



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2013년06월17일
(11) 등록번호 10-1275054
(24) 등록일자 2013년06월10일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

B22F 9/16 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2012-0076295

(22) 출원일자 2012년07월12일

심사청구일자 2012년07월12일

(56) 선행기술조사문헌

KR101135159 B1*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

한국지질자원연구원

대전광역시 유성구 과학로 124 (가정동)

(72) 발명자

임재원

대전광역시 유성구 가정로 63, 110동 1105호(신성동, 하나아파트)

오정민

대전광역시 대덕구 우암로 463, 103동 201호 (비래동, 금성백조아파트)

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

특허법인 대아

전체 청구항 수 : 총 4 항

심사관 : 강민석

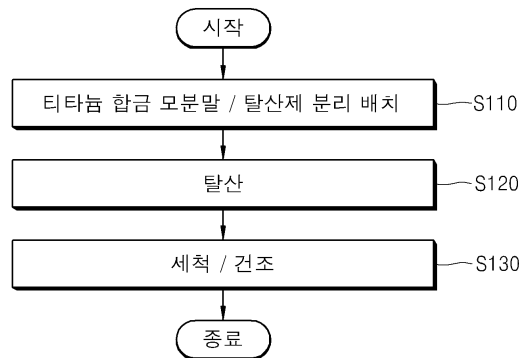
(54) 발명의 명칭 **저산소 티타늄 합금 분말의 제조 방법**

(57) 요약

저산소 티타늄 합금 분말의 제조 방법에 대하여 개시한다.

본 발명에 따른 저산소 티타늄 합금 분말 제조 방법은 상부가 개방되어 있는 하부 용기에 탈산제 80~120중량부를 배치하고, 상기 하부 용기 상에 결합되며 하부면이 시브(sieve)로 되어 있는 상부 용기의 상기 시브 상에 티타늄 합금 모분말 100중량부를 배치하는 단계; (b) 상기 하부 용기 및 상부 용기 내부를 950~1050℃로 가열하여, 진공 하에서 1~3시간동안 상기 탈산제 증발을 이용하여 상기 티타늄 합금 모분말을 탈산하는 단계; 및 (c) 상기 탈산된 티타늄 합금 분말을 세척한 후, 건조하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

이백규

대전광역시 중구 태평로 71, 36동 13호 (태평동,
삼부아파트)

서창열

대전광역시 유성구 배울2로 42, 503동 1402호 (관
평동, 대덕테크노밸리 신동아아파트)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 GP2012-019

부처명 지식경제부

연구사업명 주요사업-기관고유임무형-기본

연구과제명 티타늄계 합금 스크랩의 불순물 제어 및 활용 기술 개발

주관기관 한국지질자원연구원

연구기간 2012.01.01 ~ 2014.12.31

특허청구의 범위

청구항 1

(a) 상부가 개방되어 있는 하부 용기에 탈산제 80~120중량부를 배치하고, 상기 하부 용기 상에 결합되며 하부면이 시브(sieve)로 되어 있는 상부 용기의 상기 시브 상에 3,000중량ppm 이상의 산소를 포함하는 티타늄 합금 모분말 100중량부를 배치하는 단계;

(b) 상기 하부 용기 및 상부 용기 내부를 950~1050℃로 가열하여, 1×10^{-5} torr의 진공 하에서 1~3시간동안 상기 탈산제 증발을 이용하여 상기 티타늄 합금 모분말을 탈산하는 단계; 및

(c) 상기 탈산된 티타늄 합금 분말을 세척한 후, 건조하는 단계;를 포함하며,

상기 티타늄 합금 모분말은 Ti-6Al-4V이며,

상기 (c) 단계에서 얻은 티타늄 합금 분말의 산소 함량이 1,760 내지 2,000중량ppm인 것을 특징으로 하는 저산소 티타늄 합금 분말의 제조 방법.

