



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0052485
(43) 공개일자 2017년05월12일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C23C 8/20 (2006.01) C23C 8/02 (2006.01)
C23C 8/22 (2006.01) C23C 8/80 (2006.01)
C23G 1/02 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C23C 8/20 (2013.01)
C23C 8/02 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2016-0143608
(22) 출원일자 2016년10월31일
심사청구일자 2016년10월31일
(30) 우선권주장
1020150151613 2015년10월30일 대한민국(KR)

(71) 출원인
한국생산기술연구원
충청남도 천안시 서북구 입장면 양대기로길 89
(72) 발명자
김준호
충청남도 천안시 서북구 입장면 양대기로길 89 (홍천리, 한국생산기술연구원)
김규식
경상북도 안동시 중평1길 10-3 (용상동)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
고영갑, 권정기, 임상엽

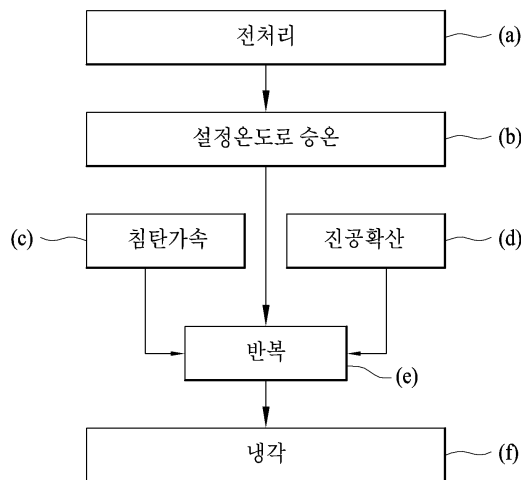
전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 발명의 명칭 **저온 진공침탄방법**

(57) 요약

본 발명에 따른 저온 진공침탄방법은, 대상금속에 전처리를 수행하는 (a)단계, 상기 대상금속을 반응챔버에 투입하고, 설정온도로 승온시키는 (b)단계, 상기 반응챔버를 진공 분위기로 형성하고, 반응가스를 주입하여 침탄을 가속시키는 (c)단계, 반응가스의 주입을 중단하고, 상기 반응챔버를 진공 분위기로 형성하여 진공을 확산시키는 (d)단계 및 상기 (c)단계 및 상기 (d)단계를 기 설정된 시간 간격으로 반복 수행하는 (e)단계를 포함한다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C23C 8/22 (2013.01)

C23C 8/80 (2013.01)

C23G 1/02 (2013.01)

(72) 발명자

정우창

부산광역시 부산진구 중앙대로666번길 50 더샵 센
트럴스타 D동 3909호

박인욱

경기도 화성시 동탄반석로 동탄 예당마을 우미린제
일풍 279 (동탄1동) 121동 302호

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 1711034228

부처명 미래창조과학부

연구관리전문기관 산업기술연구회

연구사업명 한국생산기술연구원연구운영비지원

연구과제명 차세대 융복합 소재부품 기초기술 개발

기 여 율 1/1

주관기관 한국생산기술연구원

연구기간 2015.01.01 ~ 2015.12.31

명세서

청구범위

청구항 1

대상금속에 전처리를 수행하는 (a)단계;
상기 대상금속을 반응챔버에 투입하고, 설정온도로 승온시키는 (b)단계;
상기 반응챔버를 진공 분위기로 형성하고, 반응가스를 주입하여 침탄을 가속시키는 (c)단계;
반응가스의 주입을 중단하고, 상기 반응챔버를 진공 분위기로 형성하여 진공을 확산시키는 (d)단계; 및
상기 (c)단계 및 상기 (d)단계를 기 설정된 시간 간격으로 반복 수행하는 (e)단계;
를 포함하는 저온 진공침탄방법.

청구항 2

제1항에 있어서,
상기 (a)단계는,
상기 대상금속에 산세 공정을 수행하여 자연산화막을 제거 또는 약화시키는 것으로 하는 저온 진공침탄방법.

청구항 3

제1항에 있어서,
상기 (b)단계는,
상기 반응챔버를 진공 분위기로 형성하는 (b-1)단계;
상기 반응챔버 내를 목표온도로 승온시켜 상기 대상금속의 내부응력을 약화시키는 (b-2)단계; 및
상기 반응챔버 내에 처리가스를 주입하여 상기 대상금속의 표면을 처리하고, 자연산화막과 대상금속의 결합력을 약화시키는 (b-3)단계;
를 포함하는 저온 진공침탄방법.

청구항 4

제3항에 있어서,
상기 (b-2)단계는,
상기 대상금속의 목표경도에 따라 상기 목표온도를 변화시키는 것으로 하며,
상기 (b-3)단계는,
상기 (b-2)단계의 목표온도에 따라 상기 처리가스의 조성을 변화시키는 것으로 하는 저온 진공침탄방법.

청구항 5

제1항에 있어서,
상기 (c)단계에서,
상기 반응가스는 20 내지 70%의 수소가스 및 30 내지 80%의 아세틸렌가스의 혼합가스인 것으로 하는 저온 진공 침탄방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 저온 진공침탄방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 침탄 가속 과정과, 진공 확산 과정을 반복하여 침탄층을 형성하는 저온 진공침탄방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 일반적으로 오스테나이트(austenite)계 스테인리스강의 경우, 상대적으로 우수한 내식성을 나타내고 있으나 CI 기가 존재하는 수용액에서는 피팅 부식에 취약하며, 경도가 상대적으로 낮아 마모에 취약하며, 특히 해수 조건에서 적용되기에는 다소 한계가 있다.

[0003] 따라서 이와 같은 문제를 해결하기 위하여 종래에는 다양한 표면 개질법을 적용하여 질화 및 침탄을 수행하고 있다.

[0004] 다만, 질화 및 침탄 공정을 높은 온도에서 수행하는 경우(염욕 질화, 고온 침탄 공정 등), 질화물 및 탄화물이 석출되어 내식성이 저하되는 문제가 발생한다.

[0005] 또한 질화 및 침탄 공정을 낮은 온도조건에서 수행하는 경우에는, 금속의 표면에 존재하는 자연 산화막에 의하여 침탄 및 질화층을 형성하기 어렵다는 문제가 있다.

[0006] 따라서 이와 같은 문제점들을 해결하기 위한 방법이 요구된다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명은 상술한 종래 기술의 문제점을 해결하기 위하여 안출된 발명으로서, 질화물 및 탄화물이 석출되지 않는 온도 분위기에서 효과적으로 침탄층을 형성하기 위한 방법을 제공하기 위한 목적을 가진다.

