



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2021-0100931
(43) 공개일자 2021년08월18일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

B23K 11/18 (2006.01) B23K 11/00 (2006.01)
B23K 11/24 (2006.01) B23K 11/25 (2006.01)
B23K 20/02 (2006.01)

(52) CPC특허분류

B23K 11/18 (2013.01)
B23K 11/002 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2020-0014910

(22) 출원일자 2020년02월07일

심사청구일자 2020년02월07일

(71) 출원인

서울대학교산학협력단
서울특별시 관악구 관악로 1 (신림동)
한국과학기술연구원
서울특별시 성북구 화랑로14길 5 (하월곡동)
울산대학교 산학협력단
울산광역시 남구 대학로 93(무거동)

(72) 발명자

한홍남
서울특별시 강남구 선릉로 221, 405동 1701호
조민구
서울특별시 성북구 돌곶이로23가길 86, 203호
(뒷면에 계속)

(74) 대리인

이인행, 김한, 김남식

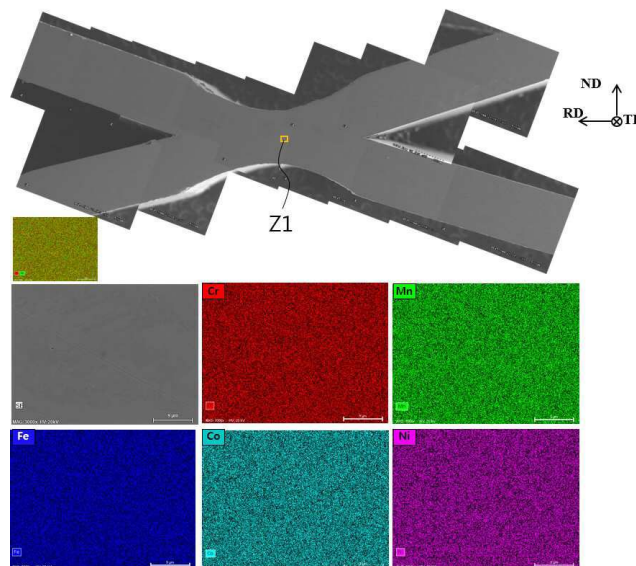
전체 청구항 수 : 총 12 항

(54) 발명의 명칭 고엔트로피 합금의 접합 방법, 고엔트로피 합금의 접합 장치 및 고엔트로피 합금의 접합 구조체

(57) 요약

본 발명은 고엔트로피 합금으로 이루어진 시편들을 맞대도록 배치하는 단계; 및 상기 고엔트로피 합금이 용융되지 않는 범위 내에서 상기 시편들의 접합부에 압축응력을 인가하는 동시에 전류를 인가함으로써 상기 고엔트로피 합금으로 이루어진 시편들을 고상 접합하는 단계; 를 포함하는 고엔트로피 합금의 접합 방법을 제공한다.

대표도 - 도6



(52) CPC특허분류

B23K 11/24 (2013.01)

B23K 11/252 (2013.01)

B23K 20/02 (2013.01)

(72) 발명자

홍성태

서울특별시 강남구 언주로130길 30, 102동 204호

웬 티 안 우엣

울산광역시 남구 대학로37번길 16, 107호

서진유

서울특별시 성북구 월곡로14길 26, 103동 804호

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2015R1A5A1037627

부처명 미래창조과학부

과제관리(전문)기관명 한국연구재단

연구사업명 선도연구센터지원사업

연구과제명 전략 구조소재 신공정 설계 연구센터

기 여 율 1/1

과제수행기관명 서울대학교 산학협력단

연구기간 2015.08.01 ~ 2020.02.29

명세서

청구범위

청구항 1

고엔트로피 합금으로 이루어진 시편들을 맞대도록 배치하는 단계; 및

상기 고엔트로피 합금이 용융되지 않는 범위 내에서 상기 시편들의 접합부에 압축응력을 인가하는 동시에 전류를 인가함으로써 상기 고엔트로피 합금으로 이루어진 시편들을 고상 접합하는 단계;를 포함하는,

고엔트로피 합금의 접합 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 고상 접합하는 단계는 상기 시편들의 접합부에 압축응력을 인가하는 동시에 복수의 펄스 전류를 인가하는 단계를 포함하는,

고엔트로피 합금의 접합 방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 고상 접합하는 단계는 상기 시편들의 접합부에 압축응력을 인가하면서 제 1 펄스 전류 및 제 2 펄스 전류를 순차적으로 인가하는 단계를 포함하되,

상기 제 1 펄스 전류의 전류값은 상기 제 2 펄스 전류의 전류값보다 낮은 것을 특징으로 하는,

고엔트로피 합금의 접합 방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 고상 접합하는 단계는 상기 시편들의 접합부에 압축응력을 인가하면서 제 1 펄스 전류 및 제 2 펄스 전류를 순차적으로 인가하는 단계를 포함하되,

상기 제 2 펄스 전류를 인가하는 단계는 복수의 서브 펄스 전류를 인가하는 단계를 포함하는,

고엔트로피 합금의 접합 방법.

청구항 5

제 4 항에 있어서,

상기 제 1 펄스 전류를 인가하는 단계와 상기 제 2 펄스 전류를 인가하는 단계 사이와 상기 복수의 서브 펄스 전류를 인가하는 단계 중 각각의 서브 펄스 전류를 인가하는 단계 사이는 전류를 인가하지 않는 구간을 가지는 것을 특징으로 하는,

고엔트로피 합금의 접합 방법.

청구항 6

제 4 항에 있어서,

상기 시편들에 압축응력을 인가하는 단계는 상기 시편들의 접합부에 압축응력을 점진적으로 증가하면서 인가하는 제 1 단계와 상기 시편들의 접합부에 압축응력을 일정하게 인가하는 제 2 단계를 순차적으로 포함하되,

상기 제 1 단계를 종료하고 상기 제 2 단계를 시작하는 시점은 상기 복수의 서브 펄스 전류를 인가하는 단계 중

의 어느 한 시점인 것을 특징으로 하는,
고엔트로피 합금의 접합 방법.

청구항 7

제 1 항에 있어서,
상기 고엔트로피 합금은 크롬(Cr), 망간(Mn), 철(Fe), 코발트(Co) 및 니켈(Ni)을 함유하는 CrMnFeCoNi인,
고엔트로피 합금의 접합 방법.

청구항 8

고엔트로피 합금으로 이루어진 시편들의 접합부에 전류를 인가할 수 있도록 전원 공급부에 연결되어 구성된 한 쌍의 전극;
상기 한 쌍의 전극을 통하여 상기 시편들의 접합부에 압축응력을 인가할 수 있도록 구성된 응력 인가부; 및
상기 고엔트로피 합금이 용융되지 않는 범위 내에서 상기 시편들의 접합부에 압축응력을 인가하는 동시에 전류를 인가할 수 있도록 상기 압축응력과 상기 전류를 조절하는 제어부;를 포함하는,
고엔트로피 합금의 접합 장치.

청구항 9

제 8 항에 있어서,
상기 고엔트로피 합금이 용융되지 않는 범위 내에서 상기 시편들의 접합부에 압축응력을 인가하는 동시에 전류를 인가할 수 있도록, 상기 고엔트로피 합금으로 이루어진 시편들의 접합부에서 발생하는 열을 측정하는 열측정부;를 더 포함하는,
고엔트로피 합금의 접합 장치.

청구항 10

제 8 항에 있어서,
상기 제어부와 상기 전원 공급부는 상기 시편들의 접합부에 복수의 펄스 전류를 인가하도록 구성된,
고엔트로피 합금의 접합 장치.

청구항 11

한 쌍의 고엔트로피 합금이 서로 맞닿아 고상 접합된 접합부를 구비하는 고엔트로피 합금의 접합 구조체이며,
상기 접합부는 덴드라이트 구조를 가지지 않으며 적어도 일부가 재결정된 조직을 가지되, 상기 재결정된 조직은 상기 접합부에 인접한 모재부와 동일한 조직을 가지는 것을 특징으로 하는,
고엔트로피 합금의 접합 구조체.

