

## Synthesis of cobalt powder with polyol process

Dong Jin Kim<sup>†</sup>, Hun Saeng Chung, Sang Duck Woo\* and Jae Jang Lee\*

Korea Institute of Geoscience and Mineral Resources, Daejeon 305-350, Korea

\*Department of Geosystem Engineering, Kangwon National University, Chuncheon 200-701, Korea

(Received October 24, 2001)

**Abstract** Fine metal particles of uniform shape, narrow size distribution and high purity are increasingly needed for specific uses in high tech industrial applications. Polyol process for the preparation of monodispersed cobalt powders in micron size is described. In this process an inorganic precursor is reduced in a liquid polyol under controlled conditions. The reducing agent is the polyol itself and reaction parameters such as the reaction temperature, reaction time, addition of protective agent and concentration of the precursor are varied for controlling particles size, shape and agglomeration of the metal particles. An optimum synthesis condition was achieved at E.G./DiE.G. volume ratio 1 : 4, Co(OH)<sub>2</sub>/polyol molar ratio 0.08~0.32, reaction temperature 210°C, PVP/Co(OH)<sub>2</sub> molar ratio 0.4.

**Key words** Polyol, Cobalt powder, Precursor, Reduction, PVP

## 폴리올법을 이용한 미립 코발트 분말 합성

김동진<sup>†</sup>, 정헌생, 우상덕\*, 이재장\*

한국지질자원연구원, 대전, 305-350

\*강원대학교 지구시스템공학과, 춘천, 200-701

(2001년 10월 24일 접수)

**요 약** 균질한 형상, 좁은 입도분포 그리고 순도가 높은 미립 금속분말은 첨단산업분야에서 응용분야가 점차 확대되고 있다. 본 연구에서는 Polyol법을 이용하여 마이크로 크기의 단분산 코발트분말을 합성하였다. Polyol이 환원제 역할을 하였으며 반응온도, 반응시간, 분산제 첨가 및 전구체의 농도 등을 변화시켜 코발트의 입자크기, 형상 그리고 응집현상을 제어하고자 하였다. 최적의 합성조건은 E.G./DiE.G. 부피 비 1 : 4, Co(OH)<sub>2</sub>/polyol 몰 비 0.08~0.32, 반응온도 210°C, PVP/Co(OH)<sub>2</sub> 몰 비 0.4 이었다.

### 1. 서 론

첨단산업의 발달에 따라 고기능성 정밀소재에 대한 수요가 급증하고 있으며 이에 따라 고도로 제어된 물리·화학적 특성을 보유한 미립 금속분말의 개발이 필요한 시점이다. 특히 균질한 형상, 좁은 입도분포 및 고순도를 유지하고 있는 미립(0.5~2 μm 이하) 금속분말은 표면적이 넓고 반응성이 증가하기 때문에 전자재료용 도전성 잉크, 페이스트로 쓰이고 접착제, 초경공구재료, 자성 재료, 자성유체, 촉매 및 연료전지 등의 모원료로 널리 사용되고 있다[1].

특히 초경공구나 고속도강 제조업체에서는 경도가 높은 텅스텐 카바이드와 연성이 뛰어난 코발트 분말(3~17%)을 혼합, 소결함으로써 우수한 절삭공구, 착암공구, 내구성 부품을 생산하고 있다. 이때 코발트 분말의 입자크기와 함량은 최종제품의 물리·화학적 특성에 상당한 영향을 미치며 원료분말의 입도를 제어할 경우 소결된 재료의 기계적 특성을 제어할 수 있다[2]. 따라서 균질한 형태, 좁은 입도분포 그리고 고순도인 코발트 분말 제조법 개발에 많은 연구자의 관심이 집중되고 있다.

현재 금속 분말을 제조하는 방법에는 분사법, 기계적 분쇄법, 환원법, 열분해법, 전해법, 증발 및 응고법 등이 있으며, 1990년대에 유기용매를 환원제로 사용하는 폴리올법이 개발되어 Ag, Ni, Cu, Co 등 다양한 종류의 금속분말을 합성하고 있다[2-5].

<sup>†</sup>Corresponding author

Tel: 82-42-868-3592

Fax: 82-42-861-0850

E-mail: djkim@kigam.re.kr

본 연구에서는 polyol을 용매 및 환원제로,  $\text{Co(OH)}_2$ 를 전구체로 사용하였으며 균질한 형태와 좁은 입도분포, 그리고 고순도의 단분산 마이크론 크기의 코발트분말을 제조하기 위하여 PVP(Polyvinylpyrrolidone)를 분산제로 첨가하였다.