청구항 2

삭제

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 (c) 단계에서, 세척은

수 세척(water washing) 및 산 세척(acid washing) 중에서 1종 이상의 방법으로 실시되는 것을 특징으로 하는 저산소 티타늄 합금 분말의 제조 방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 (c) 단계에서, 건조는

진공 건조(vacuum drying) 방식으로 실시되는 것을 특징으로 하는 저산소 티타늄 합금 분말의 제조 방법.

청구항 5

제1항, 제3항, 제4항 중 어느 하나의 항에 기재된 방법으로 제조되어, 산소 함량이 1,760 내지 2,000중량ppm인 저산소 티타늄 합금 분말.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 Ti-6Al-4V와 같은 티타늄 합금 분말 제조 방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 산소 함량이 2,000ppm 이하인 저산소 티타늄 합금 분말을 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 티타늄(Ti) 합금은 경량 소재임에도 불구하고, 높은 인장강도, 내식성을 갖는 특성으로 인하여 항공기, 우주선,

의료 장비, 스포츠 장비 등 다양한 분야에서 활용되고 있다.

- [0003] Ti-6Al-4V(중량%로, Ti: 90%, Al: 6%, V: 4%)와 같은 상용의 티타늄 합금 분말은 대략 수천 중량ppm 정도의 산소를 함유하고 있다. 이러한 높은 함량의 산소로 인하여 티타늄 합금 분말로부터 제조된 소재의 경우, 목표하는 물성이 제대로 나타나기 어렵다.
- [0004] 따라서, 이러한 티타늄 합금 분말의 높은 산소 함량을 낮추어, 보다 고순도의 티타늄 합금 분말을 제조할 필요성이 있다.
- [0005] 본 발명과 관련된 배경기술로는 등록특허공보 제10-1014350호(2011.02.15. 공고)에 개시된 고순도 티타늄 합금 분말의 제조방법이 있다.
- [0006] 상기 문헌에 기재된 고순도 티타늄 합금 분말 제조 방법의 경우, 티타늄 합금 표면 환원, 세척, 수소화반응, 분쇄 및 탈수소화 과정으로 수행된다. 그러나, 이러한 방법의 경우, 제조된 티타늄 합금 분말의 산소 함량이 대략 2000중량ppm 이상으로, 여전히 산소 함량이 높은 것으로 알려져 있다.
- [0007] 따라서, 산소 함량 2000중량ppm 이하의 저산소 티타늄 합금 분말 제조 기술이 요구된다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0008] 본 발명의 목적은 높은 탈산 효율을 나타낼 수 있어, 산소 함량이 낮은 저산소 티타늄 합금 분말을 제조 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0009] 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명의 실시예에 따른 저산소 티타늄 합금 분말의 제조 방법은 (a) 상부가 개방되어 있는 하부 용기에 탈산제 80~120중량부를 배치하고, 상기 하부 용기 상에 결합되며 하부면이 시브(sieve)로 되어 있는 상부 용기의 상기 시브 상에 티타늄 합금 모분말 100중량부를 배치하는 단계; (b) 상기 하부 용기 및 상부 용기 내부를 950~1050℃로 가열하여, 진공 하에서 1~3시간동안 상기 탈산제 증발을 이용하여 상기 티타늄 합금 모분말을 탈산하는 단계; 및 (c) 상기 탈산된 티타늄 합금 분말을 세척한 후, 건조하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0010] 이때, 상기 티타늄 합금은 Ti-6Al-4V, Ti-6Al-6V-2Sn, Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo, Ti-10V-2Fe-3Al, Ti-7Al-4Mo 및 Ti-13V-11Cr-3Al 등 상용 티타늄 합금 중에서 선택될 수 있다.
- [0011] 또한, 상기 탈산제는 칼슘을 이용할 수 있다.
- [0012] 또한, 세척은 수 세척(water washing) 및 산 세척(acid washing) 중에서 1종 이상의 방법으로 실시될 수 있다.
- [0013] 또한, 건조는 진공 건조(vacuum drying) 방식으로 실시될 수 있다.

