(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2019년10월08일
(11) 등록번호 10-2030007
(24) 등록일자 2019년10월01일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 32/914 (2017.01) *C22B 34/24* (2006.01)
C22B 5/00 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C01B 32/914 (2017.08)
C22B 34/24 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2018-0055549
(22) 출원일자 2018년05월15일
심사청구일자 2018년05월15일
(56) 선행기술조사문헌
JP2008019163 A*
JP2015098634 A
Chemical Technology, Vol.457, Part 2. pp.160-163 (2014.09.02.)*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
한국기계연구원
대전광역시 유성구 가정북로 156 (장동)
(72) 발명자
이동원
경상남도 창원시 성산구 성주동 일신대동프리빌리지아파트 (101~111동) 103-504
(74) 대리인
이원희

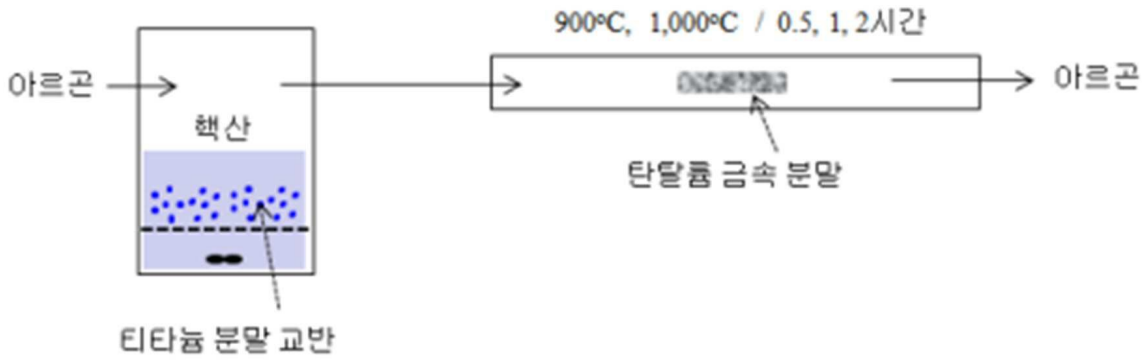
전체 청구항 수 : 총 7 항 심사관 : 장기완

(54) 발명의 명칭 **탄화탄탈륨 분말의 제조방법 및 제조장치**

(57) 요 약

본 발명은 탄화탄탈륨 분말의 제조방법 및 제조장치에 관한 것으로, 본 발명에 따른 새로운 탄화탄탈륨의 제조방법 및 제조장치는, 종래 열탄화환원공정과는 다르게, 환원공정과 탄화공정을 별도로 수행하여, 종래 기술 대비 적은 에너지와 비용으로 수행할 수 있고, 탄화공정인 침탄공정을 보다 안전하고, 탄탈륨의 재산화 없이 수행할 수 있는 바, 종래 기술 대비 고순도 고수율의 탄화탄탈륨을 제공할 수 있는 유용한 효과가 있다.

대 표 도 - 도3



(52) CPC특허분류
C22B 5/00 (2013.01)
B01J 2219/00351 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 PNK5750
부처명 과학기술정보통신부
연구관리전문기관 국가과학기술연구회
연구사업명 주요사업
연구과제명 신공정에 의한 탄화탄탈륨 분말제조 기술개발(1/3)
기 여 율 1/1
주관기관 국가과학기술연구회
연구기간 2018.01.01 ~ 2018.12.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

마그네슘 증기를 이용하여 탄탈륨 산화물을 탄탈륨으로 환원시키는 단계; 및

상기 환원 단계 후, 얻어진 탄탈륨을 탄화수소 증기를 이용하여 탄화탄탈륨으로 탄화시키는 단계;를 포함하고,

상기 탄화수소 증기를 공급하기 전, 탄화수소 증기 또는 이의 액상에 존재하는 불순물을 제거하는 단계를 포함하며,

상기 불순물의 제거 단계는, Ti 분말을 상기 탄화수소 증기 또는 이의 액상과 혼합하여 불순물을 제거하는 단계인 것을 특징으로 하는, 탄화탄탈륨의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 탄화수소 증기는 C_{1-6} 알칸 증기, 또는 이의 혼합 증기인 것을 특징으로 하는, 탄화탄탈륨의 제조방법.

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 탄탈륨의 탄화 단계는 비산화성 분위기에서 수행되는 것을 특징으로 하는, 탄화탄탈륨의 제조방법.

청구항 6

제5항에 있어서,

상기 비산화성 분위기는 진공 또는 아르곤 분위기인 것을 특징으로 하는, 탄화탄탈륨의 제조방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 탄탈륨의 탄화 단계는 850 - 1100℃에서 수행되는 것을 특징으로 하는, 탄화탄탈륨의 제조방법.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 탄탈륨의 탄화 단계는 0.2 내지 4시간 동안 수행되는 것을 특징으로 하는, 탄화탄탈륨의 제조방법.

청구항 9

탄탈륨과 탄화수소가 탄화 반응하는 제1 반응부;

상기 제1 반응부와 유기적으로 연결되어 있는, 탄화수소 공급부; 및

상기 제1 반응부와 유기적으로 연결되어 있는, 탄탈륨 공급부;를 포함하는 탄화탄탈륨의 제조장치이되,

상기 탄탈륨 공급부에서 제1 반응부로의 탄탈륨 공급 이전에,

상기 탄탈륨의 제조를 위하여 상기 장치는,

탄탈륨 산화물과 마그네슘이 환원 반응하는 제2 반응부;

상기 제2 반응부와 유기적으로 연결되어 있는, 마그네슘 공급부; 및

상기 제2 반응부와 유기적으로 연결되어 있는, 탄탈륨 산화물 공급부;를 더포함하고,

상기 제2 반응부에서 얻어진 탄탈륨이 상기 탄탈륨 공급부를 통하여 제1 반응부로 공급될 수 있도록, 상기 제2 반응부와 상기 탄탈륨 공급부는 유기적으로 연결되어 있으며,

상기 탄화수소 공급부에서 제1 반응부로의 탄화수소 공급 이전에,

원료 탄화수소의 불순물 제거를 위하여 상기 장치는,

원료 탄화수소를 티타늄 분말과 혼합하는 제3 반응부;

상기 제3 반응부와 유기적으로 연결되어 있는, 원료 탄화수소 공급부; 및

상기 제3 반응부와 유기적으로 연결되어 있는, 티타늄 분말 공급부;를 더 포함하고,

상기 제3 반응부에서 얻어진 불순물이 제거된 탄화수소가 제1 반응부로 공급될 수 있도록, 상기 제3반응부와 상기 탄화수소 공급부는 유기적으로 연결되어 있는 것을 특징으로 하는, 탄화탄탈륨의 제조장치.

청구항 10

삭제

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 탄화탄탈륨 분말의 제조방법 및 제조장치에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0003] 일반적으로 금속탄화분말의 제조 방법은 금속산화물 분말과 그라파이트 분말을 균일하게 혼합하여 수소, 진공 분위기 등의 환원성(비산화성) 조건과 고온에서 가열함으로써 진행되는 열탄화환원공정(Carbothermal Reduction Process) 으로 진행된다.

[0004] 예를 들어 WC 분말의 경우 WO_3 분말을 이용하는데, 1,000 - 1100℃ 정도에서 반응이 가능하며, 철산화물(Fe_2O_3) 및 몰리브덴산화물(MoO_2)의 경우도 이 온도 구역 혹은 더욱 저온에서도 열탄화환원반응이 가능하다. 그러나, 산화물을 구성하는 금속성분이 산소와의 친화력이 매우 클 경우 이를 열탄화공정을 진행시키기 위해서는 더욱 높은 온도가 요구된다. 예를 들어 TiC 나 ZrC 분말 제조를 위한 TiO_2 및 ZrO_2 의 열탄화공정을 위해서는 1700℃ 이상의 온도가 필요한 것이다.

