

방향성 전기강판에서 1차 재결정시 Si 함량과 냉간압연 횟수, 승온 속도에 따른 집합조직 발달

전성호 · 박노진[†]

금오공과대학교 신소재공학부

Texture Evolution during Primary Recrystallization and Effect of Number of Cold Rolling Passes, Heating Rate, and Si Contents in Grain-Oriented Electrical Steel

Soeng-Ho Jeon, No Jin Park[†]

School of Advanced Materials Science and Engineering, Kumoh National Institute of Technology,
61 Daehak-ro, Gumi, Gyeongbuk 39177, Korea

Abstract Grain-oriented electrical steel sheets are mainly used as core materials for transformers and motors. They should have excellent magnetic properties such as low core loss, high magnetic flux density and high permeability. In order to improve the magnetic properties of the electrical steel sheet, it is important to form Goss oriented grains with a very strong $\{110\}\langle 001 \rangle$ orientation. Recently, efforts have been made to develop Goss grains by controlling processes such as hot rolling, cold rolling, and primary and secondary recrystallization. In this study, the sheets containing 3.2 and 3.4wt.% Si were used, which were rolled with 1 and 10 passes with total thickness reduction of 89%. Heating was carried out for primary recrystallization with different heating rates of 25°C/s and 24°C/min until 720°C. The behavior of Goss-, $\{411\}\langle 148 \rangle$ -, and $\{111\}\langle 112 \rangle$ -oriented grains were analyzed using X-ray diffraction(XRD) and electron back-scatter diffraction(EBSD) analysis. The area fraction of Goss-oriented grains increased with the number of rolling passes during cold rolling; however, after the primary recrystallization, the area fraction of the Goss grains was higher and exact Goss grains were found in the specimens subjected to rapid heating after one rolling pass.

(Received August 31, 2018; Revised September 13, 2018; Accepted October 12, 2018)

Key words : Grain-oriented electrical steel, Recrystallization, Microstructure, Texture, EBSD

1. 서 론

방향성 전기강판은 변압기 및 모터의 철심재료로 사용되며, 합금원소 첨가, 가공 및 열처리 기술에 의한 집합조직 제어를 통해 철손(core loss)을 낮추며 자속밀도(magnetic flux density)와 투자율(permeability)을 높이기 위해 많은 연구가 진행되어왔다[1-5]. 집합조직 관점에서는 방향성 전기강판의 특성을 향상시키기 위하여 매우 강한 $\{110\}\langle 001 \rangle$ Goss 집합조직을 가지게 하는 것이 필수적이다. 즉, 판재의 특정한 방향(예를 들면 압연방향)으로 자화가 쉬운 $\langle 001 \rangle$ 결정방향이 정렬되어 있어야 한다. 최근에는

열간압연, 열연판 소둔, 냉간압연, 1차 재결정, 2차 재결정 등의 제조공정을 제어하여 Goss 집합조직이 매우 강하게 발달한 전기강판을 생산하려는 연구가 진행되고 있다.

선행연구에서 열연소둔판재를 냉간압연 했을 때, 압연횟수가 증가함에 따라 Goss 방위 결정립의 면적분율이 증가함을 밝혔다. 또한 냉간압연 시 압연횟수가 증가할수록 국부적으로 생성되는 전단밴드에서 Goss 결정립의 분포가 넓고, 표면에서 Goss 방위 결정립들이 더 많이 존재하며, 결정학적으로 완전한 Goss방위 결정립들이 생성된 것을 확인하였다[6, 7]. 본 연구에서는 이렇게 냉간압연을 통하여 더 많이

[†]Corresponding author. E-mail : njpark@kumoh.ac.kr
Copyright © The Korean Society for Heat Treatment

생성된 Goss 방위 결정립들이 1차 재결정 후에는 어떻게 변화하는지 살펴보자 하였다.

