

 (19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2012-0115901 (43) 공개일자 2012년10월19일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) <i>B22F 3/20</i> (2006.01) <i>B22F 3/10</i> (2006.01) (21) 출원번호 10-2011-0033487 (22) 출원일자 2011년04월11일 심사청구일자 없음	(71) 출원인 경상대학교산학협력단 경상남도 진주시 진주대로 501 (가좌동) (72) 발명자 안인섭 경상남도 진주시 진주대로 1317, 106동 1501호 (이현동, 이현하이클래스웰가) 권영삼 서울특별시 강남구 삼성로 212, 은마아파트 30동 1006호 (대치동) (뒷면에 계속) (74) 대리인 정홍식, 김태현, 이현수

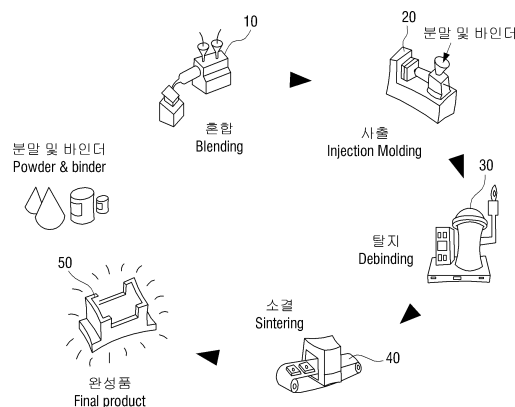
전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 발명의 명칭 초경합금 구조물을 제작하는 분말 사출 성형 방법 및 그 시스템

(57) 요약

초경합금 구조물을 제작하는 분말 사출 성형 방법이 개시된다. 본 방법은, 탄화텅스텐(WC) 분말 및 코발트(Co) 분말을 바인더와 혼합하여 사출하는 단계, 사출 결과물이 투입된 탈지로(debinding furnace)가 3개의 온도 유지 구간을 순차적으로 거치도록 승온시켜, 사출 결과물로부터 바인더를 제거하는 3단 탈지 단계, 탈지 결과물을 소결하여, WC-Co로 이루어진 초경합금 구조물을 제작하는 단계를 포함한다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

정성택

경상남도 진주시 금산면 중장로154번길 49, 진주금
산두산위브아파트 102동 404호

조권구

경상남도 진주시 평거로39번길 9, 들말한보아파트
105동 207호 (평거동)

최성현

경상남도 창원시 마산합포구 진동면 진북산업로
58, 한일유엔아이 101동 501호

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 03-2009-0435

부처명 교육과학기술부

연구사업명 지역혁신인력양성사업

연구과제명 내마모 절삭공구소재 제조기술의 고효율화를 위한 사출성형공정의 개발

주관기관 경상대학교

연구기간 2009.05.01 ~ 2010.04.30

특허청구의 범위

청구항 1

탄화텅스텐(WC) 분말 및 코발트(Co) 분말을 바인더와 혼합하여 사출하는 단계;

사출 결과물이 투입된 탈지로(debinding furnace)가 3개의 온도 유지 구간을 순차적으로 거치도록 승온시켜, 상기 사출 결과물로부터 상기 바인더를 제거하는 3단 탈지 단계;

탈지 결과물을 소결하여, WC-Co로 이루어진 초경합금 구조물을 제작하는 단계;를 포함하는 분말 사출 성형 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 3단 탈지 단계는,

상기 탈지로를 기 설정된 제1 온도까지 승온 시킨 후 제1 온도 유지 구간 동안 상기 제1 온도를 유지시키는 제1 탈지 단계;

상기 탈지로를 상기 제1 온도에서 제2 온도까지 승온 시킨 후 제2 온도 유지 구간 동안 상기 제2 온도를 유지시키는 제2 탈지 단계;

상기 탈지로를 상기 제2 온도에서 제3 온도까지 승온 시킨 후 제3 온도 유지 구간 동안 상기 제3 온도를 유지시키는 제3 탈지 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 분말 사출 성형 방법.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 제1 탈지 단계는,

상기 탈지로를 상기 제1 온도 미만인 제1 중간 온도까지 제1 승온 속도로 승온시키다가 상기 제1 중간 온도부터 상기 제1 온도까지는 상기 제1 승온 속도보다 낮은 제2 승온 속도로 승온시키고,

상기 제2 탈지 단계는,

상기 탈지로를 상기 제1 온도부터 상기 제2 온도 미만의 제2 중간 온도까지는 제3 승온 속도로 승온시키다가 상기 제2 중간 온도부터 상기 제2 온도까지는 상기 제3 승온 속도보다 낮은 제4 승온 속도로 승온시키는 것을 특징으로 하는 분말 사출 성형 방법.

청구항 4

제3항에 있어서,

상기 제1 중간 온도는 200℃이고, 상기 제1 온도는 260℃이고, 상기 제2 중간 온도는 420℃이고, 상기 제2 온도는 480℃이며, 상기 제3 온도는 900℃이고,

상기 제1 승온 속도 및 상기 제3 승온 속도는 각각 분당 3℃이고, 상기 제2 승온 속도 및 상기 제4 승온 속도는 분당 1℃인 것을 특징으로 하는 분말 사출 성형 방법.

청구항 5

제4항에 있어서,

상기 제1 및 제2 온도 유지 구간은 각각 6시간인 것을 특징으로 하는 분말 사출 성형 방법.

청구항 6

제5항에 있어서,

상기 제3 탈지 단계는,

480℃에서 900℃까지 분당 4.5℃의 승온 속도로 승온을 하여, 상기 900℃에 도달하면 1시간 동안 상기 900℃를 유지하는 것을 특징으로 하는 분말 사출 성형 방법.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 코발트 분말은 10% 함유된 것을 특징으로 하는 분말 사출 성형 방법.

청구항 8

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 3단 탈지 단계가 수행되는 탈지로 내에서 수소와 질소를 1 대 1 혼합비로 분당 200ml로 채우며, 600℃ 이상의 온도에서는 수소 가스를 상기 탈지로 내로 유입시키지 않는 것을 특징으로 하는 분말 사출 성형 방법.

청구항 9

탄화텅스텐(WC) 분말 및 코발트(Co) 분말을 바인더와 혼합하는 혼합 장치;

상기 혼합 장치에서 혼합된 결과물을 사출하는 사출 장치;

상기 사출 장치의 사출 결과물이 투입되면, 3개의 온도 유지 구간을 순차적으로 거치도록 승온하여, 상기 사출 결과물로부터 상기 바인더를 제거하는 3단 탈지 공정을 수행하는 탈지로;

상기 탈지로에서 탈지된 결과물을 소결하여, WC-Co로 이루어진 초경합금 구조물을 생성하는 소결 장치;를 포함하는 분말 사출 성형 시스템.

청구항 10

제9항에 있어서,

상기 탈지로는,

상기 사출 결과물이 투입되면 제1 온도까지 승온된 후, 상기 제1 온도를 기 설정된 제1 시간 동안 유지하는 제1 탈지 공정, 제2 온도까지 승온된 후, 상기 제2 온도를 기 설정된 제2 시간 동안 유지하는 제2 탈지 공정, 제3 온도까지 승온시킨 후, 상기 제3 온도를 기 설정된 제3 시간 동안 유지하는 제3 탈지 공정을 수행하며,

상기 제1 탈지 공정 및 상기 제2 탈지 공정 동안 적어도 1회 승온 속도를 변경하는 것을 특징으로 하는 분말 사출 성형 시스템.

