

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2013-0133376 (43) 공개일자 2013년12월09일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) B22F 9/20 (2006.01)	(21) 출원번호 10-2012-0056563 (22) 출원일자 2012년05월29일 심사청구일자 2012년05월29일	(71) 출원인 충남대학교산학협력단 대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교) (72) 발명자 원창환 대전광역시 유성구 장대동 신성 월드컵패밀리아파트 109동 301호 원형일 대전 서구 변동 65-53 김중호 광주광역시 북구 월출동 970-35 (74) 대리인 김중관, 권오식, 박창희

전체 청구항 수 : 총 10 항

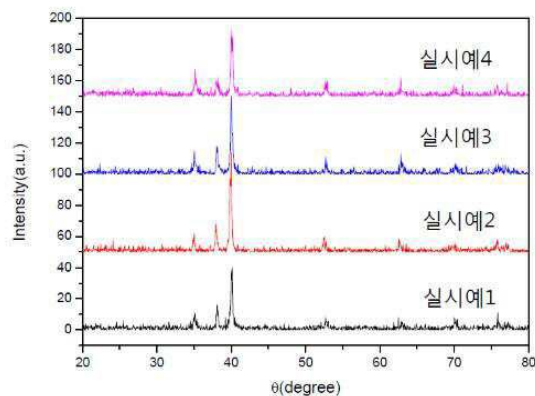
(54) 발명의 명칭 자전연소합성법을 이용한 저산소 티타늄 분말 제조방법

(57) 요약

본 발명에 따른 자전연소합성법(Self-propagating high-temperature synthesis, SHS)을 이용한 저산소 티타늄(Ti)분말의 제조방법은 산화티타늄; 금속 환원제; 환원 활성제;를 함유하는 원료를 진공 또는 불활성 기체 분위기에서 자전연소합성하여 저산소 티타늄 분말을 제조하는 특징이 있다.

본 발명에 따른 제조방법은 산소함량이 1.5% 이하인 티타늄 분말을 효과적으로 제조할 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, 대량생산이 가능하다는 장점이 있다.

대 표 도 - 도5



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2011T100100113

부처명 지식경제부

연구사업명 글로벌전문기술개발사업

연구과제명 자원순환기술로 제조한 산화티탄으로부터 타이타늄 분말 생산 기술 개발

기 여 율 1/1

주관기관 (주) 빛과 환경

연구기간 2011.06.01 ~ 2013.05.31

특허청구의 범위

청구항 1

산화티타늄, 금속환원제, 환원활성제를 함유하는 원료를 진공 또는 불활성 기체 분위기에서 자연연소합성하여 티타늄 분말을 제조하는 자연연소합성법을 이용한 저산소 티타늄 분말의 제조방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,

- (a) 이산화티타늄, 금속 환원제 및 환원 활성제를 균일하게 혼합하여 원료를 제조하는 단계;
 - (b) 상기 원료를 고압반응용기에 적재한 후, 상기 원료를 국부적으로 순간 가열 · 점화하여 상기 원료를 자연연소합성하여 반응 생성물을 제조하는 단계;
 - (c) 상기 (b) 단계의 반응 생성물을 증류수로 수세한 후, 산성 용액으로 침출하는 단계;
- 를 포함하는 자연연소합성법을 이용한 저산소 티타늄 분말의 제조방법.

청구항 3

제 2항에 있어서,

- (a) 단계의 상기 이산화티타늄의 평균입경이 0.1 내지 3.0 μ m인 자연연소합성법을 이용한 저산소 티타늄 분말의 제조방법.

청구항 4

제 2항에 있어서,

- (a) 단계의 상기 금속 환원제는 마그네슘, 칼슘, 나트륨 또는 이들의 혼합물인 자연연소합성법을 이용한 저산소 티타늄 분말의 제조방법.

청구항 5

제 4항에 있어서,

- 상기 금속 환원제의 평균입경이 50 μ m 내지 1.0cm인 자연연소합성법을 이용한 저산소 티타늄 분말의 제조방법.

