



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2012년04월16일
 (11) 등록번호 10-1135159
 (24) 등록일자 2012년04월03일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
 B22F 9/16 (2006.01) B22F 1/00 (2006.01)
 C22B 34/12 (2006.01) C22C 1/06 (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2011-0120834
 (22) 출원일자 2011년11월18일
 심사청구일자 2011년11월18일
 (56) 선행기술조사문헌
 KR1020070051957 A*
 KR1019990048242 A*
 JP2004068150 A
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
 한국지질자원연구원
 대전광역시 유성구 과학로 124 (가정동)
 (72) 발명자
 임재원
 대전광역시 유성구 가정로 63, 110동 1105호 (신성동, 하나아파트)
 오정민
 대전광역시 대덕구 우암로 463, 103동 201호 (비래동, 금성백조아파트)
 (뒷면에 계속)
 (74) 대리인
 특허법인 대아

전체 청구항 수 : 총 3 항

심사관 : 윤여분

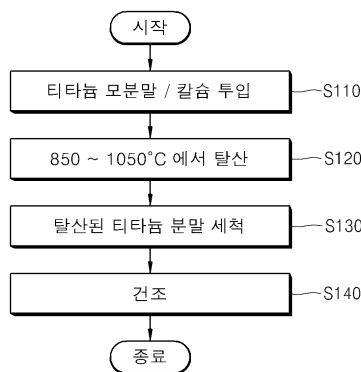
(54) 발명의 명칭 **저산소 티타늄 분말 제조 방법**

(57) 요약

저산소 티타늄 분말의 제조 방법에 대하여 개시한다.

본 발명에 따른 저산소 티타늄 분말 제조 방법은 (a) 탈산용기 내에, 티타늄 모분말 및 칼슘을 분리 배치하는 단계; (b) 상기 탈산용기 내부를 850~1050℃로 가열하여, 상기 칼슘이 증발되면서 티타늄 모분말과 접촉하여 상기 티타늄 모분말을 탈산하는 단계; (c) 상기 (b) 단계에 의해 탈산된 티타늄 분말을 세척하여, 탈산된 티타늄 분말 표면의 칼슘산화물을 제거하는 단계; 및 (d) 상기 (c) 단계에 의해 칼슘산화물이 제거된 티타늄 분말을 건조하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

이백규

대전광역시 중구 태평로 71, 36동 13호 (태평동, 삼부프라자)

서창열

대전광역시 유성구 배울2로 42, 대덕테크노밸리 신동아아파트 503동 1402호 (관평동)

조성욱

대전광역시 유성구 엑스포로 501, 청구 104-1006호 (전민동, 나래아파트)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 GP2009-018

부처명 지식경제부

연구사업명 기본사업

연구과제명 전략금속 산업원료화 기술개발

주관기관 한국지질자원연구원

연구기간 2009.01.01 ~ 2011.12.31

특허청구의 범위

청구항 1

- (a) 탈산용기 내에, 티타늄 모분말 100중량부를 배치하고, 상기 티타늄 모분말 하부에 칼슘 50~200중량부를 분리 배치하는 단계;
- (b) 상기 탈산용기 내부를 850~1050℃로 가열하여, 상기 칼슘이 상부 방향으로 증발되면서 티타늄 모분말과 접촉하여 상기 티타늄 모분말을 탈산하는 단계;
- (c) 상기 (b) 단계에 의해 탈산된 티타늄 분말을 세척하여, 탈산된 티타늄 분말 표면의 칼슘산화물을 제거하는 단계; 및
- (d) 상기 (c) 단계에 의해 칼슘산화물이 제거된 티타늄 분말을 건조하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 저산소 티타늄 분말 제조 방법.

청구항 2

삭제

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 (c) 단계는

수 세척(water washing) 및 산 세척(acid washing) 중에서 1종 이상의 방법으로 실시되는 것을 특징으로 하는 저산소 티타늄 분말 제조 방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 (d) 단계는

진공 건조(vacuum drying) 방식으로 실시되는 것을 특징으로 하는 저산소 티타늄 분말 제조 방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 티타늄 분말 제조 방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 산소 함량이 대략 2,200ppm 정도인 상용의 티타늄 분말로부터 산소 함량이 1,000ppm 이하인 저산소 티타늄 분말을 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 티타늄(Ti)은 경량성, 내구성, 내식성이 매우 우수한 물질이다. 이러한 이유로, 티타늄은 우주항공 분야, 해양 기기 분야, 화학공업 분야, 원자력 발전 분야, 생체 의료 분야, 자동차 분야 등 다양한 분야에서 활용되고 있다.

