



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2010-0067306
(43) 공개일자 2010년06월21일

(51) Int. Cl.

B22F 3/12 (2006.01) B82B 3/00 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2008-0125797

(22) 출원일자 2008년12월11일

심사청구일자 2008년12월11일

(71) 출원인

한국기계연구원

대전 유성구 장동 171번지

(72) 발명자

이정구

경상남도 창원시 가음동 한국기계연구원아파트 103호

최철진

경상남도 창원시 반림동 트리비아아파트 219동 901호

이혜문

경상남도 창원시 반림동 10번지 노블파크아파트 101동 403호

(74) 대리인

김기문

전체 청구항 수 : 총 9 항

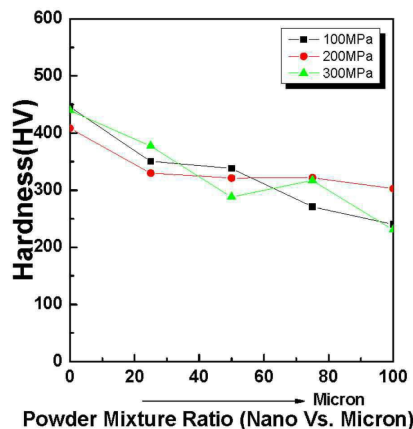
(54) 소결체 및 이의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 나노분말과 마이크로분말을 혼합하여 형성된 소결체 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

본 발명에 의한 소결체는, 나노분말과 마이크로분말의 혼합분말을 소결하여 형성되며, 본 발명에 의한 소결체의 제조방법은, 나노분말과 마이크로분말을 준비하는 분말준비단계(S100)와, 상기 나노분말과 마이크로분말을 혼합하는 분말혼합단계(S200)와, 상기 나노분말과 마이크로분말이 혼합된 혼합분말을 건조하는 건조단계(S300)와, 상기 건조된 혼합분말을 가압 성형하여 성형체를 형성하는 가압성형단계(S400)와, 상기 성형체를 소결하여 소결체를 형성하는 소결단계(S500)로 이루어지는 것을 특징으로 한다. 이와 같은 본 발명에 따르면 소결 성형 후 수축률이 감소되어 치수정밀도가 향상되며 경도가 높아져 내구성이 향상되는 이점이 있다.

대표도 - 도9



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 M108K001000408K150100410

부처명 교육과학부

연구사업명 21C 프론티어 기술 개발 사업

연구과제명 나노분말을 이용한 초소형 정밀부품 제조기술 개발

주관기관 한구기계연구원 부설 재료연구소

연구기간 2008년 04월 01일 ~ 2009년 03월 31일

특허청구의 범위

청구항 1

나노분말과 마이크로분말의 혼합분말을 소결하여 형성됨을 특징으로 하는 소결체.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 상기 나노분말은 100 내지 200nm의 입경을 가지며, 상기 마이크로분말은 7 내지 9 μ m의 입경을 갖는 것을 특징으로 하는 소결체.

청구항 3

제 2 항에 있어서, 상기 소결체는 92% 이상의 밀도를 갖는 것을 특징으로 하는 소결체.

청구항 4

제 3 항에 있어서, 상기 마이크로분말은 중량비로 50% 이상 100%미만 포함되는 것을 특징으로 하는 소결체.

청구항 5

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 소결체는 230(HV)이상의 경도를 갖는 것을 특징으로 하는 소결체.

청구항 6

나노분말과 마이크로분말을 준비하는 분말준비단계와,

상기 나노분말과 마이크로분말을 혼합하는 분말혼합단계와,

상기 나노분말과 마이크로분말이 혼합된 혼합분말을 건조하는 건조단계와,

상기 건조된 혼합분말을 가압 성형하여 성형체를 형성하는 가압성형단계와,

상기 성형체를 소결하여 소결체를 형성하는 소결단계로 이루어지는 것을 특징으로 하는 소결체의 제조방법.