[0008] 또한 복잡한 형상을 가지는 대상금속에도 적용이 가능한 침탄방법을 제공하기 위한 목적을 가진다.

[0009] 본 발명의 과제들은 이상에서 언급한 과제들로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 과제들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

[0010] 상기한 목적을 달성하기 위한 본 발명의 저온 진공침탄방법은, 대상금속에 전처리를 수행하는 (a)단계, 상기 대상금속을 반응챔버에 투입하고, 설정온도로 승온시키는 (b)단계, 상기 반응챔버를 진공 분위기로 형성하고, 반응가스를 주입하여 침탄을 가속시키는 (c)단계, 반응가스의 주입을 중단하고, 상기 반응챔버를 진공 분위기로 형성하여 진공을 확산시키는 (d)단계 및 상기 (c)단계 및 상기 (d)단계를 기 설정된 시간 간격으로 반복 수행하는 (e)단계를 포함한다.

[0011] 그리고 상기 (a)단계는, 상기 대상금속에 산세 공정을 수행하여 자연산화막을 제거 또는 약화시키는 것으로 할 수 있다.

[0012] 그리고 상기 (b)단계는, 상기 반응챔버를 진공 분위기로 형성하는 (b-1)단계, 상기 반응챔버 내를 목표온도로 승온시켜 상기 대상금속의 내부응력을 약화시키는 (b-2)단계 및 상기 반응챔버 내에 처리가스를 주입하여 상기 대상금속의 표면을 처리하고, 자연산화막과 대상금속의 결합력을 약화시키는 (b-3)단계를 포함할 수 있다.

[0013] 또한 상기 (b-2)단계는, 상기 대상금속의 목표경도에 따라 상기 목표온도를 변화시키는 것으로 하며, 상기 (b-3)단계는, 상기 (b-2)단계의 목표온도에 따라 상기 처리가스의 조성을 변화시키는 것으로 할 수 있다.

[0014] 그리고 상기 (c)단계에서, 상기 반응가스는 20 내지 70%의 수소가스 및 30 내지 80%의 아세틸렌가스의 혼합가스인 것으로 할 수 있다.

발명의 효과

[0015] 상기한 과제를 해결하기 위한 본 발명의 반응가스 공급주기 제어에 의한 저온 진공침탄방법은 다음과 같은 효과가 있다.

- [0016] 첫째, 저온 분위기에서도 효과적으로 대상금속에 침탄층을 형성할 수 있는 장점이 있다.
- [0017] 둘째, 대상금속의 외관에 검댕(Sooting)을 발생시키지 않아 더욱 균질하고 고품질의 침탄층을 형성할 수 있는 장점이 있다.
- [0018] 셋째, 페룰 등 복잡한 형상을 가지는 대상에도 효과적으로 적용이 가능하다는 장점이 있다.
- [0019] 본 발명의 효과들은 이상에서 언급한 효과들로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 효과들은 청구범위의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

도면의 간단한 설명

- [0020] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 저온 진공침탄방법의 각 단계를 나타낸 흐름도;
- 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 저온 진공침탄방법을 적용하기 위한 대상금속인 페룰의 모습을 나타낸 도면;
- 도 3은 본 발명의 일 실시예에 따른 저온 진공침탄방법에 있어서, 대상금속에 전처리를 수행하는 모습을 나타낸 도면;
- 도 4는 본 발명의 일 실시예에 따른 저온 진공침탄방법에 있어서, 대상금속을 반응챔버 내에 장입한 모습을 나타낸 도면;
- 도 5는 본 발명의 일 실시예에 따른 저온 진공침탄방법에 있어서, 침탄 가속 과정과 진공 확산 과정을 반복하는 과정을 나타낸 그래프; 및
- 도 6 내지 도 9는 다양한 조건들을 변화시키며 실험을 수행한 결과를 나타낸 도면; 및
- 도 10은 본 발명을 적용 가능한 다른 대상을 예시한 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0021] 이하 본 발명의 목적이 구체적으로 실현될 수 있는 본 발명의 바람직한 실시예를 첨부된 도면을 참조하여 설명한다. 본 실시예를 설명함에 있어서, 동일 구성에 대해서는 동일 명칭 및 동일 부호가 사용되며 이에 따른 부가적인 설명은 생략하기로 한다.
- [0022] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 저온 진공침탄방법의 각 단계를 나타낸 흐름도이다.
- [0023] 도 1에 도시된 바와 같이, 본 발명에 따른 저온 진공침탄방법은 대상금속에 전처리를 수행하는 (a)단계와, 상기 대상금속을 반응챔버에 투입하고, 설정온도로 승온시키는 (b)단계와, 상기 반응챔버를 진공 분위기로 형성하고, 반응가스를 주입하여 침탄을 가속시키는 (c)단계와, 반응가스의 주입을 중단하고, 상기 반응챔버를 진공 분위기로 형성하여 진공을 확산시키는 (d)단계 및 상기 (c)단계 및 상기 (d)단계를 기 설정된 시간 간격으로 반복 수행하는 (e)단계를 포함한다.
- [0024] 그리고 본 실시예에서는, 상기 (e)단계 이후 대상금속을 냉각하는 (f)단계를 더 포함할 수 있다.
- [0025] 이하에서는 상기 각 단계에 대해 자세히 설명하도록 한다.
- [0026] 그리고 도 2에 도시된 바와 같이, 본 발명의 일 실시예에 따른 저온 진공침탄방법을 적용하기 위한 대상금속(10)은 스테인리스강 페룰(ferrule)인 것으로 하였다.
- [0027] 상기 페룰은 중공(12)에 의해 그 형상이 일반적인 대상에 비해 복잡하여 침탄 처리 시 불균일한 표면층이 형성되는 것은 물론, 또한 공정 변수의 제어가 어려운 단점이 존재한다. 따라서 일반적인 침탄방법을 적용하기가 어렵다는 문제가 있다.
- [0028] 본 실시예에 따른 저온 진공침탄방법은, 먼저 대상금속에 전처리를 수행하는 단계가 수행된다.
- [0029] 본 단계는 도 3에 도시된 바와 같이, 소정의 용기(50)에 유기용매(52)를 채운 뒤, 대상금속(10)을 유기용매(52) 내에 투입하여 세척하는 것으로 이루어질 수 있다.
- [0030] 이와 같이 하는 이유는 대상금속(10)인 페룰이 연삭 가공으로 인해 표면에 다양한 윤활유 및 이물질이 잔류하기 때문이다. 따라서 효과적인 침탄 공정을 위해, 유기용매(52)를 이용하여 세척을 수행하게 된다.