[0005] 특히, TaC 분말의 열탄화환원공정의 경우, Ta_2O_5 분말을 초기소재로 하며, 이 경우 산화물의 안정도가 매우 커서 1,800 - 2000℃의 초고온에서만 제조가 가능하다. 따라서, 이를 가능하게 하는 장비가 매우 고가이며 공정비용

이 많이 소요되는 문제가 있다.

[0007] Ta_2O_5 열탄화환원공정을 위해서 매우 높은 온도가 요구되는 이유는 Ta_2O_5 소재의 열역학적 안정도가 매우 높기 때문이다. 만약 Ta 와 O 의 결합을 끊는 것 (다시말해, Ta_2O_5 를 Ta 금속으로 환원시키는 것)이 효과적으로 이루어진다면, 이후 침탄 공정은 수월하게 진행될수도 있다.

[0008] 이렇듯, Ta_2O_5와 같이 열탄화환원공정(환원과 침탄이 융합된 형태)이 어려운 난환원성 세라믹의 경우, Ta 금속분말 초기소재로 먼저 제조하고, 후속 단계로 침탄 처리 하는 방법을 고려할 수 있다.

[0010] 한편, 금속분말의 침탄 방법은 고체침탄과 가스침탄을 수행할 수 있는데, 고체침탄의 경우 열탄화 공정과 유사한 형식을 취하는 것으로, 금속분말과 그라파이트 분말을 균일하게 혼합한 후, 비산화성 분위기(아르곤 및 진공)에서 열처리함으로써 진행되며, 경제적이고 간단한 공정이지만 미반응 유리탄소가 잔류하는 단점이 있다. 반면, 가스침탄의 경우 주로 탄소와 수소로 이루어진 탄화 수소계 가스를 이용하며 역시 비산화성 분위기(아르곤 및 진공)에서 열처리함으로써 진행된다. 산업적으로 가스침탄 반응에 사용되는 탄화수소계 가스는 메탄, 프로판, 아세틸렌, 부탄 등이 사용되며 이중 프로판, 아세틸렌, 부탄의 경우 순도가 좋지 않아 고순도가 요구되는 특수금속의 침탄으로 적용이 곤란하다. 따라서, 금속분말의 재산화를 억제하면서 양호한 침탄반응을 유도하기 위해서는 99.99% 이상의 고순도 메탄가스 사용이 유리하여 상용화 되고 있지만, 1) 고순도 메탄가스가 고가인 점, 및 2) 메탄가스 대한 안전성 문제 등의 문제가 있다.

[0012] 이러한 배경하에, 본 발명자들은 고순도 탄화탄탈륨을 보다 용이하고 안전한 방법으로 제조하기 위해 노력하던 중, 본 발명에 따른 탄화탄탈륨의 제조방법으로부터 종래 열탄화환원공정 대비, 적응 에너지와 비용으로, 또한 보다 안전하게 고순도의 탄화탄탈륨이 제조될 수 있음을 규명한 바, 본 발명을 완성하였다.

선행기술문헌

특허문헌

[0014] (특허문헌 0001) 한국 등록 특허 10-1588292

발명의 내용

해결하려는 과제

[0015] 본 발명의 목적은, 종래 열탄화환원공정 대비 보다 적은 비용과 에너지 소모로도, 높은 순도와 수율의 탄화탄탈륨을 제조할 수 있는, 새로운 탄화탄탈륨의 제조방법을 제공하는 것이다.

[0017] 본 발명의 다른 목적은, 높은 효율뿐 아니라 보다 안전하게 수행할 수 있는 침탄 공정을 포함하는, 탄화탄탈륨의 제조방법을 제공하는 것이다.

[0019] 본 발명의 또 다른 목적은, 종래 열탄화환원공정 대비 보다 적은 비용과 에너지 소모로도, 높은 순도와 수율의 탄화탄탈륨을 제조할 수 있는, 새로운 탄화탄탈륨의 제조장치를 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0021] 상기 목적을 해결하기 위하여,

[0022] 본 발명의 일 측면에서,

[0023] 마그네슘 증기를 이용하여 탄탈륨 산화물을 탄탈륨으로 환원시키는 단계; 및

[0024] 상기 환원 단계 후, 얻어진 탄탈륨을 탄화수소 증기를 이용하여 탄화탄탈륨으로 탄화시키는 단계;를 포함하는, 탄화탄탈륨의 제조방법이 제공된다.

[0026] 또한, 본 발명의 다른 측면에서,

[0027] 탄탈륨과 탄화수소가 탄화 반응하는 제1 반응부;

[0028] 상기 제1 반응부와 유기적으로 연결되어 있는, 탄화수소 공급부; 및

[0029] 상기 제1 반응부와 유기적으로 연결되어 있는, 탄탈륨 공급부;를 포함하는 탄화탄탈륨의 제조장치이되,

[0030] 상기 탄탈륨 공급부에서 제1 반응부로의 탄탈륨 공급 이전에,

[0031] 상기 탄탈륨의 제조를 위하여 상기 장치는,

[0032] 탄탈륨 산화물과 마그네슘이 환원 반응하는 제2 반응부;

[0033] 상기 제2 반응부와 유기적으로 연결되어 있는, 마그네슘 공급부; 및

[0034] 상기 제2 반응부와 유기적으로 연결되어 있는, 탄탈륨 산화물 공급부;를 더포함하고,

[0035] 상기 제2 반응부에서 얻어진 탄탈륨이 상기 탄탈륨 공급부를 통하여 제1 반응부로 공급될 수 있도록, 상기 제2 반응부와 상기 탄탈륨 공급부는 유기적으로 연결되어 있는 것을 특징으로 하는, 탄화탄탈륨의 제조장치가 제공된다.

발명의 효과

[0037] 본 발명에 따른 새로운 탄화탄탈륨의 제조방법 및 제조장치는, 종래 열탄화환원공정과는 다르게, 환원공정과 탄화공정을 별도로 수행하여, 종래 기술 대비 적은 에너지와 비용으로 수행할 수 있고, 탄화공정인 침탄공정을 보다 안전하고, 탄탈륨의 재산화 없이 수행할 수 있는 바, 종래 기술 대비 고순도 고수율의 탄화탄탈륨을 제공할 수 있는 유용한 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0039] 도 1은 Ta_2O_5 원료분말에서 측정한 X-선 분석결과(RIKAKU, XRD-2 사용)를 나타낸 것이다.

도 2는 Mg 환원으로 제조한 탄탈륨 금속분말에서 측정한 X-선 분석결과를 나타낸 것이다.

도 3은 티타늄 분말교반 후, 불순물이 제거된 헥산 가스 이송을 통한 TaC 분말 공정의 개념도를 나타낸 것이다.

도 4는 탄화공정(침탄처리 실험) 후, 탄소(원소분석기, Thermo-Flash2000 사용) 및 산소(N/O분석기, Eltra-ON900 사용) 농도 분석 결과를 나타낸 것이다.

도 5는 본 발명 시료 A에서 측정한 X-선 분석결과를 나타낸 것이다.

도 6은 본 발명 시료 B에서 측정한 X-선 분석결과를 나타낸 것이다.

도 7은 본 발명 시료 C에서 측정한 X-선 분석결과를 나타낸 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0040] 이하, 본 발명을 상세히 설명한다.

