

다상 금속재료의 EBSD 분석

강주희[†], 김수현, 박찬희

재료연구소
(joohee@kims.re.kr[†])

EBSD(Electron BackScattered Diffraction)분석은 주사전자현미경에서 관찰되는 비교적 넓은 영역의 결정 방위를 측정하여 집합조직을 해석하는 동시에 결정 방위의 변화를 기준으로 결정립계를 구분 지어 미세조직의 정량 분석도 가능하기 때문에 많은 연구자들이 사용하고 있다. 그러나 EBSD의 Kikuchi 패턴은 시편 표면으로부터 30~50nm 깊이 범위의 표면층으로부터 방출되기 때문에 EBSD 분석 결과는 시편의 표면 처리 상태에 크게 영향을 받아 적절한 시편준비법이 요구된다. 시편 준비 과정 중에 생기는 변형층, 산화층이나 오염층이 10nm 이내로 제어되지 못하면 명확한 패턴을 얻지 못하여 분석이 어려운 경우가 많으므로, 시료의 절단과 연마 과정 중에 변형층을 되도록 적게 만들고 표면의 산화나 오염을 최대한 방지해야 한다. 또한 EBSD 분석 특성상 시편을 70도로 기울이기 때문에 시편의 요철이 심하면 불룩한 영역에 의해 오목한 영역의 패턴이 가려져 결정방위 정보를 얻기 힘들다. 이런 이유로 시편을 최대한 평평하게 하고 요철이 생기지 않게 시편 준비를 하는 것이 관건이다.

금속재료의 EBSD 시편준비법으로는 일반적으로 기계적 연마법과 전해연마법이 주로 쓰인다. 경한 석출물이나 개재물이 연한 기지에 분산되어 있는 시편이나 이중 소재 집합체의 경우는 전해연마법을 사용하면 특정 상(혹은 합금)이 먼저 연마되어 큰 단차가 생기거나 석출물에 의해 요철이 심해져서 정량적인 EBSD 분석이 어렵게 된다. 이 연구에서는 시편 준비가 어렵다고 알려진 다상 금속재료에서의 EBSD 분석 사례를 소개한다. Ti-6Al-4Fe-0.25Si 시효처리합금, 알루미늄 기지 복합재료, 마찰교반용접한 알루미늄-타이타늄합금의 EBSD 시편준비법과 그 분석 결과를 고찰한다.

Keywords: EBSD, metals, microstructure, mechanical polishing

Ti-50.4 at% Ni 합금의 형상기억특성에 미치는 냉간가공률의 영향

고원기, 김재일^{*†}, 박수호, 김소진, 김현, 이기영^{**}

동아대학교 금속공학과; ^{*}동아대학교 신소재공학과; ^{**}(주)KPCM
(kimchi@dau.ac.kr[†])

Ti-Ni합금은 CsCl구조의 B2상, monoclinic 구조의 B19'(M)상과 rhombohedral 구조의 R상(R)이 나타난다고 알려져 있고, 이들 상의 변태에 의해 열탄성 마르텐사이트와 응력유기 마르텐사이트에 의한 형상기억효과와 초탄성 효과를 가지고 있다. 또한 Ti-Ni 합금은 우수한 형상기억특성을 가질 뿐만 아니라 생체적합성, 가공성 및 내식성 등이 뛰어나 공업분야 및 생체분야에서 폭 넓게 활용되고 있다. Ti-Ni합금의 형상기억특성은 냉간가공 후 어닐링 처리의 온도와 시간에 따른 matrix 내 Ni의 농도, 석출물의 밀도와 크기, 전위밀도와 전위주위의 응력장에 의해 영향을 받는다고 알려져 있다. 본 연구에서는 Ti-Ni합금의 형상기억 특성 및 변태온도에 미치는 영향을 조사하기 위해 다양한 냉간가공률의 시료를 제작하여 다양한 온도에서 Annealing 처리를 하여 냉간가공률 및 Annealing 온도가 형상기억특성에 미치는 영향을 조사하였다. Ti-50.4 at% Ni 합금은 진공 아르 용해로에서 용해 하였으며, 용해된 Ingot는 열간단조 및 열간 압출한 후 냉간 인발과 중간온도에서 어닐링을 반복하면서 직경 0.5mm의 선재로 만들었다. 최종적으로 제작한 선재의 냉간가공률은 9.5%, 18.2%, 34.5%, 45% 이었다. 각 시편은 5X10⁻⁵torr의 진공으로 석영관에 진공 봉입하여 각각 673K, 723K, 783K에서 1hr 열처리 하였다. 합금의 형상기억특성과 변태온도는 DSC에 의해 조사되었다. DSC 측정 결과, 냉간가공률이 증가함에 따라 마르텐사이트 변태 온도는 감소하였고, 어닐링 온도가 증가함에 따라 마르텐사이트 변태 온도는 증가하였다. 또한 가공률이 증가하여도 R상 변태온도는 큰 변화가 없었고, Annealing온도가 증가함에 따라 R상 변태온도는 감소하였다. 또한, 형상기억특성은 인장 시험기를 이용한 정하중 열싸이클 테스트를 이용하여 평가 하였다. 냉간 가공률이 증가함에 따라 안정한 형상기억특성을 나타내었다.

Keywords: 형상기억합금, 변태온도, 냉간가공률