



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2021년12월20일
(11) 등록번호 10-2341739
(24) 등록일자 2021년12월16일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B22F 3/10 (2006.01) B22F 1/00 (2006.01)
C22C 1/04 (2006.01) C22F 1/02 (2006.01)
C22F 1/18 (2006.01)
(52) CPC특허분류
B22F 3/1007 (2013.01)
B22F 1/0011 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2018-7032423
(22) 출원일자(국제) 2017년04월04일
심사청구일자 2019년12월16일
(85) 번역문제출일자 2018년11월08일
(65) 공개번호 10-2018-0134953
(43) 공개일자 2018년12월19일
(86) 국제출원번호 PCT/EP2017/058015
(87) 국제공개번호 WO 2017/178289
국제공개일자 2017년10월19일
(30) 우선권주장
16165222.7 2016년04월14일
유럽특허청(EPO)(EP)

(73) 특허권자
엘리먼트 22 게엠베하
독일 길 24148, 비쉬호프스트라체 1-3, 게브. 13
(72) 발명자
비히퍼 울프
독일 24118 길 슈타인슈트라체 13
빈켈펠러 벤델린
독일 24106 길 만라데 39
(뒤편에 계속)
(74) 대리인
김진희, 김태홍

(56) 선행기술조사문헌
JP2012007212 A*
(뒤편에 계속)

전체 청구항 수 : 총 28 항

심사관 : 이상호

(54) 발명의 명칭 **티타늄 또는 티타늄 합금으로부터 부품의 분말 야금 제조를 위한 방법**

(57) 요약

본 발명은 티타늄 또는 티타늄 합금으로부터 부품의 분말 야금 제조를 위한 방법에 관한 것이다. 상기 방법에서는, 통상적인 절차에 따라 먼저 티타늄 또는 티타늄 합금으로 형성된 금속 분말을 사용하여 성형체를 형성하고, 상기 성형체를 후속하는 소결 단계에서 압밀 및 고화한다. 본 발명에 따른 방법의 특수성은, 성형체의 제조를 위해 < 25 μ m의 평균 입자 크기를 갖는 티타늄 또는 티타늄 합금으로 이루어진 금속 분말이 사용되고, 소결 단계는 상압에 비해 감소된 압력하의 분위기에서 최대 1100 $^{\circ}$ C까지의 소결 온도로 \leq 5시간의 소결 시간 동안 수행되는 것이다. 이러한 조치에 의해, 이와 같이 얻어진 물질의 그레인 구조 및 물질 특성들에 의도한 영향을 미치는 것이 달성된다.

(52) CPC특허분류

C22C 1/0458 (2013.01)

C22F 1/02 (2013.01)

C22F 1/183 (2013.01)

B22F 2301/205 (2013.01)

(72) 발명자

랑 마르쿠스

독일 24145 킬 킬러 캄프 90

샤르보겔 마티아스

독일 20253 함부르크 몰테슈트라쎄 51

(56) 선행기술조사문헌

KR1020110061779 A

KR1020130110423 A

JP2011236503 A

JP2013112886 A

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

명세서

청구범위

청구항 1

티타늄 또는 티타늄 합금으로부터 부품의 분말 야금 제조를 위한 방법으로서, 먼저 티타늄 또는 티타늄 합금으로 형성된 금속 분말을 사용하여 성형체를 형성하고, 상기 성형체를 후속하는 소결 단계에서 압밀 및 고화하는 상기 방법에 있어서,

성형체의 제조를 위해, ASTM B822-10에 따른 레이저빔 산란을 이용해서 측정된 <math> < 25 \mu\text{m}</math>의 평균 입자 크기를 갖는 티타늄 또는 티타늄 합금으로 이루어진 금속 분말이 사용되고, 소결 단계는 상압에 비해 감소된 압력하의 분위기에서 최대 1100°C까지의 소결 온도로 ≤ 5시간의 소결 시간 동안 수행되고, 소결 단계에서 소결 온도는 티타늄 또는 티타늄 합금 물질의 β -트랜스스 온도 미만으로 조절되는 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 티타늄 또는 티타늄 합금으로 이루어진 금속 분말의 최대 입자 크기는 <math> < 30 \mu\text{m}</math>인 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 소결 단계는 $\leq 10^{-3}$ mbar의 압력을 갖는 진공에서 수행되는 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 있어서, 소결 단계는 ≤ 300 mbar의 압력에서, 불활성 가스 분위기에서 수행되는 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 5

제1항 또는 제2항에 있어서, 성형체의 제조를 위해 <math> < 20 \mu\text{m}</math> 평균 입자 크기를 갖는 티타늄 또는 티타늄 합금으로 이루어진 금속 분말이 사용되는 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 6

제1항 또는 제2항에 있어서, 소결 시간은 ≤ 3.5 시간인 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 7

제1항 또는 제2항에 있어서, 소결 시간은 적어도 1시간인 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 8

