

에멀전 증발법에 의한 산화텅스텐 분말의 제조에 관한 연구

신창훈 · 안종관 · 이응조

고려대학교 공과대학 재료·금속공학부
(1998년 2월 24일 접수)

A Study on the Preparation of Tungsten Oxide Powders Using Emulsion Evaporation Methods

Chang-Hoon Shin, Jong-Gwan Ahn, Eung-Cho Lee

Div. of Materials Science and Engineering, Korea Univ.

(Received February 24, 1998)

요 약

에멀전 증발법에 의해 구형의 산화텅스텐 분말을 제조하는 연구를 하였다. 분말의 특성은 TGA, X-ray 회절, SEM, image analysis 등을 이용하여 조사하였다. 텅스텐 이온이 함유된 수상과 등유, 계면활성제, 파라핀유로 이루어진 유기상을 고속으로 교반하여 에멀전을 제조하였다. 에멀전을 160°C의 등유욕내에서 증발시킨 후, 얻어진 침전 물을 650°C에서 하소하여 텅스텐 산화 분말을 제조하였다. 산화텅스텐 분말의 평균 입径은 0.5 μm였으며 모양은 구형이었다. Water-in-oil형 에멀전으로 제조된 WO₃는 oil-in-water형의 것보다 응집도가 적었다. 계면활성제의 HLB값이 증가할수록, 에멀전 중의 텅스텐 이온의 농도가 감소할수록 평균입도가 작아졌으며, WO₃ 입자들의 응집도는 증가하였다. 계면활성제로 사용한 Span 80의 농도는 8 vol.%가 적당했고, 에멀전 제조시 교반속도는 5000 rpm이 적당했다.

ABSTRACT

A process for the preparation of spherical tungsten oxide powders by the emulsion evaporation method was developed. The characteristics of the powders thus prepared were examined by means of TGA, X-ray diffraction, SEM and image analysis. The emulsion was prepared by fast mixing of tungsten containing aqueous phase and the organic phase which contained kerosene, surfactant, and paraffin oil. The precursor was made by evaporating the emulsion in the kerosene bath at 160°C, and then calcined at 650°C in order to produce tungsten oxide powders. The average particle size of the tungsten oxide powders was 0.5 μm and their shapes were spherical. Water-in-oil type emulsion was more advantageous to make less agglomerated WO₃ powders than the oil-in-water type emulsion for the emulsion evaporation experiment. As the HLB value of the surfactant increased and the concentration of tungsten ions in the aqueous phase decreased, the mean particle size of tungsten oxide powders decreased whereas agglomeration increased. The optimum concentration of Span 80 was 8 percent by volume, and the optimum stirring speed in the emulsion formation was 5000 rpm in order to obtain fine less agglomerated WO₃ powders.

Key words : Emulsion, Tungsten, WO₃ powders, Emulsion evaporation, Surfactant.

1. 서 론

현재 국내외에서 생산되는 텅스텐 분말은 회중석(CaWO₄)정광을 용매추출법에 의해 텅스텐 추출 및 탈취 공정을 거쳐 암모늄 텅스테이트를 APT(ammonium paratungstate-5(NH₄)₂O · 12WO₃, 이하 APT)로 결정화시킨다. 이 APT를 분해시켜 산화 텅스텐으로 변환시키고

이를 환원하여 텅스텐 분말을 얻고 있다. 이 공정법은 여러 단계의 공정을 거치므로 그 공정이 복잡하고, 특히 국내에서 생산된 텅스텐의 경우 입도가 굵고 순도가 떨어져 텅스텐 세선(細線)을 제조하기가 곤란한 문제점이 있다. 입도가 굵은 경우 텅스텐 분말의 소결시에도 문제점이 있어 다른 용도의 금속 텅스텐 제조 및 텅스텐 카바이드 제조시 그 성능이 떨어진다. 따라서 공정자체가 간단하고,

미세한 텅스텐 분말을 제조할 수 있는 새로운 공정의 개발이 필요하다.

1968년 N.N.Li¹⁾에 의해 개발된 유화형 액체막법은 용매추출의 장점을 유지하면서 단일공정내에서 추출과 탈취가 동시에 일어나며, 그 반응 속도가 매우 빠르고, 공정 자체가 간단하며, 또한 기존의 용매추출법과 비교하여 용매손실 및 추출담체의 사용량이 훨씬 적다는 점 등, 고효율의 새로운 분리, 농축 공정으로 주목받고 있어 그 공정 개발이 유망하며, 이의 개발을 위해 이미 Ahn에 의해 코발트 이온의 추출특성 및 에멀전의 안정성²⁾에 대하여 기초연구를 수행한 바 있다. 본 연구에서는 텅스텐이온이 함유된 수용액을 유기상과 혼합하여 에멀전을 제조한 뒤, 에멀전을 뜨거운 유기용매욕내에 떨어뜨려 에멀전내의 수용액을 증발시키고 미세한 텅스텐 침전물(precursor)을 남게 한 후, 유기상과 분리시킨 다음, 이 침전물을 하소(calcination)시킴으로써 미세한 구형의 산화 텅스텐 분말을 직접 제조할 수 있는 에멀전 증발법(emulsion evaporation)을 연구하기도 했다. 이 방법은 장치와 조작이 간단하며 에멀전제의 미세한 입자들을 순간적으로 증발시킴으로써 에멀전내의 금속이온을 입도가 작고 균일한 구형의 분말로 제조할 수 있는 장점이 있기 때문에³⁾ 현재 세라믹 분말제조에 많은 응용이 되고 있다.

