



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2019-0026464
(43) 공개일자 2019년03월13일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B22F 9/22 (2006.01) B03C 1/02 (2006.01)
(52) CPC특허분류
B22F 9/22 (2013.01)
B03C 1/02 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2017-0113411
(22) 출원일자 2017년09월05일
심사청구일자 2017년09월05일

(71) 출원인
부경대학교 산학협력단
부산광역시 남구 신선로 365 (용당동,
부경대학교)
(72) 발명자
왕제필
부산광역시 남구 용호로110번길 28
(74) 대리인
두호특허법인

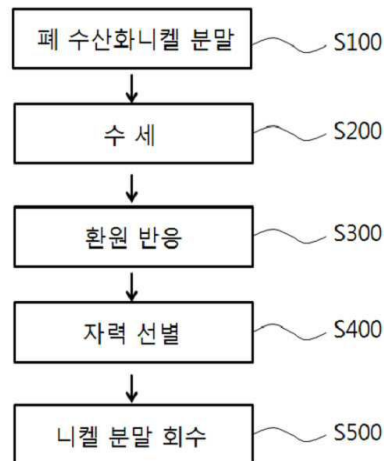
전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 발명의 명칭 니켈 분말 제조 방법

(57) 요약

본 발명은 수산화니켈($\text{Ni}(\text{OH})_2$)을 포함하는 시료가 준비되고, 상기 시료가 수세되어 상기 시료에 포함된 수용성 불순물이 제거되고, 상기 수세된 시료에 탄소계 환원제가 주입되고 가열환원되며, 상기 환원된 시료에 포함된 니켈(Ni) 금속은 자력선별을 통해 회수되는, 니켈 분말 제조 방법에 관한 것이다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

B22F 2301/15 (2013.01)

B22F 2302/40 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

수산화니켈($\text{Ni}(\text{OH})_2$)을 포함하는 시료가 준비되고,
상기 시료가 수세되어 상기 시료에 포함된 수용성 불순물이 제거되고,
상기 수세된 시료에 탄소계 환원제가 주입되고 가열환원되며,
상기 환원된 시료에 포함된 니켈(Ni) 금속은 자력선별을 통해 회수되는, 니켈 분말 제조 방법.

청구항 2

청구항 1에 있어서,
상기 환원제는 탄소(C) 분말, 일산화탄소(CO) 가스 및 메탄(CH_4) 가스 중 선택된 하나인, 니켈 분말 제조 방법.

청구항 3

청구항 2에 있어서,
상기 탄소(C) 분말이 주입되는 경우,
상기 환원반응의 온도는 800C 이상인, 니켈 분말 제조 방법.

청구항 4

청구항 2에 있어서,
상기 탄소(C) 분말이 주입되는 경우,
상기 탄소(C) 분말 함량은 상기 시료의 니켈(Ni) 함량 대비 1.4 내지 1.6배인, 니켈 분말 제조 방법.

청구항 5

청구항 2에 있어서,
상기 일산화탄소(CO) 가스 및 상기 메탄(CH_4) 가스 중 선택된 하나가 주입되는 경우,
상기 환원반응의 온도는 500 내지 700C인, 니켈 분말 제조 방법.

청구항 6

청구항 2에 있어서,
상기 일산화탄소(CO) 가스 및 상기 메탄(CH_4) 가스 중 선택된 하나가 주입되는 경우,
상기 환원반응은 3 내지 5시간 동안 이루어지는, 니켈 분말 제조 방법.

청구항 7

청구항 2에 있어서,

상기 일산화탄소(CO) 가스 및 상기 메탄(CH₄) 가스 중 어느 하나가 주입되는 경우,

상기 일산화탄소(CO) 가스 및 상기 메탄(CH₄) 가스 중 어느 하나는 95 내지 105cc/min의 속도로 주입되는, 니켈 분말 제조 방법.

