

폴리올법에 의한 니켈분말의 합성 Synthesis of Nickel Powders by Polyol Process

김동진, 정현생, *이자현, **Li Shaohua
한국자원연구소, *건양대, **중국화공야금연구원

1. 서론

좁은 입도분포와 고순도를 유지하고 있는 초미립 금속분말은 표면적과 반응성이 급격히 증가하는 특징이 있기 때문에 첨단산업 분야에서 전기접점재료, 전자파 차폐재료, 초경공구 재료, 자성재료, 촉매 등의 모원료 분말로 중요한 위치를 차지하고 있다. 현재 국내에서는 초경 및 절·연삭 공구산업분야에서 코발트와 니켈분말을 그리고 전자산업에서 은분말을 다량 사용하고 있으나 품질(입도, 순도, 형상)의 문제로 일부분만 국내 제품으로 대체하고 대부분을 수입품으로 충당하고 있다. 앞으로 국내에서도 항공산업, 자동차 및 공구산업, 신소재 산업 등 첨단산업분야의 발전에 따라 소재의 모원료로서 코발트, 니켈, 은, 구리 등 초미립 금속분말의 사용량이 급격히 증가할 것이기 때문에 이러한 모원료의 국산화를 위한 연구개발과 우수한 물성을 갖는 초미립 분말제조를 위한 새로운 공정개발이 절실히 요청되고 있는 시점이다.

2. 실험방법

니켈 분말의 합성을 위한 출발물질로는 시약급 $Ni(OH)_2$, $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ 및 $Ni(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$ 를 사용하였고, 폴리올로는 ethylene glycol 및 diethylene glycol을 사용하였다. 반응기는 500ml 용량의 사구 플라스크를 사용하였고 온도조절기가 부착된 가열기에서 교반을 시키며 반응시켰다. 우선 출발물질인 니켈화합물을 폴리올에 용해시킨 후 반응온도, 반응시간 그리고 고액농도등을 변화시키면서 니켈분말제조를 위한 최적조건을 구하였다.

X-선 회절분석기(XRD), 적외선 분광기(FT-IR), 입도분석기 및 주사전자현미경 사용하여 합성된 니켈분말의 물리·화학적 특성을 조사하였다.

3. 결과

- $Ni(CH_3COO)_2 \cdot 4H_2O$ 로부터 니켈분말 합성시 12g/l, 193°C, 2시간인 반응조건에서 순수한 니켈분말을 얻을 수 있었다. 고액농도가 증가할수록 입자크기 또한 증가하였고, NaOH 첨가량이 증가할수록 입자크기는 감소함을 볼 수 있었다.
- $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ 로부터 니켈분말 합성시 6g/l, 193°C, 4시간인 실험조건에서 순수한 니켈분말을 얻었다. 출발물질로 $NiSO_4 \cdot 6H_2O$ 을 사용할 때 염기도 조절을 위한 NaOH의 첨가량이 매우 중요한 인자임을 확인하였다.
- $Ni(OH)_2$ 로부터 니켈분말 합성반응시 에틸렌 글리콜을 사용하면 12시간의 반응이 필요하였으며 디에틸렌 글리콜과 에틸렌 글리콜과 적당량 혼합하면 2시간내에 환원반응이 종료되었다.

4. 참고문헌

1. M. Figlarz, F. Fievet and J. P. Lagier US patent No. 4539041
2. Yu Kering, 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