청구항 12

제 11 항에 있어서,
상기 접합부는 전체 영역에 걸쳐 재결정된 조직을 가지되, 상기 접합부에 인접한 모재부와 동일한 조직을 가지는 것을 특징으로 하는,
고엔트로피 합금의 접합 구조체.

발명의 설명

기술 분야

본 발명은 합금의 접합 방법, 접합 장치 및 접합 구조체에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 고엔트로피 합금의

[0001]

접합 방법, 고엔트로피 합금의 접합 장치 및 고엔트로피 합금의 접합 구조체에 관한 것이다.

배경 기술

- [0002] 전통적인 합금은 철계, 니켈계, 알루미늄계 등 1개 내지 2개의 주요원소(principal element)에 첨가원소(alloying element)를 첨가하여 구성된다. 고엔트로피 합금은 이러한 전통적인 합금 시스템에서 벗어나 여러 가지 주요원소(예를 들어, 5개 이상의 주요원소)로 구성된 합금을 말하며, 비정질 재료와 달리 결정질이며 단상 혹은 이상(dual phase)을 가질 수 있다. 고엔트로피 합금에서의 엔트로피란, 열역학에서 깁스 프리 에너지(Gibbs free energy)를 구성하는 엔트로피를 의미하며, 더욱 구체적으로, 구성 엔트로피(configurational entropy)를 의미할 수 있다. 요컨대, 합금을 구성하는 원소와 그 비율을 가지고 임의로 배열하는 경우를 가정했을 때 가지는 엔트로피값을 의미하며, 전통적인 합금의 경우 비교적 낮은 값을 가지는데 반하여, 고엔트로피 합금의 경우에는 주요원소도 많고 그 비율이 높아 엔트로피 값이 높아서 고엔트로피 합금이라고 명명한다.
- [0003] 일반적으로 알려진 금속 재료들은 온도가 낮아짐에 따라 강도는 증가하고 연신율은 감소하는 경향을 나타낸다. 그러나 2004년에 처음으로 고엔트로피 합금이라는 이름으로 제시되었던, Cr-Mn-Fe-Co-Ni이 동-원자비율로 구성된 CrMnFeCoNi 고 엔트로피 합금은 기존에 알려진 금속재료와 달리 온도가 낮아짐에도 불구하고 우수한 연신을 보임으로서 낮은 온도에서도 우수한 인성을 가진다고 사이언스지에 보고되었다.
- [0004] 한편, 금속 재료를 주조하였을 때, 수지상 형태의 주조 조직(dendrite structure)이 형성된다. 보통의 합금들은 주요원소(principal element)가 하나 혹은 2개이고 첨가원소(alloying element)가 수 % 내로 함유되므로 덴드라이트(dendrite)와 내부 덴드라이트(inter-dendrite) 간은 미소 편석(micro-segregation)이 두드러지게 나타나지 않는다. 그러나 고엔트로피 합금의 경우 주요원소의 수가 다양하고 상대적으로 그 비율이 비슷하여 주조 후에 미소 편석이 나타나는 것이 일반적이다. 따라서 고엔트로피 합금은 주조 후 균질한 조성 분포를 얻기 위해, 고온에서 장시간 열처리를 하여 편석(segregation)을 없애는 과정(예를 들어, Homogenization treatment)이 필요하다.
- [0005] 금속 재료는 다양한 분야에서 활용이 되고, 그 과정 중에 접합-용접 공정이 필연적으로 요구된다. 일반적으로 많이 접하는 접합 방법은 용융 용접(fusion welding)으로 불이려는 재료를 직접 녹이거나, 필러 재료를 녹여서 재료를 잇는 것이 보통이다. 고엔트로피 합금을 용융 용접으로 접합 시에는 접합부에서 미소 편석을 포함하는 덴드라이트 구조가 나타난다. 이로 인해 재료/부품은 특정부분(접합부)에서 취약한 물성을 가지는 문제점이 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0006] 본 발명이 이루고자 하는 기술적 과제는 비교적 간단한 방법과 장치를 이용하여 고엔트로피 합금의 접합부 물성을 개선할 수 있는 고엔트로피 합금의 접합 방법 및 장치를 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0007] 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명의 일 실시예에 따른 고엔트로피 합금의 접합 방법을 제공한다.
- [0008] 상기 고엔트로피 합금의 접합 방법은 고엔트로피 합금으로 이루어진 시편들을 맞대도록 배치하는 단계; 및 상기 고엔트로피 합금이 용융되지 않는 범위 내에서 상기 시편들의 접합부에 압축응력을 인가하는 동시에 전류를 인가함으로써 상기 고엔트로피 합금으로 이루어진 시편들을 고상 접합하는 단계; 를 포함한다.
- [0009] 상기 고엔트로피 합금의 접합 방법에서, 상기 고상 접합하는 단계는 상기 시편들의 접합부에 압축응력을 인가하는 동시에 복수의 펄스 전류를 인가하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0010] 상기 고엔트로피 합금의 접합 방법에서, 상기 고상 접합하는 단계는 상기 시편들의 접합부에 압축응력을 인가하면서 제 1 펄스 전류 및 제 2 펄스 전류를 순차적으로 인가하는 단계를 포함하되, 상기 제 1 펄스 전류의 전류값은 상기 제 2 펄스 전류의 전류값보다 낮은 것을 특징으로 할 수 있다.
- [0011] 상기 고엔트로피 합금의 접합 방법에서, 상기 고상 접합하는 단계는 상기 시편들의 접합부에 압축응력을 인가하면서 제 1 펄스 전류 및 제 2 펄스 전류를 순차적으로 인가하는 단계를 포함하되, 상기 제 2 펄스 전류를 인가하는 단계는 복수의 서브 펄스 전류를 인가하는 단계를 포함할 수 있다.

- [0012] 상기 고엔트로피 합금의 접합 방법에서, 상기 제 1 펄스 전류를 인가하는 단계와 상기 제 2 펄스 전류를 인가하는 단계 사이와 상기 복수의 서브 펄스 전류를 인가하는 단계 중 각각의 서브 펄스 전류를 인가하는 단계 사이는 전류를 인가하지 않는 구간을 가질 수 있다.
- [0013] 상기 고엔트로피 합금의 접합 방법에서, 상기 시편들에 압축응력을 인가하는 단계는 상기 시편들의 접합부에 압축응력을 점진적으로 증가하면서 인가하는 제 1 단계와 상기 시편들의 접합부에 압축응력을 일정하게 인가하는 제 2 단계를 순차적으로 포함하되, 상기 제 1 단계를 종료하고 상기 제 2 단계를 시작하는 시점은 상기 복수의 서브 펄스 전류를 인가하는 단계 중의 어느 한 시점일 수 있다.
- [0014] 상기 고엔트로피 합금의 접합 방법에서, 상기 고엔트로피 합금은 크롬(Cr), 망간(Mn), 철(Fe), 코발트(Co) 및 니켈(Ni)을 함유하는 CrMnFeCoNi일 수 있다.
- [0015] 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명의 다른 실시예에 따른 고엔트로피 합금의 접합 장치를 제공한다.
- [0016] 상기 고엔트로피 합금의 접합 장치는 고엔트로피 합금으로 이루어진 시편들의 접합부에 전류를 인가할 수 있도록 전원 공급부에 연결되어 구성된 한 쌍의 전극; 상기 한 쌍의 전극을 통하여 상기 시편들의 접합부에 압축응력을 인가할 수 있도록 구성된 응력 인가부; 및 상기 고엔트로피 합금이 용융되지 않는 범위 내에서 상기 시편들의 접합부에 압축응력을 인가하는 동시에 전류를 인가할 수 있도록 상기 압축응력과 상기 전류를 조절하는 제어부;를 포함한다.
- [0017] 상기 고엔트로피 합금의 접합 장치는 상기 고엔트로피 합금이 용융되지 않는 범위 내에서 상기 시편들의 접합부에 압축응력을 인가하는 동시에 전류를 인가할 수 있도록, 상기 고엔트로피 합금으로 이루어진 시편들의 접합부에서 발생하는 열을 측정하는 열측정부;를 더 포함할 수 있다.
- [0018] 상기 고엔트로피 합금의 접합 장치에서, 상기 제어부와 상기 전원 공급부는 상기 시편들의 접합부에 복수의 펄스 전류를 인가하도록 구성될 수 있다.
- [0019] 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명의 또 다른 실시예에 따른 고엔트로피 합금의 접합 구조체를 제공한다.
- [0020] 상기 고엔트로피 합금의 접합 구조체는 한 쌍의 고엔트로피 합금이 서로 맞닿아 고상 접합된 접합부를 구비하는 고엔트로피 합금의 접합 구조체이며, 상기 접합부는 덴드라이트 구조를 가지지 않으며 적어도 일부가 재결정된 조직을 가지는 것을 특징으로 한다.
- [0021] 상기 고엔트로피 합금의 접합 구조체에서, 상기 접합부는 전체 영역에 걸쳐 재결정된 조직을 가지되, 상기 접합부에 인접한 모재부와 동일한 조직을 가질 수 있다.

