



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년10월15일
 (11) 등록번호 10-1450661
 (24) 등록일자 2014년10월07일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B22F 3/105 (2006.01) *B22F 9/02* (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2014-0047938
 (22) 출원일자 2014년04월22일
 심사청구일자 2014년04월22일
 (56) 선행기술조사문헌
 KR1020060110431 A
 KR1020130125649 A
 KR1020110077623 A
 KR1020130002488 A

(73) 특허권자
 한국지질자원연구원
 대전광역시 유성구 과학로 124 (가정동)
 (72) 발명자
 권한중
 대전 서구 둔산로 15, 108동 1005호 (둔산동, 향
 촌아파트)
 정선아
 대전 서구 청사로 70, 102동 801호 (월평동, 누리
 아파트)
 (뒷면에 계속)
 (74) 대리인
 특허법인 대아

전체 청구항 수 : 총 11 항

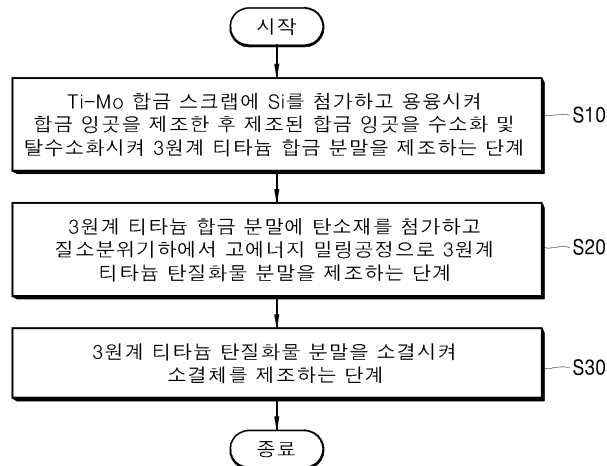
심사관 : 신귀임

(54) 발명의 명칭 **기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 3원계 티타늄 탄질화물 소결체**

(57) 요약

본 발명은 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 3원계 티타늄 탄질화물 소결체에 관한 것으로, 더욱 구체적으로 Ti-Mo 합금 스크랩에 Si를 첨가하고 용융시켜 합금 잉곳을 제조한 후 수소화 및 탈수소화시켜 3원계 티타늄 합금 분말을 제조하는 단계; 상기 제조된 3원계 티타늄 합금 분말에 탄소재를 첨가하고 질소분위기 하에서 고에너지 밀링공정으로 3원계 티타늄 탄질화물 분말을 제조하는 단계; 및 상기 제조된 3원계 티타늄 탄질화물 분말을 소결시켜 소결체를 제조하는 단계;를 포함하는 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법에 관한 것이다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

서창열

대전 유성구 배울2로 42, 503동 1402호 (관평동,
신동아과밀리에)

노기민

대전 서구 만년로 45, 109동 806호 (만년동, 초원
아파트)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 GP2012-019

부처명 미래창조과학부

연구관리전문기관 산업기술연구회

연구사업명 주요사업-기관고유임무형

연구과제명 티타늄계 합금 스크랩의 불순물 제어 및 활용 기술 개발

기여율 1/1

주관기관 한국지질자원연구원

연구기간 2012.01.01 ~ 2014.12.31

특허청구의 범위

청구항 1

Ti-Mo 합금 스크랩에 Si를 첨가하고 용융시켜 합금 잉곳을 제조한 후 수소화 및 탈수소화시켜 3원계 티타늄 합금 분말을 제조하는 단계;

상기 제조된 3원계 티타늄 합금 분말에 탄소재를 첨가하고 질소분위기 하에서 고에너지 밀링공정으로 3원계 티타늄 탄질화물 분말을 제조하는 단계; 및

