

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

양요셉¹· 배종구²· 박찬경[#]

Measurement of the Residual Stress in the Steel Wires by using Focused Ion Beam and Digital Image Correlation Method

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

(Received May 10, 2007)

Abstract

The residual stress in axial direction of the steel wires has been measured by using a method based on the combination of the focused ion beam(FIB) milling and digital image correlation(DIC) program. The residual stress is calculated from the measured displacement field before and after the introduction of a slot along the steel wires. The displacement is obtained by the digital correlation analysis of high-resolution scanning electron micrographs, while the slot is introduced by FIB milling with low energy beam. The experimental procedures are described and the feasibilities are demonstrated in steel wires fabricated with different conditions. It reveals that the tensile residual stress is formed in all steel wires and this is strongly influenced by the fabrication conditions.

Key Words: Residual Stress, Focused Ion Beam(FIB), Digital Image Correlation(DIC), Steel Wire

1. 서론

스틸 코드, 호스 와이어는 0.4% 이상의 탄소강을 소재로 상온에서 신선 가공하여 사용한다. 이들은 동적(dynamic)인 응력이 반복적으로 작용하는 피로 환경에서 사용되기 때문에, 기계적 특성 중 특히 우수한 피로(bending fatigue) 특성을 요구한다. 현재까지 피로 특성은 Julie A. Bannatine 등이 제안한 이론[1]에 따라 강선의 강도를 증가시켜 이의 특성이 향상되었다.

일반적으로 강선의 피로 특성은 필라이트 층간 간격, 세멘타이트 분해, 표면 결함 등에 영향을 받는다. 강 가공에 의해 형성된 미세한 필라이트는 균열의 전파를 억제시켜 피로 특성을 향상시

키지만, 재 분해에 의한 세멘타이트 두께 감소 및 표면 결함 형성은 피로 특성을 크게 감소시킨다. 불 균일한 변형에 의해 표면에 형성되는 잔류 응력 또한, 피로 특성에 영향을 크게 미치는 인자로 알려져 있다. 압축 잔류 응력 및 낮은 인장 잔류 응력은 인가 힘(applied stress)이 표면에 집중되는 인자(K)를 감소시켜 균열의 생성을 억제시킴과 동시에 피로 특성을 향상시킨다. 따라서, 피로 특성을 향상시키기 위해서는 공정 조건, 즉 신선 제조 과정 또는 후에서 얻어진 강선의 잔류 응력을 크기와 분포 별로 정확한 측정 및 제어를 통하여 이루어져야 한다.

현재까지 강선의 잔류 응력 측정에 X-선 회절법, 응력 이완법(stress relaxation) 등이 분석 방법이

1 포항공과대학교 신소재공학과

2 고려강선㈜ 기술연구소

교신저자: 포항공과대학교 신소재공학과,

E-mail: cgpark@postech.ac.kr

이용되었다. 이러한 방법은 직경이 큰 강선에서는 큰 문제가 되지 않지만, 직경이 점차 감소되면 크기 및 형상에 대한 영향, 적은 세멘타이트 분율, 강한 집합 조직 등의 문제 등을 고려해야 하기 때문에 강선의 정확한 잔류 응력을 측정하기에는 적절하지 않다. 따라서, 직경이 작은 강선의 잔류 응력을 정확히 측정 할 수 있는 적합한 측정법의 도입이 시급할 것으로 판단된다.

본 연구에서는 강선의 길이 방향에 존재하는 잔류 응력을 정확히 측정하고자 하였다. 이를 위하여 FIB-DIC 법을 이용하였으며, 미세 강선의 측정에 적합하도록 실험 방법을 최적화하였다. 나아가 최적화된 FIB-DIC 법을 사용하여 공정에 차이를 두어 제조된 미세 강선의 잔류 응력을 측정하였으며, 기계적 특성과 상관 관계를 고찰하였다.

