



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2008-0028362
 (43) 공개일자 2008년03월31일

- (51) Int. Cl.
B22F 1/00 (2006.01) *C22F 1/06* (2006.01)
C22C 1/04 (2006.01) *B22F 9/04* (2006.01)
- (21) 출원번호 10-2007-7028476
 (22) 출원일자 2007년12월06일
 심사청구일자 없음
 번역문제출일자 2007년12월06일
- (86) 국제출원번호 PCT/JP2006/311952
 국제출원일자 2006년06월14일
 (87) 국제공개번호 WO 2006/134980
 국제공개일자 2006년12월21일
- (30) 우선권주장
 JP-P-2005-00176410 2005년06월16일 일본(JP)

- (71) 출원인
가부시키가이샤 교수
 일본국 시가켄 코가군 이시베초 이시베-미도리다이 2-1-1
가부시키가이샤 구리모토 텃쇼
 일본 오사카후 오사카시 니시쿠 기타호리에 1초메 12반 19고
콘도 카츠요시
 일본국 오사카후 미노시 사쿠라이 2-9-6-512
- (72) 발명자
콘도 카츠요시
 일본국 오사카후 미노시 사쿠라이 2-9-6-512
고토 미츠히로
 일본국 시가켄 코난시 이시베미도리다이 2-1-1가부시키가이샤 교수 내
 (뒷면에 계속)
- (74) 대리인
최달용

전체 청구항 수 : 총 16 항

(54) 마그네슘 합금 분체 원료, 고내력 마그네슘 합금, 마그네슘합금 분체 원료의 제조 방법 및 고내력 마그네슘 합금의제조 방법

(57) 요약

Mg합금 분체 원료는, 상대적으로 큰 결정입경을 갖는 출발원료 분말에 대해, 한 쌍의 롤 사이를 통과하여 압축변형 또는 전단변형시키는 소성가공을 시행하여 상대적으로 작은 결정입경으로 한 것이다. 출발원료 분말은, 열처리에 의해 미세한 금속간 화합물(21)을 소지(22)중에 석출·분산시키고 있는 Mg합금 분말이다. 소성가공 후의 Mg합금 분체중에는, 석출한 금속간 화합물(21)의 주변에 가공왜곡(22)이 존재하고 있다. 소성가공 후의 Mg합금 분체의 최대 사이즈가 10mm 이하, 최소 사이즈가 0, 1mm 이상이고, 소지(20)를 구성하는 Mg 입자의 최대 결정입경이 20 μ m 이하이다.

(72) 발명자

후쿠이 히데아키

일본국 오사카후 오사카시 니시쿠 기타호리에
1-12-19가부시키기아샤 구리모토 뎃코쇼 내

카네코 칸타로

일본국 오사카후 오사카시 니시쿠 기타호리에
1-12-19가부시키기아샤 구리모토 뎃코쇼 내

시오자키 슈지

일본국 오사카후 오사카시 니시쿠 기타호리에
1-12-19가부시키기아샤 구리모토 뎃코쇼 내

이타쿠라 카츠히토

일본국 오사카후 오사카시 니시쿠 기타호리에
1-12-19가부시키기아샤 구리모토 뎃코쇼 내

특허청구의 범위

청구항 1

상대적으로 큰 결정입경을 갖는 출발원료 분말에 대해, 한 쌍의 롤 사이를 통과하여 압축변형 또는 전단변형시키는 소성가공을 시행하여 상대적으로 작은 결정입경으로 한 마그네슘 합금 분체 원료에 있어서,

상기 출발원료 분말은, 열처리에 의해 미세한 금속간 화합물을 소지중에 석출·분산시키고 있는 마그네슘 합금 분말이고,

상기 소성가공 후의 마그네슘 합금 분체중에는, 석출한 상기 금속간 화합물의 주변에 가공왜곡이 존재하고 있고,

상기 소성가공 후의 마그네슘 합금 분체의 최대 사이즈가 10mm 이하, 최소 사이즈가 0.1mm 이상이고,

상기 소성가공 후의 마그네슘 합금 분체의 소지를 구성하는 마그네슘 입자의 최대 결정입경이 20 μ m 이하인 것을 특징으로 하는 마그네슘 합금 분체 원료.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 금속간 화합물은, Mg₁₇Al₁₂, Al₂Ca, Mg₂Si, MgZn₂, Al₃Re(Re : 희토류 원소), Al₁₁Re₃ 및 Al₆Mn으로 이루어지는 군으로부터 선택된 적어도 하나의 금속간 화합물인 것을 특징으로 하는 마그네슘 합금 분체 원료.

청구항 3

제 1항에 있어서,

상기 금속간 화합물의 최대 입자경이 5 μ m 이하인 것을 특징으로 하는 마그네슘 합금 분체 원료.

청구항 4

제 1항에 있어서,

상기 금속간 화합물의 최대 입자경이 2 μ m 이하인 것을 특징으로 하는 마그네슘 합금 분체 원료.

청구항 5

제 1항에 있어서,

상기 마그네슘 합금 분체의 소지를 구성하는 마그네슘 입자의 최대 결정입경이 10 μ m 이하인 것을 특징으로 하는 마그네슘 합금 분체 원료.

청구항 6

제 1항에 기재된 마그네슘 합금 분체 원료의 제조 방법에 있어서,

스트론튬(Sr), 지르코늄(Zr), 스칸듐(Sc) 및 티탄(Ti)으로 이루어지는 군으로부터 선택된 금속 원소를 중량 기준으로 0.5% 이상 4% 이하 함유하고, 잔부가 실질적으로 마그네슘(Mg)인 것을 특징으로 하는 마그네슘 합금 분체 원료의 제조 방법.

청구항 7

제 1항에 기재된 마그네슘 합금 분체 원료를 압분성형한 후에 압출가공하여 얻어진 마그네슘 합금에 있어서,

합금의 소지를 구성하는 마그네슘 입자의 최대 결정입경이 10 μ m 이하이고,

상온에서의 인장내력이 250MPa 이상인 것을 특징으로 하는 고내력 마그네슘 합금.

청구항 8

제 7항에 있어서,

상기 마그네슘 합금의 소지를 구성하는 마그네슘 입자의 최대 결정입경이 5 μ m 이하이고,
 상온에서의 인장내력이 350MPa 이상인 것을 특징으로 하는 고내력 마그네슘 합금.

청구항 9

제 7항에 있어서,

상기 마그네슘 합금의 소지중에, Mg₁₇Al₁₂, Al₂Ca, Mg₂Si, MgZn₂, Al₃Re(Re : 희토류 원소), Al₁₁Re₃ 및 Al₆Mn로 이루어지는 군으로부터 선택된 적어도 하나의 금속간 화합물이 석출·분산되어 있는 것을 특징으로 하는 고내력 마그네슘 합금.

청구항 10

출발원료 분말에 대해 소성가공을 시행함에 의해, 해당 출발원료 분말의 소지를 구성하는 마그네슘 입자의 결정 입경을 미세화하는 방법에 있어서,

상기 출발원료 분말로서, 열처리에 의해 미세한 금속간 화합물을 소지중에 석출·분산시키고 있는 마그네슘 합금 분말을 준비하고,

상기 소성가공은, 출발원료 분말을 한 쌍의 롤 사이를 통과하여 압축변형 또는 전단변형시켜서 상기 금속간 화합물의 주변에 가공왜곡을 부여하는 소성가공이고,

상기 소성가공을, 분체의 최대 사이즈가 10mm 이하이고 최소 사이즈가 0.1mm 이상, 또한 분체의 소지를 구성하는 마그네슘 입자의 최대 결정입경이 20 μ m 이하가 될 때까지 반복하여 행하는 것을 특징으로 하는 마그네슘 합금 분체 원료의 제조 방법.

청구항 11

제 10항에 있어서,

상기 출발원료 분말로서의 마그네슘 합금 분말을 준비하는 공정은,

주조법에 의해 마그네슘 합금 잉고트를 제작하는 단계와,

상기 마그네슘 합금 잉고트를 용체화 처리하고, 계속해서 시효열처리를 행하여 잉고트의 소지중에 미세한 금속간 화합물을 석출·분산시키는 단계와,

상기 잉고트로부터 기계가공에 의해 마그네슘 합금 분체를 취출하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 마그네슘 합금 분체 원료의 제조 방법.

청구항 12

제 11항에 있어서,

상기 소성가공을 행할 때에, 투입하는 출발원료 분말의 온도, 및 이 출발원료 분말이 접촉하는 상기 롤의 표면 온도를 상기 시효열처리의 온도 이하로 하는 것을 특징으로 하는 마그네슘 합금 분체 원료의 제조 방법.

청구항 13

제 11항에 있어서,

상기 마그네슘 합금 잉고트는, 스트론튬(Sr), 지르코늄(Zr), 스칸듐(sc) 및 티탄(Ti)으로 이루어지는 군으로부터 선택된 금속 원소를 중량 기준으로 0.5% 이상 4% 이하 함유하고, 잔부가 실질적으로 마그네슘(Mg)인 것을 특징으로 하는 마그네슘 합금 분체 원료의 제조 방법.

청구항 14

제 1항에 기재된 마그네슘 합금 분체 원료를 금형에 충전한 상태에서 가압하여 압분성형체를 얻는 공정과,

상기 마그네슘 합금압분성형체를 150℃ 이상 450℃ 이하의 온도로 가열하는 공정과,

상기 가열의 종료 후, 곧바로 상기 마그네슘 합금 압분성형체를 압출가공하여 마그네슘 합금을 제조하는 공정을

구비하는 것을 특징으로 하는 고내력 마그네슘 합금의 제조 방법.

청구항 15

제 14항에 있어서,

상기 마그네슘 합금의 소지를 구성하는 마그네슘 입자의 최대 결정입경이 10 μ m 이하이고, 상온에서의 인장내력이 250MPa 이상인 것을 특징으로 하는 고내력 마그네슘 합금의 제조 방법.

