

|                                                                                                                                 |                                                                                                                |                                                    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------|
|                                                | (19) 대한민국특허청(KR)<br>(12) 공개특허공보(A)                                                                             | (11) 공개번호 10-2009-0050174<br>(43) 공개일자 2009년05월20일 |
| (51) Int. Cl.<br><br>G01N 5/02 (2006.01) G01N 5/00 (2006.01)<br>(21) 출원번호 10-2007-0116463<br>(22) 출원일자 2007년11월15일<br>심사청구일자 없음 | (71) 출원인<br>현대자동차주식회사<br>서울 서초구 양재동 231<br>(72) 발명자<br>김의준<br>경기 군포시 산본동 삼환아파트 836-702<br>(74) 대리인<br>백남훈, 이학수 |                                                    |
| 전체 청구항 수 : 총 4 항                                                                                                                |                                                                                                                |                                                    |

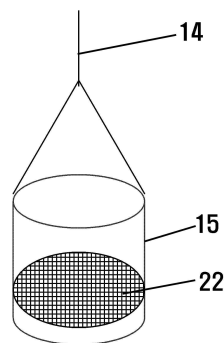
#### (54) 금속의 산화성 평가 장치 및 방법

##### (57) 요약

본 발명은 금속의 산화성 평가 장치 및 방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 광석의 산화/환원 반응시험에 유용하게 사용되는 열-중량측정장치(TGA; Thermo-Gravimetric Apparatus)를 응용함으로써, 온도에 따른 순금속 또는 합금의 재질별 산화성을 정밀하게 측정할 수 있도록 한 금속의 산화성 평가 장치 및 방법에 관한 것이다.

이를 위해, 본 발명은 하단부와 상단부에 반응가스 유입구 및 배출구가 형성된 반응관; 상기 반응관의 내부를 일정한 온도로 가열해주는 퍼니스; 상기 반응관 내부에 설치되고, 내부에 금속시편을 수용하는 바스켓; 상기 바스켓과 연결되도록 반응관 상단에 설치되고, 상기 반응관 내에서 반응시 바스켓에 수용된 금속시편의 무게변화량을 측정하는 로드셀; 및 상기 로드셀로부터 측정된 무게변화량을 실시간으로 전송받아 무게로 환산하여 수집하는 데이터 어퀴지션을 포함하는 것을 특징으로 하는 금속의 산화성 평가 장치를 제공한다.

##### 대표도 - 도2



## 특허청구의 범위

### 청구항 1

금속의 산화성 평가 장치에 있어서,

하단부와 상단부에 반응가스 유입구 및 배출구가 형성된 반응관;

상기 반응관의 내부를 일정한 온도로 가열해주는 퍼니스;

상기 반응관 내부에 설치되고, 내부에 금속시편을 수용하는 바스켓;

상기 바스켓과 연결되도록 반응관 상단에 설치되고, 상기 반응관 내에서 반응시 바스켓에 수용된 금속시편의 무게변화량을 측정하는 로드셀; 및

상기 로드셀로부터 측정된 무게변화량을 실시간으로 전송받아 무게로 환산하여 수집하는 데이터 어퀴지션을 포함하는 것을 특징으로 하는 금속의 산화성 평가 장치.

### 청구항 2

청구항 1에 있어서,

상기 반응관은 세로방향으로 길게 형성된 튜브 형태이고, 상기 퍼니스에 의해 가열되는 반응관의 내부온도가 균일한 것을 특징으로 하는 금속의 산화성 평가 장치.

### 청구항 3

청구항 1 또는 청구항 2에 있어서,

상기 바스켓은 반응관 내부에서 반응시 반응 가스의 유동성을 확보함과 동시에 탈락된 산화스케일을 모을 수 있도록 내부 하면에 미세한 간극을 갖는 탈락 입자 수집용 망이 설치된 튜브구조로 이루어진 것을 특징으로 하는 금속의 산화성 평가 장치.

### 청구항 4

TGA를 응용한 금속의 산화성 평가 방법에 있어서,

금속 시편을 반응관 내부에 설치된 바스켓에 장입하는 단계;

상기 반응관에서 시편의 산화방지를 위해 반응관 내부에 불활성가스를 주입하는 단계;

퍼니스를 이용하여 반응관을 가열하는 단계;

상기 반응관의 내부온도가 목표온도에 도달될 경우에 분위기 가스로 전환하는 단계; 및

상기 단계에서 분위기 가스로 전환함과 동시에 데이터 어퀴지션 프로그램을 작동시켜 상기 금속시편의 무게 변화량을 실시간으로 수집하는 단계를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 하는 금속의 산화성 평가 방법.

