

NiO 수소환원에 의한 Ni 나노입자합성 (Synthesis of Nanocrystalline Nickel by Hydrogen Reduction of NiO)

한양대학교 권상균*, 남희영, 이재성, 오승탁, 좌용호

1. 서론

최근 수소환원에 의해 금속산화물입자로부터 나노금속입자를 제조하는 연구에 따르면 초기 금속산화물의 크기 및 구조형태가 나노금속입자 형성에 크게 영향을 주고 있다[1]. 산화물의 분말구조변화를 위해 불밀한 응집체형태의 NiO 나노분말의 수소환원거동을 조사한 이 연구의 결과에 따르면 나노크기 NiO 입자의 수소환원에 따른 Ni나노입자의 형성과정은 화학반응기구뿐만 아니라 확산기구에 의해 복합적으로 진행되는 것으로 나타났다. 이는 나노분말 응집체 내부의 미세기공이 수소환원시 기체의 확산에 영향을 주기 때문이다. 본 연구에서는 응집도가 서로 다른 초기 NiO 분말구조에 따른 수소환원거동을 이해하고 Ni 나노입자의 생성과정을 조사하였다.

2. 실험방법

응집도가 낮은 NiO 나노입자는 응집도의 조절이 가능한 sol-gel공정으로 제조하였다. 초기 원료인 니켈질산염($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)을 0.1 M의 농도로 증류수에 용해시킨 후 암모니아수를 첨가하여 pH 7로 조절하였다. 석출 및 가수분해반응 후 형성된 침전물은 질산염을 제거하기 위해 여과 후 증류수로 세척하였다. 침전물은 dry oven에서 60°C, 24 h 동안 건조하였고, 건조 후 형성된 입자는 400°C, 2 h 동안 대기 중에서 하소하여 안정한 산화물입자를 제조하였다. 하소과정 후 제조된 산화물 입자의 환원 거동은 thermogravimetry 및 hygrometry를 이용하여 수소 분위기(노점, -76°C)에서 분당 10°C의 속도로 500°C까지 승온하면서 조사하였다. 분말의 상분석과 결정립 크기는 XRD를 이용하여 분석하였으며 분말의 입자크기 및 미세구조는 BET와 SEM (Scanning Electron Microscope), TEM (Transmission Electron Microscope)으로 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

하소한 입자는 XRD로 분석한 결과 NiO상을 형성하고 있었고 TEM으로 관찰한 결과 분산된 10~20 nm 크기의 입자들로 이루어져 있었다. hygrometry 및 thermogravimetry를 이용하여 환원거동을 분석한 결과, NiO입자의 환원거동은 단일 환원피크로 나타났고 예전의 연구결과와 비교해볼 때 환원거동이 화학반응기구에 지배되었다는 것을 알 수 있었다. 이것은 sol-gel로 제조한 산화물은 수소환원 시 기체확산에 영향을 주지 않는 미세구조를 형성하고 있다는 것을 의미한다. 이를 확인하기 위해 BET로 미세기공분포를 분석한 결과 미세기공의 크기는 입자크기에 비해 3배 이상 큰 것으로 나타났고 미세기공의 부피는 0.7 cc/g으로 불밀로 제조한 산화물에 비해 2배 이상 많은 양의 기공이 존재하고 있었다. 즉 본 연구에서 sol-gel로 제조한 나노크기 NiO입자는 상대적으로 느슨한 미세구조를 하고 있기 때문에 기체의 확산이 용이하여 수소환원과정이 화학반응기구에 의해 지배된다는 것을 알 수 있었다.

4. 참고문헌

- 1) J.S. Lee and B. S. Kim: Materials Transactions, 42(8) (2001), 1607