청구항 8

청구항 1에 있어서,

상기 자력선별은 1000 내지 4000가우스(gauss)의 자력강도로 이루어지는, 니켈 분말 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명의 실시예들은 니켈 분말 제조 방법에 관한 것으로서, 특히, 수산화니켈(Ni(OH)₂)이 포함된 시료로부터 니켈(Ni) 분말을 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 스테인리스 스틸(STS) 원료로 많이 사용되는 니켈(Ni)은 그 외에 다양한 용도로 사용되는 고가의 금속이다. 예를 들어, 니켈은 니켈강, 스테인리스 스틸, 니크롬강, 뿐만 아니라 특수합금 및 도금재료 등으로도 응용되고 있다. 특히 니켈, 철, 코발트의 합금으로 제조되는 자성유체(magnetic fluid)는 높은 충격흡수 충진재로 폭넓게 사용된다. 또한, 니켈 나노 입자는 표면적이 크고 고활성이기 때문에 유기수소 첨가반응 또는 배기가스 처리 등에서의 촉매로 사용되기도 한다. 그리고, 로켓 고체연료에 조연제(comburent)로도 사용되어 연소열 및 연소효율을 증가시키고 산화 안정성을 향상시킬 수도 있다.

[0005] 위와 같은 니켈 분말 제조 방법에는 음향화학반응법(sonochemistry), 마이크로에멀전법, 화학환원법, 기상반응법, 불침법, 수열합성법 등이 존재하며, 통상적으로 이온교환, 전기분해, 전기투석 공정 등을 주로 이용하여 니켈을 회수하고 있다. 특히, 종래 한국등록특허공보 제10-0411575호에 개시된 바에 의하면, 염화니켈의 증기에 수소 등의 환원성 가스를 접촉시켜 니켈 분말을 환원, 석출하는 기상환원법 등이 있다.

[0006] 그러나 이러한 방법들은 그에 맞는 여러 장치들이 요구되고 분말을 얻는 과정에서 위험성이 높은 수소 가스가 환원제로 사용된다. 또한 기상환원법 같은 경우는 순간적인 반응에 의하여 입자를 형성하기 때문에 입자의 크기, 형상, 입도 제어가 어렵고, 1000℃ 이상의 고온에서 반응시켜야 하기 때문에 제조 공정의 원가 자체가 고가인 문제점이 존재한다.

[0008] 한편, 니켈염(Ni(NO₃)₂, Ni(SO₄)₂, NiClO₄ 등) 용액에 수산화알칼리를 가하였을 때 침전물로 생성되고, 니켈이 함유된 습식 공정에서 주로 발생하는 폐 수산화니켈(Ni(OH)₂)의 경우, 현재 재활용이 용이하지 않거나, 니켈 회수에 공정의 비용 및 시간이 많이 소비되어 상용화가 쉽지 않은 것이 현실이다.

[0009] 따라서, 위와 같은 종래 니켈 분말 제조 방법을 개선하기 위한 신규한 공정이 필요하다.

선행기술문헌

특허문헌

[0011] (특허문헌 0001) 한국등록특허공보 제10-0411575호(2003.12.31.)

발명의 내용

해결하려는 과제

[0012] 본 발명의 실시예들은, 최종 니켈 분말의 순도를 높일 수 있는 니켈 분말 제조 방법을 제공하기 위한 것이다.

[0013] 또한, 본 발명의 실시예들은, 공정 중에 환경에 유해한 물질을 전혀 사용하지 않음으로써 친환경적인 니켈 분말 제조 방법을 제공하기 위한 것이다.

[0014] 또한, 본 발명의 실시예들은, 니켈 분말의 생산 단가를 절감할 수 있는 니켈 분말 제조 방법을 제공하기 위한 것이다.

[0015] 또한, 본 발명의 실시예들은, 제조 공정이 단순하여 상용화가 용이한 니켈 분말 제조 방법을 제공하기 위한 것이다.

과제의 해결 수단

[0017] 본 발명의 일 실시예에 따르면, 수산화니켈($\text{Ni}(\text{OH})_2$)을 포함하는 시료가 준비되고, 상기 시료가 수세되어 상기 시료에 포함된 수용성 불순물이 제거되고, 상기 수세된 시료에 탄소계 환원제가 주입되고 가열환원되며, 상기 환원된 시료에 포함된 니켈(Ni) 금속은 자력선별을 통해 회수되는, 니켈 분말 제조 방법을 제공할 수 있다.

