

(12) 특허협력조약에 의하여 공개된 국제출원

(19) 세계지식재산권기구
국제사무국

(43) 국제공개일
2016년 7월 28일 (28.07.2016)



(10) 국제공개번호
WO 2016/117768 A1

- (51) 국제특허분류: C22F 1/06 (2006.01) C22C 23/00 (2006.01)
- (21) 국제출원번호: PCT/KR2015/005017
- (22) 국제출원일: 2015년 5월 19일 (19.05.2015)
- (25) 출원언어: 한국어
- (26) 공개언어: 한국어
- (30) 우선권정보: 10-2015-0009455 2015년 1월 20일 (20.01.2015) KR
- (71) 출원인: 한국기계연구원 (KOREA INSTITUTE OF MACHINERY & MATERIALS) [KR/KR]; 305-343 대전시 유성구 가정북로 156(장동), Daejeon (KR).
- (72) 발명자: 박성혁 (PARK, Sung Hyuk); 642-800 경상남도 창원시 성산구 가음정로 23번길 10-21 한림폴에버 102동 502호, Gyeongsangnam-do (KR). 정재길 (JUNG, Jae Gil); 642-778 경상남도 창원시 성산구 원이대로 774 성원아파트 204동 2306호, Gyeongsangnam-do (KR). 김하식 (KIM, Ha Sik); 630-800 경상남도 창원시 마산회원구 구암북 7길 3-1 (구암동), Gyeongsangnam-do (KR). 유봉선 (YOU, Bong Sun); 642-766 경상남도 창원시 성산구 원이대로 495 트리비앙아파트 204동 1003호, Gyeongsangnam-do (KR). 임창동 (YIM, Chang

Dong); 121-783 서울시 마포구 성암로 11길 60 104동 901호, Seoul (KR). 문병기 (MOON, Byoung Gi); 645-300 경상남도 창원시 진해구 풍호로 35번길 11 (자은동, 협성 DS.이아이존빌) 108동 1301호, Gyeongsangnam-do (KR). 김영민 (KIM, Young Min); 645-779 경상남도 창원시 진해구 해원로 45 102동 1503호, Gyeongsangnam-do (KR). 배준호 (BAE, Jun Ho); 621-320 경상남도 김해시 율하2로 125 동원로알듀크 1006동 201호, Gyeongsangnam-do (KR).

(74) 대리인: 김정수 (KIM, Jung Su); 138-827 서울시 송파구 올림픽로 360 (방이동) 5층, Seoul (KR).

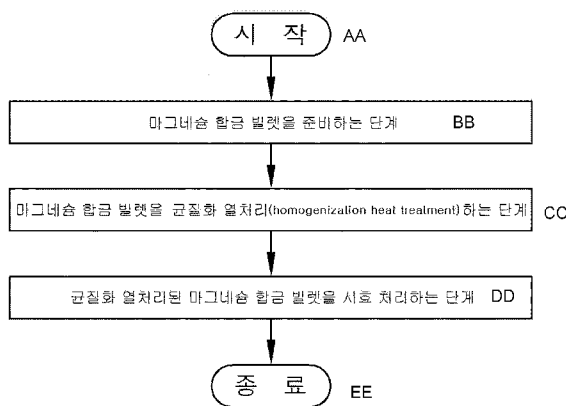
(81) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 국내 권리의 보호를 위하여): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 지정국 (별도의 표시가 없는 한, 가능한 모든 종류의 역내 권리의 보호를 위하여): ARIPO (BW, GH, GM,

[다음 쪽 계속]

(54) Title: METHOD FOR MANUFACTURING MAGNESIUM ALLOY BILLET FOR PLASTIC PROCESSING AND HIGH-STRENGTH WROUGHT MAGNESIUM ALLOY MANUFACTURING METHOD INCLUDING THE SAME

(54) 발명의 명칭 : 소성 가공용 마그네슘 합금 빌렛의 제조방법 및 이를 포함하는 고강도 마그네슘 합금 가공재의 제조 방법



AA ... Start
BB ... Step for preparing magnesium alloy billet
CC ... Step for performing homogenization heat treatment on magnesium alloy billet
DD ... Step for aging homogeneously heat treated magnesium alloy billet
EE ... End

(57) Abstract: The present invention provides a magnesium alloy billet manufacturing method comprising the steps of: (a) preparing a magnesium alloy billet; (b) performing homogenization heat treatment on the magnesium alloy billet; and (c) aging the homogeneously heat treated magnesium alloy billet, and provides a wrought magnesium alloy manufacturing method that further comprises a step for performing hot or warm working on the magnesium alloy billet manufactured by the method. According to the present invention, by performing the aging prior to carrying out plastic processing, it is possible to manufacture a magnesium alloy billet in which a large amount of fine secondary phase precipitates is contained in a magnesium alloy grain boundary and matrix, and by performing the hot or cold working on the magnesium alloy billet, the precipitates formed in the magnesium alloy billet obstruct the grain growth of dynamically re-crystallized grains formed in the plastic processing so that it is possible to induce a precipitation hardening effect and a strength enhancement effect according to the grain refinement, thereby manufacturing a high-strength wrought magnesium alloy.

(57) 요약서:

[다음 쪽 계속]

WO 2016/117768 A1



KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 유라시아 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 유럽 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK,

SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

공개:

— 국제조사보고서와 함께 (조약 제 21 조(3))

본 발명은 (a) 마그네슘 합금 빌렛을 준비하는 단계; (b) 상기 마그네슘 합금 빌렛을 균질화 열처리(homogenization heat treatment)하는 단계; 및 (c) 상기 균질화 열처리된 마그네슘 합금 빌렛을 시효 처리하는 단계;를 포함하는 마그네슘 합금 빌렛의 제조방법과 상기 방법에 의해 제조된 마그네슘 합금 빌렛을 열간 또는 온간 가공하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 마그네슘 합금 가공재의 제공방법을 제공한다. 본 발명에 의하면 소성 가공을 실시하기에 앞서 시효 처리를 수행함으로써, 미세한 이차상(secondary phase) 석출물을 마그네슘 합금 결정립계 및 기지 내에 다량 포함하는 마그네슘 합금 빌렛을 제조할 수 있으며, 상기 마그네슘 합금 빌렛을 열간 또는 온간 가공하여, 마그네슘 합금 빌렛에 형성된 석출물이 소성 가공시 형성되는 동적 재결정립의 결정 성장을 방해함으로써 석출 경화(precipitation hardening) 효과와 더불어 결정립 미세화에 따른 강도 향상 효과를 유도해 고강도의 마그네슘 합금 가공재를 제조할 수 있다.

