

금속열환원법에 의한 탄탈륨 분말제조시 환원제 및 반응온도의 영향
 The Effect of Reduced Products and Reaction Temperature on the
 Production of Tantalum Powder by Metallurgical Reduction Method

희유금속소재연구소 윤재식, 박형호, 배인성,
 순천대학교 RRC센터 이상백
 순천대학교 재료·금속공학과 김병일

서론

탄탈륨은 용점이 높고 연성 및 기계적 강도와 내산화성 등이 우수할 뿐 아니라, Nb, Mo, W, V, Zr 등과 고용체를 형성함으로써 우수한 내열특성을 가지고 있어, 전기, 전자를 비롯한 초경공구, 생체재료, 의료 및 화학공업 분야 등에서 사용량이 급격히 증가하고 있는 금속이다. 특히 탄탈륨은 표면의 유전율이 높고 매우 안정된 산화피막을 형성시킬 수 있다는 장점 등으로 소형 콘덴서의 양극소재로 널리 사용되고 있다. 현재 전자산업용인 전해 콘덴서에 사용되는 탄탈륨분말의 상업적인 제조법은 K_2TaF_7 을 나트륨에 의한 환원제조법이 널리 사용되고 있으며 본 실험에서 이와 같은 방법으로 탄탈륨 분말제조시 환원반응 온도 및 환원제에 따른 석출 탄탈륨 분말내 미량 불순물의 거동과 입도, 회수율 및 형태학적면 등을 비교 검토하였다.

실험방법

본 실험에서는 K_2TaF_7 원료물질과 NaCl, KCl 및 KF 등의 희석제 그리고 환원제로 활성이 대단히 큰 Na를 혼합장입하여, 반응온도 800°C ~ 950°C, 환원제량은 원료물질을 전체 환원시킬 수 있는 이론적인 화학량론비를 기준으로 -20%~20%까지 과잉첨가하여 3시간에 걸쳐 반응을 실시하였으며 반응이 끝난후 냉각시켜 반응물에 대하여 수차례 수세를 실시하고 마지막으로 아세톤으로 세척한 후 탄탈륨 분말을 회수하였다.

실험결과

탄탈륨 분말 제조시 탄탈륨 분말제조에 필요한 기초자료를 얻고자 원료물질로써 K_2TaF_7 , 희석제로써 KCl/KF, 환원제로써 Na를 사용하여 금속열환원법에 의한 반응온도 및 환원제에 따른 회수 탄탈륨 분말의 미량불순물의 거동, 입도 및 회수율을 비교, 검토하므로써 다음과 같은 결론을 얻었다.

X선 회절분석 결과 일반 상용화 탄탈륨 분말의 주피크와 일치함을 알 수 있었으며 Na 첨가량이 20% 부족할 경우, 반응온도가 낮을 경우 미 반응한 K_2TaF_7 이 침상 및 다양한 형태로 석출되었으며 일부 Ta_2N , $KTaO_3$ 의 불순물을 관찰할 수 있었다. 따라서 환원제 량, 최적의 반응조건 및 반응용기내의 잔류산소를 제거한다면 보다 좋은 Ta 분말을 회수할 수 있을 것으로 생각된다. 또한 ICP 분석결과 본 실험에서 얻어진 탄탈륨 분말은 일반 상용화 탄탈륨 분말에 비해 불순물의 혼입정도가 약간 높게 나타났으며 특히 산소와 수소의 혼입정도가 높게 나타났다. 따라서 차후 반응용기내의 진공도를 높이고 원료물질 및 환원제의 전처리와 실험 후 얻어진 분말의 후처리를 통해서 불순물의 혼입을 개선할 수 있을 것으로 생각된다. 탄탈륨 분말의 회수율은 온도가 증가할수록 41%에서 56%까지 증가하였으며, Na 첨가량이 증가함에 따라 65%에서 94%까지 증가하였다. 또한 반응온도가 증가함에 따라 Ta 분말의 평균입도는 증가하였으며 920°C에서 평균입도는 2~3 μ m 정도로 가장 양호한 입도 분포를 관찰할 수 있었으며, Na 첨가량이 증가함에 따라 Ta 분말의 평균입도는 증가하였으며, 환원제인 Na을 5% 과잉첨가시 평균 Ta 분말 입도는 3~4 μ m 정도로 가장 양호한 입도 분포를 관찰할 수 있었다.