



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 등록특허공보(B1)**

(45) 공고일자 2013년05월10일  
(11) 등록번호 10-1263237  
(24) 등록일자 2013년05월06일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C01G 39/02 (2006.01) B01J 3/03 (2006.01)  
(21) 출원번호 10-2012-0112917  
(22) 출원일자 2012년10월11일  
심사청구일자 2012년10월11일  
(56) 선행기술조사문헌  
JP2006029674 A\*  
KR100651269 B1\*  
\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자  
한국지질자원연구원  
대전광역시 유성구 과학로 124 (가정동)  
(72) 발명자  
임재원  
대전광역시 유성구 가정로 63, 110동 1105호(신성동, 하나아파트)  
이백규  
대전광역시 중구 태평로 71, 36동 13호 (태평동, 삼부아파트)  
(74) 대리인  
특허법인 대아  
(뒷면에 계속)

전체 청구항 수 : 총 10 항

심사관 : 이진홍

(54) 발명의 명칭 **금속 산화물의 수소 환원 및 진공 용해를 이용한 저산소 잉곳 제조 방법, 및 이에 의해서 얻어진 저산소 잉곳**

**(57) 요약**

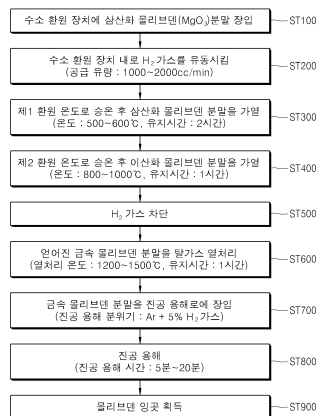
금속 산화물을 수소 환원하고 또한 진공 용해를 반복함으로써, 저산소 폴리브덴 잉곳을 제조하는 방법, 및 이렇게 하여 얻은 폴리브덴 잉곳이 개시된다.

상기 방법은 수소 환원 장치에 원료 금속 산화물을 장입하고 수소 가스를 공급하는 단계; 상기 원료 금속 산화물을 일정시간 가열 및 유지하여 환원된 금속 산화물을 얻는 제 1 환원 단계; 상기 환원된 금속 산화물을 일정시간 가열 및 유지하여 환원된 금속 분말을 얻는 제 2 환원 단계; 상기 환원된 금속 분말을 일정시간 탈가스 열처리하는 단계; 및 상기 열처리된 금속 분말을 일정시간 진공 용해하는 단계; 를 포함하는 것을 특징으로 한다.

이렇게 하여 얻은 저산소 잉곳의 산소 함유량은 100 ppm 이하(0.0094 %)일 수 있다.

상기 진공 용해는 20 분간 실시되는 것이 바람직하다.

**대표도 - 도1**



(72) 발명자

**오정민**

대전광역시 대덕구 우암로 463, 103동 201호 (비래동, 금성백조아파트)

**서창열**

대전광역시 유성구 배울2로 42, 503동 1402호 (관평동, 대덕테크노밸리 신동아아파트)

**김형석**

대전광역시 유성구 어은동 한빛아파트110동 1304호

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 GP2009-001

부처명 지식경제부

연구사업명 일반사업

연구과제명 해외 금속광물 개발을 위한 활용기술 연구

주관기관 한국지질자원연구원

연구기간 2009.01.01 ~ 2013.12.31

---

## 특허청구의 범위

### 청구항 1

수소 환원 장치에 원료 금속 산화물을 장입하고 수소 가스를 공급하는 단계;  
 상기 원료 금속 산화물을 일정시간 가열 및 유지하여 환원된 금속 산화물을 얻는 제 1 환원 단계;  
 상기 환원된 금속 산화물을 일정시간 가열 및 유지하여 환원된 금속 분말을 얻는 제 2 환원 단계;  
 상기 환원된 금속 분말을 일정시간 탈가스 열처리하는 단계; 및  
 상기 열처리된 금속 분말을 일정시간 진공 용해하는 단계;를 포함하며,  
 상기 탈가스 열처리는 1200 ~ 1500 °C에서 1 ~ 2 시간 동안 행해지는 것을 특징으로 하는,  
 금속 산화물의 수소 환원 및 진공 용해를 이용한 저산소 잉곳 제조 방법.

