



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2021년12월28일
(11) 등록번호 10-2344014
(24) 등록일자 2021년12월23일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C22F 1/18 (2006.01) C22C 14/00 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
C22F 1/183 (2013.01)
C22C 14/00 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2015-7013502
- (22) 출원일자(국제) 2014년02월28일
심사청구일자 2019년02월01일
- (85) 번역문제출일자 2015년05월22일
- (65) 공개번호 10-2015-0129644
- (43) 공개일자 2015년11월20일
- (86) 국제출원번호 PCT/US2014/019252
- (87) 국제공개번호 WO 2014/149518
국제공개일자 2014년09월25일
- (30) 우선권주장
13/844,196 2013년03월15일 미국(US)
- (56) 선행기술조사문헌
US20120060981 A1*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

- (73) 특허권자
에이티아이 프로퍼티즈 엘엘씨
미국, 오레곤 97321-0580, 알바니, 1600 엔.이.
우드 살렘 로드
- (72) 발명자
토마스, 장-필립, 에이.
미국, 노스캐롤라이나 28262, 샬럿, 그로브 크레
스트 레인 9530, 에이퍼티. 423
미니산드람, 라메쉬, 에스.
미국, 노스캐롤라이나 28270, 샬럿, 에텐데리 드
라이브 7035
(뒷면에 계속)
- (74) 대리인
강명구, 이경민

전체 청구항 수 : 총 38 항

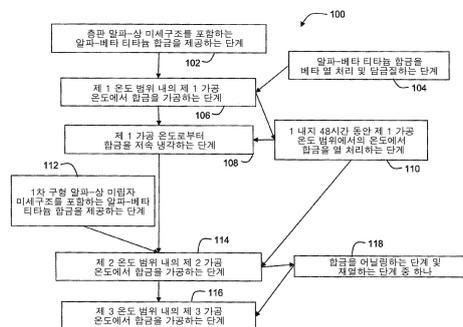
심사관 : 서영우

(54) 발명의 명칭 알파-베타 티타늄 합금들의 열기계 프로세싱

(57) 요약

알파-베타 티타늄 합금에서 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법의 일 실시예는 알파-베타 티타늄 합금의 알파-베타 상 필드에서 제 1 온도 범위 내의 제 1 가공 온도에서 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 단계를 포함한다. 합금은 제 1 가공 온도로부터 저속 냉각된다. 제 1 가공 온도에서의 가공 및 그로부터의 저속 냉각의 완료 시, 합금은 1차 구상화된 알파-상 미립자 미세구조를 포함한다. 합금은 알파-베타 상 필드에서 제 2 온도 범위 내의 제 2 가공 온도로 가공된다. 제 2 가공 온도는 제 1 가공 온도보다 낮다. 이것은 알파-베타 상 필드에서 제 3 온도 범위에서의 제 3 가공 온도에서 가공된다. 제 3 가공 온도는 제 2 가공 온도보다 낮다. 제 3 가공 온도에서의 가공 후, 티타늄 합금은 원하는 미세화된 알파-상 입자 크기를 포함한다.

대표도



(72) 발명자

포브스 존스, 로빈, 엠.

미국, 노스캐롤라이나 28277, 샬럿, 굴레인 코트
11700

만티오네, 존, 브이.

미국, 노스캐롤라이나 28079, 인디안 트레일, 블루
스트림 레인 8005

브라이언, 데이비드, 제이.

미국, 노스캐롤라이나 28079, 인디안 트레일, 루랄
팜 로드 1003

명세서

청구범위

청구항 1

알파-베타 티타늄 합금에서 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법에 있어서,

제 1 온도 범위 내의 제 1 가공 온도에서 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 단계로서, 상기 제 1 온도 범위는 상기 알파-베타 티타늄 합금의 베타 트랜서스 온도 300°F 아래 온도에서 베타 트랜서스 온도 30°F 아래 온도까지인, 상기 제 1 가공 온도에서 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 단계;

상기 제 1 가공 온도로부터 상기 알파-베타 티타늄 합금을 저속 냉각하는 단계로서, 상기 제 1 가공 온도에서의 가공 및 상기 제 1 가공 온도로부터의 저속 냉각의 완료 시, 상기 알파-베타 티타늄 합금은 1차 구상화된 (globularized) 알파-상 미립자 미세구조를 포함하는, 상기 저속 냉각하는 단계;

상기 저속 냉각은 알파-베타 티타늄 합금의 임의의 추가적 가공 단계 이전에 일어나고 분당 5°F보다 크지 않은 냉각 속도로 상기 알파-베타 티타늄 합금을 냉각하는 단계를 포함함;

제 2 온도 범위 내의 제 2 가공 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 단계로서, 상기 제 2 가공 온도 범위는 베타 트랜서스 온도 600°F 아래 온도 내지 베타 트랜서스 온도 350°F 아래 온도까지인, 상기 제 2 가공 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 단계;

제 3 온도 범위에서의 제 3 가공 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 단계로서, 상기 제 3 가공 온도는 상기 제 2 가공 온도보다 낮으며, 상기 제 3 온도 범위는 1000°F 내지 1400°F이고, 상기 제 3 가공 온도에서 가공한 후, 상기 알파-베타 티타늄 합금은 원하는 미세화된 알파-상 입자 크기를 포함하는, 상기 제 3 가공 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 단계를 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 2

청구항 1에 있어서,

상기 알파-베타 티타늄 합금은 Ti-6Al-4V 합금(UNS R56400), Ti-6Al-4V ELI 합금(UNS R56401), Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo 합금(UNS R54620), Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo 합금(UNS R56260), 및 Ti-4Al-2.5V-1.5Fe 합금(UNS 54250)으로부터 선택되는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 3

청구항 1에 있어서,

상기 알파-베타 티타늄 합금은, Ti-6Al-4V 합금(UNS R56400) 및 Ti-6Al-4V ELI 합금(UNS R56401)으로부터 선택되는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 4

청구항 1에 있어서,

상기 알파-베타 티타늄 합금은 Ti-4Al-2.5V-1.5Fe 합금(UNS 54250)인, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 5

청구항 1에 있어서,

저속 냉각하는 단계는 노 냉각(furnace cooling)을 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

.

청구항 6

청구항 1에 있어서,

저속 냉각하는 단계는 상기 제 1 가공 온도에서의 노 챔버(furnace chamber)로부터 상기 제 2 가공 온도에서의 노 챔버로 상기 알파-베타 티타늄 합금을 전달하는 단계를 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 7

청구항 1에 있어서,

상기 제 1 가공 온도로부터 상기 알파-베타 티타늄 합금을 상기 저속 냉각하는 단계 전에:

상기 알파-베타 티타늄 합금의 베타 트랜서스 온도 300°F 아래로부터 상기 알파-베타 티타늄 합금의 베타 트랜서스 온도 30°F 아래 온도까지인 열 처리 온도 범위에서의 열 처리 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 열 처리하는 단계;

상기 열 처리 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 유지하는 단계를 추가로 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 8

청구항 7에 있어서,

상기 열 처리 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 유지하는 단계는 1시간 내지 48시간 동안 상기 열 처리 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 유지하는 단계를 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 9

청구항 1에 있어서,

상기 제 2 가공 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공한 후, 상기 알파-베타 티타늄 합금을 어닐링하는 단계를 추가로 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 10

청구항 9에 있어서,

상기 알파-베타 티타늄 합금을 어닐링하는 단계는 30분 내지 12시간 동안 상기 베타 트랜서스 아래 500°F 내지 250°F의 어닐링 온도 범위에서의 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가열하는 단계를 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 11

청구항 1에 있어서,

상기 제 1 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 단계, 상기 제 2 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 단계, 및 상기 제 3 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 단계 중 적어도 하나는 개방 다이(open die) 프레스 단조(press forging)하는 단계를 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 12

청구항 11에 있어서,

상기 각각의 개방 다이 프레스 단조는 업셋 단조(upset forging)를 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 13

청구항 11에 있어서,

상기 각각의 개방 다이 프레스 단조는 드로우 단조(draw forging)를 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 14

청구항 11에 있어서,

상기 각각의 개방 다이 프레스 단조는 엷셋 단조 및 드로우 단조 중 적어도 하나를 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 15

청구항 11에 있어서,

상기 제 3 가공 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 단계는 상기 알파-베타 티타늄 합금을 방사 단조(radial forging)하는 단계를 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 16

청구항 1에 있어서,

상기 제 1 가공 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 단계, 상기 제 2 가공 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 단계, 및 상기 제 3 가공 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 단계 중 적어도 하나는 복수의 개방 다이 프레스 단조들을 포함하며, 상기 방법은 두 개의 연속적인 프레스 단조들 중간에 상기 알파-베타 티타늄 합금을 재가열하는 단계를 추가로 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 17

청구항 16에 있어서,

상기 알파-베타 티타늄 합금을 재가열하는 단계는 상기 알파-베타 티타늄 합금을 이전 가공 온도로 가열하는 단계 및 30분 내지 12시간 동안 상기 이전 가공 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 유지하는 단계를 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 18

청구항 1에 있어서,

상기 제 1 가공 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하기 전에 베타 열 처리 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 베타 열 처리하는 단계로서,

상기 베타 열 처리 온도는 상기 알파-베타 티타늄 합금의 베타 트랜스스 온도로부터 상기 알파-베타 티타늄 합금의 상기 베타 트랜스스 온도보다 300°F 더 큰 온도까지의 온도 범위 내에 있는, 상기 베타 열 처리 단계; 및 상기 알파-베타 티타늄 합금을 담금질하는 단계를 추가로 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 19

청구항 18에 있어서,

상기 알파-베타 티타늄 합금을 베타 열 처리하는 단계는 상기 베타 열 처리 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 단계를 추가로 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 20

청구항 19에 있어서,

상기 베타 열 처리 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 단계는 롤 단조(roll forging), 스웨이징(swaging), 코깅(cogging), 개방-다이 단조, 임프레션-다이(impression-die) 단조, 프레스 단조, 자동 열 단조, 방사 단조, 엷셋 단조, 드로우 단조, 및 다중축 단조 중 하나 이상을 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 21

알파-베타 티타늄 합금 워크피스에서 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법에 있어서,

제 1 단조 온도 범위 내의 제 1 단조 온도에서 알파-베타 티타늄 합금을 단조하는 단계로서,

상기 제 1 단조 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 단조하는 단계는 엷셋 단조하는 단계 및 드로

우 단조하는 단계 양자 중 적어도 하나의 단계를 포함하며,

상기 제 1 단조 온도 범위는 알파-베타 티타늄 합금의 베타 트랜서스 300°F 아래로부터 알파-베타 티타늄 합금의 베타 트랜서스 온도 30°F 아래 온도까지에 걸치는, 상기 제 1 단조 온도에서 알파-베타 티타늄 합금을 단조하는 단계;

상기 제 1 단조 온도로부터 상기 알파-베타 티타늄 합금을 저속 냉각하는 단계, 여기서 저속 냉각하는 단계는 분당 5°F보다 크지 않은 냉각 속도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 냉각하는 단계를 포함함;

제 2 단조 온도 범위 내의 제 2 단조 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 단조하는 단계로서,

상기 제 2 단조 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 단조하는 단계는 업셋 단조하는 단계 및 드로우 단조하는 단계 양자 중 적어도 하나의 단계를 포함하고,

상기 제 2 단조 온도 범위는 상기 베타 트랜서스 아래 600°F 내지 350°F에 걸친 온도 범위를 포함하며,

상기 제 2 단조 온도는 상기 제 1 단조 온도보다 낮은, 상기 제 2 단조 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 단조하는 단계; 및

제 3 단조 온도 범위 내의 제 3 단조 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 단조하는 단계로서,

상기 제 3 단조 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 단조하는 단계는 방사 단조하는 단계를 포함하고,

상기 제 3 단조 온도 범위는 1000°F 내지 1400°F이며,

상기 제 3 단조 온도는 상기 제 2 단조 온도보다 낮은, 상기 제 3 단조 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 단조하는 단계를 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 22

청구항 21에 있어서,

상기 알파-베타 티타늄 합금은 Ti-6Al-4V 합금(UNS R56400), Ti-6Al-4V ELI 합금(UNS R56401), Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo 합금(UNS R54620), Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo 합금(UNS R56260), 및 Ti-4Al-2.5V-1.5Fe 합금(UNS 54250) 중 하나인, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 23

청구항 21에 있어서,

상기 알파-베타 티타늄 합금은 Ti-6Al-4V 합금(UNS R56400) 및 Ti-6Al-4V ELI 합금(UNS R56401) 중 하나인, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 24

청구항 21에 있어서,

상기 알파-베타 티타늄 합금은 Ti-4Al-2.5V-1.5Fe 합금(UNS 54250)인, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 25

청구항 21에 있어서,

상기 저속 냉각하는 단계는 노 냉각을 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 26

삭제

청구항 27

청구항 21에 있어서,

저속 냉각하는 단계는 상기 제 1 단조 온도에서의 노 세트(fornace set)로부터 상기 제 2 단조 온도에서의 노

세트로 상기 알파-베타 티타늄 합금을 전달하는 단계를 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 28

청구항 21에 있어서,

상기 제 1 단조 온도로부터 상기 알파-베타 티타늄 합금을 상기 저속 냉각하는 단계 후, 상기 제 1 단조 온도 범위에서의 열 처리 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 열 처리하는 단계, 및 상기 열 처리 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 유지하는 단계를 추가로 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 29

청구항 28에 있어서,

상기 열 처리 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 유지하는 단계는 1시간에서 48시간까지의 시간 범위에서의 열 처리 시간 동안 상기 열 처리 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 유지하는 단계를 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 30

청구항 21에 있어서,

상기 제 2 단조 온도에서의 단조 후 상기 알파-베타 티타늄 합금을 어닐링하는 단계를 추가로 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 31

청구항 30에 있어서,

어닐링하는 단계는 상기 베타 트랜스스 아래 500°F 내지 250°F에 걸친 어닐링 온도 범위에서의 어닐링 온도로 30분 내지 12시간 동안 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가열하는 단계를 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 32

청구항 21에 있어서,

상기 적어도 하나 이상의 프레스 단조하는 단계들 중 임의의 단계 중간에 상기 알파-베타 티타늄 합금을 재가열하는 단계를 추가로 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 33

청구항 32에 있어서,

재가열하는 단계는 상기 알파-베타 티타늄 합금을 다시 이전 가공 온도로 가열하는 단계, 및 30분 내지 6시간에 걸친 범위에서의 재가열 시간 동안 상기 이전 가공 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 유지하는 단계를 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 34

청구항 21에 있어서,

방사상 단조는 적어도 2이고 6 이하의 축소들의 하나의 시리즈를 포함하며, 상기 방사상 단조 온도 범위는 1100°F 내지 1400°F인, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 35

청구항 21에 있어서,

방사상 단조는 각각의 축소 이전에 재가열 단계를 갖고, 1400°F 이하에서 시작하며 1000°F 이상까지 감소하는 방사 단조 온도들에서 적어도 2이고 6 이하의 축소들의 다수의 시리즈를 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 36

청구항 21에 있어서,

상기 제 1 단조 온도에서 상기 티타늄 합금을 단조하기 전에, 베타 열 처리 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 베타 열 처리하는 단계로서,

상기 베타 열 처리 온도는 상기 알파-베타 티타늄 합금의 베타 트랜스스 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금의 상기 베타 트랜스스 온도보다 300°F 큰 온도까지인, 상기 베타 열 처리하는 단계; 및

상기 알파-베타 티타늄 합금을 담금질하는 단계를 추가로 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 37

청구항 36에 있어서,

상기 알파-베타 티타늄 합금을 베타 열 처리하는 단계는 상기 베타 열 처리 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 단계를 추가로 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 38

청구항 37에 있어서,

상기 베타 열 처리 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 단계는 롤 단조, 스웨이징, 코킹, 개방-다이 단조, 임프레션-다이 단조, 프레스 단조, 자동 열 단조, 방사상 단조, 엷셋 단조, 드로우 단조, 및 다중축 단조 중 하나 이상을 포함하는, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 39

청구항 1에 있어서,

알파-베타 티타늄 합금은 구상화된 알파-상 미립자 미세구조를 포함하고, 상기 제 1 온도에서 상기 워크피스를 가공하는 단계는 엷셋 단조하는 단계 및 드로우 단조하는 단계 양자 모두 중 적어도 하나의 단계를 포함하고, 상기 제 1 온도는 상기 베타 트랜스스 아래 500°F 내지 350°F이고;

제 3 가공 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 단계는 방사상 단조하는 단계를 포함하고, 상기 제 3 온도 범위는 1000°F 내지 1400°F이며, 상기 제 3 가공 온도는 상기 제 1 및 제 2 가공 온도들보다 낮은, 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법.