상기 제조된 3원계 티타늄 탄질화물 분말을 소결시켜 소결체를 제조하는 단계;를 포함하는 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 Si는 Ti-Mo 합금 스크랩에 대해 0.25 ~ 2.0%의 무게비로 첨가되는 것을 특징으로 하는 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 수소화는 550 ~ 650 °C에서 2 ~ 4시간 동안 수행되는 것을 특징으로 하는 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 탈수소화는 650 ~ 750 °C에서 2 ~ 4시간 동안 수행되는 것을 특징으로 하는 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 탄소재는 흑연인 것을 특징으로 하는 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 탄소재는 3원계 티타늄 합금 분말에 대해 0.5 ~ 1의 몰비로 첨가되는 것을 특징으로 하는 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 고에너지 밀링공정은 200 ~ 300 rpm에서 15 ~ 20시간 동안 수행되는 것을 특징으로 하는 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 고에너지 밀링공정시 질소의 분압은 0.8 ~ 1.2 atm인 것을 특징으로 하는 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 3원계 티타늄 탄질화물 분말의 크기는 500 nm ~ 1 μm인 것을 특징으로 하는 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법.

청구항 10

제1항에 있어서,

상기 소결은 방전 플라즈마 소결법으로 수행되며, 1800 ~ 1900 °C의 온도에서 수행되는 것을 특징으로 하는 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법.

청구항 11

제1항에 있어서,

상기 소결체는 평균 입경이 10 ~ 20 μm인 것을 특징으로 하는 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법.

청구항 12

삭제

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 3원계 티타늄 탄질화물 소결체에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 티타늄 탄질화물은 고경도, 우수한 내마모성, 화학적 안정성과 같은 장점을 지니고 있어 절삭 공구 등 고경도 재료가 필요한 분야에 사용되고 있다. 이러한 장점뿐 아니라 상대적으로 낮은 티타늄의 가격 때문에 절삭 공구용 재료로 가장 널리 사용되고 있으나 가격이 높은 텅스텐 탄화물의 대체 재료로 각광받고 있다.

[0003] 하지만 티타늄 질화물은 고경도 특성을 갖는 대신 낮은 인성을 갖고 있어 티타늄 탄질화물로 제조된 절삭 공구는 텅스텐 탄화물로부터 제조된 절삭 공구에 비해 공구 수명이 짧다. 이러한 이유로 절삭 공구 시장에서는 텅스텐 탄화물 공구가 대부분을 차지하고 있는 실정이다.

- [0004] 한편, 티타늄 탄질화물의 낮은 인성을 보완하고자 Ni, Co와 같은 금속과 혼합하여 서멧트(cermet)라고 불리는 절삭 공구용 재료를 제조하는데 사용되기도 한다. 보통 이러한 서멧트는 추가적으로 인성을 향상시키고 고온 안정성과 같은 특성을 확보하기 위해 Nb, Mo, W 등의 탄화물을 제2 탄화물로 포함한다. 이중에서도 Mo의 탄화물은 서멧트에서 바인더로 사용되는 Ni와 티타늄 탄질화물 간의 적심성을 향상시키는 역할도 하는 것으로 알려져 있어 가장 널리 사용되는 제2 탄화물이다.
- [0005] 티타늄 탄질화물의 낮은 인성을 보완하는 방법으로 전술한 바와 같이 금속을 혼합하는 방법이 일반적이지만 근래 티타늄 탄질화물과 제2 탄화물이 고용된 형태인 (Ti,Me)(CN) 상을 형성시키는 방법이 고안되었다. 이때 Me에는 대부분 W가 사용되며 고용효과로 인해 (Ti,Me)(CN) 상은 티타늄 탄질화물에 비해 파괴인성이 높은 것으로 확인되었다.
- [0006] 이와 관련된 선행문헌으로는 대한민국 공개특허 제10-2007-0088463호(2007.08.29. 공개)에 개시되어 있는 티탄 합금 복합재료 및 그 제조방법, 그리고 티탄합금복합재료를 이용한 티탄 클래드재 및 그 제조방법이 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0007] 따라서, 본 발명은 기계적 특성 향상 및 용이한 고용상 형성을 위해 Mo와 Si가 첨가된 3원계 티타늄 탄질화물, (Ti,Mo,Si)(CN) 소결체의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 3원계 티타늄 탄질화물, (Ti,Mo,Si)(CN) 소결체를 제공하는데 있다.
- [0008] 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 이상에서 언급한 과제(들)로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 과제(들)는 이하의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

