

MR-EMR 복합공정에 의한 탄탈륨분말의 제조시 과잉첨가 환원제 양에 따른 분말의 특성

배인성 · 윤재식 · 박형호 · 김병일* · 이현우** · 김낙찬** · 설경원**

회유금속소재연구소, *순천대학교 재료금속공학과, **전북대학교 신소재공학부

Characteristics of Powder with Amount of Reductant Excess in Production of Tantalum Powder by MR-EMR Combination Process

In Seong Bae, Jae Sik Yoon, Hyung Ho Park, Byung Il Kim*,
Hyun Woo Lee**, Nak Chan Kim** and Kyeong Won Seol**

Korea Research Institute of Rare Metals, Suncheon 540-742, Korea

*Material Science and Metallurgical Engineering, Suncheon Nat. Univ., Suncheon 540-742, Korea

**Division of Advanced Materials Engineering, Chonbuk Nat. Univ. Chonju 561-756, Korea

(Received 19 June 2004 ; Accepted form 14 August 2004)

Abstract In this study, tantalum powder has been produced by MR-EMR combination process. MR-EMR combination process is a method that is able to improve demerits of MR(metallothermic reduction) and EMR(electronically mediated reaction) process. This study examined the characteristics of powder with the amount of reductant excess using K_2TaF_7 , as feed materials, Na as a reductant and KCl/KF as a diluent. In addition, this study examined acid treatment that affect the high purification of powder. The impurities contained in powder was removed in various conditions of acid treatment. The total charge passed through external circuit and average particle size(FSSS) were increased with increasing amount of sodium excess. The proportion of fine particle(-325mesh) was decreased with increasing amount of sodium excess. The yield was improved from 70% to 76% with increasing amount of sodium excess. Considering the impurities, charge, morphology, particle size and yield, an amount of sodium excess of 10wt% were found to be optimum conditions for MR-EMR combination process.

Key words : MR-EMR combination process, Tantalum powder, Reductant, Charge, Particle size, Yield

1. 서 론

탄탈륨은 용점이 높고 내식, 내열, 내산화성 등 우수한 화학적, 물리적 특성으로 전기 전자, 정보통신 등의 IT산업 뿐 아니라 화학, 기계, 금속, 군사, 우주항공 등 산업전분야에 걸쳐 사용이 급증하고 있는 소재이다¹⁾. 특히 피막 유전율이 23으로 Al에 비해 약 2.7배가 크며, 모든 금속중 가장 안정한 양극산화 피막을 형성시킬 수 있다는 장점 등으로 소형 커패시터의 양극소재로 널리 사용되고 있는 소재이다. 또한 기계적 강도가 우수하고, 가공성이 우수하여 6 μ m의

박판가공이 가능하며, 산소, 질소 및 수소와 친화력이 매우 큰 특징을 갖고 있다.

상기와 같은 특성을 갖는 탄탈륨 소재는 고순도 분말을 소결체로하여 유전율과 표면적을 극대화 시켜 전해커패시터의 양극소재와 내식 및 인체에 무해한 특성을 이용하여 골절부의 접속용판이나 봉합용 바늘 등의 의료용구에 사용되고 있다. 또한 산소나 질소 등의 친화력을 이용하여 진공관 등의 양극재료나 굴절율을 크게 하고 실투성을 방지하기 위해 광학렌즈의 첨가제로 산화탄탈륨을 사용하기도 한다. 더욱이, 탄탈륨 소재는 $LiTaO_3$ 의 형태로 중간주파중

폭회로용 필터, 비디오디스크용 표면과 공진자 등에 사용되며, 우수한 고온, 내식 및 내열 특성은 고온부식환경 하에 노출되는 가열로, 가스터빈 등에 널리 사용된다. 특히 탄화탈탈륨은 바이트, 드릴, 다이스 등의 초경합금용에 이용되며, Nb, Mo, W, V, Zr 등과 고용체를 형성하여 내열합금의 원료로도 널리 사용되고 있다.

