

탄탈륨 판재의 어닐링 집합조직과 결정립 크기

강전연^{1#} · 박성원¹ · 박준영¹ · 박성준¹ · 송이화² · 박성택² · 김광련² · 오경원³

Annealing Textures and Grain Size of Tantalum Sheet

J.-Y. Kang, S. Park, J. Y. Park, S.-J. Park, Y.-H. Song, S.-T. Park, G.-L. Kim, K.-W. Oh

(Received June 10, 2019 / Revised September 9, 2019 / Accepted September 18, 2019)

Abstract

In this study, the development of annealing textures in cold rolled and annealed tantalum sheets was analyzed using electron backscatter diffraction. At 900°C, the textures of the recrystallized grains in the partially and completely recrystallized microstructures displayed significant similarities. The average diameter of the recrystallized grains with γ -fiber orientations exceeded that of grains with different orientations, and the average growth rates were unrelated to the orientations after an initial stage of recrystallization. Additional cold rolling and annealing was done for controlled initial microstructures and textures inherited from various processes of prior cold rolling and annealing. This second cycle of the process resulted in stronger textures with major γ -fiber orientations as a result of the enhanced γ -fiber orientations in the preceding textures. A coarse-grained prior microstructure resulted in a weaker annealing texture than a fine grained one regardless of the stronger previous texture, which was occasioned by the sub-structures of the minor orientations at local deformation inhomogeneities such as sharp in-grain shear bands.

Key Words : crystallographic texture, tantalum, annealing, recrystallization, grain size

1. 서 론

금속의 집합조직(texture) 혹은 우선방위(preferred orientation)는 물성의 이방성(anisotropy)을 초래하는 주요 원인으로서는 다양한 상용 금속 소재의 활용에 있어 중요하게 고려하는 사항이다 [1-2]. 특히 금속 판재의 경우, 보통은 압연과 어닐링(annealing)을 통해 제조하며, 이 과정에서 집합조직이 강하게 발달하는 경우가 많다. 대표적인 예로 저탄소 혹은 극저탄소 강판은 냉간 압연 및 어닐링 후 <111> 결정 방향이 판재의 수직 방향(plane normal direction, ND)에 대체로 평행하게 배열하는 형태의 집합조직이

강하게 발달한다 [3]. 이러한 집합조직은 입방정(cubic crystal) 금속 판재의 딥드로잉(deep drawing) 성형성 강화에 기여한다 [4]. 또 다른 예로 방향성 전기강판(grain-oriented electrical steel)은 어닐링 중{011}<100> 방위(Goss 방위) 결정립의 비정상 입성장(abnormal grain growth)에 의해 매우 강한 집합조직이 발달하며, 자화용이방향(easy magnetization direction)인 <100> 방향의 압연 방향(rolling direction, RD)으로의 배향에 기인하여 변압기의 철심용 소재로 널리 활용하고 있다 [5-7].

탄탈륨(tantalum, Ta)은 우수한 화학적 안정성과 연성을 가지나, 희유(rare) 금속인 까닭에 벌크(bulk) 형태의 상업적 활용은 매우 제한적이다 [8]. 그럼에도 스퍼터링 타겟(sputtering target)이나 [9] 탄두용 라이너(liner) 등의 판재 형태로도 활용되고 있으며, 이

1. 한국기계연구원 부설 재료연구소

2. ㈜풍산

3. 방산기술센터 기동화력팀

Corresponding Author : Korea Institute of Materials Science, E-mail: firice@kims.re.kr, ORCID : 0000-0002-5002-4428

경우 집합조직의 제어가 중요한 것으로 알려져 있다 [9-15]. 냉간압연과 어닐링을 통해 제작하는 탄탈륨 판재는 동일한 체심입방(body-centered cubic)정 금속인 철 및 그 합금들과 유사한 집합조직을 가지는 것으로 알려져 있다 [16-18].

어닐링 후 발달하는 집합조직은 어닐링 중의 재결정(recrystallization) 과정에서 새롭게 생성되는 결정립 방위의 배향핵생성(oriented nucleation) [19-20] 혹은 배향성장(oriented growth)에 [21-22] 기인하는 것으로 해석하며, 이러한 어닐링 집합조직의 생성에는 매우 많은 공정 조건 및 미세조직 인자가 복합적으로 영향을 주는 것으로 알려져 있다 [2-3]. 그러나 유사한 집합조직 발달 경향을 보이는 철강과는 달리 탄탈륨 판재에 대해서는 충분한 연구 결과를 찾기 힘든 상황이다.

본 연구에서는 고순도 탄탈륨 판재의 어닐링 중 재결정 집합조직 발달 과정을 분석하여 재결정 집합조직의 형성 기구에 대해 논한다. 또한 재결정 과정에서 결정립 크기 변화, 압연 및 어닐링 전 초기 결정립 크기 등과 재결정 집합조직의 관련성에 대해 논의하고자 한다.

2. 실험방법

두께 20 mm, 불순물 함량 0.1 % 미만의 고순도 탄탈륨 후판(plate)을 상온에서 4 mm 두께까지 압연하였다. 압연된 판재의 일부를 석영관에 진공 밀폐하였고, 고온에서 유지된 열처리로에서 어닐링하였다. 이때 900°C에서 5, 30, 60 분 유지하거나, 1200°C에서 120 분 유지한 후 수냉함으로써 재결정 진행 정도 및 결정립 크기를 제어하였다 (1차 압연 및 어닐링). 900°C-60 분 및 1200°C-120 분 어닐링 시험편의 일부는 상온에서 0.8 mm까지 재차 압연 후, 1100°C에서 60 분 유지하고 수냉하였다 (2차 압연 및 어닐링).

