금속 미세조직의 3차원 이미지 관찰을 위한 순차적 박리 및 재구성 기술

김수현*·임영목

한국기계연구원 부설 재료연구소

Serial Sectioning and Reconstruction Techniques for Three-Dimensional Microscopy of Metallic Materials

Su-Hyeon Kim* and Youngmok Rhyim

Korea Institute of Materials Science, Changwon 51508, Republic of Korea

Abstract: Experimental techniques for serial sectioning and reconstruction were investigated in the three-dimensional imaging of microstructures in metallic materials. Mechanical polishing equipped with a light optical microscope and a digital image processor was used for the serial sectioning and reconstruction. Different processing conditions were investigated for three different alloys: Al-Si alloy, Al-SiC composite, and AZ31 magnesium alloy. Proper selection of polishing cloths and polishing abrasives was pre-requisite for obtaining good slice images. The thicknesses of the slices were precisely controlled for each alloy by changing the mechanical polishing and chemical etching conditions. Two-step polishing was a very effective method for serial sectioning of multi-phase alloys with a soft matrix and hard particles such as Al-SiC composites. Image filtering with a delineate and median filter was very useful for successful image segmentation of multi-phase alloys.

(Received October 8, 2015; Accepted January 23, 2016)

Keywords: metals, casting, microstructure, optical microscopy, 3d imaging

1. 서 론

금속소재의 미세조직 관찰은 소재의 여러 성질을 이해하기 위하여 반드시 필요하다. 지금까지 금속조직학 분야에서는 광학현미경 (light optical microscope), 주사전자현미경 (scanning electron microscope), 투과전자현미경 (transmission electron microscope), EBSD (electron backscatter diffraction) 등 다양한 기술을 이용하여 다양한 종류의 금속소재에 대한 미세조직을 관찰하고 분석하여 왔다. 최근에는 소재 내부에 발달하는 미세조직을 3차원적으로 관찰하기 위한 분석 기술이 개발되고 있으며 빠르게 기술 발전이 이루어지고 있다. 특히 금속 복합소재 [1-4], Al-Si계 합금 [5-12]과 같이 다상 (multi-phase) 소재의 거시적인 물성과 미세조직과의 상관관계를 이해하거나 소재 내부의 기공 (pore) 및 균열 (crack) [13-18]의 형상 및 분포를 분석하기 위한 방법으로서 3차원 관찰 기술이 사용되고 있다.

금속소재의 미세조직 분석을 위하여 사용되어 온 2차원적인 관찰법은 소재의 단면을 절단한 후 표면을 관찰하는 방법 이므로 3차원적인 미세조직의 발달 거동을 정확히 이해하는 데에는 한계가 있다. 2차원 단면 관찰로부터 얻은 결정립 및 분산상의 형상은 일정한 가정 및 통계적인 기법을 이용하거나 소재의 여러 방향에 대한 단면을 관찰함으로써 3차원적인 형상을 예측할 수 있다. 그러나 종횡비 (aspect ratio)가 큰 결정립이나 분산상의 형상은 2차원 단면 관찰만으로는 정확하게 예측하기 어려우며, 분산상이 특정 방향으로 배열되어 있는 경우에는 3차원 관찰이 물성을 정확하게 이해하는 데 도움이 된다 [3,4]. 또한 알루미늄 주조합금에서 생성상 (constituent)의 형상 및 연결성 (connectivity)을 확인하고자 하는 경우에는 3차원 관찰이 필수적으로 요구된다 [7-10,19].

최근 이러한 3차원 미세조직 관찰 기술 발전에 힘입어 3차원 재료과학 (3D materials science)분야에 있어서도 실험 결과와 시뮬레이션을 연계한 연구가 활성화되고 있다. 3차원 모델링을 통하여 재료의 기계적, 물리적 성질을 정확하게 예측하기 위해서는 3차원 미세조직 데이터가 반드시 필요하다.

*Corresponding Author: Su-Hyeon Kim

[Tel: +82-55-280-3538, E-mail: shawnkim@kims.re.kr]

Copyright © The Korean Institute of Metals and Materials

Fig. 1. Schematic representation of serial sectioning.

3차원 재료과학은 3차원 실험 데이터, 3차원 모델링, 3차원 시뮬레이션을 통합하고, 원자 수준의 미세적 크기에서 수 mm에 이르는 거시적 크기까지 멀티스케일의 모델링 및 시뮬레이션을 통하여 재료의 성질을 정확하게 예측하는 데 그 목적이 있다. 또한 통합된 해석 기법을 통하여 재료의 제조 공정, 구조, 물성의 상관관계를 예측하는 ICME (integrated computational materials engineering) [20]의 분야에서도 3차원적인 해석이 필수적인데, 이를 위해서는 3차원 모델링 뿐만 아니라 3차원 실험 데이터 구축이 반드시 필요한 상황이다.

금속소재의 3차원 미세조직 관찰법은 크게 비파괴적 (non-destructive) 방법과 파괴적 (destructive) 방법이 있다 [21]. X-ray tomography는 대표적인 비파괴적인 방법으로서 X-ray를 이용하여 소재의 2차원 단면 이미지를 연속적으로 획득하여 3차원으로 재구성 (reconstruction)하는 방법이다. X-ray tomography는 주로 의료 진단용이나 생체소재 관찰용으로 사용되어 왔으며 측정 시간이 짧고 넓은 영역에 대한 관찰이 가능하다는 장점이 있는 반면, 금속소재 관찰의 경우 조직학적인 정보를 얻기에는 분해능 (resolution)이 다소 낮고 금속 종류에 따라서 이미지 명암차에 의한 이미지 분리 (segmentation)가 어려울 수 있어서 주로 기공이나 균열 분석에 사용되어 왔다. 그러나 최근에는 싱크로트론 (synchrotron) X-ray를 사용하여 100 nm 수준의 분해능이 가능해졌으며,

3DXRD (3D X-ray diffraction microscopy)에 의한 결정립 분석 결과도 보고되는 등 [22], 금속 조직 분석에 적합한 다양한 기술들이 빠르게 개발되고 있는 추세이다.