일반적으로 탄탈륨 소재의 제조공정은 tantalite 및 pyrochlore 등의 탄탈륨 광석이나 주석 슬래그로부터 화합물을 제조하는 제 1단계와 화합물로부터 탄탈륨 금속분말을 제조하는 제 2단계 공정으로 대별할 수 있다. 이 중, 광석으로부터 화합물을 제조하는 제 1단계는 제조방법에 따라 알칼리용융법, 염화반응법 및 불산침출법의 세가지 공정으로 구분할 수 있으며, 각각의 공정에서 제조되는 화합물들은 Ta_2O_5 , $TaCl_5$ 및 K_2TaF_7 이다. 또한 상기 화합물로부터 탄탈륨 금속을 제조하는 제 2단계는 크게 Na, Ca, K 등을 이용한 금속환원법과 탄소 및 수소 등을 이용한 비금속환원법으로 대별할 수 있다. 이 중, 순도, 입도 등을 고려할 때 불화물인 K_2TaF_7 원료물질과 NaCl, KCl 및 KF 등 각종 염으로 구성된 희석제 그리고 금속 Na 환원제를 혼합장입하여, 고온에서 수 시간 동안 원료물질과 환원제의 물리적 접촉방식에 의해 환원을 진행시키는 금속열환원법(metallothermic reduction :

MR)이 상업적으로 널리 이용이 되고 있다²⁾. 그러나 상기 MR 제조공정은 제조방식이 회분식조업인 관계로 제조시간이 길며, 전력소비가 많을 뿐 아니라 원료물질과 환원제 및 희석제 등을 매회 새로이 장입해야 하는 등의 고비용 저효율의 생산방식이 큰 문제점으로 남아 있다.

Sadoway³⁾ 등은 탄탈륨분말 제조시 원료물질과 환원제가 물리적으로 직접 접촉하지 않고서도 전자의 이동에 의해 환원반응이 진행하여 석출분말의 위치 제어 및 연속공정이 가능한 도전체매개반응공정(electronically mediated reaction; EMR)을 제안하였다. 그러나 그의 연구는 단지 반응의 이동경로에 주안점을 두었을 뿐, 실제 상용화에 필요한 석출분말내 미량 불순물의 거동이나 입도, 형태 등에 관한 복합적인 연구결과는 없는 실정이다.

따라서 본 연구에서는 상기 문제점들을 해결하기 위해 환원제 위치를 변화시킨 MR-EMR 복합공정을 이용하여 탄탈륨분말 제조시 최적의 환원조건을 도출하고자 실시하였다.

2. 실험방법

2.1. 실험장치

Fig. 1은 본 실험에 사용된 전체 실험장치의 개략

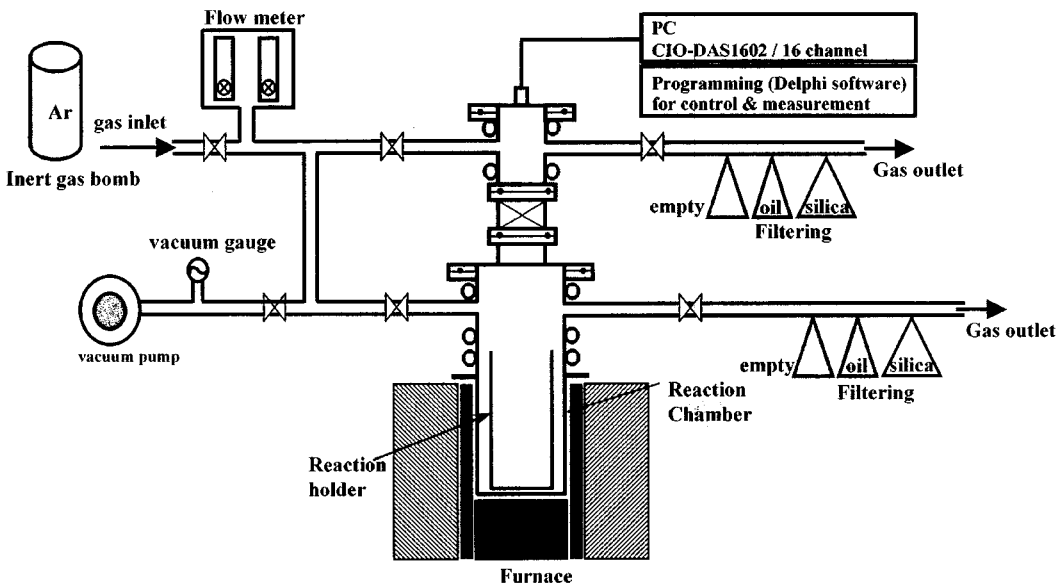


Fig. 1. Schematic representation of the experimental set up for controlling and monitoring EMR.

