



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년02월17일
 (11) 등록번호 10-1353344
 (24) 등록일자 2014년01월13일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B22F 9/24 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2011-0128750

(22) 출원일자 2011년12월05일

심사청구일자 2011년12월05일

(65) 공개번호 10-2013-0062491

(43) 공개일자 2013년06월13일

(56) 선행기술조사문헌

슬러리환원법을 이용한 코발트 분말의 제조, 신기웅, 석사학위논문(2011.02.)*

Materials Research Bulletin vol.37, pp.2067-2075(2002.10.27)*

Electrochemical and Solid-State Letters, vol.13 no.2, D4-D6(2010.11.18)

KR1020020017489 A

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

한국지질자원연구원

대전광역시 유성구 과학로 124 (가정동)

(72) 발명자

임재원

대전광역시 유성구 가정로 63, 110동 1105호 (인성동, 럭키하나아파트)

신기웅

경기도 남양주시 퇴계원면 퇴계원로64번길 13, 202호 (성완주택)

김상배

대전광역시 유성구 어은로 57, 110동 1205호 (어은동, 한빛아파트)

(74) 대리인

특허법인 대아

전체 청구항 수 : 총 8 항

심사관 : 이성준

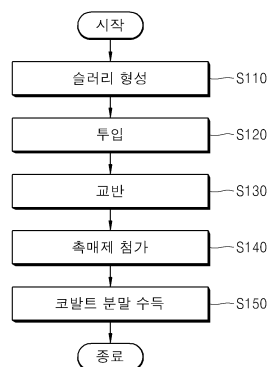
(54) 발명의 명칭 **백금족 첨가에 의한 코발트 분말 제조 방법 및 그 방법으로 제조된 코발트 분말**

(57) 요약

슬러리 환원법을 이용하여 Co(OH)_2 슬러리로부터 미세 고순도 코발트 분말을 제조할 수 있는 우수한 코발트 분말 제조 방법에 대하여 개시한다.

본 발명에 따른 코발트 분말 제조 방법은 (a) 코발트 염 및 NaOH를 용매에 용해시켜 Co(OH)_2 슬러리를 형성하는 단계; (b) 상기 Co(OH)_2 슬러리를 반응 용기에 투입하는 단계; (c) 상기 반응용기에 투입된 슬러리를 가열하면서 교반하는 단계; (d) 상기 교반되는 Co(OH)_2 슬러리에 백금족 촉매를 첨가하는 단계; 및 (e) 상기 교반되는 Co(OH)_2 슬러리에 환원제를 공급하여 Co(OH)_2 슬러리를 환원시켜 코발트 분말을 수득하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.

대표도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 GP2009-001
부처명 지식경제부
연구사업명 일반사업
연구과제명 해외 금속광물 개발을 위한 활용기술 연구
기여율 1/1
주관기관 한국지질자원연구원
연구기간 2009.01.01 ~ 2013.12.31

특허청구의 범위

청구항 1

- (a) 코발트 염 및 NaOH를 물(H₂O)에 용해시켜 Co(OH)₂ 슬러리를 형성하는 단계;
- (b) 상기 Co(OH)₂ 슬러리를 반응 용기에 투입하는 단계;
- (c) 상기 반응용기에 투입된 슬러리를 60 °C로 가열하면서 교반하는 단계;
- (d) 상기 교반되는 Co(OH)₂ 슬러리에 $5 \times 10^{-5} \sim 5 \times 10^{-4}$ M의 백금족 촉매를 첨가하는 단계; 및
- (e) 상기 교반되는 Co(OH)₂ 슬러리에 환원제를 공급하여 Co(OH)₂ 슬러리를 60 °C에서 환원시켜 구형의 코발트 분말을 수득하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 코발트 분말 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,
 상기 코발트 염은
 CoCl₂인 것을 특징으로 하는 코발트 분말 제조 방법.

청구항 3

제1항에 있어서,
 상기 코발트 염 및 NaOH는
 1 : 8 ~ 1 : 16의 몰비로 상기 용매에 첨가되는 것을 특징으로 하는 코발트 분말 제조 방법.

청구항 4

삭제

청구항 5

제1항에 있어서,
 상기 백금족 촉매는
 RuCl₃, H₂PtCl₆ 및 PdCl₂ 중에서 하나 이상인 것을 특징으로 하는 코발트 분말 제조 방법.

