

싱크로트론 X-선 투과영상법을 활용한 응고거동 실시간 관찰

이상목[†] · 安田秀幸*

한국생산기술연구원 주조기술연구부, *大阪大學 知能・機能創成工學專攻

Real Time Imaging of Solidification Behavior by Synchrotron X-ray Radiography

Sangmok Lee[†] and Hideyuki Yasuda*

Liquid processing & casting technology R/D division, Korea Institute of Industrial Technology, Incheon 406-840 Korea

*Dept. of Adaptive Machine Systems, Osaka University, Osaka 565-0871 Japan

Abstract

This article aims to introduce the synchrotron radiation for its utilization in the casting and solidification fields as a unique tool for observation of real time phenomena of molten metal during solidification. General features of the synchrotron radiation were briefly introduced for readers in the casting and solidification fields, with no background regarding to synchrotron radiation. And basic principles of imaging technologies using synchrotron light for in-situ observation of molten metal were explained together with exemplary research works, which were reported on the casting and solidification fields in recent years. As a practical guide, real time observation of Al-Si casting alloy was introduced with experimental facilities, image acquisition, and processing together with representative results.

1. 서 론

금속 재료의 물리적, 화학적 특성이 그 미세조직의 형성과정 및 특성으로부터 기인함은 자명한 사실이다. 이러한 연유로 다양한 공정조건에 따른 미세조직의 형성 기구를 이해하고 이를 제어함으로써 목표하는 특성을 확보하기 위한 연구가 지속되어 오고 있다. 금속 재료의 최종 물성은 다양한 공정을 거쳐 완성되지만, 대부분의 금속소재는 필연적으로 응고라는 과정을 통하여 초기 특성이 결정된다. 더욱이 응고 과정을 통해 결정된 초기 품질 및 특성, 예를 들어 주조 결함, 결정입도/형상 등은 이후 액상 변태를 수반하지 않는 한 제어하기 어려운 것이 사실이다[1]. 이러한 응고 과정의 중요성에 대한 인식은 금속을 액체 상태에서부터 직접 제어하기 위한 “반응고공정 또는 액상공정”의 연구로 발전되고 있다[2,3].

한편, 액체 상태의 금속을 제어하기 위해서는 핵생성과 결정 성장이라는 응고의 두 가지 현상을 정확히 이해해야 한다. 이를 위하여 전산모사를 통한 핵생성/성장 연구와 함께 투명 유기물질 등을 이용한 실험적 구현 기법이 활용되어 왔다[4,5]. 이는 실제 금속 시료의 응고 초기/중간 과정에서 발생하는 핵생성, 경쟁 성장, 상간 반응 등을 정확히 관찰 할 수 있는 분석 기술이 아직 정립되지 않았기 때문이다.

최근 응고분야의 주요 연구동향 중 한 가지는 실제 금속의 응고과정을 눈으로 관찰하기 위한 In-situ 관찰 기법의 개발을 들 수 있다[6]. In-situ 관찰 기법을 활용함으로써 전통 응고

이론의 검증과 함께 다양한 공정 조건에서의 응고현상을 실시간으로 관찰하는 것이 가능하다. 또한 합금 설계의 실험적 검증과 다단계 응고반응을 통하여 최종 특성이 발현되는 응고기구의 규명이 가능하다. 이미 많은 연구 그룹에서 In-situ 관찰 기법을 활용하여 수지상의 성장 거동[7], 응고 중 용질편석과 재분배[8], CET 변태와 준결정상의 형성[9], Al 합금에서 Fe 함유 금속간화합물의 형성[10,11] 등에 대한 연구가 진행되어 왔으며 향후 응고와 관련된 광범위한 분야로의 활용 및 응용이 기대된다.

In-situ 관찰 기술의 발전은 이를 가능하게 해주는 연구 설비의 진보에 힘입은 바가 큰데, 최근 사용자 및 활용분야가 급증하고 있는 방사광가속기(Synchrotron)가 대표적 예이다. 방사광가속기는 가시광선 영역뿐 아니라 X-선, 자외선 등 광범위한 파장의 전자기파를 연구 목적에 따라 활용할 수 있도록 제공하는 최첨단 설비로서 그 자체로만 하나의 연구 분야로서 자리매김하고 있다. 현재 우리나라의 포항가속기를 포함하여 약 20여개 국가에서 70여기 이상이 구축되어 광범위한 과학, 공학 분야의 연구에 활용되고 있다.

본 기술서는 방사광가속기의 간단한 소개와 함께 방사광의 일반적인 특성 및 응고거동의 In-situ 관찰을 위한 기초 이론을 소개하고자 하였다. 특히, 선진연구 그룹에서 방사광을 활용하여 응고분야를 연구하고 있는 구체적 사례를 소개함으로써 향후 주조/응고분야에서도 방사광을 활용한 다양한 연구 활동의 방향을 제시하고자 한다.

[†]E-mail : smlee@kitech.re.kr

2. 방사광 가속설비와 방사광

2.1 방사광 가속설비

방사광은 전기를 띤 입자, 즉 전자 또는 양성자가 자계의 영향으로 운동방향을 바꿀 때, 기존 진행방향의 접선방향으로 방출하는 고에너지의 전자기파이다. 방사광은 ‘싱크로트론 광’이라는 용어로도 표현되며 이는 ‘전자 싱크로트론 가속설비’라는 입자 가속기에서 유래하지만 현재는 일반적으로 ‘전자 보관 링 (Electron storage ring)’으로부터 얻어지는 방사광을 지칭하는 의미로 사용된다[12]. 방사광은 미립자 연구를 위한 가속기에서 처음으로 발견되어 파생적으로 연구에 활용되었다. 이를 제 1세대 방사광이라 지칭하는데, 입자가속기에서 발생하는 1세대 방사광은 그 활용성이 인지되기 이전에는 열손실과 가속기 가열 등의 문제를 야기하는 존재였다. 이후 방사광의 유용성이 알려지고 적용분야가 증가함에 따라 방사광 전용의 설비를 개발 구축하게 되는데, 휨 자석(Bending magnet)을 활용하는 이때의 설비를 제 2세대 방사광이라 한다. 현재 세계적으로 가장 양질의 방사광을 제공하는 제 3세대 방사광 설비는 싸인파 형태로 전자의 운동을 제어하기 위하여 여러 개의 휨 자석을 묶은 형태의 삽입장치를 이용한 설비이다. Fig. 1은 전자 보관 링의 도식적 구조와 휨 자석 및 삽입장치에 의해 발생하는 방사광의 개략도이다. 전자 보관 링은 Fig. 1과 같이 다각형의 형태로 설계되며 곡선부에서는 휨 자석, 직선부에서는 삽입장치에 의한 방사광이 발생되어 다양한 연구분야에 활용된다[12-14].

2.2 방사광의 일반특징

방사광 설비는 첨단기술의 집합체로서 몇 가지의 특성치만으로도 그 성능을 규정하기는 불가능하다. 본 기술서에서는 방사광의 중요한 특성치 중 일반적으로 방사광의 성능을 설명할 때 인용되는 분광휘도 (Spectral brightness or Spectral brilliance)의 설명과 함께 몇 가지 일반적인 특성에 대하여 언급하고자 한다.