명세서

기술 분야

[0001]

본 발명은 초경합금 구조물을 제작하는 분말 사출 성형 방법 및 그 시스템에 관한 것으로, 보다 상세하게는, WC-Co 분말을 사출성형하여 초경합금 구조물을 제작하는 분말 사출 성형 방법 및 그 시스템에 관한 것이다.

배경 기술

[0002]

기술의 발달에 힘입어, 더욱 다양한 구조 및 기능을 가지는 기기들이 개발되고 있다. 이에 따라, 과거에 비해 좀 더 좋은 재질로 좀 더 복잡한 형상의 구조물을 제작하기 위한 기술에 대한 개발 노력도 지속적으로 이루어지고 있다.

[0003]

그 중 하나가, 분말사출성형(Powder Injection Molding : PIM) 기술이다. 분말사출성형 기술이란 분말 야금(Powder Metallurgy : PM) 기술과 사출성형 기술을 결합한 공법이다. 분말 사출 성형 공정은 미세한 분말과 유동의 주체가 되는 결합제, 즉, 바인더를 혼합하여 사출 성형한 후, 사출 체에서 바인더만을 제거하고 분말만을 최종적으로 소결하여 구조물을 제조하는 단계로 이루어진다. 이에 따라 제조된 구조물들은 다양한 기계 및 장치의 부품으로 사용될 수 있다.

- [0004] 분말 사출 성형은 크게 금속사출성형(Metal Injection Molding ; MIM) 과 세라믹 사출 성형(Ceramic Injection Molding ; CIM) 기술로 구분 할 수 있다. 이외에도 복합재료, 금속간 화합물의 제조에도 큰 가능성을 나타내고 있으며 신 분말 성형 기술 중에서도 연구 및 상업화 개발이 전 세계적으로 가장 집중적으로 이루어지고 있다.
- [0005] 특히, 최근에는 난가공성의 고경도 재료로써 절삭공구로 사용되는 초경합금을, 후 가공 처리가 필요하지 않은 분말 사출 성형 공법을 이용하여 제조하고자 하는 시도가 이루어지고 있으나, 이 방법에는 여러 가지 문제점이 있다.
- [0006] 즉, WC-Co계 초경합금은 미립자로 인한 입자의 표면자유에너지가 높아서 유동성이 저하되며, 장시간의 탈지를 요한다. 그리고 탈지 및 소결을 할 때, 탄소함량의 변화로 인하여 소결체에 유리탄소 또는 (Co₃W₃C)상이 생성되어 기계적 특성이 저하될 수 있다. 또한, 탈지 과정에서 구조물이 휘어질 수도 있다는 등의 문제점이 있었다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0007] 본 발명은 상술한 문제점을 해결하기 위한 것으로, 본 발명의 목적은 탈지 과정을 효과적으로 수행하여 구조물 휨 등의 문제점을 방지할 수 있는 분말 사출 성형 방법 및 그 시스템을 제공함에 있다.

과제의 해결 수단

- [0008] 이상과 같은 목적을 달성하기 위한 본 발명의 일 실시 예에 따른 분말 사출 성형 방법은, 탄화텅스텐(WC) 분말 및 코발트(Co) 분말을 바인더와 혼합하여 사출하는 단계, 사출 결과물이 투입된 탈지로(debinding furnace)가 3개의 온도 유지 구간을 순차적으로 거치도록 승온시켜, 상기 사출 결과물로부터 상기 바인더를 제거하는 3단 탈지 단계, 탈지 결과물을 소결하여, WC-Co로 이루어진 초경합금 구조물을 제작하는 단계를 포함한다.
- [0009] 여기서, 상기 3단 탈지 단계는, 상기 탈지를 기 설정된 제1 온도까지 승온 시킨 후 제1 온도 유지 구간 동안 상기 제1 온도를 유지시키는 제1 탈지 단계, 상기 탈지를 상기 제1 온도에서 제2 온도까지 승온 시킨 후 제2 온도 유지 구간 동안 상기 제2 온도를 유지시키는 제2 탈지 단계, 상기 탈지를 상기 제2 온도에서 제3 온도까지 승온 시킨 후 제3 온도 유지 구간 동안 상기 제3 온도를 유지시키는 제3 탈지 단계를 포함할 수 있다.
- [0010] 여기서, 상기 제1 탈지 단계는, 상기 탈지를 상기 제1 온도 미만인 제1 중간 온도까지 제1 승온 속도로 승온시키다가 상기 제1 중간 온도부터 상기 제1 온도까지는 상기 제1 승온 속도보다 낮은 제2 승온 속도로 승온시킬 수 있다.
- [0011] 그리고, 상기 제2 탈지 단계는, 상기 탈지를 상기 제1 온도부터 상기 제2 온도 미만의 제2 중간 온도까지는 제3 승온 속도로 승온시키다가 상기 제2 중간 온도부터 상기 제2 온도까지는 상기 제3 승온 속도보다 낮은 제4 승온 속도로 승온시킬 수 있다.
- [0012] 이상과 같은 실시 예들에서, 상기 제1 중간 온도는 200℃이고, 상기 제1 온도는 260℃이고, 상기 제2 중간 온도는 420℃이고, 상기 제2 온도는 480℃이며, 상기 제3 온도는 900℃이고, 상기 제1 승온 속도 및 상기 제3 승온 속도는 각각 분당 3℃이고, 상기 제2 승온 속도 및 상기 제4 승온 속도는 분당 1℃가 될 수 있다.
- [0013] 또한, 상기 제1 및 제2 온도 유지 구간은 각각 6시간이 될 수 있다.
- [0014] 한편, 상기 제3 탈지 단계는, 480℃에서 900℃까지 분당 4.5℃의 승온 속도로 승온을 하여, 상기 900℃에 도달하면 1시간 동안 상기 900℃를 유지할 수 있다.
- [0015] 그리고, 상기 코발트 분말은 10% 함유된 것일 수 있다.
- [0016] 이상과 같은 실시 예들에서, 분말 사출 성형 방법은, 상기 3단 탈지 단계가 수행되는 탈지로 내에서 수소와 질소를 1 대 1 혼합비로 분당 200ml로 채우며, 600℃ 이상의 온도에서는 수소 가스를 상기 탈지로 내로 유입시키지 않을 수 있다.
- [0017] 한편, 본 발명의 일 실시 예에 따르면, 분말 사출 성형 시스템은, 탄화텅스텐(WC) 분말 및 코발트(Co) 분말을 바인더와 혼합하는 혼합 장치, 상기 혼합 장치에서 혼합된 결과물을 사출하는 사출 장치, 상기 사출 장치의 사출 결과물이 투입되면, 3개의 온도 유지 구간을 순차적으로 거치도록 승온하여, 상기 사출 결과물로부터 상기 바인더를 제거하는 3단 탈지 공정을 수행하는 탈지로, 상기 탈지로에서 탈지된 결과물을 소결하여, WC-Co로 이루어진 초경합금 구조물을 생성하는 소결 장치를 포함한다.

