

[Research Paper]

구리 용융흔 미세조직 관측을 위한 연마/미세연마 프로세스 개발

박진영[†] · 방선배^{*}

한국전기안전공사 전기안전연구원 주임연구원, *한국전기안전공사 전기안전연구원 책임연구원

Development of Grinding/Polishing Process for Microstructure Observation of Copper melted Beads

Jin-Young Park[†] · Sun-Bae Bang^{*}

Assistant Researcher, Korea Safety Research Institute, *Senior Researcher, Korea Safety Research Institute

(Received November 1, 2018; Revised November 29, 2018; Accepted December 7, 2018)

요 약

구리 용융흔(Melted bead) 미세조직(Microstructure)은 변형층(Deformed layer)과 원조직(Undeformed layer)으로 구분할 수 있다. 변형층이 존재하는 경우에는 측정오류가 발생되어 연마/미세연마(Grinding/Polishing)를 통하여 변형층을 제거하고 원조직을 관측하여야 한다. 이에 따라 본 연구에서는 구리 용융흔의 미세조직 분석을 위한 연마/미세연마 절차(Process)를 제시하였다. 변형층 제거를 위해 연마재 종류/크기, 연마시간, 연마율의 상관성을 분석하였고 변형층의 두께를 1 μm 이하가 되도록 하였다. 연구결과, 실리콘카바이드 연마재 15 μm (SiC P1200) 2 min, 10 μm (SiC P2400) 1 min, 다이아몬드 연마재 6 μm 8 min, 3 μm 6 min, 1 μm 10 min, .25 μm 8 min 실시하는 새로운 연마/미세연마 절차를 제시하였다. 또한 최종 단계에서 3 min 동안 콜로이드 실리카 .04 μm 로 화학적 미세연마를 실시함으로써 미세조직의 선명성을 증대시키는 방안도 제시하였다. 연마/미세연마 시간은 총 38 min이 소요되며, 기존에 제시된 시간, 절차보다 단순화 하였다.

ABSTRACT

A melted bead microstructure can be divided into a deformed and undeformed layer. Measurement errors occur in the presence of a deformed layer, which should be removed through grinding/polishing whilst preserving the original structure. This paper proposes a grinding/polishing process to analyze the microstructure of copper melted beads. For the removal of the deformed layer, the correlation between the abrasive type/size, the polishing time and polishing rate was analyzed and the thickness of the deformed layer was less than 1 μm . The results suggest a new grinding/polishing procedure: silicon carbide abrasive 15 μm (SiC P1200) 2 min, and 10 μm (SiC P2400) 1 min; and diamond abrasive 6 μm 8 min, 3 μm 6 min, 1 μm 10 min, and 0.25 μm 8 min. In addition, a method of increasing the sharpness of the microstructure by chemical polishing with 0.04 μm colloidal silica for 3 min at the final stage is also proposed. The overall grinding/polishing time is 38 min, which is shorter than that of the conventional procedure.

Keywords : Copper beads, Deformed layer, Removal rate, Damaged layer, Polishing, Grinding

1. 서 론

화재원인 분석법 중 구리 용융흔의 미세조직 형상을 분석하여 발화원인을 판별하는 기법이 있다. 이와 관련하여 미세조직 특성을 수치화하려는 연구가 있었으나 오차 발생이 많고, 장시간 소요되어 육안으로 판별하는 것이 일반적

이다. 육안 판별은 개인의 경험과 직관에 크게 의존하므로 객관성과 신뢰성을 확보하기 어렵다. 하지만 최근에는 디지털 영상처리 기법이 발전하여 현미경을 이용해 얻은 이미지로 결정립 면적, 최대 길이, 평균폭 등에 대한 수치화가 빠른 시간 내에 가능해졌다. 용융흔 분석에 이 방법을 적용한다면, 정량적인(Quantitative) 판별이 가능할 것으로

[†] Corresponding Author, E-Mail: jyp82@kesco.or.kr, TEL: +82-2-716-2893, FAX: +82-2-716-9662

© 2018 Korean Institute of Fire Science & Engineering. All right reserved.

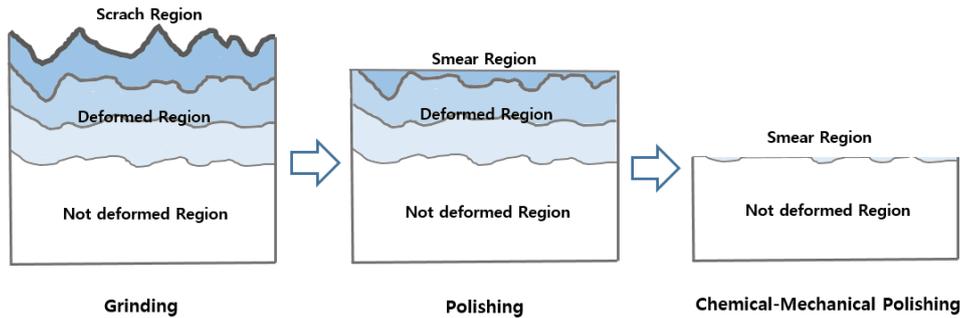


Figure 1. Process of removing damaged layer by grinding and polishing step.

예상된다. 이를 위해 왜곡 없는 표면 정보를 얻는 것이 중요하다. 광학현미경은 빛 산란을 이용하기 때문에 시료(Specimen)의 표면 상태에 큰 영향을 받는다. 만약, 연마 과정에서 시료 표면에 스크래치가 많으면 미세조직으로 인식해 정보 오류가 발생하고, 시료의 변형층이 두꺼우면 미세조직이 뚜렷이 나타나지 않는다. 이에 따라, 구리 용융혼 미세조직을 관찰하기 위해선 알맞은 연마 프로세스가 필요하다.