[0019] 상기 환원제는 탄소(C) 분말, 일산화탄소(CO) 가스 및 메탄(CH_4) 가스 중 선택된 하나일 수 있다.

[0020] 상기 탄소(C) 분말이 주입되는 경우, 상기 환원반응의 온도는 800C 이상일 수 있다.

[0021] 상기 탄소(C) 분말이 주입되는 경우, 상기 탄소(C) 분말 함량은 상기 시료의 니켈(Ni) 함량 대비 1.4 내지 1.6 배일 수 있다.

[0022] 상기 일산화탄소(CO) 가스 및 상기 메탄(CH_4) 가스 중 선택된 하나가 주입되는 경우, 상기 환원반응의 온도는 500 내지 700C일 수 있다.

[0023] 상기 일산화탄소(CO) 가스 및 상기 메탄(CH_4) 가스 중 선택된 하나가 주입되는 경우, 상기 환원반응은 3 내지 5 시간 동안 이루어질 수 있다.

[0024] 상기 일산화탄소(CO) 가스 및 상기 메탄(CH_4) 가스 중 어느 하나가 주입되는 경우, 상기 일산화탄소(CO) 가스 및 상기 메탄(CH_4) 가스 중 어느 하나는 95 내지 105cc/min의 속도로 주입될 수 있다.

[0025] 상기 자력선별은 1000 내지 4000가우스(gauss)의 자력강도로 이루어질 수 있다.

발명의 효과

[0027] 본 발명의 실시예들에 의하면, 최종 니켈 분말의 순도를 높일 수 있다.

[0028] 또한, 본 발명의 실시예들에 의하면, 공정 중에 환경에 유해한 물질을 전혀 사용하지 않음으로써 친환경적으로 니켈 분말을 제조할 수 있다.

[0029] 또한, 본 발명의 실시예들에 의하면, 니켈 분말의 생산 단가를 절감할 수 있다.

[0030] 또한, 본 발명의 실시예들에 의하면, 제조 공정이 단순하여 상용화가 용이하다.

도면의 간단한 설명

[0032] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 니켈 분말 제조 방법을 나타내는 순서도

도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 수산화니켈($\text{Ni}(\text{OH})_2$)이 포함된 원 시료의 성분을 X선회절분석법을 통해 관찰한 결과를 나타내는 그래프

도 3은 환원공정 간 주입되는 환원제의 종류 (a)탄소 분말; (b)일산화탄소 가스; (c)메탄 가스;에 따라 니켈 분말 성분을 X선회절분석법을 통해 관찰한 결과를 나타내는 그래프

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0033] 이하, 도면을 참조하여 본 발명의 구체적인 실시형태를 설명하기로 한다. 그러나 이는 예시에 불과하며 본 발명은 이에 제한되지 않는다.

[0034] 본 발명을 설명함에 있어서, 본 발명과 관련된 공지기술에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있다고 판단되는 경우에는 그 상세한 설명을 생략하기로 한다. 그리고, 후술되는 용어들은 본 발명에서의 기능을 고려하여 정의된 용어들로서 이는 사용자, 운용자의 의도 또는 관례 등에 따라 달라질 수 있다. 그러므로 그 정의는 본 명세서 전반에 걸친 내용을 토대로 내려져야 할 것이다.

[0035] 본 발명의 기술적 사상은 청구범위에 의해 결정되며, 이하의 실시예는 본 발명의 기술적 사상을 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 효율적으로 설명하기 위한 일 수단일 뿐이다.

[0037] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 니켈 분말 제조 방법을 나타내는 순서도이고, 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 수산화니켈($\text{Ni}(\text{OH})_2$)이 포함된 원 시료의 성분을 X선회절분석법을 통해 관찰한 결과를 나타내는 그래프이며, 도 3은 환원공정 간 주입되는 환원제의 종류 (a)탄소 분말; (b)일산화탄소 가스; (c)메탄 가스;에 따라 니켈 분말 성분을 X선회절분석법을 통해 관찰한 결과를 나타내는 그래프이다.