파괴적 방법은 그림 1과 같이 소재의 단면에 대하여 일정 두께를 제거하는 과정과 2차원 슬라이스 (slice) 이미지를 얻는 과정을 반복하는 순차적 박리 (serial sectioning)와, 이로부터 얻은 연속적인 2차원 슬라이스 이미지로부터 이미지 처리 (image processing)를 통하여 3차원 이미지로 재구성하는 과정을 포함하는 3차원 관찰 방법이다. 순차적 박리는 기계적 연마, 마이크로톰 (micro-tomb), 집속이온빔 (focused ion beam, 이하 FIB) 등의 방법을 이용하여 시편의 일정 두께를 제거한 후 2차원 슬라이스 이미지를 얻고 다시 일정 두께를 제거하고 이미지를 얻는 과정을 반복한다. 이 때 2차원 슬라이스 이미지는 광학현미경, 주사전자현미경, EBSD 등을 이용한 사진 촬영을 통하여 얻을 수 있으며, 순차적 박리와 이미지 획득 방법의 조합에 따라서 기계적 연마/광학현미경, 마이크로톰/광학현미경, 마이크로톰/주사전자현미경, FIB/주사전자현미경, FIB/EBSD 등으로 구분할 수 있다. 2000년대 이후부터 자동 순차적 박리와 자동 디지털 이미지 촬영이 가능한 여러 측정 장비가 개발되면서 금속소재의 3차원 미세조직에 대한 다양한 연구결과가 보고되고 있다. 파괴적 방법은 광학현미경, 주사전자현미경, EBSD 등 기존의 금속소재에서 널리 사용되어 온 이미지 관찰 방법을 사용하기 때문에 미세조직에 대한 이해가 쉬운 장점이 있다. 또한 X-ray tomography에 비하여 분해능이 우수하고 상 분리가 용이하며 다양한 금속소재에 대한 분석이 가능하기 때문에 금속조직학 분야에서는 더 활용도가 높다고 할 수 있다. 특히 기계적 연마/광학현미경법은 비교적 관찰 가능한 영역이 넓고 다상 소재의 상 분리 및 분산상의 형상 관찰 [2,10-12], 결정립 형상 관찰 [23-26]이 가능하여 금속 복합소재의 물성 해석, 분산상 분포와 기계적 성질과의 상관관계 해석, 결정립의 3차원 형상 해석 등에 활용될 수 있다. 특히 수 mm 크기에 이르는 대면적 관찰과 1 μm 이하의 분해능이 동시에 가능하다는 점은 X-ray tomography나 FIB/주사전자현미경 등의 다른 관찰법에서는 구현하기 어려운 장점이라 할 수 있다. 또한 이러한 대면적의 미세조직 정보는 3차원 시뮬레이션을 통한 재료의 거시적인 물성을 예측하는 데 활용이 가능하다. 그러나 연속적으로 두께를 제거하는 순차적 박리 과정이 필수적이므로 작업시간이 길고 최적 이미지 획득을 위한 순차적 박리 및 이미지 획득 조건 설정이 어려운 단점이 있다. 또한 2차원 슬라이스 이미지에서 노이즈를 제거하고 원하는 상만 추출

Table 1. Materials and sample preparation for serial sectioning.

Material	Material status	Sample size	Sample mounting	Sectioning plane	Feature of interest
Al-Si alloy	As-cast	15 mm dia.×10 mm height	Epoxy 30 mm	Arbitrary	Silicon
Al-SiC composite	As-cast	10 mm×15 mm×10 mm height	No mounting	Arbitrary	SiC reinforcement, silicon
AZ31 Mg alloy	Rolled and annealed	15 mm dia.×0.5 mm height	No mounting	ND* section	Grain

*: ND: normal direction

Fig. 2. Flow chart of serial sectioning by mechanical polishing.

하기 위한 3차원 이미지 처리 과정이 반드시 필요하다. 따라서 순차적 박리 및 재구성에 의하여 금속소재의 3차원 이미지 관찰 기술을 확보하기 위해서는 다양한 금속소재의 순차적 박리 및 재구성 기술을 확립해야 하지만 지금까지 이에 대한 체계적인 연구가 부족한 실정이다.

본 연구에서는 기계적 연마/광학현미경을 이용하여 알루미늄, 금속 복합소재, 마그네슘에 대한 최적의 순차적 박리 조건을 도출하고, 이로부터 얻은 연속적인 2차원 슬라이스 사진으로부터 3차원 이미지를 재구성하는 기술을 확보하고자 하였다. 각 소재 특성을 고려하여 도출한 순차적 박리와 재구성 방법을 이용하여 3차원 이미지를 성공적으로 얻을 수 있음을 보이고, 여러 조건의 실험 결과를 바탕으로 다상 소재에서 원하는 상만을 추출하기 위한 이미지 분리 기술, 결정립 형상 관찰을 위한 기계적 연마 및 에칭 기술, 3차원 이미지 재구성 시 노이즈를 효과적으로 제거하기 위한 이미지 처리 기술 등을 제안하는 것을 목표로 하였다.

2. 실험 방법

본 연구에서 사용한 소재는 Al-Si 합금 (7.2 wt%Si), Al-SiC 복합소재 (9 wt%Si, 20 vol%SiC), AZ31 마그네슘합금 (3 wt%Al, 1 wt%Zn)이다. 표 1에서는 각 소재의 제조 상태와 관찰하고자 하는 상 및 순차적 박리를 위한 시편 준비 방법 등을 나타내었다. Al-Si 합금은 주조상태에서 알루미늄 기지에 실리콘이 분산되어 있는 조직을 가지며, Al-SiC 복합소재는 알루미늄기지, 실리콘, SiC 강화재 입자로 구성되는 조직을 갖는다. AZ31 마그네슘합금은 압연 및 열처리한 상태에서 재결정된 결정립 구조를 갖는다.

