



(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl. B22F 9/24 (2006.01)	(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2007년03월14일 10-0695131 2007년03월08일
----------------------------------------	-------------------------------------	------------------------------------------

(21) 출원번호	10-2004-0091458	(65) 공개번호	10-2005-0050535
(22) 출원일자	2004년11월10일	(43) 공개일자	2005년05월31일
심사청구일자	2004년11월10일		

(30) 우선권주장 1020030084172 2003년11월25일 대한민국(KR)

(73) 특허권자 삼성전자주식회사
 경기도 수원시 영통구 매탄동 416

(72) 발명자 최재영
 경기도 수원시 영통구 영통동 황골마을주공1단지아파트 155동 802호

 김순호
 서울 성동구 금호동3가 두산아파트 114동 201호

 김태경
 경기도 수원시 영통구 영통동 1019-15번지 305호

 이학준
 경기도 수원시 팔달구 영통동 삼성아파트 439동 702호

 윤선미
 경기도 용인시 기흥읍 농서리 산14-1 삼성종합기술원

(74) 대리인 리엔목특허법인
 이해영

(56) 선행기술조사문헌 JP2001284161 A * JP63020032 A *
 * 심사관에 의하여 인용된 문헌

심사관 : 이성준

전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 탄소함유 니켈 분말 및 그 제조 방법

(57) 요약

본 발명에서는 탄소함유 니켈입자 분말을 제공한다. 본 발명의 탄소함유 니켈입자 분말은 탄소의 존재로 인하여, 소성시에 개선된 수축 특성을 갖는다. 또한, 본 발명의 탄소함유 니켈입자 분말은 매우 억제된 응집체 형성도를 갖는다.

대표도

도 3

특허청구의 범위

청구항 1.

니켈금속입자 및 상기 니켈금속입자에 함유된 탄소를 포함하며,
상기 탄소가 두께 2 내지 100 nm인 연속 표면 코팅층을 형성하고,
상기 탄소함유 니켈입자의 탄소 함량이 0.5 내지 7중량%인 것을 특징으로 하는 탄소함유 니켈입자.

청구항 2.

삭제

청구항 3.

삭제

청구항 4.

삭제

청구항 5.

삭제

청구항 6.

삭제

청구항 7.

제 1 항에 있어서, 평균크기가 30 내지 300 nm인 것을 특징으로 하는 탄소함유 니켈입자.

청구항 8.

니켈금속입자; 및 상기 니켈금속입자에 함유되어 있는 탄소를 포함하는 탄소함유 니켈입자를 포함하며,
상기 탄소가 두께 2 내지 100 nm인 연속 표면 코팅층을 형성하고,
상기 탄소함유 니켈입자의 탄소 함량이 0.5 내지 7중량%인 것을 특징으로 하는 탄소 함유 니켈입자 분말.

청구항 9.

니켈금속입자 분말과 폴리올을 포함하는 원료분산액을 준비하는 단계; 및
상기 원료분산액을 가열하여, 상기 니켈입자에 탄소를 함유시키는 단계를 포함하는, 탄소함유 니켈입자 분말 제조 방법.

청구항 10.

제 9 항에 있어서, 상기 유기용매는 폴리올계 화합물인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 11.

제 9 항에 있어서, 상기 원료분산액을 가열하는 단계의 가열 온도는 150℃ 내지 350℃인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 12.

제 9 항에 있어서, 상기 원료분산액을 가열하는 단계에서, 상기 원료분산액 중의 상기 폴리올이 비등하도록 상기 원료분산액을 가열하는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 13.

니켈금속입자; 및 상기 니켈금속입자에 함유되어 있는 탄소를 포함하는 탄소함유 니켈입자를 포함하며, 상기 탄소가 두께 2 내지 100 nm인 연속 표면 코팅층을 형성하는 탄소함유 니켈입자 분말;

유기바인더; 및

유기용매를 포함하며,

상기 탄소함유 니켈입자의 탄소 함량이 0.5 내지 7중량%인 것을 특징으로 하는 전도성 페이스트.

청구항 14.

삭제

청구항 15.

삭제

청구항 16.

삭제

청구항 17.

삭제

청구항 18.

제 13 항에 있어서, 상기 탄소함유 니켈입자의 평균크기가 30 내지 800 nm인 것을 특징으로 하는 전도성 페이스트.

청구항 19.

제 13 항에 있어서, 상기 탄소함유 니켈입자의 평균크기가 30 내지 300 nm인 것을 특징으로 하는 전도성 페이스트.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 니켈 분말에 관한 것이며, 더욱 상세하게는 복합 니켈 분말에 관한 것이다.

니켈 분말은 여러가지 용도로 사용된다. 그 대표적인 예를 들면, 니켈 분말은 MLCC(multi-layer ceramic capacitor)의 내부전극 재료로서 사용된다.