제1항 또는 제2항에 있어서, 소결 온도는 최대 1050°C까지인 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 9

제1항 또는 제2항에 있어서, 소결 온도는 적어도 860°C인 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 10

삭제

청구항 11

제1항 또는 제2항에 있어서, 소결 단계 후에 부품은 $> 97\%$의 물질 밀도를 갖는 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 12

제1항 또는 제2항에 있어서, 소결 단계에서 950℃보다 낮은 소결 온도가 선택되고, > 97%의 부품의 물질 밀도를 달성하기 위해 상기 부품에 소결 단계 후 추가 단계에서 압력 및 경우에 따라서 온도가 가해지는 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 13

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 부품은 소결 단계에 이어서 후속 열처리되는 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 14

제13항에 있어서, 후속 열처리는 하기 처리 방법, 즉, 열간 등압 압축(HIP), 담금질(Quench), 균일 고속 담금질(Uniform Rapid Quench, URQ) 중 하나 이상의 형태로 수행되는 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 15

제1항 또는 제2항에 따른 방법에 의해 티타늄 또는 티타늄 합금으로부터 제조된 부품으로서, < 30 μ m 평균 그레인 크기를 갖는 구형 α -조직을 갖는 것을 특징으로 하는 부품.

청구항 16

제1항 또는 제2항에 따른 방법에 의해 티타늄 또는 티타늄 합금으로부터 제조된 부품으로서, < 30 μ m 평균 그레인 크기를 갖는 구형 α -조직 및 < 90 μ m 평균 1차 β -상 그레인 크기를 갖는 층상 ($\alpha+\beta$)-조직을 포함하는 조직을 갖는 것을 특징으로 하는 부품.

청구항 17

제1항 또는 제2항에 따른 방법에 의해 티타늄 또는 티타늄 합금으로부터 제조된 부품으로서, < 120 μ m 평균 1차 β -상 그레인 크기를 갖는 층상 ($\alpha+\beta$)-조직을 갖는 것을 특징으로 하는 부품.

청구항 18

제1항 또는 제2항에 있어서, 소결 단계는 $\leq 10^{-5}$ mbar의 압력을 갖는 진공에서 수행되는 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 19

제1항 또는 제2항에 있어서, 소결 단계는 ≤ 300 mbar의 압력에서, 아르곤 가스 분위기에서 수행되는 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 20

제1항 또는 제2항에 있어서, 성형체의 제조를 위해 < 10 μ m 평균 입자 크기를 갖는 티타늄 또는 티타늄 합금으로 이루어진 금속 분말이 사용되는 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 21

제1항 또는 제2항에 있어서, 성형체의 제조를 위해 < 5 μ m 평균 입자 크기를 갖는 티타늄 또는 티타늄 합금으로 이루어진 금속 분말이 사용되는 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 22

제1항 또는 제2항에 있어서, 소결 시간은 ≤ 3 시간인 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 23

제1항 또는 제2항에 있어서, 소결 시간은 ≤ 2.5 시간인 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 24

제1항 또는 제2항에 있어서, 소결 시간은 적어도 2시간인 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 25

제1항 또는 제2항에 있어서, 소결 온도는 최대 1000℃까지인 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 26

제1항 또는 제2항에 있어서, 소결 온도는 최대 950℃까지인 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 27

제1항 또는 제2항에 있어서, 소결 단계 후에 부품은 > 98%의 물질 밀도를 갖는 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 28

제1항 또는 제2항에 있어서, 소결 단계 후에 부품은 ≥ 99%의 물질 밀도를 갖는 것을 특징으로 하는 제조 방법.

청구항 29

제12항에 있어서, 상기 추가 단계는 냉간 등압 압축(CIP) 및 열간 등압 압축(HIP) 중 하나 이상의 단계인 것을 특징으로 하는 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은, 먼저 티타늄 또는 티타늄 합금으로 형성된 금속 분말을 사용하여 성형체(green part)를 형성하고, 상기 성형체를 후속하는 소결 단계에서 압밀 및 고화하는, 티타늄 또는 티타늄 합금으로부터 부품의 분말 야금 제조를 위한 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 정확한 치수의 티타늄 부품(여기에서 및 이하 티타늄(순수 티타늄) 또는 하나 이상의 티타늄 합금으로 형성된 부품을 간단히 "티타늄 부품"이라고 함)을 제조하기 위한 다양한 분말 야금 방법이 공개되어 있고, 이 경우 모든 방법에서 먼저 성형체가 제조되고, 상기 성형체는 소결 공정에서 압밀 및 고화된다. 성형체의 제조는 다양한 방식으로, 특히 적층식 가공 공정(additive manufacturing process), 금속 분말 사출 성형, 압출 공정 및 무압력 야금 가공 공정을 이용해서 이루어질 수 있다.