[0003] 상용의 티타늄은 대략 2,000ppm에서 10,000ppm 정도의 산소를 함유하고 있다. 따라서, 보다 고순도의 티타늄을 제조하기 위한 많은 연구가 이루어지고 있다.

[0004] 티타늄의 고순도화 연구는 주로 가스불순물의 제어로 그 중에서도 탈산 공정의 개발에 맞추어져 왔다.

- [0005] 이러한 탈산 공정을 통한 티타늄 내 산소저감 방법으로, 염화칼슘(CaCl₂) 등의 할라이드(Halide)계 플럭스(Flux)를 사용하여 칼슘(Ca)을 용해하고 탈산 생성물인 산화칼슘(CaO)을 플럭스 내에 용해시키는 방법이 제안되었다. 그러나, 상기의 할라이드계 플럭스를 사용한 방법은 탈산 후 과쇄 등의 복잡한 기계적 공정을 거쳐야 하는 문제점이 있으며, 원재료가 분말인 경우 상기 공정을 적용하여 건전한 분말의 회수가 곤란하다.
- [0006] 본 발명과 관련된 배경기술로는 공개특허공보 제10-1987-0011265호(1987.12.22. 공개)에 개시된 고순도 티타늄 제 및 그 제조방법이 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0007] 본 발명의 목적은 종래에 비하여 간단한 방법으로 상용의 티타늄 분말 내 함유되어 있는 산소를 최대한 저감시킬 수 있는 저산소 티타늄 분말 제조 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0008] 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명의 실시예에 따른 저산소 티타늄 분말 제조 방법은 (a) 탈산용기 내에, 티타늄 모분말 및 칼슘을 분리 배치하는 단계; (b) 상기 탈산용기 내부를 850~1050℃로 가열하여, 상기 칼슘이 증발되면서 티타늄 모분말과 접촉하여 상기 티타늄 모분말을 탈산하는 단계; (c) 상기 (b) 단계에 의해 탈산된 티타늄 분말을 세척하여, 탈산된 티타늄 분말 표면의 칼슘산화물을 제거하는 단계; 및 (d) 상기 (c) 단계에 의해 칼슘산화물이 제거된 티타늄 분말을 건조하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0009] 이때, 상기 (a) 단계는 티타늄 모분말 100중량부와, 칼슘 50~200중량부를 배치하는 것이 바람직하다.
- [0010] 또한, 상기 (c) 단계는 수 세척(water washing) 및 산 세척(acid washing) 중에서 1종 이상의 방법으로 실시될 수 있다.
- [0011] 또한, 상기 (d) 단계는 진공 건조(vacuum drying) 방식으로 실시될 수 있다.

발명의 효과

- [0012] 본 발명에 따른 저산소 티타늄 분말의 제조 방법은 탈산제로 칼슘을 이용하여 티타늄 모분말을 탈산하되, 탈산을 칼슘의 용융점 이상의 온도에서 실시한다.
- [0013] 그 결과, 본 발명에 따른 방법으로 제조된 티타늄 분말은 칼슘의 용융점 미만의 온도에서 탈산을 실시하여 제조된 티타늄 분말에 비하여 산소 함량이 더 낮아, 저산소 티타늄 분말을 제조할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0014] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 저산소 티타늄 분말 제조 방법을 개략적으로 나타낸 것이다.
- 도 2는 본 발명에 따른 저산소 티타늄 분말 제조에 이용될 수 있는 장치를 개략적으로 나타낸 것이다.
- 도 3은 실시예 1~2 및 비교예 1~2에 따라 제조된 티타늄 분말에 포함된 산소 함량을 나타낸 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0015] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 첨부되는 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나, 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 것이며, 단지 본 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 본 발명이 속하

는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다. 명세서 전체에 걸쳐 동일 참조 부호는 동일 구성요소를 지칭한다.