청구항 16

제 14항에 있어서,

상기 마그네슘 합금 압분성형체의 가열을 200℃ 이상 350℃ 이하의 온도로 행하는 것을 특징으로 하는 고내력 마그네슘 합금의 제조 방법.

명세서

기술분야

<1> 본 발명은, 마그네슘 합금 분체 원료 및 이 분체 원료를 이용하여 제조한 마그네슘 합금 및 그들의 제조 방법에 관한 것이고, 특히 높은 내력(耐力)과 신장을 양립시키는 마그네슘 합금 및 그 제조 방법에 관한 것이다.

배경기술

- <2> 공업용 금속재료중에서 가장 경량인 마그네슘(이하, Mg라고 한다) 합금은, 그 경량화 효과를 활용하여 스포츠용품, 가전제품, 항공·우주 관련 기기, 그 밖의 기계 부품 등에 널리 이용되어 있다. 한편, 자동차 부품 등의 높은 신뢰성이 요구되는 제품·부재에 Mg합금을 적용하는데는, 더한층의 강도 증가가 필요하다. 특히 부품 설계상, 중요한 내력의 향상이 강하게 요구되고 있고, 동시에 높은 신장(인성)을 실현시킬 필요가 있다. 환언하면, 높은 내력과 높은 신장을 실현함에 의해, 현재 상태의 경량 소재인 알루미늄 합금과의 대체가 가능해진다.
- <3> Mg합금의 강도 향상에 있어서, 결정립(結晶粒)의 미세화나 미세한 금속간 화합물의 분산(分散) 강화가 유효한 것은 이미 알려져 있다. 특히, Mg합금 분체를 출발원료로 하고, 그것을 압분(壓粉)·고화(固化)하는 제조 방법은, 용해·주조법에 비하여 미세한 조직을 형성하는 것이 가능하고, 고강도화에 있어서는 보다 유효한 제조 프로세스라고 할 수 있다.
- <4> 예를 들면, 급냉응고(急冷凝固) 프로세스를 이용한 고강도 Mg합금의 제조 방법이 제안되어 있지만, 이 방법은, 이하의 이유에 의해, 실용적인 것이 아니다.
- <5> (A) 높은 강도는 얻을 수 있지만, 신장이 수% 정도로 낮다.
- <6> (B) 출발원료 분체의 입경이 수십 내지 백미크론 정도로 작기 때문에, 취금 과정에서의 안전성의 문제나, 낮은 수율의 문제가 있고, 또한 고가의 원소를 첨가함으로써 비용 상승을 유발한다는 경제성의 문제 등이 있다.
- <7> 한편, Mg합금 소재를 절삭가공한 때에 배출된 절삭분체(切削粉體)를 출발원료로 하고, 이것을 압분·고화하여 Mg합금을 제조하는 방법이 다양하게, 검토·제안되고 있다. 예를 들면, 특개평2-182806호 공보에는, Mg합금 절삭분체를 핫프레스에 의해 고화한 후에 압출가공하는 방법이 기재되고, 특개평5-320715호 공보에는, Mg합금 절삭분체를 성형·압출가공하는 방법이 기재되어 있다.
- <8> 또한, 특개평5-306404호 공보에 기재된 「마그네슘 합금제 부재의 제조 방법」에서는, T6열처리(용체화 열처리+시효열처리)된 알루미늄 함유 Mg합금 분체를 압분성형한 후에, 압출가공하는 방법이 착안 되어 있다. 여기에 개시된 제법에서는, 적절량의 알루미늄(Al)을 포함하는 Mg합금 절삭분체를 고화할 때에, T6열처리와 압출가공의 쌍방의 효과를 인출함으로써 기계적 특성에 우수한 Mg합금제 부재를 창제(創製)하는 것을 특징으로 하고 있다. T6열처리의 효과는, 압출성형된 Mg합금의 소지중에 미세한 금속간 화합물(Mg₁₆Al₁₂)을 균일하게 분산하는 것이고, 압출가공의 효과는, 압출된 Mg합금의 소지를 구성하는 결정립을 미세화하는 것이다. 그 결과, 예를 들면, ASTM 규격에 기재되어 있는, Al : 7.8 내지 9.2중량%, 망간(Mn) : 0.12 내지 0.35중량%, 아연(Zn) : 0.2 내지 0.8중량%, Mg : 잔부라는 조성을 갖는 AZ80 마그네슘 합금을 T6열처리한 후에 제작한 절삭분체를 이용하여, 성형·압출가공을 시행하여 얻어진 Mg합금은, 상온에서의 인장강도는 382MPa, 신장은 27%이고, 다른한편, T6열처리를 시

행하지 않은 경우에는 인장강도는 330MPa, 신장은 15%로 보고되어 있고, 인장강도의 향상 효과가 보인다.

<9> 그러나, 특개평5-306404호 공보에 기재된 Mg합금제 부재의 제조 방법에 있어서, 압출재의 내력은, T6열처리를 행한 경우에는 196MPa이고, T6열처리를 행하지 않은 경우에는 200MPa인 것이 보고되어 있고, 인장내력의 향상 효과는 인정되지 않는다. 이 원인은, 다음과 같이 고려된다. 종래의 용해·주조법에 의해 제작한 Mg합금의 결정립(50 내지 700 μ m)과 비교하면, 압출가공을 시행함으로써 재결정이 생겨서 결정립은 미세화하지만, 그 크기는 지금까지 개시되어 있는 데이터 등을 고려하면, 10 내지 20 μ m 정도이다. 인장내력을 향상시키는데는, 결정립을 더욱 미세화할 필요가 있다. 지금까지의 개시 데이터에 의거하면, 예를 들면, 1 내지 5 μ m 또는 그 이하까지 미세화하는 것이 내력 향상에 유효하다. 이와 같은 미세한 결정입경을 갖는 Mg합금은, T6열처리한 절삭분체를 압분·압출가공하는 제조 방법만으로는 도저히, 실현할 수 없다.

<10> 또한 T6열처리에 의해 소지중에 석출·분산된 금속간 화합물(Mg₁₇Al₁₂)을 압출가공에 의해, 더욱 미세화하는 방법이 제안되어 있는데, 압출가공에 의한 소성변형에 의해 미세화할 수 있는 레벨에도 한계가 있고, 내력을 향상시키는데는, 금속간 화합물의 더한층의 미세화와 복수의 금속간 화합물의 미세·균일 분산이 필요하다.

발명의 상세한 설명

<11> 본 발명의 목적은, 높은 내력과 신장을 양립시키는 마그네슘 합금 및 그 제조 방법을 제공하는 것이다.

<12> 본 발명의 다른 목적은, 상기한 마그네슘 합금을 제조하는데 사용되는 마그네슘 합금 분체 원료 및 그 제조 방법을 제공하는 것이다.

<13> 본 발명에 따른 마그네슘 합금 분체 원료는, 상대적으로 큰 결정입경을 갖는 출발원료 분말에 대해, 한 쌍의 롤 사이를 통과하여 압축변형 또는 전단(剪斷)변형시키는 소성가공을 시행하여 상대적으로 작은 결정입경으로 한 것이고, 이하의 것을 특징으로 하고 있다. 즉, 출발원료 분말은, 열처리에 의해 미세한 금속간 화합물을 소지중에 석출·분산시키고 있는 마그네슘 합금 분말이다. 소성가공 후의 마그네슘 합금 분체중에는, 석출한 금속간 화합물의 주변에 가공왜곡이 존재하고 있다. 소성가공 후의 마그네슘 합금 분체의 최대 사이즈가 10mm 이하, 최소 사이즈가 0.1mm 이상이다. 소성가공 후의 마그네슘 합금 분체의 소지를 구성하는 마그네슘 입자의 최대 결정입경이 20 μ m 이하이다.

<14> 바람직하게는, 금속간 화합물은, Mg₁₇Al₁₂, Al₂Ca, Mg₂Si, MgZn₂, Al₃Re(Re : 희토류 원소), Al₁₁Re₃ 및 Al₆Mn으로 이루어지는 군으로부터 선택된 적어도 하나의 화합물이다. 또한, 바람직하게는, 금속간 화합물의 최대 입자경이 5 μ m 이하이고, 보다 바람직하게는 2 μ m 이하이다.

<15> 바람직하게는, 마그네슘 합금 분체의 소지를 구성하는 마그네슘 입자의 최대 결정입경이 10 μ m 이하이다.

<16> 본 발명에 따른 고내력 마그네슘 합금은, 상기한 특징을 갖는 마그네슘 합금 분체 원료를 압분성형한 후에 압출가공하여 얻어진 것으로서, 이하의 것을 특징으로 하고 있다. 즉, 합금의 소지를 구성하는 마그네슘 입자의 최대 결정입경이 10 μ m 이하이고, 상온에서의 인장내력이 250MPa 이상이다.

<17> 바람직하게는, 마그네슘 합금의 소지를 구성하는 마그네슘 입자의 최대 결정입경이 5 μ m 이하이고, 상온에서의 인장내력이 350MPa 이상이다.

<18> 바람직하게는, 마그네슘 합금의 소지중에, Mg₁₇Al₁₂, Al₂Ca, Mg₂Si, MgZn₂, Al₃Re(Re : 희토류 원소), Al₁₁Re₃ 및 Al₆Mn으로 이루어지는 군으로부터 선택된 적어도 하나의 금속간 화합물이 석출·분산되어 있다.

<19> 바람직하게는, 마그네슘 합금은, 스트론튬(Sr), 지르코늄(Zr), 스칸듐(Sc) 및 티탄(Ti)으로 이루어지는 군으로부터 선택된 활성금속 원소를, 중량 기준으로 0.5% 이상 4% 이하 함유하고 있다.