### 청구항 2

제 1 항에 있어서,  
 상기 원료 금속 산화물은 삼산화 몰리브덴( $\text{MoO}_3$ )이고,  
 상기 환원된 금속 산화물은 이산화 몰리브덴( $\text{MoO}_2$ )이며,  
 상기 환원된 금속 분말은 몰리브덴( $\text{Mo}$ )인 것을 특징으로 하는,  
 금속 산화물의 수소 환원 및 진공 용해를 이용한 저산소 잉곳 제조 방법.

### 청구항 3

제 1 항에 있어서,  
 상기 공급되는 수소 가스의 공급 유량은 1000 ~ 2000 cc/min인 것을 특징으로 하는,  
 금속 산화물의 수소 환원 및 진공 용해를 이용한 저산소 잉곳 제조 방법.

### 청구항 4

제 1 항에 있어서,  
 상기 제 1 환원 단계는 500 ~ 600 °C에서 1 ~ 3 시간 동안 유지하고,  
 상기 제 2 환원 단계는 800 ~ 1000 °C에서 30 분 ~ 2 시간 동안 유지하여 환원하는 것을 특징으로 하는,  
 금속 산화물의 수소 환원 및 진공 용해를 이용한 저산소 잉곳 제조 방법.

### 청구항 5

제 1 항에 있어서,  
 상기 공급되는 수소 가스의 공급 유량은 2000 cc/min인 것을 특징으로 하는,  
 금속 산화물의 수소 환원 및 진공 용해를 이용한 저산소 잉곳 제조 방법.

**청구항 6**

제 5 항에 있어서,  
 상기 제 1 환원 단계는 500 ℃에서 2 시간 동안 유지하고,  
 상기 제 2 환원 단계는 1000 ℃에서 1 시간 동안 유지하여 환원하는 것을 특징으로 하는,  
 금속 산화물의 수소 환원 및 진공 용해를 이용한 저산소 잉곳 제조 방법.

**청구항 7**

삭제

**청구항 8**

삭제

**청구항 9**

제 1 항에 있어서,  
 상기 진공 용해는 불활성 가스 + 5 ~ 20 % H<sub>2</sub> 가스 분위기에서 5 ~ 20 분간 행해지는 것을 특징으로 하는,  
 금속 산화물의 수소 환원 및 진공 용해를 이용한 저산소 잉곳 제조 방법.

**청구항 10**

제 9 항에 있어서,  
 상기 불활성 가스는 Ar을 사용하고, 5 % H<sub>2</sub> 가스 분위기에서 진공 용해가 행해지는 것을 특징으로 하는,  
 금속 산화물의 수소 환원 및 진공 용해를 이용한 저산소 잉곳 제조 방법.

**청구항 11**

제 10 항에 있어서,  
 상기 진공 용해는 20 분간 행해지는 것을 특징으로 하는,  
 금속 산화물의 수소 환원 및 진공 용해를 이용한 저산소 잉곳 제조 방법.

**청구항 12**

제 1 항 내지 제 6 항, 제 9 항 내지 제 11 항 중 어느 한 항에 따른 금속 산화물의 수소 환원 및 진공 용해를 이용한 저산소 잉곳 제조 방법에 의해 얻어진 산소 함유량이 100 ppm 이하인,  
 저산소 잉곳.

**명세서**

**기술분야**

[0001] 본 발명은 금속 산화물, 특히 삼산화 몰리브덴을 일차로 수소 환원하고, 이차로 진공 용해함으로써, 산소 함유량이 극히 낮은 저산소 잉곳(ingot)을 제조하는 방법 및 이에 의해서 얻어진 저산소 잉곳에 관한 것이다.

