(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2019-0111496
(43) 공개일자 2019년10월02일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B22F 9/24 (2006.01) *B22F 1/00* (2006.01)
H01G 9/07 (2006.01)
(52) CPC특허분류
B22F 9/24 (2013.01)
B22F 1/0007 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2018-0033684
(22) 출원일자 2018년03월23일
심사청구일자 2019년03월22일

(71) 출원인
충남대학교산학협력단
대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)
(72) 발명자
이종현
세종특별자치시 장군면 전원마을2길 64
네르시시얀 하이크
대전광역시 유성구 온천북로33번길 22-8 (봉명동) 그랜드빌 101호
이영준
대전광역시 유성구 죽동로242번길 8-23, 302호
(74) 대리인
특허법인 플러스

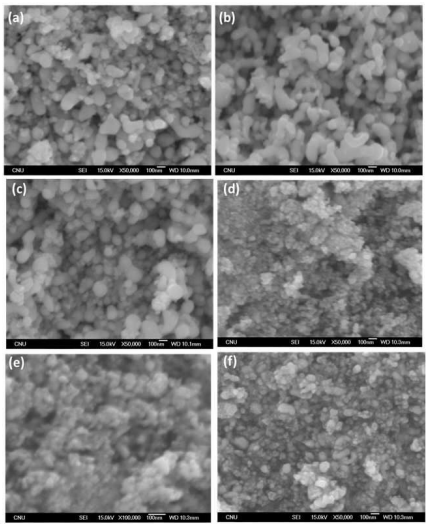
전체 청구항 수 : 총 17 항

(54) 발명의 명칭 **수소화물 매개 금속 열 환원 공정에 의한 금속 나노분말 제조 방법**

(57) 요 약

본 발명에 따른 자전연소합성법을 기반으로 한 수소화물 매개 금속 열 환원(Hydrogen mediated metllothermic reduction: HMMR) 공정을 이용한 망상의 금속 나노분말의 제조방법은 금속 산화물, 환원제, 및 수소 함유 무기 화합물을 포함하는 혼합물을 준비하는 단계(S1); 상기 혼합물의 연소반응을 개시하는 단계(S2); 반응을 종료하는 단계(S3); 및 상기 금속 산화물로부터 환원된 금속 분말을 수득하는 단계(S4);를 포함하여 망상 금속 나노분말을 제조하는 특징이 있다. 본 발명에 따른 제조방법은 고표면적의 금속 나노분말을 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 - 도2



(52) CPC특허분류
H01G 9/07 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 2016-2314
부처명 교육부
연구관리전문기관 한국연구재단
연구사업명 이공분야기초연구-기본연구
연구과제명 금속 질화물의 6-fold symmetry hierarchical 미세결정의 합성, 평형구조, 성장거동에 관한 연구
기 여 율 1/1
주관기관 충남대학교 산학협력단
연구기간 2016.11.01 ~ 2019.10.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

금속 산화물, 환원제, 및 수소 함유 무기 화합물을 포함하는 혼합물을 준비하는 단계(S1);

상기 혼합물의 연소반응을 개시하는 단계(S2);

반응을 종료하는 단계(S3); 및

상기 금속 산화물로부터 환원된 금속 분말을 수득하는 단계(S4);

를 포함하는 망상(net-shaped) 금속 나노분말 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 연소반응은 자전연소반응인, 망상 금속 나노분말 제조 방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 단계(S1)의 혼합물이 무기 첨가제를 더 포함하는, 망상 금속 나노분말 제조 방법.

청구항 4

제3항에 있어서, 상기 무기 첨가제는 알칼리 토금속의 할로겐화물인, 망상 금속 나노분말 제조 방법.

청구항 5

제4항에 있어서, 상기 알칼리 토금속의 할로겐화물은 $MgCl_2$ 및 $CaCl_2$ 중 어느 하나 이상인, 망상 금속 나노분말 제조 방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 혼합물 준비 단계(S1) 후에 상기 혼합물을 펠렛화하는 단계(S1-1)를 더 포함하는, 망상 금속 나노분말 제조 방법.