<20> 본 발명에 따른 마그네슘 합금 분체 원료의 제조 방법은, 출발원료 분말에 대해 소성가공을 시행함에 의해, 그 출발원료 분말의 소지를 구성하는 마그네슘 입자의 결정입경을 미세화하는 방법이고, 이하의 특징을 구비한다. 즉, 출발원료 분말로서, 열처리에 의해 미세한 금속간 화합물을 소지중에 석출·분산시키고 있는 마그네슘 합금 분말을 준비한다. 소성가공은, 출발원료 분말을 한 쌍의 롤 사이를 통과하여 압축변형 또는 전단변형시켜서 금속간 화합물의 주변에 가공왜곡을 부여하는 소성가공이다. 소성가공을, 분체의 최대 사이즈가 10mm 이하이고 최소 사이즈가 0.1mm 이상, 또한 분체의 소지를 구성하는 마그네슘 입자의 최대 결정입경이 20 μ m 이하가 될 때까지 반복하여 행한다.

- <21> 하나의 실시 형태에서는, 출발원료 분말로서의 마그네슘 합금 분말을 준비하는 공정은, 주조법에 의해 마그네슘 합금 잉고트를 제작하는 것과, 마그네슘 합금 잉고트를 용체화 처리하고, 계속해서 시효열처리를 행하여 잉고트의 소지중에 미세한 금속간 화합물을 석출·분산시키는 것과, 잉고트로부터 기계가공에 의해 마그네슘 합금 분체를 취출하는 것을 포함한다. 바람직하게는, 상기한 소성가공을 행할 때에, 투입하는 출발원료 분말의 온도, 및 이 출발원료 분말이 접촉하는 물의 표면 온도를 시효열처리의 온도 이하로 한다.
- <22> 본 발명에 따른 고내력 마그네슘 합금의 제조 방법은, 상기한 특징을 갖는 마그네슘 합금 분체 원료를 금형에 충전한 상태에서 가압하여 압분성형체를 얻는 공정과, 마그네슘 합금 압분성형체를 150℃ 이상 450℃ 이하의 온도로 가열하는 공정과, 가열의 종료 후, 곧바로 마그네슘 합금 압분성형체를 압출가공하여 마그네슘 합금을 제조하는 공정을 구비한다.
- <23> 바람직하게는, 마그네슘 합금의 소지를 구성하는 마그네슘 입자의 최대 결정입경이 10 μ m 이하이고, 상온에서의 인장내력이 250MPa 이상이다. 또한, 보다 바람직하게는, 마그네슘 합금 압분성형체의 가열을 200℃ 이상 350℃ 이하의 온도로 행한다.

실시예

- <33> 이하에, 본 발명의 실시 형태 및 작용 효과를 설명한다.
- <34> 본 발명은, 상술한 종래의 문제점을 해결하기 위해 행하여진 것으로, 열처리에 의해 미세한 금속간 화합물이 소지중에 석출·분산된 마그네슘 합금 분체를 출발원료 분말로 하고, 이것을 한 쌍의 물 사이를 통과하여 압축변형 및/또는 전단변형시키는 소성가공을 시행하여 미세한 조직을 갖는 조대한 Mg합금 분체를 제작하고, 이것을 압분·압출가공함으로써 250 내지 350MPa를 초과하는 높은 인장내력을 갖는 Mg합금과 그 제조 방법을 제공하고자 하는 것이다.
- <35> (1) 출발원료 분체와 그 제조 방법
- <36> Mg를 주성분으로 하고, 이 밖에 Al, Mn, Zn, Re(희토류 원소), Ca, Si 등, 금속간 화합물을 형성하는 원소와, 스트론튬(Sr), 지르코늄(Zr), 스칸듐(Sc) 및 티탄(Ti)으로 이루어지는 군으로부터 선택된 활성금속 원소를 첨가한 Mg합금 잉고트를 주조법에 의해 제작한다. 이 Mg합금 잉고트에 공지의 T6열처리(용체화 열처리+시효열처리)를 시행함에 의해, 소지중에, 각 첨가 원소에 의해 생성하는 미세한 금속간 화합물을 석출·분산시킨다. 석출·분산되는 금속간 화합물은, 예를 들면, Mg₁₇Al₁₂, Al₂Ca, Mg₂Si, MgZn₂, Al₃Re(Re : 희토류 원소), Al₁₁Re₃ 및 Al₆Mn 등이다. 이들의 금속간 화합물은, 압출가공 후의 Mg합금의 소지에서도 균일하게 분산되기 때문에 내력의 향상에도 기여한다. 또한, 스트론튬(Sr), 지르코늄(Zr), 스칸듐(Sc), 티탄(Ti) 등의 활성금속 원소를 중량 기준으로 0.5% 이상 4% 이하 함유함에 의해 더욱 강도를 증가할 수 있다.
- <37> 열처리 조건은, 첨가하는 원소의 종류 및 그 첨가량에 의해 다르기 때문에, 조직 관찰이나 경도 측정(시효경화 곡선) 등에 의해 적절한 조건을 설정할 필요가 있다. 다음에, Mg합금 잉고트로부터 프라이스 등의 기계·절삭가공에 의해, 0.1 내지 10mm 정도의 크기의 분체를 채취하고, 이것을 본 발명의 출발원료 분체로 한다. 또한, 분체의 입경이 0.1mm를 하회하면 발화하기 쉽게 되기 때문에, 안전성의 관점에서 0.1mm 이상, 보다 바람직하게는 0.5mm 이상으로 한 절삭분체를 이용한다.
- <38> (2) 마그네슘 합금 분체 원료와 그 제조방법
- <39> 상기한 T6열처리를 시행한 Mg합금 분체를 출발원료 분말로 하고, 이것을 도 1에 도시하는 롤러 콤팩터 장치에 투입한다.
- <40> 도 1에 도시하는 롤러 콤팩터 장치는, 케이스(11)와, 이 케이스(11) 내에 배치된 다단식 롤 회전체(12)와, 파쇄장치(13)와, 분말 온도·공급량 제어 시스템(14)과, 받이대(15)를 구비한다. 다단식 롤 회전체(12)는, 출발원료 분말에 대해 소성가공을 시행하는 소성가공부를 구성하는 것이고, 압연가공을 행하는 3 쌍의 롤 쌍(12a, 12b, 12c)을 갖는다. 출발원료 분말은, 쌍이 되는 롤 사이를 통과할 때에, 압축변형 및/또는 전단변형한다.
- <41> 출발원료 분말은, 분말 온도·공급량 제어 시스템(14)에서 소정의 온도 및 소정량으로 조정되어 케이스(11) 내에 투입된다. 여기서, 소정의 온도는, 후술하는 시효열처리의 온도 이하이다. 케이스(11)의 내부는, 분말 표면의 산화 방지의 관점에서, 불활성 가스 분위기, 비산화성 가스 분위기, 또는 진공 분위기로 유지된다. 또한, 다단식 롤 회전체(12)의 표면 온도 및 케이스(11) 내의 분위기 온도는, 후술하는 시효열처리의 온도 이하이다.