청구항 7

제 6 항에 있어서, 상기 분말준비단계에서,

상기 나노분말은 100 내지 200nm의 입경을 가지며, 상기 마이크로분말은 7 내지 9 μ m의 입경을 갖는 것을 특징으로 하는 소결체의 제조방법.

청구항 8

제 7 항에 있어서, 상기 분말혼합단계는,

상기 마이크로분말이 50% 이상 100%미만의 중량비로 포함된 혼합분말에 아세톤(acetone)을 추가하여 습식 혼합하는 과정임을 특징으로 하는 소결체의 제조방법.

청구항 9

제 6 항에 있어서, 상기 가압성형단계는,

상기 혼합분말을 1축 가압성형하는 제1성형과정과,

상기 1축 가압성형된 성형체를 냉간등축성형하는 제2성형과정으로 이루어지는 것을 특징으로 하는 소결체의 제조방법.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

- [0015] 본 발명은 소결체 및 이의 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 나노분말과 마이크로분말을 혼합하여 형성함으로써 소결 성형시 수축률이 감소하여 치수정밀도가 향상되도록 한 소결체 및 이의 제조방법에 관한 것이다.
- [0016] 일반적으로 소형 부품의 제작시에는 방전 가공이나 절삭가공을 비롯하여 프레스가공 전조성형 등 다양한 방법에 의해 제작될 수 있다.
- [0017] 그러나, 상기한 방법은 부품 제작시에 공정수가 많아 제조원가가 상승하게 되고, 정밀도 확보가 곤란하며, 불량율이 높아 생산성이 저하되는 문제점이 있다.
- [0018] 따라서, 근래에는 시계의 기어와 같이 정밀한 제품에 사용되는 부품의 경우 소결을 이용하여 제조하게 된다.
- [0019] 소결은 분말 또는 그것을 다른 형태로 가압(加壓)·성형(成形)한 것을, 녹는점 이하의 온도로 가열했을 때, 가루가 녹으면서 서로 밀착·고결(固結)하는 현상을 이용한 성형 방법의 하나로서, 분말을 가압하여 성형체를 만들고, 성형체를 소결하여 형성하는 과정을 거친다.
- [0020] 이러한 소결을 이용한 종래의 기술로서 대한민국 특허청 공개번호 10-2003-0022176호에는 금속소결을 이용한 나노상 재료의 제조방법이 공개되어 있다.
- [0021] 상기 제조방법을 간략히 살펴보면, 먼저 나노크기의 분말을 다이에 충전하는 단계, 상기 분말이 충전된 다이에 일정한 압력을 부가해 치밀한 성형체로 만드는 단계, 상기 일정 압력이 부가된 상태에서 일정 유도전류를 다이에 인가하여 전기적 주열에 의해 가열하여 나노상의 소결체로 만드는 단계, 상기 소결체의 치밀화에 따른 길이변화가 안정화되는 시점에서 일정 압력과 일정 전류를 제거하는 단계, 상기 소결체를 일정 속도로 상온까지 냉각하는 단계로 이루어진다.
- [0022] 그러나, 상기와 같은 종래의 기술에는 다음과 같은 문제점이 있다.
- [0023] 즉, 소결체를 만들기 위한 재료로서 나노크기의 나노분말을 사용하게 되면, 재료비가 상승하게 되어 가격 경쟁력이 저하되는 문제점이 있다.
- [0024] 또한, 수축률이 커서 치수정밀도가 낮아지므로 정밀 부품의 제조에 불리한 문제점이 있다.
- [0025] 한편, 가격 경쟁력을 높이기 위해 마이크로 크기의 분말을 사용하게 되면, 나노크기의 분말로 소결한 소결체와 비교할 때 가격 경쟁력 및 치수정밀도는 상승하게 되지만 경도가 급격히 낮아지게 되어 내구성이 저하되는 문제점이 있다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

- [0026] 상기와 같은 문제점을 해결하기 위한 본 발명의 목적은, 나노분말과 마이크로분말을 혼합하여 소결함으로써 수축률을 감소시켜 치수정밀도가 향상되도록 한 소결체 및 이의 제조방법을 제공하는 것에 있다.
- [0027] 본 발명의 다른 목적은, 나노분말과 마이크로분말의 혼합비를 제어하여 성형체의 밀도를 높임으로써 요구되는 경도를 가질 수 있도록 한 소결체 및 이의 제조방법을 제공하는 것에 있다.

