(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2019-0020560
(43) 공개일자 2019년03월04일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C22F 3/02 (2006.01) *C22C 23/00* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C22F 3/02 (2013.01)
C22C 23/00 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2017-0105674
(22) 출원일자 2017년08월21일
심사청구일자 2017년08월21일

(71) 출원인
서울대학교산학협력단
서울특별시 관악구 관악로 1 (신림동)
울산대학교 산학협력단
울산광역시 남구 대학로 93(무거동)
(72) 발명자
한흥남
서울특별시 강남구 선릉로 221, 405동 1701호
홍성태
서울특별시 강남구 언주로130길 30, 102동 204호
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
이인행, 김한, 김남식

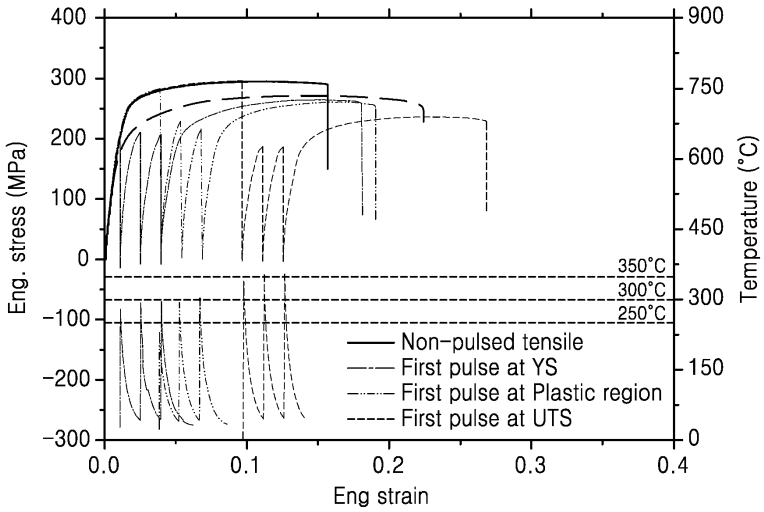
전체 청구항 수 : 총 12 항

(54) 발명의 명칭 **마그네슘 합금의 성형성 증가방법**

(57) 요 약

본 발명은 마그네슘 합금의 성형성 증가 방법에 관한 것으로서, 마그네슘 합금에 응력(stress)을 인가하는 단계 및 상기 응력을 인가하는 중에 상기 마그네슘 합금에 적어도 1회의 펄스 전류(pulsed electric current)를 인가하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.

대 표 도 - 도9



(72) 발명자

정혜진

경상북도 경주시 건천읍 작원3길 47, A동 302호

박주원

서울특별시 관악구 신림로7가길 13-56, 305호

진성우

경기도 용인시 기흥구 중부대로788번길 15, 206동 1304호

르우 비엣 띠엔

울산광역시 남구 대학로93, 울산대학교 기계공학과

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	2015R1A5A1037627
부처명	미래창조과학부
연구관리전문기관	한국연구재단
연구사업명	선도연구센터지원사업
연구과제명	전략 구조소재 신공정 설계 연구센터
기 여 율	1/1
주관기관	서울대학교 산학협력단
연구기간	2015.08.01 ~ 2020.02.29

명 세 서

청구범위

청구항 1

(a) 마그네슘 합금에 응력(stress)을 인가하는 단계; 및

(b) 상기 응력을 인가하는 중에 상기 마그네슘 합금에 적어도 1회의 펄스 전류(pulsed electric current)를 인가하는 단계를 포함하는, 마그네슘 합금의 성형성 증가방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 마그네슘 합금은 AZ31-압연재, AZ31-소둔재 또는 AZ91인, 마그네슘 합금의 성형성 증가방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 (a) 단계에서, 상기 응력의 방향은 상기 마그네슘 합금의 압연이 형성된 방향과 평행인, 마그네슘 합금의 성형성 증가방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 (b) 단계에서, 상기 펄스 전류의 최초 펄스 전류를 상기 마그네슘 합금의 항복강도(Yield strength) 지점, 소성 구간(Plastic region) 또는 최대인장강도(Ultimate tensile strength) 지점에서 인가하는, 마그네슘 합금의 성형성 증가방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 (b) 단계에서, 상기 펄스 전류를 3회 인가하는, 마그네슘 합금의 성형성 증가방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 (b) 단계에서, 상기 펄스 전류는 일정한 전류밀도(ρ_i)로 인가되는, 마그네슘 합금의 성형성 증가방법.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 (b) 단계에서, 상기 펄스 전류의 전류밀도는 적어도 100A/㎟이상 인, 마그네슘 합금의 성형성 증가방법.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 (b) 단계에서, 상기 펄스 전류의 전류 인가 주기(t_p)는 18초 내지 22초이고, 전류 인가 시간(t_d)는 0.4초 내지 0.6초인, 마그네슘 합금의 성형성 증가방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 펄스 전류를 인가하면 상기 마그네슘 합금에서 재결정 속도가 증가하는, 마그네슘 합금의 성형성 증가방법.

청구항 10

제1항에 있어서,

상기 마그네슘 합금은 연신율이 0.18 내지 0.41인, 마그네슘 합금의 성형성 증가방법.

청구항 11

제5항에 있어서,

상기 (b) 단계에서, 상기 펄스 전류를 상기 최대인장강도 지점에서 인가할 때, 적어도 80%의 연신율이 향상되는, 마그네슘 합금의 성형성 증가방법.

청구항 12

제1항에 있어서,

상기 마그네슘 합금은, 소둔(annealing)처리 하지 않은, 마그네슘 합금의 성형성 증가방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 마그네슘 합금의 성형성 증가방법에 관한 것이다. 보다 상세하게는, 마그네슘 합금의 인장 성형 중에 펄스 전류를 인가하여 성형성을 증가시키는 마그네슘 합금의 성형성 증가방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 마그네슘은 비중이 1.74로서 가볍지만, 단위 중량당 강도는 매우 크기 때문에 자동차나 항공기의 경량 구조 부품으로 사용되고 있다. 뿐만 아니라 진동 흡수성, 전자파 차폐성 등과 같은 특성이 우수하여 스포츠용품, 전자기기, 통신기기 분야에서 수요가 증가하고 있고, 최근에는 임플란트용 생체재료도 개발되고 있다. 그러나 마그네슘은 연성이 낮아 상온 가공이 곤란하고, 가공 시에 집합조직이 형성되어 성형성이 불량하기 때문에 용도가 제한되고 있다. 따라서 마그네슘 합금의 성형성 개선을 위해 고성형성 신합금 설계, 결정립 미세화를 통한 성형성의 개선, 가공열처리를 통한 집합조직의 완화, 초소성 성형기술, 집합조직제어압연 기술 등을 적극적으로 개발하고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0003] 이러한 상황에서, 기존의 마그네슘 합금의 성형성 증가를 위한 방법으로 온간 성형, incremental forming 또는 laser beam forming기술이 사용되고 있는데, 고온 성형 및 유도 가열 공정은 고비용, 재료의 열구배, 다이 접착 및 표면 산화 문제가 발생한다. 특히, laser beam forming은 제조 공정에서 과도한 시간과 비용을 필요로 하는 한계를 가지고 있다.

[0004] 본 발명은 상기와 같은 문제점을 포함하여 여러 문제점들을 해결하기 위한 것으로서, 마그네슘 합금의 인장 성형 중에 펄스 전류를 인가하여 성형성을 증가시키는 마그네슘 합금의 성형성 증가방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

[0005] 그러나 이러한 과제는 예시적인 것으로, 이에 의해 본 발명의 범위가 한정되는 것은 아니다.

과제의 해결 수단

[0006] 상기 과제를 해결하기 위한 본 발명의 일 관점에 따르면, (a) 마그네슘 합금에 응력(stress)을 인가하는 단계 및 (b) 상기 응력을 인가하는 중에 상기 마그네슘 합금에 적어도 1회의 펄스 전류(pulsed electric current)를 인가하는 단계를 포함하는, 마그네슘 합금의 성형성 증가방법이 제공된다.

[0007] 또한, 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 마그네슘 합금은 AZ31-압연재, AZ31-소둔재 또는 AZ91일 수 있다.

[0008] 또한, 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 (a) 단계에서, 상기 응력의 방향은 상기 마그네슘 합금의 압연이 형성된 방향과 평행일 수 있다.

[0009] 또한, 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 (b) 단계에서, 상기 펄스 전류의 최초 펄스 전류를 상기 마그네슘 합금의 항복강도(Yield strength) 지점, 소성 구간(Plastic region) 또는 최대인장강도(Ultimate tensile strength) 지점에서 인가할 수 있다.

[0010] 또한, 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 (b) 단계에서, 상기 펄스 전류를 3회 인가할 수 있다.

[0011] 또한, 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 (b) 단계에서, 상기 펄스 전류는 일정한 전류밀도(ρ_i)로 인가될 수 있다.

[0012] 또한, 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 (b) 단계에서, 상기 펄스 전류의 전류밀도는 적어도 100A/mm^2이상일 수 있다.

[0013] 또한, 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 (b) 단계에서, 상기 펄스 전류의 전류 인가 주기(t_p)는 18초 내지 22초이고, 전류 인가 시간(t_d)는 0.4초 내지 0.6초일 수 있다.

[0014] 또한, 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 펄스 전류를 인가하면 상기 마그네슘 합금에서 재결정 속도가 증가할 수 있다.

[0015] 또한, 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 마그네슘 합금은 연신율이 0.18 내지 0.41일 수 있다.

[0016] 또한, 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 (b) 단계에서, 상기 펄스 전류를 상기 최대인장강도 지점에서 인가할 때, 적어도 80%의 연신율이 향상될 수 있다.

[0017] 또한, 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 마그네슘 합금은, 소둔(annealing)처리 하지 않을 수 있다.

발명의 효과

[0018] 상기한 바와 같이 이루어진 본 발명의 일 실시예에 따르면, 마그네슘 합금의 인장 성형 중에 펄스 전류를 인가하여 성형성을 증가시키는 마그네슘 합금의 성형성 증가방법을 제공할 수 있는 효과가 있다.

[0019] 물론 이러한 효과에 의해 본 발명의 범위가 한정되는 것은 아니다.