기계연마(Mechanical polishing)는 미세조직 분석에 자주 사용되는 연마 방법이다. 이 연마법은 연마재를 일정한 크기의 힘으로 눌러 시료(구리 용융혼)를 연삭하는 방법으로, 연마(Grinding)와 미세연마(Polishing) 두 단계로 나뉜다. 연마는 표면을 평탄(Flattening)하게 만드는 단계이고, 미세연마는 변형층 두께를 감소시켜 원조직을 나타나게 하는 단계이다. 기계 연마법은 시료 표면을 지속적으로 손상시키기 때문에 입자 크기가 작아지는 방향으로 여러 단계를 거쳐, 이전 단계에서 손상된 층을 감소시키며 진행해야 한다.

재료연구소에서는 구리의 결정방위(Crystal orientation)나 미세조직의 특성을 정량적으로 획득하기 위해 후방산란전자회절(Electron Back Scattered Diffraction, EBSD)을 이용하였으며, 이에 대한 구리 연마 프로세스를 제시하였다. 연마 단계는 SiC 연마재를 사용하였으며, 최초 연마는 SiC P800 (입자크기 : 22 μm) 연마재를 쓴 후 SiC P1200 (15 μm), SiC P2400 (10 μm), SiC P4000 (5 μm) 순으로 사용하였다. 미세연마 단계는 3 μm와 1 μm 다이아몬드를 이용하고, 최종 단계에서는 .05 콜로이달 실리카를 사용하였다⁽¹⁾. 연마재, 연마시간, 연마압력, 상대속도 등에 대한 언급은 있으나 이에 대한 객관적인 근거는 제시되어 있지 않다.

연마장비 전문 기업인 PACE 사에서도 자체적으로 구리 연마 프로세스를 제공하고 있다. 최초 연마는 SiC P1200을 쓰고, SiC P2400, SiC P4000 순으로 사용하였다. 미세연마 단계는 1 μm 다이아몬드 연마재를 이용하였으며, 최종 단계에서는 .05 μm 알루미늄을 사용하였다⁽²⁾. 이 프로세스 또한, 객관적인 산출 근거는 제시되어 있지 않다. 두 프로세스의 공통점으로, 연마 단계에서는 SiC P4000 연마재까지 사용하였고, 미세연마 단계에서는 1 μm 다이아몬드 연마재까지 사용하였다. 차이점은 최초 연마 단계에서 사용한

SiC 연마재 크기와 최종 단계에서 사용한 연마재 종류가 상이하였다.

구리 용융혼 연마 프로세스를 정립하기 위해선 객관적인 근거를 제시해야 한다. 이를 위해 각각의 연마재로 인해 시료에 형성되는 변형층 두께와 연마재별 연마율(단위시간당 연마량)을 확인할 필요가 있다. 변형층 두께는 시료의 강도, 연마재 크기, 연마 압력 등에 의해 변하기 때문에, 정해진 연마조건(연마 압력, 상대속도 등)하에서 각각의 연마재에 의해 시료에 형성되는 변형층 두께를 파악해야 한다. 연마율은 이전 연마 단계에서 형성된 변형층 두께를 제거하기 위해 다음 단계에서 사용할 연마재 종류와 연마 시간을 산출하기 위해 필요하다.

본 연구에서는 구리 용융혼 연마에 사용되는 연마재 종류별 변형층 두께와 연마율을 확인하여 미세조직 관찰에 적합한 프로세스를 알아보려고 한다.

2. 연마관련 이론적 고찰

2.1 손상층의 정의 및 제거 과정

손상층(Damaged layer)은 Figure 1과 같이 표면 스크래치층(Scratch layer)과 변형층(Deformed layer)으로 이루어져 있다. 연마에서 미세연마로 진행될수록 변형층이 감소함에 따라 전체적인 손상층도 감소하는 반면, 스크래치 층은 미세연마 단계로 갈수록 매우 작아져 손상층 감소에 큰 의미를 가지지 않게 된다. 미세연마를 매우 세심하게 하더라도 연마재로 인해 형성되는 변형은 완전히 막을 수는 없다. 따라서 최종 연마 후에도 남아있는 변형층은 에칭과 같은 콘트라스트 과정으로 제거될 정도로 작아야 한다⁽³⁻⁵⁾.

Figure 2는 미소한 칩(Chip)을 형성하며 연마가 진행되는 원리를 나타낸 것이다. 연마재 연마면과 시료 표면에 대한 수직선 사이에 이뤄지는 연마각(γ)에 의해 연마 성능이 좌우된다. Figure 3(a)와 같이 연마각이 양의 값(30~80°)인 경우, 연마입자는 칩을 원만하게 제거하여 스크래치를 남기고 주위에 변형층은 크기 않다. 반면, Figure 3(b)와 같이 연마각이 음이나 임계값(-80~0°)인 경우, 연마입자는 칩을 원만하게 제거하지 못해 연마입자가 지나간 연마면에 변형층이 두껍게 형성된다⁽⁶⁻⁸⁾.

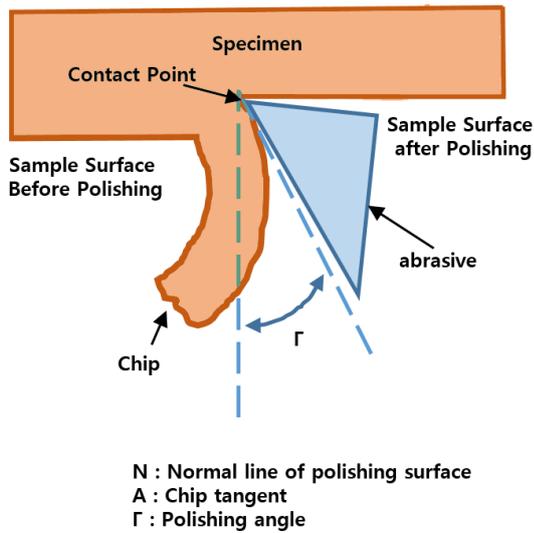


Figure 2. Grinding principle through chip formation.

연마 단계에서 자주 사용하는 연마재는 Silicon Carbide (SiC)이다. SiC는 높은 경도와 날카로운 모서리를 갖는 연마입자로 구성되어 있어 시료 연마율이 높은 장점이 있지만 연마입자가 단층으로 이뤄져 있어 자생기능이 없고 사

용 시간이 짧다는 단점이 있다. SiC 연마재는 사용시간이 경과할수록 초기에 양의 값을 가지던 연마각이 빠르게 음의 값을 가지게 된다. 즉, 절단효과를 내던 입자들이 변형층을 형성하는 효과로 변한다.