청구항 40

삭제

청구항 41

삭제

청구항 42

삭제

청구항 43

삭제

청구항 44

삭제

발명의 설명

기술 분야

- [0001] 연방 지원 연구 또는 개발에 관한 성명
- [0002] 본 발명은 미국 상무부, 미국 국립 표준 기술 연구소(NIST)에 의해 부여된, NIST 계약 번호 70NANB7H7038 하에서 미국 정부 지원으로 이루어졌다. 미국 정부는 본 발명에서의 특정한 권한들을 가질 수 있다.
- [0003] 본 개시는 알파-베타 티타늄 합금들의 프로세싱을 위한 방법들에 관한 것이다. 보다 구체적으로, 본 개시는 미립자, 극미립자, 또는 초미립자 미세구조를 촉진하기 위해 알파-베타 티타늄 합금들을 프로세싱하기 위한 방법들에 관한 것이다.

배경 기술

- [0004] 미립자(FG; fine grain), 극미립자(SFG; superfine grain), 또는 초미립자(UFG; ultrafine grain) 미세구조를 가진 알파-베타 티타늄 합금들은 예를 들면, 개선된 성형성, 보다 낮은 형성 유동-응력(크리프(creep) 형성에 유리한), 및 적절한 서비스 온도들로의 주위에서의 보다 높은 항복 응력과 같은, 다수의 유리한 속성들을 보이도록 도시되어 왔다.
- [0005] 여기에 사용된 바와 같이, 티타늄 합금들의 미세구조를 나타낼 때, 용어(“미립자”)는 15 μm 내지 5 μm 이상에 이르기까지의 범위에 있는 알파 입자 크기들을 나타내고; 용어(“극미립자”)는 5 μm 내지 1.0 μm 이상에 이르기까지의 알파 입자 크기들을 나타내며; 용어(“초미립자”)는 1.0 μm 이하의 알파 입자 크기들을 나타낸다.
- [0006] 조립자 또는 미립자 미세구조들을 생성하기 위해 티타늄 및 티타늄 합금들을 단조하는 알려진 상업적인 방법들은 다수의 재열 및 단조 단계들을 사용하여 0.03 s^{-1} 내지 0.10 s^{-1} 의 변형 속도들을 이용한다.
- [0007] 미립자, 극미립자, 또는 초미립자 미세구조들의 제조를 위해 의도된 알려진 방법들은 0.001 s^{-1} 이하의 초저속 변형 속도(예를 들면, G. Salishchev, 외, *재료 과학 포럼*, 584 내지 586권, 783 내지 788쪽 (2008)을 참조하자)에서 다중-축 단조(multi-axis forging; MAF) 프로세스를 이용한다. 일반적인 MAF 프로세스는, 예를 들면, C. Desrayaud 외, *재료 프로세싱 기술의 저널*, 172, 152 내지 156쪽 (2006)에 설명된다. MAF 프로세스 외에, 그 외 동일 채널 각도 프레스(equal channel angle pressing; ECAP) 프로세스로서 불리우는 동일 채널 각도 압출(equal channel angle extrusion; ECAE)이 티타늄 및 티타늄 합금에서 미립자, 극미립자, 또는 초미립자 미세구조를 달성하기 위해 사용될 수 있다는 것이 알려져 있다. ECAP 프로세스의 설명은, 예를 들면, V.M. Segal, USSR 특허 번호 제575892호(1977)에, 및 티타늄 및 Ti-6-4에 대해, S.L. Semiatin 및 D.P. DeLo, *재료 및 설계*, 21권, 311 내지 322쪽 (2000)에서 발견된다, 그러나, ECAP 프로세스는 또한 등온 또는 근-등온 상태들에서 매우 낮은 변형 속도 및 매우 낮은 온도들을 요구한다. MAF 및 ECAP와 같은 이러한 높은 포스 프로세스들을 사용함으로써, 임의의 출발 미세구조가 결국 초미립자 미세구조로 변환될 수 있다. 그러나, 여기에 추가로 설명되는 경제적 이유들에 대해, 단지 연구소-규모 MAF 및 ECAP 프로세싱이 현재 행해진다.
- [0008] 초저속 변형 속도 MAF 및 ECAP 프로세스들에서의 입자 미세화에 대한 키는 사용된 초저속 변형 속도들, 즉, 0.001 s^{-1} 이하의 결과인 동적 재결정화의 체제에서 계속해서 동작하기 위한 능력이다. 동적 재결정화 동안, 입자들은 전위들을 동시에 핵생성, 성장, 및 축적한다. 새롭게 핵생성된 입자들 내에서의 전위들의 생성은 입자 성장을 위한 추진력을 계속해서 감소시키며, 입자 핵생성은 강력히 우호적이다. 초저속 변형 속도 MAF 및 ECAP 프로세스들은 단조 프로세스 동안 입자들을 계속해서 재결정화하기 위해 동적 재결정화를 사용한다.
- [0009] 입자 미세화를 위해 티타늄 합금들을 프로세싱하는 방법은 국제 특허 공개 번호 제WO 98/17386호(“WO'386 공보”)에 개시되며, 이것은 여기에 전체적으로 참조로서 통합된다. WO'386 공보에서의 방법은 동적 재결정화의 결과로서 미립자 미세구조를 형성하기 위해 합금을 가열 및 변형하는 것을 개시한다.
- [0010] 초미립자 Ti-6-4 합금(UNS R56400)의 비교적 균일한 빌릿들이 초저속 변형 속도 MAF 또는 ECAP 프로세스들을 사용하여 생성될 수 있지만, MAF 또는 ECAP 단계들을 수행하기 위해 걸리는 누적 시간은 상업적 설정에서 과도할 수 있다. 또한, 종래의 대규모, 상업적으로 이용 가능한 개방 다이 프레스 단조 장비는 이러한 실시예들에서 요구된 초저속 변형 속도들을 달성하기 위한 능력을 갖지 않을 수 있으며, 그러므로, 맞춤형 단조 장비는 생산-규모 초저속 변형 속도 MAF 또는 ECAP를 실행하기 위해 요구될 수 있다.
- [0011] 보다 미세한 층판 출발 미세구조들은 구상화된 미세한 내지 초미세한 미세구조들을 생성하기 위해 보다 적은 변형률을 요구한다. 그러나, 등온 또는 근-등온 상태들을 사용함으로써 미세한 내지 초미세한 알파-입자 크기 티타늄 및 티타늄 합금들의 연구소-규모 양들을 만드는 것이 가능하였지만, 연구소-규모 프로세스를 확대하는 것은 수율 손실들로 인해 문제가 있을 수 있다. 또한, 산업-규모 등온 프로세싱은 장비를 동작시키는 비용으로 인

해 비용이 매우 비싸다는 것이 판명된다. 근-등온, 개방 다이 프로세스들을 수반한 고 수율 기술들은 긴 기간들의 장비 사용을 요구하는 초저속 요구 단조 속도들 때문에, 및 수율을 감소시키는, 냉각-관련 균열 때문에, 어렵다는 것이 판명된다. 또한, 담금질된 대로, 증판 알파 구조들은 특히 낮은 프로세싱 온도들에서, 낮은 연성을 보인다.

[0012] 미세구조가 구상화된 알파-상 미립자들로 형성되는 알파-베타 티타늄 합금들은 증판 알파 미세구조들을 가진 알파-베타 티타늄 합금들보다 더 양호한 연성을 보인다는 것이 일반적으로 알려져 있다. 그러나, 구상화된 알파-상 미립자들을 가진 알파-베타 티타늄 합금들을 단조하는 것은 상당한 미립자 미세화를 생성하지 않는다. 예를 들면, 일단 알파-상 미립자들이 특정한 크기, 예를 들면, 10 μm 이상으로 조밀화하였던, 종래의 기술들을 사용하여, 광학 금속조직학에 의해 관찰된 바와 같이, 후속 열기계 프로세싱 동안 이러한 미립자들의 크기를 감소시키는 것은 거의 불가능하다.

[0013] 티타늄 합금들의 미세구조를 미세화하기 위한 하나의 프로세스는 유럽 특허 번호 제1 546 429 B1호(“EP'429 특허”)에 개시되며, 이것은 여기에 전체적으로 참조로서 통합된다. EP'429 특허의 프로세스에서, 일단 알파-상이 고온에서 구상화되면, 합금은 비교적 조밀한 구형 알파-상 미립자들 사이에서 얇은 증판 알파-상 형태로 2차 알파 상을 생성하기 위해 담금질된다. 제 1 알파 프로세싱보다 낮은 온도에서의 후속 단조는 미세한 알파-상 미립자들로의 미세한 알파 증판의 구상화를 야기한다. 결과적인 미세구조는 조밀한 및 미세한 알파-상 미립자들의 혼합이다. 조밀한 알파-상 미립자들 때문에, EP'429 특허에 개시된 방법들에 기인한 미세구조는 자체가 초미세 내지 미세 알파-상 입자들로 완전히 형성된 미세구조로 추가 입자 미세화를 주지 않는다.

[0014] 여기에 전체적으로 참조로서 통합되는 미국 특허 공개 번호 제2012-0060981 A1호(“U.S.'981 공보”)는 다중 업셋 및 드로우 단조 단계들(“MUD 프로세스”)에 의해 중복 작업을 부여하기 위해 산업용 확대를 개시한다. U.S.'981 공보는 티타늄 또는 티타늄 합금의 베타-상 필드로부터 담금질함으로써 생성된 증판 알파 구조들을 포함한 출발 구조들을 개시한다. MUD 프로세스는 교변하는 변형 및 재열 단계들의 시퀀스 동안 과도한 미립자 성장을 금지하기 위해 낮은 온도들에서 수행된다. 증판 출발 스톱은 사용된 낮은 온도들에서 낮은 연성을 보이며, 개방-다이 단조들에 대한 확대는 수율에 대하여 문제가 있을 수 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0015] 보다 높은 변형 속도들을 수용하고, 필요한 프로세싱 시간을 감소시키며, 및/또는 맞춤형 단조 장비를 위한 요구를 제거하는 미립자, 극미립자, 또는 초미립자 미세구조를 가진 티타늄 합금들을 생성하기 위한 프로세스를 제공하는 것이 유리할 것이다.

과제의 해결 수단

[0016] 본 개시의 비-제한적인 일 양상에 따르면, 알파-베타 티타늄 합금에서 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법은 제 1 온도 범위 내에서의 제 1 가공 온도에서 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 단계를 포함한다. 상기 제 1 온도 범위는 상기 알파-베타 티타늄 합금의 알파-베타 상 필드에 있다. 상기 알파-베타 티타늄 합금은 상기 제 1 가공 온도로부터 저속 냉각된다. 상기 제 1 가공 온도에서의 가공 및 그로부터의 저속 냉각의 완료 시, 알파-베타 티타늄 합금은 1차 구상화된 알파-상 미립자 미세구조를 포함한다. 상기 알파-베타 티타늄 합금은 그 뒤에 제 2 온도 범위 내에서의 제 2 가공 온도에서 가공된다. 상기 제 2 가공 온도는 상기 제 1 가공 온도보다 낮으며 또한 상기 알파-베타 티타늄 합금의 알파-베타 상 필드에 있다.

[0017] 비-제한적인 실시예에서, 상기 제 2 가공 온도에서 가공한 다음에, 상기 알파-베타 티타늄 합금은 최종 온도 범위에서의 제 3 가공 온도에서 가공된다. 제 3 가공 온도는 제 2 가공 온도보다 낮으며, 제 3 온도 범위는 알파-베타 티타늄 합금의 알파-베타 상 필드에 있다. 상기 제 3 가공 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공한 후, 원하는 미세화된 알파-상 입자 크기가 달성된다.

[0018] 또 다른 비-제한적인 실시예에서, 상기 제 2 가공 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공한 후, 및 상기 제 3 가공 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하기 전에, 상기 알파-베타 티타늄 합금은 하나 이상의 점진적으로 낮아지는 제 4 가공 온도들에서 가공된다. 상기 하나 이상의 점진적으로 낮아지는 제 4 가공 온도들의 각각은 상기 제 2 가공 온도보다 낮다. 상기 하나 이상의 점진적으로 낮아지는 제 4 가공 온도들의 각각은 상기 제 4 온도 범위 및 상기 제 3 온도 범위 중 하나 내에 있다. 상기 제 4 가공 온도들의 각각은 직전 제 4 가공 온도보다 낮다. 비-제한적인 실시예에서, 상기 제 1 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 것,

상기 제 2 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 것, 상기 제 3 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 것, 및 하나 이상의 점진적으로 낮아지는 제 4 가공 온도들에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 것 중 적어도 하나는 적어도 하나의 개방 다이 프레스 단조 단계를 포함한다. 또 다른 비-제한적인 실시예에서, 상기 제 1 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 것, 상기 제 2 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 것, 상기 제 3 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 것, 및 하나 이상의 점진적으로 낮아지는 제 4 가공 온도들에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 가공하는 것 중 적어도 하나는 복수의 개방 다이 프레스 단조 단계들을 포함하며, 상기 방법은 두 개의 연속적인 프레스 단조 단계들 중간에 상기 알파-베타 티타늄 합금을 재열하는 단계를 더 포함한다.

[0019] 본 개시의 또 다른 양상에 따르면, 알파-베타 티타늄 합금에서 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법의 비-제한적인 실시예는 제 1 단조 온도 범위 내에서의 제 1 단조 온도에서 알파-베타 티타늄 합금을 단조하는 단계를 포함한다. 상기 제 1 단조 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 단조하는 것은 엷셋 단조 및 드로우 단조 양쪽 모두의 적어도 하나의 패스를 포함한다. 상기 제 1 단조 온도 범위는 상기 알파-베타 티타늄 합금의 베타 트랜서스 온도 아래 300°F에서 상기 알파-베타 티타늄 합금의 베타 트랜서스 온도보다 30°F 낮은 온도까지에 걸친 온도 범위를 포함한다. 상기 제 1 단조 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 단조한 후, 상기 알파-베타 티타늄 합금은 상기 제 1 단조 온도로부터 저속 냉각된다.

[0020] 알파-베타 티타늄 합금은 제 2 단조 온도 범위 내에서의 제 2 단조 온도에서 단조된다. 상기 제 2 단조 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 단조하는 것은 엷셋 단조 및 드로우 단조 양쪽 모두 중 적어도 하나의 패스를 포함한다. 상기 제 2 단조 온도 범위는 알파-베타 티타늄 합금의 베타 트랜서스 온도 아래 600°F에서 상기 알파-베타 티타늄 합금의 베타 트랜서스 온도 아래 350°F까지이며, 상기 제 2 단조 온도는 상기 제 1 단조 온도보다 낮다.