도면의 간단한 설명

[0020] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 펄스 전류 인가 인장성형용 장치를 나타내는 개략도이다.

도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 펄스 전류의 인가 조건을 나타내는 그래프이다.

도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 펄스 전류 인가 인장성형용 시편을 나타내는 개략도이다.

도 4는 본 발명의 비교예에 따른 인장성형시의 응력-변형률 선도(stress-strain curve)를 나타내는 그래프이다.

도 5는 본 발명의 일 실시예 및 비교예에 따른 펄스 전류를 인가하여 인장성형시의 펄스 전류 인가 인장성형용 시편의 파단 형상을 나타내는 사진이다.

도 6은 본 발명의 일 실시예에 따른 펄스 전류를 인가하여 인장성형시의 응력-변형률 선도(stress-strain curve)를 나타내는 그래프이다.

도 7은 본 발명의 일 실시예에 따른 펄스 전류를 인가하여 인장성형시의 온도 변화를 나타내는 그래프이다.

도 8은 본 발명의 일 실시예에 따른 3회의 펄스 전류를 인가하여 인장성형시의 펄스 전류 인가 인장 성형용 시편의 파단 형상을 나타내는 사진이다.

도 9는 본 발명의 일 실시예에 따른 3회의 펄스 전류를 인가하여 인장성형시의 응력-변형률 선도 및 온도 변화를 나타내는 그래프이다.

도 10은 본 발명의 일 실시예 및 비교예에 따른 초기시편 및 펄스 전류 인가 인장성형 후 시편의 미세조직 및

집합조직을 나타내는 광학 현미경 사진이다.

도 11은 본 발명의 일 실시예에 따른 초기시편 및 펄스 전류 인가 인장성형 후 시편의 미세조직 및 집합조직을 나타내는 EBSD(Electron backscatter diffraction) 분석 사진이다.

도 12는 본 발명의 일 실시예에 따른 초기시편 및 펄스 전류 인가 인장성형 후 시편의 미세조직 및 집합조직을 나타내는 KAM(Kernel average misorientation) 분석 사진이다.

도 13은 본 발명의 일 실시예에 따른 초기시편 및 3회의 펄스 전류 인가 인장성형 후 시편의 미세조직 및 집합조직을 나타내는 EBSD(Electron backscatter diffraction) 분석 사진이다.

도 14는 본 발명의 일 실시예에 따른 초기시편 및 3회의 펄스 전류 인가 인장성형 후 시편의 미세조직 및 집합조직을 나타내는 KAM(Kernel average misorientation) 분석 사진이다.

도 15는 본 발명의 일 실시예에 따른 인장성형시 온도 또는 시간에 따른 시편의 재결정 분율을 나타내는 그래프이다.

도 16은 본 발명의 일 실시예에 따른 인장성형시 펄스전류 인가 조건에서와, 열처리 조건에서 재결정이 50% 일어난 지점에 대한 시간-온도 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0021] 후술하는 본 발명에 대한 상세한 설명은, 본 발명이 실시될 수 있는 특정 실시예를 예시로서 도시하는 첨부 도면을 참조한다. 이들 실시예는 당업자가 본 발명을 실시할 수 있기에 충분하도록 상세히 설명된다. 본 발명의 다양한 실시예는 서로 다르지만 상호 배타적일 필요는 없음이 이해되어야 한다. 예를 들어, 여기에 기재되어 있는 특정 형상, 구조 및 특성은 일 실시예에 관련하여 본 발명의 정신 및 범위를 벗어나지 않으면서 다른 실시예로 구현될 수 있다. 또한, 각각의 개시된 실시예 내의 개별 구성요소의 위치 또는 배치는 본 발명의 정신 및 범위를 벗어나지 않으면서 변경될 수 있음이 이해되어야 한다. 따라서, 후술하는 상세한 설명은 한정적인 의미로서 취하려는 것이 아니며, 본 발명의 범위는, 적절하게 설명된다면, 그 청구항들이 주장하는 것과 균등한 모든 범위와 더불어 첨부된 청구항에 의해서만 한정된다. 도면에서 유사한 참조부호는 여러 측면에 걸쳐서 동일하거나 유사한 기능을 지칭하며, 길이 및 면적, 두께 등과 그 형태는 편의를 위하여 과장되어 표현될 수도 있다.

[0022] 이하에서는, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 본 발명을 용이하게 실시할 수 있도록 하기 위하여, 본 발명의 바람직한 실시예들에 관하여 첨부된 도면을 참조하여 상세히 설명하기로 한다.

[0024] **<펄스 전류 인가 인장성형>**

[0025] 도 1 및 도 2를 참조하여 펄스 전류 인가 인장성형에 대하여 설명한다.

[0026] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 펄스 전류 인가 인장성형용 장치를 나타내는 개략도이다.

[0027] 마그네슘 합금의 인장성형시 펄스 전류 인가의 영향 분석을 위한 장치로써, 펄스 전류를 인가하면서 인장성형이 가능한 실험 장치를 구성한다. 도 1에 도시된 바와 같이, 인장성형을 위한 시편(10)을 로딩(loading)하고, 화살표 방향으로 인장력을 인가할 수 있다.

[0028] 펄스 전류는 저항 용접기를 바탕으로 제작된 직류 전원 발생 장치를 이용하고, 시편(10)에 전류가 주기적으로 인가될 수 있도록 한다. 이때, 시편(10)에 흐르는 전류와 인장기 사이의 절연을 위해 인장기의 시편(10)이 물리는 지그에 베이크라이트(bakelite)를 이용하여 절연 시스템(insulator)(I)을 구축한다. 또한, 전원 장치에서 발생한 직류 전류가 시편(10)으로만 흐를 수 있도록 한다.

[0029] 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 펄스 전류의 인가 조건을 나타내는 그래프이다. 펄스 전류 인가 인장성형시, 펄스 전류는 전류 밀도(ρ, 단위: A/mm^2), 전류 인가 시간(duration, t_d, 단위: 초) 및 전류 인가 주기(period, t_p, 단위: 초)를 일정하게 설정하여 시편에 인가할 수 있다. 도 2의 t_d는 전류 인가 시간을 의미하고, t_p는 전류 인가 주기를 의미한다. 이때, 전류 밀도(ρ_0)는 시편의 초기 단면적을 기준으로 한 값이며, 이는 실험이 진행되는 동안 일정한 값의 전류(A)가 인가되었음을 의미한다. 이와 다르게, 전류 밀도(ρ_i)는 인장성형 진행시, 감소하는 시편의 단면적을 고려하여 전류를 변화시키며 인가하여 전류 밀도를 일정하게 유지할 수

있다.

[0030] 펄스 전류 인가 인장성형에서, 시편의 물성 변화를 측정하기 위한 데이터 측정 시스템에 대하여 설명한다. 시편의 변형률을 측정할 때 일반적으로 사용되는 접촉식 스트레인 게이지는 절연의 문제로 사용이 불가하다. 따라서, 비접촉식으로 시편의 변형률을 측정할 수 있는 이미지 기반의 digital image correlation system(DIC system)을 이용하여 시편의 길이방향 변형률을 측정하였다. 또한, 펄스 전류 인가에 의해 발생하는 저항열의 발생을 분석하기 위해, k-형 열전대(k-type thermocouple)과, 열화상 카메라(IR camera)를 이용하여 시편의 온도를 측정하였다.

[0031] 다음으로, 본 발명의 일 실시예에 따른 마그네슘 합금의 성형성 증가방법에 대하여 설명한다.

[0032] 본 발명에 따른 마그네슘 합금의 성형성 증가 방법은, (a) 마그네슘 합금에 응력을 인가하는 단계, 및 (b) 응력을 인가하는 중에 마그네슘 합금에 적어도 1회의 펄스 전류(pulsed electric current)를 인가하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0033] 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 펄스 전류 인가 인장성형용 시편을 나타내는 개략도이다. 도 3의 a는 시편의 전체 길이를, b는 시편의 표점거리를, c는 시편의 세로 길이를, d는 시편의 단편 길이를 의미한다. RD(rolling direction)는 시편에서의 압연방향을 의미한다.

[0034] (a) 단계에서, 도 3에 도시된 인장성형용 시편(10)을 도 1의 인장성형용 장치에 로딩(loading)하여 인장력을 인가한다. 도 3의 인장성형용 시편(10)은 RD(rolling direction)방향으로 압연이 형성되어 있고, 이와 평행 방향으로 인장력을 인가할 수 있다.

[0035] 한편, 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 (a) 단계에서, 응력의 방향은 마그네슘 합금의 압연이 형성된 방향과 평행일 수 있다.

[0036] (b) 단계에서, (a) 단계의 응력을 인가하는 중에 상기 마그네슘 합금에 적어도 1회의 펄스 전류를 인가할 수 있다. 도 1에 도시된 바와 같이, 인장성형용 장치의 외부 전력 장치를 통해 인장성형용 시편(10)에 펄스 전류를 인가할 수 있다. 도 2에 도시된 바와 같이, 펄스 전류는 일정한 전류 인가 주기(t_p), 전류 인가 시간(t_d)으로 인가한다. 펄스 전류는 일정한 전류 밀도(ρ_i)로 인가되는데, 이는 인장성형용 시편에 인장력이 인가됨에 따라 단면적이 변화할 때, 인가되는 펄스 전류의 세기를 조절하여 전류 밀도를 일정하게 유지할 수 있다.

[0037] 한편, 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 펄스 전류의 전류밀도는 적어도 100A/mm^2이상 일 수 있다.

[0038] 한편, 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 펄스 전류의 전류 인가 주기(t_p)는 18초 내지 22초이고, 전류 인가 시간(t_d)는 0.4초 내지 0.6초일 수 있다.

[0039] 다음으로, 본 명세서의 인장성형에 있어 의미하는 용어들에 대하여 설명한다.

[0040] 연신율(strain)이란, 부품이나 시편의 선형 치수의 단위 길이당 변화율을 의미하며, 공칭연신율(Engineering strain)과 진연신율(True strain) 두 종류가 있다. 공칭연신율이 보편적으로 사용되는 연신율이며, 초기 표점거리에 대한 길이의 변화로 하기의 식으로 표현된다.