[0042] 본 발명의 일 측면에서,

[0043] 마그네슘 증기를 이용하여 탄탈륨 산화물을 탄탈륨으로 환원시키는 단계; 및

[0044] 상기 환원 단계 후, 얻어진 탄탈륨을 탄화수소 증기를 이용하여 탄화탄탈륨으로 탄화시키는 단계;를 포함하는, 탄화탄탈륨의 제조방법이 제공된다.

[0046] 여기서, 본 발명에서 제공되는 탄화탄탈륨의 제조방법은, 일 측면으로 종래 열탄화환원공정의 문제점을 해결하고, 보다 고순도 고수율의 탄화탄탈륨을 제공하기 위하여 고안된 발명으로 이해될 수 있다.

[0047] 즉, 탄화탄탈륨을 제조하기 위하여, 출발 물질로 탄탈륨 산화물을 사용할 수 있고, 예를 들어 Ta_2O_5 분말을 사용할 수 있는데, 이러한 탄탈륨 산화물의 화합물 안정도는 매우 크고, 특히 여타의 금속 산화물과 비교하여 상대적으로도 매우 큰 바, 이러한 측면에서, 종래 기술인 열탄화환원공정을 수행하는 경우, 1,800 - 2000℃의 초고온이 요구되는 바, 공정비용 및 에너지 소모가 많고, 또한 이러한 공정을 가능하게 하는 장비 역시 매우 고가인 문제가 있었다.

[0048] 이러한 관점에서, 본 발명이 제공하는 새로운 탄화탄탈륨의 제조방법은, 보다 적은 에너지와 비용으로도, 고순도, 고수율의 탄화탄탈륨 제조가 가능한 바, 유용하다.

[0049] 본 발명에 제공되는 탄화탄탈륨의 제조방법은, 특정한 이론에 한정되는 것은 아니지만, 탄탈륨 산화물의 환원공정과 탄탈륨의 탄화공정을 별도의 단계로 분리하여 수행하고, 특히 환원공정에서, 마그네슘 증기를 사용하여 탄탈륨 산화물의 환원을 용이하게 하는 것으로부터, 산소와 탄탈륨의 높은 결합 안정성으로부터 야기되는 과다한 에너지 소모 문제를 해결할 수 있고, 한편, 탄화공정에 있어서도, 불순물이 제거된 고순도의 탄화수소 증기를 사용하여 탄탈륨의 탄화를 용이하게 하는 것으로부터 고순도, 고수율의 탄화탄탈륨을 제공할 수 있는 것으로 이해될 수 있다.

[0051] 본 발명의 일 구체예에서,

[0052] 상기 탄화수소 증기는, 탄탈륨의 탄화반응을 야기할 수 있는 것이라면 제한없이 사용할 수 있고, 예를 들어 종래 탄화반응 또는 침탄(공정)에 사용되는 탄화수소를 사용할 수 있고, 다른 예로는 C_{1-6} 알칸 증기, 또는 이의 혼합 증기를 사용할 수 있고, 또 다른 예로는 메탄, n-헥산, 또는 이의 혼합물을 사용할 수 있다.

[0053] 한편, 상기 탄화수소 증기의 출처가 되는 액상 탄화수소, 또는 고상 탄화수소는, 90% 이상, 95% 이상, 98% 이상, 99% 이상, 99.9% 이상의 순도를 가지는 것을 사용할 수 있다.

[0054] 다른 한편, 상기 탄화수소 증기, 또는 이의 액상, 또는 이의 고상은 불순물이 제거된 것이 바람직할 수 있고, 다르게는 산소 원자를 포함하는 불순물이 90% 이상, 95% 이상, 98% 이상, 99% 이상, 99.9% 이상, 99.99% 이상, 99.999% 이상 제거된 것이 바람직할 수 있다.

[0056] 또한, 본 발명의 다른 구체예에서,

[0057] 본 발명의 탄화탄탈륨의 제조방법은, 상기 탄화수소 증기를 공급하기 전, 탄화수소 증기 또는 이의 액상에 존재하는 불순물을 제거하는 단계를 더 포함할 수 있다.

[0058] 여기서, 상기 불순물은 상기 탄화수소 증기에 포함되는 C, 또는 H 이외의 원자를 1개 이상 포함하는 불순물인 것으로 이해될 수 있고, 다르게는 상기 불순물은 산소 원자를 포함하는 화합물인 것으로 이해될 수 있고, 또 다르게는 이에 제한되지 않으나, 상기 불순물은 수분(H_2O), 황산(H_2SO_4), 및 용존산소(O_2) 등일 수 있다.

[0059] 한편, 상기 불순물 제거 단계는, 용매, 예를 들어 유기용매에 있어서, 통상 적용되는 불순물의 제거 방법을 포함할 수 있고, 다르게는 상기 불순물의 제거 단계는, Ti 분말을 상기 탄화수소 증기 또는 이의 액상과 혼합하여 불순물을 제거하는 단계일 수 있다.

[0060] 예를 들어, 본 발명의 하기 실시예와 같이, Ti 분말을 상기 탄화수소 증기의 출처가 되는 액상과 같이 혼합하여, 소정의 시간, 예를 들어 상기 불순물이 제거되기에 충분한 시간, 이에 제한되지 않으나, 10분 이상, 20분 이상, 30분 이상, 40분 이상, 50분 이상, 60분 이상, 또는 2시간 이상 교반하는 것으로부터 불순물을 제거하는 단계일 수 있다.

[0062] 나아가, 본 발명의 또 다른 구체예에서,

[0063] 상기 탄탈륨의 탄화 단계는 비산화성 분위기에서 수행될 수 있다. 여기서, 상기 비산화성 분위기는 탄탈륨의 산화를 방지할 수 있는 반응 조건인 것으로 이해할 수 있고, 예를들어, 산소 원자를 포함하는 화합물이 제거된 반응 조건인 것으로 이해될 수 있다. 이에 제한되지 않으나, 상기 비산화성 분위기는, 진공 조건, 또는 아르곤 분위기일 수 있다.

[0064] 한편, 상기 아르곤은 99% 이상, 99.9% 이상, 99.99% 이상, 99.999% 이상의 순도를 가지는 아르곤인 것을 사용할 수 있다.

[0066] 또한, 본 발명의 다른 구체예에서,

[0067] 상기 탄탈륨의 탄화 단계는 850 - 1100℃에서 수행될 수 있다. 물론, 탄화 단계의 온도 조건은, 탄화 단계의 시간, 등의 다른 반응 조건을 고려하여 변경 가능할 수 있고, 특히 탄화탄탈륨을 제조할 수 있는 최소한의 온도부터라면 본 발명은 이를 포함한다. 다만, 일 구체예로서, 상기 850 - 1100℃ 탄화 단계의 온도가 바람직할 수 있고, 다르게는, 800 - 1200℃, 830 - 1150℃, 880 - 1100℃, 890 - 1050℃, 또는 900 - 1000℃에서 수행될 수 있다.

[0068] 일예로, 하기 실험예에서 보이는 바와 같이, 상기 탄화 단계는 약 900℃ 또는 약 1000℃에서 수행될 수 있고, 특히 상기 탄화 단계는 제조되는 탄화탄탈륨의 탄소농도를 높일 수 있고, 산소농도를 낮출 수 있는 방향으로 반응 조건을 설정하여 수행되는 것이 바람직할 수 있다.

[0070] 나아가, 본 발명의 또 다른 구체예에서,

[0071] 상기 탄탈륨의 탄화 단계는 0.2 내지 4시간 동안 수행될 수 있다. 물론, 탄화 단계의 시간 조건은, 탄화 단계의 온도, 등의 다른 반응 조건을 고려하여 변경 가능할 수 있고, 특히 탄화탄탈륨을 제조할 수 있는 최소한의 시간이라면 본 발명은 이를 포함한다. 다만, 일 구체예로서, 상기 0.2 내지 4시간의 탄화 단계의 수행 시간이 바람직할 수 있고, 다르게는, 0.2 시간 이상, 0.5 시간 이상, 1시간 이상, 2시간 이상, 3시간 이상, 0.3 내지 3.5시간, 또는 0.5 내지 3시간 동안 수행할 수 있다.