순차적 박리는 기계적 연마, 화학적 에칭 및 광학현미경 사진 촬영의 반복 작업이 가능한 UES사의 Robo-Met.3D[®]를 사용하였다. 이 장비는 300 mm 지름의 연마판, 연마재 자동 공급장치, 에칭액을 담을 수 있는 수조, 초음파 세척기, 시편 건조를 위한 에어건 등으로 구성된 기계적 연마부와 Zeiss 광학현미경, 디지털 카메라, 모터구동 XY 스테이지를 포함하는 현미경부, 그리고 시편을 부착하여 이동시키면서 작업을 수행하는 로봇 팔로 구성된다. 모든 작업은 미리 입력된 조건에 의해서 자동으로 수행되며, 1장의 슬라이스 사진을 얻는데 대략 5~15 분이 소요된다. 그림 2는 순차적 박리 과정을 도식화하여 보여주고 있으며 시편의 단면에 대하여 기계적 연마, 에칭, 2차원 슬라이스 이미지 획득, 슬라이스 두께 측정 등 일련의 과정을 한 사이클로 하여 반복 작업을 수행하게 된다. 본 연구에서는 충분한 부피를 갖는 3차원 이미지를 관찰할 수 있도록 각 소재에 대하여 100장 이상의 2차원 슬라이스 이미지를 얻었다. 기계적 연마는 금속 시편 표면을 경면 (mirror-like plane)으로 만들기 위해서 사용하는 가장 일반적인 방법으로 연마천이 부착된 일정한 속도로 회전하는 회전판 위에 적절한 연마재와 윤활재를 일정한 주기로 분사시키면서 시편을 연마천에 밀착시킨 상태에서 일정한 하중을 가하면서 일정 시간 연마를 수행하였다. 이 때 각 소재에 대하여 한 사이클의 기계적 연마를 통하여 경면 연마가 가능하고 원하는 만큼의 두

Table 2. Serial sectioning conditions of Al-Si alloy.

Cloth	Abrasive	Polishing			Magnification	Image acquisition		
		Platen speed (rpm)	Time (sec)	Load (N)		Image resolution	Number of slices	Mean slice thickness (μm)
Low-nap polyurethane	0.04 μm colloidal silica	120	110	15	1,000	2584×1936	343	0.146

Fig. 3. 3D reconstruction procedure from a stack of 2D slice images.

깨를 제거할 수 있도록 시편 크기, 인가 하중, 연마천 종류, 회전판의 회전 속도, 연마재 종류, 연마재 분사 방법, 연마 시간 등을 조절하였다. 결정립 관찰을 위한 AZ31 소재는 기계적 연마를 마친 후 화학적 에칭을 실시하였다. 이후 광학현미경으로 2차원 이미지를 얻고 연마 전후의 초점 깊이 (focusing depth) 차이를 측정하여 연마되어 제거된 두께를 얻었다. 이후 정해진 사이클만큼 기계적 연마 및 사진 촬영을 반복하여 연속적인 2차원 슬라이스 이미지를 얻었다.

순차적 박리로부터 얻은 2차원 이미지는 FEI사의 Avizo Fire® 소프트웨어를 이용하여 3차원 이미지로 재구성하였다. 그림 3에서는 3차원 이미지 재구성을 위하여 사용되는 일반적인 이미지 처리 과정을 도식적으로 나타내었다. 먼저 2차원 이미지를 적층한 상태에서 이미지의 연속성을 갖도록 이미지를 배열 (alignment)한 후, 관찰하고자 하는 영역을 선택하여 이미지를 절단 (cropping)하였다. Al-Si, Al-SiC와 같은 다상 소재의 경우 서로 다른 상의 이미지 출력값의 차이를 이용하여 이미지 분리를 한 후, 표면 생성 (surface generation)을 통하여 3차원 이미지화하였으며, AZ31의 경우 결정립 관찰을 위하여 볼륨 렌더링 (volume rendering)을 이용하여 3차

Fig. 4. Consecutive 2D images of Al-Si alloy.

원 이미지를 생성하였다.

3. 결 과

3.1 Al-Si 합금

표 2에는 Al-Si 합금에서 사용한 순차적 박리 조건을 나타내었다. 순차적 박리 시 연마천은 미세한 보풀이 있는 (low-nap) 폴리우레탄 (polyurethane) 재질로 된 것을 사용하였으며, 연마재는 0.04 μm 크기의 콜로이드 실리카 (colloidal silica)를 사용하였다. 총 343장의 슬라이스를 얻는 동안 연마천은 중간 교체 없이 계속 사용하였으며 화학적 에칭은 하지 않았다. 2차원 사진은 광학현미경을 이용하여 1,000배로 촬

Table 3. Reconstruction conditions of Al-Si alloy.

Voxel size (μm^3)	3D reconstruction	Image filtering	3D image size (μm^3)
0.053×0.053×0.146	segmentation, surface generation	Medianfilter 3D	25.8×27.6×32.7

Table 4. Serial sectioning conditions of Al-SiC composite.

Polishing						Image acquisition			
Cloth	Abrasive 1	Abrasive 2	Platen speed (rpm)	Time (sec)	Load (N)	Magnification	Image resolution	Number of slices	Mean slice thickness (μm)
Woven nylon	0.25 μm diamond suspension	0.04 μm colloidal silica	80	253	15	500	2584×1936	301	0.168

Fig. 5. 3D silicon image of Al-Si alloy.

영하여 얻었으며, 사진의 크기는 $136 \times 102 \mu\text{m}^2$, 픽셀의 크기는 $53 \times 53 \text{ nm}^2$ 이다. 그림 4는 순차적 박리로부터 얻은 연속적인 2차원 슬라이스 사진으로서 흰색의 알루미늄 기지와 검정색에 가까운 어두운 색의 실리콘으로 명확하게 구분됨을 알 수 있다. 또한 슬라이스 수가 증가함에 따라서 재료 내부의 실리콘 형상이 점진적으로 변화하는 것을 관찰할 수 있다. 이와 같이 광학현미경으로 얻은 2차원 이미지는 재료 내부의 금속조직학적인 관찰이 가능하고 여러 상들 간의 이미지 명암 차이가 커서 상 구분이 용이한 장점이 있음을 알 수 있다.

표 3에서는 Al-Si 합금의 3차원 이미지 생성을 위한 재구성 방법에 대하여 나타내었다. 여기서 복셀 (voxel) 크기는 2차원 사진에서 가로, 세로 방향으로의 픽셀 (pixel) 크기와 슬라이스 두께에 해당된다. 3차원 재구성 시 색상 차에 의해서 실리콘만 선택하여 이미지 분리를 하였으며, 이를 3차원 중간값 필터 (median

Fig. 6. SiC and silicon images in Al-SiC composite; (a) 2D image (black: SiC, grey: silicon) and (b) 3D image (red: SiC, green: silicon).

filter)로 이미지 처리한 후 표면 생성하였다. 그림 5는 이로부터 얻은 3차원 이미지로서 2차원 사진에서는 정확하게 관찰하기 어

Table 5. Reconstruction conditions of Al-SiC composite.