미세연마 단계에서는 다이아몬드 연마재가 주로 사용된다. 다이아몬드 연마재는 연마천과 함께 사용되는데, 연마천 선택에 따라 효과적인 시료 제거율, 평탄화 및 변형층 감소가 가능하다. 초기 미세연마 단계에는 높은 제거율과 평탄화를 달성하기 위해 Figure 4(a)와 같이 충돌탄성(Resilience)이 낮거나 중간정도인 연마 천을 사용한다. 변형층 두께를 감소시키기 위해 과정이 진행될수록 칩 크기는 작아져야 한다. 아주 미세한 칩을 얻으려면 1 μm 이하의 연마재와 함께 Figure 4(b)와 같은 충돌탄성이 큰 연마천을 사용해야 한다⁹⁾.

연마 최종단계에서는 구리와 같은 연성 재료의 경우, 콜로이달 실리카(Colloidal silica)를 사용한다. 콜로이달 실리카는 화학적, 기계적 연마가 결합된 형태로, 미세하고 부드러운 연마가 가능하여 변형층이 거의 없는 시료를 만들 수 있다.

2.2 연마재의 종류와 특징

금속재료 연마에 주로 사용되는 연마재는 Table 1과 같

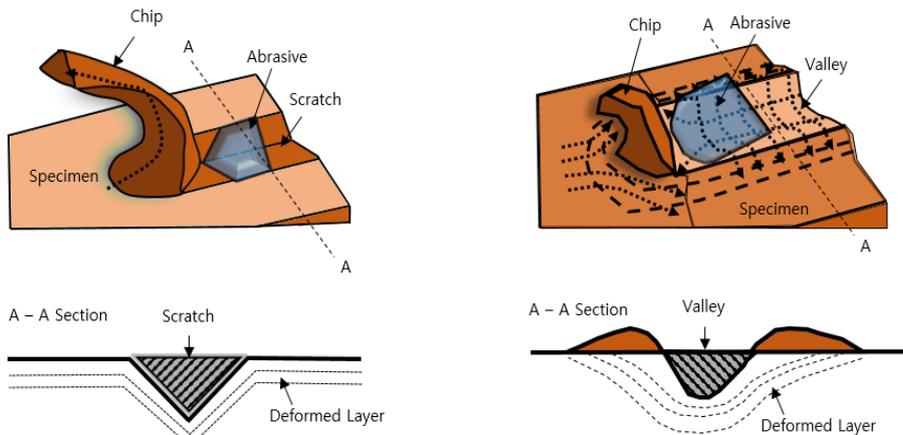


Figure 3. Effect of grinding angle on removal of material from specimen surface.

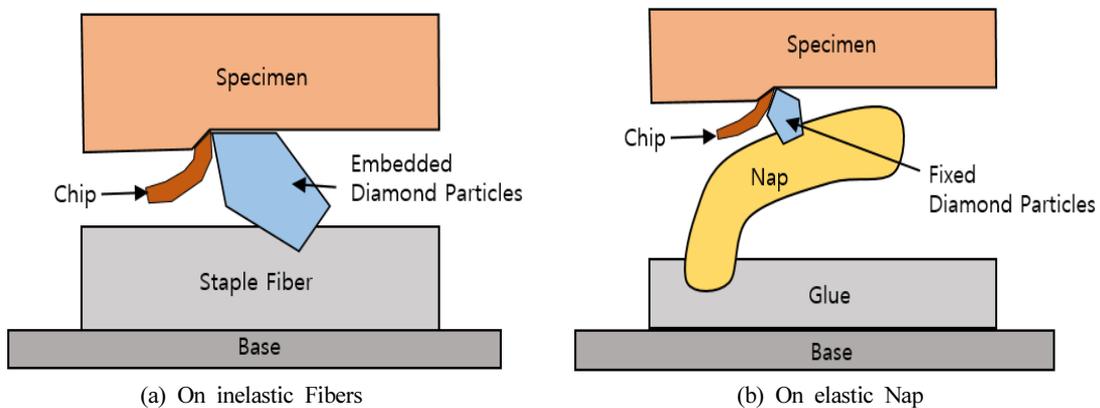


Figure 4. Chip formation by immobilized particles according to elasticity.

Table 1. Characteristics of SiC, Diamond, Colloidal Silica Abrasive

Abrasive	Silicon Carbide	Diamond	Colloidal Silica
Constituent Element	SiC	C	SiO ₂
Abrasive Size (μm)	260-5	15-.25	.05, .04
Hardness (Mohs)	9.1-9.5	10	6-7
Grinding/Polishing Duration	2-3 min	Long Time	Before Crystallization
Refrigerant	Water	Water or Alcohol Base Lubricant	-

Table 2. Abrasive Cloth used for Diamond and Colloidal Silica

Fiber Material	Resilience	Hardness Range	Abrasive (μm)	Product Example
Polyester	Low	Hard	9~3	MD-Dac
Satin Woven Natural Silk	Low/medium	Hard	9~1	MD-Dur
Taffeta Woven 100% Wool	Medium/high	Soft	≤ 3	MD-Mol
Synthetic Short Nap	High	Very Soft	≤ 1	MD-Nap
Porous Neoprene	High	Soft	< 1	MD-Chem

이 SiC, 다이아몬드, 콜로이달 실리카 등이 있다. SiC는 높은 경도와 날카로운 모서리를 갖고 있어 시편 제거율이 높아 연마단계에서 주로 사용된다. 입자 크기는 Grit으로 나타내며, Grit 크기가 커질수록 입자 크기는 반대로 작아진다. 예를 들어, 유럽기준(European FEPA or P-Grading)으로 P500 Grit은 30 μm, P1200 Grit은 15 μm, P2400 Grit은 10 μm, P4000 Grit은 5 μm이다(앞으로 Grit 표기는 생략하도록 하겠다). 다이아몬드는 가장 단단한 재료로, 단결정질(Single crystalline)과 다결정질(Polycrystalline) 두 종류가 있으며, 대략 15~.25 μm 범위의 연마 입자를 갖는다. 다결정질은 높은 제거율과 고른 표면 마무리가 가능하여 단결정질 보다 많이 사용된다. SiC 연마재에 비해 연마 지속력이 높으나 별도의 연마천과 윤활유가 필요하다. 콜로이달 실리카는 입자크기가 작고, 화학적, 기계적 연마가 결합된 형태로 시료의 변형층을 크게 감소시킬 수 있어 최종 미세연마에 사용된다.