[0038] 도 1 내지 3을 참조하면, 수산화니켈($\text{Ni}(\text{OH})_2$)을 포함하는 시료가 준비되고(S100), 상기 시료가 수세되어 상기 시료에 포함된 수용성 불순물이 제거되고(S200), 상기 수세된 시료에 탄소(C) 분말, 일산화탄소(CO) 가스 및 메탄(CH_4) 가스 등의 탄소계 환원제가 주입되고 가열환원되며(S300), 상기 환원된 시료에 포함된 니켈(Ni) 금속은 자력선별을 통해 회수될 수 있다(S400, S500).

[0040] 구체적으로, 상기 수산화니켈($\text{Ni}(\text{OH})_2$)은 $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Ni}(\text{SO}_4)_2$, NiClO_4 등의 니켈염 용액에 수산화알칼리를 가하였을 때 침전물로 생성되고, 니켈이 함유된 습식 공정에서 주로 발생될 수 있다.

[0041] 상기 수산화니켈($\text{Ni}(\text{OH})_2$)이 포함된 시료는 아래 표 1 및 도 2의 X선회절분석 그래프의 조성비와 같이 준비될 수 있다. 다만, 상기 시료의 조성비는 예시적인 것으로 이에 한정되는 것은 아니고, 전술한 수세과정, 환원과정 및 자력선별 등을 거쳐 니켈 분말을 회수할 수 있을 정도면 충분하다(S100).

표 1

[0043]

