



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0047016
(43) 공개일자 2017년05월04일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
 B22F 3/12 (2006.01) B22F 3/18 (2006.01)
 B22F 3/20 (2006.01) B22F 3/22 (2006.01)
 B22F 5/00 (2006.01) B22F 5/04 (2006.01)
 B22F 5/10 (2006.01) B22F 9/02 (2006.01)
 B22F 9/08 (2006.01) C22C 21/00 (2006.01)
 (52) CPC특허분류
 B22F 3/12 (2013.01)
 B22F 3/18 (2013.01)
 (21) 출원번호 10-2015-0147387
 (22) 출원일자 2015년10월22일
 심사청구일자 2015년10월22일

(71) 출원인
 영남대학교 산학협력단
 경상북도 경산시 대학로 280 (대동)
 (72) 발명자
 한관희
 경상북도 경산시 성암로21길 69, 111동 1603호
 이한솔
 대구광역시 달서구 성지로 75, 106동 2005호 (용
 산동, 성서청구아파트)
 (74) 대리인
 특허법인태백

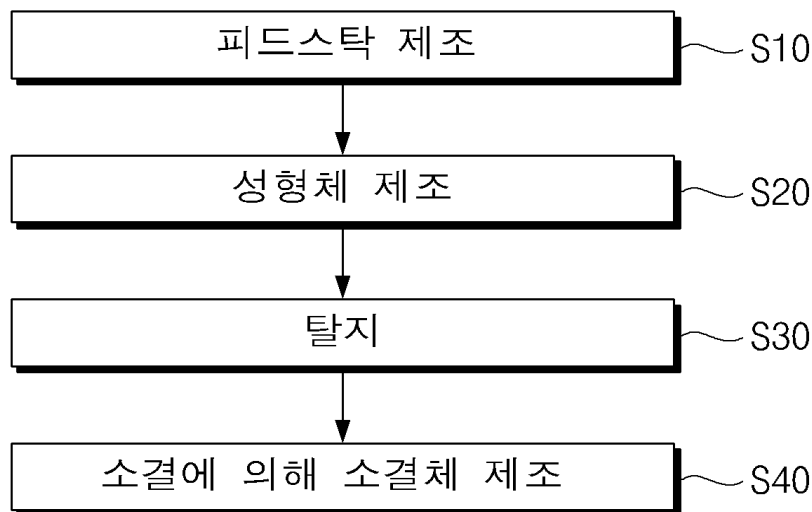
전체 청구항 수 : 총 23 항

(54) 발명의 명칭 알루미늄 및 알루미늄 합금의 분말성형방법

(57) 요약

본 발명은 새로운 알루미늄 및 알루미늄 합금의 분말성형방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 알루미늄 분말, 알루미늄 합금 분말 또는 보강재를 포함하는 알루미늄 복합분말을 열가소성 유기결합제와 혼련하여 피드스탁을 제조하고 분말사출성형, 압축성형 또는 압출성형을 통해 상기 피드스탁을 형상이 복잡한 제품으로 성형한 후 아르곤 가스 분위기 하에서 탈지와 소결을 단일 가열 공정으로 수행하여 상대밀도가 96% 이상인 고밀도의 소결체를 제조하는 분말성형방법을 제공하며, 상기 분말성형방법을 통해 다양한 정밀부품을 제조할 수 있음을 제안한다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

B22F 3/20 (2013.01)
B22F 3/225 (2013.01)
B22F 5/009 (2013.01)
B22F 5/04 (2013.01)
B22F 5/106 (2013.01)
B22F 9/02 (2013.01)
B22F 9/08 (2013.01)
C22C 21/00 (2013.01)
B22F 2201/11 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

알루미늄 분말 또는 알루미늄 합금 분말과 카르보닐기를 갖는 폴리올레핀 공중합체를 포함하는 왁스계 열가소성 유기결합제를 혼련하여 피드스탁을 준비하는 피드스탁 준비단계;

상기 피드스탁을 성형하는 성형단계;

상기 성형된 성형체로부터 유기결합제를 제거하는 탈지단계; 및

상기 탈지된 탈지체를 아르곤 가스 분위기 하에서 소결하여 치밀화를 이루는 소결단계를 포함하는 분말성형방법.

청구항 2

청구항 1에 있어서, 상기 왁스계 열가소성 유기결합제는 총 100 중량%에 대하여 카르보닐기를 갖는 폴리올레핀 공중합체를 3 내지 30 중량%로 포함하는 것을 특징으로 하는 분말성형방법.

청구항 3

청구항 1과 청구항 2에 있어서, 상기 카르보닐기를 갖는 폴리올레핀 공중합체는 무수말레인산 그래프트 폴리에틸렌인 것을 특징으로 하는 분말성형방법.

청구항 4

청구항 1에 있어서, 상기 알루미늄 분말 또는 알루미늄 합금 분말의 평균 직경은 1 내지 20 μm 인 것을 특징으로 하는 분말성형방법.

청구항 5

청구항 1에 있어서, 상기 알루미늄 합금은 마그네슘 함량이 0.5 중량% 이상인 Al-Cu-Mg-(Mn) (AA2xxx) 계열, Al-Mg (AA5xxx 계열), Al-Mg-Si-Cu (AA6xxx) 계열 및 Al-Zn-Mg-(Cu) (AA7xxx) 계열로 이루어진 군에서 선택된 하나의 상용 알루미늄 합금 조성물 혹은 그것의 성분 일부가 개량된 조성물이거나, 알루미늄 합금 총량 100 중량%에 대해 Mg 0.5 ~ 8 중량%, Zn 0 ~ 8 중량%, Cu 0.1 ~ 3 중량%, Si 0 ~ 5 중량%, Ni 0 ~ 5 중량%, Fe 0 ~ 0.3 중량%, Mn 0 ~ 1 중량%, Zr 0 ~ 0.5 중량%, Cr 0 ~ 0.5 중량%, Ag 0 ~ 2 중량%, Sc 0 ~ 0.5 중량%, Li 0 ~ 2 중량%, 그리고 나머지가 알루미늄으로 이루어지는 조성물인 것을 특징으로 하는 분말성형방법.

청구항 6

청구항 1에 있어서, 상기 알루미늄 합금 분말은 합금화된 용해상태에서 분무되어 만들어진 합금분말이거나, 순수한 알루미늄과 다른 합금원소 분말 또는 다른 합금원소 첨가를 위한 마스터 합금(Master alloy) 분말이 혼합되어진 혼합분말인 것을 특징으로 하는 분말성형방법.

청구항 7

청구항 1에 있어서, 상기 알루미늄 분말 또는 알루미늄 합금 분말 100 중량%에 대하여 주석 0.1 내지 3 중량%를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 분말성형방법.

청구항 8

청구항 1에 있어서, 상기 알루미늄 분말 또는 알루미늄 합금 분말 100 중량%에 대하여 산화주석(SnO) 0.3 내지 5 중량%를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 분말성형방법.

청구항 9

청구항 1에 있어서, 상기 성형단계는 분말사출성형, 온간압축성형 및 온간압출성형으로 이루어진 군에서 선택된

방법에 의해 수행하는 것을 특징으로 하는 분말성형방법.

청구항 10

청구항 1에 있어서, 상기 탈지단계는 0.1 내지 20 L/min의 유량으로 아르곤 가스를 흘리면서 수행되는 것을 특징으로 하는 분말성형방법.

청구항 11

청구항 1에 있어서, 상기 탈지단계는 용매추출 또는 초임계유체추출에 의한 부분탈지와 아르곤 가스 분위가 하에서의 가열탈지로 연이어 이루어지는 것을 특징으로 하는 분말성형방법.

청구항 12

청구항 1에 있어서, 상기 소결단계는 0.1 내지 20 L/min의 유량으로 아르곤 가스를 흘리면서 수행되는 것을 특징으로 하는 분말성형방법.

청구항 13

청구항 10 내지 청구항 12 중 어느 한 항에 있어서, 상기 아르곤 가스의 이슬점이 -40℃ 이하인 것을 특징으로 하는 분말성형방법.

청구항 14

청구항 1에 있어서, 상기 탈지단계와 소결단계는 동일한 로에서 아르곤 가스 분위기 하에서 단일 공정으로 수행하여 성형체에 포함된 유기결합제를 제거하고, 소결하는 것을 특징으로 하는 분말성형방법.

청구항 15

청구항 1에 있어서, 상기 알루미늄 분말을 원료로 한 성형체의 소결온도는 630 내지 655℃인 것을 특징으로 하는 분말성형방법.

청구항 16

청구항 1에 있어서, 상기 알루미늄 합금 분말을 원료로 한 성형체의 소결온도는 540 내지 640℃인 것을 특징으로 하는 분말성형방법.

청구항 17

청구항 1에 있어서, 상기 알루미늄 합금 분말에서 합금 총 100 중량%에 대해 첨가된 합금원소의 총 함량이 0.5 내지 12 중량%인 알루미늄 합금 분말을 원료로 한 성형체의 소결온도는 고상선 온도 이상부터 액상이 합금 총 부피 100 부피%에 대해 30 부피%로 존재하는 온도 범위 내인 것을 특징으로 하는 분말성형방법.

청구항 18

청구항 1에 있어서, 상기 알루미늄 분말 또는 알루미늄 합금 분말은 SiC, B₄C, TiC 및 WC로 이루어진 군에서 선택된 탄화물, Si₃N₄, AlN, TiN, c-BN 및 h-BN으로 이루어진 군에서 선택된 질화물, Al₂O₃, SiO₂, Y₂O₃, 플라이 애쉬 및 ZrO₂로 이루어진 군에서 선택된 산화물, MoS₂을 포함한 황화물, TiB₂를 포함한 붕화물, T-800을 포함한 경질 화합물, W 또는 Mo에서 선택된 내열금속의 분말이나 단섬유 혹은 휘스커, 폴리카본, 흑연, 탄소나노튜브, 그래핀 및 다이아몬드로 이루어진 군에서 선택한 하나 이상의 보강재를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 분말성형방법.

청구항 19

청구항 18에 있어서, 상기 보강재의 평균직경은 0.05 내지 40 μm인 것을 특징으로 하는 분말성형방법.

청구항 20

청구항 18에 있어서, 상기 보강재는 알루미늄 분말 또는 알루미늄 합금 분말 100 중량%에 대하여 0.1 내지 30

중량%로 포함하는 것을 특징으로 하는 분말성형방법.

청구항 21

청구항 1 또는 청구항 18의 분말성형방법에 의해 제조된 알루미늄 분말, 알루미늄 합금 분말 또는 알루미늄기지 복합재로 만들어지는 소결체 부품.