청구항 6

제 2항에 있어서,

- (a) 단계의 상기 환원 활성제는 수산화칼슘, 수산화스트론튬, 수산화바륨, 수소화칼슘, 수소화스트론튬, 수소화바륨, 수소화티타늄에서 선택되는 어느 하나 이상의 혼합물인 자연연소합성법을 이용한 저산소 티타늄 분말의 제조방법.

청구항 7

제 2항에 있어서,

- (a) 단계의 상기 원료는 상기 산화티타늄 1몰을 기준으로 금속 환원제가 2.0 내지 4.0몰, 상기 환원 활성제가 0.01몰 내지 2.0몰인 자연연소합성법을 이용한 저산소 티타늄 분말의 제조방법.

청구항 8

제 2항에 있어서,

- (a) 단계의 상기 원료를 1kgf 내지 1000kgf의 압력을 가하여 펠렛으로 성형한 자연연소합성법을 이용한 저산소 티타늄 분말의 제조방법.

청구항 9

제 2항에 있어서,

(b) 단계의 상기 자전연소반응은 1atm 내지 100atm의 진공 또는 불활성 기체 분위기에서 수행되는 자전연소합성법을 이용한 저산소 티타늄 분말의 제조방법.

청구항 10

제 1항 내지 제 9항에서 선택된 어느 한 항의 제조방법으로 제조된 산소함량이 0.01 내지 1.5%인 저산소 티타늄 분말.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 자전연소합성법을 이용한 저산소 티타늄 분말의 제조방법에 관한 것으로, 상세하게는 이산화티타늄(TiO_2), 금속 환원제 및 환원 활성제를 자전연소반응하여 이산화티타늄을 티타늄으로 환원시킴과 동시에 환원활성제를 통하여 티타늄의 산소함량을 현저히 줄이는 티타늄 분말 제조 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 일반적으로 ‘꿈의 소재’ 등으로 알려져 있는 티타늄은 다양한 구조기능성을 갖기 때문에 산업적으로 사용량은 꾸준히 증가되고 있으며 이용과 관련된 기술개발도 증가하고 있다. 2008년 말 시작된 미국발 금융위기로 인하여 단기적으로 티타늄 수요가 일시적으로 줄어들었지만, 중장기적으로는 우수한 기계·물리·화학적 특성을 활용하려는 산업계 노력은 확대되리라 전망된다. 국내에서도 항공우주, 발전소, 석유화학, 해양구조물, 방위산업 등 시스템 산업과 함께 스포츠용구, 장식용구, 의료기구 등의 다양한 분야에 있어서 티타늄을 활용하려는 노력이 이루어지고 있다.

[0003] 티타늄은 지각을 구성하는 금속 중에 알루미늄, 철, 망간 다음으로 많은 금속이지만, 원광석으로부터 금속 혹은 합금 형태로 변환되기까지 다양하고 복잡한 공정을 거치면서 가격은 증가하기 때문에 결국 그 사용분야는 제한적으로 된다. 희유금속(rare metal)로 분류되고 있는 티타늄 관련 연구개발은 크게 나누어, 고규한 특성을 개선하고 활용하기 위한 합금설계 및 공정관련 기술개발과 저가 상용화와 관련된 기술개발로 구분된다.

[0004] 티타늄의 제련에 보편적으로 이용되는 방법은 크롤법(Kroll process)으로 주요 티타늄 광물인 Rutile, synthetic rutile, titanium slag 등에서 순수 TiO_2 또는 TiCl_4 로 변환되는 데, 2006년 기준으로 약 97%의 TiCl_4 가 TiO_2 분말로 변환되었고, 잔여분은 티타늄 금속으로 제조되었다. TiCl_4 를 고온 산소분위기의 배치형 반응로에서 수일간 가열하게 되면 TiO_2 스펀지 형태로 바뀌게 되며, 이렇게 얻은 티타늄 스펀지는 재 용해 과정을 거쳐서 잉코트, 빌렛, 와이어, 바, 플레이트, 코일, 튜브 등의 형상품으로 변환되는데, 이들 제조공정 과정에서 스크랩 발생율은 약 40%에 이르러 제조원가 상승의 원인이 된다.