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 연소반응 개시 단계(S2) 전에 상기 혼합물을 예열하는 단계(S1-2)를 더 포함하는, 망상 금속 나노분말 제조 방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 상기 수득된 망상 금속 나노분말의 입경은 500 nm 이하인, 망상 금속 나노분말 제조 방법.

청구항 9

제1항에 있어서, 상기 수득된 망상 금속 나노분말은 유전체 금속 나노분말인, 망상 금속 나노분말 제조 방법.

청구항 10

제1항에 있어서, 상기 수득된 망상 금속 나노분말은 Ta 나노분말인, 망상 금속 나노분말 제조 방법.

청구항 11

제1항에 있어서, 상기 환원제는 알칼리 토금속인, 망상 금속 나노분말 제조 방법.

청구항 12

제1항에 있어서, 상기 환원제는 Mg, Ca, 및 Mg-Ca 합금 중 어느 하나 이상인, 망상 금속 나노분말 제조 방법.

청구항 13

제1항에 있어서, 상기 수소 함유 무기 화합물은 알칼리 토금속의 수산화물, 알칼리 토금속의 수소화물, 및 결정수를 포함하는 금속 할로겐화물 중 어느 하나 이상인, 망상 금속 나노분말 제조 방법.

청구항 14

제1항에 있어서, 상기 수소 함유 무기 화합물은 $Mg(OH)_2$, $Ca(OH)_2$, MgH_2, CaH_2, $MgCl_2 \cdot 2H_2O$, 및 $CaCl_2 \cdot 2H_2O$ 중 어느 하나 이상인, 망상 금속 나노분말 제조 방법.

청구항 15

500 nm 이하의 입경 및 150,000 mFV/g 이상의 커패시턴스를 가지는, 망상 유전체 나노분말.

청구항 16

제15항에 있어서, 상기 유전체는 Ta인, 망상 유전체 나노분말.

청구항 17

제15항 또는 제16항에 기재된 망상 유전체 나노분말을 포함하는 콘덴서.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 자전연소합성법(Self-propagating High temperature Synthesis; SHS)을 기반으로 한 수소화물 매개 금속 열 환원(Hydrogen mediated metllothermic reduction: HMMR) 공정을 이용한 금속 분말의 제조방법에 관한 것이다. 또한 Ta_2O_5 등의 금속 산화물, 환원제 및 수소 함유 무기 첨가제를 자전연소 반응을 통해 금속 산화물을 금속 분말로 환원시킴과 동시에 그 금속의 형상과 입경을 망상(net-shaped) 구조의 나노(nm) 사이즈로 제어해 콘덴서용 유전체 금속 분말을 제조하는 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 일반적으로 자전연소합성법은 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 방법이다. 이때, 반응물들의 생성 반응열을 이용함으로써, 반응열이 큰 물질일 경우 외부에서 에너지를 공급하지 않아도 자발적으로 반응이 전파하면서 지속되는 현상을 이용하여 고체-고체, 고체-액체, 고체-기체 사이의 반응을 통해 규화물, 탄화물, 질화물 및 붕화물 등의 세라믹이나 금속간 화합물을 합성하는 방법으로, 고온로 없이 소재를 합성할 수 있는 경제적인 방법이다. 자전연소 합성법은 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.