## 2. 실험 방법

미립 코발트 분말제조에 사용한 실험장치의 개략도는 Fig. 1에 나타내었다. 실험장치는 heating mantle, 4-구 플라스크, 열전대, 응축기, 온도계 및 조절기 등으로 구성 되어 있으며, 반응온도는 열전대에 연결된 온도 조절기를 사용하여  $\pm 1^\circ\text{C}$  범위에서 제어하였고 반응 중 교반속도는 속도계가 부착된 교반기를 사용하여 조절하였다.

코발트 분말제조시 전구체로  $\text{Co(OH)}_2$ 를, 그리고 환원제 역할을 하는 polyol로는 E.G.(ethylene glycol) + DiE.G.(diethylene glycol) 혼합물을 사용하였다. 개략적인 실험공정도는 Fig. 2에 나타내었다.

500 ml 용량의 비이커에 일정한 부피 비로 E.G.과 DiE.G.을 혼합한 용액에 전구체  $\{\text{Co(OH)}_2\}$ 와 첨가제(PVP)를 용해시킨 후 반응기에 장입하여 heating mantle에 설치한다. 일정한 속도로 교반시키면서 승온하였다. 반응온도에 도달한 시점을 반응시작시간으로 하였고 반응 종료 후 용액은 교반하면서 상온까지 냉각시킨다. 이세톤 및 에탄올을 사용하여 반응생성물을 여과, 세척하고  $50^\circ\text{C}$ 에서 24시간 이상 건조한 후 무게를 칭량하였다. Polyol의 조성, 전구체 농도, 반응온도, 반응시간, 분산제(PVP) 첨가량 등을 변화시켜

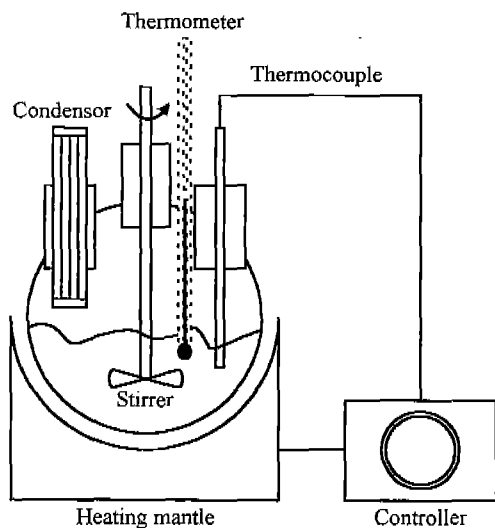


Fig. 1. Schematic diagram of experimental apparatus.

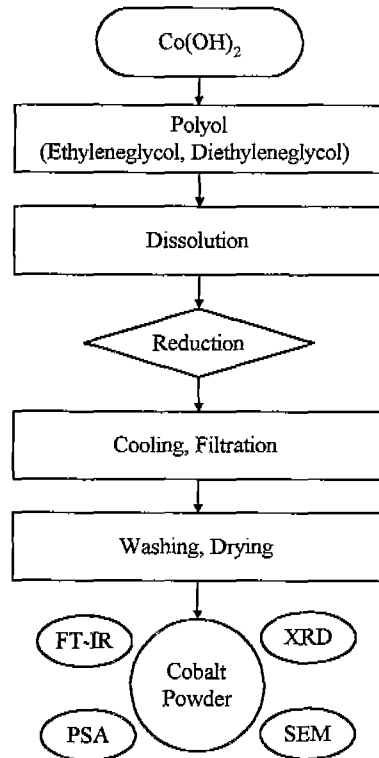


Fig. 2. Experimental procedure.

코발트 환원에 미치는 영향을 관찰하였으며 입도, XRD, SEM 및 FT-IR 분석을 실시하여 반응생성물에 대한 물리·화학적 특성을 조사하였다.

## 3. 실험결과 및 고찰

### 3.1. E.G./DiE.G. 부피 비 변화

Polyol법에 의한 금속분말 합성시 중요한 반응인자인 반응온도는 환원금속의 종류에 따라서 달라진다. 즉 코발트 분말의 경우  $200^\circ\text{C}$  이상의 환원온도가 필요하기 때문에 끓는 점이  $197^\circ\text{C}$ 인 E.G.만을 용매로 사용하여서는 코발트를 용이하게 환원할 수 없다. 일반적으로 고온반응이 필요한 경우 E.G. 보다 끓는 점이 높은 다른 용매를 혼합하여 사용하고 있다. 본 연구에서는 환원제 역할이 가능하고 끓는점이  $245^\circ\text{C}$ 로 매우 높아 E.G.와 일정한 부피 비로 혼합하여 사용하면  $200^\circ\text{C}$  이상의 끓는 점을 얻을 수 있기 때문에 DiE.G.를 혼합용매로 사용하였다.

