

집속 이온빔과 디지털 화상 관련법을 이용한 고 탄소 미세 강선의 잔류 응력 측정

양요셉¹, 배종구², 강기주³, 박찬경[#]

Measurement of residual stress of steel filaments by using focused ion beam and digital image correlation

Y. S. Yang, J. G. Bae, K. J. Kang, C. G. Park

Abstract

The residual stress in axial stress in the axial direction of the steel filaments has been measured by using a method based on the combination of the focused ion beam (FIB) and high resolution strain mapping program (VIC-2D). That is, the residual stress was calculated from the measured displacement field before and after the introduction of a slot along the steel filaments. The displacement was obtained by the digital correlation analysis of high-resolution scanning electron micrographs, while the slot was introduced by FIB milling with low energy beam. The present measurement revealed that the residual stress within 8 % of the magnitude was persistent in the steel filaments fabricated.

Key Words : Steel filaments, residual stress, focused ion beam, digital image correlation

1. 서 론

타이어 스틸 코드, 와이어 로프 및 호스 와이어는 0.4 wt.% 이상의 탄소강이 소재로 사용하며, 상온에서 신선 제조를 통해 제조된다. 이 응용 소재는 동적(dynamic)인 응력이 반복적으로 작용하는 피로 환경에서 사용되기 때문에, 우수한 피로(bending fatigue) 특성이 요구된다. 피로 특성을 향상시키기 위하여 Julie A. Bannatine 등[1]이 제안한 인장 강도가 증가할수록 피로 특성은 향상된다는 이론에 따라 강선의 강도를 계속적으로 증가시키고 있다. Embury-Fisher 는 강도식 [2]을 제안하여 강도는 초기 소재의 강도, Hall-petch 상수, 펄라이트 층간 간격 및 신선 가공량에 영향을 받으며, 특히 펄라이트 층간 간격 감소와 신선 가공량의 증가는 강도를 크게 향상시키는 것으로 보고하였다. 현재 Lab. 시험을 통해, 공석강의 경우 직경

0.04 mm 까지 신선 제조를 하면 약 5700 MPa 이상의 인장 강도를 보이는 것으로 확인되었다[3]. 펄라이트 층간 간격은 신선 제조 조건에 따라 변화하는 인자이므로 우수한 강도치를 갖는 강선을 제조하기 위해서는 신선 가공의 다양한 요소, 즉 다이 디자인, 가공 설계 등을 변화시켜야 한다. 그러나 이러한 공정 조건의 변화는 불 균일한 metal flow, 표면 열 증가에 따른 시효 효과 등의 문제점을 야기시켜 결국 표면 잔류 응력으로 나타나게 된다. 잔류 응력은 피로 특성에 영향을 주는 인자로, 강도가 높은 소재의 경우 더욱 민감하다. 일반적으로 shot peening 등의 가공 방법에 의해 형성되는 압축 잔류 응력은 피로 균열의 형성을 억제하기 때문에 피로 특성을 향상시키는 반면 신선 가공에 의해 형성되는 인장 잔류 응력은 피로 특성을 악화시킨다. 따라서, 피로 특성을 향상시키기 위해서는 신선 제조 과정 또는 후에서

1 포항공과대학교 신소재공학과

2 고려강선㈜ 기술연구소

3 전남대학교 기계시스템공학부

포항공과대학교 신소재공학과 cgpark@postech.ac.kr

연어진 강선의 잔류 응력을 크기와 분포 별로 정확히 측정할 필요가 있으며 나아가 이에 영향을 미치는 요소 확인을 통해 효과적으로 공정 조건을 관리해야 한다.

잔류 응력측정은 다수의 방법이 제시되고 있으나 결정 구조를 갖는 소재에 있어 X-선 회절을 이용한 방법이 주로 사용된다. 이의 적용은 크기가 큰 강선에는 문제가 되지 않지만, 강선의 직경이 1 mm 이하로 계속 작아지면 크기, 형상에 대한 영향, 적은 세멘타이트 분율, 강한 집합 조직 등의 문제 등에 대해 고려해야 되기 때문에 강선의 잔류 응력 측정에는 적합하지 않다. 따라서 직경이 작은 강선의 잔류 응력을 정확히 측정 할 수 있는 적합한 측정법의 도입이 시급할 것으로 사료된다.

