 우수한 fitting 값을 얻을 수 있었으나, 본 실험에서 확인되지 않는 사항이라 모든 온도의 권취에서 동일한 가정을 사용하였다

이러한 결과를 토대로 실제 냉각이력에서 각 조건별로 실험된 오스테나이트 양과 계산된 결과를 Fig. 3.1.2-69 에서 보여주고 있다. 코일의 수냉한 경우의 edge 부의 빠른 냉각으로 인해 martensite 가 발생되는 것이 확인되었다.

Fig. 3.1.2-70 는 계산되고 측정된 400°C 등온변태 및 실제냉각조건이 적용된 공냉한 edge 부의 유지시간에 따른 오스테나이트내 탄소량을 나타냈다. 본 연구에서 가정한 ferritic bainite 내의 탄소량과 오스테나이트 내에 최대 enrich 될 수 있는 탄소량의 적절한 가정이 잘 맞고 있음을 보여주고 있다. 본 실험에서 사용한 EDX 는 Jeol JEM-3000F 로 일반적으로 high resolution TEM 이라 명명된 장비를 사용하였으나, data 의 error 율이 상당히 높아 분석의 신뢰도는 낮은 편이라 판단된다. 예를 들어 0.80% carbon 의 경우 error 율은 +/- 0.30% 이었으며, 상대적으로 높은 1.78% carbon 의 경우 error 율은 +/- 0.50%로 경량원소인 탄소량의 정량분석의 한계를 보여준다.

상기와 같은 가정과 실험값에 따른 모델의 fitting 결과 권취온도 영역 (450°C이하)에서 결정된 Avrami eq.의 k, n 값은 표 3.1.2-12 와 같다.

Fig. 3.1.2-71~3.1.2-74.은 본 연구에서 등온변태 및 실제냉각조건에 따른 열이력을 가진 시편들의 EBSD 분석결과를 보여준다.

Fig. 3.1.2-75 는 표 3.1.2-12 와 같이 결정된 Avrami eq.의 상수로 실험값에 대한 계산결과를 보여준다. Fig. 3.1.2-76 은 실제 실험을 모사한 것이고 Fig. 3.1.2-75.는 austempering 시 오스테나이트가 겪는 열이력에 따른 모사를 계산한 것이다. 전술한 것과 같이 350°C에서의 fitting 결과의 차이가 등온변태에서도 유사한 양상으로 나타났다. 즉, 탄소 enrich 량의 속도가 400°C의 경우에는 적절한데, 350°C의 경우는 kinetic 이 빠른 경향을 나타내어, 오스테나이트의

peak 값이 실험결과에서는 4hr 이었으나, 계산에서는 약 20 분에서 나타나는 것으로 계산되었다. 그러나 권취온도 전 영역에서 전체적인 오스테나이트의 경향을 파악하는데는 가능한 결과로 판단되어졌다. Fig. 4.26 의 실험결과와 같은 열이력을 준 경우는 전술한 바와 같이 Marberger-Koistinen eq.을 사용하여 계산하였다.

Fig.3.1.2-77 은 권취의 실제냉각조건으로 계산한 결과와 실험결과를 도시하였다 이 경우도 등온변태와 유사한 양상이 관찰되었으며, 전술한 바와 같이 350℃의 빠른 kinetic 으로 인해 오스테나이트에 많이 enrich 된 탄소량에 의해 실험값보다 많은 양의 오스테나이트가 잔류되는 것으로 계산되었으나, 400℃와 450℃의 경우는 실험값에 상당히 잘 일치되는 것을 보이고 있다. Fig.3.1.2-78 은 실험치를 모사하기 위해 실험과 같은 열이력을 부여한 경우의 결과로 Fig.3.1.2-77 과 유사한 결과를 보이고 있다.

Fig. 3.1.2-79 는 문헌조사를 토대로 작성된 등온변태에서의 모식도를 계산으로 구현한 결과를 보이고 있다. 전술한 등온변태의 모식도는 Fig. 3.1.2-80.에 제시하였으며, 이 모식도는 문헌조사를 통해 오스테나이트가 등온변태의 실험시 변태되는 전체상을 대략적으로 그린 그림이었다. 본 연구과제의 마지막으로 등온변태의 임의의 온도인 380℃에서 등온변태시간에 따른 전체 변태상의 변화를 도시한 것이 Fig. 3.1.2-39 이다. 이며 도식적으로 예측한 그림 Fig.3.1.2-48 과 본 연구에서 완성한 모델의 결과로 보아 문헌에 의한 모식도가 상당히 정확했음을 보이고 있으며, 완성된 모델도 권취온도 전 영역에서 전체적인 오스테나이트의 경향을 파악하는데는 가능한 결과로 판단되어졌다.

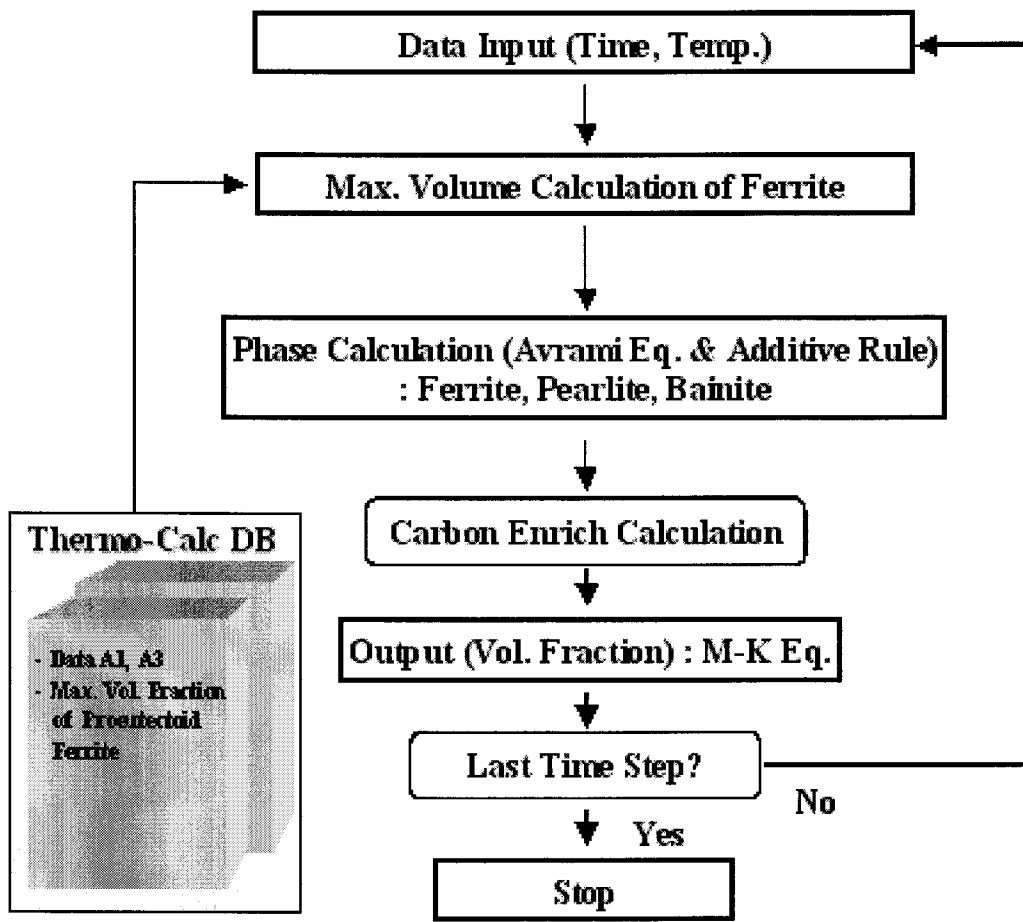
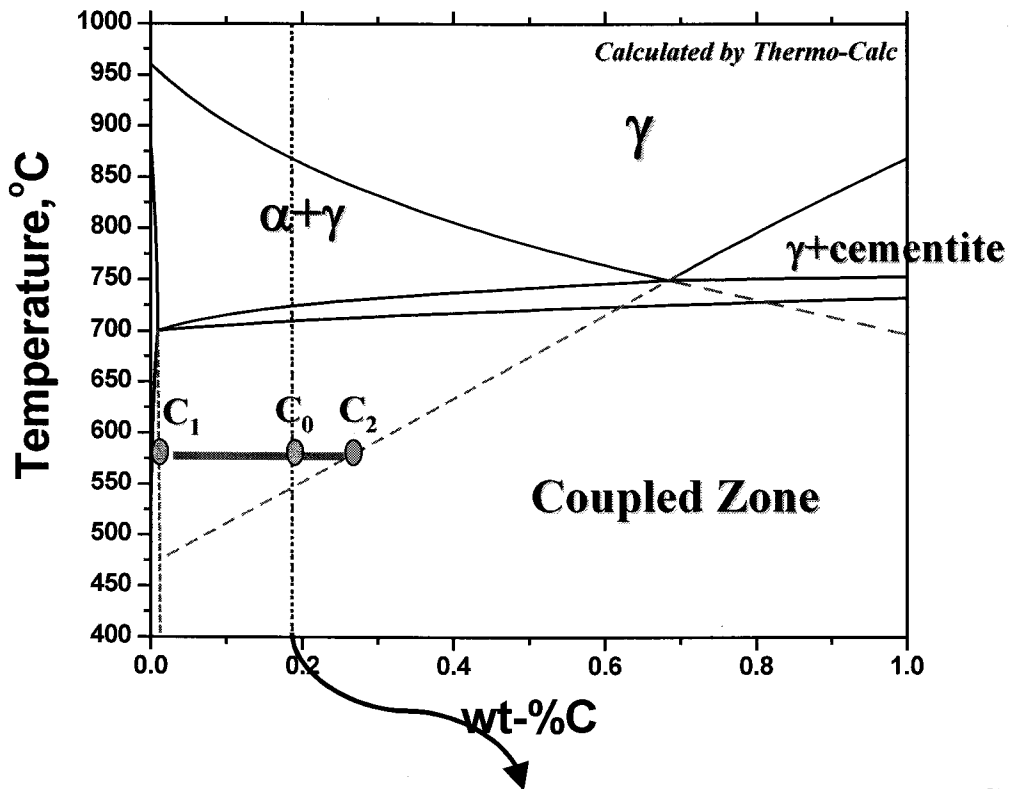


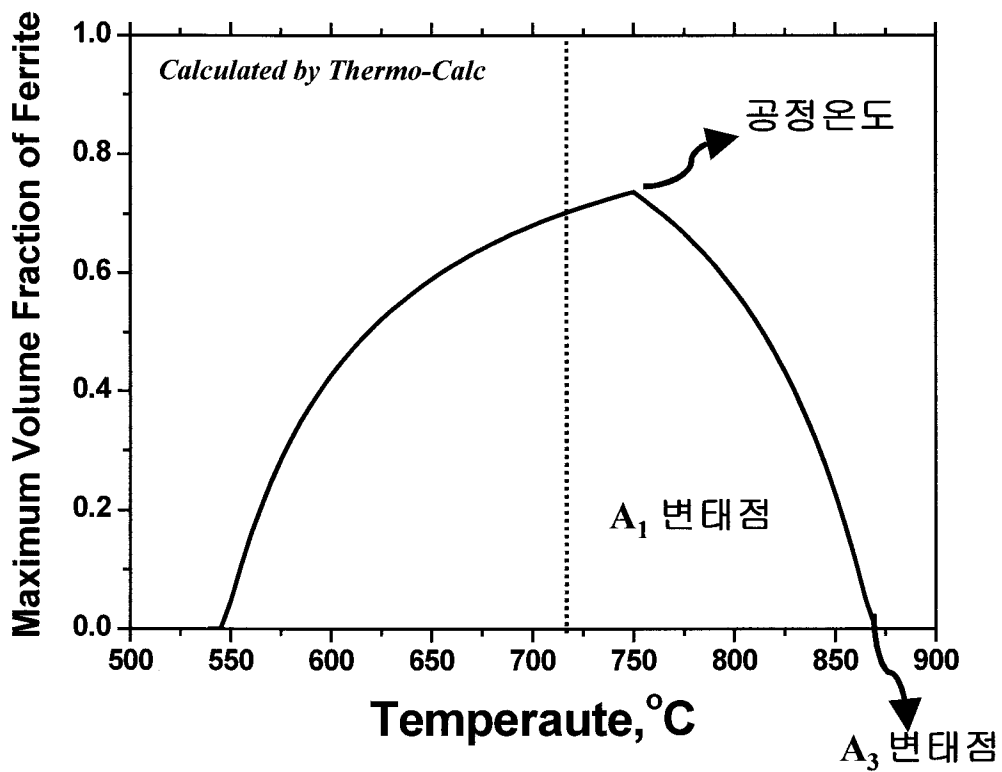
Fig. 3.1.2.-57 Flow chart of analysis model program.



초석Ferrite의 최대분율 = Avrami Eq.의 $X^e = \frac{C_2 - C_0}{C_2 - C_1}$

*4차시생산재 : 0.186C-1.48Mn-1.84Si-0.052Nb

Fig. 3.1.2.-58 Section of the Fe-C-Mn-Si phase diagram corresponding to 1.48 wt.% Mn - 1.84 wt.% Si as calculated by Thermo-Calc.



초석Ferrite의 최대분율 = Avrami Eq.의 X^0

Fig. 3.1.2.-59 Calculated maximum volume fraction of ferrite in TRIP steel

	ln (k)	n
$\gamma \rightarrow \alpha$	$- 2.58445 + 1.845 \ln (AGS) + (4.5407 + 167.707 [\%C_\gamma] - 67.201 [\%C_\gamma]^{1/2}) \ln (T_{Ae3}-T) + (-35684 - 877455 [\%C_\gamma] + 374207 [\%C_\gamma]^{1/2}) / T$	$0.8674+1.7506 [\%C_\gamma]+0.0583 [\%Mn]$
$\gamma \rightarrow$ Pearlite	$67.0701 + 0.759 \ln (AGS) + (-10.807-24.843 [\%C_\gamma] + 36.527 [\%C_\gamma]^{1/2}) \ln (T_{Ae1}-T) + (-152682 - 165562 [\%C_\gamma] + 226039 [\%C_\gamma]^{1/2}) / T$	1.5
$\gamma \rightarrow$ Bainite	$30.598 + (6.682 + 15.969 [\%C_\gamma] -15.920 [\%C_\gamma]^{1/2}) \ln (T_{bs}-T) + (-68431 - 109596 [\%C_\gamma] - 113532 [\%C_\gamma]^{1/2}) / T$	1.5

Table. 3.1.2.-11 Values of constants k and n from equation for various phase transformations of TRIP steel over 450 °C temperature.

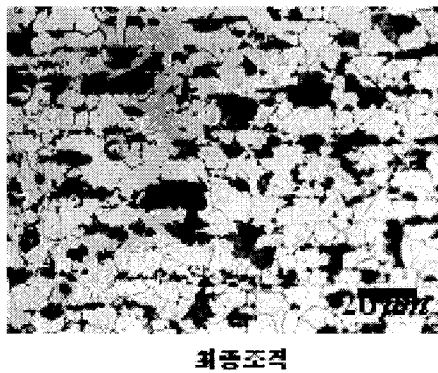
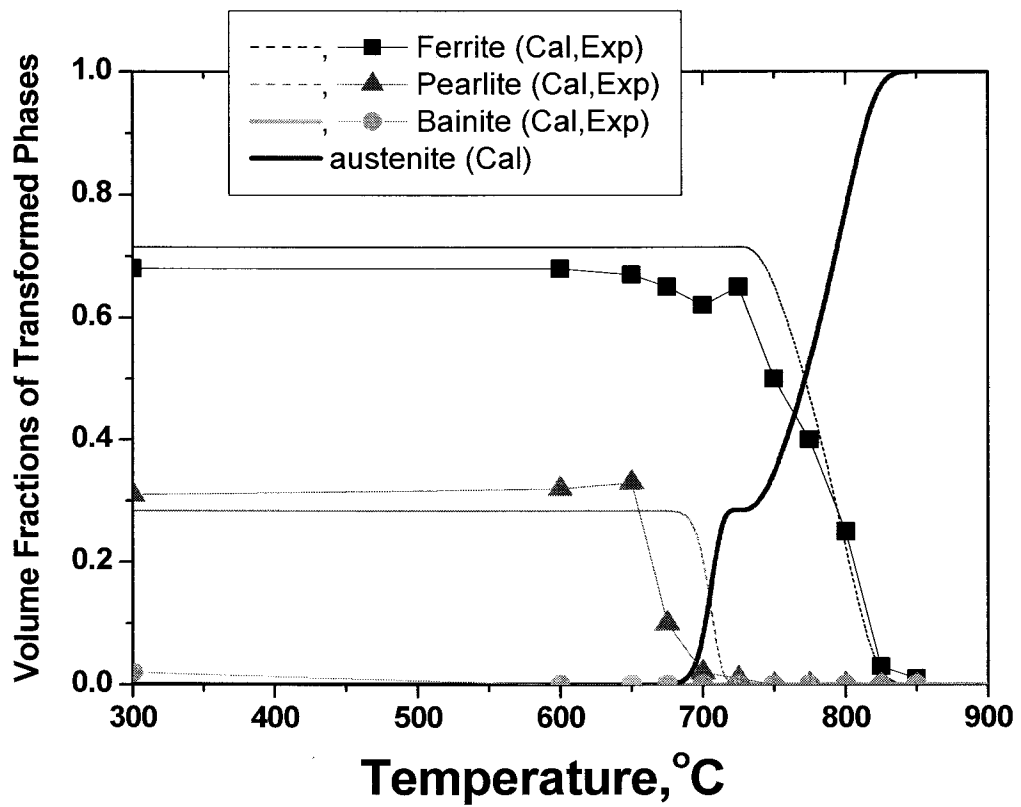
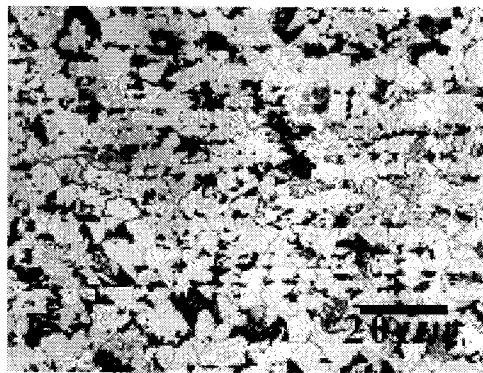
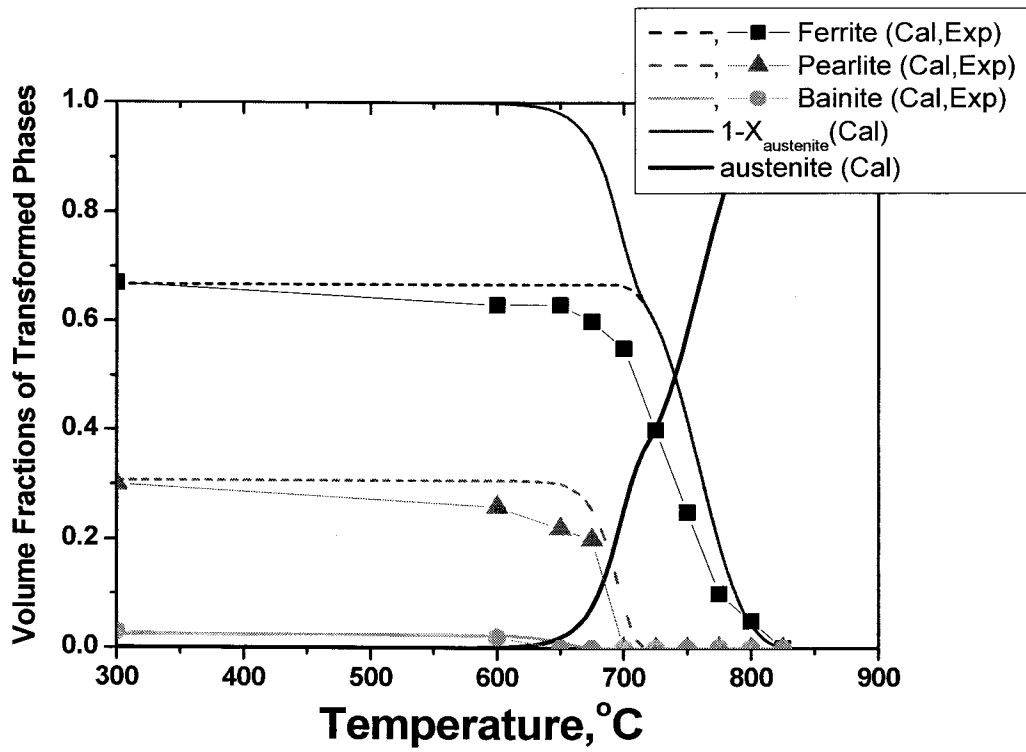
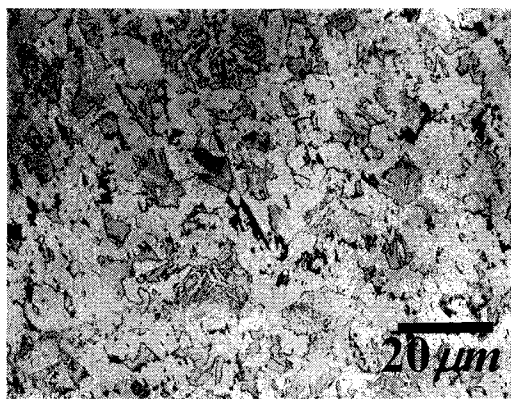
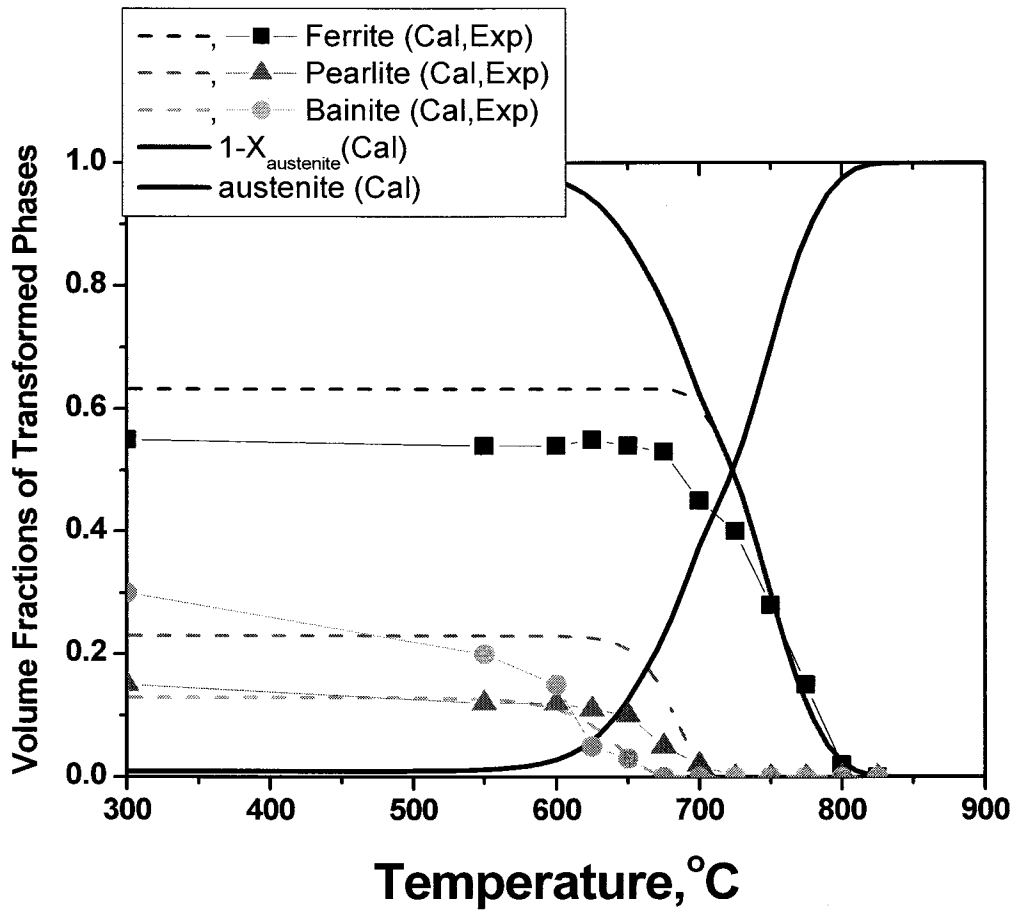


Fig. 3.1.2.—60 Calculated and measured phase fractions with corresponding microstructures of TRIP steel during continuous cooling at 0.5 K/s.



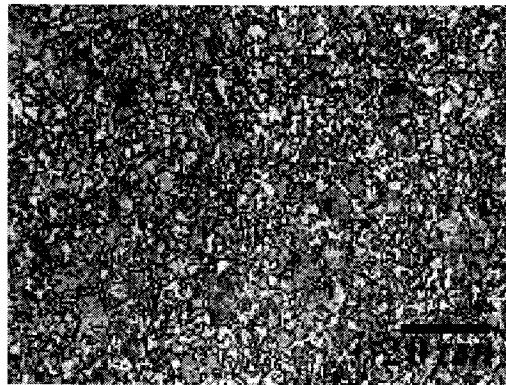
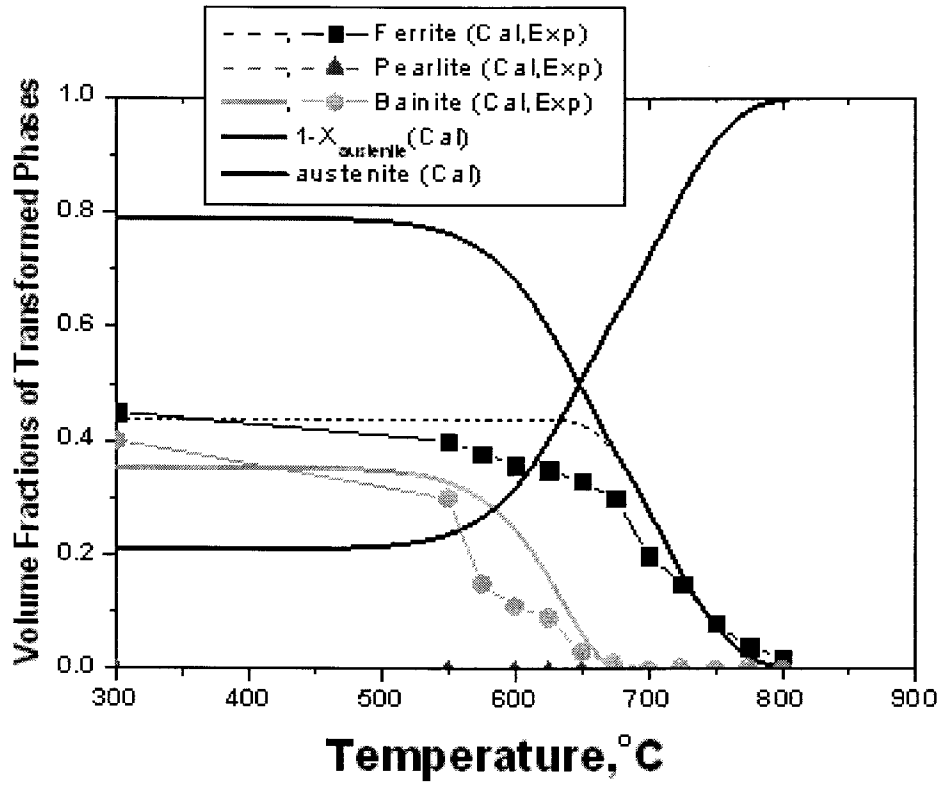
최종조직

Fig. 3.1.2.-61 Calculated and measured phase fractions with corresponding microstructures of TRIP steel during continuous cooling at 5 K/s.



최종조직

Fig. 3.1.2-62 Calculated and measured phase fractions with corresponding microstructures of TRIP steel during continuous cooling at 10 K/s.



최종조직

Fig. 3.1.2-63 Calculated and measured phase fractions with corresponding microstructures of TRIP steel during continuous cooling at 40 K/s.

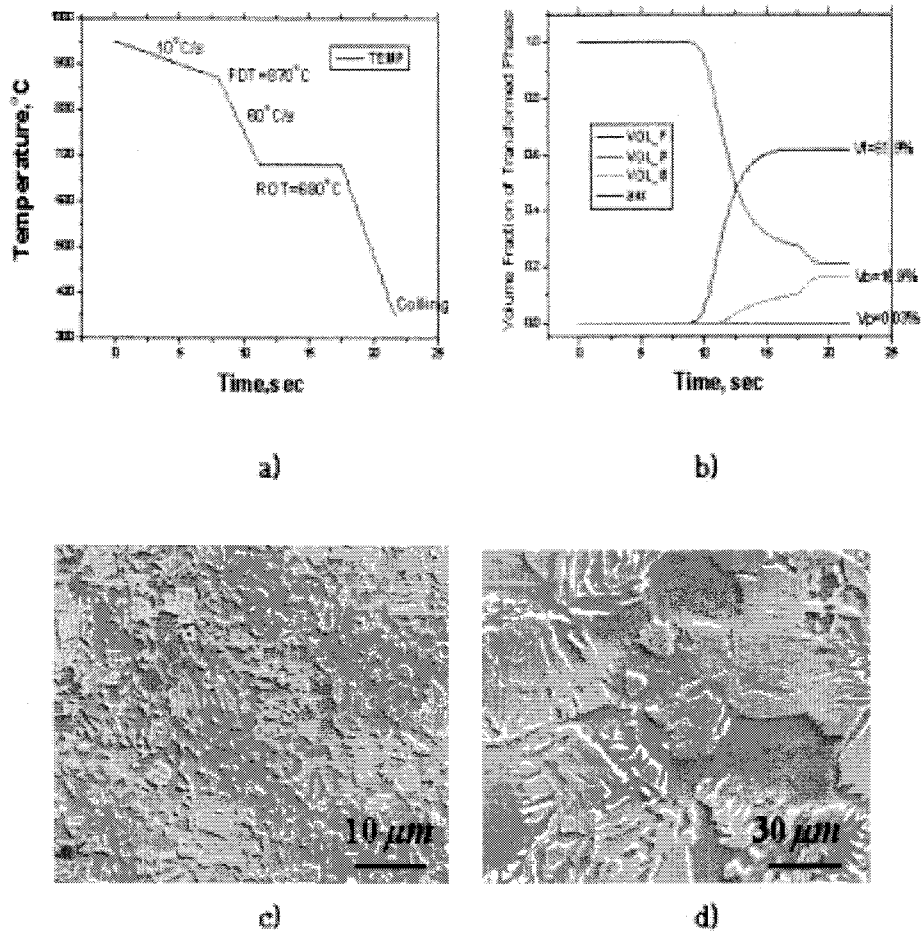


Fig. 3.1.2.-64 Temperature histories (a) and phase histories (b) for TRIP steel on runout table and quenching microstructure just after ROT (c, d)

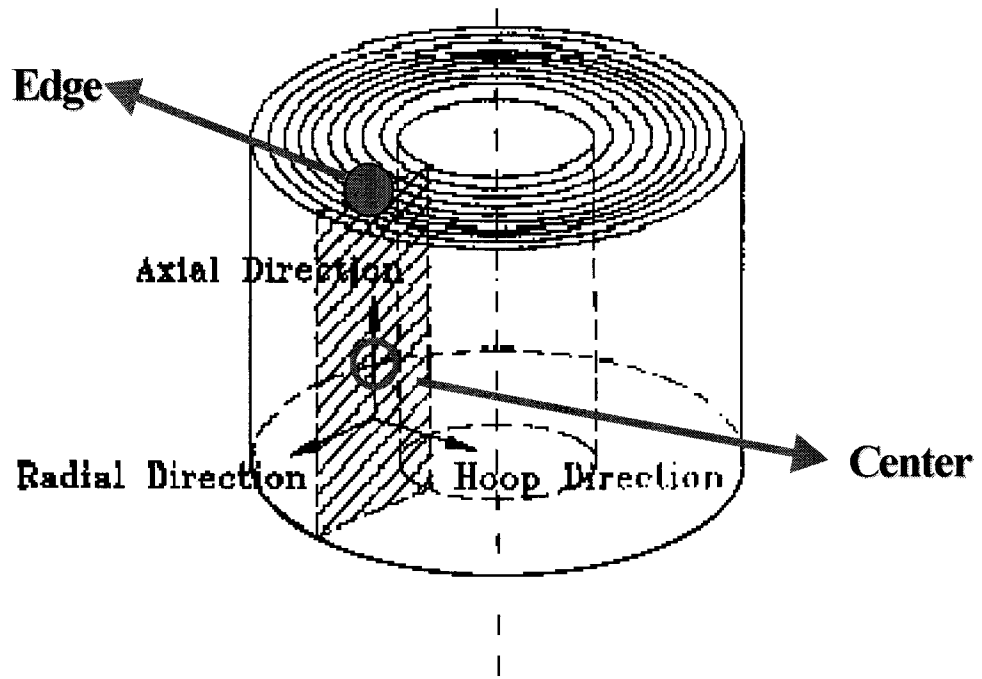


Fig. 3.1.2.-65 Position of coil center and edge.

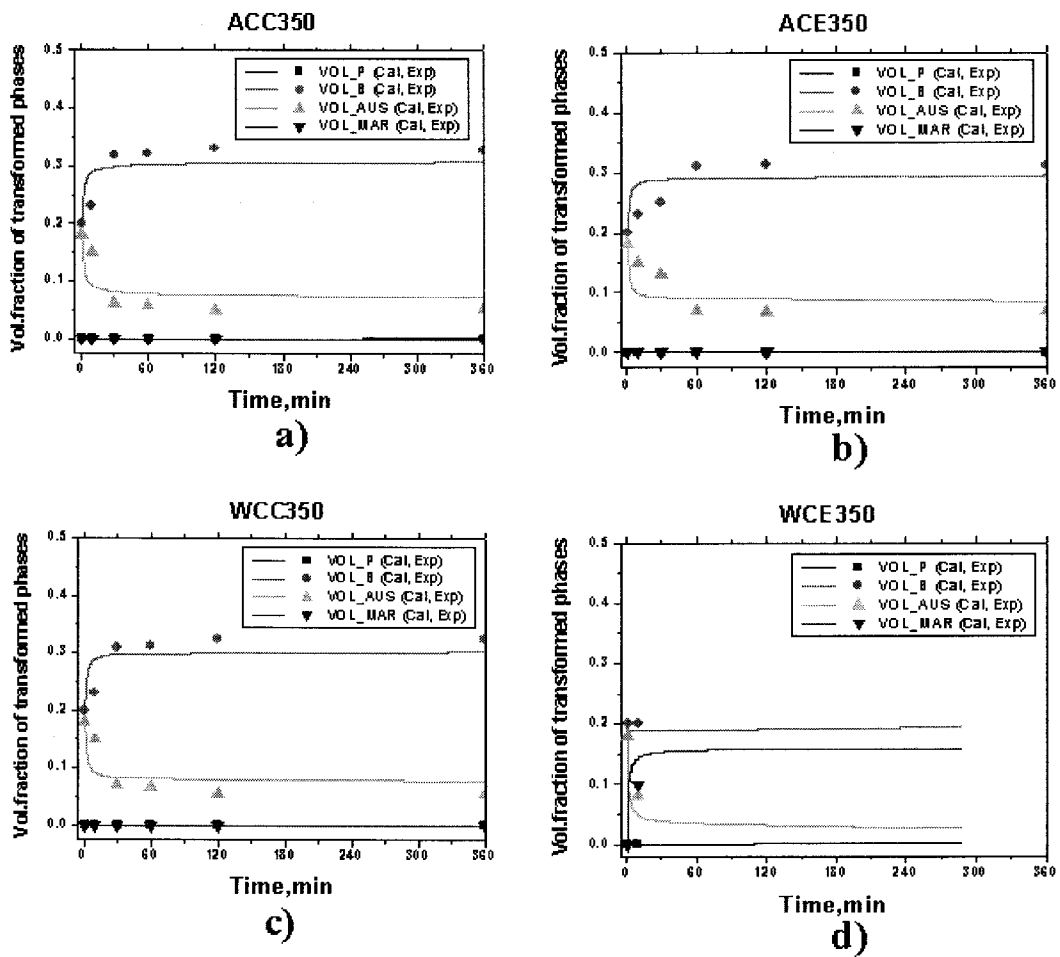


Fig. 3.1.2.-66 Model fitting during real cooling simulation heat treatment at 350°C. a) Air cooling center, b) Air cooling edge, c) Water cooling center and d) Water cooling edge.

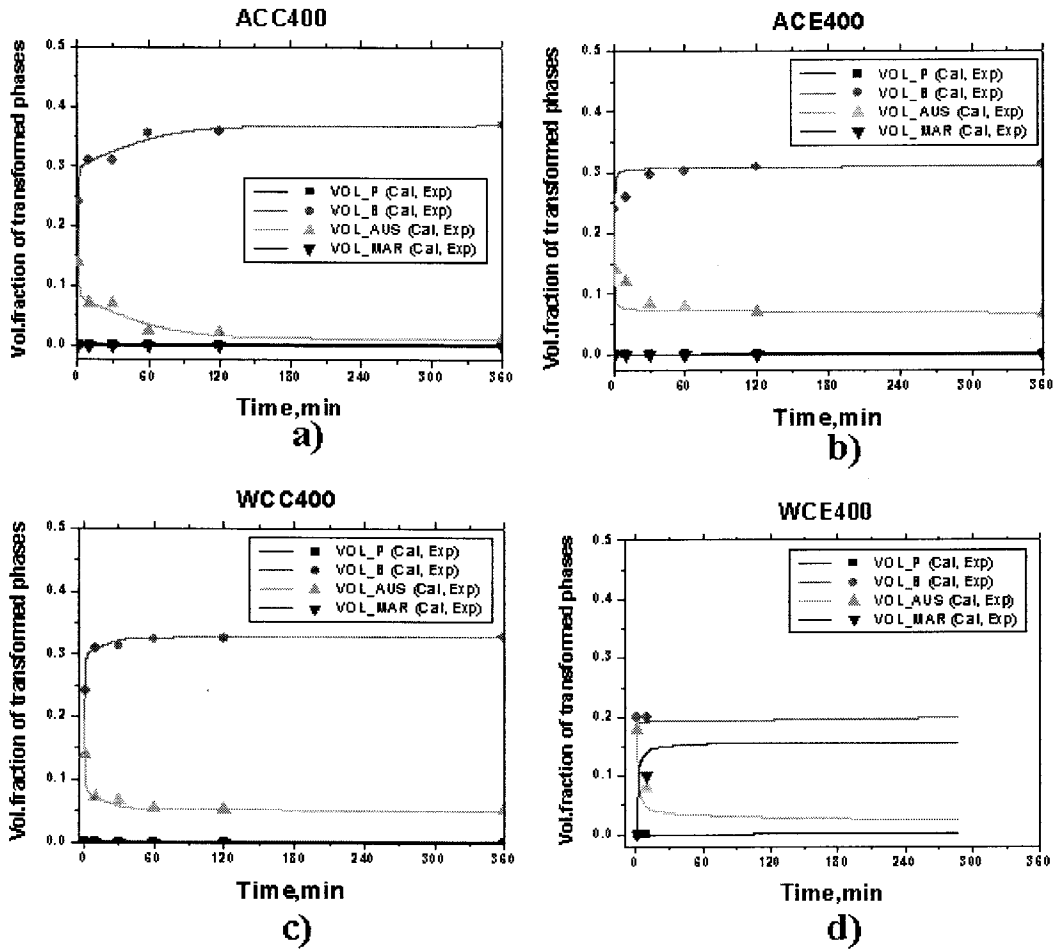


Fig. 3.1.2.-67 Model fitting during real cooling simulation heat treatment at 400°C. a) Air cooling center, b) Air cooling edge, c) Water cooling center and d) Water cooling edge.

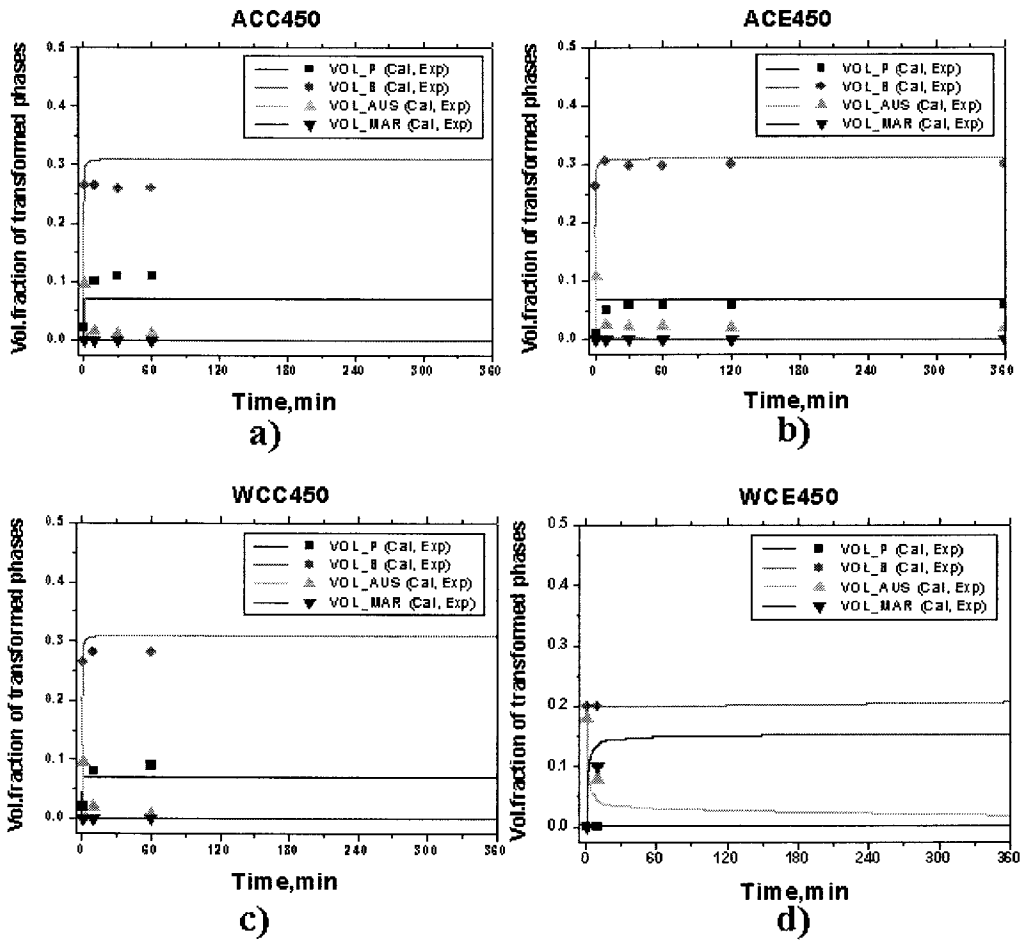
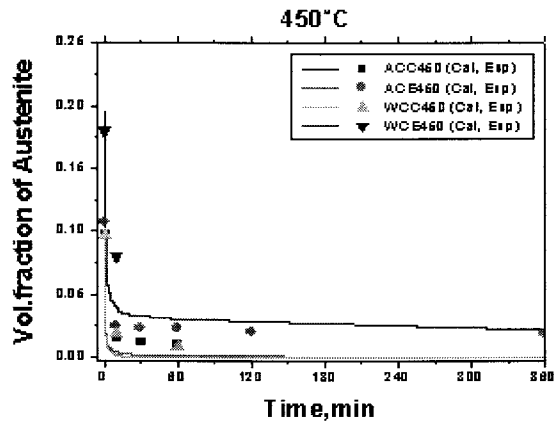
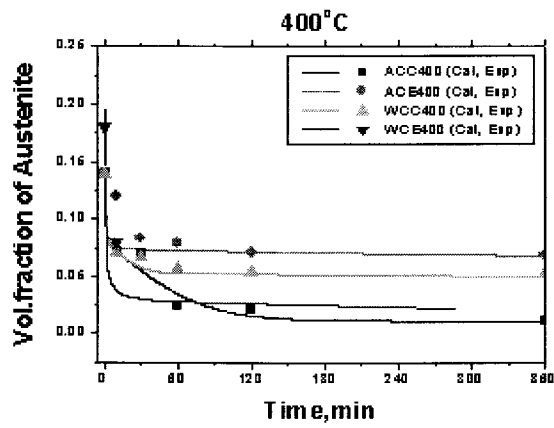


Fig. 3.1.2.-68 Model fitting during real cooling simulation heat treatment at 450°C. a) Air cooling center, b) Air cooling edge, c) Water cooling center and d) Water cooling edge.



a)



b)

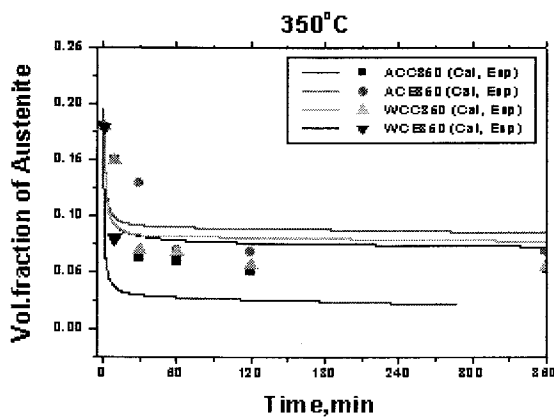


Fig. 3.1.2–69 Measured and calculated Austenite volume fraction at each coiling temperature. a) 450 °C, b) 400 °C and c) 350 °C

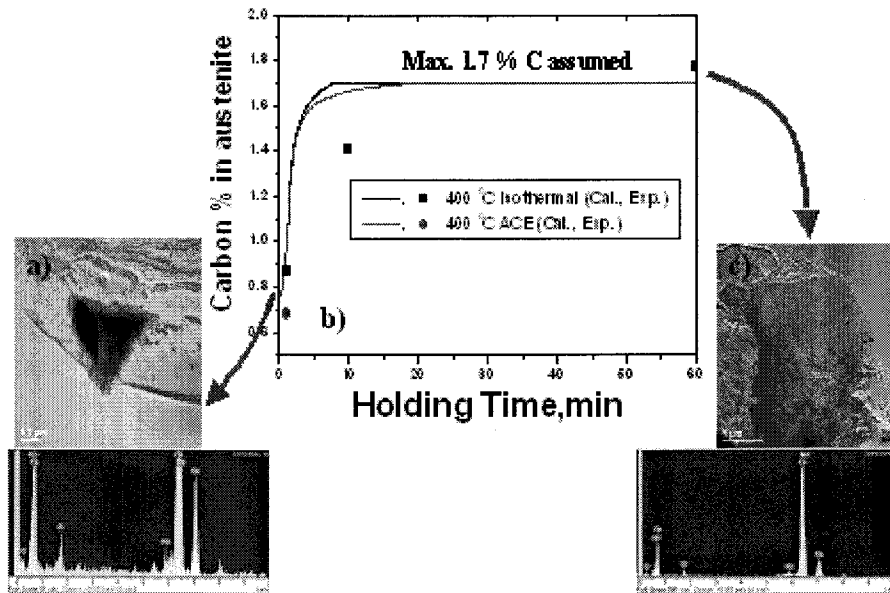


Fig. 3.1.2.–70 Calculated and measured carbon contents at 400 °C isothermal transformation and real cooling simulation of air cooling edge position.

a) 400 °C isothermal at 1 min and c) 400 °C isothermal at 60 min

	$\ln(k)$	n
$\gamma \rightarrow \alpha$	$-2.58445 + 1.845 \ln(AGS) + (4.5407 + 167.707 [\%C_\gamma] - 67.201 [\%C_\gamma]^{1/2}) \ln(T_{Ae3} - T) + (-35684 - 877455 [\%C_\gamma] + 374207 [\%C_\gamma]^{1/2}) / T$	$0.8674 + 1.7506 [\%C_\gamma] + 0.0583 [\%Mn]$
$\gamma \rightarrow$ Pearlite	$55.57826 + 0.759 \ln(AGS) + (-9.65629 - 21.35578 [\%C_\gamma] + 37.87393 [\%C_\gamma]^{1/2}) \ln(T_{Ae1} - T) + (-156417.2 - 137226.9 [\%C_\gamma] + 216107.4 [\%C_\gamma]^{1/2}) / T$	1.5
$\gamma \rightarrow$ Bainite	$-8.24068 + (-3.46834 + 15.11567 [\%C_\gamma] - 5.03065 [\%C_\gamma]^{1/2}) \ln(T_{bs} - T) + (-38884.9 - 108804.7 [\%C_\gamma] + 122946.7 [\%C_\gamma]^{1/2}) / T$	1.5

Table. 3.1.2.-12 Values of constants k and n from equation for various phase transformations of TRIP steel below 450°C.

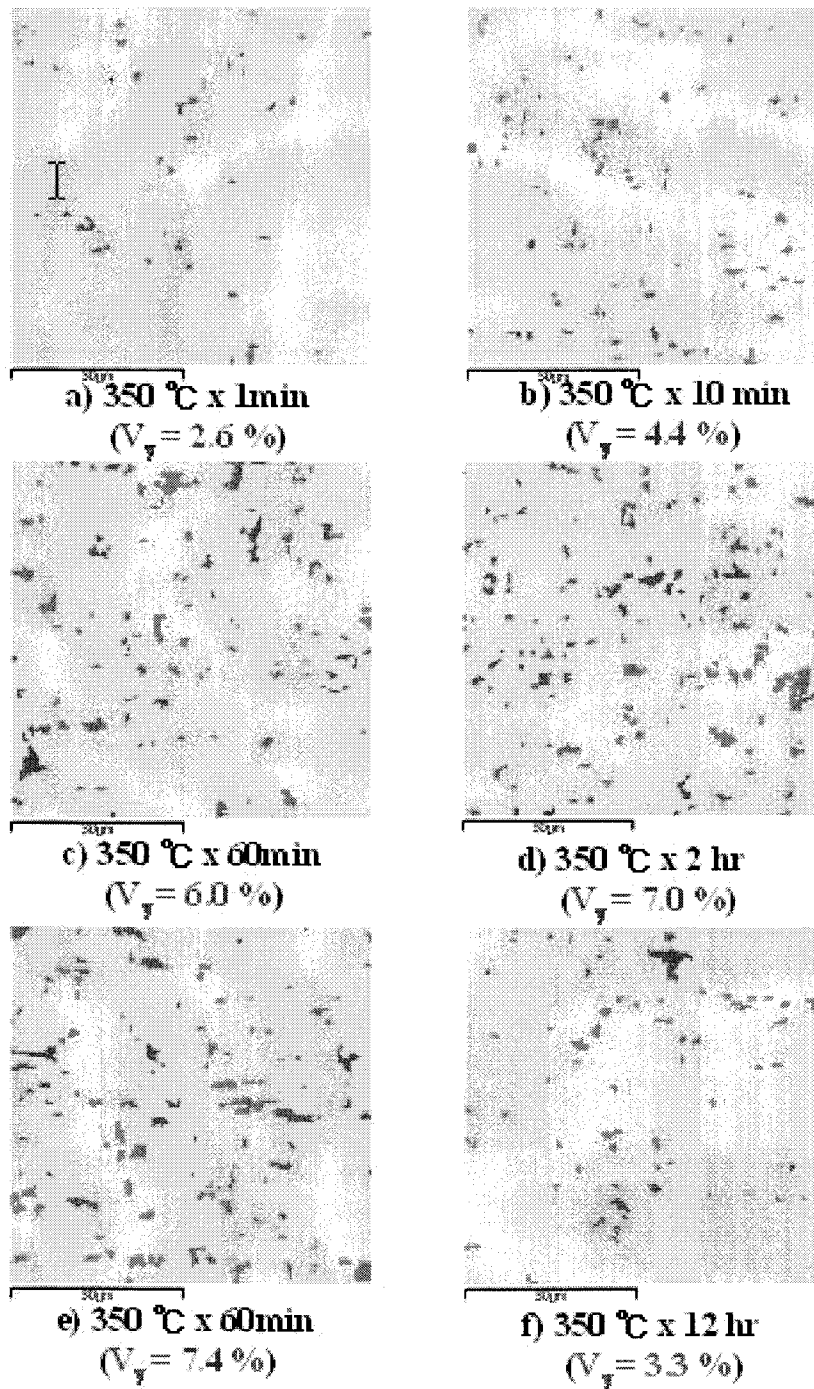


Fig. 3.1.2.-71 Austenite volume fraction with isothermal heat treatment at 350°C coiling temperature and time.

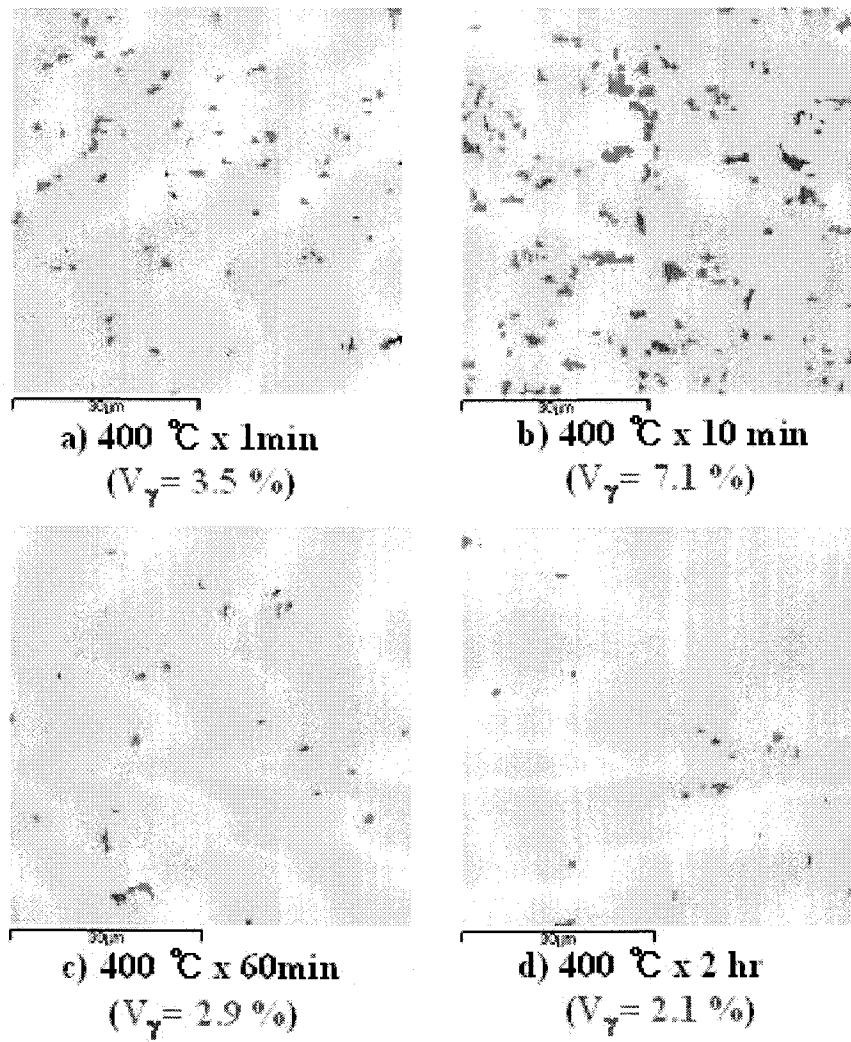


Fig. 3.1.2.-72 Austenite volume fraction with isothermal heat treatment at 400°C coiling temperature and time.

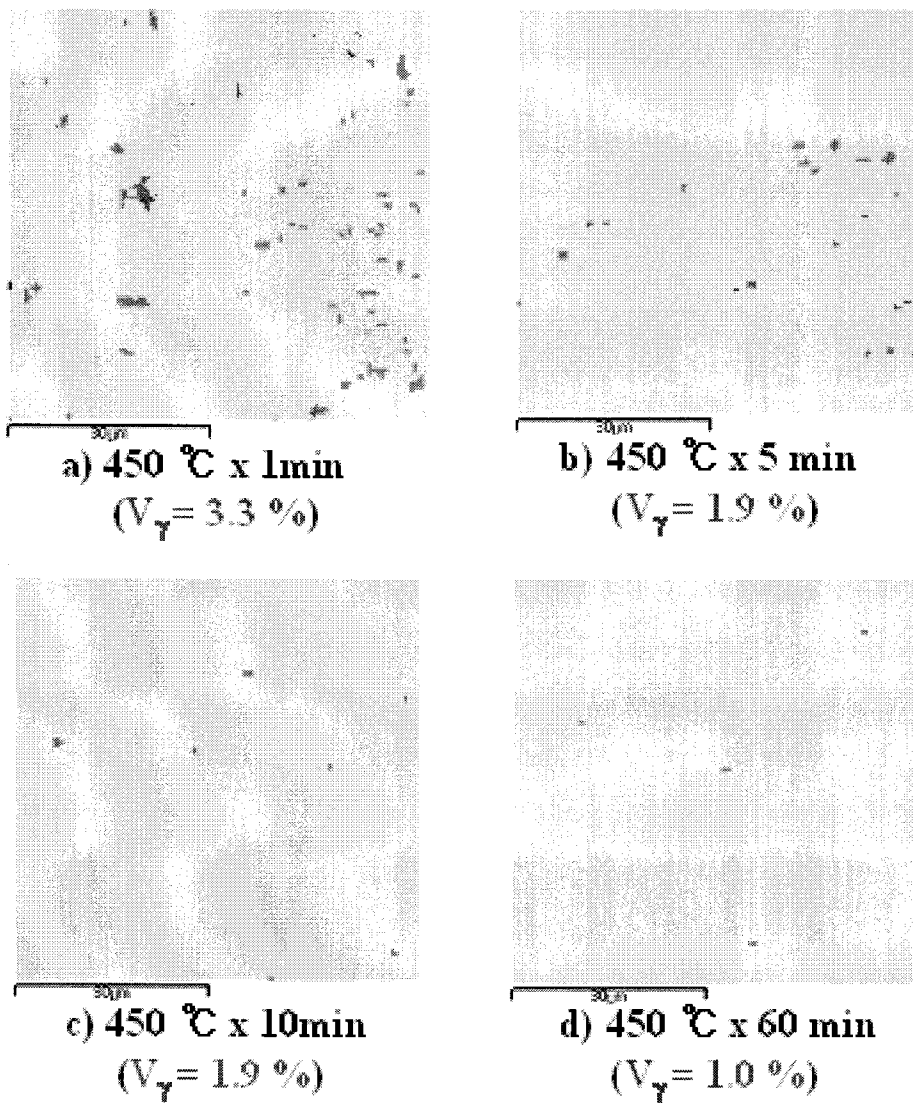


Fig. 3.1.2.-73 Austenite volume fraction with isothermal heat treatment at 450°C coiling temperature and time.

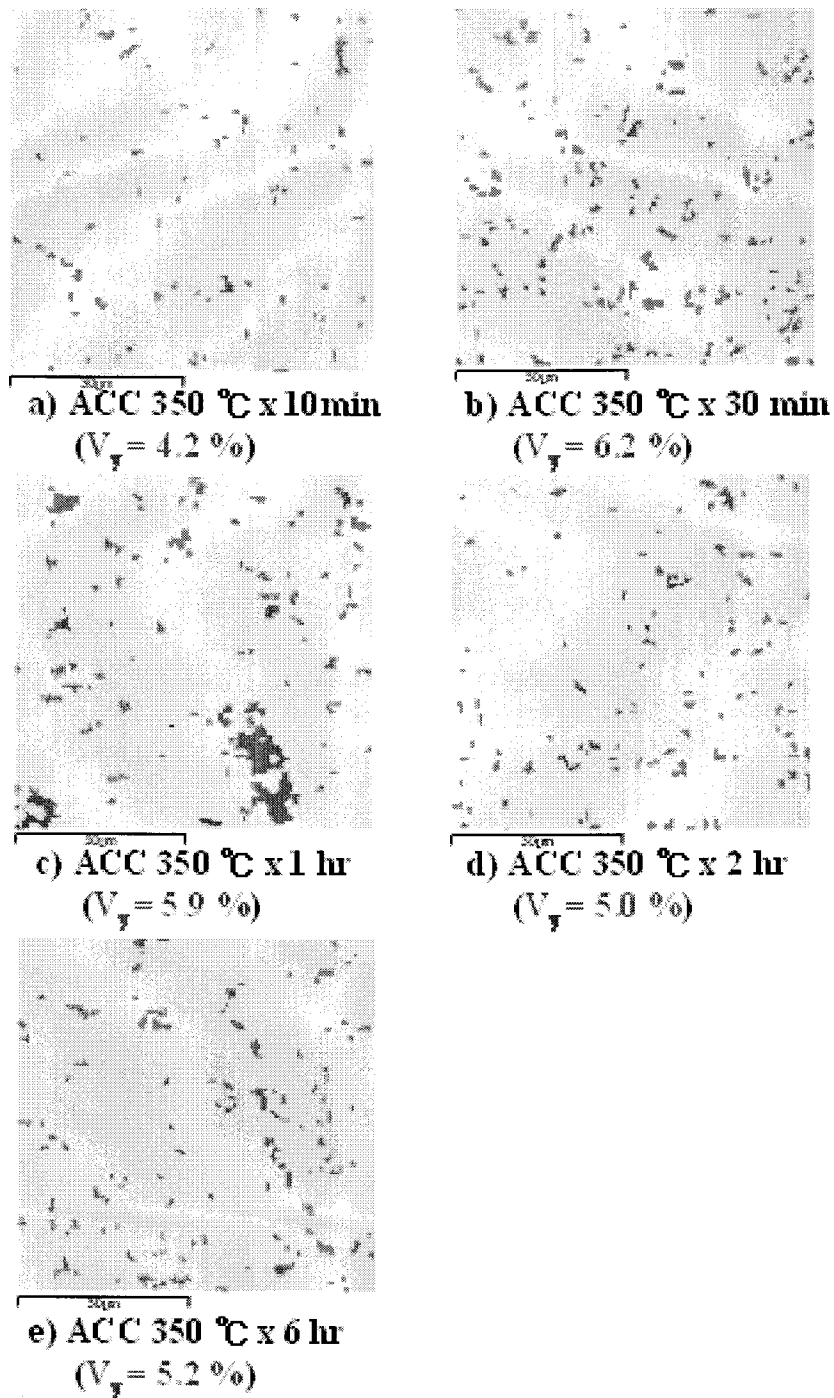


Fig. 3.1.2.-74 Austenite Volume fraction with real cooling simulation (air cooling center) at 350°C coiling temperature and time.

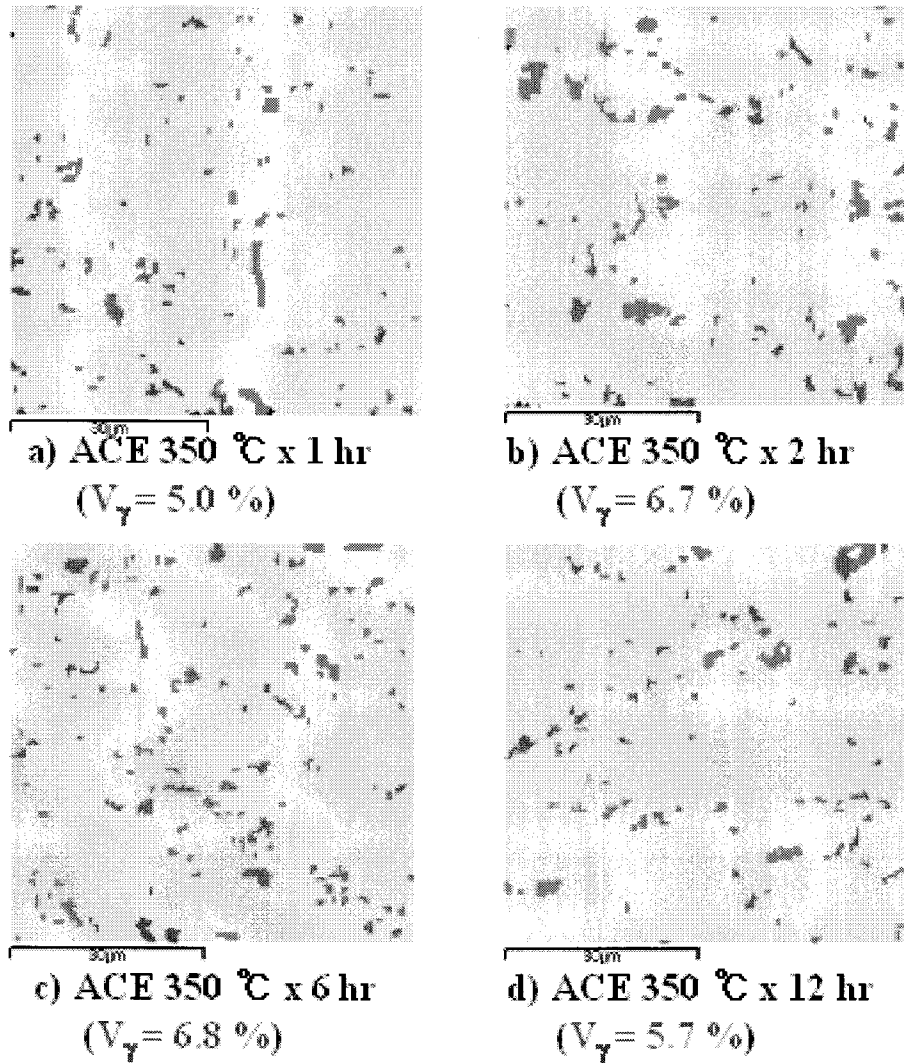
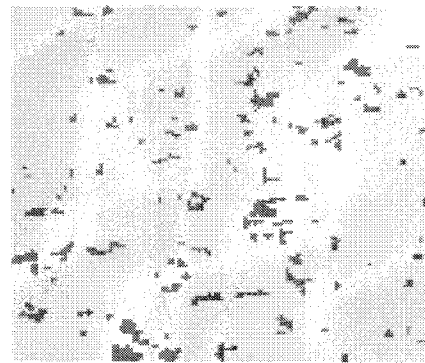
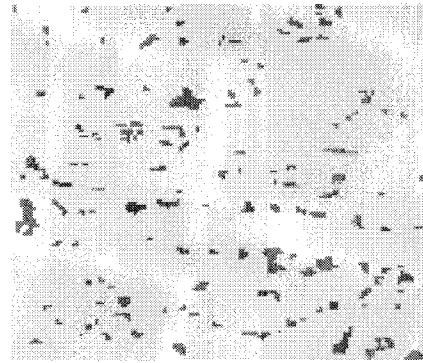


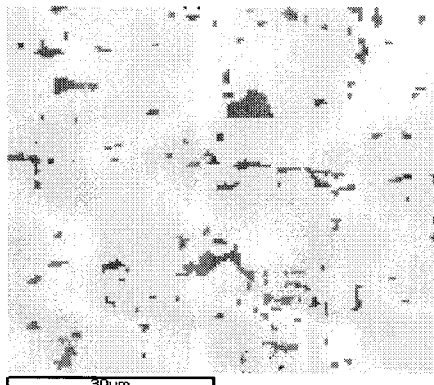
Fig. 3.1.2.-75 Austenite Volume fraction with real cooling simulation (air cooling edge) at 350°C coiling temperature and time.



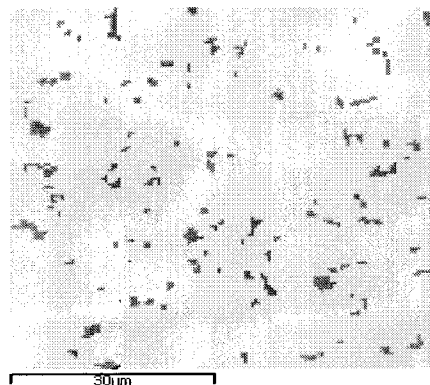
a) WCC 350 °C x 30 min
($V_{\gamma} = 6.9 \%$)



b) WCC 350 °C x 1 hr
($V_{\gamma} = 6.8 \%$)



c) WCC 350 °C x 2 hr
($V_{\gamma} = 6.4 \%$)



d) WCC 350 °C x 2 hr
($V_{\gamma} = 5.6 \%$)

Fig. 3.1.2. -76 Austenite Volume fraction with real cooling simulation (water cooling center) at 350°C coiling temperature and time.

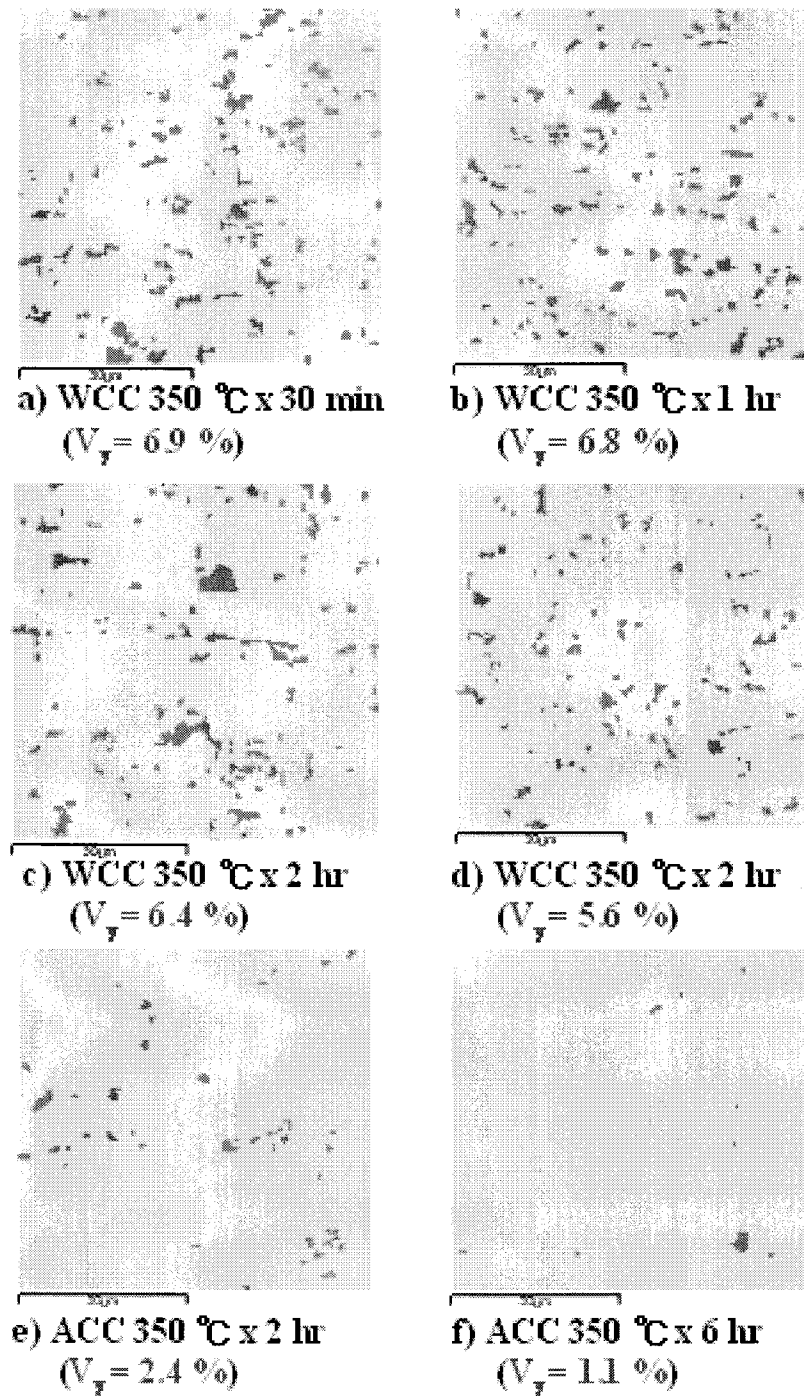


Fig. 3.1.2.-77 Austenite volume fraction with real cooling simulation (water cooling center and air cooling center) at 350°C coiling temperature and time.

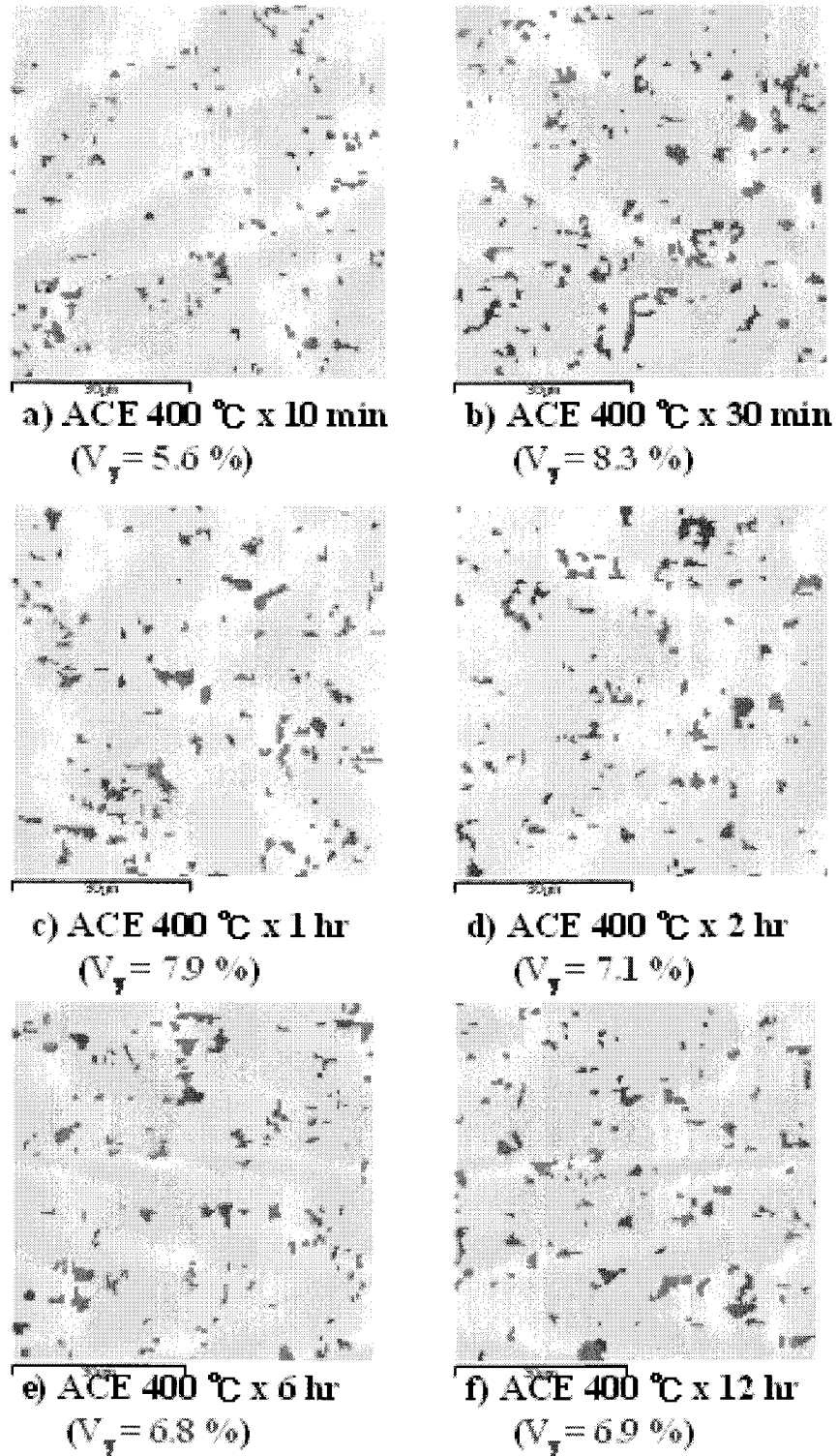


Fig. 3.1.2.-78 Austenite volume fraction with real cooling simulation (water cooling center and air cooling center) at 350°C cooling temperature and time.

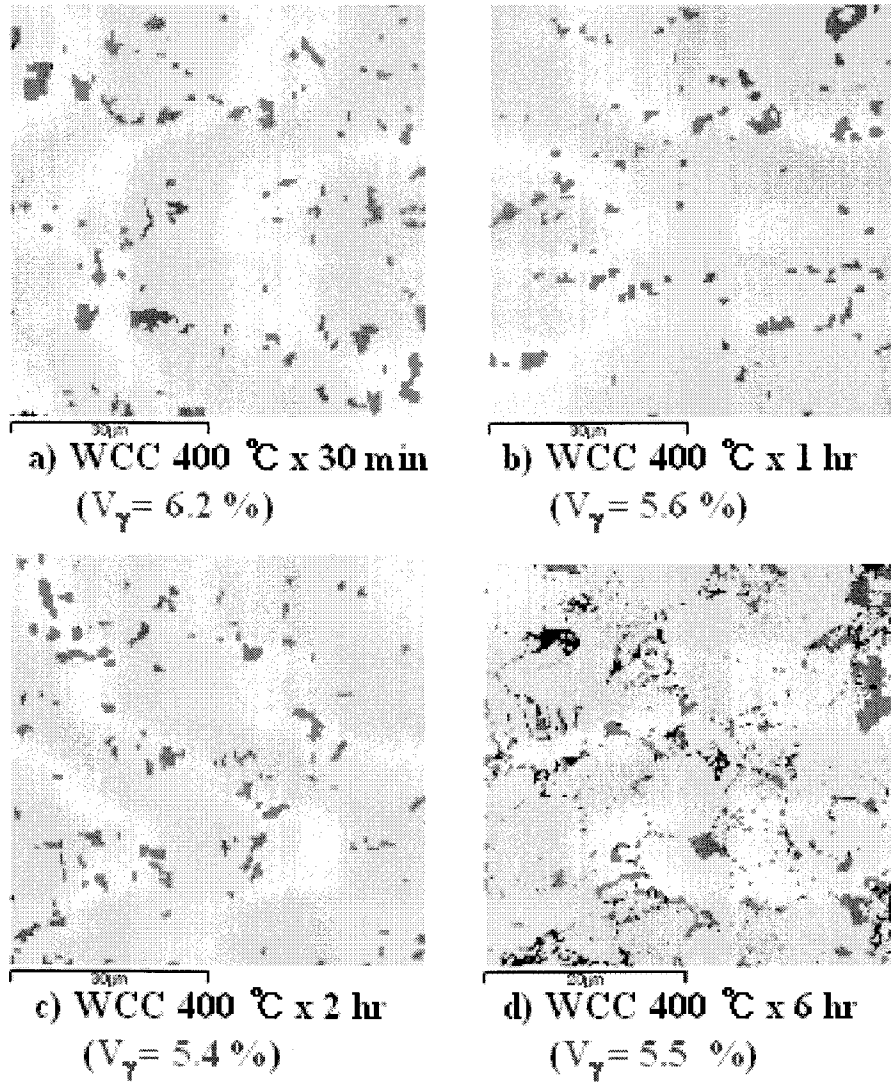


Fig. 3.1.2.-79 Austenite Volume fraction with real cooling simulation (water cooling center and air cooling edge) at 400°C coiling temperature and time.

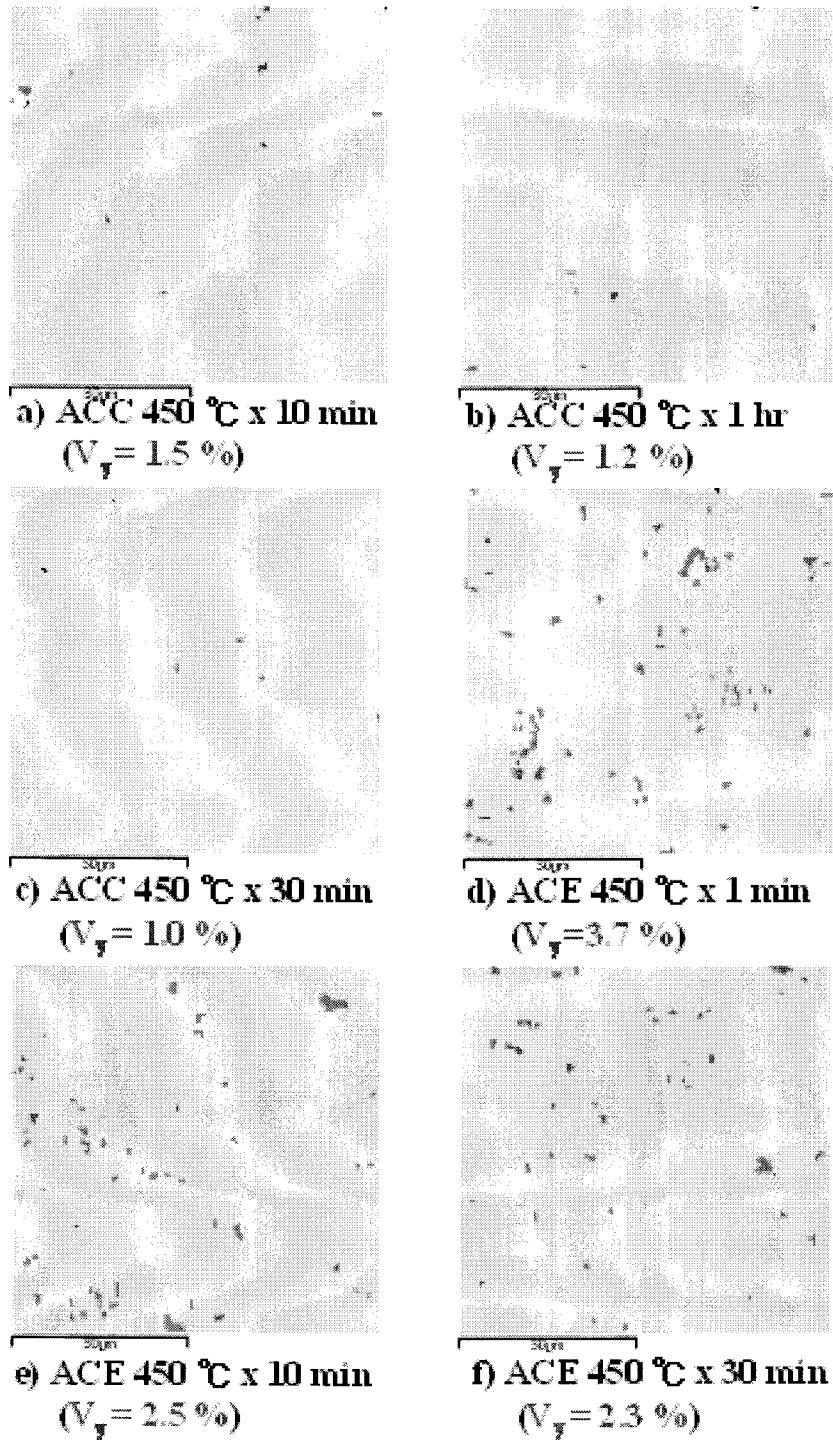
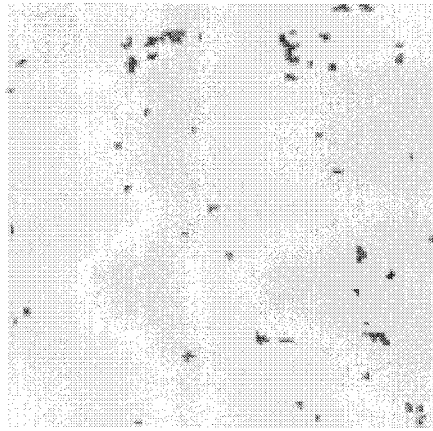
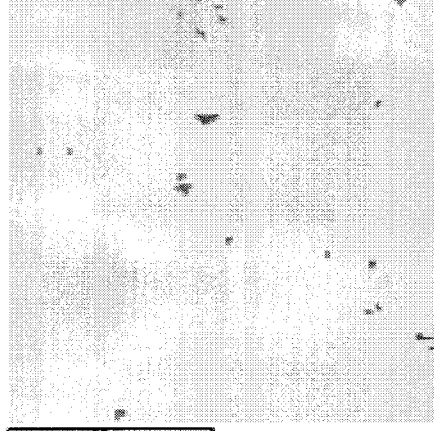


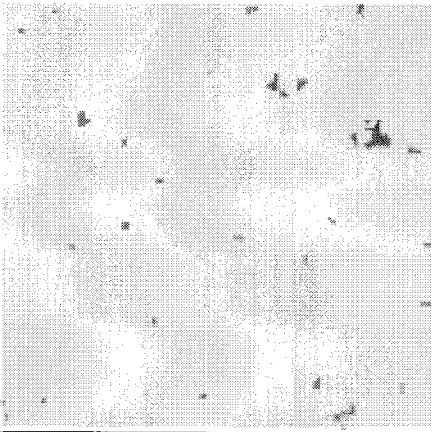
Fig. 3.1.2. –80 Austenite Volume fraction with real cooling simulation (air cooling center and air cooling edge) at 450°C coiling temperature and time.



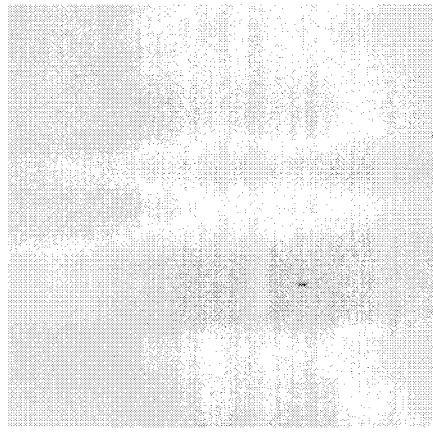
g) ACE 450 °C x 1 hr
($V_{\gamma} = 2.3 \%$)



h) ACE 450 °C x 2 hr
($V_{\gamma} = 1.9 \%$)



i) ACE 450 °C x 6 hr
($V_{\gamma} = 2.0 \%$)



j) WCC 450 °C x 1 hr
($V_{\gamma} = 0.8 \%$)

Fig. 3.1.2.-80 continued

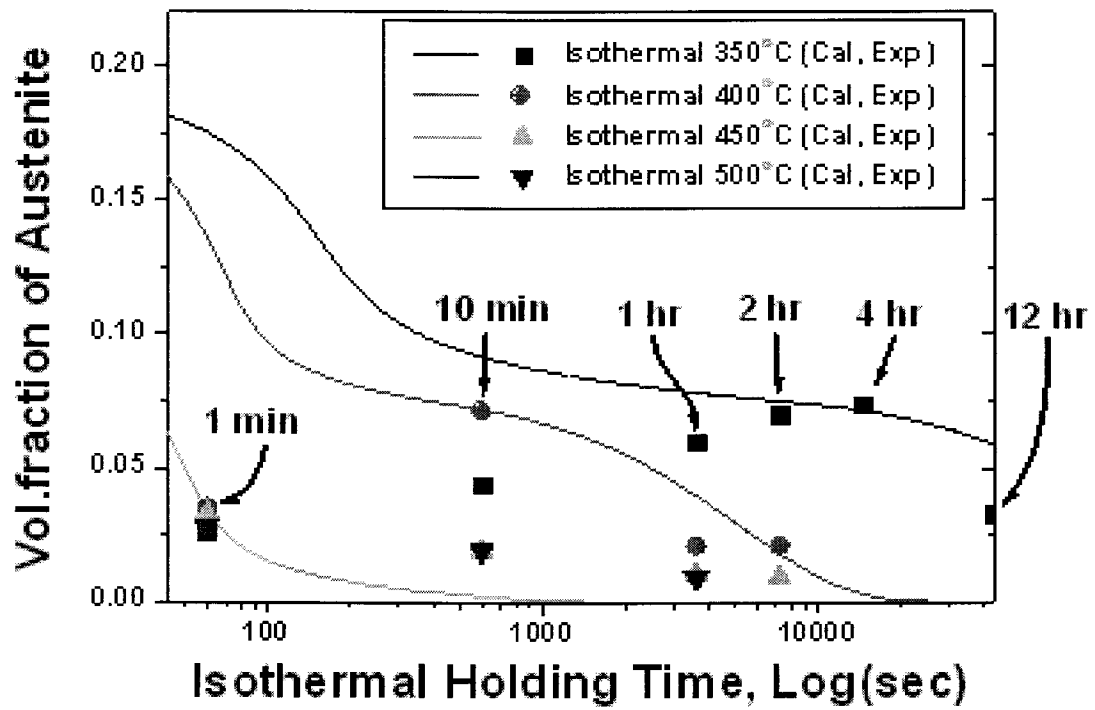


Fig. 3.1.2.-81 Histories of austenite volume fraction in cooling temperature range with isothermal transformation at 450°C, 400°C and 350°C cooling temperature and time.

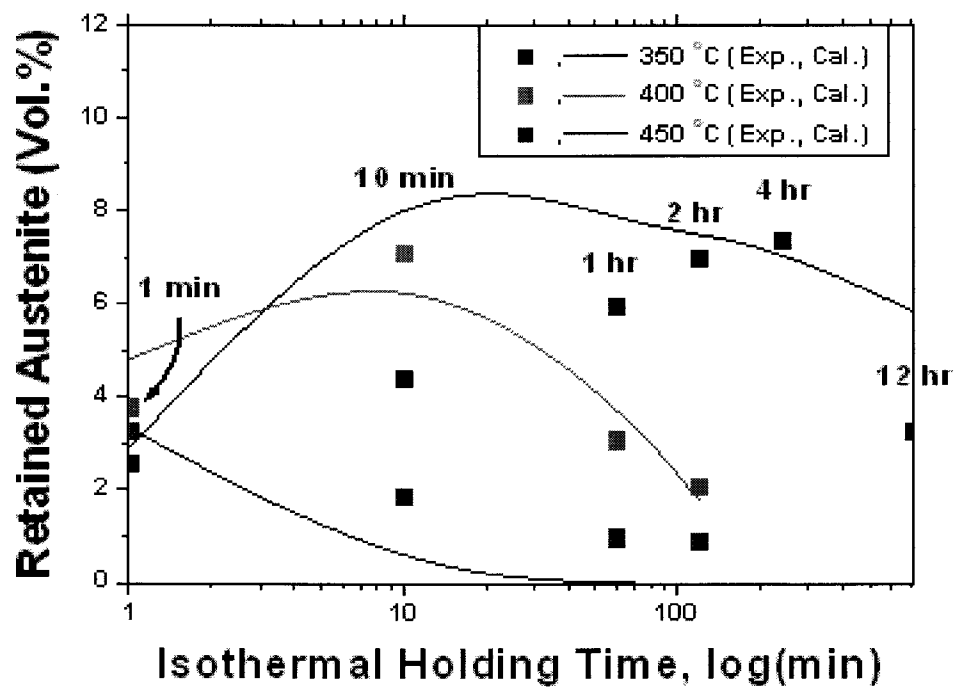


Fig. 3.1.2.-82 Austenite volume fraction in coiling temperature range with isothermal transformation at 450°C, 400°C and 350°C coiling temperature and time.

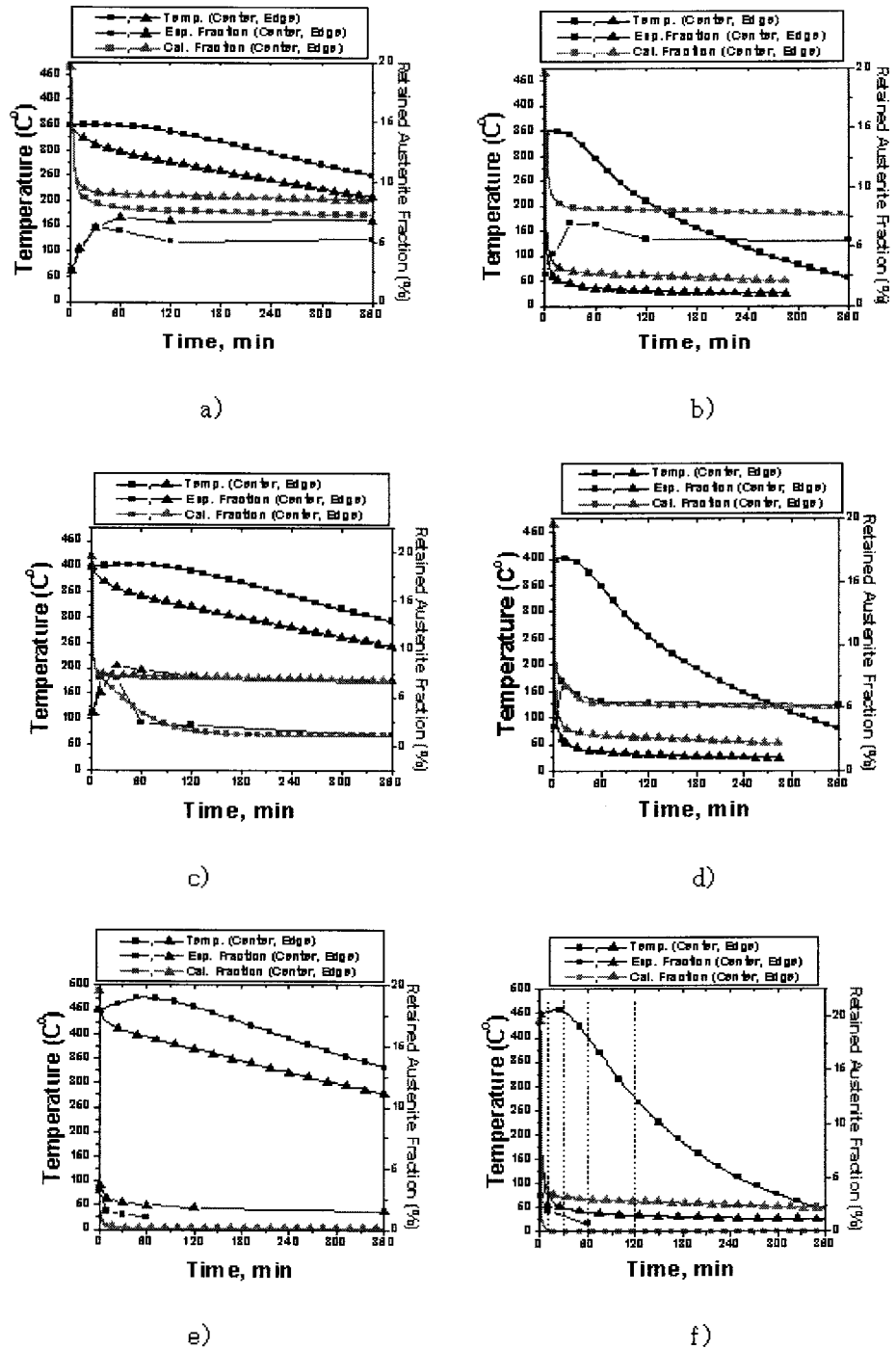
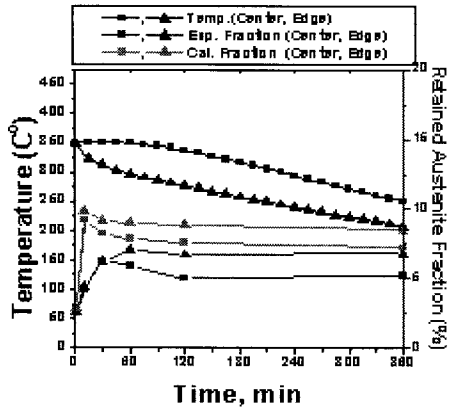
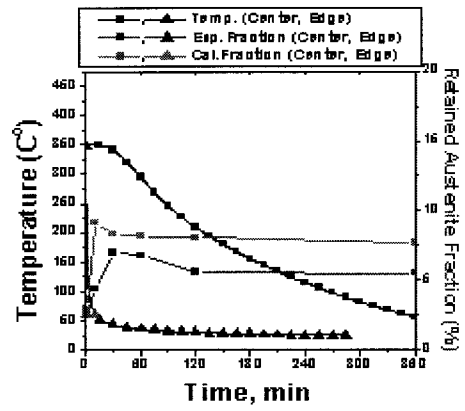


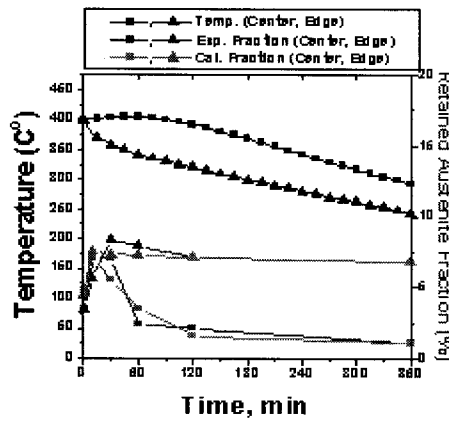
Fig. 3.1.2.–83 Histories of austenite volume fraction with real cooling simulation at 450°C, 400°C and 350°C cooling temperature and time.



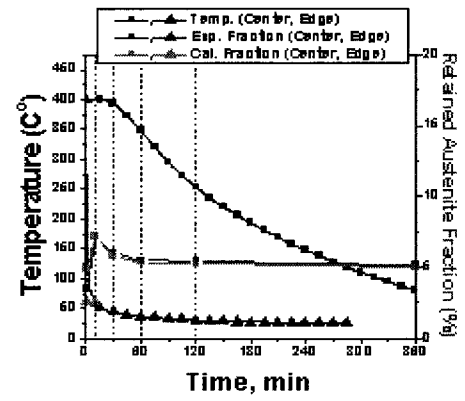
a)



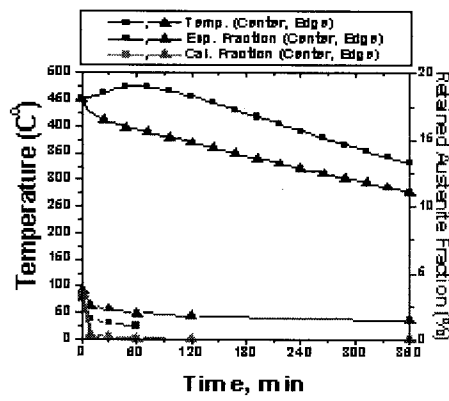
b)



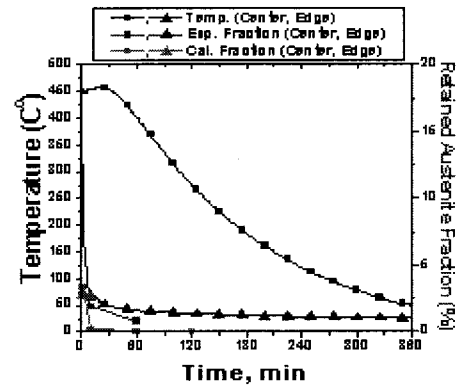
c)



d)



e)



f)

Fig. 3.1.2.-84 Austenite volume fraction with real cooling simulation (air cooling center and air cooling edge) at 450°C coiling temperature and time

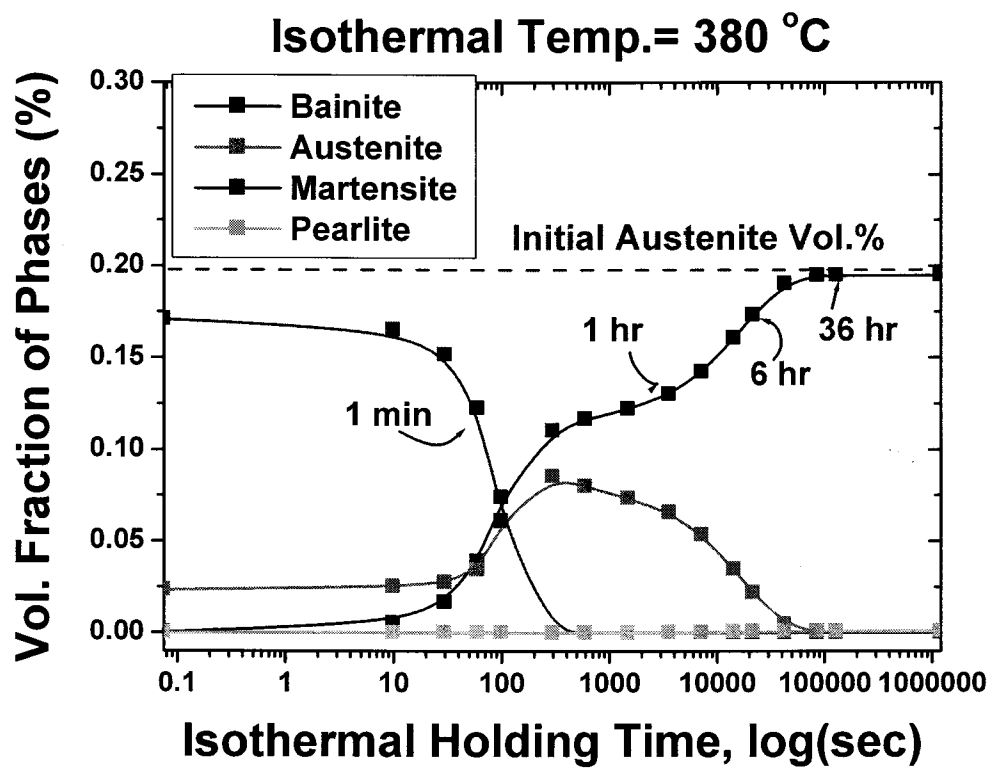


Fig. 3.1.2.-85 Calculated volume fraction of transformed phases at 380 °C austempering temperature during isothermal holding time.

(4). 결 론

(가) 연속냉각시 예측된 상분률

: 본 연구에서 사용된 4 차시생산된 TRIP 강의 경우, 450°C 이상의 고온에서는 포항제철에서 개발한 모델의 상수를 사용할 수 있음을 확인할 수 있었다.

(나) 실제 조업에서 권취후 냉각시 가지는 냉각조건을 단순화시켜 등온변태

: 잔류오스테나이트의 정량적 상분석 및 morphology 에 따른 안정성 평가하였으며 400°C와 350°C 유지시 가장 많은 잔류오스테나이트를 얻었다.

(다) 권취이후 위치별 실제 냉각조건(FEM 계산)에 따른 잔류오스테나이트 변태거동 해석.

: 실제 코일이 권취에서 겪는 온도이력을 유사하게 모사하여 잔류오스테나이트의 분해 거동 해석하였으며, 그 결과 여러 가지 냉각조건중 오스테나이트를 잔류시킬 수 있는 특정 냉각조건이 존재함을 확인하였음.

(라) Avrami eq. 과 additive rule 을 이용한 해석모델 개발

: 권취후 열처리 실험 (등온변태와 실제냉각조건)에서 분석된 잔류오스테나이트를 기초자료로 하여 여러 가지 권취온도 및 냉각조건에서 고온에서 오스테나이트가 겪는 변태이력 및 실제 실험에서 관찰되는 양을 모두 예측할 수 있는 해석 모델 개발하였음. 실제 실험에서 관찰되고, 오스테나이트의 안정화가 미약한 austempering 초기의 시간의 경우의 martensite 변태를 위해서 Koistinen-Marburger eq.을 사용하였으며, ferritic bainite 의 carbon 의 고용가능량을 0.18wt%로, 오스테나이트에 enrich 될수 있는 최대탄소량을 1.7%로 가정하였다.

라. In-Situ Plain Strain 변형장치와, 이축변형장치 개발과 변형상태에서의 각 방향의 회전관계에 따른 변형거동과 미세조직 분석 및 개발

(1) 서론

최근 자동차, 항공기 등에 사용되는 재료에 있어서 경량화, 고강도 및 높은 내부식성과 같은 고품질에 대한 요구에 의하여 많은 새로운 소재가 개발되고 있고 다양한 산업분야에 사용이 증대되어 왔다. 판재(sheet metal) 성형 분야에 있어서도 다양한 새로운 재료의 적용이 고려되고 있으나 이러한 소재들은 판재성형에 통상적으로 사용되었던 소재들에 비해 낮은 성형성을 갖는 것이 대부분이다. 이러한 각각의 소재에 적합한 성형법(forming method) 및 성형조건을 알기 위해서는 성형한계(forming limit), 즉 판재 성형공정에서의 파괴시작(fracture initiation) 조건이 정확히 예측되어야만 한다.

성형한계에 관한 종래의 접근법은 인장불안정(tensile instability) 및 분기(bifurcation) 이론에 바탕을 두고 있다. 그러나 등이축 스트레칭(balanced biaxial stretching)부근의 변형경로에서는 공공형성(void formation)에 기인된 연성파괴(ductile fracture)는 국부네킹이 일어나기 전에 유발될 수 있고 또한 낮은 연성을 갖는 재료에 있어 파괴는 종종 다른 변형경로에서도 명확한 네킹현상 없이 일어난다. 이러한 변형을 관찰하는데 있어서 여러가지 인장실험 및, 파괴실험과 그 해석이 개발되어 왔다. 그러나 금속의 파괴거동에 주요한 영향을 미치는 미세조직의 변화는 변형이 일어나는 중에 관찰 할 수 없다. 이러한 한계를 극복하기 위해 기존의 EBSD시스템에 재료를 변형 시킬 수 있는 변형 스테이지를 추가하여, 재료의 인장또는 압축중에 재료의 미세조직을 In-Situ로 관찰 할 수 있게 되었다.

(2) In-Situ 변형 스테이지

본실험에서는 고분해능 EBSD 에 사용할 in-situ 장치개발의 일환으로 deformation stage 를 제작하였다. 기존의 6500F 에서 사용하는 시편 장착용 holder 에 장착할 수 있는 형태로 제작되었으며, 아직은 SEM 내에서 변형을 진행시키면서 관찰하는 완전한 in-situ 가 아닌 SEM 외부에서 일정량만큼 변형을 시킨 후 SEM 내에서 관찰을 진행하는 semi in-situ 형태를 갖고 있다.

그림 3.1.2-67은 변형스테이지를 나타낸 것이다. 사진 (a)에서 왼쪽은 변형스테이지이고, 오른쪽은 본래 EBSD장치의 시편용 홀더이다. 변형스테이지는 사진 (b)와 같이 홀더에 부착하여 사용 할 수 있도록 제작되었다. 사진 (c)는 변형스테이지에 Shear 변형 시편이 부착된 모습이다. 이 Shear 변형 스테이지는 사진 (d)와 같이 스테이지에 적합하게 가공된 시편과 시편의 양단을 고정하는 홀딩부분, 그리고 이를 지지하며 인장하기 위한 부분으로 구성되었다.

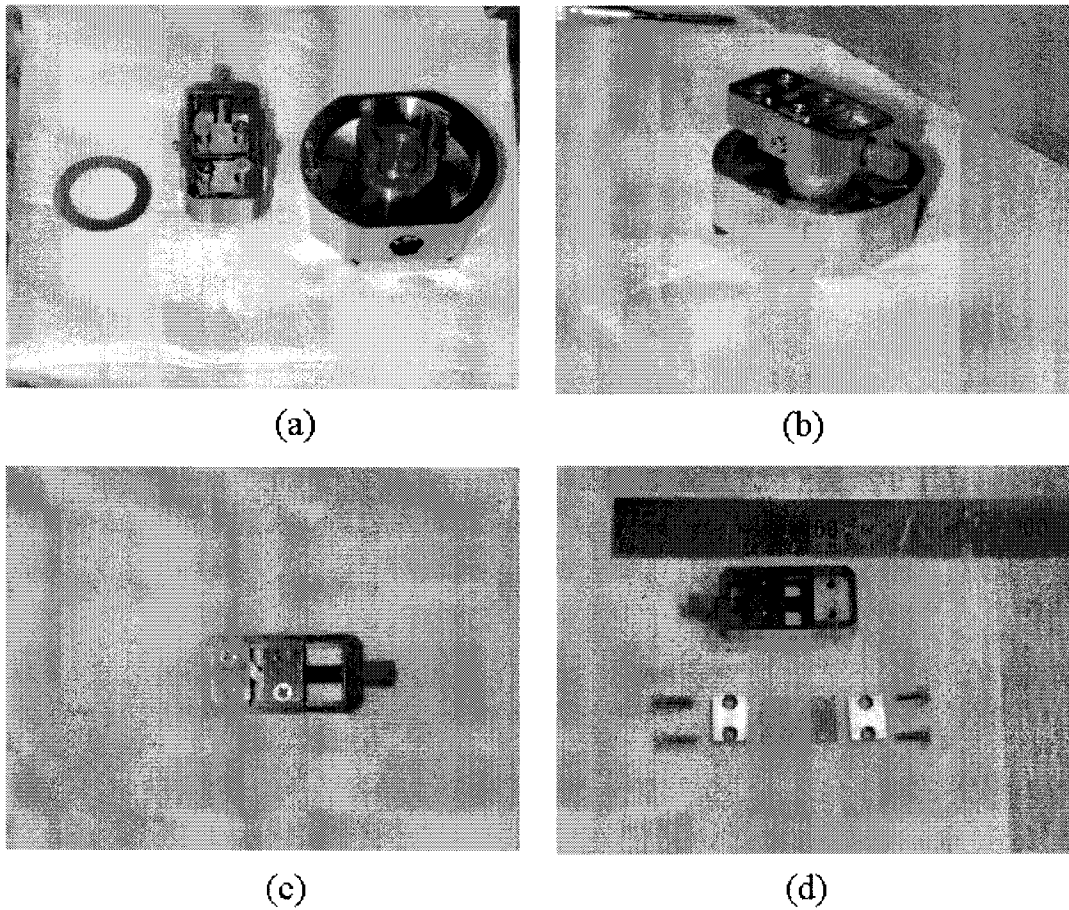


Fig 3.1.2-67 (a) Deformation stage and Original holder for JSM 6500F (b) Deformation stage equipped on Original holder for JSM 6500F (c) Shear deformation specimen equipped on Deformation stage (d) Disassembled Deformation stage and Shear deformation specimen

(1) TRIP강의 In-Situ관찰

EBSD를 이용한 IF강의 재결정 현상 연구는 단순한 pattern quality 분석만으로는 재결정 여부를 판단할 수 없고 결정립 내부에 sub structure가 발달하고 있는지도 함께 고려해야 한다 이를 위하여 EBSD를 이용하여 Mn, P 첨가 IF강의 초기 재결정 거동을 고찰하고, 초기 재결정립들이 변형 기지와 강한 방위 관계를 가짐을 알 수 있었고, 재결정립들간에 성장속도 차이로 인하여 각 결정립 크기 별로 특정 방위가 강하게 나타나는 것을 관찰하였다. 이러한 변화를 고분해능 EBSD에서 사용할 수 있는 deformation stage를 개발하고 이를 통해 TRIP강의 변형에 따른 상변태를 측정하였다.

상변태 측정을 위하여 인장 deformation stage를 이용하여 TRIP강의 변형에 따른 변태거동을 관찰함으로써 TRIP강의 실제 공정 적용에 필요한 데이터를 제공하였다. 아직은 SEM 내에서 변형을 진행시키면서 관찰하는 완전한 in-situ가 아닌 SEM 외부에서 일정량만큼 변형을 시킨 후 SEM내에서 관찰을 진행하는 semi in-situ 형태를 갖고 있다. 이에 80Kg급 TRIP강을 장착하여 인장실험을 하고, 이 때 변형을 변화에 따라 각 상의 분율과 형상이 어떤 식으로 변해가는 지 관찰하였다. 우선 상변태를 in-situ로 측정하기 위해 인장시편 상에 그림 3.1.2-88에서 보는 바와 같이 미소 경도 시험계로 압흔을 남기었다. 그 후 변형에 의한 변태 양상을 알아보기 위해 deformation stage를 통해 0-17.4% strain까지 변형을 진행시키면서 EBSD를 통해 상변태를 관찰하였다. 이때 일반적 경향을 알아보기 위해 비교적 낮은 배율인 2,000배에서 압흔 주변의 변형에 따른 상분율의 변화를 측정하고 그 결과를 그림 4-18에 나타내었는데, 변형이 13%에 이르면서 오스테나이트의 변형에 의한 변태가 거의 마무리 되는 것을 볼 수 있다. 또 이러한 변화를 좀 더 면밀히 관찰하기 위해 5,000배 정도의 배율에서 같은 부분을 계속 추적하며 측정하였는데, 그림 4-19에서 보는 바와 같이 변형에 의한 마르텐사이트 변태가 일어나면서 오스테나이트 영역이 줄어들고 indexing이 되지 않는 영역이 증가하는 것을 볼 수 있으며, 역시 13.3% 정도의 strain이 지나면서 거의 모든 오스테나이트 영역이 변태가 끝났음을 알 수 있었다.

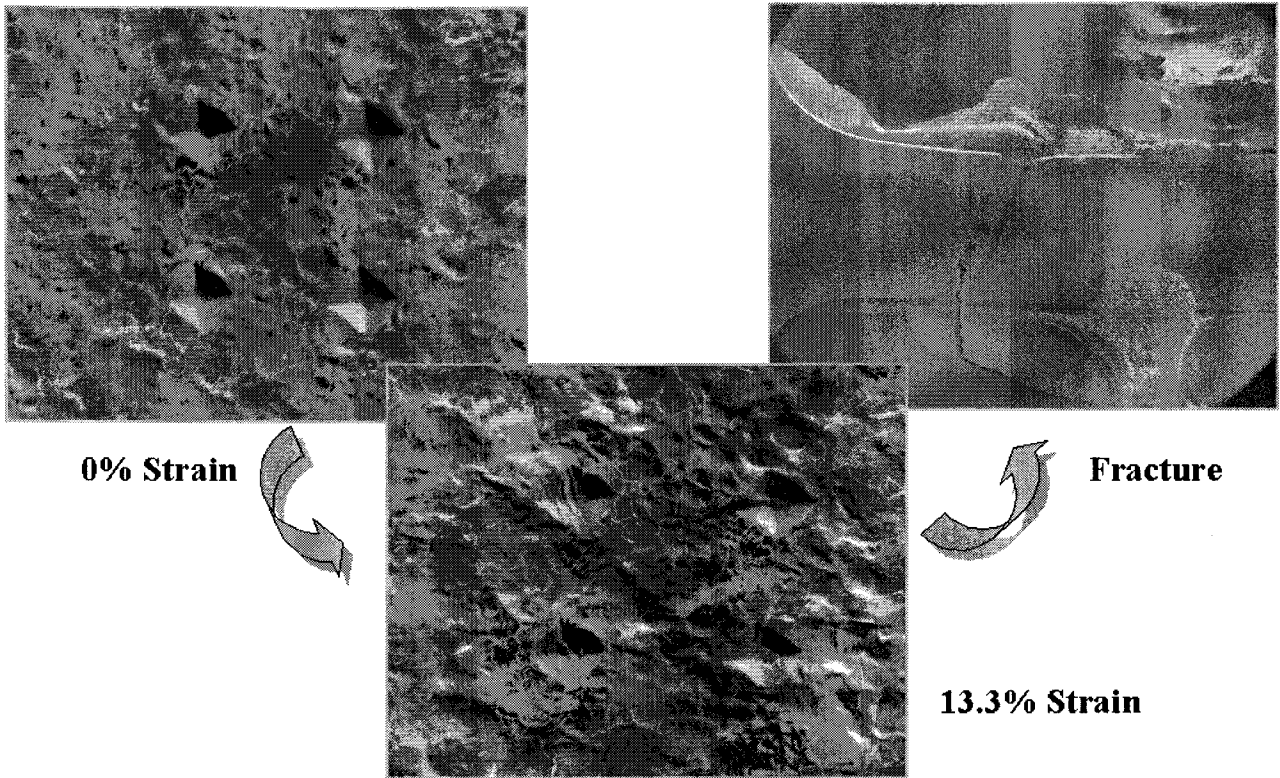


Fig 3.1.2-88 Tensile experiment of TRIP steel by deformation stage in HREBSD

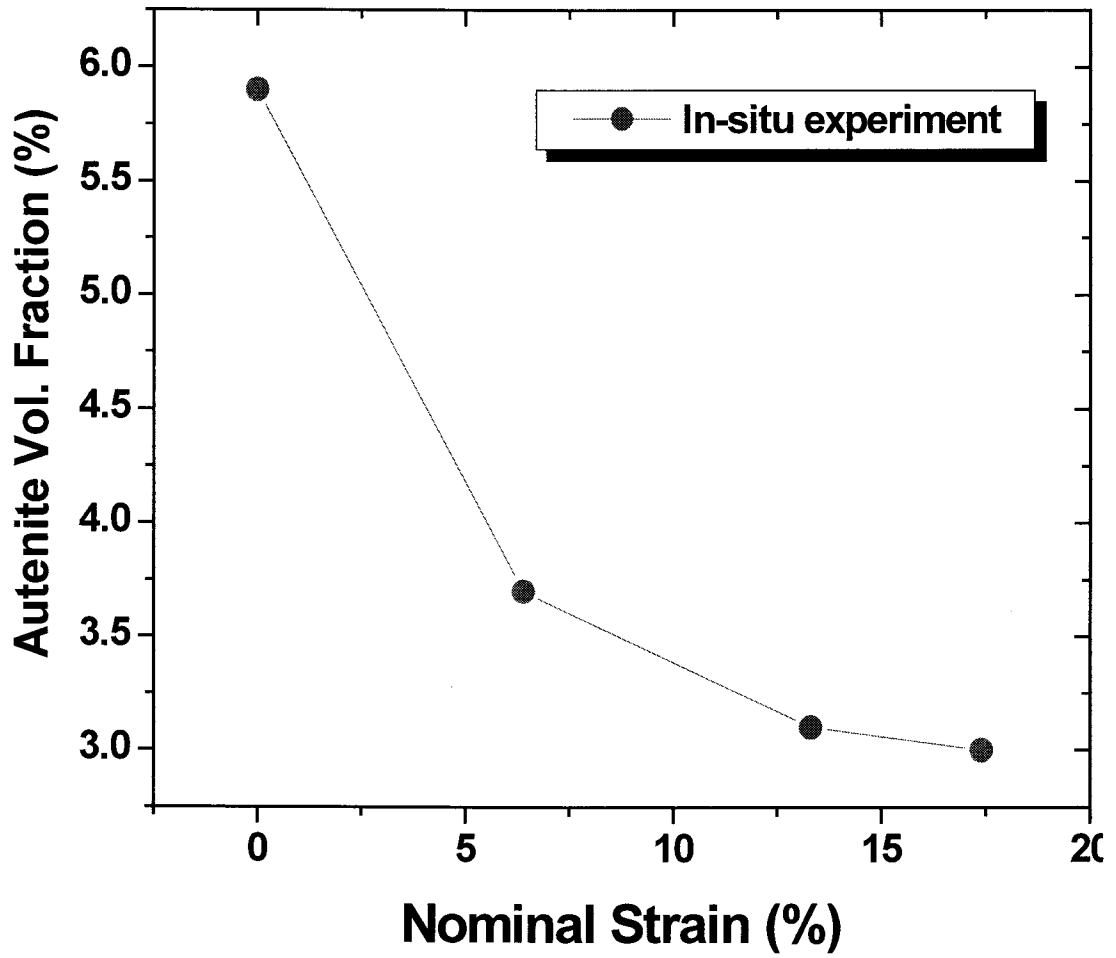


Fig 3.1.2-89 Austenite volume fraction change according to strain

(2) 알루미늄 합금강의 In-Situ 변형

(가) 알루미늄 집합조직의 이방성

알루미늄 합금의 성형성이 강판((1-3)Steel Plate)에 비해 열악하다는 것은 이 전부터 잘 알려져 있는 사실이다. 이것은 bcc결정구조를 갖는 강판에서는 압연에 의해 성형성 향상에 도움이 되는 $\langle 111 \rangle$ /ND 집합조직의 발달이 비교적 쉽지만 fcc 결정구조의 알루미늄 합금에서는 일반적인 압연에 의해서는 $\langle 111 \rangle$ //ND 집합조직을 발달시키기 어렵기 때문이다. 그런데 fcc합금에서는 전단변형에 의해 $\langle 111 \rangle$ /ND 집합조직과 같은 전단집합조직의 발달이 용이하므로 이것을 이용하면, 성형성을 향상시킬수 있는 충분한 가능성이 있다. 지금까지 Al합금에서의 성형성 향상과 이방성 감소를 위한 대부분의 연구에서는 $\langle 111 \rangle$ /ND 집합조직의 발달에 연구의 초점을 두고 있다. 그렇지만 $\{001\}\langle 110 \rangle$ rotated cube 성분과 같이 성형성 향상과 이방성 감소에 좋지 않은 영향을 미치는 집합조직 성분이라 하더라도 만약 성형성과 이방성에 미치는 영향이 서로 다른 여러 집합조직 성분과 함께 공존함으로써 각 성분의 성형성과 이방성에 미치는 좋지 않은 영향이 서로 상쇄된다면 전체적인 성형성 향상과 이방성 감소에 도움이 될 수 있으리라 예상된다. 예를 들어 $\{110\}\langle 001 \rangle$, $\{110\}\langle 112 \rangle$, $\{110\}\langle 001 \rangle$ 방위는 압연방향에 대해 90도 방향으로 매우 큰 소성변형비 (r: Lankford parameter)를 갖고 있지만 0도 45도 방향에서는 r값이 작아 시편 전체적으로 큰 이방성을 나타내게 된다. 한편 $\{110\}\langle 112 \rangle$ 방위는 압연방향에 대해 45도 방향에서, $\{110\}\langle 110 \rangle$ 방위는 0도 방향에서 큰 r값을 갖고 있다.(11) 따라서 각 방위들의 이방성에 미치는 영향은 서로 다르지만 만약 이 세방위가 함께 공존한다면 이방성에 미치는 각 방위의 영향이 서로 상쇄되고 성형성은 보완되어 전체적으로 우수한 성형성과 낮은 이방성이 기대될 수 있다. 본 연구에서는 1050알루미늄합금의 in-situ 인장실험을 실시하였다. 또한 인장되는 정도에 따른 알루미늄 표면의 변화와 집합조직의 변화를 관찰하였다.

(나) 1050알루미늄 합금의 In-Situ 일축 인장변형

그림 3.1.2-90은 일축 인장시험에 사용된 시편이다. 시편은 시판되는 5mm두께의 1050 알루미늄 합금이 사용되었다. 이 합금 판재를 1mm두께까지 10%씩 일정하게 감소시키는 냉간압연후 500°C에서 한시간동안 어닐링되었다. 이러한 시편은

단면적 2.0mm × 1mm로서 와이어 커팅에의 해 재단되었고, 기계적폴리싱과, 전기 화학적 폴리싱을 통하여 표면의 산화된 부분과 손상된 부분을 제거하였다. 결정립 특성과 일정한 면적을 추적하기 위하여 시편 표면에 micro-indent 마킹을 하였다. 이러한 과정은 인장전에 micro-vickers hardness tester에 의해 새겨졌으며, 그림 3.1.2-91과 같다. 그림 3.1.2-92는 인장에 따른 시편 표면의 SEM이미지이다. 변형이 적을 경우에는 전위선이 생성되는 것이 관찰된다, 변형이 커질수록 이 전위는 물결형으로 변해가며, 이것은 몇몇 슬립시스템이 grain boundary를 통과하여 반응하고 있음을 가리킨다. 각 그레인에서 작용하는 전위는 전위 시스템에 대한 정보를 줄수 있으므로, 여기서 전위 시스템을 결정 할 수 있다.

그림 3.1.2-92은 변형에 따른 grain의 변화를 나타낸다. 7개의 grain이 비교를 위해 결정되었고, 그들의 방위가 변형이 발생함에 따라 관찰되었다. 관찰결과, normal 방향에서 회전의 경향을 밝히는 것은 매우 어렵게 나타났다. 그러나 두 가지의 결과를 얻었는데, 하나는 [001] 방향은 다른 방향에 비해 인장실험시 안정함을 보이고, 두번째는 수직방향의 회전각은 인장방향에서 관찰한 회전각에 비해 매우 작다는 것이다.

인장방향에서의 회전 경향은 그림3.1.2-93에서 A,B,C로 구분된 것과 같이 세가지로 구분된다. 첫번째 A형태는 초기 방위가 [001]극과 [111]극을 잇는 직선방향으로 회전하고 결국 $[\bar{1}12]$ 방향으로 움직이는 경우를 말한다. 이 움직임은 그림 3.1.2-94 (a)에서의 이론적인 움직임과 같다. 두번째로 B형태는 초기 방위가 [111]극으로 움직인 것을 나타낸다. 이 형태에서 초기 방위는 변형초기에 [001]극과 [111]극을 잇는 방향으로 움직이지만, 마지막의 안정한 방위는 [111]인 것으로 나타났다. 세번째로 C형태는, 초기 방위가 A형태와 B형태에서 보인 방향의 반대방향으로 움직이는 것을 말한다. [Kim 2001].

각 grain의 회전성향은 초기 방위의 차이에 따라 발생하는 것으로 나타났다. 반면, [001]방향은 변형중 회전이 거의 일어나지 않으며, 따라서 $\{001\}\langle 100\rangle$ 의 cube texture는 상대적으로 인장시험중 안정한 것으로 나타났다. 따라서, 1050알루미늄 합금의 In-Situ 일축인장 변형은 각 grain의 초기 방위에 따라 큰 차이를 보이는 것으로 나타났다.

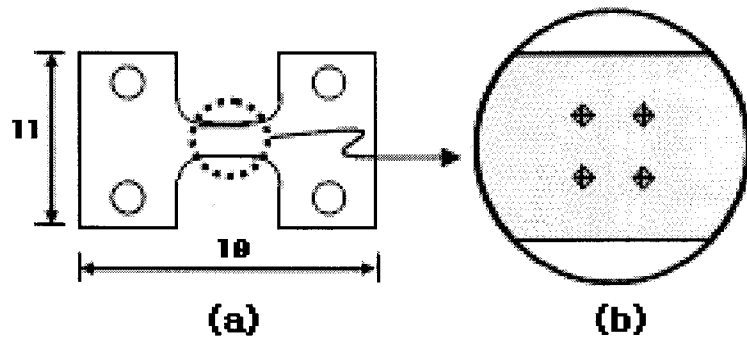


Fig. 3.1.2-90 (a) is schematic picture of the tensile specimen designed for in-situ tensile deformation, and (b) is four micro-indentations marked on the specimen surface with a micro-vickers hardness tester.

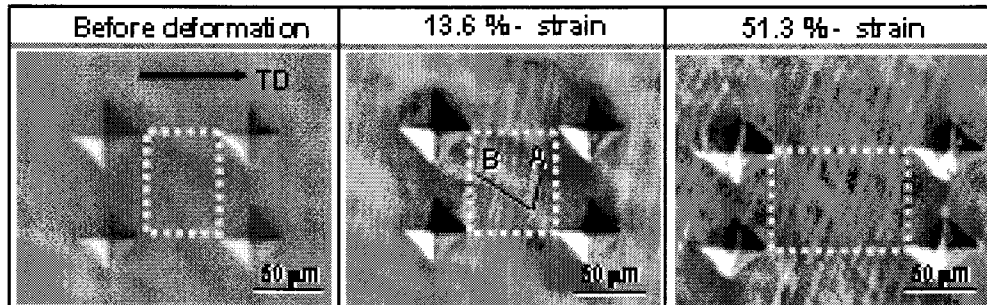


Fig. 3.1.2-91 SEM micrographs showing the morphological change on the surface of the specimens undergoing uniaxial tensile deformation of aluminum single crystal. 'TD' means the tensile direction.

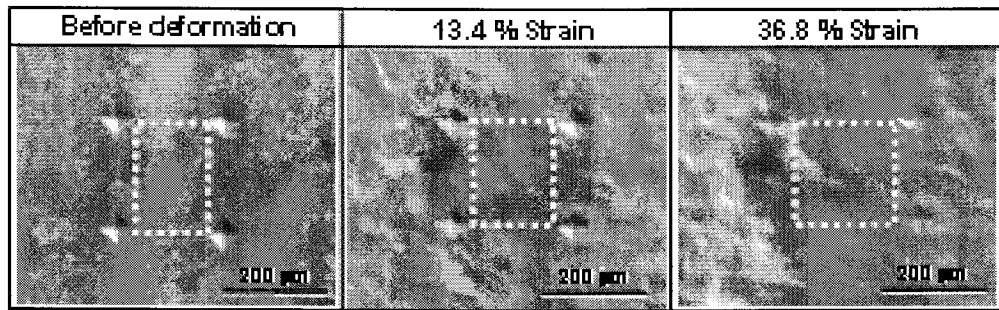


Fig. 3.1.2-92 SEM micrographs showing the morphological change on the surface of a polycrystalline specimen undergoing uniaxial tensile deformation.

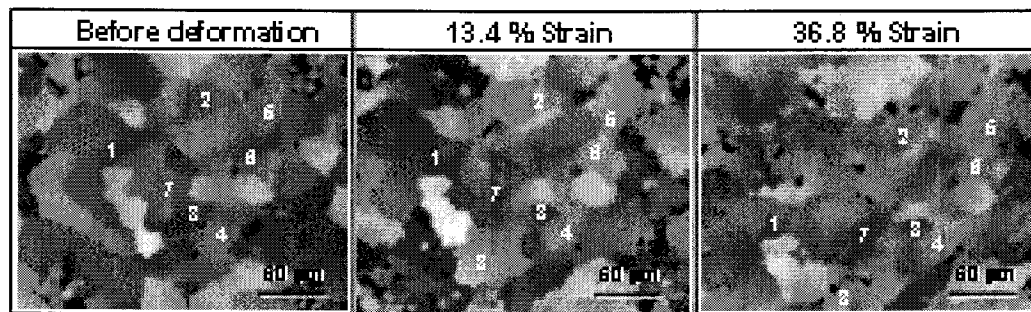


Fig. 3.1.2-93 Orientation maps showing how the orientations normal to the surface of the specimen evolve during uniaxial tensile deformation of the polycrystalline 1050 Al alloy.

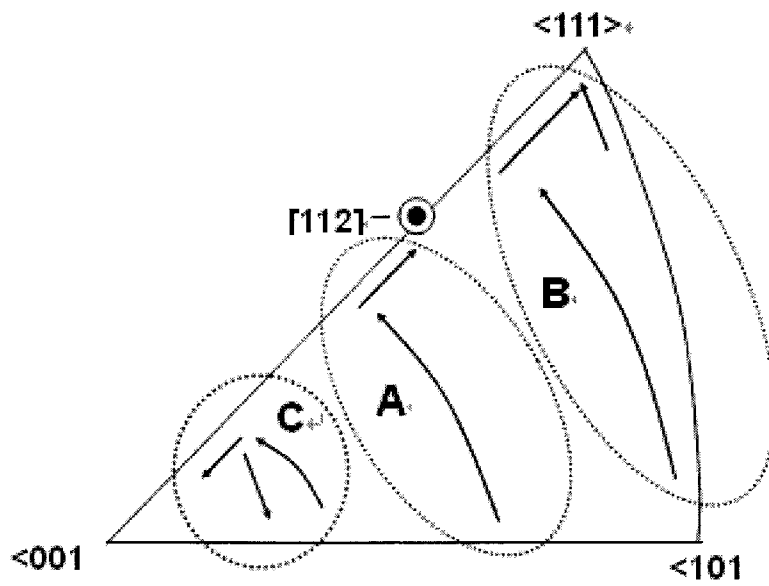


Fig. 3.1.2-94 Summary showing how the tensile directions in individual grains rotate during uniaxial tensile deformation of polycrystalline 1050 Al alloy.

3. REDS(Repressing of EBSD Data in SNU)

앞에서 살폈듯이 전자후방산란회절법(EBSD)을 이용해 시편의 각 점에 대한 방위를 측정할 수 있으며 각 점의 방위정보는 측정기기에서 방위해석 프로그램으로 전달되어 저장된다. Oxford나 TSL, HKL 등 EBSD 측정시스템 제작사들이 개발한 프로그램을 통해 방위정보를 해석하고 영상으로 표시할 수 있지만 이들 프로그램의 기능에 한계가 있고 연구자가 이들 프로그램이 제공하지 않는 기능을 요구하는 경우가 종종 발생하여 독자적인 해석프로그램을 개발하게 되었다.

REDS(Repressing of EBSD Data in SNU)는 단순히 방위정보만을 받아들이는데 그치지 않고 개방적인 정보입력 체계를 취함으로써 측정기기에서 받아들인 데이터 외에도 FEM을 통해 계산된 결과와 공통된 구간을 포함하여 몇 번의 측정을 실시한 몽타주 데이터를 받아들일 수 있게 설계되어 정보입력의 호환성이 매우 넓다. 이를 통해 FEM 데이터를 통한 가상실험과 몽타주 데이터를 이용한 거대 결정립 대상 정보분석이 가능하다.

그림 3.1.3-1에 REDS의 연산과정을 나타낸다. EBSD로부터 받아들인 데이터는 영상출력이라는 기본적인 기능을 수행하지만 이 밖에도 극점도에서 WIMV를 이용해 ODF를 만드는 것과 비슷한 원리로 수행하는 ODF 형태의 결과출력, 결정역학 계산을 통한 물리적 특성 예측, 관찰면의 방위 분석, 이산화된 방위정보를 모아 표시하는 모자이크 기능을 지원하도록 설계되었다.

또한 REDS를 다루는 대상이 결정의 집합조직과 방위를 연구하는 대학원생이 대다수라는 점을 감안하여 모든 과정이 자동으로 이루어지는 다른 프로그램과는 달리 명령어를 직접 입력하여 문제를 분석하도록 함으로써 교육적인 목적을 가미하였다. 그림 3.1.3-2는 REDS를 통하여 얻을수 있는 정보에 대해 표시하였다 (a) 는 결정립의 지도를 개략적으로 나타내고 (b)이중 결정립계만 따로 표시될 수 있다. (c)와 같이 CSL(coherent site lattice)의 경계를 나타내는 것과, (d) 집합조직의 분석을 동시에 나타낼 수 있다.

그림 3.1.3-3은 REDS에서의 기능인 회전에 따라 변하는 MDP 분포도를 나타내고 있다. 또한 추가기능으로 그림 3.1.3-4와 같이 다양한 옵션으로 표현되는 결정립계의 정보를 명확히 볼 수 있도록 조절이 가능하다. 또한 의미없는 결정립을 데이터에서 제거, 분석을 간단하게 하는 기능도 있다.(그림 3.1.3-5)

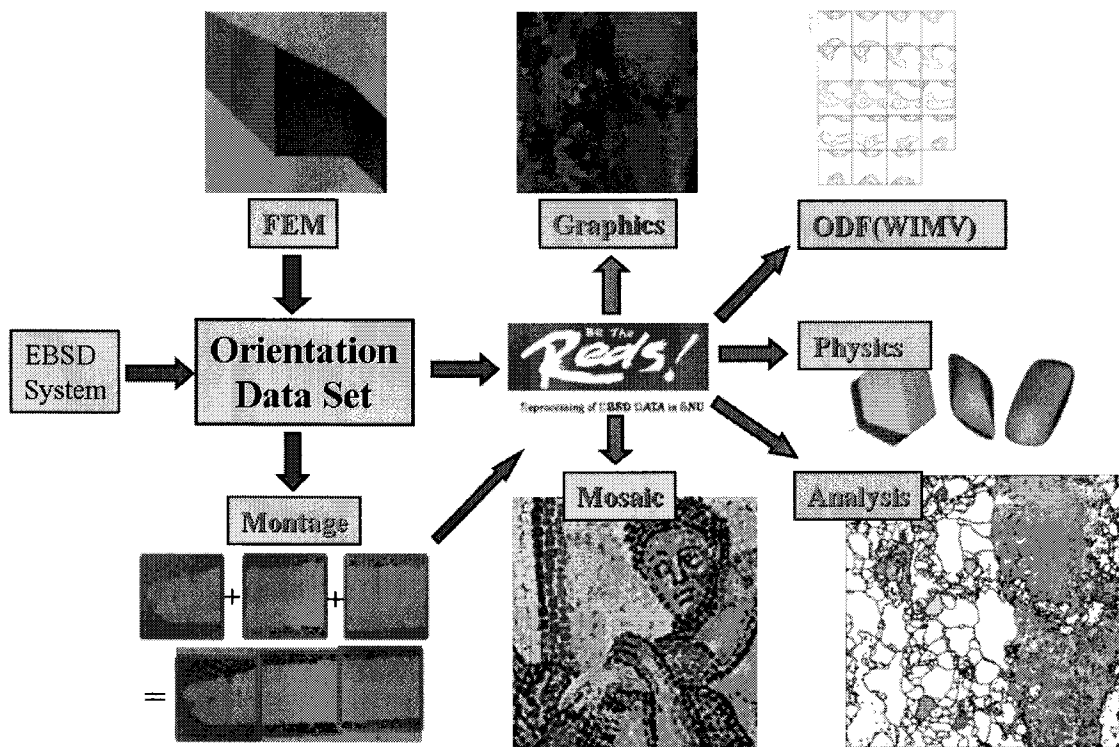
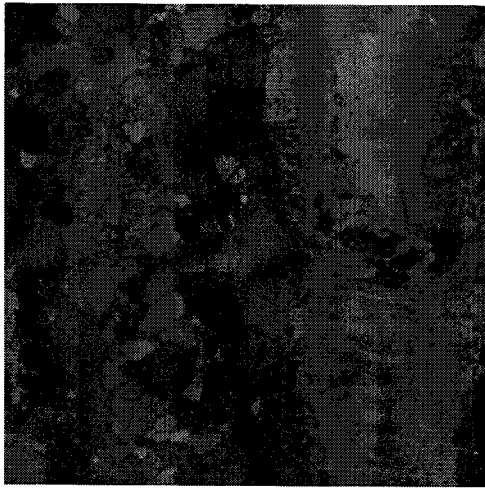
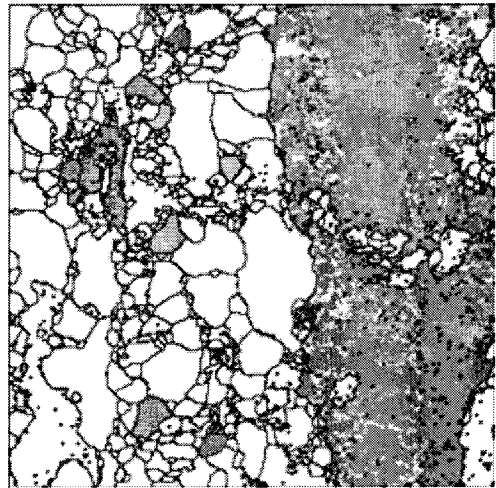


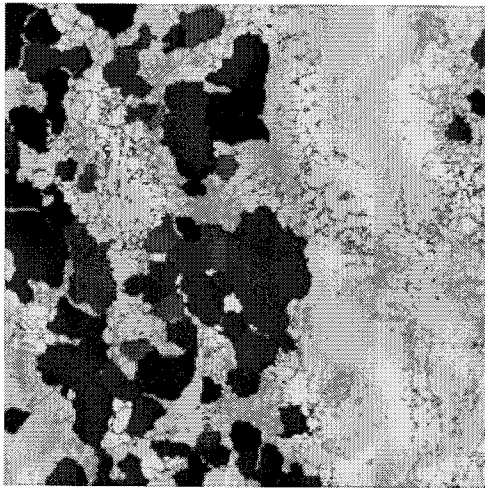
Fig. 3.1.3-1 Flowchart of REDs System



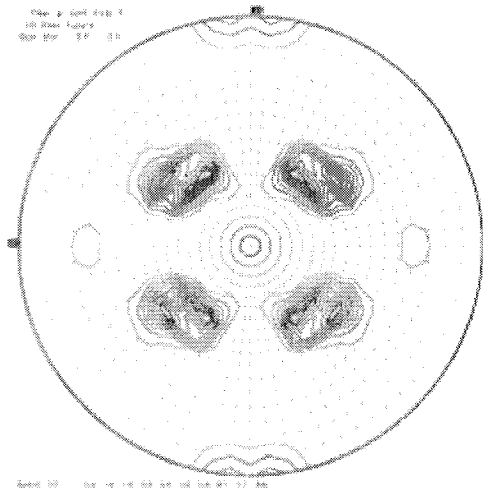
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 3.1.3-2. (a) Grain identification demo of REDS. (b) Grain selection demo of REDS. (c) CSL boundary demo of REDS (d) Texture analysis demo of REDS.

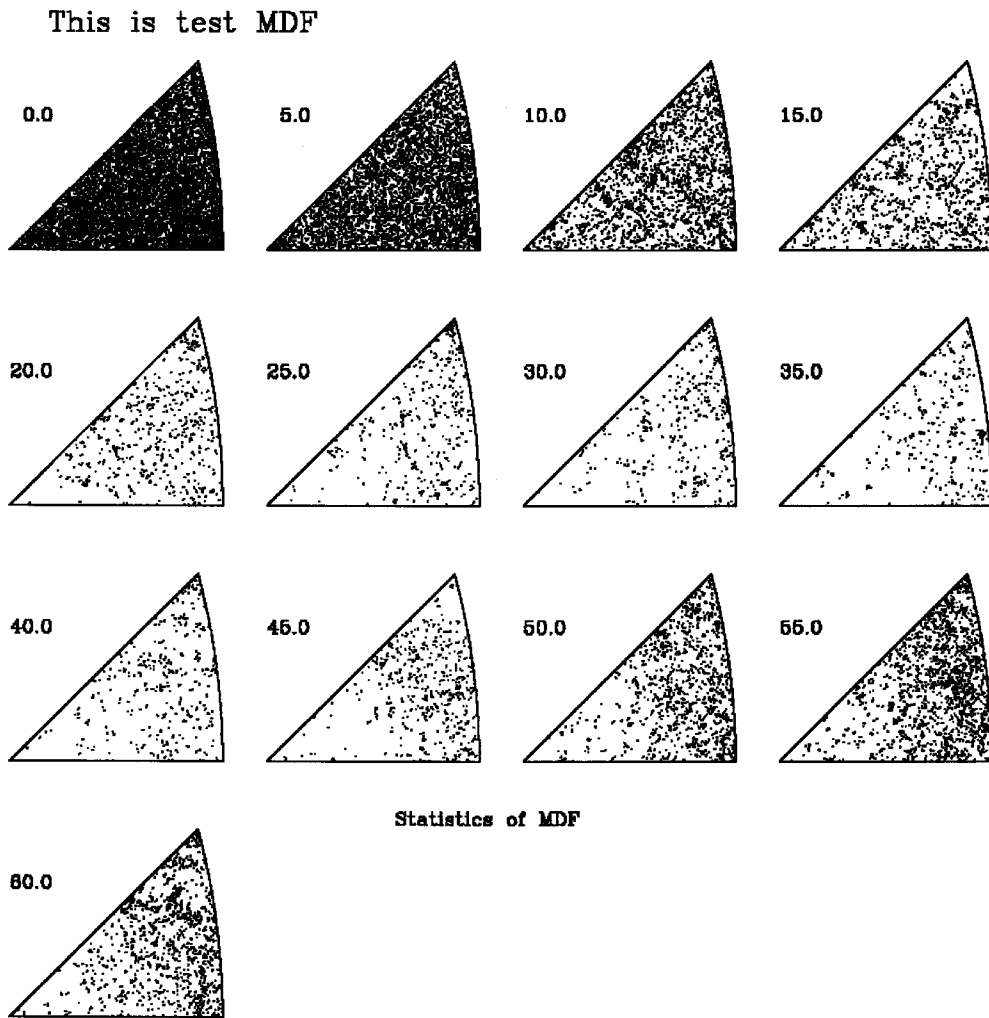
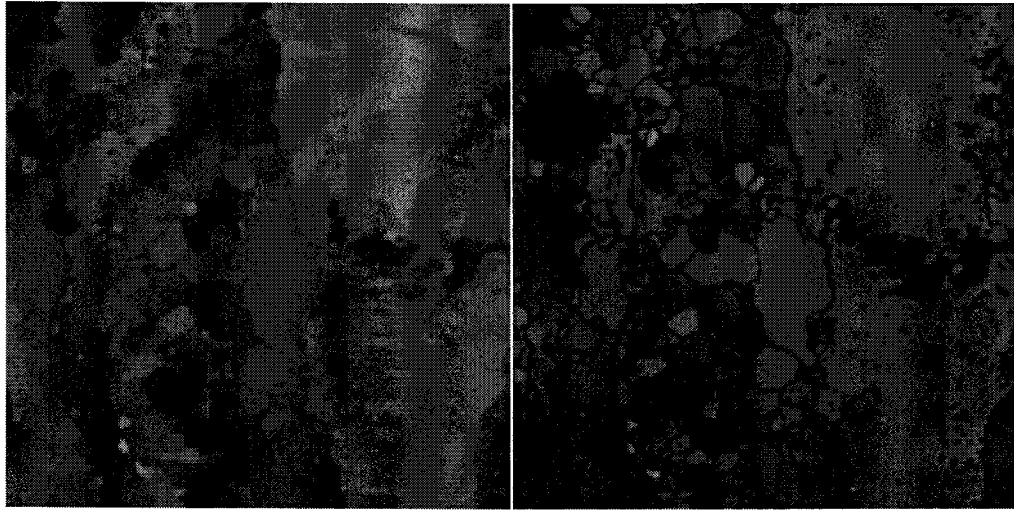


Fig. 3.1.3-3. MDF plotting and rotation demo of REDS



Grain ID=5°. Pixel orientation.

Grain ID=5°. Representative orientation.

Linewidth=2. Background=128(gray).

Linewidth=4. Background=255(white).

Fig. 3.1.3-4. Variance output options demo of REDS

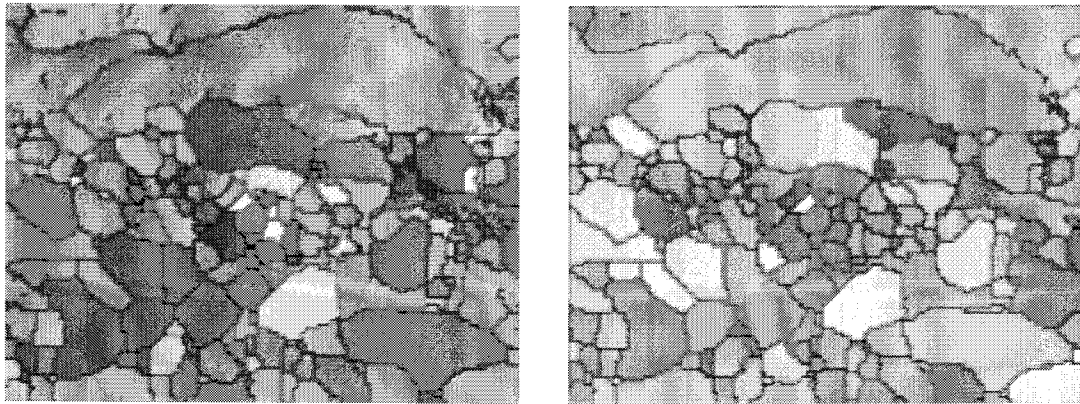


Fig. 3.1.3-5. Grain identification demo of REDS

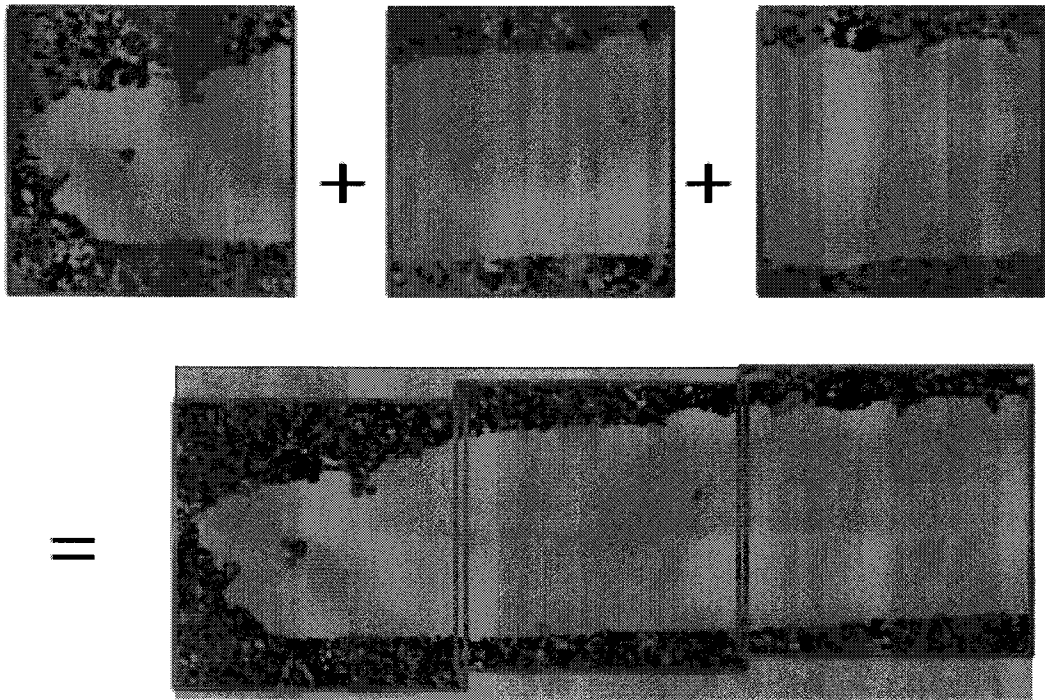


Fig. 3.1.3-6. Montage demo of REDS

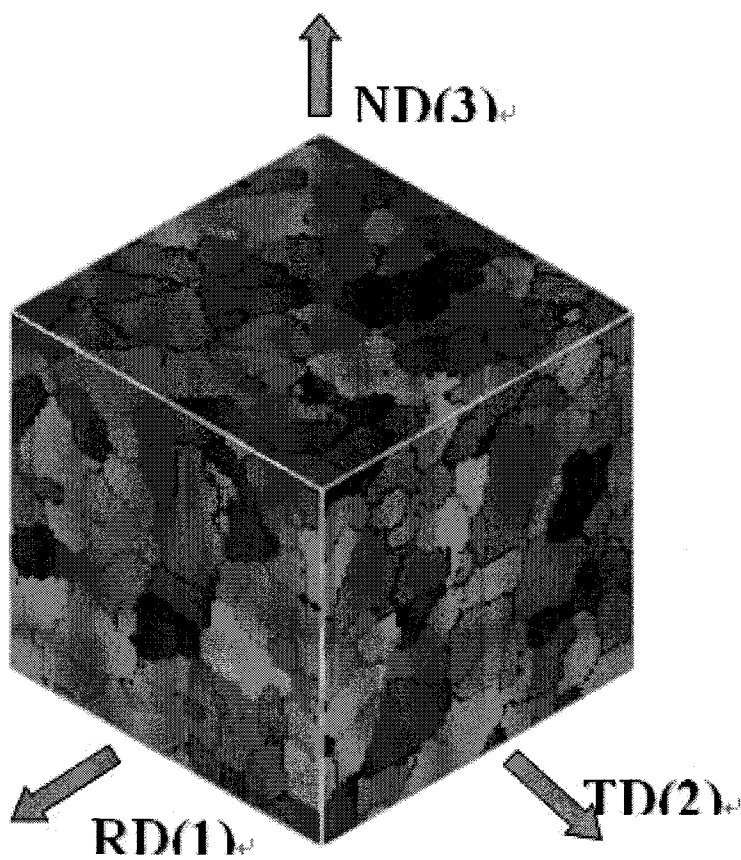


Fig. 3.1.3-7. Guide key demo of REDS

그림 3.1.3-6은 부분적으로 얻어진 결정립 지도를 연결하여 하나의 커다란 지도로 제작하는 과정이다. EBSD에서 얻어진 데이터는 3.1.3-6과 같이 전체 지도로 변환되어 이 결과는 다시 REDS에서 처리를 거쳐 단독으로 촬영된 결정립 지도와 마찬가지로 출력방식을 가지고 있다. 또한 그림 3.1.3-7과 같이 얻어진 정보를 조합하여 결정지도를 3D로 나타낼 수 있다.

이러한 기능을 가진 REDS는 EBSD로 얻어진 정보를 프로그램 프로세싱을 통하여 손쉬운 분석을 할 수 있으며, 데이터의 조합을 통해, 복합적인 집합조직의 이미지를 도출할 수 있다. 또한 출력 될 수 있는 집합조직의 기준을 제시하였으며, 정형화된 데이터출력을 통해, 체계적인 데이터 베이스의 구축을 가능하게 하는데 의미를 가지고 있다.

