



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2023-0034478
(43) 공개일자 2023년03월10일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G01N 1/28 (2006.01) C21D 8/02 (2006.01)
C22C 21/10 (2006.01) C22F 1/053 (2006.01)
G01N 3/08 (2006.01)
(52) CPC특허분류
G01N 1/28 (2013.01)
C21D 8/0215 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2021-0117124
(22) 출원일자 2021년09월02일
심사청구일자 2021년09월02일

(71) 출원인
경상국립대학교산학협력단
경상남도 진주시 진주대로 501 (가좌동)
창원대학교 산학협력단
경상남도 창원시 의창구 창원대학로 20(퇴촌동)
(72) 발명자
성효경
경남 진주시 진주역로96번길 15
설재복
경남 진주시 충의로 146
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
김종석

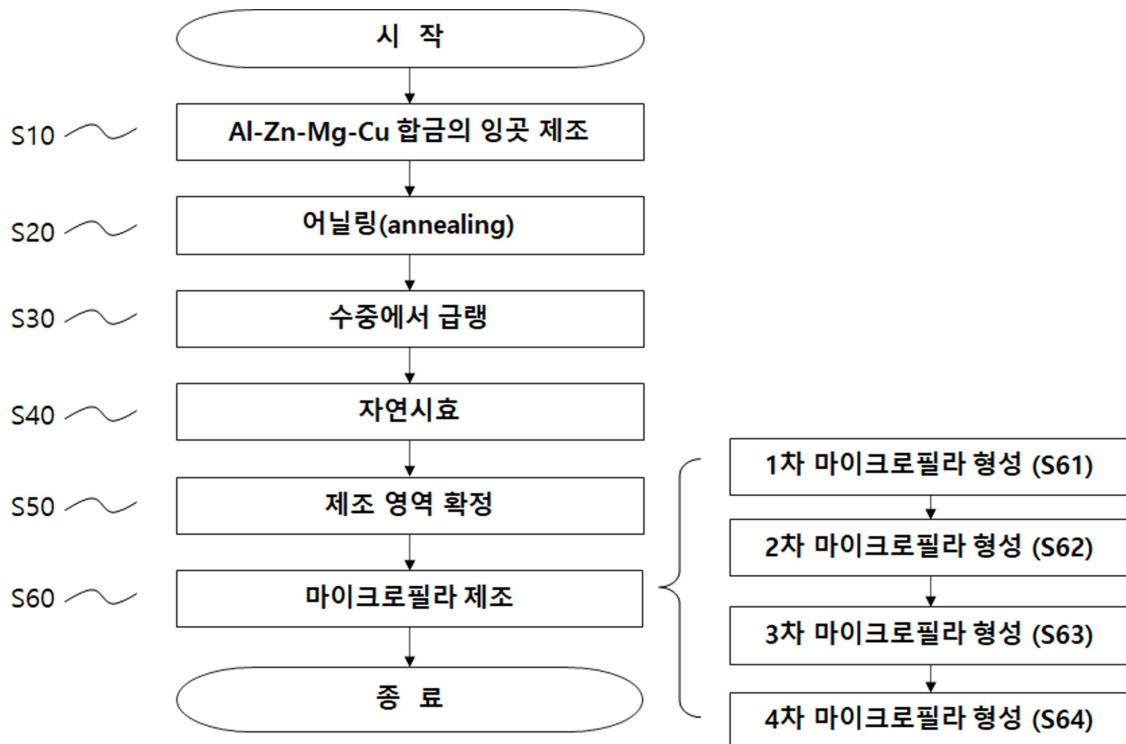
전체 청구항 수 : 총 15 항

(54) 발명의 명칭 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편 제조방법 및 이를 이용한 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편

(57) 요약

본 발명은 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편 제조방법 및 이를 이용한 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편에 관한 것으로, 알루미늄의 변형 거동을 확인하기 위해 특정 방위를 가진 결정에 마이크로필라 시편을 제조하여 미세영역 물성을 용이하게 평가할 수 있는 기술에 관한 것 (뒷면에 계속)

대 표 도 - 도1



이다.

본 발명에 따른 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편 제조방법은, Al-Zn-Mg-Cu-Zr-Cr 합금을 용융하여 Al-Zn-Mg-Cu 합금의 잉곳(ingot)을 전자기적 교반으로 제조하는 제1단계; 상기 잉곳(ingot)을 440 내지 460 ℃에서 어닐링(annealing) 하는 제2단계; 상기 어닐링(annealing) 후, 수중에서 급랭하는 제3단계; 상기 수중에서 급랭 후, 자연시효하는 제4단계; 상기 자연시효 후, EBSD를 통해 마이크로필라를 만들고자 하는 결정립내에서 마이크로필라 제조 영역을 확정하는 제5단계; 및 상기 확정된 제조 영역에 대해 단결정에 FIB(Focused ion beam)를 조사하여 마이크로필라를 제조하는 제6단계; 를 포함하는 것을 특징으로 한다.

(52) CPC특허분류

C21D 8/0273 (2013.01)

C22C 21/10 (2013.01)

C22F 1/053 (2013.01)

G01N 1/286 (2013.01)

G01N 3/08 (2013.01)

G01N 2203/0019 (2013.01)

G01N 2203/0069 (2013.01)

세프카야니

13, Hotan-gil 10beon-gil, Jinju-si,
Gyeongsangnam-do, Korea

이재현

서울 강동구 고덕로62길 76

(72) 발명자

김정기

경남 진주시 내동로348번길 10

박상은

부산 강서구 가락대로 1432-12

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1711113639
과제번호	2018R1A5A6075959
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	집단연구지원(R&D)
연구과제명	메카트로닉스 융합 부품 소재 연구센터
기 여 율	3/10
과제수행기관명	창원대학교
연구기간	2020.03.01 ~ 2021.02.28

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1711127291
과제번호	2020R1C1C1006214
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	개인기초연구(과기정통부)(R&D)
연구과제명	항공용 금속 3D 프린팅 소재의 피로 수명 예측 연구
기 여 율	2/10
과제수행기관명	경상대학교
연구기간	2021.03.01 ~ 2022.02.28

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1711141428
과제번호	2021M3H4A3A02093180
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	나노·소재기술개발(R&D)
연구과제명	항공용 7xxx계 알루미늄합금 판재 제조기술
기 여 율	5/10
과제수행기관명	한국재료연구원
연구기간	2021.07.26 ~ 2021.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

Al-Zn-Mg-Cu-Zr-Cr 합금을 용융하여 Al-Zn-Mg-Cu 합금의 잉곳(ingot)을 제조하는 제1단계;
 상기 잉곳(ingot)을 440 내지 460 °C에서 어닐링(annealing) 하는 제2단계;
 상기 어닐링(annealing) 후, 수중에서 급랭하는 제3단계;
 상기 수중에서 급랭 후, 자연시효하는 제4단계;
 상기 자연시효 후, EBSD를 통해 마이크로필라를 만들고자 하는 결정립내에서 마이크로필라 제조 영역을 확정하는 제5단계; 및
 상기 확정된 제조 영역에 대해 단결정에 FIB(Focused ion beam)를 조사하여 마이크로필라를 제조하는 제6단계;
 를 포함하는 것을 특징으로 하는 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편 제조방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,
 상기 제1단계의 Al-Zn-Mg-Cu 합금은 Al 87.5 %(w/w), Zn 8.0 %(w/w), Mg 2.0 %(w/w) 및 Cu 2.5 %(w/w)인 것을 특징으로 하는 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편 제조방법.