[0003] 티타늄 부품들의 분말 야금 제조는 비용 효율적이고 경제적인 제조 방식과 결합된 티타늄 소재의 우수한 특성으로 인해 중요성이 커지고 있다. 티타늄 소재의 우수한 생체 적합성과 높은 비강도는 특히 의료 기술 및 항공 우주 산업의 응용 분야에서 중요한 역할을 한다. 전체 티타늄 시장의 50% 이상의 매출액을 갖는 경제적으로 가장 중요한 합금은 Ti6Al4V이다.

[0004] 분말 야금으로 처리된 티타늄 부품의 제조를 위해 일반적으로 하기 단계들이 수행되어야 한다:

[0005] a) 성형

[0006] b) 탈형

[0007] c) 소결

[0008] 성형의 목적은, 티타늄 분말 입자를 가급적 조밀한 패키징으로 그물 모양에 가까운 형태를 만드는 것이다. 이러한 단계에서, 사용되는 방법에 따라 첨가제가 사용되고, 상기 첨가제는 하나 이상의 후속하는 탈형 단계(들)에서 제거되어야 한다. 후속하는, 주로 최종 공정 단계인 소결 단계에서 분말 입자는 물질 수송에 의해 고화된다.

[0009] 티타늄의 높은 반응성으로 인해, 모든 가공 단계는 특히 적합한 공정 조건에서 이루어져야 한다. 특허 공보 EP 1 119 429 B1호 [1]에서 Gerling 등은 티타늄 부품의 소결을 위한 필수 공정 조건들을 기술한다. 보통의 퍼니스(furnace) 컨셉에서 탈형과 소결을 조합한 구현은 Bluem에 의해 EP 1 496 325 A2호 [2]에 기술된다.

[0010] 티타늄은 2개의 결정 개질, 즉 순수 티타늄과 상압에서 882.5℃에 이르는 온도까지 존재하는 입방체 α-상과 순

수 티타늄과 상압에서 전술한 온도 이상에서 발생하는 육각 체심 β -상을 갖는다. 실온에서 다양한 상들의 존재는, 티타늄 합금을 α -Ti, $(\alpha+\beta)$ -Ti 및 β -Ti 합금으로 분류하는데 이용된다. Ti6Al4V는 예를 들어 $(\alpha+\beta)$ -합금이고, 즉 실온에서 2개의 상은 조직 내에 안정적으로 존재한다. 티타늄과 티타늄 합금의 소결 공정에서 전형적으로 요구는 > 97%의 밀도를 갖는 부품들을 제조하기 위해, 일반적으로 대략 2-5의 소결 시간 동안 약 1100 내지 1400°C의 소결 온도를 필요로 한다. 순수 티타늄과 Ti6Al4V의 경우에 이는, 대량의 β -그레인 성장을 유도하는 β -상 영역에서 물질들이 처리되는 것을 의미한다.

[0011] EP 1 119 429 B1호 [1]에서 Gerling 등은, 나타나는 조직이 약 150 μ m의 β -그레인 성장 크기를 갖는 것을 기술한다. 층상 $(\alpha+\beta)$ -조직 내의 다양한 구조들의 크기를 설명하기 위해 여기에서는 Sieniawski 등 [3]에 따른 도 1에 도시된 명명법이 이용된다. 거기에 다음과 같이 표시하고 있다:

[0012] D: 1차 β -상 그레인 크기

[0013] d: 평행한 α -층상 콜로니의 크기

[0014] t: α -층상의 폭

[0015] 변형 공정과 달리, 분말 야금 도중에 제 1 공정 단계로서 성형이 이루어진다. 후속하는 공정 단계인 소결 단계에서, 이전에 이미 형태가 만들어진 치밀한 티타늄 부품이 생성된다. 전형적인 가공 방법과 달리, 분말 야금 방법에서 공정 단계들의 역순(1. 성형, 2. 물질 고화)으로 인해 금속의 조직 및 상기 금속의 물질 특성을 성형 단계 전에 열/기계적 가공에 의해 정제하고 또는 최적화하는 것은 불가능하다. 티타늄 및/또는 티타늄 합금으로부터 부품의 제조를 위한 분말 야금 방법의 경우, 공개된 소결 공정에서 나타나는 조직에 미치는 매우 제한적인 영향과 결합된 공정 관련 역순은 제한 인자가 된다. 실례로서, 선행기술에서 통상적으로 사용되는 티타늄 분말 ($\leq 45\mu$ m 크기의 분말 입자를 가짐)로 선행기술에서 일반적으로 이용되는 소결 조건 하에 소결된 Ti6Al4V 샘플의 표준적으로 나타나는 조직은 도 2에 도시된다. 거기에서 분말 야금으로 제조되고 소결된 공개된 티타늄 부품들에 대해 전형적인 층상 α -상과 β -상으로 형성된 혼합 조직, 즉 약 190 μ m의 1차 β -상 그레인 크기(D)를 갖는 $(\alpha+\beta)$ -조직을 볼 수 있다.