청구항 6

삭제

청구항 7

제1항에 있어서,
 상기 환원제는

상기 코발트 염 1 몰에 대하여, 1~2몰의 비율로 첨가되는 것을 특징으로 하는 코발트 분말 제조 방법.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 환원제는

N_2H_4 성분을 포함하는 것을 특징으로 하는 코발트 분말 제조 방법.

청구항 9

제8항에 있어서,

상기 환원제는

하이드라진 모노하이드레이트(Hydrazine monohydrate) 형태로 공급하는 것을 특징으로 하는 코발트 분말 제조 방법.

청구항 10

제1항에 있어서,

상기 (e) 단계에서,

상기 환원 반응은 10~40분간 실시되는 것을 특징으로 하는 코발트 분말 제조 방법.

청구항 11

삭제

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 전자, 정밀산업, 전지 등의 첨단산업 분야에 널리 활용되는 코발트 분말제조 기술에 관한 것으로, 보다 상세하게는 백금족 촉매를 이용한 슬러리 환원법으로 $Co(OH)_2$ 슬러리로 부터 미세 고순도 코발트 분말을 제조할 수 있는 코발트 분말 제조 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 최근 전자, 정밀산업, 전지등의 첨단산업 분야가 발전함에 따라 제품의 소형화 및 고성능화를 요구하고 있으며, 이러한 요구를 충족시키기 위해 입자의 미립 및 초미립 금속 분말 제조에 관한 연구가 활발히 진행되고 있다.

[0003] 이러한 연구의 일환으로, 코발트 분말에 대한 많은 연구가 이루어지고 있다. 코발트 분말은 금속가공 분야, 자석합금, 초경합금, 다이아몬드 공구, 전자산업 등에 활용되고 있다.

[0004] 종래의 코발트 분말의 제조 방법으로는 수소환원법, 습식환원법, 열분해법 등이 있다.

[0005] 수소환원법은 대략 800℃의 고온, 고압에서 수소 가스를 환원제로 이용하여 분말을 제조하는 방법으로 불순물이 적은 마이크로 크기의 코발트 입자 제조가 가능하다. 그러나 수소환원법의 경우, 수소 가스에 의한 환원 반응 과정에서 입자간 융합과 응집으로 인해서 분급 공정 및 분쇄공정이 필요하다.

[0006] 다음으로, 습식환원법은 에틸렌 글리콜(Ethylene glycol)과 같은 유기 용매 하에서 150℃ 정도의 온도에서 환원

제에 의해 분말을 제조하는 방법이다. 습식환원법의 경우, 코발트 입자의 형상제어, 균일한 환원 반응 속도 제어에 의해 구형 입자와 균일한 입도 제어가 가능하다. 다만, 습식환원법의 경우, 코발트 입자와 미반응 화합물의 여과, 세척과정에서 불필요한 폐기물이 발생하며, 수소환원법에 비해 제조되는 코발트 분말의 순도가 낮은 문제점이 있다.

[0007] 다음으로, 열분해법은 용액을 분무시킨 다음, 액적을 운반기체에 의해 고온의 반응기로 주입하여, 액적 내의 용매의 증발에 의해 농도가 높아짐에 따라 용질의 석출을 일으켜 건조된 용질의 열분해를 통해 입자를 제조하는 방법이다. 열분해법 역시 고온 환경이 요구되는 문제점이 있다.

[0008] 상기와 같이, 종래의 코발트 분말 제조방법에는 고온, 고압 및 유기 용매가 필요함에 따라 분말 제조시 많은 공정비용이 소용되는 문제가 있다.

[0009] 본 발명과 관련된 배경기술로는 대한민국 공개특허공보 제10-2007-0087838호(2007.08.29. 공개)가 있으며, 상기 문헌에는 나노 크기의 코발트 산화물 분말의 제조방법이 개시되어 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0010] 본 발명의 목적은 종래 코발트 분말 제조 방법에 비하여 상대적으로 저온 및 저압에서 미세 코발트 분말을 제조할 수 있으며, 또한, 미세 코발트 분말의 사이즈 조절이 용이한 코발트 분말 제조 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0011] 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명의 실시예에 따른 코발트 분말 제조 방법은 (a) 코발트 염 및 NaOH를 용매에 용해시켜 Co(OH)_2 슬러리를 형성하는 단계; (b) 상기 Co(OH)_2 슬러리를 반응 용기에 투입하는 단계; (c) 상기 반응용기에 투입된 슬러리를 가열하면서 교반하는 단계; (d) 상기 교반되는 Co(OH)_2 슬러리에 백금족 촉매를 첨가하는 단계; 및 (e) 상기 교반되는 Co(OH)_2 슬러리에 환원제를 공급하여 Co(OH)_2 슬러리를 환원시켜 코발트 분말을 수득하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0012] 본 발명에 따른 미세 코발트 분말 제조 방법은 백금족 촉매의 종류 및 농도를 제어함으로써, 0.2 ~ 1.0 μm 의 평균 직경을 갖는 미세 코발트 분말을 제조할 수 있다.