일반적으로, MLCC는 다수의 유전체 박층과 다수의 내부전극을 적층하므로써 제조된다. 이러한 MLCC는, 작은 부피로도 큰 축전용량을 발휘하기 때문에, 예를 들면, 컴퓨터, 이동통신기기 등의 전자기기에 널리 사용되고 있다.

MLCC의 내부전극의 재료로서는 Ag-Pd 합금이 사용되어 왔다. Ag-Pd 합금은, 공기 중에서 소성될 수 있으므로 MLCC 제조에 용이하게 적용될 수 있지만, 값이 비싸다. 1990년대 후반에 MLCC의 가격을 낮추기 위해 내부전극 재료를 값이 싼 니켈로 대체하는 경향이 발생하였다. MLCC의 니켈 내부전극은, 니켈금속분말을 포함하는 전도성 페이스트를 도포한 후 건조시키고 공소성시키므로써 형성된다.

지속적인 전자기기의 소형화는 전자부품, 특히, MLCC의 소형화를 요구하고 있다. MLCC의 소형화는 세라믹 유전체층과 내부전극층의 초박막화를 요구한다.

일반적으로 MLCC는 세라믹 유전체층과 내부전극층을 공소성(co-firing)시키므로써 제조된다. 이때, 소성전의 내부전극층은 많은 유기 비이클을 포함하고 있으며 낮은 충전밀도를 갖기 때문에, 공소성 단계에서 내부전극층의 수축률이 세라믹 유전체층의 수축률 보다 높다. 또한, 니켈의 수축 개시 온도는 약 400 내지 약 500℃인 반면, 세라믹 유전체층의 재료로 널리 사용되는 BaTiO₃의 수축 개시 온도는 약 1100℃ 이상이다. 이와 같은 내부전극층과 세라믹 유전체층의 수축률 및 수축 개시 온도의 차이는 내부전극의 연결성의 저하와 층간분리(delamination)를 야기시킨다.

니켈 분말의 수축률을 감소시키고 니켈 분말의 수축 개시 온도를 증가시키기 위하여, 니켈 분말의 산소함량을 감소시키는 방법, 산화물로 코팅된 니켈 분말과 같은 복합 니켈 분말을 사용하는 방법 등이 제안된 바 있다. 니켈 분말을 코팅하기 위하여 사용된 산화물로서는, MgO, SiO₂, TiO₂, BaTiO₃, 희토류산화물 등이 있다. 니켈 분말을 산화물로 코팅하는 방법으로서, 하이브리다이저(hybridizer)를 이용한 "건식 기계적-화학적 혼합법(mechanochemical mixing)" [일본 공개특허공보 제1999-343501호 참조], "분무열분해법(spray pyrolysis)" [미국특허 제6,007,743호 참조], "습식 졸-겔 코팅법(sol-gel coating)" [일본 공개특허공보 제2002-025847호 참조], 등이 사용되었다.

기계적-화학적 혼합법으로 제조된 산화물 코팅 니켈 분말의 경우, 산화물 입자와 니켈 입자 사이의 부착력이 약하여, 페이스트 조제시 산화물 입자가 니켈 입자로부터 떨어져 나올 가능성이 높다. 게다가, 기계적-화학적 혼합법으로 생산된 산화물 코팅 니켈 분말의 열수축률 개선 효과는 미약한 것으로 알려져 있다 [일본 공개특허공보 제1999-343501호 참조].

분무열분해법에서는, 코팅층을 형성할 수 있는 열분해성 화합물과 Ni 전구체를 포함하는 용액을 분무한 후 열분해하므로써 복합산화물을 포함하는 니켈 분말을 제조한다. 그러나, 분무열분해법으로 제조된 니켈 분말의 경우, 니켈 입자 표면 뿐만 아니라 니켈 입자의 내부에도 산화물이 형성되고, 이로 인하여 상기 산화물이, 형성된 니켈전극 내에 불순물로서 잔류하게 된다 [미국특허 제6,007,743호 참조].

습식 졸-겔 코팅법에서는, 코팅층을 형성하는 재료의 수용액에 니켈 분말을 투입하여 상기 용액과 니켈 분말을 반응시킴으로써, 니켈 분말에 대한 물리/화학적 코팅을 수행한다. 그리고 나서, 이렇게 코팅된 니켈 분말을 열처리하여 코팅층의 결정화를 수행한다. 기계적-화학적 혼합법으로 제조된 산화물 코팅 니켈 분말에 비하여, 습식 졸-겔 코팅법으로 제조된 산화물 코팅 니켈 분말은 더욱 강한 코팅층 부착력을 갖는다. 또한, 분무열분해법으로 제조된 산화물 코팅 니켈 분말과는 달리, 습식 졸-겔 코팅법으로 제조된 산화물 코팅 니켈 분말은 그 표면에만 원하는 양의 산화물층을 갖는다.