도이다. 그 기본 구성은 크게 전기로 내에 설치한 스테인레스 반응챔버, 연속공정장치, 분위기 제어장치, Ar 가스공급장치, 냉각장치, 배기장치 및 전류측정장치로 구성되어 있다. 외부회로를 통해 흐른 전류를 측정하기 위하여 CIO-DAS1062/16 Boards를 PC에 부착하고, Delpi5.0 software를 이용하여 직접 프로그래밍함으로써 데이터를 얻었고, 전류를 측정, 제어하기 위해 외부회로에 표준저항(1 mΩ)과 on/off 스위치를 연결하여 사용하였다. 또한 모든 실험은 Ar 분위기에서 행하였고 실험 중 발생한 배기가스는 여과하여 공기중에 배출시켰다.

Fig. 2는 반응챔버영역을 나타낸 것으로 외부회로의 on/off 스위치를 이용하여 반응을 개시하고, 종료시킬 수 있게 하였다. 그림에서 보는 바와 같이 10^{-2} torr를 유지할 수 있는 반응챔버내에 Na 환원제와 KCl-KF 희석제가 혼합장입된 스테인레스강재 반응용기를 장입하고, K_2TaF_7 원료물질은 별도의 스테인레스강재 원료용기에 장입하였다. 한편 본 실험에서는 원료용

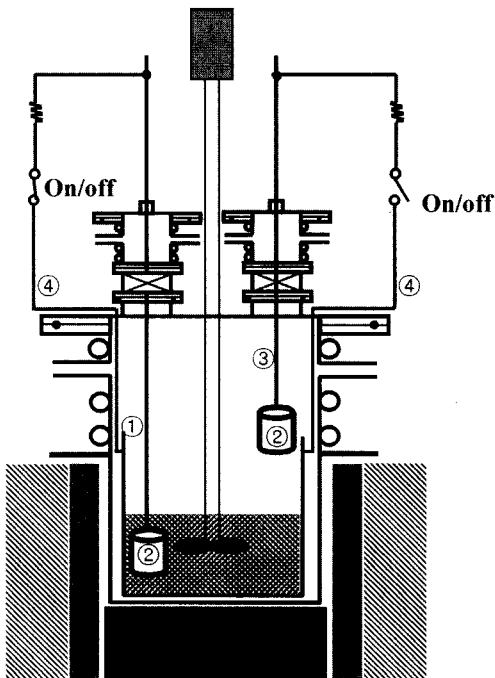
기에 스테인레스강재 봉(ϕ : 6 mm)을 연결하여 반응용기내로 원료용기의 장입 및 회수가 가능하도록 하였다. 또한 반응동안 반응용기내에 들어있는 용융염속의 Na 환원제에 의해 생성된 전자가 원료용기로 이송할 수 있는 이동경로를 제공하고 이를 제어하기 위해 원료용기와 반응용기를 외부적 회로를 이용하여 연결 및 단락을 시킬 수 있도록 하였다.

2.2. 분말제조공정

먼저 원료물질 K_2TaF_7 과 희석제 KCl-KF 내에 함유된 수분을 제거하기 위해 진공건조를 실시하였다. 반응용기내에 KCl-KF 희석제를 환원반응시 원료용기가 반응용기내에 충분히 침적될 수 있도록 1,250 g 장입하고, Na 환원제를 원료물질인 K_2TaF_7 50 g을 완전히 환원시킬 수 있는 이론 화학양론량인 14.7 g을 장입하였다. 시료들의 장입시 희석제는 반응용기의 최저부와 상부에 위치하도록 하였으며, K_2TaF_7 원료물질은 Fig. 2에서 보는 바와 같이 별도의 원료용기에 50 g을 장입하였다. 반응용기 및 원료용기내 시료들의 장입이 완료되면, 진공펌프를 이용 10^{-2} torr까지 진공을 실시한 후, Ar 가스를 주입하였다.