[0013] 또한, 본 발명에 따른 미세 코발트 분말 제조 방법을 이용할 경우, 95 ~ 99%의 수득률로 미세 코발트 분말을 제조할 수 있으며, 제조되는 미세 코발트 분말은 99% 이상의 순도를 가질 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0014] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 백금족 촉매를 이용한 미세 코발트 분말 제조 방법을 개략적으로 나타낸 공정 순서도이다.

도 2는 백금족 촉매가 첨가되지 않은 상태에서 제조된 코발트 분말을 SEM으로 촬영하여 나타낸 사진이다.

도 3 및 도 4는 RuCl_3 농도에 따라 제조되는 코발트 분말을 XRD 및 SEM으로 측정 및 촬영하여 나타낸 그래프 및 사진이다.

도 5 및 도 6은 H_2PtCl_6 농도에 따라 제조되는 코발트 분말을 XRD 및 SEM으로 측정 및 촬영하여 나타낸 그래프

및 사진이다.

도 7 및 도 8은 PdCl₂ 농도에 따라 제조되는 코발트 분말을 XRD 및 SEM으로 측정 및 촬영하여 나타낸 그래프 및 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0015] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 첨부되는 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나, 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 것이며, 단지 본 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다.

[0016] 이하 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 백금족 촉매를 이용한 코발트 분말 제조 방법 및 그 방법으로 제조된 코발트 분말에 관하여 상세히 설명하면 다음과 같다.

[0017] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 백금족 촉매 첨가에 의한 코발트 분말 크기 조절 방법을 개략적으로 나타낸 공정 순서도이다.

[0018] 도 1을 참조하면, 본 발명에 따른 백금족 촉매를 이용한 코발트 분말 제조 방법은 슬러리 형성 단계(S110), 슬러리 투입 단계(S120), 교반 단계(S130), 백금족 촉매 첨가 단계(S140) 및 슬러리 환원에 의한 코발트 분말 수득 단계(S150)를 포함한다.

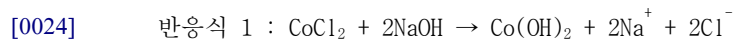
[0019] 슬러리 형성

[0020] 슬러리 형성 단계(S110)에서는 코발트 염 및 NaOH를 용매에 용해시켜 Co(OH)₂ 슬러리를 형성한다.

[0021] 코발트 염은 CoCl₂를 이용할 수 있으며, 용매는 물(H₂O)를 이용할 수 있다. 코발트 염과 NaOH는 동시에 혹은 순차적으로 투입될 수 있다.

[0022] 코발트 염 및 NaOH는 1 : 8 ~ 1 : 16 의 몰비로 첨가되는 것이 바람직하다. 코발트 염 : NaOH의 몰비가 1 : 8 미만일 경우에는 코발트 염 대비 NaOH의 함량이 너무 낮아 Co(OH)₂ 슬러리를 환원하는 데 필요한 OH⁻를 제공하는 데 한계가 있으므로 환원 효과를 제대로 발휘할 수 없는 문제점이 있다. 반대로, 코발트 염 및 NaOH 몰비가 1 : 16을 초과할 경우에는 NaOH로 인한 용액의 pH의 상승으로 환원된 코발트 분말이 변질될 수 있다.

[0023] 한편, 코발트 염으로 CoCl₂를 이용할 경우, CoCl₂ 및 NaOH는 반응식1의 화학반응을 한다.



[0025] 슬러리 투입

[0026] 슬러리 투입 단계(S120)에서는 슬러리 형성 단계(S110)를 통하여 형성된 Co(OH)₂ 슬러리를 반응 용기에 투입한다. 이때, Co(OH)₂ 슬러리는 반응 용기 내에 설정된 온도로 공급된다. 반응 용기는 외부와 밀폐된 공간을 제공하는 것을 이용할 수 있다.