발명의 구성 및 작용

- [0028] 상기와 같은 목적을 달성하기 위한 본 발명에 의한 소결체는, 나노분말과 마이크로분말의 혼합분말을 소결하여 형성됨을 특징으로 한다.
- [0029] 상기 나노분말은 100 내지 200nm의 입경을 가지며, 상기 마이크로분말은 7 내지 9 μ m의 입경을 갖는 것을 특징으로 한다.
- [0030] 상기 소결체는 92% 이상의 밀도를 갖는 것을 특징으로 한다.
- [0031] 상기 마이크로분말은 중량비로 50% 이상 100%미만 포함되는 것을 특징으로 한다.
- [0032] 상기 소결체는 230(HV)이상의 경도를 갖는 것을 특징으로 한다.
- [0033] 본 발명에 의한 소결체의 제조방법은, 나노분말과 마이크로분말을 준비하는 분말준비단계와, 상기 나노분말과

마이크로분말을 혼합하는 분말혼합단계와, 상기 나노분말과 마이크로분말이 혼합된 혼합분말을 건조하는 건조단계와, 상기 건조된 혼합분말을 가압 성형하여 성형체를 형성하는 가압성형단계와, 상기 성형체를 소결하여 소결체를 형성하는 소결단계로 이루어지는 것을 특징으로 한다.