2.3 연마천의 종류와 특징

다이아몬드와 콜로이달 실리카는 SiC 연마재와는 달리 별도의 연마천이 필요하다. 연마천은 합성섬유, 천연섬유, 보풀형 용단, 네오프렌 등 다양하며 미세연마 단계마다 적절하게 선택하여 사용해야 한다. Table 2는 구리 용융혼 미세연마에 자주 사용되는 연마천을 나타낸 것이다. 다이아몬드를 이용한 초기 미세연마 단계에서는 높은 연마율과 평탄화가 필요하기 때문에 충돌탄성이 낮거나 중간인 폴리에스터나 천연실크 섬유가 사용된다. 중간 미세연마 단계에서는 변형층 두께를 줄이기 위해 충돌탄성이 중간이거나 높은 천연실크나 면사 섬유가 사용된다. 마지막 미세연마 단계에서는 변형층 두께를 최소화하기 위해 보풀형 천연 비스코섬유 용단이 사용된다. 충돌탄성이 낮은 연마 천은 높은 연마율을 갖으나 변형층 두께가 크고, 충돌탄성이 높

은 연마 천은 낮은 연마율을 갖으나 변형층 두께는 작다. 따라서, 시료의 특성에 맞는 적절한 연마천을 선택해야 한다. 콜로이달 실리카는 특수 제작된 네오프렌 연마천을 사용한다. 네오프렌은 기공을 갖고 있어 화학적 효과를 극대화할 수 있는 장점이 있다^(10,11).

3. 실험 구성 및 방법

제거율(Removal Rate, RR)은 식(1)과 같이 프레스톤의 법칙(Presthon's law)에 의해 설명된다.

$$RR = kPV \quad (1)$$

여기서 RR는 제거율, k는 프레스톤 상수, P는 연마압력(힘), V는 상대속도를 나타낸다.

주택용 전기배선으로 많이 사용되는 2.5 mm² 굵기의 전선을 실험에 사용 하였으며, 물성은 Table 3과 같다. 압연된 구리의 경도는 50~60 HV로 연질 금속이다. 너무 큰 연마 압력을 가하면 미세조직 변형이 발생할 수 있으므로 적당한 크기로 연마해야 한다. 통상적으로 구리를 연마할 때, 사용하는 힘의 크기는 15~20 N이다^(1,2). 본 연구에서는 15 N을 사용하였다. 상대속도는 연마 단계에서는 150 RPM, 미세연마 단계에서는 130 RPM으로 설정하였다.

구리 용융혼의 무결한 미세조직을 얻기 위해 다음의 두 가지 사항을 고려하였다. 첫째, 각각의 연마재에 대한 연마량(Removed depth)과 연마율(Removal rate)을 확인하였다. 구리전선을 1 cm 길이로 절단하고 콜드 마운팅(Struers, VersoCit-2)하여 시료를 만들었다. 측정은 마이크로미터기(Mitutoyo, MDH-25M, 분해능 .0001 mm)로 연마 전 시료의 높이를 먼저 측정하고, 자동연마기(Struers, Tegramin-25)로 일정 시간만큼 연마한 후 높이를 다시 측정하는 방법으로,

Table 3. Physical Properties of Copper

Material	Nominal Compositon	Form and Condition	Hardness (HV)	Yield Strength (.2% Offset, Ksi)	Tensil Strength (Ksi)
Copper	Cu 99.5% or more	Annealed	50~60	10	32

Table 4. Grinding / Polishing Process[†]

Abrasive **	Particle Diameter (μm)	Polishing Cloths	Force (N)	Speed (RPM), Direction ^{***}	Remarks
SiC P500	30	-	15	150, Comp	Water Spray
SiC P1200	15	-	15	150, Comp	Water Spray
SiC P2400	10	-	15	150, Comp	Water Spray
SiC P4000	5	-	15	150, Comp	Water Spray
Diamond (Polycrystalline)	6	MD-Dur	15	130, Comp	Abrasive Spray Per 30 s
Diamond (Polycrystalline)	3	MD-Dur	15	130, Comp	Abrasive Spray Per 30 s
Diamond (Polycrystalline)	1	MD-Nap	15	130, Comp	Abrasive Spray Per 30 s
Diamond (Polycrystalline)	.25	MD-Nap	15	130, Comp	Abrasive Spray Per 30 s

* All Consumables are Made by Struers Products

** The Number of SiC Abrasive Paper is European FEPA or P-Grading

*** Comp : Platen and Specimen Holder Both Rotate in the Same Direction

연마 전·후의 높이변화를 확인하였다. 각각의 연마재당 3개의 시료를 사용하여 측정하고 평균값을 구한 다음 연마량과 연마율을 그래프로 나타냈다.

둘째, 연마로 인해 시료에 발생하는 변형층 두께를 광학현미경(Zeiss, Axio observer 3)으로 측정하였다. 측정 방법은 이전 연마단계에서 형성된 변형층 두께를 측정된 후 다음 연마단계에서 그 변형층 두께만큼 연마하고 새로 발생한 변형층 두께를 재측정 하는 것을 반복하였다. 측정 오차를 줄이기 위해 각각의 연마재당 3개의 시료를 사용하고, 시료마다 6지점 이상에서 최대 변형층 두께를 측정된 후 3개의 시료에 대한 평균값을 그래프로 나타냈다.

