

황산코발트로부터 수소환원법에 의한 Co 분말의 제조
(Preparation of Co Powder from Cobalt Sulfate by Hydrogen Reduction)

안중재, 배장호, 이종현*, 원창환

충남대학교 금속공학과

*충남대학교 금속응고 신소재 연구소

1. 서론

코발트는 초경합금의 점결제, 특수강, 자성재료 등에 필수소재로 사용되고 있으며, 수요량이 매우 많은 금속이다. 현재 코발트 분말을 제조하는 제법으로써는 환원로에서 수소가스를 이용하여 제조하는 고상법이 널리 이용되고 있는 실정이다. 그러나 이 방법은 환원로의 온도를 고온으로 유지시켜야하고 수소가스를 계속적으로 취입해야하는 단점이 있다. 본 연구에서는 고상법의 단점을 보완하고자 습식법을 이용하여 저가의 황산코발트로부터 수소환원법에 의한 고순도의 코발트 분말을 제조하는 공정을 수행하였다. 습식법은 고상법과 같은 건식법에 비해 불순물의 혼입이 적고, 비교적 저온에서 고순도의 분말을 환원시킬 수 있는 장점이 있다. 따라서 본 연구에서는 수열합성법에 이용되는 수열합성 반응기를 이용하여 황산코발트 수용액의 용해도와 환원반응을 일으킬 수 있는 이온화를 최대화 시킨 후 수소가스를 취입하여 코발트 분말을 석출시키는 제조공정을 수행하였다. 본 연구에서는 반응 몰비, 반응 온도 및 유지시간, 교반속도, 반응 용액의 pH, 첨가 seed의 양, 등의 반응변수들을 심도 있게 조사하여 분말의 입자크기 및 형태, 순도 등을 제어함으로써 보다 우수한 코발트 분말이 제조되는데 기반이 되고자 한다.

2. 실험방법

본 실험에 사용된 출발원료는 $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 이며, pH 조절제로는 NH_4OH 가 사용되었다. 반응은 자체 제작된 autoclave 속에서 반응 온도, 유지시간, 교반 속도, 등의 변수를 이용하여 실험하였다. 제조된 분말은 XRD를 이용하여 결정구조를 분석하였으며, 주사전자현미경(SEM)을 이용하여 입자크기 및 형상 등을 관찰하였다. 또한 분말의 순도는 ICP-AES에 의한 화학분석을 통하여 구하였다.

3. 결과 및 고찰

본 연구를 통하여 얻어진 분말의 특성평가 결과는 다음과 같다.

- 1) 반응 몰비에 따른 영향을 살펴본 결과 NH_3/Co 의 몰비가 2일 때 황산코발트로부터 환원되는 코발트 분말의 환원률이 가장 좋았다.
- 2) pH 조절제에 따른 경향을 살펴본 결과 NH_4OH 를 첨가하여 pH가 8이상의 염기성 분위기에서 환원이 가장 잘 일어났음을 XRD 및 SEM 분석결과로 알 수 있었다.
- 3) 반응 온도 및 유지시간에 따른 경향을 살펴본 결과 반응 온도는 200℃, 유지시간 2hr 이 가장 우수한 결과를 나타내었다.
- 4) 교반 속도는 470rpm이상에서 가장 좋은 결과를 얻을 수 있었으며 그 이상의 교반 속도에서는 변화가 거의 없었다.
- 5) 최적의 반응 변수를 이용하여 제조된 코발트 분말을 분석한 결과 입형은 판상 이었으며, 분말의 size 또한 상용분말보다 크게 형성되었다. 최고의 환원율은 80%로 나타났다.