청구항 22

청구항 21에 있어서, 상기 소결체 부품은 임펠러 또는 소형 터빈인 것을 특징으로 하는 소결체 부품.

청구항 23

청구항 21에 있어서, 상기 소결체 부품은 리니어모션 베어링 엔드 캡인 것을 특징으로 하는 소결체 부품.

발명의 설명

기술 분야

- [0001] 본 발명은 알루미늄 또는 알루미늄 합금의 금속분말을 원료로 사용하여 분말사출성형, 온간압축성형, 온간압출성형 등의 분말성형방법에 의해 복잡하고 정밀한 형상의 제품을 실형상으로 제조하는 정밀부품 제조기술에 관한 것이다.
- [0002] 또한 본 발명은 알루미늄 또는 알루미늄 합금에 세라믹 또는 기타 무기물 보강재가 보강된 복합재료로 만들어지는 정밀부품 제조기술에 관한 것이다.

배경 기술

- [0003] 분말재료와 충분한 양의 유기결합제로 만들어지는 피드스탁을 이용하여 복잡한 형상을 만드는 분말성형공정으로는 분말사출성형, 온간압축몰딩, 온간압출성형 등의 다양한 정밀 형상제조 기술이 있다. 특히, 이미 선행기술에 의해 잘 알려진 바와 같이, 분말성형방법은 다양한 금속이나 합금, 금속간화합물, 세라믹, 금속-세라믹 복합재 등의 다양한 분말재료로 만들어지는 복잡한 형상의 제품을 경제적으로 대량 생산기술로 널리 이용되고 있다.
- [0004] 일반적으로 알루미늄 분말재료를 성형하는 전통적인 분말야금방법에서는 입자 크기가 비교적 조대한 분말을 사용하며 성형시 발생하는 마찰을 줄이기 위한 목적으로 대략 1.5 중량% 내외의 윤활제/계면활성제를 금속분말과 혼합하여 원료로 사용한다. 나아가 전통적인 분말야금방법에서는 일축 성형에 의존하므로 비교적 단순한 형상을 구현하며, 높은 성형압력을 적용하여 성형을 함으로써 금속분말의 소성변형을 유도하여 이웃하는 분말간의 접촉면적을 증가시키면서 생성형체 밀도를 높이고 초기 기공 양을 줄여 이후 소결과정에서 치밀화를 촉진시킨다. 이 같이 높은 소결밀도를 얻기 위해 전통적인 분말야금방법에서는 통상 생성형체의 상대밀도를 이론밀도에 대비해서 약 90% 혹은 그 이상에 이르도록 한다.
- [0005] 이에 비하여, 분말사출성형에서는 대략 30 내지 40 vol%에 해당되는 많은 양의 유기결합제가 금속분말과 혼련된 유동성 높아진 상태의 피드스탁을 원료로 사용하므로 복잡한 형상의 제품이 제작한다. 또한 전통적인 분말야금방법에 비하여 훨씬 낮은 압력 조건 하에서 성형이 가능하며 성형시 성형체내의 금속분말은 유기결합제를 통해 정수압에 가까운 압력을 받으며 소성변형을 겪지 않는다.
- [0006] 분말사출 성형체 내에 존재하는 금속분말은 느슨하게 충전된 상태에 놓이므로 소결에 의한 치밀화를 위해서는 그 소결성이 매우 중요하다. 이와 같은 이유에서 분말사출성형법에서는 전통적인 분말야금에서 사용하는 분말에 비해 미세한 분말을 사용한다.
- [0007] 현재 분말사출성형법은 철계 합금과 스테인레스 강을 비롯한 다양한 금속 및 합금에 대해 적용되어 오고 있으며 복잡하고 정밀한 형상의 제품을 실형상으로 제조하는 기술로서 자리매김을 하고 있다. 그러나 아직까지 알루미늄과 알루미늄 합금에 대해서는 분말사출성형기술이 실용화에 이르지 못하고 있다.
- [0008] 알루미늄이나 알루미늄 합금에 대한 분말사출성형방법이 공업적으로 사용되지 못하고 주된 이유는 고밀도 소결체를 제조하기 어렵기 때문이다. 산소와 높은 친화력을 갖는 알루미늄의 표면에는 수십 내지 수백 Å 두께의 산화피막이 상존한다.

- [0009] 알루미늄 표면의 산화피막은 화학적으로 매우 안정하기 때문에 알루미늄의 용접 즉, 660℃ 이하의 낮은 온도에서는 산소분압조절에 의한 환원은 현실적으로 불가능하다고 알려져 있다. 따라서 치밀화를 이루기 위한 입자간의 물질이동에 장애물로 작용하는 산화피막의 존재로 인해 알루미늄은 분말사출성형방법을 적용하기에는 적합하지 않은 재료로 인식되어 왔다.
- [0010] 일반적으로 알루미늄 분말에 형성된 산화피막을 제거하는 방안의 하나는 알루미늄 분말 중에 알루미늄보다도 산화성이 높은 원소 즉, 마그네슘 분말을 혼합하는 것이다. 첨가된 마그네슘 분말은 소결하는 과정에서 $[4Al_2O_3 + 3Mg = 3MgAl_2O_4 + 2Al]$ 의 화학반응에 의해 산화피막과 화학반응을 일으켜 마그네슘 스피넬을 형성하면서 국부적으로 알루미늄의 환원을 유발한다. 이 방법은 매우 효율적이어서 실제로 상용화되어 알려진 거의 모든 분말야금용 알루미늄 합금, 예를 들면, Al-Cu-Mg (독일 에카 그레놀사의 Ecka Alumix[®] 13, Ecka Alumix[®] 123; 미국 암팔사의 Ampal 2712, Ampal 2905)(Alumix[®]은 독일 에카 그레놀사의 등록상표) (미국 알루미늄 협회 단련합금 분류기호 AA2024 에 상응), Al-Mg-Si-Cu (독일 에카 그레놀사의 Ecka Alumix[®] 321; 미국 암팔사의 AMPAL 6711) (단련합금 AA6061에 상응), Al-Zn-Mg-(Cu)(독일 에카 그레놀사의 Ecka Alumix[®] 431; 미국 암팔사의 AMPAL 7775)(단련합금 AA7075에 상응) 등에는 모두 0.5 중량% 혹은 그 이상의 높은 마그네슘 성분이 첨가되어 있다.
- [0011] 전통적인 분말야금방법에 의해서 압축성형된 알루미늄 및 그 합금분말 생성형체를 소결할 때에는 질소가스, 아르곤가스, 수소가스, 진공 등의 분위기가 사용될 수 있지만, 이 중에서 질소가스를 사용할 때 가장 높은 소결밀도가 얻어지는 것으로 알려져 있다. 실제로 산업체에서도 질소가스가 소결분위기 가스로 가장 널리 사용되어 오고 있다. 비록 알루미늄 분말과 질소가스 간에는 $Al + (1/2)N_2 = AlN$ 의 질화반응이 자발적으로 발생할 수 있는 것으로 알려져 있지만, 기공함량이 낮게 상대밀도가 90% 내지 그 이상이 되도록 고압으로 성형된 전통적인 분말야금방법에서는 상기 질화반응이 거의 일어나지 않거나 극히 제한적으로 발생하므로 문제가 되지 않는다.
- [0012] 이에 비해서, 탈지공정을 거친 후에 기공율이 50% 내지 10%가 되고 비표면적이 크고 반응성이 큰 미세한 입자로 만들어지는 본 발명에 의한 분말성형체는 소결과정에서 분위기가스로서 질소가스를 사용하는 경우에는 상기 질화반응이 큰 문제가 될 수 있다. 즉, 탈지공정과 소결온도로 가열되는 과정에서 입자간의 소결반응이 개시되기 전부터 알루미늄 입자의 표면이 질소가스에 노출되어 질화알루미늄이 형성되고 이것은 알루미늄 분말간의 물질이동을 저해하므로 소결과정에서의 입자간의 결합과 치밀화를 방해하는 것으로 알려져 있다.
- [0013] 알루미늄의 분말사출성형기술이 다른 합금의 분말사출성형에 비해 어려운 또 다른 이유 중 하나는 알루미늄의 용융온도 혹은 알루미늄 합금으로부터 액상이 만들어져 녹기 시작하는 고상선 온도가 철, 스테인레스 강, 니켈, 동, 코발트, 티타늄 등 다른 합금에 비해 현저하게 낮다는 점이다. 따라서 알루미늄 분말성형에 사용되는 유기결합제는 가급적이면 저온에서 탈지가 종료되는 것이 바람직하다.
- [0014] 유기결합제를 다량 포함하는 알루미늄 성형체의 탈지-소결 공정에 있어 해결해야 하는 또 다른 문제점은 유기결합제 분해산물과 알루미늄간의 반응에 의한 탄화알루미늄 (Al_4C_3)의 생성이다. 이러한 탄화물상은 취성을 나타내며, 수분과 $[Al_4C_3 + 6H_2O = 2Al_2O_3 + 3CH_4]$ 의 반응을 일으키므로 바람직하지 않다. 이를 회피하기 위해서는 적합한 유기결합제 조성물을 사용하고 탈지공정을 엄밀하게 관리하는 것이 필요하다.
- [0015] 아래에는 지금까지 보고된 알루미늄 분말사출성형에 관련되어 발표된 선행 문헌자료를 간략히 살펴본다.
- [0016] 미국특허 제 5,525,292 호에서 나카오 등은 합금원소로서 마그네슘을 장입하고 질소가스 분위기를 이용해서 상대밀도가 60% 내지 85% 되도록 압축성형한 알루미늄 합금 혼합분말로 만들어지는 부품의 제조공정을 기술하고 있다. 마그네슘을 약 2%까지 첨가하고 추가로 로의 내부에 마그네슘 덩어리를 장입하여 소결을 실시하여 윤활제를 제거한 후에는 로 내를 감압하여 마그네슘의 승화를 유도하고 뒤이어 질소가스를 도입하고 고온으로 가열하여 소결을 실시하는 방안을 제시하였다. 이들은 승화된 마그네슘 증기가 질소가스와 반응하여 Mg_3N_2 을 형성하고 이것이 알루미늄 분말 표면의 산화알루미늄과 반응하여 국부적으로 산화알루미늄 피막층을 알루미늄으로 환원시켜 소결성이 개선되는 것으로 주장하였다.
- [0017] 국제공개특허 제 2005/066380 호에는 외부에서 압력을 가하지 않고 느슨하게 채운 알루미늄 분말과 그 합금분말의 소결밀도를 높이기 위해서는 수증기 분압이 약 0.003 kPa 내지 0.015 kPa 로 존재하는 질소가스 분위기에서 소결을 하는 것이 효과적이라고 발표하였다.
- [0018] 미국 특허 제 6,761,852호에서 예오와 티안은 알루미늄 분말 표면에 존재하는 산화피막을 제거하기 위해 NaF,

MgF₂ 및 CaF₂ 등으로부터 선택한 금속불화염과 알루미늄아 간에 발생하는 저온 공정반응을 이용해서 알루미늄 표면 산화피막을 제거하는 방안을 제안하였다. 알루미늄 산화피막이 금속불화염 등과 반응하여 저융점의 공정액상을 형성하여 제거되면서 치밀화가 진행됨에 따라 금속사출체를 용매 중에서 탈지 후에 가열탈지와 소결을 실시함으로써, 상대밀도가 95% 이상인 고밀도 소결체를 제조하였으며 진공 중에서 소결하는 것이 유리하다고 하였다.

