



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0070106  
(43) 공개일자 2017년06월21일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
B21B 3/00 (2006.01) C22C 14/00 (2006.01)  
C22F 1/18 (2006.01)  
(52) CPC특허분류  
B21B 3/00 (2013.01)  
C22C 14/00 (2013.01)  
(21) 출원번호 10-2017-7012440  
(22) 출원일자(국제) 2015년10월07일  
심사청구일자 2017년05월08일  
(85) 번역문제출일자 2017년05월08일  
(86) 국제출원번호 PCT/JP2015/078546  
(87) 국제공개번호 WO 2016/056607  
국제공개일자 2016년04월14일  
(30) 우선권주장  
JP-P-2014-207495 2014년10월08일 일본(JP)

(71) 출원인  
신닛테츠스미킨 카부시키가이샤  
일본 도쿄도 지요다꾸 마루노우찌 2쵸메 6방 1고  
(72) 발명자  
시라이 요시히사  
일본 도쿄도 지요다꾸 마루노우찌 2쵸메 6방 1고  
신닛테츠스미킨 카부시키가이샤 내  
후지이 히데키  
일본 도쿄도 지요다꾸 마루노우찌 2쵸메 6방 1고  
신닛테츠스미킨 카부시키가이샤 내  
기타우라 도모유키  
일본 도쿄도 지요다꾸 마루노우찌 2쵸메 6방 1고  
신닛테츠스미킨 카부시키가이샤 내  
(74) 대리인  
한양특허법인

전체 청구항 수 : 총 3 항

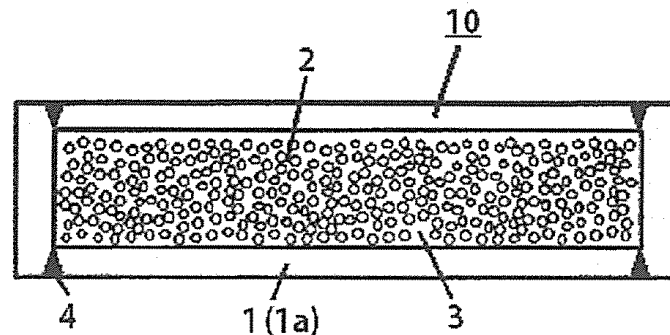
(54) 발명의 명칭 티탄 내포 구조체 및 티탄재

(57) 요약

순티탄재로 형성된 곤포재와, 상기 곤포재의 내부에 충전된 충전재를 구비하는 티탄재이며, 상기 곤포재의 내압이, 절대압으로 10Pa 이하이고, 상기 충전재가, 스폰지 티탄, 티탄 브리켓 및 티탄 스크랩으로부터 선택되는 일종 이상으로 구성되며, 또한 상기 순티탄재와 동종의 화학 조성을 가지는, 티탄 내포 구조체이다.

이 티탄 내포 구조체는, 열간 가공을 행함으로써 티탄재를 제조할 수 있기 때문에, 종래의 용해 공정과 단조 공정을 생략할 수 있다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류  
*C22F 1/18* (2013.01)

---

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

순(純)티탄재로 형성된 곤포재와,

상기 곤포재의 내부에 충전된 충전재를 구비하는 티탄재이며,

상기 곤포재의 내압이, 절대압으로 10Pa 이하이고,

상기 충전재가, 스폰지 티탄, 티탄 브리켓 및 티탄 스크랩으로부터 선택되는 일종 이상으로 구성되며, 또한 상기 순티탄재와 동종의 화학 조성을 가지는, 티탄 내포 구조체.

#### 청구항 2

청구항 1에 있어서,

상기 곤포재 및 상기 충전재가, JIS1종에서 4종으로 규정되어 있는 화학 조성을 가지는, 티탄 내포 구조체.

#### 청구항 3

JIS1종에서 4종에 속하는 화학 조성을 가지며, 내부의 공극율이 0%를 넘고 30% 이하인, 티탄재.

### 발명의 설명

#### 기술 분야

[0001] 본 발명은, 티탄 내포 구조체, 및, 티탄판, 티탄봉 등의 티탄재에 관한 것이다.

#### 배경 기술

[0002] 티탄재는, 내식성이 우수한 금속 재료이기 때문에, 해수를 이용하는 열교환기나 각종의 화학 플랜트 등에 이용되고 있다. 또, 밀도가 탄소강에 비해 작고, 비강도(단위무게당 강도)가 우수하기 때문에, 항공기의 기체에도 많이 사용되고 있다. 또, 자동차 등의 육상 운송 기기에 티탄재를 사용함으로써, 기기 자체가 경량이 되어, 연비 향상이 기대되고 있다.

[0003] 그러나, 티탄재는, 강재에 비해 복잡하고 매우 많은 공정에 의해 제조되고 있다. 대표적인 공정은, 이하의 것이 있다.

[0004] 제련 공정: 원료인 산화 티탄을 염소화하여 4염화 티탄으로 한 후, 마그네슘 혹은 나트륨으로 환원함으로써, 덩어리 형상이며 스폰지 형상인 금속 티탄(이하, 스폰지 티탄)을 제조하는 공정

[0005] 용해 공정: 스폰지 티탄을 프레스 성형하여 전극으로 하고, 진공 아크 용해로로 용해하여 주괴를 제조하는 공정

[0006] 단조 공정: 주괴를 열간으로 단조하여 슬라브(열간 압연 소재)나 빌릿(열간 압출이나 열간 압연 등의 소재) 등을 제조하는 공정

[0007] 열간 가공 공정: 슬라브나 빌릿을 가열하여 열간으로 압연이나 압출 가공하여 판이나 환봉 등을 제조하는 공정

[0008] 냉간 가공 공정: 판이나 환봉을 다시 냉간으로 압연 가공하여 박판이나 환봉, 선 등을 제조하는 공정

[0009] 이와 같이 많은 공정에 의해 제조되고 있기 때문에, 티탄재는 매우 고가이다. 이 때문에, 자동차 등의 육상 운송 기기로서의 적용은 거의 없다. 티탄재의 이용을 촉진하기 위해서는, 그 제조 프로세스의 생산성 향상이 필요하다. 이 과제에 대처하는 기술로서, 티탄재의 제조 공정을 생략하는 대처가 이루어지고 있다.

[0010] 특허 문헌 1에서는, 티탄분, 결합제, 가소제, 용제를 포함하는 조성물을 박판 형상으로 성형, 건조, 소결, 압밀 및 재소결하여 티탄 박판을 제조하는 방법이 제안되어 있다. 이 방법에서는, 통상의 용해, 단조, 열간 및 냉간

압연 공정을 생략할 수 있다.