발명의 효과

- [0022] 본 발명의 실시예에 따르면, 비교적 간단한 방법과 장치를 이용하여 고엔트로피 합금의 접합부 물성을 개선할 수 있는 고엔트로피 합금의 접합 방법 및 장치를 구현할 수 있다. 나아가, 접합부와 모재부가 동일한 조직을 가지는 고엔트로피 합금의 접합 구조체를 구현할 수 있다. 물론 이러한 효과에 의해 본 발명의 범위가 한정되는 것은 아니다.

도면의 간단한 설명

- [0023] 도 1은 본 발명의 비교예에 따른 고엔트로피 합금의 접합 장치를 도해하는 도면이다.
- 도 2는 본 발명의 실시예에 따른 고엔트로피 합금의 접합 장치를 도해하는 도면이다.
- 도 3은 본 발명의 실시예에 따른 고엔트로피 합금의 접합 방법에서 압축응력을 인가하는 양상을 도해하는 그래프이고,
- 도 4는 본 발명의 실시예에 따른 고엔트로피 합금의 접합 방법에서 전류를 인가하는 양상을 도해하는 그래프이다.
- 도 5는 본 발명의 실험예들에서 시편의 접합부에서 발생하는 온도를 시간에 따라 측정한 결과를 나타낸 그래프이다.
- 도 6은 본 발명의 실험예에서 시편의 접합부의 측면 주사전자현미경-화학조성분포 분석 결과를 나타낸 도면이다.

도 7은 본 발명의 다른 비교예로서 레이저 용융 공정을 적용한 고엔트로피 합금의 접합부 측면 주사전자현미경-화학조성분포 분석 결과를 나타낸 도면이다.

도 8은 본 발명의 다양한 실시예들에 따른 고엔트로피 합금의 접합부의 단면 중앙부에서의 EBSD 분석 결과를 나타낸 도면이다.

도 9는 본 발명의 다른 비교예로서 레이저 용접 공정을 적용한 고엔트로피 합금의 접합부와 모재부의 단면에서의 EBSD 분석 결과를 나타낸 도면이다.

도 10은 본 발명의 실험예들에서 시편의 접합 강도를 평가한 결과를 나타내 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0024] 이하, 첨부된 도면들을 참조하여 본 발명의 실시예를 상세히 설명하면 다음과 같다. 그러나 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 수 있는 것으로, 이하의 실시예는 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이다.
- [0025] 앞에서 살펴본 바와 같이, 고엔트로피 합금을 용융 용접으로 접합하는 경우 여러 문제점이 나타나는 바, 고엔트로피 합금을 접합하기 위하여 고상 접합의 도입을 고려할 수 있다. 먼저, 아주 간단한 툴(tool)을 회전시키며 샘플에 삽입하여 재료 내부를 강제로 휘저어서 접합하는 방법인 마찰 교반 용접(FSW, Friction stir welding)을 도입할 수 있으나, 접합하려는 재료보다 더 강한 툴의 재료 개발이 선행되어야 한다는 점과 복잡한 접합 형상에 대해서는 제한점을 가진다는 한계가 있다. 다음으로, 온도와 외력(pressure)으로 확산(diffusion)을 촉진시켜서 접합하는 고상 접합(diffusion joining)을 고려해 볼 수 있다.
- [0026] 도 1은 본 발명의 비교예에 따른 고엔트로피 합금의 접합 장치(100)를 도해하는 도면이다.
- [0027] 도 1을 참조하면, 한 쌍의 고엔트로피 합금(10a, 10b)을 맞대어 접촉시키고, 가압부재(110, 120)를 이용하여 한 쌍의 고엔트로피 합금(10a, 10b)에 외력(press)을 인가한다. 또한, 한 쌍의 고엔트로피 합금(10a, 10b)에 열을 인가하기 위하여 접합 장치(100)는 로(furnace) 안에 장입해야 한다.
- [0028] 즉, 본 발명의 비교예에 따른 고엔트로피 합금의 접합 방법 및 장치는 기본적으로 붙이려는 한 쌍의 고엔트로피 합금(10a, 10b) 시편을 접촉시키고 외부에서 가열을 하여 시편 내부의 원자 확산으로 접합을 하게 된다. 여기에 이용되는 변수는 접촉시킬 때의 외부 압력, 가열 온도, 시간 등이 있다. 그러나 한 쌍의 고엔트로피 합금(10a, 10b)을 서로 접촉시키기 위한 그립 형태의 구조물이 필요로 하고 열을 가해주기 위해 로(furnace) 안에 장입해야 하므로 크기에 따른 제한이 있으며, 접촉시키려는 한 쌍의 고엔트로피 합금(10a, 10b) 이외의 구조물 또한 가열이 되므로 효율성이 떨어진다. 요컨대, 온도와 외력으로 확산을 촉진시켜 고엔트로피 합금을 고상 접합하는 방법은 크기 제한이 수반되며, 시간 및 비용이 많이 소요되는 문제점을 가진다.
- [0029] 도 2는 본 발명의 실시예에 따른 고엔트로피 합금의 접합 장치를 도해하는 도면이다.
- [0030] 도 2를 참조하면, 본 발명의 실시예에 따른 고엔트로피 합금의 접합 장치(200)는 고엔트로피 합금으로 이루어진 시편들(10; 10a, 10b)의 접합부에 전류를 인가할 수 있도록 전원 공급부(240)에 연결되어 구성된 한 쌍의 전극(230); 상기 한 쌍의 전극(230)을 통하여 상기 시편들(10)의 접합부에 압축응력을 인가할 수 있도록 구성된 응력 인가부(210); 및 상기 고엔트로피 합금이 용융되지 않는 범위 내에서 상기 시편들(10)의 접합부에 압축응력을 인가하는 동시에 전류를 인가할 수 있도록 상기 압축응력과 상기 전류를 조절하는 제어부(260);를 포함한다.
- [0031] 일 예로, 제어부(260)는 응력 인가부(210)를 통하여 상기 압축응력을 조절하는 제 1 제어부(260-1)와 상기 전류를 조절하는 제 2 제어부(260-2)를 구분하여 포함할 수 있다. 이 경우, 제 1 제어부(260-1)는 응력 인가부(210)에 프로그램을 이용하여 명령을 하고 그에 따른 결과를 디지털화하여 도출할 수 있는 전산장치(270)의 적어도 일부로 이해할 수 있다. 나아가, 전산장치(270)는 열화상카메라와 같은 열측정부(250)의 결과를 디지털화할 수도 있다.
- [0032] 다른 예로, 제어부(260)는 상기 압축응력을 조절하는 제 1 제어부(260-1)와 상기 전류를 조절하는 제 2 제어부(260-2)가 통합된 하나의 형태로 제공될 수도 있다. 이 경우, 열화상카메라와 같은 열측정부(250)의 결과를 디지털화하는 장치는 제어부(260)와 별개인 전산장치(270)에 의하여 구현될 수 있다.
- [0033] 응력 인가부(210)는, 예를 들어, 만능 재료 시험기(Universal testing machine)를 이용할 수 있다. 응력 인가

부(210)와 전극(230) 사이에는 전기 절연부(220)가 개재될 수 있다.