여 백

제 2 절 변형에너지방출최대화이론을 통한 재결정 제어기술의 발달

재료가 소성 가공 및 도금과 같은 공정을 거치면 내부에 결함의 증가와 함께 내부 변형 에너지가 축적되게 된다. 이러한 내부 변형에너지의 존재는 재료를 열역학적으로 불안정한 상태로 유지하게 한다. 이러한 재료가 어닐링 공정을 거칠 때 안정한 상태로의 이행이 가속화되며, 열적 활성화로 인해 재료의 미세조직과 물성에 영향을 끼친다. 이동녕 교수는 변형된 재료내의 전위에 의한 응력장을 고려한 변형 에너지 방출 최대화 이론(Strain energy release maximization model)을 이용하여 축대칭 변형을 받은 금속재료의 재결정 집합조직 발달을 설명하였다. 변형 에너지 방출 최대화 이론은 재결정의 구동력이 되는 내부변형 에너지와 재결정에 의한 에너지 감소의 방향성을 고려하여 여러 재결정 집합조직 거동을 설명하였다.

이 절에서는 금속재료의 어닐링에 따른 재결정을 변형 에너지 방출 최대화 이론을 통하여 설명하였다. 또한 재결정 이론의 연장으로서 IF Steel에서의 재결정 집합조직과 구리 본딩 와이어의 재결정 거동을 설명하였다.

1. 재결정 이론

가. 재결정 집합조직 연구의 배경

현재 사용되는 금속 재료들은 거의 대부분이 다결정질 재료이다. 이들의 결정학적 방위배열은 대부분의 경우 무질서하지 않고 특정한 방위의 배열이 강하게 나타난다. 무질서하지 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 열처리시에 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 결정 배열을 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.

나. 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 3.2.1-1 [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 3.2.1-1(e)). 그리고, 특수한 상황에서 몇몇 결정립이 선택적으로 성장할 수 있는데 (그림 3.2.1-1(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.

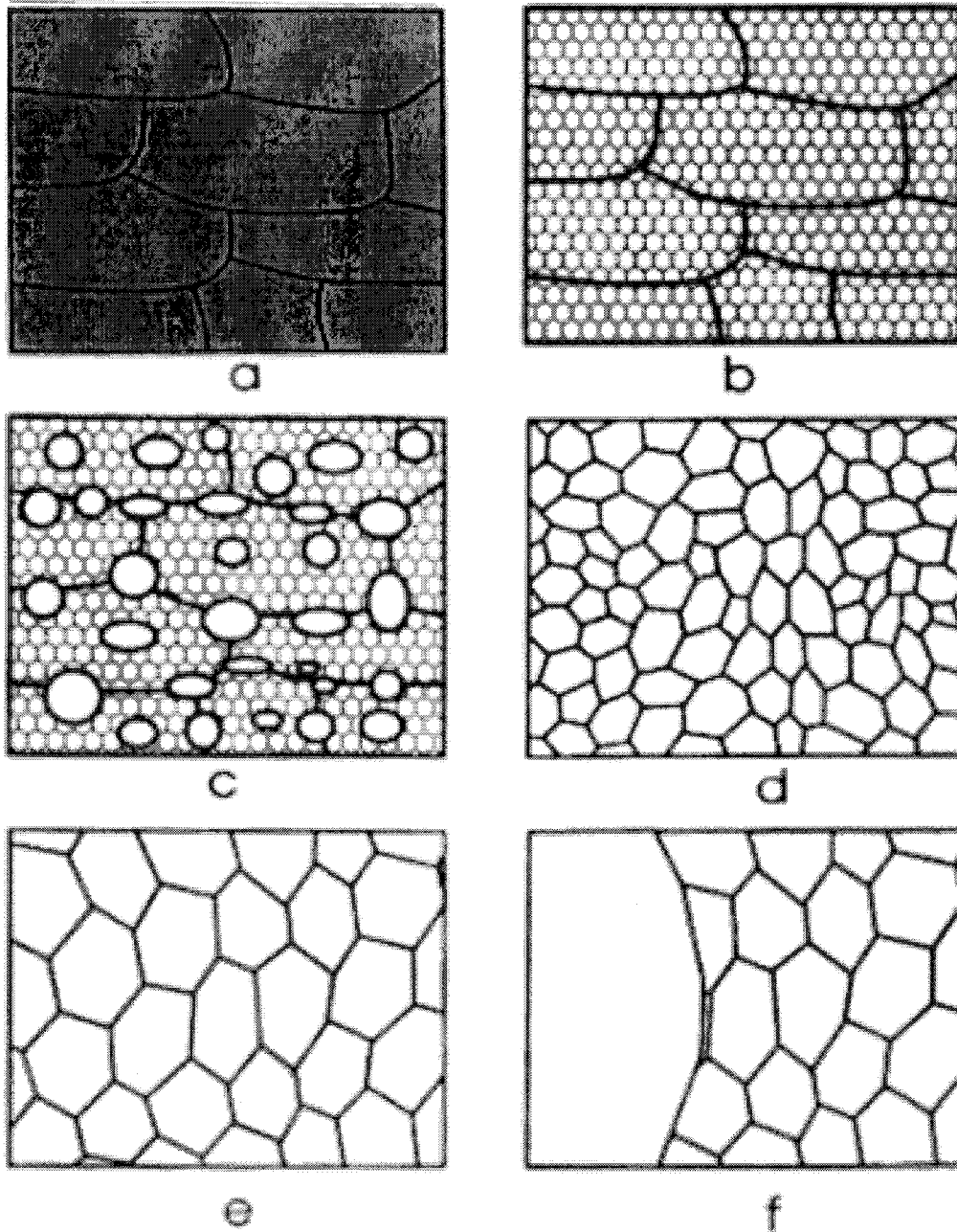


Fig. 3.2.1-1. Schematic diagrams of the main annealing processes; (a) deformed state, (b) recovered, (c) partially recrystallized, (d) fully recrystallized, (e) grain growth, (f) abnormal grain growth [1].

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.

다. 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 핵생성 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 무

질서하게 배열된 핵에서 특정 방위의 결정립이 우선적으로 성장한다는 배향 핵성장 이론 (Oriented Growth Theory)의 두가지 이론을 중심으로 연구되어 왔다.

(1). 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 Louwerse [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 편심 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 방향으로 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.

(2). 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 $30^{\circ}-40^{\circ}\langle 111 \rangle$ 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 예측하기란 쉽지 않다.

(3). 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 소

떨시킴에 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 지배할수 있다는 것이다. Hjelen [Hjelen 1991]은 주조한 방향성이 있는 알루미늄을 압연하여, 변형 기지 내에 부분적으로 재결정 된 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 방위들이 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 저각각 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.

라. 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. 그

러나, 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 결함이 어떤 이방성 특성을 낳지 않으면 재결정집합조직과 직접 관련 맺을 수 없다.

격자표면에너지의 차이에 기인한 표면에너지의 이방성 효과는 결정립 크기가 시편두께보다 크고 진공중이나 불활성 분위기에 있지 않은 한 무시할 수 있다. 결정립계들 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 3.2.1-2는 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 3.2.1-3에 나타난 무한 개의 칼날전위배열의 경우에 다음식과 같은 응력장을 얻었다.

$$\begin{aligned}
\sigma_{12} &= -\sigma_0 \sin X_1 (\cosh X_2 - \cos X_1 - X_2 \sin X_2) \\
\sigma_{11} &= -\sigma_0 [2 \sinh X_2 (\cosh X_2 - \cos X_1) - X_2 (\cosh X_2 \cos X_1 - 1)] \\
\sigma_{22} &= -\sigma_0 X_2 (\cosh X_2 \cos X_1 - 1)
\end{aligned} \tag{3.2.1-1}$$

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.

$$\sigma_{11} \rightarrow \frac{Gb}{D(1-\nu)} \operatorname{sgn}(x_2) \tag{3.2.1-2}$$

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

최대 주응력의 절대치는 $|x_2|$ 값이 $D/2\pi$ 이상일 때 $|\sigma_{11}|$ 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 3.2.1-4 [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.

$$\gamma_i = \int |dy_i / d\epsilon| d\epsilon \tag{3.2.1-3}$$

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 3.2.1-5에 도식적으로 나타내었다.

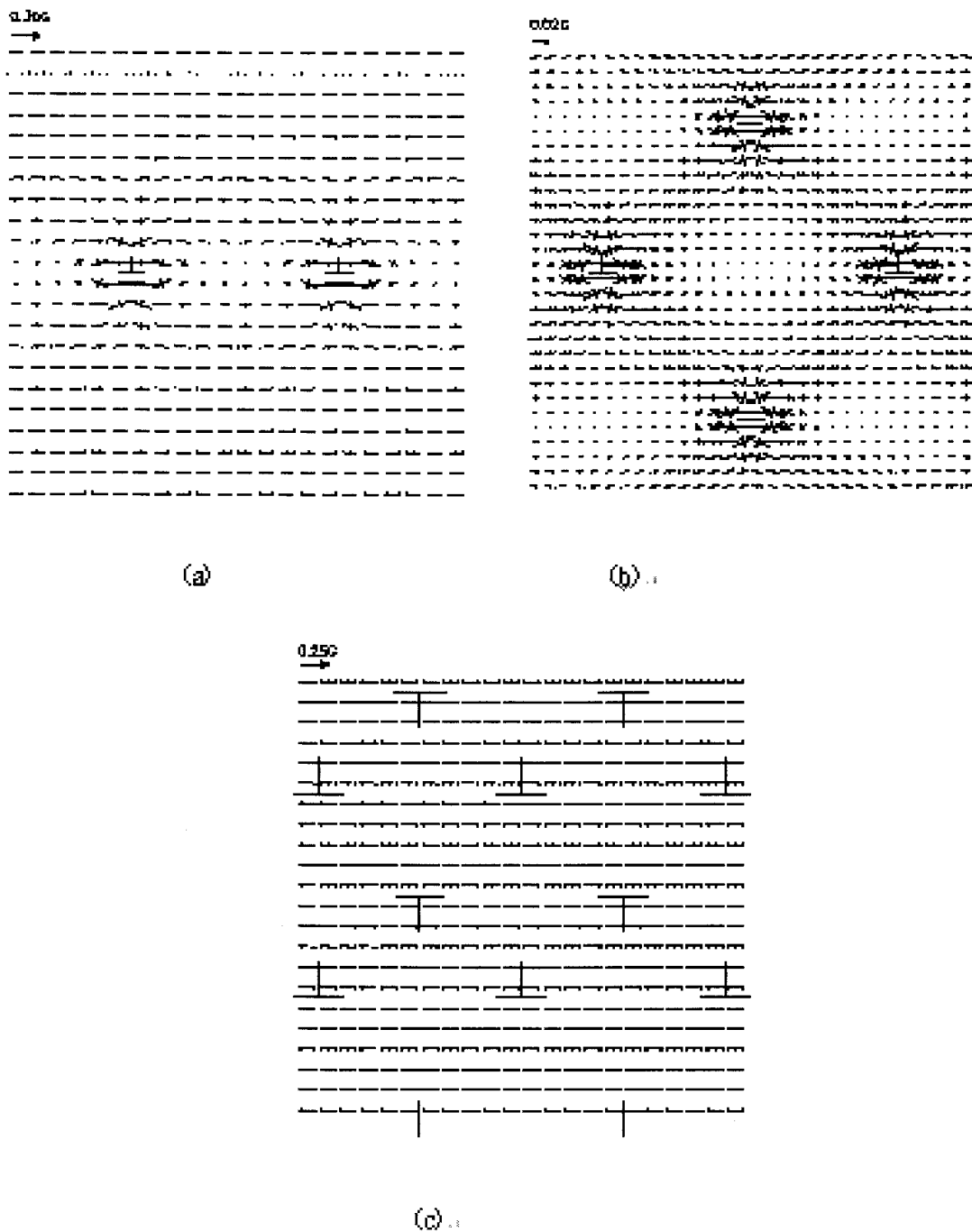


Fig. 3.2.1-2. Principal stress distributions around parallel edge dislocations calculated based on (a) 100 linearly arrayed dislocations with dislocation spacing of $10b$, (b) low energy array of 20×20 dislocations with horizontal dislocation spacing of $20b$, and (c) low energy array of 100×100 dislocations with horizontal dislocation spacing of $10b$. b is Burgers vector and G is shear modulus [Lee 1999]

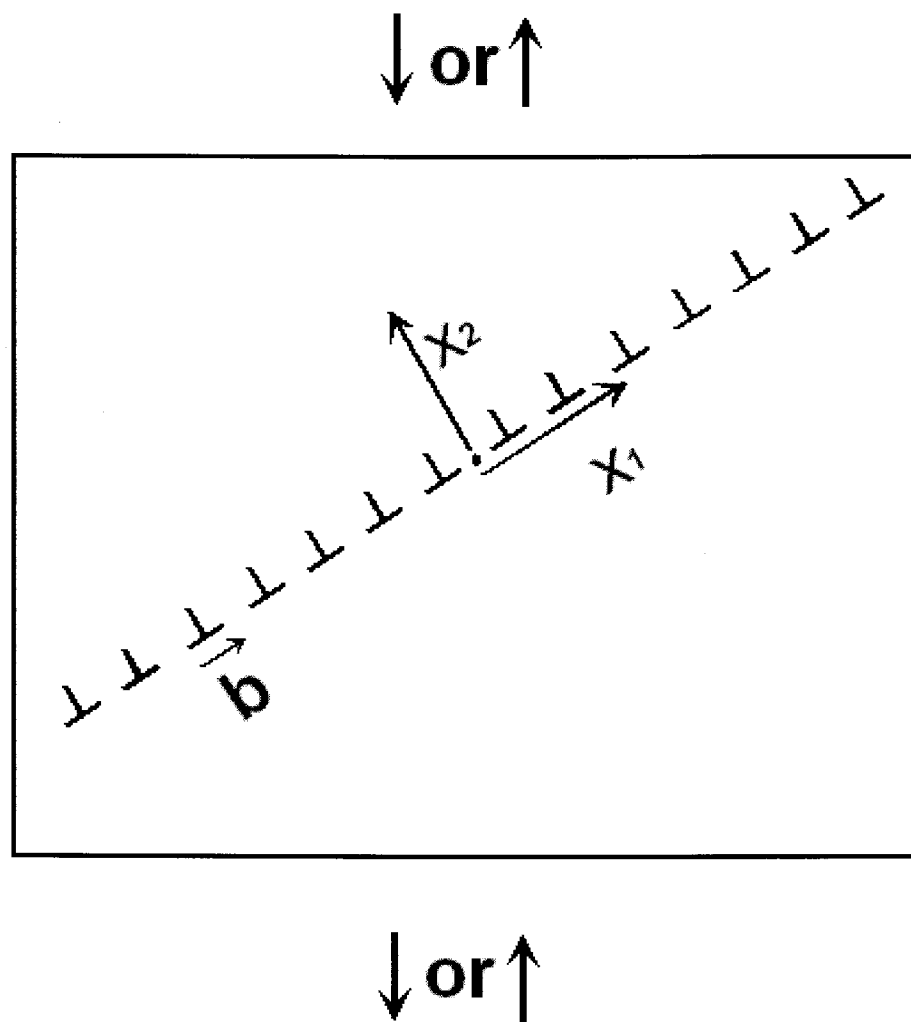


Fig. 3.2.1-3. Coordinates in edge dislocation array

초기 재료(그림 3.2.1-5(a))을 일축 변형하면 재료의 내부에는 변형 방향으로 탄성 응력장이 형성된다(그림 3.2.1-5(b)). 이 때 재료의 내부 변형 에너지는 그림 3.2.1-5(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 3.2.1-5의 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 3.2.1-6) 열역학적으로 안정한 계로의 이행이 가속화된다.

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, Lee 2000]에 기술되어있다.

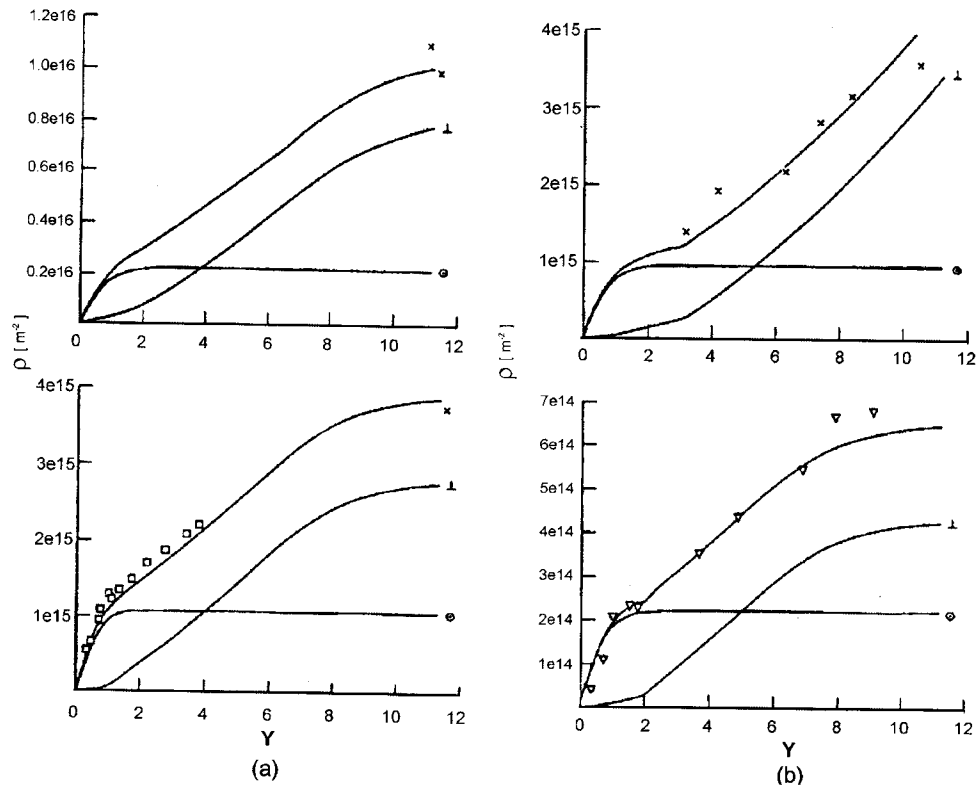


Fig. 3.2.1-4. Evolution of total dislocation density with shear strain γ , $d\gamma/dt = 0.01/s$. Full lines: calculated values, signs: experimental data from resistometry and calorimetry, X torsion, \square compression; ∇ straight rolling, $d\gamma/dt = 1 \cdots 10/s$; (a) Cu 99.95%, $T=77K$ (above) and 294 (below); (b) Al 99.99%, $T=77K$ (above) and 294 (below). Evolution of screw \circ and edge \perp densities is also demonstrated [Zehetbauer 1993].

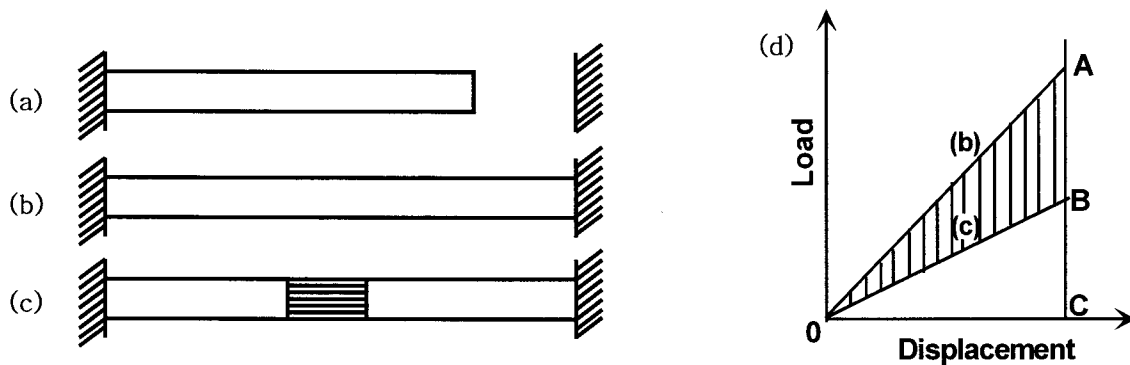


Fig. 3.2.1-5. Stress free body (a) is elongated and its both ends are fixed (b). Strain energy of body is represented by OAC. When small portion of stressed body is replaced by stress free material, strain energy of system is reduced to area OBC and energy release is represented by area OAB.

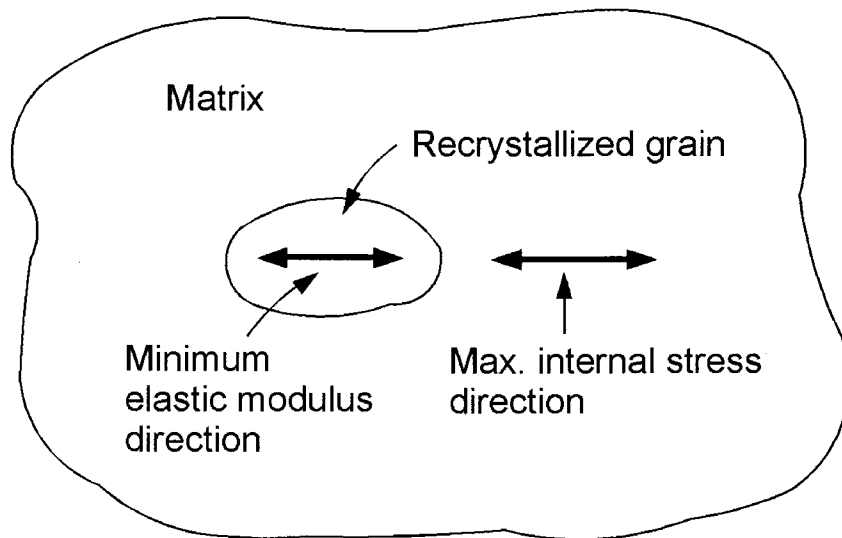


Fig. 3.2.1-6. Matrix with high dislocation densities and recrystallized grains constitute constant volume system, in which energy release can be maximized when absolute maximum stress direction becomes parallel to minimum elastic modulus direction of recrystallize

마. 변형 에너지 방출 최대화 이론을 통한 재결정 집합조직의 해석 예

(1). 평면변형 압축한 $(123)[41\bar{2}]$ Al 단결정의 재결정 집합조직

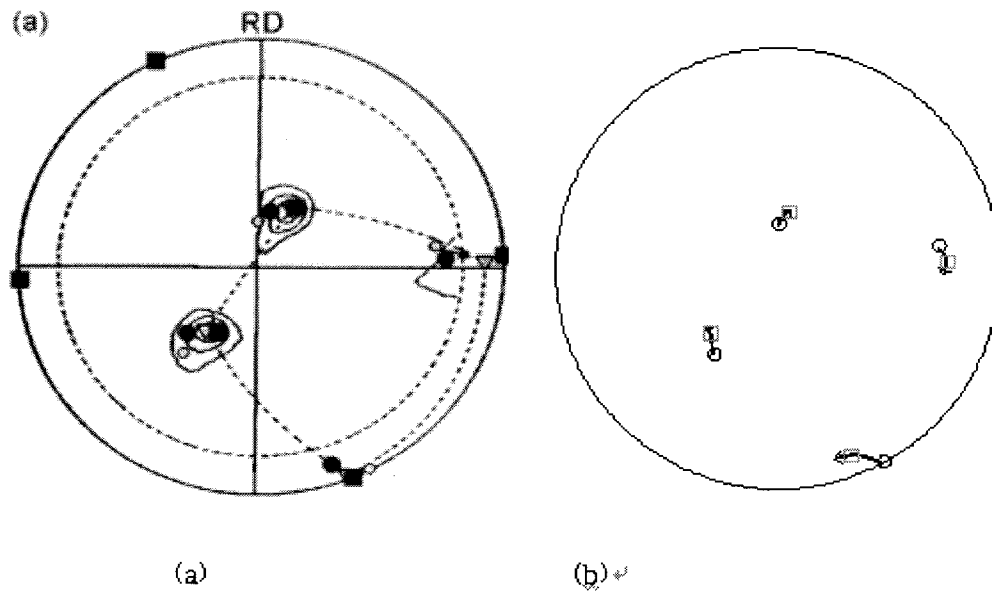
Blicharski 등 [Blicharski 1995]은 평면변형 압축한 $(123)[41\bar{2}]/(123)[\bar{4}\bar{1}2]$ 와 $(123)[41\bar{2}]/(\bar{1}\bar{2}3)[41\bar{2}]$ 2 방위결정의 재결정 집합조직을 측정하였으나, 기존의 재결정 이론으로는 그 결과를 설명할 수 없었다. 이동녕 등은 변형 에너지 방출 최대화 이론을 이용하여 설명하였는데 이 이론의 설명에 좋은 예이다. 연구결과 구성단결정의 성질의 중복과 같았으므로, $(123)[41\bar{2}]$ 단결정의 문제를 취급한다.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

90% 압축한 시편의 변형 집합조직을 그림 3.2.1-7에 나타내었다. 변형 후에 약간의 결정 회전이 있는데 이는 그림 3.2.1-7에서 보는 바와 같이 완전구속 변형속도민감도 모델 [Canova 1961, Toth 1988]의 예측과 잘 맞는다. 절대최대내부응력방향을 계산하기 위하여 작용 슬립계와 식(3.2.1-3)의 γ_i 의 값을 구하여야 한다. 이를 위하여는 $|d\gamma/d\varepsilon|$ 와 ε 의 관계를 알아야 한다. 이 관계는 변형 집합조직의 모사과정에서 얻게 된다. $d\gamma_i/d\varepsilon$ 와 ε 의 관계를 그림 3.1-8에 나타내었다. 이 슬립계들의 $d\gamma_i/d\varepsilon$ 와 ε 관계곡선으로부터 $\varepsilon=2.3$ (90%단면감소에 해당)까지의 면적을 구하면 식 (3.1-3)의 γ_i 값을 얻게 된다. 그 결과 작용 슬립계는 $(111)[10\bar{1}]$, $(111)[01\bar{1}]$, $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[110]$, $(1\bar{1}\bar{1})[110]$, $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[011]$, $(1\bar{1}\bar{1})[101]$ 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 $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[101]$ 슬립계는 같다. 전자의 슬립방향은 압연방향 $[41\bar{2}]$ 와 예각을 이루지만 후자의 슬립방향은 압연방향과 둔각을 이룬다. 위 6개의 슬립계 중 마지막 2개는 그 기여가 작기 때문에 무시하였다.

절대최대내부응력은 다음과 같이 계산한다.

$$209[10\bar{1}] + 776[0\bar{1}\bar{1}] + 1424 \times 0.577[110] + 2938 \times 0.577[100] = [4608 \quad 3293 \quad \bar{2}867]$$

여기서 계수 0.577은 $(1\bar{1}\bar{1})[110]$ 와 $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[110]$ 슬립계가 $[110]$ 슬립방향을 공유하기 때문이다 [Lee 1999-2]. $[4608 \quad 3293 \quad \bar{2}867]$ 방향 또는 단위벡터 $[0.7259 \quad 0.5187 \quad 0.4516]$ 방향이 재결정 후에는 알루미늄의 최소 탄성계수방향 $\langle 100 \rangle$ 중 하나와 평행하게 된다.



Contour Level: 1, 5, 15, 35

Fig. 3.2.1-7. (a) Measured [Blicharski 1995] and (b) simulated [Lee 1999-1] (111) pole figures showing deformation textures of Crystal 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, \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%

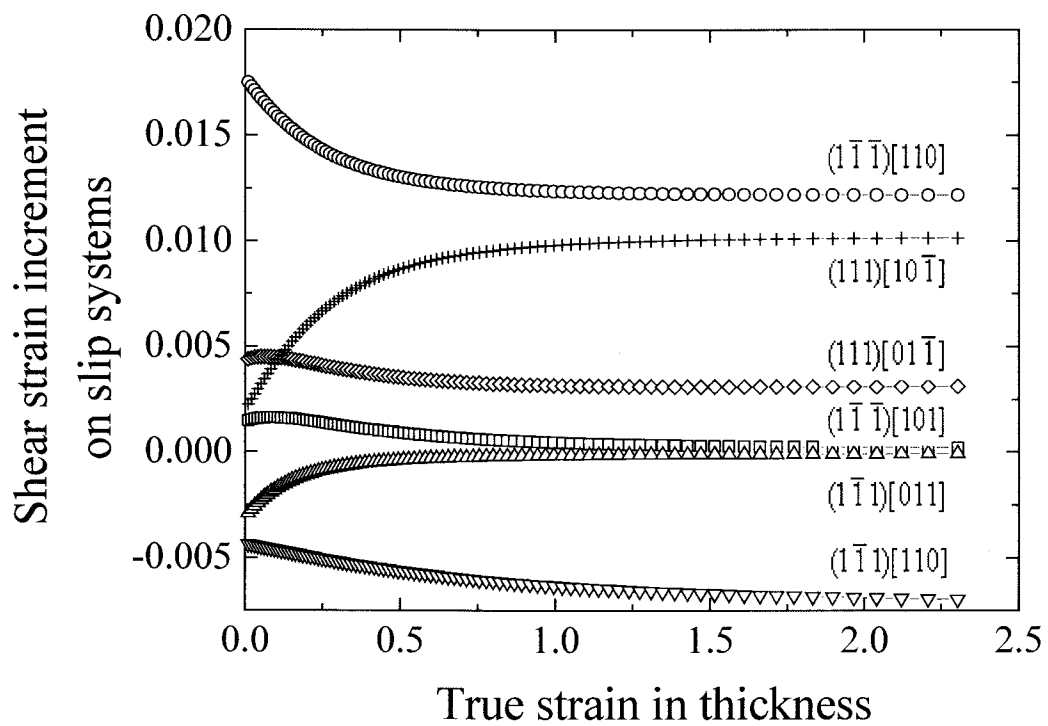


Fig. 3.2.1-8. The calculated shear increments at a thickness reduction of 0.01 on acting slip systems of the crystal $(123)[41-2]$ as a function of strain [Lee 1999-1]

변형된 기지와 재결정된 결정 사이의 또 다른하나의 방위관계를 얻기 위하여, 앞의 <100> 방향과 수직인 또 다른 하나의 <100> 방향과 평행한 변형기지의 방향을 찾아야 한다. 후보 방향 중에는 최대내부응력방향의 계산에 사용되지않은 [011], [101], [$\bar{1}\bar{1}0$]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 <100>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 $[0.7259 \ 0.5187 \ \overline{0.4516}]$, $[\overline{0.0345} \ 0.6833 \ 0.7294]$, $[0.6869 \ \overline{0.5139} \ 0.5139]$ 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 $[0.1534 \ 0.5101 \ 0.8463]$ 과 압연방향 $[0.8111 \ 0.4242 \ \overline{0.4027}]$ 이 재결정 후에는 다음계산을 통하여 얻을 수 있다.

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

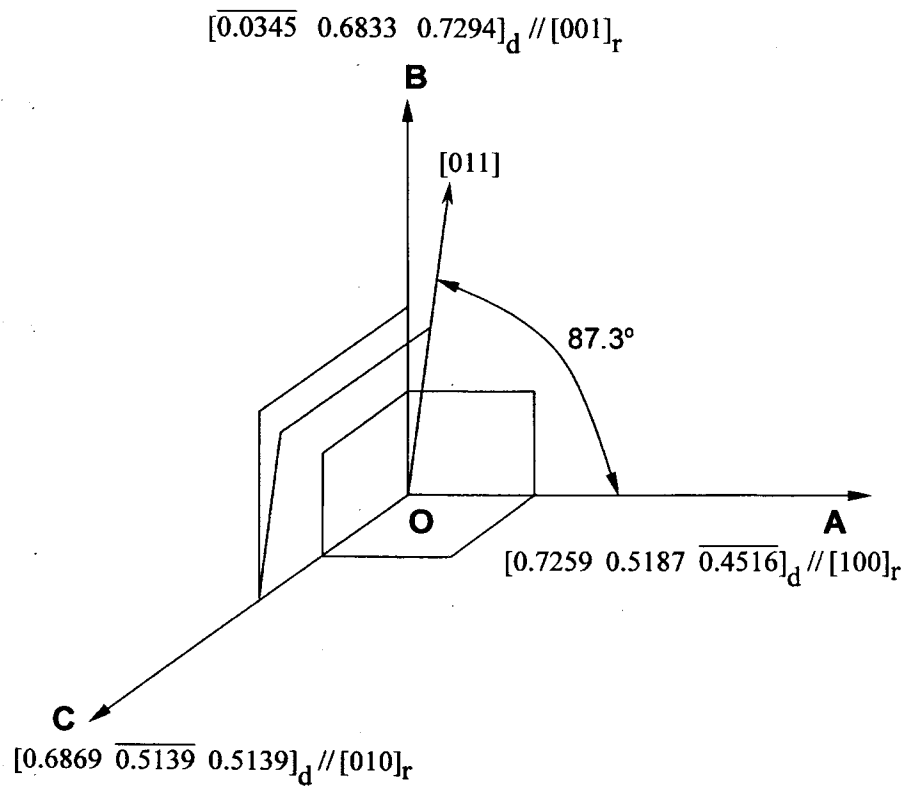


Fig. 3.2.1-9. Orientation relations in deformed and recrystallized states. Subscripts d and r indicate deformed and recrystallized states respectively

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

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

(2). 면심입방정 다결정 금속판재의 재결정 집합조직

적층결합 에너지가 중간 값에서 높은 값을 갖는 면심입방정 다결정 금속의 냉연 집합조직은 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 3.2.1-11). 그림 3.2.1-12은 95% 냉간압연한 알루미늄의 (111) 극점도이다. 다결정 알루미늄과 구리의 평면변형압연 집합조직의 주성분은 구리방위 성분과 S방위 성분이다. 냉연 구리와 알루미늄의 재결정 집합조직이 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 구리 집합조직이 입방정재결정 집합조직과 더 큰 관련이 있다는 증거가 있다. 표 3.1-1의 실험결과 [Necker 1990]를 보면 73% 이하의 압연에서는 변형 집합조직이 강하게 발달하지 않고 재결정 집합조직도 무질서에 가깝다. 90%의 단면감소에서는 강한 구리 집합조직이 얻어지고 재결정 집합조직은 강한 입방체방위이다. 95% 냉간압연한 Al - 0~9%Mg 합금을 598K에서 0.5~96시간 어닐링한 경우, 변형 집합조직의 구리방위 성분의 밀도와 재결정 집합조직의 입방정방위 성분이 모두 3%Mg에서 얻어졌다 (그림 3.1-13 [Koizumi 1999]). 위의 두 경우가 구리가공 집합조직 이 입방체재결정 집합조직으로 변한다는 것을 보여주는 것 같다. 그러나 이것만으로는 충분하지 않다. 왜냐하면 가장 높은 밀도의 가공방위

성분이 반드시 가장 높은 재결정방위성분과 관련이 있지 않기 때문이다 [Engler 2001].

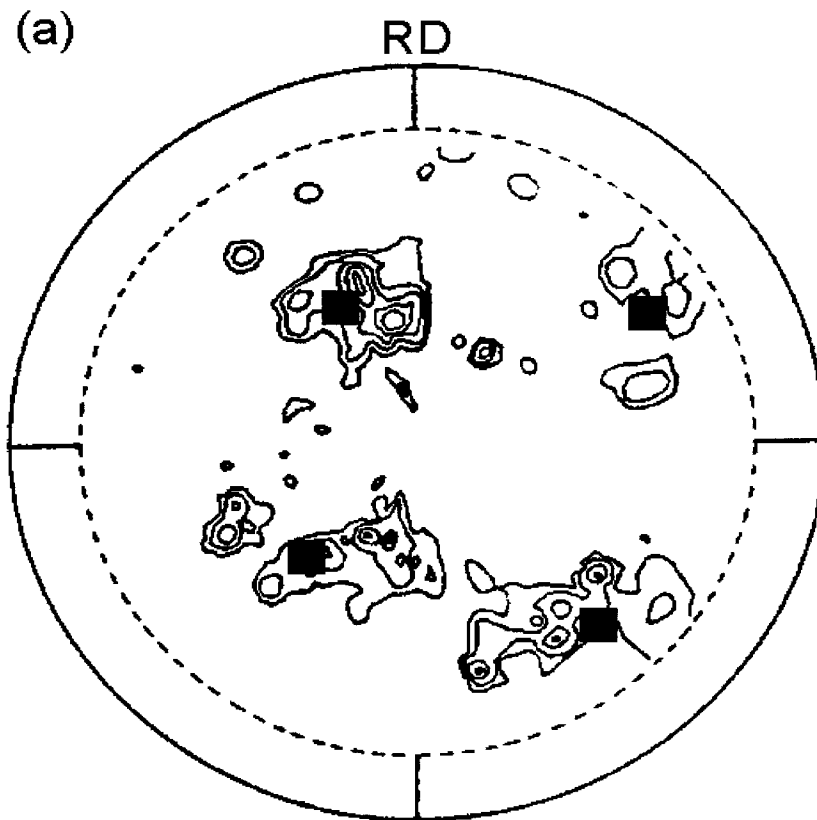
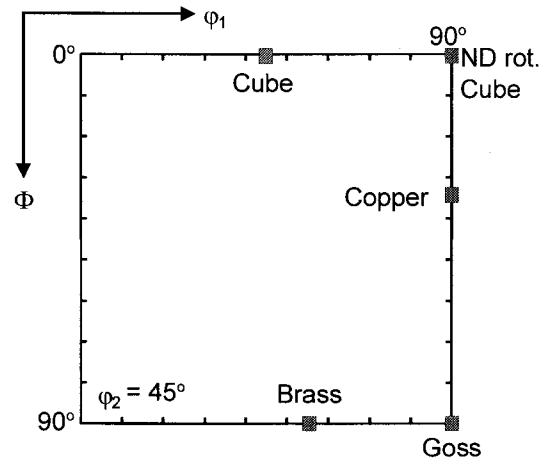
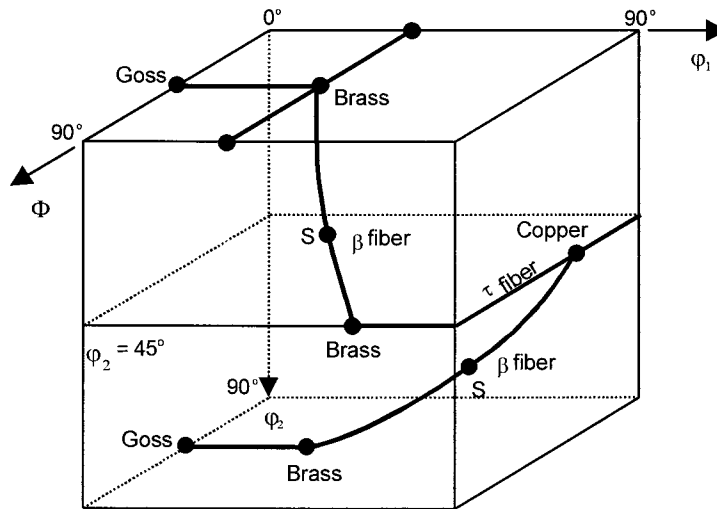


Fig. 3.2.1-10. Measured (contours [Blicharski 1995]) and calculated (solid squares [Lee 1999-1]) (111) pole figure showing textures of fully annealed specimen of Crystal (123) [41-2] after 90% reduction and annealing at 125°C for 5 min.



(a)



(b)

Fig. 3.2.1-11. (a) Position of some important ideal orientations (solid square). (b) Schematic diagram of important fcc orientation fibers in three dimensional Euler space.

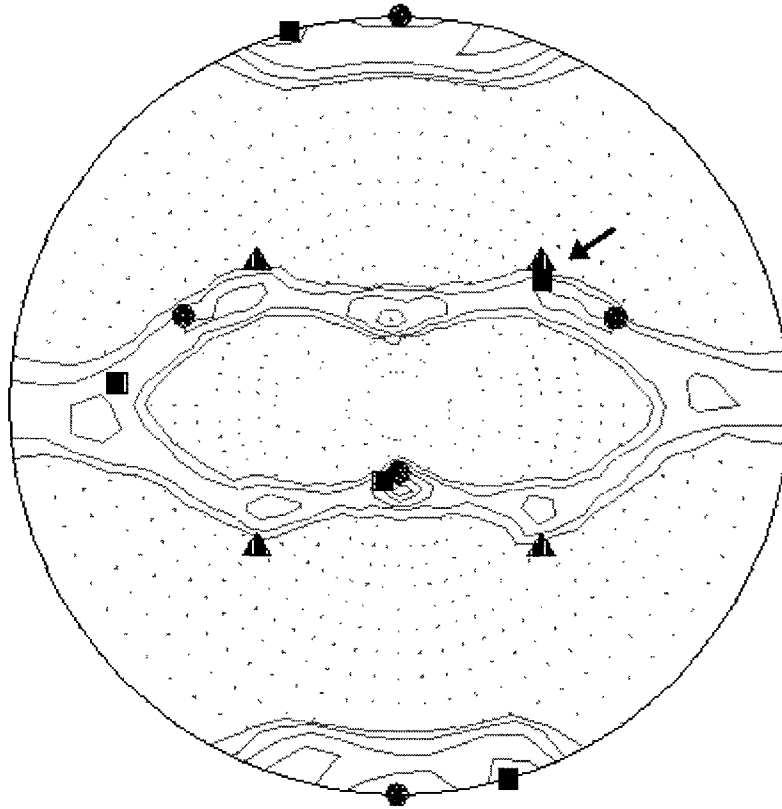


Fig. 3.2.1-12. (111) pole figure of 99% cold rolled aluminum specimen showing that the (123) $[-6-3\ 4]$ and (100) $[010]$ textures have a common $\langle 111 \rangle$ axis (arrow). ● (112) $[-1-1\ 1]$, ■ (123) $[-6-3\ 4]$, ▲ (100) $[010]$.

	Rolling reduction	Bras s	Copp er	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
Recrystalliz ation 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

Table 3.2.1-1. Texture Component Strength of High Purity OFE copper [Necker 1990].

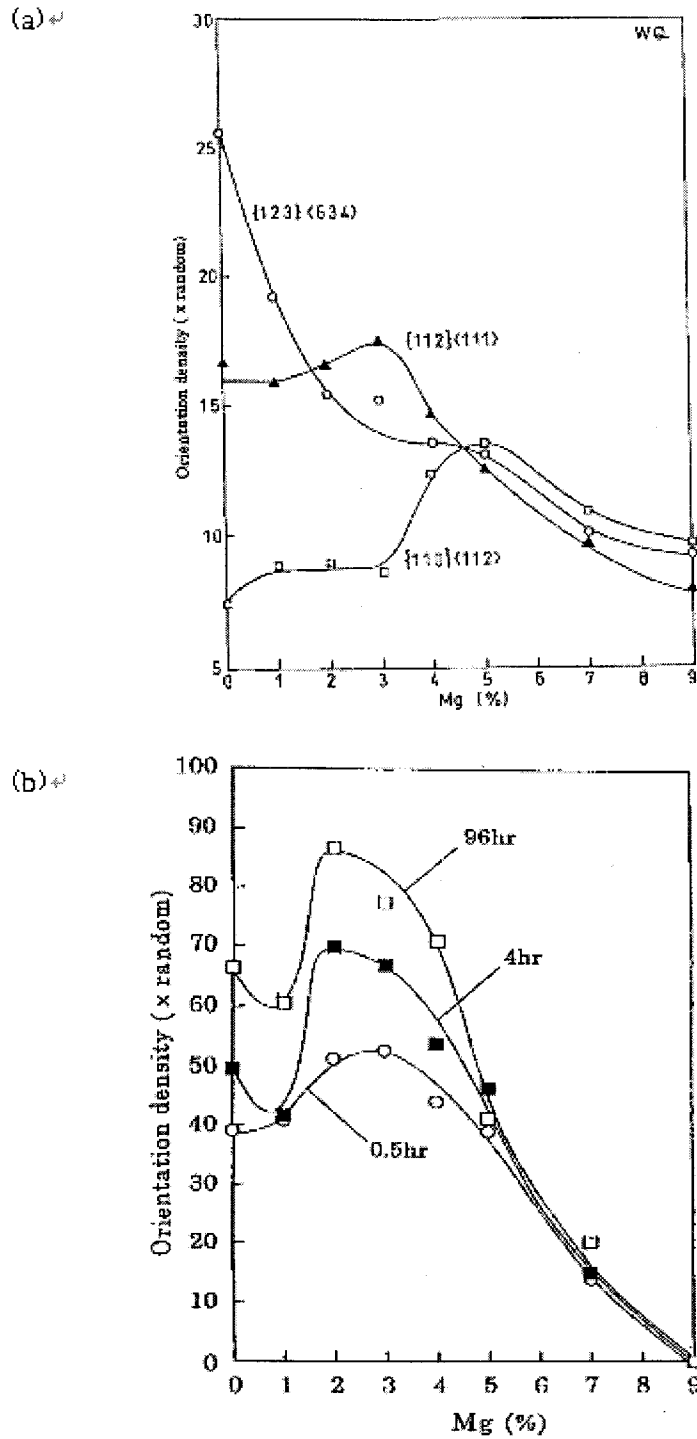


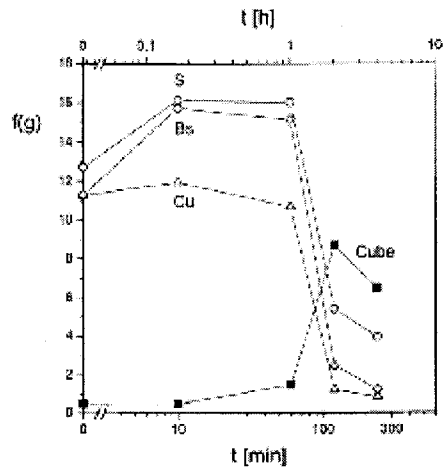
Fig. 3.2.1-13. Effect of Mg content on (a) densities of copper $\{112\}\langle 111\rangle$, S $\{123\}\langle 634\rangle$, and brass $\{110\}\langle 112\rangle$ orientations in Al-Mg alloys cold rolled by 95% and on (b) density of $\{001\}\langle 100\rangle$ orientation in specimens in (a) after annealing at 598 K for 0.5, 4, and 96h [Necker 1990].

95% 냉간압연한 구리를 400~500°C에서 어닐링하는 동안 방위밀도의 변화 (그림 3.2.1-14 [Huh 1998]), 95% 냉간압연한 AA8011 Al 을 350°C에서 어닐링하는 동안 방위밀도의 변화 (그림 3.2.1-15 [Ryu 2001]), 95% 냉간압연한 Fe-50%Ni 을 600°C에서 어닐링하는 동안 방위밀도의 변화 (그림 3.2.1-16 [Caleyo 2001]), 95% 냉간압연한 구리를 2.5 K/s 의 가열속도로 150-300°C 까지 가열하였다가 급랭하였을 때에 어닐링하는 동안 방위밀도의 변화 (그림 3.2.1-17 [Hong 2001])를 보면 입방정방위가 증가하기 시작하면 구리방위성분이 가장 빨리 사라진다. 이 결과로부터 구리가공방위가 입방정재결정방위와 관계 있음을 알 수 있다.

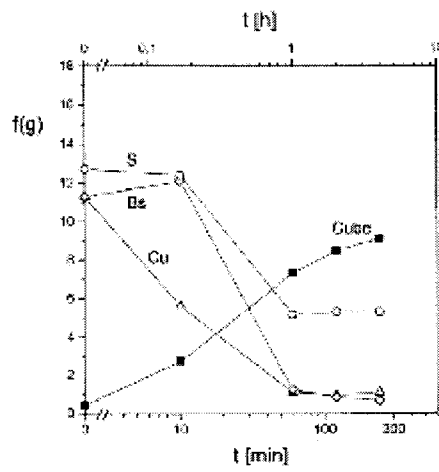
재결정은 변형에너지가 높은 영역에서 재결정이 일어나기 쉽다. 변형된 결정에 저장된 에너지가 Taylor 계수 (factor)에 비례한다는 것이 알려져 있다. 입방정방위, 구리방위, S 방위, 황동방위의 Taylor 계수는 각각 2.45, 3.64, 3.24, 2.45이다 [Hong 2001]. 1.5의 변형률까지 평면변형압축한 99.99% 알루미늄 결정의 저장된 에너지를 측정된 결과에 의하면, 구리방위영역이 S 방위영역 보다 높은 에너지를 가지고있다 [Godfrey 2001]. 따라서 구리방위를 가진 결정립이 S 방위를 가진 결정립 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. 슬립방향을 압연방향과 예각을 이루도록 정한 것은 앞 예에서 이미 설명하였다. 따라서 절대최대내부응력 방향은 $[01\bar{1}] + [10\bar{1}] + 0.577 \times 2[11\bar{1}] \cong 2[11\bar{1}]$. 여기서 0.577은 앞의 예에서 언급한 바 있다. $[11\bar{1}]$ 방향은 재결정 후에는 최소탄성계수방향 $[100]$ 에 평행하게 된다.

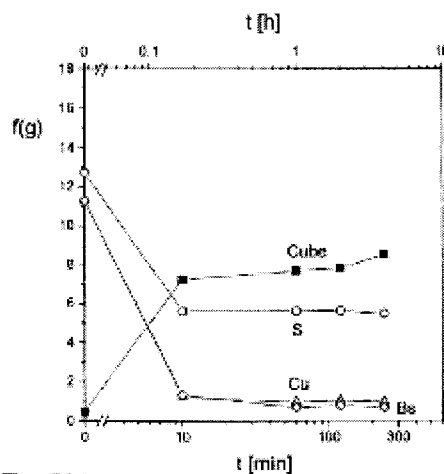
또 다른 하나의 방위관계를 정하여야 한다. 재결정상태에서의 최소탄성계수 $\langle 100 \rangle$ 방향들 중 하나에 평행할 변형상태에서의 방향은 그림 3.2.1-18을 참조하고 대칭성을 고려하면, 절대최대내부응력방향인 $[11\bar{1}]$ 과 수직인 비작용 슬립방향인 $[011]$, $[101]$, $[1\bar{1}0]$ 방향 중 $[1\bar{1}0]$ 이어야 한다. 만일 $[1\bar{1}0]_d // [010]_r$ (여기서 하첨자 d와 r는 각각 변형상태와 재결정



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



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



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

Fig. 3.2.1-14. 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].

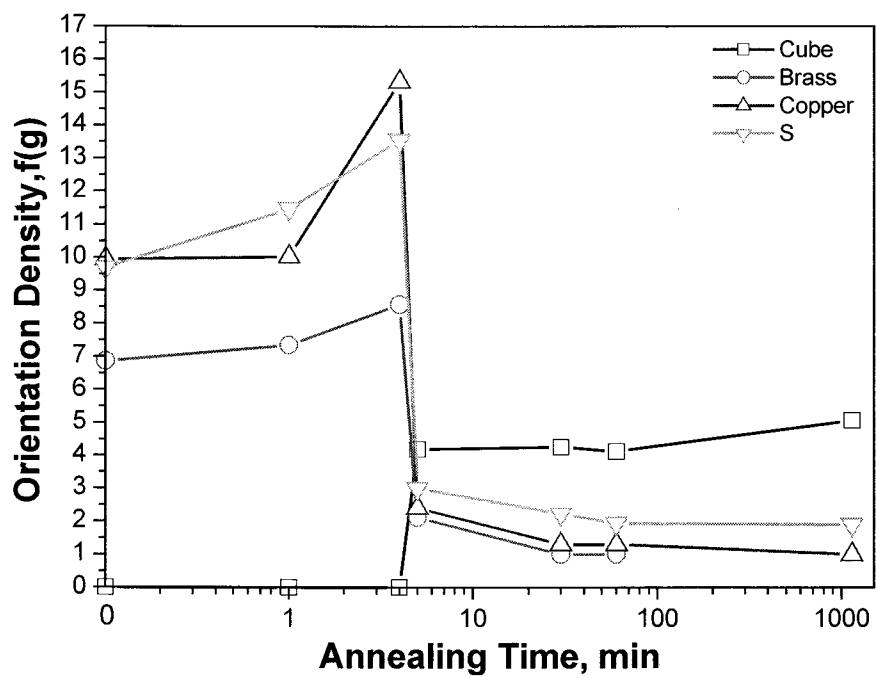
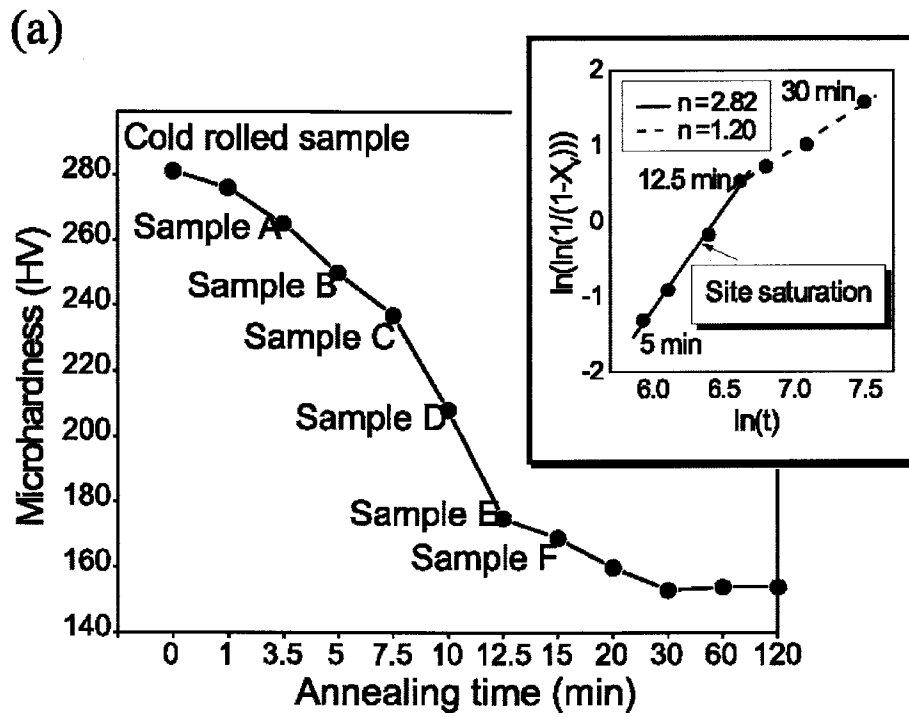


Fig. 3.2.1-15. Changes in densities of cube, brass, copper and S orientations in 95% cold rolled AA8011 during annealing at 350°C [Huh 1998].



(b)

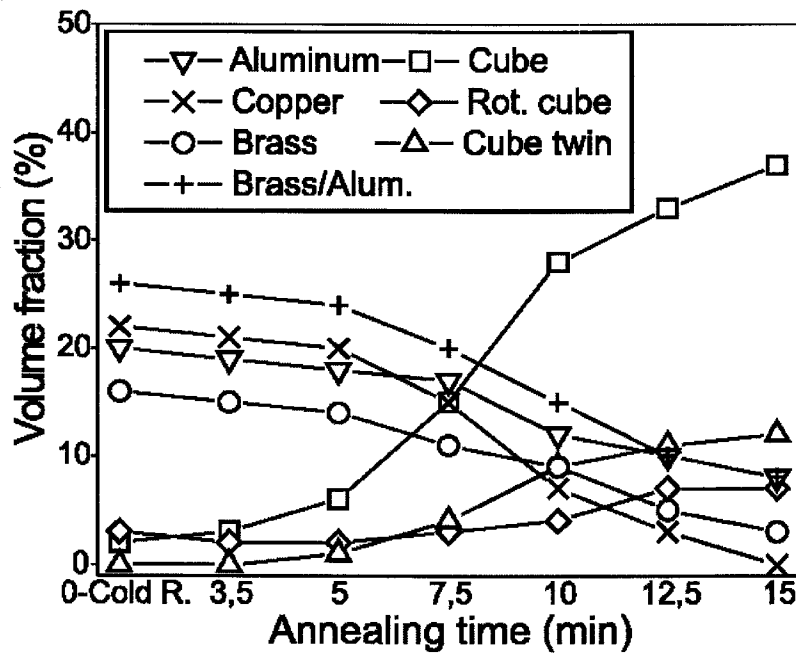


Fig. 3.2.1-16. Recrystallization of 90% cold rolled Fe-50%Ni at 600°C. (a) Microhardness vs. annealing time and JMAK plot. (b) Evolution of bulk textures with annealing time [Caleyo 2001].

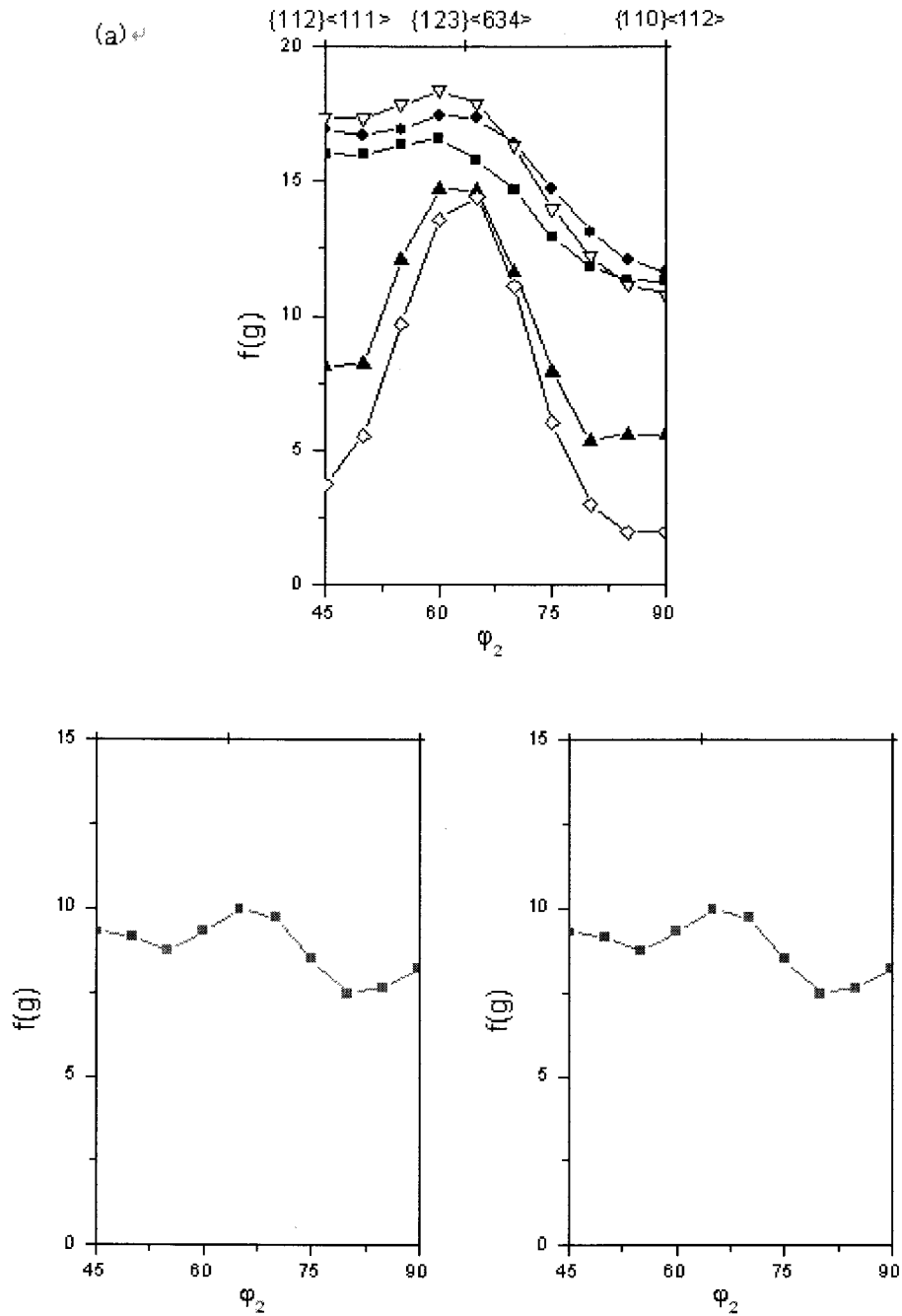
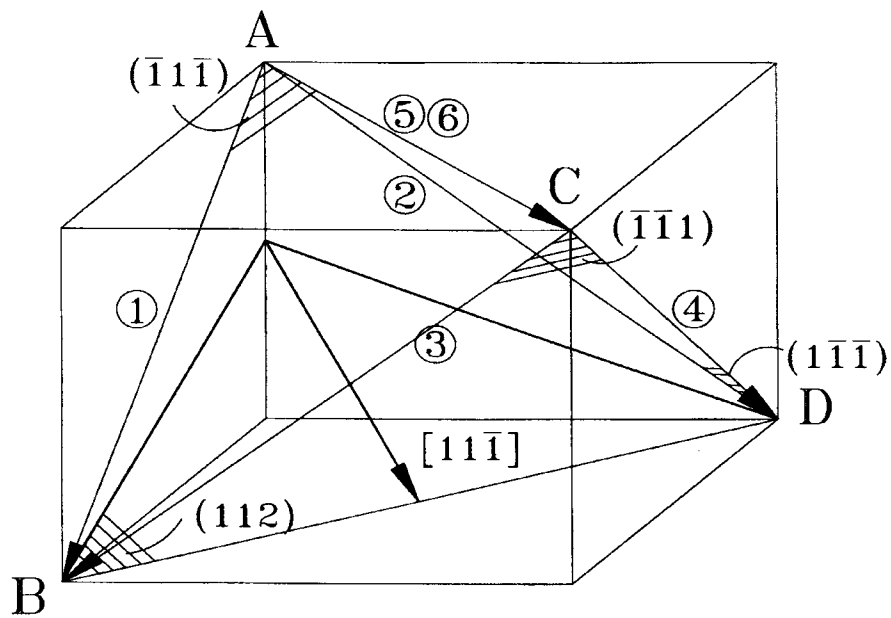


Fig. 3.2.1-17. (a) Orientation densities along β fiber measured by X-ray for center layer of copper sheet cold rolled by 95% and heated to various temperatures (∇ deformed, \bullet 425K, \blacksquare 475K, \blacktriangle 500K, \diamond 525K) at a rate of 2.5 K/s. Orientation densities along β fiber measured 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. 3.2.1-18. Active slip systems (1, 2, 5, 6) of fcc crystal with orientation of $(112)[11\bar{1}]$.

상태를 의미한다.)되게 놓으면, 기하학적인 관계로부터 재결정집합조직은 (001)[100]으로 계산된다. 즉, $(112)[1\bar{1}\bar{1}]$ 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 $(111)[10\bar{1}]$, $(1\bar{1}\bar{1})[101]$, $(1\bar{1}\bar{1})[10\bar{1}]$, $(1\bar{1}\bar{1})[10\bar{1}]$ 이고 이 슬립계들의 전단변형률은 같다. 만일 입방정방위결정이 압연 후에 살아 남았다면, 이것은 앞의 슬립을 했을 것이다. 절대최대내부 응력방향은 $[10\bar{1}] + [101] + [101] + [10\bar{1}] = [400] // [100]$. 과 같이 표현된다.

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.

2. IF Steel의 재결정 집합조직

가. 서론

IF강(Interstitial Free Steel)은 탄소나 질소와 같은 침입형 원소의 양을 0.005wt% 이하로 제어한 강을 말한다. 이러한 IF강은 자동차용 강관으로 주로 사용되는데, 최근에 자동차의 경량화가 추구하고 디자인이 제품의 중요한 요소가 되면서 얇으면서도 다양한 디자인에 대응할 수 있는 성형성이 뛰어난 IF강의 요구가 커지고 있다. 이에 따라 IF강은 대표적인 고성형성 금속 판재로 사용되는 강종으로 기존의 자동차의 외장을 구성하는 주요 재료로 사용되어 왔다. 그러나 침입형 고용 원소의 결어 및 전반적으로 낮은 농도의 합금 원소 첨가로 인하여 기지의 강도가 떨어지며, 또한 결정립 성장에 대한 억제력도 낮은 탓에 비교적 조대한 결정립을 가진다. 결국 이는 낮은 강도라는 단점으로 이어진다. 현대의 자동차 산업의 발달은 자동차를 구성하는 재료의 물성 개선을 끊임없는 요구하고 있으며, 자동차의 외장과 관련하여서는 다양하고 복잡한 외장 디자인에 대응할 수 있는 고성형성의 판재를 개발할 필요성을 제기하고 있다. 여기에 더 나아가 전세계적인 친환경 정책의 추세에 따라 연료 절감이 중요한 사항으로 대두되고 있으며, 이를 위하여 차량의 경량화 시도가 이루어지고 있다. 이 경우 차량의 외장을 구성하는 재료의 강도를 증가시킴으로써 필요한 재료의 사용량을 줄이는 것이 좋은 해결 방안이 될 수 있다. 따라서 기존의 IF 강도의 강도를 증가시킬 방안에 대한 연구가 필요하게 되었다. 기존의 고강도 IF 강으로 Si 등의 고용 원소를 첨가하여 강도를 높인 고용 강화형 IF 강이 있으나 취성이 크며 도장성이 떨어지는 단점을 가진다. 또한 고용 강화를 통한 고강도 IF 강도의 경우 연성-취성 천이 온도 (ductile-brittle transition temperature, 이하 DBTT)가 높아져 극한 지방에서의 안전성에 문제점을 가진다.

C	Mn	Al	Ti	P	Si	B	N	S
0.003	1.54	0.024	0.050	0.060	0.199	0.0024		0.003

Table 3.2.2-1. IF강의 합금조성

나 . 실험 목표

미세립 IF 강의 개발과 그 재결정 거동의 고찰을 위한 본 연구에서의 구체적 연구 방법은 다음과 같다.

(1). 열연판의 결정립 미세화

최종 소둔판의 결정립을 미세화하기 위하여 본 연구에서는 열연판의 결정립을 미세화하는 방안을 택하였고, 구체적으로 다음의 방법들을 고려하였다.

(가). 오스테나이트(Austenite) 미재결정 영역에서의 변형

저온의 오스테나이트 영역에서 변형을 가하면 이 변형조직이 거의 유지된 상태에서 냉각 시 페라이트(Ferrite)로의 변태가 일어나게 된다. 이러한 변형조직의 존재는 페라이트 변태에 대해 구동력과 핵생성 위치를 제공하는 역할을 하여 페라이트의 핵생성을 촉진함으로써 페라이트 결정립의 크기를 줄이는 것이 가능하다.

(나). 과냉 오스테나이트 영역에서의 변형

오스테나이트 조직의 변형을 통한 페라이트 결정립의 미세화는 변형을 가하는 온도가 낮을수록 페라이트 변태로의 구동력을 증가시켜 그 효과가 크다. Ar_3 이상의 과냉 오스테나이트 영역에서의 압연은 위의 오스테나이트 미재결정 영역에서의 변형의 연장선 상에 있다고 볼 수 있다. 그러나 Ar_3 직상에서 일정량 이상의 변형을 가할 경우 변형 중 불과 $1\mu\text{m}$ 수준의 초미세립 페라이트가 입계와 변형띠 (deformation band) 등을 중심으로 나타나게 된다. 또한 이러한 조건에서 정적으로 변태한 페라이트의 경우 역시 일반적으로 미세한 크기를 가진다. 따라서 두 가지 기구로 생성되는 페라이트 조직의 조합으로 페라이트 결정립을 미세화할 수 있다.

(다). 페라이트 영역에서의 압연

페라이트 영역에서의 강가공은 페라이트의 동적 재결정을 통해 결정립의 미세화가 이루어지게 한다. 일반적으로 IF 강은 변형 중에 빠른 속도로 회복이 일어나서 재결정을 위한 구동력을 소모하게 되므로 페라이트의 동적 재결정을 관찰하기 힘든 재료로 알려져 있다. 또한 페라이트역 압연의 경우 윤활이 잘 되지 않아서 전단 변형이 가해질 경우 $\{110\}\langle 001\rangle$, Goss 방위를 포함한 $\langle 110\rangle//\text{ND}$ 방위가 나타나며, 또 $\{001\}\langle 110\rangle$ 방위의 분율 역시 증가하게 된다. 이들 방위는 성형성을 저해하는 것으로 알려져 있다. 그러나 페라이트역 압연은 온도 조절의 제약이 다소 완화되며, 기본적으로 비슷한 온도 영역에서 페

라이트의 강도가 오스테나이트 보다는 약하므로 압연률의 하중이 줄어든다는 장점이 있어서 여전히 연구가 이루어지고 있다.

IF 강외의 경우 일반 저탄소강에 비하여 전반적인 합금의 고용도가 낮아서 동일한 변형 조건에서는 결정립의 성장을 억제하는 것이 보다 어려울 것으로 예상된다. 따라서 일차적인 미세립화의 목표는 5 μ m 수준으로 정하였다.

(2). 미세립 IF 강외의 재결정 거동 및 집합조직 발달 고찰

미세립 IF 강외의 재결정 거동은 일반적인 IF 강외와는 차이를 가질 것으로 기대하였다. 미세립화에 따른 재결정 속도의 향상과 최종 재결정 집합조직의 개선 여부는 공업적으로 의미 있는 일이 될 것으로 생각한다. 특히 미세립 조직에서는 고온 열처리시 비정상 결정립 성장이 일어날 확률이 기존의 IF 강외보다 높을 수도 있다. 따라서 고온 소둔을 통해 이에 대한 확인 역시도 필요하다. 본 연구에서는 특히 고분해능 EBSD를 이용하여 이러한 미세립 IF 강외의 재결정 거동을 초기의 핵생성 거동에 초점을 두어 관찰하여 재결정 집합조직 발달 거동에 대한 원론적인 연구도 수행함으로써, 최종적으로 고강도-고성형성의 IF 강 제조 기술의 정립을 목표로 하였다.

다. 이론적 배경

(1) IF강외의 성형성

IF 강외의 상업적으로 가장 중요한 기계적 특성은 성형성이라 할 수 있다. 이는 보통 소성변형비 (plastic strain ratio) 로서 평가하며, 판재의 소성변형비는 판의 두께 방향으로는 소성 변형을 줄이면서 판면 상에서 가능한 많은 소성 변형을 줄 수 있는 특성, 즉 소성 변형시 두께 방향으로 가해지는 변형에 대한 저항성이라 할 수 있다. 인장 실험에서의 소성 변형비 r 은 다음의 식 3.1.2-1로 나타낸다.

$$r = \frac{\ln(W_i/W_f)}{\ln(T_i/T_f)} \quad (3.2.2-1)$$

위에서 W_i 와 W_f 는 각각 인장시 초기와 최종의 폭이고, T_i 와 T_f 는 초기와 최종 두께를 의미한다. 일반적으로는 평균 소성 변형비 r_m 을 평가하며, 이는 다음과 같다.

$$r_m = \frac{1}{4}(r_0 + 2r_{45} + r_{90}) \quad (3.2.2-2)$$

r_0 , r_{45} , r_{90} 은 각각 판면 상에서 압연 방향에 대하여 0°, 45°, 90° 각을 이루는 방향에

대한 r 값을 의미한다. 성형성의 척도로서 또한 Δr 값이 있으며 다음과 같이 나타낸다.

$$\Delta r = \frac{r_0 - 2r_{45} + r_{90}}{2} \quad (3.1.2-3)$$

이상에서 r_m 은 두께방향의 이방성 (normal anisotropy) 을 나타내는 값이며, Δr 은 판면 상에서의 이방성 (planar anisotropy) 을 나타내는 값이다. 등방성을 나타내는 판재의 경우 r_m 은 1의 값을 가지며, Δr 은 0의 값을 가진다. 우수한 성형성을 보이는 판재는 1.5이상의 높은 r_m 값과 0에 가까운 Δr 값을 가져야 한다. 비록 r_m 값이 커서 성형시 두께 변화가 전체적으로는 크지 않더라도 Δr 이 0에서 많이 벗어난 값을 가질 경우 판면에서의 불균일한 변형에 의해 소위 귀 (ear) 라 불리는 굴곡이 생긴다.

성형성을 평가하는 r_m 및 Δr 은 판재의 집합조직 (texture) 또는 우선방위 (preferred orientation) 의 함수이다. 입방정 금속의 경우 $\{111\}$ 결정면이 판면에 평행하게 배열하는 γ -섬유 (γ -fiber 또는 이하 $\langle 111 \rangle // ND$) 집합조직이 강하게 발달할수록 우수한 성형성을 지니는 것으로 알려져있다. 반면 $\{001\}$ 결정면이 판면에 평행하게 배열하는 $\langle 001 \rangle // ND$ 방위는 성형성에 악영향을 미치며, 그림 3.1.2-1에서 보는 바와 같이 평균 소성 변형비는 두 방위가 나타내는 강도의 비에 비례한다[H.Yada, 2000]. 일반적으로 체심 입방 구조의 강은 냉간압연 후 재결정시 $\langle 111 \rangle // ND$ 집합조직이 발달하며, IF 강판은 재결정 후 매우 강한 $\langle 111 \rangle // ND$ 집합조직을 발달시키므로 우수한 성형성을 가진다.

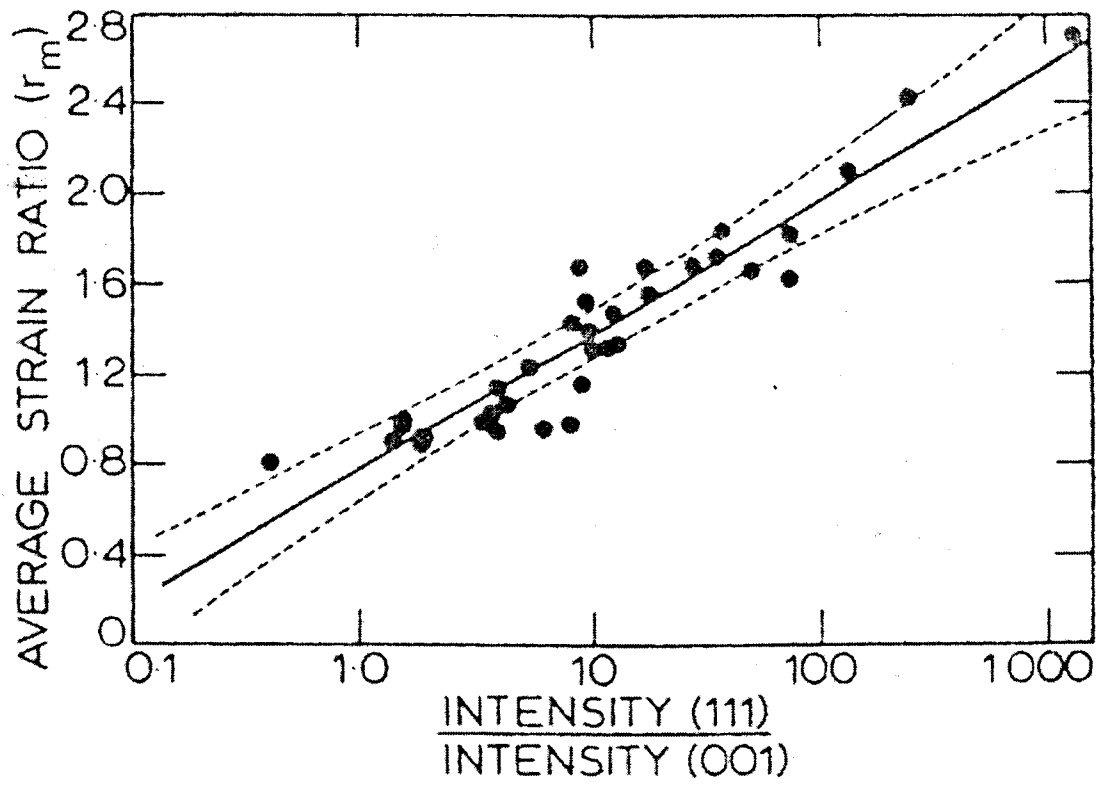


Fig. 3.2.2-1 집합조직과 r_m 의 관계

(2) 금속의 재결정 거동

변형을 받은 금속은 적절한 풀림 (annealing) 열처리를 통하여 변형전의 물성을 회복하게 된다. 변형이 일정량 이하일 경우 회복 (recovery) 을 통하여 물성을 회복하게 되고, 이상일 경우 회복 이후 전위 등의 결함 밀도가 낮은 새로운 결정립을 생성함으로써 그 물성을 회복하게 된다. 이러한 변형 이후 열처리에서 새로운 결정립의 생성 현상을 재결정 (recrystallization) 이라 한다. 일반적으로 재결정은 상변태와 같이 핵생성과 성장의 단계로 나누어진다. 이는 거시적인 관점에서 보았을 때 재결정이 본격적으로 일어나기 전에 반응상의 잠복기 (incubation period) 를 거치는 것으로 보이기 때문이다. 이러한 경향은 그림 3.1.2-2와 같이 나타난다. 2재결정의 잠복기는 실제로 위에서 회복으로 언급한 과정이며, 미시적으로 이 단계에서도 조직의 변화는 일어나고 있으며, 재료의 물성 역시도 변하고 있다. 그러나 재결정에서의 핵생성은 고전적인 상변태론에서 이야기하는 그것과는 다르다. 변형 직후 또는 변형 후 회복 된 상태에서의 금속 조직은 서로 방위가 약간씩 다른 수많은 작은 아결정립으로 구성되어 있다. 따라서 이미 이들 조직내에는 수많은 재결정의 핵이 존재하고 있다고도 볼 수 있다. 그러나 실제로 이 모든 결정들이 재결정립으로 성장하지는 않으며, 따라서 모두 핵으로서 작용한다고는 볼 수가 없다. 일반적으로 재결정 핵은 내부의 방위가 일정하며, 주변 기지에 대하여 고각각 계면 (high angle boundary)으로 둘러싸인 작은 결정으로 정의된다. 또한 고전적인 핵생성 이론을 따른다면 열역학적으로 안정한 핵생성을 위하여는 변형 결정립과 생성되는 재결정 핵 사이의 축적 에너지의 차이가 핵과 주변 결정립 사이에 형성되는 고각각 입계 에너지 보다 커야한다. 그러나 실제로 핵생성의 구동력이 되는 변형 결정립과 핵 간의 에너지 차이는 상변태에서 핵생성의 구동력에 비하여 매우 작아서 입계의 에너지에 의한 수축력을 감당할 수가 없다. 따라서 재결정의 핵은 상변태에서와 같은 열역학적 의미에서의 핵으로는 정의할 수 없다. 그러나 일반적으로 재결정 현상은 상변태 반응과의 거시적 유사성으로 인해 속도론적 관점에서 위에서 이미 언급한 기존의 JMAK 모델을 이용하여 설명하여 왔다. 이는 다시 표현하면 다음과 같으며,

$$X_v = 1 - \exp\left(-\frac{f\dot{N}G^3t^4}{4}\right) \tag{3.1.2-4}$$

여기서 f는 형상인자 (shape factor)로서, 위에서는 구형의 재결정립을 가정하여 $4\pi/3$ 를 썼다. 위 식은 일반적으로는 보다 축약된 다음의 형태로 사용된다.

$$X_v = 1 - \exp(-Bt^n) \quad (3.1.2-5)$$

n은 JMAK 또는 Avrami 지수라 한다. 핵생성 속도 N이 일정할 경우 (constant nucleation rate) n은 4의 값을 가지며, 따라서 위의 경우와 동일한 식이 된다. 그러나 일반적으로 핵생성의 속도는 반응이 진행됨에 따라 감소하며 따라서 n은 4보다 작은 값을 가지게 된다. 재결정과 같이 핵생성이 반응의 개시 시점에서 이미 모두 일어나 있을 경우 또는 매우 짧은 시간내에 핵생성이 종료될 경우 (site saturated nucleation)에는 n의 값이 3이 된다.

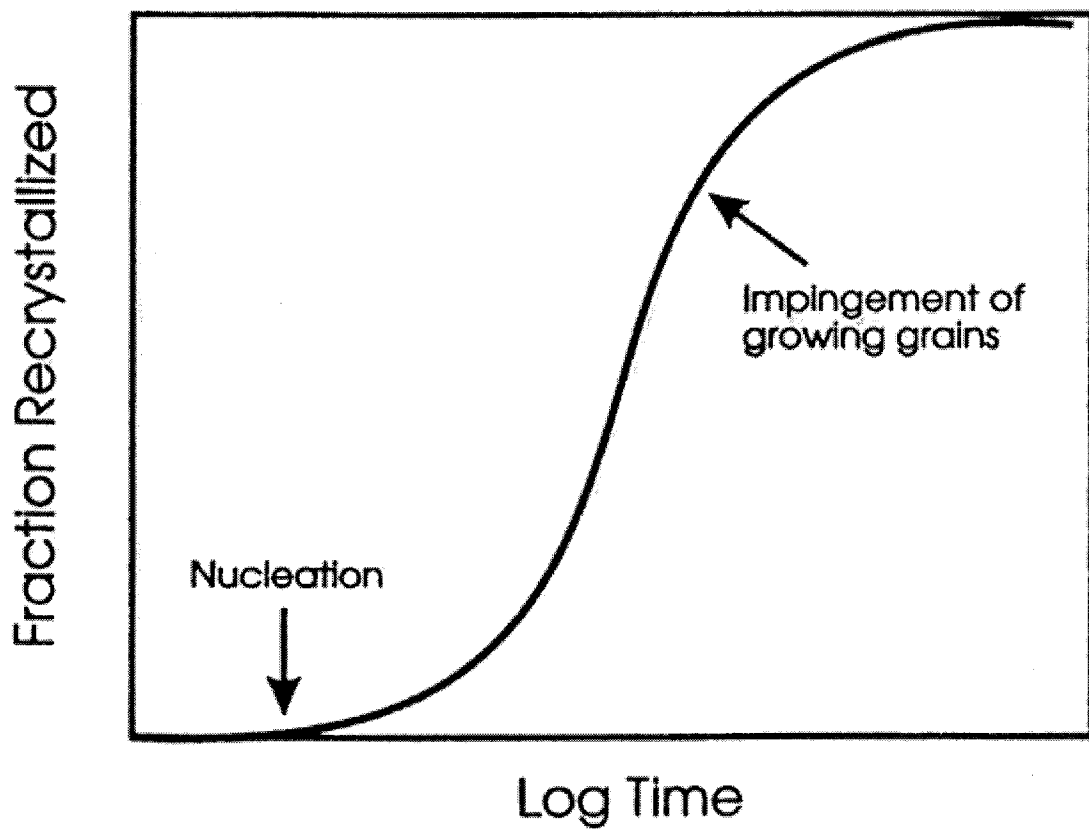


Fig 3.2.2-2 등온 유지 시의 재결정 진행 [W.Y. Choo 1999]

실제 실험에서 얻은 재결정 분율과 열처리 시간을 $\ln[\ln\{1/(1-X_v)\}]$ 과 $\ln(t)$ 에 대하여 그래프로 표현하면 (JMAK plot) 이상적인 경우 직선을 얻을 수 있으며 이때의 기울기는 n 에 해당하는 값을 가진다. 일반적으로 실험에서 보이는 재결정 속도는 JMAK 모델에서의 예측과는 상당한 차이를 보인다. 이는 앞서서도 언급했던 재결정 핵이 공간적으로 균일하게 혹은 무작위로 (randomly) 분포하며 결정의 성장 속도 역시 위치에 관계없이 일정하다는 가정에 의한 것이다. 일반적으로 재결정 핵생성 및 성장은 공간상에서 균일한 정도와 속도로 일어나지 않으며, 이러 한 불균일성 또는 불연속성은 전체 재결정 거동 및 결과적인 재결정 집합조직의 형성에 지대한 영향을 미친다.

재결정의 속도는 전체 변형량, 변형 모드, 열처리 온도와 변형 전의 결정립 크기, 변형 전 후의 결정 방위 등에 의하여 영향을 받는다. 그림 3.2.2-3에서 볼 수 있듯 변형량의 증가는 재결정 속도의 향상을 가져온다. 또한 그림 3.2.2-4를 통해 변형 전의 조직 내 결정립 크기가 미세할수록 재결정의 속도는 빨라짐을 알 수 있다. 이는 재결정의 구동력인 변형의 축적에너지 (stored energy)와 재결정의 핵생성 위치가 증가하는 영향이다. 결정입계는 변형에너지가 우선적으로 축적되는 위치로서 미세립화에 따른 입계 면적의 증가는 변형 후 축적에너지의 증가를 가져오며 또한 자연히 결정입계는 재결정의 주된 핵생성 위치가 된다. 입계면적의 증가는 그만큼 동일한 영역에 많은 수의 핵생성을 일으키므로 핵생성의 공간적 불균일성이 줄어들게 된다. 이는 그림 3.2.2-4 (b)에서 미세립의 경우 n 값이 증가하는 것으로부터도 알 수 있다. 변형 전후의 집합 조직은 특히 재결정 집합 조직 형성에 있어서 매우 중요한 요인이다. 변형 결정립의 축적 에너지는 결정 방위에 의존하며, 따라서 재결정의 속도가 결정립의 방위에 따라 다른 특성을 지닌다. 이는 몇몇 금속 단결정 실험에서 확인되었으며 대표적인 결과는 표 3.2.2-2와 같다. 위 표의 첫 번째와 두 번째 자료에서 볼 수 있듯, 비록 변형 조직의 방위가 동일하더라도 변형 전의 방위가 다르면 재결정 속도에 큰 차이가 있음을 알 수 있다. 이는 변형 집합조직 뿐 아니라 변형이 일어나는 경로 (strain path history) 역시도 축적에너지와 조직상의 불균일성과 같은 요인에 영향을 주어 재결정 거동을 조정함을 보여준다. 이것은 공업적으로도 상당한 의미를 지니는 것으로 판재의 열연 상태에서의 집합조직 역시도 최종 냉연-소둔재의 집합 조직 및 재결정 거동에 영향을 줄 수 있음을 시사한다. 재결정의 속도와 결과적으로 생성된 재결정립의 방위 간의 관계는 그림 3.1.2-5를 통해서도 설명 가능하다. 재결정의 핵생성이 개시되는 시점은 결정방위에 의존함을 볼 수 있다. IF 강에서 재결정은 $\{011\}$ //ND 방위에서 우선적으로 시작되며, 시간이 지남에 따라서 $\{111\}$ //ND 결정립이 생성되고, $\{001\}$ //ND 방위의 재결정립은 그

생성이 매우 늦음을 예측할 수 있다. 이외에도 재결정 속도 및 집합조직의 발달은 변형률 (strain rate) 과 승온 속도 등에도 영향을 받는 것으로 알려져 있다.

이미 앞서 언급했듯, 실제 금속의 재결정 현상은 그 공간상의 불연속성으로 인하여 JMAK와 같은 기존에 제시된 정량적 모델들 만으로는 완전히 예측할 수는 없는 모습을 보이며 이는 재결정 현상에 대한 체계적 접근에 있어 어려움으로 작용해왔다. 일반적으로 재결정의 핵은 조직상에 매우 불균일하게 분포하고 있는데, 이는 축적에너지의 방위 의존성과 변형 조직 내에 존재하는 변형 불균일 영역에 기인한다. 축적 에너지가 높은 방위의 변형 결정립 내에 많은 수의 재결정 핵이 존재할 것이고 또한 변형이 국부적으로 집중되는 영역에서 전위의 축적에 의하여 재결정의 핵생성이 활발하다. 재결정 핵의 생성에 있어서 주변 기지에 존재하는 방위의 어긋남 (misorientation) 또는 방위의 기울기 (orientation gradient) 역시 중요한 요인이며, 급격한 방위 기울기를 가지는 지역은 자연히 축적 에너지 또한 높다. 방위 기울기의 존재는 아결정립의 입계가 기지와 고정각을 이루게하여 재결정 핵으로서 성장하기 쉽게 한다. 이는 다음의 그림 3.2.2-6을 통해서 볼 수 있다. 방위 기울기가 큰 (c) 조직의 경우 재결정이 진행됨에 따라 상대적으로 (a)의 경우에 비해 고정각 입계가 많이 존재하게 되며, 고정각 입계가 저경각의 경우에 비하여 이동도가 높으므로 이후의 결정립의 성장 역시도 빠르게 된다. 보통 결정립계의 주변이나 조대한 석출물 주변, 그리고 전단띠 (shear band) 를 비롯한 각종 변형띠 (deformation band) 와 같이 변형이 국부적으로 집중되는 영역은 전위 축적에 의한 높은 축적 에너지와 급격한 방위 기울기를 가져서 재결정 핵 생성에 매우 중요한 역할을 한다. 변형 조직 내에 존재하는 방위의 어긋남은 변형 전에 이미 존재하는 결정 입계를 제외하고는 전위의 축적에 의한 결정 격자의 뒤 틀림에 의한 것이다. 따라서 축적 에너지와 방위 기울기는 미시적 관점에서 동일한 의미를 가진다. 즉 축적 에너지가 높은 영역에서 방위 기울기 또한 크다고 할 수 있다.

높은 적층 결합 에너지를 가지는 알루미늄이나 철의 경우 변형후 열처리시 재결정 이전에 회복이 일어나게 된다. 이는 전위의 소멸과 재배열, 아결정립과 같은 하부 조직의 형성과 조대화 과정을 포함한다 (그림 3.2.2-7). 회복은 재결정의 구동력인 축적 에너지를 소모하므로 재결정과 상호 경쟁적인 관계에 있다고도 볼 수 있다. 그러나 회복 중에 생성된 아결정립이 성장하여 기지와 일정 각도 이상의 방위차를 가지면 이는 재결정 핵으로 작용하게 된다. 따라서 회복은 재결정 핵생성에 결정적 기여를 한다고도 볼 수 있다. 일반적인 재결정 핵의 생성 거동은 저경각입계의 이동에 의한 아결정립의 성장으로 설명하나, 아결정립간의 병합 (subgrain growth) 에 의한 핵생성을 주장하는 경우도 있다 [T. Sakai, 2002]. 앞

서 그림 3.1.2-6에서도 보았듯, 아결정립의 성장에 있어서 특히 주목할 점은 방위 기울기의 존재이다. 방위기울기 β 가 존재할 때, 아결정립의 성장 속도는 다음의 식으로 나타낸다

$$\frac{dR}{dt} = \frac{\alpha M \gamma_m}{\theta_m R} [\theta_0 + \beta(R - R_0)] \quad \dots \quad (3.2.2-6)$$

R은 아결정립의 크기, M은 입계 이동도, γ_m , θ_m 은 각각 최대의 입계 에너지와 그때의 방위차를 나타내는 것으로, 고경각 입계의 에너지를 일정하다고 가정하였을 때, 이는 곧 고경각 입계의 에너지와 고경각 입계로 분류하기 시작하는 방위차를 의미한다 볼 수 있다. 위 식에 따르면 방위 기울기의 존재는 아결정립의 성장 속도를 높여 재결정 핵 생성을 촉진한다고 볼 수 있다. 아결정립간의 병합에 의한 성장 및 재결정 핵생성은 그림 3.2.3-8을 통해 이해할 수 있으며, Li 등은 이러한 과정이 열역학적으로 가능함을 설명하였다[T, Sakai, 2002]. 그러나 이에 대한 실험적 증거는 충분한 수준이 아니며, 따라서 일반적으로 재결정 핵생성은 저경각 입계의 이동에 의한 아결정립의 성장으로 설명하고 있다.

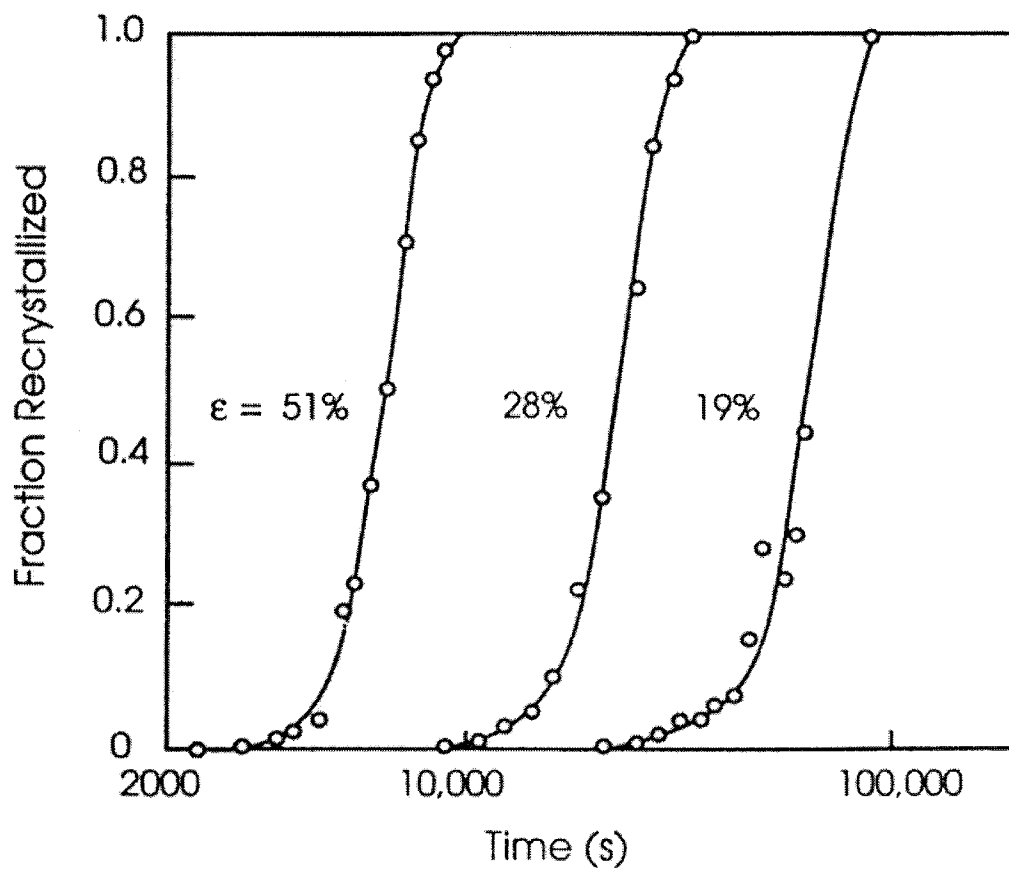


Fig. 3.2.2-3 Al 합금 350°C 소둔 시 재결정 속도에 미치는 변형량의 영향

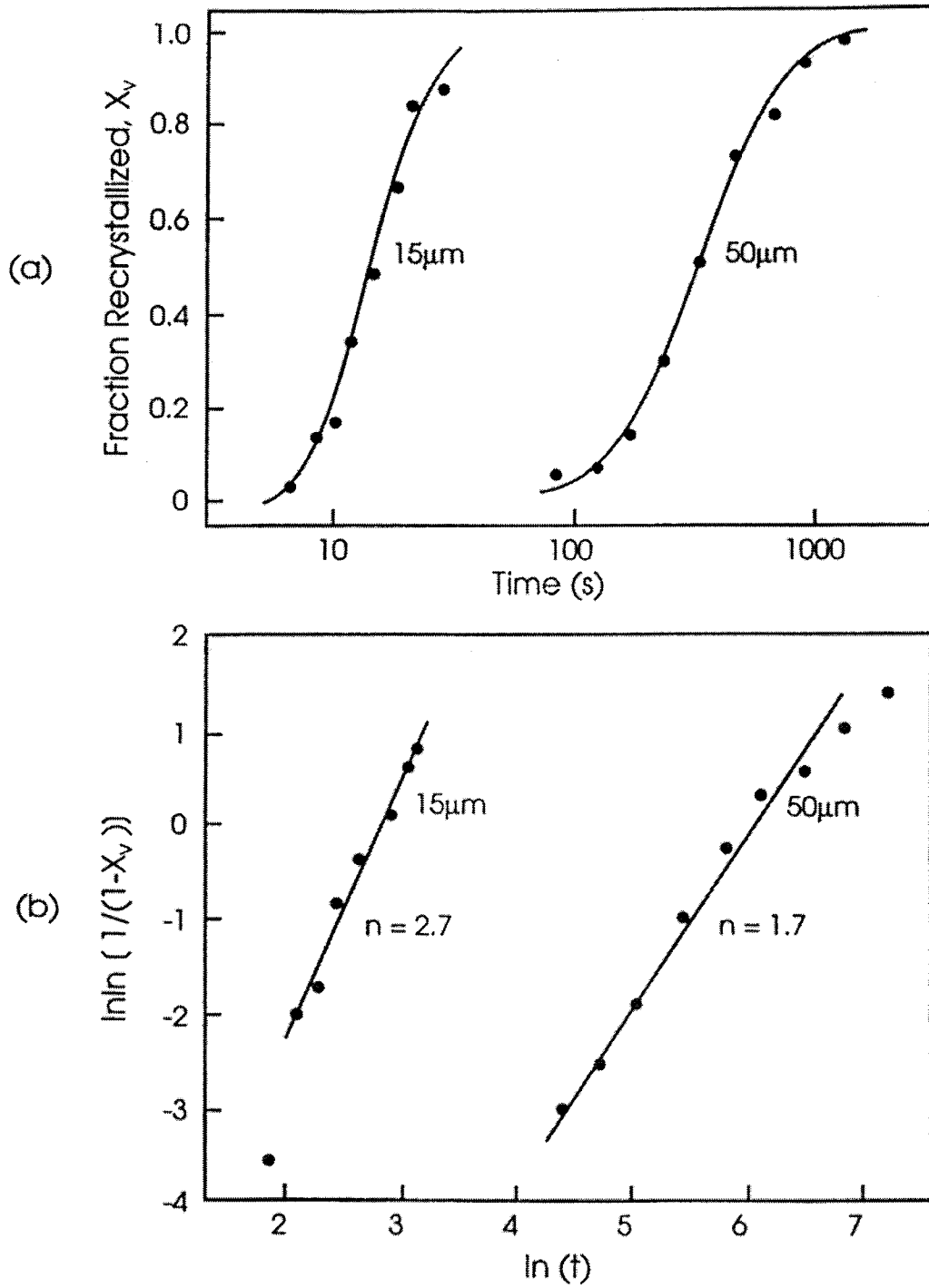


Fig. 3.2.2-4 Cu 합금 225°C 소둔 시 재결정 속도에 미치는 초기 결정립 크기의 영향
 (a) 재결정 분율 (b) JMAK plot

Initial orientation	Final orientation	Time for 50% Recrystallization (s)	Orientation after Recrystallization
$(111)[\bar{1}\bar{1}2]$	$(111)[\bar{1}\bar{1}2]$	200	$(110)[001]$
$(110)[001]$	$(111)[11\bar{2}]$	1000	$(110)[001]$
$(100)[001]$	$(001)[210]$	7000	$(001)[210]$
$(100)[011]$	$(100)[011]$	No recrystallization	$(100)[011]$

Table. 3. 2. 2-2 Fe-Si 단결정의 600°C 에서의 재결정시 결정방위의 변화

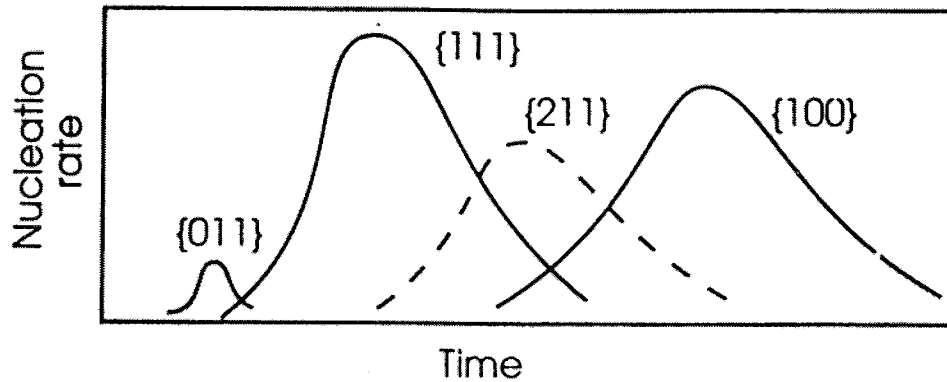


Fig. 3.2.2-5 IF 강에서의 재결정 핵생성 속도의 방위 의존성

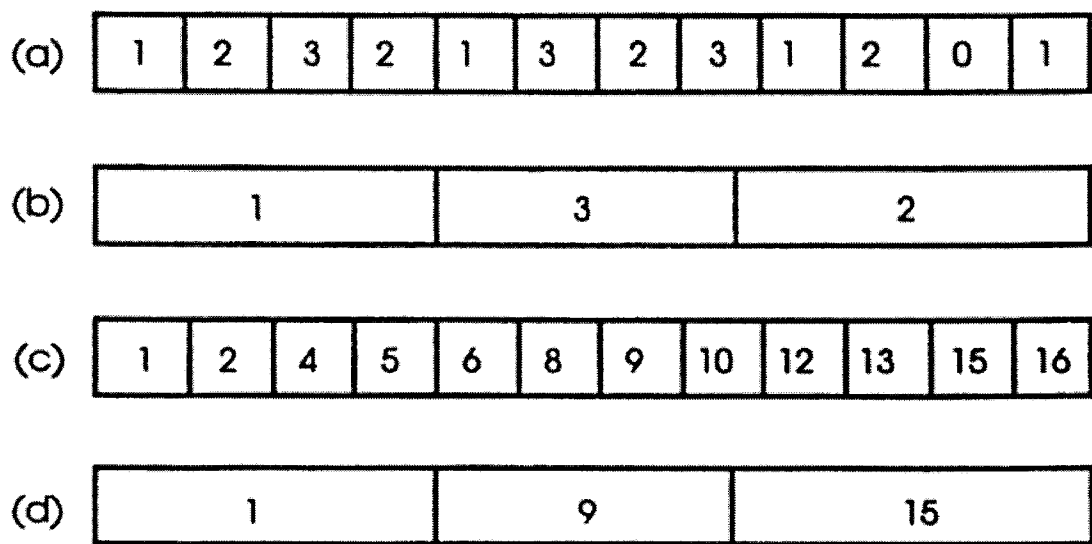


Fig. 3.2.2.-6 방위 기울기가 회복이후 미세조직에 미치는 영향 : 방위 기울기가 작은 경우 (a), 열처리 후 (b), 방위 기울기가 큰 경우 (c), 열처리 후 (d) : 각 숫자는 방위를 의미하며 숫자간의 차이가 커지면 방위차가 커짐을 의미한다>

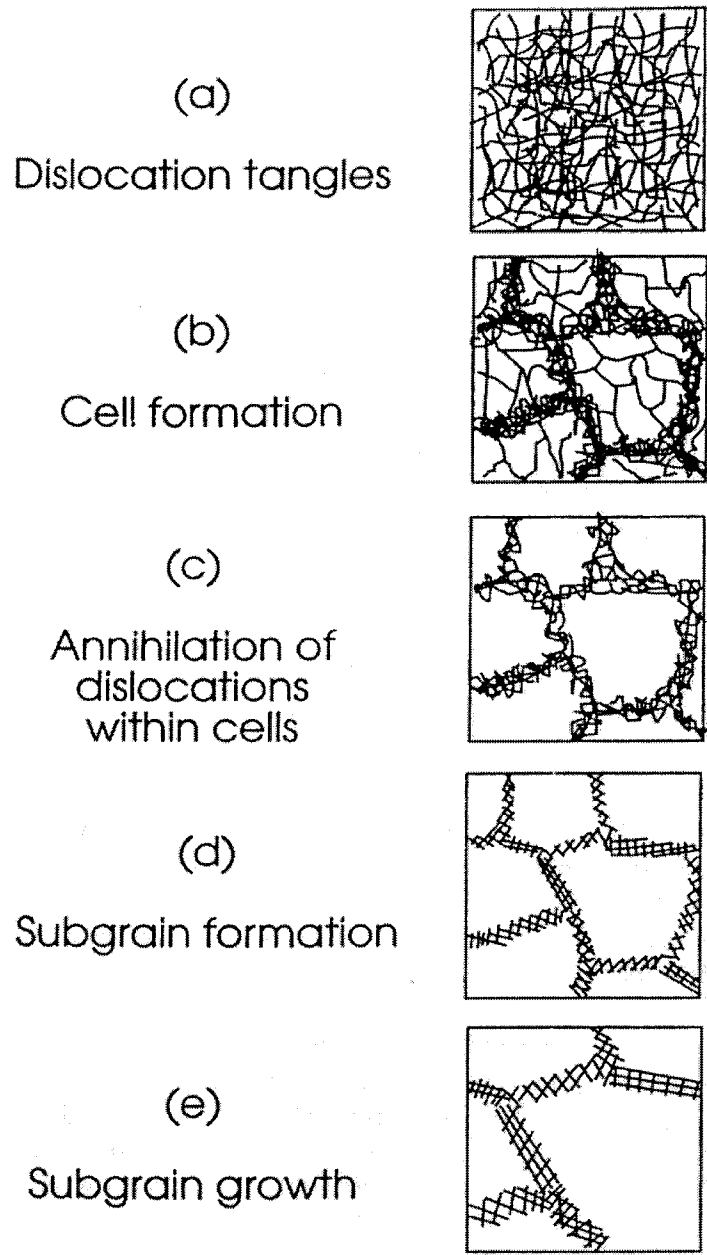
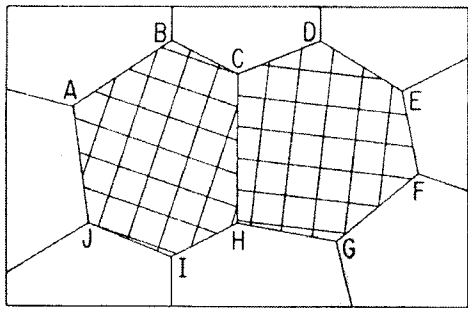
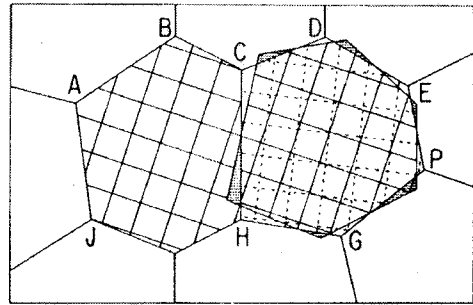


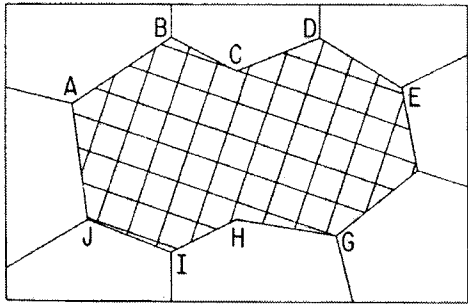
Fig 3.2.2-7 소성 변형된 금속의 회복 중의 미세조직 변화



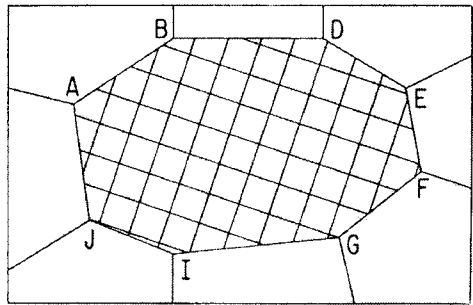
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 3.2.2-8 아결정립의 회전과 병합에 의한 재결정 핵생성

(3) IF 강에서의 재결정 집합 조직의 발달

변형된 금속은 변형의 조건에 따라서 강하고 약한 집합조직을 발달시킨다. 이러한 변형 집합조직은 합금의 조성에도 어느 정도 영향을 받지만, 일반적으로 주재료가 동일한 경우는 조성 보다는 변형의 종류와 변형량 등에 영향을 받는다. 강한 변형 집합조직은 재결정 후 역시 집합조직을 발달시키게 되며, 이는 학문적, 공업적으로 중요한 의미를 지닌다. 재결정 집합조직의 발달을 설명하는 이론에는 크게 배향 핵생성 (oriented nucleation) 과 배향 성장 (oriented growth) 의 두 부류가 있다. 전자는 특정 방위의 재결정 핵이 주가 되어 변형 기지내에 존재하고, 이러한 배향성을 가지는 핵생성 거동이 최종 집합조직을 결정한다는 것이다. 반면 후자는 핵생성 과정은 배향성을 지니지 않은 채, 임의의 방위를 가지는 핵이 생성된 후, 결정입계의 방위 의존성에 의해 기지와 방위관계에서 가장 큰 성장 속도를 지니는 특정 재결정립의 우세한 성장으로 재결정 집합조직이 결정된다는 이론이다.

일반적으로 체심입방구조 (body centered cubic: BCC) 의 강은 냉연시 결정의 $\langle 110 \rangle$ 방향이 압연 방향에 평행하게 배열하는 $\langle 110 \rangle // RD$, 또는 α -섬유 (α -fibre) 집합조직이 발달한다. 이때 가장 강하게 발달하는 방위는, 변형량에 따라 어느 정도의 차이가 있지만, 일반적으로 $\{112\} \langle 110 \rangle$ 주변이다. 재결정시에 압연된 강재는 $\langle 111 \rangle$ 방향이 압연 평면에 수직인 방향으로 배열하는 $\langle 111 \rangle // ND$, 또는 γ -섬유 (γ -fibre) 집합조직이 발달한다. $\langle 111 \rangle // ND$ 방위는 압연 조직 내에도 상당한 강도를 가지며 존재하지만 그 강도가 $\langle 110 \rangle // RD$ 에 비하여는 낮다. 강에서의 주요 집합조직은 오일러 (Euler) 공간의 $\varphi_2 = 45^\circ$ 면에 나타낼 수 있으며, 그림 3.2.2-9에 강에서의 주요 결정 방위를 나타내었다.

일반적으로 재결정 집합조직은 변형 집합조직과는 달리 변형 조건 외에도 많은 요인에 영향을 받으며, 합금의 조성, 변형 전의 결정립 크기와 방위 분포, 열처리 조건 등, 사실상 최종 소둔 판재로의 제조 과정에서의 모든 공정 변수가 영향을 준다고 할 수 있다. 특히 저탄소강에서 침입형 고용 원소인 탄소와 질소의 함량은 재결정 집합조직의 형성에 상당한 영향을 준다. 일반적인 저탄소강에서는 재결정 후 $\{110\} \langle 001 \rangle$ 의 Goss 방위가 강하게 나타나는 경우도 있으며, 이는 성형성에 좋지 않은 영향을 준다[10]. 탄소와 질소를 고정 시킨 IF 강은 보통 $\{111\} \langle 112 \rangle$ 에서 최대 강도를 가지는 강한 $\langle 111 \rangle // ND$ 재결정 집합조직을 발달시키며, 동일한 조건에서 일반 저탄소강에 비해 Goss 방위의 결정립은 거의 발달하지 않는다.

IF 강에서의 $\langle 111 \rangle // ND$ 재결정립의 형성에 대하여 배향 핵생성과 배향 성장 이론을 기

반으로 많은 연구가 있어 왔다. 배향 핵생성 이론에서는 $\langle 111 \rangle // ND$ 변형 결정립이 가지는 높은 축적에너지에 의한 $\langle 111 \rangle // ND$ 재결정립의 우선적 핵생성을 이야기 하였다. 반면 Lücke 등은 재결정 집합 조직에서의 주된 방위인 $\{111\} \langle 112 \rangle$ 가 변형 조직의 주된 방위인 $\{112\} \langle 110 \rangle$ 와 $\langle 110 \rangle$ 를 축으로 32° 의 방위차를 가지며, 이는 재결정립의 최대 성장 속도를 나타내는 변형 기지와 $27^\circ \langle 110 \rangle$ 회전 관계에 가까움을 증거로 들어 배향 성장에 기반한 재결정 집합조직의 형성을 주장하였다 [11]. 또한 재결정 조직에서 $\langle 111 \rangle // ND$ 방위 결정립의 크기가 다른 결정립에 비하여 크다는 사실도 이에 대한 증거가 될 수 있다 (그림 3.2.2-10). 그러나 한편으로 Lindh [13] 등은 그들의 실험에서 재결정립과 변형 기지와 방위 관계에서 $\langle 110 \rangle$ 방향을 축으로 한 어떠한 회전관계도 찾을 수 없었음을 보고하였다.

재결정 집합조직 형성 기구에 대한 많은 연구에도 불구하고, 아직은 그 기구에 대한 완전한 설명은 없는 상황으로, 연구자, 그리고 재료에 따라서 배향 핵생성과 배향 성장 이론 모두 타당성을 가지고 있다고 할 수 있다. 현재까지의 여러 실험적 증거에 기반하여 위의 두 이론을 결합하여 IF 강에서의 재결정 집합조직 형성에 대하여 설명이 가능하며 [14], 이는 그림 3.2.2-11에 나타난 4 단계로 이야기 할 수 있다. 우선 1 번 단계에서 높은 축적 에너지를 가지는 $\langle 111 \rangle // ND$ 변형 결정립 내에 비슷한 방위의 재결정립이 형성된다. 2 번 단계에서는 이렇게 생성된 재결정립이 주변 영역을 잠식하며 성장하게 된다. 그리고 3 번 단계에서 성장한 재결정립은 위에서 언급한 $\langle 110 \rangle$ 축을 중심으로 한 회전관계에 의하여 인접한 변형 결정립 내로 성장해간다 (impingement growth). 마지막으로 4 번 단계에서 낮은 축적 에너지를 가지는 결정립에서 회복에 의한 재결정 핵이 생성되어 성장한다

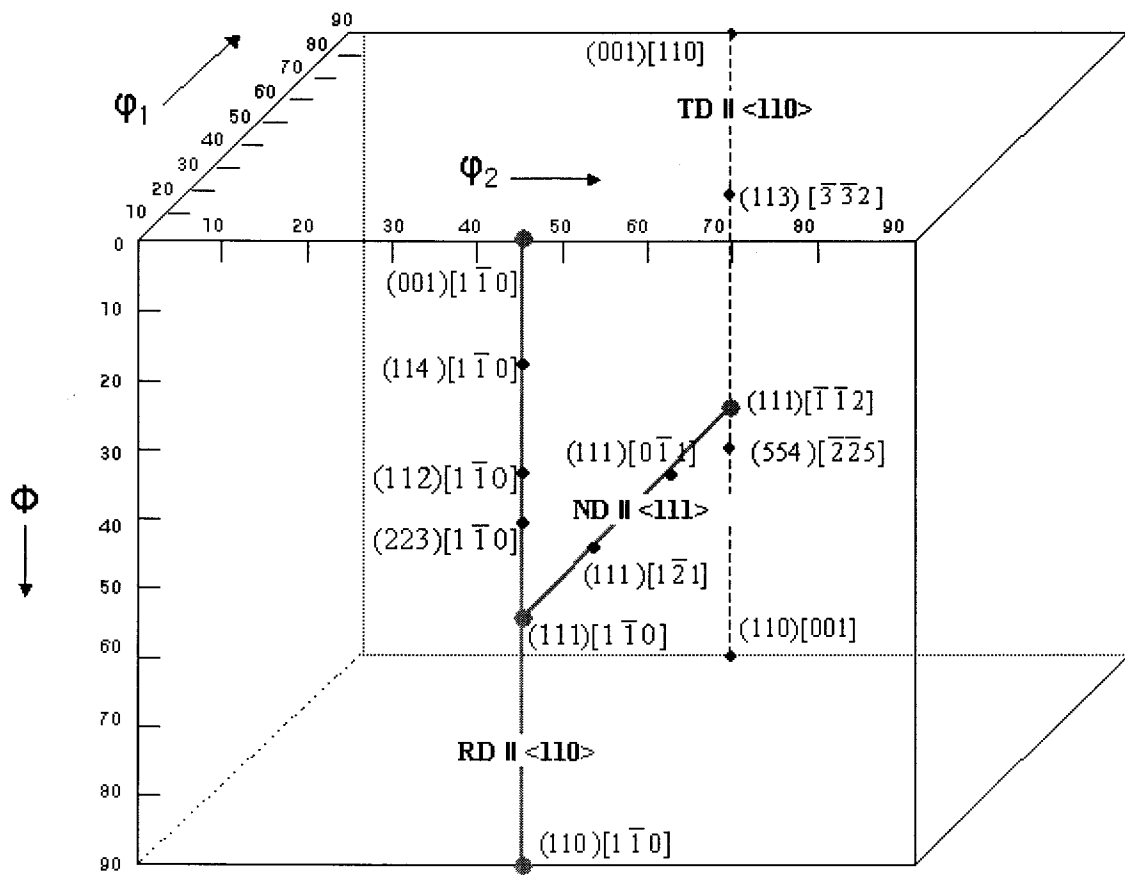


Fig 3.2.2-9 체심입방구조 강에서의 주요 결정 방위

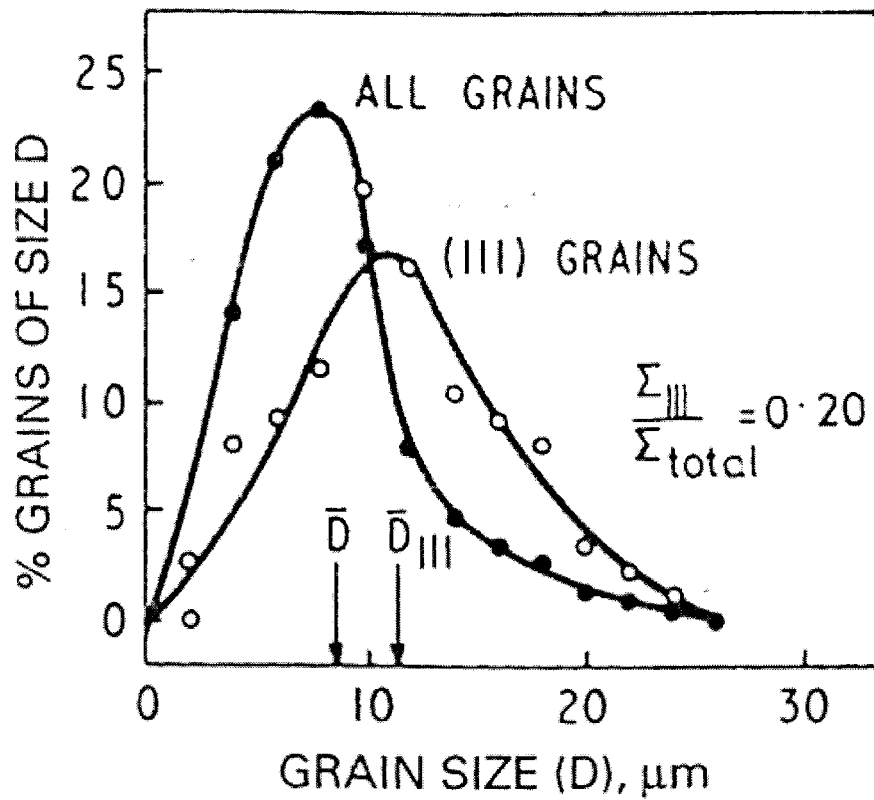


Fig 3.2.2-10 재결정립의 크기 분포

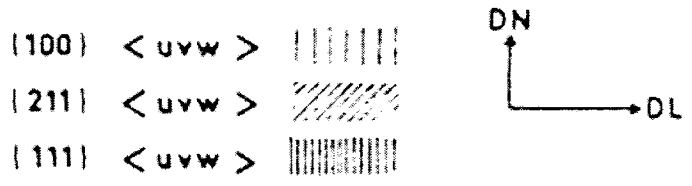
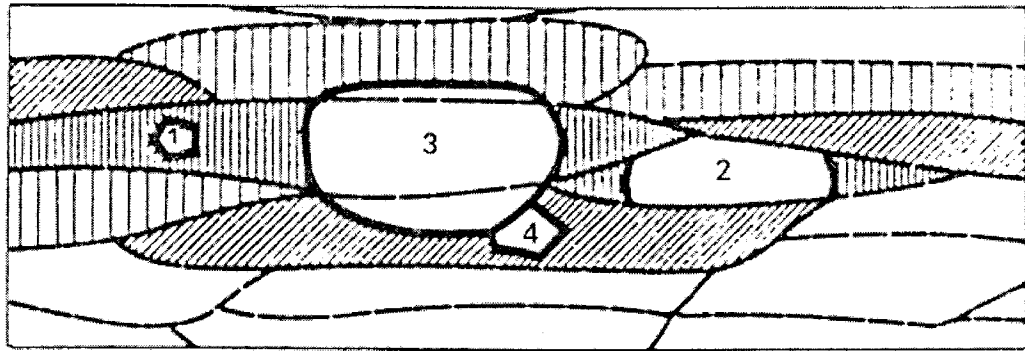


Fig 3.2.2-11 재결정 집합조직의 형성 과정

다. 실험 방법

(1). 합금의 용해

Ti로써 고용 C 및 N을 고정시킨 Ti 첨가 IF 강을 이용하여, 이 경우 결정립의 미세화가 어느 정도 수준까지 이루어지는 지를 확인하려 하였다. 합금 원소의 첨가량을 줄이면 강도의 손실은 있겠지만, DBTT를 낮게하며 재결정 속도를 향상시키는 효과를 기대할 수 있다. 각각의 합금은 이하 A와 B로 구분한다.

(2). 변태 온도의 측정

열간 변형 온도의 결정을 위하여 변태측정기의 일종인 Formaster를 사용하여, 950℃ 까지 시편을 가열 후 냉각 속도를 변화시켜가며 오스테나이트 → 페라이트 변태 온도를 측정하였다. 승온 속도는 5℃/s로 하였으며 950℃에서 5분간 유지한 후 냉각하였다. 변태 온도는 시편의 부피 팽창 (dilatation) 곡선의 변화로부터 판단하였다.

(3). 열연 모사 실험 (일축 압축 실험)

원하는 수준의 미세한 결정립을 얻을 수 있는 열연 조건을 정하기 위하여 일축 압축 (uniaxial compression) 실험을 통하여 열연 공정을 모사하였다. 합금 B에 대하여는 실제 공정에서의 스트립밀의 경우 빠른 속도로 압연이 이루어지며 각 압하 사이의 유지시간이 거의 없으므로, 이를 고려하여 압하의 횟수를 줄이고, 대신 일회적 압하량을 늘리는 방식을 고려하였다..

(4). 열간 압연

위의 고온 압축 실험을 통하여 얻은 결과를 참고하여 POSCO의 시험용 압연기에서 열간 압연을 행하였으며, 각 압하 사이의 시간 간격은 대략 10~15 초 정도였다. 합금 A의 경우 이 시간 중에 일어나는 정적 페라이트 변태를 최소화하고 변형 중에 나타나는 동적 변태 페라이트의 분율을 증가시키기 위하여 압하율을 차츰 늘려가는 방식을 취하였다. 총 압하율은

80%였으며, 따라서 최종 두께는 4mm로 하였다. 합금 B의 경우는 우선 비교적 고온의 오스테나이트 영역에서 압연을 통해 오스테나이트를 미세화하고 저온의 과냉 오스테나이트 역에서 압연하였다. 일회의 강가공으로 제한하는 것이 바람직하겠으나, 이 경우 발열에 의한 온도 상승이 문제가 되므로 50%와 60%의 두 번의 압하를 가하였다. 합금 B의 열간압연 후 최종 두께 역시 4mm로 하였다.

(5). 냉간 압연

열연 시편을 총 75%의 압하율로 냉간 압연하였으며, 압연 후 시편의 최종 두께는 따라서 1mm였다.

(6). 재결정 열처리

냉간 압연한 시편을 염욕에서 열처리 하고, 각 시편의 경도를 측정하여 경도의 변화를 통해 일차적으로 온도 및 시간에 따른 재결정 정도를 판단하였다. 이후 적절한 온도에서 열처리 시간을 변화시키며 열처리 한 후 경도를 측정하고, 재결정이 일어나는 단계 별로 EBSD 측정을 통해 재결정 시의 미세조직과 집합조직의 변화를 알아 보았다. EBSD 측정은 압연재의 미세조직 특성을 고려하여 옆면 (longitudinal transverse section) 에 대하여 행하였다. EBSD 측정을 위한 시편 준비는 전해 연마를 이용하였고, 시편을 기계적으로 연마한 후 STRUERS 사의 Electropol에서 전해 연마하였다. EBSD 측정에는 시편 표면 상의 굴곡이 없는 것이 좋으므로 에칭은 행하지 않았으며 연마조건은 에탄올로 희석한 5% 과염소산 (perchloric acid) 을 액체질소로 대략 영하 20℃ 까지 냉각하여 30V, 20 flow rate에서 30초 연마시간으로 하였다.

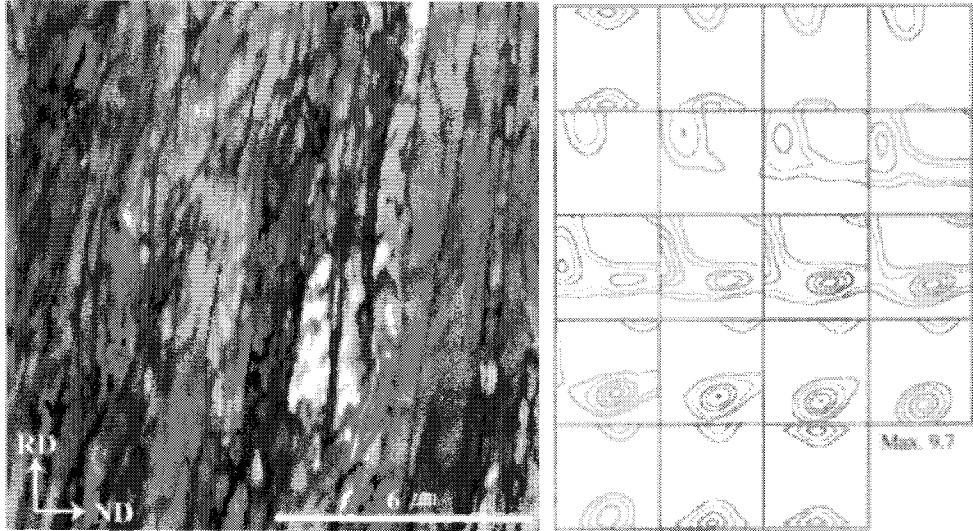
(라) 결과

(1) 미세립 IF 강에서의 재결정 거동과 재결정 집합조직의 발달

그림 3.2.2-12은 합금 A의 냉간압연 상태에서의 미세조직과 집합조직, 그리고 800°C에서 2분간 열처리 했을 때의 미세조직과 집합조직을 보여준다. 재결정이 완료된 조직에서 평균 결정립의 크기는 그림 3.2.2-12(c)에서 보는 바와 같이 5 μm 수준이었으며, 미세립 조직에서 우려되던 비정상 결정립 성장은 관찰되지 않았다. 변형 집합조직은 일반적으로 잘 알려져 있는 IF 강의 냉간압연 집합조직인 $\langle 110 \rangle // \text{RD}$ 에 잘 부합함을 볼 수 있다. 재결정 집합조직은 강한 $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ 이며 $\{111\} \langle 112 \rangle$ 부근에서 가장 강한 강도를 가진다. 그림 3.2.2-12에 나타난 미세조직은 EBSD를 이용한 방위 분포의 측정에서 얻게 되는 회절 패턴의 선명도 (pattern clarity 또는 pattern quality) 를 이용하여 재구성한 이미지 (pattern quality map 이하 PQ map) 로서 패턴의 선명도가 높은 측정 영역에서 밝은 색을 나타낸다. 패턴의 선명도는 미세조직 상의 해당 영역에서 결함의 밀도를 나타내는 간접적인 척도로서 변형의 축적에너지 평가에도 이용될 수 있다[19]. 냉간압연 상태의 미세조직을 보여주는 그림 3.2.2-12(a)에서 보이는 어두운 영역은 주로 $\{111\} // \text{ND}$ 방위의 결정립에 해당하며, 이들 영역의 내부에는 불균일 변형에 의한 변형띠 조직 (deformation band) 도 다수 관찰되고 있다. 최종 재결정 집합조직에서의 강한 $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ 방위는 주로 해당 방위가 변형 조직에서 높은 축적에너지를 가지고, 따라서 재결정 핵생성의 빈도가 높기 때문으로 설명되고 있다[20]. 그림 3.2.2-13는 냉간압연 및 재결정에 있어서의 주요 방위들의 패턴 선명도를 각각의 방위에 대해 평균한 값으로 나타낸 것이다. 여기서 패턴 선명도는 0에서 255사이의 값으로 나타나며 높은 선명도를 가질수록 높은 값을 가진다. 그림 3.1.2-13에서 보듯 선명도는 $\{111\} \langle 112 \rangle$, $\{111\} \langle 110 \rangle$, $\{112\} \langle 110 \rangle$, $\{001\} \langle 110 \rangle$, $\{001\} \langle 100 \rangle$ 의 순으로 커지고 있다. 변형 결정립의 축적에너지는 위와 정반대의 순서로 증가하며[21], 따라서 이를 통하여 높은 축적에너지를 가지는 $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ 방위의 변형 결정립에서 비슷한 방위의 재결정립의 활발한 핵생성에 의해 최종 재결정 집합조직이 상당 부분 결정됨을 예측할 수 있다. 재결정립의 핵생성에 있어 핵으로 성장할 아결정립의 입계가 가지는 방위차는 매우 중요한 요소이다. 비교적 주변 기지와 큰 방위차를 가지는 아결정립은 초기 재결정 단계에서 계면의 높은 이동도로 인하여 충분한 크기로 성장하여 재결정의 핵으로 작용할 수가 있다. 따라서 내부에 큰 방위차의 계면이 많이 존재하는 변형 결정립에서

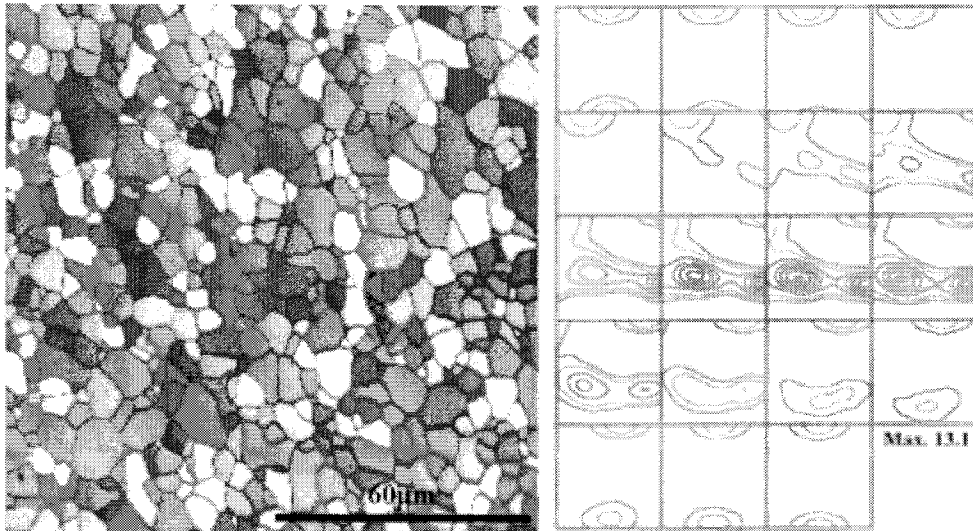
재결정의 핵생성이 활발함은 자명하다. EBSD를 이용한 방위의 측정은 각 변형 결정립 내에 존재하는 방위차의 정량적이고 통계적인 평가를 가능하게 하며, 이에는 GOS (Grain Orientation Spread), SGS (Scalar Grain Spread), GAM (Grain Average Misorientation) 등의 세 가지 방법이 있다. 보통 변형 결정립의 경우 결정립 내부의 방위는 일정하지가 않다. 재결정립의 경우도 개별 결정립 내부에 어느 정도의 방위차는 존재하게 된다. EBSD에서 그림 3.2.2-3에서와 같은 방위 분포도를 얻게 되면 하나의 결정립을 구성하는 측정점 또는 픽셀 간의 방위차를 계산하는 것이 가능하다. 또한 하나의 결정립을 구성하는 픽셀들의 방위를 평균해 줌으로써 해당 결정립의 대표방위 (representative orientation), 또는 평균방위 (average orientation) 를 얻을 수가 있다. 위의 GOS는 하나의 결정립을 구성하는 모든 픽셀 간의 방위차를 계산해서 평균해준 값이다.

GAM은 인접한 픽셀간의 방위차 만을 평균해서 계산해준 것으로 국부적인 (localized) GOS로 생각할 수 있다. SGS는 결정립을 구성하는 모든 픽셀과 해당 결정립의 대표 방위와의 방위차의 평균값을 의미한다. 이들은 모두 하나의 결정립 내에 존재하는 방위차의 크기와 빈도를 평가해 줄 수가 있으며 이를 통하여 재결정립과 변형 결정립의 구분 등도 가능하다[16]. 특히 GAM의 경우는 충분히 고배율에서 방위분포도를 구성할 경우 실제 아결정립을 둘러싼 계면의 방위차를 평가할 수 있으며, 따라서 해당 방위가 재결정 핵생성에 기여하는 정도를 평가할 수가 있다. 그림 3.2.2-14은 주요 결정방위에서의 GAM 값의 평균을 나타낸 것이다. 전반적으로 $\{111\}$ //ND 방위의 결정립에서 큰 값을 가짐을 알 수 있으며, 특히 $\{111\}\langle 112 \rangle$ 방위에서 큰 값을 가짐을 볼 수 있다. $\{111\}\langle 112 \rangle$ 방위의 변형 결정립 내의 큰 어긋남각의 존재는 최종 재결정 집합조직에서 $\{111\}\langle 112 \rangle$ 방위의 높은 강도에 이바지함이 크다는 것을 암시한다. 실상 변형 결정립의 축적에너지는 해당 결정립 내부의 전위 (dislocation) 에너지의 총합으로 계산되는 것이며, 이들 전위는 변형 또는 회복 조직에서 대개 아결정립 또는 셀 (cell) 의 계면을 이루며 존재한다. 따라서 결정립 내 어긋남각의 평가는 사실상 축적에너지의 평가와 동일한 셈이다. 그러나 그림 3.2.2-13와 3.2.2-14에서 볼 수 있듯, 어긋남각의 평가는 패턴 선명도의 평가와 달리 일반적으로 알려져 있는 주요 결정방위에 따른 축적에너지의 변화를 정확히 나타내주지는 못함을 볼 수 있다. 이는 각 방위의 결정립이 주어진 변형 조건에서의 방위 안정도에 따라 서로 다른 변형 거동을 보이기 때문으로 여겨지며[22], 이의 확인을 위해 투과전자현미경을 이용한 변형 조직 내 구조의 직접적인 관찰이 필요할 것으로 생각한다.



(a)

(b)



(c)

(d)

Fig. 3.2.2-12 합금 A의 냉간압연 상태의 (a) 미세조직 (b) 집합조직, 800°C, 2분 열처리 후의 (c) 미세조직 (d) 집합조직

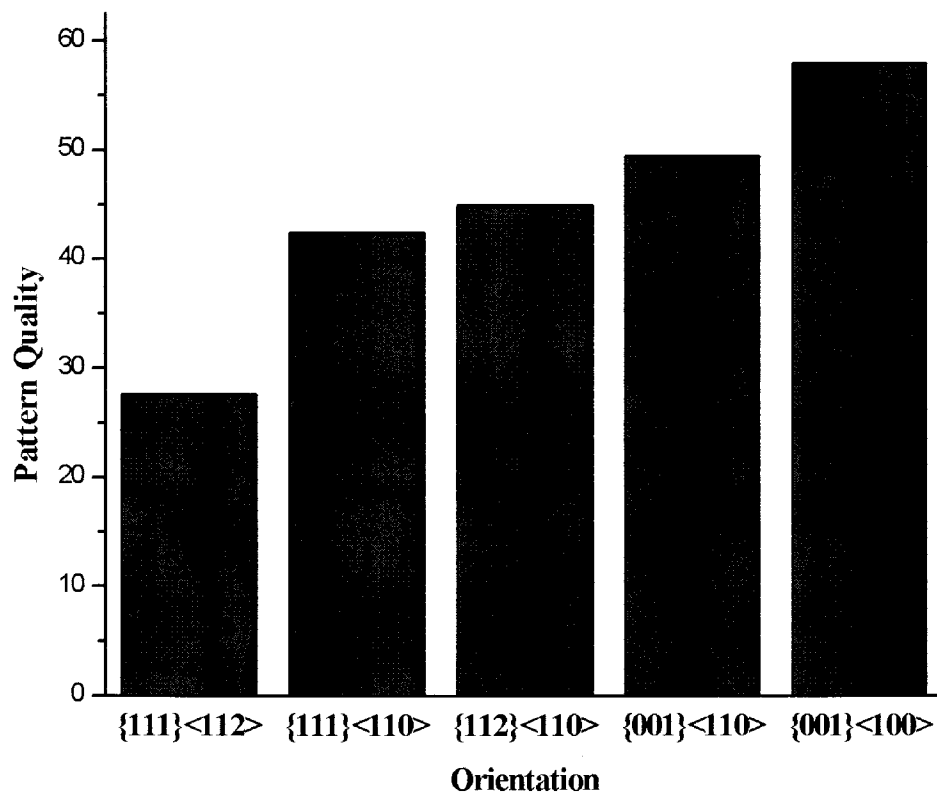


Fig. 3.2.2-13 주요 결정 방위에서의 패턴 선명도 (pattern quality)

이상의 고찰에서 최종 재결정 집합조직이 초기 핵생성의 산물임을 주장하였다. 이는 그림 3.1.2-15을 통하여 확인할 수 있는데, 재결정립 만의 방위 분포를 살펴 보면 비록 평가에 사용된 결정립 수의 차이 등에 의해 강도의 차이는 있으나 재결정립의 방위 분포는 재결정의 초기에서부터 비교적 일관된 양상을 보임을 확인할 수 있다. 초기 핵생성의 단계에서부터 재결정립의 방위 분포는 그림 3.2.2.-12(d)에서와 같은 $\{111\}\langle 112\rangle$ 에 중심한 $\langle 111\rangle//ND$ 형의 우선방위를 보임을 알 수 있다. 따라서 IF 강에서의 $\langle 111\rangle//ND$ 재결정 집합조직은 해당 방위의 우세한 성장에 의한 것이라기 보다는 우세한 핵생성에 의한 것이라는 결론을 내릴 수 있다. 이는 그림 3.2.2-15를 통해서도 다시 확인 가능하다. (a)에서 보듯 $\langle 111\rangle//ND$ 재결정립의 성장은, 비록 그 크기가 다소 크기는 하지만, 전체 재결정립의 성장 속도에 비하여 특별히 빠른 모습을 보이지는 않는다. 또한 (b)에서 나타나듯 $\langle 111\rangle//ND$ 재결정립의 전체 재결정립에 대한 분율은 거의 일정한 비율을 유지함을 볼 수 있다. 비록 $\langle 111\rangle//ND$ 방위의 재결정립이 초기에서부터 다소 큰 크기를 가지지만, 이는 주로 빠른 핵생성에 의해 보다 초기에서부터 성장한 탓으로 여겨지며 $\langle 111\rangle//ND$ 방위 재결정립의 우선적 성장을 지지하기에는 부족한 것으로 생각된다. 최종 재결정 집합조직에서 $\{111\}\langle 112\rangle$ 방위의 우세함은 해당 방위의 높은 변형 축적에너지와 결정립 내의 큰 방위 차에 의한 것임을 앞서 확인하였다. 그림 3.1.2-14와 3.1.2-15을 보면 $\{111\}\langle 112\rangle$ 방위 결정립의 패턴 선명도에 비해 GAM 값은 다른 방위의 결정립에 비해 두드러지게 큰 값을 가짐을 볼 수 있다. 보통 변형 조직의 축적에너지를 평가하는 방식인 테일러인자 (Taylor factor) 로 평가시 $\{111\}\langle 112\rangle$ 는 다른 방위들에 비하여 GAM의 경우처럼 두드러지게 큰 값을 가지지는 않으며 오히려 $\{111\}\langle 110\rangle$ 방위에 비하여 낮은 값을 가진다. $\{111\}\langle 112\rangle$ 방위 변형 결정립에서의 높은 축적에너지와 큰 GAM 값의 존재는 $\{111\}\langle 112\rangle$ 방위 결정립에서의 특이한 변형 거동에 기인한 것으로, $\{111\}\langle 112\rangle$ 방위에서는 보통 불균일 변형에 의한 전단띠 (shear band) 조직이 잘 발달하는 것으로 알려져 있다[23-24]. 결정립의 크기가 조대하거나 동적변형시효 (dynamic strain aging) 가 일어나는 온도 영역에서 변형시 불균일 변형에 의하여 전단띠가 잘 발달하는 것으로 알려져 있다[23-24]. $\{111\}\langle 112\rangle$ 방위의 경우는 냉간압연에 해당하는 변형 조건인 평면 변형 조건 (plane strain condition) 에서보다 단순 전단 (simple shear) 변형 조건에서 변형에 대한 저항력, 즉 테일러인자가 낮은 값을 가진다. 따라서 변형 중 이 방위의 결정립은 기하학적 연화 (geometrical softening) 로 인하여 내부에서 변형 경로 (strain path) 가 평면 변형에서 단순 전단으로 변할 수 있고, 이는 불균일 변형, 즉 전단띠의 생성으로 이어지게 된다[24-25]. 본

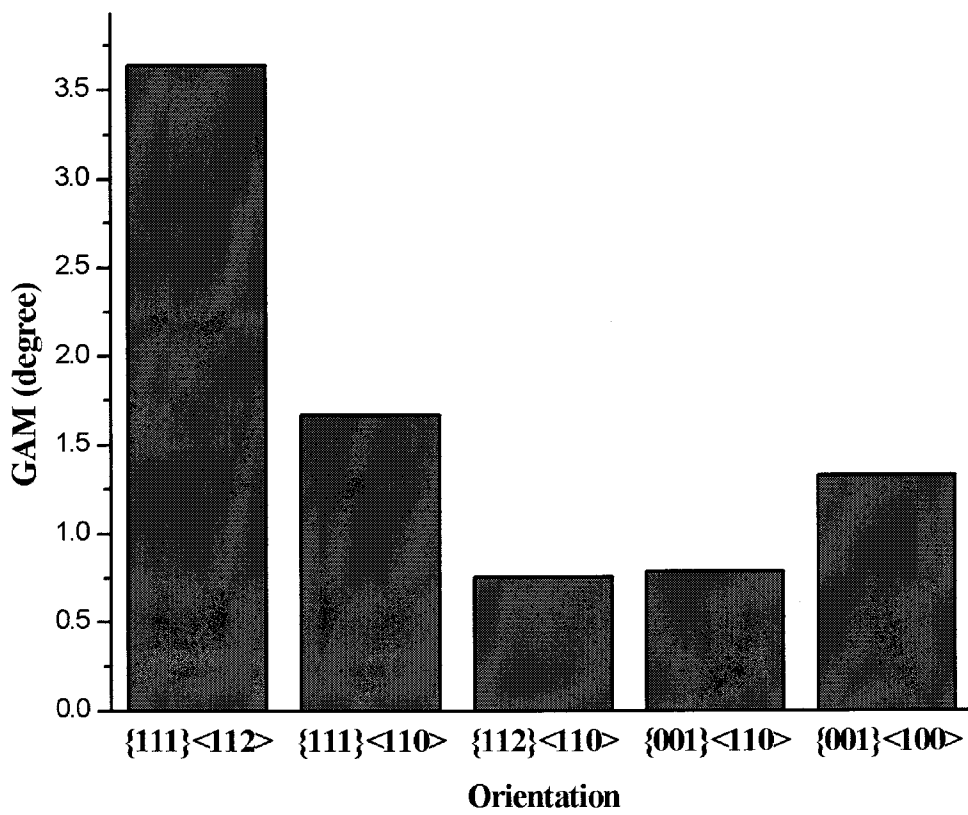
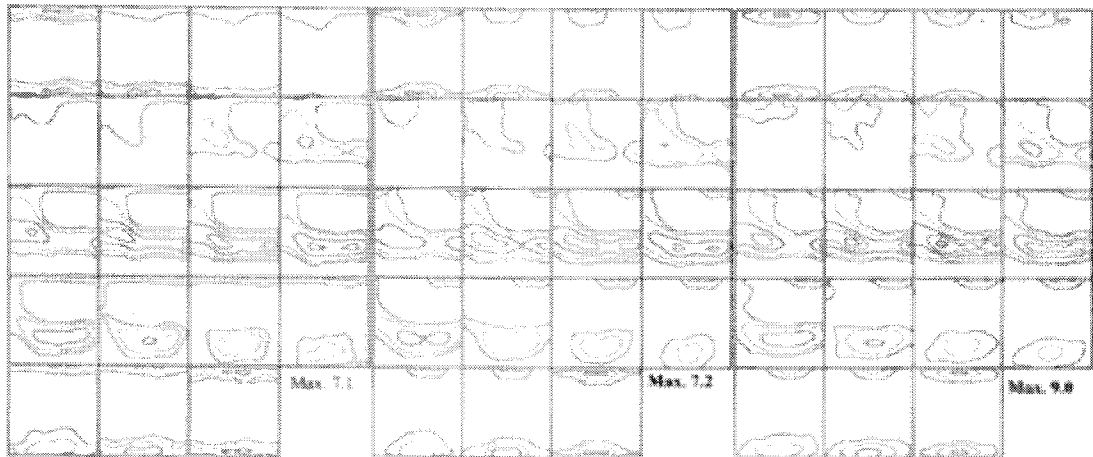


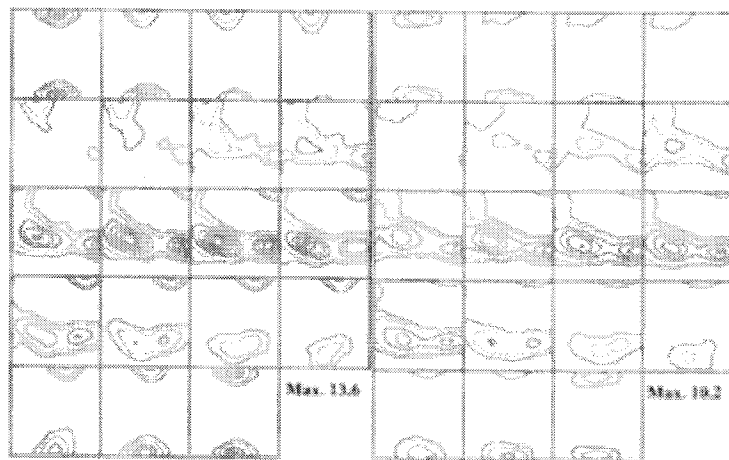
그림 3.12.2-14 주요 결정 방위에서의 GAM



(a)

(b)

(c)



(d)

(e)

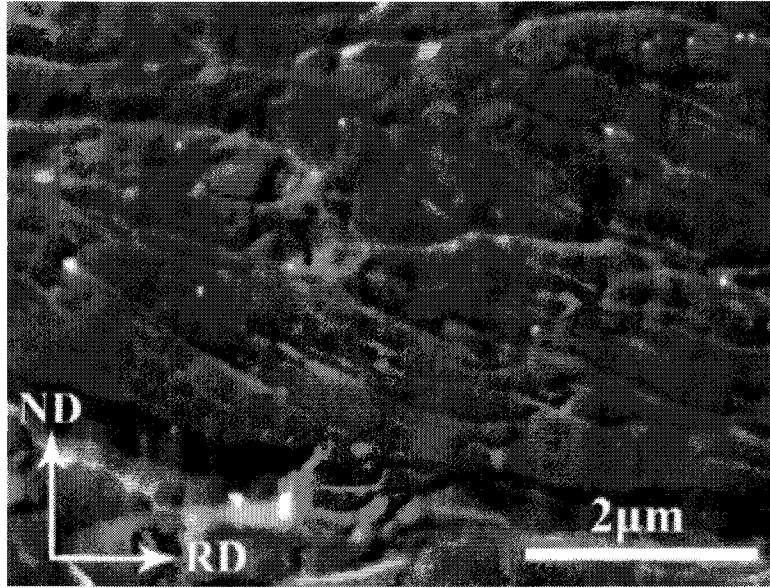
Fig. 3.2.2-15 재결정립의 집합조직 변화;

650°C (a) 1 (b) 2 (c) 5 (d) 10 (e) 20분 열처리 시편의 ODF

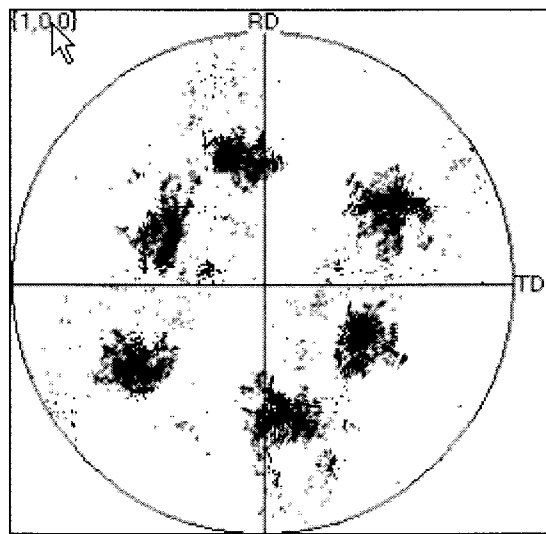
연구에서 사용한 IF 강은 미세립 조직을 가지므로 기본적으로 매우 균일한 변형 거동을 보인다. 그러나 그림 3.2.2-16(a)에서 볼 수 있듯, 일부 결정립에서 전단띠 조직이 생성되고 있음을 볼 수 있다. 그러나 전단띠가 생성되는 결정립의 방위는 거의 하나로 국한되고 있으며, 그림 3.2.2-17(b)에서 보듯 $\{111\}\langle 112\rangle$ 에 가깝다. 전단띠 조직에서는 변형이 국부적으로 집중되며, 따라서 주변 기지와 상당한 방위차를 가지게 된다. 해당 방위의 매우 높은 GAM 값은 그 영향으로 인한 것이라 말할 수 있다. $\{111\}\langle 112\rangle$ 방위의 결정립에서 발달한 전단띠와 그 부근에서의 재결정립의 생성은 그림 3.2.2-17을 통하여 직접적으로 확인할 수 있다. (a)의 방위 분포도에 표시된 원 안의 작은 재결정립은 $\{111\}\langle 112\rangle$ 에 가까운 방위를 가짐을 (d)의 극점도로부터 파악할 수가 있다. 또한 변형 결정립 내에 발달한 전단띠 조직 또한 (a)~(c)에 이르는 방위 분포도로부터 직접 관찰할 수가 있다. 따라서 $\{111\}\langle 112\rangle$ 방위의 재결정립의 우세함은 해당 방위의 변형 결정립에 편중된 전단띠 조직에서의 우선적 핵생성에 의한 것임이라 결론 내리게 되었다.

그림 3.2.2-18은 본 연구에서 사용한 미세립 IF 강과 상용의 평균 결정립 크기가 $20\mu\text{m}$ 에 이르는 IF 강의 최종 재결정 집합조직을 ODF와 ND map에 나타낸 것으로, 미세립 IF 강의 경우는 $\{001\}\langle 110\rangle$ 을 중심으로 한 $\langle 001\rangle//\text{ND}$ 결정방위의 비율이 높음을 볼 수 있다. 일반적으로 $\langle 001\rangle//\text{ND}$ 에 해당하는 변형 결정립은 매우 낮은 축적에너지를 가져서 재결정립의 생성이 그다지 활발하지 못하다. 그러나 인접한 기지의 축적에너지가 높을 경우 큰 축적에너지 차이가 구동력이 되어 $\langle 001\rangle//\text{ND}$ 방위의 변형 결정립의 입계가 기지 방향으로 이동할 수 있고, 이러한 변형유기입계이동 (strain induced boundary migration: SIBM)은 재결정 핵생성의 또 하나의 기구로 작용하고 있다. 그림 3.2.2-19는 미세립 IF 강에서 SIBM에 의한 $\langle 001\rangle//\text{ND}$ 방위 재결정립의 생성을 나타내고 있다. (a)에서 원으로 표시된 영역의 $\langle 001\rangle//\text{ND}$ 변형 결정립의 입계가 인접하고 있는 $\langle 111\rangle//\text{ND}$ 방위의 결정립을 향하여 이동하는 모습을 볼 수 있으며, 이러한 형태의 재결정립 생성을 (c)에서 간략히 도시하였다. 미세립 IF 강의 경우는 미세립화에 의하여 결정입계의 면적이 증가하게 되고, 따라서 이러한 SIBM에 의한 $\langle 001\rangle//\text{ND}$ 방위의 재결정립이 그림 3.2.2-18에서 보는 바와 같이 많이 출현할 수 있다. $\langle 001\rangle//\text{ND}$ 방위는 성형성에 좋지 않은 영향을 주며, 따라서 비록 열연판의 미세립화에 의하여 $\langle 111\rangle//\text{ND}$ 재결정립의 비율이 증가하더라도 성형성은 그다지 향상되지 않을 가능성이 있다. $\langle 001\rangle//\text{ND}$ 방위는 냉간압연에서 방위의 안정도가 매우 높아서 압연 중 방위의 회전이 좀체 일어나지 않는다. 따라서 열간압연 단계에서 이 방위의 출현을 억제해 줄 필요가 있으며, 이 경우 미세립화는 최종 소둔판의 성형성 향상에

기여할 수 있을 것으로 판단한다.