이에 대한 연구보고로는, Richardson과 Akinc⁴⁾가 yttrium oxide 제조 연구에서 계면활성제 농도, 금속 이온 농도, 증발온도 및 분위기 등이 분말의 입자 형태 및 크기에 영향이 있음을 확인하고, 미세한 구형 Y_2O_3 분말을 제조하였다. 또한 Son 등⁵⁾은 에멀전 증발법에 의한 산화 코발트 분말의 제조 및 그 특성 실험을 하였는데, 특히 막강화제로 첨가된 유동파라핀이 분말의 입도에는 별 영향이 없다고 보고하고 있다. Nakahara⁶⁾는 에멀전의 계면반응을 이용한 $CaCO_3$ 의 분말을 제조하는 연구결과와 Jang 등⁷⁾의 원심에멀전법에 의해 금속분말을 제조한 뒤, 입도분포 및 분말형상, 미세조직 등을 관찰한 연구결과가 있다.

본 연구에서는 에멀전으로부터 산화 텅스텐 분말 제조에 영향을 미칠 수 있는 계면 활성제의 종류(HLB value), 계면 활성제 농도, 텅스텐 이온의 농도, 에멀전 제조시 교반속도 등의 변수에 대하여 고찰함으로써 그 반응기구 및 최적조건을 확립하고, 산화 텅스텐 분말의 형상, 입도분포 및 평균입도를 측정하였다. 그리하여 에멀전 증발법에 의한 미세한 산화 텅스텐 분말을 제조하는 공업적 기초 자료를 얻고자 한다.

2. 실험장치 및 방법

2.1. 실험 공정도

Fig. 1은 본 실험의 전 과정을 나타낸 공정도이다.

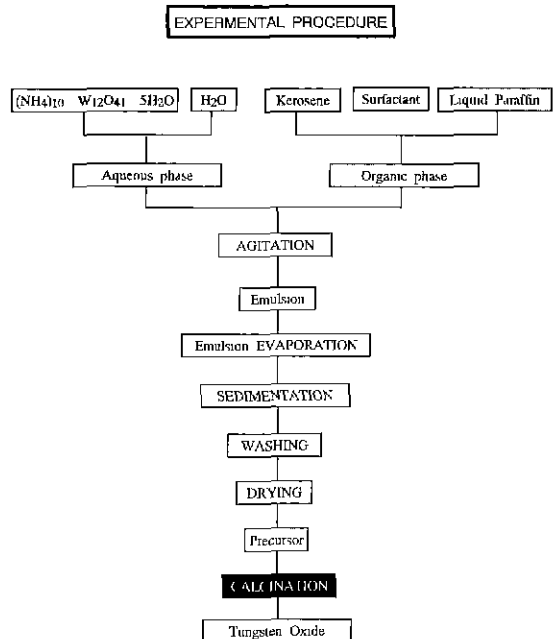


Fig. 1. The flow chart of experimental procedure.

Table 1. Standard Experimental Condition

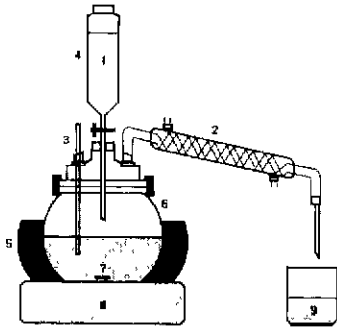
Emulsion type	W/O type emulsion
HLB value	4.3
Span 80 concentration in organic phase	8 vol.%
Tungsten ion concentration in aqueous phase	10 g/l W
Vor/Vaq ratio	1.2
Stirring speed in making emulsion	5000 rpm

2.2. 에멀전(W/O type) 제조

시약급 암모늄 파라텅스레이트($(NH_4)_{10}W_{12}O_{41} \cdot 5H_2O$)를 증류수에 잘 용해시켜 10 g/l 텅스텐 용액을 만들고, 유기상은 등유(kerosene), 계면활성제(Span 80), 액막 강화제(liquid paraffin)를 일정비율로 혼합하여 제조하였다. W/O형의 에멀전을 만들기 위해 유기상을 교반기에서 고속으로 교반하면서, 텅스텐 용액을 피펫으로 천천히 유기상속으로 주입하였다(O/W type 에멀전 제조시에는 반대로 액상속에 유기상을 주입하였고, 유기상에 추출제를 첨가하였다.). 이때 교반시간은 20분이었다. 에멀전 제조시의 표준조건은 Table 1과 같다.

