

## 침상형 페라이트 조직의 결정립 크기 측정방법

김 가 희 · 김 희 진 · 허 무 영

### Technique for Grain Size Measurement of Acicular Ferrite Microstructure

Ka Hee Kim, Hee Jin Kim and Moo-Young Huh

#### 1. 배 경

강의 용접금속은 여러 가지 미세조직 성분들로 구성되어 있는데, 그 중에서 침상형 페라이트는 조직이 매우 미세하다는 특성을 가지고 있어서 용접금속의 강도와 인성을 동시에 향상시키는 성분임이 잘 알려져 있다<sup>1-4)</sup>. 이러한 중요성 때문에 침상형 페라이트의 생성 기구에 관한 연구도 다수 수행되어, '침상형 페라이트가 비금속개재물에서 핵생성 되어 생성된 조직'이라는 것이 확실히 규명되었다<sup>5,6)</sup>.

Fig. 1은 그러한 핵생성 및 초기 성장 과정을 보여주는 미세조직 사진이다. 본 사진에서 알 수 있듯이 비금속개재물에서 생성된 페라이트는 오스테나이트 기지 내부로 성장하게 되는데, 성장 단계에서 침상형 페라이트는 판상으로 (또는 래스상으로) 일정한 방향성을 가지고 방사선 방향으로 성장한다. 이렇게 방사선 방향으로 생성되는 1차 판 (primary plate)들 사이의 각도는 정확히 60°임을 알 수 있다. 이렇게 1차 판들 사이의 각도가 일정하게 유지되는 것은 오스테나이트와 침상형 페라이트가 일정한 방위관계, 즉 마르텐사이트 변태와 같이 KS 또는 NW 방위관계를 가지고 있기 때문이다. 이러한 특

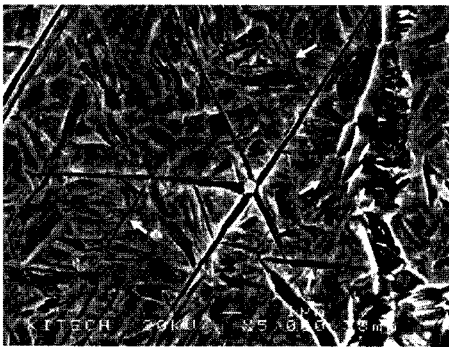
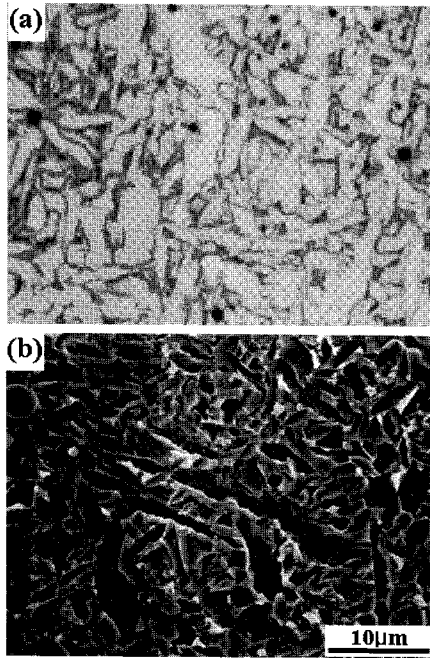


Fig. 1 SEM micrograph showing the primary nucleation of acicular ferrite from the non-metallic inclusion and the sympathetic nucleation of secondary plates from the face of primary plates

성에 근거하여 침상형 페라이트는 금속학적으로 베이나이트로 구분되며, Bhadesia는 이를 일반적인 베이나이트 (구 오스테나이트 입계로부터 생성되는 베이나이트)와 구분하기 위하여 '결정립 내에서 생성된 베이나이트 (intragranularly nucleated bainite)'라고 정의하였다<sup>5)</sup>. 그리고 1차 판들의 측면 또는 선단에서는 2차 판 (secondary plate)들이 발달하게 되는데<sup>7,8)</sup>, 이러한 2차 핵생성에 의해 생성된 판들을 Fig. 1에서 확인할 수 있다. 즉 1차 생성된 판에 의해 2차 판의 생성이 촉진되는 것인데, 이러한 2차 핵생성을 공명 핵생성 (sympathetic nucleation) 이라고 한다<sup>9,10)</sup>.