[0005] 티타늄의 총 수요 중 5 ~ 7% 정도가 분말 티타늄으로 이용된다. 분말 티타늄의 제조에 주괴야금법(Ingot Metallurgy)이 이용되고 있다. 이 경우 진공용해 및 재용해 등의 과정을 거치기 때문에 제조단가가 비싸지고, 분말의 성형에 열간정수압성형(HIP), MIM(metal injection molding) 등 다시 고가의 벌크화 공정을 이용해야 하기 때문에 최종 제품가격은 매우 높아지게 된다.

[0006] 대한민국 등록특허 10-1135139는 저산소 티타늄 분말의 제조방법으로 탈산용기 내에 이산화티타늄 등의 티타늄 모분말 및 칼슘을 분리 배치한 후 탈산용기 내부를 850 ~ 1050℃로 가열하여 칼슘이 증발하면서 티타늄 모분말을 탈산하는 방법을 소개하고 있다. 하지만 이 경우 800 ~ 1000℃의 열을 지속적으로 가해줘야 하므로 많은 에너지를 필요로 하고, 공정이 길어지게 된다.

[0007] 또한 대한민국 등록특허 10-0257476에는 이산화티타늄으로부터 자체연소반응법을 이용하여 티타늄을 제조하는 기술에 대해 소개하고 있다. 그러나 이 기술은 티타늄을 제조할 수는 있으나 티타늄에 함유된 산소가 5% 이상으로 소결특성이 좋지 않아 소결제품으로 사용되기엔 부족한 점이 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0008] (특허문헌 0001) 대한민국 등록특허 10-1135159 (2012년 04월 03일)
(특허문헌 0002) 대한민국 등록특허 10-0257476 (2000년 03월 02일)