- [0034] 상기 분말준비단계에서, 상기 나노분말은 100 내지 200nm의 입경을 가지며, 상기 마이크로분말은 7 내지 9 μ m의 입경을 갖는 것을 특징으로 한다.
- [0035] 상기 분말혼합단계는, 상기 마이크로분말이 50% 이상 100%미만의 중량비로 포함된 혼합분말에 아세톤(acetone)을 추가하여 습식 혼합하는 과정을 특징으로 한다.
- [0036] 상기 가압성형단계는, 상기 혼합분말을 1축 가압성형하는 제1성형과정과, 상기 1축 가압성형된 성형체를 냉간등축성형하는 제2성형과정으로 이루어지는 것을 특징으로 한다.
- [0037] 상기와 같이 구성되는 본 발명에 따르면, 수축률이 감소하여 불량률이 감소하며, 내구성이 향상되는 이점이 있다.
- [0038] 이하에서는 첨부된 도 1을 참조하여 본 발명에 의한 소결체를 구성하는 나노분말과 마이크로분말을 제조하는 방법을 설명한다.
- [0039] 도 1에는 본 발명에 의한 소결체를 제조하기 위한 나노분말과 마이크로분말의 실물 사진이 도시되어 있다.
- [0040] 도면과 같이, 본 발명에 의한 소결체는 100 내지 200nm의 입경을 가지는 나노분말과, 7 내지 9 μ m의 입경을 가지는 마이크로분말을 일정 조성비의 범위 내에서 혼합하여 소결 성형한 것이다.
- [0041] 상기 나노분말은 아크 방전법(Plasma Arc Discharge)을 이용하고, 상기 마이크로분말은 수분사법(Water Atomization)을 이용하여 상기와 같은 입경을 갖도록 하였다.
- [0042] 보다 상세하게는 상기 나노분말은 진공 챔버 내부를 진공으로 유지하여 대기 중의 불순물 유입을 방지하고, 아르곤과 수소 혼합가스를 대기압까지 유입시키고 아크를 발생하여 원료봉을 용융시켰다.
- [0043] 이때 상기 원료봉이 용융되면서 발생된 증기를 응축하여 만들어진 나노크기의 파우더를 1중량%의 산소(O)와 잔부 아르곤(Ar)이 혼합된 혼합가스로 나노분말의 표면에 산화피막을 형성시켜 안정화 처리를 하였다.
- [0044] 그리고, 상기 마이크로분말은 금속용탕에 고압의 물을 분사하여 충돌시킬 때 용탕이 응고되면서 흩어지는 분말을 사용하였다.
- [0045] 이하 상기와 같은 나노분말과 마이크로분말을 이용하여 본 발명에 의한 소결체를 제조하는 방법을 첨부된 도 2 및 도 3을 참조하여 설명한다.
- [0046] 도 2에는 본 발명에 의한 소결체의 제조방법을 나타낸 순서도가 도시되어 있고, 도 3에는 본 발명에 의한 소결체의 제조방법에서 일 단계인 가압성형단계를 세부적으로 나타낸 순서도가 도시되어 있다.
- [0047] 먼저, 상기 소결체의 제조방법은, 나노분말과 마이크로분말을 준비하는 분말준비단계(S100)와, 상기 나노분말과 마이크로분말을 혼합하는 분말혼합단계(S200)와, 상기 나노분말과 마이크로분말이 혼합된 혼합분말을 건조하는 건조단계(S300)와, 상기 건조된 혼합분말을 가압 성형하여 성형체를 형성하는 가압성형단계(S400)와, 상기 성형체를 소결하여 소결체를 형성하는 소결단계(S500)로 이루어진다.
- [0048] 상기와 같은 상기 소결체의 제조방법 중 분말준비단계(S100)는 전술한 바와 같으며, 상기 분말혼합단계(S200) 내지 소결단계(S500)는 본 발명의 실시예를 통해 상세히 설명하기로 한다.
- [0049] [실시예]
- [0050] 상기 분말준비단계(S100)에서 준비된 나노분말과 마이크로분말은 본 발명의 실시예에서 다양한 조성비로 혼합하여 혼합분말을 만들었다(분말혼합단계(S200)).
- [0051] 이때, 상기 나노분말과 마이크로분말의 혼합분말은 도 4와 같이 혼합분말의 전체 중량에 대하여 마이크로분말로만 이루어진 실시예1과, 나노분말로만 이루어진 실시예5와, 마이크로분말이 혼합분말의 전체 중량에 대하여 각각 25중량%, 50중량%, 75중량% 혼합된 실시예2, 실시예3 및 실시예4를 준비하였다.
- [0052] 그리고, 상기 실시예1 및 실시예5를 제외한 실시예2 내지 실시예4는 3차원 혼합기를 이용하여 아세톤(Acetone)을 추가하여 5시간 습식 혼합함으로써 분말혼합단계(S200)를 완료하였다.