본 연구에서는 0.3 mm 이하의 직경을 갖는 미세 강선의 잔류 응력을 길이 방향에 대해서 측정하고자 하였다. 사용된 방법으로는 나노 및 마이크로 박막 등에 적용된 집속 이온빔(focused ion beam)과 디지털 화상 상관(digital image correlation)법을 이용한 잔류 응력 측정법[4,5]으로 FIB 를 이용하여 슬롯을 제작하였으며 DIC 를 이용하여 형성된 변위량을 측정하였다. 기초 이론을 제시하였으며 신선 가공량과 제조공정방법에 차이를 두어 제조된 강선을 예로 제시하였다.

2. 실험

2.1 시편

열간 압연된 5.5 mmφ 봉형의 선재를 소재로 사용하였으며 합금 조성은 표 1 에, 강선의 제조 방법을 표 2 에 나타내었다. 탄소가 0.92 wt.% 포함된 A 강재는 최종 신선 후 롤링 처리 거쳤으며, 탄소가 1.02 wt.% 포함된 B 강재는 최종 신선 후 100~500 °C 의 온도 구간에서 1 분간 열처리(bluing)를 하여 공정에 차이를 강선을 제조하였다. 공정의 차이가 잔류 응력에 미치는 영향 외에 신선 가공량(ε)의 영향을 고찰하기 위하여 ε=3.69 와 4.12 로 차이를 두었다.

Table 1. Chemical composition of the steel filaments

	C	Cr	Si	Mn	S	P	Fe
A	0.92	0.2	0.24	0.23	0.005	0.008	Bal.
B	1.02	0.2	0.25	0.25	0.005	0.008	Bal.

Table 2. The fabrication conditions for steel filaments

	P.W (mmφ)	Filament (mmφ)	Strain (ε)	Post-treatment
A0	1.68	0.27	3.69	no (as-drawn)
A1	-	-	-	with rolling
B0	1.41	0.185	4.12	no (as-drawn)
B1	-	-	-	blued at 100°C
B2	-	-	-	200°C
B3	-	-	-	300°C

2.2 FIB-DIC 법을 이용한 측정 과정

본 연구에서 사용된 잔류 응력 측정은 응력이완 (stress relaxation)법에 기초를 둔 분석법이다. 즉, 시편의 일부분을 제거할 때 이완된 응력에 의한 탄성 변형율을 측정함으로써 잔류 응력을 구할 수 있다. FIB (SII 3050)장비를 이용하여 강선 표면에 홈(slot)을 만들었으며 1/100 크기의 해상도를 갖는 DIC 프로그램인 Correlated solutions 사의 VIC-2D 를 이용하여 변형장(strain field)에서 변위를 측정하였다.

FIB 와 DIC 법을 이용한 측정 과정은 다음과 같다. 그림 1 에 나타낸 것처럼 강선은 봉형이기 때문에 식각을 하기 전에 FIB 와 측정 면이 수직이어야 한다. 관찰 영역 설정 후 FIB 의 빔 세기를 설정해야 하는데 홈 주변 영역의 손상을 최소화시키기 위하여, 빔 세기는 30 kV 의 가속 전압에서 100 pA 의 전류로 설정하였다. 밀링 조건은 기본 이론인 2 차원 탄성해에 따라 홈의 길이 (l)가 깊이(h)의 10 배 이상 되는 조건인 l=19h, 즉 l=38 μm, h=2 μm 로 하였으며, 너비(w)는 최대한 작은 값인 w=0.2 μm 로 정하였다.

VIC-2D 소프트웨어를 이용한 변위량 해석은 홈을 파기 전과 후의 이미지를 얻은 후, 두 이미지 비교를 통해 이루어진다. 따라서 홈 파기 전 이미

