

폴리올법에 의한 니켈분말 합성(II) - 첨가제의 영향  
 Synthesis of Nickel Powders by Polyol Process(II)  
 - Effect of additives

이자현, 김동진, 정현생, \*우상덕  
 한국자원연구소, \*강원대학교

### 1. 서론

최근에 비약적으로 발전한 초전도 재료, 비정질 합금, 기계적 합금(mechanical alloying), nano-composite 재료 등 우수한 물성과 기능성이 요구되는 재료에는 대부분 미립분말이 사용되고 있으며 전자공업의 발전에 따라 전도성 잉크, paste 그리고 전기재료 접착제의 원료로서 사용되는 마이크론 단위의 금속 및 귀금속분말의 양이 급증하고 있다. 특히 균질한 형태, 좁은 입도분포 그리고 고순도의 미립 금속분말은 표면적과 반응성이 우수하기 때문에 전기접점 재료, 전자파 차폐재료, 초경공구재료, 자성재료, 촉매 등의 모원료 분말로 활용도가 매우 높은 실정이다.

따라서 본 연구에서는 미립 금속분말의 국산화와 우수한 물성을 갖는 초미립 금속분말 제조기술을 확립하고자 하였다.

### 2. 실험방법

니켈분말의 합성을 위한 출발물질로는 시약급의  $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , 용매인 폴리올로는 EG(ethylene glycol)를 그리고 첨가제로  $\text{AgNO}_3$ ,  $\text{PdCl}_2$  및 PVP를 사용하였다. 반응기는 500 ml 용량의 4구 플라스크를 사용하였고 온도조절기가 부착된 가열기에서 교반을 시키며 반응시켰다. 우선 출발물질인 니켈화합물을 폴리올에 용해시킨 후  $\text{AgNO}_3$ ,  $\text{PdCl}_2$  및 PVP의 첨가량을 변화시키며 니켈분말의 환원반응에 미치는 영향을 조사하였으며 X-선 회절분석기(XRD), 적외선 분광기(FT-IR), 입도분석기, 및 주사전자현미경(SEM)을 사용하여 합성된 니켈분말의 물리적 특성을 조사하였다.

### 3. 결과

- ① 모원료인  $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 로부터 니켈분말 합성시  $\text{AgNO}_3$  농도가 증가하면 미반응된  $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 가 나타났다.
- ②  $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 로부터 니켈분말 합성시  $\text{PdCl}_2$  농도에 상관없이 니켈분말이 합성되었으나  $\text{PdCl}_2$ 의 농도가 증가하면 입자간 응집현상이 일어났다.
- ③ 분산제로 PVP를 첨가하였을 때 분산효과를 볼 수 있었고, 입자크기 또한 감소하였다.
- ④ 첨가제를 사용한 니켈 분말의 환원에서  $\text{AgNO}_3$ 보다는  $\text{PdCl}_2$ 를 첨가하였을 때 입자의 형상 및 크기 제어가 보다 효과적이었다.

### 4. 참고문헌

- [1] E. Matijevic, Chem. Mater., 1993, 5, 412-426
- [2] Yu Kening, Hu Siqiang, Mao Minghua et al, Chinese J. of Materials Research, 1995, 9, 223
- [3] S. Le Bihan, M. Figlarz, Thermochimica Acta, 1973, 6, 319-326
- [4] M. Figlarz, F. Fievet and J. P. Lagier US patent No. 4539041
- [5] D.V. Goia, New J. Chem., 1998, 1203-1215