냉간압연한 방향성 전기강판에서 1차 재결정 시 약 700°C에서 {111}<112>, {411}<148> 방위를 갖는 집합조직이 강하게 발달하기 시작한다고 알려져 있으며[8], 2차 재결정 시 Goss 결정립이 용이하게 성장하기 위해서는 Goss 방위와 특정한 입계관계를 갖는, 즉 $\Sigma 9$ 과 $\Sigma 19a$ Coincidence Site Lattice (CSL) 입계 관계를 갖는 {411}<148>, {111}<112>방위 결정립에 대한 연구는 매우 중요하다. 또한 Si는 전기강판에서 소재의 비저항을 증가시켜 철손(core loss)을 낮추는 역할을 하기 때문에 유용한 원소이지만 너무 많이 첨가하면 소재가 취약해지는 것으로 알려져 있으며, 방향성 전기강판에서는 약 3.2%를 첨가하여 사용하고 있다[12]. 따라서 본 연구에서는 Si함량과 냉간압연횟수를 달리하여 압연한 시편을 빠른 승온 속도와 느린 승온 속도를 적용하여 재결정시켰을 때, 생성되는 Goss 방위 결정립의 거동과 Goss 방위 결정립 성장에 영향을 미칠 수 있는 {411}<148>, {111}<112> 방위의 거동을 조사하였다.

2. 실험 방법

본 연구에서 사용한 재료는 3.2 wt.%와 3.4 wt.% Si를 첨가한 방향성 Fe-Si 전기강판이며, 2.5 mm 두께로 열간압연하고 소둔 열처리 한 후, 0.28 mm 두께로 상온에서 89% 압연하였다. 압연은 패스(pass)당 압하율 즉, 압연횟수가 집합조직의 형성에 미치는 영향을 비교하기 위하여 1회 및 10회 압연하였다. 1회 압연은 생산현장에서 수행된 것을 사용하였으며, 10회 압연은 실험실용 압연기(롤지름 127 mm)를 이용하여 패스당 약 19.7%의 압하율을 유지하며 압연하였으며, 10회 압연 후의 총 두께 변형율은 89%이었다.

상온에서 압연한 판재는 약 720°C까지 연속적으로 가열하여 1차 재결정하였는데, 승온속도에 따른 집합조직 발달을 관찰하기 위하여 매우 빠른 승온속도인 25°C/sec와 느린 속도인 24°C/min(혹은 0.4°C/sec)를 적용하였다.

현장에서 제조된 1회 냉간압연한 시편은 유도가열로를 이용하여 25°C/sec의 빠른 속도와 24°C/min의

느린 속도로 가열 열처리하여 비교하였으며, 10회 냉간압연한 시편은 24°C/min의 느린 승온속도로 열처리하여, 1회 압연하여 느린 승온속도로 가열한 시편과 비교하였다. 냉간압연 및 재결정된 시편의 집합조직은 측정된 X-ray pole figure(극점도)를 이용하여 분석하였으며, 재결정된 시편의 조직사진, 결정립 크기, 특정 방위를 갖는 결정립 분율 등은 광학현미경, EBSD(electron back-scattered diffraction)의 OIM(orientation image mapping)을 통해 분석하였다.

2.1 X-ray 집합조직 측정

집합조직은 Co K α -선(파장 = 0.17902 nm)을 이용하여 Bruker AXS D5005 X-선 회절기로 측정된 {110}, {200}, {211} 3개의 극점도를 조화함수법을 이용하여 방위분포함수(ODF, orientation distribution function)를 계산하여 해석하였다[9, 10]. 각 극점도는 시편을 0°부터 70°까지 기울이며 5° 간격으로 반사법을 이용하여 측정하였다. 본 실험에서 나타나는 집합조직은 판재의 두께층에 따라 다르게 발달할 수 있으므로, 층에 따른 집합조직변화의 상관관계를 규명하기 위해 시편의 표면(S=1.00)부터 중심부(S=0.00)까지 5층으로 나누어 연마하여 집합조직을 측정하였다. 계산된 방위분포함수는 전체 Euler-공간($0^\circ \leq \phi_1 \leq 90^\circ$, $0^\circ \leq \phi \leq 90^\circ$, $0^\circ \leq \phi_2 \leq 90^\circ$)에서 표현하지 않고, BCC 결정구조를 갖는 재료의 압연집합조직을 잘 나타내는 $\phi_2 = 45^\circ$ section에서 비교하였다. Goss방위 결정립의 ODF 강도는 $\{\phi_1 = 90^\circ, \phi = 90^\circ, \phi_2 = 45^\circ\}$ 의 $\pm 10^\circ$ f(g)의 최대강도를 선택하였다.