- [0009] 상기 과제를 해결하기 위해, 본 발명은 Ti-Mo 합금 스크랩에 Si를 첨가하고 용융시켜 합금 잉곳을 제조한 후 수소화 및 탈수소화시켜 3원계 티타늄 합금 분말을 제조하는 단계;
- [0010] 상기 제조된 3원계 티타늄 합금 분말에 탄소재를 첨가하고 질소분위기 하에서 고에너지 밀링공정으로 3원계 티타늄 탄질화물 분말을 제조하는 단계; 및
- [0011] 상기 제조된 3원계 티타늄 탄질화물 분말을 소결시켜 소결체를 제조하는 단계;를 포함하는 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법을 제공한다.
- [0012] 이때, 상기 Si는 Ti-Mo 합금 스크랩에 대해 0.25 ~ 2.0%의 무게비로 첨가되는 것을 특징으로 한다.
- [0013] 상기 수소화는 550 ~ 650 °C에서 2 ~ 4시간 동안 수행되는 것을 특징으로 한다.
- [0014] 상기 탈수소화는 650 ~ 750 °C에서 2 ~ 4시간 동안 수행되는 것을 특징으로 한다.
- [0015] 상기 탄소재는 흑연을 사용할 수 있고, 상기 탄소재는 3원계 티타늄 합금 분말에 대해 0.5 ~ 1의 몰비로 첨가되는 것을 특징으로 한다.
- [0016] 상기 고에너지 밀링공정은 200 ~ 300 rpm에서 15 ~ 20시간 동안 수행되는 것을 특징으로 한다.
- [0017] 상기 고에너지 밀링공정시 질소의 분압은 0.8 ~ 1.2 atm인 것을 특징으로 한다.
- [0018] 상기 3원계 티타늄 탄질화물 분말의 크기는 500 nm ~ 1 μm인 것을 특징으로 한다.
- [0019] 상기 소결은 방전 플라즈마 소결법으로 수행되며, 1800 ~ 1900 °C의 온도에서 수행되는 것을 특징으로 한다.
- [0020] 상기 소결체는 평균 입경이 10 ~ 20 μm인 것을 특징으로 한다.
- [0021] 또한, 본 발명은 Ti-Mo 합금 스크랩에 Si를 첨가하고 용융시켜 합금 잉곳을 제조한 후 수소화 및 탈수소화시켜 3원계 티타늄 합금 분말을 제조하는 단계; 상기 제조된 3원계 티타늄 합금 분말에 탄소재를 첨가하고 질소분위기 하에서 고에너지 밀링공정으로 3원계 티타늄 탄질화물 분말을 제조하는 단계; 및 상기 제조된 3원계 티타늄

탄질화물 분말을 소결시켜 소결체를 제조하는 단계;를 포함하는 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법으로 제조되는 고인성($5.7 \sim 6.6 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$)의 3원계 티타늄 탄질화물 소결체를 제공한다.

발명의 효과

- [0022] 본 발명에 따르면, Ti-Mo 스크랩에 Si, 흑연 및 질소를 첨가하여 (Ti,Mo,Si)(CN) 분말을 제조할 수 있고, 소모성 전극의 절단 스크랩을 재사용한다는 점에서 자원 재활용의 효과가 있다.
- [0023] 또한, Si와 Mo가 첨가되고 방전 플라즈마 소결법으로 소결시킴으로써 고용강화 효과를 통해 경도 및 파괴인성과 같은 기계적 특성을 향상시킬 수 있다.
- [0024] 나아가, 본 발명에 따른 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물은 절삭 공구 및 내마모용 재료 등에 유용하게 사용할 수 있고, 절삭 공구에 사용 시 종래 Ti(CN) 기반 세라믹에 비해 수명이 향상될 것으로 예상된다.