[0021] 상기 알파-베타 티타늄 합금은 제 3 단조 온도 범위 내에서의 제 3 단조 온도에서 단조된다. 상기 제 3 단조 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 단조하는 것은 방사 단조를 포함한다. 상기 제 3 단조 온도 범위는 1000°F 및 1400°F이며, 최종 단조 온도는 상기 제 2 단조 온도보다 낮다.

[0022] 비-제한적인 실시예에서, 상기 제 2 단조 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 단조한 후, 및 상기 제 3 단조 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 단조하기 전에, 상기 알파-베타 티타늄 합금이 어닐링될 수 있다.

[0023] 비-제한적인 실시예에서, 상기 제 2 단조 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 단조한 후, 및 상기 제 3 단조 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 단조하기 전에, 상기 알파-베타 티타늄 합금은 하나 이상의 점진적으로 낮아지는 제 4 단조 온도들에서 단조된다. 하나 이상의 점진적으로 낮아지는 제 4 단조 온도들은 제 2 단조 온도보다 낮다. 상기 하나 이상의 점진적으로 낮아지는 제 4 단조 온도들의 각각은 상기 제 2 온도 범위 및 상기 제 3 온도 범위 중 하나 내에 있다. 상기 점진적으로 낮아지는 제 4 가공 온도들의 각각은 직전 제 4 가공 온도보다 낮다.

[0024] 본 개시의 또 다른 양상에 따르면, 알파-베타 티타늄 합금에서 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법의 비-제한적인 실시예는 초기 단조 온도 범위 내에서의 초기 단조 온도에서 구상화된 알파-상 미립자 미세구조를 포함하는 알파-베타 티타늄 합금을 단조하는 단계를 포함한다. 상기 초기 단조 온도에서 상기 알파-베타 티타늄 합금을 단조하는 것은 엷셋 단조 및 드로우 단조 양쪽 모두 중 적어도 하나의 패스를 포함한다. 상기 초기 단조 온도 범위는 상기 알파-베타 티타늄 합금의 베타 트랜서스 온도 아래 500°F에서 상기 알파-베타 티타늄 합금의 상기 베타 트랜서스 온도 아래 350°F까지이다.

[0025] 워크피스는 최종 단조 온도 범위 내에서의 최종 단조 온도에서 단조된다. 최종 단조 온도에서 워크피스를 단조하는 것은 방사 단조를 포함한다. 상기 최종 단조 온도 범위는 1000°F 내지 1400°F이다. 상기 최종 단조 온도는 상기 초기 단조 온도보다 낮다.

도면의 간단한 설명

[0026] 여기에 설명된 물품들 및 방법들의 특징들 및 이점들은 첨부한 도면들에 대한 참조에 의해 보다 잘 이해될 수 있다.

도 1은 본 개시에 따른 알파-베타 티타늄 합금에서 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법의 비-제한적인 실시예의 흐름도이다.

도 2는 본 개시의 방법의 비-제한적인 실시예에 따른 단계들을 프로세싱한 후 알파-베타 티타늄 합금들의 미세

구조의 개략적 예시이다.

도 3은 본 개시의 방법의 비-제한적인 실시예에 따른 단조된 및 저속 냉각된 알파-베타 상 티타늄 합금 위크프스의 미세구조의 후방 산란된 전자(BSE) 현미경 사진이다.

도 4는 본 개시의 방법의 비-제한적인 실시예에 따른 단조된 및 저속 냉각된 알파-베타 상 티타늄 합금의 미세구조의 BSE 현미경 사진이다.

도 5는 본 개시의 방법의 비-제한적인 실시예에 따른 단조된 및 저속 냉각된 알파-베타 상 티타늄 합금의 전자 후방 산란된 회절(EBSD) 현미경 사진이다.

도 6a는 본 개시의 비-제한적인 실시예에 따른 단조된 및 저속 냉각된 알파-베타 상 티타늄 합금의 미세구조의 BSE 현미경 사진이며, 도 6b는 본 개시의 방법의 비-제한적인 실시예에 따라 추가로 단조되고 어닐링된 도 6a의 비-제한적인 실시예에 따른 단조된 및 저속 냉각된 알파-베타 상 티타늄 합금의 미세구조의 BSE 현미경 사진이다.

도 7은 본 개시의 방법의 비-제한적인 실시예에 따라 추가로 단조되고 어닐링된 단조된 및 저속 냉각된 알파-베타 상 티타늄 합금의 EBSD 현미경 사진이다.

도 8은 본 개시의 방법의 비-제한적인 실시예에 따라 추가로 단조되고 어닐링된 단조된 및 저속 냉각된 알파-베타 상 티타늄 합금의 EBSD 현미경 사진이다.

도 9a는 본 개시의 방법의 비-제한적인 실시예에 따라 추가로 단조되고 어닐링된 단조된 및 저속 냉각된 알파-베타 상 티타늄 합금인 예 2의 샘플의 EBSD 현미경 사진이다.

도 9b는 도 9a에 도시된 예 2의 샘플에서 특정한 입자 크기를 가진 입자들의 농도를 도시한 플롯이다.

도 9c는 도 9a에 도시된 예 2의 샘플의 알파-상 입자 경계들의 방향상실의 분포의 플롯이다.

도 10a 및 도 10b는 각각 제 1 및 제 2 단조 및 어닐링된 샘플들의 BSE 현미경 사진들이다.

도 11은 예 3의 제 1 샘플의 EBSD 현미경 사진들이다.

도 12는 예 3의 제 2 샘플의 EBSD 현미경 사진들이다.

도 13a는 예 3의 제 2 샘플의 EBSD 현미경 사진이다.

도 13b는 특정한 입자 크기들을 가진 예 3의 샘플에서 상대적인 양의 알파 입자들의 플롯이다.

도 13c는 예 3의 샘플에서 알파-상 입자 경계들의 방향 상실의 분포의 플롯이다.

도 14a는 예 3의 제 2 샘플의 EBSD 현미경 사진이다.

도 14b는 특정한 입자 크기들을 가진 예 3의 샘플에서 상대적인 양의 알파 입자들의 플롯이다.

도 14c는 예 3의 샘플에서 알파-상 입자 경계들의 방향 상실의 분포의 플롯이다.

도 15는 본 개시의 방법의 비-제한적인 실시예에 따라 추가로 단조된, 단조된 및 저속 냉각된 알파-베타 상 티타늄 합금의 미세구조의 BSE 현미경 사진이다.

도 16은 본 개시의 방법의 비-제한적인 실시예에 따라 추가로 단조된, 단조된 및 저속 냉각된 알파-베타 상 티타늄 합금의 EBSD 현미경 사진이다.

도 17a는 본 개시의 방법의 비-제한적인 실시예에 따라 추가로 단조된, 단조된 및 저속 냉각된 알파-베타 상 티타늄 합금인 예 4의 샘플의 EBSD 현미경 사진이다.

도 17b는 도 17a에 도시된 예 4의 샘플에서 특정한 입자 크기를 가진 입자들의 농도를 도시한 플롯이다.

도 17c는 도 17a에 도시된 예 4의 샘플의 알파-상 입자 경계들의 방향 상실의 분포의 플롯이다.

도 18는 본 개시의 방법의 비-제한적인 실시예에 따라 추가로 단조된, 단조된 및 저속 냉각된 알파-베타 상 티타늄 합금의 EBSD 현미경 사진이다.

도 19a는 본 개시의 방법의 비-제한적인 실시예에 따라 추가로 단조된, 단조된 및 저속 냉각된 알파-베타 상 티타늄 합금인 예 4의 샘플의 EBSD 현미경 사진이다.

도 19b는 도 19a에 도시된 예 4의 샘플에서 특정한 입자 크기를 가진 입자들의 농도를 도시한 플롯이다.

도 19c는 도 19a에 도시된 예 4의 샘플의 알파-상 입자 경계들의 방향 상실의 분포의 플롯이다.

관독자는 본 개시에 따라, 특정한 비-제한적인 실시예들의 다음의 상세한 설명을 고려할 때, 앞서 말한 세부 사항들, 뿐만 아니라 다른 것들을 이해할 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0027] 본 명세서에서 설명된 실시예들에 대한 특정한 설명들은 명료함을 위해, 다른 요소들, 특징들, 및 양상들을 제거하면서, 개시된 실시예들의 명확한 이해와 관련된 이들 요소들, 특징들, 및 양상들만을 예시하기 위해 간소화되었다. 이 기술분야의 숙련자들은, 개시된 실시예들에 대한 본 설명을 고려할 때, 다른 요소들 및/또는 특징들이 개시된 실시예들의 특정한 구현 또는 적용에서 바람직할 수 있다는 것을 인식할 것이다. 그러나, 그러한 다른 요소들 및/또는 특징들은 개시된 실시예의 본 기술을 고려하여 본 업계에서 통상의 지식을 가지는 사람에 의해 쉽게 확인되고 및 실행될 수 있고, 따라서 개시된 실시예의 완전한 이해를 위해 필요하지 않기 때문에, 그러한 요소 및/또는 특징의 기술은 본 명세서에서 제공되지 않는다. 이와 같이, 본 명세서에서 설명된 기술은 단지 개시된 실시예들에 대표적이고 예시적이며, 단지 청구항들에 의해서만 정의되는 바와 같이 본 발명의 범위를 제한하도록 의도되지 않는다는 것이 이해될 것이다.
- [0028] 또한, 본 명세서에서 나열된 임의의 수치 범위는 거기에 포함된 모든 서브-범위들을 포함하도록 의도된다. 예를 들면, "1 내지 10"의 범위는 1의 나열된 최소 값 및 10의 나열된 최대 값 사이에서의(및 포함) 즉, 1 이상의 최소 값 및 10 이하의 최대 값을 가진 모든 서브-범위들을 포함하도록 의도된다. 본 명세서에서 나열된 임의의 최대 수치 제한은 거기에 포함된 모든 하위 수치 제한을 포함하도록 의도되며 본 명세서에서 나열된 임의의 최소 수치 제한은 거기에 포함된 모든 상위 수치 제한을 포함하도록 의도된다. 따라서, 본 출원인들은 명시적으로 본 명세서에서 나열된 범위 내에 포함된 임의의 서브-범위를 명시적으로 나열하기 위해, 청구항들을 포함하여 본 개시를 보정하기 위한 권한을 갖는다. 모든 그러한 범위들은 임의의 이러한 서브-범위들을 명시적으로 나열하기 위해 보정하는 것이 35 U.S.C. § 112, 제 1 단락, 및 35 U.S.C. § 132(a)의 요건들을 따르도록 명세서에서 본질적으로 개시되도록 의도된다.
- [0029] 본 명세서에서 사용된 바와 같이, 문법적 관사들("하나(one)", "하나(a)", "하나(an)", 및 "그(the)")은 달리 표시되지 않는다면, "적어도 하나" 또는 "하나 이상"을 포함하도록 의도된다. 따라서, 관사들은 여기에서 관사의 문법적 대상들 중 하나 또는 하나 이상(즉, 적어도 하나)을 나타내기 위해 사용된다. 예로서, "구성요소"는 하나 이상의 구성요소들을 의미하며, 따라서 가능하게는, 하나 이상의 구성요소가 고려되며 설명된 실시예들의 구현에서 이용되거나 또는 사용될 수 있다.
- [0030] 모든 퍼센티지들 및 비율은 달리 표시되지 않는다면, 상기 합금 조성물의 총 중량에 기초하여 산출된다.
- [0031] 본 명세서에서 참고 문헌에 의해, 전체적으로 또는 부분적으로 포함된다고 말하여진 임의의 특허, 공보 또는 다른 개시물은 통합된 자료가 본 개시에 설명된 기존의 정의들, 서술들, 또는 다른 개시 자료와 상충되지 않는 정도로만 여기에 통합된다. 이와 같이, 필요한 정도로, 여기에 설명된 바와 같이 개시는 참고 문헌에 의해 여기에 통합된 임의의 상충되는 자료를 대신한다. 본 명세서에서 참고로서 포함된다고 언급되었지만 본 명세서에 설명된 기존의 정의들, 서술들 또는 다른 개시 자료와 상충되는 임의의 자료, 또는 그것의 일부는 단지 상기 통합된 자료 및 기존의 개시 자료 사이에서 어떤 충돌도 발생하지 않는 정도로만 통합된다.
- [0032] 본 개시는 다양한 실시예들의 설명들을 포함한다. 본 명세서에서 설명된 모든 실시예들은 대표적이고, 예시적이며, 비-제한적임이 이해될 것이다. 따라서, 본 발명은 다양한 대표적, 예시적, 및 비-제한적 실시예들의 설명에 의해 제한되지 않는다. 오히려, 본 발명은 오로지 청구항들에 의해서만 정의되며, 이것은 본 개시에 명확하게 또는 본질적으로 설명되거나 또는 그 외 그것에 의해 명확하게 또는 본질적으로 지원되는 임의의 특징들을 나열하기 위해 보정될 수 있다.
- [0033] 본 개시의 양상에 따르면, 도 1은 본 개시에 따른 알파-베타 티타늄 합금에서 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법(100)의 여러 개의 비-제한적인 실시예들을 예시한 흐름도이다. 도 2는 본 개시에 따른 프로세싱 단계들로부터 기인한 미세구조(200)의 개략적인 예시이다. 본 개시에 따른 비-제한적인 실시예에서, 알파-베타 티타늄 합금에서 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법(100)은 증판 알파-상 미세구조(202)를 포함하는 알파-베타 티타늄 합금을 제공하는 단계(102)를 포함한다. 이 기술분야의 숙련자는 증판 알파-상 미세구조(202)가 담금질에 앞서 알파-베타 티타늄 합금을 베타 열 처리함으로써 획득된다는 것을 알고 있다. 비-제한적인 실시예에서, 알파-

베타 티타늄 합금은 층판 알파-상 미세구조(202)를 제공하기 위해 베타 열 처리되며 담금질된다(104). 비 제한적인 실시예에서, 합금을 베타 열 처리하는 것은 베타 열 처리 온도에서 합금을 가공하는 것을 더 포함한다. 또 다른 비-제한적인 실시예에서, 베타 열 처리 온도에서 합금을 가공하는 것은 롤 단조, 스웨이징, 코킹, 개방-다이 단조, 임프레션-다이 단조, 프레스 단조, 자동 열 단조, 방사 단조, 엽셋 단조, 드로우 단조, 및 다중축 단조 중 하나 이상을 포함한다.

[0034] 여전히 도 1 및 도 2를 참조하면, 알파-베타 티타늄 합금에서 알파-상 입자 크기를 미세화하기 위한 방법(100)의 비-제한적인 실시예는 제 1 온도 범위 내에서의 제 1 가공 온도에서 합금을 가공하는 단계(106)를 포함한다. 합금은 제 1 온도 범위에서 1회 이상 단조될 수 있으며, 제 1 온도 범위에서의 하나 이상의 온도들에서 단조될 수 있다는 것이 인식될 것이다. 비-제한적인 실시예에서, 합금이 제 1 온도 범위에서 1회 이상 가공될 때, 합금은 먼저 제 1 온도 범위에서의 하위 온도에서 가공되며 그 후 그 다음에 제 1 온도 범위에서의 상위 온도에서 가공된다. 또 다른 비-제한적인 실시예에서, 합금이 제 1 온도 범위에서 1회 이상 가공될 때, 합금은 먼저 제 1 온도 범위에서의 상위 온도에서 가공되며 그 후 그 다음에 제 1 온도 범위에서의 하위 온도에서 가공된다. 제 1 온도 범위는 알파-베타 티타늄 합금의 알파-베타 상 필드에 있다. 비-제한적인 실시예에서, 제 1 온도 범위는 1차 구형 알파 상 미립자들을 포함한 미세구조를 야기하는 온도 범위이다. 여기에 사용된 바와 같이, 구절(“1차 구형 알파-상 미립자들”)은 일반적으로 본 개시에 따라 제 1 가공 온도에서 가공한 후 형성하거나 또는 이제 또는 이후 이 기술분야의 숙련자에게 알려진 임의의 다른 열기계 프로세스로부터 형성하는 티타늄 금속의 조밀 육방 알파-상 동소체를 포함한 등축 미립자들을 나타낸다. 비-제한적인 실시예에서, 제 1 온도 범위는 알파-베타 상 필드의 상위 도메인에 있다. 특정 비-제한적인 실시예에서, 제 1 온도 범위는 베타 트랜스스 아래 300°F에서 합금의 베타 트랜스스 온도 30°F 아래 온도까지이다. 알파-베타 상 필드에서 비교적 높을 수 있는 제 1 온도 범위 내에서의 온도들에서 합금을 가공하는 것은(104) 1차 구형 알파-상 미립자들을 포함한 미세구조(204)를 생성한다는 것이 인식될 것이다.