- [0034] 나아가, 상기 고엔트로피 합금이 용융되지 않는 범위 내에서 상기 시편들(10)의 접합부에 압축응력을 인가하는 동시에 전류를 인가할 수 있도록, 상기 고엔트로피 합금으로 이루어진 시편들(10)의 접합부에서 발생하는 열을 측정하는 열측정부(250);를 더 포함할 수 있다. 상기 제어부(260)와 상기 전원 공급부(240)는 상기 시편들(10)의 접합부에 복수의 펄스 전류를 인가하도록 구성될 수 있다.
- [0035] 즉, 본 발명의 실시예에 따른 고엔트로피 합금의 접합 장치(200)는 압축 변형을 가할 수 있는 장비에 전류가 통하는 전극(230)을 압축 다이(Die)로 하여 접합하고자 하는 시편들(10)을 가운데 놓고 상하에서 전극 다이로 압축을 가함과 동시에 전류를 인가하여 발생된 열로 접합을 하는 장치이다. 이 때, 외부에서 열화상카메라와 같은 열측정부(250)를 통해 접합부에서 발생하는 열을 간접적으로 측정할 수 있다.
- [0036] 상기 고엔트로피 합금은 크롬(Cr), 망간(Mn), 철(Fe), 코발트(Co) 및 니켈(Ni)을 함유하는 CrMnFeCoNi일 수 있다. 구체적으로, 크롬(Cr), 망간(Mn), 철(Fe), 코발트(Co) 및 니켈(Ni) 원소가 동일 원자비율인 20 at%씩 존재하는 CrMnFeCoNi 고엔트로피 합금일 수 있다. 그러나, 본 발명의 기술적 사상이 고엔트로피 합금의 종류 및 조성에 한정될 필요는 없다.
- [0037] 상술한 고엔트로피 합금의 접합 장치(200)를 이용한 고엔트로피 합금의 접합 방법은 고엔트로피 합금으로 이루어진 시편들을 맞대도록 배치하는 단계(S10); 및 상기 고엔트로피 합금이 용융되지 않는 범위 내에서 상기 시편들의 접합부에 압축응력을 인가하는 동시에 전류를 인가함으로써 상기 고엔트로피 합금으로 이루어진 시편들을 고상 접합하는 단계(S20);를 포함한다.
- [0038] 이하에서는, 고엔트로피 합금의 접합부에 압축응력 및 전류를 인가하는 방법을 설명한다.
- [0039] 도 3은 본 발명의 실시예에 따른 고엔트로피 합금의 접합 방법에서 압축응력을 인가하는 양상을 도해하는 그래프이고, 도 4는 본 발명의 실시예에 따른 고엔트로피 합금의 접합 방법에서 전류를 인가하는 양상을 도해하는 그래프이다.
- [0040] 도 3 및 도 4를 참조하면, 본 발명의 실시예에 따른 고엔트로피 합금의 접합 방법에서, 상기 고상 접합하는 단계(S20)는 상기 시편들(10)의 접합부에 압축응력을 인가하는 동시에 복수의 펄스 전류를 인가하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0041] 일 예로서, 상기 고상 접합하는 단계(S20)는 상기 시편들(10)의 접합부에 압축응력을 인가하면서 제 1 펄스 전류(P1) 및 제 2 펄스 전류(P2)를 순차적으로 인가하는 단계를 포함하되, 상기 제 1 펄스 전류(P1)의 전류값과 상기 제 2 펄스 전류(P2)의 전류값은 상기 고엔트로피 합금이 용융되지 않는 범위 내에서 조절될 수 있다. 예를 들어, 상기 제 1 펄스 전류(P1)의 전류값은 상기 제 2 펄스 전류(P2)의 전류값보다 낮을 수 있다.
- [0042] 전류를 인가하면 전극(230)과 시편(10)이 접촉된 부분에서 발열이 발생한다. 전류를 단일한 전류값으로 계속적으로 공급하면 온도는 직선적으로 상승하여 고엔트로피 합금이 용융되는 문제점이 발생할 수 있다. 그러나 상술한 것처럼 전류를 펄스 형태로 인가하게 되면 온도가 상승한 뒤에 유지를 하는 양상을 구현할 수 있다. 첫번째 펄스와 두번째 펄스 구간을 나누어 첫번째에는 예열을 수행하고, 두번째에서는 상승한 온도를 유지를 하는 양상을 구현함으로써, 고엔트로피 합금을 접합하는데 필요한 온도와 시간을 확보할 수 있다.
- [0043] 한편, 상기 고상 접합하는 단계(S20)는 상기 시편들(10)의 접합부에 압축응력을 인가하면서 제 1 펄스 전류(P1) 및 제 2 펄스 전류(P2)를 순차적으로 인가하는 단계를 포함하되, 상기 제 2 펄스 전류(P2)를 인가하는 단계는 복수의 서브 펄스 전류(P2-1, P2-2, P2-3, P2-4, P2-5, P2-6, P2-7, P2-8, P2-9)를 인가하는 단계를 포함할 수 있다. 서브 펄스 전류를 인가하는 횟수는 고엔트로피 합금의 접합부에서의 온도 프로파일을 제어하기 위하여 적절하게 조절될 수 있다.
- [0044] 나아가, 상기 고엔트로피 합금의 접합 방법에서, 상기 제 1 펄스 전류(P1)를 인가하는 단계와 상기 제 2 펄스 전류(P2)를 인가하는 단계 사이는 전류를 인가하지 않는 구간을 가질 수 있다. 그리고, 상기 복수의 서브 펄스 전류(P2-1, P2-2, P2-3, P2-4, P2-5, P2-6, P2-7, P2-8, P2-9)를 인가하는 단계 중 각각의 서브 펄스 전류를 인가하는 단계 사이는 전류를 인가하지 않는 구간을 가질 수 있다.
- [0045] 본 발명의 실시예에 따른 고엔트로피 합금의 접합 방법에서, 상기 시편들(10)에 압축응력을 인가하는 단계는 상기 시편들의 접합부에 압축응력을 점진적으로 증가하면서 인가하는 제 1 단계(C1)와 상기 시편들의 접합부에 압축응력을 일정하게 인가하는 제 2 단계(C2)를 순차적으로 포함하되, 상기 제 1 단계(C1)를 종료하고 상기 제 2 단계(C1)를 시작하는 시점(T1)은 상기 복수의 서브 펄스 전류(P2-1, P2-2, P2-3, P2-4, P2-5, P2-6, P2-7, P2-

8, P2-9)를 인가하는 단계 중의 어느 한 시점일 수 있다. 제 1 단계(C1)에서는 압축 변형 속도가 일정한 양의 값(예를 들어, 4mm/min)을 가지도록 압축응력을 인가하며, 제 2 단계(C2)에서는 압축응력 값이 일정하도록 압축응력을 인가할 수 있다.

[0046] 상술한 고엔트로피 합금의 접합 방법에서는 전극으로 압착하는 힘을 가하고 동시에 전극에 전류를 인가하여 발생하는 열을 이용하여 접합을 수행한다. 전류인가로 인해 발생하는 발열이 외로 통전에 의해 금속 내부의 확산을 촉진시켜 이를 이용하여 단시간에 재료를 용해시키지 않고 접합을 한다. 이때 가해주는 전류는 한 조건으로 연속적으로 가해주는 것이 아니라, 도 4와 같이 순간적으로 예비 가열을 하는 첫 번째 펄스 구간과 수 밀리초의 간극을 가지고 9차례 전류를 가하여 높은 온도를 유지시키는 두 번째 펄스로 구성되어 있다. 펄스를 가하여 짧은 시간동안 높은 온도로 유지시키며 이를 열화상 카메라로 동시에 온도를 측정하여 재료가 녹지 않는 조건에서 수행하였다.

