



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0080606
(43) 공개일자 2020년07월07일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
F23Q 7/00 (2006.01) C04B 35/593 (2006.01)
(52) CPC특허분류
F23Q 7/001 (2013.01)
C04B 35/593 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2018-0170225
(22) 출원일자 2018년12월27일
심사청구일자 2018년12월27일

(71) 출원인
(주) 존인퍼니티
경기도 평택시 서탄면 수월암3길 70
(72) 발명자
조인철
경기도 평택시 서탄면 수월암3길 70
(74) 대리인
특허법인아이엠

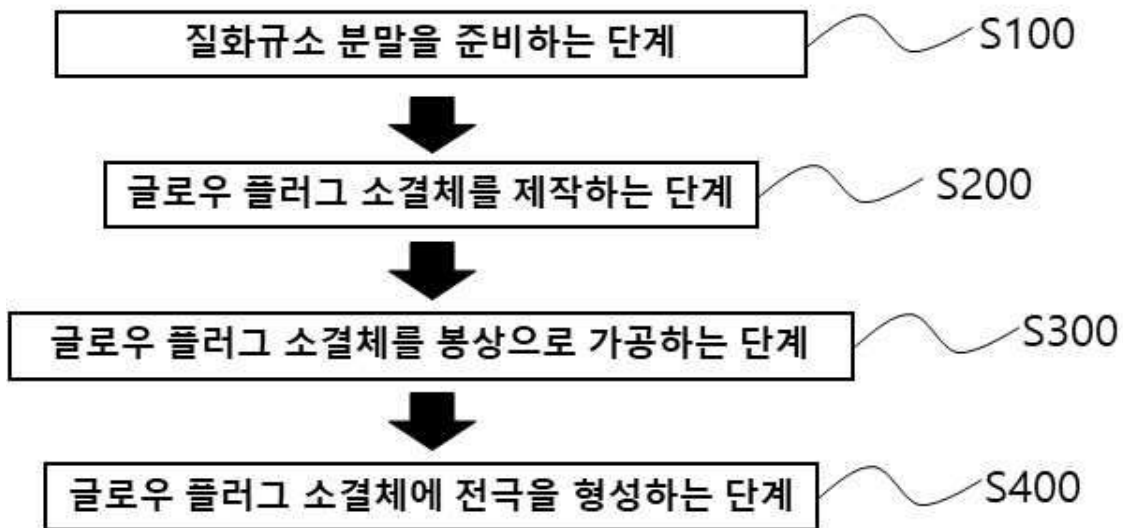
전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 발명의 명칭 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법

(57) 요약

본 발명은 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법에 관한 것으로, 보다 구체적으로는 질화규소 분말을 준비하는 단계; 상기 질화규소 분말에 코일링된 발열체를 매립하고 성형한 후, 상기 발열체가 매립된 상기 질화규소 분말을 가압소결하여 글로우 플러그 소결체를 제작하는 단계; 상기 글로우 플러그 소결체를 봉상으로 가공하는 단계; 및 봉상으로 가공된 상기 글로우 플러그 소결체에 전극을 형성하는 단계를 포함하되, 상기 질화규소 분말은 α -Si₃N₄ 70~90wt% 및 β -Si₃N₄ 10~30wt%의 혼합분말로 이루어지며, 상기 혼합분말의 전체중량대비 MgO 1.0~3.0wt%, Al₂O₃ 1.0~3.0wt%, Y₂O₃ 1.0~6.0wt% 및 Ti 0.1~3.0wt%의 소결조제가 더 포함되는 것을 특징으로 한다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C04B 2235/3206 (2013.01)

C04B 2235/3217 (2013.01)

C04B 2235/3225 (2013.01)

C04B 2235/404 (2013.01)

F23Q 2007/004 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 P0002200

부처명 산업통상자원부

연구관리전문기관 한국산업기술진흥원

연구사업명 경제협력권산업육성

연구과제명 첨단신소재산업 전후방연계 기업지원사업

기 여 율 1/1

주관기관 전남테크노파크

연구기간 2018.04.01 ~ 2018.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

질화규소 분말을 준비하는 단계;

상기 질화규소 분말에 코일링된 발열체를 매립하고 성형한 후, 상기 발열체가 매립된 상기 질화규소 분말을 가압소결하여 글로우 플러그 소결체를 제작하는 단계;

상기 글로우 플러그 소결체를 봉상으로 가공하는 단계; 및

봉상으로 가공된 상기 글로우 플러그 소결체에 전극을 형성하는 단계를 포함하되,

상기 질화규소 분말은 α - Si_3N_4 70~90wt% 및 β - Si_3N_4 10~30wt%의 혼합분말로 이루어지며, 상기 혼합분말의 전체중량대비 MgO 1.0~3.0wt%, Al_2O_3 1.0~3.0wt%, Y_2O_3 1.0~6.0wt% 및 Ti 0.1~3.0wt%의 소결조제가 더 포함되는 것을 특징으로 하는 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 발열체는 직경이 120 μm 인 텅스텐 와이어를 0.29~1.0mm의 직경을 갖도록 코일링하여 저항값이 0.4~1.6 Ω 이 되도록 하는 것을 특징으로 하는 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법.

청구항 3

제 2 항에 있어서,

코일링된 상기 발열체의 내부에는 텅스텐 단자선이 삽입되며, 단자선이 삽입된 상기 발열체는 활성금속페이스트 용액에 침지한 후 꺼내어 브레이징 전기로를 이용하여 900 $^{\circ}\text{C}$ 에서 10분동안 열처리되는 것을 특징으로 하는 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법.

청구항 4

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 글로우 플러그 소결체를 제작하는 단계:는

상기 질화규소 분말과 소결조제 분말이 혼합된 혼합분말을 준비된 에틸알콜과 함께 습식혼합하는 단계;

습식혼합된 혼합분말 슬러리를 건조 및 건조된 혼합분말을 해쇄하는 단계;

해쇄된 상기 혼합분말을 일정형상의 성형틀에 채운 후, 단자선이 삽입된 상기 발열체를 매립하는 단계;

상기 발열체가 매립된 혼합분말을 프레스 성형 및 탈지하여 성형체를 준비하는 단계; 및

상기 성형체를 가압소결하여 글로우 플러그 소결체를 제작하는 단계로 이루어지되,

상기 단자선의 양단은 상기 글로우 플러그 소결체의 외부로 소정의 길이만큼 노출되는 것을 특징으로 하는 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법.

청구항 5

제 4 항에 있어서,

상기 혼합분말은 볼 밀을 이용하여 4시간 동안 습식혼합되고, 80℃에서 2시간 동안 건조 및 100kg/cm²의 압력으로 프레스 성형되며, N₂ 가스 분위기의 그래파이트 도가니에서 1700~1850℃의 온도로 1~3시간 동안 가압소결되는 것을 특징으로 하는 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법.

청구항 6

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 글로우 플러그 소결체를 봉상으로 가공하는 단계는 상기 글로우 플러그 소결체를 원통연마기를 이용하여 다각형으로 1차 가공한 후, 무심가공기를 이용하여 봉상으로 2차 가공하는 것을 특징으로 하는 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법.

청구항 7

제 4 항에 있어서,

상기 봉상으로 가공된 상기 글로우 플러그 소결체에 전극을 형성하는 단계:는

상기 단자선의 양단 노출된 부분을 활성금속 페이스트 용액에 침지한 후 꺼내어 브레이징 전기로에서 1000℃로 10분 동안 열처리하여 상기 상기 글로우 플러그 소결체의 외부면에 서로 접촉되지 않도록 2개의 전극층을 형성하는 단계;

상기 전극층에 니켈 와이어를 권취한 후, Ag-Cu를 브레이징재로 하여 브레이징 전기로에서 900℃로 30분 동안 열처리하는 단계를 포함하되,

상기 전극층 중 어느 하나는 글로우 플러그의 + 전극을 다른 하나는 - 전극을 이루는 것을 특징으로 하는 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법.