그러나, 대부분의 습식 졸-겔 코팅법은 수계의 코팅 용액을 사용하기 때문에 [일본 공개특허공보 제2001-131602호 참조], 제조된 니켈 분말의 코팅층에는 수산화기가 잔류하게 된다. 건조과정에서, 이러한 잔류 수산화기의 축합반응에 의하여, 산화물 코팅 니켈 분말의 응집이 발생한다. 건조과정에서 발생한 응집체는, 코팅층의 결정화를 위한 열처리 과정에서도 그대로 유지되며, 코팅층의 결정화가 진행될 수록 응집체의 응집강도는 더욱 증가한다.

산화물로 코팅된 니켈 분말은 유기용매에 분산되어 전도성 페이스트를 형성하며, 이 전도성 페이스트는 유전체 쉬트 위에 인쇄되어 내부전극층을 형성한다. 이때, 전도성 페이스트 내의 니켈 분말의 응집은 유전체 쉬트 위에 인쇄된 내부전극층의 물성에 치명적인 영향을 미친다. 즉, 응집된 니켈 분말은 내부전극층의 표면 위로 돌출하여 내부전극층의 조도를 증가시킨다. 조도가 증가된 내부전극층을 소성하면, 내부전극층의 끊어짐 현상이 발생하고, 그에 따라 MLCC의 품질이 저하된다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명에서는, 응집체 형성도가 매우 낮으며, 소성과정에서의 수축 특성이 개선된, 복합 니켈입자 분말 (composite nickel-particle powder)을 제공한다.

또한, 본 발명에서는 복합 니켈입자 분말을 제조하는 방법을 제공한다.

또한, 본 발명에서는 복합 니켈입자 분말을 함유하는 전도성 페이스트를 제공한다.

발명의 구성

본 발명에서 제공하는 복합 니켈입자 분말은 탄소함유 니켈입자 분말 (carbon-containing nickel-particle powder)이다. 본 발명의 탄소함유 니켈입자 분말은, 니켈입자에 함유된 탄소의 존재로 인하여, 소성시에 개선된 수축 특성을 갖는다. 또한, 뒤에서 설명하는 제조 방법에 의하여 제조되므로써, 본 발명의 탄소함유 니켈입자 분말은 매우 억제된 응집체 형성도를 갖는다.

본 발명에서 제공하는 탄소함유 니켈입자 분말 제조 방법은, 니켈입자 분말과 유기용매를 포함하는 원료분산액을 준비하는 단계; 및 상기 원료분산액을 가열하여, 상기 니켈입자에 탄소를 함유시키는 단계를 포함한다.

본 발명에서 제공하는 전도성 페이스트는, 탄소함유 니켈입자 분말, 유기바인더 및 유기용매를 포함한다.

이하에서는, 본 발명의 탄소함유 니켈입자 분말을 상세히 설명한다.

본 발명에서 제공하는 탄소함유 니켈입자 분말은, 탄소함유 니켈입자로 구성된다. 상기 탄소함유 니켈입자는, 니켈금속입자; 및 상기 니켈금속입자에 함유되어 있는 탄소를 포함한다.

상기 탄소는 원자 또는 입자의 형태일 수 있다. 상기 탄소는, 상기 니켈금속입자의 표면에 흡착되어 있을 수 있고, 상기 니켈금속입자 내에 침투되어 있을 수도 있다. 또는, 상기 탄소함유 니켈입자는, 상기 니켈금속입자의 표면에 흡착되어 있는 탄소와 상기 니켈금속입자 내에 침투되어 있는 탄소를 함유할 수도 있다.

상기 니켈금속입자 내에 침투되어 있는 탄소는, 상기 니켈금속입자의 전체에 걸쳐서 분산되어 있거나, 상기 니켈금속입자의 표면층에 집중적으로 분포하거나, 상기 니켈금속입자의 표면층에만 분포될 수 있다. 이때, 니켈금속입자의 표면층이라 함은 니켈금속입자의 표면도 포함하는 개념으로 이해될 수 있다.

상기 탄소가 상기 니켈금속입자의 표면층에만 분포하는 구현예에 있어서, 탄소를 함유하고 있는 상기 표면층의 두께가 너무 얇으면 "소성과정에서의 수축"이 억제되는 효과가 미약할 수 있으며, 너무 두꺼우면 소성과정 후 니켈 금속 내에 과도한 불순물이 잔류할 가능성이 있다. 이러한 점을 고려하면, 상기 표면층의 두께는 전형적으로 약 2 내지 약 100 nm 정도일 수 있다. 그러나, 특정 적용 분야에서 요구되는 바에 따라, 니켈금속입자의 크기에 따라, 상기 범위를 벗어나는 두께의 표면층을 갖는 탄소함유 니켈입자도 유용하게 사용될 수 있다.