코발트 환원에 미치는 E.G.와 DiE.G.의 최적 부피 비를 알아보기 위하여 반응시간 2.0 hr, 교반속도 300 rpm,

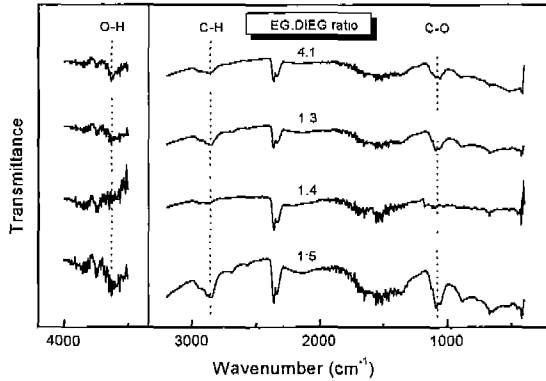


Fig. 3. FT-IR spectra of reaction products obtained at various E.G./DiE.G. volume ratios.

반응온도 210°C,  $\text{Co(OH)}_2$ /polyol 몰 비 0.32인 실험조건에서 E.G./DiE.G. 부피 비를 4:1, 1:3, 1:4, 1:5로 변화시켰다.

Fig. 3은 E.G./DiE.G. 부피 비 변화시 반응산물에 대한 FT-IR 분석결과이다. 그림에서 알 수 있듯이 E.G./DiE.G. 부피 비 4:1, 1:3인 조건에서는 미약한 전구체 피크인 O-H와 중간생성물의 피크인 C-H, C-O가 3600  $\text{cm}^{-1}$ , 2850  $\text{cm}^{-1}$ , 1080  $\text{cm}^{-1}$ 에서 나타나고 있다. E.G./DiE.G. 부피 비 4:1인 실험조건에서는 반응온도를 210°C로 설정하였지만 E.G.의 끓는점이 낮아 실제 반응온도는 203°C까지만 상승하였다. 즉 반응온도가 충분히 높지 않아서 미반응된 전구체와 중간생성물이 존재하며 따라서 약한 O-H, C-H, C-O 피크가 나타나는 것으로 판단된다. 반면 E.G./DiE.G. 부피 비 1:5인 조건에서는 polyol이 끓지 않고 충분히 활성화되지 않았기 때문에 210°C에서 환원반응이 활발히 일어나지 않으며 따라서 반응생성물 중 미반응된 O-H, C-H, C-O 피크가 존재하고 있다. 그러나 E.G./DiE.G. 부피 비 1:4의 조건에서는 반응산물중 O-H, C-H, C-O 피크가 전혀 나타나지 않았다. 이것은 코발트의 환원온도와 polyol의 끓는 온도가 일치하기 때문에 반응산물인 수분은 증발, 제거되고 polyol은 다시 환류되기 때문에 전구체가 코발트 분말로써 완전 환원된 것으로 사료된다[4].

E.G./DiE.G. 부피 비 실험결과를 종합하면 polyol법에 의한 코발트 분말 합성시 최적의 E.G./DiE.G. 부피 비는 1:4임을 알 수 있었으며 이와 같은 결과는 M. Figlarz [5] 등의 연구결과와도 잘 일치하고 있다.

### 3.2. $\text{Co(OH)}_2$ /polyol 몰 비 변화

전구체인  $\text{Co(OH)}_2$ 의 초기 농도가 일정 수준 이상으로 증가하면 용해된 코발트의 농도는 핵생성 농도보다 높은

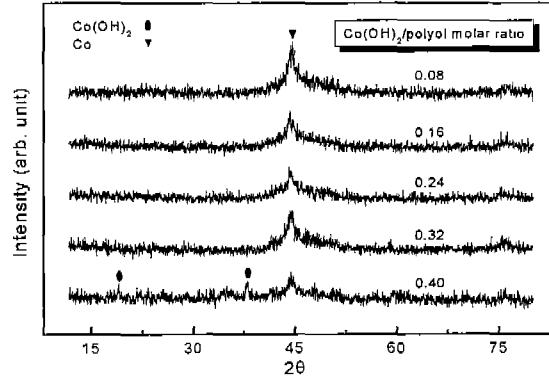


Fig. 4. XRD patterns of reaction products obtained at various  $\text{Co(OH)}_2$ /polyol molar ratios.