[0003] 한편, 탄탈륨(Ta)은 융점이 높고 연성 및 내식성 등 우수한 물리적 특성으로 인해 기계, 화공, 의료분야 뿐만 아니라 우주, 군사 및 산업 전반에 걸쳐 광범위하게 사용되고 있는 소재이다. 특히, Ta은 모든 금속 중 가장 안정한 양극산화피막을 형성시킬 수 있는 유전 특성으로 인해 현재 고체전해질 콘덴서의 양극소재로 널리 이용되고 있다. 특히, 탄탈 양극산화피막의 유전율은 알루미늄 양극산화피막의 2.7배나 될 정도로 매우 높아 콘덴서 재료에 아주 적합한 특성을 갖고 있다. 이러한 콘덴서용 Ta 분말의 제조방법은 1) Ta_2O_5를 Mg, Al, Ca, C를 이용하여 환원하는 방법, $TaCl_5$를 수소 가스로 환원하는 방법, 3) $TaCl_5$를 Mg, Na 등의 환원제 금속으로 환원하는 방법, 4) 중간 원료물질인 K_2TaF_7을 Na에 의해 환원하는 방법, 5) Ta_2O_5를 Mg 증기로 환원하는 방법, 6) Ta_2O_5를 전기화학적으로 환원하는 방법 등으로 요약할 수 있다. 그러나 탄소에 의한 환원은 1500 ℃ 이상의 고온을 필요로 하며, Ta_2O_5를 환원제 금속으로 환원하는 방법은 빠른 반응성 때문에 분말의 입자 크기 및 형상 제어에 어려움이 있다고 알려져 있다. 또한 $TaCl_5$를 수소로 환원하는 방법은 반응 중 생성되는 HCl의 부식성으로 인해 공업화에 이르지 못하고 있다.

[0004] 현재 상용화된 콘덴서용 Ta 분말제조 공정은 $TaCl_5$를 Mg, Na 등의 환원제 금속으로 환원하는 방법과 중간 원료물질인 K_2TaF_7을 Na로 환원하는 방법이 대표적이다.

[0005] 한편, Ta_2O_5를 Mg 등을 이용하여 환원하는 방법은 고 표면적, 고른 결정 크기 분포, 및 고순도의 Ta 분말을 제공하는 이점이 있으며, Mg 증기에 의한 직접 환원 방법도 연구되고 있다.

[0006] 그러나, 전자 소재의 집적화가 진행되면서, 보다 향상된 표면적과 고른 입도 분포를 가지면서도, 경제적인 방법으로 대량생산이 가능한 나노분말이 요구되고 있으나, 그러한 요구를 모두 충족할 수 있는 나노분말 제조 방법이 제시되지 못하고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 미국 특허공보 제2950185호 (1960년 8월 23일)

(특허문헌 0002) 미국 특허공보 제6171363호 (2001년 1월 9일)

(특허문헌 0003) 미국 공개특허공보 제2017/0072462호 (2017년 3월 16일)

(특허문헌 0004) 미국 공개특허공보 제2016/0059319호 (2016년 3월 3일)

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명의 목적은 입자의 형상이 망상으로 제어된 금속 나노분말의 제조방법을 제공하는 것이다.

[0009] 본 발명의 또다른 목적은 고표면적의 금속 나노분말의 제조방법을 제공하는 것이다.

[0010] 본 발명의 또다른 목적은 결정화도가 높은 금속 나노분말의 제조방법을 제공하는 것이다.

[0011] 본 발명의 또다른 목적은 순도가 높은 금속 나노분말의 제조방법을 제공하는 것이다.

[0012] 본 발명의 또다른 목적은 반응시간이 짧으며, 공정이 단순하고, 친환경적이며, 대량생산이 가능하고, 경제적으로 우수한 금속 나노분말의 제조방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0013] 본 발명은 금속 산화물, 환원제, 및 수소 함유 무기 화합물을 포함하는 원료를 연소합성하여 망상의 금속 나노분말을 수득하는 단계를 포함하는 망상의 금속 나노분말의 제조 방법에 관한 것이다.

[0014] 보다 상세하게는, 본 발명에 따른 망상의 금속 나노분말의 제조 방법은 금속 산화물, 환원제, 및 수소 함유 무기 화합물을 포함하는 혼합물을 준비하는 단계(S1);

[0015] 상기 혼합물의 연소반응을 개시하는 단계(S2);

[0016] 반응을 종료하는 단계(S3); 및

[0017] 상기 금속 산화물로부터 환원된 금속 분말을 수득하는 단계(S4);

[0018] 를 포함하는 망상 금속 나노분말 제조 방법이다.

[0019] 본 발명의 일 양태에 따른 상기 제조 방법에서, 상기 연소반응은 자전연소반응일 수 있다.

