

전기폭발법을 이용한 금속나노분말 제조 및 특성평가
 (Production and Characterization of Metal Nano-powders
 by Pulsed Wire Evaporator)

조선대학교 이남희*, 이은구
 한국원자력연구소 이장규, 정만교, 김홍희

1. 서론

현재 전 세계적으로 나노분말에 대한 연구가 활발히 진행되고 있고 국내에서도 향후 10년간 나노기술을 국가적 중요전략기술로 발표하여 나노기술의 선진화 대열에 진입하고자 하는 노력을 하고 있다. 나노기술이란 10^9 m 즉 원자가 10개정도 모여있는 크기의 분말을 제조 또는 응용하는 기술을 말하며 재료가 나노구조화 됨으로써 다양한 기능의 성능개선은 물론 기존의 마이크론 구조를 갖는 재료에서는 나타나지 않았던 새로운 물성을 얻을 수 있다. 그러나 기존의 나노분말제조방법은 몇몇 금속에 국한될 뿐만 아니라, 에너지효율과 환경면에서 많은 문제점과 양산화에도 제약이 따른다. 이에 본 실험에서는 대량생산이 가능한 전기폭발법을 이용하여 금속나노분말을 제조하였고 그 특성을 평가하였다.

2. 실험방법

폭발이 일어나는 챔버(Chamber)내부를 불활성 가스분위기(Ar, N_2)에서 1.4~4bar의 압력을 유지시킨 후 펄스파워(Pulse Power)를 이용하여 금속와이어에 고전압(20kV이상)·대전류($10^{4\sim 6}$ A)를 순간적($2\mu s$ 이내)으로 방전하여 금속나노분말을 제조하였다. 분말제조를 위하여 직경 0.4mm, 길이 8.8~10mm인 구리, 니켈 그리고 알루미늄 와이어를 사용하였다. 분말 제조에 영향을 미치는 변수로는 와이어에 인가된 에너지 즉 전압, 와이어의 길이, 와이어 직경, 챔버 내부의 분위기, 챔버 내부의 온도 등을 고려하였고 분말의 포집을 위하여 싸이클론 방식의 포집기와 $0.2\mu m$ 의 Fabric filter를 사용하였다. 금속분말이 갖는 상온에서의 높은 산화성, 폭발성을 방지하기 위하여 부동태피막법과 액체분산처리방법을 이용하여 분말의 취급 및 보관을 용이하게 하였다. 제조된 분말의 특성을 평가하기 위하여 전자현미경을 이용하여 분말의 형상 및 크기를 관찰하였고, X-선 회절시험을 이용하여 분말의 결정구조와 결정립 크기를 측정하였다. X-선 광전자 분광시험을 통하여 각기 다른 바인딩 에너지를 가지는 금속과 산화물의 특성을 이용, 부동태 피막의 존재 여부를 확인하였다. 또한 BET법을 이용하여 분말이 가지는 비표면적으로부터 분말의 크기를 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

전자현미경관찰결과 분말의 형상은 모두 구형에 가까웠으며, 분말의 평균입자사이즈는 100nm이하로 관찰되었다. 또한 입자들간의 결합은 Neck의 결합에 의한 강한 응집이 아니라 입자들간의 접촉에 의한 약한 결합임을 알 수 있었다. 이는 분말제조 시 금속 와이어가 증발하여 응축하는 과정이 수 마이크로 세컨드(μs) 이내이고, 고온의 분말이 차가운 챔버내부에서 순간적으로 응축하기 때문에 열역학적으로 가장 안정한 구형의 입자를 갖게되는 것으로 사료된다. X-선 회절시험결과 폭발 시 분말이 금속와이어의 증발·응축과정에서 생성될시 모르는 비정질상이 아닌 결정상의 금속분말임이 확인되었고, 반가폭에 의한 결정립 크기를 측정한 결과 결정립의 크기는 Cu의 경우 33.6nm, Ni의 경우 32.3nm, Al의 경우 28.6nm의 크기를 나타내었다. 이는 분말입자 하나는 단결정(Single Crystal)이 아닌 다결정(Poly Crystal)이며 이러한 단결정 2~3개가 서로 결합하여 분말을 형성하고 있는 것으로 보인다. 분말을 상온에서 안정화시

키기 위하여 부동태 피막처리한 분말에 산화물 형성여부를 확인하기 위해 X 선 광전자 시험을 실시하여 금속과 산화물간의 각기 다른 결합에너지를 측정한 결과 Al의 경우 Al_2O_3 , Cu의 경우 CuO에 의하여 안정화 되어있음을 확인하였고, 부동태 피막에 의해 형성된 산화물 층의 두께를 전자현미경의 명시야상과 암시야상의 차이로 측정한 결과 2.5nm였다. 이와 같이 부동태 피막처리된 분말의 경우 상온에서 더 이상의 산화가 발생하는 것을 억제할 수 있었다. 분말의 평균입자 사이스를 측정하기 위한 방법으로 질소가스흡착에 의한 분말의 비표면적으로부터 입자사이스를 계산한 결과 Al의 경우 72nm, Cu의 경우 77.3nm였으며, Ni의 경우 107.5nm로 전자현미경으로 관찰한 결과와 일치되는 결과를 나타내었다.

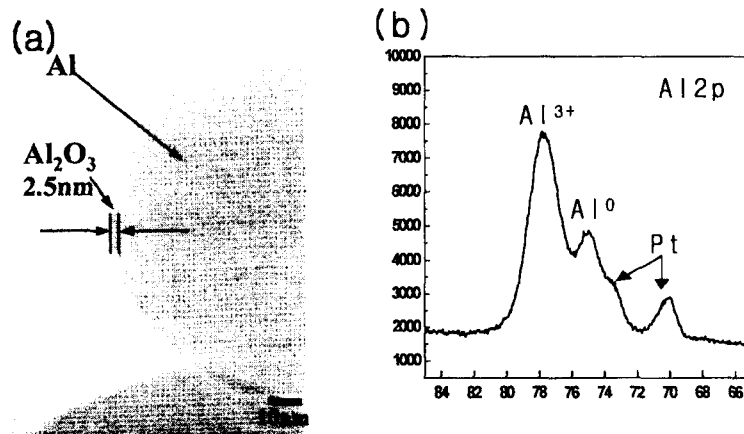


Fig 1. TEM micrograph of passivated aluminum nanopowder(a) and XPS analysis (b).

4. 결론

전기폭발법을 이용하여 금속나노분말을 제조하고 그 특성을 평가한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1) 분말의 형상은 구형에 가까웠으며, 입자사이스는 100nm이하였다.
- 2) 부동태 피막에 의해 안정화 된 분말 산화물층의 두께는 2.5nm였다.
- 3) 비표면적으로부터 입자사이스를 계산한 결과는 전자현미경으로 관찰한 결과와 거의 일치하였다.

5. 참고문헌

- 1) Y.A.Kotov and O.M Samotov, Nanostructured Materials, Vol. 12 (1999) 119.
- 2) Shushan Dong, Guangtian Zou and Haibin Yang, Scripta mater., 44 (2001) 17.
- 3) J.C. Sánchez-Leóopez, A. Caballero and A. Fernández, J.of Eur. Ceram. Soc, Vol. 18 (1988) 1195.