도면의 간단한 설명

- [0025] 도 1은 본 발명에 따른 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법을 나타낸 순서도이다.
- 도 2는 발명에 따른 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법에서 3원계 티타늄 탄질화물 분말의 XRD 결과이다.
- 도 3은 본 발명에 따른 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법에서 3원계 티타늄 탄질화물 분말의 TEM 사진이다.
- 도 4는 본 발명에 따른 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법으로 제조된 소결체 내부의 FE-SEM 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0026] 이하 첨부된 도면을 참조하면서 본 발명에 따른 바람직한 실시예를 상세히 설명하기로 한다.
- [0027] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것을 달성하는 방법은 첨부된 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해질 것이다.
- [0028] 그러나 본 발명은 이하에 개시되는 실시예들에 의해 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.
- [0029] 또한, 본 발명을 설명함에 있어 관련된 공지 기술 등이 본 발명의 요지를 흐리게 할 수 있다고 판단되는 경우 그에 관한 자세한 설명은 생략하기로 한다.
- [0030] 본 발명은 Ti-Mo 합금 스크랩에 Si를 첨가하고 용융시켜 합금 잉곳을 제조한 후 제조된 합금 잉곳을 수소화 및 탈수소화시켜 3원계 티타늄 합금 분말을 제조하는 단계;
- [0031] 상기 제조된 3원계 티타늄 합금 분말에 탄소재를 첨가하고 질소분위기 하에서 고에너지 밀링공정으로 3원계 티타늄 탄질화물 분말을 제조하는 단계; 및
- [0032] 상기 제조된 3원계 티타늄 탄질화물 분말을 소결시켜 소결체를 제조하는 단계;를 포함하는 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법을 제공한다.
- [0033] 본 발명에 따른 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법은 Ti-Mo 스크랩에 Si, 흑연 및 질소를 첨가하여 (Ti,Mo,Si)(CN) 분말을 제조할 수 있고, 이를 방전 플라즈마 소결법으로 소결시킴으로써 고용강화 효과를 통한 경도 및 파괴인성과 같은 기계적 특성을 향상시킬 수 있어 절삭 공구 및 내마모용 재료 등에 유용하게 사용할 수 있다.