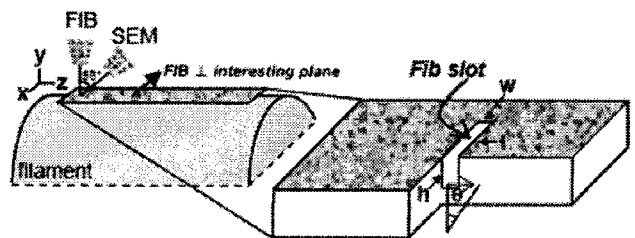


Fig.1. Schematic of a focused ion beam slot introduced into the steel filament

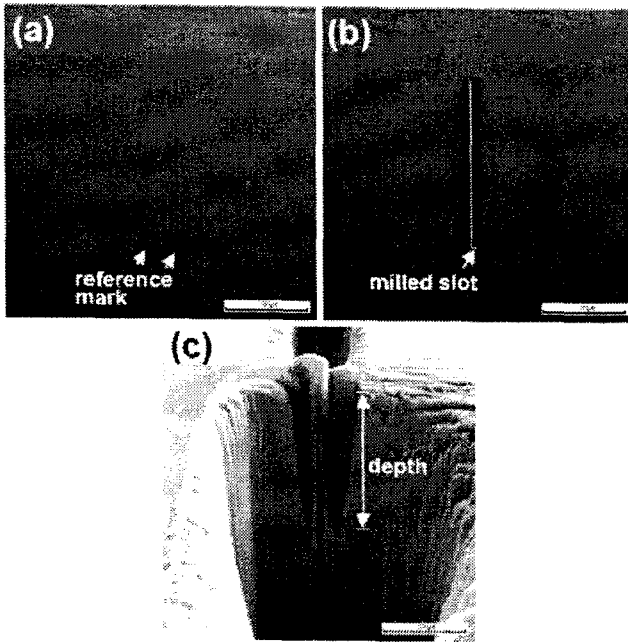


Fig.2. SEM images showing fabrication procedures: (a) before milling, (b) after milling and (c) slot depth measuring, respectively.

지와 후 이미지를 얻어야 하는데 이는 SEM 으로 작업한다. 이는 Ga 이온을 사용하여 이미지를 얻는 FIB 가 전자를 이용한 SEM 보다 분해능 (resolution)이 좋아 이미지가 깨끗하지만 이온의 질량이 전자보다 크므로 표면에 손상을 입히게 된다. 따라서 최대한 낮은 가속 전압인 2 kV 에서 SEM 이미지를 얻었다.

2.3 가상 변위 측정

본 연구에서 사용된 잔류 응력 측정법은 응력이 존재하는 시편에 균열이 도입된다면 홈에 국부적인 응력이 이완되면서 x 방향으로 변위장이 형성된다는 이론에서 시작되었다. 즉, 홈에 의해 이완된 응력확대계수는 원래 존재했던 잔류 응력과 크기가 같고 방향이 반대인 응력을 가한 것에 의한 응력 확대계수와 같다. 홈으로부터 x 방향의 한 점에서의 변위는 다음과 같다.

$$U_x = \frac{2 \times 1.1215}{E'} \sigma_R \int_0^h f(\theta) dh \quad (1)$$

$$f(\theta) = \cos \theta \left(1 + \frac{\sin^2 \theta}{2(1-\nu)} \right) (1.12 + 0.18 \operatorname{sech}(\tan \theta))$$

여기서 E' 는 plain strain 조건에서의 탄성 계수, 즉

$E' = (1-\nu^2)/E$ 이며, ν 는 포아송 비, $f(\theta)$ 가상력에 의한 응력확대 계수 함수, $\theta = \tan^{-1}(x/a)$, σ_R 은 가상 잔류 응력을 의미한다. 만약 가상 잔류 응력 $\sigma_R = 1$ GPa 이 존재한다면 x 방향에서의 한점, 즉 x/a 에서 가상 변위(U_x)는 식 (1)의 계산식으로부터 계산할 수 있다. Kang et. al[4]은 DIC 를 통해 얻어진 실제 변위 (u_x)와 가상 변위 (U_x)는 $u_x = AU_x + B$ 와 같은 관계를 갖는다고 보고하였다. 즉, $u_x - U_x$ 를 x-y 축으로 설정한다면 A 는 실제 잔류 응력값, B 는 y 절편 값으로 SEM 이미지 작업 시 x 방향으로의 병진 운동이 발생해서 나타난 흠여짐 값이다.

4. 결과 및 고찰

4.1 미세 강선의 잔류 응력치

본 연구에 사용된 미세 강선의 인장 강도 결과를 표 3 에 나타내었다. 탄소가 0.92 wt.% 포함된 미세 강선 (A0, A1)은 최종 신선 후 롤링 가공을 하였지만 동일 신선 가공량 $\epsilon=3.69$ 을 갖기 때문에 두 강선에 차이가 거의 없는 약 3990 MPa 의 강도 특성을 보였다. 탄소가 1.02 wt.% 포함된 미세 강선 (B 0~4)은 가공량이 $\epsilon=4.12$ 로 A 강선에 비해 인장 강도가 4400 MPa 로 더 높은 특성을 나타내었다. 최종 신선 후 열처리를 했기 때문에, 시효 (strain ageing)때문에 열처리 온도가 증가할수록 강도는 증가했으며 200 °C 에서 최대 4651 MPa 까지 증가했다가 그 이후 온도에서는 감소되는 경향을 나타내었다. 이는 온도가 올라감에 따라 신선 가공에 의해 형성된 페라이트 조직 내 존재하는 전위의 회복 (recovery)이 발생하여 강도가 증가하고 200 °C 이후 온도에서는 회복 대신 조대화가 진행되어 강도는 점차 감소 되는 것으로 사료