연마 순서는 Table 4와 같다. 먼저, SiC 연마재는 P500, P1200, P2400, P4000 순서로 하고, 다이아몬드는 6 μm, 3 μm, 1 μm, .25 μm 순서로 하였다. 다이아몬드 6 μm, 3 μm에서는 충돌탄성이 낮은/중간인 MD-Dur 연마천을 사용하고, 다이아몬드 1 μm, .25 μm는 충돌탄성이 높은 MD-Nap 연마천을 사용하였다. 이때, 사용된 연마천은 샘플시료로 약 15분간 연마하여 연마재가 연마천 표면에 고르게 분포되도록 한 것이다. 다이아몬드 연마 시, 연마액과 윤활유의 보충(dosing) 시간은 30 s 간격이다.

4. 실험 결과 및 고찰

4.1 각각의 연마재에 대한 연마량과 연마율 측정

Figure 5는 SiC 연마재 P500, P1200에 대한 연마량과 연

마율을 측정된 결과 그래프이다. Figure 5(a)와 같이 초기 15 s 동안 P500의 연마량은 381 μm, P1200은 259 μm으로, 약 122 μm의 연마량 차이가 났다. 120 s 후의 P500의 연마량은 1335 μm, P1200은 846 μm로, 연마량 차이는 489 μm로 더 커졌다. 이 결과로 볼 때, P500 연마재가 P1200에 비해 연마량과 지속력이 높으므로, 용융흔의 크기가 큰 경우, P500 연마재를 우선 사용하는 것이 유리할 것으로 판단된다. Figure 5(b)와 같이 초기 15 s 동안 P500의 연마율은 25.46 μm/s이나 60 s 후 9.5 μm/s로 연마율이 급격히 떨어진 다. 이후 완만하게 감소하여 120 s에는 8.11 μm/s까지 떨어졌다. P1200은 초기 15 s 동안 17.29 μm/s의 연마율을 보이 나 60 s 후 6.77 μm/s로 급격히 떨어진다. 이후 완만하게 감소 하여 120 s에는 4.56 μm/s까지 감소하였다. P500, P1200 연마 재는 초기에 양의 연마각을 갖는 입자들이 넓게 분포하여 높은 연마량을 보였으나 30 s 이후에는 입자들이 마모되어 연마량이 낮아지는 것으로 판단된다.

Figure 6은 SiC P2400, P4000과 6 μm, 3 μm, 1 μm, .25 μm 다이아몬드 연마재에 대해 min 단위로 연마량과 연마율을 측정된 결과이다. Figure 6(a)와 같이 P2400은 초기 2 min간 38 μm, 10 min 후 119.6 μm의 연마량을 나타냈으며, P4000은 초기 2 min간 8.5 μm, 10 min 후 19.2 μm의 연마량을 보였다. 6 μm 다이아몬드는 초기 2 min간 7.5 μm 10 min 후 37.3 μm, 3 μm 다이아몬드는 초기 2 min간 4.2 μm, 10 min 후 22.3 μm를 나타냈다. 1 μm 다이아몬드는 초기 2 min간 1.4 μm, 10 min 후 7.2 μm, .25 μm 다이아몬드는 초기 2 min간 .8

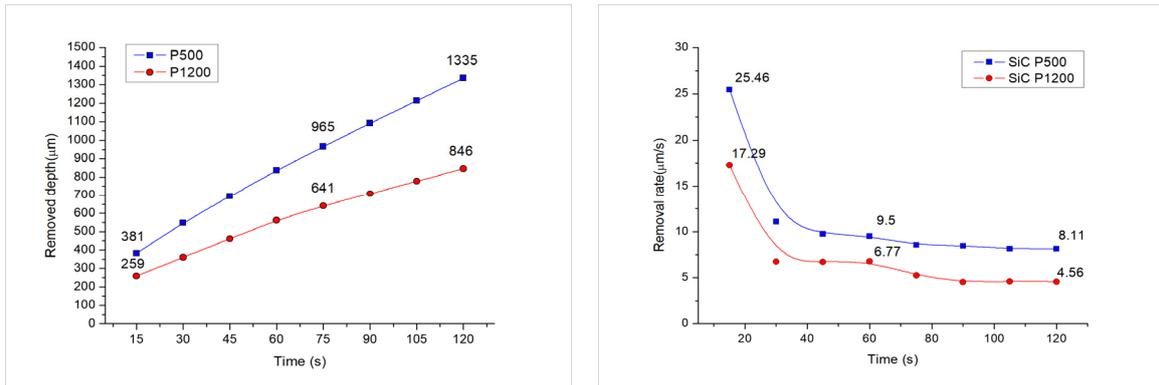


Figure 5. Removed depth and removal rate for P500 and P1200 abrasives.

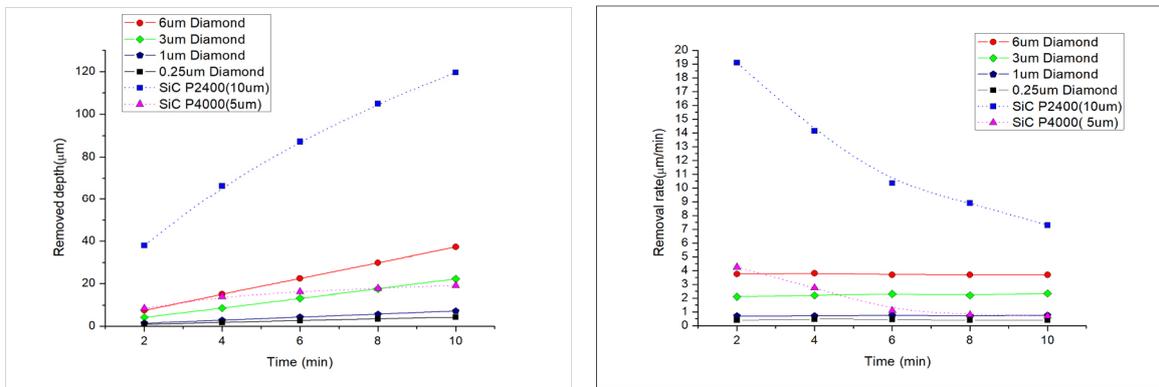


Figure 6. Removed depth and removal rate for 6 μm, 3 μm, 1 μm, .25 μm diamond and SiC P2400, P4000 abrasives.