상기 탄소함유 니켈입자의 탄소 함량은, 표면층의 두께, 탄소의 흡착 정도, 탄소의 침투 정도 등에 따라 달라질 수 있다. 상기 탄소함유 니켈입자의 탄소 함량이 너무 작으면 "소성과정에서의 수축"이 억제되는 효과가 미약할 수 있으며, 너무 크면 소성과정 후 니켈 금속 내에 과도한 탄소계 불순물이 잔류할 가능성이 있다. 전형적으로는, 상기 탄소함유 니켈입자의 탄소 함량은 약 0.5 내지 약 7 중량%일 수 있다.

상기 탄소함유 니켈입자의 평균크기는 특별히 제한되지 않으며, 구체적인 적용 분야에서 요구되는 조건에 따라 적절히 선택될 수 있다. 전형적으로는, 상기 탄소함유 니켈입자의 평균크기는 약 30 내지 약 8000 nm 정도일 수 있다. 본 발명의 탄소함유 니켈입자 분말이 MLCC의 내부전극재료로서 적용되는 경우에, 상기 탄소함유 니켈입자의 평균크기는 바람직하게는 약 30 내지 약 800 nm, 더욱 바람직하게는 약 30 내지 약 300 nm일 수 있다.

상기 니켈금속입자는, 예를 들면, FCC(face-centered cubic) 또는 HCP(hexagonal closed packed)와 같은 여러가지 결정구조를 가질 수 있다. 심지어 상기 니켈금속입자는 비정질 상태일 수도 있다. 상기 니켈금속입자의 형태는 특별히 제한되지는 않으나, 예를 들면, 구형, 원반형, 침상형 또는 판상형일 수 있다.

본 발명의 탄소함유 니켈입자 분말의 대표적인 용도는 MLCC 내부 전극 재료로서 사용되는 것이다. 이 경우에, MLCC 제조 과정 중 "공소성" 단계에서, 본 발명의 탄소함유 니켈입자 분말은 약 800°C 이상의 수축 개시 온도를 나타낸다. 이는, 탄소-무함유 니켈금속입자를 사용한 경우에 약 400 내지 약 500°C의 수축 개시 온도가 나타난다는 점을 고려할 때, 매우 향상된 값이다. 또한, 본 발명의 탄소함유 니켈입자 분말을 사용하면, 내부전극 끊어짐 현상이 매우 억제되는 것으로 나타났는데, 이는, MLCC 제조 과정 중 공소성 단계에서, 본 발명의 탄소함유 니켈입자 분말이 매우 저감된 수축률을 나타낸다는 것을 의미한다. 이때 수축률은, MLCC의 유전층의 수축률에 대한 상대적인 수축률이다. 본 발명의 탄소함유 니켈입자 분말이 매우 저감된 수축률을 나타내는 것은, 본 발명의 탄소함유 니켈입자 분말의 수축개시온도와 유전체 재료의 수축개시온도의 차이가 감소한 것에 기인한다.

소성 과정에서, 본 발명의 탄소함유 니켈입자에 함유된 탄소는, 약 900°C 이상의 온도와 같은 고온 하에서 CO, CO₂ 등의 형태로 산화되어, 제거된다. 그리하여, 결과적으로 형성된 니켈전극은 고유의 매우 우수한 전기전도성을 보유할 수 있다.

본 발명의 탄소함유 니켈입자 분말은, MLCC 전극 형성용 페이스트, LTCC용 페이스트, 페인트 첨가제, CNT 성장용 촉매, 수소저장재료, 화학반응 촉진용 촉매 등과 같은 다양한 용도로 사용될 수 있다.

이하에서는, 본 발명에서 제공하는, 탄소함유 니켈입자 분말 제조 방법을 상세히 설명한다.

본 발명의 방법은, 니켈금속입자 분말 및 폴리올을 포함하는 원료분산액을 준비하는 단계; 및 상기 원료분산액을 가열하여, 상기 니켈금속입자에 탄소를 함유시키는 단계를 포함한다.

상기 니켈금속입자 분말로서는, NF1A, NF3A (이상 Toho사 제품), YH642, YH642, YH643, NST-920, NST-940 (이상 Sumitomo사 제품), NFP201S (Kawatestu사 제품), 609S (Shoei사 제품) 등과 같은 다양한 상용 제품이 사용될 수 있으며, 기상법(US 6,235,077), 분무열분해법 (US 5,964,918), 액상환원법 (US 6,120,576) 등과 같은 다양한 방법으로 제조된 것도 사용될 수 있으나, 반드시 이들로 제한되는 것은 아니다.

상기 니켈금속입자 분말은, FCC 또는 HCP와 같은 결정상이거나 비정질상일 수도 있다. 상기 니켈금속입자 분말의 평균입자크기는, 특별히 제한되지 않으나, 전형적으로는 약 10 내지 8000 nm 정도일 수 있다.