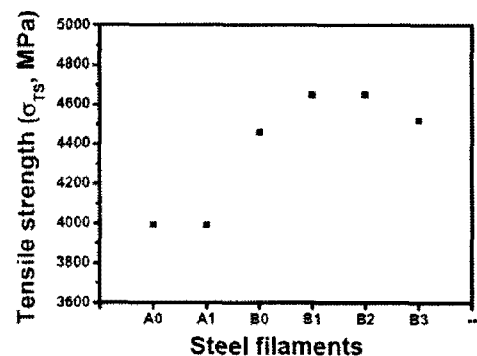


Fig. 3. Tensile strength of the filaments depending on carbon content and fabrication condition

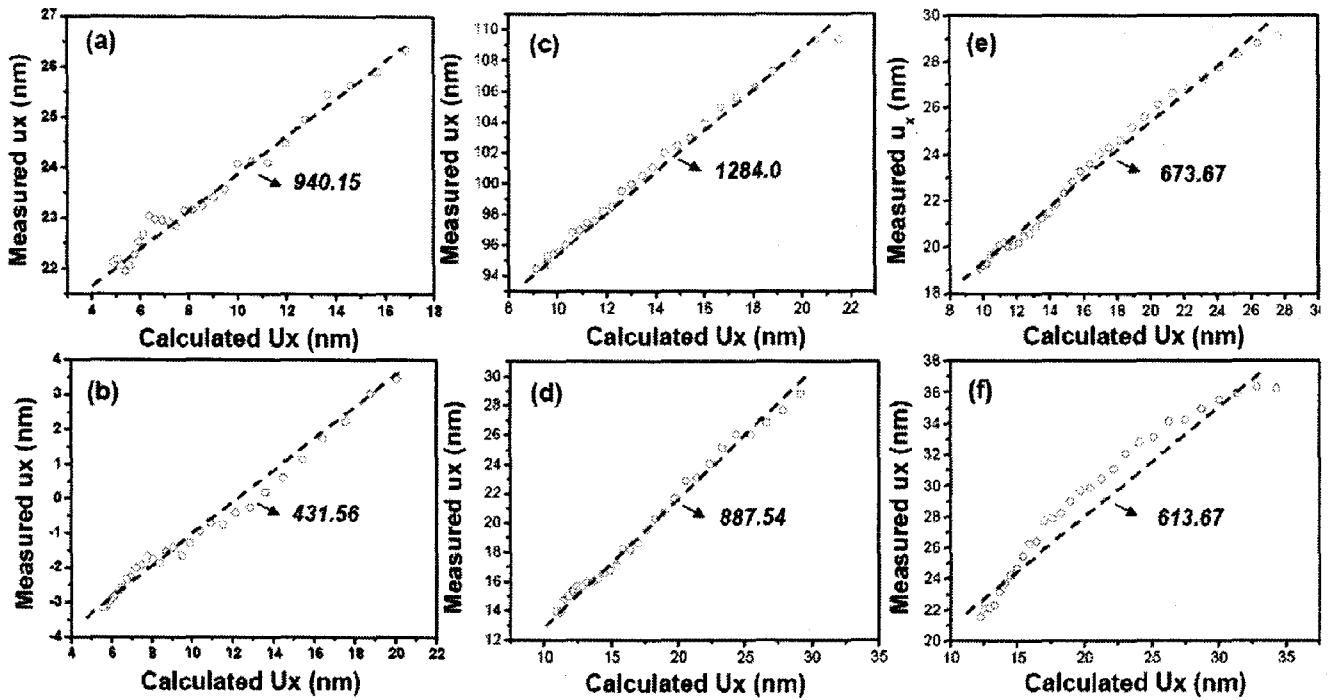


Fig. 4. Comparison of measured and calculated displacements of the steel filaments: (a) A0, (b) A1, (c) B0, (d) B1, (e) B2 and (f) B3, respectively.

된다. 따라서 측정된 인장 강도값으로 미루어 기존 연구자들이 제시한 연구 결과 [6], 즉 신선 가공량이 큰 미세 강선의 표면에는 큰 응력이 존재하고, 롤링 제도가 추가된 강선은 표면에 적은 응력이 존재하는 것을 예측할 수 있다.