- [0034] 도 1은 본 발명에 따른 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법을 나타낸 순서도이다. 이하, 도 1을 참고하여 본 발명을 상세히 설명한다.
- [0035] 본 발명에 따른 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법은 Ti-Mo 합금 스크랩에 Si를 첨가하고 용융시켜 합금 잉곳을 제조한 후 제조된 합금 잉곳을 수소화 및 탈수소화시켜 3원계 티타늄 합금 분말을 제조하는 단계(S10)를 포함한다.
- [0036] 상기 Ti-Mo 합금 스크랩은 진공 아크 재용해 공정에서 사용되는 소모성 전극의 절단 스크랩이고, 소모성 절단 스크랩을 재활용한다는 점에서 티타늄 합금을 제조할 시 비용을 크게 줄일 수 있다.
- [0037] 이때, 상기 Si는 Ti-Mo 합금 스크랩에 대해 0.25 ~ 2.0%의 무게비로 첨가되는 것이 바람직하다. 상기 Si가 0.25%의 무게비 미만으로 첨가되는 경우에는 Si 첨가에 의한 (Ti,Mo,Si)(CN) 내 Mo 고용도의 향상 효과가 없는 문제가 있고, 2.0%의 무게비를 초과하는 경우에는 Si가 석출되어 완전한 고용상(solid solution crystalline phase)이 제조되지 않아 파괴인성이 저하되는 문제가 있다.
- [0038] 상기 수소화는 550 ~ 650 °C에서 2 ~ 4시간 동안 수행되는 것이 바람직하다. 상기 수소화가 550 °C 미만에서 수행되는 경우에는 Mo와 Si가 티타늄 격자 내 고용된 상태에서 수소가 금속 내부로 충분히 확산되지 않는 문제가 있고, 650 °C를 초과하는 경우에는 수소흡수량은 차이가 없으나 공정비용이 증가하는 문제가 있다.
- [0039] 또한, 상기 탈수소화는 650 ~ 750 °C에서 2 ~ 4시간 동안 수행되는 것이 바람직하다. 상기 탈수소화가 650 °C 미만에서 수행되는 경우에는 수소 방출이 원활하지 않아 3원계 티타늄 합금 분말의 제조가 어려운 문제가 있고, 750 °C를 초과하는 경우에는 티타늄 합금 분말이 소결되어 탄질화물 형성이 어려운 문제가 있다.
- [0040] 상기 수소화 및 탈수소화 공정 후 제조된 3원계 티타늄 분말의 크기는 2 ~ 75 μm 인 것이 바람직하다. 상기 분말 크기가 2 μm 미만인 경우에는 티타늄 합금 및 탄질화물 분말 내 산소량이 증가하는 문제가 있고, 75 μm 를 초과하는 경우에는 밀링시 반응성이 떨어져 탄질화물 형성 가능성이 낮아지는 문제가 있다.
- [0041] 다음으로, 본 발명에 따른 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법은 상기 제조된 3원계 티타늄 합금 분말에 탄소재를 첨가하고 질소분위기 하에서 고에너지 밀링공정으로 3원계 티타늄 탄질화물 분말을 제조하는 단계(S20)를 포함한다.
- [0042] 상기 탄소재는 흑연 등을 사용할 수 있고, 상기 탄소재는 3원계 티타늄 합금 분말에 대해 0.5 ~ 1의 몰비로 첨가되는 것이 바람직하다. 상기 탄소재가 0.5 몰 미만으로 첨가되는 경우에는 소결성이 저하되는 문제가 있고, 1 몰을 초과하는 경우에는 3원계 티타늄 합금 분말에 결합되지 않은 유리탄소(free carbon)가 발생하여 기계적 특성이 저하되는 문제가 있다.
- [0043] 또한, 상기 고에너지 밀링공정은 200 ~ 300 rpm에서 15 ~ 20시간 동안 수행되는 것이 바람직하다. 상기 고에너지 밀링공정이 200 rpm 미만으로 수행되는 경우에는 탄질화물이 형성되지 않는 문제가 있고, 300 rpm을 초과하는 경우에는 밀링공정시 사용하는 용기 및 밀링볼로 인해 불순물이 발생하는 문제가 있다.
- [0044] 상기 고에너지 밀링공정시 질소의 분압은 0.8 ~ 1.2 atm인 것이 바람직하다. 상기 질소 분압이 0.8 atm 미만인 경우에는 질소량이 적어 탄질화물이 형성되지 않는 문제가 있고, 1.2 atm을 초과하는 경우에는 질소 대비 탄소량이 적어 원하는 탄질화물이 형성되지 않는 문제가 있다.
- [0045] 상기 3원계 티타늄 탄질화물 분말의 크기는 500 nm ~ 1 μm 인 것이 바람직하다. 상기 3원계 티타늄 탄질화물 분말의 크기가 500 nm 이하이면 산화력이 강하여 분말 내 산소량이 증가하는 문제가 있고, 1 μm 를 초과하는 경우에는 소결성이 저하되어 소결체 제조가 어려운 문제가 있다.
- [0046] 본 발명에 따른 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법은 상기 제조된 3원계 티타늄 탄질화물 분말을 소결시켜 소결체를 제조하는 단계(S30)를 포함한다.
- [0047] 상기 소결은 방전 플라즈마 소결법으로 수행되며, 1800 ~ 1900 °C의 온도에서 수행되는 것이 바람직하다. 상기 소결이 1800 °C 미만인 경우에는 완전하게 치밀화된 소결체를 제조하지 못하고 소결 밀도가 낮은 문제가 있고, 1900 °C를 초과하는 경우에는 입자 성장이 과도하게 이루어져 경도가 저하되는 문제가 있다.

