



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2009-0123252
(43) 공개일자 2009년12월02일

(51) Int. Cl.

B22F 9/20 (2006.01) B22F 9/18 (2006.01)
B22F 9/16 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2008-0049229

(22) 출원일자 2008년05월27일

심사청구일자 2008년05월27일

(71) 출원인

충남대학교산학협력단

대전광역시 유성구 공동 220번지 충남대학교

(72) 발명자

원창환

대전시 유성구 장대동 월드컵훼미리 APT. 109동
301호

원형일

대전시 유성구 장대동 월드컵훼미리 APT. 109동
301호

(74) 대리인

권오식, 박창희, 김종관

전체 청구항 수 : 총 9 항

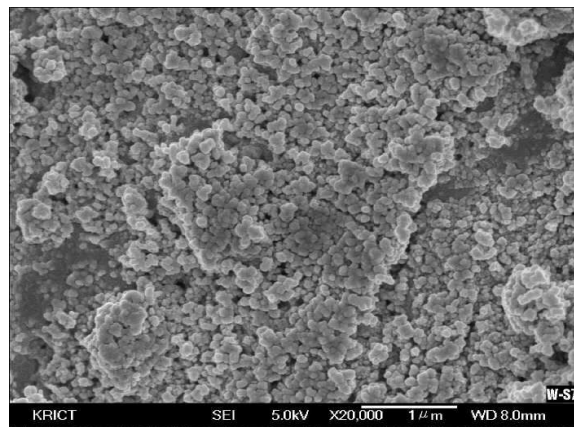
(54) 용융염 자전고온합성법에 의한 초미립 텅스텐 분말의제조방법

(57) 요약

본 발명에 따른 자전고온 합성(SHS; Self-propagating High-temperature Synthesis)을 이용한 초미립 W 분말의 제조방법은 산화텅스텐; 금속 환원제; 및 입자성장억제제인 알칼리염;을 함유하는 원료를 진공 또는 불활성 기체 분위기에서 자전고온 합성하여 초미립 텅스텐(W) 분말을 제조하는 특징이 있다.

본 발명에 따른 제조방법은 평균 입도가 수 나노미터 내지 수백 나노미터의 크기를 갖는 균일한 크기의 초미립 텅스텐 분말을 제조할 수 있으며, 제조된 분말이 다른 상(phase)을 함유하지 않고, 고 결정성을 가지며, 텅스텐 분말의 입자크기를 서브 마이크론 단위로 제어할 수 있는 장점이 있다. 또한, 기존의 제조 공정에 비해 수초 내지 수분 이내로 반응하여 공정시간이 짧고, 공정이 단순하며, 열효율 및 생산성이 우수하여 제조 원가를 크게 절감할 수 있으며, 대량생산 가능한 장점이 있다.

대표도 - 도5



특허청구의 범위

청구항 1

산화텅스텐; 금속 환원제; 및 입자성장억제제인 알칼리염;을 함유하는 원료를 진공 또는 불활성 기체 분위기에 서 자전고온 합성(SHS; Self-propagating High-temperature Synthesis)하여 초미립 텅스텐(W) 분말을 제조하는 자전고온 합성을 이용한 초미립 W 분말의 제조방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 제조방법은

- (a) 산화텅스텐; 금속 환원제; 및 입자성장억제제인 알칼리염;을 함유하는 원료를 펠렛(pallet)으로 성형하는 단계;
 - (b) 상기 펠렛을 자전 연소반응기에 장입한 후, 진공 또는 불활성 기체 분위기에서 상기 펠렛을 국부적으로 순간 가열·점화시켜 자전고온 반응시키는 단계; 및
 - (c) 상기 (b) 단계의 반응 생성물을 증류수로 수세한 후, 산성 용액으로 침출(leaching)하는 단계;
- 를 포함하여 제조되는 것을 특징으로 하는 자전고온 합성을 이용한 초미립 W 분말의 제조방법.

청구항 3

제 2항에 있어서,

- (a) 단계의 상기 알칼리염은 LiF, LiCl, LiBr, LiI, NaF, NaCl, NaBr, NaI, KF, KCl, KBr, KI 또는 이들의 혼합염인 것을 특징으로 하는 자전고온 합성을 이용한 초미립 W 분말의 제조방법.

청구항 4

제 2항에 있어서,

- (a) 단계의 상기 금속 환원제는 Mg, Zn, Al, Na 또는 이들의 혼합물인 것을 특징으로 하는 자전고온 합성을 이용한 초미립 W 분말의 제조방법.