[0042] $\sigma = (L-L_0)/L$

[0043] (σ: 연신율, L: 성형후 표점거리, L_0: 초기 표점거리)

[0045] 항복강도(Yield strength, 이하, "YS")란, 소성변형을 발생시키지 않고 재료에 가해질 수 있는 최대 응력의 정도로써, 재료가 특정한 영구 변형을 나타낼 때의 응력을 의미한다.

[0046] 소성 구간(Plastic resion, 이하, "PR")이란, 탄성한계를 넘어 항복강도를 지난 시편이 소성 변형을 띠는 구간이며, 하중의 원인을 제거한 후에도 영구적인 변형이 남아있는 구간이다.

[0047] 최대인장강도(Ultimate tensile strength, 이하 "UTS")란, 시편의 세기를 나타내는 힘으로 시편이 파단이 될때까지 인장력을 인가했을 때 견뎌내는 최대응력을 의미한다. 응력 변형률 선도에서 최대 응력 지점을 의미한다.

[0049] 이하에서는, 다양한 실험예에 따라, 펄스 전류 인가에 따른 마그네슘 합금 성형성 증가방법에 미치는 효과에 대하여 설명한다.

[0051] **<실시예 1. 최초 펄스 전류 인가 지점 변화에 따른 인장 특성>**

[0052] 도 3 내지 도 10을 참조하여 펄스 전류 인가에 따른 마그네슘 합금 성형성 증가방법에 미치는 효과에 대하여 설명한다.

[0053] 시편(10)은 소둔처리 하지 않은 마그네슘 AZ31 소재, 예를 들어 AZ31-압연재, AZ31-소둔재, AZ91 등 상용 마그네슘 합금일 수 있고, 전체 길이(a)는 100mm 이고, 표점거리는 25mm, 시편의 단편 길이는 6.25mm 일 수 있다. 다만, 도 3에 의해 본 발명의 실시예가 한정되는 것은 아니다.

[0054] 일반적으로 마그네슘 합금을 성형하기 위해서는 소둔처리 단계를 거친 후, 인장성형과 같은 공정을 통해 원하는 형상으로 마그네슘 합금을 성형할 수 있다. 하지만, 본 발명에 따른 마그네슘 합금 성형성 증가방법은 소둔처리 하지 않은 마그네슘 합금을 이용하여 펄스 전류를 인가하며 인장성형을 하여도 더 높은 연신율을 가질수 있기 때문에 소둔처리의 단계를 생략할 수 있는 효과가 있다.

[0055] 도 4는 본 발명의 비교예에 따른 인장성형시의 응력-변형률 선도(stress-strain curve)를 나타내는 그래프이다.

[0056] 먼저, 본 발명에 따른 펄스 전류 인가 인장성형의 비교예에 대하여 설명한다.

[0057] **[비교예 1]**

[0058] 비교예 1은 도 3에 나타난 인장성형용 시편을 도 1의 펄스 전류 인가 인장성형용 장치에 로딩(loading)하고, 펄스 전류를 인가하지 않고 인장력을 인가하여 인장성형을 실행한다. 비교예 1의 인장력의 인장방향은 상기 마그네슘 합금 시편의 압연방향(RD), 마그네슘 합금의 인장 변형 속도는 0.025mm/s 일 수 있다.

[0059] 상기 실험에 따라 비교예 1의 인장성형을 실행한 결과, 항복강도(Yield strength)와 최대인장강도(Ultimate tensile strength)는 각각 260Mpa과 300Mpa이고, 연신율은 0.15로 측정되었다.

[0060] **[비교예 2]**

[0061] 비교예 2는 마그네슘 합금을 AZ31-소둔재를 사용하여 비교예 1과 같은 방법으로 인장성형을 실행한다. 마그네슘 합금 AZ31-소둔재 소재는 마그네슘 AZ31-압연재를 소둔처리(annealing) 한 것으로, 일반적인 마그네슘 합금 중 연성이 높아 공업용 재료로 사용될수 있는 소재이다. 상기 실험 결과, 비교예 2에 따른 AZ31-소둔재 소재는 연신율이 0.22로 측정되었다.

[0063] 다음으로, 본 발명의 실시예인 펄스 전류 인가 인장성형에 대하여 설명한다.

[0064] 도 5는 본 발명의 일 실시예 및 비교예에 따른 펄스 전류를 인가하여 인장성형시의 펄스 전류 인가 인장성형용 시편의 파단 형상을 나타내는 사진이다. 도 6은 본 발명의 일 실시예에 따른 펄스 전류를 인가하여 인장성형시의 응력-변형률 선도(stress-strain curve)를 나타내는 그래프이며, 도 7은 본 발명의 일 실시예에 따른 펄스 전류를 인가하여 인장성형시의 온도 변화를 나타내는 그래프이다.

[0065] 본 실시예에 있어서, 펄스 전류 인가 인장성형시, 시편 형상의 변형 속도는 0.025mm/s로 비교예와 동일하게 인장성형을 하고, 펄스 전류는 전류 밀도(ρ)는 100A/mm^2, 전류 인가 시간(t_d)은 0.5초, 전류 인가 주기(t_p)는 20초로 설정하여 실험하였다. 또한. 시편의 전류 인가 시점은 마그네슘 합금 시편의 소성 변형 이후 최초 펄스 전류가 인가 되고, 3번의 시험은 각각 최초 펄스 전류를 마그네슘 합금 시편의 항복강도(YS) 지점, 소성 구간(PR) 또는 최대인장강도(UTS) 지점에서 인가하였다. 이때, 시편에 인가되는 전류 밀도(ρ_i)를 일정하게 하여 온도 변화를 최소화 하기 위해서, 시편의 단면적 감소를 고려한 전류값을 인가하여 전류 밀도를 일정하게 유지시킨다.

[0066] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 상기 (b) 단계에서, 상기 펄스 전류의 최초 펄스 전류를 마그네슘 합금의 항복강도(Yield strength) 지점, 소성구간(Plastic region) 또는 최대인장강도(Ultimate tensile strength) 지점에서 인가할 수 있다.

[0067] 상기 실험 결과, 펄스 전류를 인가하면서 인장성형을 할 때, 전류를 인가하는 시간, 펄스 주기, 전류 밀도에 따라 응력-변형률 선도에서 응력 특성과 연신율 특성이 다르게 나타나고 온도 증가량이 달라 질 수 있다.

[0068] 최초 펄스 전류 인가 지점이 항복강도(YS, 200MPa) 지점일 때, 연신율이 0.33으로 펄스 전류를 인가하지 않은 비교예 1(연신율=0.15)에 비하여 연신율이 120% 향상되었다. 최초 펄스 전류 인가 지점이 소성 구간(PR, 280MPa)일 때, 연신율은 0.36으로 비교예 1 에 비하여 140% 연신율이 향상되었으며, 항복강도 지점에서 최초 펄스 전류를 인가했을 때보다 더 향상된 연신율을 보였다.

[0069] 또한, 최초 펄스 전류 인가 지점이 최대 인장 강도(UTS, 300MPa) 지점일 때, 연신율은 0.41으로 최대 연신율을 보였으며 비교예 1에 비해 170% 연신율이 향상되었다. 이는 어느 정도 변형이 진행되었을 때 펄스 전류를 인가하는 것이 더 많은 재결정 구동력을 지니고 있기 때문에 연신율 측면에서 더 높은 향상율을 보인 것으로 예측된다.

[0070] 한편, 도 7에 도시된 바와 같이, 상기 실험에 따른 온도측정 결과(열전대에 의해 측정됨)와 교정된 FLIR 열화상 카메라를 이용하여 소재의 펄스 전류 인가 인장성형 중 전류 인가에 따른 시편의 최대 평균 온도를 측정한 결과, 상기 3번의 실험 조건 모두 400℃로 거의 동일하게 측정되었다. 이는 온도 영향을 배제하기 위해 펄스 전류 인가시 시편의 감소하는 단면적을 고려하여 전류값을 변화시켜 전류 밀도를 동일하게 유지하였기 때문이다.

[0071] 마그네슘 합금을 성형하기 위해서는 소둔처리 단계를 거친 후, 인장성형과 같은 공정을 통해 원하는 형상으로 마그네슘 합금을 성형할 수 있다. 하지만, 본 발명에 따른 마그네슘 합금 성형성 증가방법은 소둔처리 하지 않은 마그네슘 합금을 이용하여 펄스 전류를 인가하며 인장성형을 하여도 더 높은 연신율을 가질수 있기 때문에 소둔처리의 단계를 생략할 수 있는 효과가 있다. 즉, 마그네슘 합금의 성형성을 증가시키는 효과가 있다.

[0073] **<실시예 2. 3회의 펄스 전류 인가 조건의 인장 특성>**

[0074] 도 8 내지 도 10을 참조하여, 펄스 전류를 3회 인가하였을 때 마그네슘 합금 시편의 인장 특성에 대하여 설명한다.

[0075] 도 8은 본 발명의 일 실시예에 따른 3회의 펄스 전류를 인가하여 인장성형시의 펄스 전류 인가 인장 성형용 시편의 파단 형상을 나타내는 사진이고, 도 9는 본 발명의 일 실시예에 따른 3회의 펄스 전류를 인가하여 인장성형시의 응력-변형률 선도 및 온도 변화를 나타내는 그래프이다.

[0076] 상기 실시예 1과 동일한 인장성형 속도, 전류 밀도, 전류 인가 시간, 전류 인가 주기 조건하에, 항복강도지점, 소성 구간, 최대인장강도 지점에서 3회의 펄스만을 인가하여 인장성형을 실행하였다. 적은 펄스 인가 대비 물성 향상율이 높을수록 실 공정에 적용가능성이 증가하므로 3회의 펄스만 인가하였다.

[0077] 도 9를 참조하면, 상기 실험 결과, 3회의 펄스 전류만을 인가하여도, 높은 연신율을 나타내는 것을 확인할 수 있다.

[0078] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 마그네슘 합금은 연신율이 0.18 내지 0.41일 수 있다.