발명의 효과

- [0014] 본 발명에 따른 저산소 티타늄 합금 분말의 제조 방법은 티타늄 합금 모분말 100중량부에 대하여 탈산제 80~120중량부를 이용하여, 950~1050℃에서 1~3시간동안 탈산을 수행한다.
- [0015] 그 결과, 산소 함량 2000중량ppm 이하의, 저산소 티타늄 합금 분말을 제조할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0016] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 저산소 티타늄 합금 분말의 제조 방법을 개략적으로 나타낸 것이다.

도 2는 본 발명에 따른 저산소 티타늄 합금 분말 제조에 이용될 수 있는 장치를 개략적으로 나타낸 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0017] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 첨부되는 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나, 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 것이며, 단지 본 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다. 명세서 전체에 걸쳐 동일 참조 부호는 동일 구성요소를 지칭한다.
- [0018] 이하 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 저산소 티타늄 합금 분말의 제조 방법에 관하여 상세히 설명하면 다음과 같다.
- [0019] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 저산소 티타늄 합금 분말의 제조 방법을 개략적으로 나타낸 것이다.
- [0020] 도 1을 참조하면, 본 발명에 따른 저산소 티타늄 합금 분말의 제조 방법은 티타늄 합금 모분말 / 탈산제 배치 단계(S110), 탈산 단계(S120) 및 세척 / 건조 단계(S130)를 포함한다.
- [0021] 먼저, 티타늄 합금 모분말 / 탈산제 배치 단계(S110)에서는 도 2에 도시된 예와 같은 탈산용기 내에, 티타늄 합금 모분말과 탈산제를 각각 분리 배치한다. 본 발명에서는 티타늄 합금 모분말과 탈산제를 분리 배치하는데, 이는 티타늄 합금 모분말과 탈산제를 함께 배치하는 경우, 탈산제의 용융에 의하여 탈산 후 탈산제의 분리가 어려워지는 문제점이 있기 때문이다.
- [0022] 티타늄 합금은 Ti-6Al-4V, Ti-6Al-6V-2Sn, Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo, Ti-10V-2Fe-3Al, Ti-7Al-4Mo, Ti-13V-11Cr-3Al 등이 될 수 있다.
- [0023] 탈산용기는 하부 용기(220a) 및 상부 용기(220b)를 포함한다. 하부 용기(220a)는 상부가 개방되어 있으며, 탈산제가 배치된다. 상부 용기(220b)는 하부 용기(220a) 상에 결합되며, 티타늄 합금 모분말이 배치된다. 이때, 상부 용기(220b)의 하부면은 시브(sieve)(240)로 되어 있어, 하부 용기(220a)에서 증발되는 탈산제가 시브를 통과하면서 티타늄 합금 모분말의 탈산이 이루어지도록 한다.
- [0024] 한편, 하부 용기(220a) 내부가 탈산제의 용융온도 이상으로 가열되면, 탈산제가 용융되고, 이 경우 탈산 장치 사용 후 응고되어 하부 용기 내부에 붙어있는 탈산제를 완전히 제거하기 어렵다. 따라서, 하부 용기(220a)의 재사용이 어려워질 수 있다. 이를 해결하기 위해, 하부 용기(220a) 내에 장착되어, 탈산제를 직접 저장하는 1회용의 탈산제 저장 컵(230)을 이용하는 것이 보다 바람직하다.
- [0025] 한편, 탈산제는 티타늄 합금 모분말 100중량부에 대하여, 80~120중량부로 사용되는 것이 바람직하다. 탈산제의 사용량이 티타늄 합금 모분말 100 중량부 대비 80 중량부 미만일 경우, 탈산 효과가 불충분하다. 반대로, 탈산제의 사용량이 티타늄 합금 모분말 100 중량부 대비 120 중량부를 초과하는 경우, 더 이상의 탈산 효과 향상없이 탈산제 사용량만 증가할 수 있다.
- [0026] 다음으로, 탈산 단계(S120)에서는 다음으로, 탈산 단계(S120)에서는 하부 용기(220a) 및 상부 용기(220b) 내부를 950~1050℃로 가열하여, 진공 하에서 1~3시간동안 탈산제 증발을 이용하여 티타늄 합금 모분말을 탈산한다. 탈산은 탈산제가 증발하면서 티타늄 합금 모분말과 접촉하고, 이에 의해 티타늄 합금 모분말에 함유된 산소(O)가 탈산제와 화학반응하는 과정으로 이루어진다.
- [0027] 이때, 탈산은 950~1050℃에서 1~3시간동안 수행되는 것이 바람직하다. 탈산 온도가 950℃ 미만이거나 탈산 유지시간이 1시간 미만일 경우, 탈산이 불충분하여 목표로 하는 산소 함량 2000중량ppm 이하 저산소 티타늄 합금 분말을 얻기 어렵다. 반대로, 탈산 온도가 1050℃를 초과하거나 탈산 시간이 3시간을 초과하는 경우, 티타늄 합금 분말의 소결 및 응집현상으로 인하여, 탈산 후 CaO와 같은 탈산 부산물의 완전 제거가 어렵다.