이상에서 기술한 핵생성 및 성장 과정을 거쳐 완성된 침상형 페라이트 조직을 나이탈 용액으로 에칭하여 광학 현미경으로 관찰하게 되면, Fig. 2와 같은 매우 특이한 형상을 보이게 되는데, 그러한 형상적 특징을 문헌에서는 다음과 같이 묘사하고 있다. Abson 등은<sup>11)</sup> '작고, 정렬되지 않은 그리고 장축과 단축의 비 (aspect ratio)가 큰 페라이트'라 기술하였으며, 다른 연구자들은 '서로 얽힌 (interlocking) 구조의 작은 미세조직'이라고 묘사하였으며<sup>12,13)</sup>, Basu 등은<sup>14)</sup> 'basket-weave 형상을 가지는 조직'이라고 하였다. 이와 같이 과거 연구자들은 침상형 페라이트 조직에 대해 주로 형상적인 특성에 대해서 언급하였을 뿐, 미세한 정도에 대해서는 단순히 '매우 미세하다'라는 정도로만 기술하고 있다. 실제로 최근까지 발표된 논문들을 검색하여 보았으나, 침상형 페라이트의 미세정도를 정량적으로 측정된 결과를 보고한 논문은 극히 한정되어 있었으며<sup>1)</sup>, 더구나 측정 결과에 대한 신뢰성이 결여되어 있었다.

철강 용접금속의 미세조직을 분석함에 있어 가장 보편적으로 사용하는 방법은 시편을 나이탈 (nital) 용액으로 에칭한 다음, 에칭된 시편을 광학현미경으로 관찰하는 것이다. 나이탈 용액을 사용하면 용접금속의 미세조직을 구성하고 있는 대표적인 구성성분들, 즉 입계페라이트, 위트멘스테텐 페라이트, 침상형 페라이트 등이



**Fig. 2** Acicular ferrite microstructures revealed by 2% nital solution: (a) optical micrograph and (b) SEM micrograph

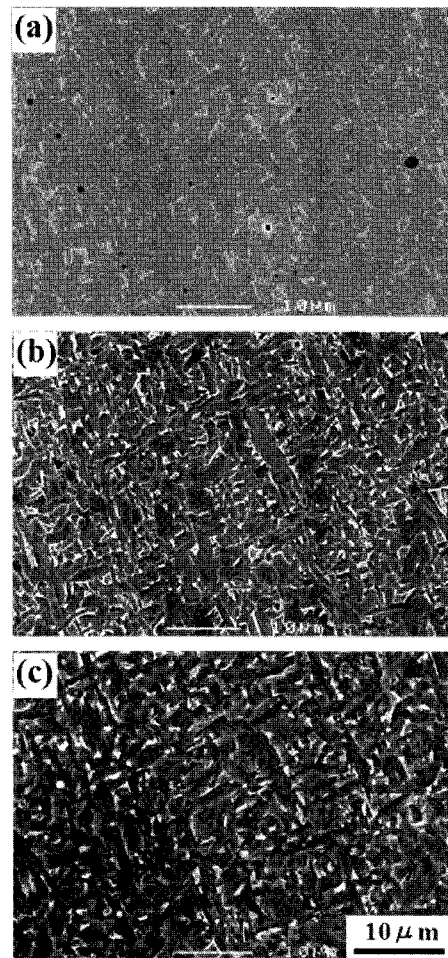
명확하게 구분되어 각각의 분율을 정량적으로 측정함에 있어 매우 유용하다. 그래서 IIW에서도 용착금속의 미세조직 구성성분들의 분율을 정량화함에 있어 나이탈 용액을 사용토록 권장하고 있는 것이다<sup>11)</sup>. 그러나 나이탈 에칭된 시편에서는 침상형 페라이트 조직의 입계 (grain boundary)가 명확히 나타나지 않기 때문에 침상형 페라이트의 입경을 측정할 수 없는 것이다. 그리고 광학현미경의 최대 배율은 일반적으로 약 1000배 정도인데, 이러한 배율에서는 마이크로 단위의 결정립 크기를 정확히 측정할 수 없는 것이다. 따라서 지금까지 통상적으로 사용하고 있는 나이탈 에칭/광학현미경을 조합한 시험방법은 침상형 페라이트의 미세정도를 정량적으로 분석하기에 부적절하다. 이에 본 저자들은 본 학회지를 통하여 침상형 페라이트의 결정립 크기를 정량적으로 평가할 수 있는 방법이 정립되어 있지 않다는 사실을 지적한 바 있다<sup>15)</sup>. 그리고 이러한 사실은 Cerjak 등에<sup>16)</sup> 의해서도 이미 언급된바 있음을 확인할 수 있었다.