방사광은 일반적인 X-선관에 비하여 수천 배 이상의 밝기를 갖는다. 여기서 밝기를 나타내는 단위는 휘도 (Brightness or Brilliance)를 사용하는데 이는 방사광의 광원으로부터 단위시간, 단위면적, 단위입체각 당의 방출되는 광자의 개수로 정의하고 단위는 $\text{Photons}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{mm}^{-2}\cdot\text{mrad}^{-2}$ 를 사용한다. 분광 휘도는 방사광 파장의 0.1%에 해당하는 휘도로서 $\text{Photons}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{mm}^{-2}\cdot\text{mrad}^{-2}\cdot(0.1\%h\nu)^{-1}$ 를 사용한다. 분광 휘도는 Fig. 2에서와 같이 방사

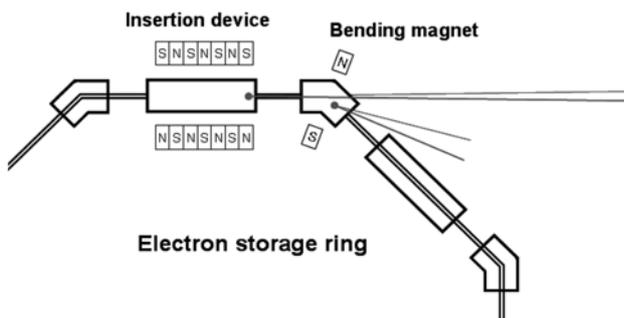


Fig. 1. Generation of synchrotron radiation by bending magnet and insertion device.

광 에너지(eV)의 함수인 동시에 광원으로 부터의 거리 및 방사광 퍼짐각의 함수로서 방사광의 품질을 비교하는 척도로 활용될 수 있다. 즉, 동일한 에너지의 방사광이라도 퍼짐각이 작고 광원과의 거리가 가까울수록 높은 휘도의 방사광을 사용할 수 있는 것이다. 높은 분광 휘도를 선호하는 이유는 고에너지의 방사광으로부터 얻어지는 짧은 파장을 이용하여 분해능을 향상시키고, 작은 퍼짐각의 방사광을 활용함으로써 정확성을 향상시키기 위함이다[12,13].

방사광설비의 유용한 특징 중 한 가지는 바로 파장(에너지) 가변성이다. 방사광 설비를 활용하면 연속외선 영역($10^3 \sim 10^6\text{eV}$)에서부터 경X-선 영역($10^3 \sim 10^5\text{eV}$)에 이르는 다양한 에너지의 전자기파를 발생시킬 수 있다. 이와 더불어 방사광으로 개발되어온 전자기파 광학계 및 단색화 장치를 이용하면 특정 연구에 필요한 우수한 질의 방사광을 얻을 수 있다. 예를 들어 Fig. 3에서와 같이 합금의 원소별 흡수단 및 흡수계수의 차이를 최대화 할 수 있는 실험 설계가 가능하므로 고휘도의 방사광을 이용하여 재료의 내부구조를 관찰하는 연구에 적용될 수 있다.

3. 방사광을 이용한 금속재료 미세조직의 이미징화

X-선과 같은 고에너지 전자기파를 이용하여 물질의 내부를 관찰하는 것이 가능한 이유는, 고에너지의 전자기파는 가시광선과는 달리 물질을 투과하며 사진 필름을 감광하는 특성이 있기 때문이다. 이러한 특성을 이용하여 물질의 내부를 관찰하는 투과영상기술은 이미 의학이나 산업분야에서 비파괴 검사라는 기술로 활용되어 왔다. 방사광 또한 고에너지의 전자기파로서 투과영상기법을 통해 물질의 내부를 관찰하는 것이 가능한데,

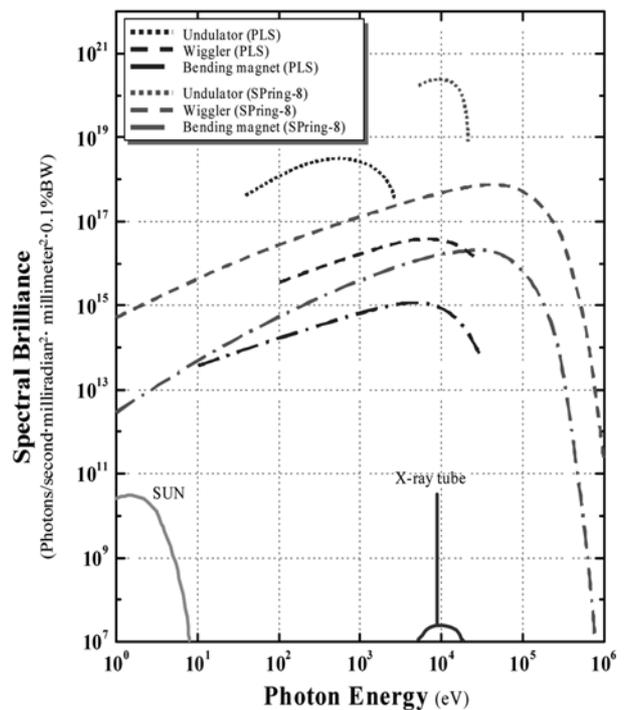


Fig. 2. Spectral brilliance of synchrotron lights of JASRI SPring-8 and Pohang PLS facility[15].

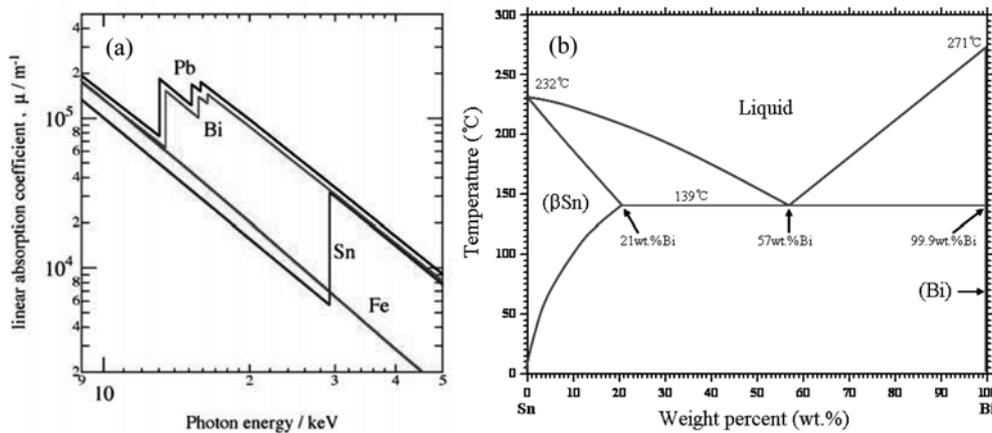


Fig. 3. (a) linear absorption coefficient of Sn, Bi, Pb and Fe elements and (b) binary Sn-Bi phase diagram.