[0016] 분말 야금으로 처리되며 작은 그레인 크기를 갖는 티타늄과 티타늄 합금의 제조는 Marty 등에 의해 US 4,601,874 호 [4]에서 설명된다. S, P, B, As, Se, Te, Y 및 란타늄 원소의 목표한 혼합에 의해 고화 공정에서, 사용된 티타늄 분말 입자보다 2배 작은 그레인 크기를 갖는 물질이 생성된다. 이러한 방법의 단점은, 엄격하게 규제되는 시장 분야에 티타늄과 티타늄 합금의 사용이 만연되는 것이다. 이러한 용도를 위해 물질의 화학적 조성과 기계적 특성은 표준에 의해 규제된다. 예를 들어 표준 ASTM F2885 및 ASTM F2889에서 Ti6Al4V 또는 순수 티타늄의 물질 조성과 기계적 특성이 규정된다.

[0017] 미립자 티타늄 또는 이러한 티타늄 합금을 분말 야금으로 제조하기 위한 다른 방법은 WO 2012/148471 A1호에 기술된다. 거기에서 325 mesh(44 μ m 미만)의 입자 크기를 갖는 티타늄(합금) 분말로 이루어진 성형체가 제조된 후에 압밀과 그레인 개질을 위한 다단계 공정을 거친다. 제 1 단계에서 성형체는 수소 분위기에서 1100 내지 1500°C의 온도에서 소결되고, 실시예에서는 공정 온도로서 항상 1200°C가 언급된다. 이 경우 β -상의 티타늄-물질이 생긴다. 수소 분위기에서 수행된 후속하는 제어식 냉각 단계에서 상전이(phase transition)가 얻어지며, 이러한 상전이 시 β -그레인에서 재구조화가 이루어지고, 상기 재구조화는 미세 α -그레인, β -그레인 및 δ -상의 상분량을 제공한다. 최종 단계에서, 얻어진 부품으로부터 수소가 제거되어야 하고, 이는 진공의 적용에 의해 이루어진다. 이러한 과정에서 특히 수소의 사용은 문제가 되는데, 그 이유는 완성된 부품으로부터 이러한 기체는 복잡한 공정을 들여서만, 그러나 종종 완전히 제거될 수 없기 때문이다. 그러나 물질의 조직 내에 남은 수소는 물질 특성과 물질의 내구성에 부정적인 영향을 미친다. 또한, 다양한 용도에서 최종 부품으로부터 잔류 수소의 탈기체는 결코 바람직하지 않다.

발명의 내용

[0018] 본 발명의 과제는, 분말 야금으로 제조되어 소결된 티타늄 부품에서, 조직을 조작하고 물질 특성을 최적화하는 가능성을 제공하는 것이다. 특히, 소결 공정에서 직접 물질 특성을 특수한 용도에 적합하도록 조절할 수 있어야 하고 및/또는 소결 공정에서 소결 후 추가 열처리 단계들을 위한 최적의 시작점을 제공할 수 있어야 한다. 따라서 예를 들어, 소결 조건들의 설정에 의해 목표대로 주로, 높은 연성을 갖는 구형 조직을 생성할 수 있어야 한다.

[0019] 상기 과제의 해결을 위해 특허 청구항 제 1 항에 따른 방법이 제안된다. 상기 방법의 바람직한 실시예들은 청구

항 제 2 항 내지 제 14 항에 제시된다. 상기 과제의 해결 방법의 다른 양상은, 청구항 제 15 항, 제 16 항 또는 제 17 항에 명시된 특성들을 포함하는 방법에 따라 제조된 티타늄 부품이다.