[0028] 다음으로, 세척 / 건조 단계(S130)에서는 탈산된 티타늄 합금 분말을 세척하여, 탈산된 티타늄 합금 분말 표면의 칼슘산화물과 같은 탈산 부산물을 제거한 후, 건조함으로써 최종 티타늄 합금 분말을 수득한다.

[0029] 세척은 수 세척(water washing) 및 산 세척(acid washing) 중에서 1종 이상의 방법으로 실시될 수 있다. 산 세척의 경우, 대략 10중량% HCl 용액을 이용할 수 있다. 저산소 티타늄 합금 분말 수득을 위하여, 수 세척 및 산 세척을 수회 반복하여 실시하는 것이 보다 바람직하다.

[0030] 건조는 다양한 방법으로 실시될 수 있으나, 저산소 티타늄 합금 분말 수득을 위하여 진공 건조(vacuum drying) 방식으로 실시되는 것이 보다 바람직하다. 진공건조는 대략 60℃에서 2시간 정도 실시될 수 있다.

[0031] **실시예**

[0032] 이하, 본 발명의 바람직한 실시예를 통해 본 발명에 따른 저산소 티타늄 합금 분말 제조 방법에 대하여 살펴보기로 한다. 다만, 이는 본 발명의 바람직한 예시로 제시된 것이며 어떠한 의미로도 이에 의해 본 발명이 제한되는 것으로 해석될 수는 없다.

[0033] 여기에 기재되지 않은 내용은 이 기술 분야에서 숙련된 자이면 충분히 기술적으로 유추할 수 있는 것이므로 그 설명을 생략하기로 한다.

[0034] **1. 실험 장치**

[0035] 본 실험을 위하여 도 2에 도시된 바와 같이 특수 제작한 탈산 장치를 이용하였다.

[0036] 외부 용기(210)는 증발된 탈산제(칼슘)가 누설되는 것을 방지하기 위한 것으로, 그 재질은 스틸을 이용하였다. 내부용기(220)는 하부 용기(220a), 상부 용기(220b), 그리고 하부 용기(220a)와 상부 용기(220b)를 체결하는 결합부(220c)로 구성하였으며, 각 부분의 재질은 스틸을 이용하였다.

[0037] 상부 용기(220a)는 티타늄 합금 모분말(201)이 장입되는 것으로, 하부에 시브(240)가 결합된 형태를 갖는다. 또한, 시브(240)가 움직이지 않도록 테두리를 가스켓으로 고정하였다. 또한, 티타늄 합금 모분말(201)이 낙하하지 않도록, 시브(240)는 150mesh인 것을 이용하였다. 하부 용기(220b)는 탈산제가 고온에서 상부 방향으로 증발하도록 설계하였으며, 하부 용기(220b)의 재사용을 위하여 1회용의 탈산제 저장 컵(230)을 이용하였다. 내부용기(220) 배치 후에는 내부 용기 덮개(221)와 외부 용기 덮개(211)를 이용하여 탈산 용기를 밀폐하였다.