[0035] 여기에 사용된 바와 같은, 용어(“가공”)는 열기계 가공 또는 열기계 프로세싱(“TMP”)을 나타낸다. “열기계 가공”은 여기에서 일반적으로, 인성의 손실 없이, 예를 들면, 제한 없이, 강도에서의 개선과 같은, 시너지 효과들을 획득하기 위해 제어된 열 및 변형 처리들을 조합하는 다양한 금속 형성 프로세스들을 커버하는 것으로서 정의된다. 열기계 가공의 이러한 정의는 예를 들면, ASM 재료 공학 사전, J.R. Davis, 판, ASM 인터내셔널(1992), 480쪽에 귀속된 의미와 일치한다. 또한, 여기에 사용된 바와 같이, 용어들(“단조”, “개방 다이 프레스 단조”, “엽셋 단조”, “드로우 단조”, 및 “방사 단조”)은 열기계 가공의 형태들을 나타낸다. 여기에 사용된 바와 같이, 용어(“개방 다이 프레스 단조”)는 다이들 사이에서의 금속 또는 금속 합금의 단조를 나타내며, 여기에서 재료 흐름은 각각의 다이 세션 동안 프레스의 단일 가공 스트로크와 함께 수반된, 기계적 또는 유압식 압력에 의해 완전히 제한되지 않는다. 개방 프레스 다이 단조의 이러한 정의는 예를 들면, ASM 재료 공학 사전, J.R. Davis, 판, ASM 인터내셔널(1992), 298 및 343쪽에 귀속된 의미와 일치한다. 여기에 사용된 바와 같이, 용어(“방사 단조”)는 그것들의 길이를 따라 일정한 또는 변화하는 직경들을 가진 단조들을 생성하기 위해 둘 이상의 이동 앤빌들 또는 다이들을 사용한 프로세스를 나타낸다. 방사 단조의 이러한 정의는 예를 들면, ASM 재료 공학 사전, J.R. Davis, 판, ASM 인터내셔널(1992), 354쪽에 귀속된 의미와 일치한다. 여기에 사용된 바와 같이, 용어(“엽셋 단조”)는 워크피스의 길이가 일반적으로 감소하며 워크피스의 단면이 일반적으로 증가하도록 워크피스를 개방-다이 단조하는 것을 나타낸다. 여기에 사용된 바와 같이, 용어(“드로우 단조”)는 워크피스의 길이가 일반적으로 증가하며 워크피스의 단면이 일반적으로 감소하도록 워크피스를 개방-다이 단조하는 것을 나타낸다. 야금 기술들에서의 숙련자들은 이들 여러 개의 용어들의 의미들을 쉽게 이해할 것이다.

[0036] 본 개시에 따른 방법들의 비-제한적인 실시예에서, 알파-베타 티타늄 합금은 Ti-6Al-4V 합금(UNS R56400), Ti-6Al-4V ELI 합금(UNS R56401), Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo 합금(UNS R54620), Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo 합금(UNS R56260), 및 Ti-4Al-2.5V-1.5Fe 합금(UNS 54250; ATI 425[®] 합금)으로부터 선택된다. 본 개시에 따른 방법들의 또 다른 비-제한적인 실시예에서, 알파-베타 티타늄 합금은 Ti-6Al-4V 합금(UNS R56400) 및 Ti-6Al-4V ELI 합금(UNS R56401)으로부터 선택된다. 본 개시에 따른 방법들의 특정 비-제한적인 실시예에서, 알파-베타 티타늄 합금은 Ti-4Al-2.5V-1.5Fe 합금(UNS 54250)이다.

[0037] 제 1 온도 범위에서의 제 1 가공 온도에서 합금을 가공(106)한 후, 합금은 제 1 가공 온도로부터 저속 냉각(108)된다. 제 1 가공 온도로부터 합금을 저속 냉각함으로써, 상기 논의된 EP'429 특허에 개시된 바와 같이, 고속 냉각, 또는 담금질 후 발생하는 것처럼, 1차 구형 알파-상을 포함한 미세 구조가 유지되며 2차 층판 알파-상들로 변환되지 않는다. 구상화된 알파-상 미립자들로 형성된 미세구조는 층판 알파-상을 포함한 미세구조보다

낮은 단조 온도들에서 보다 양호한 연성을 보인다고 믿어진다.

- [0038] 여기에 사용된 바와 같이, 용어들(“저속 냉각된” 및 “저속 냉각”)은 분당 5°F보다 크지 않은 냉각 속도에서 워크피스를 냉각시키는 것을 나타낸다. 비-제한적인 실시예에서, 저속 냉각(108)은 분당 5°F보다 크지 않은 사전 프로그램된 하강 속도에서 노 냉각(furnace cooling)하는 것을 포함한다. 본 개시에 따라 저속 냉각하는 것은 주위 온도로 저속 냉각하는 것 또는 합금이 추가로 가공될 하위 가공 온도로 저속 냉각하는 것을 포함할 수 있다는 것이 인식될 것이다. 비-제한적인 실시예에서, 저속 냉각하는 것은 알파-베타 티타늄 합금을 제 1 가공 온도에서의 노 챔버로부터 제 2 가공 온도에서의 노 챔버로 전달하는 것을 포함한다. 특정 비-제한적인 실시예에서, 워크피스의 직경이 12 인치들보다 크거나 또는 같으며, 워크피스가 충분한 열 관성을 갖는다는 것이 보장될 때, 저속 냉각하는 것은 알파-베타 티타늄 합금을 제 1 가공 온도에서의 노 챔버로부터 제 2 가공 온도에서의 노 챔버로 전달하는 것을 포함한다. 제 2 가공 온도가 이하에 설명된다.
- [0039] 저속 냉각(108)하기 전에, 비-제한적인 실시예에서, 합금은 제 1 온도 범위에서의 열 처리 온도에서 열 처리(110)될 수 있다. 열 처리(110)의 특정 비-제한적인 실시예에서, 열 처리 온도 범위는 1600°F에서 합금의 베타 트랜스스 온도 30°F 미만인 온도까지의 온도 범위를 포괄한다. 비-제한적인 실시예에서, 열 처리(110)하는 것은 열 처리 온도로 가열하는 것, 및 워크피스를 열 처리 온도에서 유지하는 것을 포함한다. 열 처리(110)의 비-제한적인 실시예에서, 워크피스는 1 내지 48시간의 열 처리 시간 동안 열 처리 온도에서 유지된다. 열 처리는 1차 알파-상 미립자들의 구상화를 완료하는 것을 돕는다고 믿어진다. 비-제한적인 실시예에서, 저속 냉각(108)하거나 또는 열 처리(110)한 후, 알파-베타 티타늄 합금의 미세구조는 볼륨으로 적어도 60 퍼센트 알파-상 부분을 포함하며, 여기에서 알파-상은 구형 1차 알파-상 미립자들을 포함하거나 또는 그것으로 이루어진다.
- [0040] 구형 1차 알파-상 미립자들을 포함한 미세구조를 포함한 알파-베타 티타늄 합금의 미세구조는 상기 설명된 것과 상이한 프로세스에 의해 형성될 수 있다는 것이 인식된다. 이러한 경우에서, 본 개시의 비-제한적인 실시예는 구형 1차 알파-상 미립자들을 포함하거나 또는 그것으로 이루어진 미세구조를 포함한 알파-베타 티타늄 합금을 제공(112)하는 것을 포함한다.
- [0041] 비-제한적인 실시예에서, 제 1 가공 온도에서 합금을 가공(106)하고 합금을 저속 냉각(108)한 후, 또는 합금을 열 처리(110) 및 저속 냉각(108)한 후, 합금은 제 2 온도 범위 내에서의 제 2 가공 온도에서 1회 이상 가공(114)되며, 제 2 온도 범위에서의 하나 이상의 온도들에서 단조될 수 있다. 비-제한적인 실시예에서, 합금이 제 2 온도 범위에서 1회 이상 가공될 때, 합금은 먼저 제 2 온도 범위에서의 하위 온도에서 가공되며 그 후 그 다음에 제 2 온도 범위에서의 상위 온도에서 가공된다. 워크피스가 먼저 제 2 온도 범위에서의 하위 온도에서 가공되고 그 후 그 다음에 제 2 온도 범위에서의 상위 온도에서 가공될 때, 재결정화가 강화된다고 믿어진다. 또 다른 비-제한적인 실시예에서, 합금이 제 1 온도 범위에서 1회 이상 가공될 때, 합금은 먼저 제 1 온도 범위에서의 상위 온도에서 가공되며 그 후 그 다음에 제 1 온도 범위에서의 하위 온도에서 가공된다. 제 2 가공 온도는 제 1 가공 온도보다 낮으며, 제 2 온도 범위는 알파-베타 티타늄 합금의 알파-베타 상 필드에 있다. 특정 비-제한적인 실시예에서, 제 2 온도 범위는 베타 트랜스스 아래 600°F 내지 350°F이며 제 1 온도 범위에서의 하나 이상의 온도들에서 단조될 수 있다.
- [0042] 비-제한적인 실시예에서, 제 2 가공 온도에서 합금을 가공(114)한 후, 합금은 제 2 가공 온도로부터 냉각된다. 제 2 가공 온도에서 가공(114)한 후, 합금은 이에 제한되지 않지만, 이 기술분야의 숙련자에게 알려진 바와 같이, 노 냉각, 공기 냉각, 및 액체 담금질 중 임의의 것에 의해 제공되는 냉각 속도들을 포함한, 임의의 냉각 속도에서 냉각될 수 있다. 냉각은 이하에 설명된 바와 같이, 주위 온도로 또는 제 3 가공 온도 또는 점진적으로 낮아지는 제 4 가공 온도 중 하나와 같은, 워크피스가 추가로 가공될 다음 가공 온도로 냉각하는 것을 포함할 수 있다는 것이 인식될 것이다. 비-제한적인 실시예에서, 원하는 정도의 입자 미세화가 합금이 제 2 가공 온도에서 가공된 후 달성된다면, 합금의 추가 가공이 요구되지 않는다는 것이 또한 인식될 것이다.
- [0043] 비-제한적인 실시예들에서, 제 2 가공 온도에서 합금을 가공(114)한 후, 합금은 제 3 가공 온도에서 가공(116)되거나, 또는 하나 이상의 제 3 가공 온도들에서 1회 이상 가공된다. 비-제한적인 실시예에서, 제 3 가공 온도는 제 3 가공 온도 범위 내에서의 최종 가공 온도일 수 있다. 제 3 가공 온도는 제 2 가공 온도보다 낮으며, 제 3 온도 범위는 알파-베타 티타늄 합금의 알파-베타 상 필드에 있다. 특정 비-제한적인 실시예에서, 제 3 온도 범위는 1000°F 내지 1400°F이다. 비-제한적인 실시예에서, 제 3 가공 온도에서 합금을 가공(116)한 후, 원하는 미세화된 알파-상 입자 크기가 달성된다. 제 3 가공 온도에서 가공(116)한 후, 합금은 이 기술분야의 숙련자에게 알려진 바와 같이, 이에 제한되지 않지만, 노 냉각, 공기 냉각 및 액체 담금질 중 임의의 것에 의해 제공되는 냉각 속도들을 포함한, 임의의 냉각 속도들에서 냉각될 수 있다.

