



(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl. G01N 23/04 (2006.01)	(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2007년02월09일 10-0681663 2007년02월05일
---	-------------------------------------	--

(21) 출원번호 (22) 출원일자 심사청구일자	10-2004-0108653 2004년12월20일 2004년12월20일	(65) 공개번호 (43) 공개일자	10-2006-0070036 2006년06월23일
----------------------------------	---	------------------------	--------------------------------

(73) 특허권자 재단법인 포항산업과학연구원
 경북 포항시 남구 효자동 산-32번지

(72) 발명자 신광수
 경북 포항시 남구 지곡동 교수숙소아파트 8-801

 장창환
 경북 포항시 남구 지곡동 교수아파트 C-202

 윤화식
 경북 포항시 남구 지곡동 교수아파트 9-203

(74) 대리인 조인제

(56) 선행기술조사문헌 JP2000039407 A JP2003329623 A KR1019950010390 B1 * 심사관에 의하여 인용된 문헌	JP2000180436 A KR100229096 B1
--	----------------------------------

심사관 : 홍정혜

전체 청구항 수 : 총 1 항

(54) X-선 현미경을 이용한 스테인레스 강관의 개재물 청정도평가방법

(57) 요약

본 발명은 스테인레스 강관의 개재물 청정도를 평가하는 방법으로서, 보다 상세하게는 X-선 현미경으로 제품을 두께방향으로 3차원적인 내부를 투시하여 관찰되는 열간압연과 냉간압연에 의해 압연방향으로 절단되어 연신된 개재물의 크기 분포를 측정하여 스테인레스강관의 개재물 청정도를 평가하는 방법에 관한 것이다.

본 발명에 따르면, 종래의 스테인레스 강관의 개재물 청정도를 평가하는 방법에서 실제 크기보다 개재물이 작게 관찰되던 단점을 극복하여 제품의 두께 방향으로 3차원적인 내부 투시가 가능하여 보다 정확하고 변별력있는 개재물 청정도 평가가 가능해지는 효과가 있고, 개재물 크기의 분포를 이용하여 최대 개재물 크기로부터 결정되는 Krupp 지수 뿐 아니라 대표성이 있는 다른 청정도 평가항목들 또한 제공할 수 있으므로 스테인레스 강관의 청정도 평가가 개재물의 최대 크기 뿐만 아니라 보다 세분화된 평가 기준으로 평가가 이루어질 수 있어 보다 우수한 개재물 청정도 평가가 가능해지는 효과가 있다.

또한, 3차원적인 영역의 개재물 분포의 측정이므로 기존의 경면 연마 단면에서 관찰되는 경우에 비해 통계적으로 훨씬 많은 개재물을 관찰, 측정할 수 있다.

대표도

도 2

특허청구의 범위

청구항 1.

삭제

청구항 2.

스테인레스 강관의 개재물에 대한 청정도를 평가하는 방법에 있어서,

백색광 방사광 위상차 X-선 현미경으로 강관의 내부를 두께방향으로 3차원적으로 투시하여 압연방향으로 절단되어 연신된 개재물의 크기를 측정하고, 이로부터 개재물의 크기분포를 분석하며,

상기 분석된 개재물의 총 개수, 개재물 총 길이, 및 상기 분석된 개재물의 크기분포로부터 결정되는 3종류의 Krupp 지수, 3종류의 Krupp 누적 등급으로 청정도를 평가하는 것을 특징으로 하는 X-선 현미경을 이용한 스테인레스 강관의 개재물 청정도 평가방법.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 스테인레스 강관의 개재물 청정도를 평가하는 방법으로서, 보다 상세하게는 X-선 현미경으로 제품을 두께방향으로 3차원적인 내부를 투시하여 관찰되는 열간압연과 냉간압연에 의해 압연방향으로 절단되어 연신된 개재물의 크기 분포를 측정하여 스테인레스강관의 개재물 청정도를 평가하는 방법에 관한 것이다.

