

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B1)

(11) 特許番号

特許第5140770号
(P5140770)

(45) 発行日 平成25年2月13日(2013.2.13)

(24) 登録日 平成24年11月22日(2012.11.22)

(51) Int.Cl.	F 1		
C 2 2 B 34/12	(2006.01)	C 2 2 B 34/12	1 0 3
C 2 2 B 9/14	(2006.01)	C 2 2 B 9/14	
C 2 2 B 9/10	(2006.01)	C 2 2 B 9/10	1 0 2
B 2 2 F 1/00	(2006.01)	B 2 2 F 1/00	C
		B 2 2 F 1/00	R

請求項の数 3 (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2012-49677(P2012-49677)	(73) 特許権者	506081530
(22) 出願日	平成24年3月6日(2012.3.6)		コリア インスティテュート オブ ジオ
審査請求日	平成24年3月6日(2012.3.6)		サイエンス アンド ミネラル リソース
(31) 優先権主張番号	10-2011-0120834		ズ
(32) 優先日	平成23年11月18日(2011.11.18)		大韓民国 デジョン 305-350 ユ
(33) 優先権主張国	韓国(KR)		ソン-グ グァハン-ノ 92
早期審査対象出願		(74) 代理人	100147485
			弁理士 杉村 憲司
		(74) 代理人	100119530
			弁理士 富田 和幸
		(74) 代理人	100165951
			弁理士 吉田 憲悟

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 低酸素チタニウム粉末製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(a) 上部容器と下部容器とを備える脱酸容器において、下部にシーブ(Sieve)が結合された前記上部容器内に、チタニウム母粉末100重量部を配置し、前記チタニウム母粉末の下部に位置する前記下部容器内の脱酸剤貯蔵カップにカルシウム50~200重量部を分離配置するステップと、

(b) 前記脱酸容器の内部を850~1050 に加熱して、前記カルシウムが上部方向に蒸発しながらチタニウム母粉末と接触して前記チタニウム母粉末を脱酸するステップと、

(c) 前記(b)ステップにより脱酸されたチタニウム粉末を洗浄して、脱酸されたチタニウム粉末の表面のカルシウム酸化物を除去するステップと、

(d) 前記(c)ステップによりカルシウム酸化物が除去されたチタニウム粉末を乾燥するステップと、

を含むことを特徴とする、低酸素チタニウム粉末製造方法。

【請求項 2】

前記(c)ステップは、水洗浄(water washing)及び酸洗浄(acid washing)のうち、1種類以上の方法により実施されることを特徴とする、請求項1に記載の低酸素チタニウム粉末製造方法。

【請求項 3】

前記(d)ステップは、真空乾燥(vacuum drying)方式により実施されることを特徴と

する、請求項 1 に記載の低酸素チタニウム粉末製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明はチタニウム粉末製造方法に関し、より詳しくは、酸素含有量が略 2, 200 ppm 位の商用のチタニウム粉末から酸素含有量が 1, 000 ppm 以下の低酸素チタニウム粉末を製造する方法に関する。

【背景技術】

【0002】

チタニウム (Ti) は、軽量性、耐久性、耐蝕性に非常に優れる物質である。このような理由により、チタニウムは宇宙航空分野、海洋機器分野、化学工業分野、原子力発電分野、生体医療分野、自動車分野など、多様な分野で活用されている。

10

【0003】

商用のチタニウムは、略 2, 000 ppm から 10, 000 ppm 位の酸素を含有している。したがって、より高純度のチタニウムを製造するための多くの研究がなされている。

【0004】

チタニウムの高純度化研究は主にガス不純物の制御であって、その中でも脱酸工程の開発に合わせてきた。

【0005】

このような脱酸工程を通じたチタニウム内の酸素低減方法として、塩化カルシウム (CaCl₂) などのハライド (Halide) 系フラックス (Flux) を使用してカルシウム (Ca) を溶解し、脱酸生成物である酸化カルシウム (CaO) をフラックス内に溶解させる方法が提案された。しかしながら、上記のハライド系フラックスを使用した方法は、脱酸後、破碎などの複雑な機械的工程を経なければならないという問題点があり、原材料が粉末の場合、上記工程を適用して健全な粉末の回収が困難である。

20

【0006】

本発明と関連した背景技術には、公開特許公報第 10 - 1987 - 0011265 号 (1987 年 12 月 2 日公開) に開示された高純度チタニウム材及びその製造方法がある。