청구항 3

제 1항에 있어서,
 상기 제1단계에서 상기 잉곳(ingot) 제조는 680 내지 720 °C에서 50 내지 70초 동안 진행하는 것을 특징으로 하는 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편 제조방법.

청구항 4

제 1항에 있어서,
 상기 제2단계에서 23 내지 25 시간 동안 어닐링(annealing) 하는 것을 특징으로 하는 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편 제조방법.

청구항 5

제 1항에 있어서,
 상기 제3단계에서 500 °C/min의 냉각속도로 수중에서 급랭하는 것을 특징으로 하는 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편 제조방법.

청구항 6

제 1항에 있어서,
 상기 제4단계에서 상온(24 내지 27 °C)에서 자연시효하는 것을 특징으로 하는 마이크로필라 형태의 미세영역 물

성 평가용 알루미늄 합금 시편 제조방법.

청구항 7

제 1항에 있어서,

상기 제6단계는 상기 확정된 제조 영역에 대해,

내부반경(R2) 3.8 내지 4.2 μm , 외부반경(R1) 17.3 내지 17.8 μm 및 높이(H) 9.8 내지 10.2 μm 로 1차 마이크로필라를 형성하는 제6-1단계;

내부반경(R2) 2.8 내지 3.2 μm , 외부반경(R1) 9.8 내지 10.2 μm 및 높이(H) 4.8 내지 5.2 μm 로 2차 마이크로필라를 형성하는 제6-2단계;

내부반경(R2) 1.8 내지 2.2 μm 및 높이(H) 4.8 내지 5.2 μm 로 3차 마이크로필라를 형성하는 제6-3단계; 및

내부반경(R2) 1.5 내지 1.7 μm 및 높이(H) 4.8 내지 5.2 μm 로 4차 마이크로필라를 형성하는 제6-4단계;를 순차적으로 FIB(Focused ion beam)를 조사하는 것을 특징으로 하는 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편 제조방법.

청구항 8

제 7항에 있어서,

상기 제6-1단계에서 1차 마이크로필라를 형성시,

상기 FIB(Focused ion beam)는 28 내지 32 keV의 전압 및 8 내지 12 nA의 전류로 수행하는 것을 특징으로 하는 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편 제조방법.

청구항 9

제 7항에 있어서,

상기 제6-2단계에서 2차 마이크로필라를 형성시,

상기 FIB(Focused ion beam)는 28 내지 32 keV의 전압 및 0.8 내지 1.2 nA의 전류로 수행하는 것을 특징으로 하는 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편 제조방법.

청구항 10

제 7항에 있어서,

상기 제6-3단계에서 3차 마이크로필라를 형성시,

상기 FIB(Focused ion beam)는 28 내지 32 keV의 전압 및 498 내지 502 pA의 전류로 수행하는 것을 특징으로 하는 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편 제조방법.

청구항 11

제 8항에 있어서,

상기 제6-4단계에서 4차 마이크로필라를 형성시,

상기 FIB(Focused ion beam)는 28 내지 32 keV의 전압 및 248 내지 252 pA의 전류로 수행하는 것을 특징으로 하는 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편 제조방법.

청구항 12

Al-Zn-Mg-Cu-Zr-Cr 합금을 용융하여 제조된 Al-Zn-Mg-Cu 합금의 단결정에 FIB(Focused ion beam)를 조사하여 생성된 마이크로필라를 포함하는 것을 특징으로 하는 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편.

청구항 13

제 12항에 있어서,

상기 Al-Zn-Mg-Cu 합금은,

Al 87.5 %(w/w), Zn 8.0 %(w/w), Mg 2.0 %(w/w) 및 Cu 2.5 %(w/w)인 것을 특징으로 하는 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편.

청구항 14

제 12항에 있어서,

상기 마이크로필라는 최대강도가 400 MPa인 것을 특징으로 하는 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편.

청구항 15

제 12항에 있어서,

상기 마이크로필라는 소성변형률(ϵ_p)이 2.8%인 것을 특징으로 하는 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편 제조방법 및 이를 이용한 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편에 관한 것으로, 알루미늄의 변형 거동을 확인하기 위해 특정 방향을 가진 결정에 마이크로필라 시편을 제조하여 미세영역 물성을 용이하게 평가할 수 있는 기술에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 항공 및 운송 산업 등 다방면으로 Al-Zn-Mg-Cu 합금의 사용이 증대되면서 경량 고강도 소재 개발의 중요성이 극대화 되고 있다. 알루미늄 합금의 강화 기구 및 변형 메커니즘에 대한 연구가 이루어지고 있으며, 시효경화에 의한 석출상이 소재의 강도에 효과적인 영향을 미친다고 알려져 있다. 그러나 미세한 석출상에 대한 물성을 평가하는 시스템에 관한 사례는 많지 않다.

[0004] 종래의 경우, 선행기술 문헌 특허문헌 1과 같이 고강도 알루미늄 제조에 성공하여 벌크 스케일(bulk scale)에서 물성 평가를 하였으나, 미소영역에서 평가가 불가능하다. 또한, 열처리를 통한 석출상 제어 기술은 공개되어 있으나 나노 단위의 물성 평가는 불가능한 것으로 확인된다.

[0005] 나노/마이크로의 미세 형상 제조기술의 발달로 인하여 새로운 나노 마이크로 소자들이 개발됨에 따라, 미세 형

상 제조기술을 뒷받침할 미세 재료의 가공성 예측 및 신뢰성 평가를 위한 기계적 물성 측정에 대한 필요성이 증대되고 있다. 따라서 본 발명은 알루미늄 합금의 미세 석출상 및 석출상에서의 마이크로필라 제조방법을 제공하고, 이를 압축시험 평가 방법에 적용하고자 한다.

선행기술문헌

특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 한국등록특허 제10-0911119호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명은 상기의 문제점을 해결하기 위해서 안출된 것으로서, 본 발명의 목적은 나노크기 석출상의 물성을 평가하는 시험평가 방법에 적합한 알루미늄의 마이크로필라를 제공하는 것이다.

