

계면활성제에 따른 용액중 텅스텐 입자의 거동 (Behavior of Tungsten particles in solution with surfactant)

충남대학교 최용각, 이종현, 안중재, 원창환

1. 서 론

최근 자전연소고온반응법(SHS)을 이용한 고순도 분말의 제조에 관한 연구가 활발히 진행되고 있다. 이러한 연구는 대부분의 경우 Mg을 환원제로 사용하여 출발원료인 금속 산화물로부터 산소를 분리하고 이를 산 용액에 침출 시킴으로써 고순도 분말을 제조하는 것에 기본 원리를 두고 있다. 현재 본 연구실에서 진행중인 자전연소고온반응법(SHS)을 이용한 W분말의 제조시에는 중간생성물인 W/MgO계 분말이 생성되는데 이를 염산(35% HCl)에 의한 침출공정을 통하여 MgO를 제거하고 수세(washing)한 후 건조과정을 거쳐 최종생성물인 고순도의 W분말을 얻는다. 요약하면 고온반응, 침출, 수세, 건조의 기본 4단계를 거쳐 최종생성물을 얻게 되는 것이다. 이러한 방법은 기존의 W제조법(수소환원법)에 비하여 경제적이고 많은 시간을 단축할 수 있다는 장점을 가지고 있기 때문에 활발한 연구가 진행되고 있다. 하지만 실험공정중 3단계에 해당하는 수세공정은 W입자를 완전히 침강 시키고 위의 여액을 따라내는 과정(decantation)을 여러번 반복하게 되는데, 이 과정에서 입자사이즈에 따라 약간의 차이가 있지만 미립의 W입자가 완전히 침강(sedimentation)되기 위해서는 많은 시간이 소요된다. 따라서 본 연구에서는 용액중 W입자의 표면전하를 확인하고 적절한 계면활성제를 첨가함으로써 이를 수세공정에 이용하여 침강효과를 증진시키는데 그 목적을 두고 있다.

2. 실험방법 및 결과

첫 번째 실험으로 W 입자의 용액중 거동을 살펴보기 위하여 Zeta potential meter를 이용하여 전위를 측정하여 보았다. 실험조건은 산성, 염기성, 중성 용액중의 W 입자가 갖는 전위를 모두 살펴볼 수 있도록 용액의 pH농도 범위를 3~ 14까지 총 8단계로 나누어 만들고 각각의 용액에 W분말을 적정량 투입하였다.

전위측정 결과 등전점(IEP, Isoelectric points)은 pH가 약 11.7인경우에 나타났으며, 11.7 이하에서는 마이너스(-)값을 11.7이상에서는 플러스(+)값을 나타내었다. 이것은 pH가 11.7 이하인 용액중에서는 W/MgO계 분말이 +전하를 띠며 용액은 -전하를 띠는 의미이며, 또한 pH가 11.7 이상인 용액중에서는 반대의 의미를 갖는 것으로 해석할 수 있다. 이러한 결과는 W/MgO계 입자가 +전하를 띠 때에는 용액이 -전하를 갖기 때문에 계면활성제로는 용액을 +전위가 되도록 하여 W입자와 용액간의 인력을 zero로 만들기 위한 음이온의 계면활성제가 필요하며, W/MgO계 입자가 -전하를 띠 때에는 용액이 +전하를 띠기 때문에 (-)이온의 계면활성제가 필요하다는 것을 의미한다.

두 번째 실험은 위의 첫 번째 실험결과를 입증하기 위한 실험으로 W/MgO 계 분말의 침출공정이 완료된 후 수세전의 용액 (pH=1.54)을 500ml 추출하여 각각 양이온과 음이온의 계면활성제를 투입하여 W 입자의 용액중 거동을 살펴보았다.

실험결과 양이온을 투입한 경우에는 30분이 경과한 후에도 비교적 큰 $3\mu\text{m}$ 이상의 입자만이 침강 되었을뿐 미세한 입자들은 거의 침강되지 않았음을 관찰할 수 있었다. 하지만 음이온을 투입한 경우에는 약 1분 이내에 육안으로 확인 가능한 모든 W 입자가 침강 되었음을 알 수 있었다. 또한 음이온의 계면활성제를 이용하여 수세시간을 단축시켜 얻어진 최종 W분말의 SEM 분석결과 $0.5\sim 8\mu\text{m}$ 의 다양한 입자크기를 갖는 W 분말이 얻어졌음을 알 수 있다. 이러한 결과는 첫 번째 실험을 명확하게 입증하는 것으로 자전연소 고온반응법에 의한 고순도 W분말의 제조에 있어서 음이온의 계면활성제를 이용하여 수세(washing)를 행하면 미세한 입자들의 침강효과가 증진되어 기존의 공정에 비하여 많은 시간을 단축할 수 있음을 알 수 있는 결과이다