청구항 8

제 3 항 또는 제 7 항에 있어서,

상기 활성금속 페이스트 용액은 Mo, V, Ti, Mn, Zr 및 Si로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나 또는 2 이상이 혼합된 것을 특징으로 하는 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법에 관한 것으로, 보다 구체적으로는 디젤자동차의 내진동, 고온 기계적 특성(열충격성, 굽힘강도, 비커스경도, 파괴인성 등)이 우수하여 친환경 디젤자동차의 예열점화원, DPF(매연저감장치)의 점화원으로 사용되는 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 일반적으로 질화규소 글로우 플러그 및 이그나이터 제품은 디젤자동차 엔진 예열용으로 현재 4개가 장착되고 있으며, 종래의 시즈타입 글로우플러그는 승온속도가 느리고, 승온온도도 800℃ 정도로 낮은 문제로 엔진의 예열 시간이 길고 예열온도가 낮기 때문에 엔진효율이 낮아 공해물질(PM)이 다량 배출되어 디젤엔진의 공해배출

저감에 큰 장애로 대두되고 있다.

- [0004] 이러한 디젤 자동차의 배출오염원에 의한 대기오염으로 공기중의 미세먼지의 주요인으로 대두되고 있으며, 자동차 메이커에서 배출오염원을 저감하는 친환경엔진을 개발 상용화 하고 있다.
- [0005] 이러한 친환경 디젤엔진의 개발에는 4개/set의 세라믹 글로우 플러그가 장착되어 엔진의 예열온도를 높이고, 승온속도를 높이므로써 배출오염원을 낮추는 기술개발이 상용화되고 있어 수요가 크게 증가하고 있는 실정이다.
- [0006] 한편, 종래의 기술은 질화규소 배치조성, 글로우플러그 조립 구조, 내부 발열체 저항패턴, 조성, 소결조건등이 Kyo Cera Co., Ltd JP 1999-218125, JP1999-218126, NGK Co. JP 1998-369735, JP 1998-179572, NGK Spark Plug Co., Ltd US-07/357786에서 기재되어 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0008] 본 발명은 상술한 문제점들을 해결하기 위해 창안된 것으로, 먼저 저항 발열체 구현이 용이하고 발열체의 저항 및 발열범위의 구조를 간편하게 제작할 수 있으며, 저항 코일은 텅스텐 직경을 자유자재로 조절이 가능하여 DC 650V 4KW/ea 고용량 설계도 가능한 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법 제공을 일 목적으로 한다.
- [0009] 또한, 내구성 면에서 우수한 특성을 나타내고 있으며, 저항코일 형성은 Tunsten Wire Winding & Rewindibg M/C 으로 다양한 저항과 질화규소 Volume에 따른 팽창계수가 매칭 되도록 설계 시 대면적 대용량의 질화규소 히터로도 제조 가능한 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법의 제공을 다른 목적으로 한다.
- [0010] 아울러, 글로우 플러그와 같은 직경이 작고 열상범위가 작은 고밀도 발열체를 보다 경제적이고 대량 생산할 수 있는 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법 제공을 또 다른 목적으로 한다.
- [0011] 한편, 본 발명의 목적들은 이상에서 언급한 목적들로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 목적들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

- [0013] 본 발명은 상술한 목적들을 달성하기 위하여 질화규소 분말을 준비하는 단계, 상기 질화규소 분말에 코일링된 발열체를 매립하고 성형한 후, 상기 발열체가 매립된 상기 질화규소 분말을 가압소결하여 글로우 플러그 소결체를 제작하는 단계, 상기 글로우 플러그 소결체를 봉상으로 가공하는 단계 및 봉상으로 가공된 상기 글로우 플러그 소결체에 전극을 형성하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0014] 바람직하게는 상기 질화규소 분말은 α -Si₃N₄ 70~90wt% 및 β -Si₃N₄ 10~30wt%의 혼합분말로 이루어지며, 상기 혼합분말의 전체중량대비 MgO 1.0~3.0wt%, Al₂O₃ 1.0~3.0wt%, Y₂O₃ 1.0~6.0wt% 및 Ti 0.1~3.0wt%의 소결조제가 더 포함될 수 있다.
- [0015] 바람직하게는 상기 발열체는 직경이 120 μ m인 텅스텐 와이어를 0.29~1.0mm의 직경을 갖도록 코일링하여 저항값이 0.4~1.6 Ω 이 되도록할 수 있다.
- [0016] 바람직하게는 코일링된 상기 발열체의 내부에는 텅스텐 단자선이 삽입되며, 단자선이 삽입된 상기 발열체는 활성금속페이스트 용액에 침지한 후 꺼내어 브레이징 전기로를 이용하여 900℃에서 10분동안 열처리될 수 있다.
- [0017] 바람직하게는 상기 글로우 플러그 소결체를 제작하는 단계는, 상기 질화규소 분말과 소결조제 분말이 혼합된 혼합분말을 준비된 에틸알콜과 함께 습식혼합하는 단계, 습식혼합된 혼합분말 슬러리를 건조 및 건조된 혼합분말을 해쇄하는 단계, 해쇄된 상기 혼합분말을 일정형상의 성형틀에 채운 후, 단자선이 삽입된 상기 발열체를 매립하는 단계, 상기 발열체가 매립된 혼합분말을 프레스 성형 및 탈지하여 성형체를 준비하는 단계 및 상기 성형체를 가압소결하여 글로우 플러그 소결체를 제작하는 단계로 이루어질 수 있다.
- [0018] 바람직하게는 상기 단자선의 양단은 상기 글로우 플러그 소결체의 외부로 소정의 길이만큼 노출될 수 있다.

- [0019] 바람직하게는 상기 혼합분말은 볼 밀을 이용하여 4시간 동안 습식혼합되고, 80℃에서 2시간 동안 건조 및 100kg/cm²의 압력으로 프레스 성형되며, N₂ 가스 분위기의 그래파이트 도가니에서 1700~1850℃의 온도로 1~3시간 동안 가압소결될 수 있다.
- [0020] 바람직하게는 상기 글로우 플러그 소결체를 봉상으로 가공하는 단계는 상기 글로우 플러그 소결체를 원통연마기를 이용하여 다각형으로 1차 가공한 후, 무심가공기를 이용하여 봉상으로 2차 가공할 수 있다.
- [0021] 바람직하게는 상기 봉상으로 가공된 상기 글로우 플러그 소결체에 전극을 형성하는 단계는, 상기 단자선의 양단 노출된 부분을 활성금속 페이스트 용액에 침지한 후 꺼내어 브레이징 전기로에서 1000℃로 10분 동안 열처리하여 상기 글로우 플러그 소결체의 외부면에 서로 접촉되지 않도록 2개의 전극층을 형성하는 단계, 상기 전극층에 니켈 와이어를 권취한 후, Ag-Cu를 브레이징재로 하여 브레이징 전기로에서 900℃로 30분 동안 열처리하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0022] 바람직하게는 상기 전극층 중 어느 하나는 글로우 플러그의 + 전극을 다른 하나는 - 전극을 이룰 수 있다.
- [0023] 바람직하게는 상기 활성금속 페이스트 용액은 Mo, V, Ti, Mn, Zr 및 Si로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나 또는 2 이상이 혼합될 수 있다.