방사광의 에너지 가변성과 높은 휘도는 합금을 구성하는 금속 원소의 흡수단과 흡수계수 차이를 이용함으로써 액체 및 고체 상태에서의 금속 미세조직을 관찰하는 것이 가능하도록 만들었다. 특히 방사광을 이용한 투과영상기술은 일반적인 X-선 투과 영상기법의 흡수대비 원리와 함께 위상대비의 원리를 이용함으로써 고분해능의 실시간 영상촬영이 가능하게 되었다. 한편, 방사광을 이용한 물질의 내부구조 영상화기법으로서 토포그래피 (Topography) 기술 또한 중요한 분야로 발전해 왔다. 다만 이 기법은 결정구조의 회절현상을 이용하므로 액상금속의 관찰은 불가능하며 이에, 본 기술서에서는 설명을 생략하기로 한다.

3.1 흡수대비(Absorption contrast)에 의한 금속 미세조직의 이미지화

액체상태의 금속과 같이 회절원리를 이용하는 토포그래프 법의 적용이 어려운 경우에는 전통적 투과영상기법 (radiography) 을 이용하여 내부구조를 관찰하는 것이 가능하다. 액상 금속에 존재하는 다양한 용질원자의 분포를 영상화하기 위해서는 용질 원자들의 방사광 흡수계수와 흡수단을 고려해야 한다. 즉, 용질 원자간의 흡수대비를 증가시킴과 동시에 적절한 투과율을 유지하여 검출기에서 영상이 형성되도록 하는 실험 조건을 설정하는 것이 중요하다. Fig. 4는 다양한 금속 원소에 대한 방사광 에너지의 질량흡수계수(Mass attenuation coefficient) 변화를 보여준다. 이 때 방사광의 파장 가변성은 매우 중요한 역할을 한다. Fig. 4에서와 같이 원소별 고유 흡수단을 고려하여 방사광의 파장(에너지)을 적절히 선택함으로써 구별하고자 하는 용질원자간의 흡수계수차이가 가장 큰 조건에서 액체금속을 관찰하는 것이 가능하다.

투과영상기법을 활용하여 액체금속을 관찰하기 위해서는 정해진 파장범위에서 시료를 통과한 방사광이 검출기에서 인식될 수 있을 정도의 강도를 유지하고 있어야 한다. 일반적으로 방사광의 투과율은 입사강도 I₀에 대한 투과강도 I의 비로서 아래의 식으로 표현된다. μ는 선형흡수계수, ρ는 물질의 고유 질량이며 μ/ρ는 물질의 질량흡수계수이다. 질량흡수계수는 물질 고유의 값이므로 결정구조에는 영향을 받지 않으며 질량만으로 결정된다. ρ'는 시료의 밀도, t는 시료의 두께를 나타낸다.

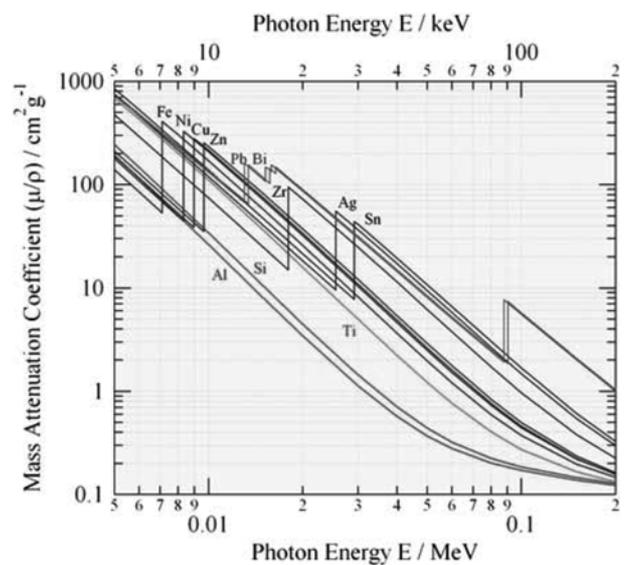


Fig. 4. Mass attenuation coefficient of various elements.

$$\frac{I}{I_0} = \exp\left[-\left(\frac{\mu}{\rho}\right)\rho t\right] \tag{1}$$

Fig. 5는 Fe, Al, Sn의 두께별 방사광 투과율의 변화를 보여준다. 투과영상기법을 이용한 미세조직 관찰을 위해서는 대상 시료의 두께를 적절히 선정하는 것이 중요한데 관찰 목적에 비해 두꺼운 시료를 선정할 경우 방사광의 조사방향과 평행한 방향으로의 응고현상은 중첩에 의해 구별이 어려워진다. 따라서 일반적인 금속의 내부구조 관찰을 위하여 Fig. 5에서와 같이 10~1000 μm의 두께를 가정하면 금속 재료의 경우에는 경X-선 영역(10³~10⁵eV)의 방사광이 적합함을 알 수 있다.

흡수대비를 이용한 투과영상기법에서 또 한 가지 검토해야하는 조건은 합금의 조성에 따른 상대적 흡수율의 차이이다. Fig. 6은 Al과 Fe 박판을 전체 두께가 100 μm가 되도록 접합한 조건에서 상대적 두께 변화에 따른 방사광의 투과율 변화이다. 그림에서와 같이 방사광의 에너지가 클수록 Fe 분율 증가에 따른 투과율 변화가 둔감해 지는 것을 알 수 있다. 투과율 곡선의 기울기가 큰 경우 Al과 Fe의 상대적 분율 차이

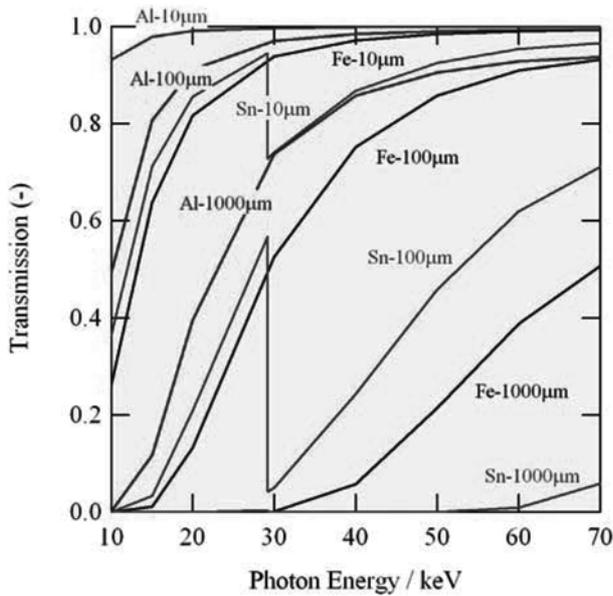


Fig. 5. Transmission ratio of X-ray intensity through various metallic elements as functions of photon energy and thickness of the metallic elements.

에 따른 흡수대비가 증가하게 된다. 즉, Al과 Fe 원소의 구분을 위해서는 해당 분율 범위에서 기울기가 큰 방사광 조건을 선택하는 것이 유리함을 의미한다.