이에 본 기술보고에서는 저자들의 연구실에서 최근 개발한 시험방법, 즉 침상형 페라이트의 결정립 크기를 측정할 수 있는 시험방법을 소개하고자 한다.

## 2. 에칭방법에 따른 미세조직의 차이

Fig. 2는 E71T-1규격의 FCAW 용접금속을 2% 나

이탈 용액으로 에칭하고, 에칭된 시편을 광학현미경과 주사전자현미경 (SEM)으로 관찰하여 얻어진 침상형 페라이트의 미세조직을 보여주는 것이다. Fig. 2(a)는 1,000배의 배율에서 관찰한 광학현미경 사진인데, 여기서는 연신된 결정립 형상을 확인할 수 있다. 그러나 입계가 분명치 않은 부분이 많고 또한 극히 미세한 결정립들이 혼재되어 있어서 결정립 크기를 정확히 측정하기에는 부적절하였다. 동일한 시편을 에칭 정도를 달리하여 수차례에 걸쳐 SEM으로 관찰하여 보았으나, Fig. 2(b)에서 보여 주는 바와 같이, 결정립계가 나타나지 않았을 뿐만 아니라 에칭 조건에 따라서 미세조직이 크게 변화함을 확인할 수 있었다. Fig. 3은 에칭시간을 달리하여 관찰한 SEM 조직 사진들이다. 에칭시간이 부족하면 (Fig. 3(a)), 미세조직이 나타나지 않을 정도로 희미하여 결정립의 존재를 확인할 수 없는데, 이들 결정립은 결정입계에 의해 보여 지는 것이



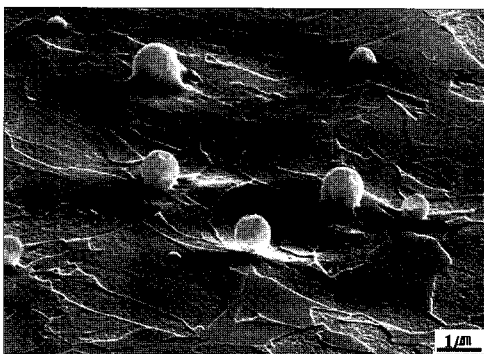
**Fig. 3** Variation of acicular ferrite microstructure revealed by 2% Nital solution with different etching time: (a) 3 sec, (b) 10 sec and (c) 60 sec

아니고 결정면 (crystallographic plane)의 부식 정도 차이에 기인한 단차에 의해 보여 지는 것이다. 이러한 에칭 현상은 에칭 시간이 증가함에 따라 보다 심하게 나타나서, Fig. 3(c)에서 보여 주듯이, 굴곡이 심한 요철만을 보여 주게 된다. 결국 나이탈 에칭은 결정립계 자체를 부식하는 방법이 아니기 때문에, SEM을 활용한다고 하더라도 결정립 크기를 정확하게 측정할 수 없는 방법이라고 판단되었다.