[0018] 여기서, 상기 탈지로는, 상기 사출 결과물이 투입되면 제1 온도까지 승온된 후, 상기 제1 온도를 기 설정된 제1 시간 동안 유지하는 제1 탈지 공정, 제2 온도까지 승온된 후, 상기 제2 온도를 기 설정된 제2 시간 동안 유지하는 제2 탈지 공정, 제3 온도까지 승온시킨 후, 상기 제3 온도를 기 설정된 제3 시간 동안 유지하는 제3 탈지 공정을 수행하며,

[0019] 상기 제1 탈지 공정 및 상기 제2 탈지 공정 동안 적어도 1회 승온 속도를 변경할 수 있다.

발명의 효과

[0020] 이상과 같이 본 발명의 다양한 실시 예에 따르면, 탈지 과정을 효과적으로 처리하여 구조물이 휘거나 틀어지는 문제점을 해결할 수 있게 된다.

도면의 간단한 설명

[0021] 도 1은 본 발명의 일 실시 예에 따른 분말 사출 성형 시스템의 구성을 나타내는 도면,

도 2는 본 발명의 일 실시 예에 따른 분말 사출 성형 방법을 설명하기 위한 흐름도,

도 3은 본 발명의 일 실시 예에 따른 분말 사출 성형 방법에서의 3단 탈지 단계를 구체적으로 설명하기 위한 흐름도,

도 4는 3단 탈지 공정의 온도 및 시간을 설명하기 위한 그래프,

도 5는 사출 결과물을 기존 방식으로 탈지하였을 경우와, 3단 탈지 공정으로 탈지하였을 경우의 사출 결과물 변형 상태를 설명하기 위한 도면,

도 6은 본 발명의 다른 실시 예에 따라 추가 탄소를 투입하였을 경우의 자기 포화도 측정 결과를 나타내는 그래프,

도 7은 본 발명의 다른 실시 예에 따라 추가 탄소를 투입하였을 경우의 탄소 함유량 결과를 나타내는 그래프,

도 8은 본 발명의 다른 실시 예에 따라 추가 탄소를 투입하였을 경우의 경도 측정 결과를 나타내는 그래프,

도 9는 본 발명의 다른 실시 예에 따라 추가 탄소를 투입하였을 경우의 항절력 테스트 결과를 나타내는 그래프,

도 10은 본 발명의 다른 실시 예에 따라 추가 탄소를 투입하였을 경우의 초경합금 구조물의 표면 상태를 나타내는 사진, 그리고,

도 11은 본 발명의 다양한 실시 예에 따른 분말 사출 성형 방법의 각 공정 별 실험 조건의 일 예를 나타내는 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0022] 이하에서, 첨부된 도면을 이용하여 본 발명에 대하여 구체적으로 설명한다.

[0023] 도 1은 본 발명의 일 실시 예에 따른 분말 사출 성형 시스템의 구성을 나타내는 도면이다. 도 1에 따르면, 분말 사출 성형 시스템은 혼합 장치(10), 사출 장치(20), 탈지로(30), 소결 장치(40)를 포함한다.

[0024] 본 분말 사출 성형 시스템에서의 분말 사출 성형 방법을 크게 공정별로 구분하면, 사출성형을 하기 위한 원료를 제조하는 피드스탁(Feedstock) 제조공정, 사출 성형 공정, 탈지 공정, 소결 공정으로 나눌 수 있다.

[0025] 혼합 장치(10)는 원료가 되는 금속 분말과 바인더를 혼합한다. 혼합 결과물은 다양한 형태의 피드스탁이 된다. 피드스탁(feed stock)은 원료 금속분말과 유기 바인더를 혼련하여 원료 금속분말에 유기 바인더가 균일하게 도포된 상태로 만들어 진다. 피드스탁은 사출성형시에 재료를 투입하기 용이하도록 펠렛 형태로 만들어질 수 있다. 이때 유기 바인더로 주로 플라스틱-왁스 혼합성분을 기초로 하는 바인더 시스템이 사용된다. 구체적으로는, 왁스(Paraffin wax ; PW)를 주 결합제로, 폴리에틸렌(Polyethlen ; PE), 폴리프로필렌(Polypropilen ; PP), 스테아린산(Stearin acid ; SA)을 결합제로 사용할 수 있다. 이는 폴리머의 용융 상태에서 유동성이 매우 우수하며 소량의 첨가제를 이용하면 많은 금속 입자에 대해 젖음성이 양호하고 용이하게 금형으로부터 이형되는 등 사용하는데 많은 이로운 특징을 가지고 있다.

[0026] 원료 금속 분말과 유기 바인더의 혼합은 이후의 공정에 큰 영향을 미칠 수 있으므로 매우 중요한 요소 기술로 여겨진다. 가장 중요한 점은 가능한 균일하게 혼합되어야 한다는 것과 입자들의 덩어리 형성으로 불균일한 혼합

과 혼합과정 중 공기 혼입으로 인한 기공이 발생되지 않도록 하여야 한다. 혼련 시, 가압을 하게 되면 분말 형태의 고분자가 가스 상태로 천이하는 것이 촉진되므로 균일한 혼합을 얻기가 용이한 것으로 알려져 있다.