[0027] 교반

[0028] 교반 단계(S130)에서는 슬러리 투입 단계(S120)를 통하여 반응 용기에 투입된 Co(OH)₂ 슬러리를 가열하면서 교반한다.

- [0029] 가열을 위하여 히터와 같은 가열 수단을 이용할 수 있다. 가열 온도는 대략 60℃ 정도가 될 수 있다. 가열 온도 조절을 위하여, 써모커플(thermocouple)을 이용할 수 있다.
- [0030] 이때, 상기 반응 용기 내에 투입된 Co(OH)₂ 슬러리의 교반이 잘 이루어지도록, 교반기를 이용하여 60 ~ 1500 rpm 정도의 교반속도로 교반할 수 있다.
- [0031] 백금족 촉매 첨가
- [0032] 백금족 촉매 첨가 단계(S140)에서는 교반되고 있는 Co(OH)₂ 슬러리에 백금족 촉매를 첨가한다.
- [0033] 백금족 촉매는 RuCl₃, H₂PtCl₆, PdCl₂ 등이 1종 이상 이용될 수 있다.
- [0034] 이러한 백금족 촉매를 이용할 경우, 제조되는 코발트 분말의 형상을 구형화할 수 있으며, 또한 분말의 크기를 미세하게 할 수 있다. 실험 결과, 백금족 촉매가 첨가되지 않은 상태에서 제조된 코발트 분말의 경우, 도 2와 같이 3 ~ 5 μm의 수지상형을 나타내었다. 그러나, 백금족 촉매가 첨가된 상태에서 제조된 코발트 분말의 경우, 도 4, 도 6 및 도 8과 같이, 상대적으로 구형에 가까웠으며, 분말의 크기 또한 미세하였다.
- [0035] 백금족 촉매는 5 × 10⁻⁵ M ~ 5 × 10⁻⁴ M의 농도로 첨가되는 것이 바람직하다. 백금족 촉매의 농도가 5 × 10⁻⁵ M 미만일 경우, 그 첨가 효과가 불충분할 수 있다. 반대로, 백금족 촉매의 농도가 5 × 10⁻⁴ M 를 초과할 경우, 더 이상의 효과 상승없이 코발트 분말 제조 비용만 상승할 수 있다.
- [0036] 슬러리 환원에 의한 코발트 분말 수득
- [0037] 코발트 분말 수득 단계(S150)에서는 교반되고 있는 Co(OH)₂ 슬러리에 환원제를 공급하여 상기 Co(OH)₂ 슬러리를 환원시켜 코발트 분말을 수득한다.
- [0038] 환원제로는 N₂H₄ 성분을 포함하는 것을 이용할 수 있다. 이 경우, 코발트 분말은 반응식 2를 통하여 수득될 수 있다.
- [0039] 반응식 2 : 2Co(OH)₂ + N₂H₄ → 2Co + N₂ + 4H₂O
- [0040] 여기서, N₂H₄ 성분을 포함하는 환원제는 하이드라진 모노하이드레이트(Hydrazine monohydrate, N₂H₄·H₂O) 형태로 공급될 수 있다.
- [0041] 환원제는 코발트 염 1몰에 대하여 1~2몰의 비율로 첨가되는 것이 바람직하다. 환원제의 첨가량이 코발트 염 1몰 대비 1몰의 비율 미만일 경우에는 환원 반응이 충분히 이루어지기 어렵다. 반대로 환원제의 첨가량이 코발트 염 1 몰 대비 2몰의 비율을 초과하는 경우, 환원제 과다 첨가로 인하여 제조되는 코발트 분말의 응집이 심화되어 미세 코발트 분말을 제조하는 데 어려움이 따른다.
- [0042] 여기서, 환원제를 공급하여 Co(OH)₂ 슬러리를 환원 반응시킬 때, 반응온도는 대략 20 ~ 60℃가 될 수 있다.
- [0043] 이때, 환원반응 시간은 10~40분인 것이 바람직하다. 환원반응 시간이 10분 미만일 경우에는 반응시간이 너무 짧은 관계로 Co(OH)₂ 슬러리의 일부가 환원되지 못하여 미세 코발트 분말을 제조하는 데 어려움이 따를 수 있다. 반대로, 환원반응 시간이 40분을 초과할 경우에는 용액의 pH로 인하여 환원된 코발트 분말의 변질이 발생할 수 있다.
- [0044] 한편, 도면으로 제시하지는 않았지만, 코발트 분말 수득 이후, 수득된 코발트 분말을 고액 분리하여 에탄올 및 증류수로 세척하는 단계와 세척된 코발트 분말을 60℃에서 건조하는 단계를 더 실시할 수도 있다.