[0079] 항복강도 지점과 소성구간에서 최초 펄스 전류를 인가한 조건에 대해 펄스 전류 인가 횟수를 3회로 했을 때, 연신율은 각각 0.18, 0.19로 측정되었으며 이는 일반 인장 조건(연신율=0.15)에 비해 26% 정도의 연신율 향상을 보인다. 이에 비해 최초 펄스 전류 인가 지점이 최대인장강도 지점인 경우, 연신율은 0.27로 일반 인장 조건에 비하여 80%의 연신율 향상율을 보인 뿐 아니라, 연신율이 0.22인 기존의 마그네슘 합금 AZ31-소둔재 소재보다도 훨씬 향상된 연신율을 보인다.

[0080] 상기 실험 결과, 펄스 전류 인가 인장성형 기술을 이용하면 기존의 온간 성형 시 필요했던 열처리 단계를 생략할 수 있는 효과가 있다. 또한, 각 조건에서의 강도를 보면 변형 후반부에 펄스 전류를 인가할수록 유동응력이 감소했음을 알 수 있고, 최대인장강도도 가장 후반부에 펄스 전류 인가 시 가장 낮은 값인 235MPa으로 나타나, 같은 전류 조건에 대해서도 펄스 인가 지점에 따라 재결정의 정도, 즉 미세조직이 달라지는 것을 확인할 수 있다.

[0081] 한편, FLIR 열화상 카메라를 이용하여 시편의 전체 평균 온도를 측정한 결과, 최초 펄스 전류 인가 지점이 항복강도, 소성구간, 최대 인장 강도 조건에 대해 모두 300℃~350℃ 사이로 측정되어 전류 밀도가 어느 정도 동일하게 유지 된 것으로 생각되지만, 후반부에 전류 인가 시 온도 상승 폭이 약간 증가한 것을 확인할 수 있다.

[0083] **<미세조직 및 집합조직 분석(EBSD 분석)>**

[0084] 도 10 내지 도 14를 참조하여, 펄스 전류 인가 인장성형 후의 마그네슘 합금 시편의 미세조직 및 집합조직 분석에 대하여 설명한다.

[0085] 도 10은 본 발명의 일 실시예 및 비교예에 따른 초기시편 및 펄스 전류 인가 인장성형 후 시편의 미세조직 및 집합조직을 나타내는 광학 현미경 사진이고, 도 11 내지 도 14는 본 발명의 일 실시예에 따른 펄스 전류 인가 인장성형 후 시편의 미세조직 및 집합조직을 나타내는 EBSD(Electron backscatter diffraction) 분석 사진 및 KAM(Kernel average misorientation) 분석 사진이다.

[0086] 먼저, 도 10을 참조하여, 펄스 전류 인가 인장성형을 하기 전 마그네슘 합금 AZ31-압연재 소재의 초기 미세조직 및 집합조직 분석에 대하여 설명한다.

[0087] 도 10의 (a)는 AZ31-압연재 소재의 초기 미세조직 및 집합조직을 나타내는 광학 현미경 사진이다. 초기 시편의 내부에 존재하는 twin 분포, 결정립 사이즈, 결정립 형태 등을 확인할 수 있다. AZ31-압연재 소재에 대한 ND방향에 수직한 면의 초기 미세조직 관찰 결과, 수 마이크로 사이즈의 결정립과 다량의 twin들이 관찰된다. 또한, 압연 처리가 된 초기 조직임에도 불구하고 일부 재결정이 이루어진 결정립들이 존재하는 것으로 확인되고, 상기 시편의 경우 온간에서 압연처리가 이루어진 것으로 볼 수 있다.

[0088] 다음으로, 마그네슘 합금 AZ31-압연재 소재의 인장성형 이후의 미세조직 분석에 대하여 설명한다. 도 10의 (b) 내지 (e)를 참조하면, AZ31-압연재 소재의 인장성형 이후 미세조직 변화를 나타내는 광학 현미경 사진이다. 소성 변형이 어느정도 진행된 각각의 시편에 대해, 펄스 전류 인가 유무에 따른 마그네슘 합금의 미세조직 변화를 나타낸다.

[0089] 도 10의 (b)와 (c)는 각각 소성 변형이 6%일 때, 펄스 전류를 인가하지 않고 일반 인장성형을 실행한 마그네슘 합금과, 펄스 전류를 인가하여 인장성형을 실행한 마그네슘 합금의 미세조직을 나타내는 광학 현미경 사진이다. 도 10의 (c)의 경우, 펄스 전류는 5회 인가되었다.

[0090] 도 10의 (d)와 (e)는 각각 소성 변형이 16%일 때, 펄스 전류를 인가하지 않고 일반 인장성형을 실행한 마그네슘 합금과, 펄스 전류를 인가하여 인장성형을 실행한 마그네슘 합금의 미세조직을 나타내는 광학 현미경 사진이다. 도 10의 (e)의 경우, 펄스 전류는 11회 인가되었다.

[0091] 마그네슘 합금 시편 미세조직의 광학 현미경 분석 결과, 일반 소성 변형이 진행될 때는, 결정립의 형상이나 사이즈가 초기 조직에 비해 큰 차이가 관찰되지 않았으나, 동일한 변형률일 때 일반 인장성형시 보다 펄스 전류가 인가된 시편에서 결정립 사이즈가 더 크게 관찰되고, 대부분의 결정들의 재결정이 일어난 것이 관찰되었다.

[0092] 다음으로, 도 11 및 도 12를 참조하여, 실시예 1에 따른 펄스 전류 인가 인장성형에 따른 마그네슘 합금 AZ31-압연재 소재의 EBSD 및 KAM 분석을 이용한 미세조직 및 집합조직 변화 양상에 대하여 설명한다.

[0093] 도 11은 본 발명의 일 실시예에 따른 초기시편 및 펄스 전류 인가 인장성형 후 시편의 미세조직 및 집합조직을 나타내는 EBSD(Electron backscatter diffraction) 분석 사진이다.

[0094] 도 11의 (a)는 AZ31-압연재 소재의 초기시편의 ND방향 EBSD 미세조직 분석을 나타내는 사진이다. (여기서 ND(normal direction)방향은 압연된 시편의 압연면의 법선방향을 의미한다.) 광학 현미경에서 확인한 바와 같이 전형적인 압연재와는 다르게 일부 재결정이 이루어지고 있는 듯한 결정립들이 관찰되었다. 평균 결정립 사이즈는 3.44㎛인 것으로 관찰되었다(critical misorientation angle > 10° 기준).

[0095] 도 11의 (b)는 펄스 전류를 인가하지 않고 인장성형을 하였을 때, 변형율이 6%까지 진행된 AZ31-압연재 소재 시편의 EBSD 분석 사진이고, 도 11의 (c)는 펄스 전류를 항복강도(Yield strength) 지점부터 동시에 인가하여 인장성형을 하였을 때, 변형율이 6%까지 진행된 AZ31-압연재 소재 시편의 EBSD 분석 사진이다. 도 11의 (c)는 펄스 전류가 5회 인가된 상태이다.

[0096] 상기 분석 결과, 도 11의 (b) 및 (c)의 평균 결정립 사이즈는 각각 3.62㎛, 7.15㎛인 것으로 관찰되었다(critical misorientation angle > 10° 기준). 일반 인장성형을 실행한 시편에서는 초기 상태와 거의 비슷한 상태의 평균 결정립들이 확인되었다. 한편, 펄스 전류가 인가된 시편에서는 동일 변형율 조건일 때, 일반 인장성형을 실행한 시편에 비해 평균 결정립 사이즈가 커진 것을 확인하였다. 펄스 전류가 인가될 때, 대부분의 결

정립들이 재결정되어 균일한 등축정의 형상을 가지게 된 것으로 보인다.

[0097] 도 12는 본 발명의 일 실시예에 따른 초기시편 및 펄스 전류 인가 인장성형 후 시편의 미세조직 및 집합조직을 나타내는 KAM(Kernel average misorientation) 분석 사진이다. KAM 분석을 통해 결정립들이 재결정된 것을 정량적으로 확인할 수 있다. 도 12의 (a), (b) 및 (c)는 각각 초기시편, 일반 인장성형을 실행한 시편, 펄스전류 인가 인장성형을 변형율 6%까지 실행한 시편의 미세조직을 나타내는 사진이다. 평균 KAM value는 각각 0.839, 0.99, 0.71으로, 펄스 전류 인가성형의 경우 일반 인장성형에 비하여 KAM value가 0.28정도 감소하여 재결정 정도가 상당히 큰 것을 확인할 수 있다.

[0098] 다음으로, 도 13 및 도 14를 참조하여, 실시예 2에 따른 3번의 펄스 전류를 인가하여 인장성형 하였을 때 변화하는 마그네슘 합금 AZ31-압연재 소재의 EBSD 및 KAM 분석을 이용한 미세조직 및 집합조직 변화 양상 대하여 설명한다.

[0099] 먼저, 도 13은 본 발명의 일 실시예에 따른 초기시편 및 3회의 펄스 전류 인가 인장성형 후 시편의 미세조직 및 집합조직을 나타내는 EBSD(Electron backscatter diffraction) 분석 사진이다.

[0100] 도 13의 (a)는 AZ31-압연재 소재의 초기 시편의 ND방향 EBSD 미세조직 분석을 나타내는 사진이고, 도 13의 (b), (c) 및 (d)는 AZ31-압연재 소재의 펄스전류를 각각 항복강도(YS) 지점, 소성 구간(PR), 최대인장강도(UTS) 지점에서 3회의 펄스 전류를 인가하여 인장성형을 한 후의 EBSD 분석의 결과를 나타내는 사진이다.

[0101] 분석 결과, 도 13의 (a) 내지 (d)의 평균 결정립 사이즈는 각각 3.44㎛, 6.85㎛, 7.3㎛, 8.58㎛으로 측정되었다. 동일 전류 밀도 조건에서 변형 후반부로 갈수록 훨씬 더 큰 결정립들이 확인되었으며, 이는 변형 후반부일수록 재결정이 일어날 수 있는 구동력이 커지기 때문에, 최대인장강도 지점에서 펄스 전류를 인가한 시편의 평균 결정립 사이즈 및 재결정 정도가 가장 큰 것으로 확인된다. 도 13의 (e)는 상기 실험의 결과에 따른 마그네슘 합금 시편의 평균 결정립 사이즈를 나타내는 그래프이다.

[0102] 도 14는 본 발명의 일 실시예에 따른 초기시편 및 3회의 펄스 전류 인가 인장성형 후 시편의 미세조직 및 집합조직을 나타내는 KAM(Kernel average misorientation) 분석 사진이다.