[0020] 본 발명의 일 양태에 따른 상기 제조 방법에서, 단계(S1)의 혼합물이 무기 첨가제를 더 포함할 수 있고, 상기 무기 첨가제는 상기 수득되는 나노분말 금속 1 몰 당 0.1 내지 15 몰, 바람직하게는 0.5 내지 10 몰의 비율로 포함될 수 있다.

[0021] 본 발명의 일 양태에 따른 상기 제조 방법에서, 상기 무기 첨가제는 알칼리 토금속의 할로겐화물일 수 있고, 특히 $MgCl_2$ 및 $CaCl_2$ 중 어느 하나 이상일 수 있다.

[0022] 본 발명의 일 양태에 따른 상기 제조 방법에서, 상기 단계(S1) 후에 상기 혼합물을 펠렛화하는 단계(S1-1)를 더 포함할 수 있다.

[0023] 본 발명의 일 양태에 따른 상기 제조 방법에서, 상기 연소반응 개시 단계(S2) 전에 상기 혼합물을 예열하는 단계(S1-2)를 더 포함할 수 있다.

[0024] 본 발명의 일 양태에 따른 상기 제조 방법에서, 상기 반응 종료 단계(S3) 후에 반응 생성물을 세척하고 건조하는 단계(S3-1)를 더 포함할 수 있고, 상기 세척하고 건조하는 단계(S3-1)의 세척은 산성 용액 세척 및 증류수 세척 공정을 포함할 수 있다.

[0025] 본 발명의 일 양태에 따른 상기 제조 방법에서, 수득되는 상기 망상 금속 나노 분말의 입경은 1500 nm 이하, 바람직하게는 500 nm 이하, 더 바람직하게는 300 nm 이하, 그보다 더 바람직하게는 200 nm 이하, 그보다 더 바람직하게는 150 nm 이하, 그보다 더 바람직하게는 100 nm 이하, 그보다 더 바람직하게는 70 nm 이하일 수 있다.

[0026] 본 발명의 일 양태에 따른 상기 제조 방법에서, 수득되는 상기 망상 금속 나노 분말의 입경은 50 내지 1500 nm, 바람직하게는 50 내지 500 nm, 더 바람직하게는 50 내지 300 nm, 그보다 더 바람직하게는 50 내지 200 nm, 그보다 더 바람직하게는 50 내지 150 nm, 그보다 더 바람직하게는 50 내지 100 nm, 그보다 더 바람직하게는 20 내지 70 nm일 수 있다.

[0027] 본 발명의 일 양태에 따른 상기 제조 방법에서, 수득되는 상기 망상 금속 나노 분말의 입경은 100 내지 1500 nm, 바람직하게는 100 내지 500 nm, 더 바람직하게는 100 내지 300 nm, 그보다 더 바람직하게는 100 내지 200 nm, 그보다 더 바람직하게는 100 내지 150 nm일 수 있다.

[0028] 본 발명의 일 양태에 따른 상기 제조 방법에서, 수득되는 상기 망상 금속 나노 분말은 유전체 나노분말일 수 있고, 특히 Ta일 수 있다.

[0029] 상기 입경 범위에서 입자의 높은 표면적이 구현되고, 상기 입경 범위의 유전체 금속 나노분말은 높은 커패시턴스를 가질 수 있게 된다.

[0030] 본 발명의 일 양태에 따른 상기 제조 방법에서, 상기 환원제는 알칼리 토금속, 특히 Mg, Ca, 및 Mg-Ca 합금 중 어느 하나 이상일 수 있고, 상기 환원제는 수득되는 상기 망상 금속 나노 분말 1 몰 당 5 내지 30 몰, 바람직하

게는 1 몰 당 5 내지 20 몰의 비율로 포함될 수 있으며, Mg:Ca이 1:0 내지 0:1의 몰비로 포함될 수 있다.