- <42> 를 쌍(12c)으로부터 송출된 분체는, 계속해서 과쇄 장치(13)에 의해 과쇄되어 과립상 분체로 된다. 이 과립상 분체를 재차 분말 온도·공급량 제어 시스템(14)에 되돌려서, 다단식 롤 회전체(12)에 의한 소성가공을 반복하여도 좋다. 가공 후의 과립상 분체는, 받이대(15)에 수용된다.
- <43> 분체를 한 쌍의 롤 사이를 통과하여 압축변형 및/또는 전단변형시키는 소성가공을 시행함에 의해, 이하의 조직 제어를 행한다.
- <44> (a) 도 2에 도시하는 바와 같이, 마그네슘 합금 분체(20)의 소지중에 석출·분산된 금속간 화합물 입자(21)의 주변에, 더 많은 가공왜곡(22)을 부여한다. 이 가공왜곡(22)은, 소성가공에 의해 금속간 화합물 입자(21)의 주변에 도입·축적된 쌍정(雙晶)이나 전위(轉位) 등이고, 투과전자현미경(TEM)으로 관찰하면 줄무늬 모양으로 보인다.
- <45> (b) 소성가공 후의 분체의 최대 사이즈가 10mm 이하, 분체의 최소 사이즈가 0.1mm 이상이 되도록 한다.
- <46> (c) 출발원료 분말의 마그네슘의 결정입경에 대해, 상대적으로 보다 작은 것으로 한다.
- <47> (d) 분체의 소지를 구성하는 마그네슘 입자의 최대 결정입경을 20nm 이하로 한다.
- <48> 또한, 필요에 따라, 롤에 의한 소성가공을 시행한 Mg합금 분체 원료를 과쇄·분쇄·정립(整粒) 처리를 행한 후에, 재차, 같은 조건하에서 롤에 의한 소성가공을 반복하여 행함으로써, 상기한 본 발명이 규정하는 미세 조직을 갖는 Mg합금 분체 원료를 창제한다.
- <49> 우선, (a)에 관해서는, 롤 사이에 분체를 통과시킴으로써 소성가공을 시행하면, 분말 전체에 가공왜곡이 부여되는데, 소지중에 금속간 화합물 입자가 석출·분산되기 때문에, 소지에 비하여 금속간 화합물 입자의 주변에, 더 많은 가공왜곡이 부여된다. 따라서, 이 소성가공을 반복함으로써, 더 많은 가공왜곡이 금속간 화합물 입자의 주변에 축적한다. 본원의 발명자들은, 가공왜곡이 많아지면, 후 공정인 압출가공시에 생기는 동적(動的) 재결정의 핵 생성 사이트가 많이 생성되고, 종래의 Mg합금의 제조 방법으로는 실현할 수 없었던, 보다 미세한 결정립을 형성할 수 있는 것을 발견하였다.
- <50> 이 새로운 지견에 관해, 특개평5-306404호 공보에서도 유사한 기술이 되어 있다. 즉, T6처리를 시행한 Al 함유 Mg합금 부재로부터 절삭가공에 의해 채취한 Mg합금 분체를, 핫프레스로 압분성형한 후, 그 성형체를 압출가공함으로써 Mg합금계 부재를 제작하는 방법을 제안하고 있다. 그러나, 여기서 개시되어 있는 제조 방법에서는, T6처리한 절삭 Mg합금 분체에 대해, 본 발명이 제안하고 있는 것과 같은 강 소성가공을 강제적으로 부여하고 있지 않고, 그 결과, 상술한 바와 같은 동적 재결정의 핵 생성 사이트를 형성하는 일이 없어서, 미세한 결정립은 얻어지지 않는다. 그리고, 예를 들면, T6열처리를 시행한 AZ80 합금 절삭분체를 이용한 경우에 있어서의 Mg합금의 인장내력은, 약 200MPa 정도로 낮은 값을 나타내고 있다. 또한 전술한 바와 같이, T6열처리를 시행하지 않은 AZ80 분체를 이용한 경우의 압출재의 인장내력도 200MPa로 되어, T6열처리시와 큰 차가 없기 때문에, 본 발명의 특징인, 석출·분산 입자 주변에 우선적으로 가공왜곡을 축적시키고, 그곳을 동적 재결정의 핵 생성 사이트로 하는 제조 방법과는 근본적으로 다른 것이다.
- <51> 또한 본 발명에서는, 분체에 대해 한 쌍의 롤에 의한 소성가공을 반복하여 행함에 의해, 랜덤(무질서)한 방향으로 가공왜곡이 부여된다. 그 결과, 압출가공 후의 Mg합금에 있어서 결정 배향도 무질서하게 되어 신장이 향상한다. 즉, 통상의 압출재에서는, Mg의 슬립면인 (0001) 저면(底面)이 압출 방향에 따라 배열함으로써 신장이 저하되지만, 본 발명의 한 쌍의 롤에 의한 소성가공을 시행한 kMg합금 분체를 압출가공한 경우에는, (0001) 저면 외에, (10-10) 주면(柱面)이나 (10-11) 추면(錐面)이라는 비(非)저면도 압출 방향에 따라 배열한다. 그 결과, 높은 내력에 더하여 높은 신장도 갖는 Mg합금을 창제할 수 있다.
- <52> 역으로, T6열처리를 행하지 않은 Mg합금 분말에 대해, 롤러 콤팩터 장치에 의해 마찬가지로의 소성가공을 시행한 경우, 마그네슘 결정립의 미세화는 확인되는 것이지만, T6열처리를 시행한 경우와 같은 미세 결정은 얻어지지 않았다. 따라서, 본 발명에서 이용하는 한 쌍의 롤을 이용한 소성가공에 의한 결정립의 미세화를 더 효과적으로 행하기 위해서는, Mg합금 분체 원료의 소지중에 금속간 화합물 입자를 석출·분산시켜 둘 필요가 있다.
- <53> 또한 금속간 화합물 입자의 크기는, 입자 주변에 축적하는 가공왜곡량과 강한 상관이 있다. 금속간 화합물의 입자경이 작을수록, 더 많은 가공왜곡을 축적할 수 있고, 그 결과, 높은 내력을 갖는 Mg합금을 얻을 수 있다. 구체적으로는, 원료 분말의 소지에 석출·분산되는 금속간 화합물의 최대 입자경을 5 μ m 이하로 함으로써, 250MPa를 초과하는 높은 내력을 갖는 Mg합금을 얻을 수 있다. 또한, 금속간 화합물의 최대 입자경을 2 μ m 이하로 하면, 더 많은 가공왜곡을 적은 소성가공으로 축적할 수 있다. 그 결과, 높은 내력을 얻을 수 있음과 함께, 한 쌍의

몰로의 소성가공 회수를 보다 적게 한 조건으로 미세한 결정립과 높은 내력을 갖는 Mg합금을 제조할 수 있다는 경제성의 효과도 얻어진다.

- <54> 따라서, T6열처리에 의한 미세한 금속간 화합물 입자를 사전에 소지중에 석출·분산시킨 Mg합금 분체를, 한 쌍의 롤에 통과하여 소성가공한다는 제조 방법이, 본 발명에 있어서의 미세한 결정립을 갖는 고내력과 고인성을 양립하는 Mg합금을 실현하기 위한 특징이다.
- <55> 다음에, (b)에 관해, 한 쌍의 롤에 의한 소성가공 후의 Mg합금 분체의 최대 사이즈를 10mm 이하, 또한 분체의 최소 사이즈를 0.1mm 이상으로 한다. 분체의 최대 사이즈가 10mm를 초과하면, 다음 공정인 분체의 압분성형시에 분말끼리의 결합성이 저하하거나, 금형 내에 투입할 때에 금형의 코너부에 충전되지 않기 때문에 성형 후의 압분체의 단부(端部)에 결손이 생긴다는 문제가 생긴다. 한편, Mg합금 분체의 최소 사이즈가 0.1mm를 하회하면, 발화하기 쉽게 되기 때문에 취급상의 안전성의 문제가 생긴다.
- <56> (c) 및 (d)에 관해, 한 쌍의 롤에 의한 소성가공을 시행함에 의해, 출발원료 분말의 마그네슘의 결정입경에 대해, 상대적으로 보다 작은 결정립을 갖는 Mg합금 분체를 제작한다. 구체적으로는, 한 쌍의 롤에 의한 소성가공 후의 Mg합금 분체에 있어서, 소지를 구성하는 마그네슘 입자의 최대 결정입경을 20 μ m 이하로 한다. 이와 같은 Mg합금 분말을 압분성형·압출가공함으로써 250MPa를 초과하는 내력을 갖는 Mg합금을 얻을 수 있다. 역으로, 롤에 의한 소성가공 후의 분체의 마그네슘 입자의 결정입경이 20 μ m을 초과하는 경우에는, 그와 같은 Mg합금 분체를 이용하여 제작한 Mg합금에서는 250MPa를 초과하는 높은 내력을 얻는 것은 곤란하다. 또한, Mg합금에 있어서, 더욱 높은 내력, 예를 들면 350MPa를 초과하는 특성을 얻는데는, 한 쌍의 롤에 의한 소성가공 후의 Mg합금 분체의 소지 결정입경을 10Atm 이하로 할 필요가 있다.
- <57> 롤에 의한 소성가공에서, 투입하는 출발원료 분말의 온도, 및 분체가 접촉하는 롤의 표면 온도를 후처리 공정에서의 시효열처리 온도 이하로 할 필요가 있다. 시효열처리 온도보다도 높은 온도로 소성가공을 행하면, 과시효(過時效) 현상에 의해 금속간 화합물 입자의 주변에 축적되는 가공왜곡량이 감소하고, 압출가공시의 동적 재결정이 효과적으로 진행하지 않아, 그 결과, 미세한 결정립을 갖는 고내력 Mg합금을 얻는 것이 곤란해진다.
- <58> (3) 마그네슘 합금과 그 제조방법
- <59> 상술한 롤에 의한 소성가공을 시행한 마그네슘 합금 분체 원료에 대해, 압분성형 및 온간(溫間) 압출가공함으로써, 이하의 특성을 갖는 고내력 Mg합금을 얻을 수 있다.
- <60> (a) 얻어진 Mg합금의 소지를 구성하는 마그네슘 입자의 최대 결정입경이 10 μ m 이하이다.
- <61> (b) 그 합금의 상온에서의 인장내력이 250MPa 이상이다.
- <62> 본원의 발명자들은, 특히, Mg합금 분체의 소지의 마그네슘 입자의 결정입경을 10 μ m 이하인 원료를 이용한 경우에는, 압출가공 후의 Mg합금의 소지를 구성하는 최대 결정입경이 5 μ m 이하이고, 그 합금의 상온에서의 인장내력이 350MPa 이상이 되는 것을 발견하였다. 또한 T6처리를 시행한 투입원료의 소지중에 분산되는, Mg₁₇Al₁₂, Al₂Ca, Mg₂Si, MgZn₂, Al₃Re(Re : 희토류 원소), Al₁₁Re₃ 및 Al₆Mn 등의 금속간 화합물에 의해서도, 압출가공 후의 Mg합금의 내력은 향상한다.
- <63> 상술한 롤에 의한 소성가공을 시행한 마그네슘 합금 분체 원료를, 금형에 충전한 상태에서 가압하여 압분성형체를 제작한다. 그 성형체를 150℃ 이상 450℃ 이하의 온도 범위에서 가열한 후, 곧바로 압출가공에 의해 치밀하게 고화하여 마그네슘 합금 소재를 제조한다. 가열 온도가 150℃ 미만에서는, 동적 재결정이 진행하지 않기 때문에 미세한 마그네슘 결정립이 얻어지지 않는다. 다른 한편, 가열 온도가 450℃를 초과하면 미세한 재결정 조직이 성장·조대화한다는 문제가 생긴다. 또한, 압출가공시의 가공 발열량의 영향을 고려하면, 성형체 온도는 200℃ 이상 350℃ 이하로 하는 것이 바람직하다. 또한 치밀화의 관점에서 압출비는 10 이상, 보다 바람직하게는 30 이상으로 한다.
- <64> (실시예 1)
- <65> 주조법에 의해 제작한 AZ91D 잉고트(조성 - Al : 9.1, Zn : 0.85, Mn : 0.23중량%, Mg : 잔부)를 용체화 열처리(413℃×16시간의 가열 유지 후에 공냉)한 후, 계속해서 시효열처리(251℃×4시간의 가열 유지 후에 질소가스 분위기의 로 내에서 냉각)을 시행하였다. 이 잉고트로부터 분쇄가공에 의해 분체를 제작하였다(T6열처리 AZ91D 분체).
- <66> 한편, 비교로서, 주조한 잉고트를 용체화 열처리만을 시행한 상태에서, 동일 조건하에서 분쇄가공에 의해 분체

를 제작하였다(용체화 처리 AZ91D 분체). 어느 분체도 입경은 0.5 내지 4mm의 범위였다.