한편, Fig. 4는 저자들이 비금속개재물에 관한 연구를 수행하기 위하여 장시간 전해에칭(electro-etching)한 다음에 에칭된 시편을 SEM으로 관찰한 사진이다. 본 사진에서는 비금속개재물이 기지로부터 온전히 노출되어 있을 뿐만 아니라 기지 조직에 입계와 같이 보이는 선(line)들이 선명히 나타나고 있음을 우연히 발견하게 되었다. 이러한 선들이 부분적으로는 결정면의 단차에 의해 보여 지기도 하지만, 단차가 없는 평활한 부위에서도 나타나고 있다. 여기서 보여주는 선들이 어떠한 성질의 입계인지 확인할 수는 없었지만, 이들이 침상형 페라이트의 결정립계와 관련되어 있을 것이라고 판단하고, 전해에칭/SEM 조합을 활용하여 결정입경을 측정하고자 하였다. 이를 위해서 먼저 기존의 전해에칭 조건을 입계 관찰에 적합한 조건으로 최적화할 필요가 있었다. 이에 다음 절에서는 최적화하는 과정에 대해 기술하고자 한다.

### 3. 전해에칭 조건의 최적화

최소의 실험으로 최적의 에칭조건을 확보하기 위하여 최근 여러 분야에서 다양하게 적용 되고 있는 실험계획법 (design of experiment, 이하 DOE라 칭함) 을 활용하였다. 전해에칭에 사용된 용액은 10% perchloric acid 만을 사용하였다. 그리고 DOE에 필요한 설계 인자와 인자들의 수준은 Table 1과 같이 하였다. 설계인자는 전압(V), 시간(time), 온도(temperature)로 하였고,



**Fig. 4** SEM micrograph showing the non-metallic inclusions revealed by electro-etching. Note the grain boundary-like feature showing in the matrix

**Table 1** Design factors and levels for DOE

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

**Table 2** Orthogonal array of DOE

Experiment No.	Voltage (V)	Temperature (℃)	Time (s)
1	40	10	120
2	30	0	90
3	30	10	120
4	40	0	120
5	40	0	90
6	30	0	120
7	30	10	90
8	40	10	90

각각의 인자에 대해 2개의 조건을 설정하여 3인자 2수준으로 하였다. Table 2는 실험 순서에 따른 각각의 실험 조건을 직교 배열표로 나타내었는데, full factorial로  $2 \times 2 \times 2 = 8$  번 실험하였으며, 반복이나 블록화는 하지 않았다.

Table 2와 같이 구성된 표에 의하여 각각의 조건에서 전해에칭을 수행 하고, 에칭된 시편을 SEM으로 관찰 하였다. 관찰된 결과는 Fig. 5에서 보여 주고 있다. 이들 SEM 사진에 나타난 미세조직 결과를 비교하여 보면,

- 1) 시험조건에 따라 입계의 선명도에 있어 커다란 차이를 보여 주었다.
- 2) 전압이 30V인 경우보다는 40V인 경우에 보다 양호한 결과를 보여 주었다.
- 3) 일부 시험조건에서는(7번 조건 등) 입계가 거의 나타나지 않았거나 전혀 나타나지 않았다.

상기한 결과를 보다 정량적으로 평가하기 위하여, 각각에 대해 등급(rating)을 부여하여 적정 조건을 도출하고자 하였다. 등급의 기준은 '침상형 페라이트의 입계가 명확하게 관찰되어 그 형상과 크기를 측정하기에 적합한가?'로 하였으며, 동일한 시편에서 여러 장의 사진을 얻어 각각에 대해 등급을 부여하고 이를 평균하여 얻어진 평균치를 각각의 조건에 대한 등급으로 하였다. 이렇게 하여 얻어진 등급 판정 결과를 미니탭 (MINITAB)을 이용하여 cube plot한 결과를 Fig. 6에서 보여 주고 있는데, 시험번호가 5인 조건(즉, 전압 40V, 온도 0℃, 시

