

황산니켈로부터 수열합성법에 의한 Ni 분말의 제조
(Preparation of Ni Powder from Nickel Sulfate by Hydrothermal Reduction)

배장호, 안중재, 이종현*, 원창환

충남대학교 금속공학과

*충남대학교 금속응고 신소재 연구소

1. 서론

니켈(Ni)은 순수 니켈과 니켈기 합금으로 여러 공업적인 용도로 사용되고 있는 훌륭한 구조용 금속이다. 현재 니켈 분말을 제조하는 제법으로써는 환원로에서 수소가스를 이용하여 제조하는 고상법이 널리 이용되고 있는 실정이다. 그러나 이 방법은 환원로의 온도를 고온으로 유지시켜야하고 수소가스를 계속적으로 취입해야하는 단점이 있다. 본 연구에서는 환원제를 이용한 수열합성법으로 황산니켈 수용액의 용해도와 환원반응을 일으킬 수 있는 이온화를 최대화 시킨 후 반응 몰비, 반응 온도 및 유지시간, 교반속도, 반응 용액의 pH, 등의 반응변수들을 심도 있게 조사하여 분말의 입자크기 및 형태, 순도 등을 제어함으로써 보다 우수한 니켈 분말이 제조되는데 기반이 되고자 한다.

2. 실험방법

본 실험에 사용된 출발원료는 $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 이며, pH 조절제로는 NaOH가 사용되었다. 환원제로써 $\text{H}_4\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 가 사용되었다. 반응은 자체 제작된 autoclave 속에서 반응 온도, 유지시간, 교반 속도, 등의 변수를 이용하여 실험하였다. 제조된 분말은 XRD를 이용하여 결정구조를 분석하였으며, 주사전자현미경(SEM)을 이용하여 입자크기 및 형상 등을 관찰하였다. 또한 분말의 순도는 ICP-AES에 의한 화학분석을 통하여 구하였다.

3. 결과 및 고찰

본 연구를 통하여 얻어진 분말의 특성평가 결과는 다음과 같다.

- 1) pH 조절제에 따른 경향을 살펴본 결과 NaOH를 첨가하여 pH가 9이상의 염기성 분위기에서 환원이 가장 잘 일어났음을 알수있었다.
- 2) 반응 온도 및 유지시간에 따른 경향을 살펴본 결과 반응 온도는 140℃ 이상, 유지시간은 1hr이상의 조건에서는 환원이 거의 이루어 졌다.
- 3) 교반 속도는 300rpm에서 최적의 조건을 보였고 그 이상부터는 변화가 거의 없었다.
- 4) 제조된 니켈 분말을 분석한 결과 입형은 구형이었으며, 분말의 size는 첨가제와 농도를 조절한 결과 0.4 μm , 1~2 μm 로 제어가 가능하였다..