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0009] 본 발명은 반응시간이 짧으며, 공정이 단순하고, 친환경적이며, 대량생산이 가능하고, 경제적으로 우수한 저산소 티타늄 분말의 제조방법을 제공하는 것이며, 더 바람직하게는 티타늄 분말의 산소함량이 1.5% 이하이며, 입자 크기를 제어할 수 있는 저산소 티타늄 분말의 제조방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0010] 본 발명은 산화티타늄, 금속환원제, 환원활성제를 함유하는 원료를 진공 또는 불활성 기체 분위기에서 자전연소합성(SHS; Self-propagating High-temperature Synthesis)하여 저산소 티타늄(Ti)분말을 제조하는 방법에 관한 것이다.
- [0011] 보다 상세하게는
- [0012] (a) 이산화티타늄, 금속 환원제 및 환원 활성제를 균일하게 혼합하여 원료를 제조하는 단계;
- [0013] (b) 상기 원료를 고압반응기에 적재한 후, 상기 원료를 국부적으로 순간 가열·점화하여 상기 원료를 자전연소합성하여 반응 생성물을 제조하는 단계;
- [0014] (c) 상기 (b) 단계의 반응 생성물을 증류수로 수세한 후, 산성 용액으로 침출하는 단계;
- [0015] 를 포함하는 자전연소합성법을 이용한 저산소 티타늄 분말의 제조방법에 관한 것이다.
- [0016] 또한 본 발명은 상기의 제조방법으로 제조된 산소함량이 0.01 내지 1.5%인 저산소 티타늄 분말에 관한 것이다.
- [0017] 이하 본 발명에 대해 보다 상세히 설명한다.
- [0018] 먼저 자전연소합성법이란, 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. 초기 반응을 일으키기 위해 외부로부터 열을 가하여 점화온도에 도달하게 되면, 합성반응에 의해 시료는 반응 연소 온도에 도달한다. 이후, 반응이 종료되면 반응열이 인접부위로 전달되어 온도가 하강하게 된다. 자전연소합성법은 높은 반응 온도와 빠른 반응 속도로 공정제어에 어려움이 있으나, 반응물의 성형밀도, 반응 시 압력, 원료분말의 입도, 기타 첨가물질 등 공정변수를 조절하여 요구되는 생성물을 얻을 수 있다.
- [0019] 본 발명에 따른 저산소 티타늄 분말의 제조방법 중 상기 (a)단계는 이산화티타늄, 금속 환원제 및 환원 활성제를 균일하게 혼합하여 원료를 제조하는 단계이다.
- [0020] 상기 이산화티타늄은 평균입경이 0.1 내지 3.0 μ m인 것이 좋으며, 본 발명이 갖고자 하는 목적을 달성할 수 있는 범위 내에서 형태에 한정하지 않고 사용할 수 있으며, 브루카이트형(brookite), 아나타제형(anatase), 루틸형(rutile) 모두 사용 가능하다.
- [0021] 상기 금속환원제는 금속입자 형태로서 평균입경이 50 μ m 내지 1cm인 것이 좋다. 또한 티타늄보다 표준 산화/환원 전위가 낮은 금속을 사용하는 것이 좋으며 바람직하게는 마그네슘(Mg), 칼슘(Ca), 나트륨(Na)에서 선택되는 하나 이상의 혼합물인 것이 좋다. 자전연소합성 반응 시, 화학적으로 보다 안정한 반응을 하고 효과적으로 이산화티타늄을 환원시키기 위해 상기 금속 환원제는 Mg, Ca 단독으로 사용하거나 또는 이들의 혼합물인 것이 좋다.
- [0022] 상기 환원 활성제는 추가적인 발열반응으로 연소온도를 높이며 연소반응 중 수소가스 및 환원제로 분해되어 빠른 연소반응으로 인해 환원되지 못한 이산화티타늄을 추가적으로 환원시킨다. 상기 환원활성제는 수산화칼슘(Ca(OH)_2), 수산화스트론튬(Sr(OH)_2), 수산화바륨(Ba(OH)_2), 수소화칼슘(CaH_2), 수소화스트론튬(SrH_2), 수소

화바륨 (BaH₂), 수소화티타늄 (TiH₂)에서 선택되는 어느 하나 이상의 혼합물을 사용할 수 있다.