[0047] 상술한 고엔트로피 합금의 접합 장치 및 접합 방법에 의하면, 접합하고자 하는 고엔트로피 합금보다 더 강한 재료 개발이 필요 없고, 복잡한 접합 형상에 대한 제한이 없으며, 접합 대상체의 구조물의 크기 제한이 없으며, 시간 및 비용 절감이 가능하다는 효과를 기대할 수 있다. 즉, 고엔트로피 합금을 접합 시 용융 용접을 이용하면 용접부에서 화학적, 미세조직적 불균질이 발생하는데 이를 피하고자 마찰 교반 용접을 적용하는 경우, 재료의 강도에 따라 사용하는 회전 톨의 개발 또한 선행으로 요구된다. 그러나 상술한 본 발명의 실시예에 따른 고엔트로피 합금의 접합 방법의 경우 재료 강도와 무관하게 가해주는 전류 조건을 변경함으로써 접합을 실시할 수 있다는 이점이 있다. 다만, 사전에 재료의 녹는점을 알고 있어야 하며, 재료마다 갖는 저항을 고려하여 첫 번째 펄스와 두 번째 펄스에 인가하는 전류 전압 조건을 정할 수 있다. 따라서 재료가 강도와 무관하게 사용이 가능하여 그 이용이 제한적이지 않고 오로지 가해주는 전류 전압 조건에 따라 그 활용 범위가 전류가 통하는 금속 전 범위라 할 수 있다.

[0048] 상술한 고엔트로피 합금의 접합 방법 및 고엔트로피 합금의 접합 장치를 이용하여 고엔트로피 합금의 접합 구조체를 구현할 수 있다.

[0049] 상기 고엔트로피 합금의 접합 구조체는 한 쌍의 고엔트로피 합금이 서로 맞닿아 고상 접합된 접합부를 구비하는 고엔트로피 합금의 접합 구조체이며, 상기 접합부는 덴드라이트 구조를 가지지 않으며 적어도 일부가 재결정된 조직을 가진다. 나아가, 상기 고엔트로피 합금의 접합 구조체에서, 상기 접합부는 전체 영역에 걸쳐 재결정된 조직을 가지되, 상기 접합부에 인접한 모재부와 동일한 조직을 가질 수 있다.

[0050] 실험예

[0051] 이하 본 발명의 이해를 돕기 위해 바람직한 실험예를 제시한다. 다만, 하기의 실험예는 본 발명의 이해를 돕기 위한 것일 뿐, 본 발명이 하기의 실험예에 의해 한정되는 것은 아니다.

[0052] 표 1은 본 발명의 실험예에 의한 고엔트로피 합금의 접합 방법에서 고엔트로피 합금 시편들의 접합부에 압축응력을 인가하면서 동시에 전류를 인가하는 조건을 나타낸다.

표 1

	①	②	③	④	⑤	⑥	⑦
실험예1	0.2 kA	2 sec	0.5 kA	3sec	0.5 sec	9	33.5 sec
실험예2	0.5 kA	5 sec	1.0 kA	5 sec	0.2 sec	9	51.8 sec
실험예3	0.5 kA	5 sec	1.2 kA	5 sec	0.2 sec	9	51.8 sec
실험예4	0.5 kA	5 sec	1.3 kA	5 sec	0.2 sec	9	51.8 sec

[0054] 본 발명의 실험예1 내지 실험예4에서 압축응력을 인가하는 조건은 Pre-load : 200N, 압축변형 속도(Displacement rate) : 4mm/min, 최대 압축변형(Displacement) : 1.4mm이다.

[0055] 도 4를 함께 참조하면, 표 1에서 항목 ① 내지 ②는 제 1 펄스 전류(P1)에 관한 것으로서, 구체적으로, 항목 ①은 제 1 펄스 전류(P1)의 전류값이며, 항목 ②는 제 1 펄스 전류(P1)의 지속시간(duration)이다. 항목 ③ 내지 ⑥은 제 2 펄스 전류(P2)에 관한 것으로서, 구체적으로, 항목 ③은 각각의 서브 펄스 전류(P2-1, P2-2, P2-3, P2-4, P2-5, P2-6, P2-7, P2-8, P2-9)의 전류값이며, 항목 ④는 각각의 서브 펄스 전류(P2-1, P2-2, P2-3, P2-4, P2-5, P2-6, P2-7, P2-8, P2-9)의 지속시간(duration)이며, 항목 ⑤는 제 1 펄스 전류(P1)와 제 2 펄스 전류(P2) 사이의 인터벌(interval) 또는 각각의 서브 펄스 전류(P2-1, P2-2, P2-3, P2-4, P2-5, P2-6, P2-7, P2-8, P2-9)의 지속시간(duration)이다.

8, P2-9) 사이의 인터벌(interval)이며, 항목 ⑥은 서브 펄스 전류가 인가되는 회수이다. 상기 인터벌(interval)은 고엔트로피 합금의 시편 접합부에 전류를 인가하지 않는 구간에 해당한다. 이에 의하면, 실험예1에서 소요되는 시간은 총 33.5초에 해당하며, 실험예2 내지 실험예4에서 소요되는 시간은 총 51.8초에 해당한다.

[0056] 도 5는 본 발명의 실험예에서 시편의 접합부에서 발생하는 온도를 시간에 따라 측정한 결과를 나타낸 그래프이다.

[0057] 도 5를 참조하면, 표 1의 실험예1(0.2kA 2sec + 0.5kA 3sec*9cycle), 실험예2(0.5kA 5sec + 1.0kA 5sec*9cycle), 실험예3(0.5kA 5sec + 1.2kA 5sec*9cycle), 실험예4(0.5kA 5sec + 1.3kA 5sec*9cycle)의 조건으로 고상 접합을 위한 외력(압력)과 전류가 인가되었을 때 고엔트로피 합금의 용융점을 초과하지 않고 고엔트로피 합금의 접합부가 비교적 낮은 온도를 유지함을 확인할 수 있다.

[0058] 즉, 본 발명의 실험예에서는 초기에 pre-load를 인가하여 접합하려는 시편들을 전극으로 눌러 준 뒤에 전류를 인가하며 동시에 압축을 가한다. 이때 가해주는 전류 조건에 따라 도달하는 평균적인 온도는 약 500도(실험예1), 650도(실험예2), 750도(실험예3), 850도(실험예4) 정도이다. 상술한 바와 같이, 단일 전류 조건으로 계속 인가하여 계속적으로 온도가 상승하는 것이 아니라 펄스를 주어 온도가 유지되도록 구성하였다.

[0059] 도 6은 에너지 분산형 분광분석(energy dispersive spectrometer, EDS)을 이용하여 본 발명의 실험예1에서 시편의 접합부의 측면 주사전자현미경-화학조성분포 분석 결과를 나타낸 도면이다. 도면의 하단부에 개시된 조성분포는 상단부에 도시된 Z1 영역의 조성분포를 나타낸다.

[0060] 도 6을 참조하면, 약 500도에 도달한 조건의 고엔트로피 합금의 접합부 영역에서 화학적으로 균일한 분포가 나타남을 확인할 수 있으며, 이는 고상 접합이 양호함을 나타낸다. 이러한 양호한 고상 접합의 양상은 접합부의 가운데뿐만 아니라 접합부의 가장자리까지 나타난다.

[0061] 도 7은 본 발명의 다른 비교예로서 레이저 용융 공정을 적용한 고엔트로피 합금의 접합부 측면 주사전자현미경-화학조성분포 분석 결과를 나타낸 도면이다. 도면의 하단부에 개시된 조성분포는 상단부에 도시된 Z2 영역의 조성분포를 나타낸다.

[0062] 도 7을 참조하면, 용융 용접으로 화학적 분리(micro-segregation)가 나타남을 확인할 수 있다. 고엔트로피 합금의 경우 주요원소의 수가 다양하고 상대적으로 그 비율이 비슷하여 용융 용접 후에 미소 편석이 나타나는 것이 일반적이다. 따라서 고엔트로피 합금은 용융 용접 후 균질한 조성 분포를 얻기 위해, 고온에서 장시간 열처리를 하여 편석(segregation)을 없애는 과정(예를 들어, Homogenization treatment)이 필요하다.