3.2 위상대비(Phase contrast)에 의한 금속 미세조직의 이미지화

전통적으로 X-선 투과영상기법은 전술한 바와 같이 물질의 밀도에 지배적 영향을 받는다. 한편 액체 금속과 같은 저밀도의 물질은 경X-선을 거의 흡수하지 못하기 때문에 흡수대비에 의한 뚜렷한 영상을 만들기가 어렵다. 이러한 경우 위상대비를 이용한 이미지화가 가능한데, 이에 대한 간단한 원리를 소개하고자 한다.

일반적으로 방사광의 굴절률은 파장의 함수이며 다음과 같이 복소함수로서 표현된다.

$$n(\lambda) = 1 - \delta + i\beta \tag{2}$$

여기서 허수항 계수 β 는 주로 광전효과(Photoelectric effect) 및 콤프턴 산란(Compton scattering)과 관련된 항으로서 선형 흡수계수(μ)와 $\mu = (4\pi/\lambda)\beta$ 의 관계를 가지며 방사광의 흡수를 나타낸다. 실수항 중 δ 는 톰슨 산란(Thomson scattering)과 관련되어 방사광의 위상변화를 나타낸다. 우리가 흔히 말하는 $1 - \delta$ 는 흡수를 무시했을 때의 굴절률을 의미하며, 흡수대비를 이용한 전통적 투과영상법은 β 의 차이를 활용한 기법이다. 한편, 뼈를 제외한 생체조직과 같이 밀도가 적은 경우 흡수대비에 의한 영상은 구별이 어려워지는데, 이를 보완하기 위한 기법이 위상대비를 이용한 영상기법이다.

중요한 점은 방사광 에너지에 따른 이들 흡수항(β)과 위상차항(δ)의 변화이다. 이들은 방사광 에너지(E)와 $\beta \sim E^{-4}$, $\delta \sim E^{-2}$ 의 관계를 갖는다. 이는 방사광 에너지가 증가할수록 흡수에 의한

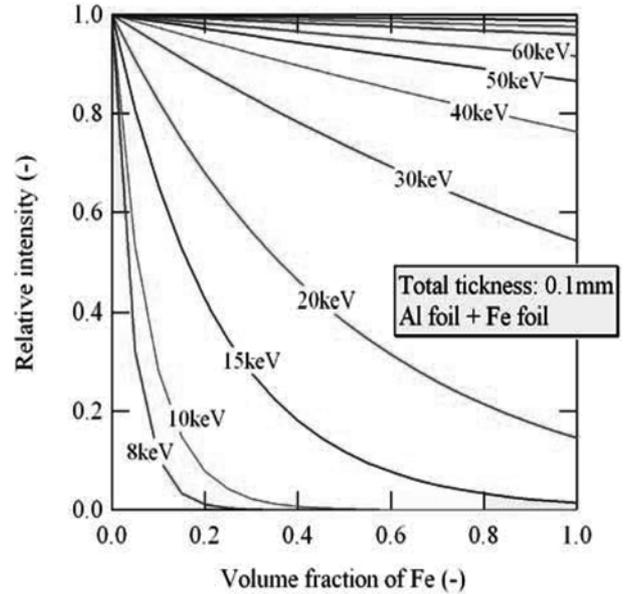


Fig. 6. Relative intensity of transmitted X-ray through combined pair of Al and Fe foils having 0.1 mm of total thickness as functions of photon energy and volume fraction of Fe foil.

대비는 급격히 감소하나 위상에 의한 대비는 보다 서서히 감소함을 의미한다. 따라서 흡수대비가 어려운 액체금속과 같은 시료는 위상대비를 이용해 관찰하는 것이 유리하다. 또한 흡수대비에 의한 관찰은 고체 금속 중에서도 Al-Si, Fe-Ni과 같이 원자간 흡수계수차이가 적은 경우에도 활용할 수 있다. Fig. 7은 Al-Si 주조용 합금의 미세조직으로서 (a) 흡수대비만으로 관찰한 영상과 (b) 흡수대비와 위상대비를 함께 적용하여 관찰한 영상의 예를 보여준다.

위상대비는 관찰 대상의 내부에 존재하는 경계면에서 방사광이 간섭됨으로써 발생하는 위상 차이를 이용한 것이므로 시료로부터 거리의 따라 획득한 영상의 품질이 결정된다. Fig. 8은 흡수대비와 영상대비에 의한 이미지화 과정을 모식도로 나타낸 것으로서 위상대비의 경우, 시편과의 거리가 가까우면 간섭에 의한 효과가 나타나지 않으며 거리가 너무 멀면 복잡한 회절무늬의 중첩으로 인하여 해석이 불가능해지므로 적절한 실험조건을 설정하는 것이 중요하다.

4. 방사광을 활용한 응고분야 연구 사례

4.1 응고중 수지상 성장 거동에 대한 연구

금속재료의 미세조직 중 수지상 조직은 최종 응고조직의 품질과 특성에 지대한 영향을 미친다. 따라서 수지상의 형성조건, 성장기구, 변태기구 등에 대한 연구는 응고/주조 분야의 필수 과제로서 진행되어왔다. 이러한 목적으로 수지상의 성장 과정을 모사하기 위한 다양한 연구 기법 및 이론이 전개되어 왔으나 [4,5], 금속 시료를 이용한 수지상의 실체를 관찰하는 데는 한계가 있었다. 최근 응고분야에서도 그 활용도가 증가하고 있는 방사광을 이용하면, 용질원자, 용융액상, 금속 수지상간의 흡수/위상대비를 활용하여 용융 금속에서 수지상이 성장하는 모습을

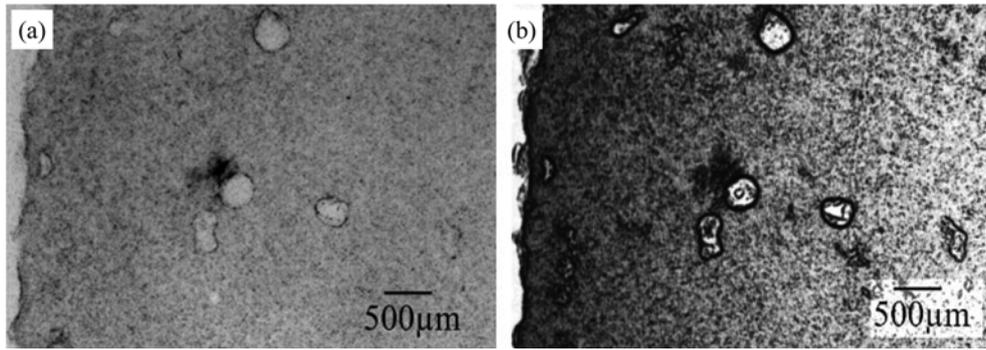


Fig. 7. Comparison of radiograph images of the Al-Si casting alloy obtained by (a) absorption contrast and (b) hybrid contrast of phase and absorption imaging technique.

