(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2014-0040477
(43) 공개일자 2014년04월03일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B22F 9/14 (2006.01) *B22F 9/04* (2006.01)
B22F 1/00 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2012-0107188
(22) 출원일자 2012년09월26일
심사청구일자 2012년09월26일

(71) 출원인
한국기계연구원
대전광역시 유성구 가정북로 156 (장동)
(72) 발명자
양상선
경남 창원시 성산구 창원대로780번길 34, 이스턴에비뉴 104동 1402호 (외동, 월드메르디앙이스턴애비뉴)
윤중열
경남 창원시 성산구 대암로 253, 107동 1103호 (성주동, 일신대동프리빌리지아파트)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
이원희

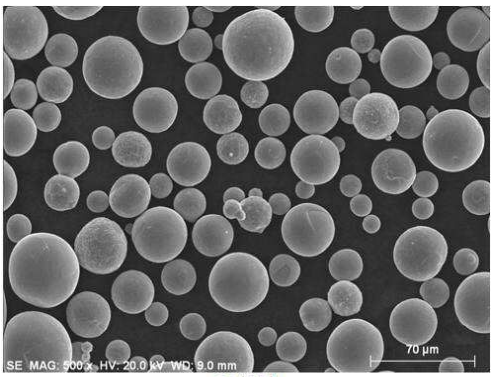
전체 청구항 수 : 총 11 항

(54) 발명의 명칭 **플라즈마 처리를 통한 구형 티타늄 분말의 제조방법 및 이에 따라 제조된 구형 티타늄 분말**

(57) 요 약

본 발명의 목적은 플라즈마 처리를 통한 구형 티타늄 분말의 제조방법 및 이의 따라 제조된 구형 티타늄 분말을 제공하는 데 있다. 이를 위하여 본 발명은 티타늄 스크랩을 수소화 처리하는 단계(단계 1); 상기 단계 1에서 수소화된 티타늄을 분쇄하여 티타늄 수소화물 분말을 제조하는 단계(단계 2); 및 상기 단계 2에서 분쇄된 티타늄 수소화물 분말을 플라즈마 처리하여 구형 티타늄 분말을 제조하는 단계(단계 3);를 포함하는 플라즈마 처리를 통한 구형 티타늄 분말의 제조방법을 제공한다. 또한, 본 발명은 상기의 방법으로 제조된 입도가 5 nm 내지 100 nm 또는 500 nm 내지 200 ㎛인 구형 티타늄 분말을 제공한다. 본 발명에 따르면 기존의 수소화-탈수소화 공정(H-DH process)을 통해 티타늄 분말을 제조하는 방식에서 탈수소화 공정을 생략하고 이를 플라즈마 처리하여 소결함으로써 제조공정이 단순화되어 공정상 경제성이 향상된다는 장점이 있다. 또한, 각형의 분쇄된 티타늄 수소화물 분말을 플라즈마 처리하여 구형화할 수 있고 분말의 입자 크기를 소형화할 수 있으며 티타늄 수소화물 분말 내부에 포함된 수소 및 불순물을 제거할 수 있다는 장점이 있다.

대 표 도 - 도12



Ti 분말
(수소화 공정 only + 플라즈마 처리)

(72) 발명자

김용진

경남 창원시 성산구 창원대로1209번길 22, 211동 701호 (성주동, 프리빌리지2차)

임태수

경남 창원시 성산구 외동반림로 219, 112동 308호 (반림동, 현대아파트)

최한신

인천 연수구 해송로 143, 123동 402호 (송도동, 송도웰카운티1단지)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	SL122826
부처명	중소기업청
연구사업명	제조현장녹색화기술개발사업
연구과제명	고융점 금속 및 세라믹 공정 부산물의 재 분말화 공정기술(2/2)
기 여 율	1/1
주관기관	한국기계연구원 부설 재료연구소
연구기간	2012.07.01 ~ 2013.06.30

특허청구의 범위

청구항 1

티타늄 스크랩을 수소화 처리하는 단계(단계 1);

상기 단계 1에서 수소화된 티타늄을 분쇄하여 티타늄 수소화물 분말을 제조하는 단계(단계 2); 및

상기 단계 2에서 분쇄된 티타늄 수소화물 분말을 플라즈마 처리하여 구형 티타늄 분말을 제조하는 단계(단계 3);

를 포함하는 플라즈마 처리를 통한 구형 티타늄 분말의 제조방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 상기 단계 1 이전에 유지제거용 용제를 이용하여 티타늄스크랩을 세척하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 플라즈마 처리를 통한 구형 티타늄 분말의 제조방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서, 상기 단계 1 이전에 티타늄 스크랩을 가압하여 성형체로 변환하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 플라즈마 처리를 통한 구형 티타늄 분말의 제조방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서, 상기 단계 1의 수소화 처리는 진공가압로 또는 튜브로에서 수행되는 것을 특징으로 하는 플라즈마 처리를 통한 구형 티타늄 분말의 제조방법.

청구항 5

제 4 항에 있어서, 상기 진공가압로에서의 수소화 처리는 300 ℃ 내지 900 ℃에서 수행되는 것을 특징으로 하는 플라즈마 처리를 통한 구형 티타늄 분말의 제조방법.

청구항 6

제 4 항에 있어서, 상기 튜브로에서의 수소화 처리는 300 ℃ 내지 900 ℃에서 수행되는 것을 특징으로 하는 플라즈마 처리를 통한 구형 티타늄 분말의 제조방법.

청구항 7

제 1 항에 있어서, 상기 단계 2의 분쇄는 30초 내지 60분 동안 수행되는 것을 특징으로 하는 플라즈마 처리를 통한 구형 티타늄 분말의 제조방법.

청구항 8

제 1 항에 있어서, 상기 단계 2에서 분쇄된 티타늄분말의 입도는 1 ㎛ 내지 200 ㎛인 것을 특징으로 하는 플라즈마 처리를 통한 구형 티타늄 분말의 제조방법.

청구항 9

제 1 항에 있어서, 상기 단계 3의 플라즈마 처리는 1600 ℃ 내지 15000℃로 수행되는 것을 특징으로 하는 플라즈마 처리를 통한 구형 티타늄 분말의 제조방법.

청구항 10

제 1 항에 있어서, 상기 단계 3의 구형 티타늄 분말의 입도는 5 nm 내지 100 nm 또는 500 nm 내지 200 ㎛인 것을 특징으로 하는 플라즈마 처리를 통한 구형 티타늄 분말의 제조방법.

청구항 11

제 1 항의 방법으로 제조된 입도가 5 nm 내지 100 nm 또는 500 nm 내지 200 ㎛인 구형 티타늄 분말.