상기 폴리올은, 상기 니켈금속입자 분말에 대한 분산매질의 역할과, 상기 니켈금속입자 분말에 대하여 환원분위기를 제공하는 역할을 한다. 상기 폴리올은 2개 또는 3개 이상의 수산기를 갖는 알코올 화합물이다.

상기 폴리올의 예로서는, 2가 알코올인 지방족글리콜 (aliphatic glycol), 또는 이에 상응하는 글리콜 폴리에스테르 (glycol polyester) 등이 있다.

지방족글리콜의 구체적인 예로서는, 에탄디올 (ethanediol), 프로판디올 (propanediol), 부탄디올 (butanediol), 펜탄디올 (pentanediol), 헥산디올 (hexanediol) 등과 같은 탄소수 2 내지 6의 주쇄를 갖는 알킬렌글리콜 (alkylene glycols); 이러한 알킬렌글리콜로부터 유도된, 예를 들면, 폴리에틸렌글리콜 (polyethylene glycols) 등과 같은, 폴리알킬렌글리콜 (polyalkylene glycols) 등이 있다.

지방족글리콜의 다른 구체적인 예로서는, 디에틸렌글리콜 (diethylene glycol), 트리에틸렌글리콜 (triethylene glycol), 디프로필렌글리콜 (dipropylene glycol) 등이 있다.

또한, 상기 폴리올의 다른 예로서는, 3가 알코올인 글리세롤 (glycerol) 등이 있다.

상기 폴리올은 지금까지 열거된 폴리올계의 화합물로 제한되는 것은 아니며, 이러한 폴리올계의 화합물은 단독 또는 조합으로 사용될 수 있다.

더욱 바람직하게는, 상기 폴리올로서, 에틸렌글리콜, 디에틸렌글리콜, 트리에틸렌글리콜, 테트라에틸렌글리콜, 프로판디올-1,2, 프로판디올-1,3, 디프로필렌글리콜, 부탄디올-1,2, 부탄디올-1,3, 부탄디올-1,4, 또는 부탄디올-2,3이 사용될 수 있다.

상기 원료분산액 중의 폴리올의 함량은 특별히 제한되지 않는다. 다만, 상기 원료분산액 중의 폴리올의 함량이 너무 작으면 제조된 분말의 응집체 형성도가 상승할 수 있으며, 너무 크면 과도한 폴리올의 소모량으로 인한 비경제성이 발생할 수 있다. 이러한 점을 고려하여, 상기 원료분산액 중의 폴리올의 함량은 전형적으로, 상기 니켈금속입자 분말 100 중량부를 기준으로하여, 약 200 내지 약 1,000,000 중량부일 수 있다.

상기 원료분산액 중의 상기 니켈금속입자의 표면에 탄소 코팅이 형성되도록 하기 위하여, 상기 원료분산액을 가열한다. 이 과정에서 폴리올 성분이 분해되어서 생성된 탄소가 니켈금속입자에 흡착 또는 침투한다.

가열(heating)이라 함은 상기 원료분산액의 온도를 실온(room temperature), 구체적으로는 약 20℃ 를 초과하는 온도로 상승시키는 것을 의미한다. 상기 가열 단계의 온도는 고정된 값일 수도 있으며, 또는 실온을 초과하는 일정범위에서 점진적으로 변화될 수도 있다. 본 발명의 범위를 벗어나지 않으며 당업자가 생각해내기에 용이한, 기타 다양한 가열방법이 사용될 수 있다.

더욱 바람직하게는, 탄소 코팅층의 형성이 더욱 원활해지도록 하기 위하여, 상기 가열 단계의 온도는 적어도 약 150℃ 일 수 있다.

통상적으로, 가열단계의 온도를 상승시킬 수록, 탄소 코팅층의 형성 속도가 빨라진다. 그러나 어느 정도 이상의 온도에서는, 상기 탄소 코팅층의 형성 속도의 향상은 포화되며 더욱이 반응물질의 변질이 발생할 수도 있다. 이러한 점을 고려하여 상기 가열단계의 온도는 약 350℃ 를 초과하지 않도록 할 수 있다.

본 발명의 방법은 개방된 반응용기 또는 밀폐된 반응용기를 이용하여 실시될 수 있으나, 상기 가열단계의 온도를 폴리올의 끓는점 이상으로 상승시키는 경우에는 밀폐된 반응용기를 이용하는 것이 더욱 바람직하다. 본 발명의 실시를 위하여 이용되는 개방되거나 밀폐된 반응용기는 응축기 또는 환류응축기를 구비할 수도 있다.