2.2 EBSD 측정

EBSD 측정은, 시편의 압연방향과 수직방향에 위치한 측면을 기계 연마하여 준비하였으며 최종 미세 연마는 0.04 μm colloidal silica suspension을 이용하였다. 사용한 전자현미경은 JEOL JSM-6500F FE-SEM이고, 400배율에서 step size 0.5 μm 로 측정면적 244 $\mu\text{m} \times 304 \mu\text{m} \times 2$ frame을 측정하였다. 측정된 패턴은 TSL OIM analysis를 이용하여 각 방위별 허용각(tolerance angle)을 5°, 10°, 15°로 구분하여 분석하였다.

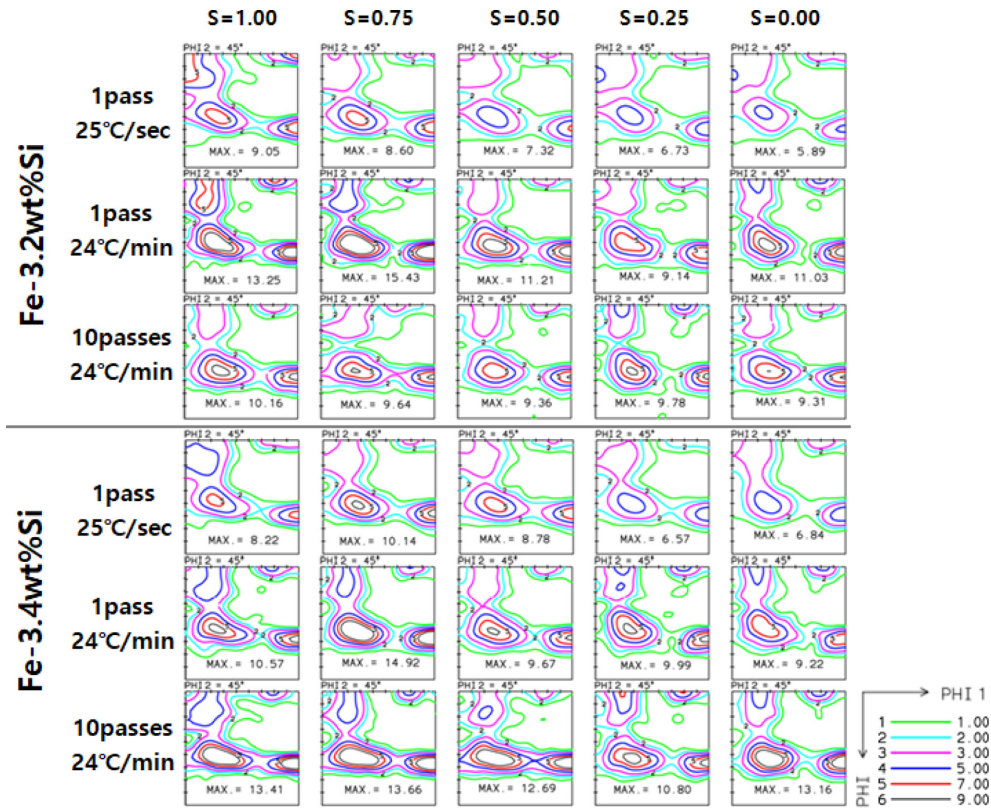


Fig. 1. $\phi_2 = 45^\circ$ section ODFs for primary recrystallized specimens at different content of Si, cold rolling pass and heating rate during recrystallization.

3. 결과 및 고찰

3.1 X-ray 집합조직

서로 다른 압연횟수 및 승온속도에서 열처리하여 1차 재결정된 Fe-3.2 wt.%Si 및 Fe-3.4 wt.%Si 방향성 전기강판의 방위분포함수(ODF)를 Fig. 1에 나타내었다. S=1.00(표면층), S=0.75(1/8층), S=0.50(1/4층), S=0.25(3/8층), S=0.00(1/2층, 중간층)에서 {110}, {200}, {211} 극점도를 측정하여 계산한 결과로 $\phi_2 = 45^\circ$ section에서 ODF를 표현하였다. 모든 경우에서 1차 재결정 후에 내부(S=0.0~0.25)보다 표면(S=0.75~1.0)에서 더 강한 집합조직이 발달하였음을 보여주고 있는데, 이는 각 경우의 최대 f(g)값을 그래프로 나타낸 Fig. 2에서 더 잘 나타나 있다. 이와 같이 표면쪽에서 더 강한 집합조직이 발달한 것은 이미 냉간압연 과정에서 내부보다 표면에 더 강한 응력이 작용하여 강도가 높은 집합조직이