명 세 서

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 플라즈마 처리를 통한 구형 티타늄 분말의 제조방법 및 이에 따라 제조된 구형 티타늄 분말에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 티타늄은 지각을 구성하는 원소들 중 O, Si, Al, Fe, Ca, Na, K, Mg에 이어 9번째로 풍부한 원소이다. 비중이 4.51 g/cc로서 철의 약 60 %정도 가볍고 알루미늄보다 1.6배 무겁다. 일반적으로 경금속으로 분류되고 용융점은 1668 ℃로 철보다 높으며, 열팽창계수 및 열전도도가 낮아 구조물 제작 시 변형이 작아 우주항공산업, 해양기기, 화학공업, 원자력 및 화력 발전소, 생체 의료재료, 자동차등 광범위한 분야에 사용되고 있는 대표적인 신소재 중 하나이다

[0003] 최근 산업기술이 발전하고 6T 기술이 대두함에 따라 재료의 기계적 특성 또한 경량 고강도화를 갖추고 생물학적으로는 물론이고 환경적으로도 친화적인 재료가 요구되고 있으며 이러한 특성을 갖춘 티타늄 소재에 대한 관심과 수요가 증대되고 있다. 티타늄 소재는 경량이면서 강도 및 내식성이 우수하여 우주/항공산업, 석유화학장치, 자동차산업 등에 이용되어 왔으나 최근에는 의료용품, 레저용품 및 악세서리 등 그 응용분야가 점점 확대되고 있으나, 그 원소재는 거의 전량 수입에 의존하고 있으며 부품을 생산하는 공정 기술 또한 선진사에 비해 아직은 낮은 기술수준을 보이고 있다.

[0004] 국내의 의료용 부품 생산업체는 솔고, 오스템, 메가젠, 한스 바이오메드, 덴키스트 등의 생체재료 관련 회사가 있으며 이들은 부품의 기계적 특성, 안정성 및 유효성 평가 기술 등의 몇 가지 선진기술들은 보유하고 있으나, 제품의 개발을 위한 공정개발 및 원천기술은 아직 미약한 상태이다. 국내 학술단체의 경우 한국분말야금학회, 한국재료학회, 대한치과보철학회, 대한치과기재학회 및 생체재료학회가 창립되어 기초적인 학술 및 기술적인 정보를 교류하고 있으나, 전문적인 기술의 개발이나 이전은 미미한 실정이다.

[0005] 티타늄 스크랩은 국내의 경우 거의 폐기하고 있으며 스크랩 내에 잔류하는 유지류 등에 의하여 환경오염이 발생되고 있다. 이에, 폐기되는 고가의 티타늄 스크랩을 재활용하고 환경오염을 방지하기 위해 고부가가치 티타늄 부품을 생산할 수 있는 새로운 기술이 절실히 요구되고 있다.

[0006] 티타늄 분말제조는 티타늄 고유의 고 반응성으로 인한 오염문제와 고순도 티타늄의 높은 연성 때문에 파·분쇄에 어려움이 존재한다. 이러한 문제점을 해결하기 위해 취성이 강한 수화물을 이용해 분말을 제조하는 공정이 개발되었으며, 이 공정을 수소화-탈수소화(HDH: Hydrogenation-Dehydrogenation)법이라고 한다.

[0007] 티타늄은 수소의 고용한도가 크고 동시에 수소화합물을 형성하기 때문에 다량의 수소를 흡수할 수 있다. 수소가 금속이나 합금 표면에 접촉하게 되면 수소분자(H_2)가 합금표면에 흡착되었다가 원자상태(H)로 분해된 후 결정격자 속으로 확산해 들어간다. 합금 내에서 수소원자는 격자간 자리에 존재하는데 그 농도가 고용한계를 넘게 되면 금속수소화합물을 형성한다.

[0008] 비특허문헌 1에 따르면, 산소와 쉽게 반응하여 오염되기 쉬운 티타늄 금속으로부터 고순도 티타늄 분말을 얻기 위하여 수소화-탈수소화 공정을 수행한 후 탈산처리공정을 실시하여 산소함량을 낮춘 티타늄 분말을 진공분위기에서 무가압 소결하여 제조한 티타늄 분말에 대하여 기재하고 있다.

[0009] 그러나 상기 방법에 따르면 소결 온도에 따라 소결체 내의 산소 함량이 증가하여 불순물이 충분히 제거되지 않아 고순도의 티타늄 분말을 얻기 어렵다는 문제점이 있다.

[0010] 특허문헌 1은 티타늄 수소화물을 제조하는 방법으로서, 반응용기에 티타늄 스크랩을 장입하는 단계와, 반응용기 중의 공기를 제거하고 수소가스를 주입하는 단계와, 볼 밀링을 실시하는 단계를 포함하는 방법에 대하여 기재하고 있다. 상기 방법에 따르면 수소화와 분쇄를 볼 밀링을 통해 동시에 수행함으로써 공정 단계를 단순화할 수 있다는 장점이 있다.

[0011] 그러나 상기와 같은 방법으로 제조된 티타늄 수소화물 분말은 불순물이 포함되어 순도가 낮을 수 있고, 분말의 크기를 조절하기 어렵다는 문제점이 있다.

[0012] 이와 같이 티타늄 부품가공 공정 중에 발생한 스크랩을 이용한 티타늄 재분말화 기술은 주로 수소화-탈수소화 공정이 통상적으로 사용되고 있으나, 입도나 형상 등의 그 특성 제어가 제한적이고 불순물의 혼입은 피할 수 없는 실정이다. 또한, 티타늄 분말의 고순도화 및 형상(크기, 입도) 제어기술은 분말을 이용한 제품화 공정인 금속분말 사출성형공정에 미치는 영향이 지대한 변수이나, 그 특성을 제어할 수 있는 기술은 전무하다.

[0013] 이에 본 발명의 발명자들은 고가의 의료용 티타늄 부품 가공공정에서 발생하는 공정 부산물인 스크랩을 기계적 방법에 의하여 재분말화한 후 플라즈마 처리를 하면 분말의 크기, 순도 및 형상을 제어하여 금속분말 사출공정에 사용될 수 있는 구형 티타늄 분말을 제조할 수 있음을 알게되어 본 발명을 완성하였다.

선행기술문헌

특허문헌

[0014] (특허문헌 0001) 대한민국 등록특허 제 10-0726817 호

비특허문헌

[0015] (비특허문헌 0001) 최정철,장세훈,차용훈,오익현,「티타늄 스크랩 재활용에 의한 고순도 분말 소결 기술」,한국재료학회지,Vol.19,No.7(2009),397-402

발명의 내용

해결하려는 과제

[0016] 본 발명의 목적은 플라즈마 처리를 통한 구형 티타늄 분말의 제조방법 및 이에 따라 제조된 구형 티타늄 분말을 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

[0017] 이를 위하여 본 발명은

[0018] 티타늄 스크랩을 수소화 처리하는 단계(단계 1);

[0019] 상기 단계 1에서 수소화된 티타늄을 분쇄하여 티타늄 수소화물 분말을 제조하는 단계(단계 2); 및

[0020] 상기 단계 2에서 분쇄된 티타늄 수소화물 분말을 플라즈마 처리하여 구형 티타늄 분말을 제조하는 단계(단계 3);

[0021] 를 포함하는 것을 특징으로 하는 플라즈마 처리를 통한 구형 티타늄 분말의 제조방법을 제공한다.

[0022] 또한, 본 발명은

[0023] 상기의 방법으로 제조된 입도가 5 ㎛ 내지 100 ㎛ 또는 500 ㎚ 내지 200 ㎛인 구형 티타늄 분말을 제공한다.