폴리올의 환류냉각장치를 구비한 밀폐형 반응용기를 사용하는 본 발명의 방법의 일 구현예에 있어서, 탄소 코팅층의 형성을 위하여 상기 원료분산액을 가열하는 단계에서의 상기 원료분산액의 가열온도는 사용되는 폴리올의 비등점 근처인 것이 더욱 바람직하다. 이 경우에 상기 온도를 폴리올의 비등점 보다 너무 낮게 하면 탄소 코팅층의 형성이 불충분하게 일어날 가능성이 있고, 상기 온도를 유기용매의 비등점 보다 너무 높게 하면 고내압형 반응용기를 사용해야 한다는 번거로움이 발생한다. 이러한 점을 고려하여, 예를 들면, 상기 온도는 사용되는 폴리올의 비등점 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 의 범위일 수 있다. 더더욱 바람직하게는, 상기 원료분산액 중의 상기 폴리올이 비등하는 상태가 되도록 상기 원료분산액을 가열할 수 있다.

탄소 코팅층의 형성을 위하여 상기 원료분산액을 가열하는 시간은 본 발명에서 특별히 한정되지 않는다. 실질적으로 모든 양의 니켈금속입자가 탄소를 코팅되기에 충분하도록 가열 시간을 설정할 수 있다. 이러한 가열 시간은 구체적인 반응조건에 따라 용이하게 결정될 수 있다.

이하에서는, 본 발명에서 제공하는 전도성 페이스트를 상세히 설명한다.

본 발명의 전도성 페이스트는, 탄소를 코팅된 니켈입자 분말, 유기바인더 및 유기용매를 포함한다. 상기 탄소를 코팅된 니켈입자 분말은 앞에서 설명한 본 발명의 탄소를 코팅된 니켈입자 분말이 사용된다. 상기 유기바인더로서는, 예를 들면, 에틸셀룰로오스 등이 사용될 수 있다. 상기 유기용매로서는 터피네올(terpineol), 디히드록시 터피네올 (dihydroxy terpineol), 1-옥타놀 케로센 등이 사용될 수 있다.

본 발명의 전도성 페이스트에 있어서, 예를 들면, 상기 탄소로 코팅된 니켈입자 분말의 함량은 약 40 중량%, 상기 유기바인더의 함량은 약 15 중량%, 상기 유기용매의 함량은 약 45 중량% 정도일 수 있다. 그러나, 이러한 조성은 예에 불과하며, 사용하고자 하는 용도에 따라, 다양한 조성을 갖도록 할 수 있다.

또한, 본 발명의 전도성 페이스트는, 예를 들면, 가소제, 증점방지제, 분산제 등의 첨가제를 더 포함할 수도 있다. 본 발명의 전도성 페이스트를 제조하는 방법은, 공지된 다양한 방법이 사용될 수 있으며, 여기에서는 더 이상 상세히 설명하지 않는다.

본 발명의 전도성 페이스트는, 예를 들면, 니켈내부전극을 포함하는 MLCC (multi-layer ceramic capacitor) 제조, LTCC 전극 제조, 페인트 첨가제, CNT 성장용 촉매 제조, 수소저장용 재료 제조, 화학반응 제어용 촉매 제조, 등에 적용될 수 있다.

이하에서는 실시예를 통하여 본 발명을 더욱 상세히 설명한다. 그러나 본 발명의 기술적 사상이 하기의 실시예로 제한되는 것은 아니다.

실시예 1

일본 "Toho"사의 NF1A 니켈금속 분말 100 g을 1 리터의 디에틸렌글리콜에 분산시켜 원료분산액을 제조하였다. 상기 분산액을 환류냉각장치가 구비된 반응기에 투입한 후, 디에틸렌글리콜이 비등하도록 가열하였다. 이때의 상기 분산액의 온도는 약 220℃ 이었다. 분산액의 가열 시간은 6 시간이었다.

제조된 탄소함유 니켈입자 분말의 탄소 함량은 5.5 중량% 이었다. 제조과정에서 니켈입자는 응집체를 형성하지 않았으며, 원료로 사용된 니켈금속분말의 분산도를 유지하였다. 도 1과 도 2에는 원료로써 사용된 니켈금속분말과, 이로부터 제조된 탄소함유 니켈입자 분말의 SEM 사진을 각각 나타내었다. 이와 같은 도 1 및 도 2의 SEM 사진으로부터 탄소함유 니켈 입자 분말은 제조과정에서 응집체를 형성하지 않았으며 원료로 사용된 니켈금속 분말의 분산도를 유지함을 알 수 있다.

도 4는 본 실시예에서 얻은 탄소함유 니켈입자의 TEM 사진이다. 도 4를 보면, 니켈입자에 약 5.5 nm의 표면층이 형성되어 있음을 알 수 있다. 이 표면층은 주로 탄소로 이루어진 것으로 여겨진다.

실시예 2

일본 "Toho"사의 NF1A (상품명) 니켈금속 분말 100 g을 1리터의 디에틸렌글리콜에 분산시켜 원료분산액을 제조하였다. 상기 분산액을 환류냉각장치가 구비된 반응기에 투입한 후, 디에틸렌글리콜이 비등하도록 가열하였다. 이때의 상기 분산액의 온도는 약 220℃ 이었다. 분산액의 가열 시간은 2시간이었다.