발명의 효과

- [0025] 본 발명은 다음과 같은 우수한 효과가 있다.
- [0026] 먼저, 본 발명은 저항 발열체 구현이 용이하고 발열체의 저항 및 발열범위의 구조를 간편하게 제작할 수 있으며, 저항 코일은 텅스텐 직경을 자유자재로 조절이 가능하여 DC 650V 4KW/ea 고용량 설계도 가능하다.
- [0027] 또한, 내구성 면에서 우수한 특성을 나타내고 있으며, 저항코일 형성은 Tunsten Wire Winding & Rewindibg M/C으로 다양한 저항과 질화규소 Volume에 따른 팽창계수가 매칭 되도록 설계 시 대면적 대용량의 질화규소히터 제조도 가능하다.
- [0028] 아울러, 글로우 플러그와 같은 직경이 작고 열상범위가 작은 고밀도 발열체를 보다 경제적이고 대량 생산할 수 있는 우수한 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

- [0030] 도 1은 본 발명의 실시 예에 따른 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법의 전체 공정도다.
- 도 2는 글로우 플러그 소결체에 단자선이 노출된 상태를 도시한 도다.
- 도 3은 글로우 플러그 소결체에 전극이 형성된 이미지다.
- 도 4는 본 발명의 일 실시 예에 따라 제조된 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그의 측면도(a) 및 측단면도(b)다.
- 도 5는 본 발명의 일 실시 예에 따른 글로우 플러그 소결체(소결온도:1,800℃, 소결시간:2hr, 압력:35ton, 가스 분위기:N₂ Pressure(3MPa))의 Etching Surface SEM 이미지다.
- 도 6은 도 5의 소결체에서 발열체와 소결체의 경계면 미세구조를 보여주는 SEM 이미지다.(이때 (a)는 50μm, (b)는 10μm 이미지임)
- 도 7 내지 13은 12V 글로우플러그 ON-Off 시험결과를 보여주는 그래프다.
- 도 14 내지 20은 24V 글로우플러그 ON-Off 시험결과를 보여주는 그래프다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0031] 발명에서 사용되는 용어는 가능한 현재 널리 사용되는 일반적인 용어를 선택하였으나, 특정한 경우는 출원인이 임의로 선정한 용어도 있는데 이 경우에는 단순한 용어의 명칭이 아닌 발명의 상세한 설명 부분에 기재되거나

사용된 의미를 고려하여 그 의미가 파악되어야 할 것이다.

[0032] 이하, 첨부한 도면에 도시된 바람직한 실시예들을 참조하여 본 발명의 기술적 구성을 상세하게 설명한다.

[0033] 그러나, 본 발명은 여기서 설명되는 실시예에 한정되지 않고 다른 형태로 구체화 될 수도 있다. 명세서 전체에 걸쳐 동일한 참조번호는 동일한 구성요소를 나타낸다.

[0035] 이와 관련하여 먼저, 도 1은 본 발명의 실시 예에 따른 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법의 전체 공정도, 도 2는 글로우 플러그 소결체에 단자선이 노출된 상태를 도시한 도, 도 3은 글로우 플러그 소결체에 전극이 형성된 이미지, 도 4는 본 발명의 일 실시 예에 따라 제조된 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그의 측면도(a) 및 측단면도(b), 도 5는 본 발명의 일 실시 예에 따른 글로우 플러그 소결체(소결온도:1,800℃, 소결시간:2hr, 압력:35ton, 가스 분위기:N₂ Pressure(3MPa))의 Etching Surface SEM이미지, μ 6은 도 5의 소결체에서 발열체와 소결체의 경계면 미세구조를 보여주는 SEM 이미지, 도 7 내지 13은 12V 글로우플러그 ON-Off 시험결과를 보여주는 그래프이며, 도 14 내지 20은 24V 글로우플러그 ON-Off 시험결과를 보여주는 그래프다.

[0037] 상기 도 1 내지 20을 참조하면 본 발명의 일 실시 예에 따른 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법은 질화규소 분말을 준비하는 단계(S100)를 포함한다.

[0038] 이때, 본 발명의 일 실시 예에 따른 상기 질화규소 분말은 α -Si₃N₄ 70~90wt% 및 β -Si₃N₄ 10~30wt%의 혼합분말로 이루어지며, 상기 혼합분말의 전체중량대비 MgO 1.0~3.0wt%, Al₂O₃ 1.0~3.0wt%, Y₂O₃ 1.0~6.0wt% 및 Ti 0.1~3.0wt%의 소결조제가 더 포함된다.

[0039] 이때, 상기 β -Si₃N₄ 및 Al₂O₃를 첨가함으로써 소결성 및 글로우 플러그 소결체의 기계적 강도가 향상된다.

[0040] 한편, 본 발명의 일 실시 예에 따른 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법은 상기 질화규소 분말에 코일링된 발열체를 매립하고 성형한 후, 상기 발열체가 매립된 상기 질화규소 분말을 가압소결하여 글로우 플러그 소결체를 제작하는 단계(S200)를 포함한다.

[0041] 아울러, 본 발명의 일 실시 예에 따른 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법은 소결조제로 Ti가 더 포함되는데 이때, 상기 Ti는 질화물 소결체의 Si₃N₄ 결정입자와 소결시 결합되며 Ti는 후술할 발열체의 외부 표면과 질화물 세라믹스의 결합력을 강화시켜 발열체 매립부의 외부에 기공이 생기지 않도록 한다.

[0042] 한편, 본 발명의 일 실시 예에 따른 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법은 상기 질화규소 분말에 코일링된 발열체를 매립하고 성형한 후, 상기 발열체가 매립된 상기 질화규소 분말을 가압소결하여 글로우 플러그 소결체를 제작하는 단계(S200)를 포함한다.

[0043] 이하에서는 상기 글로우 플러그 소결체를 제작하는 단계(S200)에 대해 상세히 설명한다.

[0044] 먼저, 상기 글로우 플러그 소결체를 제작하는 단계(S200)는 상기 질화규소 분말과 소결조제 분말이 혼합된 혼합분말을 준비된 에틸알콜과 함께 습식혼합하는 단계를 포함하며, 상기 습식혼합하는 단계는 볼 밀을 이용하여 4시간 동안 습식혼합된다.

[0045] 이후, 습식혼합된 혼합분말 슬러리를 건조 및 건조된 혼합분말을 해쇄하는 단계 및 해쇄된 상기 혼합분말을 일정형상의 성형틀에 채운 후, 단자선이 삽입된 상기 발열체를 매립하는 단계를 포함한다.

[0046] 이때, 본 발명의 일 실시 예에 따른 상기 발열체는 직경이 120 μ m인 텅스텐 와이어를 0.29~1.0mm의 직경을 갖도록 코일링하여 저항값이 0.4~1.6 Ω 이 되도록 하는 것을 특징으로 한다.

[0048] 한편, 상기 발열체의 직경을 상술한 바와 같이 한정하는 이유는 다음과 같다.

[0049] 이와 관련하여 먼저 텅스텐 코일형 저항 발열체의 경우 직경이 크면 발열시 질화규소 소결체와 텅스텐금속 팽창계수가 미스 매치 되면 질화규소 소결체가 팽창에 의하여 파괴현상이 발생되기 때문에, 이러한 파괴현상이 없이 내구성을 갖기 위하여 질화규소 소결체와 텅스텐금속선(W-metal wire)의 직경조절이 매우 중요하며, 저항값에 따른 선경(Wire Dia.)과 길이 제어가 중요하다.

