(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。Int. Cl.[7]
C23C 8/64

(45) 공고일자 2005년10월28일
(11) 등록번호 10-0524338
(24) 등록일자 2005년10월20일

(21) 출원번호 10-2001-7006021
(22) 출원일자 2001년05월12일
번역문 제출일자 2001년05월12일
(86) 국제출원번호 PCT/EP1999/008373
국제출원일자 1999년11월03일
(65) 공개번호 10-2001-0075702
(43) 공개일자 2001년08월09일
(87) 국제공개번호 WO 2000/29325
국제공개일자 2000년05월25일

(81) 지정국

국내특허 : 알바니아, 아르메니아, 오스트리아, 오스트레일리아, 아제르바이잔, 보스니아 헤르체고비나, 바르바도스, 불가리아, 브라질, 벨라루스, 캐나다, 스위스, 중국, 쿠바, 체코, 독일, 덴마크, 에스토니아, 스페인, 핀란드, 영국, 그루지야, 헝가리, 이스라엘, 아이슬랜드, 일본, 케냐, 키르키즈스탐, 북한, 대한민국, 카자흐스탄, 세인트루시아, 스리랑카, 리베이라, 레소토, 리투아니아, 룩셈부르크, 라트비아, 몰도바, 마다가스카르, 마케도니아공화국, 몽고, 말라위, 멕시코, 노르웨이, 뉴질랜드, 슬로베니아, 슬로바키아, 타지키스탄, 투르크맨, 터어키, 트리니아드토바고, 우크라이나, 우간다, 미국, 우즈베키스탄, 베트남, 폴란드, 포르투칼, 루마니아, 러시아, 수단, 스웨덴, 싱가포르, 아랍에미리트, 코스타리카, 도미니카, 남아프리카, 그라나다, 시에라리온, 세르비아 앤 몬테네그로, 인도, 인도네시아, 크로아티아, 가나, 감비아, 짐바브웨, 탄자니아,

AP ARIPO특허 : 케냐, 레소토, 말라위, 수단, 스와질랜드, 우간다, 시에라리온, 가나, 감비아, 짐바브웨, 탄자니아,

EA 유라시아특허 : 아르메니아, 아제르바이잔, 벨라루스, 키르키즈스탐, 카자흐스탄, 몰도바, 러시아, 타지키스탄, 투르크맨,

EP 유럽특허 : 오스트리아, 벨기에, 스위스, 독일, 덴마크, 스페인, 프랑스, 영국, 그리스, 아일랜드, 이탈리아, 룩셈부르크, 모나코, 네덜란드, 포르투칼, 스웨덴, 핀란드, 사이프러스,

OA OAPI특허 : 부르키나파소, 베닌, 중앙아프리카, 콩고, 코트디브와르, 카메룬, 가봉, 기니, 말리, 모리타니, 니제르, 세네갈, 차드, 토고, 기니 비사우,

(30) 우선권주장 19852459.5 1998년11월13일 독일(DE)

(73) 특허권자
하.체. 스타르크 게엠베하
독일 데-38642 고스라르 임 슐레에케 78-91

(72) 발명자
길레,게르하르트
독일데-38640고스라르스피탈스트라쎄8

그리스,베노
독일데-38302볼펜뷔텔안데어통그루베10아

브레트하우어,외르크
독일데-53123본카를-슈르츠-스트라쎄20

(74) 대리인 주성민
김영

심사관 : 조지훈

(54) 기상 침탄에 의한 탄화텅스텐의 제조 방법

요약

본 발명은 850 ℃를 초과하는 온도에서 텅스텐 분말 및(또는) 분말 형태의 적합한 텅스텐 전구체 화합물의 기상 침탄에 의해 탄화텅스텐을 제조하는 방법에 관한 것이다. 본 방법에 따르면, CO_2 함량이 침탄 온도에 상응하는 보두아르드(Boudouard) 평형 함량보다 많은 CO_2/CO 혼합물을 침탄 기상으로서 사용한다.