- [0023] (a)단계의 상기 원료는 상기 이산화티타늄 1몰을 기준으로 2.0 내지 4.0몰의 상기 금속 환원제와 0.01 내지 2.0 몰의 상기 환원 활성제를 함유하는 것이 바람직하며 더욱 바람직하게는 상기 이산화티타늄 1몰을 기준으로 2.2 내지 3.0몰의 상기 금속환원제와 0.05몰 내지 1.0몰의 상기 환원 활성제를 함유하는 것이 좋다. 상기 금속 환원제의 몰비율은 자전연소합성 반응이 일어나는 수초 내지 수분 이내에 상기 이산화티타늄을 효과적으로 환원시킬 수 있는 비율이며, 상기 환원 활성제의 몰비율은 제조된 티타늄 분말의 산소함량을 1.5% 이하로 낮추는 비율이다.
- [0024] 상기 원료는 균일한 혼합 및 원료에 함유된 물질들의 입자크기를 조절하기 위해 볼밀 또는 진동밀 등의 밀링이 수행될 수 있으며, 이 때, 상기 밀링은 밀링 속도, 볼/원료의 무게 비율, 볼의 크기, 밀링 시간, 분위기 등의 공정변수를 변화시켜 적정조건으로 수행한다.
- [0025] 이후 상기 원료는 1kgf 내지 1000kgf의 압력을 가하여 펠렛형태로 압축시킨다. 1kgf 미만의 성형 압력을 가하게 되면 압력이 낮아서 성형체가 쉽게 깨질 수 있고, 1000kgf를 초과하는 성형 압력을 가하게 되면 성형체가 잘 점화하지 않게 된다.
- [0026] 다음 상기 (b)단계에서는 상기 원료를 고압반응용기에 적재한 후, 상기 원료를 국부적으로 순간 가열·점화하여 상기 원료를 자전연소합성하는 단계이다. 여기서 상기 고압반응 용기는 질소 기체로 용기 내부를 퍼징하여 내부 분위기를 정화한 후, 1 내지 100 atm의 진공 또는 불활성기체 분위기, 바람직하게는 1 내지 50 atm의 아르곤 기체 분위기에서 자전연소합성 반응을 수행하는 것이 좋다.
- [0027] 상기 원료를 국부적으로 순간 가열·점화시켜 자전연소반응을 촉발(triggering)시키기 위해, 코일 형태의 발열체에 전압을 인가하여 점화할 수 있다. 원료에서 발열체에 의해 국부적으로 점화된 부분은 반응에 의한 반응열이 발생하며, 반응 연소온도는 1000℃ 이상으로 올라가게 된다. 이 때, 가열된 부분에서 합성 고온 반응이 일어나게 되고, 반응에 의해 생성된 열은 인접한 다른 원료부분으로 전달되어 그곳의 온도를 점화온도에 까지 이르게 한다. 반응이 종료된 부분은 더 이상 자체 반응열의 생성이 없고, 외부로부터도 열 공급이 없게 되어 자연스럽게 빠른 속도로 냉각됨으로써 별도의 냉각시간이 불필요하여 반응이 단시간에 완료되게 된다.
- [0028] 상기 자전연소반응의 특성상, 반응에 소요되는 시간이 수초 내지 수분 이내이며, 초기 점화 시에만 외부 에너지가 공급되면 자체 반응열에 의해 전체적인 반응이 진행/완료되므로 열효율이 높고, 원료의 혼합 및 부분 가열로 그 공정이 단순하며, 유해 가스 또는 유해 반응물이 생성되지 않아 친환경적이고, 최소의 에너지 공급으로 높은 수율의 저산소 티타늄 분말을 제조하므로 대량생산이 가능한 경제적인 방법이다.
- [0029] 상기 (b)단계의 반응에 의해 생성된 분말들은 서로 뭉쳐져 있는 상태이므로 이를 물리적으로 분쇄하는 단계가 수행될 수 있으며, 이는 통상의 볼밀, 롤밀 등을 사용할 수 있으며, 바람직하게는 물 밀링을 이용하여 수행된다. 이를 통해 원하는 크기의 티타늄 분말을 제조할 수 있는 이점이 있다.
- [0030] 다음 상기 (c)단계에서는 상기 (b)단계의 반응 생성물에 남아있는 금속 환원제, 환원 활성제 등을 제거하기 위한 수세 및 침출 단계가 수행된다.
- [0031] 상기 수세는 증류수와 상기 (b)단계의 반응 생성물을 혼합, 교반한 후, 여과 등을 이용한 고액분리를 통해 고상을 분리하여 회수하는 방식으로 수행되며, 이러한 수세 단계는 한회 이상 반복되어 수행될 수 있다.
- [0032] 상기 침출 단계는 pH 1 내지 3의 산 용액과 상기 수세된 반응 생성물을 혼합, 교반한 후, 분말을 분리, 회수하는 방식으로 수행되며, 수세단계와 마찬가지로 한회 이상 반복되어 수행될 수 있다. 상기 산 용액은 염산, 황산, 불산, 질산 등을 사용할 수 있으며, 이들의 혼합물을 사용하여도 무방하다. 또한 상기 산 용액을 제거하기 위해 다시 수세가 수행될 수도 있다.
- [0033] 제조된 상기 티타늄 분말의 산소 함유량은 1.5% 이하인 것이 좋다. 바람직하게는 0.01 내지 1.5%의 범위를 갖는 것이 좋다.