- [0050] 이에 본 발명의 일 실시 예에서는 선의 직경이 120 μ m인 텅스텐 와이어를 코일링하여 직경이 0.29~1.0mm인 일정 길이의 코일을 제작하였으며, 이때 상기 코일의 저항값은 0.4~1.6 Ω 이다.
- [0051] 한편, 코일링된 상기 발열체의 내부에는 텅스텐 단자선이 삽입되며, 단자선이 삽입된 상기 발열체는 활성금속 페이스트 용액에 침지한 후 꺼내어 브레이징 전기로를 이용하여 900 $^{\circ}$ C에서 10분동안 열처리되는 것을 특징으로 한다.
- [0052] 이때, 상기 단자선은 도 2에 도시된 바와 같이 글로우 플러그 소결체의 외부면에 일정길이만큼 노출되며 노출된 길이만큼 후술할 전극층을 형성할 수 있고 니켈 와이어와의 접합강도를 향상시킴으로써 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그의 사용수명 및 내구성을 10년이상 확보할 수 있다.
- [0053] 한편, 상기 혼합분말 슬러리의 건조는 다양한 방법을 통해 수행될 수 있으나, 본 발명의 일 실시 예에 있어서는 다양한 건조기를 이용하여 80 $^{\circ}$ C에서 2시간 동안 건조된다.
- [0054] 아울러, 상기 글로우 플러그 소결체를 제작하는 단계(S200)는 상기 발열체가 매립된 혼합분말을 프레스 성형 및 탈지하여 성형체를 준비하는 단계 및 상기 성형체를 가압소결하여 글로우 플러그 소결체를 제작하는 단계를 포함한다.
- [0055] 이때, 상기 발열체는 상기 성형체의 내부에 텅스텐 발열저항 코일이 중심부에 위치하도록 매립되며, 이처럼 중심부에 매립하는 이유는 소결후 발열상이 중심부에 모여야만 내구성이 양호하게 되고, 중심부에서 벗어나면 열상이 한쪽으로 치우쳐서 내구성이 크게 떨어지므로 이를 미연에 방지하기 위함이다.
- [0056] 한편, 상기 프레스 성형 및 상기 성형체를 가압소결하는 단계는, 100kg/cm²의 압력으로 프레스 성형되며, N₂ 가스 분위기의 그라파이트 도가니에서 1700~1850 $^{\circ}$ C의 온도로 1~3시간 동안 가압소결된다.
- [0057] 이때, 공기층에서 소성할 경우 산화되어 히터로서 사용할 수 없을 수 있으므로, 텅스텐 전극이 산화되지 않고 히터로서 사용할 수 있도록 N₂ 가스 분위기에서 소결하며, 상기 도 5를 참조하면 소결온도 1800 $^{\circ}$ C, 2시간 소결체의 경우 N₂ Pressure가 1MPa보다 3MPa의 압력상승시 질화규소의 입자성장이 제어되어 치밀화가 증진됨을 확인할 수 있다.
- [0058] 한편, 본 발명의 일 실시 예에 따른 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법은 상기 글로우 플러그 소결체를 봉상으로 가공하는 단계(S300)를 포함한다.
- [0059] 이때, 본 발명의 일 실시 예에 따른 상기 봉상으로 가공하는 단계(S300)는 상기 글로우 플러그 소결체를 원통연마기를 이용하여 다각형으로 1차 가공한 후, 무심가공기를 이용하여 봉상으로 2차 가공한다.
- [0060] 아울러, 본 발명의 일 실시 예에 따른 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법은 봉상으로 가공된 상기 글로우 플러그 소결체에 전극을 형성하는 단계(S400)를 포함한다.
- [0061] 이와 관련하여 도 3을 참조하면, 상기 전극을 형성하는 단계(S400)는 상기 단자선의 양단 노출된 부분을 활성금속 페이스트 용액에 침지한 후 꺼내어 브레이징 전기로에서 1000 $^{\circ}$ C로 10분 동안 열처리하여 상기 상기 글로우 플러그 소결체의 외부면에 서로 접촉되지 않도록 2개의 전극층을 형성하는 단계 및 상기 전극층에 니켈 와이어를 권취한 후, Ag-Cu를 브레이징재로 하여 브레이징 전기로에서 900 $^{\circ}$ C로 30분 동안 열처리하는 단계를 포함한다.
- [0062] 이때, 상기 전극층 중 어느 하나는 리드선과 연결되어 글로우 플러그의 + 전극을 다른 하나는 리드선과 연결되어 - 전극을 이룬다.
- [0063] 이에 대해 도 4를 참조하여 보다 상세하게 설명하면, 상기 - 전극은 접지부로서 히터전극부에 서스 또는 동 슬리브를 활성금속 접합법으로 고진공브레이징로에서 약 1000 $^{\circ}$ C로 접합하여 - 전극을 형성한다.
- [0064] 한편, + 전극은 히터 상부에 니켈선을 질화규소 히터선과 소결체의 메탈라이징 된 전극 Ni선을 상부에서 M4x0.7 나사부에 접합하며, 접합방법으로는 Ni-Sus 304 금속접합으로 Ag 브레이징 함을 특징으로 한다.
- [0065] 한편, 본 발명의 일 실시 예에 따른 상기 활성금속 페이스트 용액은 Mo, V, Ti, Mn, Zr 및 Si로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나 또는 2 이상이 혼합된 것을 특징으로 한다.

[0066] 한편, 본 발명의 실시예에 따라 제조되는 질화규소 글로우 플러그의 특성을 정리하면 하기 표 1과 같다.

표 1

항목	단위	질화규소 글로우 플러그
내전압 (5mA, 2sec)	V	5,000 이상
밀도(Density)	g/cm ³	3.26
3점굽힘강도	MPa	800
비커스경도	Kg/mm ²	1,600
최고사용온도 Max. use temp.	℃ max.	1,400
상용사용온도 Operating temp.	℃ max.	1,300
열전도율 Thermal conductivity	W/mK	31
비열 Specific Heat	J/gK	1
선팽창계수 Coef. of linear thermal expansion	/℃ (40~800℃)	3.7x10 ⁻⁶

[0070] 한편, 상기 도 7 내지 20을 참조하면 본 발명의 실시예에 따라 제조된 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그는 내구성 시험결과 5000Cycle 이상의 내구성을 확보할 수 있는 것으로 확인되었다.

[0071] 이때, 내구성시험은 On-Off Test System을 이용한 시험결과로서, 전압을 14.4V, 정격전압 12V보다 가혹하게 인가하여 시험하였으며, 전압 ON-OFF 시험장치를 이용하여 3분 ON, 1.2분 OFF를 1 Cycle로 하여 전압 ON-OFF시험을 수행하였다.

[0073] 결과적으로, 본 발명의 실시예에 따른 디젤자동차용 질화규소 글로우 플러그 제조방법은 상술한 기술적 구성들을 통해 먼저, 본 발명은 저항 발열체 구현이 용이하고 발열체의 저항 및 발열범위의 구조를 간편하게 제작할 수 있으며, 저항 코일은 텅스텐 직경을 자유자재로 조절이 가능하여 DC 650V 4KW/ea 고용량 설계도 가능하다.

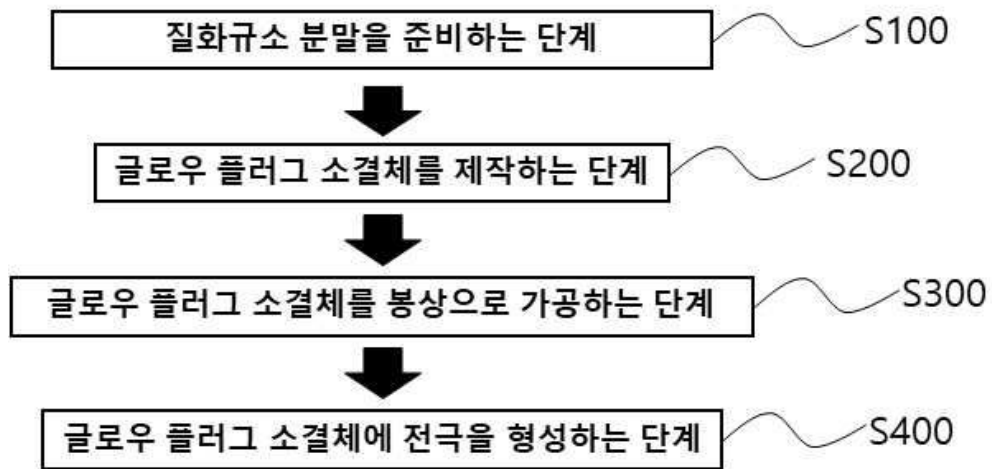
[0074] 또한, 내구성 면에서 우수한 특성을 나타내고 있으며, 저항코일 형성은 Tunsten Wire Winding & Rewindibg M/C으로 다양한 저항과 질화규소 Volume에 따른 팽창계수가 매칭 되도록 설계 시 대면적 대용량의 질화규소히터 제조도 가능하다.

[0075] 아울러, 글로우 플러그와 같은 직경이 작고 열상범위가 작은 고밀도 발열체를 보다 경제적이고 대량 생산할 수 있는 우수한 효과가 있다.

