(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2022-0090356
(43) 공개일자 2022년06월29일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C21D 1/26 (2006.01) *C21D 1/18* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C21D 1/26 (2013.01)
C21D 1/18 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2021-0026871
(22) 출원일자 2021년02월26일
심사청구일자 2021년02월26일
(30) 우선권주장
1020200179939 2020년12월21일 대한민국(KR)

(71) 출원인
한국재료연구원
경상남도 창원시 성산구 창원대로 797 (상남동)
(72) 발명자
한승전
경상남도 창원시 성산구 외리로34번길 15 (성주동)
안지혁
경남 창원시 성산구 가음동 1~14
최은애
경상남도 창원시 성산구 가음동 13
(74) 대리인
특허법인이지

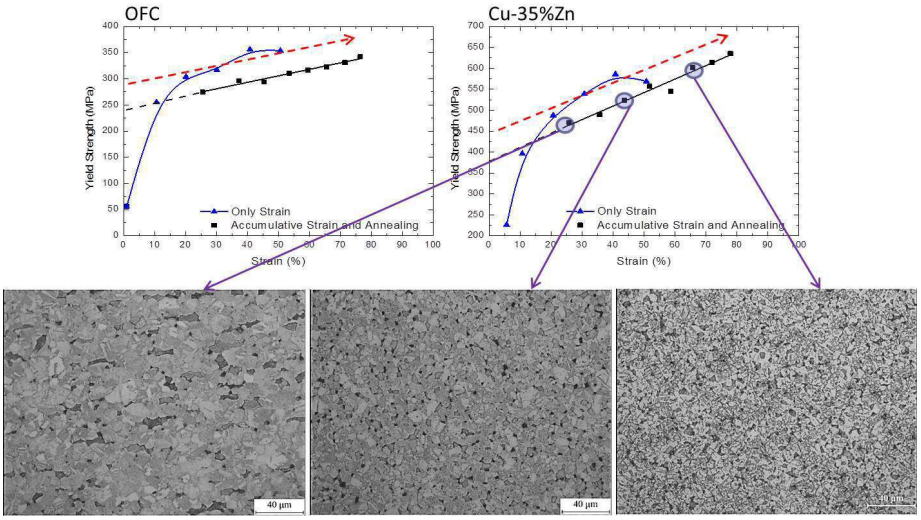
전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 발명의 명칭 **정적 재결정법을 이용한 금속의 강도 강화방법**

(57) 요 약

본 발명은 정적 재결정법을 이용한 금속의 강도 강화방법에 관한 것이다.

대 표 도 - 도14



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1711120277
과제번호	2020M3D1A2098962
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	미래소재디스커버리지원(R&D)
연구과제명	인장강도 850 MPa, 50% IACS급 고전도도 베릴륨 프리 동합금 설계 및 판재 제조기술
기 여 율	1/2
과제수행기관명	한국기계연구원부설 재료연구소
연구기간	2020.07.23 ~ 2021.01.22

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1415168527
과제번호	20010384
부처명	산업통상자원부
과제관리(전문)기관명	한국산업기술평가관리원
연구사업명	소재부품기술개발(R&D)
연구과제명	CuBe 합금 대체 인장강도 900MPa 이상 친환경 동합금 Strip 소재 제조공정 및 고강도 내마모 마찰부품 제조 기술개발
기 여 율	1/2
과제수행기관명	(주)풍산
연구기간	2020.04.01 ~ 2020.12.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

i) 금속을 균일 변형 한계 이하로 가공하는 단계; 및

ii) 상기 가공하는 단계를 거친 금속을 열처리하는 단계;

상기 단계 ii)에서 열처리에 의해 정적 재결정화가 이루어지는,

정적 재결정법을 이용한 금속의 강도 강화방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

단계 i)에서 균일 변형은 금속에 가해지는 응력 대비 가공 경화가 큰 변형인, 정적 재결정법을 이용한 금속의 강도 강화방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

단계 i)에서 가공은 냉간가공인 것을 특징으로 하는, 정적 재결정법을 이용한 금속의 강도 강화방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

단계 i)에서 상기 금속은 인장시험 시 균일 변형 가공 한계가 존재하는 것을 특징으로 하는, 정적 재결정법을 이용한 금속의 강도 강화방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 단계 i) 및 단계 ii)를 순차적으로 2회 이상 반복할 수 있는 것을 특징으로 하는,

정적 재결정법을 이용한 금속의 강도 강화방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 단계 ii)에서 열처리는 강도가 증가하는 온도 및 시간으로 하는, 정적 재결정법을 이용한 금속의 강도 강화방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 단계 ii)에서 상기 금속의 용융점 대비 0.3 이상(T/T_m)의 조건으로 열처리하는 것을 특징으로 하는, 정적 재결정법을 이용한 금속의 강도 강화방법.

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 기재된 정적재결정법을 이용한 금속의 강도 강화방법에 의하여 제조되는, 강도가 강화된 금속.

청구항 9

제8항에 있어서,

상기 금속은 정적 재결정화에 의해 결정립이 미세화된, 강도가 강화된 금속.

청구항 10

제8항에 있어서,

상기 금속은 인장시험 시 균일 변형 가공 한계가 존재하는 것을 특징으로 하는, 강도가 강화된 금속.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 정적 재결정법을 이용한 금속의 강도 강화방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 금속 재료가 자동차, 선박, 항공기 등의 구조재로 이용되기 위해서는, 인장강도, 연신율, 충격흡수에너지 등이 중요한 기계적 특성으로 고려된다.

[0003] 강도를 향상시키기 위하여 소성 가공 후 열처리에 의한 결정립 미세화는 기계적 변형 중 재결정화인 동적재결정화와 다르게 열처리로 가공된 조직이 결정화되고, 결정립 크기가 커서 강화 효과가 크지 않다.

[0004] 나아가, 가공률이 큰 경우, 전단밴드(shear band)가 생성되고, 전단밴드가 생성된 부분은 높은 에너지를 가지므로, 열처리 시 다른 부분보다 먼저 재결정화되고 크게 성장하기 때문에 결정립 평균 크기의 차이가 커서 강화 효과가 크지 않다.

[0005] 한편, 구리 합금이 실제로 산업계에 응용되기 위해서는 생산에 있어서 적절한 경제성을 가짐과 동시에 기계적 특성과 전기전도도가 적절한 균형을 이루어야 한다.

[0006] 합금을 강화시키기 위하여 성분, 소성가공 그리고 열처리에 의해 목적하는 강도와 연성을 달성한다. 합금을 강화시킨 후, 통상 어닐링은 합금의 강도를 저하시킨다고 알려져 있다.

[0007] 홀-페치 관계(Hall-Petch relation)는 금속재료의 결정립 미세화에 따른 항복강도 증가현상 원리에 대한 것으로, 일반적으로 금속의 강도는 결정립경의 2분의 1승에 반비례한다. 결정립경이 금속의 기계적 강도 특성에 영향을 미치며, 평균 결정립경을 감소시킬 경우, 강도가 상승하며, 결정립 크기의 편차가 심하지 않아야 한다. 도 1은 금속의 결정립경에 따른 강도 및 항복응력의 관계를 나타낸 그래프이다. 도 1에 따르면, 극초미세 결정립을 갖는 금속이 종래 금속들에 비해 응력이 크게 나타났으며, 금속의 항복응력이 평균 결정립 크기의 1/2승에 반비례하는 것을 확인할 수 있다.

[0008] ECAP(Equal Channel Angular Pressing)법은 동일한 단면적을 갖는 두 개의 채널을 가진 다이(die)를 통해 소재를 프레싱(Pressing)하는 가공방법으로, 이를 이용하여 결정립을 미세화 함으로써 열전재료의 성능지수를 향상시킬 수 있다.

[0009] 상기 ECAP법은 소재 내부의 조직을 발달시킴으로써 소재의 특성을 향상시키기 위한 것으로, 이러한 ECAP법은 90~135° 의 각도로 꺾여지며 전체적으로 동일한 단면형상을 갖도록 이루어진 채널(Channel)을 통하여 소재를 통과시킴으로써 소재에 극심한 전단응력을 도입시켜 소재의 내부에 미세한 결정립을 가지는 조직을 발달시키는 처리방법이다.