【先行技術文献】

【特許文献】

30

【0007】

【特許文献 1】韓国公告特許第 90007453 号

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

本発明の目的は、従来に比べて簡単な方法により商用のチタニウム粉末内に含まれている酸素を最大限低減させることができる低酸素チタニウム粉末製造方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0009】

40

上記の目的を達成するための本発明の実施形態に従う低酸素チタニウム粉末製造方法は、(a) 脱酸容器内に、チタニウム母粉末及びカルシウムを分離配置するステップ、(b) 上記脱酸容器の内部を 850 ~ 1050 に加熱して、上記カルシウムが蒸発しながらチタニウム母粉末と接触して上記チタニウム母粉末を脱酸するステップ、(c) 上記 (b) ステップにより脱酸されたチタニウム粉末を洗浄して、脱酸されたチタニウム粉末の表面のカルシウム酸化物を除去するステップ、及び (d) 上記 (c) ステップによりカルシウム酸化物が除去されたチタニウム粉末を乾燥するステップを含むことを特徴とする。

【0010】

この際、上記 (a) ステップは、チタニウム母粉末 100 重量部と、カルシウム 50 ~ 200 重量部を配置することが好ましい。

50

【0011】

また、上記(c)ステップは、水洗浄(water washing)及び酸洗浄(acid washing)のうち、1種類以上の方法により実施できる。

【0012】

また、上記(d)ステップは、真空乾燥(vacuum drying)方式により実施できる。

【発明の効果】

【0013】

本発明に従う低酸素チタニウム粉末の製造方法は、脱酸剤にカルシウムを用いてチタニウム母粉末を脱酸し、かつ脱酸をカルシウムの熔融点以上の温度で実施する。

【0014】

その結果、本発明に従う方法により製造されたチタニウム粉末は、カルシウムの熔融点未満の温度で脱酸を実施して製造されたチタニウム粉末に比べて酸素含有量がより低いので、低酸素チタニウム粉末を製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【0015】

【図1】本発明の実施形態に従う低酸素チタニウム粉末製造方法を概略的に示す図である。

【図2】本発明に従う低酸素チタニウム粉末製造に利用できる装置を概略的に示す図である。

【図3】実施形態1~2及び比較例1~2に従って製造されたチタニウム粉末に含まれた酸素含有量を示す図である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0016】

本発明の利点及び特徴、そしてそれらを達成する方法は、添付される図面と共に詳細に後述されている実施形態を参照すれば明確になる。しかしながら、本発明は以下に開示される実施形態に限定されるものでなく、互いに異なる多様な形態で具現され、単に本実施形態は本発明の開示が完全になるようにし、本発明が属する技術分野で通常の知識を有する者に発明の範疇を完全に知らせるために提供されるものであり、本発明は請求項の範疇により定義されるだけである。明細書の全体に亘って同一参照符号は同一構成要素を指し示す。

【0017】

以下、添付した図面を参照しつつ本発明の好ましい実施形態に従う低酸素チタニウム粉末製造方法に関して詳細に説明すれば、次の通りである。

【0018】

図1は、本発明の実施形態に従う低酸素チタニウム粉末製造方法を概略的に示す図である。

【0019】

図1を参照すると、図示された低酸素チタニウム粉末製造方法は、チタニウム母粉末/カルシウム配置ステップ(S110)、脱酸ステップ(S120)、洗浄ステップ(S130)、及び乾燥ステップ(S140)を含む。

【0020】

チタニウム母粉末/カルシウム配置ステップ(S110)では、脱酸容器内に、チタニウム母粉末とカルシウムとを各々分離配置する。

【0021】

チタニウム母粉末は商用のチタニウム粉末であって、酸素含有量が略2,200ppm位のものが用いられる。

【0022】

本発明で、チタニウム母粉末とカルシウムは脱酸容器内に分離配置される。後述する脱酸ステップ(S120)がカルシウムの溶融温度の以上で実施されることを考慮すれば、チタニウム母粉末とカルシウムが共に配置される場合、カルシウムの溶融によって脱酸後、

10

20

30

40

50

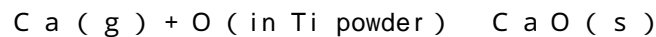
カルシウムからチタニウム粉末の分離が困難になる問題点がある。

【 0 0 2 3 】

この際、チタニウム母粉末 1 0 0 重量部と、カルシウム 5 0 ~ 2 0 0 重量部を配置することがより好ましい。カルシウムの使用量がチタニウム母粉末 1 0 0 重量部対比 5 0 重量部未満の場合、カルシウム蒸発量が充分でないので脱酸効果が低下する。反対に、カルシウムの使用量がチタニウム母粉末 1 0 0 重量部対比 2 0 0 重量部を超過する場合、これ以上の効果向上無しでカルシウム使用量のみ増加することがある。