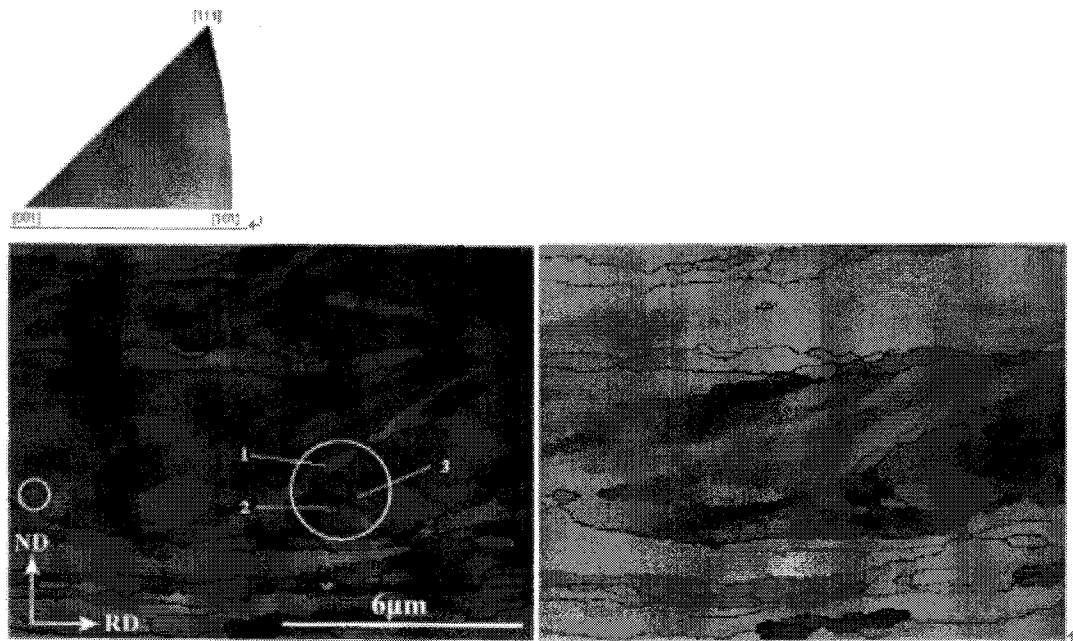


(a)



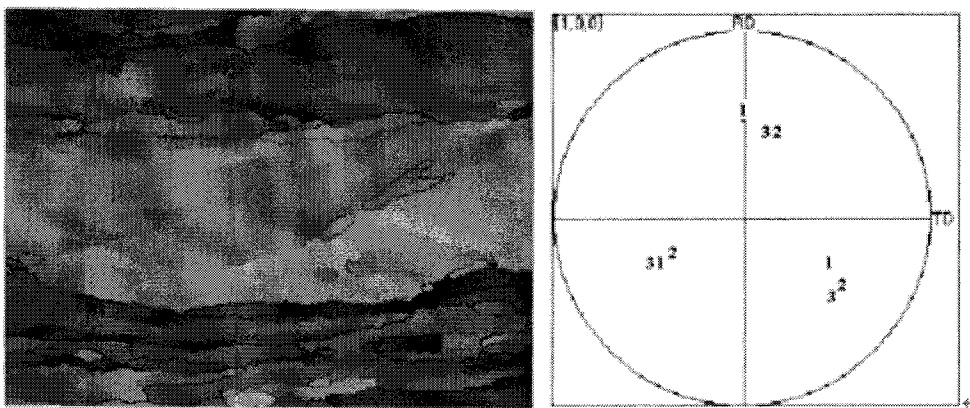
(b)

Fig. 3.2.2-16 (a) 합금 A의 냉간압연 조직 내의 전단띠 (b) 전단띠를 포함한 결정립에서의 (001) 극점도



(a)

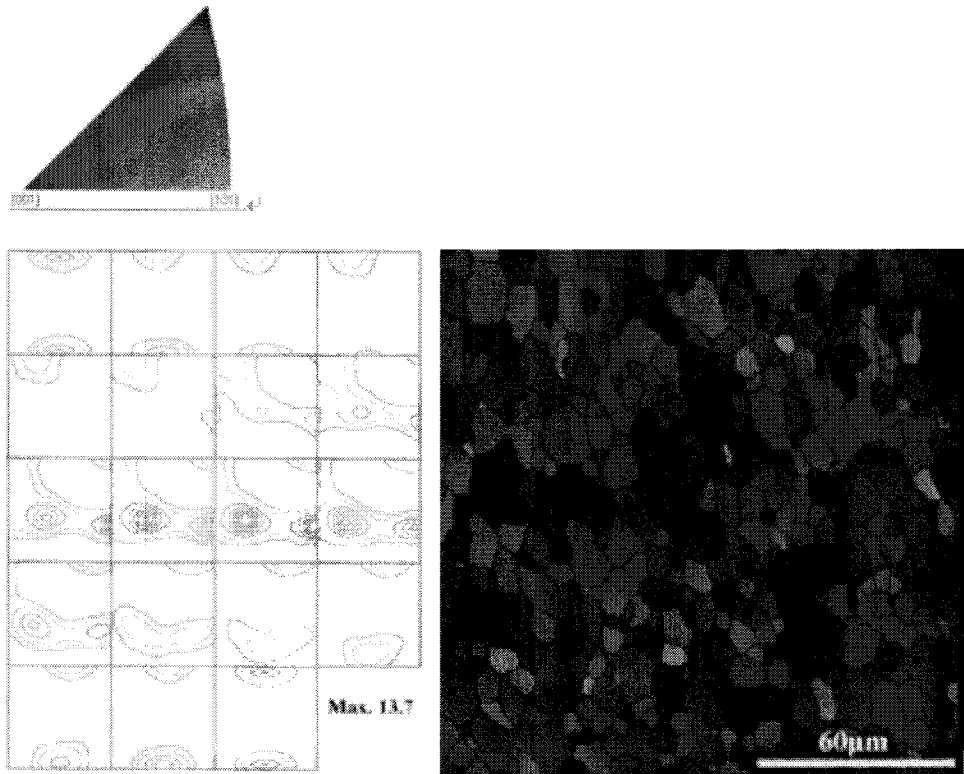
(b)



(c)

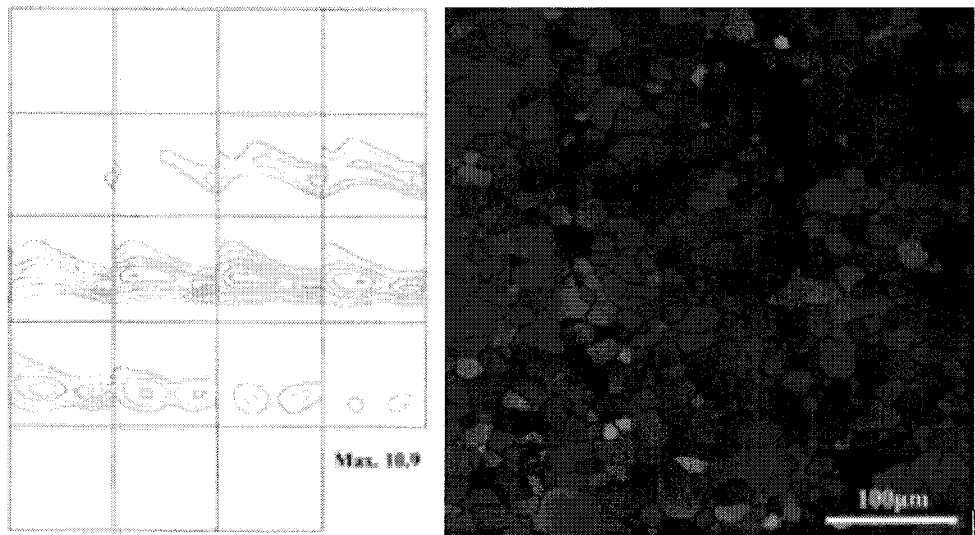
(d)

Fig. 3.2.2-17 초기 재결정 조직 내 전단띠에서의 재결정 핵생성 (a) ND map (b) RD map (c) TD map (d) 1,2,3 결정립의 (100) 극점도



(a)

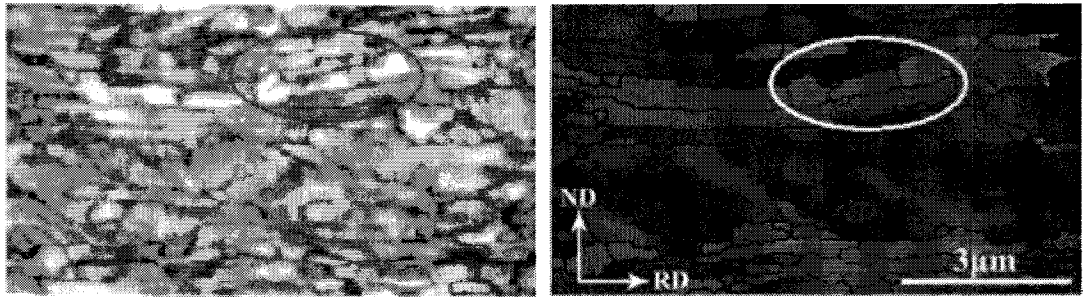
(b)



(c)

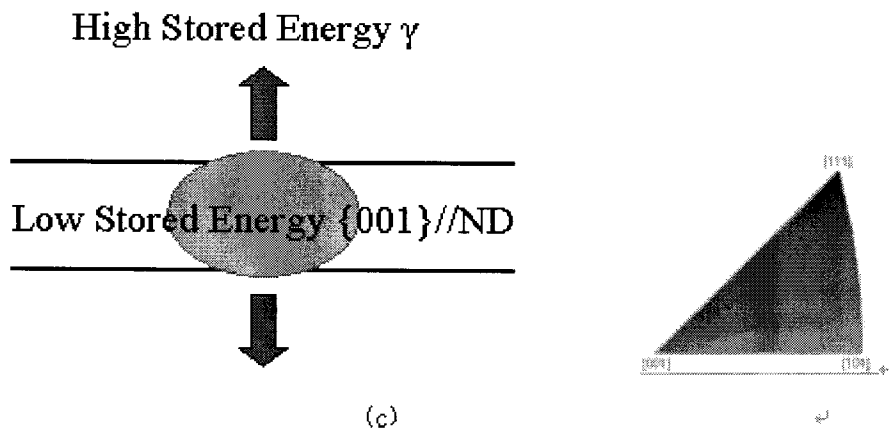
(d)

Fig. 3.2.2-18 미세립 IF 강 (평균 결정립 크기: 20 μ m) 의 최종 재결정 집합조직; (a) ODF (b) ND map
 상용 IF 강 (평균 결정립 크기: 20 μ m) 의 최종 재결정 집합조직; (a) ODF (b) ND map



(a)

(b)



(c)

Fig 3.2.2-19 <001> // ND 재결정립의 생성 (a) PQ map (b) ND map (c) SIBM의 모식도

제 3 절 가공을 통한 집합조직의 제어와 기계적 강도의 향상

본 절에서는 가공을 통하여 집합조직을 제어하고 기계적인 강도를 향상시키는 가공기술에 대한 연구와 이에 연관된 연구실적을 다루고 있다. 가공방법으로는 스트립캐스팅, 비대칭 압연, 드로잉 와이어, DCAP 공정에 대한 연구를 실시하였으며 그 대상으로는 가공방법에 따라 연구하기에 가장 알맞다고 판단되는 재료를 선택하여 다음과 같은 시편을 대상으로 연구하였다. 스트립 캐스팅은 고규소 전기강판을 대상으로 연구되었는데 이는 전기강판의 자기이방성이 미세조직을 비롯한 석출물과 매우 밀접한 관계를 가지고 있기 때문이다. 비대칭 압연은 알루미늄 합금판재와 IF steel을 대상으로, 드로잉 와이어의 연구는 금본당 와이어를 대상으로 실시하였으며 마지막으로 DCAP공정에 대한 연구는 알루미늄을 대상으로 행하여졌다.

이와 같이 연구된 재료와 공정은 EBSD와 ODF를 이용하여 집합조직을 분석하였으며 SEM을 이용해 미세구조를 관찰하였으며 주로 이 두 가지 데이터를 이용해 가공에 의한 집합조직의 변화와 물성의 변화의 경향성을 얻어 이를 통하여 집합조직을 제어하고 기계적 강도를 향상시킬 수 있었다.

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 이루어 지며, 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, 결함의 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 섬유집합조직을 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 나타낸 쌍롤의 위치를 조절하여 강재에 전단변형이 일어나도록 하는 것이 필요하나, 쌍롤의 표면에서 과도한 압하력에 의해 열균열이 발생할 수 있기 때문에 강재의 응고완료점(metallurgical length)이 롤 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 석출물에(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 스트립의 기계적 특성의 관계를 고찰하여, 스트립 캐스팅 법에 의한 고규소 전기강판의 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 압연 된 스트립은 75% H_2 +25% N_2 분위기에서 700°C까지 230°C/hr로 승온 후 다시 20°C/hr로 1200°C까지 승온하고, 이 온도에서 100% H_2 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 H_2O_2 + 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 일방향으로 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 관찰할 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 강의 경우 특별한 열처리 공정 없이 1차 재결정이 억제 될 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.

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

Table 3.3.1-1 chemical composition of the strip-cast Si steel sheet (wt%)

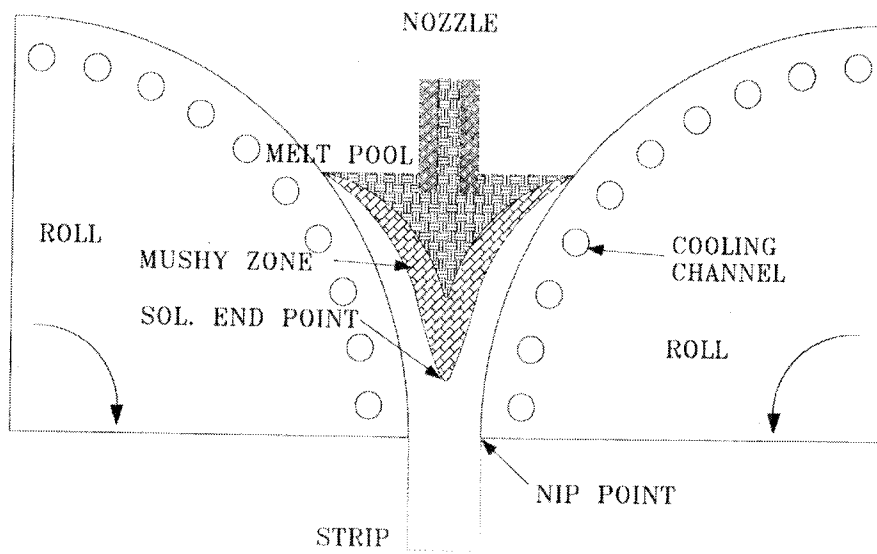


Fig. 3.3.1-1 Schemetic diagram of twin roll strip casting process

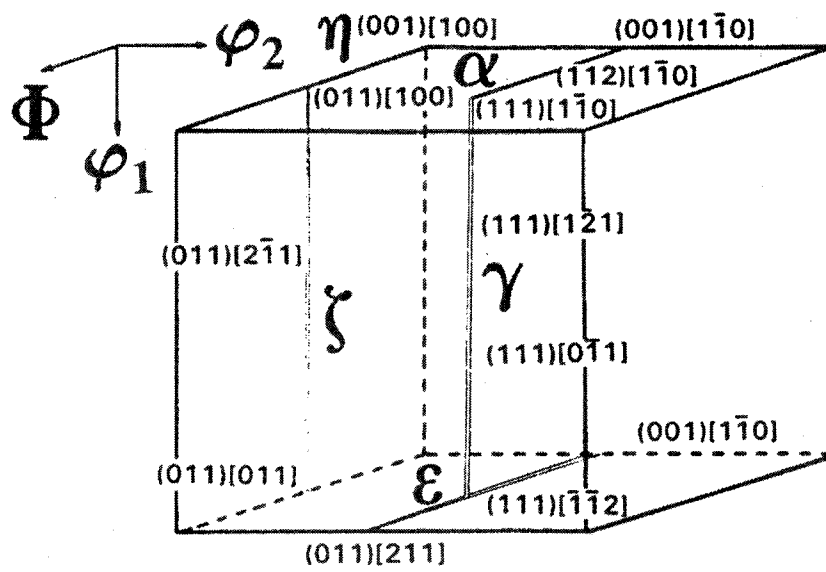


Fig. 3.3.1-2 Reduced Euler space with important fibers and orientation of BCC metal

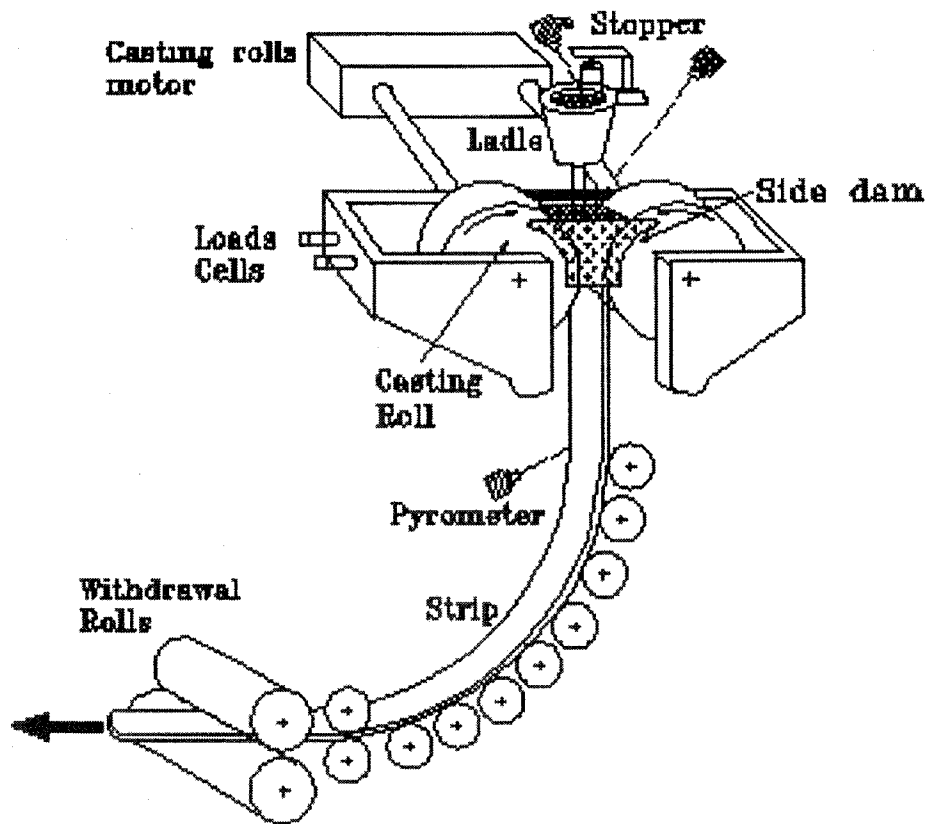


Fig. 3.3.1-3 Schematic diagram of twin roll strip caster

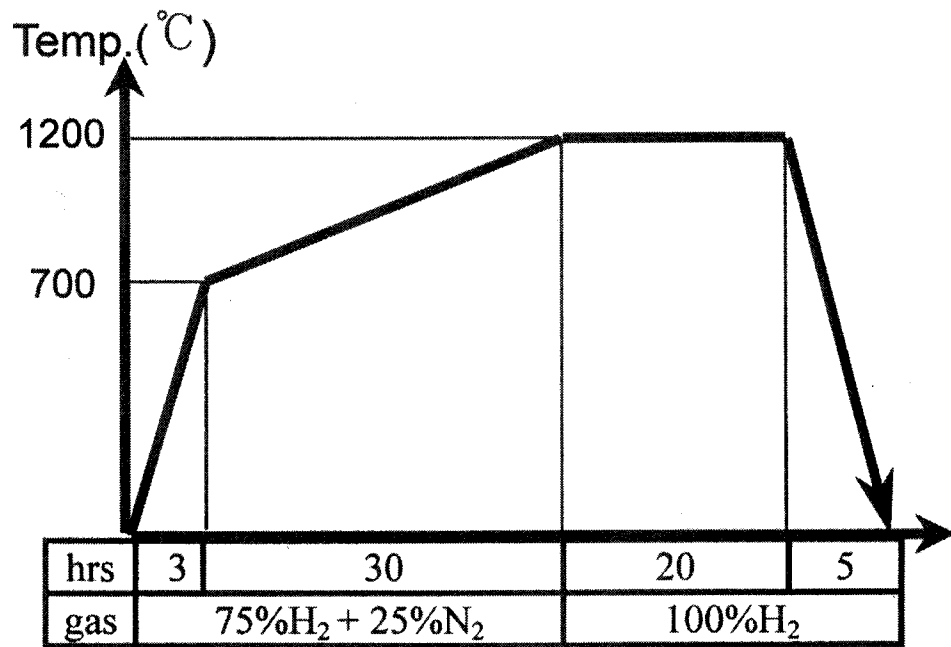


Fig. 3.3.1-4 Heating cycle of the final high temperature annealing

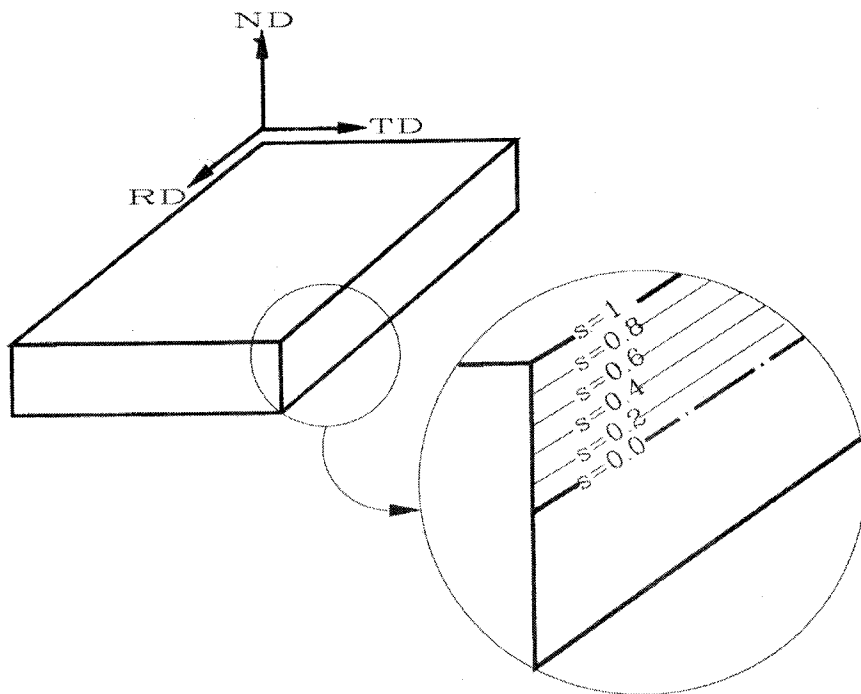


Fig. 3.3.1-5 Definition of S parameter

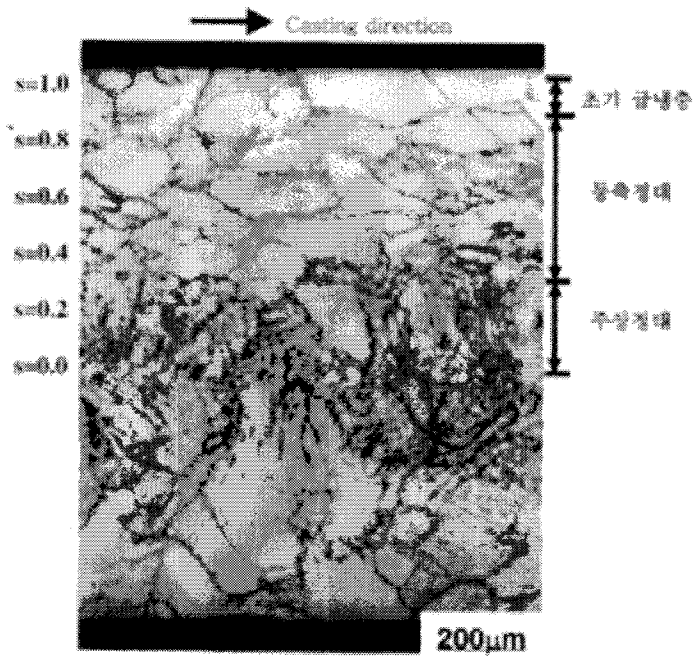


Fig. 3.3.1-6 (a) Microstructure of as-cast strip at $\Delta T=20^{\circ}\text{C}$

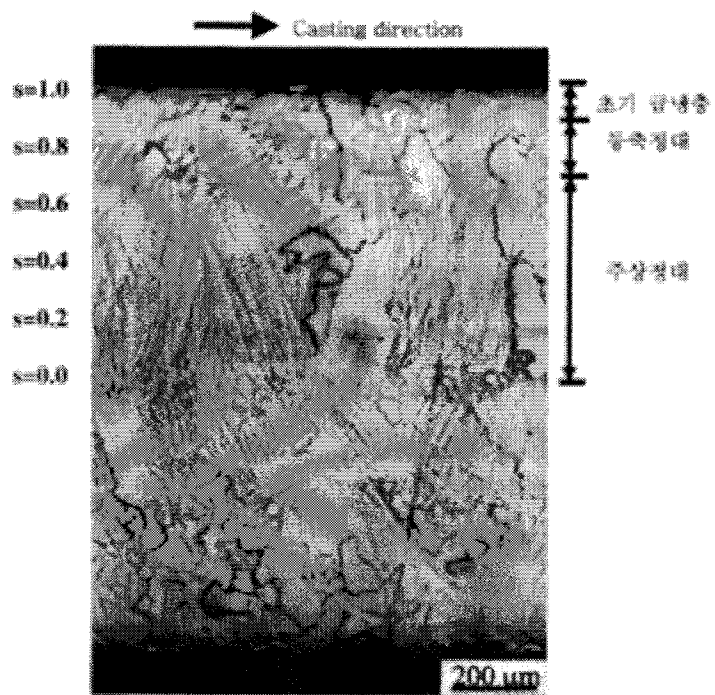


Fig. 3.3.1-6 (b) Microstructure of as-cast strip at $\Delta T=30^{\circ}\text{C}$

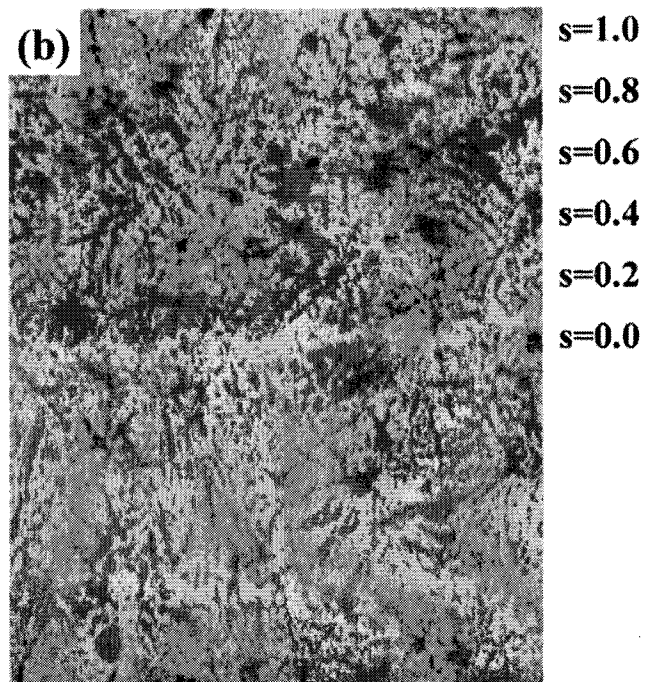
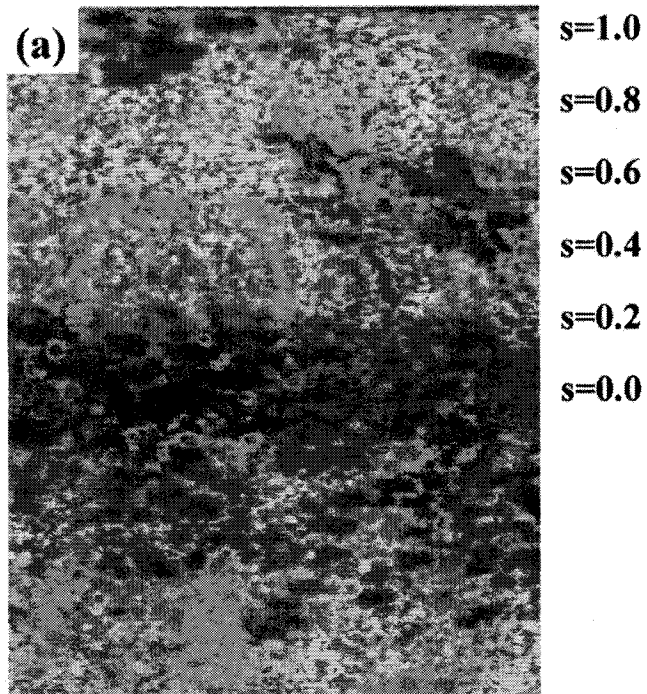


Fig. 3.3.1-7 SMA of Si for as-cast Fe-4.5wt%Si strip

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

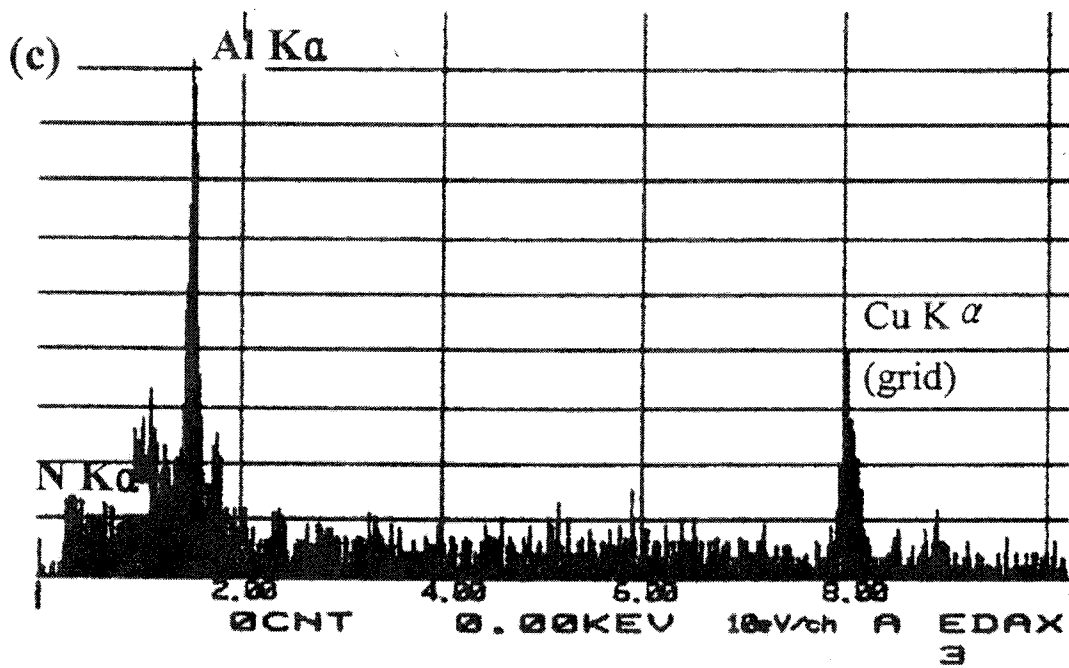
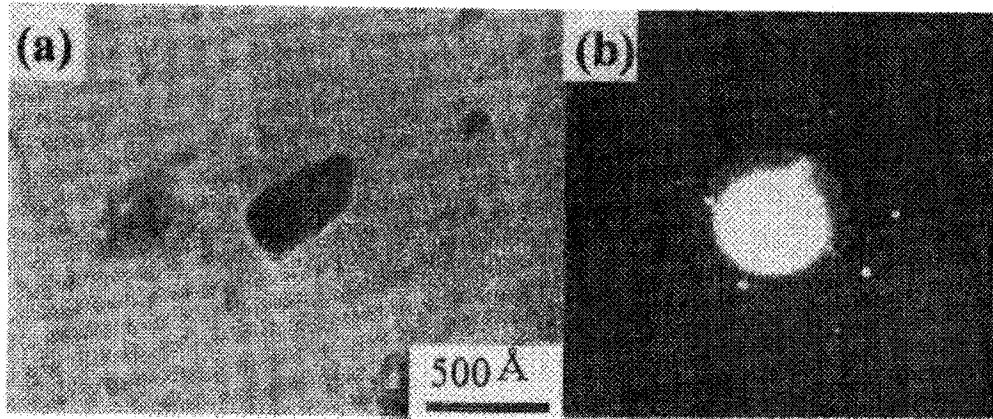


Fig. 3.3.1-8 (a) TEM image and EDS analysis of AlN in as-cast Fe-4.5wt%Si strip

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

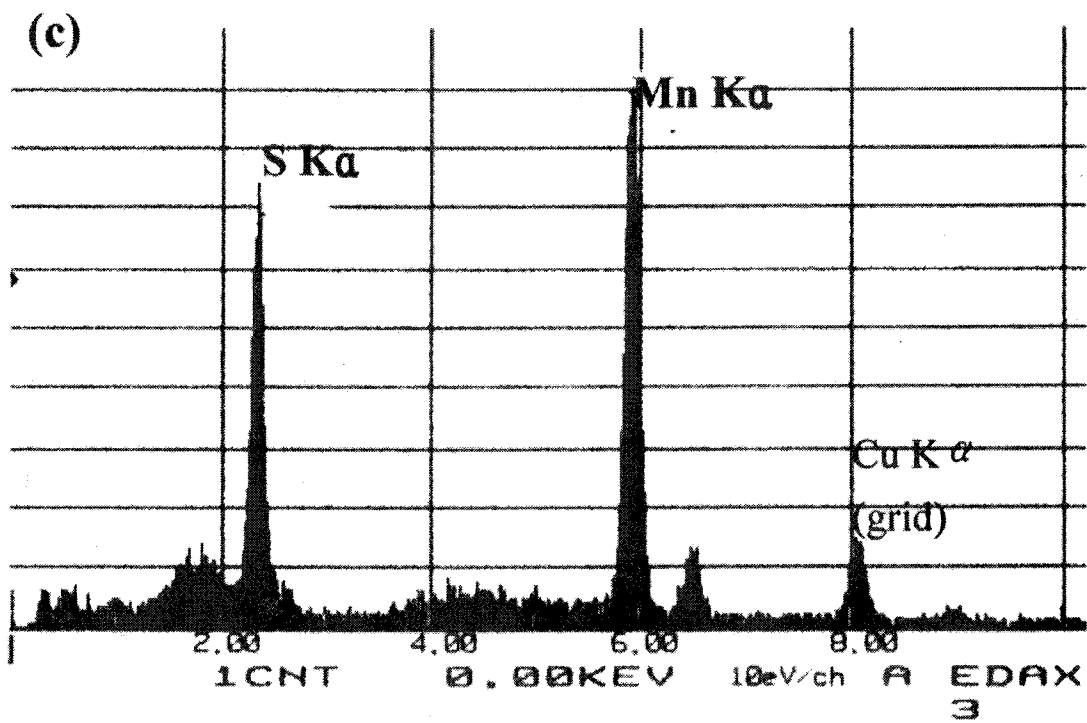
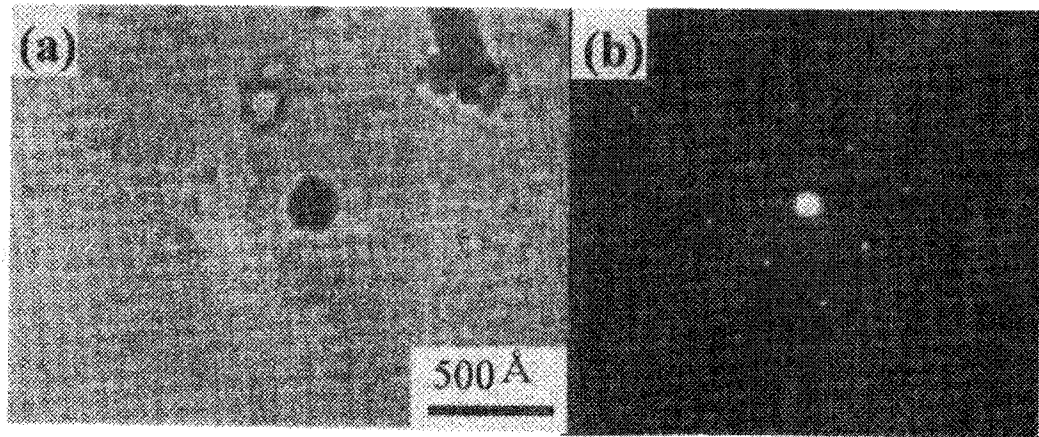


Fig. 3.3.1-8 (b) TEM image and EDS analysis of MnS in as-cast Fe-4.5wt%Si strip

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

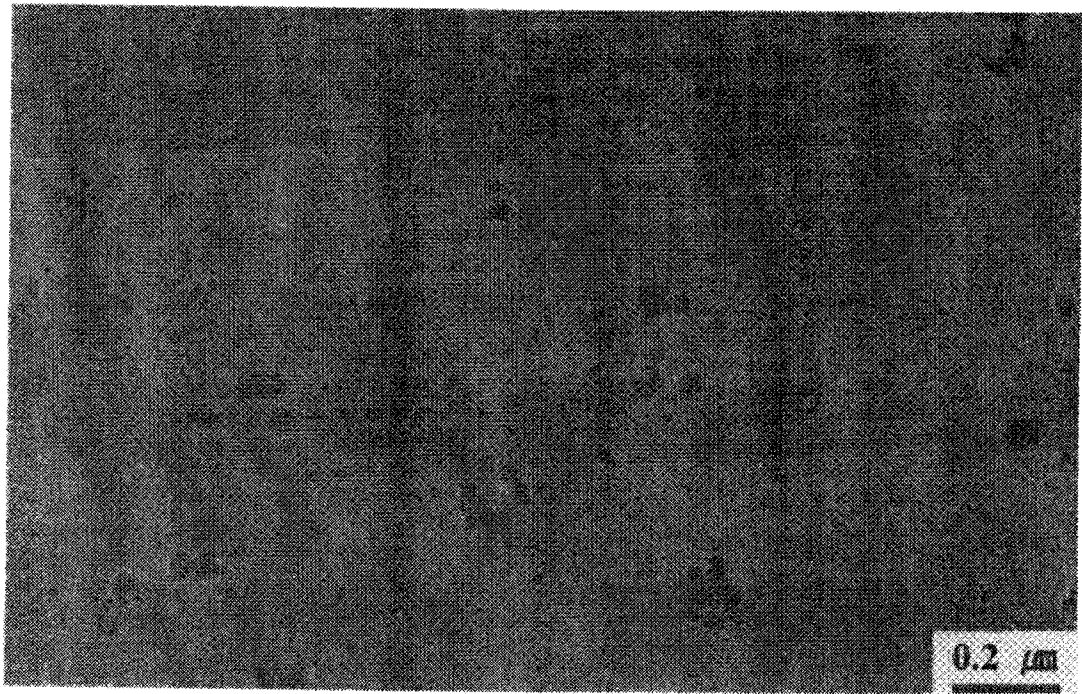


Fig. 3.3.1-9 TEM bright field image of precipitates in as-cast Fe-4.5wt%Si strip

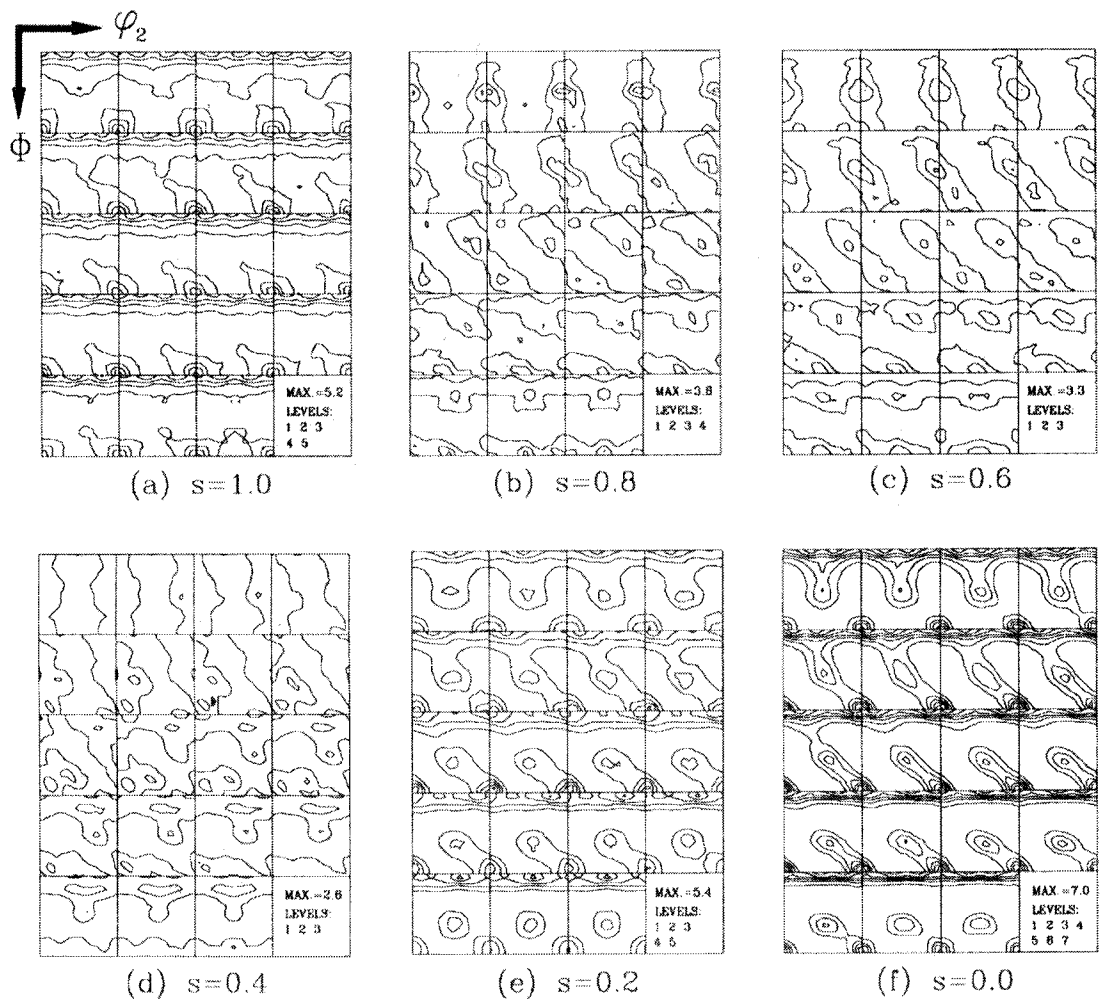


Fig. 3.3.1-10 Φ_1 section of ODF in various thickness layer of as-cast Fe-4.5wt%Si strip at $\Delta T=20^\circ\text{C}$

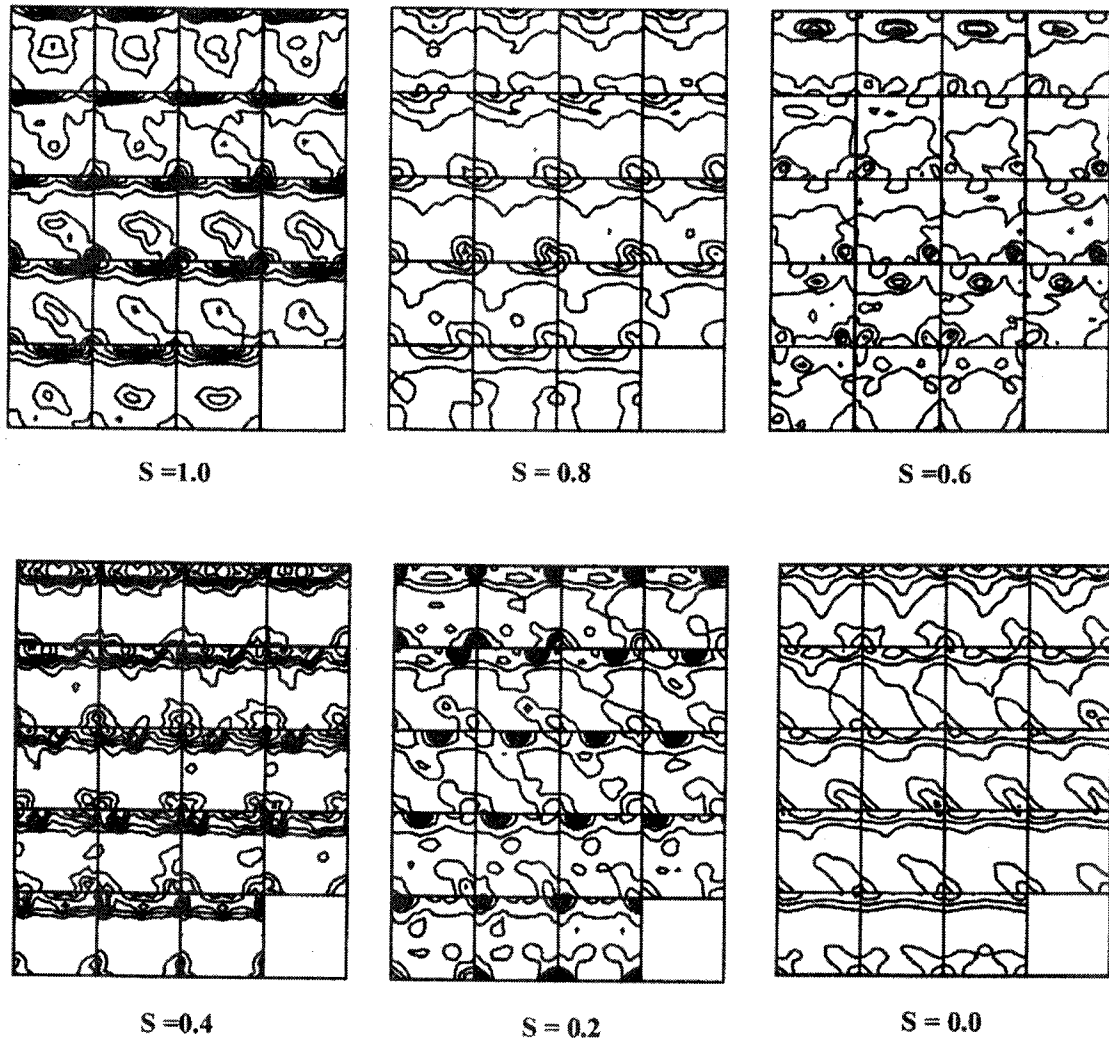


Fig. 3.3.1-11 $\Phi 1$ section of ODF in various thickness layer of as-cast Fe-4.5wt%Si strip at $\Delta T=30^{\circ}\text{C}$

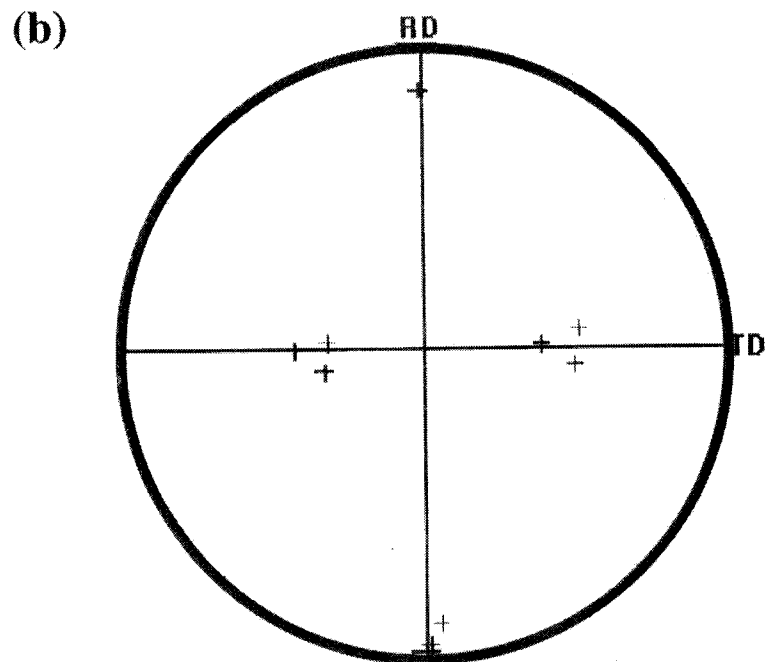
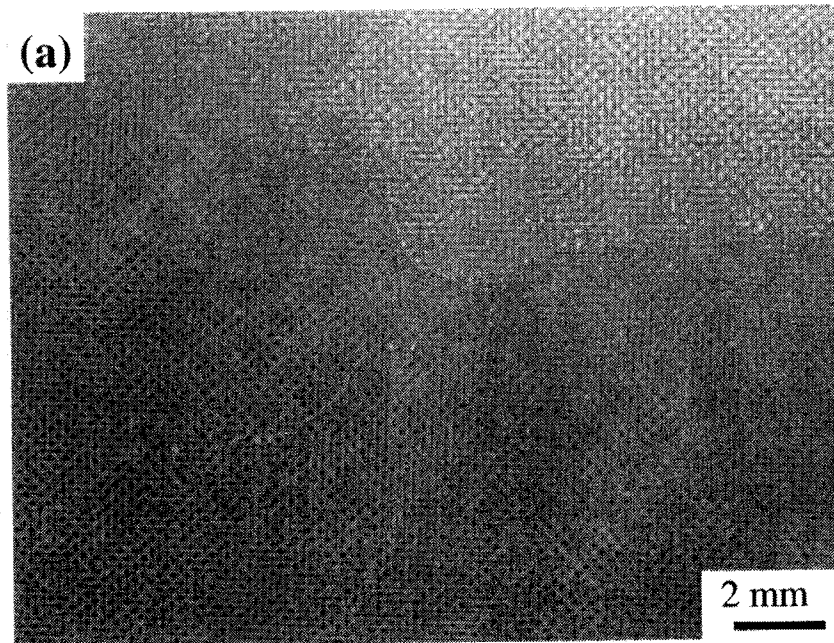


Fig. 3.3.1-12

(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. 알루미늄 합금 판재의 비대칭압연가공에 따른 집합조직의 변화

(1). 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 β 형섬유집합조직으로 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 전이를 나타내는 것으로 알려져 있다. 그러나 알루미늄 합금의 경우는 적층결함에너지가 높고 동합금에서와 같은 현저한 전이는 거의 나타나지 않는다. β 형섬유집합조직을 어닐링하게되면 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

β 형섬유집합조직과는 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. Truszkowski등[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.Sakai등[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 그림3.3.2-1에 나타내었다. 즉, 지름이 다른 상부로울과 하부로울을 같은 각속도로 회전시키게 되면 판재의 윗면과 아래면을

활주하는 두 로울의 원주회전속도가 다르게 된다. 따라서 압연되는 재료의 유동거동이 두께방향에 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, 토오크등을 계산하는 등 지금까지 비대칭 압연공정에는 주로 변형해석 또는 공정해석 등이 이루어졌을 뿐이며[V. A. Nikolaev 1992, A. G. Svichinskii 1992, R. Shivpuri 1988] 이를 이용하여 집합조직을 제어한 예는 아직 보고된 바가 없다.

그러나 이동녕 교수를 비롯한 집합조직 제어 연구팀은 이러한 비대칭 압연공정을 알루미늄 합금판재의 전단변형집합조직형성에 응용하여 괄목할 만한 소성변형비의 향상을 얻어내었다.[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 절에서는 비대칭 압연을 이용하여 압연공정에서 수반되는 전단변형과 이에 의한 집합조직의 변화를 정확히 규명하고 해석하고자 하였다.

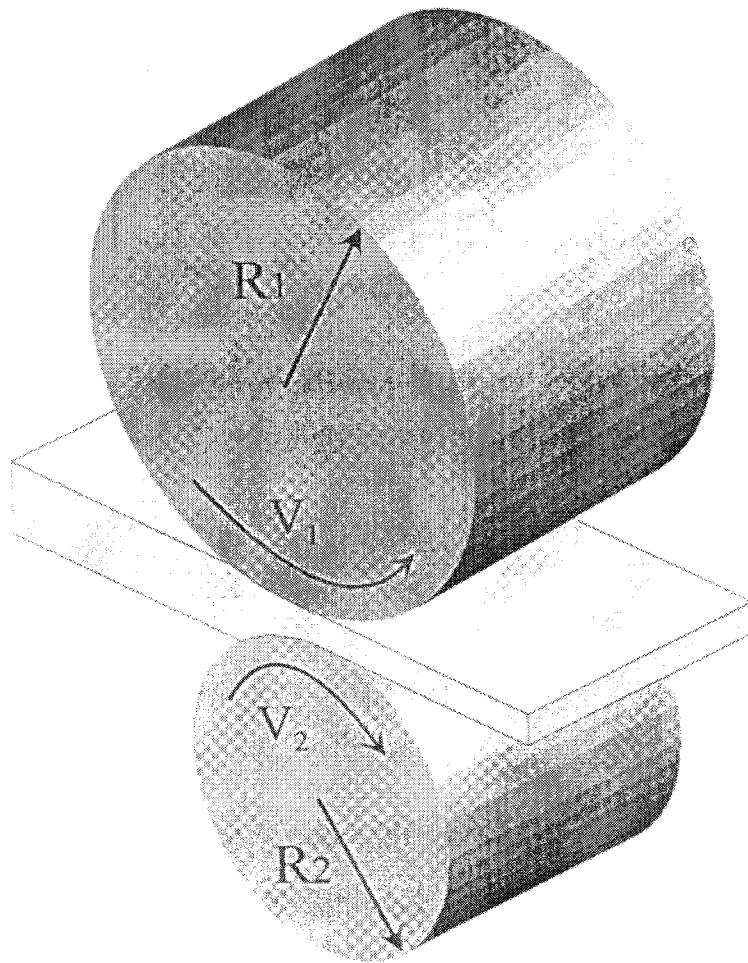


Fig. 3.3.2.-1 Schematic diagram of asymmetric rolling process

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

(2) 실험방법

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

비대칭 압연을 하기 위하여 세가지의 비대칭 로울을 제작하였다. 비대칭 압연공정의 개략도는 그림 3.3.2.-1 에 나타내었다. 지름 126mm, 폭 203mm의 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 $K\alpha$ 타겟, 가속전압 및 전류는 각각 40kV, 30mA의 측정조건을 이용하였다. 측정된 {111}, {200}, {220} 극점도로부터 WIMV법을 이용하여 방위분포함수로 정량화하였다.

(3) 실험결과

유한요소해석을 이용하여 비대칭 압연공정과 기존의 대칭 압연 공정을 비교하였다. 그림 3.3.2.-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. 그림 3.3.2.-2의 초기 요소망으로 계산된 후의 변형된 요소망을 그림 3.3.2.-3(b)에 나타내었으며 상,하부 모두 126mm의 로울을

사용하여 초기두께 2mm에서 압하율50%로 대칭 압연한 후의 변형된 요소망을 그림3.3.2.-3(a)에 나타내었다. 각각의 계산과정에서 로울과 압연되는 판재사이의 마찰계수는 Coulomb 마찰상수 0.4로 하였다.

그림 3.3.2.-3(b)에서 보는 바와 같이 비대칭 압연된 판재에서는 두께 방향으로 비교적 균질하게 전단변형되었음을 알 수 있다. 그러나 그림 3.3.2.-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 눌혀진 W자 형태로 판재의 중간층(intermediate layer)에서 전단변형을 받으며, 5이상의 큰 값에서는 주로 판재의 표면층에서 가장 큰 전단변형을 받으며 중심층으로 가면서 약해진다. A. J. Tselikov는 이러한 두 가지 경우에 대하여 로울 사이의 금속의 변형에 관한 모델을 제안한 바 있다[A. J. Tselikov 1961].

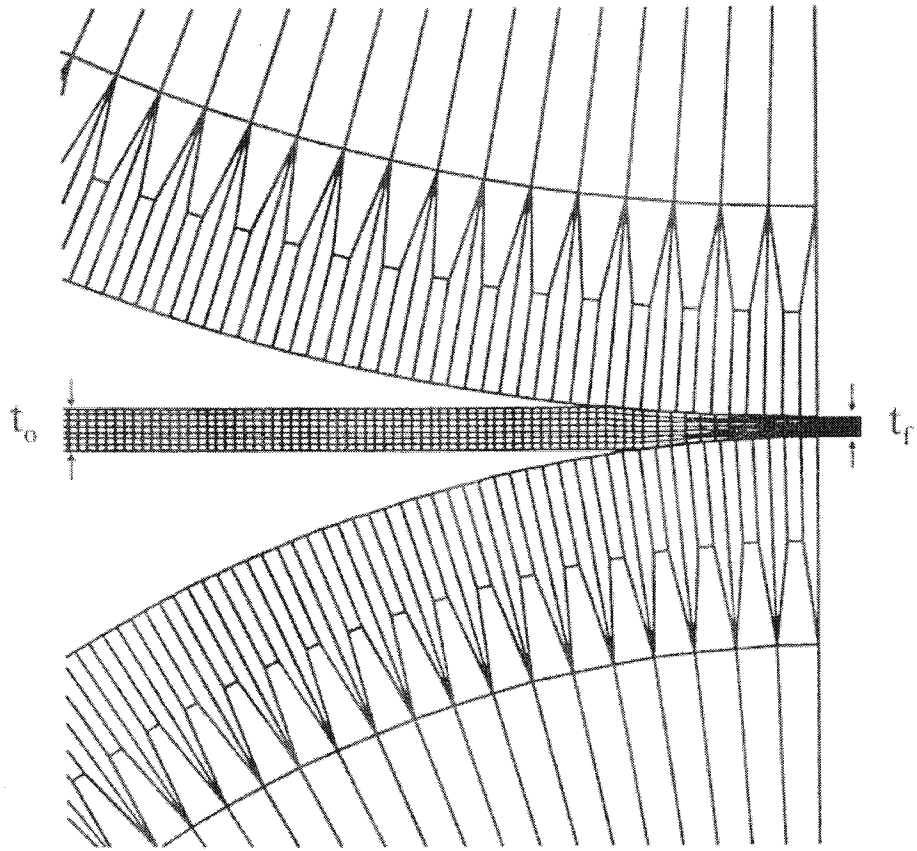
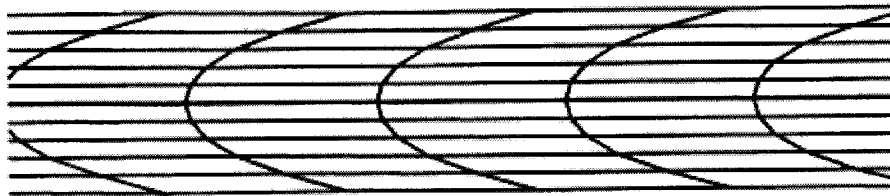
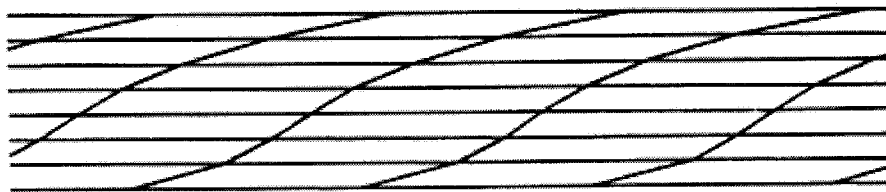


Fig. 3.3.2.-2 Initial mesh of asymmetric rolling geometry with roll ratio of 1.5. ($D_{\text{upper roll}}=198\text{mm}$, $D_{\text{lower roll}}=126\text{mm}$, $t_0=2.0\text{mm}$, $t_f=1.0\text{mm}$)



(a)



(b)

Fig. 3.3.2.-3 Deformation meshes of aluminum sheets after (a) symmetric rolling and (b) asymmetric rolling by 50% ($\mu = 0.4$).

유동거동이 눌혀진 W자 형태로 판재의 중간층(intermediate layer)에서 전단변형을 받으며, 5이상의 큰 값에서는 주로 판재의 표면층에서 가장 큰 전단변형을 받으며 중심층으로 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 불균질성으로울사이에서의 응력이 균질하지 않은 특성에서 비롯된다고 하였으며[R. E. Bauer 1977] Sakai와 Saito 등은 스테인리스강의 고속, 고온 압연시 표면에서의 전단 변형과 전단집합조직을 보고하였다[T. Sakai 1987, T. Sakai 1991].

그러나 그림 3.3.2.-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 그림 3.3.2.-4에 나타내었다. 판재내에서 두께방향으로의 위치는 다음과 같이 s를 사용하였다.

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

여기서 d는 판재의 중심층으로부터의 거리, t는 시편의 전체두께를 나타낸다. 따라서 판재의 중심층에서s=0.0이며, 윗쪽 표면에서s=1.0, 아래쪽 표면에서 s=-1.0이다.

그림 3.3.2.-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 그림 3.3.2.-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. 그림 3.3.2.-5는 비대칭 로울 사이에서 압연 변형되는 판재의 요소망을 나타낸다. 비대칭 압연에서는 재료의 윗면을 활주하는 상부로울의 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 그림 3.3.2.-3(b)에서 보는 바와 같다. 또한 상대적으로 지름이 작은 하부로울에 의해 판재의 아랫면은 윗면에 비해 로울사이에 늦게 장입된다. 따라서 판재의 윗면은 로울사이에서 양의 전단응력만을 받게되지만 아랫면으로 감에 따라 로울에 장입되는 초기에 하부로울에 의해 음의 방향으로 전단응력을 받게 되는 것이다. 그림 3.3.2.-6에는 각각의 압연 변형시 판재의 두께방향으로의 요소들에서 계산되어진 변형속도텐서(rate of deformation tensor, 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 그림 3.3.2.-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. 그림 3.3.2.-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

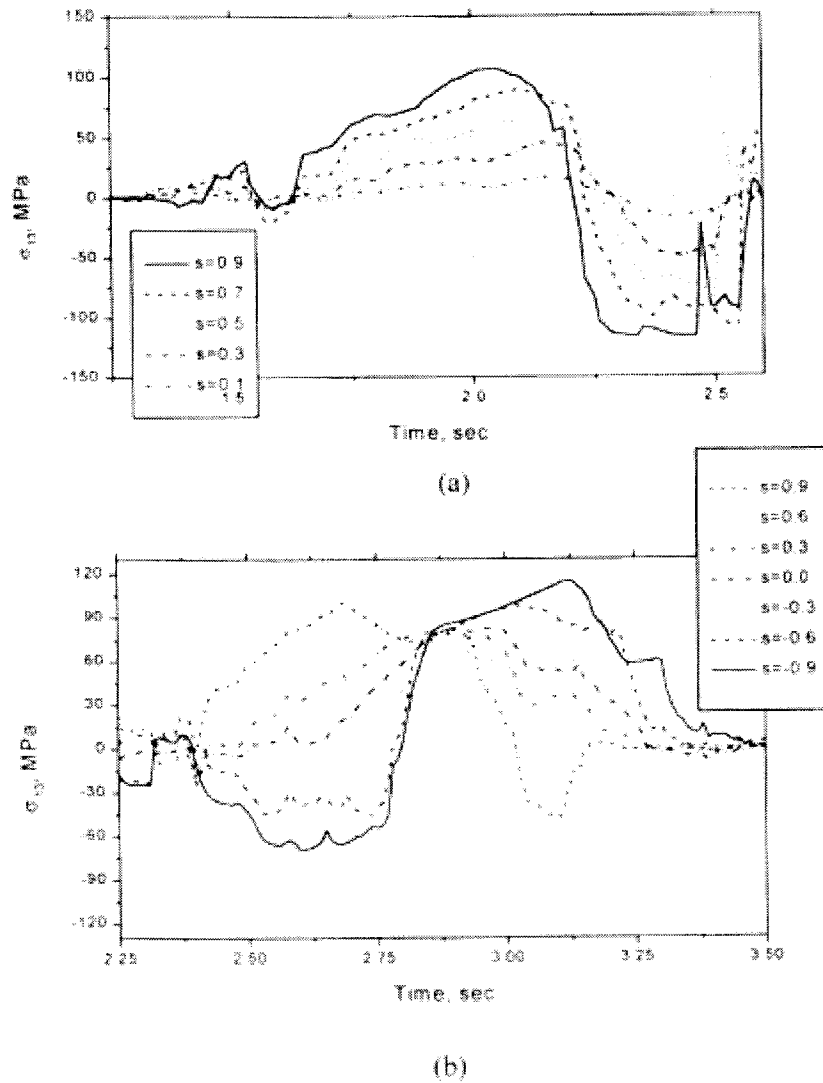


Fig. 3.3.2.-4 Calculated distributions of shear stress in (a) symmetric and (b) asymmetric roll gap.

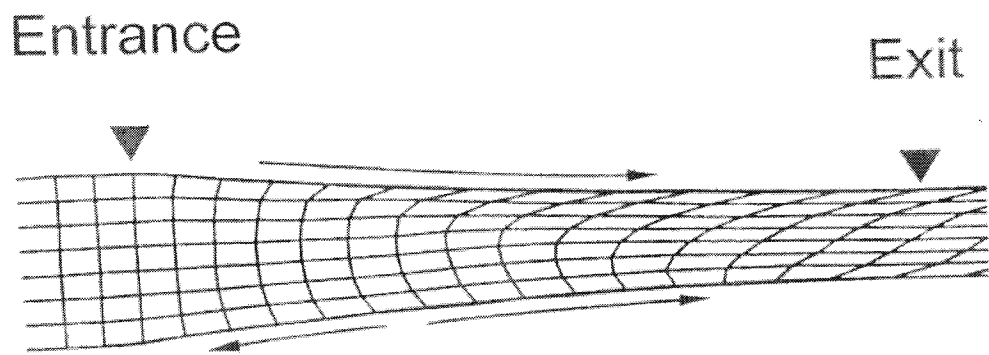
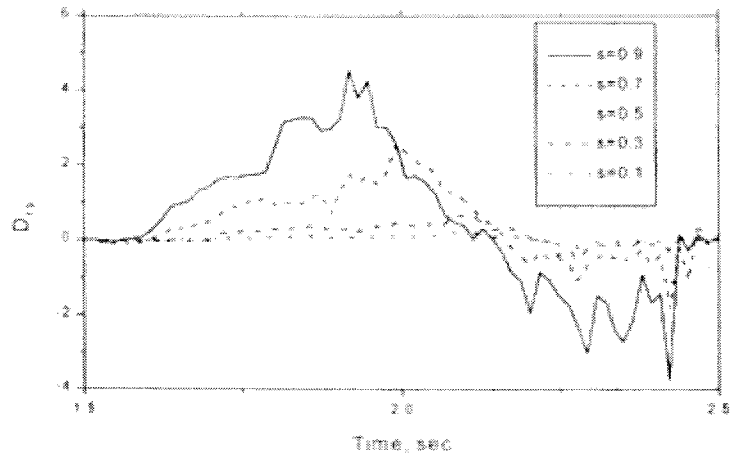
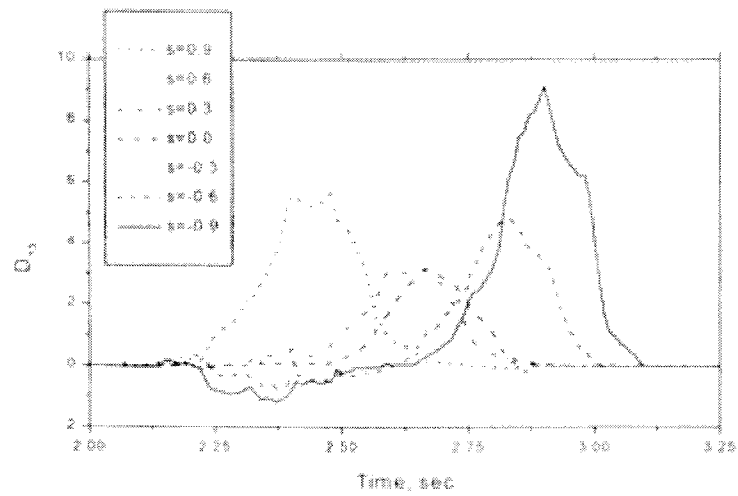


Fig. 3.3.2.-5 Mesh being rolled in the gab of asymmetric rolls

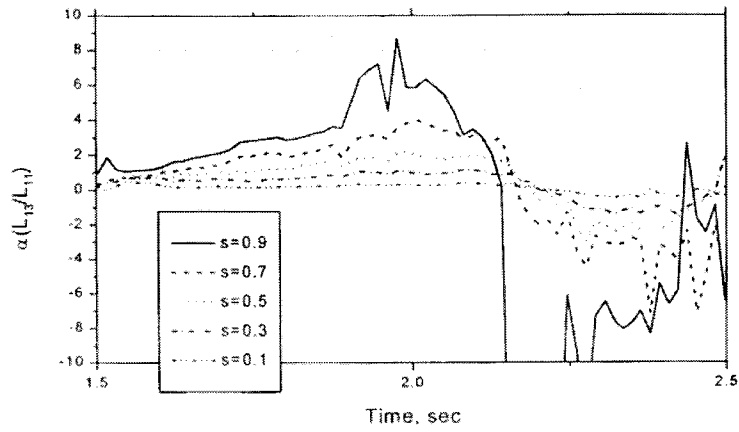


(a)

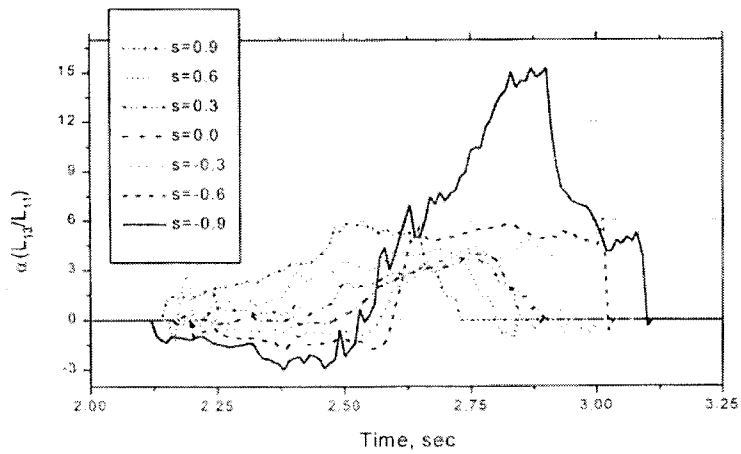


(b)

Fig. 3.3.2.-6 Calculated distributions of shear strain increment in (a) symmetric and (b) asymmetric roll gaps.



(a)



(b)

Fig. 3.3.2.-7 Calculated distributions of α in (a) symmetric and (b) asymmetric roll gap.

합금판재의 성형성 향상에도 유용할 것으로 생각된다.

그림 3.3.2.-7에는 각각의 압연 변형시 판재의 두께방향으로의 요소들에서 계산되어진 속도구배(velocity gradient, L)의 전단성분(L_{13})과 압연방향으로의 인장성분(L_{11})의 비, α 를 나타내었다. 여기서 α 를 전단변형비라고 부르기로 하겠다.

압연공정에서 판재는 기본적으로 단면감소에 의한 압축변형을 받게되며 이에 수반하여 잉여의 전단변형을 받게된다. 따라서 전단변형만이 가해지는 비틀림 시험과 달리 압연공정에서의 전단변형집합조직 해석에는 전단변형률성분과 압축변형률성분이 함께 고려되어야 한다.

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

그림 3.3.2.-7에서 보는 바와 같이 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 분포를 가정하여 극밀도 등고선(pole density contour)으로 나타내었다. 판재의 표면부인 $s=0.9$ 과 표면 직하부인 $s=0.7$ 에서는 전단변형에 의한 안정성분으로 알려진 $\text{rotC}_{\text{ND}}\{001\}\langle 110 \rangle$ 성분과 $\text{ND} // \langle 111 \rangle$ 성분이 발달하고 있음을 알 수 있다. $s=0.5$ 의 중간층을 거치면서 사방정 대칭성이 깨진 형태의 극점도를 거쳐 중심층에서는 평면변형에서 나타나는 $\text{Cu}\{112\}\langle 111 \rangle$, $\text{D}\{4\ 4\ 11\}\langle 11\ 11\ 8 \rangle$, $\text{S}\{123\}\langle 634 \rangle$, $\text{B}\{110\}\langle 112 \rangle$ 와 $\text{G}\{110\}\langle 001 \rangle$ 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 출구쪽 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. 그림3.3.2.-10의 실험에서 얻은 결과와 그 경향이 잘 일치함을 알 수 있다.

각각의 로울비로 비대칭 압연된 판재가 받는 전단변형을 알아보기 위하여 변형속도텐서(rate of deformation tensor, 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 1.2 로 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,하부로우의 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 않는 경우로서 로울과 판재 사이에서 미끌림이 적고 강한 마찰력에 의하여 판재가 전단변형될 것으로 생각된다. 그러나 이 경우는 상,하부로우의 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 β 형 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 15°로 가장 크게 벗어났음을 알 수있다 반면에 로울비 1.25의 경우는 중심층에서 거의 회전이 이루어지지않아 가장 불균질한 양상을 나타내었다. 따라서 비대칭 압연시 로울비 1.5의 경우에서 가장 균질한 전단변형집합조직을 얻을 수 있음을 알 수 있다.

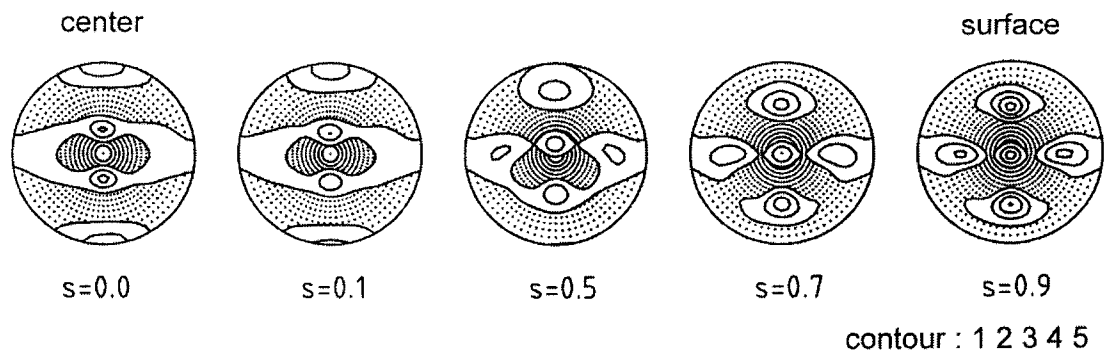


Fig. 3.3.2.-8 Calculated (111) pole figures of symmetrically rolled sheet through thickness direction.

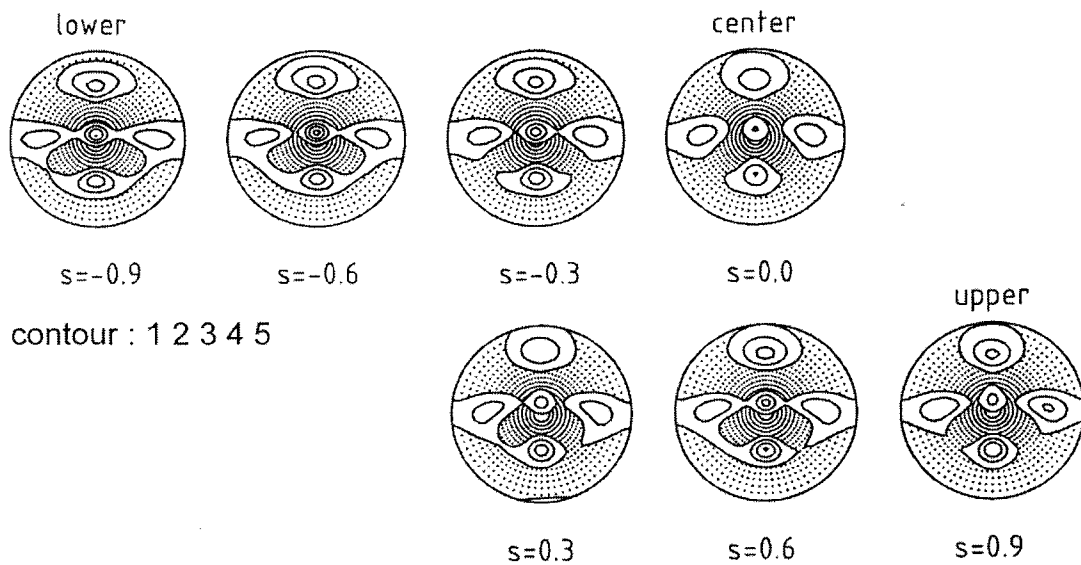


Fig. 3.3.2.-9 Calculated (111) pole figures of asymmetrically rolled sheets through thickness direction.

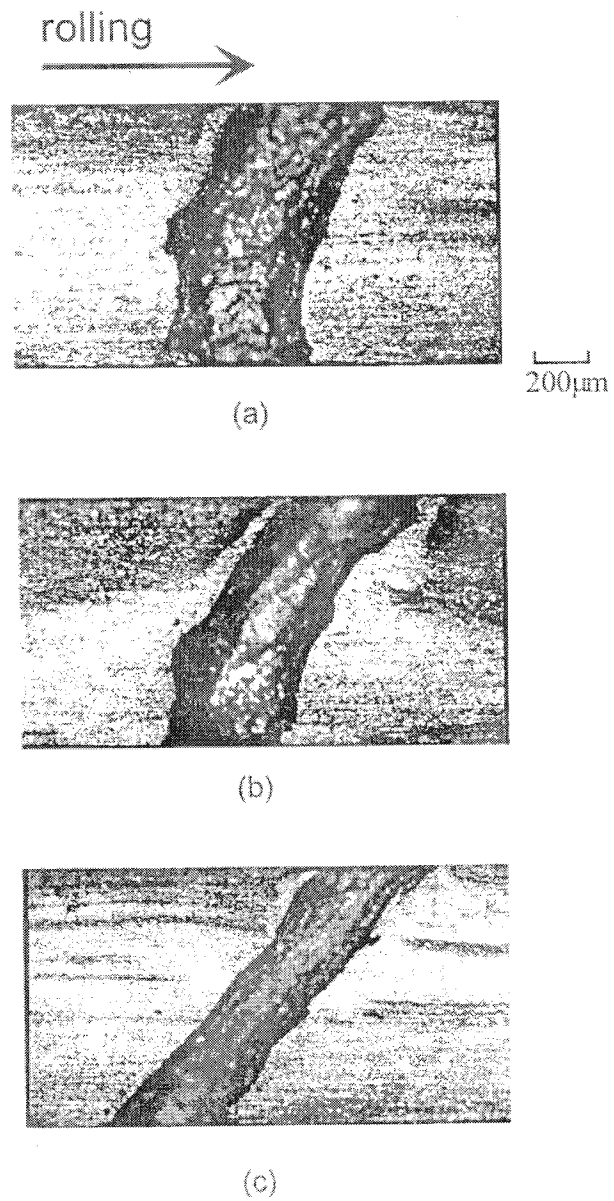


Fig. 3.3.2.-10 Distortion of marked line of asymmetrically rolled sheets by 50% with roll ratios of (a) 1.25, (b) 1.5, and (c) 2.0.

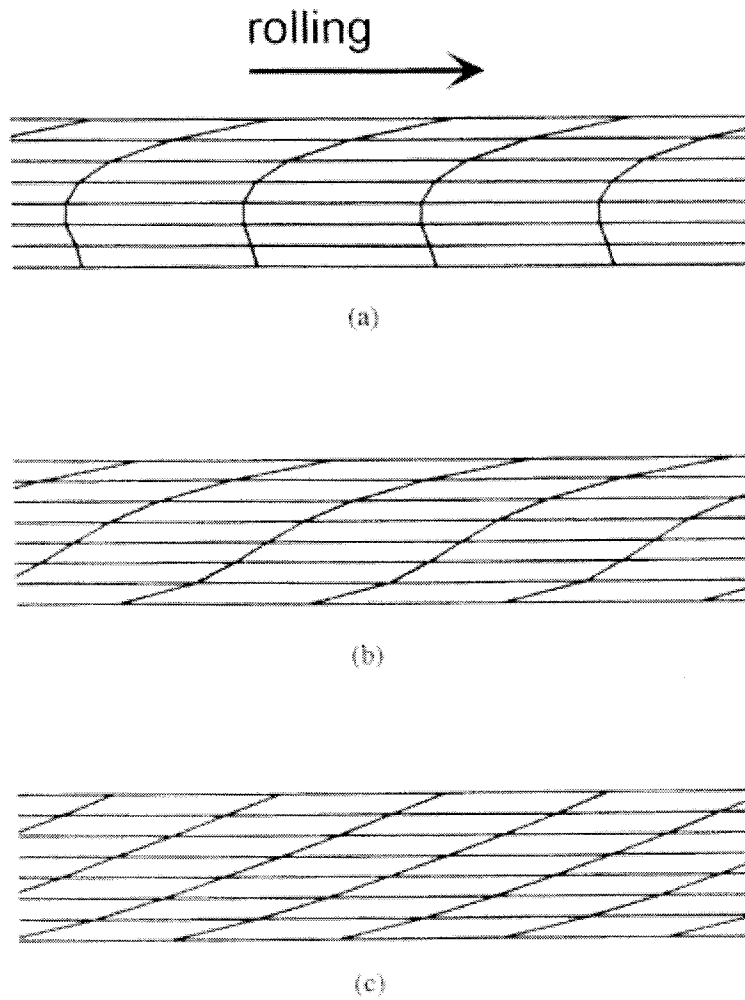


Fig. 3.3.2.-11 Deformation mesh of aluminum sheets asymmetrically rolled by 50% at roll ratios of (a) 1.25, (b) 1.5, and (c) 2.0.

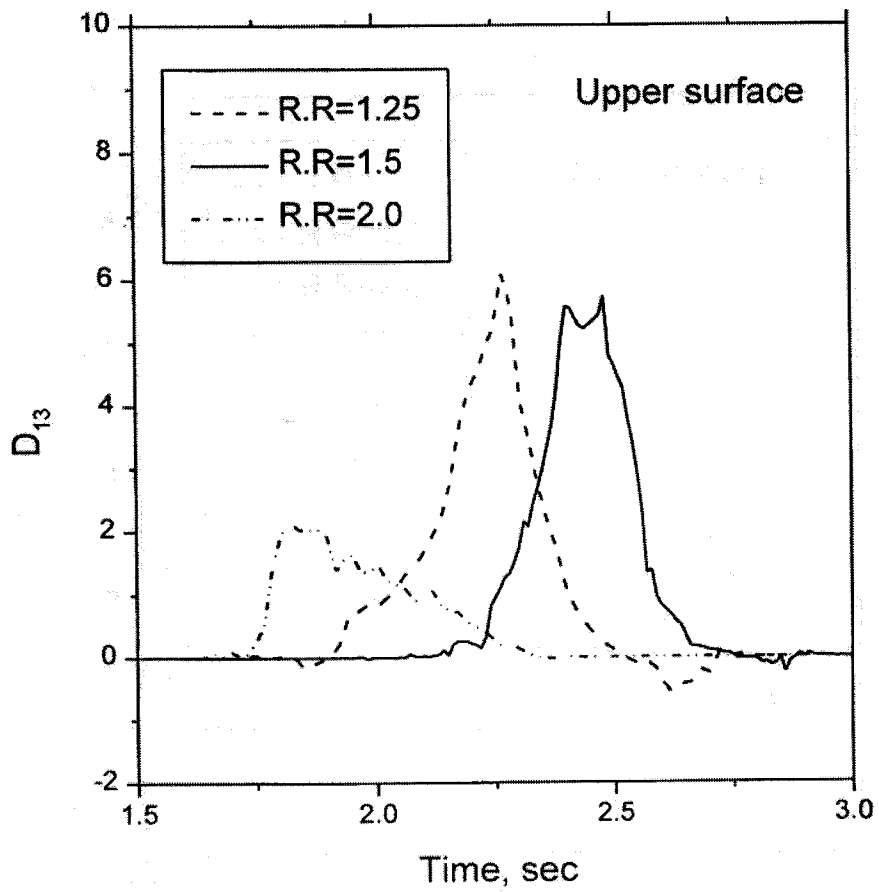


Fig. 3.3.2.-12 Calculated rate of deformation in the upper surface layer of aluminum sheets asymmetrically rolled by 50% with various roll ratios.

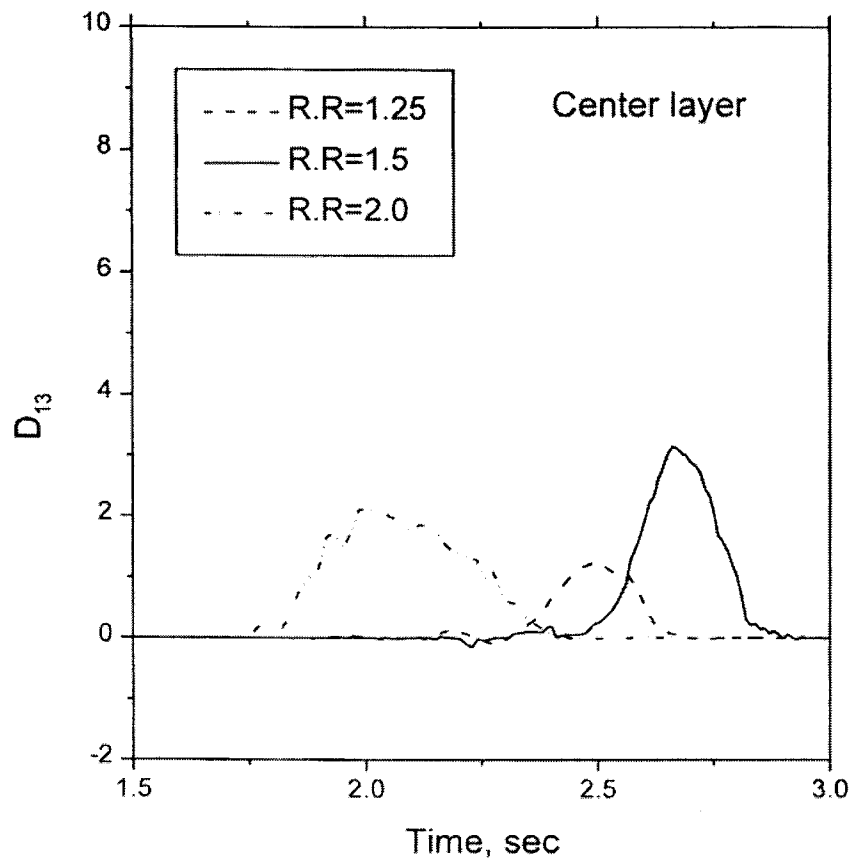


Fig. 3.3.2.-13 Calculated rate of deformation in center layer of aluminum sheets asymmetrically rolled by 50% with various roll ratios.

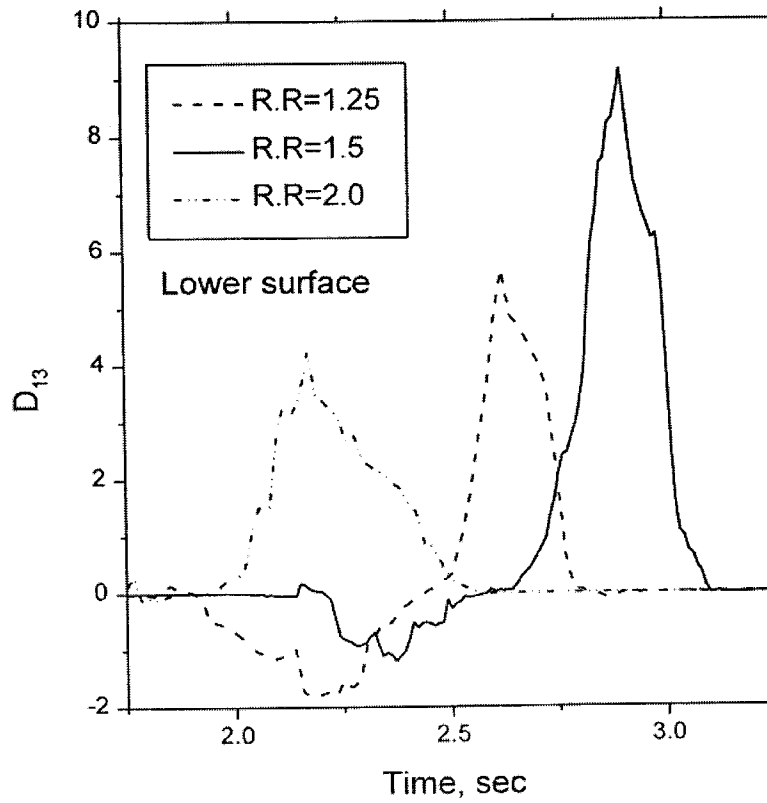


Fig. 3.3.2.-14 Calculated rate of deformation in the lower surface layer of aluminum sheets asymmetrically rolled by 50% with various roll ratios.

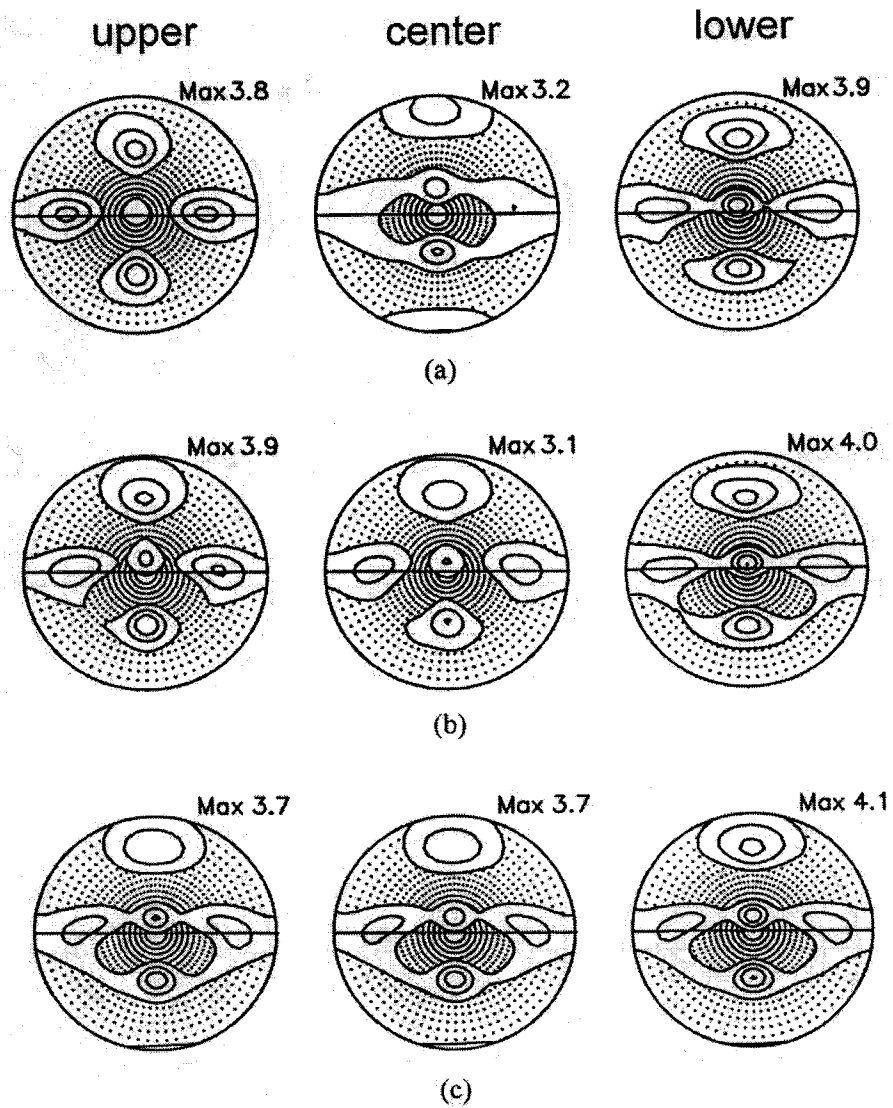


Fig. 3.3.2.-15 Calculated (111) pole figures of aluminum sheets asymmetrically rolled by 50% at roll ratios of (a) 1.25, (b) 1.5, and (c) 2.0.

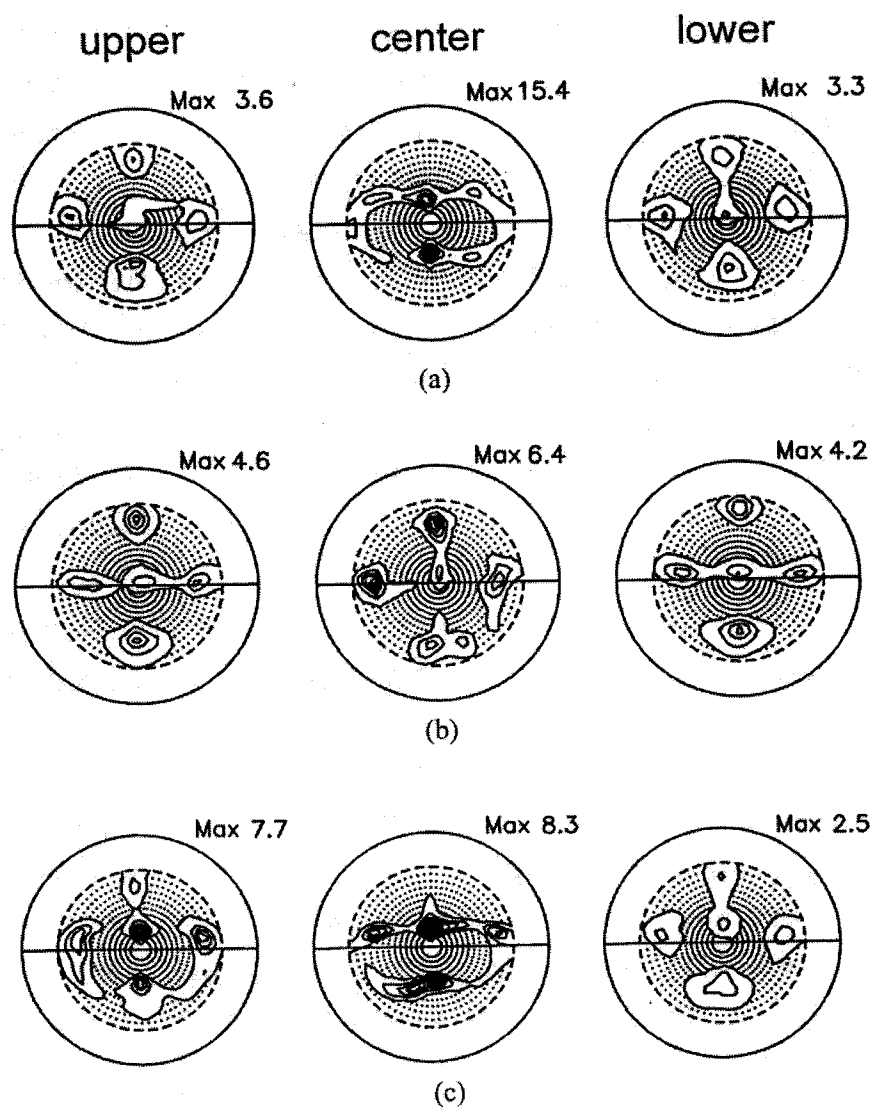


Fig. 3.3.2.-16 Measured (111) pole figures of aluminum sheets asymmetrically rolled by 50% at roll ratios of (a) 1.25, (b) 1.5, and (c) 2.0

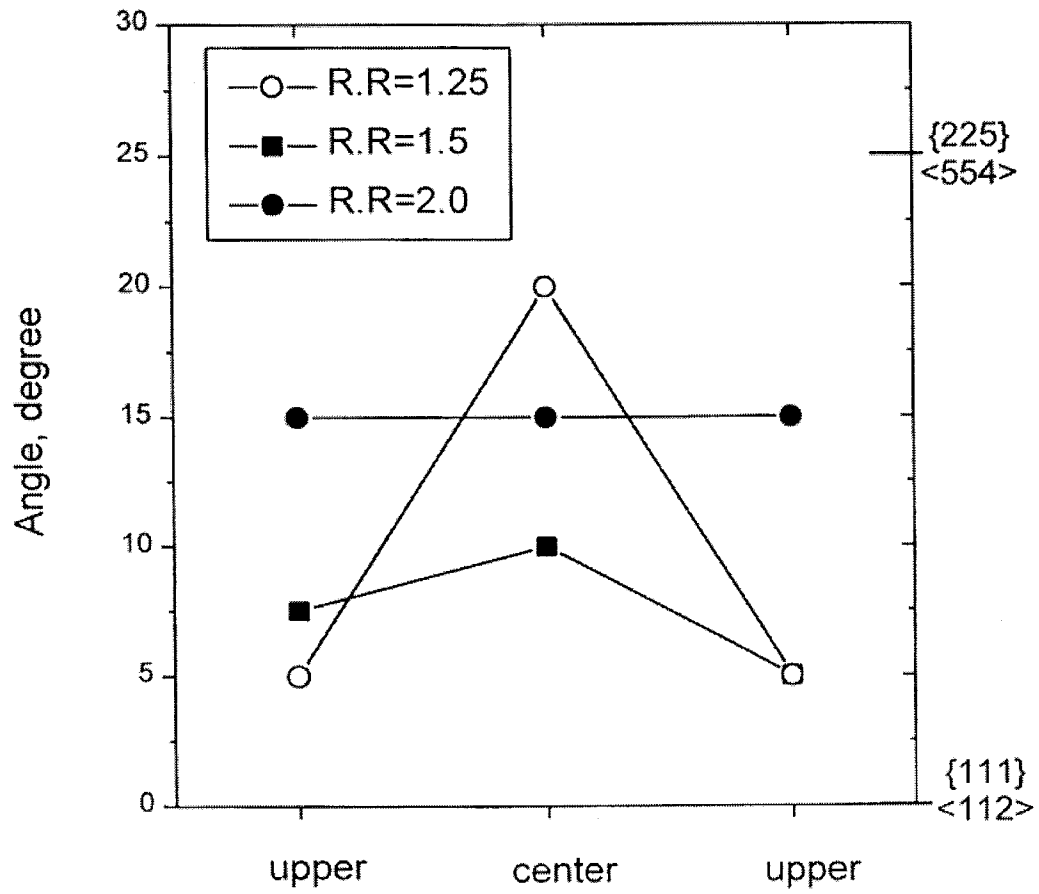


Fig. 3.3.2.-17 Measured rotation angles from $\{111\}\langle 112\rangle$ orientation component in texture of aluminum sheets asymmetrically rolled by 50% at various roll ratios.

나. 비대칭 압연공정을 통한 미세결정립 발달 및 열처리에 의한 재결정립 해석

(1) 이론적 배경

(가) IF강의 정의 및 역사

IF강은 강종의 침입형 고용원소인 C, N을 Ti, Nb 등의 첨가를 통해 Ti(Nb)C, TiN, Ti₄C₂S₂ 등의 탄질화 석출물로 고정시켜 기지내의 고용량을 거의 없애 준 강종을 의미한다. Ti와 Nb는 각각 또는 양자를 함께 첨가해주며, Ti는 C, N 모두와 반응하는 것으로 알려져 있으나 Nb는 고용 C만을 제거하는 것으로 알려져 있다. 고용된 침입형 원소를 줄여줌으로써 일반적으로 70~90% 냉간압연 후 소둔 공정을 거친 IF 강은 매우 우수한 성형성을 가지는 것으로 알려져 있다 [H.Yada 2000, M.R.Hickson 1999]. 이러한 고성형성은 기본적으로 차체의 제조 방식인 프레스포밍 (press forming) 에 필수적인 특성으로서, 따라서 IF 강판은 자동차용 외장재로서 널리 이용되어 왔다. 이외에도 IF 강은 음료의 캔과 각종 가전기기의 외장재로도 사용되고 있다.

상용의 IF 강은 1960년대 후반, 70년대 초반에 걸쳐 진공 소기 (vacuum degassing) 기술의 현장 도입으로 본격적으로 개발되었다. IF 강이 개발될 시점에서 생산되어오던 극저탄소강판의 C 와 N의 잔류 고용량은 각각 50~100ppm, 40~80ppm 수준이었고, 이는 현재 상용 IF 강의 수준인 20~50ppm 20~30ppm 수준에 비하여 높았다고 할 수 있다. 최초의 Ti 첨가 IF 강은 현 신일본제철의 전신인 야와타 제철에서 개발하였으며, 이후 Armco에서 Nb와 Ti-Nb 첨가형 IF 강을 개발하였다. 이러한 초기의 IF 강들은 C, N과 완전히 반응하지 않고 남아서 고용된 안정화 원소 (즉, Ti, Nb) 의 수준이 오늘날의 극저탄소 IF 강에 비하여 높았다. 극저탄소 IF 강은 진공 소기 기술의 발전으로 용탕 내의 C, N의 농도를 더욱 낮은 수준으로 조절할 수 있게 됨으로써 생산 가능해졌다. 이에 Ti, Nb의 양을 줄여도 충분한 수준으로 고용 C, N을 안정화시킬 수 있게 되었다. C N과 반응하지 않고 남은 고용 Ti와 Nb는 재결정 과정에서 용질끌림 (solute drag) 을 통하여 입계의 이동을 느리게 함으로써 재결정의 속도를 더디게 하는 원인이 되며 따라서 재결정 온도를 높이게 된다. 따라서 오늘날의 극저탄소 IF

강의 개발은 고용 Ti 또는 Nb를 줄여서 재결정에 필요한 온도와 시간을 줄일 수 있게 하였다. 이는 1980년대의 일로 일본내 제철소에서 연속 소둔 공정의 보급이 이의 주된 원동력이 되었고 가와사키 제철은 이에 있어 선도적 역할을 하였다.

(나) 강에서의 결정립 미세화 방안과 그 기구

금속재료의 결정립이 작아지면 실온에서의 강도가 상승하고, DBTT가 낮아져 저온 인성의 증대 효과를 가져온다. 따라서 구조용 금속재료에서 결정립의 미세화는 매우 중요한 조직 / 물성 제어의 방편이다. 특히 IF 강과 같이 상온에서 페라이트 단상 조직을 가지는 페라이트계 저탄소 또는 극저탄소 강에서의 결정립 미세화는 다상 복합 재료에 비하여 많은 어려움이 있고, 따라서 공업적으로 큰 중요성을 가진다. 결정립 미세화에는 다양한 방법이 있으나, 그 중 상용 철강 재료의 미세립화에 쓰이는 것은 TMCP (ThermoMechanical Controlled Process, TMCP) 가 대표적이다. 이는 상변태나 재결정을 이용한 것으로서 기계적인 변형과 적절한 열처리 및 냉각속도의 조절을 결합하여 새로운 상 또는 재결정립의 핵생성과 성장을 조절하여 원하는 수준의 미세립을 얻는 방법이다.

핵생성과 결정립 성장의 단계를 따르는 상변태와 재결정 현상은 일반적으로 다음의 JMAK (Johnson Mehl Avrami Kolmogorov) 모델을 이용하여 설명한다.

$$X = 1 - \exp\left(-\frac{\pi}{3} \dot{N} \dot{G}^3 t^4\right) \quad \dots \quad (3.3.2-3)$$

여기서 X는 새로운 상 또는 재결정립의 부피분율이며 \dot{N} 는 핵생성 속도 (nucleation rate), \dot{G} 는 성장 속도 (growth rate), t는 시간을 나타낸다. 위의 식은 구형 (spherical shape) 의 새로운 상 또는 재결정립을 가정하였고, 또한 핵이 공간적으로 균일하게 분포한다는 가정 하에서의 모델이다. 따라서, 특히 일반적인 불연속 (discontinuous) 재결정의 경우에 적용할 때는 한계를 가지는 모델이며, 이에 대하여는 다음 절에 다시 설명하겠다. 위의 모델을 적용하였을 때 반응 완료 직후의 평균 결정립 크기 d는 다음 식으로 나타낼 수 있다.

$$d = 0.91 \left(\frac{\dot{G}}{\dot{N}}\right)^{1/4} \quad \dots \quad (3.3.2-4)$$

따라서 결정립 미세화를 위하여 결정립의 성장을 억제하고, 핵생성을 촉진하여야 함을 알 수 있다. 일반적인 핵생성 현상은 불균일 핵생성 (heterogeneous nucleation) 을 따르며, 조직상의 화학적 (chemical) 또는 구조적 (structural) 불균일성 (heterogeneity) 은 핵생성 위치로서 작용하게 된다. 따라서 변형을 통해 가해진 조직상의 결함은 새로운 상 또는 재결정의 핵생성 위치로 작용하며, 이곳에서의 변형에 의한 축적 에너지 (stored energy) 는 상변태 또는 재결정의 구동력 (driving force) 을 제공한다. 따라서 기계적 변형은 핵생성 자리 nucleation site) 의 밀도를 증가시킴과 동시에 구동력을 제공하여 핵생성 속도 \dot{N} 를 높이는 역할을 한다. 결정립의 성장은 입계의 이동으로 설명할 수 있으며 입계의 이동속도 \dot{G} 는 이동도 (mobility) M 과 구동력 ΔG 의 곱으로 나타낸다. 입계의 이동 속도는 고용 원소에 의한 끌림 효과 (solute drag) 와 석출물에 의한 고착 효과 (pinning) 에 의하여 억제될 수 있으므로, 입계 이동도의 조절은 합금 조성의 조절을 통하여 이루어진다. 고용 원소에 의한 끌림 효과는 입계의 이동도를 떨어뜨리는 효과를 가진다. 순수한 금속의 이동도 M 과 고용 원소의 효과를 고려했을 때의 이동도 M_s 는 다음과 같다.

$$M = \frac{D_{gb}}{\lambda RT} \quad \dots \quad (3.3.2-5)$$

$$M_s = \frac{D_x}{\lambda RT} \frac{1}{(K^{gb} - 1)^2 x} \quad \dots \quad (3.3.2-6)$$

여기서 D_{gb} 는 입계확산계수 (grain boundary diffusion coefficient) 이고 λ , R , T 는 각각 입계 이동시의 원자의 이동 거리 (대략 원자간 거리), 기체상수, 온도를 나타낸다. 그리고 D_x 는 합금 원소의 내부 확산계수 (bulk diffusion coefficient), K^{gb} 는 입계에서의 합금 원소의 평균 편석 계수이고, x 는 합금 원소의 평균 농도이다. 순수한 금속에서는 기지를 이루는 원자의 입계 확산에 의하여, 그리고 합금 원소가 존재하는 경우에는 이들의 기지 내에서의 확산에 의해 입계의 이동도가 결정됨을 볼 수 있다. 입계 확산은 내부 확산에 비하여 매우 빠르기

때문에 순금속에서의 입계 이동도가 더욱 높음은 자명하다. 합금 내의 석출물은 입계 이동의 구동력을 떨어뜨려서 입계를 고착시킨다. 구형 입자가 고르게 분산된 조직 내에서 고착 에너지 ΔG_{pin} 은 다음의 식 (3.4.1-5)와 같다.

$$\Delta G_{pin} = \frac{3\sigma V_m f}{2r} \quad \dots \quad (3.3.2-7)$$

σ 는 석출물의 계면 에너지이고, V_m 은 석출물의 부피 분율, r 은 석출물의 반지름이다. 석출물의 부피 분율이 커지고, 크기는 작아지면 입계 이동에 강한 고착력을 지닌다. 고착 효과에 의한 입계 이동도는 다음 식으로 표현될 수 있다. ΔG_{gb} 는 입계이동의 구동력을 나타낸다.

$$\dot{G} = M(\Delta G_{gb} - \Delta G_{pin}) \quad \dots \quad (3.3.2-8)$$

결정립이 성장함에 따라 입계 이동의 구동력 ΔG_{gb} 는 지속적으로 줄어들게 되며, 결국 ΔG_{pin} 과 같아져 입계의 이동은 평형 상태에 도달하게 된다. 이때의 한계 결정립 크기 R^* 는 다음의 식 (3.4.1-7)에서 볼 수 있듯 석출물의 분율과 반경에 의존한다.

$$R^* = \beta \frac{r}{f^{2/3}} \quad \left(\beta = \frac{4}{3} \sim \frac{4}{9} \right) \quad \dots \quad (3.3.2-9)$$

TMCP에서는 일반적으로 제어압연을 통하여 핵생성을 촉진하고, 급속 냉각을 통해 결정립의 성장을 억제함으로써 강에서 미세립 조직을 얻고 있다. 페라이트계 저탄소강의 가공 열처리 공정에서의 가장 큰 관심사는 제어압연으로 보통 압연을 행하는 온도에 따라서 다른 결정립 미세화 기구를 가진다. 철강 산업에서 기존의 제어 압연은 보통 오스테나이트 재결정역에서의 압연을 통하여 재결정 오스테나이트 결정립을 미세화하고 따라서 변태후의 페라이트 결정립을 미세화하는 방식과 오스테나이트 미재결정 역에서의 압연을 통하여 가공 경화된 오스테나이트

조직을 얻고, 냉각시의 정적 페라이트 변태의 핵생성을 촉진함으로써 미세한 페라이트 결정립을 얻는 방법이 사용되어 왔다. 기존의 압연 설비들을 통하여 얻을 수 있었던 미세립 페라이트의 한계 크기는 대략 $5\mu\text{m}$ 정도였다.

최근의 페라이트 미세화는 저온에서 강가공을 추구함에 따라서 실험실 수준에서는 이미 $1\mu\text{m}$ 이하 수준까지 진척될 수 있었다. 이러한 미세립화의 기구로 알려져 있는 것에는 극저온 페라이트 확산 변태와 페라이트 동적 변태, 그리고 페라이트 동적 재결정 등이 있다. 보통 경화능이 높은 강재의 경우 저온 영역까지 오스테나이트를 과냉시킬 경우 페라이트로의 확산 변태는 일어나지 않으며, 베이나이트 (bainite) 변태가 일어나게 된다. 그러나 일부 강종에서 급속 냉각을 통하여 오스테나이트를 매우 낮은 온도까지 과냉시킨 후 큰 변형량을 주었을 때 매우 미세한 페라이트 결정립들이 관찰되었다. 또한 Ar_3 직상의 저온에서의 강가공은 변형 에너지의 동적 해소 기구로서 페라이트 동적 변태가 관찰되는 영역이다. 아직 그 기구가 정확히 밝혀 지지는 않았으나 이러한 변형유기동적변태 (strain induced ferrite transformation: SIDT) 는 페라이트 결정립 미세화에 매우 효과적임이 인정되고 있다. 페라이트역에서의 강가공을 통해 페라이트 동적 재결정을 일으켜서 $1\mu\text{m}$ 이하의 초미세립을 얻는 것도 가능하며, 변형 에너지의 동적 해소 기구라는 점에서 앞의 변형유기동적변태 현상과 유사하다. 그러나 동적 재결정을 이용하는 경우는 앞의 경우들에 비해 낮은 온도에서 보다 큰 가공속도 (strain rate) 를 필요로 하며, 저온에서의 변형에 의한 큰 압연 하중의 필요 역시도 문제가 된다. 특히 IF 강과 같은 단일상의 저합금강에서는 빠른 속도의 전위 이동과 소멸로 나타나는 동적 회복 거동이 주로 작용하여 동적 재결정을 일으키기가 쉽지 않은 것으로 알려져 있다.

금속의 재결정 거동과 IF강의 재결정시 집합조직의 발달에 대한 자세한 내용은 3장2절에서 다루었다.

(2) 실험방법

(가) 합금의 용해

Ti로써 고용 C 및 N을 고정시킨 Ti 첨가 IF 강을 이용하였다. 일차적인 실험에 사용한 IF 강의 조성은 표 3.3.2-2(a)에 나타내었다. 표 3.4.1-1(b)의 조성은 (a)의 조성에 비해 주요 합금 원소의 첨가량을 줄이려는 시도에서 추가 제조한 것이며, 이 경우 결정립의 미세화가 어느 정도 수준까지 이루어지는 지를 확인하려 하였다. 합금 원소의 첨가량을 줄이면 강도의 손실은 있겠지만, DBTT를 낮게하며 재결정 속도를 향상시키는 효과를 기대할 수 있다. 각각의 합금은 이하 A와 B로 구분한다.

합금 A는 서울대학교에서 진공 용해 하였으며, 1200℃에서 12시간 균질화 처리 후 20mm 두께로 단조 처리하여, 열간압연을 위한 시편을 만들었다. 반면 합금 B는 POSCO에서 진공 용해 후 1250℃에서 1시간 재가열 후 30mm 두께로 조질압연 하였다. 이는 열간압연 전의 시편의 전처리를 실제 생산 공정에서와 비슷하게 가져갔을 때의 미세립화 가능성을 확인해 보기 위함이었다.

(나) 변태 온도의 측정

열간 변형 온도의 결정을 위하여 변태측정기의 일종인 Formaster를 사용하여, 950℃ 까지 시편을 가열 후 냉각 속도를 변화시켜가며 오스테나이트 → 페라이트 변태 온도를 측정하였다. 승온 속도는 5℃/s로 하였으며 950℃에서 5분간 유지한 후 냉각하였다. 변태 온도는 시편의 부피 팽창 (dilatation) 곡선의 변화로부터 판단하였다.

(다) 열연 모사 실험 (일축 압축 실험)

원하는 수준의 미세한 결정립을 얻을 수 있는 열연 조건을 정하기 위하여 일축

압축(uniaxial compression) 실험을 통하여 열연 공정을 모사하였다. 고온 압축을 행하는 온도는 위의 실험을 통해 측정된 변태온도로부터 판단하였으며, A 시편에 대하여, 결정립 미세화의 기구에 따라서 그림 3.3.2-18에 도시하였다. 합금 A에 대하여는 기본적으로 실제의 열연 공정과 시험용 압연기에서의 실험 조건 등을 고려하여 다단 압연을 염두에 두고 압축 실험을 행하였다. 합금 B에 대하여는 실제 공정에서의 스트립밀의 경우 빠른 속도로 압연이 이루어지며 각 압하 사이의 유지시간이 거의 없으므로, 이를 고려하여 압하의 횟수를 줄이고, 대신 일회의 압하량을 늘리는 방식을 고려하였으며 그림 3.3.2-19에 도시하였다. 고온 압축을 행한 시편은 조직의 광학 사진을 통하여 대략적인 결정립 크기를 측정하였다.

(라) 열간 압연

위의 고온 압축 실험을 통하여 얻은 결과를 참고하여 POSCO의 시험용 압연기에서 열간압연을 행하였고, 그 조건을 그림 3.3.2-20에 조건을 도시하였다. 각 압하 사이의 시간 간격은 대략 10~15 초 정도였으며 합금 A의 경우 이 시간 중에 일어나는 정적 페라이트 변태를 최소화하고 변형 중에 나타나는 동적 변태 페라이트의 분율을 증가시키기 위하여 압하율을 차츰 늘려가는 방식을 취하였다. 총 압하율은 80%였으며, 따라서 최종 두께는 4mm로 하였다. 합금 B의 경우는 우선 비교적 고온의 오스테나이트 영역에서 압연을 통해 오스테나이트를 미세화하고 저온의 과냉 오스테나이트 역에서 압연하였다. 일회의 강가공으로 제한하는 것이 바람직하겠으나, 이 경우 발열에 의한 온도 상승이 문제가 되므로 50%와 60%의 두 번의 압하를 가하였다. 합금 B의 열간압연 후 최종 두께 역시 4mm로 하였다.

(마) 냉간 압연

열연 시편을 총 75%의 압하율로 냉간 압연하였으며, 압연 후 시편의 최종 두께는 따라서 1mm였다.

(사) 재결정 열처리

냉간 압연한 시편을 염욕에서 열처리 하고, 각 시편의 경도를 측정하여 경도의 변화를 통해 일차적으로 온도 및 시간에 따른 재결정 정도를 판단하였다. 이후 적절한 온도에서 열처리 시간을 변화시키며 열처리 한 후 경도를 측정하고, 재결정이 일어나는 단계 별로 EBSD 측정을 통해 재결정 시의 미세조직과 집합조직의 변화를 알아 보았다. EBSD 측정은 압연재의 미세조직 특성을 고려하여 옆면 (longitudinal transverse section) 에 대하여 행하였다. EBSD 측정을 위한 시편 준비는 전해 연마를 이용하였고, 시편을 기계적으로 연마한 후 STRUERS 사의 Electropol에서 전해 연마하였다. EBSD 측정에는 시편 표면 상의 굴곡이 없는 것이 좋으므로 에칭은 행하지 않았으며 연마조건은 에탄올로 희석한 5% 과염소산 (perchloric acid) 을 액체질소로 대략 영하 20℃ 까지 냉각하여 30V, 20 flow rate에서 30초 연마시간으로 하였다.

(아) 인장 시험

완전 재결정된 시편을 가공하여 1mm/min 의 조건으로 인장 시험을 행하였다. 그림 3.4.1-4에 본 연구에서의 변태 온도 측정 및 일축 압축, 인장 시편의 모양을 도시하였다.

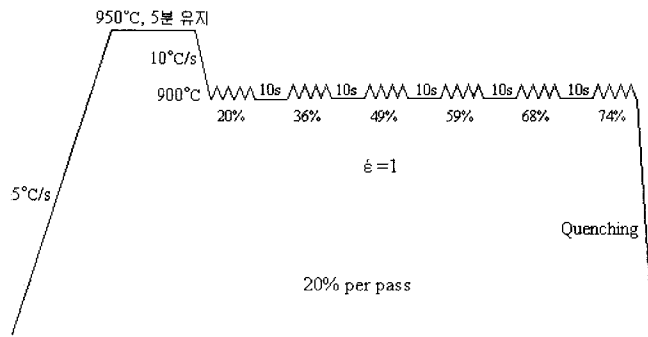
(a)

C	Mn	Al	Ti	P	Si	B	N	S
0.003	1.54	0.024	0.050	0.060	0.199	0.0024	0.002	0.003

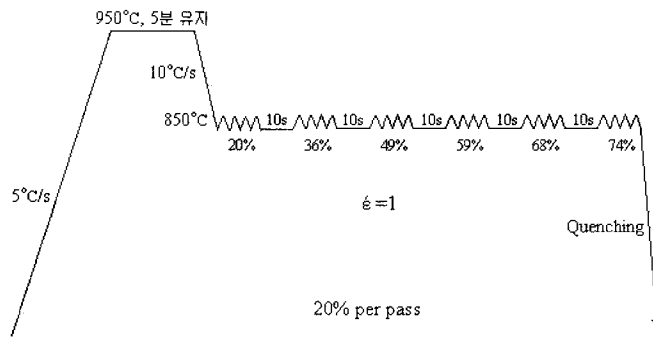
(b)

C	Mn	Al	Ti	P	Si	B	N	S
0.003	1.23	0.037	0.027	0.05	-	0.0023	0.002	0.008

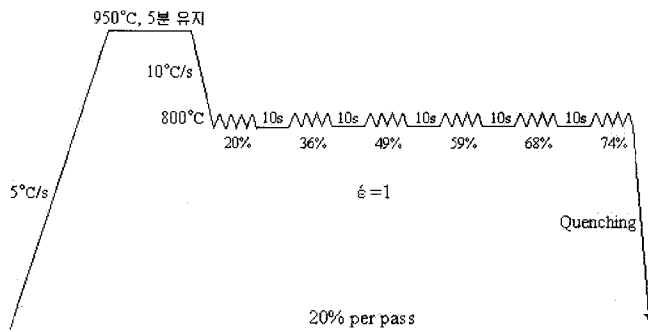
Table. 3.3.2-1 합금 조성; (a) 합금 A (b) 합금 B



(a)

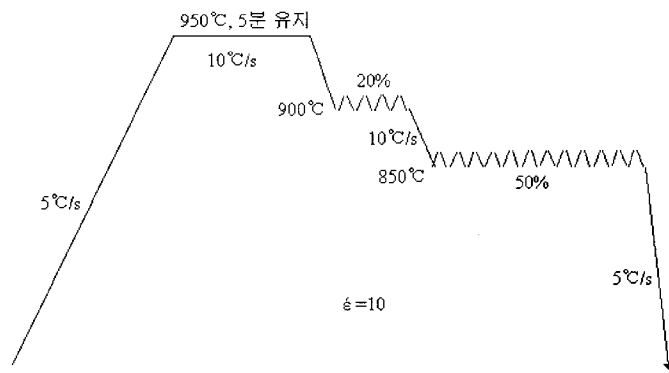


(b)

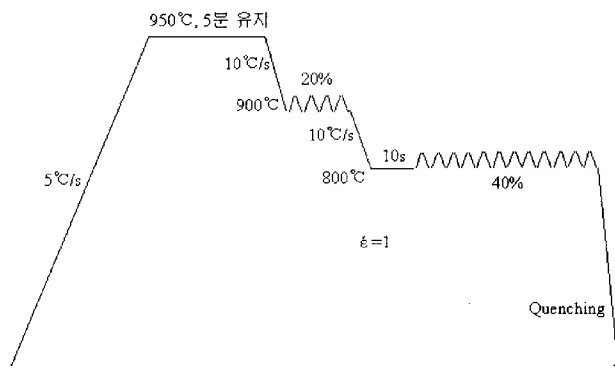


(c)

Fig. 3.3.2-18 합금 A의 일축 압축 실험 조건 (a) 오스테나이트 미재결정역
(b) 과냉 오스테나이트역 (고온) (c) 과냉 오스테나이트역 (저온)



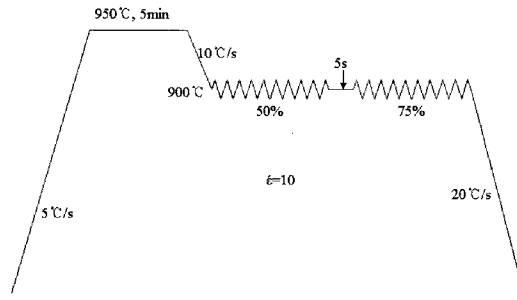
(d)



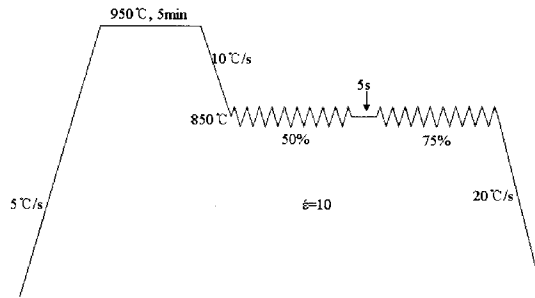
(e)

Fig. 3.3.2-19 합금 A의 일축 압축 실험 조건 cont

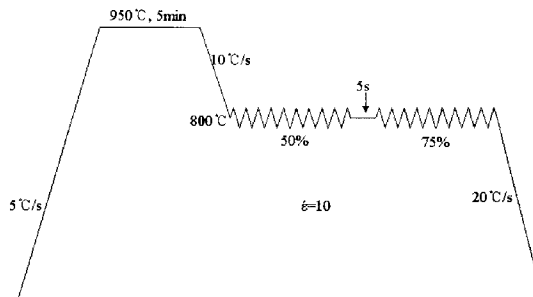
(d) 페라이트역 (고온) (e) 페라이트역 (저온)



(a)

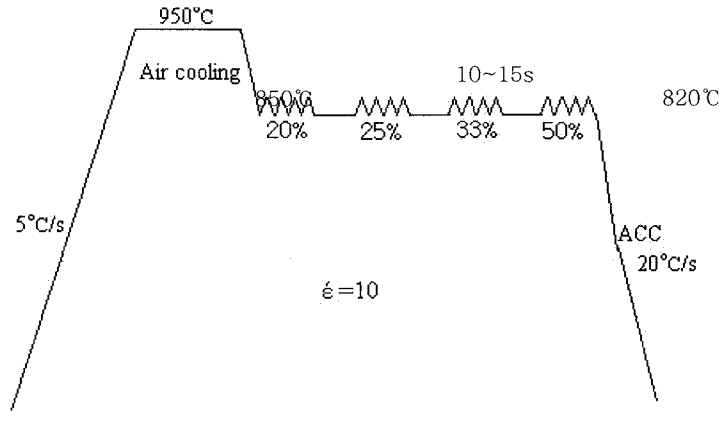


(b)

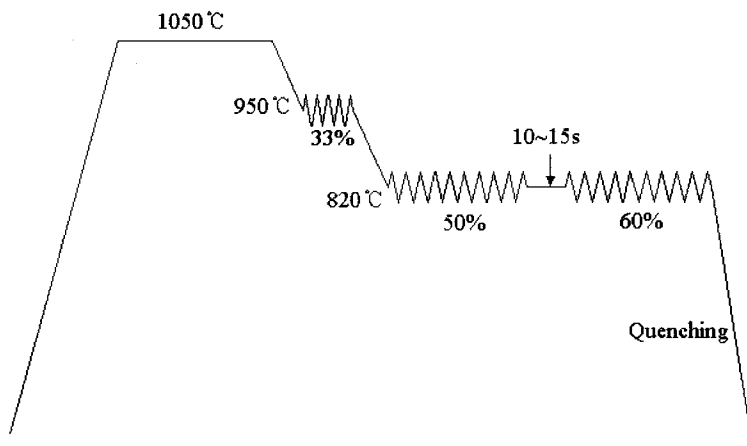


(c)

Fig 3.3.2-9 합금 B의 일축 압축 실험 조건 (a) 오스테나이트 미재결정역
 (b) 과냉 오스테나이트역 (고온) (c) 과냉 오스테나이트역 (저온)

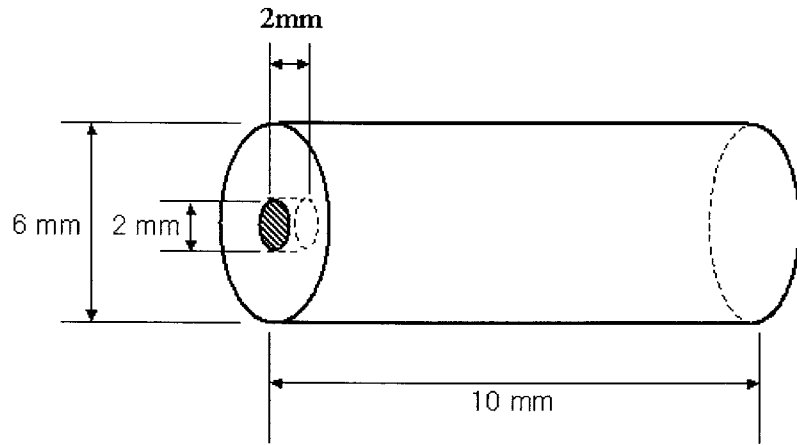


(a)

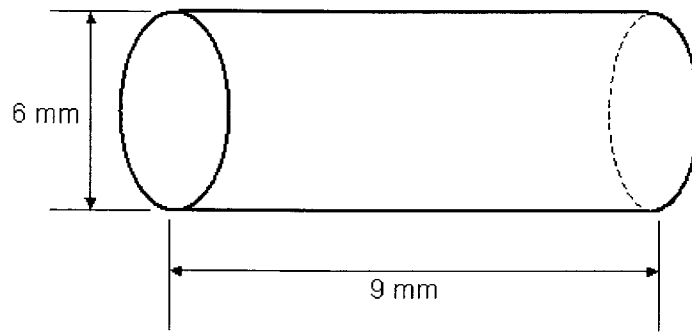


(b)

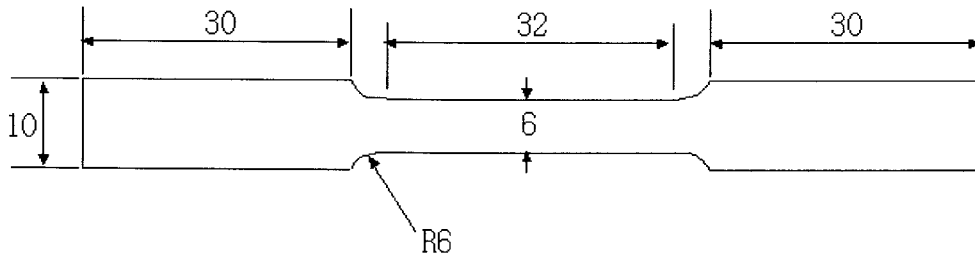
Fig. 3.3.2-20 열연 공정 모식도 (a) 합금 A (b) 합금 B



(a)



(b)



(c)

Fig. 3.3.2-21 (a) 변태 온도 측정용 시편 (b) 일축 압축 실험용 시편 (c) 인장 실험 시편

(3) 결과고찰

(가) 변태 온도의 측정

일반적으로 강에서의 오스테나이트→페라이트 변태는 두 상간의 고용 탄소의 확산과 밀접한 관련을 가진다. 그러나 IF 강의 경우 탄소함량이 30ppm 수준으로 매우 낮고, 또한 Ti를 첨가 하여 석출물의 형태로 고정시켰기 때문에 변태 거동 및 변태 후의 페라이트 형상과 특성은 일반 저탄소강의 그것과는 다른 형태를 보인다. 그림 3.3.2-22은 실험에 사용한 IF 강의 냉각 중 나타나는 부피 팽창 곡선의 일반적인 모습이다. 위 그림을 통하여 페라이트 변태가 서로 다른 두 단계에 걸쳐 일어남을 예상할 수 있다. 최초에 직선의 기울기가 변하는 온도에서는 느린 속도로 변태가 일어나며, 온도가 더욱 내려가게 되면 변태가 급격히 진행됨을 확인할 수 있다. 느린 속도의 변태는 일반적인 탄소강에서처럼 기지 내 탄소 및 고용 원소가 페라이트와 오스테나이트의 계면을 넘어 확산하는 속도에 의존하여 일어나는 전형적인 확산 변태 거동으로 생각할 수 있으며, 이를 통해 생성된 페라이트 조직은 다면체 (polyhedron) 의 등축 페라이트 (polygonal ferrite)를 나타낸다. 반면 저온에서 일어나는 급격한 변태를 통해 나타나는 페라이트는 그림 3.3.2-23에서 보이듯, 매우 불규칙한 모양의 입계를 가지며, 전체적인 모양 역시 부정형성을 보인다. 이러한 저온 변태 페라이트 (massive ferrite) 조직은 등축 페라이트 조직에 비해 빠른 상 간 계면 (interphase interface) 이동 때문에 조대한 결정립을 가지며, 비교적 높은 전위 밀도를 지닌다. 저온 변태 페라이트 역시 틀림없는 확산 변태의 산물이지만, 이 경우 계면의 이동이 일반적인 확산 변태에서처럼 용질 원소의 장범위 (long range) 의 확산 반응에 의해 그 속도가 결정되는 것이 아니라 계면에서의 용매 원소, 즉 Fe 원소의 빠른 단범위 (short range) 확산과 재배열에 의해 반응의 속도가 결정된다. 따라서 일반적인 용질 원소에 의한 확산 변태 (diffusional transformation) 와 구분하여 무확산 변태 (diffusionless transformation) 로도 지칭한다. 이러한 저온 변태 페라이트의 생성 원인은 변태 전과 후의 상 간에 용질 원소의 고용량에 차이가 없기 때문으로, IF

강의 경우는 매우 낮은 C 고용량으로 인하여 오스테나이트 및 페라이트 이상 영역이 매우 좁으며, 사실상 두 상간의 평형 C 고용량에 차이가 없기 때문에 나타나는 현상이다. 그러나 그림 3.4.1-5에서 볼 수 있듯이 연속 냉각 중의 초기 고온 영역에서는 확산 변태도 어느 정도 일어나고 있다. 실험 후의 조직을 관찰하면 평탄한 입계가 잘 발달한 등축형 페라이트와 부정형의 저온 변태 페라이트가 함께 존재함을 알 수 있으며, 냉각 속도를 느리게 할수록 고온 변태 반응이 차지하는 부분이 증가하여 등축형 페라이트의 분율은 커진다.

실험에서 느린 속도의 확산 변태는 A, B 합금 모두 냉각 속도에 거의 관계 없이 대략 800°C를 전후해서 시작된다. 급격한 속도를 보이는 저온 변태는 냉각 속도가 2~10°C/s 사이에서 대략 650~700°C 사이의 온도에서 일어나며 냉각 속도가 빠를수록 낮은 온도에서 일어난다. 시편을 냉각 중 확산 변태가 시작되는 것으로 생각되는 800°C에서 1시간 등온 유지할 경우 변태가 사실상 이루어지지 않고 냉각 중 저온 변태를 하였다. 800°C 이하에서 등온 유지 시에는 등온 유지의 시작점에서 매우 급격히 변태가 일어나며 조직은 역시 저온 변태 페라이트를 나타낸다. 조대한 저온 변태 페라이트는 결정립 미세화의 측면에서 당연히 바람직하지 못한 결과이다. 또한 결정립의 크기가 매우 불균일하게 분포하여 이후의 재결정 거동의 해석에 있어 어려움으로 작용할 수 있다. 800°C 이상의 고온 영역에서는 비록 페라이트 영역이기는 하지만 과냉도가 적어서 변태의 속도가 매우 느리다. 그러나 이 온도 영역에서 변형을 통해 구동력을 공급한다면 변태 반응의 속도를 충분히 높여줄 수 있다. 따라서 오스테나이트의 저온 강가공을 열간압연의 기본적인 개념으로 생각한다면, 변태후 저온 변태 페라이트가 나타나지 않을 정도의 적절한 저온에서 압연 온도를 정해주어 미세한 등축 페라이트를 얻을 수 있도록 해야 할 것이다.

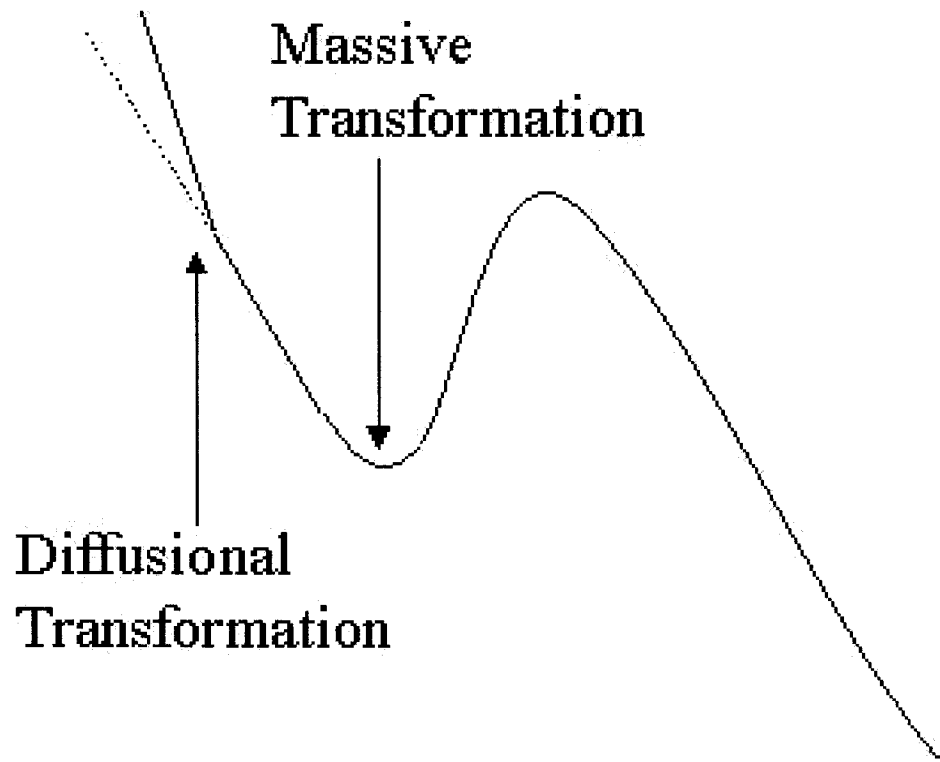


Fig. 3.3.2-21 IF 강의 냉각중에 관찰할 수 있는 부피팽창 곡선의 전형

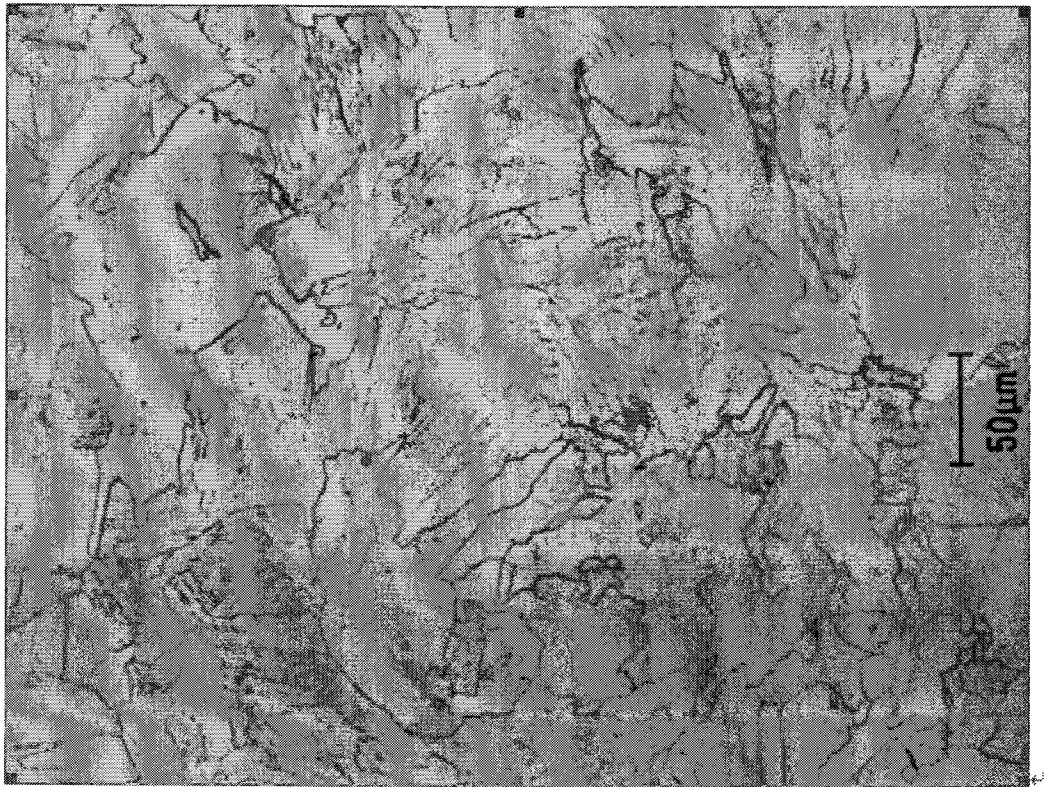


Fig. 3.3.2-22 저온변태 페라이트의 전형

(나) 열연 모사 실험 (일축 압축 실험)

오스테나이트 미세결정 영역에서의 압연으로 얻은 페라이트 결정립 크기는 평균 $10\mu\text{m}$ 수준으로 목표한 수준인 $5\mu\text{m}$ 에 미치지 못함을 확인할 수 있다. 과냉 오스테나이트 영역에서 변형한 그림 3.3.2-23의 경우 평균 결정립 크기는 대략 $5\mu\text{m}$ 수준으로 목표한 수준에 도달함을 볼 수 있다. 반면 보다 저온의, 사실상 A_{r3}에 해당하는 온도인 800°C 에서의 변형 조직은 (c)에서 볼 수 있듯 변형 중 변태가 완료되어 변형이 잔존하는 연신된 페라이트 결정립을 얻게됨을 확인하였다. 과냉 오스테나이트 영역에서의 변형을 통해 얻는 미세립 조직은 동적페라이트 변태와 정적 페라이트 변태의 조합에 의한 결과로 여겨진다. 이 영역에서의 가공을 통해 모상인 오스테나이트 결정 입계를 중심으로 미세한 페라이트가 동적으로 석출 성장하게 되고 남은 오스테나이트 영역은 각 압하 사이의 유지 시간 또는 냉각 중 정적으로 페라이트로 변태하게 되는 것이다. 따라서 800°C 에서의 변형시 얻을 수 있는 일부 초미세립 페라이트는 동적 변태에 의한 것으로 여겨지며, 유지 시간 동안 생성된 정적 페라이트는 비교적 조대하며, 이후의 추가적 변형으로 연신된 것으로 생각할 수 있다. 그러나 850°C 에서 변형한 경우는 일부 초미세립이 나타나고는 있으나 확실히 그들이 동적으로 변태한 페라이트라고는 단정지을 수는 없으며, 900°C 에서 변형한 경우에서처럼 변형된 오스테나이트 기지에서의 활발한 핵생성에 의해 미세한 페라이트 결정립이 얻어진 것으로 생각할 수도 있다. 현재로서는 미세조직 상에서 동적 변태 페라이트를 정적 변태 페라이트와 확실히 구분지을 수 있는 기준은 결정립의 크기 뿐이며, 정적 변태 페라이트 중 일부도 동적 변태 페라이트에 근접하는 미세립이 존재하기에 두 가지 변태 기구의 구분을 결과적으로 얻은 페라이트 조직만으로 판단하기는 쉽지 않은 상황이다. 저온에서의 변형은 변형 중의 동적 또는 정적 회복 및 재결정에 의한 변형 에너지의 손실을 줄일 수 있으므로 미세한 결정 조직을 얻는데 효과적임을 볼 수 있다. 그러나 변형 중 변태가 완료될 경우는 (c)의 경우와 같이 연신된 결정 조직을 얻게 되므로 적절한 변형 온도의 결정이 중요하다고 하겠다. (d)~(f)는 페라이트역 변형에 의한 페라이트의 동적 재결정을 통한 결정립의 미세화를 보여준다. 900°C 에서의 가공을 통해 페라이트 변태를 촉진하여 880°C 에서 사실상 페라이트 변태가 완료된다.

850℃에서의 강가공 시 경우 평균 4 μ m 크기의 결정립이 얻어지며, 800℃에서의 강가공을 통해서도 평균 2 μ m의 미세립 조직을 얻을 수 있었다. 그러나 두 경우 모두 결정립 크기의 분포에 있어서 편차가 매우 심하며, 이는 (e)의 고배율에서의 조직을 통해 확인할 수 있다. 또한 800℃에서 가공한 경우 변형에 의해 연신된, 비교적 큰 결정립도 상당수 관찰되고 있다. 동적 재결정에 있어서도 재결정이 일어나는 기구에 따라서 연속 및 불연속 동적 재결정으로 분류되며 [Wung Yong Choo 1998], 일반적인 불연속 재결정의 경우는 변형 기지내에 이미 존재하던 입계를 중심으로 재결정립이 핵생성, 성장한다. 이러한 핵생성 반응의 빈도는 변형 결정립의 방위 등에 영향을 받아 정적 재결정의 경우와 마찬가지로 공간상에서 균일하지가 못하다. 따라서 일부 영역에서는 동적 재결정에 의하여 미세한 페라이트 결정립이 얻어지나, 그렇지 않은 영역에서는 비교적 조대한 결정립으로 남아있으며, 변형 온도가 낮은 경우 이들 결정립은 (f)의 경우처럼 변형된 상태를 유지하게 된다. 변형량을 늘려주거나 모상인 오스테나이트의 결정립을 미세화하면 입계의 면적 증가와 변형 축적량의 증가로 비교적 균일한 미세립 페라이트를 얻는 것도 가능할 것으로 본다. 합금 B는 앞서 언급했듯, Mn 및 특히 Ti의 첨가량을 줄이고, 실제 냉연판의 생산 공정을 고려하여 시편의 전처리를 행한 것으로, 합금 A에 비하여 기지 자체의 강도가 떨어지고 동일한 변형 조건에서 결정립 크기가 다소 클 것으로 예상하였다. 그러나 변형의 속도가 매우 빠르며 각 압하 단계 사이의 유지시간이 사실상 없는 실제의 스트립밀 (strip mill) 공정을 고려하여 일회적 압하를 크게하여 전체 변형량은 유지하되, 단 2회로 압하를 제한하였으며 유지시간을 짧게 함으로써 유효한 변형의 축적량을 늘려주어 결정립 미세화의 효과를 보다 높여 주었다. 그림 3.3.2-24는 합금 B의 일축 압축 변형 후의 미세조직을 보여준다

. 오스테나이트 미재결정 영역과 과냉 오스테나이트 영역에서 변형을 가했을 경우 모두 대략 12 μ m의 평균 결정립 크기를 보였으며, 전반적으로 조직이 매우 불균일함을 확인하였다. 저온의 과냉 오스테나이트 영역인 800℃에서는 합금 A의 경우와 마찬가지로 연신된 결정립으로 구성된 조직을 얻었다. 이처럼 합금 B에서 A에 비해 조대한 결정 조직을 얻게 되는 원인은 그림 3.3.2-25 (a)에서 보는 바와 같이 열간

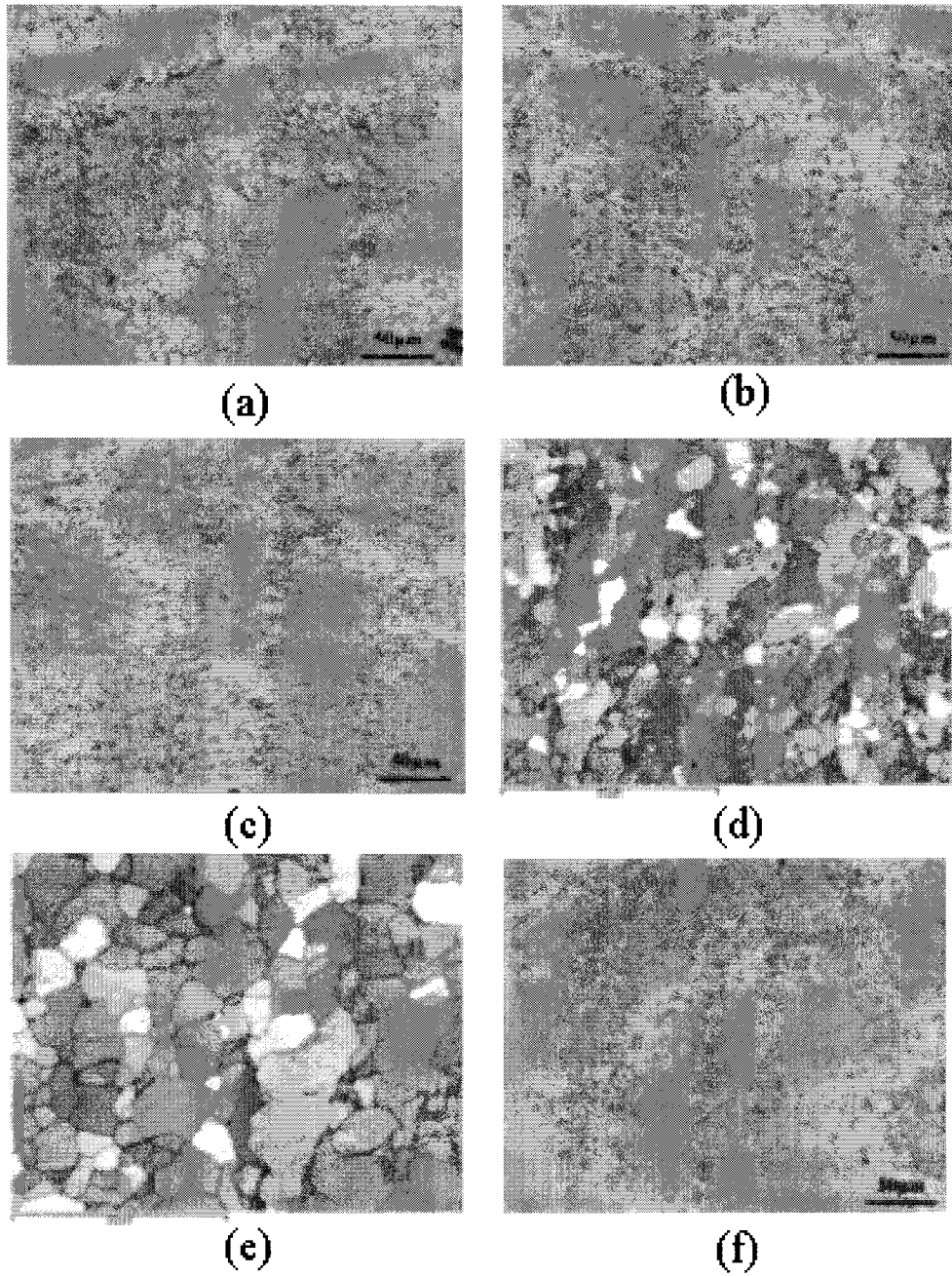


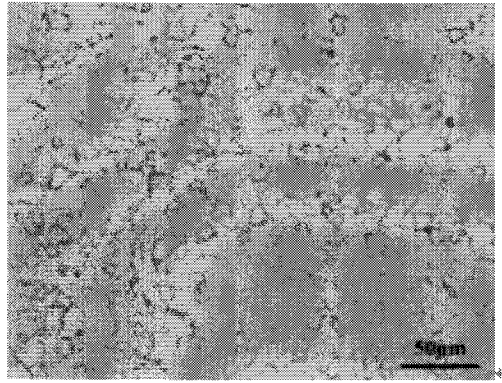
Fig. 3.3.2-23 합금 A의 일축 압축 실험 후의 미세조직 (a) 오스테나이트 미재결정역 (b) 과냉 오스테나이트역 (고온) (c) 과냉 오스테나이트역 (저온) (d) 페라이트역 (고온, 저배율) (e) 페라이트역 (저온, 고배율) (f) 페라이트역 (저온)

가공 전의 조질압연된 상태에서 이미 결정립이 지나치게 조대해져 있기 때문에 파악된다. 따라서 강가공을 거친 후에도 매우 미세한 결정립을 얻기는 힘들며 그림 3.3.2-26 (b)에서 보는 바와 같이 넓은 영역에 걸쳐 매우 불균일한 미세조직을 얻을 수도 있다. 이는 조대한 결정립의 경우 변형이 일부 영역에 국부적으로 가해지는 등 변형 거동이 미세립에 비해 불균일하기 때문에 나타나는 현상이다. 이처럼 합금 B의 미세립이 매우 조대한 이유는 조질압연에서의 재가열 온도, 또는 합금의 조성으로 생각된다. 합금 B의 재가열 온도에 해당하는 1250°C의 고온에서는 결정립의 성장을 억제할 미세한 석출물이 쉽게 생성되지 않는다. 또한 석출물의 조대화가 빠르게 이루어지므로 결정립의 성장을 억제하기가 힘들다. 따라서 이미 상당한 크기로 성장한 결정립이 조질압연 후에도 그다지 미세화되지 않을 수 있는 것이다. 또한 합금 B의 경우 A에 비하여 특히 Ti의 양이 적고, 반면 S의 양이 많은 조성이다. 이는 석출물의 종류와 크기에 영향을 주는데, 많은 양의 S는 고온에서 조대한 TiS 석출물과 MnS 석출물을 생성하게 된다. 따라서 미세한 Ti(C, N)의 석출량을 줄이는 결과를 가져올 수 있으며, 이로 인하여 결정립의 성장이 쉽게 이루어질 수 있다. 그러나 합금 B의 결정립 조대화의 원인을 아직은 명확히 규명하지 못한 상황이며 차후 이에 대한 추가적 실험이 필요하다 할 수 있다.