- [0016] 이하 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 저산소 티타늄 분말 제조 방법에 관하여 상세히 설명하면 다음과 같다.
- [0017] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 저산소 티타늄 분말 제조 방법을 개략적으로 나타낸 것이다.
- [0018] 도 1을 참조하면, 도시된 저산소 티타늄 분말 제조 방법은 티타늄 모분말 / 칼슘 배치 단계(S110), 탈산 단계(S120), 세척 단계(S130) 및 건조 단계(S140)를 포함한다.
- [0019] 티타늄 모분말 / 칼슘 배치 단계(S110)에서는 탈산용기 내에, 티타늄 모분말과 칼슘을 각각 분리 배치한다.
- [0020] 티타늄 모분말은 상용의 티타늄 분말로서, 산소 함량이 대략 2,200ppm 정도인 것이 이용될 수 있다.
- [0021] 본 발명에서, 티타늄 모분말과 칼슘은 탈산 용기 내에 분리 배치된다. 후술하는 탈산 단계(S120)가 칼슘의 용융 온도 이상에서 실시되는 것을 고려하면, 티타늄 모분말과 칼슘이 함께 배치되는 경우, 칼슘의 용융에 의하여 탈산 후 칼슘으로부터 티타늄 분말의 분리가 어려워지는 문제점이 있다.
- [0022] 이때, 티타늄 모분말 100중량부와, 칼슘 50~200중량부를 배치하는 것이 보다 바람직하다. 칼슘의 사용량이 티타늄 모분말 100 중량부 대비 50 중량부 미만일 경우, 칼슘 증발량이 불충분하여 탈산 효과가 저하될 수 있다. 반대로, 칼슘의 사용량이 티타늄 모분말 100 중량부 대비 200 중량부를 초과하는 경우, 더 이상의 효과 향상없이 칼슘 사용량만 증가할 수 있다.
- [0023] 다음으로, 탈산 단계(S120)에서는 탈산용기 내부를 칼슘의 용융온도 이상으로 대략 1~3시간 정도 가열하여, 칼슘이 증발되면서 티타늄 모분말과 접촉하도록 한다. 증발된 칼슘이 티타늄 모분말과 접촉하면서 다음과 같은 탈산 반응이 이루어지고, 이에 따라 티타늄 모분말에 포함된 산소가 제거된다.
- [0024] $Ca(g) + O \text{ (in Ti powder)} \rightarrow CaO(s)$
- [0025] 물론, 칼슘의 용융온도 미만에서도 탈산이 이루어진다. 그러나, 동일한 조건에서, 칼슘의 용융온도 미만에서 탈산을 실시한 경우와 칼슘의 용융온도 이상에서 탈산을 실시한 결과, 칼슘의 용융온도 이상에서 탈산을 실시한 경우가 보다 탈산 효과가 높았다. 이러한 이유로, 본 발명에서는 칼슘의 용융온도 이상에서 탈산을 실시한다.
- [0026] 이때, 탈산 온도는 850~1050℃가 바람직하다. 탈산 온도가 850℃ 미만일 경우, 칼슘 증발량이 적어 탈산이 불충분할 수 있다. 반대로, 탈산 온도가 1050℃를 초과하는 경우, 티타늄 분말의 소결 및 응집현상으로 인하여, 티타늄 분말 표면의 CaO를 완전히 제거하기 어려우므로, 저산소의 티타늄 분말을 수득하기 어렵다.
- [0027] 다음으로, 세척 단계(S130)에서는 탈산된 티타늄 분말을 세척하여, 탈산된 티타늄 분말 표면의 칼슘산화물을 제거한다.
- [0028] 세척은 수 세척(water washing) 및 산 세척(acid washing) 중에서 1종 이상의 방법으로 실시될 수 있다. 산 세척의 경우, 대략 10중량% HCl 용액을 이용할 수 있다. 저산소 티타늄 분말 수득을 위하여, 수 세척 및 산 세척을 수회 반복하여 실시하는 것이 보다 바람직하다.
- [0029] 다음으로, 건조 단계(S140)에서는 칼슘산화물이 제거된 티타늄 분말을 건조하여 최종 티타늄 분말을 수득한다.
- [0030] 건조는 다양한 방법으로 실시될 수 있으나, 저산소 티타늄 분말 수득을 위하여 진공 건조(vacuum drying) 방식으로 실시되는 것이 보다 바람직하다.
- [0031] 진공건조는 대략 60℃에서 2시간 정도 실시될 수 있다.

[0032] **실시예**

[0033] 이하, 본 발명의 바람직한 실시예를 통해 본 발명에 따른 저산소 티타늄 분말 제조 방법에 대하여 살펴보기로 한다. 다만, 이는 본 발명의 바람직한 예시로 제시된 것이며 어떠한 의미로도 이에 의해 본 발명이 제한되는 것

으로 해석될 수는 없다.

[0034] 여기에 기재되지 않은 내용은 이 기술 분야에서 숙련된 자이면 충분히 기술적으로 유추할 수 있는 것이므로 그 설명을 생략하기로 한다.

[0035] **1. 실험 장치**

[0036] 본 실험을 위하여 도 2에 도시된 바와 같이 특수 제작한 탈산 장치를 이용하였다.

[0037] 외부 용기(210)는 증발된 칼슘이 누설되는 것을 방지하기 위한 것으로, 그 재질은 스틸을 이용하였다.

[0038] 내부용기(220)는 하부 용기(220a), 상부 용기(220b), 그리고 하부 용기(220a)와 상부 용기(220b)를 체결하는 결합부(220c)로 구성하였으며, 각 부분의 재질은 스틸을 이용하였다.