2. 실험 방법

열간 압연된 5.5mmφ 봉형의 선재를 소재로 사용하여 가공하였으며 이의 합금 조성과 제조 방법을 Table 1과 2에 각각 나타내었다. 탄소가 0.92% 포함된 A 강선은 최종 신선 후 롤링 처리를 하였으며, 탄소가 1.02wt.% 포함된 B 강선은 최종 신선 후 100~300°C의 온도 구간에서 1분간 열처리(bluing)를 하여 강선을 제조하였다. 공정의 차이가 잔류 응력에 미치는 영향 외에 신선 가공량(ε)의 영향을 고찰하기 위하여 ε=3.69와 4.12로 차이를 두었다.

Table 1 Chemical composition of the steel wires

	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 the steel wires

	P.W (mmφ)	Final wire (mmφ)	True strain (ε)	Post treatment	
				Rolling	Bluing
A-1	1.68	0.27	3.69	without	
A-2	-	-	-	with	
B-1	1.41	0.185	4.12		As-drawn
B-2	-	-	-		100 °C
B-3	-	-	-		200
B-4	-	-	-		300

강선 표면에 슬롯(slot)을 만들기 위하여 듀얼법 FIB(SEI 3050 SE)를 사용하였으며, 슬롯에 의해 형성된 변위장(displacement field)을 측정하기 위하여 Correlated Solutions 사의 상용 소프트웨어(VIC-2D)를 사용하였다. 이 소프트웨어는 화소의 1/100 크기의 해상도를 가지고 있다. 강선의 기계적 특성을 평가하기 위하여 인장강도와 피로 특성 실험을 하였고, 인장 시험기(Instron 844)와 헌터 회전 피로 시험기(Hunter rotating beam fatigue tester)를 이용하였다.

3. 실험 결과 및 고찰

3.1 잔류 응력 측정을 위한 FIB-DIC법의 최적화

미세 강선의 잔류 응력 측정에 적합한 전체적인 FIB-DIC 분석법을 Fig. 1에 나타내었으며, 측정 과정은 다음과 같다. 미세 강선은 벌크재와는 다르게 봉형을 갖기 때문에 관찰 면(영역)은 FIB의 빔 방향과 반듯이 수직이어야만 한다(Fig. 2). 이 조건을 충족 시키지 않는다면 흠이 표면에 인위적으로 형성된다 할지라도 변위장이 형성되지 않는다. 만약, 변위장이 형성된다고 해도 이는 정확한 재료의 물성을 대변하지 못하기 때문에 그 값은 의미를 갖지 못한다.

VIC-2D 소프트웨어에서 발생한 변형장을 쉽게 인식하기 위해서는 시편이 어느 정도의 거칠기를 가져야 한다. 본 연구에서는 표면의 잔류 응력에 영향을 주지 않는 빔 세기인 I=40pA @ 5kV에서 관찰 영역을 적은 시간 노출 시켜 표면에 작은 거칠기를 갖는 무늬(feature)를 형성시켰다. 이는

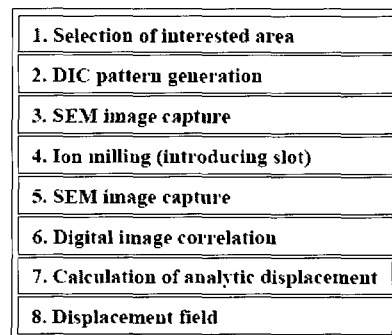


Fig. 1 Several steps showing the slot milling, image capturing and displacement measuring the procedures

