



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2013년11월07일
 (11) 등록번호 10-1325961
 (24) 등록일자 2013년10월31일

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

(21) 출원번호 10-2011-0122796
 (22) 출원일자 2011년11월23일
 심사청구일자 2011년11월23일
 (65) 공개번호 10-2013-0057504
 (43) 공개일자 2013년06월03일
 (56) 선행기술조사문헌

Electrochemical and Solid-State Letters, vol.13 no.2, D4-D6(2010.11.18)
 슬러리환원법을 이용한 코발트 분말의 제조, 신기웅, 석사학위논문(2011.02.)*
 Materials Research Bulletin vol.37, pp.2067-2075(2002.10.27)*
 KR1020120091923 A
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

한국지질자원연구원
 대전광역시 유성구 과학로 124 (가정동)

(72) 발명자

임재원
 대전광역시 유성구 가정로 63, 110동 1105호 (신성동, 하나아파트)

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

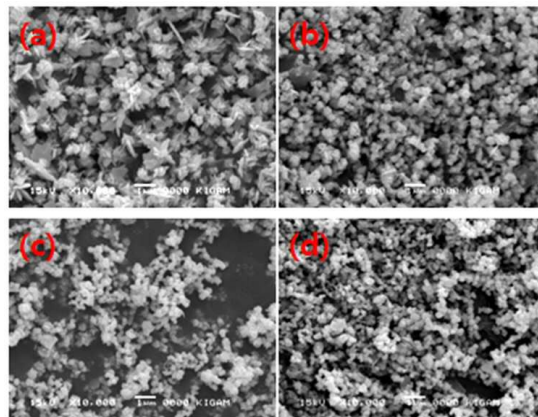
(54) 발명의 명칭 **슬러리 환원법을 이용한 코발트 분말 제조 방법 및 그 방법으로 제조된 코발트 분말**

(57) 요약

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

본 발명에 따른 코발트 분말 제조 방법은 (a) 코발트 염 및 NaOH를 1 : 8 ~ 1 : 16의 농도비로 용매에 용해시켜 Co(OH)_2 슬러리를 형성하는 단계; (b) 상기 Co(OH)_2 슬러리를 반응 용기에 투입하는 단계; (c) 상기 반응 용기에 투입된 Co(OH)_2 슬러리를 가열하면서 교반하는 단계; (d) 상기 교반되는 Co(OH)_2 슬러리에 촉매제를 첨가하는 단계; 및 (e) 상기 교반되는 Co(OH)_2 슬러리에 환원제를 공급하여 Co(OH)_2 슬러리를 환원 반응하여 미세 코발트 분말을 수득하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.

대표도 - 도7



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 1 : 8 ~ 1 : 16M의 농도비로 용매에 용해시켜 Co(OH)₂ 슬러리를 형성하는 단계;
- (b) 상기 Co(OH)₂ 슬러리를 반응 용기에 투입하는 단계;
- (c) 상기 반응 용기에 투입된 Co(OH)₂ 슬러리를 60 ℃로 가열하면서 교반하는 단계;
- (d) 상기 교반되는 Co(OH)₂ 슬러리를 60 ℃로 유지시키면서 5×10⁻⁵ ~ 1×10⁻³M의 촉매제를 첨가하는 단계; 및
- (e) 상기 교반되는 Co(OH)₂ 슬러리에 환원제를 상기 코발트 염에 대해 1 : 1 ~ 1 : 2M의 농도비로 공급하여 Co(OH)₂ 슬러리를 60 ℃에서 5 ~ 20 분간 환원 반응시켜 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

제2항에 있어서,
상기 CoCl₂ 및 NaOH는
하기 반응식 1의 화학반응을 하는 것을 특징으로 하는 코발트 분말 제조 방법.
반응식 1 : $\text{CoCl}_2 + 2\text{NaOH} \rightarrow \text{Co(OH)}_2 + 2\text{Na}^+ + 2\text{Cl}^-$

청구항 4

제1항에 있어서,
상기 용매는
증류수(H₂O)인 것을 특징으로 하는 코발트 분말 제조 방법.

청구항 5

제1항에 있어서,
상기 환원제는
N₂H₄인 것을 특징으로 하는 코발트 분말 제조 방법.

청구항 6

제5항에 있어서,

상기 N₂H₄는

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

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 촉매제는

PdCl₂인 것을 특징으로 하는 코발트 분말 제조 방법.

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

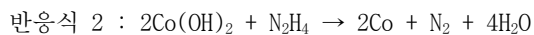
청구항 10

제1항에 있어서,

상기 (e) 단계에서,

상기 코발트 분말은

상기 Co(OH)₂ 슬러리에 N₂H₄를 첨가하여 하기의 반응식 2를 통하여 얻어지는 것을 특징으로 하는 코발트 분말 제조 방법.