- [0020] 본 발명에 따른 방법을 실시하기 위한 그리고 소결 과정에서 물질 특성에 영향을 미치는 가능성을 제공하기 위한 결정적인 전제 조건은, < 25 μ m의 평균 입자 크기를 갖는, 티타늄 또는 티타늄 합금으로 형성된 금속 분말, 소위 미세 분말의 이용이다. 본 발명에 따른 방법을 위해 사용되는 이러한 미세 분말에서 최대 입자 크기는 특히 < 30 μ m일 수 있다. 이 경우 이러한 미세 분말의 제조사에 의해 최대 입자 크기가 한계값으로서 제시된다. 그럼에도 여전히 이와 같은 배치(batch) 내의 소량의 입자들은 이러한 한계값보다 큰 입자 크기를 가질 수 있다. 이러한 양은 일반적으로 최대 1 내지 최대 5 중량%로 제시된다.
- [0021] 평균 입자 크기는 바람직하게, 더 작을 수 있고, 특히 < 20 μ m, 바람직하게는 < 10 μ m이고, 특히 바람직하게 < 5 μ m일 수 있다. 금속 분말의 입자 크기가 작을수록, 지금까지 사용된 비교적 높은 소결 온도에 비해 훨씬 낮은 소결 온도에서 높은 최종 밀도는 더 빨리 달성될 수 있다.
- [0022] 본 발명에 중요한 입자 크기의 측정 및 이들의 분포는 본 출원의 우선권 시점에 유효한 ASTM B822-10(2010년에 공개됨)에 따른 레이저법 산란을 이용한 입자 크기 분석에 의해 이루어진다. 입자 크기의 분포는 중량%에 따라 그리고 D10/D50/D90에 따라 결정되며, 이 경우 D50은 평균 입자 크기이다. 특히, 여기에 명시된 입자 크기는 출원인에 의해 수행된 비교 실험에서 제조사 Beckman Coulter의 입자 크기-분석기 COULTER ® LS로 측정에 의해 그리고 ASTM B822-10에 따라 프라운호퍼(Fraunhofer) 이론을 이용한 분석에 의해 결정되었다.
- [0023] 본 발명과 관련해서 입자 크기는 구상 입자의 경우 입자 직경에 의해 결정된다. 비구상 입자의 경우 입자 크기는 투영된 최대 입자 치수에 해당한다.
- [0024] 감소한 입자 크기에 의해 고화되지 않은 부품에서 소결 과정에 이용되는 표면 및 소결된 표면 에너지도 증가한다. 상기 에너지의 감소가 소결 공정에서 추진력이기 때문에, 소결 과정은 작은 열 에너지의 이용 하에 진행될 수 있다.
- [0025] 성형체의 형성을 위한 전술한 바와 같이 크기가 정해진 미세 분말의 사용의 다른 장점은, 체적 단위당 더 많은 분말 입자가 제공될 수 있다는 것이다. 도 3에 도시된 바와 같이, 이는, 확장된 표면 외에 체적 단위당 입자들의 접촉점의 개수의 증가를 야기한다. 상기 도면에 규정된 체적을 충전하는 입자수에 미치는 (예를 들어 구상 입자) 입자 크기의 이등분(halving)의 영향이 개략도로 도시된다.
- [0026] 입자들의 접촉점은, 확산 공정에 의해 촉진되는 소결 공정을 위한 시작점이며 필수 조건이다. 따라서 체적 단위당 이러한 접촉점의 개수의 증가는 소결 공정을 위한 시작 조건을 개선시킨다.
- [0027] < 25 μ m의 평균 입자 크기를 갖는 미세 분말의 본 발명에 따른 이용에 의해, 바람직한 패키징 밀도의 고려 시 전술한 장점들 외에 또한, 도 4에 바람직하게 도시된 바와 같이, 분말 입자에 의해 둘러싸인 체적이 감소하는 결과가 얻어진다. 도 4에 (예를 들어 구상 입자의) 입자 크기의 이등분으로 인한 인접한 입자들 사이의 공동부의 축소가 개략적으로 도시된다. 상기 공동부는 소결 과정 후에 얻어진 부품에 대해 요구되는 높은 물질 밀도를 달성하기 위해 소결 공정 동안 물질 수송에 의해 폐쇄되어야 하기 때문에, 브리지 될 더 작은 체적은 방법 결과의 개선을 위한 또 다른 결정적인 이유가 된다.
- [0028] 소결 단계는 전형적으로 감압 분위기에서 이루어진다. 이는 $\leq 10^{-3}$ mbar, 특히 $\leq 10^{-5}$ mbar의 압력을 갖는 진공일 수 있다. 그러나, 이는 예를 들어 ≤ 300 mbar의 감압 불활성 가스 분위기일 수도 있다. 여기에서 특히 아르곤이 불활성 가스로서 고려된다.
- [0029] 소결 온도는 본 발명에 따라 1100 $^{\circ}$ C 미만이다. 상기 소결 온도는 특히 최대 1050 $^{\circ}$ C, 최대 1000 $^{\circ}$ C, 최대 950 $^{\circ}$ C일 수 있다. 소결 온도는 양호한 소결 결과를 얻기 위해 바람직하게 860 $^{\circ}$ C 미만으로 선택되어서는 안 된다. 소결 온도는 일정하게 유지될 수 있다. 그러나 특히 본 발명과 관련해서 소결 과정 동안 온도를 변화시키는 것도 가능하다. 소결될 공작물이 겪은 온도를 소결 온도라고 한다. 소결 설비에 따라 상기 설비의 제어 시 적합한 공정 온도를 선택해야 하는데, 그 이유는 공작물로부터 멀리 떨어져 측정된 공정 온도는 공작물이 겪는 소결 온도와 다를 수 있기 때문이다.
- [0030] 소결 시간은 ≤ 5 시간, 특히 ≤ 3.5 시간, 종종 ≤ 3 시간 또는 ≤ 2.5 시간일 수 있다. 그러나 일반적으로 양호한 결과를 얻기 위해서는 소결 시간이 적어도 1시간, 바람직하게는 적어도 2시간이어야 하는 것이 밝혀졌다.
- [0031] 소결 단계 후에 본 발명에 따른 방법으로 티타늄 또는 티타늄 합금으로부터 제조된 부품은 일반적으로 > 97%의

최종 밀도를 갖는다. 이 경우 98% 초과, 심지어 $\geq 99\%$ 인 최종 밀도가 달성될 수도 있다.