청구항 5

제 2항 내지 제 4항에 있어서,

- (a) 단계의 상기 원료는 상기 산화텅스텐 1몰을 기준으로 1 내지 40몰의 상기 금속 환원제, 0.1 내지 10몰의 상기 알칼리염을 함유하는 것을 특징으로 하는 자전고온 합성을 이용한 초미립 W 분말의 제조방법.

청구항 6

제 5항에 있어서,

- (a) 단계의 상기 원료는 상기 산화텅스텐 1몰을 기준으로 6/(환원제인 금속의 이온가) 몰의 금속 환원제를 함유하는 것을 특징으로 하는 자전고온 합성을 이용한 초미립 W 분말의 제조방법.

청구항 7

제 5항에 있어서,

- (a) 단계의 상기 펠렛은 10kgf 내지 1000kgf의 압력으로 성형된 것을 특징으로 하는 자전고온 합성을 이용한 초미립 W 분말의 제조방법.

청구항 8

제 5항에 있어서,

- (b) 단계의 상기 자전고온 반응은 1atm 내지 100atm의 불활성 기체 분위기에서 수행되는 것을 특징으로 하는 자

전고온 합성을 이용한 초미립 W 분말의 제조방법.

청구항 9

제 1항 내지 제 4항 또는 제 6항 내지 제 8항에서 선택된 어느 한 항의 제조방법으로 제조되어 평균입자크기가 5 nm 내지 150nm인 초미립 W 분말.

명세서

발명의 상세한 설명

기술 분야

- <1> 본 발명은 자전고온합성법을 이용한 초미립 텅스텐 분말의 제조방법에 관한 것으로, 상세하게는 산화텅스텐(WO_3) 및 환원제를 자전고온 반응시켜 산화텅스텐을 텅스텐으로 환원시킴과 동시에 알칼리염을 이용하여 환원된 텅스텐의 핵성장을 제어하여 초미립 텅스텐 분말을 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

- <2> 일반적으로, 텅스텐(W)은 회백색의 면심입방정 구조의 금속으로서, 비중은 19.3, 융점은 $3410 \pm 20^\circ\text{C}$ 이다. 텅스텐(W)은 상온에서 안정하여 가공성이 취약하나, 고온에서 산소 혹은 수증기에 접하면 산화되고, 분말탄소·일산화탄소·이산화탄소 등과 접하면 탄화물을 만들며, 할로젠 화합물과 접하면 할로겐화합물을 만든다.
- <3> 텅스텐(W)은 상온에서 황산·염산에는 침식되지 않으나, 열질산(熱窒酸)·왕수에는 서서히 녹고 용융 알칼리 중에 산소가 공중하면 심하게 침식된다. 또한, 비열이 극히 작으므로(0.32cal/g , 20°C), 조금만 가열해도 고온이 된다.
- <4> 이러한 물리적 성질을 갖는 텅스텐(W)은 수 100°C 내지 1000°C 이상에서는 보호 분위기 속에서 열간 가공될 수 있다. 따라서, 극세선(極細線)으로 가공하여 백열전구·진공관의 필라멘트 또는 전자관용에 널리 사용되고 있다. 또한, 고온이 되어도 경도와 강도를 유지하므로, 전기접점, 용접용 전극, 정밀 기계부품 등으로 사용된다. 게다가, 텅스텐(W)은 내열 충격성, 고온강도, 내마모성 등 고온 특성이 우수하여 우주 로켓용 노즐재료 등의 항공재료로 각광을 받고 있다.
- <5> 일반적으로, 텅스텐(W)은 융점이 높아서 용해가 곤란하기 때문에 원광석으로부터 파라텅스텐산 암모늄($5(\text{NH}_4)_2\text{O} \cdot 12\text{WO}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)을 얻은 후, 산화텅스텐(WO_3)을 제조하여 전기로 내에서 약 1200°C 이상의 온도로 가열하고 수소 환원시켜서 텅스텐(W)을 제조하였다. 그런데, 이와 같은 과정을 거쳐서 텅스텐(W)을 제조하는 경우에는, 그 제조 공정이 복잡해질 뿐만 아니라 많은 양의 에너지를 공급해야 하기 때문에, 경제적으로 많은 부담을 안아야 하는 결점과 $0.1\mu\text{m}$ 이하의 초미립 분말을 제조하는 데 한계가 있다.
- <6> 상기 일반적인 방법 외에, 최근에 요구되는 나노크기의 텅스텐 분말을 제조하기 위한 방법으로는 크게 액상에서 화학반응을 유도하여 나노 크기의 금속을 침전시키는 방법과 기상에서 고온 열분해하여 나노 금속분말을 얻는 방법이 알려져 있으나, 상기 두 가지 방법에서는 원료로서 사용되는 금속 알콕사이드(alkoxide)와 같은 고가의 원료를 사용하기 때문에 대량 생산하는 데에는 경제성의 문제가 따르게 된다.
- <7> 상기 유기금속화합물을 사용하여 나노 금속분말을 제조하는 방법 이외에 초미립자 금속분말을 제조하는 방법으로는 기체상태의 원료를 사용하여 제조하는 방법이 있다. 이 방법은 주금속 염화물 증기를 사용하는데 금속염화물을 적당한 온도에서 가열하여 증발시키고 여기에서 얻은 금속염화물 증기와 환원가스인 수소와의 고온 반응을 통하여 원하는 입도의 나노 금속 분말을 얻게 된다. 상기 방법을 사용한 발명으로는 미국 특허 제6,521,016호, 동 제6,316,377호 동 제5,698,483호 및 일본 특허 제2002-288007호, 동 제2002-255515호, 동 제2002-067000호 등이 있으며 대한민국 특허로는 출원 번호 10-2003-0030136호가 있다.
- <8> 상기 금속염화물을 사용하는 방법은 수소가스와의 반응 때문에 유해물질인 염산가스가 부산물로 나오며 기체로부터 합성하기 때문에 제조되는 텅스텐의 양이 고상 반응법에 비해 상당히 작아 대량생산에 적합하지 않다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