Voxel size (μm^3)	3D reconstruction	Image filtering	3D image size (μm^3)
0.105×0.105×0.168	Segmentation, surface generation	Delineate2d, medianfilter3d	88.9×87.4×50.4

Table 6. Serial sectioning conditions of AZ31 magnesium alloy.

Polishing			Etching			Image acquisition				
Cloth	Abrasive	Platen speed (rpm)	Time (sec)	Load (N)	Etchant	Time (sec)	Magnification	Image resolution	Number of slices	Mean slice thickness (μm)
Napless polyurethane	0.04 μm colloidal silica (dilute)*	90	30	15	Water+4% Nitric acid	3	100	2584×1936	162	1.19

*: 0.04 μm colloidal silica + ethanol (50vol% + 50vol%)

Table 7. Reconstruction conditions of AZ31 magnesium alloy.

Voxel size (μm^3)	3D reconstruction	Image filtering	3D image size (μm^3)
0.525×0.525×1.19	Volume rendering	Deblurring, medianfilter 2D	348.7×249.3×191.6

Fig. 7. SiC and silicon volume fractions of Al-SiC composite in each 2D slice and 3D space.

려운 산호 (coral) 형태의 실리콘 형상을 확인할 수 있다.

3.2 Al-SiC 복합소재

표 4에서는 Al-SiC 복합소재의 순차적 박리 조건을 나타내었다. Al-Si 합금과 달리 연마천은 직조 (woven) 나일론 (nylon) 재질로 된 것을 사용하였고 연마재도 0.25 μm 크기 다이아몬드 서스펜션 (suspension)과 0.04 μm 콜로이달 실리카를 순차적으로 사용하는 2단 연마 (two step polishing) 방법을 적용하였다. 총 301장의 슬라이스를 얻는 동안 연마천

은 슬라이스 약 100장 주기로 2회 교체하였다. 그림 6 (a)는 Al-SiC의 2차원 미세조직 사진으로서 흰색의 알루미늄 기지, 회색의 실리콘 및 검정색의 SiC 강화재로 구분할 수 있었다.

표 5는 Al-SiC 복합소재의 3차원 재구성 방법으로서 SiC와 실리콘을 색상차로 구분하여 이미지 분리하였으며 그림 6 (b)에서는 이로부터 얻은 3차원 이미지를 보여주고 있다. 여기서 빨간색은 SiC 강화재이며 녹색은 실리콘에 해당한다.

그림 7에서는 SiC 강화재 및 실리콘 상에 대하여 3차원 이미지로부터 얻은 부피 분율과 각각의 2차원 슬라이스 이미지로부터 얻은 부피 분율을 비교하여 나타내었다. 각 상은 3차원 공간에서 불규칙한 형상을 가지기 때문에 2차원 슬라이스에서 측정한 부피 분율은 큰 편차가 발생하는 반면, 3차원 공간 상에서 측정한 값은 이들의 평균값을 갖는다는 것을 알 수 있다. 따라서 재료의 대표성을 갖는 이미지 분석 결과를 얻기 위해서는 대용량의 부피 정보를 포함하는 3차원 분석이 유효함을 알 수 있다.

3.3 AZ31 마그네슘합금

표 6에서는 AZ31 마그네슘합금의 순차적 박리 방법을 나타내었다. 마그네슘은 기계적 연마 시 절삭성이 우수하여 비교적 빠른 속도로 두께가 제거되므로 경면 연마에 가장 적합한 보풀이 없는 (napless) 폴리우레탄 연마천을 사용하였으며 연마재는 에탄올로 희석한 0.04 μm 콜로이달 실리카를 사용

Fig. 8. Grain structure images of AZ31 magnesium alloy; (a) 2D image and (b) 3D image.

하였다. 결정립을 관찰하기 위하여 연마 후 4% 질산 수용액으로 에칭하였다. 그림 8 (a)는 2차원 사진으로서 재결정된 결정립 조직을 확인할 수 있다.

표 7은 AZ31 마그네슘합금의 3차원 재구성 조건을 보여주고 있다. 이미지 필터 작업 후 볼륨 렌더링 (volume rendering)을 통하여 3차원 형상으로 재구성하였으며, 그 결과를 그림 8 (b)에 나타내었다.

4. 고 찰

4.1 순차적 박리 조건

기계적 연마법에 의한 순차적 박리는 FIB 법에 비하여 관찰 가능한 시편의 영역이 넓은 장점이 있으며 본 연구에서와 같이 광학현미경을 사용할 경우 배율에 따라서 1장의 사진

Fig. 9. Cumulative thickness removal of Al-Si alloy using different polishing cloths.

촬영에 의하여 약 $2 \times 2 \text{ mm}^2$ 에서 $100 \times 100 \text{ μm}^2$ 의 면적을 갖는 2차원 이미지를 얻을 수 있다. 슬라이스 두께는 3차원 이미지 상에서 깊이 방향으로의 해상도를 결정하게 되는데, 본 연구에서는 0.1 μm 수준의 해상도를 가지면서 우수한 품질의 이미지를 갖는 순차적 박리 조건을 도출할 수 있었다. 이와 같이 기계적 연마에 의한 순차적 박리법은 대면적 관찰이 가능함과 동시에 우수한 해상도를 구현할 수 있다는 장점이 있다. 한편 성공적인 3차원 이미지 구현을 위해서는 선명한 이미지를 얻으면서 일정한 두께를 제거할 수 있는 순차적 박리 조건 설정이 매우 중요하며 기계적 연마 시 연마천 종류, 연마재 종류, 연마판 회전속도, 연마시간, 하중 등 여러 조건의 최적화 작업이 필요하다. 순차적 박리가 아닌 1회 사진 촬영을 위한 일반적인 기계적 연마 조건은 금속조직학 영역에서 비교적 잘 정립되어 있다. 그러나 수십 또는 수백 장의 연속적인 사진을 얻어야 하는 순차적 박리에서는 반복되는 연마 작업을 거처도 항상 일정한 두께 감소가 유지되어야 하며 이와 동시에 작업 시간도 최소화되어야 하는데 이 경우에는 무엇보다 연마천과 연마재의 선택이 중요하다. 순차적 박리를 위한 연마천은 내구성, 연마 시 두께 제거 능력, 경면 연마 적합성을 동시에 만족해야 하며 이러한 성질은 연마천의 재질과 구조에 의해서 결정된다. 연마천의 재질은 폴리에스터 (polyester), 나일론, 실크 (silk), 폴리우레탄, 레이온 (rayon), 면 (cotton) 등으로 다양하며 그 구조도 직조형, 보풀형, 보풀이 없는 평면형 등으로 구분할 수 있으며 본 연구에서는 여러 재질과 구조로 이루어진 여러 종류의 연마천을 테스트한 결과 폴리우레탄 연마천이 내구성이 가장 우수하였으며 그 다음이 직조

Fig. 10. Polishing characteristics of two phase material composed of soft matrix and hard particles; (a) single step fine polishing, (b) single step rough polishing, and (c) two step sequential polishing with firstly rough abrasive and secondly fine abrasive.