- [0032] 구형 조직을 얻기 위해 티타늄 부품은 β -트랜서스 온도(Transus-Temperature) 미만에서 소결된다(예를 들어 β -트랜서스 온도보다 30°C 낮은 온도에서).
- [0033] 따라서, 제 1 실험에서 β -트랜서스 온도보다 낮은 950°C 의 소결 온도에서 그리고 3시간 이하의 소결 시간으로 $> 97\%$ 의 최종 밀도를 갖는 부품들이 제조되었다. 상기 부품은 평균 $10.1\mu\text{m}$, 최대 $29\mu\text{m}$ 크기의 α -그레인 크기를 갖는 구형 조직을 갖는다. 이러한 물질의 조직은 도 5에 도시된다. 상기 그레인 크기는 사용된 분말 입자 정도이다.
- [0034] Ti6Al4V의 β -트랜서스 온도는 문헌에 따르면 985°C 내지 1015°C 이다[3; 5]. 문헌에 언급된 이러한 비교적 넓은 범위는 한편으로는 티타늄 합금 내의 합금 원소들의 분포에 기인한다. 다른 한편으로 주변 압력은 또 다른 영향 인자이다. 예를 들어 Huang 등은, 합금 Ti46Al8Nb의 경우 증가한 공정 압력(1500 bar)에 의해 α -트랜서스 온도의 감소가 관찰될 수 있음을 설명한다[6].
- [0035] 발명자는 현재, 공정 조건에 따라 압력 변화에 의해 최대 20°C 의 β -트랜서스 온도의 변화가 관찰되는 것을 전제로 한다.
- [0036] 바이모달(bimodal) 조직을 형성하기 위해, 부품들은 β -트랜서스 온도 근처에서, 그러나 여전히 상기 온도보다 낮은 온도에서 소결되었다.
- [0037] 따라서, 대부분의 용도를 위해 Ti6Al4V 합금의 감소한 1차 β -트랜서스-그레인 크기를 갖는 바람직한 층상 조직을 형성하기 위해, 1000°C 의 소결 온도에서 티타늄 부품들이 소결됨으로써 제 1 샘플이 제조되었다(도 6). 이러한 소결 온도는, 소결된 합금에 형성된 조직과 관련해서 얻어진 샘플의 조사가 제시한 바와 같이, 비록 경미하더라도, 여전히 β -트랜서스 온도보다 낮았다. 나타나는 바이모달 조직은 구형 α -조직 및 소량의 층상 ($\alpha + \beta$)-조직으로 구성되며, 이 경우 평균 β -그레인 크기는 $81\mu\text{m}$ 이다.
- [0038] 밀도의 측정은 ASTM B962 및 ASTM B311의 사양에 따라 이루어진다. 그레인 크기의 결정은 ASTM E112의 규정에 따라 수행되었다.
- [0039] 1차 β -상 그레인의 가급적 작은 그레인 크기를 갖는 층상 조직의 형성을 위해, 부품들은 대부분, 즉 대부분의 시간을 β -트랜서스 온도 미만에서, 그러나 30분 미만이었던, 바람직하게는 20분 미만이었던, 특히 10분 미만이었던 최소 유지 시간 동안, 위상에 따라서 β -트랜서스 온도 이상에서도 소결되었고, 따라서 전체적으로 β -상이 존재하므로, 바로 층상 조직이 형성될 수 있지만, 1차 β -상 그레인은 청구항 제 16 항에 언급된 크기 범위를 초과하지 않는다. 최소 유지 시간 동안 β -트랜서스 온도 이상에서 소결은 어떠한 경우든 1015°C 이상의 온도에서 수행되었다. 어느 경우든 이러한 온도는 1080°C 미만으로 유지되었고, 바람직하게는 1040°C 미만이었고, 특히 $\leq 1020^\circ\text{C}$ 로 선택되었다.
- [0040] 본 발명에 따른 조치의 특수한 장점은 1100°C 미만의, 특히 주로 β -트랜서스 온도 미만의 소결 온도로 소결 조건의 목표한 설정에 의해 소결된 물질 내 상 구성에 영향을 미치는 전술한 가능성들이다. 이러한 가변성을 위한 전제 조건은, 충분한 밀도의 티타늄 부품들이 β -트랜서스 온도 미만에서 제조될 수 있고, 이는 발명자가 파악하였듯이, $< 30\mu\text{m}$ 의 입자 크기를 갖는 미세 분말의 본 발명의 중요한 사용으로 인해 가능해진다.
- [0041] 이로써, 본 발명에 따른 방법에 따라 티타늄 및 티타늄 합금으로 이루어진 분말 야금 성형체는 일반적으로 1100°C 를 초과하는, 일반적으로 1200°C 이상의 소결 온도 미만에서, 바람직하게는 β -트랜서스 온도 미만에서 소결되고, 이 경우 양호한 구조적 및 다른 물질 특성들을 갖는 부품들이 얻어질 수 있는 것이 입증된다. 선행기술에서 일반적인 소결 온도에 비해 훨씬 낮게 설정된 소결 온도에서 - 예상치 않게 - $> 97\%$ 의 높은 최종 밀도를 갖는 부품들이 얻어질 수 있는 것이 입증되었다. 특히, 본 발명에 따른 방법은, 소결 공정에서 티타늄 부품들의 조직을 변화시키고 그레인 크기를 급격하게 감소시킬 수 있고, 이로 인해 부품들의 기계적 특성들, 예를 들어 인장 강도, 연성 및 피로 강도가 최적화될 수 있음이 입증되었다.
- [0042] 본 발명과 관련해서, 예를 들어 소결을 위해, 특히 낮은 온도, 예를 들어 950°C 이하의 온도도 선택될 수 있고, 이러한 소결 단계에서 최종 부품 내 요구되는 물질 밀도(일반적으로 $> 97\%$)가 아직 달성되지 않은 경우, 후속해서 실시되는 압축 단계에서 물질의 추가 압밀이 수행되고, 상기 압축 단계에서, 특히 냉간 등압 압축(Cold Isostatic Pressing, CIP) 및 열간 등압 압축(Hot Isostatic Pressing, HIP) 중 하나 이상에 의해, 물질에 압력 및 경우에 따라서 온도가 가해진다. 여기에서, 예를 들어 소결 후의 물질 밀도는 $< 97\%$ 일 수 있고, 소결 후에 실시된 압축 단계에 의해 $> 97\%$ 로 압밀될 수 있다.

