

DOE에 의한 침상형 페라이트 에칭 기법 확립

Establishment of etching condition of acicular ferrite by DOE

김가희*, **, 김희진*, 허무영**, 유희수*

* 한국생산기술연구원

** 고려대학교

1. 서 론

침상형 페라이트는 그 형상과 미세한 특성 때문에 강에서 강도와 인성을 동시에 증가시키는 미세 조직이다¹⁾. 그렇기 때문에 Acicular ferrite의 형상에 정의가 여러 논문에서 언급되어 있는데, 예를 들면, 작고 정렬되지 않은 오스테나이트 입내의 페라이트²⁾, 얽히고 섞힌 구조 (Interlocking structure)에 미세한 그레인 사이즈를 가진 페라이트³⁾ 그리고, 작은 그레인에 바늘모양의 페라이트⁴⁾등으로 정의 된다. 그런데 이것을 보면 주로 OM이나 TEM의 미세조직 사진에 의해 정의하고 있다. SEM으로 측정할 경우 SEM은 3차원적인 형상을 측정함으로 Grain boundary가 확연히 보이지 않고, 울퉁불퉁하게 보이는 문제가 있었다. 이 현상은 에칭 조건에 따라 달랐는데, 전해에칭을 할 경우, 나이탈을 이용한 화학에칭보다 뚜렷한 입계를 얻을 수 있었다. 이에 침상형 페라이트의 정확한 형상을 관찰하기 위하여 에칭 조건을 확립할 필요성이 있다. 이에 최소의 실험으로 최적의 조건을 얻기 위하여 최근 여러 분야에서 다양하게 적용 되고 있는 실험계획법 (Design of Experiment) 을 이용하였다. 미니탭 프로그램을 활용하여 에칭한 표면 상태에 영향을 미치는 변수들 중에서 목적함수에 큰 영향을 미치는 중요 설계변수를 상관분석을 통해서 쉽게

선정하고 선정된 설계변수를 입력 값으로 통계학에 기초한 주 효과, 교호 효과를 분석하여 SEM으로 침상형 페라이트의 형상을 관찰하기에 최적의 에칭 조건을 찾아 내었다.

2. 실험방법

2.1 시편 준비

용접 금속은 상용되고 있는 AWS E71T-1 를 이용하였다. 그 화학성분은 Table 1에 나타내었다. 용접은 20kJ/cm의 입열량으로 하였다.용접은 모재와 용접재료의 희석을 막기 위하여 4층 Layer로 10패스 용접하였다.

Table 1. Chemical composition of weld metal

C	Si	Mn	P	S	Ni
0.045	0.55	1.17	0.015	0.0068	0.026

2.2 실험 계획

DOE의 핵심은 parameter 설계이다. 본 논문에서는 SEM으로 관찰할 때 acicular ferrite의 grain boundary가 명확하게 관찰되어 그 형상이나 사이즈를 측정하기에 알맞은 이미지를 얻을 수 있도록 적합한 Etching condition을 얻는 것이 목적이므로, 망목 특성을 적용하여, parameter 설계를 통해 SEM image에 영향을 주는 인자를 분석함에 있어 직교배열을 이용하여 적용하였다. Table 3에 실험계획을 위한 설계 인자

와 그 인자들의 수준을 나타내었다. 실험 결과에 영향을 미치는 인자는 전압, 시간, 온도로 하였고 각각 2개의 조건을 설정하여 3인자 2수준으로 하였다. Full factorial로 2x2x2 Factorial=8 번 실험하고, 반복이나 블록화는 하지 않았다.

Table 1 Design factor and level

Factor	Level 1	Level 2
Voltage	30V	40V
Time	90S	120S
Temperature	0℃	10℃

3. 실험결과

각 인자에 따른 acicular ferrite의 SEM 이미지 변화를 관찰 하기 위하여, 짜여진 배열표에 설정된 조건으로 etching을 수행 하였다. 8번의 실험을 한 결과로 1~5등급으로 평가하였는데, 이때 등급은 'Acicular ferrite의 grain boundary가 명확하게 관찰되어 acicular ferrite의 grain size를 측정하기에 적합한가'를 기준으로 삼았다. 이렇게 rating 한 결과를 가지고 각각의 설계인자가 서로 상호작용을 가지고 있는지, 어떤 인자가 가장 영향을 미치는지, 영향을 미친다면 어느 정도의 영향을 미치는지를 파악하기 위해 요인분석을 수행하였다. Fig. 1에서 우선 각각의 설계 인자에 대한 분석을 해보면, 결과에 전압이 가장 큰 영향을 미친다는 것을 알 수 있다. 그 다음으로는 시간의 영향이 크며, 온도에 대한 영향은 거의 없는 것으로 나타났다. 교호작용은 각 인자의 개별 효과 이외에 인자의 조합에 따른 특별한 효과가 있는가를 평가하는 분석이다. 교호작용 존재 유무는 한 인자의 효과가 다른 인자 수준의 변화에 따라 변하는 경우에 교호작용의 효과가 존재한다고 판단하는데, Fig. 2를 보면, 전압과 온도 사이, 전압과 시간 사이에 교호 작용이 있다고 판단 할 수 있다. 또한 cube plot을 해보면 어느

