



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2021년09월24일  
(11) 등록번호 10-2304937  
(24) 등록일자 2021년09월15일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
B22F 1/02 (2006.01) B22F 1/00 (2006.01)  
B22F 9/04 (2006.01)  
(52) CPC특허분류  
B22F 1/025 (2013.01)  
B22F 1/0048 (2013.01)  
(21) 출원번호 10-2019-0178389  
(22) 출원일자 2019년12월30일  
심사청구일자 2019년12월30일  
(65) 공개번호 10-2021-0074145  
(43) 공개일자 2021년06월21일  
(30) 우선권주장  
1020190165025 2019년12월11일 대한민국(KR)  
(56) 선행기술조사문헌  
JP10068004 A\*  
(뒷면에 계속)  
전체 청구항 수 : 총 12 항

(73) 특허권자  
(주)에스지신소재  
부산광역시 사하구 낙동대로550번길 37 , 606호  
(하단동, 동아대학교 산학관)  
(72) 발명자  
안소현  
부산광역시 남구 전포대로 38 문현동태영데시앙아  
파트 105동 2002호  
오정석  
부산광역시 북구 화명신도시로 145 대우이안 102  
동 1002호  
(74) 대리인  
백두진, 김정연, 유광철, 강일신

심사관 : 정현진

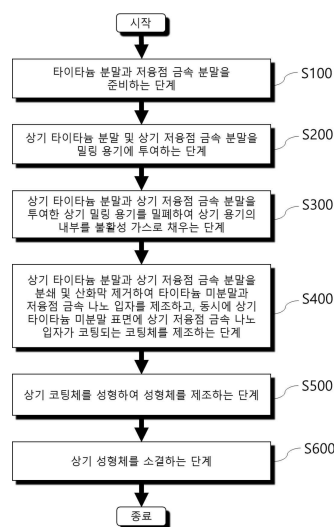
(54) 발명의 명칭 입체형 성형체 및 이의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 입체형 성형체 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

본 발명의 일 구현예는 타이타늄 분말과 저융점 금속 분말을 분쇄 및 산화막 제거하여 타이타늄 미분말과 저융점 금속 나노 입자를 제조하고, 동시에 타이타늄 미분말 표면에 저융점 금속 나노 입자가 균일하게 코팅되어, 상기 타이타늄 미분말과 상기 저융점 금속 나노 입자 사이 계면에 고용체, 금속간 화합물, 또는 이들의 조합을 포함하는 입체형 성형체를 제공한다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

**B22F 9/04** (2013.01)  
*B22F 2001/0037* (2013.01)  
*B22F 2301/205* (2013.01)

(56) 선행기술조사문헌

JP2019532179 A\*  
 JP8011802 B2\*  
 JP1998068004 A  
 JP1996011802 B2  
 KR1020120082972 A\*

\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	10257999
부처명	중소벤처기업부
과제관리(전문)기관명	창업진흥원
연구사업명	2019년 초기창업패키지
연구과제명	압출방식 금속 3D프린터 및 타이타늄 소재 개발
기 여 율	1/1
과제수행기관명	(주)에스지신소재
연구기간	2019.09.16 ~ 2020.03.15

---

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

타이타늄 미분말 표면에 저융점 금속 나노 입자가 코팅되고,

상기 타이타늄 미분말과 상기 저융점 금속 나노 입자 사이 계면에 고용체, 금속간 화합물, 또는 이들의 조합을 포함하고,

중량 기준으로 타이타늄 미분말:저융점 금속 나노입자는 6:4 내지 7:3이고,

Mechanofusion 장비를 이용하여 불활성가스 분위기, 건식 조건에서 수행되어, 타이타늄 미분말 분쇄 및 저융점 금속 분말을 나노입자 크기로 분쇄와 타이타늄 미분말 표면의 산화막을 제거하여, 상기 타이타늄 미분말과 상기 저융점 금속 나노 입자를 제조하고, 동시에 고속 회전하는 용기와 회전자 사이에 있는 금속분말 입자에 충격력, 압축 및 전단력의 큰 에너지가 가해져 타이타늄 미분말 표면에 저융점 금속 나노 입자를 균일하게 코팅된 입체형 성형체.

#### 청구항 2

제1항에서,

상기 타이타늄 미분말은 순수 타이타늄 금속, 타이타늄 합금 중 하나를 포함하는 입체형 성형체.

#### 청구항 3

제2항에서,

상기 타이타늄 미분말의 형상은 구상 및 불규칙한 형상인 것인 입체형 성형체.

#### 청구항 4

제3항에서,

상기 타이타늄 미분말의 평균 입경은 20 내지 40 $\mu$ m 이고,

상기 저융점 금속 나노 입자의 평균 입경은 1 내지 500nm 인 입체형 성형체.

#### 청구항 5

제1항에서,

상기 저융점 금속 나노 입자는,

Sn, Bi, Ag, Al, In, Ge, 또는 이들의 조합인 합금을 포함하되,

상기 합금은 Sn-Ag, Sn-Ag-Cu, Sn-Bi-In-Ag, Sn-Bi, 또는 이들의 조합을 포함하는 입체형 성형체.