[0019] 국제공개특허 제 2008/017111호에서 류 등은 소결조제로 저융점의 주석을 첨가하고 질소가스를 분위기 가스로 사용되 로 내에 산소 제거제로 마그네슘 덩어리를 함께 장입하여 소결을 실시함으로써 AA6061 알루미늄 분말에 주석 2%를 첨가하고 산소포집제로서 마그네슘 블록을 함께 장입하여 질소분위기에서 소결할 때 고밀도의 소결체를 제조할 수 있다고 발표하였다. 620℃에서 2시간 소결하여 상대밀도 약 97%, 인장강도 165MPa, 연신율 약 9%, 그리고 T6 인공시효 후에 인장강도 300MPa, 연신율 1%인 특성이 얻어진다고 보고하였다.

[0020] 아카르와 귄소이는 (L. Acar, H.O. Gulsoy; "Sintering Parameters and Mechanical Properties of Injection Moulded Aluminum Powder", Powder Metallurgy, vol. 54 (No. 2) (2011) pp.427-431)에서, 평균입도가 7.35 μm인 알루미늄 분말(독일 에카 그래놀라이트 사 제품)과 고상율이 62.5%인 피드스탁을 원료로 하여 사출성형 하였으며 헵탄을 이용하는 용매추출과 질소가스를 이용한 가열탈지의 2단계 탈지공정을 거쳐 650℃에서 고순도 질소가스 분위기 하에서 소결을 실시함으로써 상대밀도가 96.2%인 소결체 제조가 가능하다고 보고하였다.

[0021] 기어트 등은 국제공개특허 제 2011/120066호와 2012년에 발표한 논문 (C. Giert et al., "Carbon removal as a crucial parameter in the Powder Injection Moulding of Aluminum Alloys", Powder Injection Moulding International, vol. 6 (No. 4) (2012) pp.65-71) 에서 Al과 Al-Mg 혼합분말을 왁스와 폴리아세탈을 함유한 유기결합제로 알려진 카타몰드™ 유기결합제 (독일 바스프 사의 등록상표)를 개질한 것과 혼련한 피드스탁을 사용하여 실시한 분말사출성형기술에 관해 기술하였다. 질산 혹은 옥살산을 촉매로 이용하는 촉매탈지 등의 과정에 의해 유기결합제의 일부를 제거하고 나머지 유기결합제 성분을 산소가 적어도 0.5 vol.% 포함된 질소가스에서 소결할 때 고밀도 소결이 이루어진다고 제안하였다.

[0022] 위에서 살펴본 바와 같이, 알루미늄 및 그 합금의 분말 사출성형에 관해서는 다양한 방법이 제안되어 있지만 아직까지 알루미늄 합금의 기계적 특성을 제대로 구현하면서 복잡한 형상의 제품을 정밀하게 제조하는 데 방법이 마련되어 있지 못한 실정이다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0023] 본 발명의 목적은 알루미늄 또는 그 합금으로 만들어지는 복잡한 형상의 정밀부품을 상대밀도 96% 이상을 갖는 소결체로 정밀하게 제작할 수 있는 분말사출성형방법을 제공하는 것이다.

[0024] 본 발명의 또 다른 목적은 분말사출성형방법에 의해 알루미늄 또는 그 합금으로 만들어지는 고밀도의 소결체를 제조함에 있어 선행기술에서 제안되어 있는 주석 등 저융점의 소결조제를 첨가하지 않고 고밀도의 치밀화를 달성할 수 있는 탈지공정과 소결공정을 제공하는 것이다.

[0025] 또한, 본 발명의 다른 목적은 상기 알루미늄 또는 알루미늄 합금에 보강재가 첨가된 알루미늄 또는 알루미늄 합금 복합분말로 만들어지는 생형체로부터 건전하고 치밀한 소결체를 얻기에 적합한 탈지 공정과 소결 공정을 제공하는 것이다.

[0026] 나아가 본 발명의 또 다른 목적은 사출성형용 피드스탁을 저압 온간압축성형과 압출성형에 적용하여 고밀도의 알루미늄 또는 알루미늄 합금 소결체 그리고 알루미늄 복합체의 정밀한 제품을 제조하는 방법을 제공하는 것이다.

[0027] 본 발명이 이루고자 하는 기술적 과제들은 위에서 언급한 것에 국한되는 것은 아니며 언급되지 않은 또 다른 기술적 과제들은 아래의 기재로부터 이 분야에서 종사하는 전문인들이 명확하게 이해할 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

[0028] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 알루미늄 분말 또는 알루미늄 합금 분말과 카르보닐기를 갖는 폴리올레핀 공중합체를 포함하는 왁스계 열가소성 유기결합제를 혼련하여 피드스탁을 준비하는 피드스탁 준비단계; 상기 피드스탁을 성형하는 성형단계; 상기 성형된 성형체로부터 유기결합제를 제거하는 탈지단계; 및 상기 탈지된

탈지체를 아르곤 가스 분위기 하에서 소결하여 치밀화를 이루는 소결단계를 포함하는 분말성형방법을 제공한다.

[0029] 특히, 본 발명에서는 상기 탈지단계와 소결단계를 동일한 로에서 아르곤 가스 분위기 하에서 단일 공정으로 수행하여 성형체에 포함된 유기결합제를 제거하고, 소결하는 것을 특징으로 한다.

[0030] 또한, 본 발명은 상기 알루미늄 분말 또는 알루미늄 합금 분말에 SiC, B₄C, TiC 및 WC로 이루어진 군에서 선택된 탄화물, Si₃N₄, AlN, TiN, c-BN 및 h-BN으로 이루어진 군에서 선택된 질화물, Al₂O₃, SiO₂, Y₂O₃, 플라이 애쉬 및 ZrO₂로 이루어진 군에서 선택된 산화물, MoS₂을 포함한 황화물, TiB₂를 포함하는 붕화물, T-800을 포함한 경질 화합물, W 또는 Mo에서 선택된 내열금속의 분말이나 단섬유 혹은 휘스커, 폴리카본, 흑연, 탄소나노튜브, 그래핀 및 다이아몬드 등으로 이루어진 군에서 선택한 하나 이상의 보강재를 더 포함하는 알루미늄 기지 복합체를 이용한 분말성형방법을 제공한다.

[0031] 또한, 본 발명은 상기 분말성형방법에 의해 제조된 알루미늄 분말, 알루미늄 합금 분말 또는 알루미늄 기지 복합체의 소결체 부품으로서, 임펠러, 터빈 또는 리니어모션 베어링 엔드 캡에서 선택된 정밀형상 제품을 제공한다.

발명의 효과

[0032] 본 발명에 따르면, 산업용 소재로서 낮은 밀도, 높은 열전도성과 전기전도성, 양호한 내식성과 내후성, 미려한 색상을 나타낼 뿐만 아니라 합금화에 따라서는 높은 석출경화효과에 의한 우수한 기계적 특성을 나타내는 등 많은 장점을 갖는 알루미늄과 알루미늄 합금을 적용할 수 있는 분말사출성형기술이 제공된다.

[0033] 즉, 본 발명의 분말성형방법을 통해 알루미늄 또는 알루미늄 합금 분말로부터 복잡한 형상을 갖는 성형체를 제조하고 이어지는 탈지공정과 소결공정을 통해 상대밀도가 96% 혹은 그 이상인 고밀도의 소결체 제품을 제조하는 방법이 제공된다.

[0034] 나아가 본 발명에 따른 생성형체의 탈지와 소결을 하나의 가열 스케줄에 의하여 단일로에서 한 단계의 과정으로 수행하는 방법으로 인해, 탈지를 위해 용매추출기 또는 초임계유체탈지 설비 등 별도의 부차적인 시설을 도입할 필요가 없으며 공정 수가 단축되고 그에 따른 에너지 저감 효과가 있으며, 관리 인력을 줄일 수 있으므로 전체적으로 생산비 낮추는 경제적인 효과가 있다.

[0035] 본 발명에 따른 분말성형방법에 의해 제조되는 알루미늄 또는 알루미늄 합금에는 알루미늄에 용해도가 낮은 주석 등의 저용점의 소결조제 합금원소가 필수적으로 첨가되지 않으므로 보다 향상된 기계적인 특성을 갖는 소결체의 제조가 가능하다.

[0036] 이와 같이 본 발명에 따른 분말성형방법은 순수한 알루미늄뿐만 아니라, Al-Cu-Mg-(Mn)계열 (미국 알루미늄 협회기호 AA2xxx 계열), Al-Mg-Si 계열 (AA6xxx 계열), Al-Zn-Mg-(Cu) 계열 (AA7xxx 계열) 의 석출경화형 단련 합금을 비롯한 거의 모든 상용 알루미늄 합금에 적용이 가능하므로 다양한 용도에서 요구되는 정밀부품 제조를 통해 산업적 파급효과가 클 것으로 기대된다.

[0037] 또한 알루미늄 또는 알루미늄 합금기지에 SiC, B₄C, TiC, WC 등의 탄화물, Si₃N₄, AlN, TiN, c-BN, h-BN 등의 질화물, Al₂O₃, SiO₂, 플라이 애쉬, Y₂O₃, ZrO₂ 등 산화물, MoS₂ 등 황화물, TiB₂를 포함하는 붕화물, T-800 등 경질 코발트 내열합금, W, Mo 등 내화금속의 분말이나 단섬유 혹은 휘스커, 그리고 폴리카본, 흑연, 탄소나노튜브, 그래핀, 다이아몬드 등으로 이루어진 군에서 선택한 하나 이상의 보강재로 보강된 알루미늄 기지 복합체 부품을 제조할 수 있다.

