

(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl. C21D 1/06 (2006.01)	(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2006년06월07일 10-0586852 2006년05월29일
--	-------------------------------------	--

(21) 출원번호	10-2002-0070071	(65) 공개번호	10-2004-0041959
(22) 출원일자	2002년11월12일	(43) 공개일자	2004년05월20일

(73) 특허권자 학교법인 영남학원
 대구광역시 남구 대명5동 317-1번지

(72) 발명자 이태진
 대구광역시수성구신매동에덴타운251동805호

 이종대
 경상북도 영천시 임고면 평천2리 239번지

(74) 대리인 최경수

심사관 : 이학왕

(54) 산화텅스텐의 환원-탄화공정의 효율개선방법

요약

본 발명은 산화텅스텐의 환원-탄화공정의 효율개선방법에 관한 것으로서;

산화텅스텐의 환원-탄화공정에 일산화탄소를 이용하여 탄화텅스텐을 제조하는 공정에 있어서, 상기 공정에 실리카, 알루미늄, 제올라이트 등의 유사 물성재를 효율개선제로써 혼합하여 반응온도 300 내지 800 도 섭씨에서 수행하고, 또한 상기 효율개선제의 사용에 의한 공정에 의하여 제조되는 탄화텅스텐은 그 입자분포가 40 내지 400 nm 이며, 상기 산화텅스텐 대신 유사물성재인 Ta, Ti, Si 산화물을 사용하여 탄화Ta, 탄화Ti, 탄화Si 또는 금속 Ta, 금속Ti, 금속Si을 생산할 수 있게 하여;

저렴한 가격의 제올라이트, 알루미늄, 실리카겔을 첨가하여 일산화탄소를 이용한 환원탄화공정을 형성함으로써, 반응효율을 증대하고 입자의 크기를 감소시켜 물성을 개선함으로써 저렴한 비용으로서 고품위의 탄화텅스텐을 제조할 수 있게 한다.

대표도

도 2

색인어

도 1

명세서

도면의 간단한 설명

도 1 은 본 발명의 산화텅스텐의 환원-탄화공정의 효율개선방법에서 제오라이트를 효율개선제로 사용하는 환원-탄화공정에서 온도변화에 따라 생성되는 탄화텅스텐 분말을 주사현미경분석에 따른 입자의 크기표.

도 2 는 본 발명의 산화텅스텐의 환원-탄화공정의 효율개선방법에서 효율개선제의 종류에 따른 일산화탄소 반응효율을 도시하는 그래프도.

도 3 은 본 발명의 산화텅스텐의 환원-탄화공정의 효율개선방법에서 효율개선제의 유무와 종류에 따른 최종 생성물의 XRD(X-ray diffractometer)를 사용하여 측정된 특성 피크도이다.

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 산화텅스텐의 환원-탄화공정의 효율개선방법에 관한 것으로서, 더욱 상세히는 산화텅스텐을 일산화탄소를 이용하여 환원-탄화하여 초미립 탄화텅스텐을 생산하는 공정에서 효율개선제를 제공함으로써 제조효율의 극대화 및 최종 탄화텅스텐 생산물의 입자크기를 최소화하기 위한 것이다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

고밀도, 고정도의 탄화텅스텐(WC)이 다양한 분야의 산업체에서 활용되고 있다. 초경합금의 공구나, 초경표면이 요구되는 각종 내마모성 기계부품, 탄화텅스텐을 주성분으로 하여 다양한 성분으로 이루어진 경질상과의 소결체 기재, 등의 피복가공물 등에 널리 사용되고 그 수요량이 급증하고 있는 추세이고, 특히 고정도의 탄화텅스텐이 산업계에서 요구되고 있는 실정이다.

이러한 탄화텅스텐은 종래로 부터 일산화탄소를 이용하여 산화텅스텐을 환원-탄화함으로써 초미립의 탄화텅스텐을 생산하여 왔다.

본 발명은 이러한 종래로 부터의 산화텅스텐을 환원-탄화함으로써 초미립의 탄화텅스텐을 생산하는 공정에서 일산화탄소를 이용하여 제조효율의 극대화와 생산되는 탄화텅스텐의 입자크기를 극소화할 수 있게 함으로써 이러한 산업계의 요구에 부응하기 위한 것이다.