## 명세서

### 발명의 상세한 설명

#### 기술 분야

<1> 본 발명은 금속의 산화성 평가 장치 및 방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 광석의 산화/환원 반응시험에 유용하게 사용되는 열-중량측정장치(TGA; Thermo-Gravimetric Apparatus)를 응용함으로써, 온도에 따른 순금속 또는 합금의 제질별 산화성을 정밀하게 측정할 수 있도록 한 금속의 산화성 평가 장치 및 방법에 관한 것이다.

#### 배경 기술

<2> 일반적으로 금속의 산화성을 평가하는 방법은 측정하고자 하는 금속시편을 세라믹 바스켓에 담아 챔버 사이즈가 큰 대기 퍼니스(furnace)에 장입하여 목표시간 경과 후 상온까지 냉각시켜 무게 변화량을 측정하여 평가한다.

- <3> 그러나, 종래의 이러한 방법은 퍼니스의 챔버 크기가 상당히 커서 위치에 따른 온도 구배가 발생하기 쉬울 뿐만 아니라 대류발생에 의한 산화 스케일의 흘날림이 발생하여 무게 변화량에 따른 정확한 산화성을 측정하기 어렵고, 시험 종료 후 무게측정을 위한 시편 핸들링 시 수분 흡착 및 스케일 손실 등과 무게 오차가 발생하기 쉽다.
- <4> 또한, 경과시간에 따른 연속적인 산화성 평가가 불가능하고 탄소가 함유된 금속의 경우 산화성 시험시 탈탄 반응에 대한 정보를 전혀 얻을 수가 없는 단점이 있다.

## 발명의 내용

### 해결 하고자하는 과제

- <5> 본 발명은 상기와 같은 점을 감안하여 안출한 것으로서, 금속재질의 정확한 산화성 평가를 위해 기존의 대기 퍼니스 대신 TGA를 산화성 평가에 응용함으로써, 실시간으로 정확하면서 연속적인 산화스케일에 의한 무게 변화 측정이 가능하고, 탈탄반응에 대한 정보를 개략적으로 얻을 수 있도록 한 금속의 산화성 평가 장치 및 방법을 제공하는데 그 목적이 있다.

### 과제 해결수단

- <6> 상기한 목적을 달성하기 위한 본 발명은 금속의 산화성 평가 장치에 있어서,
- <7> 하단부와 상단부에 반응가스 유입구 및 배출구가 형성된 반응관; 상기 반응관의 내부를 일정한 온도로 가열해주는 퍼니스; 상기 반응관 내부에 설치되고, 내부에 금속시편을 수용하는 바스켓; 상기 바스켓과 연결되도록 반응관 상단에 설치되고, 상기 반응관 내에서 반응시 바스켓에 수용된 금속시편의 무게변화량을 측정하는 로드셀; 및 상기 로드셀로부터 측정된 무게변화량을 실시간으로 전송받아 무게로 환산하여 수집하는 데이터 어퀴지션을 포함하는 것을 특징으로 한다.
- <8> 바람직한 구현예로서, 상기 반응관은 세로방향으로 길게 형성된 튜브 형태이고, 상기 퍼니스에 의해 가열되는 반응관의 내부온도가 균일한 것을 특징으로 한다.
- <9> 더욱 바람직한 구현예로서, 상기 바스켓은 반응관 내부에서 반응시 반응 가스의 유동성을 확보함과 동시에 탈락된 산화스케일을 모을 수 있도록 내부 하면에 미세한 간극을 갖는 탈락 입자 수집용 망이 설치된 튜브구조로 이루어진 것을 특징으로 한다.
- <10> 본 발명의 다른 측면은 TGA를 응용한 금속의 산화성 평가 방법에 있어서,
- <11> 금속 시편을 반응관 내부에 설치된 바스켓에 장입하는 단계; 상기 반응관에서 시편의 산화방지를 위해 반응관 내부에 불활성가스를 주입하는 단계; 퍼니스를 이용하여 반응관을 가열하는 단계; 상기 반응관의 내부온도가 목표온도에 도달될 경우에 분위기 가스로 전환하는 단계; 및 상기 단계에서 분위기 가스로 전환함과 동시에 데이터 어퀴지션 프로그램을 작동시켜 상기 금속시편의 무게 변화량을 실시간으로 수집하는 단계를 포함하여 이루어지는 것을 특징으로 한다.