[0045] 상기 과정(S110 ~ S150)을 통하여 제조되는 코발트 분말은 0.2 ~ 1.0 μm 의 평균 직경을 가질 수 있으며, 99% 이상의 순도를 나타낼 수 있다. 또한 상기 과정(S110 ~ S150)을 통하여 95 ~ 99%의 코발트 분말 수득률을 나타낼 수 있다.

[0046] 실시예

[0047] 이하, 본 발명의 바람직한 실시예를 통해 본 발명의 구성 및 작용을 더욱 상세히 설명하기로 한다. 다만, 이는 본 발명의 바람직한 예시로 제시된 것이며 어떠한 의미로도 이에 의해 본 발명이 제한되는 것으로 해석될 수는 없다.

[0048] 여기에 기재되지 않은 내용은 이 기술 분야에서 숙련된 자이면 충분히 기술적으로 유추할 수 있는 것이므로 그 설명을 생략하기로 한다.

[0049] 실험시료

[0050] 본 발명에 따른 백금족 촉매를 이용한 코발트 분말 제조 방법을 통하여 미세 코발트 분말을 제조하기 위하여 사용된 시료를 열거하면 다음과 같다.

[0051] 용매 : 증류수(H_2O)

[0052] 코발트 염 : 코발트 클로라이드 헥사하이드레이트($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)

[0053] 백금족 촉매 : 루테튬 클로라이드($\text{RuCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), 플래티늄 클로라이드($\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot \text{nH}_2\text{O}$), 팔라듐 클로라이드(PdCl_2)

[0054] 환원제 : 하이드라진 모노하이드레이트($\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)

[0055] 이때, 코발트 염을 슬러리화시키기 위해 수산화나트륨(NaOH)를 이용하였다.

[0056] RuCl_3 농도에 따른 영향

[0057] 백금족 촉매로 RuCl_3 를 이용할 경우, 그 농도에 따라 제조되는 코발트 분말의 특성을 살펴보기 위하여, 증류수를 용매로 이용하고, CoCl_2 1.0 M, NaOH 8 M, N_2H_4 2M, 온도 60 $^\circ\text{C}$ 에서 RuCl_3 농도를 0 M(미첨가), 5×10^{-5} M, 1×10^{-4} M, 5×10^{-4} M 및 1×10^{-3} M로 변화하여 실험하였다.

[0058] 도 3는 RuCl_3 농도별로 생성되는 코발트 분말을 XRD로 측정하여 나타낸 그래프이다.

[0059] 도 3을 참조하면, RuCl_3 농도를 달리하더라도 제조되는 코발트 분말들은 모두 RuCl_3 첨가로 인한 불순물이 없음을 확인할 수 있다.

[0060] 도 2는 RuCl_3 를 비롯한 어떠한 백금족 촉매를 사용하지 않은 경우에 제조된 코발트 분말의 SEM 사진이고, 도 4은 RuCl_3 농도 변화에 따라 제조되는 코발트 분말의 SEM 사진이다.

[0061] 백금족 촉매가 첨가되지 않은 경우, 도 2와 같이 코발트 분말은 3 ~ 5 μm 의 수지상형 코발트 분말로 환원된다. 그러나 백금족 촉매가 첨가되었을 경우, 도 4와 같이 대략 1 μm 이하의 미세한 코발트 분말로 환원되며, 백금족 촉매의 농도가 증가할수록 환원되는 코발트 분말의 형상은 구형으로 생성되는 것을 볼 수 있다.

[0062] 도 4의 (a)에 도시된 바와 같이, RuCl_3 의 농도가 5×10^{-5} M로 첨가될 경우에는 약 1.0 μm 의 수지상형의 분말과 미세한 분말이 존재하는 것을 볼 수 있다.