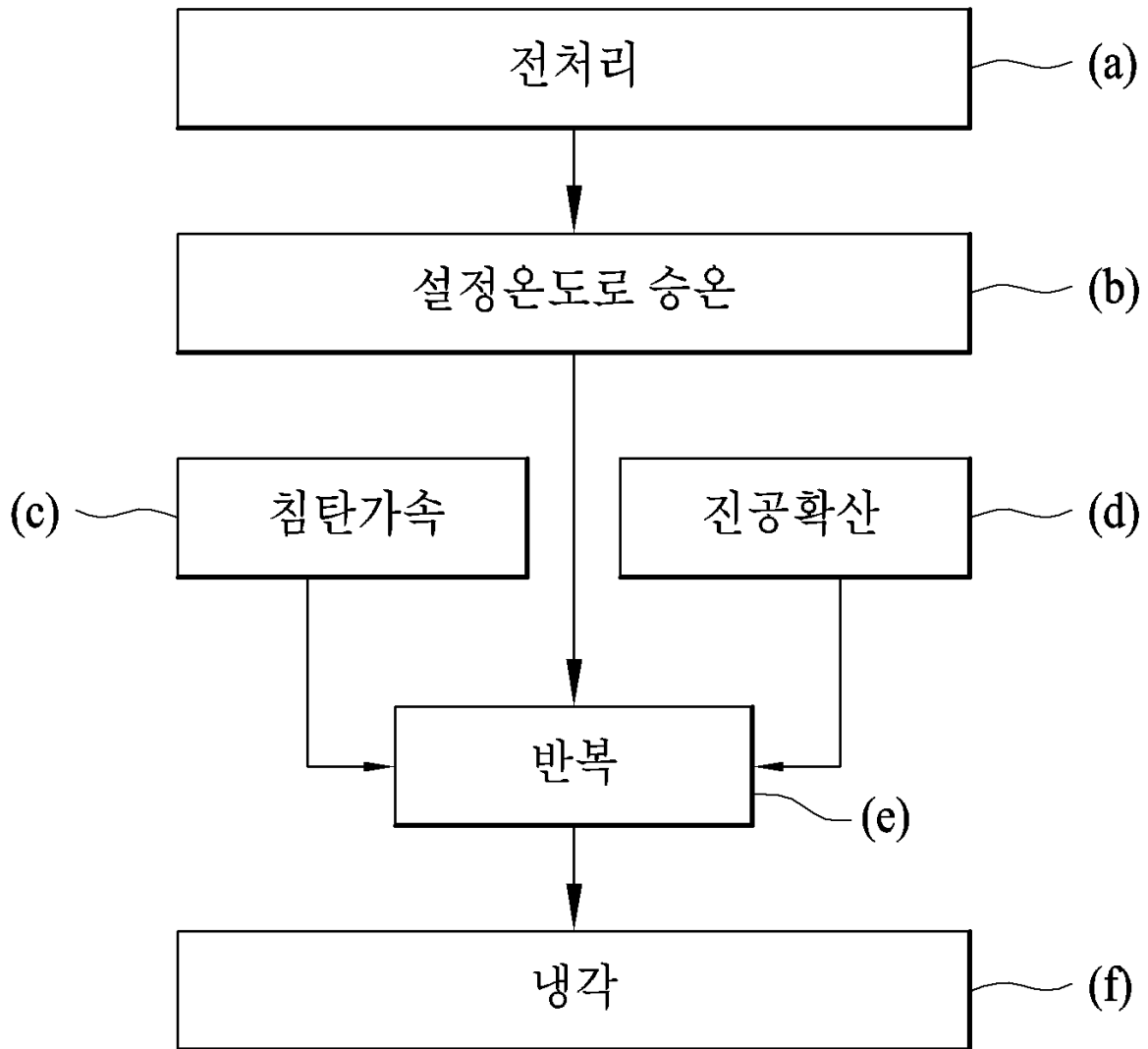
- [0031] 이때 상기 유기용매(52)로는 아세톤, 에탄올 등이 적용될 수 있으며, 본 실시예의 경우 용기(50) 하부에 구비된 초음파 진동자(55)를 이용하여 진동을 인가하며 상기 대상금속(10)을 아세톤 또는 에탄올에 약 5분간 세척하는 것으로 하였다.
- [0032] 또한 본 단계에서는, 상기 대상금속에 산세 공정을 수행하는 과정이 더 수행될 수 있다. 상기 산세 공정은 산액에 침지한 후에 세정하는 공정으로서, 상기 대상금속 표면에 형성된 자연산화막을 제거 또는 약화시키기 위한 것이다. 또한 이와 같이 하는 이유는, 이후 저온 분위기에서 우수한 침탄 효과를 얻기 위해서이다.
- [0033] 그리고 상기 산세 공정에 사용되는 산세용액은, 플루오린화 수소 암모늄((NH₄)(HF₂)), 질산, 물을 포함하는 제1 용액과, 과산화수소, 물을 포함하는 제2용액이 7:3의 비율로 혼합된 성분을 가질 수 있다.
- [0034] 또한 상기 산세용액으로는 황산 10%, 염화나트륨 4%, 증류수 86%의 중량 비로 혼합된 용액이 사용될 수 있다.
- [0035] 또는 상기 산세용액으로서 질산 6~25%, 불화수소(HF) 0.5~8%, 상기 질산 및 불화수소의 비율에 따른 나머지 비율의 증류수가 부피 비로 혼합된 용액이 사용될 수도 있다.
- [0036] 다음으로, 상기 대상금속을 반응챔버에 투입하고, 설정온도로 승온시키는 (b)단계가 수행된다.
- [0037] 도 4에 도시된 바와 같이, 본 단계에서는 반응챔버(100) 내에 대상금속(10)을 위치시켜 상기 대상금속(10)의 표면 온도를 적합하게 맞추게 된다.
- [0038] 본 실시예에서 상기 반응챔버(100)는 상기 대상금속(10)이 안착되는 스테이지(105)와, 제1가스주입구(110a)와, 제2가스주입구(110b)를 포함한다. 다만, 이는 하나의 실시예로서 다양한 반응챔버(100)가 적용될 수 있음은 물론이다.
- [0039] 그리고 본 실시예에서 상기 (b)단계는, 상기 반응챔버(100)를 진공 분위기로 형성하는 (b-1)단계와, 상기 반응챔버(100) 내를 목표온도로 승온시켜 상기 대상금속의 내부응력을 약화시키는 (b-2)단계와, 상기 반응챔버(100)에 처리가스를 주입하여 상기 대상금속(10)의 표면을 처리하고, 자연산화막과 대상금속의 결합력을 약화시키는 (b-3)단계가 순차적으로 수행될 수 있다.