[0072] 일예로, 하기 실험예에서 보이는 바와 같이, 상기 탄화 단계는 약 0.5 시간, 약 1시간, 약 2시간, 또는 약 3시간 동안 수행될 수 있고, 특히 상기 탄화 단계는 제조되는 탄화탄탈륨의 탄소농도를 높일 수 있고, 산소농도를 낮출 수 있는 방향으로 반응 조건을 설정하여 수행되는 것이 바람직할 수 있다.

[0074] 또한, 본 발명의 다른 측면에서,

[0075] 탄탈륨과 탄화수소가 탄화 반응하는 제1 반응부;

[0076] 상기 제1 반응부와 유기적으로 연결되어 있는, 탄화수소 공급부; 및

[0077] 상기 제1 반응부와 유기적으로 연결되어 있는, 탄탈륨 공급부;를 포함하는 탄화탄탈륨의 제조장치이되,

[0078] 상기 탄탈륨 공급부에서 제1 반응부로의 탄탈륨 공급 이전에,

[0079] 상기 탄탈륨의 제조를 위하여 상기 장치는,

[0080] 탄탈륨 산화물과 마그네슘이 환원 반응하는 제2 반응부;

[0081] 상기 제2 반응부와 유기적으로 연결되어 있는, 마그네슘 공급부; 및

[0082] 상기 제2 반응부와 유기적으로 연결되어 있는, 탄탈륨 산화물 공급부;를 더포함하고,

[0083] 상기 제2 반응부에서 얻어진 탄탈륨이 상기 탄탈륨 공급부를 통하여 제1 반응부로 공급될 수 있도록, 상기 제2 반응부와 상기 탄탈륨 공급부는 유기적으로 연결되어 있는 것을 특징으로 하는, 탄화탄탈륨의 제조장치가 제공된다.

[0085] 여기서, 상기 탄화탄탈륨의 제조장치는, 크게 탄화 반응이 수행되는 제1 반응부, 환원 반응이 수행되는 제2 반응부를 중심으로 나누어 지는 것으로 이해될 수 있다.

[0086] 또한, 각 제1 반응부 및 제2 반응부에 있어서, 반응물(원료)가 공급되는 공급부를 포함하고 있고, 제1 반응부의 경우, 탄화수소 공급 및 탄탈륨 공급을 위한 단 하나의 공급부, 또는 각각 1개 또는 2개 이상의 공급부를 가질 수 있고, 여기서, 각각의 공급부는 동시 공급될 수도 있고, 또는 각각 원하는 다른 시점에 공급될 수 있다.

[0087] 한편, 제2 반응부의 경우, 마그네슘 공급 및 탄탈륨 산화물 공급을 위한 단 하나의 공급부, 또는 각각 1개 또는 2개 이상의 공급부를 가질 수 있고, 여기서, 각각의 공급부는 동시 공급될 수도 있고, 또는 각각 원하는 다른 시점에 공급될 수 있다.

[0088] 한편, 본 발명의 탄화탄탈륨의 제조장치는 상기 제1 반응부와 제2 반응부를 가지는 장치이나, 본 발명의 개념에 있어서, 상기 제1 반응부와 제2 반응부를 별도로 구성하지 않는, 즉 단 하나의 반응부에서 환원 반응과 탄화 반응을 순차적으로 수행하는 장치 역시 생각해볼 수 있고, 본 발명은 이를 포함하나, 다만, 상기 제1 반응부와 제2 반응부를 별도로 가지는 것이 바람직할 수 있다.

[0089] 이러한 관점에서, 본 발명이 제공하는 상기 탄화탄탈륨의 제조장치는, 먼저 마그네슘을 이용하여 탄탈륨 산화물을 환원 시키고, 이로부터 될 수 있으면 산화 마그네슘, 잔여 마그네슘, 잔여 탄탈륨 산화물, 및 여타 불순물을 제거한, 고순도의 탄탈륨만을 수득하고, 이어서, 얻어진 탄탈륨에 탄화수소를 공급하여 탄화 반응(침탄(공정))을 수행하여 최종 목적하는 탄화탄탈륨을 수득할 수 있는 장치이다.

[0091] 본 발명의 일 구체예에서,

[0092] 상기 제1 반응부의 탄화 반응은 비산화성(환원성) 분위기에서 수행될 수 있고, 여깃서 비산화성 분위기는, 본원에 설명되는 비산화성 분위기인 것으로 이해될 수 있고, 예를 들어 진공 분위기 또는 아르곤 분위기일 수 있다.

[0093] 또한, 바람직하게 상기 아르곤은 순도 99% 이상, 99.9% 이상, 99.99% 이상, 99.999% 이상의 아르곤일 수 있다.

[0094] 한편, 제1 반응부는, 상기 탄화 반응이 수행될 수 있는 최소한의 조건부터 본 발명에 포함되나, 특히, 산소 원

자를 포함하는 화합물에 노출되지 않도록 폐쇄된 환경에서 탄화 반응(침탄(공정))을 수행하는 것이 바람직할 수 있다.

[0095] 나아가, 이런 관점에서, 제1 반응부에 공급되는 탄화수소, 및 탄탈륨은 불순물이 되도록 제거된 것이 바람직하고, 여기서, 불순물은 상기 설명된 불순물일 수 있고, 특히 산소 원자를 포함하는 불순물이 제거된 것이 바람직하다.

[0097] 또한, 본 발명의 다른 구체예에서,

[0098] 상기 탄화수소 공급부, 및 상기 탄탈륨 공급부는, 제1 반응부로 반응물을 공급할 수 있는 구성의 공급부, 또는 공급 장치라면 제한 없이 사용할 수 있고, 통상 반응 공정에 사용되는 반응물(원료) 공급부로 사용되는 것을 선택하여 사용할 수 있다. 예를 들어, 상기 공급부는 되도록 반응물 이외의 성분이 공급되지 않도록 설계되는 것이 바람직할 수 있고, 또는 별도의 공급 유체를 사용하여 공급될 수 있는데, 여기서, 공급 유체 역시 제1 반응부에 수행되는 탄화 반응에 방해되지 않는 유체를 채택하여 사용하는 것이 바람직하고, 예를 들어 본원에 설명되는 아르곤 기체를 공급 유체로 사용할 수 있다.

[0099] 한편, 이에 제한되는 것은 아니나, 공급 유체를 사용하는 경우, 반응물(탄화수소, 및 탄탈륨)의 공급은 탄화 반응의 수행, 또는 제조되는 생성물의 순도 또는 수율 등을 고려하여 설정할 수 있고, 예를 들어 계속적으로, 또는 일정 주기로, 또는 불특정 시점에 반응을 모니터링하면서, 반응물 공급을 조절할 수 있다. 이때, 공급 유체의 속도는, 이에 제한되지 않으나, 하기 실시예와 같이, 약 100 cc/min의 속도로, 또는 50 - 150 cc/min, 또는 20 - 200 cc/min의 속도로 아르곤 기체를 공급 유체로 공급할 수 있다.

[0100] 다른 한편, 상기 제1 반응부에 공급되는 탄화수소는 고상, 액상, 또는 기상일 수 있는데, 일 측면에서, 기상인 것이 바람직하다. 한편, 고상 또는 액상으로 탄화수소가 주입되는 경우, 바람직하게 반응부 내에서 가열되어 기상으로 탄화 반응하는 것이 바람직하나, 고상 또는 액상의 경우 기상 대비 불순물이 더 많이 함유될 수 있는 바, 공급 시점부터 기상으로 공급되어 탄화 반응하는 것이 바람직할 수 있다.