나일론인 것으로 판단되었다. 폴리우레탄 및 직조 나일론 연마천은 각각 약 300장 및 50~100장의 슬라이스를 중간의 연마천 교체 없이 사용할 수 있었으며 그 이상의 작업에서는 연마천의 마모에 의하여 두께 제거 능력이 감소하였다. 연마 조건을 동일하게 하였을 때 단위시간당 두께 제거 능력은 일반적으로 직조 나일론 > 보풀이 있는 폴리우레탄 > 보풀이 없는 폴리우레탄 순이었으며 경면 연마 적합성은 보풀이 없는 폴리우레탄 > 보풀이 있는 폴리우레탄 > 직조 나일론 순이었다. 그림 9는 순차적 박리 시 연마천 종류에 따른 두께 감소 능력 및 이미지 품질의 차이를 보여주는 예이다. 직조 나일론의 경우 두께 감소 능력은 우수하나 이미지 품질이 불량하여 사용이 불가하였으며, 보풀이 없는 폴리우레탄 연마천은 두께 감소량이 매우 작아서 Al-Si 합금에 적용하기에는 적합하지 않았다. 한편 보풀이 있는 폴리우레탄 연마천은 두께 감소량 및 이미지 품질 면에서 모두 만족할만한 결과를 얻을 수 있었다.

이러한 두께 제거 능력과 경면 연마 적합성은 연마재 종류에 따라서도 크게 달라지게 되는데 다이아몬드, 알루미나 등의 입자가 분산되어 있는 서스펜션 연마재의 경우 일반적으로 입자의 크기가 감소할수록 두께 제거 능력은 감소하고 경면 연마 적합성은 향상된다. 한편 경면 연마에 널리 사용되는 콜로이달 실리카는 매우 작은 실리카 입자 (일반적으로 $0.04\sim0.05\mu\text{m}$ 의 크기)에도 불구하고 연마 용액의 높은 pH (일반적으로 9pH 이상)로 인하여 두께 제거 능력도 우수한 편이다. 따라서 AZ31과 같이 단상이면서 연한 소재의 경우에는 보풀이 없는 폴리우레탄 연마천과 $0.04\mu\text{m}$ 콜로이달 실리카 연마액을 사용하여 충분한 두께 감소와 만족스러운 이

미지 사진을 얻을 수 있었다.

한편 기지 내에 분산상이 분포하고 있는 다상 소재의 경우는 기지와 분산상의 연마되는 정도의 차이가 발생할 수 있으며, 이 경우에는 연마천과 연마재를 보다 신중하게 선택해야 한다. Al-Si 합금은 알루미늄 기지와 실리콘의 두 종류의 상으로 구성되는데 알루미늄과 실리콘의 연마되는 성질이 유사하여 그림 4에서와 같이 보풀이 있는 폴리우레탄 연마천과 $0.04\mu\text{m}$ 콜로이달 실리카 연마재를 사용하였을 때 성공적으로 순차적 박리를 수행할 수 있었다. 그러나 Al-SiC 복합소재의 경우에는 Al-Si 합금에서 사용한 연마 조건으로는 원하는 품질의 슬라이스 사진을 얻을 수 없었는데, 그 이유는 알루미늄과 SiC 강화재 입자의 경도 차이로 인하여 두 상의 연마되는 정도가 달랐기 때문이다. 이와 같이 연마되는 정도가 다른 상을 포함하는 다상 소재의 경우에는 조대한 연마재에 의한 조 연마 (rough polishing) 후 경면 연마를 실시하는 다단 연마 (multi step polishing)를 하는 것이 바람직하다. 그림 10은 연한 기지와 경한 입자로 구성된 다상 소재의 순차적 박리 시 경면 연마 또는 조 연마만 실시하였을 때와 조 연마 후 경면 연마를 실시하는 2단 연마 (two step polishing)를 적용하였을 때 발생하는 연마 특성을 도식적으로 보여주고 있다. 경면 연마만 실시하는 1단 연마 (single step polishing)에서는 그림 10 (a)와 같이 기지와 입자 간의 연마 정도의 차이에 의하여 높이 차이가 발생하게 되고 이러한 현상은 슬라이스 수가 증가할수록 누적되어 단차의 정도는 더욱 심해진다. 한편 조 연마만 실시하는 경우에는 그림 10 (b)와 같이 표면에 스크래치와 같은 이미지 노이즈가 심하게 발생한다. 이러한 단차와 스크래치 발생을 동시에 억제하기 위해서는 그림 10 (c)와 같이

Fig. 11. Slice images of Al-SiC composite obtained by single step polishing using (a) low-nap polyurethane cloth and 0.25 μm diamond suspension and (b) woven nylon cloth and 0.25 μm diamond suspension.

