

## Ni(OH)<sub>2</sub>로부터 슬러리 환원법을 이용한 미세 Ni 분말 제조

Preparation of fine nickel powder from Ni(OH)<sub>2</sub> by slurry reduction method

신기웅(Gi Wung Shin)<sup>1,2</sup> · 안중관(Jong Gwan Ahn)<sup>1</sup>

박제신(Jae Shin Park)<sup>1</sup> · 김동진(Dong Jin Kim)<sup>1</sup>

<sup>1</sup> 한국지질자원연구원

<sup>2</sup> 대진대학교 신소재공학과(shinqwer@naver.com)

### 1. 서론

미세 니켈 분말은 적층 세라믹 콘덴서(MLCC)에 많이 사용된다. MLCC는 적층 구조가 증가할수록 큰 정전용량을 가지게 된다. MLCC는 니켈분말이 미세할수록 MLCC의 소형화 및 대용량화를 얻을 수 있다.

기존의 미세 니켈 분말 제조방법은 기상반응(CVD)법, 화학반응을 이용한 습식법, 기계적 방법 및 유기용매를 통한 폴리올(polyol)법 등이 있다. 일반적으로 기상반응을 통한 제조법은 제조 분말의 균질성과 고순도의 입자를 제조할 수 있을 뿐만 아니라 입자의 응집을 방지할 수 있으나 생산비용이 높다. 습식법은 균일한 분체를 생산할 수 있고 청정한 분체를 생산할 수 있으며 대용량을 할 수 있다는 장점이 있는 반면 제조 시에 입자의 응집이 강해 입자의 형태를 조절하는 것이 용이하지 않다.

그러므로 본 실험에서는 슬러리 법을 이용하여 균일하면서 미세한 분말을 제조하였다. 제조 방법은 먼저 니켈과 하이드라진을 각각 증류수에 용해하여 혼합하여 생기는 전구체를 NaOH와 혼합하여 니켈을 제조하는 방법이다.

본 실험에서 [Ni<sup>2+</sup>] : [N<sub>2</sub>H<sub>4</sub>]의 비율을 4:1로 하여 니켈 하이드라진 전구체를 얻을 수 있었으며 그 전구체에 NaOH를 혼합함으로써 0.5 μm 이하의 구형의 니켈 분말을 얻을 수 있었다.

### 2. 실험 방법

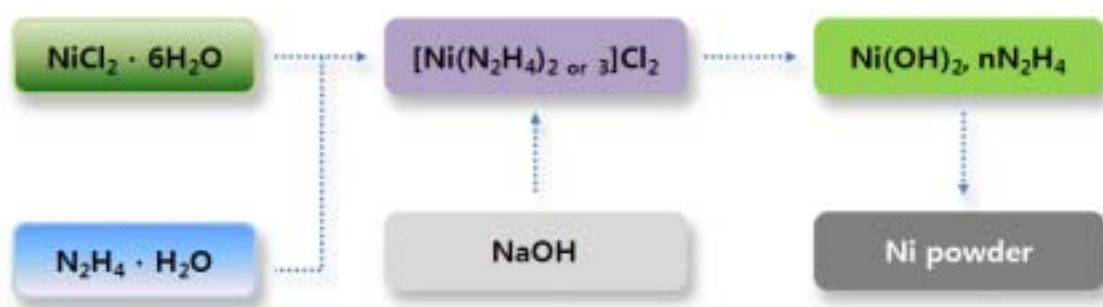


Fig 1. Flow sheet of reduction from nickel-hydrazine complex precursors

본 실험에서는 NiCl<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O (JUNSEI, Japan, 97 %)와 N<sub>2</sub>H<sub>4</sub> · H<sub>2</sub>O (동양, Korea, 80 %) 그리고 NaOH (JUNSEI, Japan, 97 %)를 사용하였다.