2.3. 에멀전 증발(emulsion evaporation) 실험 및 분말 제조

에멀전 증발 실험장치는 Fig. 2와 같으며, 1 l 용량의 둥근 반응조에 500 ml 정도의 시약급 등유를 넣은 후,



- 1. emulsion
- 2. condenser
- 3. thermo-meter
- 4. separate funnel
- 5. heating mantle
- 6. oil bath
- 7. magnetic bar
- 8. magnetic stirrer
- 9. condensed petroleum+water

Fig. 2. Experimental apparatus.

heating mantle로써 150~160°C 온도로 유지하면서, 위의 방법으로 제조한 에멀전을 기름욕(oil bath)내로 떨어뜨려 증발시켰다. 이때 에멀전을 떨어뜨리는 속도는 1~2 ml/min 정도로 하였다. 또한, 실험도중 텅스텐 침전물(precursor)의 응집을 방지하기 위하여 자기 교반기를 이용하여 교반시켰다. 반응조내의 압력을 조절하고 증발된 물질(기름+물)을 응축냉각시켜 회수하기 위해 응축기를 사용하였다. 반응조내 침전된 침전물은 등유와 분리하고, 잔류등유성분을 제거하기 위하여 TCE (trichloroethylene)로 여러번 초음파 세척한 후, 150°C로 유지된 oven내에서 12시간 정도 건조하여 침전물(precursor) 분말을 얻었다.

건조된 precursor 분말은 furnace내에서 350°C에서 1시간, 2차로 650°C에서 2시간 정도 하소하여 최종 목적물인 노란색의 WO₃ 분말을 제조하였다.

Precursor로부터 tungsten oxide(WO₃) powder를 제조하기 위한 하소온도를 결정하기 위하여 TGA 분석(SETARAM. 16-1750)을 하였으며, X-ray 회절분석(Rigaku. Ru-200B)을 통하여 온도에 따른 분말의 결정상을 분석하였다. 또한 SEM(JEOL. JXA-8600SX)을 이용하여 하소 전·후의 분말의 형상 및 응집정도를 관찰하였고, 분말의 입도분포 및 평균입도를 알아보기 위하여, SEM 사진을 Image analyzer(BumMI Universe. BMI plus)를 통하여 분석하는 방법을 사용하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1. 중량열분석(Thermogravimetric Analysis)

표준조건 실험시 얻은 precursor를 중량열분석(TGA)기로 분석한 결과를 Fig. 3에 나타냈다. Fig. 3에

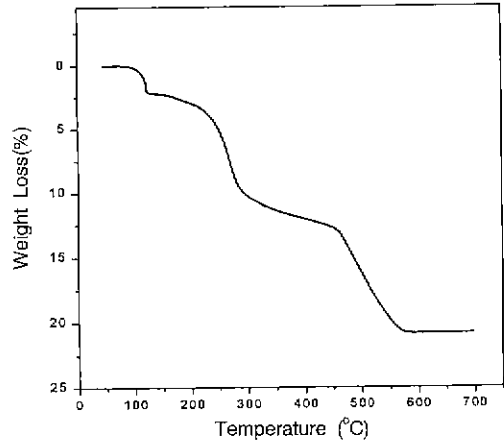


Fig. 3. TGA curve of the precursor.

나타낸 것과 같이 100°C 부근, 250~300°C, 그리고 450~550°C에서 뚜렷한 중량의 감소를 보이고 있다. 100°C 부근에서의 중량감소는 수분의 증발로 인한 것으로 생각되며, 250~300°C에서의 중량감소는 잔류하는 기름성분의 증발로 인한 것으로 생각된다. 그리고, 450~600°C에서의 중량감소는 APT가 분해하여 WO₃로 변화함으로써 나타나는 것으로 생각된다. 실제로 650°C에서 하소한 뒤 분말의 색깔이 노란색으로써 WO₃의 전형적인 색깔을 띠었다. 그리고 700°C까지 더 이상의 중량감소는 보이지 않았다. 이를 바탕으로 하소를 1차적으로 350°C에서 1시간 정도 한 뒤, 2차로 650°C에서 2시간 정도 행하여 노란색의 WO₃ 분말을 얻을 수 있었다.

3.2. X-ray 회절 분석

표준조건 실험시 얻은 precursor 분말과 이를 350°C, 650°C에서 각각 하소한 분말을 X-ray 회절분석을 한 결과는 Fig. 4(a), (b), (c)와 같다. Fig. 4(a)는 precursor 분말에 대한 것으로 생성물이 뚜렷한 peak를 보이지 않는 비정질의 형태를 띠었다. Fig. 4(b)는 350°C에서 1차 하소한 뒤의 peak로써 역시 비정질의 형태를 띠었다. 350°C 하소후의 분말은 외관상 precursor 분말과 별다른 색깔의 차이를 보이지 않았다. Fig. 4(c)는 650°C에서 2차 하소한 뒤의 peak로써 전형적인 WO₃의 peak를 보이고 있다.

3.3. 분말의 평균입도 및 입도분포 분석

3.3.1. O/W형 에멀전과 W/O형 에멀전의 비교

O/W형은 연속상이 수상이고, 내부의 미세액적상은 유기상이다. O/W형 에멀전의 제조시 외부 수상에서 내부의 미세한 유기상으로 텅스텐 이온을 추출할 필요가 있으므로, 추출제인 Alamine 336(10 vol.%)을 유기상에

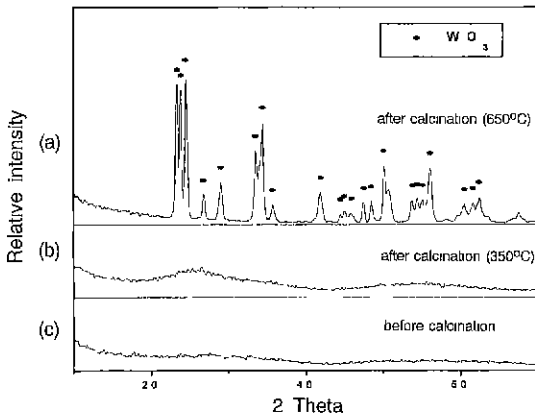


Fig. 4. X-ray diffraction patterns of (a) precursors dried at 150°C, (b) powders calcinated at 350°C and (c) powders calcinated at 650°C.