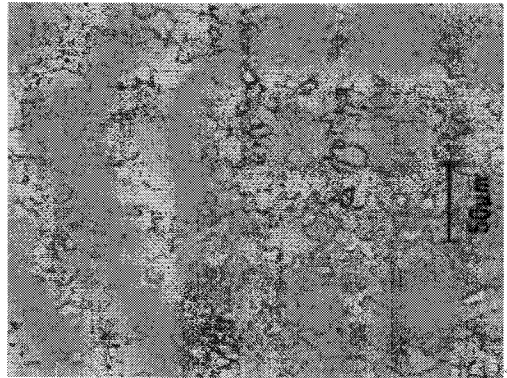
(다) 열간압연

열간압연은 고온 압축 실험을 통해 얻은 조직들 중 평균 결정립의 크기와 조직의 균일성 면에서 가장 좋은 비교적 고온의 과냉 오스테나이트 영역에서의 가공을 염두에 두어 행하였다. 그러나 실험용 압연기에서의 열연 공정은 압연롤과의 접촉에 의한 시편의 냉각과 가공 발열 등에 의하여 온도 제어가 힘들고 각 압하 사이의 유지 시간도 길어져서 오스테나이트 영역에서만 지속적으로 변형을 가해주기가 힘들다. 합금 A의 경우는 압하 회수를 4회로 하였고, 가능한 각 변형 사이에 일어날 수 있는 정적 변태를 지연시키기 위해 압하율을 공정이 진행됨에 따라서 늘려가는 방식으로 행하였으며, 합금 B는 고온 압축 실험에서의 조건을 고려하여 과냉 오스테나이트 영역에서의 압하를 2회로 줄이고 각각의 압하율은

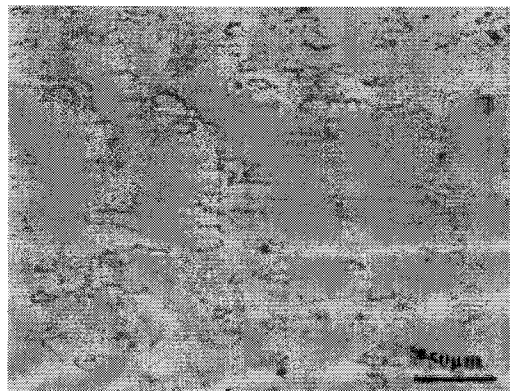
50%와 60%로 하였다. 그림 3.3.2-27에 각 합금의 열간압연 후의 미세조직을 나타내었다. 합금 A의 경우 평균 $4\mu\text{m}$ 의 미세립을 가졌으나, 합금 B의 경우는 평균 $10\mu\text{m}$ 정도의 결정립 크기를 보였다. 그리고 두 시편 모두 조직이 매우 불균일 하며 일부 변형된 결정립도 가짐을 볼 수 있었다. 이를 통하여 압연 중에 페라이트 변태가 완료되어 일부 압하가 페라이트역에서 이루어 졌음을 짐작할 수 있다. 불균일한 결정립 크기 분포는 열간압연 조직 뿐만 아니라 고온 압축 실험에서 얻은 미세조직들에서도 나타나는, Ti 첨가 IF 강에서의 일반적인 현상일 것으로 여겨지는데, 이는 그 변태 거동에 의한 것으로 생각된다. 기본적으로 과냉도가 큰 영역에서의 페라이트 변태에 의해서는 저온 변태조직이 나타나며, 이러한 저온 변태조직은 변태 중에 일부 계면의 고속 이동에 의해 페라이트 결정립의 크기 분포가 매우 불균일하다. 이러한 불균일성은 페라이트역 압연에서 나타나는 부분적인 페라이트의 불연속 동적 재결정에 의하여 더욱 증폭될 수 있다. 또한 일부 매우 미세한 결정립의 경우는 동적 변태에 의한 페라이트일 것으로 판단되며, 정적 저온 변태 페라이트와 동적 변태한 미세립 페라이트의 혼재함 역시 결정립 크기 분포의 불균일성에 일조한다고 볼 수 있다 [吉原 忠]. 그림 3.3.2-27은 합금 A의 열간압연 시편을 EBSD를 통해 결정 방위의 측정을 통해 미세조직을 재구성한 결정 방위 분포도 (orientation map 또는 orientation image micrograph: OIM) 와 이를 통하여 얻은 결정립 크기 분포도를 나타낸 것이다. 그림 3.3.2-27의 (a)는 압연 판면에 수직인 방향의 결정 방향을 나타내며 (이하 ND map), (b)는 압연 방향에 수평하게 배열한 결정 방향을 나타낸다 (이하 RD map, 옆면에 수직인 결정 방향을 나타낸 경우 TD map). 각 결정 방향은 (d)의 색상표에 나타난 색상을 통하여 구분할 수 있다. 결정 입계의 구분을 위한 어긋남각 (misorientation angle) 을 5° 로 정하였을 때 [J.-H.Kang 2003], 평균 결정립의 크기는 $3.35\mu\text{m}$ 이며, 그림 3.3.2-27 (c)에서 볼 수 있듯 결정립 크기의 분포가 매우 불균일한 모습을 보인다. $1\mu\text{m}$ 수준의 매우 미세한 결정립이 있는가 하면, $15\mu\text{m}$ 이상의 조대한 결정립도 함께 존재하고 있음을 볼 수 있다. 이러한 조대한 결정립의 내부에 상당한 방위차가 존재함을 방위 분포도 상에서 해당 결정립 내부의 색상 변화를 통해 볼 수 있으며, 이는 입내에



(a)

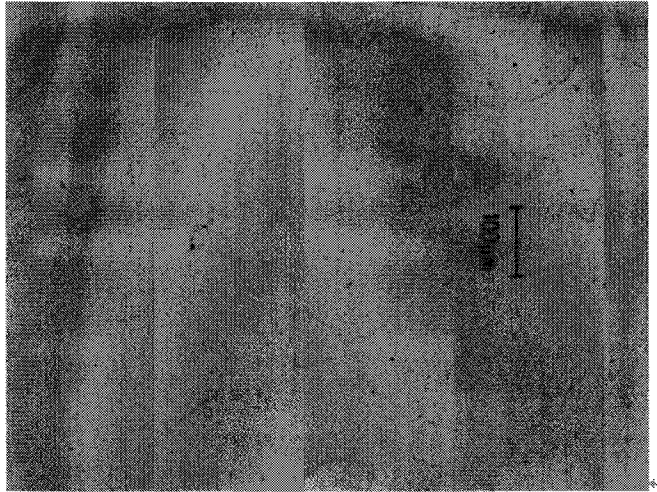


(b)

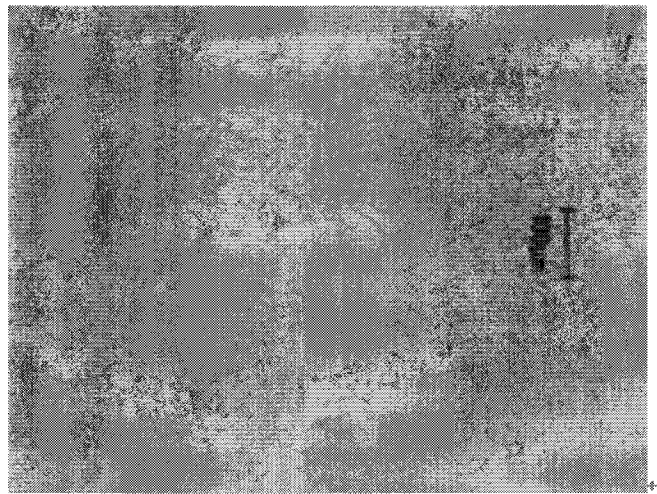


(c)

Fig. 3.3.2-24 합금 B의 일축 압축 실험 후의 미세조직 (a) 오스테나이트
미재결정역
(b) 과냉 오스테나이트역 (고온) (c) 과냉 오스테나이트역 (저온)

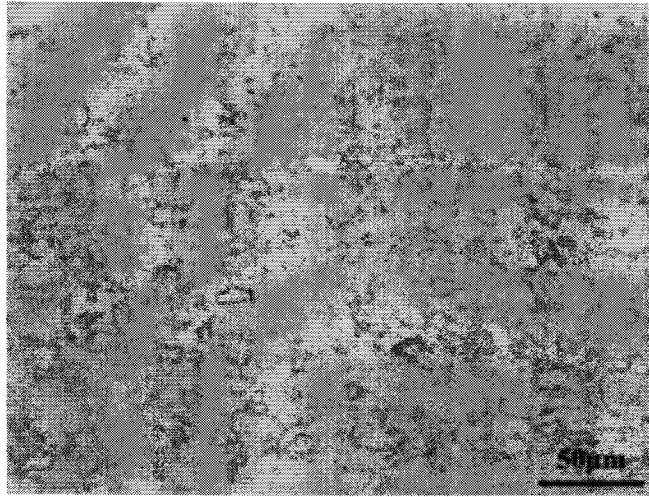


(a)

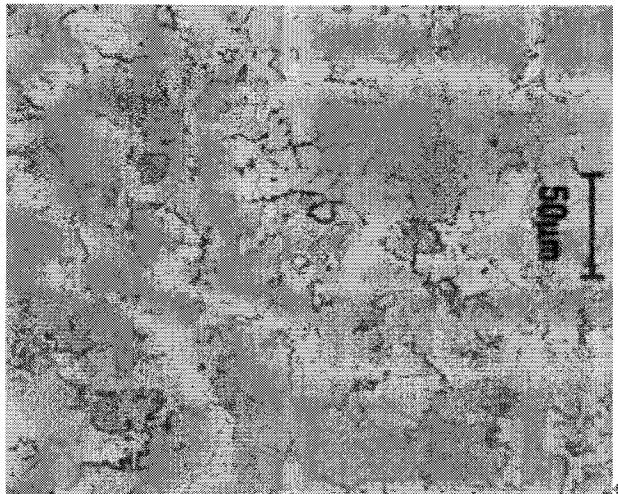


(b)

Fig. 3.3.2-25 합금 B의 (a) 조질압연 조직
(b) 오스테나이트 미재결정영역에서의 변형 후 조직



(a)



(b)

Fig. 3.3.2-26 열간압연 조직 (a) 합금 A (b) 합금 B

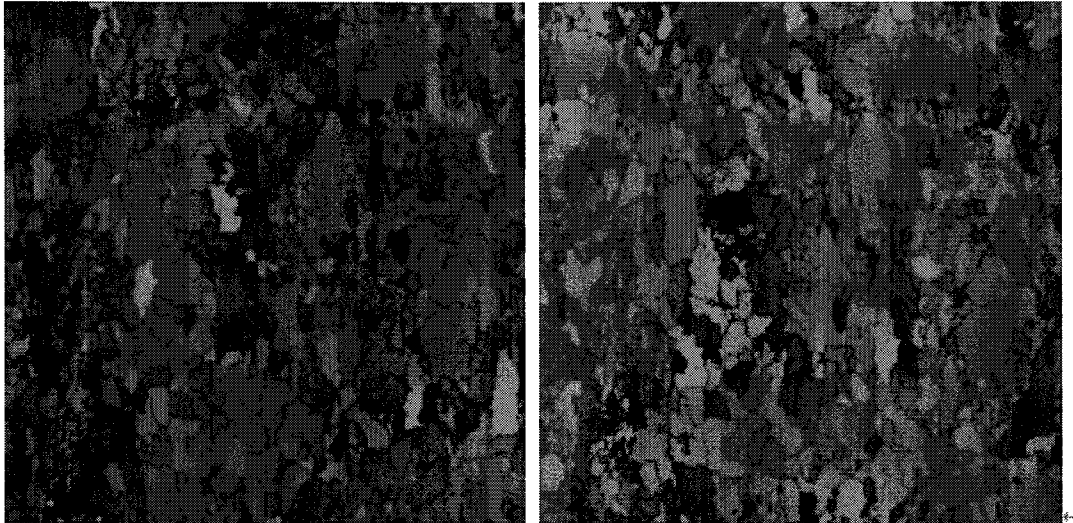
변형이 존재함을 의미한다. 이는 압연 중에 정적으로 생성된 저온 변태 페라이트가 이후의 압연 단계에서 변형된 영향으로 판단된다. 매우 미세한 결정립은 앞서 언급했듯, 동적 변태 및 불연속 동적 재결정으로 생성된 페라이트로 여겨진다.

결정립 크기의 분포에 많은 차이가 있는 조직은 입계의 곡률반경에 의한 조직의 조대화 (curvature driven growth) 가 일어날 확률이 높아서 조직의 안정도가 떨어지는 편이다. 보통 IF 강은 열간압연 후 권취 (coiling) 를 해주게 되며 이 권취 과정에서 Ti(C, N) 등의 석출이 일어나서 고용 C, N을 고정시켜주게 된다. 고용 C, N의 제거는 성형성을 향상시키며, 또한 재결정 초기의 변형유기석출 (strain induced precipitation) 에 의한 재결정 구동력의 손실을 막아주어 재결정 속도를 향상시키는 역할을 한다. 그러나 결정립 크기의 분포가 심한 편차를 지니거나 조직 내에 변형이 잔존할 경우 권취 과정에서 결정립의 성장이 일어날 수가 있다. 그림 3.3.2-28은 합금 A의 열연판을 500~700°C 사이의 온도에서 1 시간 유지 후 급냉했을 때의 미세조직을 보여준다. 550°C 까지는 결정립의 성장이 눈에 띄지 않으나 600°C에서부터 결정립이 조대화하기 시작함을 볼 수 있다. 합금 B의 경우 역시 그림 3.4.1-14에서 볼 수 있듯, 600°C 이상에서는 결정립의 성장이 이루어지고 있다. 따라서 미세립의 유지를 위하여는 600°C 이하의 저온에서 권취 열처리를 해야한다. 실제 권취 열처리는 보통 700°C 정도에서 이루어지며, 보통의 경우 이 온도에서도 결정립의 성장은 크게 관찰되지 않는 것으로 관찰된다. 따라서 결정립 크기 분포의 불균일성을 해소하여, 조직의 안정성을 높일 필요가 있다고 하겠다.

그림 3.3.2-29은 합금 A의 열간압연 후 중심부에 발달한 집합조직을 EBSD를 이용하여 측정한 결과이다. $\{113\}\langle 110\rangle \sim \{112\}\langle 110\rangle$ 사이에서 가장 강한 강도를 가지며 $\langle 111\rangle//ND$ 에 가까운 방위도 나타나고 있다. 또한 $\{001\}\langle 110\rangle$ 방위 역시도 어느 정도의 강도를 가진다. 비교적 저온의 오스테나이트 미세결정 영역에서의 변형은 오스테나이트의 변형 집합조직을 발달시키며, 이러한 집합조직은 페라이트로 변태시 K-S 등의 방위 관계에 따라서 새로운 페라이트 조직의 집합조직으로 이어지게 된다. 보통의 열간압연에 해당하는 평면변형(plane strain) 조건에서 변형 오스테나이트는 $\{110\}\langle 112\rangle$ 와 $\{112\}\langle 111\rangle$ 의 방위를 주로 발달시킨다. 이들 방위는 주로 K-S 방위 관계에 의하여 각각 $\{332\}\langle 113\rangle$ 과

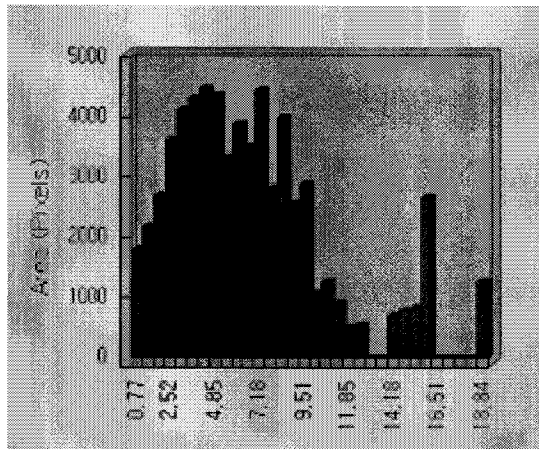
{113}<110> 방위를 발달시키는 것으로 알려져있으며, 또한 재결정된 오스테나이트에서 발달하는 {001}<100> 방위 역시도 페라이트로 변태시 {001}<110> 방위의 발달로 이어진다[Dong-Woo Suh 2002]. 실험에서 얻은 집합조직은 이러한 경향을 잘 따르고 있음을 볼 수 있다. 열간압연재의 집합조직은 냉간압연 후 재결정 시의 집합조직 발달에 많은 영향을 주는 요인이다. 예를 들어 오스테나이트의 재결정으로 생성된 {001}<110> 방위의 경우 이후의 냉간압연에서 매우 안정한 방위로 작용하여 사실상 방위의 변화가 없게되고, 이는 재결정 이후에도 유지되게 된다. 이 방위는 소둔관의 성형성에 좋지 않은 영향을 준다.

특히 응고 과정에서 형성된 주상정 (dendrite) 조직이 열간압연에서 완전히 붕괴되지 않고 표면에 남을 경우 이러한 방위를 발달시키고, 냉간압연 후 표면에 굴곡 (ridging 또는 roping) 을 발달시켜 추가적인 표면 처리를 필요하게 하는 요인이 된다[V.Randle 1992]. 또한 열연판의 표면부에 작용하는 전단 변형은 페라이트역 압연이 이루어질 경우 표면부에 {110}<001> Goss 방위를 중심으로 한 전단변형 집합조직을 발달시키고, 이 역시 최종 소둔관의 성형성을 저해할 수 있다. 페라이트역 압연은 {001}<110> 방위를 강화하기도 하므로, 보통 매우 우수한 성형성을 기대하기는 힘들다고 할 수 있다. 소둔관의 성형성을 고려했을 때, 위에서 언급한 결정방위 중 가장 바람직한 것은 {332}<113z> 방위로서 이는 냉간압연 시 {111}<112> 또는 {554}<225> 방위로 발달하여 최종 재결정 집합조직에서 이들 방위를 강화해주어 성형성을 향상시킨다. 따라서 오스테나이트 미재결정 영역 또는 과냉 오스테나이트 영역에서의 열간압연은 최종 소둔관의 성형성에 가장 바람직한 영향을 주는 열간압연 방식이라 할 수 있으며, 본 연구에서의 열연판의 미세립화 시도가 성형성 향상에도 이바지 할 수 있음을 알 수 있다.



(a)

(b)



(c)

(d)

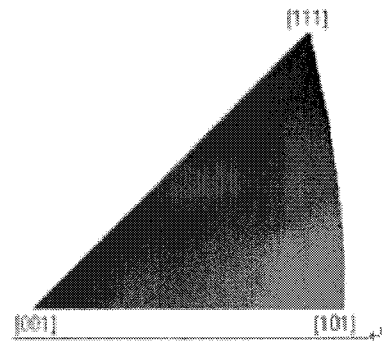


Fig 3.3.2-27 열연시편의 (a) ND map (b) RD map (c) 결정립 크기 분포
(d) 입방정 결정의 결정 방향 색상표 (orientation color key)

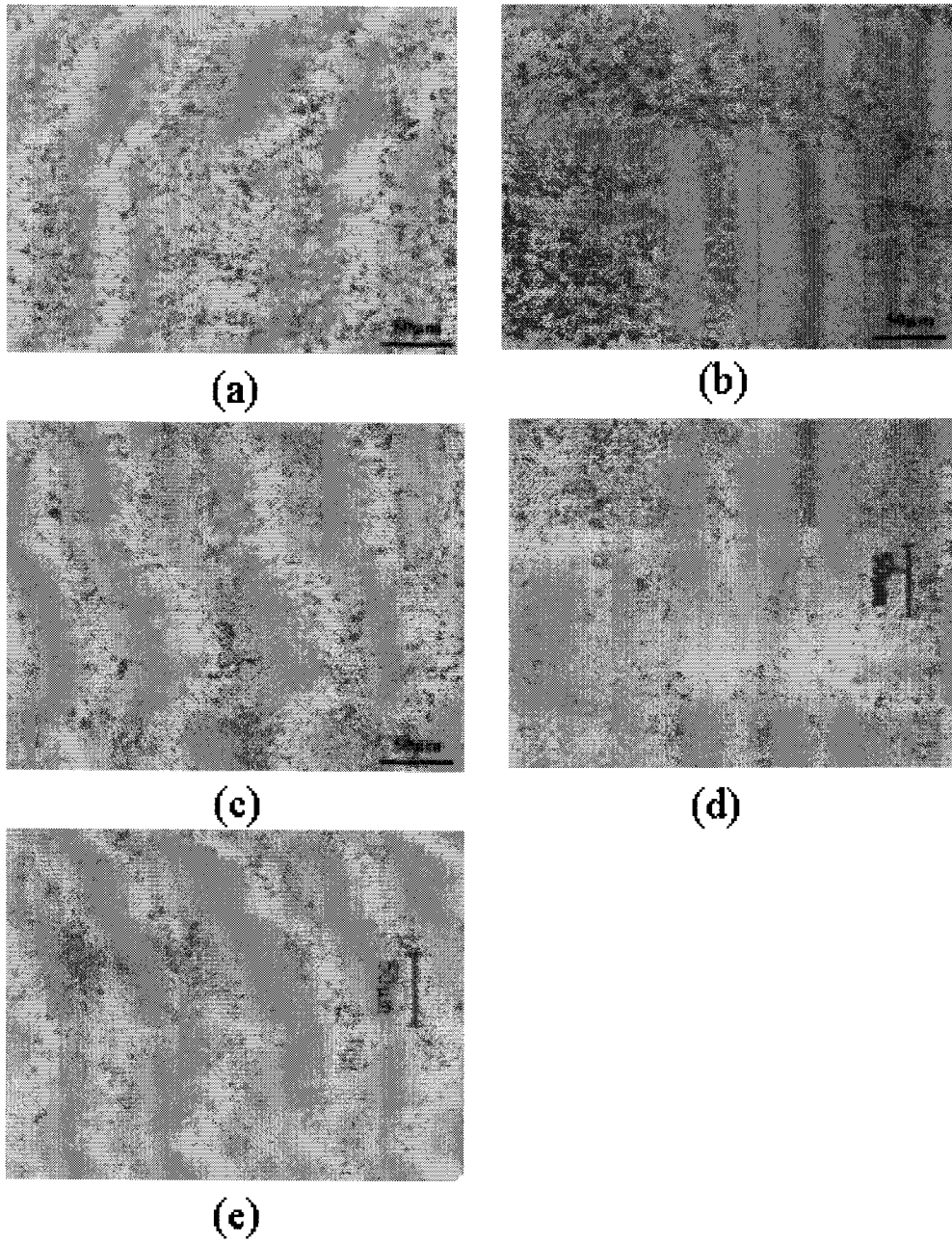


Fig. 3.3.2-28 합금 A의 열간압연, 권취 모사 후의 미세조직 (a) 500°C (b) 550°C (c) 600°C (d) 650°C (e) 700°C 열처리

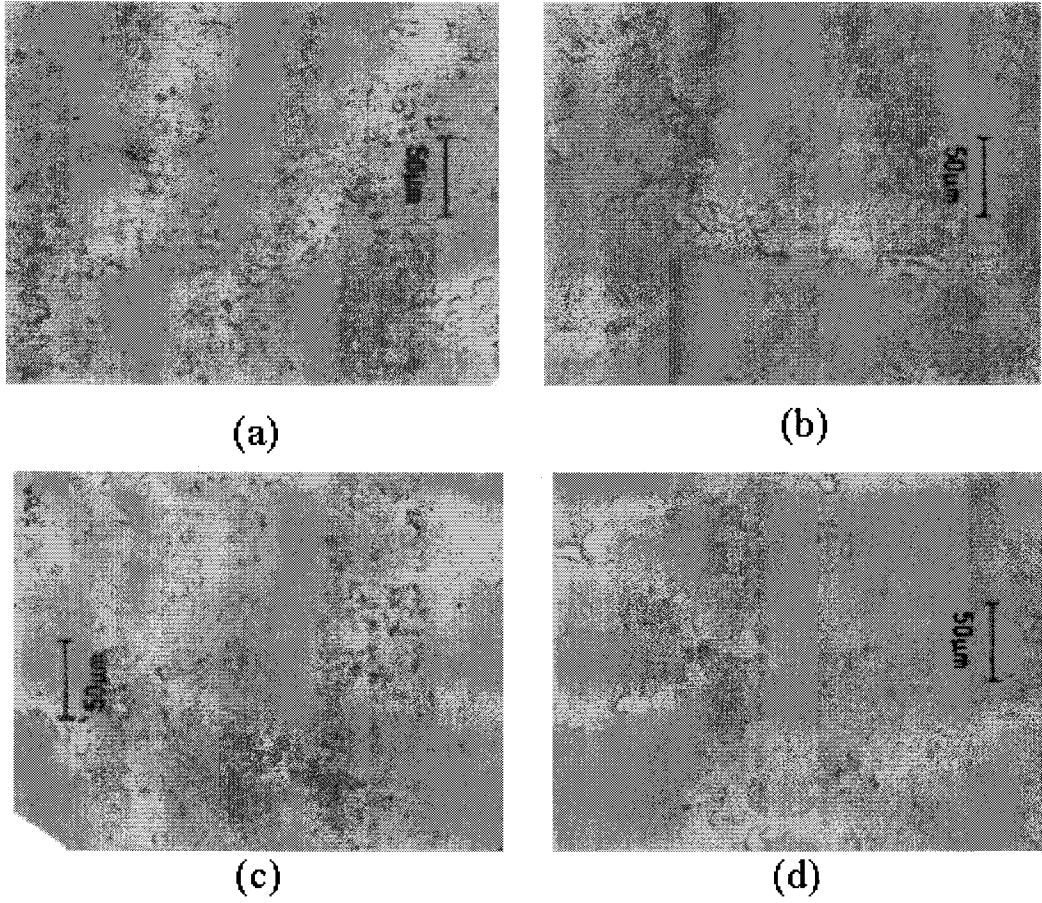


Fig. 3.3.2-29 합금 B 의 열간압연, 권취 모사 후의 미세조직 (a) 550°C (b) 600°C (c) 650°C (d) 700°C 열처리

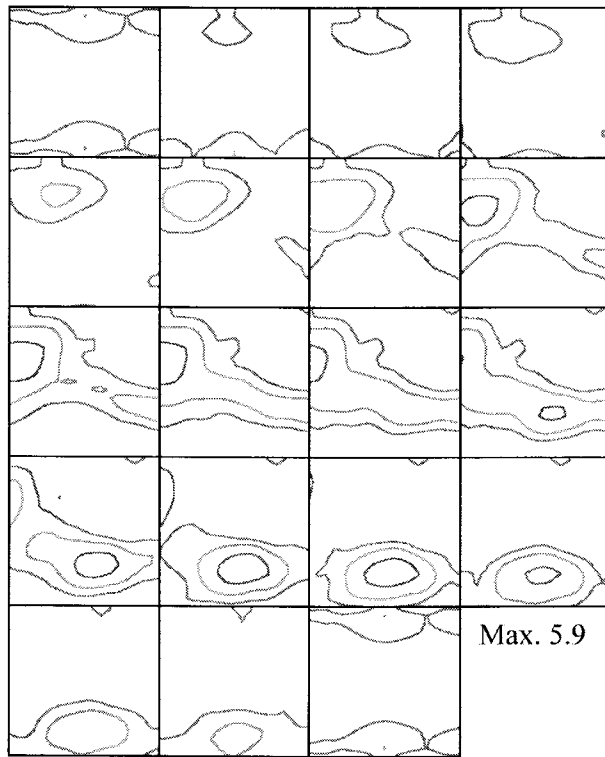


Fig. 3.3.2-30 합금 A의 열간압연 집합조직

(라) 미세립 IF 강의 기계적 성질

합금 A의 소둔판의 인장 시험 시의 응력-변형 곡선을 그림 3.4.1-16에 나타내었다. 일반적인 단상 (single phase) BCC 강에서 보이는 항복점 현상이 거의 보이지 않는 특이한 모습을 보였다. 따라서 항복강도는 0.2% 변형 지점에서 평가하였으며, 239.4MPa의 값을 가졌다. 인장강도는 444.5MPa 였으며, 연신율은 31%였다. 보통의 단상 미세립 강과는 달리 항복비가 54%에 불과하였다. 이처럼 항복점 현상이 거의 관찰되지 않으며, 미세립임에도 낮은 항복비를 가지는 특이한 기계적 거동은 IF 강 특유의 미세조직에 기인한 것으로 여겨지나, 아직 그 정확한 원인은 규명되지 않고 있다. 따라서 향후 이에 대한 집중적인 연구가 필요하다고 할 수 있다.

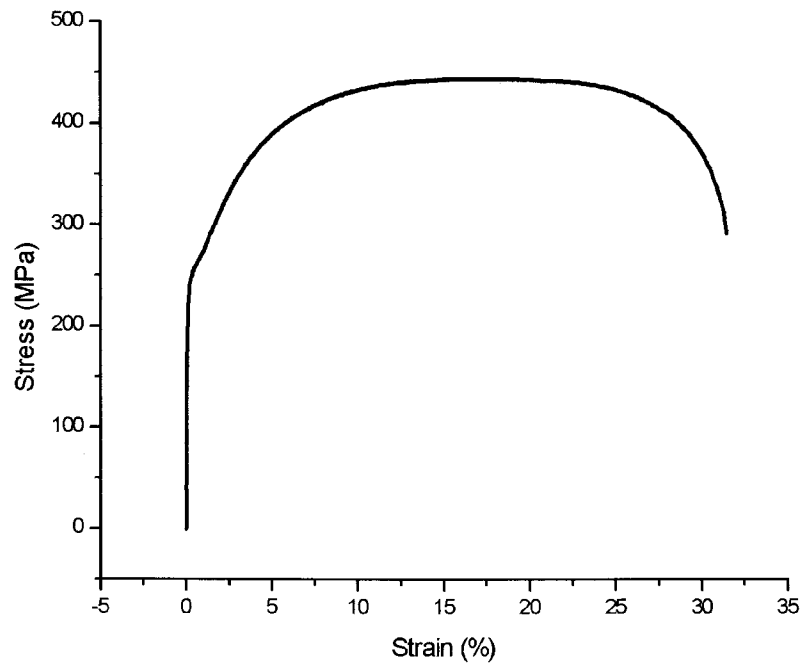


그림 3.3.2-31 합금 A 소둔판의 인장 시험 곡선

(4) 결 론

Mn, B을 첨가하여 소입성을 향상시킨 IF 강을 과냉 오스테나이트 영역에서의 열간압연을 통하여 $4\mu\text{m}$ 수준의 미세한 결정립을 가지는 열연조직을 얻을 수 있었다. 냉간압연 후 소둔 열처리를 하여 $5\mu\text{m}$ 수준의 미세립을 가지는 IF 강판을 얻을 수 있었으며, 항복강도 239.4MPa, 인장강도 444.5MPa, 연신율 31%의 기계적 성질을 보였다. IF 강의 열간압연 조직은 저온 변태 특성에 기인하여 과냉 오스테나이트 영역에서 압연 후 변태시 입계 모양이 부정형성을 띠며, 결정립의 크기 분포도 불균일한 조직을 얻게된다. 또한 매우 빠른 변태 속도로 인하여 다단압연 공정에서는 압연 중 변태가 완료되어 페라이트역에서의 압연을 피하기가 힘들었다.

본 연구에서의 미세립 IF 강은 800°C 의 고온 소둔 열처리에서도 비정상 입성장을 보이지는 않았으며, 재결정 후 $\{111\}\langle 112\rangle$ 결정방위에서 가장 강한 강도를 보이는 $\langle 111\rangle//\text{ND}$ 집합조직을 나타내었다. 변형 조직 내의 $\langle 111\rangle//\text{ND}$ 방위의 결정립이 가지는 높은 축적에너지가 이들 방위의 우세한 핵생성을 유발하여 최종 재결정 집합조직을 결정하는 것으로 볼 수 있으며, 특히 $\{111\}\langle 112\rangle$ 변형 결정립 내에 생성되는 전단띠는 비슷한 방위의 재결정립의 우선적 핵생성의 원인이 됨을 그 높은 GAM 값을 통하여 예측할 수 있었다. 변형 조직에서 $\langle 001\rangle//\text{ND}$ 방위의 결정립은 낮은 축적에너지로 인하여 주변 기지와 축적에너지 차이를 구동력으로 해서 SIBM에 의한 입계 이동으로 동일 방위의 재결정립을 생성할 수 있다. 본 연구에서의 미세립 IF 강은 재결정 후 일반 IF 강에 비하여 $\langle 001\rangle//\text{ND}$ 방위의 분율이 높았으며, 이는 미세립화에 의한 입계 면적의 증가가 SIBM에 의한 $\langle 001\rangle//\text{ND}$ 방위의 생성을 촉진하였기 때문으로 여겨진다.

다. 비대칭 압연을 통한 페라이트 동적변태 기구 및 오스테나이트의 변형조직 관찰

(1).이론적 배경

(가). 페라이트의 결정립 미세화

앞장에서도 언급된 바와 같이 결정립 미세화는 재료의 강도와 인성을 동시에 향상시킬 수 있는 가장 효과적인 방법으로 잘 알려져 있다. $1\mu\text{m}$ 수준의 결정립 크기를 갖는 강재의 개발에 관한 연구는 최근 활발하게 진행되어 오고 있는데 Ar_3 온도 직상에서 오스테나이트를 강압하는 방법이 가장 효과적인 초세립 페라이트 제조 방안으로 알려져 있다. Ae_3 온도 이하로 냉각된 불안정 오스테나이트를 강압하를 통하여 페라이트로 변태시켜 50% 이상의 압하율에서 $1-2\mu\text{m}$ 수준의 미세한 페라이트를 얻을 수 있다는 결과들이 많이 보고되고 있다[H.Yada 2000, M.R.Hickson 1999, Wung Yong Choo 1998]. 하지만 강압하는 현장 압연기의 성능의 한계로 인하여 실제 공정에서 적용하기 어려운 제조법이라 할 수 있다. 따라서 현장에 적용 가능할 정도의 압하량 (<30%)에서 동적 변태를 일으킬 수 있게 만드는 기술의 개발이 필요하다.

이와 같이 현장에서 적용 가능하도록 저 압하량에서도 미세한 페라이트 결정립을 얻기 위해 여러 가지 연구들이 진행되었다. 미세한 페라이트 결정립을 얻는데 있어서 가장 핵심인 페라이트 핵생성 자리를 증가시키는 방법으로 오스테나이트를 미세화하여 오스테나이트 입계 면적을 넓히는 방법 페라이트 핵생성을 촉진시키기 위해 미세 분산 석출물이나 개재물을 이용하는 방법[Jae-Young Cho 2002]이 제시되었다. 그러나 오스테나이트를 미세화 시키는 방법은 합금 첨가 없이 효율적으로 핵생성을 촉진시킬 수 있는 바람직한 방법이지만, 고온에서는 결정립의 합체도 쉽게 일어나므로 현장에서 오스테나이트의 결정립 크기를 제어하기는 쉽지 않다고 판단된다. 한편 미세 분산 석출물이나 개재물을 이용한 방법은

저압하량에서 미세 페라이트를 얻을 수 있고 변태 페라이트 분율도 큰 것으로 보고 되었지만 합금 원소 첨가로 인해 강의 기계적 성질에 영향을 준다는 문제가 있다. 하지만 이런 방법을 현장에 적용이 가능하다고 생각되더라도 한번의 압연으로 원하는 두께의 강판이 제조가 불가능하므로 다단 압연에 의한 미세 페라이트를 변태시킬 수 있는 구체적인 연구가 선행되어야 한다.

그러나 일반적으로 수백 마이크론 크기의 오스테나이트에서 페라이트가 변태되는 경우, 압하 도중에 생성되는 미세한 동적 변태 페라이트와 압연 패스간 생기는 다소 결정립 크기가 큰 정적 변태 페라이트로 구성되는 바이모달(bimodal) 형태의 결정립 크기 분포를 갖게 된다[W.-Y.Choo 2001]. 따라서 다단 압연에 의해 미세 페라이트를 얻기 위해서는 압연 패스간 생성되는 입내 페라이트를 억제할 필요가 있으며, 이를 위해서는 전 오스테나이트 입계에 분포하는 동적 변태에 의해 생성된 미세 페라이트와 입내에 생성되는 정적 변태 페라이트의 특성에 대해 기초적인 연구가 선행되어야 한다. 따라서 본 연구에서는 방위 특성을 통해 동적 변태 페라이트와 정적 변태 페라이트의 특징을 살펴보고, 방위 특성에 미치는 근본적인 원인에 대해 고찰하였다.

한편, 결정립 미세화를 위한 여러 가지 변형 방법 중에 대량 생산이 가능하고 현장 적용 가능성이 큰 비대칭 압연(asymmetric rolling)에 대한 연구도 수행하였다. 일반적으로 전단변형에 의한 심한 소성변형이 결정립 미세화에 효과적이라는 사실이 잘 알려져 있으며, 비틀림 변형(torsion straining) [P.J. Hurley 2001], EACP (equal channel angular pressing) [K.-T.Park 2001] 등의 방법들이 많은 연구자들에 의해서 연구되었다. 최근에는 비대칭 압연에 의한 비철 재료의 결정립 미세화에 대해서도 많이 연구되었으며 [T.Sakai 2002, K.-H.Kim 2001, S.-H.Kim 2002], 철강 재료에서도 패어 크로스 압연 (pair cross rolling)에 의해 결정립 미세화가 되었다는 보고가 있다 [H.Nakajima 2003]. 또한 일본의 나카야마 제철소에서는 이미 비대칭 압연 개념을 도입한 설비 및 냉각 속도를 빠르게 제어할 수 있는 커튼 월(curtain wall) 시스템을 도입하여 초미세립

강판을 시험 생산하고 있으며[倉橋降郎 2001] 이와 같은 비대칭 압연을 통한 공정은 연속적인 판재의 생산 및 저렴한 생산비 등의 이점을 지니고 있으므로 긍정적으로 검토될 수 있다. 본 연구에서는 비대칭 압연을 이용한 초미세립 강판의 제조에 있어 정량적인 해석을 하고자 압연률 및 롤 속도 비, 롤 크기비 등을 달리하여 오스테나이트 입계 및 입내에 변태된 페라이트 미세조직과 전단 변형률 등을 고려하여 각 요소들에 대한 미세조직과의 연관성을 고찰하였다.

(2). 방위 측정 이론

(가). 결정립 방위 관계 해석

오스테나이트가 페라이트로 변태되는 경우에 모상인 오스테나이트와 새로운 상인 페라이트 사이에는 일정한 방위관계가 성립하게 된다. Bain 관계, Kurdjumov-Sachs (K-S) 관계, Nishiyama-Wasserman (N-W) 관계 등이 대표적인 방위관계들인데, 저탄소강에 있어서 오스테나이트로부터 페라이트 변태, 에시콜라 페라이트 변태, 마르텐사이트 변태의 경우에는 실험적 결과들이 K-S 관계와 잘 일치하는 것으로 보고되고 있다[H.K.D.H.Bhadeshia 1992]. 즉, FCC (Face Centered Cubic) 구조를 가지는 오스테나이트와 BCC (Body Centered Cubic) 구조를 가지는 석출상들은 각각 최조밀면 (closest-packed plane)과 최조밀 방향(closest-packed directions)이 평행한 방위를 갖는 것으로 알려져 있다. 이와 같이 원자들간에 일치되는 정도가 크게 되면 계면 에너지를 낮출 수 있으므로 에너지적으로 유리한 핵생성 방위라고 말할 수 있다[J.M.Howe 1997]. 이러한 방위관계를 Kurdjumov-Sachs (K-S) 관계라 하며 다음과 같이 나타낼 수 있다.

$$(110)_{bcc} // (111)_{fcc}, [\bar{1}11]_{bcc} // [0\bar{1}1]_{fcc} \quad (3.3.2-10)$$

K-S 방위관계는 표 3.3.2-3과 같이 24개의 등가 방위가 있으며[古原 忠] 이는 하나의 특정한 방위를 가지는 오스테나이트로부터 K-S 방위관계를 가지는 페라이트가 핵생성 될 수 있는 방위는 24개임을 의미한다.

저탄소강에서는 페라이트 변태 도중 급랭을 하여 조직을 동결시키더라도 잔류하고 있던 오스테나이트가 냉각 도중 베이나이트 또는 마르텐사이트로 변태되기 때문에 오스테나이트와 페라이트 간의 방위 관계를 직접 측정하기 매우 어렵다. 오스테나이트 안정화 원소를 다량 첨가한 탄소강에서 잔류

오스테나이트로부터 직접 페라이트 간의 방위관계를 측정할 예가 있으나[J.-H.Kang 2003], 일반 저탄소강에서는 적용하기 어렵다.

확산 변태에 의해서 진행되는 페라이트 변태와는 달리 마르텐사이트는 전단 변태에 의해서 오스테나이트로부터 변태되므로 페라이트보다 훨씬 엄격한 방위관계를 보인다고 알려져 있다. 따라서 최종 미세조직으로부터 마르텐사이트와 페라이트 결정립의 방위를 측정하고 오스테나이트와 마르텐사이트 간에 K-S 관계가 성립한다고 가정한다면 오스테나이트와 페라이트 간의 방위 관계의 변화를 계산할 수 있다[Dong-Woo Suh 2003].

(나) Kurdjumov-Sachs 관계의 마르텐사이트 방위의 계산

K-S 방위 관계를 만족시키는 오스테나이트와 마르텐사이트의 방위를 $g^{\gamma-KS}$, $g^{\alpha'-KS}$ 라고 표시한다면 다음 식을 이용하여 마르텐사이트의 방위를 오스테나이트 방위와 연관시켜 변화시킬 수 있다.

$$G^{\alpha'-KS} = g_j^{\alpha'-KS} \cdot \{g_i^{\gamma-KS}\}^{-1} \quad (i, j = 1, 2, \dots, 24) \quad (3.3.2-11)$$

위 식에서 $g_i^{\gamma-KS}$, $g_j^{\alpha'-KS}$ 는 각각 K-S 관계를 만족시키는 24개의 등가방위 중에서 i번째의 오스테나이트의 등가 방위와 j번째의 마르텐사이트의 등가 방위를 나타낸다.

h번째의 마르텐사이트 등가방위의 <001> 결정축을 시편 좌표계로 회전시키면 다음 식과 같이 회전된 h번째의 마르텐사이트 방위를 기준으로 24개의 마르텐사이트의 방위를 회전시킬 수 있게 된다.

$$G_n^k |^{\alpha'-KS} = G_k^{\alpha'-KS} \cdot \{G_{h-selected}^{\alpha'-KS}\}^{-1} \quad (h, k = 1, 2, \dots, 24) \quad (3.3.2-12)$$

따라서, $\{G_1^1|^{\alpha'-KS}, G_1^2|^{\alpha'-KS}, \dots, G_1^{24}|^{\alpha'-KS}\}, \{G_2^1|^{\alpha'-KS}, G_2^2|^{\alpha'-KS}, \dots, G_2^{24}|^{\alpha'-KS}\}, \dots, \{G_{24}^1|^{\alpha'-KS}, G_{24}^2|^{\alpha'-KS}, \dots, G_{24}^{24}|^{\alpha'-KS}\}$ 과 같이 24개의 세트가 얻어진다. 즉, K-S 방위 관계를 나타내는 24개의 등가 방위의 축을 나타내는 24 종류의 [001] 스테레오 투영도가 얻어지게 된다. 그림 3.4.2-1은 K-S 방위 관계의 24개의 등가 방위의 <001>축을 나타내는 [001] 스테레오 투영도의 한 예를 나타낸다.

(다). 두 결정간의 어긋남각 (misorientation angle) 계산

급랭 후의 페라이트와 이웃해 있는 마르텐사이트의 모식도를 그림 3.4.2-2에 나타내었다. (a)는 압하 중 동적으로 변태된 입계 페라이트의 방위 측정을 위한 것이고 (b)는 압하 후 등은 유지할 때 생성된 정적 변태 입내 페라이트 경우에 해당한다. EBSD를 이용하여 시편 좌표계, K_s 를 기준으로 측정된 페라이트와 마르텐사이트의 방위를 3×3 행렬 g 로 표현한다면, 페라이트와 마르텐사이트의 방위를 각각 $g^\alpha, g^{\alpha'}$ 로 나타낼 수 있다.

모두 l 개의 마르텐사이트 패킷의 방위 개수를 측정했다면 $g_1^{\alpha'}, g_2^{\alpha'}, g_3^{\alpha'}, \dots, g_l^{\alpha'}$ 과 같이 측정된 마르텐사이트의 방위를 나타낼 수 있을 것이다. m 번째의 마르텐사이트 패킷의 <001> 축을 결정 좌표축으로 회전시키면, 다른 마르텐사이트 패킷의 방위로 m 번째 마르텐사이트 방위를 기준으로 다음 식과 같이 회전시킬 수 있다.

$$G_m^n|^{\alpha'} = g_n^{\alpha'} \cdot \{g_{m-selected}^{\alpha'}\}^{-1} \quad (m, n = 1, 2, \dots, l) \quad (3.3.2-13)$$

따라서 $\{G_1^1|^{\alpha'}, G_1^2|^{\alpha'}, \dots, G_1^l|^{\alpha'}\}, \{G_2^1|^{\alpha'}, G_2^2|^{\alpha'}, \dots, G_2^l|^{\alpha'}\}, \dots, \{G_l^1|^{\alpha'}, G_l^2|^{\alpha'}, \dots, G_l^l|^{\alpha'}\}$ 과 같이 l 개의 집합이 얻어질 것이다. 일단 측정된 마르텐사이트의 방위를 시편 좌표계를 기준으로 위와 같이 표현하게 되면 식 3.4.2-2에서 구한 K-S 방위 관계를 만족시키는 마르텐사이트의 방위 $G_h^k|^{\alpha'-KS}$ 와

식 3.4.2-4에서 구한 $G_m^n |^\alpha$ 사이의 어긋남각 행렬, $M^{\alpha'-\alpha'}$ 를 다음 식으로 구할 수 있다.

$$M^{\alpha'-\alpha'} = T_i \cdot G_h^k |^{\alpha'-KS} \cdot \{G_m^n |^{\alpha'-KS}\}^{-1} \quad (m, n = 1, \dots, l; i, h, k = 1, \dots, 24) \quad (3.3.2-14)$$

위 식에서 T_i 는 표 2-4에서 나타낸 것과 같이 입방적의 경우 대칭 조작을 표현하는 24개의 행렬이다[V.Randle 1992].

식 (5)를 이용하여 측정된 마르텐사이트와 K-S 관계를 만족하는 마르텐사이트 사이의 어긋남각, $\theta_{\alpha'-\alpha'}$ 를 다음 식과 같이 구할 수 있게 된다.

$$\theta_{\alpha'-\alpha'} = \min \left(\cos^{-1} \left[\frac{\text{spur}(M^{\alpha'-\alpha'}) - 1}{2} \right] \right) \quad (\text{spur}(M) = M_{11} + M_{22} + M_{33}) \quad (3.3.2-15)$$

식 3.4.2-6을 적용시키면 l 개의 어긋남각 집합이 얻어지게 되고 가장 작은 값을 갖게 하는 m 과 h 를 선택할 수 있게 된다.

K-S 방위 관계를 나타내는 24개의 마르텐사이트 방위의 결정축과 12개의 측정된 마르텐사이트 결정축을 나타내는 [001] 스테레오 투영도의 한 예를 그림 3.4.2-3 에 나타내었다. 측정된 마르텐사이트의 결정축 분포가 K-S 방위 관계를 만족하는 24개의 마르텐사이트 결정축과 잘 일치함을 알 수 있다.

m 과 h 가 결정되면 페라이트 방위를 나타내는 행렬, g^α 를 다음 식과 같이 m 번째의 마르텐사이트를 기준으로 회전시킨 행렬, G^α 를 다음과 같이 구할 수 있다.

$$G^\alpha = g^\alpha \cdot \{g_{m\text{-selected}}^\alpha\}^{-1} \quad (3.3.2-16)$$

K-S 관계를 만족하는 h 번째의 마르텐사이트 방위, $G_h^k |^{\alpha'-KS}$ 와 G^α 사이의

어긋남각을 나타내는 행렬, $M^{\alpha-\alpha'}$ 을 다음 식으로 구할 수 있다.

$$M^{\alpha-\alpha'} = T_i \cdot G_h^k \Big|_{\alpha'-KS} \cdot \{G^\alpha\}^{-1} \quad (i, k = 1, \dots, 24) \quad (3.3.2-17)$$

식 3.4.2-8을 이용하여 측정된 페라이트와 K-S관계를 만족하는 마르텐사이트 사이의 어긋남각, $\theta_{\alpha-\alpha'}$ 를 다음 식과 같이 구할 수 있게 된다.

$$\theta_{\alpha-\alpha'} = \min \left(\cos^{-1} \left[\frac{\text{spur}(M^{\alpha-\alpha'}) - 1}{2} \right] \right) \quad (\text{spur}(M) = M_{11} + M_{22} + M_{33}) \quad (3.3.2-18)$$

입계 페라이트는 각각 두 개의 $\theta_{\alpha-\alpha'}$ 의 값이 구해지게 된다. 입계 페라이트가 이웃한 두 개의 오스테나이트 중에 한쪽만 K-S 관계를 갖고 성장한다고 가정하여 둘 중에 작은 값을 어긋남각으로 선택하였다.

(3). 변형 및 응력에 의한 페라이트의 방위 특성 변화

일반적으로 오스테나이트와 페라이트 사이에는 계면 에너지를 낮추기 위해 특정 방위 관계가 형성되는 것으로 알려져 있다. Bain 관계, Kurdjumov-Sachs (K-S) 관계, Nishiyama-Wasserman (N-W) 관계 등이 대표적인 방위관계들인데, K-S 관계와 N-W 관계는 5.26° 차이 밖에 나지 않는다. 마르텐사이트 변태와 같은 비확산 변태에서는 이와 같은 방위 관계가 더 엄격하게 맞는 것으로 알려져 있고 [D.A.Porter 1992] 오스테나이트에서 페라이트로 변태하는 동안 베리언트 선택(variant selection)과 같은 문제에 대해서도 연구가 오랫동안 진행되었다.

Furuhara 등은 저탄소강에서 EBSD를 이용하여 핵생성된 페라이트가 무질서한 방위를 가진다는 것을 발표하였고 [V.Randle 1992], 5% 이하로 압연된 Ti-15V-

3Cr-3Sn-3Al 합금을 이용하여 BCC β 모상에서 FCC α 상이 석출될 때의 방위관계를 연구한 바 있다[T.Furuhara 1992]. 또한 다수의 연구자들에 의해 마르텐사이트 변태 시 변형을 가하게 되면 오스테나이트와 마르텐사이트 간에 K-S 방위 관계가 N-W로 변한다는 것이 보고되고 있다.[D.F.Li 1998] 그러나 저탄소강에서의 오스테나이트와 페라이트의 방위 관계 특성은, 오스테나이트가 상온까지 남아 있기 힘들기 때문에 마르텐사이트를 기준으로 오스테나이트의 방위를 역추적한 후 페라이트와 오스테나이트 사이의 방위 관계를 평가하거나, 페라이트만의 방위만을 가지고 페라이트 간의 어긋남각(misorientation) 등을 평가할 수 있었다. 최근 Suh 등[Dong-Woo Suh 2002]이 제안한 방법에 의해서 마르텐사이트와 페라이트 조직만을 가지고 오스테나이트와 페라이트가 K-S 방위 관계를 얼마나 잘 만족하는지 평가되었다. 이 방법에서는 오스테나이트와 마르텐사이트는 K-S 방위관계를 비교적 잘 만족시키는 것으로 평가되었다. 한편 Kang 등[J.-H.Kang 2003]은 오스테나이트를 상온에서 얻기 위해 고 망간 중탄소강을 사용하여 오스테나이트와 페라이트 방위 관계를 직접 측정하였다.

variant No.	Plane parallel		Direction parallel		
	(γ)	// (α)	[γ]	// [α]	
1	(1 1 1)	// (0 1 1)	[-1 1 0]	//	[-1 -1 1]
2	(1 1 1)	// (0 1 1)	[-1 1 0]	//	[-1 1 -1]
3	(1 1 1)	// (0 1 1)	[-1 0 1]	//	[-1 -1 1]
4	(1 1 1)	// (0 1 1)	[-1 0 1]	//	[-1 1 -1]
5	(1 1 1)	// (0 1 1)	[0 -1 1]	//	[-1 -1 1]
6	(1 1 1)	// (0 1 1)	[0 -1 1]	//	[-1 1 -1]
7	(-1 1 1)	// (0 1 1)	[-1 -1 0]	//	[-1 -1 1]
8	(-1 1 1)	// (0 1 1)	[-1 -1 0]	//	[-1 1 -1]
9	(-1 1 1)	// (0 1 1)	[0 -1 1]	//	[-1 -1 1]
10	(-1 1 1)	// (0 1 1)	[0 -1 1]	//	[-1 1 -1]
11	(-1 1 1)	// (0 1 1)	[1 0 1]	//	[-1 -1 1]
12	(-1 1 1)	// (0 1 1)	[1 0 1]	//	[-1 1 -1]
13	(1 -1 1)	// (0 1 1)	[1 1 0]	//	[-1 -1 1]
14	(1 -1 1)	// (0 1 1)	[1 1 0]	//	[-1 1 -1]
15	(1 -1 1)	// (0 1 1)	[0 1 1]	//	[-1 -1 1]
16	(1 -1 1)	// (0 1 1)	[0 1 1]	//	[-1 1 -1]
17	(1 -1 1)	// (0 1 1)	[-1 0 1]	//	[-1 -1 1]
18	(1 -1 1)	// (0 1 1)	[-1 0 1]	//	[-1 1 -1]
19	(-1 -1 1)	// (0 1 1)	[1 -1 0]	//	[-1 -1 1]
20	(-1 -1 1)	// (0 1 1)	[1 -1 0]	//	[-1 1 -1]
21	(-1 -1 1)	// (0 1 1)	[1 0 1]	//	[-1 -1 1]
22	(-1 -1 1)	// (0 1 1)	[1 0 1]	//	[-1 1 -1]
23	(-1 -1 1)	// (0 1 1)	[0 1 1]	//	[-1 -1 1]
24	(-1 -1 1)	// (0 1 1)	[0 1 1]	//	[-1 1 -1]

Table 3.3.2-3. 24 variants of K-S orientation relationship

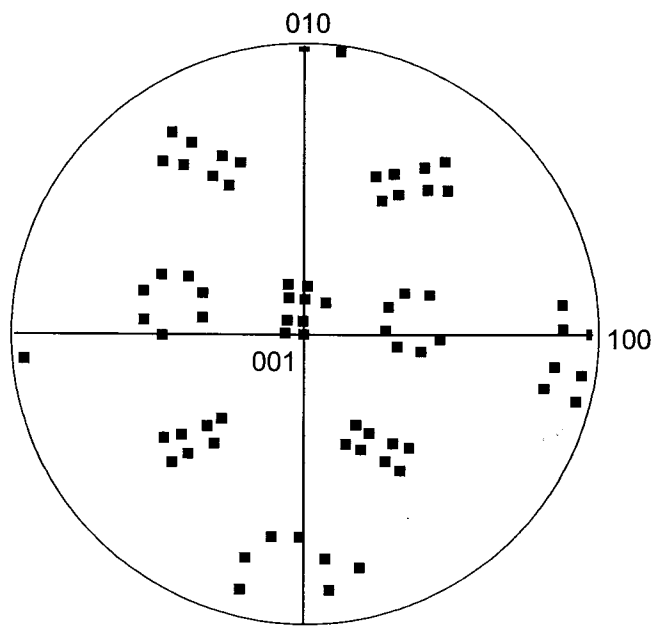


Fig. 3.3.2-31. $\langle 001 \rangle_{\alpha}$ Stereographic projection showing cube axes for 24 variants of the K-S orientation relationship

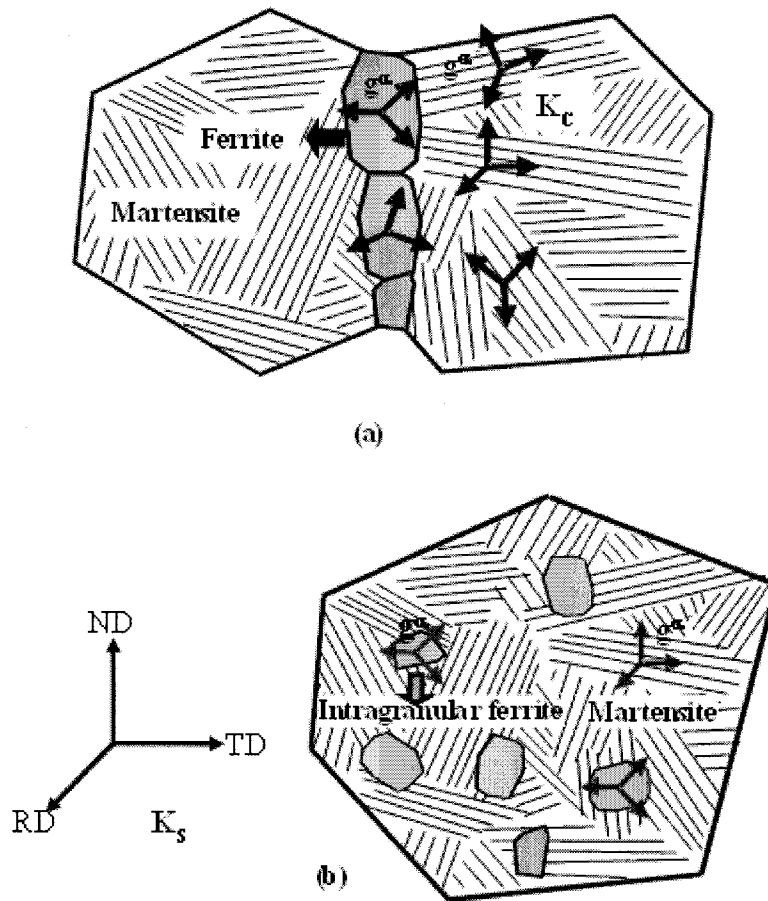


Fig. 3.3.2-32. Schematic diagram showing misorientation measurement procedure for (a) grain boundary ferrites (b) intragranular ferrites by EBSD

1	0	0	0	0	$\bar{1}$	0	0	$\bar{1}$	$\bar{1}$	0	0	0	0	0	1	1	0	0
0	1	0	0	$\bar{1}$	0	0	1	0	0	1	0	0	1	0	0	1	0	$\bar{1}$
0	0	1	$\bar{1}$	0	0	1	0	0	0	0	$\bar{1}$	$\bar{1}$	0	0	0	0	1	0
1	0	0	1	0	0	0	$\bar{1}$	0	$\bar{1}$	0	0	0	1	0	0	0	0	1
0	$\bar{1}$	0	0	0	1	1	0	0	0	$\bar{1}$	0	$\bar{1}$	0	0	1	0	0	0
0	0	$\bar{1}$	0	$\bar{1}$	0	0	0	1	0	0	0	$\bar{1}$	0	0	1	0	1	0
0	1	0	0	0	$\bar{1}$	0	$\bar{1}$	0	0	1	0	0	0	0	$\bar{1}$	0	0	1
0	0	1	$\bar{1}$	0	0	0	0	1	0	0	0	$\bar{1}$	1	0	0	$\bar{1}$	0	0
1	0	0	0	$\bar{1}$	0	$\bar{1}$	0	0	$\bar{1}$	0	0	0	0	$\bar{1}$	0	0	$\bar{1}$	0
0	$\bar{1}$	0	0	1	0	$\bar{1}$	0	0	0	0	1	0	$\bar{1}$	0	$\bar{1}$	0	0	0
0	0	$\bar{1}$	1	0	0	0	0	1	0	$\bar{1}$	0	$\bar{1}$	0	0	0	0	0	$\bar{1}$
1	0	0	0	0	$\bar{1}$	0	1	0	1	0	0	0	0	0	$\bar{1}$	0	$\bar{1}$	0

Table 3.3.2-4. Matrices representing 24 symmetry operation for cubic system [18]

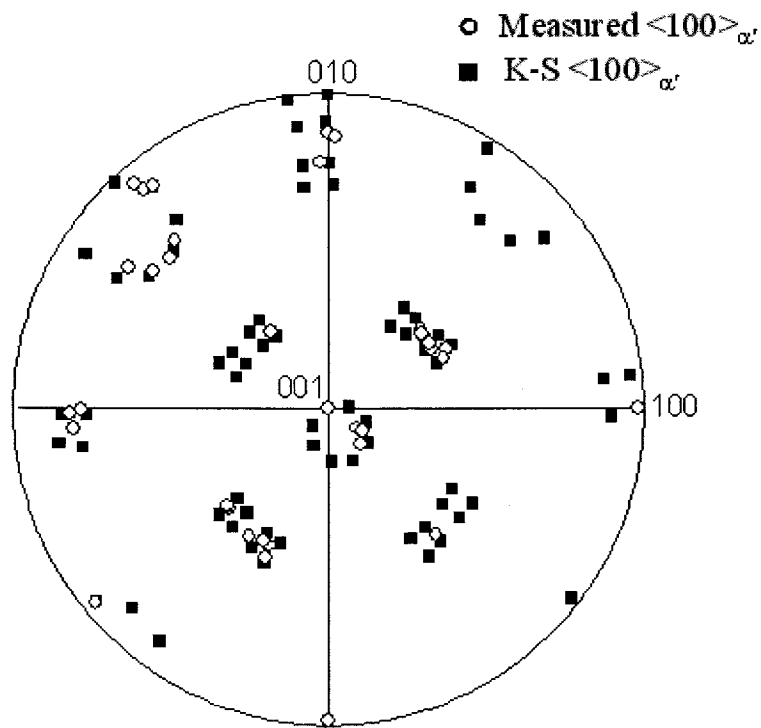


Fig 3.3.2-33. $\langle 001 \rangle_{\alpha'}$ Stereographic projection showing cube axes for 24 variants of the K-S orientation relationship and 12 cube axes of measured martensites

(가) 미세한 동적 변태 페라이트의 방위 특성

여러 연구자들에 의해서 동적 변태된 미세한 페라이트의 방위는 그림 3.3.2-34와 같이 비교적 무질서(random)한 분포를 보인다고 보고되었다[S.W.Lee 1998]. 즉 이러한 결과로부터 미세 페라이트 결정립계는 대부분 15° 이상의 어긋남각(misorientation)을 가지는 대각입계를 이루고 있음을 알 수 있다. 그림에 함께 도시한 Mackenzie 분포는 이상적으로 무질서한 결정방위를 가질 때 수식적으로 계산한 결과이며, 이와 같은 무질서한 페라이트의 어긋남각의 분포는 Mackenzie 분포에 가까운 것을 알 수 있다. 하지만 5° 이하인 경우도 상당부분 되므로 상당부분의 입계가 아결정립계를 이루고 있는 것을 간접적으로 시사한다.

무질서한 방위 분포를 갖는 미세 페라이트 결정립들이, 페라이트의 변형과 동적회복에 의한 소각입계의 형성에 의한 것이 아니라 페라이트의 핵생성과 성장에 의해서 형성되었다는 것을 뜻하며 오스테나이트의 강압하에 의해서 형성되는 최종 미세구조는 페라이트 핵생성 속도에 의해서 지배되는 것을 의미한다. 또한 대각입계가 소각입계에 비해 전위의 이동에 더욱 효과적인 장애물로 작용할 수 있으므로 결정립 미세화에 의한 강도의 상승이라는 측면에서 검토할 때 페라이트 결정립계가 대각입계를 이루고 있다는 것은 실용적인 측면에서도 중요한 사실이다.

(나). 외부 응력이 페라이트 방위 특성에 미치는 영향

확산변태에 의해서 생성되는 페라이트는 대부분 K-S 방위 관계를 만족하는 것으로 알려져 있다.[D.A.Porter 1992] 오스테나이트와의 방위관계로 인해 동일한 방위를 가지고 변태되는 이웃한 페라이트는 성장하는 동안 쉽게 합체(coalescence)가 되어 구 오스테나이트 입계에 필름 형태의 페라이트로 형성되게 된다[S.Torizuka 2000, K.Ameyama 1998]. 또한 Suh 등에 의해서 외부 응력이 주어질 때 페라이트의 종횡비 (aspect ratio)가 감소한다는 것이 보고되었다[D.-W.Suh 2001]. 이런 결과는 외부 응력이 핵생성된 페라이트의 방위 특성을 변화시켜 페라이트 성장 중의 합체를 억제하기 때문에 생긴 것으로 여겨진다.

일반 저탄소강에서는 상온에서 오스테나이트를 얻을 수 없으므로 냉각도중의 모상 오스테나이트와 석출상인 페라이트 간의 방위 관계 측정이 쉽지 않다. 그러나 Suh [Dong-Woo Suh 2002] 등이 제시한 방법에 의해 마르텐사이트로부터 오스테나이트의 방위를 계산할 수 있으며 이를 통해 페라이트가 K-S 방위 관계를 얼마나 만족되는가를 어긋남각(misorientation)을 통해 정량적으로 평가할 수 있었다. 또한 Kang [J.-H.Kang 2003] 등의 논문에 따르면 고망간 중탄소강에서 잔류 오스테나이트를 얻어 직접 페라이트 방위와 비교하여 K-S 방위 관계를 평가하는 것도 가능하다. 위 논문에서는 저탄소강과 중탄소강에서 직·간접적으로 얻어진 오스테나이트 방위로부터 페라이트의 방위 특성을 K-S 방위 관계로부터의 어긋남각을 통해 평가하였는데 변태 도중 외부 응력이 주어지는 경우에는 K-S 방위 관계가 어긋나는 것을 알 수 있다. 저탄소강에서 마르텐사이트로부터 간접적으로 페라이트의 K-S 방위 관계로부터의 어긋남각을 계산한 결과와 잔류 오스테나이트로부터 직접 얻어진 방위로부터 어긋남각을 계산한 결과를 그림 3.3.2-35에 나타내었다.

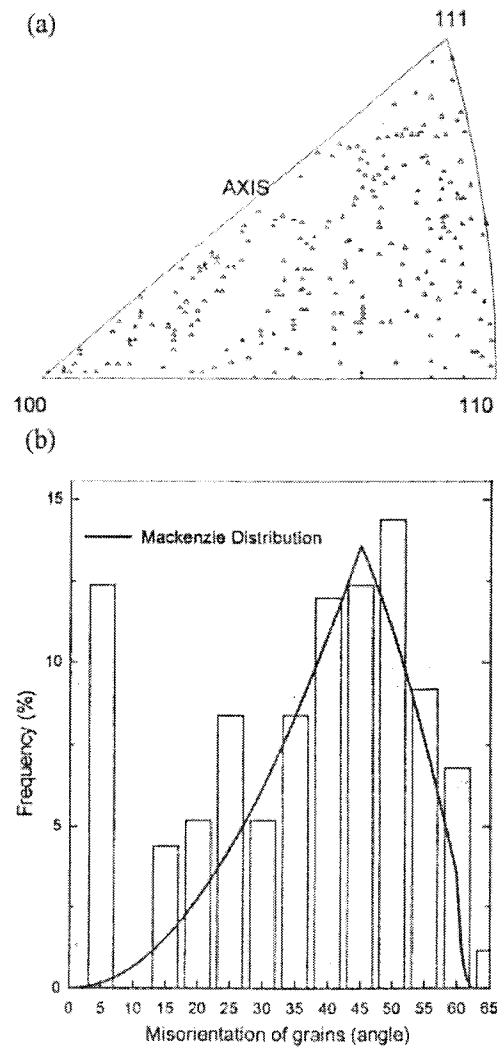


Fig. 3.3.2-34. Inverse pole figure showing misorientation axis distribution (a) and diagram showing frequency of misorientation angle (b) of neighboring ferrite grains in specimen deformed by 80% at $Ar_3+10^\circ C$ and cooled at $10^\circ C/sec$ [S.W.Lee 1998]

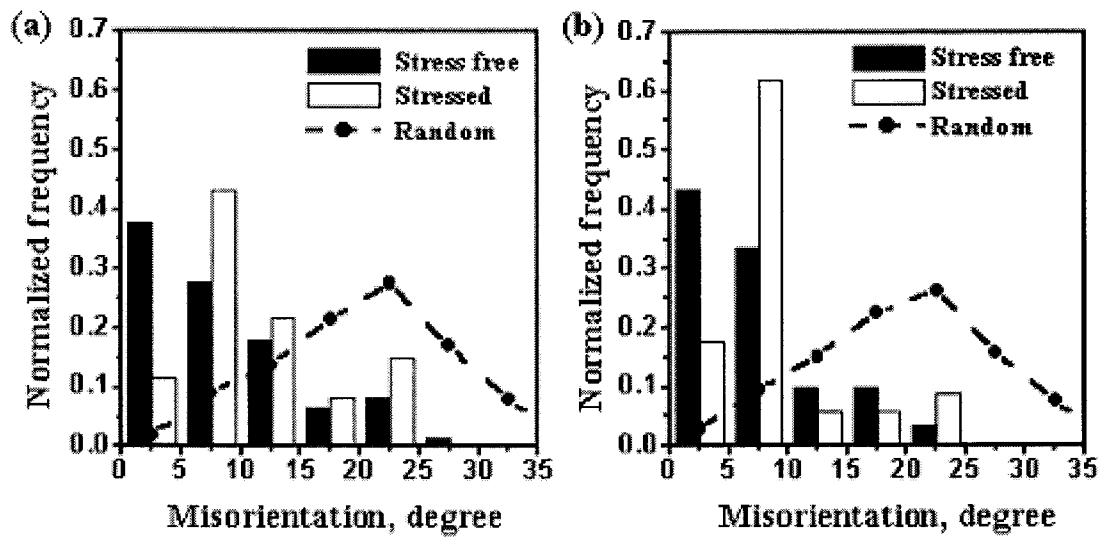


Fig. 3.3.2-35 . Distribution of deviation angle of ferrite from K-S relationship: (a) A, (b) B

4.. Ni-30Fe 합금을 이용한 오스테나이트 변형 거동 예측

오랫동안 철강 연구에 있어서 고온 변형 중 오스테나이트에서 일어나는 가공경화, 회복 및 재결정 기구를 연구하는 것이 중요한 연구 분야 중에 하나였다. 그러나 저탄소강에서는 급냉을 하게 되면 마르텐사이트 변태가 일어나게 되므로 직접적으로 오스테나이트의 변형 거동을 살피는 것은 불가능하다. 결과적으로 오스테나이트에서 일어나는 변형 기구에 대한 연구는 유동 곡선 해석이나 페라이트 집합조직과 같은 간접적인 방법을 통해서 이루어졌다. 또 하나의 오스테나이트 변형 거동을 해석하는 방법으로 오스테나이트계 스테인레스의 변형 특성을 가지고 실험하는 것으로 직접적으로 오스테나이트의 변형 거동과 연관하여 해석을 하였다. 그러나 이런 모델 합금의 적층결합 에너지는 저탄소강에 비해 현저히 낮기 때문에 그 유용성에 있어서 한계가 있다. 적층결합 에너지는 변형 거동에 있어서 중요한 영향을 미치는 인자로서, 결정립 크기나 합금 원소가 고정되어 있으면 비슷한 적층결합 에너지를 가지는 재료는 비슷한 변형 거동을 보인다고 알려져 있다[H.J.McQueen 1975].

니켈 합금은 고온에서 저탄소강의 오스테나이트와 적층결합 에너지가 비슷하여 오스테나이트의 집합 조직을 연구하는 모델 합금으로 쓰여지기도 했다[R.K.Ray 1990]. 본 연구에서는 Charnock 등에 의해서 고온의 저탄소강 오스테나이트의 적층 결합 에너지와 비슷하다고 알려져 있는 Ni-30Fe를 사용하여 실험을 하였다[C.C.Bampton 1978]. 그림 2-6에서 철과 니켈의 조성에 따른 적층 결합 에너지의 변화를 나타내었다. 이 모델 합금은 순수 철의 1100°C에서의 적층결합 에너지와 비슷하다고 계산되었다. 따라서 이 모델 합금은 오스테나이트의 고온 변형 시의 미세조직 및 집합 조직 등을 연구하는데 바람직하다고 여겨진다. 그림 3.3.2-36에 따르면 Ni-30Fe 합금의 적층 결합 에너지는 약 75mJ/m^2 이며 304 스테인레스강 (21mJ/m^2), 310 스테인레스강 ($\sim 50\text{mJ/m}^2$) [C.C.Bampton 1978]에 비해 고온에서 오스테나이트의 적층 결합 에너지와 거의 흡사하다.

Ni-30Fe 합금을 이용한 고온 오스테나이트 변형 거동 예측 연구는 여러 연구자들에 의해 수행되어 왔는데, 특히 Hurley 등 [P.J.Hurley 1998, P.J.Hurley 2001]은 초미세 페라이트 생성 기구 연구에 저탄소강과 함께 Ni-30Fe 모델

합금으로 오스테나이트 변형 거동 및 페라이트 변태 거동을 동시에 조사하였다. 압축, 압연 및 비틀림 실험을 통해 실험을 수행하였으며, 고온에서 저탄소강과 Ni-30Fe 강의 유동 곡선을 비교하여 두 합금의 고온 거동이 비슷하여 오스테나이트의 변형 거동을 모사하는데 Ni-30Fe 합금이 타당성이 있다는 것을 검증한 바 있다. 고온에서 변형된 Ni-30Fe 합금은 변형 마이크로 띠(deformation microband)와 같은 변형대가 내부에 잘 발달되어 있고, 이런 변형대가 저탄소강의 동적 변태에 있어 중요한 핵생성 자리로 작용하는 것으로 생각된다. 압연된 Ni-30Fe 모델 합금에서는 압연 면(rolling plane)에 대해서 20~50° 기울어져 밴드가 형성되어 있는 것이 거시적으로 관찰되었으며, 각각의 마이크로 전단띠(microshear band) 내에는 아주 작은 크기의 등축 전위방 (equiaxed dislocation cell)이 존재하고, 이런 마이크로 밴드를 기준으로 15° 이상의 어긋남각을 투과전자현미경 (Transmission Electron Microscope)을 통해 관찰하였다. 이런 국부적인 격자의 비틀림으로 인해 고경각 계면을 가지는 마이크로띠는 압연 롤과 시편과의 큰 냉각 속도에 의해 생기는 과냉도 만큼이나 큰 페라이트 변태 구동력을 가진다고 보여진다. 즉, Hurley 등은 과냉도에 의한 열역학적인 구동력으로 인한 페라이트 핵생성 증가 및 핵생성 자리 밀도의 증가가 혼재되어 처음부터 미세한 페라이트 변태를 시키는 충분한 여건을 제공하고 있다고 해석하고 있다. 또한 최근의 Hurley 등의 연구에 의하면 [P.J.Hurley 2002] 비틀림 시험에 의한 Ni-30Fe 합금의 미세조직은 변형률이 크면 클수록 마이크로 밴드가 더 명확하게 발달하며 전단 오프셋(shear offset)이 생성되는 것을 관찰하였다. 그림 3.3.2-37에 변형률에 따른 Ni-30Fe 합금의 투과전자현미경 조직을 나타내었다. 1250°C에서 300초간 유지 후 750°C에서 변형시킨 조직이다. (c)에서 볼 수 있듯이 변형률 1.0 정도가 되면 마이크로 밴드가 좀 더 뚜렷하게 발달하며 한 세트의 마이크로 밴드는 계면을 경계로 서로 어긋나 있는 전단 오프셋 형상을 띄게 된다. 마이크로 밴드 세트 사이에는 어긋남각이 최대 8°까지 분포한다는 것도 관찰하였다.

또한 Hughes와 Nix [D.A.Hughes 1989]가 Ni-Co 합금을 가지고 비틀림 시험을 한 결과에 의하면 Ni-30Fe 합금과 비슷하게 층층이 마이크로 밴드의 생성이 변형률이 커질수록 더욱 우세하게 나타낸다는 보고를 하였는데, 변형률이 증가하면 할수록 마이크로 밴드간의 간격이 더 촘촘하다는 것을 투과전자현미경을 통하여

관찰하였다. 이런 결과로 미루어 볼 때 변형률이 클수록 단위 면적당 페라이트 우선 핵생성 자리인 마이크로 밴드의 양이 늘어나므로 미세한 페라이트를 얻는데 타당성이 있음을 간접적으로 알 수 있다.

한편 Suh 등도 Ni-30Fe 합금을 이용하여 오스테나이트의 재결정 및 회복에 관한 연구를 하였다[D.-W.Suh 2002]. 모델 합금을 이용하여 변형률, 변형 속도, 변형 온도를 달리하며 압축 실험을 하였는데 고온에서 변형하거나 변형 속도를 작게 할수록 재결정이 우세하였고, 낮은 온도나 변형 속도가 큰 경우에는 회복된 조직이 관찰되었다. 또한 오스테나이트의 톱니 모양(serration)으로 된 입계의 상호 관통(interpenetration), 즉 기하학적 재결정 (geometric recrystallization)은 회복된 등축 결정립으로 설명하는 개념으로 설명하였다. 그림 3.3.2-38은 온도와 변형률에 따라서 Ni-30Fe의 조직이 어떻게 변하는 가를 모식적으로 나타낸 것이다.

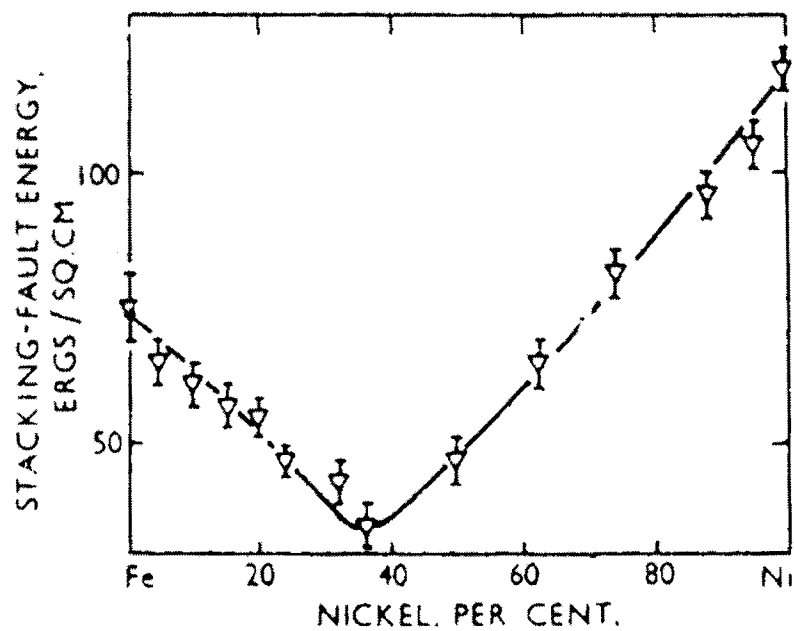


Fig. 3.3.2-36. The variation of stacking-fault energy across the iron-nickel system

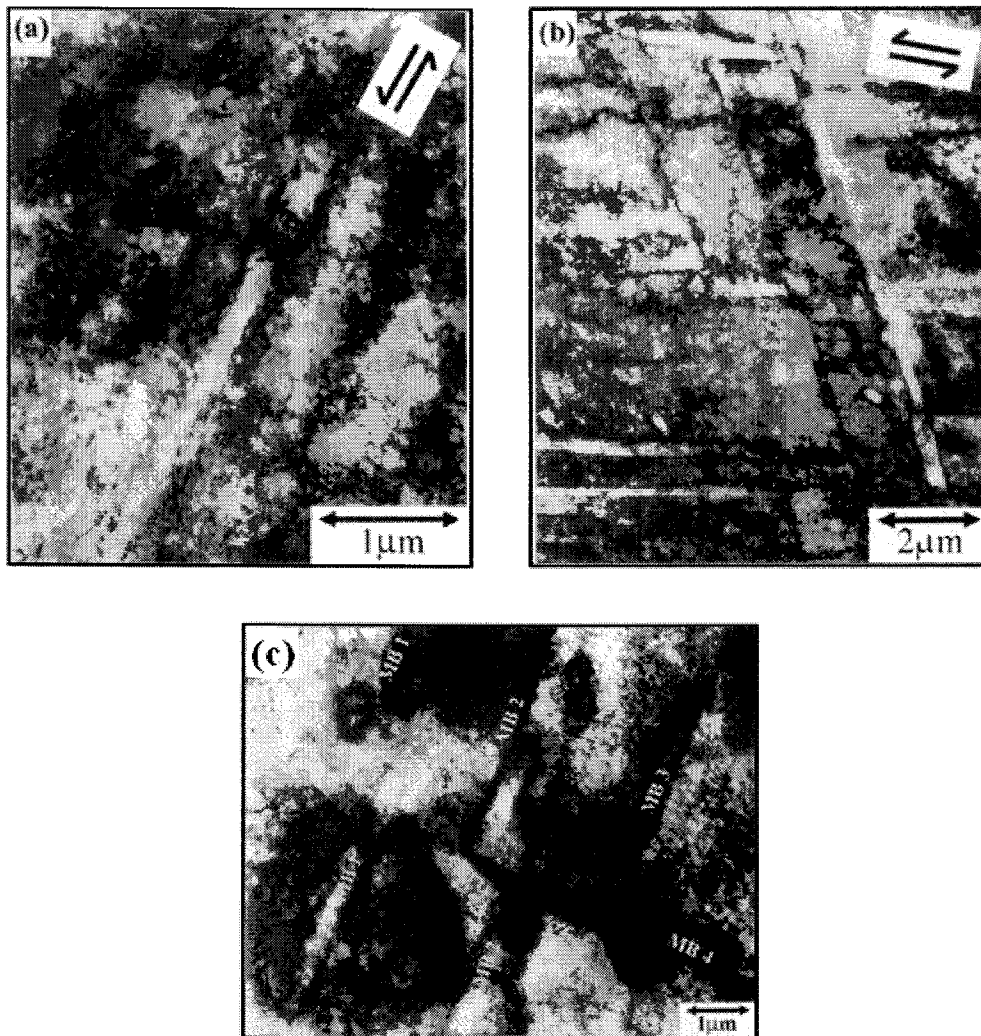


Fig. 3.3.2-37. Transmission electron micrographs of the substructure of Ni-30Fe alloy deformed to a strain of (a) 0.35 (b) 0.70 (c) 1.0. Double arrows indicate the direction of applied shear stress. (c) shows the point of intersection between two sets of microbands

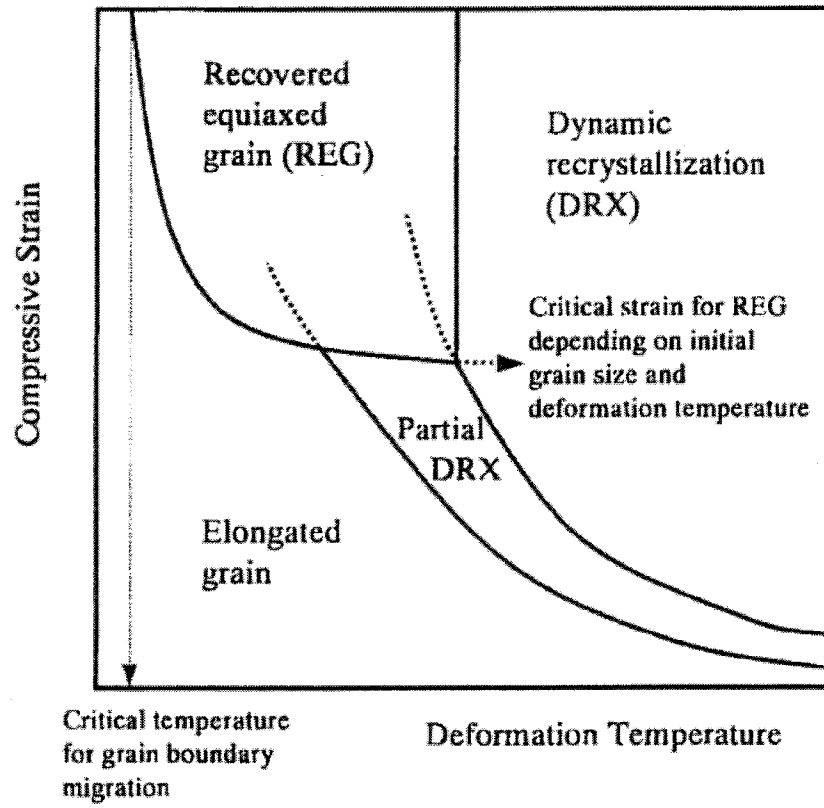


Fig. 3.3.2-38. A sketch of a microstructural evolution map during hot deformation

(5). 동적 변태에 의한 페라이트 결정립 미세화 방안

오스테나이트로부터 페라이트 핵생성을 극대화시킴으로서 페라이트의 결정립을 미세화시키는 방법으로 오스테나이트의 강압하와 가속냉각, 오스테나이트의 다축변형, 페라이트 핵생성 다변화 기술, 변형유기 페라이트 변태를 이용하는 기술등이 있다.

오스테나이트의 강압하와 가속냉각에 따른 페라이트 결정립 미세화는 가장 효과적인 페라이트 결정립 미세화 방법으로 알려져 있다. 오스테나이트 강압하에 얻어지는 페라이트 결정립들간의 결정립계 성격이 주로 대각입계인 것으로 관찰[S.W.Lee 1998]되는 것으로 보아 최종 미세조직은 페라이트 핵생성 속도의 증가에 의해서 지배되는 것으로 보인다.

한편 변태전 오스테나이트의 결정립 크기와 페라이트 결정립 크기와는 밀접한 관계가 있는데 그것은 오스테나이트 결정립계가 페라이트 변태의 주된 핵생성 자리로 작용하기 때문이다. 따라서 변태전 오스테나이트 결정립 크기를 감소시킴으로써 페라이트 결정립 크기를 미세화 할 수 있는데 이러한 방법으로 오스테나이트의 제어압연, 재결정 제어압연 기술들이 있다.

제어압연 기술은 Ti 이나 Nb과 같은 미량 원소 석출물의 pinning 효과를 이용하여 오스테나이트 결정립 성장을 억제하여 결정립 미세화를 이루고 또한 오스테나이트의 재결정 온도를 상승시켜 열간압연이 미재결정 영역에서 진행되게 함으로써 오스테나이트 내부에 변형띠를 형성시켜 페라이트 변태시의 핵생성을 촉진시켜 미세한 페라이트 결정립을 얻을 수 있다는 것에 근거를 두고 있다. 그러나 변태전 오스테나이트 결정립 크기를 미세화하는 것만으로는 1 μ m 수준의 매우 미세한 페라이트 결정립을 얻기에 미흡하므로 페라이트 핵생성을 극대화 할 수 있는 방법 중에 하나인 비대칭압연에 대한 연구가 필요하다고 하겠다.

(6). 오스테나이트의 강압하에 의한 페라이트 동적변태

오스테나이트 미안정 영역에서의 변형에 의한 변형유기 페라이트 변태는 오스테나이트의 변형량이 작은 경우에는 정적변태로 진행되지만 변형량이 커질수록

동적변태의 역할이 중요하다고 알려져 있다. 동적변태에 의한 페라이트의 핵생성 속도의 급속한 증가는 변태중의 응력의 작용이라는 동적효과에 따른 것으로 생각되어지고 있다.

오스테나이트의 변형 중에 변태가 이루어지는 동적변태의 경우에는 페라이트 변태가 진행되는 동안에 계속적인 1축 하중 상태가 유지되게 되는데 $\gamma \rightarrow \alpha$ 변태에서와 같이 부피의 변화를 수반하는 변태에 있어서 변태 중 계속되는 하중은 페라이트의 핵생성 및 성장에 큰 영향을 미칠 수 있다. 오스테나이트의 미재결정 영역에서의 변형은 전위밀도 증가에 의한 핵생성 구동력의 증가와 탄소 확산 속도의 변화와 페라이트 핵생성 자리수의 증가와 같은 요인에 의해서 페라이트의 핵생성을 증가시킨다고 알려져 있다[M.Umemoto 1985]. 현재까지 오스테나이트의 미재결정 영역에서의 변형이 페라이트 핵생성 속도에 미치는 가장 중요한 요인은 오스테나이트 결정립내의 페라이트 핵생성 자리수의 증가에 있다고 알려져 있다. 오스테나이트가 변형을 받지 않은 경우에 대부분의 페라이트 결정립들은 오스테나이트 결정립계에서 핵생성하고 성장하게 되는데 미재결정 영역에서의 변형은 오스테나이트 결정립의 연신에 의한 결정립계 면적의 증가, 오스테나이트 단위면적당의 핵생성 자리수의 증가 그리고 변형띠(deformation band)와 같은 결정립 내부의 추가적인 핵생성 자리의 형성등을 촉진시켜 페라이트 핵생성 속도의 증가를 유발한다고 보고되어 있다[M.Umemoto 1990].

일반적으로 강재의 표면에는 내부에 비해서 매우 미세한 페라이트 결정립들이 관찰되는데 그것은 다양한 형태의 변형에 의해서 강재의 표면이 내부보다 변형량이 집중된 결과이다. 그리하여 강재의 변형을 집중시키기 위해 평면변형이 발생하는 대칭변형보다는 전단변형이 발생할 수 있는 비대칭 압연이 적절하다고 본다. 또한 Saito 등[Y.Saito 1986]에 의해서 보고된 바에 따르면 두께 방향으로의 유효변형량 분포를 살펴보면 표면부근의 유효변형량이 중심부보다 약 5~6배 정도 높은 것을 알 수 있는데 이것은 롤과 강재의 마찰에 의하여 강재의 표면에 전단변형이 집중되었기 때문이다.

(7). 비대칭 압연

(가). 비대칭 압연에 의한 페라이트 결정립 미세화

비대칭 압연은 상부롤과 하부롤의 크기를 달리하는 경우와 롤속도를 달리하는 경우로 나눌 수 있다. 롤속도가 다른 경우의 특별한 경우로 하부롤은 구동시키지 않고 상부롤만은 구동시키는 경우가 있다. 그림 3.3.2-39는 비대칭 압연을 나타내었다. 비대칭압연은 롤의 표면과 시편사이의 마찰에 의한 전단응력으로 발생하는 전단변형을 최대로 하여 페라이트 핵생성을 극대화하기 위한 공정이다.

일본의 나카야마 제철소에서는 압연시 발생하는 가공발열의 최소화와 압연 하중과 압연 토크를 최소화하기 위하여 롤의 크기를 줄이고 백업 롤(back up role)을 설치하여 페라이트 결정립 미세화를 시도하였다[倉橋降郎 2001]. 또한 Hurley등[P.J.Hurley 2002]은 저탄소강을 이용하여 비틀림 시험을 통해 675°C의 변형온도와 변형률 2.0의 조건에서 대략 1 μ m 정도의 페라이트 결정립을 얻었다고 보고하고 있다.

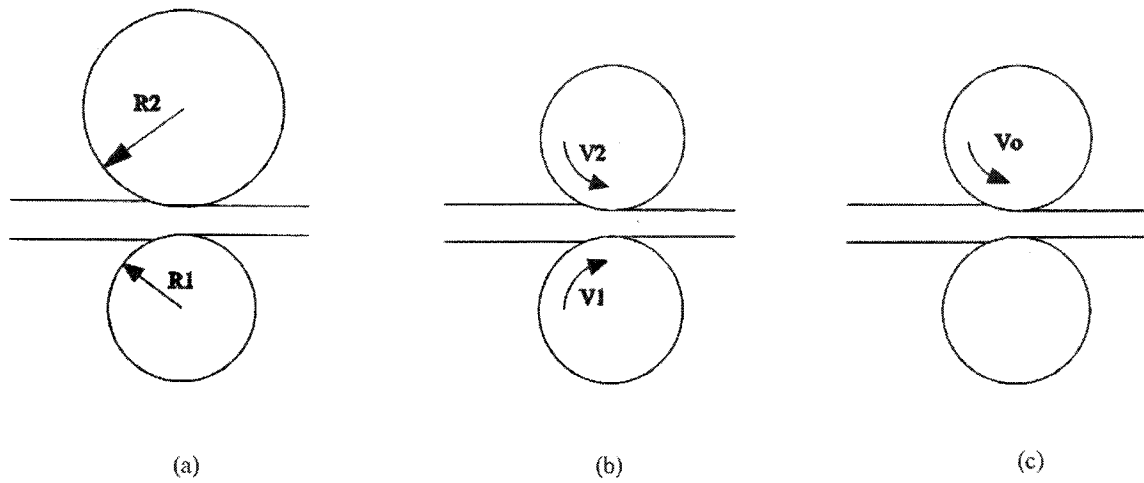
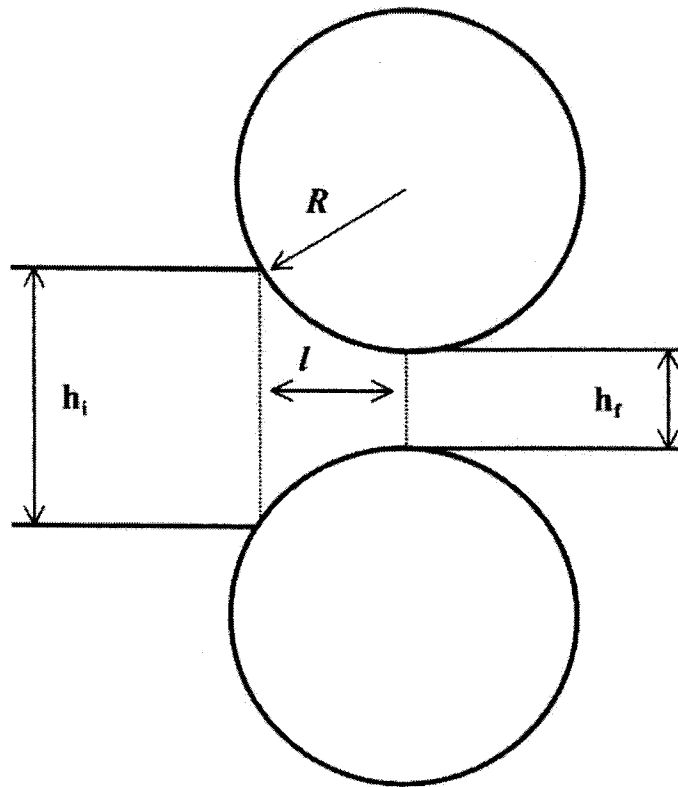


Fig. 3.3.2-39. Asymmetric rolling due to (a) role size ratio (b) roll speed ratio (c) single-drive rolling



$$l = \sqrt{R(h_i - h_f) - (h_i - h_f)^2 / 4}$$
$$d = (h_i + h_f) / 2$$

Fig. 3.3.2-40. Definitions of l and d

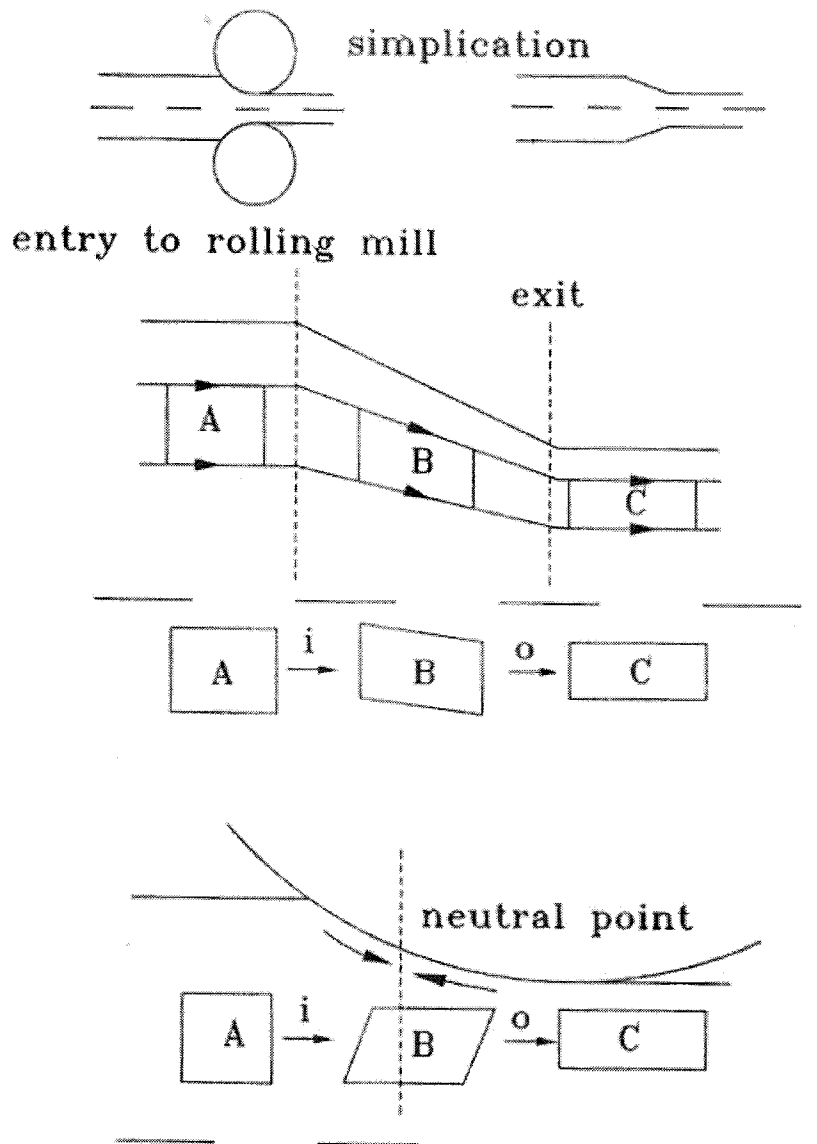


Fig. 3.3.2-41. Schematic diagram of rolling process [C.S.Lee 1991]

다. 실험 방법

(1). 시편의 준비

아래의 표 3.3.2-5에 저탄소강에서 동적 변태 페라이트와 정적 변태 페라이트의 방위 특성 및 비대칭 압연 거동을 조사하기 위한 시편 및 오스테나이트의 변형 거동을 알아보기 위해 사용한 Ni-30Fe 합금의 화학조성을 나타냈었다.

강종	C	Mn	Si	Ti	B	Al	Fe	Ni
B1	0.14	1.23	0.25	0.01	0.00	0.00	Bal.	
	4			2	33	6		
B2	0.10	0.25	1.57	0.02	0.00	0.00	Bal	
	3	9		4	14	8		
Ni-Fe 합금						0.02	29.9	70
						5	8	

Table 3.3.2-5. Chemical compositions of specimens (wt.%)

기본적인 조성은 일반 저탄소강의 조성이며, 페라이트 변태를 억제하여 저온까지 오스테나이트 상을 유지하기 위하여 B1과 B2에는 소량의 보론을 첨가하였다. Ti는 질소를 고정하여 TiN을 내부에 생성시키기 위해 첨가하였고, Al은 탈산제로 첨가하여 최대한 보론이 오스테나이트에 고용되게 하였다[J.E.Morrall 1980]. 동적 변태 페라이트와 정적 변태 페라이트의 방위 특성을 알아보기 위해 B1강을 사용하였으며 비대칭 압연에 의한 페라이트 동적 변태 거동은 B2강을 사용하였다. 또한 저탄소강과 적층 결함 에너지가 비슷하다고 알려진 Ni-30Fe 합금은 상온에서도 오스테나이트 조직을 유지하고 있어 오스테나이트 변형 거동을 예측하기 위해 사용하였다.

고주파 진공유도용해를 통하여 표 3.4.2-3의 조성을 가진 강괴를 각각 4kg(B1), 20kg(B2, Ni-Fe) 제조한 후 1200°C에서 24시간 동안 균질화 열처리를 하였고 스펙트로메터(spectrometer)를 이용하여 시편의 화학조성을 확인하였다. 균질화

열처리 후에 열간 단조를 통하여 B1과 Ni-Fe는 단면이 $\Phi 11\text{mm}$ 인 봉을 제작하고, B2는 길이 250mm, 폭 17mm, 두께 8mm인 육면체 시편을 제작하여 이로부터 그림 3.3.2-42와 같은 압축, 압연시편을 제작하였다.

(2) 고온 압축 실험

오스테나이트의 변형에 의한 페라이트 변태 거동을 조사하기 위해서 그림 3.4.2-13와 같은 고온변형 모사장치(Thermec-master Z)를 사용하여 고온 압축 실험을 행하였다. 그림 3.3.2-44은 압축 실험을 위한 저탄소강의 열처리 경로를 나타낸다. 상온에서 1200°C까지 5°C/s의 승온 속도로 가열 후에 보론을 완전히 용해시키기 위해서 [J.E.Morrall 1980] 1200°C에서 5분간 유지하였다. 유지 후 변형 온도 700°C까지 2°C/s으로 냉각하고 변형속도 $\dot{\epsilon} = 10/\text{s}$ 의 조건에서 결보기 변형률 20, 50%의 압축률로 압축하였다. 변형 후 정적 변태 페라이트를 얻기 위해 20% 압축시에는 30초간 700°C에서 등온 유지하고, 50% 압축시는 20초간 등온 유지하였다. 이후 He 가스를 이용하여 급냉하였다. 오스테나이트 결정립 크기는 약 300 μm 정도이다.

또한 고온에서 저탄소강과 적층 결합 에너지가 비슷하다고 알려져 있는 Ni-30Fe 합금에서의 오스테나이트 변형 거동을 살펴보기 위해 고온 압축 실험을 행하였다. 보론 첨가 저탄소강 오스테나이트의 변형거동과 비교하기 위해 변형 전 결정립 크기를 300 μm 으로 맞추기 위해 그림 3.4.2-15와 같이 상온에서 1200°C까지 5°C/s의 승온 속도로 가열 후에 1200°C에서 1분간 등온 유지 하였다 이후 700°C까지 10°C/s로 냉각시킨 후 $\dot{\epsilon} = 10/\text{s}$ 의 속도로 50%의 변형을 가한 뒤 상온까지 수냉하였다.

(3) 비대칭 압연

오스테나이트의 변형에 의한 페라이트 변태 거동을 조사하기 위해서 그림 3.3.2-46과 같은 압연기를 이용하여 비대칭 압연을 하였다. 상부롤과 하부롤의 롤 크기

비율이 1.5:1인 경우와 몰속도 비율이 1.5:1인 경우에 대해 실험하였다. 그림 3.3.2-47은 비대칭 압연 실험의 열처리 경로를 나타낸다. 압연 시편을 1150°C 로 가열된 로에 바로 장입한 후 보론을 완전히 용해하기 위해서 1150°C에서 10분간 유지하였다. 유지 후 각각 600, 650, 700°C까지 공냉을 하여 압연을 하였다. 압연 후 시편은 급냉을 하였다. 한편 오스테나이트의 결정립 크기가 작을 때의 동적 변태 거동을 비교하기 위해 오스테나이트화 온도를 1000°C로 유지하였다.

압연 시편은 크기가 다소 커서 시편 내부와 표면부의 온도차이가 크므로 본 실험에서는 시편 내부 온도를 기준으로 실험하기 위해 그림 3.3.2-48 (a)와 같이 열전대를 장치하여 시편 내부와 표면부의 온도를 공냉시키면서 측정하였다. 사용한 열전대 크기는 지름 2.3mm 크기였으며 K 타입 열전대를 사용하였다. 그림 3.3.2-48 (b)는 시편 내부와 표면부의 온도 프로파일이다. 700°C 이하의 온도에서는 시편의 중심부와 표면부의 온도 차이가 평균적으로 50°C인 것을 알 수 있다. 본 실험은 시편 내부의 온도를 기준으로 압연 열처리를 수행하였다.

또한 압연 시편의 전단변형률을 측정하기 위해 시편의 중앙부에 ND 방향에 평행하게 구멍을 뚫은 후 철선 소재의 지름 1.2mm의 핀을 집어 넣었다.

(4). 미세조직 관찰

시편의 미세구조를 관찰하는데 광학현미경과 주사전자현미경을 사용하였는데 압축한 시편의 경우 시편을 압축 방향과 평행하게 절단하고 1/2두께 영역에서 미세조직을 관찰하였다. 또한 저탄소강 압연 시편은 TD 방향으로 절단한 후 1/2t과 1/4t 영역에서 조직을 관찰하였다. 시편을 마운팅한 후 사포로 연마하고 각각 3 μ m, 0.25 μ m 다이아몬드 용액을 이용하여 마무리 연마하여 거울면을 만들었다. 저탄소강의 경우는 3% 나이탈을 이용하여 연마면을 15~20초 정도 부식시켜 광학현미경 및 주사전자현미경(JEOL JSM 5600)으로 시편의 조직을 관찰하였다. Ni-30Fe 합금의 경우는 다이아몬드 용액을 이용한 최종 연마 방법까지는 동일하고 결정립 내부의 전단 변형띠를 관찰하기 위해 0.04 μ m의 실리카 콜로이드(Silica Colloidal) 용액으로 2분간 화학연마를 한 후, 염산 25ml, 빙초산 (Glacial acetic acid) 25ml, 증류수 5ml의 부식액에 화학적 부식을 20초간

수행하였다

압연 시편의 경우는 전단 변형률을 측정하기 위해 삽입한 핀을 TD 방향으로 절단하여 관찰하였다. 광학 현미경을 사용하여 관찰한 후 ND 방향에 대해서 뒤틀어진 각(Φ)을 측정하여, 전단 변형률 $\gamma = \tan \Phi$ 을 계산하였다.

(5) EBSD를 이용한 방위 측정

페라이트와 마르텐사이트의 방위관계를 측정하기 위해서 JEOL JSM-6300 주사전자현미경에 부착된 LINK ISIS OPAL EBSD 시스템을 사용하였다. EBSD 작업에서 우수한 Kikuchi 패턴 퀄리티를 얻기 위해 Struers사의 Lectropol-5를 이용하여 전해연마를 수행하였다. 보론 첨가 저탄소강은 전해연마에 앞서 2000번 메쉬의 사포연마까지 끝낸 후, 5% 퍼클로릭과 에탄올의 조성을 가지는 전해액을 사용하여 액체질소를 이용하여 -50°C 로 충분히 온도를 낮춘 후 전압 25V, 유량 속도 (flow rate) 20에서 25초간 전해연마를 하였다. 상을 구별하기 위해 전해연마 후 3% 나이탈로 약 10초간 부식시켰다.

한편 Ni-30Fe 합금은 저탄소강과 같이 5% 퍼클로릭과 에탄올로 구성된 전해연마액으로 전압 30V, 유량 속도 20, 25초간 전해연마한 후, 염산 25ml, 빙초산 (Glacial acetic acid) 25ml, 증류수 5ml의 부식액에 화학적 부식을 20초간 수행하였다. EBSD 매핑(mapping)은 JEOL JSM-6500F 고분해능 주사전자현미경에 부착된 Oxford INCA Crystal EBSD 시스템을 사용하였다. 1300×1024 12bit CCD 카메라를 장착하였고 매핑 작업은 256×256 픽셀(pixel)로 하였다. 측정시 결정 구조는 Ni (FCC) 구조로 하였으며 전압은 20kV로 하였다.

여 백

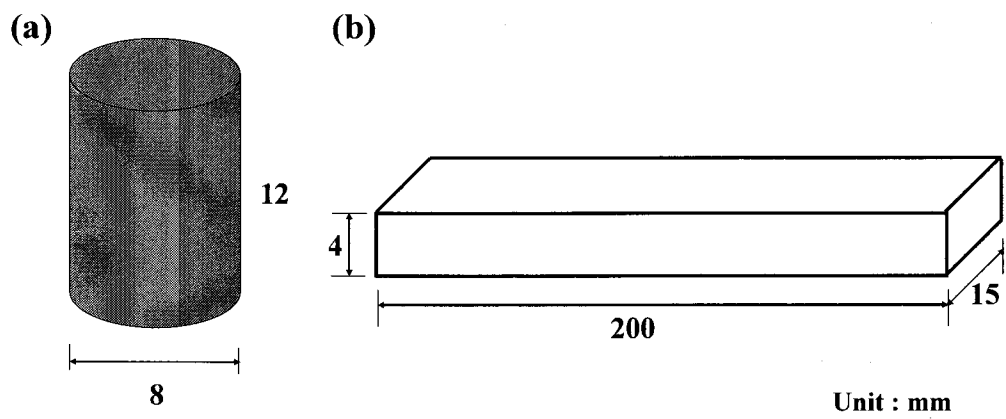
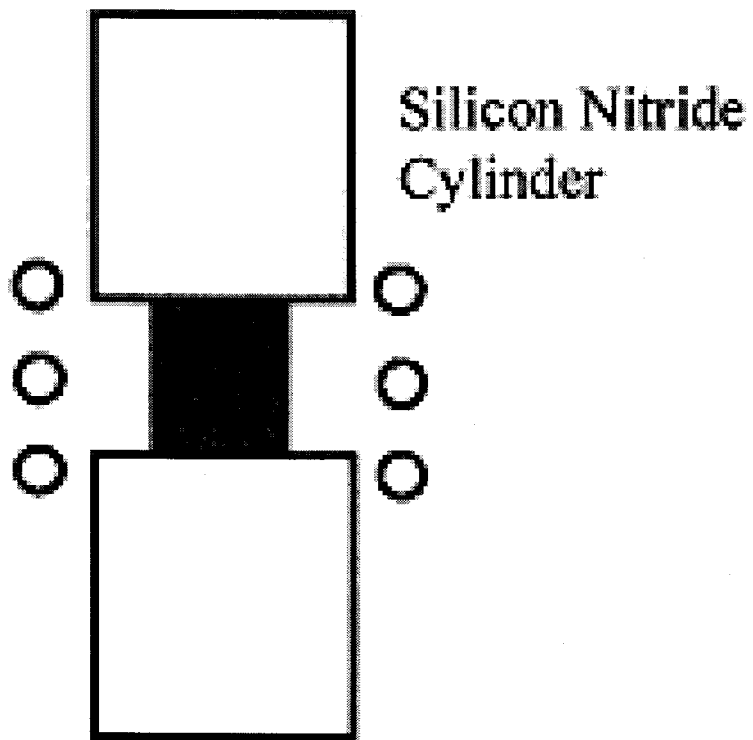


Fig. 3.3.2-42. (a) Hot compression specimen and (b) hot rolling specimen



Thermec-master Z

Fig.3.3.2-43 .Hot deformation simulator

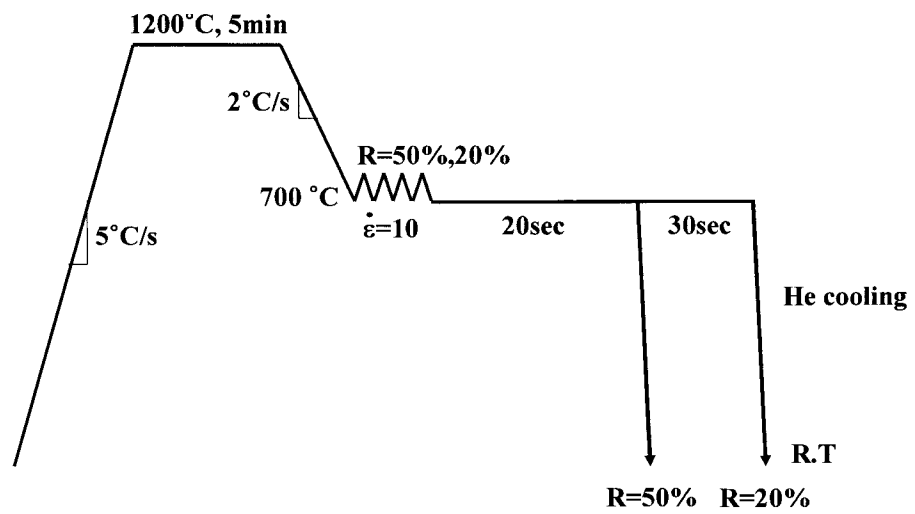


Fig. 3.3.2-44 Thermo-mechanical processing in low carbon steel for obtaining bimodal grain size distribution

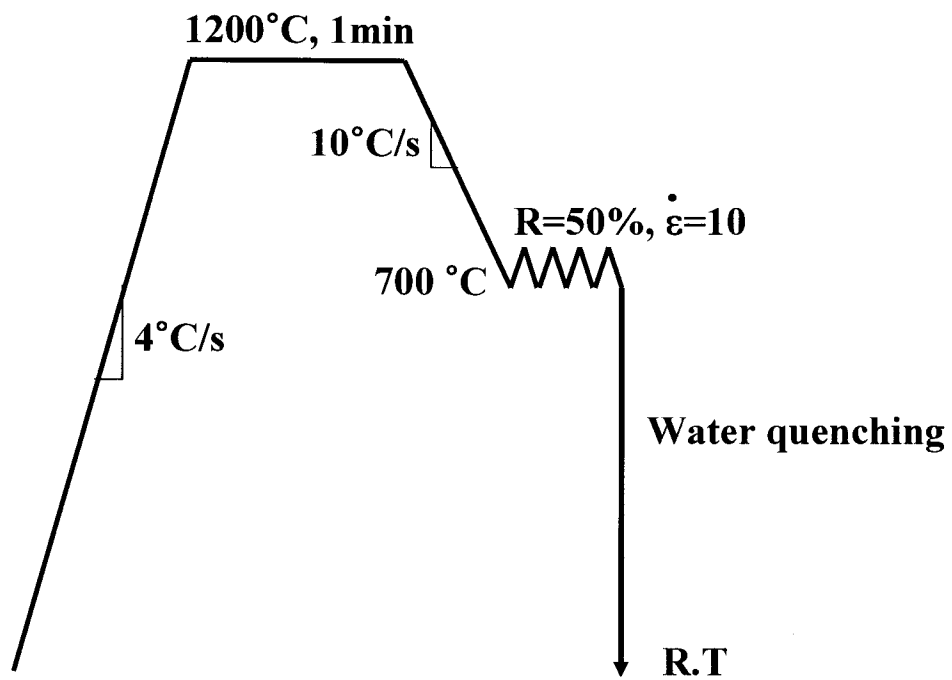


Fig. 3.3.2-45. Thermo-mechanical processing in Ni-30Fe alloy

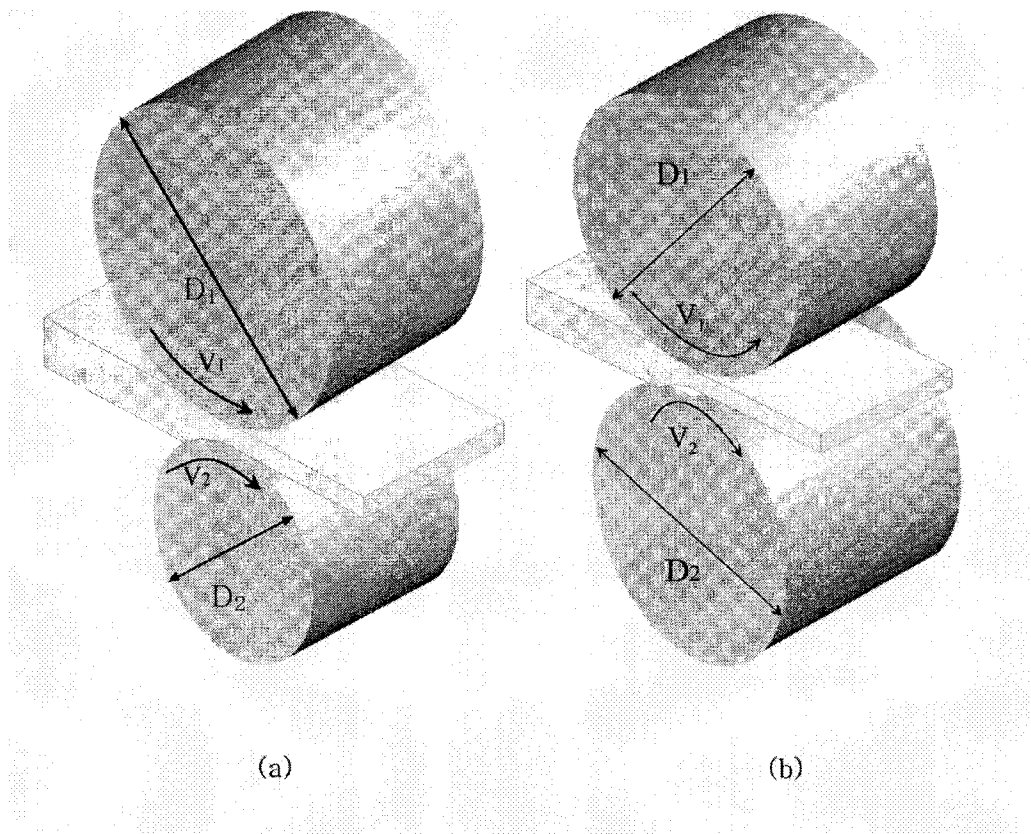


Fig. 3.3.2-46. Schematics of asymmetric rolling (a) different roll diameters at same rotation (b) different angular velocities at same roll diameter

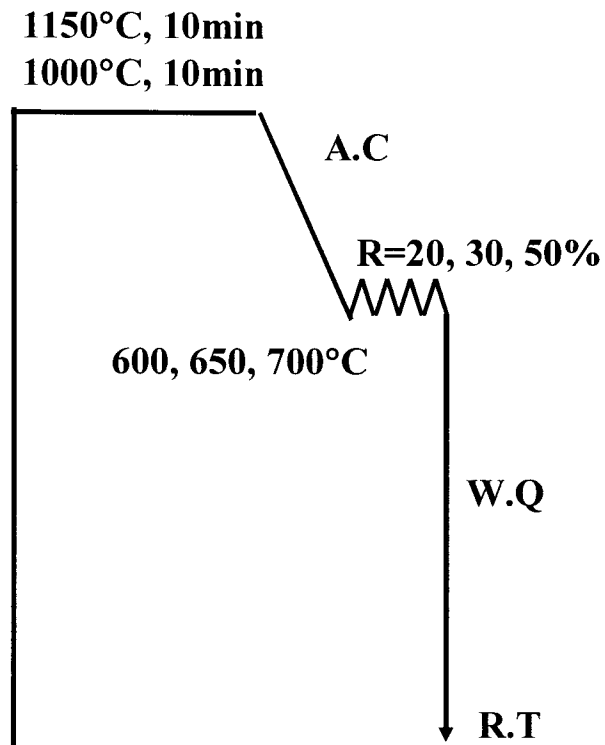
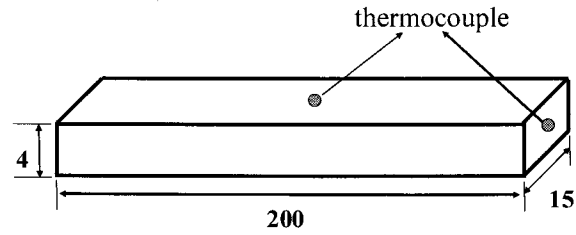


Fig. 3.3.2-47. Thermo-mechanical processing in low carbon steel for asymmetric rolling

(a)



(b)

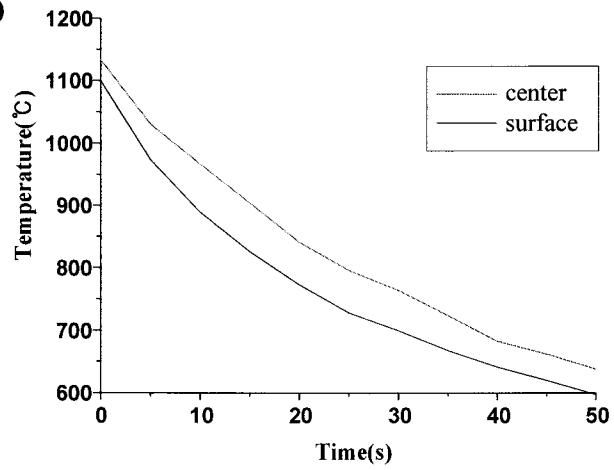


Fig. 3.3.2-48. (a) Schematic diagram for temperature measurement of center and surface region (b) temperature profile of center and surface region

라. 결과 및 고찰

(1). 동적/정적변태 페라이트의 미세조직

동적 변태 중의 오스테나이트 입계에 미세하게 핵생성된 페라이트와 냉각 도중 혹은 등온 유지 중에 입내 핵생성된 정적 변태 페라이트는 결정립 크기가 매우 다른 특징을 보인다. 이와 같이 바이모달(bimodal) 형태의 결정립 크기를 가질 때는 전 오스테나이트 결정립 크기가 매우 중요한 변수가 된다. 일반적으로 오스테나이트 결정립계에서 변형 도중 우선적으로 미세한 동적 변태 페라이트가 생성되고 난 후 등온 유지 구간 혹은 냉각 시에 입내에서 페라이트가 생성된다. 오스테나이트 결정립 크기가 큰 경우에는 미변태된 입내 잔류 오스테나이트 면적이 크기 때문에 정적 변태시 생성된 페라이트가 성장을 하여 결정립 크기가 크게 된다. 그러나 오스테나이트 결정립 크기가 작은 경우에는 입계에 미세한 동적 변태 페라이트가 변태되고 난 후 입내의 미변태 지역이 작기 때문에 정적 변태 페라이트가 생성된 후 성장에 큰 방해받기 때문에 입계와 입내의 페라이트 구분이 어려워지게 된다. 그림 3.4.2-19의 조직 사진에서 오스테나이트 크기에 따라 페라이트 결정립 크기 분포가 다르게 얻어진 것을 알 수 있다[W.-Y.Choo 2001]. 그림 3.4.2-19 (a)에서 볼 수 있듯이 오스테나이트 결정립 크기가 클 때는 변형 중 생성된 동적 변태 페라이트는 연신(pan-caked)된 오스테나이트 입계에 미세하게 분포하며 내부에는 그 이후 정적으로 변태된 페라이트가 비교적 조대하게 성장하게 된다. 그러나 (b)와 같이 오스테나이트 결정립 크기가 작은 경우는 입계에 페라이트가 변태된 후 입내에 잔류된 오스테나이트가 적기 때문에 페라이트 핵생성 속도가 작더라도 성장을 조금만 하면 입내 페라이트 간에 충돌(impingement)이 일어나 결정립 성장이 억제 된다. 따라서 입계에 미세한 페라이트와 같이 입내에도 미세한 결정립을 얻을 수 있어, 결과적으로는 전체적으로 균일하며 미세한 페라이트 조직을 갖게 되어 기계적 물성 측면에서는 훨씬 바람직하게 된다.

그러나 실제 압연 공정에서 미세 페라이트를 강압에 의해 생성시키는 것은 압연률의 부하 하중 등의 한계로 인해 제한이 따르게 된다. 따라서 여러 압연

공정을 통해 미세 페라이트를 제조하는 것에 초점이 맞춰지게 되었는데 압연 패스 간 필연적으로 생성되는 정적 변태 페라이트를 제어하는 것이 미세 페라이트 제조에 있어 핵심적인 조건이 되었다. 패스 간 생성되는 정적 변태 페라이트는 핵생성 속도가 동적 변태 페라이트에 비해서 느려서 결정립 간의 충돌이 일어나는 것이 쉽지 않기 때문에 성장이 많이 되며, 입계에 동적 변태된 미세한 페라이트에 비해서 조대한 결정립 크기를 가지게 되는 것이 일반적이다. 그림 3.3.2-49 (b)에서 보듯이 작은 오스테나이트 결정립 크기를 가지게 하여 전체적으로 미세하고 균일한 페라이트 결정립을 얻는 방법은 가장 효율적인 방법으로 생각되지만, 고온에서 오스테나이트의 결정 성장 속도가 크기 때문에 실제 공정상에서 제어하기는 쉽지 않다고 알려져 있다.

정적 변태 페라이트와 동적 변태 페라이트는 미세조직 상으로도 뚜렷하게 구별이 되고 핵생성 속도 및 성장 속도 측면에서도 다른 점이 많을 것으로 생각되지만 아직까지 구체적인 연구가 보고된 적은 없다. 본 논문에서는 조직 상으로 대별되는 동적/정적 변태 페라이트의 여러 특성 중에 방위 관계 측면에서 살펴보고 어긋남각 (misorientation)을 통해 K-S 방위 관계와 얼마나 잘 맞는지 정량적으로 결과를 도출하고 그 원인에 대해서 논의하고자 하였다.

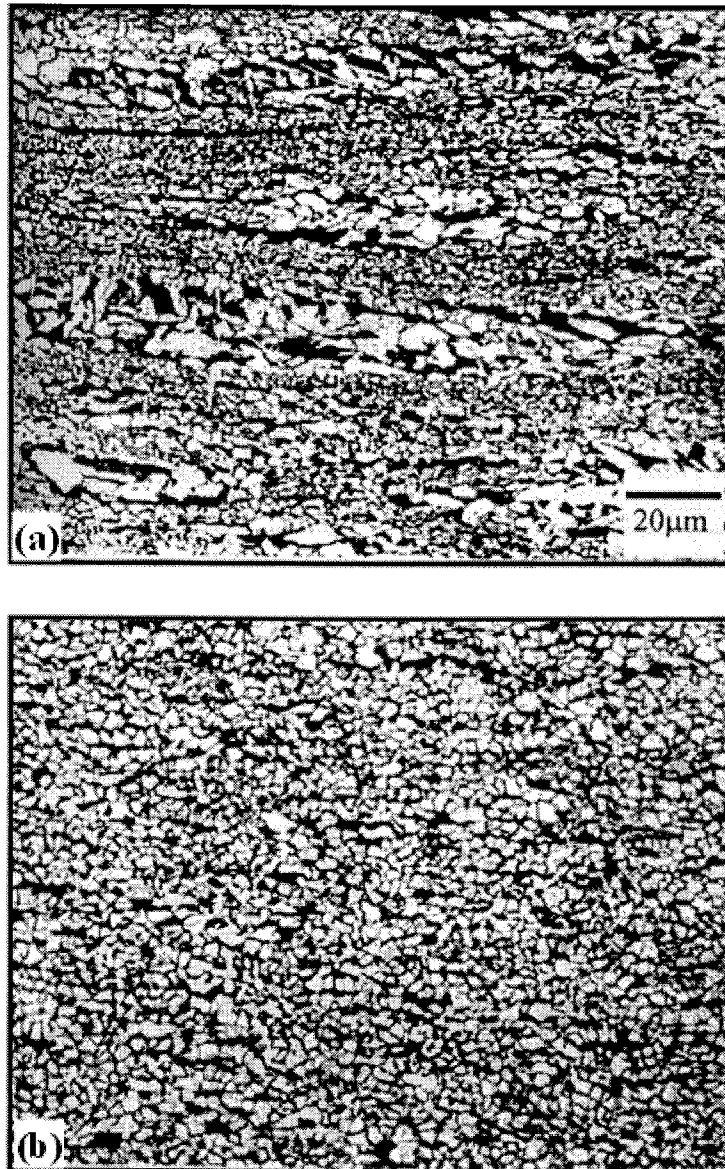


Fig.3.3.2-49. Bimodal grain size distribution of ferrite grains after slow cooling [W.-Y.Choo 2001]: transformed ferrites (a) from large austenite and (b) from small austenite

(2). 50% 압축한 시편에서의 동적/정적 변태 페라이트 방위 특성

저탄소강에서의 동적/정적 변태 페라이트 방위 특성에 대해서 1200°C에서 5분간 오스테나이트화 처리한 후 2°C/s로 Ar₃ 직상 온도인 700°C까지 냉각한 후 변형 속도 10/s, 50% 압축하여 동적 변태 페라이트를 생성한 후 정적 변태 페라이트를 얻기 위해 20초간 등온 유지한 후 He 가스로 상온까지 급냉하였다. 이 때 He 가스로 평균 60°C/s의 냉각 속도를 얻을 수 있었으며 이 실험에서 쓰인 보론 강은 경화능이 좋기 때문에 페라이트 변태가 종료된 후까지 변태되지 않은 잔류 오스테나이트는 상온까지 급냉하는 도중에 마르텐사이트로 변태 된다. 이와 같은 열처리를 통해 그림 3.4.2-20와 같은 조직을 얻을 수 있었다. 그림 4-2의 미세한 페라이트는 700°C에서 변형 도중 생성된 동적 변태 페라이트며, 미세한 페라이트에 둘러싸여 변태된 조대한 페라이트는 등온 유지 중에 생성된 것이다. 조직 상에 하얗게 보이는 부분은 잔류 오스테나이트가 급냉 도중 변태된 마르텐사이트 조직을 나타낸다. 700°C에서 강압하 하기 전의 오스테나이트 결정립 크기는 약 300 μ m 정도이며, 이 정도의 오스테나이트 결정립 크기에서 50% 압축하면 그림 3.3.2-39 (a)와 같이 바이모달(bimodal) 결정립 크기 분포를 갖는다.

그림 3.3.2-50와 같은 조직에서 입계에 생긴 미세한 페라이트를 동적 변태 페라이트로 추정하여 전 오스테나이트 입계 양쪽의 마르텐사이트 방위를 측정하여 그것들로부터 오스테나이트 방위를 유추하여 최종적으로는 오스테나이트와 페라이트 간의 K-S 방위 관계로부터의 어긋남을 정량적으로 측정할 수 있다. 또한 입내 페라이트 역시 입내의 마르텐사이트의 방위를 측정함으로써 같은 방법으로 얻을 수 있다. 페라이트의 K-S 방위 관계로부터의 어긋남각을 측정하는 방법은 앞에서 자세히 서술하였다.

Suh [Dong-Woo Suh 2002] 등이 제안한 방법으로, 입계에서 얻어진 동적 변태 페라이트와 입내에서 얻어진 정적 변태 페라이트의 K-S 관계로부터의 어긋남각을 그림 3.3.2-51에 나타내었다. 만약에 페라이트가 K-S 방위 관계를 정확히 만족한다면 어긋남각은 0°가 되어야 한다. 어긋남각이 적을수록 K-S 방위 관계를 잘 만족하는 것으로 생각할 수 있다. 그러나 그림 3.3.2-51에서 볼 수 있듯이

변형 중에 생긴 동적 변태 페라이트나 등은 유지 중에 생성된 정적 변태 페라이트 모두 K-S 방위 관계를 크게 벗어나는 것을 알 수 있다. 심지어 정적 변태 페라이트는 무질서하게 분포된 페라이트와 같은 분포를 보임으로서, 거의 랜덤(random)하게 분포하고 있다고 할 수 있다. 점선으로 나타낸 선은 페라이트가 무질서하게 무작위로 방위를 가질 때 갖는 계산상의 선이다.

Suh 등이 제안한 방법으로 페라이트와 오스테나이트의 방위 관계를 추정하기 위해서는, 오스테나이트의 변태상인 마르텐사이트와 오스테나이트가 K-S 방위 관계를 잘 만족한다는 가정이 필요하다. 또한 마르텐사이트로부터의 오스테나이트 방위를 추정하는 과정 중에 K-S 방위와 잘 맞는 마르텐사이트 패킷을 찾고 그것으로부터 오스테나이트 방위를 추정하게 되는데, 본 실험에서는 전체적으로 마르텐사이트가 K-S 방위 관계를 만족하지 않은 것을 알 수 있었다. 그림 3.3.2-52(a)에서 볼 수 있듯이 변형이 수반되지 않은 일반 저탄소강에서의 마르텐사이트의 K-S 방위 관계로부터의 어긋남각은 5° 이내에서 가장 많이 분포하며, 확산 변태에 의한 페라이트 보다 마르텐사이트 쪽이 훨씬 더 엄격하게 방위 관계를 만족하는 것을 알 수 있다. 이 결과는 마르텐사이트, 베이나이트, 애시콜라 페라이트와 같이 저온 조직에서 K-S 방위가 더 잘 맞는다는 Bhadeshia의 주장과 일치한다[H.K.D.H.Bhadeshia 1992]. 그러나 50% 압축한 저탄소강의 시편에서는 마르텐사이트의 방위가 오스테나이트와 정확히 K-S 방위를 만족하지 못하므로 그림 3.3.2-52 (b)와 같이 어긋남각이 크게 분포하고 있음을 알 수 있다. 즉, 대표 마르텐사이트 방위를 정확히 규정하지 못한다면 페라이트와 오스테나이트의 어긋남각 계산에 있어서 많은 오차를 줄 수 있으므로, 정확한 마르텐사이트를 얻어야 페라이트의 방위 특성을 정확히 규정지을 수 있다. 이와 같이 50% 압축된 오스테나이트에서 변태된 마르텐사이트가 K-S 방위 관계를 잘 만족하지 못한다는 결과로부터 변형된 오스테나이트의 국부적인 방위 변화가 저온상인 마르텐사이트의 핵생성 다변화를 일으킨다는 것을 알 수 있다. 따라서 페라이트 변태 전 오스테나이트의 변형 거동을 상온에서 관찰하기 위해 저탄소강의 오스테나이트와 적층 결함 에너지(stacking fault energy)가 75mJ/m^2 으로 비슷하다고 알려진 Ni-30Fe를 가지고[C.C.Bampton 1978] 오스테나이트 변형 거동을 간접적으로 살펴보았다.

또한 Ni-30Fe 합금에서의 오스테나이트 변형 거동에 대해서 고찰하였다.

앞에서 서술한 바와 같이 Ni-30Fe의 적층 결함 에너지는 고온의 오스테나이트의 그것과 비슷하므로 FCC 구조의 오스테나이트 변형 거동을 살펴볼 수 있어 유용하게 쓰이고 있다. 여기에서는 50% 압축한 저탄소강의 마르텐사이트 변태와 관련하여 변형된 오스테나이트 결정립 내의 방위 분포가 어떻게 되는지 정량적으로 알아보기 위해 Ni-30Fe를 가지고 실험하였다.

보론 첨가 저탄소강을 50% 압축했을 때, 마르텐사이트의 기준이 정확하지 않기 때문에 오스테나이트의 방위를 정확히 예측하기 어려웠다. 이는 오스테나이트의 변형으로 인해 방위가 변하여, K-S 방위를 잘 만족하면서 마르텐사이트 변태가 일어난다고 하여도 전체적으로 무질서한 방위를 보일 수 있기 때문에 오스테나이트의 대표 방위를 결정하는 것이 어렵기 때문이다. 이를 위해 Ni-30Fe 모델 합금의 변형 거동이 고온의 오스테나이트 변형 거동과 비슷하다는 가정 아래, 변형 후 결정립 내부에 어떤 방위 분포를 보이는지 EBSD로 정량적으로 측정하고자 하였다.

Ni-30Fe는 50% 압축 보론 첨가 저탄소강과 흡사한 오스테나이트 변형 거동 상태를 만들기 위해 동일한 결정립 크기로 성장할 수 있도록 열처리를 하였다. 상온에서 1200°C까지 4°C/s로 승온 시킨 후 결정립 크기를 300 μ m 정도로 하기 위해 1200°C에서 1분간 등온 유지시켰다. 이후 700°C까지 10°C/s로 냉각시킨 후 700°C에서 변형 속도 10/s로 50% 압축시킨 후 바로 수냉하여 상온까지 급냉시켰다. 이런 열처리 과정을 통해 변형된 Ni-30Fe 모델 합금의 중심부 사진은 그림 3.4.2-23와 같다. 그림 3.3.2-54에서 보여지는 Ni-30Fe의 변형 중심부는 Suh 등의 실험 결과에 의하면 약 2.1 정도의 변형률을 나타낸다[D.-W.Suh 2002]. 압축 방향에 수직으로 연신(pan-caked)된 결정립이 관찰되며 내부에 전단 변형띠(shear deformation band)가 잘 발달되어 있다. 그림에 하얀색으로 표시된 화살표는 전단 변형띠들을 가리킨다.

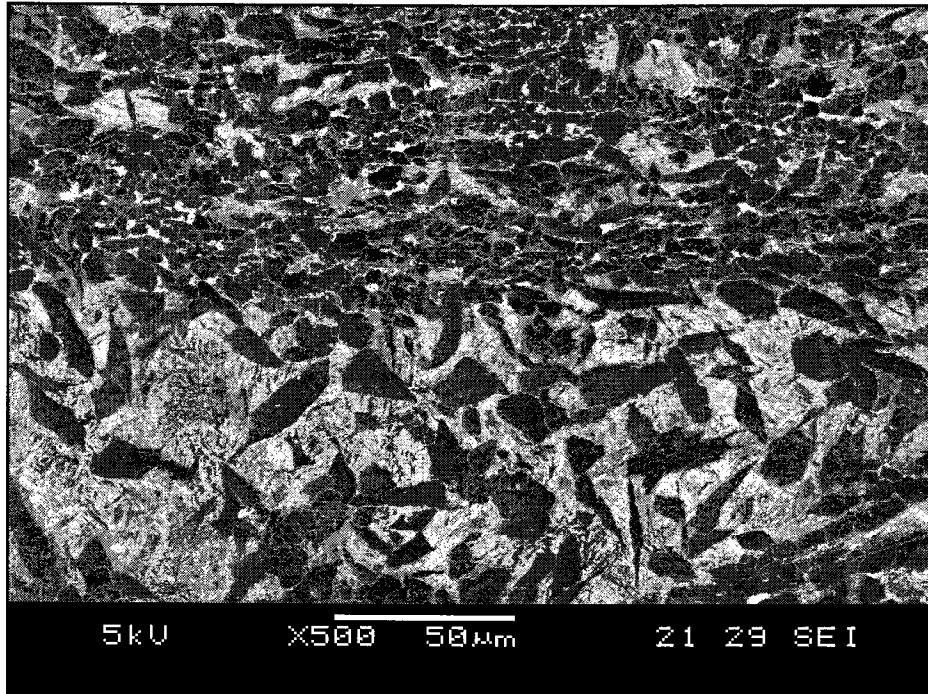


Fig. 3.3.2-50 Microstructure of low carbon steel when deformed at a reduction ratio of 50%

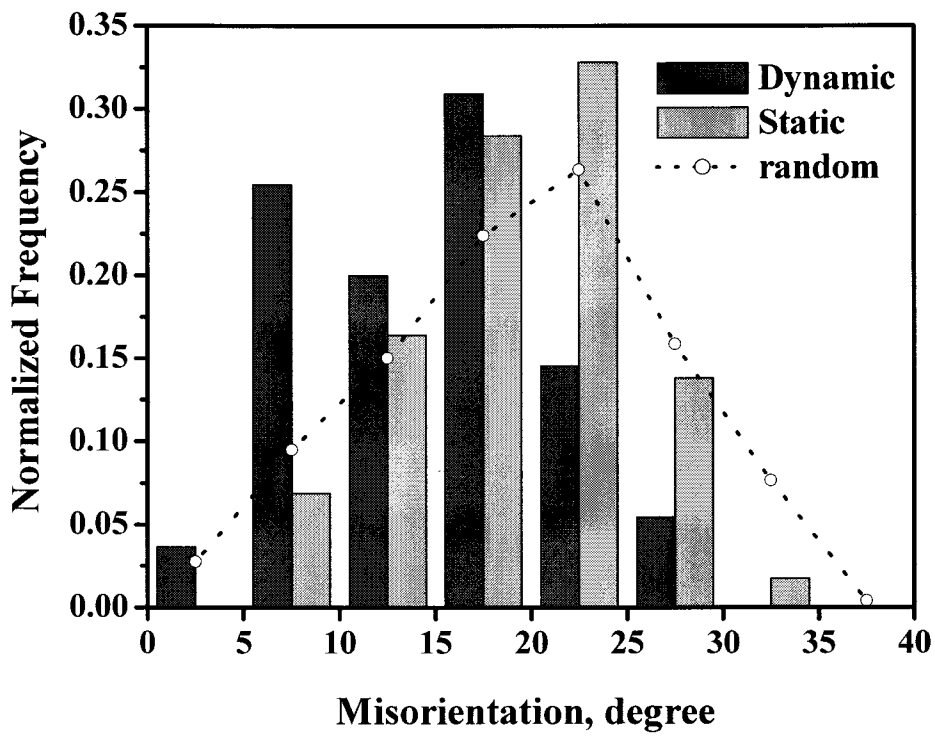


Fig. 3.3.2-51. Misorientation distribution of ferrites from K-S relationship when deformed at a reduction ratio of 50% in low carbon steel

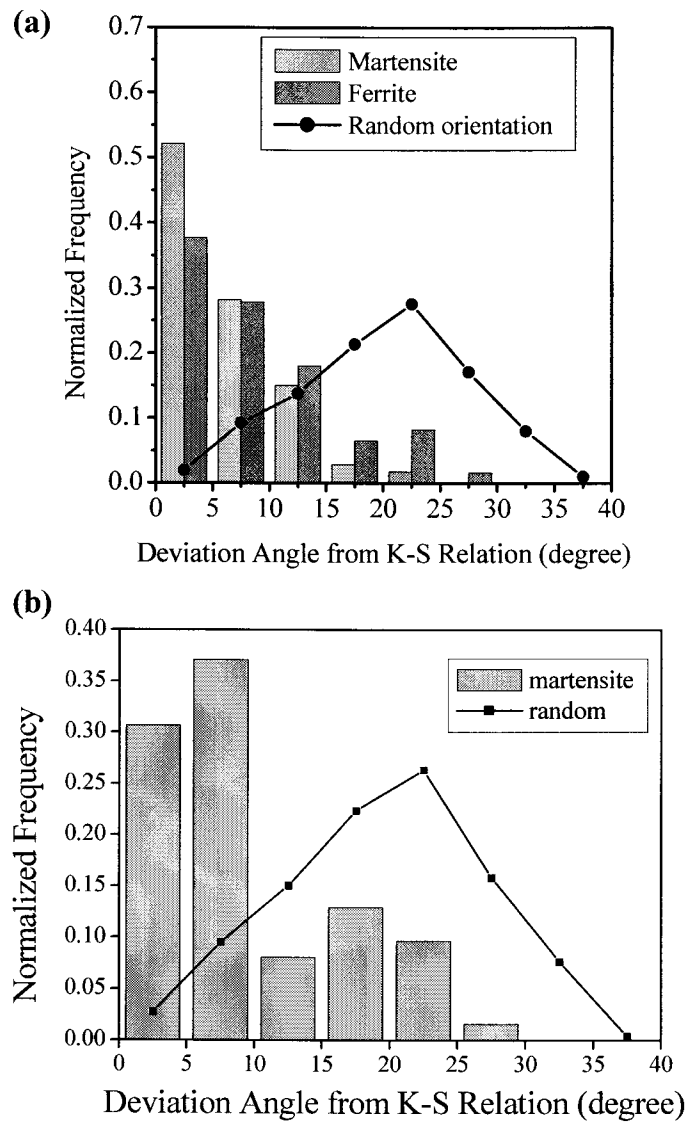


Fig. 3.3.2-52 Misorientation of martensite packets from K-S relationship

(a) non-deformed specimen and (b) 50% deformed specimen

이 부분을 고분해능 EBSD를 통해 결정립 내부의 방위 분포를 측정하였다. EBSD에서 보다 선명한 Kikuchi 패턴을 얻기 위해 20kV의 전압으로 측정하였으며 미세한 방위 분포 차이를 보기 위해 256×256 픽셀로 매핑을 수행하였다. Ni-30Fe 합금은 순수 Ni인 FCC 구조로 가정하였고, Fe가 Ni에 많이 고용되어 있음에도 불구하고 92% 지역에 대해 분석이 가능하였다. EBSD 매핑한 결과를 그림 3.4.2-25에 나타내었다. 압축 시편의 EBSD 측정방향은 압축 방향이 좌우가 되도록 하였다. (a)는 패턴 퀄리티(pattern quality)이며 연신된 결정립 내부에 주변부보다 어두운 회색으로 X자 모양으로 엇갈려서 나타나는 부분이 변형띠이다. 패턴 퀄리티는 변형이 많은 부분에 대해서는 어둡게 표시 되므로 변형이 집중된 부분은 더 어둡게 나타나게 된다. 따라서 변형이 집중된 변형띠가 몰려 있는 부분은 주변 기지 보다 훨씬 어둡게 나타나게 된다. (b)에서 (d)까지는 ND(normal direction), RD (rolling direction), TD (transverse direction)을 각각 나타낸 방위 맵으로 변형띠를 기준으로 급격하게 방위가 변하는 것을 알 수 있다. 이 시편에서는 압축 방향을 ND로 설정하였다. (e)는 칼라 키(color key)로 방위에 따라 표시되는 색을 나타낸 것이다. 그림 3.4.2-26은 어긋남각 맵(misorientation map)으로 (a)는 픽셀간의 간격이 15° 이상인 것을 나타낸 것이고 (b)는 35° 이상인 것을 나타낸 것이다. 그림 3.3.2-56에 알 수 있듯이 변형띠를 기준으로 기지내의 방위가 급격하게 변하는 것을 알 수 있다. 따라서 Ni-30Fe 모델 합금의 방위 분포를 살펴보았을 때 50% 압축된 저탄소강의 마르텐사이트로부터 K-S 방위 관계를 잘 만족하는 오스테나이트 방위를 가정한다고 하더라도 모상인 오스테나이트의 방위가 국부적으로 심하게 왜곡되어 있으므로 변태상인 마르텐사이트로부터 변태 전의 오스테나이트의 대표 방위를 찾는다는 것은 어려운 일임을 알 수 있다. 따라서 심하게 변형된 저탄소강의 경우에는 마르텐사이트로부터 유추한 오스테나이트와 실험적으로 측정된 페라이트의 K-S 방위로부터의 어긋남각을 계산하는 방법이 다소 무리가 있을 것으로 생각된다.

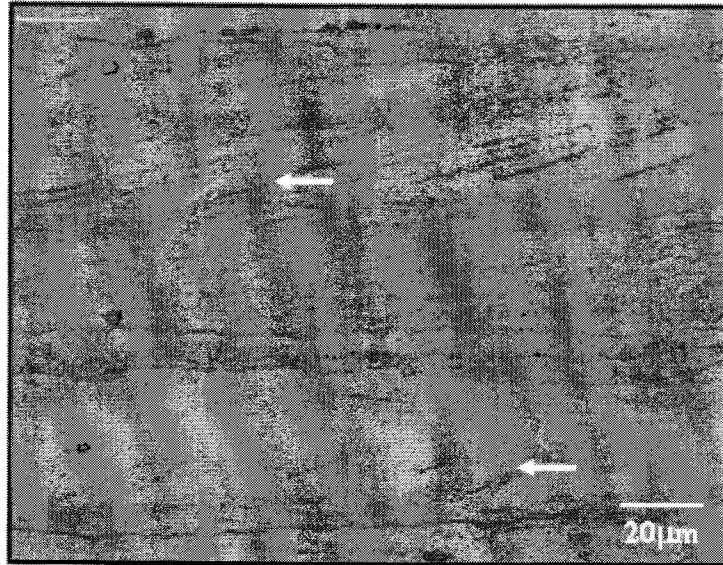


Fig. 3.3.2-53. Optical micrograph of Ni-30Fe alloy deformed at 700°C R=50%, White arrows shows deformation bands within a austenite grain.

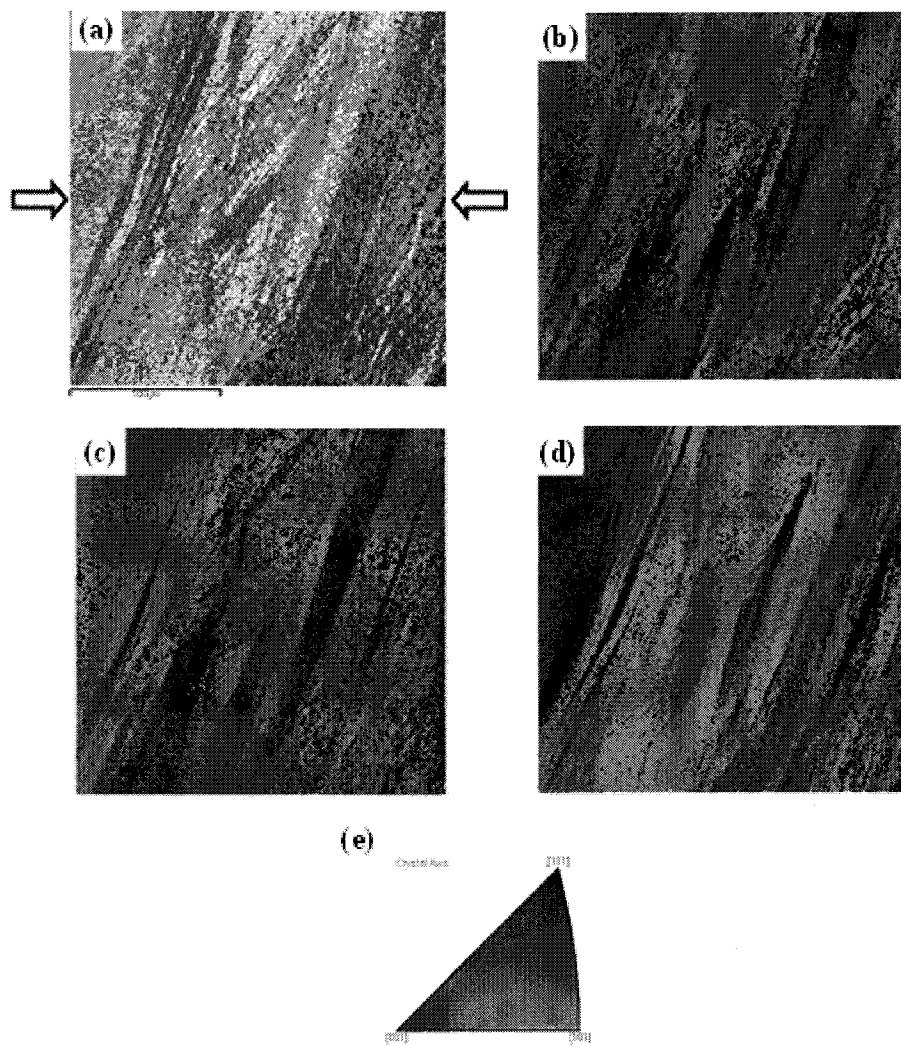


Fig. 3.3.2-54 EBSD map of Ni-30Fe deformed with a reduction ratio, 50% at 700°C : (a) pattern quality (arrows show deformation direction) (b) ND (c) RD (d) TD (e) color key

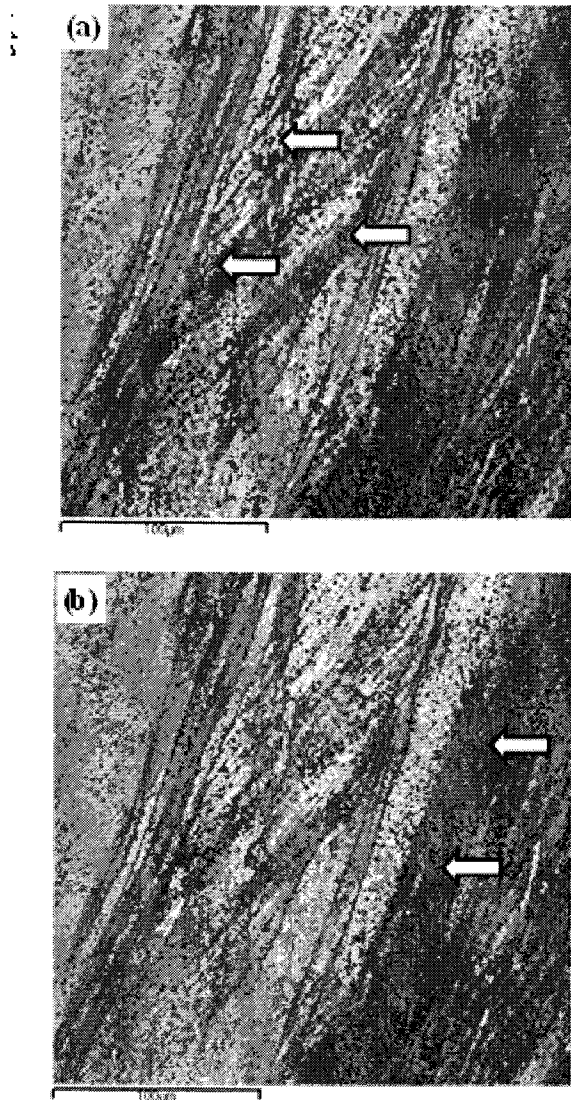


Fig. 3.3.2-55. Misorientation map of Ni-30Fe deformed with 50% at 700°C, (a) $\theta \geq 15^\circ$, (b) $\theta \geq 35^\circ$. The white arrows represent the deformation bands within an austenite grain.