실험 방법은 위의 공정도와 같이 먼저 [Ni<sup>2+</sup>] : [N<sub>2</sub>H<sub>4</sub>] 비율로 NiCl<sub>2</sub> · 6H<sub>2</sub>O이 용해되어 있는 비커에 N<sub>2</sub>H<sub>4</sub> · H<sub>2</sub>O를 dropwise법으로 혼합하여 준다. 혼합이 시작하면 침전물이 생성되는데 침전물의 색은 Mole 비에 따라 파랑, 핑크, 보라색의 침전물이 만들어 지게 된다. 반응

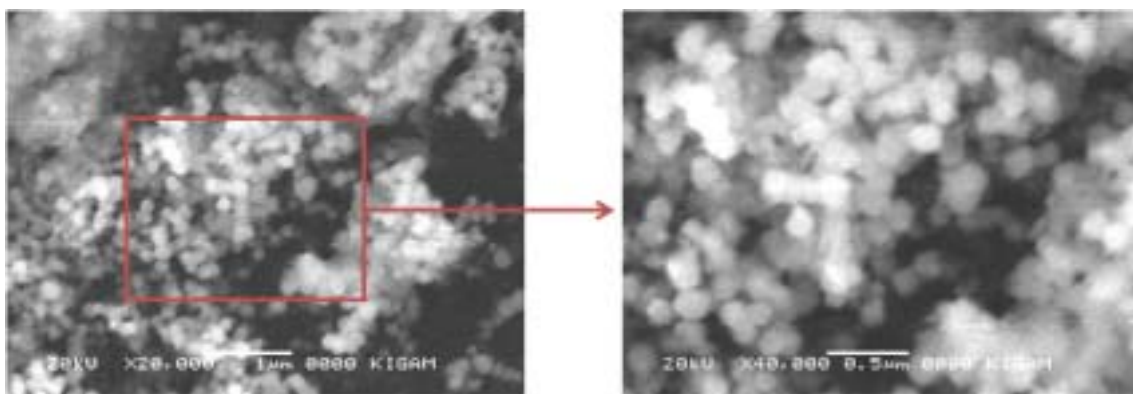
30분 후에 생성된 니켈 하이드라진 전구체(  $[\text{Ni}(\text{N}_2\text{H}_4)_n]\text{Cl}_2$ ,  $n=2, 3$  ) 를 여과하여 증류수로 3회 이상 세척 한 다음  $30^\circ\text{C}$ 에서 8시간 이상 건조하였다.

생성된 전구체는 증류수에 일정농도 용해하여 제조된 전구체 용액과 NaOH용액을  $[\text{Ni}^{2+}]:[\text{NaOH}]$ 의 Mole 비로 혼합하고 NaOH는 dropwise법으로 혼합한다. 반응은 약 3시간 진행한다. 반응 후 만들어진 검은색의 니켈 분말은 여과하여 증류수와 알코올로 3회 이상 세척 후  $80^\circ\text{C}$ 오븐에서 8시간 이상 건조하였다.

실험 결과 측정은 XRD(Philips MPD)와 SEM(JSM-6400)으로 측정하였다.

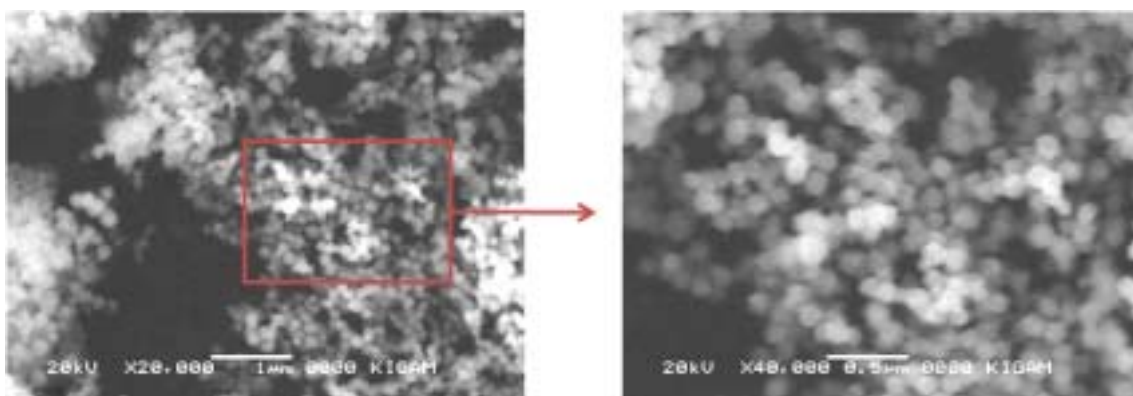
### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1 니켈 하이드라진 혼합물 전구체를 이용한 니켈 분말 제조