- [0040] 보다 자세히 설명하면, 먼저 (b-1)단계에서 초기 진공 분위기를 형성한 뒤, 상기 (b-2)단계에서 상기 불활성가스를 선택적으로 주입하며 목표온도까지 승온시킨다. 여기서 목표온도는 상기 대상금속의 목표경도에 따라 적합한 온도를 적용할 수 있다.
- [0041] 예컨대, 대상금속의 목표경도를 가공 원상태로 유지하고자 할 경우, 상기 목표온도는 이후 수행될 (c)단계 및 (d)단계의 침탄 공정에서의 온도보다 낮은 온도로 설정될 수 있다. 본 실시예에서 대상금속의 목표경도를 가공 원상태로 유지하고자 할 경우, 200 내지 350℃로 대상금속을 처리하는 것으로 하였다.
- [0042] 그리고 대상금속의 목표경도를 가공 원상태보다 떨어뜨리고자 할 경우, 상기 목표온도는 이후 수행될 소재의 재결정온도 이상으로 설정될 수 있다. 본 실시예에서 상기 대상금속은 스테인레스강 재질의 페룰이므로, 대상금속의 목표경도를 가공 원상태보다 떨어뜨리고자 할 경우에는 그 목표경도에 따라 800 내지 1100℃ 사이에서 처리하는 것으로 하였다.
- [0043] 이와 같이 하는 이유는, 상기 대상금속(10)의 내부응력을 약화시키기 위한 것이다. 따라서 본 과정은 산세 공정과 선택적으로 수행될 수도 있으며, 또는 양 공정이 모두 수행될 수도 있음은 물론이다.
- [0044] 이후 (b-3)단계에서, 상기 반응챔버(100) 내에 처리가스를 주입하고, 대상금속의 소재경도에 적합한 시간 동안 대상금속(10)을 처리할 수 있다. 이때 본 실시예에서 상기 처리가스는 상기 (b-2)단계의 목표온도에 따라 상기 처리가스의 조성을 변화시킬 수 있다.
- [0045] 예컨대, 상기 (b-2)단계에서 처리가스는 수소가스, 또는 수소와 탄화수소(C₂H₂, CH₄ 등)의 혼합가스일 수 있으며, 질소 등과 같은 불활성분위기의 처리가스가 사용될 수도 있다. 또는 처리가스를 주입하지 않고 진공분위기를 형성하는 것도 가능하다.
- [0046] 이상과 같이 (b)단계에서는 상기와 같은 공정을 수행하여 상기 대상금속(10)의 표면 온도를 상승시켜 상기 대상금속(10)의 내부응력을 약화시키고, 처리가스를 통해 자연산화막과 대상금속(10)의 결합력을 약화시켜 이후 침탄 공정이 보다 효과적으로 이루어질 수 있도록 한다.
- [0047] 다음으로, 상기 반응챔버(100)를 진공 분위기로 형성하고, 반응가스를 주입하는 (c)단계와, 상기 반응가스의 주