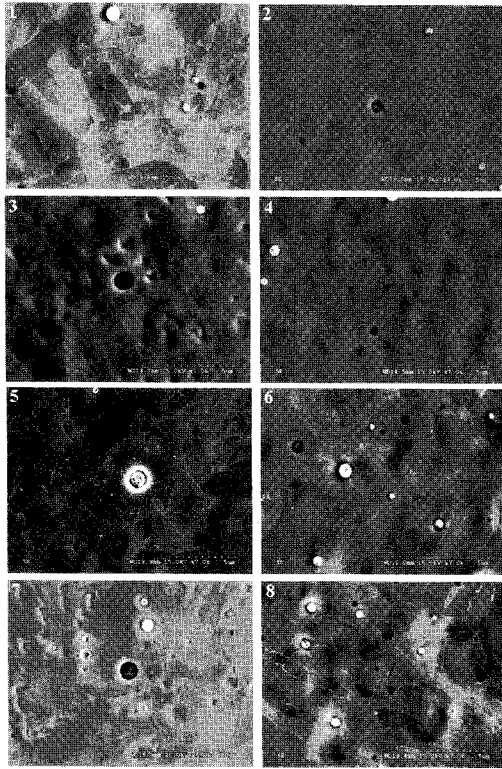


Fig. 5 SEM images of acicular ferrite microstructure revealed by electro-etching on the lines of orthogonal array

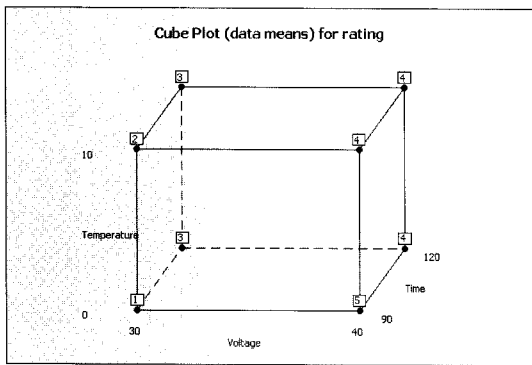


Fig. 6 Cube plot for rating

간 90 sec인 조건)이 가장 높은 등급인 5등급으로 판정되었다.

다음으로는 어떤 인자가 가장 큰 영향을 미치는지, 각각의 설계인자가 서로 상호작용을 가지고 있는지, 영향을 미친다면 어느 정도의 영향을 미치는지를 파악하기 위해 요인분석을 수행하였다. Fig. 7은 설계인자가 결과(rating)에 미치는 영향을 보여 주는 결과인데, 전압이 가장 큰 영향을 미친다는 것을 알 수 있고 전압이 증가하면 양의 효과가 있음을 보여 준다. 다음으로는 시간의 영향이 다소 있으며, 온도의 영향은 거의 없는 것으로 나타

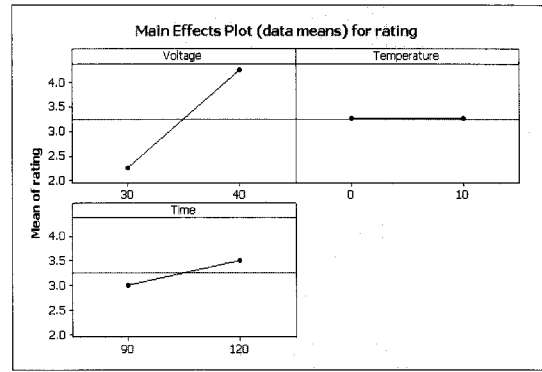


Fig. 7 Main effect plot for rating

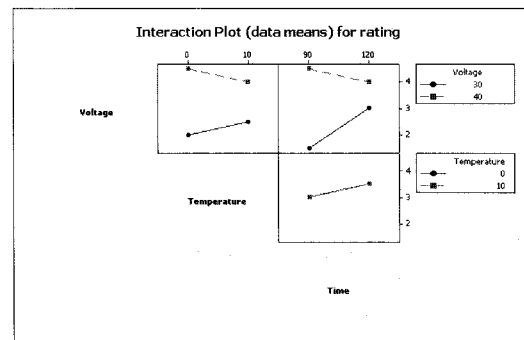
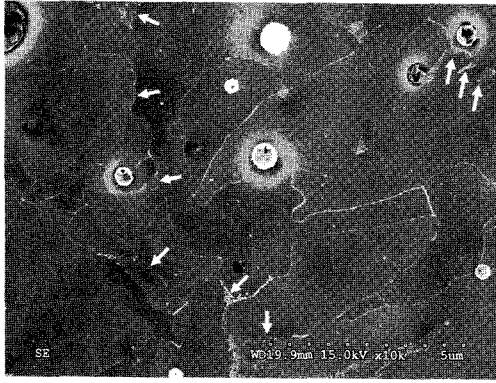