## 효 과

- <12> 이상에서 본 바와 같이, 본 발명에 따른 금속의 산화성 평가 장치 및 방법에 의하면, 기존의 대기 퍼니스에서 산화성 평가시험시 필연적으로 발생하는 시험오차를 상당히 감소시킬 수 있으며, 실시간으로 정밀한 무게 변화량 측정이 가능하므로 보다 정확한 산화성 평가가 가능하다.
- <13> 또한, 실시간으로 무게 변화량의 측정이 가능함에 따라 연속적인 산화성 평가 및 탄소를 함유한 금속의 경우에 탈탄반응이 일어나는 영역 및 이의 유추가 가능한 장점이 있다.

### 발명의 실시를 위한 구체적인 내용

- <14> 이하, 본 발명의 바람직한 실시예를 첨부도면을 참조로 상세하게 설명한다.
- <15> 본 발명에서 응용한 TGA(Thermo-gravimetric apparatus)는 일반적으로 광석의 산화 환원 반응의 동역학(kinetic) 시험에 유용하게 사용되는 장비로서 이를 산화성 평가에 응용함으로써, 온도에 따른 순금속 또는 합금 재질별 내산화성을 정밀하게 측정할 수 있고, 분위기 제어가 가능하며 시간에 따른 무게 변화량을 실시간으로 측정 가능한 장점을 갖고 있다.

- <16> 도 1은 본 발명의 일실시예에 따른 금속의 산화성 시험 장치를 개략적으로 나타내는 구성도이다.
- <17> 도 1에 도시한 바와 같이, 정밀 저울(10)은 시간에 따른 무게 변화량을 정밀하게 측정할 수 있는 장치로서, 상부 챔버(11) 내부에는  $\pm 1.5 \mu\text{g}$ 의 정밀도를 갖는 로드셀(12)이 설치되어 있고, 수직방향으로 설치된 반응관(13) 내부에는 백금 와이어(14)를 통해 로드셀(12)과 연결되는 바스켓(15)이 설치되어 있다.
- <18> 상기 상부 챔버(11)의 내부에는 로드셀(12)의 산화 방지를 위해 제1가스주입구(16)를 통해 불활성 가스인 아르곤 가스가 주입되고, 반응관(13)은 상하방향으로 길게 형성된 튜브 형태로서 반응관(13) 내부의 온도를 상승시키기 위해 중간에 박스 형태의 퍼니스(18)가 감싸는 구조로 설치되어 있다.
- <19> 또한, 상기 반응관(13) 내부에는 금속시편을 바스켓(15)에 넣은 채로 산화/환원 분위기를 만들어 주기 위해 반응가스가 제2가스주입구(17)를 통해 주입되게 된다.
- <20> 상기 반응가스를 주입하기 전에 반응관(13)은 대기 상태이므로, 승온시 시편의 산화방지를 위해 불활성 가스를 제2가스주입구(17)를 통해 먼저 주입한 후, 목표 온도에 도달하게 되면 상기 반응가스를 주입하게 된다. 이때, 컨트롤러(19)는 반응 가스의 속도(cc/min)를 제어한다.
- <21> 상기와 같이 불활성 분위기에서 반응가스 분위기로 전환됨과 동시에 정밀 저울(10)은 실시간으로 시편의 무게변화량을 측정한다.
- <22> 이때, 상기 시편은 반응가스와 산화/환원 반응을 함에 따라 무게의 변화가 발생하고, 상기 로드셀(12)은 백금와이어(14)를 통해 연결된 바스켓(15)에서 발생한 시편의 무게 변화량을 측정하게 된다.
- <23> 상기 퍼니스(18)에는 반응관(13) 내부의 온도가 목표온도에 도달되었는 지를 파악하기 위해 열전대(20)(Thermocouple)가 설치되어 있고, 상기 열전대(20)에서 감지된 반응관(13) 내부의 온도는 컴퓨터(21)로 전송될 수 있도록 열전대(20)와 컴퓨터(21)가 연결된다.
- <24> 또한, 로드셀(12)은 컴퓨터(21)와 연결되어 무게변화량을 실시간으로 데이터 어퀴지션(data aquisition)장치를 통해 전송하여 컴퓨터(21)내에 설치된 프로그램에 의해 상기 시편의 무게변화량을 실시간으로 모니터링 할 수 있게 된다.
- <25> 또한, 본 발명은 시험목적에 따라 분위기 가스를 달리 사용할 수 있다. 예를들어 환원 시험인 경우에는 수소 또는 CO 가스를 제2주입구를 통해 반응관 내부에 주입할 수 있고, 산화시험인 경우에는 산소 또는 공기를 반응관 내부에 주입할 수 있다.
- <26> 도 2는 TGA 장비를 활용한 산화성 평가시 평가 시편(제조방법: ASTM G54-84)의 정밀한 산화성 시험을 위해 발명된 바스켓(15)을 개략적으로 나타낸 것이다.
- <27> 본 발명의 일실시예에 따른 바스켓은 알루미늄 튜브의 하면에 간격이 미세한(격자간극  $150 \mu\text{m}$ ) 스테인레스 망(22)(net)을 삽입하여 분위기 가스의 유동성을 확보함과 동시에 탈락된 산화 스케일을 모을 수 있어 정확한 무게 변화량을 측정할 수 있다.
- <28> 한편, 고온 실험시 탄소를 함유한 금속인 경우에 산화 반응뿐만 아니라 동시에 탈탄반응이 일어나게 된다.
- <29> 도 3a는 종래의 주철재의 산화성 평가 결과를 나타내는 그래프이고, 도 3b는 본 발명에 따른 TGA를 응용한 주철재의 산화성 평가 결과를 나타내는 그래프이다.
- <30> 그러나, 기존의 대기 퍼니스를 사용할 경우에 도 3a와 같이 데이터의 편차범위(scattering)가 넓어 정확한 산화성 평가 및 반응시간에 따른 연속적인 산화성 측정이 불가능할 뿐만 아니라 탈탄반응의 영향에 대한 정보를 전혀 얻을 수가 없는 단점이 있었다.
- <31> 반면 TGA 응용시 도 3b와 같이 시간에 따른 연속적인 산화성 평가가 가능하고 탈탄반응에 의한 기울기 변화 및 반응시간에 따른 변곡점의 파악이 용이하기 때문에 탈탄반응의 영향을 추론할 수 있다.
- <32> 상기와 같이 TGA를 금속의 내산화성 측정에 응용하게 되면, 첫째로 작은 반응관(13) 크기로 인해 위치별 온도구배없이 균일한 온도설정이 가능하며, 기존 퍼니스 사용시 발생하는 대류현상에 의한 박리 스케일의 흘날림을 방지할 수 있다.
- <33> 또한 본 발명에 따른 바스켓(15)을 이용함으로써, 시험 중 박리된 산화 스케일의 회수가 용이하여 박리 스케일 손실에 따른 무게오차를 없앨 수 있다.