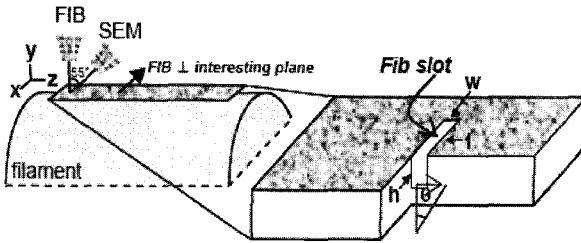


Fig. 2 Schematic of focused ion beam slot introduced into the steel wire

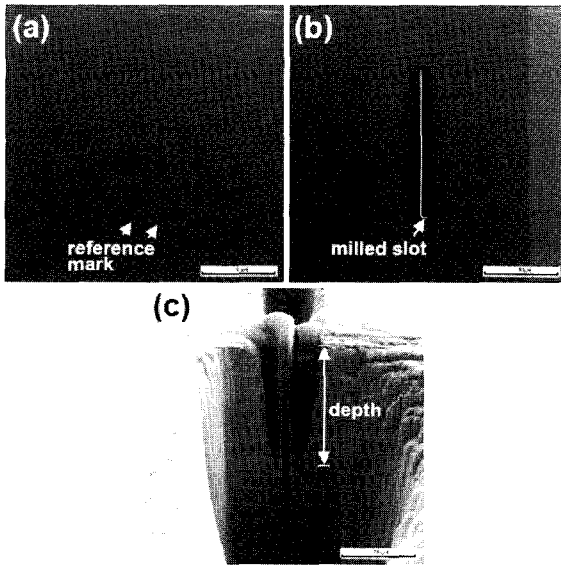


Fig. 3 SEM images showing fabrication procedures; (a) before milling, (b) after milling and (c) slot depth measuring, respectively

소프트웨어에서 변형장 해석을 위한 표준 점 (standard mark)으로 작용한다. SEM과 FIB의 조절 및 관찰 영역을 쉽게 찾게 하기 위하여 참조 홈 (reference slot)을 관찰 영역에 형성시켰으며 앞에서와 마찬가지로 빔에 의한 잔류 응력 변화를 최대한 억제하기 위하여 동일 빔 세기로 가공을 하였다. SEM 방향으로 60° 기울여 SEM과 관찰 영역을 수직 상태로 만든 후, 첫 번째 SEM 이미지를 얻었다. 전자에 의한 표면 손상을 방지하기 위하여 전자 빔 세기를 $I=300\text{pA} @ 2\text{kV}$ 로 정하였다.

첫 번째 SEM 이미지를 얻고 나면 인위적인 홈을 만들어야 하는데, 주변 영역의 손상을 최소화시키는 빔 세기인 $I=100\text{pA} @ 30\text{kV}$ 로 홈을 표면에 형성시켰다. 홈의 크기는 표면에 인가하는 변형장을 변화시키는데 특히, 홈의 길이와 깊이가 연관

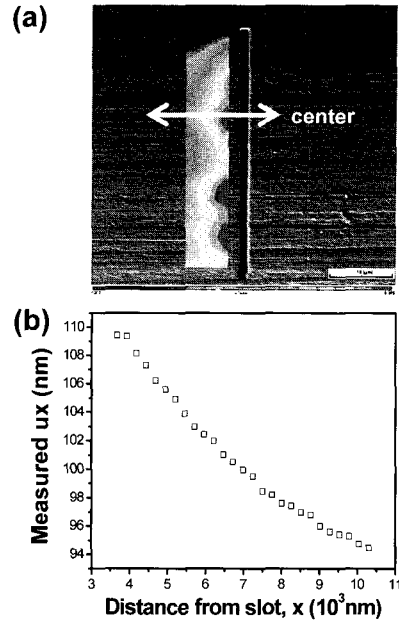


Fig. 4 (a) Typical photographs showing the contours in displacement fields and (b) displacement along the x direction

이 있다. 본 연구에서는 다수의 측정 실험을 통하여 적합한 홈의 크기는 슬롯 깊이(a)=3.0 μm , 너비(w)=1.0 μm , 길이(L)=38 μm 인 것으로 확인하였다. 홈을 만든 후, 동일 관찰 영역에서 $I=300\text{pA} @ 2\text{kV}$ 로 두 번째 이미지를 얻었다. 변위장을 측정하기 위해서는 홈 깊이를 측정해야 한다. 이를 위하여 홈의 수직 방향으로 이온 빔 식각을 한 후 SEM으로 홈 깊이를 측정하였다. 이온 빔에 의한 홈의 손상 방지 및 길이 측정에 정확성 향상을 위하여 복합 탄소 화합물 가스를 보호층(protective layer)로 사용하였다.