[0063] 도 8은 본 발명의 다양한 실시예들에 따른 고엔트로피 합금의 접합부의 단면 중앙부에서의 EBSD 분석 결과를 나타낸 도면(EBSD IPF map)이다. 도 8의 (a)는 접합부 단면 중앙부의 평균온도가 약 450℃인 경우이며, (b)는 접합부 단면 중앙부의 평균온도가 약 510℃인 경우이며, (c)는 접합부 단면 중앙부의 평균온도가 약 740℃인 경우이며, (d)는 접합부 단면 중앙부의 평균온도가 약 770℃인 경우에 해당한다. 이들 중에서, 상기 (b)는 실험예1(0.2kA 2sec + 0.5kA 3sec*9cycle)에 따른 EDS 화학 조성 분포를 나타낸 것이고, 상기 (c)는 본 발명의 실험예3(0.5kA 5sec + 1.2kA 5sec*9cycle)에 따른 EDS 화학 조성 분포를 나타낸 것이다.

[0064] 도 8을 참조하면, 비교적 낮은 발열 조건과 짧은 시간에도 성공적으로 고상 접합이 구현됨을 확인할 수 있으며, EBSD 분석 결과 접합부에서 부분적으로 아주 미세한 재결정(partial recrystallization)이 일어난 것을 확인할 수 있다. 한편, 높은 발열 조건으로 전류를 인가하면 접합부 전 영역에서 완전 재결정 및 결정립 성장이 일어난 것을 확인할 수 있다. 이는 완전한 고상 접합과 전류 조건을 조절하면 접합부와 모재부가 완벽하게 동일한 상태로 접합이 가능함을 의미한다. 즉, 전자 후방 산란 회절분석(electron backscatter diffraction, EBSD)을 통하여 미세조직을 관찰한 결과, 상대적으로 도달 온도가 낮았던 조건에서는, 접합부 내 변형을 가장 많이 수반한 가운데 영역에서 부분적으로 재결정이 일어난 것을 알 수 있으며, 도달 온도가 비교적 높았던 조건에서는 접합부 상하 전 범위에서 재결정 및 결정립 성장이 일어나 모재와 거의 유사한 미세조직을 갖는 것을 확인하였다.

[0065] 도 9는 본 발명의 다른 비교예로서 레이저 용접 공정을 적용한 고엔트로피 합금의 접합부와 모재부의 단면에서의 EBSD 분석 결과를 나타낸 도면이다.

[0066] 도 9를 참조하면, 레이저 용접 공정을 적용한 고엔트로피 합금의 접합부의 용융부(FZ; fusion zone)는 조대한 결정립을 가지며 복수의 덴드라이트(dendrite) 구조를 가지는 것을 확인할 수 있다. 상기 덴드라이트 구조는 고엔트로피 합금이 용융되었다가 응고된 조직을 포함할 수 있다. 상기 덴드라이트들은 용융부와 모재부의 경계에

서 접합부의 중앙부로 성장하여 형성된다. 용융 용접 시 녹았다가 다시 응고되면 녹지 않은 고체부분을 시드(seed)로 하여 길게 자라나게 된다.

[0067] 도 8 및 도 9를 함께 참조하면, 본 발명의 다른 관점에 따른 고엔트로피 합금의 접합 구조체는 한 쌍의 고엔트로피 합금이 서로 맞닿아 고상 접합된 접합부를 구비하는 고엔트로피 합금의 접합 구조체로서, 상기 접합부는 텐드라이트 구조를 가지지 않으며 적어도 일부가 재결정된 조직을 가지되, 상기 재결정된 조직은 상기 접합부에 인접한 모재부와 동일한 조직을 가지는 것을 특징으로 한다. 나아가, 상기 고엔트로피 합금의 접합 구조체에서, 상기 접합부는 전체 영역에 걸쳐 재결정된 조직을 가지되, 상기 접합부에 인접한 모재부와 동일한 조직을 가진다는 것을 이해할 수 있다.

[0068] 도 10은 본 발명의 실험예에서 시편의 접합 강도를 평가한 결과를 나타내 그래프이다.

[0069] 도 10을 참조하면, 본 발명의 실험예에서 시편의 접합 강도를 평가하고자 인장전단시험(tensile-shear test)을 수행하였다. 상당한 변형조직과 아주 미세한 부분 재결정을 가진 조직에서 가장 높은 플로우(flow)를 보이나 가장 짧은 변형을 보였으며, 완전 재결정 이후에는 거의 유사한 변형을 보이나 플로우(flow)에서는 결정립 크기를 따라 소프트(soft)해진 것을 확인할 수 있다.

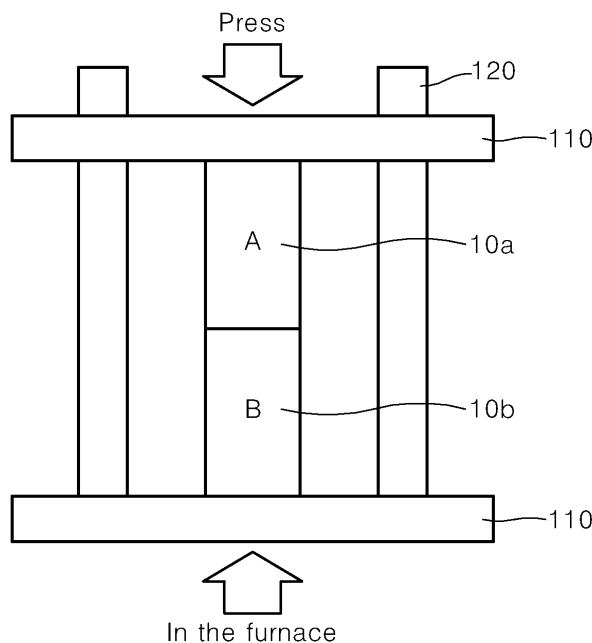
[0070] 즉, 도달 온도가 낮은 조건에서는 변형 조직 및 미세한 부분 재결정 조직을 가져 상대적으로 강한 load-displacement 곡선을 보이나 불균질한 미세조직에 의해 파단이 일찍 나타난 것을 알 수 있다. 전류 조건을 바꾸어 일정 수준 이상의 온도에 도달하는 경우, 전 영역에서 재결정이 일어나고 추가적으로 결정립 성장이 일어나는데 도달 온도가 높아짐에 따라 결정립 성장에 의해 그 크기가 커지고 그에 따라 곡선이 낮아짐을 알 수 있다.

[0071] 본 발명은 도면에 도시된 실시예를 참고로 설명되었으나 이는 예시적인 것에 불과하며, 당해 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 이로부터 다양한 변형 및 균등한 다른 실시예가 가능하다는 점을 이해할 것이다. 따라서 본 발명의 진정한 기술적 보호 범위는 첨부된 특허청구범위의 기술적 사상에 의하여 정해져야 할 것이다.