- <34> 둘째,  $\pm 1.5\mu\text{g}$ 의 정밀도를 갖는 로드셀(12)이 장착된 정밀 저울(10) 및 데이터 어퀴지션을 활용함으로써 정밀한 무게 변화량을 실시간으로 수집하여 분석할 수 있으며, 시험종료 후 무게측정을 위한 시편 핸들링(handling)이 필요 없기 때문에 수분 흡착 및 스케일 손실 등과 같은 발생 오차를 없앨 수 있다.

<35> 셋째, 실시간으로 무게 변화량의 측정이 가능함에 따라 연속적인 산화성 측정이 가능하고 탄소를 함유한 금속의 경우 탈탄반응이 일어나는 범위의 유추가 가능하다.

<36> 본 발명에 따른 TGA를 응용한 내산화성 평가방법의 순서를 설명하면 다음과 같다.

<37> ① 표면이 균질한 원통형 시편(표면적 400mm<sup>2</sup> 이상-ASTM 규격)을 시편 바스켓(15)에 장입한다. 시편의 전처리 과정은 ASTM 규격에 따른다

<38> ② 승온시 시편의 산화방지를 위해 100cc/min의 아르곤 가스를 주입하고 목표온도 도달시 분위기 가스로 전환(주입)한다.

<39> ③ 분위기 가스 전환과 동시에 데이터 어퀴지션 프로그램을 작동시킨다.

<40> ④ 목표시간 도달 후 분위기 가스를 잠그고 200cc/min의 아르곤 가스를 주입하여 산화성 분위기를 플러싱(flushing) 하면서 냉각시킨다.