스테인레스 강관의 개재물은 표면품질에 나쁜 영향을 미쳐 해상도를 저하시키며, 가공시에 크랙을 유발시킬 수 있기 때문에 고급용도의 제품에서는 청정강의 제조에 의한 개재물의 저감이 요구되며, 이러한 스테인레스 강관의 개재물의 청정도는 개재물 크기의 분포를 측정하여 평가하고 있다.

종래의 청정도 평가방법은 제품을 압연방향으로 단면을 노출시켜 경면연마를 한 후 광학현미경으로 개재물이 압연이 되면서 압연방향으로 절단되어 연신된 크기를 측정함으로써 얻어지는 개재물의 크기분포를 이용하여 개재물의 최대크기를 크기의 구간에 따라 정해진 Krupp 지수의 등급 (1 ~ 9 등급) 으로 평가한다.

이러한 종래의 공지기술은 제 1도에 도시한 바와 같이 좌측은 스테인레스 냉연강관의 압연방향 단면을 여러 개 겹쳐서 면적이 25 X 25 mm²이 되도록 한 후 마운팅 프레스하여 단면을 경면연마한 후 광학현미경(OM)에서 관찰된 압연방향으로 절단되어 연신된 개재물을 보여주고 있고, 우측은 광학현미경에서 관찰된 개재물 중에서 이차 전자현미경의 반사전자상으로 자세히 관찰한 것으로 연신된 크기가 90 μ m 정도임을 보이고 있는 데 제품을 압연방향으로 절단하여 연신된 개재물 크기의 분포를 구하고 이로부터 최대 개재물 크기를 크기의 구간에 따라 정해진 Krupp 지수의 등급 (1 ~ 9 등급)으로 평가하는 것이다.

이 방법은 간편하여 실용적이긴 하나 가장 큰 단점은 압연방향 단면을 경면 연마하여 개재물을 관찰하기 때문에 통상 연신된 개재물의 실제 크기를 관찰할 수 없어 개재물은 실제크기보다 작게 관찰된다는 것이다.

또한 개재물의 최대크기에 의해 Krupp 지수 1 항목으로 청정도를 평가하기 때문에 청정도 우열의 변별력이 부족할 수 있다는 것이다.

일반 탄소강에서는 (개재물 면적)/(관찰시야 면적)로 정의되는 면적율을 통상 청정도 평가 지수로 하고 있으나, 스테인레스 강판에서는 위에 설명한 바와 같이 최대 개재물 크기로 결정되는 Krupp 지수 등급을 이용하고 있는 실정이다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명은 이와 같은 종래의 문제점을 해결하기 위하여 안출된 것으로, 방사광 X-선 micro-imaging 현미경을 이용하여 3차원적인 강판 내부를 투시하여 개재물을 관찰하고 그 영상을 디지털 이미지파일로 얻은 다음 이미지파일로부터 영상분석을 실시하여 압연방향으로 절단되어 연신된 개재물 크기의 분포를 분석하고, 개재물 크기의 분포를 이용하여 최대 개재물 크기로부터 결정되는 Krupp 지수 뿐 아니라 대표성이 있는 다른 청정도 평가항목들을 제공하는 데 그 목적이 있다.

발명의 구성

상술한 바와 같은 문제를 해결하기 위한 본 발명에 따른 청정도 평가방법은, 스테인레스 강판의 개재물에 대한 청정도를 평가하는 방법에 있어서, 먼저 백색광 방사광 위상차 X 선 현미경을 이용하여 강판의 두께 방향으로 3차원적으로 투시하여 압연방향으로 절단되어 연신된 개재물의 크기를 측정하고, 이로부터 개재물의 크기 분포를 분석하는 방법이 제공되며, 이렇게 분석된 개재물 크기 분포로부터 개재물 총 개수, 개재물 총 길이, 3종류의 **Krupp** 지수, 3 종류의 **Krupp** 누적 등급으로 청정도를 평가한다.