[0009] 또한, 본 발명의 목적은 알루미늄 합금의 석출상 제어를 위한 열처리 조건 및 FIB를 활용한 마이크로필라 제조조건을 제공하는 것이다.

[0010] 발명이 해결하고자 하는 기술적 과제들은 이상에서 언급한 기술적 과제들로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 기술적 과제들은 아래의 기재로부터 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

[0012] 본 발명에 따른 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편 제조방법은,

[0013] Al-Zn-Mg-Cu 합금을 용융하여 Al-Zn-Mg-Cu의 잉곳(ingot)을 제조하는 제1단계;

[0014] 상기 잉곳(ingot)을 440 내지 460 °C에서 어닐링(annealing) 하는 제2단계;

[0015] 상기 어닐링(annealing) 후, 수중에서 급랭하는 제3단계;

[0016] 상기 수중에서 급랭 후, 자연시효하는 제4단계;

[0017] 상기 자연시효 후, ESBD를 통해 마이크로필라를 만들고자 하는 결정립내에서 마이크로필라 제조 영역을 확정하는 제5단계; 및

[0018] 상기 확정된 제조 영역에 대해 단결정에 FIB(Focused ion beam)를 조사하여 마이크로필라를 제조하는 제6단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0020] 상기 과제의 해결 수단에 의해, 본 발명은 다결정 내 특정 방위의 단결정에서 피로시험을 하는 마이크로 단위의 시험평가 방법에 적합한 알루미늄의 마이크로필라를 제공할 수 있다.

[0021] 또한, 본 발명은 알루미늄의 마이크로필라를 제조방법을 제공하고, 이를 이용하여 나노인텐테이션으로 시험평가하여 알루미늄의 마이크로필라의 강도를 확인할 수 있다.

[0022] 또한, 본 발명은 벌크 소재에서 마이크로필라를 채취하여 나노 인텐터의 팁(tip)만 교체하여도 간단하게 압축시험을 진행할 수 있는 알루미늄의 마이크로필라를 제공할 수 있다.

[0023] 또한, 본 발명의 알루미늄 마이크로필라를 통해 비파괴 시험 방법으로 인해 다양한 방위(orientation)의 물성 빅데이터의 확보가 용이하다.

도면의 간단한 설명

- [0025] 도 1은 본 발명의 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편 제조방법을 나타낸 순서도이다.
- 도 2는 본 발명의 일실시예에 따라, (a)는 제조된 알루미늄 합금의 결정립 내부에 존재하는 n/n' 상의 TEM 이미지이고, (b)는 색깔별로 방위(orientation)를 확인할 수 있는 벌크재의 표면 EBSD 이미지이다.
- 도 3은 본 발명의 일실시예에 따라, 제6-1단계(S61)에서 생성된 1차 마이크로필라를 나타낸 SEM 이미지이다.
- 도 4는 본 발명의 일실시예에 따라, 제6-2단계(S62)에서 생성된 2차 마이크로필라를 나타낸 SEM 이미지이다.
- 도 5는 본 발명의 일실시예에 따라, 제6-3단계(S63)에서 생성된 3차 마이크로필라를 나타낸 SEM 이미지이다.
- 도 6은 본 발명의 일실시예에 따라, 제6-4단계(S64)에서 생성된 4차 마이크로필라를 나타낸 SEM 이미지이다.
- 도 7은 본 발명의 일실시예에 따라 제조된 마이크로필라 형태의 알루미늄 합금 시편의 SEM 이미지이다.
- 도 8은 본 발명의 실시예에 따라 제조된 마이크로필라 형태의 알루미늄 합금 시편의 나노인텐테이션 테스트 조건을 나타낸 그림이다.
- 도 9는 비교예에 따라 제조된 마이크로필라 형태의 알루미늄 합금 시편의 SEM 이미지이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0026] 본 명세서에서 사용되는 용어에 대해 간략히 설명하고, 본 발명에 대해 구체적으로 설명하기로 한다.
- [0027] 본 발명에서 사용되는 용어는 본 발명에서의 기능을 고려하면서 가능한 현재 널리 사용되는 일반적인 용어들을 선택하였으나, 이는 당 분야에 종사하는 기술자의 의도 또는 판례, 새로운 기술의 출현 등에 따라 달라질 수 있다. 따라서 본 발명에서 사용되는 용어는 단순한 용어의 명칭이 아닌, 그 용어가 가지는 의미와 본 발명의 전반에 걸친 내용을 토대로 정의되어야 한다.
- [0028] 명세서 전체에서 어떤 부분이 어떤 구성요소를 “포함” 한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성요소를 더 포함할 수 있음을 의미한다.
- [0029] 아래에서는 첨부한 도면을 참고하여 본 발명의 실시예에 대하여 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 상세히 설명한다. 그러나 본 발명은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며 여기에서 설명하는 실시예에 한정되지 않는다.
- [0030] 본 발명에 대한 해결하고자 하는 과제, 과제의 해결 수단, 발명의 효과를 포함한 구체적인 사항들은 다음에 기재할 실시예 및 도면들에 포함되어 있다. 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 첨부되는 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해질 것이다.
- [0031] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명을 보다 상세히 설명하기로 한다.
- [0033] 도 1에 나타난 바와 같이, 본 발명인 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편 제조방법은 아래 단계에 의해 수행된다.
- [0034] 먼저, 제1단계(S10)는 Al-Zn-Mg-Cu 합금을 제조한다. 상기 제1단계(S10)는 Al-Zn-Mg-Cu 합금을 용융하여 Al-Zn-Mg-Cu 합금의 잉곳(ingot)을 제조한다.
- [0035] 상기 제1단계(S10)는 상기 Al-Zn-Mg-Cu 합금을 전자 교반을 통해 잉곳(ingot)을 제조하며, 680 내지 710 °C에서 50 내지 70 초 동안 전자기적으로 교반하고 잉곳을 제조하는 것을 특징으로 한다.
- [0036] 상기 잉곳 제조 시 교반이 680 °C 미만에서 수행되는 경우 교반 온도가 너무 낮아 편석이 발생할 우려가 있고, 710 °C를 초과하는 경우 산화 및 버닝이 발생할 우려가 있으므로 상기 조건으로 실시하는 것이 바람직하다.
- [0037] 또한, 상기 잉곳 제조 시 교반이 50 초 미만으로 수행되는 경우 교반 시간이 짧아 상기 충분한 교반이 이루어지지 않고 편석이 발생할 우려가 있고, 70초를 초과하는 경우 산화 및 버닝이 발생할 우려가 있으므로 상기 조건

으로 실시하는 것이 바람직하다.

