

금속열환원법에 의한 반응시간에 따른 탄탈륨 분말의 제조 및 특성

The Characteristics and Production of Tantalum Powder on the Reaction Time by the Metallothermic Reduction Method

희유금속소재연구소 윤재식* · 박형호 · 배인성
순천대학교 재료 · 금속공학과 김병일

1. 서 론

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 전해콘덴서에 사용되는 탄탈륨 분말의 상업적인 제조법은 원료물질인 K_2TaF_7 을 나트륨에 의한 환원제조법이 널리 사용되고 있다. 본 실험에서 이와 같은 방법으로 탄탈륨 분말제조시 환원반응시간에 따른 석출 탄탈륨 분말내 미량 불순물의 거동과 입도, 회수율 및 형태학적면 등을 비교 검토하였다.

2. 실험방법

본 실험에서는 K_2TaF_7 원료물질과 KCl 및 KF 등의 희석제 그리고 환원제로서 활성이 대단히 큰 Na를 혼합장입하여, 반응온도 850℃, 환원제양은 원료물질을 전체 환원시킬 수 있는 이론적인 화학량론비를 기준으로 5% 과잉첨가하여 환원반응을 실시하였다.

반응시간은 목적온도 850℃에서 0.5hr, 1hr, 1.5hr, 2hr으로 각각 유지시킨 후 반응을 실시하였다. 반응이 끝난후 상온까지 냉각시켜 반응물에 대하여 수차례 수세를 실시하고 마지막으로 아세톤으로 세척한 후 탄탈륨 분말을 회수하였다.

3. 결 과

탄탈륨 분말 제조시 탄탈륨 분말제조에 필요한 기초자료를 얻고자 원료물질로써 K_2TaF_7 , 희석제로써 KCl/KF, 환원제로써 Na를 사용하여 금속열환원법에 의하여 실험 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

X선 회절분석 결과 일반 상용화 탄탈륨 분말의 주피크와 일치함을 알 수 있었으며 반응시간이 30분인 경우, 반응시간이 짧음으로 인해서 미 반응한 K_2TaF_7 이 침상 및 다양한 형태로 많은양이 석출되었으며 일부 Ta와 결합된 불순물을 관찰할 수 있었다. 또한 ICP, AA 분석결과 본 실험에서

얻어진 탄탈륨 분말은 일반 상용화 탄탈륨 분말에 비해 불순물의 혼입정도가 약간 높게 나타났으며, 따라서 차후 반응용기내의 진공도를 높이고 원료물질 및 환원제의 전처리와 실험 후 얻어진 분말의 후처리를 통해서 불순물의 혼입을 개선할 수 있을 것으로 생각된다. 반응시간이 증가함에 따라 C의 혼입량이 현저히 증가하였으며 반응시간이 짧음에 따라 수십ppm 감소하였다. 아직까지 C의 혼입경로는 정확히 파악이 안된 상태이며, 반응물이 고온에서 수시간 노출됨으로서 반응용기내에서 혼입이 약간 있을 것으로 생각된다. 반응시간의 변화에 따른 탄탈륨 분말의 회수율은 80~90%로 큰 차이를 보이지 않았으며 반응시간이 짧은 경우 미반응한 원료물질로 인해 약간 감소하였다. 반응시간이 증가함에 따라 Ta 분말의 평균입도는 증가하였으며 1시간 반응시 평균입도는 2~3 μm 정도로 가장 양호한 입도 분포를 관찰할 수 있었다. 반응시간이 증가함에 따라 평균 입도는 조대화 되었으며 장시간 고온에서 노출시 일부 소결되어 균집화를 이루어 입도가 조대화된 것으로 생각된다.