- [0044] 여전히 도 1 및 도 2를 참조하면, 임의의 특정한 이론에 유지되지 않지만, 저속 냉각(108)에 앞서, 알파-베타 상 필드에서 비교적 높은 온도로 알파-베타 티타늄 합금을 가공(106)하며, 가능하게는 열 처리(110)함으로써, 미세구조는 주로 알파-상 층판 미세구조(202)를 포함한 것으로부터 구상화된 알파-상 미립자 미세구조(204)로 변환된다고 믿어진다. 특정한 양들의 베타-상 티타늄, 즉, 티타늄의 체심 입방 상 동소체가 알파-상 층판 사이에 또는 1차 알파 상 미립자들 사이에 존재할 수 있다는 것이 인식될 것이다. 임의의 가공 및 냉각 단계들 후 알파-베타 티타늄 합금에 존재하는 베타-상 티타늄의 양은 주로 특정 알파-베타 티타늄 합금에 존재하는 베타-상 안정화 요소들의 농도에 의존하며, 이것은 이 기술분야의 숙련자에 의해 잘 이해된다. 그 뒤에 1차 구상화된 알파-미립자들(204)로 변환되는, 층판 알파-상 미세구조(202)는 상기 설명된 바와 같이, 제 1 가공 온도에서 합금을 가공하며 담금질하기 전에 합금을 베타 열 처리 및 담금질(104)함으로써 생성될 수 있다는 것이 주의된다.
- [0045] 구상화된 알파-상 미세구조(204)는 후속 하위-온도 가공을 위한 출발 스톱으로서 작용한다. 구상화된 알파-상 미세구조(204)는 일반적으로 층판 알파-상 미세구조(202)보다 양호한 연성을 가진다. 구형 알파-상 미립자들을 재결정화하며 미세화하기 위해 요구된 변형률은 층판 알파-상 미세구조들을 구상화하기 위해 요구된 변형률들보다 클 수 있지만, 알파-상 구형 미립자 미세구조(204)는 또한 특히 낮은 온도들에서 가공할 때 훨씬 더 양호한 연성을 보인다. 가공이 단조를 포함하는 비-제한적인 실시예에서, 보다 양호한 연성은 적절한 단조 다이 속도들에서조차 관찰된다. 다시 말해서, 구상화된 알파-상 미세구조(204)의 적절한 다이 속도들에서 보다 양호한 연성에 의해 허용된 단조 변형률에서의 이득들은 알파-상 입자 크기를 미세화하기 위한 변형률 요건들, 예로서, 낮은 다이 속도들을 초과하며, 보다 양호한 수율들 및 보다 낮은 프레스 시간을 야기할 수 있다.
- [0046] 여전히 임의의 특정한 이론에 유지되지 않지만, 구상화된 알파-상 미립자 미세구조(204)는 층판 알파-상 미세구조(202)보다 더 높은 연성을 갖기 때문에, 구형 알파-상 미립자들(204, 206) 내에서 제어된 재결정화 및 입자 성장의 파동들을 트리거하기 위해 본 개시에 따른 저온 가공의 시퀀스들(예를 들면, 단계들(114 및 116))을 사용하여 알파-상 입자 크기를 미세화하는 것이 가능하다고 추가로 믿어지고 있다. 결국, 여기에서의 비-제한적인 실시예들에 따라 프로세싱된 알파-베타 티타늄 합금들에서, 제 1 가공(106) 및 냉각 단계들(108)에 의해 달성된 구상화에서 생성된 1차 알파-상 미립자들은 자체가 미세하거나 또는 초미세하지 않으며, 오히려 다수의 재결정화된 미세 내지 초미세 알파-상 입자들(208)을 포함하거나 또는 그것으로 이루어진다.
- [0047] 여전히 도 1을 참조하면, 본 개시에 따라 알파-상 입자들을 미세화하는 비-제한적인 실시예는 제 2 가공 온도에서 합금을 가공(114)한 후, 및 제 3 가공 온도에서 합금을 가공(116)하기 전에 선택적 어닐링 또는 재열(118)을 포함한다. 선택적 어닐링(118)은 30분 내지 12시간의 어닐링 시간 동안 알파-베타 티타늄 합금의 베타 트랜스스 온도 아래 500°F에서 알파-베타 티타늄 합금의 베타 트랜스스 온도 아래 250°F까지에 걸친 어닐링 온도 범위에서의 어닐링 온도로 합금을 가열하는 것을 포함한다. 보다 짧은 시간이 보다 높은 온도들을 선택할 때 이용될 수 있으며, 보다 긴 어닐링 시간이 보다 낮은 온도들을 선택할 때 이용될 수 있다는 것이 인식될 것이다. 몇몇 입자 조밀화의 비용에도 불구하고, 어닐링이 재결정화를 증가시키며, 궁극적으로 알파-상 입자 미세화를 돕는다고 믿어지고 있다.
- [0048] 비-제한적인 실시예들에서, 합금은 합금을 가공하는 임의의 단계 전에 가공 온도로 재열될 수 있다. 실시예에서, 가공 단계들 중 임의의 것은 예를 들면, 다중 드로우 단조 단계들, 다중 업셋 단조 단계들, 업셋 단조 및 드로우 단조의 임의의 조합, 다중 업셋 단조 및 다중 드로우 단조의 임의의 조합, 및 방사 단조와 같은, 다수의 가공 단계들을 포함할 수 있다. 본 개시에 따라 알파-상 입자 크기를 미세화하는 임의의 방법에서, 합금은 상기 가공 온도에서 가공 또는 단조 단계들 중 임의의 것 중간에 가공 온도로 재열될 수 있다. 비-제한적인 실시예에서, 가공 온도로 재열하는 것은 원하는 가공 온도에서 합금을 가열하는 것 및 30분 내지 6시간 동안 온도에서 합금을 유지하는 것을 포함한다. 워크피스는 예를 들면, 단부들을 절단하는 것과 같은, 중간 조절 동안, 30분 이상과 같은, 연장된 시간 동안 노에서 꺼내어질 때, 재열은 12시간, 또는 시간이 아무리 오래 걸려도와 같은, 6시간 이상으로 연장될 수 있으며, 숙련된 전문가는 전체 워크피스가 원하는 가공 온도로 재열된다는 것을 안다는 것이 인식될 것이다. 비-제한적인 실시예에서, 가공 온도로 재열하는 것은 원하는 가공 온도로 합금을 가열하는 것 및 30분 내지 12시간 동안 온도에서 합금을 유지하는 것을 포함한다.
- [0049] 제 2 가공 온도에서 가공(114)한 후, 상기 설명된 바와 같이, 합금은 제 3 가공 온도에서 가공(116)되며, 이것은 최종 가공 단계일 수 있다. 비-제한적인 실시예에서, 제 3 온도에서 가공(116)하는 것은 방사 단조를 포함한다. 이전 가공 단계들이 개방-단부 프레스 단조를 포함할 때, 개방 단부 프레스 단조는 여기에 전체적으로 참조로서 통합되는, 공동-계류 중인 미국 출원 일련 번호 제13/792,285호에 개시된 바와 같이, 워크피스의 중심 영역에 보다 많은 변형률을 부여한다. 방사 단조는 보다 양호한 최종 크기 제어를 제공하며, 합금 워크피스의 표면 영역에 보다 많은 변형률을 부여하고, 따라서, 단조된 워크피스의 표면 영역에서의 변형률은 단조된 워크피

스의 중심 영역에서의 변형률에 비교 가능할 수 있다는 것이 주의된다.

- [0050] 본 개시의 또 다른 양상에 따르면, 알파-베타 티타늄 합금에서 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법의 비-제한적인 실시예들은 제 1 단조 온도에서 알파-베타 티타늄 합금을 단조하는 것, 또는 제 1 단조 온도 범위 내에서의 하나 이상의 단조 온도들에서 1회 이상 단조하는 것을 포함한다. 제 1 단조 온도에서, 또는 하나 이상의 제 1 단조 온도들에서 합금을 단조하는 것은 엷셋 단조 및 드로우 단조 양쪽 모두 중 적어도 하나의 패스를 포함한다. 제 1 단조 온도 범위는 베타 트랜서스 아래 300°F에서 합금의 베타 트랜서스 온도 30°F 아래 온도까지에 걸친 온도 범위를 포함한다. 제 1 단조 온도에서 합금을 단조하며 가능하게는 그것을 어닐링한 후, 합금은 제 1 단조 온도로부터 저속 냉각된다.
- [0051] 합금은 제 2 단조 온도 범위 내에서의, 제 2 단조 온도에서, 또는 하나 이상의 제 2 단조 온도들에서 1회 또는 1회 이상 단조된다. 제 2 단조 온도에서 합금을 단조하는 것은 엷셋 단조 및 드로우 단조 양쪽 모두 중 적어도 하나의 패스를 포함한다. 제 2 단조 온도 범위는 베타 트랜서스 아래 600°F 내지 350°F이다.
- [0052] 합금은 제 3 단조 온도에서, 또는 제 3 단조 온도 범위 내에서의 하나 이상의 제 3 단조 온도들에서 1회 또는 1회 이상 단조된다. 비-제한적인 실시예에서, 제 3 단조 동작은 제 3 단조 온도 범위 내에서의 최종 단조 동작이다. 비-제한적인 실시예에서, 제 3 단조 온도에서 합금을 단조하는 것은 방사 단조를 포함한다. 제 3 단조 온도 범위는 1000°F 및 1400°F에 걸친 온도 범위를 포함하며, 제 3 단조 온도는 제 2 단조 온도보다 낮다.
- [0053] 비-제한적인 실시예에서, 제 2 단조 온도에서 합금을 단조한 후, 및 제 3 단조 온도에서 합금을 단조하기 전에, 합금은 하나 이상의 점진적으로 낮아지는 제 4 단조 온도들에서 단조된다. 하나 이상의 점진적으로 낮아지는 제 4 단조 온도들은 제 2 단조 온도보다 낮다. 제 4 가공 온도들의 각각은 만약에 있다면, 직전 제 4 가공 온도보다 낮다.
- [0054] 비-제한적인 실시예에서, 높은 알파-베타 필드 단조 동작들, 즉, 제 1 단조 온도에서 단조하는 것은 15 μm에서 40 μm까지의 1차 구상화된 알파-상 미립자 크기들의 범위를 야기한다. 제 2 단조 프로세스는 베타 트랜서스 아래 500°F 내지 350°F 사이에서, 1 내지 3개의 엷셋들 및 드로우들과 같은, 다중 단조, 재열들 및 어닐링 동작들, 이어서 베타 트랜서스 아래 550°F 내지 400°F 사이에서, 1 내지 3개의 엷셋들 및 드로우들과 같은, 다중 단조, 재열들 및 어닐링 동작들로 시작된다. 비-제한적인 실시예에서, 워크피스는 임의의 단조 단계 중간에 재열될 수 있다. 비-제한적인 실시예에서, 제 2 단조 프로세스에서의 임의의 재열 단계에서, 합금은 30분 내지 12시간의 어닐링 시간 동안 베타 트랜서스 아래 500°F 및 250°F 사이에서 어닐링될 수 있으며, 숙련된 전문가에 의해 인식될 바와 같이, 보다 짧은 시간은 보다 높은 온도들을 선택할 때 이용되며 보다 긴 시간은 보다 낮은 온도들을 선택할 때 이용된다. 비-제한적인 실시예에서, 합금은 알파-베타 티타늄 합금의 베타 트랜서스 온도 아래 600°F 내지 450°F 사이에서의 온도들에서 크기가 아래로 단조될 수 있다. 단조를 위한 브이자(Vee) 다이들은, 예를 들면, 붕소 질화물 또는 흑연 시트들과 같은, 윤활 화합물들과 함께, 이 포인트에서 사용될 수 있다. 비-제한적인 실시예에서, 합금은 1100°F 내지 1400°F에서 수행된 2 내지 6 축소들의 하나의 시리즈에서, 또는 단지 1400°F에서 시작되며 단지 1000°F 아래로 각각의 새로운 재열에 대해 감소하는 온도들을 갖는 2 내지 6개의 축소들 및 재열들의 다수의 시리즈에서 방사 단조된다.
- [0055] 본 개시의 또 다른 양상에 따르면, 알파-베타 티타늄 합금에서의 알파-상 입자 크기를 미세화하는 방법의 비-제한적인 실시예는 초기 단조 온도 범위 내에서의 초기 단조 온도에서 구상화된 알파-상 미립자 미세구조를 포함한 알파-베타 티타늄 합금을 단조하는 것을 포함한다. 초기 단조 온도에서 합금을 단조하는 것은 엷셋 단조 및 드로우 단조 양쪽 모두 중 적어도 하나의 패스를 포함한다. 초기 단조 온도 범위는 알파-베타 티타늄 합금의 베타 트랜서스 온도 아래 500°F 내지 350°F이다.
- [0056] 합금은 최종 단조 온도 범위 내에서의 최종 단조 온도에서 단조된다. 최종 단조 온도에서 워크피스를 단조하는 것은 방사 단조를 포함한다. 최종 단조 온도 범위는 베타 트랜서스 아래 600°F 내지 450°F이다. 최종 단조 온도는 하나 이상의 점진적으로 낮아지는 단조 온도들의 각각보다 낮다.
- [0057] 이어지는 예들은 본 발명의 범위를 제한하지 않고 특정한 비-제한적 실시예들을 추가로 설명하도록 의도된다. 이 기술분야의 숙련자들은 오로지 청구항들에 의해서만 정의되는 본 발명의 범위 내에서 다음 실시예의 변형들이 가능하다는 것을 이해할 것이다.
- [0058] 예 1

- [0059] Ti-6Al-4V 합금을 포함하는 워크피스는 실질적으로 구상화된 1차 알파 미세구조를 형성한 이 기술에 익숙한 것들에 대한 통상의 방법들에 따라 제 1 가공 온도 범위에서 가열 및 단조되었다. 워크피스는 그 후 18시간 동안 (도 1에서 박스(110)에 따라) 제 1 단조 온도 범위에 있는, 1800°F의 온도로 가열되었다. 그 후, 그것은 시간당 -100°F에서 또는 분당 1.5 및 2°F 사이에서 1200°F 아래로 노에서 저속 냉각되며 그 후 주위 온도로 공기 냉각된다. 단조된 및 저속 냉각된 합금의 미세구조의 후방 산란된 전자(BSE) 현미경 사진들이 도 3 및 도 4에 보여진다.
- [0060] 도 3 및 도 4의 BSE 현미경 사진들에서, 알파-베타 상 필드에서 비교적 높은 온도로 단조하고, 이어서 저속 냉각한 후, 미세구조는 베타-상과 섞인 1차 구상화된 알파-상 미립자들을 포함한다는 것이 관찰된다. 현미경 사진들에서, 그레이 음영의 레벨들은 평균 원자 번호에 관련되고, 그에 의해 화학적 조성 변수들을 표시하며, 또한 결정 배향에 기초하여 국소적으로 변한다. 현미경 사진들에서 밝은-색 면적들은 바나듐이 풍부한 베타 상이다. 바나듐의 비교적 더 높은 원자 번호로 인해, 베타 상은 그레이의 보다 밝은 음영인 것처럼 보인다. 더 어두운-색 면적들은 구상화된 알파 상이다. 도 5는 회절 패턴 품질을 도시하는 동일한 합금 샘플의 전자 후방 산란된 회절(EBSD) 현미경 사진이다. 다시, 밝은-색 면적들은 그것이 이들 실험들에서 보다 선명한 회절 패턴들을 보였기 때문에 베타-상이며, 어두운-색 면적들은 그것이 덜 선명한 회절 패턴들을 보였기 때문에 알파-상이다. 알파-베타 상 필드에서 비교적 높은 온도로 알파-베타 티타늄 합금을 단조하고, 이어서 저속 냉각하는 것은 베타-상과 섞인 1차 구상화된 알파-상 미립자들을 포함하는 미세구조를 야기한다는 것이 관찰되었다.
- [0061] 예 2
- [0062] 예 1에 대한 것과 유사한 방법을 사용하여 생성된 Ti-6-4 재료의 4" 입방체들의 형태에서의 두 개의 워크피스들은 적어도 3의 중심 변형률에 도달하기 위해 1300°F로 가열되며 약 0.1 내지 1/s의 변형 속도들에서 동작된 꽤 빠른, 개방-다이 다중-축 단조의 두 개의 사이클들(3.5" 높이에 대해 6개의 히트들)을 통해 단조되었다. 15초 유지들은 단열적 가열의 몇몇 방출을 허용하기 위해 히트들 사이에서 이루어졌다. 워크피스는 그 뒤에 거의 1시간 동안 1450°F에서 어닐링되며 그 후 약 20분 동안 침지되도록 1300°F에서 노로 이동된다. 제 1 워크피스는 최종적으로 공기 냉각되었다. 제 2 워크피스는 적어도 3의 중심 변형률, 즉 6의 총 변형률을 부여하기 위해 약 0.1 내지 1/s의 변형 속도들에서 동작된 꽤 빠른, 개방-다이 다중-축 단조의 2개의 사이클들(3.5" 높이에 대해 6개의 히트들)을 통해 다시 단조되었다. 15초 유지들이 단열적 가열의 몇몇 방출을 허용하기 위해 히트들 사이에서 또한 이루어졌다. 도 6a 및 도 6b는 그것들이 프로세싱을 겪은 후, 각각 제 1 및 제 2 샘플들의 BSE 현미경 사진들이다. 다시, 그레이 음영 레벨들은 평균 원자 번호에 관련되며, 그에 의해 화학적 조성 변형들, 및 또한 국소적으로 결정 배향에 대한 변형들을 표시한다. 도 6a 및 도 6b에 도시된 이러한 샘플에서, 밝은-색 영역들은 베타 상인 반면, 더 어두운-색 영역들은 구형 알파-상 미립자들이다. 구상화된 알파-상 미립자 내에서의 그레이 레벨들의 변형은 서브-입자들 및 재결정화된 입자들의 존재와 같은, 결정 배향 변화들을 드러낸다.
- [0063] 도 7 및 도 8은 예 2의 각각 제 1 및 제 2 샘플들의 EBSD 현미경 사진들이다. 이러한 현미경 사진에서의 그레이 레벨들은 EBSD 회절 패턴들의 품질을 나타낸다. 이들 EBSD 현미경 사진들에서, 밝은 면적들은 베타-상이며 어두운 면적들은 알파-상이다. 이들 면적들의 몇몇은 서브구조들을 갖고 더 어두우며 음영되어 나타나고: 이것들은 원래 또는 1차 알파 미립자들 내에서 재결정화되지 않은, 변형된 면적들이다. 그것들은 이들 알파 미립자들의 주변에서 핵생성되며 성장된 작은, 변형-없는 재결정화된 알파 입자들에 의해 둘러 싸여진다. 가장 밝은 작은 입자들은 알파 미립자들 사이에서 섞인 재결정화된 베타 입자들이다. 도 7 및 도 8의 현미경 사진들에서 예 1의 샘플의 것과 같은 구상화된 재료를 단조함으로써, 1차 구상화된 알파-상 미립자들은 원래 또는 1차 구상화된 미립자들 내에서 보다 미세한 알파-상 입자들로 재결정화하기 시작한다는 것이 보여진다.
- [0064] 도 9a는 예 2의 제 2 샘플의 EBSD 현미경 사진이다. 현미경 사진에서 그레이 음영 레벨들은 알파 입자 크기들을 나타내며, 입자 경계들의 그레이 음영 레벨들은 그것들의 방향 상실을 나타낸다. 도 9b는 특정한 입자 크기들을 가진 샘플에서 상대적인 양의 알파 입자들에 대한 플롯이며 도 9c는 샘플에서 알파-상 입자 경계들의 방향 상실의 분포에 대한 플롯이다. 도 9b로부터 결정될 수 있는 바와 같이, 예 1의 구상화된 샘플을 단조하며 그 후 1450°F에서 어닐링하고 그 후 다시 단조하는 것에 대해 달성된 보다 많은 수의 알파-입자들은 극미세, 즉, 직경이 1-5 μm며 그것들은 몇몇 입자 성장을 허용한 1450°F에서의 어닐링 직후 및 재결정화의 정적 진행 중간에, 예 2의 제 1 샘플보다 전체적으로 더 미세하다.