- [0053] 이후 상기 분말혼합단계(S200)에서 혼합된 아세톤을 건조단계(S300)를 실시하여 제거하였다.
- [0054] 상기 건조단계(S300) 이후에는 혼합분말을 시료 제작용 금형 내부에 장입하여 가압함으로써 성형체를 형성하는 가압성형단계(S400)를 실시하였다.
- [0055] 상기 가압성형단계(S400)는 도 3과 같이 2개의 과정을 순차적으로 실시하도록 구성하였다.
- [0056] 즉, 상기 가압성형단계(S400)는 상기 혼합분말을 1축(하방향) 가압성형하는 제1성형과정(S420)과, 상기 1축 가압 성형된 성형체를 냉간등축성형하는 제2성형과정(S440)으로 이루어진다.
- [0057] 상기 제1성형과정(S420)은 시편에 발생하는 응력이 고르게 분포되도록 하기 위해 일축가압성형법을 통해 50MPa를 1분간 가하여 성형체가 가(假)성형되도록 하는 과정이다.
- [0058] 이후 상기 제2성형과정(S440)은 가성형된 성형체를 냉간등축성형(CoId Isostatic Press)법을 이용하여 각각의 시료에 100MPa, 200MPa, 300MPa의 가압력을 5분간 제공하여 완전한 성형체를 성형하는 과정이다.
- [0059] 상기와 같은 가압성형단계(S400)가 완료되면, 상기 소결단계(S500)가 실시된다.
- [0060] 상기 소결단계(S500)는 성형체를 1250℃의 수소분위기에서 2시간 소결하는 과정이다.
- [0061] 상기와 같은 단계를 거쳐 본 발명에 의한 소결체의 제조는 완료되며, 상기 실시예에 따라 제조된 소결체의 밀도, 수축률, 경도 및 미세구조 변화를 첨부된 도 5 내지 도 9를 참조하여 설명한다.
- [0062] 이때 밀도 측정시 성형체(가압성형단계(S400)에서 만들어진 것)는 질량을 부피로 나눈 값을 취하였으며, 상기 소결체의 밀도는 파라핀(paraffin) 함침법으로 측정하였다.
- [0063] 그리고, 경도는 비커스(Vickers) 경도계를 이용하여 측정하였고, 수축률은 시편의 부피수축률($\frac{V_f - V_0}{V_0} \times 100$)를 이용하여 관찰하였다. 이때 V_0 는 성형체의 부피이며, V_f 는 소결체의 부피이다.
- [0064] 또한, 미세구조는 결정크기(Grain size)를 관찰하기 위해 수소(H₂) 분위기로 900℃에서 15시간 열에칭한 후 OM(Optical microscope)를 이용하여 1000배로 확대하여 관찰하였다.
- [0065] 이하 마이크로분말과 나노분말의 조성비 및 압력변화에 따른 밀도 변화를 도 5를 참조하여 설명한다.
- [0066] 밀도 측정결과 도 5에서 보는 바와 같이 나노분말만으로 성형된 성형체의 밀도가 가장 낮게 나타났으며, 마이크로분말 75중량%에 나노분말 25중량%의 조성비로 혼합된 혼합분말로 성형된 성형체의 밀도가 가장 높았다.
- [0067] 한편, 도 6에는 본 발명에 의한 소결체에서 나노분말과 마이크로분말의 조성비 변화에 따른 밀도 변화를 나타낸 그래프가 도시되어 있다.
- [0068] 도면과 같이, 나노분말이 포함되지 않고 마이크로분말만으로 제조된 소결체는 95% 이상의 밀도를 나타냈으며, 이를 제외한 나머지 실시예에서는 모든 압력에 대하여 92~93%의 밀도를 나타내어 큰 차이를 보이지 않았다.
- [0069] 이것은 마이크로분말에 비해 혼합분말의 소결밀도가 낮은 이유는 마이크로분말 주변에 나노분말들이 작은덩어리를 먼저 형성하여 기공(氣孔)의 크기가 미세해졌기 때문으로 사료된다.
- [0070] 다만, 나노분말로만 소결된 소결체의 소결밀도가 마이크로분말만으로 구성된 소결체에 비해 낮은 이유는, 매우 낮은 온도에서 성형체를 소결함에 따라 나노분말의 산화피막이 환원하는데 어려움이 있었기 때문으로 보여진다.
- [0071] 이하 첨부된 도 7을 참조하여 수축률의 변화를 설명하기로 한다
- [0072] 도 7에는 본 발명에 의한 소결체에서 나노분말과 마이크로분말의 조성비 변화에 따른 소결체의 수축률 변화를 측정하여 나타낸 그래프가 도시되어 있다.
- [0073] 그래프와 같이, 수축률(shrinkage)은 나노분말만으로 이루어진 소결체의 수축률이 가장 높게 나타났고, 마이크로분말의 중량비가 혼합분말 전체의 중량에 대하여 75중량%로 포함될 때 가장 수축률이 작았다. 이것은 초기 밀도값이 높아서 전체적인 수축이 적게 발생된 것으로 보여진다.
- [0074] 따라서, 혼합분말의 전체 중량에 대하여 50중량% 이상 100중량% 미만의 마이크로분말이 포함된 경우 전체적인 수축률이 낮게 나타났으며, 이러한 낮은 수축률은 소결체의 치수정밀도를 높일 수 있게 해준다.
- [0075] 보다 바람직하게는 혼합분말의 전체 중량에 대하여 75중량%의 마이크로분말이 포함된 소결체가 가장 높은 신뢰

도를 가질 수 있다.