명세서

발명의 명칭: 소성 가공용 마그네슘 합금 빌렛의 제조방법 및 이를 포함하는 고강도 마그네슘 합금 가공재의 제조방법

기술분야

- [1] 본 발명은 소성 가공용 마그네슘 합금 빌렛을 제조하는 방법 및 이를 포함하는 고강도 마그네슘 합금 가공재를 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경기술

- [2] 마그네슘 합금(Magnesium alloys)은 다른 금속 재료와 비교해 극히 낮은 밀도를 가질 뿐만 아니라 비강도, 치수안정성, 전자파 차폐성, 방열성 등이 우수하여 자동차, 철도 및 항공 산업에서 매우 매력적인 소재로 주목받고 있다.
- [3] 이와 같은 마그네슘 합금으로 이루어지는 마그네슘 합금재는 크게 마그네슘 합금 주조재(cast Mg alloys)와 마그네슘 합금 가공재(wrought Mg alloys)로 나뉘는데, 이 중 주조재는 성형성 측면에서는 우수한 반면, 그 표면이 매우 조악하여 주조 후 표면에 대한 후처리 공정에 많은 시간과 비용이 요구되며, 수축 가공 등의 내부결함이 많이 발생하여 고강도가 요구되는 고품질의 마그네슘 합금 제품을 제조하기에는 적합하지 않다는 문제점을 가진다.
- [4] 따라서, 상기한 문제점을 가지지 않는 마그네슘 합금 가공재를 대상으로 우수한 기계적 물성을 달성하기 위한 연구가 이루어져 왔으며, 이러한 노력의 결과로서 AZ80(Mg-8.0Al-0.5Zn, wt.%)와 같이 비교적 저렴한 가격, 적당한 강도와 연성, 그리고 우수한 내부식성을 가지는 고강도 마그네슘 합금 압출재 등이 상용화되어 널리 사용되고 있다[비특허문헌 0001 내지 0003].
- [5] 그럼에도 불구하고, 마그네슘 합금 가공재는 상용 알루미늄 합금(Al alloys) 또는 강(steel)에 비해서는 여전히 낮은 강도로 인해 적용 분야 및 부품이 제한되고 있는 실정인바, 보다 개선된 강도를 가지는 마그네슘 합금 가공재의 개발이 시급히 요구되는 상황이다.

발명의 상세한 설명

기술적 과제

- [6] 본 발명은 열간 가공 후에 생성되는 2차상(secondary phase)의 분율을 증가시키고 결정립의 평균 입도를 감소시킴으로써 상용 마그네슘 합금재를 포함한 기존의 마그네슘 합금재 보다 뛰어난 강도를 가지는 마그네슘 합금 가공재에 관한 기술 내용을 제공하는 것을 그 목적으로 한다.

과제 해결 수단

- [7] 상기한 바와 같은 기술적 과제를 달성하기 위해 본 발명은, (a) 마그네슘 합금 빌렛을 준비하는 단계; (b) 상기 마그네슘 합금 빌렛을 균질화 열처리(homogenization heat treatment)하는 단계; 및 (c) 상기 균질화 열처리된 마그네슘 합금 빌렛을 시효 처리하는 단계;를 포함하는 마그네슘 합금 빌렛의

제조방법을 제공한다.

- [8] 또한, 상기 단계 (a)는 하기 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다:
- [9] (i) 마그네슘 및 합금원소를 포함하는 용탕을 준비하는 단계; 및 (ii) 650 내지 750 °C의 온도에서 상기 용탕을 몰드에 주입하여 빌렛을 형성하는 단계.
- [10] 또한, 상기 단계 (b)에서 350 내지 550 °C에서 0.5 내지 96 시간 동안 균질화 열처리하는 것을 특징으로 한다.
- [11] 또한, 상기 단계 (b)에서 상기 마그네슘 합금 빌렛을 250 내지 350 °C의 온도로 선예열(pre-heating)한 후 균질화 열처리하는 것을 특징으로 한다.
- [12] 또한, 상기 단계 (b)는 상기 마그네슘 합금 빌렛을 균질화 열처리한 후에 냉각하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [13] 또한, 상기 단계 (c)에서 100 내지 500 °C의 온도에서 1 내지 300 시간 동안 시효 처리하는 것을 특징으로 한다.
- [14] 또한, 본 발명은 상기 단계 (c)에서 시효 처리된 마그네슘 합금 빌렛을 열간 또는 온간 가공하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 마그네슘 합금 가공재의 제조방법을 제공한다.
- [15] 또한, 상기 열간 또는 온간 가공은 압연, 압출 또는 단조로부터 선택되는 1종 이상의 방법을 이용하여 수행하는 것을 특징으로 한다.
- [16] 또한, 상기 시효 처리된 마그네슘 합금 빌렛을 열간 또는 온간 가공한 후, 시효 처리하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [17] 또한, 상기 열간 또는 온간 가공 후의 시효 처리는 150 내지 250 °C에서 1 내지 360 시간 동안 수행하는 것을 특징으로 한다.
- [18] 또한, 본 발명은 상기에 기재된 방법에 의해 제조된 마그네슘 합금 가공재를 제공한다.

발명의 효과

- [19] 본 발명에 따른 소성 가공용 마그네슘 합금 빌렛의 제조방법에 따르면, 제조된 마그네슘 합금 빌렛을 소성 가공을 실시하기에 앞서 시효 처리(균질화 열처리를 실시한 후에 실시하는 시효 처리)를 수행함으로써, 미세한 이차상(secondary phase) 석출물이 마그네슘 합금 결정립계 및 기지 내에 다량 형성된 마그네슘 합금 빌렛을 제조할 수 있다.
- [20] 또한, 본 발명에 따른 마그네슘 합금 가공재의 제조방법에 따르면, 상기 방법에 의해 제조된 마그네슘 합금 빌렛을 열간 또는 온간 가공하여 마그네슘 합금 빌렛에 형성된 석출물이 소성 가공시 형성되는 동적 재결정립의 결정 성장을 결정립계 피닝(grain boundary pinning) 효과를 통해 방해함으로써 결정립 미세화에 따른 강도 향상 및 석출 경화 (precipitation hardening)에 의한 강도 향상에 의해 고강도의 마그네슘 합금 가공재를 제조할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [21] 도 1은 본 발명에 따른 소성 가공용 마그네슘 합금 빌렛 제조 방법의 각 단계를

나타낸 흐름도이다.

[22] 도 2는 본원 실시예 1에서 균질화 처리 후 시효 처리의 유무에 따른 마그네슘 합금 미세 조직의 차이를 보여주는 전자현미경(SEM 또는 TEM) 사진이다.

[23] 도 3은 본원 실시예 2-1 내지 2-3에서 균질화 처리 후 시효 처리의 조건에 따른 마그네슘 합금 미세 조직의 차이를 보여주는 주사 전자현미경(SEM) 사진이다.

[24] 도 4(a) 및 도 4(b)는 각각 비교예 1 및 본원 실시예 1에서 제조된 마그네슘 합금 가공재의 미세 조직을 보여주는 주사전자현미경(SEM) 및 전자 후방산란 회절(EBSD) 사진이다.

[25] 도 5는 본원 실시예 1 및 비교예 1에서 제조된 마그네슘 합금 가공재를 대상으로 한 상온 인장 시험(crosshead speed: 1.5 mm/분)에 따른 응력-변형률(stress-strain) 그래프이다.