- <9> 상술한 문제점들을 해결하기 위한 본 발명의 목적은 반응시간이 짧으며, 공정이 단순하고 친환경적이며, 대량생산 가능하고, 경제적으로 우수한 초미립 텅스텐 분말의 제조방법을 제공하는 것이며, 수 나노미터 내지 수백 나노미터의 크기를 갖는 균일한 크기의 텅스텐 분말이 제조되며, 서브마이크론 단위로 입자 크기를 제어할 수 있는 텅스텐 분말의 제조방법을 제공하는 것이다.
- <10> 본 발명의 다른 목적은 본 발명의 제조방법에 따라 제조되어 서브마이크론 크기를 가지며, 입자 크기가 균일하고, 고 결정성/고순도를 갖는 초미립 텅스텐 분말을 제공하는 것이다.

과제 해결수단

- <11> 본 발명에 따른 초미립 텅스텐 분말의 제조방법은 산화텅스텐; 금속 환원제; 및 입자성장억제제인 알칼리염;을 함유하는 원료를 진공 또는 불활성 기체 분위기에서 자전고온 합성(SHS; Self-propagating High-temperature Synthesis)하여 초미립 텅스텐(W) 분말을 제조하는 특징이 있다.
- <12> 상세하게 본 발명의 제조방법은 (a) 산화텅스텐; 금속 환원제; 및 입자성장억제제인 알칼리염;을 함유하는 원료를 펠렛(pallet)으로 성형하는 단계; (b) 상기 펠렛을 자전 연소반응기에 장입한 후, 진공 또는 불활성 기체 분위기에서 상기 펠렛을 국부적으로 순간 가열·점화시켜 자전고온 반응시키는 단계; 및 (c) 상기 (b) 단계의 반응 생성물을 증류수로 수세한 후, 산성 용액으로 침출(leaching)하는 단계;를 포함하여 수행된다.
- <13> 상기 원료는 산화텅스텐, 금속 환원제 및 입자성장억제제인 알칼리염을 칭량하여 통상의 건식 또는 습식 볼밀을 이용하여 혼합된 혼합물이다.
- <14> (a) 단계의 상기 금속 환원제는 상기 산화텅스텐을 텅스텐으로 환원시키는 역할을 하며, 이를 위해, 상기 금속 환원제는 Mg, Zn, Al, Na 또는 이들의 혼합물인 것이 바람직하다. 자전 고온 합성 반응시, 화학적으로 안정한 금속 산화물(Al_2O_3)을 만들지 않고, 효과적으로 산화텅스텐을 환원시키기 위해, 상기 금속 환원제는 Mg, Zn, Na 또는 이들의 혼합물인 것이 더욱 바람직하다.
- <15> (a) 단계의 상기 알칼리염은 금속 환원제에 의해 환원된 텅스텐 핵의 성장 속도를 제어하여 서브마이크론 크기의 균일한 텅스텐 입자를 생성시키는 역할을 하며, 이를 위해, 상기 알칼리염은 LiF, LiCl, LiBr, LiI, NaF, NaCl, NaBr, NaI, KF, KCl, KBr, KI 또는 이들의 혼합염인 것이 바람직하다.