대표도

도 1

색인어

탄화텅스텐, 기상 침탄, 텅스텐 전구체 화합물, CO2/CO 혼합물

명세서

기술분야

본 발명은 일산화탄소와 이산화탄소를 함유하는 분위기에 의해 텅스텐 함유 화합물로부터 탄화물을 직접 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경기술

텅스텐 함유 화합물, 특히 산화텅스텐과, 일산화탄소 및 임의로 승온에서 일산화탄소와 이산화탄소의 혼합물과의 반응은 이미 잘 알려져 있다.

미국 특허 제4,172,808호에서는 5 % 내지 10 %의 이산화탄소를 함유한 일산화탄소 스트림 중에서 590 ℃ 내지 680 ℃의 온도에서 WO_3를 탄화텅스텐 분말로 전환시키는 방법을 기재하고 있다. 생성물은 여전히 2 %의 산소를 함유하기 때문에, 완전하게 반응하지 않았다. 또한, 생성물의 표면 상에는 불특정량의 유리 탄소가 존재한다. 미국 특허 공보 제4,172,808호에 따르면, 산소 함량은 촉매 용도에서는 허용되고, 표면상의 유리 탄소는 높은 촉매 활성을 위해 필요하다. 하지만, 이러한 종류의 탄화텅스텐 분말은 초경합금(hardmetal)에서 경질 고형분으로 사용하기에는 부적합하며, 이는 이 경우에 탄소 함량을 수백분의 일 퍼센트 내로 정확하게 조절하는 것이 중요하기 때문이다.

미국 특허 제5,230,729호에서는 CO_2/CO 혼합물에 의한 기상 침탄 (gas phase carburization)이 초경합금 제조용 미립자 WC-Co 분말의 제조의 일부 단계로 기재되어 있다. 상기 특허에 따르면, 텅스텐 전구체 화합물 $Co(en)_3WO_4$는 초기에 불활성 기체의 수소 함유 스트림 중에서 고도 다공성 Co-W 금속으로 환원된 후, 일산화탄소 기체 스트림 중에서 WC-Co로 침탄되고, 이후 유리 탄소는 CO_2/CO 기체 스트림 중에서 제거된다. 이 경우에 700 ℃ 내지 850 ℃의 침탄 온도를 이용한다.

미국 특허 제5,230,729호도 또한 선행 기술로 언급되며, 이에 따르면 0.35 내지 0.95의 탄소 활성도를 갖는 WC-Co 분말로의 침탄은 분명히 Co-W로의 수소 환원의 중간 단계없이 수행한다. 코발트의 존재때문에 저온에서도 촉매에 의해 상당량의 일산화탄소 분해가 일어난다는 것을 고려하면, WC-Co 출발 물질에 의해 상당량의 탄소 흡수가 발생하여 준안정성 중간체상이 된다는 사실은 불리한 것으로 생각된다. 그 결과, 매우 긴 반응 시간이 요구된다.

코발트의 촉매 효과가 없다는 점에서, WC-Co 제조를 위한 기상 침탄에 관한 교시 내용은 WC 분말의 제조에는 적용할 수 없다.

기상 침탄에 의한 탄화텅스텐 분말의 제조를 위한 광범위한 연구가 문헌[LEMAITRE, VIDICK, DELMON in Acta Chim. Acad. Sci., Hung. 111 (1982) pp.449-463 및 Journal of Catalysis 99 (1986) pp.415-427]에 개시되어 있는데, 여기에서는 일산화탄소, 및 이산화탄소 함량이 9 % 내지 50 %인 이산화탄소와 일산화탄소의 혼합물을 모두 772 ℃ 내지 850 ℃의 온도 범위에서 사용하였다. 높은 비율의 유리 탄소를 갖는 분말과 고도로 불충분하게 침탄된 탄화텅스텐 분말 또는 W_2C 분말이 모두 수득되며; 몇몇 경우에는 산화텅스텐으로의 재산화도 또한 관찰된다. 750 ℃의 침탄 온도가 최적으로 여겨진다.