[0063] RuCl_3 1×10^{-4} M, 5×10^{-4} M 및 1×10^{-3} M로 변화하였을 경우 분말의 크기는 0.52 μm , 0.40 μm , 0.37 μm 로

RuCl₃의 농도가 증가할수록 분말의 크기는 점점 미세하여 졌으며, 분말의 형상은 수지상형에서 구형으로 변하는 것을 알 수 있다. 다만, RuCl₃ 5 × 10⁻⁴ M 초과에서는 농도 증가에 비하여 큰 효과가 없는 것으로 나타났다.

[0064] H₂PtCl₆ 농도에 따른 영향

[0065] 백금족 촉매로 H₂PtCl₆를 이용할 경우, 그 농도에 따라 제조되는 코발트 분말의 특성을 살펴보기 위하여, 증류수를 용매로 이용하고, CoCl₂ 1.0 M, NaOH 8 M, N₂H₄ 2M, 온도 60°C에서 H₂PtCl₆ 농도를 5 × 10⁻⁵ M, 1 × 10⁻⁴ M, 5 × 10⁻⁴ M 및 1 × 10⁻³ M로 변화하여 실험하였다.

[0066] 도 5는 H₂PtCl₆ 농도별로 생성되는 코발트 분말을 XRD로 측정하여 나타낸 그래프이고, 도 6은 H₂PtCl₆ 농도별로 생성되는 코발트 분말을 SEM으로 촬영한 사진이다.

[0067] 도 5를 참조하면, H₂PtCl₆의 농도가 1 × 10⁻⁴ M 이하에서는 순수 코발트 분말만 환원되었으나, 1 × 10⁻⁴ M 초과 시 미반응물인 Co(OH)₂가 잔존하였으며, H₂PtCl₆ 농도가 증가함에 따라 환원되지 않은 Co(OH)₂가 증가하는 것을 알 수 있다.

[0068] 도 6의 (a)에 도시된 바와 같이, H₂PtCl₆의 농도가 5 × 10⁻⁵ M로 첨가될 경우에는 약 0.6 μm의 미세한 분말이 존재하는 것을 볼 수 있으며, H₂PtCl₆ 1 × 10⁻⁴ M에서는 0.4 μm 미세한 분말이 존재하는 것을 볼 수 있다. 반면, H₂PtCl₆ 5 × 10⁻⁴ M 및 1 × 10⁻³ M로 변화하였을 경우 입자의 크기는 0.3 μm이하로 미세하여 지며, 환원되지 않은 Co(OH)₂의 응집된 입자들이 측정되었다.

[0069] PdCl₂ 농도에 따른 영향

[0070] 백금족 촉매로 PdCl₂를 이용할 경우, 그 농도에 따라 제조되는 코발트 분말의 특성을 살펴보기 위하여, 증류수를 용매로 이용하고, CoCl₂ 1.0 M, NaOH 8 M, N₂H₄ 2M, 온도 60°C, 반응시간 10분에서 PdCl₂ 농도를 5 × 10⁻⁵ M, 1 × 10⁻⁴ M, 5 × 10⁻⁴ M 및 1 × 10⁻³ M로 변화하여 실험하였다.

[0071] 도 7는 PdCl₂ 농도에 따라 제조되는 코발트 분말을 XRD로 측정하여 나타낸 그래프이고, 도 8는 PdCl₂ 농도에 따라 제조되는 코발트 분말을 SEM으로 촬영한 사진이다.

[0072] 도 7은 PdCl₂ 농도에 따라 제조되는 코발트 분말을 XRD로 측정하였다. 생성된 코발트 분말들은 모두 PdCl₂로 인한 불순물들이 없음을 확인 할 수 있다.

[0073] 도 8의 (a)에 도시된 바와 같이, PdCl₂의 농도가 5 × 10⁻⁵ M로 첨가될 경우에는 약 0.86μm의 수지상형의 분말과 미세한 분말이 존재하는 것을 볼 수 있다.

[0074] PdCl₂ 1 × 10⁻⁴ M, 5 × 10⁻⁴ M 및 1 × 10⁻³ M로 변화하였을 경우 분말의 크기는 0.42 μm, 0.28 μm, 0.26 μm로 PdCl₂의 농도가 증가할수록 분말의 크기는 점점 미세하여 졌으며, 분말의 형상은 수지상형에서 구형으로 변하는 것을 알 수 있다. PdCl₂ 5 × 10⁻⁴ M 초과에서는 PdCl₂ 농도 증가에 비하여 큰 효과가 없는 것으로 나타났다.