μm, 10 min 후 4.28 μm의 연마량을 보였다. 전체적으로 다이아몬드 연마재는 시간에 대해 선형적인 연마량을 보인 반면, SiC 연마재는 비선형적인 연마량을 보였다.

Figure 6(b)와 같이 SiC P2400은 초기 2 min간 19.1 μm/min의 연마율을 보이거나 10 min 후 7.3 μm/min으로 연마율이 크게 감소하였으며, P4000 또한, 4.25 μm/min에서 .7 μm/min까지 급격히 감소하였다. 반면, 다이아몬드 연마재의 경우, 6 μm는 약 3.7 μm/min, 3 μm은 2.2 μm/min, 1 μm은 .7 μm/min, .25 μm은 .4 μm/min로 시간이 경과되어도 일정한 연마율을 유지하였다.

이 결과로 볼 때, SiC 연마재보다 다이아몬드 연마재가 연마 효율이 우수한 것을 알 수 있다. 또한, 입자지름이 5 μm인 SiC P4000 연마재 대신 6 μm 다이아몬드 연마재를 사용하면 연마효율을 더욱 증가시킬 수 있을 것으로 판단된다.

4.2 각각의 연마재에 의해 시료에 형성된 변형층 평균 깊이 측정

SiC 연마재 P500, P1200에 대해 변형층 평균 깊이를 측정하였다. 구리 용융혼 중심부(지름의 1/2지점)를 기준으로 변형층 두께를 측정하기 위해 P500은 1 min, P1200은 2 min간 연마하였다. 실험 결과, P500의 변형층 평균 깊이는 98.5 μm이고, P1200은 59.65 μm로 측정되었다.

P500 연마재로 연마를 시작할 경우, 연마량이 커 연마시

간은 감소하지만 변형층 두께가 커져 다음 연마 단계에서 소요시간이 증가하게 된다. 예를 들어, P500 연마재로 연마한 후 P2400으로 연마한 경우, 연마율을 고려하여 시간을 계산하면 약 8 min이 소요된다. 반면, P1200 연마재로 연마 후 P2400으로 연마하면, 소요 시간은 약 4 min이다. 따라서, 2.5 mm² 굵기의 구리전선의 경우, P500보다 P1200 연마재로 연마하는 것이 3 min 정도의 시간을 절약할 수 있다.

Figure 7은 P1200으로 연마 후 P2400으로 1~4 min까지 1 min 단위로 연마하였을 때, 변형층 평균 깊이를 측정하는 것이다. P2400으로 P1200의 변형층을 제거하기 위해 필요한 소요 시간은 약 4 min이다. 하지만 실제 4 min 동안 연마하였을 때, 변형층 두께는 51.38 μm로, 1 min 동안 연마했을 때의 변형층 두께 28.66 μm보다 더 증가하였다. 연마재를 장시간 사용함에 따라, 양의 연마각을 갖던 입자들이 음의 연마각으로 바뀌어 변형층 두께를 증가시키는 것으로 판단된다. P2400 연마재의 경우, 1 min 동안 연마하는 것이 가장 효율적이었다.

다음으로 6 μm, 3 μm, 1 μm 다이아몬드로 연마하였을 때, 시료에 형성된 변형층 평균 깊이를 측정하였다. 연마 순서는 6 μm → 3 μm → 1 μm으로 진행하였다. 측정 방법은 이전 단계에서 시료에 형성된 변형층 두께만큼 연마한 후, 새로 형성된 변형층 두께를 측정하는 것을 반복하였다. P2400에 의해 시료에 형성된 28.67 μm 두께의 변형층을 6

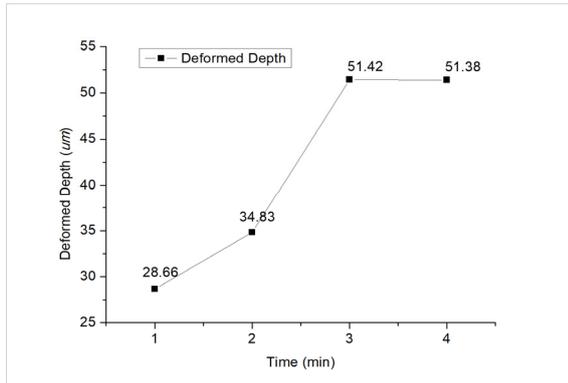


Figure 7. Variation in deformed depth over time of P2400 abrasive.

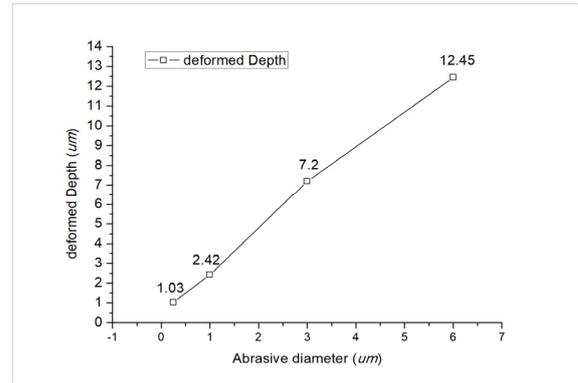


Figure 8. Variation in deformed depth after polishing about diamond 6 µm, 3 µm, 1 µm, .25 µm abrasives.