한편 반응챔버내의 용존산소의 양을 최소화하기 위해 진공 및 Ar 가스의 주입, 배출에 관한 일련의 조작을 3회 이상 실시하였다. 반응챔버 내부의 온도가 목적온도에 도달하면, 원료용기를 희석제와 환원제가 용융되어 있는 반응용기의 밑바닥에서부터 높이 10 mm 위치에 침적한 후, 반응용기내에서 환원제에 의해 생성된 전자가 원료용기내로 이송될 수 있도록 반응용기와 원료용기를 외부도체를 이용하여 전기적으로 연결하여 외부회로를 통해 흐른 전류를 측정하였다. 이 후 외부도체를 제거하여 반응용기와 원료용기를 전기적으로 단락시킴으로서 반응을 종료하고, 원료용기를 반응용기 상부로 회수하고 로의 온도를 상온까지 냉각하여 원료용기 내에 석출된 시료를 회수하였다.

본 실험은 이전 실험¹⁾에서 도출된 최적조건인 반응온도 1123K 및 반응용기와 원료용기내에 장입한 Na 환원제가 50 : 50wt%의 비율인 MR-EMR 복합공정을 이용하여, 과잉첨가 Na 환원제 과잉첨가량 (0~15wt%)에 따른 외부회로를 통해 흐른 전류 및 전하량, 회수분말의 입도, 회수율 및 형태학적 특성 등을 비교검토함으로써 최적의 Na 환원제 과잉첨가



- ① reaction holder : KCl/KF + Na(changeable)
- ② feed holder : K_2TaF_7 + KCl/KF + Na(changeable)
- ③ electron transport bar
- ④ external circuit

Fig. 2. Schematic representation of reaction chamber zone.

량을 결정하고자 실험을 실시하였다.

2.3. 산세공정

MR-EMR 복합공정법에 의해 제조된 탄탈륨 분말내에 혼입된 여러 가지 불순물들을 효과적으로 제거하기 위해 산세종류, 시간, 교반 등의 많은 산세처리 조건을 적용한 예비실험을 통하여, 최종적으로 Table 1과 같은 세가지 조건의 산세처리를 표준공정으로 결정하였다. 이때 탄탈륨과 용액의 비는 1 : 2로 하였다. 산세공정 후 시료내에는 산세시 사용한 산용액들이 존재하므로 이를 증류수로 깨끗이 세척한 후, 진공건조로에서 60°C, 8시간 동안 진공건조하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1. 외부전류 및 전하량의 변화

Table 2는 MR-EMR 복합공정에 의한 탄탈륨분말 제조시 Na 환원제 과잉첨가량(0~15wt%)에 따른 결과들이고, Fig. 3은 외부회로를 통해 흐른 전류와 계산된 누적 전하량을 도식화하여 나타낸 것이다. 본 실험에 사용된 원료물질 K_2TaF_7 , 50g이 완전히 환원되기 위해서는 61,510C의 전하량이 필요하다. Fig. 3(a)는 Na환원제가 원료물질 K_2TaF_7 , 50g을 완전히 환원시킬 수 있는 이론 화학양론량인 14.7g을 사용한 경우로서 외부회로를 통해 흐른 전류는 초기 약 10분 후 최대 7.8A까지 증가하다가 급격하게 감소하여 약 40분 후에 1A까지 감소하였다. 한편 외부회로를 통해 흐른 전체 전하량은 16,041C으로 26.1%

Table 1. Conditions of acid treatment.

	Acid solution	time (hr)
1	20%(HCl+HNO ₃)	2
2	8%H ₂ SO ₄ +8%Al ₂ (SO ₄) ₃	3
3	2%H ₂ O ₂ +1%HF	1

Table 2. The variations of measured current, charge and Ta yield by EMR with sodium excess.

Sodium excess (wt%)	Reaction time (sec)	Current (A)		Ta fraction produced by EMR (%)	
		Max.	Average		
0	10,800	7.8	1.48	16,041	26.1
5	10,800	7.0	1.69	18,288	29.7
10	10,800	8.0	1.89	20,415	33.2
15	10,800	5.8	1.93	20,897	34.0