청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 전자, 정밀산업, 전지 등의 첨단산업 분야에 널리 활용되는 코발트 분말 제조 기술에 관한 것으로, 보다 상세하게는 슬러리 환원법을 이용하여 Co(OH)₂ 슬러리로부터 미세 고순도 코발트 분말을 제조할 수 있는 우수한 코발트 분말 제조 방법에 관한 것이다.

배경기술

- [0002] 코발트 분말은 금속가공 분야, 자석합금, 초경합금, 다이아몬드 공구, 전자산업 등에 활용되고 있다. 최근 전자, 정밀산업, 전지등의 첨단산업 분야가 발전함에 따라 제품의 소형화 및 고성능화를 요구하게 되었고, 이러한 요구를 충족시키기 위해 입자의 미립 및 초미립 금속 분말제조에 관한 연구가 활발히 진행 중에 있다.
- [0003] 기존의 코발트 분말의 제조 방법으로는 수소환원법, 습식환원법, 열분해법 등이 있다. 수소환원법은 고온(800℃), 고압에서 수소가스를 넣어 분말을 제조방법으로 불순물이 적은 마이크로 크기의 코발트 입자 제조가 가능하다. 그러나 환원 반응 과정에서 입자간 융합과 응집으로 인해서 분급 공정 및 분쇄공정이 필요하다.
- [0004] 한편, 습식환원법은 에틸렌 글리콜(Ethylene glycol)과 같은 유기 용매에서 고온(150℃)에서 환원제에 의해 분말을 제조하는 방법으로서, 코발트 입자의 형상제어, 균일한 환원 반응 속도 제어에 의해 구형 입자와 균일한 입도 제어가 가능하지만, 코발트 입자와 미반응 화합물의 여과, 세척과정에서 불필요한 폐기물이 발생하며, 수소 환원법에 비해 낮은 순도를 가지고 있다.
- [0005] 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.
- [0006] 이러한 기존의 코발트 분말 제조방법에는 고온, 고압 및 유기 용매가 필요함에 따라 분말 제조시 많은 공정비용이 소용되는 문제가 있다.
- [0007] 관련 선행문헌으로는 대한민국 등록특허 제10-0828933호(2008.05.13. 공고)가 있으며, 상기 문헌에는 코발트금속 나노분말 및 이의 제조 방법이 개시되어 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0008] 본 발명의 목적은 저온 및 저압에서 슬러리 환원법을 이용하여 미세 코발트 분말을 제조하는 것이 가능하며, 단 시간 내에 1 μ m 이하의 평균 직경을 갖는 미세 코발트 분말을 제조하는 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0009] 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명의 실시예에 따른 슬러리 환원법을 이용한 코발트 분말 제조 방법은 (a) 코발트 염 및 NaOH를 1 : 8 ~ 1 : 16의 농도비로 용매에 용해시켜 Co(OH)₂ 슬러리를 형성하는 단계; (b) 상기 Co(OH)₂ 슬러리를 반응 용기에 투입하는 단계; (c) 상기 반응 용기에 투입된 Co(OH)₂ 슬러리를 가열하면서 교반하는 단계; (d) 상기 교반되는 Co(OH)₂ 슬러리에 촉매제를 첨가하는 단계; 및 (e) 상기 교반되는 Co(OH)₂ 슬러리에 환원제를 공급하여 Co(OH)₂ 슬러리를 환원 반응하여 미세 코발트 분말을 수득하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

- [0010] 본 발명에 따른 코발트 분말 제조 방법은 NaOH의 농도를 변화하고, 촉매제인 PdCl₂의 농도, 반응시간, 환원제 농도를 적절히 제어하는 것을 통하여 반응속도가 우수하며, 0.2 ~ 1.0 μ m의 평균 직경을 갖는 미세 코발트 분말을 제조할 수 있다.
- [0011] 또한, 상기 코발트 분말 제조 방법으로 제조되는 코발트 분말의 수득률은 95 ~ 99% 및 순도 99% 이상을 가질 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0012] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 코발트 분말 제조 방법을 나타낸 공정 순서도이다.

도 2 및 도 3은 반응시간에 따라 제조되는 코발트 분말을 XRD 및 SEM으로 측정 및 촬영하여 나타낸 그래프 및 사진이다.

도 4 및 도 5는 NaOH 농도에 따라 제조되는 코발트 분말을 XRD 및 SEM으로 측정 및 촬영하여 나타낸 그래프 및 사진이다.