[0010] ARB(Accumulative Roll-Bonding)법은 금속소재의 결정립도(結晶粒度)를 서브마이크론(Submicron)까지 초미세화시킴으로써 기계적 특성을 향상시키는 강소성가공법 중의 하나이다.

[0011] RCS(Repetitive Corrugation Straightening)은 일정 두께의 금속판재를 기어형상의 압연롤에 통과시키거나 기어형 금형으로 눌러서 두께 방향의 변형 없이 판재에 주름 형상의 변형을 부여하고, 이어서 후속 압연롤에서 주름을 펴는 가공을 반복하는 것으로 판재 두께의 변화 없이 가공을 계속할 수 있어 큰 변형량을 소재 내에 축적시키는 강소성가공법 중의 하나이다.

[0012] 도 2는 금속의 소성가공 후 열처리에 의한 결정립 미세화에 따른 미세 전단밴드를 나타낸다. 가공 후 열처리에 의한 재결정화는 기계적 변형 중 재결정화하는 동적재결정화와 다르게 열처리로 가공된 조직이 결정화되며, 결

정립의 크기가 커서 강화효과가 크지 않다. 가공이 큰 경우, 전단밴드(shear band)가 생성되며, 전단밴드가 생성된 부분은 높은 에너지를 가지므로 열처리 시 다른 부분보다 먼저 재결정화되고 크게 성장하고, 결정립의 평균 크기차이가 크다. 도 3에 따르면, 금속의 동적 재결정화에 따라 생성된 조대 결정립이 생성되는 것을 확인할 수 있다.

[0013] 일반적인 가공은 1회 성형에 10% 이내의 단면적감소율로 가공한다. 이에 반해, 강소성 가공은 1회 50% 이상의 단면적 감소율(진응력(ε)= 1)로 가공한다.

[0014] 강소성 가공(Severe Plastic Deformation)에 의한 결정립 미세화는 상온 또는 금속의 용융점대비 상당히 낮은 온도(ambient temp.)에서 진응력(ε)을 1 이상 주어 금속내부에 변형에너지를 축적하고, 이 축적된 변형에너지가 동적 재결정화 (dynamic recrystallization)를 일으켜, 결정립 미세화가 일어나 강도를 증가시킨다.

[0015] 도 4는 강소성 가공인 압연, 인발, ECAP(Equal-Channel Angular Pressing), 및 ARB(Accumulative Roll Bonding)에 의한 금속 내부의 변형 에너지를 나타내었다. 도 4에 따르면, 압연 및 인발의 경우, 약 2,000%의 금속 내부의 변형 에너지를 나타내었으며, ECAP 및 ARB의 경우, 약 20,000%의 금속 내부의 변형 에너지를 나타내었다.

[0016] 도 5는 ECAP, ARB 및 RCS법의 원리를 나타낸다. ECAP, ARB 및 RCS법은 높은 에너지가 요구되고, 강도가 높은 금속은 변형에 높은 응력이 요구되어, 막대한 힘과 고강도 장비가 필요하다.

[0018] 본 발명의 배경기술로 한국 특허 제10-1708285호에는 배향형 석출물을 포함하는 금속복합재료 및 이의 제조 방법이 개시되어 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0020] 본 발명의 목적은 정적 재결정법을 이용한 금속의 강도 강화방법을 제공하는 것이다.

[0021] 본 발명의 다른 목적은 정적 재결정법을 이용한 금속의 강도 강화방법에 의해 제조된 금속을 제공하는 것이다.

[0022] 본 발명의 다른 목적 및 이점은 하기의 발명의 상세한 설명, 청구범위, 및 도면에 의해 더욱 명확하게 된다.

과제의 해결 수단

[0024] 일 측면에 따르면, i) 금속을 균일 변형 한계 이하로 가공하는 단계; 및 ii) 상기 가공하는 단계를 거친 금속을 열처리하는 단계; 상기 단계 ii)에서 열처리에 의해 정적 재결정화가 이루어지는, 정적 재결정법을 이용한 금속의 강도 강화방법이 제공된다.

[0025] 일 실시예에 따르면, 단계 i)에서 균일 변형은 금속에 가해지는 응력 대비 가공 경화가 큰 변형일 수 있다.

[0026] 일 실시예에 따르면, 단계 i)에서 가공은 냉간가공인 것을 특징으로 한다.

[0027] 일 실시예에 따르면, 단계 i)에서 상기 금속은 인장시험 시 균일 변형 가공 한계가 존재하는 것을 특징으로 한다.

[0028] 일 실시예에 따르면, 상기 단계 i) 및 단계 ii)를 순차적으로 2회 이상 반복할 수 있는 것을 특징으로 한다.

[0029] 일 실시예에 따르면, 상기 단계 ii)에서 열처리는 강도가 증가하는 온도 및 시간으로 한다.

[0030] 일 실시예에 따르면, 상기 단계 ii)에서 상기 금속의 용융점 대비 0.3 이상(T/T_m)의 조건으로 열처리하는 것을 특징으로 한다.

[0032] 다른 측면에 따르면, 상기 기재된 정적재결정법을 이용한 금속의 강도 강화방법에 의하여 제조되는, 강도가 강

화된 금속이 제공된다.

[0033] 일 실시예에 따르면, 상기 금속은 정적 재결정화에 의해 결정립이 미세화된 것이다.

[0034] 일 실시예에 따르면, 상기 금속은 인장시험 시 균일 변형 가공 한계가 존재하는 것을 특징으로 할 수 있다.

발명의 효과

[0036] 일 실시예에 따르면, 정적 재결정법을 이용하여 금속의 강도를 강화시킬 수 있다.

[0037] 일 실시예에 따르면, 정적 재결정법을 이용하여 금속의 결정립을 미세화시킬 수 있다.

[0038] 일 실시예에 의하면, 간단한 공정에 의해 정적 재결정법을 이용하여 강도가 강화된 금속을 효율적으로 제조할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0040] 도 1은 금속의 결정립경에 따른 강도 및 항복응력의 관계를 나타낸 그래프이다.

도 2는 금속의 소성가공 후 열처리에 의한 결정립 미세화에 따라 미세 전단밴드를 나타낸다.

도 3은 금속의 동적 재결정화에 따라 생성된 조대 결정립을 나타낸다.

도 4는 강소성 가공인 압연, 인발, ECAP(Equal-Channel Angular Pressing), 및 ARB(Accumulative Roll Bonding)에 의한 금속 내부의 변형 에너지를 나타낸 그래프이다.

도 5는 강소성 가공의 ECAP, ARB, RCS의 원리를 도면으로 나타낸다.

도 6은 금속을 균일 변형 한계 이상으로 가공 후 열처리하였을 때 생성되는 슬립밴드 및 전단밴드 부분이 재결정화된 후 결정립이 조대화되는 것을 나타낸다.

도 7은 금속을 균일 변형 한계 이하로 가공 후 열처리하였을 때 슬립밴드가 형성되어, 결정립의 크기가 균일하게 형성되는 것을 나타낸다.

도 8은 금속을 균일 변형 한계 이상으로 가공 후 열처리하였을 때의 변형율 및 시효 조건에 따른 연신율, 인장강도, 및 미세조직을 나타낸다.

도 9는 금속을 균일 변형 한계 이하로 가공 후 열처리하였을 때의 변형율 및 시효 조건에 따른 응력 및 미세조직을 나타낸다.

도 10은 금속을 균일 변형 한계 이하로 가공 후 열처리하였을 때의 결정립 크기에 따른 개수를 나타낸다.

도 11은 Cu-40Zn 합금의 균일 변형 한계로 가공 및 열처리하였을 때의 변형율 및 시효 조건에 따른 응력 및 미세조직을 나타낸다.

도 12는 Cu-0.1Fe-0.03P 합금의 가공 및 열처리하였을 때의 변형율 및 시효 조건에 따른 응력 및 미세조직을 나타낸다.

도 13은 금속을 균일 변형 한계 이하 또는 이상으로 가공 후 열처리하였을 때의 변형율 및 시효 조건에 따른 응력, 연신율, 인장강도 및 미세조직을 나타낸다.

도 14는 OFC(Oxygen free Copper, 무산소동) 및 Cu-35%Zn 합금의 변형율에 따른 항복응력 및 미세조직을 나타낸다.