## 배경 기술

- [0002] 몰리브덴은 원소 주기율표에서 전이 금속에 속하는 금속이며, 순수한 몰리브덴은 은백색을 띠고 매우 단단하며, 녹는점(2896 K)과 끓는점(4912 K)이 매우 높은 금속이다.
- [0003] 또한, 소량 첨가하는 것으로도 여러 가지 효과를 발휘하는 특수강의 주요 소재로도 사용되고 있으며, 특히 의료 용으로 주목받고 있다.
- [0004]
- [0005] 본 발명과 관련한 종래 기술의 선행 문헌으로는 (1) 대한민국 등록특허 제10-0626437호(2006.09.20. 공고, 발명의 명칭: 금속 산화물의 수소 환원 장치 및 이를 이용한 수소 환원 방법)와 대한민국 등록특허 제10-0651269호(2006.12.01. 공고, 발명의 명칭: 금속 산화물의 수소 환원 장치 및 이를 이용한 몰리브덴 산화물의 수소 환원 방법) 등이 있다.
- [0006] 이들 종래 기술은 삼산화 몰리브덴을 대상으로 하는 수소 환원 장치를 개발하여 반응 온도에 따라 수소 환원을 실시함으로써 금속 몰리브덴 분말을 제조하는 구성에 대해서 개시하고 있다.
- [0007] 상기 종래 기술에 의해서 얻어진 금속 몰리브덴 분말은 산소 함유량이 높다는 문제점이 있었다.
- [0008] 또한, 분말상에 비해서 소성 가공이 용이하고 기타 제품의 특성이 우수한 저산소 잉곳에 대한 수요가 있었다.

## 발명의 내용

### 해결하려는 과제

- [0009] 따라서, 본 발명의 목적은 삼산화 몰리브덴의 환원 반응의 결과로 얻은 산소 함유량이 높은 몰리브덴 금속 분말을 열처리에 의해서 그 산소 함유량을 낮추고, 이어서 반복적인 진공 용해를 수행함으로써 산소 함유량이 극히 낮은 몰리브덴 잉곳을 제공하는 것이다.

### 과제의 해결 수단

- [0010] 상기 과제를 해결하기 위해서, 본 발명의 금속 산화물의 수소 환원 및 진공 용해를 이용한 저산소 잉곳 제조 방법은, 수소 환원 장치에 원료 금속 산화물을 장입하고 수소 가스를 공급하는 단계; 상기 원료 금속 산화물을 일정시간 가열 및 유지하여 환원된 금속 산화물을 얻는 제 1 환원 단계; 상기 환원된 금속 산화물을 일정시간 가열 및 유지하여 환원된 금속 분말을 얻는 제 2 환원 단계; 상기 환원된 금속 분말을 일정시간 탈가스 열처리하는 단계; 및 상기 열처리된 금속 분말을 일정시간 진공 용해하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0011] 여기에서, 상기 원료 금속 산화물은 삼산화 몰리브덴( $\text{MoO}_3$ )이고, 상기 환원된 금속 산화물은 이산화 몰리브덴( $\text{MoO}_2$ )이며, 상기 환원된 금속 분말은 몰리브덴( $\text{Mo}$ )인 것이 바람직하다.
- [0012] 또한, 상기 공급되는 수소 가스의 공급 유량은 1000 ~ 2000 cc/min인 것이 바람직하다.
- [0013] 또한, 상기 제 1 환원 단계는 500 ~ 600 °C에서 1 ~ 3 시간 동안 유지하고, 상기 제 2 환원 단계는 800 ~ 1000 °C에서 30 분 ~ 2 시간 동안 유지하여 환원하는 것이 바람직하다.
- [0014] 또한, 상기 공급되는 수소 가스의 공급 유량은 2000 cc/min일 수 있다.
- [0015] 또한, 상기 제 1 환원 단계는 500 °C에서 2 시간 동안 유지하고, 상기 제 2 환원 단계는 1000 °C에서 1 시간 동안 유지하여 환원하는 것이 바람직하다.
- [0016] 또한, 상기 탈가스 열처리는 1200 ~ 1500 °C에서 1 ~ 2 시간 동안 행해질 수 있다.
- [0017] 또한, 상기 탈가스 열처리는 1500 °C에서 1 시간 동안 행해지는 것이 더욱 바람직하다.
- [0018] 또한, 상기 진공 용해는 불활성 가스 + 5 ~ 20 %  $\text{H}_2$  가스 분위기에서 5 ~ 20 분간 행해지는 것이 바람직하다.

- [0019] 또한, 상기 불활성 가스는 Ar을 사용하고, 5 % H<sub>2</sub> 가스 분위기에서 진공 용해가 행해지는 것이 더욱 바람직하다.
- [0020] 또한, 상기 진공 용해는 20 분간 행해지는 것이 바람직하다.
- [0021] 본 발명에 따르면, 상기 금속 산화물의 수소 환원 및 진공 용해를 이용한 저산소 잉곳 제조 방법에 따라서 얻어진 저산소 잉곳의 산소 함유량은 100 ppm 이하인 것을 특징으로 한다.