도 6 및 도 7은 PdCl₂ 농도에 따라 제조되는 코발트 분말을 XRD 및 SEM으로 측정 및 촬영하여 나타낸 그래프 및 사진이다.

도 8 및 도 9는 N₂H₄ 농도에 따라 제조되는 코발트 분말을 XRD 및 SEM으로 측정 및 촬영하여 나타낸 그래프 및 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0013] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 상세하게 후술되어 있는 실시예들 및 도면을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나, 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 수 있으며, 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.

[0014] 이하 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시예에 따른 슬러리 환원법을 이용한 코발트 분말 제조 방법 및 그 방법으로 제조된 코발트 분말에 대하여 설명하면 다음과 같다.

[0015] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 코발트 분말 제조 방법을 나타낸 공정 순서도이다.

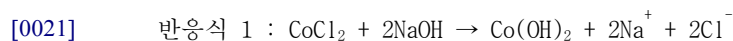
[0016] 도 1을 참조하면, 본 발명에 따른 코발트 분말 제조 방법은 슬러리 형성 단계(S110), 투입 단계(S120), 촉매제 첨가 단계(S130), 교반 단계(S140) 및 코발트 분말 수득 단계(S150)를 포함한다.

[0017] 슬러리 형성

[0018] 슬러리 형성 단계(S110)에서는 코발트 염 및 NaOH의 농도비를 1 : 8 ~ 1 : 16 로 용매에 용해시켜 Co(OH)₂ 슬러리를 형성한다.

[0019] 이때, 코발트 염으로는 CoCl₂를 이용하는 것이 바람직하고, 용매로는 증류수(H₂O)를 이용하는 것이 바람직하다.

[0020] 코발트 염으로 CoCl₂를 이용할 경우, CoCl₂를 용매에 용해한 후 NaOH를 첨가하여 슬러리를 형성하게 되는데, 이때 CoCl₂ 및 NaOH는 반응식1의 화학반응을 한다.



[0022] 상술한 바와 같이, 상기 코발트 염 및 NaOH는 1 : 8 ~ 1 : 16 의 농도비로 첨가하는 것이 바람직하다. 코발트 염 및 NaOH의 농도비가 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 농도비가 1 : 16을 초과할 경우에는 NaOH로 인한 용액의 pH의 상승으로 환원된 코발트 분말이 변질될 수 있으며, 다시 용매에 용해되는 문제점이 있다.

[0023] 투입

[0024] 투입 단계(S120)에서는 슬러리 형성 단계(S110)를 통하여 마련된 Co(OH)₂ 슬러리를 반응 용기에 투입한다. 이때, Co(OH)₂ 슬러리는 반응 용기 내에 설정된 온도로 공급된다. 반응 용기는 외부와의 밀폐 공간을 제공할 수

있다.

[0025] **교반**

[0026] 교반 단계(S130)에서는 투입 단계(S120)를 통하여 반응 용기에 투입된 Co(OH)_2 슬러리를 가열하면서 교반한다.

[0027] 이러한 교반 단계(S130)에서는, 하나의 예를 들면, Co(OH)_2 슬러리를 담고 있는 반응 용기를 히터와 같은 가열 수단을 이용하여 60℃로 가열한 후, 서모커플(thermocouple)을 이용하여 Co(OH)_2 슬러리의 온도를 측정함으로써 설정온도가 되도록 유지할 수 있다.

[0028] 이때, 상기 반응 용기 내에 투입되는 Co(OH)_2 슬러리는 적절히 잘 혼합되도록 교반기를 이용하여 교반속도 60 ~ 1500rpm으로 교반하는 것이 바람직하다.

[0029] **촉매제 첨가**

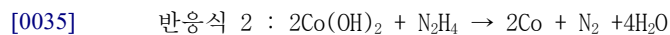
[0030] 촉매제 첨가 단계(S140)에서는 교반되는 Co(OH)_2 슬러리에 촉매제를 첨가한다. 이때, 촉매제로는 PdCl_2 를 사용할 수 있으며, PdCl_2 는 $5 \times 10^{-5} \text{ M} \sim 1 \times 10^{-3} \text{ M}$ 로 첨가하는 것이 바람직하다. PdCl_2 의 첨가량이 $5 \times 10^{-5} \text{ M}$ 미만일 경우에는 생성되는 코발트 분말이 촉매제의 효과 없이 수지상형의 코발트 분말로 성장하며, 입자의 크기도 1 μm 이상으로 증가하는 문제가 있다. 반대로, PdCl_2 의 첨가량이 $1 \times 10^{-3} \text{ M}$ 를 초과할 경우에는 더 이상의 촉매 효과를 기대할 수 없으며, 제조 비용만을 상승시키는 문제점이 있다.