도 15는 순수 Ti의 시효온도가 400℃ 및 500℃일 때의 변형율에 따른 응력 및 미세조직을 나타낸다.

도 16는 순수 Ti의 시효온도가 400℃ 및 500℃일 때의 변형율에 따른 응력을 나타낸다.

도 17은 석출경화형 합금인 Cu-0.3Cr-0.06Al-0.035Ti 및 Cu-0.33Cr-0.07Al-0.03Zr의 변형율에 따른 응력을 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0041] 본 발명은 다양한 변환을 가할 수 있고 여러 가지 실시예를 가질 수 있는 바, 특정 실시예들을 도면에 예시하고 상세한 설명에 상세하게 설명하고자 한다. 그러나, 이는 본 발명을 특정한 실시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 본 발명의 사상 및 기술 범위에 포함되는 모든 변환, 균등물 내지 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다. 본 발명을 설명함에 있어서 관련된 공지 기술에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 흐릴 수 있다고 판단되는 경우 그 상세한 설명을 생략한다.

[0042] 본 출원에서 사용한 용어는 단지 특정한 실시예를 설명하기 위해 사용된 것으로, 본 발명을 한정하려는 의도가 아니다. 단수의 표현은 문맥상 명백하게 다르게 뜻하지 않는 한, 복수의 표현을 포함한다. 본 출원에서, "포함하다" 또는 "가지다" 등의 용어는 명세서상에 기재된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다.

[0044] 이하, 첨부된 도면들을 참조하여 본 발명에 의한 정적 재결정법을 이용한 금속의 강도 강화방법에 대해서 구체적으로 설명한다.

[0046] 일 측면에 따르면, 본원의 정적 재결정법을 이용한 금속의 강도 강화방법은 i) 금속을 균일 변형 한계 이하로 가공하는 단계; 및 ii) 상기 가공하는 단계를 거친 금속을 열처리하는 단계; 상기 단계 ii)에서 열처리에 의해 정적 재결정화가 이루어지는 것을 특징으로 한다.

[0047] 상기 균일 변형 한계는 하기와 같이 정의할 수 있다.

[0048] 엔지니어링 Stress - 엔지니어링 Strain 커브를 구했을 때, 진응력(σ) 및 진변형(ε)은 공칭응력($\sigma_{engineering}$) 및 공칭변형($\varepsilon_{engineering}$)의 함수로, 하기와 같이 나타낸다.

[0049] $\sigma = \sigma_{engineering}(1+\sigma_{engineering})$, $\varepsilon = \ln(1+\varepsilon_{engineering})$

[0050] 진변형(ε)= $\ln(A_0/A)$, A_0 = 합금 초기 단면적, A = 변형 후 단면적

[0051] $(d\sigma/d\varepsilon) < 0$일 경우, 변형이 균일 변형 한계 이상으로 일어나고, $(d\sigma/d\varepsilon) > 0$일 경우, 변형이 균일 변형 한계 이하로 일어난다.

[0053] 도 6은 금속을 균일 변형 한계 이상으로 가공 후 열처리하였을 때 생성되는 슬립밴드 및 전단밴드 부분이 재결정화된 후 결정립이 조대화되는 것을 나타낸다. 금속을 균일 변형 한계 이상으로 가공 후 열처리하는 것이 일반적이다. 금속을 균일 변형 한계 이상으로 가공 후 열처리하면 에너지가 높은 전단 밴드(shear band) 부분부터 재결정화후 조대화 된다. 합금의 부분마다 가공에너지가 축적된 정도가 달라 균일한 크기로 결정립을 열처리로 생성 및 성장시키기 어렵다.

[0055] 도 7은 금속을 균일 변형 한계 이하로 가공 후 열처리하였을 때 생성되는 슬립밴드가 형성되어, 결정립의 크기가 균일하게 형성되는 것을 나타낸다. 금속을 균일 변형 한계 이하로 가공 후 열처리하면 가공결함은 전위(dislocation)만 생성되기 때문에 합금 부분마다 가공에너지가 축적된 정도가 균일하므로, 열처리 시 재결정화에 의해 생성된 결정립의 크기가 균일하다.

[0057] 상기 단계 i)에서 균일 변형은 금속에 가해지는 응력 대비 가공 경화가 큰 변형일 수 있다.

[0059] 이에 한정되는 것은 아니나, 상기 단계 i)에서 가공은 냉간가공일 수 있다. 상기 냉간가공은 압연, 인발, 및 단조로부터 선택된 1종 이상일 수 있다.

[0061] 상기 단계 i)에서 상기 금속은 인장시험 시 균일 변형 가공 한계가 존재하는 것을 특징으로 한다. 인장시험에 의해 Stress-Strain 커브를 구하면, $1/\sigma(d\sigma/d\varepsilon)$식에 의해 모든 합금의 균일 변형 한계를 지정할 수 있다.

[0063] 이에 한정되는 것은 아니나, 단계 i)에서 상기 금속은 무산소동(OFC), Cu-Zn, Cu-Fe-P, 순수 Ti, Cu-Cr-Al-Ti, 및 Cu-Cr-Al-Zr로부터 선택되는 1종 이상을 포함할 수 있고, 무산소동(OFC), Cu-40Zn, Cu-0.1Fe-0.03P, 순수 Ti, Cu-0.3Cr-0.06Al-0.035Ti, 및 Cu-0.33Cr-0.07Al-0.03Zr로부터 선택되는 1종 이상을 포함하는 것이 보다 적합할 수 있다.

[0065] 상기 단계 i) 및 단계 ii)는 정접 재결정법을 이용한 금속의 강도를 강화시키기 위해 순차적으로 2회 이상 반복하는 것이, 정적 재결정법을 이용한 금속의 강도 강화에 적합할 수 있다. 즉, 가공, 열처리, 가공, 열처리의 연속처리로 결정립 미세화가 가능하다.

[0066] 도 10은 OFC를 열처리한 경우, 결정립계의 크기가 0 내지 10㎛일 때, 80~90 카운트(count)를 나타냈고, 결정립계의 크기가 10 내지 20㎛일 때, 90~100 카운트(count)를 나타내었다.

[0067] OFC를 25%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 15분 동안 시효하고, 12%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 20분 동안 시효한 경우, 결정립계의 크기가 0 내지 10㎛일 때, 100~110 카운트(count)를 나타냈고, 결정립계의 크기가 10 내지 20㎛일 때, 80~90 카운트(count)를 나타내었다.

[0068] OFC를 25%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 15분 동안 시효하고, 12%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 20분 동안 시효하고, 8%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 15분 동안 시효하고, 8%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 10분 동안 시효한 경우, 결정립계의 크기가 0 내지 10㎛일 때, 150~160 카운트(count)를 나타냈고, 결정립계의 크기가 10 내지 20㎛일 때, 80~90 카운트(count)를 나타내었다.

[0069] 따라서, 단계 i) 가공하는 단계 및 단계 ii) 열처리하는 단계를 순차적으로 2회 이상 반복하는 것이 합금의 결정립 미세화 및 강도 강화에 적합할 수 있다.

[0071] 상기 단계 ii)에서 열처리는 강도가 증가하는 온도 및 시간으로 할 수 있다.

[0072] 금속에 따라 강도가 증가하는 온도 및 시간을 적절하게 선택하여 적용할 수 있다.

[0073] 이에 한정되는 것은 아니나, 상기 단계 ii)의 열처리 조건은 300℃ 내지 400℃에서 5분 내지 1시간 동안 열처리할 수 있다. OFC의 경우, 300℃ 내지 400℃에서 10분 내지 20분 동안 열처리하는 것이 OFC의 강도 강화에 적합할 수 있다. Cu-Zn 합금의 경우, 300℃에서 8분 내지 40분 동안 열처리하는 것이 Cu-Zn 합금의 강도 강화에 적합할 수 있다. Cu-Fe-P 합금의 경우, 400℃에서 20분 내지 30분 동안 열처리하는 것이 Cu-Fe-P 합금의 강도 강화에 적합할 수 있다. Ti 합금의 경우, 400℃에서 10분 내지 15분 동안 열처리하는 것이 Ti 합금의 강도 강화에 적합할 수 있다. Cu-Cr-Al-Ti 합금의 경우, 300℃ 내지 425℃에서 15분 내지 60분 동안 열처리하는 것이 Cu-Cr-Al-Ti 합금의 강도 강화에 적합할 수 있다. Cu-Cr-Al-Zr 합금의 경우, 400℃에서 5분 내지 15분 동안 열처리하는 것이 Cu-Cr-Al-Zr 합금의 강도 강화에 적합할 수 있다.

