

분무 열분해법에 의한 Nickel 입자의 형성과정에 관한 연구

강동준, 김선근, 정경원*

중앙대학교 화학공학과

대주정밀화학 (주)*

The Study of Nickel Particle Generation Mechanism by Spray Pyrolysis

Dong-Jun Kang, Sun-Geon Kim, Kyung-Won Jung*

Department of Chemical Engineering, Chung Ang University

Dae Joo Fine Chemical Co. Ltd*

서론

hybrid integrated circuits, multilayer ceramic capacitor와 같은 전기재료 제조에서 금속 분말로부터 전도성 박막을 형성하는 기술은 매우 중요하다.

가격이 비싼 금속들이 전도성 막을 만드는데 이용함에도 불구하고, 최근에는 가격적으로 저렴한 금속들로 대체하려는 노력들이 이루어지고 있다. 예를 들어, Ni powder는 Palladium을 대신하여 multilayer ceramic capacitor의 내부전극으로 사용되어 지고 있다. 전극의 특성을 좌우하는 것은 그 구성의 대부분을 차지하는 분말의 특성에 의한 것인데, Ni 전극의 경우 미립형의 Ni 분말 제조기술 개발이 이뤄지지않고 있으며, Ni 재료에 대한 국내의 기반기술이 형성되지 않고 있기 때문에 고적층 칩부품에의 적용에도 상당한 애로가 있는 것이 사실이다. 현재 국내에 수입되고 있는 Ni 전극의 경우 사용되는 분말의 입도가 0.5~1.0 μm 정도인 것이 대부분이어서 0.5 μm 이하의 Ni 분말을 이용한 전극의 개발이 시급한 실정이다.

분무열분해 또는 aerosol-to-particle conversion 기술은 주로 다양한 산화물 또는 금속입자 들의 제조에 이용되었다. 제조된 입자들은 일반적으로 micron 또는 submicron 크기에 상대적으로 좁은 입도분포를 가지는 구형입자들이나, 종종 중공입자 또는 다공성입자들을 얻는데, 이는 높은 반응속도 조건하에서 solvent의 증발이 지연되기 때문이다. 게다가 제조된 입자는 반응의 복잡성 때문에 언제나 좁은 분포를 가지지 않는다. 따라서 제조된 입자의 특성을 조절하는 것이 이 연구에서 주된 관심사이다. 본 연구에서는 Nickel 입자를 분무 열분해법으로 제조하였고, 제조된 Nickel 입자의 크기와 형상과 같은 변수들을 연구하였다.

실험

Fig.1은 실험 장치의 개략도를 나타내었다. 출발물질인 Nickel chloride hexahydrate를

D.I.Water에 녹여서 적절한 농도의 전구체를 만든 후, 액적으로 분무시켜서 950°C로 고정된 전기로 안에 위치한 관형반응기 안에서 반응시킨다. 이 때 필요하다면 액적이 반응기안에 들어가기전 액적의 건조와 반응을 분리시키기 위해서 aerosol dryer를 거친다. Reduction agent로서 hydrogen과 argon 혼합가스를 사용하였으며 carrier gas로서 argon을 이용하였다. 이 때 carrier gas와 reduction agent gas의 유량은 총 3.75l/min으로 고정하였고 hydrogen과 argon 혼합가스의 주입위치를 변화시켜 가면서 입자들을 제조해 보았다. 반응이 끝난 후 입자들은 filter paper 또는 fabric filter를 이용하여 포집하였고, 반응기로부터 생성된 HCl 가스는 NaOH Solution을 이용하여 흡수하였고, 미반응된 수소가스는 Copper tube에 열선을 이용하여 대기중에서 태웠다.

Ni 염의 농도, 반응기의 온도, 환원제로 쓰여진 수소가스의 농도, 수소가스의 주입 위치 등이 주요한 변수로 이용되었다. 제조된 입자들은 SEM을 통하여 입자의 형상을, XRD, EDX를 통하여 결정성 및 화학조성을 조사하였다. 또한 제조된 Nickel 입자의 자성을 측정하였다.

결과 및 검토

Fig. 2는 다양한 온도에서 제조된 Nickel 입자들의 sem 사진을 보여준다.