입을 중단하고, 상기 반응챔버(100)를 진공 분위기로 형성하여 진공을 확산시키는 (d)단계를 반복 수행하는 (e)단계가 수행된다. 본 단계는 대상금속(10)의 표면에 침탄층을 형성하기 위한 공정이다.

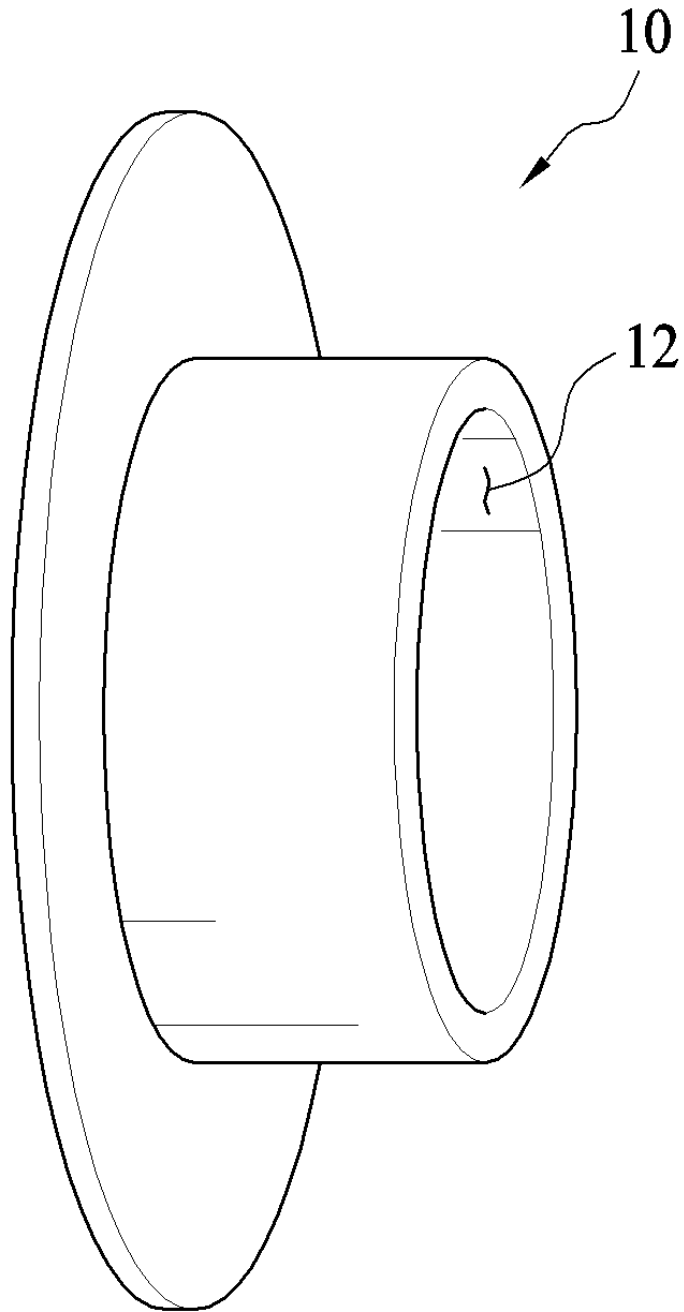
- [0048] 구체적으로 상기 (c)단계에서는 400℃ 내지 500℃의 분위기 내에서 반응가스를 2 내지 10mbar의 압력을 유지하며 주입하도록 할 수 있다. 이때 상기 반응가스는 20~70%의 수소가스 및 30~80%의 아세틸렌가스의 혼합가스인 것으로 하였다.
- [0049] 상기 (d)단계의 경우, 상기 반응챔버(100) 내를 0 내지 2mbar의 압력으로 유지하며, 진공 상태를 확산시키게 된다. 다만, (d)단계에서 반응가스의 주입을 완전 중단할 수도 있으나, 상기 반응가스 중 수소가스의 공급은 유지하도록 할 수도 있다.
- [0050] 또는 수소가스와 함께 탄화수소의 공급을 유지하도록 할 수도 있으며, 반응가스 없이 진공분위기를 형성하는 방법이 사용될 수도 있다.
- [0051] 상기 (e)단계는, 이상과 같은 (c)단계 및 (d)단계를 약 5시간 내지 30시간 동안 반복 수행하는 것이며, 이후 상기 대상금속(10)의 표면에 침탄층이 형성된다.
- [0052] 그리고 본 실시예에서, 상기 (c)단계 및 상기 (d)단계의 반복 패턴은 기 설정된 시간 간격으로 이루어질 수 있다. 도 5를 참조하면, 본 발명의 일 실시예에 따른 저온 진공침탄방법에 있어서, 침탄 가속 과정과 진공 확산 과정을 반복하는 과정을 나타낸 그래프가 도시된다.
- [0053] 도 5에 도시된 바와 같이, 상기 (e)단계는 반복되는 상기 (c)단계의 총 공정 시간을 점차 단축시키는 것으로 할 수 있으며, 또한 반복되는 상기 (d)단계의 총 공정 시간을 점차 증가시키는 것으로 할 수 있다.
- [0054] 이와 같은 경우 보다 우수한 침탄 효과를 얻을 수 있으며, 각 단계의 시간 간격은 대상금속(10)의 특성 및 공정 환경에 따라 설정될 수 있을 것이다.
- [0055] 그리고 본 실시예의 경우 상기 (c)단계의 총 공정 시간을 점차 단축시키는 방법과 상기 (d)단계의 총 공정 시간을 점차 증가시키는 방법을 동시에 적용하였으나, 이와 달리 어느 하나의 방법만이 수행될 수도 있음은 물론이다.
- [0056] 한편 본 단계 이후, 상기 대상금속(10)을 냉각하는 (e)단계가 더 수행될 수 있다. 상기 (e)단계는 상기 대상금속(10)을 자연 냉각시킬 수도 있으나, 별도의 냉각장치 또는 저온의 유체를 이용하여 급속하게 냉각시키는 방법이 적용될 수도 있다.
- [0057] 이하에서는 전술한 각 단계에서, 조건 변화에 따른 실험 결과를 설명하도록 한다.
- [0058] 도 6은 종래의 일반적인 진공 침탄공정을 수행한 대상금속의 표면 형상이며, 도 7 및 도 8은 본 발명에 따른 진공 침탄공정을 수행한 대상금속의 표면 형상이 나타난 광학현미경 사진이다.
- [0059] 특히 도 7은 소재경도가 340Hv인 대상금속을 처리한 결과로서, 전술한 (b-2)단계에서 350℃로 3시간 동안 처리를 수행하여 자연산화막과 대상금속의 결합력을 약화시키는 방식으로 진행된 공정 결과로 침탄층의 두께가 11~26 μ m로 형성되었다.
- [0060] 그리고 도 8은 소재경도가 250Hv인 대상금속을 처리한 결과로서, 마찬가지로 전술한 (b-2)단계에서 350℃로 3시간 동안 처리를 수행하여 자연산화막과 대상금속(10)의 결합력을 약화시키는 방식으로 진행된 공정 결과로 침탄층의 두께가 14~26 μ m로 형성되었다.
- [0061] 각 사진에 나타난 바와 같이, 종래의 일반적인 진공 침탄공정을 수행한 대상금속의 경우, 침탄층이 육안으로 확인되지 않는 반면, 도 7 및 도 8에 도시된 본 발명의 진공 침탄공정을 수행한 대상금속의 경우, 표면에 침탄층이 명확하게 형성된 것을 확인할 수 있다.
- [0062] 그리고 도 9에는 이와 같은 조건에 따라 침탄 처리된 대상금속의 내부식 특성을 나타낸 그래프가 도시된다.
- [0063] 도 9에 나타난 그래프의 경우, 가로축은 전류 밀도를 의미하는 것이며, 세로축은 포텐셜 에너지를 의미한다. 상기 포텐셜에너지는 양의 값으로 갈수록 부식도가 낮아지는 것으로 해석할 수 있으며, 전류 밀도의 경우, 값이 적을수록 부식도가 낮아지는 것으로 해석할 수 있다.
- [0064] 그래프에 나타난 바와 같이 일반적인 스테인리스강(Standard STS316L)에 비해, 전술한 (b-2)단계에서 고온 처리를 수행하여 자연산화막이 파괴된 상태로 진공침탄공정을 수행한 스테인리스강과, 전술한 (a)단계에서 산세 공정을 수행하여 자연산화막이 파괴된 상태로 진공침탄공정을 수행한 스테인리스강은 동일한 전류밀도에서 보다