- [0011] 특허 문헌 2에서는, 티탄 합금분에 구리분, 크롬분 또는 철분을 첨가하고, 탄소강제의 캡슐에 봉입하고, 가열하여 열간으로 압출하여 티탄 합금 환봉을 제조하는 방법이 제안되어 있다. 이 방법에서는, 통상의 용해, 단조 공정을 생략할 수 있기 때문에, 제조 비용을 낮출 수 있다.
- [0012] 특허 문헌 3에서는, 스폰지 티탄분을 구리제 캡슐에 충전하고, 700℃ 이하로 가열하여 온간 압출 가공을 실시하여, 환봉을 제조하는 방법이 제안되어 있다. 이 방법에서는, 통상의 용해, 단조 공정을 생략할 수 있기 때문에, 제조 비용을 낮출 수 있다.
- [0013] 또, 종래부터 알려져 있는 팩 압연은, 가공성이 나쁜 티탄 합금 등의 코어재를 가공성이 좋은 염가의 탄소강 등의 커버재로 피복하여, 열간 압연하는 방법이다. 예를 들면, 코어재 표면에 박리제를 도포한 후, 적어도 그 상하 2면을 커버재로 피복, 혹은 상하면 외에 4주면도 커버재로 피복하여, 이음매를 용접하여 밀폐 피복 상자를 제작하고, 내부를 진공으로 흡인하여 밀폐하여, 열간 압연하는 것이다.
- [0014] 특허 문헌 4에서는, 밀폐 피복 상자의 조립 방법, 특허 문헌 5에서는,  $10^{-3}$  torr(약 0.133Pa) 이상의 진공도로 하여 커버재를 밀봉(팩)하여 밀폐 피복 상자를 제조하는 방법, 특허 문헌 6에서는, 탄소강(커버재)으로 덮고,  $10^{-2}$  torr(약 1.33Pa) 이하의 진공 하에서 고에너지 밀도 용접에 의해 밀봉(팩)하고, 밀폐 피복 상자를 제조하는 방법이 제시되어 있다.
- [0015] 이들 팩 압연에서는, 피압연체인 코어재를 커버재로 덮고 열간 압연하므로, 코어재 표면은 차가워진 매체(대기나 물)에 직접 접하지 않아, 코어재의 온도 저하를 억제할 수 있기 때문에, 가공성이 나쁜 코어재로도 박판의 제조가 가능하게 된다.
- [0016] 커버재로서, 코어재와 상이한 재질로, 가공성이 좋은 염가의 탄소강 등을 이용하고 있다. 열간 압연 후, 커버재는 불필요해지기 때문에, 코어재로부터 분리하기 쉽게 하기 위해, 코어재의 표면에는 박리제를 도포하고 있다.

## 선행기술문헌

### 특허문헌

- [0017] (특허문헌 0001) 일본국 특허공개 2011-042828호 공보  
(특허문헌 0002) 일본국 특허공개 2014-019945호 공보  
(특허문헌 0003) 일본국 특허공개 2001-131609호 공보  
(특허문헌 0004) 일본국 특허공개 소63-207401호 공보  
(특허문헌 0005) 일본국 특허공개 평09-136102호 공보  
(특허문헌 0006) 일본국 특허공개 평11-057810호 공보

## 발명의 내용

### 해결하려는 과제

- [0018] 인용 문헌 1에 기재된 방법에서는, 고가의 티탄분(평균 입자 직경이 4~200 μm)를 원료로서 이용하는 것과, 소결이나 압밀 등의 많은 공정이 필요하기 때문에, 얻어진 티탄 박판은 매우 고가로, 티탄재의 이용 촉진에는 이르지 않았다.
- [0019] 인용 문헌 2에 기재된 방법에서는, 고가의 티탄분 합금을 원료로서 사용하기 때문에, 얻어진 티탄 합금 환봉은 고가로, 티탄재의 이용 촉진에는 이르지 않았다. 그러나, 가열했을 때에 스폰지 티탄분이 산화되기 때문에, 얻어진 환봉은 표층이나 내부에 산화 티탄을 포함하며, 통상 공정으로 제조한 환봉에 비해, 외관이 변색, 인장 특성이 떨어지는 등의 문제가 있었다.
- [0020] 인용 문헌 3에 기재된 방법에서는, 가열했을 때에 스폰지 티탄분이 산화되기 때문에, 얻어지는 환봉은 표층 및

내부에 산화 티탄을 포함하며, 통상 공정으로 제조한 환봉에 비해, 외관이 변색, 인장 특성이 떨어지는 등의 문제가 있었다.

[0021] 인용 문헌 4~6에 기재된 방법은, 팩 압연과 같이 압연 후에 커버재를 벗겨 폐각하기 때문에, 제조 비용이 통상의 공정보다 높아져, 얻어진 티탄재는, 고비용인 것에 변화가 없다.

[0022] 이 때문에, 티탄재가 자동차 등의 육상 운송 기기에 적용되기까지는, 이르지 않았다.

[0023] 본 발명은, 이러한 실정을 감안하여, 티탄판이나 환봉 등의 티탄재를 저비용으로 제조하는 것을 목적으로 한다.

### 과제의 해결 수단

[0024] 본 발명자들은, 상기 과제를 해결하기 위해 예의 검토를 거듭해, 용해 공정과 단조 공정을 생략할 수 있는 티탄 내포 구조체를 착상했다.

[0025] 사용하는 원료로서, 고가의 티탄분이나 스폰지 티탄분과 같은 분말이 아니라, 부정형으로 덩어리 형상인 스폰지 티탄에 주목했다. 덩어리 형상의 스폰지 티탄은, 종래의 공정으로 제조되고 있기 때문에, 비교적 염가로 입수할 수 있다. 또, 제련 공정에 있어서, 주된 불순물이 제거되어 있기 때문에, 스폰지 티탄으로부터, 직접, 티탄재를 제조해도 성분 상의 문제는 없다. 스폰지 티탄을 압축 성형함으로써 브리켓 형상으로 한 것(이하, 「티탄 브리켓」이라고 한다.), 또는, 제품으로는 되지 않는 단재 등의 티탄재(이하, 「티탄 스크랩」이라고 한다.)는, 비교적 염가로 입수할 수 있다. 단, 이들 재료는 부정형이기 때문에, 직접 가공할 수는 없다.

[0026] 그래서, 본 발명자들은, 순(純)티탄재를 이용하여 제작한 용기(이하, 「곤포재」라고 한다.)에, 스폰지 티탄 등의 충전재를 수용하고, 밀폐한 티탄 내포 구조체를 발견했다. 이러한 구성의 티탄재이면, 열간 가공했을 때에, 표면 균열이나 벗겨짐 형상 등의 표면 결함의 발생을 억제할 수 있다. 특히, 충전재의 화학 조성을 순티탄재와 동종의 것으로 함으로써, 종래의 팩 압연과 같이 압연 후에 커버재를 벗겨 폐각하는 것이 아니라, 곤포재는, 가공 후도 그대로 티탄재(제품)의 일부로 할 수 있다. 또한, 열간 가공 전에 가열했을 때에, 스폰지 티탄 등의 충전재가 산화하지 않도록, 또, 열간 가공 시에 충전재 간이나 충전재와 곤포재의 사이에 있는 공극이 감소하기 쉽도록, 곤포재의 내압을 가능한 한 감압해 두는 것이 중요한 것도 발견했다.

[0027] 본 발명은, 하기의 티탄 내포 구조체 및 티탄재를 요지로 한다.

[0028] (1) 순티탄재로 형성된 곤포재와,

[0029] 상기 곤포재의 내부에 충전된 충전재를 구비하는 티탄재이며,

[0030] 상기 곤포재의 내압이, 10Pa 이하이고,

[0031] 상기 충전재가, 스폰지 티탄, 티탄 브리켓 및 티탄 스크랩으로부터 선택되는 일종 이상으로 구성되며, 또한 상기 순티탄재와 동종의 화학 조성을 가지는,

[0032] 티탄 내포 구조체.

[0033] (2) 상기 곤포재 및 상기 충전재가, JIS1종에서 4종으로 규정되어 있는 화학 조성을 가지는, 상기 (1)의 티탄 내포 구조체.

[0034] (3) JIS1종에서 4종에 속하는 화학 조성을 가지며, 내부의 공극율이, 0%를 넘고 30% 이하인, 티탄재.

### 발명의 효과

[0035] 본 발명의 티탄 내포 구조체를 이용함으로써, 종래의 용해 공정과 단조 공정을 생략하고, 가공을 행하여, 티탄재를 제조할 수 있다. 이 때문에, 이들 제조에 필요로 하는 에너지(전력이나 가스 등)를 삭감할 수 있다. 또한, 주괴의 표층이나 저면에 많은 결함부의 절삭 제거나, 단조 후의 표면 균열이나 형상이 나쁜 선후단부(크롭)의 제거 등, 다량의 티탄 소재를 절삭 제거나 절단 제거하지 않고 제조할 수 있기 때문에, 제조 수율이 큰폭으로 향상된다. 이 때문에, 제조 비용을 큰폭으로 저감할 수 있다.

