

열플라즈마법에 의한 금속 탄탈륨의 정련에 관한 연구 Refining of tantalum metal by plasma arc melting

최국선, 엄현용*, 한만갑, 서창열, 조성욱, 김원백
한국지질자원연구원 자원활용소재연구부, *연세대학교 금속시스템공학과
(gschoi@kigam.re.kr)

서론

Ta을 비롯한 고순도 고용점금속(refractory metal)은 IT 산업의 발전에 따라 그 수요가 늘어나고 있으며, 특히 반도체 공정 재료로 이용되기 위해서는 Na, Fe, U, Th 과 같은 유해한 불순물은 ppb 이하로 제거되어야 한다. 또한 금속 내부에 가스불순물(C,H,O,N)이 침입형으로 고용하여 연선-취성(DBDT)이 나타나는 등 기계적 특성에도 매우 유해한 영향을 나타내는 것으로 알려져 있다. 고순도 Ta을 얻기 위해서는 일련의 물리-화학적 제련-정련-정제 단계를 거치며, 이중 Ar 플라즈마 또는 Ar-H² 플라즈마법은 탄소용융환원뿐 아니고 정련에도 매우 유효한 것이 알려져 있다. 이와 같은 배경하에 본 연구에서는, 전자용 고순도 금속재료제조에 관한 선행연구의 일환으로 Na 환원법으로 제조된 Ta 금속분말을 이용하여 Ar 플라즈마 및 Ar-H² 플라즈마 용해/정련실험을 통하여 금속 및 비금속 불순물의 제거거동을 조사하였다.

실험방법

Na 환원법으로 제조한 3N급 Ta 분말 15g을 칭량하여 직경 250 금형에 넣고 2 ton/cm² 가압력으로 제조한 압분체를 수냉동 도가니에 장입한 후, 10×10⁻² torr 이하로 진공배기한 다음 초고순도(99.999%)의 Ar 가스를 채워 분위기 압력을 0.75 atm으로 유지하면서 정련 실험을 행하였다. Ar 플라즈마의 경우, 가스유량은 Ar 10l/min, 전류 300 A, 전압은 32V에서 용해시간은 90초 유지하였다. Ar-10%H² 플라즈마아크 용해실험에서는 전류는 280A, 전압 38V로 유지하였다. 반복용해 횟수에 따른 정련효과를 알아보기 위해 동일한 조건으로 Ar 및 Ar-10%H² 각각에 대하여 4차까지의 반복 용해실험을 행하였으며, 시편에 포함된 산소, 질소 및 미량금속불순물과 미세경도가 측정, 분석되었다.

결과

1. Ar 플라즈마 용해실험 결과, 당초 Ta 분말에 2,463 ppm 이던 산소함량이 1차 용해에서 산소함량이 1,878 ppm 으로 낮아진 이후, 더 이상 감소하지 않고 2~4차에 대해 1,928, 1,858, 1,857 ppm 으로 거의 일정한 값을 보였다. 금속불순물 측정결과(11종)에 의하면 당초 Ta 분말에 76.5 ppm이던 금속불순물 총량이 1~3차 반복용해까지는 각각 75.2, 35.2, 12.9 ppm으로 감소하였다.
2. Ar-10%H² 플라즈마 용해실험 결과, 산소함량은 1~4차 용해에서 각각 2,463, 2,189, 1,874, 1,333, 1,011 ppm으로 지속적으로 낮아졌으며, 금속불순물 측정결과(11종)에 의하면 1~4차 반복용해에 대해 각각 69.1, 54.9, 20.0, 25.1 ppm으로 꾸준히 감소하는 경향을 나타냈다.
3. Ar 플라즈마의 경우, 1차 용해에서 산소함량이 급격히 낮아진 이후 반복용해 횟수가 증가하여도 더 이상 감소하지 않고 있다. 이러한 정련특성은 용해시 고열에 의한 Ta suboxide의 증발에 의해 탈산이 진행됨에 기인된다. 반면 Ar-H² 플라즈마 용해의 경우, 1~4차 용해에서 지속적인 산소함량의 감소를 나타내며 이는 수소에 의한 추가의 탈산효과으로 판단된다.