발명의 효과

[0024] 본 발명에 따르면 기존의 수소화-탈수소화 공정(H-DH process)을 통해 티타늄 분말을 제조하는 방식에서 탈수소화 공정을 생략하고 이를 플라즈마 처리하여 티타늄 분말을 제조함으로써 제조공정이 단순화되어 공정상 경제성이 향상된다는 장점이 있다. 또한, 각형의 분쇄된 수소화 티타늄 분말을 플라즈마 처리하여 구형화할 수 있고 분말의 입자 크기를 소형화할 수 있으며 티타늄 분말 내부에 포함된 불순물들을 제거하여 고순도의 구형 티타늄 분말을 제조할 수 있다는 장점이 있다. 또한, 티타늄 스크랩을 수소화하는 과정을 튜브로에서 수행함으로써 가압하지 않고 수소를 스크랩 내부에 장입할 수 있어 공정상 에너지 경제성이 향상된다는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

[0025] 도 1은 티타늄 스크랩의 세척공정에 대한 이미지이고;

도 2는 티타늄 스크랩의 성형체 제조공정에 대한 이미지이고;

도 3은 분쇄시간에 따른 티타늄 수소화물에 대한 이미지이고;

도 4는 본 발명의 실시예 1에 따른 티타늄 수소화물의 X-선 회절분석 이미지이고;

도 5는 본 발명의 실시예 1의 단계 2에서 제조된 티타늄 수소화물 분말의 주사전자현미경 이미지이고;

도 6은 본 발명에 따른 실시예 17의 단계 2에서 제조된 티타늄 수소화물 분말의 주사전자현미경 이미지이고;

도 7은 본 발명에 따른 실시예 18의 단계 2에서 제조된 티타늄 수소화물 분말의 주사전자현미경 이미지이고;

도 8은 본 발명에 따른 실시예 1 및 실시예 14 내지 실시예 19의 단계 2에서 제조된 티타늄 수소화물 분말의 분쇄시간에 따른 입자크기에 대한 그래프이고;

도 9는 본 발명에 따른 실시예 11의 단계 2에서 분쇄된 티타늄 수소화물 분말의 주사전자현미경 이미지이고;

도 10은 본 발명에 따른 실시예 11의 단계 2에서 분쇄된 티타늄 수소화물 분말의 확대된 주사전자현미경 이미지

이고;

도 11은 본 발명에 따른 실시예 1의 단계 3에서 제조된 구형 티타늄 분말의 주사전자현미경 이미지이고;

도 12는 본 발명에 따른 실시예 1의 단계 3에서 제조된 구형 티타늄 분말의 확대된 주사전자현미경 이미지이고;

도 13은 본 발명에 따른 실시예 1의 구형 티타늄 분말의 입도분포에 대한 그래프이고;

도 14는 티타늄 수소화물 분말 및 플라즈마 처리된 구형 티타늄 분말의 ICP 분석 결과에 대한 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0026] 본 발명의 목적은 구형 티타늄 분말의 제조방법 및 이의 따라 제조된 구형 티타늄 분말을 제공하는 데 있다. 이를 위하여 본 발명은 티타늄 스크랩을 수소화한 후 탈수소화하는 공정 없이 플라즈마 처리하여 불순물이 제거되고 소형화된 구형 티타늄 분말의 제조방법을 제공한다.

[0027] 본 발명은

[0028] 티타늄 스크랩을 수소화 처리하는 단계(단계 1);

[0029] 상기 단계 1에서 수소화된 티타늄을 분쇄하여 티타늄 수소화물 분말을 제조하는 단계(단계 2); 및

[0030] 상기 단계 2에서 분쇄된 티타늄 수소화물 분말을 플라즈마 처리하여 구형 티타늄 분말을 제조하는 단계(단계 3);

[0031] 를 포함하는 것을 특징으로 하는 구형 티타늄 분말의 제조방법을 제공한다.

[0032] 이하, 본 발명을 단계별로 상세히 설명한다.

[0033] 본 발명에 따른 구형 티타늄 분말의 제조방법에 있어서, 상기 단계 1은 티타늄 스크랩을 수소화 처리하는 단계이다. 티타늄 스크랩은 연성이 커서 아무런 전처리가 없이 분말을 만드는데 큰 어려움이 있다. 따라서 티타늄을 수소화하면 취성을 갖는 수소화물이 되어 용이하게 분말화될 수 있다.

[0034] 본 발명에 따른 구형 티타늄 분말의 제조방법에 있어서, 상기 단계 1 이전에 유지제거용 용제를 이용하여 티타늄스크랩을 세척하는 단계를 더 포함하는 것이 바람직하다. 의료용 티타늄 부품은 고순도의 원자재를 사용하지만, 절삭가곡 중에 발생하는 스크랩에는 각종 유지류가 존재하고 공구의 팁에서 떨어져 나온 불순물들이 존재한다. 고순도의 스크랩을 얻기 위해서는 다양한 유지제거용 용제를 이용하여 수차례 세척/건조하여야 하고, 가열상태에서 세척할 수도 있다. (도 1 참조)

[0035] 본 발명에 따른 구형 티타늄 분말의 제조방법에 있어서, 상기 단계 1 이전에 티타늄 스크랩을 가압하여 성형체로 변환하는 단계를 더 포함하는 것이 바람직하다. 상기 티타늄 스크랩은 부피가 크므로 가압하여 성형체를 제조해 냄으로써 이후 공정에서의 공정 경제성을 향상시키는 효과가 있다.

[0036] 본 발명에 따른 구형 티타늄 분말의 제조방법에 있어서, 상기 단계 1의 수소화 처리는 진공가압로 또는 튜브로에서 수행되는 것이 바람직하다. 티타늄을 수소화하기 위해서는 고온, 고압 상태에서 수소 가스가 공급되어야 한다. 티타늄은 산소 등의 기체와 반응이 용이하므로, 불순물이 티타늄 분말에 장입되는 것을 방지하기 위하여 반응기를 고진공상태로 설정한 후 수소 가스를 반응로에 투입하여 티타늄 분말을 수소화하므로, 상기와 같은 공정을 수행하기 위해서 상기 수소화 처리는 진공가압로에서 수행되는 것이 바람직하다.

[0037] 이때, 상기 수소화 처리는 튜브로에서 수행되는 것이 더욱 바람직하다. 300 ℃ 이상으로 가열된 티타늄은 열역

학적으로 불안정해져서 티타늄 구조 내부로 수소가 확산되어 티타늄 수소화물(TiH_2)이 형성되므로, 그 형성된 티타늄 수소화물의 양이 가압공정보다는 적지만 분쇄하기에는 충분하여 튜브로의 기밀유지만 확실하면 가압공정을 거치지 않고 상압에서 가열만으로 수소화 처리가 가능하여 공정상 경제성이 향상된다는 장점이 있다.

[0038] 본 발명에 따른 구형 티타늄 분말의 제조방법에 있어서, 상기 진공가압로에서의 수소화 처리는 300 ℃ 내지 900 ℃에서 수행되는 것이 바람직하다. 수소화처리가 300 ℃ 미만에서 수행되는 경우 반응에 필요한 에너지가 충분히 공급되지 않아 티타늄스크랩이 충분히 수소화되지 않는다는 문제점이 있고, 900 ℃를 초과하여 수행되는 경우 필요 이상의 에너지가 공급되어 에너지 공정상 경제성이 저하된다는 문제점이 있다.

[0039] 본 발명에 따른 구형 티타늄 분말의 제조방법에 있어서, 상기 튜브로에서의 수소화 처리는 300 ℃ 내지 900 ℃에서 수행되는 것이 바람직하다. 수소화처리가 300 ℃ 미만에서 수행되는 경우 반응에 필요한 에너지가 충분히 공급되지 않아 티타늄스크랩이 충분히 수소화되지 않는다는 문제점이 있고, 900 ℃를 초과하여 수행되는 경우 필요 이상의 에너지가 공급되어 에너지 공정상 경제성이 저하된다는 문제점이 있다.