조 연마 과정과 경면 연마 과정을 모두 포함하는 다단 연마가 필수적으로 도입되어야 한다. 그림 11에서는 Al-SiC 복합소재에서 경면 연마만 실시하였을 때와 조 연마만 실시하였을 때 슬라이스 사진으로서 경면 연마 시 기지와 실리콘 입자 간의 단차 발생에 의하여 정확한 초점이 형성되지 않거나 (그림

11 (a)) 조 연마 시 심한 스크래치가 발생하고 있음 (그림 11 (b))을 확인할 수 있다. 본 연구에서는 Al-SiC 소재에 대하여 보풀이 있는 폴리우레탄 연마천, 직조 나일론 연마천, 1 μm 다이아몬드 서스펜션, 0.25 μm 다이아몬드 서스펜션, 0.04 μm 콜로이달 실리카 등을 조합한 여러 조건으로 2단 연마를 실시하여 최적의 조건을 도출하고자 하였다. 보풀이 있는 폴리우레탄 연마천을 사용하면 어떠한 연마재를 사용하더라도 기지와 SiC 입자 간의 단차가 발생하였는데 단차 발생 정도는 경면 연마 능력이 우수한 0.04 μm 콜로이달 실리카를 사용하였을 때 가장 심했다. 한편 직조 나일론 연마천을 사용하였을 때에는 단차 발생은 억제되었으며 표 4에 나타난 바와 같이 먼저 0.25 μm 다이아몬드 서스펜션으로 연마를 실시한 후 연마천의 교체 없이 0.04 μm 콜로이달 실리카로 연마하는 2단 연마 방법을 사용하였을 때 단차 발생과 스크래치 발생을 모두 방지할 수 있어서 만족스러운 품질의 슬라이스 이미지를 얻을 수 있었다.

순차적 박리에서 슬라이스 사진의 품질과 더불어 중요한 점은 슬라이스 두께이다. 슬라이스 두께는 3차원 상에서 깊이 방향으로의 복셀 크기에 해당하며 관찰하고자 하는 상의 크기를 고려하여 충분히 작은 값이 되어야 한다. 그러나 슬라이스 두께를 감소시키면 충분한 부피를 갖는 3차원 이미지를 얻기 위한 슬라이스 수가 증가하게 되어 순차적 박리 및 재구성에 소요되는 시간이 증가하게 된다. 본 연구에서는 슬라이스 두께를 2차원 슬라이스 사진 픽셀 크기의 1.5~3배가 되도록 하였을 때 최적의 3차원 이미징 결과를 얻을 수 있었다. 또한 슬라이스 두께는 연마시간을 변화시켜서 조절하는 것이 가장 바람직하였는데, 그 이유는 다른 연마 조건을 변경하게 되면 슬라이스 사진 품질이 변할 수 있기 때문이다. 따라서 각 소재에 대하여 적합한 연마시간을 도출하고 이로부터 3차

Fig. 12. Grain boundary groove formation by polishing and etching; (a) too wide and deep groove formation due to insufficient thickness removal and (b) proper groove formation due to sufficient thickness removal.

Fig. 13. Slice image of AZ31 magnesium alloy showing thick grain boundaries due to insufficient thickness removal (slice thickness: 1.01 μm).

원 이미징에 적합한 최적의 슬라이스 두께를 얻을 수 있었다. 한편 AZ31 마그네슘합금에서와 같이 결정립 형상을 관찰하고자 할 때에는 에칭 상태를 고려하여 슬라이스 두께를 결정해야 한다. 반복적인 연마와 에칭 과정을 거쳐야 하는 경우에는 연마되어 제거되는 두께와 에칭 시 결정립계에 생성되는 홈(groove)의 깊이의 조절이 매우 중요하다. 그림 12 (a)에서는 기계적 연마 및 에칭에 의한 순차적 박리 시 충분한 두께 감소가 이루어지지 않을 경우 결정립계에서의 홈 발생 정도가 지속적으로 심해질 수 있음을 보여주고 있으며 이러한 현상을 방지하기 위해서는 그림 12 (b)에서와 같이 연마 과정에서 이전 단계의 에칭 과정에서 발생한 결정립계의 홈을 완전히 제거할 수 있도록 충분한 두께를 제거해야 한다. 그림 13은 AZ31 마그네슘합금의 순차적 박리 시 두께 감소가 충분하지 않았을 때 (슬라이스 두께=1.01 μm) 슬라이스 사진으로서 과도하게 에칭된 것처럼 보이는 결정립계가 관찰됨을 알 수 있다. 그러나 슬라이스 두께를 필요 이상으로 증가시키면 3차원 이미지 상에서 깊이 방향으로의 해상도가 감소하여 이미지의 왜곡이 발생할 수 있다. 본 연구에서는 여러 조건의 실험을 통하여 AZ31 소재의 순차적 박리 조건을 도출하였으며, 이로부터 도출한 최적 슬라이스 두께는 표 6과 같이 1.19 μm 였다.

4.2 이미지 필터링 (image filtering)

순차적 박리로부터 얻은 슬라이스 사진은 재구성을 통하여 3차원 이미지로 만들어지는데 우수한 품질의 3차원 이미

지를 만들기 위해서는 이미지 필터링을 통하여 각 픽셀의 이미지 출력값을 보정하는 작업이 필요하다. Al-Si 및 Al-SiC 소재와 같은 다상 소재는 2차원 슬라이스 사진에서 관찰하고자 하는 상 (SiC, 실리콘 등)만을 분리해내는 이미지 분리 과정을 거친 후 이를 3차원으로 재구성하는 작업을 거쳐야 하는데, 이미지 필터링 방법에 따라서 이미지 분리 결과가 달라질 수 있다. 2차원 사진 상에서 각각의 픽셀은 색상차에 의해서 각각의 이미지 출력값을 갖게 되며 이미지 분리는 임계값 이상 또는 이하의 이미지 출력값을 갖는 픽셀만을 선택함으로써 가능하다. 따라서 서로 다른 상들 사이의 이미지 출력값의 차이가 클수록 이미지 분리 작업이 수월해진다. Al-Si 합금의 경우 그림 4와 같이 완전한 흰색의 알루미늄 기지와 검정색에 가까운 실리콘으로 구성되어 있으며 이러한 두 상 사이의 매우 큰 이미지 출력값 차이로 인하여 특별한 이미지 필터링 작업 없이도 이미지 분리 작업이 성공적으로 이루어졌다. 그러나 알루미늄 기지, 실리콘, SiC 강화재 등 세 종류로 구성되는 Al-SiC 소재에서는 이미지 분리를 위한 이미지 필터링 작업이 필요했는데, 그 이유는 SiC 강화재와 실리콘 상의 이미지 출력값의 겹침이 발생하기 때문이다. 본 연구에서는 선명화 (delineate) 필터를 이용하여 이미지 처리함으로써 이러한 문제점을 해결하였다. 선명화 필터는 수정하고자 하는 픽셀의 이미지 출력값을, 수정하고자 하는 픽셀 및 그 주변 픽셀의 이미지 출력값의 최대값 또는 최소값으로 대체하는 방식이며 해당 픽셀의 이미지 출력값이 최대값에 가까우면 최대값으로, 최소값에 가까우면 최소값으로 대체한다 [27]. 따라서 점진적인 이미지 변화를 보이는 경계부 이미지를 급격한 이미지 변화를 갖도록 수정할 수 있다. 그림 14에서는 선명화 필터를 사용하지 않았을 때와 사용하였을 때의 슬라이스 이미지 및 이로부터 실리콘 상을 이미지 분리한 결과를 보여주고 있다. 이 때 선명화 필터 작업을 위한 커널(kernel) 크기 - 필터링에 사용하기 위한 주변 픽셀 배열 - 는 2차원 상에서 3×3으로 하였다. 실리콘은 슬라이스 이미지에서 회색에 해당하는데, 선명화 필터 작업을 거치지 않은 경우 (그림 14 (a)) 이미지 분리 과정에서 실리콘과 함께 SiC 입자와 기지와의 경계부도 선택되는 것을 알 수 있다. 이러한 현상이 발생한 이유는 확대된 이미지로부터 알 수 있는데, 실리콘에 해당하는 픽셀의 색상과 SiC 입자와 기지의 경계부에 해당하는 픽셀의 색상이 유사하기 때문이다. 즉, SiC 입자는 전체적으로 검정색에 가까운 색상으로 보이지만 기지와의 경계부에서는 점진적으로 기지와 가까운 색상으로 변하면서 회색에 가까운 픽셀이 존재하게 되며, 이러한 현상은 기지와