**발명의 효과**

- [0022] 따라서, 본 발명에 의하면 금속 산화물을 두 단계에 걸쳐서 수소 환원하고 열처리를 가하여 산소 함유량이 낮은 금속 몰리브덴을 얻고, 이어서 진공 용해를 수행함으로써 산소 함유량이 극히 낮은 잉곳의 제조 방법이 제공되며, 아울러 상기 방법에 의해서 얻어진 산소 함유량이 극히 낮은 몰리브덴 잉곳을 제공할 수 있다.

**도면의 간단한 설명**

- [0023] 도 1은 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 금속 산화물의 수소 환원 및 진공 용해를 이용한 저산소 잉곳 제조 방법을 개략적으로 나타낸 공정 순서도이다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0024] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 첨부되는 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나, 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 것이며, 단지 본 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다.

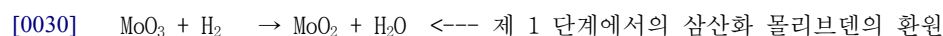
- [0025] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 금속 산화물의 수소 환원 및 진공 용해를 이용한 저산소 잉곳 제조 방법에 관하여 설명한다.

- [0026] 먼저 삼산화 몰리브덴(MoO<sub>3</sub>)의 수소 환원 반응에 대해서 이론적인 배경에 대해서 설명한다.

- [0027] 삼산화 몰리브덴(MoO<sub>3</sub>)은 두 단계로 이어지는 수소 환원 반응에 의해서 금속 몰리브덴 분말로 환원된다. 구체적으로, 상기 수소 환원 반응은, 삼산화 몰리브덴(MoO<sub>3</sub>)이 이산화 몰리브덴(MoO<sub>2</sub>)으로 환원되는 제 1 단계와, 이산화 몰리브덴(MoO<sub>2</sub>)이 Mo(금속 몰리브덴 분말)로 환원되는 제 2 단계로 이루어진다.

- [0028] 이 때의 삼산화 몰리브덴의 금속 몰리브덴으로의 환원 반응식은 다음과 같다.

[0029] [화학식 1]



[0031] [화학식 2]