이하, 본 발명에 대해 보다 상세히 설명한다.

도 2에 게시된 개재물 관찰용 장치인 방사광 X-선 마이크로 이미징 현미경 장치는 방사광 가속기 저장링(2)의 휨자석(1)으로부터 방출되는 스몰 소스(small source)에 대한 결맞음(coherence)을 갖는 백색광이 분광기(3)에서 분광되지 않고 통과하여, 스테핑 모터에 의해 구동되는 X-Y 시편 스테이지(9)에 장착된 관상의 시편(10)에 두께방향으로 조사되고, 시편(10)을 투과한 X-선 섀도우(shadow)는 섬광결정(4)검출기에서 가시광선으로 변환되며, 가시광선 shadow는 Au 반사경(5)에 의해 반사되어 X10 대물렌즈(6)를 통과한 후 CCD(7) 카메라에 실시간으로 포착되어 모니터(8)를 통하여 관찰된다.

CCD(7) 카메라에 포착된 가시광선 섀도우(shadow)는 이차원 디지털 이미지파일로 저장되며, 이미지 파일을 분석하여 연신된 개재물 크기의 분포도를 구하게 된다.

개재물 크기의 분포도로부터 최대 개재물 크기로부터 결정되는 Krupp 지수 뿐 아니라 대표성이 있는 다른 청정도 평가항목을 평가하게 된다.

이러한 방사광 X-선 마이크로 이미징 현미경 장치는 섬광결정(4) 검출기, X10 대물렌즈(6), CCD 카메라(7)의 특성에 의해 공간분해능이 ~3 μm 이며, CCD 카메라(7)의 실효 면적 (active area) 에 의하여 관찰영역 (FOV :Field of View)이 0.9 x 0.9 mm²이다.

개재물은 모재에 비해 X-선 투과율이 우수하므로 밝게 관찰이 되는 데, 마이크로 공간분해능 과 넓은 관찰영역은 연신된 큰 길이를 갖는 개재물의 관찰에 매우 적절하다. 시편 스테이지(9)를 X, Y 방향으로 움직여 비파괴적, 실시간으로 개재물의 영상을 관찰할 수 있다.

한편 X-선 현미경은 백색광의 굴절에 의해 개재물의 edge-enhancement가 있어 위상차 X-선 현미경의 역할을 하며 이 때문에 개재물의 윤곽이 더욱 뚜렷이 관찰되는 효과가 있다.

스테인레스 시편의 관찰 두께는 시편의 조성과 X-선 flux에 크게 의존하며 아울러 시편 두께에 대비한 개재물 크기에도 의존하여 그림 2의 현미경장치에서는 ~100 μm 가 적당하다. 하지만 관찰 두께는 X-선 flux가 증가되면 증가한다.

개재물을 관찰하는 시편의 면적은 45(W) x 15(L) mm² 이면 충분하고, 이로부터 실시간 개재물을 관찰하여 개재물이 많이 존재하거나 큰 개재물이 존재하는 곳에서 디지털 이미지 영상을 60 frames 얻으면 이미지 영상을 분석하여 개재물 크기를 측정하고 이로부터 대표성있는 크기 분포를 얻는 데 충분하다.

개재물에 대한 크기분포가 얻어지면 이를 이용하여 청정도 평가항목을 평가하여 청정도의 좋고 나쁨을 판단할 수 있다.

그리고, 도 3은 본 발명에 따라 방사광 X-선 마이크로 이미징 현미경 장치를 이용하여 관찰한 연신된 개재물의 디지털 이미지이고, 도 4는 도 3의 개재물에 대한 비금속 개재물 분포도를 나타내는 도면으로서, 도 3에서는 방사광 현미경을 이용하여 스테인레스 430 강종에서 관찰된 784 μ m 대형 크기의 압연 방향으로 절단되어 연신된 개재물을 볼 수 있으며, 이로부터 분포도를 구하여 기존의 방법과 비교한 것이 도 4의 비금속 개재물 분포도이다.