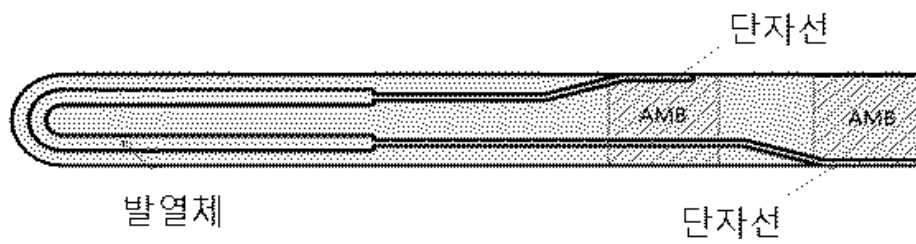
[0077] 이상에서 살펴본 바와 같이 본 발명은 바람직한 실시예를 들어 도시하고 설명하였으나, 상기한 실시예에 한정되지 아니하며 본 발명의 정신을 벗어나지 않는 범위 내에서 당해 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 다양한 변경과 수정이 가능할 것이다.

도면

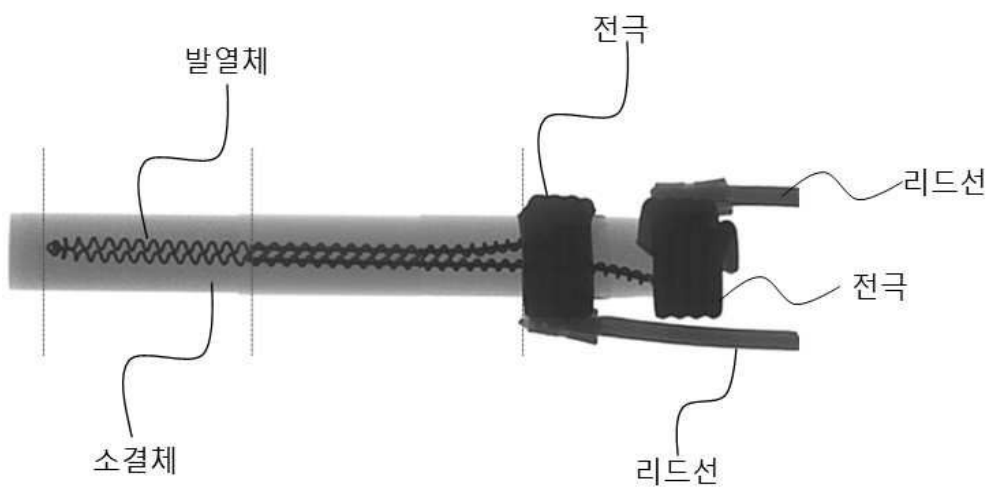
도면1