상태를 유지하게 됨으로써 핵생성 시간이 길어지게 되어 다결정성의 산물을 얻게 된다. 또한 핵생성 농도가 높은 조건에서는 반응계의 전체면적은 급격히 증가하기 때문에 코발트 핵에 대한 보호제 즉 polyol의 코팅정도가 감소하기 때문에 입자간 충돌 및 흡착이 증가하여 단분산된 미립의 코발트 분말을 얻을 수 없다고 알려져 있다[6].

출발물질인  $\text{Co(OH)}_2$ 의 농도 변화가 코발트의 환원반응에 미치는 영향을 조사하기 위하여 반응시간 2.0 hr, 교반속도 300 rpm, 반응온도 210°C, E.G./DiE.G. 부피 비 1:4인 실험조건에서  $\text{Co(OH)}_2$ /polyol 몰 비를 0.08~0.40 범위에서 변화시켰다.

Fig. 4는  $\text{Co(OH)}_2$ /polyol 몰 비 변화에 따른 반응산물의 XRD 분석결과이다. 그림에서 보듯이  $\text{Co(OH)}_2$ /polyol 몰 비 0.08~0.32인 조건에서는 2θ 값 44.3°에서 순수한 코발트 피크가 나타나는데  $\text{Co(OH)}_2$ /polyol 몰비 0.40인 조건에서는 2θ 값 18.9°, 37.7°에서 미약한  $\text{Co(OH)}_2$  피크가 존재하고 있다. 하지만 2θ 값 44.3°에서 코발트 피크가 동시에 관찰되는 것으로 보아  $\text{Co(OH)}_2$ /polyol 몰 비 0.40인 조건에서도 일부는 코발트로 환원되었음을 알 수 있다.

Fig. 5는  $\text{Co(OH)}_2$ /polyol 몰 비 변화시 반응산물에 대한 FT-IR 분석결과이다. 그림에서 볼 수 있듯이  $\text{Co(OH)}_2$ /polyol 몰 비 0.08~0.32에서는 반응산물중 C-H, C-O 피크가 관찰되지 않았으나  $\text{Co(OH)}_2$ /polyol 몰 비 0.40인 조건에서는 C-H, C-O 피크가 2850  $\text{cm}^{-1}$ , 1080  $\text{cm}^{-1}$  주파수에서 나타났다. 즉  $\text{Co(OH)}_2$ /polyol 몰 비 0.08~0.32 조건에서는 코발트 수산화물의 환원반응이 종료되었으나  $\text{Co(OH)}_2$ /polyol 몰 비 0.40인 조건에서는 코발트 수산화물의 환원반응이 종료되지 않고 일부가  $\text{Co(OH)}_2$ 로 존재함을 알 수 있다.

이상의 실험결과 본 실험조건에서 polyol법에 의한 코발

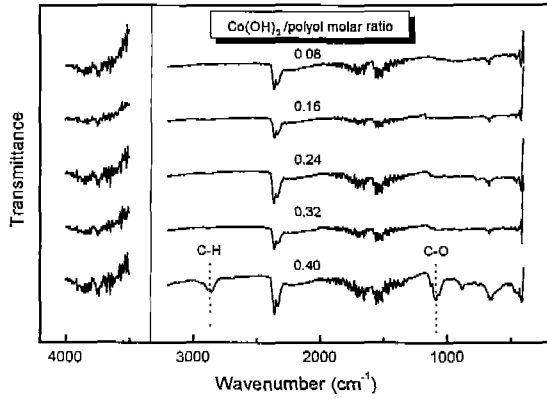


Fig. 5. FT-IR spectra of reaction products obtained at various  $\text{Co(OH)}_2$ /polyol molar ratios.

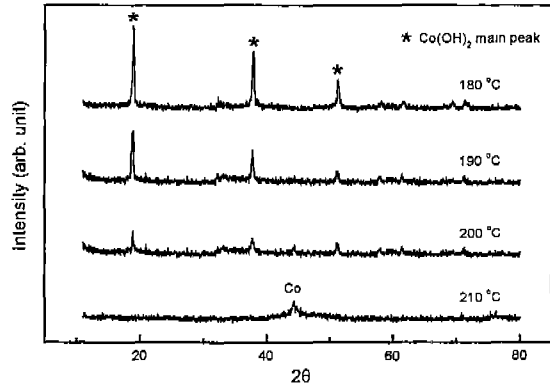


Fig. 6. XRD patterns of reaction products obtained at various reaction temperatures.