- [0027] 혼합장치(10)에 의해 혼합이 완료되면, 혼합 결과물, 즉, 피드스탁은 사출 장치(20)로 투입된다. 사출장치(20)는 제조하고자 하는 구조물에 대응되는 형상의 몰드를 포함한다. 이에 따라 투입된 혼합 결과물에 온도 및/또는 압력을 가하여 몰드에 대응되는 형태로 압축시킨다. 이에 따라 사출 결과물을 생성한다. 사출 장치(20)는 유압식 수직형 사출성형장비(Ministar VMP Hydraulic)로 구현될 수 있다.
- [0028] 사출 장치(20)에서 생성된 사출 결과물은 바인더를 포함하는 부분이다. 탈지로(30)는 사출 결과물로부터 바인더를 제거하는 구성을 의미한다.
- [0029] 탈지로(30)는 사출 결과물이 투입되면 특정 온도까지 승온되어 사출 결과물로부터 바인더를 제거하게 된다. 여기서, 탈지로(30)는 3단 탈지 단계를 거치게 된다. 3단 탈지 단계란, 탈지로(debinding furnace)(30)가 3개의 온도 유지 구간을 순차적으로 거치도록 승온되는 동작을 의미한다.
- [0030] 즉, 탈지로(30)는 기 설정된 제1 온도까지 승온된 후, 제1 온도 유지 구간 동안 제1 온도를 유지하는 제1 탈지 단계, 제1 탈지 단계가 완료되면 제1 온도에서 제2 온도까지 승온한 후 제2 온도 유지 구간 동안 제2 온도를 유지하는 제2 탈지 단계, 제2 탈지 단계가 완료되면 제2 온도에서 제3 온도까지 승온한 후 제3 온도 유지 구간 동안 제3 온도를 유지하는 제3 탈지 단계를 거치면서, 탈지 공정을 수행할 수 있다. 여기서, 제1, 2, 3온도는 실험에 따라 최적의 결과 특성을 얻을 수 있는 온도로 설정될 수 있으며, 제1, 2, 3 온도 유지 구간의 크기 역시 통계 실험을 통해 최적 값으로 얻을 수 있다.
- [0031] 각 온도 유지 구간까지 도달하기 위한 가열 구간에서의 승온 속도는 반드시 일정할 필요는 없으며, 특정 중간 온도를 기점으로 승온 속도가 달라질 수도 있다. 즉, 제1 온도까지 승온되기 이전인 제1 중간 온도까지는 빠른 속도로 승온시키다가 제1 중간 온도부터 제1 온도까지는 승온 속도를 낮출 수 있다. 또한, 제1온도에서 제2 온도 사이에 존재하는 제2 중간 온도까지는 빠른 속도로 승온시키다가 제2 중간 온도부터 제2 온도까지는 승온 속도를 낮출 수 있다. 제3온도까지 승온시키는 세번째 가열 구간에서도 동일하게 승온 속도를 변경할 수도 있으며, 실시 예에 따라서는 일부 가열 구간에서는 승온 속도를 유지시킬 수도 있다. 가령, 세번째 가열 구간에서는 승온 속도를 일정하게 할 수도 있다.
- [0032] 이러한 방식으로 3단 탈지 단계를 거치게 되면, 사출 결과물이 휘어지거나 변형되는 부작용이 감소될 수 있다.
- [0033] 탈지로(30)를 통해 탈지 공정이 수행되면, 소결 장치(40)에서 소결 공정을 수행할 수 있다. 즉, 고체의 가루를 틀 속에 넣고 프레스로 적당히 눌러 사출한 다음, 그 물질의 녹는점에 가까운 온도로 가열하게 되면 가루가 서로 접한 면에서 접합이 이루어지거나 일부가 증착(蒸着)하여 서로 연결되어 한 덩어리로 된다. 이러한 과정을 소결이라 한다. 소결 장치(40)는 탈지가 이루어진 결과물을 제공받아, 가열하여 완전한 하나의 구조물(50)로 제작하게 된다.
- [0034] 일 예로, 소결 장치(40)는 슈퍼-칸탈을 발열체로 사용하는 벤티형 소결로가 사용될 수 있다. 소결시에는 카본으로 이루어진 플레이트를 사용할 수 있으며, 소결체의 냉각은 로냉법으로 서서히 냉각시킬 수 있다.
- [0035] 도 1의 시스템에서는 여러 가지 유형의 구조물을 제작할 수 있다. 일 예로, 초경합금 구조물을 제작할 수 있다. 초경합금이란 주기율표의 IV, V, VI족에 속하는 9종류의 천이금속 탄화물을 철족금속(Co, Ni, Fe)을 사용하여 소결한 합금을 말한다. 초경합금은 상온 경도 및 고온 경도가 우수할 뿐만 아니라 강도, 내마모 등의 기계적 특성이 매우 우수하다. 이들 9종의 탄화물과 금속결합체 간의 조합에 의해 많은 종류의 초경합금의 제조가 가능하지만 이중 WC-Co합금의 기계적 특성이 가장 우수하므로 보통 이 합금계를 초경합금이라고 부른다. 초경합금은 절삭공구 재료로 널리 사용되고 있으며 내마모, 내충격용 공구, 고온-고압용 부품의 재료로 많이 사용된다.
- [0036] 초경합금은 경도가 높은 세라믹 재료와 인성이 높은 고속강 재료의 중간 성질을 가지고 있으므로 실온에서뿐만 아니라 고온에서도 경도와 항절력이 높고 내마모성, 내충격성, 내식성 등이 우수하여 현재 가공용 공구 및 광산 또는 굴착용 공구 및 내마모 부품으로 사용되어 왔으며 최근에는 초고압 발생용 금형 재료 등, 그 사용 범위가 확대되고 있다
- [0037] 도 1의 시스템에서는 초경합금의 일 예로 탄화 텅스텐(WC) 분말과, 코발트(Co) 분말을 혼합하여 사출 성형한, WC-Co 초경합금 구조물을 제작할 수 있다.
- [0038] 도 2는 본 발명의 일 실시 예에 따른 분말 사출 성형 방법을 설명하기 위한 흐름도이다. 도 2에 따르면, 먼저 탄화텅스텐 분말 및 코발트 분말을 바인더와 혼합하여 사출하는 단계를 수행한다(S210). 혼합 및 사출 단계는

도 1의 시스템에서의 혼합 장치(10) 및 사출 장치(20)를 이용하여 수행될 수 있다. 이에 대한 구체적인 설명은 상술한 바 있으므로, 중복 설명은 생략한다.

- [0039] 사출이 이루어지고 나면, 사출 성형물에 대하여 3단 탈지 단계를 수행하게 된다(S220). 구체적으로는 3개의 온도 유지 구간을 순차적으로 거치도록 탈지로(30)를 승온시키면서 탈지를 수행한다. 탈지로(30)의 제어는 별도로 구비된 제어 장치(미도시)에 의해 자동적으로 이루어질 수도 있고, 관리자가 탈지로(30)의 온도 및 시간을 모니터링하면서 수동 제어할 수도 있다.
- [0040] 탈지가 이루어지고 나면 탈지 결과물을 소결하여, WC-Co로 이루어진 초경합금 구조물을 제작하는 소결 단계를 수행할 수 있다(S230). 이에 따라, 구조물의 휨이나 뒤틀림 같은 변형을 방지하면서 초경합금 구조물을 얻을 수 있게 된다.
- [0041] 도 3은 3단 탈지 과정을 좀 더 구체적으로 설명하기 위한 흐름도이다.
- [0042] 도 3에 따르면, 사출 결과물이 탈지로(30)에 투입되면 탈지로를 승온시킨다(S310). 이에 따라, 제1 온도까지 승온이 되었다고 판단되면(S315), 제1 온도에서는 더 이상 승온시키지 않고 제1 온도를 유지시킨다(S320).
- [0043] 제1 온도가 유지되고 있는 상태에서 제1 시간이 경과되면(S325), 다시 탈지로를 승온시킨다(S330). 이 후에, 제2 온도까지 승온이 이루어졌다고 판단되면(S335), 제2 온도를 유지시킨다(S340). 이후에 제2 온도로 유지되는 상태가 제2 시간동안 지속되었다고 판단되면(S345), 다시 탈지로를 승온시킨다(S350). 이에 따라, 제3 온도까지 도달되면(S355), 제3 온도를 유지시킨다(S360). 이와 같이 3단계에 달하는 탈지 과정을 거칠 수 있게 된다.
- [0044] 이상과 같은 3단 탈지 과정은 상술한 바와 같이 관리자에 의해 수동적으로 제어될 수도 있지만, 제어 장치에 의해 자동제어될 수도 있다. 즉, 제어 장치는 별도로 구비된 온도 센서를 이용하여 탈지로(30) 내부의 온도를 센싱하고, 제1, 2, 3온도가 도달하였다고 판단되면 탈지로(30)의 가열을 중지시키고 온도를 유지하도록 제어한다. 이후, 별도로 구비된 타이머를 이용하여 온도 유지 구간이 경과되었다고 판단되면 다시 승온을 시키도록 탈지로(30)를 제어한다.
- [0045] 도 4는 3단 탈지 공정을 좀 더 구체적으로 설명하기 위한 그래프이다.
- [0046] 도 4에 따르면, 제1 온도 유지 구간(1)은 260℃, 제2 온도 유지 구간(2)은 480℃, 제3 온도 유지 구간(3)은 900℃에서 형성된다.
- [0047] 여기서, 일 실시 예에 따르면, 각 온도 유지 구간까지 도달하기 위한 가열 구간에서의 승온 속도는 분당 3~5로 일정하게 설정할 수 있다.
- [0048] 또는, 다른 실시 예에 따르면, 가열 구간 별 승온 속도를 달리할 수 있다. 도 4는 승온 속도를 달리한 경우를 나타낸다.
- [0049] 도 4에 따르면, 상온에서 200℃까지 분당 3℃씩 승온을 하고 200℃에서 260℃까지 분당 1℃씩 승온속도를 달린 후 260℃에서 6시간 동안 탈지를 한다. 즉, 제1 탈지 단계를 거친다.
- [0050] 그리고 나서, 다시 420℃까지 분당 3℃씩 승온을 하고 420℃에서 480℃까지 분당 1℃씩 승온속도를 낮춘 후 480℃에서 6시간 동안 탈지를 한다. 즉, 제2 탈지 단계를 거친다. 그리고 나서, 900℃까지는 승온 속도 조정 없이 승온을 시킨 후, 900℃에서 1시간 정도 탈지를 한다. 900℃까지는 분당 4.5℃씩 승온속도를 유지한다. 세번째 탈지 단계는 예비 소결에 해당할 수 있다.
- [0051] 도 5는 이러한 3단 탈지에 의한 변형 방지 효과를 나타내는 도면이다. 도 5에서 중간에 위치한 시편(100)은 사출 결과물 그 자체를 나타내고, 상측에 위치한시편(110)은 종래의 방법으로 탈지한 결과물을 나타낸다. 종래 방법을 이용하여 탈지를 하게 되면 구조물이 한쪽으로 휘어지게 됨을 알 수 있다. 하측에 위치한 시편(120)은 본 발명의 일 실시 예에 따라 3단 탈지 과정을 거친 결과물을 나타낸다. 이에 따르면, 탈지로 인해 사출 결과물에 비해 크기만 줄어들었을 뿐 형상이 변형되지 않은 것을 볼 수 있다. 구조물이 변형되지 않고 그 상태 그대로 탈지가 이루어졌음을 알 수 있다.
- [0052] 한편, 도 4에 따른 3단 탈지 공정을 수행하는 동안, 탈지로(30) 내의 분위기는 수소와 질소를 1:1 혼합비로 하여 분당 200ml로 사용하였다. 다량의 탈탄을 방지하기 위하여 600이후에는 수소가스를 탈지로(30) 내에 투입하지 않았다.
- [0053] 이상과 같은 본 발명의 실시 예들에서, 코발트 분말은 혼합비에서 10%만 차지할 수 있다. 하지만, 이러한 수치