**Fig 2.** SEM micrograph of nickel powder from reaction condition of  $[\text{N}_2\text{H}_4] = 1:4$ ,  $[\text{Ni}^{2+}]:[\text{NaOH}] = 1:3$

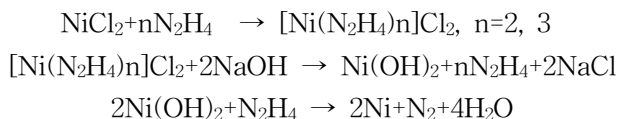
Fig 2 는  $[\text{Ni}^{2+}] : [\text{N}_2\text{H}_4] = 1:4$ ,  $[\text{Ni}^{2+}]:[\text{NaOH}] = 1:3$ 인 조건에서 제조된 Ni 분말의 SEM 사진을 보여준다. Fig 2에서 분말은 약  $0.2\sim 0.3\mu\text{m}$ 의 분말을 얻을 수 있었다.



**Fig 3.** SEM micrograph of nickel powder from reaction condition of  $[\text{N}_2\text{H}_4] = 1:2$ ,  $[\text{Ni}^{2+}]:[\text{NaOH}] = 1:3$ .

Fig 3 는  $[\text{Ni}^{2+}] : [\text{N}_2\text{H}_4] = 1:2$ ,  $[\text{Ni}^{2+}]:[\text{NaOH}] = 1:3$ 인 조건에서 제조된 Ni 분말의 SEM 사진을 보여준다. Fig 2에서 분말은 약 0.2~0.3 $\mu\text{m}$ 의 분말을 얻을 수 있었다. Fig 2와 Fig 3의 분말을 비교해 보면 Fig 2는  $\text{N}_2\text{H}_4$ 의 증가로 응집도가 증가한 것을 볼 수 있고 Fig 3은 Fig 2에 비해 응집이 작은 분말의 상태를 얻을 수 있었다.

위 결과의 반응식은 다음과 같다.



#### 4. 결론

1. 니켈 하이드라진 혼합물 전구체 합성 :  $[\text{Ni}^{2+}] : [\text{N}_2\text{H}_4]$ 의 Mole 비에 따라 결정되며  $[\text{N}_2\text{H}_4]$ 의 양이 상대적으로 많아 질 경우  $[\text{Ni}(\text{N}_2\text{H}_4)_3]\text{Cl}_2$ 의 생성비율이 많아진다.
2.  $[\text{Ni}^{2+}] : [\text{N}_2\text{H}_4]$ 의 1:4의 경우보다 1:2의 경우에 우수한 니켈 분말을 얻을 수 있었다.

#### 참고문헌

- 최은영. 비수용성 용매로부터 MLCC 내부 전극용 미세 니켈 분말의 제조 및 특성연구.부산대학교 대학원, 2005
- 배찬욱. 액상환원법을 이용한 니켈 나노 분말의 제조. 성균관대학교 대학원. 2003
- HUANG Guo-yong, XU Sheng-ming, XU Gang, LI Lin-yan, ZHANG Li-feng. Preparation of fine nickel powders via reduction of nickel hydrazine complex precursors. China. 2008
- 이현규. 전기선폭발법으로 제조된 나노금속분말의 방전플라즈마소결. 울산대학교. 2004.