도 4의 분포도에서는, 길이 구간은 좌측부터 **krupp** 지수 등급 1 내지 8 등급에 해당하고, 이때의 방사광 현미경은 60 이미지, OM은 25 x 25 mm² 영역 기준이며, 방사광 현미경과 광학 현미경(OM)이 3차원적인 내부를 투시하기 때문에 훨씬 많은 개재물이 측정되었음을 알 수 있는 한편, 여기에서는 시편의 두께 차이에서 오는 개재물 크기를 상호 연관시킬 수 없는 것을 알 수 있다.

(실시예)

본 실시예에서는 본 발명에 따른 방사광 현미경을 이용하여 관찰 영역 15(L)x 45(W) x 0.1(T) mm³에서 분석 이미지수 60 기준(910x920 μ m²/이미지), 50 μ m 이상크기의 개재물 길이만 측정하였고, 광학현미경 실험시편은 0.1 mmt 시편을 여러 개 겹쳐서 25x25mm² 단면으로 경면연마한 것이다.

이때의 방사광 현미경을 이용한 냉연코일의 Krupp 지수 등급에 의한 청정도 평가결과를 기존의 방법과 상호 비교한 적용 예를 아래의 표 1에서 나타내고 있다.

[표 1]

시편구분	개재물 총 개수(EA)	최대 개재물 길이 (μ m)	Krupp 지수 [maximum]	OM 최대 개재물 길이(μ m) /개재물 총 개수(EA)	OM 관찰 Krupp 지수	스테인레스 강종
A	118	408	6	230/5	6	430
B	43	481	7	0/0	1	430
C	47	784	7	0/0	1	430
D	24	574	7	0/0	1	430

기존의 방법에 의한 청정도 평가는 4종류의 시편 중에서 A만 개재물이 관찰되어 청정도 Krupp 지수가 6이며, 나머지 B, C, D 시편은 개재물이 관찰되지 않아 Krupp 지수가 1등급으로 판정되어 최상급의 개재물 청정도를 보이고 있다.

이에 비교하여 방사광 현미경 실험결과는 모든 시편에 대해 개재물이 관찰되었으며 Krupp 지수가 6 ~7 등급을 보이고 있다.

즉, 표 1의 방사광 현미경 적용결과는 본 발명에 의한 평가방법이 기존의 방법에 의한 것과 비교하여 개재물의 관찰 개수가 현저히 많아, 최대 개재물 길이와 Krupp 지수가 서로 비교할 수 없을 정도로 상이함을 알 수 있다.

이와 같은 결과는 근본적으로 방사광 현미경을 이용하면 3차원적인 내부를 투시하여 개재물을 관찰할 수 있는 데서 오는 것이며, 기존의 방법이 청정도를 평가하는 데 변별력이 부족하다는 것을 보여주고 있다.

그리고, 아래의 표 2는 방사광 현미경을 이용한 냉연코일 청정도의 종합적인 평가항목과 평가결과의 예를 보여주는 것으로서, 실험시의 참고사항은 표 1에 기술한 바와 같이 관찰 영역 15(L)x 45(W) x 0.1(T) mm³에서 분석 이미징수 60 기준 (910x920 μm²/이미지), 50μm 이상크기의 개재물 길이만 측정하였고, 이때의 실험시편은 0.1 mmt 시편이다.