Fig. 8 Interaction effect plot for rating

났다. 그밖에도 교호작용 분석을 수행하였는데, 교호작용은 한 인자의 효과가 다른 인자 수준의 변화에 따라 영향을 받는지, 그리고 영향이 있으면 어느 정도의 영향을 받는지 상대 비교하는 것이다. 이를 Fig. 8에서 확인해보면, 전압과 시간 사이에는 교호작용이 크며, 전압과 온도 그리고 시간과 온도 사이의 교호작용은 크지 않음을 알 수 있다. 이러한 결과로부터 전압과 에칭시간을 적절히 조정하면 보다 좋은 품질의 미세조직을 얻을 수 있을 것으로 판단하고, 이들을 미세 조정하여 추가적인 시험을 수행하게 되었다. 이러한 추가 시험을 통하여 최적의 전해에칭조건을 도출하게 되었는데, 최적화된 조건에서 얻어진 미세조직 사진을 Fig. 9에서 보여 주고 있다.

Fig. 9는 10,000배의 고배율 SEM 사진인데, 이 사진에서 보듯이 침상형 페라이트의 결정립계가 평활한 면상에 선명히 나타나고 있다. 여기서 보여 주듯이, 침상형 페라이트 조직의 결정립 형상은 매우 불규칙하며 다소 연신된 형상을 가지고 있음을 알 수 있다. 이들 사진을 기초하여 각각의 결정립에 대해 크기를 측정하였는데, 결정립이 연신되어 있음을 고려하여 장축과 단축의 길이를 측정하여 평균하였다. 측정결과는 장축이 2.69  $\mu\text{m}$ , 단축이 0.87  $\mu\text{m}$ 이었으며, 장축과 단축의 비(aspect ratio)는 3.1이었다. 그리고 linear intercept 방법으로 측정된 결정립 크기의 평균치는 1.27  $\mu\text{m}$ 으로 확인되었다.



**Fig. 9** SEM micrograph of acicular ferrite showing the grain boundaries revealed by electro-etching technique. Note the micro phases mostly located at the triple points of acicular ferrite grains

그러나 여기서 한 가지 언급하고자 하는 것은 이들 결정립이 확산(diffusion)에 의해 생성된 것이 아니고, 베이나이트 변태에 의해 생성된 것이라는 것이다. 따라서 Fig. 9에서 보여주는 입계는 통상적인 결정립계(grain boundary)라고 부르기 보다는 packet boundary라고 부르는 것이 옳을 것이다. 그리고 아직은 이들 입계가 저각입계인지 또는 고각입계인지, 그리고 이러한 결정립계가 어떻게 생성되는 건지 등에 대해서는 확인하지 못하였다. 결론적으로 Fig. 9에서 보여주는 결정립계를 엄밀히 규정한다면, 이를 morphological packet boundary라고 칭하여야 할 것이다. 향후 electron backscattered diffraction (EBSD) 등을 이용하여 이들 경계의 결정학적 분석이 이루어진다면 결정학적인 입계, 즉 crystallographic packet boundary와의 상관성이 밝혀질 수 있을 것이다.

한편, Fig. 9에서는 결정립계뿐만 아니라, 광학현미경으로는 명확히 확인할 수 없었던 미세상(micro phase)까지도 보여 주고 있다. Fig. 9에서는 이들 미세상을 화살표로 표시하였는데, 이들은 침상형 페라이트 조직 내에 분산되어 있으며 주로 결정립의 삼중점(triple point)에 위치하고 있다. 이와 같은 생성 위치 및 형상으로 보아 이들 미세상은 마르텐사이트 또는 MA조직일 것으로 추측된다. Fig. 9의 결과를 활용하면 이러한 미세상의 분율을 정량적으로 평가할 수 있을 것이다. 즉 본 시험 방법은 미세상을 정량적으로 평가함에 있어서도 유용하게 활용될 수 있을 것으로 기대된다.