- [0033] 이상으로 이론적인 배경 설명을 마치고, 도 1로 돌아가면, 도 1은 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 금속 산화물의 수소 환원 및 진공 용해를 이용한 저산소 잉곳 제조 방법을 개략적으로 나타낸 공정 순서도이다.
- [0034] 도 1을 참조하면, 본 발명에 따른 금속 산화물의 수소 환원 및 진공 용해를 이용한 저산소 잉곳 제조 방법은, 삼산화 몰리브덴( $\text{MoO}_3$ ) 분말 장입 단계(ST100), 용해로 전체로의  $\text{H}_2$  가스 유동 단계(유량 : 1000 ~ 2000 cc/min)(ST200), 제 1 환원 온도로 승온 후 삼산화 몰리브덴을 가열하는 단계(온도 : 500 ~ 600 °C, 유지 시간 : 2 시간)(ST300), 제 2 환원 온도로 승온 후 이산화 몰리브덴( $\text{MoO}_2$ ) 분말을 가열하는 단계(온도 : 800 ~ 1000 °C, 유지 시간 : 1 시간 동안)(ST400),  $\text{H}_2$  가스 차단 단계(ST500), 얻어진 금속 몰리브덴(Mo) 분말을 탈가스 열처리하는 단계(열처리 온도 : 1200 ~ 1500 °C, 유지 시간 : 1 시간)(ST600), 진공 용해로에 금속 몰리브덴 분말을 장입하는 단계(진공 용해 분위기 : Ar + 5 %  $\text{H}_2$  가스)(ST700), 진공 용해 단계(진공 용해 시간 : 5 분 ~ 20 분)(ST800), 및 몰리브덴 잉곳 획득 단계(ST900)로 이루어진다.
- [0035] **삼산화 몰리브덴( $\text{MoO}_3$ ) 분말 장입**
- [0036] 삼산화 몰리브덴 분말 장입 단계(ST100)에서는, 수소 환원 장치 내부(미도시)의 반응 용기 위에 삼산화 몰리브덴( $\text{MoO}_3$ ) 분말을 장입한다.
- [0037]  **$\text{H}_2$  가스 유동**
- [0038] 용해로 내로  $\text{H}_2$  가스를 유동시키는 단계(ST200)에서는, 상기 삼산화 몰리브덴 분말 장입 단계(ST100)에서 장입된 삼산화 몰리브덴( $\text{MoO}_3$ ) 분말의 전체에 걸쳐서  $\text{H}_2$  가스를 유동시킨다.
- [0039] 이 때,  $\text{H}_2$  가스의 공급 유량은 1000 ~ 2000 cc/min이 바람직하다.
- [0040] 상기  $\text{H}_2$  가스의 공급 유량이 1000 cc/min 미만이면 삼산화 몰리브덴 분말의 1 차 산화에 필요한  $\text{H}_2$  가스의 양이 모자라기 때문에 환원 반응이 불충분하며, 상기  $\text{H}_2$  가스의 공급 유량이 2000 cc/min을 초과하게 되면 삼산화 몰리브덴 분말의 1 차 산화에 필요한  $\text{H}_2$  가스 이외의 가스는 무용하게 버려지기 때문에 바람직하지 않다.
- [0041] 참고로,  $\text{H}_2$  가스의 유동 공급은 하기 제 1 환원 온도에 도달하기 전까지 유보될 수도 있다.
- [0042] **삼산화 몰리브덴( $\text{MoO}_3$ ) 분말을 제 1 환원 온도로 가열**
- [0043] 삼산화 몰리브덴 분말을 제 1 환원 온도로 가열하는 단계(ST300)에서는, 수소 환원 장치 내에 장입된 삼산화 몰리브덴 분말을,  $\text{H}_2$  가스를 유동시킨 상태에서, 500 ~ 600 °C의 온도로 승온하고 이 온도를 유지한다.
- [0044] 상기 제 1 환원 온도를 500 °C 미만으로 유지하면 삼산화 몰리브덴 분말의 이산화 몰리브덴( $\text{MoO}_2$ )로의 환원이 불충분하며, 상기 제 1 환원 온도를 600 °C를 초과하여 유지하면 삼산화 몰리브덴 분말의 일부가 승화되기 때문에 완전한 이산화 몰리브덴을 얻기 못하며 승화된 가스와 이산화 몰리브덴 분말이 혼입되는 상태가 되므로 바람직하지 않다.
- [0045] 본 단계(ST300)에서 제 1 환원 온도 유지 시간은 1 시간 ~ 3 시간이 바람직하며, 2 시간 정도 유지하는 가장 바람직하다.
- [0046] 상기 제 1 환원 온도 유지 시간은 1 시간 미만이면 삼산화 몰리브덴 분말의 이산화 몰리브덴 분말로의 환원이 불충분하며, 3 시간을 초과하면 삼산화 몰리브덴 분말의 이산화 몰리브덴 분말로의 환원이 종료한 뒤이기 때문에 무의미하다.
- [0047] 따라서, 제 1 환원 온도 유지 시간은 2 시간 정도가 가장 바람직하다.