Element	Weight(%)
O	47.466
Na	19.264
Mg	0.304
Si	0.238
S	17.922
Ca	5.956

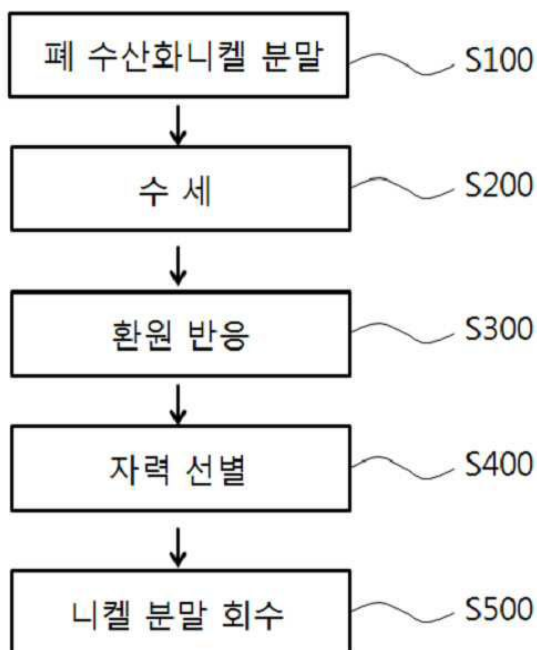
Co	1.364
Ni	7.384

- [0045] 또한, 상기 시료에 포함된 수용성 불순물은 수세(water washing)과정을 통해 제거 될 수 있다(S200). 예를 들어, 상기 시료에는 황산나트륨(Na_2SO_4) 등과 같은 수용성 불순물들이 포함되어 있을 수 있는 바, 수세 과정을 통해 상술한 수용성 불순물이 제거될 수 있고, 니켈 금속의 함량을 높일 수 있다.
- [0047] 한편, 본 발명의 일 실시예에 따라 환원제로 탄소(C) 분말이 주입되는 경우, 상기 환원반응은 800C 이상의 온도 조건에서 이루어질 수 있고, 환원제로 주입된 상기 탄소(C) 분말은 상기 시료의 니켈(Ni) 함량 대비 1.4 내지 1.6배일 수 있다(S300).
- [0048] 위와 같은 온도 조건 및 탄소 분말 함량 조건에서 환원됨에 따라 상기 시료에 포함된 수산화니켈($\text{Ni}(\text{OH})_2$)은 모두 충분히 환원될 수 있고, 수산화니켈($\text{Ni}(\text{OH})_2$)의 환원율을 최대화 함으로써 충분한 양의 니켈(Ni) 분말이 제조 될 수 있다.
- [0049] 상기 탄소(C) 분말이 주입되어 환원된 후의 시료에 포함된 니켈(Ni)의 조성비는 도 3(a)의 X선회절분석 그래프를 통해 확인할 수 있다.
- [0051] 한편, 본 발명의 다른 실시예에 따라 환원제로 일산화탄소(CO) 가스가 주입되는 경우, 상기 환원반응은 500 내지 700C의 온도 조건에서 약 3 내지 5시간 동안 이루어질 수 있고, 상기 일산화탄소(CO) 가스는 95 내지 105cc/min의 속도로 주입되어 일산화탄소(CO) 가스 분위기를 유지하며 이루어질 수 있다(S300).
- [0052] 위와 같은 온도 및 시간 조건, 그리고 일산화탄소(CO) 가스 주입 속도 조건에서 환원됨에 따라 상기 시료에 포함된 수산화니켈($\text{Ni}(\text{OH})_2$)은 모두 충분히 환원될 수 있고, 수산화니켈($\text{Ni}(\text{OH})_2$)의 환원율을 최대화 함으로써 충분한 양의 니켈(Ni) 분말이 제조 될 수 있다.
- [0053] 상기 일산화탄소(CO) 가스가 주입되어 환원된 후의 시료에 포함된 니켈(Ni)의 조성비는 도 3(b)의 X선회절분석 그래프를 통해 확인할 수 있다.
- [0055] 한편, 본 발명의 또 다른 실시예에 따라 환원제로 메탄(CH_4) 가스가 주입되는 경우, 상기 환원반응은 500 내지 700C의 온도 조건에서 약 3 내지 5시간 동안 이루어질 수 있고, 상기 메탄(CH_4) 가스는 95 내지 105cc/min의 속도로 주입되어 메탄(CH_4) 가스 분위기를 유지하며 이루어질 수 있다(S300).
- [0056] 위와 같은 온도 및 시간 조건, 그리고 메탄(CH_4) 가스 주입 속도 조건에서 환원됨에 따라 상기 시료에 포함된 수산화니켈($\text{Ni}(\text{OH})_2$)은 모두 충분히 환원될 수 있고, 수산화니켈($\text{Ni}(\text{OH})_2$)의 환원율을 최대화 함으로써 충분한 양의 니켈(Ni) 분말이 제조 될 수 있다.
- [0057] 상기 메탄(CH_4) 가스가 주입되어 환원된 후의 시료에 포함된 니켈(Ni)의 조성비는 도 3(c)의 X선회절분석 그래프를 통해 확인할 수 있다.
- [0059] 한편, 상기 환원반응을 통해 환원된 니켈 분말은 본 발명의 일 실시예에 따라 자력선별을 통해 회수될 수 있다(S400, S500).
- [0060] 상기 환원된 시료에 포함된 구성 물질들은 각각이 상이한 자력을 가지고 있는데, 자력강도를 조절함으로써 니켈 분말만을 선별하여 회수할 수 있다(S300). 구체적으로, 상기 자력선별은 1000 내지 4000가우스(gauss)의 자력강도로 이루어질 수 있고(S400), 이를 통해 상기 환원된 시료에서 높은 함량의 니켈 금속을 분리 회수할 수 있다(S500).