[0075] 이에 한정되는 것은 아니나, 상기 단계 ii)에서 상기 금속의 용융점 대비 0.3 이상(T/T_m)의 조건으로 열처리할 수 있다.

[0077] 상기 단계 ii)에서 상기 금속은 정적 재결정화에 의해 결정립이 미세화될 수 있다. 상기 금속은 인장시험 시 균일 변형 가공 한계가 존재하는 것을 특징으로 한다. 인장시험에 의해 Stress-Strain 커브를 구하면, $1/\sigma(d\sigma/d\varepsilon)$식에 의해 모든 합금의 균일 변형 한계를 지정할 수 있다.

[0079] 다른 측면에 따르면, 정적재결정법을 이용한 금속의 강도 강화방법에 의하여 제조되는, 강도가 강화된 금속이 제공된다.

[0080] 일 실시예에 따르면, 상기 금속은 정적 재결정화에 의해 결정립이 미세화된 것이다.

[0081] 일 실시예에 따르면, 상기 금속은 무산소동(OFC), Cu-Zn, Cu-Fe-P, 순수 Ti, Cu-Cr-Al-Ti, 및 Cu-Cr-Al-Zr로부터 선택되는 1종 이상을 포함할 수 있고, 무산소동(OFC), Cu-40Zn, Cu-0.1Fe-0.03P, 순수 Ti, Cu-0.3Cr-0.06Al-0.035Ti, 및 Cu-0.33Cr-0.07Al-0.03Zr로부터 선택되는 1종 이상을 포함하는 것이 보다 적합할 수 있다.

[0083] 이에 한정되는 것은 아니나, 상기 금속의 결정립의 평균 크기는 10㎛ 이하인 것이 금속의 강도 강화에 보다 적합할 수 있다.

[0085] 이에 한정되는 것은 아니나, 상기 금속의 결정립 크기는 0 내지 10㎛인 비율이 30% 이상일 수 있고, 40% 이상인 것이 금속의 강도 강화에 보다 적합할 수 있다.

[0087] 이하, 첨부된 도면들을 참조하여 본 발명에 의한 정적 재결정법을 이용한 금속의 강도 강화방법에 대해서 구체적으로 설명한다.

[0089] **실시예**

[0090] 이하에서는 본 발명의 구체적인 실시예 및 비교예, 이들의 특성 평가 결과를 통해서 본 발명을 보다 구체적으로 설명하기로 한다.

[0092] **실시예 1**

[0093] 도 7은 금속을 균일 변형 한계 이하로 가공 후 열처리하였을 때 생성되는 슬립밴드가 형성되어, 결정립의 크기가 균일하게 형성되는 것을 나타낸다. 금속을 균일 변형 한계 이하로 가공 후 열처리하면 가공결함은 전위(dislocation)만 생성되기 때문에 합금 부분마다 가공에너지가 축적된 정도가 균일하므로, 열처리 시 재결정화에 의해 생성된 결정립의 크기가 균일하다. 가공, 어닐링, 가공, 어닐링의 연속처리로 결정립 미세화가 가능하다.

[0095] 도 8은 OFC(Oxygen Free Copper, 무산소동)를 균일 변형 한계 이상으로 가공 후 열처리하였을 때의 변형율 및 시효 조건에 따른 연신율, 인장강도, 및 미세조직을 나타낸다.

[0096] 균일 변형 한계 이상($d\sigma/d\varepsilon < 0$) 가공 후, 열처리하는 경우, 에너지가 높은 전단밴드(shear band) 부분부터 재결정화 후 조대화된다. 합금의 부분마다 가공에너지가 축적된 정도가 달라 균일한 크기로 결정립을 열처리로 생성 및 성장시키기 어렵다.

[0097] 금속을 500℃에서 30분 동안 열처리, 금속을 42%의 변형율로 가공 후 500℃에서 30초 동안 열처리, 금속을 17.6%의 변형율로 가공 후 450℃에서 30초 동안 열처리, 금속을 11%의 변형율로 가공 후 400℃에서 40초 동안 열처리, 금속을 7.5%의 변형율로 가공 후 425℃에서 30초 동안 열처리하였을 때의 각각의 연신율에 따른 인장강도를 도 8에 나타내었다.

[0098] 도 8에 따르면, 균일 변형 한계 이상에서 가공 후 열처리하였을 때, 균일 변형 한계 이상으로 가공한 합금은 40초 이하의 열처리에도 결정립 크기의 차이가 커서, 결정립의 크기 분포가 균일하지 않음을 확인할 수 있다.

[0100] 균일 변형 한계 이하($d\sigma/d\varepsilon > 0$) 가공 후, 열처리하는 경우, 가공결함은 전위만 생성되기 때문에 합금 부분마다 가공에너지가 축적된 정도가 균일하다. 열처리 시 재결정화에 의해 생성된 결정립의 크기가 균일하다.

[0101] 금속을 300℃에서 15분 동안 열처리, OFC를 25%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 15분 동안 열처리, OFC를 12%의 변형율로 가공 후 300℃에서 20분 동안 열처리, OFC를 8%의 변형율로 가공 후 300℃에서 15분 동안 열처리, OFC를 8%의 변형율로 가공 후 300℃에서 10분 동안 열처리, OFC를 6%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 12분 동안 열처리하였을 때의 각각의 연신율에 따른 인장강도를 도 9에 나타내었다.

[0102] 도 9에 따르면, 금속을 300℃에서 15분 동안 열처리, OFC를 25%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 15분 동안 열처리, OFC를 12%의 변형율로 가공 후 300℃에서 20분 동안 열처리, OFC를 8%의 변형율로 가공 후 300℃에서 15분 동안 열처리, OFC를 8%의 변형율로 가공 후 300℃에서 10분 동안 열처리, OFC를 6%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 12분 동안 열처리하였을 경우, 가공하는 단계 및 열처리하는 단계를 거치지 않거나 반복하지 않은 경우에 비하여 결정립 크기의 차이가 적은 것을 확인할 수 있다.

[0103] 도 9는 OFC를 균일 변형 한계 이하로 가공 후 열처리하였을 때의 변형율 및 시효 조건에 따른 응력 및 미세조직을 나타낸다. 도 9에 따르면, 균일 변형 한계 이하에서 가공 후 열처리하였을 때, 균일 변형 한계 이하 가공한 합금은 15분 이상의 열처리에도 결정립 크기의 차이가 작아, 결정립의 크기 분포가 균일한 것을 확인할 수 있다.

[0105] **실시예 2**

[0106] 도 10은 금속을 균일 변형 한계 이하로 가공 후 열처리하였을 때의 결정립 크기에 따른 개수를 나타낸다. 균일 변형 한계 이하($d\sigma/d\varepsilon > 0$) 가공 후, 열처리하는 경우로, 순동에서 균일 변형 한계 이하로 가공 후 열처리에 의해 결정립 미세화가 이루어진다.

[0107] OFC를 열처리한 경우, 결정립계의 크기가 0 내지 10㎛일 때, 80~90 카운트(count)를 나타냈고, 결정립계의 크기가 10 내지 20㎛일 때, 90~100 카운트(count)를 나타내었다.

[0108] OFC를 25%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 15분 동안 시효하고, 12%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 20분 동안 시효한 경우, 결정립계의 크기가 0 내지 10㎛일 때, 100~110 카운트(count)를 나타냈고, 결정립계의 크기가 10 내지 20㎛일 때, 80~90 카운트(count)를 나타내었다.

[0109] OFC를 25%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 15분 동안 시효하고, 12%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 20분 동안 시효하고, 8%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 15분 동안 시효하고, 8%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 10분 동안 시효한 경우, 결정립계의 크기가 0 내지 10㎛일 때, 150~160 카운트(count)를 나타냈고, 결정립계의 크기가 10 내지 20㎛일 때, 80~90 카운트(count)를 나타내었다.