[0036] 또한, 본 발명에서 얻어진 티탄 내포 구조체를 적정한 조건으로 가공함으로써, 공극이 적은, 종래재와 동등한 인장 특성을 가지는 티탄재나, 내부에 공극이 많은 경량의 티탄재를 얻을 수 있다. 종래재는, 용해 공정을 거쳐 제조되기 때문에, 공극은 존재하지 않는다.

## 도면의 간단한 설명

- [0037] 도 1은, 본 발명의 티탄 내포 구조체의 구성을 모식적으로 나타내는 도이다.  
 도 2는, 본 발명의 티탄재(판재)의 구성을 모식적으로 나타내는 도이다.  
 도 3은, 본 발명의 티탄재(봉재)의 구성을 모식적으로 나타내는 도이다.

## 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0038] 이하, 본 발명의 티탄 내포 구조체 및 티탄재에 대해서, 순차적으로 설명한다.
- [0039] 도 1에 나타내는 바와 같이, 본 발명의 티탄 내포 구조체(10)는, 순티탄재(1a)로 형성된 곤포재(1)와, 곤포재(1)의 내부에 충전된 충전재(2)를 구비하는 티탄재이며, 곤포재(1)의 내압이, 10Pa 이하이며, 충전재(2)가, 스폰지 티탄, 티탄 브리켓 및 티탄 스크랩으로부터 선택되는 일종 이상으로 구성되며, 또한 상기 순티탄재와 동종의 화학 조성을 가지는, 가공용 소재이다.
- [0040] 우선, 충전재(2)에 대해서 설명한다.
- [0041] [크기]
- [0042] 충전재(2)로서 스폰지 티탄을 이용하는 경우에는, 종래의 크롤법 등의 제련 공정으로 제조되는 것을 이용할 수 있다. 이 제련 공정에서 얻어진 스폰지 티탄은, 통상 수ton이 되는 큰 덩어리이기 때문에, 종래 공정과 마찬가지로, 파쇄하여 평균 입경으로 30mm 이하의 알갱이로 한 것을 이용하는 것이 좋다.
- [0043] 충전재(2)의 알갱이의 크기는, 곤포재(1)의 내부 공간의 크기보다 작게 해야 한다. 또, 충전재(2)는, 그대로 곤포재(1)에 충전해도 되지만, 보다 효율적으로 하기 위해, 또는, 보다 많이 충전하기 위해, 미리 스폰지 티탄을 압축 성형한 성형체(티탄 브리켓)로 해도 된다. 특히, 공극율이 작은 티탄재를 얻는 경우는, 티탄 브리켓을 충전재(2)로서 곤포재(1)의 내부에 충전하는 것이 바람직하다.
- [0044] 충전재(2)의 크기는, 평균 입경으로 1mm 이상 30mm 이하가 바람직하다. 1mm 미만에서는, 파쇄하는데 시간이 걸려, 미세한 분진의 발생도 많이 비산하기 때문에, 제조 효율이 나빠진다. 30mm보다 크면, 반송할 때에 취급하기 어렵고, 곤포재(1)에 넣기 어려운 등, 작업 효율이 나빠진다.
- [0045] [성분]
- [0046] 충전재(2)는, 곤포재(1), 즉 순티탄재와 동종의 화학 조성인 것이 필요하다. 예를 들면, JIS1종, 2종, 3종 또는 4종에 상당하는 화학 성분이다. 여기서, 동종의 화학 조성인 것으로는, 구체적으로는, JIS의 동일한 규격에 속하는 것을 의미한다. 예를 들면, 곤포재(1)의 화학 조성이 JIS1종에 속하는 경우에는, 충전재(2)도 JIS1종에 속하는 화학 조성으로 한다. 이와 같이, 충전재(2)의 화학 조성을, 순티탄재와 동종의 화학 조성으로 함으로써, 가공 후의 티탄재의 표층과 내부를 동등한 화학 조성으로 할 수 있어, 그대로 공업용 순티탄으로서 취급할 수 있다.
- [0047] 또한, JIS1종이란, 산소 0.15질량% 이하, 철 0.20질량% 이하, 질소 0.03질량% 이하, 탄소 0.08질량% 이하, 수소 0.013질량% 이하이며, JIS2종이란, 산소 0.20질량% 이하, 철 0.25질량% 이하, 질소 0.03질량% 이하, 탄소 0.08질량% 이하, 수소 0.013질량% 이하이며, JIS3종이란, 산소 0.30질량% 이하, 철 0.30질량% 이하, 질소 0.05질량% 이하, 탄소 0.08질량% 이하, 수소 0.013질량% 이하이며, JIS4종이란, 산소 0.40질량% 이하, 철 0.50질량% 이하, 질소 0.05질량% 이하, 탄소 0.08질량% 이하, 수소 0.013질량% 이하이다.
- [0048] 다음에, 충전재(2)로서 이용할 수 있는 티탄 스크랩에 대해서 설명한다.
- [0049] 티탄 스크랩이란, 공업용 순티탄재의 제조 공정에서 발생하는 제품이 되지 않는 단재나, 공업용 순티탄 소재를 제품 형상으로 하기 위해 절삭, 연삭했을 때에 발생하는 티탄 절삭분, 제품으로서 사용한 후의 불필요해진 공업용 순티탄재 등이다.
- [0050] 티탄 스크랩의 크기가 너무 커서, 반송하기 어려운, 곤포재(1)에 넣기 어려운 등, 작업 효율이 나쁜 경우는, 적당히 절단하는 것이 바람직하다.
- [0051] 티탄 스크랩은, 그대로의 상태로 곤포재(1)에 충전해도 되지만, 부피 비중이 작은 티탄 절삭분 등은, 보다 효율적으로, 또는 보다 많이 충전하기 위해, 미리 스폰지 티탄과 혼합한 후에 압축 성형하거나, 티탄 스크랩 만으로

압축 성형한 성형체로서, 곤포재(1)에 충전해도 된다.

[0052] 다음에, 곤포재(1)를 형성하는 순티탄재에 대해서 설명한다.

[0053] 순티탄재로서는, 예를 들면, 티탄 전신재를 들 수 있다. 티탄 전신재는, 압연, 압출, 인발, 단조 등의 열간 또는 냉간의 소성 가공에 의해 만들어진 티탄판이나 티탄관이다. 공업용 순티탄 전신재는, 소성 가공되어 있기 때문에, 표면이 평활하고 조직이 세밀하다(결정립이 작다)는 이점이 있다.

[0054] [두께]

[0055] 곤포재(1)가 직육면체인 경우, 순티탄재의 두께는, 제작하는 곤포재(1)의 크기에 따라 상이하지만, 0.5mm 이상 50mm 이하가 바람직하다. 곤포재(1)가 클수록, 강도나 강성이 필요하기 때문에, 보다 두꺼운 순티탄재를 이용한다. 0.5mm 미만에서는 열간 가공 전의 가열 시에 곤포재(1)가 변형되거나, 열간 가공 초기에 파단할 가능성이 있으므로 바람직하지 않다. 50mm보다 두꺼우면, 티탄 내포 구조체(10)의 두께에 차지하는 순티탄재의 비율이 커져, 충전재(2)의 충전량이 적어지기 때문에, 충전재(2)를 가공하는 양이 적어, 제조 효율이 떨어져 바람직하지 않다.

[0056] 또한, 순티탄재의 두께는, 티탄 내포 구조체(10)의 두께의 3% 이상 25% 이하가 바람직하다. 순티탄재의 두께가, 티탄 내포 구조체(10)의 두께의 3%보다 얇으면 충전재(2)를 유지하기 어려워져, 열간 가공 전의 가열 시에 크게 변형되거나, 곤포재(1)의 용접 부분이 파단된다. 순티탄재의 두께가, 티탄 내포 구조체(10)의 두께의 25%보다 두꺼우면, 제조 상의 문제는 특별히 없기는 하지만, 티탄 내포 구조체(10)의 두께에 차지하는 순티탄재의 비율이 커져, 충전재(2)의 충전량이 적어지기 때문에, 충전재(2)를 가공하는 양이 적고, 제조 효율이 떨어져 바람직하지 않다.