Fig. 14. Slice images and segmentation images of Al-SiC composite; (a) no image filtering and (b) after image filtering by delineate filter.

Fig. 15. Segmentation slice images of Al-SiC composite (a) before image filtering, (b) after image filtering by medianfilter2d, and (c) after image filtering by medianfilter3d.

SiC 입자와의 단차 및 광학현미경의 분해능의 한계 등으로 인하여 불가피하게 발생한다. 선명화 필터 작업을 거치게 되면 이러한 현상이 사라지는 데 그 이유는 그림 14 (b)와 같이 SiC 입자와 기지와의 경계부에서 급격한 색상변화가 이루어 지도록 이미지가 변화하였기 때문이다. 따라서 본 연구에서는 선명화 필터링 작업을 통하여 Al-SiC 복합소재에서 SiC 강화재, 실리콘 상을 기지로부터 성공적으로 이미지 분리함으로써 원하는 3차원 이미지를 얻을 수 있었다.

3차원 재구성을 통하여 원하는 이미지를 얻기 위해서는 이미지 선명화 작업 뿐만 아니라 순차적 박리에서 발생할 수 있

는 이미지의 노이즈를 제거하는 작업이 반드시 필요하다. 실제로 순차적 박리에 의해서 얻은 2차원 이미지는 수십에서 수백 장에 이르며 모든 슬라이스 사진에서 노이즈 발생이 없도록 하는 것은 매우 어렵다. 본 연구에서와 같이 기계적 연마에 의한 순차적 박리 시 발생할 수 있는 이미지의 노이즈에는 스크래치 (scratch), 오염 (contamination), 연마재 입자의 박힘, 에칭 피트 (pit) 등이 있다. 이러한 노이즈를 제거하기 위해서 가장 널리 사용되는 이미지 필터는 중간값 필터 (median filter)이다. 중간값 필터는 필터링하고자 하는 픽셀 및 그 주변 픽셀의 이미지 출력값을 오름차순으로 정렬한 후

중간 순서의 값을 출력값으로 선택하는 방식이다 [28]. 중간 값 필터는 국부적으로 급격한 이미지의 변화가 있을 때 이를 노이즈로 인식하고 제거하는 데 적합하며 순차적 박리 과정에서 발생한 스크래치나 오염 등을 가장 효과적으로 제거할 수 있었다. 본 연구에서는 Al-SiC 복합소재에 대하여 2차원 중간값 필터 및 3차원 중간값 필터를 이용하여 이미지 노이즈를 제거하고자 하였으며 그림 15는 필터링 전후의 이미지 변화를 보여주고 있다. 이 때 필터링을 위한 커널 크기는 2차원에서 3×3 , 3차원에서 $3 \times 3 \times 3$ 으로 하였다. 필터링 전 이미지 (그림 15 (a))를 보면 좌측 상부에 스크래치에 의한 노이즈가 발생한 것을 알 수 있는데, 그림 15 (b)와 같이 2차원 중간값 필터를 사용하게 되면 이러한 스크래치가 완전히 제거되지 않게 된다. 그 이유는 일정 크기 이상의 노이즈는 2차원 상에서 다수의 픽셀이 모여 있는 형태가 될 수 있으므로 9개의 픽셀로 구성되는 3×3 2차원 커널에서 노이즈가 5개 이상의 픽셀을 차지하게 되면 노이즈 출력값이 중간값에 해당할 수 있기 때문이다. 커널의 크기를 증가시키게 되면 2차원 중간값 필터로도 노이즈를 제거할 수 있지만 이 경우에는 이미지 왜곡이 발생할 수 있다. 한편 3차원 중간값 필터에 의한 이미지 필터링 후에는 그림 15 (c)와 같이 스크래치에 의한 노이즈가 완전히 사라지는 것을 알 수 있는데, 그 이유는 스크래치는 2차원 상의 해당 슬라이스에서만 발생하고 이 전 및 이 후 순차적 박리로부터 얻은 슬라이스 사진에서는 동일한 위치에서 스크래치가 발생할 가능성이 매우 낮으므로 27개의 픽셀로 구성되는 $3 \times 3 \times 3$ 3차원 커널 상에서는 스크래치 이미지 출력값이 중간값에 해당할 가능성이 매우 낮기 때문이다. 따라서 본 연구에서는 3차원 중간값 필터링을 사용함으로써 노이즈를 효과적으로 제거할 수 있었으며, 이로부터 만족스러운 품질의 3차원 이미지를 얻을 수 있었다.

5. 결 론

본 연구에서는 Al-Si 합금에서의 실리콘, Al-SiC 복합소재에서의 SiC 및 실리콘, AZ31 마그네슘합금에서의 결정립의 3차원 이미지를 기계적 연마에 의한 순차적 박리와 이미지 처리에 의한 재구성 방법으로 관찰하였으며 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. Al-Si 합금은 알루미늄과 실리콘의 연마 특성이 유사하여 폴리우레탄 재질의 연마천에서 $0.04 \mu\text{m}$ 콜로이달 실리카 연마재를 사용하는 1단 연마에 의하여 순차적 박리를 성공적

으로 수행할 수 있었다.