[0075] 상술한 바를 종합하면, 백금족 촉매는 5 × 10⁻⁵ M ~ 5 × 10⁻⁴ M의 농도로 첨가되는 것이 형상 및 사이즈 미세화 측면에서 가장 바람직하다고 볼 수 있다.

[0076] 이상 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 실시예들을 설명하였으나, 본 발명은 상기 실시예들에 한정되는 것이

아니라 서로 다른 다양한 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명의 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 실시될 수 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다.

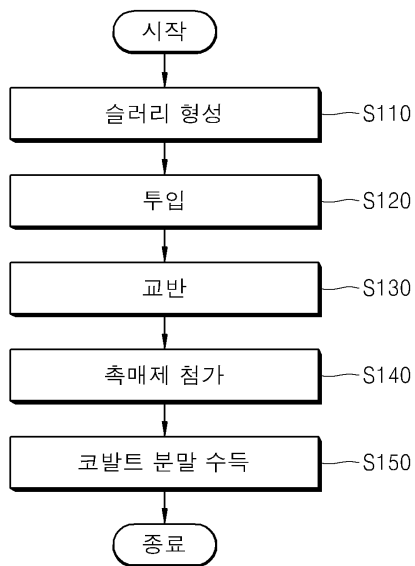
부호의 설명

[0077]

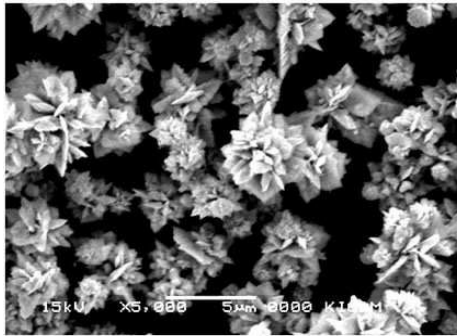
- S110 : 슬러리 형성 단계
- S120 : 슬러리 투입 단계
- S130 : 교반 단계
- S140 : 백금족 촉매 첨가 단계
- S150 : 슬러리 환원에 의한 코발트 분말 수득 단계