는 제한적인 것은 아니며, 제조하고자 하는 구조물의 형상 및 기계적 특성에 따라 적절히 변경될 수 있다. 즉, 코발트 비율이 20내지 30% 이상까지도 올라갈 수 있다.

[0054] 한편, 탈지 및 소결을 거치는 동안 탄소 함량이 감소될 수 있다.

[0055] 즉, WC는 Co와 1320에서 공정점을 형성하고, Co 용액중에 WC가 약 35at.% 고용한다. WC-Co초경합금의 건전한 소결기술은 일정한 결정의 WC를 소정의 Co와 균일하게 혼합하여 기공과 조대한 WC의 성장이 없으며 유리탄소나 η 상이 석출되지 않는 완벽한 WC와 균일하게 분포된 Co합금 상으로 만드는 기술이다. Co함량이 낮을수록 WC와 Co액상이 유리 탄소와 η 상의 개제 없이 두 가지 상만이 존재하는 영역은 매우 좁으며, Co 함량이 낮을수록 그 범위는 더욱 좁아진다. WC/Co계 합금에서 탄소가 적정 범위에 있을 때에는 (WC+)의 건전상 영역에 있지만 탄소가 부족하면 W_2C 또는 η 상(Co_3W_3C)의 복 탄화물 상이 형성되기 쉽고, 탄소가 많은 경우에는 유리 탄소가 생성된다. WC-10wt.%Co 합금에서 2상 영역이 나타나는 WC의 범위는 6.04~6.22wt.%C이고, 그 폭은 약 0.18wt.%이며, 한편 WC의 화학 양론적 탄소 조성은 6.12wt.%이다. 이들 유리 탄소와 η 상은 초경 합금의 강도를 저해하는데, 특히 η 상은 Co와 복 탄화물을 만들기 때문에 유효한 결합제로의 작용하는 Co의 양이 줄어드는 결과가 되므로 기계적 성질에 대한 영향은 유리탄소 보다 훨씬 심하다. η 상은 W, Co, C의 복 탄화물로서 $\eta_1(M_6C, Co_3W_3C)$ 와 $\eta_2(M_{12}C, Co_6W_6C)$ 의 조성으로 되어 있다. η 상은 C량이 부족할 때 나타나지만 최근 연구에 η 상은 C의 양이 이론치 보다 낮은 경우에만 생성되는 것이 아니라, 유리 탄소가 존재하는 경우에도 발생하는 경우가 있다고 하였다. 여기서, 유리 탄소란 탄소의 함량이 많아졌을 경우 석출되는 화합물이 아닌 탄소만 뭉쳐있는 상을 의미한다.

[0056] 한편, 금속분말사출성형공법에서 가장 많은 시간을 차지하는 결합제 제거 공정 중 특히 열간 탈지 공정 동안의 탈탄 과정에서 다량의 탄소가 손실되기 때문에 소결 후 시편에서 탄소함량이 다소 낮게 나올 수 있다. 탄소 함량이 낮아지게 되면, 기대했던 경도나, 항절력, 내마모성, 내충격성, 내식성 등의 기계적 특성을 얻지 못하게 될 수 있다. 반면, 이를 고려하여 혼합비 자체를 조절하여 탄소 함량을 증대시키게 되면 사출한 바와 같이 유리 탄소가 형성되어 건전상의 확보가 어려워진다는 문제점이 있다. 따라서, 사출 후 후속 공정 과정에서 이루어지는 탄소의 손실을 적절하게 보상하여 줄 필요가 있다.

[0057] 본 발명의 다른 실시 예에 따르면, 이러한 점을 고려하여 추가 탄소를 투입하여 사출 성형을 수행한다. 추가 탄소의 투입량은 사출 성형 이후에 이루어지는 후속 공정, 즉, 탈지 및 소결 단계에서의 탄소 손실량을 보충하여 초경합금 구조물의 표면 구조 상에서 η 상을 감소시키도록 설정된 양이 될 수 있다.

[0058] 구체적으로는, 추가 탄소 양은 100g 당 0.5 내지 5g 내의 범위에서 정해질 수 있다. 실험에 따르면, 추가 탄소 양은 1.2g, 1.5g, 1.8g 중 하나로 설정될 수 있다.

[0059] 구체적인 실험의 일 예를 들면 다음과 같다.

[0060] 소결체에 대한 자기포화도 시험은 SJ-2000C 장비로 시행하였으며, 탄소함량 분석을 위해 CS분석기를 통하여 시행하였다. CS분석을 위하여 시편을 파쇄하여 0.2g으로 칭량 후 각 시편당 3회에 걸쳐 시행하였고 그 결과는 3회의 평균값을 택하였다. 소결한 시편의 특성을 분석하기 위한 방법은 한국산업규격에 의거 진행되었다. 먼저, 소결 시편의 미세조직을 확인하기 위하여 1 μ m까지 연마한 후 무라카미 용액(K3Fe(CN)6 10g, NaOH 10g, 증류수 200ml)으로 수 초간 에칭한 후 광학현미경을 통해 미세조직을 관찰하였다. 또한 각각의 소결체의 미세조직을 관찰하기 위해 전계방출형 주사전자현미경(FE-SEM, Philips Co., XL30 SFEG)을 사용하여 관찰하였다.