트 분말 합성시 최적의  $\text{Co(OH)}_2$ /polyol 몰 비는 0.08~0.32 이었다.

3.3. 반응온도 변화

C. Ducamps-Sanguesa[2] 등의 연구결과에 의하면 E.G.에서 전구체  $\text{AgNO}_3$ 로부터 균질한 크기의 단분산 미립은 분말 합성시 반응온도가 높아지면 반응생성물은 분말의 입자크기는 증가하고 반응온도가 아주 높을 경우 은 분말의 회수율은 높지만 응집현상이 일어나 다결정체로 성장하였다. 한편 F. Fievet, M. Figlarz[6] 등은 polyol법에 의한 금속분말 합성시 반응온도가 증가하면 반응산물의 입도는 오히려 감소한다고 보고한 바 있다. 또한 반응온도를 높일 경우 polyol이 열적으로 손상을 받아 환원력이 증가하기 때문에 일부 연구자들은 미세한 금속분말을 얻기 위한 실험에서 금속촉매제를 첨가하여 비균질계(heterogeneous) 반응을 유도함으로써 반응산물인 금속분말의 입자크기를 감소시키고 있다.

이상의 문헌을 참고로 하여 본 연구에서는 촉매제를 첨가하지 않은 균질계 핵생성 반응 및 입자크기에 미치는 반응온도의 영향을 조사하기 위하여 180~210°C 범위에서 변화시켰다. 이때 실험조건은  $\text{Co(OH)}_2$ /polyol 몰 비 0.32, 반응시간 2.0 hr, 교반속도 300 rpm 이었으며 E.G./DiE.G. 부피 비는 1 : 4이었다.

Fig. 6은 반응온도 변화시 반응산물에 대한 XRD 분석 결과를 나타낸 것이다. 그림에서 보듯이 180°C의 반응산물에서는 코발트 피크는 전혀 존재하지 않고 2θ 값 18.9°, 37.7°, 51.1°, 61.4°, 71.4° 부근에서 뚜렷한  $\text{Co(OH)}_2$  피크만 나타나고 있어 코발트 분말로의 환원반응이 거의 진행되지 않았음을 알 수 있다. 190~200°C 범위에서도  $\text{Co(OH)}_2$ 의 피크가 존재하고 있으나 반응온도가 높아짐에

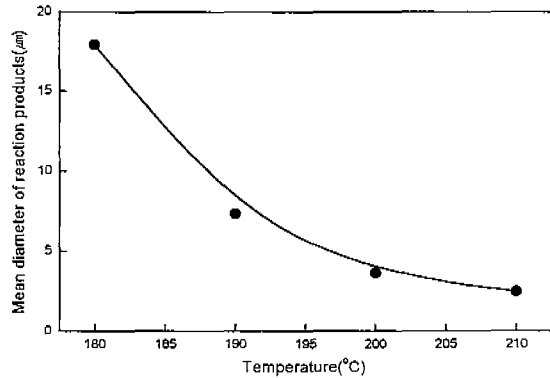


Fig. 7. Mean particle size of reaction products obtained at various reaction temperatures.

따라 피크강도는 뚜렷이 감소하고 있다. 또한 200°C의 반응산물에서는 약하기는 하지만 2θ 값 44.3°에서 코발트의 피크가 나타남을 볼 수 있다. 210°C의 반응온도에서는  $\text{Co(OH)}_2$  피크는 존재하지 않고 순수한 코발트 피크만 2θ 값 44.3°에서 존재하며 피크 상에 노이즈가 많이 존재하는 이유는 코발트 입자의 크기가 매우 작기 때문으로 사료된다.

Fig. 7은 반응온도 변화에 따른 반응생성물의 평균입도를 나타내었다. 반응온도 180°C에서 반응생성물의 평균입도는 17.9 μm이었으나 반응온도가 증가함에 따라 점차 감소하여 190°C에서 7.4 μm, 200°C에서 3.7 μm 그리고 210°C에서는 2.5 μm을 나타내었다. XRD 분석과 입도분석 결과를 종합하면 200°C 이하의 반응온도에서는 순수한 코발트 분말의 입도가 아니고 미반응된  $\text{Co(OH)}_2$  화합물이 포함되어 있기 때문에 반응생성물의 입도가 비교적 크게 나타났으며 반응온도가 높아짐에 따라  $\text{Co(OH)}_2$ 가 코발트 분말로 환원되면서 평균입도는 점차 감소하는 것으로 사료된다.