제조된 탄소함유 니켈입자 분말의 탄소 함량은 0.96 중량% 이었다. 제조과정에서 니켈입자는 응집체를 형성하지 않았으며, 원료로 사용된 니켈금속분말의 분산도를 유지하였다.

실시예 3

일본 "Toho"사의 NF1A (상품명) 니켈금속 분말 50g을 1 리터의 디에틸렌글리콜에 분산시켜 원료분산액을 제조하였다. 상기 분산액을 환류냉각장치가 구비된 반응기에 투입한 후, 디에틸렌글리콜이 비등하도록 가열하였다. 이때의 상기 분산액의 온도는 약 220℃ 이었다. 분산액의 가열 시간은 2 시간이었다.

제조된 탄소함유 니켈입자 분말의 탄소 함량은 1.16 중량% 이었다. 제조과정에서 니켈입자는 응집체를 형성하지 않았으며, 원료로 사용된 니켈금속분말의 분산도를 유지하였다.

비교예 1

일본 "Toho"사의 상품명 NF1A 니켈금속 분말을 그대로 사용하였다.

비교예 2

일본 "Toho"사의 상품명 NI609S 니켈금속 분말을 그대로 사용하였다.

비교예 3

일본 "Toho"사의 NF1A (상품명) 니켈금속 분말 100 g을 1 리터의 에틸렌글리콜에 분산시켜 원료분산액을 제조하였다. 상기 분산액을 환류냉각장치가 구비된 반응기에 투입한 후, 에틸렌글리콜이 비등하도록 가열하였다. 이때의 상기 분산액의 온도는 약 220℃ 이었다. 분산액의 가열 시간은 24 시간이었다.

실험예: 수축율 실험

원료로서 사용된 비교예 1의 니켈 금속 분말과 실시예 1에서 얻어진 탄소 함유 니켈입자 분말을, 몰드를 이용하여 지름 5mm, 높이 4mm의 성형체로 제작한 후, 열변형 측정기(dilatometer)를 이용하여 이들 성형체에 대한 온도에 따른 수축율을 측정하였다. 도 3에는 두 성형체의 수축 특성 그래프를 나타내었다. 탄소 함유 니켈 금속분말의 경우(비교예 1) 약 200℃의 낮은 온도부터 수축이 발생하는 반면, 본 발명에 따른 실시예 1의 니켈입자 분말의 경우 약 900℃ 정도의 높은 온도에서 수축이 발생함을 확인할 수 있다.

마찬가지로 실시예 2 및 3, 비교예 2 및 3에 대해서도 동일한 방법으로 성형체를 제작하여 이들 성형체에 대한 온도에 따른 수축율을 측정하여 도 5에 나타내었다. 도 5에서 알 수 있는 바와 같이 본 발명의 실시예 2에 따른 탄소 함유 니켈 분말을 사용하여 얻어진 성형체의 경우 931℃의 온도에서 수축이 개시되었고, 실시예 3에 따른 탄소 함유 니켈 분말을 사용하여 얻어진 성형체의 경우 1,007℃의 온도에서 수축이 개시되었다. 이와 달리 탄소 함유량이 0.05중량%에 불과한 비교예 2의 경우 205℃의 낮은 온도에서 수축이 발생하기 시작하였으며, 탄소 함유량이 0.02중량%인 경우에는 이보다 더 낮은 186℃에서 수축이 발생하기 시작함을 알 수 있다.

발명의 효과

본 발명의 탄소 함유 니켈입자 분말은, 응집체 형성도가 매우 억제되어 있으며, 소성시의 수축특성이 매우 향상되어 있으므로, 특히, MLCC 내부전극 형성 재료로서 매우 유용하다. 즉, 본 발명의 탄소 함유 니켈입자 분말을 사용함으로써, 인쇄된 전극층의 균일성이 매우 향상되며, 그에 따라, 소성시 전극 끊어짐 현상이 매우 억제된다. 또한, 소성과정에서 전극층의 균일한 수축이 유도되므로, 전극 내부의 응력 발생이 매우 저감된다.

도면의 간단한 설명

도 1은 원료로 사용된 니켈금속입자 분말의 SEM 사진을 나타낸다.

도 2는 니켈금속분말을 원료로 사용하여 제조한 탄소 함유 니켈입자 분말의 SEM 사진을 나타낸다.