#### 청구항 6

삭제

**청구항 7**

타이타늄 미분말과 저융점 금속 분말을 중량비 6:4 내지 7:3으로 준비하는 단계;

상기 타이타늄 미분말 및 상기 저융점 금속 분말을 용기에 투입하는 단계;

상기 타이타늄 미분말과 상기 저융점 금속 분말을 투입한 상기 용기를 밀폐하여 상기 용기의 내부를 불활성 가스로 채우는 단계;

Mechanofusion 장비를 이용하여 불활성가스 분위기, 건식 조건에서 수행되어, 타이타늄 미분말 분쇄 및 저융점 금속 분말을 나노입자 크기로 분쇄와 타이타늄 미분말 표면의 산화막을 제거하여, 상기 타이타늄 미분말과 상기 저융점 금속 나노 입자를 제조하고, 동시에 고속 회전하는 용기와 회전자 사이에 있는 금속분말 입자에 충격력, 압축 및 전단력에 따른 에너지를 가하여 타이타늄 미분말 표면에 저융점 금속 나노 입자를 균일하게 코팅하여 코팅체를 제조하는 단계;

상기 코팅체를 성형하여 성형체를 제조하는 단계; 및

상기 성형체를 소결하는 단계를 포함하는 입체형 성형체의 제조방법.

**청구항 8**

제7항에서,

상기 타이타늄 미분말과 저융점 금속 분말을 준비하는 단계에서,

상기 타이타늄 미분말은 순수 타이타늄 금속, 타이타늄 합금 중 하나를 포함하는 입체형 성형체의 제조방법.

**청구항 9**

제7항에서,

상기 타이타늄 미분말과 저융점 금속 분말을 준비하는 단계에서,

상기 저융점 금속 분말은 Sn, Bi, Ag, Al, In, Ge, 또는 이들의 조합인 합금을 포함하되,

상기 합금은 Sn-Ag, Sn-Ag-Cu, Sn-Bi-In-Ag, Sn-Bi, 또는 이들의 조합을 포함하는 입체형 성형체의 제조방법.

**청구항 10**

제7항에서,

상기 타이타늄 미분말과 상기 저융점 금속 분말을 투입한 밀링 용기를 밀폐하여 상기 용기의 내부를 불활성 가스로 채우는 단계에서,

상기 불활성 가스는 아르곤 가스, 수소 가스, 질소 가스, 또는 이들의 조합을 포함하는 것인 입체형 성형체의 제조방법.

**청구항 11**

제7항에서,

상기 타이타늄 미분말과 상기 저융점 금속 분말을 분쇄 및 산화막 제거하여 타이타늄 미분말과 저융점 금속 나노 입자를 제조하고, 동시에 상기 타이타늄 미분말 표면에 상기 저융점 금속 나노 입자가 코팅되는 코팅체를 제조하는 단계에서,

상기 타이타늄 미분말의 평균 입경은 20 내지 40 $\mu$ m이고,

상기 저융점 금속 나노 입자의 평균 입경은 1 내지 500nm 인 입체형 성형체의 제조방법.

**청구항 12**

제11항에서,

상기 타이타늄 미분말과 상기 저융점 금속 분말을 분쇄 및 산화막 제거하여 타이타늄 미분말과 저융점 금속 나노 입자를 제조하고, 동시에 상기 타이타늄 미분말 표면에 상기 저융점 금속 나노 입자가 코팅되는 코팅체를 제조하는 단계에서,

상기 타이타늄 미분말의 형상은 구상, 불규칙한 형상, 또는 이들의 조합을 포함하는 입체형 성형체의 제조방법.

**청구항 13**

삭제

**청구항 14**

제7항에서,

상기 성형체를 소결하는 단계에서,

소결 온도 범위는 200 내지 300℃ 인 입체형 성형체의 제조방법.

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 발명의 일 구현예는 입체형 성형체 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

**배경 기술**

[0003] 3D 프린팅 기술은 분말, 액체, 와이어, 펠렛 등 다양한 형태의 물질을 한 층씩 쌓아올려 3차원 형태의 입체물로 제조하는 기술이다. 구체적으로, 기존의 재료를 커팅(Cutting)이나 드릴링(Drilling)을 통해 제조 및 조립하는 방법에서 벗어나 디지털 디자인 데이터에 따라 소재를 적층하여 3차원 성형체를 제조하는 프로세스를 의미한다.

[0004] 3D 프린팅을 목적으로 가장 많이 사용하는 소재는 고분자수지와 금속분말이다. 그 중 고분자수지를 이용하는 기술은 거의 완성형에 다다른 상태로, 주로 개인 취미활동, 교육용, 가정용과 같은 저가형 방식에 이미 상용화되어 사용되고 있다.

[0005] 한편, 금속분말의 경우 최근에 연구개발이 활발하게 진행되고 있다. 구체적으로, Ti 합금, Fe 합금, Al 합금, Ni-Co 합금, 및 Mg 합금 등 다양한 금속 소재의 문제점을 보완하여 3D 프린팅에 적용하기 위한 연구가 한창이다.

[0006] 특히, 타이타늄의 경우, 순수 타이타늄 또는 타이타늄 합금의 표면에 수 나노미터 두께의 고밀도의 견고한 부동태 피막(산화막)이 존재하여 부식방지에 큰 역할을 한다. 그러나 이러한 부동태 피막으로 인해 타이타늄 분말을 이용하여 성형체 제조 시 분말 간의 부착(결합)이 어려워 성형체 제조에 문제가 있다.

[0007] 이에, 타이타늄 분말을 적층하여 성형체를 제조하기 위한 방법이 요구되고 있는 실정이다.

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

[0009] 입체형 성형체 및 이의 제조방법을 제공하는 것이다. 구체적으로, 본 발명의 일 구현예는 타이타늄 미분말을 이용한 입체형 성형체 및 이의 제조방법을 제공하고자 한다.

[0010] 구체적으로, 점도를 부여하여 성형이 가능한 타이타늄 미분말을 제공하고자 하며, 200 내지 300℃의 저온에서도

소결이 가능한 성형체 및 이의 제조방법을 제공하고자 한다.