[0061] 소결된 WC-10wt%Co 초경합금의 경도값을 알아보기 위하여, 다이아몬드 휠 커팅 장비로 시편을 절단한 후 그 단면을 1 μ m까지 연마 후 미세경도를 측정하였다. 경도기는 (Akashi Co., (HM-112)) 마이크로 비커스 경도기를 사용하였으며 하중은 1kgf, 유지시간은 10초로 하여 각 시편당 7회씩 측정한 후 평균값을 구하였다. 밀도는 아르키메데스법을 이용하여 측정하였다. 항절력(transverse rupture strength)시험은 시험평가 전문업체에 의뢰하여 결과를 확인하였다.

[0062] 본 연구에서 진행된 모든 소결공정은 진공분위기에서 시행되었으며, 소결온도를 1320에서 1500까지 다변화하며 소결하였고 첨가량을 달리한 각각의 시편들의 특성들을 탄소함량과 관계하여 알아보고자 하였다.

[0063] 우선 넓은 범위에서 WC-10%Co에 추가 탄소를 투입함에 따른 η 상과 유리 탄소의 형성과 소멸에 대한 실험을 하였다. 실험 조건은 다음과 같다.

[0064] - 탄소 첨가량 : WC-10%Co + 0, 1, 2, 3, 4, 5%(무게비)

[0065] - 시편제조 조건

- [0066] ① 혼합조건 : [금속분말+유기결합제+첨가탄소] 두날압출형혼합기, 160°C, 60rpm, 1시간
- [0067] ② 사출공정 : 사출온도 160°C, 금형온도 60°C, 사출압력 58MPa
- [0068] ③ 탈지공정 : 용매탈지 → 3단 열간탈지
- [0069] ④ 소결공정 : 진공분위기, 1380°C/1hr
- [0070] - η 상과 유리 탄소의 량 : 전체 면적에서 η 상과 유리탄소 상이 차지하는 면적
- [0071] 두 개의 시편에 대해 탄소 첨가량을 다르게 하면서 측정한 결과는 다음 표와 같이 정리되었다.

표 1

탄 소 첨가량 (%)	시편 1			시편 2		
	η 상	유리탄소	비커스경도 (Hv)	η 상	유리탄소	비커스경도 (Hv)
0	9.5%	0%	1940	9.8%	0%	1950
1	5.4%	0%	2002	5.5%	0%	1995
2	0.1%	0%	2130	0%	0%	2135
3	0%	2.8%	2120	0%	3.0%	2110
4	0%	5.2%	2005	0%	5.0%	1997

- [0073] 상기 실험에 따르면, 탄소가 2% 정도 첨가되었을 경우 η 상과 유리 탄소가 가장 억제되었고 경도값도 가장 높은 것으로 평가되었다.
- [0074] 도 6은 이와 같이 추가 탄소를 투입하는 실험의 실험 결과 중 하나를 나타내는 그래프이다. 도 6에서는 탄소를 추가적으로 첨가하지 않은 시편과 1.2g에서 1.8g까지 첨가한 시편의 자기포화도 측정 결과가 나타난다. 도 6에 따르면, 탄소를 첨가하지 않은 시편에서는 WC-10%Co 조성의 건전상 영역이 나오는 150~160 gauss에 못미치는 110gauss 범위로 그 결과가 확인되었다. 이러한 낮은 자기포화도 값은 낮은 탄소함량으로 Co에 W이 고용되어 삼원계 복탄화물 상인 상이 존재하게 된 것이 원인으로 판단되었으며, 표면 연마 후 예칭한 시편을 광학현미경으로 관찰해본 결과 많은 양의 상이 존재하는 것을 확인하였다. 이 시편에 대한 정확한 탄소함량을 알아보기 위하여 카본분석기를 이용하여 탄소함량을 조사하였다. 정확한 탄소함량 결과를 알아보기 위하여 각 시편 당 3회 분석하였고, 3회 분석 결과에 대한 평균값을 취하였다.
- [0075] 도 7은 그 탄소 함량 조사 결과를 나타내는 그래프이다. 도 7에 따르면, 이론적 카본 총 함량인 5.517wt%에 못미치는 4.8~4.9wt% 범위에서 그 결과가 나왔다. 탄소함량이 낮은 이유는 시편의 열간탈지 과정에서 결함이 없는 시편을 만들기 위해 장시간 수소에 방출하여 탈지한 결과 탈탄현상이 일어나 탄소함량이 낮은 것으로 판단된다. 탄소를 첨가한 후 소결과정까지 거친 시편은 첨가 함량에 따라, 1.2g 첨가한 시편에서 140gauss 범위로 자기포화도가 확인되었고, 탄소를 1.5g 첨가한 시편에서는 150gauss 범위에서 자기포화도 값이 확인되었다. 또 1.8g 탄소를 첨가한 시편에서는 160gauss를 상회하는 자기포화도 값이 확인되었다. 탄소함량 분석 결과 그림과 같이 카본첨가량에 따라서 점차적으로 탄소함량이 높아지는 경향을 확인할 수 있었다.
- [0076] 도 8은 상기 실험의 결과물에 대한 경도 특성을 조사한 그래프를 나타낸다.
- [0077] 도 8에 따르면, 카본을 첨가하지 않은 시편보다 카본을 첨가한 시편에서 첨가량에 따라 경도값이 올라감을 확인할 수 있었다. 소결온도 1380를 기준으로 카본을 첨가하지 않은 시편에서 평균 경도값이 1940Hv이었던 것에 비해 카본을 1.2g첨가한 시편에서는 2010Hv, 1.5g 첨가한 시편은 2080Hv, 1.8g 첨가한 시편에서 약 2100Hv로 확인되었다. 소결온도가 높아 질수록 경도값이 다소 낮아지는 것은 미세조직이 성장하여 시편의 경도값을 낮추는 것으로 사료된다.
- [0078] 도 9는 카본첨가량에 따른 항절력 테스트 결과의 변화에 대해 나타낸다.
- [0079] 도 9에 따르면, 항절력 테스트 결과에서도 카본을 첨가한 시편에서 첨가량에 따라 항절력 값이 높아지고 있음을 알 수 있었다. η 상은 초경합금의 기계적 특성을 저하시키는데, 경도와 항절력 모두에서 탄소를 첨가하지 않은 시편의 경우 탄소를 첨가한 시편보다 낮은 결과를 얻었음을 확인할 수 있었다. 또한 소결온도가 높아짐에 따라 미세조직의 성장으로 경도와 항절력 특성에 영향을 주는 것 또한 확인할 수 있었다.

- [0080] 도 10은 탄소 첨가량을 달리하여 제조된 시편을 최종 소결까지 진행한 후 시편을 연마하고 에칭하여 광학현미경으로 시편 표면 미세조직을 관찰해본 결과의 사진이다.

[0081] 도 10에서 (a) 및 (b) 사진은 탄소를 첨가하지 않은 것이고, (c)는 1.2g 첨가한 것, (d)는 1.5g 첨가한 것, (e)는 1.8g 첨가한 것이다. 탄소첨가량이 많은 시편일수록 점점 n 상이 줄어드는 것을 확인 할 수 있었고 이러한 결과를 토대로 시편의 탄소함량이 높아짐에 따라 건전상 영역이 확대된 것으로 해석 가능하다.