발명의 실시를 위한 최선의 형태

[26] 본 발명을 설명함에 있어서 관련된 공지 기능 또는 구성에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있다고 판단되는 경우에는 그 상세한 설명을 생략할 것이다.

[27]

[28] 본 발명의 개념에 따른 실시예에는 다양한 변형을 가할 수 있고 여러 가지 형태를 가질 수 있으므로 특정 실시예들을 도면에 예시하고 본 명세서 또는 출원에 상세하게 설명하고자 한다. 그러나 이는 본 발명의 개념에 따른 실시 예를 특정한 개시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 본 발명의 사상 및 기술 범위에 포함되는 모든 변형, 균등물 내지 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다.

[29]

[30] 본 명세서에서 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 명세서에서, "포함하다" 또는 "가지다" 등의 용어는 실시된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부분품 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부분품 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다.

[31]

[32] 이하, 본 발명을 상세히 설명하도록 한다.

[33]

[34] 도 1은 본 발명에 따른 소성 가공용 마그네슘 합금 빌렛 제조 방법의 각 단계를 나타낸 흐름도이다.

[35] 도 1에 나타난 바와 같이 본 발명에 따른 소성 가공용 마그네슘 합금 빌렛의 제조방법은, (a) 마그네슘 합금 빌렛을 준비하는 단계, (b) 상기 마그네슘 합금

빌렛을 균질화 열처리(homogenization heat treatment)하는 단계 및 (c) 상기 균질화 열처리된 마그네슘 합금 빌렛을 시효 처리하는 단계를 포함한다.

[36]

[37] 상기 단계 (a)는 마그네슘을 포함하는 원료 물질을 용융시켜 마그네슘 합금의 용탕을 제조한 후 이를 몰드에 주입하여 마그네슘 합금 빌렛을 제조할 수 있다.

[38] 보다 구체적으로, 상기 단계 (a)는 마그네슘 및 합금원소를 포함하는 용탕을 준비하는 단계; 및 상기 용탕을 몰드에 주입하여 빌렛을 형성하는 단계를 포함하여 마그네슘 합금 빌렛을 제조할 수 있다.

[39] 상기 주조 공정을 수행하기 위한 온도는 특별히 제한되지는 않으나, 바람직하게는 650 내지 750 °C의 온도에서 주조할 수 있는데, 이는 650 °C 미만에서 주조하는 경우에는 마그네슘 합금 용탕의 유동도가 낮아질 수 있기 때문에 원활한 주조가 이루어지지 못할 수 있고, 750 °C를 초과하는 온도에서 주조하는 경우에는 마그네슘 합금 용탕이 급격하게 산화되어 주조시 불순물이 혼합될 수 있어 제조된 마그네슘 합금 빌렛의 순도가 낮아지는 문제가 발생할 수 있기 때문이다.

[40] 그리고, 마그네슘 합금의 용탕은 마그네슘 합금의 원료를 용융하여 제조할 수 있는데, 상기 마그네슘 합금 용탕을 제조하는 방법은 당업에서 통상적으로 사용하는 방법이라면 이에 한정되지 않으며, 중력주조, 연속주조, 사형주조 또는 가압주조 등의 주조방법을 대표적인 예로 들 수 있다.

[41]

[42] 상기 단계 (b)는 상기 단계 (a)에서 제조된 마그네슘 합금 빌렛을 균질화 처리하는 단계로서, 균질화 열처리를 수행함으로써 마그네슘 합금 용탕을 주조하는 과정에서 발생하는 합금원소의 편석으로 인한 불균질한 조직을 개선하고, 마그네슘 합금의 고온 가공성 및 기계적 특성을 향상시킬 수 있다.

[43] 본 단계에서 이루어지는 균질화 열처리는 350 내지 550 °C에서 실시하는 것이 바람직한데, 이는 균질화 열처리를 350 °C 미만에서 수행할 경우에는 마그네슘 기지 내에 용해되는 합금 원소의 함량이 적어 후술할 열간 또는 온간 가공시 동적 석출(dynamic precipitation)에 의한 합금의 강화효과가 크지 않으며, 균질화 열처리를 550 °C를 초과하는 온도에서 실시할 경우에는 마그네슘 합금의 균질화 열처리 온도가 높아 마그네슘 합금 빌렛의 국부적인 용해가 발생하여 물성이 저하될 수 있는 문제가 있기 때문이다.

[44] 또한, 상기 균질화 열처리는 0.5 내지 96 시간 동안 실시하는 것이 바람직한데, 이는 균질화 열처리를 0.5 시간 미만으로 수행하는 경우에는 합금 원소의 확산이 충분히 일어나지 않아 균질화 열처리의 효과가 나타나지 않으며, 96 시간을 초과하여 수행되는 경우에는 수행시간 대비 효과의 상승 폭이 크지 않아 경제적이지 않기 때문이다.

[45] 나아가, 마그네슘 합금 빌렛의 급속한 열처리에 의한 균열 및 변형을 방지할 수 있도록 균질화 열처리에 앞서 마그네슘 합금 빌렛을 250 내지 350 °C에서

선예열(pre-heating)하도록 구성하는 것이 바람직하다.

- [46] 아울러, 상기 마그네슘 합금 빌렛을 균질화 열처리한 후, 냉각하는 단계를 더 포함하도록 구성하는 것이 바람직하며, 이러한 냉각 공정을 수행하기 위한 구체적인 방법은 특별히 제한되지 않으나, 과고용체(supersaturated solid solution)로 이루어진 마그네슘 합금 빌렛을 얻어 후술할 열간 또는 온간 가공시 이차상의 동적석출을 보다 증가시킬 수 있다는 측면에서 공냉(air cooling) 보다는 수냉(water quenching)이 더 바람직하다.

[47]

- [48] 다음으로, 상기 단계 (c)에서는 상기 단계 (b)에서 균질화 열처리된 마그네슘 합금 빌렛을 시효 처리하는 단계이다.

- [49] 본 단계에서와 같이 소성 가공을 실시하기에 앞서 시효 처리(균질화 열처리를 실시한 후에 실시하는 시효 처리)할 경우, 미세한 이차상(secondary phase) 석출물이 마그네슘 합금 결정립계 및 기지 내에 다량 형성된 마그네슘 합금 빌렛을 제조할 수 있다.

- [50] 상기한 마그네슘 합금 빌렛의 시효 처리는 100 내지 500 °C의 온도에서 실시하는 것이 바람직한데, 이는 100 °C 미만의 온도에서 시효 처리할 경우에는 석출물 형성 속도가 느려져 오랜 시간 열처리가 요구되어 비효율적이며, 500 °C 이상의 온도에서 시효 처리할 경우에는 형성되는 석출물의 크기가 커져 기대한 효과를 얻기 어려울 수 있기 때문이다.

- [51] 나아가, 마그네슘 합금 빌렛의 시효 처리는 150 내지 300 °C의 온도에서 실시하는 것이 더욱 바람직하다.