- <16> (a) 단계의 상기 원료는 상기 산화텅스텐 1몰을 기준으로 1 내지 40몰의 상기 금속 환원제, 0.1 내지 10몰의 상기 알칼리염을 함유하는 것이 바람직하다.
- <17> 상기 금속 환원제의 몰비율은 자전 고온 합성 반응이 일어나는 수초 내지 수분 이내에 상기 산화텅스텐을 효과적으로 환원시킬 수 있는 비율이며, 상기 알칼리염의 몰비율은 결정립의 텅스텐을 5 nm 내지 150nm의 평균 입자 크기를 갖도록 제조할 수 있는 비율이다.
- <18> 더욱 바람직하게, 상기 원료는 상기 산화텅스텐 1몰을 기준으로 6/(환원제인 금속의 이온가) 몰의 금속 환원제를 함유한다.
- <19> 일 예로, 상기 환원제로 Mg(또는 Zn)가 사용되는 경우, 산화텅스텐 1몰을 기준으로 3몰의 Mg(또는 Zn)가 혼합되게 되며, 상기 환원제로 Al이 사용되는 경우, 산화텅스텐 1몰을 기준으로 2몰의 Al이 혼합되게 되며, 서로 다른 이온가를 갖는 금속을 혼합하여 환원제로 사용하는 경우, 혼합된 각 금속의 몰비율에 의한 평균 금속의 이온가에 기반하여 원료에 혼합되는 환원제의 몰비율이 결정되게 된다.
- <20> 이는, 환원제의 몰비율이 산화텅스텐에 대해 부족할 경우 혼합되어 있는 산화텅스텐이 전부 환원되지 못하여 불순물로 존재하게 되고 환원제의 몰비율이 산화텅스텐에 대해 많을 경우 연소파를 불균일하게 만들어 연소반응을 불안정하게 만들기 때문이다.
- <21> 상술한 바와 같이, 본 발명에 따른 제조방법에 있어, 상기 원료에 함유된 상기 알칼리염에 의해 수십 내지 수백 나노미터의 크기를 갖는 균일한 크기의 초미립 텅스텐 분말이 제조되는 특징을 가지며, 상기 원료에 함유된 알칼리염의 몰비율에 의해 최종 생성되는 텅스텐의 평균 입자크기가 제어되는 특징이 있으며, 평균 입자크기가 서브마이크론 단위로 제어되는 특징이 있다.
- <22> (a) 단계의 상기 원료는 통상의 성형장치를 사용하여 펠렛 형태로 제조되는데, 상기 원료를 10kgf 내지 1000kgf

의 압력으로 성형하여 펠렛을 제조하는 것이 바람직하다. 원료를 10kgf 미만의 압력으로 성형하는 경우, 성형체의 물리적 강도가 약해 파손되기 쉬우며, 1000kgf를 초과하는 압력으로 성형하는 경우, 펠렛의 국부적인 점화가 잘 일어나지 않으며, 펠렛 전체의 반응이 완료되기 전에 소화될 위험이 있다.