철가하였다. 또한 O/W형 에멀전을 제조하기 위해 요구되는 HLB값을 조절하기 위해, 계면활성제로서 Tween 60(HLB=14.9)과 Span 80(HLB=4.3)을 적당량 혼합하

여 HLB값을 12로 조절하였고, 이 계면활성제 농도는 유기상의 10 vol.%였다. W/O형의 경우, HLB값이 4.3인 Span 80의 농도는 유기상의 8 vol.%로 사용하였다. W/O형의 경우에는 내부 미세액적속에 텅스텐 이온이 함유된 암모니아 용액을 사용하여 유기상은 추출제인 Alamine 336을 포함시키지 않았다.

Fig. 5(a), (b)는 각각 O/W형과 W/O형의 하소된 만들어진 WO₃ 분말의 사진이다. 사진에서 알 수 있듯이 O/W형의 경우 응집도가 상당히 크다. 이는 O/W형의 경우에는 계면활성제의 점성도가 매우 높아 기름성분의 세척이 잘 되지 않을뿐더러 높은 점성도로 인해서 발생된 응집이라고 보여진다.

Fig. 6(a), (b), (c)는 각각의 에멀전 형에 따른 입도 분포 및 평균입도를 보여주고 있다. O/W형의 경우, 분말의 분포는 W/O형의 경우보다 좁은 분포를 보여주었지만, 둘다 대부분의 분말들이 약 0.5μm를 중심으로 분포되었고 평균입도의 차이가 거의 없는 걸로 봐서는 결국 응집도가 적은 W/O형이 더욱 나은 결과임을 알 수 있다. 분말의 범위가 비교적 좁은 것은 점성도가 커서

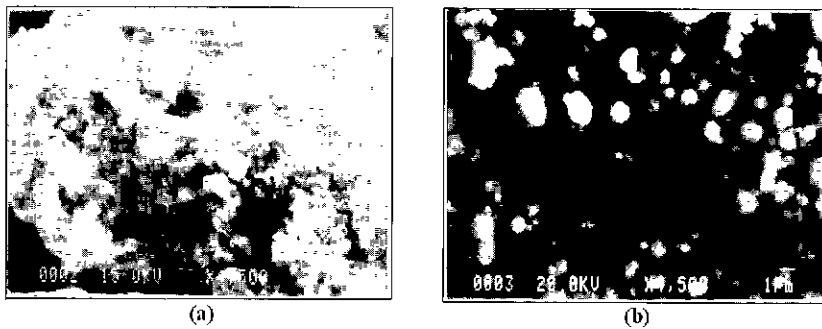


Fig. 5. Scanning electron micrograph of tungsten oxide powders derived from evaporation of (a) O/W type emulsion and (b) W/O type emulsion (Standard experimental condition).

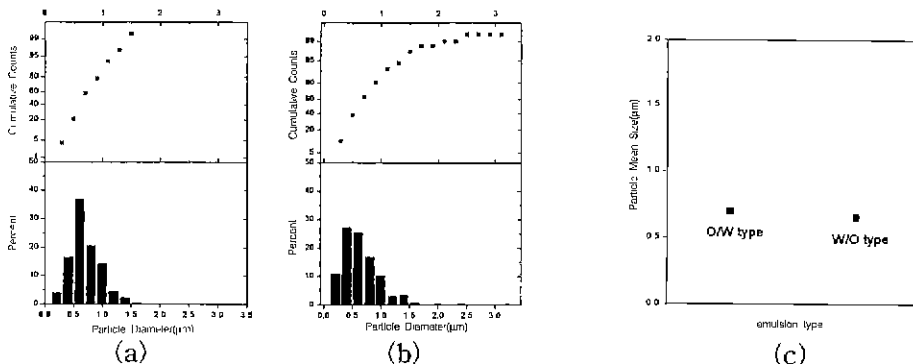


Fig. 6. Particle size distribution and mean particle size of tungsten oxide powders derived from evaporation of (a) O/W type emulsion, (b) W/O type emulsion and (c) mean particle size (Standard experimental condition).

에멀전이 합일하여 팽창하는 일이 더욱 적었기 때문인 것으로 생각된다. 따라서 앞으로의 실험은 W/O형에 대해서만 행하였다.

3.3.2. HLB 값의 변화에 따른 영향

W/O형 에멀전의 경우 HLB값의 범위는 대략 2~6 정도이다. 따라서 이 범위의 값들에 대하여 분말의 입도분포와 평균입도의 변화를 알아보았다. 계면활성제로써 HLB 값이 1.8인 Span 85, 4.3인 Span 80 및 Span 20 (HLB=8.6)과 Span 80을 혼합하여 만든 HLB 값이 6.0인 것을 사용했다.