[0011] 더 구체적으로, 기존의 고분자 바인더를 대신하여 저융점 금속 바인더를 사용한 환봉 타입의 타이타늄 소재 및 그것을 사용하여 입체형 1차 성형체를 만들고, 탈지공정을 생략하고 200 내지 300℃의 저온에서도 소결이 가능한 2차 성형체 및 이의 제조방법을 제공하고자 한다.

**과제의 해결 수단**

[0013] 본 발명의 일 구현예인 입체형 성형체는, 타이타늄 미분말 표면에 저융점 금속 나노 입자가 코팅되고, 상기 타이타늄 미분말과 상기 저융점 금속 나노 입자 사이 계면에 고용체, 금속간 화합물, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다.

[0014] 상기 타이타늄 미분말은 순수 타이타늄 금속, 타이타늄 합금 중 하나를 포함할 수 있다.

[0015] 상기 타이타늄 미분말의 형상은 구상 및 불규칙 형상을 포함할 수 있다.

[0016] 상기 타이타늄 미분말의 평균 입경은 20 내지 40 $\mu$ m 일 수 있다.

[0017] 또한, 상기 저융점 금속 나노입자의 평균 입경은 1 내지 500nm일 수 있다.

[0018] 상기 저융점 금속 나노 입자는, 주석(Sn), 주석(Sn) 합금, 또는 이들의 조합을 포함하되, 상기 주석(Sn) 합금은, 주석에 비스무스(Bi) 10 내지 30중량%를 포함할 수 있다.

[0019] 보다 구체적으로, 상기 저융속 금속 나노 입자는 Sn, Bi, Ag, Al, In, Ge, 또는 이들의 조합인 합금을 포함할 수 있다. 또한, 상기 합금은 Sn-Ag, Sn-Ag-Cu, Sn-Bi-In-Ag, Sn-Bi, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다. 다만, 이에 제한하는 것은 아니다.

[0020] 또한, 상기 타이타늄 미분말은 분쇄, 산화막 제거와 동시에 저융점 금속 나노 입자로 코팅되는 입체형 성형체일 수 있다.

[0022] 본 발명의 다른 일 구현예인 입체형 성형체의 제조방법은, 타이타늄 분말과 저융점 금속 분말을 준비하는 단계, 상기 타이타늄 분말 및 상기 저융점 금속 분말을 밀링 용기에 투입하는 단계, 상기 타이타늄 분말과 상기 저융점 금속 분말을 투입한 상기 밀링 용기를 밀폐하여 상기 용기의 내부를 불활성 가스로 채우는 단계, 상기 타이타늄 분말과 상기 저융점 금속 분말을 분쇄 및 산화막 제거하여 타이타늄 미분말과 저융점 금속 나노 입자를 제조하고, 동시에 상기 타이타늄 미분말 표면에 상기 저융점 금속 나노 입자가 코팅되는 코팅체를 제조하는 단계, 상기 코팅체를 성형하여 성형체를 제조하는 단계, 및 상기 성형체를 소결하는 단계를 포함할 수 있다.

[0023] 상기 타이타늄 분말과 저융점 금속 분말을 준비하는 단계에서, 상기 타이타늄 분말은 순수 타이타늄 금속, 타이타늄 합금, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다.

[0024] 또한, 상기 저융점 금속 분말은 Sn, Bi, Ag, Al, In, Ge, 또는 이들의 조합인 합금을 포함하되, 상기 합금은 Sn-Ag, Sn-Ag-Cu, Sn-Bi-In-Ag, Sn-Bi, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다.

[0025] 또한, 상기 타이타늄 분말과 상기 저융점 금속 분말을 투입한 상기 밀링 용기를 밀폐하여 상기 용기의 내부를 불활성 가스로 채우는 단계에서, 상기 불활성 가스는 아르곤 가스, 수소 가스, 질소 가스, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다.

[0026] 상기 타이타늄 분말과 상기 저융점 금속 분말을 분쇄 및 산화막 제거하여 타이타늄 미분말과 저융점 금속 나노 입자를 제조하고, 동시에 상기 타이타늄 미분말 표면에 상기 저융점 금속 나노 입자가 코팅되는 코팅체를 제조하는 단계에서, 상기 타이타늄 미분말의 평균 입경은 20 내지 40 $\mu$ m이고, 상기 저융점 금속 나노 입자의 평균 입경은 1 내지 500nm일 수 있다.

[0027] 구체적으로, 상기 단계에 의해 제조된 타이타늄 미분말의 형상은 구상, 불규칙한 형상, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다.

[0028] 구체적으로, 상기 단계에서 타이타늄 미분말 표면에 상기 저융점 금속 나노 입자가 코팅되는 중량비는 6:4 내지 7:3 일 수 있다.

[0029] 또한, 상기 성형체를 소결하는 단계에서, 소결 온도 범위는 200 내지 300℃ 일 수 있다.

**발명의 효과**

[0031] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 타이타늄 미분말과 저융점 금속 바인더를 혼합하여 입체형 성형체를 제조할 때 연성이 우수한 주석으로 인해 기공이 거의 없는 성형체를 제공할 수 있다. 이때, 상기 저융점 금속은 금속 바인더 역할을 한다.

[0032] 또한, 타이타늄 분말과 저융점 금속 분말을 혼합하여 밀링으로 분쇄 시 형상과 크기를 제어하여 분말 압출 적층 시 점도를 제어할 수 있다. 구체적으로, 분쇄 시 타이타늄 분말 표면의 산화막을 제거할 수 있고, 동시에 분쇄된 타이타늄 분말 표면에 저융점 금속 분말의 나노입자코팅을 통해 성형체 소결 시 200~300℃의 저온 소결로도 성형체 제조가 가능하다.

**도면의 간단한 설명**

[0034] 도 1은 본 발명의 일 구현예인 입체형 성형체의 제조방법을 모식도로 나타낸 것이다.