기존의 산화텅스텐의 환원-탄화공정은 수소를 이용하여 환원한 후, 진공상태에서 혹은 비활성기체의 유동흐름 하에서 고체 카본을 이용하여 탄화하는 방법을 사용하고 있고, 일부에서는 일산화탄소를 이용하여 일괄공정(one step)으로 알려진 환원-탄화반응을 동시에 진행하는 방법 또한 일부 이용되고 있다.

그러나, 수소의 경우, 폭발성이 높은 가스이므로 작업장에서 실제 적용에는 안전성이라는 주요한 결함이 있고, 고체카본을 이용한 탄화공정이 1,000 도 쯤씩 이상의 고온에서 진행됨으로써 입자의 크기가 커져 제품의 가치가 저하되는 경향이 있었다.

또한, 종래로 부터의 일산화탄소를 이용한 기술에서는 입자의 크기는 0.4 μm 이하로 조절은 가능하나 제조효율의 저하와 일산화탄소가 고가인 점으로 인하여 경제성이 낮다는 문제점을 가지고 있었다.

따라서, 본 발명은 산화텅스텐의 환원-탄화공정의 효율개선방법의 제공에 관한 것으로서 산화텅스텐을 일산화탄소를 이용하여 환원-탄화하여 초미립 탄화텅스텐을 생산하는 공정에서의 제조효율의 극대화 및 최종 탄화텅스텐 생산물의 입자크기를 최소화하기 위하여 안출된 것이라 하겠다.

이러한 관점에서 본 발명의 산화텡스텐의 환원-탄화공정의 효율개선방법은 상술하는 종래의 단점을 보완하기 위하여 폭발의 위험이 없는 일산화탄소를 이용한 환원-탄화공정에 효율개선제를 첨가하여 입자 간의 공간속도(space velocity)를 감소시켜 효율을 증대하고,

또한 효율개선제의 환원-탄화반응에서 반응속도촉진 효과를 동시에 도모함으로써 일산화탄소를 이용하여 고부가가치의 초미립의 산화텡스텐의 제조를 가능하게 함으로서 가격 경쟁력을 제고하고 작업자의 작업안전 역시 안전화시키는 것을 목적으로 한다.

발명의 구성 및 작용

상술하는 목적을 달성하기 위하여 안출된 본 발명의 산화텡스텐의 환원-탄화공정의 효율개선방법은;

산화텡스텐의 환원-탄화공정에 일산화탄소를 이용하여 산화텡스텐을 제조하는 공정에 있어서,

상기 공정에 실리카, 알루미늄, 제올라이트 등의 유사 물성재를 효율개선제로써 혼합하여 반응온도 300 내지 800 도 섭씨에서 수행하는 것을 특징으로 한다.

상기에서 효율개선제의 사용에 의한 공정에 의하여 제조되는 산화텡스텐은 그 입자분포가 40 내지 400 nm 인 것은 주요한 본 발명의 또 하나의 특징이다.

위에서 산화텡스텐 대신 유사물성재인 Ta, Ti, Si 산화물을 사용하여 탄화Ta, 탄화Ti, 탄화Si 또는 금속 Ta, 금속Ti, 금속Si을 생산할 수 있는 것 또한 본 발명의 다양한 특징중 하나이다.

이하의 부수된 도면과 함께 본 발명의 산화텡스텐의 환원-탄화공정의 효율개선방법에 대하여 더욱 상세하게 설명한다.

도 1 은 본 발명의 산화텡스텐의 환원-탄화공정의 효율개선방법에서 제올라이트를 효율개선제로 사용하는 환원-탄화공정에서 온도변화에 따라 생성되는 산화텡스텐 분말을 주사현미경분석에 따른 입자의 크기표, 도 2 는 효율개선제의 종류에 따른 일산화탄소 소모율을 도시하는 그래프도, 도 3 은 본 발명의 산화텡스텐의 환원-탄화공정의 효율개선방법에서 효율개선제의 유무와 종류에 따른 최종 생성물의 XRD(X-ray diffractometer)를 사용하여 측정된 특성 피크도이다.

본 발명의 산화텡스텐의 환원-탄화공정의 효율개선방법은 공정 상에 일산화탄소를 사용함에 있어서 개선된 방법을 제공하는 것을 목적으로 하고 이하에서 구체적인 실험에 따른 실시예와 함께 설명한다.

[실험예]

산화텡스텐 25 g 에 이하의 실시예의 각각의 효율개선제를 산화텡스텐의 부피와 동일한 부피로 첨가하였으며 알루미늄 반응기에 장착하고, 일산화탄소 75 ml/min , 그리고 가스크래마토그래피의 정확한 분석을 위한 레퍼런스로서 헬륨 25 ml/min 를 반응기로 유입시킨다.