【 0 0 2 4 】

次に、脱酸ステップ (S 1 2 0) では脱酸容器の内部をカルシウムの溶融温度以上に、略 1 ~ 3 時間位加熱して、カルシウムが蒸発しながらチタニウム母粉末と接触するようにする。蒸発されたカルシウムがチタニウム母粉末と接触しながら次のような脱酸反応がなされて、これによって、チタニウム母粉末に含まれた酸素が除去される。



【 0 0 2 5 】

勿論、カルシウムの溶融温度未満でも脱酸がなされる。しかしながら、同一な条件で、カルシウムの溶融温度未満で脱酸を実施した場合と、カルシウムの溶融温度以上で脱酸を実施した結果、カルシウムの溶融温度以上で脱酸を実施した場合がより脱酸効果が高かった。このような理由により、本発明ではカルシウムの溶融温度以上で脱酸を実施する。

【 0 0 2 6 】

この際、脱酸温度は 8 5 0 ~ 1 0 5 0 が好ましい。脱酸温度が 8 5 0 未満の場合、カルシウム蒸発量が少なく脱酸が不十分である。反対に、脱酸温度が 1 0 5 0 を超過する場合、チタニウム粉末の焼結及び凝集現象によって、チタニウム粉末表面の C a O の完全な除去が困難であるので、低酸素のチタニウム粉末の収得が困難である。

【 0 0 2 7 】

次に、洗浄ステップ (S 1 3 0) では、脱酸されたチタニウム粉末を洗浄して、脱酸されたチタニウム粉末の表面のカルシウム酸化物を除去する。

【 0 0 2 8 】

洗浄は、水洗浄 (water washing) 及び酸洗浄 (acid washing) のうち、1 種類以上の方法により実施できる。酸洗浄の場合、略 1 0 重量 % の H C l 溶液を利用できる。低酸素チタニウム粉末収得のために、水洗浄及び酸洗浄を数回繰り返して実施することがより好ましい。

【 0 0 2 9 】

次に、乾燥ステップ (S 1 4 0) では、カルシウム酸化物が除去されたチタニウム粉末を乾燥して最終のチタニウム粉末を収得する。

【 0 0 3 0 】

乾燥は多様な方法により実施できるが、低酸素チタニウム粉末収得のために真空乾燥 (vacuum drying) 方式により実施されることがより好ましい。

【 0 0 3 1 】

真空乾燥は、略 6 0 で 2 時間位実施される。

【実施例】

【 0 0 3 2 】

以下、本発明の好ましい実施形態を通じて本発明に従う低酸素チタニウム粉末製造方法について説明する。但し、これは本発明の好ましい例示として提示されたものであり、如何なる意味としてもこれによって本発明が制限されることと解釈されることはできない。

【 0 0 3 3 】

ここに記載されていない内容はこの技術分野で熟練した者であれば十分に技術的に類推できるものであるので、その説明を省略する。

【 0 0 3 4 】

1 . 実験装置

本実験のために、図 2 に示すように、特殊製作した脱酸装置を用いた。

【 0 0 3 5 】

外部容器 2 1 0 は蒸発されたカルシウムが漏洩されることを防止するためのものであって、その材質はスチールを用いた。

【 0 0 3 6 】

内部容器 2 2 0 は、下部容器 2 2 0 a、上部容器 2 2 0 b、そして下部容器 2 2 0 a と上部容器 2 2 0 b とを締結する結合部 2 2 0 c から構成し、各部分の材質はスチールを用いた。

【 0 0 3 7 】

上部容器 2 2 0 a はチタニウム母粉末 2 0 1 が装入されるものであって、下部にシープ (Sieve) 2 4 0 が結合された形態を有する。また、シープ 2 4 0 が動かないように縁をガ
10
スケットで固定した。また、チタニウム母粉末 2 0 1 が落下しないように、シープ 2 4 0 は 1 5 0 m e s h のものを用いた。