[0031] 실험 결과, $5 \times 10^{-5} \text{ M} \sim 1 \times 10^{-3} \text{ M}$ 의 범위 안에서는 PdCl_2 의 농도가 높을수록 입자의 형상은 구형에 가까워지며, 입자의 크기 또한 1 μm 이하로 미세해지는 것을 확인하였다.

[0032] **코발트 분말 수득**

[0033] 코발트 분말 수득 단계(S150)에서는 교반 단계(S130)와 촉매제 첨가 단계(S140)를 통하여 적절히 교반된 Co(OH)_2 슬러리에 환원제를 공급하여 상기 Co(OH)_2 슬러리를 환원 반응시켜 코발트 분말을 수득한다.

[0034] 환원제로는 N_2H_4 를 이용할 수 있다. 이때, 상기 코발트 분말은 반응식 1에 의하여 수득한 Co(OH)_2 슬러리에 환원제인 N_2H_4 를 첨가하여 반응식 2를 통하여 얻어질 수 있다.



[0036] 여기서, N_2H_4 는 하이드라진 모노하이드레이트(Hydrazine monohydrate, $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 형태로 공급될 수 있다. 환원제인 N_2H_4 는 하이드라진 모노하이드레이트 형태로 반응 용기 내에 공급된다.

[0037] 상기 CoCl_2 와 환원제는 1 : 1 ~ 1 : 2 의 농도비로 첨가하는 것이 바람직하다. CoCl_2 와 환원제의 농도비가 1 : 1 미만일 경우에는 환원제의 첨가량이 너무 미미하여 그 첨가 효과를 제대로 발휘할 수 없다. 반대로 CoCl_2 와 환원제의 농도비가 1 : 2를 초과할 경우에는 CoCl_2 대비 환원제의 과다한 첨가로 인해 입자의 응집이 심화되어 미세 코발트 분말을 제조하는 데 어려움이 따른다.

[0038] 여기서, 상기 환원제를 공급하여 Co(OH)_2 슬러리를 환원 반응시킬 때, 반응온도는 20 ~ 60℃에서 실시하는 것이 바람직하다.

[0039] 이때, 반응시간은 5 ~ 20분간 실시하는 것이 바람직하다. 반응시간이 5분 미만일 경우에는 반응시간이 너무 짧은 관계로 Co(OH)_2 슬러리의 일부가 환원되지 못하여 미세 코발트 분말을 제조하는 데 어려움이 따를 수 있다. 반대로, 반응시간이 20분을 초과할 경우에는 용액의 pH로 인하여 환원된 코발트 분말의 변질이나, 재 용해가 되

는 문제가 발생할 수 있다.

[0040] 도면으로 제시하지는 않았지만, 코발트 분말 수득 단계(S150) 이후 환원된 코발트 분말을 고액 분리하여 에탄올 및 증류수로 세척하는 단계와 세척된 코발트 분말을 40 ~ 60°C에서 건조하는 단계를 더 실시할 수도 있다.

[0041] 이상으로, 본 발명의 실시예에 따른 코발트 분말 제조 방법이 종료될 수 있다.

[0042] 상술한 코발트 분말 제조 방법으로 제조되는 코발트 분말은 0.2 ~ 1.0 μ m의 평균 직경을 가지며, 균일하게 분산된 미세 코발트 분말로 이루어질 수 있다. 또한 상기 제조 방법으로 제조되는 코발트 분말은 수득율 : 95 ~ 99% 및 순도 : 99% 이상을 가질 수 있다.

[0043] 실험시료

[0044] 슬러리 환원법을 이용한 코발트 분말을 제조하기 위해 사용된 시료를 열거하면 다음과 같다.

[0045] 용매 : 증류수(H₂O)

[0046] 코발트 염 : 코발트 클로라이드 헥사하이드레이트(CoCl₂ · 6H₂O)

[0047] 촉매제 : 팔라듐 클로라이드(PdCl₂)

[0048] 환원제 : 하이드라진 모노하이드레이트(N₂H₄ · H₂O)

[0049] 이때, 코발트 염을 슬러리화시키기 위해 수산화나트륨(NaOH)를 이용하였다.

[0050] 반응시간에 따른 영향

[0051] 도 2는 반응 시간별로 생성되는 코발트 분말을 XRD로 측정하여 나타낸 그래프이고, 도 3은 반응 시간별로 생성되는 코발트 분말을 SEM으로 촬영한 사진이다.