표 2에서 평가항목은 개재물 총 개수, 개재물 총 길이, 3종류의 Krupp 지수, 3종류의 Krupp 누적 등급 등 8개 항목에 이르며, 이때의 평가항목 중에서 개재물 총 개수/총길이, 최대 개재물 크기로 결정되는 Krupp 지수는 기존의 방법이나, 나머지는 본 발명에 의해서 가능한 평가항목들이다. 여기서 Krupp 지수라 함은, 'Krupp'사에서 제안되어 스테인레스 강판의 청정도 평가에 널리 이용되는 청정도 지수로서, 현미경으로 관찰된 개재물의 최대길이를 기준으로 하여 1~9등급까지 구분되며, 1등급쪽에 가까울수록 청정도가 좋은 것이다. 즉, 1등급은 개재물의 길이가 15 [μm] 이하, 2등급은 개재물의 길이가 16~30 [μm], 3등급은 개재물의 길이가 31~55 [μm], 4등급은 개재물의 길이가 56~110 [μm], 5등급은 개재물의 길이가 111~220 [μm], 6등급은 개재물의 길이가 221~440 [μm], 7등급은 개재물의 길이가 441~880 [μm], 8등급은 개재물의 길이가 881~1760 [μm], 9등급은 개재물의 길이가 1761 [μm] 이상이다. 또한 3종류의 Krupp 지수라 함은 제1 Krupp 지수(maximum)와 제2 Krupp 지수(top 10)와 제3 Krupp 지수(top 20)이며, 제1 Krupp 지수(maximum)는 관찰된 개재물 중에서 최대길이가 속해 있는 Krupp 등급으로부터 결정되는 Krupp 지수로서, 현재 사용되고 있는 Krupp 지수이고, 제2 Krupp 지수(top 10)는 관찰된 개재물 중에서 길이가 큰 순으로 10개의 개재물에 대해 개재물 평균길이를 구하고 그 길이가 속해 있는 Krupp 등급으로부터 결정되는 Krupp 지수를 의미하며, 제3 Krupp 지수(top 20)는 관찰된 개재물 중에서 길이가 큰 순으로 20개의 개재물에 대해 개재물 평균길이를 구하고 그 길이가 속해 있는 Krupp 등급으로부터 결정되는 Krupp 지수를 의미한다. 마지막으로 3종류의 Krupp 누적등급이라 함은 제1 Krupp 누적 등급(7등급 이상)과 제2 Krupp 누적 등급(6등급 이상)과 제3 Krupp 누적 등급(5등급 이상)이며, 제1 Krupp 누적 등급(7등급 이상)은 7~9등급에 있는 개재물에 대해 각각의 등급에 속한 개재물의 개수를 곱하여 합한 누적 등급 즉, $\sum(\text{Krupp 지수 등급} * \text{등급별 개재물 개수})$ 을 의미하며, 제2 Krupp 누적 등급(6등급 이상)은 6~9등급에 있는 개재물에 대해 각각의 등급에 속한 개재물의 개수를 곱하여 합한 누적 등급을 의미하며, 제3 Krupp 누적 등급(5등급 이상)은 5~9등급에 있는 개재물에 대해 각각의 등급에 속한 개재물의 개수를 곱하여 합한 누적 등급을 의미한다.

기존의 방법으로 평가하면 B, C, D 시편의 경우 동일한 청정도 등급을 보이나, 방사광을 이용하여 종합적으로 평가하면 청정도의 우열을 판단할 수 있음을 보여주고 있다.

한편 A 시편의 경우 최대 개재물 크기로부터 결정되는 Krupp 지수가 다른 시편에 비해 제일 우수하나 나머지 평가항목은 제일 열세임을 알 수 있으며, 이는 최대 개재물 크기로부터의 Krupp 지수만으로 청정도를 평가하는 것은 변별력이 부족함을 보이고 있는 것이다.