이 때의 반응온도는 300 에서 750 도 섭씨 까지이며 승온속도는 2 도섭씨/min 이었다.

그리고 제올라이트를 효율개선제로 사용하는 경우, 온도변화에 따른 산화텡스텐의 입자크기 변화에 관한 실험을 실시하였으며 이때의 반응조건은 위의 조건과 동일하나 반응온도만 650,700,750 도 섭씨로서 변화시켜 5 시간 동안 실험을 실시하였다.

생성물과 분리를 용이하게 하기 위하여 모든 효율개선제는 직경이 1 mm 이상의 입자크기를 가지는 것을 이용하였다.

반응 후의 기체성분 들은 가스크래마토그래피(시마즈사 제품, GC-14B TCD 사용)를 통해 반응율을 계산하였으며 실험 후의 모든 샘플들은 XRD 를 통하여 반응 후, 샘플의 물성변화를 측정하였다. 그리고 주사현미경을 이용하여 생성물 분말의 입도를 측정하였다.

[실시예1]

효율개선제없이 산화텅스텐 단독으로 위의 조건으로 실험을 수행하였다.

[실시예2]

실리카겔 화이트를 효율개선제로 사용하여 위의 조건으로 실험을 수행하였다.

[실시예3]

알루미늄 구체(ball)를 사용하여 위의 조건으로 실험을 수행하였다.

[실시예4]

제오라이트를 사용하여 위의 조건으로 실험을 수행하였다.

[실시예5]

제오라이트를 효율개선제로 사용하여 반응온도 650,700,750 도 섭씨에서 각각 5 시간동안 실험을 수행하였다.

이상의 실시예에서,

도 1 은 제오라이트를 효율개선제로 사용하는 환원-탄화공정에서 온도변화에 따라 생성되는 탄화텅스텐 분말을 주사현미경분석에 따른 입자의 크기표로써, 효율개선제를 사용하지 않을 때에 비하여 입자경이 상당히 작아짐을 알 수 있다.

또한, 도 2 는 효율개선제의 종류에 따른 시간경과에 따른 일산화탄소 소모율을 도시하는 그래프도로서, 시간경과에 따른 일산화탄소 소모율은 즉,

반응속도를 의미하므로 온도에 따른 반응속도가 효율개선제를 사용하는 경우 상당비율 증대함을 알 수 있다. 여기에서 일산화탄소 소모율은 실제 일산화탄소소모량을, (100%의 환원-탄화반응에 필요한 일산화탄소량)을 나눈 백분율 값이 된다.

도면의 그래프선은 위에서 부터 효율개선제를 사용하지 않을 경우, 효율개선제로서 제오라이트, 실리카겔, 알루미늄을 사용하는 경우를 각각 도시하고 있다..

도 3 은 본 발명의 산화텅스텐의 환원-탄화공정의 효율개선방법에서 효율개선제의 유무와 종류에 따른 최종 생성물의 XRD(X-ray diffractometer)를 사용하여 측정된 특성 피크도로서 효율개선제를 사용하는 경우, 탄화텅스텐의 특성피크가 나타남을 알 수 있고,

도면의 그래프선은 위에서 부터 효율개선제로서 제오라이트, 알루미늄을 사용하는 경우, 효율개선제를 사용하지 않을 경우를 각각 순차적으로 도시하고 있다.

본 발명의 산화텅스텐의 환원-탄화공정의 효율개선제에서 유용한 효율개선제로서 채택되는 제오라이트, 실리카겔, 알루미늄은 대부분이 흡착성의 표면 다공성 물성제로서 반응성을 증대하는 주요한 요인이 되는 것으로서 생각된다.

상기에서와 같이 폭발성가스의 사용없이도 산화텅스텐을 완벽하게 환원-탄화할 수있어서 작업상의 안전성 제고에 기여하고,

또한 효율개선제없이 일산화탄소를 이용한 초미립 탄화텅스텐의 제조방법에 비하여 동일한 조건에서 효율을 50 % 이상 향상시킬 수 있어 제조원가의 절감을 가져오며, 주사현미경의 분석을 통하여 확인된 입자크기가 효율개선제를 사용하지 않고 반응한 후의 생성물보다 더 작은 것으로서 나타나며 특히 650 도 섭씨에서의 입자크기가 주사현미경의 분석결과 입도분 크기가 100 nm 이하인 것을 확인할 수 있다.