도 2는 실시예 1에 따른 타이타늄 분말을 SEM으로 관찰한 결과를 나타낸 것이다.

도 3은 실시예 1에 따른 코팅체를 SEM으로 관찰한 결과를 나타낸 것이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

[0035] 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 수 있으며, 단지 본 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하고, 본 발명이 속하는 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.

[0036] 따라서, 몇몇 실시예들에서, 잘 알려진 기술들은 본 발명이 모호하게 해석되는 것을 피하기 위하여 구체적으로 설명되지 않는다. 다른 정의가 없다면 본 명세서에서 사용되는 모든 용어(기술 및 과학적 용어를 포함)는 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 공통적으로 이해될 수 있는 의미로 사용될 수 있을 것이다. 명세서 전체에서 어떤 부분이 어떤 구성요소를 "포함"한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성요소를 더 포함할 수 있는 것을 의미한다. 또한 단수형은 문구에서 특별히 언급하지 않는 한 복수형도 포함한다.

[0038] 본 발명의 일 구현예인 입체형 성형체는 타이타늄 미분말 표면에 저융점 금속 나노 입자가 코팅되고, 상기 타이타늄 미분말과 상기 저융점 금속 나노 입자 사이 계면에 고용체, 금속간 화합물, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다.

[0039] 이때, 상기 타이타늄 미분말은 순수 타이타늄 금속, 타이타늄 합금 중 하나를 포함할 수 있다.

[0040] 이로써, 타이타늄 미분말을 이용한 성형체를 제공할 수 있다.

[0041] 또한, 상기와 같이 고용체, 금속간 화합물이 형성되어 고강도의 입체형 성형체 제조가 가능할 수 있다.

[0042] 후술하겠지만, 본 발명의 일 구현예에 따른 입체형 성형체는, 타이타늄 분말 표면의 산화막을 제거하는 동시에 표면에 저융점 금속 나노 입자를 균일하게 코팅하여 저융점 금속 나노 입자가 코팅된 환봉형 성형체를 제조하고, 이후 상기 성형체를 저온 소결하여 입체형 성형체로 제조될 수 있다. 이때, 저온 소결 과정에서 상기 타이타늄 분말과 저융점금속 사이의 계면에 고용체, 금속간 화합물이 형성될 수 있다.

[0044] 구체적으로, 상기 타이타늄 미분말의 형상은 구상 및 불규칙 형상의 조합을 포함할 수 있다. 상기 타이타늄 미분말의 형상이 구상 및 불규칙 형상의 조합으로 다양하게 존재함으로써, 성형체의 충진율이 우수할 수 있다.

[0045] 또한, 구상으로만 존재할 경우 분말의 유동성이 좋아 점도를 부여할 수 없으나, 불규칙한 형상의 분말과 조합하여 존재함으로써 입체형 성형체에 점도를 제어할 수 있다.

[0046] 이로써, 본 발명의 일 구현예에 따른 입체형 성형체는 점도를 요구하는 분야에 사용 가능할 수 있다. 이에 한정하는 것은 아니나, 일례로 3D 프린팅 적층 시 재료로 활용될 수 있다.

[0048] 상기 타이타늄 미분말의 평균 입경은 40 $\mu$ m 이하일 수 있다. 보다 구체적으로, 타이타늄 미분말의 평균 입경은 20내지 40 $\mu$ m 범위로 다양하게 존재함으로써, 입체형 성형체의 충진율을 높일 수 있다.

[0050] 상기 저융점 금속 나노 입자는, 주석(Sn), 주석(Sn) 합금, 또는 이들의 조합을 포함하되, 상기 주석(Sn)

합금은, 주석에 비스무스(Bi) 10 내지 30중량%를 포함할 수 있다.