<67> 각각의 AZ91D 분체를 출발원료로 하여, 롤러 콤팩터 장치에 의한 소성가공을 시행하였다. 여기서, 롤 직경은 100mm, 롤의 주속도(周速度)는 100mm/초, 롤 사이의 클리어런스는 0.1mm, 롤의 표면 온도 및 원료분체 온도는 모두 상온으로 하였다. 롤에 의한 소성가공을 시행한 판형상의 연결한 분체를, 커터 밀 장치에 의해 길이 1 내지 5mm 정도로 분쇄함으로써 소정의 마그네슘 합금 분체(1패스품)를 제작하였다. 이 처리를 반복하여 행함으로써 결정립의 미세화를 행하였다. 여기서는, 20회 및 40회 반복한 경우의 분체를 각각 N=20, 40으로 하고, 롤에 의한 소성가공을 시행하지 않는 경우를 N=0으로 한다.

<68> 도 3은 AZ91D 잉고트의 조직 사진이고, (a)는 주조 후의 조직 사진, (b)는 용체화 처리 후의 조직 사진, (c)는 T6처리(용체화+시효열처리) 후의 조직 사진을 나타내고 있다. 그림 3의 조직 사진으로부터 분명한 바와 같이, 용체화 처리에 의해, 주조 후에 석출하고 있는 조대한 Mg₁₇Al₁₂ 화합물은 마그네슘 소지중에 고용하고, 또한 이것을 시효열처리함으로써, 미세한 금속간 화합물이 소지중에 균일하게 분산되어 있는 것을 인정할 수 있다.

<69> 도 3(c)의 T6열처리 후의 AZ91D의 조직을 확대한 조직 사진을 도 4에 나타낸다. 500 내지 800나노미터(nm)의 미세한 입상(粒狀) 화합물이 균일하게 분산되어 있고, T6열처리를 행함으로써, 출발원료에 있어서 본 발명이 목적으로 하는 소정의 조직 구조가 형성되어 있다.

<70> 도 5에, 롤에 의한 소성가공을 시행한 AZ91D 분체의 조직 사진을 나타낸다. (a)는 본 발명에 의한 T6처리 후의 조직을 나타내고, (b)는 비교예의 용체화 처리만인 경우의 조직을 나타내고 있다. T6처리를 시행한 AZ91D 분체를 이용한 경우, 롤에 의한 소성가공을 20회 및 40회 행함으로써, 마그네슘 소지는 균질한 조직을 나타내고 있고, 결정입경이 2 내지 5미크론 정도까지 미세화하고 있는 것이 인정된다. 다른 한편, (b)의 용체화 처리를 시행한 AZ91D 분체를 이용한 경우, 40회의 소성가공을 행하여도 소지는 불균질한 혼합 조직(사진에서는 백색과 흑색의 영역이 들어가 섞인 상태)을 나타내고 있고, 마그네슘 소지는 20미크론을 초과하는 조대한 결정립으로 구성되어 있다.

<71> 도 6에 각 분체의 미소 경도(마이크로 비커즈 경도) 시험 결과를 나타낸다. 어느 출발원료 분체에서도, 롤에 의한 소성가공 회수의 증가와 함께 경도는 증가하고 있지만, T6열처리를 행한 AZ91D 분체의 경도가 보다 높은 값을 나타내고 있다. 또한 양자의 경도의 차는, 가공 회수의 증가에 따라 증대하고 있다. 즉, T6열처리를 시행한 AZ91D 분체의 쪽이, 롤을 이용한 소성가공에 의한 가공 변형이, 보다 효과적으로 소지중에 축적하고 있는 것이 인정된다.

<72> (실시에 2)

<73> 실시예 1에서 제작한 각 AZ91D 분체를, 유압 프레스기를 이용하여 상온에서 금형 성형하여 원주형상의 압출용 빌렛을 제작하였다. 이 빌렛을 질소가스 분위기중에서 400℃×5분간의 가열을 행한 후, 곧바로 온간 압출가공(압출비(r)=37)을 시행함으로써 치밀한 봉재를 제작하였다. 각 마그네슘 합금 압출 소재로부터 인장 시험편(평행부 20mm)을 채취하고, 상온에서 변형 속도 매초 10⁻⁴로 인장 시험을 행하였다. 그때의 인장내력(0.2% 왜곡), 인장강도, 파단신장 측정 결과를 표 1에 표시한다.

<74> [표 1]

인장내력 (MPa)	패스회수 N	0	20	40
	T6 열처리	210	264	322
	용체화처리	203	229	246
인장강도 (MPa)	패스회수 N	0	20	40
	T6 열처리	332	369	385
	용체화처리	327	341	354
파단신장 (%)	패스회수 N	0	20	40
	T6 열처리	21.2	18.4	18.7
	용체화처리	18.5	14.1	13.2

<75> 본 발명에인 T6처리를 시행한 AZ91D 분말을 이용함에 의해, 롤에 의한 소성가공을 경유한 압출 소재의 인장강도 및 0.2% 내력은, 모두 현저하게 증대하고 있고, 특히, 인장내력은 250 내지 300MPa를 초과하는 높은 값을 나타내었다. 또한 파단신장에 관해서도, 18% 정도로 높은 값을 유지하고 있다. 이와 같이 본 발명에 의한 제조 방법

을 이용함으로써, 높은 인장내력과 높은 인성을 갖는 마그네슘 합금을 제작하는 것이 가능하다.

<77> 한편, 비교예인, 용체화 열처리만을 시행한 AZ91D 분체를 이용한 경우, 물에 의한 소성가공 회수가 증가함에 따라 인장내력·인장강도는 증대하는 것이지만, 본 발명예의 T6처리 분체의 결과와 비교하면, 그들의 값은 낮고, 특히 인장내력은 250MPa에 도달하지 않는 것을 알 수 있다.

<78> 물에 의한 소성가공을 40회 행한 경우의 압출 소재에 관해, 광학 현미경에 의한 조직 관찰 결과를 도 7에 나타낸다. (a)에 나타내는 바와 같이, 본 발명예의 T6열처리 AZ91D 분체를 이용한 경우, 화상 해석에 의해 마그네슘 소지의 결정입경 분포를 측정한 결과, 최대 결정입경은 4.2 μ m, 평균 결정입경은 1.5 μ m이고, 압출가공 과정에서 동적 재결정에 의한 미세 조직이 형성되었다. 한편, (b)의 비교예인 용체화 처리 AZ91D 분체를 이용한 경우, 압출 소재의 최대 결정입경은 21 μ m, 평균 결정입경은 9.6 μ m이고, (a)에 나타낸 T6열처리 AZ91D 분체의 경우에 비하여 현저하게 조대한 조직이다. 즉, 본 발명예의 T6열처리 Mg합금 분체에 대해, 물에 의한 소성가공을 시행함으로써, 소지에 석출·분산된 미세한 금속간 화합물 석출물의 주변에, 보다 많은 가공 변형이 축적되고, 그 결과, 동적 재결정이 보다 효과적으로 촉진되어 미세한 결정립을 형성하였다.

<79> (실시예 3)

<80> 주조법에 의해 제작한 ZAXE1713 잉코트(조성 - Al : 7.1, ZNo.95, Ca : 0.93, La : 2.87중량%, Mg : 잔부)를 용체화 열처리(420 $^{\circ}$ C \times 16시간의 가열 유지 후에 공냉)한 후, 계속해서 시효열처리(180 $^{\circ}$ C \times 36시간의 가열 유지 후에 질소가스 분위기의 로 내에서 냉각)를 시행하였다. 이 잉코트로부터 분쇄가공에 의해 분체를 제작하였다(T6열처리 ZAXE1713 분체). 한편, 비교로서, 주조한 잉코트를 열처리하지 않고, 동일 조건하에서 분쇄가공에 의해 분체를 제작하였다(열처리 없음 ZAXE1713 분체). 어느 분체도 입경은 0.6 내지 4mm의 범위였다. 각각의 ZAXE1713 분체를 출발원료로 하고, 롤러 콤팩터 장치에 의한 소성가공을 시행하였다.

<81> 여기서, 실시예 1과 마찬가지로 롤 직경은 100mm, 롤의 주속도는 100mm/초, 롤 사이의 클리어런스는 0.1mm, 롤의 표면 온도 및 원료분체 온도는 모두 상온으로 하였다. 물에 의한 소성가공을 시행한 판형상의 연결한 분체를, 커터 밀 장치에 의해 길이 1 내지 5mm 정도로 분쇄함으로써 소정의 마그네슘 합금 분체(1팩스폼)를 제작하였다. 이것을 반복하여 행함으로써 결정립의 미세화를 행하였다. 여기서는, 물에 의한 소성가공의 반복 동수를 최대 30회로 하고, 물에 의한 소성가공을 시행하지 않은 경우를 N=0으로 한다.

<82> 각 ZAXE1713 분체를, 유압 프레스기를 이용하여 상온에서 금형 성형하여 원주형상의 압출용 빌렛을 제작하였다. 이 빌렛을 질소가스 분위기중에서 400 $^{\circ}$ C \times 5분간의 가열을 행한 후, 곧바로 온간 압출가공(압출비(r)=37)을 시행함으로써 치밀한 분체를 제작하였다. 각 마그네슘 합금 압출 소재로부터 인장 시험편(평행부 20mm)을 채취하고, 상온에서 변형 속도 매초 5 \times 10⁻⁴로 인장 시험을 행하였다. 그때의 인장내력(0.2% 왜곡), 인장강도, 파단신장의 측정 결과를 표 2에 표시한다.