- [52] 또한, 상기 시효 처리는 1 내지 300 시간 동안 열처리해 이루어지는 바람직한데, 이는 1 시간 미만으로 시효 처리할 경우에는 형성되는 석출물의 양이 많지 않아 시효 처리에 따른 효과가 기대에 미치지 못하며, 300 시간을 초과할 경우에는 시효 처리에 따른 효과가 더 이상 증진되지 않아 그 이상의 열처리는 비효율적이라는 문제점이 있기 때문이다.

- [53] 나아가, 마그네슘 합금 빌렛의 시효 처리는 6 내지 300 시간 동안 열처리하는 것이 더욱 바람직하다.

[54]

- [55] 상기한 바와 같은 본 발명에 따른 마그네슘 합금 빌렛의 제조방법에 따르면, 마그네슘 합금 빌렛에 소성 가공을 실시하기에 앞서 시효 처리를 수행함으로써, 미세한 이차상(secondary phase) 석출물이 마그네슘 합금 결정립계 및 기지 내에 다량 형성된 마그네슘 합금 빌렛을 제조할 수 있다.

- [56] 또한, 본 발명은 상기 단계 (c)에서 시효 처리된 마그네슘 합금 빌렛을 열간 또는 온간 가공하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 마그네슘 합금 가공재의 제조방법을 제공한다.

- [57] 본 발명에 따른 마그네슘 합금 가공재의 제조방법은 상기와 같이 시효 처리된 마그네슘 합금 빌렛을 압연, 압출 또는 단조 등으로부터 선택되는 1종 이상의

공지의 소성 가공 방법을 이용하여 열간 또는 온간 가공을 실시한다. 그리고, 마그네슘 합금 빌렛을 압연, 압출 또는 단조로 소성 가공 방법을 제한하지 않으며, 당업에서 통상적으로 사용하는 방법이라면 이에 한정되지 않는다.

[58] 그리고, 본 단계에서는 상기와 같이 마그네슘 합금 빌렛을 열간 또는 온간 가공한 후에, 해당 마그네슘 합금 가공재를 다시 시효 처리하여 마그네슘 합금 가공재의 기계적 특성을 더욱 향상시키도록 구성할 수 있으며, 상기한 시효 처리는 150 내지 250 °C의 온도에서 1 내지 360 시간 동안 열처리하는 공정을 통해 수행될 수 있다.

[59] 상기에서 상세히 설명한 본 발명에 따른 고강도 마그네슘 합금 가공재의 제조방법에 따르면, 시효 처리되어 미세한 이차상(secondary phase) 석출물을 다량 포함하는 소성가공용 마그네슘 합금 빌렛을 소성 가공함으로써, 석출물이 소성 가공시 형성되는 동적 재결정립의 결정 성장을 결정립계 피닝(grain boundary pinning) 효과를 통해 방해함으로써 결정립 미세화에 따른 강도 향상 및 석출 경화(precipitation hardening)에 의한 강도 향상을 통해 고강도의 마그네슘 합금 가공재를 제조할 수 있다.

[60]

[61] 이하, 바람직한 실시예를 들어 본 발명에 따른 마그네슘 합금 가공재 제조방법에 대해 더욱 상세히 설명하도록 한다. 제시된 실시예는 본 발명을 더욱 상세히 설명하기 위한 기술적 예시일 뿐이며, 본 발명의 범위를 제한하기 위한 것은 아니다.

[62]

[63] **<실시예 1>**

[64] 우선, 하기 표 1의 조성을 가지는 마그네슘 합금(AZ80)으로 이루어진 주조 빌렛을 준비하였다.

[65] [표 1]

[66]

합금	Sn	Al	Zn	Fe	Mn	Si	Cu	Ni	Ca	Mg
AZ80	-	7.63	0.38	0.002	0.15	0.008	< 0.001	< 0.001	< 0.001	Bal.

[67] 상기 마그네슘 합금 빌렛을 400 °C에서 15시간 동안 균질화 열처리하고 수냉(water quenching)한 후, 주조 방향을 따라 원통형 시편(직경: 80mm, 높이 200mm)으로 가공하였다. 그리고, 상기 시편을 200 °C에서 64시간 동안 시효 처리하고 수냉하였다.

[68] 도 2는 균질화 처리 후 시효 처리의 유무에 따른 마그네슘 합금 미세 조직의 차이를 보여주는 전자현미경 사진으로서, 도 2로부터 시효 처리가 이루어지기 이전의 시편의 미세 구조에서는 균질화 열처리에 의해 이차상($Mg_{17}Al_{12}$)이 전부 마그네슘 기지 내에 고용되어 이차상 입자가 관찰되지 않는 반면(도 2(a) 참조), 균질화 열처리 후 시효 처리된 시편의 미세 구조에서는 다수의 $Mg_{17}Al_{12}$ 입자가 결정립 내부는 물론 결정립계에서도 관찰되며(도 2(b) 참조), 결정립 내에서

판상(plate-like)의 $Mg_{17}Al_{12}$ 석출물이 마그네슘 기지에 대해 특정 배향을 가지고 존재함을 알 수 있다(도 2(c) 참조).

[69] 다음으로, 상기 시효 처리된 시편을 250 °C까지 선예열한 후에 250 °C에서 압출(램속도: 1mm/초, 압출비: 25)하고 공랭(air cooling)하여 마그네슘 합금 가공재를 제조하였다.

[70]

[71] <실시예 2-1 내지 2-3>

[72] 우선, 하기 표 2의 조성을 가지는 마그네슘 합금(TAZ711)으로 이루어진 주조 빌렛을 준비하였다. 구체적으로, 이산화탄소(CO_2)와 육불화황(SF_6)을 포함하는 불활성 분위기 및 800 °C의 온도 하에서 마그네슘 등의 원료 금속을 용해시켜 얻은 마그네슘 합금 용탕을 210 °C로 예열된 강철 몰드에 부어 마그네슘 합금 빌렛을 제조하였다.

[73] [표 2]

[74]

합금	Sn	Al	Zn	Fe	Mn	Si	Cu	Ni	Ca	Mg
TAZ711	6.81	1.10	1.07	0.003	0.001	0.002	< 0.001	< 0.001	< 0.001	Bal.

[75] 상기 마그네슘 합금 빌렛을 500 °C에서 12시간 동안 균질화 열처리하고 수냉(water quenching)한 후, 주조 방향을 따라 원통형 시편(직경: 80mm, 높이 200mm)으로 가공하였다. 그리고, 상기 시편을 조건을 달리하여 시효 처리(실시예 2-1: 200 °C, 64시간; 실시예 2-2: 200 °C, 128시간; 실시예 2-3: 400 °C, 4시간)하고 수냉하였다.

[76] 도 3은 균질화 처리 후 시효 처리의 조건에 따른 마그네슘 합금 미세 조직의 차이를 보여주는 주사 전자현미경(SEM) 사진으로서, 도 3으로부터 열간 가공 전 시효 처리를 실시함으로써 미세한 Mg_2Sn 석출물들이 마그네슘 합금의 결정립계와 기지 내에 다량 형성되며, 열처리 온도 또는 시간이 증가함에 따라 석출물의 입도가 증가하는 것을 확인할 수 있다.