[0103] 기본적으로 평균 KAM value는 변형에 의해 커진다. 그러나, 상기 분석 결과 동일 전류 밀도 조건하에 변형 후반부로 갈수록 평균 KAM value는 감소하였으며, 이는 재결정이 더 많이 이루어진 것에 의한 결과이다. 도 14의 (a), (b), (c) 및 (d)의 평균 KAM value는 각각 0.69, 0.66, 0.59, 0.483으로 측정되었다. 이를 통해, 변형 후반부일수록 재결정이 일어날 수 있는 구동력이 커져, 최초 펄스가 인가된 시점이 가장 후반부인 최대 인장 강도 지점일 때 재결정 정도가 가장 큰 것을 정량적으로 확인할 수 있다.

[0104] 따라서, 본 발명에 따른 마그네슘 합금 인장성형 중에 펄스 전류를 인가하면, 마그네슘 합금 시편의 재결정 정도가 커지고, 연신율이 향상되어 성형성을 증가시킬 수 있다.

[0106] **<통전 열처리 실험>**

[0107] 도 15 및 도 16을 참고하여, 펄스 전류를 인가하였을 때, 마그네슘 합금의 재결정 속도에 미치는 영향에 대하여 설명한다.

[0108] 도 15는 본 발명의 일 실시예에 따른 인장성형시 온도 또는 시간에 따른 시편의 재결정 분율을 나타내는 그래프이고, 도 16은 본 발명의 일 실시예에 따른 인장성형시 펄스전류 인가 조건에서와, 열처리 조건에서 재결정이 50% 일어난 지점에 대한 시간-온도 그래프이다.

[0109] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 펄스 전류를 인가하면 마그네슘 합금에서 재결정 속도가 증가할 수 있다.

[0110] 도 15의 (a)는 온도에 따른 재결정 속도(분율)를 나타내는 그래프이고, 도 15의 (b)는 시간에 따른 재결정 속도(분율)를 나타내는 그래프이다. 상기 도면에서 X_r(Conversion of recrystallization)은 재결정 분율을 의미한다.

[0111] 먼저, 50%까지 압연한 AZ31-압연재 소재에 대하여 펄스 전류 인가 처리와 열처리를 한 뒤에, EBSD의 GOS(Grain Orientation Spread)를 통하여 재결정 정도를 분석하였다.

[0112] 도 15의 (a)를 참조하면, 유지 시간을 30분으로 일정하게 하여 온도에 따른 재결정 분율을 분석한 결과, 펄스 전류 인가 처리된 시편은 175℃부터 재결정이 일어나기 시작하고, 250℃에 재결정이 완전히 완료된 것이 확인되

었다. 반면, 열처리된 시편은 200℃에 재결정이 일어나기 시작하고, 350℃에 재결정이 완전히 완료된 것이 확인되었다.

[0113] 또한, 도 15의 (b)를 참조하면, 유지 온도를 250℃로 일정하게 하여 시간에 따른 재결정 분율을 분석한 결과, 펄스 전류 인가 처리된 시편은 30분이 경과했을 때 완전히 재결정이 완료된 것이 확인되었고, 열처리된 시편은 112시간이 경과했을 때 완전히 재결정이 완료된 것이 확인되었다. 따라서, 펄스 전류를 인가하여 처리할 경우, 열처리 조건에서 비교하였을 때, 낮은 온도와 빠른 시간에 재결정이 완료되는 것을 확인하여 펄스 전류가 마그네슘 금속의 재결정을 가속화 시키는 것을 확인할 수 있다.

[0114] 도 16은 본 발명의 일 실시예에 따른 인장성형시 펄스전류 인가 조건에서와, 열처리 조건에서 재결정이 50% 일어난 지점에 대한 시간-온도 그래프이다. 도 16에서 t_{50}은 재결정 분율이 50%될 때까지 걸린 시간을 의미한다.

[0115] 재결정 속도에 전류가 미치는 영향을 정량화하기 위해 하기의 아레니우스 식(Arrhenius equation)을 이용하여 재결정에 필요한 활성화 에너지를 계산하였다. 펄스 전류 인가처리 조건에서와 열처리 조건에서 온도에 따라 마그네슘 합금 시편의 재결정이 50% 완료되는 시간을 측정하였다. 이를 이용하여 1/시간, 1/온도 scale로 플랏(plot)하여 기울기를 통해 재결정 활성화 에너지를 계산하였다.

[0117] $k_1 = k_0 \exp(-E_a/RT)$

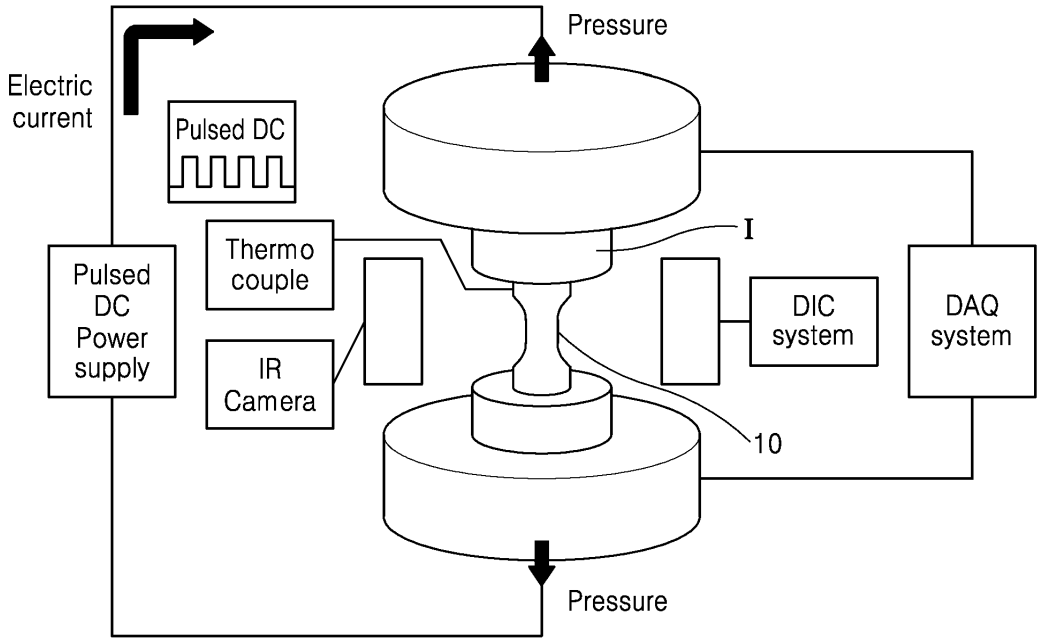
[0118] (k: 속도상수, E_a: 활성화 에너지, T: 절대온도, R: 기체상수(8.314 J/mol K))

[0120] 도 16의 그래프의 기울기를 통해 재결정 활성화 에너지를 도출한 결과, 열처리 조건에서는 재결정 활성화 에너지 값이 137.4 KJ/mol이고, 펄스 전류 인가 조건에서는 56.5 KJ/mol이다. 따라서, 펄스 전류 인가 처리조건에서 마그네슘 합금 시편의 재결정 활성화 에너지가 더 낮은 값을 가지고, 펄스 전류에 의해 재결정 구동력이 촉진되어 재결정 속도를 증가하는 것을 확인할 수 있다.

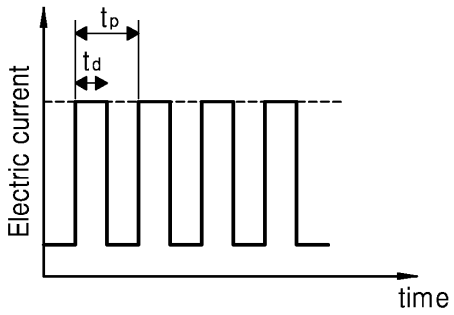
[0122] 본 발명은 상술한 바와 같이 바람직한 실시예를 들어 도시하고 설명하였으나, 상기 실시예에 한정되지 아니하며 본 발명의 정신을 벗어나지 않는 범위 내에서 당해 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 다양한 변형과 변경이 가능하다. 그러한 변형예 및 변경예는 본 발명과 첨부된 청구범위의 범위 내에 속하는 것으로 보아야 한다.