[0101] 또 다른 한편, 상기 탄탈륨의 공급의 경우, 탄화수소의 공급과 별개로 먼저, 제1 반응부 내로 탄탈륨을 공급한 후, 탄화수소를 후속적으로 공급할 수 있다. 또한, 탄탈륨 공급의 경우, 탄화 반응의 용이성을 위하여, 탄화수소와 접촉되는 표면적을 높일 수 있는 방향으로, 예를 들어, 넓게 펴서 배치시킬 수 있다.

[0103] 나아가, 본 발명의 또 다른 구체예에서,

[0104] 제2 반응부의 환원반응은 역시 비산화성(환원성) 분위기에서 수행될 수 있고, 여기서 비산화성 분위기는 본원에 설명되는 비산화성 분위기이다.

[0105] 한편, 제2 반응부의 환원반응은 여타의 추가적인 촉매하에 수행될 수도 있으나, 바람직하게 추가적인 불순물이 발생되지 않도록, 촉매를 더 사용하지 않거나, 또는 각별히 제어하면서 촉매를 선별적으로 사용할 수도 있을 것이다.

[0106] 한편, 상기 환원반응은, 마그네슘을 이용하여 700 내지 950℃에서 수행되는 환원반응으로 이해될 수 있다.

[0107] 다른 한편, 상기 환원반응은 탄탈륨 산화물, 예를 들어 Ta_2O_5를 환원시키는 반응으로, 이를 마그네슘으로 바로 환원반응시키는 것으로 이해될 수 있고, 다르게는, Ta_2O_5를 마그네슘으로 환원반응시키기 이전에, 수소환원 등의 여타 환원반응으로 일차적으로 환원시키고, 이어서, 마그네슘으로 최종 환원반응시키도록 설계 변경하거나, 추가할 수도 있을 것이다.

[0108] 즉, 하기 반응식 1로 표시되는 환원반응을 마그네슘만을 사용하거나, 또는 이전에 단계적 환원반응을 더 구성하는 것을 생각해볼 수 있다.

[0109] <반응식 1>

[0110] $Ta_2O_x + x\ Mg \rightarrow 2\ Ta + x\ MgO$

[0111] 여기서, Ta_2O_5의 경우, x는 5이다.

[0112] 한편, 상기 제2 반응부에 공급되는 마그네슘은 고상, 액상 또는 기상일 수 있다. 예를 들어, 고상 또는 액상으로 제2 반응부에 공급되는 경우, 이를 가열하여 기상으로 상변화시키고, 마그네슘 증기로서 탄탈륨 산화물을 환원반응하는 것이 바람직할 수 있고, 또는 처음 공급 시점부터 기상의 마그네슘 증기를 공급하여 환원반응 시키

는 것이 바람직할 수 있는데, 예를 들어 고상 또는 액상의 경우, 기상 대비 불순물이 더 함유될 수 있는 바, 기상인 마그네슘 증기로 공급하는 것이 바람직하다. 일예로, 상기 마그네슘은 1.0 기압 이상의 증기인 것이 바람직할 수 있다.

[0113] 예를 들어, 마그네슘(Mg)의 증기압이 1.0기압 미만인 경우, 마그네슘(Mg) 증기에 의한 환원이 잘 일어나지 않는 효율에 문제가 있을 수 있다.

[0114] 한편, 상기 환원반응의 온도 조건에 있어서, 환원온도가 700 ℃ 미만인 경우에는 탄탈륨 산화물이 탄탈륨으로 완전히 환원되지 않고 상당량 남아있게 되는 문제점이 있으며, 900 ℃를 초과하는 경우에는 액상 마그네슘의 기화성이 증대되어 조업이 곤란하게 되며 또한 에너지 측면에서 경제적이지 못한 문제가 있다.

[0115] 다른 한편, 상기 환원반응의 시간은 10 시간 내지 48 시간인 것이 바람직할 수 있다.

[0116] 예를 들어, 상기 환원 시간이 24시간 미만인 경우, 탄탈륨 산화물이 환원하는데 충분한 시간이 주어지지 않아 반응이 종결되지 않는 문제가 있으며, 환원시간이 48시간을 초과하는 경우, 에너지 측면에서 경제적이지 못한 문제가 있다.

[0117] 또 다른 한편, 상기 환원반응 후 잔여 마그네슘(Mg)을 진공 응축시킨 후 회수하여 재사용할 수 있다.

[0118] 예를 들어, 반응용기에서 환원반응이 진행된 후 생성된 마그네슘 증기를 상단용기에 구비된 냉각 순환부를 통해 응축할 수 있고, 이를 재가열하여 고체 상태로 응축된 마그네슘을 액체상태로 상 변이시킨 후 이를 노즐을 통해 하단용기로 회수할 수 있다.

[0119] 다른 한편, 상기 환원반응 후, 얻어진 탄탈륨 수득을 위하여, 불순물을 세척하는 단계가 더 포함될 수 있다.

[0120] 여기서, 상기 불순물 세척은, 탄탈륨 표면에 산화마그네슘, 또는 잔여 반응물 등의 세척을 의미하는 것일 수 있고, 세척 방법은, 통상적인 반응 후 생성물 수득을 위한 세척 방법, 예를 들어 산성 수용액을 사용한 세척일 수 있다.

[0121] 한편, 상기 세척단계에서, 후속 공정인 탄화반응에 장애가 될 수 있는 요소를 포함하는 세척 방법은 사용하지 않는 것이 바람직하고, 적어도 탄화 반응을 위한 공급 이전에, 이러한 장애 요소들을 제거하는 것이 바람직하다.

[0123] 본 발명의 다른 구체예에 있어서,

[0124] 상기 탄화탄탈륨의 제조장치는 다음과 같은 추가 구성을 더 포함하는 장치일 수 있다.

[0125] 상기 탄화수소 공급부에서 제1 반응부로의 탄화수소 공급 이전에,

[0126] 원료 탄화수소의 불순물 제거를 위하여,

[0127] 원료 탄화수소를 티타늄 분말과 혼합하는 제3 반응부;

[0128] 상기 제3 반응부와 유기적으로 연결되어 있는, 원료 탄화수소 공급부; 및

[0129] 상기 제3 반응부와 유기적으로 연결되어 있는, 티타늄 분말 공급부;를 더 포함할 수 있다.

[0130] 상기 제3 반응부에서 얻어진 불순물이 제거된 탄화수소가 제1 반응부로 공급될 수 있도록, 상기 제3반응부와 상기 탄화수소 공급부는 유기적으로 연결되어 있다.

[0131] 여기서, 상기 제3 반응부는, 제1 반응부에 공급되는 탄화수소의 불순물, 즉, 원료 탄화수소의 불순물을 제거하기 위한, 별도의 구성으로 이해될 수 있다.

[0132] 한편, 제3 반응부로 원료 탄화수소는 고상, 액상, 또는 기상으로 공급될 수 있고, 바람직하게 취급이 용이한 고상 또는 액상의 원료를 공급하는 것으로 이해할 수 있다. 특히, 공급되는 탄화수소 원료는, C_{1-6} 탄화수소, 또는 이의 혼합물일 수 있고, 불순물이 함유되어 있는 것으로 이해할 수 있다. 특히 이 단계에서 원료 탄화수소에 함유되는 불순물은 수분(H_2O), 황산(H_2SO_4), 및 용존산소(O_2) 등을 포함한다.