<83> [표 2]

인장내력 (MPa)	가공회수	0	3	5	10	15	20	30
	T6 열처리	201	213	229	249	265	289	318
	열처리 없음	169	173	181	194	203	212	234
인장강도 (MPa)	가공회수	0	3	5	10	15	20	30
	T6 열처리	251	309	321	335	343	371	397
	열처리 없음	211	234	251	270	282	299	318
파단신장 (%)	가공회수	0	3	5	10	15	20	30
	T6 열처리	20.8	21.6	16.3	18.9	16.9	17.8	18.8
	열처리 없음	22.3	24.3	21.2	19.7	18.7	19.5	18.9

<84> 본 발명예인 T6처리를 시행한 ZAXE1713 분말을 이용함으로써, 물에 의한 소성가공을 경유한 압출 소재의 인장강도 및 0.2% 내력은, 모두 현저하게 증대하고 있고, 특히, 인장내력은 250 내지 300MPa를 초과하는 높은 값을 나타내었다. 또한 파단신장에 관해서도, 16% 이상으로 높은 값을 유지하고 있다. 이와 같이 본 발명에 의한 제조방법을 이용함으로써, 높은 인장내력과 높은 인성을 갖는 마그네슘 합금을 제작하는 것이 가능하다.

<86> 한편, 비교예인, 열처리를 행하지 않은 ZAXE1713 분체를 이용한 경우, 물에 의한 소성가공 회수가 증가함에 수반하여 인장내력·인장강도는 증대하는 것이지만, 본 발명의 T6열처리 분체의 결과와 비교하면, 그들의 값은 낮

고, 특히 인장내력은 250MPa에 도달하지 않는 것을 알 수 있다.

<87> T6열처리를 시행한 ZAXE1713 분체에 관해, 물에 의한 소성가공을 3, 10, 20, 30회 시행한 분체를 압출 고화하여 얻어진 Mg합금의 압출 방향의 조직 관찰 결과를 도 8에 나타낸다. 가공 회수의 증가와 함께, 소지를 구성하는 마그네슘의 결정입경은 작아지고 있고, 특히, 20회에서는 최대 결정입경은 9.2 μ m, 평균 결정입경은 4.8 μ m이 되고, 30회에서는 최대 결정입경은 4.4 μ m, 평균 결정입경은 1.2 μ m이었다.

<88> (실시예 4)

<89> 주조법에 의해 제작한 AZ80A 잉고트(조성 - Al : 8.2, Zn : 0.51, Mn : 0.18중량%, Mg : 잔부)를 용체화 열처리(410 $^{\circ}$ C \times 6시간의 가열 유지 후에 공냉)한 후, 계속해서 시효열처리(175 $^{\circ}$ C \times 26시간의 가열 유지 후에 질소가스 분위기의 로 내에서 냉각)를 시행하였다. 이 잉고트로부터 분쇄가공에 의해 분체를 제작하였다(T6열처리 AZ80A 분체). 한편, 비교로서, 주조한 잉고트를 열처리하지 않고, 동일 조건하에서 분쇄가공에 의해 분체를 제작하였다(열처리 없음 AZ80A 분체). 어느 분체도 입경은 0.6 내지 4mm의 범위였다.

<90> 각각의 AZ80A 분체를 출발원료로 하고, 롤러 콤팩터 장치에 의한 소성가공을 시행하였다. 여기서, 실시예 1과 마찬가지로 롤 직경은 100mm, 롤의 주속도는 100mm/초, 롤 사이의 클리어런스는 0.1mm, 롤의 표면 온도 및 원료 분체 온도는 모두 상온으로 하였다. 물에 의한 소성가공을 시행한 판형상의 연결한 분체를, 커터 밀 장치에 의해 길이 1 내지 5mm 정도로 분쇄함으로써 소정의 마그네슘 합금 분체(1패스품)를 제작하였다. 이것을 반복하여 행함으로써 결정립의 미세화를 행하였다. 여기서는, 물에 의한 소성가공의 반복 회수를 최대 50회로 하여, 물에 의한 소성가공을 시행하지 않는 경우를 N=0으로 한다.

<91> 각 AZ80A 분체를, 유압 프레스기를 이용하여 상온에서 금형 성형하여 원주형상의 압출용 빌렛을 제작하였다. 이 빌렛을 질소가스 분위기중에서 400 $^{\circ}$ C \times 5분간의 가열을 행한 후, 곧바로 온간 압출가공(압출비(r)=37)을 시행함으로써 치밀한 분체를 제작하였다. 각 마그네슘 합금 압출 소재로부터 인장 시험편(평행부 20mm)을 채취하고, 상온에서 변형 속도 매초 5 \times 10⁻⁴로 인장 시험을 행하였다. 그때의 인장내력(0.2% 왜곡), 인장강도, 파단신장의 측정 결과를 표 3에 표시한다.

<92> [표 3]

원료분체의 열처리	물에 의한 소성 가공회수	압출소재의 기계적 특성			비고
		인장강도 (MPa)	인장내력 (MPa)	인장신장 (%)	
T6	20	387	262	18.9	본발명에
T6	30	393	285	18.6	본발명에
T6	50	409	317	17.9	본발명에
T6	없음	365	208	16.8	비교에
없음	20	336	218	17.2	비교에
없음	없음	318	189	22.4	비교에

<93>

<94> 본 발명에인 T6처리를 시행한 AZ80A 분말에 대해, 물에 의한 소성가공을 시행한 경우, 인장내력은 262 내지 317MPa로 높고, 아울러서 17.9 내지 18.9%의 높은 파단신장을 갖는다.

<95> 한편, 비교예에서는, T6열처리 AZ80A 분체를 이용한 경우라도, 물에 의한 소성가공을 시행하지 않는다면, 인장내력은 208MPa로 낮은 값을 나타내었다. 열처리를 시행하지 않은 AZ80A 분체에 있어서, 물에 의한 소성가공을 20회 행한 경우에도, 인장내력은 218MPa로 되고, 본 발명에에 비하여 현저하게 낮은 것을 알 수 있다.

<96> (실시예 5)

<97> 실시예 3에서 제작한 kT6열처리 ZAXE1713 분체(물에 의한 소성가공 회수 ; 30회)를 이용하여, 금형 성형에 의해 압출용 빌렛을 제작하였다. 이것을 온간 압출(압출비(r)=37)에 의해 치밀 고화할 때의, 빌렛 가열 온도를 표 4에 기재된 조건으로 하여 마그네슘 합금 압출 소재를 제작하였다. 각 마그네슘 합금 압출 소재로부터 인장 시험편(평행부 20mm)을 채취하고, 상온에서 변형 속도 매초 5 \times 10⁻⁴로 인장 시험을 행하였다. 그때의 인장내력(0.2% 왜곡), 인장강도, 파단신장의 측정 결과를 표 4에 표시한다.

<98> [표 4]

빌렛온도 (°C)	130	210	300	350	390	440	480
인장내력(MPa)	242	327	331	324	318	302	229
인장강도(MPa)	347	409	418	412	397	383	342
파단신장(%)	16.8	15.7	15.4	16.7	18.8	19.3	17.5
비고	비교예	본발명에	본발명에	본발명에	본발명에	본발명에	비교예

<99>

<100> 본 발명이 규정하는 적절한 빌렛 온도를 만족하는 경우, 인장내력은 300MPa를 초과하는 높은 값을 나타낸다. 한편, 비교예인 빌렛 온도가 130°C인 경우에는, 압출가공 과정에서의 재결정이 충분히 진행하지 않기 때문에 높은 인장내력을 얻을 수 없다. 또한 비교예인 빌렛 온도가 480°C인 경우에는, 압출가공 과정에서 미세한 재결정 조직이 성장·과대화하기 때문에 높은 인장내력을 얻을 수 없다.

<101> (실시에 6)

<102> 실시예 3에서 제작한 T6열처리 ZAXE1713 분체를 이용하여, 실시예 1과 같은 조건으로 물에 의한 소성가공을 최대 30회까지 행하고, 분체 조직 구조의 미세화를 행하였다. 그때, 물 표면과 분체의 온도를 함께, 상온 또는 200°C로 하였다. 얻어진 Mg합금 분체를 유압 프레스기에 의해 상온에서 금형 성형하여 원주형상의 압출용 빌렛을 제작하였다. 이 빌렛을 질소가스 분위기중에서 400°C×5분간의 가열을 행한 후, 곧바로 온간 압출가공(압출비(r)=37)을 행함으로써 치밀한 분체를 제작하였다. 각 마그네슘 합금 압출 소재로부터 인장 시험편(평행부 20mm)을 채취하고, 상온에서 변형 속도 매초 5×10⁻⁴로 인장 시험을 행하였다. 그때의 인장내력(0.2% 왜곡), 인장강도, 파단신장의 측정 결과를 표 5에 표시한다.

<103> [표 5]

인장내력 (MPa)	가공회수	0	3	5	10	15	20	30
	상온	201	213	229	249	265	289	318
	200°C	201	207	213	217	208	215	211
인장강도 (MPa)	가공회수	0	3	5	10	15	20	30
	상온	251	309	321	335	343	371	397
	200°C	251	267	272	283	289	296	306
파단신장 (%)	가공회수	0	3	5	10	15	20	30
	상온	20.8	21.6	16.3	18.9	17.9	17.8	18.8
	200°C	20.8	22.1	20.4	18.4	18.9	18.3	17.2

<104>

<105> 본 발명예인, 물 표면 및 분체의 온도를 상온으로 한 경우, 얻어진 Mg합금 압출 소재의 인장내력·인장강도·파단신장은, 모두 높은 값을 나타내었다.

<106> 이것에 대해, 비교예인, 물 표면 및 분체의 온도를 시효 처리 온도(175°C)보다도 높은 200°C로 한 경우, 인장내력·인장강도는 모두, 본 발명예에 비하여 현저하게 저하되었다. 특히, 내력에 관해서는, 가공 회수가 증가함에 관계없이, 거의 일정한 값을 나타내었다. 이것은, Mg합금 분체를 시효 처리 온도 이상으로 가열한 상태에서 물에 의한 소성가공을 행하는 경우, 과시효 현상에 의해 석출물의 주변에 가공왜곡이 충분히 축적하지 않고, 그 결과, 압출가공 과정에서의 동적 재결정에 의한 미세 조직이 형성되기 어려워지고, 내력의 저하가 생겼기 때문이다.