도면

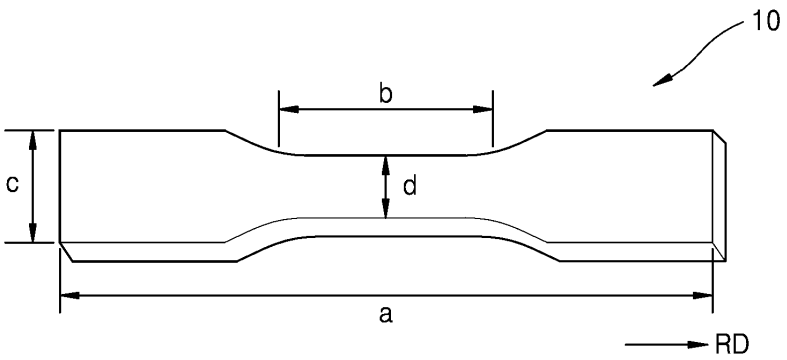
도면1



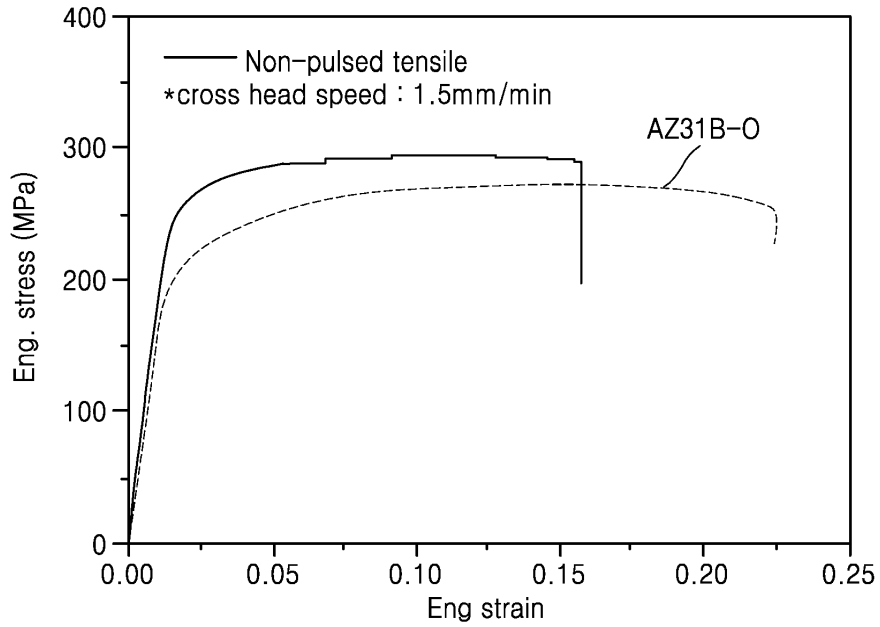
도면2



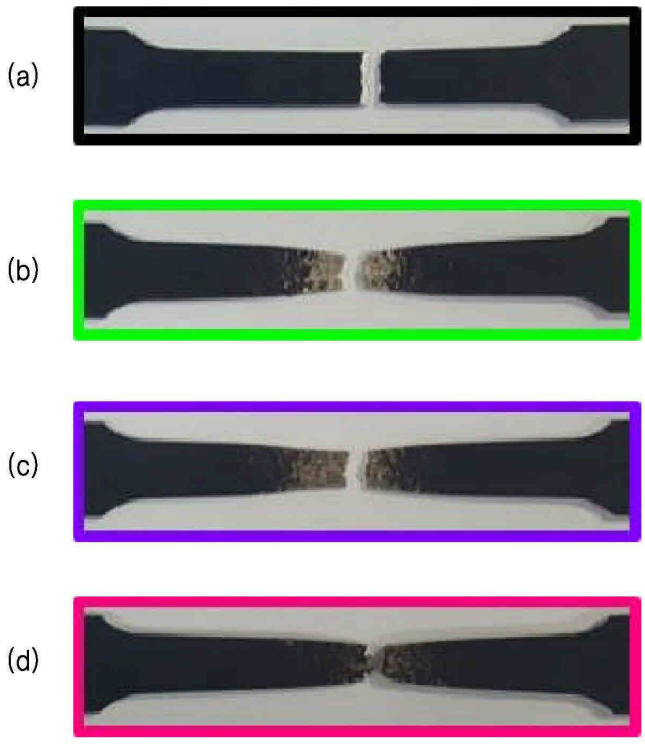
도면3



도면4

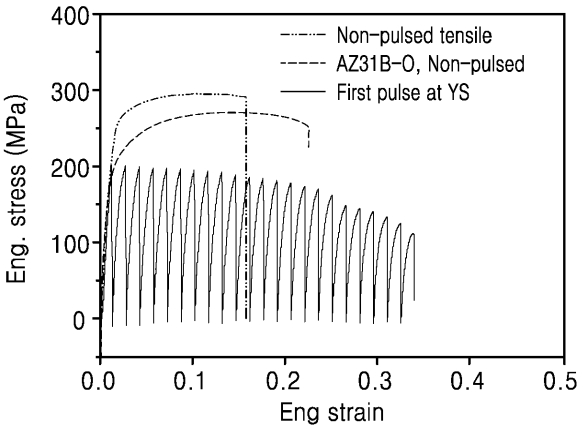

Non-pulsed tensile
*cross head speed : 1.5mm/min
AZ31B-O
Eng. stress (MPa)
Eng strain
400
300
200
100
0
0.00
0.05
0.10
0.15
0.20
0.25

도면5

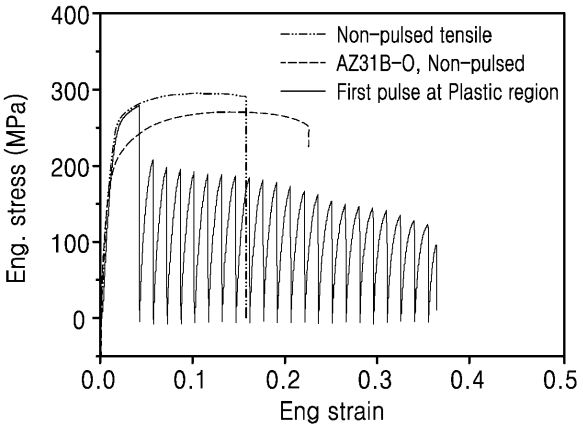

(a)
(b)
(c)
(d)

도면6

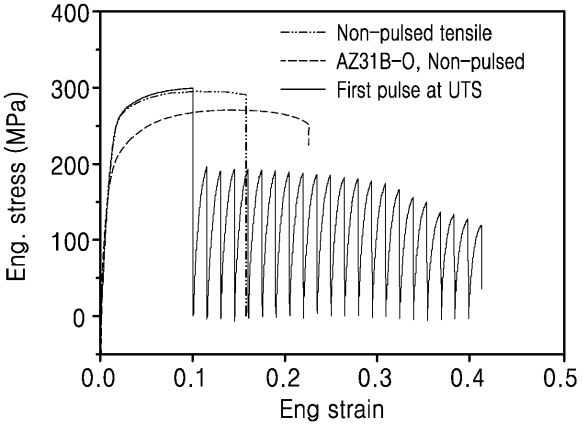
(a)


Non-pulsed tensile
AZ31B-O, Non-pulsed
First pulse at YS
Eng. stress (MPa)
Eng strain
0
100
200
300
400
0.0
0.1
0.2
0.3
0.4
0.5

(b)

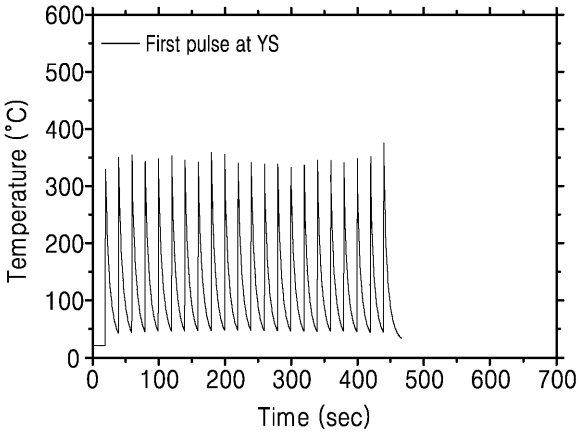

Non-pulsed tensile
AZ31B-O, Non-pulsed
First pulse at Plastic region
Eng. stress (MPa)
Eng strain
0
100
200
300
400
0.0
0.1
0.2
0.3
0.4
0.5

(c)

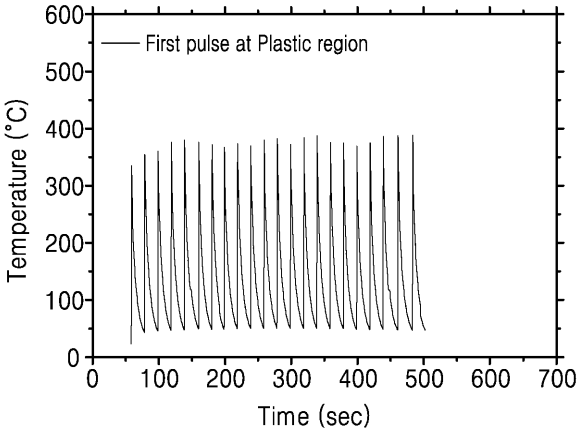

Non-pulsed tensile
AZ31B-O, Non-pulsed
First pulse at UTS
Eng. stress (MPa)
Eng strain
0
100
200
300
400
0.0
0.1
0.2
0.3
0.4
0.5

도면7

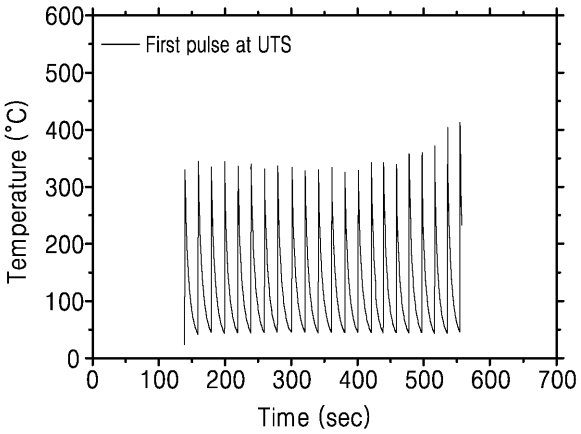
(a)


First pulse at YS
Temperature (°C)
Time (sec)
0
100
200
300
400
500
600
700

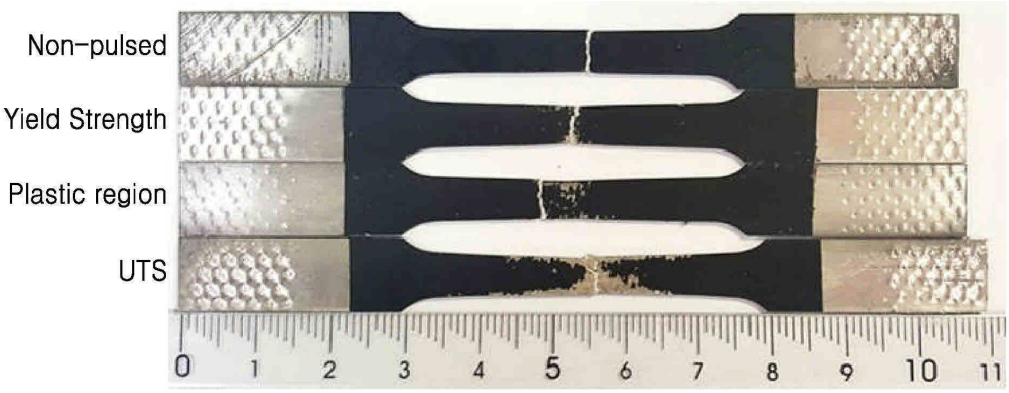
(b)


First pulse at Plastic region
Temperature (°C)
Time (sec)
0
100
200
300
400
500
600
700

