

전기선폭발법에 의한 Cu 나노분말표면의 상형성에 미치는 분위기 영향
(Effects of Atmosphere on the Phase Formation on the Surface of Nanoscale
Cu Powders Produced by Electrical Explosion of Wire)

울산대학교 박상하, 정순호, 권영순, 김지순, 김환태

1. 서론

전기선폭발법은 고 밀도 전류의 펄스파워를 이용함으로써 다른 제조방법에 비해 값싼 비용으로 1~50 μm 의 짧은 시간 동안 높은 온도에 도달하고, 이와 동시에 기화하여 원재료의 조성을 갖는 분말의 합성이 가능하다. 또한 와이어에 공급되는 에너지와 분위기를 제어함으로써 평균 분말 크기와 다른 화합물 제조가 가능하다. 금속나노분말은 대기분위기에서 높은 반응성 때문에 표면의 안정화처리가 요구된다. 따라서 본 연구는 전기폭발 전 챔버내 air 함량을 달리하여 분말의 표면 산화막 거동을 조사하고자하였다. 제조된 Cu분말은 low resistivity, RC time delay, electro-migration, 열적 안정성 등의 뛰어난 성능을 가지고 있어서 고집적 회로의 금속 배선용과 MLCC(Multilayer Ceramic Capacitors)의 전극재료로 응용이 기대된다.

2. 실험방법

고순도 Ar과 Ar+10vol% air, Ar+30vol% air 분위기에서 챔버 압력 1.4~1.5atm을 유지시킨 후 고전압 30kV, 와이어 직경 0.35mm, 와이어 길이 70mm, 캐패시터 2.31 μF 의 공정조건에서 Cu 나노분말을 제조하였다. 제조된 분말은 안정화 용기로 옮겨 Ar+0.5 vol%Air의 분위기로 3~6일 동안 안정화시켰다. 전자현미경(TEM, FE-SEM)을 이용하여 분말의 형상 및 크기, 표면층을 관찰하였고, X-회절분석기(XRD)를 이용하여 분말의 상분석을 행하였으며, 레이저 회절 입도분석기(LPSA)을 이용하여 분말 평균입도 및 크기를 조사하였다. X-선 광전자 분광분석기(XPS)를 이용하여 산소와 Cu에 대한 depth-profile 분석을 시행하였다. 온도변화에 따른 금속 분말의 열량변화와 질량변화를 열분석(DSC/TG)으로 측정하였다.

3. 실험결과

분말의 형상은 타원형에 가까웠으며, 분말의 평균입자 사이즈는 100~150nm로 응집된 상태로 관찰되었다. XRD분석 결과, 사용된 모든 분위기에서 Cu_2O , CuO, Cu의 상을 관찰할 수 있었으며, 산소함량이 증가함에 따라 CuO, Cu보다 Cu_2O 가 높은 Intensity를 보였다. 분말표면에 대한 XPS분석 결과, 분위기 중의 산소함량 증가에 따라 Cu $2p_{3/2}$ 에서 Intensity가 감소하는 경향을 보였다. 또 표면 산화막의 두께는 4~5nm이었다.