이상에서 준비한 탄탈륨 판재의 미세조직 관찰 및 집합조직 측정에는 후방산란전자회절(electron backscatter diffraction, EBSD)을 이용하였다. 판재의 측면(ND와 RD를 포함하는 면)을 기계연마 후 -30°C로 냉각된 3 M의 황산-메탄올 혼합액을 이용해 전해연마하였다. 전해연마에는 Struers사의 Lectropol-5를 이용하였고, 32 V, 유속 20 (장비 고유 설정 단위), 60 초 조건에서 2회 연속으로 수행함으로써 절단 및

기계연마에 의한 표면 변형층을 제거하였다. Hitachi사의 SU6600 주사전자현미경에 장착된 EDAX사의 Hikari 검출기(detector), 혹은 JEOL사의 JSM-7001F 주사전자현미경에 장착된 Oxford Instruments사의 NordlysNano 검출기를 활용해 EBSD 데이터를 수집하였다.

EBSD 데이터의 다양한 분석과 시각화에는 Oxford Instruments사의 Channel5 소프트웨어와 MATLAB™ 기반의 오픈소스(open source) 소프트웨어인 MTEX를 [23] 활용하였으며, 집합조직 평가를 위한 방위분포함수(orientation distribution function, ODF)의 계산에는 WIMV [24] 법을 활용하였다. ODF는 Bunge의 정의에 따르는 오일러(Euler) 각 $[\phi_1 \Phi \phi_2]$ 으로 구성된 3차원의 공간 상에 등고선으로 나타내었으나, 편의상 대부분의 주요 방위가 표시되는 $\phi_2=45^\circ$ 에서의 단면을 활용하였다. Fig. 1은 해당 단면에서의 주요 방위를 나타낸다 [25]. ODF의 신뢰성을 위해 비교적 넓은 EBSD 측정 면적이 필요하였으며, 0.3-8 mm²의 측정 면적에 최소 400 개 이상의 재결정립이 포함되게 하였다..

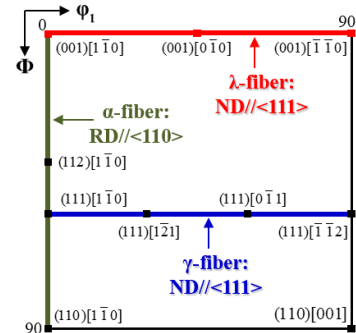


Fig. 1 Representative orientations in a body-centered cubic metal sheet represented on the $\phi_2=45^\circ$ section of the Euler space (The Euler angles ϕ_1 , Φ and ϕ_2 are defined by Bunge's notation. RD: rolling direction, ND: sheet normal direction) [25]

3. 결과

Fig. 2는 최초의 미세조직과 집합조직을 나타낸다. 초기 상태에서 시험편은 29.1 μm 의 평균 직경을 가졌으며, $\langle 110 \rangle$ 방향이 RD에 평행한 α -섬유(fiber) 방위와 $\langle 111 \rangle$ 이 ND에 평행한 γ -섬유 방위를 동시에

포함하고 있다.

Fig. 2의 초기 미세조직 및 집합조직은 1차 압연 및 어닐링의 결과 Fig. 3 및 Fig. 4에 각각 나타낸 미세조직과 집합조직으로 변화한다. Fig. 3(a)-(c) 및 Fig. 4(a)-(c)를 통해 900°C에서 재결정의 진행에 따른 미세조직과 집합조직의 변화 과정을 볼 수 있다. 60 분간의 어닐링 후 재결정은 완료되었고, 초기 미세조직과 유사한 평균 직경 28.5 μm 의 등방형 결정립으로 구성된 미세조직을 얻을 수 있었다. 한편 재결정의 진행 과정 중 γ -섬유 방위가 강화되고, 반면 α -섬유 및 $\langle 100 \rangle$ 방향이 ND에 평행한 λ -섬유 방위는 점점 약해지는 것을 확인할 수 있었다. 결정립을 보다 성장시키기 위한 1200°C, 120 분의 어닐링은 Fig. 3(d)에서와 같이 매우 조대한 재결정립을 형성하였고, 이 때의 평균 결정립 직경은 134.7 μm 에 이르렀다. 이러한 결정립 조대화에도 불구하고, Fig. 4(d)는 고온에서의 어닐링이 γ -섬유 방위의 강화에는 매우 효과적임을 보여주고 있다.

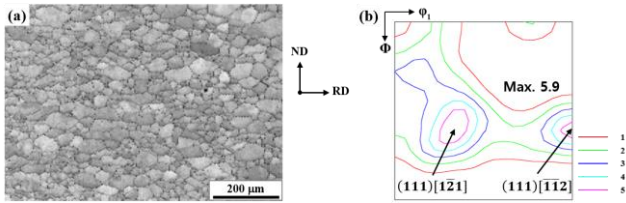


Fig. 2 Initial microstructure and texture: (a) EBSD image quality (IQ) map, (b) orientation distribution function (ODF) on the $\phi_2=45^\circ$ section of the Euler space with contour levels in multiples of random distribution (Note: the sample directions accord with those of the subsequent rolled and annealed specimens. Please refer to the electronic version of this article for full color information.)

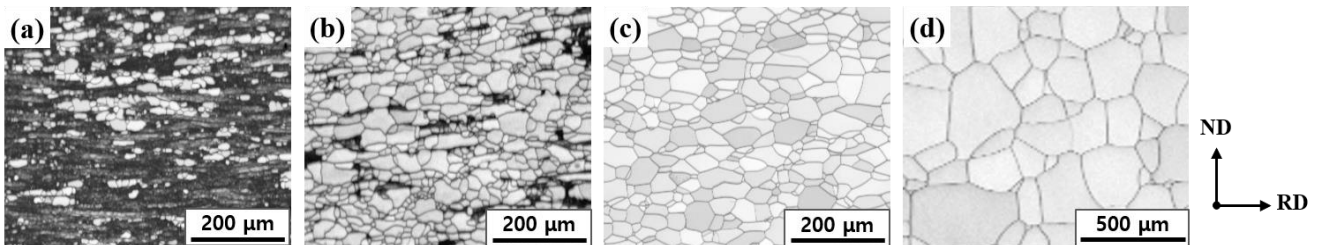


Fig. 3 Microstructures after 1st cycle of cold rolling and annealing at (a) 900°C for 5, (b) 30, (c) 60 mins and (d) at 1200°C for 120 mins (Note the different scale bars)

900°C-60 분 및 1200°C-120 분 어닐링한 시험편을 2차 압연 및 어닐링한 후 미세조직 상의 방위분포와 이로부터 측정된 ODF를 Fig. 5-6에 나타내었다. 각각의 미세조직 중 평균 결정립 직경은 86.6과 101.7 μm 였으며, 직전의 미세조직이 보다 작은 결정립으로 구성된 경우 최종적으로 보다 미세한 결정립과 강한 γ -섬유 방위를 얻을 수 있었다.