A 강선 표면에 존재하는 잔류 응력을 FIB-DIC 법을 통해 측정하였으며 이의 결과값을 그림 4에 나타내었다. 그림 4 (a)는 최종 신선 제조만 한 미세 강선의 u_x-U_x 의 그래프를 나타내며 기울기는 약 0.94015로 940.15 MPa 정도의 인장 잔류 응력이 표면에 존재하는 것을 확인하였다. 최종 신선 후 롤링 처리를 한 강선(그림 4 (b)의 표면에는 약 430 MPa의 인장 잔류 응력이 존재하였다. 이로부터 기계적 특성 특히 피로 특성을 향상시키기 위해서는 신선 후 롤링 처리를 해주는 것이 좋을 것으로 판단된다. 그림 4 (c) ~ (f)는 1.02 wt.%의 탄소가 포함된 강선의 측정 결과를 보여준다. 그림 4 (c)는 최종 신선 후 얻어진 미세 강선의 u_x-U_x 의 그래프를 나타내는데 표면에는 ~1280 MPa로 1GPa 이상의 높은 잔류 응력이 존재하였다. 미세 강선에 열처리를 하게 되면 높은 잔류 응력은 크게 감소되는 것을 그림 4 (d) ~ (f)를 통해 확인할 수 있다. 열처리 온도를 100에서 300 °C까지 증가시키게 되면 1 GPa 이상 높게 존재했던 인장 잔류 응력은 ~ 880

MPa (그림 4(d)), ~ 670 MPa (그림 4 (e)), ~ 610 MPa (그림 4(f))로 크게 감소함을 확인하였다. 이는 열처리가 표면에 국부적으로 크게 존재하는 응력을 이완시켜 인장 잔류응력을 크게 소멸시킨 것으로 사료된다. 따라서 가공에 의해 표면에 형성된 잔류 응력을 제거 하기 위해서는 최종 신선 후 얻어진 미세 강선을 낮은 온도에서 열처리를 할 필요가 있다. 신선 가공량 차이에 의해 표면에 형성된 잔류 응력치를 고찰해보면, 그림 4 (a)와 그림 4(c)로 얻어진 결과로부터 신선 가공량이 3.7에서 4.1로 증가할 때 표면의 인장 잔류 응력은 940 MPa에서 1280 MPa로 크게 증가함을 확인하였다. 따라서, 잔류 응력을 줄이기 위해서는 신선 가공량을 낮추는 방향으로 공정이 진행되어야 할 것으로 사료된다.

4. 결론

본 연구에서는 0.3 mm 이하 직경을 갖는 미세 강선의 잔류응력을 정확하게 측정하고자 하였으며 이를 위하여 FIB와 DIC 법을 도입하여 분석을 시도하였다.

기존 FIB-DIC 법이 봉형의 미세 강선에 적합하도록 분석법을 수정하였다. 탄소 함량과 신선 가공

량에 차이를 두어 미세 강선을 제조하여 응력을 측정하였다. 모든 시편의 표면에 인장 잔류 응력이 존재하였으며 탄소 함량 및 공정 방법에 의해 인장 잔류 응력이 감소하였다. 신선 후속 공정인 롤링과 열처리는 강선 표면의 인장 잔류응력을 크게 감소시키는 역할을 하므로, 피로 특성을 향상시키기 위해서는 이의 도입과 최적화가 필요할 것으로 판단된다.

후 기

본 연구는 고려제강 (주) 기술연구소의 고 탄소강 시편 제조와 한국 산업 기술 재단의 연구비 지원으로 수행되었으며 이에 감사 드립니다.

참 고 문 헌

[1] Julie A. Bannatine, 1990, Fundamentals of metal fatigue analysis, prentice hall, p.2

[2] J.D Embury and R.M. Fisher, 1966, "The structure and properties of drawn pearlite, Acta metal., p.147

[3] T.Tarui, T.Takahashi and H.Tashiro, 1996, "Metallurgy, processing and application of metal wires", Mineral, Metals & Mater soc.

[4] K.J.Kang, S.Darzens and G.S. Choi, 2004, "Effect of geometry and materials on residual stress measurement in thin films by using the focused ion beam, Journal of engineering materials and technology, vol.126, p.457

[5] N. Sabate, D.Vogel, J. Marcos, I. Gracia, C. Cane and B. Michel, 2006, "Digital image correlation of nanoscale deformation fields for local stress measurement in thin films" Nanotechnology vol.17, p.5264

[6] I.Verpoest, E.Aernoudt, A.Deruytere and M.De bondt, 1985, The fatigue threshold surface condition and fatigue limit of steel wire, Int. J. Fatigue vol. 7, p.199