[0065] 예 3

[0066] 예 1에 대한 것과 유사한 방법을 사용하여 생성된 ATI 425[®] 합금 재료의 4" 입방체로서 성형된 두 개의 워크피스들은 적어도 1.5의 중심 변형률에 도달하기 위해 1300°F로 가열되며 약 0.1 내지 1/s의 변형 속도들에서 동작된 꽤 빠른, 개방-다이 다중-축 단조의 하나의 사이클(3.5" 높이에 대해 3개의 히트들)을 통해 단조되었다. 15초 유지들은 단열적 가열의 몇몇 방출을 허용하기 위해 히트들 사이에서 이루어졌다. 워크피스는 그 뒤에 1시간 동안 1400°F에서 어닐링되며 그 후 30분 동안 침지되도록 1300°F에서 노로 이동되었다. 제 1 워크피스는 최종적으로 공기 냉각되었다. 제 2 워크피스는 적어도 1.5의 중심 변형률, 즉 3의 총 변형률을 부여하기 위해 약 0.1 내지 1/s의 변형 속도들에서 동작된 꽤 빠른, 개방-다이 다중-축 단조의 하나의 사이클(3.5" 높이에 대해 3개의 히트들)을 통해 다시 단조되었다. 15초 유지들은 단열적 가열의 몇몇 방출을 허용하기 위해 히트들 사이에서 또한 이루어졌다.

[0067] 도 10a 및 도 10b는 각각 제 1 및 제 2 단조된 및 어닐링된 샘플들의 BSE 현미경 사진들이다. 다시, 그레이 음영 레벨들은 평균 원자 번호에 관련되며, 그에 의해 화학적 조성 변형들, 및 또한 국적으로 결정 배향에 대한 변형들을 표시한다. 도 10a 및 도 10b에 도시된 이러한 샘플에서, 밝은-색 영역들은 베타 상인 반면, 더 어두운-색 영역들은 구형 알파-상 미립자들이다. 구상화된 알파-상 미립자 내에서의 그레이 레벨들의 변형은 서브-입자들 및 재결정화된 입자들의 존재와 같은, 결정 배향 변화들을 드러낸다.

[0068] 도 11 및 도 12는 예 3의 각각 제 1 및 제 2 샘플들의 EBSD 현미경 사진들이다. 이러한 현미경 사진에서의 그레이 레벨들은 EBSD 회절 패턴들의 품질을 나타낸다. 이들 EBSD 현미경 사진들에서, 밝은 면적들은 베타-상이며 어두운 면적들은 알파-상이다. 이들 면적들의 몇몇은 서브구조들을 갖고 더 어두우며 음영되어 나타나고: 이것들은 원래 또는 1차 알파 미립자들 내에서 재결정화되지 않은, 변형된 면적들이다. 그것들은 이들 알파 미립자들의 주변에서 핵생성되며 성장된 작은, 변형-없는 재결정화된 알파 입자들에 의해 둘러 싸여진다. 가장 밝은 작은 입자들은 알파 미립자들 사이에서 섞인 재결정화된 베타 입자들이다. 도 11 및 도 12의 현미경 사진들에서, 예 1의 샘플의 것과 같은 구상화된 재료를 단조함으로써, 1차 구상화된 알파-상 입자들은 원래 또는 1차 구상화된 미립자들 내에서 보다 미세한 알파-상 입자들로 재결정화하기 시작한다는 것이 보여진다.

[0069] 도 13a는 예 3의 제 1 샘플의 EBSD 현미경 사진이다. 현미경 사진에서 그레이 음영 레벨들은 알파 입자 크기들을 나타내며, 입자 경계들의 그레이 음영 레벨들은 그것들의 방향 상실을 나타낸다. 도 13b는 특정한 입자 크기들을 가진 샘플에서 상대적인 양의 알파 입자들의 플롯이며 도 13c는 샘플에서 알파-상 입자 경계들의 방향 상실의 분포에 대한 플롯이다. 도 13b로부터 결정될 수 있는 바와 같이, 예 1의 구상화된 샘플을 단조하며 그 후 1400°F에서 어닐링하는 것에 대해 달성된 알파-입자들은 대부분의 입자들이 미세한, 즉, 직경이 5-15 μm인 넓은 알파 입자 크기 분포를 야기하는 어닐링 동안 다시 재결정화하며 성장하였다.

[0070] 도 14a는 예 3의 제 2 샘플의 EBSD 현미경 사진이다. 현미경 사진에서의 그레이 음영 레벨들은 알파 입자 크기들을 나타내며, 입자 경계들의 그레이 음영 레벨들은 그것들의 방향 상실을 나타낸다. 도 14b는 특정한 입자 크기들을 가진 샘플에서 상대적인 양의 알파 입자들의 플롯이며 도 14c는 샘플에서 알파-상 입자 경계들의 방향 상실의 분포에 대한 플롯이다. 도 14b로부터 결정될 수 있는 바와 같이, 예 1의 구상화된 샘플을 단조하며 그 후 1400°F에서 어닐링하고 그 후 다시 단조하는 것에 대해 달성된 다수의 알파-입자들은 극미세, 즉, 직경이 1-5 μm이다. 보다 조밀한 재결정화되지 않은 입자들은 어닐링 동안 대부분을 성장시킨 입자들의 나머지들이다. 그것은 어닐링 시간 및 온도가 완전히 유리하도록, 즉 과도한 입자 성장 없이 재결정화된 부분에서의 증가를 허용하도록 신중하게 선택되어야 한다는 것을 보여준다.

[0071] 예 4

[0072] 예 1에 대한 것과 유사한 방법을 사용하여 생성된 Ti-6-4 재료의 10" 직경 워크피스는 먼저 7.5°F 직경 아래로 1450°F에서 드로우들 및 재열들의 시리즈, 그 후 두 번째로 1450°F에서의 약 20% 단조 및 다시 1300°F에서 7.5" 직경으로의 드로우들로 이루어진 두 개의 업셋-및-드로우들 시퀀스들, 그 후 세 번째로, 1300°F에서 5.5" 직경 아래로의 드로우들, 그 후 네 번째로, 1400°F에서 약 20% 업셋 및 다시 1300°F에서 5.0" 직경으로의 드로우들로 이루어진 두 개의 유사한 업셋-및-드로우들 시퀀스들, 및 마지막으로 1300°F에서 4" 아래로의 드로우들로서 분해된 1450°F 및 1300°F 사이에서의 온도들에서 수행된 4개의 업셋 및 드로우들을 통해 추가로 단조되었다.

[0073] 도 15는 결과적인 합금의 BSE 현미경 사진이다. 다시, 그레이 음영 레벨들은 평균 원자 번호에 관련되며, 그에

의해 화학적 조성 변형들, 및 또한 국적으로 결정 배향에 대한 변형들을 표시한다. 샘플에서, 밝은-색 영역들은 베타 상이며, 더 어두운-색 영역들은 구형 알파-상 미립자들이다. 구상화된 알파-상 미립자들 내에서의 그레이 음영 레벨들의 변형들은 서브-입자들 및 재결정화된 입자들의 존재와 같은, 결정 배향 변화들을 드러낸다.

[0074] 도 16은 예 4의 샘플의 EBSD 현미경 사진이다. 이러한 현미경 사진에서의 그레이 레벨들은 EBSD 회절 패턴들의 품질을 나타낸다. 도 16의 현미경 사진에서, 예 1의 구상화된 샘플을 단조함으로써, 1차 구상화된 알파-상 미립자들은 원래 또는 1차 구상화된 미립자들 내에서 보다 미세한 알파-상 입자들로 재결정화하는 것이 보여진다. 재결정화 변형은 단지 몇 개의 남아있는 재결정화되지 않은 면적들이 보여질 수 있기 때문에 거의 완전하다.

[0075] 도 17a는 예 4의 샘플의 EBSD 현미경 사진이다. 이러한 현미경 사진에서 그레이 음영 레벨들은 입자 크기들을 나타내며, 입자 경계들의 그레이 음영 레벨들은 그것들의 방향 상실을 표시한다. 도 17b는 특정한 입자 크기들을 가진 입자들의 상대적인 농도를 도시한 플롯이며, 도 17c는 알파-상 입자 경계들의 방향 상실의 분포에 대한 플롯이다. 예 1의 구상화된 샘플을 단조하고 1450°F 및 1300°F 사이에서의 온도에서 4개의 업셋들 및 드로우들을 통해 부가적인 단조를 행한 후, 알파-상 입자들이 극미세(직경이 1 μm 내지 5 μm)하다는 것이 도 17b로부터 결정될 수 있다.

[0076] 예 5

[0077] Ti-6-4의 전체-규모 빌릿이 베타 필드에서 수행된 몇몇 단조 동작들 후 담금질되었다. 이러한 워크피스는 다음의 접근법에서 총 5개의 업셋들 및 드로우들을 통해 추가로 단조되었다: 첫 두 개의 업셋들 및 드로우들이 약 22" 내지 약 32" 의 범위에서의 그것의 크기 및 약 40" 내지 75" 의 길이 또는 높이 범위를 유지하는, 층판 분해 및 구상화 프로세스를 시작하기 위해 제 1 온도 범위에서 수행되었다. 그것은 그 후 예 1의 샘플의 것과 유사한 미세구조를 획득하는 목표를 갖고, 6시간 동안 1750°F 에서 어닐링되며 시간당 -100°F에서 1400°F 아래로 노 냉각된다. 그것은 그 후 1400°F 및 1350°F 사이에서의 재열들을 갖고 2개의 업셋들 및 드로우들을 통해 단조되어, 약 40" 내지 75" 의 길이 또는 높이를 갖고 약 22" 내지 약 32" 의 범위에서 그것의 크기를 유지한다. 그 후 또 다른 업셋 및 드로우들이 약 20" 내지 약 30" 의 크기 범위 및 약 40" 내지 70" 의 길이 또는 높이 범위에서, 1300°F 및 1400°F 사이에서의 재열들을 갖고 수행되었다. 그 다음에 약 14" 직경 아래로의 드로우들이 1300°F 및 1400°F 사이에서의 재열들을 갖고 수행되었다. 이것은 몇몇 V-다이 단조 단계들을 포함하였다. 최종적으로, 조각은 약 10" 직경 아래로 1300°F 내지 1400°F의 온도 범위에서 방사상 단조되었다. 이러한 프로세스 전체에 걸쳐, 중간 조절 및 단부-절단 단계들이 균열 전파를 방지하기 위해 삽입되었다.

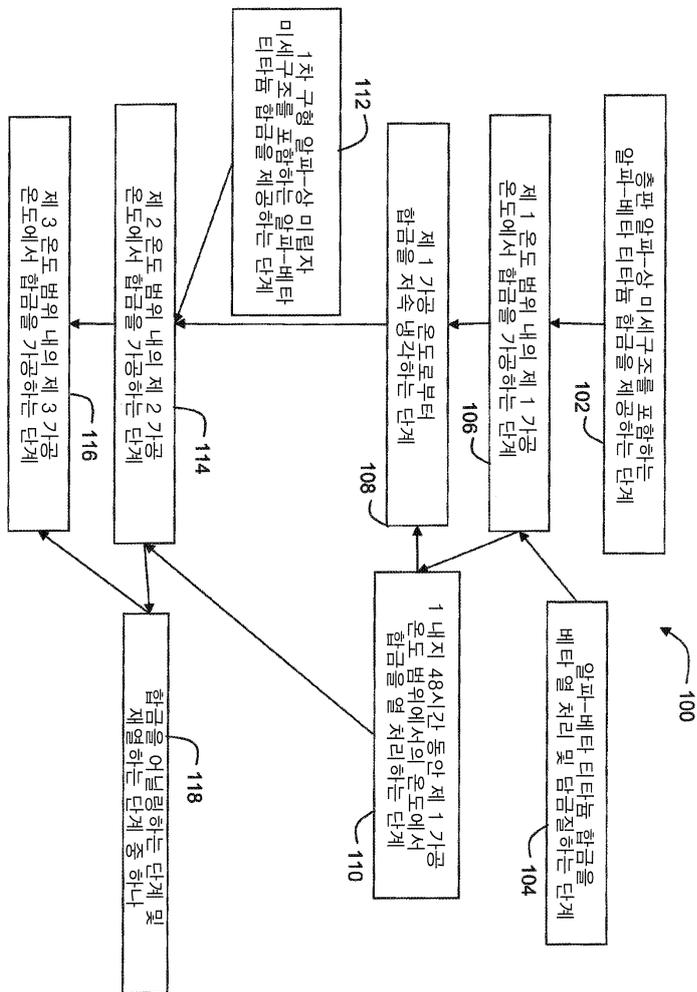
[0078] 도 18은 결과적인 샘플의 EBSD 현미경 사진이다. 이러한 현미경 사진에서 그레이 음영 레벨들은 EBSD 회절 패턴들의 품질을 나타낸다. 도 18의 현미경 사진에서 먼저 높은 알파-베타 필드, 저속에서 및 그 후 낮은 알파-베타 필드에서 단조함으로써, 1차 구상화된 알파-상 미립자들이 원래 또는 1차 구상화된 미립자들 내에서 보다 미세한 알파-상 입자들로 재결정화하기 시작한다는 것이 보여진다. 단지 3개의 업셋들 및 드로우들만이 4개의 이러한 업셋들 및 드로우들이 상기 온도 범위에서 실행된 예 3과 대조적으로 낮은 알파-베타 필드에서 수행되었다는 것이 주의된다. 현재 경우에, 이것은 보다 낮은 재결정화 부분을 야기하였다. 업셋 및 드로우들의 부가적인 시퀀스는 미세구조를 예 3의 것과 매우 유사하게 할 것이다. 또한, 업셋들 및 드로우들(도 1의 박스(118))의 낮은 알파-베타 시리즐들 동안 중간 어닐링은 재결정화 부분을 개선할 것이다.

[0079] 도 19a는 예 5의 샘플의 EBSD 현미경 사진이다. 이러한 현미경 사진에서 그레이 음영 레벨들은 입자 크기들을 나타내며, 입자 경계들의 그레이 음영 레벨들은 그것들의 방향 상실을 표시한다. 도 19b는 특정한 입자 크기들을 가진 입자들의 상대적인 농도의 플롯이며, 도 19c는 알파-상 입자들의 배향의 플롯이다. 5개의 업셋들 및 드로우들 및 1750°F 내지 1300°F에서 수행된 어닐링을 통한 부가적인 단조를 갖고, 예 1의 구상화된 샘플을 단조한 후, 알파-상 입자들은 미세(5 μm 내지 15 μm) 내지 극미세(1 μm 내지 5 μm 직경)인 것으로 고려된다는 것이 도 19b로부터 결정될 수 있다.