- [0051] 구체적으로, 상기 저융점 금속 나노 입자는 Sn, Bi, Ag, Al, In, Ge, 또는 이들의 조합인 합금을 포함할 수 있다. 이때, 상기 합금은 Sn-Ag, Sn-Ag-Cu, Sn-Bi-In-Ag, Sn-Bi, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다. 다만, 이에 제한하는 것은 아니다.
- [0052] 구체적으로, 주석은 연성이 매우 우수하기 때문에 타이타늄 미분말에 투입하여 성형체를 제조하는 경우 기공을 최소화할 수 있다. 즉, 충진율이 100%에 이르는 기공이 없는 성형체를 제조할 수 있다. 또한, 주석에 상기 범위와 같이 비스무스를 포함하는 합금을 저융점 금속으로 사용할 경우, 바인더 용융 시 산화가 잘 발생하지 않으며 조성 변화에 따라 3D 프린팅 압출 소재의 점도를 조절할 수 있다.
- [0053] 또한, 상기 저융점 금속 분말의 평균 입경은 1 내지 500nm일 수 있다. 이에 따라, 상기 타이타늄 미분말은 타이타늄 분말을 분쇄, 산화막 제거하는 동시에 저융점 금속 나노 입자로 코팅할 수 있다.
- [0055] 본 발명의 다른 일 구현예인 입체형 성형체의 제조방법은, 타이타늄 분말과 저융점 금속 분말을 준비하는 단계(S100), 상기 타이타늄 분말 및 상기 저융점 금속 분말을 밀링 용기에 투입하는 단계(S200), 상기 타이타늄 분말과 상기 저융점 금속 분말을 투입한 상기 밀링 용기를 밀폐하여 상기 용기의 내부를 불활성 가스로 채우는 단계(S300), 상기 타이타늄 분말과 상기 저융점 금속 분말을 분쇄 및 산화막 제거하여 타이타늄 미분말과 저융점 금속 나노 입자를 제조하고, 동시에 상기 타이타늄 미분말 표면에 상기 저융점 금속 나노 입자가 코팅되는 코팅체를 제조하는 단계(S400), 상기 코팅체를 성형하여 성형체를 제조하는 단계(S500), 및 상기 성형체를 소결하는 단계(S600)를 포함할 수 있다.
- [0057] 이는 도 1에 도시된 바와 같다.
- [0058] 도 1은 본 발명의 일 구현예인 입체형 성형체의 제조방법을 모식도로 나타낸 것이다.
- [0060] 먼저, 타이타늄 분말과 저융점 금속 분말을 준비하는 단계(S100)를 실시할 수 있다.
- [0061] 구체적으로, 상기 타이타늄 분말은 순수 타이타늄, 타이타늄 합금, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다.
- [0062] 상기 순수 타이타늄과 타이타늄 합금을 포함하는 타이타늄 분말은 상온에서 표면에 TiO<sub>2</sub>와 같은 산화막이 형성된 상태이므로, 이를 그대로 이용하여 성형 시 타이타늄 미분말 간 부착이 쉽지 않아 성형체를 만드는데 어려움이 있다.
- [0063] 이에, 후술하겠지만 상기 타이타늄 분말을 밀링으로 분쇄하면서 표면의 산화막도 같이 제거할 수 있다. 이로써, 표면의 산화막이 제거되는 동시에 저융점 금속 나노 입자를 코팅할 수 있다.
- [0065] 또한, 상기 저융점 금속 분말은 주석(Sn), 주석(Sn) 합금, 또는 이들의 조합을 포함하되, 상기 주석(Sn) 합금은, 주석에 비스무스(Bi) 10 내지 30중량%를 포함하는 것일 수 있다.
- [0066] 보다 구체적으로, 상기 저융점 금속 분말은 Sn, Bi, Ag, Al, In, Ge, 또는 이들의 조합인 합금을 포함하되, 상기 합금은 Sn-Ag, Sn-Ag-Cu, Sn-Bi-In-Ag, Sn-Bi, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다.
- [0067] 보다 구체적으로, 주석은 연성이 매우 우수하기 때문에 타이타늄 미분말에 투입하여 성형체를 제조하는 경우 기공을 최소화할 수 있다. 즉, 충진율이 100%에 이르는 기공이 없는 성형체를 제조할 수 있다.
- [0069] 이후, 상기 타이타늄 분말 및 상기 저융점 금속 분말을 밀링 용기에 투입하는 단계(S200)를 실시할 수 있다.
- [0070] 구체적으로, 상기 타이타늄 분말과 상기 저융점 금속 분말을 밀링 용기에 동시에 투입할 수 있다.
- [0071] 이로써, 후술하겠지만 상기 타이타늄 분말과 상기 저융점 금속 분말의 분쇄 및 산화막을 제거하여 타이타늄 미분말과 저융점 금속 나노 입자를 제조하는 동시에 상기 타이타늄 미분말 표면에 상기 저융점 금속을 코팅할 수 있는 것이다.
- [0073] 이후, 상기 타이타늄 분말과 상기 저융점 금속 분말을 투입한 상기 밀링 용기를 밀폐하여 상기 용기의 내부를 불활성 가스로 채우는 단계(S300)를 실시할 수 있다.
- [0074] 구체적으로, 상기 불활성 가스는 아르곤 가스, 수소 가스, 질소 가스, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다.
- [0075] 더 구체적으로, 상기 밀링 용기 내부를 불활성 가스로 채움으로써 타이타늄 분말과 저융점 금속 분말 표면의 산화를 억제할 수 있다.