(3). 20% 압축한 시편에서의 동적/정적 변태 페라이트 방위 특성

저탄소강에서의 동적/정적 변태 페라이트 방위 특성은 다음과 같다. 1200°C에서 5분간 오스테나이트화 처리한 후 2°C/s로 Ar₃ 직상 온도인 700°C까지 냉각한 후 변형 700°C에서 변형 속도 10/s로 20% 변형 시킨 후 정적 변태 페라이트를 얻기 위해 30초간 700°C에서 등온 유지시켰다. 이후 He 가스로 상온까지 급냉하였다. 이와 같은 열처리를 통해 700°C에서 50% 압축한 시편과 같이 동적 변태된 미세한 페라이트와 이후 정적 변태된 조대한 페라이트의 바이모달 타입의 미세조직을 얻을 수 있었다. 50% 압축 시편과 마찬가지로 마르텐사이트로부터 오스테나이트의 방위를 계산하여 K-S 방위로부터의 페라이트의 어긋남각을 계산한 결과를 그림 3.3.3-56에 나타내었다. 동적 변태 페라이트나 정적 변태 페라이트 모두 K-S 방위 관계와 잘 맞지 않음을 알 수 있었으며 특히 정적 변태 페라이트의 경우 점선으로 나타낸 무질서한 페라이트의 방위 분포와 흡사함을 알 수 있었다. 그러나 실제 마르텐사이트 패킷의 방위 특성을 조사하게 되면 마르텐사이트도 50% 압축 때와 비슷하게 K-S 방위 관계를 잘 만족하지 않음을 알 수 있다(그림 3.3.3-57). 동적 변태 페라이트는 양쪽 오스테나이트의 방위로부터 각각 계산을 해야 하므로 동적 변태 페라이트의 근방 (전 오스테나이트 입계 근처)에서 마르텐사이트 방위를 취하였다. 반면 입내 정적 변태 페라이트는 입내에 고르게 분포하고 있으므로 마르텐사이트도 입내에서 무작위로 방위를 측정하였다. 그림 3.3.3-57에서 볼 수 있듯이 마르텐사이트는 K-S 방위 관계로부터 어긋남각을 계산하면 전 오스테나이트 입계 근처 측정한 마르텐사이트는 5~10°, 입내에서 전체적으로 취한 경우에는 10~15°에서 가장 최대 값을 나타내므로 변형되지 않은 시편에 비해 (그림 3.3.3-54 (a))에 비해 많이 어긋났다는 것을 알 수 있다. 따라서 정확히 방위 관계를 만족하지 못하는 마르텐사이트 방위로부터 대표 오스테나이트 방위를 예측한다는 것은 그 자체로도 많은 오차를 가지고 있다는 것을 의미하여 정확하지 않은 오스테나이트의 방위로부터 페라이트의 방위를 계산하는 것이 무리라고 생각된다.

또한 그림 3.4.3-28과 같이 극점도로만 페라이트 방위를 나타내었을 때의 분포를 본다면, 페라이트의 방위가 무질서한 분포를 보이고 있음을 알 수 있다.

그림 3.3.3-58은 입내에 정적 변태된 페라이트의 방위를 나타내는 것으로 그림 3.3.3-58 (a)에서 검은색 점선으로 나타낸 오스테나이트 입내 부분에서 취한 페라이트 결정립들을 말한다. (b)에서는 (100) 극점으로 점선 안에 있는 정적 변태 페라이트의 방위를 나타내었고, 마르텐사이트 계산을 통해 가장 K-S 방위 관계를 잘 만족한다고 판단된 10번째 베리언트(variant)를 기준으로 계산된 24개의 K-S 등가 방위도 표시하였다. 극점으로에서 하얀 원으로 나타낸 입내 페라이트로부터 알 수 있듯이 입내의 정적 변태 페라이트는 특정한 방위 관계를 갖는다고 보다는 전체적으로 무작위 방위를 가지고 있음을 알 수 있다. 또한 10번째 베리언트를 기준으로 한 24개의 K-S 등가 방위에 대해서도 많이 어긋나고 있기 때문에 특정 방위 관계를 가진다고는 보기 어렵다고 판단된다.

한편 그림 3.3.3-59에 입계에 동적 변태된 페라이트의 방위를 극점으로 나타내었다. 그림 3.3.3-59 (a)에서 볼 수 있듯이 중심부 구 오스테나이트 입계에 페라이트가 일렬로 변태 되었으며 상단의 A 결정립과 하단의 B 결정립으로부터 K-S 관계로부터의 페라이트 어긋남각을 계산하게 된다. A 결정립은 4번째 베리언트가 가장 K-S 관계를 잘 만족하는 것으로 계산되었고, B 결정립은 6번째 베리언트로 결정되었다. 그러나 그림 (b)의 (100) 동적 변태 페라이트 극점도는 A와 B에서 계산된 페라이트 방위와는 잘 맞지 않는다. 즉 20% 압축된 저탄소강의 경우에도 마르텐사이트로부터 오스테나이트 방위를 간접적으로 계산하는 것이 어려우며, 변태된 페라이트 역시 비교적 무작위 방위를 가진다는 것을 극점도로부터 알 수 있다. 그러나, Cho[Jae-Young Cho 2002]가 V이 첨가된 저탄소강을 가지고 실험한 결과에서 보면 25% 압축 시편에서 마르텐사이트로부터 K-S를 만족하는 오스테나이트 방위를 결정하는 것이 비교적 명확하다. 본 실험과 차이가 있다면 오스테나이트 결정립 크기가 Cho의 실험에서는 100 μm 정도로 본 실험의 300 μm 보다 작다. 결정립 크기가 클수록 입내 변형띠의 생성이 더 잘된다는 보고[A.A.Ridha 1982]가 있기 때문에, 추후에 보다 결정립 크기 및 변태 온도의 효과에 대한 정확한 연구가 필요할 것으로 생각된다.

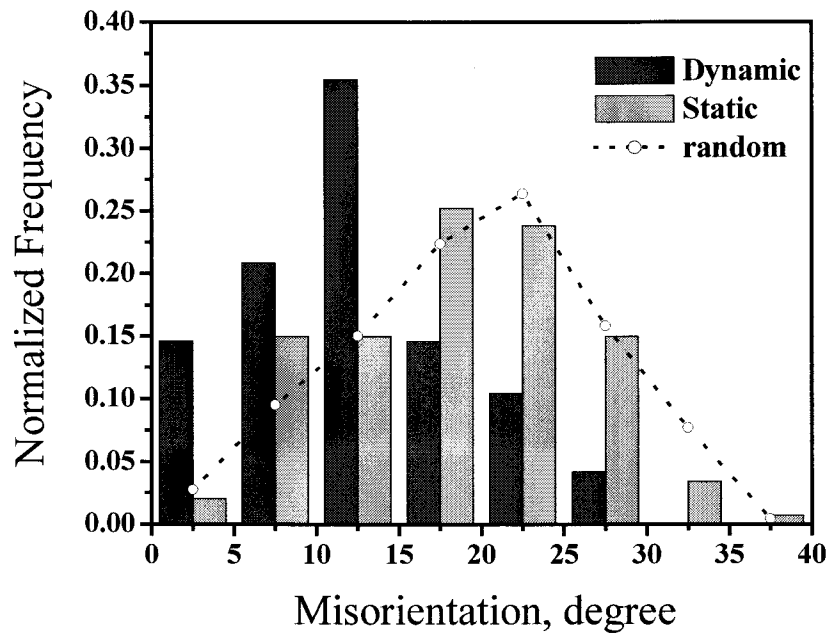


Fig. 3.3.2-56 Misorientation distribution of ferrite from K-S relationship

White dot shows random distribution of ferrite grains.

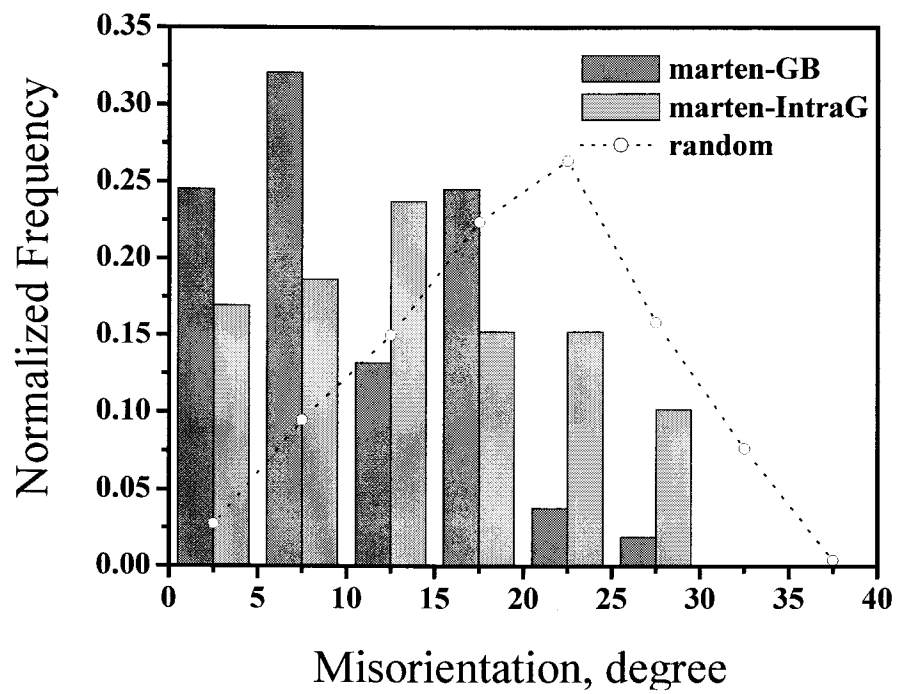


Fig. 3.3.2-57. Misorientation distribution of martensite packets from K-S relationship

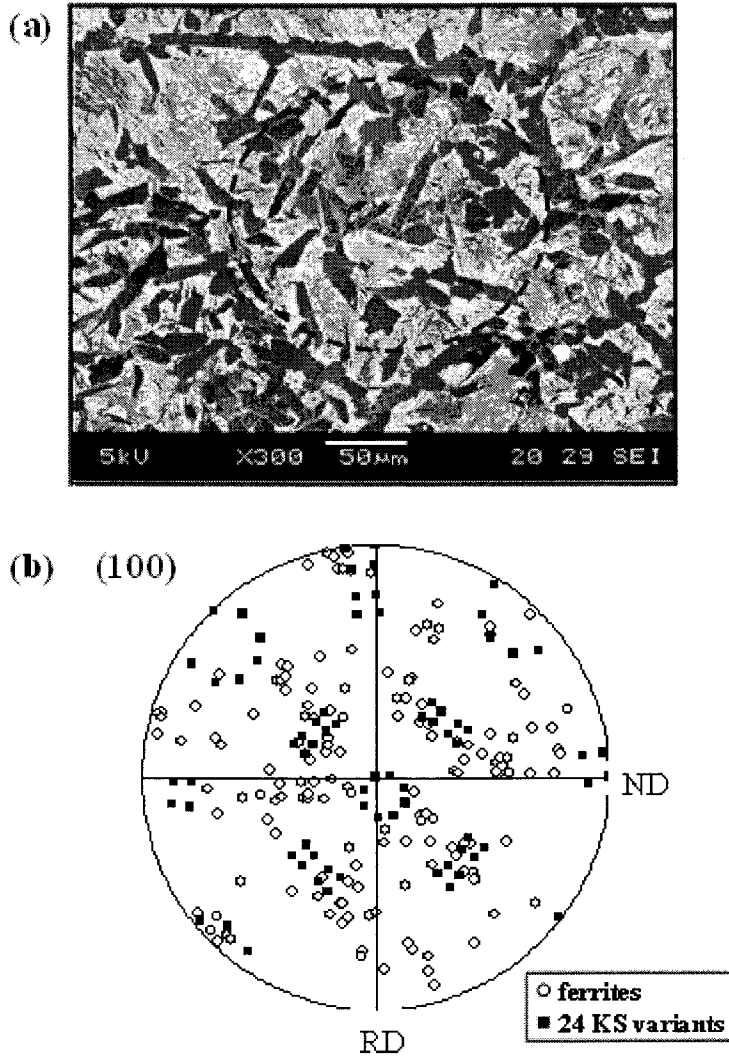


Fig. 3.3.2-58. (a) SE image of statically transformed ferrite grains within a grain when deformed at $R=20\%$ (b) White circles show (100) pole figure of statically transformed ferrite grains in black dotted line in (a) and black squares show 24 K-S variants on the standard of 10th variant

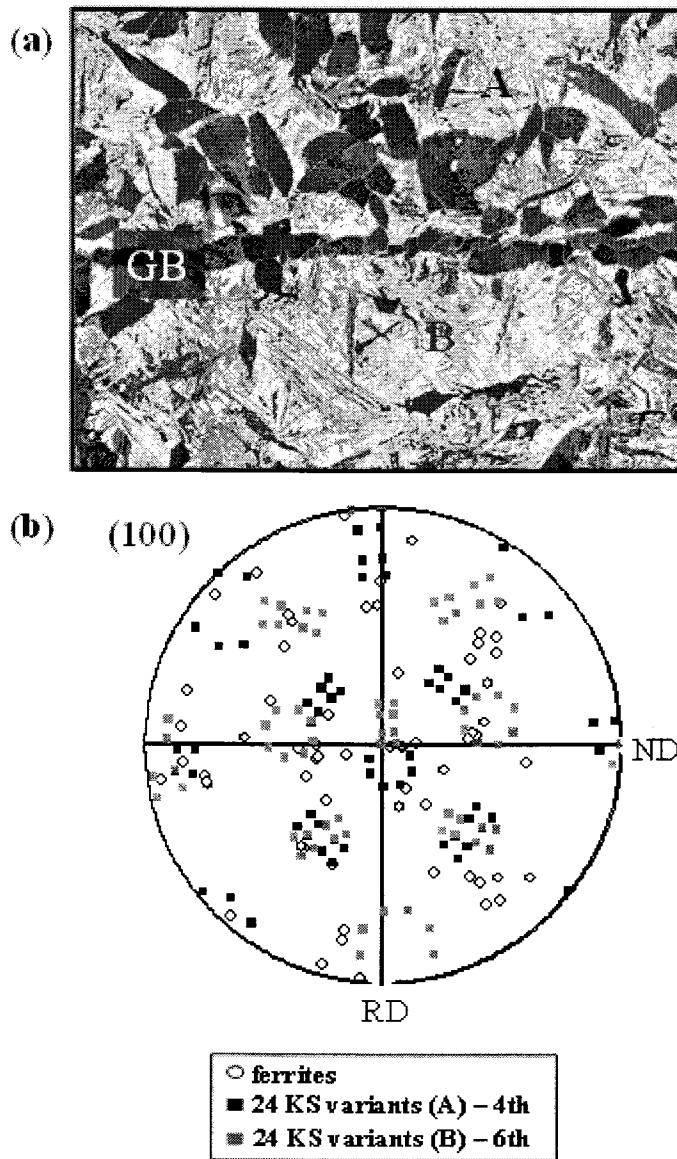


Fig. 3.3.2-59. (a) SE image of dynamically transformed ferrite grains within a grain when deformed at $R=20\%$ (b) White circles show (100) pole figure of dynamically transformed ferrite grains at austenite grain boundaries, 24 K-S variants calculated orientation of A and B are presented by squares.

Ni-30Fe 합금에서의 오스테나이트 변형 거동은 다음과 같이 나타났다. 50% 압축 시편과 마찬가지로 Ni-30Fe 모델 합금을 가지고 저탄소강의 오스테나이트 변형 거동을 간접적으로 추정하였다. 상온에서 1200°C까지 4°C/s로 승온 시킨 후 결정립 크기를 300 μ m 정도로 하기 위해 1200°C에서 1분간 등은 유지시켰다. 이후 700°C까지 10°C/s로 냉각시킨 후 700°C에서 변형 속도 10/s으로 20% 압축시킨 후 바로 수냉하여 상온까지 급냉시켰다. 이런 열처리 과정을 통해 변형된 Ni-30Fe 모델 합금의 중심부 EBSD 결과는 그림 3.3.2-60와 같다. (a)는 패턴 퀄리티이며, (b)~(d)는 RD, TD, ND 맵을 나타낸다. 그림에서도 알 수 있듯이 한 결정립 내부의 방위 변화는 50% 압축 시편에 비해 심하지 않다. 또한 결정립 내의 변형정도 관찰되지 않는다. 이를 중심부에 위치한 한 개의 결정립만 따로 취하여 방위를 분석하였다. 그림 3.3.2-61은 일부 결정립만 취했을 때의 (100) 극점도를 나타낸 것으로 결정립 내부의 방위 편차가 그리 심하지 않은 것을 알 수 있다.

그림 3.3.3-61에서 취해진 결정립 내부의 방위 분포를 오스테나이트의 방위라 가정하고 K-S 방위 관계가 잘 맞았을 때의 페라이트를 계산한 후, K-S 방위 관계로부터의 페라이트의 어긋남각을 모사하였다. Ni-30Fe 모델 합금에서 얻어진 방위는 대표 방위로부터 12° 내에 거의 분포하였다. 어긋남각 2~6° 사이에서 가장 큰 비율로 방위가 분포하기 때문에 심한 변형을 받은 것으로 생각되지는 않는다. 20% 변형된 Ni-30Fe 시편에서의 대표 방위는 quaternion 방법으로 계산되었다. 서울대학교 재료공학부에서 EBSD 데이터 처리용으로 개발된 REDS (Reprocessing of EBSD Data in SNU)를 이용하여 평균 격자 방위 (average lattice orientation) 개념을 이용하여 처리하였다. 평균 격자 방위를 계산하는 것은 여러 가지 방법이 존재하나 여기서는 계산 시간이 비교적 짧고, 4차원적인 공간 개념을 적용한 quaternion 방식을 채택하여 계산을 수행하였다 [Jae-Hyung Cho 2003]. 계산된 오스테나이트 대표 방위로부터 생성된 페라이트가 K-S 방위 관계를 만족한다고 할 때, K-S 관계로부터의 페라이트 어긋남각을 그림 3.3.3-62에 나타내었다. 또한 오스테나이트 대표 방위로부터 다른 오스테나이트들의 방위가 얼마나 벗어나 있는지도 어긋남각으로 그림 3.3.3-62에 같이 나타내었다. 그림에서 알 수 있듯이 오스테나이트의 방위 분포 내에 K-S로부터의 페라이트 어긋남각도 존재함을 알 수 있다. 따라서 페라이트의 어긋남각도 대부분 12°

이내에 존재함을 알 수 있다. 그러나 이와 같은 결과는 앞에서 설명한 20% 압축시켰을 때 저탄소강에서 분포한 마르텐사이트의 방위와는 다른 결과로서, 20% 변형된 저탄소강에서는 다른 인자가 마르텐사이트 방위의 심한 왜곡을 불러 왔을 것이라는 예측이 가능하다.

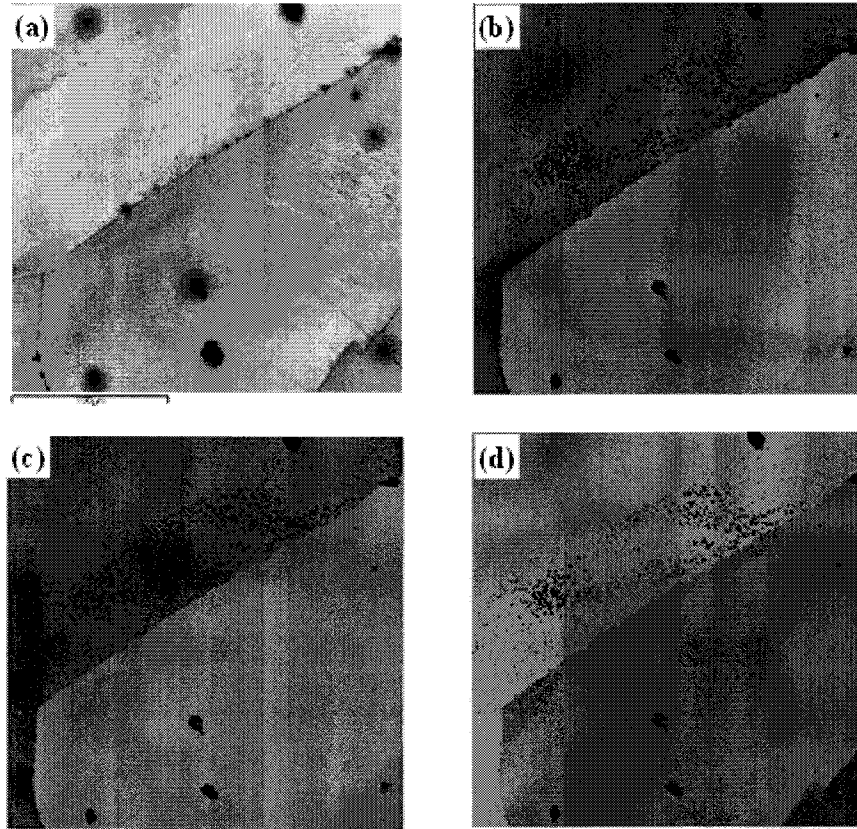


Fig. 3.3.3–60 EBSD map of Ni–30Fe deformed with a reduction ratio 20% at 700°C : (a) pattern quality (b) RD (c) TD (d) ND

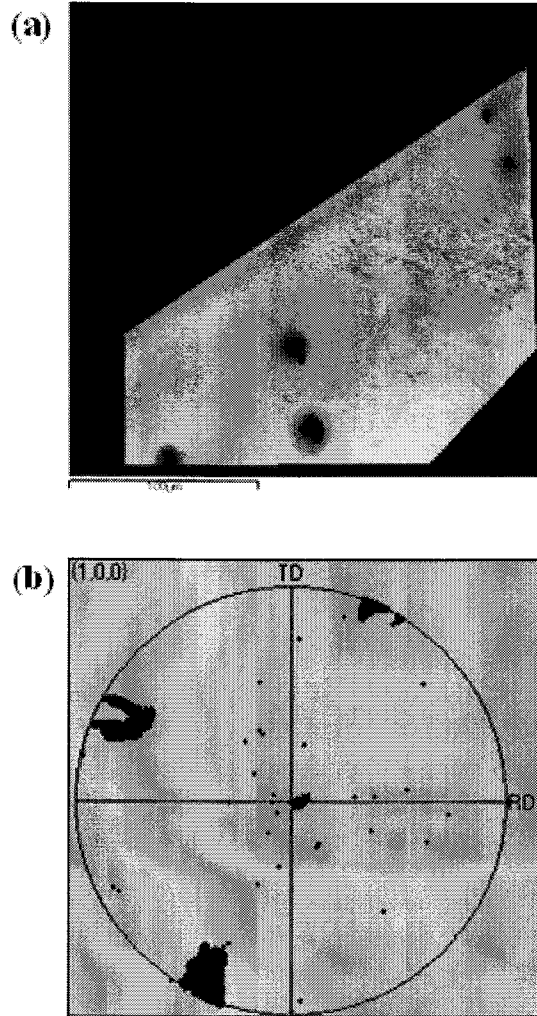


Fig. 3.3.3-61. (a) RD map of Ni-30Fe alloy in selected area (b) (100) pole figure of selected area

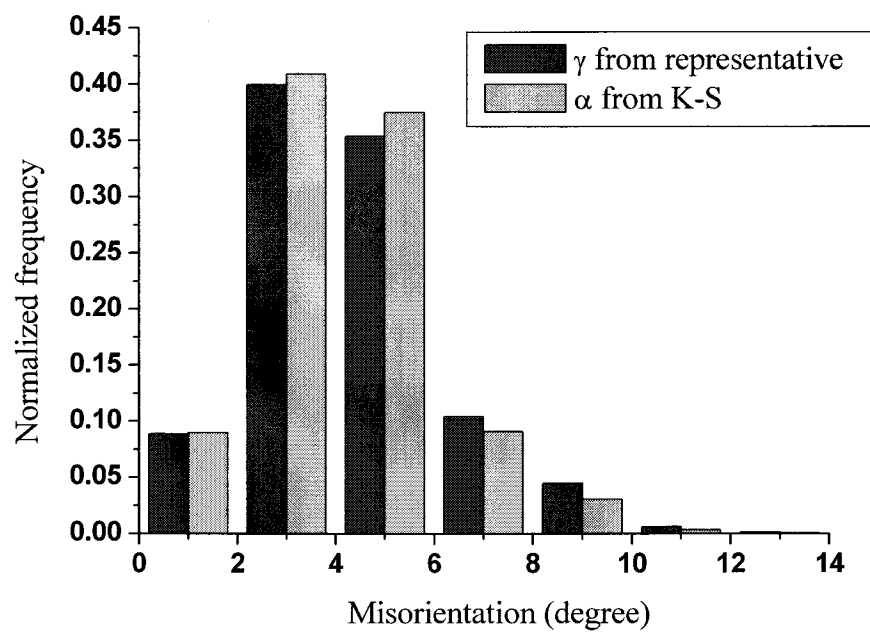


Fig. 3.3.2-62. Misorientation distribution of ferrites from K-S relationship assuming that austenite follows Ni-30Fe orientation distribution

(4) 왜곡된 오스테나이트 방위로부터 변태된 페라이트 방위 특성 모사

오스테나이트의 방위 변화에 따라서 K-S 방위 관계로부터 페라이트의 어긋남각이 어떻게 변하는지를 알아보기 위해, 왜곡된 오스테나이트 방위로부터 변태된 페라이트 방위 특성을 계산을 통해 모사하였다. 이 때의 오스테나이트 방위는 변형띠와 같이 급격하게 결정립 내의 방위를 변화시키는 요소가 없이 점진적으로 왜곡된 상태를 가정하였다.

무질서한 분포를 보이는 방위 데이터에서 임의의 대표방위를 설정한 후, 최대 어긋남각 이하의 방위들을 취하여 모사 오스테나이트 방위 분포라 가정하였다. 본 모사에서는 최대 어긋남각을 각각 8°, 10°로 하였을 때를 가정하여 계산하였다. 이렇게 설정된 오스테나이트 방위는 실제 랜덤 방위들 간의 어긋남각 분포인 Mackenzie plot에서 컷오프(cut-off) 시킨 형태와 같게 된다. 이와 같은 오스테나이트 모집단으로부터 K-S 관계를 잘 만족하는 24개의 K-S 베리언트에 따른 페라이트를 각각 24개씩 생성시킨 후 새롭게 가정된 페라이트의 K-S 관계로부터의 어긋남각을 계산하였다.

그림 3.3.2-63에 대표 방위로부터 8°까지 벗어난 오스테나이트 방위를 가정하였을 때 계산 결과를 나타내었다. 오스테나이트 모집단은 Mackenzie plot을 컷오프 시킨 형태와 같기 때문에 어긋남각이 증가하면 증가할수록 커지게 된다. 이 모집단으로부터 생성된 페라이트들의 K-S 관계로부터의 어긋남각은 7-8°에서 더 이상 증가하지 않는다. 또한 페라이트의 K-S로부터의 어긋남각은 오스테나이트의 최대 어긋남각인 8°를 넘지 않는다. 그림 3.3.2-64은 오스테나이트 대표방위로부터 최대 어긋남각을 10°까지 했을 때의 모집단을 가정하였을 때의 결과이다. 역시 오스테나이트 모집단은 Mackenzie plot 형태를 따라 계속 증가하는 모습을 보이지만, K-S로부터 페라이트의 어긋남각은 7-8°를 경계로 조금씩 감소하는 모습을 보인다. 그리고 페라이트의 어긋남각은 모집단의 최대 어긋남각인 10°를 벗어나지 않고 있다.

이와 같은 모사 결과는 (2)에서 얻어진 Ni-30Fe 합금에서의 결과와도 어느 정도 일치하는 것으로 내부의 변형띠와 같이 방위를 심하게 왜곡시키는 결함이 존재하지 않는 한, K-S 방위 관계로부터의 페라이트의 어긋남각도 심하게

변화하지 않는다는 것을 알 수 있다. 다만, 여기서는 모상의 대표방위를 먼저 명확하게 설정하고 생성된 페라이트들의 방위들을 K-S 방위 관계에 계산한 것이므로, 저온상인 마르텐사이트로부터 대표 오스테나이트 방위를 구해야 하는 저탄소강의 경우에는 직접적으로 비교하기는 어렵다. 그러나 오스테나이트의 모집단으로부터 생성된 페라이트의 분포를 보았을 때 저탄소강에서 얻어진 랜덤에 가까운 어긋남각 분포와는 전혀 다르다는 결론을 내릴 수 있다. 따라서 20% 압축된 저탄소강에서 마르텐사이트 방위를 심하게 왜곡시킬 수 있는 오스테나이트 내의 밴드띠와 같은 결함이 있을 것으로 생각되며, 이는 이후 보충 실험을 통해 보다 명확하게 해야 할 것이다.

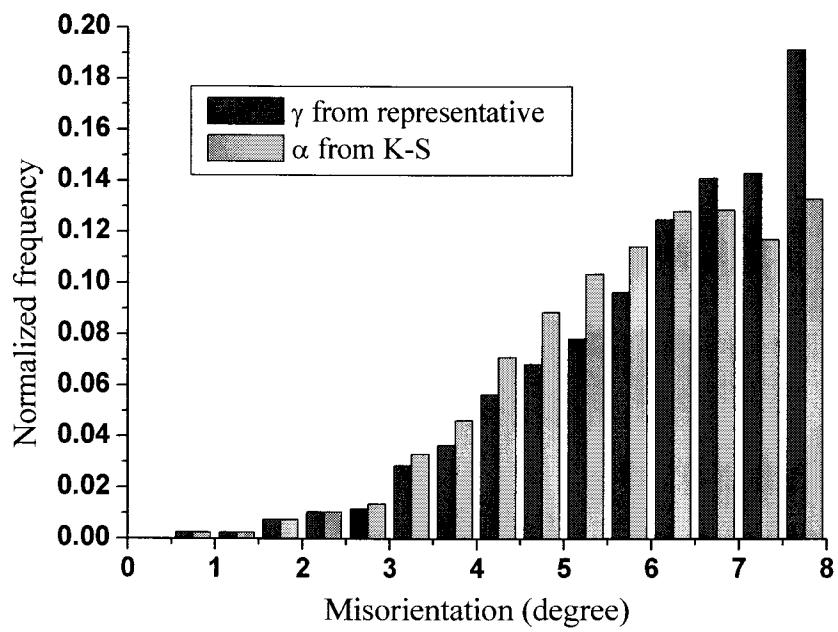


Fig. 3.3.2-63. Misorientation distribution of ferrite from K-S relationship and austenite from representative orientation when austenite orientation was deviated to 8°

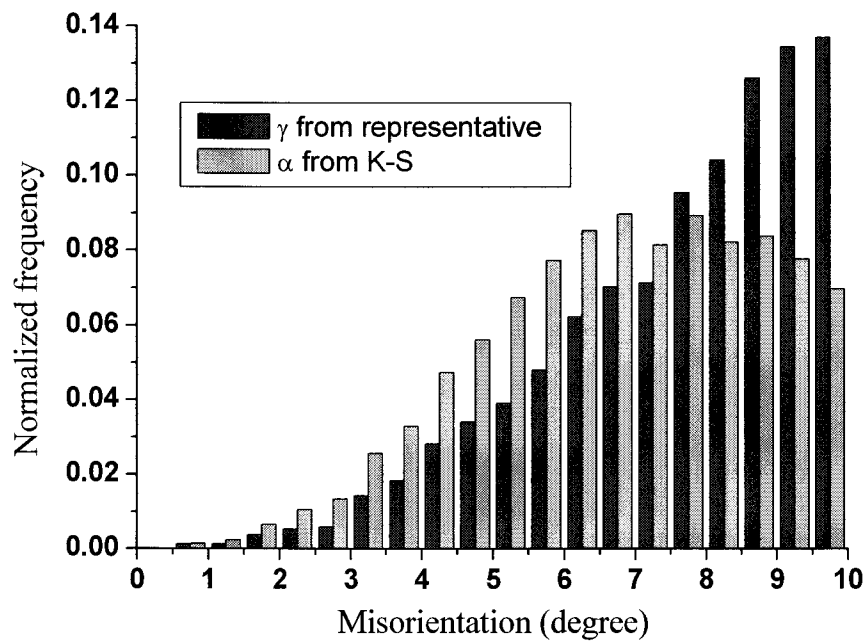


Fig. 3.3.2-64. Misorientation distribution of ferrite from K-S relationship and austenite from representative orientation when austenite orientation was deviated to 10°

(5) 변형온도와 열처리 온도에 따른 페라이트 변태 거동

(가). 변형온도와 오스테나이트 결정립 크기에 따른 미세조직 변화

비대칭 압연에 의한 동적 변태 생성이 압연 온도에 대해서 어떻게 변화하는지 알아보기 위해, 폭 15× 길이 200× 두께 4mm인 압연 시편을 가지고 비대칭 압연을 수행하였다. 우선 보론을 오스테나이트 기지에 충분히 용해시키기 위해 1150°C까지 가열된 로에 압연 시편을 10분간 장입한 뒤에 공냉하여 압연 온도 600°C, 700°C로 하여 30%와 50%의 압연율로 비대칭 압연을 수행하였다. 에서 설명한 바와 같이 압연 시편의 내부 중심부와 표면부의 온도차가 크기 때문에 조직을 관찰할 시편 내부의 온도를 중심으로 압연 온도를 결정하였다. 위 실험에서는 롤크기가 다른 비대칭 압연으로 실험을 하였으며 롤 속도가 다른 경우와 비교한 경우는 뒤에 다시 설명을 하도록 한다. 이렇게 실험을 한 압연 시편의 중심부를 TD 단면을 절단하여 광학 현미경을 사용하여 조직을 관찰한 결과를 그림 3.4.2-35부터 그림 3.4.2-38까지 나타내었다. 각 실험조건에 대한 전단변형율은 표 3.4.2-4과 3.4.2-5, 3.4.2-6에 나타내었다.

오스테나이트 입내에 침상형 페라이트와 같은 저온조직이 생성되지 않게 하기위해서 오스테나이트의 압연온도를 700° C 로 증가하여 보았다. 그림 3.4.2-35는 700°C에서 30% 압연을 한 시편의 TD 단면을 나타낸다. 시편의 TD 단면을 4등분하여 조직을 관찰하였다. 1/4t지역에서는 오스테나이트 입계와 입내를 구분할 수 없을만큼 많은 페라이트가 생성되었음을 볼 수 있다. 이 페라이트들은 입계부분으로 예상된 지역은 대체로 미세하나 내부쪽은 상대적으로 조대하여 냉각 중 생성되었을 가능성도 있을 것으로 예상되고 있다.

시편의 1/4t 지역에서 생성된 등축상의 페라이트 결정립 크기는 약 5 μ m이다. 1/2t지역의 입계에는 상당히 미세한 페라이트가 변태되었으나 입내에는 변태된 페라이트를 관찰 할 수 없다. 이는 상부롤의 지름이 하부롤의 1.5배가 되기 때문에 상부롤과의 접촉길이가 압연 전 후의 두께에 비해서 상당히 크다. 이는 2-7절에서 언급한 롤과 판재의 접촉길이가와 판재의 압연전후의 두께 비인 d값이 5이상이 되어서 표면부에 더 많은 전단변형을 받게될 것이다. 따라서 그러한 전단변형의

결과로 시편의 중심부보다 표면부에서 더 미세한 페라이트가 변태된다고 판단되어진다.

30% 압연으로 700°C에서 비대칭 압연에 의하여 생성된 페라이트가 상대적으로 조대하여 비대칭압연 온도를 600°C 로 낮추어 보았다. 그림 3.4.2-37, 3.4.2-38 (b)와 (c)는 1150° C에서 오스테나이트 열처리 후 600°C와 700°C에서 30% 압연율로 비대칭 실험을 한 시편의 조직사진이다. 조직을 관찰한 결과 등축상의 페라이트는 관찰되지 않고 침상형 페라이트 결정립이 주로 관찰되었다. 변형온도를 600°C로 하였을때의 이러한 페라이트 형상 변화는 변태온도의 감소로 인한 과냉도의 증가로 인하여 오스테나이트 입계에서 Widmanstätten 페라이트가 핵생성될 수 있는 충분한 구동력을 제공해주기 때문에 Widmanstätten 페라이트 변태 또는 베이나이틱 페라이트 변태가 우선적으로 일어나기 때문으로 생각된다. 이는 Hurley등의 비틀림 시험에서 보여준 변형온도가 낮아짐에 따라 Widmanstätten 페라이트가 입계에서 입내로 빠르게 성장하는 것과 비교할 수 있겠다. [P.J.Hurley 2002] 동일한 열처리 조건과 압연온도에서 50% 압연율로 압연하였을 때 미세조직도 침상형 페라이트와 같은 저온조직의 형태를 띠고 있는 것을 알 수 있다.

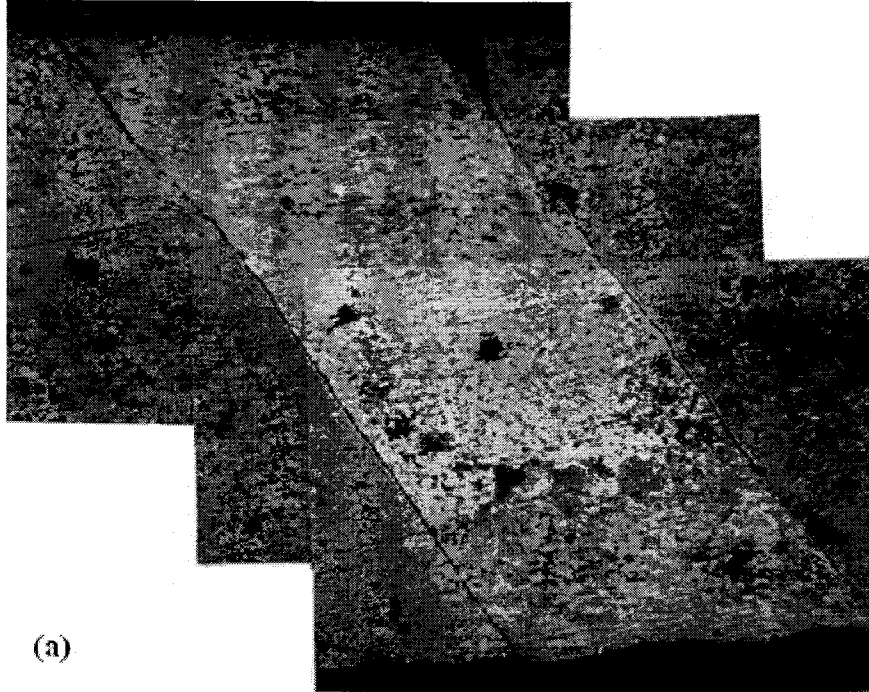


Fig. 3.3.2-65. Asymmetrically rolled with $R=30\%$ at 700°C after austenitizing at 1150°C for 10min. (a) section of pin

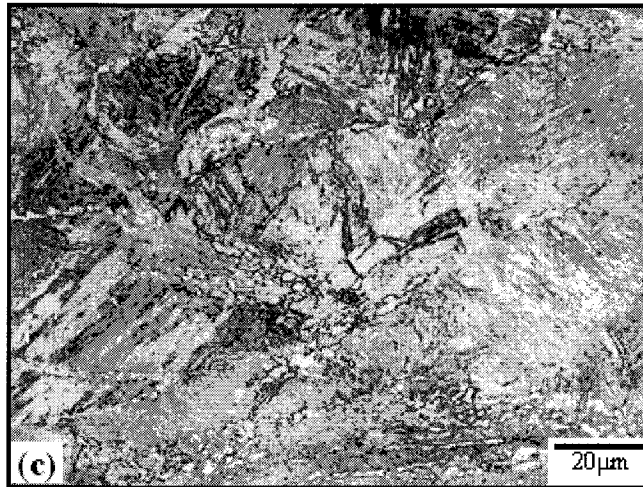
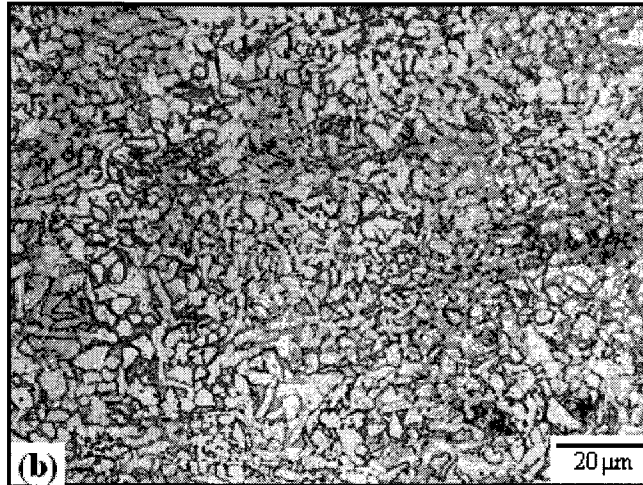


Fig. 3.3.2-65 Continued.

Optical micrographs of (b) 1/4t (c) 1/2t

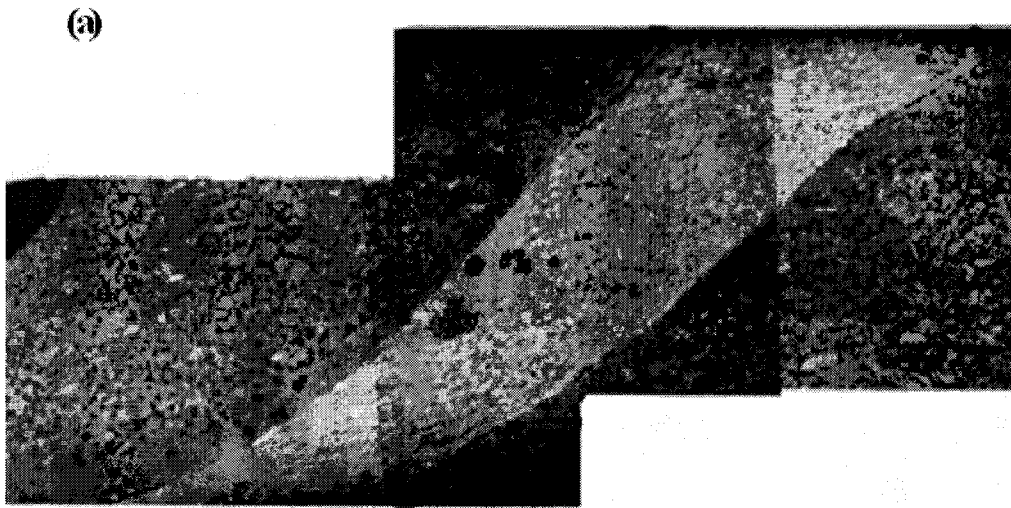


Fig. 3.3.2-66. Asymmetrically rolled with $R=50\%$ at 700°C after austenitizing at 1150°C for 10min. (a) section of pin

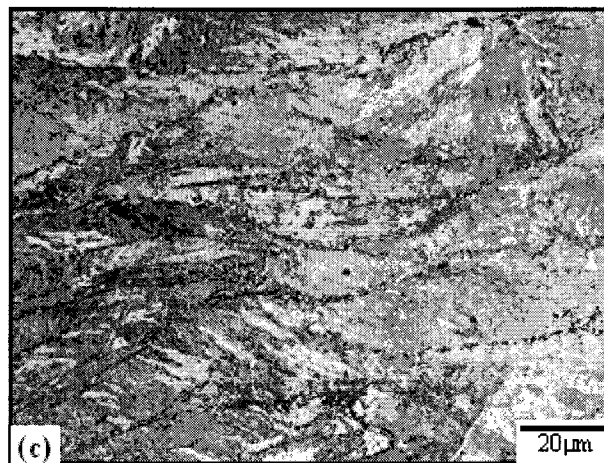
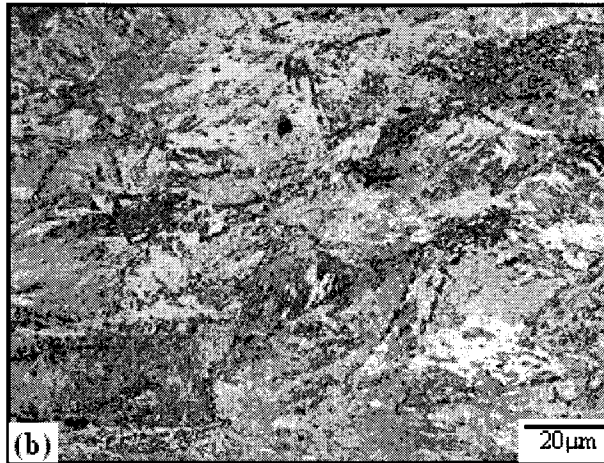
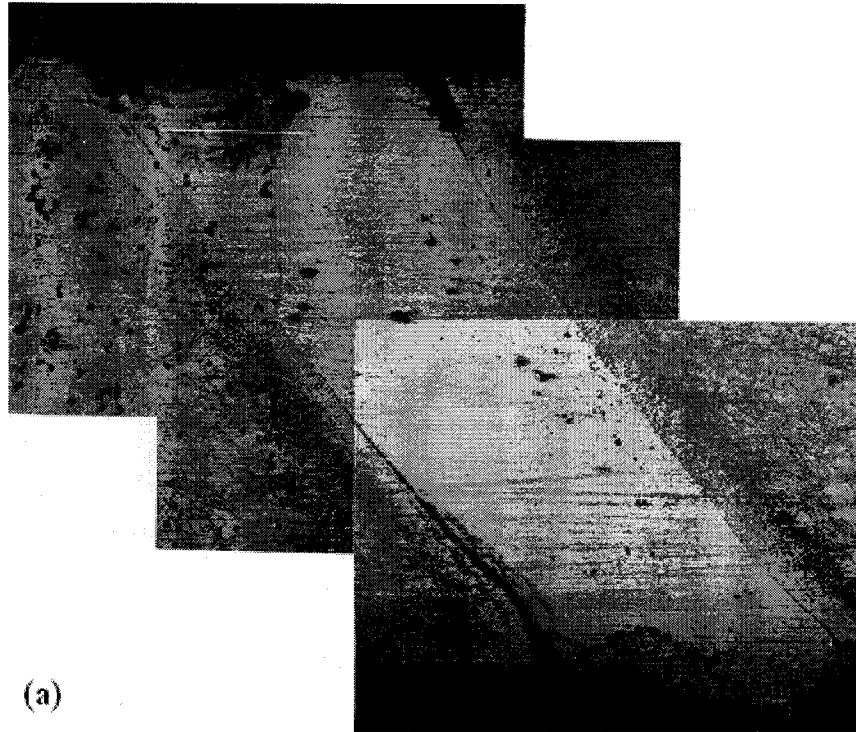


Fig. 3.3.2-66. Continued. Optical micrographs of (b) 1/4t (c) 1/2t



(a)

Fig. 3.3.2-67. Asymmetrically rolled with $R=30\%$ at 600°C after austenitizing at 1150°C for 10min. (a) section of pin

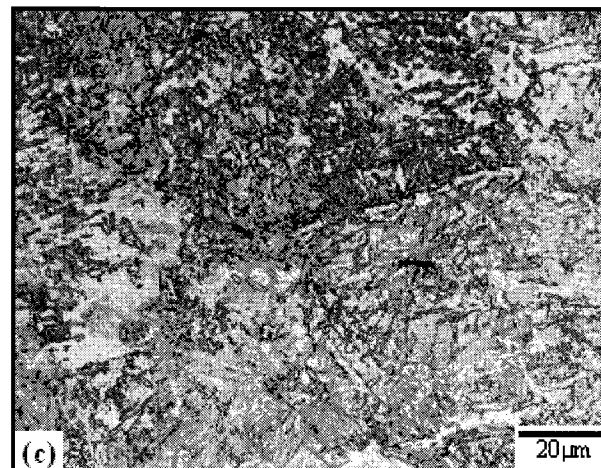
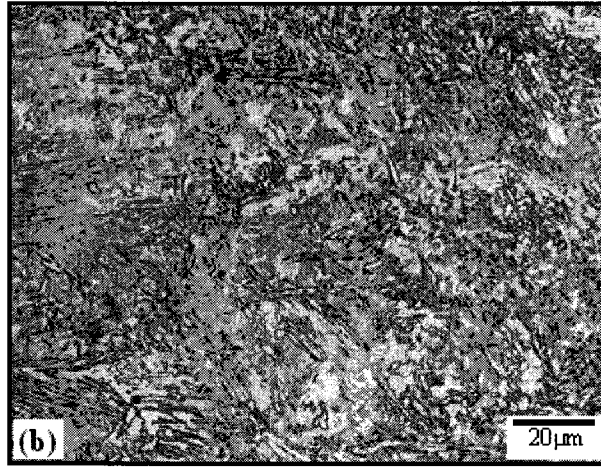


Fig. 3.3.2-67. Continued. Optical micrographs of (b) 1/4t (c) 1/2t



Fig. 3.3.2-68. Asymmetrically rolled with $R=50\%$ at 600°C after austenitizing at 1150°C for 10min. (a) section of pin

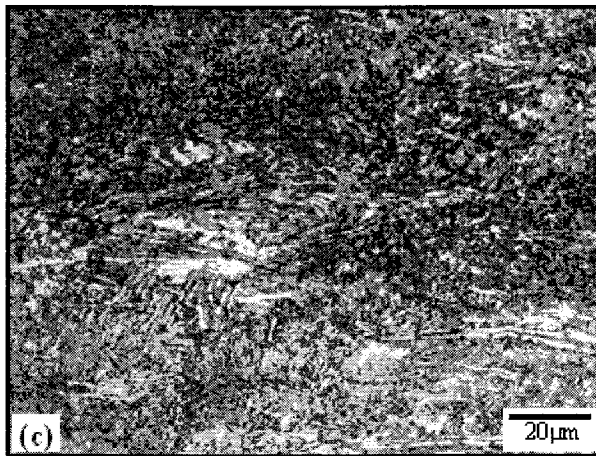
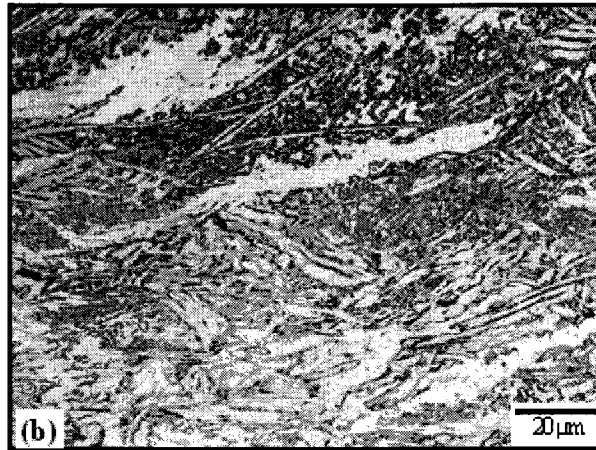


Fig. 3.3.2-68. Continued. Optical micrographs of (b) 1/4t (c) 1/2t

(나) 비대칭압연에 의한 페라이트 변태의 오스테나이트 열처리 온도 영향

오스테나이트 결정립 크기와 페라이트 변태 분율은 상당히 밀접한 관계를 갖고 있다. 이는 오스테나이트 결정립계가 페라이트 핵생성 위치로 작용하기 때문이다. 오스테나이트 결정립 크기의 미세화는 페라이트 핵생성 위치인 오스테나이트 결정입계 면적의 증가를 가져온다. 따라서 오스테나이트의 결정립 크기를 줄이기 위하여 오스테나이트 열처리 온도를 1000° C 로 낮추었다. 로의 온도를 1000° C 까지 가열한 뒤에 시편을 장입하고 10분간 유지한 후 공냉 후 650° C와 700° C에서 각각 30%와 50%의 압연율로 비대칭압연을 하였다. 그림 3.3.2-69은 30% 압연율에서의 조직을 나타내었다. 1000° C 열처리 후 모상인 오스테나이트의 결정립 크기가 대략 100~150 μ m정도로 미세해짐을 관찰 할 수 있었다. 압연 온도 650°C에서는 1/4t지역과 1/2t지역에서의 페라이트 변태는 같은 형상을 띠었다. 입내에서의 페라이트 변태는 관찰되어지 않았고 입계만이 미세한 페라이트가 변태되어졌다. 라.- (1)절에서 살펴보았던 1150° C 열처리 후 700° C 압연 조건에서의 결과에서 보듯이 1000° C 열처리 후 650° C 압연 조건에서도 1/4t지역에서의 오스테나이트 결정립이 1/2t지역보다 더 연신됨을 알 수 있다. 압연온도를 650° C로 증가함으로써 600° C 압연온도에서 오스테나이트 입내에 생성되었던 Widmanstätten 페라이트는 생성되지 않았고 입계에서 생성된 등축상의 페라이트도 상당히 낮은 분율을 나타내었다. 변형온도가 높아지면 탄소확산이 빨라지므로 입내 페라이트 생성에 효과적 [P.J. Hurley 2001]라는 보고도 있어 본 실험에서는 오스테나이트 입내에서 더 미세하고 높은 분율의 페라이트를 얻기 위하여 압연온도를 700° C로 높여 보았다. 그림 3.3.2-71과 42는 700° C 압연조건의 조직 사진을 나타낸다. 1/4t 와 1/2t에서 압연온도가 650° C일때의 조직과 비교하여 보면, 입계에 생성된 페라이트 결정립이 조대해진 것을 볼 수 있다. 페라이트 결정립 성장은 탄소의 확산에 의해 주로 지배가 되어진다. 조대해진 페라이트 결정립은 오스테나이트 결정립계에서 생성된 페라이트 온도가 높아져서 탄소의 확산이 활발이 일어남으로써 결정립 성장이 일어난 것이라 판단되어진다. 700° C의 압연온도에서는 입계에 생성된 페라이트의 결정립 성장만을 관찰할 수 있었고 입내 페라이트의 석출은 관찰 할 수 없었다.



Fig. 3.3.2-69. Asymmetrically rolled with $R=30\%$ at 650°C after austenitizing at 1000°C for 10min. (a) section of pin

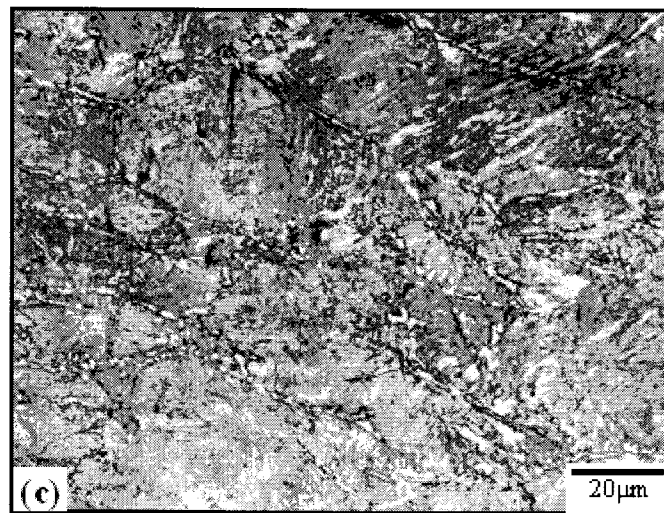
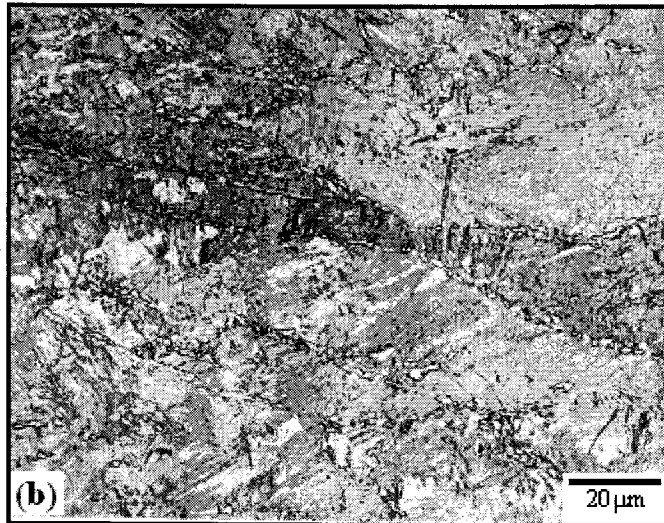
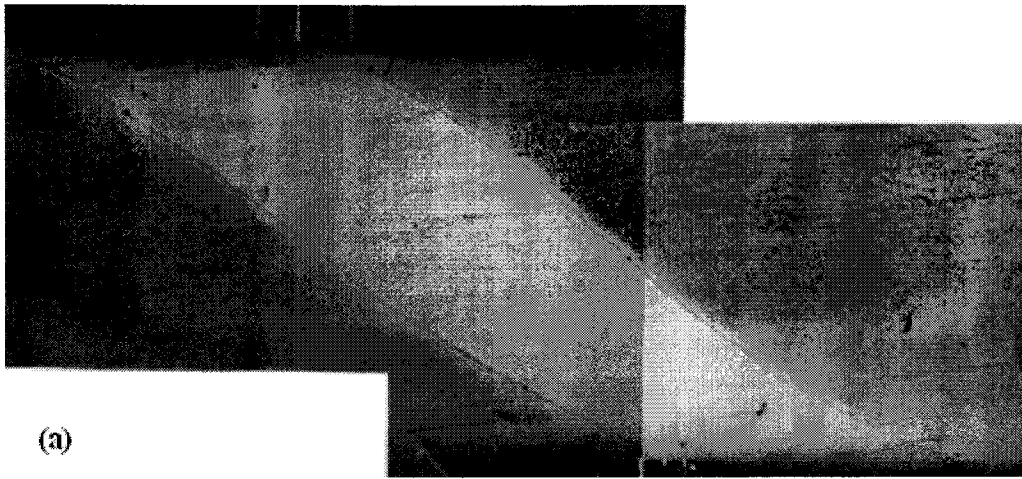


Fig. 3.3.2-69 Continued. Optical micrographs of (b) 1/4t (c) 1/2t



(a)

Fig 3.3.2-70 Asymmetrically rolled with $R=50\%$ at 650°C after austenitizing at 1000°C for 10min. (a) section of pin

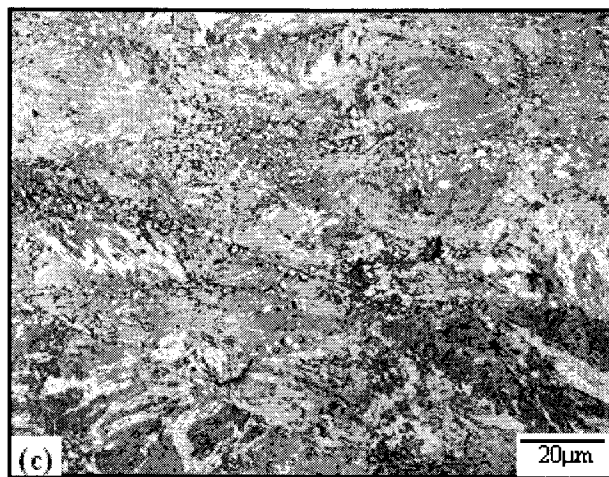
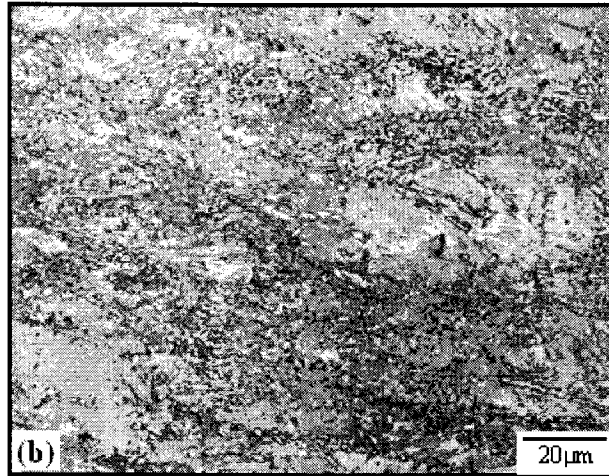


Fig. 3.3.2-70 Continued. Optical micrographs of (b) 1/4t (c) 1/2t

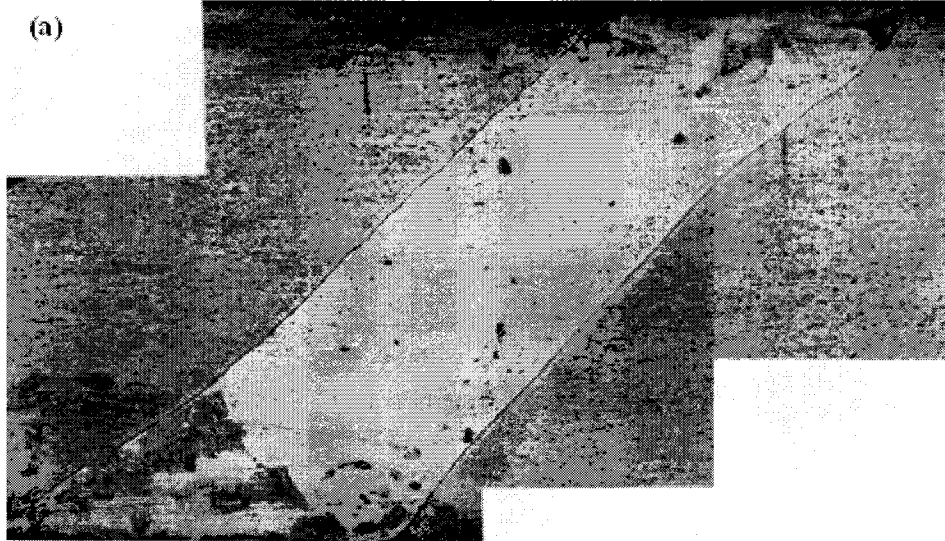


Fig. 3.3.2-71 Asymmetrically rolled with $R=30\%$ at 700°C after austenitizing at 1000°C for 10min. (a) section of pin

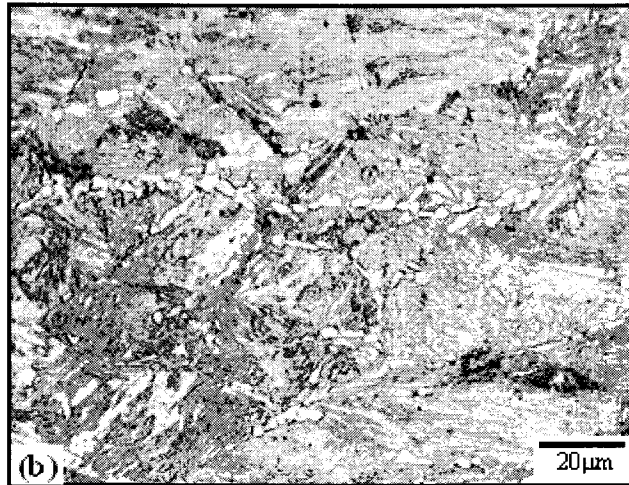
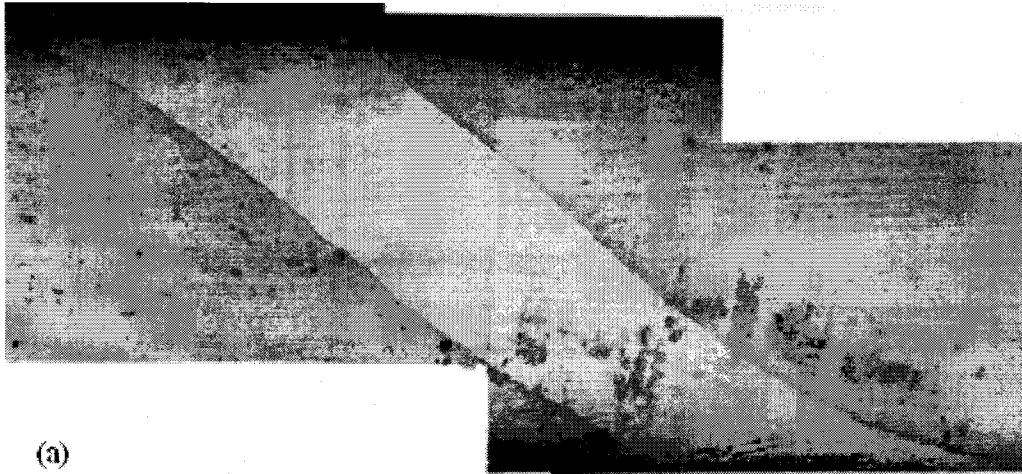


Fig. 3.3.2-71 Continued. Optical micrographs of (b) 1/4t (c) 1/2t



(a)

Fig. 3.3.2-72 Asymmetrically rolled with $R=50\%$ at 700°C after austenitizing at 1000°C for 10min. (a) section of pin

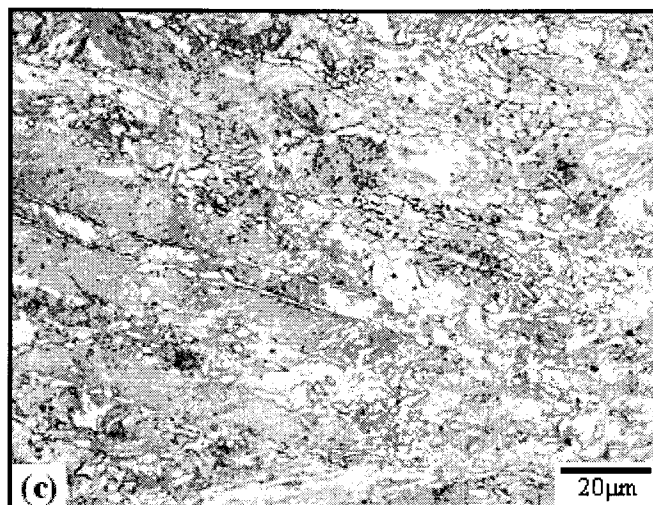
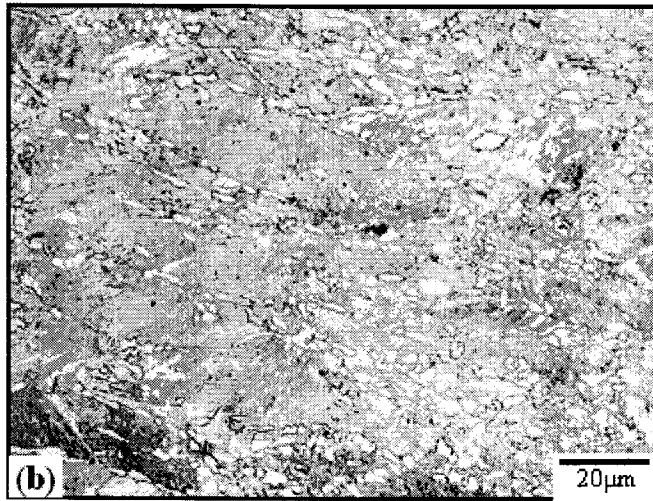


Fig. 3.3.2-72 Continued. Optical micrographs of (b) 1/4t (c) 1/2t

(6) 압연율에 따른 페라이트 변태 거동

오스테나이트에 응력이 가하여졌을 때 생성되는 페라이트 변태를 압연율에 따른 효과를 보기 위하여 1150° C에서 오스테나이트 열처리 후 600° C, 700° C 압연온도에서 각각 20%, 30%, 50%의 압연율로 비대칭압연을 하였고, 1000° C에서 오스테나이트 열처리 후 650° C, 700° C에서 각각 30%, 50% 압연율로 실험을 하였다. 압연율을 크게 할수록 시편이 받는 전단변형이 증가하여 변태된 페라이트의 분율이 높아지고, 페라이트 결정립 크기도 더 미세해 질것이라 예상하였다.

그림 3.3.2-73, 44은 압연온도 600° C와 700° C에서 20% 압연율로 실험한 시편의 조직사진을 나타내었다. 모상인 오스테나이트 입계에서의 페라이트 변태는 매우 미세한 편이나 입내의 페라이트는 거의 발생되지 않았다. 600° C 에서 압연한 결과는 압연율에 관계없이 저온조직인 침상형 페라이트가 표면에 생성됨을 볼 수 있으며, 700° C 에서의 압연은 시편의 중심부에서는 페라이트 변태가 거의 일어나지 않았으나 1/4t부근에서는 오스테나이트 입계에 페라이트가 생성되었다. 결과적으로 20%의 압연율은 페라이트가 오스테나이트 입계에 생성되기에는 충분한 전단변형을 발생하지 못하는 것으로 판단되어진다. 페라이트의 분율을 높이고 입계에서의 미세한 페라이트 변태를 위해 압연율30%와 50%에서 실험을 하였다. 압연율에 따른 압연온도는 각각 600° C, 650° C , 700° C 에서 하였다. 그림 3.4.3-35 ,45은 30% 압연율에서의 조직사진을 나타낸것이다. 압연온도가 600° C와 700° C로 차이가 나지만 1/4t부근에서는 오스테나이트 결정립을 구분할 수 없을 정도로 높은 분율의 페라이트 변태가 일어남을 알 수 있다. 오스테나이트 입내와 입계에서 생성된 페라이트 결정립 크기는 미세한 결정립은 대략 2~3 μ m정도이고, 평균적으로 4~5 μ m 크기의 페라이트가 생성되었다. 그림 3.4.2-45은 1/2t부근에서도 상당히 미세한 페라이트가 생성됨을 나타내고 있지만, 압연공정상의 오차로 인하여 실제 압연율은 약40%로 계산되어졌다. 그림 3.3.2-77 또한 시편의 1/4t부근에서 상당히 미세한 결정립의 페라이트를 얻을 수 있었다. 30% 압연율하에서 시편의 표면부는 상당한 전단변형을 받지만 중심부까지는 페라이트 변태를 일으킬 정도의 전단변형이 미치지 못한다고 판단하였다. 따라서

중심부까지 충분한 전단변형을 주기 위하여 50% 압연율하에 실험을 해보았다. 압연율이 증가함에 따라 입내 페라이트 결정립 미세화와 페라이트 분율의 향상을 예상하였다. 그림 3.3.2-67, 71, 73를 살펴보면 오스테나이트 입계 페라이트 결정립 크기는 상당히 미세함을 알 수 있으나 입내 페라이트 결정립 미세화와 페라이트 분율 향상의 효과는 관찰 할 수 없다. 입계에서 등축상의 페라이트가 생성된 오스테나이트 결정립은 압연 방향에 수직하게 연신된 형태를 나타내고 있다 시편의 중심부에서도 연신된 오스테나이트 결정립이 보여지므로 전단변형은 효과적으로 작용하였다고 생각되어진다. 압연율이 증가함에 따라 시편과 롤의 표면은 상당한 마찰이 발생할 것이다. 따라서 전단변형에 가장 큰 영향을 미치는 마찰계수의 증가로 상당한 전단변형을 받게 될 것이다. 따라서 오스테나이트 결정립은 연신된 형태를 나타낼 것이나, 마찰계수의 증가만큼 시편이 압연되어질 때 발생하는 가공발열에 의해서 페라이트 변태가 늦추어짐으로써 입내 페라이트가 생성되지 않는 것으로 판단되어진다.

(7) 전단 변형률에 따른 페라이트 변태 거동

그림 3.3.2-66 (a)는 압연 시편의 전단 변형률(γ)를 알아보기 위해 ND 방향과 평행하게 시편 중앙부에 삽입한 핀의 단면도이다. 핀의 단면 형태를 보고 ND 방향에 대해서 회전된 각을 측정하여 전단 변형률을 조사하였다. 즉 ND 방향에 대해 회전된 각이 Φ 라면 전단 변형률 $\gamma = \tan\Phi$ 가 되어 비교적 쉽게 전단 변형률을 구할 수 있다.

Hurley와 Hodgson[Jae-Hyung Cho 2003]은 Finite Element Method 모델링을 이용하여 대칭압연시의 압연율 45%에서 판재의 표면과 중심부에 작용하는 전단변형이 3.5배의 차이를 나타낸다고 보고하였다. 압연율 20%에서 전단변형률은 0.3~0.4정도로 만족할 만한 수준을 얻지 못하였고, 페라이트 변태도 일어나지 않았다. 오스테나이트 열처리 온도를 1150°C에서 압연률 30%에서 비대칭압연하였을 경우, 600°C, 700°C에서의 전단 변형률의 차이가 있음을 알 수 있다. 비대칭압연시 전단변형에 가장 큰 영향을 미치는 마찰계수의 차이로 인한것이라 예상할 수 있다. 로에서 시편을 꺼낼 때 발생하는 시편 표면의 산화막이 압연시

마찰계수를 떨어뜨리는 효과를 가져 올 수 있다고 생각한다. 1150°C 오스테나이트 열처리 후 700°C 압연온도 50% 압연율의 조건에서 전단변형률(γ)이 1.73으로 상당히 효과적인 결과를 얻을 수 있었다. Hurley등 [P.J. Hurley 2001]은 비틀림 시험에서 675°C의 변형온도와 전단변형률 2.0 조건에서 동적 페라이트 결정립 크기가 1.2 μm 인 미세한 페라이트를 생성하였다고 보고하였다. 본 실험실에서는 전단변형률 1.73의 조건에서 입계 페라이트 결정립 크기는 1 μm 수준 페라이트를 얻었지만, 입내 페라이트는 얻지 못하였다. 그림 3.3.3-79은 롤속도비가 1.5인 경우의 압연온도 700°C에서 50% 압연율을 나타낸다. 시편의 1/2t와 1/4t부근을 1000배의 배율로 관찰한 결과 매우 미세한 입내 페라이트가 생성되어진 것으로 판단되어진다. 표 3.3.2-6 과 3.3.2-7를 참고하면 롤크기 차이에 의한 전단변형이 롤속도 차이에 의한 전단변형보다 효과적임을 전단변형률을 통해서 확인할 수 있었다. 그림 3.3.-69과 3.3.2-70을 비교하면 상부롤과 하부롤의 지름 크기가 다른 경우는 오스테나이트 입내 페라이트 변태가 일어날 충분한 전단변형률을 얻었으나 실제 조직은 입내 페라이트 생성을 확인할 수 없었다. 반면에 롤의 지름은 같고 상부롤의 속도가 하부롤의 속도보다 큰 경우는 입내 페라이트 변태는 일어났으나 효과적인 전단변형률을 얻지 못하였다. 이런 현상은 롤크기비와 속도비와 같은 압연공정상의 변수에 의해서 일어나는 현상이라고 생각되어지지 않는다. 압연 후 급냉까지의 시간과 시편과 롤이 접촉하는 시간등 비대칭압연시 발생할 수 있는 변수에 의한 것이라 생각한다.

압연율 30%, 50%에서 충분한 수준의 전단변형률을 얻을 수 있었지만, 입내 페라이트는 얻을 수 없었다. 이는 재결정 후 일어나는 정적변태의 억제를 위해 첨가한 보론(B)에 의한 영향도 있을 수 있다고 판단되어진다. 즉 경화능의 지나친 증가가 페라이트 변태를 늦추고 있지 않나 생각되어진다. 따라서 다음 과제에 보론을 첨가하지 않은 일반 저탄소강을 대상으로 비대칭압연을 실시하여 보고자 한다..

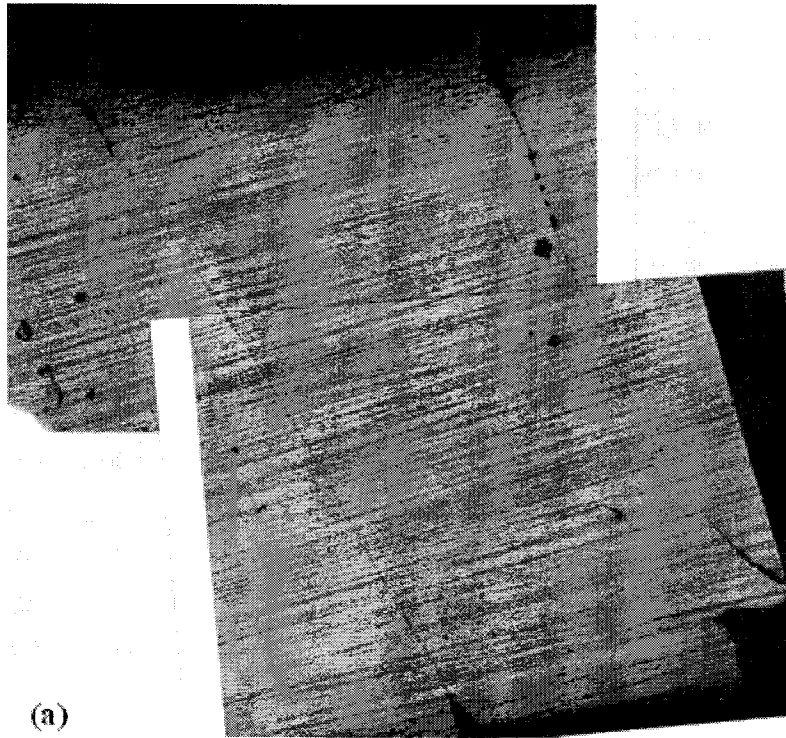


Fig. 3.3.2-73 Asymmetrically rolled with $R=20\%$ at 600°C after austenitizing at 1150°C for 10min. (a) section of pin

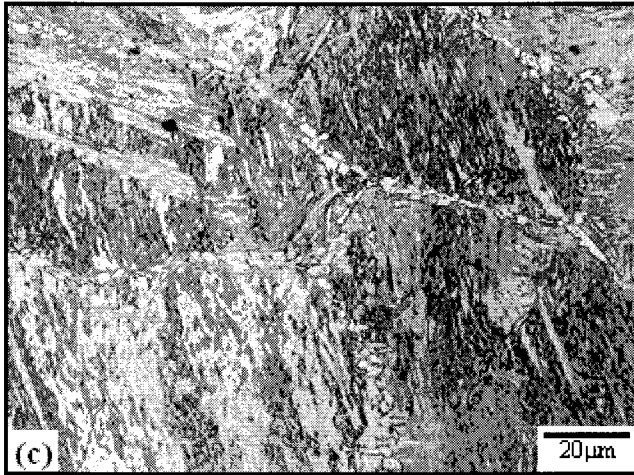
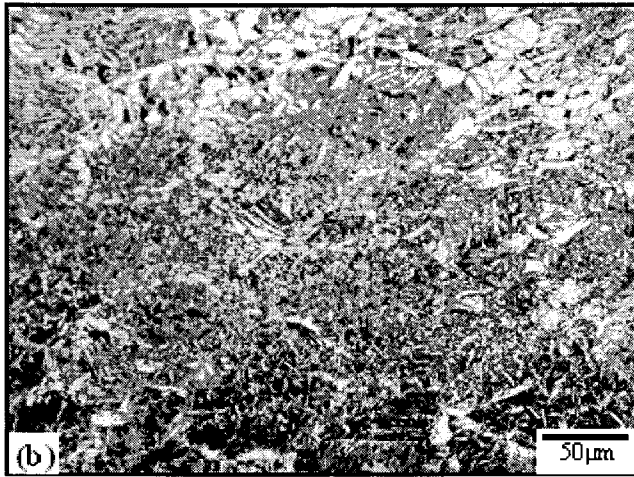


Fig. 3.3.2-73 Continued. Optical micrographs of (b) 1/4t (c) 1/2t



Fig. 3.3.2-74 Asymmetrically rolled with $R=20\%$ at 700°C after austenitizing at 1150°C for 10min. (a) section of pin

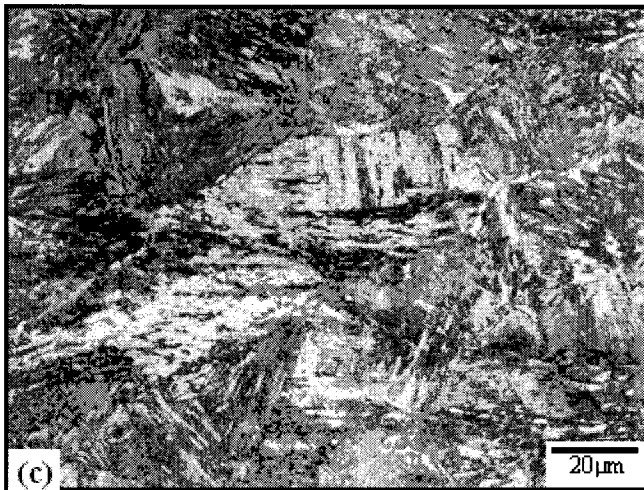


Fig. 3.3.2-74 Continued. Optical micrographs of (b) 1/4t (c) 1/2t

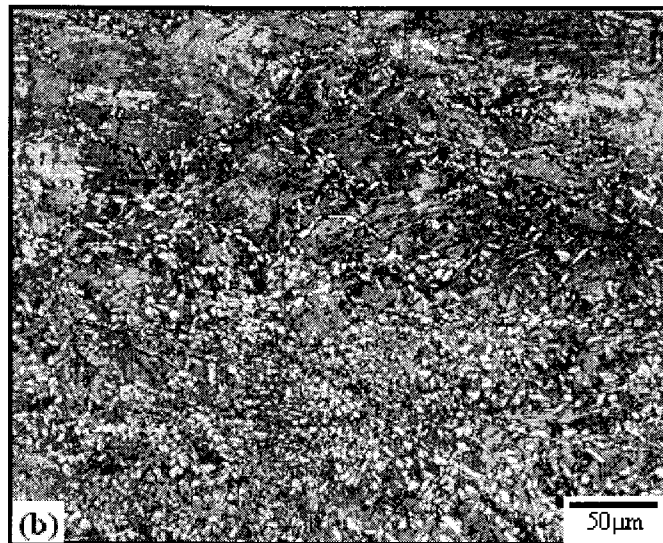
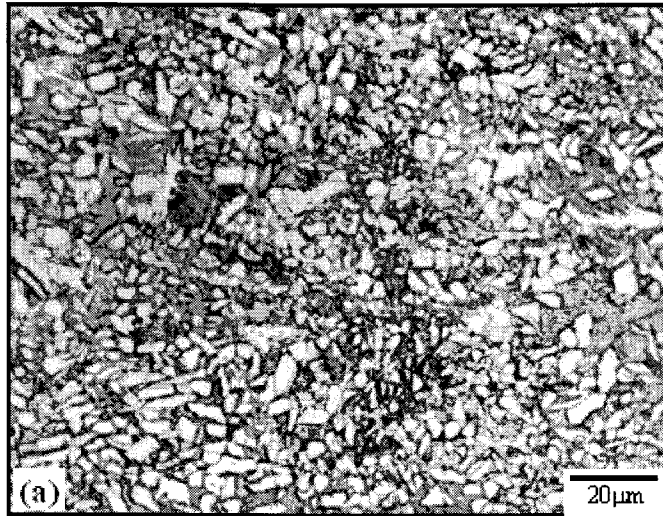


Fig. 3.3.2-75 Optical micrographs of (a) 1/4t (b) 1/2t with R=30% at 600°C after austenitizing at 1150°C for 10min.

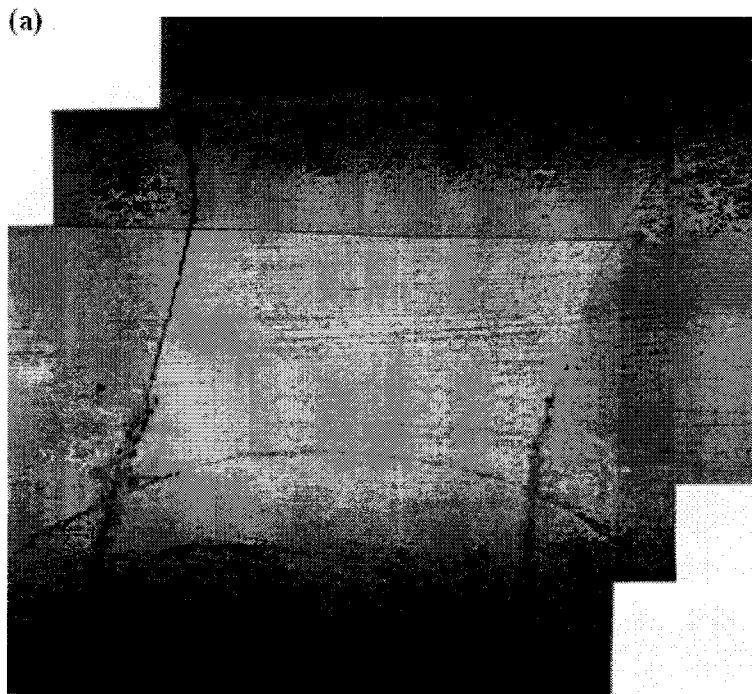


Fig. 3.3.2-76 Asymmetrically rolled with $R=30\%$ at 700°C after austenitizing at 1150°C for 10min. (a) section of pin

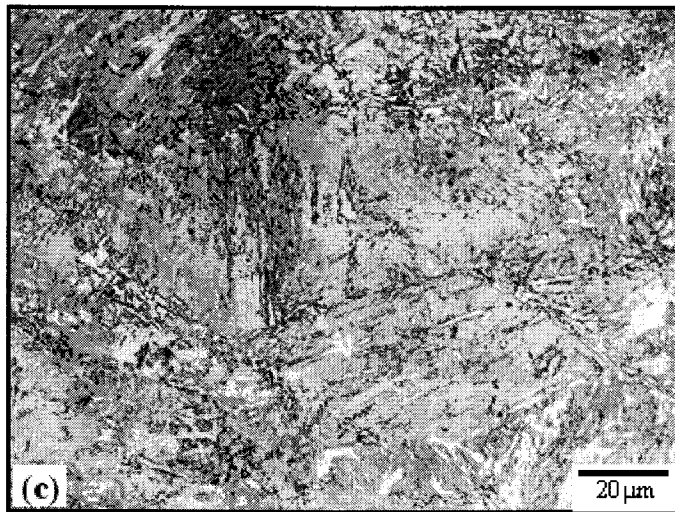
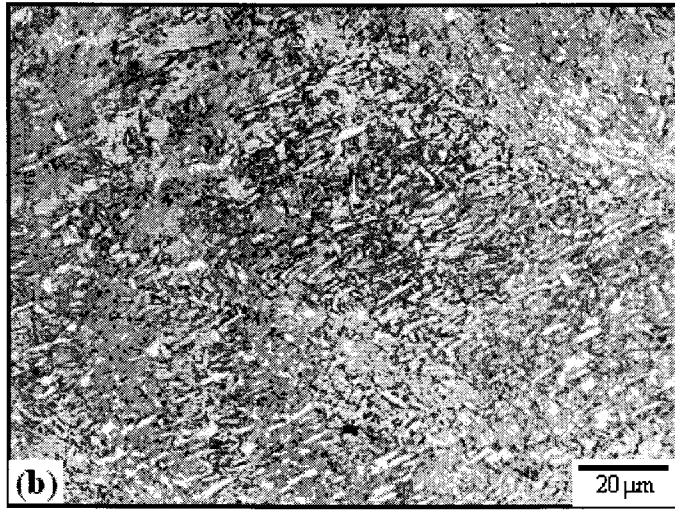


Fig. 3.3.2-76 Continued. Optical micrographs of (b) 1/4t (c) 1/2t

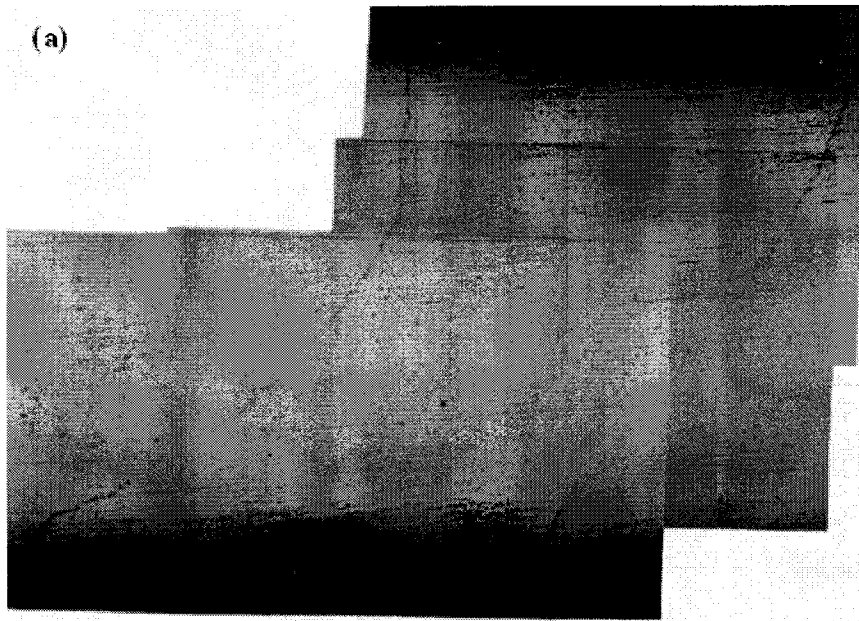


Fig. 3.3.2-77 Asymmetrically rolled with $R=50\%$ at 600°C after austenitizing at 1150°C for 10min. (a) section of pin

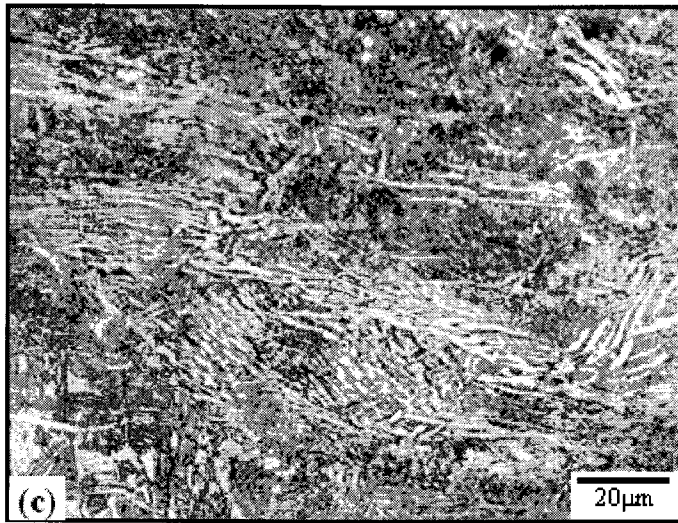
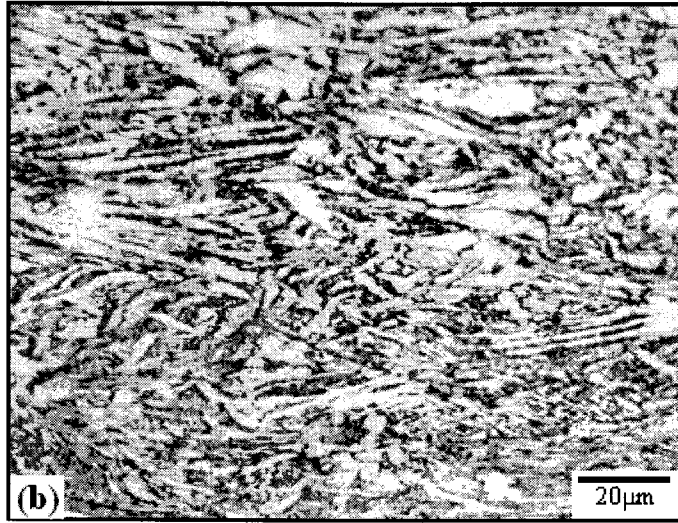


Fig. 3.3.2-77 Continued. Optical micrographs of (b) 1/4t (c) 1/2t

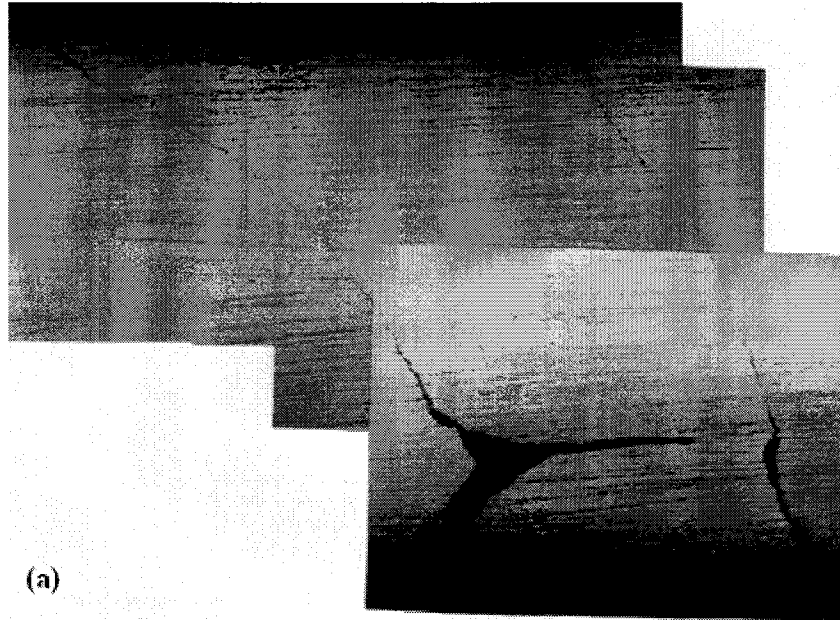


Fig. 3.3.2-78 Asymmetrically rolled with $R=50\%$ at 700°C after austenitizing at 1150°C for 10min. (a) section of pin

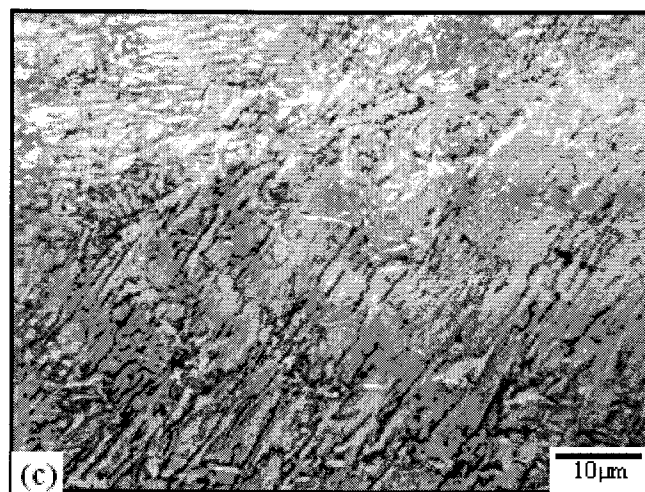
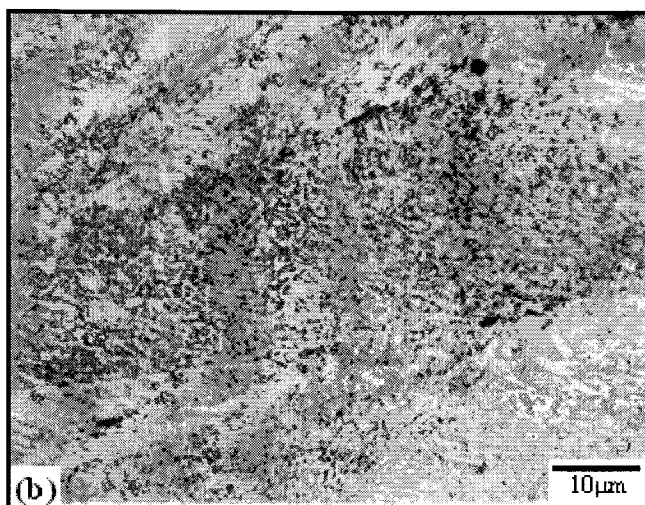


Fig. 3.3.2-78 Continued. Optical micrographs of (b) 1/4t (c) 1/2t

(8) 페라이트 변태 거동에 미치는 롤크기비와 롤속도비

상부롤과 하부롤의 크기 차이가 1.5배 나는 압연기를 사용하여 비대칭압연을 하였다. 그림 3.3.3-65부터 그림 3.3.3-72까지는 상부롤의 지름이 하부롤 지름의 1.5배인 조건에서 비대칭압연 한 광학 현미경사진이다. 상부롤과 하부롤이 시편에 작용하는 마찰계수가 비교적 일정하여 시편에 가해지는 전단변형은 전체적으로 비교적 균일하게 작용함을 알 수 있다. 압연율이 증가함에 따라 시편의 표면부와 중심부가 균일한 전단변형을 받지 못함을 확인할 수 있었다. 전단변형이 시편의 표면부에 집중되고 중심부에는 큰 영향을 주지 못함을 광학 현미경으로 관찰 한 조직 사진을 통해서 알 수 있다. 균일한 전단변형은 작용하지만 오스테나이트 입내에서 관찰되어지는 페라이트 분율은 매우 적음을 알 수 있다. 입내 페라이트 결정립 미세화는 $1\mu\text{m}$ 수준의 결정립 크기를 얻지 못하였으나, 대략 $4\sim 5\mu\text{m}$ 수준의 결정립 크기를 얻을 수 있었다.

그림 3.3.2-73부터 그림 3.3.2-78까지는 롤속도의 차이를 1.5로 비대칭압연 한 광학 현미경사진이다. 롤크기가 다른 경우와 함께 시편의 표면부에 전단변형이 집중됨을 조직 사진을 통해서 알 수가 있다. 롤크기비가 1.5인 경우와 비교하면 전단변형이 상당히 균일하지 않음을 알 수가 있다. 상부롤의 속도가 하부롤의 속도에 1.5배 되는 경우가 롤크기 차이가 1.5배 되는 경우보다 시편과 작용하는 마찰계수가 작기 때문에 효과적인 전단응력이 작용하지 못한다고 생각한다. 표 3.4.2-4과 3.4.2-6을 비교하면 롤크기비 1.5인 경우의 전단변형률이 롤속도비 1.5인 경우에 비해 더 만족할 만한 결과를 나타내고 있음을 볼 수 있다. 유한요소법으로 롤크기에 대한 영향과 롤속도에 대한 영향을 살펴본 결과에 따르면, 롤속도차이가 2배인 경우에는 롤크기차이가 2배인 경우와 거의 유사한 변형거동을 보인다고 한다.[S.-H.Lee 2000] 그러나 실험에 의한 결과는 여러가지의 변수로 인해서 잘 일치하지 않음을 볼 수 있다.

	600°C	700°C
20%	0.47	0.364
30%	0.84	0.71
50%	1.28	1.73

Table 3.3.2-7. Shear strain of specimens with austenitized at 1150° C

	650°C	700°C
30%	1.0	0.98
50%	1.60	1.64

Table 3.3.2-8 Shear strain of specimens with austenitized at 1000° C

	600°C	700°C
30%	•	0.31
50%	0.8	1.12

Table 3.3.2-9. Shear strain of specimens with a roll speed ratio of 1.5

마. 결론

(1). 정적/동적 변태 페라이트의 미세조직에 대한 연구에서는, 오스테나이트 결정립 크기가 $300\mu\text{m}$ 수준일 때, Ar_3 직상에서의 변형 중에 미세한 동적 변태된 페라이트가 오스테나이트 입계에 생성되고, 이후 등온 유지하는 동안 입내에서 정적 변태 페라이트가 조대하게 생성되는 것을 알았다. 이와 같이 두 단계에 걸쳐서 생성된 페라이트는 미세한 동적 변태 페라이트와 조대한 정적 변태 페라이트로 나누어져 바이모달(bimodal) 형태의 결정립 크기를 보인다.

(2). 50%와 20% 압축 시편에서의 동적/정적 변태 페라이트 연구에서는 다음과 같은 사실을 알았다.

오스테나이트를 20% 이상 압축하게 되면, 정적 변태 페라이트는 K-S 관계에서 많이 벗어나게 된다. 또한 20% 이상 압축 변형된 오스테나이트에서 변태된 마르텐사이트도 K-S 관계를 잘 만족하지 않는다. 또한 50% 변형된 Ni-30Fe 모델 합금에서는 결정립 내부에 변형띠가 잘 발달되었다. EBSD를 이용하여 납작하게 눌러진 결정립 내에 고경각 입계가 발달된 것을 관찰할 수 있었다. 마지막으로 심하게 변형된 오스테나이트의 결정립 내부 결함으로부터 변태된 페라이트의 핵생성은 페라이트 방위의 보다 무질서하게 한다.

(3). 왜곡된 오스테나이트 방위로부터 변태된 페라이트의 방위 모사 연구에서는 다음과 같은 사실을 알았다. 대표방위로부터 10° 이내로 어긋난 오스테나이트로부터 페라이트가 K-S 관계를 잘 만족하여 변태된다면, 결과적으로 페라이트의 K-S로부터의 어긋남각은 10° 이내에 분포하게 된다. 그리고 위 결과로부터 오스테나이트 방위의 점진적인 변화는 K-S 관계를 잘 만족하지 않는 페라이트의 방위 특성을 설명하는 데는 부족하며, 결정립 내부에 존재하는 결함 등에 의해서 페라이트 방위가 보다 무질서하게 됨을 알 수 있다.

(4) 변형온도에 대한 영향은 변형온도 600°C 에서는 입내에 Widamanstätten 페라이트나 베이나이트 페라이트가 생성되고 온도가 700°C 이상이 되면 입내 페라이트와 입계 페라이트 생성이 되지 않음을 알 수 있었다. 따라서 실험을 통한 가장 효과적인 변형온도는 700°C 라 판단된다.

(5) 압하율이 증가함에 따라 전단변형률은 증가하고 그에 따라 페라이트 결정립이 미세화되었다. 두께 방향으로 중심부까지 비교적 균일한 전단변형률을 얻을 수 있었으나 입내 페라이트 핵생성은 크게 증가하지 않았다.

3. DCAP 공정에 의한 알루미늄 변형집합조직의 변화 해석

가. 서론

알루미늄과 구리와 같은 fcc 금속의 성형성을 향상시키고 소성 이방성을 줄이기 위해서는 $\{111\}\langle 110\rangle$, $\{111\}\langle 112\rangle$ 와 같은 전단집합조직의 발달이 중요하다. 따라서 fcc 금속에 전단집합 조직을 발달시키기 위한 노력이 계속되고 있는데 최근 들어 결정립 나노화를 위한 가공방법의 하나로 많은 연구가 진행되고 있는 ECAP (equal channel angular pressing)의 주요 변형기구가 전단변형임을 감안할 때 ECAP는 fcc 금속내 전단 집합조직 발달을 위한 한 방법으로 사용될 수 있을 뿐만 아니라 가공전후의 단면적 변화가 없으므로 반복가공에 의한 변형량 조절이 가능하다. 따라서 최근에 이 가공방법을 이용하여 초미세립 또는 나노결정립(nano-grain)을 갖는 벌크재료를 제조하기 위한 많은 연구가 진행되고 있다.[C.P.Chang 2000, I.V. Alexandrov 2001] 그러나 지금까지 많은 연구자들에 의해 사용되어 온 ECAP는 대부분 단속적인 공정으로 각형이나 원통형과 같은 벌크 금속에 적용되었으며 얇고 긴 판재에는 적용이 불가능 하였다. 그런데 최근에 기존의 ECAP 개념에 바탕을 둔 C2S2 (continuous confined strip shearing)라고 하는 새로운 가공방법이 고안되어 금속판재의 연속전단변형이 가능하게 되었는데 이 새롭게 고안된 방법을 기존의 ECAP와 구별하기 위해 공정상 금형의 두께차이를 고려하여 DCAP (dissimilar channel angular pressing) 혹은 연속 ECAP (continuous equal channel angular pressing)이라 명명하였다. ECAP는 단순전단변형 (simple shear)이 아니라 평면 변형 인장과 압축 그리고 전단변형의 복합 변형 기구를 갖고 있었으며 단순전단변형에 의해 예측된 집합조직에 비해 TD (transverse direction)를 중심으로 15~20도 회전된 집합조직을 얻게 됨을 알 수 있었다. 반면에 DCAP는 단순전단변형에 매우 가까운 변형거동을 갖고 있었는데 이러한 차이는 ECAP 변형 시 변형 초기에 시편 두께 방향의 인장에 의해 늘어난 변형요소가 변형 후기에 변형 전 두께로 다시 되돌아 가기 위해 추가의 압축응력이 작용하였기 때문이다.

나. 실험 방법

DCAP전 다양한 초기 집합조직을 갖는 시편을 만들기 위해 5mm두께의 상업용 1050 Al합금 판재를 사용하여 그림3.3.3-79의 흐름도에서 보여주는 것과 같은 여러 가공과 열처리 공정을 거쳐 1.55mm두께의 판재를 제조하였다. 시편은 각각 냉간 압연, 압연 후 열처리, 온간 압연, 연속 주조된 판재로부터 채취되었으며 냉간 압연이나 온간압연시 매회 입하율은 10%이었다. 제조된 판재로부터 길이방향이 압연방향에 평행하게 $20(w) \times 1.55(t) \times 200(l)$ 의 시편을 절단하였으며 절단된 시편은 120° 의 교차각(ϕ)과 0° 의 만곡각(ψ)을 갖는 DCAP금형이 장착된 그림 3.3.3-80와 같은 DCAP장치에 공급되어 10cm/s의 속도로 가공되었다.[J.C.Lee, 2002] 기존의 가압식 램(ram)대신 쌍롤을 사용함으로써 연속작업이 가능할 뿐만 아니라 상대적으로 빠른 속도의 가공이 가능하였다. 각각 다른 열처리 공정을 거친 시편들의 DCAP 전, 후의 가공경화 상태를 알아보기 위해 마이크로 빅커스 경도시험기로 미소경도를 측정하였다. DCAP후 시편의 옆면을 광학현미경과 주사전자현미경(SEM)으로 관찰하였으며, DCAP전후의 집합조직 발달의 변화는 X-선 회절법을 이용하여 분석되었다. 1050Al 합금과 같이 연한 재료는 기계적 연마 시 시편에 가해지는 힘에 의해 발달된 집합조직의 분포가 달라질 수 있으므로 집합조직을 분석하기 위한 시편은 60° 의 NaOH용액에 침적시킨 후 측정하고자 하는 시편의 두께 부분까지 화학적으로 연마되었다. 세 개의 $\{111\}$, $\{200\}$, $\{220\}$ 극점도는 X-선 회절기의 자동화된 goniometer에 의해 Schultz 반사법[L. G. Schultz, 1949]을 이용하여 측정되었으며, 이 세개의 극점도로부터 WIMV method[S. matthies, 1987]에 따라 방위분포 함수(ODF)를 계산하였다. 일반적으로 금속판재의 성형성을 판단하기 위한 척도로서 사용되는 r값(Lankford parameter)은 측정된 세 개의 극점도 데이터로부터 rate sensitive model을 이용하여 압연 방향 혹은 DCAP 방향에 대해 $0 \sim 90^\circ$ 까지 45° 간격으로 계산되었다. 시편의 성형성과 평면 이방성은 각각 평균 r값인 \bar{r} 값과 Δr 값을 이용하여 평가되었으며 이 값들은 각각 식 3.3.3-79,80에 의해 계산된다.

$$r = \frac{r_0 + 2r_{45} + r_{90}}{4} \quad (3.3.3-19)$$

$$\Delta r = \frac{r_0 - 2r_{45} + r_{90}}{2} \quad (3.3.3-20)$$

다. 결과 및 고찰

(1) DCAP공정에 의한 집합조직의 변화

DCAP후 시편의 두께 방향에 따른 집합조직의 변화를 분석한 결과 시편의 양쪽 표면부(0.1t)만을 제외하고는 집합조직의 분포가 거의 일정하여 본 연구에서는 시편의 중앙부에서 측정된 집합조직만을 나타내었다. 그림 3.3.3-81은 DACP 전, 후 세개의 극점도로부터 계산된 냉간 압연된 시편의 방위 분포 함수들로서, DCAP 전, 후 각각 사방정 (Orthorhombic)과 단사정(Monoclinic) 시편대칭을 가정하여 계산되었다. 그림 3.3.4-3에서 표시된 냉간압연된 시편의 방위분포함수에서, DCAP전에 강한 β - 섬유 집합조직(Bs{110}<112>, S{123}<634>, Cu{112}<111>)을 갖고 있던 냉간 압연된 시편에서는 DCAP후 {001}<110>방위가 ODF상의 이상적 위치에서 약간 벗어나 매우 강하게 발달하고 있었으며, {111}<112>가 매우 약하게 존재하고 있었다. fcc금속에서는 전단변형에 의해 <111>/ND 집합조직이 비교적 용이하게 생성될 수 있음을 감안할 때 DCAP에 의해 변형된 시편내에서 <111>/ND집합조직의 세기가 매우 약하게 나타났다.

그림 3.3.4-4는 냉간 압연 후 열처리된 시편의 DCAP가공에 따른 집합조직의 변화를 보여준다. 매우 강한 {110}<100> 입방체 방위화 열처리 후 잔류한 {112}<111> Cu방위와 {123}<634>S방위(R방위)가 DCAP후 {001}<110>, {111}<112>, {110}<110>방위들이 발달함을 알 수 있다. 그러나 {111}<112>, {110}<110>방위의 세기는 {001}<110>방위의 세기에 비해 약함을 알 수 있는데, 이 결과는 {001}<100> 입방체 집합조직과 R방위를 갖는 어닐링된 1050Al합금을 ECAP가공한 Cui(Q. Cui, 1999)의 결과와 잘 일치한다.

그림 3.3.3-82는 온간 압연된 시편의 DCAP전, 후의 방위분포함수이다. 그림 3.3.3-82 (a)의 온간 압연된 시편에서는 {112}<111> Cu방위, {123}<634>방위에 비해 {001}<100> 방위가 매우 강하게 발달하고 있는 반면,

온간압연된 시편에서는 $\{112\}\langle 111\rangle$, $\{123\}\langle 634\rangle$ 방위가 $\{001\}\langle 100\rangle$ 방위보다 좀더 강하게 발달하고 있지만 그 발달된 방위의 세기 차이는 그다지 크지 않음을 알 수 있다. $\{112\}\langle 111\rangle$, $\{123\}\langle 634\rangle$ 방위와 $\{001\}\langle 100\rangle$ 방위는 fcc금속에서 각각 변형과 재결정의 결과로 발달되는 대표적인 방위들이므로 온간 압연을 함으로서 서로 다른 두 종류의 집합조직을 함께 공전시킬 수 있음을 알 수 있다. 이 $\{112\}\langle 111\rangle$, $\{123\}\langle 634\rangle$, $\{001\}\langle 100\rangle$ 방위가 함께 존재하고 있는 시편을 DCAP한 결과 온간 압연된 시편을 DCAP함으로써 냉간 압연된 시편과 열처리 된 시편을 DCAP한 시편들에 비해 보다 강한 $\langle 111\rangle//ND$ 집합조직을 발달시킬 수 있었다.

$\{123\}\langle 634\rangle$, $\{011\}\langle 100\rangle$ 방위가 함께 존재하고 있는 시편을 DCAP 한 결과 집합조직의 발달에 있어 중요한 결과를 얻을 수 있었다. 즉, 온간 압연된 시편을 DCAP 함으로써 냉간 압연된 시편과 열처리 된 시편을 DCAP 한 시편들에 비해 보다 강한 $\langle 111\rangle//ND$ 집합조직을 발달시킬 수 있었다.

그림 3.3.3-84은 연속 주조된 시편의 DCAP 전, 후의 방위분포함수의 변화를 보여주는 것으로, 그림 3.3.3-83의 온간 압연된 시편의 DCAP 전에는 β -섬유 집합조직이 약한 입방체 집합조직과 함께 발달하고 있으며, DCAP GNDPSMS $\langle 111\rangle//ND$ 집합조직과 $\{001\}\langle 110\rangle$ 방위가 함께 발달하고 있다. 그러나 DCAP전 집합조직이 발달에 있어 두 시편(온간 압연, 연속 주조된 시편)의 차이점은 연속 주조된 시편에서는 Goss 방위가 발달하며 온간 압연된 시편에 비해 $\{110\}\langle 112\rangle$ Bs 방위의 세기가 좀 더 강하게 나타나고 있는 점이며, DCAP 후의 차이점은 연속 주조된 시편에서는 $\{011\}\langle 100\rangle$ 입방체 방위가 발달하지 않고있다는 것이다. 또한, 온간 압연된 시편에서는 DCAP 후 $\{111\}\langle 110\rangle$ 방위가 발달하지만 연속 주조된 시편에서는 DCAP 후 $\{111\}\langle 112\rangle$ 방위가 발달하고 있다. 그러나 이 두 방위($\{111\}\langle 110\rangle$, $\{111\}\langle 112\rangle$)는 모두 전단변형에 의해 생성될 수 있는 방위로 금속판재의 성형을 향상시키고 이방성을 줄일 수 있는 방위로 알려져 있다.[C. H. Choi 1999, H.Lequeu 1988]

(2)성형성과 이방성

$\langle 111\rangle//ND$ 집합조직은 r 값을 증가시키고 Δr 값을 감소시킴으로써 성형성을

향상시키고 평면 이방성을 감소시킬 수 있음은 이미 잘 알려져 있는 사실이다. 그러므로 본 연구에서도 서로 다른 집합조직을 갖는 시편을 DCAP 함에 따른 집합조직의 변화가 \bar{r} 값과 Δr 값에 미치는 영향을 조사함으로써 각 시편의 성형성과 평면이방성을 평가하였다.

그림 3.3.3-85는 각 시편에서의 압연 방향 혹은 DCAP 방향에 따른 \bar{r} 값의 변화를 보여주며, 식(3.3.3-19), (3.3.3-20)에 의해 계산된 \bar{r} 값과 Δr 값의 변화는 그림 3.3.4-9에 나타내었다. 그림 3.3.4-85(a)로부터 알 수 있는 바와 같이 냉간 압연된 시편에서는 압연방향으로부터 45도 방향에서 매우 큰 \bar{r} 값을 갖지만 0도, 90도 방향에서는 낮은 \bar{r} 값을 갖고 있음으로 인해 \bar{r} 값과 Δr 값이 모두 높게 나타났다. 즉, 이는 큰 평면 이방성을 갖고 있음을 뜻하므로 냉간 압연된 판재는 디프드로잉과 같이 이방성에 의한 귀발생이 큰 문제가 되는 곳에는 적용할 수가 없다. 이 결과는 그림 4, 5의 집합조직 발달양상으로부터 설명될 수 있다. Al 합금의 냉간 압연은 β -섬유 집합조직을 발달시키며 이 발달된 β -섬유 집합조직에 의해 표 2에서 알 수 있는 바와 같이 높은 \bar{r} 값과 Δr 값을 갖게 된다. 그런데 이 시편을 DCAP 한 후에는 \bar{r} 값과 Δr 값이 모두 감소하였으며, 이는 DCAP에 의해 $\{001\}\langle 110\rangle$ 의 발달과 함께 β -섬유 집합조직이 사라졌기 때문이다.

연속 주조된 시편에서 DCAP 전, 후의 \bar{r} 값과 Δr 값을 살펴보면, 그림 10에서 알 수 있는 바와 같이 DCAP 전, 연속 주조된 시편의 \bar{r} 값과 Δr 값은 온간 압연된 시편의 \bar{r} 값, Δr 값과 비슷하였으나, DCAP 후에는 다른 양상을 보이고 있다. 즉, 주조된 시편에서는 DCAP 후 \bar{r} 값과 Δr 값이 모두 증가함을 알 수 있다. 그림 3.3.3-83, 7의 방위분포함수로부터 알 수 있는 바와 같이 연속 주조된 시편의 집합조직이 온간 압연된 시편의 집합조직과 비슷함에도 불구하고 DCAP 후 연속 주조된 시편의 Δr 값이 높은 이유는 $\{001\}\langle 110\rangle$ 방위 때문이다. 즉, 온간 압연된 시편에서는 $\{001\}\langle 110\rangle$ 방위의 45도 이방성을 상쇄시킬 수 있는 $\{001\}\langle 100\rangle$ 방위가 존재하는 반면 주조된 시편에는 존재하지 않기 때문이다. 이러한 결과로부터 DCAP 가공한 시편이 디프드로잉 시 귀발생을 억제하기 위해서는 0도 이방성을 갖는 집합조직 성분과 45도 이방성을 갖는 집합조직 성분이 공존해야 함을 알 수 있다.

따라서 Al의 압연 집합조직인 β -섬유 집합조직과 재결정 집합조직인 $\{001\}\langle 100 \rangle$ 입방체 조직을 함께 갖는 온간 압연된 시편의 DCAP에 의해 높은 성형성과 낮은 평면 이방성을 갖는 1050 Al 합금을 제조할 수 있었다. 또한 높은 성형성과 낮은 평면 이방성을 갖기 위해서는 $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ 집합조직의 발달이 필요할 뿐만 아니라 DCAP 시 발달하는 $\{001\}\langle 110 \rangle$ 회전된 입방체 방위의 Δr 값에 미치는 영향을 상쇄시킬 수 있는 $\{001\}\langle 100 \rangle$ 입방체 성분이 존재해야 함을 알 수 있다.

라. 결론

1. DCAP 가공된 시편에서 발달하는 주된 집합조직은 시편의 초기 집합조직에 의해 영향을 받지만, DCAP에 의한 $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ 집합조직과 $\{001\}\langle 110 \rangle$ 회전된 입방체 집합조직은 초기 집합조직에 무관하게 생성됨을 알 수 있다.

2. 강한 β -섬유 집합조직을 갖는 냉간 압연된 시편을 DCAP함에 의해 매우 강한 $\{001\}\langle 110 \rangle$ 집합조직이 발달하였으며, 이로 인하여 낮은 성형성과 높은 이방성을 나타내었다. 강한 $\{001\}\langle 100 \rangle$ 집합조직을 갖는 시편을 DCAP 한 경우 약한 $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ 집합조직과 함께 $\{001\}\langle 110 \rangle$ 성분과 $\{110\}\langle 110 \rangle$ 성분이 발달하였는데 이 $\{110\}\langle 110 \rangle$ 성분에 의해 0도에서 귀발생이 예상된다.

3. $\{001\}\langle 110 \rangle$ 입방체 성분과 β -섬유 집합조직을 함께 갖는 온간 압연된 시편을 DCAP 함에 의해 $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ 집합조직과 $\{001\}\langle 100 \rangle$ $\{001\}\langle 110 \rangle$ 집합조직이 발달하였다. $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ 집합조직의 발달에 의해 높은 성형성을 얻을 수 있었으며, 이방성에 미치는 $\{001\}\langle 110 \rangle$ 성분과 $\{001\}\langle 100 \rangle$ 성분의 영향이 서로 상쇄됨으로써 낮은 평면 이방성을 얻을 수 있었다. 그러므로 DCAP에 의해 높은 성형성과 낮은 평면 이방성을 갖는 1050 Al 합금을 제조할 수 있었다.

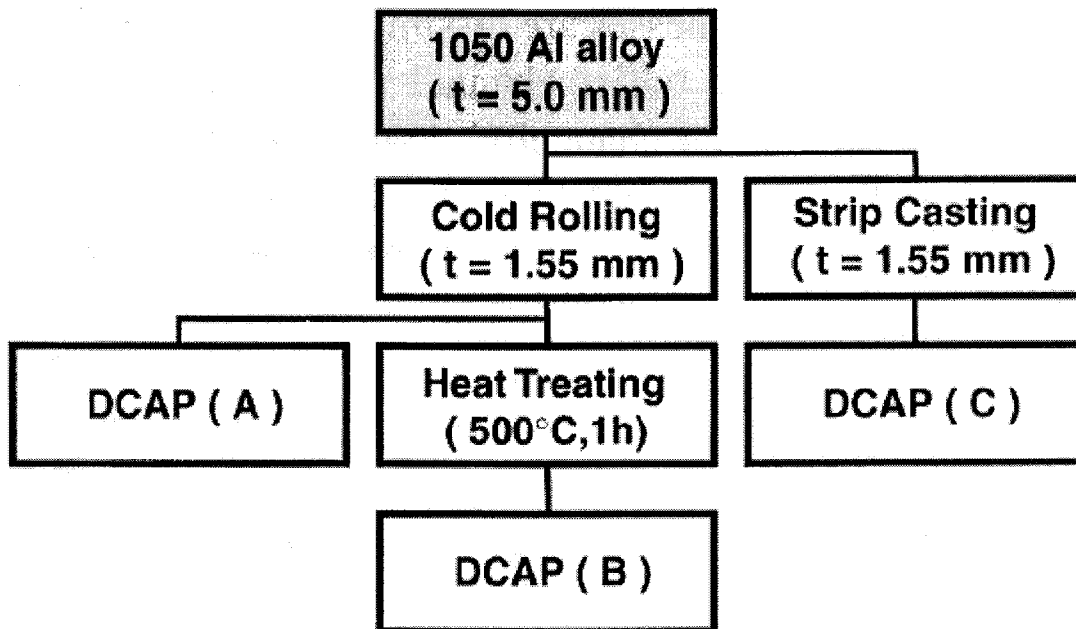


Fig. 3.3.3-78 Various thermomechanical routes to prepare the 1050 Al alloy Sheets having different textures.

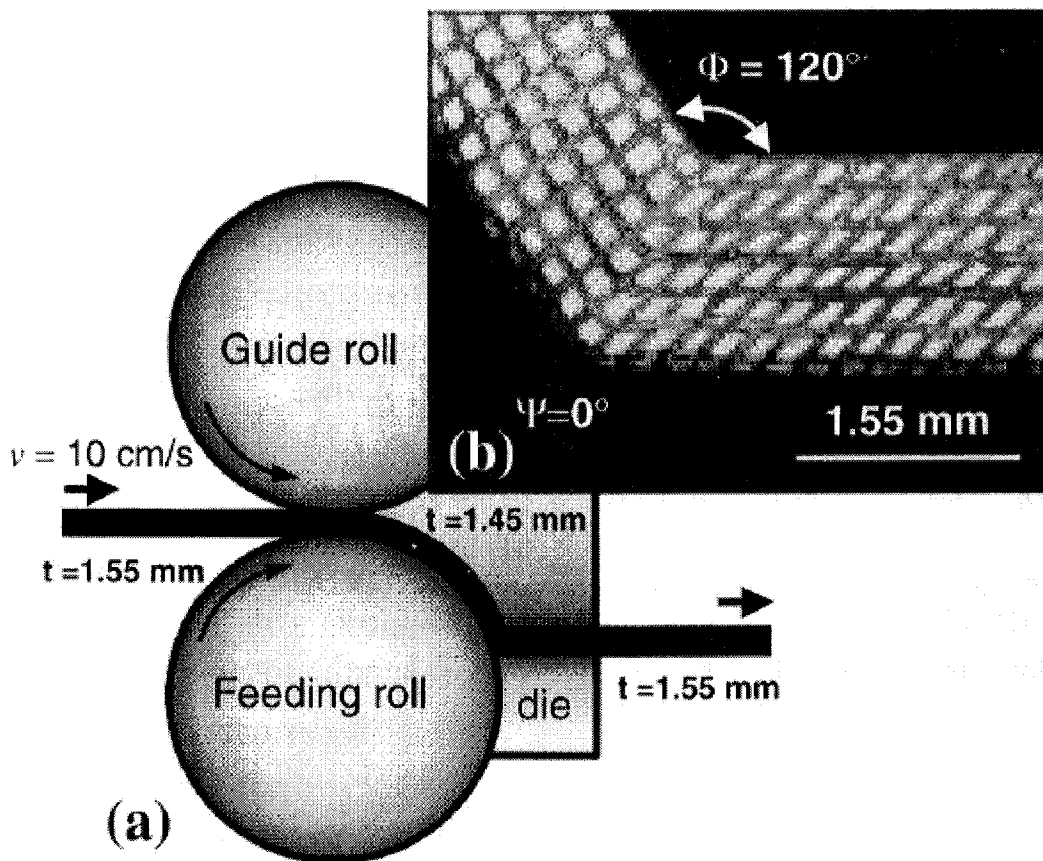


Fig. 3.3.3-79 A Schematic illustration of the C2S2 machine used for continuous confined strip shearing based on wqual channel angular pressing.

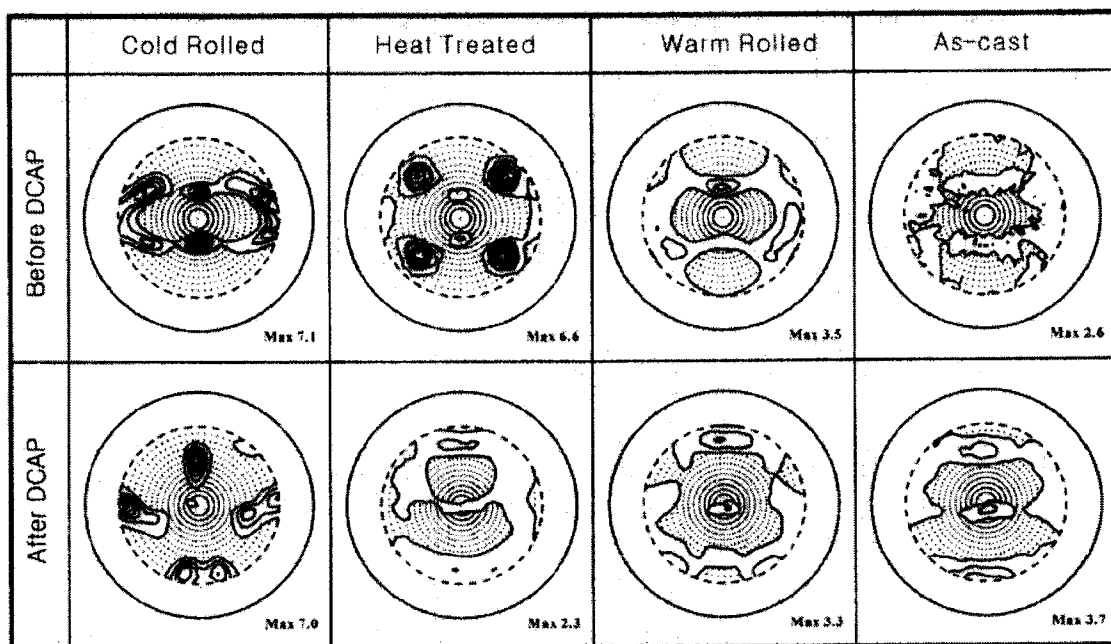


Fig. 3.3.3-20{111} Pole figures obtained from the cold rolled, the heat treated, and warm rolled, and the as-cast specimen before and after DCAP

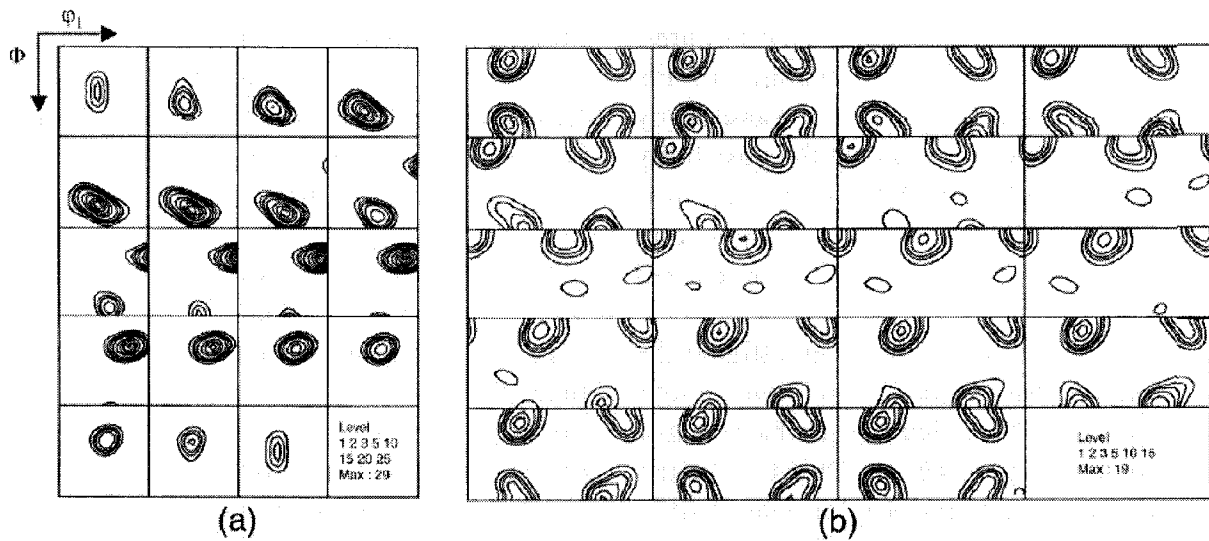


Fig. 3.3.3-21 Orientation distribution functions (ODFs) obtained from the cold rolled specimen (a) before and (b) before DCAP

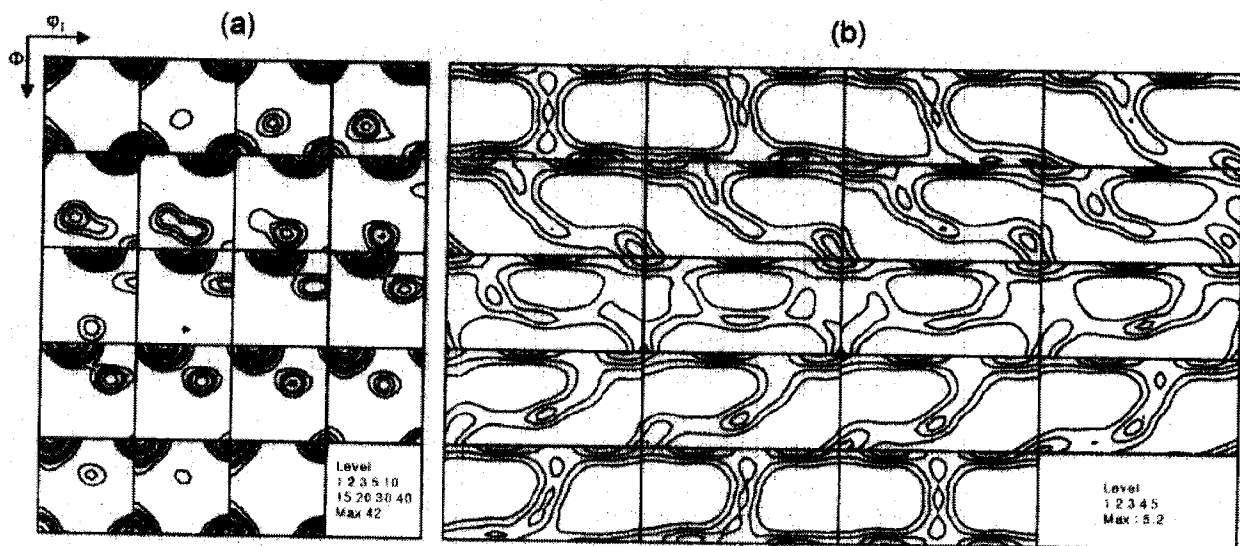


Fig. 3.3.3-22 Orientation distribution functions (ODFs) obtained from the heat treated specimen (a) before and (b) before DCAP

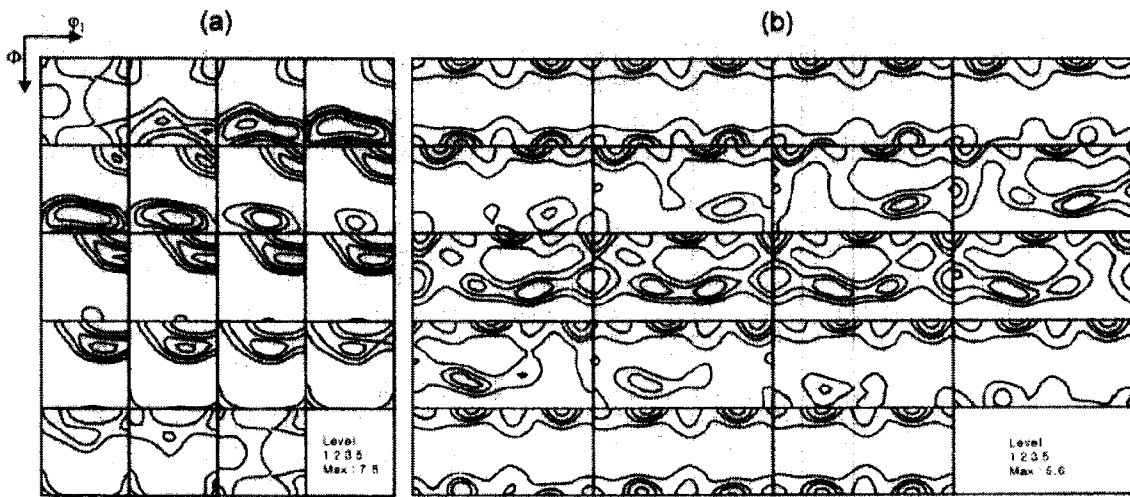


Fig. 3.3.3-23 Orientation distribution functions (ODFs) obtained from the warm rolled specimen (a) before and (b) before DCAP

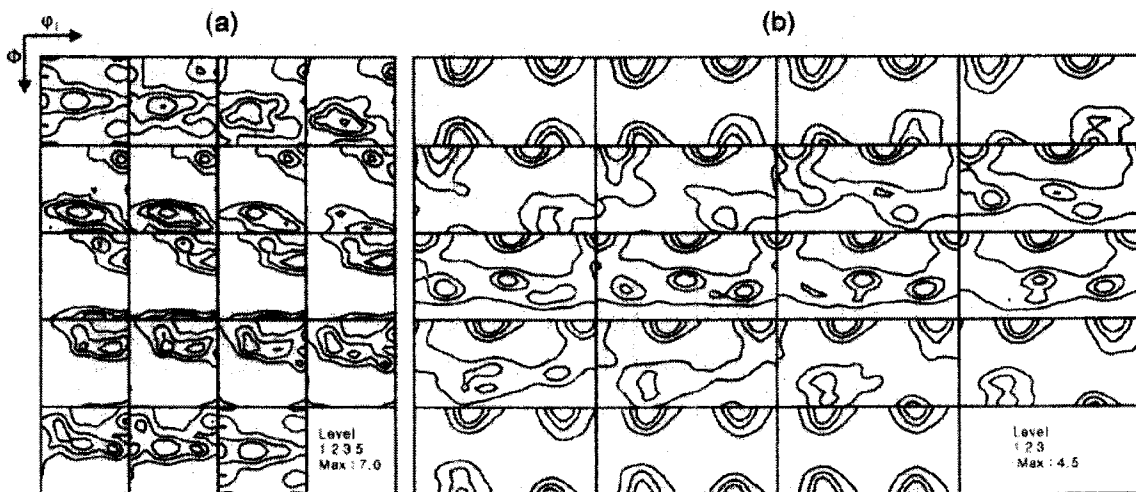


Fig. 3.3.3-24 Orientation distribution functions (ODFs) obtained from the as-cast specimen (a) before and (b) before DCAP

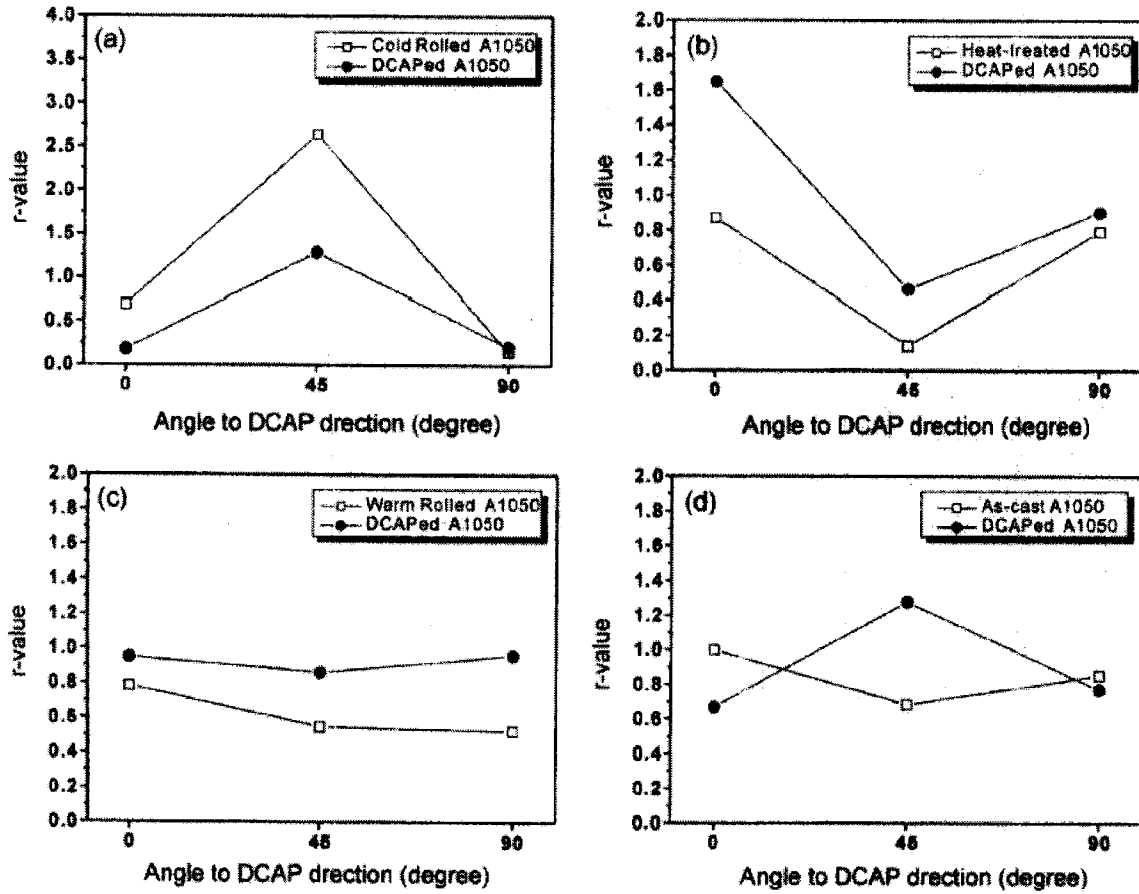


Fig. 3.3.3-25 Variations in the r-value calculated as a function of the angle with respect to the DCAP direction for

(a) the cold rolled, (b) the heat treated,

(c) the warm rolled, (d) the as-cast specimens.

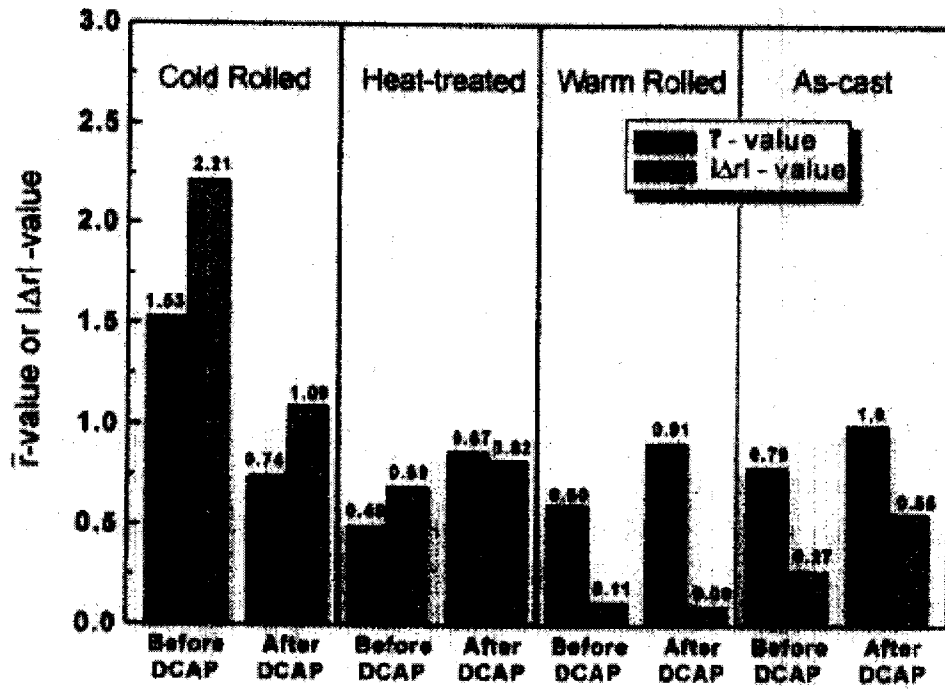


Fig. 3.3.3-26 Variation in the \bar{r} - and $|\Delta r|$ - values calculated for the cold rolled, the heat treated, the warm rolled, and the as-cast specimens.

제 4절 본딩 와이어의 가공

최근 반도체의 동작속도가 급격히 빨라지고 크기도 극소형화됨에 따라 chip과 lead frame 사이를 연결해 주는 동본딩 및 금본딩와이어의 개발이 더욱 요구되고 있다. 이러한 추세에 따라 본딩와이어는 더욱 미세해지고 이에 따라 더 높은 강도를 요구한다. 고강도 극세선 본딩와이어를 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 어닐링 공정의 최적화 또한 최종적인 고강도 극세선 금본딩와이어 개발에 반드시 필요한 핵심요소기술이다.

금본딩와이어에서 일반적으로 신선과 같은 축대칭 변형은 재료내부에 특정한 결정 방향이 축방향으로 배열하는 섬유집합조직을 발달시키며 금과 같은 면심입방금속에서는 강한 $\langle 111 \rangle$ 과 약한 $\langle 100 \rangle$ 섬유집합조직이 발달한다. 이러한 신선공정의 최적화와 미세구조제어는 FC wire개발을 위한 필수적인 요건이라 할 수 있다. 본 연구에서는 EBSD를 이용하여 최종 제품 와이어의 미세조직 및 미세집합조직을 검토하였다. 이러한 연구 결과들을 바탕으로 Au 와이어의 강도와 연신률에 영향을 미치는 요인들을 보다 정확히 파악하였다.

동본딩 와이어는 금본딩와이어에 대하여 가격경쟁력과 본딩시 접합성, 전기전도도 등에서 우수한 성질을 보여 현재 그 연구가 진행되고 있다. 동본딩 와이어의 고강도 고연신율을 위한 최적의 미세구조를 확보하기 위하여 미세구조제어에 대한 연구는 동본딩 와이어의 연구에 반드시 필요한 부분이다. 본 연구에서는 EBSD를 이용하여 동본딩 와이어의 미세조직 및 어닐링 집합조직을 검토하였다.

1. 동본딩 와이어의 재결정

가. 이론적 배경

(1) 신선된 면심입방정 선재의 변형 및 어닐링 집합조직

신선, 압출 및 압축 등과 같은 축 대칭 변형에 의해서 금속 내 결정립들은 특정 결정방위가 축 방향에 평행하고, 나머지 결정 방위가 축 둘레로 균일하게 분포하게 되며 이러한 결정방위의 분포를 섬유 집합조직이라고 부른다[M.N. Alam 1954]. 많은 연구에서, 면심 입방정 결정구조를 가지는 신선된 금속 및 합금이 $\langle 111 \rangle + \langle 100 \rangle$ 이중 섬유 집합조직을 갖는다고 보고하였다. 이중 섬유 집합조직의 두 성분의 비는 재료의 적층 결합에너지 [A.T. English 1965, August Freda 1959], 신선전 초기 집합조직 [Carl J. McHarque 1961] 과 같은 내적인 요인들과 가공량 [P.Dayal 1965, N. Inakazu 1994, 집합조직, 금속학회 세미나, 일본금속학회 1981], 가공온도 [C.J. mahargue 1959] 등과 같은 공정 요인들에 의해서도 영향을 받는다. 슬립에 의한 변형을 가정하는 결정 미소역학에 의하면, $\langle 111 \rangle$ 및 $\langle 100 \rangle$ 섬유 성분들은 일축 인장에 의한 균질한 축 대칭 변형시 안정한 방위로 알려져 있다.[Hans-Rudolf Wenk 1985] 또한, 적층결합에너지가 이들 두 성분들의 비와 연관이 있다고 보고되었다.[박현 2001] Fig.3.4.1-1. 에 여러가지 금속 및 합금의 신선 집합조직 성분중 $\langle 100 \rangle$ 성분의 비율을 나타내었다. Fig. 3.4.1-1. 에서 순수한 금속의 경우를 고려할 때, 적층 결합 에너지가 큰 알루미늄에서는 $\langle 100 \rangle$ 성분의 비가 매우 작은 반면 적층 결합 에너지가 작은 은의 경우에는 90%의 $\langle 100 \rangle$ 성분이 관찰된다. 적층 결합에너지가 작은 면심 입방정 금속에서 발달하는 $\langle 100 \rangle$ 성분은 변형 중 발생하는 기계적 쌍정과 연관이 있다고 추측되고 있다. 또한 $\langle 100 \rangle$ 성분은 신선된 면심 입방정 금속의 재결정 집합조직의 성분으로 알려져 있으며, 가공온도가 높거나 신선시 가공열에 의해 발생할 수 있는 동적 재결정에 의해 형성될 수 있다.

신선시 일축 인장에 의한 균질 변형 의외에 다이와 선재의 마찰에 의해서 불균질,

또는 전단 변형에 의한 집합조직이 발달한다. [A.D. Rollett 1998, G. Linsen 1964]. 이러한 전단 집합조직은 원통형 집합조직 (Cylindrical texture) 또는 원형집합조직 (Circular texture)이라고 불리며, 선재에서 일반적으로 관찰되는 섬유집합조직 성분들과는 달리, 이들은 반지름 방향에 대해서 특정한 결정 방위로 배열된다.

(2) 신선된 면심 입방정 금속의 어닐링 집합조직

어닐링 집합조직의 발달은 기본적으로 회복, 재결정, 결정립 성장 및 비정상 결정립 성장이라는 어닐링 단계와 연관된다. 중간값의 적층 결함 에너지를 가지는 구리 선재에서도 역시 많은 연구자들이, 350~750°C 온도영역에서 어닐링 할 시, $\langle 100 \rangle$ 을 주성분으로 하고 $\langle 111 \rangle$ 을 부성분으로 하는 집합조직이 발달하였음을 보고하였다. [N. Inakazu 1994] 그러나, Walbaum은 전해동을 이용한 실험을 통하여서, 90%이하의 단면 감소율을 가지는 신선된 구리 선재는 500°C까지 $\langle 112 \rangle$ 재결정 집합조직이 발달하고, 같은 온도에서 감소율이 90% 초과한 구리 선재에서는 $\langle 111 \rangle + \langle 100 \rangle$ 이 중심유 집합조직이 관찰되었다고 보고하였다 [H.J. Wallbaum 1951]. Schmid, Bassi 등은 공업용 순도에서 발달하는 $\langle 112 \rangle$ 성분은 결정립 조대화에 기인한다고 보고하였다. [Bassi 1951] Dillamore와 Roberts는 구리선재에서 발달하는 $\langle 100 \rangle$ 재결정 집합조직은 $\langle 111 \rangle$ 변형 집합조직 성분으로부터 자라난다고 추론하였다. [I.L. Dillamore, W.T. Roberts 1965], Grant등은 어닐링 시 $\langle 111 \rangle$ 비정상 결정립 성장이 기지의 $\langle 100 \rangle$ 재결정 성분과 관련이 있다고 보고하였다. [Evan Grant 1984] 아직까지 구리 선재에서 발달하는 $\langle 100 \rangle$ 재결정 성분이나 $\langle 111 \rangle$ 집합조직의 발달에 대해서도 그 기구가 명확하게 규명되지 않은 상태이다.

이와 같이 신선된 면심 입방정 금속의 어닐링 집합조직은 가공도, 어닐링 온도 및 시간 등의 공정 요인들과 적층 결함 에너지, 순도등과 같은 재료 내적 요인들에 의해 다양한 모습을 보이며, 이에 대해서 일관되게 적용할 수 있는 이론이 부재한 실정이다.

위와 같은 과거 금속 선재의 집합조직에 대한 연구는 주로 X-선을 이용한

광역적 집합조직의 분석에 의존하고 있다. 가공되는 금속은 금형과의 마찰에 의해 불가피하게 불균질 변형을 겪게 되며, 이러한 불균질 변형이 변형 집합조직에 영향을 끼침을 보였다. 신선된 선재의 경우 중심부, 중간부, 표면의 집합조직이 상이하며, 이후 어닐리에 의한 집합조직의 분포를 고려하여야 한다. 비록 X-선 회절을 이용하여 제한적으로 국부적 집합조직을 분석하고 있으나, 그 한계가 뚜렷하며, 올바른 집합조직의 해석을 위해서는 국부적 집합조직의 분포를 측정하고 분석하는 것이 필수적이다.

나. 실험방법

(1) 실험 재료 및 신선공정

실험에 사용한 재료는 KIST에서 주조한 99.99%의 평균 순도를 가지는 동을 사용하였다. 신선 이전의 초기의 동은 9mm직경의 봉 형태를 하고 있으며, 그 루브 공정을 통해서 6mm로 직경을 감소시켰다. 동본딩 와이어는 6mm의 초기 직경을 가진 시편이 가능하며, Swage공정을 통해서 신선기에 들어가는 초기 직경의 크기를 감소 시켰다. 초기 직경이 6mm인 봉을 다단 신선공정을 거쳐서 최종 단면 감소율이 99/72% 최종 직경이 25 μ m 가 되게 하였다. 동본딩 와이어의 단면적은 결과적으로 99.72%의 단면 감소율을 가지고 있으나, 다단 신선공정을 거치기 때문에 각 신선공정의 변형량이 최종 동본딩 와이어의 집합조직에 영향을 미치게 되며, 동본딩 와이어의 기계적 물성에도 많은 영향을 미치게 된다. 일반적으로 균일한 와이어의 집합조직을 얻기 위해서는 신선의 다이각을 줄여줌으로써 각 신선공정 당 작은 단면 감소율을 가지고서 신선 공정을 진행하게 되면 균일한 방위의 분포를 가지는 와이어를 얻을 수 있다고 알려져 있다. 중간 어닐링 공정은 시편의 직경 105 μ m 로 신선공정 후 한번 행해졌으며, 신선공정이 모두 끝난 후 어닐링 공정이 한번 더 행해졌다. 제품 형태로 신선된 동본딩 와이어 초기 시편을 이용하여서 본 연구를 수행하였다. 시편은 440 $^{\circ}$ C의 온도에서 중간 어닐링 공정과 550 $^{\circ}$ C의 온도에서 최종 어닐링 공정이 들어간 것과 550 $^{\circ}$ C의 온도에서 최종 어닐링 공정만이 들어간 것으로 나뉘었다.

(2) 동본딩 와이어의 재결정 온도의 결정

금속의 재결정 온도를 결정하는 방법은 여러가지가 있다. 일반적으로 금속을 어닐링 시 어닐링 온도에 따른 경도값을 측정함으로써 경도값이 급격히 하락하는 온도에서 금속의 재결정이 일어난다고 판단한다. 본연구에서는 EBSD를 이용하여서 동본딩 와이어의 재결정 온도와 어닐링 시간으로 판단하였다. 재결정이란 재료의 변형시 재료 내부에 축적된 변형 에너지를 원동력으로 한 금속 결정립내의 방위¹ 변화를 말한다. 재결정이 일어나기 전의 변형에너지가 방출된 즉 전위가 없는 결정립으로 변하게 된다. EBSD를 이용하여서 동본딩와이어를 측정하게 되면, 이러한 재료 내부의 전위의 집적도를 관찰할 수 있다. 즉, EBSD관찰시 EBSD의 방위차 맵 상에 결정립계면의 고경각 경계를 이루면서 나타나게 되며, 결정립내의 전위들은 결정립 내의 저경각 경계들로 나타나게 된다. 따라서, EBSD를 이용하여서 어닐링 시간에 따른 방위차 맵을 관찰하면 동본딩 와이어의 재결정 온도와 시간을 결정할 수 있다. 본 연구에서는 신선된 동본딩 와이어의 어닐링 시 발생하는 미세조직 및 집합조직의 변화를 조사하기 위해서 최종어닐링 공정만이 들어간 시편과 중간어닐링 공정과 최종어닐링 공정이 들어간 시편을 350℃, 450℃의 온도에서 여러가지 시간에 대해서 어닐링 하였다. 일반적으로 알려져 있는 순수한 동의 재결정 온도는 200℃이다. 본연구에서는 순수한 동의 재결정 온도보다 높은 350℃와 450℃의 도 가지 온도에 대해서 어닐링을 한 후 집합조직의 변화를 관찰하였다. 높은 온도에서의 어닐링 시 빠른 시간안에 동본딩 와이어에서의 재결정 거동이 관찰되리라 예상된다.