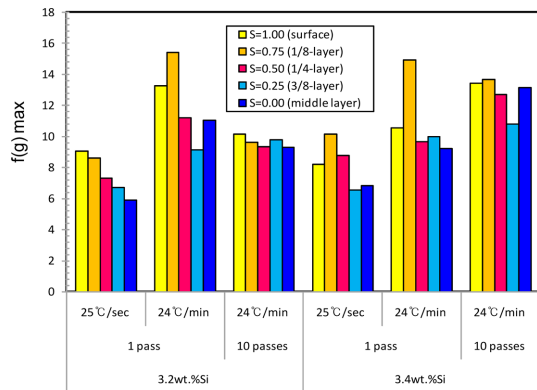


Fig. 2. Maximum f(g) for primary recrystallized specimens at different content of Si, cold rolling pass and heating rate during recrystallization.

발달하고[7] 이러한 경향이 재결정 후에도 유지되어 나타난 결과이다. 모든 시편에서 전체적으로 1차 재결정 후에는 $\{\phi_1 = 30^\circ/90^\circ, \Phi = 55^\circ, \phi_2 = 45^\circ\}$ 부

근의 $\{111\}\langle 112\rangle$ 방위에서 최대 강도가 나타나며, $\{\phi_1 = 20^\circ, \Phi = 20^\circ, \phi_2 = 45^\circ\}$ 부근의 $\{411\}\langle 148\rangle$ 방위가 비교적 강하게 발달하였고, $\{\phi_1 = 20^\circ, \Phi = 0^\circ, \phi_2 = 45^\circ\}$ 부근의 $\{100\}\langle 012\rangle$ 방위 또한 약하게 발달하였다. 승온속도에 따라 비교하면, 빠른 $25^\circ\text{C}/\text{sec}$ 보다 느린속도인 $24^\circ\text{C}/\text{min}$ 로 가열한 경우 집합조직의 강도가 더 높게 나타나고 있다. 특히 최대강도로 발달한 $\{111\}\langle 112\rangle$ 방위는 일반적으로 저탄소강에서 재결정될 때 나타나는 집합조직 성분으로써 3%정도의 Si를 첨가한 전기강관에서도 가장 높게 발달하는 것을 확인할 수 있다. Coincidence Site Lattice(CSL) 입계이론에 의해 Goss 방위와 $\Sigma 9$ boundary 관계에 있는 $\{411\}\langle 148\rangle$ 방위와 $\Sigma 19a$ boundary 관계에 있는 $\{111\}\langle 112\rangle$ 방위는 낮은 입계에너지를 갖기 때문에 mobility가 높다고 알려져 있다[8]. 이에 따라 높은 강도로 형성된 $\{411\}\langle 148\rangle$ 방위와 $\{111\}\langle 112\rangle$ 방위는 2차 재결정 시 Goss 방위를 갖는 결정립이 성장하는 구동력으로 작용할 것으로 판단된다. 따라서 X-ray 집합조직 분석 결과를 고찰할 때, 승온속도가 느릴수록 2차 재결정 시 Goss 방위 결정립이 더 유리하게 성장하는데 영향을 줄 것으로 예상할 수 있다. 한편, X-ray를 이용하여 분석한 집합조직의 발달에 미치는 Si 함량과 압연횟수의 영향은 크지 않음을 보여주고 있다.