[0057] 곤포재(1)가 관인 경우도 마찬가지로, 제작하는 곤포재(1)의 크기에 따라 순티탄재의 두께는 상이하지만, 0.5mm 이상 50mm 이하가 바람직하다. 또한, 직육면체의 경우와 마찬가지로, 순티탄재의 두께는, 티탄 내포 구조체(10)의 직경의 3% 이상 25% 이하가 바람직하다.

[0058] [성분]

[0059] 곤포재(1)는, 충전재(2)와 동종의 화학 조성인 것이 필요한 점은, 상술한 대로이다.

[0060] [결정립의 크기]

[0061] 순티탄재는, 적당한 소성 가공을 실시하여 열처리함으로써, 그 결정립을 조정할 수 있다. 곤포재(1)에 이용하는 순티탄재의 평균 결정립은, 원상당 직경으로 500 $\mu$ m 이하로 한다. 이것에 의해, 티탄 내포 구조체(10)를 열간 가공한 경우에 발생하는 조대한 결정의 결정 방위의 차이에 따라 발생하는 표면 흠을 억제할 수 있다. 그 하한은 특별히 정하는 것은 아니지만, 공업용 순티탄으로 결정 입경을 극단적으로 작게 하기 위해서는, 소성 가공 시의 가공 비율을 크게 하는 것이 필요하며, 곤포재(1)로서 사용할 수 있는 순티탄재의 두께가 한정되기 때문에, 10 $\mu$ m 이상, 또 15 $\mu$ m보다 큰 것이 바람직하다. 여기서 대상으로 하는 결정립은, 공업용 순티탄에서 대부분을 차지하는  $\alpha$ 상의 결정립이다.

[0062] 또한, 평균 결정립은, 다음과 같이 하여 산출된다. 즉, 순티탄재의 단면의 조직을 광학 현미경으로 관찰하여 사진 촬영을 행하고, 그 조직 사진으로부터, JIS G 0551(2005)에 준거한 절단법에 의해, 순티탄재 표층의 평균 결정립을 구한다.

[0063] 다음에, 티탄 내포 구조체(10)에 대해서 설명한다.

[0064] [형상]

[0065] 티탄 내포 구조체(10)의 형상은, 제한되는 것은 아니지만, 제조되는 티탄재의 형상에 따라 결정된다. 티탄 박판이나 후판(厚板)을 제조하는 경우는, 티탄 내포 구조체(10)는 직육면체 형상(슬라브)으로 한다. 티탄 내포 구조체(10)의 두께, 폭 및 길이는, 제품의 두께, 폭 및 길이, 제조량(중량) 등에 따라 결정된다.

[0066] 티탄 환봉, 선재 또는 압출형재를 제조하는 경우는, 티탄 내포 구조체(10)는 원기둥형이나 팔각기둥 등의 다각기둥 형상(빌릿)이다. 그 크기(직경, 길이)는, 제품의 크기 두께, 폭 및 길이, 제조량(중량) 등에 따라 결정된다.

[0067] [내부]

[0068] 티탄 내포 구조체(10)의 내부에는, 스폰지 티탄 등의 충전재(2)가 충전되어 있다. 충전재(2)는, 덩어리 형상의



알갱이이기 때문에, 알갱이와 알갱이의 사이에는 공극(3)이 있다. 이 공극(3)에 공기가 있으면, 열간 가공 전 가열했을 때에, 충전재(2)가, 산화나 질화되어 버려, 그 후에 가공하여 얻어진 티탄재가 취약해져, 필요한 재료 특성을 얻을 수 없게 된다. 또, Ar가스 등의 불활성 가스를 충전하면, 스폰지 티탄의 산화 또는 질화를 억제할 수 있다. 그러나, 가열 시에 Ar가스가 열팽창하여, 곤포재(1)를 확대시켜, 티탄 내포 구조체(10)가 변형되어 버려, 열간 가공을 할 수 없게 된다.

[0069] 이상으로부터, 충전재(2)의 입자 간의 공극(3)은, 가능한 한 감압으로 하지 않으면 안 된다. 구체적으로는, 10Pa 이하로 한다. 바람직하게는 1Pa 이하이다. 곤포재(1)의 내압이 10Pa보다 크면, 잔류하고 있는 공기에 의해, 충전재(2)가 산화나 질화되어 버린다. 하한은, 특별히 한정되지 않지만, 내압을 극단적으로 작게 하기 위해서는, 장치의 기밀성을 향상시키거나, 진공 배기 기기를 증강시키는 등의 제조 비용이 오르기 때문에, 하한은  $1 \times 10^{-3}$  Pa로 하는 것이 바람직하다.

[0070] 다음에, 곤포재(1)의 내부를 감압하여 진공으로 유지하는 방법에 대해서 설명한다.

[0071] 곤포재(1)는, 충전재(2)를 충전한 후, 소정의 내압 이하가 되도록 감압하여 밀폐된 것이다. 혹은, 순티탄재들을 부분적으로 접합하고 나서, 감압하여, 밀폐해도 된다. 밀폐함으로써, 공기가 침입하지 않아, 열간 가공 전의 가열 시에 내부의 충전재(2)가 산화되는 일이 없다.

[0072] 밀폐 방법은, 특별히 한정되지 않지만, 순티탄재들을 용접하여 밀폐하는 것이 바람직하다. 이 경우, 용접 위치는, 순티탄재의 이음매 모두를 용접, 즉 전체둘레 용접을 행한다. 순티탄재를 용접하는 방법은, 티그 용접이나 미그 용접 등의 아크 용접, 전자빔 용접이나 레이저 용접 등, 특별히 한정은 되지 않는다.

[0073] 용접하는 분위기는, 충전재(2) 및 곤포재(1)의 내면이, 산화 또는 질화되지 않도록, 진공 분위기 또는 불활성 가스 분위기에서 용접을 행한다. 순티탄재의 이음매를 마지막으로 용접하는 경우는, 곤포재(1)를 진공 분위기의 용기(챔버)에 넣고 용접을 행하여, 곤포재(1) 내부를 진공으로 유지하는 것이 바람직하다.

[0074] 그 외에, 미리, 곤포재(1)의 일부에 배관을 설치하고, 불활성 가스 분위기에서 전체둘레를 용접한 후, 그 배관을 통해서 소정의 내압에까지 감압으로 하여, 배관을 압착 등에 의해 봉함으로써, 곤포재(1) 내부를 진공으로 해도 된다. 또한, 이 경우, 배관은, 후공정의 열간 가공 시에 문제가 되지 않는 위치, 예를 들면, 후단면에 시공한다.

[0075] 다음에, 티탄재에 대해서 설명한다.

[0076] 본 발명의 티탄재는, JIS1종에서 4종에 속하는 화학 조성을 가지며, 내부의 공극율이, 0%를 넘고 30% 이하이다. 구체적으로는, 티탄 내포 구조체(10)를 가열한 후, 열간 가공하거나, 또는 다시 냉간 가공함으로써 얻어지는 공업용 순티탄이다.

[0077] 티탄재는, 가공 전의 티탄 내포 구조체(10)에 있어서, 곤포재(1)였던 외층과 충전재(2)였던 내층의 2개의 구조로 이루어진다. 이하, 티탄재의 내부란, 이 내층을 가리킨다. 곤포재(1)와 충전재(2)의 화학 조성은 동종이기 때문에, 티탄재의 화학 조성은, 외층 및 내층이 동종의 화학 조성이다. 구체적으로는, JIS1종에서 4종에 속하는 화학 조성을 가진다.