- [0076] 이하 도 8을 참조하여 소결체의 내부 미세조직을 설명하기로 한다.
- [0077] 도 8의 (a)에는 본 발명에 의한 소결체의 내부 단면을 확대하여 나타낸 실물 사진이 도시되어 있고, 도 8의 (b)에는 도 8 (a)를 에칭 후 내부 단면을 확대하여 나타낸 확대 사진이 도시되어 있다.
- [0078] 보다 상세하게는 도 8의 (a)는 소결체를 에칭하기 전 내부 단면 사진이며, 도 8의 (b)는 소결체를 에칭한 후의 내부 단면 사진이다.
- [0079] 도 8과 같이, 마이크로분말만으로 제조된 소결체의 결정립 크기는 나머지 실시예의 소결체와 대비할 때 결정크기가 가장 조대하였으며, 나노분말만으로 제조된 소결체는 가장 미세한 결정립 크기를 가졌다.
- [0080] 그리고, 마이크로분말과 나노분말이 혼합되어 제조된 소결체의 경우 조대한 결정립 주변에 미세한 결정들이 혼재되어 있음을 알 수 있다.
- [0081] 이하 도 9를 참조하여 경도 측정결과를 분석하기로 한다.
- [0082] 도 9에는 본 발명에 의한 소결체에서 나노분말과 마이크로분말의 조성비 변화에 따른 경도 변화를 측정하여 나타낸 그래프가 도시되어 있다.
- [0083] 상기 소결체의 경도는 비커스(vickers) 경도계를 이용하여 측정하였으며, 도 9에서 확인할 수 있듯이, 마이크로분말의 함유율이 높아질수록 경도가 낮아지는 것을 알 수 있으며, 나노분말이 100중량%미만으로 포함되어 300MPa로 가압된 소결체의 경우 가장 낮은 경도인 230(HV)를 나타내었다.
- [0084] 상기의 실험내용을 정리해보면, 나노분말만으로 제조된 성형체가 가장 낮은 밀도를 보였으며, 마이크로분말 75중량%와 나노분말 25중량%가 혼합되어 형성된 소결체가 가장 높은 밀도를 나타내었다.
- [0085] 그리고, 소결체의 밀도는 92 ~ 99%까지 측정되었으며 마이크로분말만으로 제조된 소결체를 제외한 나머지 실시예의 소결체는 92% ~ 94%로 비슷하였다.
- [0086] 그리고, 마이크로분말만으로 제조된 소결체는 95%~99%의 비교적 높은 밀도를 나타내었다.
- [0087] 수축률의 경우 나노분말만으로 제조된 소결체가 가장 높게 나타났으며, 마이크로분말의 첨가량이 증가할 수록 수축률이 감소하여, 마이크로분말 75중량%와 나노분말 25중량%가 혼합된 소결체의 수축률이 가장 낮게 측정되었다.
- [0088] 한편, 경도는 마이크로분말만으로 형성된 소결체가 가장 낮았으며, 결정크기가 가장 작았던 나노분말만으로 형성된 소결체는 가장 높은 경도를 나타내었다.
- [0089] 그리고, 마이크로분말과 나노분말이 혼합된 혼합분말의 경우 마이크로분말의 첨가비가 높을수록 낮은 경도를 나타냈으며, 마이크로분말 75중량%와 나노분말 25중량%를 혼합한 혼합분말을 이용하여 제조된 소결체는 적절한 경도와 낮은 수축률로 인해서 매우 높은 치수 정밀도를 갖는 것을 알 수 있다.
- [0090] 이러한 본 발명의 범위는 상기에서 예시한 실시예에 한정하지 않고, 상기와 같은 기술범위 안에서 당업계의 통상의 기술자에게 있어서는 본 발명을 기초로 하는 다른 많은 변형이 가능할 것이다.