- [0038] 상기 제1단계(S10)의 Al-Zn-Mg-Cu 합금은 Al 87.5 %(w/w), Zn 8.0 %(w/w), Mg 2.0 %(w/w) 및 Cu 2.5 %(w/w)인 것을 특징으로 한다.
- [0040] 다음으로, 제2단계(S20)은 상기 잉곳(ingot)을 어닐링(annealing)한다. 상기 제2단계(S20)은 상기 잉곳(ingot)을 440 내지 460 ℃에서 23 내지 25 시간 동안 어닐링(annealing)한다.
- [0041] 상기 어닐링(annealing)시, 440 ℃ 미만에서 수행되는 경우 어닐링(annealing)온도가 너무 낮아 상기 석출상이 기지내부로 용해되지 못한다는 문제점이 있고, 460 ℃를 초과하는 경우 산화 및 버닝이 나타날 수 있다는 문제점이 발생하므로 상기 조건으로 실시하는 것이 바람직하다.
- [0042] 또한, 상기 어닐링(annealing)시, 23 시간 미만 동안 수행되는 경우 석출상이 기지내부로 용해되기에 충분한 시간이 없다는 문제점이 있고, 25 시간을 초과하는 경우 불필요한 어닐링(annealing) 시간으로 인해 시간 대비 효과가 미미하므로 상기 조건으로 실시하는 것이 바람직하다.
- [0044] 다음으로, 제3단계(S30)은 상기 어닐링(annealing) 후, 수중에서 급랭한다. 상기 제3단계(S30)은 500 ℃/min의 냉각속도로 수중에서 급랭한다. 상기 냉각속도는 500 ℃/min 미만으로 수행하는 경우 석출상이 조대화 되어 기계적 특성을 저하시킬수 있는 문제점이 있어 냉각속도를 빠르게 진행하는 것이 바람직하다.
- [0046] 다음으로, 제4단계(S40)은 상기 수중에서 급랭 후, 자연시효 처리를 한다. 상기 제4단계(S40)은 상온(23 내지 27 ℃)에서 100 내지 250 시간 동안 자연시효 처리 한다. 제4단계(S40)은 나노클러스터를 만들어내기 위하여 자연시효 처리 한다.
- [0047] 또한, 상기 자연시효 처리 시, 100 시간 미만 동안 수행되는 경우 나노클러스터 (또는 석출상)의 형성이 잘 안 될 수도 있다는 문제점이 있고, 250 시간을 초과하는 경우 석출상 관찰에서 오랜 시간동안 시효 처리할 필요가 없어 비효율적이므로 상기 조건에서 실시하는 것이 바람직하다.
- [0049] 다음으로, 제5단계(S50)은 상기 생성된 석출상에서 EBSD를 통해 마이크로필라를 만들고자 하는 결정립내에서 마이크로필라 제조 영역을 확정한다.
- [0050] 보다 구체적으로, 상기 제5단계(S50)는 SEM 및 TEM 분석을 통하여 상기 단계에서 형성된 나노클러스터 및 석출상을 확인한 후, 생성하고자 하는 마이크로필라의 위치를 확정하기 위해 EBSD를 통해 결정립내에서 마이크로필라 제조 영역을 확정한다.
- [0051] 도 2(a)는 상기 나노클러스터 및 석출상을 나타낸 TEM 이미지로, n/n' 상의 TEM 이미지를 확인할 수 있다. 도 2(b)는 상기 나노클러스터의 해당 EBSD 이미지를 통하여 결정립마다 방위(orientation)를 확인 할 수 있다. 우측 하단에 있는 삼각형(inverse pole figure)을 통하여 색깔별 방위를 알 수 있고, 초록색인 (101) 면에서 위치를 제조 영역으로 확정하여, 중심에 기둥모양으로 나타난 바와 같이, 마이크로필라를 제조 할 수 있다. 보다 구체적으로, EBSD 장비를 이용하여 금속 표면을 스캔을 하게 되면 각 결정립에서 갖는 방위에 따라 회절 되는 전자빔의 패턴이 다르게 나온다. 그 패턴(kikuchi pattern)을 분석하여 결정영역을 확정하게 된다.
- [0053] 다음으로, 제6단계(S60)은 마이크로필라를 제조한다. 상기 제6단계(S60)에서 마이크로필라의 생성 확인을 위해 SEM 이미지를 지속적으로 확인한다. 상기 제6단계(S60)은, 도 1에 나타난 바와 같이, 아래 단계에 의해 순차적으로 진행된다. 상기 마이크로필라 제작 시, 낮은 전류 및 전압 값으로 밀링하면 필라 크기가 크게 감소하고 깊이가 늘어나게 되며, 마지막 단계에서 필라가 가늘어지면 전체 모양에 손상될 수 있으므로 각 단계에 따른 FIB 조건(current, voltage)이 중요하다.
- [0054] 먼저, 제6-1단계(S61)은 1차 마이크로필라를 형성한다. 상기 제6-1단계(S61)은, 도 3에 나타난 바와 같이, 내부반경(R2) 3.8 내지 4.2 μm , 외부반경(R1) 17.3 내지 17.8 μm 및 높이(H) 9.8 내지 10.2 μm 로 1차 마이크로필라를 형성한다. 상기 제6-1단계(S61)에서 1차 마이크로필라를 형성 시, 상기 FIB(Focused ion beam)는 28 내지

32 keV의 전압 및 8 내지 12 nA의 전류로 수행하는 것을 특징으로 한다. 상기 제6-1단계(S61)은 마이크로필라 압축시험시, 마이크로필라보다 주변 영역이 올라와 있으면 시험이 불가능 하므로 넓은 면적의 도넛 모양(도 3에서 R1의 원에서 R2 원을 제외한 부분)을 밀링(milling)해 줌과 동시에 마이크로필라의 초기 형상을 잡는 과정이다. 외부반경(R1)을 17.3 내지 17.8 μm (지름 35 μm)로 설정한 것은, 도 8에 나타난 바와 같이, 나노인텐테이션 시험을 실시하는 플랫 펀치(flat punch)팁의 크기가 20 μm 정도이기 때문에 플랫 펀치(flat punch)가 마이크로필라와만 맞닿게끔 주변 영역을 제거해주는 과정이다. 따라서 제6-2단계(S62)에서 2차 마이크로필라의 높이 조절을 용이하게 하기 위해, 외부반경(R1) 17.3 내지 17.8 μm 로 설정한다.