[0038] 특히 본 발명에 따른 분말성형방법은 분말사출성형 뿐 아니라, 온간압축성형 및 온간압출성형법에도 적용이 가능하다.

[0039] 따라서 알루미늄, 알루미늄 합금, 알루미늄기지 복합재료의 정밀형상 제품을 제조하는 기술에 있어 새로운 공법으로서 기술적, 경제적, 친환경적 가치가 높은 새로운 제조기술을 제공하는 파급효과를 갖는다.

도면의 간단한 설명

[0040] 도 1은 본 발명의 공정 흐름도를 나타낸 것이다.

도 2는 본 발명에 따른 분말사출성형방법에 의해 제조한 AA6061 합금 인장시험편 사출체의 소결 전후의 사진을

나타낸 것이다[(a) 사출체, (b) 580℃, 0 시간 소결, (c) 590℃, 0 시간 소결, (d) 610℃, 2시간 소결].

도 3은 AA6061 합금분말 (곡선 1)과 혼합분말 (곡선 2) 사출성형체를 610℃에서 소결할 때 소결 시간에 따른 밀도의 변화를 나타내는 그래프를 나타낸 것이다.

도 4는 610℃에서 소결한 AA6061 합금 사출체 시편의 광학현미경 미세조직을 나타낸 것이다.

도 5는 AA6061 합금분말과 혼합분말의 사출성형체를 각각 610℃에서 3시간 동안 소결한 시험편과 이것을 540℃에서 1시간 동안 용체화 처리를 하고 170℃에서 8시간 동안 인공시효처리 (T6) 한 시험편에 대한 상온에서 인장곡선을 나타낸 것이다.

도 6은 분말사출성형으로 제조하여 T6 열처리한 AA6061 합금분말 인장시험편 과단된 면의 주사전자현미경 영상을 나타낸 것이다.

도 7은 본 발명에 의하여 Al-1 중량% Mg-0.5 중량% Si-0.25 중량% Cu 알루미늄 합금 혼합분말에 주석분말 1 중량%와 탄화규소 5중량%를 혼합한 복합분말 피드스탁으로 제작한 임펠러의 사출체 (a)와 소결체 (b)를 나타낸 것이다.

도 8은 본 발명에 의하여 알루미늄-탄화규소 5중량% 복합분말로 만들어진 터빈 소결체를 나타낸 것이다.

도 9는 본 발명에 의하여 AA6061 합금분말로 만들어진 미니어처 리니어모션 베어링 엔드 캡 사출체 (a)와 소결체 (b)를 나타내며, 도 9(c)는 제품 도면으로 소결과정에서 발생하는 변형을 방지하기 위해 사출체에 임시로 더미 바가 추가되었음을 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0041] 본 발명의 중요한 관점인 알루미늄과 그 합금으로 만들어지는 복잡한 형상의 부품을 분말사출성형에 의해 고밀도의 소결체로 정밀하게 제조함에 있어 가장 문제가 되는 점은 알루미늄 분말 표면에 존재하는 산화피막에 기인하는 낮은 소결성을 극복하는 것이다.
- [0042] 앞서 언급한 바와 같이 그 표면에 형성되어 있는 산화알루미늄 피막은 열역학적으로 매우 안정하기 때문에 알루미늄의 소결온도와 같이 낮은 온도에서는 환원이 거의 불가능하며, 나아가 분말사출성형과정에서 알루미늄 분말은 소성변형을 겪지 않고 유기결합체 중에서 느슨하게 채워진 상태로 존재하므로 외력에 의한 알루미늄 분말 표면의 산화알루미늄 피막의 물리적 파손도 고려할 수 없다.
- [0043] 그럼에도 느슨하게 채운 알루미늄 분말 성형체에서 소결이 발생하는 것은 산화알루미늄이 알루미늄에 비해 열팽창계수가 대략 1/3 이하로 작기 때문에 가열과정 중에 알루미늄의 높은 열팽창으로 인해 알루미늄 분말의 산화피막 외피가 파손되어 노출되는 신선한 금속 알루미늄을 통한 인접 분말간의 물질이동 현상에 의해 치밀화가 일어난다고 고려된다. 이 같은 효과는 소결온도가 높을수록 더욱 유효할 것으로 볼 수 있다.
- [0044] 물론, 알루미늄 분말의 원료 분말 중의 산소함량이 가급적 낮게 관리하는 것은 매우 중요하며 공기분무법으로 제조한 분말보다는 산소함량이 낮은 가스분무법으로 제조한 분말을 사용하는 것이 고밀도 소결체를 제조하는 데 유리하다.
- [0045] 또한 앞서 언급된 바와 같이 가열과정에서 알루미늄 분말 표면에 존재하는 필름상의 산화피막과 화학반응을 일으켜서 부분적인 환원을 유발시키는 합금원소의 첨가가 알루미늄 합금의 소결성을 개선시키는 데 효과적인 수단 이 될 수 있다.
- [0046] 이와 같이 알루미늄 분말 표면에 발생한 산화피막의 물리적인 파괴나 화학반응에 의한 부분 환원을 통해 마련되는 물질이동의 통로인 신선한 금속 알루미늄을 충분히 활용하기 위해서는 사용하는 분위기 가스 중의 산소농도 혹은 수분함량을 낮게 관리하는 것이 중요하다.
- [0047] 본 발명의 다른 측면에서는, 알루미늄 및 그 합금의 경우에는, 소결온도가 순수한 알루미늄의 용융점인 660℃보다 낮아야 하며, 대부분 상용 알루미늄 합금의 경우 액상이 형성되기 시작하는 고상선 온도가 600℃ 이하의 온도이기 때문에 탈지가 완료되는 온도와 소결이 개시되는 온도가 중첩될 수 있으므로 탈지공정이 미종료된 상태에서 액상알루미늄이 과도하게 발생하여 유기결합체 분해산물과 불필요한 반응이 발생하지 않도록 하는 것도 중요하다.
- [0048] 앞서 언급한 바와 같이 고밀도 소결체를 제조하기 위해서는 소결단계에서 소결가스 분위기 중 산소함량을 낮추는 것이 중요하다. 이를 위해서는 낮은 산소함량의 건조한 분위기 가스를 사용하는 것과 함께 산소포집제로서

마그네슘 블록을 로 내에 장입하여 사용하는 것도 효과적으로 알려져 있다.

- [0049] 그러나 본 발명에서는 별도의 소결조제나 산소포집제를 이용하지 않으면서 고밀도의 소결체를 제조하는 방안으로서, 사출성형 이후에는 단순히 제거의 대상으로 고려되어 온 성형체 내의 유기결합제를 이용하여 소결을 촉진시키는 새로운 방법을 시도한다.
- [0050] 또한 본 발명에 의하면, 탈지와 소결공정이 아르곤 가스 분위기 하에서 이루어지도록 한다. 따라서 질소가스 소결 분위기를 이용하는 선행기술에서, 알루미늄 입자 표면에서 발생되어 치밀화를 저해하는 질화물 형성을 방지하기 위한 주석 등 저융점의 소결조제 원소의 첨가가 필수적이지는 않다. 그러나 필요에 따라 3 중량% 이내로 첨가할 수 있으며 이 경우에도 본 발명에 의해서 아르곤 가스 분위기에서 상기 탈지-소결을 실시하는 것이 바람직하다.
- [0051] 또한, 본 발명에서 알루미늄 또는 알루미늄합금 분말과 보강재가 혼합된 알루미늄 복합 분말로 만들어지는 성형체로부터 유기결합제를 제거하는 탈지공정과 소결공정은 알루미늄 및 알루미늄 합금의 경우와 동일하다. 그러나 소결과정에서 알루미늄과 보강재 간의 반응에 의해 바람직하지 않은 화합물이 형성될 수 있으므로 각 보강재에 따라 적합하게 합금 기지상의 성분 조절이 이루어져야 한다.
- [0052] 이하, 도 1을 참조하여 본 발명을 보다 상세하게 설명한다.
- [0053] 도 1에 따르면, 본 발명의 분말성형방법은 알루미늄 분말 또는 알루미늄 합금 분말과 카르보닐기를 갖는 폴리올레핀 공중합체를 포함하는 왁스계 열가소성 유기결합제를 혼련하여 피드스탁을 준비하는 피드스탁 준비단계(S10); 상기 피드스탁을 성형하는 성형단계(S20); 상기 성형된 성형체로부터 유기결합제를 제거하는 탈지단계(S30); 및 상기 탈지된 탈지체를 아르곤 가스 분위기 하에서 소결하여 치밀화를 이루는 소결단계(S40)를 포함할 수 있다.
- [0054] 특히, 본 발명에서는 알루미늄 또는 알루미늄 합금 분말의 소결성을 높이기 위하여, 전통적인 분말야금에서 사용하는 분말의 크기보다 작으면서 산소함량이 높지 않은 알루미늄 또는 알루미늄 합금 분말을 선택하여 소결성을 확보하는 것이 바람직하다.
- [0055] 따라서 본 발명에 적합하게 사용될 수 있는 알루미늄 또는 알루미늄 합금 분말의 평균입도가 바람직하게는 0.5 내지 20 μm 이상인 것이 바람직하며, 보다 바람직하게는 1 내지 15 μm 이다.
- [0056] 본 발명에 의하면, 상기 알루미늄 합금 분말은 합금화된 용해상태에서 분무되어 만들어진 합금분말이거나, 순수한 알루미늄과 다른 합금원소 분말 또는 합금원소 첨가를 위한 Al-Mg 등과 같은 마스터 합금(Master alloy) 분말이 혼합되어진 혼합분말일 수 있다.
- [0057] 본 발명에서는 합금성분 중에 주석 등 저융점의 원소를 소결조제로 첨가하는 것을 고밀도 소결을 위한 필수조건으로 전제하지 않는다.
- [0058] 그러나 상기 소결조제, 특히 주석 또는 산화주석(SnO)은 필요에 따라 소량 첨가할 수 있으며, 알루미늄 분말 또는 알루미늄 합금 분말 100 중량%에 대하여 주석은 0.1 내지 3 중량%, 산화주석은 0.3 내지 5 중량%로 첨가될 수 있다. 그러나, 소결밀도 개선에는 도움을 줄 수도 있지만 기계적 성질에는 오히려 악영향을 끼칠 수 있다. 또한, 본 발명에 있어서는 첨가를 하더라도 질소가스 분위기가 아닌 아르곤 가스 분위기에서 실시하는 것이 보다 바람직하다.
- [0059] 본 발명에 따르면, 피드스탁을 제조하는 과정(S10)에서 사용되는 유기결합제로서는 왁스를 기본성분으로 하고, 폴리올레핀, 폴리올레핀 공중합체 또는 이들의 조합으로 이루어진 백본 폴리머 성분, 계면활성제 또는 윤활제로서 작용하는 유기물 성분으로 구성되고, 탈지종료온도가 490 내지 540℃인 왁스계 열가소성 유기결합제 또는 이와 유사한 이미 문헌상에 알려진 조성비를 갖는 조성물일 수 있다.
- [0060] 본 발명에 효과적으로 사용될 수 있는 왁스계 열가소성 유기결합제의 한 예로는 파라핀 왁스, 마이크로크리스탈린 왁스, 카르보닐기를 갖는 폴리올레핀 공중합체, 폴리올레핀 왁스, 기타 필요에 따라 첨가하는 첨가물 등으로 구성되는 유기결합제 조성물을 들 수 있다.
- [0061] 특히, 상기 왁스계 열가소성 유기결합제는 총 100 중량%에 대하여 카르보닐기를 갖는 폴리올레핀 공중합체를 3 내지 30 중량%로 포함한 유기결합제 조성물인 것이 바람직하다.
- [0062] 본 발명의 성형단계(S20)는 분말사출성형, 압축성형 및 압출성형으로 이루어진 군에서 선택된 방법에 의해 수행할 수 있다.