#### 4. 맺 음 말

지금까지 침상형 페라이트 미세조직은 서로 얽힌

(interlocking) 형상을 가진 극히 미세한 조직으로 보고되고 있었을 뿐, 미세정도에 대해서는 정량적인 평가가 수행되지 못하였다. 그러나 본 보고에서 보여준 전해에칭/SEM 조합의 시험방법을 활용하면 침상형 페라이트의 결정립 형상을 확인할 수 있고, 결정립의 미세정도를 결정립 크기로 정량화할 수 있다. 더구나 본 방법을 활용하면 침상형 페라이트 조직 내에 분산된 미세상까지도 명확히 보여 줄 수 있어서, 이들 성분의 분율도 정량적으로 그리고 신뢰성 있게 측정할 수 있음을 보여 주었다. 이에 저자들은 향후 이러한 방법을 활용하여 용접금속의 미세조직을 보다 세밀히 분석할 수 있기를 기대한다.

#### 감사의 글

본 기술보고는 민군겸용기술개발사업의 일환으로 수행된 것으로 이에 관계자 여러분들께 감사드립니다.

#### 참 고 문 헌

1. G. M. Evans: Effect of manganese on the microstructure and properties of all-weld-metal deposits, *Welding Journal*, **59-3** (1980), 67s-75s
2. M. M. Watson, P. L. Harrison and R. A. Farrar: How niobium influence SA mild steel weld metals, part 1: microstructure, mechanical properties, *Welding and Metal Fabrication*, **39-3** (1981), 101-107
3. G. M. Evans: The effect of carbon on the microstructure and properties of C-Mn all-weld metal deposits, *Welding Journal*, **62-11** (1983), 313s-320s
4. G. M. Evans: The effect of nickel on the microstructure and properties of C-Mn all-weld-metal deposits, *Joining Sciences*, **1-1** (1991), 2-13
5. H. K. D. H. Bhadeshia: Bainite in Steel, *The Institute of Materials, London*, (1992), 245-282
6. Tae-Kyu Lee, H. J. Kim, B. Y. Kang and S. K. Hwang: Effect of inclusion size on the nucleation of acicular ferrite in welds, *ISIJ International*, **40-12** (2000), 1260-1268
7. F. J. Barbaro, P. Krauklis and K. E. Eastering: Formation of acicular ferrite at oxide particles in steels, *Mater. Sci. Technology*, **5-11** (1989), 1057-1068
8. R. A. Ricks, P. R. Howell and G. S. Barritte: The nature of acicular ferrite in HSLA steel weld metals, *Journal of Materials Science*, **17** (1982), 732-740
9. H. I. Aaronson and C. Wells: Sympathetic nucleation of ferrite, *Trans. AIME*, **206** (1956), 1216
10. E. Sarath, K. Menon and H. I. Aaronson: Morphology, crystallography and kinetics of sympathetic nucleation, *Acta Metallurgica*, **35-3** (1987) 549-563
11. D. J. Abson, A. Duncan and R. J. Pageter: Guide to the light microscope examination of ferritic steel weld metals, *IIW Doc. 1533-88* (1988)

12. S. Liu and D. L. Olson: The role of inclusions in controlling HSLA steel weld microstructure, *Welding Journal*, **65-6** (1986), 139s-149s
13. S. S. Babu : The mechanism of acicular ferrite in weld deposits, *Materials Science*, **8** (2004), 267-278
14. B. Basu and R. Raman: Microstructural variation in a high-strength structural steel weld under isoheat input conditions, *Welding Journal*, **81-11** (2002), 238s-248s
15. Hee Jin Kim and Bong Yong Kang: Microstructural characteristics of steel weld metal, *Journal of KWS*, **18-5** (2000), 565-572
16. H. Cerjak, E. Letofsky, X. Pitoset, A. Seiringer and G. M. Evans: The influence of microstructure on the toughness of C-Mn multi-run-weld metal, *IIW Doc. IX-1814-95* (1995)



- 김가희(金加熙)
- 1980년생
- 나노소자특화센터
- 용접재료, TEM
- e-mail : kaheekim@kanc.re.kr



- 김희진(金喜珍)
- 1953년생
- 한국생산기술연구원
- 용접재료 개발, 용접공정 개발
- e-mail : kimhj@kitech.re.kr



- 허무영(許武榮)
- 1952년생
- 고려대학교 신소재공학부
- 금속재료
- e-mail : myhuh@korea.ac.kr