[0043] 또한, 물질의 특성에 훨씬 더 영향을 미치기 위해, 본 발명에 따른 방법에 의해 제조된 부품들에 소결 단계에 이은 추가의 후속 열처리가 이루어질 수 있다. 이러한 추가의 후속 열처리는, 예를 들어 하나 또는 복수의 하기 방법일 수 있다: 열간 등압 압축(HIP), 담금질(Quench), 균일 급속 담금질(URQ).

[0044] 선행기술에서 사용된 소결 온도와 달리 본 발명에 따라 감소한 소결 온도에 의해 추가의 생태학적/경제적 및 공정 기술적 장점들이 얻어진다. 한편으로 소결 공정에서 더 적은 열 에너지를 필요로 하고, 이는 비용을 낮추고 또한 공정 시간을 단축시킨다. 다른 한편으로 본 발명에 따라 감소한 소결 온도로 수행되는 방법은 또한 > 1100 °C의 공정 온도에 대해 설계된 그리고 종래 방식에서 저온 벽 퍼니스(cold-wall furnace)인 퍼니스보다 저렴한 고온 벽 퍼니스(hot-wall furnace) 컨셉의 이용을 가능하게 한다.

[0045] < 25µm의 평균 입자 크기, 바람직하게는 < 30µm의 최대 입자 크기를 갖는 미세 분말과 선행기술에 비해 감소한, 낮은 것으로 분류되는 소결 온도의 목표한 조합은 조직과 물질 특성들의 특수한 조작을 가능하게 한다.

도면의 간단한 설명

- [0046] 도 1은 Sieniawski 등 [3]에 따른 조직 분석이 표현된 샘플 Ti6Al4V의 층상 (α+β)-조직을 도시한 도면;
- 도 2는 < 45µm의 분말 입자의 사용 하에 분말 야금으로 제조되고 표준 소결되며 층상(α+β)-조직을 갖는 샘플 Ti6Al4V의 현미경으로 확대된 사진을 도시한 도면;
- 도 3은 규정된 체적을 충전하기 위한 입자수에 미치는 (예를 들어 구상 입자의) 입자 크기의 이등분의 영향을 도시한 개략도;
- 도 4는 (예를 들어 구상 입자의) 입자 크기의 이등분에 의한 인접하는 입자들 사이의 공동부의 감소를 도시한 개략도;
- 도 5는 < 20µm의 분말 입자의 사용 하에 분말 야금으로 제조되고 소결되며 구형으로 나타나는 α-조직의 형성물을 갖는 샘플 Ti6Al4V의 현미경으로 확대된 현미경 사진을 도시한 도면;
- 도 6은 < 20µm의 분말 입자의 사용 하에 분말 야금으로 제조되고 소결되며 구형 α-조직과 층상으로 나타나는 (α+β)-조직을 포함하는 바이모달 조직의 형성물을 갖는 샘플 Ti6Al4V의 현미경으로 확대된 현미경 사진을 도시한 도면.