[0133] 본 발명의 일 구체예에서,

[0134] 상기 제3 반응부에서 티타늄(Ti) 분말을 액상의 탄화수소와 혼합하여 불순물을 제거하고, 예를 들어 10분 이상, 20분 이상, 30분 이상, 40분 이상, 50분 이상, 60분 이상, 또는 2시간 이상 교반하는 것으로부터 수분(H_2O), 황

산(H_2SO_4), 및 용존산소(O_2) 등의 산소 원자를 포함하는 불순물을 제거할 수 있다.

[0135] 특히, 제3 반응부를 도입한 불순물 제거를 통하여, 최종 목적하는 탄화탄탈륨을 고순도로 얻을 수 있고, 탄화탄탈륨에 함유된 불필요한 산소 농도를 감소시킬 수 있다.

[0136] 한편, 상기 티타늄 분말로는, 통상적으로 구할 수 있는 제품 등을 사용할 수 있고, 사용되는 분말의 평균입도는 특별히 제약되지 않고, 예를들어 탄화수소와 접촉되는 표면적이 넓어 보다 단시간에 높은 효율로 불순물이 제거될 수 있는 것을 사용할 수 있다.

[0138] 전술한 바와 같이, 본 발명에서 제공하는 탄화탄탈륨의 제조방법 및 제조장치는, 종래 Ta_2O_5 열탄화환원공정에 매우 높은 온도가 요구되는 바, 이보다는 탄탈륨 산화물의 환원 공정과 후속 침탄 공정을 별도로 구분하여 진행될수 있도록 하였고, 또한 효율적인 환원 공정과 침탄 공정이 수행될 수 있도록, 기상에서 공정 반응을 진행하였다. 나아가, 최종 탄화탄탈륨을 고순도 고수율로 얻기 위한 전략으로, 탄화 공정에 도입되는 탄화수소의 불순물을 Ti 분말을 사용하여 제거시켜 주었다. 따라서, 얻어지는 탄화탄날륨은 종래 열탄화환원공정으로 얻어지는 탄화탄탈륨 대비 고순도, 고수율로 수득될 수 있고, 불순물로 함유되는 산소농도를 현저히 낮출 수 있는 이점이 있다(하기 실험예 참조).

[0139] 또한, 하기 실시예와 같이 탄화 반응(침탄 공정)에 사용하는 탄화수소는, 독성, 사용 위험도가 높은 메탄 보다, n-헥산을 사용한다면 보다 안전하게 탄화탄탈륨을 제조할 수 있다. 나아가, 고순도 헥산용액은 99% 이상이 바람직할 수 있고, 상온에서 증기압이 17.6 kPa 로 높은 바, 쉬이 증기화 되어 탄화반응에 사용될 수 있는 것이다.

[0141] 본 발명의 또 다른 측면에서,

[0142] 상술한 본 발명의 탄화탄탈륨의 제조방법 또는 제조장치를 통하여, 제조되는 종래 대비 탄소함유가 증가되고, 산소함유가 감소된 탄화탄탈륨은 초경분말공구부품(WC/Co계), 서멧분말공구부품(TiCN/Ni계), 등에 첨가되어, 보다 향상된 고온특성, 강도특성 등을 달성할 수 있다.

[0144] 이하, 본 발명을 실시예 및 실험예에 의하여 상세히 설명한다.

[0145] 단, 하기 실시예 및 실험예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 이에 한정되는 것은 아니다.

[0147] **<실시예 1> 탄화탄탈륨(TaC)의 제조**

[0148] 단계 1: 탄탈륨 산화물의 환원

[0149] Ta_2O_5 원료분말 100 g 및 마그네슘(Mg) 100 g을 티타늄 소재의 반응용기에 분리하여 도입하고, 반응 장치 내부를 아르곤 가스로 충진한 후, 800 ℃에서 5 시간 동안 열처리하였다. 반응이 끝나면, 반응 장치 내부의 아르곤 가스를 제거하여 진공화시키고, 냉각수를 가동하여 잉여의 마그네슘 증기를 응축시켰다. 반응 장치 내부를 다시 아르곤 가스로 충진한 후, 냉각수를 차단하여 응축된 마그네슘을 하단용기에서 회수하고, 반응용기에서 탄탈륨을 수득하였다. 수득한 탄탈륨을 5 % 염산 수용액에 첨가하여 3 시간 동안 교반하였다. 그 후, 상기 반응액을 여과하고 증류수로 세척한 후, 3 시간 동안 건조시켜, 시료 내의 산화마그네슘(MgO)이 제거된 고순도의 탄탈륨 분말을 수득하였다.

[0150] XRD-2(RIKAKU)를 사용하여 상기 단계 1 수행 전 Ta_2O_5 원료분말과 단계 1의 환원 후 얻어진 탄탈륨 금속분말을 각각 X-선 분석하여, 그 결과를 도 1 및 도 2에 나타내었다.

[0151] 도 1 및 도 2를 살펴보면, 탄탈륨 산화물의 환원이 완전히 진행되어, 탄탈륨 금속분말이 고순도로 얻어졌음을 확인할 수 있다.

[0153] 단계 2: 티타늄 분말을 사용한 헥산에서의 불순물 제거

[0154] 탄탈륨의 탄화(침탄) 전, 탄소 공급원이 되는 탄화수소(n-헥산) 내 불순물을 제거하기 위하여, 도 3에 도시된 바와 같이, 티타늄 분말을 헥산과 1시간 동안 교반하였다.

[0155] 구체적으로, 순도 99%의 헥산 (Aldrich-13938-6) 500cc를 사용하였고, 평균입도 100㎛, 산소농도 0.2wt%의 티타늄 분말(KISWEL-TP100)을 100g 사용하여, 1시간 동안 교반시켜 주었다. 교반 후, 순도 99.999% 아르곤을 공급유체로 하여 100 cc/min으 속도로 헥산 증기를 탄화 반응용기로 흘려주었다.

[0157] 단계 3: 탄탈륨의 탄화

[0158] 먼저, 탄화 반응용기(몰리브덴 트레이 용기)에 상기 단계 1에서 얻은, 탄탈륨 분말 5g을 1㎜ 이하로 얇게 깔아서 준비하였고, 상기 단계 2 수행 후, 아르곤 공급유체로 유입되는 헥산 증기와 900 ℃, 0.5시간 동안 탄화(침탄) 시켜 탄화탄탈륨을 수득하였다.

[0160] **<실시예 2> 탄화탄탈륨(TaC)의 제조**

[0161] 상기 실시예 1의 단계 3의 탄화(침탄)를 900 ℃, 1시간 동안 수행한 점을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 탄화탄탈륨을 수득하였다.

[0163] **<실시예 3> 탄화탄탈륨(TaC)의 제조**

[0164] 상기 실시예 1의 단계 3의 탄화(침탄)를 900 ℃, 2시간 동안 수행한 점을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 탄화탄탈륨을 수득하였다.

[0166] **<실시예 4> 탄화탄탈륨(TaC)의 제조**

[0167] 상기 실시예 1의 단계 3의 탄화(침탄)를 900 ℃, 3시간 동안 수행한 점을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 탄화탄탈륨을 수득하였다.

[0169] **<실시예 5> 탄화탄탈륨(TaC)의 제조**

[0170] 상기 실시예 1의 단계 3의 탄화(침탄)를 1000 ℃, 0.5시간 동안 수행한 점을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 탄화탄탈륨을 수득하였다.

[0172] **<실시예 6> 탄화탄탈륨(TaC)의 제조**

[0173] 상기 실시예 1의 단계 3의 탄화(침탄)를 1000 ℃, 1시간 동안 수행한 점을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 탄화탄탈륨을 수득하였다.