[0078] [공극율]

[0079] 티탄 내포 구조체(10)의 내부에 존재하고 있는 공극(3)은, 티탄 내포 구조체(10)를 열간 가공, 또는 다시 냉간 가공에 수반하여 감소하지만, 완전하게는 제거되지 않으며(공극율은 0%로는 되지 않으며), 일부가 잔존한다. 즉, 공극율은, 0%를 넘는다. 이 공극(3)이 많으면, 티탄재의 부피 비중이 작아져 경량화할 수 있다. 그러나, 공극(3)이 너무 많으면, 제품에 따라서는 티탄재의 강도나 연성이 너무 낮아져, 원하는 성능을 발휘할 수 없는 경우가 있다. 따라서, 공극율의 상한을 30% 이하로 함으로써 티탄재의 강도나 연성이 필요한 제품에 있어서는 특성을 확보할 수 있다. 즉, 제품으로서 사용할 수 있는 강도나 연성을 확보할 수 있고, 또한 경량의 티탄재를 얻기 위해, 티탄재 내부는 체적율로 0% 초과 30% 이하의 공극(3)을 가지는 것이 바람직하다.

[0080] 티탄재의 내부에 잔존하는 공극의 비율(공극율)은, 다음과 같이 산출된다. 티탄재의 내부의 단면을 관찰할 수 있도록 티탄재를 절단하고, 그 단면의 관찰면을 연마하여, 평균 표면 거칠기 Ra를  $0.2 \mu\text{m}$  이하의 경면화 마무리를 행하여, 관찰용 시료를 제작한다. 연마 시에는, 다이아몬드 또는 알루미나 연삭액 등을 이용한다.

[0081] 이 경면화 마무리를 행한 관찰용 시료는, 광학 현미경으로 상이한 위치의 20개소의 중심부를 사진 촬영한다. 여기서, 중심부는, 티탄재가 판인 경우는 판두께 중심을, 환봉인 경우는 원단면의 중심이다. 그 광학 현미경



사진에서 관찰되는 공극의 면적 비율을 측정하여, 20장의 사진의 공극율의 값을 평균한 결과를 공극율로서 산출한다. 또한, 광학 현미경으로 사진을 촬영할 때에는, 티탄재의 공극의 크기나 공극율에 따라 적절한 배율을 선택한다. 예를 들면, 공극율이 1% 이하인 경우는, 공극이 작기 때문에, 500배 정도의 고배율로 관찰하여, 사진 촬영을 행한다. 공극율이 10% 이상인 경우는, 큰 공극이 많았으므로, 20배 정도의 저배율로 관찰을 행하여 사진 촬영하는 것이 바람직하다.

[0082] 또, 공극이 작아지는 공극율이 1% 이하인 경우, 편광 관찰이 가능한 미분 간섭 현미경을 이용함으로써, 통상의 광학 현미경보다 보다 명료하게 관찰할 수 있기 때문에, 사용하는 것이 바람직하다.

[0083] 티탄재의 내부에 공극이 발생하는 원인은 2개가 있다. 하나는, 충전재의 스폰지 티탄 알갱이나 티탄 스크랩편 사이에 형성되는 공극이나, 충전재와 콘포재의 사이에 형성되는 공극이다. 이들 티탄 내포 구조체에 형성되는 공극은, 열간 가공이나 그 후의 냉간 가공에 의해 작아지며, 일부 또는 대부분은 압착되어 소멸한다. 열간 가공이나 냉간 가공의 가공율을 크게 함으로써, 티탄재의 공극율을 줄일 수 있다. 또, 스폰지 티탄이나 티탄 스크랩을 미리 압축 성형하여 티탄 브리켓으로 함으로써, 티탄재의 공극율을 줄일 수도 있다. 그러나, 원상당 직경으로 수백  $\mu\text{m}$  이하로 작아진 공극은, 가공율을 크게 해도 용이하게는 압착되지 않기 때문에, 티탄재에 남는다. 모든 공극을 완전하게 압착하는, 즉 공극율을 제로로 하기 위해서는 매우 큰 가공율이 필요하고, 이를 위해서는 매우 큰 티탄 내포 구조체가 필요해져, 공업적으로 티탄재를 제조하는데 있어서 현실적이지 않다.

[0084] 또 하나의 공극의 원인은 스폰지 티탄에 포함되는 염화물이다. 대표적인 스폰지 티탄의 제조 방법인 크롤법으로 제조한 스폰지 티탄에는, 불가피적 불순물로서, 염화 마그네슘 등의 염화물이 포함되어 있다. 이 염화물은, 스폰지 티탄을 이용한 티탄 내포 구조체의 내부에 미소하게 존재하고 있다. 이러한 티탄 내포 구조체를 가열하여 열간 가공을 실시해도, 밀폐 구조이기 때문에, 얻어진 티탄재의 내부에는 염화물이 미소하게 잔존한다. 얻어진 티탄재의 공극율을 조사하기 위해, 상기의 관찰 시료를 제작할 때에, 염화물은, 탈락 또는 물에 녹아 없어져, 그 자국이 남는다. 이러한 시료를 관찰하면, 염화물이 있던 자국이 공극으로서 관찰된다.

[0085] [열간 가공의 방법]

[0086] 티탄재(제품)는, 티탄 내포 구조체(10)에 열간 가공을 실시하여 형성된다. 열간 가공의 방법은, 티탄재의 형상에 따라 상이하다. 티탄판을 제조하는 경우는, 직육면체 형상(슬라브)의 티탄 내포 구조체(10)를 가열하고, 열간 압연을 행하여 티탄판으로 한다. 필요에 따라, 종래 공정과 마찬가지로, 산화층을 산세정 등으로 제거한 후, 냉간 압연을 행하여, 더 얇게 가공해도 된다.

[0087] 티탄 환봉이나 선재를 제조하는 경우는, 원기둥이나 다각기둥 형상의 티탄 내포 구조체(10)를 가열하고, 열간 단조, 열간 압연이나 열간 압출을 행하여, 티탄 환봉이나 선재로 한다. 또, 필요에 따라, 종래 공정과 마찬가지로, 산화층을 산세정 등으로 제거한 후, 냉간 압연 등을 행하여, 더 가늘게 가공해도 된다. 티탄 압출형재를 제조하는 경우는, 원기둥이나 다각기둥 형상의 티탄 내포 구조체(10)를 가열하고, 열간 압출을 행하여, 다양한 단면 형상의 티탄형재로 한다.

[0088] [가열 온도]

[0089] 열간 가공 전의 가열 온도는, 티탄 내포 구조체(10)의 크기나 열간 가공의 가공율에 따라 상이하지만, 600℃ 이상, 1200℃ 이하이다. 600℃ 미만에서는, 티탄 내포 구조체(10)의 고온 강도가 높아, 충분한 가공율을 부여할 수 없다. 가열 온도가 1200℃보다 높아지면, 얻어진 티탄재의 조직이 조대해져, 충분한 재료 특성을 얻을 수 없는 것과, 티탄 내포 구조체(10)의 외표면이 산화되어, 두꺼운 스케일이 생성되고, 티탄 내포 구조체(10)가 박육화, 경우에 따라서는 구멍 뚫림이 생기기 때문에 바람직하지 않다.

[0090] [가공율]

[0091] 열간 가공이나 냉간 가공 시의 가공의 정도, 즉 가공율(가공 전의 단면적과 가공 후의 티탄재의 단면적의 차를, 가공 전의 단면적으로 나눈 비율)은, 필요한 티탄재의 특성에 따라 조정한다. 티탄 내포 구조체(10)의 가공율에 따라, 티탄재의 내부(충전재(2) 유래의 부분)의 공극 비율을 조정할 수 있다. 큰 가공(티탄 내포 구조체(10)의 단면적을 크게 감소시키는 가공)을 부여하면 공극은 거의 없어져, 통상의 제법으로 제조한 티탄재와 동일한 정도의 인장 특성을 부여할 수 있다. 한편, 작은 가공에서는, 티탄재 내부에 많은 공극을 남겨, 그 만큼 경량의 티탄재를 얻을 수 있다.