[77] 다음으로, 상기 시효 처리된 시편을 각기 다른 압출 조건([1]압출 온도: 250 °C, 램속도: 8mm/초, 압출비: 25, [2]압출 온도: 250 °C, 램속도: 1mm/초, 압출비: 25, [3]압출 온도: 200 °C, 램속도: 0.1mm/초, 압출비: 25)하에서 압출한 후 공랭(air cooling)하여 마그네슘 합금 가공재를 제조하였다.

[78]

[79] <비교예 1>

[80] 균질화 열처리 후에 시효 처리 없이 바로 압출 공정을 수행한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 마그네슘 합금 가공재를 제조하였다.

[81]

[82] <비교예 2>

[83] 압출 공정 전에 시효 처리를 실시하지 않은 것을 제외하고는 상기 실시예 2-1과 동일한 방법으로 마그네슘 합금 가공재를 제조하였다.

[84]

[85] <실험예>

[86] 도 4(a) 및 도 4(b)는 각각 비교예 1 및 본원 실시예 1에서 제조된 마그네슘 합금 가공재의 미세 조직을 보여주는 주사전자현미경(SEM) 및 전자 후방산란 회절(EBSD) 사진이다.

[87] 도 4(a) 및 도 4(b)을 참조하면, 소성 가공을 수행하기에 앞서 시효 처리 유무의 차이에도 불구하고 비교예 1 및 실시예 1의 마그네슘 합금 가공재는 유사한 미세구조를 가짐을 알 수 있다. 구체적으로, 비교예 1 및 실시예 1의 마그네슘 합금 가공재의 미세 구조 모두에 있어서, 상대적으로 큰 결정립 크기를 가지는 조대한 동적 재결정 영역(coarse DRX region)에는 이차상 석출물 입자가 관찰되지 않는 반면, 상대적으로 미세한 결정립 크기를 가지는 미세한 동적 재결정 영역(fine DRX region)에는, 결정립계에 분포되어 결정립계 피닝 효과에 의해 동적 재결정립의 결정 성장을 억제시키는 역할을 하는 구형 $Mg_{17}Al_{12}$ 입자가 다수 관찰되며, 이외에도 1 ~ 5 μm 의 폭을 가지는 밴드형 $Mg_{17}Al_{12}$ 입자가 소량 분포되어 있음을 확인할 수 있다.

[88] 하지만, 실시예 1의 마그네슘 합금 가공재는 49%의 미세한 동적 재결정 영역(fine DRX region)의 분율을 가지는 비교예 1의 마그네슘 합금 가공재에 비해 57%로 더 많으며, 이에 따라 소성 가공을 실시하기에 앞선 시효 처리는 평균 결정립 크기를 9.9 μm 에서 8.4 μm 로 감소시키는 결과를 가져왔으며, 또한, 실시예 1의 마그네슘 합금 가공재는 비교예 1의 마그네슘 합금 가공재에 비해 기계적 물성에 악영향을 주는 밴드 형상의 $Mg_{17}Al_{12}$ 입자의 분율이 2.3%에서 0.5%로 감소했음을 확인할 수 있었는데, 이러한 결과는 아래에서와 같이 마그네슘 합금 가공재의 강도 향상으로 이어졌다.

[89]

[90] 도 5 및 하기 표 3은, 본원 실시예 1 및 비교예 1에서 제조된 마그네슘 합금 가공재를 대상으로 한 상온 인장 시험(crosshead speed: 1.5 mm/분)에 따른 결과로서, 각각 응력-변형률(stress-strain) 그래프 및 주요 수치를 나타낸다.

[91] [표 3]

[92]

	항복강도 (MPa)	인장강도 (MPa)	연신율 (%)
비교예 1	192	317	22.3
실시예 1	210 (+18)	329 (+12)	25.0 (+2.7)

[93] 도 5 및 표 3으로부터, 본원 실시예 1에서와 같이 소성 가공 전에 시효 처리를 실시할 경우 마그네슘 합금 결정립이 보다 미세화되고, 석출 경화 효과가 증진되어 마그네슘 합금 가공재의 항복 강도 및 인장 강도 모두 증가했음을 확인할 수 있다.

[94] 그리고, 본원 실시예 1에서와 같이 소성 가공 전에 시효 처리를 실시할 경우 연신율 또한 증가하는 것을 확인할 수 있는데, 이러한 결과는 (i) 응력 집중을

유발하여 연성을 감소시키는 밴드 형상의 $Mg_{17}Al_{12}$ 입자의 분율이 소성 가공을 실시하기에 앞서 시효 처리함에 따라 2.3%에서 0.5%로 크게 감소하고, (ii) 인장 응력이 가해질 때, 본원 실시예 1에서 제조된 마그네슘 합금 가공재는 비교예 1에서 제조된 마그네슘 합금 가공재에 비해 마그네슘 기체에 고용되어 있는 Al 용질의 함량이 시효 처리에 의해 감소되어, 비교예 1의 가공재와 달리 연성 저하를 일으킨다고 알려져 있는 톱니형상의 인장 유동(serrated tensile flow)이 발생하지 않기 때문이다.

[95]

[96] 아래 표 4는, 본원 실시예 2-1 내지 2-3 및 비교예 2에서 제조된 마그네슘 합금 가공재를 대상으로 한 상온 인장 시험(crosshead speed: 1.5 mm/분) 결과이다.

[97] 표 4에 따르면, 본원 실시예 2-1 내지 2-3에서 제조된 마그네슘 합금 가공재는, 선시효 처리를 수행하지 않은 비교예 2의 마그네슘 합금 가공재와 비교해, 소성 가공을 실시하기에 앞서 시효 처리함에 따라 형성된 이차상(Mg_2Sn) 석출 입자의 결정립계 피닝 효과를 통한 결정립 미세화 및 석출 경화 효과를 통해 향상된 강도를 가짐을 알 수 있다.

[98] [표 4]

[99]