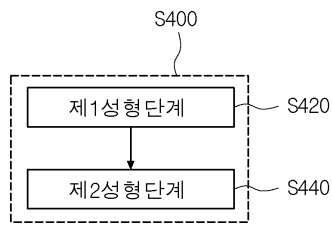
발명의 효과

- [0091] 이상에서 설명한 바와 같이, 본 발명에 따른 소결체는 나노분말과 마이크로분말을 혼합하여 소결함으로써 제조된다.
- [0092] 따라서, 수축률이 감소하여 치수정밀도가 향상되며 내구성이 향상되는 이점이 있다.
- [0093] 또한, 제조 공정이 간소하여 생산성이 향상되며 불량률이 감소하는 이점이 있다.
- [0094] 뿐만 아니라, 나노분말과 마이크로분말의 혼합비를 제어하여 성형체의 밀도를 선택적으로 변화시킴으로써 소결체에 대한 소비자의 요구 즉, 경도 및 제조원가 등에 따라 이를 선택적으로 고려하여 제조가 가능하므로 제품 경쟁력이 향상되는 이점이 있다.

도면의 간단한 설명

- [0001] 도 1 은 본 발명에 의한 소결체를 제조하기 위한 나노분말과 마이크로분말의 실물 사진.

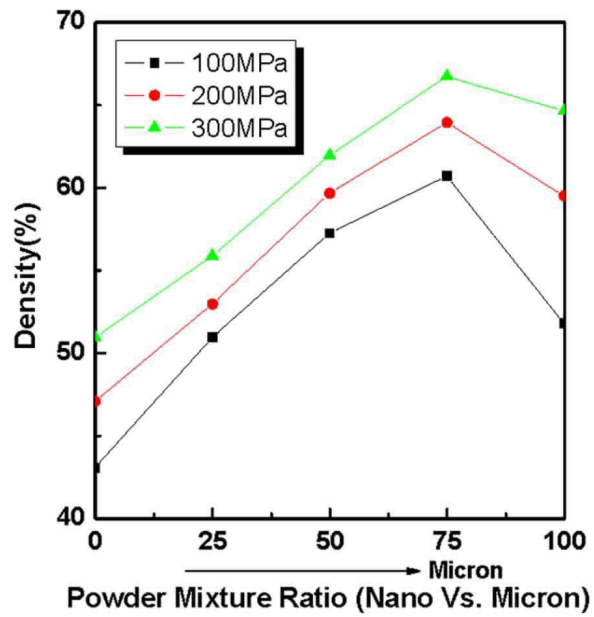
도면3



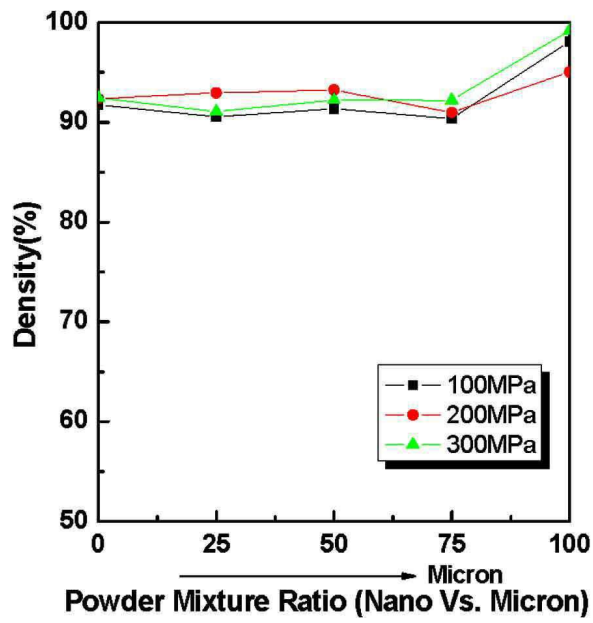
도면4

Spec. No	Micro Powder (wt.%)	Nano Powder (wt.%)
1	100	0
2	75	25
3	50	50
4	25	75
5	0	100