[0175] **<실시예 7> 탄화탄탈륨(TaC)의 제조**

[0176] 상기 실시예 1의 단계 3의 탄화(침탄)를 1000 ℃, 2시간 동안 수행한 점을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 탄화탄탈륨을 수득하였다.

[0178] **<실시예 8> 탄화탄탈륨(TaC)의 제조**

[0179] 상기 실시예 1의 단계 3의 탄화(침탄)를 1000 ℃, 3시간 동안 수행한 점을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 탄화탄탈륨을 수득하였다.

[0181] **<실시예 9> 탄화탄탈륨(TaC)의 제조**

[0182] 티타늄 분말을 사용한 헥산에서의 불순물 제거 단계(상기 실시예 1의 단계 2)를 수행하지 않았고, 상기 실시예 1의 단계 3의 탄화(침탄)를 1000 ℃, 2시간 동안 수행한 점을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 탄화탄탈륨을 수득하였다.

[0184] **<실험예 1> 탄화탄탈륨의 성분 분석**

[0185] 본 발명 탄화탄탈륨의 제조방법으로부터 성공적으로 탄화탄탈륨이 제조되었는지 평가하기 위하여, 각기 다른 설정 조건의 상기 실시예 1-9에서 얻어진 탄화탄탈륨을 원소분석기(Thermo-Flash2000)를 사용하여 탄소농도를 분석하였고, N/O분석기(Eltra-ON900)를 사용하여 산소농도를 분석하였고, 그 결과를 하기 표 1로 나타내었다.

표 1

[0187]

실시예	단계 2의 수행 여부	침탄 온도	시간	탄소농도(wt%)	산소농도(wt%)
1	O	900 ℃	0.5	2.14	0.53
2			1	3.93	0.59
3			2	5.16	0.78
4			3	5.85	0.91
5		1000 ℃	0.5	3.33	0.55
6			1	5.58	1.23
7			2	6.23	1.39
8			3	6.21	1.51
9	X		2	6.22	7.66

[0189] 표 1을 살펴보면, 본 발명 탄화탄탈륨의 제조방법으로 얻어진 탄화탄탈륨은 모두 목적한 수준의 탄소농도를 나타내는 바, 탄화탄탈륨이 성공적으로 제조되었음을 확인할 수 있다.

[0190] 한편, 티타늄 분말 교반(단계 2)을 수행한 경우인 실시예 7과 티타늄 분말 교반을 수행하지 않은 경우인 실시예 9를 비교하면, 실시예 7이 실시예 9 대비 1/5 산소농도 수준을 확인할 수 있는데, 탄화 공정 이전에 티타늄 분말을 사용하여 탄화수소의 불순물을 제거하는 공정으로부터 보다 고순도 탄화탄탈륨이 제조될 수 있음을 알 수 있다.

[0191] 다른 한편, 탄화 반응 온도와 시간이 증가함에 따라, 탄소농도가 증가하는 경향이 확인되고, 산소농도 역시 다소 증가하는 것이 확인된다.

[0193] **<실험예 2> X선 분석**

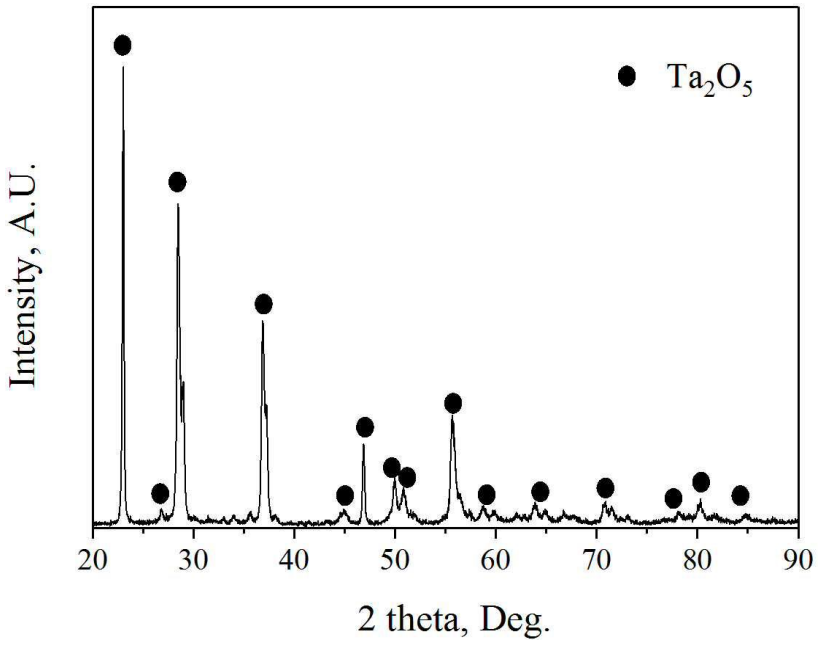
[0194] 본 발명 탄화탄탈륨의 제조방법으로부터 얻어진 실시예 2, 7, 및 9의 탄화탄탈륨을 시료로 하여 X-선 분석하여 평가하였고, 각 실시예의 X-선 분석 결과를 도 4, 도 5, 및 도 6에 나타내었다.

[0196] 도 4, 5, 및 6을 살펴보면, 실시예 2의 티타늄 분말 교반을 수행하고, 900 ℃에서 1시간 동안 침탄한 경우에는, 실시예 7 및 9 대비 침탄이 다소 부족한 것으로 확인되고, 한편 실시예 7의 티타늄 분말 교반을 수행하고, 1,000 ℃에서 2시간 동안 침탄한 경우에는, 우수한 수준으로 침탄이 진행된 것을 확인할 수 있었고, 반면 실시예 9의 티타늄 분말 교반을 수행하지 않은 점을 제외하고, 실시예 7과 동일한 온도와 시간으로 침탄한 경우에는, 얻어진 탄화탄탈륨에서 부분적인 재산화를 확인할 수 있었다.

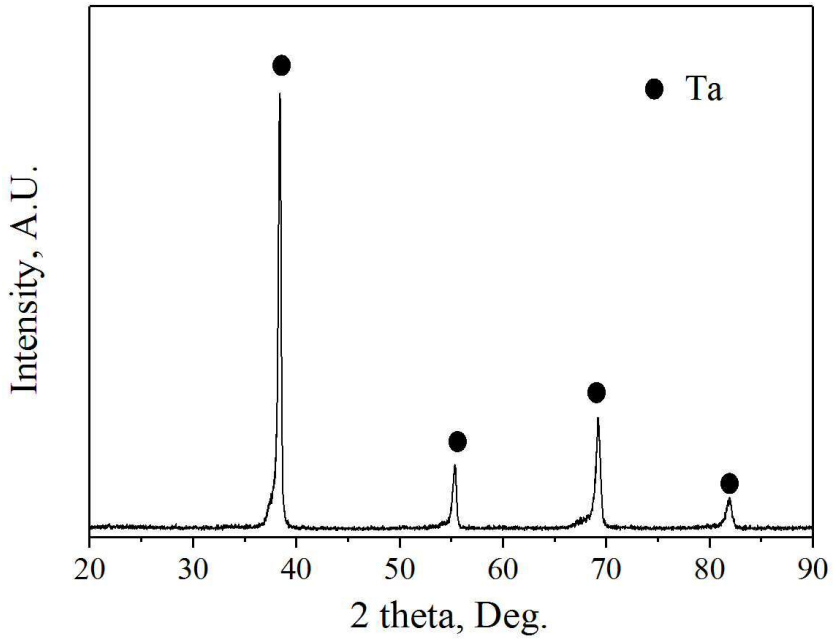
[0198] 따라서, 본 발명에 따른 탄화탄탈륨의 제조방법은 목적하는 탄화탄탈륨을 제공할 수 있고, 바람직하게 탄화 공정 이전에 사용되는 탄화수소의 불순물을 제거하는 공정을 더 수행하는 것으로부터 보다 고순도의 탄화탄탈륨이 제조될 수 있음을 알 수 있었다.