발명의 효과

- [0034] 본 발명에 따른 제조방법은 별도의 열을 외부로부터 공급하지 않고, 자체의 합성반응열에 의해 상기 환원반응이 원료 전체로 전파되어 반응이 스스로 완료됨으로써, 산소함량이 1.5% 이하인 티타늄 분말을 제조할 수 있으며, 제조된 분말이 다른 상(phase)을 함유하지 않고, 고 결정성을 가지며, 티타늄 분말의 입자크기를 제어할 수 있는 장점이 있다. 또한, 기존의 제조공정에 비해 수초 내지 수분 이내로 반응 공정시간이 짧고, 공정이

단순하며, 열효율 및 생산성이 우수하여 제조 원가를 크게 절감할 수 있으며, 대량생산이 가능한 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

- [0035] 도 1은 실시예 1에서 제조된 티타늄 분말의 주사전자현미경 사진이다.
 도 2는 실시예 2에서 제조된 티타늄 분말의 주사전자현미경 사진이다.
 도 3은 실시예 3에서 제조된 티타늄 분말의 주사전자현미경 사진이다.
 도 4는 실시예 4에서 제조된 티타늄 분말의 주사전자현미경 사진이다.
 도 5는 실시예 1 내지 4에서 제조된 티타늄 분말의 X-선 회전에 대한 결과이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

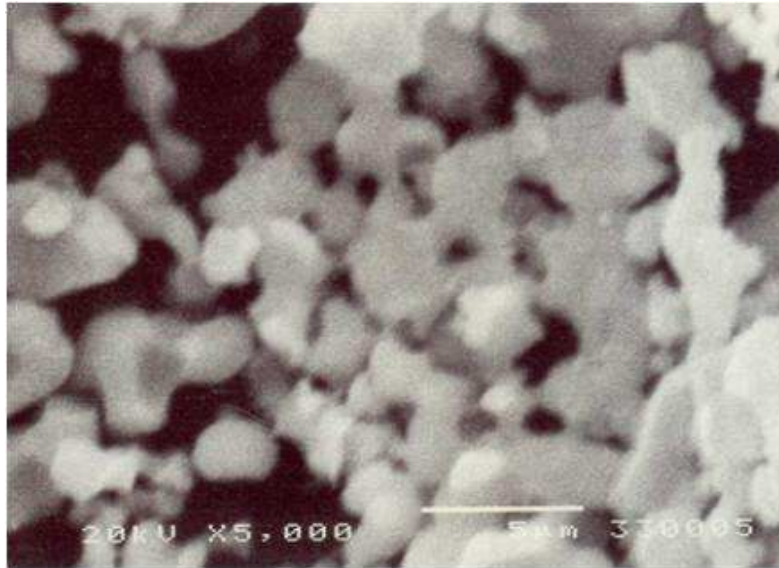
- [0036] 이하에서는 실시예를 통하여 더욱 구체적으로 본 발명에 대해 설명한다. 하기 실시예는 본 발명의 보다 전반적인 이해를 돕기 위해 제공된 것일 뿐, 본 발명이 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다.
- [0037] 하기 실시예를 실시하기 위해 필요한 물성을 다음과 같이 기재하였다.
- [0038] (산소함량 측정)
- [0039] 산소함량 측정기(Oxygen/Nitrogen Determinator, ELTRA ON-900)를 이용하여 시료 2 내지 3g을 분석기에 넣고 무게를 기입한 뒤 산소측정기가 온도를 3000℃까지 올렸을 때 방출되는 가스를 측정하였다.
- [0040] [실시예 1]
- [0041] 이산화티타늄(Terrio Corporation, T1743), 마그네슘(대정화금, 5516-4405) 및 수산화칼슘(삼전화학, C1629)분말을 1 : 2.6 : 0.05의 몰비로 칭량한 후, 지르코니아 불을 원료의 1/2 무게비로 혼합하여 불밀기로 24시간 동안 혼합하였다. 혼합된 원료 분말은 100kgf로 가압하여 직경 50mm, 높이 70mm의 펠렛으로 제조하였다. 제조된 펠렛을 자전연소 반응기 내에 장입한 후, 질소가스를 이용하여 퍼징 과정을 3회 반복하였다. 그 후, 반응기 내부를 30atm 압력의 아르곤 가스로 충전시킨 후에 펠렛을 국부적으로 점화·연소시켰다.
- [0042] 이후 반응 생성물을 증류수를 이용하여 3회 수세한 후, 20%의 염산용액을 이용하여 침출하였다. 이후, 증류수를 이용하여 침출된 분말을 3회 수세한 후 80℃에서 12 시간동안 건조하여 티타늄 분말을 제조하였다. 제조된 티타늄 분말의 X-선 회절 결과를 도 5에, 산소함량을 측정하여 표 1에 각각 나타내었다.
- [0043] [실시예 2]
- [0044] 이산화티타늄, 마그네슘, 수산화칼슘을 1 : 2.6 : 0.2의 몰비로 칭량하여 혼합물을 제조한 것을 제외하고 실시예 1과 동일한 방법으로 티타늄 분말을 제조하였다. 제조된 티타늄 분말의 X-선 회절 결과를 도 5에, 산소함량을 측정하여 표 1에 각각 나타내었다.
- [0045] [실시예 3]
- [0046] 이산화티타늄, 마그네슘, 수산화칼슘을 1 : 2.6 : 0.5의 몰비로 칭량하여 혼합물을 제조한 것을 제외하고 실시예 1과 동일한 방법으로 티타늄 분말을 제조하였다. 제조된 티타늄 분말의 X-선 회절 결과를 도 5에, 산소함량을 측정하여 표 1에 각각 나타내었다.
- [0047] [실시예 4]
- [0048] 이산화티타늄, 마그네슘, 칼슘(삼전화학, C3412), 수산화칼슘을 1 : 2.6 : 0.5 : 0.5의 몰비로 칭량하여 혼합물을 제조한 것을 제외하고 실시예 1과 동일한 방법으로 티타늄 분말을 제조하였다. 제조된 티타늄 분말의 X-선 회절 결과를 도 5에, 산소함량을 측정하여 표 1에 각각 나타내었다.