[0110] 결정립계의 크기가 0 내지 10㎛일 때, 100~110 카운트(count)를 나타냈고, 결정립계의 크기가 10 내지 20㎛일 때, 80~90 카운트(count)를 나타내었다.

[0111] 이에 한정되는 것은 아니나, 상기 금속의 평균 결정립의 크기는 10㎛ 이하일 수 있다.

[0112] 이에 한정되는 것은 아니나, 상기 금속의 결정립 크기는 0 내지 10㎛인 비율이 30% 이상일 수 있고, 40% 이상인 것이 금속의 강도 강화에 보다 적합할 수 있다.

[0114] **실시예 3**

[0115] 도 11은 Cu-40Zn 합금의 균일 변형 한계로 가공 및 열처리하였을 때의 변형율 및 시효 조건에 따른 응력 및 미세조직을 나타낸다. 균일 변형 한계($d\sigma/d\varepsilon > 0$) 가공 후, 열처리하는 경우, 황동에서 균일 변형 가공 후 열처리에 의해 결정립미세화가 가능하다. Cu-Zn 합금의 경우, 300℃에서 8분 내지 40분 동안 열처리하는 것이 Cu-Zn 합금의 강도 강화에 적합할 수 있다. 도 11은 황동을 균일 변형 한계로 가공 후 열처리하였을 때의 변형율 및 시효 조건에 따른 응력 및 미세조직을 나타낸다. 도 11에 따르면, 균일 변형 한계에서 가공 후 열처리하였을 때, 균일 변형 한계로 가공한 합금은 8분 이상의 열처리에도 결정립 크기의 차이가 작아, 결정립의 크기 분포가 균일한 것을 확인할 수 있다. 도 11에 따르면, Cu-40Zn 합금을 25%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 40분 동안 시효하고, 10%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 35분 동안 시효하고, 8%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 30분 동안 시효하고, 8%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 30분 동안 시효하고, 7%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 20분 동안 시효하고, 7%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 15분 동안 시효하고, 6%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 10분 동안 시효하고, 6%의 변형율로 가공 후, 300℃에서 8분 동안 시효하였을 경우, 균일 변형 한계로 가공하지

않거나 2회 반복하여 가공하는 단계 및 열처리한 경우에 비하여, 미세한 결정립을 나타내었다.

[0117] **실시예 4**

[0118] 도 12은 Cu-0.1Fe-0.03P 합금의 가공($d\sigma/d\varepsilon > 0$) 및 열처리하였을 때의 변형율 및 시효 조건에 따른 응력 및 미세조직을 나타낸다. Cu-Fe-P 합금의 경우, 400℃에서 20분 내지 30분 동안 열처리하는 것이 Cu-Fe-P 합금의 강도 강화에 적합할 수 있다. Cu-0.1Fe-0.03P 합금을 500℃에서 10분 동안 열처리, Cu-0.1Fe-0.03P 합금을 30%의 변형율로 가공 후 400℃에서 30분 동안 열처리, Cu-0.1Fe-0.03P 합금을 7%의 변형율로 가공 후, 400℃에서 25분 동안 열처리, 7%의 변형율로 가공 후, 400℃에서 20분 동안 열처리하였을 때의 각각의 응력에 따른 변형율을 도 12에 나타내었다. Cu-0.1Fe-0.03P 합금을 500℃에서 10분 동안 열처리, Cu-0.1Fe-0.03P 합금을 30%의 변형율로 가공 후 400℃에서 30분 동안 열처리, Cu-0.1Fe-0.03P 합금을 7%의 변형율로 가공 후, 400℃에서 25분 동안 열처리, 7%의 변형율로 가공 후, 400℃에서 20분 동안 열처리하였을 경우, 가공하는 단계 및 열처리하는 단계를 거치지 않거나 반복하지 않은 경우에 비하여 금속의 결정립이 미세한 것을 확인할 수 있다. 도 12에 따르면, Cu-0.1Fe-0.03P 합금에서도 가공과 열처리의 반복으로 결정립 미세화가 가능한 것을 알 수 있다.

[0120] **실시예 5**

[0121] 도 13은 금속을 균일 변형 한계 이하 또는 이상으로 가공 후 열처리하였을 때의 변형율 및 시효 조건에 따른 응력, 연신율, 인장강도 및 미세조직을 나타낸다. 도 13에 따르면, 균일 변형 한계 이하로 가공 후 열처리하였을 때는 금속의 미세조직이 균일 변형되는 것을 나타내며, 균일 변형 한계 이상으로 가공 후 열처리하였을 때는 금속의 미세조직이 불균일 변형되는 것을 나타낸다.

[0123] **실시예 6**

[0124] 도 14는 OFC(Oxygen free Copper, 무산소동) 및 Cu-35%Zn 합금의 변형율에 따른 항복응력 및 미세조직을 나타낸다. OFC 및 Cu-35%Zn의 가공경화 이상(도 14의 파란선)의 강도를 열처리를 통하여 결정립미세화로 달성할 수 있다. 균일 변형 한계 이하로 가공 후 열처리의 반복은 결정립 미세화를 가능하게 한다.

[0126] **실시예 7**

[0127] 도 15 및 도 16은 순수 Ti의 시효온도가 400℃ 및 500℃일 때의 변형율에 따른 응력 및 미세조직을 나타낸다. 순수 Ti을 시효온도가 400℃일 경우, 15%의 변형율로 가공 후 400℃에서 15분 동안 열처리, 8% 변형율로 가공 후 400℃에서 10분 동안 열처리하였다. 순수 Ti을 시효온도가 500℃일 경우, 15%의 변형율로 가공 후 500℃에서 10분 동안 열처리, 10% 변형율로 가공 후 500℃에서 5분 동안 열처리, 10%의 변형율로 가공 후 450℃에서 5분 동안 열처리하였다. Ti 합금도 같은 처리를 통하여 강도를 향상시킬 수 있다. Ti 합금의 경우, 400℃에서 10분 내지 15분 동안 열처리하는 것이 Ti 합금의 강도 강화에 적합할 수 있다.

[0128] 반복열처리 조건 (열처리 온도) 에 따라 차이가 있지만 결정립 미세화 효과는 동일하게 발휘된다. 원자의 확산이 이루어지는 온도, 상응하는 온도(T/T_m)의 30% 이상에서 가능하다(여기서 T, T_m 은 절대온도 K). 재결정화에 적절한 온도 및 시간은 시편의 가공상태에 따라 선택할 수 있다.

[0130] **실시예 8**

[0131] 도 17은 석출경화형 합금인 Cu-0.3Cr-0.06Al-0.035Ti 및 Cu-0.33Cr-0.07Al-0.03Zr의 변형율에 따른 응력을 나타낸다. 도 17에 따르면, 석출경화형 합금도 같은 처리를 통하여 강도를 향상시킬 수 있음을 확인할 수 있다.

[0132] Cu-Cr-Al-Ti 합금을 1시간 동안 425℃에서 열처리하고, 8% 변형율로 가공 후, 425℃에서 1시간 동안 열처리, 6% 변형율로 가공 후, 400℃에서 20분 동안 열처리, 6% 변형율로 가공 후, 300℃에서 15분 동안 열처리하였을 때, 6% 변형율로 가공 후, 300℃에서 15분 동안 열처리하는 것이 다른 실험 조건에서보다 더 높은 응력을 나타냈다.

[0133] Cu-Cr-Al-Zr 합금을 1시간 동안 425℃에서 열처리하고, 7% 변형율로 가공 후, 400℃에서 15분 동안 열처리,

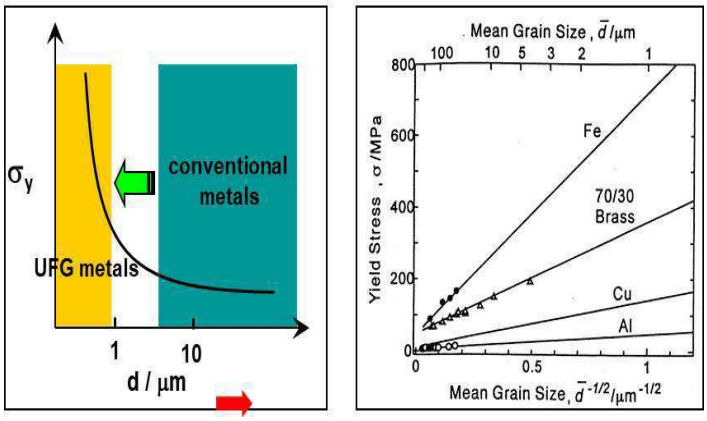
10% 변형율로 가공 후, 400℃에서 5분 동안 열처리하였을 때, 10% 변형율로 가공 후, 400℃에서 5분 동안 열처리하는 것이 다른 실험 조건에서보다 더 높은 응력을 나타냈다.