【 0 0 3 8 】

下部容器 2 2 0 b は、カルシウム 2 0 2 が高温で上方に蒸発するように設計した。また、下部容器 2 2 0 b に直接カルシウムを装入すれば、脱酸の以後、カルシウムの除去が完全でない。したがって、下部容器 2 2 0 b の再使用のためにカルシウムを貯蔵する 1 回用の脱酸剤貯蔵カップ 2 3 0 を用いた。

【 0 0 3 9 】

内部容器 2 2 0 の配置後には内部容器蓋 2 2 1 と外部容器蓋 2 1 1 とを用いて脱酸容器を
20
密閉した。

【 0 0 4 0 】

2 . チタニウム粉末の製造

実施形態 1

2 , 2 0 0 p p m の酸素を含む商用チタニウム粉末 (9 9 . 9 % 、高純度化学、日本) をチタニウム母粉末にして金属カルシウムを用いて脱酸を進行した。チタニウム母粉末の平均粒度は 1 5 0 μ m として分析された。図 2 に図示された脱酸容器にチタニウム粉末とチタニウム重量対比 1 0 0 % の割合でカルシウムを投入し、脱酸は 9 0 0 温度で 2 時間の間実施した。

【 0 0 4 1 】

以後、脱酸されたチタニウム粉末を水洗浄及び酸洗浄 (1 0 重量 % の H C l 溶液) を 3 回
30
反復実施した後、6 0 で 2 時間の間真空乾燥してチタニウム粉末を収得した。

【 0 0 4 2 】

実施形態 2

脱酸を 1 0 0 0 で実施したことを除いては、実施形態 1 と同一な条件でチタニウム粉末を収得した。

【 0 0 4 3 】

比較例 1

脱酸を 8 3 0 で実施したものであって、チタニウム母粉末とカルシウムが共に配置されて脱酸する条件でチタニウム粉末を収得した。

【 0 0 4 4 】

比較例 2

脱酸を 1 1 0 0 で実施したことを除いては、実施形態 1 と同一な条件でチタニウム粉末を収得した。
40

【 0 0 4 5 】

3 . 酸素含有量測定

以後、実施形態 1 ~ 2 及び比較例 1 ~ 2 によって製造されたチタニウム粉末を酸素 / 窒素分析器 (L E C O T C - 4 3 6) を用いて酸素含有量を測定し、その結果を図 3 に示した。

【 0 0 4 6 】

図 3 を参照すると、脱酸温度がカルシウムの溶融温度 (8 4 8) 以上である実施形態 1
50

～ 2 によって製造されたチタニウム粉末の場合、酸素含有量が 1 0 0 0 p p m 以下を示した。

【 0 0 4 7 】

一方、脱酸温度がカルシウムの熔融温度未満である比較例 1 によって製造されたチタニウム粉末、そして脱酸温度が 1 0 5 0 を超過する比較例 2 によって製造されたチタニウム粉末の場合、酸素含有量が 1 0 0 0 p p m を超過した。

【 0 0 4 8 】

以上、本発明の一実施形態を中心として説明したが、当業者の水準で多様な変更や変形を加えることができる。このような変更と変形が本発明の範囲を逸脱しない限り、本発明に属するということができる。したがって、本発明の権利範囲は以下に記載される請求範囲により判断されるべきである。

10

【符号の説明】

【 0 0 4 9 】

S 1 1 0 チタニウム母粉末 / カルシウム配置ステップ
 S 1 2 0 脱酸ステップ
 S 1 3 0 洗浄ステップ
 S 1 4 0 乾燥ステップ
 2 0 1 チタニウム母粉末
 2 0 2 脱酸剤
 2 1 0 外部容器
 2 1 1 外部容器蓋
 2 2 0 内部容器
 2 2 0 a 下部容器
 2 2 0 b 上部容器
 2 2 0 c 結合部
 2 2 1 内部容器蓋
 2 3 0 脱酸剤貯蔵カップ
 2 4 0 シーブ (sieve)