Table 5. Results of Polishing Time and Deformed Depth Measurements for each Abrasive

Abrasive Type	SiC			Diamond			
	P500	P1200	P 2400	6 µm	3 µm	1 µm	.25 µm
Polishing Time (s)	60	120	60	480	360	600	180
Average Deformed Depth (µm)	98.5	59.65	28.66	12.45	7.2	2.42	1.03

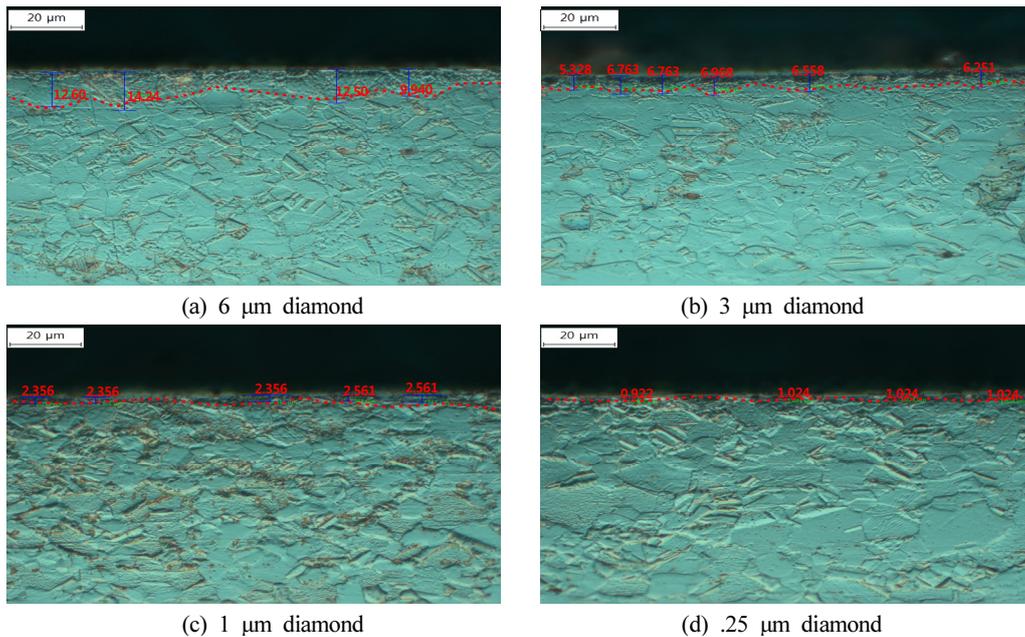


Figure 9. Image of depth change of deformed layer using optical microscope (× 1000 Magnification).

µm 다이아몬드로 제거하기 위해 소요된 시간은 8 min이었으며, 12.45 µm 두께의 새로운 변형층이 형성되었다. 3 µm 다이아몬드는 6 min이 소요되었고, 7.2 µm의 새 변형층이 형성되었다. 1 µm는 10 min 소요, 2.42 µm의 새 변형층이 생겼다. 통상적으로 문헌으로 공개된 구리연마 프로세스에서는 다이아몬드를 이용한 미세연마는 1 µm 입자 크기까지만 실시하였다. 하지만 측정결과, 변형층 두께가 2 µm 이상 형성되어 있어 에칭(Etching) 콘트라스트 후에도 변형층이 남아 시료의 미세조직을 왜곡시킬 우려가 있었다. 최

종 연마 후 변형층 두께가 1 µm 이하가 되어야 왜곡되지 않은 원조직을 관찰할 수 있다⁽¹²⁾. 이를 해결하기 위해 .25 µm의 다이아몬드 연마재를 추가 도입하여 1 µm 다이아몬드 에 의해 시료에 형성된 변형층을 제거하였다. 소요시간은 8 min이 걸렸으며, 1.03 µm의 새 변형층이 형성되었다. Figure 8은 다이아몬드 연마재를 이용하였을 때 시료에 형성된 변형층 평균 두께를 나타낸 것이다. Table 5는 실험한 각각의 연마재에 대한 연마시간과 형성된 변형층 두께를 요약한 것이다.

Figure 9는 각 다이아몬드 연마 단계별 변형층 두께를 광

Table 6. Polishing Process Summarized by Experimental Results

Abrasive Type	Particle Size (μm)	Polishing Cloths	Force (N)	Speed (RPM), Direction	Time (s)	Remark
SiC Paper (Grinding)	15 (P1200)	-	15	150, Comp	120	Water Spray
	10 (P2400)	-	15	150, Comp	60	Water Spray
Diamond (Polishing)	6	MD-Dur	15	130, Comp	480	Abrasive Spray Per 30 s
	3	MD-Dur	15	130, Comp	360	Abrasive Spray Per 30 s
	1	MD-Nap	15	130, Comp	600	Abrasive Spray Per 30 s
	.25	MD-Nap	15	130, Comp	480	Abrasive Spray Per 30 s
Colloidal Silica (Final Polishing)	.04	MD-Chem	10	150, Contra*	180	Abrasive Spray Per 15 s water Cleaning for 30 s before Finish

*Contra : Platen and Specimen Holder Rotate in Opposite Direction.

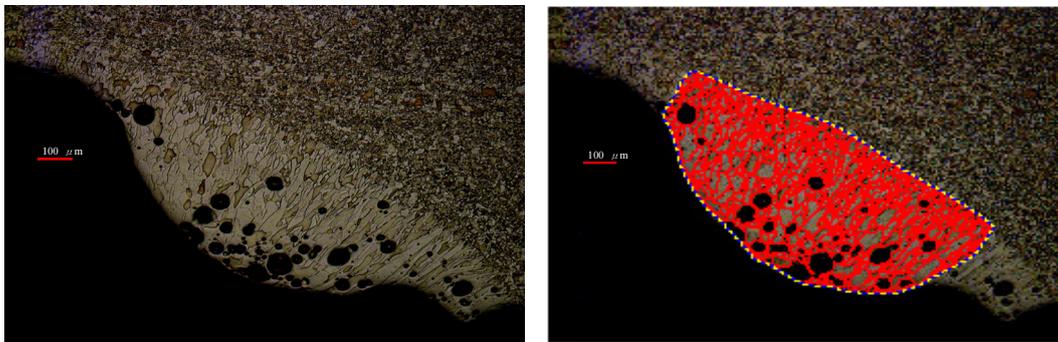


Figure 10. Detection of melted bead information using digital analysis software (× 100 magnification).

Table 7. Statistical Data Obtained from Metal Surface Information

No.	Area (μm × μm)	Maxi μm Length (μm)	Maxi μm Width (μm)	% Area
Average	353.301	27.256	12.704	.081
Minimum	3.429	1.843	.000	.001
Maximum	4877.305	174.292	77.840	1.116
Sum	349414.342	26956.200	12564.280	79.920

학현미경으로 촬영한 이미지이다. 연마단계가 진행될수록 변형층 두께가 감소하는 것을 확인할 수 있다.

