

선폭법으로 제조된 초미립 분말의 부동태화에 관한 연구

A Study on the Passivation of Ultrafine Powders Produced by Electrical Explosion of Wire

울산대학교 첨단소재공학부/기계부품 및 소재특성평가 연구센터 박상하* · 김지순 · 권영순
한국전기연구원 임근희 · 정용훈

HVRI at Tomsk Polytechnic University A. A. Gromov · A. P. Ilyin

1. 서 론

나노입자는 벌크 상태와는 다른 특이한 기능과 물성을 나타내는 신소재로 나노기술의 중요한 한 부분을 차지하고 있다. 나노입자의 합성법은 기상합성법, 액상합성법, 고상합성법 등으로 분류할 수 있으며, 고상합성법에 비해 기상과 액상환원법이 많이 연구되고 있다. 최근 기대를 모으고 있는 전기선폭발법(Electrical Explosion of Wire, 이하 선폭법)은 고밀도 대전류가 금속와이어를 통과할 때 저항발열에 의해 와이어가 미세한 입자나 금속증기 상태로 폭발하는 현상을 이용하여 나노분말을 합성하는 방법으로 기상합성법에 속한다고 할 수 있다. 선폭법은 다른 제조법에 비해 공정이 간단하여 생산비용이 저렴하며, 원재료의 조성을 갖는 분말의 합성이 가능하고, 인가에너지의 크기와 폭발 시 분위기를 제어함으로써 분말의 평균크기와 분포 제어가 가능하다. 그러나 금속분말이 갖는 상온에서의 높은 산화성, 폭발성을 방지하면서 다양한 기능의 첨단재료에 응용하기 위해서는 나노 금속입자의 표면수식에 의한 안정화의 중요성이 지적되고 있다. 따라서 본 연구에서의 부동태 피막 처리는 전기폭발공정 후 산소를 포함한 불활성 분위기에서 산화피막을 형성하는 방법과 액상 부동태 피막을 형성시켜 건조시키는 방법, 전기폭발공정 중에 부동태 피막을 형성하는 방법을 달리하여 금속나노분말을 제조하였고 그 특성을 평가하였다.

2. 실험방법

전기선폭발은 고순도 Ar과 Ar+10vol%H₂, Ar+10vol%N₂에서 챔버압력(1.4~2.0atm)을 유지시킨 후 고전압(18~30kv), 와이어 직경(0.25~0.45mm), 와이어 길이(75~90mm), 캐패시터(2.2~3.2uF)등의 변수를 변화시켜 금속나노분말을 제조하였다. 챔버(Chamber) 주위로 냉각시스템을 장착하여 연속 작업을 행하였다. 전기폭발시 발생하는 충격파와 챔버 내부 가스의 유속을 조절하고 정전필터를 사용하여 분급 하였다. 부동태 피막처리하는 챔버 내 (Ar+0.5 vol%Air)의 분위기로 기상 부동태화를 행하였다. 액상 부동태 피막처리하는 불활성가스분위기에서 유기화합물에 금속분말을 혼합하여 행하였다. 제조된 금속나노분말을 평가하기 위하여 전자현미경(TEM, FE-SEM)을 이용하여 분말의 형상 및 크기, 표면층을 관찰하였고, XRD분석을 통하여 분말의 결정구조와 결정립크기를 측정하였다. 레이저 회절 입도분석기(LPSA)와 BET분석을 통하여 평균입도분포와 비표면적을

측정하였고, XPS분석을 통하여 분말 표면층의 조성을 분석하였으며 열분석(DTA/DSC/TG)을 통하여 온도변화에 따른 금속분말의 열량변화와 질량변화를 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

제조된 나노금속분말은 모두 평균 입도 크기(100nm~200nm)의 구형형상이었다. 인가에너지의 증가에 따라 분말크기는 감소하고 표면 산화층의 성분이 증가하는 경향을 보였다. Al분말의 경우, Ar+10vol%H₂의 분위기에서는 순수 Al성분이 Ar+10vol%N₂의 분위기에 비해 높았으며, 순수 Ar분위기에서 부동태 처리한 분말크기 보다 다소 큰 경향을 보였다. 미량의 산소를 포함한 불활성 분위기에서 부동태화가 진행되는 과정 중 분말용기의 온도변화를 확인하였다. 또한 부동태화 공정시간이 증가함에 따라 비표면적이 감소하는 경향을 보였다. 이는 분말표면에서의 산화반응으로 인한 것으로 사료된다. 액상 부동태피막 처리는 Stearic Acid의 함량이 증가함에 따라 상대적으로 분말표면의 코팅층 증가로 금속성분은 감소하는 경향을 보였다.