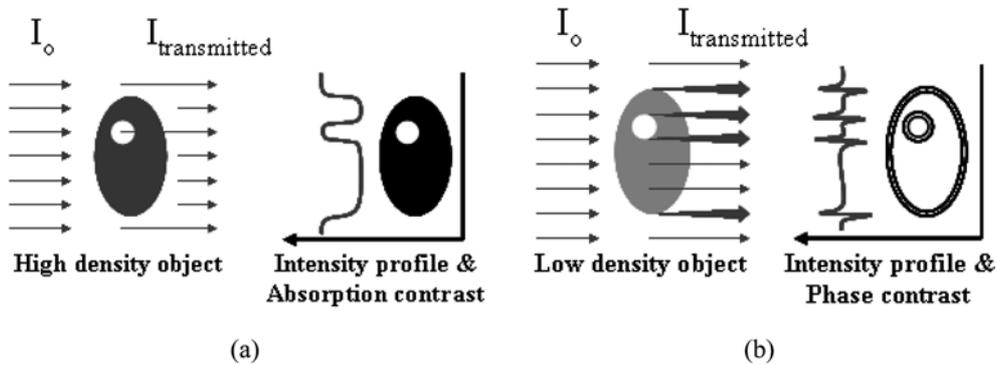


Fig. 8. Schematic diagrams showing basic principles of radiograph image formation by (a) absorption contrast and (b) phase contrast.

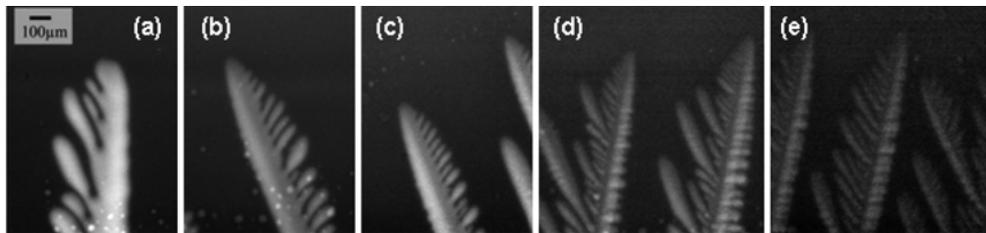


Fig. 9. Real-time radiography showing a dendritic growth in Sn-Bi alloy as a function of solidification rate: (a) 2 µm/s, (b) 5 µm/s, (c) 10 µm/s, (d) 20 µm/s and (e) 50 µm/s (rearranged from [7]).

실시간으로 관찰하는 것이 가능하다. Fig. 9는 Sn-13at%Bi 합금에서 Sn 수지상의 성장 모습을 방사광을 이용하여 실시간으로 관찰한 이미지이다[7]. 방사광을 이용한 응고거동 연구의 장점은 완전히 동일한 시료를 반복 용해/응고시키면서 다양한 조건에서의 응고현상을 실시간으로 기록할 수 있다는 점이다. 즉, Fig. 9의 (a)~(e)에 해당하는 각각의 조건에 대하여 단위시간 간격으로 수100~수1000장의 연속된 이미지가 기록되는 것이다. 이러한 방법을 통하여 Fig. 9에서와 같이 인출속도(이 경우 인출속도가 증가할수록 냉각속도가 증가함)에 따른 수지상의 성장 모습을 관찰함으로써 종래 수지상 성장이론을 실험적으로 검증하는 것이 가능하다. 또한 방사광을 이용한 수지상의 성장 이미지를 이용하여 수지상 선단의 곡률을 측정하는 것이 가능한데, 이 때 선단부의 용질 분포에 대한 대비를 크게 하기 위해서는 앞서 설명한 용질원자간의 흡수선단과 흡수계수차이를 적절히 활용해야 한다. Fig. 10(a)는 Sn 수지상의 선단에서의 용질분포

에 따른 이미지의 명암대비를 활용하여 수지상 선단의 곡률반경을 측정한 이미지이며, Fig. 10(b)는 수지상 선단의 곡률반경과 연속된 이미지를 활용하여 계산된 성장속도의 관계를 측정된 결과이다[7]. 수지상 곡률반경에 대한 이론[1]에 따르면, 수지상 선단의 곡률반경, R과 성장속도 V는 다음의 관계를 갖는다.

$$R = \left(A \frac{D\Gamma}{V} \right) \tag{3}$$

여기서, A는 상수로서 확산계수, 액상선 기울기를 이용하여 계산되며, D는 확산계수, Γ 는 Gibbs-Thomson 계수이다. 방사광을 이용한 수지상 곡률반경, R과 성장속도 V의 측정으로부터 확산계수가 알려진 물질의 Gibbs-Thomson 계수를 계산할 수 있으며 이를 통하여 액상-고상 계면에너지를 실험적 기법으로 계산하는 것이 가능하게 된다.

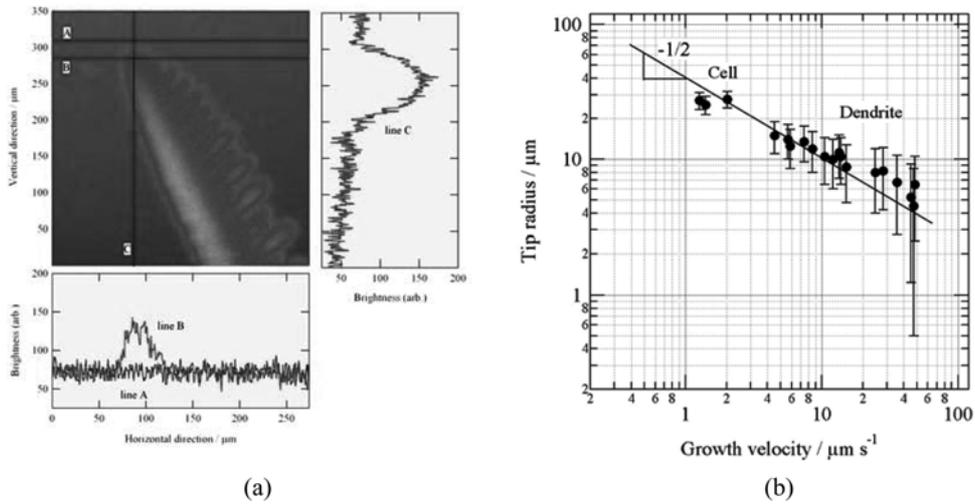


Fig. 10. (a) Evaluation of dendritic tip radius by radiography contrast and (b) relationship between dendritic tip radius and growth velocity[7].

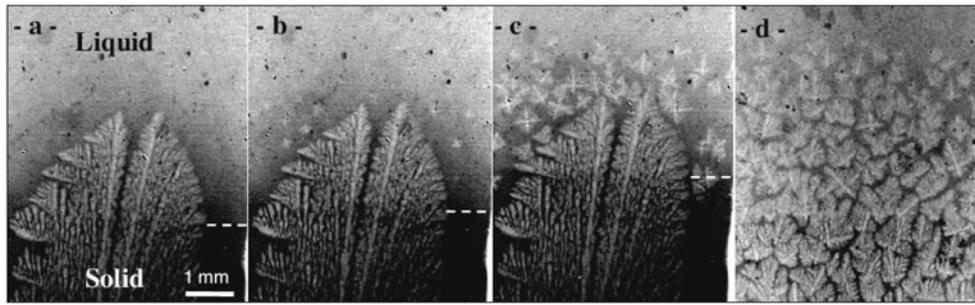


Fig. 11. Radiography images showing CET of Al-Ni alloy[9].