- [0077] 이후, 상기 타이타늄 분말과 상기 저융점 금속 분말을 분쇄 및 산화막 제거하여 타이타늄 미분말과 저융점 금속 나노 입자를 제조하고, 동시에 상기 타이타늄 미분말 표면에 상기 저융점 금속 나노 입자가 코팅되는 코팅체를 제조하는 단계(S400)를 실시할 수 있다.
- [0078] 구체적으로, 상기 단계(S400)는 타이타늄 분말과 저융점 금속 분말을 밀링하여 분쇄 및 표면 산화막을 제거하여 타이타늄 미분말과 저융점 금속 나노 입자를 제조할 수 있다. 동시에 상기 타이타늄 미분말 표면에 상기 저융점 금속 나노 입자가 코팅되는 코팅체를 제조할 수 있다.
- [0080] 더 구체적으로, 상기 단계(S400)는 볼밀링 또는 어트리션 밀링 중 적어도 하나 이상의 방법으로 실시할 수 있다.
- [0081] 보다 구체적으로는 Mechanofusion 장비를 이용하여 건식 조건에서 실시할 수 있다.
- [0082] 보다 더 구체적으로, 건식 조건에서 상기 단계(S400)를 실시할 경우, 고속 회전하는 용기와 회전자(또는 회전핀) 사이에 있는 금속분말 입자에 충격력, 압축 및 전단력과 같은 큰 에너지를 가하여 모재 금속(타이타늄) 표면에 나노 입자를 균일하게 코팅할 수 있다. 또한 짧은 시간에 운전하는 것이 특징이다.
- [0083] 한편, 습식 조건은 분말과 함께 알코올 같은 PCA(Process Control Agent)를 첨가하여 밀링 작업을 하는 것을 의미한다. 이때 상기 PCA는 분말과 분말 사이의 응집 현상을 방지하는 역할을 하기 때문에, 이로 인해, 서로 다른 분말이 코팅이 되는 현상은 일어나기 어려울 수 있다. 따라서 습식조건은 분말 입자의 분쇄, 서로 다른 분말 입자의 균일한 혼합에 유리할 수 있다.
- [0085] 상기 단계(S400)에서 밀링 시 회전 속도는 1,000내지 5,000rpm 일 수 있다.
- [0086] 또한, 밀링 시간은 1 내지 30분일 수 있다.
- [0087] 또한, 상기 단계(S400)에서 용기 내부 온도는 50℃ 이하일 수 있다.
- [0088] 앞선 단계(S300)에서 밀링 용기의 내부를 불활성 가스로 채웠으므로, 상기 단계(S400)도 불활성 가스 분위기에서 실시할 수 있다.
- [0089] 구체적으로, 불활성 가스 분위기에서 밀링을 통해 타이타늄 분말 표면의 산화막을 제거함으로써, 저융점 금속 나노 입자와의 부착력이 더 상승될 수 있다. 뿐만 아니라, 성형체 제조 후 디바인딩 공정 생략 후 저온에서의 소결이 가능할 수 있다. 분쇄하면서 산화막 제거와 동시에 저융점 금속 나노 입자의 균일한 코팅이 이루어지면 금속과의 부착력이 더 상승될 수 있다.
- [0091] 또한, 상기 S400 단계에서, 상기 타이타늄 미분말 표면에 상기 저융점 금속 나노 입자가 코팅되는 중량비는 6:4 내지 7:3일 수 있다.
- [0092] 구체적으로, 저융점 금속 나노 입자를 너무 적게 포함할 경우 성형체의 성형성 향상이 미비할 수 있다. 한편, 저융점 금속 나노 입자를 너무 많이 포함할 경우, 성형체 제작에 유리할 수 있지만, 소결 시 타이타늄과 저융점 금속과의 고용체를 형성할 수 없어 금속간화합물로만 존재할 수 있다.
- [0094] 또한, 상기 단계(S400)에 의해 제조된 타이타늄 미분말의 평균 입경은 20 내지 40 $\mu$ m이고, 저융점 금속 나노 입자의 평균 입경은 1 내지 500nm 일 수 있다.
- [0095] 이하, 본 명세서에서의 평균 입경은, 측정 단위 내 존재하는 구형 물질의 평균 지름을 의미한다. 만약 물질이 비구형일 경우, 상기 비구형 물질을 구형으로 근사하여 계산한 구의 지름을 의미한다.
- [0096] 구체적으로, 타이타늄 분말의 평균 입경을 상기와 같이 작게 분쇄하고 상기 저융점 금속 분말의 평균 입경을 나노 입자 수준으로 제어함으로써, 성형체의 충진율을 더욱 높일 수 있다.
- [0098] 이에 따라, 타이타늄 분말을 구상, 불규칙한 형상, 또는 이들의 조합으로 분쇄하여 타이타늄 미분말을 제조할 수 있다.
- [0099] 형상을 따로 한정하는 것은 아니며, 미분말의 형상이 다양할수록 성형체의 충진율이 증가할 수 있다.
- [0100] 더 구체적으로, 압출 방식 3D 프린팅 적용 재료로 사용하기 위해서는 점도가 필요하다. 타이타늄 미분말의 형상을 구형에서 불규칙한 형상으로 상기와 같이 변화시킬 경우, 점도를 높일 수 있다. 이에 따라, 상기 타이타늄 미분말의 형상이 구형으로만 이루어질 경우, 유동성이 좋아 점도 향상을 기대할 수 없어 적층이 잘 이루어지지 않을 수 있다.