[0082] 도 11은 본 발명의 여러 실시 예들에 의해 제조되는 초경합금 구조물의 특성을 평가하기 위한 실험 공정 및 그 구체적인 실험 조건 예를 나타내는 도면이다.

[0083] 도 11에 따르면, 혼합공정은 두날 압출형 혼합기를 이용하여 160℃에서 60rpm의 속도로 2회 수행되고, 이 과정에서 탄소가 0 내지 1.8g 중 설정된 양만큼 추가 투입될 수 있다.

[0084] 또한, 사출공정은 160℃ 정도의 사출 온도에서 58MPa 사출 압력으로 이루어 질 수 있다. 실험을 위해서는, 사출 장치(20)에서 사출된 사출 결과물, 즉, 사출 시편은 TRS(transverse rupture strength) 특성분석을 위하여 TRS 테스트 시편으로 사출될 수 있다. 사출체의 크기는 54mm x 8mm x 3mm로 제조할 수 있으며, 슬러리 상태의 피드 스타크이 금형에 충전되는 동안 급랭으로 인해 사출체에 결함이 발생하는 것을 방지하기 위해 몰드의 온도를 순환식 온수조를 사용하여 60로 유지하였다.

[0085] 탈지 공정은 용매 탈지 또는 열간 탈지로 이루어질 수 있다. 용매 탈지의 경우에는 n-hexane을 용매로 사용하며 60℃에서 24시간 이루어지고, 열간탈지인 경우에는 260℃, 480℃에서 각각 6시간 씩 2단 탈지된 후, 900℃에서 3단 탈지가 이루어지는 것을 알 수 있다.

[0086] 그리고, 소결 공정에서는 1350 내지 1500℃의 소결 온도에서 분당 10℃의 승온 속도로 1시간 동안 소결되고, 질소 및 수소 혼합 가스 분위기에서 이루어지는 조건임을 알 수 있다.

[0087] 상술한 명세서에서는 3단 탈지가 이루어지는 실시 예와, 추가 탄소를 첨가하는 실시 예가 별도로 기재되어 있으나, 도 11의 실험 조건과 같이, 두 실시 예는 함께 이루어질 수도 있다. 즉, 추가 탄소를 첨가하면서 3단 탈지 공정을 거칠 수도 있다.

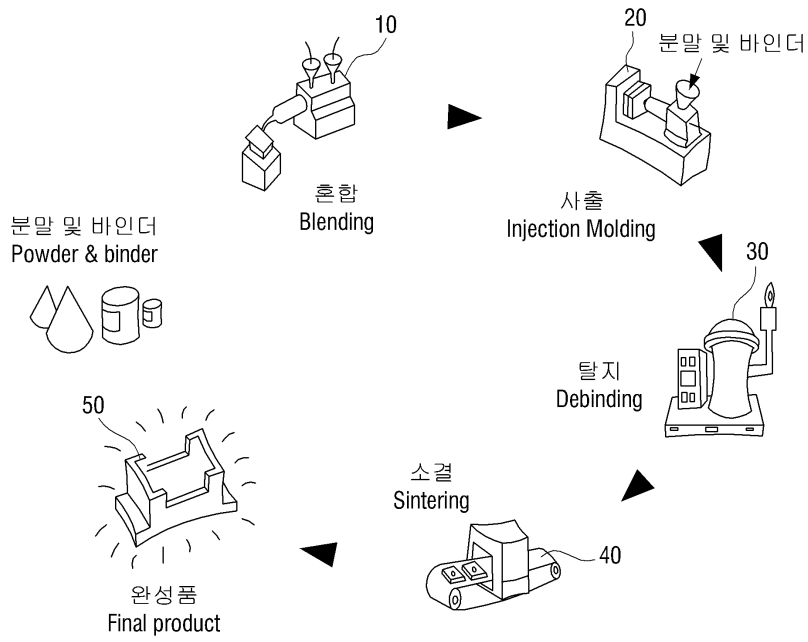
[0088] 이상에서는 본 발명의 바람직한 실시예에 대하여 도시하고 설명하였지만, 본 발명은 상술한 특징의 실시예에 한정되지 아니하며, 청구범위에서 청구하는 본 발명의 요지를 벗어남이 없이 당해 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진자에 의해 다양한 변형실시가 가능한 것은 물론이고, 이러한 변형실시들은 본 발명의 기술적 사상이나 전망으로부터 개별적으로 이해되어져서는 안될 것이다.

부호의 설명

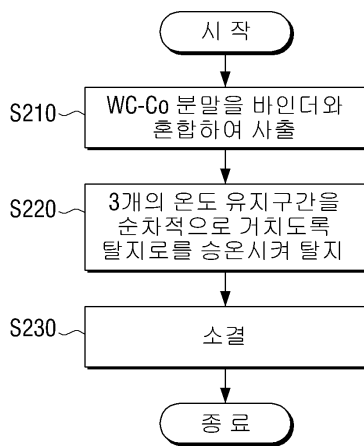
- [0089] 10 : 혼합 장치 20 : 사출 장치
- 30 : 탈지로 40 : 소결 장치