[0092] 티탄재에 강도나 연성이 필요한 경우는, 가공율을 크게 하여(예를 들면 90% 이상), 내부의 충전재(2)를 충분히 압착시켜, 티탄재 내부의 공극율을 줄인다. 경량의 티탄재가 요구되는 경우는, 가공율을 작게 하여, 티탄재 내

부의 공극율을 크게 한다.

[0093] [실시에]

[0094] 다음에, 본 발명의 실시예에 대해서 설명하지만, 실시예에서의 조건은, 본 발명의 실시 가능성 및 효과를 확인 하기 위해 채용한 일 조건에이 며, 본 발명은, 이 일 조건에 한정되는 것은 아니다. 본 발명은, 본 발명의 요 지를 일탈하지 않고, 본 발명의 목적을 달성하는 한에 있어서, 다양한 조건을 채용할 수 있는 것이다.

[0095] (실시예 1)

[0096] 충전재로서, 표 1에 나타내는, 크롤법에 의해 제조한 스폰지 티탄 및/또는 티탄 스크랩과, 곤포재로서, 표 1에 나타내는, 순티탄재(공업용 순티탄 전신재)를 산세정한 후판 6장을 이용하여, 두께 75mm, 폭 100mm, 길이 120mm 의 직육면체의 티탄 내포 구조체의 제작을 시도했다.

[0097] 또한, 스폰지 티탄은, 체로 분류한 평균 입경이 8mm(입도가 0.25~19mm)이며, 화학 조성이 JIS1종에서 4종 상당 의 것을 사용했다. 티탄 스크랩은, 제조 공정에서 발생한 JIS1종의 티탄 박판(TP270C, 두께 0.5mm)의 단재를 약 10mm<sup>2</sup>로 절단한 것을 사용했다. 순티탄재는, JIS1종(TP270H), 2종(TP340H), 3종(TP480H), 4종(TP550H)의 산세정한 후판(두께 5~10mm)을 이용했다. 사전에, 이들 후판의 단면의 조직을 광학 현미경으로 관찰하여 사진 촬영을 행했다. 결정 입경은, JIS G 0551(2005)에 준거한 절단법에 의해, 후판 표층의 α상의 평균 결정립을 구했다. 그 결과를 표 1에 병기했다.

[0098] 순티탄재의 5장을 가조립하고, 여기에 스폰지 티탄을 충전하고 나머지의 순티탄재로 뚜껑을 했다. 이 상태로, 진공 챔버 내에 넣고, 소정의 압력이 될 때까지 감압(진공)한 후, 곤포재의 이음매를 전체둘레 전자빔으로 용접 했다. 이 때의 챔버 내의 압력은,  $8.8 \times 10^{-3} \sim 7.8 \times 10^{-2}$  Pa로 했다.

[0099] 일부의 티탄 내포 구조체(표 1의 No.2~4)에서는, 판중앙에 구멍을 뚫어 내경 6mm의 티탄관을 티그 용접한 순티 탄재 1장을 준비하고, 이 순티탄재가 압연 시에 후단면이 되도록, 곤포재의 가조립을 행했다. Ar가스 분위기 중에서, 곤포재의 이음매를 전체둘레 티그 용접을 행했다. 그 후, 티탄관을 통과시켜, 곤포재의 내부를 소정의 압력( $1.7 \times 10^{-1} \sim 150$ Pa)가 될 때까지 감압하고, 감압 후에 티탄관을 압착하여, 곤포재의 내부의 압력을 유지했다.

[0100] 또, 비교로서, 대기(공기) 중이나 Ar가스 분위기에서, 곤포재의 이음매를 전체둘레 티그 용접한 곤포체도 제작 했다(표 1의 No.22, 23).

[0101] 또한, 곤포재 대신에, 스폰지 티탄을 압축 성형한 블록 표면 전체를 전자빔으로 용융하여 티탄 주피를 제작했다. 티탄 주피의 일부의 단면 표층을 관찰한 결과, 용융 두께는 8mm이며, 그 부분의 평균 결정 입경은 0.85mm였다(No.24).

[0102] 이상과 같이 하여, 내부에 스폰지 티탄이나 티탄 스크랩을 충전하고, 분위기가 진공(진공도  $8.8 \times 10^{-3} \sim 150$ Pa), 대기 및 Ar가스인 티탄 내포 구조체를 준비했다.

[0103] 제작한 티탄 내포 구조체는, 대기 분위기에서 850℃로 가열한 후, 가공율 20~93%로 열간 압연을 행하여, 티탄재 를 제작했다. 얻어진 티탄재는, 725℃에서 소둔을 행한 후, 인장 시험편을 채취했다. 티탄재의 두께가 10mm까 지는 그대로의 두께로, 10mm를 넘은 경우는, 티탄재의 두께 중앙으로부터 두께 5mm의 인장 시험편을 채취했다. 인장 시험편은, 평행부의 폭이 12.5mm, 길이가 60mm, 표점간 50mm가 되는 JIS13호 B사이즈로 제작했다. 티탄재 의 압연 방향과 평행한 방향의 인장 강도와 전체 연신율을 평가했다. 표 1에, 실시예 1의 티탄 내포 구조체와 열간 압연의 가공율, 티탄재의 인장 강도와 전체 연신율을 나타낸다.