- [0102] 이후, 상기 코팅체를 성형하여 성형체를 제조하는 단계 (S500)를 실시할 수 있다.
- [0103] 구체적으로, 상기 코팅체는 냉간정수압(Cold Isostatic Pressing, CIP) 성형법으로 성형하여, 환봉타입 형태의 성형체를 제조할 수 있다.
- [0104] 냉간정수압 성형은 액체에 압력을 가하면 각 방향으로 동일한 압력을 전달하는 원리를 이용한 성형기술이다. 냉간정수압 성형법으로 제조된 제품은 성형밀도가 높고 내부 조직의 균일성이 우수하고 조직의 방향성이 없는 것이 특징이다. 이에 따라, 지름 대 길이의 비가 큰 제품을 성형하기에 적합하다.
- [0105] 이에 따라, 상기 코팅체에도 정수압 기술을 적용하여 성형체를 제조하므로, 재료의 밀도가 균일할 수 있다.
- [0107] 마지막으로, 상기 성형체를 소결하는 단계(S600)를 실시할 수 있다.
- [0108] 상기 단계(S600)에서의 소결 온도는 저융점 금속의 용융점의 70% 내지 90% 온도 범위에서 실시할 수 있다. 보다 구체적으로, 200~300℃ 범위에서 저온 소결할 수 있다.
- [0109] 또한, 상기 소결 단계(S600)는 1시간 이상 동안 실시할 수 있다. 보다 구체적으로는, 1 시간 내지 3시간 일 수 있다.
- [0110] 상기 온도 및 시간 범위에서 소결하여도 타이타늄과 저융점 금속 간의 확산이 일어나며, 고용체, 금속간 화합물이 형성되어 고강도의 입체형 성형체 제조가 가능할 수 있다.
- [0111] 이는 앞선 단계(S400)에서 밀링을 통해 타이타늄 분말을 분쇄 및 산화막 제거하여 표면 산화막이 없기 때문에, 타이타늄 미분말과 저융점 금속 나노 입자와의 부착력을 상승시킬 수 있고, 디바인딩 공정을 생략 후 저온에서의 소결이 가능할 수 있는 것이다.
- [0112] 또한, 상기 소결 단계(S600)는 불활성분위기 또는 진공 분위기에서 실시할 수 있다.
- [0114] 이하, 실시예를 통해 상세히 설명한다. 단 하기의 실시예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기의 실시예에 의하여 한정되는 것은 아니다.
- [0116] **실시예**
- [0117] 먼저, 타이타늄(Ti) 합금과 순수 주석 금속을 타이타늄 분말과 저융점 금속 분말로 각각 준비하였다.
- [0118] 이후 상기 타이타늄 분말과 상기 저융점 금속 분말을 밀링 용기에투입하고, 상기 밀링 용기를 밀폐한 후 상기 용기의 내부를 불활성 가스(아르곤 가스)로 채웠다.
- [0119] 이후, 상기 타이타늄 분말과 상기 저융점 금속 분말의 분쇄, 산화막 제거하여 타이타늄 미분말과 저융점 금속 나노 입자를 제조하는 동시에 타이타늄 미분말 표면에 상기 저융점 금속 나노 입자를 코팅하여 코팅체를 제조하였다. 이때, 불활성 분위기(아르곤(Ar))의 건식 조건에서 Mechanofusion 장비를 이용하여 코팅체를 제조하였다. 이때, 회전속도는 1000 내지 5000 rpm, 시간은 15 내지 30분으로 하였으며, 장비 내 온도는 50℃ 이하로 진행하였다.
- [0120] 이에 따라 분쇄된 타이타늄 미분말의 평균 입경은 약 20 내지 40 $\mu$ m 이고, 구상과 불규칙한 형상이 혼합된 형상이었다.
- [0121] 타이타늄 분말과 코팅체의 형상은 도 2 및 도3에 도시된 바와 같다.
- [0122] 도 2는 실시예 1에 따른 타이타늄 분말을 SEM으로 관찰한 결과를 나타낸 것이다.
- [0123] 도 3은 실시예 1에 따른 코팅체를SEM으로 관찰한 결과를 나타낸 것이다.
- [0124] 상기 코팅체는 분쇄된 타이타늄 분말인, 타이타늄 미분말 표면에 저융점 금속 나노 입자를 코팅한 것이다.
- [0125] 도 2에 도시된 바와 같이, Mechanofusion로 코팅체를 제조하기 전 타이타늄 분말은 10 내지 50 $\mu$ m의 구형인 것을 육안으로 확인할 수 있다.
- [0126] 한편, 도 3에 도시된 바와 같이, 타이타늄 미분말 표면에 저융점 금속 나노 입자가 코팅된 코팅체가 구상 및 불규칙 형상으로 20 내지 40  $\mu$ m 로 균일하게 분포되어 있는 것을 확인할 수 있다.
- [0128] 또한, 하기 표 1에 코팅체의 혼합 중량비, Mechanofusion 조건 등과 같이 코팅체 제조 조건을 달리하여 제조한 결과를 개시하였다.

- [0130] 이후 공정은 하기와 같이 동일하게 실시하였다.
- [0131] 이후, 냉간정수압(Cold Isostatic Pressing, CIP) 기술을 사용하여 길이 150mm, 직경 3 내지 6mm의 환봉 타입 성형체를 제조하였다.
- [0132] 마지막으로, 상기 성형체를 200 내지 300℃에서 소결하여 최종 입체형 성형체를 수득하였다.
- [0134] **실시예 1**
- [0135] 구체적으로, Ti:Sn의 중량비를 7:3으로 하고, 2000rpm 속도로 2분 동안 건식 조건에서 Mechanofusion 을 이용해 코팅체를 제조하였고, 이에 따른 결과를 하기 표 1에 개시하였다.
- [0137] **실시예 2**
- [0138] 구체적으로, Ti:Sn의 중량비를 7:3으로 하고, 2000rpm 속도로 7분 동안 건식 조건에서 Mechanofusion 을 이용해 코팅체를 제조하였고, 이에 따른 결과를 하기 표 1에 개시하였다.
- [0140] **실시예 3**
- [0141] 구체적으로, Ti:Sn의 중량비를 7:3으로 하고, 2000rpm 속도로 10분 동안 건식 조건에서 Mechanofusion 을 이용해 코팅체를 제조하였고, 이에 따른 결과를 하기 표 1에 개시하였다.
- [0143] **실시예 4**
- [0144] 구체적으로, Ti:Sn의 중량비를 6:4로 하고, 2000rpm 속도로 10분 동안 건식 조건에서 Mechanofusion 을 이용해 코팅체를 제조하였고, 이에 따른 결과를 하기 표 1에 개시하였다.
- [0146] **비교예 1**
- [0147] 구체적으로, Ti:Sn의 중량비를 9:1으로 하고, 2000rpm 속도로 2분 동안 습식 조건에서 Mechanofusion 을 이용해 코팅체를 제조하였고, 이에 따른 결과를 하기 표 1에 개시하였다.
- [0149] **비교예 2**
- [0150] 구체적으로, Ti:Sn의 중량비를 9:1으로 하고, 2000rpm 속도로 2분 동안 습식 조건에서 Mechanofusion 을 이용해 코팅체를 제조하였다. 이때, Ti와 Sn은 동시에 넣지 않고 순차적으로 넣었다. 이에 따른 결과를 하기 표 1에 개시하였다.
- [0152] **비교예 3**
- [0153] 구체적으로, Ti:Sn의 중량비를 7:3으로 하고, 2000rpm 속도로 7분 동안 습식 조건에서 일반 볼밀링 장비를 이용해 코팅체를 제조하였고, 이에 따른 결과를 하기 표 1에 개시하였다.
- [0155] **비교예 4**
- [0156] 구체적으로, Ti:Sn의 중량비를 7:3으로 하고, 2000rpm 속도로 10분 동안 건식 조건에서 일반 볼밀링 장비 이용해 코팅체를 제조하였고, 이에 따른 결과를 하기 표 1에 개시하였다.