[0055] 다음으로, 제6-2단계(S62)는 2차 마이크로필라를 형성한다. 상기 제6-2단계(S62)는, 도 4에 나타난 바와 같이, 내부반경(R2) 2.8 내지 3.2 μm , 외부반경(R1) 9.8 내지 10.2 μm 및 높이(H) 4.8 내지 5.2 μm 로 2차 마이크로필라를 형성한다. 상기 제6-2단계(S62)에서 2차 마이크로필라를 형성 시, 상기 FIB(Focused ion beam)는 28 내지 32 keV의 전압 및 0.8 내지 1.2 nA의 전류로 수행하는 것을 특징으로 한다. 상기 제6-2단계(S62)는, 도 4에 나타난 바와 같이, 해당 단계는 도넛 모양의 반경을 줄여가면서 마이크로필라의 모양을 다듬는 과정이다. 즉, 빔의 밀링 높이를 줄여가면서 마이크로필라의 모양을 만들어 가는 과정이다. 빔이 가해지는 영역의 반경을 줄여가면서 상기 마이크로필라의 대략적인 지름을 결정하게 된다. 따라서 내부반경(R2) 2.8 내지 3.2 μm 및 외부반경(R1) 9.8 내지 10.2 μm 으로 설정한다.

[0056] 다음으로, 제6-3단계(S63)는 3차 마이크로필라를 형성한다. 상기 제6-3단계(S63)는, 도 5에 나타난 바와 같이, 마이크로필라의 내부반경(R2) 1.8 내지 2.2 μm 및 높이(H) 4.8 내지 5.2 μm 로 3차 마이크로필라를 형성한다. 상기 제6-3단계(S63)에서 3차 마이크로필라를 형성시, 상기 FIB(Focused ion beam)는 28 내지 32 keV의 전압 및 498 내지 502 pA의 전류로 수행하는 것을 특징으로 한다. 상기 제6-3단계(S63)는 마이크로필라의 모양을 다듬는 과정으로, 빔의 밀링 높이를 줄여가면서 마이크로필라의 모양을 만들어 가는 과정이다. 여기서, 제조된 마이크로필라는 종횡비(aspect ratio)가 2 내지 4인 것이 바람직한데, 상기 제6-2단계(S62)단계에서 설정한 2~3 μm 의 지름으로 높이를 계산하여 최적의 조건을 갖는 마이크로필라를 제조할 수 있다.

[0057] 보다 구체적으로, 상기 마이크로필라의 종횡비는 높이/지름을 의미하는 비율로, 상기 종횡비가 4를 초과하여 제조하는 경우 상기 마이크로필라의 얇기가 너무 얇아져서 시험평가(압축시험 및 피로시험)를 할 시 힘을 견디지 못해 파괴가 발생하여 변형 거동(barreling, buckling 등)을 관찰하지 못하게 된다. 따라서 상기 조건으로 제조하는 것이 단결정에서의 변형 거동을 관찰하기에 적합하다. 본 발명에서 상기 지름은 상단지름(D1)을 사용한다.

[0058] 다음으로, 제6-4단계(S64)는 4차 마이크로필라를 형성한다. 상기 제6-4단계(S64)는, 도 6에 나타난 바와 같이, 내부반경(R2) 1.5 내지 1.7 μm 및 높이(H) 4.8 내지 5.2 μm 로 4차 마이크로필라를 형성한다. 상기 제6-4단계(S64)에서 4차 마이크로필라를 형성 시, 상기 FIB(Focused ion beam)는 28 내지 32 keV의 전압 및 248 내지 252 pA의 전류로 수행하는 것을 특징으로 한다. 상기 제6-4단계(S64)는 완성된 마이크로필라의 모양을 다듬는 과정이다. 상기 마이크로필라는 테이퍼(Tapered) 모양이 없어지도록 형상을 다듬어 준다.

[0059] 여기서, 외부반경(R1)은 상기 FIB 빔을 조사하는 도넛 모양의 영역이고, 내부반경(R2)은 상기 마이크로필라의 상단부 중심에서 외주면의 반지름을 나타내는 영역이다. 도 3 내지 도 6에 나타난 바와 같이 상기 제6단계(S60)을 수행하면서 상기 외부반경(R1)과 내부반경(R2)는 점점 작아짐을 알 수 있다.

[0060] 또한, 도 7은 상기 제6-4단계(S64) 까지 수행 후 제조된 마이크로필라를 나타낸 도면으로, 상기 마이크로필라의 상단부 지름인 상단지름(D1), 상기 마이크로필라의 중간 높이의 중간부 지름인 중간지름(D2) 및 상기 마이크로필라 전체 높이를 나타내는 높이(H)를 확인할 수 있다.

[0062] 본 발명인 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편은 앞서 기재된 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편 제조방법에 의해 제조되는 것을 특징으로 한다.

[0063] 상기 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편은 Al-Zn-Mg-Cu 합금을 용융하여 제조된 Al-Zn-Mg-Cu 합금의 단결정에 FIB(Focused ion beam)를 조사하여 생성된 마이크로필라를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0064] 상기 마이크로필라는 FIB(Focused ion beam)를 조사를 통해 제조하되, 먼저, 28 내지 32 keV의 전압 및 8 내지 12 nA의 전류로 내부반경(R2) 3.8 내지 4.2 μm , 외부반경(R1) 17.3 내지 17.8 μm 및 높이(H) 9.8 내지 10.2 μm 로 1차 마이크로필라를 형성한다. 다음으로, 28 내지 32 keV의 전압 및 0.8 내지 1.2 nA의 전류로 내부반경(R2) 2.8 내지 3.2 μm , 외부반경(R1) 9.8 내지 10.2 μm 및 높이(H) 4.8 내지 5.2 μm 로 2차 마이크로필라를 형

성한다. 다음으로, 28 내지 32 keV의 전압 및 498 내지 502 pA의 전류로 내부반경(R2) 1.8 내지 2.2 μm 및 높이(H) 4.8 내지 5.2 μm 로 3차 마이크로필라를 형성한다. 다음으로, 28 내지 32 keV의 전압 및 248 내지 252 pA의 전류로 내부반경(R2) 1.5 내지 1.7 μm 및 높이(H) 4.8 내지 5.2 μm 로 4차 마이크로필라를 형성한다. 상기 형성된 4차 마이크로필라는 도 7에 나타난 바와 같이 SEM 이미지를 통해 확인되었다.

[0065] 상기 형성된 4차 마이크로필라는 최대강도가 400 MPa인 것을 특징으로 한다.

[0066] 또한, 상기 형성된 마이크로필라는 소성변형률(ϵ_p)이 2.8%인 것을 특징으로 한다.

[0068] 아래는 상기 기재된 방법에 의해 제조된 마이크로필라 형태의 미세영역 물성 평가용 알루미늄 합금 시편을 이용하여 압축시험 및 압축피로시험을 실시한 실시예 및 실험예이다. 이하, 본 발명의 이해를 돕기 위하여 실시예를 들어 상세하게 설명하기로 한다. 다만 하기의 실시예는 본 발명의 내용을 예시하는 것일 뿐 본 발명의 범위가 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다. 본 발명의 실시예는 당업계에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 발명을 보다 완전하게 설명하기 위해 제공되는 것이다.