(3) 동본딩 와이어의 EBSD 관찰용 시편의 준비

일반적인 EBSD시편의 준비는 다음과 같다. 금속의 경우 시편의 시편 좌표계를 결정한 다음에 시편 좌표계에 따라서 시편을 알맞은 크기로 절단한다. 시편의 좌표계는 직교 좌표계를 사용하며, 일반적으로 압연 시편을 기준으로 압연방향과

두께 방향과 법선 방향으로 직교 좌표축계를 결정하여 준다. 와이어 같은 축대칭 좌표계를 가지고 있는 시편의 신선방향 EBSD측정을 하는 경우에는 법선 방향을 동본딩 와이어의 신선방향으로 정해주게 된다. EBSD의에 이용되는 주사전자현미경의 홀더의 크기가 10mm직경을 가지고 있기 때문에 시편의 크기는 10mm 직경 시편 홀더에 들어가는 크기로 절단하게 된다. 동본딩 와이어의 경우 25 μ m의 직경을 가진 와이어를 EBSD로 측정해야 한다. 이 같은 극세선 본딩와이어의 시편 좌표축계를 맞추어서 동본딩 와이어의 신선방향의 단면을 EBSD 관찰을 하기 위해서 본 연구에서는 동본딩 와이어용 홀더를 이용하였다. 이 홀더에 동본딩 와이어를 감은 다음 주사전자 현미경용 G1에폭시 수지를 이용하여서 홀더에 와이어를 고정시킨 후 에폭시 수지를 굳히기 위해서 70도 진공오븐에서 1시간동안 유지 시켰다. 이 같은 과정 후 샌드 페이퍼를 이용하여서 400번에서 2000번 샌드 펄퍼 까지 연마를 하였다. 샌드 페이퍼로 연마 중에 홀더에 고정된 동본딩 와이어의 신선방향 단면이 드러나게 되었다. 그 다음 과정으로 0.25 μ m 크기를 가진 다이아몬드 페이스트를 이용하여서 동본딩 와이어의 표면을 연마 하였다. 이 과정 중에서 약한 G1에폭시 수지로 고정되어 있는 동본딩 와이어의 시편 좌표축이 연마에 의해서 변할 수 있기 때문에 많은 주의가 요구 된다. 다이아몬드 페이스트를 이용한 연마가 끝나면 메탄올을 이용한 표면의 세척 과정을 거치게 된다. EBSD측 정시 실험의 정확도는 시편 준비에 의해서 많은 영향을 받게 된다. 균일하고, 좋은 패턴을 얻기 위해서는 관찰하고자 하는 시편 표면의 잔류응력과 굴곡을 제거하여 줌으로써 신뢰성있는 EBSD데이터를 얻을 수 있다. 샌드 페이퍼나 다이아몬드 페이스트를 이용한 기계적인 연마는 연마의 스케일이나 표면 잔류응력의 관점에서 볼 때 EBSD를 관찰하기에 부적절한 연마 방법이다. EBSD관찰을 위해서는 기계적인 연마 후 부가적인 연마가 필요하다. 표면의 잔류응력을 제거하기 위해서 일반적으로 전해액을 이용한 전해연마나 이온빔을 이용한 이온 밀링을 수행한다. 본 연구에서는 다이아몬드 페이스트를 이용한 기계적 연마 후 이온 밀링을 하였다. 이온 밀링을 통해서 동본딩 와이어의 신선 방향 표면의 굴곡을 없애며, 잔류응력을 제거한 후 EBSD측정을 하였으며, 산화로 인한 동본딩 와이어 표면의 손상을 막기 위해서 이온밀링 직후 측정을 하였다.

(4) 동본딩 와이어의 미세조직 및 집합조직 측정 및 보상

본 연구에서 EBSD관찰을 수행한 동본딩 와이어는 직경 25 μm 의 극미세선이다. 시편 좌표축계를 고정시키기 위한 홀더를 제작하여서 사용하였지만, 홀더에 와이어를 감거나 연마를 하는 도중에 와이어의 시편 좌표축계가 잘못된 경우가 있다. 이러한 경우 WBSD를 이용하여서 관찰한 동본딩 와이어 시편의 방위는 보상이 필요하다. 측정된 동본딩 와이어의 방위의 보정은 주사전자 현미경의 이미지를 기준으로 하여서 이루어 졌다. 축대칭 좌표를 갖는 와이어의 좌표 특성상 신선 방향의 단면적을 관찰하게 되면, 항상 주사전자 현미경의 이미지상의 와이어의 단축의 길이는 와이어의 직경인 25 μm 와 일치하게 된다. 또한 장축의 길이를 측정하게 되면, 정확한 와이어의 시편 좌표축계의 경우 25 μm 가 측정되게 된다. 그러나, 보상이 필요한 기울어진 동본딩 와이어의 신선 방향 단면의 경우 장축의 길이가 25 μm 이상이 되게 된다. 이러한 경우 간단한 $\cos(\text{장축}/\text{단축})$ 식을 이용하여서 단면의 기울어진 각도를 구할 수가 있다. 이 식을 이용하여서 나온 기울어진 각도를 이용하여서 잘못된 EBSD측정 결과의 방위를 보상하게 된다. 본 연구에서는 신선된 초기 시편 및 어닐링된 결과의 방위를 보상하게 된다. 본 연구에서는 신선된 초기 시편 및 어닐링된 동와이어어 시편의 미세조직 관찰을 주사전자현미경을을 이용하여 이루어졌었다. 이 장비는 Schottky 형식의 전계 방사형 주사 전자현미경이며 2nm의 분해능을 가지고 있다. 또한 EBSD에 적합한 높은 탐침 전류를 사용하기 때문에 밝고 선명한 Kikuchi패턴을 얻을 수 있다. 사용된 동본딩 와이어의 직경이 25 μm 이므로 X-선 회절기는 동본딩 와이어의 집합조직을 측정하는 데에는 부적절하다. 따라서, 동본딩 와이어의 집합조직의 측정은 EBSD를 이용하여 측정하였으며, 동본딩 와이어의 신선방향에 평행하게 측정을 수행하였다.

(5) 동본딩 와이어의 섬유 집합조직의 측정

동본딩 와이어와 같은 축대칭 변형을 받은 재료에 있어서는 신선 방향에 평행한 섬유집합조직이 발달하게 된다. 섬유 집합 조직이란 특정 결정의 면들이축 방향에

평행하고, 이 결정의 면방향이 축 방향에 대해서 동등하게 분포하는 방위 분포를 말한다. 특히, 와이어의 신선 집합조직에 발달되는 <111> 섬유 집합조직은 기계적 강도나 연신율이 우수하기 때문에 와이어의 신선시 초점이 되는 집합조직이다.

동본딩 와이어의 신선시 나타나는 <111> 섬유 집합조직과 <100> 섬유 집합조직은 와이어 집합 조직 제어에 있어서 매우 중요하다. 이상적인 <111> 섬유 집합조직은 신선 방향(DD) 역극점도에서 [111] 방위에 위치하며, 압연 방향(RD) 역극점도에서 [110]에서 [112] 방위에 걸쳐서 섬유집합조직 선을 형성한다. 또한 이상적인 <100> 섬유 집합조직은 신선 방향역극점도에서 [100] 방위에 나타나며, 압연 방향 역극점도에서는 [100]에서 [110]을 연결하는 선으로 나타난다. 그러나, 앞에서 말한 섬유 집합 조직은 이상적인 섬유 집합 조직의 발달을 가정한 경우이며, 실제 신선재의 방위 분포는 다른 양상을 띤다. 따라서, 이상적인 섬유 집합 조직의 분포와 실제 분포 사이에는 적절한 매개 변수가 필요하다. 이러한 매개 변수로써 두 방위사이의 방위차(misorientation)를 사용하며, 일반적으로 이상적인 섬유 집합 조직과 15°의 방위차 내에 있는 방위의 경우 섬유 집합 조직에 포함시킨다. 따라서, 이상적인 섬유 집합 조직의 위치를 중심으로 15° 방위차 내에 분포하고 있는 방위들을 가지고서 동본딩 와이어의 섬유 집합 조직을 정량화할 수 있다. 이렇게 정량화된 데이터를 바탕으로 전체 방위중의 <111> 섬유 집합 조직의 분율과 <100> 섬유 집합 조직의 분율을 구하였으며, 각 어닐링 온도와 시간에 따른 <100>/<111> 방위의 분율을 도시하였다.

다. 실험 결과 및 고찰

(1) 신선된 초기 동본딩 와이어의 집합조직

Fig. 3.4.1-2. Fig. 3.4.1-3. 는 중간 어닐링 공정과 최종어닐링 공정이 들어간 시편과 최종 어닐링 공정만이 들어간 시편을 EBSD를 이용하여 측정한 결과이다. Fig. 3.4.1-2. Fig. 3.4.1-3 의 a)는 DD 방향의 EBSD 맵이미지이며 그림에서의 색은 방위를 의미한다. c), d)는 각각 신선 방향(DD)과 압연 방향(RD)의 방위를 살펴본 결과이다. Fig. 3.4.1-4. 은 EBSD에서 사용되는 방위를 색으로 나타낸

color key이다. 와이어에서 신선 방향은 법선 방향이며 압연방향과 수직방향은 와이어의 변형 신선 방향에서 축대칭임을 고려하면 개념상으로 동일한 방향이 된다. Fig. 3.4.1-2 Fig. 3.4.1-3의 a), 신선 방향에서 살펴본 방위는 중심부에 $\langle 100 \rangle$ 성분이 나타나며 와이어의 표면쪽으로는 다시 $\langle 100 \rangle$ 성분이 나타남을 알 수 있다. 그 외에 와이어 단면은 $\langle 111 \rangle$ 성분이 주가 됨을 알 수 있다. 일반적으로 면심 입방정 금속의 신선 집합조직은 $\langle 111 \rangle$ 성분이 신선 방향으로 배향한다고 알려져 있으며 구리의 와이어 신선에서도 같은 결과가 얻어졌다. 와이어 단면방향에서의 방위의 분포는 전체적으로 불균질함을 알 수 있다. 즉 와이어의 가장 중심부로부터 $\langle 100 \rangle$ 성분, $\langle 111 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ 혼합성분, 다시 와이어가장자리의 $\langle 100 \rangle$ 성분으로 와이어 전체적으로 집합조직의 분포가 다양하다. Fig. 3.4.1-2. Fig. 3.4.1-3의 b), c), d)는 각각 $\langle 111 \rangle$ 극점도, 신선 방향 역극점도, 압연방향 역극점도로 나타낸 것이다. $\langle 111 \rangle$ 극점도와 역극점도에서 보다 분명하게 신선 집합조직 성분인 $\langle 111 \rangle$ 와 $\langle 100 \rangle$ 성분을 확인할 수 있다. X-회절 측정법과는 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. Fig. 3.4.1-3은 중간 어닐링 공정과 최종 어닐링 공정이 들어간 와이어를 EBSD로 측정한 결과이다. 최종 어닐링 공정만이 들어간 시편과 마찬가지로 신선 방향에서 살펴본 방위는 주로 $\langle 111 \rangle$, $\langle 100 \rangle$ 성분이며 와이어의 중심부와 와이어의 가장 바깥부분에 $\langle 100 \rangle$ 성분이 위치하고 그 사이에는 $\langle 111 \rangle$ 성분이 분포함을 알 수 있다. 역극점도 역시 $\langle 111 \rangle$ 성분과 $\langle 100 \rangle$ 성분이 보다 명확하게 보여진다. 극들이 $\langle 100 \rangle$ 방위와 $\langle 111 \rangle$ 방위에 주로 집적되어 있음을 볼 수 있다. 전체적으로 최종 열처리 공정만이 들어간 시편과 중간열처리 공정이 들어간 시편은 신선 집합조직이 잘 발달하고 있으며 와이어 단면방향에서 살펴본 방위들의 전체적인 분포는 삼중구조의 형태를 띠고 있다는 점에서 비슷한 경향을 보인다.

(2). 동본딩 와이어의 재결정

재료가 소성 가공을 겪게 되면, 내부에는 다양함 결함들, 즉 점결함, 전위,

결정립계의 증가를 통한 내부 변형 에너지가 축적되게 된다[이동녕 1994]. 이러한 내부변형 에너지의 존재는 열역학적으로 불안정한 상태를 의미하나, 안정한 상태로의 이행 속도가 매우 느리기 때문에 변형에 의해서 증가한 결함들은 계속 유지되는 것으로 볼 수 있다. 그러나, 변형된 재료가 가열될 때, 즉 어닐링공정을 거치게 될 때 변형된 재료 내부의 원자들은 열적으로 활성화 되며, 안정한 상태로의 이행속도는 매우 빨라지게 된다. 이러한 구동력을 바탕으로 결정립 내의 방위들은 내부 변형 에너지가 없는 기지로 재배열을 하게되며, 이것을 정적 재결정이라고 한다.

지금까지 금속에서의 정적 재결정 온도를 결정하는 데에는 여러가지 방법들이사용되어 왔다. 가장 일반적으로 쓰이는 방법으로는 어닐링 온도와 시간에 따라서 경도를 조사함으로써 재결정 온도를 결정하는 방법이 있다. 그러나, 동본딩 와이어는 직경이 25 μm 이며, 경도값이 균일하지 않기 때문에 신뢰성 있는경도를 측정하는 데에 무리가 있다. 따라서, 본 연구에서는 EBSD를 이용하여서 결정립 내부를 관찰했으며, 전위의 유무로써 결정립 내부의 변형 에너지의유무를 판단하여서 동본딩 와이어의 재결정 거동을 관찰하였다.

Fig. 3.4.1-5, Fig. 3.4.1-6는 최종 열처리 공정을 거친 시편의 어닐링 시간에 따른 재결정거동을 보여주고 있다. Fig. 3.4.1-5는 350 $^{\circ}\text{C}$ 에서 어닐링 시 시간에 따른 동본딩 와이어의 방위차 맵을 보여주고 있다. 최종열처리 공정을 거친 시편을 350 $^{\circ}\text{C}$ 에서 다시 어닐링 하였을 때, 5분까지는 관찰되던 결정립 내부의 저경각 경계들이 10분 어닐링한 시편의 경우 대부분 소멸되었다. 이것으로 외부의 열을구동력으로 한 동본딩 와이어의 정적 재결정이 일어났으며, 350 $^{\circ}\text{C}$ 어닐링 시편의 경우 5분에서 10분 어닐링 시 중간에 재결정이 시작되었다고 할 수 있다. Fig. 3.4.1-6은 450 $^{\circ}\text{C}$ 에서의 어닐링 시간에 따른 동본딩 와이어의 방위차 맵을 보여주고 있다. 450 $^{\circ}\text{C}$ 어닐링 시의 재결정 거동은 5분 어닐링 시편에서 나타난다.

(3) 어닐링에 의한 동본딩 와이어의 방위 변화

(가). 어닐링에 의한 동본딩 와이어의 <111> 방위와 <100> 방위의 발달

면심 입방정 금속을 신선 하였을 때 일반적으로 나타나는 집합조직은 $\langle 111 \rangle$ 과 $\langle 100 \rangle$ 방위의 이중 섬유 집합조직이다. Fig. 3.4.1-7은 최종 어닐링 공정만을 거친 초기 시편을 350°C에서 어닐링 했을 때 시간에 따른 신선 방향 역극점도를 나타내고 있다. 신선 초기의 방위는 $\langle 111 \rangle$ 과 $\langle 100 \rangle$ 방위에 분포되어 있으며, 어닐링 시간이 지남에 따라서, 즉 재결정이 진행됨에 따라서 $\langle 111 \rangle$ 방위와 $\langle 100 \rangle$ 방위가 강하게 발달됨을 알 수 있다. Fig. 3.4.1-8은 450°C 어닐링 시의 시편의 신선 방향 역극점도를 나타낸 그림이다. $\langle 111 \rangle$ 과 $\langle 100 \rangle$ 성분의 발달은 450°C 어닐링 시에도 역시 나타나며, 1시간 어닐링에 의한 결정립 성장으로 경도를 측정하는 데에 무리가 있다. 따라서, 본 연구에서는 EBSD를 이용하여서 결정립 내부를 관찰했으며, 전위의 유무로써 결정립 내부의 변형 에너지의 유무를 판단하여서 동본딩 와이어의 재결정 거동을 관찰하였다.

(4). 어닐링에 의한 동본딩 와이어의 방위 변화

(가). 어닐링에 의한 동본딩 와이어의 $\langle 111 \rangle$ 방위와 $\langle 100 \rangle$ 방위의 발달

면심 입방정 금속을 신선 하였을 때 일반적으로 나타나는 집합조직은 $\langle 111 \rangle$ 과 $\langle 100 \rangle$ 방위의 이중 섬유 집합조직이다. Fig. 3.4.1-7 은 최종 어닐링 공정만을 거친 초기 시편을 350°C에서 어닐링 했을 때 시간에 따른 신선 방향 역극점도를 나타내고 있다. 신선 초기의 방위는 $\langle 111 \rangle$ 과 $\langle 100 \rangle$ 방위에 분포되어 있으며, 어닐링 시간이 지남에 따라서, 즉 재결정이 진행됨에 따라서 $\langle 111 \rangle$ 방위와 $\langle 100 \rangle$ 방위가 강하게 발달됨을 알 수 있다. Fig. 3.4.1-8은 450°C 어닐링 시의 시편의 신선 방향 역극점도를 나타낸 그림이다. $\langle 111 \rangle$ 과 $\langle 100 \rangle$ 성분의 발달은 450°C 어닐링 시에도 역시 나타나며, 1시간 어닐링에 의한 결정립 성장으로 인해서 $\langle 100 \rangle$ 성분만이 강하게 발달하게 된다. Fig. 3.4.1-9는 350°C 어닐링 시편의 어닐링 시간에 따른 시편의 신선 방향 맵이다. 최종 열처리 공정만을 거친 초기 시편은 $\langle 111 \rangle$ 성분을 주방위로 한 $\langle 100 \rangle$ 성분이 부방위로 발달되어 있다.

이것이 어닐링을 통해서 $\langle 100 \rangle$ 성분을 주방위로한 집합조직으로 변화하게 된다.

금속 재료의 변형시, 대부분의 변형 에너지는 열로 방출되나, 일부 에너지가 재료

내에 축적된다. 이렇게 축적되는 내부 변형 에너지는 주로 전위의 형태로 존재하게 되며, 어닐링 시 재결정은 이들 전위들의 소멸을 구동력으로 하여 일어난다. 그리고 재결정에 의한 새로운 결정립들은 변형 기지와 고경각 결정립계를 형성하면서 성장한다. 재결정 집합조직을 해석함에 있어, 최근까지 많은 이론들이 재결정립과 변형 기지간의 계면 특성에 주안점을 두어 왔다.

많은 연구자들이 변형 기지에 이미 존재하고 있는 잠재적인 재결정 핵이 어닐링 시 변형 기지의 집합조직과 특수한 방위 관계를 가져 성장에 유리한 입계를 형성하고 우선적으로 성장함으로써 재결정 집합조직을 결정한다고 주장하였다[W.G Burgers 1931]. 반면 다른 한 편의 연구자들은 무질서한 방위를 가지며 생성된 재결정 핵 중 변형 기지와 특수한 방위 관계의 입계를 형성하는 핵이 선택적으로 성장한다고 보고하였다[C.S. Barrett 1940]. 그러나, 여전히 각각의 주장들에 대해서는 논란의 여지가 있으며, 다양한 재료 및 공정 조건에 대해 일관되게 적용될 수 있는 이론이 부재한 상태이다.

(나). 어닐링에 의한 동본딩 와이어의 섬유집합조직의 발달

축대칭 변형을 받은 면심 입방정 재료에 있어서 일반적으로 나타나는 대표적인 집합조직은 $\langle 111 \rangle$ 과 $\langle 100 \rangle$ 의 이중 섬유 집합조직이다. $\langle 111 \rangle$ 섬유 집합조직은 높은 강도와 연신률을 나타내기 때문에 신선 가공시 집합조직 제어의 목적은 이 집합조직을 증가시키는데 있다고 할 수 있다. 동본딩 와이어의 섬유집합조직의 발달은 신선방향에 수직인 압연방향의 역극점도를 통해서 확인할 수 있다. Fig. 3.3.4-10에서 $\langle 111 \rangle$ 섬유 집합조직의 경우 압연 방향 역극점에서 $[110]$ 에서 $[112]$ 방위를 잇는 선으로 나타난다. 또한, $\langle 100 \rangle$ 섬유 집합조직의 경우 압연 방향 역극점에서 $[100]$ 에서 $[110]$ 을 잇는 선분으로 표현된다. Fig. 3.4.1-11. Fig. 3.3.4-12는 최종 어닐링 공정을 거친 초기 시편을 350°C 와 450°C 에서 어닐링한 시편의 시간에 따른 압연방향 역극점도이다. 450°C 에서 어닐링한 시편의 역극점도에서는 우선방위의 발달이 관찰되나 섬유 집합조직은 관찰되지 않았으며, 350°C 어닐링 시편의 경우도 섬유집합조직은 관찰되지 않았다.

(다) 중간 어닐링 처리 동본딩 와이어의 어닐링에 의한 방위 변화

중간 어닐링 공정이란 신선시 100 μ m의 직경으로 신선 후 440 $^{\circ}$ C에서 중간 어닐링을 하는 것이다. Fig. 3.4.1-13은 중간 어닐링 공정과 최종 어닐링 공정 후 350 $^{\circ}$ C에서 어닐링을 한 동본딩 와이어의 <111>극점도와 역극점도이다. 350 $^{\circ}$ C 어닐링을 하기 전의 초기 시편은 최종 어닐링 공정만을 거친 동본딩 와이어 시편과 유사한 방위를 나타내고 있다. 350 $^{\circ}$ C에서 10분 어닐링 후의 초기 시편의 방위는 최종 열처리 공정만을 거친 시편의 어닐링 시와 같이 <111> 방위와 <100> 방위가 강하게 발달한다. 또한 <111> 섬유 집합조직과 <100> 섬유 집합조직이 발달한 것은 시편의 압연 방향 역극점도에서 확인 할 수 있다. 이상의 결과에서 중간어닐링 공정이 동본딩 와이어의 <111>+<100> 이중 섬유집합조직을 발달시키는 것으로 보인다.

(라) 어닐링에 따른 <100> 방위와 <111> 방위의 분포

방위의 분율을 나타낸 그래프이다. 그림에서 보는 것과 같이 알루미늄이나 금에 비해서 작은 적층 결합에너지를 가지는 구리는 0.5의 <100>/<111> 값을 가진다. Fig. 3.2.3-2는 중간 어닐링 공정과 최종 어닐링 공정이 들어간 시편의 어닐링에 따른 <111>과 <100> 방위의 분율과 최종 어닐링 공정만이 들어간 시편의 어닐링에 따른 <111>과 <100> 방위의 분율을 나타낸 그래프이다. Fig. 3.4.1-2에서 신선 공정을 거친 초기 동본딩 와이어의 <100>과 <111>의 비율은 Fig. 3.4.1-3의 비율과 유사한 비율을 보인다. 최종 열처리 공정을 거친 시편의 경우 어닐링 시간에 따라서 <100> 방위의 분율이 증가하고 있다. 이러한 <100> 증가 성향은 350 $^{\circ}$ C 어닐링에 비해서 450 $^{\circ}$ C 어닐링에서 확연하게 나타나고 있다. 전체적인 <111>+<100> 방위의 분율은 350 $^{\circ}$ C 어닐링시 늘어나고 있다. 중간어닐링 공정이 들어간 경우 그렇지 않은 다른 시편에 비해서 <111> 방위가 증가하며, 전체적인 <111>+<100> 방위의 분율은 50%이다. 따라서, 어닐링에 따른 동본딩 와이어의 방위는 최종 어닐링 공정만을 거친 시편의 경우 어닐링 온도에 따른 차이는 있지만 <100> 방위가 증가하며, 중간 어닐링 공정과 최종 어닐링 공정을

거친 시편을 어닐링 하였을 때 <111> 방위의 분율은 유지되거나 증가한다. 1시간 동안 어닐링 처리를 한 시편의 <100>/<111>의 비율을 살펴보면, 중간 어닐링 공정이 들어가지 않은 시편을 450℃에서 어닐링 한 경우 2.7의 비율을 보였으며, 350℃에서 어닐링 한 경우 1.31의 값이 계산되었다. 이 두가지 시편의 경우 어닐링을 통해서 <111> 방위가 감소하고, <100> 방위가 증가한 것을 알 수 있다. 중간 어닐링 공정이 들어간 시편을 1시간 동안 350℃에서 어닐링한 경우 <100>/<111>의 값은 0.43을 나타내었으며, <111> 방위가 주성분으로 관찰되었다.

(3). 어닐링에 따른 동본딩 와이어의 결정립 크기의 변화

동본딩 와이어의 어닐링 시 재결정과 결정립 성장은 동시에 일어난다. 높은 에너지를 가지고 있는 결정립계면의 면적을 줄이는 것이 결정립 성장의 구동력이다 Fig. 3.4.1-14.는 어닐링 시간에 따른 동본딩 와이어의 결정립의 크기를 나타낸 그래프이다. 결정립 크기는 어닐링 시간에 따라서 증가하고 있으며, 어닐링 온도와 시편의 제조 이력에 따라서 결정립 크기에 차이가 있다. 최종 열처리 공정을 거친 초기 시편을 450℃에서 어닐링한 경우 결정립 크기의 증가가 가장 많이 일어났으며, 초기 0.88 μm 의 평균 결정립 크기에서 1시간 동안 어닐링 후 2.70 μm 의 크기로 결정립이 커졌다. 제조 이력이 틀린 두 시편을 350℃에서 어닐링한 경우 어닐링 시간에 따른 결정립 크기에 차이가 있었다.

최종 어닐링 공정만을 거친 시편의 경우의 결정립의 성장이 중간 어닐링 공정과 최종 어닐링 공정을 거친 시편의 결정립 성장보다 컸다. 따라서, 중간 어닐링 공정을 제조 이력으로 가지고 있는 시편의 어닐링 시 관찰되는 <111> 방위가 그렇지 않은 시편에 비해서 증가한다. 따라서, 중간 어닐링 공정은 <111> 섬유 집합 조직의 배양을 목적으로 하는 동본딩 와이어에 적합하다.

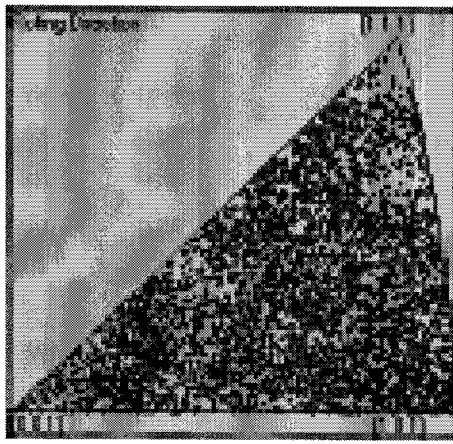
라. 결론

본 연구는 반도체 칩의 집적화로 인한 극미세화, 고강도화 되어가는 동본딩

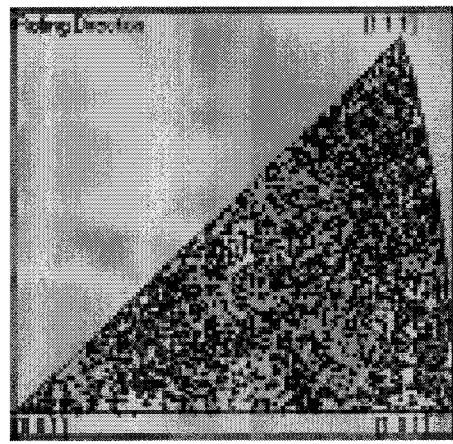
와이어 개발을 위해 필요한 어닐링 공정의 이해 및 와이어 집합조직의 제어에 초점을 두고 이루어졌다. 미세집합조직의 측면에서 보면 신선 공정에서 발생한 <111> 성분은 <100> 성분에 비해 우수한 기계적성질을 나타내므로 <111> 성분을 증가시키는 방향으로 어닐링 공정이 이루어지는 것이 바람직하다. 그리고, 동본딩 와이어의 어닐링 결과 몇 가지 타당한 결과를 얻을 수 있었으며 이에 대해 간략히 정리하면 다음과 같다.

신선 시 변형 집합조직 성분은 <111>과 <100> 성분이며 재결정 집합조직 성분도 비슷하나 재결정 온도 이상에서 시간이 증가함에 따라 <100> 성분의 증가가 <111> 성분의 증가보다 빠르다. 미세구조의 특성으로는 중심부와 와이어 표면층의 <100> 성분, 혼재된 방위 분포층, 그리고 전체적으로 발달한 <111> 성분으로 구성된다. 또한 최종 어닐링 전의 집합조직은 <111> 성분이 잘 발달해 있으나 어닐링 후는 <100> 성분의 증가가 나타난다. 따라서, 최종 어닐링 공정을 거친 시편을 열처리 함에 따라서 초기에 발달해 있던 <111> 방위는 점차 <100> 방위로 변한다. 그러나, 중간 어닐링 공정이 있는 시편의 경우 이러한 <111> 방위의 감소는 관찰되지 않았다. 최종 어닐링 공정만을 거친 시편의 집합조직에서는 <111> 섬유 집합조직이나 <100> 섬유 집합조직이 관찰 되지 않았다. 또한, 어닐링 시간에 따라서 <111> 방위와 <100> 방위의 발달은 관찰되었으나, 섬유 집합조직의 발달은 관찰되지 않았다. 중간 어닐링 공정이 들어간 시편의 경우 초기 시편에서는 섬유 집합조직의 발달이 관찰되지 않았으나, 어닐링 시간이 지나면서 <111>+<100> 이중 섬유 집합조직의 발달이 관찰되었다.

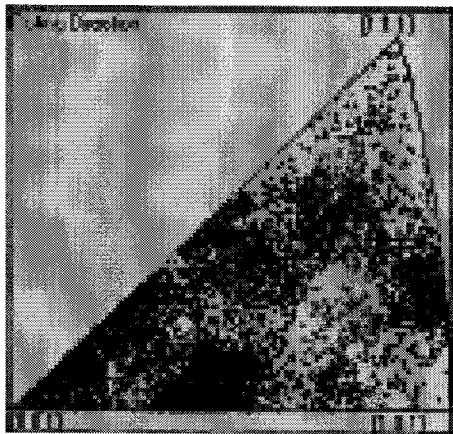
결정립의 평균 크기는 어닐링 시간에 따라서 증가하는 경향을 보였다. 어닐링 온도가 높은 수록 결정립 성장이 많이 일어났으며, 중간 어닐링 공정을 거친 시편의 경우 동일한 어닐링 시간을 거친 최종 어닐링 만을 겪은 시편에 비해서 결정립 성장이 작았다. 따라서, 중간 어닐링 공정은 동본딩와이어의 결정립을 미세화 시킨다. 어닐링에 의한 결정립계면의 거동은 재결정으로 결정립 내부의 저각각 경계의 감소와 고각각 경계의 증가로 요약할 수 있다. 또한, <111> 결정립과 <100> 결정립 사이의 $\Sigma 3$ CSL 입계도 재결정과 결정립 성장으로 인해서 증가한다.



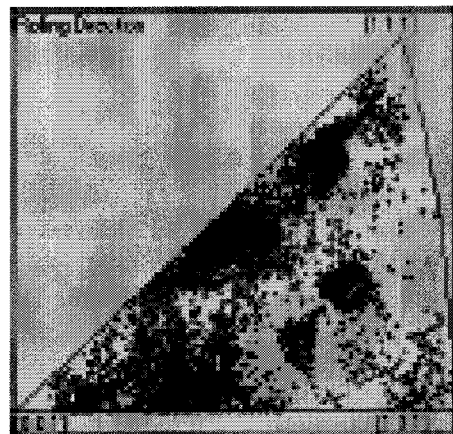
a)



b)

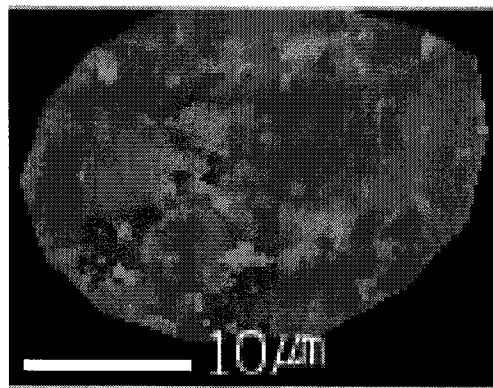


c)

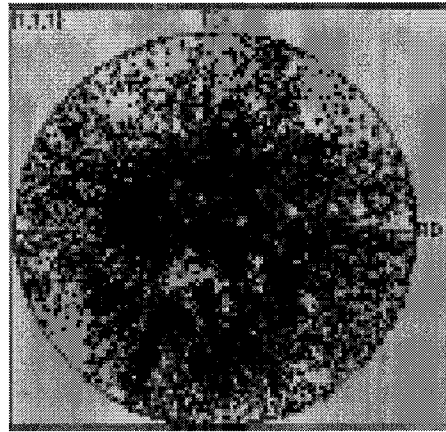


d)

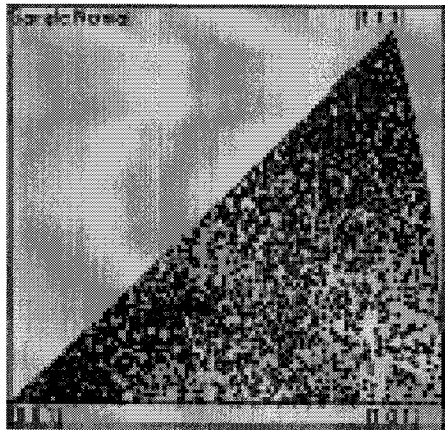
Fig. 3.4.1-1. 최종 어닐링 공정에 450°C에서 어닐링한 시편의 압연방향 역극점도. a) 초기 시편, b) 1분 어닐링, c) 5분 어닐링, d) 1시간 어닐링



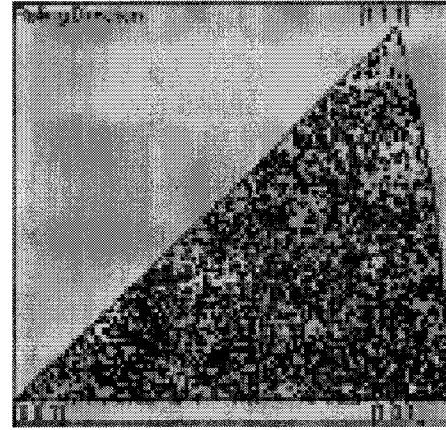
a)



b)



c)



d)

Fig. 3.4.1-2.

- a) 최종 어닐링 공정을 거친 동분당 와이어의 DD 방향맵
- b) $\langle 111 \rangle$ 극점도
- c) DD 역극점도
- d) RD 역극점도

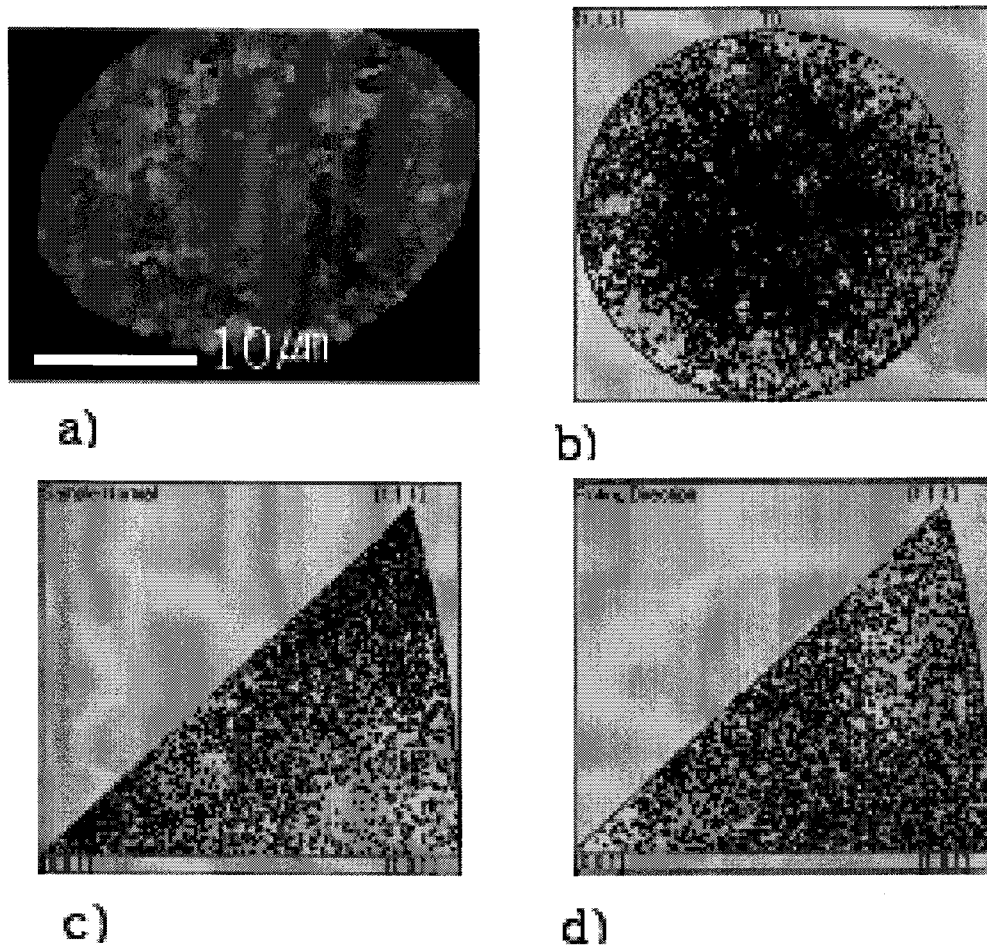


Fig. 3.4.1-3.

- a) 중간 어닐링과 최종어닐링 공정을 거친 시편의 DD 방향Map
- b) $\langle 111 \rangle$ 극점도
- c) DD 역극점도
- d) RD 역극점도

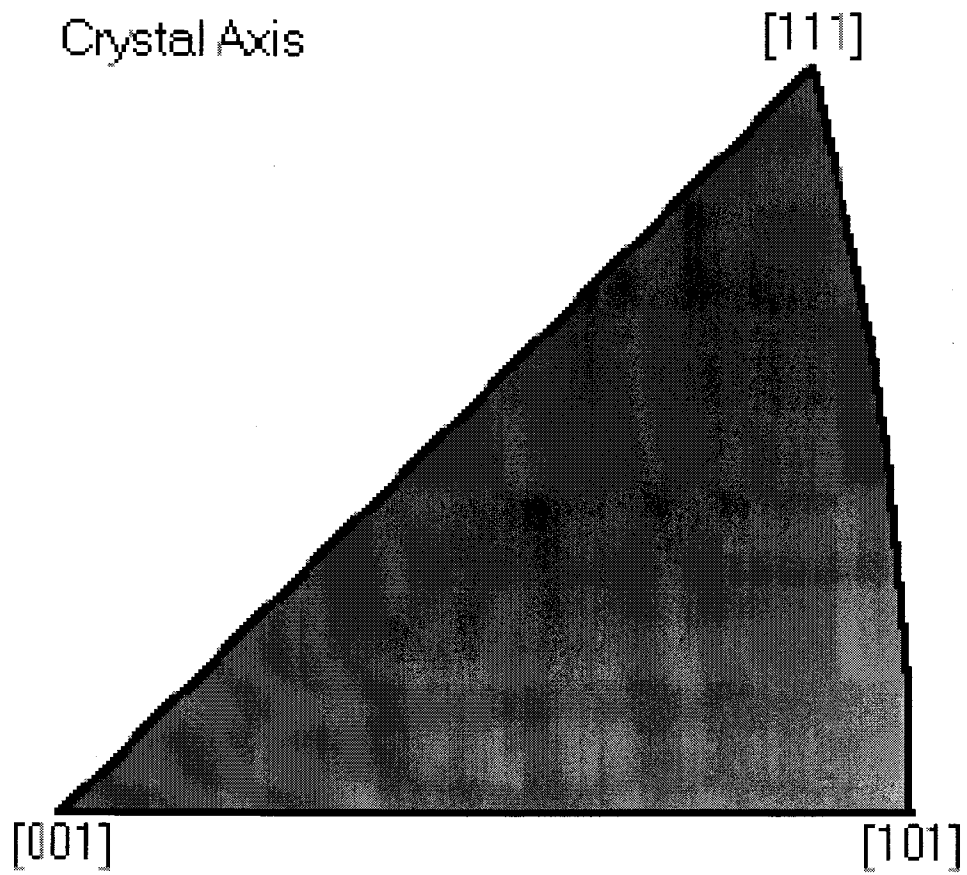
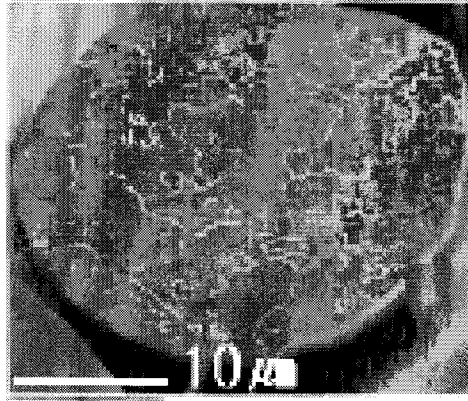
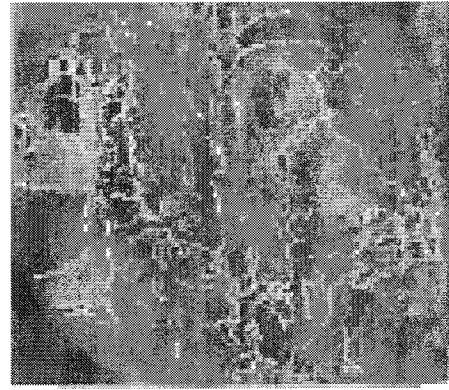


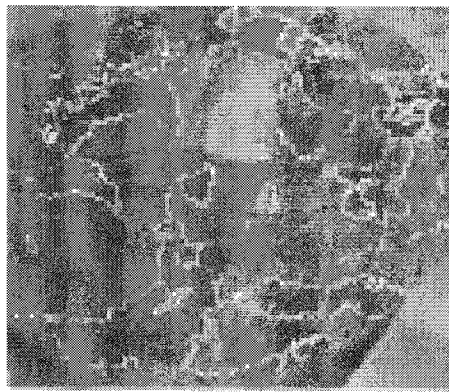
Fig 3.4.1-4. EBSD 방위 색표



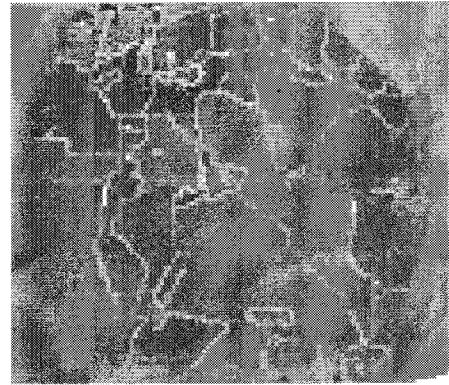
a)



b)



c)



d)

Fig. 3.4.1-5 350°C에서 최종 어닐링한 시편의 방위차 맵

a) 초기 시편

b) 5분 어닐링

c) 10분 어닐링

d) 1시간 어닐링

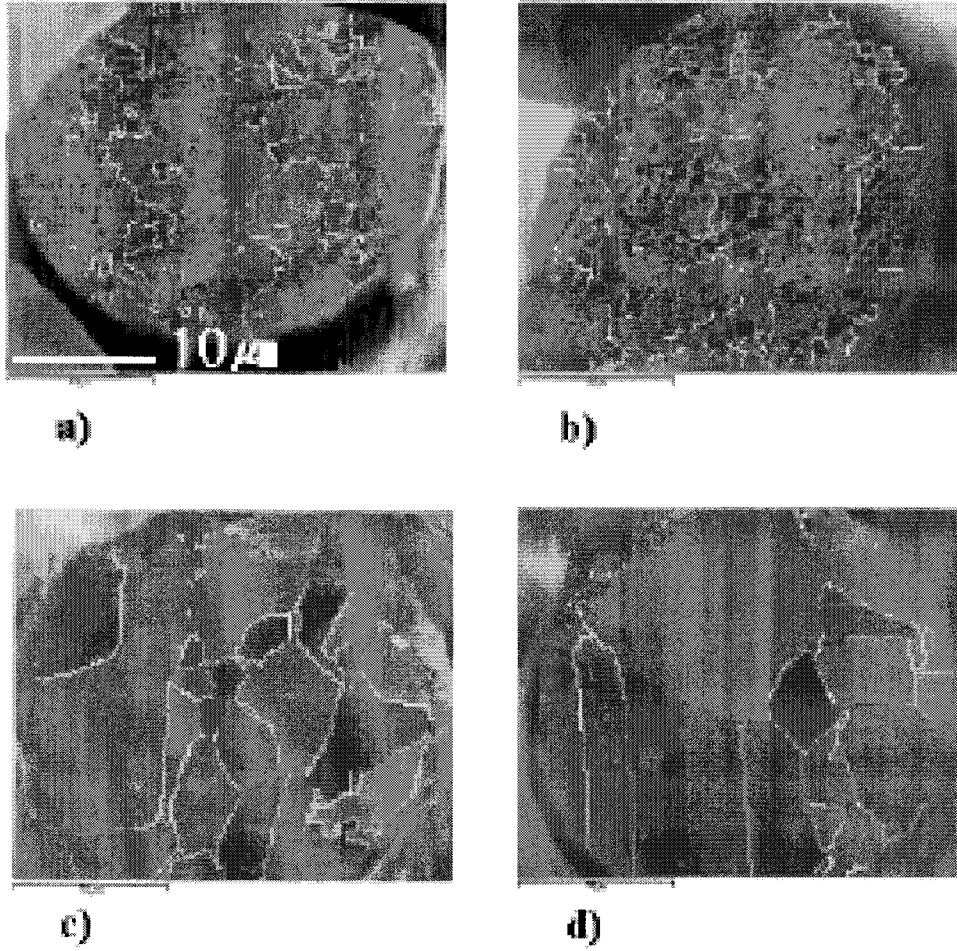
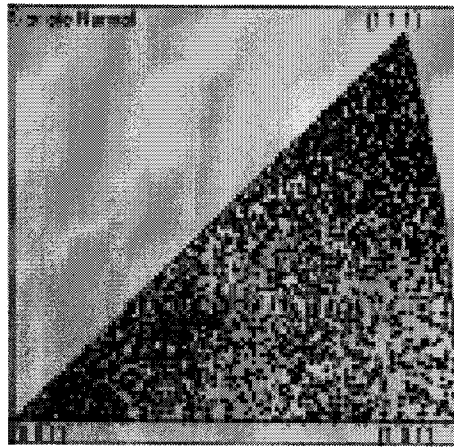
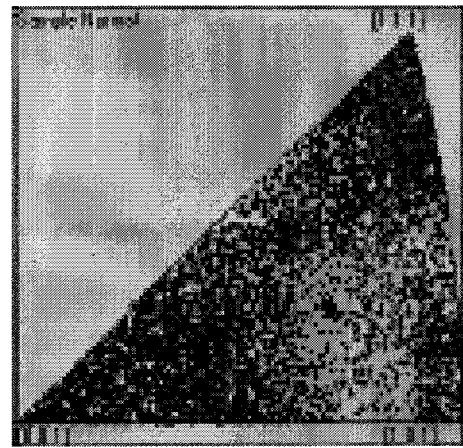


Fig. 3.4.1-6. 450°C에서 최종 어닐링한 시편의 방위차 맵

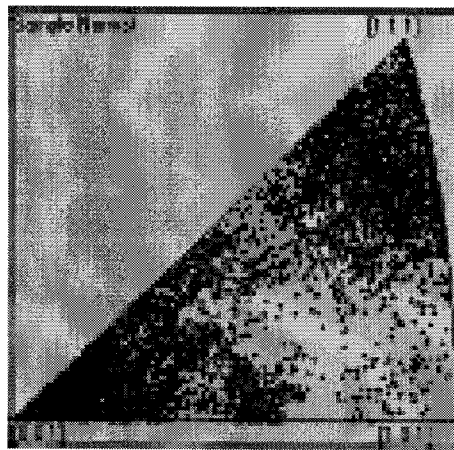
- a) 초기 시편
- b) 1분 어닐링
- c) 5분 어닐링
- d) 1시간 어닐링



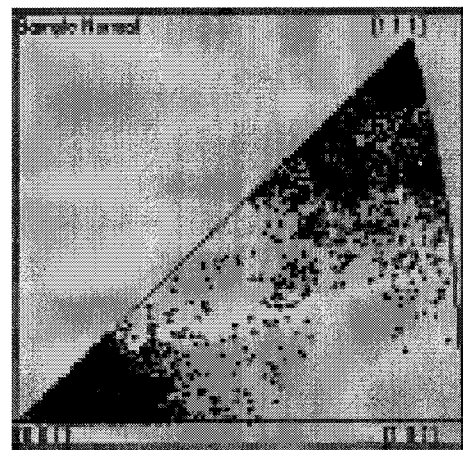
a)



b)



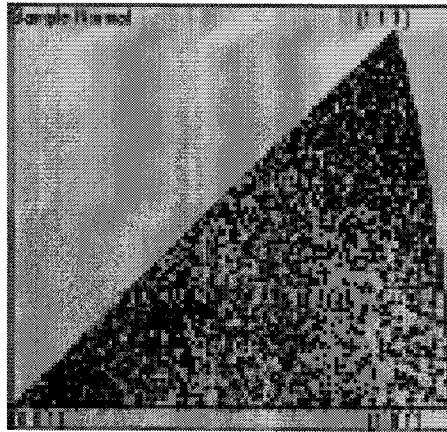
c)



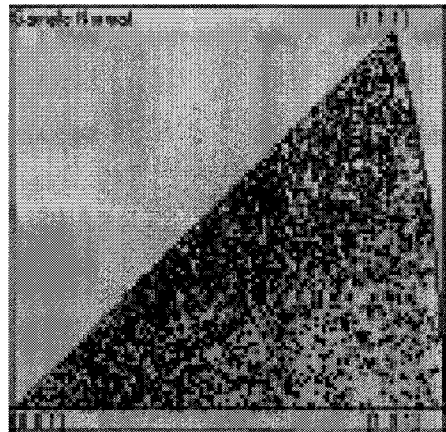
d)

Fig. 3.4.1-7. 최종 어닐링 공정에 350°C에서 어닐링한 시편의 신선방향
역극점도

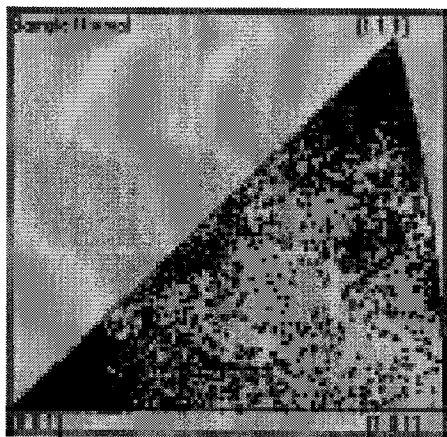
- a) 초기 시편
- b) 5분 어닐링
- c) 10분 어닐링
- d) 1시간 어닐링



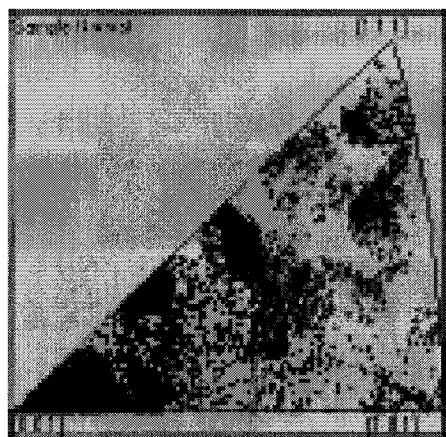
a)



b)



c)



d)

Fig. 3.4.1-8 최종 어닐링 공정에 450℃에서 어닐링한 시편의 신선방향
역극점도

- a) 초기 시편
- b) 1분 어닐링
- c) 5분 어닐링
- d) 1시간 어닐링

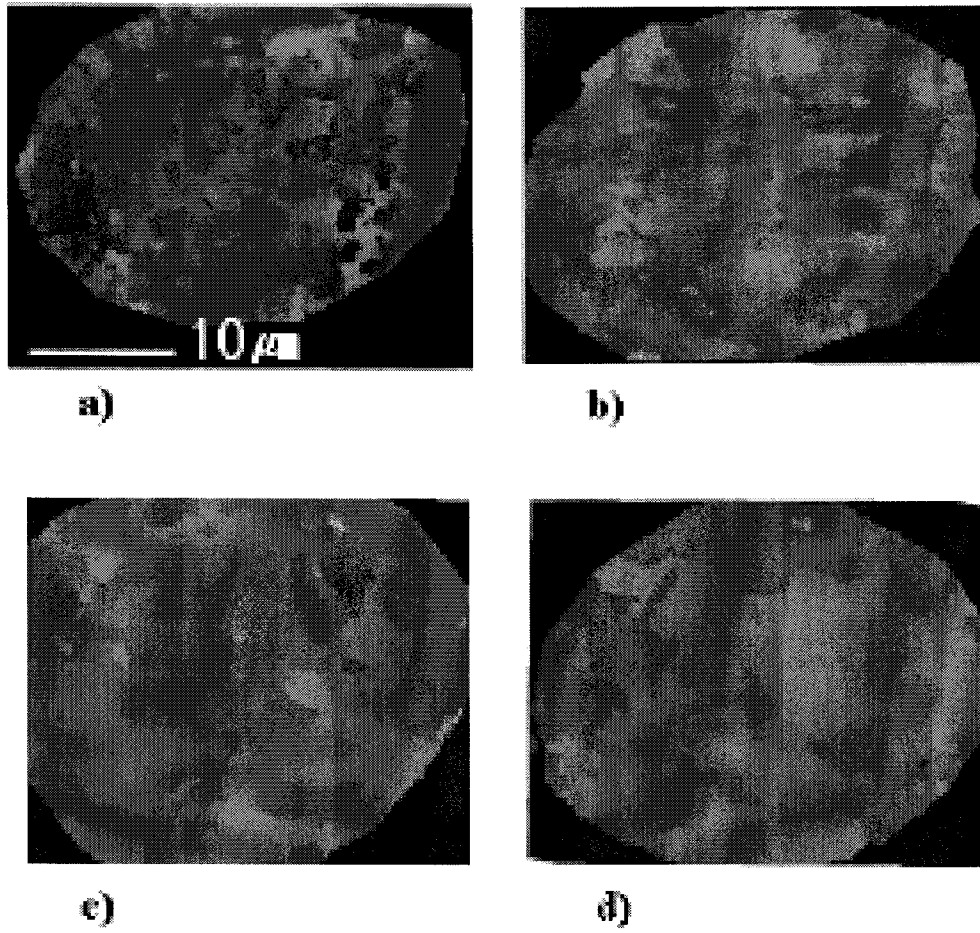


Fig. 3.4.1-9 최종 어닐링 공정에 350°C에서 어닐링한 시편의 신선방향 EBSD맵

- a) 초기 시편
- b) 5분 어닐링
- c) 10분 어닐링
- d) 1시간 어닐링

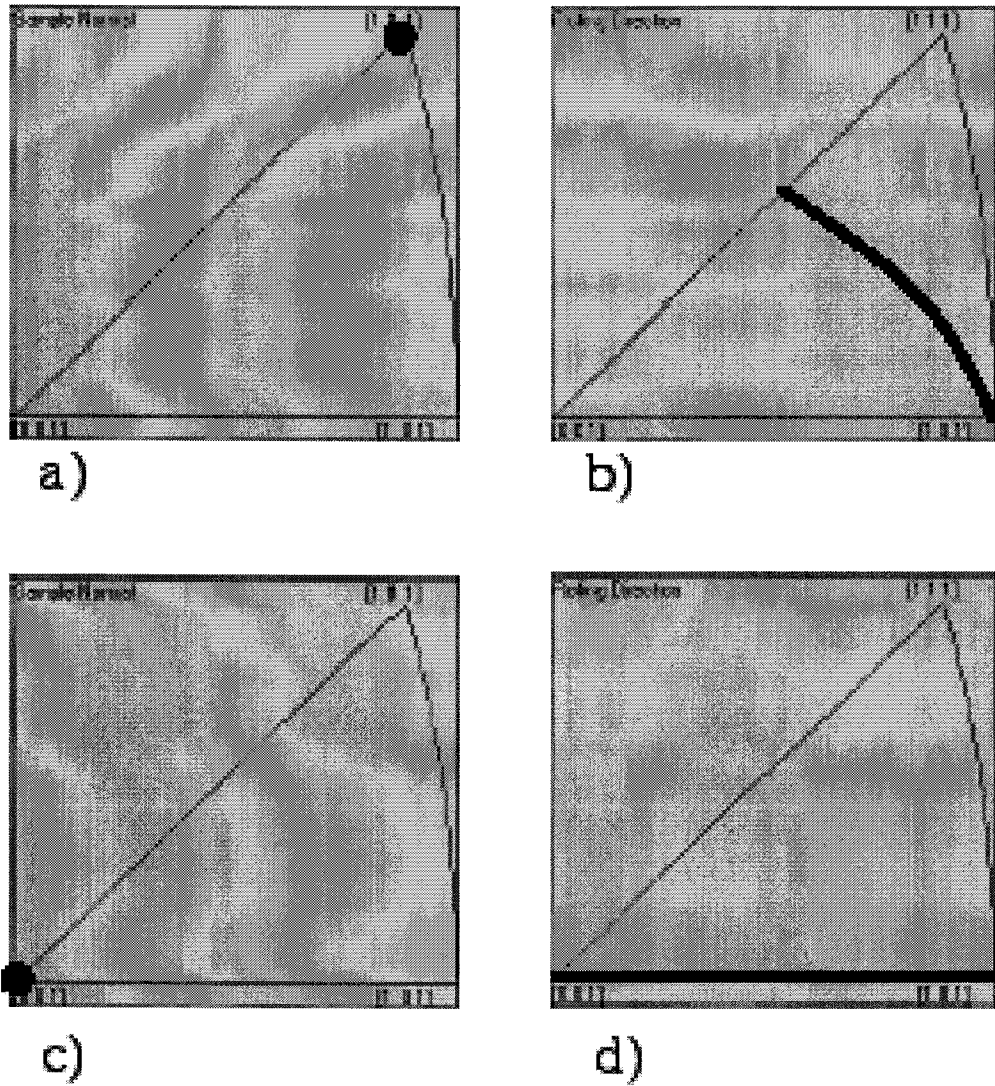
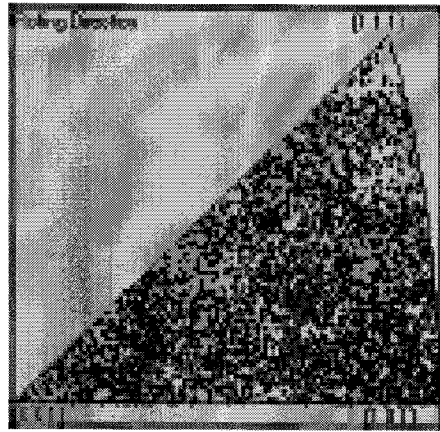
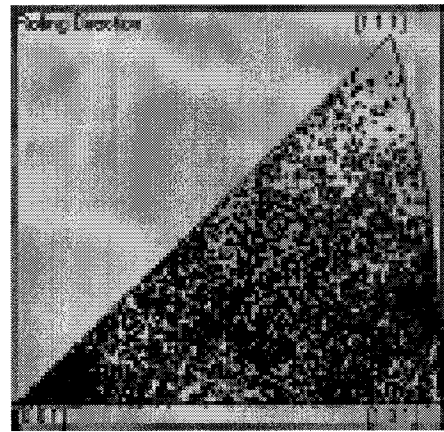


Fig. 3.4.1-10.

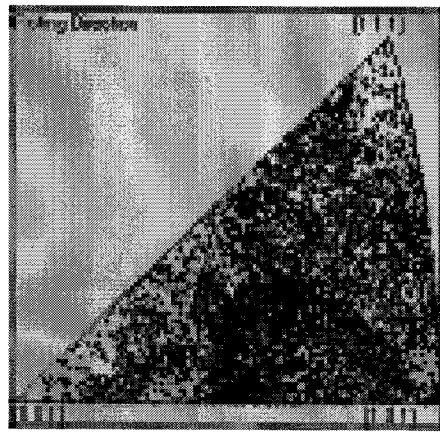
- a) 이상적인 $\langle 111 \rangle$ 섬유 집합 조직의 신선 방향 역극점도
- b) 이상적인 $\langle 111 \rangle$ 섬유 집합 조직의 압연 방향 역극점도
- c) 이상적인 $\langle 100 \rangle$ 섬유 집합 조직의 신선 방향 역극점도
- d) 이상적인 $\langle 100 \rangle$ 섬유 집합 조직의 압연 방향 역극점도



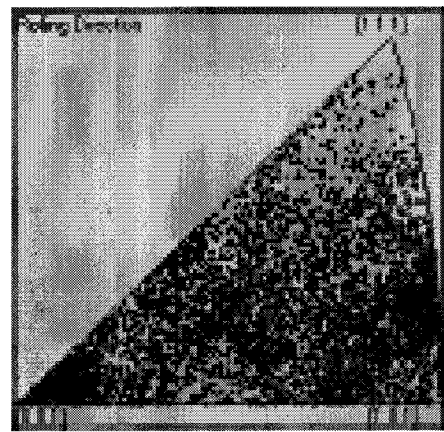
a)



b)



c)



d)

Fig. 3.4.1-11 최종 어닐링 공정에 350°C에서 어닐링한 시편의 압연방향 역극점도

- a) 초기 시편
- b) 5분 어닐링
- c) 10분 어닐링
- d) 1시간 어닐링

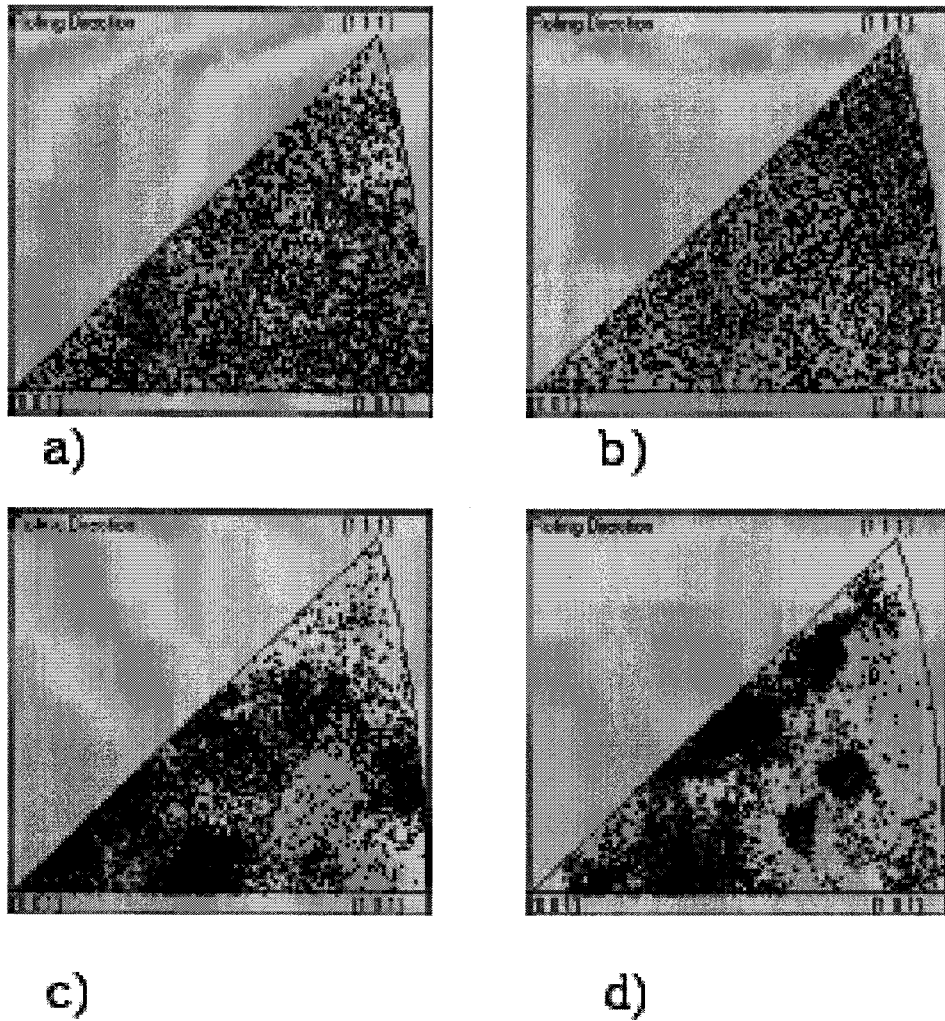
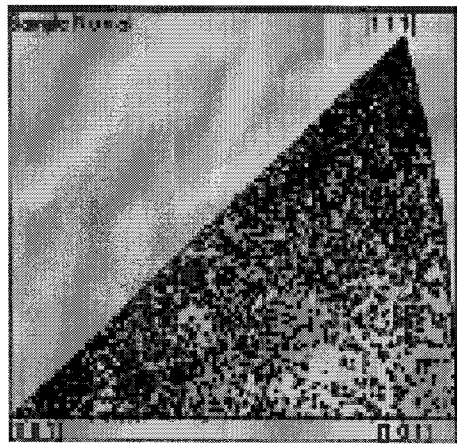
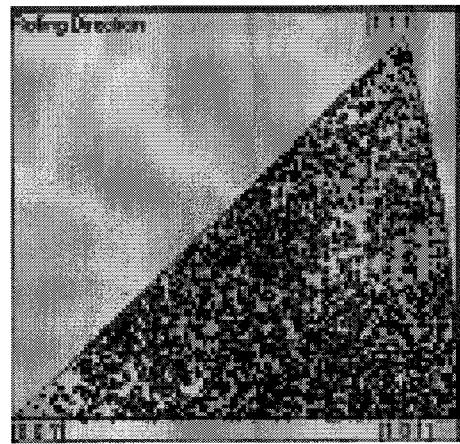


Fig. 3.4.1-12. 최종 어닐링 공정에 450°C에서 어닐링한 시편의 압연방향 역극점도

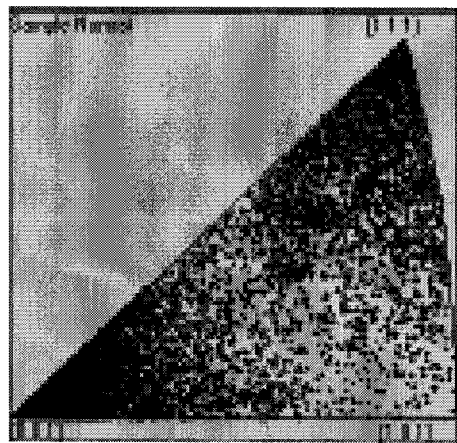
- a) 초기 시편
- b) 1분 어닐링
- c) 5분 어닐링
- d) 1시간 어닐링



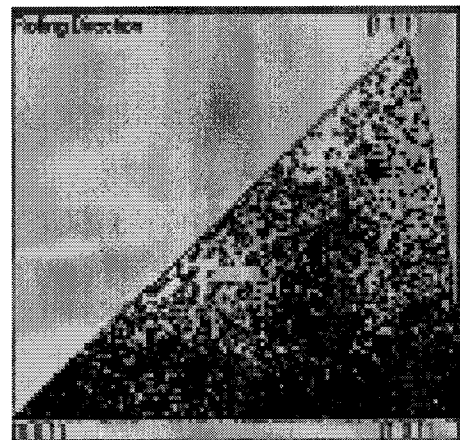
a)



b)



c)



d)

Fig. 3.4.1-13. 중간 어닐링 공정과 최종 어닐링 공정에 350°C에서 어닐링한 시편의 역극점도

- a) 초기 시편의 신선 방향 역극점도
- b) 초기 시편의 압연 방향 역극점도
- c) 10분 어닐링 시편의 신선 방향 역극점도
- d) 10분 어닐링 시편의 압연 방향 역극점도

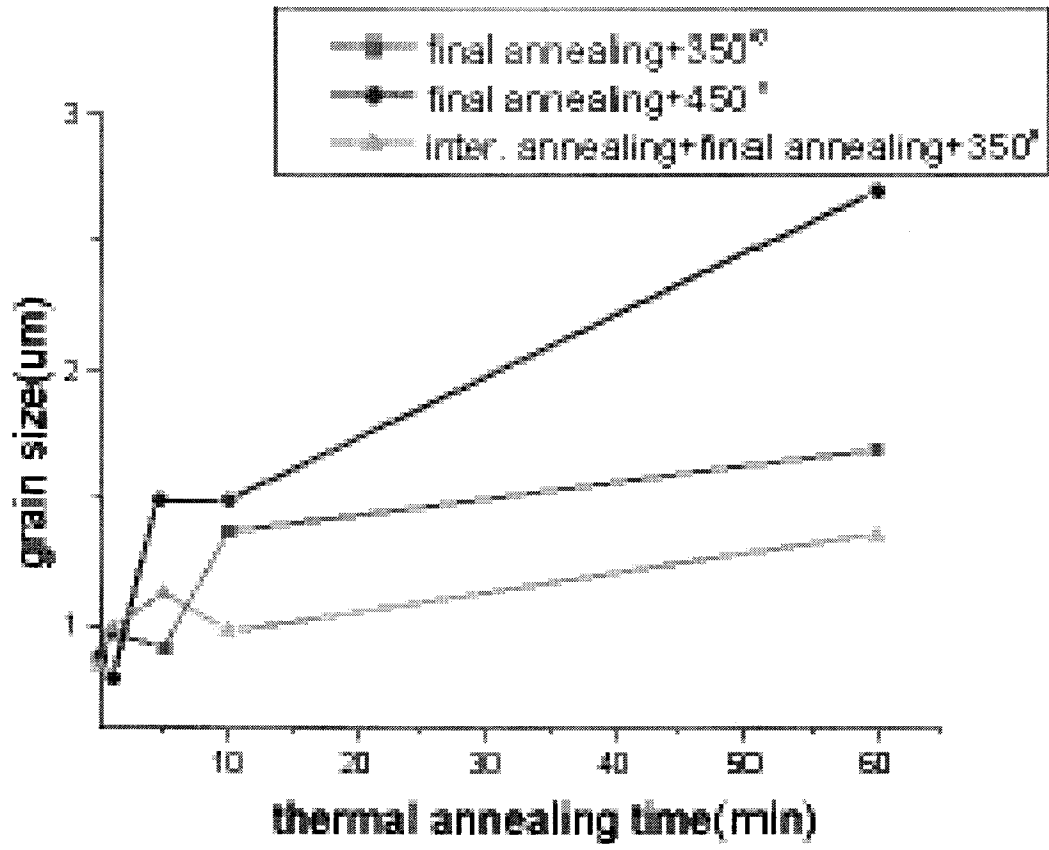


Fig. 3.4.1-14. 어닐링에 따른 결정립 크기의 변화

2. 금본딩 와이어의 냉간 압연 및 드로잉 와이어의 어닐링 처리에 따른 미세집합조직 분석

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 연신율을 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. 97년 신일본제철 중앙연구소 보고서에 의하면 고순도(4N up) wire의 경우 직경은 18 μm , 파단강도는 연신율 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 작업조건의 최적화를 위한 연구가 중요하다. 특히 합금원소 최적화, 용해주조공정 안정화 및 조성 균질화와 더불어 신선 및 어닐링공정의 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 전단집합조직이 발달한다고 알려져 있다. M전자에서 제공한

bonding wire를 EBSD(Electron backscattering diffraction /Scanning Electron microscope)를 이용하여 관찰한 결과, 와이어의 반지름 방향으로 집합조직과 입자의 크기 분포가 불균질함을 관측하였다. 이러한 결과는 FC wire 생산에 필요한 기계적 강도와 연신률의 확보를 위해선 신선공정, 특히 최종단계에서의 신선과 어닐링의 최적화 과정이 필요함을 보여준다.

극미세선에 필요한 고강도 고연신율을 위한 최적의 미세구조를 확보하기 위한 신선공정 최적화와 미세구조제어에 대한 연구는 FC wire개발을 위해 필수적인 부분이라 할 수 있다. 유한요소해석을 통해 신선공정에서의 재료유동과 응력분포를 간단히 살펴보고, EBSD를 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 EBSD를 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-EBSD등의 고분해능 측정장비의 이용이 필요하리라 생각된다.



Fig. 3.4.2-1 Orientation maps of Gold Bonding Wire produced by M
Electronics (*Measured by SNU Texture Control Lab.*)

나. 실험과정

(1) 냉간압연판재의 경도시험 (Micro Vickers hardness test)

경도는 변형에 대한 저항을 나타내며 금속의 경우 소성변형의 척도라 말할 수 있다. 경도는 상대적인 것으로 변형저항의 상태, 변형량, 부하하중에 따라 달라지게 된다. 현재 M전자에서 생산하고 있는 M, L, R, T형의 Au alloy에 대하여 압연을 실시하여 단면감소율의 변화에 따른 경도값의 변화를 살펴보았다. 초기 직경 $\phi 7\text{mm}$ 의 와이어를 이용하여 각각 30여 회의 압연패스 통과시킨 후 판상의 재료를 이용하여 경도시험을 하였다. Au는 무른 재료이므로 표면의 폴리싱 정도가 경도 측정 시 오차에 상당 부분 기여한다고 판단하여 최종 폴리싱은 $0.25\mu\text{m}$ 의 다이아몬드를 이용하였다. 경도 시험에 사용한 하중은 100g이다

이러한 압하 하중은 시편의 두께와 압흔의 크기를 고려하여 결정하였다. 경도값의 측정시 데이터는 압연방향에 수직인 방향에서 10~15개 정도를 취하여 평균하였다. 본 실험에 사용한 Microvickers 경도계의 indenter 맞변의 각은 136° 이며 압흔의 대각선 길이는 깊이의 7배 정도가 된다. 본 실험에서 압흔의 대각선 거리는 $40\sim 50\mu\text{m}$ 가량이며 예상 압흔 깊이는 $6\sim 7\mu\text{m}$ 정도이다. 이 값은 판재의 평균두께가 $100\mu\text{m}$ 임을 고려하면 신뢰성이 있는 압흔 경도값이라 할 수 있다.

초기에 연속주조로 생산한 직경 $7\phi\text{mm}$ 와이어의 경도 값은 대략 35HV정도이다. 표 3.3.3-1에서 살펴보면 M, L, R, T의 판재가 모두 압하량, 95.4%까지는 압하량이 증가하면서 경도값이 증가하는 양상을 나타낸다. 그러나 97.1%이상에선 경도값은 감소 내지 정체를 보인다. 이러한 경도값의 분포는 변형이 진행되면서 전위가 지속적으로 집적되지 않고 부분적으로 소멸되고 있음을 간접적으로 보여준다. 이것은 동적재결정, 혹은 동적회복과 관련이 있는 것으로 생각할 수 있다. 압하량의 증가에 따라 경도값이 포화되는 경향은 실험적으로 확인할 수 있으나 이러한 결과가 동적재결정, 혹은 동적회복에 대한 명확한 증거로서는 부족하다고 생각이 된다. 따라서 변형의 축적에 따른 동적회복과 재결정에 대한 타당한 확인 방법으로서 압연판재의 TEM사진의 결과를 참고할 수 있다(그림 3.4.2-2).

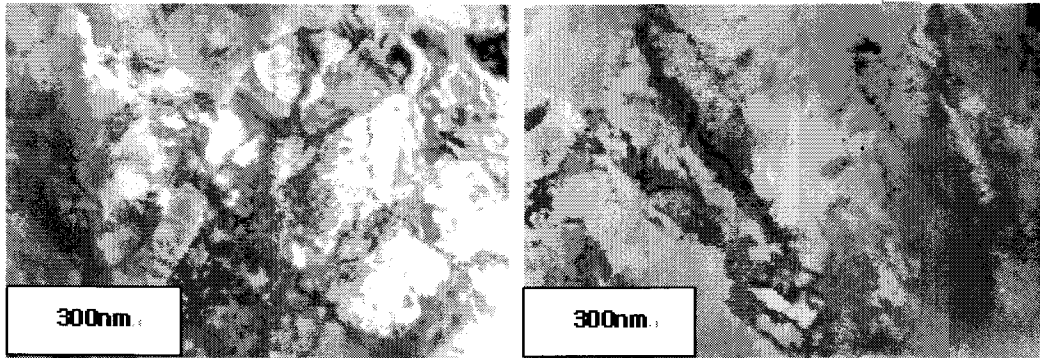
TEM사진에서 전위가 거의 존재하지 않는 재결정된 입자를 관찰함으로써 순금의 변형 시 동적 재결정을 실험적으로 확인할 수 있다. 단면감소율이 98.5%인 판재를 이용하여 어닐링을 한 후 경도값을 측정한 결과가 표 3.4.2-1에 나와 있다. 경도 시험에서 사용한 하중은 냉간 압연재의 경우 100g을 사용하였고 어닐링 처리후의 시편은 50g을 이용하였다. 압흔의 깊이는 냉간 압연 판재의 경우 평균 6~7 μm , 어닐링한 판재의 경우 10 μm 이내이다. 완전한 재결정이 있는 후 경도값은 다시 초기 casting 금의 경도값과 유사함을 알 수 있다.

(Micro Vickers, HV)

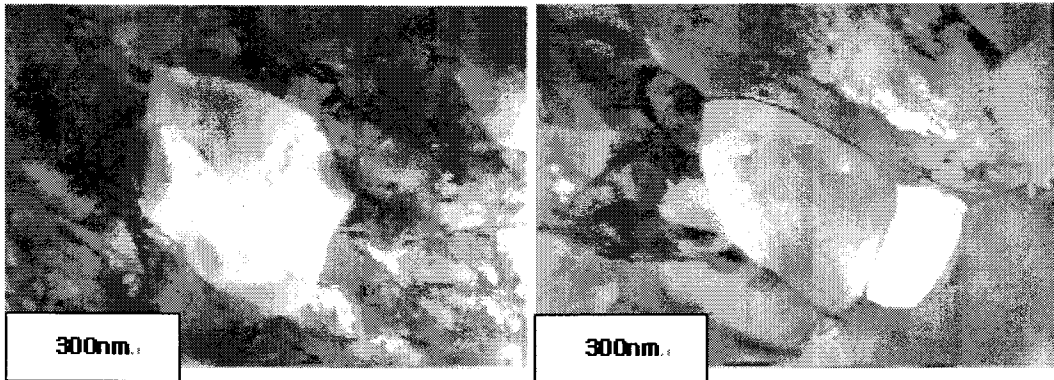
Type R.A*	M	L	T	R
75%	86	84	86	83
90%	93	87	91	88
92.1%	94	89	92	90
95.4%	97	91	94	95
97.1%	96	88	92	96
98.6%	95	89	88	95

- R. A. means the Reduction Area

Table 3.4.2-1 Hardness variations of rolled gold sheets according to their reduction area.



(a)



(b)

Fig. 3.4.2-2 TEM Image for cold rolled Au sheet a) deformed area b) Dynamic recrystallized area

(2) 드로잉 와이어 공정별 경도 시험 결과

와이어의 경도 시험을 위해서 현재 M 전자에 있는 Microvickers 경도계를 이용하였다. 사용한 경도계의 최대가능 하중은 1kg, 최소가능하중은 0.05g이다. 경도계는 마름모꼴의 압흔을 사용하였으며 실험에 사용한 압하하중은 3g, 하중 유지 시간은 12초이고 각 종류별로 5회 이상의 실험을 실시하고 평균하였다. 압흔의 평균적인 크기는 7~8 μm 이며 표 3.4.2-2에는 열처리를 하지 않은 상태의 와이어 시편을 이용하여 경도 시험을 실시하였고 그 평균값을 나타내었다. 표 3.4.2-3에서 J, K, L code의 경우 어닐링한 재료의 경도를 함께 표기하여 비교하였다. 작은 경도값이 어닐링후의 경도값이다. 다이 직경이 작아짐에 따라서 경도값이 점차 증가하다가 D, E, F code쪽에서는 다시 감소, 내지 정체의 경향을 보인다. 최종적으로 K, L code에서 경도값이 다시 감소 내지 정체를 하고 있음을 알 수 있다. 특히 J, K, L code에서 괄호안의 값은 순간 어닐링 처리까지 된 최종 생산 와이어의 경도값을 나타내었다. 경도값을 살펴보면 어닐링 하기 전의 값이 100HV전후였다면 어닐링 처리 후에는 80HV전후로 경도값이 하락하였음을 알 수 있다. 초기 as cast와이어의 경도값이 35HV이므로 완제품 와이어의 경도값은 상대적으로 높음을 알 수 있다. 기하학적으로 시편의 크기가 작아서 압흔이 상대적으로 큰 경우 두께 방향이나 모서리 방향의 영향으로 경도값이 실제보다 과소평가 되는 경향이 있을 수 있다. 이와 반대로 작은 하중을 사용하는 경우 탄성역의 증가로 경도값이 과대평가가 될 수 도 있다. 이러한 신뢰성의 문제를 고려하여 압흔의 크기를 충분히 작게 하기 위해서 작은 하중을 사용하였고 동일하게 하중값을 이용함으로써 서로간의 비교가 가능하게 하였다. 어닐링된 완제품 와이어의 경도값이 초기 cast된 와이어에 비해 높은 이유는 최종 어닐링 시 완전한 재결정이 일어나기 보다 부분적인 재결정에 국한된 경우와 혹은 재결정 초기에 결정입 성장 단계 이전에 핵생성 정도의 단계로 이해될 수 있는데 이것은 성장 초기 단계의 재결정 입자가 미세하게 분포하고 있는 경우이다. 이러한 경우 어닐링에 의해 미세구조상으로는 전위분포나 결함등의 소멸이 가능하나 방위나 결정 입자등은 크게 변화하지 않는다. 이러한 앞에서 언급한 인장시험의 결과 어닐링 전후에서 인장강도와 연신률은 비교적 급격히 변화하나 경도값은 비교적

소폭 변화하는 이유를 일정부분 설명하고 있다고 생각된다. 와이어 annealing동안 일어나는 미세조직상의 변화에 대한 고찰은 보다 체계적 인 연구가 필요하리라 생각된다.

(Micro Vickers, HV)

Type	M	L	T	R
Cold rolled	95	89	88	95
Annealing	35	39	35	37

Table 3.4.2-2 Comparison of Hardness change before and after annealing with cold rolled gold sheets with 98.6% reduction area.

Code	Hardness, HV
As cast	35
1 ϕ	89
Acode	89
Bcode	93
Ccode	95
Dcode	94
Ecode	91
Fcode	91
Gcode	94
Hcode	101
Icode	X
Jcode	103(80)*
Kcode	99(84)
Lcode	98(82)

*() is the hardness for annealed final wire in MKE

Table 3.4.2-3 Hardness of cold drawn T type wire according to code type

(3) 어닐링 온도와 시간과 경도, 연신률, 파단강도의 변화

고순도 금을 이용하는 금본딩 와이어의 경우 $1.2\mu\text{m}$ 의 와이어로 생산되기 위한 평균 단면감소율이 99.998% 이상이 되는데, 이러한 큰 단면감소에서 축적된 내부변형에너지는 상온에서도 정적재 결정의 구동력으로 작용할 수 있다. 금본딩 와이어의 상온에서 시간에 따른 물성 변화를 살펴보기 위해 생산 후 7주가 경과된 어닐링전후의 T형 와이어를 인장시험하고 그 결과를 표 3.4.2-4에 정리하였다. 인장시험에서 cross head speed 는 50.0mm/min이다. Code H6의 경우 와이어 직경이 $32\mu\text{m}$ 정도이며 code L1의 경우 $20\mu\text{m}$ 이다. 이것을 고려하면 cold drawn 상태에서 큰 직경의 와이어의 파단강도가 큼을 알 수 있다. 어닐링후 파단강도는 반정도로 줄어들고 연신률은 4~7가량 증가한다. 이것은 와이어 생산 직후 실시한 인장시험 결과와 크게 다르지 않은 결과이며 연신률과 파단강도는 시간에 의해 큰 영향을 받지 않음을 알 수 있다. 그러나 이 실험에서는 냉간 압연된 와이어와 어닐링 와이어의 경도값을 측정하지 않았다. 특히 cold drawn와이어의 경우 시간에 따라 경도값이 변화하리라 예측된다. 표에서 주어진 파단강도는 $1.2\mu\text{m}$ 의 경우 18.5g은 약 256MPa, 20g은 277MPa정도이다.

표 3.4.2-5는 1.2μ 의 냉간드로잉된R형 와이어를 열처리 온도와 시간을 각각 다르게 조절하여 시편을 준비한 후 경도를 측정하고 인장시험을 실시한 결과이다. 표에서 연신률은 %, 파단강도는 g이며 경도는 $\text{HV}(\text{kg}_f/\text{mm}^2)$ 로 나타내었다. 경도 시험에 사용한 압하 하중값은 3g이다. 표 3.3.3-5에서 괄호안은 분산값을 나타낸다. 실험에 사용한 노의 길이는 600mm이며 와이어가 노를 통과하는 속도(rpm)를 고려하면 어닐링시간은 50rpm의 경우 2.3초, 100rpm은 1.15초, 500rpm의 경우 0.23초가 소요된다. 520°C 에서 어닐링 처리를 하는 경우 rpm을 낮추어 어닐링 시간을 상대적으로 길게 주었다. 50rpm의 경우 경도값, 연신률 그리고 인장강도값이 81HV, 10.1%, 16.9g이며 150rpm의 경우 각각 81HV, 3.6% 19.3g을 나타낸다. 150rpm의 경우 어닐링 시간이 50rpm에 비해 상대적으로 짧는데 경도는 거의 비슷한 수준으로 작아졌으나 연신률은 1/3정도로 작으며 파단강도는 크다. 570°C 와 600°C 에서도 비슷한 경향을 보이고 있다. 단 온도가 올라가면서 annealing시간도 짧게 하기 위해서 rpm을 빠르게 조정하였다. 표

3.4.2-5에서 이텔릭체로 굵게 쓴 조건이 M전자에서 요구되는 연신률과 파단강도를 만족한다. 미세구조에 대한 보다 정확한 이해를 위해 SEM과 EBSD, TEM을 이용하여 관측한 결과는 4장에서 다루었다.

(5) 재결정 온도

어닐링 처리가 된 T사 와이어와 HOT 와이어의 경도값을 표 3.4.2-6에 나타내었다. 측정조건은 앞에서 본 MKE의 측정조건과 동일하며 경도의 분포는 MKE와 비슷하게 80HV정도의 값을 가짐을 알 수 있다.

재결정 온도의 분석은 와이어 생산공정에서 어닐링 시간과 온도의 결정에 중요한 자료로 사용될 수 있으며 공정에 따른 와이어의 변형에너지 축적을 간접적으로 알아볼 수 있는 자료가 된다. 재결정온도를 직접 측정하는 방법으로써 현재 서울대학교에 있는 열분석 장비(STA 1500)를 이용하여 단면감소 98.5%의 금판재와 M, L, R, T의 네 종류의 냉간 압연 와이어의 재결정 온도 측정을 시도하였다. 그러나 열분석 장비의 민감도가 재결정에서 나타나는 열량을 충분히 감지하기에는 부정확하여 만족할 만한 결과를 얻지는 못했다. M, L, R, T의 네 종류의 초기 7φmm 와이어를 1mm까지 압연한 후(Reduction Area = 0.85) 각각의 온도에서 1시간씩 등온으로 유지시킨 후 경도 값을 측정하여 재결정 온도를 결정하였다. 그림 3.4.2-3은 온도에 따른 각각의 와이어의 경도 변화를 그림으로 나타낸 결과이다. dophant의 양이 가장 작은 M형이 예상대로 가장 작은 재결정 온도인 220°C를 나타내었고 가장 많은 합금 원소가 첨가된 R형의 재결정 온도가 가장 높은 420°C부근에서 결정되었다.

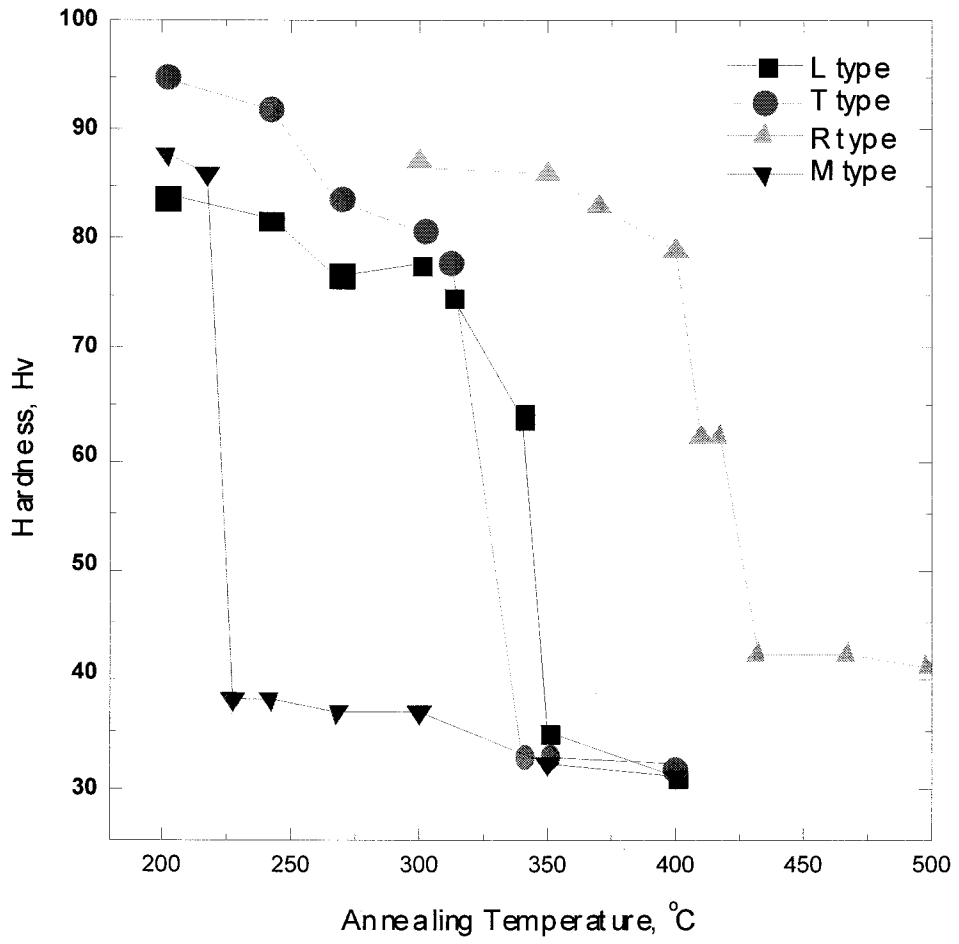


Fig. 3.4.2-3 Determination of recrystallization temperature with hardness

다. 결과 및 미세조직

미세구조는 주어진 상(phase) 내부에서 결정입자의 크기나 모양 분포 등과 관련된 용어이며 결정학은 결정내부의 구조와 대칭성을 포함하는 개념으로 특정 결정계(crystal symmetry)에서 결정면의 배열과 관계한다. 미세구조와 결정학은 전통적으로 크게 두 가지 방법을 해석되어 왔다. 광학현미경이나 SEM을 이용한 미세구조와 이미지 해석과 X-ray와 TEM을 이용한 집합조직 해석이다. 이러한 접근은 미세구조와 결정학사이의 연결고리의 부재를 낳게 되고 거시적인 방위들의 분포(집합조직)를 얻음에도 불구하고 개개의 결정들의 방위에 대한 정보는 얻을 수가 없다. X-ray가 많은 수의 결정입자로부터 정보를 얻어 통계적인 방위의 정보를 얻는다면 SEM에 Kikuchi Pattern을 분석할 수 있는 장치를 부착하여 방위와 이미지를 동시에 관찰할 수 있도록 만들어진 EBSD는 최근에 개발되어 급격히 보급되고 있는 장비이다. EBSD는 SEM의 분해능과 밀접한 관련이 있으며 국부영역의 방위 관찰이 가능해 극미세선의 방위 측정에 적합한 방법이다. EBSD는 SEM에 부착된 장치를 이용하여 kikuchi pattern을 분석함으로써 결정의 미세구조와 더불어 결정학적인 정보까지 얻게 된 새로운 기술이다. 즉 EBSD의 가장 큰 특징이라면 보통의 SEM에서 $0.5\mu\text{m}$ 의 공간분해능을 가지는 이미지와 더불어 결정학적 정보를 제공하는 회절데이터를 처리할 수 있는 능력을 겸비한 것이다. EBSD방법은 미세구조와 결정학, 집합조직해석을 결합함으로써 미세집합조직(microtexture) 연구를 활성화시키고 있으며 상구분(phase identification), 입계에 관한 연구(Grain boundary), 소성변형 등에 적용되고 있다. 현재 다양한 금속과 그 합금, 세라믹, 반도체, 초전체 등의 연구에 이용되고 있다.

(1) 금판재의 집합조직과 미세 집합조직의 측정

그림 3.4.2-4는 방위 측정 결과의 이해를 돕는 그림이며 각각 붉은 색은 (100)성분, 파란색은 (111)성분, 녹색은 (110)성분에 해당한다. 이러한 색을 이용한 표현은 EBSD를 이용한 방위 분석 시 시편의 방위를 쉽게 이해할 수 있게

도와준다. 금판재의 미세집합조직 측정을 위해 M type의 단면감소를 98.5%의 재료를 이용하여 EBSD관찰을 하고 그 결과를 그림 3.4.2-5에 나타내었다. 그림 3.4.2-5의 a)는 압연판재의 측정된 부위의 이미지 사진이며 b)는 측정점(pixel)간의 방위차를 5°로 하였을 때 결정립의 분포를 나타낸 그림이다. 기지의 대부분이 동일한 색으로 나타나고 있으므로 비추어 보아, 측정된 부위는 하나의 결정립임을 추측할 수 있으며 그 내부가 변형에 의해 아결정립(subgrain)화 되고 있음을 알 수 있다. c)는 판재면에 나란한 결정면의 방위를 보여주고 있으며 d, e)는 각각 판재의 압연방향과, 직각방향에서 본 방위를 나타낸 결과이다. 시편에서 측정된 부위는 하나의 결정입자에 가까우며 특히 대부분 파란색, ND//{221}, RD//<221>성분의 기지 위에 붉은 색의 방위가 나타나는데 이 방위는 Cube에 해당한다. 이러한 Cube 방위가 변형동안 생성된 변형집합조직성분인지 혹은 고순도 순금에서 발생 가능하다고 여겨지는 동적재결정 입자인지에 대한 고찰은 보다 정밀한 연구가 필요하리라 생각된다. 그림 3.4.2-6는 앞의 그림 3.4.2-5에서 측정된 방위 결과를 역극점도에 표현한 결과로 그림 3.4.2-5, c), d)와 관계가 있다. Sample normal 방향의 역극점도는 판재면에 나란한 면의 지수를 나타내는 것으로 그림에서 {221}성분이 주요성분으로 나타나고 상대적으로 적은 양의 {100}성분이 있음을 알 수 있다. 또한 Longitudinal 방향에서는 발달한 <221> 방위와 적은 양의 <100>성분이 있음을 알 수 있다.

대부분의 기지(matrix) 위에 나타난Cube방위에 대한 정확한 해석을 위해서는 cube방위를 가진다고 생각되는 부분의 TEM관찰을 통한 동적재결정 여부와 방위 확인 등의 좀 더 정밀한 작업의 연구가 필요하다. 동적 재결정 여부에 대한 판단을 위해서 압연판재를 TEM을 이용하여 관찰을 하였다. 새롭게 생성된 결정립의 크기는 300nm정도이며 이들은 판재가 압연을 받는 동안 동적재결정에 의해서 생성된 것이라고 생각되며 압연이 진행되는 동안 다시 변형을 받게 된다.

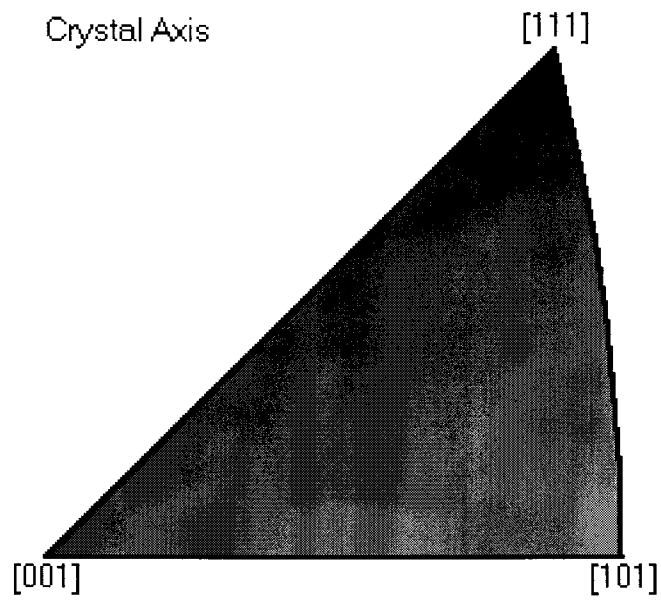


Fig. 3.4.2-4 Orientation Color Key for INCA EBSD

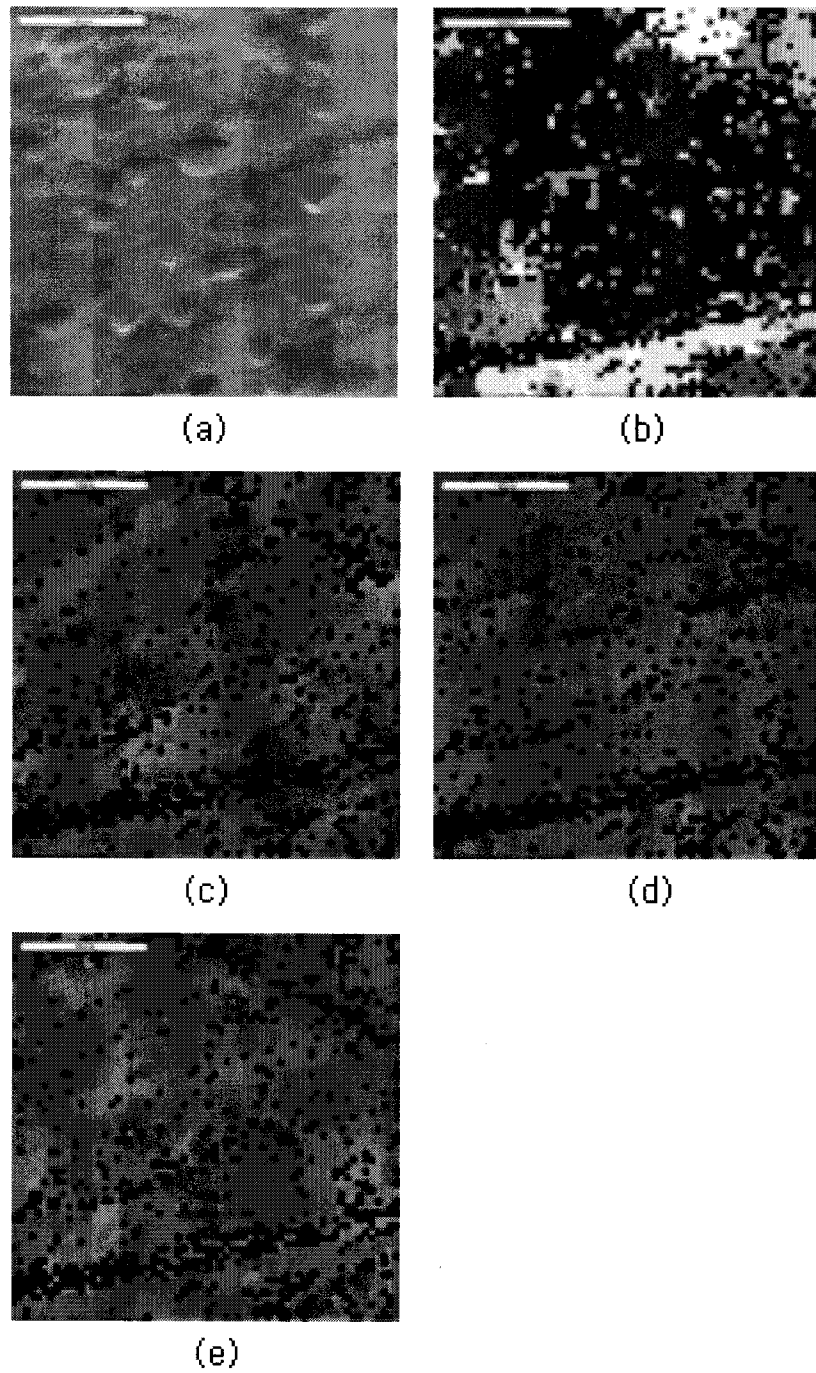


Fig. 3.4.2-5 Orientation of 98.5% cold rolled Au sheet with OPAL EBSD

a) Image b) Grain($\delta=50$) c) ND orientation d) RD orientation e) TD orientation

(3) 금와이어의 집합조직과 미세 집합조직의 측정

(가) L, NT, R wire (MKE, 7φ 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.

냉간압연 상태의 L, NT와이어의 경우 그림 3.4.2-4, 5, 6, 7, 8는 L형과 NT형의 냉간압연 상태의 와이어를 EBSD를 이용하여 측정한 결과이며 그림 3.4.2-6, 8의 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 드로잉방향이며 압연방향과 수직방향은 와이어의 변형 드로잉방향에서 축대칭임을 고려하면 개념상으로 동일한 방향이 된다. 그림 3.4.2-6의 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 <100>성분, <111>성분 <100>, <111>, <112>혼합성분, 다시 와이어가장자리의 <100>성분으로 와이어 전체적으로 집합조직의 분포가 다양하다. 그림 3.4.2-7은 방위분포를 각각 {111}극점도(a), 법선방향 역극점도(b), 수직방향 역극점도, (c)에서 나타낸 것이다.

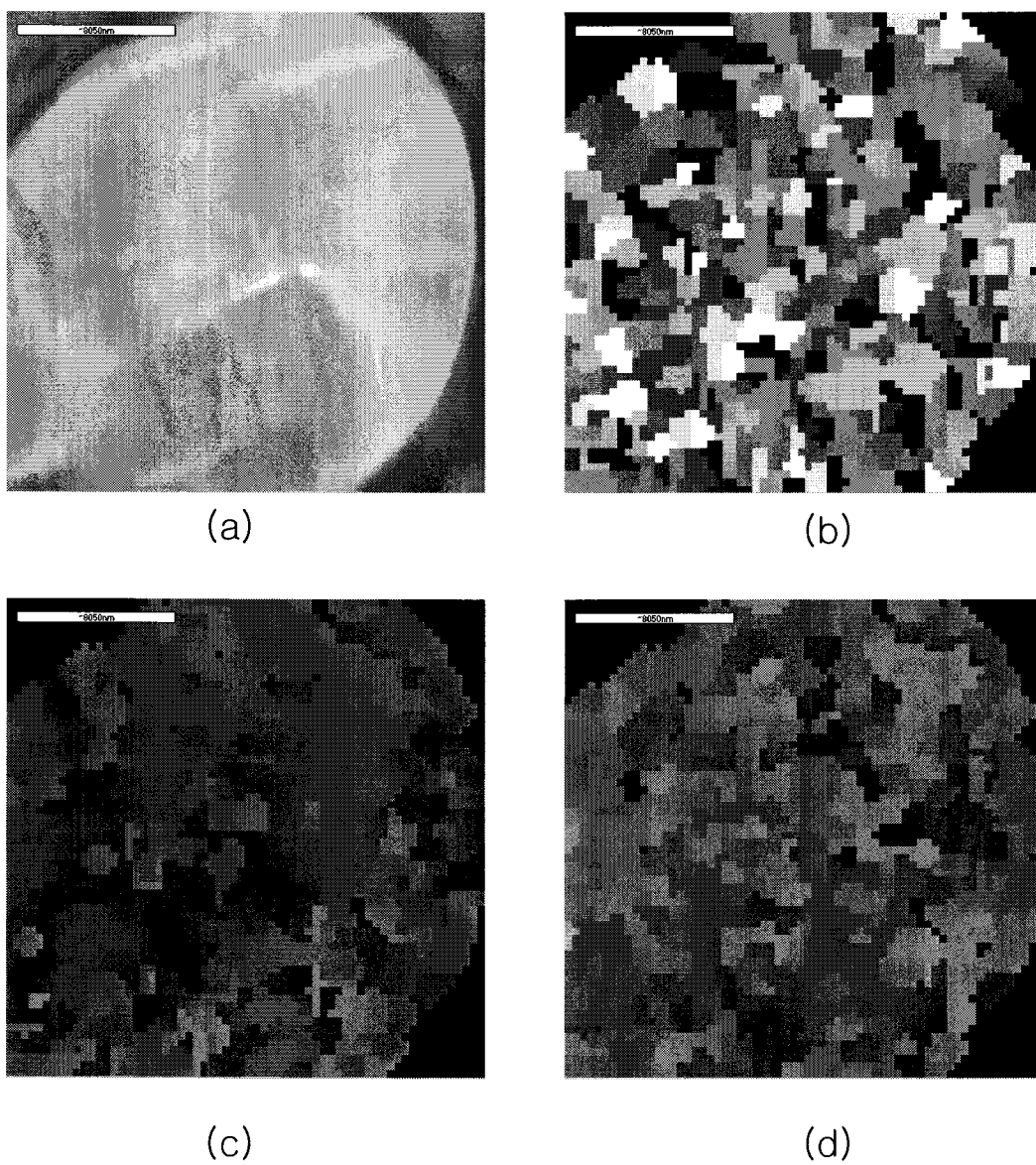


Fig. 3.4.2-6 Orientation for cold drawn L type Au wire

a) Image b) Grain($\delta=50$) c) ND d) RD

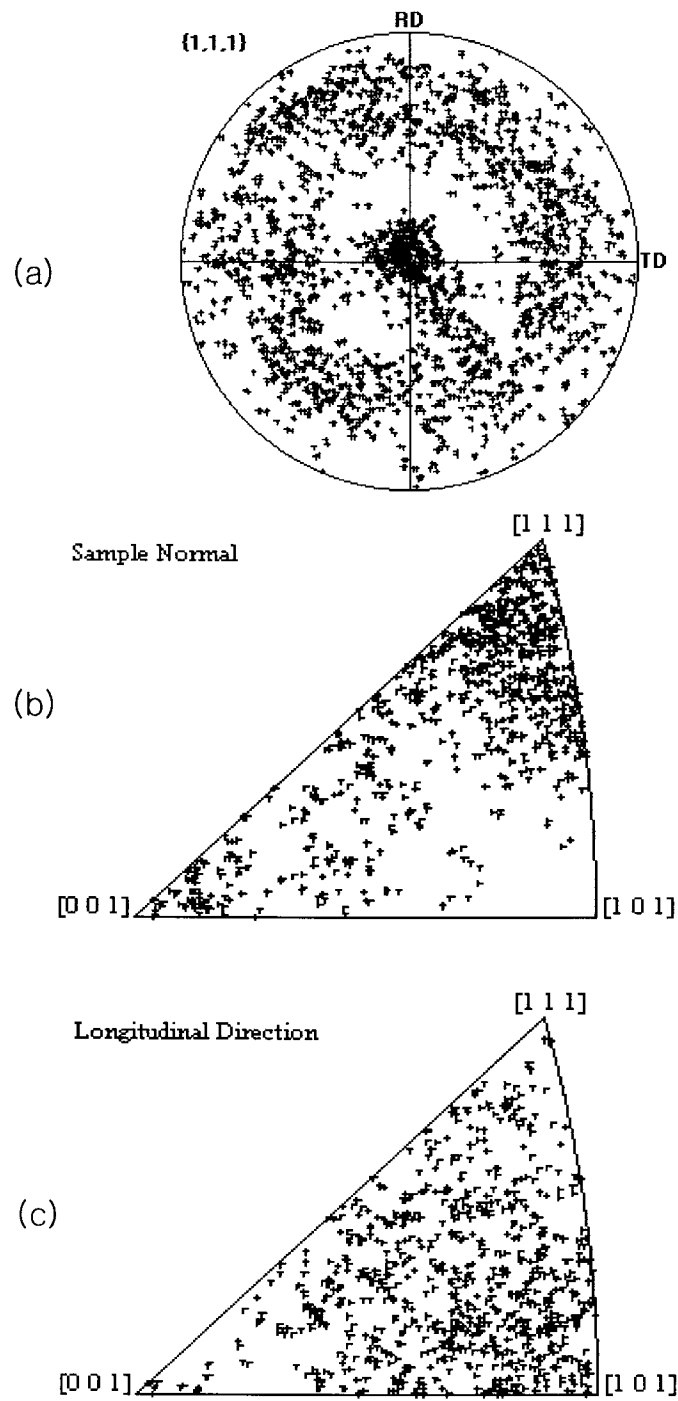


Fig. 3.4.2-7 Pole figure and inverse pole figure for cold drawn L wire

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

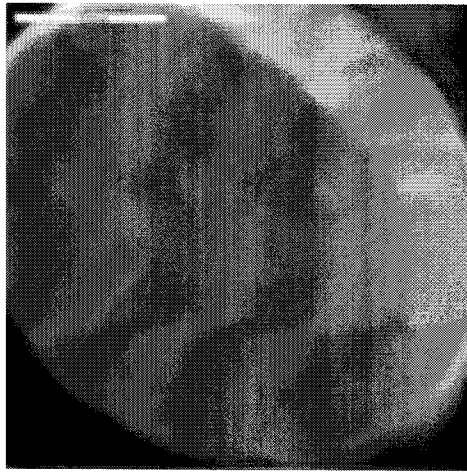
{111}극점도와 역극점도에서 보다 분명하게 드로잉 집합조직 성분인 {111}와 {100}성분을 확인 할 수 있다. X-ray측정법과는 달리 EBSD를 이용함으로써 시편의 위치에 따른 방위분포를 알 수 있어 와이어의 단면 방향 방위분포의 균질성을 검토할 수 있다. 방위분포의 균질성은 미세조직과 함께 극미세선의 기계적 성질에 영향을 끼칠 수 있다. 그림 3.4.2-8은 NT형의 와이어를 EBSD로 측정한 결과이다. L형과 마찬가지로 ND방향에서 살펴본 방위는 주로 {111}성분이며 와이어의 중심부와 와이어의 가장 바깥부분에 {100}성분이 위치하고 그 사이에는 {112}에 가까운 성분이 분포함을 알 수 있다. 그림 3.4.2-9를 보면 (111)극점도에서 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(그림 3.4.2-4참조).

최종 annealing된 상태의 L, NT, R 와이어의 경우Cold drawn 된 L, NT, R형의 와이어를 annealing처리를 하고 필요한 수준의 연신률과 파단강도를 얻게 한 최종 와이어를 이용하여 EBSD를 측정하였다. 그림 3.4.2-10, 11, 12은 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 3.4.2-13는 앞의 그림 3.4.2-10, 11, 12에서 측정된 방위로부터 얻어진 {111}극점도와 ND, RD역극점도를 나타낸 것이다. R형의 Annealing와이어가 상대적으로 드로잉 집합조직이 발달해 있다.

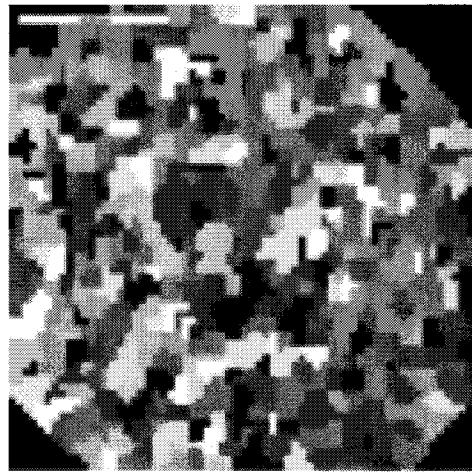
(나). T사 와이어

T사에서 생산된 와이어를 EBSD로 측정한 결과가 그림 3.4.2-14에 나와 있다.

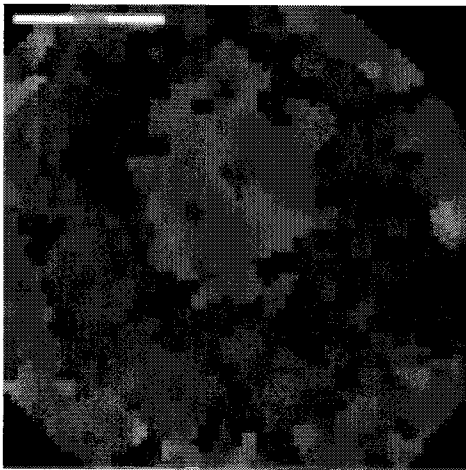
전체적으로 고른 {111} 성분이 분포하며 중심부와 와이어 가장자리에 비교적 적은 양의 {100} 성분이 분포한다. 이와 같은 균일한 집합조직의 분포와 양상은 와이어의 기계적 성질에 전반적으로 긍정적인 영향을 주리라 생각된다. EBSD 결과로부터 얻어진 극점도와 역극점도는 그림 3.4.2-15에 나와 있다. (111) 극점도에서 중심부는 {111} 섬유성분을 나타내며 중심에서 54.7° 벗어난 부근의 극들은 100 섬유에 해당한다. MKE의 L, NT, R형의 섬유 집합조직에 비해서 상대적으로 밀집되고 강한 섬유 집합조직을 나타낸다. 역극점도도 역시 잘 발달한 집합조직을 보여주고 있다. ND 역극점도에서 {111} 방위에서 {100} 방향으로 극들이 이동하는 모습이 보이고 있는데 드로잉 집합조직 성분이 잘 발달할수록 {111} 과 {100} 극 방향으로 밀집하게 된다. RD 방향의 역극점도에서도 마찬가지로 <110>에서 <112> 방향으로 띠가 형성이 되는데 그 폭이 좁을수록 이상적인 와이어 섬유 집합조직이 된다.



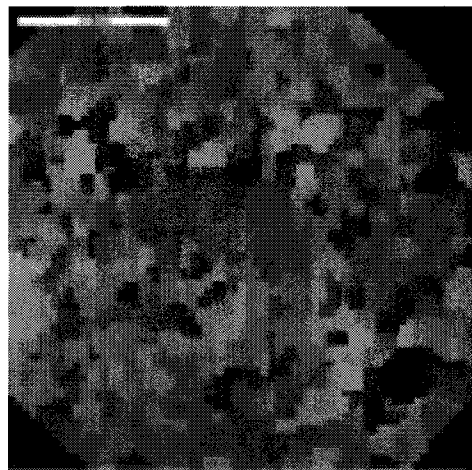
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 3.4.2-8 Orientation for cold drawn NT type Au wire

a) Image b) Grain($\delta=50$) c) ND d) RD

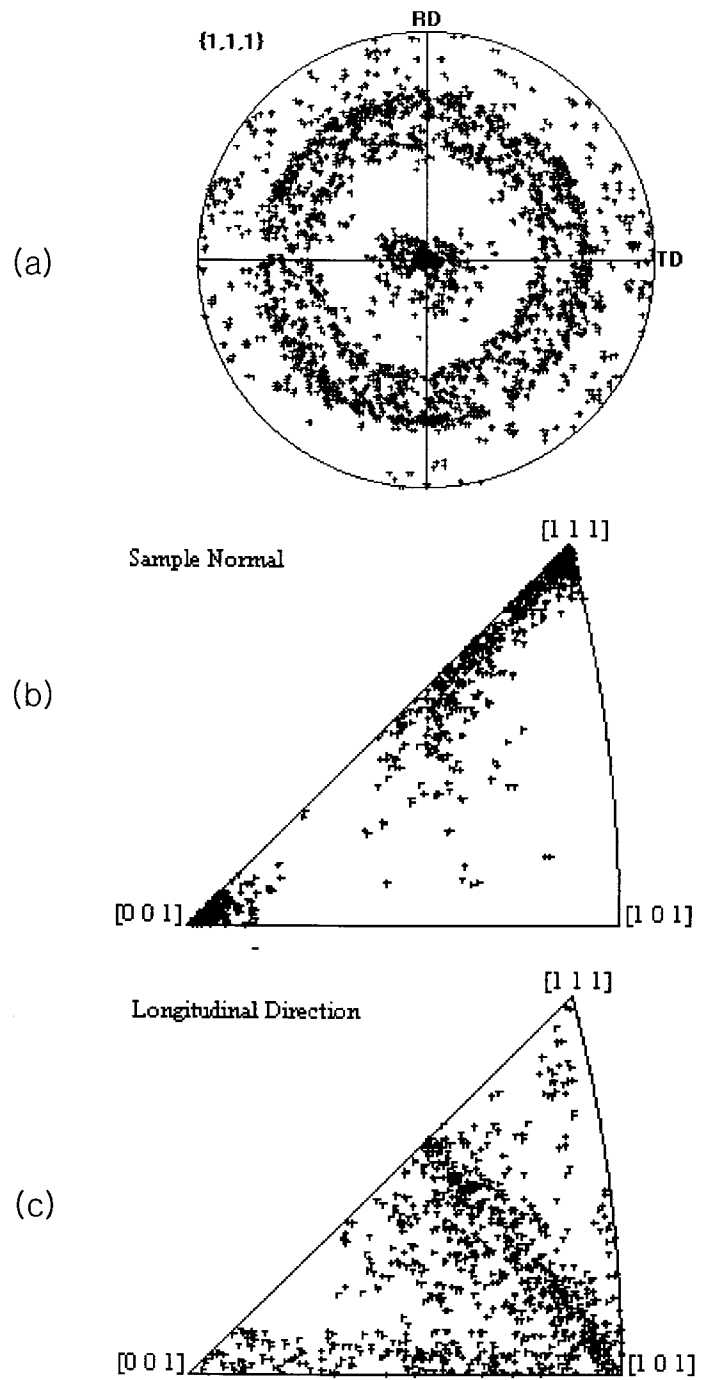
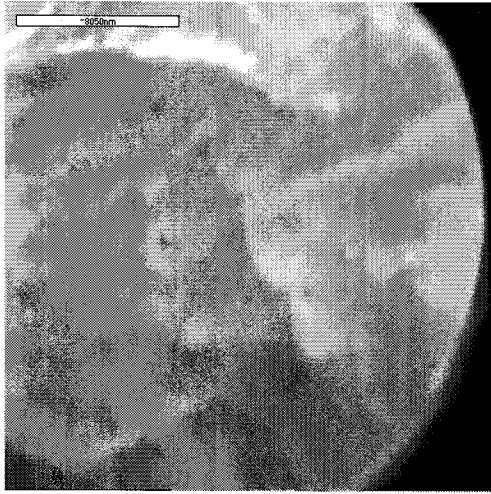
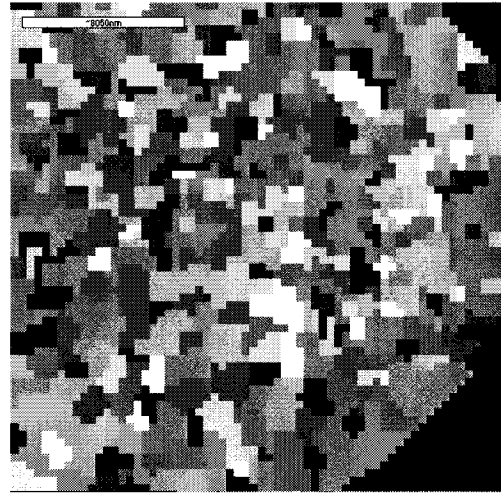


Fig. 3.4.2-9 Pole figure and inverse pole figure for cold drawn NT wire

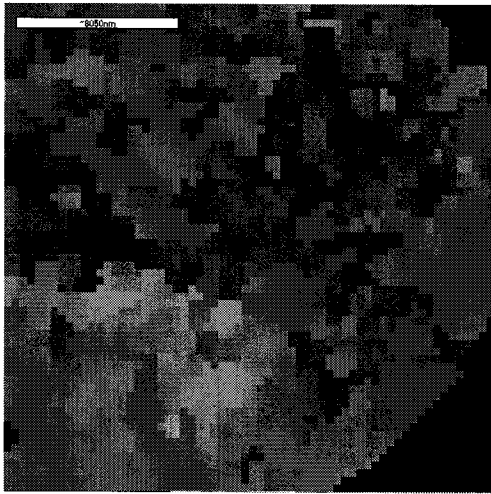
a) 111 pole figure b) ND IPF c) RD IPF



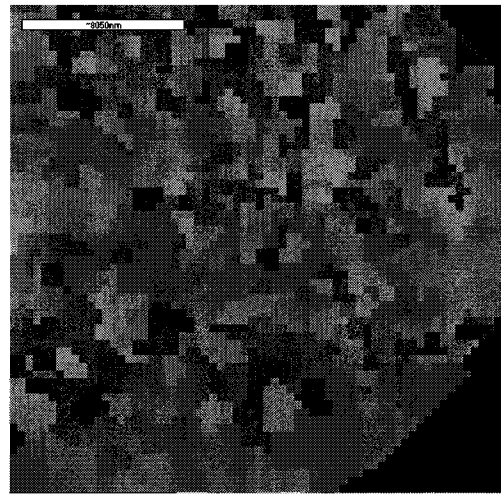
(a)



(b)



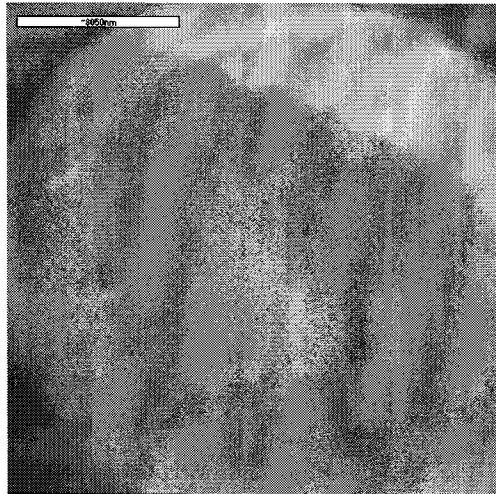
(c)



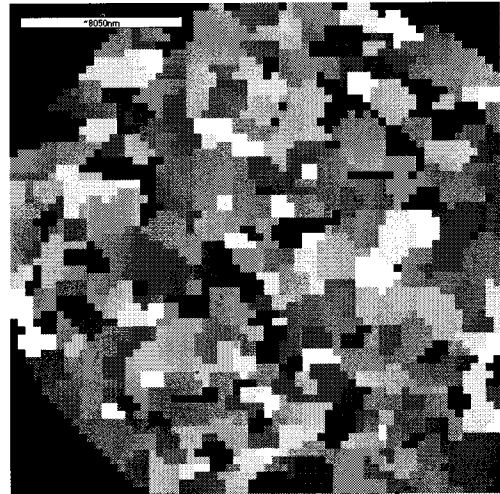
(d)

Fig. 3.4.2-10. Orientation for L type annealed wire

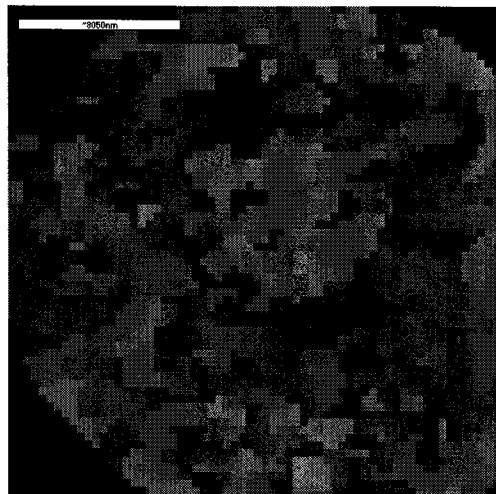
a) Image b) Grain($\delta=50$) c) ND d) RD



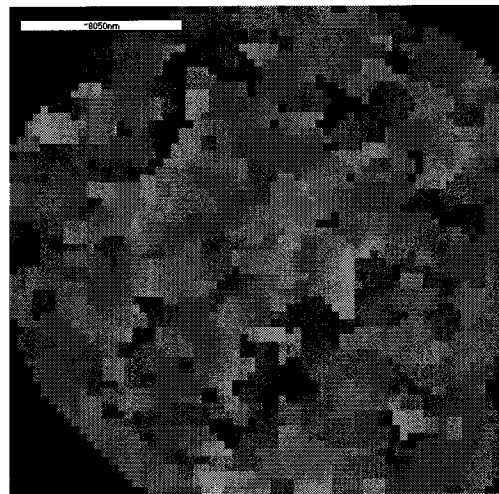
(a)



(b)



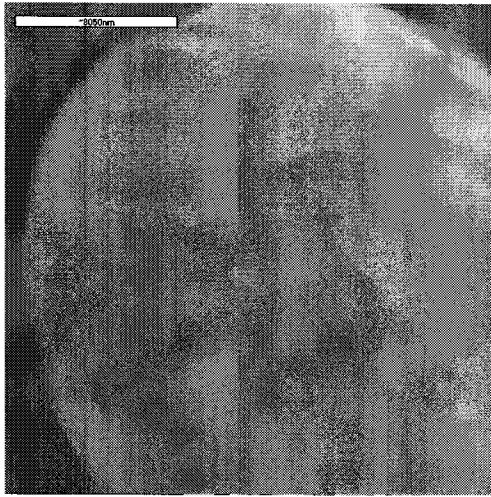
(c)



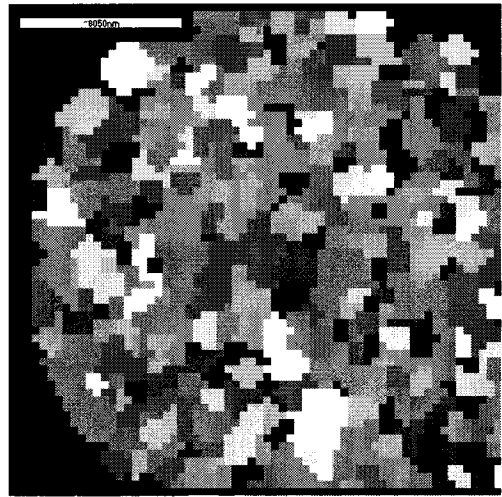
(d)

Fig. 3.4.2-11 Orientation for NT type annealed wire

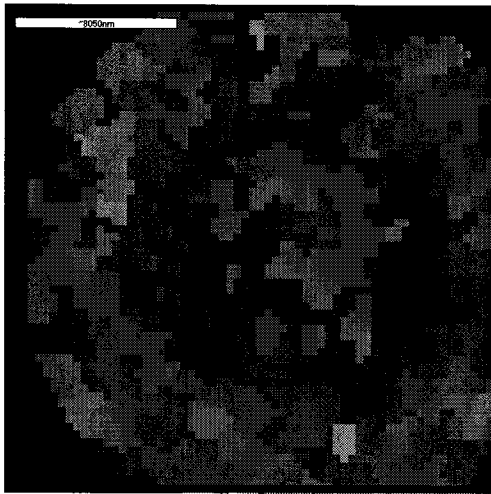
a) Image b) Grain($\delta=50$) c) ND d) RD



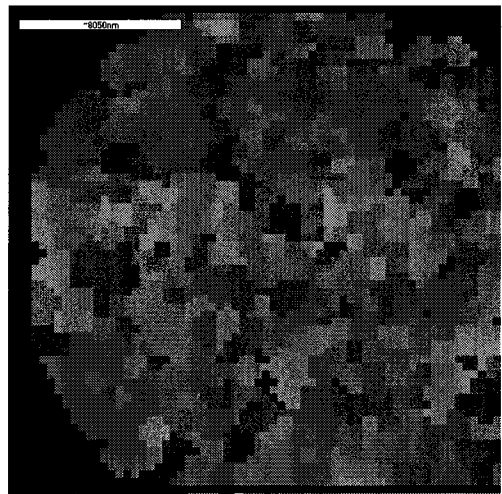
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 3.4.2-12. Orientation for R type annealed wire

a) Image b) Grain($\delta=50$) c) ND d) RD

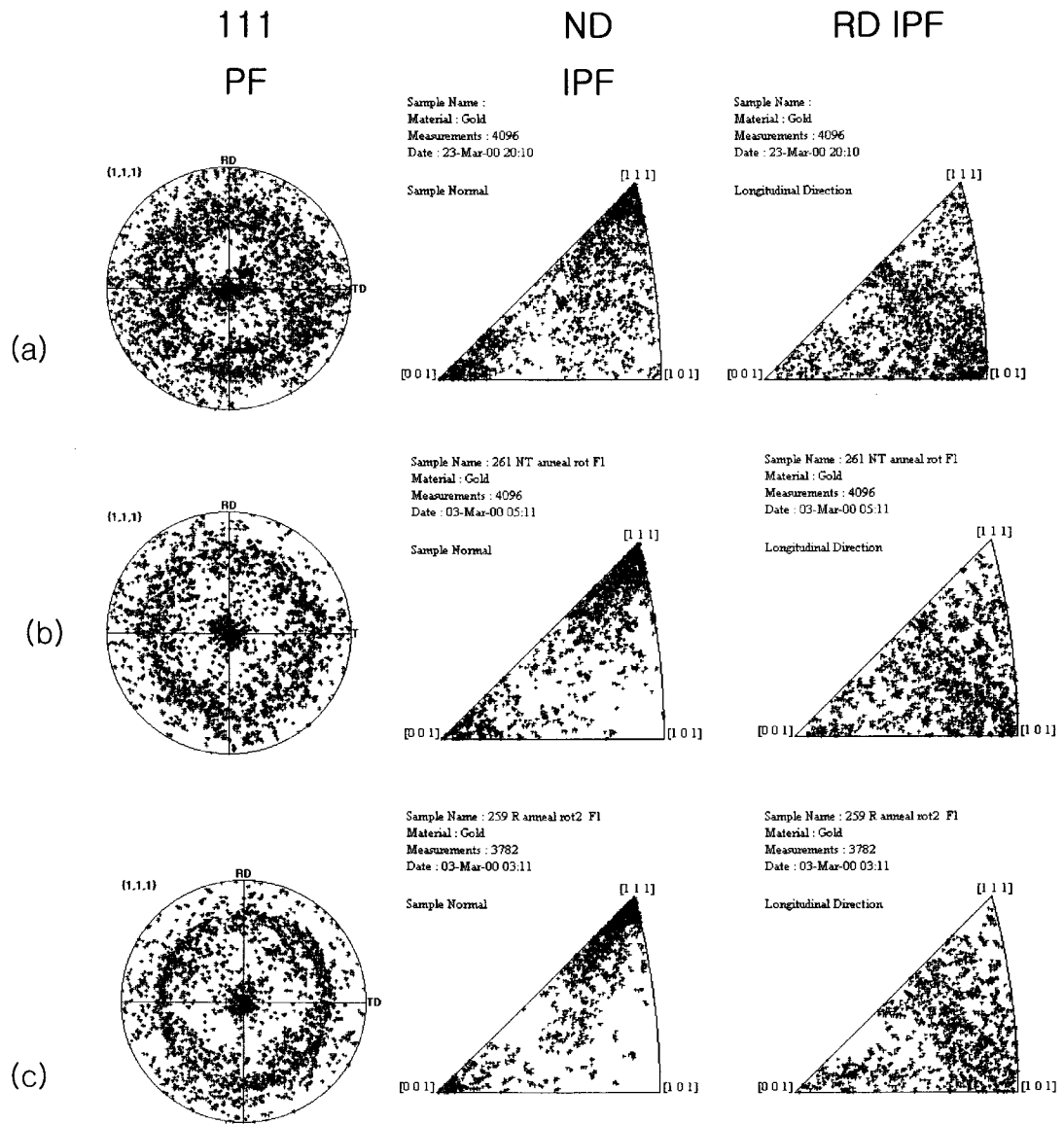
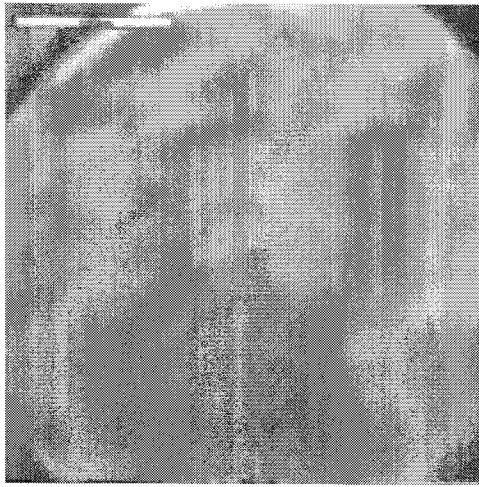
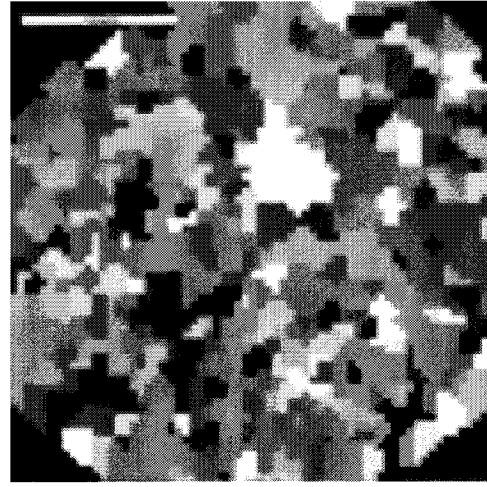


Fig. 3.4.2-13. (111) pole figures, ND/RD inverse pole figures
for L, NT, R type annealed wire respectively

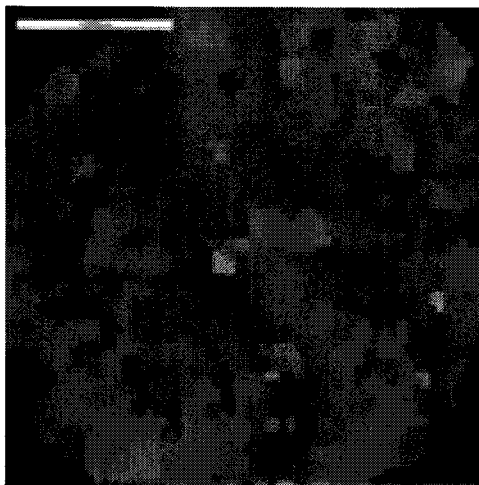
a) L b) NT c) R



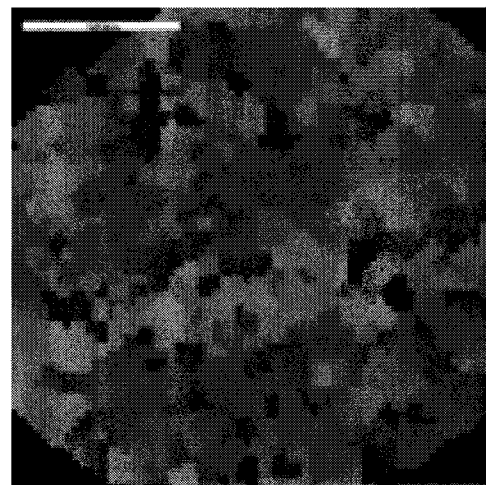
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 3.4.2-14. Orientation of TKK wire

a) Image b) Grain($\delta=50$) c) ND d) RD

(다) A사 wire

그림 3.4.2-16, 17은 American wire의 EBSD측정 결과이다. American와이어의 경우 MKE의 와이어와 비슷한 방위분포를 나타내며 드로잉 집합조직의 집적도도 MKE와 비슷하다. 극점도와 역극점도에서 볼 수 있듯이 섬유집합조직은 전반적으로 넓게 퍼진 형태로 발달해 있다. 이상적인 섬유집합조직에서 벗어난 경향을 보인다.

(라) Comparison of MKE(초기 7φmm), TKK, American wire

앞에서 언급한 M사, T사, A사 wire의 특성을 비교하기 쉽도록 그림 3.4.2-18에 모아서 비교하였다. M사의 경우 자체적으로 생산한 cold drawn 와이어와 최종 어닐링 와이어의 결과를 함께 나타냈으며 T사, A사 wire의 경우 와이어 확보의 어려움 상 최종 제품을 측정된 결과만 나타내었다. 그림 3.4.2-18에서 보여주는 와이어 단면방향에서의 방위분포 특징은 와이어 중심부에서 바깥으로 {100} 성분, {111} 성분, 여러 성분이 혼합되어 있는 천이성분, 그리고 다시 가장 바깥의 {100} 성분의 순서로 방위분포형태를 나타낸다. 이와 같은 경향은 M사, A사 wire, T사에서 공통적으로 관찰이 된다. 단지 T사의 경우 {111} 성분이 대부분을 나타내고 나머지 부위는 그 흔적들을 살펴볼 수 있는 정도라 하겠다. 초기의 cold drawn M사(NT)와이어는 방위분포가 와이어 단면 전체에 걸쳐 불규칙적으로 혼재되어 있는 경향이 강하다(그림 3.4.2-18, a). 주요한 성분으로는 파란색의 {111} 성분이며 중심부와 최외각에 있는 {100} 성분이 소수 성분으로 분포한다. 그 외에 중심부와 와이어 표면부분 사이에 존재하는 천이영역에서는 여러 가지 집합조직 성분이 혼재되어 있다. 어닐링 처리가 된 M사(NT)의 와이어는 냉간압연 상태와 비교할 때 와이어 맨 바깥부분에 {100} 성분의 증가가 나타난다. 이와 같은 변화는 어닐링 처리와도 관계가 있으리라 생각된다. 그러나 이러한 {100} 성분의 증가는 와이어의 기계적 측면에서 고찰할 때 바람직하지 않은 방위의 발달이다. A사 wire와 M사의 어닐링 와이어는 비슷한 방위분포를 나타내고 있으며 방위의 분포양상은 3중구조이다. T사의 와이어는 드로잉 집합조직의 측면에서 가장 균일하고 또 바람직한 방위분포를 가진다. 중심부의 적은 양의 {100} 성분과 가장 바깥 부위에서 불균일하게 존재하는 {100} 성분을 제외하면 와이어

단면에서 본 대부분의 방위는 {111} 성분인 이중구조를 나타낸다. 신선과 열처리 후 주요 집합조직 성분은 T사 와이어는 <111>+<100> 성분이 주 성분이 되나 M사의 경우 <111>+<100> 성분 이외에 다른 성분도 많이 발달하고 있다.

표 3.4.2-4은 와이어의 EBSD 측정 결과 얻어진 방위 분포 구조, 결정 입자의 크기, 집합조직지수(texture index), 방위 분포 함수(Orientation Distribution Function, ODF), <111>/ND 성분과 <100>/ND 성분의 비율을 나타낸다. 방위 분포 구조는 M사와 A사 와이어는 4중 혹은 3중 구조이며 T사는 2중 구조이다. 집합조직 성분은 공통적으로 와이어 집합조직인 {111}+{100}이며, M사, A사 와이어에서는 그 외의 성분들도 많이 분포한다. 결정 입자의 크기는 1.2 ~ 1.5 μm이다. 결정 입자 크기는 픽셀간 5°의 방위차(Misorientation) 이상인 경우만 서로 다른 결정립으로 인식해서 크기를 결정한 값이다. EBSD 측정점을 오일러각으로 변환하여 방위 분포 함수(ODF)로 계산하고 동시에 집합조직 지수와 방위 분포 함수의 최대값을 얻었다. 각각의 와이어에서 T사의 제품이 가장 큰 집합조직 지수를 가져 상대적으로 발달한 집합조직을 가짐을 알 수 있으며 ODF 값도 가장 크다. 모든 와이어에서 ODF의 최대값은 {111} 방위에서 결정이 된다. L, NT 와이어의 어닐링 전후의 방위 구조는 여러 성분이 혼재되어 있는 천이 지역과 와이어 바깥층이 어닐링 이후 서로 혼재되는 경향을 보이며, Texture 지수, ODF, {100}/{111} 비율 등을 비교하면 집합조직은 전체적으로 덜 발달하고 {100} 성분은 증가한다. 드로잉 집합조직의 발달 정도는 {111} 성분과 {100} 성분의 비율로 관찰할 수 있다. {100}, {111} 성분의 존재 비율은 가공도와 금속의 종류에 따라 바뀌며 대부분의 면심 입방정 금속에서는 신선 시 {111} 방위가 주 변형 집합조직이 된다. 일반적으로 알려진 바에 의하면 재료의 적층 결함 에너지가 달라짐에 따라서 와이어 집합조직에서 나타나는 {111} 성분과 {100} 성분의 비율은 그림 3.4.2-19와 같이 달라진다. 큰 값의 적층 결함 에너지(Stacking Fault Energy)와 작은 값의 적층 결함 에너지를 가지는 재료에서 비슷하게 {111} 성분이 증가하며 Au의 경우 {111}과 {100} 점유 집합조직의 비율이 대개 4:1 정도로 예상된다. Au의 신선 후 재결정 집합조직은 {111} 성분이 주가 되고 {100} 성분이 상대적으로 적게 분포한다. 이 경우 {100}/{111}의 비율은 0.25 정도이다. 이에 비추어 보면 MKE와 American 와이어는 비슷한 수준을 보이고 있으나 TKK의 경우 {111} 성분이 발달해 있음을 알 수 있다.

T사, M사, A사 와이어의 미세 집합조직의 분포가 그림 3.4.2-18에서 보여진 바와 같이

많은 차이를 내는 이유가 무엇인지에 관해 정확한 분석을 하기는 어렵다. 초기 casting방식의 차이, 중간 어닐링, 최종어닐링, 와이어 공정 이전에 사용되는 groove rolling의 역할, 초기 cast bar의 크기와 단면감소율의 영향, 다이각 등 드로잉 공정의 영향 등 여러 가지 요인에 의해 최종 와이어의 미세집합조직과 미세구조는 달라지게 된다. 다음 장에서는 현재 MKE의 드로잉공정에서 와이어의 초기 직경을 증가하여 생산한 경우의 와이어 단면에서 살펴본 미세조직과 미세집합조직 분포를 살펴 보고자 한다.

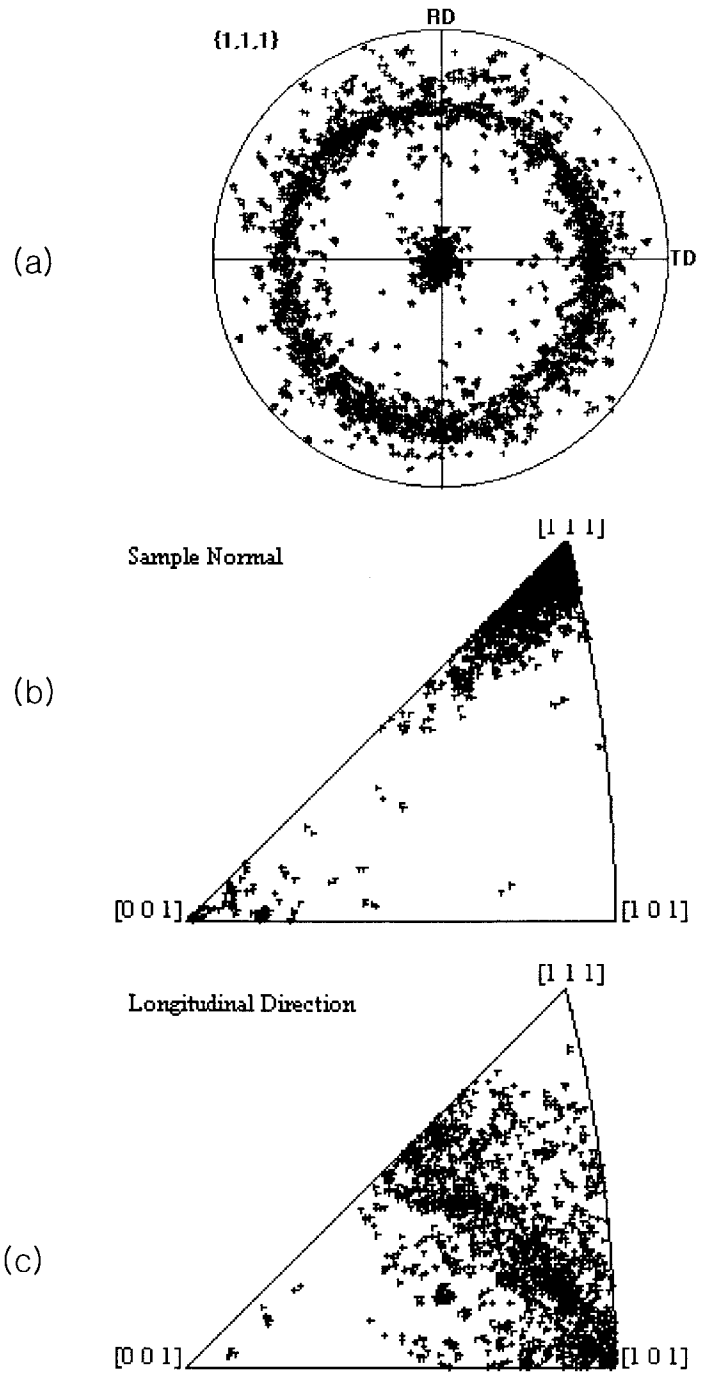
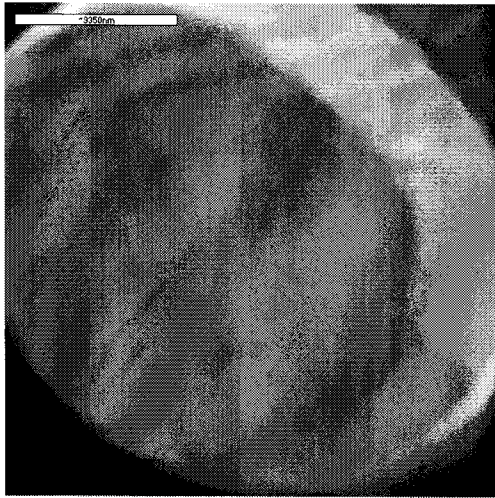
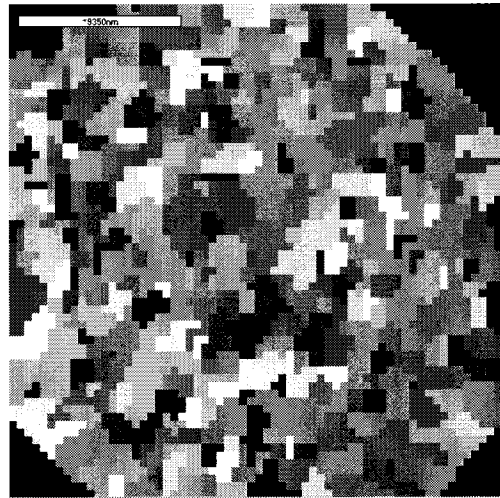


Fig. 3.4.2-15. Pole figure and inverse pole figure of T-company wire

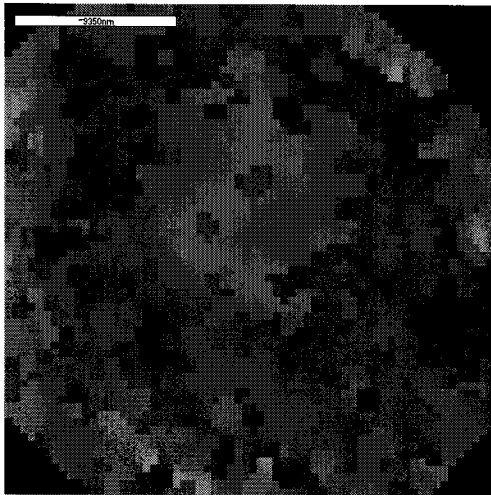
a) 111 pole figure b) NDIPF c) RD IPF



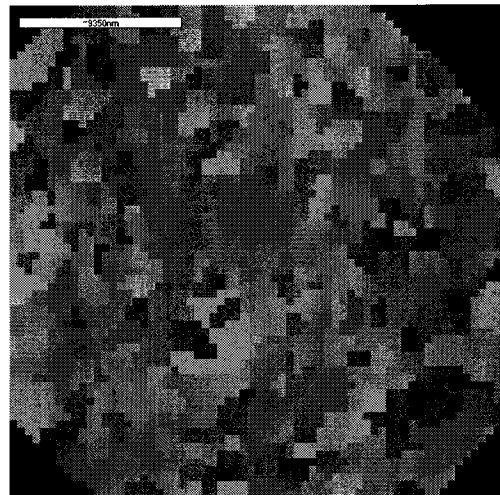
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 3.4.2-16. Orientation of American wire

a) Image b) Grain($\delta=50$) c) ND d) RD

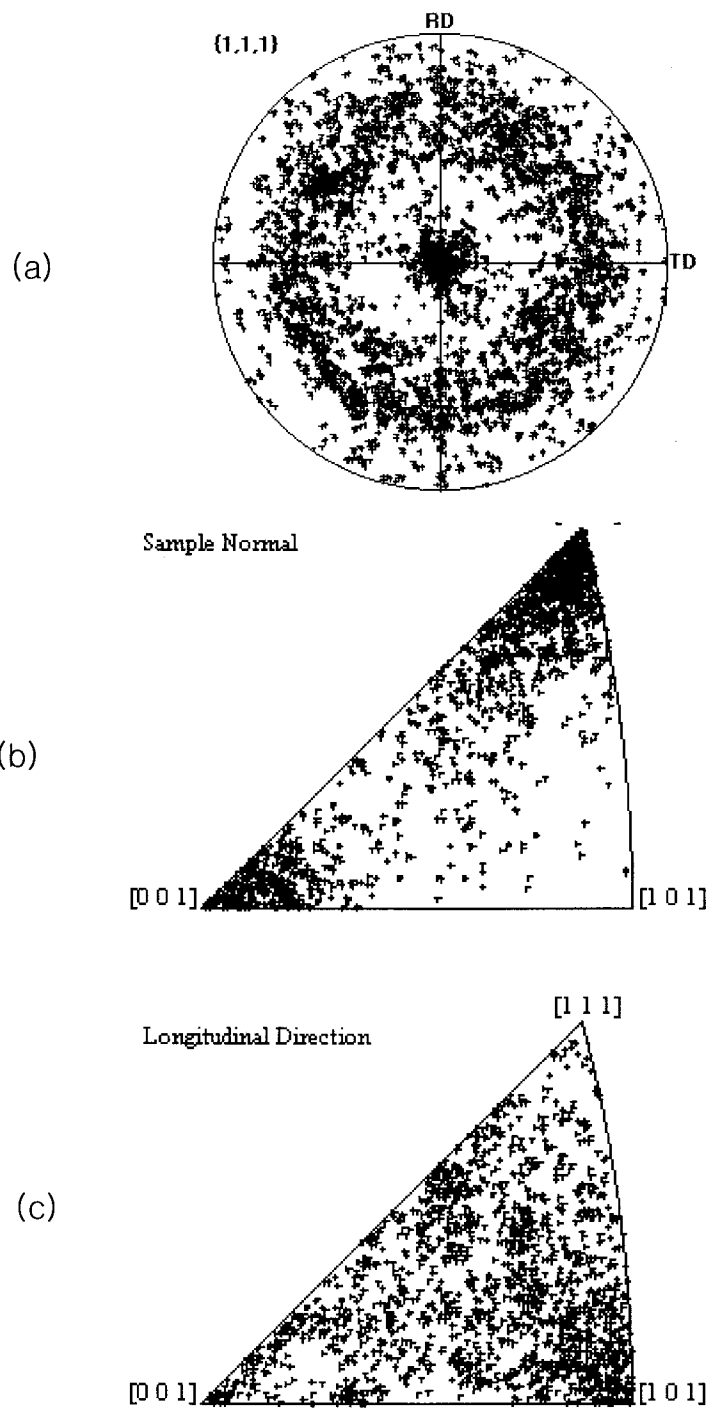


Fig. 3.4.2-17. Pole figure and inverse pole figure of American wire

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

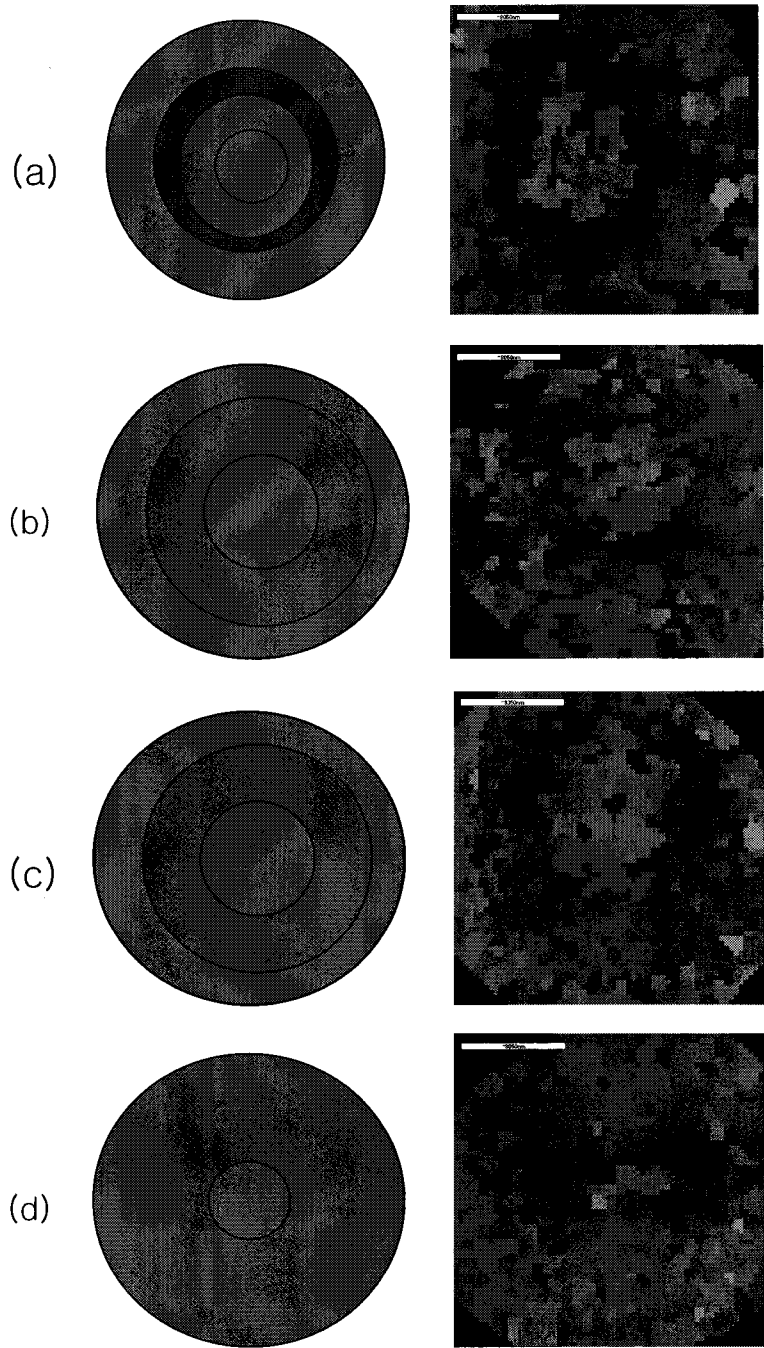


Fig. 3.4.2-18. Simplified orientation structures of fine wire

a) cold drawn MKE(NT) b) annealed MKE (NT) c) TKK d) American

	L (cold)	NT (cold)	L (anneal)	NT (anneal)
Orientation Structures	Quadruplex layer	Quadruplex layer	Triple layer	Triple layer
Texture components	Major {111} +Minor {100} +Minor	Major {111} +Minor {100} +Minor	Major {111} +Minor {100} +Minor	Major {111} +Minor {100} +Minor
Grain Size (μm)	1.4	1.4	1.2	1.3
*Texture Index	1.9	3.6	1.8	2.4
Maximum Odf	4.5	11.5	6	6
Ratio {100}/{111}	0.25 (0.9/3.6)	0.33 (3.3/9.9)	0.46 (2.1/4.6)	0.37 (2.1/5.7)

*Texture index definition : $F2 = \int f(g)^2 dg / 8\pi^2$

Table 3.4.2-4 The Grain size, Texture index, maximum of odf and 100/111 ratio value are presented for several wires

	R (anneal)	American	TKK
Orientation Structures	Triple layer	Triple layer	Double layer
Texture components	Major {111} +Minor {100} +Minor	Major {111} +Minor {100} +Minor	Major {111} +Minor {100} +Minor
Grain Size (μm)	1.3	1.4	1.5
*Texture Index	3.1	2.7	7.2
Maximum Odf	9	7	17
Ratio {100}/{111}	0.25 (2.0/8.2)	0.39 (2.6/6.6)	0.06 (0.9/16)

Table 3.4.2-4 (cont.) The Grain size, Texture index, maximum of odf and 100/111 ratio value are presented for several wires

(마) EUB wire (MKE, Alloy modified, 9.5φ)

EUB5의 조성은 Ca(15ppm), Pd, Be, Al, Ta, EUB6의 조성은 Ca(30ppm), Yt(20ppm), Be(7ppm), Ge(5ppm) 등이며 1MIL기준으로 기존 제품의 파단강도 11.5g~12g보다 우수한 12.9g, 12.6g 등이 실험적으로 얻어졌다. EUB생산을 위한 공정의 변화는 초기 cast bar의 직경을 기존 7φmm에서 9.5φmm로 증가시키고 다이각(die angle)은 기존 15°에서 12~13°로 줄였다. 즉 총 단면감소률은 증가시키고 다이각을 줄임으로써 변형의 균질성을 강화시키는 방향으로 공정이 이루어졌다. 그림 3.4.2-19은 EUB5, EUB6의 와이어를 EBSD측정한 결과이다. EUB5의 경우 단면에서 본 방위 분포는 기존 L, NT, R에 비해서 {111}성분이 발달해 있으며 방위분포구조는 3중구조에 가까우나 그 균질성은 향상되었음을 알 수 있다. 이와 같은 경향은 EUB6에서도 나타나고 있으며 {100}/{111}비율이 작아지고 있음을 알 수 있다. 그림 3.4.2-20는 EUB5, EUB6에서 보여진 결과를 각각 극점도와 역극점도로 보여준다. EUB5의 섬유집합조직 발달정도가 상대적으로 높음을 알 수 있다. EUB5, 6의 EBSD측정 결과를 표 3.4.2-5에 정리하였다. 표에서 보면 EUB5의 집합조직지수와 최대 방위분포함수값은 EUB6의 값에 비해서 크나, {100}/{111}비율은 오히려 더 큼을 알 수 있다. 이것은 EUB6의 111성분의 비율이 더 큼을 의미한다. 결정립의 평균입자는 EUB5의 크기가 EUB6의 두 배 정도 크게 나왔다.