[0039] 상부 용기(220a)는 티타늄 모분말(201)이 장입되는 것으로, 하부에 시브(Sieve)(240)가 결합된 형태를 갖는다. 또한, 시브(240)가 움직이지 않도록 테두리를 가스켓으로 고정하였다. 또한, 티타늄 모분말(201)이 낙하하지 않도록, 시브(240)는 150mesh인 것을 이용하였다.

[0040] 하부 용기(220b)는 칼슘(202)이 고온에서 상부 방향으로 증발하도록 설계하였다. 또한, 하부 용기(220b)에 직접 칼슘을 장입하면, 탈산 이후, 칼슘의 제거가 완전치 못하다. 따라서, 하부 용기(220b)의 재사용을 위하여 칼슘을 저장하는 1회용의 탈산제 저장 컵(230)을 이용하였다.

[0041] 내부용기(220) 배치 후에는 내부 용기 덮개(221)와 외부 용기 덮개(211)를 이용하여 탈산 용기를 밀폐하였다.

[0042] **2. 티타늄 분말의 제조**

[0043] 실시예 1

[0044] 2,200 ppm의 산소를 포함하는 상용 티타늄 분말(99.9%, 고순도화학, 일본)을 티타늄 모분말로 하여 금속 칼슘을 이용하여 탈산을 진행하였다. 티타늄 모분말의 평균 입도는 150 μ m로 분석되었다. 도 2에 도시된 탈산 용기에 티타늄 분말과 티타늄 무게 대비 100%의 비율로 칼슘을 투입하였으며, 탈산은 900 $^{\circ}$ C 온도에서 2시간동안 실시하였다.

[0045] 이후, 탈산된 티타늄 분말을 물 세척 및 산 세척(10중량% HCl 용액)을 3회 반복 실시한 후, 60 $^{\circ}$ C에서 2시간동안 진공 건조하여 티타늄 분말을 수득하였다.

[0046] 실시예 2

[0047] 탈산을 1000 $^{\circ}$ C에서 실시한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 조건으로 티타늄 분말을 수득하였다.

[0048] 비교예 1

[0049] 탈산을 830 $^{\circ}$ C에서 실시한 것으로, 티타늄 모분말과 칼슘이 함께 배치되어 탈산하는 조건으로 티타늄 분말을 수득하였다.

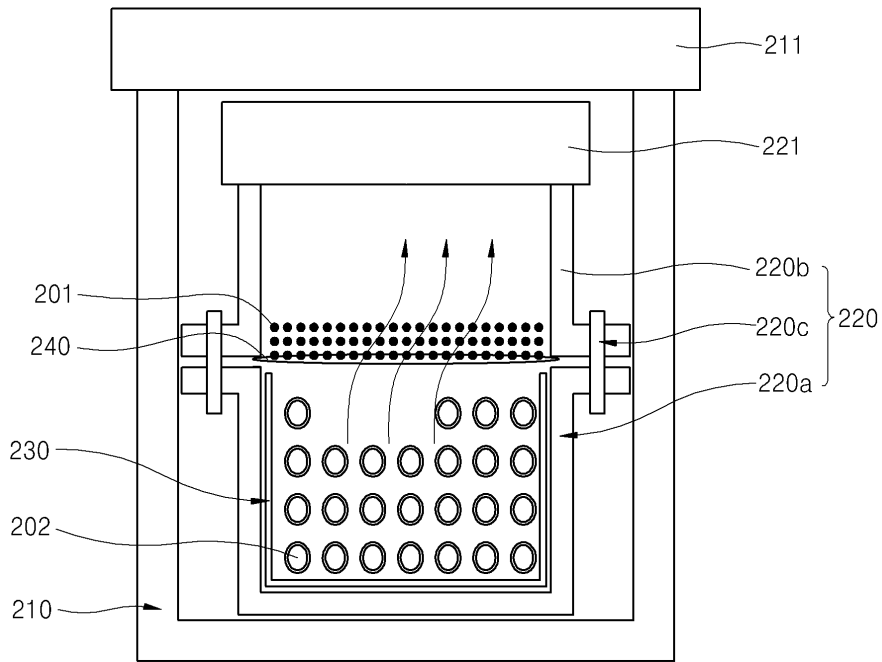
[0050] 비교예 2

[0051] 탈산을 1100 $^{\circ}$ C에서 실시한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 조건으로 티타늄 분말을 수득하였다.

[0052] **3. 산소 함량 측정**

[0053] 이후, 실시예 1~2 및 비교예 1~2에 따라 제조된 티타늄 분말을 산소/질소 분석기(LECO TC-436)를 이용하여 산소 함량을 측정하였으며, 그 결과를 도 3에 나타내었다.

도면2



도면3

