

**Ethylene glycol에서 수소환원법에 의한 미립 코발트 분말제조**  
**Preparation of fine Co powders by hydrogen reduction**  
**in ethylene glycol**

\*김동진, \*\*Yu Kening, \*정현생, \*\*Shaohua Li, \*이자현, \*\*\*우상덕

\*한국자원연구소, \*\*중국화공야금연구원(ICM), \*강원대학교

## 1. 서 론

코발트분말은 현재 산화물의 환원법, 폴리올법, 유기염의 열분해법, 수용액의 수소환원법 등을 이용하여 합성하고 있으며 superalloys의 고온특성, 고속도 공구강과 소결탄화물의 절삭성, 그리고 고강도강의 인성을 향상시키기 때문에 고가임에도 불구하고 분말야금분야에서 사용량이 급증하고 있다.

가입수소환원법에 의한 코발트분말 제조시 반응온도는 190°C, 반응시간 30~60분이 필요하며 반응산물이 응집되는 현상이 있고 코발트 분말의 형상제어가 어려운 단점이 있다. 그반면 폴리올법은 응집되지 않고 잘 분산된 코발트 분말을 얻을 수 있으나 210°C에서 2시간 이상의 반응이 필요하며 코발트 산화물의 가스에 의한 고온환원법은 불순물이 다량 포함되는 문제점을 갖고 있다.

본 연구에서는 가압수소환원법과 폴리올법의 장점을 혼합하여 비교적 낮은 반응온도와 짧은 반응시간내에 미립의 코발트분말 제조기술을 확립하고자 하였다.

## 2. 실험방법

우선 미립 코발트 분말제조의 원료로 사용된  $\text{Co(OH)}_2$ 를 용매로 사용한 ethylene glycol에 용해시키고  $\text{PdCl}_2$ , PVP, NaOH를 첨가하여 혼합한다. 고온고압 반응기에 준비된 용액을 넣고 교반시키며 가열한다. 설정한 온도에 도달하면 수소가스를 주입하여 환원반응을 실시하였으며 반응이 종료되면 냉각한 후 고/액 분리를 한다. 회수된 코발트분말은 에탄올을 이용하여 수 회 세척하고 50°C로 24시간이상 건조한 후 X-선 회절분석기(XRD), 적외선 분광기(FT-IR), 입도 분석기(PSA) 및 주사전자현미경(SEM) 등을 이용하여 물성을 측정하였다.

## 3. 결 과

- ① 기존의 코발트 분말 합성시 필요한 반응온도는 193°C 이상 이었지만, 본 실험조건에서는 140°C에서 코발트 분말을 합성할 수 있었다.
- ② 코발트 분말 합성시 2시간 이상의 반응시간이 필요하였지만 본 실험조건에서는 반응시간 30분에서 코발트 분말이 합성되었다.
- ③ 고액농도 변화 실험결과 20g/l 까지는 순수한 코발트 미립 분말을 얻을 수 있었으나 25g/l 이상의 농도에서는 미반응된 코발트 수산화물이 포함되었다.

## 4. 참고문헌

- [1] E. Matijevic, Preparation and properties of uniform size colloids, Chem. Mater., 1993, 5, 412-426
- [2] D.V. Goia, Preparation of monodispersed metal particles, New J. Chem., 1998, 1203-1215
- [3] M. Figlarz, F. Fievet, and L. Soisy, U.S. Patent 4,539,041, Sep. 1985
- [4] F. Fievet, J.P. Lagier, and M. Figlarz, Preparing monodisperse metal powders in micrometer and submicrometer sizes by the polyol process, MRS Bulletin, Dec.,1989,29-34