- [0063] 본 발명에 따르면, 성형체로부터 유기결합제를 제거하는 탈지공정(S30)으로는 중성가스를 캐리어 가스로 이용하는 가열탈지가 바람직하다.
- [0064] 그러나 핵산이나 헵탄을 사용하는 용매추출법이나 이산화탄소를 이용하는 초임계유체추출 탈지법과 가열탈지가 조합된 방법도 사용될 수 있다. 이 경우에는 용매추출이나 초임계유체추출법에 의해 왁스, 계면활성제 등 저융점의 유기화합물 성분을 제거하는 부분탈지를 수행하고 백본 폴리머 성분 등 나머지 유기결합제 성분을 가열탈지에 의해 제거하는 2단계 과정으로 실시된다.
- [0065] 본 발명에 따른 가열탈지 공정에서 사용하는 캐리어 가스로는 아르곤 가스를 사용하는 것이 바람직하다.
- [0066] 또한 본 발명에 따르면, 탈지체를 상대밀도 96% 이상의 고밀도 소결체로 치밀화시키는 소결공정은 아르곤 가스 분위기에서 실시하거나, 소결로 내부를 10^{-3} torr 이하의 진공으로 만든 후 실시하거나 혹은 아르곤 가스를 다시 채워서 약 10 내지 200 torr 의 감압상태로 유지하면서 스윙가스로 순환시키는 부분 진공 중에서 실시할 수 있다. 그러나 특히, 알루미늄 합금 탈지체의 경우에는 상압의 아르곤 가스를 소결분위기 가스로 사용하는 것이 보다 바람직하다.
- [0067] 상기 탈지(S30)와 소결과정(S40)에서 사용하는 아르곤 가스는 수분함량이 낮은 건조한 가스인 것이 유리하며, 0.1 내지 20 L/min 의 유량으로 흘리며, 이슬점 온도가 -40°C 이하인 것이 바람직하다.
- [0068] 특히, 본 발명에 있어서, 탈지공정으로 가열탈지 방법만을 채택하는 경우에는 탈지와 소결을 하나의 가열 스케줄로 설정하여 단일 가열 단계로 실시할 수 있다. 이렇게 하여 단일 가열 스케줄로 탈지와 소결을 동일한 로에서 실시하는 경우에는 보다 높은 치밀화 효과를 얻을 수 있으며, 고밀도 소결체를 얻는 데 유리하다.
- [0069] 본 발명에서 알루미늄에 합금원소가 0.5 중량% 미만으로 첨가된 공업적으로 순수한 알루미늄 분말의 경우에는 630 내지 655°C 범위 내의 온도에서 소결을 실시하는 것이 바람직하다.
- [0070] 본 발명에서 알루미늄 합금 분말의 경우에는 고밀도의 건전한 알루미늄 합금 소결체를 얻기 위해서 합금의 고상선 온도가 480°C 이상, 바람직하게는 520°C 이상, 보다 바람직하게는 540°C 이상 인 것이 바람직하다.
- [0071] 상기 알루미늄 합금 분말에서 합금 총 100 중량%에 대해 첨가된 합금원소의 총 함량이 0.5 내지 12 중량%인 알루미늄 합금 분말을 원료로 한 성형체의 소결온도는 고상선 온도 이상부터 액상이 합금 총 부피 100 부피%에 대해 30 부피%로 존재하는 온도 범위 내인 것이 바람직하다.
- [0072] 나아가 본 발명에서 상기 알루미늄 합금은 마그네슘 함량이 0.5% 이상인 Al-Cu-Mg-(Mn)계열 (미국 알루미늄 협회기호 AA2xxx 계열), Al-Mg 계열 (AA5xxx 계열), Al-Mg-Si-(Cu) 계열 (AA6xxx 계열), Al-Zn-Mg-(Cu) 계열 (AA7xxx 계열) 로 이루어진 군에서 선택된 하나의 상용 알루미늄 합금 조성물이거나, 알루미늄 합금 총량 100 중량%에 대해 Mg 0.5 ~ 8 중량%, Zn 0 ~ 8 중량%, Cu 0.1 ~ 3 중량%, Si 0 ~ 5 중량%, Ni 0 ~ 5 중량%, Fe 0 ~ 0.3 중량%, Mn 0 ~ 1 중량%, Zr 0 ~ 0.5 중량%, Cr 0 ~ 0.5 중량%, Ag 0 ~ 2 중량%, Sc 0 ~ 0.5중량%, Li 0 ~ 2 중량%, 그리고 나머지가 알루미늄으로 이루어지는 조성물일 수 있다.
- [0073] 아울러, 알루미늄 합금 분말을 사용하는 대신에 순수한 알루미늄 분말과 함께 마그네슘, 동, 실리콘, 아연 등과 같은 원소 분말 또는 이들 원소를 포함하는 마스터 합금분말을 혼합하여 사용하여도 무방하다.
- [0074] 본 발명에서의 소결은 아르곤가스 또는 진공 중에서 실시할 수 있으나, 아르곤가스 분위기에서 소결하는 것이 보다 바람직하다.
- [0075] 순수한 알루미늄의 경우에는, 아르곤가스 가스분위기 하에서 일차적으로 소결을 한 후 로 내를 진공상태로 하여 계속해서 1시간 이상 소결을 실시함으로써 밀도향상을 더 꾀할 수 있다.
- [0076] 또한, 본 발명에서는 알루미늄 분말 또는 알루미늄 합금 분말에 SiC, B₄C, TiC 및 WC로 이루어진 군에서 선택된 탄화물, Si₃N₄, AlN, TiN, c-BN 및 h-BN으로 이루어진 군에서 선택된 질화물, Al₂O₃, SiO₂, 플라이 애쉬, Y₂O₃ 및 ZrO₂로 이루어진 군에서 선택된 산화물, MoS₂을 포함한 황화물, TiB₂를 포함하는 붕화물, T-800 등 경질 코발트 합금, W 또는 Mo에서 선택된 내화금속의 분말이나 단섬유 혹은 휘스커, 그리고 폴리카본, 흑연, 탄소나노튜브, 그래핀 및 다이아몬드로 이루어진 군에서 선택한 하나 이상의 보강재를 더 포함시켜 알루미늄 기지 복합재를 이용한 분말성형방법을 제공한다.
- [0077] 상기 보강재의 평균직경은 0.05 내지 40 μm 이며, 보강재는 알루미늄 분말 또는 알루미늄 합금 분말 100 중량%

에 대하여 1 내지 30 중량%로 포함하는 것이 바람직하다.

[0078] 본 발명에서는 상기 분말성형방법에 의해 제조된 알루미늄 분말, 알루미늄 합금 분말 또는 알루미늄 기지 복합재의 소결체 부품을 제공한다. 상기 소결체 부품으로서, 임펠러, 터빈 또는 리니어모션 베어링 엔드 캡에서 선택된 정밀형상 제품을 포함하지만, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0079] 이하, 본 발명에 따른 분말사출성형에 의해 알루미늄 또는 알루미늄 합금 분말을 이용해서 상대밀도가 96% 이상인 고밀도의 복잡한 형상 제품을 제조하는 방법을 하기 실시 예를 통해 보다 상세하게 설명한다. 다만, 이러한 실시 예에 의해 본 발명이 한정되는 것은 아니다.

[0080] <실시 예 1>

[0081] 평균입도가 약 6 μm인 순도 99.5%의 알루미늄 분말 (MEP 105, 독일 에카 그래놀사 제품)을 파라핀 왁스 70 중량%, 마이크로크리스탈린 왁스 16 중량%, 카르보닐기를 갖는 폴리에틸렌 공중합체로서 무수말레인산 그라프트 폴리에틸렌 (DP-730, 한국 현대 EP 사 제품) 6 중량%, 폴리에틸렌왁스 8 중량%로 조성된 유기결합제와 140℃의 가압니더에서 2시간 동안 혼련하여 고상율이 62%인 피드스탁 300g을 제조하였다. 제조된 피드스탁을 약 6mm 크기로 잘게 부수어 형체력이 80톤인 사출기에 장입한 후 ASTM 서브사이즈 규격 (미국 재료시험규격 ASTM E8)의 인장시험편을 제작하였다.(도 1a)

[0082] 제조된 사출체를 절단하여 내부에 결함 존재유무를 육안으로 검사하였으며 또한 X-선 비파괴 검사를 통해 조사하여 결함이 없는 건전한 사출체가 만들어졌음을 확인하였다.

[0083] 이렇게 제작된 인장시험편 사출체를 알루미늄 보트에 넣고 관상로에 장입한 후 아르곤가스 (이슬점 온도 -54℃)를 0.3 L/min의 유량으로 흘리면서 단일 과정으로 탈지-가열을 하나의 로에서 실시하였다.

[0084] 최초에는 약 100℃까지 1시간에 걸쳐 승온 한 후 1시간 동안 유지하고, 다시 280℃까지 4시간 동안 가열한 후 3시간을 유지하고, 다시 380℃까지 4시간 동안 가열한 후에 3시간 유지한 다음, 다시 2시간에 걸쳐 520℃로 가열하고 30분간 유지한 후 다시 1.5시간 동안 승온시켜 650℃에서 2시간 동안 유지한 후에 냉각시켰다. 이렇게 하여 만들어진 인장시험편 소결체는 외관상 결함이 없었으며, 은백색 색상을 나타내었다. 소결체는 약 12.8%의 선형 수축률을 보였다.(도 1-b) 아르키메데스의 원리에 의한 밀도측정 결과 상대밀도가 96%로 나타났다. X-선 회절시험에 의한 상분석에서 유해한 화합물인 Al₄C₃ 상의 형성은 검출되지 않았다. 상온 인장시험 결과 0.2% 항복강도 71MPa, 인장강도 132MPa, 연신율 약 20%로 나타났다.