4.2 용융금속에서 용질 분포의 이미지화

일반적인 비평형 응고조건에서 용질의 분포는 미세조직 형성에 직결되는 중요한 항목이다. 용질의 분포는 용질원자간 비중차이, 용탕의 대류, 냉각속도, 외부장 등에 의한 영향을 받아 고액 계면에서 불안정한 용질농도 구배를 형성하며 이로 인하여 미세편석, 고농축 금속간화합물 등을 형성시킨다.

방사광을 이용한 용융 금속의 흡수대비를 통하여 고액 성장 계면에서의 농도 구배를 이미지화하는 것이 가능하다. 이러한 기법을 활용하여 Ga-30wt%In 합금의 응고 시 수지상 선단에서의 용질원자 농도차에 의한 명암차이를 관찰한 이미지가 보고되었다(S. Boden et al.[8]).

또한 방사광 이미지로부터 얻어진 용질분포에 의한 명암차이를 이용하면 응고과정에서 발생하는 국부적 용질원자 분포로 인해 발생하는 성장 속도의 분포를 벡터로서 계산할 수 있다.

4.3 CET(주상정-등축정 천이) 현상에 대한 이미지화

응고거동 중 CET (Columnar Equiaxed Transition) 현상은 미세조직의 선택적 제어에 기본이 되는 현상중 하나이다. 이는 주조품의 미세조직이 그 산업적 적용 목적에 따라 선택되어야 하기 때문인데, 등방성 미세조직의 자동차 엔진 주물과 방향성 미세조직의 터빈블레이드가 대표적인 예일 것이다. 방사광을 이용한 용융 금속의 이미지화는 CET 거동을 실시간으로 관찰할 수 있는 유용한 도구이다. CET 거동의 연구는 전술한 수지상

성장거동 연구와 유사하게 냉각속도 및 온도구배의 함수로 실시간 관찰이 가능하다. Fig. 11은 결정립 미세화제(0.5wt%Al-5Ti-B)가 첨가된 Al-3.5wt%Ni 합금에서의 CET 거동을 방사광을 이용하여 실시간으로 관찰한 이미지이다[9]. Fig. 11(a)에서와 같이, 초기에 성장하는 주상정의 선단은 주상정으로부터 배출된 Ni 용질의 농축으로 인하여 짙은 명암의 이미지를 형성한다. 방사광을 이용하면 Fig. 11(b), (c)에서와 같이 주상정의 선단에서 성장하는 등축정 결정립의 거동을 관찰할 수 있다. 이러한 CET 거동의 실시간 관찰을 통하여 주상정 성장속도에 대한 정량적 데이터를 등축정 결정립의 생성 및 성장과의 관계로 해석할 수 있다.

4.4 반응고 금속의 충전거동에 대한 연구

방사광을 이용한 응고거동의 연구는 비단 이론적 연구에만 국한되지는 않는다. 서론에 언급한 바와 같이, 용융 상태의 금속속을 제어하기 위한 연구는 반응고/반용 공정의 개발로 이어져 왔다. 반응고/반용 상태에서의 금속속은 완전 용융상태의 금속속과는 또 다른 거동을 보이는데, 공정개발 측면에서 중요시되는 특성중의 한 가지가 유동특성이다. 이러한 연구를 위해서는 시편을 이용하여 반응고 공정의 유동을 모사할 수 있도록 설계된 특수한 설비의 개발이 병행되어야 한다[14]. 즉, 방사광의 조사방향에 수직 방향으로 반응고 금속의 흐름을 제어할 수 있는 시편 홀더와 시출속도, 압력 등을 제어할 수 있는 부가적

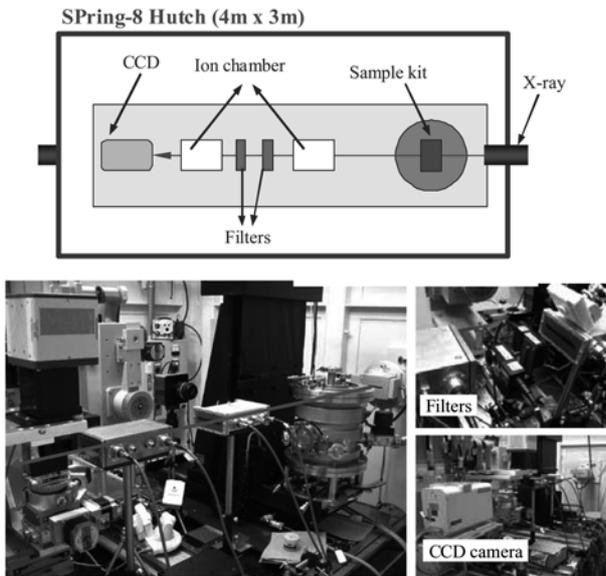


Fig. 12. Schematic configuration and photographs of specially designed research facilities for the observation of solidification behavior of alloy used in a hutch of SPring-8.

인 설비들이 필요하다. 이러한 공정변수의 함수와 함께, 시편 홀더의 설계를 변화시킴으로써 실제 공정에서 몰드 설계의 기초자료로 활용할 수 있는 유동특성을 확보하는 것이 가능하다.

5. 응고분야 방사광 연구 수행과정

방사광 설비는 고에너지, 고휘도의 방사광을 사용자에게 제공 하는 역할을 한다. 하지만 양질의 방사광을 활용하여 의미 있는 연구를 수행하기 위해서는 방사광 이외의 부수적인 연구설 비와 방사광 이미지를 편집할 수 있는 기술이 필요하다. 이에 응고분야 연구에 방사광을 활용하기 위한 수행과정을 제시하고 자 한다.

5.1 가속 방사광 시스템내 설치용 연구 장비 개발

방사광 설비, 즉 전자 보관 링(Electron Storage Ring)은 양 질의 방사광을 제공하는 거대한 실험 설비이다. 이러한 저장링 내부에는 Hutch라고 불리는 단위 실험실이 저장링의 접선방향 으로 설치되어 있는데 방사광을 이용한 연구는 이 단위 실험 실 내부에서 이루어진다. 이러한 단위 실험실의 설계는 개별 연구자의 몫으로서 방사광 전문가의 조언을 참조하여 각 실험

에 필요한 설비와 조건을 설계해야 한다.