(바) Initial Cast Bar size effect (MKE, NT, 7φmm, 11φmm)

직경 7φmm 초기 casting bar(기존 공정, 7φmm casting bar → 25μm wire)의 경우 NT형의 와이어를 초기 7φmm에서 25μm까지 와이어를 생산하는 경우 가장 큰 미세조직상의 특징은 냉간 인발 상태의 와이어는 4중구조에 가까운 형태를 나타내고(그림 3.4.2-8) 이를 annealing하는 경우 3중구조의 형태를 나타내는 것이다(그림 3.4.2-11 혹은 그림 3.4.2-18). 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. 표 3.4.2-3, 6에서 보았듯이, 30 μ m, 25 μ m까지 드로잉한 와이어를 annealing전후에 경도와 인장강도, 연신률을 측정하면 비교적 많은 차이가 나타난다(H, J, K, L code). 경도의 경우는 As cast된 7pi의 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.

직경 11 ϕ mm 초기 casting bar (11 ϕ casting bar \rightarrow 25 μ m wire) 의 경우 앞의 EUB5, 6에서 살펴본 바에 의하면 초기 casting bar의 크기가 증가하면 와이어 변형에서 전체 단면감소률이 증가하고 이에 따라 {111}성분이 전반적으로 증가하는 결과를 가져온다. 이러한 결과는 표 3.4.2-8에서 {100}/{111}의 비율이 감소함을 보이는 데서도 알 수 있다. Alloy dopant의 영향없이 초기 casting bar의 크기가 와이어의 미세조직과 집합조직에 미치는 영향을 고려하기 위해서 NT형의 alloy를 기존의 초기 11 ϕ mm casting bar에서 드로잉을 시작하여 와이어를 생산하고 EBSD를 측정하였다. 그림3.4.2-22은 25 μ m와 30 μ m로 생산된 와이어 방위를 나타낸 것이며 그림은 모두 ND방향에서 살펴본 방위이다. Cold drawn와이어에서 검게 나타난 부분은 패턴을 분석하지 못한 부분으로 이것은 EBSD의 분해능과 시편의 변형정도와 관계가 있다. 실험에서 사용한 W형의 Gun은 최적화된 경우 분해능이 500nano meter정도라 알려져 있으며 변형된 와이어의 아결정립의 크기는 500nano meter 보다 작거나 비슷한 정도의 크기로 유추된다. 따라서 좀 더 정확한 미세조직의 분석을 위해서는 FEG SEM/EBSD등을 이용할 수 있다. 특히 고분해능의 EBSD를 이용하면 cold drawn 상태의 와이어에 대한 정보를 보다 정확하게 얻을 수 있다. 동일한 25 μ m, 30 μ m직경의 와이어에서 annealing 전후의 집합조직을 비교하면 annealing 이전의 cold drawn상태의 와이어가 집합조직이 잘 발달해 있으며 {100} 성분도 annealing와이어에 비해서 적음을 알 수 있다. 와이어의 최종 직경을 고려하여 집합조직 성분을 관찰하면 25 μ m와이어보다 30 μ m와이어의 집합조직 균질도가 좋음을 알 수 있다. 이러한

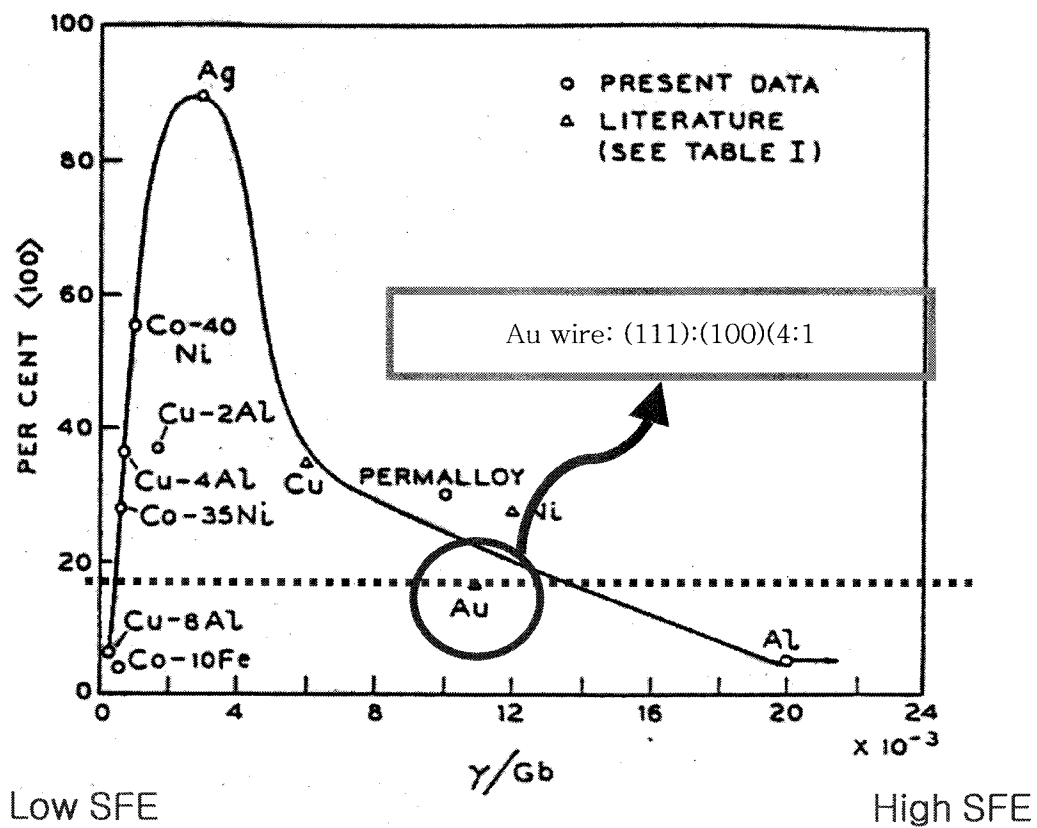
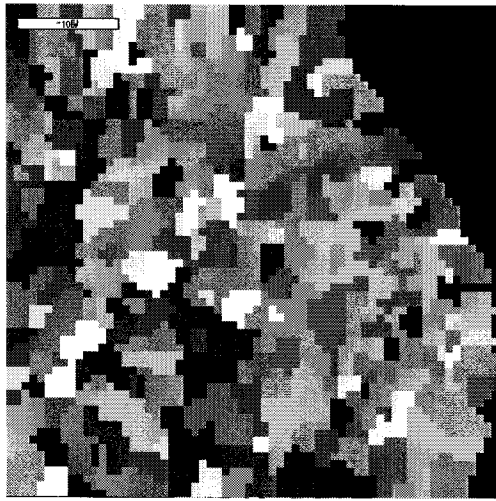
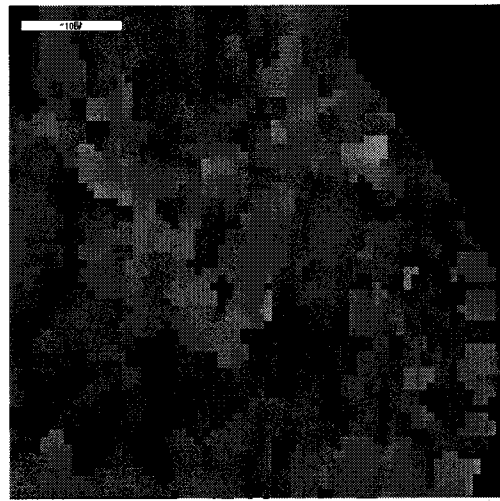


Fig. 3.4.2-19 Wire texture for various fcc materials

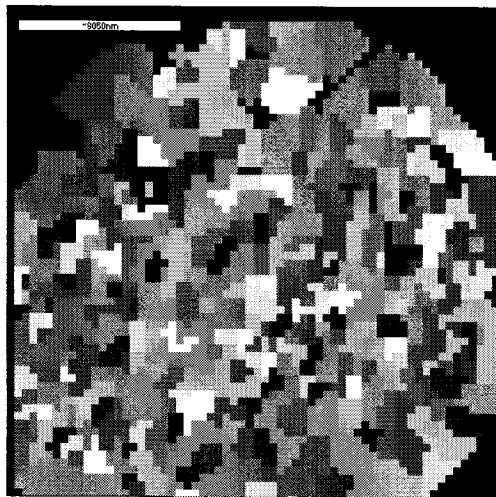
High and low SFE lead to sharp 111 fiber texture



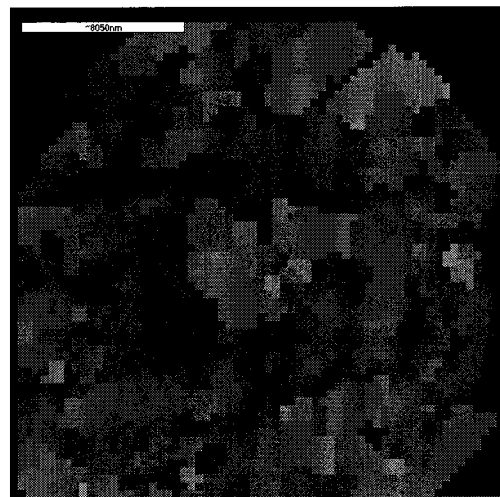
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 3.4.2-20. Grains and Orientations for EUB5 and EUB6

a) EUB5 grains b) EUB5 orientation (ND)

c) EUB6 grains b) EUB6 orientation (ND)

Table 3.3.4–5 The Grain size, Texture index, maximum of odf and 100/111 ratio value are presented for EUB5, EUB6 wire.

	Eub5(25 μ m)	Eub6(25 μ m)
Orientation Structure	Triple layer	Triple layer
Texture Components	Major {111} +Minor {100} +Minor	Major {111} +Minor {100} +Minor
Grain Size(μ m) (misorientation $\delta=5^\circ$)	2.7	1.2
*Texture Index	2.8	2.5
Maximum Odf	7.3	6.5
Ratio {100}/{111}	0.27 (1.8/6.7)	0.20 (1.2/6.1)

Table 3.3.4-6 Breaking Load and Elongation of T type wire after 7 weeks from the production.

	Annealing		Colddrawn	
	Elongation(σ)*	Breaking Load(σ)	Elongation(σ)	Breaking Load(σ)
H6code	7.0(0.3)	18.5(0.1)	0.9(0.1)	37.3(0.6)
H8code	7.4(0.3)	18.5(0.1)	0.9(0.1)	37.0(0.3)
J4code	4.1(0.4)	11.4(0.1)	0.9(0.1)	22.1(0.5)
Kcode	4.0(0.6)	9.7(0.1)	1.1(0.1)	19.7(0.4)
L1code	4.4(0.2)	7.1(0.1)	1.3(0.4)	14.1(0.9)

* () is the standard deviation.

Table 3.3.4–7 The Grain size, Texture index, maximum of odf and 100/111 ratio value are presented for NT wire with initial 11 ϕ diameter.

	Annealing		Cold drawn	
	25 μm	30 μm	25 μm	30 μm
Orientation Structure	Double or triple Layer	Double or triple layer	Double or triple layer	Double or triple layer
Texture Components	Major {111} +Minor {100} +Minor	Major {111} +Minor {100} +Minor	Major {111} +Minor {100} +Minor	Major {111} +Minor {100} +Minor
Grain Size (μm) (misorientation $\delta=5^\circ$)	1.4	1.4	X	X
*Texture Index	4.3	4.2	4.0	5.6
Maximum Odf	10	10	10	15
Ratio {100}/{111}	0.61 (5.9/9.6)	0.27 (2.6/9.5)	0.27 (2.7/9.9)	0.20 (2.9/14.4)

차이는 드로잉 공정과 관계가 있어 보인다. 그림 3.3.4-37는 EBSD를 이용한 방위 해석결과를 {111}극점도와 ND, RD방향의 역극점도에 표현한 것이다. 직경의 크기와 상관없이 Cold drawn 상태에서 {111}과 {100} 방향에 집중되어 있던 방위들이 annealing을 거치면서 퍼지는 현상이 생김을 알 수 있다. 이것은 annealing 공정에 의해 집합조직이 전체적으로 무질서화하는 방향으로 변화함을 의미하는데 앞의 결과들과 비교하면 annealing공정에 의한 드로잉 집합조직의 변화는 alloy dophant의 종류나 초기 casting bar의 크기와는 무관하게 집합조직이 무질서화하는 방향으로 진행함을 알 수 있다. 이러한 집합조직의 약화는 annealing시간과 온도와 관계가 있다고 생각되며 MKE의 와이어 생산공정에서 이루어지고 있는 정도의 시간과 온도 범위에서는 재결정립의 성장까지는 이루어지지 않고 있다고 보여진다. 결론적으로 초기 casting bar의 직경을 증가시켜 와이어를 생산하는 경우 집합조직은 {111}성분이 증가하고 와이어의 미세구조도 안정화하는 경향을 나타낸다. 이러한 결과는 와이어 공정에서 초기직경의 변화로써 일정부분 와이어의 기계적 성질을 조절할 수 있음을 의미한다. 표 3.3.4-9은 EBSD측정결과를 정리한 것이다.

11φ 로 와이어를 생산하는 경우 9φ에서 와이어를 생산하는 경우와 비교하면 현장 조업시 다이 코드에 연결시키기 위해 와이어 끝을 다듬을 때 어려움이 있다고 지적된다. 이것은 변형량의 증가로 기인하는 전위집적 등과 관계가 있으리라 생각된다. 전위집적량의 조절, 혹은 결정립자 크기조정 등의 목적으로 드로잉 공정의 중간에 annealing을 실시할 수 있다. 이것은 현재 MKE의 공정에서 초기 직경 11φ에서 드로잉을 시작하는 경우 원하는 직경 즉, 1MIL이나 1.2MIL이전에 전위의 포화와 연속되는 변형에서 동적재결정과 재변형의 반복을 막아 최종 직경의 와이어에서 충분한 정도의 전위 집적이 이루어 지도록 공정을 조정하는 역할을 할 수 있다. 그림 3.4.2-24는 드로잉 공정에서 변형이 증가함에 따라 전위의 집적으로 경도가 높아지는 모습을 보여주며 그 경도값은 특정한 임계값을 넘지 않고 오히려 동적재결정 등에 의해 변형이 계속 되는 동안에도 일정한 정도의 수치를 유지함을 알 수 있다. 그러나 동적재결정이 일어나는 경우 새로 생성된 재결정과 기존에 변형을 받던 결정입자는 서로 경도 등이 달라 전체적으로 불균일한 변형을 예상할 수 있다. 전위가 포화되는 시점, 즉 동적재결정은 억제되고

재료 내부적인 변형이 최대인 상태로 최종 annealing을 할 수 있도록 공정의 중간에 annealing처리를 추가할 수 있다. 이러한 전위의 집적은 최종 annealing에서 재결정의 구동력을 높여주는 효과가 있다. 재결정은 열처리 온도에 영향을 받는 핵생성 속도와 열처리 유지 시간과 관계있는 결정성장의 요인을 고려할 수 있는데, 특히 핵생성 속도는 단면감소율로부터 기인하는 내부 변형량, 내부 변형에너지 등의 구동력에 의해 영향을 받게 된다. 92.5% 압연된NT형의 재결정 온도가 320°임을 고려하면 실제 annealing공정에서 사용하는 온도는 대개 그보다 높은 온도에서 실시하게 되는데, 높은 온도에서 1초 미만의 시간동안 열처리를 실시함으로써 급격한 핵생성 내지 회복정도의 미세조직변화를 유발시킨다고 볼 수 있다. 그러나 연신률과 인장강도의 큰 변화로 미루어 볼 때 일정 부분 재결정이 이루어진다고 생각되나 전면적이거나 입자의 성장까지 일어나는 것은 아니라고 생각된다. 이에 대한 정확한 판단은 TEM등의 방법으로 접근해야 할 것으로 보인다. 중간 annealing의 효과를 정확히 판단하기는 어렵지만 미세조직상의 전위 등의 결함 해소, 결정입자 크기 등에 영향을 주어 최종 와이어의 성질에 영향을 줄 것으로 기대할 수 있다.

	Eub5 (25 μ m)	Eub6 (25 μ m)
Orientation Structure	Triple layer	Triple layer
Texture Components	Major {111} +Minor {100} +Minor	Major {111} +Minor {100} +Minor
Grain Size (μ m) (misorientation $\delta=5^\circ$)	2.7	1.2
*Texture Index	2.8	2.5
Maximum Odf	7.3	6.5
Ratio {100}/{111}	0.27 (1.8/6.7)	0.20 (1.2/6.1)

Table 3.4.2-8 The Grain size, Texture index, maximum of odf and 100/111 ratio value are presented for EUB5, EUB6 wire.

	Annealing		Cold drawn	
	25 μ m	30 μ m	25 μ m	30 μ m
Orientation Structure	Double or triple Layer	Double or triple layer	Double or triple layer	Double or triple layer
Texture Components	Major {111} +Minor {100} +Minor	Major {111} +Minor {100} +Minor	Major {111} +Minor {100} +Minor	Major {111} +Minor {100} +Minor
Grain Size (μ m) (misorientation $\delta=5^\circ$)	1.4	1.4	X	X
*Texture Index	4.3	4.2	4.0	5.6
Maximum Odf	10	10	10	15
Ratio {100}/{111}	0.61 (5.9/9.6)	0.27 (2.6/9.5)	0.27 (2.7/9.9)	0.20 (2.9/14.4)

Table 3.4.2-9 The Grain size, Texture index, maximum of odf and 100/111 ratio value are presented for NT wire with initial 11 ϕ diameter.

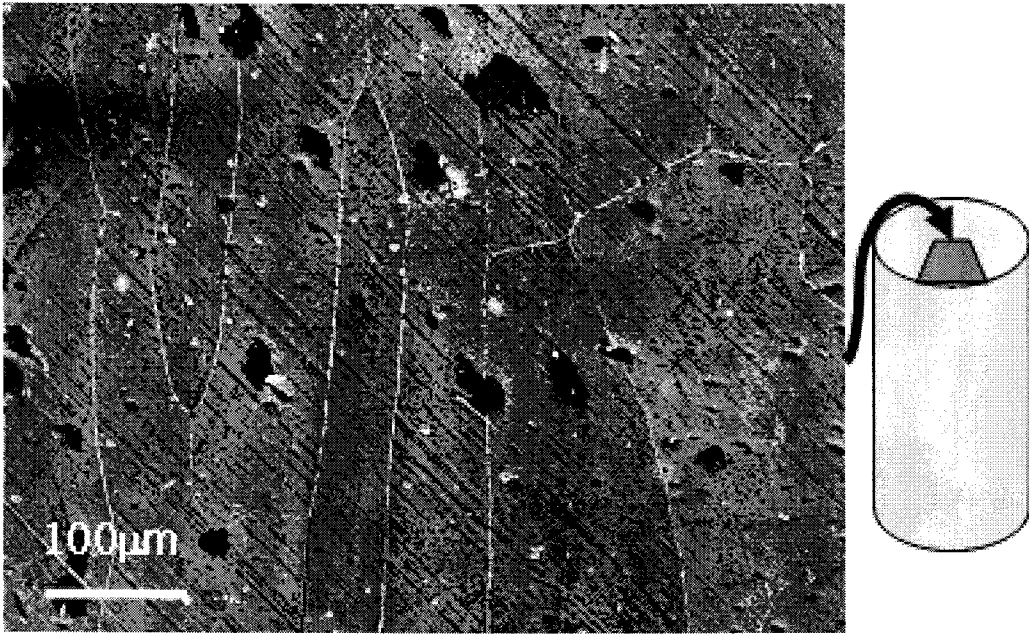
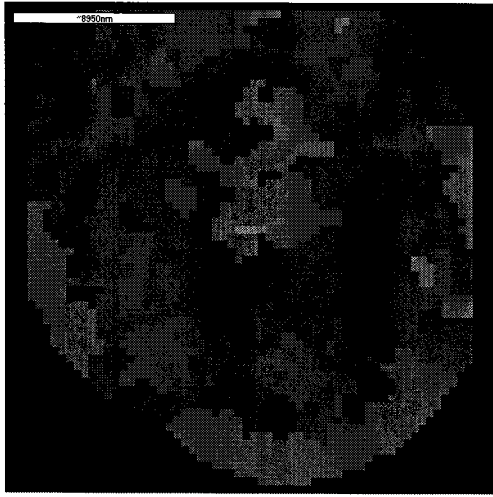
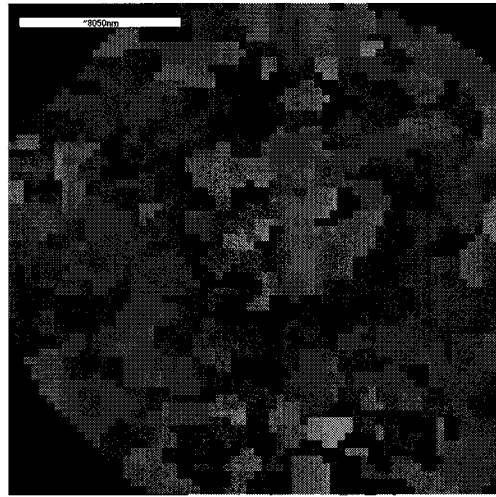


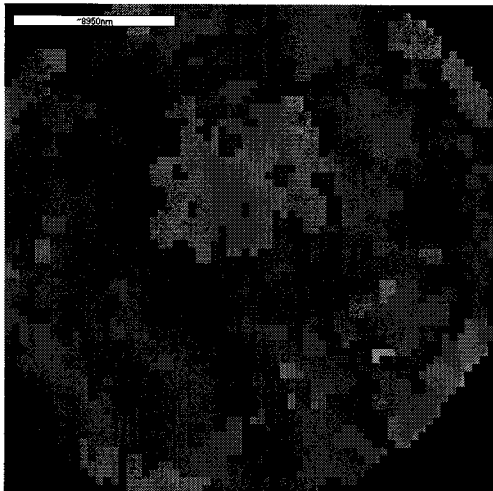
Fig. 3.4.2-21 Micrograph for 7φ Initial ingot cast bar section



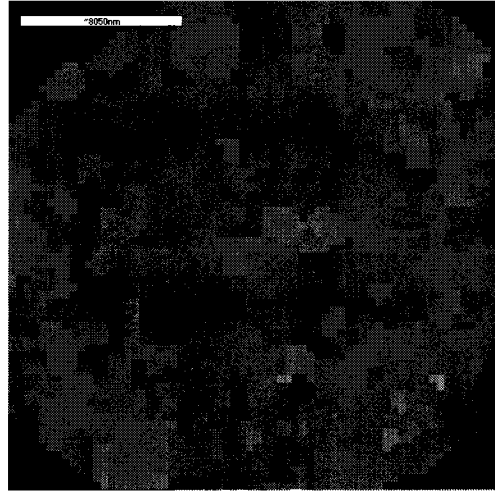
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 3.4.2-22. Orientation for NT wire coming from 11 ϕ Initial casting bar

a) annealed 25 μ m wire b) cold drawn 25 μ m wire

c) annealed 30 μ m wire d) cold drawn 30 μ m wire

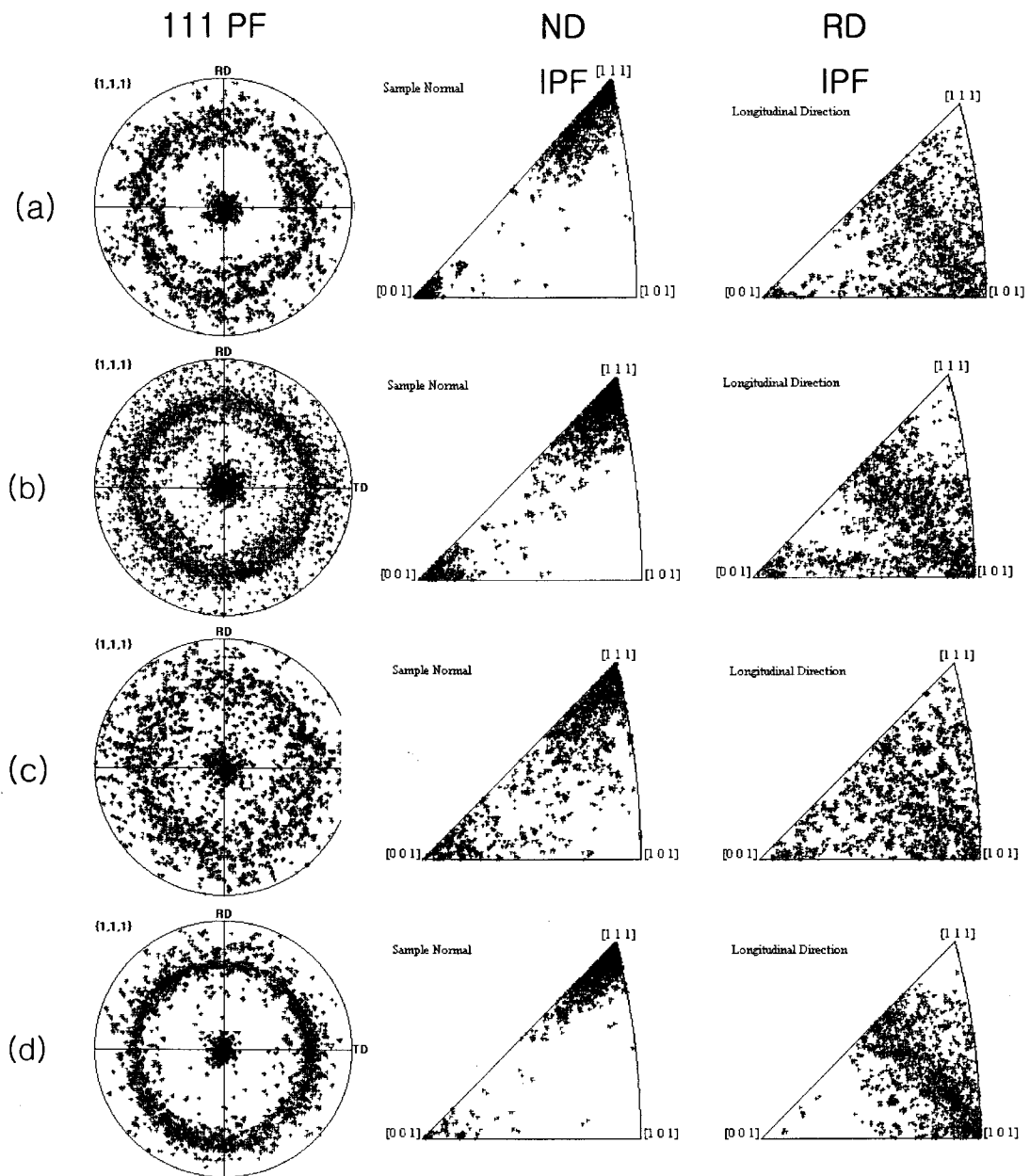


Fig. 3.4.2-23. 111 pole figure and inverse pole figure of NT wire in
 a) annealed 25 μm wire b) cold drawn 25 μm wire
 c) annealed 30 μm wire d) cold drawn 30 μm wire

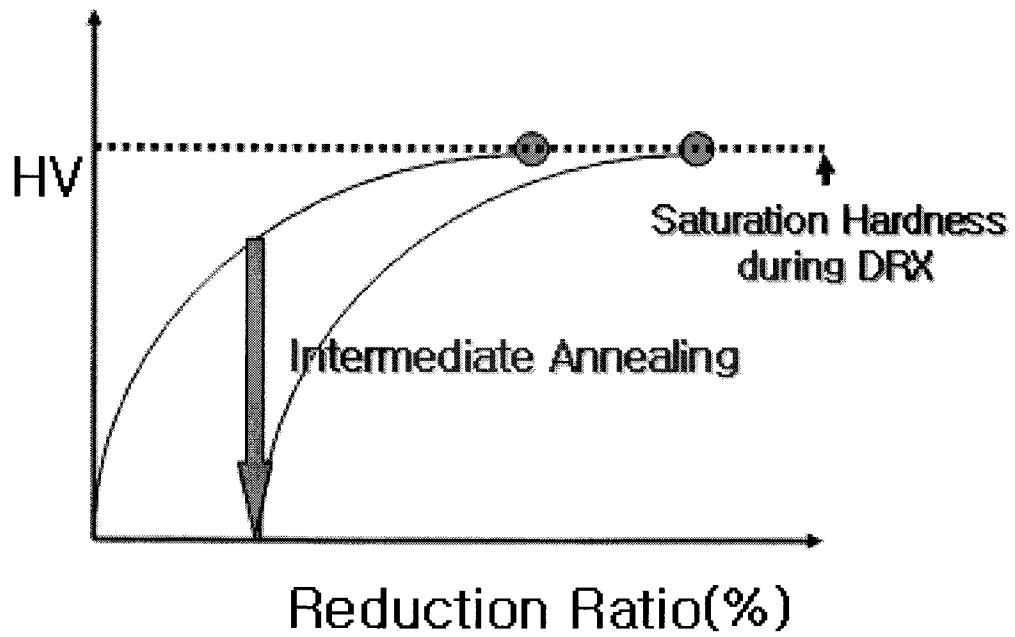


Fig. 3.4.2-24. Hardness saturation and Dynamic Recrystallization.

Intermediate annealing can change the saturation point during drawing process

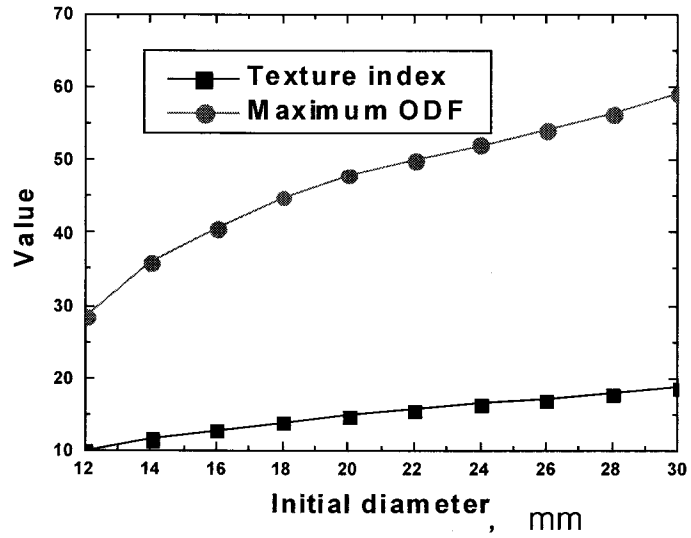
(사) Pre-deformation effect (MKE, TG, initial 9.5φ)

Casting bar의 초기 결정립들은 그림 3.4.2-20에서 보았듯이 수백 μm 이상의 주상정 조직을 나타낸다. 이러한 초기의 결정립 분포는 최종적으로 $1\mu\text{m}$, 혹은 $1.2\mu\text{m}$ 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. 그림 3.4.2-25은 와이어 공정에서 초기 직경이 12~30mm로 주어지는 casting bar를 11mm까지는 groove rolling을 실시하고 이후 드로잉을 통해서 $25\mu\text{m}$ 까지 직경을 줄인다고 가정하고 Rate sensitivity모델을 이용하여 집합조직 지수와 $\{100\}/\{111\}$ 성분의 비율을 계산한 결과이다. 초기 집합조직은 무질서하게 주어진 압연공정과 드로잉공정을 단순화하여 계산한 결과다. 그림에서 보면 초기 직경이 클수록 즉 groove rolling의 양이 많을수록 집합조직은 $\{111\}$ 성분이 많아지는 방향으로 발달하며 전체적인 집합조직지수는 커지며 방위분포함수의 최대값도 역시 커짐을 알 수 있다. 따라서 groove rolling공정은 $\{111\}$ 성분의 증가에 기여함을 알 수 있다. 현재 MKE의 경우 연속주조의 방법으로 생산된 원통형의 casting bar를 드로잉하게 된다. Groove rolling을 이용하는 경우 주상정조직의 미세화 이외에 초기 casting bar의 크기에 제약을 덜 받는 장점을 이용할 수 있고 드로잉과 마찬가지로 $\{111\}$ 성분의 증가 효과도 동시에 얻을 수 있으리라 예상된다.

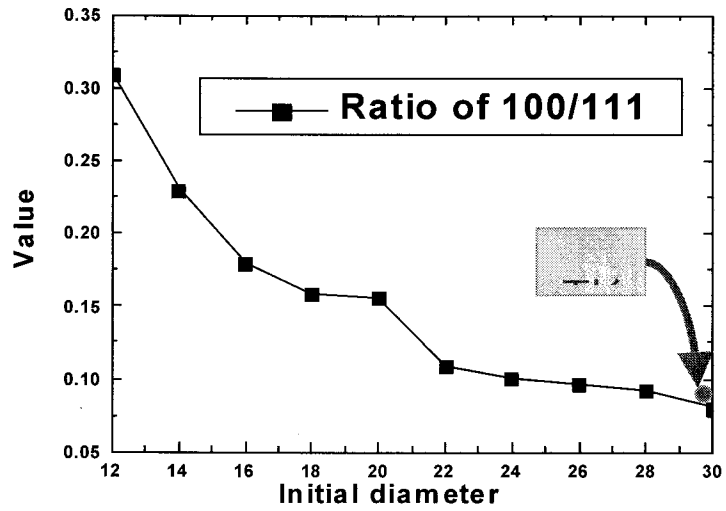
초기 직경 9.5φmm인 cast bar를 이용하여 1mm까지 groove rolling을 실시하고

450°C에서 1시간 annealing한 후 와이어 드로잉을 한 시편(TG02)과 중간 annealing은 없고 단지 groove rolling만 한 시편(TG01)을 EBSD측정하였다. Groove rolling은 KIST에서 실시한 결과이다. 그림 3.4.2-26은 TG와이어의 공정을 간략히 나타내었으며 그림 3.4.2-27은 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. 이러한 경향은 이미 앞의 그림 3.4.2-26에서 예측한 결과와 일치한다. 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 평균결정입자의 크기는 25 μ m정도이다. 이러한 평균 결정립 크기는 초기의 수백 μ m에 비하면 대폭 작아진 결과이다. 즉, TG2의 와이어는 대부분의 {111} 성분과, 소수의 {100} 성분을 가지는 평균크기 25 μ m정도의 결정들로 구성된 1mm와이어가 초기 시편의 역할을 한다. 반면 annealing처리가 없던 TG1 시편은 초기 9.5 ϕ 부터 변형이 누적되어 생산된 최종 와이어이다. 그림 3.3.4-42는 그림 3.3.4-43의 결과를 {111}극점도와 역극점도에 나타낸 것이다. 주요집합조직 성분은 <111>과 <100>성분이나 <100>성분이 보다 많음을 알 수 있다. 또한 드로잉에서 얻어지는 것과 같은 밀집된 섬유집합조직 성분은 나타나지 않으며 비교적 넓게 분포하는 집합조직 성분을 볼 수 있다. 그림 3.4.2-29은 TG1, TG2에서 생산된 각각 25, 30 μ m의 와이어의 EBSD 측정결과이며 그림 3.4.2-30은 111극점도와 역극점도이다. 표 3.4.2-9는 TG1, TG2의 방위측정 결과를 정리한 것이다. 방위분포와 역극점도 그리고 표에서 보여지는 {100}/{111}성분의 비율을 보면 30 μ m와이어의 방위분포가 보다 균질하면서도 우수함을 알 수 있다. 최종 단계에서 annealing 공정에 따른 방위의 발달도 함께 고려되어야 하기 때문에 25 μ m와이어와 30 μ m 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. 표 3.4.2-9에서 TG1, TG2, NT11 ϕ 의 annealing처리된 25, 30 μm 와이어를 서로 비교하면 집합조직의 발달정도를 나타내는 집합조직지수, $\{100\}/\{111\}$ 성분의 비율 등이 모두 NT11 ϕ 의 와이어가 비교적 우수하게 나타난다. 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. Groove rolling의 효과를 극대화하기 위해서는 보다 큰 직경의 와이어를 이용하고 또 기존 공정과의 최적화를 함께 진행함으로써 바람직한 단면 방향의 집합조직 분포를 얻을 수 있으리라 생각된다. EUB 15 ϕ 의 casting bar를 가지고 와이어 드로잉을 실시한 결과는 뒤에서 다루고 있다.



(a)



(b)

Fig. 3.4.2-25. Predictions of Texture evolutions of wire drawing

(a) Texture index , maximum ODF

b) Ratio of {100}/{111} components

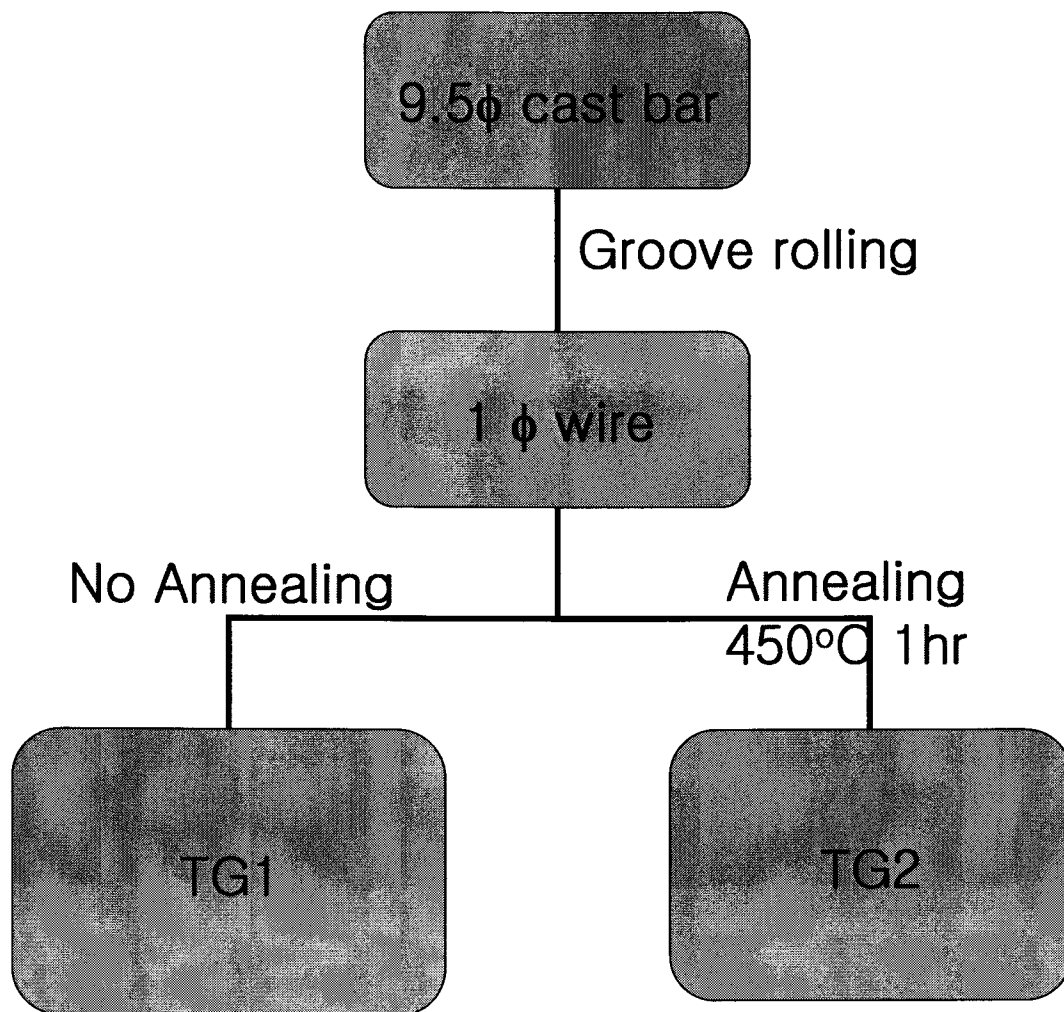


Fig. 3.4.2-26 The process for TG

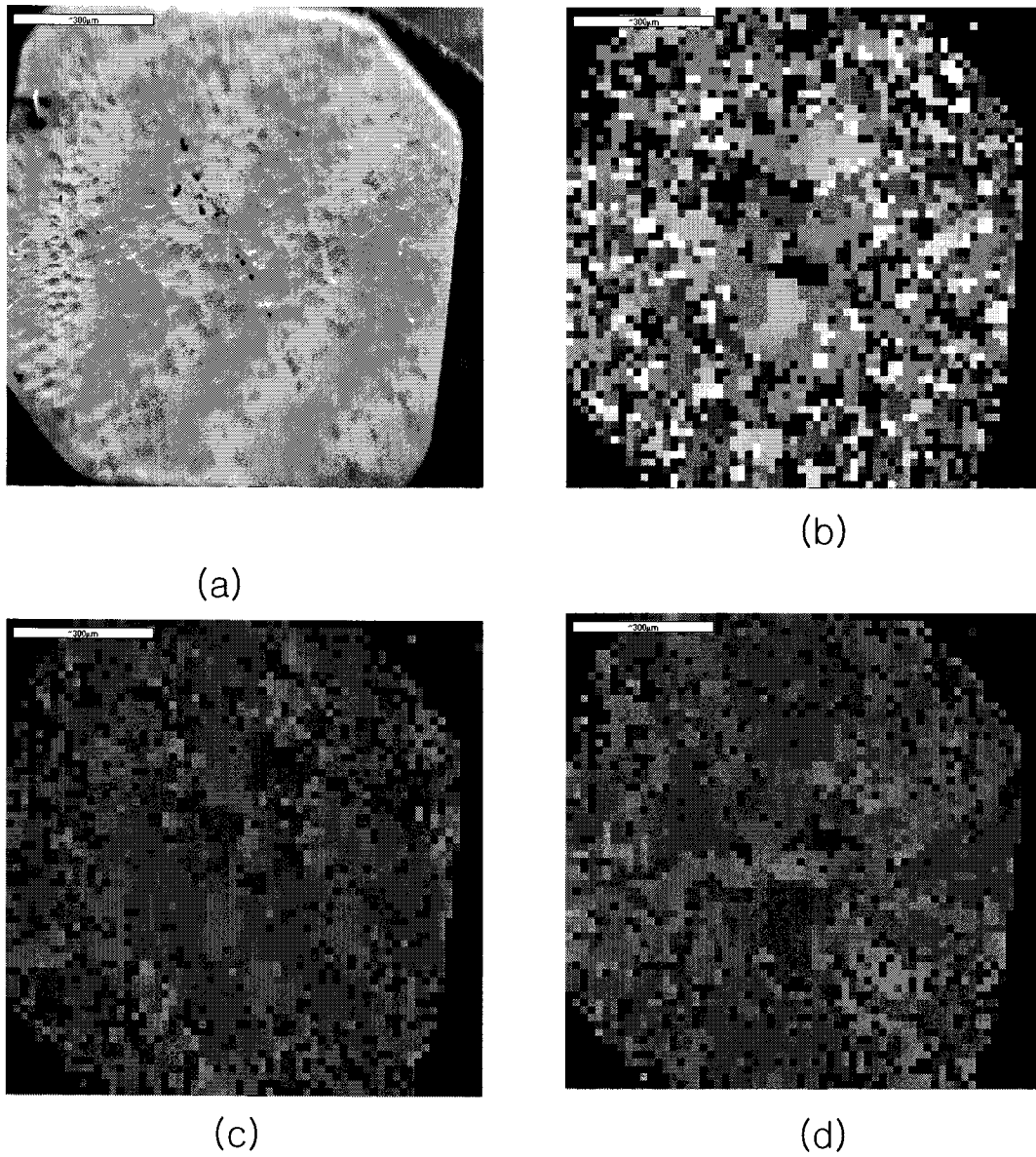


Fig. 3.4.2–27 Orientations for cold drawn NT type Au wire.

Groove rolling was carried out from initial 9.5 ϕ cast bar to 1mm wire and then orientations were measured with EBSD.

a) Image b) Grain($\delta=50$) c) ND d) RD

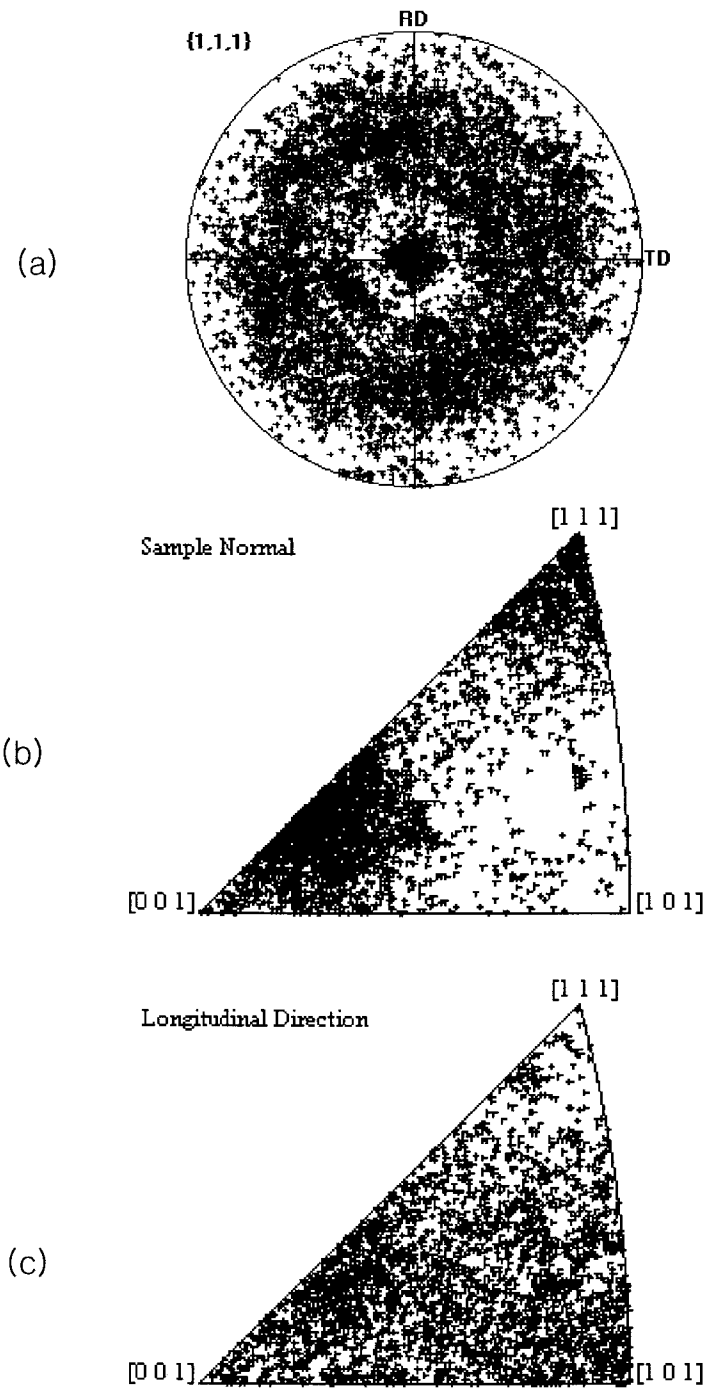
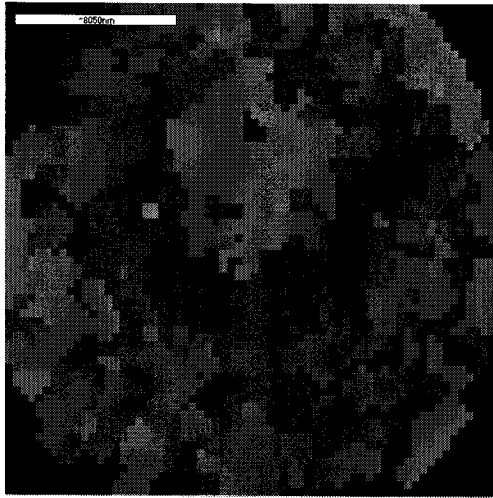
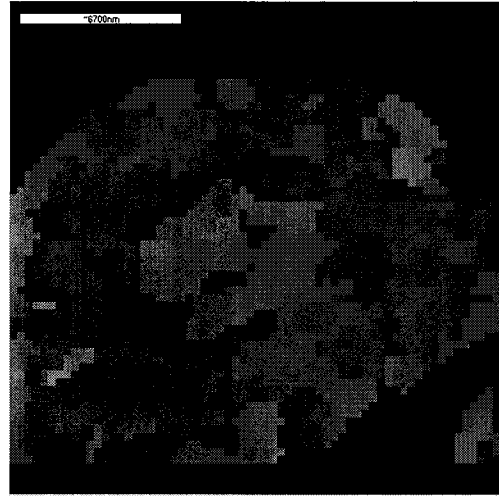


Fig. 3.4.2-28 $\{111\}$ pole figure and inverse pole figure for NT wire

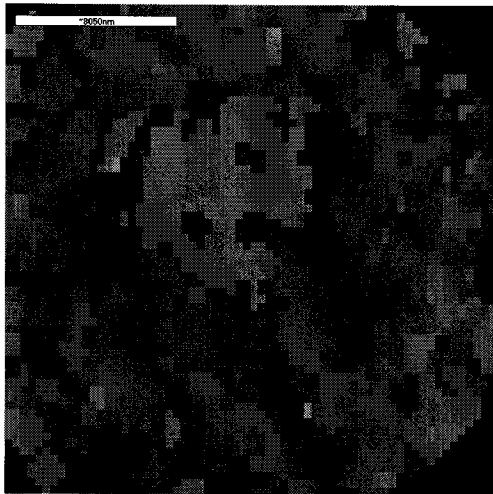
a) $\{111\}$ pole figure b) ND IPF c) RD IPF



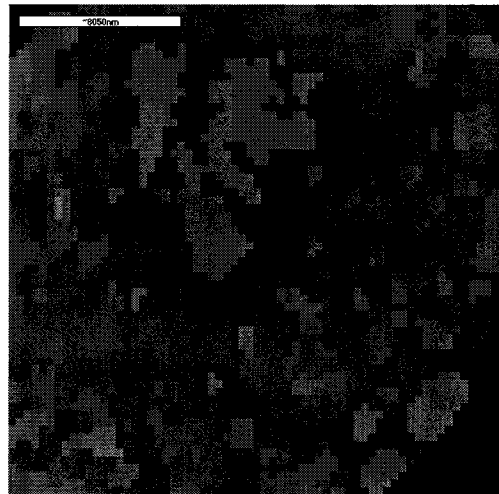
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 3.4.2-29. Orientation for TG wire produced from 9.5 ϕ Initial casting bar

a) TG1 annealed 25 μ m wire b) TG2 annealed 25 μ m wire

c) TG1 annealed 30 μ m wire d) TG2 annealed 30 μ m wire

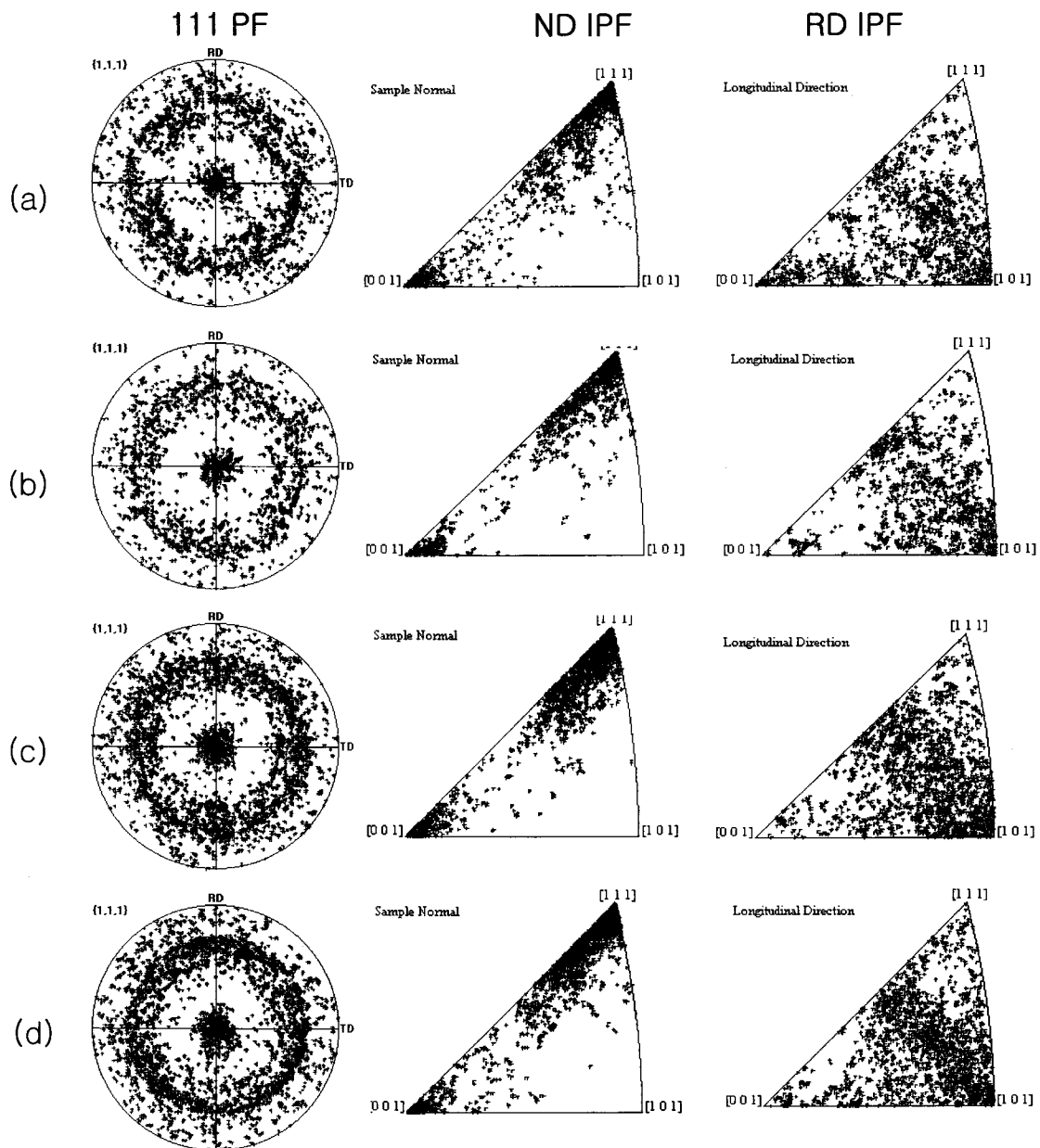


Fig. 3.4.2-30. (111) pole figure and inverse pole figure of NT wire

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

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

(아) Temperature effect (MKE, NT, initial 11 ϕ 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 11 ϕ mm 에서 생산된 NT형의 cold drawn 30 μ m와이어를 이용하여 여러 가지 온도에서 시간을 달리하며 annealing처리를 하고 EBSD를 측정하였다. 그림 3.4.2-31는 300°C에서 1분, 2분, 10분, 30분, 1시간, 24시간을 annealing처리한 후 EBSD를 측정한 결과이다. {111}극점도와 역극점도는 그림 3.4.2-32에 나와 있다. 측정결과를 정리하여 표 3.4.2-10에 나타내었는데, 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 결정립자의 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. 그림 3.4.2-33은 400°C에서 annealing 처리를 한 후 EBSD측정 결과를 나타낸 것이며 3.4.2-34은 각각 {111}극점도와 역극점도이다. Annealing 시간이 늘면서 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. EBSD측정결과에 대한 정리는 표 3.4.2-11에 나와 있다.

MKE에서 생산되는 L, NT, R형의 와이어를 이용하여 460°C에서 1시간 annealing처리를 한 후 EBSD를 측정하였다. 그림 3.4.2-35를 보면 앞의 NT의 400°C결과와 마찬가지로 주요 집합조직 성분은 {111}, {100}성분이며 {100}성분의 빠른 증가가 나타남을 알 수 있다. 그림 3.4.2-36은111극점도와 역극점도이다. 픽셀간의 방위차를 5°차이로 하여 결정립의 크기를 계산한 경우 그

평균크기는 3 μm 이상이다. EBSD의 측정결과를 표 3.4.2-12에 정리하였다. ODF의 최대값이 상대적으로 크게 나오고 있는데 이것은 odf를 계산하는 방식이 EBSD측정점(pixel) 각각을 하나의 결정립으로 방위를 계산하기 때문에 강하게 집합조직이 발달한 것으로 나오는 것으로 일반적인 변형집합조직에서 얻어지는 odf와 직접 비교하는 것은 바람직하지 않아 보인다.

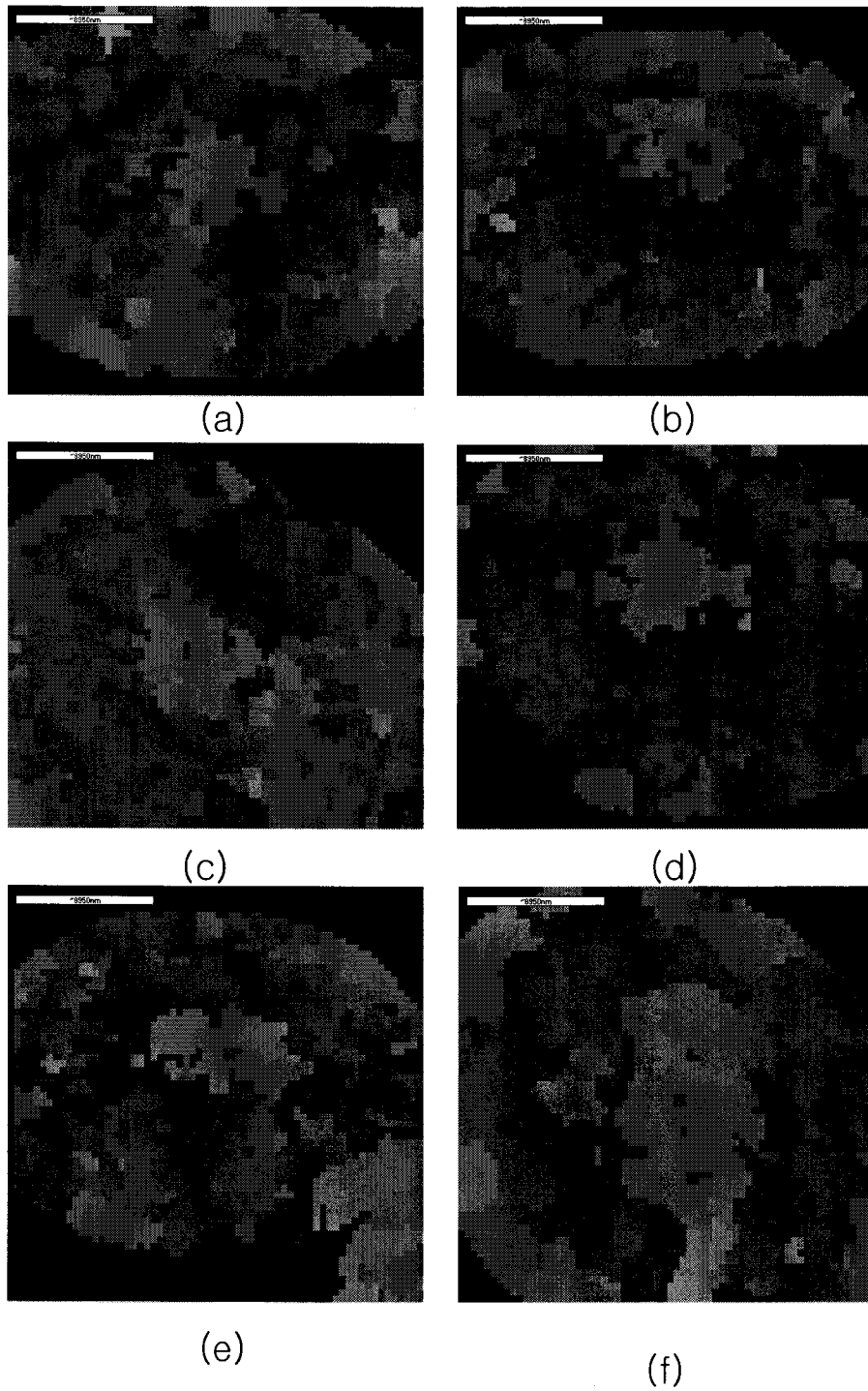


Fig. 3.4.2-31. Orientation for NT cold drawn wire after annealing at 300oC

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

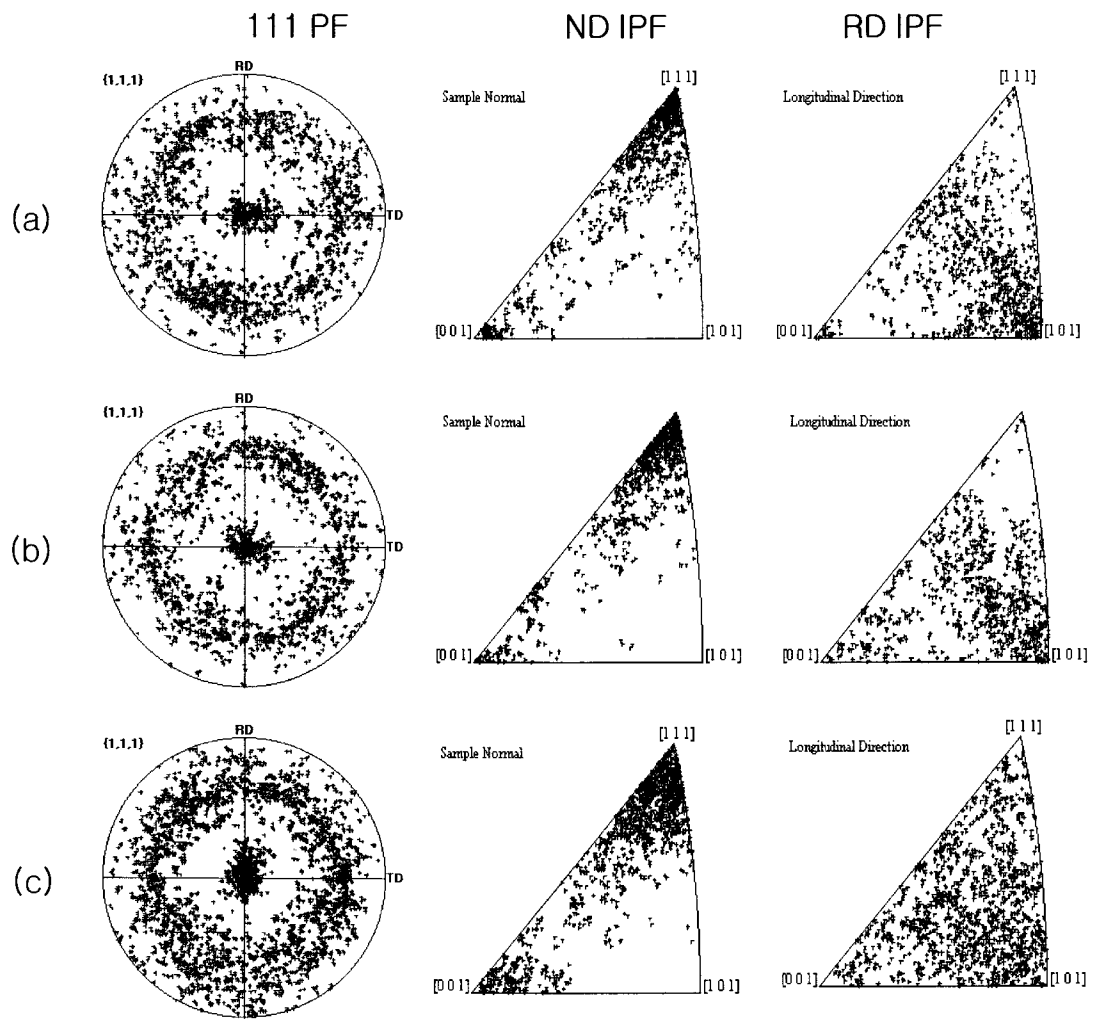


Fig. 3.4.2-32. {111} pole figure and inverse pole figure of NT wire in Fig. 3.4.2-31

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

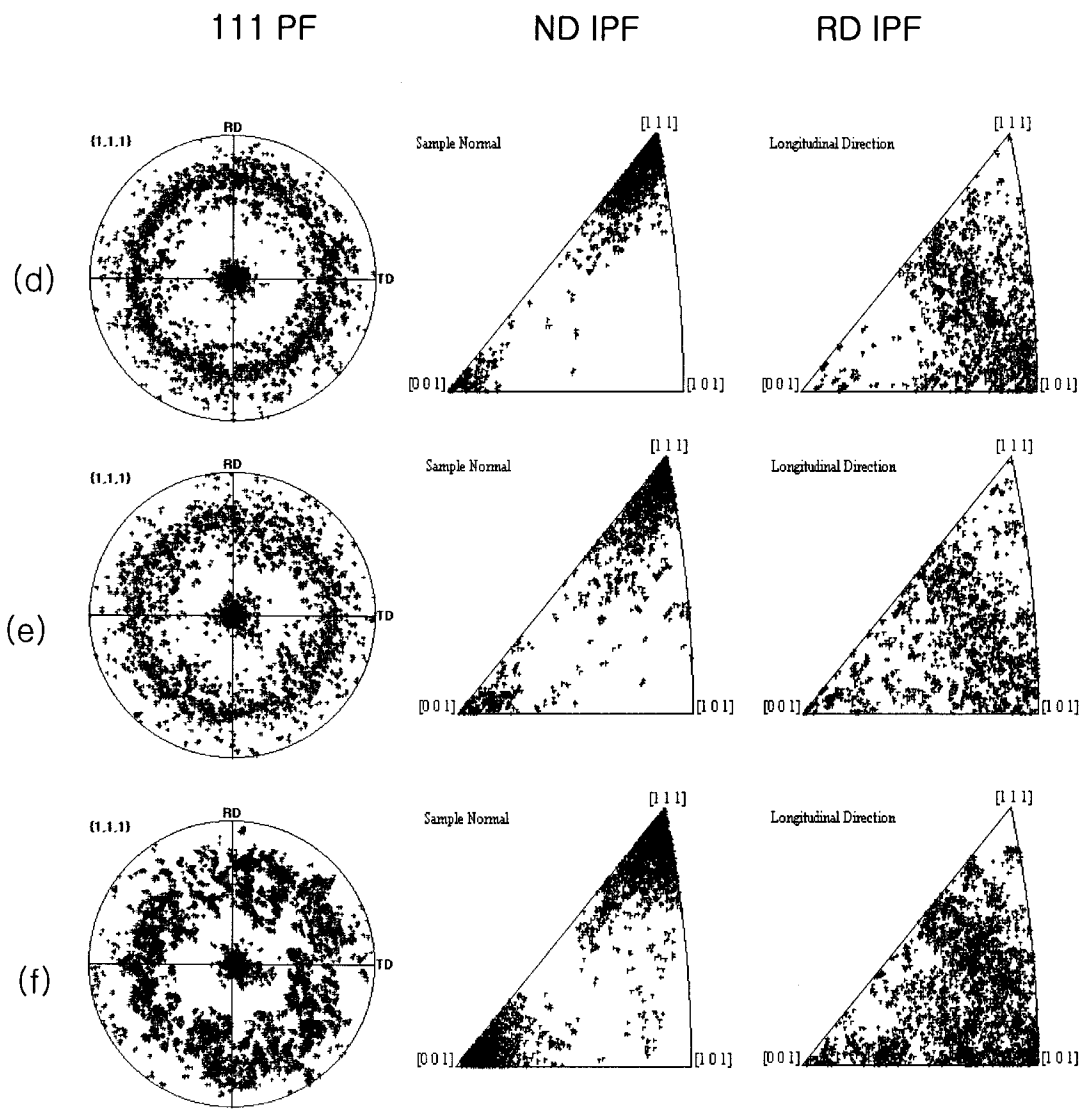


Fig. 3.4.2-32 continued

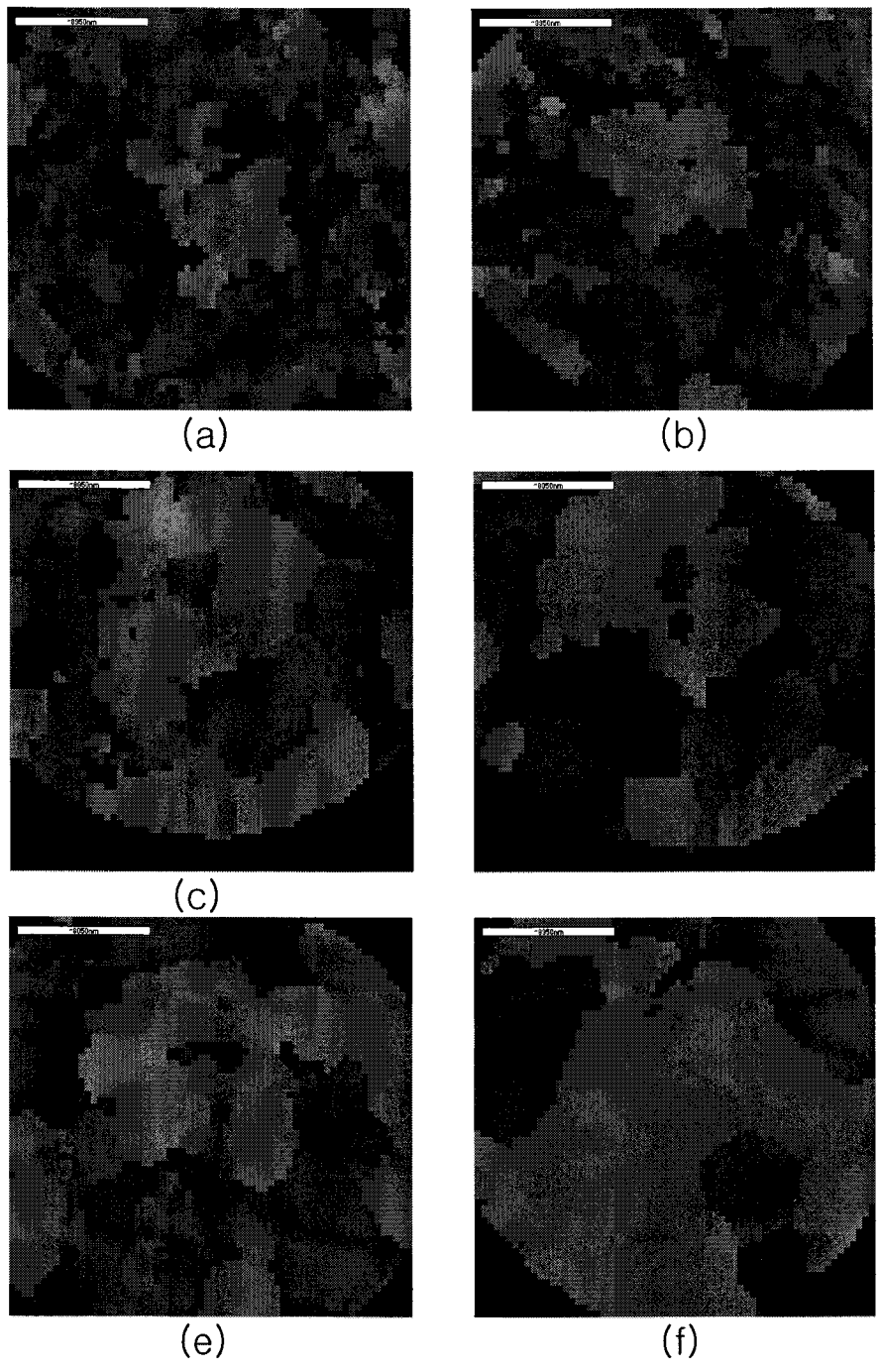


Fig. 3.4.2-33. Orientation for NT cold drawn wire after annealing at 400oC

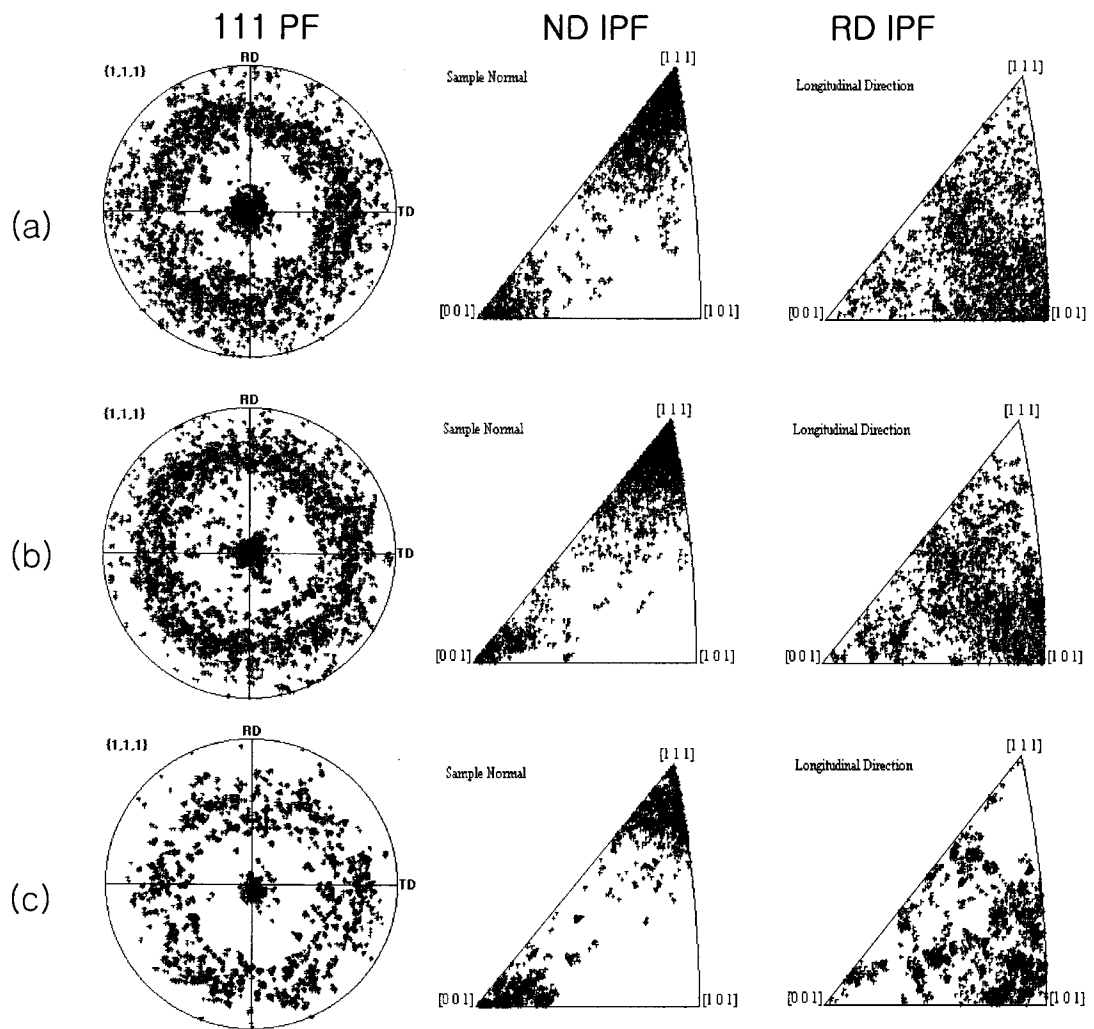


Fig. 3.4.2-34. $\{111\}$ pole figure and inverse pole figure of NT wire in 3.4.2-31

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

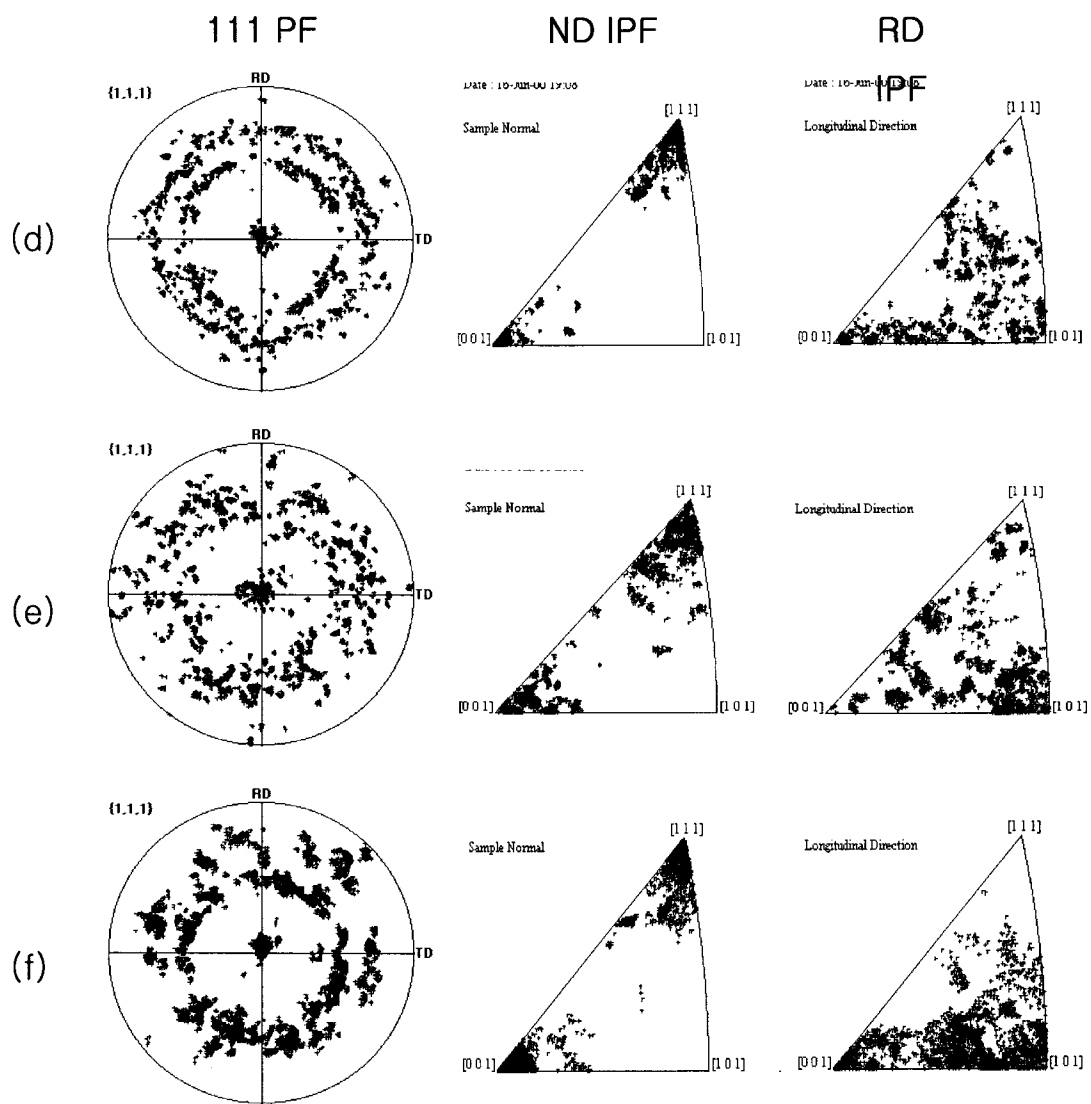


Fig. 3.4.2-34continued.

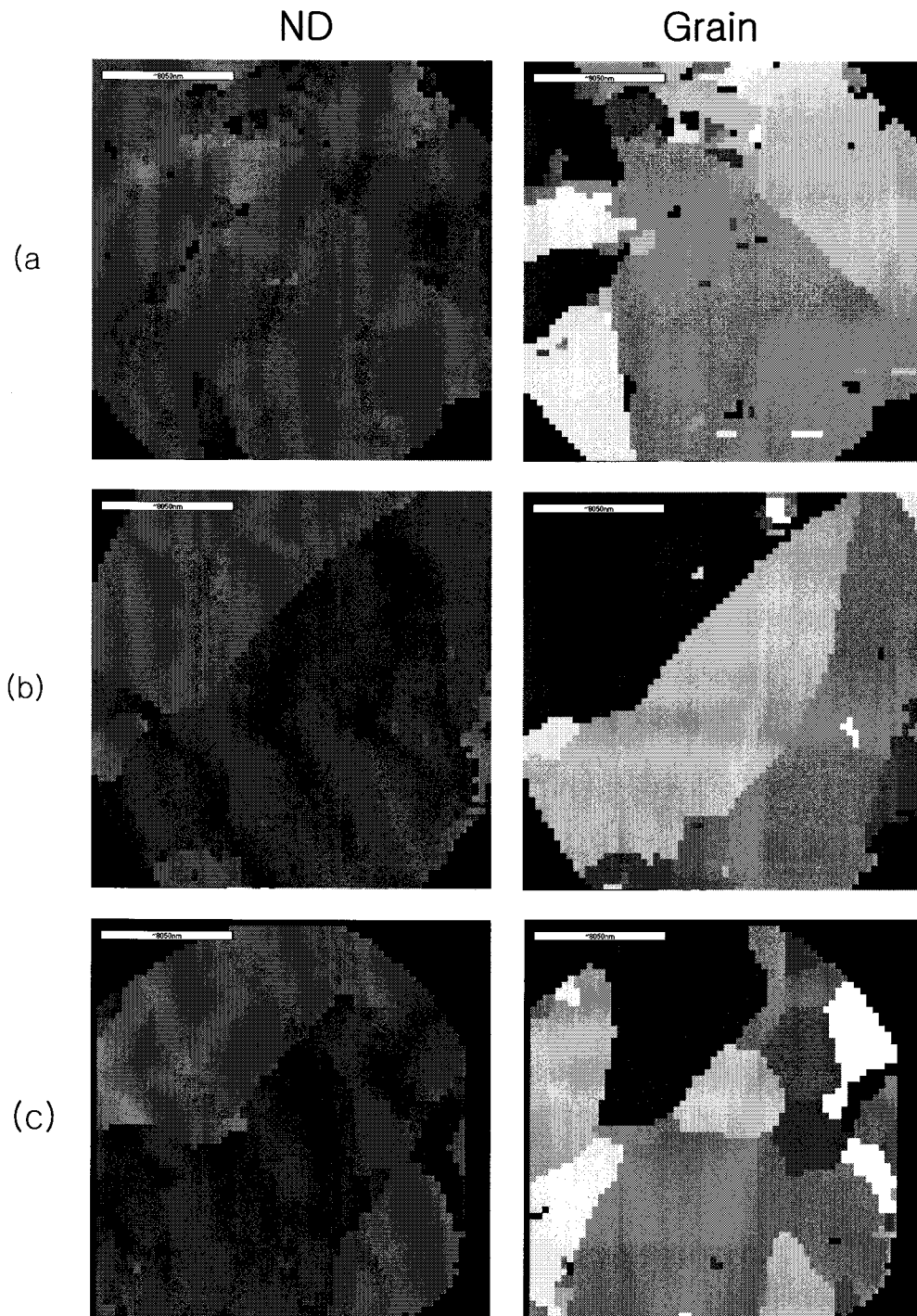


Fig. 3.4.2-35. Orientations for L, NT, R type wire after annealing at 460oC for 1 hour a) L type b) NT type c) R type

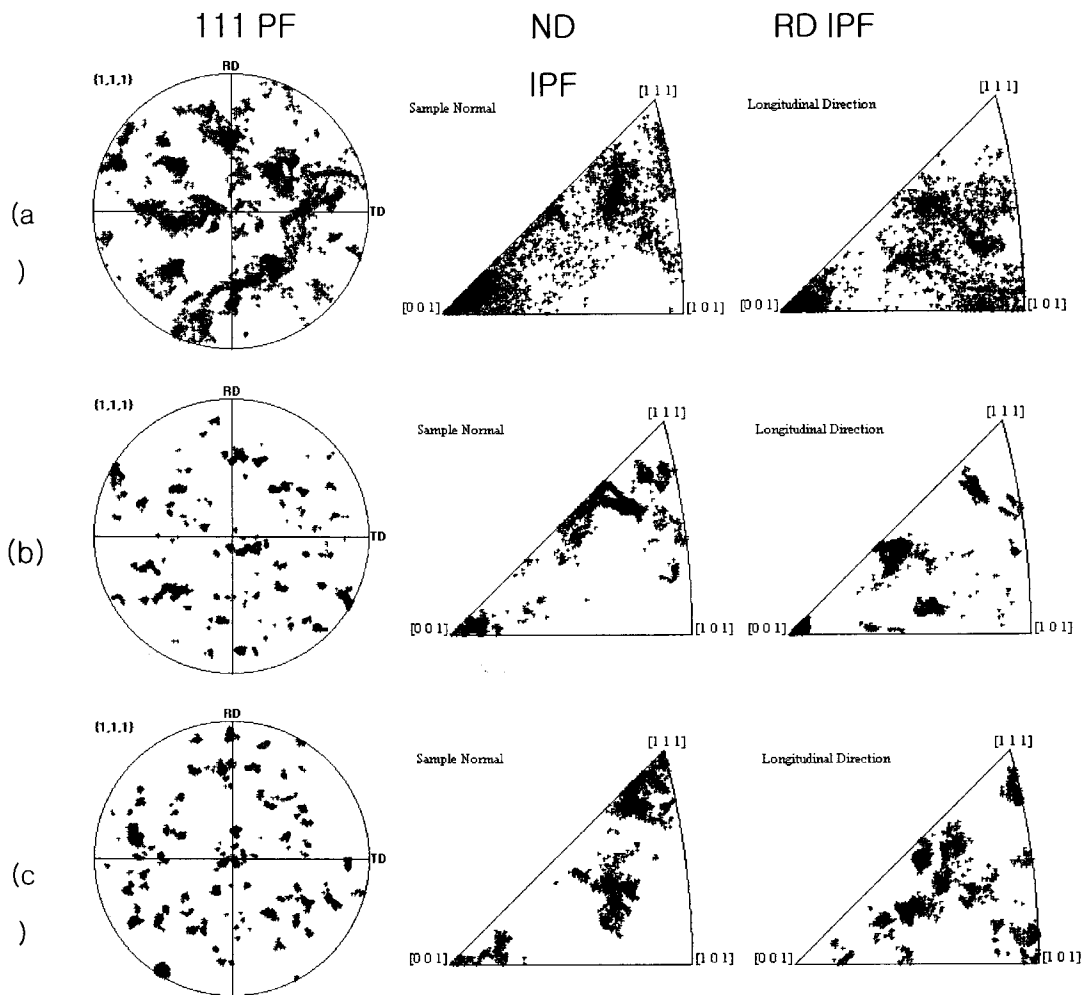


Fig. 3.4.2-36. $\{111\}$ pole figure and inverse pole figure of

L, NT R wire

a) L type

b) NT type

c) R type

Time	Grain size (μm) (misorientation $\delta=5^\circ$)	Texture index	Ratio $\{100\}/\{111\}$	Maximum ODF
1min	1.4	3.2	0.14(1.2/8.4)	9.5
2min	1.5	3.3	0.16(1.3/8.3)	10.1
10min	1.4	3.1	0.23(1.5/6.6)	8.0
30min	1.3	4.7	0.22(2.4/11.1)	11.6
60min	1.3	3.9	0.27(2.4/8.9)	10.4
24hours	1.9	3.7	0.50(3.4/6.6)	10.0

Table 3.4.2–10 The Grain size, Texture index, maximum of odf and 100/111 ratio value are presented for NT type wire with $30\mu\text{m}$ diameter after annealing 300°C .

Time	Grain size (μm) (misorientation $\delta=5^\circ$)	Texture index	Ratio $\{100\}/\{111\}$	Maximum ODF
1min	1.4	3.3	0.28(2.2/7.8)	8.5
2min	1.4	3.5	0.26(2.2/8.4)	9.4
10min	1.8	4.0	0.65(3.2/4.9)	13.7
30min	2.5	6.0	0.99(8.1/8.2)	15.9
60min	2.5	4.3	0.85(4.5/5.3)	14.0
24hours	4.23	9.5	3.6(10.2/2.8)	24.2

Table 3.4.2–11 The Grain size, Texture index, maximum of odf and 100/111 ratio value are presented for for NT type wire with $30\mu\text{m}$ diameter after annealing 400°C .

Time	Grain size (μm) (misorientation $\delta=5^\circ$)	Texture index	Ratio $\{100\}/\{111\}$	Maximum ODF
L	3.2	9	10.67(6.4/0.6)	46
NT	4.3	4.0	3.33(4.0/1.2)	58
R	4.0	4.2	0.37(1.7/4.6)	16

Table 3.4.2-12 The Grain size, Texture index, maximum of odf and 100/111 ratio value are presented for L, NT, R type wires after annealing at 460°C during 1hour

6. 결론

본 연구는 반도체 칩의 집적화로 인한 극미세화, 고강도화 되어가는 본딩와이어 개발을 위해 필요한 드로잉/어닐링 공정의 이해 및 와이어 성질개선에 초점을 두고 이루어졌다. 현재 MKE에서 생산되고 있는 와이어의 미세조직과 미세집합조직의 특성은 드로잉공정과 최종 annealing공정을 반영한다고 볼 수 있다. 미세집합조직의 측면에서 보면 드로잉 공정에서 발생한 <111>성분은 <100>성분에 비해 우수한 기계적성질을 나타내므로 <111>성분을 증가시키는 방향으로 드로잉공정과 annealing공정이 이루어지는 것이 바람직하다. 동시에 와이어의 단면방향에서 나타날 수 있는 미세조직상의 균질성, 즉 방위분포, 결정입자 모양등의 분포는 패키징 시 와이어의 휨 현상등에 영향을 줄 수 있다. 와이어의 성질 개선에 미치는 Dophant의 영향에 대한 연구는 별도로 하고 현재 MKE의 생산공정에 관심을 두어서 성질 개선 가능성을 살펴보았다. 그 결과 몇 가지 타당한 결과를 얻을 수 있었으며 이에 대해 간략히 정리하면 다음과 같다.

1) 드로잉공정과 annealing 공정

드로잉 시 변형집합조직성분은 <111>과 <100>섬유집합조직 성분이며 재결정집합조직성분도 비슷하나 재결정 온도 이상에서 시간이 증가함에 따라 <100>성분의 증가가 <111>성분의 증가보다 빠르다. 최종단계에서의 순간 annealing은 와이어의 파단강도와 연신률을 결정하기 위해서 행해지며 드로잉공정 중간에 이루어지는 중간 annealing의 경우 결정립 분포와 변형량을 조절하는 역할을 할 수 있다. Dophant의 종류가 조금씩 다른 L, NT, R형의 와이어를 이용하여 EBSD를 측정한 결과 초기 캐스팅 바의 직경이 7φ인 기존 공정의 경우 dophant와 무관하게 비슷한 미세조직과 미세집합조직 분포를 나타냈다. 미세구조의 특성으로는 중심부와 와이어 표면층의 <100>성분, 혼재된 방위 분포층, 그리고 전체적으로 발달한 <111>성분으로 구성된다. 또한 최종 annealing전의 집합조직은 <111>성분이 잘 발달해 있으나 annealing후는 <100>성분의 증가가 나타난다.

2) 초기 캐스팅 바의 직경

EUB형과 NT형에서 동일하게 관찰된 결과는 초기 캐스팅 바의 직경이 증가함으로써 단면방향에서 보이던 미세집합조직상의 불균질성이 상당부분 해소가 되는 점이다. 즉, 초기 캐스팅 바가 9.5φmm, 11φmm, 15φmm로 증가하면서 혼재된 방위분포층이 점차 사라짐을 관찰할 수 있었다. 이러한 혼재된 방위분포층의 원인으로는 전단변형 등의 불균질 변형을 생각할 수 있다.

3) 동적재결정

95.4%의 압하량을 가지는 금판재의 TEM사진에서 동적재결정입자를 관찰할 수 있다. 압하량이 증가함에 따라 경도값이 포화되면서 더 이상 증가하지 않는 현상도 이러한 동적재결정을 뒷받침한다. 보다 많은 단면감소를 가지는 와이어 공정에서도 유사한 동적재결정이 있으리라 추측할 수 있는데 와이어 공정에서 각각의 코드별로 측정된 경도값에서도 경도값이 포화되는 현상이 관찰된다.

4) 드로잉 공정에 미치는 다이각, 마찰계수 그리고 반복 드로잉 효과

다이각과 마찰계수가 커지면 전체적으로 불균질 변형이 증가하며 표면층의 전단변형, 전단응력도 모두 증가한다. 상대적으로 작은 다이각과 작은 마찰계수에서는 표면 바로 아래에서 최대의 전단응력과 변형을 가지게 된다. 반복드로잉은 $S=0.5\sim 6$ 부근에 전단변형을 발달시키며 이는 불균질 방위가 표면층이 아닌 와이어의 중간층에 발생하는 것과 관계가 있으리라 생각된다.

5) 향후 연구 방향

미세조직과 미세집합조직의 개선에 영향을 주는 요인은 드로잉 공정만이 아니라 annealing공정, predeformation방법 등도 함께 고려되어야 한다. 또한 압연공정에서 확인할 수 있었던, 본딩와이어에 사용되는 정도의 고순도금은 압연 시 동적재결정이 일어나며, 변형이 집적되는 와이어 공정에서도 역시 그러한 현상이 발생하리라 생각되므로 동적재결정과 정적재결정에 대한 보다 심도 있는

연구가 동반되어야 하리라 생각된다. 와이어 미세조직에 대한 연구는 현재 사용중인 EBSD시스템의 분해능과도 직접적인 관계가 있으며 고분해능의 EBSD시스템이 보다 효과적이라 생각된다.

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 양극막으로 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 표면 조도가 커져 결과적으로 표면적이 증가하게 된다. 전해 에칭은 이러한 성질을 이용하여 인위적으로 표면적을 증가시키는 방법으로 이는 알루미늄 전해 축전기용 전극재료를 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 에치 터널이 형성되며 (001) 방향으로 성장하는 것으로 알려져 있다[R. S. Alwitt1984]. 따라서 에칭에 의해 균일한 방향으로 에치 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 에치 터널이 아닌 정육면체 형태의 에치 피트가 공급 교류 전류의 한 사이클 당 새로운 에치 피트 생성 위치마다 하나씩 매 사이클마다 연쇄적으로 생성된다. 공급 전류의 양극 반 사이클에서는

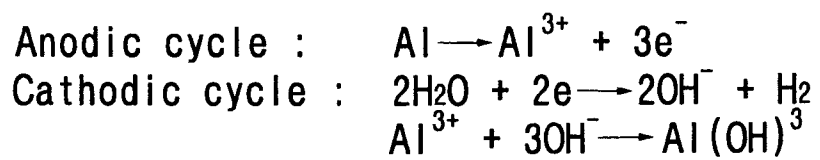
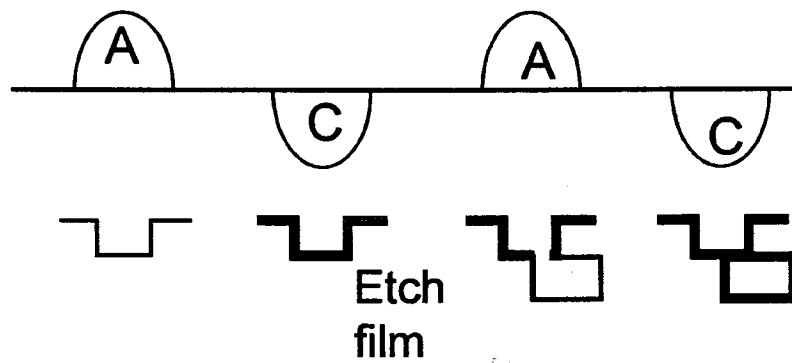


Fig. 3.5.1-1. Cube etch-pit growth model in the AC etching proposed by Dyer et al [C. K. Dyer1981].

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 파괴되면서 다시 정육면체 형태의 에칭 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 에칭 피트의 형상 등을 관찰하였고, 고순도 알루미늄 박을 에칭하면서 시간에 따른 에칭 피트의 생성, 분포 및 성장 양상을 관찰하였으며, 이러한 관찰 결과를 바탕으로 알루미늄 박을 $200^{\circ}C$ 에서 $500^{\circ}C$ 까지 $50^{\circ}C$ 간격으로 1시간씩 열처리하여 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 m 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 억제외에 잇점 이외에도 녹아 나온 알루미늄 이온이 박 근처에 남아 있지 않고 순환하게 되므로 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 $0.3\text{A}/\text{cm}^2$, 주파수 1Hz로 480초 동안 에칭하였다. 알루미늄 박의 열처리 온도에 따른 에칭 양상을 알아보기 위해서 고순도 알루미늄 박을 200°C 부터 550°C 까지 50°C 간격으로 1시간씩 열처리하였으며, 주파수 15Hz, 공급전하량 $50\text{C}/\text{cm}^2$, 피크 전류밀도 $0.3\text{A}/\text{cm}^2$ 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 3.5.3-1 (a) ~ (g)와 같으며 이는 주파수 1Hz, 피크 전류 밀도 $0.3\text{A}/\text{cm}^2$ 의 사인파를 공급하여 두께 100 μm 의 알루미늄 박을 에칭한 결과이다.

교류 전류 1 사이클 공급 후의 사진인 그림 3.5.3-1 (a)에 작고 검은 형태로 드물게 관찰되는 것이 에칭 피트이며 검은 직선들은 알루미늄 시편의 NaOH용액에서의 전처리를 통해 부각된 압연 롤 자국이다. 전류 5 사이클 공급 후인 그림 3.5.3-1 (b)에서는 1 사이클의 경우보다 많아진 에칭 피트를 관찰할 수 있다.

전류 15 사이클 공급 후인 그림 3.5.3-1 (c)에서는 검은 점으로 나타난 에칭

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 m 정도의 폐곡선을 따라 배열되어 있음을 관찰할 수 있는데, 이 박이 300°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 이는 에치 피트 군의 형성을 의미한다.

그림 3.5-2 (c)에서와 같이 일단 에치 피트가 두 세 개 정도 모이게 되면, 그 부분은 에너지적으로 볼 때 피트가 생성되지 않은 곳이나 피트가 하나인 곳보다 불안정하므로 그곳이 집중적으로 에칭이 되는 경향이 강하게 되어 사진과 같이 에치 피트 군이 형성된다. 또한 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 에치 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

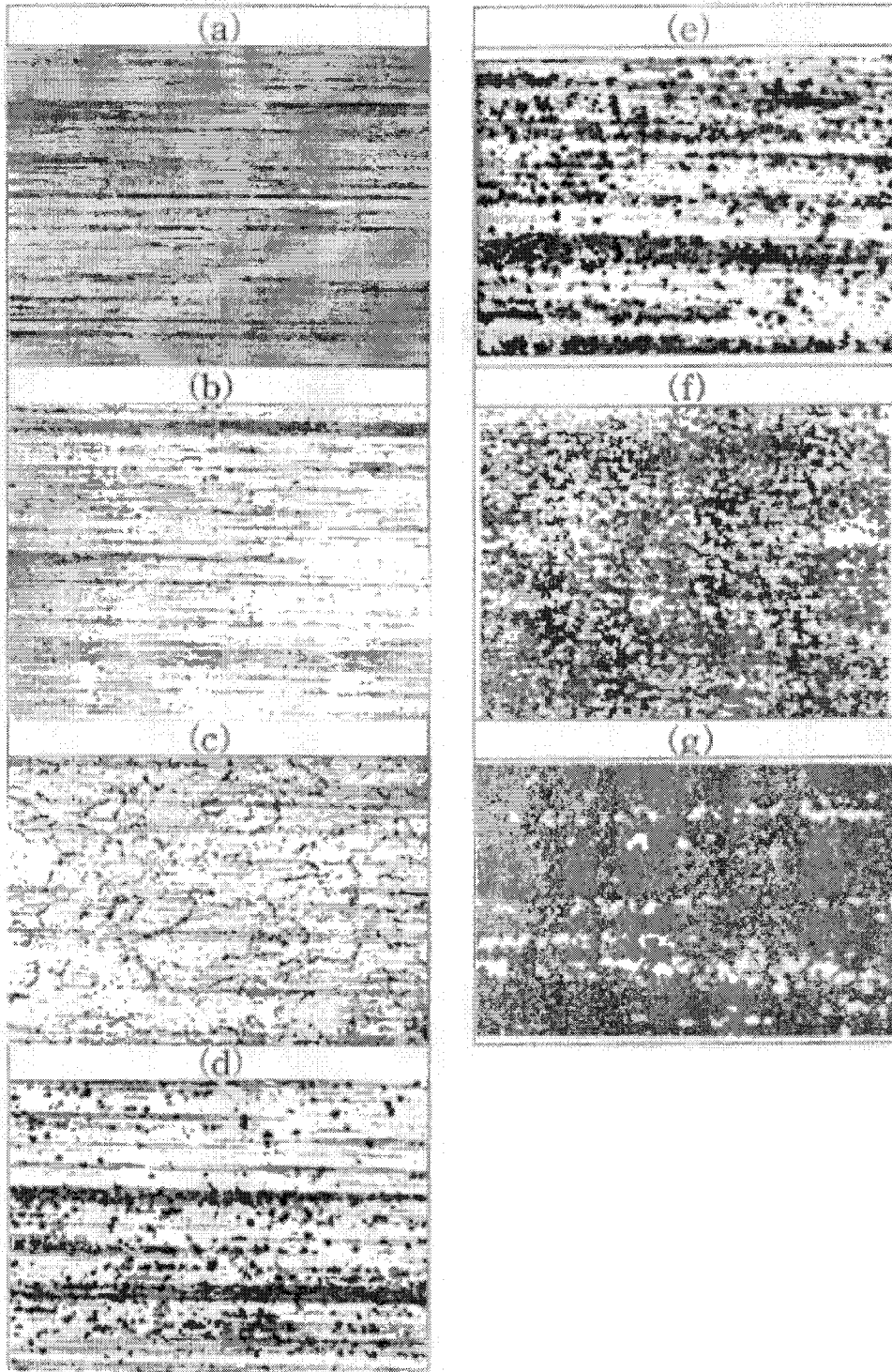


Fig. 3.5-2. Optical micrographs showing change in etch pit density depending on AC cycles; 11(a) 1 cycle (b) 5cycle (c) 15cycle (d) 30 cycle (e) 60 cycle (f) 100 cycle (g) 300 cycle, $\times 100$

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 에치 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 3.5.3-3, 그림 3.5.3-4, 그림 3.5.3-5과 같다.

냉간 압연된 알루미늄 박의 집합조직은 그림 3.5.3-3 (a)와 같이 구리형집합조직과 S-집합조직, 황동형집합조직으로 구성된 전형적인 β 형 섬유집합조직을 나타낸다. 이 시편을 250°C에서 1시간 열처리한 경우의 집합조직은 그림 3.5.3-3 (b)와 같으며 이는 그림 3.5.3-3 (a)의 경우와 그다지 큰 차이를 보이지 않는다.

알루미늄 박의 열처리 온도에 따른 정전용량을 그림 3.5.3-7 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 3.5.3-7의 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

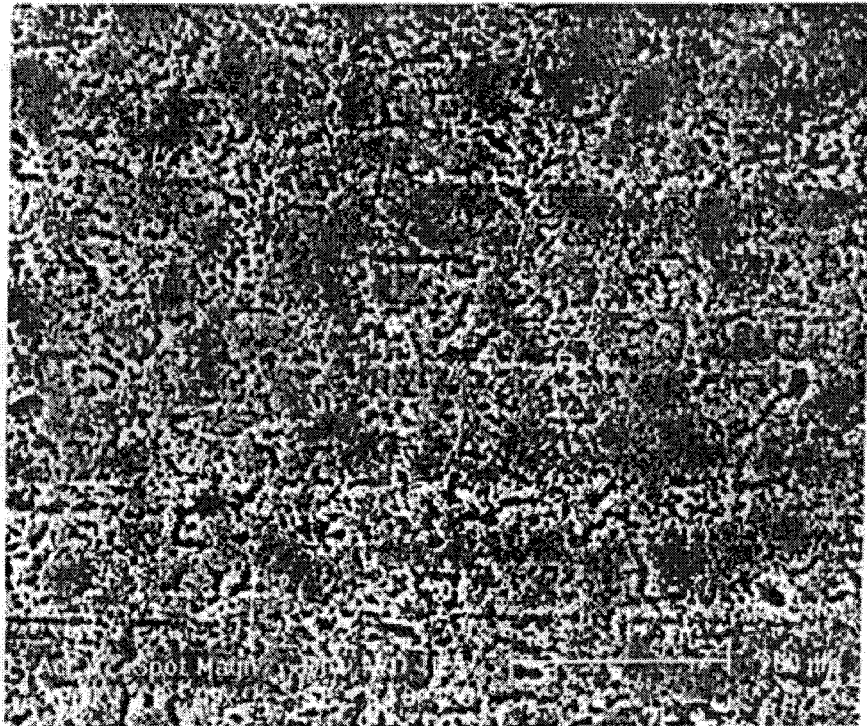


Fig. 3.5.3-2. SEM microstructure of aluminum foil AC etched at the characteristic frequency showing high capacitance; (sinusoidal wave, 15 Hz, 30°C, HCl and some additive containing aqueous solution)

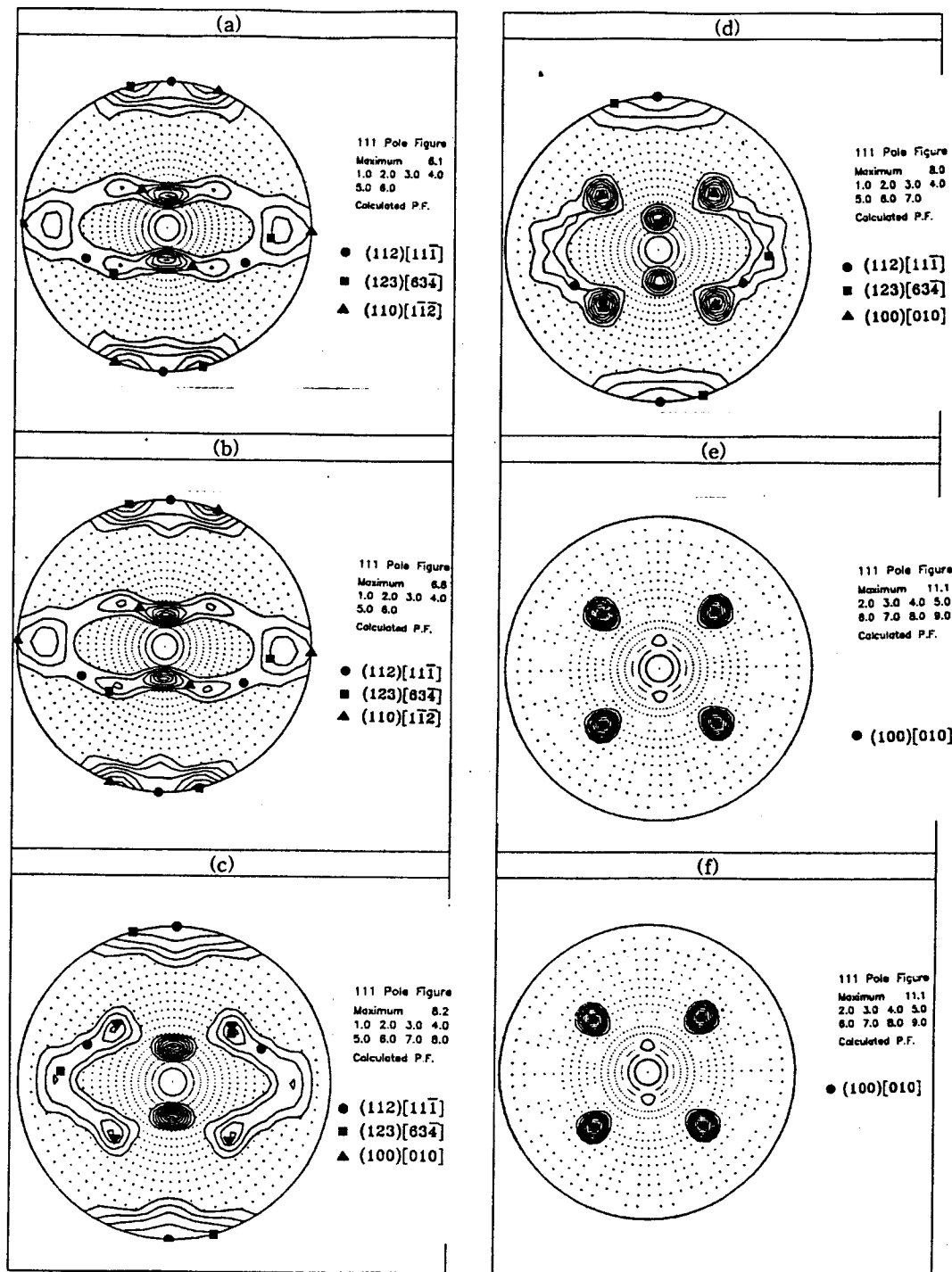


Fig. 3.5.3-3. (111) pole figure of (a) as rolled aluminum foils and (b) 250 °C (c) 300 °C (d) 350 °C (e) 400 °C and (f) 450 °C, for 1hr

350°C에서 1시간 열처리한 시편에서는 입방정집합조직의 강도가 300°C 때보다 더욱 증가하고 냉간압연집합조직의 성분들은 급격히 감소하였으며, 400°C에서 1시간 열처리한 시편은 β 형 섬유집합조직의 성분들이 더욱 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°C 까지는 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 °C 에서의 재결정의 경우는 이 온도에서 재결정핵의 생성 속도가 결정립의 성장 속도를 추월하게 되어 400에서보다 많은 새로운 핵이 생성됨으로 인해 결정립의 수가 많아지고 그 크기는 작아지게 된다. 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. 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.

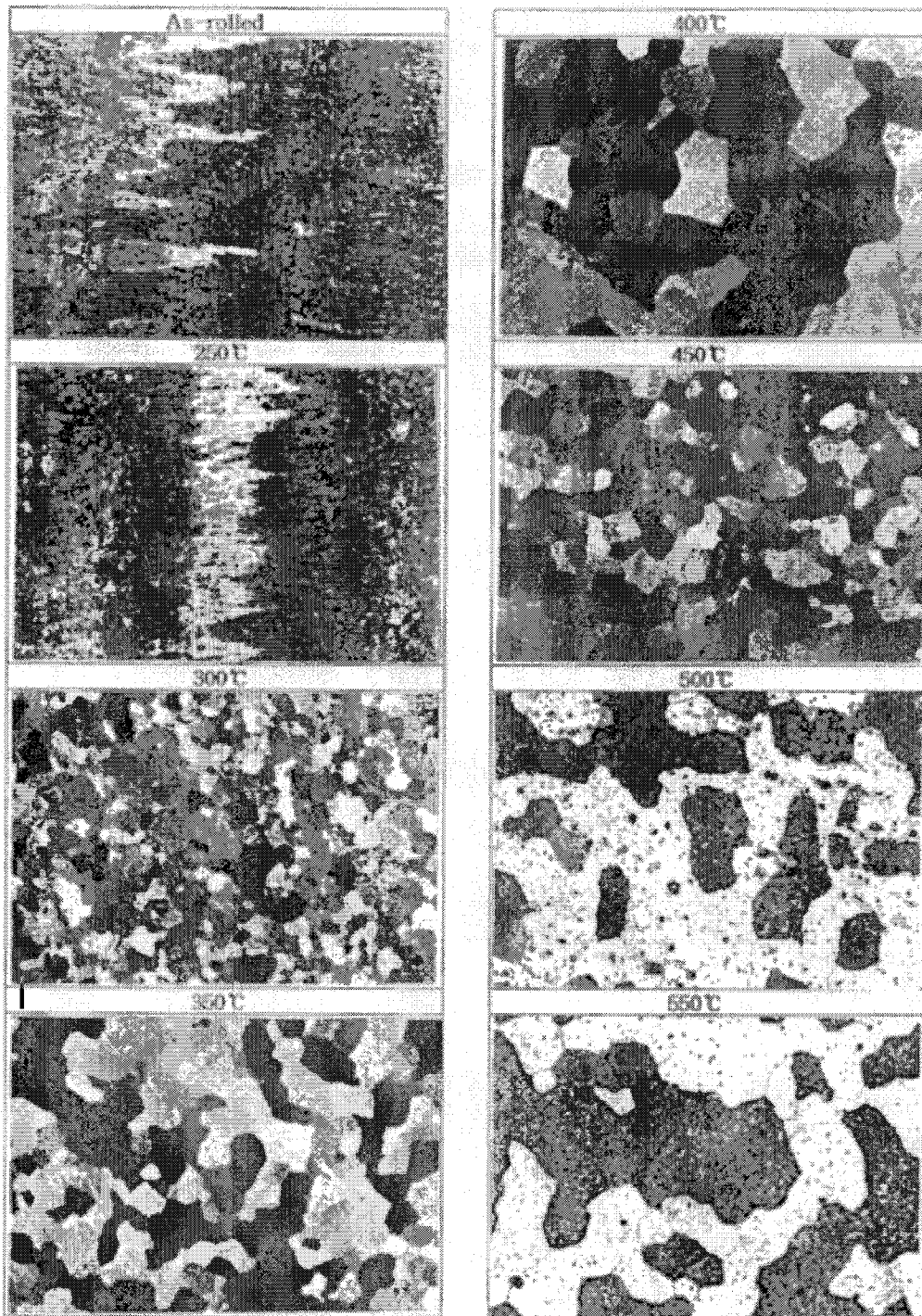


Fig. 3.5.3-4. Optical micrographs of aluminum foil annealed at various temperatures, $\times 40$

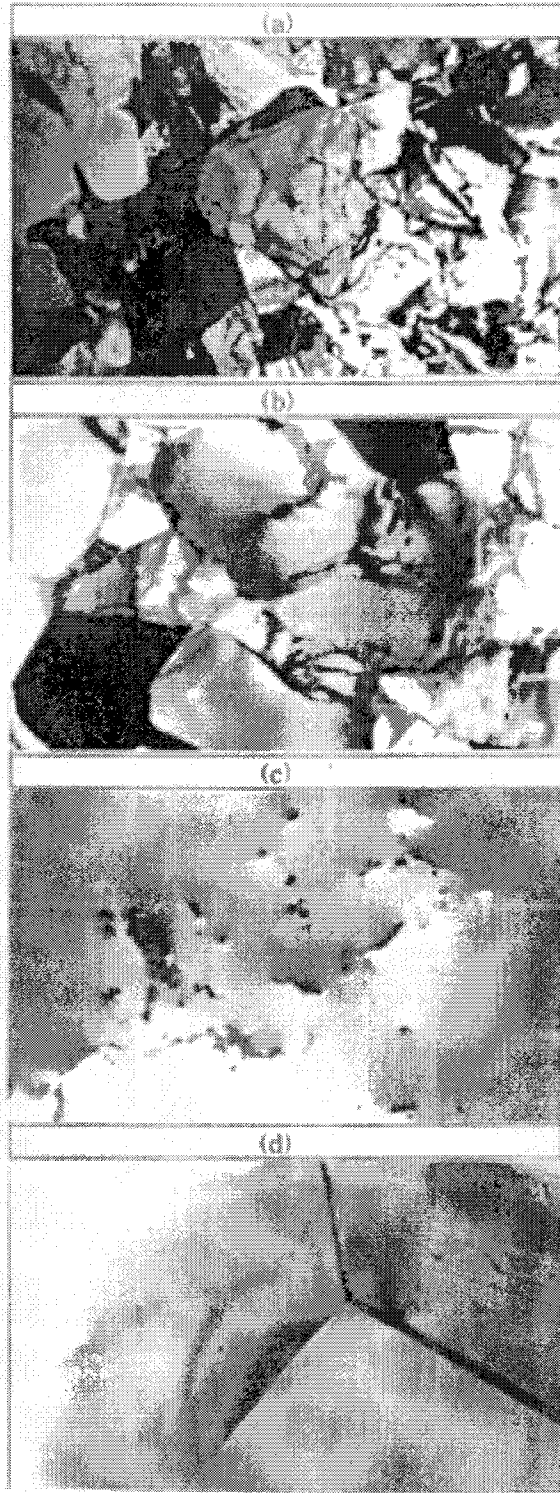


Fig. 3.5.3-5. TEM micrographs of aluminum foils (a) as rolled and annealed at (b) 250 °C (c) 300 °C and (d) 400 °C for 1hr.
 $\mu\text{F}/\text{cm}^2$ 와 $38.4 \mu\text{F}/\text{cm}^2$ 의 높은 정전용량을 보이는데, 이를 통하여 볼 때 박의

다. 알루미늄 단결정의 교류 전해 에칭

그림 3.53-8는 세 가지 알루미늄 단결정 시편에서의 에칭 피트 향상을 보여준다. 그림 3.5-9 (a)는 표면이 (001)인 단결정 시편이며 화살표 방향이 [100] 방향이다. 따라서, 정사각형 형태로 보이는 에칭 피트는 실제로 정육면체이며 에칭 피트 면의 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 3.5-8 (b) 및 그림 3.5-8 (c)는 각각 (110), (112)의 결정면을 가진 결정 시편이며 알루미늄의 결정학적 우선 부식의 사실을 더욱 명확히 해주고 있다. 한편, 동일 조건에서 동일 시간에칭을 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 μ m 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.

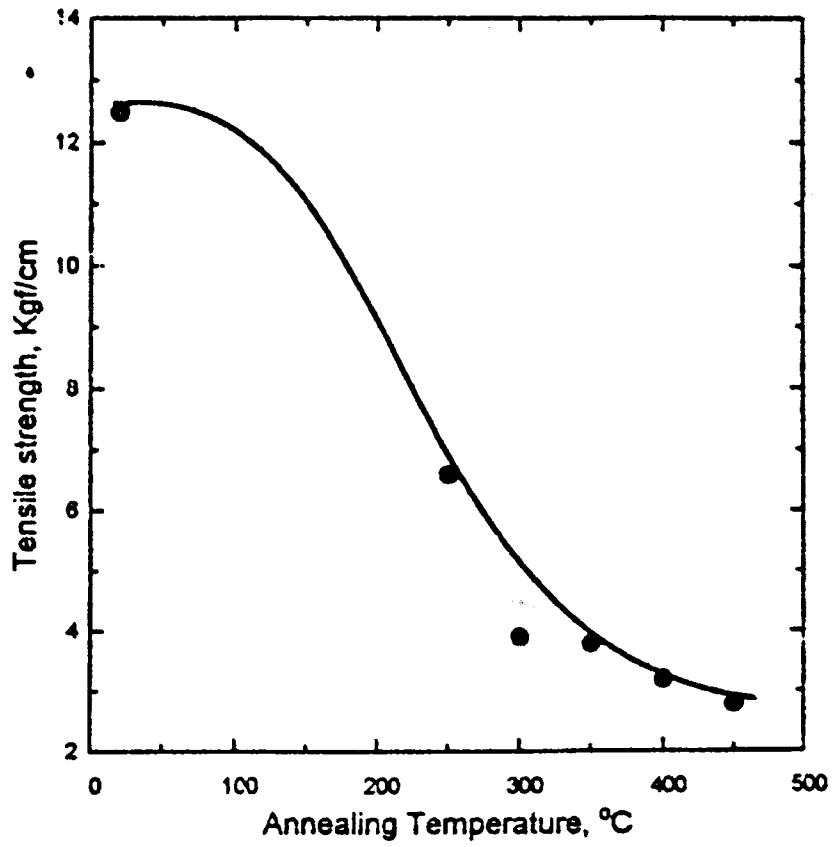


Fig. 3.5.3-6 Tensile strengths of aluminum foils annealed at various temperatures.

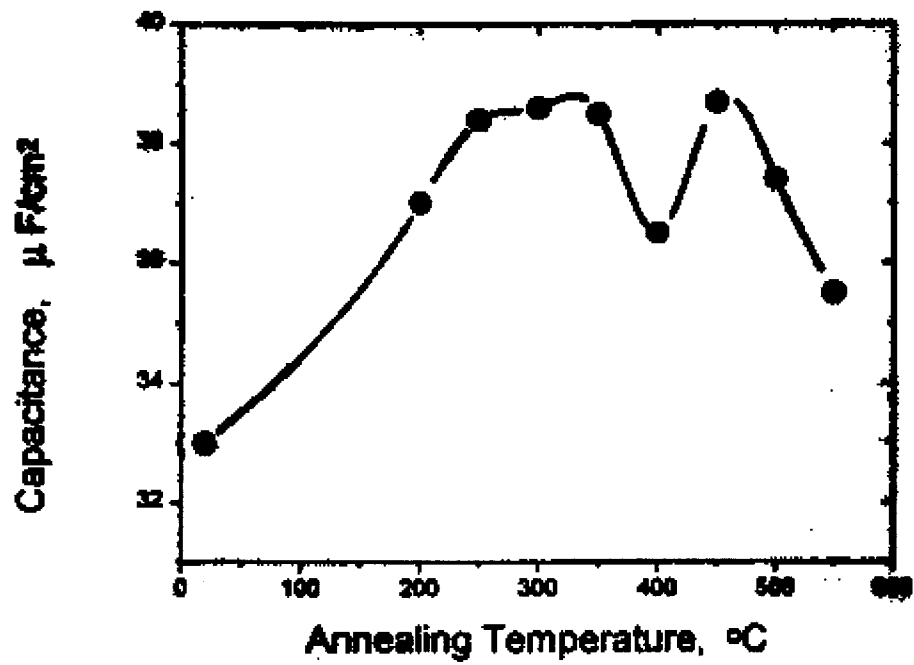


Fig. 3.5.3-7 Capacitance of AC etched aluminum foils after annealing at various temperatures.

4. 결 론

가. 고순도 알루미늄 박의 공급 교류 전류의 사이클 수에 따른 에칭 양상을 관찰한 결과 결정립계 및 롤 자국 등의 표면 결함에서 에치 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.

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 에치 피트가 존재하며 그것을 이루고 있는 면들의 방위가 모두 (100)면임을 확인하였다

마. (100) 알루미늄 단결정을 장시간 동안 교류 전해 에칭을 한 결과 에치 피트 군 및 크기 30 μm 이상의 거대 에치 피트가 관찰되었다.

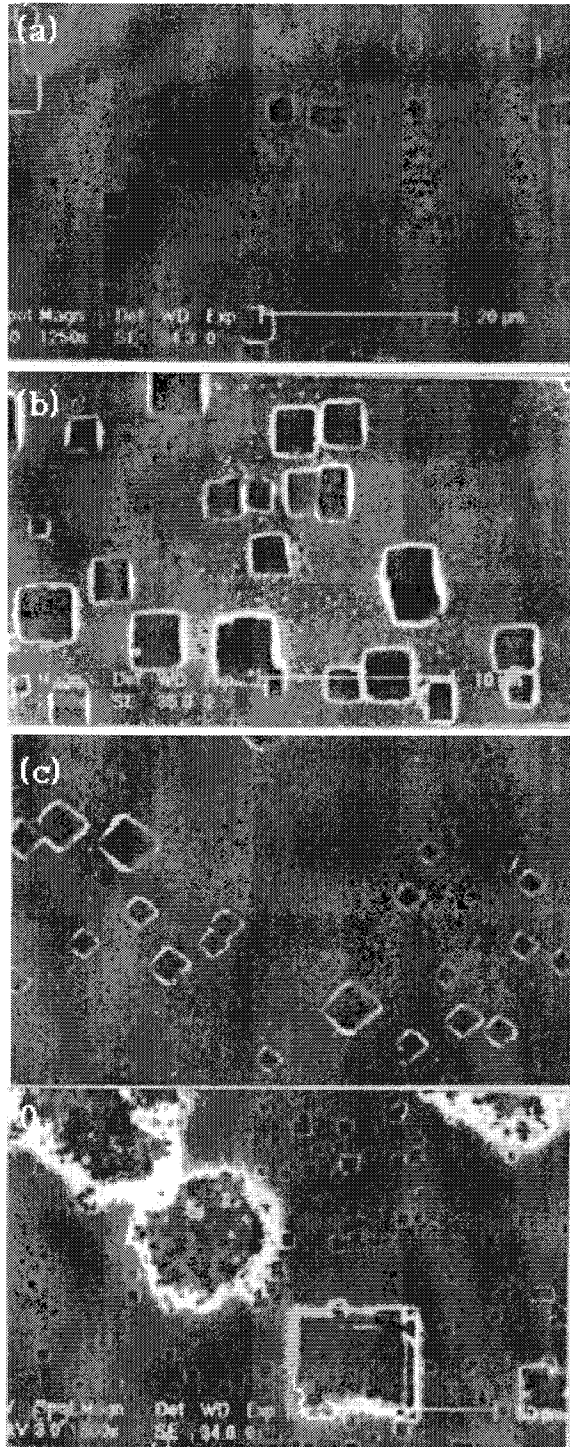


Fig. 3.5.3-8. SEM microstructures of 8min. AC etched aluminum single crystals, (a) (001), (b) (110), and (c) (112), and more than 20 min. etched (d) (001)

여 백

제 4 장 연구개발목표 달성도 및 대외기여도

제 1 절 최종목표

본 연구는 재료물성을 극대화하기 위해 필요한 집합조직 제어기술의 개발로, 최종적인 연구목표는 크게 재결정, 가공, 분석의 세 가지로 나뉘는 3대 요소기술을 개발하고 그 응용기술을 개발하는 것에 있다.

첫째로 약칭 신재결정이론이라 불리는 변형 에너지 방출 최대화 이론을 통해 집합조직의 변형을 예측하고 집합조직을 복합적으로 제어하는 기술이다, 재료의 변형은 재료가 변형될 때 발생하는 전위 방출, 전위 결합에 의해 방출되는 에너지의 양을 최대로 하는 방향으로 진행된다는 이론인데, 집합조직 연구실의 이동녕 교수에 의해 개발된 이 이론은 각국의 연구자들로부터 타당성을 인정받고 있다

두 번째로는 결정 역학을 이용하여 가공공정에 따른 물성을 제어할 수 있는데, 이를 이용하여 물성을 극대화하는 공정기술을 개발하는 것이다. 가공 공정에 따라 변화하는 결정의 변형거동은 변형 중과 변형 후의 물성에 끼치는 영향이 매우 지대하므로 결정 역학을 이용하면 물성을 제어할 수 있게 된다

마지막은 분석기술로 EBSD를 이용해 재료의 집합조직과 미세조직을 한번의 측정으로 분석해내는 집합조직/미세조직 동시분석기술의 개발이 최종적인 목표이다. SEM에 장착된 EBSD를 이용하면 관찰부위의 특성분석을 구현할 수 있기 때문에 집합조직과 미세조직에 대한 동시분석이 가능해진다. 이를 통해 변형과 관찰, 분석을 동시에 구현할 수 있는 in-situ 변형 분석이 가능하다

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 개발과 EBSD 내에서의 인장 압축과정을 통한 In-Situ 변형 분석기술

제 2 절 단계별 목표

본 과제는 연차에 따라 1단계와 2단계로 나누어 진행되었다. 1단계는 1999.9월부터 2001.8월까지로 알루미늄 에칭박의 응용기술인 신재결정이론과 그 기술의 확립, S/C 전기장판이 응용기술인 결정역학 가공이론과 기술 확립, EBSD기술의 기초확립 및 적용으로 구분할 수 있으며, 2단계는 2001.9월부터 2004.8월까지로 1단계에서 확립된 신재결정 기술의 발전과 응용, 신재결정/가공의 복합이론 확립, 극한EBSD기술의 개발로 구분 할 수 있다. 세부적인 연구개발 목표는 다음과 같다.

1단계는 1999.9월부터 2001.8월까지로 연구 과제 2단계에서 이어질 연구의 기반을 닦기 위한 기초연구과정으로 신재결정 이론을 확립하고 알루미늄 에칭박의 해석을 그 응용기술로 연구하였으며, 결정역학 가공이론과 기술을 확립하고 S/C 전기장판을 그 응용기술연구대상으로 삼았다. 분석기술로는 EBSD 장비를 도입하여 이후 분석의 신뢰성을 높이고 응용성을 넓히기 위한 기초기술을 확립하고 적용하였다

2단계는 2001.9월부터 2004.8월까지로 1단계에서 확립된 기술들을 가일층 진보시키는 방향으로 연구가 이루어졌다. 신재결정 이론 자체를 발전시켜 완결성을 더하였으며 신재결정 이론과 결정역학 가공이론을 결합하여 신재결정/가공 복합이론을 확립하였으며, 각각의 대상도 구리본딩와이어, IF강, 알루미늄 합금 등 1단계에서 다루지 않은 재료를 대상으로 확장하였다. EBSD 분석기술도 더욱 발전하여 금본딩와이어와 in-situ 변형시편을 대상으로 분석을 시행하였다.

구 분	연 구 개 발 목 표
1단계 (1999.9 ~2001.8)	<ul style="list-style-type: none"> ○ 신재결정이론과 기술의 확립 (응용기술 : 알루미늄 에칭박) ○ 결정역학 가공이론과 기술확립 (응용기술 : S/C전기장판) ○ EBSD기술의 기초확립 및 적용 (응용기술 : SEM/EBSD)
2단계 (2001.9 ~2004.8)	<ul style="list-style-type: none"> ○ 신재결정 기술의 발전과 응용 (응용기술 : 구리본딩와이어, IF 강) ○ 신재결정/가공의 복합이론 확립 (응용기술 : IF강, 알루미늄 합금) ○ 극한 EBSD기술의 개발 (응용기술 : 금본딩와이어, In-Situ 변형시험)

제 3 절 연차 별 연구목표 및 내용

1. 1단계(1999.9~2001.8)

구분	연구 목표	연구 내용
1 차 년도 ('99)	<ul style="list-style-type: none"> ○ 신 재결정 이론과 기술확립 ○ 결정역학가공 이론확립 ○ EBSD기술의 SEM적용 	<ul style="list-style-type: none"> ○ 변형 에너지 방출 최대화 이론을 통한 알루미늄 에칭 박 공정기술 확보 (직류고압 박내의 집합 조직중 Cube성분 80%) ○ 결정역학가공이론을 이용한 고 Si전기강판 박판주조기술 확보 (4.5%Si전기강판 Energy단축공정:20% 공정단축) (Hi-Br급 방향성 전기강판의 방위집적도향상 Goss Grain들간의 Misorientation $\leq 6^\circ$) ○ 차세대 고강도 극세선 금 분당 와이어 (Breaking load 향상 및 연신율 증가 : 280MPa, 5%) ○ SEM/EBSD의 분석 기술확보 (SEM/EBSD 분석기술 개발 및 보편화)
2 차 년도 ('00)	<ul style="list-style-type: none"> ○ 신 재결정 기술 확대 / 적용 ○ 결정역학가공 기술 적용 ○ SEM/EBSD기술 광범위적용 	<ul style="list-style-type: none"> ○ 알루미늄 에칭 박 양산화 기술 확보 (교류 저압 Al박 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 개최)

2. 2단계 (2001.9~2004.8)

1 차년도 (2001.9 ~ 2002.8)

구분	연구 목표	연구 내용
1 차 년도 ('01)	<ul style="list-style-type: none"> ○ 신 재결정 기술의 발전, 응용 ○ 가공이론의 비대칭압연 응용 ○ EBSD 기술의 HR-SEM 적용 	<ul style="list-style-type: none"> ○ 집합조직 관련 국제학회 개최 (ICOTOM13 개최) ○ 구리본딩와이어의 반도체 패키징 와이어로서의 기계적 성질 향상 ○ 중고압 Al 에칭박의 개발연구 ○ Multi-pass 비대칭 압연을 통하여 고경각 입계를 갖는 균일한 미세 결정립 합금 조건 획득을 통한 판재 합금강도 증가 ○ EBSD 기술의 HR-SEM 적용과 SEM 내의 In-situ 변형장치를 이용하여 다결정의 1050 Al 합금의 단순 인장시 결정의 변형 특성과 각 결정들의 방위 회전 관계를 연구. ○ 고분해능 EBSD 를 이용하여 권취시 받는 온도이력을 단순모사한 일정온도 및 시간의 유지에 따른 TRIP 강의 잔류 오스테나이트의 정량적 상분석 및 안정성 평가.

제 4 절 주요 연구 개발 결과

1. 연구개발 평가의 착안점 및 척도

이론적 평가

- 신 재결정 이론의 확립 : 변형에너지방출최대화 이론, 관련 본 연구기간 출판된 논문 총 176편중 SCI 논문 73편 발표, 관련특허 2편
- 가공 및 열처리에 따른 집합조직의 거동 분석, 응용 기술 개발 : 관련 논문 103편, 관련특허 2편
- 결정역학이론 확립 : 유한요소Code의 개발, 응용 기술 개발
- EBSD를 이용한 미세조직/집합조직 동시분석기술의 확보와 전파 : Workshop 3회 개최, 전자현미경학회 발표

기술적 평가

- 반도체 패키징을 위한 구리분당 와이어의 가공 및 어닐링 조건과 집합조직의 변화 분석
- 고용량 전해콘덴서용로서의 알루미늄 에칭원박의 미세조직 해석
- 냉간 압연법으로 극저의 Goss Grain Misorientation을 실현한 박판주조법 고Si전기장판 공정개발과 산업체로 기술이전
- 비대칭 압연기술을 이용한 고경각 입계를 갖는 페라이트의 미세결정립 합금개발
- 인장시험 및, 재결정거동에 대한 In-Situ 집합조직 변화거동의 분석 기술개발

2. 단계별/연차별 평가의 착안점 및 척도

【1단계 연차별 평가의 착안점 및 척도】

구 분	평 가 의 착 안 점 및 척 도
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,특히 1편 ○박관주조법/고Si 전기강판 산업체 기술이전 ○EBSD관련 Workshop 개최 및 분석기술의 산학연 심포지엄 개최
3차년 (2001년)	<ul style="list-style-type: none"> ○집합조직 관련 국제학회 개최 : ICOTOM 13, 과제관련논문 38여편 발표 (SCI등재, 논문실적참고) ○신 재결정 기술의 발전 : IF Steel의 재결정거동, 구리 분당와이어 ○EBSD기술의 HR-SEM적용 : 다결정 1050 Al합금의 방위 회전관계 연구, In-Situ변형장치 도입
4차년 (2002년)	<ul style="list-style-type: none"> ○신재결정/가공복합이론 : 반도체 Cu Damascene Line의 재결정 거동, ECAP공정에 의한 알루미늄 집합조직 해석 ○기계적 변태된 마르텐사이트와 오스테나이트간의 방위관계 해석 ○EBSD기술의 In-Situ기술 개발 : 일축, 이축인장변형장치 개발
5차년 (2003년)	<ul style="list-style-type: none"> ○극한 EBSD 기술의 개발 : 드로잉 와이어의 미세 집합조직 분석 ○중성자와 고분해능 EBSD를 이용한 고온 고압 합성 다이아몬드 결정 방위 분포 고찰 ○IF강에서의 재결정 열처리에 따른 집합조직의 변화 분석

3. 계획대비 달성도

번호	세부 연구개발 목표 (연구 계획서상에 기술된 연구목표)	달 성 내 용	달성도 (%)
1	신 재결정 이론과 분석 기술 확립	<ul style="list-style-type: none"> - 변형 에너지 방출 최대화 이론의 확립 - 미세조직관점에서의 이론의 근거 확보 	100%
2	저압용 알루미늄 에칭박 개발	<ul style="list-style-type: none"> - 저압용 알루미늄 에칭박 공정기술 확보 - 일진소재(주)에서 알루미늄 에칭박 양산설비 확보 	100%
3	Hi-B급 고 Si전기강판 박판주조기술의 확보 및 에너지 절약공정 개발	<ul style="list-style-type: none"> - 재 가열공정, 열간 압연공정 생략 - 예비 열처리와 제어냉각 생략 - 1차 재결정 공정 및 탈탄열처리 생략 - 2단계 냉간 압연법으로 Goss Grain의 Misorientation $\leq 6^\circ$ 	100%
4	차세대 금 Bonding Wire 개발	<ul style="list-style-type: none"> - 고강도의 Breaking load 확보 (280MPa) - 공정 개선을 통한 연신율 확보(5%) - 드로잉/어닐링 공정을 통한 미세조직의 균일화 달성 	100%

5	고온 고압 합성 다이아몬드 압력셀내 결정방위 분포 고찰	-적층법 압력셀에서의 {111} 결정면 발달 고찰 -각 상에 대한 분석과 집합조직의 발달 파악	100%
6	ECAP공정에 의한 알루미늄 변형조직의 변화해석	-알루미늄의 성형을 향상시키고 이방성을 줄일수 있는 {111} <110>, {111}<112>방위의 우선 성장시키는 DCAP공정의 조건 개발 -β-섬유 집합조직과 재결정 집합 조직인 {001}<100> 입방체 조직을 함께 갖는 DCAP공정의 조건 개발	100%
7	Cu Damascene Line 에서의 재결정	-신선시 대표적인 변형 집합조직 성분인 <111>과 <100>에 간에 재 결정온도에 따른 성장속도 변화 고찰 -<111>+<100> 이중섬유조직의 발달을 위한 어닐링 조건 개발	100%
8	비대칭 압연 공정을 통한 변태 기구 해석	-비대칭 압연과 소둔처리를 통한 5 μm 수준의 미세립 IF강판 개발 -페라이트의 동적 변태를 통해 두께 방향으로 중심부까지 균일한 전단 변형을 얻을수 있는 온도 및 압연 조건 개발	100%
9	SEM/EBSD 기본 기술확대 / SEM/EBSD 기본 기술 전파	- 8nm 공간 분해능 측정기술 확보 - 1999년 제1차 Workshop : EBSD 측정의 정확도 향상을 위한 시편 준비방법 - 2001년 제2차 Workshop : EBSD 측정의 분해능 향상을 위한 SEM과 Camera 작동조건 : 화합물, 산화물측정을 위한 시편 준비법	100%

4. 관련분야의 기술발전예의 기여도

가. 신 재결정이론의 정립과 개발

이동녕 박사는 재료의 새로운 재결정 집합조직 형성이론으로 변형에너지방출최대화이론에 기초한 재결정 집합조직의 해석이론을 정립했으며, 집합조직제어 연구실은 과제기간을 통하여 EBSD(전자후방회절장치)를 이용한 분석과 함께 신 재결정 이론에 기반하여 여러 재료의 재결정 거동의 원리에 대한 분석을 수행하였다.

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

매 3년마다 개최는 집합 조직 분야에서 가장 주도적인 학회로 서울대 이동녕 교수가 13번째 학회를 유치하고 서울대에서 행사를 갖기로 하였으며 집합 조직 제어 연구실이 주도적으로 학회를 성공적으로 진행하였다.

다. 전자후방회절장치 운영 및 워크샵 개최

JSM 6500F 장비를 도입하였고, 여기에 INCA Oxford EDS, EBSD(전자후방회절장치) 장비를 부착하여 결정립의 방위측정을 위한 도구를 설치하였다. 본 연구실의 연구, 실험과 다른 산·학의 연구의 원활한 진행을 위하여 홈페이지(<http://ebsd.snu.ac.kr/>)를 구성하여 운영하고 있다. 매년 10여대학과 여러 재료의 집합조직 분석을 하며 자문역할도 하고 있다. 또한 2001년부터 2003년까지 EBSD에 대한 워크샵을 개최하여 국내 EBSD에 대한 이해도를 높였다.

라. MK 전자(주) 고강도(280MPa) 금본딩 와이어 개발

현재 반도체의 접합에 사용되고 있는 본딩 와이어의 강도보다 20% 높은 강도를 가지면서 연신률을 유지하는 차세대 금 본딩 와이어를 (주) MK 전자와 한국과학기술 연구소와 공동으로 개발하였다. 특히 극미세선의 미세조직/집합조직 관찰을 위한 EBSD 시편준비 방법을 개발하였고 공정상 고강도 와이어를 위한 집합 조직을 유도하는 방법을 연구하여 고강도의 금 본딩 와이어 개발에 성공하였다. 현재는 차 세대 구리 와이어의 개발에 관한 연구가 진행 중이다.

다. 기타 계획하지 않은 연구성과

이론의 개발과 적용, 그리고 분석에 관한 연구를 진행하며 다양한 시편을 상대로 자료를 얻고 이를 분석하며 이론과 결부시켜 다양한 접근을 시도하였다. 이러한 과정에서 애초에 계획하지 않았던 연구성과를 상당수 얻을 수 있었으며 그 결과를 정리하면 아래와 같다.

연구 내용	연구 결과
○ 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
○ 25 μm 극미세선의 집합조직/미세조직의 측정	<ul style="list-style-type: none"> - 금본당와이어 집합조직은 111, 100 섬유집합조직 - 공정조건(다이각, 단면감소율)이 Breaking load와 섬유집합조직의 제어에 중요한 요소 - 극미세선의 EBSD 분석을 위한 기반 기술의 확보
○ Mapping step에 따른 EBSD 분해능의 측정	<ul style="list-style-type: none"> - 8nm 분해능 확보 (결정립계의 명확한 구분 가능): 150nm가 Conventional SEM의 한계 - FEG SEM과 차세대 EBSD를 통하여 8nm의 분해능
○ 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	기술 이전	기술료 수입		특허출원			특허등록			논문게재			학술발표		
	건수	건수	금액 (억 원)	국내	국외	계	국내	국외	계	국내	국외	계	국내	국외	계
1차년도 (' 00)	1						2			3	32	35	16	24	40
2차년도 (' 01)	2										31	31	16	19	35
3차년도 (' 02)										1	67	68	24	19	43
4차년도 (' 03)	1			2						1	20	21	15	12	27
5차년도 (' 04)	1										26	26	8	14	22
계	5			2			2			5	176	181	79	88	167

(1) 기술이전

연 월	업 체 명	기 술 명	주 요 내 용
1999	(주)일진소재	저압용 알루미늄 에칭박 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	스트립 캐스팅법을 이용한 Fe-4.5wt% Si 방향성 고규소 강판의 제조기술	- 박판주조법을 이용한 제조법 - 4.5% Si 전기강판 제조기술의 확보 - 20%이상의 공정 단축설비 개발
2002	(주) POSCO	비대칭 압연공정을 통한 저 압하량에서의 결정립 미세화 기술	- 과냉 오스테나이트 영역에서의 열간압연 공정을 통한 열연판의 미세립화에 따른 성형성의 향상 - 두께방향으로 기계적성질이 균일한 강판 제조공정
2004	(주)MK전자	고강도 금분당와이어 제조기술	- 열처리후 드로잉과정을 통한 고강도 금분당 와이어 공정 - <100>, <111> 우선방위 성장을 통한 와이어 강도 증가 .를 위한 열처 리후 드로잉조건 개발

(2) 연구결과의 산업화 실적

- 저압 알루미늄 에칭박: (주) 일진소재
: 현재 양산화 설비 시험 중이며 시제품의 제조 단계
- 차세대 고강도 금 본딩 와이어의 개발
: 현재 양산하여 시판 단계

(3) 특허등록

국명	특 허 제 목	등 록 번 호	등 록 년, 월 (출원년, 월)	주요내용
한국	알루미늄 및 알루미늄 합금의 성형성 향상을 위한 압연방법	제0232732호	1999. 9. 8	
한국	구리-알루미늄 합금판재를 이용한 알루미나 분산 동 판재의 제조방법	제10-0259910호	2000.3.29	
한국	초고경도체 이중물질의 접합방법	제 2004-000- 2148	특허출원중	
한국	고경도 소결체의 제조방법	제 2004-000- 2149	특허출원중	

(4) 논문게재

집합조직 제어 연구실에서는 국가지정과제 기간동안의 연구를 통하여, 신재결정 이론과 여러 종류의 가공에 따른 미세조직의 변화를 유도하고 이것을 EBSD(전자 후방회절 장치)를 통하여 집합조직의 관찰과 분석을 병행하고 이에 관련한 결과를 국내저널 및 국제 공인학술지에 많은 논문을 발표하였다.