선행 기술을 종합해 보면, 850 ℃를 초과하는 온도에서 순수한 일산화탄소를 사용하는 기상 침탄에 의해서는 보두아르드(Boudouard) 평형을 고려하면 흑연형 탄소를 갖는 전구체 화합물의 코팅이 일어나, 그 결과 반응이 억제되거나 또는 정지되고, 따라서 적어도 공업적인 규모로는 실행할 수 없는 장시간의 반응이 요구되는 것으로 보인다. 반면에, 개시된 선행 기술을 시험하면, 침탄 온도에서 보두아르드 평형 또는 그 이상의 위치에 대략적으로 상응하는 CO_2 함량을 갖는 CO_2/CO 침탄 기체 혼합물을 사용하면, 완전한 침탄은 불가능한 것으로 보인다.

발명의 상세한 설명

본 발명에서 800 ℃ 내지 1,000 ℃, 바람직하게는 850 ℃ 내지 950 ℃의 온도 범위에서, 사용된 침탄 기체가 이산화탄소와 일산화탄소를 기준으로 침탄 온도에서의 보두아르드 평형을 넘는 이산화탄소 함량을 갖는 경우, 즉 탄소 활성도가 1 미만인 경우, 텅스텐 전구체 화합물의 실질적으로 완전한 침탄이 달성되는 것을 발견하기에 이르렀다. 하지만, 이산화탄소 함량이 너무 높으면, 불완전한 침탄이 일어나고 심지어 불완전한 환원이 일어날 것이다. 본 발명에 따르면, CO/CO_2 혼합물의 탄소 활성도는 바람직하게는 0.4 내지 0.9이어야 하고, 특히 바람직하게는 0.5 내지 0.85이어야 한다.

한편으로 침탄 기체 중 CO와 CO_2의 상대 비율과 다른 한편으로 탄소 활성도 a_c의 관계는 하기 식으로부터 계산한다:

$$\ln a_c = \ln(p^2_{co}/p_{co2}) + 20715/T - 21.24$$

식 중, p_{co} 및 p_{co2}는 각각의 경우에서 각각 CO 및 CO_2의 분압을 나타내고, T는 절대 온도(K)를 나타낸다. 보두아르드 평형은 탄소 활성도 a_c가 1인 것에 해당한다.

공정동안 탄소 활성도가 1 미만으로 유지된다는 사실 때문에, 원소 탄소의 분리는 열역학적으로 불가능하게 되며, 따라서 얻어진 탄화텅스텐의 탄소 함량은 정밀하고 재현가능한 방식으로 제어될 수 있다. 반면에, 800 ℃, 바람직하게는 850 ℃를 초과하는 온도에서 CO_2 평형 농도는 이미 매우 낮아서, 평형 농도가 초과하는 경우에도 텅스텐 전구체 화합물의 완전하고 충분히 빠른 환원과 침탄이 일어난다. 특히 바람직하게는, CO_2/CO 분압비는 1:8을 초과해서는 안된다.

본 발명에 따른 방법은 문헌[Journal of Catalysis 99, p.430, 도 5]에 개시된 WO_3-WO_2-W-W_2C-WC-C계의 상평형도의 배경에서는 놀라운 것인데, 이는 상기 상평형도에 따르면, 보두아르드 평형을 넘는 CO_2 함량을 갖는 CO_2/CO 혼합물을 사용하는 침탄때문에 W_2C 상은 800 ℃를 넘는 온도에서 형성될 것이고, WC로의 침탄은 공업적으로 실행 가능한 반응 시간 내에 어떠한 속도에서도 일어나지 않을 것이기 때문이다.

따라서, 본 발명은 침탄 기상으로 CO_2 함량이 침탄 온도에 상응하는 보두아르드 평형함량을 넘는 CO_2/CO 혼합물을 사용하여, 850 ℃를 초과하는 온도에서 텅스텐 분말 및(또는) 적합한 텅스텐 전구체 화합물 분말을 기상 침탄시키는 것을 포함하는 내화 금속 탄화물의 제조 방법을 제공한다.

사용되는 기체상은 피할수 없는 극소량의 질소, 아르곤 및 헬륨을 제외하고는, 오로지 이산화탄소와 일산화탄소만으로 이루어진 것이 바람직하다.