20

【要約】

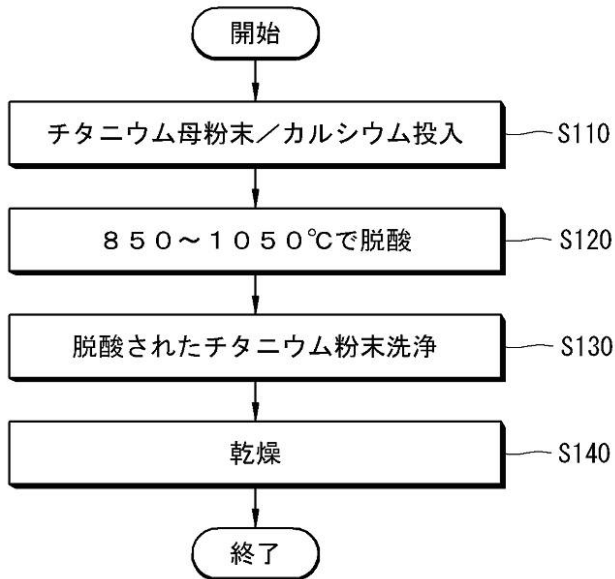
【課題】本発明は、低酸素チタニウム粉末の製造方法を提供するためのものである。

30

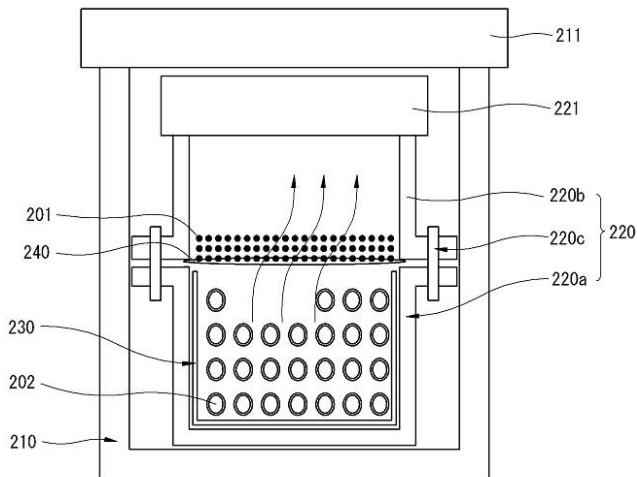
【解決手段】本発明に従う低酸素チタニウム粉末製造方法は、(a) 脱酸容器内に、チタニウム母粉末及びカルシウムを分離配置するステップと、(b) 上記脱酸容器の内部を 8 5 0 ~ 1 0 5 0 に加熱して、上記カルシウムが蒸発しながらチタニウム母粉末と接触して上記チタニウム母粉末を脱酸するステップと、(c) 上記 (b) ステップにより脱酸されたチタニウム粉末を洗浄して、脱酸されたチタニウム粉末の表面のカルシウム酸化物を除去するステップと、(d) 上記 (c) ステップによりカルシウム酸化物が除去されたチタニウム粉末を乾燥するステップと、を含むことを特徴とする。

【選択図】図 1

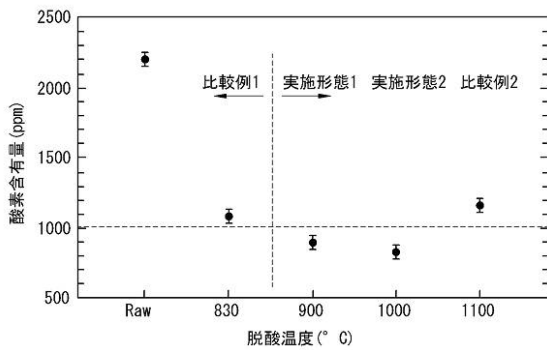
【 図 1 】



【 図 2 】



【 図 3 】



フロントページの続き

- (72)発明者 リム ゼウォン
大韓民国 305-721 デジョン ユソング シンソンドン ラッキーハナアパート 110
棟 1105号
- (72)発明者 オー ジョンミン
大韓民国 306-769 デジョン デドックグ ビレドン グムソン ベック ジョアパート
103棟 201号
- (72)発明者 イー ベックキュ
大韓民国 301-713 デジョン ジュング テピョン2ドン サンププラザ 36棟 13
号
- (72)発明者 ソー チャンヨル
大韓民国 305-509 デジョン ユソング グァンピョンドン 669番地 デドックテク
ノバリー シンドンアアパート 503棟 1402号
- (72)発明者 ジョ ソンウック
大韓民国 305-729 デジョン ユソング ジョンミンドン ジョングナレアパート 10
4棟 1006号

審査官 池ノ谷 秀行

- (56)参考文献 特開平04-099829(JP,A)
特開平02-225634(JP,A)
特開2000-345252(JP,A)
小野勝敏、岡部徹、小川正人、鈴木亮輔、酸化チタンのカルシウム熱還元法による粉末チタンの
製造、鉄と鋼、日本、日本鉄鋼協会、1990年 4月 1日、第76巻、第4号、第568 -
575頁

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C22B 34/12
B22F 1/00