[0052] 실험조건은 증류수를 용매로 이용하고, CoCl₂ 1.0M, NaOH 8M, PdCl₂ 1 × 10⁻⁴ M, N₂H₄ 2M, 온도 60°C에서 반응시간을 1, 5, 10, 20분으로 변화하여 실험하였다.

[0053] 도 2에 도시된 바와 같이, XRD 측정 결과를 보면 초기의 Co(OH)₂ 슬러리는 반응시간 1분에서 미반응 Co(OH)₂ 슬러리가 존재하였으며, 반응시간 5분 이상에서 모두 코발트 분말로 환원된 것을 확인할 수 있다.

[0054] 도 3의 (a) ~ (d)에 도시된 바와 같이, SEM 사진을 보면 환원된 분말 모두 약 0.4 μ m의 크기를 가지고 있으나, 반응시간이 높을수록 입자의 응집도가 증가하는 것을 알 수 있다.

[0055] NaOH 농도에 따른 영향

[0056] 도 4는 NaOH 농도에 따라 제조되는 코발트 분말을 XRD로 측정하여 나타낸 그래프이고, 도 5는 NaOH 농도에 따라 제조되는 코발트 분말을 SEM으로 촬영한 사진이다.

[0057] 실험조건은 증류수를 용매로 이용하고, CoCl₂ 1.0M, PdCl₂ 1 × 10⁻⁴ M, N₂H₄ 2M, 온도 60°C, 반응시간 10분에서 NaOH 농도를 4M, 8M, 12M 및 16M로 변화하여 실험하였다.

[0058] NaOH는 Co(OH)₂ 슬러리를 생성시키는 것뿐만 아니라 하이드라진(N₂H₄)의 환원에 필요한 OH⁻를 제공하여 주는 중요한 역할을 한다.

[0059] 이 실험에서 코발트 이온의 농도는 1M로 코발트 이온을 Co(OH)₂ 슬러리로 변화시키기 위한 NaOH 2M과 Co(OH)₂의

슬러리를 환원하는 데 필요한 OH^- 를 제공하기 위한 NaOH 2M이 필요하여 이론적으로 4M의 농도가 필요하다. 그러나 도 4의 (a) ~ (d)에 도시된 바와 같이, XRD 결과를 보면 이론적인 4M의 NaOH 농도에서는 $\text{Co}(\text{OH})_2$ 슬러리가 코발트 분말로 환원하지 못하였으며, 그보다 2배인 NaOH 8M에서 $\text{Co}(\text{OH})_2$ 는 모두 코발트 분말로 환원되었다. 이것으로 보아 실제 코발트 분말로 환원시 이론적보다 과량의 NaOH가 필요한 것을 알 수 있다.