단위 실험실 내부의 설비 구성은 활용하고자 하는 방사광의 특성, 즉 회절, 산란, 흡수, 투과 등에 따라 달라진다. 본 기술 서에서는 투과영상기법에 한정하여 실험 설비를 설명하고자 한 다. 응고거동의 투과영상기법을 사용하기 위해서는 기본적으로 영상이 기록되는 기록계와 대상 시료를 용해/응고시키는 진공로 가 준비되어야 한다. Fig. 12는 일본 SPring-8에서 응고현상의 연구에 활용하고 있는 실험설비의 배치도와 설비의 모습이다. 기록계는 흡수/위상대비 차이에 따라 시편을 투과한 방사광이 단위 시간에 따라 연속적으로 기록되는 설비이며 확보된 이미 지의 분해능을 결정하는 중요한 계측기이다. 방사광을 활용한 응고거동 연구에 핵심이 되는 설비는 시료를 용해/응고시키면서 방사광을 투과시킬 수 있는 진공용해 설비이다. 특히, 용해된 금속의 기밀을 유지한 채 적절한 조건으로 응고시키면서 원하는 영상을 확보하기 위해서는 방사광의 흡수도, 시료의 두께, 노출시간, 노출면적, 투과 X선 강도 등을 고려한 시편 제어부 가 개발되어야 한다.

5.2 응고거동 이미지의 취득 및 처리

한 가지 실험 조건에서 얻어진 응고거동의 방사광 이미지는 단위 시간(시간 분해능), 기록 시간, 이미지 해상도에 따라서 적개는 수백 장, 많게는 수천 장에 달하는 정보를 가지고 있 다. 따라서 이러한 이미지 정보를 처리하는 작업은 방사광을 활용한 연구 활동에서 필수적 요소임에도 불구하고 많은 노력 과 시간을 필요로 하는 작업이다.

일반적으로 검출기에 기록된 이미지($I_{original}$)는 Fig. 13과 같 이 시편의 고유 이미지($I_{specimen}$)에 방사광의 고유 강도분포 이 미지(I_{direct}), 그리고 배경 이미지(I_{dark})의 합으로 형성된다. 따 라서 이러한 복합적인 이미지로부터 시편의 고유 이미지를 추출 하는 과정이 필요한데, 일반적으로 다음의 공식에 따라 이미 지 를 처리한다.

$$I_{specimen} = \frac{I_{original} - I_{dark}}{I_{direct} - I_{dark}} \tag{3}$$

시편의 고유 이미지를 추출하는 단계는 방사광 이미지 처리 의 필수 과정이며, 이후 다양한 이미지 처리과정이 수반되어야 만 의미 있는 응고거동에 대한 해석이 가능하다. 현재, SPring-8에서 얻어진 응고거동에 대한 방사광 이미지를 분석하 기 위해서는 약 40여 가지의 프로그램이 개발되어 활용되고

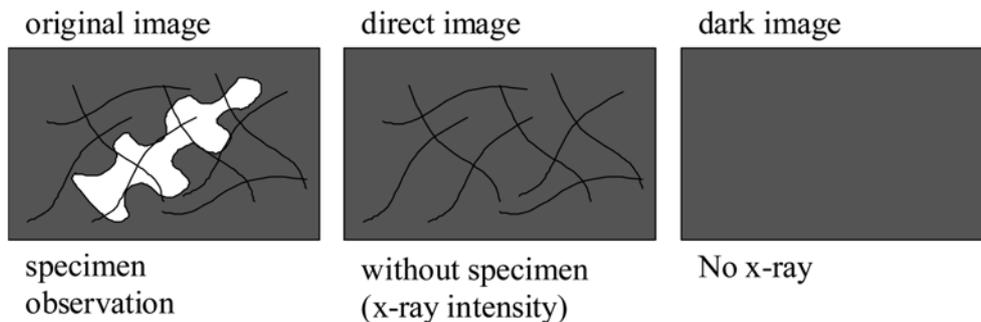


Fig. 13. Schematic drawing of radiograph images obtained by synchrotron radiation.

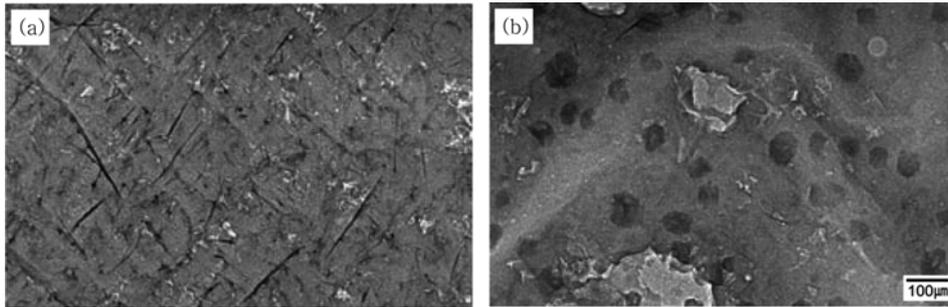


Fig. 14. In-situ radiograph images showing formation of (a) needle-shape and (b) modified morphologies of intermetallic phases in the Al-Si casting alloy.

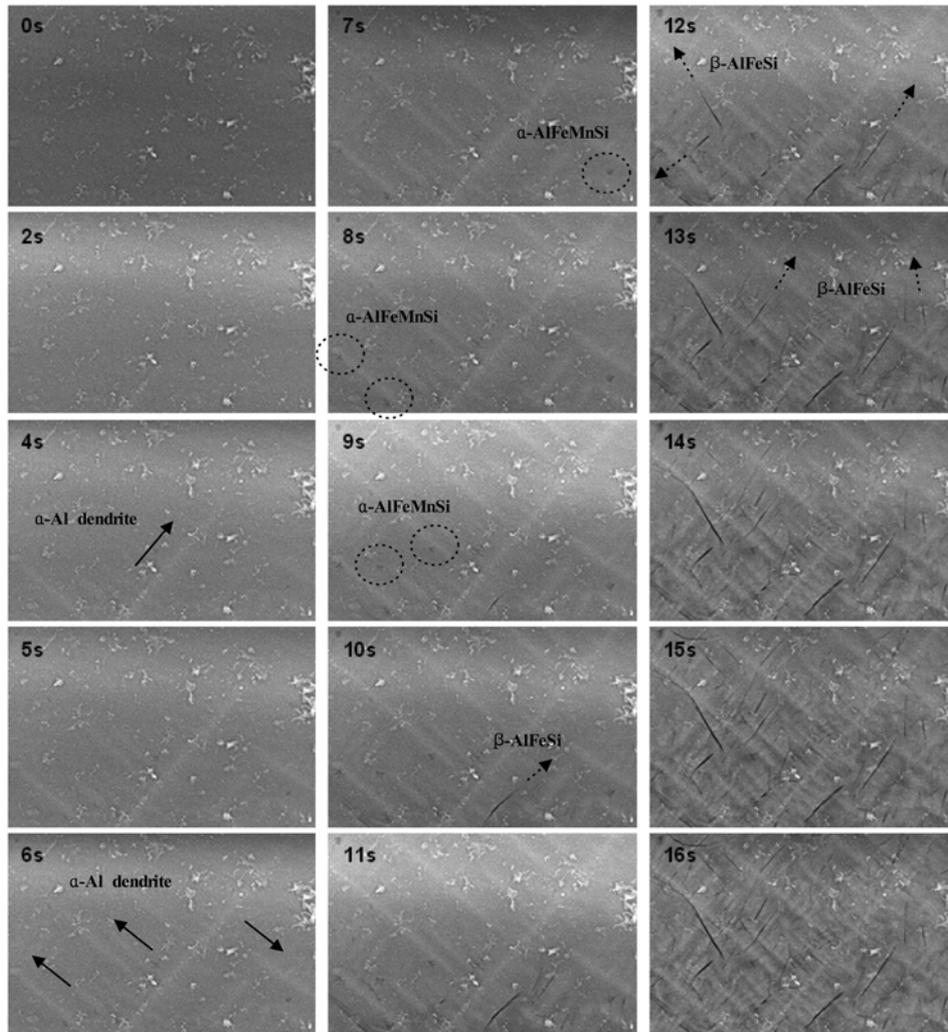


Fig. 15. In-situ radiograph images showing formation of Fe containing intermetallic phase in the casting Al-Si alloy.