실시예	이산화 티타늄(몰)	마그네슘 (몰)	수산화칼슘 (몰)	칼슘(몰)	산소함량(%)
실시예 1	1	2.6	0.05	-	1.75
실시예 2	1	2.6	0.2	-	1.521
실시예 3	1	2.6	0.5	-	0.834
실시예 4	1	2.6	0.5	0.5	0.0751

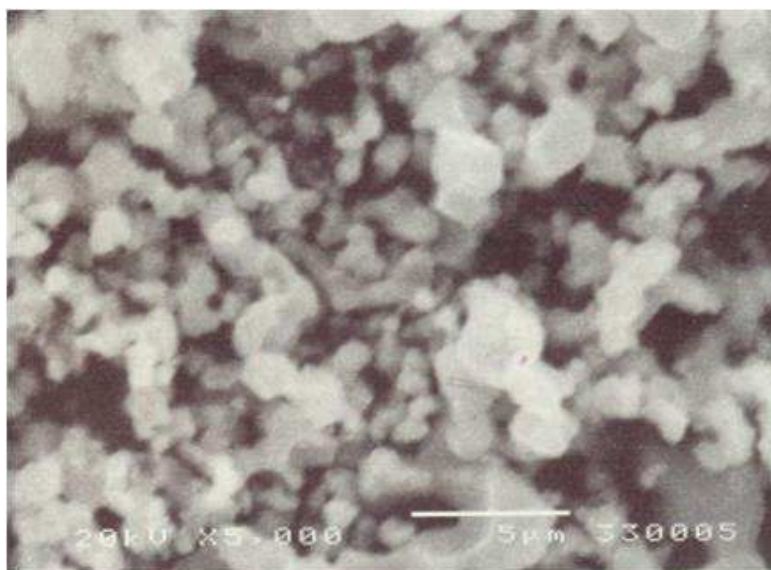
- [0050] 도 1 내지 4는 본 발명의 실시예 1 내지 4에서 제조된 티타늄 분말의 주사전자현미경 사진이다. 상기 도 1 내지 4를 보면 생성된 티타늄 분말의 크기는 평균 1 내지 7 μ m의 균일한 크기를 갖는 것을 알 수 있다.
- [0051] 도 5는 실시예 1 내지 4에서 제조된 티타늄 분말의 X-선 회절 측정 결과이다. 도 5를 보면 다른 상(phase)을 함유하지 않은 결정질의 티타늄 분말이 제조됨을 알 수 있다.
- [0052] 표 1을 보면 환원 활성제의 양이 많아질수록 생성된 티타늄 분말의 산소함량이 줄어드는 것을 알 수 있으며, 마그네슘과 칼슘을 동시에 금속 환원제로 사용했을 때 산소함량이 0.5% 이하로 감소하는 것을 알 수 있다.