이상에서는 산화텅스텐과 일산화탄소를 사용한 탄화텅스텐에 대하여 예시적으로 설명을 하였지만, 동일한 이유로서,

상기하는 산화텅스텐 대신 유사물성체인 Ta, Ti, Si 산화물을 사용하여 탄화Ta, 탄화Ti, 탄화Si 또는 금속 Ta, 금속Ti, 금속Si를 생산할 수 있음은 자명할 것이며 이러한 유사물에 대한 본 발명의 특징은 그대로 적용됨은 물론이다.

발명의 효과

이상과 같은 본 발명의 산화텅스텐의 환원-탄화공정의 효율개선방법은,

저렴한 가격의 제올라이트, 알루미늄, 실리카겔을 추가하여 일산화탄소 반응공정을 형성함으로써, 반응효율을 증대하고 또한 입자의 크기를 감소시켜 물성을 대폭 향상시킴으로써 저렴한 비용으로 고품위의 탄화텅스텐을 제조할 수 있게 하는 유용한 발명인 것이다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

산화텅스텐의 환원-탄화공정에 일산화탄소를 이용하여 탄화텅스텐을 제조하는 공정에 있어서,

상기 공정은 실리카, 알루미늄, 제올라이트를 대표로 하는 무기산화물을 효율개선제로서 혼합하여 반응온도 300 내지 800 도 섭씨에서 반응시켜, 입자분포가 40 내지 400nm 탄화텅스텐을 얻는 것을 특징으로 하는 산화텅스텐의 환원-탄화공정의 효율개선방법.

청구항 2.

삭제

청구항 3.

제 1 항에 있어서,

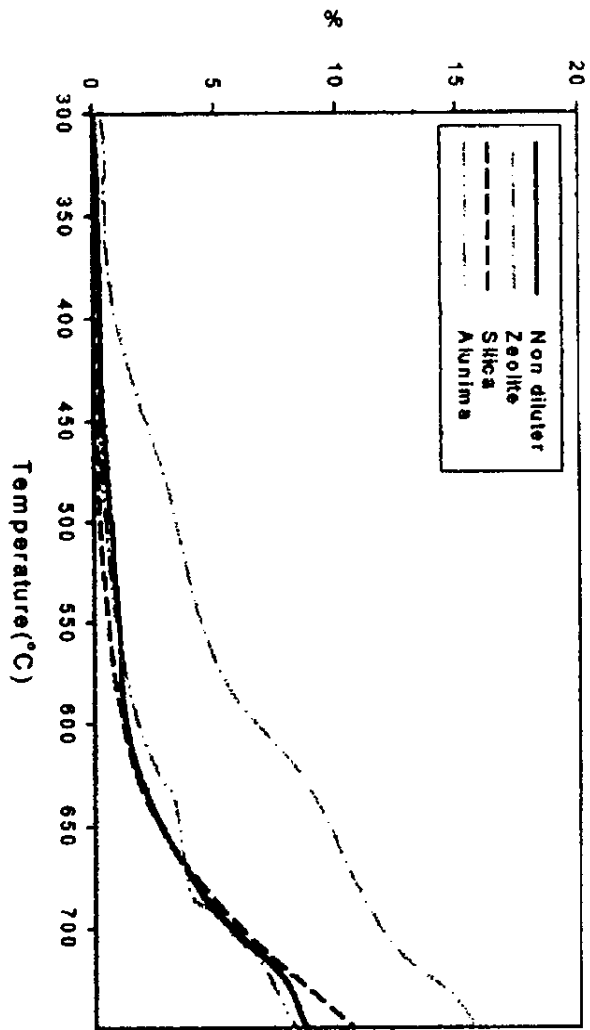
상기 방법으로 상기 산화텅스텐과 유사물성체인 Ta, Ti, Si 산화물의 선택되는 어느하나를 사용하여, 탄화Ta, 탄화Ti, 탄화Si 또는 금속 Ta, 금속Ti, 금속Si 의 어느 하나를 생산할 수 있는 것을 특징으로 하는 산화텅스텐의 환원-탄화공정의 효율개선방법.

도면

도면1

반응온도	650 섭씨도	700 섭씨도	750섭씨도	비회식제사용하의 750섭씨도
입자분포	50-100 nm	200-300 nm	300-400 nm	400-500 nm

도면2



도면3