VIC-2D 소프트웨어를 이용하여 변형장을 측정하는데 중요한 점은 서브셋(subset)과 스텝(step)의 단계 설정이다. 분석 가능한 점과 정확성을 높이기 위해 subset=61pixel 과 step=1로 정하여 분석을 시도하였다. 홈 인가에 따른 x 방향으로의 변위장 형성 지도(contour)를 Fig. 4 (a)에 나타내었으며 관찰 영역에 변위장이 형성되는 것을 확인할 수 있다. 정확한 변위 측정을 위해서는 강선 중심부에서 발생한 실제 변위(u_x)를 선택해야 하며, 이때 측정된 변위는 Fig. 4 (b)와 같이 제시된다.

본 연구에서 사용된 잔류 응력 측정법은 응력이 존재하는 시편에 균열이 도입된다면 홈에 국

부적인 응력이 이완되면서 x 방향으로 변위장이 형성된다는 이론을 기반으로 한다. 즉, 흡에 의해 이완된 응력확대계수는 원래 존재했던 잔류 응력과 크기가 같고 방향이 반대인 응력을 가한 것에 의한 응력 확대계수와 같다. 슬롯으로부터 x 방향의 한 점에서의 변위는 식 (1)과 같이 정의된다.

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

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

여기서 E^* 는 plain strain 조건에서의 탄성 계수 ($E^* = (1-\nu^2)/E$)이며, ν 는 포아송 비, $f(\theta)$ 가상력에 의한 응력확대 계수 함수, θ 는 $\tan^{-1}(x/a)$, σ_R 은 가상 잔류 응력을 의미한다. 고 탄소 강재의 $E=201.0$ GPa 이며, $\nu=0.3$ 이다. 만약 가상 잔류 응력 $\sigma_R=1$ GPa 이 존재한다면, x 방향에서의 한 점(x/a)에서 가상 변위(U_x)는 식 (1)의 계산식으로부터 계산된다. Kang et. al은 실제 변위 (u_x)와 가상 변위 (U_x)는 식 2와 같이 정의된다고 보고한바 있다[8].

$$u_x = \Psi U_x + \Phi B \quad (2)$$

여기서 u_x-U_x 를 x-y 축으로 설정한다면 Ψ 는 실제 잔류 응력값, Φ 는 y 절편 값으로 SEM 이미지 작업 시 x 방향으로의 병진 운동이 발생해서 나타난 흠여짐 값을 의미한다.

3.2 FIB-DIC법을 이용한 미세 강선의 잔류 응력 측정 예

3.2.1 롤링 공정이 추가된 미세 강선

미세 강선의 피로 특성을 향상시키기 위하여 현장에서 사용하는 롤링 공정은 강선을 꼬는 연선(stranding) 제조 공정과 유사하다(Fig. 5). 양 롤러(roller) 사이에 굽혀진 강선을 통과시킴으로써 압축/인장 응력이 반복적으로 작용하게 되고 이는 응력의 이완을 가져와 낮은 잔류 응력치를 갖게 하는 원리이다. 롤링 공정을 통해 제조된 미세 강선(A-1, A-2)의 인장 강도를 측정하였으며 이의 결과를 Table 3에 제시하였다. 롤링 공정에 의한 인장 강도의 변화를 알아보면, 롤링 전과 후의 인장 강도는 약 3990MPa로 거의 변화가 없었다. 그러나 압축/인장 응력이 반복적으로 작용하는 환경(60Hz)