<107> (실시에 7)

<108> 실시예 4에서 제작한 AZ80A 압출 소재의 압출 방향의 단면(斷面)에 관해, 마그네슘의 저면(0001)의 배향성을 평가한 결과를 도 9의 극점도(極点圖)에 도시한다. 여기서는, 물에 의한 소성가공 회수를 5, 10, 30, 50회로 하였다. 가공 회수가 10회까지는, (0001)면이 압출 방향에 따른 전형적인 압출 소재가 나타내는 집합 조직을 형성하

고 있다. 그러나, 30회 및 50회에서는, 저면 배향성이 약해져 있고, 환언하면, (0001) 저면 이외의 (10-10) 주면이나 (10-11) 추면이라는 비저면도 압출 방향에 따라 배열하고 있다.

<109> 한편, 열처리를 시행하지 않은 Mg합금 분체에서는, 50회의 소성가공 후에서도, 저면 배향성이 현저한 저하는 보이지 않았다.

<110> 이상의 결과로부터, 본 발명이 규정하는, 물을 이용한 소성가공을 T6열처리 Mg합금 분체에 시행한 후, 압출가공에 의해 얻어진 Mg합금 소재에서는, 동적 재결정에 의한 결정립의 미세화에 의한 인장내력의 증가에 더하여, 집합 조직의 무질서화에 의한 파단신장(인성)의 향상이 일어난다.

<111> (실시에 8)

<112> 표 6에 기재된 조성을 갖는 주조 마그네슘 잉고트를 용체화 열처리(420℃×16시간의 가열 유지 후에 공냉)한 후, 계속해서 시효열처리(180℃×36시간의 가열 유지 후에 질소가스 분위기의 로 내에서 냉각)를 시행하였다.

<113> [표 6]

시료 No.	가공회수	합금조성(중량%)								
		Zn	Al	Ca	La	Zr	Sr	Sc	Ti	Mg
1	30	0.95	7.11	0.93	2.87	0	0	0	0	잔부
2	30	1.06	6.94	0.98	3.04	0.85	0	0	0	잔부
3	30	1.11	7.15	1.08	2.93	1.97	0	0	0	잔부
4	30	0.99	6.98	1.11	2.89	0	1.93	0	0	잔부
5	30	1.03	7.09	0.97	2.97	0	2.59	0	0	잔부
6	30	0.99	6.84	0.95	3.06	0	0	0.89	0	잔부
7	30	1.05	7.01	1.02	2.98	0	0	0	1.16	잔부
8	30	1.06	7.07	0.98	2.95	0	0	0	2.07	잔부
9	30	0.96	7.08	1.11	2.87	0	1.03	0	0.86	잔부
10	0	0.95	7.11	0.93	2.87	0	0	0	0	잔부
11	0	1.11	7.15	1.08	2.93	1.97	0	0	0	잔부
12	0	1.03	7.09	0.97	2.97	0	2.59	0	0	잔부

<114> 각 잉고트로부터 분쇄가공에 의해 마그네슘 합금 분체를 제작하였다. 어느 분체도 입경은 0.6 내지 4mm의 범위였다. 각 분체를 출발원료로 하여, 롤러 콤팩터 장치에 의한 소성가공을 시행하였다. 여기서, 실시예 1과 마찬가지로 롤 직경은 100mm, 롤의 주속도는 100mm/초, 롤 사이의 클리어런스는 0.1mm, 롤의 표면 온도 및 원료분체 온도는 모두 상온으로 하였다.

<116> 물에 의한 소성가공을 시행한 판형상의 연결한 분체를, 커터 밀 장치에 의해 길이 1 내지 5mm 정도로 분쇄함으로써 소정의 마그네슘 합금 분체(1패스폼)를 제작하였다. 이것을 반복하여 행함으로써 결정립의 미세화를 행하였다. 여기서는, 물에 의한 소성가공의 반복 회수를 30회로 하였다. 또한, 비교로서 물에 의한 소성가공을 시행하지 않는 경우를 N=0으로 한다.

<117> 계속해서, 각 처리 분체를 유압 프레스기를 이용하여 상온에서 금형 성형하여 원주형상의 압출용 빌렛을 제작하였다. 이 빌렛을 질소가스 분위기중에서 400℃×5분간의 가열을 행한 후, 곧바로 온간 압출가공(압출비(r)=37)을 행함으로써 치밀한 분체를 제작하였다. 각 마그네슘 합금 압출 소재로부터 인장 시험편(평행부 20mm)을 채취하고, 상온에서 변형 속도 매초 5×10^{-4} 로 인장 시험을 행하였다. 그때의 인장내력(0.2% 왜곡), 인장강도, 파단신장의 측정 결과를 표 7에 표시한다.

<118> [표 7]

시료 No.	가공회수	인장내력 (MPa)	인장강도 (MPa)	파단신장 (%)	비고
1	30	318	397	18.8	본원발명
2	30	333	417	18.2	본원발명
3	30	346	428	17.9	본원발명
4	30	340	424	18	본원발명
5	30	352	442	17.4	본원발명
6	30	335	416	18.4	본원발명
7	30	336	419	18.1	본원발명
8	30	345	425	18	본원발명
9	30	357	449	17.2	본원발명
10	0	201	251	20.8	비교예
11	0	205	242	15.2	비교예
12	0	207	231	12.3	비교예

<119>

<120> 시료 No.1 내지 9는 본 발명에이고, 시료 No.2 내지 9는 시료 No.1에 Zr, Sr, Sc, Ti 등의 활성금속 원소를 적정 범위, 첨가한 주조 마그네슘 합금 잉고트로부터 채취한 분체를 이용하여 얻어진 압출 소재이다. 시료 No.1의 특성과 비교하여, Zr, Sr, Sc, Ti 등의 활성금속 원소를 첨가함으로써, 현저한 신장(인성)의 저하를 수반하는 일 없이, 인장내력 및 인장강도를 향상시킬 수 있다.

<121> 한편, 비교예인 시료 No.10 내지 12에서, 룰에 의한 소성가공을 시행하지 않으면, 활성금속 원소를 첨가한 경우라도 인장내력이나 인장강도의 증가는 인정되지 않고, 오히려 신장의 저하가 생겼다.

<122> 이상, 도면을 참조하여 본 발명의 실시 형태를 설명하였지만, 본 발명은, 도시한 실시 형태의 것으로 한정되지 않는다. 도시한 실시 형태에 대해, 본 발명과 동일한 범위 내에서, 또는 균등한 범위 내에서, 여러가지의 수정이나 변형을 가하는 것이 가능하다.

산업상 이용 가능성

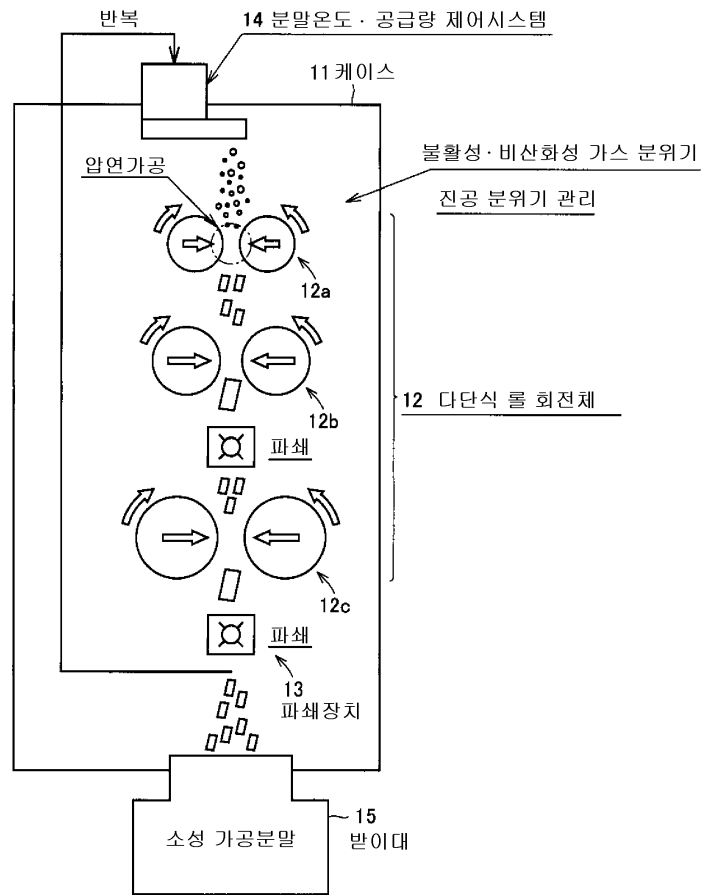
<123> 본 발명은, 높은 내력과 신장을 양립시키는 마그네슘 합금을 얻는데 유리하게 이용될 수 있다.

도면의 간단한 설명

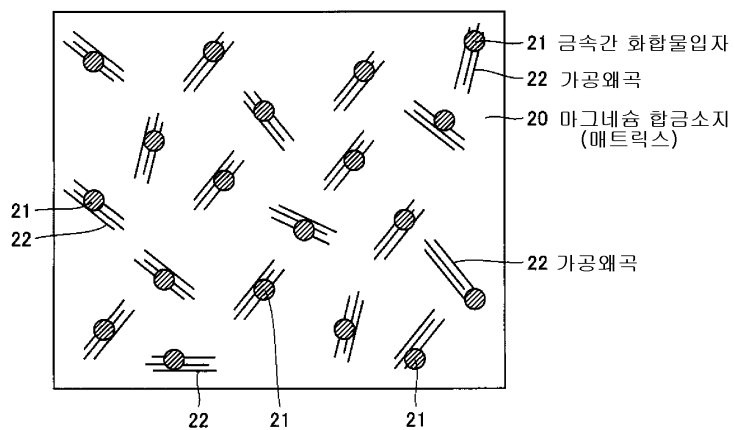
- <24> 도 1은 룰러 콤팩터 장치를 도시하는 도해도.
- <25> 도 2는 금속간 화합물의 주변에 가공왜곡이 존재하고 있는 상태를 도시하는 도해도.
- <26> 도 3은 AZ91D 잉고트의 조직 사진으로, (a)는 주조 후의 조직 사진, (b)는 용체화 열처리 후의 조직 사진, (c)는 T6열처리(용체화+시효열처리) 후의 조직 사진.
- <27> 도 4는 T6열처리 후의 조직을 확대한 조직 사진.
- <28> 도 5는 룰에 의한 소성가공을 시행한 AZ91D 분체의 조직 사진으로, (a)는 T6처리를 시행한 것의 조직, (b)는 용체화 처리를 시행한 것의 조직 사진.
- <29> 도 6은 분체의 미소 경도(마이크로 비커즈 경도)의 시험 결과를 도시하는 도면.
- <30> 도 7은 압출 소재에 관한 광학 현미경에 의한 조직 사진으로, (a)는 T6열처리 AZ91D 분체를 이용한 경우의 조직 사진, (b)는 용체화 처리 AZ91D 분체를 이용한 경우의 조직 사진.
- <31> 도 8은 룰에 의한 소성가공을 3, 10, 20, 30회 시행한 분체를 압출 고화하여 얻어진 Mg합금의 압출 방향의 조직 사진.
- <32> 도 9는 마그네슘의 저면의 배향성을 평가한 결과의 극점도(極点圖).