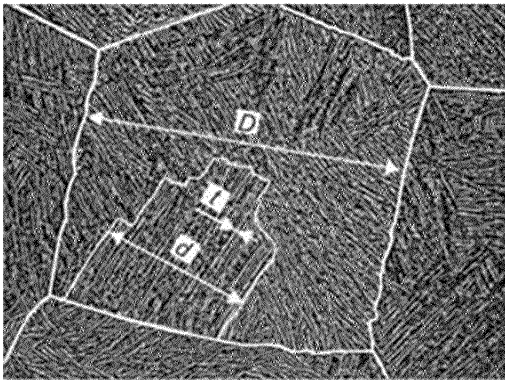
부호의 설명

참고 문헌:

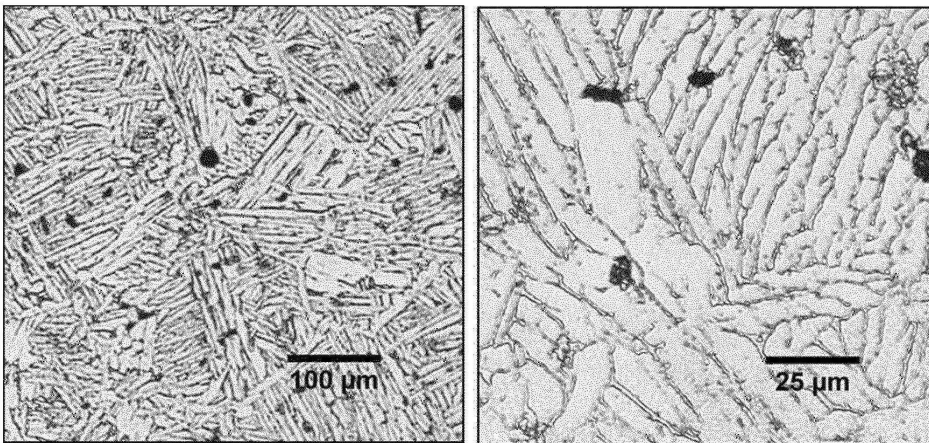
- [1] R. Gerling, T. Ebel, T. Hartwig: 금속 분말 사출 성형으로 부품을 제조하기 위한 방법. 유럽 특허 EP1119429 B1, 2003.
- [2] H.-J. Bluem: 유리 세라믹, 세라믹 및 금속 성형부의 조합된 탈형 및 소결을 위한 방법. 유럽 특허 EP1496325A2, 2004.
- [3] J.Sieniawski, W. Ziaja, K. Kubiak, M. Motyka: 고강도 2상 티타늄 합금의 미세 구조 및 기계적 특성. 재료공학/금속 및 비금속 "티타늄 합금 - 특성 제어의 발전" 2013, ISBN 978-953-51-1110-8.
- [4] M. Marty, H. Octor, A. Walder: 분말 금속 야금에 의해 미립자 크기를 갖는 티타늄 기반 합금을 형성하기 위한 공정. 미국 특허 U.S. 4,601,874, 1986.
- [5] J.Lindemann: 브란덴부르크 공대 금속공학 및 재료공학 연구소의 경량 재료 실습, 티타늄 합금, 코트부스, 2012.
- [6]. A. Huang, D. Hu, M.H. Loretto, J. Mei, X. Wu: Ti-46Al-8Nb의 고체 상태 변형에 대한 압력의 영향, Scripta Materialia, 56권, 4호, 2007년, 253-324 페이지.

도면

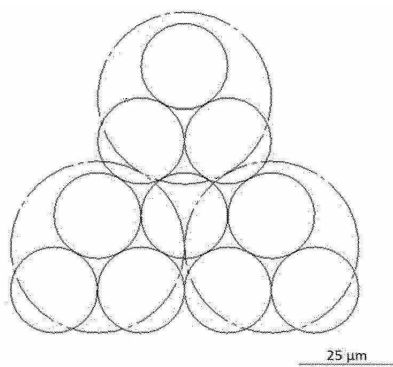
도면1



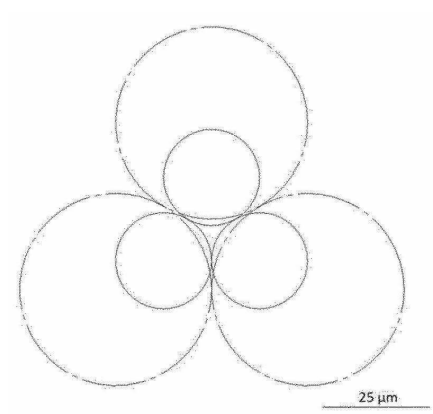
도면2



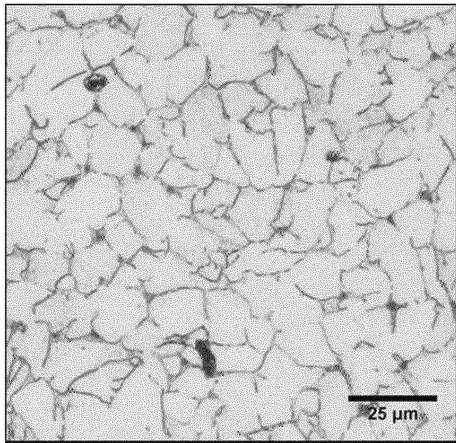
도면3



도면4



도면5



도면6