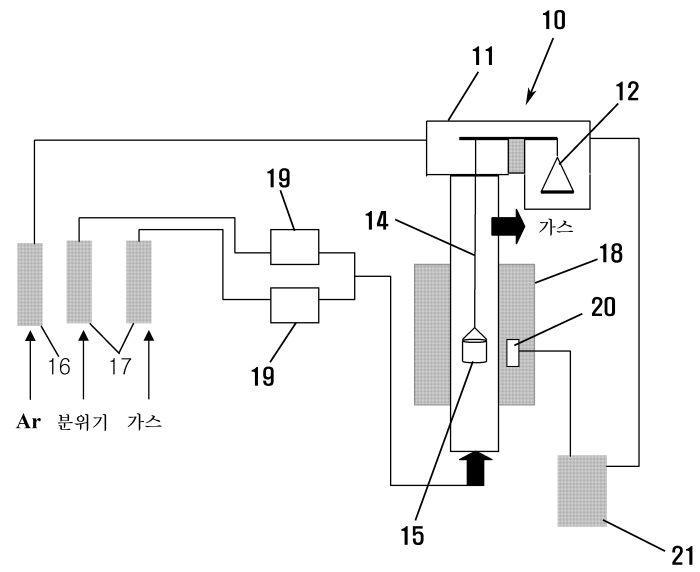
<41> 이상에서는 본 발명을 특정의 바람직한 실시예에 대하여 도시하고 설명하였으나, 본 발명은 이러한 실시예에 한정되지 않으며, 당해 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자가 특허청구범위에서 청구하는 본 발명의 기술적 사상을 벗어나지 않는 범위내에서 실시할 수 있는 다양한 형태의 실시예들을 모두 포함한다.

## 도면의 간단한 설명

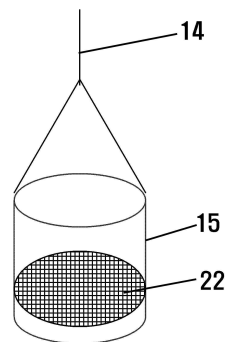
- <42> 도 1은 본 발명의 일실시예에 따른 TGA를 응용한 금속의 산화성 평가장치를 나타내는 구성도이고,  
 <43> 도 2는 도 1의 바스켓의 구조를 나타내는 도면이고,  
 <44> 도 3a는 종래의 주철재의 산화성 평가결과를 나타내는 그래프이고,  
 <45> 도 3b는 본 발명의 평가방법에 따른 주철재 산화성 평가결과를 나타내는 그래프이다.
- <46> <도면의 주요부분에 대한 부호의 설명>
- |                   |              |
|-------------------|--------------|
| <47> 10 : 정밀 저울   | 11 : 상부챔버    |
| <48> 12 : 로드셀     | 13 : 반응관     |
| <49> 14 : 백금와이어   | 15 : 바스켓     |
| <50> 16 : 제1가스주입구 | 17 : 제2가스주입구 |
| <51> 18 : 퍼니스     | 19 : 컨트롤러    |
| <52> 20 : 열전대     | 21 : 컴퓨터     |
| <53> 22 : 스테인레스망  |              |

도면

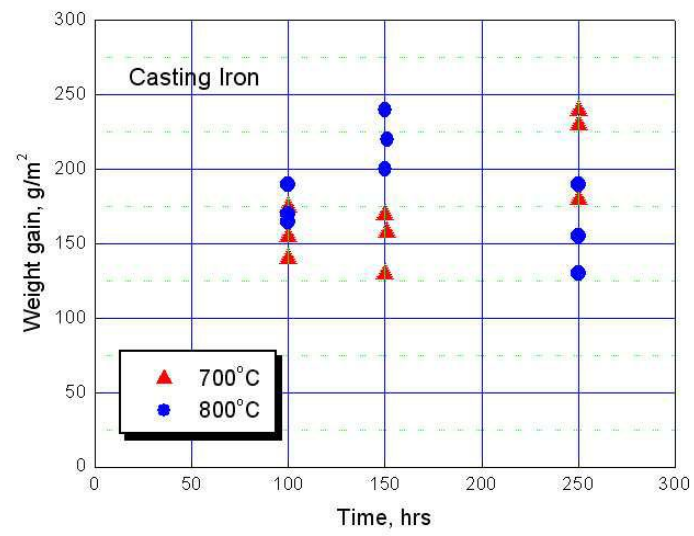
도면1



도면2



도면3a



도면3b