- [0048] 본 단계(ST300)에서는 삼산화 몰리브덴(MoO<sub>3</sub>) 분말이 이산화 몰리브덴(MoO<sub>2</sub>) 분말로 환원된다.
- [0049] **이산화 몰리브덴(MoO<sub>2</sub>) 분말을 제 2 환원 온도로 가열**
- [0050] 삼산화 몰리브덴 분말을 제 2 환원 온도로 가열하는 단계(ST400)에서는, 상기 삼산화 몰리브덴 분말을 제 1 환원 온도로 가열하는 단계(ST300)에서 얻은 이산화 몰리브덴 분말을, H<sub>2</sub> 가스를 유동시킨 상태에서, 800 ~ 1000 °C의 온도로 승온하고 이 온도를 유지한다.
- [0051] 상기 제 2 환원 온도를 800 °C 미만으로 유지하면 이산화 몰리브덴 분말의 금속 몰리브덴(Mo) 분말로의 환원이 불충분하며, 상기 제 2 환원 온도를 1000 °C를 초과하여 유지하면 이산화 몰리브덴 분말의 금속 몰리브덴 분말로의 환원이 끝났기 때문에 무의미하다.
- [0052] 본 단계(ST400)에서 제 2 환원 온도 유지 시간은 30 분 ~ 2 시간이 바람직하며, 1 시간 정도 유지하는 가장 바람직하다.
- [0053] 상기 제 2 환원 온도 유지 시간은 30 분 미만이면 이산화 몰리브덴 분말의 금속 몰리브덴 분말로의 환원이 불충분하며, 2 시간을 초과하면 이산화 몰리브덴 분말의 금속 몰리브덴 분말로의 환원이 종료한 뒤이기 때문에 무의미하다.
- [0054] 따라서, 제 2 환원 온도 유지 시간은 1 시간 정도가 가장 바람직하다.
- [0055] 본 단계(ST400)에서는 이산화 몰리브덴(MoO<sub>2</sub>) 분말이 금속 몰리브덴(Mo) 분말로 환원된다.
- [0056] **H<sub>2</sub> 가스 차단**
- [0057] H<sub>2</sub> 가스 차단 단계(ST500)에서는, 삼산화 몰리브덴 분말의 금속 몰리브덴 분말로의 환원이 끝났기 때문에, H<sub>2</sub> 가스를 차단한다.
- [0058] **금속 몰리브덴 분말의 탈가스 열처리**
- [0059] 금속 몰리브덴 분말의 탈가스 열처리 단계(ST600)에서는, 상기 삼산화 몰리브덴 분말을 제 2 환원 온도로 가열하는 단계(ST400)에서 얻은 금속 몰리브덴 분말에 남아있는 가스를 제거하기 위한 단계로, 금속 몰리브덴 분말을 1200 ~ 1500 °C의 온도로 열처리한다.
- [0060] 상기 열처리 온도를 1200 °C 미만으로 유지하면 금속 몰리브덴 분말 내의 산소 함유량 감소에 별다른 영향을 미치지 못하며, 1500 °C를 초과하게 되면 그 이상의 효과가 없기 때문에 이들 온도 범위는 무의미하다.
- [0061] 본 단계(ST600)에서의 열처리 온도 1 시간 ~ 2 시간이 바람직하며, 1 시간 정도 유지하는 가장 바람직하다.
- [0062] 상기 제 2 환원 온도 유지 시간은 1 시간 미만이면 금속 몰리브덴 분말 내의 산소 함유량 감소가 불충분하며, 2 시간을 초과하면 금속 몰리브덴 분말 내의 산소 함유량이 낮아진 뒤이기 때문에 무의미하다.
- [0063] 따라서, 제 2 환원 온도 유지 시간은 1 시간 정도가 가장 바람직하다.
- [0064] 본 단계(ST600)에서는 금속 몰리브덴(Mo) 분말 내의 산소 함유량이 더욱 낮아지게 된다.
- [0065] **진공 용해로에 금속 몰리브덴 분말 장입**
- [0066] 진공 용해로에 금속 몰리브덴 분말을 장입하는 단계(ST700)에서는, 상기 금속 몰리브덴 분말의 탈가스 열처리 단계(ST600)에서 얻은 산소 함유량이 낮은 금속 몰리브덴 분말을 진공 용해 분위기 하에서 장입한다.
- [0067] 이 때의 진공 용해 분위기는 Ar + 5 % H<sub>2</sub> 가스 분위기인 것이 바람직하다.
- [0068] 상기 진공 용해 분위기는 불활성 가스라면, 예를 들면, He, Ne, Ar 등의 가스이면 바람직하나, Ar 가스가 가장



바람직하다.

[0069] 또한, 진공 용해 분위기에 첨가되는 H<sub>2</sub> 가스의 첨가량은 2 % ~ 20 %의 범위가 바람직하고, 5 % ~ 10 %는 더욱 바람직하며, 5 % 정도가 가장 바람직하다.

[0070] 상기 H<sub>2</sub> 가스의 첨가량이 2 % 미만 또는 20 %를 초과하는 경우에는 용융되는 폴리브덴 내의 산소 함유량 감소에 별다른 영향을 미치지 못한다.

[0071] **금속 폴리브덴의 진공 용해**

[0072] 금속 폴리브덴의 진공 용해 단계(ST800)에서는, 진공 용해로에 장입된 금속 폴리브덴 분말을 진공 용해한다.

[0073] 진공 용해 시간은 5 분 ~ 20 분이 바람직하다.

[0074] 상기 진공 용해 시간이 5 분 미만이거나 20 분을 초과하게 되면 용융된 폴리브덴 내의 산소 함유량 감소에 별다른 영향을 미치지 못한다.