표 1

No.	공포재			용접방법	중전재			티탄내포 구조체			열간단조			티탄외			
	화학 조성	두께 (mm)	표준의 결정립 크기 (μm)		스폰지 티탄	형상	티탄 스킴	비율 (mass%)	내부 분위기	내압 (Pa)	가공율 (%)	표면 결함	직경 (mm)	부피 비중	내부의 공극율 (%)	인장 강도 (MPa)	전체 연신율 (%)
1	JIS1종	10	30	전지법	JIS1종	—	0	압축성형	진공	$8.8 \times 10^{-3}$	91	없음	5.5	4.51	0.1	336	57
2	JIS1종	10	30	티그	JIS1종	—	0	압축성형	진공	$1.7 \times 10^{-1}$	91	없음	5.5	4.51	0.1	325	55
3	JIS1종	8	22	티그	JIS1종	—	0	압축성형	진공	$6.9 \times 10^{-1}$	91	없음	5.5	4.51	0.1	335	53
4	JIS1종	10	30	티그	JIS1종	—	0	압축성형	진공	1.2	91	없음	5.5	4.50	0.3	320	53
5	JIS1종	10	30	전지법	JIS1종	—	0	압축성형	진공	$3.4 \times 10^{-2}$	93	없음	4.8	4.51	0.02	341	59
6	JIS1종	10	25	전지법	JIS1종	—	0	압축성형	진공	$7.8 \times 10^{-2}$	91	없음	5.5	4.51	0.1	343	51
7	JIS1종	10	25	전지법	JIS1종	—	0	압축성형	진공	$1.2 \times 10^{-2}$	90	없음	6.5	4.50	0.2	319	55
8	JIS1종	10	30	전지법	JIS1종	—	0	압축성형	진공	$2.3 \times 10^{-2}$	87	없음	8	4.49	0.5	322	53
9	JIS1종	10	30	전지법	JIS1종	—	0	압축성형	진공	$1.9 \times 10^{-2}$	82	없음	12	4.48	0.9	302	49
10	JIS1종	5	18	전지법	JIS1종	—	0	스폰지티탄	진공	$4.9 \times 10^{-2}$	30	없음	52	3.56	26	212	29
11	JIS1종	5	18	전지법	JIS1종	—	0	스폰지티탄	진공	$9.7 \times 10^{-2}$	50	없음	37	4.28	7.0	269	33
12	JIS1종	10	30	전지법	JIS1종	JIS1종	20	압축성형	진공	$2.2 \times 10^{-2}$	91	없음	5.5	4.50	0.2	320	53
13	JIS1종	10	30	전지법	—	JIS1종	100	압축성형	진공	$1.7 \times 10^{-2}$	91	없음	5.5	4.50	0.3	349	47
14	JIS2종	10	22	전지법	JIS2종	—	0	압축성형	진공	$2.6 \times 10^{-2}$	91	없음	5.5	4.50	0.2	390	38
15	JIS2종	5	17	전지법	JIS2종	—	0	스폰지티탄	진공	$7.5 \times 10^{-2}$	72	없음	20	4.39	4.0	325	26
16	JIS2종	10	22	전지법	JIS2종	JIS2종	20	압축성형	진공	$3.0 \times 10^{-2}$	91	없음	5.5	4.49	0.6	378	37
17	JIS3종	10	18	전지법	JIS3종	—	0	압축성형	진공	$3.9 \times 10^{-2}$	91	없음	5.5	4.48	0.9	565	30
18	JIS3종	5	16	전지법	JIS3종	—	0	스폰지티탄	진공	$8.3 \times 10^{-2}$	72	없음	20	4.26	8.0	465	21
19	JIS4종	10	15	전지법	JIS4종	—	0	압축성형	진공	$1.1 \times 10^{-1}$	91	없음	5.5	4.46	1.6	690	24
20	JIS4종	5	16	전지법	JIS4종	—	0	스폰지티탄	진공	$4.8 \times 10^{-2}$	72	없음	20	4.20	10	521	15
21	JIS1종	10	30	티그	JIS1종	0	0	압축성형	진공	150	91	없음	5.5	4.49	0.5	240	26
22	JIS1종	10	30	티그	JIS1종	0	0	압축성형	대기	—	—	—	—	—	—	—	—
23	JIS1종	10	30	티그	JIS1종	0	0	압축성형	Ar	—	—	—	—	—	—	—	—
24	JIS1종	8	1100	전지법	JIS1종	—	0	압축성형	진공	$7.4 \times 10^{-2}$	91	나사 발생	5.5	4.51	0.1	311	52
25	JIS1종	5	18	전지법	JIS1종	—	0	스폰지티탄	진공	$5.5 \times 10^{-2}$	20	없음	60	3.01	40	—	—

[0104]

[0105]

표 1에 나타내는 바와 같이, 내부의 진공도를 10Pa 이하로 한 티탄 내포 구조체를, 가공율 82% 이상으로 열간 압연하여 얻어진 No.1~9의 티탄재는, 공극율이 1% 미만으로 적고, 인장 강도나 전체 연신율은 양호했다.

[0106]

가공율을 30% 또는 50%로 낮게 한 경우는, 티탄재의 공극이 많아져, 인장 강도와 전체 연신율이 상기의 경우에 비해 떨어지는 결과가 되었지만, 부피 비중이 작아 경량화가 도모되었다(No.10, 11). 단, 가공율 20%에서는, 티탄재의 공극율이 40%로 경량으로 할 수 있었지만, 표층과 내층의 경계부(티탄 내포 구조체에서의 공포재와 충전재의 경계부에 상당)에서 박리되어 판을 제조할 수 없었다(No.25).

[0107]

티탄 스크랩을 일부 혹은 전부 이용한 경우도, 가공율 91%의 열간 가공을 실시함으로써, 공극이 1% 미만이며, 종래와 동등한 인장 강도, 전체 연신율인 티탄재를 얻을 수 있었다(No.12, 13, 16).

[0108]

또, JIS2종에서 4종 상당의 화학 성분의 스폰지 티탄과, JIS2종에서 4종의 순티탄재를 이용한 경우도, 가공율 91%의 열간 압연을 실시함으로써, 종래와 동일한 인장 강도나 전체 연신율인 티탄재를 얻을 수 있었다(No.14, 17, 19). 가공율이 72%인 경우는, 공극율의 증가에 따라, 인장 강도나 전체 연신율이 약간 저하되었지만, 부피 비중이 작게 할 수 있어, 경량화가 도모되었다(No.15, 18, 20).

[0109]

내부의 진공도가 150Pa인 티탄 공포체를, 가공율 91%로 열간 압연하여 얻어진 No.21은, 동일한 가공율의 No.1~4의 티탄재와 비교해, 공극율은 동등하며 작기는 하지만, 인장 강도나 전체 연신율이 낮아졌다. 이것은, 스폰지 티탄 표면이 산화되었기 때문에, 스폰지 티탄들이 충분히 압착되지 않았기 때문이며, 경량화도 할 수 없기 때문에, 인장 강도나 전체 연신율이 나빠지기 때문에, 바람직하지 않다. No.22 및 23은, 공포체 내부가 대기(공기)나 Ar가스인 경우이며, 가열했을 때, 공포체가 팽창하여, 열간 압연하기 전에 변형되었기 때문에, 압연할 수

없었다.

- [0110] 표면을 용융하여 제작한 티탄 주괴는, 열간 압연을 실시한 후의 티탄재 표면에는 다수의 벗겨짐 형상의 표면 결함이 발생했다. 주괴 표면을 용융하여 응고시키고 있기 때문에, 표층은 1000℃ 이상의 고온에 노출되어, 표층의 결정립이 급속히 성장하여 조대화하고 있다. 결정 방위가 상이한 결정립 단위에서 변형량이 상이하기 때문에, 열간 압연 초기에, 표층의 조대한 결정립의 부분은 패이거나 덮어져, 열간 압연이 진행됨에 따라 벗겨짐 형상의 표면 결함이 되었다. 이 때문에, 이러한 결함부를 손질하여 제거해야 했다(No.24).
- [0111] 이상으로부터, 내부의 진공도가 10Pa 이하인 스폰지 티탄을 충전한 티탄 내포 구조체를 가공을 90% 이상으로 열간 압연하여 얻어진 티탄재는, 용해나 단조 공정이 있는 통상의 공정으로 얻어진 티탄재와 동등한 전체 연신율을 얻을 수 있다.
- [0112] (실시예 2)
- [0113] 충전재로서, 표 2에 나타내는, 크롤법에 의해 제조한 스폰지 티탄 또는 티탄 스크랩과, 표 2에 나타내는, 곤포재를 이용하여, 직경 150mm, 길이 250mm의 원기둥형의 티탄 내포 구조체를 제작했다.
- [0114] 또한, 스폰지 티탄은, 체로 분류한 평균 입경이 6mm(입도가 0.25~12mm)이며, 화학 조성이 JIS1종에서 4종 상당의 것을 사용했다. 티탄 스크랩은, 제조 공정에서 발생한 JIS1종의 티탄 박판(TP270C, 두께 0.5mm)의 단재를 약 10mm<sup>2</sup>로 절단한 것을 사용했다. 순티탄재(공업용 순티탄 전신재)는, JIS1종(TP270H), 2종(TP340H), 3종(TP480H), 4종(TP550H)의 산세정한 후판(두께 10mm)을 이용했다. 사전에, 이들 후판의 단면의 조직을 광학 현미경으로 관찰하여 사진 촬영을 행했다. 결정 입경은, JIS G 0551(2005)에 준거한 절단법에 의해, 후판 표층의 α상의 평균 결정립을 구했다. 그 결과를 표 2에 병기했다.
- [0115] 곤포재 1장을 말아 원통형으로 하여, 단면들을 전자빔 용접으로 용접하고, 직경 150mm의 원형의 곤포재를 저면으로 하여, 가조립하고, 여기에 미리 원기둥 형상으로 압축 성형한 스폰지 티탄을 충전하여, 원형의 티탄 곤포재로 뚜껑을 했다. 가조립된 곤포재는, 진공 챔버 내에 넣고, 소정의 압력이 될 때까지 감압(진공)으로 한 후, 곤포재의 이음매를 전체둘레 전자빔으로 용접했다. 이 때의 챔버 내의 압력은,  $9.5 \times 10^{-3} \sim 8.8 \times 10^{-2}$  Pa였다.
- [0116] 비교로서, 스폰지 티탄을 원기둥 형상으로 압축 성형한 후, 그 표면 전체를 전자빔으로 용융하여 티탄 주괴를 제작했다. 티탄 주괴의 일부의 단면 표층을 관찰한 결과, 용융 두께는 6mm이며, 그 부분의 평균 결정 입경은 0.85mm였다(No.13).
- [0117] 제작한 원기둥형의 티탄 내포 구조체는, 대기 분위기에서 950℃로 가열한 후, 열간 단조를 행하여, 직경 32~125mm의 환봉을 제작했다. 얻어진 환봉은, 725℃에서 소둔한 후, 직경의 중심부로부터 인장 시험편을 잘라내어, JIS4호 시험편(평행부 직경 14mm, 길이 60mm)을 제작하고, 인장 강도와 전체 연신율을 구했다. 표 2에, 실시예 2의 티탄 내포 구조체와 열간 단조의 가공율, 티탄재의 인장 강도와 전체 연신율을 나타낸다.