[0070] 실시예

[0071] (1) Al-Zn-Mg-Cu 합금 제조 및 나노클러스터 (또는 석출상) 형성

[0072] 용융된 상태의 Al-Zn-Mg-Cu 합금을 700 $^{\circ}\text{C}$ 에서 1분 동안 전자 교반을 진행하여 ingot을 제조하였다. 제조된 잉곳(ingot)을 450 $^{\circ}\text{C}$ 에서 24시간 동안 실시하고, 소둔 이후 수냉 실시하였다. 소둔 이후 500 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 의 냉각속도로 수중에서 급랭한다. 이후 상온에서 100시간 내지 250시간 동안 자연시효를 진행하였다. Al-Zn-Mg-Cu 합금의 조성은 표 1과 같다.

표 1

	Al	Zn	Mg	Cu
Chemical composition (wt.%)	bal.	8.0	2.0	2.5

[0076] (2) 알루미늄 합금에서의 마이크로필라 제조

[0077] 앞서 제조된 알루미늄 합금 표면의 EBSD 분석을 실시한 후, EBSD 결과를 바탕으로 각 결정립의 방위(orientation)를 확인하고 FIB를 이용하여 마이크로필라를 생성하였다. 마이크로필라는 표 2에 나타난 바와 같은 단계에 의해 순차적으로 생성하였다.

표 2

	Step 1	Step 2	Step 3	Step 4
current, voltage	30keV, 10nA	30keV, 1nA	30keV, 500pA	30keV, 250pA
Inner Radius (μm)	4	3	2	1.5~1.7
Outer Radius (μm)	17.5	10	Set accordingly	Set accordingly
Depth, Height (μm)	10	5	5	5

비교예

도 9 (a)의 경우 빔이 조사되는 depth가 작아서 마이크로필라의 높이가 낮아 종횡비가 2미만이다. 해당 마이크로필라의 제조조건은 표 3에 기재하였다.

표 3

	Step 1	Step 2	Step 3	Step 4
current, voltage	30keV, 10nA	30keV, 1nA	30keV, 500pA	30keV, 250pA
Inner Radius (μm)	4	3	2	1.5~1.7
Outer Radius (μm)	17.5	10	Set accordingly	Set accordingly
Depth, Height (μm)	5	4	4	2

도 9(b)의 경우 빔이 조사되는 depth가 너무 깊고, current가 너무 높아서 마이크로 필라의 높이가 낮아 종횡비가 4를 초과하는 경우이다. 해당 마이크로 필라의 제조조건은 표 3에 기재하였다.

표 4

	Step 1	Step 2	Step 3	Step 4
current, voltage	30keV, 10nA	30keV, 1nA	30keV, 1nA	30keV, 500nA
Inner Radius (μm)	4	3	2	1.5~1.7
Outer Radius (μm)	17.5	10	Set accordingly	Set accordingly
Depth, Height (μm)	10	10	5	5

실험예

(1) SEM 분석

SEM 분석은 아래 조건으로 수행하였다.

- Voltage : 10 keV
- probe current : 13 pA
- Tilt : 54.5
- Working Distance : 6 mm

도 7에 나타난 바와 같이, 본 발명의 제조방법 의해 제조된 실시예를 SEM으로 분석 결과, 외부반경(R1) 17.5 μm , 내부반경(R2) 1.27 μm 및 높이(H) 5.92 μm 로 확인되어 미세영역 물성 평가를 위한 마이크로필라가 잘 형성됨을 확인할 수 있다.

한편, 도 9에 나타난 바와 같이, 비교예를 SEM으로 분석한 결과, 마이크로필라가 적절하게 형성되지 못함을 알 수 있다. 도 9(a)의 경우 빔을 조사하는 높이가 낮고 반경이 작아 종횡비가 2미만인 경우이다. 도 9(b)의 경우

빔의 전류와 전압이 적절하지 않아 제조된 마이크로필라의 표면이 매끄럽지 못한 모양이다.

- [0101] (2) Nanoindentation test
- [0102] 마이크로필라 압축시험은 나노인덴테이션을 활용하여 아래 조건으로 수행하였다.
- [0103] · Acquisition rate : 100.0 Hz
- [0104] · Max. loading : 100.00 mN
- [0105] · Loading rate : 3.00 mN/min
- [0106] · Unloading rate : 3.00 mN/min
- [0107] · Pause : 1.0 s
- [0108] 나노인덴테이션 장비를 활용하여 마이크로필라 압축시험을 하는 모습을 도 8에 모식도로 나타내었다. 나노인덴테이션의 flat punch를 활용하여 마이크로필라 시험을 실시하였다.
- [0109] Nanoindentation test 결과, 상기 마이크로필라는 최대강도가 400 MPa인 것으로 확인되었다. 또한, 상기 형성된 마이크로필라는 소성변형률(ϵ_p)이 2.8%인 것으로 확인되었다.
- [0111] 상기 과제 해결 수단에 의해, 본 발명은 다결정 내 특정 방위의 단결정에서 피로시험을 하는 마이크로 단위의 시험평가 방법에 적합한 알루미늄의 마이크로필라를 제공할 수 있다.
- [0112] 또한, 본 발명은 알루미늄의 마이크로필라를 제조방법을 제공하고, 이를 이용하여 나노인덴테이션으로 시험평가하여 알루미늄의 마이크로필라의 강도를 확인할 수 있다.
- [0113] 또한, 본 발명은 벌크 소재에서 마이크로필라를 채취하여 나노 인덴터의 팁(tip)만 교체하여도 간단하게 압축시험을 진행할 수 있는 알루미늄의 마이크로필라를 제공할 수 있다.
- [0114] 또한, 본 발명의 알루미늄 마이크로필라를 통해 비파괴 시험 방법으로 인해 다양한 방위(orientation)의 물성 빅데이터의 확보가 용이하다.
- [0116] 이와 같이, 상술한 본 발명의 기술적 구성은 본 발명이 속하는 기술분야의 당업자가 본 발명의 그 기술적 사상이나 필수적 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 실시될 수 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다.
- [0117] 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적인 것이 아닌 것으로서 이해되어야 하고, 본 발명의 범위는 상기 상세한 설명보다는 후술하는 특허청구범위에 의하여 나타나며, 특허청구범위의 의미 및 범위 그리고 그 등가 개념으로부터 도출되는 모든 변경 또는 변형된 형태가 본 발명의 범위에 포함되는 것으로 해석되어야 한다.