[0075] **폴리브덴 잉곳 획득**

[0076] 폴리브덴 잉곳을 획득하는 단계(ST900)에서는, 상기 금속 폴리브덴의 진공 용해 단계(ST800)에서 얻은 금속 폴리브덴 용융액을 진공 용해로 내에서 노냉시켜서 폴리브덴 잉곳을 얻는다.

[0077] **[실시예]**

[0078] 이하, 본 발명의 바람직한 실시예를 통해 본 발명의 구성 및 작용을 더욱 상세히 설명하기로 한다.

[0079] 다만, 이는 본 발명의 바람직한 예시로 제시된 것이며 어떠한 의미로도 이에 의해 본 발명이 제한되는 것으로 해석될 수는 없다.

[0080] 여기에 기재되지 않은 내용은 이 기술 분야에서 숙련된 자이면 충분히 기술적으로 유추할 수 있는 것이므로 그 설명을 생략하기로 한다.

[0081] **실험 준비물**

[0082] 본 실시예에서는 시약용 삼산화 폴리브덴을 사용하였다.

[0083] 상기 시약용 삼산화 폴리브덴은 LTS Research Laboratories, Inc의 제품을 사용하였다.

[0084] 실험에서 사용한 삼산화 폴리브덴의 양은, 후술하는 바와 같이, H<sub>2</sub> 가스의 공급 유량을 최적화한 경우(즉, 2000 cc/min)를 고려하여, 30 g의 삼산화 폴리브덴을 사용하였다.

[0085] **실험 조건 1**

[0086] 제 1 환원 온도 : 500 ~ 600 °C, 2 시간 유지

[0087] 제 2 환원 온도 : 800 ~ 1000 °C, 1 시간 유지

[0088] H<sub>2</sub> flow(공급 유량) : 1000 ~ 2000 cc/min

[0089] 상기 조건으로 실험한 결과, 수소 환원 후의 몰리브덴 분말 내의 산소 함유량(%)은 다음 표 1과 같았다.

표 1

H <sub>2</sub> 의 공급 유량	산소 함유량(%)
H <sub>2</sub> 1000 cc/min	4.21
H <sub>2</sub> 2000 cc/min	0.493

[0090]

[0091] 상기 표 1로부터 알 수 있는 바와 같이, H<sub>2</sub>의 공급 유량은 많으면 많을수록, 즉 H<sub>2</sub>의 공급 유량이 1000 cc/min인 경우보다 2000 cc/min인 경우의 몰리브덴 분말 내의 산소 함유량이 획기적으로 낮아진 것을 알 수 있다.

[0092] 또한, 실험 조건 1과 동일하게 H<sub>2</sub>의 공급 유량은 그대로 두고, 탈가스를 위한 열처리 온도를 1500 °C로 설정한 다음 실험 조건 2의 결과에 따른 금속 몰리브덴 분말 내의 산소 함유량(%)은 다음 표 2와 같았다.

[0093] 실험 조건 2

[0094] 탈가스 열처리 온도 : 1200 ~ 1500 °C, 1 시간 유지

표 2

H <sub>2</sub> 의 공급 유량 및 열처리 온도	산소 함유량(%)
H <sub>2</sub> 1000 cc/min, 1500 °C	3.44
H <sub>2</sub> 2000 cc/min, 1500 °C	0.304

[0095]

[0096] 상기 표 2로부터 알 수 있는 바와 같이, 몰리브덴 분말 내의 산소 함유량(%)은 H<sub>2</sub> 가스의 공급 유량을 2000 cc/min으로 설정하고, 탈가스를 위한 열처리 온도를 1500 °C로 설정하였을 때에는 0.304 %를 나타내어 상기 표 1의 경우와 대비하여 획기적으로 낮아졌다.

[0097] 상기 실험 조건 1 및 2에 의해서 얻어진 금속 몰리브덴 분말에 대해서 다음의 진공 용해 분위기에서 진공 용해 하는 다음의 실험 조건 3에 따른 몰리브덴 잉곳의 산소 함유량(%)은 다음 표 3과 같았다.