한편으로 Fig. 2(b)에 나타낸 최초의 집합조직에 비해 강화된 γ -섬유 방위를 가지는 Fig. 3(c) 및 (d)의 집합조직은 2차 압연 및 어닐링 후 Fig. 6와 같이 보다 강화된 γ -섬유 방위를 생성하였다. 이로부터 어닐링 집합조직의 초기 집합조직에 대한 의존성을 확인할 수 있다.

4. 고찰

4.1 어닐링 중 재결정 진행에 따른 집합조직 발달 거동

Fig. 3(a)-(b)는 어닐링 중 재결정이 부분적으로 진행된 미세조직에 해당한다. 따라서 재결정의 진행에 따른 재결정립의 집합조직과 크기 변화 등을 선별적으로 분석함으로써 재결정 집합조직 형성 기구에 대해 고찰할 수 있다. 이에 재결정립의 추출을 위해, GOS (grain orientation spread)와 평균 BC (band contrast)를 다음과 같이 활용하였다.

GOS는 EBSD 측정 데이터 상에서 개별 결정립들을 구성하는 측정점의 방위와 해당 결정립의 평균 방위 사이의 차이를 평균한 값으로서, 하나의 결정립 내부에서 방위가 분산된 정도를 나타낸다 [26]. 따라서 전위(dislocation)에 의한 입내의 방위차가 거의 없는 재결정립에서는 매우 낮은 값을 가지게 된다. GOS는 EBSD 측정 시의 측정점간 거리(step

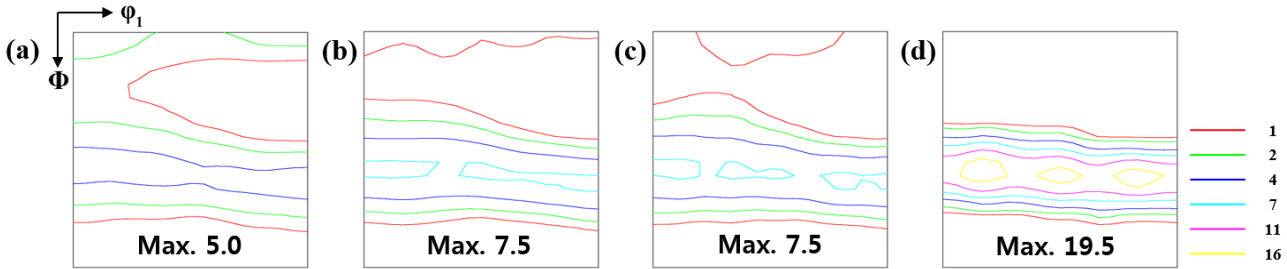


Fig. 4 Textures after 1st cycle of cold rolling and annealing at (a) 900°C for 5, (b) 30, (c) 60 mins and (d) at 1200°C for 120 mins (Please refer to the electronic version of this article for full color information.)

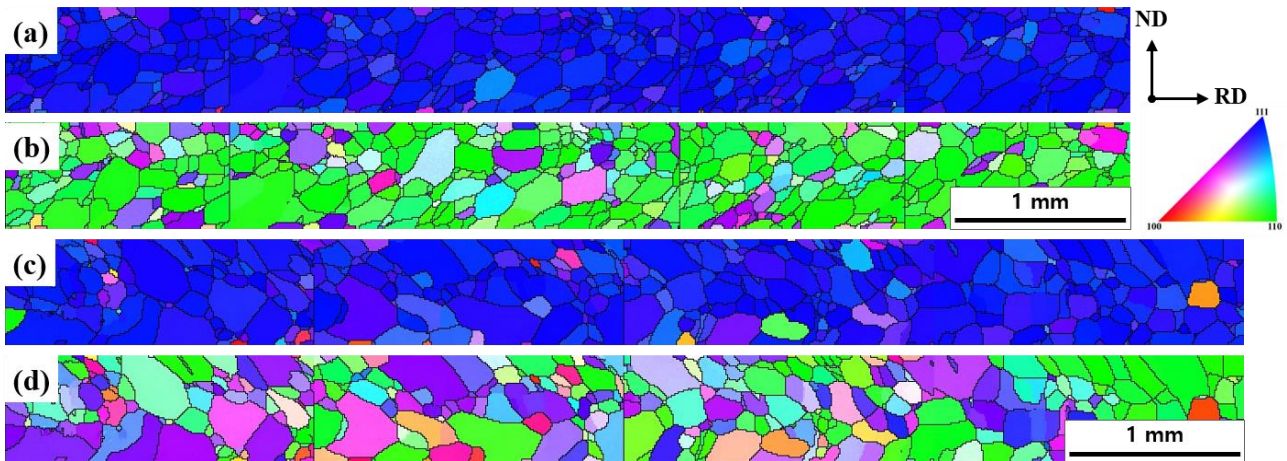


Fig. 5 Orientation distribution on the microstructures after the 2nd cycle of cold rolling and annealing (Please refer to the electronic version of this article for full color information): (a) inverse pole figure map showing the crystal directions parallel to (a) the sheet normal direction (IPF-ND) and (b) the rolling direction (IPF-RD) of the finer-grained prior microstructure, (c) IPF-ND and (d) IPF-RD of the coarser-grained prior microstructure