- [0048] 상기 소결공정을 통해 소결체는 평균 입경이 10 ~ 20 μm 로 제조될 수 있다.
- [0049] 또한, 본 발명은 Ti-Mo 합금 스크랩에 Si를 첨가하고 용융시켜 합금 잉곳을 제조한 후 제조된 합금 잉곳을 수소화 및 탈수소화시켜 3원계 티타늄 합금 분말을 제조하는 단계; 상기 제조된 3원계 티타늄 합금 분말에 탄소재를 첨가하고 질소분위기 하에서 고에너지 밀링공정으로 3원계 티타늄 탄질화물 분말을 제조하는 단계; 및 상기 제조된 3원계 티타늄 탄질화물 분말을 소결시켜 소결체를 제조하는 단계;를 포함하는 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법으로 제조되고, 파괴인성이 5.7 ~ 6.6 $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 인 3원계 티타늄 탄질화물 소결체를 제공한다.
- [0050] 본 발명에 따른 3원계 티타늄 탄질화물 소결체는 Ti-Mo 합금 스크랩에 Si, 탄소재 및 질소가 포함되어 종래 티타늄 소결체에 파괴인성이 향상되며 절삭 공구 및 내마모용 재료로 사용할 시 수명이 향상된다.
- [0051] 실시예 1: 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조 1
- [0052] 1. 3원계 티타늄 합금 분말 제조(Ti-10Mo-Si 합금 분말)
- [0053] VAR(진공 아크 재 용해법, Vacuum Arc Remelting) 공정의 소모성 전극의 절단 스크랩인 Ti-Mo 합금 스크랩(Ti: 90 중량%, Mo: 10 중량%)에 Si 그레놀(고순도 화학, 순도 99.9%)을 첨가하고 용해시켜 35g의 버튼형 합금 잉곳을 제조하였다. 이때, Si 그레놀은 Ti-Mo 합금 스크랩에 대해 1%의 무게비로 첨가하였다. 제조된 버튼형 합금 잉곳의 균질성을 확보하기 위해 4번씩 반복용해하였다. 제조된 합금 잉곳을 600 $^{\circ}\text{C}$ 에서 수소화시킨 후 700 $^{\circ}\text{C}$ 에서 탈수소화시켜 분말화하고 75 μm 이하의 분말을 선별하였다.
- [0054] 2. 3원계 티타늄 탄질화물 분말 제조((Ti-10Mo-Si)(CN))
- [0055] 선별된 3원계 티타늄 합금 분말에 흑연의 몰비가 1:0.5가 되도록 첨가한 후 1 atm의 질소분위기 하에서 200 rpm에서 20시간 동안 고에너지 밀링공정을 수행하여 1 μm 이하 입자 크기의 3원계 티타늄 탄질화물 분말을 제조하였다.
- [0056] 3. 3원계 티타늄 탄질화물 소결체 제조
- [0057] 제조된 3원계 티타늄 탄질화물 분말을 방전 플라즈마 소결법으로 1850 $^{\circ}\text{C}$ 에서 소결시켜 10 ~ 20 μm 입자 크기의 3원계 티타늄 탄질화물 소결체를 제조하였다.
- [0058] 실시예 2: 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조 2
- [0059] 3원계 티타늄 합금 분말과 흑연의 몰비가 1:1이 되도록 한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 3원계 티타늄 탄질화물 소결체를 제조하였다.
- [0060] 실험예 1: 3원계 티타늄 탄질화물 분말의 상 분석
- [0061] 본 발명에 따른 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법에서 3원계 티타늄 탄질화물 분말의 상을 XRD(SmartLab)로 분석하고, 그 결과를 도 2에 나타내었다.
- [0062] 도 2에 나타난 바와 같이, 흑연의 양이 적을수록 탄질화물 상의 격자상수는 작아지는 것을 알 수 있다. 이는 고에너지 밀링공정이 질소 분위기에서 수행되고 흑연의 양이 적을수록 3원계 티타늄 탄질화물의 분말에 포함되는 질소량이 증가하여 격자상수가 작아지기 때문이다. 이를 통해 탄질화물 분말이 성공적으로 제조되었음을 알 수 있다.
- [0063] 실험예 2: 3원계 티타늄 탄질화물 분말의 형상 분석
- [0064] 본 발명에 따른 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법에서 3원계 티타늄 탄질화물 분말의 형상을 TEM(JEOL-2100F)으로 확인하고, 그 결과를 도 3에 나타내었다. 도 3의 (a)는 실시예 1에서 제조된

탄질화물 분말을 나타내고, 도 3의 (b)는 이를 확대한 TEM 사진이다.