[0085] <비교 예 1>

[0086] 실시 예 1에서 제작한 인장시험편 사출체를 시편으로 사용하되, 가스 분위기를 질소가스로 바꾸어 가스의 종류가 소결에 미치는 영향을 비교하는 확인 실험을 실시하였다. 사출체 시편을 튜브로에 장입하여 실시 예 1과 같은 단일 가열 스케줄에 의해 탈지와 소결을 실시하였다. 단지 아르곤 가스 대신에 99.99% 고순도의 질소가스를 0.3 L/min의 유량으로 흘리면서 탈지와 소결을 실시하였다. 제작된 소결시편은 외관상 짙은 암갈색을 띠었고 소결수축을 거의 일으키지 않았으며 취성을 나타내었다. 상대소결밀도가 약 63%인 다공질체이었다. X-선 회절시험에 의한 상분석 결과 AlN이 약 20 중량%로 생성되어 있었다.

[0087] <실시 예 2>

[0088] 평균입도가 약 6 μm이고 순도 99.8%인 가스분무 알루미늄 분말 (영국 알루미늄 파우더 컴퍼니 사)에 파라핀 왁스 60 중량%, 마이크로크리스탈린 왁스 26 중량%, 카르보닐기를 갖는 폴리에틸렌 공중합체로서 무수말레인산 그라프트 폴리에틸렌 (한국, 현대 EP, DP-730) 8 중량% 및 폴리에틸렌 왁스 6 중량%로 이루어진 유기결합제를 첨가하고 트윈캡 믹서 (독일 하키사, 레오코드 90)를 이용하여 135℃에서 2 시간 동안 혼련하여 고상율이 65%인 피드스탁 약 50g을 제조하였다.

[0089] 제조된 피드스탁을 철제 절구를 사용해서 약 3mm 크기로 잘게 부수어 120℃로 예열된 금형에 장입하고 약 20 MPa의 압력으로 성형한 후에 총길이가 50mm, 평행부 길이가 20mm, 그립부의 폭이 16mm, 평행부 폭이 5mm인 임의 규격의 소형 인장시험편을 압축성형하였다.

[0090] 이렇게 제작된 인장시험편 사출체를 알루미늄 보트에 넣고 관상로에 장입한 후 아르곤가스 (이슬점 온도 -54℃)를 0.3 L/min의 유량으로 흘리면서 실시 예 1에서와 동일하게 하나의 가열스케줄로 소결온도를 650℃, 소결시간을 2시간으로 하여 탈지-소결이 동일한 로에서 연이어 이루지도록 하였다. 이렇게 하여 만들어진 인장시험편 소결체는 밝은 은백색을 나타내었으며 약 12.8%의 수축율을 보였다. 아르키메데스의 원리에 의한 밀도측

정 결과 상대밀도가 97.8%로 나타났다. X-선 회절실험에 의한 상분석을 실시한 결과 Al_4C_3 상의 형성이 검출되지 않았다.

[0091] <실시 예 3>

[0092] 평균입도가 약 6 μm 인 가스분무로 제조된 AA6061 알루미늄 합금분말 (영국 알루미늄 파우더 컴퍼니 사, 조성 Al-0.91 중량% Mg-0.70 중량% Si-0.26 중량% Cu)에 파라핀 왁스 58 중량%, 마이크로크리스탈린 왁스 26 중량%, 카르보닐기를 갖는 폴리에틸렌 공중합체로서 무수말레인산 그라프트 폴리에틸렌 (한국, 현대 EP, DP-730) 10 중량% 및 폴리올레핀 왁스 6 중량%로 이루어진 유기결합제 500g을 평량하여 첨가하고, 자기회전 이중날 혼련기에 넣고 140℃에서 2시간 동안 혼련하여 고상율이 67%인 피드스탁을 준비하였다. 이렇게 만들어진 피드스탁을 과립 형태로 과쇄하여 사출기의 호퍼에 장입한 후 사출작업을 실시하여, 내부에 결함이 없는 건전한 인장시험편 사출체를 제작하였다. 이와 함께 118℃로 예열된 금형을 이용해서 온간 압축성형에 의해 직경 20mm, 높이 4mm 인 디스크 형태의 시편도 함께 준비하였다.

[0093] 제작된 시험편을 알루미늄 트레이에 담아 튜브로에 장입하고 탈지와 소결을 단일 가열 스케줄로 설정하여 아르곤 가스 (이슬점 -53℃)를 0.3 L/min의 유량으로 흘리면서 실시하였다. 최초에는 약 100℃까지 1시간에 걸쳐 승온을 한 후 그 온도에서 1시간을 유지하고, 다시 280℃까지 2시간 동안 가열한 후 3시간을 유지하고, 다시 380℃까지 4시간 동안 가열한 후에 3시간 유지한 다음에, 다시 2시간에 걸쳐 520℃로 가열하고 그 온도에서 30분간 유지한 후 분당 약 1.5℃의 승온속도로 소결온도로 가열하였다. 이때 소결온도를 580 내지 630℃, 소결시간을 0 내지 4시간으로 변화시켜 가면서 탈지-소결 실험을 반복 실시하여 최적 소결이 일어나는 조건을 구명하였다.

[0094] 도 2에는 (a) 사출체, (b) 580℃, 0 시간 소결체, (c) 590℃, 0 시간 소결체, (d) 610℃, 2시간 소결체의 사진으로, 소결체는 은백색을 띄었다. 소결체에 대한 x-선 회절시험 결과로부터 Al_4C_3 탄화물의 생성은 관찰되지 않았다. 제조된 소결체에 대해 아르키메데스의 원리를 이용하는 밀도측정법에 의해 밀도를 측정하여 상대밀도로 변환하였다. 3시간의 소결시간을 기준하여 소결온도를 변화시켜 가면서 소결밀도의 변화를 조사한 결과, 580℃에서 94%, 600 내지 630℃ 온도구간에서는 소결상대밀도가 거의 변화가 없이 약 98%로 나타났다. 이 조건에서 약 12%의 선형수축율을 보였다. 이 결과로부터 최적의 소결온도는 약 600 내지 630℃로 볼 수 있다.

[0095] 또한 610℃에서 소결시간에 따른 밀도변화를 조사한 결과를 도 3 (커브 1) 에 나타내었다. 소결온도에 이르렀을 때 이미 소결상대밀도가 94%에 이르고 있으며 1시간 소결 후에 상대밀도가 98%에 이르는 것을 볼 수 있다. 610℃에서 소결한 시편을 연마하여 광학현미경하에서 미세조직을 조사한 결과를 도 4에 나타내었다. 미세조직은 매우 균질하고 커다란 기공이 없는 건전한 조직으로 나타났다. 610℃에서 3시간 동안 소결한 시험편을 대상으로 소결체 시편과 540℃에서 1시간 동안 용체화 처리를 하고 수냉 한 후에 170℃에서 8시간 동안 인공시효처리 (T6) 한 시편에 대해 상온에서 인장시험을 실시하여 얻은 인장곡선을 도 5에 나타내었다. 인장시험 결과, 소결체 시편에 대해서, 0.2% 항복강도 91 MPa, 인장강도 221 MPa, 연신율 20.7%, 그리고 T6 시효경화 처리한 소결체 시편에 대해서, 0.2% 항복강도 302 MPa, 인장강도 336 MPa, 연신율 6.3%의 특성이 얻어졌다. 도 6은 인장시험 후 파단면을 주사전자현미경으로 관찰한 영상으로 연성재료의 파단면에서 전형적으로 나타나는 덩플 조직을 보였다.

[0096] <비교 예 2>

[0097] 실시 예 3에서 준비된 성형체를 단지 탈지와 소결의 분위기 가스종류만을 달리 하여 반복 실험하였다. 즉, 사용한 가스는 순도 99.99%의 질소가스였으며 탈지-소결 과정에서 0.4 L/min의 유량으로 흘려주었다.

[0098] 제조된 인장시험편 소결체는 상대밀도가 약 62%인 다공질이었으며 취성을 나타내어 인장시험이 곤란하였다. X-선 회절에 의한 상분석 결과 이 시편에는 질화알루미늄이 약 18 중량% 형성되어 있었다.

[0099] <실시 예 4>

[0100] 이 실험은 실시 예 3에 대해 한 단지 사용한 금속분말의 종류를 바꾸어 반복 실시한 것이다. 즉, 공기분무로 제조한 평균입도가 약 5 μm 인 순수한 알루미늄 분말 (메푸라 MEP 105, 독일 에카 그래놀 사 제품), -325 메쉬 크기의 순도가 99.8%인 마그네슘 분말 (한국 하나 AMT(주) 제품), 입도가 1 내지 5 μm 인 순도 99.9%의 구리 분말 (CU-101, 미국 아틀란틱 이큅먼트 엔지니어즈 사), -10 μm 크기의 순도 99.9%인 실리콘 분말 (SI-102, 미국 아틀란틱 이큅먼트 엔지니어즈 사 제품)을 이용해서 AA6061 합금과 조성이 유사한 알루미늄 321 합금 (Alumix[®], 독일 에카 그래놀 사의 등록상표; Al-1 중량% Mg-0.5 중량% Si-0.25 중량% Cu)의 성분비로 조성한 상기 분말 250g

을 불밀에 장입하여 약 2시간 동안 혼합하였다.