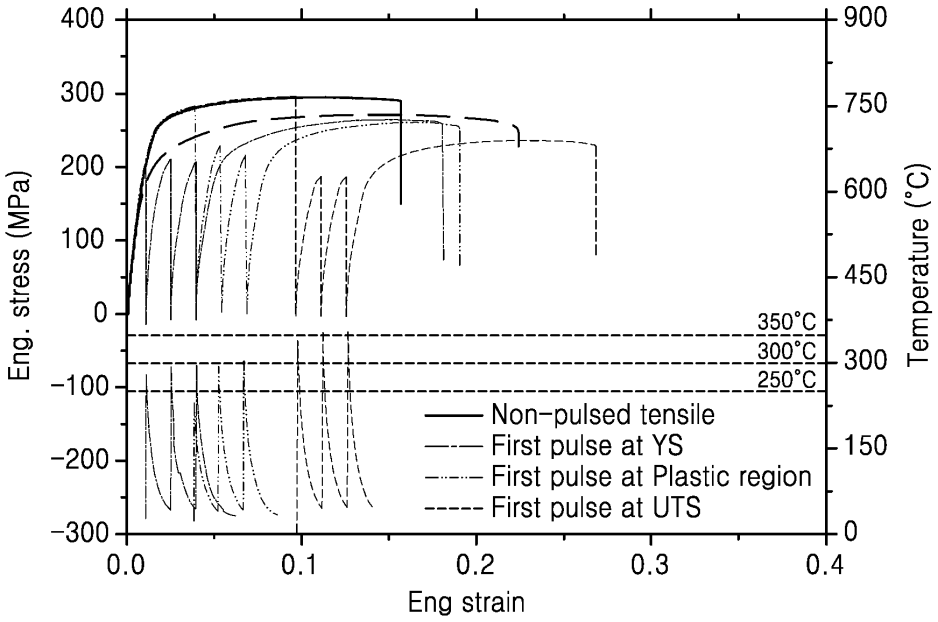
(c)


First pulse at UTS
Temperature (°C)
Time (sec)
0
100
200
300
400
500
600
700

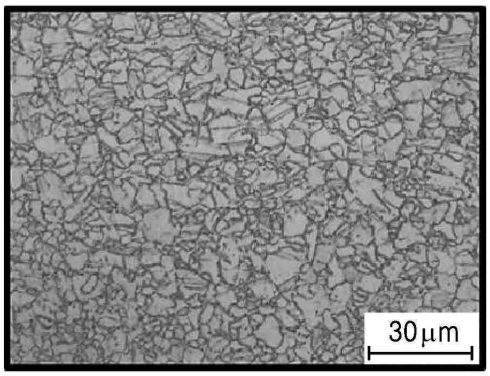
도면8


Non-pulsed
Yield Strength
Plastic region
UTS
0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11

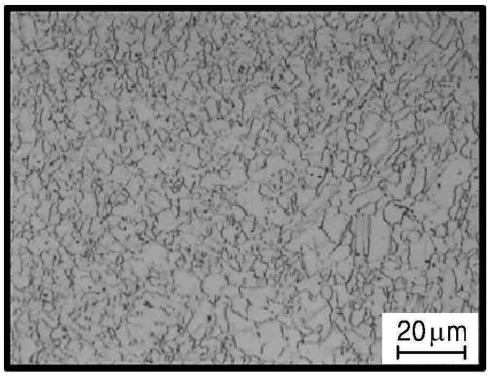
도면9


Eng. stress (MPa)
Temperature (°C)
Eng strain
400
300
200
100
0
-100
-200
-300
900
750
600
450
300
150
0
0.0
0.1
0.2
0.3
0.4
350°C
300°C
250°C
Non-pulsed tensile
First pulse at YS
First pulse at Plastic region
First pulse at UTS

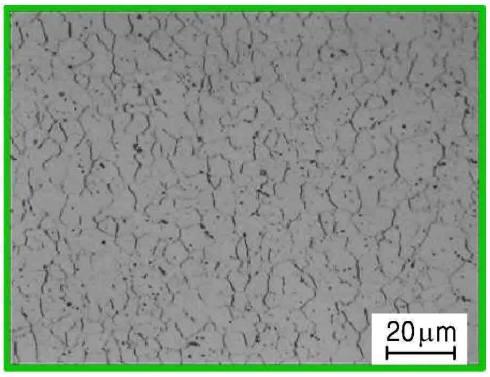
도면10



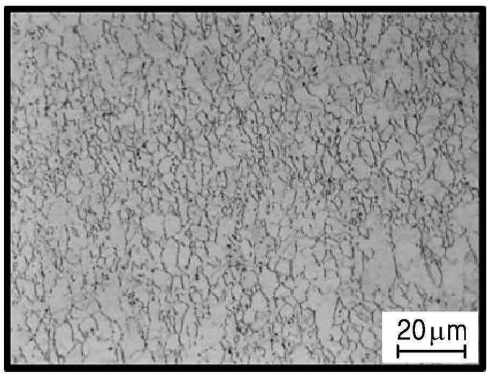
(a)



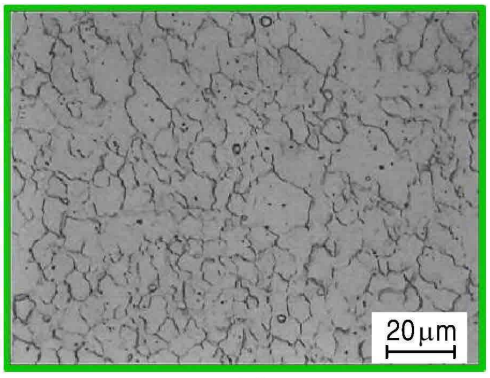
(b)



(c)

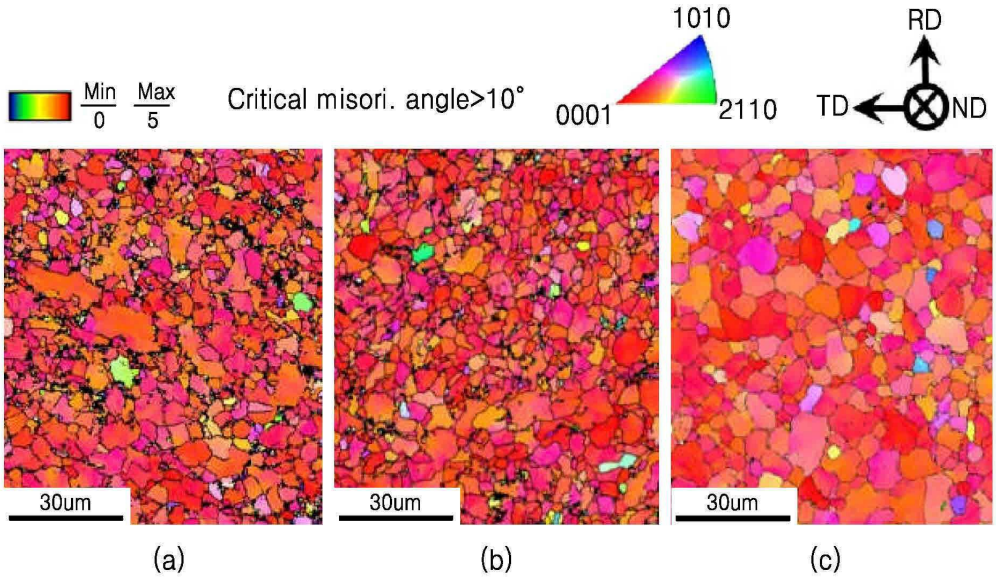


(d)



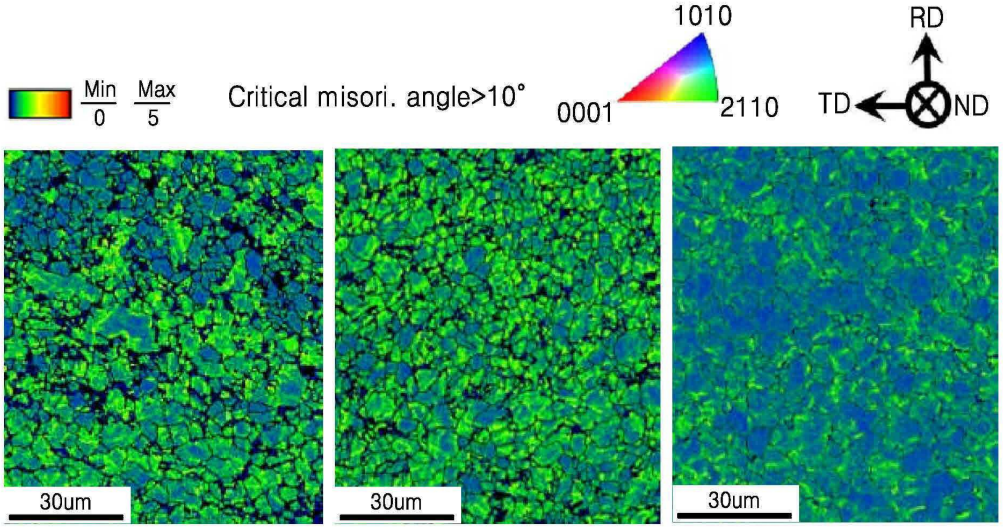
(e)

도면11



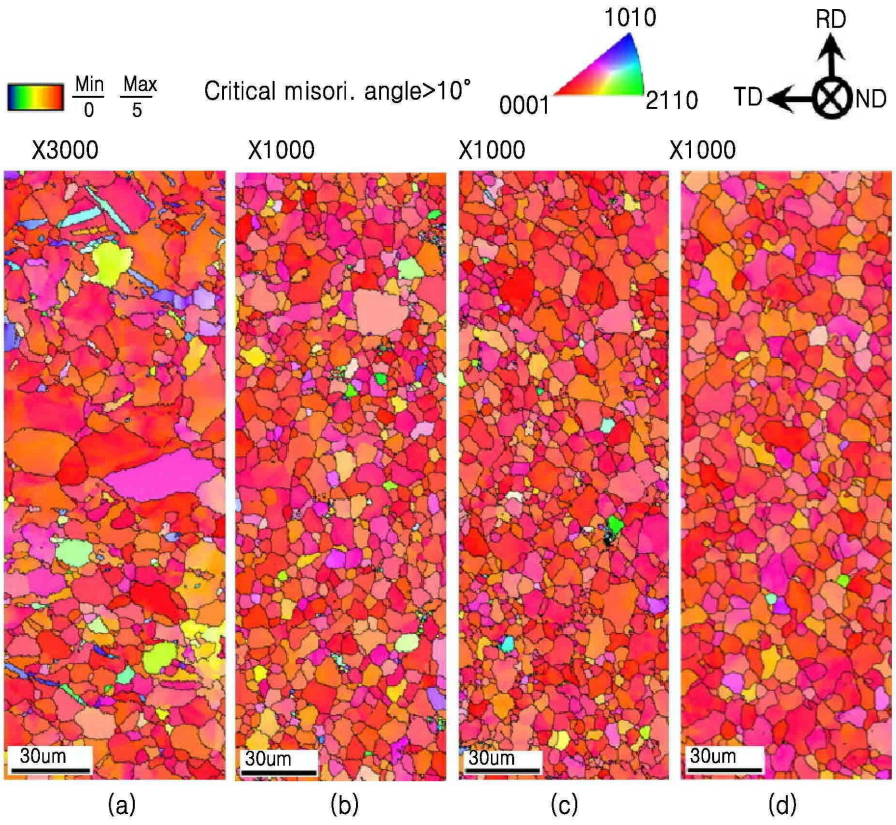
(a) (b) (c)