[0038] **2. 티타늄 합금 분말의 제조**

[0039] 티타늄 합금 모분말로 3,870 중량ppm의 산소를 포함하는 Ti-6Al-4V 분말을 이용하였다. 탈산제는 칼슘을 Ti-6Al-4V와 동일한 양으로 이용하였다. 탈산은 1×10^{-5} torr의 진공 하에서 표 1에 기재된 조건으로 각각 2시간동안 실시하였다.

[0040] 이후, 탈산된 Ti-6Al-4V 분말을 물 세척 및 산 세척(10중량% HCl 용액)을 3회 반복 실시한 후, 60℃에서 2시간 동안 진공 건조하여 Ti-6Al-4V 분말을 수득하였다.

[0041] [표 1]

No.	탈산온도 (°C)	탈산후 산소 함량 (중량ppm)	설 명	비 고
1	900	2,250	산소 저감 효과 떨어짐	비교예
2	1,000	1,760	최저 산소 함량 분석	실시예
3	1,100	3,310	분말의 회수가 곤란함	비교예

[0042]

[0043] 3. 산소 함량 측정

[0044] 이후, 탈산 후, 시편 1~6에 따른 Ti-6Al-4V 분말을 산소/질소 분석기(LECO TCH-600)를 이용하여 산소함량을 측정하였다.

[0045] 표 1을 참조하면, 탈산온도에 따른 본 발명에서 제시된 조건을 만족하는 시편 2의 경우, 산소 함량이 2,000 중량ppm 이하를 나타내었다.

[0046] 반면, 탈산 온도가 900℃로 상대적으로 낮은 시편 1의 경우, 산소함량이 2,000중량ppm을 초과하였는데, 이는 Ti-6Al-4V 분말의 탈산이 더 높은 온도를 필요로 하기 때문이라 볼 수 있다.

[0047] 또한 탈산 온도가 1100℃로 상대적으로 높은 시편 3의 경우, 산소함량이 3,000중량ppm을 초과하였는데, 이는 Ti-6Al-4V 분말이 칼슘과 응집되어 탈산 후 CaO가 완전히 제거되지 않았기 때문이라 볼 수 있다.

[0048] 이상에서는 본 발명의 일 실시예를 중심으로 설명하였지만, 당업자의 수준에서 다양한 변경이나 변형을 가할 수 있다. 이러한 변경과 변형이 본 발명의 범위를 벗어나지 않는 한 본 발명에 속한다고 할 수 있다. 따라서 본 발명의 권리범위는 이하에 기재되는 청구범위에 의해 판단되어야 할 것이다.

부호의 설명

[0049] S110 : 티타늄 합금 모분말 / 칼슘 배치 단계

S120 : 탈산 단계

S130 : 세척 / 건조 단계

201 : 티타늄 합금 모분말

202 : 탈산제

210 : 외부 용기

211 : 외부 용기 덮개

220 : 내부 용기

220a : 하부 용기

220b : 상부 용기

220c : 결합부

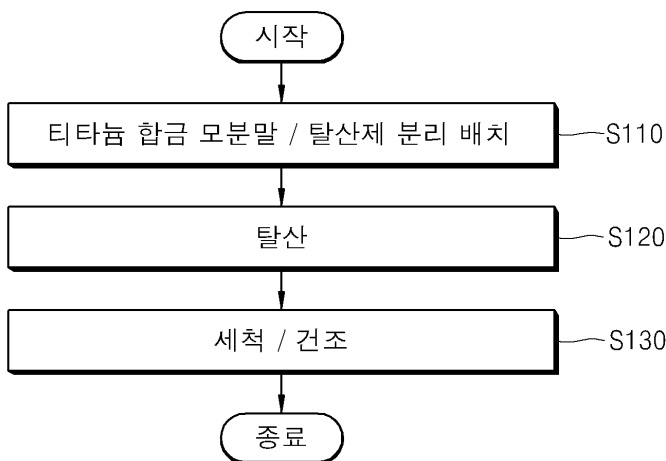
221 : 내부 용기 덮개

230 : 탈산제 저장 컵

240 : 시브

도면

도면1



도면2