[0134] Cu-Cr-Al-Ti 합금의 경우, 300℃ 내지 425℃에서 15분 내지 60분 동안 열처리하는 것이 Cu-Cr-Al-Ti 합금의 강도 강화에 적합할 수 있다. Cu-Cr-Al-Zr 합금의 경우, 400℃에서 5분 내지 15분 동안 열처리하는 것이 Cu-Cr-Al-Zr 합금의 강도 강화에 적합할 수 있다.

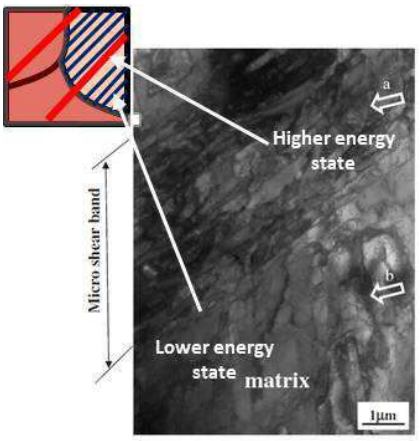
[0136] 이상, 본 발명의 일 실시예에 대하여 설명하였으나, 해당 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면, 특허청구범위에 기재된 본 발명의 사상으로부터 벗어나지 않는 범위 내에서, 구성 요소의 부가, 변경, 삭제 또는 추가 등에 의해 본 발명을 다양하게 수정 및 변경시킬 수 있을 것이며, 이 또한 본 발명의 권리 범위 내에 포함된다고 할 것이다.

도면

도면1

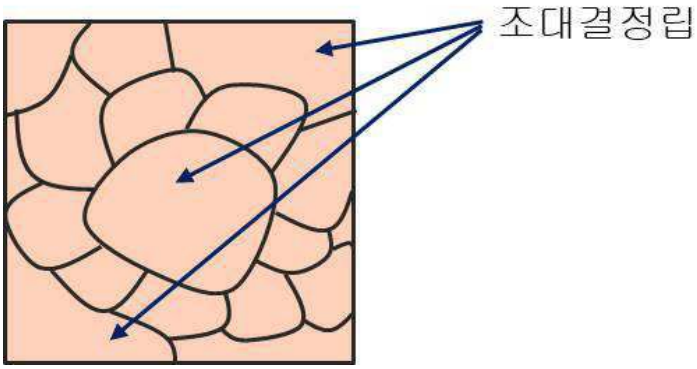


도면2

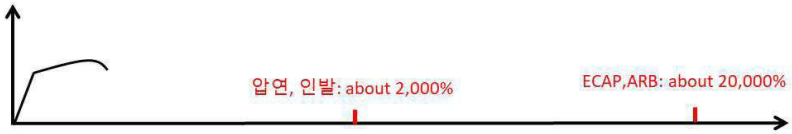


출처: Hiroyuki Miyamoto et al., Materials Transactions, Vol. 50, No. 8 (2009) pp. 1924 to 1929

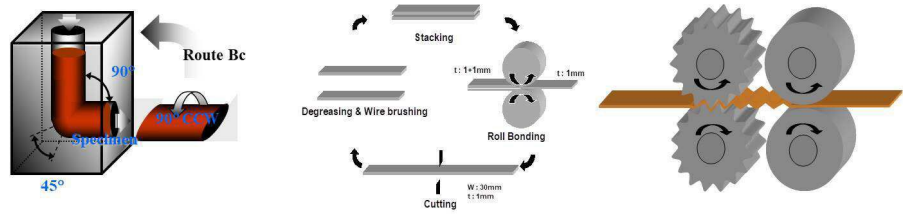
도면3



도면4



도면5

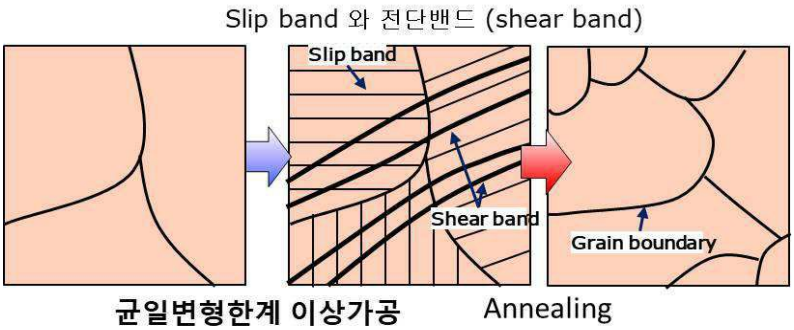


ECAP
(Equal-Channel Angular Pressing)

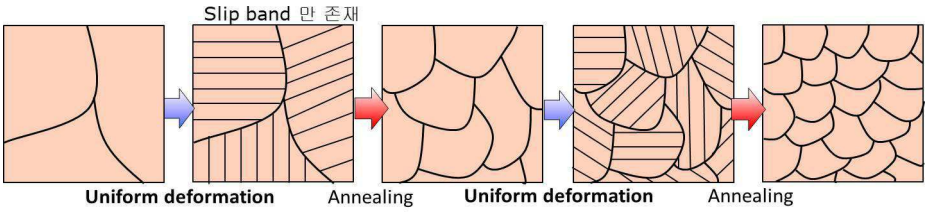
ARB
(Accumulative Roll Bonding)

RCS
(Repetitive Corrugation and Straightening)