[0040] 본 발명에 따른 구형 티타늄 분말의 제조방법에 있어서, 상기 단계 2는 상기 단계 1에서 수소화된 티타늄을 분쇄하여 티타늄 수소화물 분말을 제조하는 단계이다. 티타늄은 연성이 강하여 아무런 전처리 없이 분말을 제조하는데 큰 어려움이 있으므로, 티타늄을 수소와 반응시켜 티타늄 수소화물을 형성시키면 취성이 생겨 이를 분말화할 수 있다.

[0041] 본 발명에 따른 구형 티타늄 분말의 제조방법에 있어서, 상기 단계 2의 분쇄는 유성밀, 진동밀, 스펙스밀 등의 건식밀링 방법 및 볼밀 등의 다양한 기계적 분쇄 방법으로 수행될 수 있으며, 30초 내지 60분 동안 수행되는 것이 바람직하다. 상기 분쇄가 30 초 미만으로 수행되는 경우 분쇄시간이 짧아 분말의 입도가 충분히 작아지지 않는다는 문제점이 있고, 60분을 초과하여 수행되는 경우 분쇄된 분말의 입도가 더 이상 작아지지 않고 공정비용은 상승한다는 문제점이 있다(도 3 참조). 이때, 분쇄된 티타늄 수소화물 분말의 입도는 분쇄되는 시간뿐만 아니라 수소화 공정이 수행되는 온도에도 영향을 받을 수 있다.

[0042] 본 발명에 따른 구형 티타늄 분말의 제조방법에 있어서, 상기 단계 2에서 분쇄된 티타늄 수소화물 분말의 입도는 1 ㎛ 내지 200 ㎛인 것이 바람직하다. 상기 분쇄된 티타늄 분말의 입도가 1 ㎛ 미만인 경우 분말의 산화방지와 관련된 취급이 어렵고 후속되는 플라즈마 공정에서 증발되어 구상화되지 않고 나노입자만 생성된다는 문제점이 있고, 200 ㎛를 초과하는 경우 후속 플라즈마 처리시 티타늄 분말이 구형화되지 않고 부품제조에 응용되는 데에 제한이 있다는 문제점이 있다.

[0043] 본 발명에 따른 구형 티타늄 분말의 제조방법에 있어서, 상기 단계 3은 상기 단계 2에서 분쇄된 티타늄 수소화물 분말을 플라즈마 처리하여 구형 티타늄 분말을 제조하는 단계이다. 상기 단계 2의 티타늄 분말은 각형으로 분쇄되어 있으나, 티타늄 분말을 금속사출성형 공정에 이용하기 위해서는 그 형상이 구형이어야 한다. 티타늄 수소화물 분말을 플라즈마 처리하면 고온의 열원에 의해 티타늄 수소화물 분말이 구형화되면서 입자크기가 줄어들고 수소 및 불순물이 제거되어 고순도의 구형 티타늄 분말을 제조할 수 있다.

[0044] 본 발명에 따른 구형 티타늄 분말의 제조방법에 있어서, 상기 단계 3의 플라즈마 처리는 1600 ℃ 내지 15000℃로 수행되는 것이 바람직하다. 1600 ℃ 미만으로 수행되는 경우 낮은 온도로 인하여 티타늄 수화물 분말에서 수소가 제거된 뒤 구형이 형성되지 않는다는 문제점이 있고, 15000℃를 초과하여 수행되는 경우 공정비용의 상승하고 장비가 손실될 수 있다는 문제점이 있다.

[0045] 본 발명에 따른 구형 티타늄 분말의 제조방법에 있어서, 상기 단계 3의 구형 티타늄 분말의 입도 범위는 5 ㎚

내지 100 nm 또는 500 nm 내지 200 ㎛인 것이 바람직하다. 상기 구형 티타늄 분말의 입도가 5 nm 미만인 경우 산화방지와 관련된 취급이 어렵다는 문제점이 있고, 100 nm 초과 500 nm 미만인 경우 플라즈마 처리로 제조되기 어려운 크기라는 문제점이 있으며, 200 ㎛을 초과하는 경우 티타늄 분말이 구형화되지 않아 분말야금공정을 이용한 부품제조에 응용되는 데에 제한이 있다는 문제점이 있다.

[0046] 또한, 본 발명은 상기의 방법으로 제조된, 입도가 5 nm 내지 100 nm 또는 500 nm 내지 200 ㎛인 구형 티타늄 분말을 제공한다. 상기 구형 티타늄 분말의 제조방법에 따르면 기존의 수소화-탈수소화 공정(H-DH process)을 통해 티타늄 분말을 제조하는 방식에서 탈수소화 공정을 생략하고 이를 플라즈마 처리하여 소결함으로써 제조공정이 단순화되어 공정상 경제성이 향상된다는 장점이 있다. 또한, 각형의 분쇄된 수소화 티타늄 분말을 플라즈마 처리하여 구형화할 수 있고 분말의 입자 크기를 소형화할 수 있으며 티타늄 분말 내부에 포함된 수소 및 불순물을 제거하여 고순도의 구형 티타늄 분말을 제조할 수 있다는 장점이 있다.

[0047] 이하 본 발명을 실시예를 통하여 더욱 구체적으로 설명한다. 단 하기 실시예는 본 발명의 설명을 위한 것일 뿐 본 발명의 범위가 하기 실시예에 의하여 한정되는 것은 아니다.

[0048] <실시예 1> 플라즈마 처리를 통한 구형 티타늄 분말의 제조 1

[0049] 단계 1: 티타늄 스크랩을 유지제거용 용제(Solujet)를 이용하여 1차 세척한 후 상온에서 1일간 건조하였고, 상기 용제로 2차 세척한 후 1일간 건조하였다. 다시 건조된 티타늄 스크랩을 리퀴녹스(Liquinox)를 이용하여 300 ℃에서 1 시간 동안 세척한 후 상온에서 5 시간 동안 건조되었다(도 1 참조). 상기 티타늄 스크랩 0.5 g을 Hand press로 약 1 MPa 의 힘으로 직경 15Ø의 성형체를 만들었다(도 2 참조). 상기 성형체를 진공가압로(High vacuum furnace)에서 1차적으로 10^{-5} torr의 고진공 상태를 만든 후 수소 가스를 주입하여 1.2 bar의 압력으로 유지시킨 후 밀폐하여 10 ℃/min의 속도로 승온하여 300 ℃에서 수소화하였다.

[0050] 단계 2: 상기 단계 1에서 수소화된 티타늄을 스펙스밀(Spex mill,Spexampleprep 8000D)을 이용하여 30초간 분쇄하였다.

[0051] 단계 3: 상기 단계 2에서 분쇄된 티타늄 분말을 플라즈마 시스템(TEKNA)를 통해 10000 ℃에서 플라즈마 처리하여 구형 티타늄 분말을 제조하였다.

[0052] <실시예 2-7> 플라즈마 처리를 통한 구형 티타늄 분말의 제조 2-7

[0053] 실시예 1의 단계 1에서 하기 표와 같은 온도에서 수소화한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 구형 티타늄 분말을 제조하였다.