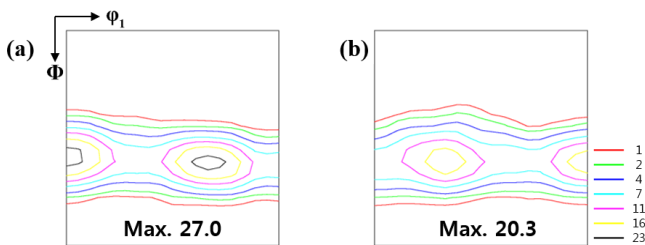


Fig. 6 Textures after the 2nd cycle of rolling and annealing for (a) the finer- and (b) the coarser-grained prior microstructure (Please refer to the electronic version of this article for full color information.)

size)에 대한 의존도가 낮기에, 고정된 합금계에 대해서 재결정 및 변형 결정립의 일관된 구분 기준 설정에 매우 유용하게 활용할 수 있다 [26-27]. GOS의 계산을 위해서는 우선 개별 결정립의 구분을

필요로하며, 본 연구에서는 입계 방위차 2° 를 기준으로 결정립을 구분하였다. 해당 방위차는 EBSD에 의한 일반적인 방위 측정의 최대 오차 범위에 해당하며, 일반적인 구분 기준인 15° 에 비해 매우 작은 값이다 [28-29]. 이처럼 작은 구분 기준은 변형 영역의 결정립 인식에 문제를 야기하지만, 강한 집합조직을 가지는 재결정립 간의 구분에 있어서는 보다 높은 신뢰성을 가진다 [26]. Fig. 7에 900° C 어닐링 중 유지 시간에 따른 미세조직의 GOS 변화를 나타내었다. 재결정 진행에 따라서 GOS의 분포는 0.5° 미만의 영역으로 집중되는 것을 볼 수 있다. 그러나 결정립 구분의 기준 방위차가 매우 작기 때문에, GOS만을 이용한 구분은 변형 결정립의 일부 미세한 영역을 재결정립으로 인식할 가능성을 가지며, 이에 재결정립의 추가적인 구분 기준을 필요로 한다.

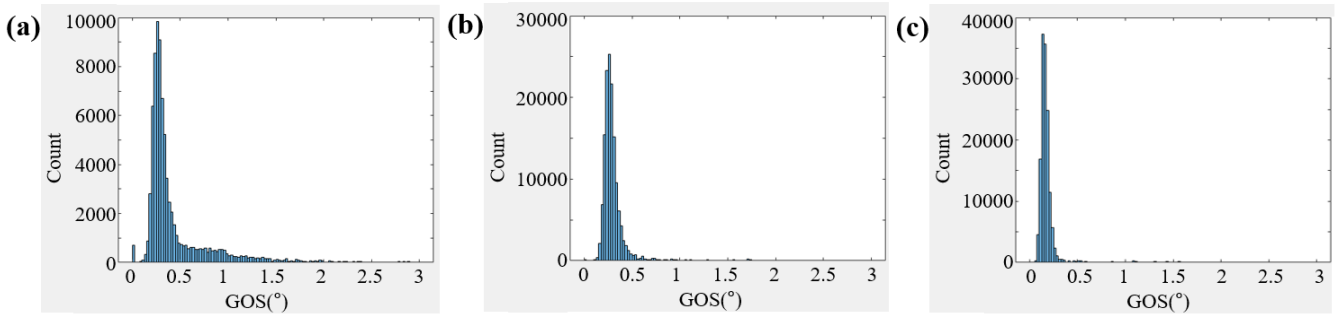


Fig. 7 Distribution of grain orientation spread (GOS) in the microstructures annealed at 900°C for (a) 5, (b) 30 and (c) 60 mins

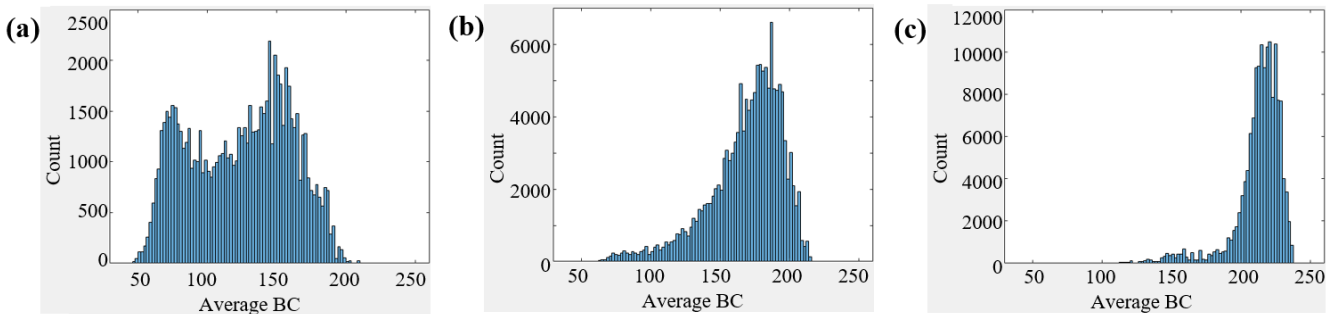


Fig. 8 Distribution of grain-average band contrast (BC) in the microstructures annealed at 900°C for (a) 5, (b) 30 and (c) 60 mins

Fig. 3에서 정성적으로 파악할 수 있는 바와 같이 BC [30] 역시 재결정립과 변형 영역의 구분 기준으로 충분히 효과적일 수 있다. 그러나 BC는 입계나 국부적인 표면 결함 등에 민감하게 반응하며, 측정 조건에 대한 의존도가 높은 문제점을 가진다. 본 연구에서와 같이 EBSD 측정 조건을 일정하게 유지하고, BC의 개별 결정립 내 평균 값을 활용함으로써 이러한 문제점을 최소화할 수 있다. Fig. 8은 900°C 어닐링 중 평균 BC 분포의 변화를 나타낸다. 재결정의 진행에 따라서 평균 BC는 200 이상의 영역으로 집중되어 가는 것을 확인할 수 있다. 한편 BC는 어닐링 시간의 연장에 따른 결정립 내부 결함의 소멸에 기인하여 재결정립 및 변형 결정립에 상관없이 증가할 수 있는 문제점 또한 가진다. 따라서 시각적으로 높은 효과를 가짐에도 불구하고 일관된 기준 설정의 어려움으로 일반적으로 BC를 재결정립과 변형 결정립의 구분에 활용하는 사례는 드물다.