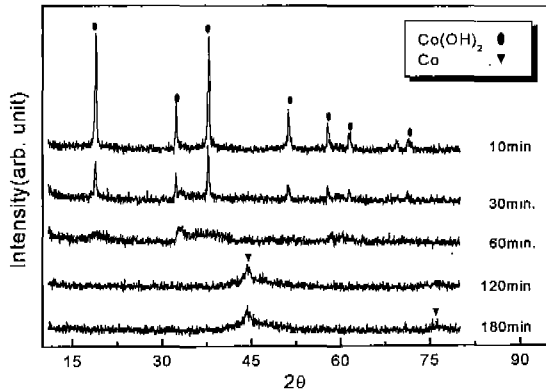


Fig. 8. XRD patterns of reaction products obtained at various reaction times.

이상의 실험결과 본 실험조건에서 polyol법에 의한 코발트 분말합성에 적합한 반응온도는 210°C이며 이때 합성된 코발트 분말의 평균입도는 약 2.5  $\mu\text{m}$ 이었다. 또한 반응온도가 증가하면 반응산물의 입도가 감소함을 확인할 수 있었다.

### 3.4. 반응시간 변화

Polyol법에 의한 코발트분말 합성시 반응시간의 영향을 조사하기 위하여 10~180분 범위에서 변화시켰다. 이때 실험 조건은 Co(OH)<sub>2</sub>/polyol 몰 비 0.32, 교반속도 300 rpm, 반응온도 210°C, E.G./DiE.G. 부피 비 1:4이었다.

Fig. 8은 반응시간 변화시 반응산물에 대한 XRD 분석 결과이다. 그림에서 알 수 있듯이 반응시간 10분과 30분의 반응산물에서는 미반응된 Co(OH)<sub>2</sub>로 인하여 2 $\theta$  값 18.9°, 37.7°, 51.1°, 61.4°, 71.4° 부근에서 뚜렷한 Co(OH)<sub>2</sub> 피크가 나타나고 있다. 10분에서 30분으로 반응시간이 증가함에 따라 Co(OH)<sub>2</sub> 피크강도는 상당히 감소하고 있으며 60분 반응시 주 피크는 대부분 소멸하고 Co(OH)<sub>2</sub>라고 보기에는 어려운 약한 피크만 존재하고 있다. 반응시간 60분에서 Co(OH)<sub>2</sub> 뿐만 아니라 코발트 피크도 관찰되지 않는 것으로 보아 F. Fievet[3] 등이 주장한 바와 같이 비정질의 중간상이 존재하는 것으로 사료된다. 그러나 반응시간 120분 이상에서는 2 $\theta$  값 44.3°에서 순수한 코발트 피크만 나타났다. 앞서서도 언급하였듯이 반응산물의 입자가 매우 미세하여 sharp한 피크로 나타나지 않고 피크영역이 넓고 강도가 약하게 나타나는 것으로 판단된다.

Fig. 9는 반응시간 변화시 반응생성물에 대한 TG-DTA 분석결과이다. 그림에서 보듯이 온도가 높아짐에 따라 코발트분말 표면의 수분 증발로 인하여 무게가 서서히 감소하고 있으며 그 후에는 금속분말에 흡착된 유기물의 연소로

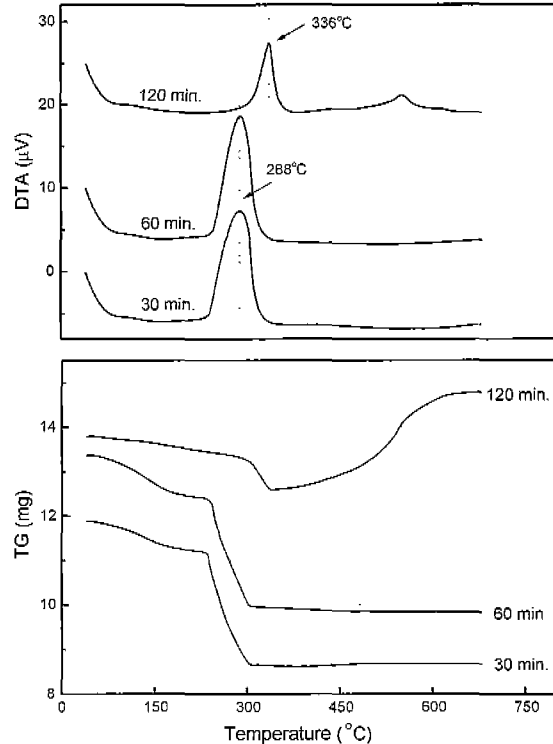


Fig. 9. TG-DTA curves of reaction products obtained at various reaction times.