도면

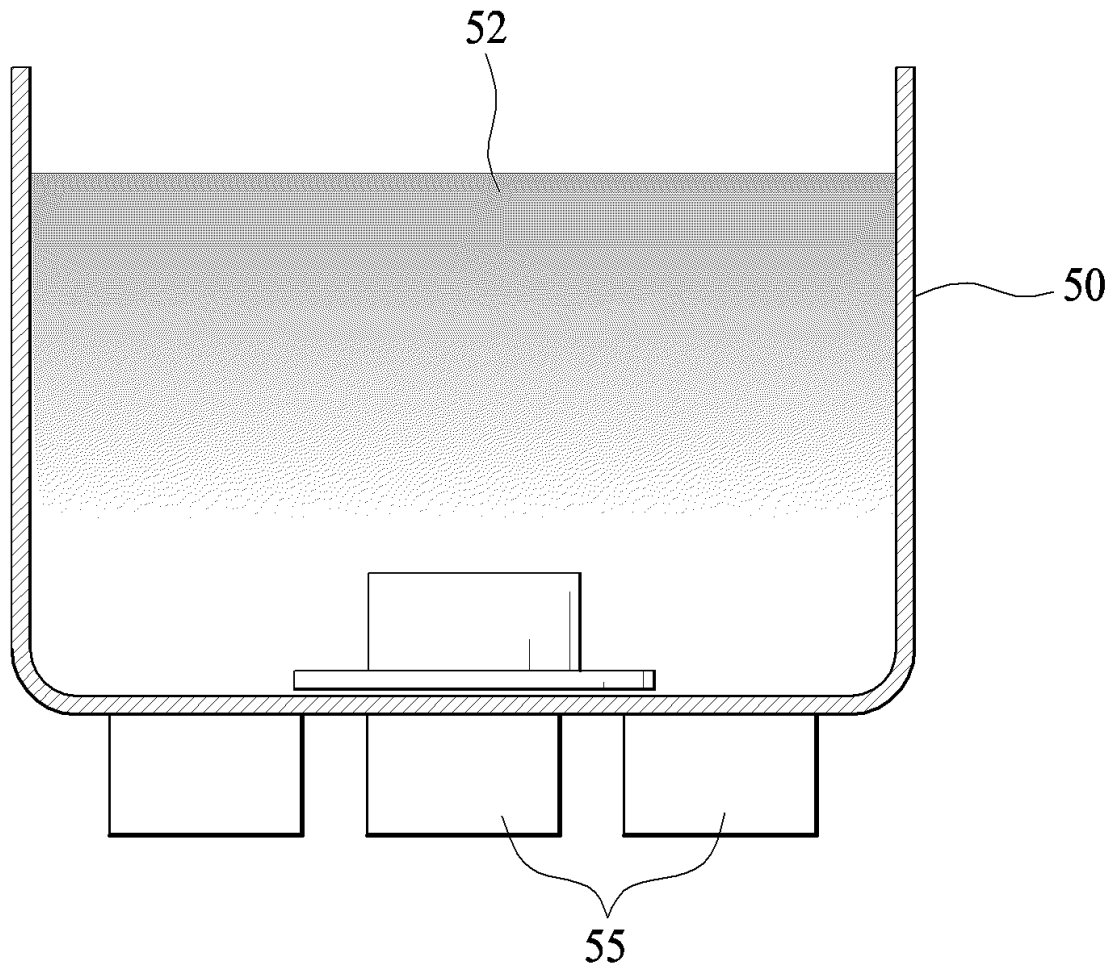
도면1



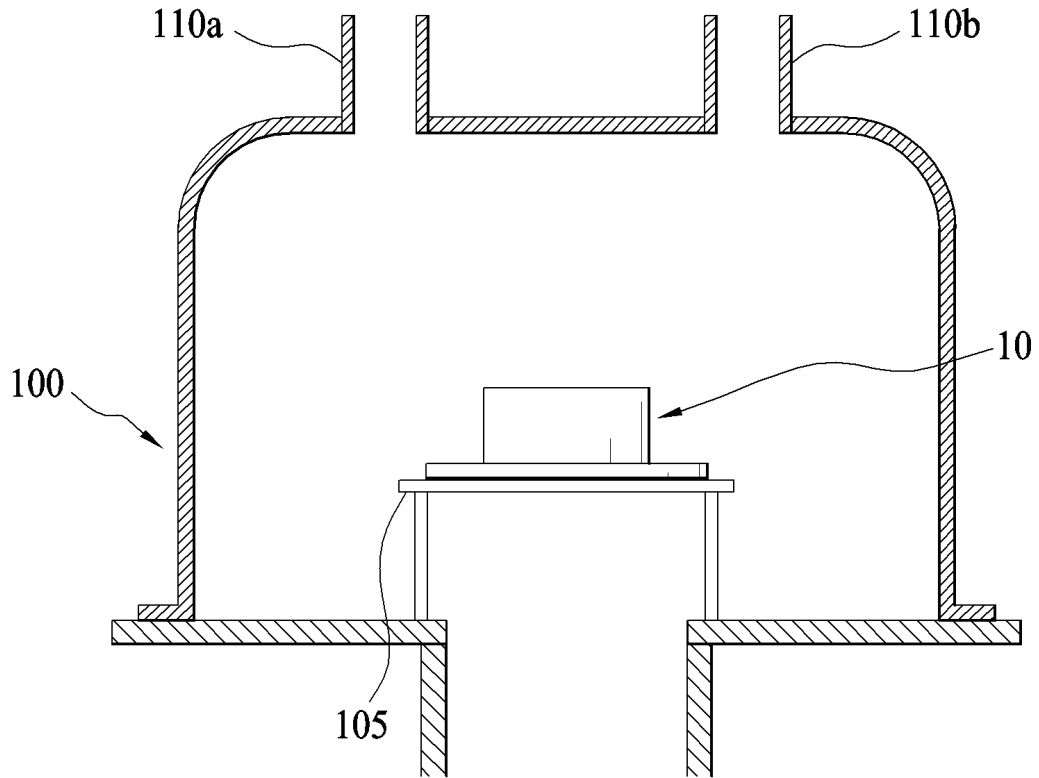
도면2