2. Al-SiC 복합소재는 연한 기지와 경한 SiC의 연마 특성이 상이하므로 순차적 박리 시 직조 나일론 연마천에서 $0.25 \mu\text{m}$ 다이아몬드 서스펜션 연마재와 $0.04 \mu\text{m}$ 콜로이달 실리카 연마재를 순차적으로 사용하는 2단 연마를 하였을 때 순차적 박리를 성공적으로 수행할 수 있었다.

3. 각 소재에 대하여 연마 조건을 제어하여 2차원 슬라이스 사진의 픽셀 크기의 1.5~3배가 되는 슬라이스 두께를 얻을 수 있었으며, 연마 및 에칭을 행하여 결정립 형상을 관찰한 AZ31 마그네슘합금에서는 슬라이스 두께의 결정 시 에칭에 의하여 발생하는 결정립계의 홈 깊이를 고려해야 함을 알 수 있었다.

4. 세 종류 이상의 상을 포함하는 다상소재에서 각 상의 성공적인 이미지 분리를 위해서는 선명화 필터를 이용하여 각 상의 이미지 경계부에서 발생하는 이미지 출력값의 겹침 현상을 제거하는 것이 필요하였다.

5. 순차적 박리 과정에서 발생할 수 있는 스크래치, 오염 등의 이미지 노이즈는 3차원 중간값 필터를 이용한 이미지 처리에 의하여 매우 효과적으로 제거할 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 산업통상자원부 금속소재종합솔루션센터구축 사업의 지원으로 수행되었습니다. Al-Si 합금, Al-SiC 복합소재 샘플을 제공해주신 재료연구소의 이정무 박사님, 조영희 박사님, 실험에 도움을 주신 재료연구소의 윤가희 연구원, 김다영 연구원, 권준원 연구원께 감사 드립니다.

REFERENCES

1. J. M. Jung, J. H. Yoo, H. J. Jeong, S. Lee, and H. S. Kim, *Metall. Mater. Trans. A* **45**, 5679 (2014).
2. Y. H. Cho, J. M. Lee, and S. H. Kim, *Metall. Mater. Trans. A* **46**, 1374 (2015).
3. J. Zhang, J. M. Lee, Y. H. Cho, S. H. Kim, and H. Yu, *Met. Mater. Int.* **20**, 967 (2014).
4. N. Chawla, R. S. Sidhu, and V. V. Ganesh, *Acta Mater.* **54**, 1541 (2006).
5. K. M. Lee, S. W. Choi, Y. C. Kim, Y. M. Kim, C. S. Kang, Y. M. Kim, and S. K. Hong, *Korean J. Met. Mater.* **52**, 923 (2014).

6. S.-H. Kim, K.-S. Kim, K. S. Cho, K. J. Euh, Y. M. Rhym, and K.-A. Lee, *Korean. J. Met. Mater.* **53**, 96 (2015).
7. Z. Asghar, G. Requena, and F. Sket, *J. Microscopy* **259**, 1 (2015).
8. Z. Asghar, G. Requena, and E. Boller, *Acta Mater.* **59**, 6420 (2011).
9. M. Timpel, N. Wanderka, G. S. V. Kumar, and J. Banhart, *Ultramicroscopy* **111**, 695 (2011).
10. Z. Asghar, G. Requena, H. P. Degischer, and P. Cloetens, *Acta Mater.* **57**, 4125 (2009).
11. H. Singh, A. M. Gokhale, Y. Mao, A. Tewari, and A. K. Sachdev, *Metall. Mater. Trans. B* **40**, 859 (2009).
12. C. M. Dinnis, A. K. Dahle, and J. A. Taylor, *Mater. Sci. Eng. A* **392**, 440 (2005).
13. T. I. So, H. C. Jung, C. D. Lee, and K. S. Shin, *Met. Mater. Int.* **21**, 842 (2015).
14. E. Padilla, N. Chawla, L. F. Silva, V. R. D. Santos, and S. Paciornik, *Mater. Char.* **83**, 139 (2013).
15. A. D. Spear, S. F. Li, J. F. Lind, R. M. Suter, and A. R. Ingraffea, *Acta Mater.* **76**, 413 (2014).
16. T. Link, S. Zabler, A. Epishin, A. Haibel, M. Bansal, and X. Thibault, *Mater. Sci. Eng. A* **425**, 47 (2006).
17. Y. Shen, T. F. Morgeneyer, J. Garnier, L. Allais, L. Helfen, and J. Crepin, *Acta Mater.* **61**, 2571 (2013).
18. L. Babout, E. Maire, J. Y. Buffiere, and R. Fougères, *Acta Mater.* **49**, 2055 (2001).
19. B. M. Patterson, K. C. Henderson, P. J. Gibbs, S. D. Imhoff, and A. J. Clarke, *Mater. Char.* **95**, 18 (2014).
20. J. Allison, D. Backman, and L. Christodoulou, *JOM* **58**, 25 (2006).
21. M. V. Kral, G. Ice, M. K. Miller, M. D. Uchic, and R. O. Resenberg, *Metallography and Microstructure*, 2nd ed., pp. 448-467, ASM International, Ohio (2004).
22. E. Maire and P. J. Withers, *Int. Mater. Rev.* **59**, 1 (2014).
23. M. D. Uchic, M. A. Groeber, and A. D. Rollett, *JOM* **63**, 25 (2011).
24. A. Ullah, G. Liu, J. Luan, W. Li, M. Rahman, and M. Ali, *Mater. Char.* **91**, 65 (2014).
25. D. J. Rowenhorst and A. C. Lewis, *JOM* **63**, 53 (2011).
26. D. J. Rowenhorst, A. C. Lewis, and G. Spanos, *Acta Mater.* **58**, 5511 (2010).
27. Visualization Sciences Group, *Avizo 8 Reference Guide*, <http://www.vsg3d.com> (2013).
28. R. C. Gonzalez and R. E. Woods, *Digital Image Processing*, 3rd ed. pp.347-352, Pearson, New Jersey (2010).