예정된 CO_2-CO 비를 유지하기 위해서, 형성되는 이산화탄소를 환원 및 침탄 동안 제거한다. 이는 일산화탄소를 침탄 반응기에 기체상의 CO_2 함량의 함수로서 도입하거나, 또는 예정된 CO_2-CO 비를 갖는 기체상으로 반응기를 플러싱(flushing)함으로써 수행할 수 있다.

침탄 온도는 900 ℃ 내지 950 ℃인 것이 바람직하다.

CO_2/CO 혼합물의 CO_2 함량은 850 ℃ 내지 900 ℃의 온도 범위에서는 8 몰% 미만이고, 900 ℃를 넘는 온도 범위에서는 4 몰% 미만인 것이 바람직하다.

침탄 온도에서의 침탄은 4 내지 10 시간에 걸쳐 수행하는 것이 바람직하고, 5 내지 8 시간에 걸쳐 수행하는 것이 특히 바람직하다. 본 발명에 따른 방법의 상황에서, 탄화물 전구체로서 산화텅스텐 분말을 사용하는 것이 바람직하다. 본 발명에 따른 방법에서 산화물 또는 다른 전구체 화합물의 금속으로의 상류 환원을 방지하는 것이 특히 바람직하다.

다른 텅스텐 전구체 화합물을 사용하는 경우, 이들은 상류 하소(calcining) 단계에서 산화물로 분해시키는 것이 바람직하다. 이는 침탄 기체가 분해 생성물에 의해 오염되지 않기 때문에 재활용할 수 있다는 이점이 있다.

본 발명의 다른 바람직한 실시태양에 따라, 본 발명의 방법에 따라 얻어진 탄화텅스텐은 침탄 후에 1,150 ℃ 내지 1,800 ℃에서 열처리한다. 후속 열처리 동안의 온도는 1,350 ℃ 내지 1,550 ℃가 바람직하고, 1,450 ℃ 이하가 특히 바람직하다. 열에 의한 후-처리는 예를 들어, 슬라이딩-배트(sliding-batt) 가마에서 1 내지 60분, 바람직하게는 25 내지 50분 동안 수행할 수 있다. 임의로, 열처리는 탄소 함유 화합물을 첨가하면서 수행할 수 있다.

균질한 구조와 고도의 경도를 갖는 소결 부품(sintered parts)은 연삭(grinding)에 의한 집중적인 마무리 처리의 필요없이, 본 발명에 따라 얻을 수 있는 미립자 탄화물 분말로부터 제조할 수 있다. 얻어진 소결 초경합금의 경도는 동일한 결합제 함량을 갖는 시판 등급의 상품보다 우수하다. 이는 또한 본 발명에 따라 얻은 탄화물이 거의 괴상화(agglomeration)되지 않고 사실상 균일한 입도로 존재하여, 소결하는 동안 이차 결정립 성장 경향이 무의미하기 때문이다. 열에 의한 후-처리에 의해 결정 격자 결함이 대부분 제거되기 때문에, 특히 열에 의한 후-처리에 의해 소결-안정성 탄화물 분말이 얻어진다.

본 발명은 또한 간섭 길이로 표현되는 미세한 1차 결정립을 갖고, 격자 변형(%)으로 표시되는 고품질의 결정을 갖는 탄화텅스텐 분말을 제공하는데, 이 때 격자 변형과 간섭 길이는 문헌[바렌(B.E. Warren) 및 아베르바하(B.L. Averbach), Journal of Applied Physics, 21 (1950), pp.595-599]에 따라 측정한다. 본 발명에 따른 탄화텅스텐은 하기 수학식 I에 따른 간섭 길이 x와 격자 변형 y간의 관계를 특징으로 한다.

수학식 I

$$y<(-4.06*10^{-4}nm^{-1}*x+0.113)\%$$

본 발명에 따른 탄화텅스텐이 하기 수학식 IIa 및 IIb의 2가지 조건을 만족시키는 간섭 길이 x와 격자 변형 y간의 관계를 갖는 것이 특히 바람직하다.