- [0060] 또한, NaOH 16M 이상에서는 과량의 NaOH 첨가로 인한 용매의 pH가 높아져, 환원된 코발트 분말의 표면이 변질되거나, 재용해되는 현상이 발생하였다.
- [0061] 한편, 도 5의 (a)에서는 $\text{Co}(\text{OH})_2$ 슬러리가 관측되고, 도 5의 (b) ~ (c)에서는 코발트 분말로 환원된 0.3 ~ 0.5 μm 의 미세 코발트 분말이 생성된 것을 확인할 수 있다. 이때, NaOH 8M 이상의 농도에서 NaOH 농도가 증가할수록 코발트 분말이 작아지는 현상이 있다.
- [0062] 촉매제(PdCl_2) 농도에 따른 영향
- [0063] 도 6은 PdCl_2 농도에 따라 제조되는 코발트 분말을 XRD로 측정하여 나타낸 그래프이고, 도 7은 PdCl_2 농도에 따라 제조되는 코발트 분말을 SEM으로 촬영한 사진이다.
- [0064] 실험조건은 증류수를 용매로 이용하고, CoCl_2 1M, NaOH 8M, N_2H_4 2M, 온도 60 $^\circ\text{C}$, 반응시간 10분에서 PdCl_2 농도를 5×10^{-5} M, 1×10^{-4} M, 5×10^{-4} M 및 1×10^{-3} M로 변화하여 실험하였다.
- [0065] 이 연구에서 촉매제의 역할은 코발트의 형상조절과 분말의 크기를 조절한다. 촉매제가 첨가되지 않을 경우 코발트 분말은 3 ~ 5 μm 의 수지상형 코발트 분말로 환원된다. 그러나 촉매제로 PdCl_2 가 첨가 되었을 경우 약 1 μm 이하의 미세한 코발트 분말로 환원되며, PdCl_2 의 농도가 증가할수록 환원되는 코발트 분말의 형상은 구형으로 생성된다.
- [0066] 도 6에 도시된 바와 같이, PdCl_2 농도에 따라 제조되는 코발트 분말을 XRD로 측정한 결과, 생성된 코발트 분말들은 모두 PdCl_2 로 인한 불순물들이 없음을 확인 할 수 있다.
- [0067] 도 7의 (a)에 도시된 바와 같이, PdCl_2 의 농도가 5×10^{-5} M로 첨가될 경우에는 약 0.86 μm 의 수지상형의 분말과 미세한 분말이 존재하는 것을 볼 수 있다. 반면, 도 7의 (b) ~ (d)에 도시된 바와 같이, PdCl_2 의 농도가 1×10^{-4} M, 5×10^{-4} M 및 1×10^{-3} M로 변화하였을 경우에는 분말의 크기는 0.42 μm , 0.28 μm , 0.26 μm 로 측정되었다. 이 결과, PdCl_2 의 농도가 증가할수록 분말의 크기가 점점 미세해지며, 분말의 형상은 수지상형에서 구형으로 변하는 것을 알 수 있다. 한편, PdCl_2 의 농도가 5×10^{-4} M를 초과할 경우에는 더 이상 촉매에 대한 큰 효과가 없는 것으로 판단된다.
- [0068] 환원제 농도에 따른 영향
- [0069] 하이드라진(N_2H_4)은 $\text{Co}(\text{OH})_2$ 슬러리를 코발트 분말로 환원시킬 수 있게 산화환원에너지를 제공하는 환원제 역할을 한다. 이런 역할을 하는 하이드라진의 농도에 따라 제조되는 분말의 영향을 알기 위해 아래와 같은 실험을 하였다.
- [0070] 도 8은 환원제의 농도에 따라 제조되는 분말을 XRD로 측정하여 나타낸 그래프이고, 도 9는 환원제 농도에 따라 제조되는 코발트 분말을 SEM으로 촬영한 사진이다.
- [0071] 실험조건은 증류수를 용매로 이용하고, CoCl_2 1.0M, NaOH 8M, PdCl_2 1×10^{-4} M, 온도 60 $^\circ\text{C}$, 반응시간 10분에서 N_2H_4 농도를 0.5M, 1.0M, 1.5M 및 2M로 변화하여 실험하였다.
- [0072] 도 8의 (a) ~ (d)에 도시된 바와 같이, XRD 측정 결과 $\text{Co}(\text{OH})_2$ 슬러리가 코발트 분말로 환원에 이론적으로 필요

한 하이드라진 0.5M에서는 모두 환원되지 않았음을 알 수 있다. 이론식보다 과량인 하이드라진 1.0M 이상에서는 모두 코발트 분말로 환원된 것을 알 수 있다.

[0073] 도 9의 (a) ~ (d)에 도시된 바와 같이, SEM 촬영 결과 하이드라진 농도 0.5M에서는 Co(OH)_2 슬러리가 관측되었으며, 하이드라진 농도 1.0M, 1.5M, 2.0M에서는 분말의 크기가 모두 약 0.3 ~ 0.5 μm 로 비슷하였으나, 하이드라진의 농도가 증가할수록 단 분산된 분말을 얻을 수 있었다.

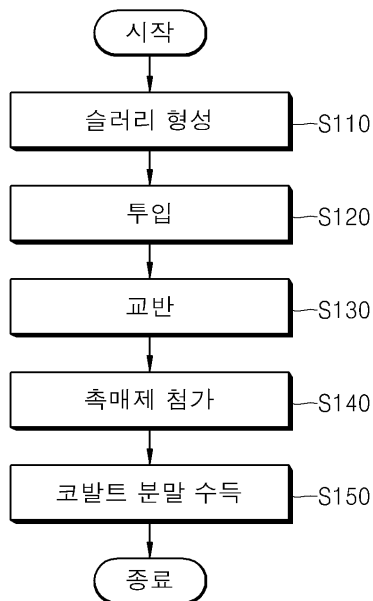
[0074] 이상 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 실시예들을 설명하였으나, 본 발명은 상기 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명의 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 실시될 수 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다.