Fig. 7(a), (b), (c), (d)는 HLB값이 증가함에 따른 입도분포와 평균입도를 나타냈다. HLB값이 증가함에 따라 평균입도는 직선적으로 감소하고 있으며, 입도분포 곡선도 점점 좁은 범위를 나타내고 있어, 보다 균일하고 미세한 분말의 제조가 가능함을 알 수 있었다. 하지만, Fig. 8에서 보듯이 분말의 형상에서는 HLB값이 6.0의 경우, 점성도가 상대적으로 높기 때문에 비교적 많은 응집상태를 보여서, 약간의 입도 차이를 감수한다면 HLB값이 4.3인 Span 80이 계면활성제로 사용하는데 적당할 것으로 생각된다.

3.3.3. SPAN 80 농도 변화에 따른 영향

에멀전 증발실험을 하기 전에 Span 80 함량에 따른 에멀전의 안정성 실험을 행하였는데, 유기상내 Span 80 함량이 5 vol.%의 경우는 한시간 정도 지나면 물과 기름의 분리가 일어났고, 6 vol.%에서는 24시간, 7 vol.% 이상에서는 48시간 이상의 에멀전 지속성을 보였다. 따라서, 이의 결과를 토대로 6 vol.% 이상의 경우에 대해서 고려하였다.

에멀전 제조시 첨가되는 계면활성제인 Span 80의 농도를 유기상에 대한 부피비 6, 8, 10 vol.%로 변화시키면서 실험하였다. 이에 대한 분석결과를 Fig. 9에 나타내었다.

Fig. 9(a), (b), (c), (d)는 Span 80의 농도 변화에 따른 분말의 입도분포와 평균입도를 나타냈다. 6 vol.%일 때 입도분포가 가장 넓고, 그 다음이 10 vol.%, 그리고 8 vol.%일 때 가장 좁았다. 이는 일반적으로 Span 80의 농도가 증가함에 따라 계면 장력을 감소시켜 에멀전 내부 droplet size를 감소시키고, 또한 에멀전의 안정성도 증가시켜⁸⁹⁾ 에멀전 내부 droplet의 합체를 방지하여 분말의 입도 및 입도 분포를 개선하는 효과가 있기 때문이다.

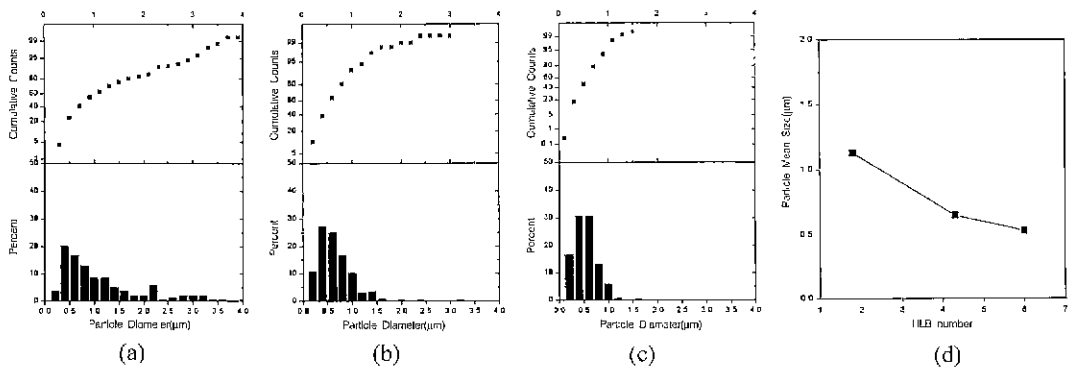


Fig. 7. Particle size distribution and mean particle size of tungsten oxide powders as a function of HLB value : (a) 1.8, (b) 4.3, (c) 6.0 and (d) mean particle size (Standard experimental condition).

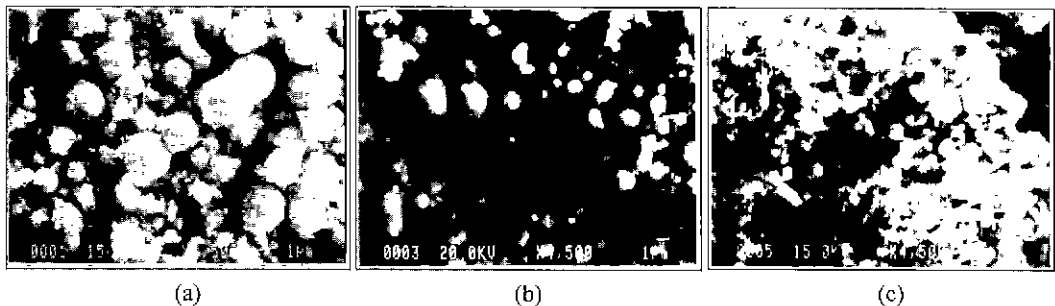


Fig. 8. Scanning electron micrograph of tungsten oxide powders derived from evaporation of W/O type emulsion as HLB value : (a) 1.8, (b) 4.3 and (c) 6.0 (Standard experimental condition).