- <23> 상기 펠렛을 자전 연소반응기에 장입한 후, 자전 연소반응기 내부를 진공 또는 불활성 기체로 유지하며, 텅스텐 필라멘트와 같은 가열 수단을 이용하여 상기 펠렛을 국부적으로 순간 가열·점화시켜 자전고온 반응시키게 된다.
- <24> 자전고온합성법이란, 두 개 이상의 혼합 원료를 반응 가능한 온도로 가열하여 초기 합성반응을 유도하고, 국부적으로 발생한 초기 합성 반응에서 발생한 반응 생성열에 의해 그 합성 반응이 원료 전체로 스스로 전파되는 반응이 진행, 완료되는 방법으로서, 외부로부터 열을 가하지 않아도 반응이 지속되는 합성반응을 의미한다.
- <25> 본 발명의 제조방법은 자전고온합성법의 특성상, 반응에 소요되는 시간이 수초 내지 수분 이내이며, 초기 점화시에만 외부 에너지가 공급되면 자체 반응열에 의해 전체적인 반응이 진행/완료되므로 열 효율이 높고, 원료의 혼합 및 부분 가열로 그 공정이 단순하며, 유해 가스 또는 유해 반응물이 생성되지 않아 친환경적이고, 값싼 원료 물질 및 최소의 에너지 공급으로 높은 수율의 텅스텐 분말을 제조하므로 대량생산 가능한 경제적인 방법이다.
- <26> 도 1은 본 발명의 제조방법에 사용될 수 있는 자전 연소반응기의 일 장치예를 도시한 것이나, 본 발명이 이에 한정되는 것은 아니다.
- <27> 도 1을 기반으로 상기 (b) 단계에 사용될 수 있는 자전연소반응기를 상술한다. 자전연소반응기(100)는 주로 반응기 챔버(102) 및 그 주변장치로 구성된다. 자전연소반응기(100)는 반응기 챔버(102)내에 진공 또는 불활성 가스 분위기를 조성하고 반응기 챔버(102)내에 위치하는 시편을 점화시킬 수 있는 구조라면 어떠한 형태라도 무방하다.
- <28> 자전연소반응기(100)의 반응기 챔버(102) 내부 중앙에는 연소받침대(10)가 위치한다. 연소받침대(10)위에는 (a) 단계의 상기 펠렛(12)이 위치된다. 반응기 챔버(102) 내에서, 펠렛(12)을 점화시키기 위한 텅스텐 필라멘트(22)가 위치한다. 텅스텐 필라멘트(22)는 반응기 챔버(102) 외부에 위치한 전력 공급원(24)으로부터 전류를 인가 받는다.
- <29> 반응기 챔버(102)의 하단에는 반응기 챔버(102) 내에 진공을 조성하기 위한 진공 파이프(29)가 연결된다. 진공 파이프(29)는 반응기 챔버(102)외부에 위치하는 진공펌프(28)가진 연장된다. 진공펌프(28)는 필요에 따라서 반응기 챔버(102)내의 공기를 빼내어 진공을 조성한다. 또한, 반응기 챔버(102)의 하단에는 반응기 챔버(102)내로 불활성 가스를 주입하기 위한 불활성 가스 공급용 파이프(31)가 연결된다. 불활성 가스 공급용 파이프(31)는 반응기 챔버(102) 외부에 위치하는 불활성 가스 공급원(30)까지 연장된다. 불활성 가스 공급원(30)은 필요에 따라서 반응기 챔버(102)내로 질소(N_2) 또는 아르곤(Ar)과 같은 불활성 가스를 제공한다.
- <30> 또한, 반응기 챔버(102)의 하단 일측에 형성된 배출관(32)은 반응기 챔버(102)의 입력을 일정하게 유지하거나 또는 반응 후 펠렛을 회수 할 때 반응기 챔버(102) 내의 압력을 외부로 배출시킨다. 반응기 챔버(102)의 외부 위쪽에는 개폐 가능한 마개가 위치한다.
- <31> 바람직하게, 상기 (b) 단계의 자전고온 합성반응은 진공; 또는 질소, 아르곤, 네온 및 헬륨에서 선택된 불활성 기체 분위기에서 수행된다. 불활성 기체 분위기에서 수행되는 경우, 상기 자전고온 합성반응은 1atm 내지 100atm의 불활성 기체 압력, 더욱 바람직하게는 5atm 내지 50atm의 불활성 기체 압력에서 수행된다.
- <32> (b) 단계의 반응 생성물은 원료에 첨가된 입자성장억제제, 금속 환원제에 의해 텅스텐 이외의 생성물을 함유하게 되는데, 이를 제거하기 위한 수세 및 산성 용액을 이용한 침출(leaching) 단계가 수행되게 된다.
- <33> (c) 단계의 상기 수세는 증류수와 (b) 단계의 반응 생성물을 혼합, 교반한 후, 여과등을 이용한 고액분리를 통해 고상을 분리 회수하는 방식으로 수행되며, 이러한 수세 단계는 한회이상 반복되어 수행될 수 있다. 상기 수세에 의해 상기 반응 생성물에 함유된 입자성장억제제가 제거된다.
- <34> (c) 단계의 상기 침출 단계는 pH 1 내지 3의 산 용액과 상기 수세된 분말을 혼합, 교반한 후, 분말을 분리 회수하는 방식으로 수행되며, 수세 단계와 마찬가지로 한회 이상 반복되어 수행될 수 있다. 상기 산 용액은 염산, 황산 또는 이들의 혼합산의 용액이다. 상기 산을 이용한 침출에 의해 상기 반응 생성물에 함유된 금속 환원제에 의한 생성물(산화금속)이 제거된다.