도면

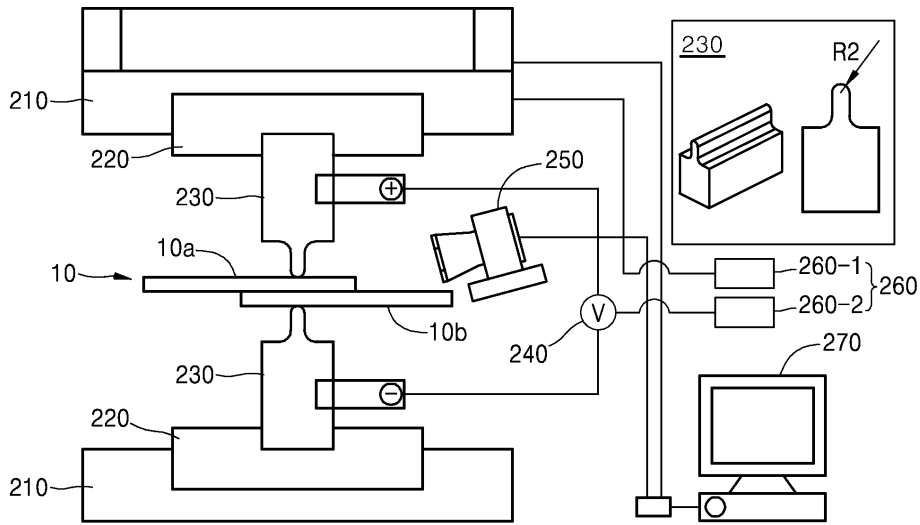
도면1

100

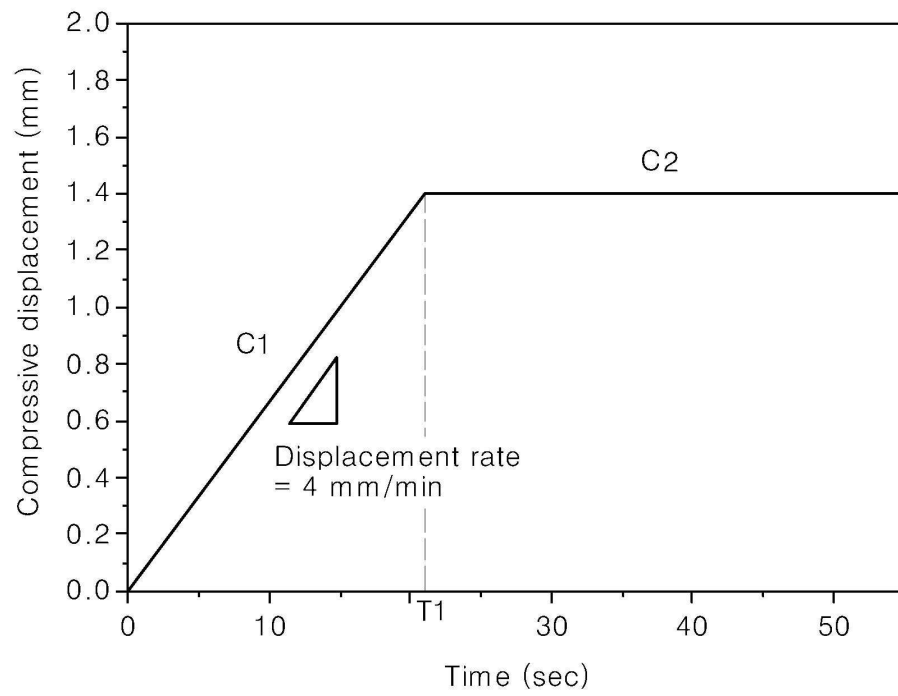


도면2

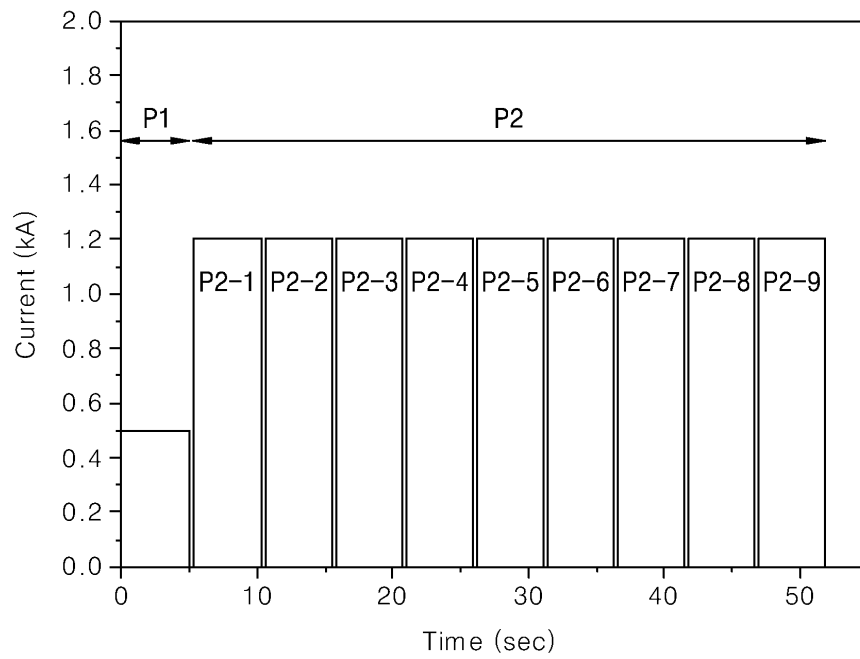
200



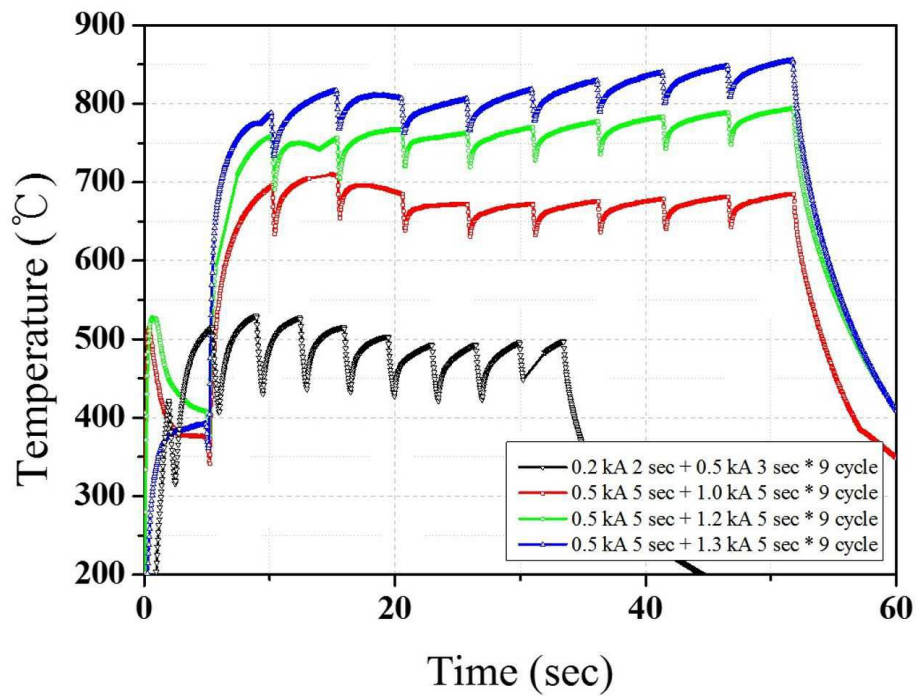
도면3