도면

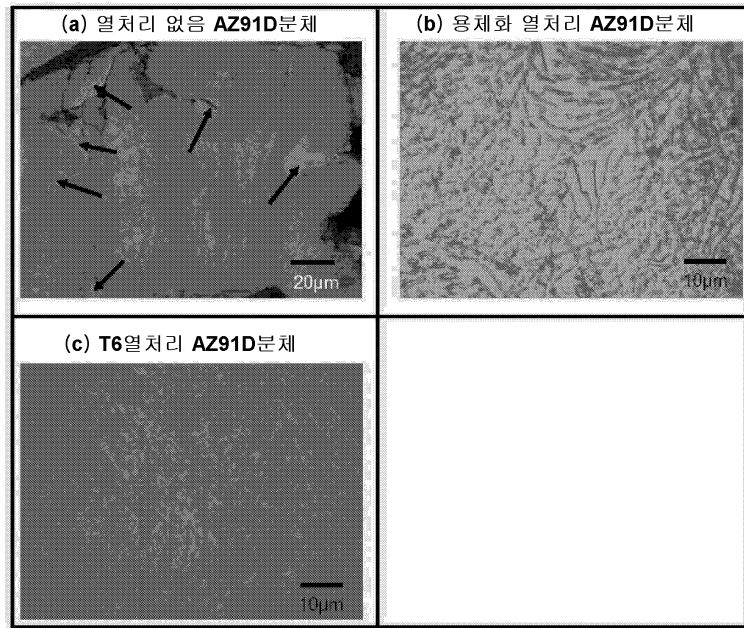
도면1



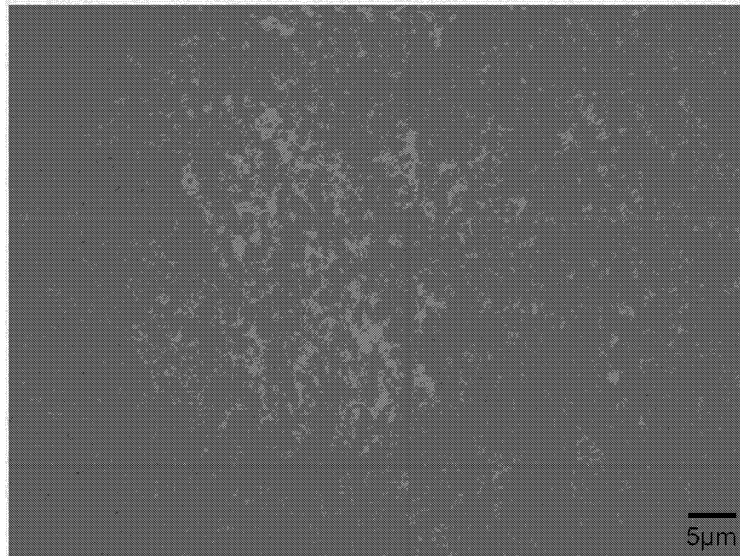
도면2



도면3

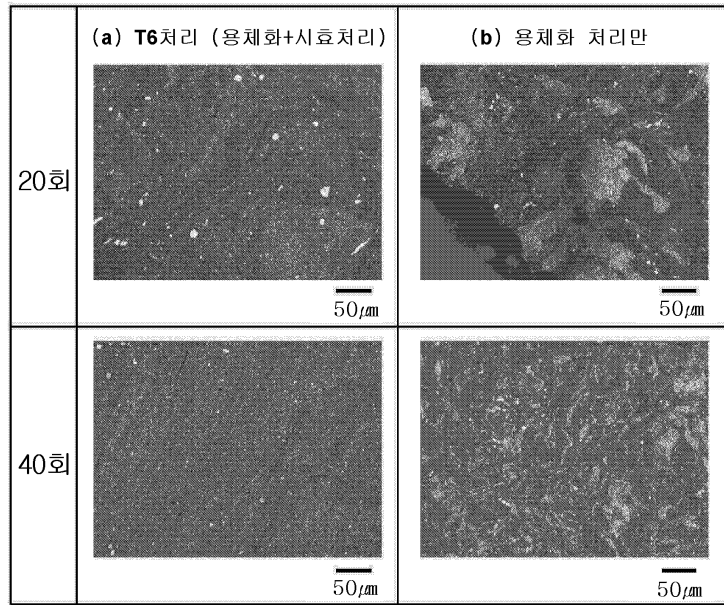


도면4



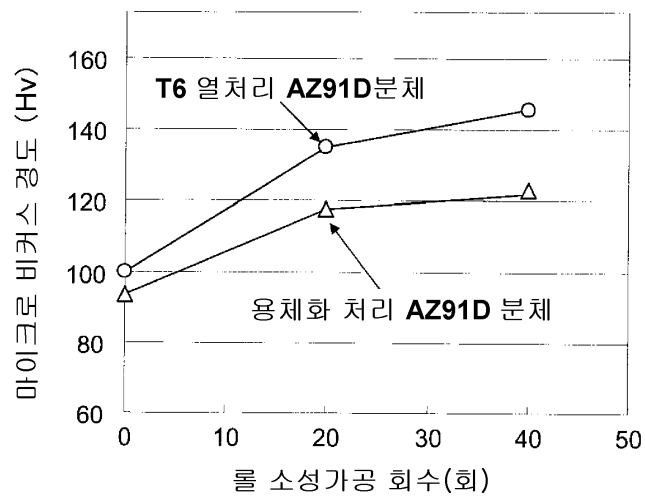
T6열처리 AZ91D분체의 확대조직 사진

도면5



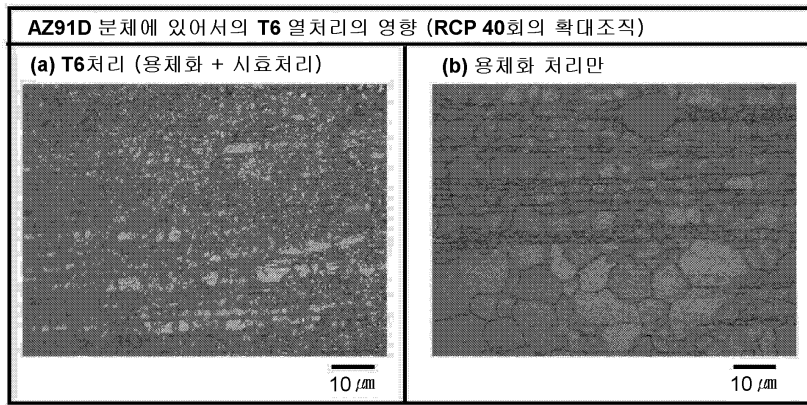
AZ91D 분체에 있어서의 T6 열처리의 영향

도면6

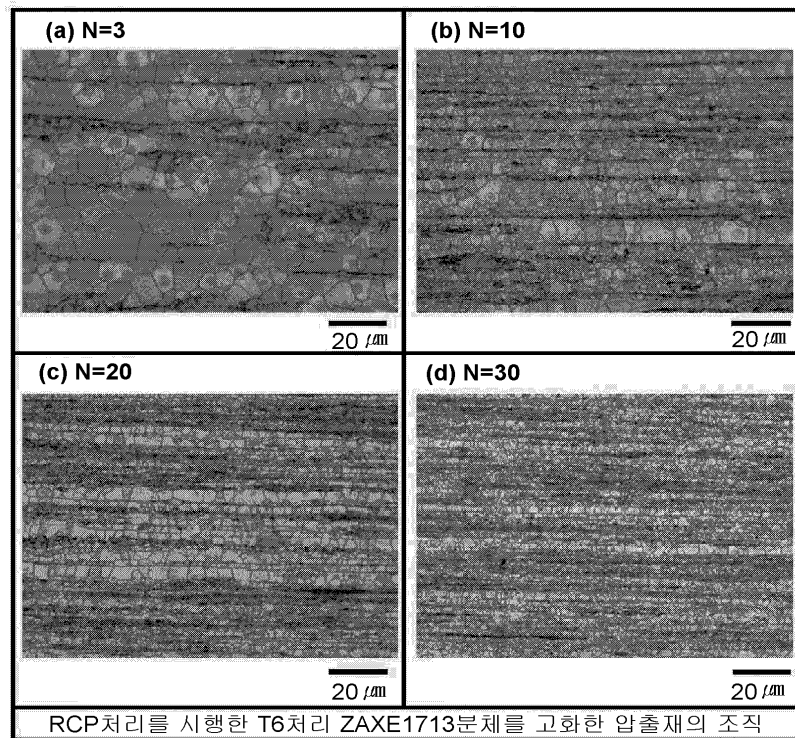


AZ91D 분체에 있어서의 T6 열처리의 영향

도면7



도면8



도면9