- <35> 이때, (c) 단계의 상기 침출이 수행된 후, 다시 증류수를 이용한 수세가 수행될 수 있으며, 상기 (c) 단계 전 또는 후에 반응에 의해 생성된 분말들을 물리적으로 분쇄하는 단계가 더 포함될 수 있고, 이는 통상의 불밀, 물 밀등을 이용하여 수행될 수 있다.
- <36> 상술한 본 발명의 자전고온 합성을 이용한 초미립 텅스텐 분말의 제조방법에 의해 균일한 입자크기를 갖는 5 nm 내지 150nm 크기의 초미립 텅스텐 분말이 제조되며, 고순도/고결정성을 갖는 초미립 텅스텐 분말이 제조된다.

효 과

- <37> 본 발명에 따른 제조방법은 평균 입도가 수 나노미터 내지 수백 나노미터의 크기를 갖는 균일한 크기의 초미립 텅스텐 분말을 제조할 수 있으며, 제조된 분말이 다른 상(phase)을 함유하지 않고, 고 결정성을 가지며, 텅스텐 분말의 입자크기를 서브 마이크론 단위로 제어할 수 있는 장점이 있다. 또한, 기존의 제조 공정에 비해 수초 내지 수분 이내로 반응 공정시간이 짧고, 공정이 단순하며, 열효율 및 생산성이 우수하여 제조 원가를 크게 절감할 수 있으며, 대량생산 가능한 장점이 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

- <38> (실시예 1)
- <39> 산화텅스텐(WO_3 , 삼전화학, T1743), 아연(Zn, 대정화금, 8610-4405) 및 염화나트륨(NaCl, 삼전화학, S0485)분말을 1 : 3 : 1의 몰비로 칭량한 후, 불밀기를 이용하여 24시간 이상 혼합하였다. 혼합된 원료 분말을 100kgf로 가압하여 직경 50mm의 펠렛으로 제조하였다. 제조된 펠렛을 도 1과 유사한 자전연소 반응기 내에 장입 한 후, 80 atm 압력의 아르곤 가스 분위기에서 펠렛을 국부적으로 점화·연소시켰다.
- <40> 이후, 반응 생성물을 증류수를 이용하여 2 내지 3회 수세한 후, 20%의 염산 용액을 이용하여 침출하였다. 침출 단계 후 분리 회수된 분말을 증류수를 이용하여 2 내지 3회 수세한 후 건조하여 텅스텐 분말을 제조하였다.
- <41> (실시예 2)
- <42> 산화텅스텐, 마그네슘(Mg, 대정화금, 5516-4405), 염화칼륨(KCl, 삼전화학, P0838)을 1 : 3 : 2의 몰비로 칭량하여 혼합한 것을 제외하고 실시예 1과 동일한 방법으로 텅스텐 분말을 제조하였다.
- <43> 도 2는 실시예 1에서 제조된 텅스텐 분말의 주사전자현미경 사진이다. 도 2에서 알 수 있듯이 100nm 이하의 크기를 갖는 초미립 텅스텐 분말이 제조됨을 알 수 있으며, 입자끼리의 엉킴(aggregation)이 적고, 입자의 크기가 균일함을 알 수 있다. 도 3은 실시예 1에서 제조된 텅스텐 분말의 투과전자현미경 사진이며, 도 2 내지 도 3에서 알 수 있듯이 구형에 가까운 텅스텐 분말이 제조됨을 알 수 있다. 도 4는 실시예 1에서 제조된 텅스텐 분말의 X-선 회절 결과이며, 본 발명의 제조방법에 의해 결정질의 초미립 텅스텐 분말이 제조되며, 텅스텐을 제외한 다른 이상을 함유하지 않음을 알 수 있다.
- <44> 도 5는 실시예 2에서 제조된 텅스텐 분말의 주사현미경 사진이며, 도 6은 실시예 2에서 제조된 텅스텐 분말의 투과전자현미경 사진이다. 도 2와 도 5에서 알 수 있듯이 단순히 원료의 알칼리염 몰비율을 조절함으로써 서브 마이크론 단위로 입자의 크기가 제어됨을 알 수 있으며, 알칼리염의 몰비율이 증가함에 따라 약 100nm의 평균 입자 크기가 약 50nm로 감소함을 알 수 있다. 또한, 알칼리염의 몰비율이 증가하여도 전체적인 입자 크기는 균일하게 유지되었으며, 그 형태 또한 구에 가까운 형태를 유지함을 알 수 있다. 도 7은 실시예 2에서 제조된 텅스텐 분말의 X-선 회절 결과이며, 알칼리염의 몰비율에 관계없이 이상을 포함하지 않는 결정질의 텅스텐 분말이 제조됨을 알 수 있다.
- <45> 이상과 같이 본 발명에서는 구체적인 알칼리염의 몰비율과 같이 특정된 사항들과 한정된 실시예 및 도면에 의해 설명되었으나 이는 본 발명의 보다 전반적인 이해를 돕기 위해서 제공된 것일 뿐, 본 발명은 상기의 실시예에 한정되는 것은 아니며, 본 발명이 속하는 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 이러한 기재로부터 다양한 수정 및 변형이 가능하다.
- <46> 따라서, 본 발명의 사상은 설명된 실시예에 국한되어 정해져서는 아니되며, 후술하는 특허청구범위뿐 아니라 이 특허청구범위와 균등하거나 등가적 변형이 있는 모든 것들은 본 발명 사상의 범주에 속한다고 할 것이다.