정도가 EMR 공정의 전자이동에 의해 환원되어졌음을 의미한다. 한편 Na환원제를 이론 화학양론량보다 5, 10, 15wt% 과잉첨가한 경우에는 Fig. 3(b)~(d)에서 보듯 전체 전하량은 각각 18,288C, 20,415C, 20,897C을 나타내었다. 이러한 전하량 값은 EMR공정에 의한 환원율이 29.7%, 33.2%, 31.7%로 증가됨을 나타내는데, 이는 Na 환원제 과잉첨가량이 증가함에 따라 반응용기 내부에 Na 환원제에 의해 생성되는 전자가 많아져 이러한 전자들이 외부도체를 통해 이동할 수 있는 기회가 증가하기 때문이다. 그러나 과잉첨가 Na 환원제 양이 증가할수록 그 증가폭은 감소하였고, 10wt% 과잉첨가 이상에서는 증가폭이 현저히 감소함으로 보아 과잉첨가 Na 환원제 양이 10wt%일때 가장 적합하다고 판단된다.

Okabe 등⁵⁾의 EMR 공정에 의한 실험에서는 동일한 온도에서 Na 환원제 과잉첨가량이 9wt%에서 44wt%로 증가한 경우 EMR공정에 의한 환원율이 25%에서 37%로 증가하였다. 이는 본 실험의 결과와 잘 일치하고 있음을 알 수 있다.

Table 3은 MR-EMR 복합공정에 의한 제조시 과잉첨가 Na 환원제 양에 따른 전하량을 반응시간별 백분율(%)로 도식화하여 나타낸 것이다. Table 3에서 보는 바와 같이 반응개시 초기인 30분 이내에 전체 반응의 36.1~47.6%까지 진행되었다. 이론 화학양론량인 14.7g만을 사용한 경우 경우에 가장 많은 47.6%(7,637C)의 반응이 진행되었고 반면에, 15wt% 과잉첨가한 경우에는 36.1%(7,539C)였으며, 이후 시간이 지남에 따라 점차 감소하는 경향을 나타냈다. 그러나 실제 흘러간 전하량은 5wt% 과잉첨가한 경우가 8,389C(41.1%)로 가장 많게 나타났다.

3.2. 화학분석

Table 4는 Na 환원제 과잉첨가량이 0~15wt%인 경우의 수세 및 Table 1의 세가지 산세공정을 적용

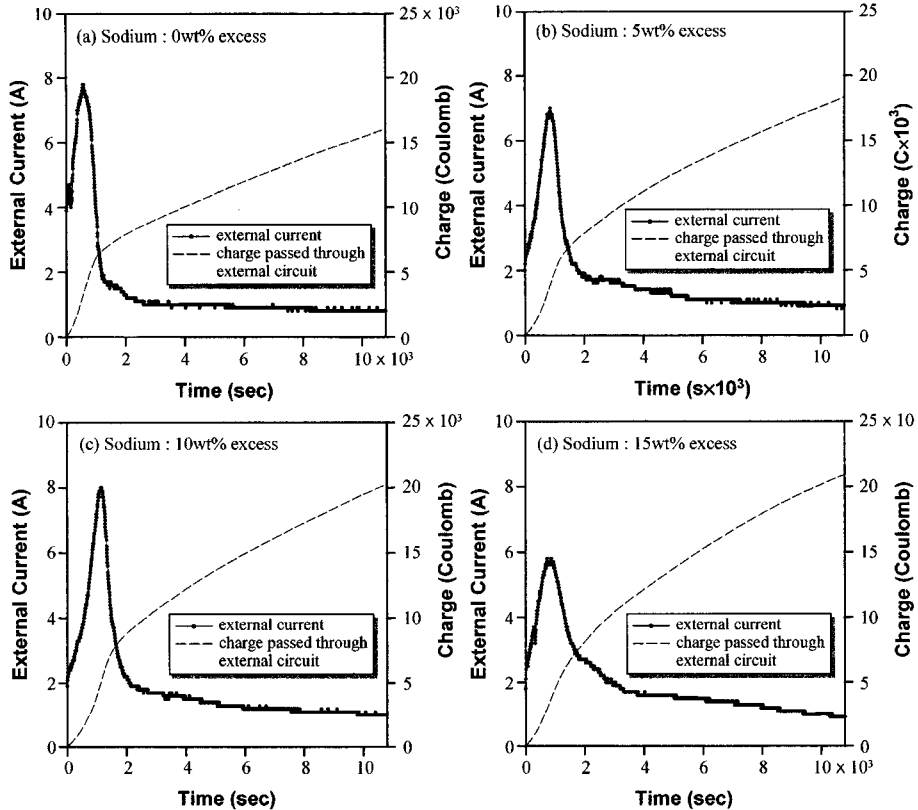


Fig. 3. Current and charge amount passed through external circuit with change of sodium excess.