도면

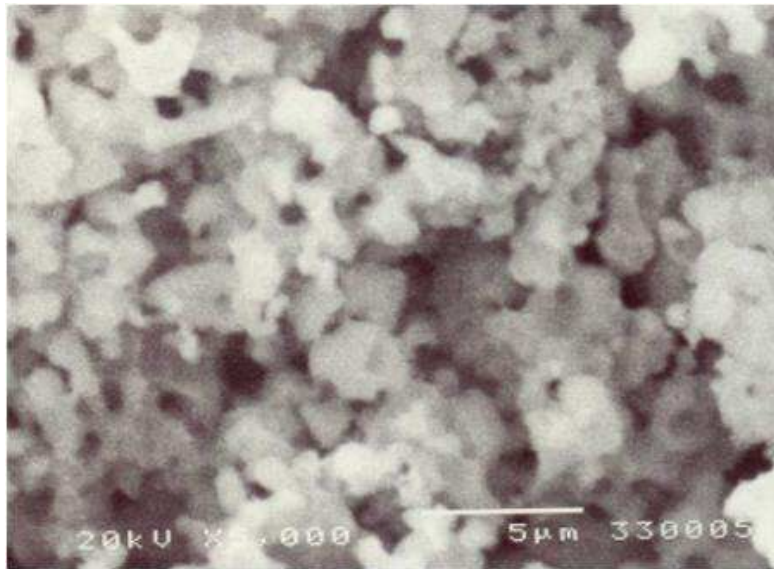
도면1



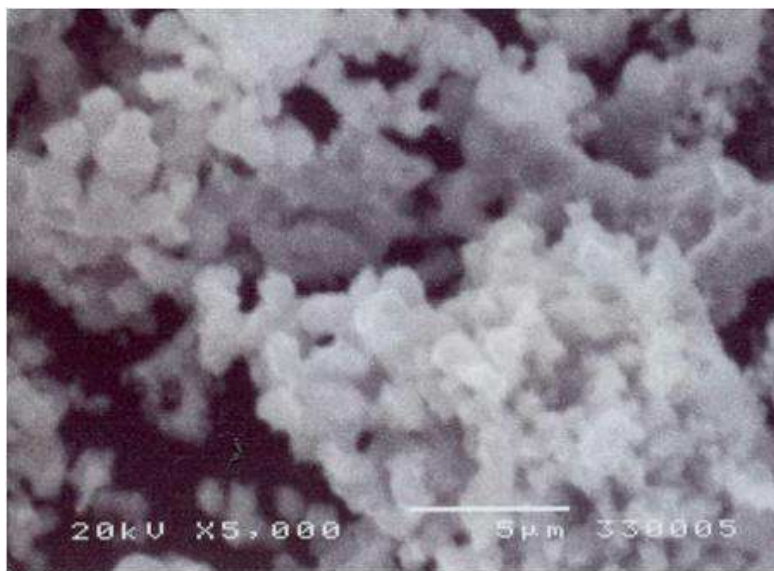
도면2



도면3



도면4



도면5