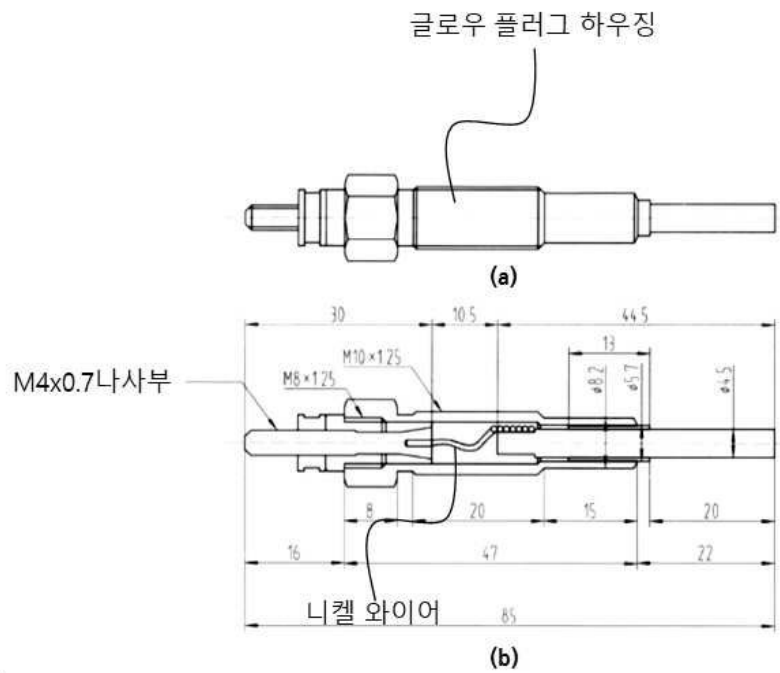
도면2



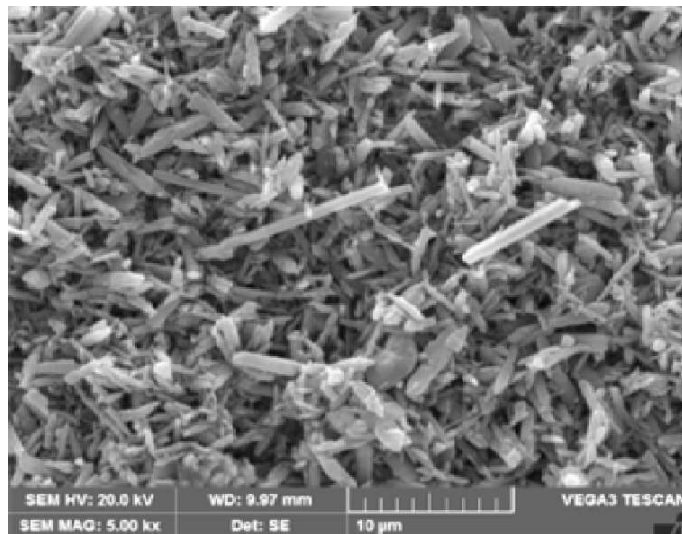
도면3



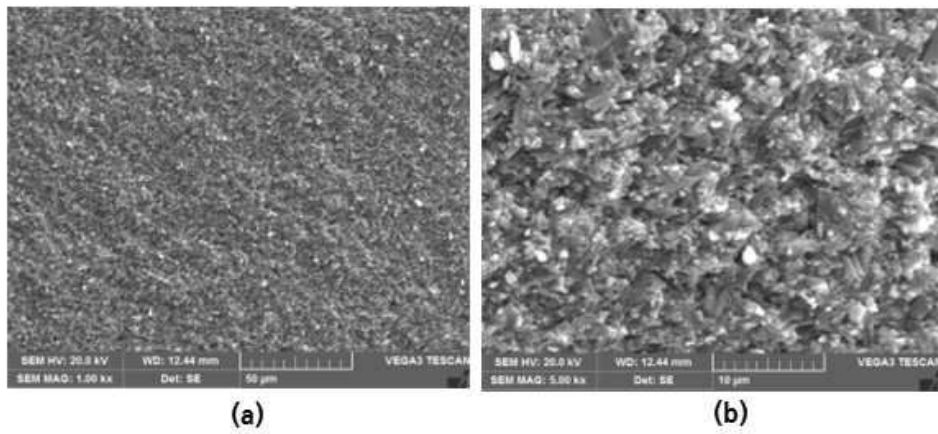
도면4



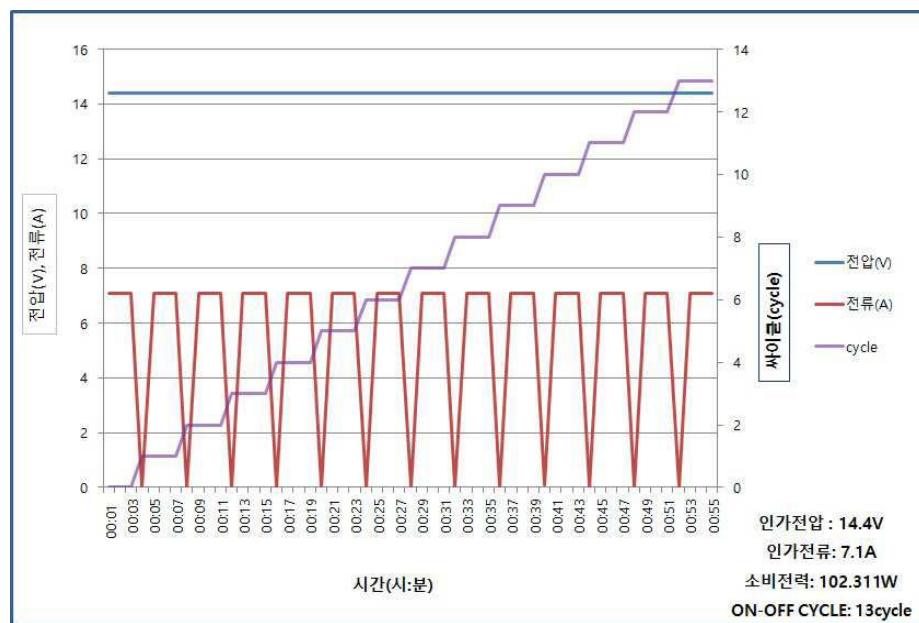
도면5



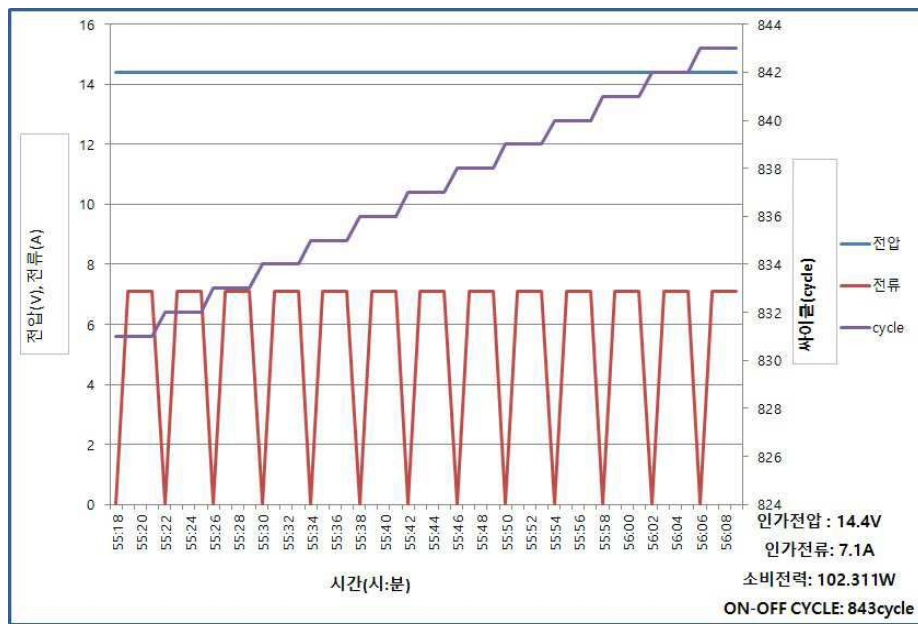
도면6



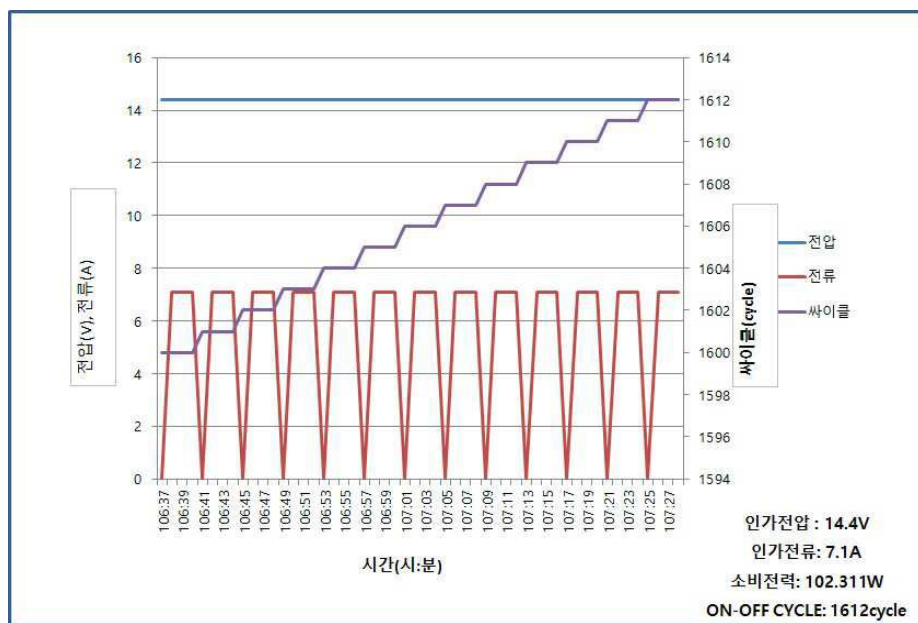