표 2

No.	근포재			충전재			티탄내포 구조체		열간단조	티탄봉			
	화학 조성	두께 (mm)	표층의 결정입径 (μm)	용접방법	화학조성		내부 분위기	내압 (Pa)	가공율 (%)	표면 결함	부피 적경 (mm)	내부의 공극율 (%)	인장 강도 (MPa)
					스폰지 티탄	비율 (mass%)							
1	JIS1종	10	25	전자빔	JIS1종	—	진공	$9.5 \times 10^{-3}$	94	없음	32	0.1	319
2	JIS1종	10	25	전자빔	JIS1종	—	진공	$3.3 \times 10^{-2}$	92	없음	42	1.1	311
3	JIS1종	10	25	전자빔	JIS1종	—	진공	$8.7 \times 10^{-2}$	84	없음	60	3	282
4	JIS1종	10	25	전자빔	JIS1종	—	진공	$4.2 \times 10^{-2}$	56	없음	100	12	260
5	JIS1종	10	25	전자빔	JIS1종	30	진공	$6.3 \times 10^{-2}$	92	없음	42	1.3	320
6	JIS2종	10	22	전자빔	JIS2종	—	진공	$6.2 \times 10^{-2}$	94	없음	32	0.2	401
7	JIS2종	10	22	전자빔	JIS2종	—	진공	$3.2 \times 10^{-2}$	84	없음	60	4.3	368
8	JIS2종	10	22	전자빔	JIS2종	20	진공	$5.8 \times 10^{-2}$	94	없음	32	0.3	415
9	JIS3종	10	18	전자빔	JIS3종	—	진공	$7.9 \times 10^{-2}$	94	없음	32	0.9	545
10	JIS3종	10	18	전자빔	JIS3종	—	진공	$6.1 \times 10^{-2}$	84	없음	60	5.2	458
11	JIS4종	10	16	전자빔	JIS4종	—	진공	$3.2 \times 10^{-2}$	94	없음	32	1.6	704
12	JIS4종	10	16	전자빔	JIS4종	—	진공	$8.8 \times 10^{-2}$	84	없음	60	7.3	572
13	JIS1종	6	850	전자빔	JIS1종	—	진공	$4.5 \times 10^{-2}$	94	다수 발생	32	—	—
14	JIS1종	10	22	전자빔	JIS1종	—	진공	$7.1 \times 10^{-2}$	36	없음	125	39	—

본 발명에

비교예

[0118]

[0119]

표 2에 나타내는 바와 같이, 티탄 내포 구조체를 가공율 90% 이상으로 열간 단조하여 얻어진 환봉은, 내부의 공극율이 1% 미만으로 적고, 인장 강도나 전체 연신율은 종래재와 동일하며, 양호했다(No.1, 2, 6, 9, 11).

[0120]

티탄 내포 구조체를 가공율 56, 84%로 열간 단조하여 얻어진 환봉은, 인장 강도나 전체 연신율은 종래재보다 약간 떨어지지만, 내부의 공극율이 3%에서 12%이며, 그 만큼 경량화를 도모할 수 있었다(No.3, 4, 7, 10, 12).

[0121]

그러나, 가공율이 36%로 적은 No.14에서는, 얻어진 티탄 환봉의 내부의 공극율이 39%로 크기 때문에, 경량화를 도모할 수 있었지만, 표층과 내층의 경계부(티탄 내포 구조체에서의 근포재와 충전재의 경계부에 상당)에서 박리되어 환봉을 제조할 수 없었다.

[0122]

스폰지 티탄의 일부를 티탄 스크랩(절삭분) 대신에, 티탄 내포 구조체를 제작하고, 열간 단조를 행하여 얻어진 환봉은, 내부의 공극율이 1% 미만으로 적고, 인장 강도나 전체 연신율은 종래재와 동일하며, 양호했다(No.5, 8). 표면을 용융하여 제작한 티탄 주괴는, 열간 단조를 실시하고 있을 때에, 표면 균열이 다수 발생했다. 주괴 표면을 용융하여 응고시키고 있기 때문에, 표층은 1000℃ 이상의 고온에 노출되어, 표층의 결정립이 급속히 성장하여 조대화하고 있다. 열간 단조 초기에, 표층의 조대한 결정립의 경계부에서 작은 균열이 발생하고, 열



간 단조가 진행됨에 따라 그 균열이 진전하여 큰 표면 균열이 되었다. 일부에는 깊이가 15mm에 달하는 큰 균열이 발생했기 때문에, 소정의 크기까지 단조를 진행시킬 수 없었다(No.13).

[0123] <산업상의 이용 가능성>

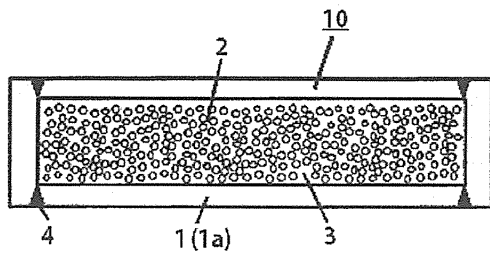
[0124] 본 발명에 의하면, 종래의 용해 공정과 단조 공정을 생략하고, 열간 가공을 행하여, 티탄재를 제조할 수 있기 때문에, 제조에 필요로 하는 에너지를 삭감할 수 있다. 또한, 주괴의 표층이나 저면에 많은 결함부의 절삭 제거나, 단조 후의 표면 균열이나 형상이 나쁜 선후단부(크롭)의 제거 등, 다량의 티탄 소재를 절삭 제거나 절단 제거하지 않고 제조할 수 있기 때문에, 제조 수율이 큰폭으로 향상되어, 제조 비용을 큰폭으로 저감할 수 있다. 또한, 종래제와 동등한 인장 특성을 가지는 티탄재를 얻을 수 있다. 따라서, 본 발명은, 산업 상의 이용 가능성이 높은 것이다.

### 부호의 설명

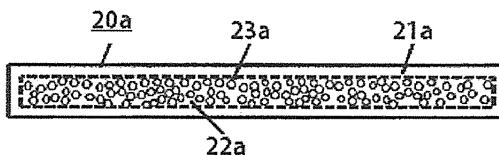
[0125] 1: 곤포재 1a: 순티탄재  
2: 충전재 3: 공극  
4: 용접부 10: 티탄 내포 구조체  
20a, 20b: 티탄재 21a, 21b: 외층  
22a, 22b: 내층 23a, 23b: 공극

### 도면

#### 도면1



#### 도면2



#### 도면3