[표 2]

평가 시편	개재물 총 개수(EA)	개재물 총 길이 (μm)	Krupp 지수 max, top10, top20	Krupp 누적등급 (70이상)	Krupp 누적등급 (60이상)	Krupp 누적등급 (50이상)	종합평가 예(강종)
A	118	18438	6,6,6	0	186	351	중하(430)
B	43	7929	7,6,6	7	78	181	중 (430)
C	47	8213	7,6,6	14	67	165	중 (430)
D	24	4760	7,6,5	8	48	98	상 (430)

(이때, Krupp 지수 : 최대 개재물 길이(max), 개재물 길이가 큰 순으로 10 개/20 개의 개재물 평균길이(top 10/top20)로부터 Krupp 지수 등급을 평가, Krupp 누적 등급 : $\sum(\text{Krupp 지수 등급} * \text{개재물 개수})$)

표 1, 2의 본 발명의 적용 예는 방사광 현미경을 이용한 청정도의 평가방법이 기존의 방법과 비교하여 본 발명은, 3차원적인 내부를 투시하여 관찰하기 때문에 비금속 개재물의 크기를 있는 그대로의 이미지로 측정함으로써 개재물 크기의 분포를 정확하게 측정할 수 있으며, 또한 경면 연마 단면에서 관찰되는 경우에 비해 통계적으로 훨씬 많은 개재물을 측정할 수 있다.

따라서 개재물의 크기분포를 이용하여 종래의 방법에서 문제가 되는 단점을 극복하여 훨씬 신뢰성있는 청정도 평가를 할 수 있는 획기적인 효과가 있는 것이다.

상술한 바와 같이 본 발명의 바람직한 실시예에 대해 상세히 설명하였지만, 본 발명의 분야에 속하는 통상의 지식을 가진 자라면, 본 발명의 정신 및 범위를 벗어나지 않는 범위 내에서 본 발명을 얼마든지 변형 또는 변경하여 실시할 수 있음을 잘 알것이며, 본 발명의 진정한 기술적 보호범위는 특허청구범위에 의해 정해져야 할 것이다.

발명의 효과

본 발명에 따르면, 종래의 스테인레스강관의 개재물 청정도를 평가하는 방법에서 실제 크기보다 개재물이 작게 관찰되던 단점을 극복하여 제품의 두께 방향으로 3차원적인 내부 투시가 가능하여 보다 정확하고 변별력있는 개재물 청정도 평가가 가능해지는 효과가 있다.

그리고, 개재물 크기의 분포를 이용하여 최대 개재물 크기로부터 결정되는 Krupp 지수 뿐 아니라 대표성이 있는 다른 청정도 평가항목들 또한 제공할 수 있으므로 스테인레스 강관의 청정도 평가가 개재물의 최대 크기 뿐만 아니라 보다 세분화된 평가 기준으로 평가가 이루어질 수 있어 보다 우수한 개재물 청정도 평가가 가능해지는 효과가 있다.

또한, 3차원적인 영역의 개재물 분포의 측정이므로 기존의 경면 연마 단면에서 관찰되는 경우에 비해 통계적으로 훨씬 많은 개재물을 관찰, 측정할 수 있어 통계적으로 대표성이 우수한 개재물의 크기 분포를 이용하여 종래의 방법에서 문제가 되던 단점들을 극복하여 훨씬 신뢰성 있는 청정도 평가가 이루어질 수 있다.

도면의 간단한 설명

도 1은 종래의 방법에 의한 개재물 관찰 방법을 나타내는 단면도.

도 2는 본 발명에 따른 개재물 관찰용 장치인 방사광 X-선 마이크로 이미징 현미경 장치를 나타내기 위한 개략 도면.

도 3은 본 발명에 따라 방사광 X-선 마이크로 이미징 현미경 장치를 이용하여 관찰한 연신된 개재물의 디지털 이미지.

도 4는 도 3의 개재물에 대한 비균속 개재물 분포도.

* 도면중 주요부분에 대한 부호의 설명 *

1 : 힘자석 2 : 저장링

3 : 분광기 4 : 섬광결정

5 : Au 반사경 6 : 대물렌즈

7 : CCD 카메라 8 : 모니터

9 : 시편 스테이지 10 : 시편

도면

도면4