3.2 EBSD 분석

$25^\circ\text{C}/\text{sec}$ 의 승온속도로 가열하여 열처리한

3.2 wt.%Si와 3.4 wt.%Si 1차 재결정 시편의 측면에서 측정된 EBSD orientation image map을 Fig. 3에 나타내었으며, 평균 결정립 크기가 약 $3\sim 5\ \mu\text{m}$ 정도로 균일하게 1차 재결정이 이루어진 것을 볼 수 있다. 이는 방위허용각(tolerance angle)을 10° 로 설정하여 분석한 결과로 빨간색은 Goss, 파란색은 $\{411\}\langle 148\rangle$, 초록색은 $\{111\}\langle 112\rangle$ 방위를 갖는 결정립이다. 측정된 Goss방위 결정립은 대부분 $S=1.00$ 에서부터 $S=0.50$ 사이인 표면 부근에서 발견되었고, 특히 전단밴드가 재결정된 부분에서 관찰이 된다. 하지만 $\{411\}\langle 148\rangle$, $\{111\}\langle 112\rangle$ 방위 결정립은 Goss방위 결정립과는 무관하게 모든 층에 비교적 균일하게 분포해있다. 결정립은 표면 부근에서는 크기가 작고 조밀하지만 내부에는 표면에 비해 상대적으로 큰 결정립들이 분포해 있는데, 이는 선행 연구에서 밝힌 것과 같이 냉간압연 시편에서 $20\sim 40^\circ$ 로 기울어진 전단밴드가 표면 부근에 발달하였다가[7] 재결정될 때 비교적 작은 결정립으로 형성된 것으로 판단할 수 있다. 또한 전단밴드는 재결정으로 인해 소멸되었으나, 전단밴드 내에 존재하던 Goss 방위 결정립들이 재결정되어 표면부근에 분포하고 있음을 알 수 있다[11].

측정한 각 시편의 평균 결정립 크기와 Goss방위 결정립의 면적분율을 tolerance angle을 15° , 10° , 5° 로 나누어 분석한 결과를 Fig. 4와 Table 1에 나타내었다. 승온속도가 빠를 때 Goss 방위 결정립의 분율도 높고 완벽한(exact) Goss가 더 많은 것을 알 수 있다. 또한 Si 함량에 따라 평균 결정립 크기

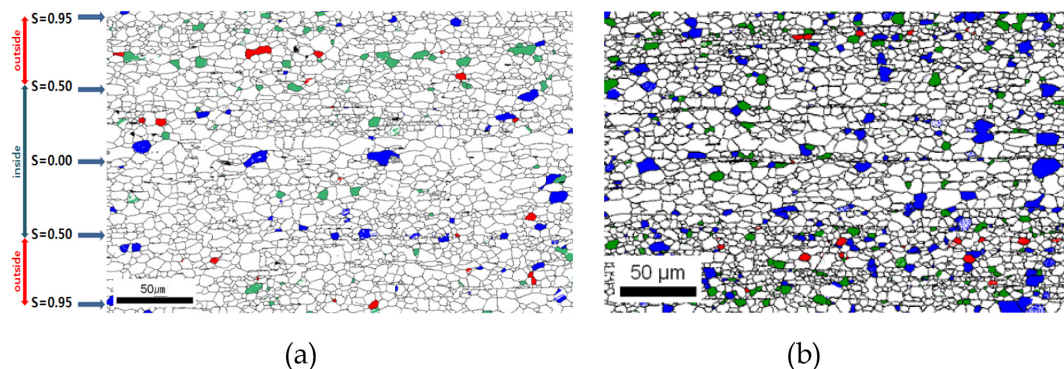


Fig. 3. Orientation imaging mapping of the recrystallized steel sheet obtained by EBSD with a step size of $0.5\ \mu\text{m}$ of (a) 3.2 wt.%Si and (b) 3.4 wt.%Si specimens, which heating rate are $25^\circ\text{C}/\text{sec}$ (red : Goss, blue : $\{411\}\langle 148\rangle$, green : $\{111\}\langle 112\rangle$ orientation).

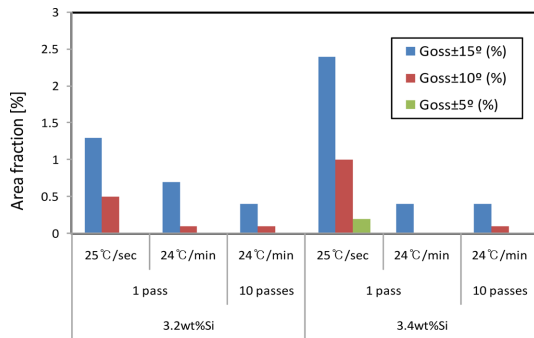


Fig. 4. Area fraction of the Goss oriented grains with tolerance angle of 5°, 10°, 15°.