하여 얻어진 분말의 화학분석 결과이며, 이는 상용 탄탈륨분말의 허용치를 초과하는 원소들에 대해서만 나타내었다. 산세공정으로 세가지조건을 선택한 이유는 20%(HCl+HNO₃)조건은 회수분말내 함유된 Fe, Cr,

Ni 등의 중금속 불순물들을, 8% H_2SO_4 +8% $Al_2(SO_4)_3$ 의 조건⁶⁾은 반응생성물인 NaF 및 미 반응된 K_2TaF_7 에서 K, F 등의 불화물을, 2% H_2O_2 +1%HF조건은 반응동안 형성된 산화물 등의 불순물을 효과적으로 제

Table 3. Charge amount and percentage with change of sodium excess.

Time (hr)	Sodium excess (wt%)							
	0		5		10		15	
	C	%	C	%	C	%	C	%
0~0.5	7,637	47.6	7,438	40.7	8,389	41.1	7,539	36.1
0.5~1	1,998	12.4	3,027	16.6	3,277	16.1	3,913	18.7
1~1.5	1,797	11.2	2,379	13.0	2,613	12.8	2,864	13.7
1.5~2	1,629	10.2	1,983	10.8	2,214	10.8	2,509	12.4
2~2.5	1,546	9.6	1,806	9.9	2,038	10.0	2,195	10.5
2.5~3	1,443	9.0	1,654	9.0	1,883	9.2	1,794	8.6
Total	16,041	100	18,288	100	20,415	100	20,897	100

C : Charge(Coulomb), % : Charge percentage

Table 4. Chemical composition obtained by water and acid treatment on tantalum powder with change of sodium excess.

Impurities	Commercial		Sodium excess (wt%)							
	Ta powder (ppm)	0		5		10		15		
		water	acid	water	acid	water	acid	water	acid	
Fe	<50	300	132	320	127	350	139	390	143	
Cr	<10	130	36	139	42	147	44	168	41	
Ni	<10	90	16	88	21	79	22	93	27	
Ca	<20	130	33	140	41	150	37	170	36	
Na	<10	860	98	860	90	850	92	870	95	
K	<50	5,700	635	5,400	576	5,100	484	5,100	513	
O	<3,000	13,700	8230	13,500	8650	13,600	8370	14,100	8520	

거하기 위함이다. Table 5에서 보는 바와 같이 전체적인 불순물 함량은 비록 상용 탄탈륨 분말에 비해 높기는 하지만 수세처리만 한 시료에 비해 산세처리를 실시함으로써 상당량 제거됨을 알 수 있다.

탄탈륨 분말에 혼입되는 불순물들의 유입 경로⁷⁾는 중금속 불순물인 Ca 등은 일반적으로 회수분말의 수세시에 사용하는 증류수로부터 유입되고, K는 반응물인 원료물질이나 환원제 및 회석제로부터 유입된다. 반면, 대부분의 중금속 불순물들은 제조공정에 사용된 장비 등에서 유입이 된다. 한편 본 연구의 경우를 보면, Fe, Cr, Ni 등과 같은 중금속 불순물들은 사용된 스테인레스 원료용기와 반응용기가 고온 용융염에서 장시간 노출됨에 따라 부식에 의한 혼입으로 추정된다. 또한 Ca는 회수분말의 수세시에 사용하는 증류수로부터 그리고 K는 미 반응된 원료물질로부터 유입되는 것으로 판단된다. 또한 산소는 본 실험의 경우 진공도가 10^{-2} torr 정도로서 실제 조업현장에서 요구되는 10^{-5} torr 정도에 비해 상대적으로 낮아 반응챔버 내에 존재하는 잔류 산소와 Bulk 상의 Na 환원제내에 함유된 산소에 의한 것으로 판단된다. 따라서 본 실험의 경우 불순물 혼입을 줄이기 위해서는 환원반응시 진공도를 높이고, 고온 용융염에 부식이 되지 않은 Ni 용기의 사용과 더불어 미 반응되는 원료물질이 존재하지 않도록 최적의 조업조건을 선택하는 것이 필요하다. 그러나 최적 조업조건 하에서도 미량불순물의 혼입을 완벽하게 제어할 수 없기 때문에 회수된 분말에 대해 적절한 후처리를 실시하는 것이 필요하다.