조건에서 가장 최적의 rating을 얻을 수 있는 지 알 수 있다. Fig. 3을 보면 전압은 40V, 시간은 90S, 온도는 0℃에서 rating이 5로, 우리가 원하는 acicular ferrite의 형상을 얻을 수 있었다.

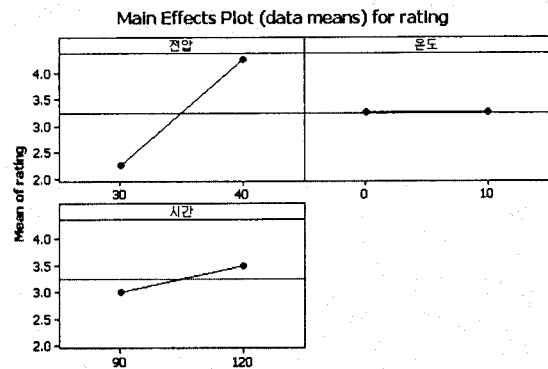


Fig. 1 Main effect plot for rating

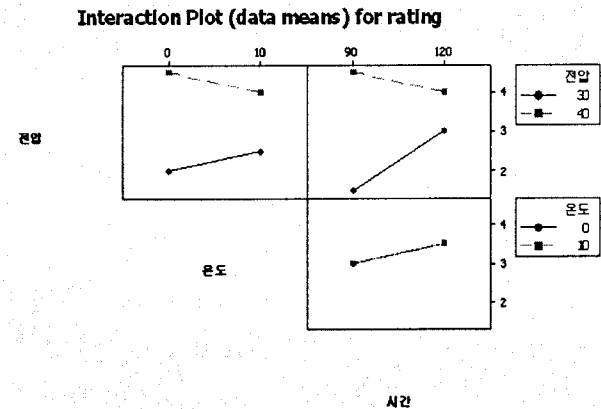


Fig. 2 Interaction effect plot for rating

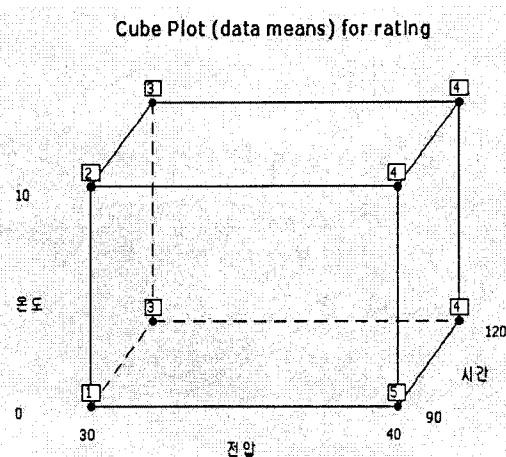


Fig. 3 cube plot for rating

4. 결 론

용접 강에서의 acicular ferrite는 에칭 조건에 따라 그 형상이 변할 수 있기 때문에 우리가 원하는 grain boundary가 명확히 관찰되는 에칭 조건을 찾을 필요가 있었다. 이에 본 연구에서는 상용프로그램인 MINITAB을 활용한 실험계획법을 이용하여 SEM 으로 관찰하기에 최적의 에칭 조건을 찾았다.

참 고 문 헌

1. Hee Jin Kim, Bong Yong Kang: Microstructural characteristics of steel weld metal, J. of KWS, **18-5**(2000), 565-572(in Korean)
2. D. J. Abson, A. Duncan, R. J. Pageter: Guide to the light microscope examination of ferritic steel weld metals, IIW Doc. No. 1533-88 (1988)
3. Jung-Soo Byun: Inoculated acicular ferrite microstructure and mechanical properties, Materials Science and Engineering A319-321(2001)326-331
4. M. Es-Souni and P.A.Beaven: Microanalysis of Inclusion/Matrix Interfaces in Weld Metals, Surface and Interface analysis, VOL.16,504-509(1990)