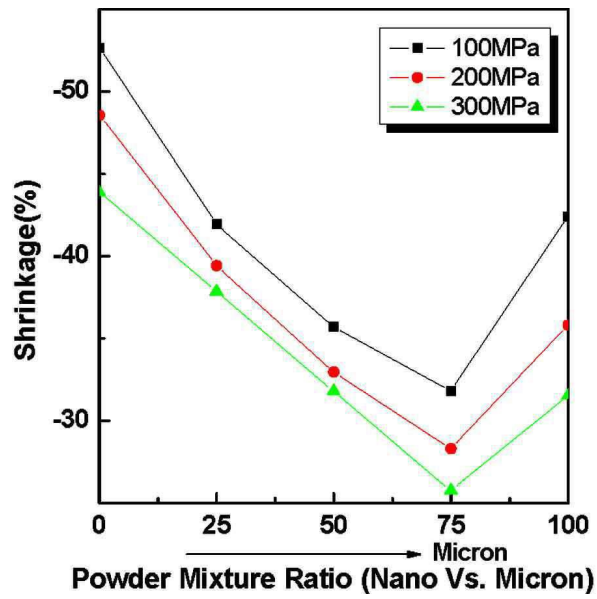
도면5



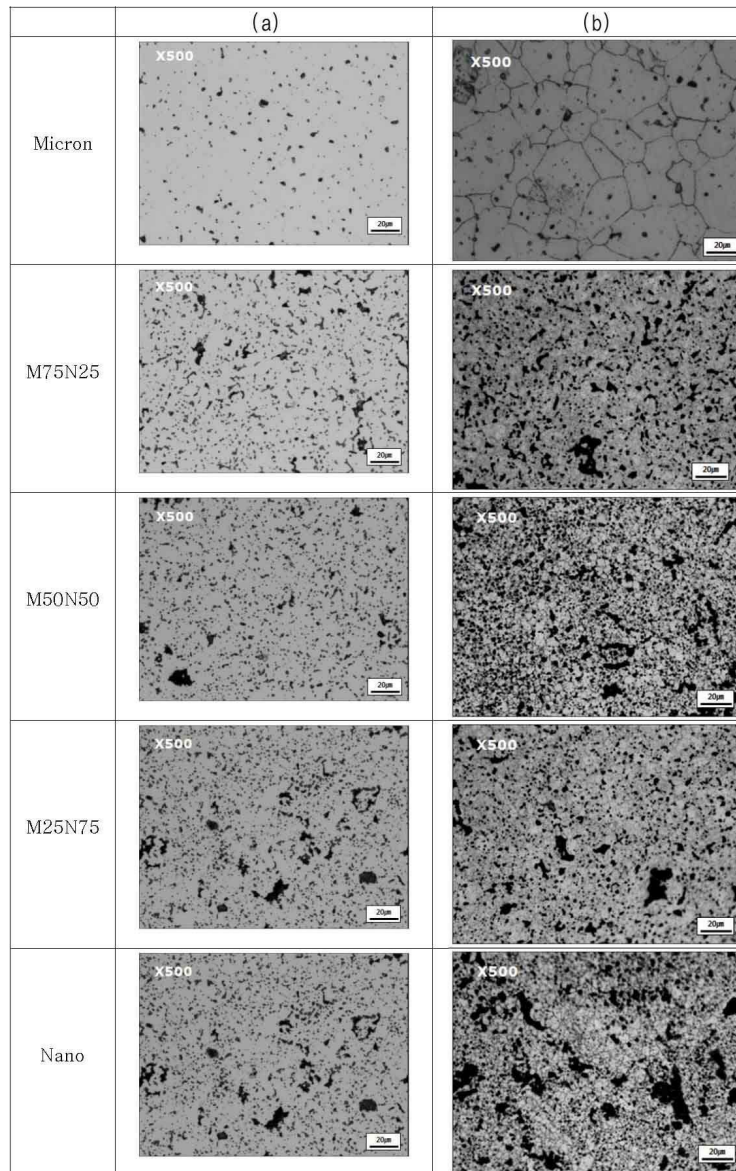
도면6



도면7



도면8



도면9