3.3. 분말형태 및 입도 분석

Fig. 4는 Na 환원제 과잉첨가량에 따른 석출분말들의

의 형태학적 특성을 관찰한 전자현미경 사진이다. Na 환원제 과잉첨가량이 0~15wt%로 증가함에 따라 입자들이 약간 조대해짐을 관찰할 수 있었고, 석출분말의 형태는 구형의 작은 입자들이 큰 덩어리를 이루는 스폰지 형태(sponge type)를 나타냈으며, Na 환원제 과잉첨가량이 증가함에 따라 크기만 조금 다를 뿐 아주 양호한 상태의 탄탈륨분말을 얻을 수 있었다. 이러한 스폰지 형태의 분말은 탄탈륨 전해콘덴서, 탄탈륨와이어, 탄탈륨판 제조시 성형성 면에서 우수한 특성을 가지고 있다.

MR-EMR 복합공정법에 의한 탄탈륨분말 제조시 Na 환원제 과잉첨가량(0~15wt%)에 따른 석출분말들의 평균입자크기(Fisher Sub-Sieve Size : FSSS)와 입자크기분포를 Table 5에 나타내었다. Na 환원제 과잉첨가량이 0~15wt%로 증가함에 따라 제조된 분

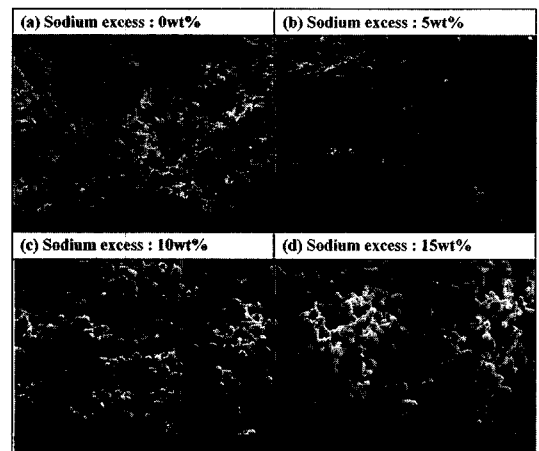


Fig. 4. SEM morphologies of Ta powders with change of sodium excess.

(a) 0 wt% (b) 5 wt% (c) 10 wt% (d) 15 wt%

Table 5. Particle size distribution and average particle size(FSSS) with change of sodium excess

Sodium excess (wt%)	Particle size distribution (%)			Average particle size (μm)
	-325 mesh	325~200 mesh	+200 mesh	
0	98.89	1.11	0	3.62
5	98.89	1.29	0	3.94
10	82.32	5.29	0	4.43
15	78.51	7.54	0.17	4.76

말의 평균입자크기는 3.62 μm 에서 4.76 μm 로 증가하였고, 325mesh 이하의 입자크기분포는 98.89%에서 92.29%로 감소하는 경향을 나타냈다. 이는 Na 환원제를 반응용기와 원료용기에 일정하게 과잉첨가 했기 때문에 Na 환원제 과잉첨가량이 증가함에 따라 MR 공정에 의한 반응비율도 커지고 반응시 생성되는 반응열도 증가하여 전체적으로 입자를 약간 조대화시키는 경향이 있다고 생각된다. 이러한 결과는 이는 MR 공정에 의한 탄탈륨 분말제조에 관한 연구를 실시했던 Bose 등⁸⁾의 연구결과와 잘 일치하는데 그들은 Na 환원제 과잉첨가량이 0~15wt%로 증가함에 따라 325mesh 이하의 미세분말이 82%에서 73%로 감소하였다고 보고하였다. 본 실험의 결과가 Bose 등의 연구결과에 비해 325mesh 이하의 미세분말이 상당히 많은 양을 차지하는데, 이는 본 실험에서 사용한 KCl-KF 희석제 양이 Bose 등의 실험에 비해 훨씬 많은 양을 사용하여 환원반응시 발생하는 반응열의 희석효과가 향상되었기 때문이라고 생각된다.