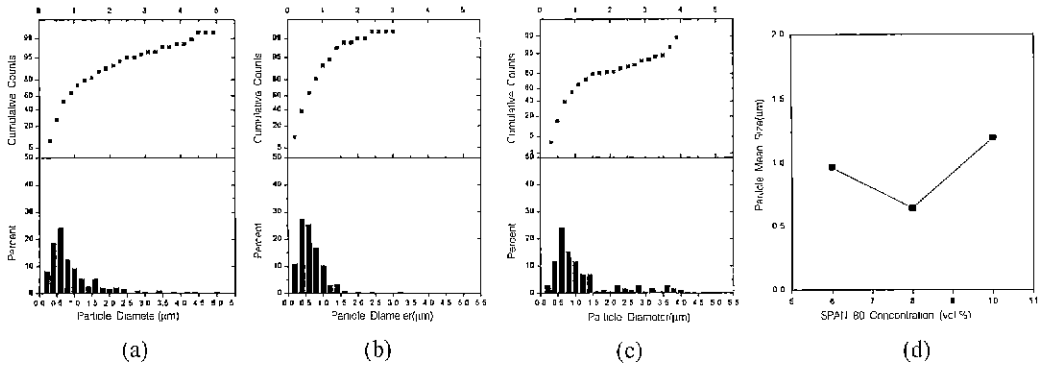


Fig. 9. Particle size distribution and mean particle size of tungsten oxide powders as a function of Span 80 concentration : (a) 6 vol.%, (b) 8 vol.%, (c) 10 vol.% in organic phase and (d) mean particle size (Standard experimental condition).

하지만, 8%를 넘어가면 오히려 평균입도나, 입도분포의 범위도 커진다. 실제로 계면활성제는 어느 일정 농도 즉, critical micelle 농도이상에서는 더 이상 계면장력의 감소를 가져오지 않게 되며¹⁰⁾ 따라서 더 이상의 계면활성제로서의 효과가 없는데다가 점성도만 필요 이상으로 높아져 입도 개선에 역효과를 가져온 것으로 생각된다.

3.3.4. 텅스텐 이온 농도변화에 따른 영향

수용액상의 텅스텐 이온 농도 변화에 따른 영향을 알아보기 위해 텅스텐 이온 농도를 5, 10, 15 g/l로 변화시키면서 실험하였다. 실험결과 얻어진 분석결과는 다음과 같다.

Fig. 10(a), (b), (c), (d)는 수상농도 변화에 따른 분말의 입도분포와 평균입도를 나타낸 그래프인데, 5 g/l 일 때 입도분포 범위가 가장 좁았고, 15 g/l 때 가장 넓었다. 그림(d)에서는 산화텅스텐 분말의 평균입도를 나타낸 것으로 텅스텐 농도 증가에 따라 분말의 평균입도가 0.45 μm에서 0.96 μm로 거의 직선적으로 증가함

을 알 수 있다. 이는 텅스텐 이온 농도가 클수록 점성이 커져서 에멀전내의 수용액상 액적의 크기가 커진 것으로 사려된다.

3.3.5. 에멀전 제조시 교반속도 변화에 따른 영향

텅스텐 함유용액과 유기상을 혼합하여 에멀전을 제조할 경우, 교반속도를 3000, 5000, 7000 rpm으로 변화시키면서 실험한 결과를 Fig. 11과 Fig. 12에 나타내었다.

Fig. 11(d)에 나타낸 것과 같이, 에멀전 제조시 교반속도가 증가함에 따라 분말의 평균입도는 3000, 5000 rpm에서는 1.19 μm에서 0.65 μm로 크게 낮아졌지만, 7000 rpm에서는 더 이상 입도 감소가 없었다. 즉, 5000 rpm 이상에서는 교반속도에 그다지 영향을 받지 않는 것으로 나왔다. 실제로 Son 등의 연구 결과¹¹⁾를 보면, 교반속도에 따른 산화 코발트분말의 평균입도가 4000, 6000, 8000 rpm에서 거의 일정한 값을 보이는 것과 일치한다. 또한, Fig. 11(a), (b), (c)에 나타낸 것과 같이 분말의 입도분포는 다른 양상을 보이는데 3000 rpm에서는 넓은 범위의 분포를 보인 반면 5000 rpm과 7000

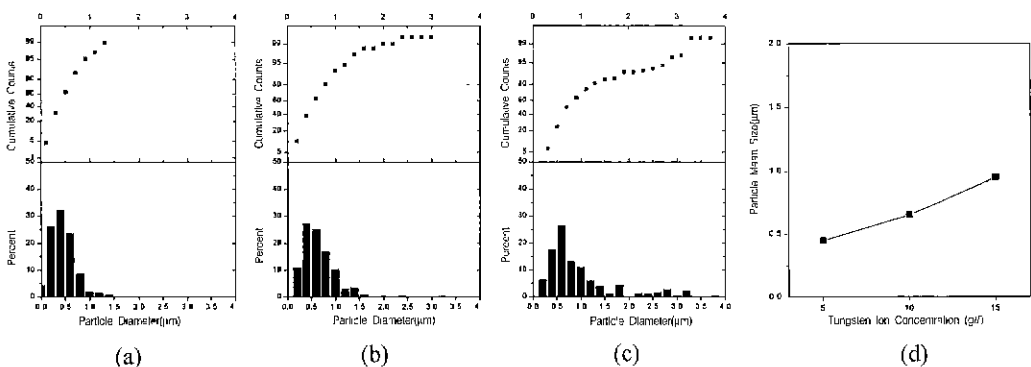


Fig. 10. Particle size distribution and mean particle size of tungsten oxide powders as a function of tungsten ion concentration : (a) 5 g/l, (b) 10 g/l, (c) 15 g/l and (d) mean particle size (Standard experimental condition).