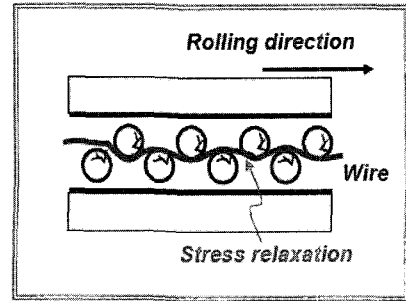


Fig. 5 Schematics of rolling process after final drawing

에서의 피로 특성을 확인해보면, 10^6 사이클을 피로한(σ_{FL})으로 정의했을 때, 롤링 공정이 추가된 미세 강선의 피로 특성이 신선 제조만 거친 미세 강선에 비해 우수하였다. 따라서 현 조업에서 사용되는 롤링 공정은 인장 강도의 저하를 일으키지 않고 피로 특성만 향상시킬 수 있는 효과적인 방법이다. FIB-DIC 법을 이용하여 미세 강선의 표면에 존재하는 잔류 응력을 측정하였으며 결과를 Fig. 6에 나타내었다.

Fig. 6(a)와 (b)는 슬롯으로부터 x 방향으로 $10\mu m$ 이내에 발생한 변위량 (u_x)과 가상응력 -1GPa 이 존재할 경우 동일 영역에 작용하는 계산 변위량 (U_x)의 상관성을 보여준다. 측정 결과, 롤링 처리하기 전 표면에 잔존하는 응력은 인장 잔류 응력이었으며 인장 방향으로 약 940MPa의 응력치를 보였다. 롤링 처리 후, 미세 강선의 잔류 응력은 처리 전 보다 50% 정도 감소된 430MPa을 보였다. Fig. 7에 잔류 응력과 피로 특성의 상관 관계를 나타내었다. 즉, 표면에 존재하는 잔류 응력은 강도보다는 피로 특성에 크게 영향을 주며 이를 향상시키기 위해서는 잔류 응력을 크게 줄여 줘야 할 것으로 판단된다.

Table 3 The Mechanical properties of the steel wires

	Tensile strength (σ_{TS} , MPa)	Fatigue resistance (σ_{FL} , MPa)
A-1	3992	1220
A-2	3990	1250
B-1	4459	1310
B-2	4647	1350
B-3	4651	1380
B-4	4519	1390