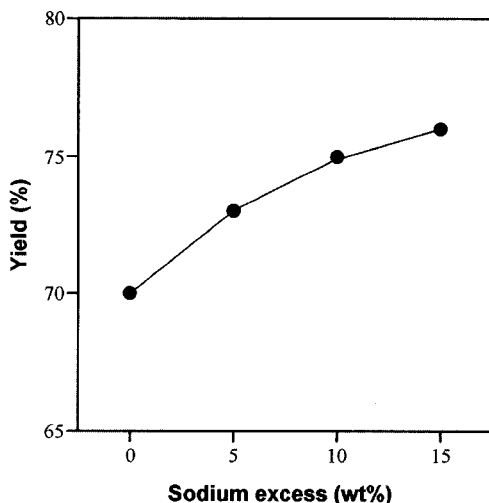


Fig. 5. Yield percentage with change of sodium excess.

4.4. 회수율

Fig. 5는 Na 환원제 과잉첨가량에 따른 석출분말의 회수율을 나타낸 것이다. 그림에서 보는 바와 같이 Na 환원제 과잉첨가량이 0~15wt%로 증가함에 따라 석출분말의 회수율은 70~76%로 증가하였으며, 전하량 측정결과와 마찬가지로 10wt%이상 과잉첨가 시에는 그다지 큰 변화를 나타내지 않았다. 이러한 결과는 MR 공정에 의해 제조한 Bose⁸⁾ 등의 연구결과와 잘 일치하는데, 그들은 과잉첨가 Na 환원제 양이 0~15wt%로 증가함에 따라 회수율은 54~67.5%로 증가한다고 보고하였는데, MR-EMR 복합공정을 적용한 본 실험의 경우 이들의 실험에 비해 양호한 70~76%의 회수율을 나타냈다.

5. 결 론

MR-EMR 복합공정에 의한 탄탈륨 분말의 제조시 Na 환원제 과잉첨가량의 변화에 따른 탄탈륨 분말의 특성을 분석한 결과, 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. Na 환원제 과잉첨가량이 0wt%에서 15wt%까지 증가함에 따라 외부회로를 통해 흐른 전체 전하량은 이론 석출량의 26.1~34.0%에 해당하는 16,041C에서 20,897C으로 증가하였다.

2. 20%(HCl+HNO₃) 용액에서 2시간, 8% H₂SO₄+8% Al₂(SO₄)₃ 용액에서 3시간 및 2% H₂O₂+1% HF 용액에서 1시간의 산세처리는 불순물 제거에 상당히 효과적이었다.

3. 석출분말의 평균입자크기(FSSS)는 Na 환원제 과잉첨가량이 증가함에 따라 3.62 μm 에서 4.76 μm 로 증가하였으며, 325mesh 이하의 입자크기분포는 98.89%에서 92.29%로 감소하였다.

4. 탄탈륨 분말의 회수율은 Na 환원제 과잉첨가량이 0wt%에서 15wt%까지 증가함에 따라 70%에서 76%로 증가하였다.

5. 외부회로를 통해 흐른 전하량, 석출분말의 불순물 함량, 결정형태, 입도 및 회수율 등을 비교·분석한 결과 Na 환원제 과잉첨가량이 10wt%인 경우가 최적 환원조건이라고 판단된다.

참고문헌

1. W. Köch and P. paschen : Tantalum-Processing, Properties and Applications. JOM, October (1989) 33.
2. C. K. Gupta: Extractive Metallurgy of Niobium, Tantalum, and Vanadium, Int. Metals Reviews, **29** (1984) 405.
3. D. R. Sadoway, and T. H. Okabe : Production of Metals by Electronically Mediated Reaction. M. I. T. Technology Disclosure, O. S. P. Project No. **61243** (1994).
4. 배인성, 윤재식, 박형호, 윤동주, 이민호, 설경원, 김병일 : 분말야금학회지, **10(6)** (2003) 395.
5. T. H. Okabe and D. R. Sadoway : Metallothermic Reduction as an Electronically Mediated Reaction, J. Meter. Res., **13(12)** (1998) 3372.
6. S. C. Jain, D. K. Bose and C. K. Gupta : Trans. Indian Inst. Met., December (1971) 1.
7. Chang : U. S Patent **5,234,491** (1993).
8. D. K. Bose, J. C. Sehra and P. K. Jena : Trans. Indian Inst. Met., June (1970) 1.