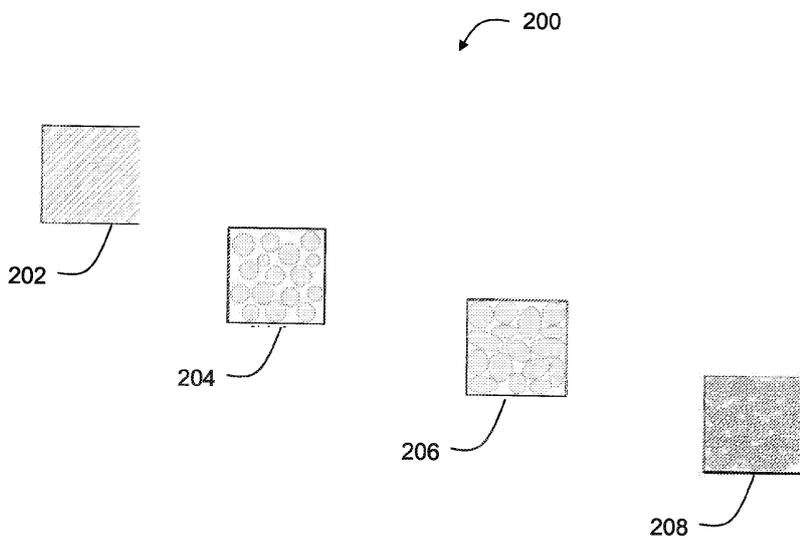
[0080] 본 설명은 본 발명의 명확한 이해에 관련된 본 발명의 이들 양상들을 예시한다는 것이 이해될 것이다. 이 기술분야의 숙련자들에게 명백할 것이며 그러므로 본 발명의 보다 양호한 이해를 용이하지 않게 할 특정한 양상들이 본 설명을 간소화하기 위해 제공되지 않았다. 본 발명의 단지 제한된 수의 실시예들만이 여기에 반드시 설명되지만, 이 기술분야의 숙련자는, 앞서 말한 설명을 고려할 때, 본 발명의 많은 수정들 및 변형들이 이용될 수 있다는 것을 인식할 것이다. 본 발명의 모든 이러한 변형들 및 수정들은 앞서 말한 설명 및 다음의 청구항들에 의해 커버되도록 의도된다.

도면

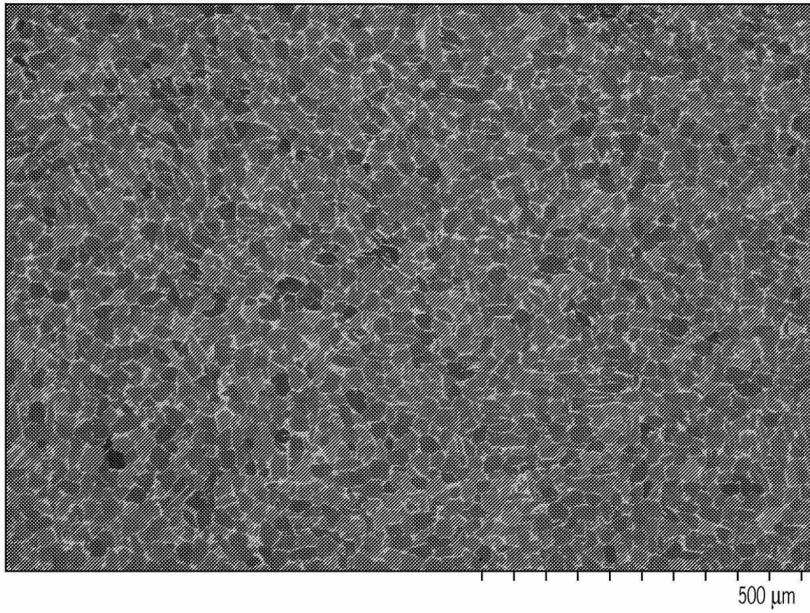
도면1



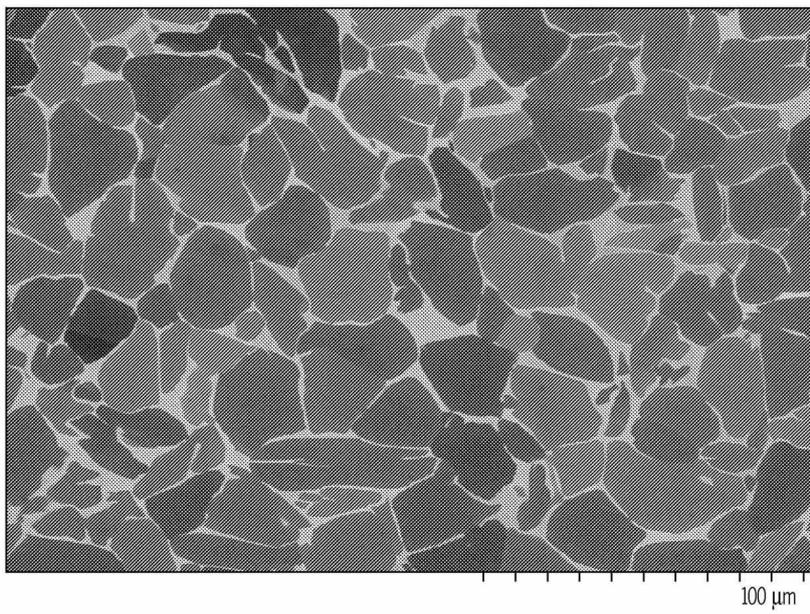
도면2



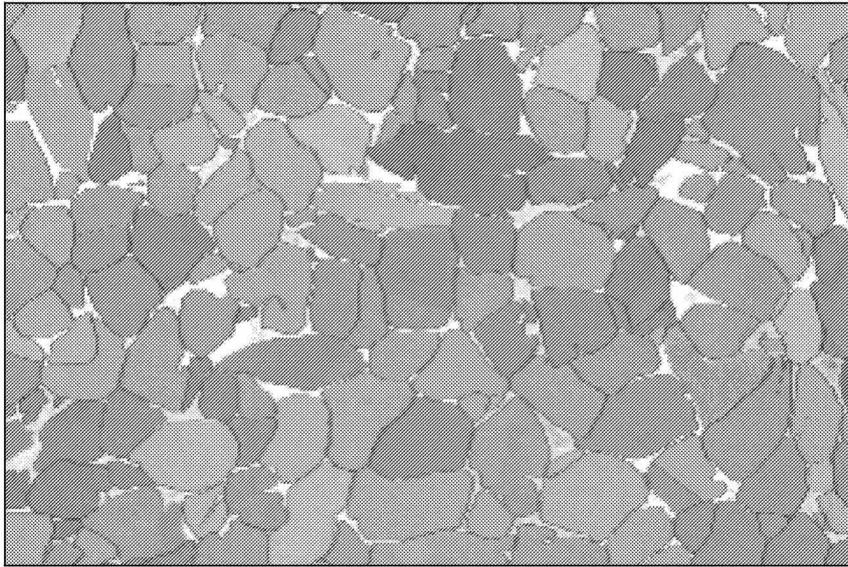
도면3



도면4

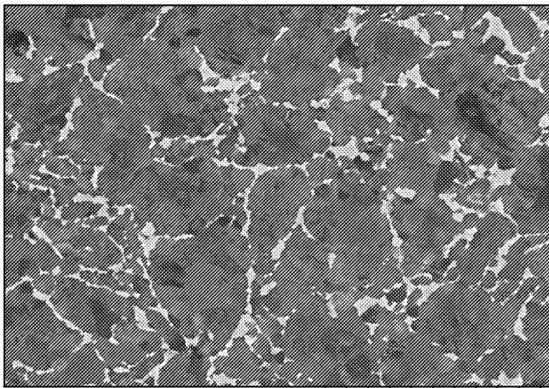


도면5



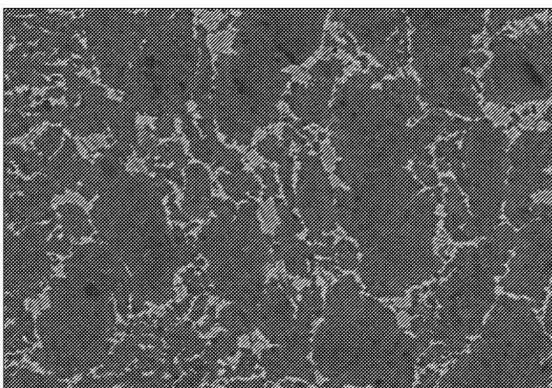
=100 μm ; 패턴 품질; 단차=1 μm ; 그리드 300x200

도면6a



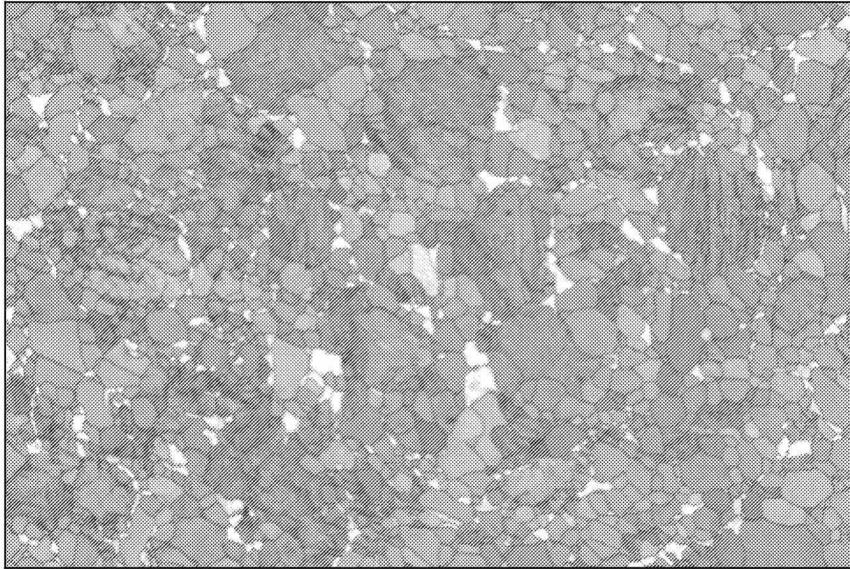
S3400 20.kV 9.0mm x 1.00k BSECOMP 3/15/2012 50.0 μm

도면6b



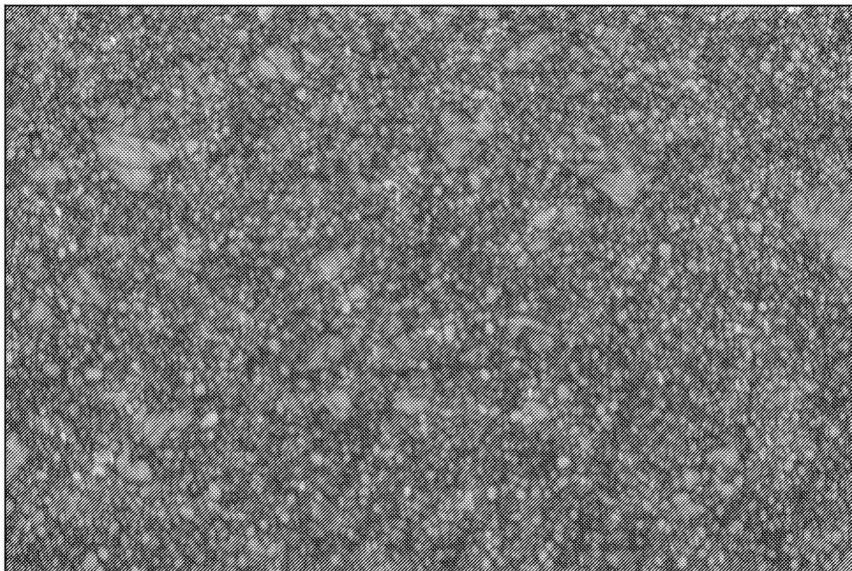
S3400 20.kV 10.0mm x 1.00k BSECOMP 3/22/2012 50.0 μm

도면7



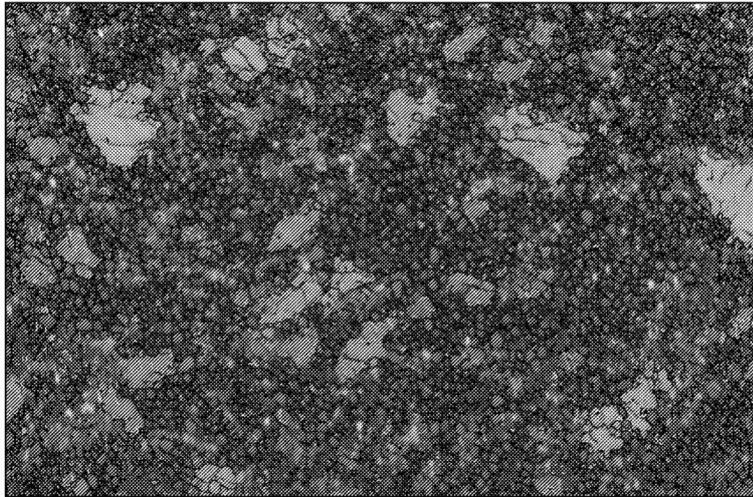
—50 μm ; 패턴 품질; 단차=0.25 μm ;그리드600x400

도면8



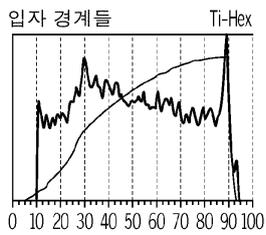
—50 μm ; 패턴 품질; 단차=0.25 μm ;그리드600x400

도면9a

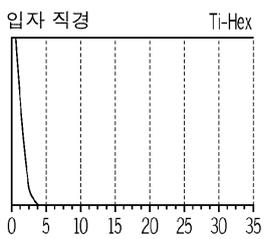


50 μm ; 입자 직경-Ti-Hex; 단차=0.25 μm ; 그리드=800x400

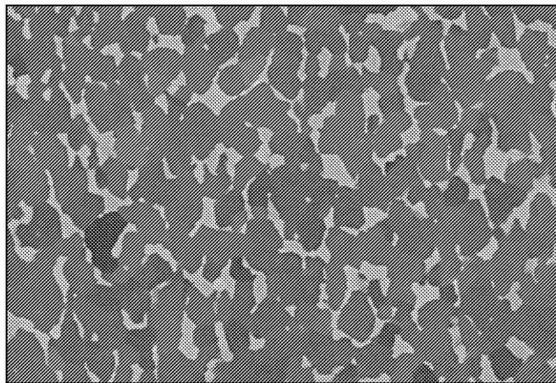
도면9b



도면9c

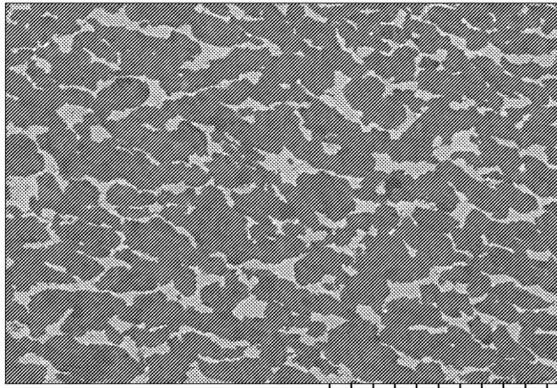


도면10a



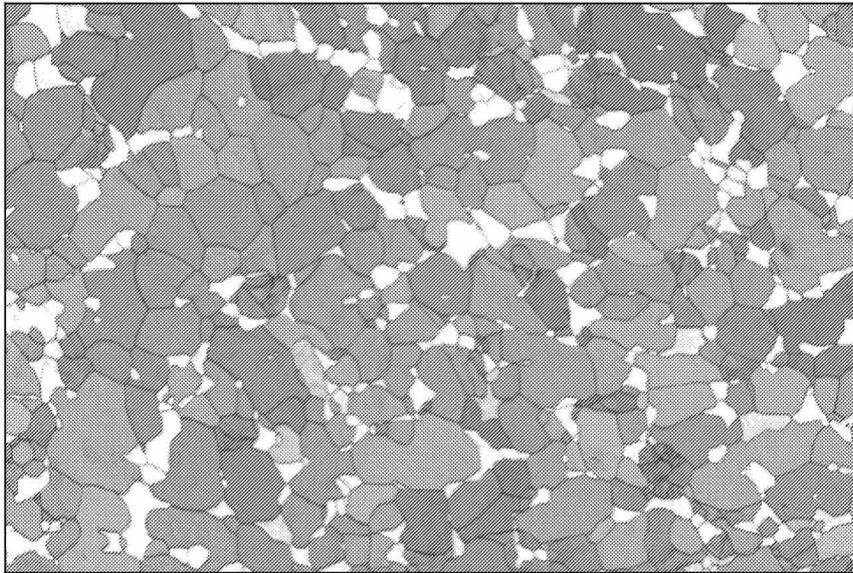
S3400 20kV 9.2mm x 1.00k BSECOMP 9/6/2012 50.0 μm