[0031] 본 발명의 일 양태에 따른 상기 제조 방법에서, 상기 수소 함유 무기 화합물은 수산화물, 수소화물, 및 결정수를 포함하는 화합물 중 어느 하나 이상일 수 있고, 특히 알칼리 토금속의 수산화물, 알칼리 토금속의 수소화물, 및 결정수를 포함하는 금속 할로겐화물 중 어느 하나 이상일 수 있으며, 특히 $Mg(OH)_2$, $Ca(OH)_2$, MgH_2, CaH_2, $MgCl_2 \cdot 2H_2O$, 및 $CaCl_2 \cdot 2H_2O$ 중 어느 하나 이상일 수 있다.

[0032] 상기 수소 함유 무기 화합물은 연소반응에 의해 수소 기체를 발생시키고, 발생한 수소 기체에 의해 입자의 성장이 저해되면서, 동시에 망상 구조가 형성되도록 한다. 이에 따라 고표면적의 금속 나노입자가 형성될 수 있게 된다.

[0033] 본 발명의 일 양태에 따른 상기 제조 방법에서, 상기 수소 함유 무기 화합물은 수득되는 상기 금속 나노분말 1 몰 당 0.05 내지 1.0 몰, 바람직하게는 1 몰 당 0.1 내지 0.5 몰의 비율로 포함될 수 있다.

[0034] 본 발명의 일 양태에 따른 상기 제조 방법에서, 상기 연소반응은 가열 착화(thermal ignition)에 의해 개시될 수 있다.

[0035] 본 발명의 일 양태에 따른 상기 제조 방법에서, 상기 연소반응은 아르곤을 포함하는 기체 분위기에서 수행될 수 있고, 상기 기체 분위기에는 수소 또는 질소 기체가 더 포함될 수 있으며, 상기 연소반응은 0.1 내지 50 기압, 바람직하게는 1 내지 10 기압하에서 수행될 수 있다.

[0036] 본 발명의 일 양태에 따른 상기 제조 방법에서, 상기 연소반응은 25 내지 1200 ℃, 바람직하게는 25 내지 800 ℃에서 개시될 수 있다.

[0037] 또한 본 발명은 망상 금속 나노분말에 관한 것이다.

[0038] 보다 상세하게는 상기 망상 금속 나노분말의 입경은 1500 nm 이하, 바람직하게는 500 nm 이하, 더 바람직하게는 300 nm 이하, 그보다 더 바람직하게는 200 nm 이하, 그보다 더 바람직하게는 150 nm 이하, 그보다 더 바람직하게는 100 nm 이하, 그보다 더 바람직하게는 50 nm 이하일 수 있다.

[0039] 본 발명의 일 양태에 따른 상기 망상 금속 나노분말의 입경은 50 내지 1500 nm, 바람직하게는 50 내지 500 nm, 더 바람직하게는 50 내지 300 nm, 그보다 더 바람직하게는 50 내지 200 nm, 그보다 더 바람직하게는 50 내지 150 nm, 그보다 더 바람직하게는 50 내지 100 nm, 그보다 더 바람직하게는 20 내지 70 nm일 수 있다.

[0040] 본 발명의 일 양태에 따른 상기 망상 금속 나노분말의 입경은 100 내지 1500 nm, 바람직하게는 100 내지 500 nm, 더 바람직하게는 100 내지 300 nm, 그보다 더 바람직하게는 100 내지 200 nm, 그보다 더 바람직하게는 100 내지 150 nm일 수 있다.

[0041] 본 발명의 일 양태에 따른 상기 망상 금속 나노 분말은 유전체 나노분말일 수 있고, 특히 Ta일 수 있다.

[0042] 보다 상세하게는 상기 망상 금속 나노분말은 150,000 mFV/g 이상, 상세하게는 150,000 내지 250,000 mFV/g의 커패시턴스를 가질 수 있다.

[0043] 또한 본 발명은 상기한 망상의 금속 나노분말을 포함하는 콘덴서에 관한 것이다.

발명의 효과

[0044] 본 발명에 따른 금속 나노분말의 제조방법은 입자의 형상이 망상으로 제어된 금속 나노분말을 제조한다는 장점이 있다.

[0045] 본 발명에 따른 금속 나노분말의 제조방법은 고표면적의 금속 나노분말을 제조한다는 장점이 있다.