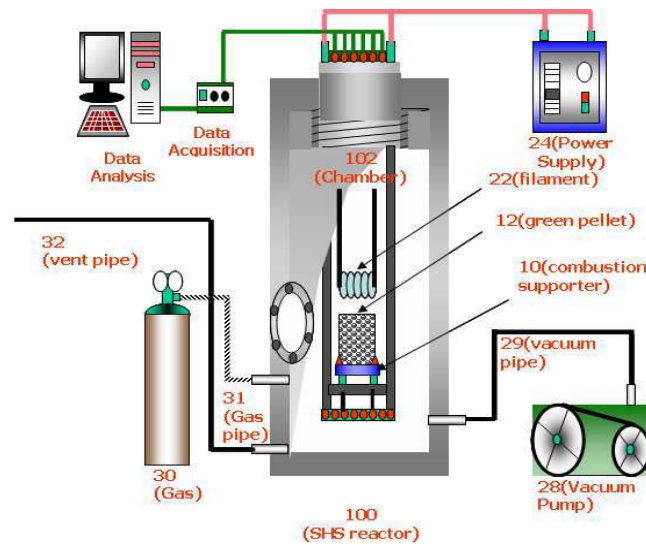
도면의 간단한 설명

- <47> 도 1은 본 발명에 따른 제조방법을 수행할 수 있는 자전연소반응기의 일 장치도를 도시한 도면이며,

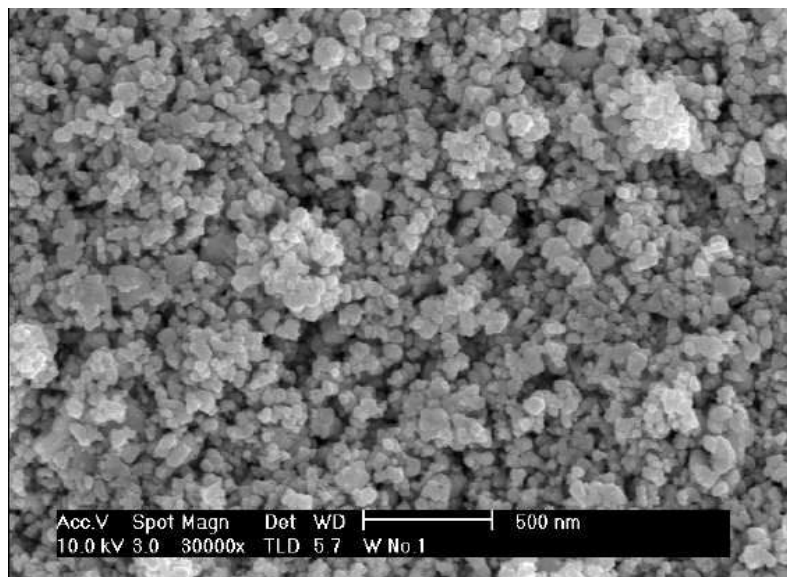
- <48> 도 2는 실시예 1에서 제조된 텅스텐 분말의 주사전자현미경 사진이며,
 <49> 도 3은 실시예 1에서 제조된 텅스텐 분말의 투과전자현미경 사진이며,
 <50> 도 4는 실시예 1에서 제조된 텅스텐 분말의 X-선 회절결과이며,
 <51> 도 5는 실시예 2에서 제조된 텅스텐 분말의 주사전자현미경 사진이며,
 <52> 도 6은 실시예 2에서 제조된 텅스텐 분말의 투과전자현미경 사진이며,
 <53> 도 7은 실시예 2에서 제조된 텅스텐 분말의 X-선 회절결과이다.