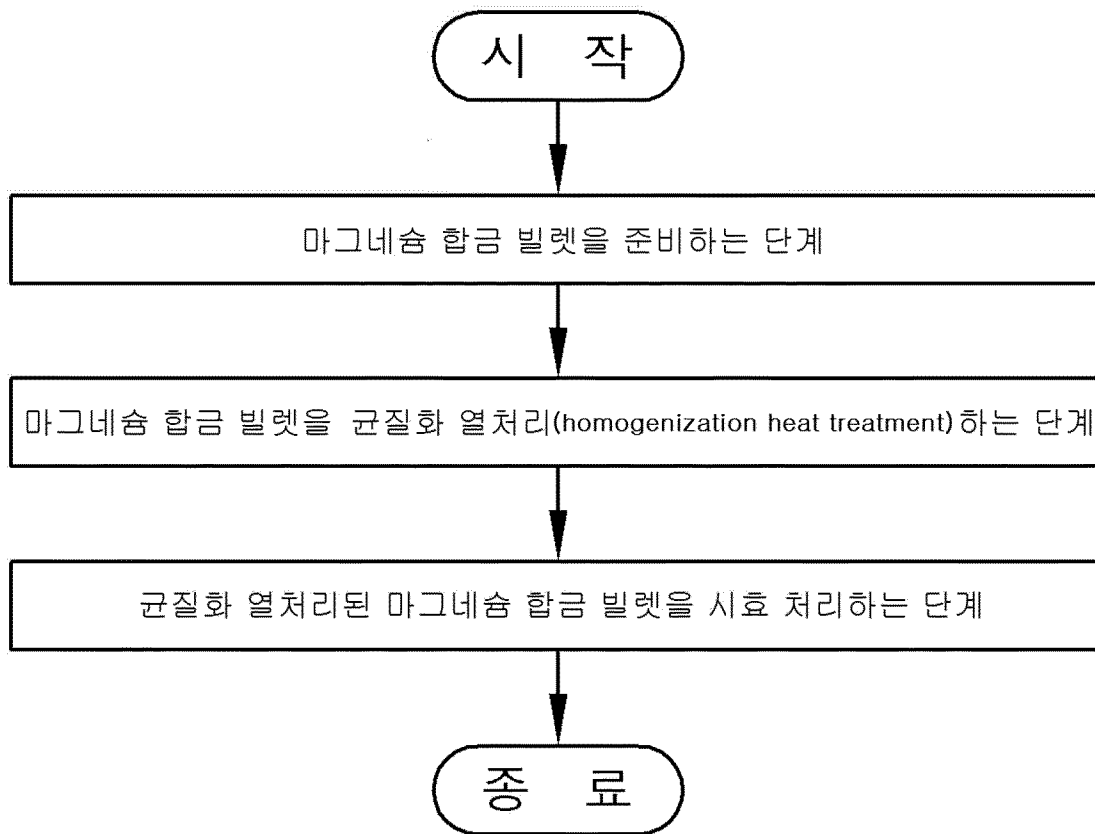
압출재	시효조건	압출 조건 (온도_램속도)								
		200°C_0.1 mm/초			250°C_1 mm/초			250°C_8 mm/초		
		항복강도 (MPa)	인장강도 (MPa)	연신율 (%)	항복강도 (MPa)	인장강도 (MPa)	연신율 (%)	항복강도 (MPa)	인장강도 (MPa)	연신율 (%)
비교예 2	시효처리 X	321	348	10.9	242	311	12.1	171	272	11.4
실시예 2-1	200°C 64시간	335 (+14)	359 (+11)	6.5	260 (+18)	319 (+8)	10.1	188 (+17)	278 (+6)	14.6
실시예 2-2	200°C 12시간	333 (+12)	361 (+13)	5.7	255 (+13)	319 (+8)	9.6	191 (+20)	281 (+9)	13.3
실시예 2-3	400°C 4시간	-	-	-	-	-	-	180 (+9)	274 (+2)	14.1

청구범위

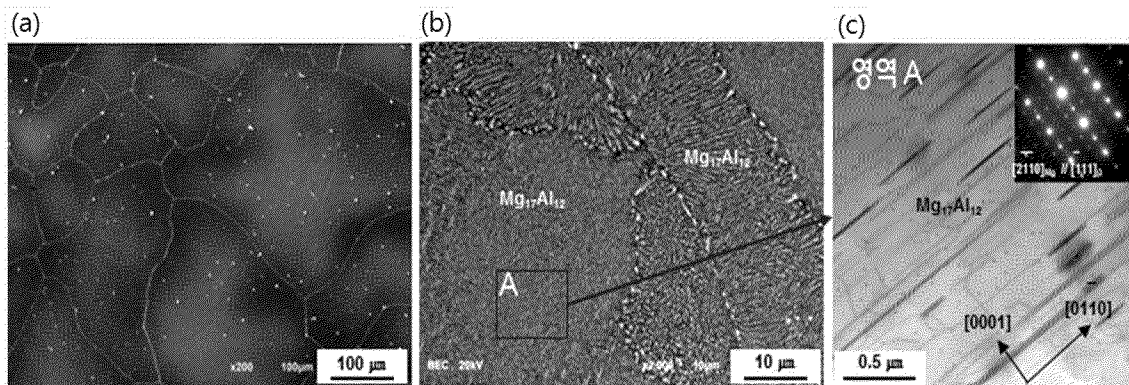
- [청구항 1] (a) 마그네슘 합금 빌렛을 준비하는 단계;
(b) 상기 마그네슘 합금 빌렛을 균질화 열처리(homogenization heat treatment)하는 단계; 및
(c) 상기 균질화 열처리된 마그네슘 합금 빌렛을 시효 처리하는 단계;를 포함하는 마그네슘 합금 빌렛의 제조방법.
- [청구항 2] 제1항에 있어서,
상기 단계 (a)는 하기 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 마그네슘 합금 빌렛의 제조방법:
(i) 마그네슘 및 합금원소를 포함하는 용탕을 준비하는 단계; 및
(ii) 650 내지 750 °C의 온도에서 상기 용탕을 몰드에 주입하여 빌렛을 형성하는 단계.
- [청구항 3] 제1항에 있어서,
상기 단계 (b)에서 350 내지 550 °C에서 0.5 내지 96 시간 동안 균질화 열처리하는 것을 특징으로 하는 마그네슘 합금 빌렛의 제조방법.
- [청구항 4] 제1항에 있어서,
상기 단계 (b)에서 상기 마그네슘 합금 빌렛을 250 내지 350 °C의 온도로 선예열(pre-heating)한 후 균질화 열처리하는 것을 특징으로 하는 마그네슘 합금 빌렛의 제조방법.
- [청구항 5] 제1항에 있어서,
상기 단계 (b)는 상기 마그네슘 합금 빌렛을 균질화 열처리한 후에 냉각하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 마그네슘 합금 빌렛의 제조방법.
- [청구항 6] 제1항에 있어서,
상기 단계 (c)에서 100 내지 500 °C의 온도에서 1 내지 300 시간 동안 시효 처리하는 것을 특징으로 하는 마그네슘 합금 빌렛의 제조방법.
- [청구항 7] 제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 단계 (c)에서 시효 처리된 마그네슘 합금 빌렛을 열간 또는 온간 가공하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 마그네슘 합금 가공재의 제조방법.
- [청구항 8] 제7항에 있어서,
상기 열간 또는 온간 가공은 압연, 압출 또는 단조로부터 선택되는 1종 이상의 방법을 이용하여 수행하는 것을 특징으로 하는 마그네슘 합금 가공재의 제조방법.
- [청구항 9] 제7항에 있어서,
상기 시효 처리된 마그네슘 합금 빌렛을 열간 또는 온간 가공한 후, 시효 처리하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 마그네슘 합금 가공재의 제조방법.

- [청구항 10] 제9항에 있어서,
상기 열간 또는 온간 가공 후의 시효 처리는 150 내지 250 °C에서 1 내지 360 시간 동안 수행하는 것을 특징으로 하는 마그네슘 합금 가공재의 제조방법.
- [청구항 11] 제7항에 기재된 방법에 의해 제조된 마그네슘 합금 가공재.