부호의 설명

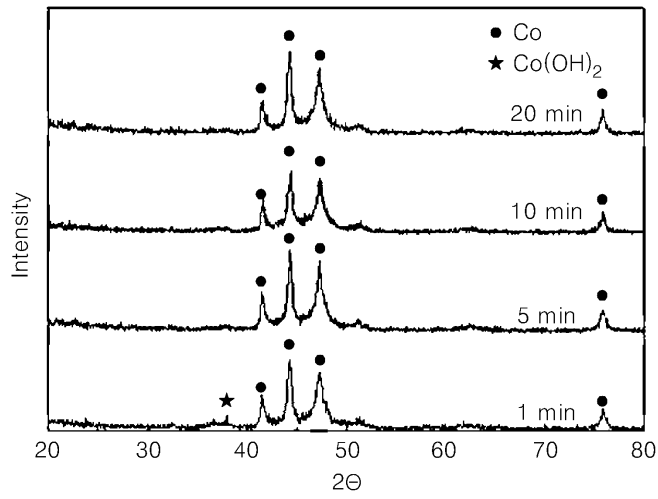
- [0075] S110 : 슬러리 형성 단계
- S120 : 투입 단계
- S130 : 교반 단계
- S140 : 촉매제 첨가 단계
- S150 : 코발트 분말 수득 단계