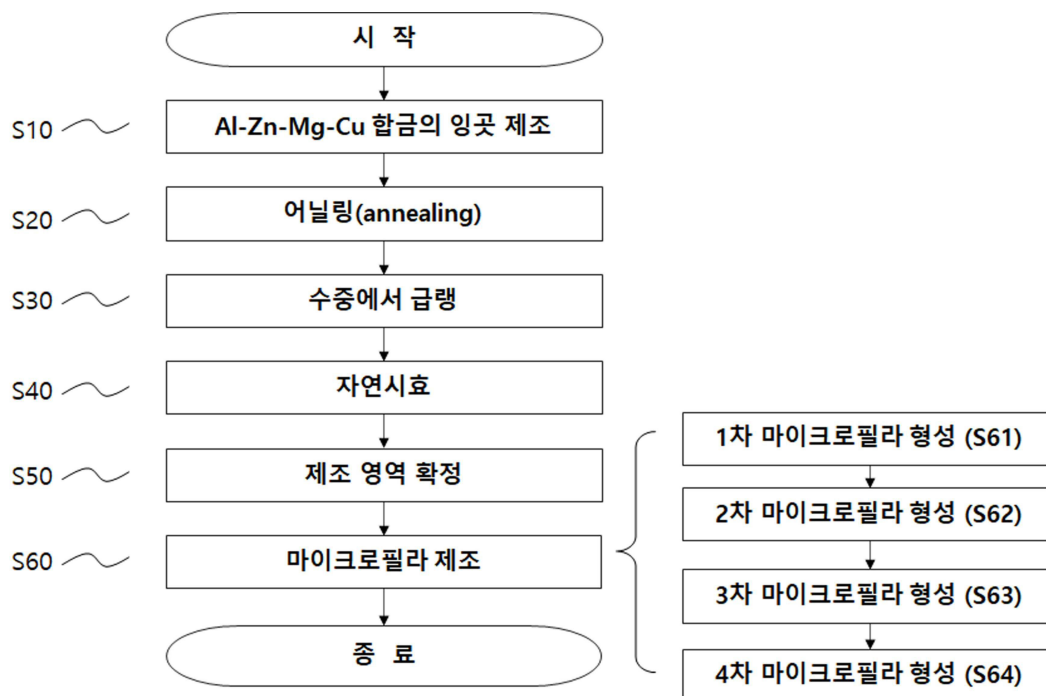
부호의 설명

- [0119] S10. Al-Zn-Mg-Cu 합금을 제조하는 제1단계
- S20. 상기 Al-Zn-Mg-Cu 합금의 잉곳(ingot)을 제조하는 제2단계
- S30. 상기 잉곳(ingot)을 어닐링(annealing) 하는 제2단계
- S40. 상기 어닐링(annealing) 후, 수중에서 급랭하는 제3단계
- S50. 상기 수중에서 급랭 후, 자연시효하는 제4단계
- S60. 상기 자연시효 후, 제조 영역을 확정하는 제5단계
- S60. 마이크로필라를 제조하는 제6단계

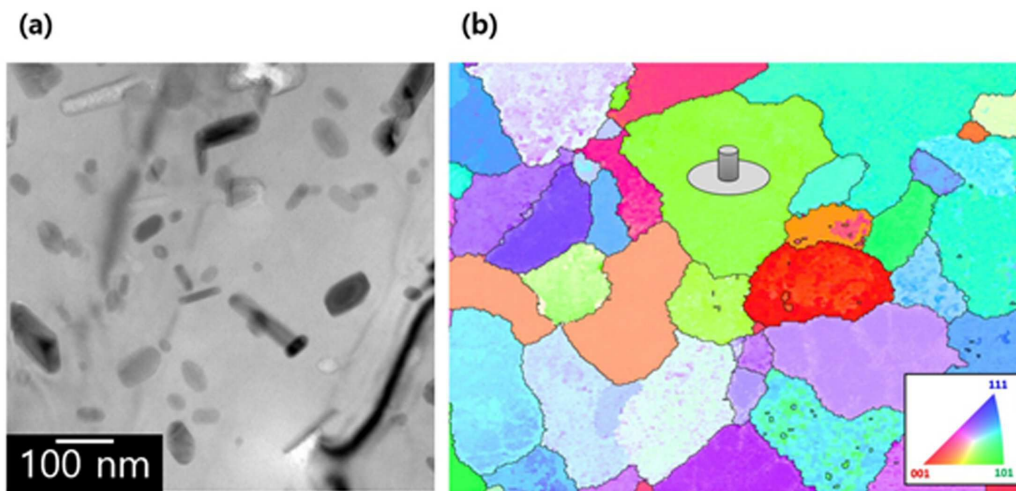
- S61. 1차 마이크로필라를 형성하는 제6-1단계
 S62. 2차 마이크로필라를 형성하는 제6-2단계
 S63. 3차 마이크로필라를 형성하는 제6-3단계
 S64. 4차 마이크로필라를 형성하는 제6-4단계
 R1. 외부반경
 R2. 내부반경
 D1. 상단지름
 D2. 중간지름
 H. 높이

