자전연소고온반응법을 이용한 파라텅스텐산암모늄으로부터 고순도 텅스텐분말 제조

(Preparation of Tungsten powder from APT by SHS process)

충남대학교 이승영, 이종현, 최용각, 원창환

1. 서론

텅스텐(W)은 융점이 높아서 용해가 곤란하기 때문에 원광석으로부터 파라텅스텐산암모늄($5(NH_4)_2O \cdot 12WO_3 \cdot 5H_2O$)을 얻은 후, 산화텅스텐($WO_3$)을 제조하여 전기로내에서 약 1,200℃이상의 온도로 가열하고 수소환원시켜서 텅스텐(W)을 제조하였다. 그런데, 이와같은 과정을 거쳐서 텅스텐(W)을 제조하는 경우에는 그 제조 공정이 복잡해질뿐만 아니라 많은 양의 에너지를 공급해야 하기 때문에 경제적으로 많은 부담을 안아야 하는 결점이 있었다. 본 연구에 따른 텅스텐(W)분말의 제조방법에서는, 마그네슘(Mg)분말을 환원제로 이용하여 파라텅스텐산 암모늄($5(NH_4)_2O \cdot 12WO_3 \cdot 5H_2O$) 분말을 환원 시킨 후 그 부산물로서 얻은 산화마그네슘(MgO)을 침출시킴으로써 텅스텐(W) 분말을 제조한다. 따라서 기존의 텅스텐(W) 분말의 제조방법에서 요구되는 고온 반응로가 불필요해지고, 제조 공정이 단순해진다. 또한 자체 발열량에 의해서 반응물의 연소 반응이 자동적으로 진행되므로 에너지 효율이 높고, 발열온도가 매우 높아서 불순물들이 휘발되기 때문에 고순도의 텅스텐(W)분말을 얻을 수 있다. 게다가, 반응자체가 산화물로부터 시작되기 때문에 텅스텐(W)을 별도로 제련할 필요없이 바로 합성할 수 있고, 대기중에서도 합성이 가능하다는 잇점이 있다.

2. 실험방법 및 결과

파라텅스텐산암모늄($5(NH_4)_2O \cdot 12WO_3 \cdot 5H_2O$)과 마그네슘(Mg)을 1:(30~40)의 몰비로 혼합한후, 2000~8000 Psi의 성형압력을 가하여 압축시켜서 펠렛을 형성한다. 다음에는, 펠렛을 연소 반응기내로 장입하여 대기, 진공 또는 아르곤(Ar)가스 분위기하의 연소 반응기 내에서 점화·연소시킨다. 그 결과로서 생성된 연소 생성물을 연소 반응기로부터 취출하여 약 20% 희석시킨 염산(HCl)을 이용하여 침출시킨다. 그런후에는 거름종이를 이용하여 침출물을 여과시키고, 여과물을 세척 건조하여 텅스텐(W)을 얻는다.

이렇게 얻은 텅스텐(W)을 주사전자현미경(SEM)으로 관찰한 결과, 반응 생성물의 결정상 입자는 0.2~10㎛정도의 입도분포를 갖고 있음을 알 수 있었으며. 또한, 최종 생산물을 원자 흡광분석기로 측정한 결과, 99.948%이상의 고순도 분말임을 확인할 수 있었다.

3. 참고 문헌

1) The jounal of Commerce, "High-Temperature Experimentation Opens Doors," December 8 (1986) 3
2) J.Kiser and R.M.Spriggs, "Soviet SHS Technology : A potential U.S. advantage in Ceramics," Ceramic Bulletin ,68, 6, (1989) 1165~1167
3) K.C. Li, C.Y.Wang, "Tungsten", New York, 1950