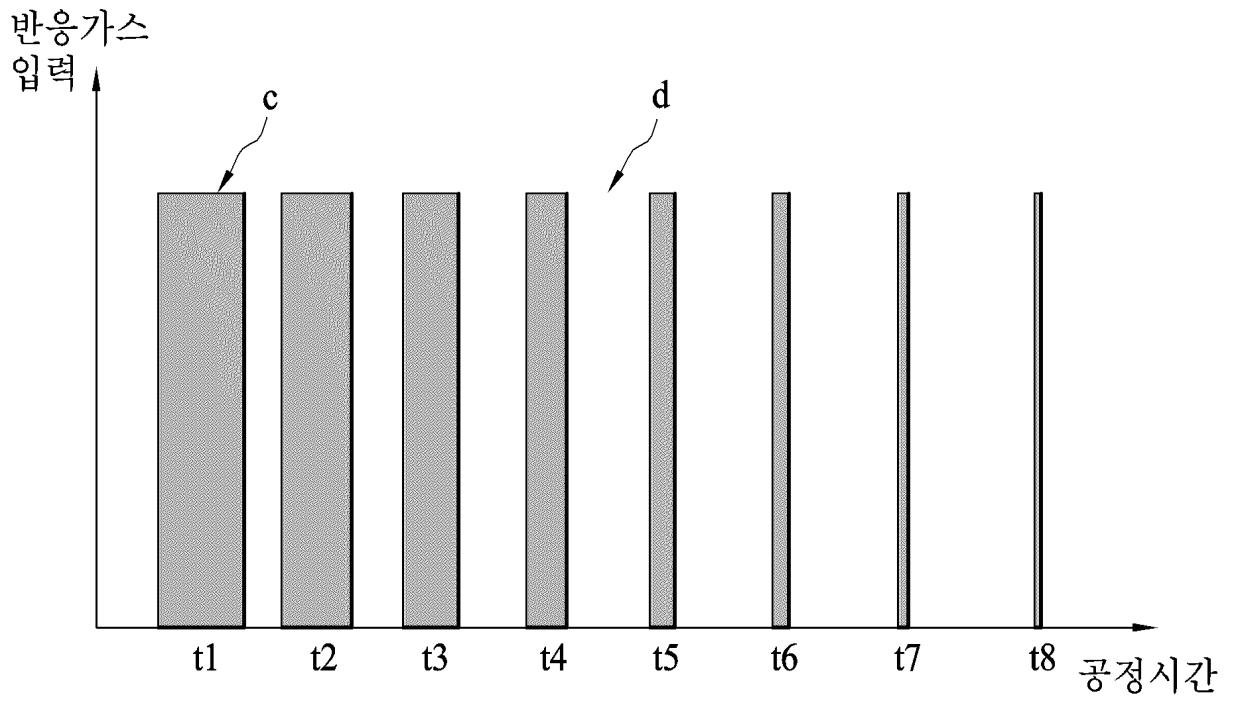
도면3



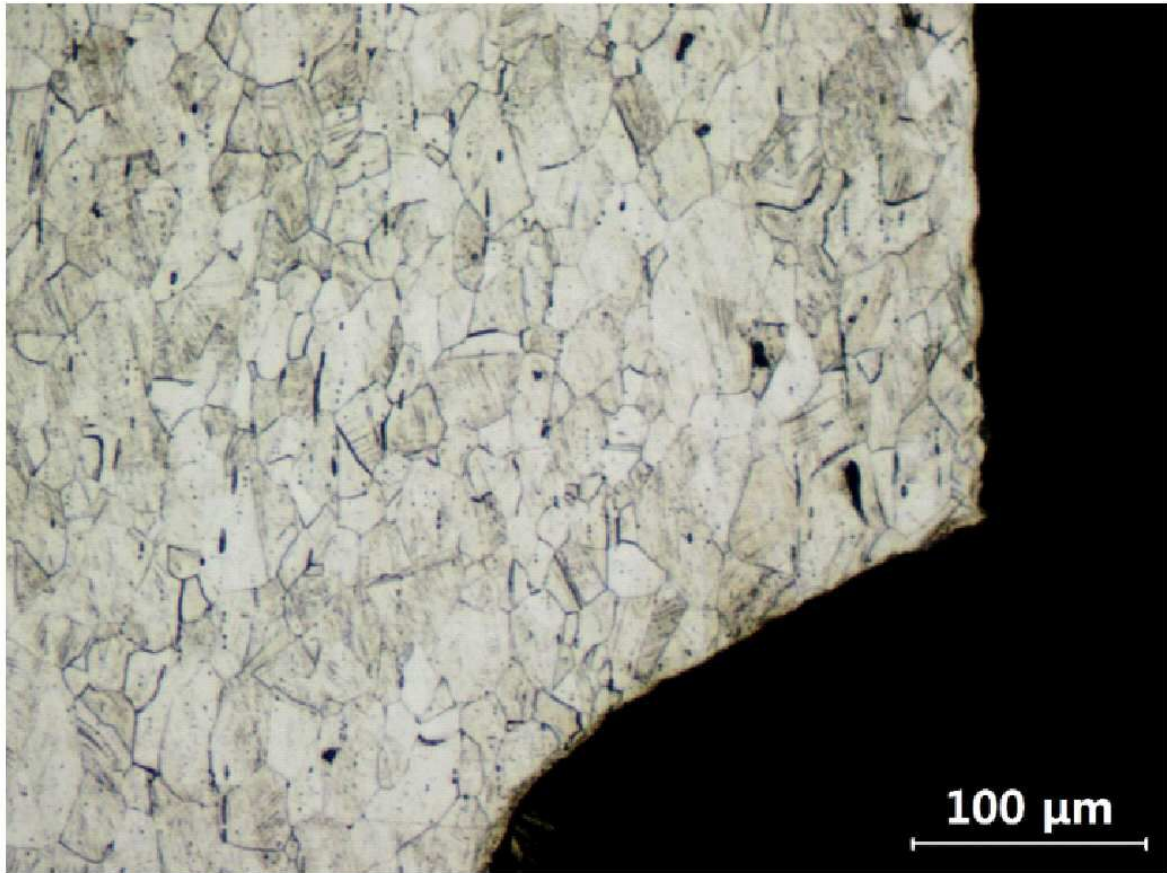
도면4



도면5