도면

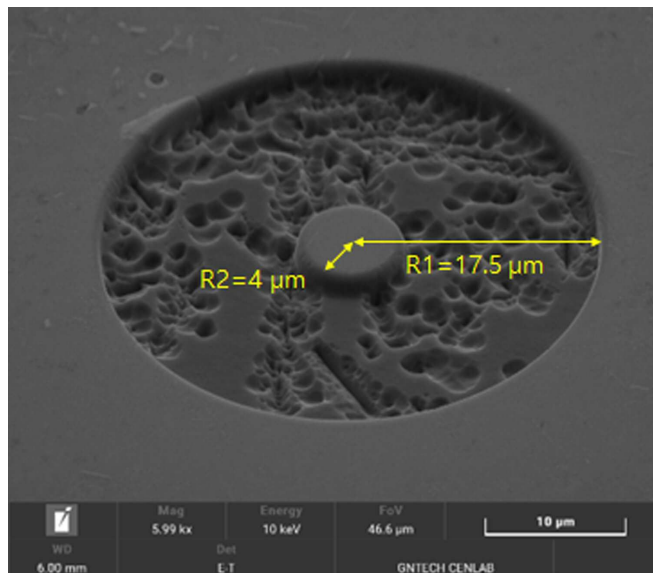
도면1



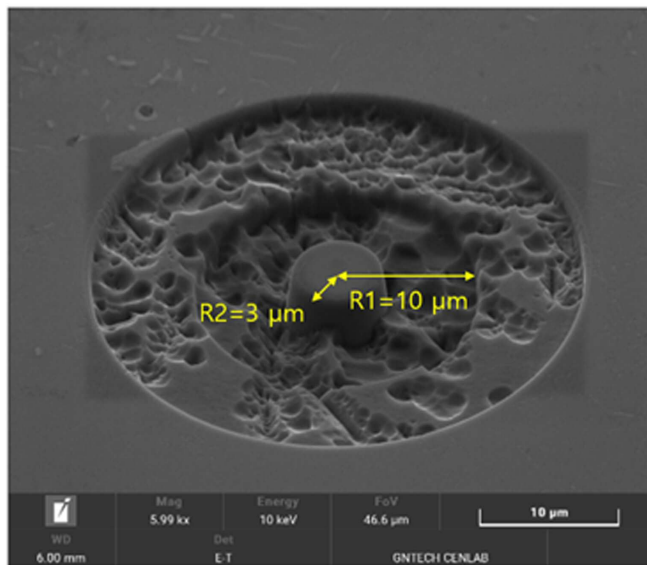
도면2



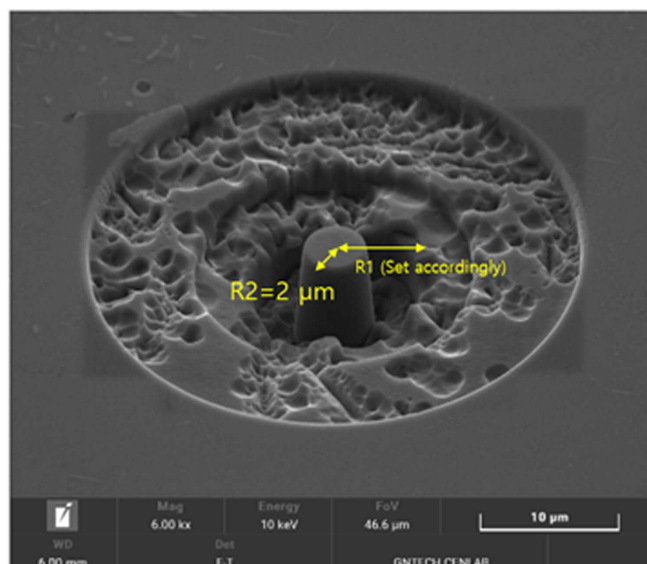
도면3



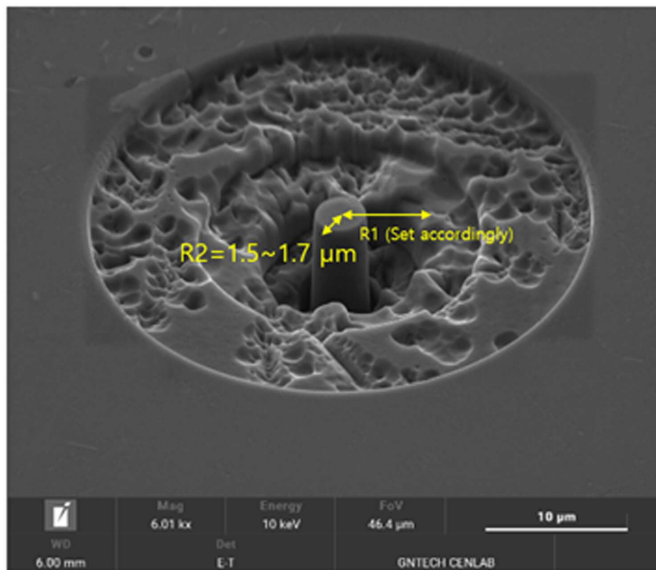
도면4



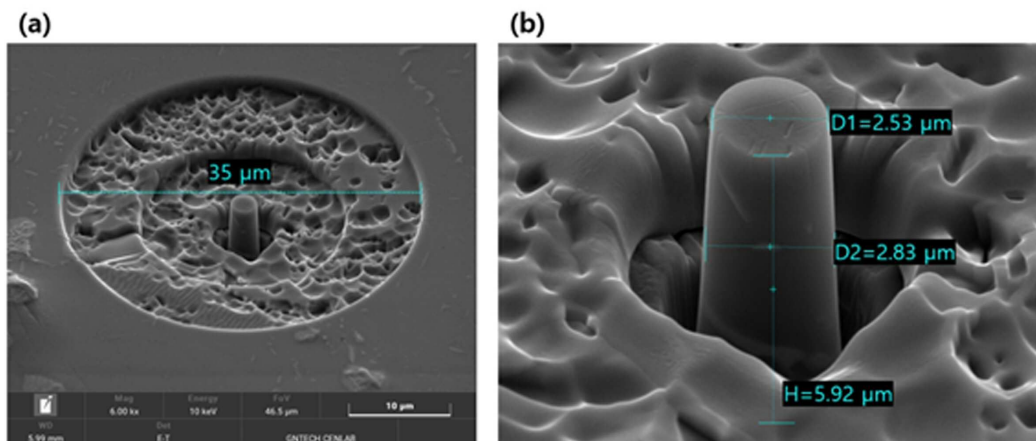
도면5



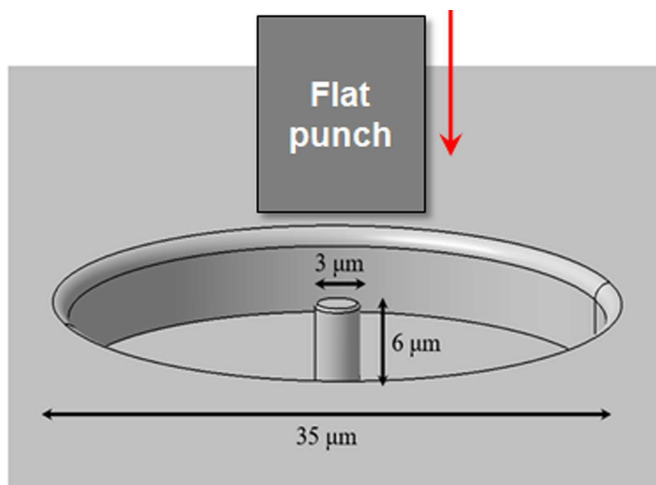
도면6



도면7

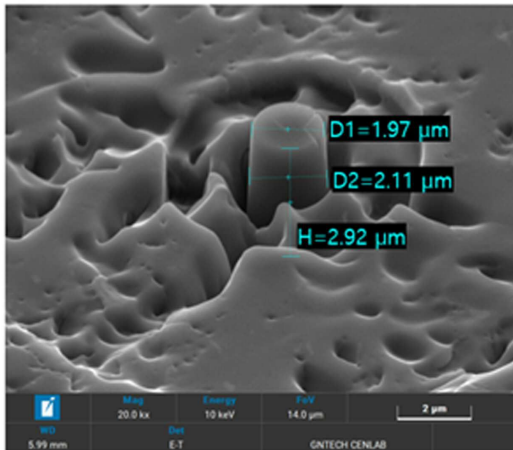


도면8



도면9

(a)



(b)