도면

도면1



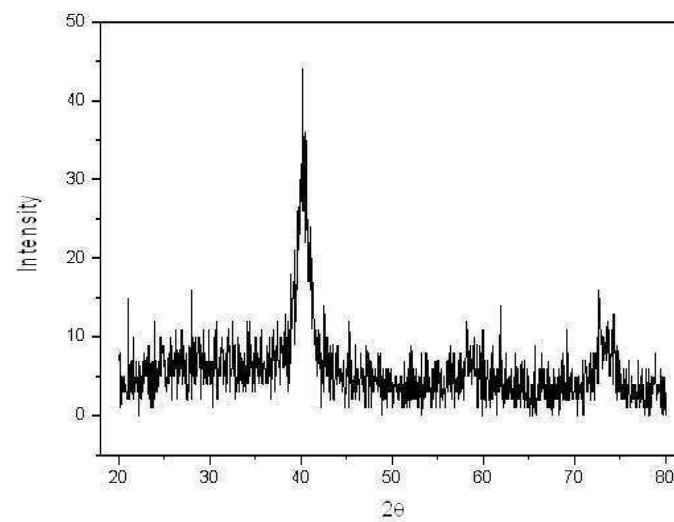
도면2



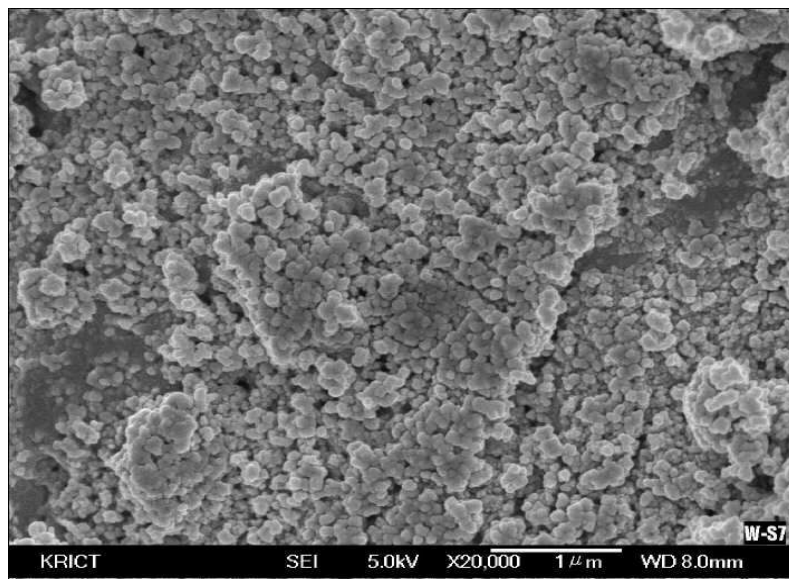
도면3



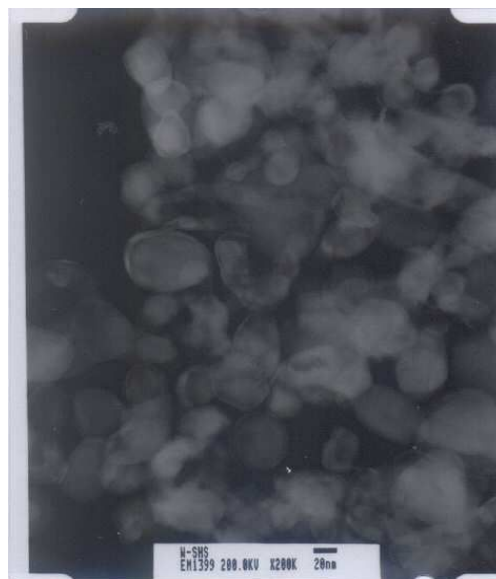
도면4



도면5



도면6



도면7