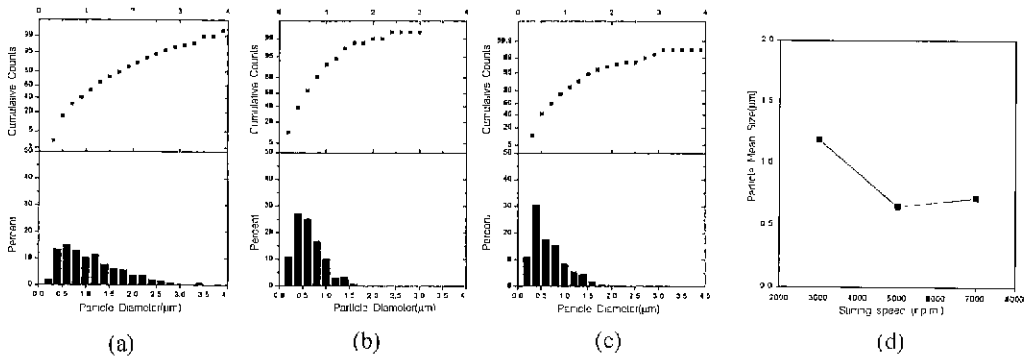


Fig. 11. Particle size distribution and mean particle size of tungsten oxide powders as a function of stirring speed (rpm) : (a) 3000, (b) 5000, (c) 7000 and (d) mean particle size (Standard experimental condition).

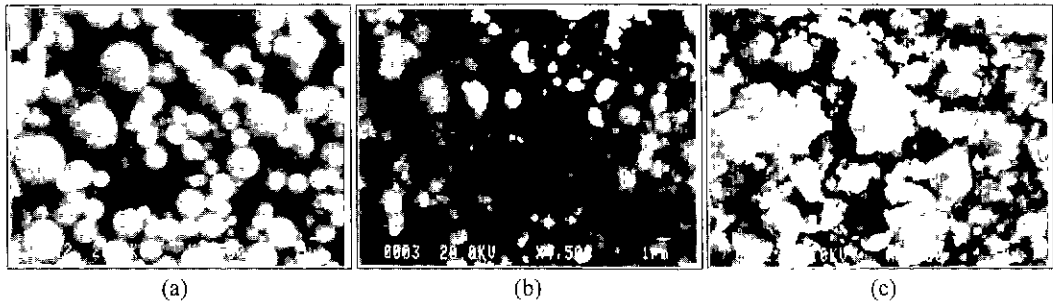


Fig. 12. Scanning electron micrograph of tungsten oxide powders derived from evaporation of W/O type emulsion : (a) 3000 rpm, (b) 5000 rpm and (c) 7000 rpm stirring speed (Standard experimental condition).

rpm에서는 약 0.5 μm를 중심으로 한 분말입도를 보여 주고 있다.

Fig. 12(a), (b), (c)는 각각 3000 rpm, 5000 rpm, 7000 rpm의 교반속도로 에멀전을 제조하여 증발실험을 행한 뒤 이를 하소하여 만들어진 WO₃ 분말의 사진이다. 사진에서 보여주듯이 분말의 형상관찰에서는 3000 rpm이 가장 둥글고 응집이 거의 없는 것으로 관찰되었고, 7000 rpm에서는 상당한 응집도를 보였고, 모양자체도 구형을 띠는 것이 적었다. 이와 같은 결과는 에멀전 제조시 교반속도가 증가할수록 이에 따른 난류에너지에 의해서 에멀전의 내부액적의 크기는 감소하지만, 크기 감소에따른 계면에너지의 증가로, 에멀전의 안정화를 감소시켜 응집도가 증가했기 때문으로 생각된다. 결과적으로, 3000 rpm에서는 분말형상이 매우 좋고 입도분포가 넓은 반면, 7000 rpm에서는 입도 분포는 균일했지만 분말의 응집도가 매우 컸다.

3.4. 하소 전 · 후를 중심으로 한 SEM 관찰

표준조건에서 얻어진 precursor와 하소 후의 WO₃ 분말과 에멀전 제조시 교반속도 3000 rpm에서 제조된

precursor와 하소 후의 WO₃ 분말의 SEM 사진을 Fig. 13(a), (b), (c), (d)에 나타내었다.

하소 전에는 잔류 유기성분으로 인하여 분말끼리의 약간의 응집을 보이고, 표면의 기름성분으로 인하여 분말크기도 크다. 하지만 하소의 과정을 거치면 분말을 둘러싸고 있는 잔류기름성분의 증발로 인하여 분말의 모양은 큰 차이가 없지만 분말의 크기는 어느 정도 줄어들었음을 알 수 있다.