[0054] 표 1

	온도(℃)
실시예 2	400
실시예 3	500
실시예 4	600
실시예 5	700
실시예 6	750
실시예 7	800

[0055] <실시예 8> 플라즈마 처리를 통한 구형 티타늄 분말의 제조 8

[0056] 실시예 1의 단계 1에서 성형체를 튜브로에 장입한 후 상온에서 아르곤 가스로 퍼징하고 10 ℃/min의 속도로 300 ℃로 승온하여 수소화한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 구형 티타늄 분말을 제조하였다.

[0057] <실시예 9-13> 플라즈마 처리를 통한 구형 티타늄 분말의 제조 9-13

[0058] 실시예 8의 단계 1에서 하기 표 2와 같은 온도로 튜브로에서 수소화한 것을 제외하고는 실시예 8과 동일한 방법으로 구형 티타늄 분말을 제조하였다.

[0059] 표 2

	온도(℃)
실시예 9	350
실시예 10	400
실시예 11	450
실시예 12	500
실시예 13	550

[0060] <실시예 14-19> 플라즈마 처리를 통한 구형 티타늄 분말의 제조 14-19

[0061] 실시예 5의 단계 2에서 수소화된 티타늄을 하기 표와 같은 시간 동안 분쇄하는 것을 제외하고는 실시예 5와 동일한 방법으로 구형 티타늄 분말을 제조하였다.

[0062] 표 3

	분쇄시간(초)
실시예 14	60
실시예 15	90
실시예 16	120
실시예 17	150
실시예 18	180
실시예 19	210

[0063] <실험예 1> X-선 회절분석

[0064] 본 발명에 따른 구형 티타늄 분말의 제조방법에서 수소화 온도에 따른 티타늄 스크랩의 수소화 여부에 대하여 알아보기 위하여, 본 발명에 따른 실시예 1 내지 실시예 7의 단계 1에서 수소화된 티타늄 스크랩을 X-선 회절분석기(D/Max 2200, Rigaku)를 이용하여 결정구조 분석을 수행하였고, 그 결과를 도 4에 나타내었다.

[0065] 도 4에 따르면, 500 ℃ 이상의 온도에서 수소화했을 때 티타늄이 수소화물로 변화하는 것을 확인할 수 있다. 이를 통해, 진공가압로를 이용하여 수소화 반응을 수행하는 경우 500 ℃ 내지 800 ℃에서 수소화하는 것이 바람직함을 알 수 있다.

[0066] <실험예 2> 분쇄 시간에 따른 티타늄 수소화물 분말의 입도 분포

[0067] 본 발명에 따른 구형 티타늄 분말의 제조방법에서 분쇄 시간에 따른 티타늄 수소화물 분말의 입도 분포에 대하여 알아보기 위하여, 실시예 5, 실시예 17 및 실시예 18의 단계 2에서 분쇄된 티타늄 수소화물 분말을 주사전자현미경(Scanning Electron Microscope, JEOL, JSM-5800)을 이용하여 관찰하였고, 그 결과를 도 5 내지 도 7에 나타내었다. 또한, 이에 따라 측정된 분쇄시간에 따른 상기 티타늄 분말의 입도 분포에 대한 그래프를 도 8에 나타내었다.

[0068] 도 5 내지 도 7에 따르면, 분쇄시간이 길어짐에 따라 티타늄 수소화물 분말의 입도가 작아지는 것을 확인할 수

있다.

[0069] 도 8에 따르면, 분쇄시간이 30 초 내지 약 150 초까지 티타늄 수소화물 분말이 파쇄되는 시간에 따라 분말 입자의 입도가 감소함을 확인할 수 있고, 150 초 내지 210 초 동안은 티타늄 분말의 입도가 약 30 ㎛로 더 이상 작아지지 않는 것을 확인할 수 있다. 이를 통해 본 발명에 따른 티타늄 수소화물 분말의 분쇄시간은 약 150 초인 것이 바람직함을 알 수 있다.

[0070] <실험예 3> 티타늄 수소화물 분말의 평균 입도

[0071] 본 발명에 따른 티타늄 수소화물 분말의 평균 입도를 알아보기 위하여 실시예 8 내지 실시예 13의 단계 2에서 분쇄된 티타늄 수소화물 분말들을 관찰하였다. 이때, 실시예 8 내지 실시예 13 중 실시예 11의 티타늄 수소화물 분말이 분쇄가 가장 잘 수행되어, 실시예 11의 단계 2에서 분쇄된 티타늄 수소화물 분말을 주사전자현미경(Scaning Electron Microscope, JEOL JSM-5800)을 이용하여 관찰하였고, 그 결과를 도 9 및 도 10에 나타내었다.

[0072] 도 9 및 도 10에 따르면, 수소화티타늄 분말의 평균입도가 20 ㎛ 내지 50 ㎛임을 확인할 수 있다.

[0073] <실험예 4> 플라즈마 처리에 따른 티타늄 분말의 형태 변화 및 구형 티타늄 분말의 입도 분포

[0074] 본 발명에 따른 플라즈마 처리에 따른 티타늄 분말의 형태 변화 및 구형 티타늄 분말의 입도 분포를 알아보기 위하여 실시예 1의 단계 2에서 분쇄된 티타늄 수소화물 분말과 단계 3에서 플라즈마 처리된 구형 티타늄 분말을 주사전자현미경(Scaning Electron Microscope, JEOL JSM-5800)을 이용하여 관찰하였고, 그 결과를 도 11 내지 도 12에 나타내었고, 분말 입도에 따른 구형 티타늄 분말의 수에 대한 그래프를 도 13에 나타내었다.

[0075] 도 11 내지 도 12에 따르면, 각형의 티타늄 수소화물 분말들이 플라즈마 처리함에 따라 구형으로 변형된 것을 확인할 수 있다.

[0076] 도 13에 따르면, 구형 티타늄 분말의 입도 분포가 5 ㎛ 내지 25 ㎛의 범위에서 가장 많이 분포되어 있음을 확인할 수 있다.

[0077] 이를 통해, 플라즈마 공정을 통해 티타늄 분말이 구형화 및 소형화되었음을 알 수 있다.

[0078] <실험예 5>

[0079] 본 발명에 따른 플라즈마 처리를 통한 불순물 제거효과에 대하여 알아보기 위하여, 본 발명의 실시예 1의 단계 3에서 제조된 티타늄 수소화물 분말과 실시예 1에서 제조된 구형 티타늄 분말을 ICP(OPTIMA5300DV, PerkinElmer)를 통하여 분석하였고, 그 결과를 도 14에 나타내었다.

[0080] 도 14 에 따르면, 실시예 1의 단계 3에서 제조된 티타늄 수소화물 분말은 불순물의 양이 약 1122 ppm 이고, 실시예 1에서 제조된 구형 티타늄 분말은 약 133 ppm 인 것을 확인할 수 있다. 이를 통해, 플라즈마 처리를 통해 티타늄 분말에 포함되는 불순물의 양이 현저히 감소하는 것을 알 수 있다.