**표 1**

구분	혼합 분말 제조 조건		결과
실시예 1	Ti:Sn=7g:3g	2000rpm, 2분, 건식	코팅, 성형상태 우수
실시예 2	Ti:Sn=7g:3g	2000rpm, 7분, 건식	코팅, 성형상태 우수
실시예 3	Ti:Sn=7g:3g	2000rpm, 10분, 건식	코팅, 성형상태 우수
실시예 4	Ti:Sn=6g:4g	2000rpm, 10분, 건식	코팅, 성형상태 우수
비교예 1	Ti:Sn=9g:1g	2000rpm, 2분, 습식	코팅 불량
비교예 2	Ti:Sn=9g:1g	2000rpm, 2분, 습식	코팅 불량
비교예 3	Ti:Sn=7g:3g	2000rpm, 7분, 습식	코팅 안됨
비교예 4	Ti:Sn=7g:3g	2000rpm, 10분, 건식	일부만 코팅

[0160] 이상 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 실시예를 설명하였지만, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명이 그 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 실시될 수 있

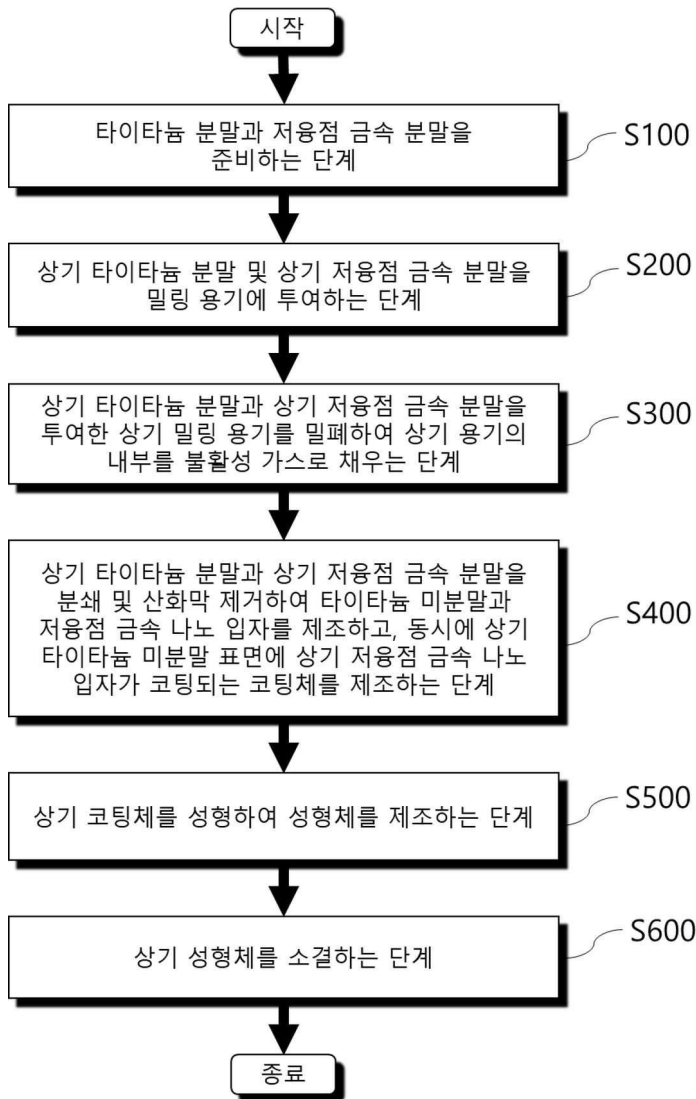
다는 것을 이해할 수 있을 것이다.

[0161]

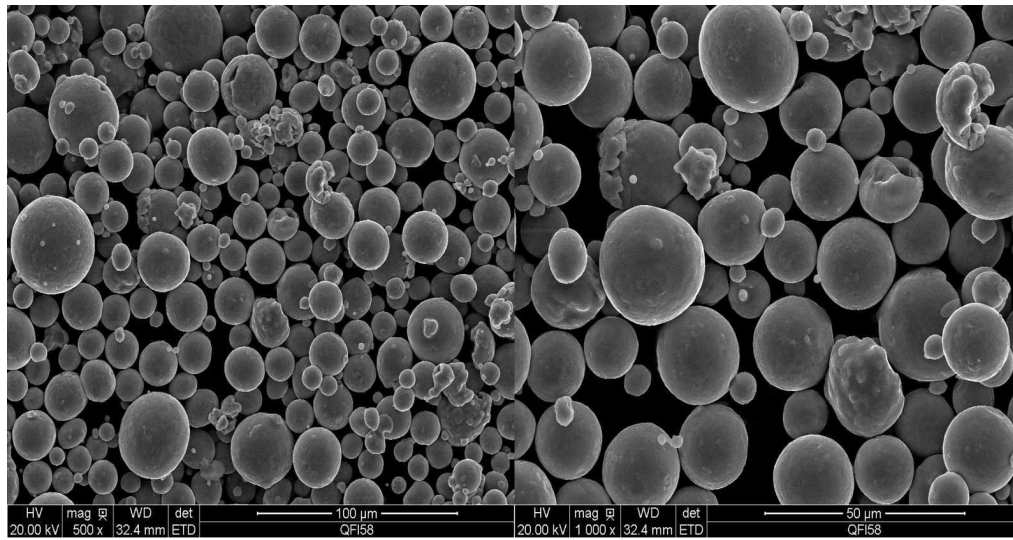
그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다. 본 발명의 범위는 상기 상세한 설명보다는 후술하는 특허청구범위에 의하여 나타내어지며, 특허청구범위의 의미 및 범위 그리고 그 균등 개념으로부터 도출되는 모든 변경 또는 변경된 형태가 본 발명의 범위에 포함되는 것으로 해석되어야 한다.

**도면**

**도면1**



도면2



도면3