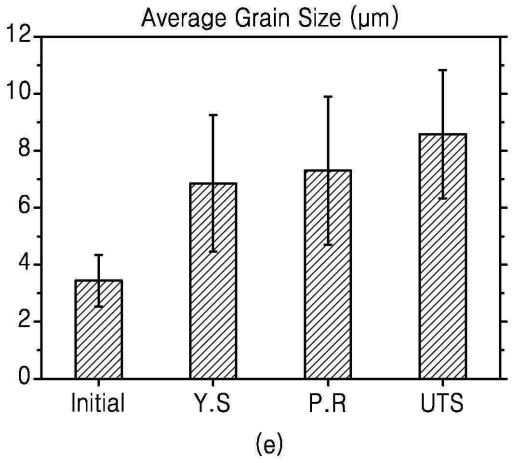
도면12



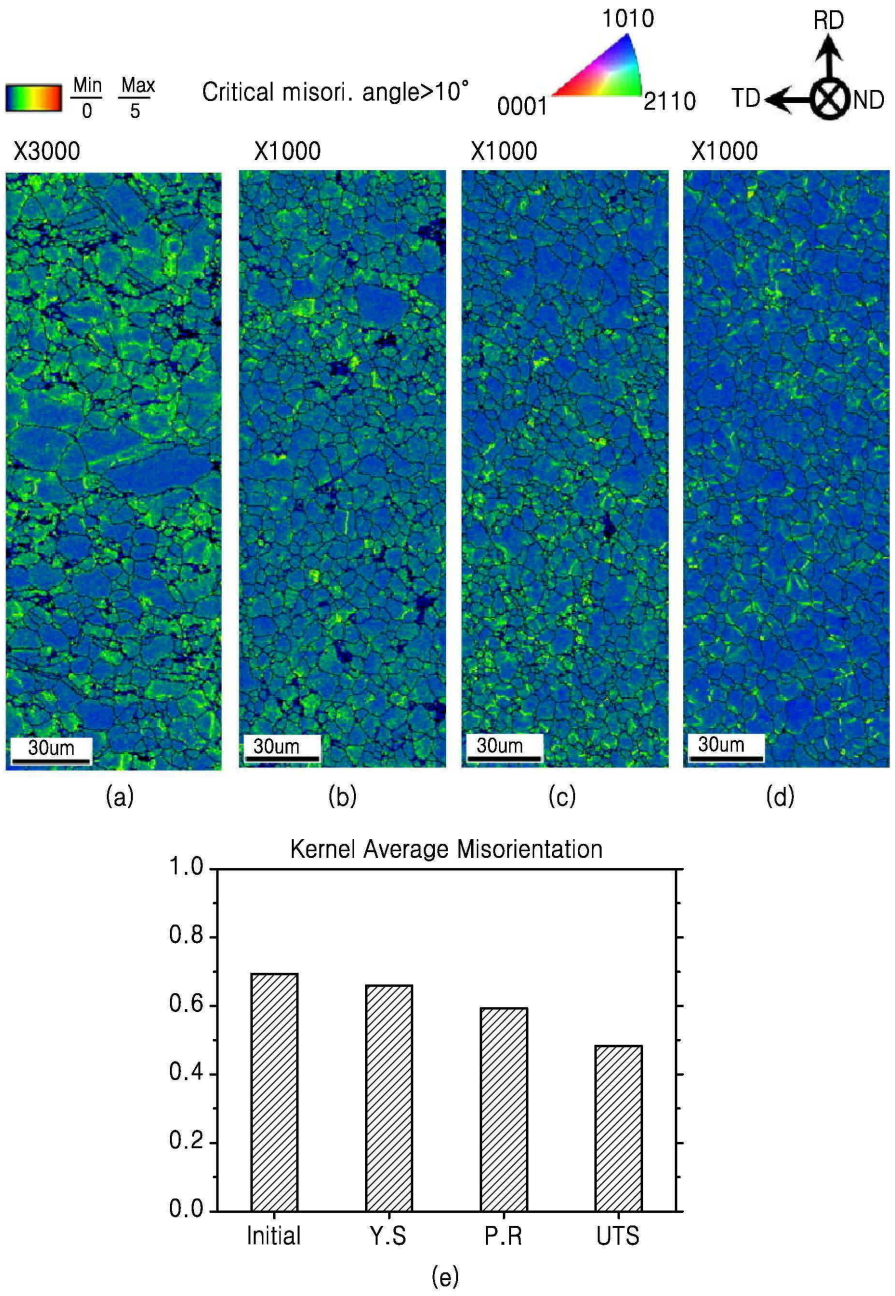
(a) (b) (c)

도면13

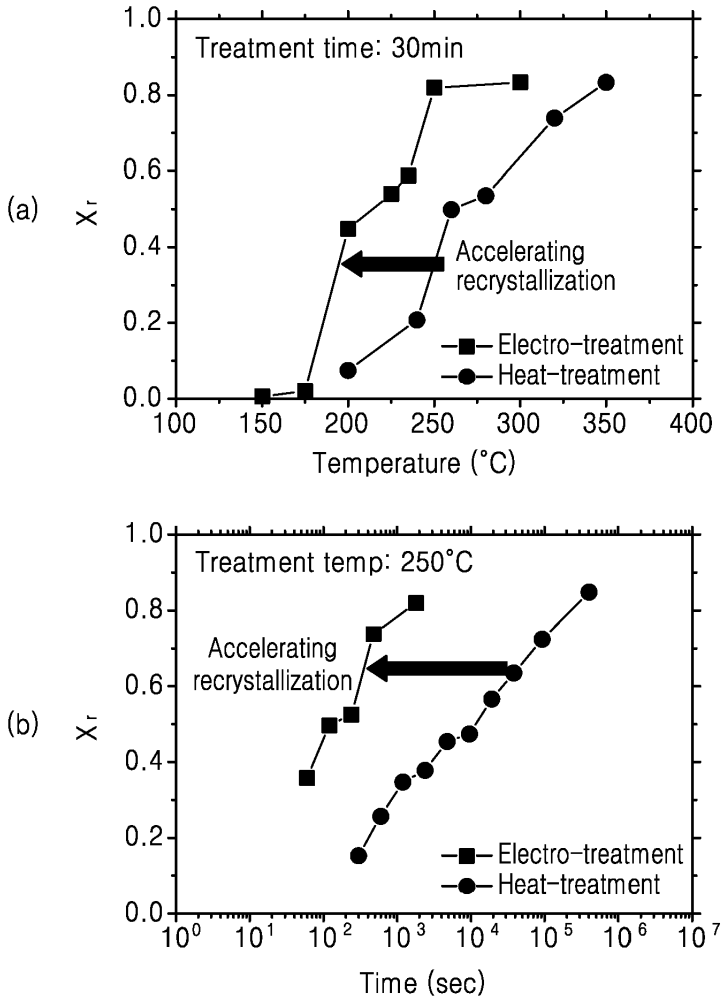

Min
0
Max
5
Critical misori. angle>10°
1010
0001
2110
RD
TD
ND
X3000
X1000
X1000
X1000
30um
30um
30um
30um
(a)
(b)
(c)
(d)


Average Grain Size (μm)
12
10
8
6
4
2
0
Initial
Y.S
P.R
UTS
(e)

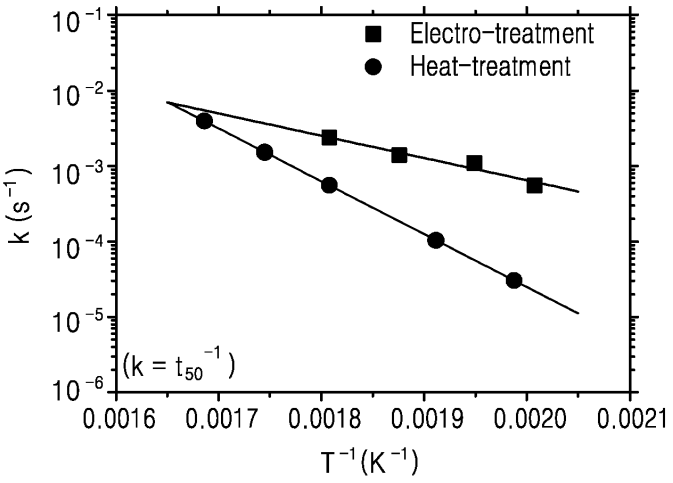
도면14


Min
0
Max
5
Critical misori. angle>10°
1010
0001
2110
RD
TD
ND
X3000
X1000
X1000
X1000
30um
30um
30um
30um
(a)
(b)
(c)
(d)
Kernel Average Misorientation
1.0
0.8
0.6
0.4
0.2
0.0
Initial
Y.S
P.R
UTS
(e)

도면15


(a)
Treatment time: 30min
Accelerating recrystallization
Electro-treatment
Heat-treatment
Temperature (°C)
(b)
Treatment temp: 250°C
Accelerating recrystallization
Electro-treatment
Heat-treatment
Time (sec)

도면16


Electro-treatment
Heat-treatment
(k = t50 -1)
T-1(K-1)