수학식 IIa

$$y<(-2.5*10^{-4}nm^{-1}*x+0.1025)\%$$

수학식 IIb

$$y<(-7.78*10^{-4}nm^{-1}*x+0.1395)\%$$

본 발명은 첨부된 도면을 기초로하여 하기에서 더욱 상세히 설명한다.

하기 수학식 III에 따른 간섭 길이 x와 격자 변형 y간의 관계를 특징으로 하는 탄화텅스텐이 특히 바람직하다.

수학식 III

$$y<(1-x^2/3600nm^2)^{1/2}.0.075\%$$

이러한 종류의 탄화텅스텐은 침탄 이후에 열처리함으로써 얻는다.

도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명에 따른 바람직한 탄화텅스텐 분말의 간섭 길이와 격자 변형간의 관계를 보여주는 그래프이며, 여기서 측정값 옆의 숫자는 하기 실시예의 번호를 나타내고, 본 발명에 따른 범위 밖의 측정점 옆의 문자는 시판 제품을 나타낸다.

도 2는 실시예 2에 따라 제조된 탄화텅스텐 분말의 SEM 사진이다.

도 3은 실시예 3에 따라 제조된 탄화텅스텐 분말의 SEM 사진이다.

도 4는 실시예 4에 따라 제조된 탄화텅스텐 분말의 SEM 사진이다.

도 5 및 도 6은 각각 실시예 1 및 3에 따른 탄화텅스텐 분말을 사용하여 제조된 초경합금의 SEM 사진이다.

본 발명을 하기 실시예를 기초로하여 더 상세히 설명한다.

실시예

실시예 1

2 kg의 WO_3 블루 (0.60 ㎛ (ASTM B330))를 N_2 분위기 하에 소결로에서 500 ℃까지 가열하였다. 이후에 로를 비우고 CO/CO_2 비가 97/3인 CO/CO_2 공정 기체로 바꾸고 920 ℃까지 가열하였다. 반응 온도에서 탄소 활성도는 0.65이었다. 반응동안 생성된 CO_2를 계속해서 제거하고 CO로 교환하여, CO/CO_2 비를 97/3으로 일정하게 유지시켰다. 반응은 8 시간 후에 완결되어, 이후 노를 N_2 하에 실온으로 냉각시킬 수 있었다. 약 1.5 kg의 분말을 얻었으며, 이는 x-선 회절을 기준으로 순수한 상의 탄화텅스텐인 것으로 확인할 수 있었다. 분말은 하기 분석값을 갖는다:

$C_{총합}$ =5.90 % $C_{유리}$ <0.02 %

O =0.57 % N =0.06 %

FSSS =0.47 ㎛ (ASTM B330)

상기 및 이후의 %값은 중량 백분율이다.

실시예 2

이 경우에는 노를 N_2 하에서 실온으로 냉각시키기 전에, 냉각기 동안 공정 기체 하에서 700 ℃ 이하의 온도에서 반응을 수행하면서, 실시예 1에 기재된 바와 같이 2 kg의 WO_3 블루를 소결로 내에서 탄화텅스텐으로 전환시켰다:

$C_{총합}$ =5.89 % $C_{유리}$ <0.02 %

O =0.41 % N =0.07 %

FSSS =0.32 ㎛ (ASTM B330)

이렇게 하여 얻어진 분말을 1,400 ℃에서 40분 동안 슬라이딩-배트 가마에서 열에 의해 후처리하였고, 이 때 노 내의 침탄 분위기는 탄화텅스텐의 탄소 함량을 이론치에 근접하도록 하기에 충분하였다. 이로부터 얻어진 분말 (도 2)은 하기 분석값을 갖는다.

$C_{총합}$ =6.08 % $C_{유리}$ <0.03 %

O =0.23 % N =0.05 %

FSSS =0.40 ㎛ (ASTM B330)

실시예 3

이 경우에 침탄을 위해 텅스텐산 미립자 (FSSS=0.40 ㎛, ASTM B330에 따라)를 사용한 것을 제외하고는 실시예 2와 유사한 방법으로 반응을 수행하였다. 초기에, 재료를 적소에서 500 ℃에서 3 시간 동안 하소한 후, 실시예 2와 같이 계속 반응시켰다. SEM 사진 (도 3)에 기초하여, 분말이 거의 괴상화되지 않았음이 명백하다.