[0065] 도 3에 나타난 바와 같이, 고에너지 밀링공정으로 제조된 탄질화물 분말은 입자의 크기가 수백 nm 수준임을 알 수 있고, 입자 크기가 수백 nm 수준이므로 소결성이 양호할 것으로 예상되었다.

[0066] 실험예 3: 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 미세조직 분석

[0067] 본 발명에 따른 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법으로 제조된 소결체의 미세조직을 FE-SEM(Quanta 650)으로 분석하고, 그 결과를 도 4에 나타내었다. 도 4의 (a)는 실시예 2에서 제조된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체를 나타내고, (b)는 실시예 1에서 제조된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체를 나타낸다.

[0068] 도 4에 나타난 바와 같이, 방전 플라즈마 소결법에 의해 제조된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 미세조직은 상 입자 크기가 10 ~ 20 μm 이었으며, 기공이 없고 완전하게 치밀화된 소결체가 제조되었음을 확인하였다.

[0069] 실험예 4: 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 경도 및 파괴인성 분석

[0070] 본 발명에 따른 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법으로 제조된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 기계적 특성을 확인하기 위해 압입 시험법(indentation) 경도 및 파괴인성을 측정하고, 하기 표 1에 나타내었다.

표 1

예	비커스 경도(GPa)	파괴인성($\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$)
실시예 1(Ti-10Mo-Si:C=1:0.5)	17.5	5.7
실시예 2(Ti-10Mo-Si:C=1:1)	19.5	6.6
Ti(CN)	16~18	3.5~5.5

[0072] 상기 표 1에 나타난 바와 같이, 본 발명의 제조방법으로 제조된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 경우 종래 Ti(CN) 기반의 세라믹 재료와 비교할 시 경도는 유사하거나 약간 향상되었으며, 파괴인성도 향상된 것을 알 수 있다. 이는 Mo 및 Si의 고용으로 인하여 강화효과로 인한 것으로 판단된다.

[0073] 따라서, 본 발명에 따른 3원계 티타늄 탄질화물 소결체는 절삭 공구 및 내마모용 재료 등의 용도로 사용할 시 종래 Ti(CN) 기반 세라믹보다 수명이 향상될 것으로 판단된다.

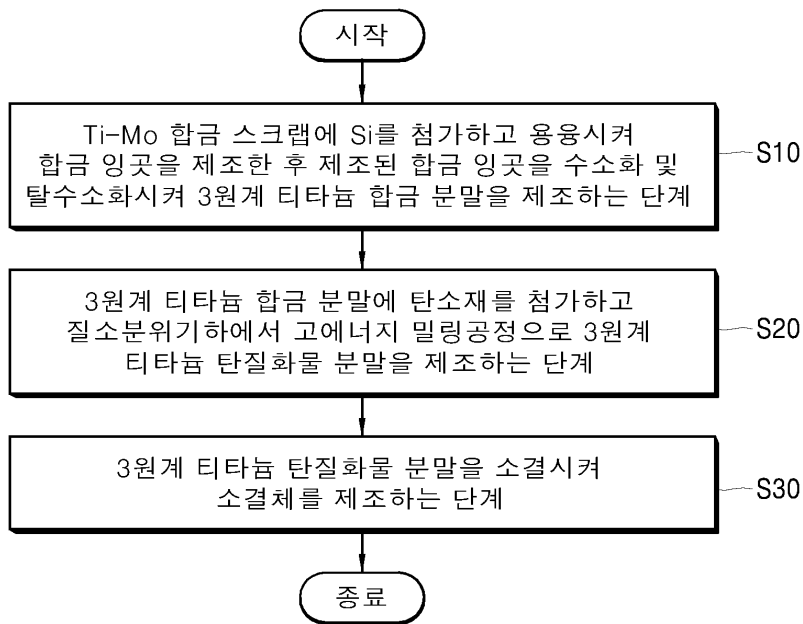
[0074] 지금까지 본 발명에 따른 기계적 특성이 향상된 3원계 티타늄 탄질화물 소결체의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 3원계 티타늄 탄질화물 소결체에 관한 구체적인 실시예에 관하여 설명하였으나, 본 발명의 범위에서 벗어나지 않는 한도 내에서는 여러 가지 실시 변형이 가능함은 자명하다.