과제수행기간중 발표한 논문 및 발표 편수	
학술논문	: 총 181 편 (국외 : 176 편, 국내 : 5 편)
학술발표	: 총 167 편 (국외 : 88 편, 국내 : 79 편)

(5) 학술논문 목록

번호	논문 제목	발행 년도	호	학술지명
1	Orientation rotation behavior in aluminum alloys during dissimilar channel angular pressing	2004	Vol.45, pp125-130	Materials Transactions
2	The effect of texture on Portevin-Le Chatelier effect in 2090 Al-Li alloy	2004	Vol. 51 pp285-298	Script materialia
3	Magnetization reversal process of the nanosized elliptical permalloy magnetic dots with various aspects ratios	2004	Vol. 272-276 pp736-737	Journal of Magnetism and Magnetic Materials
4	Microstructure and strength of Sn-Bi Coated Sn-3.5mass % Ag Solder Alloy	2004	Vol.45, No.3 pp1-7	Materials Transactions
5	Buckle delamination on Patterned Substrate	2004	Vol.52, Issue10, pp.3151-3159	Acta Materialia

번호	논문 제목	발행 년도	호	학술지명
6	Rapid grain growth of Hot Extruded Al-Zn-Mg-Cu- (Sc) Alloy During heat Treatment	2004,	Vol. 449-452 pp.605-608	Materials Science Forum
7	Determination of Volume Fractions of Texture Components with standard Distributions in Euler Space	2004	Vol.35A, pp 1075- 1086	Metallurgical and materials transaction
8	The mechanism of Abnormal grain growth in polycrystalline diamond during high pressure-high temperature sintering	2004	Vol.13, pp.488-494	Diamond and Related Materials
9	Asymmetric rolling as Means of texture and ridging control and grain refinement of aluminum alloy and steel sheets	2004	Vol.449-452, pp.1-6,	Materials Science Forum
10	Prediction of the forming limit of porous metals using the finite element method	2004	Vol.45 (6), pp.1829- 1832	Materials Transactions
11	Self-annealing textures of copper damascene interconnects	2004	Vol.467-470, pp.1333- 1338	Materials Science Forum
12	The effect of aluminum ion on the d.c. etching of aluminum foil	2004	in press	Journal of Applied Electrochemist ry
13	Analysis of ridging in ferritic stainless steel and aluminum alloy sheets	2004	Vol .274-276, accepted	Key Engineering Materials
14	EBSD analysis of copper damascene interconnect for ULSI	2004	Submitted	Thin Solid Films
15	The evolution of annealing textures in thin films and interconnects	2004 (6.4)	submitted	Zeitschrift für Metallkunde

번호	논문제목	발행 년도	호	학술지명
16	Annealing textures of thin films and copper interconnects	2004 (6.8)	submitted	Materials Science Forum
17	Effect of texture and strain rate on serrated flow in 2090 Al-Li alloy	2004 (7.5)	submitted	Acta materialia
18	The Evaluation of The Elastic Property in Nano-scaled Thin Compressive Film on Patterned Substrates	2004	accepted	Materials Science Forum
19	The Evaluation of Adhesion Energy in Thin Compressively Stressed Film by Using Delamination Buckle and Freehang Buckle	2004	accepted	Materials Science Forum 5
20	High Pressure Wear Characteristics of Alloyed Ductile Cast Iron	2004	accepted	Materials Science Forum
21	The Prediction of Failure Pressure of Gas Pipeline with Multi Corroded Region	2004	accepted	Materials Science Forum
22	Analytic Model for Non-Steady State Heat Transfer of Powder Pressing Roller	2004	accepted	Materials Science Forum
23	The Thermal Annealing Effect on the Residual Stress And mechanical Property in The Compressively Stressed DLC film	2004	Submitted	Thin Solid Films,
24	Effect of Microstructure on the cleavage fracture strength of low carbon Mn-Ni-Mo bainitic steel	2004	Vol .324, pp.33-40	Journal of Nuclear Materials
25	Effect of Deformation Histories on Texture Evolution During Equal- and Dissimilar – channel Angular Pressing	2003	Vol.49 pp.185-190	Scripta Materialia
26	Cubic to tetragonal Martensite Transformation in a Thin Film Elastically Constrained by a Substrate	2003	Vol.9, No3, pp.221-226	Metals and Materials international

번호	논문 제목	발행 년도	호	학술지명
27	Carbon Nanotube Growth Enhanced By Nitrogen Incorporation	2003	Vol.372 pp.603-607	Chemical Physics Letters
28	Three-dimensional Phase -Field Modeling of Spinodal Decomposition in Constrained Films	2003	Vol.9, No.1, pp.61-66	metals and Materials international
29	In-situ Deformation Behavior Study During Uniaxial Tension Aluminum Alloys Using a High Resolution EBSD	2003	Vol.233-236 pp.835-840	Key Engineering Materials
30	Texture Evolution during Deep Drawing of Mo Sheet	2003	Vol.233-236 pp.567-572	Key Engineering Materials
31	Effect of External Stress on the orientation Distribution of Ferrite	2003	Vol.48 pp.91-95	Scripta materialia
32	Recrystallization and grain growth of cold-drawn gold bonding wire	2003	Vol.34A pp.1113-1125	Metallurgical and materials transactions
33	Computer Simulation of Spinodal Decomposition In Constrained Films	2003	Vol.51 Issue.17 pp.5173-5185	Acta Materialia
34	Analysis of Mold level Hunch -ing by Unsteady Bulging during thin slab Casting	2002	Vol.42, No.10 pp.1103-1111	ISIJ international
35	The Characterization of Telephone Cord Buckling of Compressed Thin Films on substrates	2002	Vol.50 pp.2355-2377	Journal of the Mechanics and Physics of Solids
36	Characterization of Cold Drawn Gold bonding Wire with EBSD	2002	Vol.408-412 pp.495-504	Materials Science Forum

번호	논문 제목	발행 년도	호	학술지명
37	Telephone Cord Buckling of Thin Compressed Films on Curved Substrates	2002	Vol.36	Thin Solid films
38	Numerical Simulation of Sleeve-Repair welding of In- Service Gas Pipelines	2002	Vol.81 pp.273-S~283-S	Welding Journal
39	The effect of precipitation on the evolution of recrystallization texture in AA 8011 aluminum Alloy sheet	2002	A336 pp.225-232	Materials Science and Engineering
40	Recrystallization and Grain Growth of cold-drawn Gold Bonding Wire	2002	Vol.34A pp.1113-1125	Metallurgical and Materials Transactions
41	The evolution of recrystallization texture from cold-rolled Ti bearing IF steel sheets	2002	Vol.42 pp.1278-1287	ISIJ International
42	The evolution of the cube, rotated cube and Goss recrystallization textures in rolled copper and Cu-Mn alloys	2003	Vol.233-236, pp.515-520	Key Engineering Materials
43	Non-metallic inclusion and intragranular nucleation of ferrite in Ti-killed C-Mn Steel	2003	Vol.51 pp.1593-1606	Acta materialia
44	The evolution of Annealing textures in 90% drawn copper wire	2003	Vol.34A pp.531-541	Metallurgical and Materials Transactions
45	The evolution of the cube recrystallization texture in cold rolled copper sheets	2003	Vol.351 pp.133-147	Materials Science and Engineering
46	Elastic properties of thin films of cubic system	2003	Vol.434 pp.183-189	Thin Solid films

번호	논문 제목	발행 년도	호	학술지명
47	Recrystallization texture of (123) (-6-3-4) copper single crystal cold rolled up to 99.5%	2003	Vol.426-432 pp.83-90	Materials Science Forum
48	Assessment of proton transport in amorphous alumina oxide by cathodic polarization using TOF- ERDA	2003	Vol.150 pp.B329- B335	Journal of the Electron- chemical Society
49	Formation of crystallographic etch pits during AC etching alumina	2003	Vol.150 pp.B433- B438	Journal of the Electron- chemical Society
50	Orientation distribution of proeutectoid ferrite nucleated at prior austenite grain boundaries in vanadium-added steel	2002	Vol.42, No.11, pp.1321- 1323	ISIJ International
51	Effect of External Stress on the Orientation Distribution of Ferrite	2003	Vol. 48 pp.91-95	Scripta Materialia
52	Grain boundary precipitation and intergranular fracture of Fe-10Ni-5Mn steel	2003	Vol.34A	Metallurgical and Materials Transactions
53	Effect of plastic deformation on the formation of acicular ferrite	2003	Vol.24	Materials Science and Engineering
54	The effect of Alloying elements on the microstructure and mechanical properties of Al- 12Si Cast Alloys	2003	Vol.426-232	Materials Science Forum
55	Deformation and recrystallization textures in cross-rolled copper sheets	2002	Vol.124 pp.13-22	Journal of Engineering Materials and Technology

번호	논문제목	발행 년도	호	학술지명
56	Recrystallization texture of (123) (-6-3-4) copper single crystal cold rolled up to 99.5%	2003	Vol.426-432 pp.83-90	Materials Science Forum
57	The evolution of shear deformation texture and grain refinement in asymmetrically rolled aluminum sheets	2002	Vol.8 pp.20-25	Materials Science Research International
58	Annealing behavior of alumina dispersion strengthened copper strips rolled under different conditions	2002	Vol.33A pp.1605-1616	Matallurgical and Materials Transaction A
59	The effect of precipitation on the evolution of recrystallization in AA8011 alumina alloy sheet	2002	Vol.A336 pp.225-232	Materials and Science Engineering
60	The evolution of recrystallization texture from cold rolled IF steel sheets	2002	Vol.42, pp.1278-1287	SIJ International
61	The evolution of the cube recrystallization texture in cold rolled copper sheets	2002	Vol.351 pp.133-147	Materials Science and Engineering
62	Recrystallization textures in cold rolled copper-manganese alloys	2002	Vol.24	Materials Science and Engineering, 2002
63	Recrystallization textures of a copper electrodeposit with the <111> and (111) duplex orientation	2002	Vol.408-412 pp.895-900	Materials Science Forum
64	Analysis of compression textures of alumina and nickel rods	2002	Vol.408-412 pp.595-600	Materials Science Forum
65	Effect of shear strain and drawing pass on the texture development in copper wire	2002	Vol.408-412 pp.637-642	Materials Science Forum

번호	논문 제목	발행 년도	호	발행기관
66	Deformation and annealing textures in drawn aluminum bronze wires,	2002	Vol.408-412 pp.913-918	Materials Science Forum
67	Torsion and Annealing textures of 99.99% aluminum	2002	Vol.408-412 pp.1437- 1442	Materials Science Forum
68	The shear texture development and grain refinement in asymmetrically rolled aluminum alloy sheets by varied reduction per pass	2002	Vol.408-412 pp.1419- 1424	Materials Science Forum
69	Effects of initial texture of aluminum after asymmetric rolling	2002	Vol.408-412 pp.1425- 1430	Materials Science Forum
70	Analysis of deformation and recrystallization textures of shear deformed 1050 aluminum alloy	2002	Vol.408-412 pp.1431- 1436	Materials Science Forum
71	Effects of cathode polarization on pitting behaviors of aluminum single crystals in hydrochloric acid solution	2002	Vol.408-412 pp.1037- 1042	Materials Science Forum
72	Effects of current waveform and bath temperature on surface morphology and texture of copper electrodeposits for ULSI	2002	Vol.408-412 pp.1657- 1662	Materials Science Forum
73	Plastic strain ratios of Fe and Ni Electrodeposits	2002	Vol.408-412 pp.1115-1120	Materials Science Forum
74	The role of texture in stress- corrosion cracking of metals and alloys	2002	Vol.408-412 pp.991-998	Materials Science Forum

번호	논문 제목	발행 년도	호	발행기관
75	The evolution of annealing textures in 90% drawn copper wire	2002	Vol.34A pp.531-541	Metallurgical and Materials Transactions A
76	The effect of texture on ridging of ferrite stainless steel	2003	Vol.51, pp.4693-4706	Acta materialia
77	The texture development in the film	2002	Vol.408-412 pp.75-94	Materials Science Forum
78	The effects of texture on ridging of ferritic stainless steel	2002	Vol.51, pp.4693-4706	Journal of the Mechanics and Physics of Solids
79	The evolution of cube, rotated cube and Goss recrystallization textures in rolled copper and Cu-Mn alloys	2002	Vol.233-236 pp.515-520	KEY Engineering Materials
80	Evaluation of the Deviation Angle of Ferrite from the Kudzumov-sachs Relationship in a Low Carbon Steel by EBSD	2002	Vol.46 pp.375-378	Scripta Materialia
81	Precipitation of Austenite particles at Grain Boundaries during Aging of Fe-Mn-Ni Steel	2002	Vol. 33A pp.1-11	Metallurgical and Materials Transaction A
82	Evaluation of Dislocation Density from Flow curves of hot Deformed Austenite	2002	Vol.42, No.5, pp.564-566	ISIJ International
83	Precipitation and recrystallization behavior in extra low carbon steel	2002	Vol.42	ISIJ International
84	Denitrification of Ti(C,N) based cermet during powder mixing process	2002	37	Journal of materials Science

번호	논문 제목	발행 년도	호	발행기관
85	Microtexture Measurement of Copper Damascene Line with EBSD	2002	Vol.408-412 pp.529-534	Materials Science Forum
86	Texture Analysis of Aluminum Plate produced by ECAP	2002	Vol.408-412 pp.685-690	Materials Science Forum
87	Statistical Analysis on the Development of Recrystallization Texture in IF Steel	2002	Vol.408-412 pp.839-844	Materials Science Forum
88	Nucleation, Surface-Energy- Induced selective Grain Growth and Final Texture in 3% silicon Steel	2002	Vol. 408-412	Materials Science Forum
89	Nucleation, Surface-Energy- Induced selective Grain Growth and Final Texture in 3% silicon Steel	2002	Vol. 408-412	Materials Science Forum
90	Evaluation of the orientation distribution of intragranular ferrite grains dynamically formation in a V-added low carbon steel by EBSD	2002	Vol. 408-412	Materials Science Forum
91	EBSD Analysis of Grain Boundary Characteristics of abnormally Grain Grown alumina	2002	Vol.408-412 pp.1699- 1704	Materials Science Forum
92	Monte-Carlo Simulation of Grain Growth in Zr Processed by ECAP	2002	Vol.408-412 pp.655-660	Materials Science Forum
93	Deformation Texture of Cold Drawn Al 6063 Tube	2002	Vol.408-412 pp.565-570	Materials Science Forum

번호	논문 제목	발행 년도	호	발행기관
94	In-situ Deformation behavior of retained Austenite in TRIPsteel	2002	Vol.408-412 pp.571-576	Materials Science Forum
95	Microstructure and Texture analysis in Twin-roll strip cast Fe-36wt Ni Alloy	2002	Vol. 408-412 pp.827-832	Materials Science Forum
96	Orientation Method of Distorted samples during in- situ Deformations Using High Resolution EBSD	2002	Vol.408-412 pp.203-208	Materials Science Forum
97	Orientation coherence of Roll -ed and Annealed Aluminum Plate	2002	Vol.408-412 pp.1413- 1418	Materials Science Forum
98	Prediction of deformation and Texture Evolution in the Vicin -ity of a Hard particle in an FCC crystal 3% silicon Steel	2002	Vol.408-412 pp.377-382	Materials Science Forum
99	Effect of Cathodic Polarization on pitting behaviors of Aluminum single Crystals in hydrochloric Acid solution	2002	Vol.408-412 pp.1037- 1042	Materials Science Forum
100	Recrystallization Grain Growth of Gold bonding wire	2002	Vol. 408-412	Materials Science Forum
101	Texture analysis of Aluminum plate produced by ECAP	2002	Vol.408-412 pp.685-690	Materials Science Forum
102	Texture Analysis of copper bonding wire	2002	Vol.408-412 pp.803-808	Materials Science Forum
103	Texture Evolution at Weld regions of SUS-304 stainless steel and TRIP steel	2002	Vol.408-412 pp.1377- 1382	Materials Science Forum

번호	논문 제목	발행 년도	호	발행기관
104	Texture Evolution of 5052 aluminum alloy sheets processed by dissimilar channel angular pressing	2002	Vol.408-412 pp.679-684	Materials Science Forum
105	The quantitative analysis method of composite materials by rietveld method with texture correction	2002	Vol.408-412 pp.215-220	Materials Science Forum
106	Transformation behavior of retained Austenite in hydroformed TRIP steel	2002	Vol.408-412 pp.1341-1346	Materials Science Forum
107	Finite Element simulation of Grain Interaction and orientation Fragmentation during plastic deformation of BCC metals	2002	Vol.408-412 pp.371-376	Materials Science Forum
108	Computer simulation of martensite transformation in constrained films	2002	Vol.408-412 pp.1645-1650	Materials Science Forum
109	Evolution of Surface Morphologies in Sputtered and Electroplated Cu Films during Thermal cycling	2002	Vol.408-412 pp.1651-1656	Materials Science Forum
110	Phase-field modeling of the thermo-mechanical properties of carbon steels	2002	Vol.50 pp.2259-2268	Acta Materialia
111	FEM Modeling of Flow Curves for ferrite/Pearlite Two-Phase steels	2002	Vol.41, pp.781-787	ISIJ Int
112	An experimental study of the influence of imperfections on the buckling of compressed thin films	2002	Vol.50 pp.1219-1227	Acta Materialia
113	Effect of Mn negative segregation through the thickness direction on graphitization characteristics of strip-cast white cast iron	2002	Vol.46 pp.199-203	Scripta Materialia

번호	논문 제목	발행 년도	호	발행기관
114	Nucleation and propagation of dislocations near a precipitates using 3D discrete dislocations dynamics simulations	2001	Pr 5 pp. 27-34	Journal of Phys.
115	The Effects of superheating on texture and Microstructure of Fe- 4.5% Si Steel Strip by Twin-roll Strip Casting	2001	Vol.41 No.1 pp.70-75	ISIJ Int.
116	Analysis of deformation textures of asymmetrically rolled steel sheets	2001	Vol.43 pp.1997-2015	International Journal of Mechanical Sciences
117	Use of thermodynamic data to calculate surface tension and viscosity of Sn-based soldering alloy system	2001	Vol.30 pp.1112-1119	Journal of Electronic materials
118	A stability criterion for deformation and deposition textures of metals during annealing	2001	Vol.117 pp.307-310	Journal of materials processing Technology
119	Inoculated acicular ferrite micro-structure and Mechanical propert -ies	2001	Vol.A319-321 pp.326-331	Materials Science and Engineering
120	The effect of rolling conditions on the strength and microstructure of dispersion strengthened copper strips	2001	Vol.A319-321 pp.471-474	Materials Science and Engineering
121	Recrystallization of alumina dispersion strengthened copper strips	2001	Vol.A313, pp.24-33	Materials Science and Engineering
122	Microstructure of electro- deposited soft magnetic CoNiFe thin film	2001	Vol.384, pp.288-293	Thin Solid Films

번호	논문 제목	발행 년도	호	발행기관
123	The Effects of Superheating on Texture and Microstructure of Fe-4.5%Si Steel Strip by Twin- roll Strip Casting	2001	v.4 No.1 pp.70-75	ISIJ
124	Deformation and annealing textures of drawn Al-Mg-Si alloy tubes	2001	Vol.113, pp.551-555	Journal of Materials Processing Technology
125	The evolution of textures in aluminum alloy 8022 during annealing	2001	Vol.7, pp.251-256	Metals and Materials International
126	Analysis of deformation textures of asymmetrically rolled alumi- num sheets	2001	Vol.49, pp.2583- 2595	Acta materialia
127	Inoculated acicular ferrite microstructure and mechanical properties	2001	A319-321 pp.326-331	Materials Science and EngineeringA
128	Deformation and recrystallization textures in cross-rolled copper sheets	2001	Vol.124 pp.13-22	ASME JEMT
129	Use of thermodynamic data to calculate surface tension and viscosity of sn-based soldering alloy systems	2001	Vol.30, pp.1112-1119	Journal of Electronic Materials
130	Analysis of deformation textures of asymmetrically rolled steel sheets	2001	Vol.43 pp. 1997- 2015	International Journal of Mechanical Sciences
131	A stability criterion for deformation and deposition textures of metals during annealing	2001	Vol. 384 (2) p. 288	Journal of Materials Processing Technology

번호	논문 제목	발행 년도	호	발행기관
132	Influence of Mn on Microstructure of Ti-killed C-Mn steel	2000	Vol. A p. 70	Materials Science and Engineering A
133	Annealing behavior of alumina dispersion strengthened copper strips	2001	Vol. A p. 33	Metallurgical and Materials Transaction A
134	Ferrite nucleation potency of non-metallic inclusions in carbon steels	2001	Vol.49 p. 2115	Acta materialia
135	The evolution of recrystallization texture from cold rolled IF steel sheets,	2001	Vol. 42(11) pp. 1278- 1287	ISIJ International
136	Interpretation of abnormal growth of giant grains in silver thin films	2000	Vol.42	Scripta Materialia
137	Effects of Tellurium addition on the Internal oxidation of Ag-Sn alloys	2000	Vol.42	Scripta Materialia
138	FEM Modeling of Flow Curves for Ferrite / Pearlite Two-Phase Steels	2001	Vol. 41(7), pp.782	ISIJ Int.
139	Effects of Alloying Elements on Mechanical and Fracture Properties of Base Metals and Simulated Heat-Affected Zones of SA508 Steels	2001	Vol. 32A p. 903	Metallurgical and Materials Trans.A
140	Effects of carbide precipitation on the strength and Charpy impact properties of low carbon Mn-Ni- Mo bainitic steels	2001	Vol. 297 p. 138	Journal of nuclear materials

번호	논문 제목	발행 년도	호	발행기관
141	Model for compaction of metal powders	1999	Vol. 41 p. 121	Int. Jour. of Mech.Sci.
142	Calculation of phase equilibria and evaluation of glass forming ability of Ni-P alloy	1999	Vol. 282 p. 175	Journal of Alloys and Compounds
143	Fabrication of alumina dispersion strengthened copper strips by internal oxidation and hot roll bonding	1999	Vol. 15 p. 352	Materials Science and Technology
144	Thermodynamic evaluation and calculation of phase equilibria of the Ti-Mo-C-N quaternary system	1999	Vol. 282 p. 142	Journal of Alloys and Compounds
145	Variation of plastic strain ratios of α -brass sheet with tensile strain	1999	Vol. 32 p. 355	Textures and Microstructur es
146	Textures and structures of vapor deposits	1999	Vol. 34 p. 2575	Journal of Materials Science
147	The evolution of texture during annealing of electroless Ni-Co-P deposits	1999	Vol. 40 p. 1333	Scripta Materialia
148	Recrystallization textures of aluminum bicrystals with S orientation deformed by channel die compression	2001	Vol. A269 p. 49	Materials Science and Engineering
149	Nucleation of intergranular ferrite at Ti ₂ O ₃ particle in low carbon steel	2001	Vol. 47 p. 2751	Acta materialia
150	Power-law creep model for densification of powder compacts	1999	Vol. A 272 p. 424	Materials Science and Engineering.

번호	논문 제목	발행 년도	호	발행기관
151	Recrystallization textures of silver electrodeposits	1999	Vol. 146 (9) p. 3300	Journal of Electrochemical Society
152	Recrystallization textures of silver electrodeposits	1999	Vol. 146 (9) p. 3300	Journal of Electrochemical Society
153	Macroscopic Anisotropy in AA 5019A sheet	2000	Vol. 48 p. 1853	Acta Metallurgica
154	Effect of initial sheet thickness on shear deformation in ferritic rolling of IF-steel sheets	2000	Vol. 40(1) p. 58	ISIJ International
155	Analysis of precipitate structure in a Cu-Ni-P alloy	1999	Vol. 42(7) p. 637	Scripta Materialia,
156	Strain energy release maximization model for evolution of recrystallization textures	2000	Vol. 42 p. 1645	International Journal of Mechanical Sciences
157	An upper-bound solution of channel angular deformation	2000	Vol. 43(2) p. 115	Scripta Materialia
158	Hot deformation and acicular ferrite microstructure in C-Mn containing Ti ₂ O ₃ inclusions I	2000	Vol. 40(6) p. 819	ISIJ International
159	The influence of tension on the development of rolling textures	2000	Vol. 6(3) p. 161	Mat. Sci. Res. Int.

번호	논문 제목	발행 년도	호	발행기관
160	The evolution of the Goss texture in silicon steel	2000	Vol. 6(3) p. 167	Mat. Sci. Res. Int.
161	Modeling of deformation textures of cold rolled bcc metals by the rate sensitivity model	2000	Vol. 177-180 p. 115	Key Engineering Materials
162	Fracture and Strength of solids associated with their textures	2000	Vol. 183-187 p. 679	Key Engineering Materials
163	Precipitation characteristics of Cu-Mn-P alloy	2000	Vol. 35 p. 4151	Journal of Materials Science
164	Relationship between deposition and recrystallization textures of copper and chromium electro-deposits	2000	Vol. 35 p. 4055	Journal of Materials Science
165	Prediction of Mechanical Properties of TRIP Steels by FEM and Micromechanics	2000	Vol. 177-180 p. 449	Key Engineering Materials
166	Strain energy release maximization model for evolution of recrystallization textures	1999	Vol. 5 (5) p. 401	Metals and Materials
167	The deposition and recrystallization textures of copper electro-deposits obtained from a copper cyanide bath	1999	Vol. 5 (5) p. 465	Metals and Materials
168	Analysis of Heat transfer in Hot Rolled Coils for Optimum Condition of Forced Cooling	1999	vol 5 p. 369	Metals and Materials
169	A Fully Coupled Analysis of Fluid, Heat Transfer and Stress in Continuous Round Billet Casting	1999	vol 39 p. 435	ISIJ

번호	논문 제목	발행 년도	호	발행기관
170	Microstructure and Crystallo- graphic Texture of Strip-Cast 4.3wt%Si Steel Sheet	1999	vol 40 p. 881	Scripta Materialia
171	Model for uniaxial compaction of ceramic powders	1999	vol 42 No 3 p. 269	Powder Metallurgy
172	A Finite Element Method for 2-Dimensional Slice of Cast Strand	1999	vol 39 p. 445	ISIJ
173	Prediction of Yield Surface of Textures Sheet Metals	1999	Vol 30 p. 377	Met Trans. A,
174	High Temperature Deformation Behavior of Carbon Steel in the Austenite and Ferrite Regions	1999	Vol 39 No 1 p. 91	ISIJ
175	A Mathematical Model of Unidirectional Solidification in Cooled Mold	2000	Vol 6 No3 p. 189	Metals and Materials
176	Texture and related phenomena of electrodeposits	1999	Vol. 32(3) p. 317	J. Kor. Inst. Surf. Eng.
177	1050 AI 합금의 구속 전단 연속가공시 집합조직 발달에 미치는 초기 집합조직의 영향	2002	Vol. 40 pp. 1215- 1222	대한금속 학회지
178	폭발접합에 의해 제도된 AA5083/AA1050/SS41 삼중판재의 전단변형 거동	2003	Vol.42 No. 4 p. 244	대한금속 학회지
179	Cu-Mn-P-(Sn) 합금의 시효특성 및 석출상 분석	1999	Vol. 37(8) p. 917	대한금속 학회지

번호	논문제목	발행 년도	호	발행기관
180	원자로 압력용기용 SA 508 강의 기계적 성질 향상을 위한 합금 설계 연구	2000	Vol. 38(6) p. 771	대한금속 학회지
181	결정소성 유한 요소법을 이용한 FCC 다결정 금속의 변형 집합 조직 예측	1999	Vol 37 No. 1 pp. 101-108	대한금속 학회지

(5) 학술발표 목록

번호	발 표 주 제	발표 년도	국가	주최기관
1	The trends of research and development in science and technology of aluminum alloys in Korea	2004	Japan	International Light Metals Forum
2	Shear texture development and grain refinement in asymmetrically rolled aluminum alloy sheets: Effects of shear combinations	2004	USA	TMS
3	Differences in lattice constant between the <100> and <111> oriented grains in nanocrystalline Ni and Ni-20% Fe electrodeposits	2004	USA	Surfaces and Interfaces in Nanostructured Materials
4	Annealing textures of damascene-process fabricated copper interconnects, Rex & GG	2004	France	2 nd International Conference on Recrystallization and Grain Growth
5	Failure Assessment of a Gas Pipeline corroded defects in the welded Region	2004	Belgium	ICPT2004
6	Analysis of ridging in ferritic stainless steel and aluminum alloy sheets	2004	China,	AEPA
7	Transition of Grain Boundary Precipitates During Aging Fe-Mn- Ni Alloys	2004	Japan	8APEM
8	Grain boundary Precipitates and The intergranular Fracture of Fe- Mn-Ni Alloys,	2003	Japan	8APEM
9	Fine Grained Ferrite Formation during Asymmetric Rolling of Supercooled Austenite	2004	China	ICASS 2004

번호	발 표 주 제	발표 년도	국가	주최기관
10	Effect of Microstructure on the cleavage fracture strength of Ni- Mo-Cr Bainitic and Martensitic Steels	2004	China	ICASS 2004
11	Effect of Precipitates on the recrystallization Behavior of Extra Low Carbon Steels	2003	India	Asia steel international conference
12	Magnetization reversal process of the nanosized elliptical permalloy magnetic dots with various aspects ratios	2003	Roma	International Conference on Magnetism
13	In-situ deformation behavior study during uniaxial tension of Aluminum Alloys using a High Resolution	2002	Australia	The 6 th Asia-Pacific symposium on Engineering Plasticity and Its application
14	Recrystallization texture of (123)(-6-3-4) copper single crystal cold rolled up to 99.5%	2003	Spain	INSCO
15	Texture development and grain refinement in asymmetrically rolled aluminum alloy sheet	2003	Portugal	Int. Mini. Sympo. on com. Mech.
16	The distribution of deformation and annealing textures in 90% drawn AA1050 alumina	2003	China	IMMM
17	Effect of precipitates on the recrystallization behavior of Extra Low Carbon steels	2003	India	Asia steel international conference
18	Evaluation of the orientation distribution of intragranular ferrite grains dynamically formed during in a V-added low carbon steel by EBSD	2003	Japan	7 th workshop on the Ultra-steel
19	Orientation distribution of ferrite grains transformation deformed austenite	2003	Japan,	7 th workshop on the Ultra-steel

번호	발 표 주 제	발표 년도	국가	주최기관
20	The effect of alloying elements on the microstructure and mechanic- cal properties of Al-12Si cast alloys	2003	Spain	International Conference on Magnetism
21	Texture analysis of fine wire with EBSD	2000	USA	OIM Academy
22	Ferrite formation during deformation of Austenite	2003	KOREA	HIPERS-21
23	Fine Grained Ferrite Formation during Asymmetric rolling of Supercooled Austenite	2003	KOREA	HIPERS-21
24	The Orientation Distribution of Ferrite Grains Dynamically / statically Transformed from Heavy Deformed Austenite	2003	Japan	ISUGS
25	Recrystallization Behavior of Fine grained IF steel	2003	Japan	ISUGS
26	Modification Technique on EBSD in phase verification	2003	Japan	ISMA
27	Grain boundary Characteristics of Abnormally Grain grown Alumina	2003	Japan	ISMA
28	The effect of Alloying Elements on the Microstructure and Mechanical properties of Al-12Si Cast Alloys	2003	Swiss	Metals Science forum
29	Evaluation of Orientation Distribution of Intragranular Ferrite Grains Dynamically Formed during deformation in a V-added Low carbon steel by EBSD	2003	Japan,	7 th workshop on the Ultra-steel

번호	발 표 주 제	발표 년도	국가	주최기관
30	Texture Evolutions during Deepdrawing of Mo sheet	2002	Australia	The six. Asia-Pac. on eng. Plastic-ity and Its applications
31	Evaluation of Orientation Distribution of Intragranular Ferrite Grains Dynamically Formed during deformation in a V-added Low carbon steel by EBSD	2002	Morocco	IUTAM
32	The evolution of the cube, rotated cube and Goss recrystallization textures in rolled copper and Cu-Mn Alloy	2002	Australia	The six. Asia-Pac. on eng. Plastic-ity and Its applications
33	Effect of precipitates on the orientation distribution of ferrite grains	2002	South Africa	ICEM-15
34	The effect of rolling conditions on the strength and microstructure of dispersion strengthened copper strips	2002	USA	12 th International conference on the strength of Materials
35	Effect of Vanadium Addition on dynamic v-a Transformation during Hot deformation of Low carbon steels	2002	USA	TMS
36	Effect of Vanadium Addition on dynamic v-a Transformation during Hot deformation of Low carbon steels	2002	KOREA	HIPERS21
37	Ferrite Transformation by Heavy Deformation of Austenite	2002	KOREA	HIPERS21
38	The influence of imperfedctions on the delamination of diamond- like carbon films	2002	USA	MRS spring meeting

번호	발 표 주 제	발표 년도	국가	주최기관
39	Grain refinement and texture development in asymmetrically rolled aluminum alloy sheets	2002	USA	TMS
40	Grain Boundary Embrittlement and De-embrittlement in Age Hardenable Fe-Mn-Ni Alloys	2002	Japan	CARET Symposium
41	The evolution of primary recrystallization textures in metals and alloys	2002	Japan	PRICM4
42	Metallurgical characteristics of jing and kkwaenggwari	2002	KOREA	BUMA-V. KOREA
43	Fundamental Criteria for the propagation of telephone cord buckles beneath DLC films on Glass Substrate	2001	USA	MRS Spring meeting
44	A stability criterion for delamination and deposition textures of metals during annealing	2001	USA	THERMEC
45	Effect of vanadium addition on the nucleation behavior of grain boundary ferrite in low carbon steel	2001	Japan	ISUGS 2001
46	Effect of external stress on orientation characteristics of ferrite during transformation from austenite	2001	Japan	ISUGS 2001
47	Texture analysis of fine wire with EBSD	2000	USA	OIM Academy
48	Effects of uniaxial stress on the nucleation behavior of ferrite from deformed austenite	2000	USA	THERMEC
49	Precipitation of austenite particles at grain boundaries during aging of Fe-Mn-Ni steel	2000	Singapore	7th APEM

번호	발 표 주 제	발표 년도	국가	주최기관
50	Effect of external stress on the nucleation behavior of ferrite in low carbon steel	2000	KOREA	POSCO
51	Effect of Over-aging on the Microstructure and Mechanical Properties of Cu, Ni Containing AC8A Aluminum Casting Alloy	2001	USA	The 2nd int. Conf. on Li. Mat. for Transport. systems
52	Effect of Precipitates on the Recrystallization behavior of Ti- added IF steels	2001	USA	Microscopy and Microanalysis
53	Nucleation of Intragranular Accicular Ferrite in a Ti- containing Low Carbon Steel of high N	2001	USA	Microscopy and Microanalysis
54	Fracture and Strength of solids associated with their textures	2000	KOREA	POSCO
55	The evolution of recrystallization textures from plastically deformed aluminum crystals	2000	Canada	CIM.
56	The evolution of texture in aluminum alloy sheet during asymmetric rolling	2000	Canada	CIM.
57	Recrystallization textures from different cold rolling textures of IF steel,	2000	Canada	CIM.
58	The Effect of rolling conditions on the strength and microstructure of dispersion strengthened copper strips	2000	USA	12 th International conference on the strength of Materials
59	Effects of asymmetric rolling parameters on texture development in aluminum sheets	2001	USA	TMS.
60	Texture and structures of asymmetrically rolled aluminum sheets	2001	KOREA	Center for Advanced Aerospace Materials

번호	발 표 주 제	발표 년도	국가	주최기관
61	Effect of precipitation on the formation of recrystallization textures in AA 8011 aluminum alloy sheet	2001	Japan	Mie UNIV. & Tsinghua UNIV.
62	The strength and structure of asymmetrically rolled sheets	2001	Japan	Mie UNIV. & Tsinghua UNIV.
63	Deformation and annealing textures of a 90% drawn electrolytic copper wire	2000	USA	THERMEC'2000
64	Average texture and plastic anisotropy in Nb bearing high strength steels	2000	USA	THERMEC'2000
65	The influence of tension on the rolling textures of steel and aluminum	2000	USA	THERMEC'2000
66	Transformation from rolling texture to recrystallization texture in copper	2000	USA	THERMEC'2000
67	Variation of shear texture with shear to effective strain ratio in rolled fcc metal sheet	2000	USA	THERMEC'2000
68	A stability criterion for deformation and deposition textures of metals during annealing	2000	USA	THERMEC'2000
69	The Evaluation of Elastic Modulus and Adhesion Energy of Diamond-Like Carbon Film with Adhesion Method	2000	USA	MRS
70	Texture analysis in Gold wire	2000	USA	TMS
71	The Brimacombe Memorial Symposium	2000	CANADA	British Columbia

번호	발 표 주 제	발표 년도	국가	주최기관
72	Displacement boundary conditions in 3D discrete dislocation dynamics	2000	Italy	Acquafredda di Marstea
73	Twin components in rolling and recrystallization textures of Fe-Ni alloys	1999	USA	TMS.
74	The evolution of recrystallization textures of cross rolled copper sheets	1999	Japan	The Japan Institute of Metals
75	Deformation and annealing textures of silver wire	1999	Japan	The Japan Institute of Metals
76	Analysis of inhomogeneous rolling texture of fcc metal sheets	1999	CANADA	NRC Research Press
77	Relationship between deposition and recrystallization textures of electrodeposits	1999	CANADA	NRC Research Press
78	Recrystallization texture of aluminum bicrystals with S orientations deformed by channel die compression	1999	CANADA	NRC Research Press
79	The deformation textures and Lankford values of asymmetrically rolled aluminum alloy sheets	1999	CANADA	NRC Research Press
80	Effect of roll bite geometry on sheet deformation in ferritic rolling of IF-steel sheets	1999	CANADA	NRC Research Press
81	The texture of drawn high-carbon steel wire	1999	CANADA	NRC Research Press
82	Texture evolution of aluminum single crystals during asymmetric rolling	2000	Italy	Acquafredda di Marstea

번호	발 표 주 제	발표 년도	국가	주최기관
83	The evolution of deformation and recrystallization textures of cross rolled copper sheets	1999	USA	TMS.
84	The influence of tension on the development of rolling textures	1999	China	IMMM'99
85	The evolution of the Goss texture in silicon steel	1999	USA	ibid
86	Strain energy release maximization model for evolution of recrystallization textures	2000	India	The Indian Institute of Metals
87	Relation between deposition and recrystallization textures of copper and chromium electrodeposits	2000	USA	TMS
88	Modeling of deformation textures of cold rolled bcc metals by the rate sensitivity model	2000	Hong Kong	Trans. Thec. Publications
89	The stability of textures of asymmetrically rolled aluminum alloy sheets during annealing	2000	CANADA	NeatPress
90	Mechanical Behavior of Carbon Steels in the Temperature Range of Mushy Zone	2000	USA	NASHVILLE
91	The Evaluation of Elastic Modulus and Adhesion Energy of Diamond-Like Carbon Film with Adhesion Method	2000	USA	NASHVILLE
92	Recrystallization texture and asymmetric rolling of aluminum alloy sheets	2001	USA	Alcoa Technical Center

번호	발 표 주 제	발표 년도	국가	주최기관
93	The evolution of recrystallization textures in plastically deformed metals	1999	USA	Proc. Plasticity 99
94	Effect of External Stress on the Nucleation Behavior of Ferrite in Carbon Steel	2001	Germany	The 1st Joint Int. Conf. on Recry. And Gra. Growth
95	전자빔 리소그래피를 이용한 박막 버클링 제어 및 그 응용	2004	KOREA	진공학회
96	미세 인장시험을 통한 다이아몬드 카본상박막의 안정성 평가	2004	KOREA	진공학회
97	Ti 첨가 극저 탄소강의 회복과 재결정 거동에 미치는 석출의 영향	2004	KOREA	금속학회
98	IF 강에서의 석출 및 재결정 거동	2003	KOREA	윤동석 선생 추모기념
99	오스테나이트계 스테인레스 301 강에서 마르텐사이트의 기계적 변태특성	2003	KOREA	진공학회
100	Fe-Mn- Ni 합금의 시효시 입계 석출거동	2003	KOREA	한국전자 현미경 추계학회
101	EBSD을 이용한 SMC 다결정 Si의 결정특성 분석	2003	KOREA	한국전자 현미경 추계학회
102	부식손상된 가스배관의 부식 형상에 따른 파괴압력의 변화	2004	KOREA	금속학회
103	Magnetic Bead Detecting 을 위한 Spin-Valve Sensor의 제조와 특성평가	2003	KOREA	금속학회
104	Texture and Microstructures Characterization in Bonding Wires	2003	KOREA	금속학회

번호	발 표 주 제	발표 년도	국가	주최기관
105	비대칭 압연에 의한 알루미늄 합금판의 전단집합조직 형성 및 결정립 미세화,	2003	KOREA	금속학회
106	IF 강에서의 석출 및 재결정 거동	2003	KOREA	금속학회
107	IF강의 재결정 거동에 대한 in-situ 고찰	2003	KOREA	금속학회
108	합금원소 첨가가 피스톤 합금의 미세조직과 기계적 성질에 미치는 영향	2003	KOREA	금속학회
109	Elastic properties of thin films of cubic system	2003	KOREA	금속학회
110	Recrystallization Texture of (123((-6-3- 4)copper single crystal cold rolled up to 99.5%	2003	KOREA	금속학회
111	미세립 IF강의 재결정 거동	2002	KOREA	금속학회
112	타원형 퍼멀로이 자성점에서의 종횡비에 따른 자화거동 변화에 대한 연구	2002	KOREA	금속학회
112	구리본딩 와이어 재결정 거동 고찰	2002	KOREA	금속학회
113	용접후 재료의 잔류응력과 집합조직	2002	KOREA	금속학회
114	변형시효 거동에 대한 속도론적 고찰	2002	KOREA	금속학회
115	Mn-Ni-Mo강의 충격특성과 벽개 파괴강도	2002	KOREA	원자력재료 심포지엄 및 EAC-K 워크샵

번호	발 표 주 제	발표 년도	국가	주최기관
116	에시콜라 페라이트 변태에 미치는 소성변형의 영향	2002	KOREA	금속학회
117	압연된 체심입방격자의 핵 생성에 관한 최단거리 이론	2002	KOREA	금속학회
118	EBSD을 이용한 IF강의 재결정 거동 고찰	2002	KOREA	금속학회
119	변형된 3Mn-2Ni-0.5Si강에서의 페라이트, 마르텐사이트 그리고 오스테나이트 간의 방위관계	2002	KOREA	금속학회
120	압축응력을 받는 박막의 계면 상에 존재하는 결함에 의한 버클링의 생성과 진행에 대한 연구	2002	KOREA	금속학회
121	Trip강의 잔류 오스테나이트의 in-situ 변형 변태거동	2002	KOREA	금속학회
122	연속주조 챔퍼 주형의 설계에 관한 연구	2002	KOREA	금속학회
123	강의 상변태시 외부응력에 의한 변태소성의 해석	2002	KOREA	금속학회
124	Computer simulation of martensitic transformation in constrained films	2002	KOREA	금속학회
125	Computer simulation of spinodal decomposition in constrained thin films	2002	KOREA	금속학회
126	Recrystallization and Grain growth of gold bonding wire	2002	KOREA	금속학회
127	Experimental and numerical analysis of heat transfer and residual stress distribution during Bea-On-Plate GMAW welding	2002	KOREA	금속학회

번호	발 표 주 제	발표 년도	국가	주최기관
128	EBSD을 이용한 AI의 OCF의 계산	2002	KOREA	금속학회
129	Orientation analysis of rotated surface using EBSD	2002	KOREA	금속학회
130	Studies on Volume fraction of texture component with standard distribution	2002	KOREA	금속학회
131	투과 전자현미경의 원리와 기능	2001	KOREA	전자현미경학회
132	Cu와 Ni이 첨가된 AC8A피스톤 합금의 미세조직과 기계적 성질 에 미치는 과시효의 영향	2001	KOREA	금속학회
133	Mn-Mo-Ni계 저합금강의 미세 조직이 천이영역 파괴인성에 미치는 영향	2001	KOREA	금속학회
134	Fe-Mn-Ni합금에서의 입계 석출 거동	2001	KOREA	금속학회
135	외부응력이 탄소강의 페라이트 핵생성 거동에 미치는 영향	2000	KOREA	금속학회
136	Ti첨가 저탄소강에서의 침상형 페라이트 핵생성기구에 대한 연구	2000	KOREA	금속학회
137	EBSD를 이용한 미세집합조직 측정	2000	KOREA	전자현미경학회
138	K-S 방위관계로부터 탄소강의 페라이트와 마르텐사이트 방위차 해석	2001	KOREA	금속학회
139	시효경화용 Fe-Mn-Ni강에서의 석출현상과 입계취화	2001	KOREA	금속학회

번호	발 표 주 제	발표 년도	국가	주최기관
140	저탄소 Mn-Ni-Mo계 베이나이트강의 강도와 충격특성에 미치는 탄화물의 영향	2001	KOREA	금속학회
141	Phase-filed model을 이용한 철강재료의 응고해석	1999	KOREA	금속학회
142	기판의 강성을 고려한 다이아몬드상 카본(DLC)필름의 응력 해석	1999	KOREA	금속학회
143	Ti 첨가 IF 강 of 구속전단연속 가공 변형에 따른 미세 집합 조직 변화 고찰	2001	KOREA	금속학회
144	Ti 첨가 극저탄소강의 재결정 거동에 미치는 석출물의 영향	2001	KOREA	한국전자 현미경학회
145	Nucleation of Intragranular Acicular Ferrite in a Ti- containing Low Carbon Steel of high N content	2001	KOREA	한국전자 현미경학회
146	EBSD를 이용한 DCAP 가공시 단위 결정의 방위 변환 관찰	2001	KOREA	금속학회
147	ECAP가공시 초기 집합조직이 1050 Al 합금의 성형성과 이방성에 미치는 영향	2001	KOREA	금속학회
148	Rietveld법을 이용한 복합재의 정량분석 방법	2001	KOREA	금속학회
149	유한요소법과 미소역학을 이용 한 TRIP강의 약압성형성 해석 및 Rietveld법을 이용한 TRIP 강 of 정량해석	2001	KOREA	금속학회
150	EBSD를 이용한 금본딩와이어의 미세 집합조직 고찰	2001	KOREA	금속학회

번호	발 표 주 제	발표 년도	국가	주최기관
151	Ti첨가 IF강의 구속 전단 연속 가공 변형에 따른 미세집합조직 변화 고찰	2001	KOREA	금속학회
152	1050 Al 합금의 반복 ECAP 가공에 따른 집합조직의 변화	2001	KOREA	금속학회
153	ECAP가공에 의한 알루미늄 판재의 집합조직 해석	2001	KOREA	금속학회
154	3차원 전위동력학 시뮬레이션	2001	KOREA	금속학회
155	집합조직구배를 가지는 Al 판재 의 인장변형시 집합조직변화	1999	KOREA	금속학회
156	연속주조 주형의 3차원 변형 해석	1999	KOREA	금속학회
157	Mn-Mo-Ni 저합금강의 결정 방위차 분석에 의한 계면 특성 및 결정립 크기 고찰	1999	KOREA	금속학회
158	자동차 차체용 강판의 프레스 성형성	1999	KOREA	금속학회
159	열변형률과 임계응력을 기초로 한 탄소강의 주변균열 예측	1999	KOREA	금속학회
160	열변형률과 임계응력을 기초로 한 탄소강의 주변균열 예측	1999	KOREA	금속학회
161	유동을 고려한 박슬라브 연속 주조 주편의 주형내 변형거동해석	1999	KOREA	금속학회
162	연속 주조시 주형 내 주편 변형거동 해석절차 개발	1999	KOREA	금속학회

번호	발 표 주 제	발표 년도	국가	주최기관
163	비정상 벌징에 의한 박슬라브 연주기의 MHL 해석	1999	KOREA	금속학회
164	모폴로지를 고려한 페라이트 변태기구 규명	1999	KOREA	금속학회
165	유한요소법과 미소역학을 이용 한 TRIP강의 기계적 성질예측	1999	KOREA	금속학회
166	비틀림-역비틀림 시험시 FCC 금속의 집합조직 발달	1999	KOREA	금속학회
167	Analysis of Texture Evolution of Cubic metals by Full Constraint and Two Self consistent Viscoplastic Models	1999	KOREA	금속학회

(6) NRL 해당기술 관련 수상실적

연도	수상자		수 상 명	수 상 내 용
	성명	직위		
2004	이후철	교수	대한민국 학술원상	논문 “Electron Microscopy Study on the Grain-Boundary Precipitation During Aging of Fe-10Ni-5Mn Steel” 을 발표하여 대한민국 학술원에서 시상하는 제 49회 대한민국 학술원상 수상 예정 (9월)
2003	오규환	교수	대한재료 금속학회 운동석상	전 5년간에 ‘대한금속-재료학회지’에 게재된 논문 중 철강제련 분야와 철강재료 분야의 우수한 논문을 발표한 업적으로 대한금속재료학회에서 시상하는 제 24회 대한민국 학술원상 수상
2002	김동익	박사	Young Scientists Award	2002년 집합조직제어연구실에서 주관한 국제학회 ICOTOM13에서 논문 “EBSD Analysis of Grain Boundary Characteristics of Abnormally Grain Grown Alumina” 을 발표하여 Young Scientists Award를 수상
2001	이동녕	교수	호 암 상	재결정 집합조직 형성이론 발표로 호암재단에서 호암상 공학상 수상
1999	박재영	박사	포스코 논문상 우수상	4.5%Si 전기강판의 제조에 관한 연구로 수상

바. 연구책임자의 타 연구과제 참여실적

(1) 1차~3차년도 (1999.09~2002.08), 주관 연구 책임자 : 이동녕 교수
 집합조직제어연구실은 이동녕교수, 이후철교수, 오규환교수의 세 책임급 연구원과, 세 연구실에서의 석, 박사과정중의 학생인 원급 연구원들로 이루어져 있다. 국가지정과제기간중 1차~3차년도에는 이동녕 교수가 국가지정과제의 주관 연구책임자이며 이 기간중 집합조직제어 연구실에서는 다음과 같은 타 기관에서의 연구과제를 수하였다.

구분	과제명	지원사업 또는 기관명	연구비 (천원)	참여율 (%)	연구기간 (부터-까지)	역할 (연구책임자 혹은 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 Texture 에 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	전기도금 공정 모델링 및 시뮬레이션 연구	(주) 코삼	19,388	10	2000.9.1 - 2001.8.30	연구책임자
완료	알루미나 분산동판재의 어닐링 거동에 미치는 압연조건의 영향	(재) 덕천장학회	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

(2) 4차~5차년도 (2002.09~2004.08), 주관 연구 책임자 : 오규환 교수

2002년 이동녕 교수의 교수직 정년 퇴임으로, 4차년도부터의 국가지정과제 연구책임자는 오 규환 교수가 맡아 2002년 9월부터 국가지정과제의 종료시점인 2004년 8월까지 과제의 연구수행을 이끌었다. 이 기간동안 오규환 교수의 주도로 이루어진 타기관의 수행과제는 다음과 같다.

구분	과제명	지원사업 또는 기관명	연구비 (천원)	참여율 (%)	연구기간 (부터- 까지)	역할 (연구책임자 또는 연구원)
완료	유한요소법을 사용한 가스배관 손상부의 해석에 관한 연구	한국가스공사 배관연구센터	68,000	20	2002.6.5 - 2003.9.30	연구책임자
완료	전산 해석을 통한 Hot DRI의 compaction의 공정 최적화 연구	(주)포스코	40,000	15	2002.5.1 - 2003.4.30	연구책임자
완료	In-Situ 실험을 통한 IF강의 재결정 거동 고찰	(주)포스코	12,000	15	2003.6.1 - 2003.5.31	연구책임자
진행	DLC 박막을 이용한 LCD backlight 용 전계방출소자 개발	일진다이아몬 드 (주)	50,000	10	2004.1.1 - 2004.12.3 1	연구책임자
진행	Hot DRI Compaction Roll 및 HCI 응력장 해석	(주) 포스코	40,000	15	2004.5.15 - 2005.3.14	연구책임자
진행	본딩용 고강도 금세선 개발	MK전자(주)	60,000	20	2004.2.3 - 2006.2.2	연구책임자

사. 공공기능수행실적

(1) ICOTOM13

(The 13th International Conference On Textures Of Materials) 개최

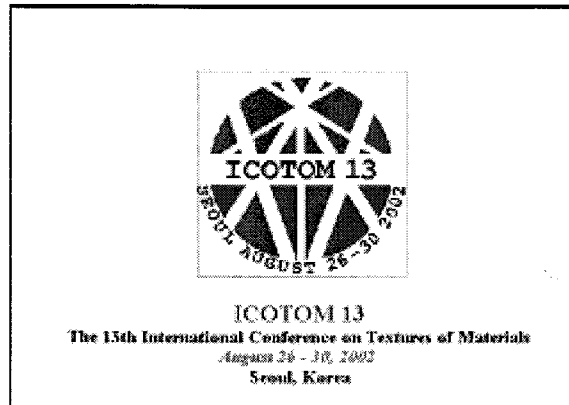


Fig 7.4-1 Main logo of ICOTOM 13

본 집합조직제어 연구실이 중심이 되어 2002년 8월에 ICOTOM13 (The 13th International Conference On Textures Of Materials)를 유치하였다. 이 학회는 약 전세계 석학 1000 명의 학자가 모이는 집합조직 분야의 연구방향을 주도하는 주요한 학회이다. 5일의 학회기간 동안 전세계의 집합조직 분야의 석학들이 모여 집합조직의 측정/제어/분석에 대한 발표 및 토의가 이루어졌다. 이를 통하여 한국의 집합조직의 기술을 널리 홍보하고 특히 새로운 재결정이론의 타당성과 우수성을 널리 홍보할 수 있는 여건을 확보하였다..

(가). 기술동향 및 개최 의의

ICOTOM13을 통해서 국내외의 재결정과 집합조직에 대한 연구기술의 파악하고 주도해나가는 데 중요한 의의를 가졌다.

현재까지의 국내외 집합조직과 재결정 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 PNGV 과제로 BIG3 자동차사 및 Alcoa 사가 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, 캐나다의 McGill 대학에서는 Alcan 과 공동으로 알루미늄계 판재의 성형성 연구에 주력하고 있으며, 독일계 철강회사들은 고성형성 강판 및 평면등방성 철강의 연구를 진행하고 있다.

집합조직 분야의 흐름은 전체적으로 집합조직 분석기술 개발 및 X-ray 해석, EBSD 해석의 전문인력 양성에 주력하고 있다. 집합조직의 분석 기술과 재결정 집합조직의 연구에 주력하면서, HR-EBSD 적용을 시도하고 있다.

ICOTOM13 에서 발표된 논문은 집합조직의 정량적 해석이라는 대 주제를 가지고 다음과 같은 세부 분야로 이루어져 있다.

- 실험을 통한 micro 와 macro 집합조직 측정기술
- 집합조직 발달에 대한 모델링
- 변형 집합조직, 재결정집합조직, 그리고 결정성장 집합조직에 대한 해석
- 미세조직과 집합조직의 상관관계
- Steel 과 알루미늄산업에서의 집합조직공정 및 제어
- 박막과 coatings 에서의 집합조직 제어
- 지구내부의 이방성에 대한 고찰
- 폴리머 집합조직과 특징
- 집합조직과 관련한 부식

이러한 주제를 가지고 금속재료를 비롯한, 여러 재료에 대한 집합조직의 관찰과 그 분석에 대해 많은 논문들이 발표되었으며 집합조직에 대한 많은 논의가 이루어졌다 ICOTOM13 의 주요 사항들을 표 7.4-1 에 정리하였다.

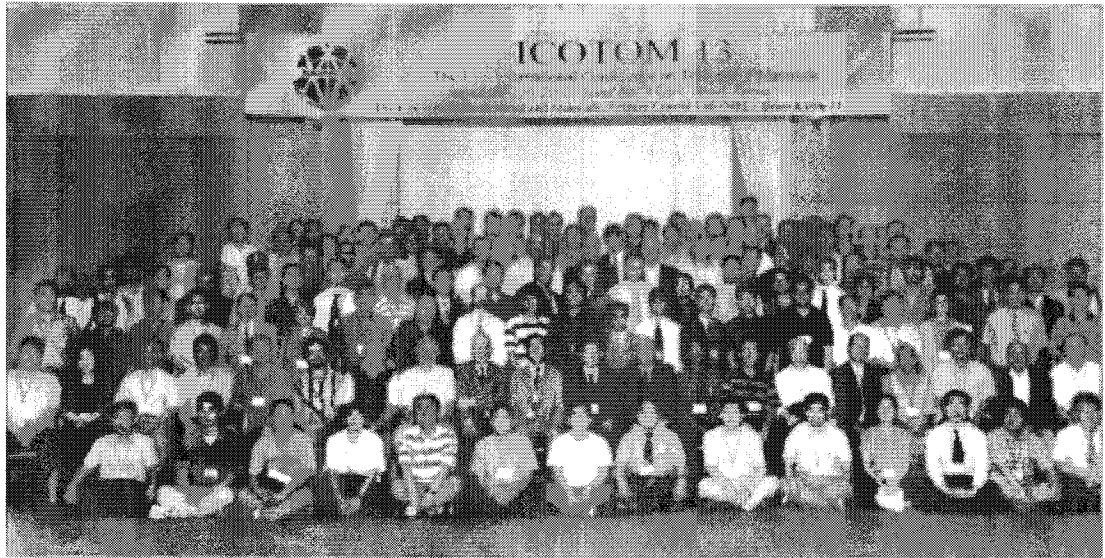


Fig. 7.4-2 ICOTOM13 학회 참석자 및 실행위원 단체사진



Fig. 7.4-3 ICOTOM13 주최멤버 : 왼쪽부터 첫번째 오규환 교수, 4 번째 이동녕교수, 5 번째 이후철 교수

항목	주요내용	비고
학회 주제	기존의 집합조직 기술과 첨단 집합조직기술과 관련된 모든 주제 - 금속재료, 세라믹재료, 폴리머재료, 박막재료, 나노결정재료, 복합재료에서의 집합조직해석	
참가인원	- 참가인원 : 500 명 - 참가논문 : 300 편	300 편 SCI 등재
KEY Lectures	총 6 편의 중요 논문 발표 - 폴리머, 변형집합조직, 재결정집합조직, - 2 차원에서 3 차원에서의 미세집합조직 탐구, - 박막에서의 집합조직(이동녕교수), - 결정립계에서의 집합조직디자인 및 제어.	
초청 인사	총 28 편의 논문에 대한 초청 강연	
집합조직제어 연구실 참여 현황		
학회 주최 참여	- General Chair(의장) : 이동녕 교수 - 위원회 위원 : 이후철, 오규환 교수	
논문 발표	- 발표 논문 : 38 편	SCI 38 편 등재

Table 7.4-1. ICOTOM의 주요내용 및 집합조직제어 연구실의 참여 현황

(2) EBSD(전자후방회절장치)의 활용 및 홈페이지 운영

2001 년 초 1.5nm 정도의 분해능을 갖는 JSM 6500F 장비를 도입하였고, 여기에 INCA Oxford EDS, EBSD 장비를 부착하여 결정립의 방위측정을 위한 도구를 설치하였다. 이를 이용하여 기존 방법으로는 분석할 수 없는 미세조직과 집합조직을 측정할 수 있었으며 TEM 관찰 결과와의 비교가 보다 용이할 수 있어 재결정/가공 집합조직의 정보를 확보하는데 중요한 역할을 하였다.

본 연구실의 연구, 실험과 다른 산·학의 연구의 원활한 진행을 위하여 EBSD운영 홈페이지(<http://ebzd.snu.ac.kr/>)를 구성하여 운영하고 있다. 홈페이지를 통하여 EBSD에 대한 소개와 재결정 이론등 분석이론을 포함한 연구실의 연구활동을 소개하며, 공동연구를 위한 작업의뢰서를 접수하는 역할을 하였다. 본 연구실에서는 매년 약 10건의 대학과의 공동연구가 진행 중이며 향후 이 숫자는 점차 늘어날 것으로 기대된다. 특히 산업계에서 이를 이용하기 위한 많은 접촉이 시작되고 있으며 향후 본 연구실의 적극적인 봉사를 통한 공동협력연구가 예상되고 있다.

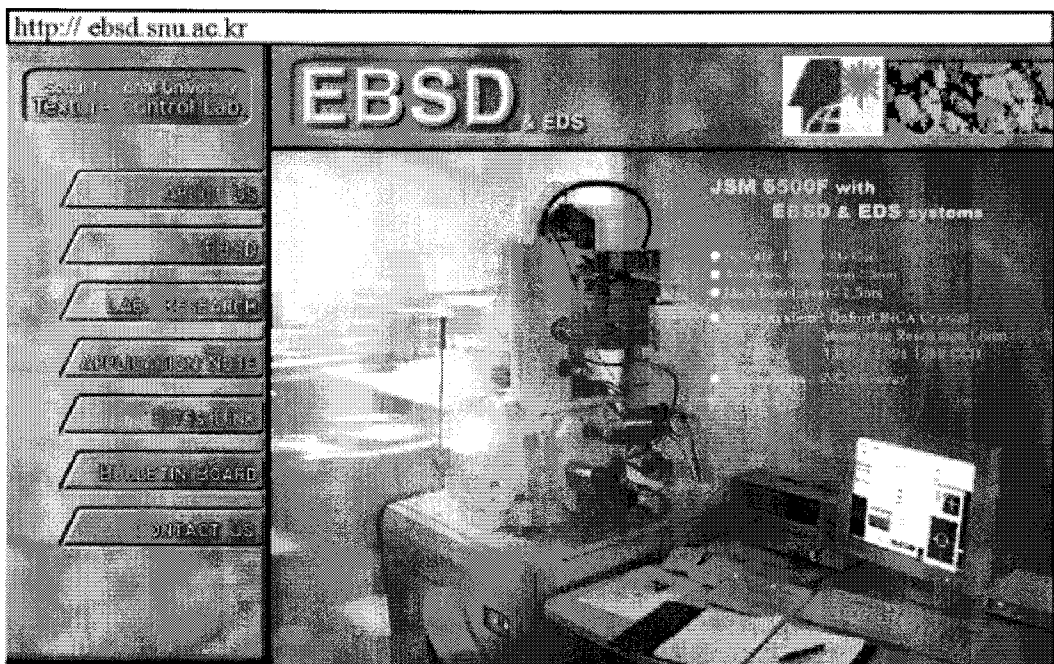


Fig. 7.4-2 EBSD운영 홈페이지(<http://ebzd.snu.ac.kr/>)의 메인 화면.

이용현황	주요 내용
신재결정 이론과 가공이론의 소개	- 재결정이론 및 다양한 분석이론 소개
	- 주요 연구 업적 관련 논문 서비스 (e-document 서비스 : pdf 파일 제공)
EBSD 장비를 통한 공동연구	- EBSD workshop 공고 및 관련 자료 게재
	- 학내외 연구기관으로부터 공동연구를 위한 EBSD 작업 의뢰서 제출 (외부의 고려대학교, 포항제철, KIST 등(13 개 기관) 과 학내의 신소재공동연구소, 미세조직 창의연구단 등(3 개 기관)과 공동연구를 진행)

Table 7.4-2 EBSD 홈페이지 활용 현황

구분 년도	대 내				대 외				계			
	건수	시료수	이용 자수	이용 기관수	건수	시료수	이용 자수	이용 기관수	건수	시료수	이용 자수	이용 기관수
2001 이전	14	70	11	3	9	45	7	6	23	115	18	9
2002	28	140	19	4	17	85	17	15	45	225	34	19
2003	70	248	33	2	41	200	22	14	111	448	47	16
2004 상반기	24	68	11	2	28	99	10	8	52	167	21	10
계	136	526	74	11	95	429	56	43	231	955	130	54

Table 7.4-3 EBSD(전자후방회절장치의) 대내외 활용 현황

구분 년도	대학	연구소	산업체	기타	계
	2001 이전	3	2	4	
2002	10	3	4		17
2003	20	10	11		41
2004 상반기	10	10	8		28
계	43	25	27		95

Table 7.4-4 대외 사용주체별 현황

(3) 정기 EBSD 워크샵 개최

2001년 6월부터 2003년5월까지 서울대학교 신소재 공동 연구소에서 EBSD WORKSHOP를 개최하여 High resolution EBSD와 앞으로의 EBSD 기술발전에 대해 장비와 함께 실습이 가능한 강좌를 실시하였다. 강좌에서는 주로 전자후방회절장치의 원리와, 개발과정, 회절장치 및 카메라 등의 구조를 실제 장비의 사진과 함께 설명하였고, 투과 값이에 차이에 따른 결정립 정보의 정확도와 얻어진 정보의 이미지 프로세싱 과정등, EBSD의 정보를 분석하고 활용 할 수 있는 정보등으로 구성되었다. 2년마다 정기적으로 치러진 이 Workshop에는 국내 여러 연구소와 대학에서 최대 50명까지 참가하여 전자현미경을 이용한 미세집합조직의 측정 기술에 대해 토론하는 자리가 되었다.

연번	구 분	명칭 (내용)	참가인원	개최일자
1	워크샵	1 회 EBSD 워크샵	50	1999 년 10 월
2	워크샵	2 회 EBSD 워크샵	50	2001 년 6 월
3	워크샵	3 회 EBSD 워크샵	23	2003 년 5 월

Table 7.4-5 과제중 수행된 EBSD 워크샵 현황

제 5 장 연구개발결과의 활용계획

제 1절 국내외 관련분야의 환경변화

집합조직 제어기술은 재결정/가공/분석의 3 대 요소기술로 구성되어 있는 복합화 기술로서 재료산업의 전반에 걸쳐 광범위하게 적용되고 있다. 다음에 열거한 철강산업, 비철산업, 기능재료의 분야의 적용 예는 집합조직 제어기술이 직접 적용되는 예이며 향후 기술 개발에 있어서 집합조직 제어 기술의 연구가 반드시 필요한 분야이다.

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 이용하여, 다양한 미세조직의 측정이 시도되고 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. 또한 가공공정과 어닐링 처리를 병행함으로써 미세립 결정립을 생성, 기계적 물성을 증가시키는 연구도 활발히 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 설치되어 이용되고 있다. 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 신 재결정 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.

1. Focused Ion Beam

본 연구의 대상이 된 재료는 철강재료와 본딩와이어 등 벌크 영역에 해당되는 재료들이었으나 최근 연구가 활발하게 이루어지고 있는 대상인 박막구조, 소자의 미세구조 등으로 연구영역을 넓히고 이제까지 쌓은 연구성과를 나노시편에 적용하여 결과를 확인하기 위해서는 미세한 영역을 관찰하고 수 마이크로에서 수십 나노미터에 이르는 영역을 깎고 잘라내는 도구의 도입이 요구된다. 이러한 목적에 적합한 도구로 이온 빔 집속장치(FIB : Focused Ion Beam)이 있다. 그림 5.2.1 - 1에 개략적으로 나타나있듯 FIB는 갈륨 이온을 발생시켜 전자현미경이 전자를 제어하듯 자기장을 이용해 갈륨이온을 제어하여 한 점에 집속주사함으로써 시편을 가공하는 기기이다. FIB는 일반적으로 주사전자현미경(SEM : Scanning Electron Microscope)에 장착되는 부가장비의 형태로 존재하며, 이는 갈륨이온을 집속하기 전 전자현미경을 통해 집속할 부위를 정확히 정의하기 위함이지만 여기에서 얻는 이득은 단순히 전자현미경을 이용한 관찰에 그치지 않는다. SEM 은 EDS, EBSD, WDS등 다양한 분석장비를 함께 설치할 수 있으며 이 점을 이용한다면 관찰, 가공, 분석이 동시에 이루어지는 실험장치의 구성과 연구의 수행이 가능해진다. 이에 관련한 내용을 그림 5.2.1-2에 나타내었다. FIB는 일종의 연마재로 원자번호가 31 질량수가 69.7에 이르는 갈륨이온을 이용하기 때문에 다른 어떤 방식보다 가공해상도가 우수하여 수 나노미터에 이르며 수십 나노미터의 형상도 안정적으로 가공할 수 있다. 또 인가에너지와 집속량을 충분히 높인다면 박막 전체를 잘라내어 단면을 관찰할 수도 있는데, 이는 곧 FIB가 단순한 시편 처리용에 그치지 않고 FIB를 이용한 패턴형상과 TEM 시편제작이 가능하다는 것을 의미한다. 패턴을 형상하기 위한 종전의 방법으로는 비교적 큰 패턴은 포토리소그래피를, 마이크로 크기에 못미치는 패턴은 전자빔 리소그래피를 이용하여 감광물질의 결합을 깨고

이온 밀링이나 리프트 오프 법을 이용하여 시편을 이용하는 방법이 있다. 이들 방법은 오랫동안 미세패턴의 설계에 기여해왔지만 감광물질 자체의 불안정성과 UV 전자빔의 반사로 인한 패턴 확대 등의 문제를 가져와 최근 들어 나노크기 패턴형성 자체가 하나의 주제로 떠오른 상황이다. FIB를 이용하면 비록 대량생산성에서는 떨어지지만 연구를 위한 소량의 시편 제작은 오히려 용이해지므로 나노전자소자의 연구에도 응용이 될 수 있다. 이에 대한 예로 삼성종합기술원이 보유하고 있는 FIB를 이용해 제작한 패턴을 그림 5.2-3에 도시하였다.

FIB가 가지고 있는 또 하나의 장점은 TEM 시편 제작이다(그림 5.2.1-4). 많은 경우에 시료의 단면을 TEM으로 관찰할 필요가 있고 다층박막이나 전자소자 등을 연구하면 더욱 그러하다. 하지만 전자빔을 투과시킬 수 있도록 가공하기 위해서는 그 시간과 노력이 매우 많이 소요되며 패턴의 크기가 작고 수가 적은 시편에서는 연마를 통해 관찰하려는 부위를 정확히 관찰한다는 보장 또한 없어 TEM 관찰이 불가능한 시편도 있다. 그러나 FIB는 앞서 말한 바와 같이 SEM을 통해 관찰점을 정확히 선정한 후 이온 빔을 통한 연마를 하기 때문에 이 점에서 매우 유리하고 시간 또한 연마를 통한 방법이 수 일이 소요되는 반면 FIB를 통한 방법은 고작 수 시간이 소요되기 때문에 훨씬 단축할 수 있게 된다. 마찬가지로 이유로 본딩와이어의 단면처럼 너무 작아서 가공하기 쉽지 않은 시편도 FIB를 이용하면 가공이 가능하기 때문에 EBSD 등 정량적인 분석이 가능해진다.

향후 재원마련 후 FIB를 현재 보유하고 있는 EBSD가 장착된 SEM에 설치하여 in-situ 가공 및 SEM 관찰, EBSD 동시분석을 실시할 계획이다.

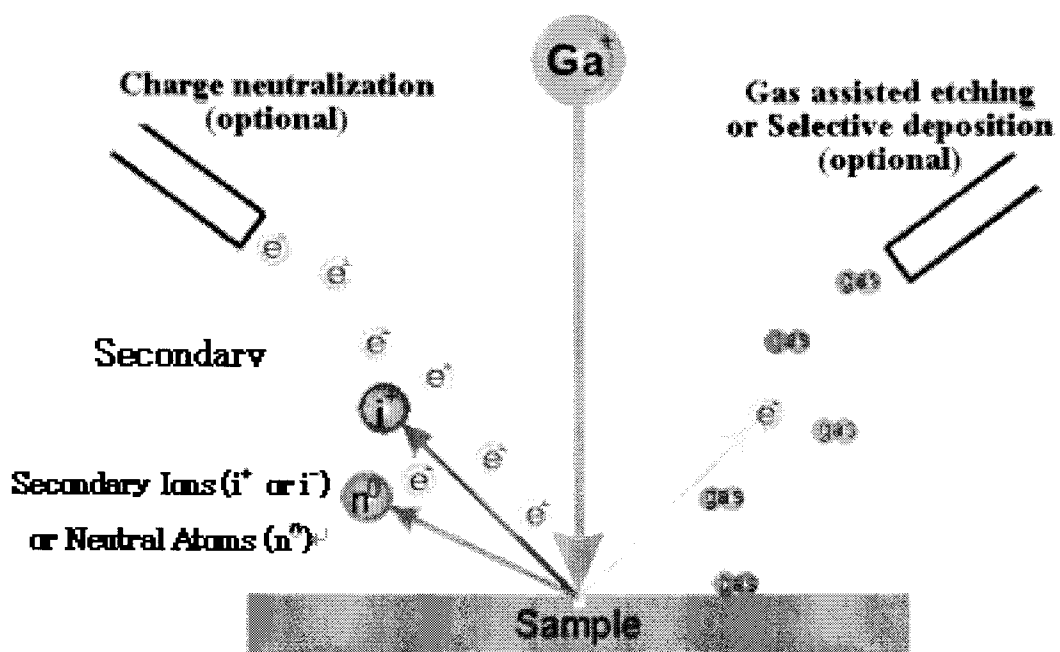


Fig. 5.2.1-1. Schematic diagram of focused ion beam and sample processing by Ga^+ ion bombardment

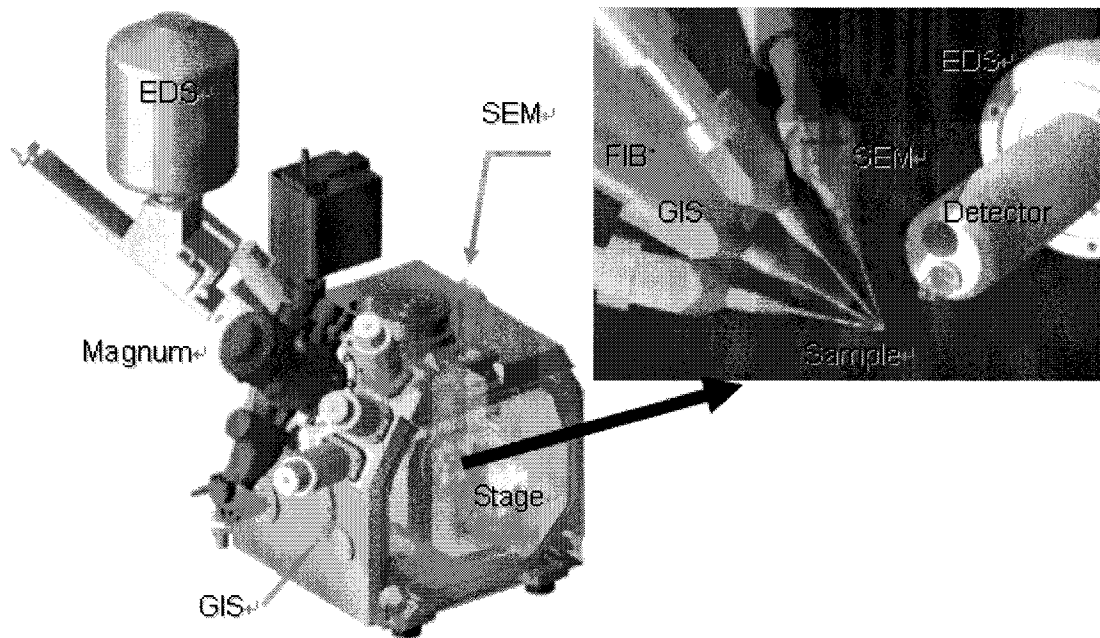


Fig. 5.2.1-2. FIB system installed on SEM system.

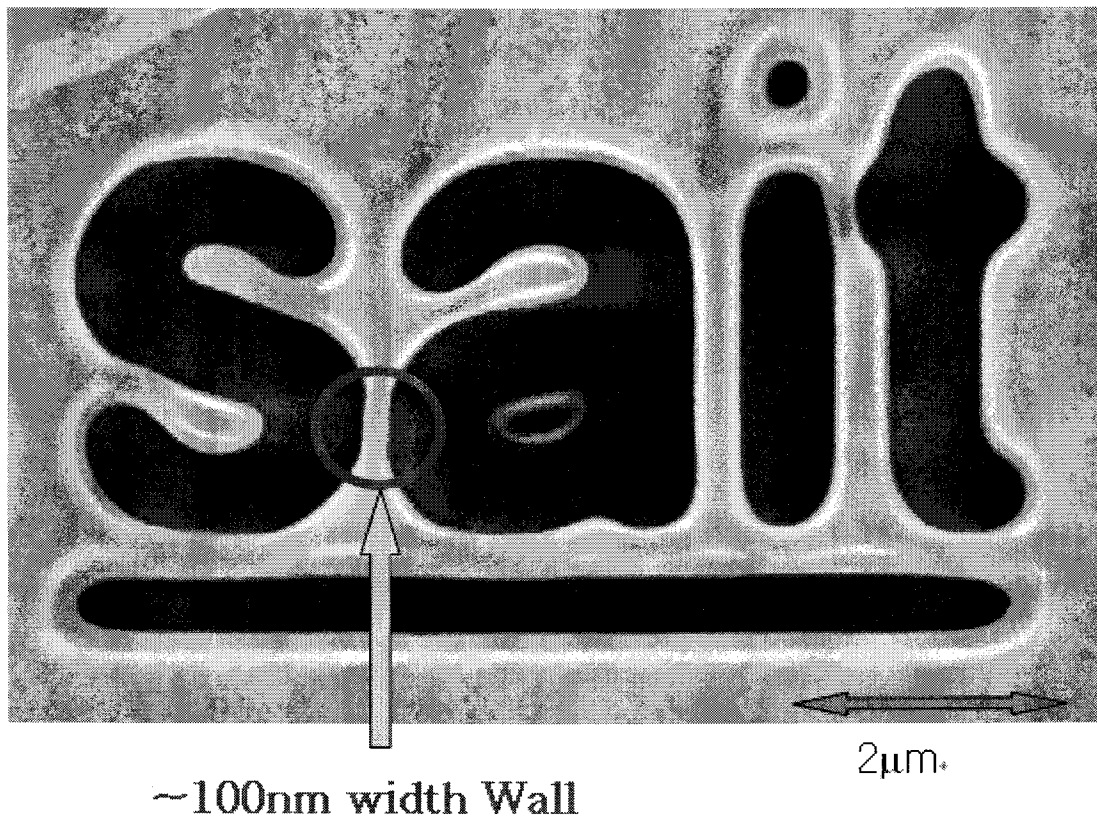


Fig. 5.2.1–3. Patterned by focused ion beam milling in Samsung Advanced Institute of Technology (SAIT). The minimum wall width is about 100 nm.

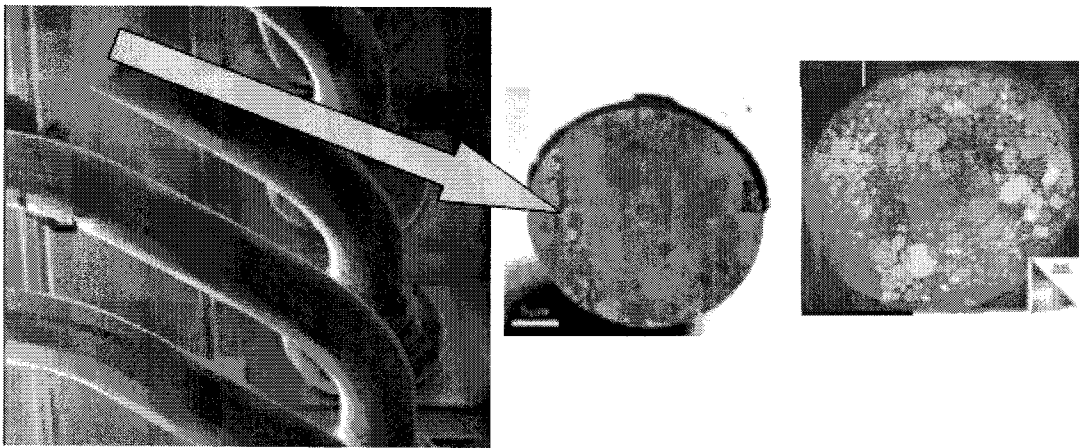
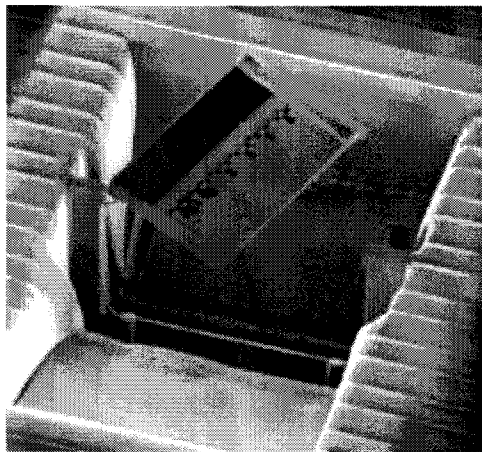


Fig. 5.2.1-4. FIB processed TEM observation sample and gold bonding wire

2. Friction Stir Welding

용접은 두 금속재료를 접합하는 방식으로 가장 많이 쓰이는 가공방법이다. 용접시 주로 전기적 줄열 또는 가스의 연소에서 발생하는 연소열을 이용하여 접합면의 온도를 물질의 용점 이상으로 높인다. 금속재료의 접합부분의 부분용융이 일어나 접합되는 방식인데 열을 발생시키는 방법에 따라 gas metal arc welding, tungsten inert gas welding 등의 종류로 나뉜다. 이렇게 용융상태에서 접합이 이루어지는 경우는 접합부 내에 수많은 defect가 발생하며 grain size가 매우 커지고 연화되는 것이 일반적이다. 최근 고상접합법이라 불리는 friction stir welding이 개발되었는데 이는 그림 5.2.2-1에 나타난 것 처럼 접합할 두 시편을 접촉시킨 후 압봉에 적절한 힘을 가하면서 접합선을 따라 이동시키는 방법인데, 마찰에 의해 발생하는 열로 두 재료간 접합이 이루어진다. 고상접합법은 그림 5.2.2-2에 나타난 바와 같이 인장강도와 연신율, 공정중 입열량이 우수하기 때문에 개발 초기에는 알루미늄 등 기존의 열용융 접합법으로는 어려움이 있었던 재료들을 중심으로 개발되었지만 이와 같은 장점 때문에 이와 같은 장점때문에 점차 광범위하게 다양한 재료에 적용되는 추세이다.

특히 레이저 용접의 경우 접합부의 폭이 작다는 우수한 접합조건을 가지는데도 불구하고 결함이 많아 기계적 특성이 좋지 않다는 한계가 있음을 생각할 때 고상접합이라 불리는 friction stir welding은 고체상태의 접합이라는 것 자체부터 큰 장점이 내포되어 있음을 알 수 있다.

모재를 FSW법을 이용해 접합하고 모재부와 접합부의 SEM 관찰과 EBSD 분석을 실시하는 예비실험을 하고 그 결과를 그림 5.2.2-3에 나타내었다. 접합부의 결정립이 더 크고 결함이 많은 용융법과 달리 FSW 접합부의 결정립이 수 마이크로미터 대역의 크기로 작아진 것을 볼 수 있다.

이처럼 FSW 접합법은 기존 방법에 비해 뛰어난 물성과 안정성, 모재 보존성을 보이고 있다는 것이 확인되었으나 아직 이에 대한 미세구조 연구는 태동기라 할 수 있다. 재료공학의 학문적인 측면에서, 그리고 용접공정을 많이 사용하는 많은 산업적인 측면에서 연구의 필요성이 제기되고 있기 때문에, 추가 연구개발이 요구되고 있다.

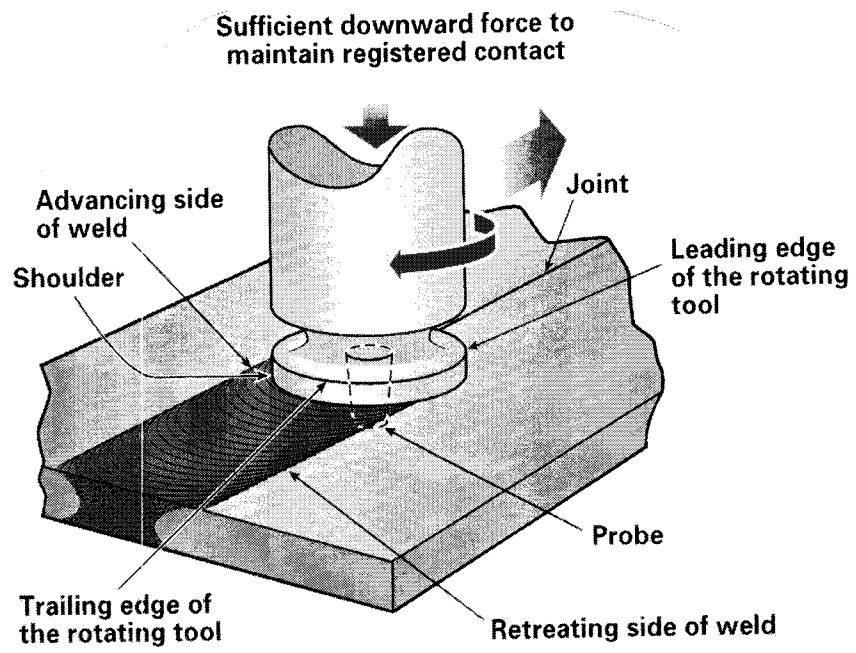
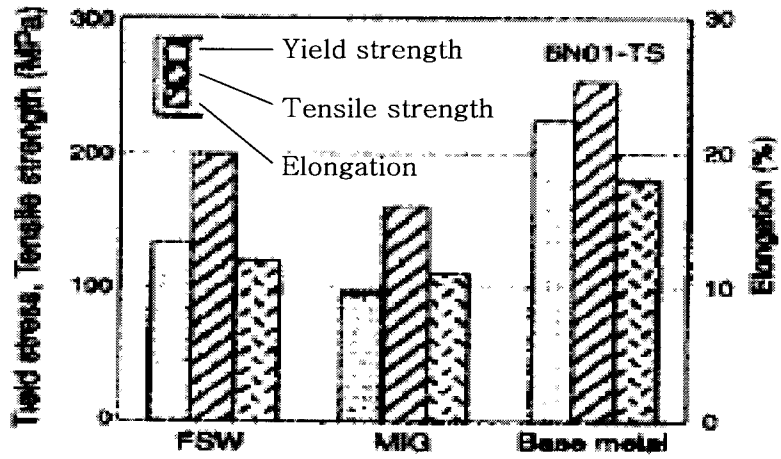
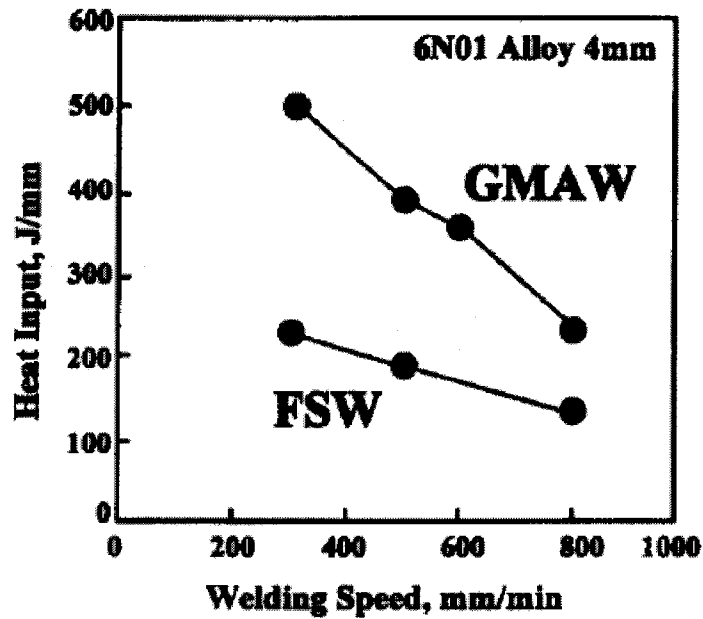


Fig. 5.2.2-1. Schematic diagram of Friction Stir Welding process



(a)



(b)

Fig. 5.2.2-2. Properties of joint area determined by joining processes. (a) Mechanical properties comparison among FSW processed metal, MIG processed metal and base metal. (b) Heat input comparison between GMAW processed metal and FSW processed metal.

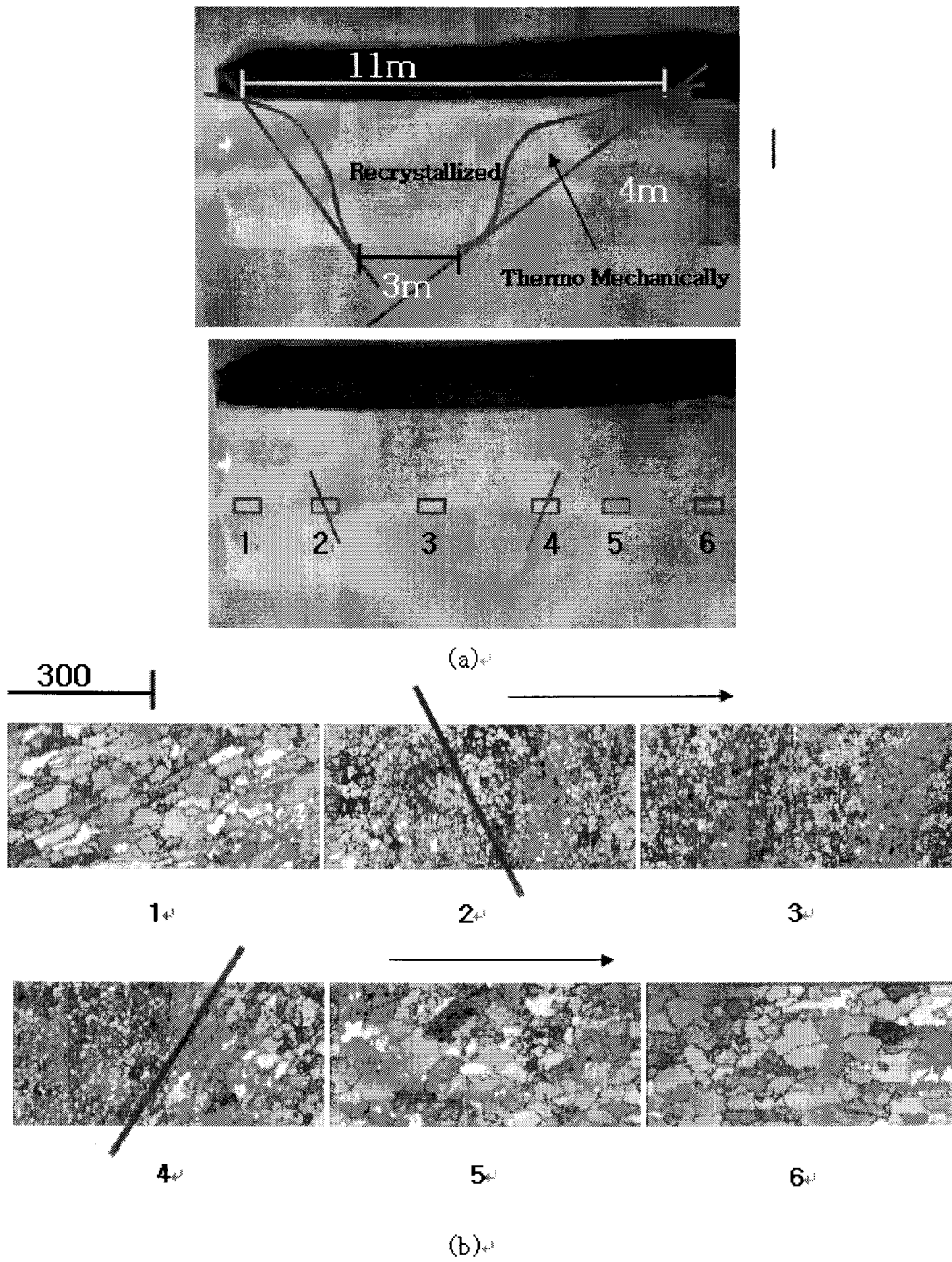


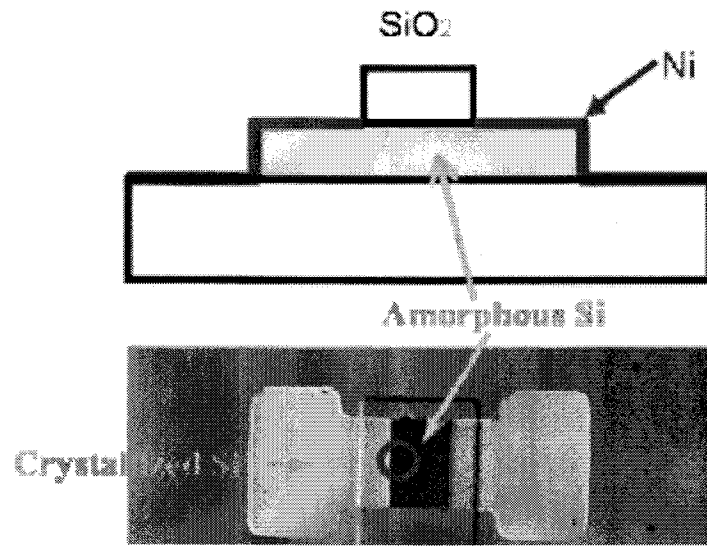
Fig. 5.2.2-3. Photograph of FSW processed part and its EBSD analysis results

3. MILC(Metal Induced Lateral Crystallization)에 의한 비정질 silicon 의 결정화

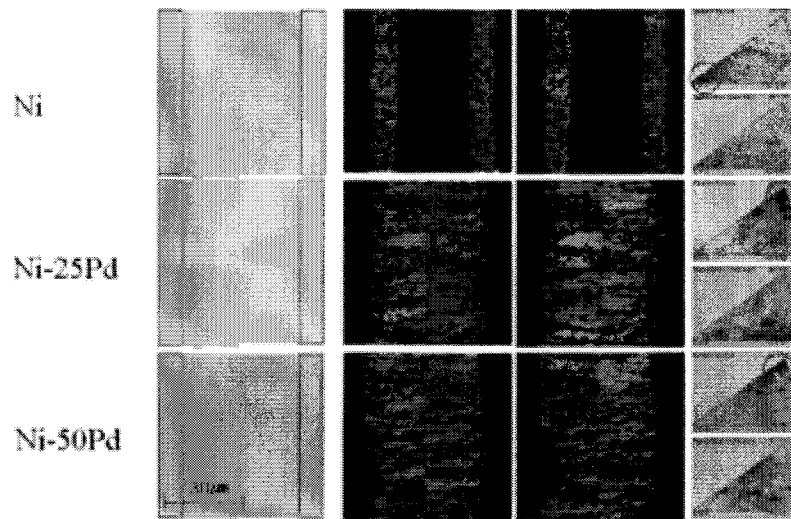
차세대 평판표시소자인 poly-Si TFT-LCD (Liquid Crystal Display)의 산업화를 위해서는 비정질 실리콘 박막의 결정화 온도를 유리기판의 변형온도 이하로 낮추는 것이 매우 중요한 의미를 가진다. 이 때문에 미국, 일본 등 선진국에서는 MILC(Metal Induced Lateral Crystallization)를 비롯하여 ELA(Excimer Laser Annealing)등 저온 결정화 기법에 대한 연구가 활발히 이루어지고 있다. 여기에선 할로젠 램프에 의한 급속 열처리(RTA: Rapid Thermal Annealing)에 의해 유리기판의 변형없이 MILC가 가능토록 하고자 금속층을 첨가하여 그 효과에 대해 관찰 한다 비정질 실리콘 위에 Ni-Pd 금속을 증착시키고 열처리 하면 결정화가 이루어진다. 그림5.3.3-1은 (a)MILC의 공정과정과, (b)공정에 의해 이루어진 집합조직의 사진을 촬영한 것이다. (b)에서 보듯이 silicon 기판 양 끝에 증착된 Ni-Pd에 의해 평행한 방향으로 결정화가 이루어지고 있음을 EBSD를 활용하여 확인 할 수 있다. 비정질 실리콘에서 결정화가 일어나면서 주변의 다른 grain과 경쟁하면서 자라나기 때문에 일정한 방위를 가지게 되며, 자라나는 방위변화는 Pd양의 첨가정도에 따라, 즉 금속이 자라난 정도에 따라 양상이 달라지게 된다. 즉 Ni만을 사용하였을 때는 결정화도 적게 일어났고 방위도 (100) plane 에 <100> 방위를 주로 가지고 있는 것으로 보인다 이것이 Pd가 첨가되면서 (111) plane에 <110> 방위를 가지고 자라고 있음을 알 수 있다. Pd 25% 첨가하면 성장속도가 1.9배정도 빨라졌음도 주지할만한 사실이 된다.

(가) 비정질 실리콘의 여러가지 결정화 방법

이러한 비정질 실리콘을 결정화 하는데 여러가지 방법이 개발되었다. 간략히 소개



(a)

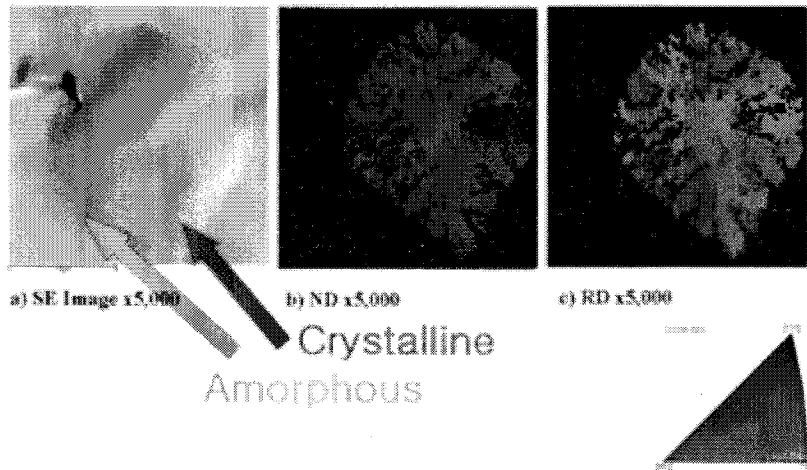


(b)

Fig. 5.2.3-1 (a) MLC 기본구조 및 (b) EBSD 분석

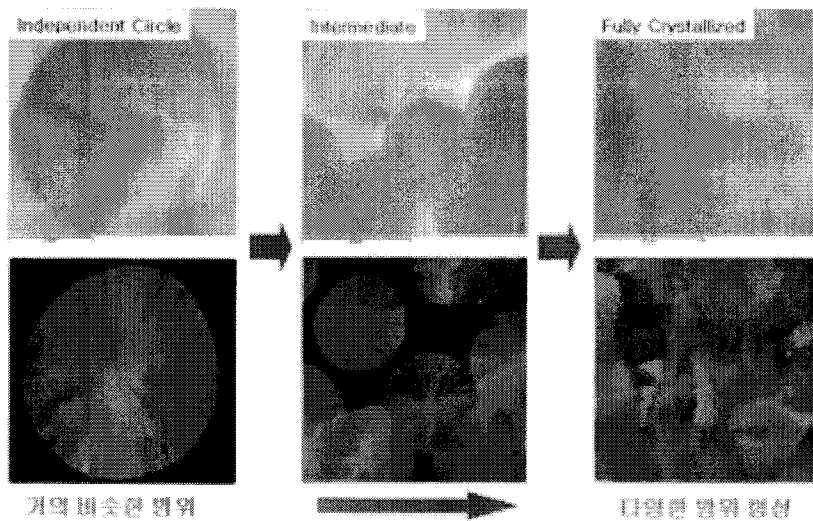
Crystallization Identification by EBSD

- SMC Si (Crystalline Si, Amorphous Si)



(a)

Orientation Analysis of Field SMC poly Si



(b)

Fig 5.2.3-2 SMC (Silicide Meditated Crystallization) : Ni-Si Silicide 를 이용한 결정화를 나타낸다. 하나의 결정일때는 거의 같은 방위를 나타내지만 결정화 영역이 겹치면서 다양한 방위를 가게 됨을 알 수 있다.

하자면 첫번째로 600°C 이상에서 CVD(Chemical Vapor Deposition) 방법에 의해 기판 위에 Poly-Si 을 증착시키는 LPCVD(Low Pressure Chemical Vapor Deposition) 방법이 있으며, a-Si 박막을 제작한 후에 550°C 이상의 온도에서 장시간 열처리하여 결정화시키는 고상결정화(Solid Phase Crystallization, SPC) 방법, a-Si 막을 60nm 정도 증착한 후에 레이저 빛을 조사시켜 순간적으로 Si 을 녹인 후에 재결정화시키는 엑시머 레이저 어닐링(Excimer Laser Annealing, ELA) 방법, PECVD 방법으로 기판 위에 직접 Poly-Si 을 증착시키는 방법, 마지막으로, PRTA(Pulsed Rapid Thermal Annealing), CGS(Continuous Grain Silicon) 기술 등이 있다.

이중 가장 일반적으로 쓰이고 있는 방식은 Poly-Si 을 증착하는 LPCVD 방법으로 가장 공정에 대한 개발이 잘 되어 있다. 그러나 이 방법은 증착 온도가 600 °C 이상의 고온이며, 그레인(Grain)의 크기가 작고 그레인 경계면의 높은 상태 밀도 등의 단점이 있다. 따라서 저가의 유리 기판을 이용한 대면적화를 실현하기는 힘들다. Poly-Si 의 결정화도를 향상시키고 그레인 크기를 증가시키기 위해서는 SPC 방법이 유용하지만, 이 방법 역시 600 °C 이상의 고온에서 장시간의 열처리 과정이 필요하다. 이에 반해 PRTA 방법은 매우 짧은 시간 동안에 열처리가 이루어지기 때문에 저가의 유리 기판을 사용할 수 있다는 장점이 있다.

또 다른 방식으로 ELA(Exclimer Laser Annealing)가 있다. 이 방식에는 ArF(193nm), KrF(248nm), XeCl(308nm), XeF(351nm) 등의 원소들이 이용되지만, 특히 XeCl와 KrF가 안정적인 특성을 보이기 때문에 주로 사용되고 있다. ELA SMC방식에 비해 여전히 고가의 장비를 필요로 한다는 단점이 있으나, SMC방식에 비해 High angle, High CSL(coherent site lattice)을 보여 long-range crystallinity를 보이므로 주목을 받고 있다.

공정과정에서 고려해야 할 주요 요소중에 공정온도가 있다. 공정온도에 따라 사용할수 있는 기판의 재료가 결정되며, 공정온도를 조성하기 쉬울 때 그 제작비도 현저히 감소하는 효과가 있다. 이런 이유로 Poly-Si의 결정화를 위해 개발되고 있는 공정과정을 공정 온도에 따라 분류하기도 하는데, 온도의 높고 낮음에 따라 크게 HTPS(High Temperature Poly-Si)와 LTPS(Low Temperature Poly-Si)의 2가지로 나눌 수 있다. HTPS는 1000 °C 이상의 고온에서 고상 결정화 및 게이트 산화막을 형성하므로 녹는점이 낮은 유리를 기판으로 사용할 수 없어 석영을 쓰게 된다. 물론 이 경우에는 기판에 패널과 동시에 구동 회로 등을 내장할 수는 있지만, 석영의 높은 단가로 인해 대면적화가 불가능한 문제를 가진다. 대신 Si 반도체 공정의 이점으로 소자의 최소 Feature 사이즈를 줄일 수 있다는 장점을 가지기도 한다. LTPS는 RTA 기술, Laser 결정화 및 CGS(Continuous Grain Silicon) 기술 등의 사용으로 공정 진행 온도를 600 °C 미만으로 낮추는 것이 가능한 기술로 이 경우 석영에 비해 상대적으로 가격이 싼 유리 기판을 사용할 수 있다. 하지만 대면적화에 따라 고정세의 Lithography 기술 등 반도체 공정이 뒷받침되어야 소자의 최소 Feature 사이즈를 줄일 수 있어, 향후 해결해야 할 기술적 과제로 남아 있다. 최근에 가장 주목받고 있는 Poly-Si 결정화 방법으로는 단연 ELA 방법을 들 수 있다. 저온 공정이 가능하기 때문에 저가의 유리 기판을 사용할 수 있으며, 대면적 결정화에 가장 근접한 방법으로 알려져 있다.

4. Microstructure, Microtexture analysis on Cu Damascene Line

가. Cu Damascene Line 개요

최근까지 반도체소자에서는 알루미늄 배선과 실리콘 산화물 절연막이 배선 부분에 사용되어 왔다. 하지만 반도체소자의 발달과 함께, 늘어가는 소자의 집적도의 수준이 점점 커지면서, 기존 물질들로는 증가하는 신호지연문제를 해결하기 어렵게 되었다. 이를 해결하기 위해 배선 재료는 비저항이 낮은 구리로, 절연막은 유전율이 낮은 low-k 물질로 대체되기 시작했다. 하지만 구리 배선과 low-k 모두 실제 상용화와 고집적화에 대해 아직 해결되어야 할 많은 문제가 있어 많은 연구가 뒤따라야 하는 실정이다. 구리 배선과 low-k의 물성 평가와 함께 구리와 low-k 물질의 집적에 따른 특성을 살피는 연구가 진행되고 있다.

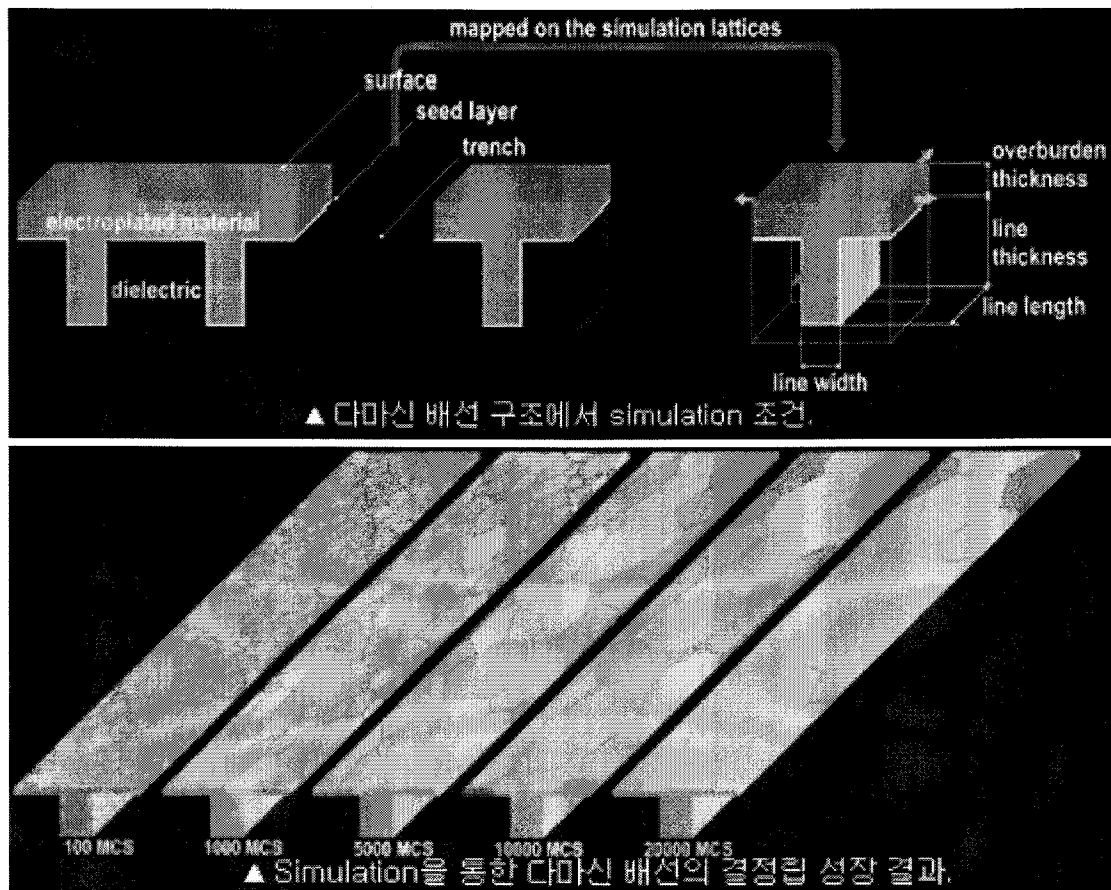


Fig. 5.2.3-1 Cu Damascene Line의 개략도와 simulation에 의한 결정립 성장 결과 예측 (Cowork with SNU Thin film and Electronic Materials Group)

최근 반도체 소자에서는 보다 높은 성능을 추구하기 위해 구리 배선을 채택하고 있다. 구리배선형성은 다마신 공정으로 이루어지는데 공정 변수에 따라서 구리배선의 미세구조 및 응력 특성이 민감하게 변하는 것으로 알려져 있다. 따라서 고성능, 고신뢰성 구리배선을 사용하는 반도체를 제작하기 위해서는 다마신 법으로 형성한 구리배선의 미세구조적 특징에 대해 명확한 이해가 필요하다. 그림 5.2.3-2는 Cu Damascene Line 의 Normal Direction의 집합조직 맵을 나타낸 것이다. Line width 에 따라서 결정의 집합조직이 틀러지는 양상을 볼 수 있다. Grain boundary도 배선에 대하여 lateral 하게 배열되어 있어 bamboo structure를 보이고 있음을 확인할 수 있다.

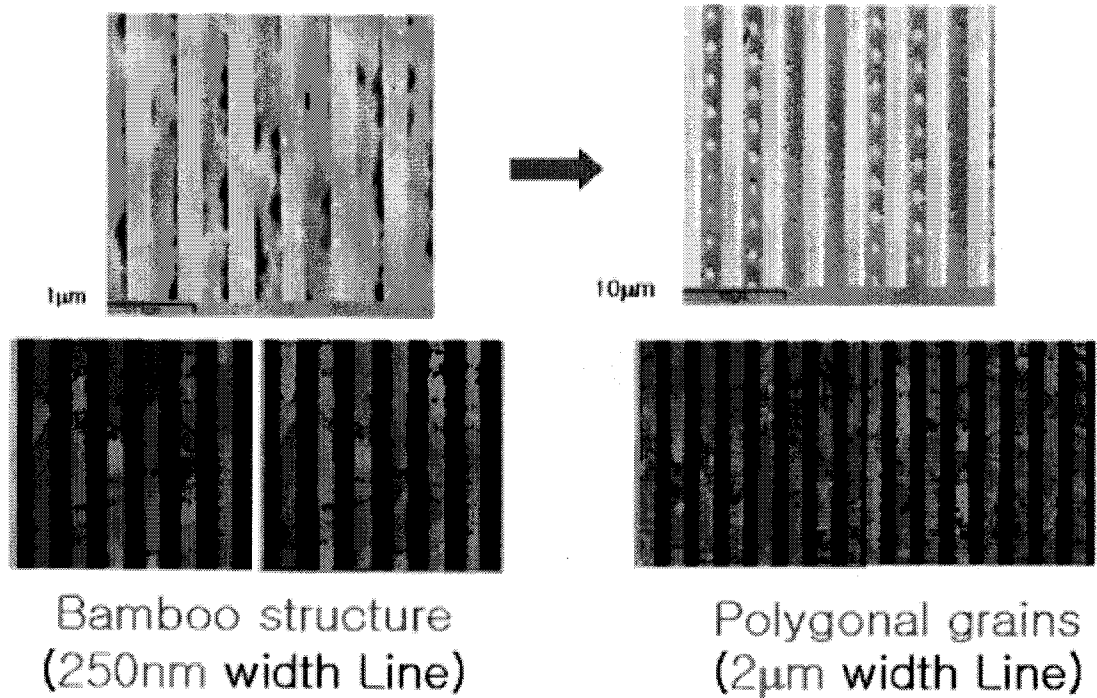


Fig. 5.2.3-2. SEM Image & Normal Direction Map of Cu Damascene Line

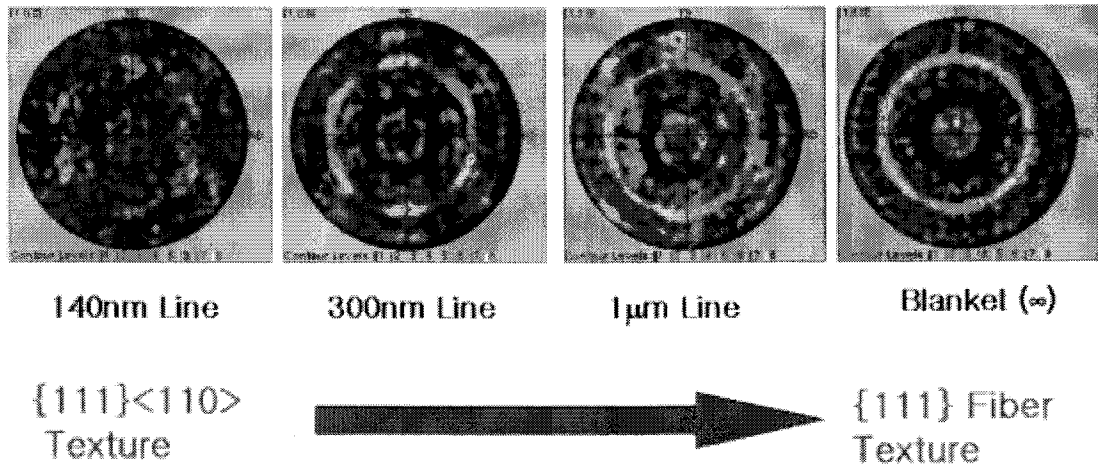


Fig. 5.2.3-3. Pole figure of Cu Damascene Line

그림 5.2.3-3은 Cu Damascene Line의 단면 집합조직을 나타낸 것으로, Line width 에 따라서 Pole figure가 틀려지는 양상을 볼 수 있다. 결정방위의 변화는 도금에 의한 Cu의 성장 방위를 나타내며 Geometrical한 영향을 나타내주고 있다

다마신 법으로 제작된 구리배선의 미세구조 제어를 통한 고신뢰성 확보에 대한 연구를 수행하는데 있어 EBSD의 활용은 매우 유용하며 구리 배선의 복잡한 미세구조와 우선방위를 관찰하여 배선의 선폭에 따른 미세조직의 변화를 연구할 수 있게 한다. 이 같은 관찰을 통해 미세구조적 특징을 파악하고 최적화된 미세구조 제어를 이루고자 한다.

나. Cu Damascene Line의 Self-Annealing 현상

다마신 공정에서는 전해증착법으로 구리가 증착된다. 그런데 특이하게도 전해증착한 구리 박막은 상온이란 낮은 온도에서 비정상 입자 성장을 한다. 이 현상을 self-annealing이라고 하는데 고신뢰성 구리 배선의 제작을 위해서는 미세구조의 정확한 제어가 필요하고 이를 위해 self-annealing 현상의 원인을 규명하는 것은 반드시 필요하다 Self-annealing 현상은 전해증착 구리의 특이한 입계 성질과 증착시 함유되는 불순물이 영향을 미친다고 알려져 있다. EBSD를 이용하여 self annealing에 대한 시간의 영향, 시간이 지남에 따른 결정성장 방위

관찰 등이 수월하게 이루어질 수 있다. 그림 5.2.3-4는 Self Annealing이 발생할 때의 EBSD 맵으로, 도금되어있는 구리 배선이 시간이 지남에 따라 결정이 커지는 현상을 EBSD로 in situ로 관찰 할 수 있다.

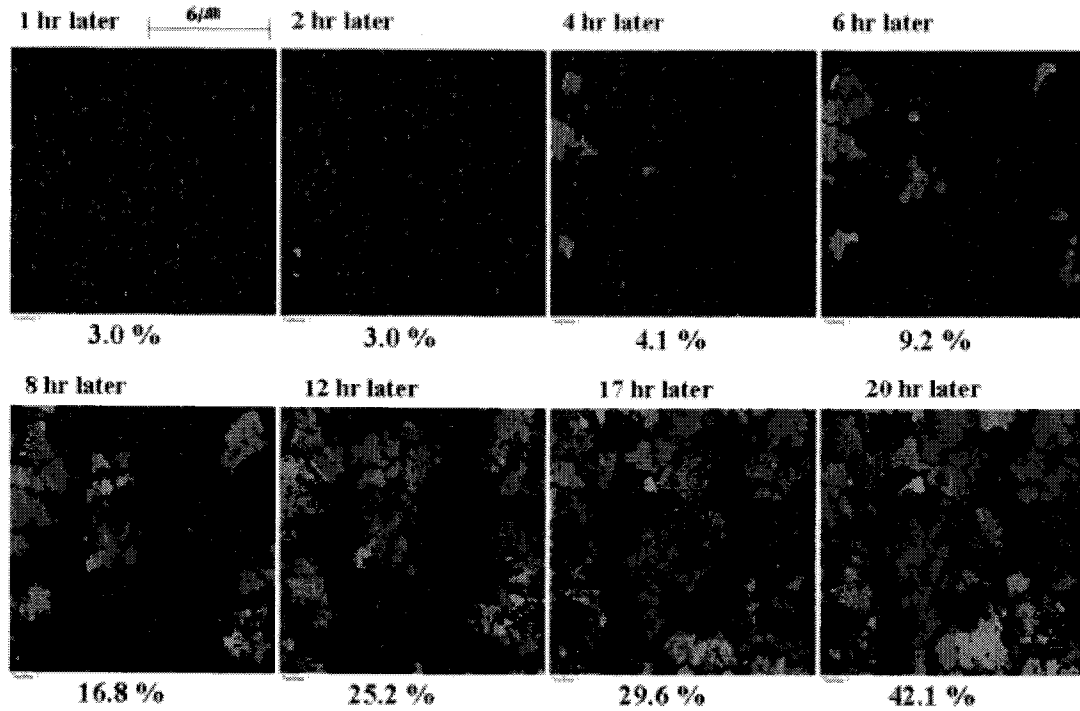


그림 3. In situ EBSD MAP on self annealing of Damascene Line

여 백

제 3 절 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. 이미 2002년 ICOTOM13을 통해 집합조직 분야의 연구방향을 주도하였으며, 이후에도 ITAP, Material Science Forum 등 각종 집합조직관련 국제학회에 꾸준히 논문을 발표하고 있다.

또한 EBSD 분석에 의하여 수집된 데이터를 바탕으로 EBSD를 이용한 분석프로그램을 만든다. 본 연구실에서는 연구기간중 EBSD 데이터를 분석하는 툴인 REDS(Repressing of EBSD Data in SNU)을 개발하여 발표한 바 있다.

또한 이미 개발된 EBSD의 기술을 학술사회를 통하여 기업체와 학계에 전파한다. 이를 위하여 정기적으로 사용자를 위한 EBSD Workshop을 개최하고 국내외 전자현미경학회의 기술강좌, 심포지엄을 통해 산학연애의 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, 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 해외와의 교류를 통해서 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 집합조직 제어기술의 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 연구개발과정에서 수집한 해외과학기술정보

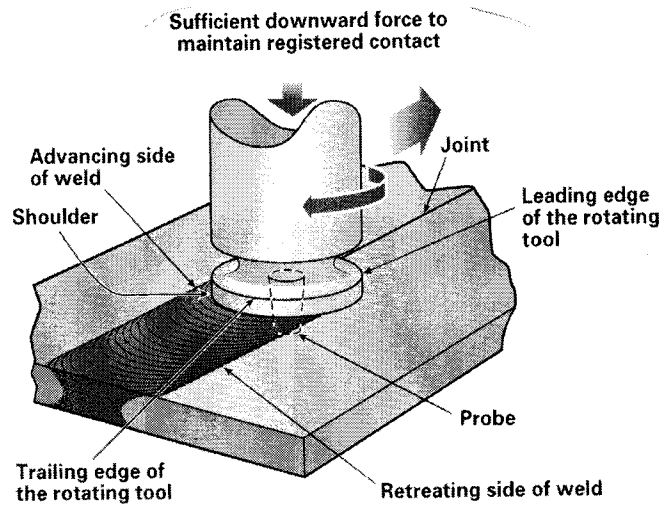


Fig. 6-1 Schematic of Friction Stir Welding

본연구실은 FSW에 의해 가공된 재료내에 나타나는 기본적인 현상을 파악하고 제어변수 변화에 따른 재료 미세조직 및 미세집합조직 변화를 설명하기 위해 EBSD를 이용한 종합적 분석을 실시하며 가공과정중의 소성유동, 공정해석을 simulation 하고 예측하는 기술 및 소프트웨어 개발을 목표로 하는 하나의 테마를 가지고 있다. 여기서 우리는 미국의 Cornell University의 simulation 능력이 국내기술보다 한발 앞서 있고 Cornell측에서는 고분해능의 EBSD 분석결과와 그의 해석에 대한 정보를 필요로 함을 알게 되었다. 현재 재료에 대한 EBSD분석은 본연구실에서 수행하고 simulation기술은 Cornell로부터 들여오는 상호 교류를 추진하고 있으며 연구실 상호간 교환학생을 선발하여 교류하는 프로젝트를 구상하고 있다. Cornell에서 사용하고 있는 FEM코드는 실험실에서 자체적으로 coding해서 이용되는 Eulerian Code로서 많은 경험이 축적되어있고 상용패키지와 달리 user에 의해 원하는 모델에 유연하게 맞춰 활용할 수 있는 장점이 있다. 이러한 소프트웨어의 활용은 다양한 모델에의 새로운 적용도 가능하게 할 것이고 본 연구실의 소성유동, 공정해석 연구능력을 한층 확장시킬 것으로 기대되고 있다.

DATA From Cornell University

Cornell University에서는 미국의 Office of Naval Research 와 프로젝트를 수행하여 FSW 가공된 AL-6XN (stainless steel) 시료의 대하여 미세조직 관찰과 기계적 특성 분석, 모델링 작업을 진행하고 있다 실험 목적은 Friction Stir Welding과 같은 복잡한 열,기계적 이력을 겪은 재료의 미세구조가 어떻게 변화할 것인지에 대한 연구를 수행하는 것이고 열기계적 변화가 나타나는 공정모델을 다양한 스케일로 구성하는 것이 주요 작업이라 하겠다

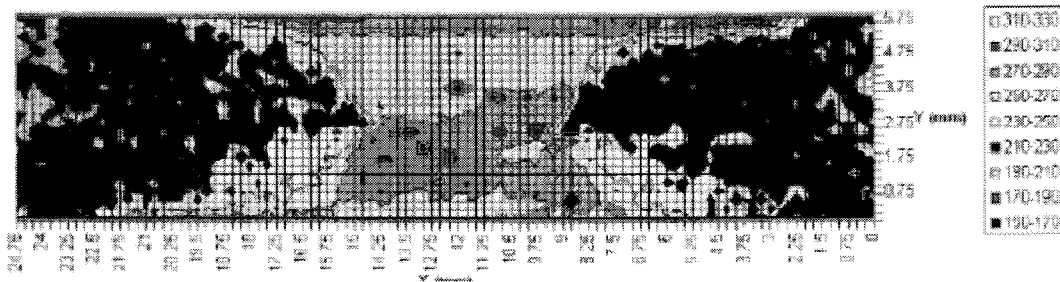


Fig. 6-2 Initial hardness over specimen

- micro hardness test가 미세한 격자마다 측정되어 그의 profile을 나타낸 DATA 용접에 의한 접합부의 강도가 훨씬 높고 오히려 모재부분으로 갈수록 hardness가 약해지고 있음을 볼수 있다.

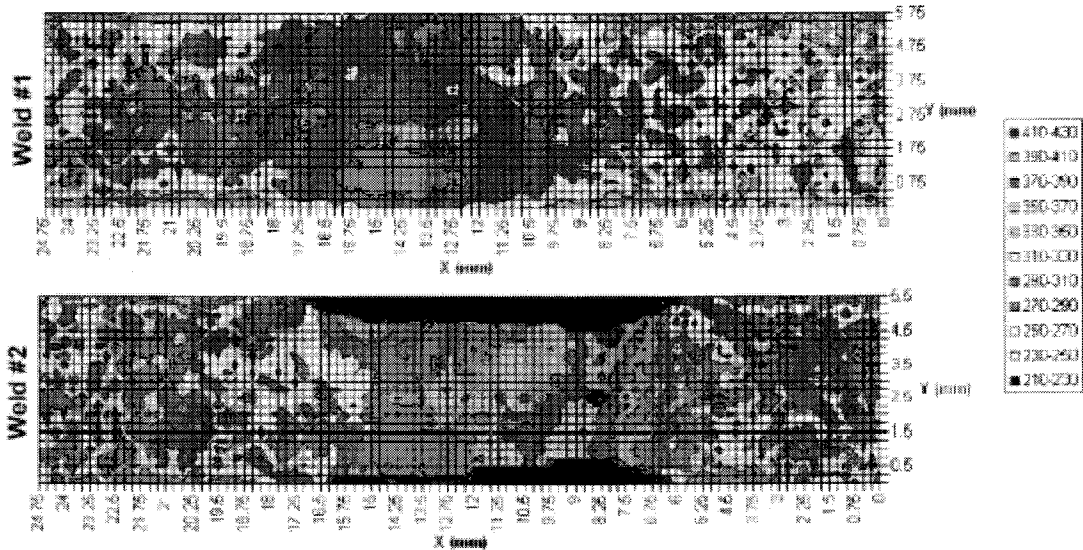


Fig. 6-3 hardness over deformed sample

- Friction Stir Welding된 재료를 인장시험한 이후에 경도변화의 profile을 구성한 DATA. 첫번째 접합 시편에 비해 두번째 접합시편은 weld zone 바로 옆의 어깨부분을 중심으로 녹색지역이 형성(경도값이 상대적으로 낮은지역)이 생겨서 그 부분에서 파단이 일어날 가능성이 많음을 보여주고 있다.

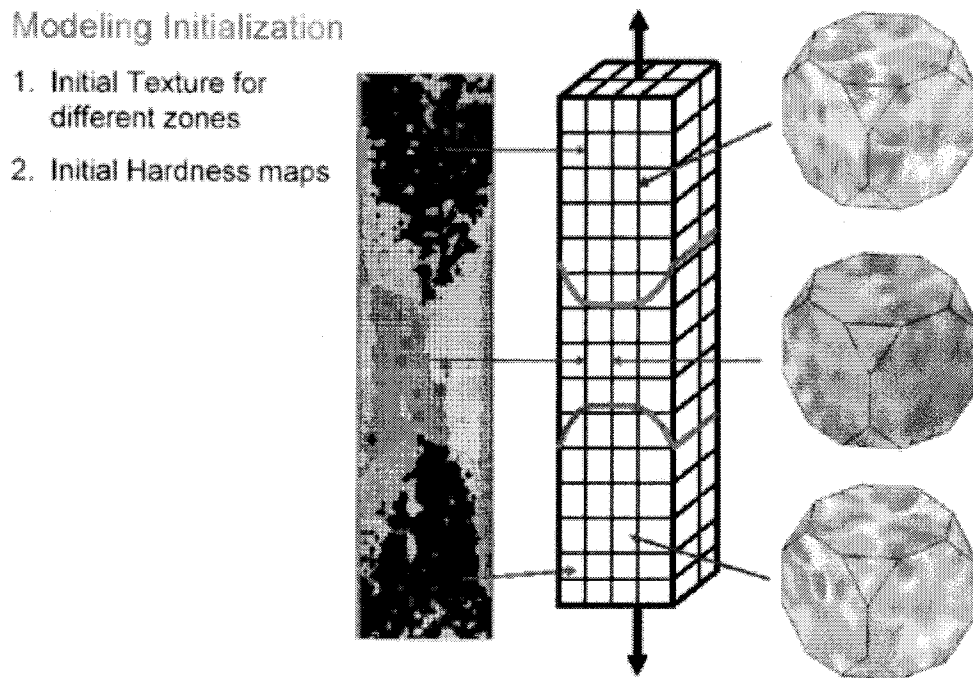


Fig. 6-4 Modeling Initialization

인장시료에 대한 미세한 경도 분포 측정을 병행하면서 물리적 정보를 통합하여 적절한 model을 세우고 인장에 따른 변화를 예측 할 수 있다

DATA From Seoul National University

**Tool
shoulder**

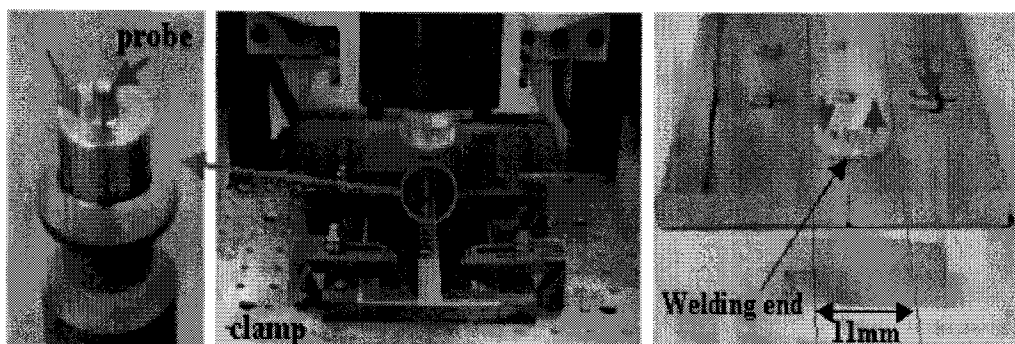


Fig. 6-5 Modeling Initialization

한국 기계연구원에 있는 FSW 장비를 활용하여 다양한 재료, 다양한 공정변수 적용에 따른 소성유동 공정해석을 실시할수 있다

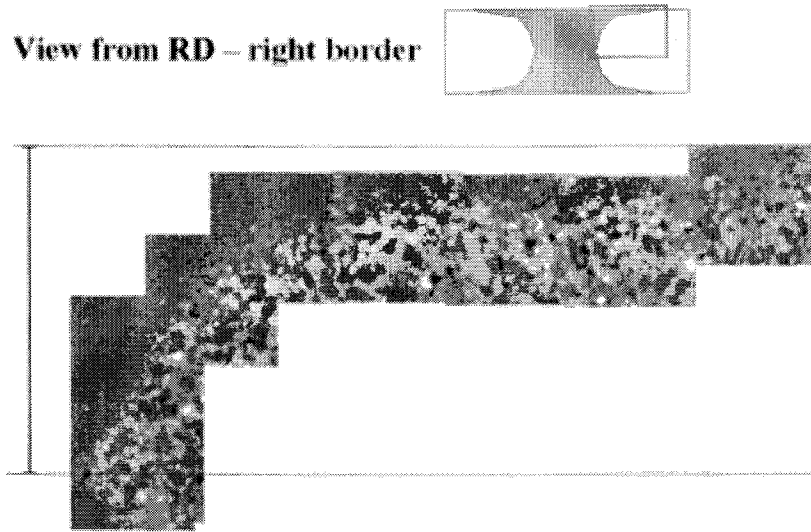


Fig. 6-6 EBSD analysis Example in Seoul National University

- Tool의 기계적 회전, 열 영향에 따른 Texture변화를 보여주는 Normal Direction Map
Grain size 분포를 알수 있고 수많은 twin에 의해 deformation에 의한 결정방위가 분산되어 있음을 알수 있다

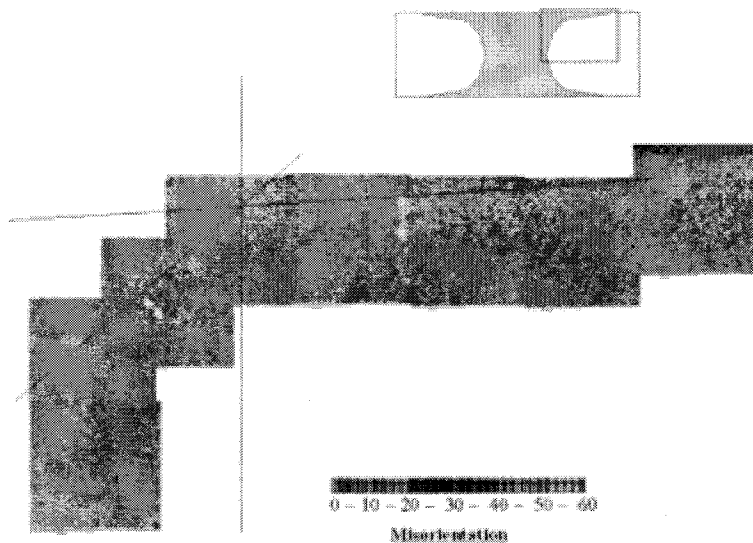


Fig. 6-7 EBSD analysis Example in Seoul National University

- Tool의 기계적 회전, 열 영향에 따른 유동현상을 보여주는 misorientation 분포
마찰접합후 잔류열에 의해 열영향부가 나타나고 boundary 특성이 달라질 것이며 이에 대하여 miorientation 및 CSL 분석을 실시하여 그 특성을 규명해 낼 수 있다.

제 7 장 참고문헌

- 김근환, 최창희, 이동녕, 대한금속학회보, 11, 3, 284, 1998
- 김근환, 최창희, 이동녕, 압연기술의 현재와 미래(제2회압연심포지엄 논문집, 이준정, 황상무 편), 한국소성가공학회 및 대한금속학회, 포항, p.11, 1996
- 원자로 이용 기술 개발, 과학기술부
- 정세영, 서울대학교 석사학위논문, 1997
- 조재형, 최시훈, 오규환, 대한금속재료학회지 Vol 38, No. 9 (2000) 1291
- 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
- 최창희, 김근환, 정세영, 이동녕, 대한금속학회지, 35, 4, 429, 1997
- 최창희, 서울대학교 박사학위논문, 1996
- 한준현, 오규환, 신명철, 이재철, 재료 학회지 Vo.40 No.11(2002) 1215
- 홍승현 : “압연한 입방정 금속의 재결정 집합조직 해석”, 서울대학교 금속공학과 박사학위 논문, 2, 2000
- H. Abe, F. Togawa, Y. Kinoshita and K. Nakagawa, 鐵 と 鋼, 第65年, 第6号, p.45, 1979
- R. S. Alwitt, H. Uchi, T. R. Beck and R. C. Alkire, J. Electrochem. Soc., 138, 13, 1984
- J.-K. An, K.-H. Kim, K.-K. Um and D. N. Lee, in Proc. 4th IMMM'99, Beijing, China, 1999 submitted
- H. O. Asbeck and H. Mecking, Mater. Sci. Eng. Vol. 34, (1978), p. 111
- H. O. Asbeck, Doctoral Thesis, RWTH Aachen, 1973
- Suk Min Baeck, Hyun-Kwang Seok, Jae-Chul Lee, Dong-Ik Kim, Hu-Chul Lee and Kyu Hwan Oh, Mat Sci Forum Vol 408-412, 685 (2002)
- Suk Min Baeck, Kwangkyun Park, Henphil Ha, Youngjoo Oh, Yongjin Park, Jungtak Moon Jin Lee and Kyu Hwan Oh., Mat Sci Forum Vol 408-412, 803 (2002)
- Sukmin Baeck, Hyun-Kwang Seok, Jae-Chul Lee, Dong-Ik Kim, Hu-Chul Lee and Kyu Hwan Oh, LiMAT, Pusan, Korea, May 6~10, 2001
- S.M. Baeck, K.K. Park, H. Ha, Y. Oh, Y. Park, J.T. Moon, J. Lee and K.H. Oh, ICOTOM13,

Seoul National University, Seoul, KOREA, Aug/26/2002~Aug/30/2002

Le Bail, H. Duroy and J. L. Fourquet : Mater. Res. Bull. 23 (1988) 447

Barrett, C. S., Trans. AIME, 137, 128, 1940.

R. Bauer, Doctoral Thesis, RWTH Aachen, 1970

R. Bauer, H. Mecking and K. Lucke, in Textures in Research and Practice, Grewen and Vassermann Ed., Springer, p.136, 1969

R. E. Bauer, H. Mecking and K. Lucke, Mater. Sci. Eng. 68, 31, 1977

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.

P. A. Beck and H. Hu, in Recrystallization Grain Growth and Textures, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 393, 1965

D.L.Bish and J.E.Post : Morden Powder Diffraction, The Mineralogical Society of America, 1989

Blicharski, M., Liu, J., and Hu, H., Acta Mater. 43, 3125, 1995.

W. Bunk, K. Lucke and G. Masing, Z. Metallkde, 45, 584, 1954

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.

J.-H. Cho, J. -S.Cho, J. -T. Moon, J. Lee., Y. H. Cho, Y. W. Kim, A.D.Rollet, and K. H. OH; MET. MAT. TRANS. A Vol 34A, MAY (2003) 1113

J.-H. Cho, J.S. Cho, J.T. Moon, J. Lee, Y.H. Cho, A.D. Rollett and K.H. Oh, ICOTOM13, Seoul National University, Seoul, KOREA, Aug/26/2002~Aug/30/2002

Jae-Hyung Cho, J.S. Cho, J.T. Moon, J. Lee, Y.H. Cho, A.D. Rollett and K.H. Oh, Mat. Sci Forum Vol 408-412, 495 (2002)).

Jae-hyung cho, J.T.Moon,Jin Lee, K.H.Oh, TMS Fall Meeting 2000 TMS, St. Louis, Missouri USA 10/12/2000

Jae-Hyung Cho, S.J. Park, S.-H. Choi and K.H. Oh "Deformation texture of cold drawn

Al6063 tube” , Mat. Sci. Forum Vol 408-412, 565 (2002)

Jae-Young Cho, Dong-Woo Suh, Joo-Hee Kang and Hu-Chul Lee, Proceedings of 7th Workshop on the Ultra-Steel, Tsukuba, Japan(2003.6.24-25), pp.304-305

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

C.-H. Choi, K.-H. Kim and D. N. Lee, Materials Science Forum, 273-275, 391, 1998

C.-H. Choi and D. N. Lee, Met. Mater. Trans A, 28A, 2217, 1997

Jae-Young Choi, Hu-Chul Lee, Proceedings of Asia Steel International Conference, Jamshedpur, India(2003.4.9-12), pp.3.e.5.1-3.e.5.8

Choi, J.-H., Kang, S. Y., and Lee, D. N., J. Mater. Sci., 35, 4055-4066, 2000.

B. D. Culity : Elements of X-ray Diffraction, University of Notre Dame, 1977

L. Dillamore and W. T. Roberts, Acta metall. 12, March, 281, 1964

Dillamore, I. L. and Katoh, 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.

W. A. Dollase and R. J. Reeder : Am. Mineral. 71 (1986) 163

Duggan, B. J.,

C. K. Dyer, R. S. Alwitt : J. Electrochem. Soc., 128, 300, 1981

Engler, O., Acta mater., 49, 1237-1247, 2001.

K. Fukuoka, N. Ohsawa, 住友軽金属技報, 35, 90, 1994

Godfrey, A., Juul Jensen, D., in Proc. Recrystallization and Grain Growth, Gottstein, G., Molodov, D. A. (Eds.), Springer, Berlin, pp. 843, 2001.

N.P. Goss : Tran. Am. Soc. Metals vol. 23, pp. 511, 1935

Xuan Hung Ha, S.-W. Jang, W.H. Bang, U.-S. Yoon and Kyu Hwan Oh, Mat. Sci. Forum Vol 408-412, 1377 (2002)

Jun Hyun Han, Kyu-Hwan Oh, Kwang-Koo Jee, Young-Hoon Chung and Myung-Chul Shin, Mat. Sci. Forum Vol 408-412, 679 (2002)

Jun Hyun Han, Suk-Min Baeck, Kyu-Hwan Oh and Young-Hoon Chung, Mat. Sci. Forum

Vol 408-412, 203 (2002)

Jun-Hyun Han, Dong-Ik Kim, Kwang-Koo Jee and Kyu Hwan Oh, 3rd International Symposium on Designing, Processing and Properties of Advanced Engineering Materials (ISAEM-2003), Jeju, Korea, November/5/2003 ~ November/8/2003

Jun-Hyun Han, Dong-Ik Kim, Kwang-Koo Jee, Kyu-Hwan Oh, "Evolution of Crystallographic in Aluminum Single Crystal During In-situ Tensile Deformation" 13th International Conference on the Strength of Materials (ICSMA-13) Budapest, Hungary. . August/25/2003 ~ August/30/2003

Jun-Hyun Han, Kwang-Koo jee, Kyu Hwan Oh, Int. J. Mech. Sci. 45 (2003) 1613

Jun-Hyun Han, Kyu-Hwan Oh, Jae-Chul Lee, International Conference on the Strength of Materials (ICSMA-13) Budapest, Hungary. August/25/2003 ~ August/30/2003

J.H.Han, K.H.Oh, Y.H.Chung, Key Engineering Materials Vols. 233-236 (2003) 835

J. Hansen and H. Meking, in Proc. ICOTOM 4, p.147, The Metal Society, Cambridge, 1975

Yoon-Uk Heo, Young-Woon Kim, Hu-Chul Lee, proceedings of 8th Asia-Pacific Conference on Electron Microscopy(8APEM), Kanazawa, Japan(2004.06.07-11) , pp.829-830

J. Hirsch and K. Lucke, Acta metall. 36, 2863, 1988

J. Hirsch, K. Lucke and M. Hatherly, Acta metall. 36, 2905, 1988

Hjelen, J., Orsund, R. and Nes, E., Acta metal., 39, 1377, 1991.

Hong, S.-H. and Lee, D. N., ISIJ International, 2002, in press.

Hong, S.-H. and Lee, D. N., Mater. Sci. Eng., 2001, Submitted.

S.-H. Hong, H.-T. Jeong, C.-H. Choi and D. N. Lee, Mater. Sci. Eng. A229, 174, 1997

P. van Houtte, in Proc. ICOTOM 6, p.428, Iron and Steel Inst. of Japan, Tokyo, 1981

J. Hu, K. Ikeda and T. Murakami, 日本金屬學會誌, 第60巻, 第11号, 1130, 1996

Huh, M. Y., Cho, Y. S., and Engler, O., Mater. Sci. Eng. A247, 152-164, 1998.

F. J. Humphreys, ICOTOM 12, pp.74-79, 1999

Humphreys, F. J. and Hatherly M., Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Pergamon Press, Oxford, 1995.

S.-J. Hwang, H. Park, J.-H. Lee, K.H. Oh and Y.-C. Joo, ICOTOM13, Seoul National

University, Seoul, KOREA, Aug/26/2002~Aug/30/2002

Soo-Jung Hwang, Hyun Park, Je-Hun Lee, Kyu Hwan Oh and Young-Chang Joo, Mat. Sci. Forum Vol 408-412 pp 1651 (2002)

Y.-M. Hwang and G.-Y. Tzou, J. Mater. Eng. Performance, 4(3), 265, 1995

Ibe, G. and

K. Ito, N. Mizui, F. Togawa and H. Abe, in Proc. ICOTOM 6, p.478, Iron and Steel Inst. of Japan, Tokyo, 1981

N. F. Jackson, Electrocomponent Science and Technology, 2, 33, 1975

H.-H.Jin, J.-H.Kang, J.-Y.Cho, H.-C.Lee, Proceedings of the 15th International Congress on Electron Microscopy (ICEM-15), Durban, South Africa (2002.9.1-6), pp.697-698

J-H. Jeong, S-S. Kim, H-G. Kim, K. Y. Park and D. N. Lee, Acta Technica Belciaca Metallurgie, 37, 79, 1997

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-K. Kim, C-H. Choi, D. N. Lee, J. of Korean Inst. of Met. & Mater., 33, 1219, 1995

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

T. Kamijo, K. Sekine, Y. Matsukawa and N. Noguchi, 日本金屬學會誌, 第36卷, 第7号, 669 1972

D.-I. Kim, J.-H. Lee, Y.-W. Kim, K.H. Oh and H.-C. Lee, ICOTOM13, Seoul National University, Seoul, KOREA, Aug/26/2002~Aug/30/2002

D.-I. Kim, K.H. Oh and H.-C. Lee, ICOTOM13, Seoul National University, Seoul, KOREA Aug/26/2002~Aug/30/2002

Dong-Ik Kim, Je-Hun Lee, Young-Woon Kim, Kyu Hwan Oh and Hu-Chul, Mat. Sci. Forum, Vol. 408-412, p. 1699, 2002

Dong-Ik Kim, Jong-Min Paik, Young-Chang Joo, Kyu Hwan Oh, Hu-Chul Lee and Keith Dicks, Mat. Sci. Forum, Vol. 408-412, p. 529, 2002

- Dong-Ik Kim, Kyu Hwan Oh and Hu-Chul Lee, *Mat. Sci. Forum*, Vol. 408-412, p. 839, 2002
- Joo-Hee Kang and Hu-Chul Lee, *Proceedings of 2nd international symposium on ultrafine grained structures (ISUGS)*, Geelong, Australia (Nov.11-13, 2003), paper 45
- Joo-Hee Kang, Hu-Chul Lee, *Proceedings of 7th Workshop on the Ultra-Steel*, Tsukuba Japan(2003.6.24-25), p.306-307
- Jun-Yun Kang, Dong-Ik Kim, Kyu Hwan Oh, Hu-Chul Lee, *Proceedings of 2nd international symposium on ultrafine grained structures (ISUGS)*, Geelong Australia (Nov.11-13, 2003), paper 39
- I. Kim, and S.K. Lee, *Textur. Microstr.*, Vol. 34, p. 159-169, 2000
- K.-H. Kim, C.-H. Choi and D. N. Lee, in *Proc. ICOTOM 12*, Monteval, PQ Canada, 1999
- S. Kohara, M.N. Parthasarathi, and P.A. Beck, *Trans. AIME*, Vol. 212, p. 875, 1958
- G. D. Kohlhoff, J. Hirsch, U. v. Schlippenbach and K. Lucke, in *Proc. ICOTOM 6*, Iron and Steel Inst. of Japan, Tokyo, p.489, 1981
- M. Koizumi, T. Saitou, and H. Inagaki, in *Proc. ICOTOM12*, p. 848, 1999.
- W. Kurz and D.J. Fisher : *Fundamentals of solidification*, Edit. 10
- C.S. Lee, J.S. Woo, K.S.Choi and J.H. Oh : *POSCO Tech. Report*, 1997
- D.N. Lee and K.-H. Kim, in *Proc. of '98 International Symposium of the RCPAM*, Sunchon, Korea, p.39, 1998
- D. N. Lee and S.-H. Hong, in *Proc. Recrystallization and Grain Growth*, G. Gottstein and D.A. Molodov. (Eds.), Springer, Berlin, p. 1349-1354, 2001
- D.N. Lee and H.-T. Jeong, *Mater. Sci. Eng. Vol. A269*, p. 49, 1999
- D.N. Lee and H.-T. Jeong, *Scripta Mater. Vol. 38*, p. 1219, 1998
- D.N. Lee, *Inter. J. Mech. Sci.*, Vol. 42, p. 1645, 2000
- D.N. Lee, *J. Mater. Process. Tech.*, 2001
- D.N. Lee, S.Y. Kang, and J.S. Yang, *Mar., Plat. & Surf. Fin.*, Vol. 82, p. 76, 1995
- D.N. Lee, *Mater. Sci. Forum*, 2002, to be published
- D.N. Lee, *Metal. Mater.*, Vol. 5, p. 401-417, 1999
- D.N. Lee, *Script. Metall. Mater.*, Vol. 32, p. 1689, 1995
- D.N. Lee, *Textur. Microstr.*, Vol. 26-37, p. 361, 1996

- 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
- Hu-Chul Lee, Yoon-Uk Heo, proceedings of 8th Asia-Pacific Conference on Electron Microscopy(8APEM), Kanazawa, Japan(2004.06.07-11) , p.765
- Kyung-Moon Lee, Joo-Hee Kang, Hu-Chul Lee, Proceeding of the 5th workshop on the development of high performance structural steels for 21st century(HIPERS21), Pohang, Korea(2003.8.25-26), p. 212
- S.H. Lee and D.N. Lee, Mater. Sci. Eng. Vol. A249, p. 84, 1998
- Y.-S. Lee and D.N. Lee, J. Mater. Sci., Vol. 35, p. 6161, 2000
- B. Liebman, Z.-C. Lin and Y.-N. Cheng, JSME Int. J. Series A, 37, Vol. 4, p. 502, 1994
- K. Lucke, in proc. ICOTOM 7, Netherlands Society for Materials Science, Noordwijkerhout, p. 195, 1984
- K. Lucke, R. Rixen and M. Senna, Acta metall. Vol. 24, p. 103, 1976
- L. Lutterotti, S. Matthies and H. R. Wenk, J. Appl. Phys., Vol. 81, p. 594, 1997
- B. Major, Mater. Sci. Tech., Vol. 8, p. 510, 1992
- P. S. Mathur and W. A. Backofen, Metall. Trans., Vol. 4, p. 643, 1973
- S. Matthies and G.W. Vinel, Phys. Stat. Sol. Vol. 112, p. 111, 1982
- C. Maurice and J. H. Driver, Acta Mater. Vol. 45, p. 4627, 1997
- R.L. Miller, Trans. ASM., Vol. 61, p. 692, 1968
- S. Mishra and C. Darman, Int. Met. Rev., Vol. 27, p. 307, 1982
- S. Mishra, C. Darman and K.L. cke : Acta matal., Vol. 32, p. 2185, 1983
- H.-S. Nam and D.N. Lee, J. Electrochem. Soc., Vol. 146, p. 3300, 1999
- C.T. Necker, R.D. Doherty, and A.D. Rollett, Textur. Microstr., Vol. 14-18, p. 635, 1990
- V.A. Nikolaev, V.A. Satskii, V.S. Movshovich, V.T. Tilik and A. G. Vasil'ev, Steel in Translation, Vol. 22, p. 181, 1992
- W. Oesterle and H. Wever, Z. Metallk. Vol. 72, p. 230, 1981
- Seung-Taik Oh, K.K.Park, H.N. Han, S.H.Park and K.H.Oh, Mat. Sci. Forum Vol 408-412, p. 1341, 2002
- Jae Young Park, J.T. Choi, T. Kang, K.H. Oh and Jerzy A. Szipuniar, Mat. Sci. Forum Vol.

408-412, p. 827, 2002

J.Y. Park: Ph. D. thesis, Seoul Natl. Univ. 2000

Kwang Kyun Park, J. H. Cho, Heung Nam Han, Hui-Choon Lee and Kyu Hwan Oh, Key Engineering Materials Vol. 233-236, p. 567, 2003

Kwang Kyun Park, S.T. Oh, S.M. Baeck, D.I. Kim, J.H. Han, H.N. Han, S.-H. Park, C.G. S.-J. Lee and K.H. Oh, Mat. Sci. Forum, Vol. 408-412, p. 571, 2002

S.J. Park, H.N. Han, K.H. Oh, D. Raabe and J.K. Kim, ICOTOM13, Seoul National University, Seoul, KOREA (Aug/26/2002~Aug/30/2002)

Y. B. Park, D. N. Lee, and G. Gottstein, Acta Mater., Vol. 46, p. 3371, 1998

Y. B. Park, D.N. Lee, and G. Gottstein, Mater. Sci. Tech., Vol. 13, p. 289, 1997

J. Pospiech and K. Lucke, Acta metall. Vol. 23, p. 997, 1975

K. Vu Quang and F. Brindel, G. Laslaz, R. Buttoudin, Vol. 130, p. 1249, 1983

D. Raabe and J. Keichel, J. Mater. Res. 11, Vol. 7, p. 1694, 1996

A.A. Ridha, and W. B. Hutchinson, Acta Metal., Vol. 30, p. 1929, 1982

H. M. Rieveld, J. Appl. Cryst., Vol. 2, p. 65, 1969

H.S. Ryoo, S.H. Yu, K.H. Oh and S.K. Hwang, ICOTOM13, Seoul National University, Seoul, KOREA, Aug/26/2002~Aug/30/2002

J.H. Ryu, and D. N. Lee, Mater. Sci. Eng., 2001

T. Sakai, Y. Saito and K. Kato, Translations ISIJ, Vol. 27, p. 520, 1987

T. Sakai, Y. Saito, K. Hirano and K. Kato, Transactions ISIJ, Vol. 28, p. 1028, 1988

T. Sakai, Y. Saito, M. Tatsuo and K. Kawasaki, ISIJ International, Vol.31, p. 86, 1991

J.A. Schwarz, 'Electron Backscattered Diffraction in Materials Science', Kluwer academic/ plenum publishers, p. 12, 2000

J.A. Schwarz, 'Electron Backscattered Diffraction in Materials Science', Kluwer academic/ plenum publishers, p. 5-8, 2000

R. A. Schwarzer : MRS 1997 Spring meeting Symposium 1 San Francisco, p. 1, 1997

K. Shibuya and M. Ozawa : ISIJ inter., vol. 31, p. 661, 1991

C. S. Shin, J.-H. Ryu and K.H. Oh, Mat. Sci. Forum Vol. 408-412, p. 1413, 2002

R. Shivpuri, P. C. Chou and C.W. Lau, Int. J. Mech. Sci. Vol. 30, p. 625, 1988

R. Skalli, R. Fortunier and J. H. Driver, Acta metall. Vol. 33, p. 997, 1985

- W. F. Smith, in *Structure and Properties of Engineering Alloys*, McGraw-Hill, 1980
- E. Suganuma, Y. Tanno, I. Umetsu, A. Funakoshi, K. Matsuki, Vol. 42, p. 928, 1991
- D.W. Suh, J.Y. Cho, J.H. Kang, K.H. Oh and H.C. Lee, *Proceedings of international symposium on Ultrafine Grained Steels (ISUGS 2001)*, Fukuoka Japan(2001.9.20-22), p. 214-217
- Dong-Woo Suh, Joo-Hee Kang, Kyu Hwan Oh, Hu-Chul Lee, *Scripta materialia* Vol. 46, p. 375, 2002
- Jin-Yoo Suh, Jun-Hyun Han, Kyu-Hwan Oh, Jae-Chul Lee *Scripta Materialia* Vol. 49, p. 185, 2003
- A. P. Sutton and R. W. Balluffi, *Interfaces in Crystalline Materials*, Clarendon Press, Oxford, p. 115, 1996.
- G. Svichinskii, E. V. Binkevich, B. L. Mazur and A. K. Golubenko, *Steel in Translation*, Vol 22, p.494, 1992
- H. Taguda, S. Kikuchi, N. Hatta and J.I. KoKada : *Steel Research* Vol.64, No. 3, pp. 132, 1993
- J. C. Taylor and G. W. Cox : *AAEc/E257* (1973)
- H. Toraya and F. Marunmo : *Mineral. J.* Vol.10 (1981) 211
- L. S. Toth, P. Gilormini, and J. J. Jonas, *Acta Metall. Mater.*, Vol.36, p.3077, 1988.
- W. Truszkowski, J. Król and B. Major, *Metall. Trans. A*, Vol. 11A, p.749, 1980
- W. Truszkowski, J. Król and B. Major, *Metall. Trans. A*, Vol. 13A, p.665, 1982
- J. Tselikov, in *Stress and Strain in Metal Rolling*, Mir Publ., Moscow, 1961
- N. Tsuji, Y. Nagai, T. Sakai and Y. saito, *Materials Transactions, JIM*, Vol.39, p. 252, 1998
- J.K. Yang and Hu-Chul Lee, *Proc. 5th Asia-Pacific Electron Microscopy Conference*, Beijing, 1993, pp.332-333
- J. S. Yang and D. N. Lee, *Metal. Mater.*, Vol.5, p.465, 1999.
- R. A. Young : *The Rietveld Method*, Oxford University Press, 1996
- M. Zehetbauer, *Acta Metall. Mater.*, Vol. 41, p.589, 1993.
- Y. Zhou, L. S. Toth and K. W. Neale, *Acta Metall. Mater.* Vol. 40, p.3179, 1992