4. 결 론

에멀전 증발법에 의한 산화 텨스텐 분말의 제조 및 그 특성 실험을 통하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 텨스텐 이온이 함유된 에멀전을 150~160°C의 등유 욕내에 떨어뜨려 증발시킨 후, 650°C에서 하소시킴으로써 구형의 미세한 WO₃ 분말을 제조할 수 있었고 제조된 산화 텨스텐은 크기가 평균 0.5 μm의 미세한 분말이었다.
2. W/O형 에멀전으로 제조된 WO₃는 O/W형의 것보다 WO₃ 입자들의 응집도가 작았다.
3. 계면활성제의 HLB값이 증가할수록, 에멀전 중의

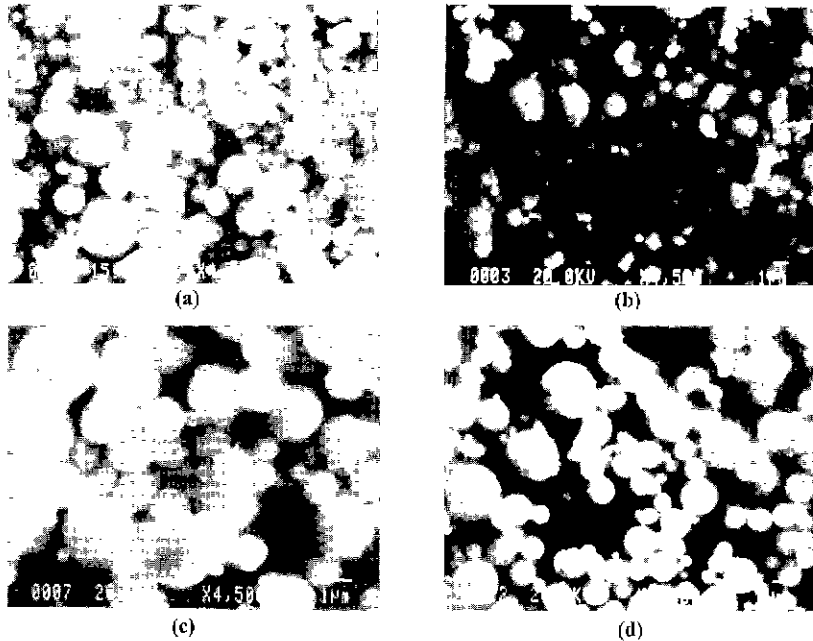


Fig. 13. Scanning electron micrograph of tungsten oxide powders derived from evaporation of W/O type emulsion : (a) Precursor, (b) WO_3 powders obtained at 5000 rpm; (c) Precursor and (d) WO_3 powders obtained at 3000 rpm (Standard experimental condition).

텅스텐 이온의 농도가 감소할수록 평균입도가 작아지고, 입도분포는 좁아졌으며, WO_3 입자들의 응집도는 증가하였다. 또한 계면활성제로 사용한 Span 80(HLB 4.3)의 농도는 8 vol.%가 적당했다.

5. 에멀전 제조시 교반속도가 3000 rpm일 때보다 5000 rpm일 때 분말의 평균입도가 작았으나 그 이상 교반속도를 증가해도 입도는 작아지지 않으며 또한 분말의 형상은 3000 rpm일 때가 가장 좋은 구형을 나타내었다.

감사의 글

본 논문은 1996년도 교육부 학술연구조성비(신소재 N-96-33-0031)에 의해 수행된 연구결과의 일부로 이에 감사드립니다.

REFERENCES

1. N.N. Li, Recent Development in Separation Science, Vol. VI, CRC. Press, 1981.
2. J.W. Ahn, M.S. Lee and E.C. Lee. "Extraction of cobalt(II) with Liquid Surfactant Membrane Containing D2EHPA from Sulfate Solution," *J. of Korean Inst. of Metals*, **28**(1). 32-39 (1990).
3. P. Reynen, H. Bastius and M. Fiedler, "The Use of Emulsion in the Preparation of Ceramic Powders, in Ceramic Powder," pp 499-504, Ed. by P. Vincenzini, Elsevier, Amsterdam, 1983.
4. Kerry Richardson and Mufit Akinc, "Preparation of Spherical Yttrium Oxide Powders Using Emulsion Evaporation," *Ceramics International*, **13**, 253-261 (1987).
5. S.H. Son, J.W. Ahn and E.C. Lee, "A Study on the preparation of Cobalt Oxide Powders by the Emulsion Evaporation Technique." *J. of the Korean Ceramic Society*, **30**(5), 411-419 (1993).
6. Yoshiko Nakahara, Massaki Mizuguchi and ken-Ichi Miyata, "Effects of Surfactants on $CaCO_3$ Spheres Prepared by Interfacial Resction Method," *J. of Colloid and interface Science*, **68**(3), 401-407 (1979).
7. S. Jang and W. Yoon, "A Study on the Fabrication of Metallic Powders by Centrifugal Emulsification Process," *J. of the Korean Inst. of Met. & Mater.*, **31**(12), 1548-1555 (1993).
8. 국윤환, 이정문, 조순채, "계면활성제," pp. 115-124, 대광서림, 1983.
9. D.J. SHAW, Introduction to Colloid and Surface Chemistry, 2nd ed., pp. 206-211, Butterworths, 1970
10. C.A. Miller and P. Neogi, "Interfacial Phenomena: Equilibrium and Dynamic Effects," pp. 140-155, Surfactant Science Series, Vol 17, 1985.