[0098] 실험 조건 3

[0099] 진공 용해 분위기 : Ar + 5 % H<sub>2</sub>

[0100] 진공 용해 시간 : 5 분 ~ 20 분

표 3

용융 시간	산소 함유량(%)
Mo 분말 (H <sub>2</sub> 2000 cc/min, 1500 °C)	0.304
Mo 잉곳, 5 분간 용융	0.1175
Mo 잉곳, 10 분간 용융	0.0542
Mo 잉곳, 20 분간 용융	0.0094

[0101]

[0102] 상기 실험 조건 2의 결과에 따른 금속 몰리브덴 분말의 산소 함유량(%)은 상기 표 3에서도 알 수 있는 바와 같이, 0.304 %(H<sub>2</sub> 가스의 공급 유량 2000 cc/min, 탈가스 열처리 온도 1500 °C 조건)였다.

[0103] 본원 발명의 발명자들은 상기 금속 몰리브덴 분말의 산소 함유량(0.304 %)을 더욱 낮출 수 있는 방법을 강구하였는 바, 다음과 최적 실험 조건을 찾아냈다.

[0104] **최적 실험 조건**

[0105] 제 1 환원 온도 : 600 °C, 2 시간 유지

[0106] 제 2 환원 온도 : 1000 °C, 1 시간 유지

[0107] H<sub>2</sub> flow(공급 유량) : 2000 cc/min

[0108] 탈가스 열처리 온도 : 1500 °C, 1 시간 유지

[0109] 진공 용해 분위기 : Ar + 5 % H<sub>2</sub>

[0110] 진공 용해 시간 : 20 분

[0111] 본 최적 실험 조건의 결과는 상기 표 3의 세번째 열부터 다섯번째 열에 나타내었다.

[0112] 상기 표 3으로부터 알 수 있는 바와 같이, 금속 몰리브덴 분말의 탈가스를 위해 1500 °C로 열처리한 경우의 몰리브덴 분말 내의 산소 함유량(%)이 0.304 %인 경우와 대비하여, 금속 몰리브덴 분말을, 각각, 5 분, 10 분, 20 분간 반복적으로 진공 용해한 결과, 몰리브덴 잉곳의 산소 함유량은 용융 시간이 길어질수록 향상되는 것을 알 수 있으며, 금속 몰리브덴 분말을 20 분간 반복적으로 용융한 경우, 산소 함유량(%)은 0.0094 %(100 ppm 이하)의 극히 낮은 수준의 가장 바람직한 몰리브덴 잉곳을 얻을 수 있었다.

- [0113] 이때, 일반적으로 진공 용해 시간이 길어질수록 몰리브덴 잉곳 내의 가스 불순물의 제거율이 높아지지만 20 분 이상 진공 용해하더라도 가스 불순물의 제거율에는 큰 변화가 없으므로 상기 진공 용해는 20 분 정도 시행하는 것이 바람직하다.
- [0114] 이상 본 발명의 금속 산화물의 수소 환원 및 진공 용해를 이용한 저산소 잉곳 제조 방법에 따르면, 종래 기술에 비해서 환원 조건을 최적화하고 이와 동시에 탈가스를 위한 열처리를 행함으로써 몰리브덴 분말 내의 산소 함유량을 획기적으로 감소시키고, 또한, 이렇게 하여 얻어진 금속 몰리브덴 분말을 반복적으로 진공 용해함으로써, 극저산소 함유량(100 ppm 이하)의 몰리브덴 잉곳 제조가 가능하다.
- [0115] 이상, 일부 예를 들어서 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 금속 산화물의 수소 환원 및 진공 용해를 이용한 저산소 잉곳 제조 방법에 대해서 설명하였지만, 이와 같은 설명은 예시적인 것에 불과한 것이며, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 이상의 설명으로부터 본 발명을 다양하게 변형하여 실시하거나 본 발명과 균등한 실시를 행할 수 있다는 점을 잘 이해하고 있을 것이다.

### 부호의 설명

- [0116] ST100 : 수소 환원 장치에 삼산화 몰리브덴( $\text{MoO}_3$ ) 분말을 장입하는 단계
- ST200 :  $\text{H}_2$  가스를 유동시키는 단계
- ST300 : 삼산화 몰리브덴 분말을 가열하는 단계
- ST400 : 이산화 몰리브덴 분말( $\text{MoO}_2$ )을 가열하는 단계
- ST500 :  $\text{H}_2$  가스 차단 단계
- ST600 : 얻어진 금속 몰리브덴(Mo) 분말의 탈가스 열처리 단계
- ST700 : 금속 몰리브덴 분말을 진공 용해로에 장입하는 단계
- ST800 : 진공 용해 단계
- ST900 : 몰리브덴 잉곳 획득 단계

도면

도면1