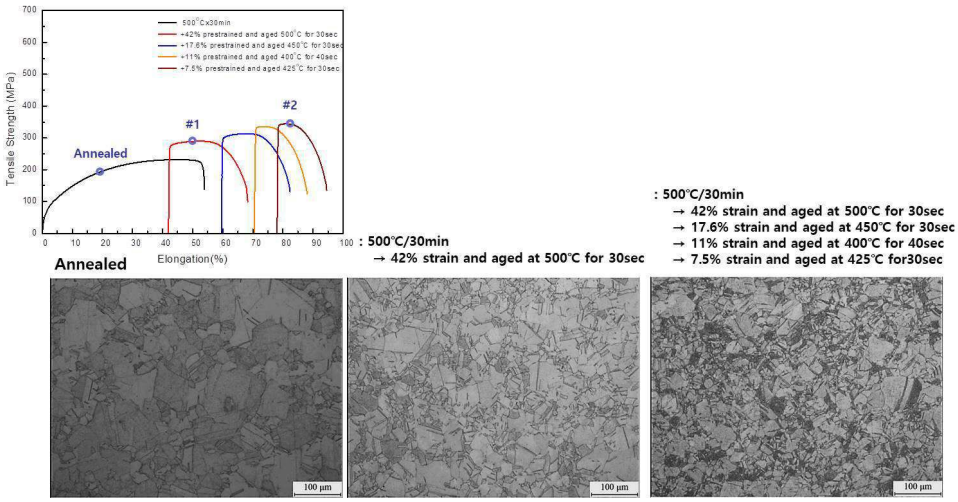
도면6



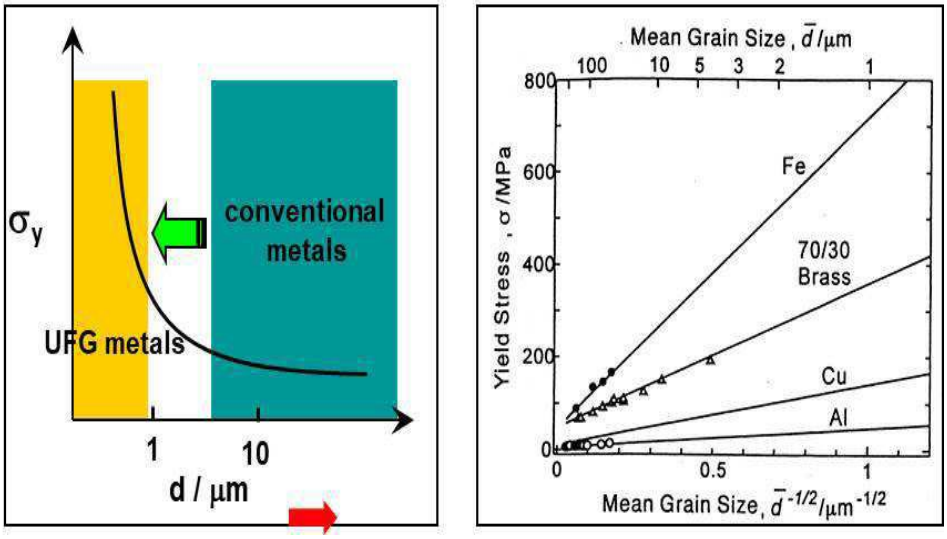
도면7


Slip band 만 존재
Uniform deformation
Annealing
Uniform deformation
Annealing

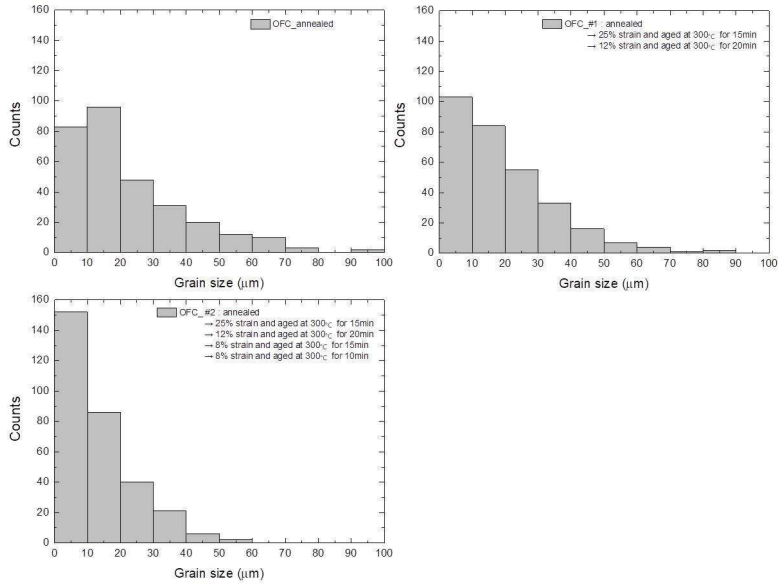
도면8


Tensile Strength (MPa)
Elongation(%)
Annealed
#1
#2
: 500℃/30min
→ 42% strain and aged at 500℃ for 30sec
: 500℃/30min
→ 42% strain and aged at 500℃ for 30sec
→ 17.6% strain and aged at 450℃ for 30sec
→ 11% strain and aged at 400℃ for 40sec
→ 7.5% strain and aged at 425℃ for30sec
Annealed
100 μm
100 μm
100 μm

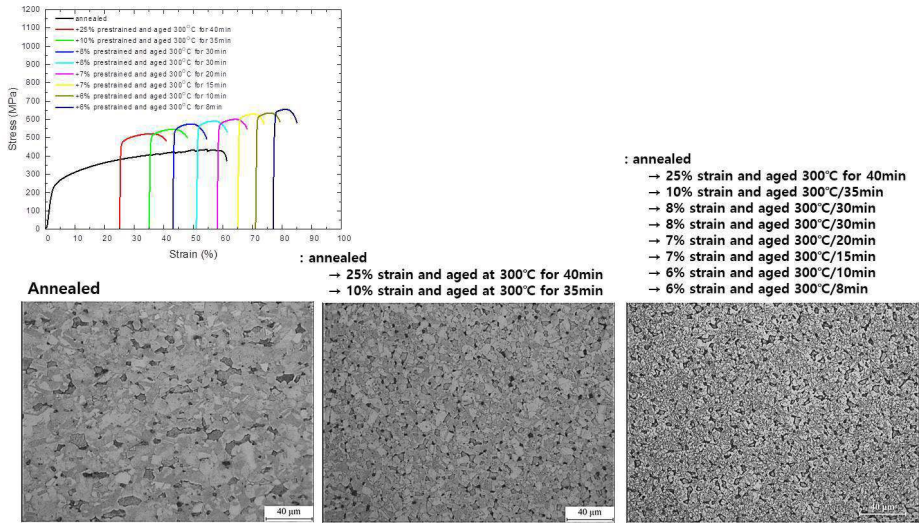
도면9


σy
conventional metals
UFG metals
1
10
d / μm
Mean Grain Size , d /μm
100
10
5
3
2
1
Yield Stress , σ /MPa
Fe
70/30 Brass
Cu
Al
Mean Grain Size, d -1/2/μm-1/2

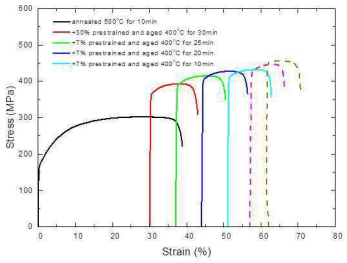
도면10

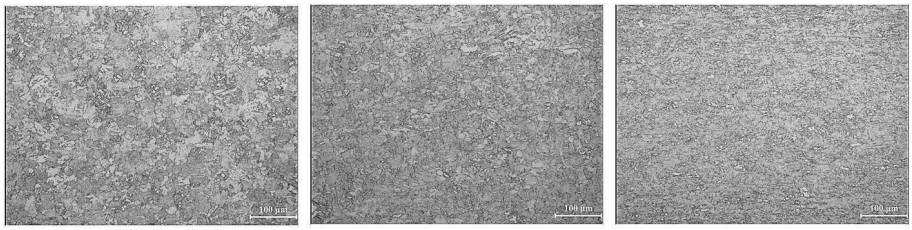

OFC_annealed
Counts
Grain size (μm)
OFC_#1 : annealed
→ 25% strain and aged at 300℃ for 15min
→ 12% strain and aged at 300℃ for 20min
OFC_#2 : annealed
→ 25% strain and aged at 300℃ for 15min
→ 12% strain and aged at 300℃ for 20min
→ 8% strain and aged at 300℃ for 15min
→ 6% strain and aged at 300℃ for 10min

도면11


annealed
+25% prestrained and aged 300℃ for 40min
+10% prestrained and aged 300℃ for 35min
+8% prestrained and aged 300℃ for 30min
+8% prestrained and aged 300℃ for 30min
+7% prestrained and aged 300℃ for 20min
+7% prestrained and aged 300℃ for 15min
+6% prestrained and aged 300℃ for 10min
+6% prestrained and aged 300℃ for 8min
Stress (MPa)
Strain (%)
Annealed
: annealed
→ 25% strain and aged at 300℃ for 40min
→ 10% strain and aged at 300℃ for 35min
: annealed
→ 25% strain and aged 300℃ for 40min
→ 10% strain and aged 300℃/35min
→ 8% strain and aged 300℃/30min
→ 8% strain and aged 300℃/30min
→ 7% strain and aged 300℃/20min
→ 7% strain and aged 300℃/15min
→ 6% strain and aged 300℃/10min
→ 6% strain and aged 300℃/8min
40 μm
40 μm
40 μm