도면

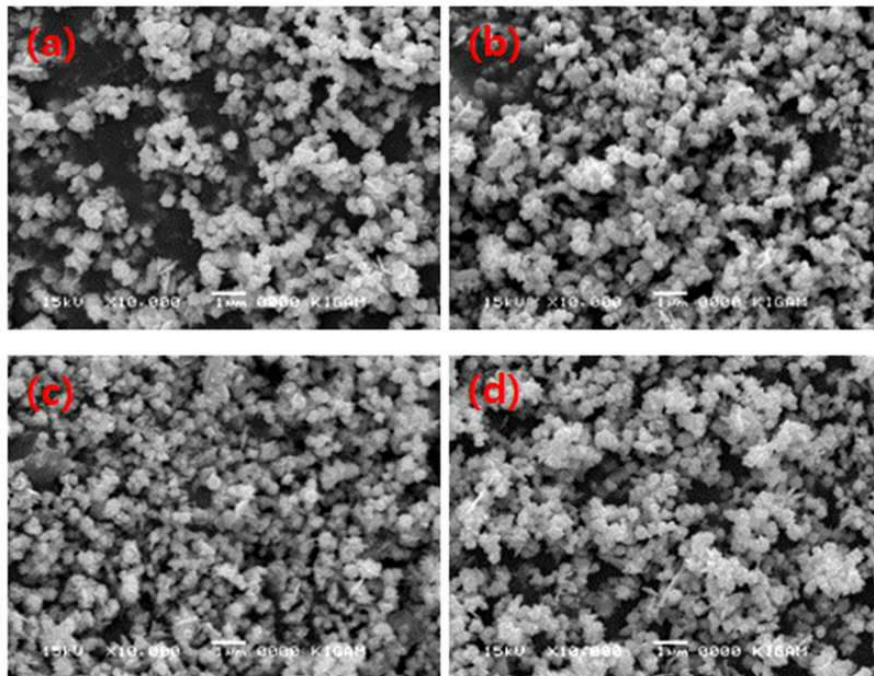
도면1



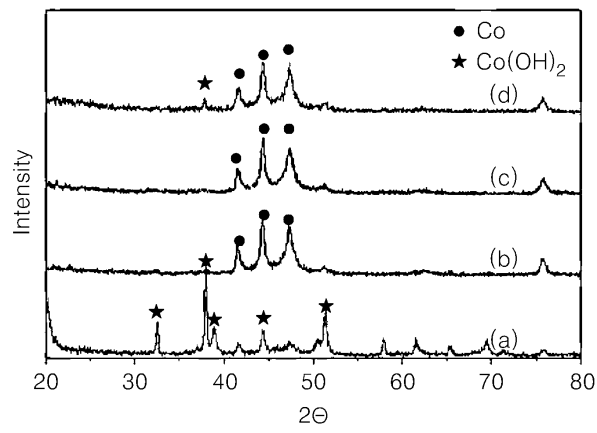
도면2



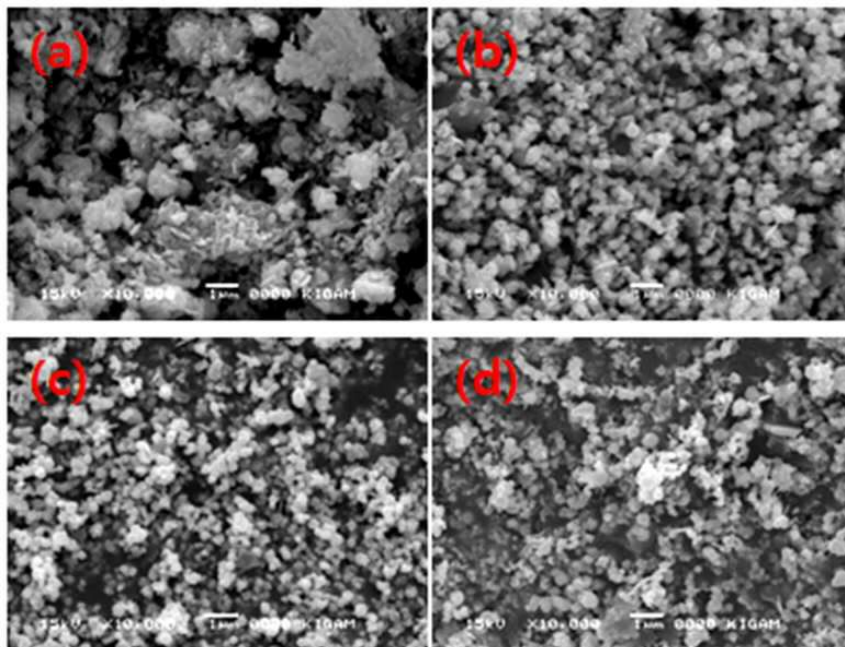
도면3



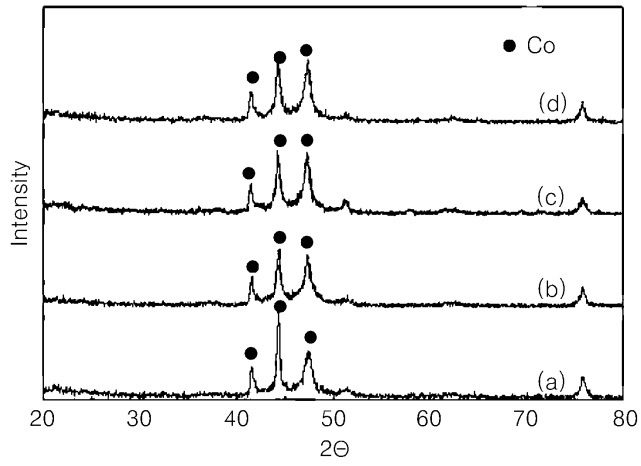
도면4



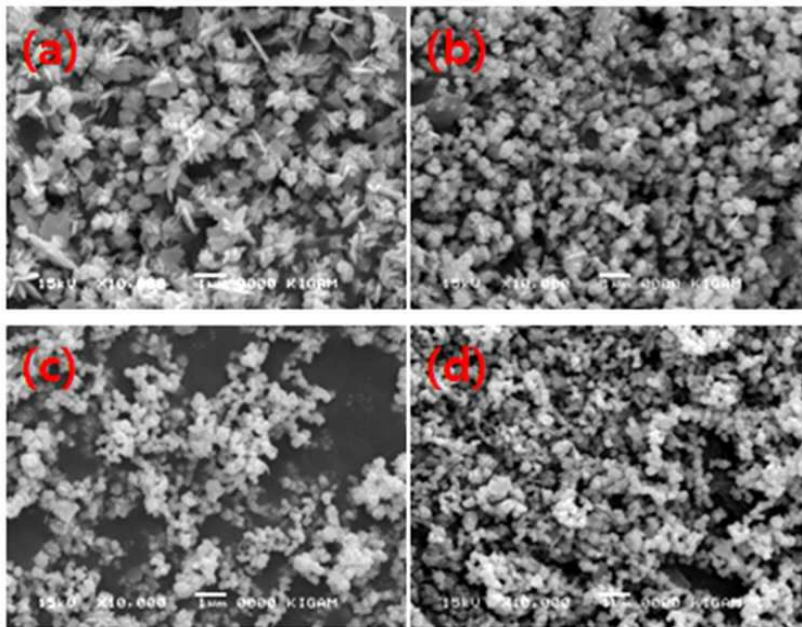
도면5



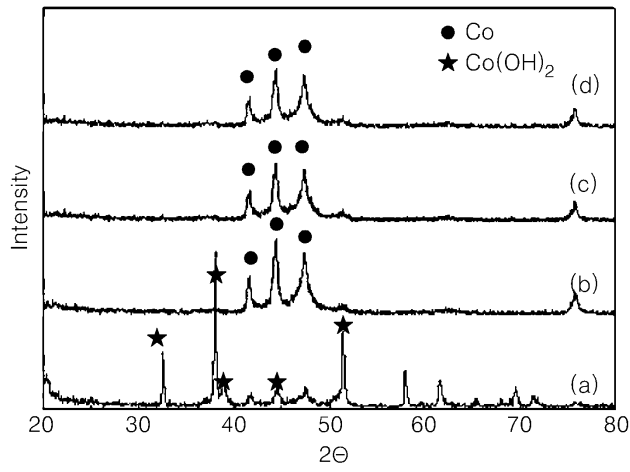
도면6



도면7



도면8



도면9