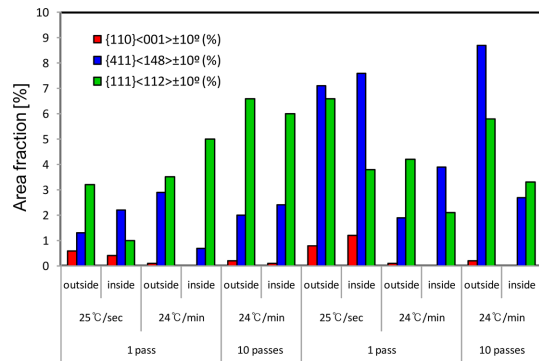


Fig. 5. Area fraction of {110}<001>, {411}<148> and {111}<112> oriented grains.

Table 1. Area fraction of measured Goss orientation and average grain size

Si content	3.2 wt.%Si			3.4 wt.%Si		
cold rolling pass	1 pass		10 passes	1 pass		10 passes
heating rate	25°C/sec	24°C/min	24°C/min	25°C/sec	24°C/min	24°C/min
Goss ± 15° (%)	1.3	0.7	0.4	2.4	0.4	0.4
Goss ± 10° (%)	0.5	0.1	0.1	1.0	0.0	0.1
Goss ± 5° (%)	0.0	0.0	0.0	0.2	0.0	0.0
Grain Size [μm]	3.31	4.91	4.46	4.05	4.79	5.14

Table 2. Area fraction of {110}<001>, {411}<148> and {111}<112> oriented grains with the tolerance angle of 10°

Si content	3.2 wt.%Si						3.4 wt.%Si					
Cold rolling pass	1 pass				10 passes		1 pass				10 passes	
Heating rate	25°C/sec		24°C/min		24°C/min		25°C/sec		24°C/min		24°C/min	
Measured space	outside	inside	outside	inside	outside	inside	outside	inside	outside	inside	outside	inside
{110}<001> ± 10° (%)	0.6	0.4	0.1	0.0	0.2	0.1	0.8	1.2	0.1	0.0	0.2	0.0
{411}<148> ± 10° (%)	1.3	2.2	2.9	0.7	2.0	2.4	7.1	7.6	1.9	3.9	8.7	2.7
{111}<112> ± 10° (%)	3.2	1.0	3.5	5.0	6.6	6.0	6.6	3.8	4.2	2.1	5.8	3.3

를 비교해 보면, 3.2 wt.%Si에서는 1회 압연 후 25°C/sec의 승온속도로 가열한 경우 3.31 μm, 24°C/min 승온속도인 경우에는 4.91 μm, 10회 압연 후 24°C/min의 승온속도로 가열한 경우 4.46 μm로 나타난 것에 비해서 3.4 wt.%Si에서는 1회 압연 후 25°C/sec의 승온속도로 가열한 경우에는 4.05 μm, 24°C/min의 승온속도로 가열한 경우 4.79 μm, 10회 압연 후 24°C/min의 승온속도로 가열한 경우에는 5.14 μm로 더 크게 발달한 것을 볼 수 있다. EBSD로 측정된 부위의 Goss방위 결정립이 많이 존재하는 것은 24°C/min보다 25°C/sec가 많이 존재

했고, 1회 냉간압연 후 재결정된 시편을 비교했을 때, 3.4 wt.%Si에서 더 많은 Goss 방위 결정립 면적 분율과 tolerance angle 5° 범위의 완벽한 Goss 결정립이 관찰되었다.

Fig. 5와 Table 2에는 각 시편을 외부(S=1.00~0.50)와 내부(S=0.50~0.00)으로 나누어 Goss, {411}<148>, {111}<112>방위 결정립 면적분율을 나타내었다. Goss방위 결정립은 대부분의 시편에서 외부에서 많이 관찰되었다. {411}<148>방위와 {111}<112>방위는 Si함량에 따라 다른 특성을 보인다. 3.2 wt.%Si는 {111}<112>방위가 {411}

<148>방위보다 면적분율이 높지만, 3.4 wt.%Si는 {411}<148>방위가 {111}<112>방위보다 면적분율이 높다. 이 결과와 결정립 크기를 비교하였을 때, 3.4 wt.%Si가 3.2 wt.%Si보다 재결정이 먼저 일어났을 것으로 예상된다.