[0046] 본 발명에 따른 금속 나노분말의 제조방법은 결정화도가 높은 금속 나노분말을 제조한다는 장점이 있다.

[0047] 본 발명에 따른 금속 나노분말의 제조방법은 순도가 높은 금속 나노분말을 제조한다는 장점이 있다.

[0048] 본 발명에 따른 금속 나노분말의 제조방법은 반응시간이 짧으며, 공정이 단순하고, 친환경적이며, 대량생산이 가능하고, 경제적으로 우수하다는 장점이 있다.

[0049] 본 발명에 따른 유전체 금속 나노분말은 망상으로 형상이 제어된다는 장점이 있다.

[0050] 본 발명에 따른 유전체 금속 나노분말은 높은 커패시턴스를 가진다는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

[0051] 도 1은 실시예 1 내지 3에서 제조된 Ta 분말의 X선 회절(XRD) 결과이다.

도 2는 실시예 1 내지 6에서 제조된 Ta 분말의 주사전자현미경(SEM) 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0052] 본 발명에 따른 망상의 금속 나노분말의 제조 방법은 금속 산화물, 환원제, 및 수소 함유 무기 화합물을 포함하는 혼합물을 준비하는 단계(S1);

[0053] 상기 혼합물의 연소반응을 개시하는 단계(S2);

[0054] 반응을 종료하는 단계(S3); 및

[0055] 상기 금속 산화물로부터 환원된 금속 분말을 수득하는 단계(S4);

[0056] 를 포함하는 망상 금속 나노분말 제조 방법이다.

[0057] 이하에서는 실시예를 통하여 본 발명에 대해 상세히 설명한다. 하기 실시예는 본 발명의 보다 전반적인 이해를 돕기 위해 제공된 것일 뿐, 본 발명이 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다. 또한, 사용되는 기술 용어 및 과학 용어에 있어서 다른 정의가 없다면, 이 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 통상적으로 이해하고 있는 의미를 가지며, 하기의 설명 및 첨부 도면에서 본 발명에 따른 요지를 불필요하게 흐릴 수 있는 공지 기능 및 구성에 대한 설명은 생략한다.

[0058] 본 발명에 있어, 별다른 정의가 없다면 비(ratio)는 몰비를 의미하는 것으로 해석된다.

[0059] [실시예 1]

[0060] Ta_2O_5, Mg과 Ca 혼합물(Mg:Ca 몰비 9:1), $MgCl_2$, 및 $Mg(OH)_2$를 1:10:5:0.5의 몰비로 혼합하였다. 혼합 원료 분말은 메탈 컵을 이용해 가압하여 직경 50mm, 높이 70mm의 펠렛으로 제조하였다. 제조된 펠렛을 자전연소 반응기 내에 장입한 후, 반응기 내부를 5기압의 아르곤 가스로 충진시켰다. 그리고, 반응기 내부 온도 25 ℃에서, 장입된 펠렛의 상부에 위치한 가열된 니켈/크롬 필라멘트로 펠렛을 국부적으로 점화시켜 연소반응을 진행하였다.

[0061] 이후 반응 생성물을 냉각한 후, 염산용액을 이용하여 침출하고, 증류수를 이용하여 수세한 후, 70 내지 80 ℃에서 건조하여 Ta 분말을 제조하였다.

[0062] [실시예 2]

[0063] Ta_2O_5, Mg과 Ca 혼합물(Mg:Ca 몰비 9:1), $MgCl_2$, 및 $Mg(OH)_2$를 1:10:5:1의 몰비로 혼합하여 혼합 원료 분말을 제조한 것을 제외하고 실시예 1과 동일한 방법으로 Ta 분말을 제조하였다.

[0064] [실시예 3]

[0065] Ta_2O_5, Mg과 Ca 혼합물(Mg:Ca 몰비 9:1), $MgCl_2$, 및 $Mg(OH)_2$를 1:10:5:2의 몰비로 혼합하여 혼합 원료 분말을 제조한 것을 제외하고 실시예 1과 동일한 방법으로 Ta 분말을 제조하였다.

