

황산동 수용액으로부터 단분산 Cu 미립자의 생성 메카니즘 (The Generation Mechanism of Mono-dispersed Cu Particles from Copper Sulfate Solution)

유연태, 김병규, 최영운, 홍성웅, 이희정 *

한국자원연구소 자원활용연구부

공주대학교 재료공학과 대학원 *

1. 서론

하이브리드(hybrid) IC의 후막(thick film) 및 다층회로기판 인쇄기술에 있어서, 전극 및 회로의 구성을 위하여 귀금속 페이스트가 사용되어 왔다. 그러나, 전자기기의 소형화 및 다층화에 따른 신뢰성 향상과 제조단가의 절감을 위해서 저가형 금속 페이스트로의 대체가 요구되고 있다.

이러한 요구에 따라 본 연구에서는 Cu 페이스트의 원료 분말인 Cu 분말의 제조를 위하여, 액상환원법에 의해 황산동 수용액으로부터 Cu 분말의 합성하였다. 본 보고에서는 Cu 분말의 생성 반응에 대하여 구체적으로 고찰하였고, 단분산 미립자의 합성을 위한 분산제의 영향에 대하여 조사하였다.

2. 실험방법

출발물질로서 동화합물은 99% 순도의 황산동($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)을 사용하였고, 이것을 이용하여 0.08M의 황산동 수용액을 제조하였다. 황산동의 환원제로는 hydrazine을 사용하였으며, 또한 착화제로는 NH_4OH 를 사용하였다. 황산동 수용액에 NH_4OH 를 첨가하여 Cu 착염을 형성시킨 후 환원제를 2ml/min의 속도로 첨가하면서, Cu의 환원반응을 관찰하였다. 황산동 수용액은 환원반응을 위하여 교반하면서 2.5°C/min의 승온율로 60°C~100°C로 가열하였고, 소정의 온도에 도달하면 2시간 동안 온도를 유지하여 실험을 수행하였다. 얻어진 동분말은 여과하여 초순수로 3회 세척하였고 최종적으로 수분의 제거를 위하여 에탄올로 1회 세척한 후 진공 건조하였다. 얻어진 합성분말은 SEM과 입도분석기를 이용하여 입경을 측정하였고, EDX 및 XRD를 이용하여 정성분석을 행하였다.

3. 결과 및 고찰

황산동 수용액을 환원제인 hydrazin으로 환원처리하면, 초기 반응에서는 pH가 저하하게 되는데 이것은 환원반응에서 H_2SO_4 가 생성되기 때문이고 이때 반응생성물로는 Cu 이외에 Cu_2O 및 Cu의 황산화물이 공존하였다. 여기에서 황산동 수용액의 환원반응은 Cu_2O 에서 Cu로 단계적으로 진행됨을 알 수 있었다.

황산동 수용액에 암모니아를 첨가하여 착염을 형성시킨 후 이 용액을 환원처리 할 경우, 초기 반응에서 완전히 Cu_2O 가 형성되었고, hydrazine의 첨가량이 증가할수록 Cu_2O 는 Cu로 전환되어 갔다. 반응용액의 가열에 의해 Cu로의 전환속도를 향상시킬 수 있었다.

Cu_2O 가 Cu로 전환되는 반응에 분산제를 첨가하여 생성 Cu 미립자의 크기를 줄이고 분산성을 높일 수 있었으며, 여기에서 얻어진 분말의 크기는 약 0.7~1 μm 를 나타내었다.