도면7



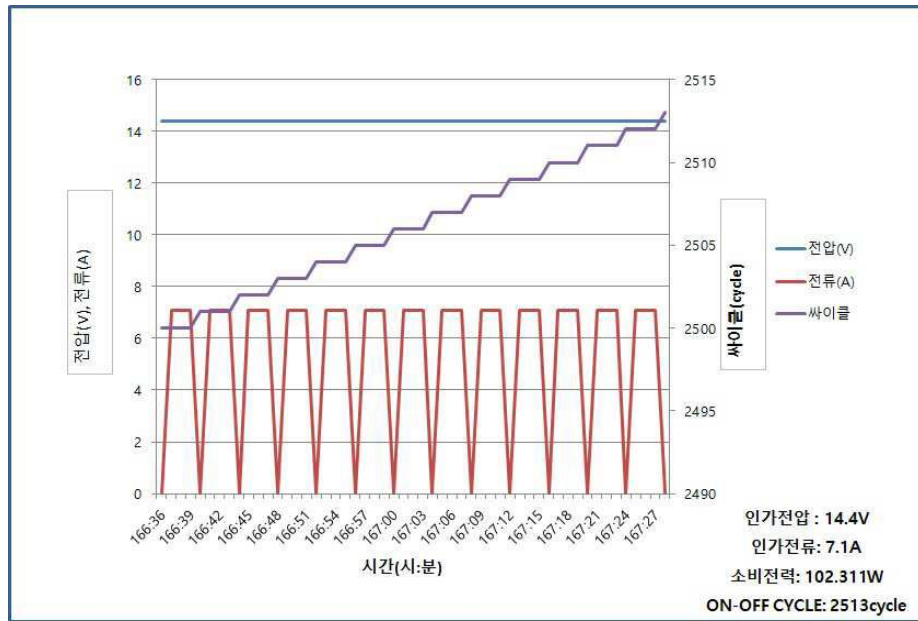
도면8



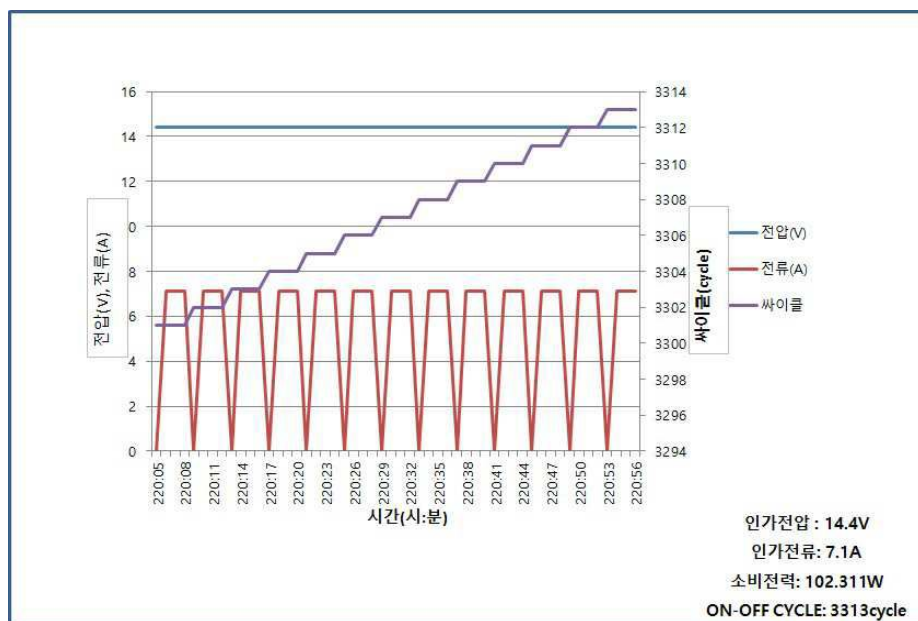
도면9



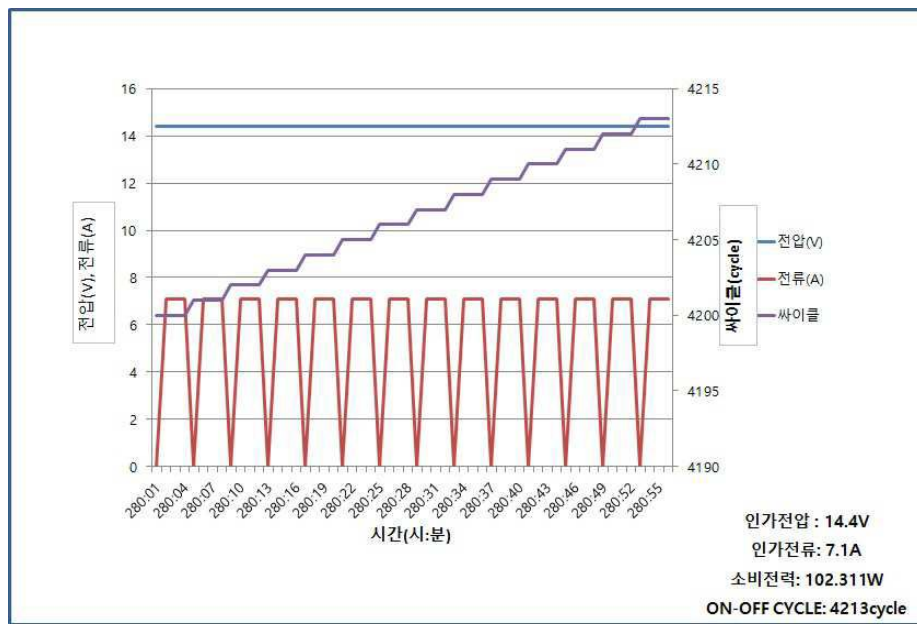
도면10



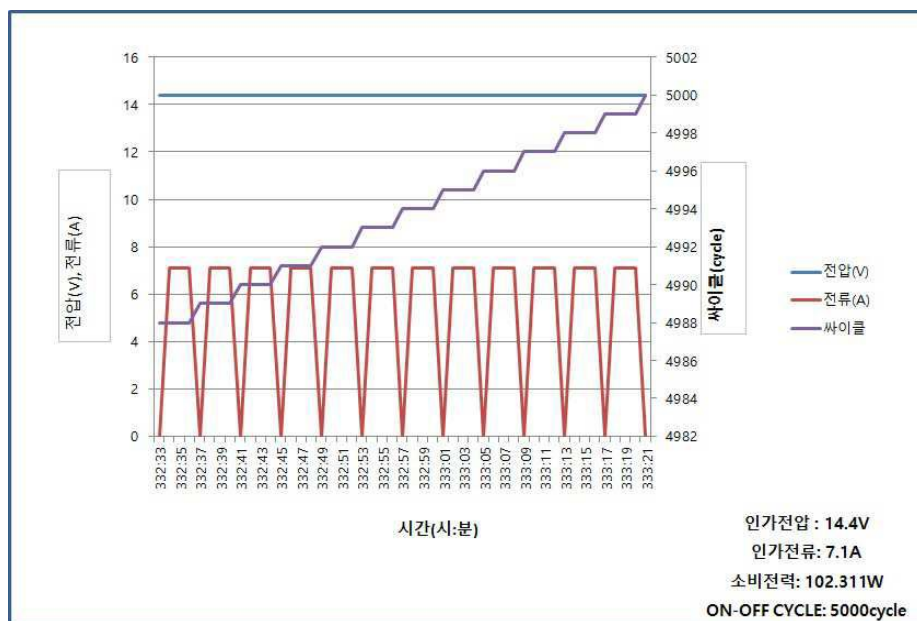
도면11



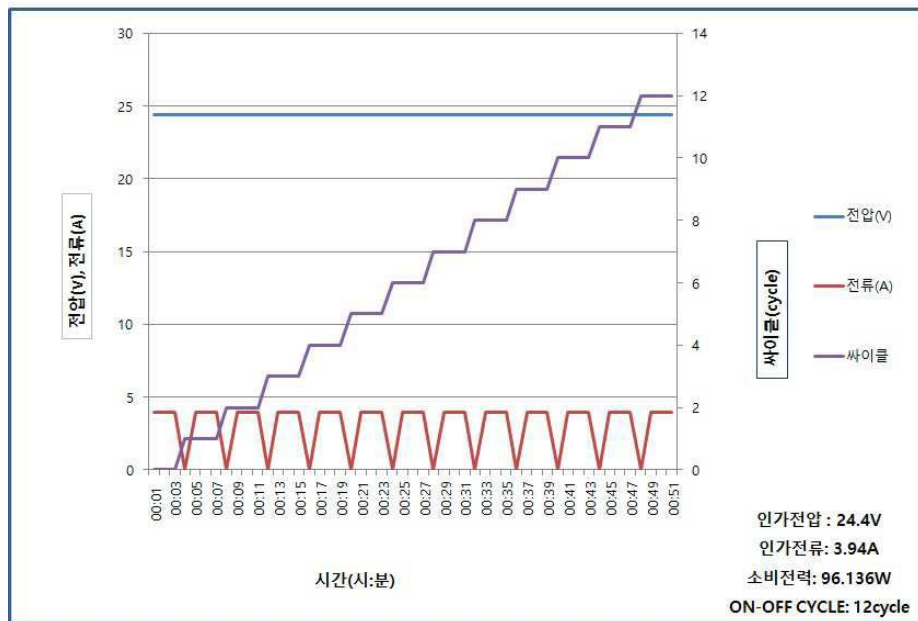
도면12