[0066] [실시예 4]

[0067] Ta_2O_5, Mg과 Ca 혼합물(Mg:Ca 몰비 9:1), $MgCl_2$, 및 $Mg(OH)_2$를 1:10:5:3의 몰비로 혼합하여 혼합 원료 분말을 제조한 것을 제외하고 실시예 1과 동일한 방법으로 Ta 분말을 제조하였다.

[0068] [실시예 5]

[0069] 반응기 내부 온도 350 ℃에서 점화시키는 것을 제외하고 실시예 4와 동일한 방법으로 Ta 분말을 제조하였다.

[0070] [실시예 6]

[0071] Ta_2O_5, Mg과 Ca 혼합물(Mg:Ca 몰비 9:1), $MgCl_2$, 및 $Mg(OH)_2$를 1:10:5:5의 몰비로 혼합하여 혼합 원료 분말을 제조한 것을 제외하고 실시예 1과 동일한 방법으로 Ta 분말을 제조하였다.

[0072] 상기 실시예에 의해 제조된 Ta 분말의 X선 회절 결과가 $Mg(OH)_2$ 몰비에 따라 도 1에 도시되었고, 역시 상기 실

시예에 의해 제조된 Ta 분말의 주사전자현미경 사진들이 도 2에 도시되었다.

[0073] 도 1은 다른 상(phase)을 함유하지 않은 결정질의 Ta 분말이 제조됨을 보이며, 특히 Ta_2O_5 1 몰에 대해 $Mg(OH)_2$ 이 0.5 몰이 혼합된 원료 분말로부터 제조된 Ta 분말이 높은 결정성을 보이고 있다.

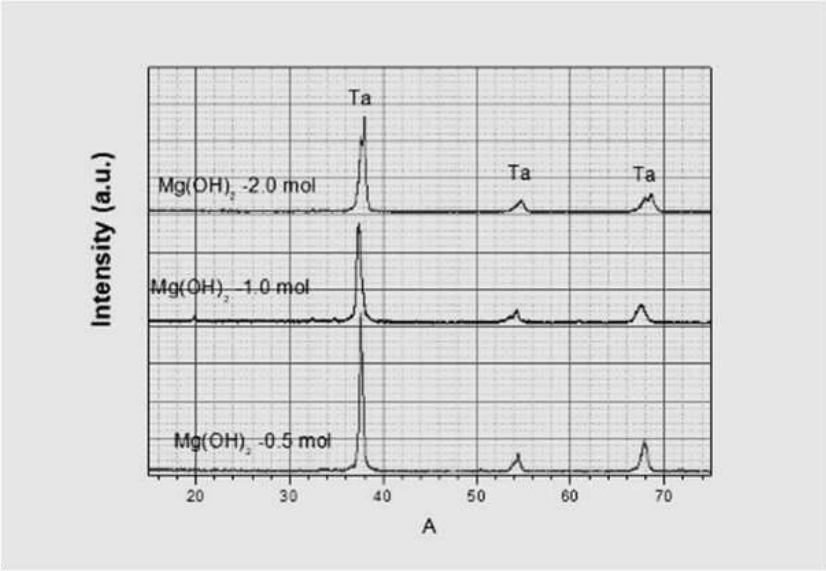
[0074] 또한 도 2는, 상기 실시예 1 내지 6로부터 각각 (a) 100 내지 300 nm (실시예 1), (b) 100 내지 200 nm (실시예 2), (c) 100 내지 150 nm (실시예 3), (d) 50 내지 100 nm (실시예 4), (e) 20 내지 70 nm (실시예 5), 및 (f) 50 내지 1500 nm (실시예 6)의 균일한 입경을 가지는 Ta 분말이 제조되었음을 보여준다.