- [0101] 실시 예 3에서와 동일한 방법으로 제작한 ASTM 서브사이즈 인장시험편 사출체와 압축성형으로 제작한 시험편을 역시 실시 예 3에서와 동일하게 아르곤 가스를 0.3 L/min의 유량으로 흘리면서 단일 가열 스케줄에 의해서 탈지와 소결을 실시하되 소결온도를 610℃로 설정하고 소결시간은 0 내지 4시간으로 변화시켰다.
- [0102] 도 3의 커브 2에는 본 실험에 의해 소결시간에 따라 얻어지는 밀도의 변화를 나타내었다. 원소금속분말로 이루어진 혼합분말을 사용한 본 실시 예의 경우에는 3시간 동안 소결하였을 때 최대 약 96.2%의 상대밀도가 얻어졌다.
- [0103] <실시 예 5>
- [0104] 실시 예 2에서와 같이 평균입도가 약 6 μm인 AA6061 알루미늄 합금분말 (영국 알루미늄 파우더 컴퍼니 사)을 사용하되 추가로 입자크기가 1 내지 5 μm, 순도가 99.9%인 주석 1 중량% (SN-101, 미국 아틀란틱 이큅먼트 엔지니어즈 사)를 첨가한 혼합분말을 사용하고 고상율을 67%로 하여 실시 예 2에서 사용한 것과 동일한 유기결합제와 혼련하여 피드스탁 500g을 제조하였다. 만들어진 피드스탁을 과립화하고 사출성형을 하여 ASTM 서브사이즈 인장시험편을 사출성형하고 온간압축성형에 의해 직경 20mm, 높이 4mm 인 디스크 형태의 시편도 성형하였다.
- [0105] 제작된 시험편을 알루미늄 트레이에 담아 튜브로에 장입하고 로내에 아르곤 가스 (이슬점 -53℃)를 0.4 L/min의 유량으로 흘리면서 단일 가열 스케줄로 탈지와 소결을 실시하였다. 이때 최적 소결조건을 알아내기 위해 소결온도를 580 내지 630℃, 소결시간을 0 내지 4시간으로 변화시켜 가면서 실험을 반복하였다.
- [0106] 제조된 인장시험편 소결체는 아르키메데스의 원리를 이용하는 밀도측정법에 의해 이론밀도 대비 상대밀도를 산출하였다. 3시간의 소결시간을 기준하여 소결 온도에 따른 소결밀도 변화를 조사한 결과, 580℃에서 94%, 600 내지 630℃ 온도구간에서는 소결상대밀도가 거의 변화가 없었으며 약 98%로 나타났다. 이 조건의 시편에 대해 인장시험을 실시하였으며 소결상태에서 상온 인장시험 결과 인장강도가 215 MPa, 연신율은 15.2% 이었다. 인장시험 소결체를 540℃에서 용체화 처리를 한 후 170℃에서 8시간 동안 인공시효 (T6) 열처리를 한 후에 인장시험을 한 결과, 인장강도 278 MPa, 연신율이 약 2.5%인 기계적 특성이 얻어졌다.
- [0107]
- [0108] <비교 예 3>
- [0109] 실시 예 3에서와 같이 평균입도가 약 6 μm인 AA6061 알루미늄 합금분말 (영국 알미늄 컴퍼니 사)을 사용하되 추가로 입자크기가 1 내지 5 μm, 순도가 99.9%인 주석 1 중량% (SN-101, 미국 아틀란틱 이큅먼트 엔지니어즈 사)를 첨가한 혼합분말을 사용하여 고상율이 67%인 피드스탁을 제조하고 인장시험편 사출체를 제작하였다.
- [0110] 제작된 시험편을 알루미늄 트레이에 담아 튜브로에 장입하여 실시 예 4의 단일 가열 스케줄로 가열하여 탈지와 소결을 실시하였다. 소결온도와 소결시간은 실시 예 3에서와 같이 610℃, 소결시간을 3시간으로 설정하였으며, 순도 99.99% 질소가스를 0.4 L/min의 유량으로 흘렸다.
- [0111] 인장시험편 소결체의 밀도를 아르키메데스의 원리를 이용하는 밀도측정법에 의해 측정된 결과, 이론밀도 대비 약 96%의 소결밀도를 나타내었다. 소결상태에서 상온 인장시험 결과 인장강도 214MPa, 연신율 12%를 나타내었다. 인장시험 소결체를 540℃에서 용체화 처리를 하고 170℃에서 8시간 동안 인공시효 (T6) 열처리를 한 후에는 인장강도 271MPa, 연신율이 약 0.5%인 기계적 특성이 얻어졌다.
- [0112] <실시 예 6>
- [0113] 실시 예 3에서와 같이 평균입도가 약 6 μm인 AA6061 알루미늄 합금분말 (영국 알루미늄 파우더 컴퍼니 사)을 사용하되 추가로 입자크기가 -500 메쉬, 순도 99.9%인 산화주석(SnO) 1 중량% (-325메쉬 S0-601분말로부터 -500 메쉬 분말을 분급한 것임, 미국 아틀란틱 이큅먼트 엔지니어즈 사)를 첨가한 혼합분말을 사용하고 고상율을 67%로 하여 실시 예 2에서 사용한 것과 동일한 유기결합제와 자기회전 이중날 혼련기를 이용해서 140℃에서 2시간 동안 혼련하여 피드스탁 500g을 제조하였다. 만들어진 피드스탁을 과립화하고 형체력이 80톤인 사출성형기를 이용하여 사출성형을 실시하여 인장시험편을 제작하였다.
- [0114] 제작된 시험편을 알루미늄 트레이에 넣고 튜브로에서 탈지와 소결을 단일 가열 스케줄로 하되 소결온도를 실시 예 2에서와 같이 610℃, 소결시간을 3시간으로 설정하고 아르곤 가스 (이슬점 -53℃)를 0.5 L/min의 유량으로 흘리면서 탈지-소결을 실시하였다.

[0115] 제조된 인장시험편 소결체는 아르키메데스의 원리를 이용하는 밀도측정법에 의해 이론밀도 대비 약 97.9%의 소결밀도를 나타내었다. 소결상태에서 상온 인장시험 결과 인장강도 204MPa, 연신율이 17.4% 이었다. 인장시험편 소결체를 540℃에서 용체화 처리를 하고 170℃에서 8시간 동안 인공시효 (T6) 열처리를 한 후에 인장시험을 한 결과, 인장강도가 256 MPa, 연신율이 2.3% 이었다.

[0116] <비교 예 4>

[0117] 실시 예 5에서 제작한 1 중량% Sn0가 첨가된 인장시험편 사출체에 대해 실시 예 5에서와 동일한 단일 가열 스케줄에 의한 탈지-소결 실험을 실시하되 분위기 가스로서 순도 99.99%인 고순도 질소 가스를 사용하였으며 0.4 L/min의 유량으로 흘러주었다.

[0118] 제조된 인장시험편 소결체는 아르키메데스의 원리를 이용하는 밀도측정법에 의해 이론밀도 대비 약 97.9%의 소결밀도를 나타내었다. 소결상태에서 상온 인장시험 결과 인장강도 235 MPa, 연신율이 8.5% 이었다. 인장시험편 소결체를 540℃에서 용체화 처리를 하고 170℃에서 8시간 동안 인공시효 (T6) 열처리를 한 후에 인장시험을 한 결과, 인장강도가 255MPa, 연신율이 0.4%이었다.

[0119] <실시 예 7>

[0120] 실시 예 4에서와 마찬가지로, 공기분무로 제조한 평균입도가 5 μm인 순수한 알루미늄 분말 (메푸라 MEP 105, 독일 에카 그래놀 사 제품), -325 메쉬 크기의 순도가 99.8%인 마그네슘 분말 (한국 하나 AMT(주) 제품), 입도가 1 내지 5 μm인 순도 99.9%의 구리 분말 (CU-101, 미국 아틀란틱 이큅먼트 엔지니어즈 사), -10 μm크기의 순도 99.9%인 실리콘 분말 (SI-102, 미국 아틀란틱 이큅먼트 엔지니어즈 사 제품)로 조성된 Al-1 중량% Mg-0.5 중량% Si-0.25 중량% Cu 혼합분말에 순도가 99.9%인 주석분말 1 중량%(SN-101, 미국 아틀란틱 이큅먼트 엔지니어즈 사), 그리고 탄화규소 5 중량%을 약 2시간동안 볼밀링하여 혼합하고 실시 예 1에서 사용한 것과 동일한 성분의 유기 결합제를 사용하여 고상율이 65%가 되도록 500g을 평량해서 자기회전 이중날 혼련기에 넣고 140℃에서 2시간 동안 혼련하여 피드스탁을 준비하였다. 이렇게 만들어진 피드스탁을 과립으로 과쇄하여 사출기에 장입한 후 형체력이 80톤인 사출기를 이용하여 임펠러 사출체를 제작하였다(도 7-a).

[0121] 이렇게 제작 된 사출체를 인코넬 재질의 레토르트가 삽입된 박스로에 장입하여 아르곤가스 분위기하에서 가열탈지와 소결처리를 단일과정으로 실시하였다. 이때 사용한 아르곤 가스는 이슬점이 -53℃인 건조한 것이었으며 0.5 L/min 의 유량으로 최초에는 약 100℃까지 1시간에 걸쳐 승온 한 후 그 온도에서 1시간 동안 유지하고, 다시 280℃까지 4시간 동안 가열한 후 그 온도에서 4시간을 유지하고, 다시 380℃까지 4시간 동안 가열한 후에 그 온도에서 4시간 유지한 다음 다시, 2시간에 걸쳐 520℃로 가열하고 그 온도에서 30분간 유지한 후 다시 1.5시간 동안 승온하여 605℃에서 3시간 유지한 후에 냉각시켰다.

[0122] 이렇게 하여 만들어진 인장시험편 소결체는 은백색을 띄었다. 이렇게 하여 제작한 임펠러 소결체를 사출체와 비교해서 도 7-b에 나타내었다.

[0123] <실시 예 8>

[0124] 평균입도 6 μm인 AA6061 합금분말에 순도 99.9%, 평균입도 1 μm인 탄화규소 (SI 101, 미국 아틀란틱 이큅먼트 사 제품) 분말 5 중량%를 혼합한 복합분말과 실시 예 3에서 사용한 유기결합제 조성물을 사용하여 고상율이 67%인 피드스탁을 제작하였다. 이 피드스탁과 형체력이 80톤인 사출기를 이용하여 소형 터빈 사출체를 제작하였다. 제작된 사출체를 인코넬 재질의 레토르트가 삽입된 박스로에 장입하고 실시 예 7에서와 같이 탈지와 소결을 하나의 가열 스케줄로 실시하되, 소결온도를 610℃, 소결시간을 3시간으로 설정하고 아르곤 가스를 0.3 L/min 의 유량으로 흘리면서 하나의 가열 스케줄에 의해 수행하였다. 도 8은 이렇게 하여 만들어진 터빈 소결체의 외관을 나타낸다.