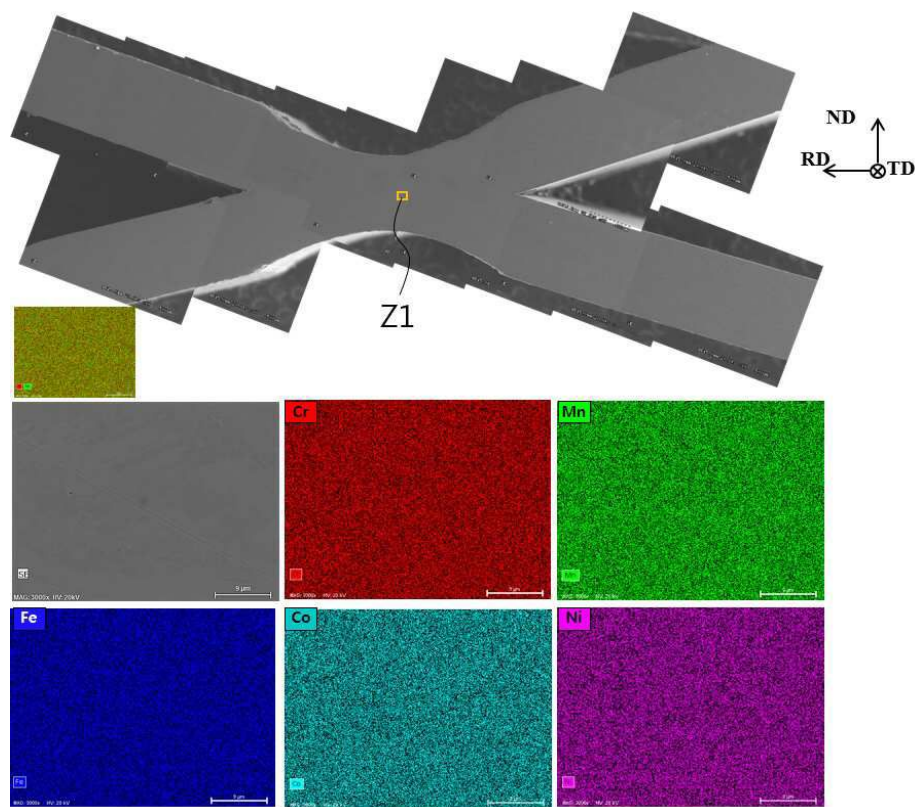
도면4



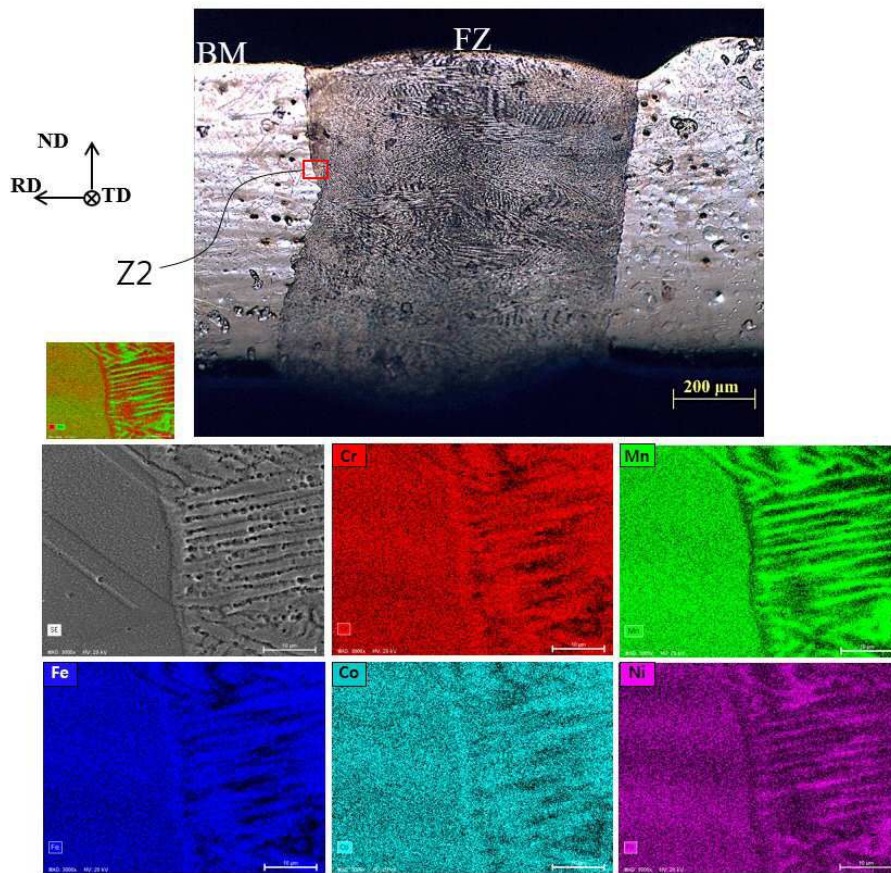
도면5



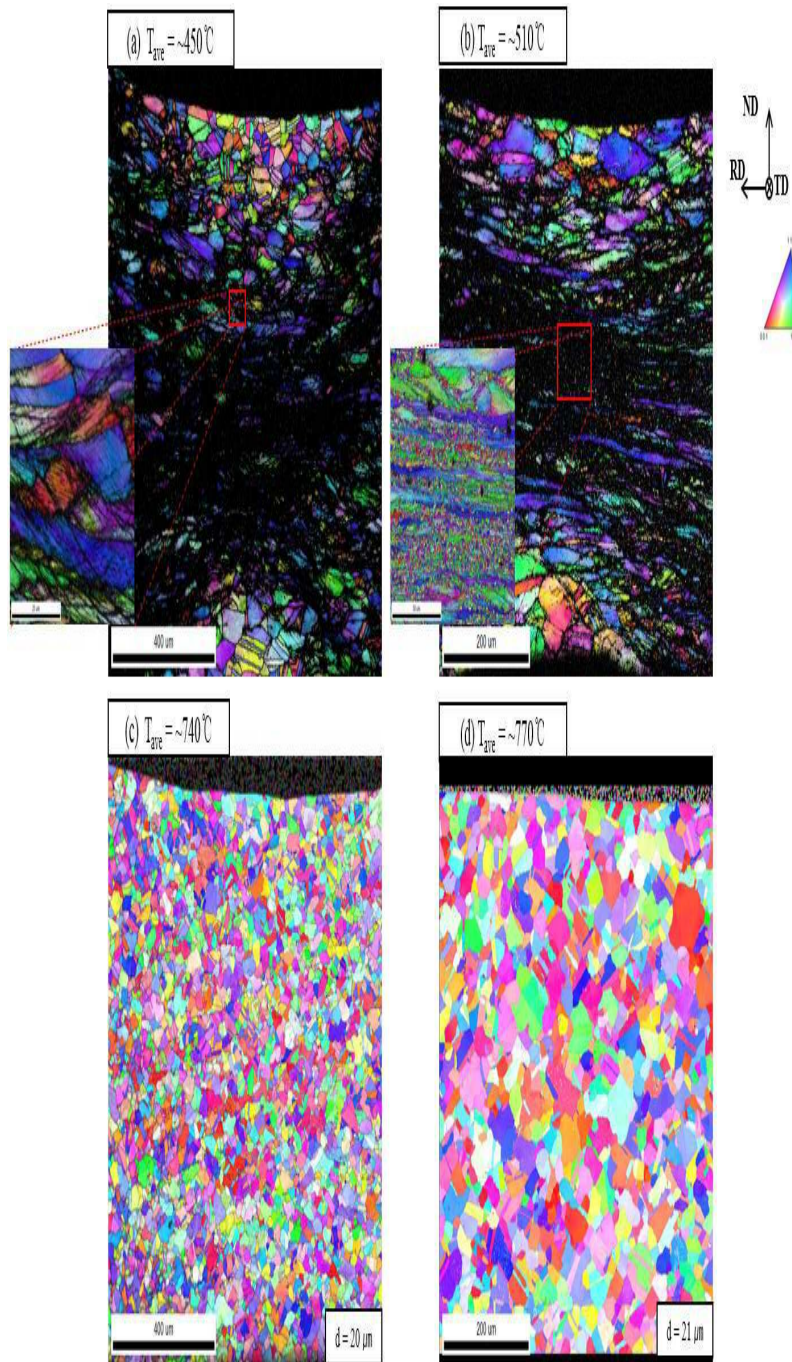
도면6



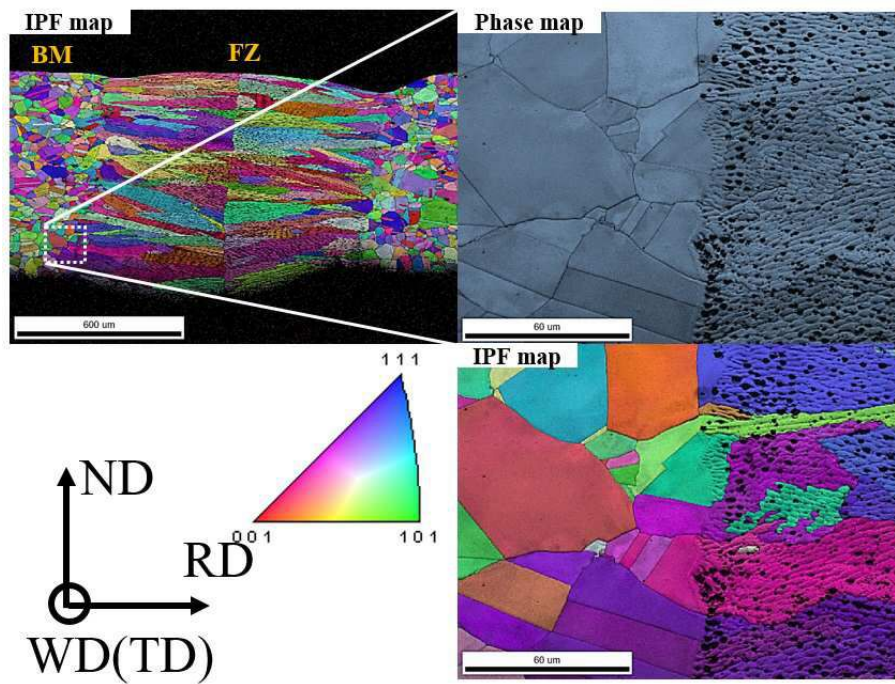
도면7



도면8



도면9



도면10