$C_{총합}$ =6.08 % $C_{유리}$ <0.03 %

O =0.24 % N =0.05 %

FSSS =0.29 ㎛ (ASTM B330)

실시예 4

고온 단계에 앞서, 0.6 % Cr_3C_2와 이론치의 탄소 함량을 확실하게 하기 위해서 계산량의 탄소를 탄화물 분말에 첨가하는 것을 제외하고는 실시예 3의 방법과 유사하게 반응을 수행하였다. 하기 분말 특성 데이타를 얻었다:

$C_{총합}$ =6.14 % $C_{유리}$ <0.02 %

O =0.36 % N =0.05 %

FSSS =0.37 ㎛ (ASTM B330)

거의 괴상화되지 않는 미립자 분말을 얻었다 (도 4).

실시예 5

0.6 ㎛ (ASTM B330에 따라 FSSS에 의해 측정)의 입도를 갖는 텅스텐산을 사용하는 것을 제외하고는 실시예 3에서와 같이 반응을 수행하였다. 얻어진 분말은 전혀 괴상화되지 않았고 미립자 형태로 존재하였다. 하기 특성 데이타를 얻었다:

$C_{총합}$ =6.07 % $C_{유리}$ <0.04 %

O =0.20 % N =0.05 %

FSSS =0.30 ㎛ (ASTM B330)

간섭 길이와 격자 변형의 측정

모든 분말 재료의 간섭 길이와 격자 변형은 문헌[바렌(BE Warren) 및 아베르바하(BL Averbach), J. Appl. Phys. 21 (1950) 595]의 방법에 따라 측정하여 도면을 작성하였다. 또한, 이 방법을 다른 종류의 탄화텅스텐 분말 (S, N, T 및 D 분말)에도 적용하여 도면을 작성하였다 (도 1). 그 값을 하기 표에 정리하였다:

표 1.

재료	격자 변형 (%)	간섭 길이 (㎚)
실시예 1	0.06	30.8
실시예 2	0.07	72
실시예 3	0.07	72
실시예 4	0.07	56.5
실시예 5	0.08	64.5
S	0.06	180
N	0.09	150
T	0.10	43.3
D	0.07	150

초경합금 시험:

초경합금 혼합물중 코발트 비율이 10 %인 Cr_3C_2와 VC를 사용하여 도핑시킨 일부 재료에 대해 초경합금 시험을 수행하였다. 이를 위해 초경합금 혼합물을 분쇄기 내에서 헥산 중에서 (0.5 ℓ; 크기 3-4 ㎜의 초경합금 볼 2,100 g을 사용하여 초경합금 혼합물 300 g) 4 시간 동안 분쇄하고 1,380 ℃에서 45분 동안 진공 하에서 소결하였다. 일부 초경합금의 특성 값을 표 2에 정리하였다.

표 2.

실시예	밀도, g/㎤	$H_{c(kA/m)}$	$4\pi\sigma_s$ (μTm³/kg)	HV_{30} (kg/㎟)	A-공극률
1	14.48	41.4	16.6	1925	A04 ISO 4505
2	14.39	42.2	15.4	2001	A04 ISO 4505
3	14.42	42.2	15.3	2001	A04 ISO 4505
5	14.44	43.0	14.5	2010	A02-A04 ISO 4505

HC=자기항자력, 포에르슈터 코에르치마트(Foerster Koerzimat) 1.096으로 측정 (kA/m).

$4\pi\sigma_s$=자기 포화, 포에르슈터 코에르치마트 1.096으로 측정 (μTm³/kg).

HV_{30}=비커스(Vickers) 경도, 30 kg 하중 (kg/㎟).

고온에서 안정화시키지 않은 실시예 1의 탄화물 분말은 이차 결정립 성장 경향이 증가하는 반면, 열처리한 다른 재료들은 균질한 구조를 나타낸다 (도 5와 도 6).

(57) 청구의 범위

청구항 1.