선행 연구에서 냉간압연 횟수가 증가할수록 표면에서 강한 전단변형이 일어나 Goss 결정립의 면적분율이 높고 완벽한 Goss가 발견되었지만, 1차 재결정 후에는 오히려 1회 냉연 후 빠르게 승온한 시편의 Goss 결정립의 면적분율이 높고 완벽한 Goss가 발견되었다.

4. 결 론

1회 및 10회 냉간압연한 Fe-3.2 wt.%Si와 Fe-3.4 wt.%Si 전기강판을 승온속도를 달리하여 1차 재결정된 시편에 대한 집합조직과 결정방위를 조사하였으며, 특히 Goss, {111}<112>, {411}<148>방위 결정립의 거동을 XRD와 EBSD-OIM을 분석하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. XRD 집합조직을 통해 내부보다 표면에 강한 집합조직이 발달하였음을 확인하였고, 1차 재결정 후에는 {411}<148> + {111}<112> 집합조직이 발달하며, 빠른 승온에 비해 느린 승온의 경우에는 {411}<148> 및 {111}<112> 방위의 강도가 더 강하게 발달함을 확인하였다.

2. 1차 재결정 후 표면에 Goss 결정립들이 더 많이 분포해 있고, 1회 압연 후 빠르게 승온한 시편에서 Goss 결정립이 많이 존재하며, Si함량에 따라 Fe-3.2 wt.%Si에서는 0.5%, Fe-3.4 wt.%Si에는 1%의 Goss 면적분율을 차지하였고, 특히 Fe-3.4 wt.%Si에서 완벽한 Goss 결정립이 발견되었다.

3. 재결정 후의 평균 결정립 크기는 빠른 승온을 한 경우가 가장 작고, 1회 압연 후 느린 승온, 10회 압연 후 느린 승온속도로 재결정시킨 순으로 결정립이 크게 발달했으며, Fe-3.2 wt.%Si보다 Fe-

3.4 wt.%Si에서 평균 결정립이 더 크게 발달함을 확인하였다.

4. 냉간압연 관재에서는 압연횟수가 증가함에 따라 Goss 결정립의 면적분율이 높았으나, 1차 재결정 후에는 1회 압연 후 빠른 속도로 승온한 시편에서 Goss 결정립의 면적분율이 높게 나타났음을 확인하였다.

후 기

이 연구는 금오공과대학교 학술연구비에 의하여 지원된 논문(2016-104-062)이며 지원에 감사드립니다.

References

1. Y. Yoshitomi, K. Iwayama, K. Kuroki, Y. Matuo and H. Masui : The Japan Institute of Metals and Materials, **57** (1993) 612.
2. Matsuo, T. Sakai, M. Tanino, T. Shindo and S. Hayami : Proceedings of the 6th International Conference on Textures of Materials, The Iron and Steel Institute of Japan, Vol. 2 (1981) 918.
3. K. Iwayama and K. Haratani : Journal of Magnetism and Magnetic Materials, **19** (1980) 15.
4. A. Datta : IEEE Transactions on Magnetics, **2** (1976) 867.
5. Z. Xia, Y. Kang and Q. Wang : Journal of Magnetism and Magnetic Materials, **320** (2008) 3229.
6. N. J. Park, H. D. Joo and J. T. Park : ISIJ International, **53** (2013) 125.
7. S. H. Jeon and N. J. Park : Korean J. Met. Mater., **56** (2018) 130.
8. Y. Hayakawa and J. A. Szpunar : Acta mater., **45** (1996) 1285.
9. M. Dahms and H. J. Bunge : J. Appl. Cryst., **22** (1989) 439.
10. N. J. Park, M. K. Lee and M. Y. Huh : J. Kor. Inst. Met. & Mater., **38** (2000) 599.
11. S. J. Choi, H. D. Joo, J. T. Park and N. J. Park : Korean J. Met. Mater., **54** (2016) 540.
12. B. D. Cullity : Introduction to magnetic materials, Addison-Wesley Pub. Co. (1972).