

전기폭발법에 의한 나노금속분말의 제조 및 산화 거동
(Preparation and Oxidation Behavior of Nano Metal Powders
by Pulsed Wire Evaporation Method)

맹덕영, 이영호*, 박중학, 이창규, 김홍희

한국원자력연구소 원전재료 동적손상평가실
 요업기술원*

1. 서론

다양한 재료의 응용분야에서 고순도, 무응집 결정상의 나노 금속분말을 요구함에 따라 최적의 재료 합성 공정으로 전기폭발법(Pulsed Wire Evaporation method, PWE)이 다른 합성법에 비해 공업적 응용가능성 측면에서 높은 기술로 인식되고 있다. 본 연구에 사용된 전기폭발법은 와이어형태로 가공이 가능한 거의 모든 금속의 분말을 제조할 수 있으며, 챔버 내의 분위기를 조절함으로써 산화물, 질화물 등의 분말을 제조할 수 있다. 또한 합금와이어를 이용한 합금분말도 제조 가능하다. 전기폭발법에 의해 제조된 나노 금속분말은 상온에서의 높은 폭발성과 산화성으로 인해 취급 및 보관이 매우 중요하다. 본 연구에서는 제조된 분말의 부동태 피막처리 및 용액분산처리 방법을 이용한 나노 금속분말의 제조 및 안정화 거동을 고찰하고 이에 대한 특성을 평가하였다.

2. 실험방법

본 실험의 전기폭발 장치는 pulse power를 이용하여 capacitor에 충전된 고전압·대전류를 금속 와이어에 순간적으로 방전시키고 이때의 방전된 금속와이어는 증발·응축과정에 의해 나노 분말이 얻어진다. 출발물질은 직경 0.4-0.45mm의 순도 99.9%의 알루미늄과, 구리 와이어를 사용하였다. 와이어의 길이는 88-100mm이고 induced energy는 26kV이상이었다. 알루미늄의 경우, 분말제조과정 중에 발생할 수 있는 산화를 방지하기 위하여 챔버안을 진공 배기 후 고순도(99.99%) 아르곤 가스로 충전하여 4bar의 압력으로 유지하였다. 구리 분말은 질소 가스로 1.2-1.4bar의 압력에서 제조하였다. 제조된 분말은 분말 분급장치를 통하여 포집하였다. 분말안정화를 위해 알루미늄과 구리에 산화막을 코팅하는 부동태 피막처리(passivation)와 유기용매를 코팅하는 용액분산처리(conservation)를 하였다. Passivation을 위해 순수한 금속분말을 제조한 후에 챔버의 압력을 1bar로 유지하고 분당 3cc의 산소가스를 약 30분간 균일하게 주입시킨 후 10시간 후에 분말을 포집기로부터 채취하였다. XRD, SEM, HRTEM, XPS, HRPD 등으로 각 조건에 따른 분말의 특성을 평가하였다.

3. 결과 및 고찰

부동태 피막처리된 알루미늄 및 구리 분말은 100nm 이하의 구형 분말로 부분적으로 semi-solid 간의 응집으로 생긴 큰 입자도 관찰되었다. 분말에 산화물 형성여부를 확인하기 위해 X-선 광전자 시험(XPS)으로 금속과 산화물간의 각기 다른 결합에너지를 측정된 결과, Al의 경우 Al_2O_3 , Cu의 경우 CuO에 의하여 안정화 되어있음을 확인하였다. 이때의 부동태 피막에 의해 형성된 산화물 층의 두께는 대략 2.5nm 이었고 더 이상의 산화가 일어나지 않았다. 또한 HRPD 및 HRTEM에 의한 분석 등으로 이를 확인시켰다.

참고문헌

- 1) Shushan Dong, Guangtian Zou and Haibin Yang, Scripta mater., 44 (2001) 17
- 2) C. K. Rhee, W.W.Kim : 대한민국 특허, 출원번호 10-2001-0029606 (2001)
- 2) Y. A. Kotov and O. M Samotov, Nanostructured Materials. Vol. 12 (1999) 119