본 연구에서는 GOS 및 BC의 구분 기준을 동시에

만족하는 경우에만 재결정립으로 판단함으로써, 각각이 가지는 구분 기준으로서의 한계를 상호 보완해 주었다. 이 경우 일반적으로 개별 구분 기준을 비교적 느슨하게 설정할 수 있는 장점도 가진다. 본 연구에서는 GOS가 1.0 미만, 평균 BC는 100을 초과하는 경우에 재결정립으로 판별하였고, 이 때 900°C에서 5분 유지한 시험편에서는 36.7%, 30분 유지 후에는 88.8%, 재결정이 완료된 60분 유지 후에는 98.8%의 결정립이 재결정립으로 판별되었다. Fig. 9는 Fig. 3(a)의 900°C, 5분 어닐링한 미세조직에서 이상의 방식으로 추출한 재결정립만을 표시한 것으로, 상기의 재결정 진행 정도(재결정립 분율)와 함께 재결정립 추출 기준이 충분히 효과적이고 신뢰할 수 있음을 보여준다.

Fig. 10은 900°C에서 5분 및 30분 유지한 부분 재결정 시험편 중 재결정립만을 추출하여 그 방위분포를 평가한 결과로서 Fig. 4(c)에 나타난 해당 온도에서의 최종 재결정 집합조직과 매우 유사한 것을 볼 수 있다. 특히 40% 미만의 재결정 진

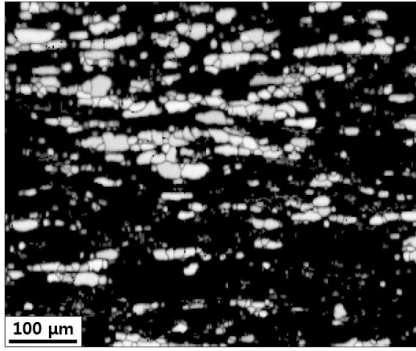


Fig. 9 Selection of the recrystallized grains in the microstructure annealed at 900°C for 5 mins

행을 보이는 경우에, Fig. 4(a)의 전체 집합조직은 압연에 의한 변형 집합조직과의 중첩으로 재결정이 완료된 경우인 4(c)와 적지 않은 차이를 보였지만, 재결정립만의 방위 분포는 4(c)와 매우 유사한 형태를 보인다. 이상에서 탄탈륨 판재의 재결정 집합조직은 재결정 진행이 40%에 이르기 전의 초기 단계에서 거의 완성됨을 알 수 있다. 이는 (극)저탄소강으로 대표되는 BCC 금속 판재에 대한 기존 연구 결과와 잘 부합하고 있다 [26].

4.2 재결정립 크기 변화에 대한 고찰

γ -섬유 방위에 집중된 재결정 집합조직의 발달 과정을 재결정립의 크기 변화와 관련해서 고찰해 볼 수 있다. Fig. 11(a)는 재결정립을 γ -섬유 방위와 그 외의 방위로 구분하고, 그 평균 직경의 변화를 어닐

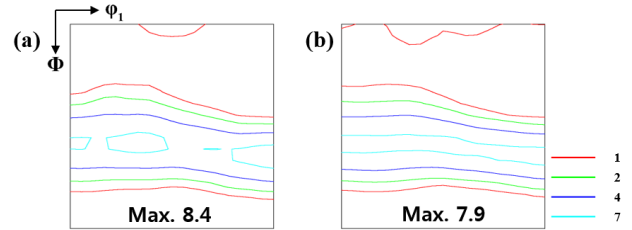


Fig. 10 Textures of the recrystallized grains in the specimens annealed at 900°C for (a) 5 mins and (b) 30 mins (Please refer to the electronic version of this article for full color information)

링 조건에 따라 보여 준다. 900 °C에서 재결정의 진행 중 γ -섬유 방위 결정립들은 그 외의 결정립들에 비해 꾸준히 큰 것을 확인할 수 있으나, 평균 직경의 증가 속도에는 큰 차이가 없는 것을 볼 수 있다. Fig. 11(b)는 γ -섬유 방위 결정립들이 그 외의 결정립들에 비해 가지는 평균 직경의 비율을 나타낸다. 초기에는 γ -섬유 방위 결정립들이 상대적으로 많이 크지만, 유사한 성장 속도에 기인하여 두 그룹 사이의 차이는 점점 작아지는 것을 볼 수 있다. 이는 γ -섬유 방위 결정립들이 가지는 크기 상의 우위가 재결정의 초기 과정에서 형성됨을 의미한다. 즉, 핵생성이 보다 이른 시점에 이루어지거나, 생성 직후 주변 환경이 성장에 보다 용이함을 의미한다. 일반적으로 γ -섬유 방위의 재결정립은 역시 유사한 방위를 가지는 변형 결정립의 입계나 입내 전단띠