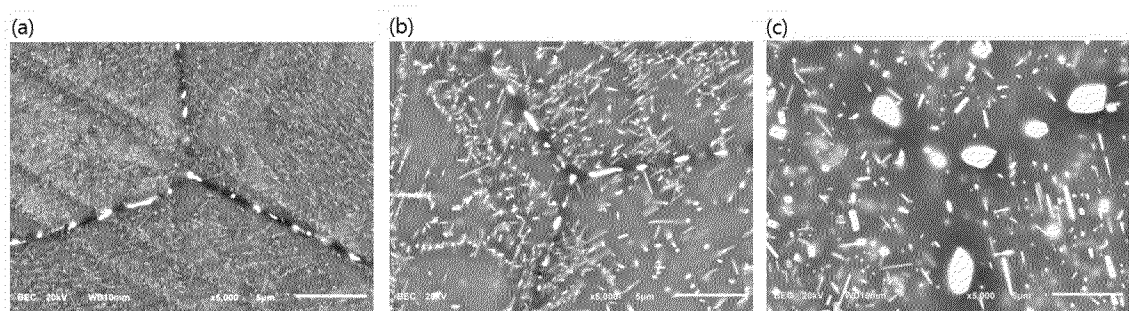
[도1]



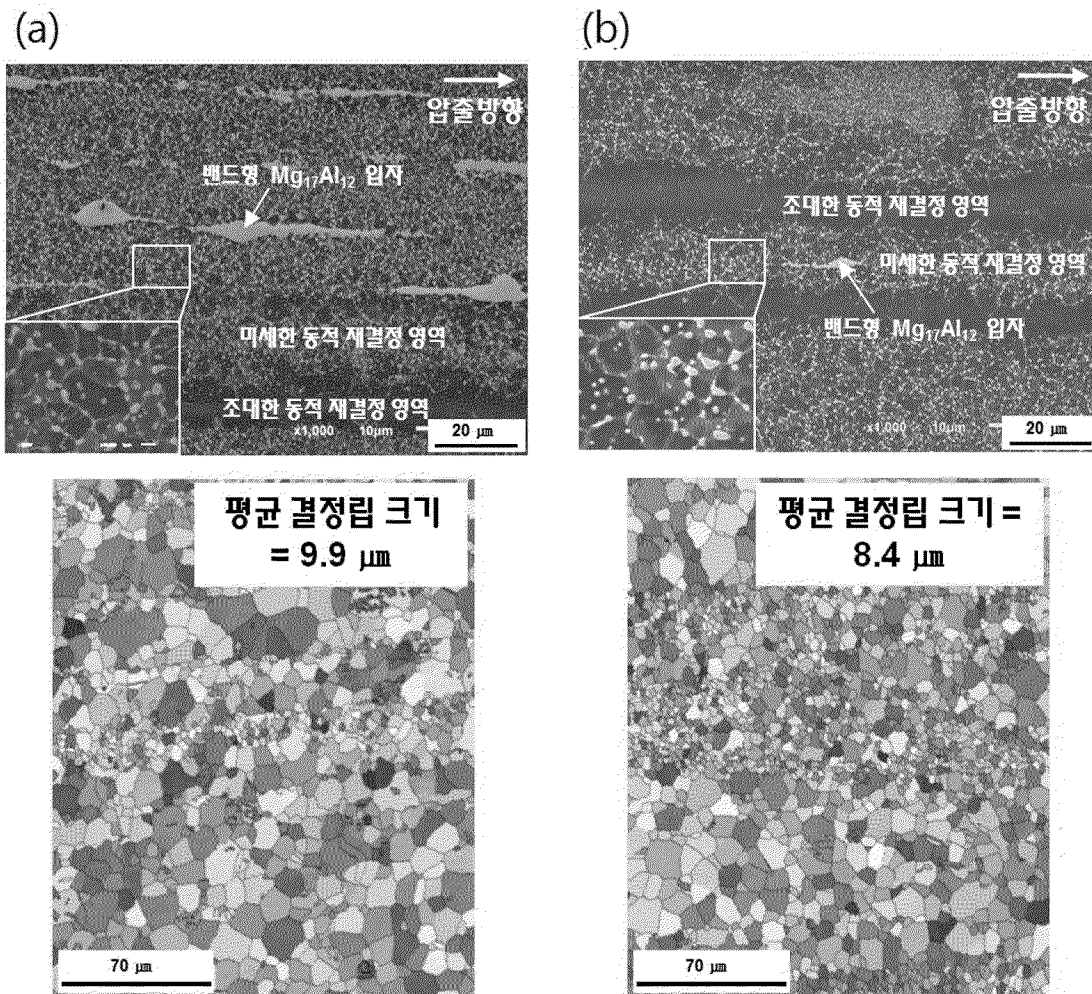
[도2]



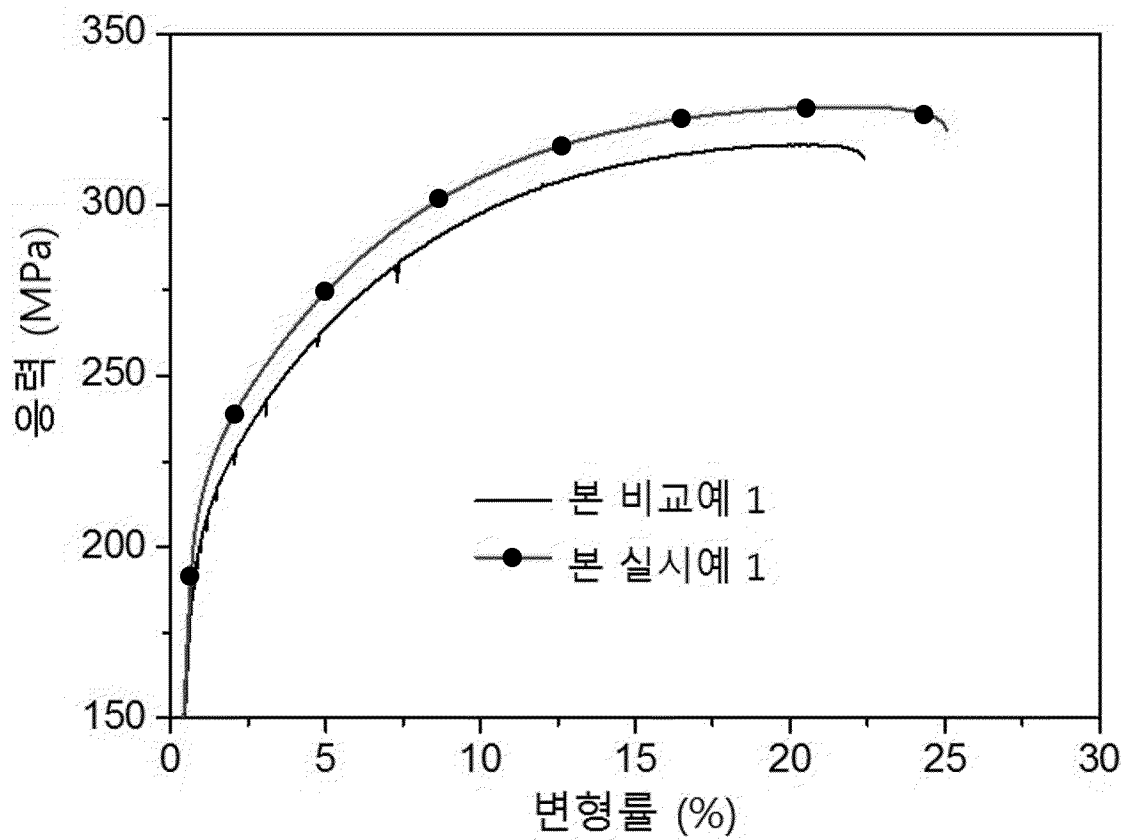
[도3]