[0125]

[0126] <실시 예 9>

[0127] 실시 예 3에서 준비한 고상율이 67%인 AA6061 알루미늄 합금 분말 피드스탁을 이용하여 미니어슈어 리니어 모션 베어링의 부품인 엔드 캡을 제작하였다. 탈지와 소결은 실시 예 3에서와 동일하며 단일 가열 스케줄로 하여 튜브로에서 실시하였으며, 아르곤 가스 분위기하에서 소결온도 610℃, 소결시간 2시간의 조건에서 소결하였다. 도 9-a 은 이렇게 제작한 엔드 캡의 사출체이며, 도 9-b는 소결체의 외관을 나타내었다. 사출체와 소결체에는 탈지와 소결과정에서 발생할 수 있는 성형체의 변형을 방지하기 위하여 "ㄷ" 자 형태인 부품의 도면 (도 9-c)

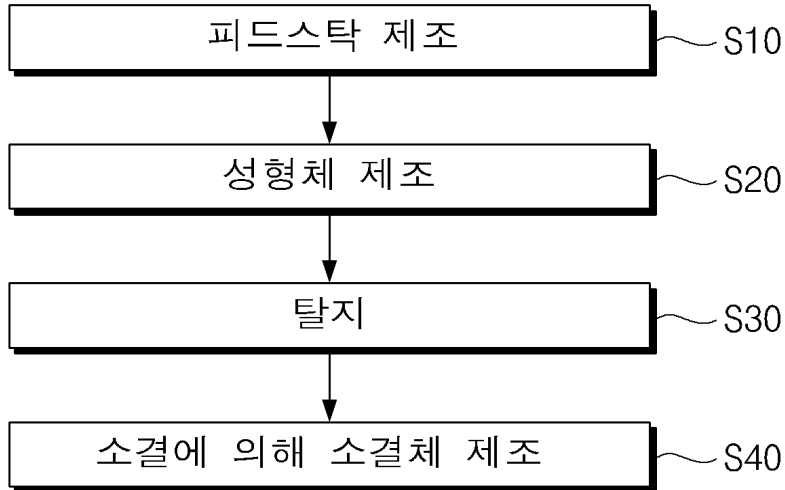
아래 부분에 임시로 더미 바(dummy bar) 가 추가되어 있다. 이것은 소결 후에 절삭가공으로 제거된다.

[0128]

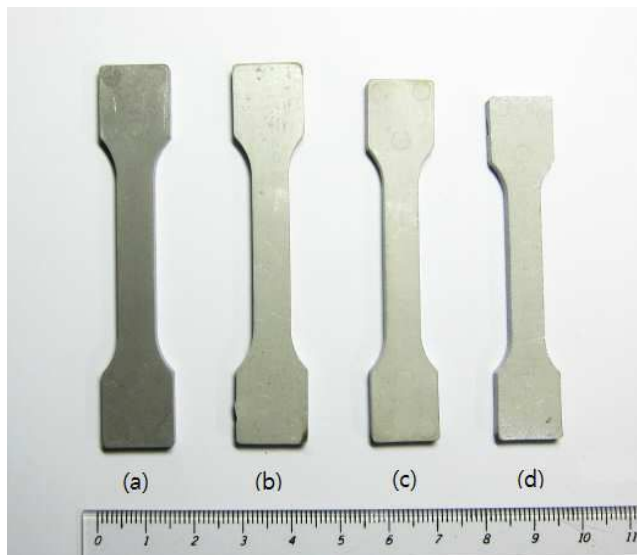
이상과 같이 본 발명은 비록 한정된 실시 예와 도면에 의해 설명되었으나, 본 발명은 이것에 의해 한정되지 않으며 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 본 발명의 기술 사상과 아래에 기재될 특허 청구범위의 균등 범위 내에서 다양한 수정 및 변형이 가능함은 물론이다.

도면

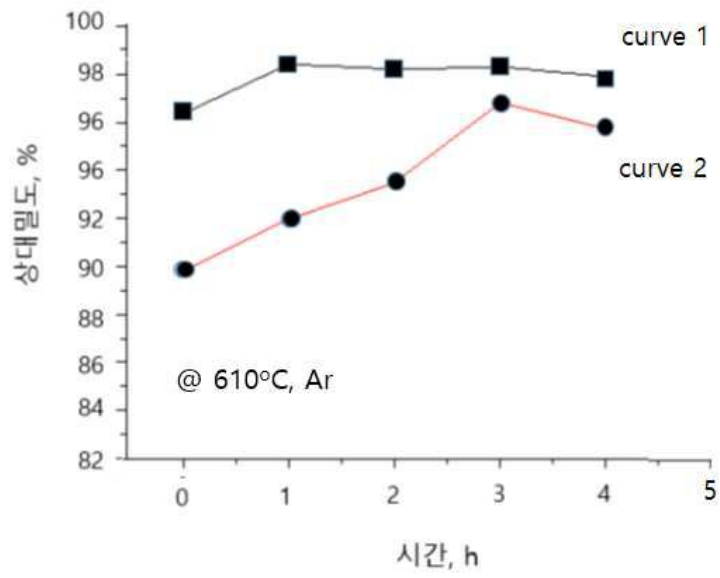
도면1



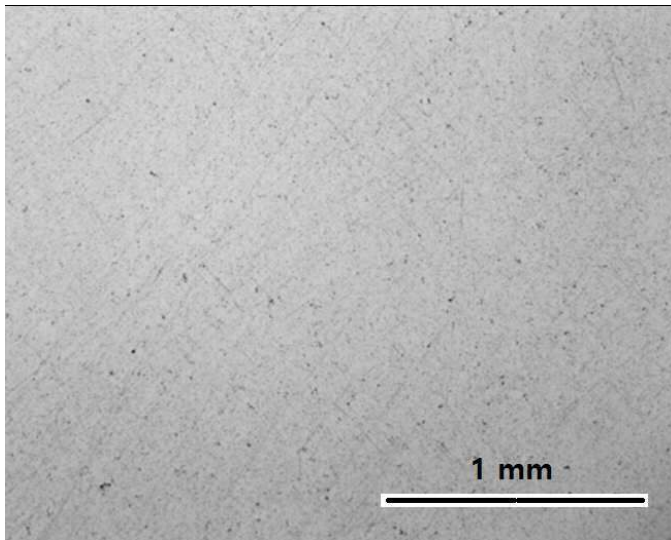
도면2



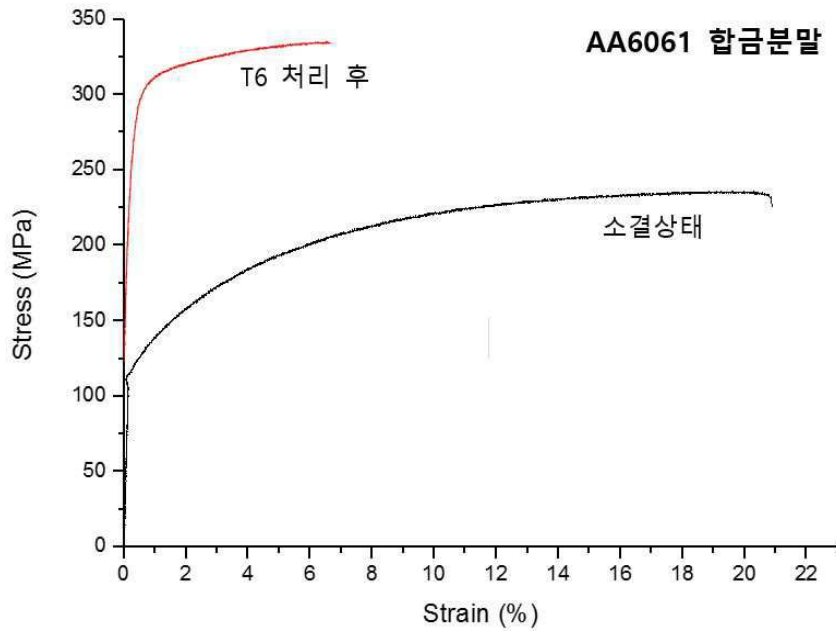
도면3



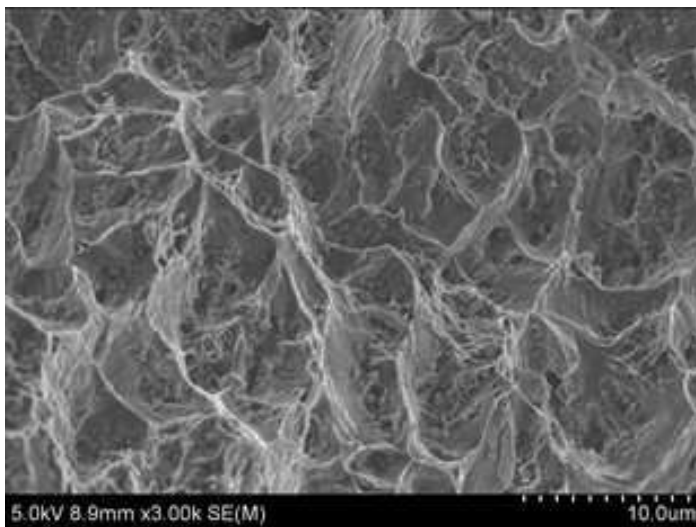
도면4



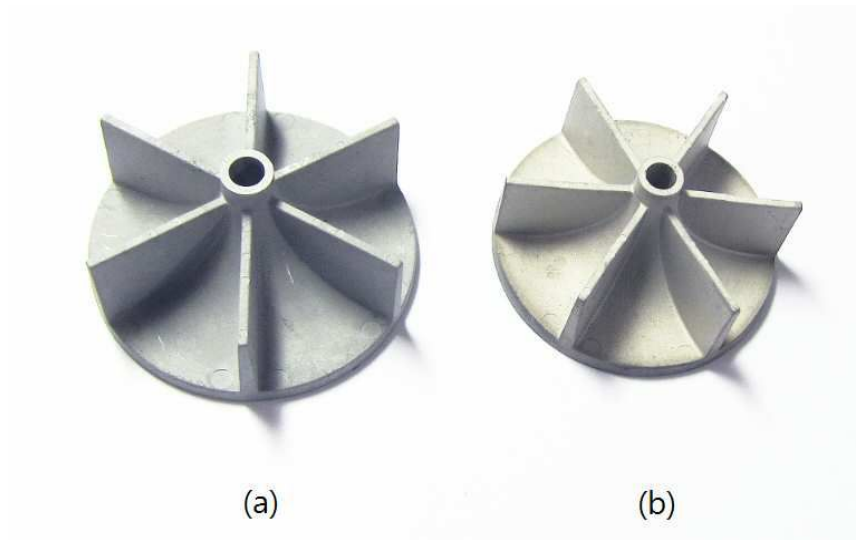
도면5



도면6



도면7



도면8

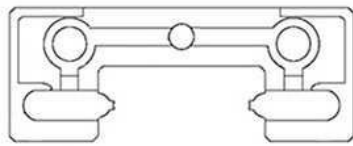


도면9



(a)

(b)



(c)