도면

도면1



① 가공 후 발생된 스크랩



② Solujet을 이용한 1차 세척



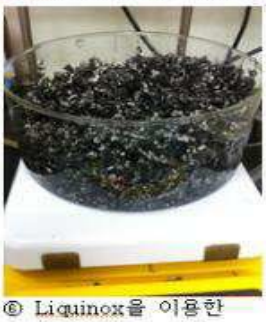
③상온에서 건조 (1일)



④ Solujet을 이용한 2차 세척



⑤상온에서 2차 건조 (1일)



⑥ Liquinox을 이용한 세척(1시간/280℃~300℃)



⑦상온에서 건조 (5시간)

도면2



테스트용 15ø의 성형체 몰드



대량생산용 성형체 몰드



테스트용 스크랩 계량



대량생산용

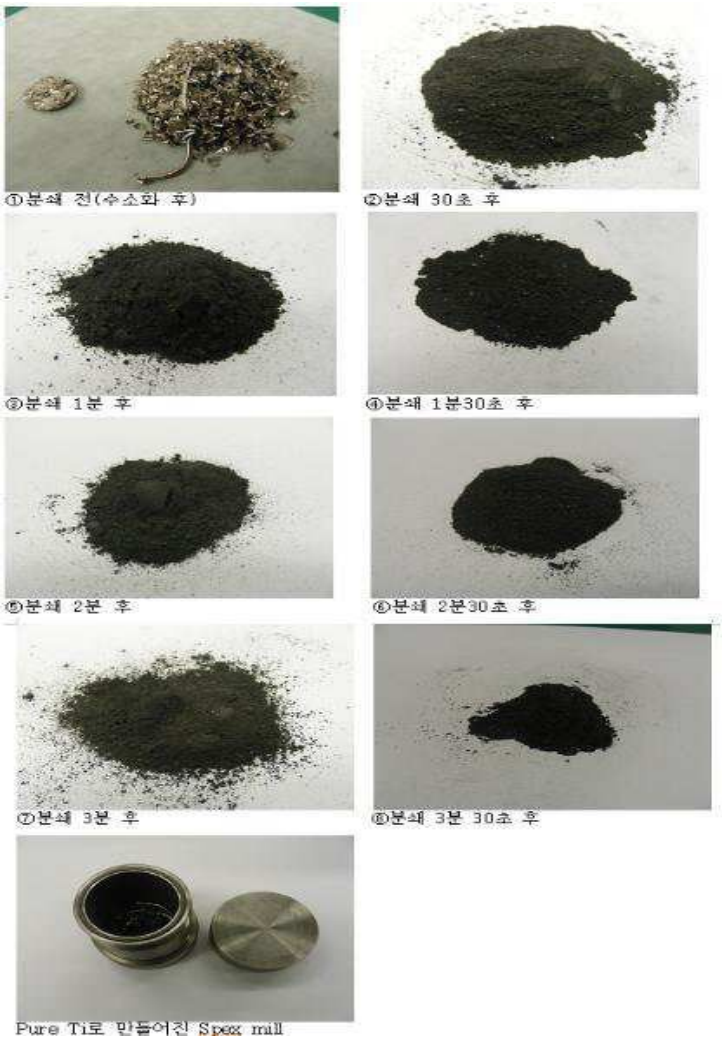


테스트용 성형체

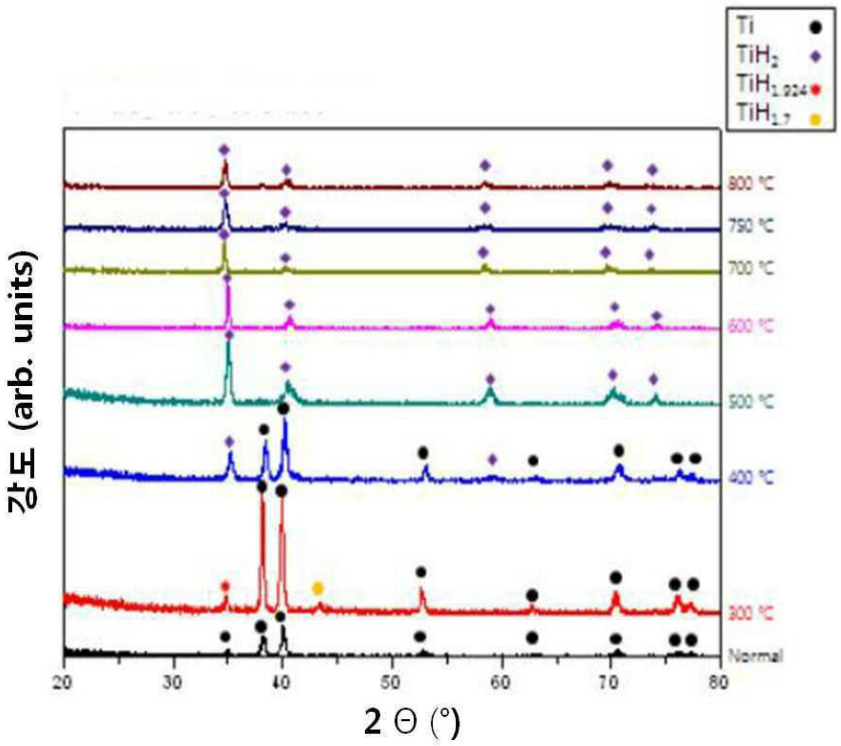


대량생산용

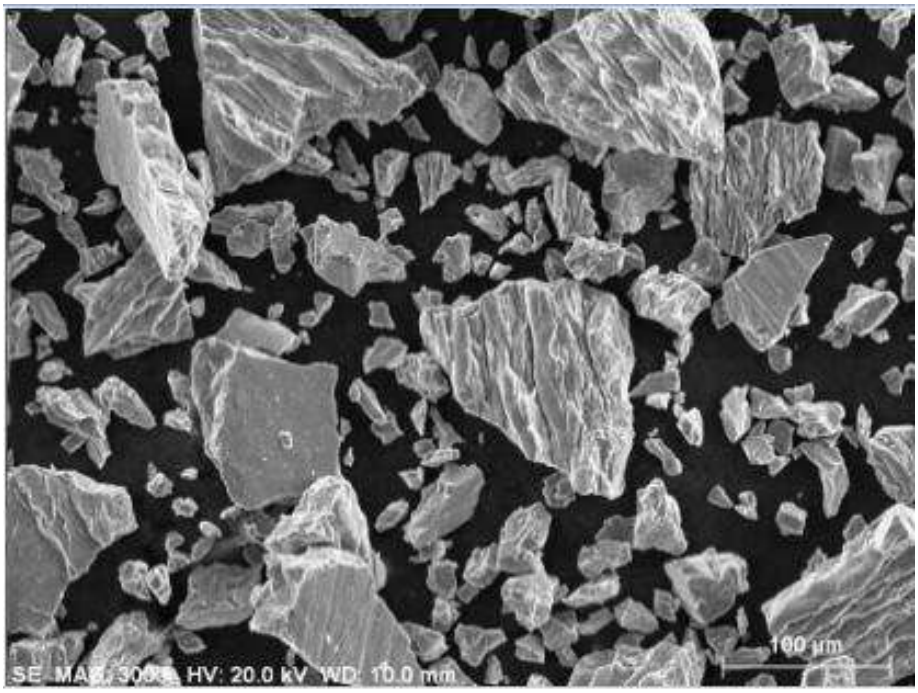
도면3


①분쇄 전(수소화 후)
②분쇄 30초 후
③분쇄 1분 후
④분쇄 1분30초 후
⑤분쇄 2분 후
⑥분쇄 2분30초 후
⑦분쇄 3분 후
⑧분쇄 3분 30초 후
Pure Ti로 만들어진 Spex mill