도면12



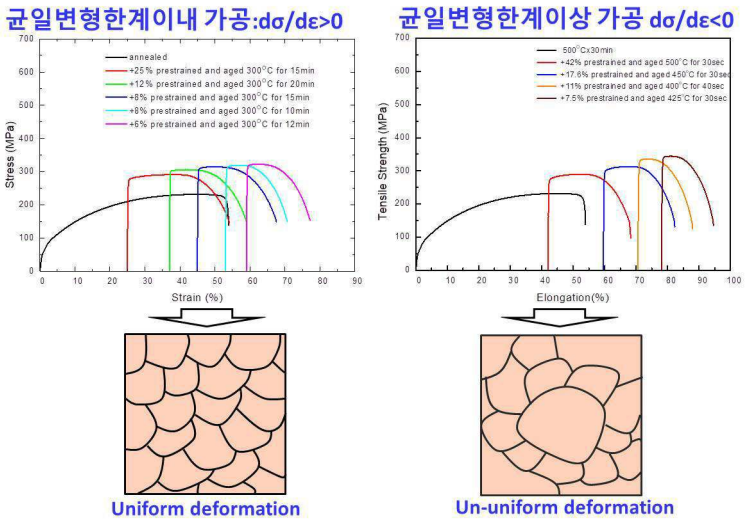


Annealed at 500℃ for 10min

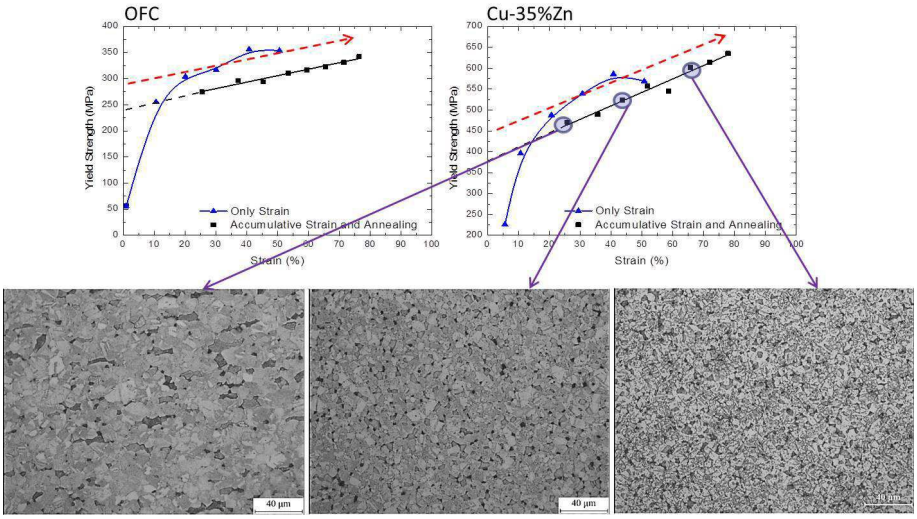
: Annealed at 500℃ for 10min
→ 30% strain and aged at 400℃ for 30min

: annealed at 500℃ for 10min
→ 30% strain and aged at 400℃ for 30min
→ 7% strain and aged at 400℃ for 25min
→ 7% strain and aged at 400℃ for 20min

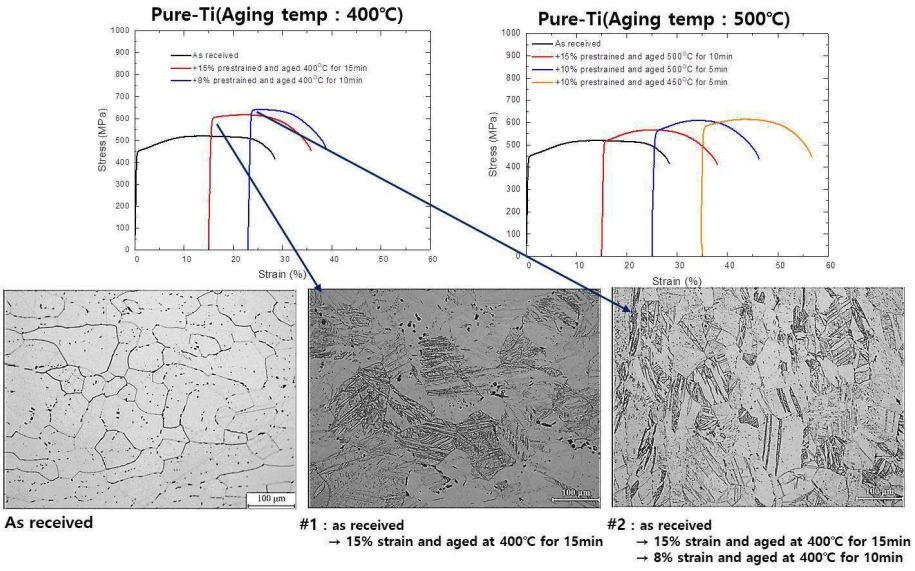
도면13



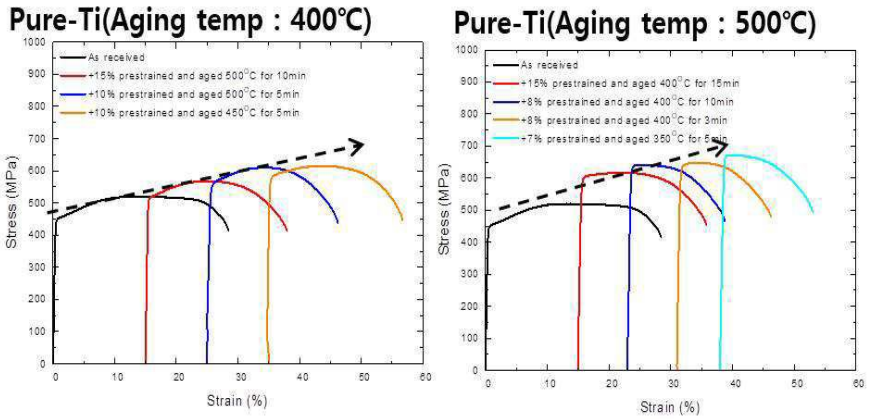
도면14


OFC
Cu-35%Zn
Yield Strength (MPa)
Strain (%)
Only Strain
Accumulative Strain and Annealing
40 μm

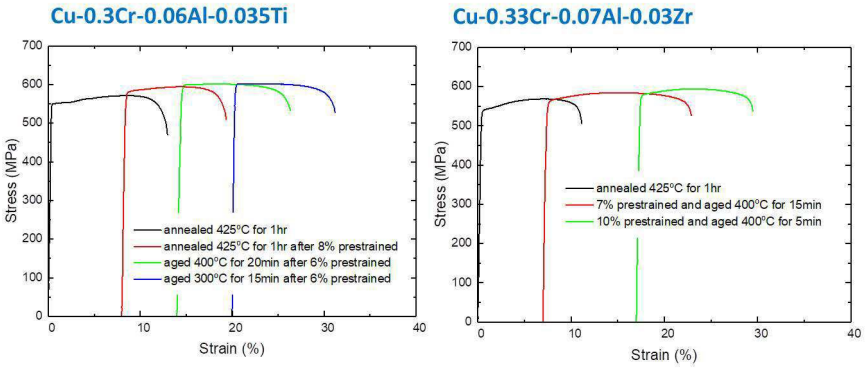
도면15


Pure-Ti(Aging temp : 400℃)
Pure-Ti(Aging temp : 500℃)
As received
+15% prestrained and aged 400℃ for 15min
+8% prestrained and aged 400℃ for 10min
+15% prestrained and aged 500℃ for 10min
+10% prestrained and aged 500℃ for 5min
+10% prestrained and aged 450℃ for 5min
Stress (MPa)
Strain (%)
100 μm
As received
#1 : as received
→ 15% strain and aged at 400℃ for 15min
#2 : as received
→ 15% strain and aged at 400℃ for 15min
→ 8% strain and aged at 400℃ for 10min

도면16


Pure-Ti(Aging temp : 400℃)
As received
+15% prestrained and aged 500°C for 10min
+10% prestrained and aged 500°C for 5min
+10% prestrained and aged 450°C for 5min
Stress (MPa)
Strain (%)
Pure-Ti(Aging temp : 500℃)
As received
+15% prestrained and aged 400°C for 15min
+8% prestrained and aged 400°C for 10min
+8% prestrained and aged 400°C for 3min
+7% prestrained and aged 350°C for 5min
Stress (MPa)
Strain (%)

도면17


Cu-0.3Cr-0.06Al-0.035Ti
annealed 425°C for 1hr
annealed 425°C for 1hr after 8% prestrained
aged 400°C for 20min after 6% prestrained
aged 300°C for 15min after 6% prestrained
Stress (MPa)
Strain (%)
Cu-0.33Cr-0.07Al-0.03Zr
annealed 425°C for 1hr
7% prestrained and aged 400°C for 15min
10% prestrained and aged 400°C for 5min
Stress (MPa)
Strain (%)