도면10b



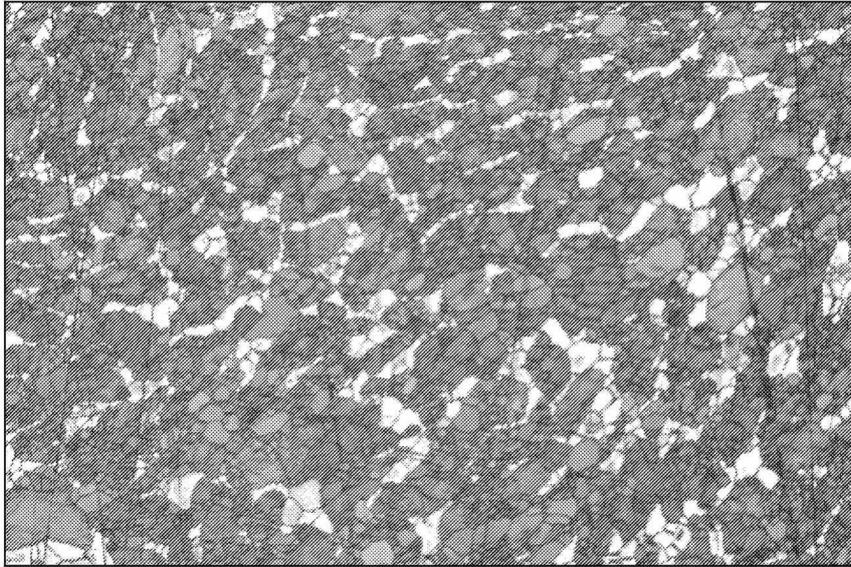
S3400 20.kV 7.9mm x 1.00k BSECOMP 9/7/2012 500 μ m

도면11



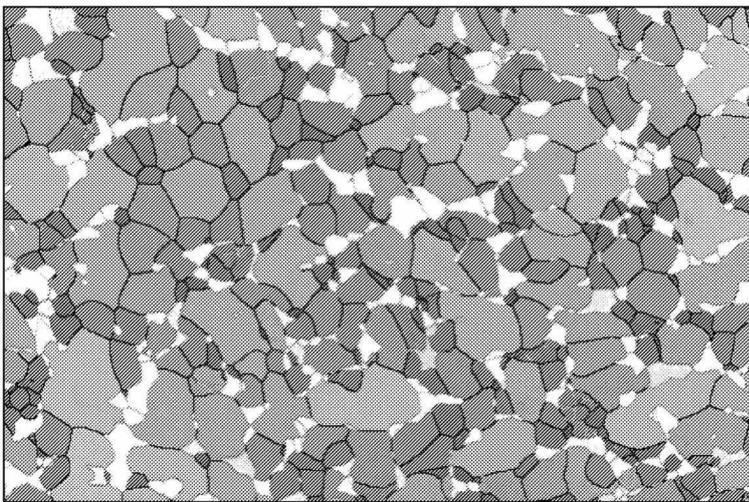
—50 μ m; 패턴 품질; 단차=0.25 μ m; 그리드 600x400

도면12



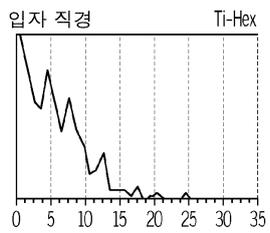
-50 μm ; 패턴 품질; 단차=0.25 μm ; 그리드 600x400

도면13a

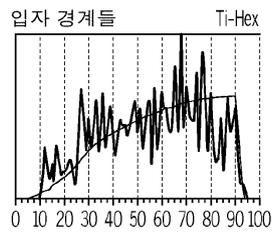


-50 μm ; 입자 직경 -Ti-Hex; 단차=0.25 μm ; 그리드 600x400

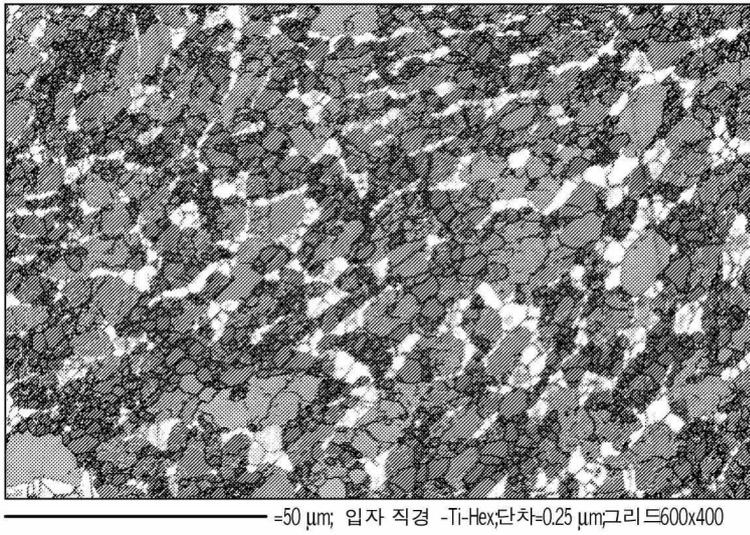
도면13b



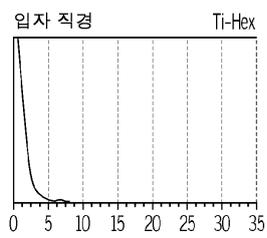
도면13c



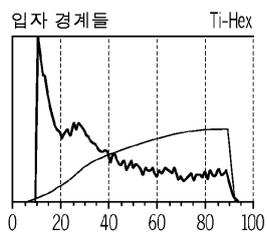
도면14a



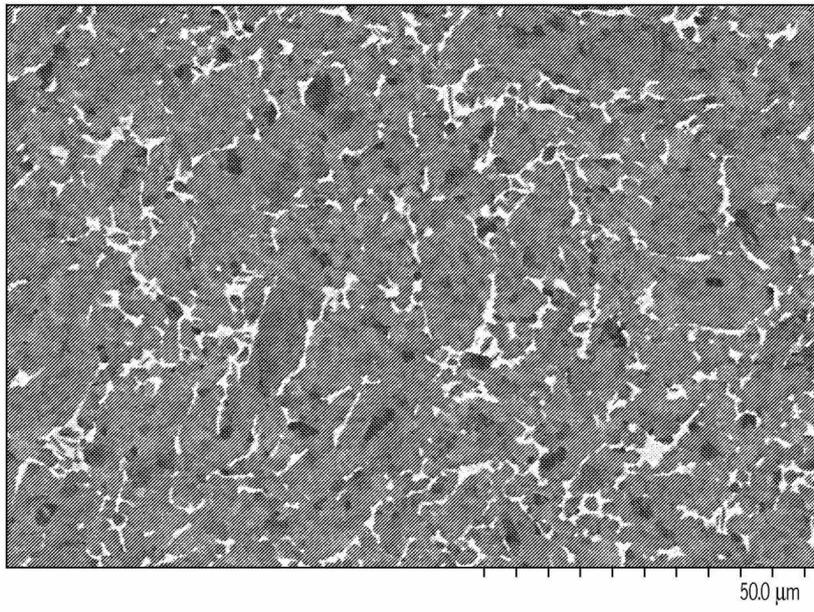
도면14b



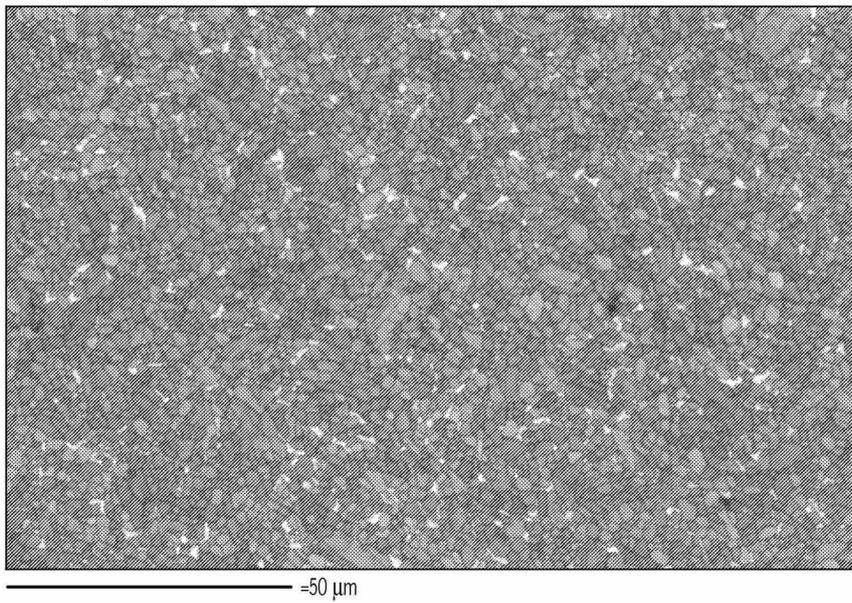
도면14c



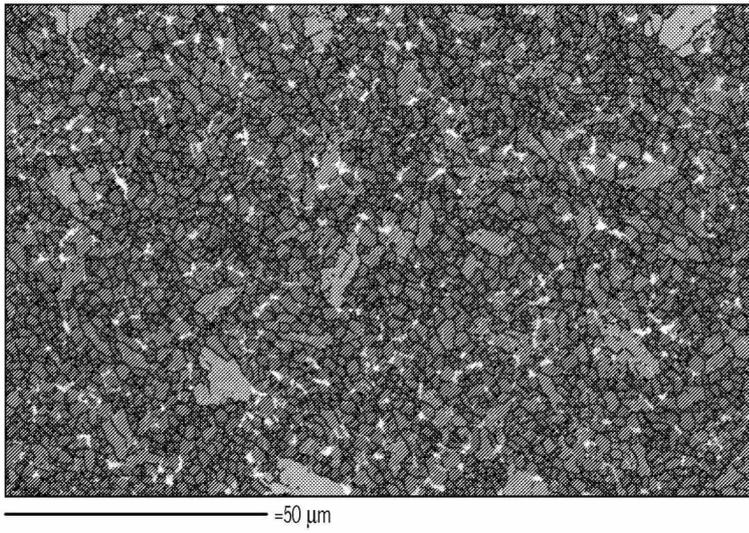
도면15



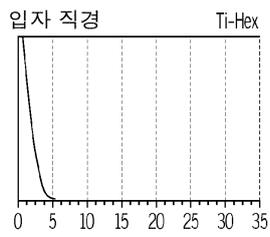
도면16



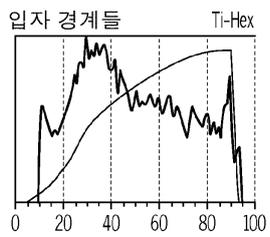
도면17a



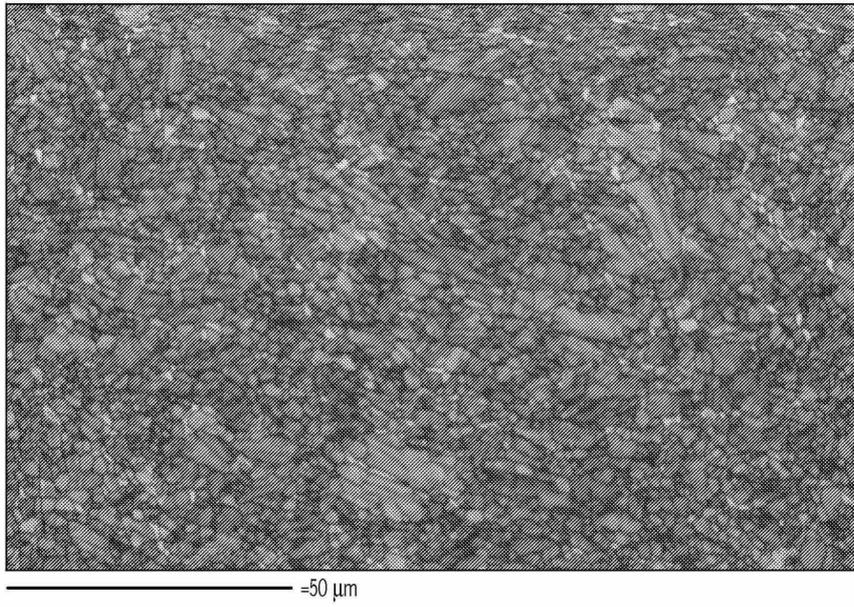
도면17b



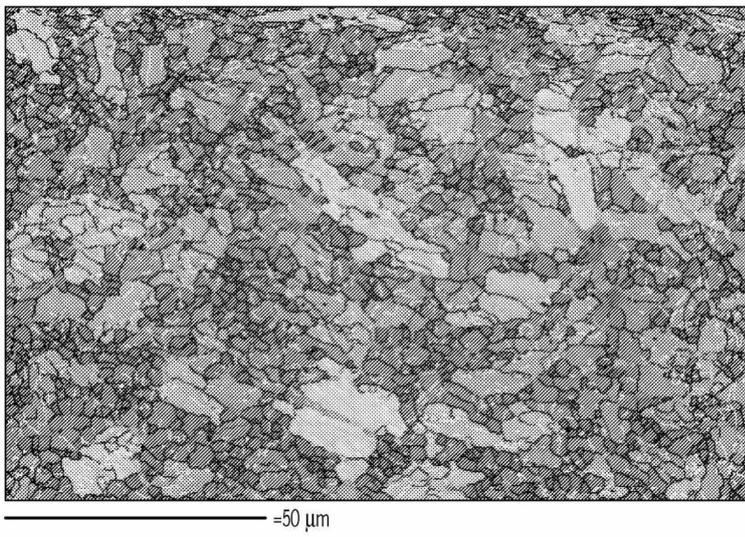
도면17c



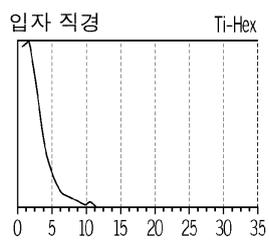
도면18



도면19a



도면19b



도면19c