CO_2 함량이 침탄 온도에 상응하는 보두아르드(Boudouard) 평형 함량을 넘는 CO_2/CO 혼합물을 침탄 기상으로 사용하여, 850 ℃ 보다 높은 온도에서 텅스텐 분말, 적합한 텅스텐 전구체 화합물 분말 또는 이들의 배합물을 기상 침탄시키는, 탄화텅스텐의 제조 방법.

청구항 2.

제1항에 있어서, 상기 침탄을 0.4 내지 0.9의 탄소 활성도로 수행하는 방법.

청구항 3.

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 침탄 온도가 900 ℃ 내지 950 ℃인 방법.

청구항 4.

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 침탄을 침탄 온도에서 4 내지 10 시간에 걸쳐 수행하는 방법.

청구항 5.

제1항 또는 제2항에 있어서, 산화텅스텐 분말을 전구체 화합물로 사용하는 방법.

청구항 6.

제1항 또는 제2항에 있어서, 탄화텅스텐을 침탄 후에 1,150 ℃ 내지 1,800 ℃에서 열처리하는 방법.

청구항 7.

제1항에 따른 방법에 의해 제조되고 하기 식에 따른 간섭 길이 x와 격자 변형 y간의 관계를 갖는 탄화텅스텐.

$y<(-4.45*10^{-4}nm^{-1}*x+0.113)\%$

청구항 8.

제8항에 있어서, 간섭 길이 x와 격자 변형 y가 하기 조건을 만족하는 것인 탄화텅스텐.

$y<(-2.5*10^{-4}nm^{-1}*x+0.1025)\%$ 및

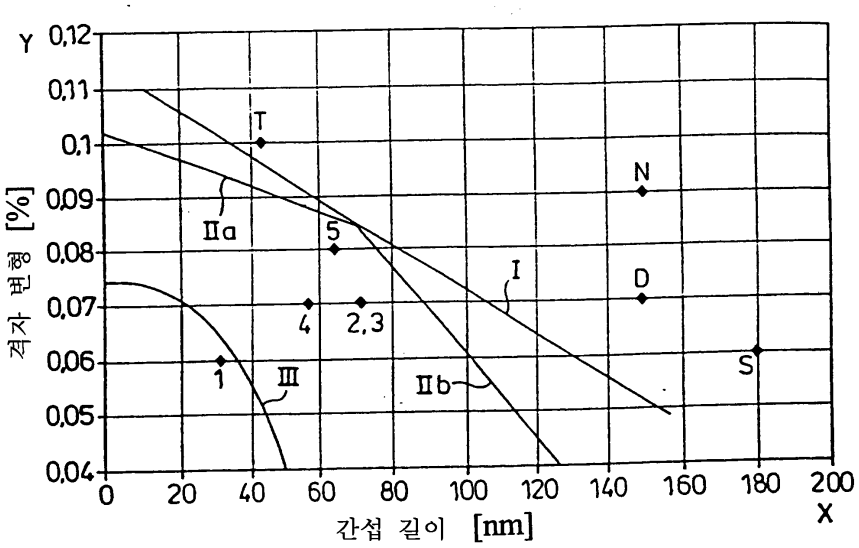
$y<(-7.78*10^{-4}nm^{-1}*x+0.1395)\%$

청구항 9.

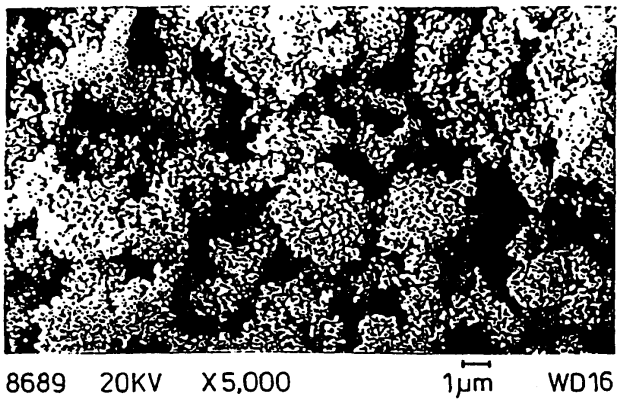
제7항 또는 제8항에 따른 탄화텅스텐으로부터 제조된 소결 부품(sintered parts).