인하여 무게 감량이 급격히 일어나고 있다. 또한 유기물의 연소로 인한 발열피크가 280°C 부근에서 관찰되고 있다. 수분과 유기물의 제거로 인한 무게 감량이 종료된 후에는 반응생성물에 따라 다른 거동을 보이고 있다. 즉 30분과 60분 반응생성물의 경우 약 308°C 보다 높은 온도에서는 무게의 변화가 거의 없었으나 120분 반응생성물은 337°C 보다 높은 온도에서 무게가 지속적으로 증가하고 있다.

순수한 코발트 분말인 120분 반응생성물은 온도가 높아짐에 따라 산화반응이 일어나기 때문에 무게가 증가하고 30분과 60분의 반응생성물은 코발트 수산화물이 주 성분이기 때문에 온도가 높아지면 탈수되어 산화물상태로 존재하기 때문에 온도가 높아져도 무게는 큰 변화가 없다고 사료된다. 30분, 60분 그리고 120분 반응산물에 대한 무게감량을 계산한 결과 26.7%, 25.1%, 그리고 8.7%로 나타났다. 즉 코발트 분말로 환원되지 않고 코발트 수산화물로 존재하는 양이 많을수록 무게 감소량이 크다는 것을 알 수 있었다.

### 3.5. PVP/Co(OH)<sub>2</sub> 몰 비 변화

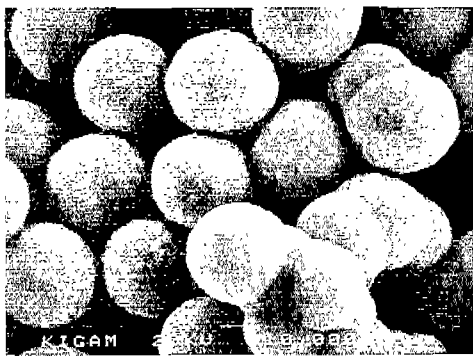
Polyol법에 의한 초미립 금속분말 합성시 단분산 입자를

얻기 위해서는 성장단계에서 입자간 응집 현상을 방지하는 것이 반드시 필요하다. Electric double layer로 인한 입자간 전기적 반발(electrical repulsion)현상은 응집현상을 억제하는데 이를 위하여 높은 농도의 용액을 사용하거나 pH를 제어하는 방법이 있고 steric stabilization을 야기하기 위하여 protective agents를 첨가하는 방법이 있다[7]. 본 연구에서는 금속의 핵생성을 촉진하고 steric 효과에 의하여 금속입자의 응집과 성장을 억제하여 미립 금속입자

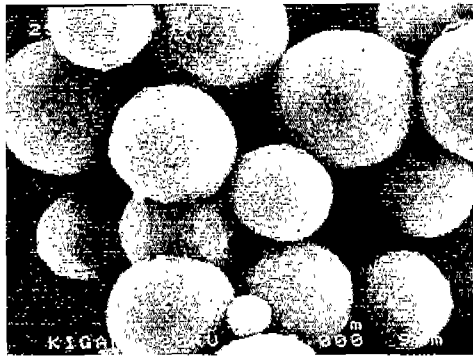
의 크기와 입도분포를 제어하는 데 매우 효과적인 PVP를 분산제로 첨가하여 코발트 합성시 입자의 크기와 형상 제어 및 분산 효과에 대하여 조사하였다.

분산제의 첨가량은 PVP/Co(OH)<sub>2</sub> 몰 비 0.4~2.4 범위에서 변화시켰으며 이때 실험조건은 Co(OH)<sub>2</sub>/polyol 몰 비 0.32, 반응온도 210°C, 교반속도 300 rpm, 반응시간 2.0 hr이었으며 polyol로써 E.G.와 DiE.G.을 1:4의 부피비로 혼합하였다.