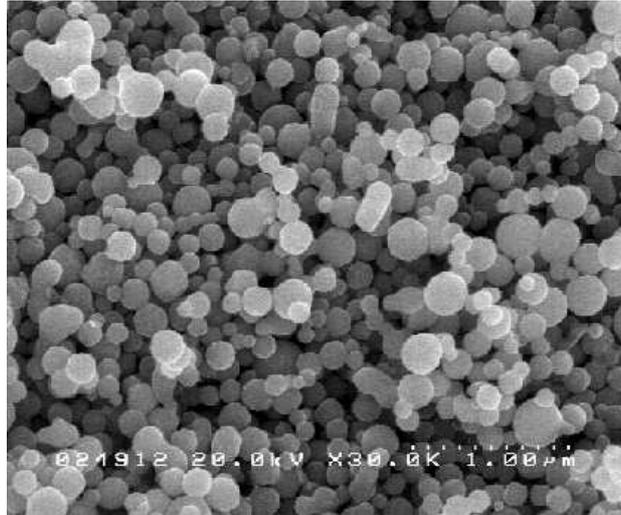
도 3은 본 발명의 실시예 1에 따른 탄소-함유 니켈입자 분말과, 비교예로서 탄소를 함유하지 않는 니켈금속입자 분말의 소성시 수축 특성을 나타낸 그래프이다.

도 4는 본 발명의 실시예 1에서 제조된 탄소 함유 니켈입자 분말의 TEM 사진이다.

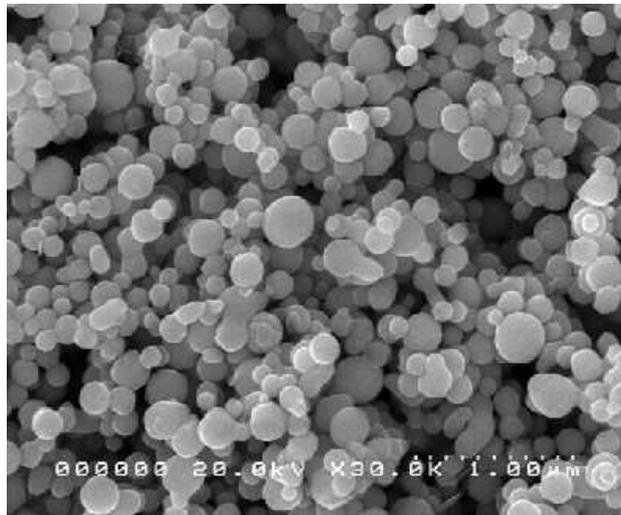
도 5는 본 발명의 실시예 2 및 3과 비교예 2 및 3에서 제조한 니켈입자 분말의 수축률을 나타내는 그래프이다.

도면

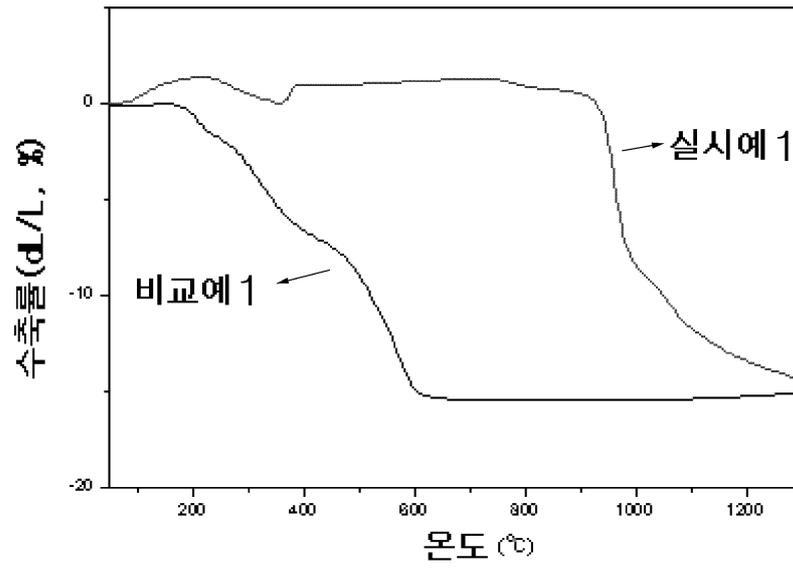
도면1



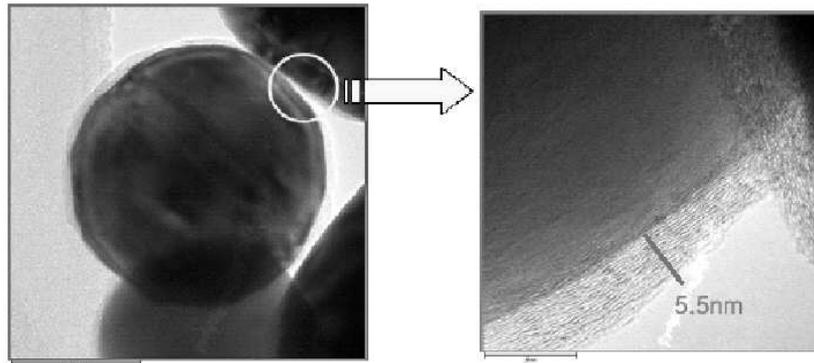
도면2



도면3



도면4



도면5