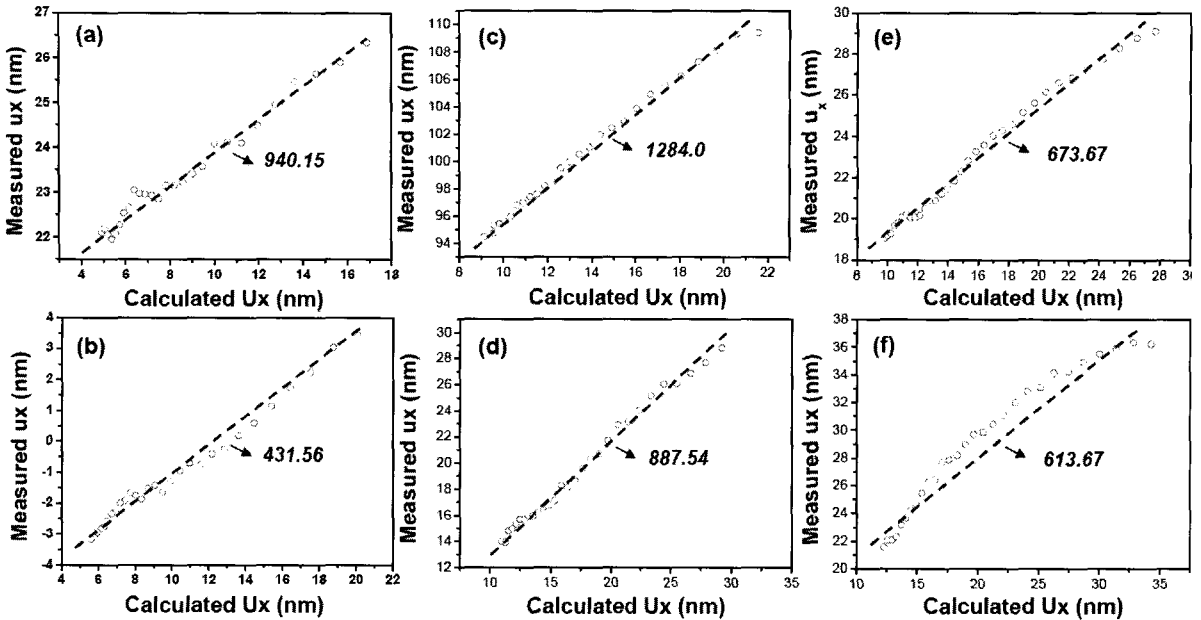


Fig. 6 Comparison of measured and calculated displacements of the steel filaments; (a) A-1, (b) A-2, (c) B-1, (d) B-2, (e) B-3 and (f) B-4, respectively

3.2.2 블루윙 공정이 추가된 미세 강선

최종 신선 후 저온에서 블루윙 공정 처리를 한 미세 강선(B-1~4)의 기계적 특성 결과를 Table 3에 제시하였다. B 계열 강선은 A 계열 강선에 비해 최종 신선량이 $\epsilon=4.12$ 로 높게 제조되었기 때문에 인장 강도는 전반적으로 높은 4400MPa 이상의 값을 나타내었다. 블루윙 온도를 200°C로 증가시키면 신선 가공만 거친 미세 강선의 인장강도 보다 큰 4650MPa 이상 증가되었다. 그러나 300°C 까지 블루윙 온도를 증가시키면 인장강도는 약 100MPa 감소되었다. 이는 시효(strain ageing)에 의한 강도 증가가 300°C 이상에서는 거의 발생하지 않기 때문이다[5]. 또한, 신선 가공에 의해 형성된 페라이트 조직 내 존재하는 전위의 회복(recovery)이 발생이 발생하지 않고 조대화가 진행되어 강도가 점차 감소된 것으로 사료된다. 그러나 피로 특성은 인장강도에서 보여준 경향과는 다른 것을 확인되었다. 블루윙 처리하기 전 미세 강선의 피로 한은 1310MPa 이었으며, 열처리 온도를 증가시키면 300°C 온도에서 최대 1390MPa의 높은 피로한 값을 갖는 것으로 확인되었다. 따라서 최종 신선 후 작업하는 블루윙 공정은 인장강도의 증가와 피로 특성을 향상시킬 수 있는 효과적인 방법이라 할 수 있다.

FIB-DIC 법을 이용하여 블루윙 처리전과 후의 미세 강선의 표면에 존재하는 잔류 응력을 측정하였으며 이 결과를 Fig. 6에 제시하였다. Fig. 6(c)~(f)는 앞에서와 마찬가지로 슬롯으로부터 x 방향으로 10 μ m 이내에 발생한 변위량 (u_x)을 측정 한 결과이다. 측정 결과 모든 미세 강선에 걸쳐 인장 잔류 응력이 표면에 형성되었다. 블루윙 처리 전 미세 강선에는 약 1284MPa의 인장 잔류 응력이 형성되어 있었으며, 온도가 100에서 300°C로 증가될수록 인장 잔류 응력은 887, 673, 613MPa로 점차적으로 감소되는 것으로 확인되었다. 이는 미세 강선이 저