[도4]



[도5]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/KR2015/005017**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER*****C22F 1/06(2006.01)i, C22C 23/00(2006.01)i***

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C22F 1/06; C22C 23/02; B22D 17/00; C22C 23/00; B21C 23/00; B22D 21/04; B21C 23/14

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Korean Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Japanese Utility models and applications for Utility models: IPC as above

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

eKOMPASS (KIPO internal) & Keywords: magnesium alloys, homogenization heat treatment, aging process, hot working, warm working, plastic working

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	KR 10-1400140 B1 (KOREA INSTITUTE OF MACHINERY & MATERIALS) 30 May 2014 See abstract, paragraphs [0056]-[0068], claims 1, 4, 7, 8 and figure 1.	1-11
Y	JP 2006-176873 A (AISIN SEIKI CO., LTD.) 06 July 2006 See abstract and claims 4-6.	1-11
A	KR 10-2012-0095184 A (KOREA INSTITUTE OF MACHINERY & MATERIALS) 28 August 2012 See abstract, paragraphs [0047]-[0066] and claim 7.	1-11
A	KR 10-0994812 B1 (KOREA INSTITUTE OF MACHINERY & MATERIALS) 16 November 2010 See abstract, paragraphs [0032]-[0039] and claim 7.	1-11
A	KR 10-1999-0071071 A (SHIN, Kwang Seon) 15 September 1999 See abstract, claims 1-3 and figure 1.	1-11



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

31 AUGUST 2015 (31.08.2015)

Date of mailing of the international search report

31 AUGUST 2015 (31.08.2015)

Name and mailing address of the ISA/KR

Korean Intellectual Property Office
Government Complex-Daejeon, 189 Seonsa-ro, Daejeon 302-701,
Republic of Korea

Facsimile No. 82-42-472-7140

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/KR2015/005017

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member	Publication date
KR 10-1400140 B1	30/05/2014	WO 2014-106989 A1	10/07/2014
JP 2006-176873 A	06/07/2006	NONE	
KR 10-2012-0095184 A	28/08/2012	KR 10-1277297 B1	20/06/2013
KR 10-0994812 B1	16/11/2010	NONE	
KR 10-1999-0071071 A	15/09/1999	KR 10-0360994 B1	25/02/2003

A. 발명이 속하는 기술분류(국제특허분류(IPC))

C22F 1/06(2006.01)i, C22C 23/00(2006.01)i

B. 조사된 분야

조사된 최소문헌(국제특허분류를 기재)

C22F 1/06; C22C 23/02; B22D 17/00; C22C 23/00; B21C 23/00; B22D 21/04; B21C 23/14

조사된 기술분야에 속하는 최소문헌 이외의 문헌

한국등록실용신안공보 및 한국공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC

일본등록실용신안공보 및 일본공개실용신안공보: 조사된 최소문헌란에 기재된 IPC

국제조사에 이용된 전산 데이터베이스(데이터베이스의 명칭 및 검색어(해당하는 경우))

eKOMPASS(특허청 내부 검색시스템) & 키워드: 마그네슘 합금, 균질화 열처리, 시효 처리, 열간 가공, 온간 가공, 소성 가공

C. 관련 문헌

카테고리*	인용문헌명 및 관련 구절(해당하는 경우)의 기재	관련 청구항
Y	KR 10-1400140 B1 (한국기계연구원) 2014.05.30 요약, 단락 [0056]-[0068], 청구항 1, 4, 7, 8 및 도면 1 참조.	1-11
Y	JP 2006-176873 A (AISIN SEIKI CO., LTD.) 2006.07.06 요약 및 청구항 4-6 참조.	1-11
A	KR 10-2012-0095184 A (한국기계연구원) 2012.08.28 요약, 단락 [0047]-[0066] 및 청구항 7 참조.	1-11
A	KR 10-0994812 B1 (한국기계연구원) 2010.11.16 요약, 단락 [0032]-[0039] 및 청구항 7 참조.	1-11
A	KR 10-1999-0071071 A (신광선) 1999.09.15 요약, 청구항 1-3 및 도면 1 참조.	1-11

☐ 추가 문헌이 C(계속)에 기재되어 있습니다.

☒ 대응특허에 관한 별지를 참조하십시오.

* 인용된 문헌의 특별 카테고리:

“A” 특별히 관련이 없는 것으로 보이는 일반적인 기술수준을 정의한 문헌

“T” 국제출원일 또는 우선일 후에 공개된 문헌으로, 출원과 상충하지 않으며 발명의 기초가 되는 원리나 이론을 이해하기 위해 인용된 문헌

“E” 국제출원일보다 빠른 출원일 또는 우선일을 가지나 국제출원일 이후에 공개된 선출원 또는 특허 문헌

“X” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌 하나만으로 청구된 발명의 신규성 또는 진보성이 없는 것으로 본다.

“L” 우선권 주장에 의문을 제기하는 문헌 또는 다른 인용문헌의 공개일 또는 다른 특별한 이유(이유를 명시)를 밝히기 위하여 인용된 문헌

“Y” 특별한 관련이 있는 문헌. 해당 문헌이 하나 이상의 다른 문헌과 조합하는 경우로 그 조합이 당업자에게 자명한 경우 청구된 발명은 진보성이 없는 것으로 본다.

“O” 구두 개시, 사용, 전시 또는 기타 수단을 언급하고 있는 문헌

“&” 동일한 대응특허문헌에 속하는 문헌

“P” 우선일 이후에 공개되었으나 국제출원일 이전에 공개된 문헌

국제조사의 실제 완료일

2015년 08월 31일 (31.08.2015)

국제조사보고서 발송일

2015년 08월 31일 (31.08.2015)

ISA/KR의 명칭 및 우편주소



대한민국 특허청
(35208) 대전광역시 서구 청사로 189,
4동 (둔산동, 정부대전청사)

팩스 번호 +82-42-472-7140

심사관

조한솔

전화번호 +82-42-481-5580



국제조사보고서에서 인용된 특허문헌	공개일	대응특허문헌	공개일
KR 10-1400140 B1	2014/05/30	WO 2014-106989 A1	2014/07/10
JP 2006-176873 A	2006/07/06	없음	
KR 10-2012-0095184 A	2012/08/28	KR 10-1277297 B1	2013/06/20
KR 10-0994812 B1	2010/11/16	없음	
KR 10-1999-0071071 A	1999/09/15	KR 10-0360994 B1	2003/02/25