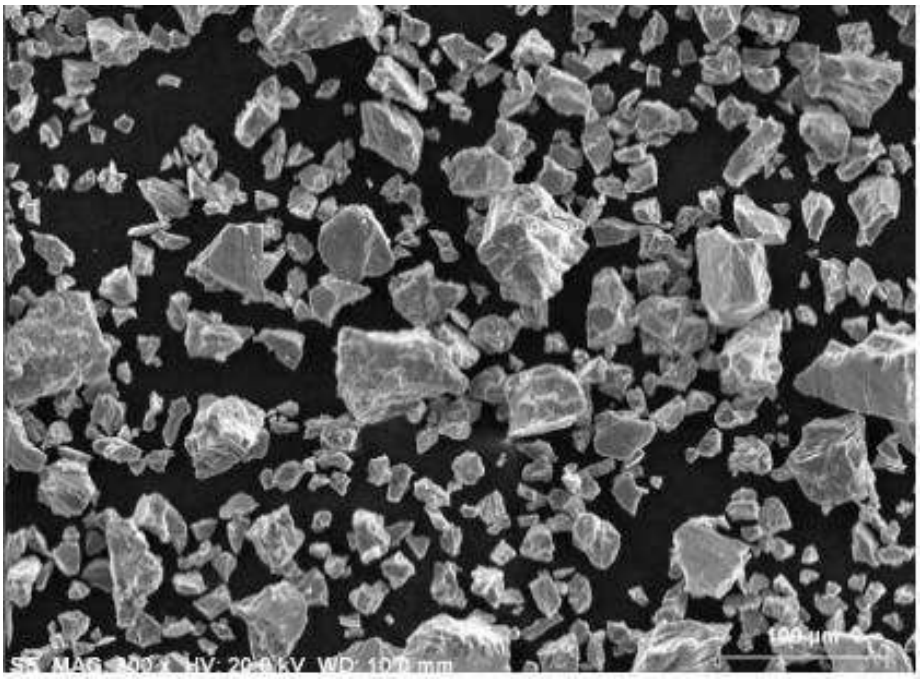
도면4


Ti
TiH2
TiH1.924
TiH1.7
800 ℃
750 ℃
700 ℃
600 ℃
500 ℃
400 ℃
300 ℃
Normal
강도 (arb. units)
20
30
40
50
60
70
80
2 Θ (°)