있다. 방사광 이미지의 처리 과정은 단순히 실험데이터를 정리하는 과정으로 치부되어서는 안 된다. 이는 마치 금속재료의 미세조직을 관찰하기 위하여 광학현미경을 사용하는 절차와 같은 것으로서 어떠한 프로그램을 어떠한 조건으로 활용하느냐에 따라 동일한 이미지로부터 다양한 현상을 관찰하는 것이 가능하다.

5.3 응고거동을 보여주는 방사광 이미지 예

본 절에서는 마지막으로 방사광 투과영상기법을 이용하여 관찰한 응고거동의 예를 소개하고자 한다. Fig. 14는 주조용 Al-Si 합금에서 빈번히 관찰되는 (a)침상형 금속간화합물과 (b)등방형 금속간화합물의 성장과정을 투과영상법을 이용하여 관찰한 이미지이다. 일반적으로 Al-Si 합금에서 관찰되는 침상형 금

속간화합물은 단서정계(Monoclinic)의 결정구조를 가지며 λ - Al_3Fe_4 , β - Al_3FeSi 등이 대표적이다. 이러한 강한 방향성 성장 을 보이는 금속간화합물에 대하여, 주조/응고 분야에서는 ‘개질 (Modification)’ 처리 또는 적절한 합금설계를 통하여 그 유해 성을 중화시키는 기술이 개발되어 왔다. Fig. 14(b)는 주조용 Al-Si 합금에서 대표적 방향성 금속간화합물인 β - Al_3FeSi 상을 Mn/Cr을 포함하는 합금설계를 통하여 등방성 금속간화합물로 천이시킨 미세조직의 형성과정을 보여준다.

Fig. 15는 알루미늄 주조합금에서 관찰되는 Fe 함유 금속간화합물의 형성 모습을 보여주는 일련의 방사광 이미지이다. Fe 함유 금속간화합물은 알루미늄 합금에서 기공 등 결함을 유발함 과 동시에 고유의 취성으로 인하여 기계적 특성을 열화시키는 원인이 된다. 이에 대한 연구는 전통적 실험기법을 활용하여 꾸준히 진행되어 왔으나, 그 실체를 관찰하게 된 것은 최근 방사광 투과기법영상법을 활용한 예가 최초이다[10,11].

6. 결 론

본 기술서를 통하여 방사광의 소개와 함께 기초특성에 대해 알아보았으며, 특히 투과영상기법을 활용하여 응고거동을 연구 하기 위해 필요한 기본 이론과 선도적 연구 사례를 살펴보았다. 본 기술서에서 소개한 주조/응고분야에서의 방사광 기술의 활용 예는 가능성 있는 응용분야 중 극히 일부에 지나지 않는다. 향후 주조/응고 분야에서도 창의적 발상과 실용적 고안에 따른 활발한 방사광 기술의 활용을 기대한다.

감사의 글

본 기술서와 관련하여 일본 오사카 대학 및 SPring-8 파견 을 통하여 국제협력연구를 수행중인 한국생산기술연구원 주조기 술연구부의 김봉환 연구원에게 격려를 표합니다.

참고문헌

- [1] W. Kurz and D.J. Fisher: “Fundamentals of solidification”, Trans Tech Publications (1998)
- [2] I.G. Brodova, P.S. Popel and G.I. Eskin: “Liquid metal processing”, London and New York press (2002)
- [3] Z. Fan: Inter. Mater. Rev., “Semi-solid metal processing”, 47 (2002) 49-85
- [4] L. Granasy, T. Borzsonyi and T. Pusztai: J. of Crystal Growth, “Crystal nucleation and growth in binary phase-field theory”, 237-239 (2002) 1813-1817
- [5] M.J. Suk and K. Leonartz: J. of Crystal Growth, “Halo growth during unidirectional solidification of camphor-naphthalene eutectic system”, 213 (2000) 141-149
- [6] S.M. Lee: J. Kor. Foundrymen's Soc., “Research trend analysis of solidification processing technology for recent 10 years based on the presentation contents of SP07 conference”, 27(6) (2007) 229-236
- [7] H. Yasuda, T. Nagira, M. Yoshiya, A. Sugiyama, I. Ohnaka, K. Kawasaki, K. Umetani and K. Uesugi: Proceeding of the 5th decennial intern. conf. on solidification processing, “Time-resolved X-ray imaging of dendritic and monotectic solidification of Sn-, Al- and Cu-based alloys”, (2007) 306-310
- [8] S. Boden, B. Willers, S. Eckert and G. Gerbeth: Proceeding of the 5th decennial intern. conf. on solidification processing, “Visualisation of the concentration distribution and the flow field in solidifying metallic melts by means of X-ray radiography”, (2007) 311-315
- [9] N. Mangelinck-Noel, H.N. Thi, G. Reinhart, H. Jung, B. Billia, A. Buffet, T. Schenk, J. Gastaldi, J. Hartwig and J. Baruchel: Proceeding of the 5th decennial intern. conf. on solidification processing, “Dynamics of Al-based alloy solidification by in situ and in real-time synchrotron X-ray radiography and topography”, (2007) 331-335
- [10] B.H. Kim, H. Yasuda and S.M. Lee: The 3rd Japan-Korea Workshop for Young Foundry Engineers, “Real-time observation of solidification behavior of Al-Si casting alloys with the variation of Fe content”
- [11] J. Wang, P. D. Lee, R. W. Hamilton, M. Li and J. Allison: Scr. Mater., “The kinetic of Fe-rich intermetallic formation in aluminium alloys: In situ observation”, 60 (2009) 516-519
- [12] G. Margaritondo: “Introduction to synchrotron radiation”, Oxford University Press (1988)
- [13] D.Y. Lee and H.J. Shin: “Introduction of Synchrotron Science”, Chungmugak (2003).
- [14] S. Zabler: “X-ray Imaging by Partially Coherent Synchrotron Light”, VDM Verlag Dr. Muller (2008)
- [15] JASRI SPring-8 web page (www.spring8.or.jp)