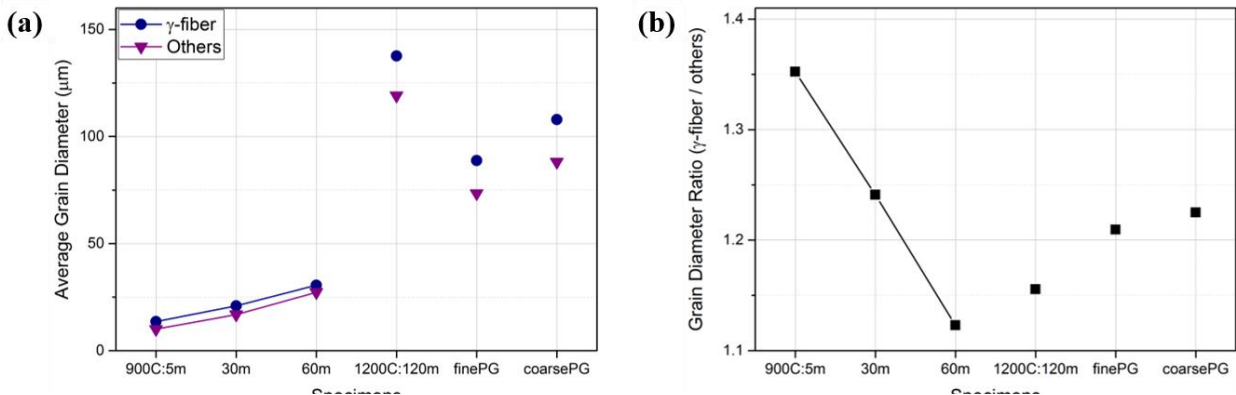


Fig. 11 Sizes of recrystallized grains (The horizontal axis indicates the annealing conditions and the prior microstructures. PG denotes prior grain. The data points for 900°C annealing are linked to show the progress of the grain growth.): (a) average grain diameter according to orientations and (b) relative grain diameter of γ -fiber orientations compared to the others

등에서 생성되는 것으로 보고되며 [31-32], 해당 변형 결정립은 다른 것들에 비해 재결정립 주변의 방위 구배(orientation gradient)가 두드러짐으로써 초기 재결정립의 성장에 보다 큰 구동력을 제공하는 것으로 알려져 있다 [27, 32]. Fig. 11(a)는 이러한 재결정립 성장에 있어서의 이점이 재결정 과정에서 지속적으로 유지되지 않는음을 보여주며, 따라서 Fig. 10과 4(c)를 통해 확인한 바와 같이 초기에 결정된 재결정립의 집합조직이 최종 집합조직까지 유지되는 것을 설명해 준다.

한편 동일한 1차 압연 및 어닐링 시험편을 1200°C의 고온에서 어닐링한 경우에는 Fig. 4(d)에서와 같이 훨씬 강한 γ -섬유 방위가 발달하고, Fig. 11(b)는 해당 방위 결정립의 상대적인 크기가 900°C에서 재결정이 완료된 경우에 비해 소폭이지만 증가한 결과를 보여준다. 재결정립 생성 및 성장에 대한 구동력은 냉간 압연 단계에서 결정되므로 어닐링 온도가 다른 경우에도 동일하게 작용한다는 점에서 γ -섬유 방위의 강화와 결정립 직경 비율의 증가는 재결정 완료 후의 추가적인 결정립 성장에 기인할 가능성이 있다. 그러나 한편으로 시험편을 보다 고온 유지된 열처리로에 장입함으로써 증가한 승온 속도와의 관련 있을 수 있다. 저탄소강의 어닐링 시 승온 속도의 증가는 재결정 이전 단계에서 회복(recovery)에 의해 소모되는 구동력을 감소시켜 줌으로써 γ -섬유 방위를 강화하는 것으로 알려져 있다 [33].

Fig. 6에서 900 및 1200°C에서의 어닐링을 통해 얻은 시험편을 2차 압연 및 어닐링한 경우에 γ -섬유 집합조직이 보다 강화되는 결과를 확인하였다. 또한 이 경우 Fig. 11(b)는 결정립 크기 비율이 1차 압연 및 어닐링만을 완료한 경우(900C:60m 및 1200C:120m)에 비해 확연히 증가하는 것을 볼 수 있다. 이는 결정립 크기 비율이 초기 집합조직에 크게 의존하는 것을 의미한다. 1차 압연 및 어닐링을 통해 강화된 γ -섬유 방위가 2차 압연 및 어닐링 중 γ -섬유 방위 재결정립의 생성과 성장을 촉진하는 것으로 판단할 수 있다. 초기 미세조직 중 결정립이 보다 큰 경우에(coarsePG) 초기 집합조직 중 γ -섬유가 더 강하므로 결정립 크기 비율이 보다 클 것을 예상할 수 있으며, 이는 Fig. 11(b)의 결과와 잘 부합한다. 한편으로 증가한 초기 결정립 크기에 의해 재결정 중 γ -섬유 방위의 강화가 억

제되는 효과가 중첩되므로, 초기 집합조직 중 상대적으로 약한 γ -섬유 방위를 가지지만 초기 결정립 크기는 보다 미세한 경우(finePG)에 비해서 결정립 크기 비율의 증가폭이 두드러지지 않은 것으로 판단된다.

어닐링 온도와 초기 집합조직 및 결정립 크기가 방위에 따른 재결정립의 크기 비율을 결정하는 상세한 기구의 규명은 변형 미세조직 및 극히 초기의 재결정 미세조직, 또한 재결정 완료 후 추가적인 결정립 성장 단계 등에 대해 상세한 추가 분석을 필요로 하며, 향후 이에 대한 연구를 진행할 계획이다.

4.3 초기 결정립 크기의 영향에 대한 고찰

Fig. 5-6에서 확인한 바와 같이 2차 압연 및 어닐링에 대한 초기 미세조직 중의 결정립이 작은 경우, 초기 집합조직 중의 γ -섬유 방위가 상대적으로 약함에도 불구하고(Fig. 4(c)와 (d) 비교), 최종 집합조직에서 γ -섬유 방위가 보다 강화되는 것을 볼 수 있다. 이는 결정립 크기가 재결정 집합조직에 초기 집합조직 이상으로 큰 영향력을 가질 수 있음을 보여준다.