도면

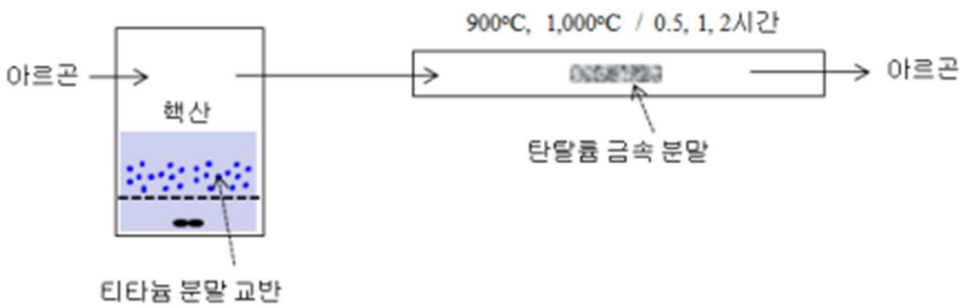
도면1



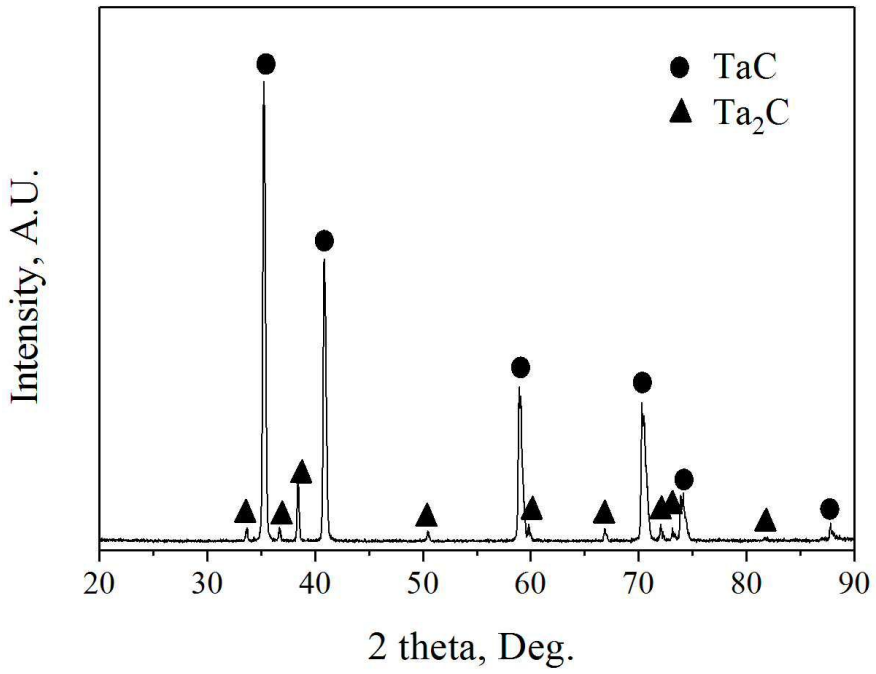
도면2


Ta
Intensity, A.U.
20
30
40
50
60
70
80
90
2 theta, Deg.

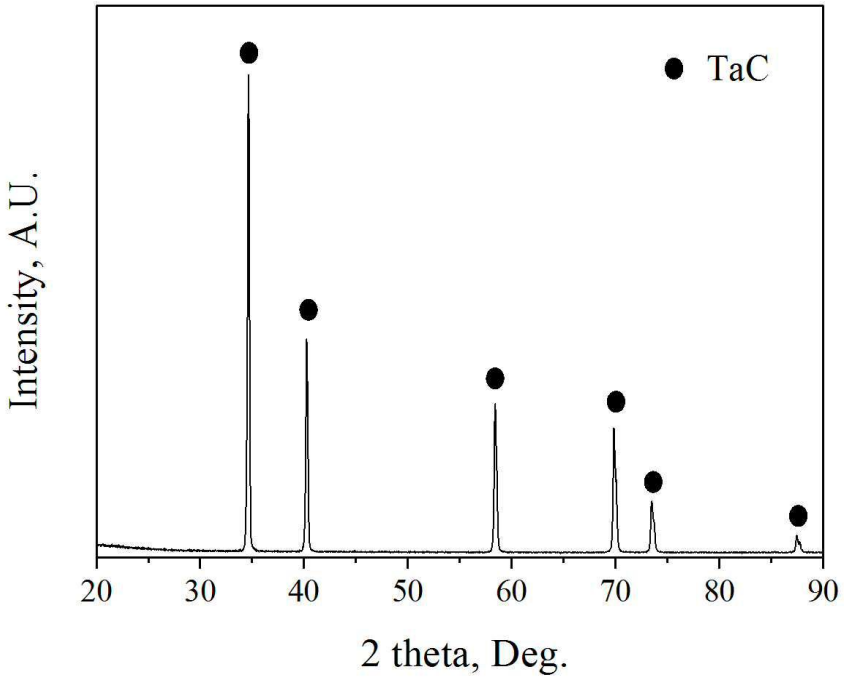
도면3


900℃, 1,000℃ / 0.5, 1, 2시간
아르곤
아르곤
핵산
탄탈륨 금속 분말
티타늄 분말 교반

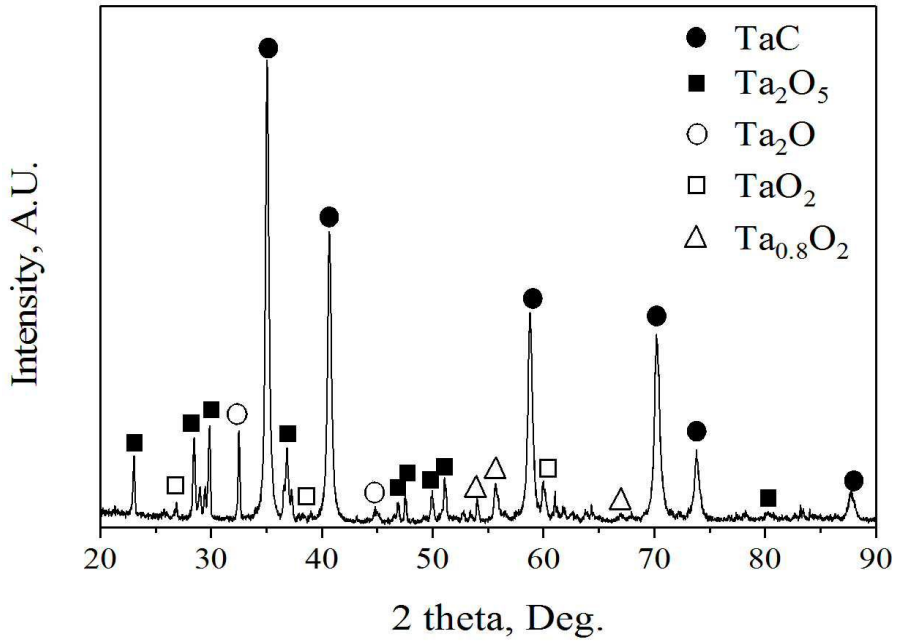
도면4


TaC
Ta2C
Intensity, A.U.
20
30
40
50
60
70
80
90
2 theta, Deg.

도면5


TaC
Intensity, A.U.
20
30
40
50
60
70
80
90
2 theta, Deg.

도면6


TaC
Ta_2O_5
Ta_2O
TaO_2
$Ta_{0.8}O_2$
Intensity, A.U.
20
30
40
50
60
70
80
90
2 theta, Deg.