도면

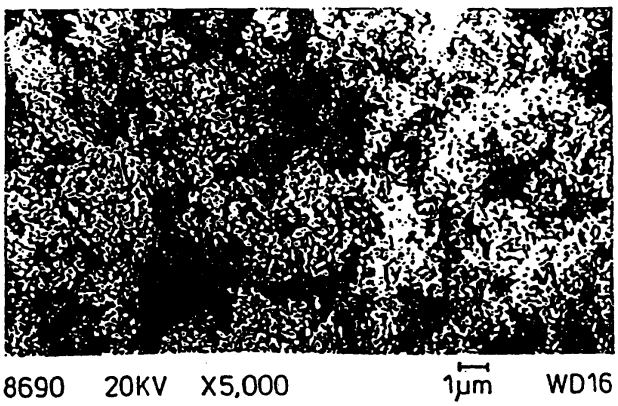
도면1


Y
0,12
0,11
0,1
0,09
0,08
0,07
0,06
0,05
0,04
격자 변형 [%]
0
20
40
60
80
100
120
140
160
180
200
X
간섭 길이 [nm]
T
IIa
S
I
N
D
4
2,3
1
III
IIb
S

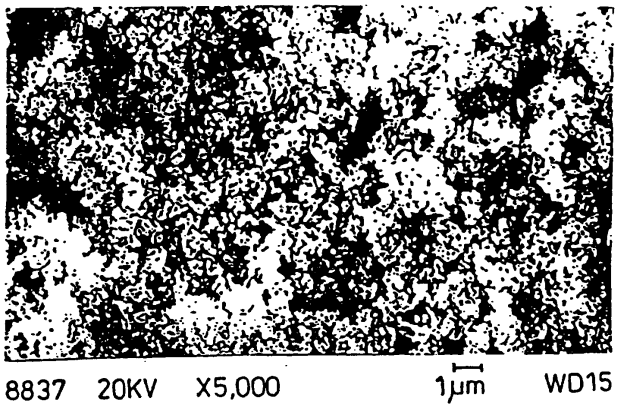
도면2


8689 20KV X5,000 1μm WD16

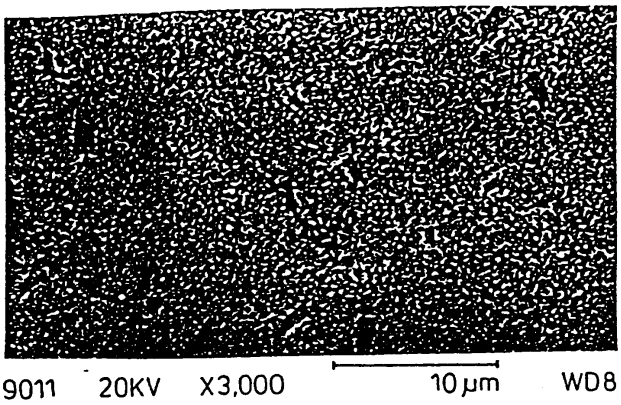
도면3


8690 20KV X5,000 1μm WD16

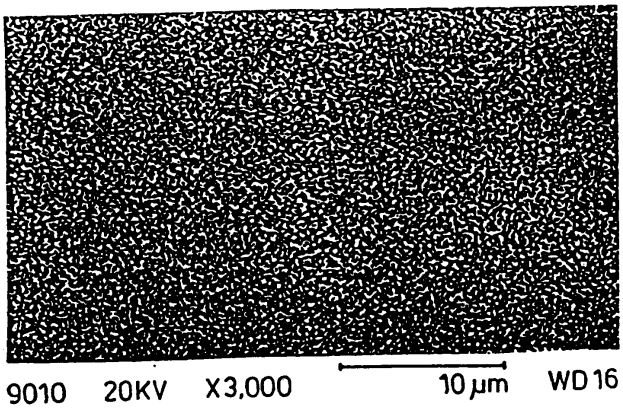
도면4


8837 20KV X5,000 1μm WD15

도면5


9011 20KV X3,000 10μm WD8

도면6


9010 20KV X3,000 10μm WD16