

자기펄스 성형된 나노 구리의 중성자 소각 산란을 통한 기공 분석
 Small-angle neutron scattering of pores in magnetic pulsed compacted nano-Cu

이근희, 이창규, 김홍희

한국원자력연구소, 대전광역시 유성구 덕진동 150 원자력 재료기술 개발팀

1. 서론

나노 소재의 연구 개발이 활발해짐에 따라 금속 나노 분말의 응용에 관련한 연구가 절실해지고 있다. 금속 나노 분말의 경우 분말 자체로의 이용이 가능함과 동시에 적절한 성형법을 통해 벌크 재료로 성형한 후 나노구조를 갖는 재료로의 이용이 가능할 것으로 예상하고 있다. 이러한 나노 구조를 갖는 금속 성형체의 물리적 성질에 가장 큰 영향을 미치는 요인은 미세 구조로서 성형이후에도 지속적으로 나노 구조를 유지할 것인지와 어느정도의 기공도를 가지고 있는가이다. 본 연구에서는 분말의 동적성형법인 자기펄스 성형법(Magnetic pulsed compaction)¹⁾으로 나노 구리 분말을 일축 압축한 후 미세구조를 분석하고, 분말 성형체 내의 기공을 중성자 소각산란²⁾(Small angle neutron scattering)으로 분석하였다. 중성자 소각산란을 통하여 기공의 크기 및 분포를 분석할 수 있었으며, 이를 역으로 계산하여 성형체의 밀도를 구하였다. 이 결과를 아르키메데스 법으로 구한 상대밀도와 비교하여 나노 성형체의 중성자 소각산란을 통한 기공분석의 신뢰성을 시험하였다. 또한 이러한 분석을 통하여 자기 펄스 성형법의 나노 분말 성형에 관한 효용성을 검증하고자 하였다.

2. 실험방법

본 실험에서 사용한 자기펄스 압축장치는 펄스력(pulse force) 850kN, 인가 시간 300 μ s 이상, 축적에너지 30kJ, 인터터 전압은 50kV 이상으로 사용 가능하다. 시편의 직경은 30mm 이상으로 제조 가능하며 본 연구에서는 직경 15mm의 디스크 시편을 제조하였다. 압축온도는 70, 300 $^{\circ}$ C로 변화시켰으며, 압축력은 1.6GPa, 압축속도는 0.01m/s, 일정 압축전압 2.4kV pulse에서 압축하였다. 압축 후 다이와 시편을 가열로 안에서 냉각한 후 꺼내어 아르키메데스 법으로 밀도를 측정하였다. 이후 0.05 μ m까지 미세 연마하고 H₂O₂+H₂O+NH₄OH 용액에서 약 10초간 에칭한 후 주사 전자현미경(SEM)으로 미세구조를 관찰하였다. 중성자 소각 산란 실험은 원자력연구소 하나로 연구동의 중성자 소각 산란 장치를 이용하였다. 파장 8.29 \AA 의 중성자를 약 2mm 두께의 시편에 2시간 동안 조사하고, 산란되는 중성자를 산란각에 따라 카운팅하여 산란강도를 얻은 후 이를 처리하여 기공의 크기 및 분포를 얻었다.

3. 실험결과

자기펄스 성형법을 통해 나노 구리 분말을 압축하는 경우, 압축 밀도는 70 $^{\circ}$ C인 경우 91%, 300 $^{\circ}$ C일 때 95%의 높은 상대밀도를 얻을 수 있었다. 또한 입자성장이 거의 일어나지 않고 미세한 구조를 유지하였다. 성형체의 내부에는 매우 미세한 기공들이 분포하였다. 아래의 그래프는 중성자 소각산란으로 얻은 산란 강도를 환산하여 성형체 내부에 존재하는 기공의 평균 크기 및 분포를 도시한 것이다. 70 $^{\circ}$ C의 경우 평균 기공의 크기가 약 33.7 \AA , 300 $^{\circ}$ C에서 98.3 \AA 으로 온도 증가에 따라 기공의 크기가 약간 증가하였으나, 기공의 수는 각각 6.95 $\times 10^{-6}$, 7.40 $\times 10^{-8}$ (/cm \cdot \AA)으로 온도 증가에 따라 급격하게 줄어들었음을 알 수 있었다. 이것은 온도 증가에 따라 압축 밀도가 증가하는 것과 잘 일치하는 결과였다.

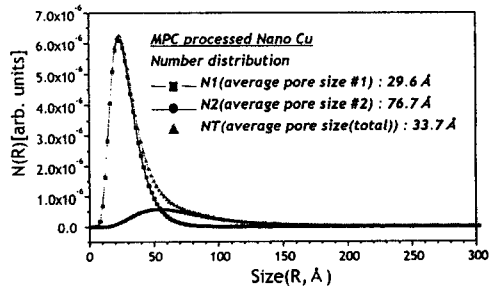


Fig.1 Pore size distributions in MPCed nano Cu at 70 $^{\circ}$ C of compaction temperature.

4. 참고문헌

- (1) V.Ivanov, Y.A.Kotov, O.H.Samatov : Nanostructured Materials, 6(1995)2871
- (2) R.J.Roe : Methods of X-ray and Neutron scattering in polymer science, Oxford, Oxford university press (2000)