온도는 전구체가 Ni 입자들로 전환되는데 커다란 영향을 미치기 때문에, 가장 중용한 변수로 사료된다. 낮은 온도에서, 입자들은 어느 정도 구형성을 가질 뿐 아니라, 벌집 모양의 표면을 가진 중공입자 처럼 보이나 온도가 올라감에 따라, 입자들은 단단해지고 표면이 덜 거칠어 보이나, 구형에서는 멀어지고 있음을 알 수 있다. 이는 고/기 반응이 진행되기 때문이라고 사료된다.

Fig. 3은 다양한 온도에서 제조된 Ni 입자들의 XRD peak data로서 온도가 올라감에 따라 Ni로 전화되는 것이 증가함을 확인 할 수 있었습니다. 약 800°C 이상에서는 순수한 Ni peak가 나타남을 확인 할 수 있었다.

참고문헌

1. K.Nagashima, M.Wada and A. Kato, *J.Mater. Res*, 5, 2828-2834 (1990)
2. S.Stopic, I. Ilic and D. Uskokovic, *Mater.Letters* 24, 369-376 (1995)
3. Dj. Janackovic, V. Jokanovic, Lj. Kostic-Gvozdenovic, and D.Uskokovic, *Nanostructured Materials*, 10, 3, 341-348 (1998)

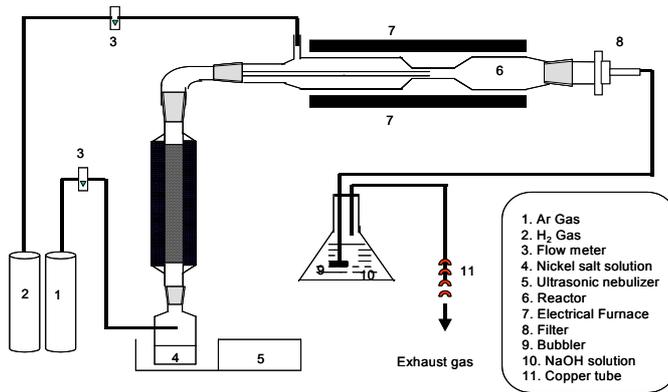


Fig. 1 Schematic diagram of Our Experimental Apparatus

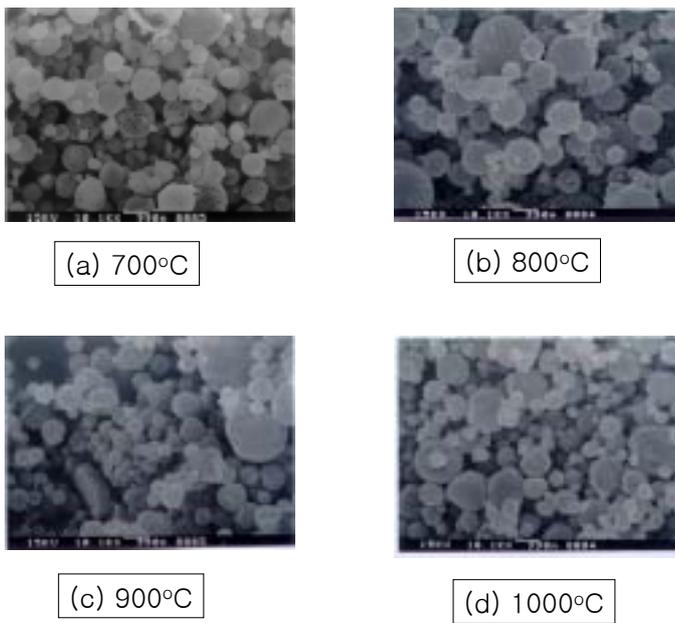


Fig. 2 다양한 온도에서 제조된 Nickel 입자들의 sem 사진

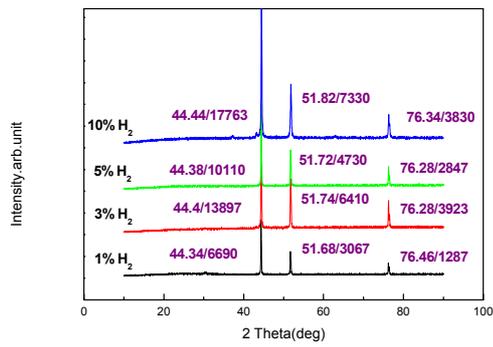


Fig. 3 XRD Patterns of Ni particles prepared various temperature