도면

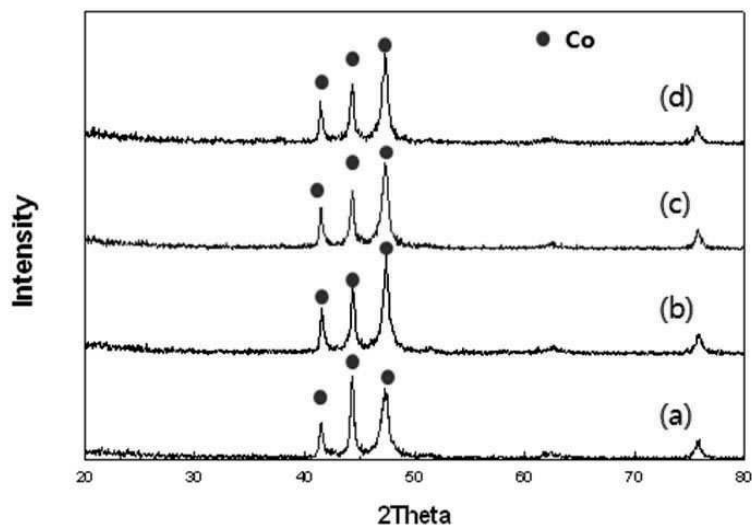
도면1



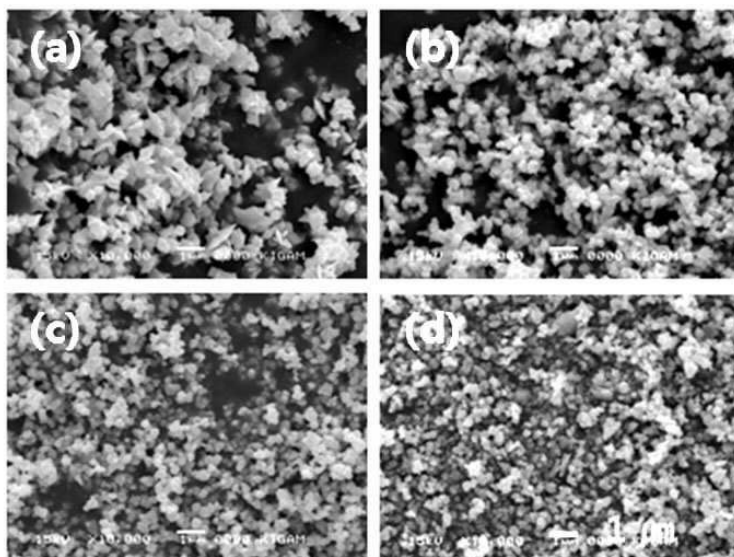
도면2



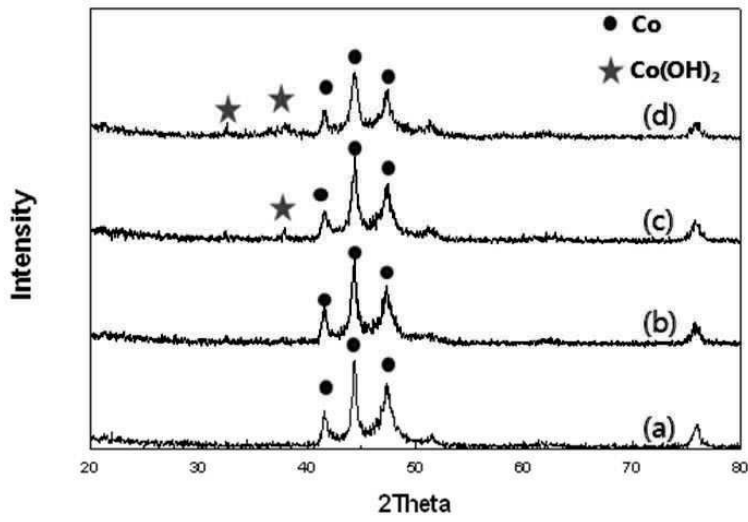
도면3



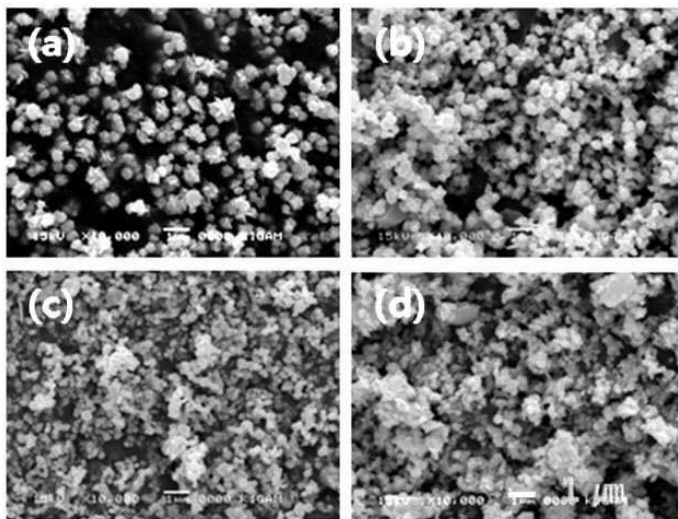
도면4



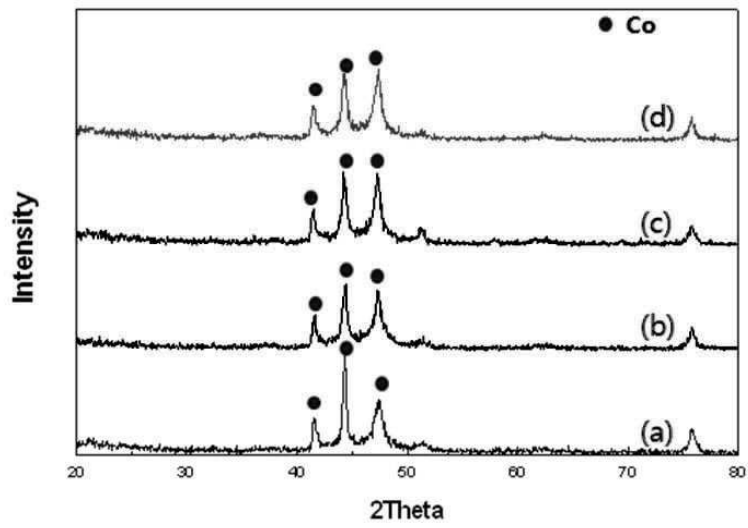
도면5



도면6



도면7



도면8