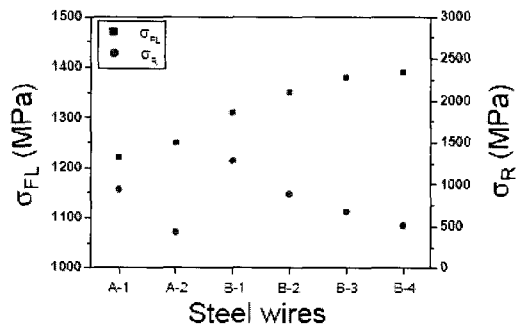


Fig. 7 Relationship between the fatigue resistances and residual stress of steel wires

참고 문헌

온에서 노출 시키면서 표면에 국부적으로 존재하는 응력이 이완되고 결국 인장 잔류 응력의 감소로 이어진 것으로 판단되었다(Fig. 7). 따라서 가공의해 표면에 형성된 잔류 응력을 제거 하기 위해서는 블루잉 처리를 할 필요가 있으며 이를 위해서는 잔류 응력을 최소화 시킬 수 있는 온도의 최적화가 이루어져야 할 것으로 판단된다.

4. 결론

본 연구에서는 미세한 직경을 갖는 강선의 표면에 존재하는 잔류 응력을 정확하게 측정하고자 하였으며 이를 위하여 FIB-DIC법을 분석에 사용하였다.

(1) FIB, SEM 에서의 범 세기, 식각 조건 등과 소프트웨어에서의 서브셋, 스텝 조건 등을 변화시켜 미세 강선의 잔류 응력 측정에 적합한 분석의 최적화 조건을 제시하였다.

(2) 최적화된 FIB-DIC 법을 이용하여 공정 조건이 틀린 미세 강선의 잔류 응력을 측정하였다. 최종 신신 후 추가된 롤링 및 블루잉 공정은 강도와 피로 특성에 영향을 미친다. 표면에 형성된 인장 잔류 응력은 이 공정 방법에 의해 크게 감소하는 것을 확인하였다.

후 기

본 연구가 진행되도록 시편 제조와 연구비 지원을 해준 고려제강(주) 기술연구소(KISEIRE), 포항 나노 집적 센터(NCNT)와 BK21에 감사 드립니다.

- [1] M. Dollar, I. M. Bernstein, A. W. Thompson, M. Shemenski, 1988, Influence of deformation substructure on flow and fracture of fully pearlitic steel, *Acta Metall.*, Vol. 36, pp. 311~320.
- [2] G. T. Gray, A. W. Tompson, 1998, Influence of deformation substructure on the flow and fracture of fully pearlitic steel, *Acta Metall.* Vol. 36, pp. 311~320.
- [3] Y. S. Yang, H. J. Jun, S. Y. Park, C. G. Park, S. H. Lim, D. T. Ban, 2005, Effects of microstructure on the fatigue resistance of steel tire cords, *Mater. Sci. Forum*, Vol. 475~479, pp. 4125~4128.
- [4] J. LLorca, V. Sanchez-Galvez, 1989, Fatigue limit and fatigue life prediction in high strength cold drawn eutectoid steel wires, *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, Vol. 12, pp. 31~45.
- [5] K. Katagiri, T. Sato, H. S. Shin, L. Takahashi, H. Tashiro, S. Sasaki, 1997, Effects of drawing strain and bluing on the fatigue strength of eutectoid steel wires, *Fatigue Fract. Engng. Mater. Struct.*, Vol. 20, pp. 1677~1686.
- [6] Michael B. Prime, 1999, Residual stress measurement bu successive extension of a slot, *Applied Mechanics Reviews*, Vol. 52, pp. 75~96.
- [7] J. W. Hutchinson, Z. Suo, 1992, Mixed mode cracking in layered materials , *Adv. Appl. Mech.*, Vol. 29, pp. 63~91.
- [8] K. J. Kang, N. Yao, M. Y. He, A. G. Evans, 2003, A method for in situ measurement of the residual stress in thin films by using the focused ion beam, *Thin Solid Films*, Vol. 443, pp. 71~77.