

균질계 반응에 의한 니켈 분말의 합성 연구 (The study of synthesis on nickel powder in homogeneous system)

한국지질자원연구원 우상덕, 김동진, 정현생

1. 서론

좁은 입도 분포와 고순도를 유지하고 있는 미립($0.5 \sim 2 \mu\text{m}$ 이하) 금속 분말은 표면적과 반응성이 급격히 증가하기 때문에 첨단산업 분야에서 전자재료용 도전성 잉크나 페이스트, 초경공구재료, 자성재료, 자성유체, 촉매 및 연료 전지 등의 모원료로 널리 사용되고 있다.

이러한 금속 분말의 제조법에는 주로 화학적 방법, 물리적 방법, 전기·화학적 방법, 열분해법 등이 있으나 분말의 물리·화학적 특성을 고려하여 적합한 제조방법을 택하고 있다.

본 연구에서는 분말의 입도와 형상 제어가 용이하며 순도가 높은 단분산 미립 분말을 합성할 수 있는 Polyol법을 이용하여 균질계 반응하에서 니켈 분말을 합성하였으며, 합성된 분말의 물리적·화학적 특성을 관찰하였다.

2. 실험방법

니켈 분말의 합성을 위한 출발물질로는 시약급 $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 를 사용하였고, 폴리올로는 ethylene glycol을 사용하였다. 니켈분말의 응집을 막아주기 위하여 분산제 PVP(Polyvinylpyrrolidone)를 첨가하였다. 반응기는 500ml 용량의 사구 플라스크를 사용하였고 온도조절기가 부착된 가열기에서 교반을 시키며 반응시켰다. 우선 출발물질인 니켈화합물을 폴리올에 용해시킨 후 PVP 일정량을 첨가하여 반응시켰다. AAS, XRD, FT-IR, PSA 및 SEM을 사용하여 합성된 니켈분말의 특성을 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

- 니켈의 환원 거동을 조사한 결과 190°C 부터 환원이 시작되었으며, 반응시간 60분 이내에서 니켈 분말의 환원은 거의 완료되었다.
- 분산제(PVP)를 첨가하여 분산성을 관찰한 결과 $\text{PVP}/\text{Ni}(\text{Ac})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ weight ratio = 2 이하인 조건에서 $\text{PVP}/\text{Ni}(\text{Ac})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ weight ratio가 증가할수록 니켈 분말의 입자크기는 감소하였다.
- 균질계 반응하에서 분산제(PVP)를 첨가하여 순도가 높은 단분산 니켈 분말을 합성 할 수 있었다.

4. 참고 문헌

1. M. Figlarz, F. Fievet and J. P. Lagier US patent No. 4539041
2. Yu Kering, Hu Siqiang et al, Chinese J. of Materials Research, 1995, 9, 223
3. S. Le Bihan, M. Figlarz, Thermochemica Acta, 1973, 6, 319-326
4. V. K. LaMer and R. H. Dinegar, J. Am. Chem. Soc. 72 (1950) 4847
5. V. K. LaMer, Ind. Eng. Chem. 44(1952) 1270