조대한 결정립에서의 변형은 미세한 경우에 비해 입내 변형의 분포가 보다 불균일한 경향이 크며, 이에 의해 국부적인 영역에 변형이 집중된 입내 전단띠(shear band) 등의 발달이 두드러지는 것으로 알려져 있다 [34]. 특히 γ -섬유 방위 결정립들에서 전단띠의 발달이 두드러지며, 해당 결정립 크기가 증가할 경우 이러한 전단띠 내부에 변형이 보다 집중됨으로써 기지와 방위 차이가 매우 큰 미세한 하부 구조의 발달 빈도가 증가한다 [34]. Fig. 12는 조대한 γ -섬유 방위 결정립 내에 냉간 압연 후 발달한 전단띠의 미세조직과 방위분포의 예를 보여준다. 국부적으로 집중된 변형에 의하여 Goss 방위에 가까운 영역이 생성된 것을 확인할 수 있다. 해당 영역은 어닐링 과정에서 Goss 방위에 가까운 재결정립 생성의 원인으로 알려져 있으며 [34], 이러한 영역의 증가는 재결정 집합조직 중 γ -섬유 방위의 약화에 기여하게 된다. 따라서 초기 미세조직 중 결정립 크기의 증가는 불균일한 변형 분포의 강화로 γ -섬유 방위 이외의 방위를 가지는 재결정립 생성을 촉진함으로써 최종 재결정 집합조직을 약화시키는 것으로 볼 수 있다.

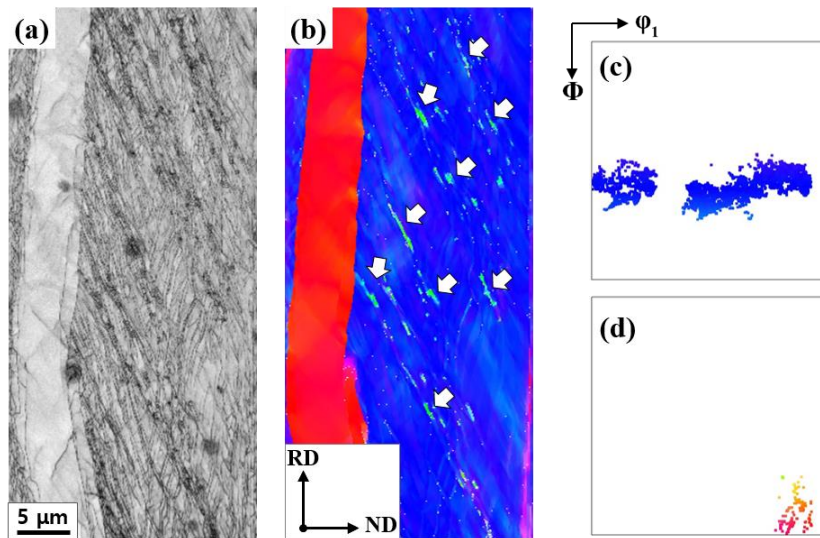


Fig. 12. Goss-oriented shear bands which would develop Goss-oriented recrystallization: (a) BC map, (b) IPF-ND map, (c) orientation distribution of the matrix and (d) of the shear bands indicated by the arrows in (b) on the $\phi_2=45^\circ$ section of the Euler space (Please refer to the electronic version of this article for full color information.)

5. 결론

본 연구에서는 고온도 탄탈륨 판재의 어닐링 집합조직 형성 기구를 재결정립의 방위분포와 평균 직경 변화 등을 통해 분석하였고, 이에 영향을 주는 다양한 요소들에 대해 고찰함으로써 다음의 주요 결론을 얻었다.

(1) 부분 재결정된 미세조직 중 재결정립만을 추출하여 계산한 방위분포는 최종 어닐링 집합조직과 매우 유사하였으며, 이로부터 탄탈륨 판재의 어닐링 집합조직이 재결정의 초기에 결정됨을 알 수 있었다.

(2) 재결정이 40 % 수준 이상으로 진행된 이후 어닐링 집합조직의 주 성분인 γ -섬유 방위 재결정립과 그 외 재결정립의 평균적인 성장속도는 유사하였다. 따라서 재결정 완료 시점에서 γ -섬유 방위 재결정립들의 평균적으로 큰 직경은 핵생성 및 초기 성장 단계에서 유래한 것을 알 수 있었다.

(3) 1차 압연 및 재결정을 통해 강화된 γ -섬유 방위를 가지는 초기 집합조직은 후속의 압연 및 재결정 후 γ -섬유 방위의 강화에 효과적이었으며, 해당 방위 재결정립의 선택적 성장을 촉진하였다.

(4) 초기 집합조직 중 γ -섬유 방위가 보다 강할 지라도 초기 결정립 크기가 조대하면 불균일 변형

영역에서 γ -섬유 방위 외의 재결정립 생성이 촉진됨으로써 어닐링 집합조직 중 γ -섬유 방위는 약화될 수 있었다.

REFERENCES

- [1] V. Randle, O. Engler, 2000, Introduction to Texture Analysis Macrotecture, Microtexture and Orientation Mapping, CRC Press LLC, Florida.
- [2] F. J. Humphreys, M. Hatherly, 2004, Recrystallization and Related Annealing Phenomena, 2nd ed., Elsevier Ltd., Oxford, UK.
- [3] R. K. Ray, J. J. Jonas, R. E. Hook, 1994, Cold rolling and annealing textures in low carbon and extra low carbon steels, Int. Mater. Rev. Vol. 39, No. 4, pp. 129-172.
- [4] J. F. Held, 1965, Proc. Mechanical Working and Steel Processing IV (ed. D. A. Edgecombe), Am. Inst. Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, New York, p. 3.
- [5] N. P. Goss, 1935, New development in electrical strip steels characterized by fine grain structure approaching the properties of a single crystal, Trans. Am. Soc. Met. Vol. 23, pp. 511-531.