산업상 이용가능성

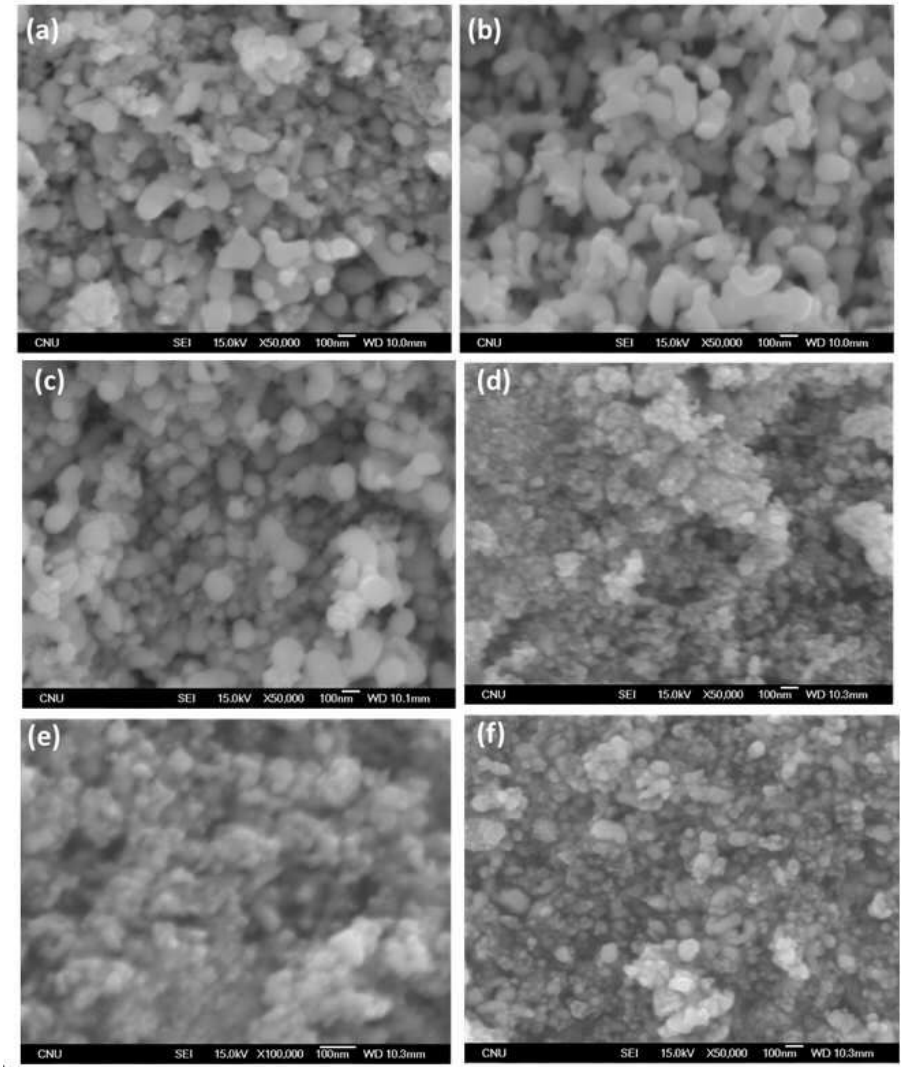
[0075] 본 발명의 금속 나노분발 제조 방법을 통해, 반응시간이 짧으며, 공정이 단순하고, 친환경적이며, 대량생산이 가능하고, 경제적으로 우수하면서도, 망상 및 나노 사이즈로 그 형상 및 입경이 제어된 금속 나노분말을 제조할 수 있다. 그에 따라 고표면적의 금속 나노분말의 제조가 가능하다. 특히 Ta과 같은 유전체 물질에 응용되어, 고용량 콘덴서를 제조할 수 있다.

도면

도면1



도면2


(a)
CNU SEI 15.0kV X50,000 100nm WD 10.0mm
(b)
CNU SEI 15.0kV X50,000 100nm WD 10.0mm
(c)
CNU SEI 15.0kV X50,000 100nm WD 10.1mm
(d)
CNU SEI 15.0kV X50,000 100nm WD 10.3mm
(e)
CNU SEI 15.0kV X100,000 100nm WD 10.3mm
(f)
CNU SEI 15.0kV X50,000 100nm WD 10.3mm