[0075] 그러므로 본 발명의 범위에 설명된 실시예에 국한되어 전해져서는 안 되며, 후술하는 특허청구범위뿐만 아니라 이 특허청구범위와 균등한 것들에 의해 정해져야 한다.

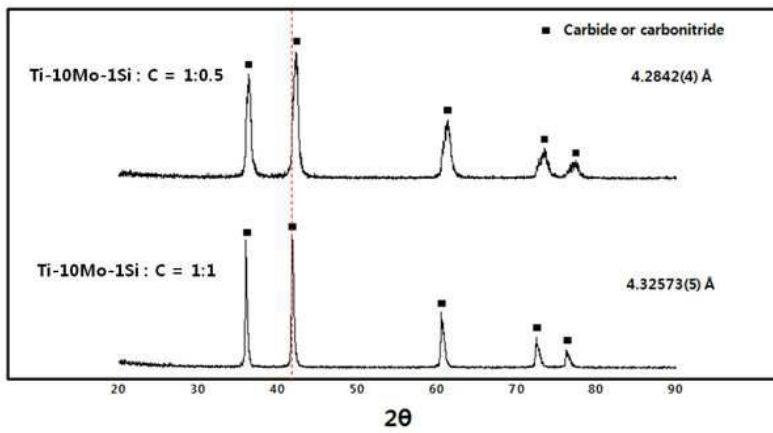
[0076] 즉, 전술된 실시예는 모든 면에서 예시적인 것이며, 한정적인 것이 아닌 것으로 이해되어야 하며, 본 발명의 범위는 상세한 설명보다는 후술될 특허청구범위에 의하여 나타내어지며, 그 특허청구범위의 의미 및 범위 그리고 그 등가 개념으로부터 도출되는 모든 변경 또는 변형된 형태가 본 발명의 범위에 포함되는 것으로 해석되어야 한다.

도면

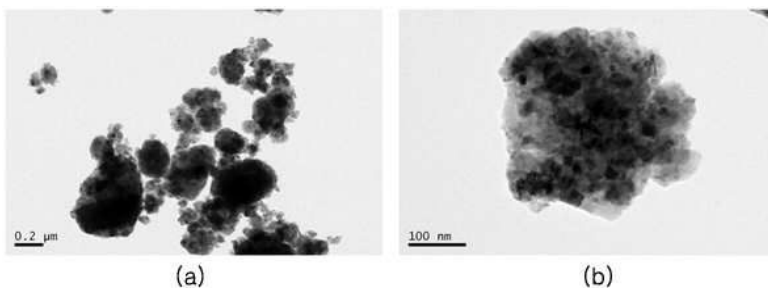
도면1



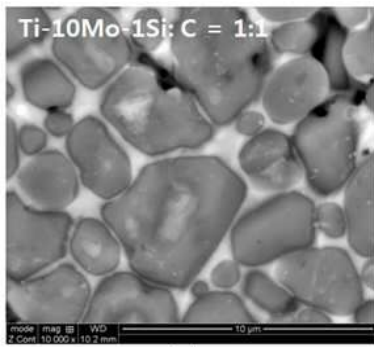
도면2



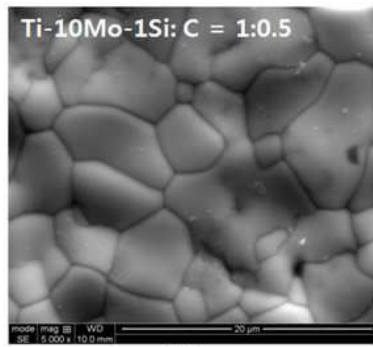
도면3



도면4



(a)



(b)