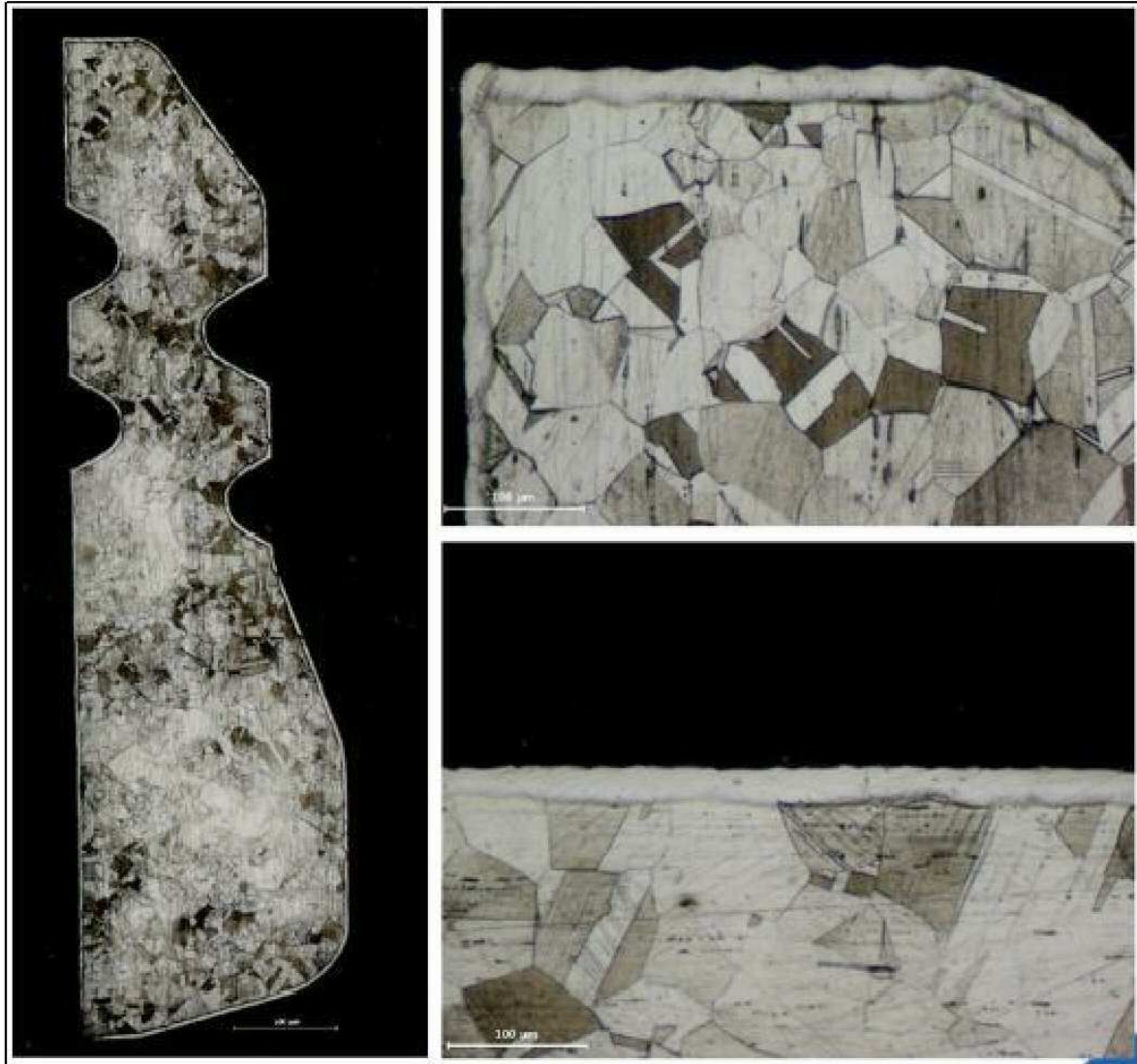
도면6



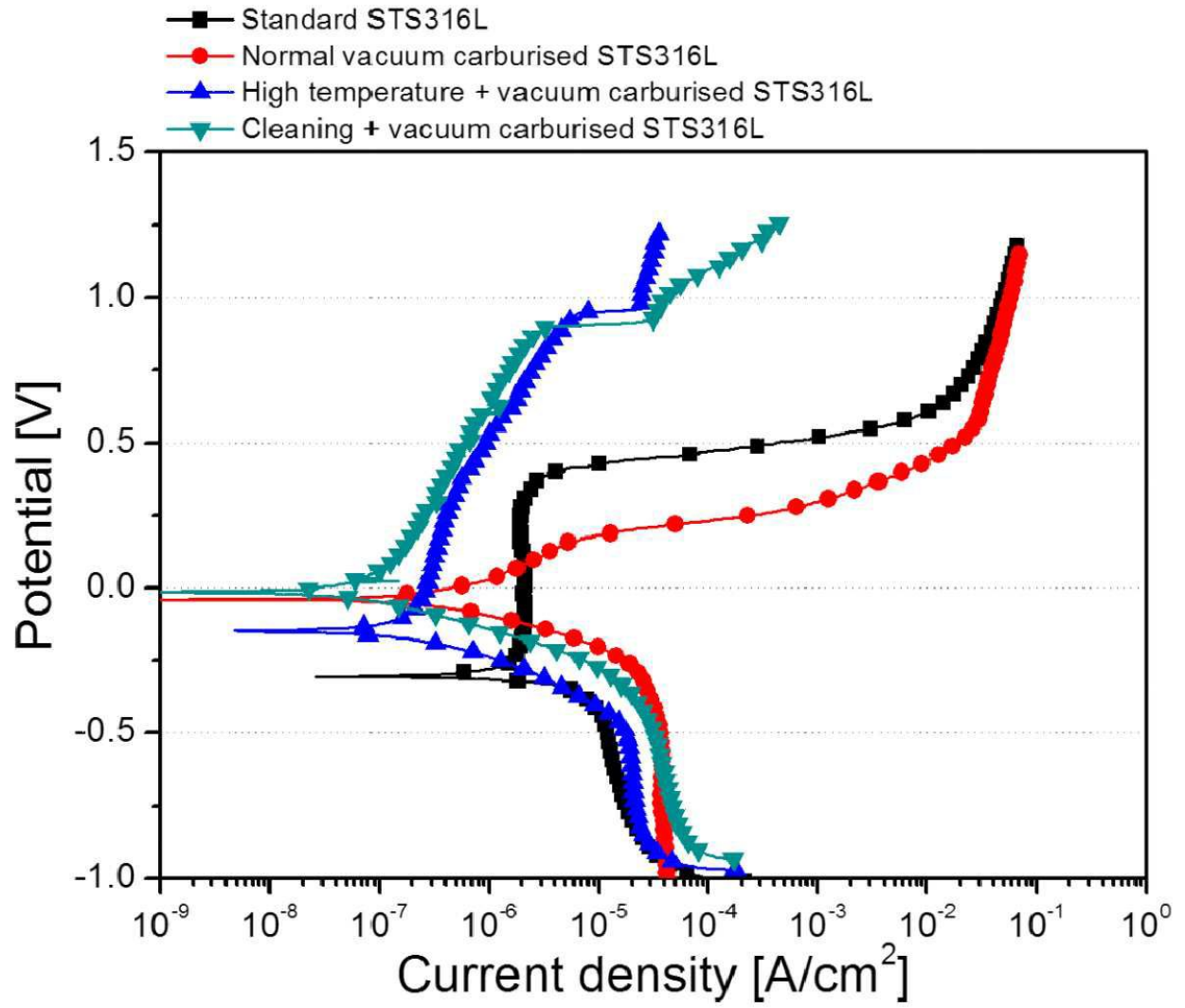
도면7



도면8



도면9



도면10