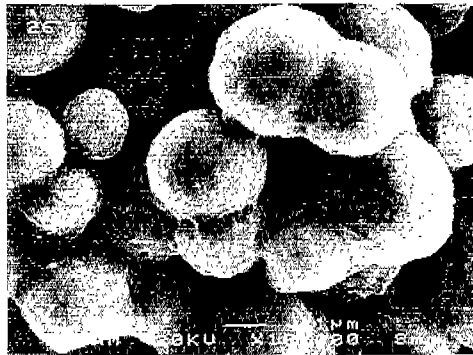
Fig. 10은 PVP/Co(OH)<sub>2</sub> 몰 비 변화시 반응산물에 대한 주사전자현미경(SEM) 사진이다. 그림에서 보면 PVP/Co(OH)<sub>2</sub> 몰 비 0.4인 조건에서는 완전한 구형인 약 2.0~2.5 μm 크기의 균질한 입도분포를 갖는 코발트 분말을 얻을 수 있었다. PVP/Co(OH)<sub>2</sub> 몰 비 1.2인 조건에서는 입자크기는 불규칙하지만 완전구형인 코발트 분말이 식출되었으나 PVP/Co(OH)<sub>2</sub> 몰 비 2.4에서는 응집현상이 일부 나타나고 있음을 볼 수 있다.



(a) 0.4



(b) 1.2



(c) 2.4

Fig. 10. SEM micrographs of Co products obtained at different PVP/Co(OH)<sub>2</sub> molar ratios.

#### 4. 결 론

Polyol법을 이용한 미립의 단분산 코발트분말 합성시 polyol의 조성, 전구체 농도, 반응온도, 반응시간, 분산제(PVP) 첨가량 등을 변화시켜 실험한 주요 연구결과를 요약하면 다음과 같다.

- 1) E.G./DiE.G. 부피 비 1:4인 조건에서 전구체인 Co(OH)<sub>2</sub>가 코발트 분말로써 완전 환원되었다.
- 2) Co(OH)<sub>2</sub>/polyol 몰 비 0.08~0.32 범위에서는 순수한 코발트 분말을 얻을 수 있었다.
- 3) 200°C 이하의 온도에서는 미반응된 Co(OH)<sub>2</sub>이 포함되어 있었으며 210°C 이상의 온도에서 2.0 hr 환원시 평균입도 2.5 μm인 코발트 분말이 합성되었다.
- 4) PVP(Polyvinylpyrrolidone)를 분산제로 첨가한 결과 PVP/Co(OH)<sub>2</sub> 몰 비 0.4에서 균질한 크기를 갖는 구형의 단분산 코발트 분말(2~2.5 μm)을 얻을 수 있었다.

#### 참 고 문 헌

[1] D.V. Goia and E. Matijevic, Preparation of Mono-dispersed Metal Particles, New J. Chem. (1998) 1203.  
 [2] C. Ducamp-Sanguesa, R. Herrera-Urbina and M. Figlarz, Synthesis and Characterization of Fine and Monodisperse Silver Particles of Uniform Shape, J. Solid. State Chem. 100 (1992) 272.  
 [3] F. Fievet, F. Fievet-Vincent, J.P. Lagier, B. Dumont and M. Figlarz, Controlled Nucleation and Growth of Micrometre-size Copper Particles Prepared by the

- Polyol Process, *J. Mater. Chem.* 3 (1993) 627.
- [ 4 ] G. Viau, F. Ravel and O. Acher, Preparation and Microwave Characterization of Spherical and Monodisperse  $\text{Co}_{20}\text{Ni}_{80}$  Particles, *J. Appl. Physic.* 76 (1994) 6570.
- [ 5 ] M. Figlarz, F. Fievet and J.P. Lagier, Process for the Reduction of Metallic Compounds by Polyols, and Metallic Powders Obtained by this Process, US. Patent 4,539,041 (1985).
- [ 6 ] M. Figlarz, C. Ducamp-Sanguesa, F. Fievet and J.P. Lagier, Powder Production and Spray Forming (1992) 179.
- [ 7 ] T. Sugimoto, Preparation of Monodispersed Colloidal Particles, *Adv. Colloid and Inter. Sci.* 28 (1987) 65.
- [ 8 ] P. Silvert, R. Herrera-Urbina, V. Vijaykrishnan and K.T. Elhsissen, Preparation of Colloidal Silver Dispersions by the Polyol Process. Part 2- Mechanism of Particle Formation, *J. Mater. Chem.* 7 (1997) 293.
- [ 9 ] Z. Zhang, B. Ahzao and L. Hu, PVP Protective Mechanism of Ultrafine Silver Powder Synthesized by Chemical Reduction Processes, *J. Solid State Chem.* 121 (1996) 105.