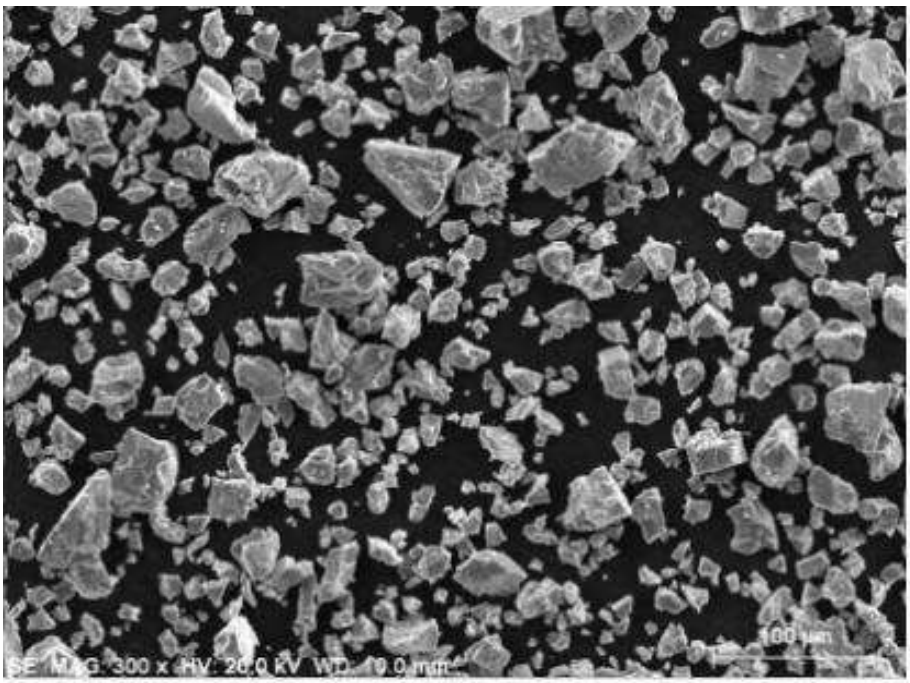
도면5


100 μm
HV: 20.0 kV WD: 10.0 mm

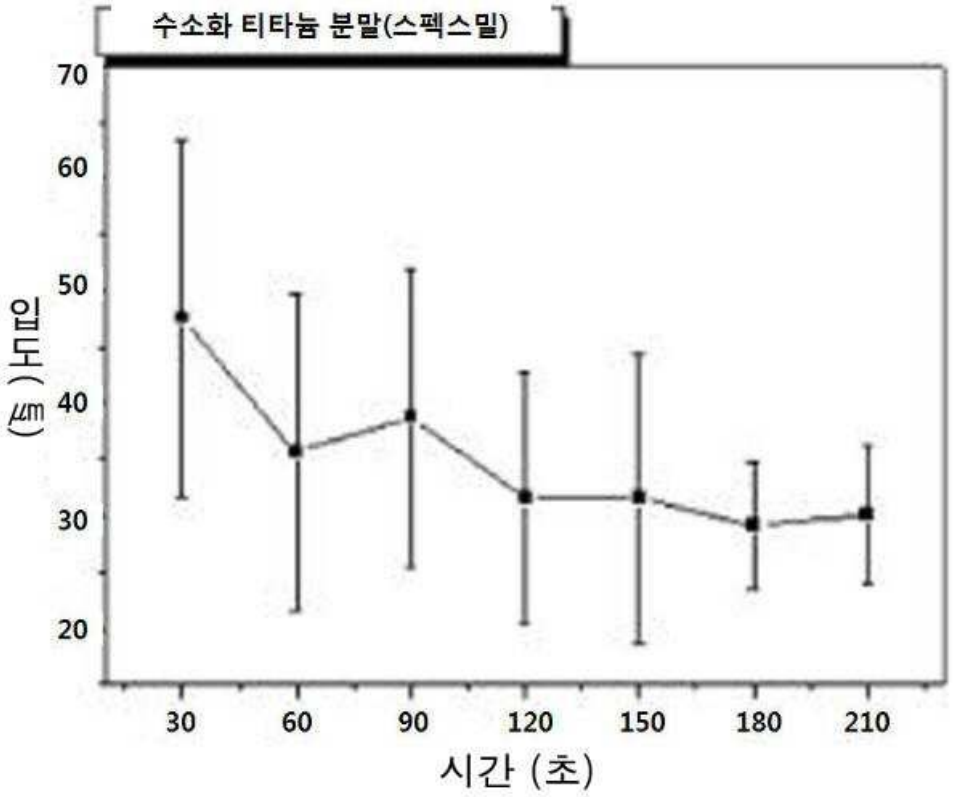
도면6



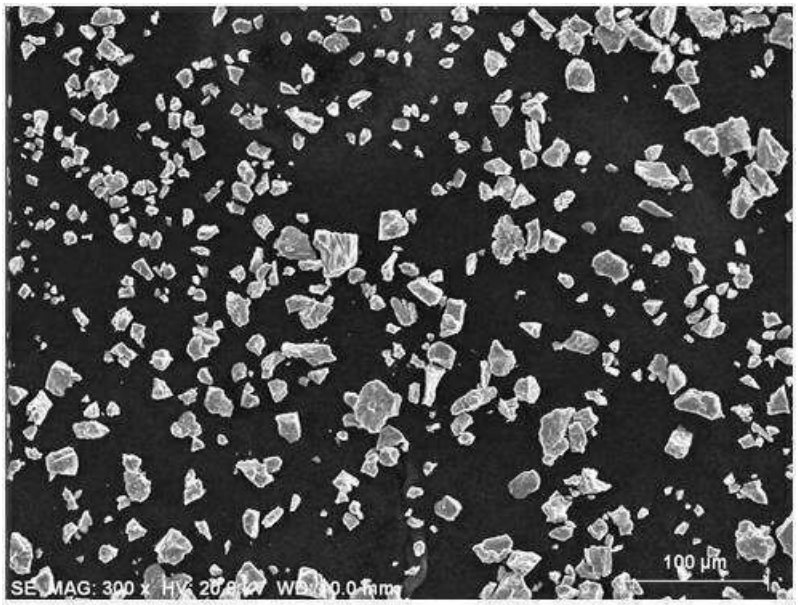
도면7



도면8

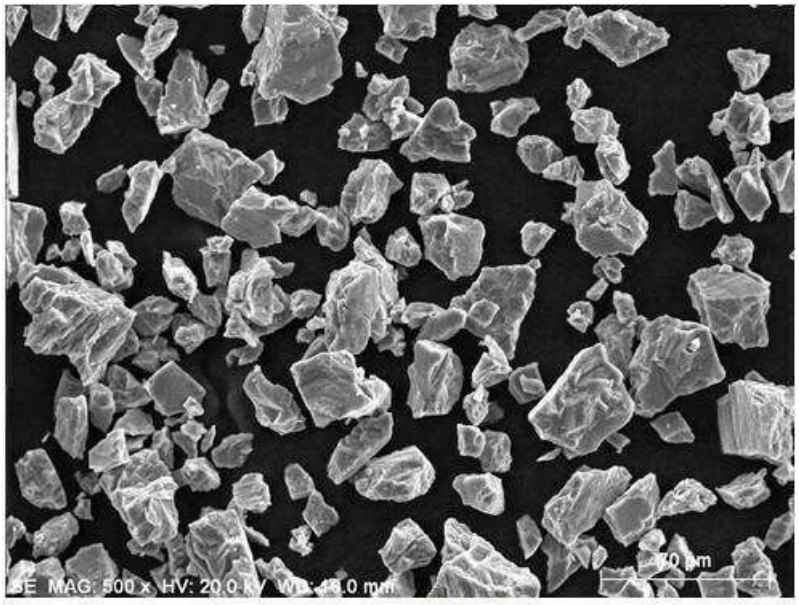


도면9



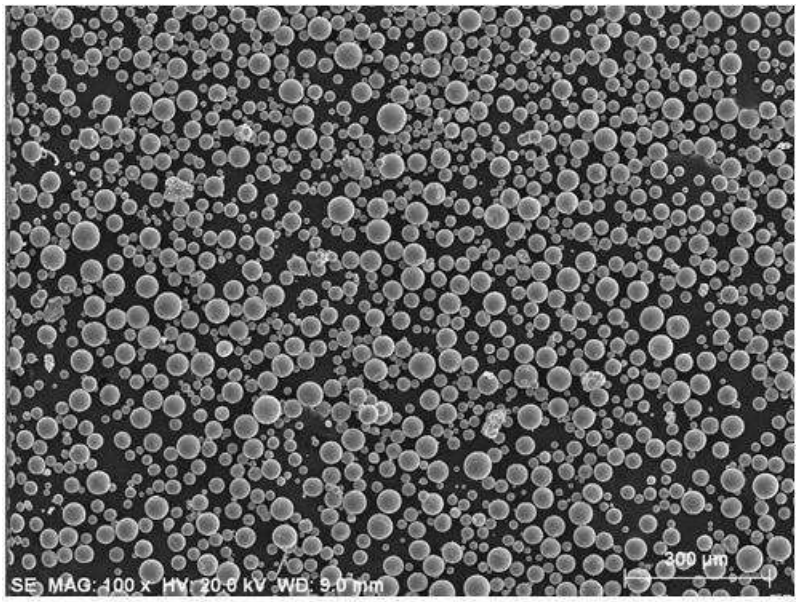
Ti 수소화물 분말
(튜브로)

도면10



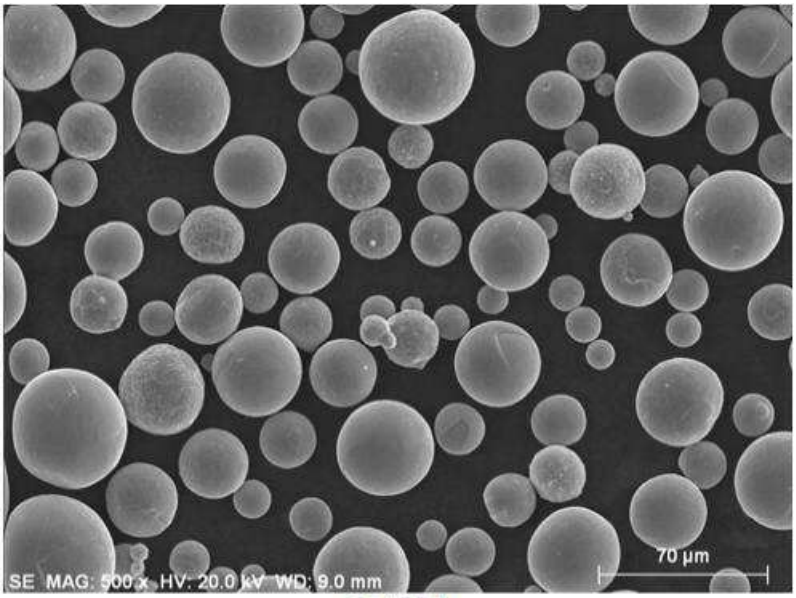
Ti 수소화물 분말
(수소화 Only)

도면11



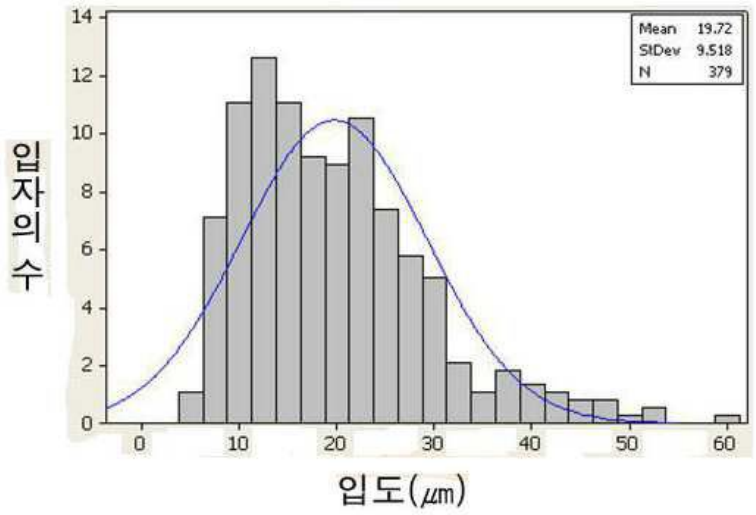
Ti 분말
(수소화 공정 only + 플라즈마 처리)

도면12



Ti 분말
(수소화 공정 only + 플라즈마 처리)

도면13



도면14