도면

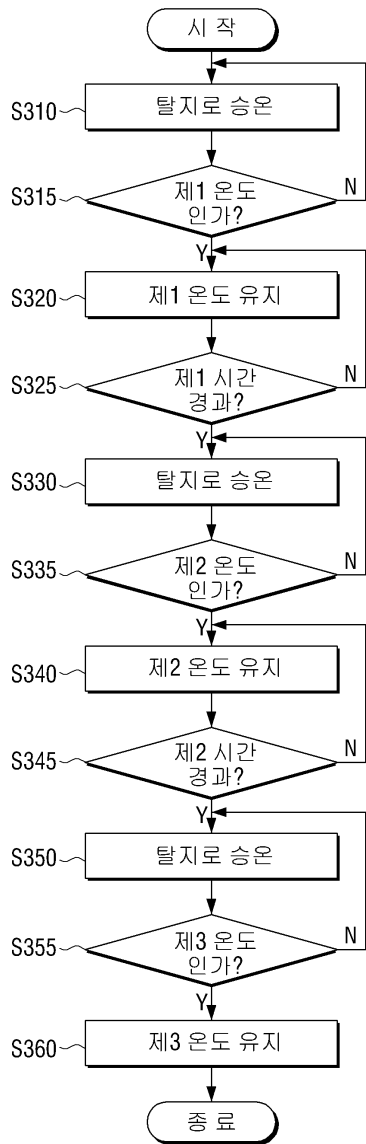
도면1



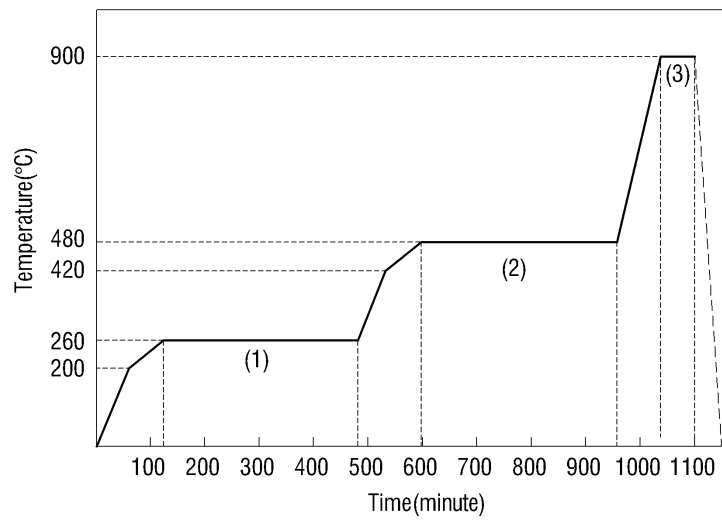
도면2



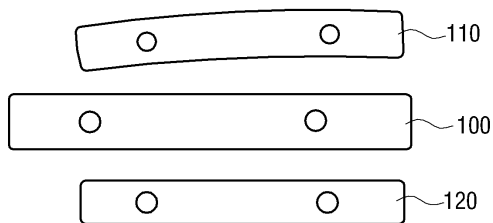
도면3



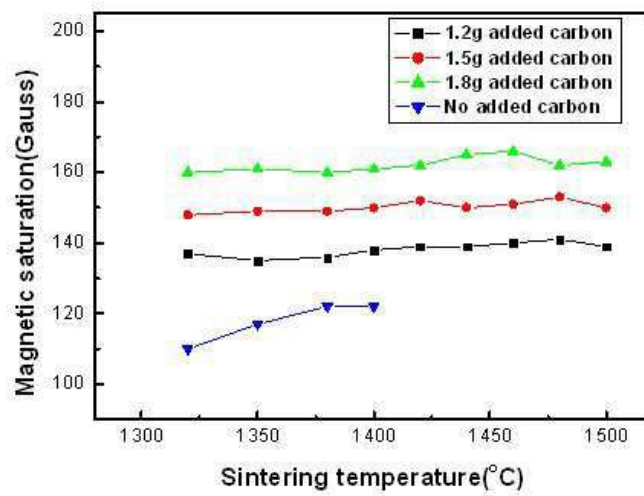
도면4



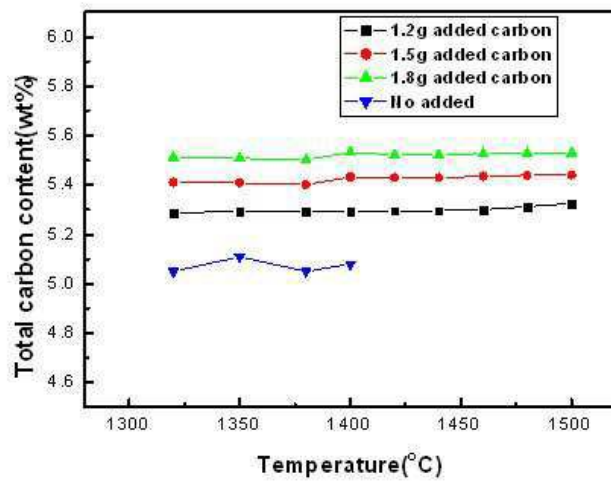
도면5



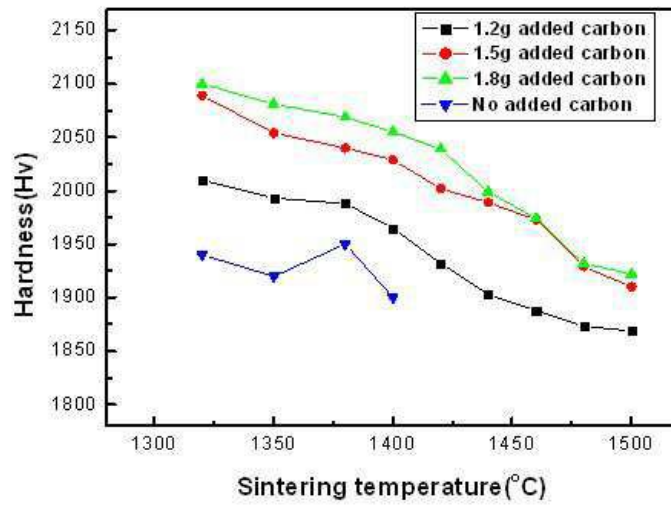
도면6



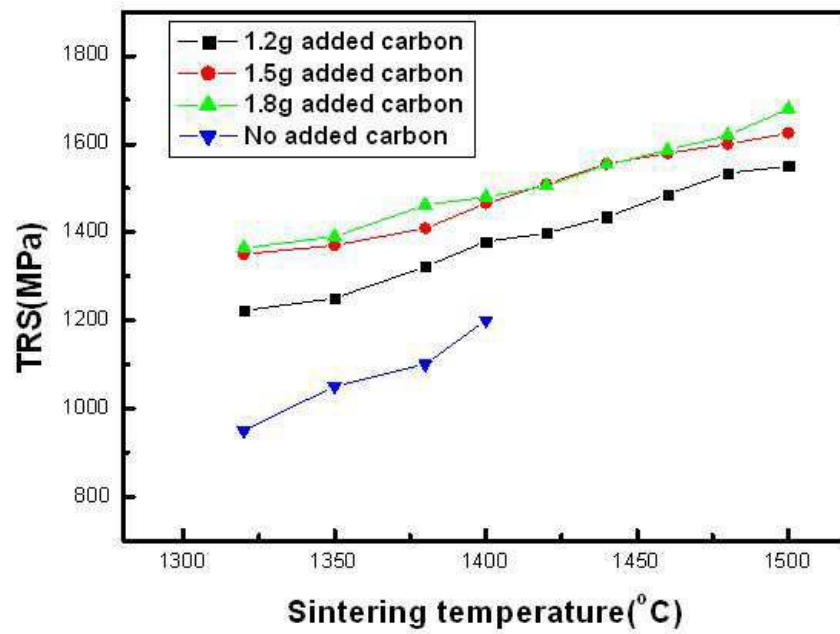
도면7



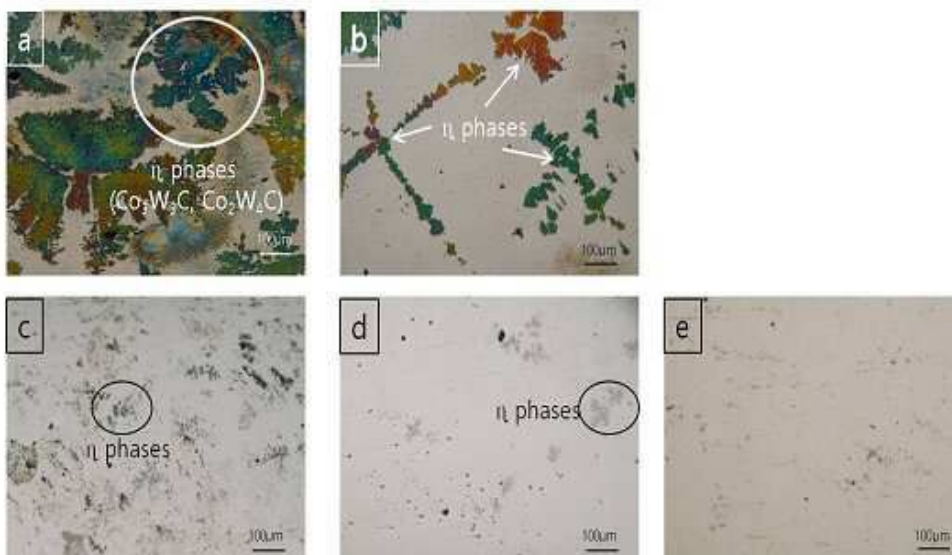
도면8



도면9



도면10



도면11