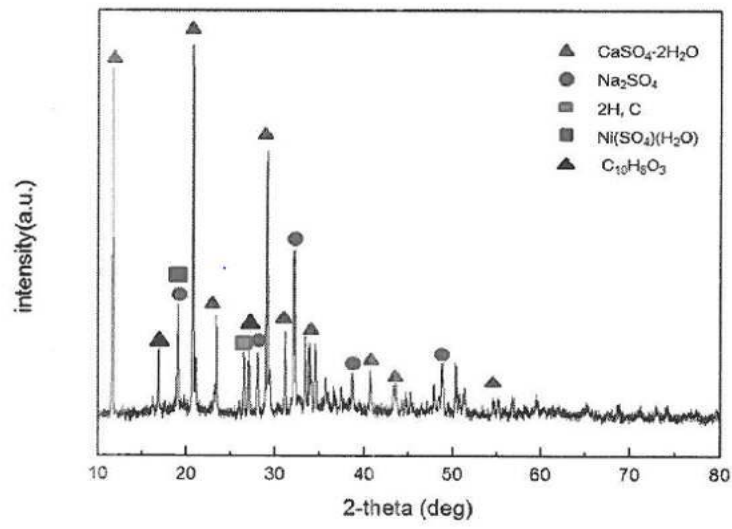
- [0062] 상술한 바와 같이, 본 발명의 일 실시예에 따른 니켈 분말 제조 방법은, 종래의 유해한 강산 용액 및 기타 화합물을 사용하는 액상환원공정과 달리 환경에 유해한 물질을 전혀 사용하지 않을 수 있는 바, 친환경적으로 니켈 분말을 제조 할 수 있다.
- [0063] 또한, 구체적인 자력강도 조절을 통해 환원된 시료에서 니켈 분말만을 선별할 수 있는 바, 최종 니켈 분말의 순도를 높일 수 있다.
- [0064] 또한, 유해 물질을 전혀 사용하지 않는 바, 유해물질을 처리하기 위한 별도의 비용이 발생하지 않아 생산 단가를 절감할 수도 있으며, 제조 공정이 단순하여 상용화가 용이하다.
- [0066] 이상에서 대표적인 실시예를 통하여 본 발명에 대하여 상세하게 설명하였으나, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자는 상술한 실시예에 대하여 본 발명의 범주에서 벗어나지 않는 한도 내에서 다양한 변형이 가능함을 이해할 것이다. 그러므로 본 발명의 권리범위는 설명된 실시예에 국한되어 정해져서는 안 되며, 후술하는 특허청구범위뿐만 아니라 이 특허청구범위와 균등한 것들에 의해 정해져야 한다.

도면

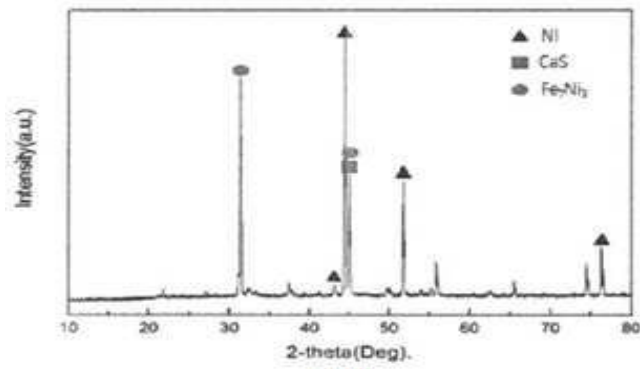
도면1



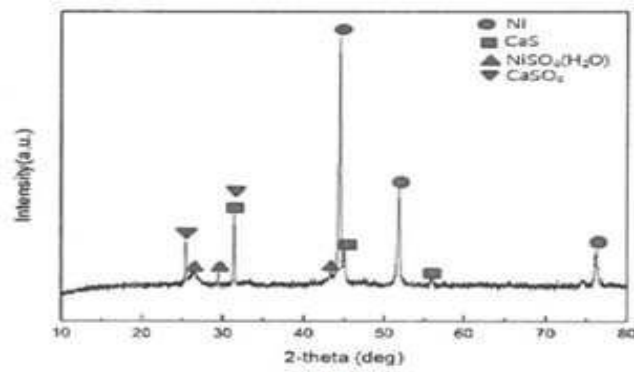
도면2



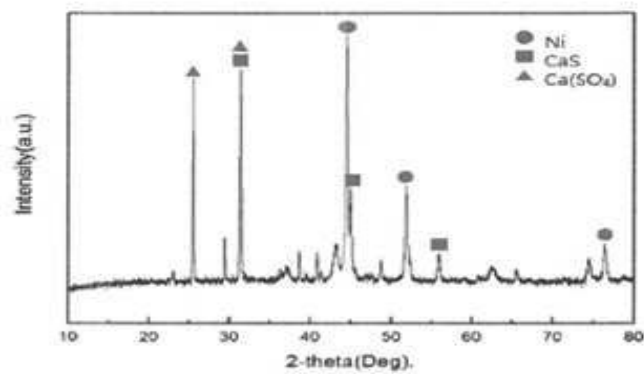
도면3



(a)



(b)



(c)