최종연마는 콜로이드 실리카를 사용하였다. 화학적 반응 요소가 매우 강하고 장시간 미세 연마하는 경우, 각 미세조직 구성요소의 화학적 반응 차로 인해 연마 표면 기복현상이 커지게 되므로 3 min만 연마하였다.

Table 6은 실험 결과를 바탕으로 구리 용융혼 연마 프로세스를 제시한 것이다. 총 연마에 걸리는 시간은 38 min이었다.

Figure 10은 Table 6의 방법으로 용융혼을 연마한 후 광학현미경으로 이미지와 표면정보를 획득한 것이다. 결정립계가 뚜렷할수록 이미지 검출이 용이하여 정확한 정보를 획득할 수 있는 것을 알 수 있다. Table 7은 표면 정보로 획득한 면적, 최대 길이, 최대 폭에 대한 통계이다. 이외에 표준편차, 분산, 결정립 크기에 따른 인덱스(Index)화 등 다양한 데이터를 획득할 수 있다.

5. 결 론

구리 용융혼 미세조직은 변형층과 원조직으로 구분할 수 있다. 변형층이 존재하는 경우에는 측정오류가 발생되어 연마/미세연마를 통하여 변형층을 제거하고 원조직을 관측하여야 한다. 이에 따라 본 연구에서는 구리 용융혼의 미세조직 분석을 위한 연마/미세연마 절차를 제시하였다. 변형층 제거를 위해 연마재 종류/크기, 연마시간, 연마율의 상관성을 분석하였고 변형층의 두께를 1 μm 이하가 되도록 하였다.

연구결과, 2.5 mm²의 구리전선의 경우, SiC P1200 연마재를 첫 연마재로 사용하는 것 SiC P500 연마재를 사용하는 것 보다 연마효율이 증가하였다. 다음 단계인 SiC P2400 연마재는 1 min간 연마하였을 때, 변형층 두께가 28.66 μm로 가장 낮았으며, 그 이상은 오히려 변형층 두께가 증가하

였다. 다음 단계로, 6 μm 다이아몬드를 사용하는 것이 SiC P4000 연마재를 사용하는 것보다 연마 지속성이 증가되어 연마 시간을 단축시킬 수 있었다. 이 후 다이아몬드 3 μm , 1 μm 단계를 거친 후, 변형층 평균 두께를 2.42 μm 까지 감소시킬 수 있었으나, 변형층 두께가 커 왜곡된 미세조직 정보를 얻을 확률이 높았다. 대안으로 .25 μm 다이아몬드를 추가 적용하였고, 그 결과 변형층 평균 두께를 약 1 μm 까지 감소시킬 수 있었다.

본 연구에서는 SiC 연마재 P1200 2 min, P2400 1 min, 다이아몬드 연마재 6 μm 8 min, 3 μm 6 min, 1 μm 10 min, .25 μm 8 min 실시하는 새로운 연마/미세연마 절차를 제시하였다. 또한 최종 단계에서 3 min 동안 콜로이드 실리카 .04 μm 로 화학적 미세연마를 실시함으로써 미세조직의 선명성을 증대시키는 방안도 제시하였다. 연마/미세연마 시간은 총 38 min이 소요되며, 기존에 제시된 시간, 절차보다 단순화 하였다.

이 방법으로 모든 용융흔 조직관찰에 공통 적용할 수는 없겠으나 연마과정에 참고자료로 활용될 수 있을 것으로 판단한다. 앞으로는 디지털 이미지 분석 소프트웨어를 활용하여 1, 2, 3차 용융흔을 구분할 수 있는 판별기법과 응용프로세스를 연구할 계획이다.

후 기

본 연구는 2018년도 산업통상자원부의 재원으로 한국에너지기술연구원(KETEP)의 지원을 받아 수행한 연구 과제입니다(No. 20151210000050).

References

1. J. Y. Kang and S. H. Kim, "Sample Preparation for EBSD Analysis : Tips for Metal with Delicate Surfaces", Kor. J. Met. Mater., Vol. 48, No. 8, pp. 730-740 (2010).
2. D. C. Zipperian, "Pace Technologies Metallographic Handbook", PACE Technologies, U.S., p. 180 (2011).
3. Petzow, "Metallographic Etching : Techniques for Metallography, Ceramography, Plastography", 2nd Edition, Asm Intl, U.S., pp. 18-21 (2007).
4. D. M. Turley and L. E. Samuels, "The Nature of Mechanically Polished Surfaces of Copper", Metallography, Vol. 14, No. 4, pp. 275-294 (1981).
5. D. M. Turley and L. E. Samuels, "The Nature of Mmechanically Polished Surfaces of Copper : Polishing with Fine Diamond Abrasives", Metallography, Vol. 18, No. 2, pp. 149-160 (1985).
6. A. Misra and L. Finnie, "A Review of the Abrasive Wear of Metal", Journal of Engineering Materials and Technology, Vol. 104, No. 2, pp. 94-101 (1982).
7. A. J. Sedriks and T. O. Mulhearn, "The Effect of Work-Hardening on the Mechanics of Cutting in Simulated Abrasive Processes", WEAR, Vol. 7, No. 5, pp. 451-459 (1964).
8. L. E. Samuels, "Metallographic Polishing by Mechanical Methods", 4th Edition, ASM, U.S., pp. 37-52 (2003).
9. R. L. Aghan and L. E. Samuels, "Mechanism of Abrasive Polishing", Wear, Vol. 16, No. 4, pp. 293-301 (1970).
10. L. E. Samuels, "Metallographic Polishing by Mechanical Methods", 4th Edition, ASM, U.S., pp. 155-194 (2003).
11. H. Schumann and H. Oettel, "Metallografie", 14th Edition, WILEY-VCH, Germany, pp. 169-179 (2015).
12. H. Schumann and H. Oettel, "Metallografie", 14th Edition, WILEY-VCH, Germany, pp. 206 (2015).