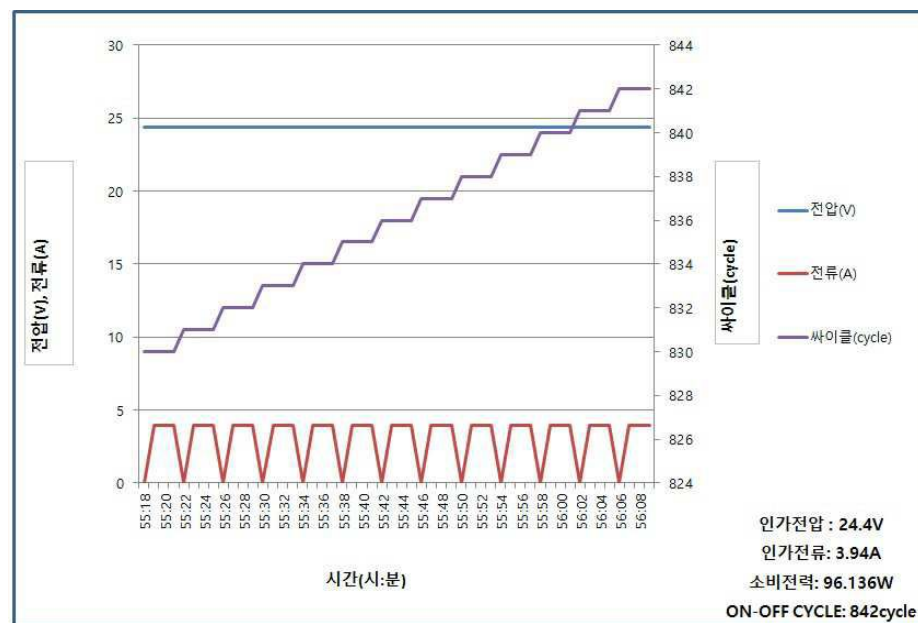
도면13



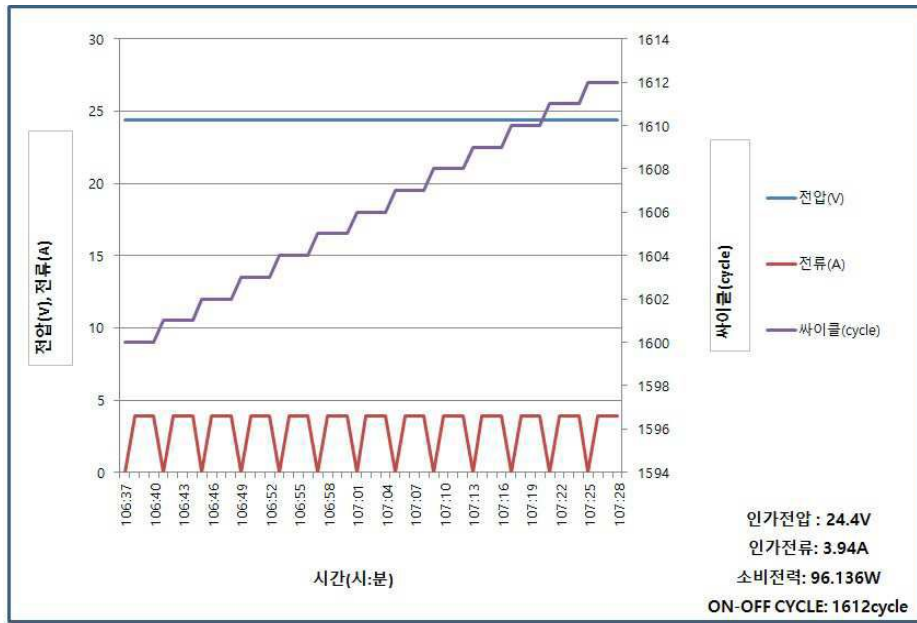
도면14



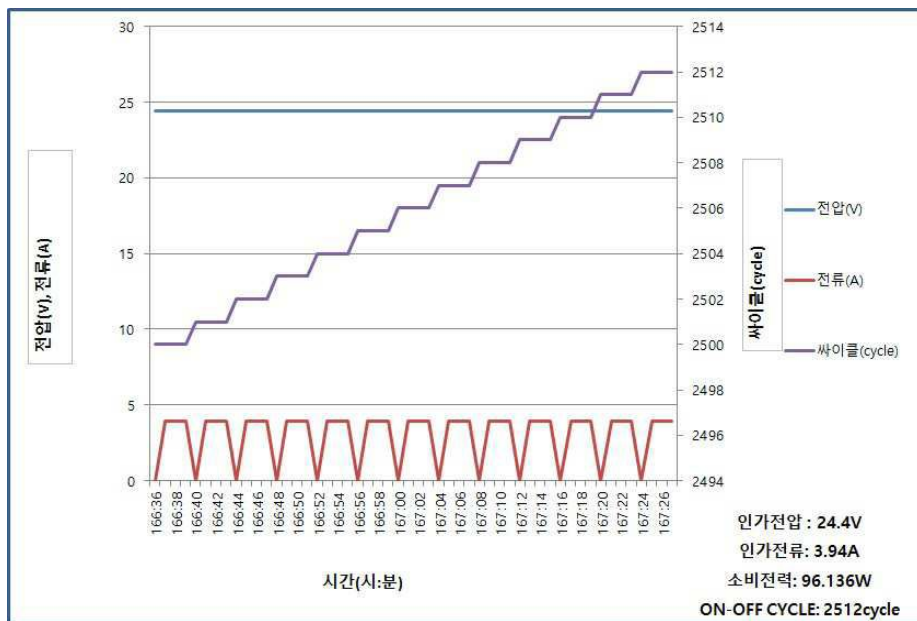
도면15



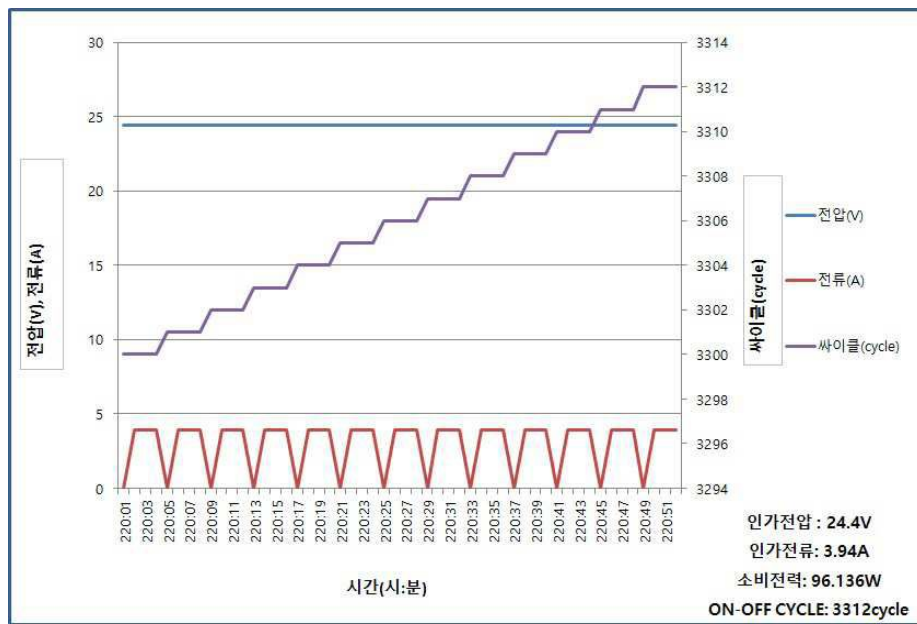
도면16



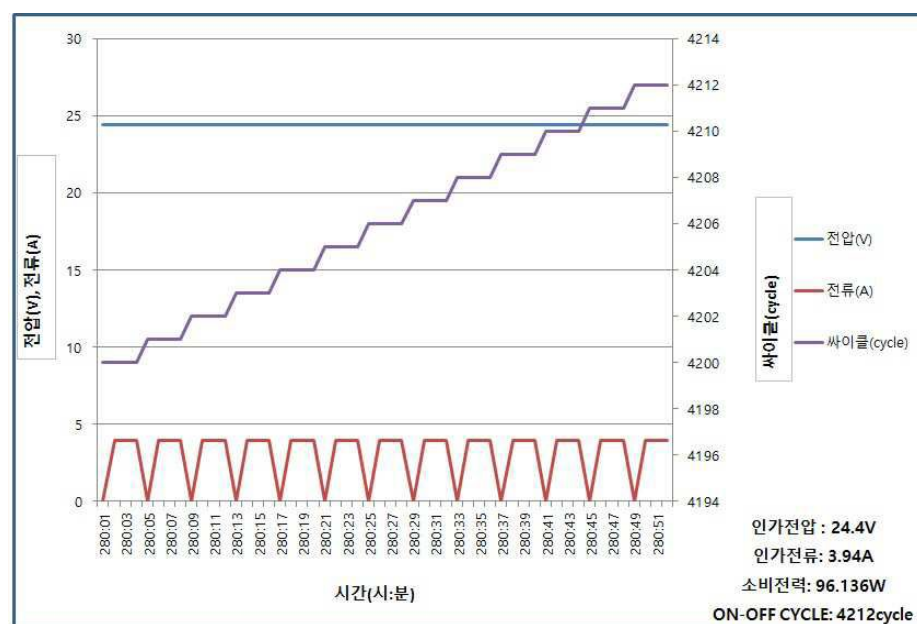
도면17



도면18



도면19



도면20