- [6] N. P. Goss, 1934, Electrical sheet and method and apparatus for its manufacture and test, US patent 1,965,559.
- [7] S. Suzuki, Y. Ushigami, H. Homma, S. Takebayashi, T. Kubota, 2001, Influence of metallurgical factors on secondary recrystallization of silicon steel, *Mater. Trans.* Vol. 42, No. 6, pp. 994-1006.
- [8] S. M. Cardonne, P. Kumar, C. A. Michaluk, H. D. Schwartz, 1995, Tantalum and its Alloys, *Int. J. of Refractory Metals & Hard Materials*, Vol. 13, pp. 187-194.
- [9] C. Deng, S.-F. Liu, X.-B. Hao, J.-L. Ji, Q. Liu, H.-Y. Fan, 2017, Through-thickness texture gradient of tantalum sputtering target, *Rare Metals*, Vol. 36, No. 6, pp. 523-526.
- [10] L. E. Murr, H. K. Shih, C.-S. Niou, 1994, Dynamic recrystallization in detonating tantalum shaped charges: a mechanism for extreme plastic deformation, *Materials Characterization*, Vol. 33, pp. 65-74.
- [11] L. E. Murr, C.-S. Niou, C. Feng, 1994, Residual microstructures in explosively formed tantalum penetrators, *Scr. Metall. Mater.*, Vol. 31, pp. 297-302.
- [12] L. E. Murr, C.-S. Niou, J. C. Sanchez, H. K. Shih, L. Duplessis, S. Pappu, L. Zernow, 1995, Comparison of beginning and ending microstructures in metal shaped charges as a means to explore mechanisms for plastic deformation at high rates, *J. Mater. Sci.*, Vol. 30, 2747-2758.
- [13] L. E. Murr, S. Pappu, C. Kennedy, C.-S. Niou, M. A. Meyers, 1996, *Proc. Tantalum* (eds. E. Chen, A. Crowson, E. Lavernia, W. Ebihara, P. Kumar), The Minerals & Materials Society, pp. 145-155.
- [14] S. E. Schoenfeld, 1997, Dynamic behavior of polycrystalline tantalum, Army Research Laboratory Report, ARL-TR-1560.
- [15] R. W. Buckman Jr., 2000, New applications for tantalum and tantalum alloys, *JOM*, Vol. 52, pp. 40-41.
- [16] R. A. Vandermeer, W. B. Snyder, Jr., 1979, Recovery and recrystallization in rolled tantalum single crystals, *Metall. Trans. A*, Vol. 10A, pp. 1031-1044.
- [17] D. Raabe, K. Lücke, G. Gottstein, 1993, Texture and microstructure of high purity tantalum, *Journal de Physique IV Colloque* Vol. 3 (C7), pp. 523-526.
- [18] H. R. Z. Sandim, J. P. Martins, A. L. Pinto, A. F. Padilha, 2005, Recrystallization of oligocrystalline tantalum deformed by cold rolling, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 392, pp. 209-221.
- [19] W. G. Burgers, P. C. Louwerse, 1931, Über den Zusammenhang zwischen Deformationsvorgang und Rekristallisationstextur bei Aluminium, *Z. Physik*, Vol. 67, pp. 605-678.
- [20] W. G. Burgers, T. J. Tiedema, 1953, Notes on the theory of annealing textures: comments on a paper by P. A. Beck with the same title, *Acta Metall.*, Vol 1, No. 2, pp. 234-238.
- [21] P. A. Beck, P. R. Sperry, H. Hu, 1950, The orientation dependence of the rate of boundary migration. *J. Appl. Phys.*, Vol. 21, pp. 420-425
- [22] P. A. Beck, 1953, Notes on the theory of annealing textures, *Acta Metall.*, Vol 1, No. 2, pp. 230-234.
- [23] MTEX Toolbox, <http://mtext-toolbox.github.io>
- [24] S. Matthies, G. W. Vinel, K. Helming, 1987, *Standard Distributions in Texture Analysis*, Berlin, Akademie-Verlag.
- [25] J.-Y. Kang, S. Park, J. Y. Park, S.-J. Park, Y.-H. Song, S.-T. Park, G.-L. Kim, K.-W. Oh, 2018, Effect of cross rolling on the development of textures in tantalum, *J. of the Korean Society for Heat Treatment* Vol. 31, No. 6, pp. 275-282.
- [26] D.-I. Kim, K. H. Oh, H.-C. Lee, 2002, Statistical analysis on the development of recrystallization texture in IF steel, *Mater. Sci. Forum*, Vol. 408-412, pp. 839-844.
- [27] J.-Y. Kang, B. Bacroix, H. Réglé, K. H. Oh, H.-C. Lee, 2007, Effect of deformation mode and grain orientation on misorientation development in a body-centered cubic steel, *Acta Mater.*, Vol. 55, No. 15, pp. 4935-4946.
- [28] F. J. Humphreys, P. S. Bate, P. J. Hurley, 2001, Orientation averaging of electron backscattered diffraction data, *J. Microscopy*, Vol. 201, pp. 50-58.
- [29] G. C. Hasson, C. Goux, 1971, Interfacial energies of tilt boundaries in aluminum. Experimental and theoretical determination, *Scr. Metall.*, Vol. 5, pp. 889-894.
- [30] T. Maitland, S. Sitzman, 2007, Electron backscatter diffraction (EBSD) technique and materials

- characterization examples, Scanning Microscopy for Nano Technology: Techniques and Applications (eds. W. Zhou, Z. L. Wang), Springer, pp. 41-75.
- [31]D.-I. Kim, 2002, Ph. D. Thesis, Seoul National University, Seoul.
- [32]J.-Y. Kang, 2008, Ph. D. Thesis, Seoul National University, Seoul.
- [33]D. Muljono, M. Ferry, D. P. Dunne, 2001, Influence of heating rate on anisothermal recrystallization in low and ultra-low carbon steels, Mater. Sci. Eng. A, Vol. 303, No. 1-2, pp. 90-99.
- [34]J.-Y. Kang, H.-C. Lee, S. H. Han, 2011, Effect of Al and Mo on the textures and microstructures of dual phase steels, Mater. Sci. Eng. A, Vol. 530, pp. 183-190.