한국소성가공학회 2006년도 춘계학술대회 논문집 pp. 188~190

AAO를 이용한 Ni 나노로드의 제조

박병현[1] 김인수[1#] 이민구[1] S. Akramov[1]

Fabrication of the Ni nanorod by AAO template

B. H. Park[1], I. Kim[1#], M. G. Lee[1], S. Akramov[1]

Abstract

본 연구에서는 Anodic Aluminum Oxide(AAO) 템플레이트를 이용하여 전기도금법으로 일정한 길이와 고밀도 대면적의 Nickel nanorod를 제작하였다. 전기도금법으로 AAO-템플레이트내를 채우는 방법으로 제작되었다. 그 결과 직경 80~100 nm, 길이 0.5μm 가량의 균일한 nanorod를 직경 40mm, 두께 0.8μm의 대면적 원형 AAO-템플레이트에 가득 채우는데 성공 하였으며 AAO 템플레이트는 제거되어 기판 위에 free-standing 되는 구조로 제작 되었다

Key Words : Anodic Aluminum Oxide(AAO) template, Nickel nanorod, Electroplating,

1. 서 론

현대 전자소자에서 소형화와 고집적화가 매우 빠르게 진행됨에 따라 과거의 마이크로패턴에서 나노급의 초미세 패턴의 필요성이 증대되고 있다. 나노 패턴이나 나노구조를 만드는 기술로는 E-Beam 리소그라피, STM, AFM 기술이 있는데 이들을 이용하여 기본 단위는 제작이 가능하나 이는 매우 고가의 장비와 많은 시간이 소요되는 단점을 안고 있어 대량이나 대면적의 나노 dot, 나노 wire 및 나노 tube 등을 만드는데 현실적으로 문제점을 가지고 있다. 전형적인 전자빔 전사업의 대안으로써 대면적 고정열 나노구조를 만들고 이를 응용하여 나노 자기학의 기본 연구를 위해서뿐만 아니라 방사작용과 자성감지, 고집적 자기회로 등에의 응용가능성을 지닌 나노 금속 자기선의 배열 연구를 위해서는 경제적이고 효율이 높은 고정렬 배열을 이루어 내는 것이 중요하다. 지금까지 우리는 물리적으로나 화학적으로 안정하다고 알려진 AAO 템플레이트가 저가, 고수득률, 대면적의 나노로드 및 나노선 배열을 제조하는데 고도의 처리능력이 있음을 입증해 왔다.

Ni, Fe, Ag 와 같은 다양한 금속들이 지금까지는 교류(ac)전착 기술에 의해 나노채널을 통해 전착되어 왔다. 수용액을 사용하는 많은 전착공정은 길이의 균일성이 결여 되거나 제어에 많은 단점을 안고 있다. 또한 교류(ac)전착기술은 많은 시간이 소요되는 단점도 가지고 있다. 본 연구에서는 이러한 단점을 극복하고자 직류(dc)를 전착 전원으로 사용하여 보다 대면적에 균일한 Ni 나노로드를 정렬시키며 전착 조건(전해질의 온도, 농도, 전압, 전류 등)을 적절한 선택으로 나노선의 성장속도를 제어하여 원하는 길이와 직경을 제어할 수 있다. 이를 통해 손쉽게 단일 도메인의 자성금속 나노기둥 배열을 얻어 초고밀도 저장매체를 이룰 수 있을 것으로 판단된다.

1. 금오공과대학교 신소재시스템공학부
교신저자: 금오공과대학교 신소재시스템공학부,
E-mail: iskim@kumoh.ac.kr

2. 실험방법

2-1 시료준비

AAO 템플레이트 제작의 재료는 시판용 금속 알루미늄(Al 1080) 0.5t Plate를 사용하였고 시편의 크기는 가로60mm 세로 60mm로 절단하였다.

2-2 전처리

양극산화에 앞서 표면 이물질 제거를 위해 아세톤에 10분간 초음파세척 하였으며 인산, 크롬산, 초순수(7 : 2 : 1)의 비율로 혼합한 용액에 35g/liter CrO_3을 첨가한 용액에서 전해연마 하였다. 전해연마 조건은 전해액 온도 50~80℃에서 3~10A의 전류를 인가하여 5~15분간 시행하였다.

2-3 양극산화

AAO template 제작의 양극산화에 전해액으로는 0.3 mol% 옥살산 용액을 사용하였으며 전압은 50V 정전압 조건에 전해액 온도는 0~5℃, 시간은 5~15분간 하여 제작하였다. 본 실험에 사용된 양극산화 장치의 계략도를 Fig.1에 나타내었다.

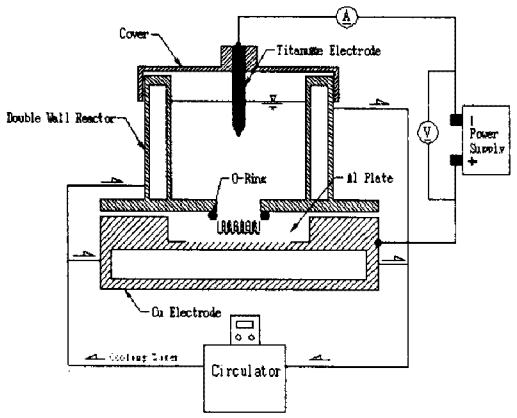

Fig.1 Al Anodic oxidation apparatus

2-4 AAO 및 나노로드 분석

제조된 Nickel nanorod는 Nickel 기판 위에 균일하게 성장한 모습으로 관찰되었다. 성장된 Nickel nanorod의 조성 및 구조 분석을 위해 XRD 장비와 FE-SEM(JEOL 7000F) 를 사용하여 분석 및 관찰 하였다.

3. 결과 및 고찰

0.3mol%, 5℃ 에서 양극산화 한 AAO 템플레이트를 FE-SEM으로 관찰한 사진을 Fig.3에 나타내었다. 초기 구멍의 크기는 직경 30~40nm로 생성 되었으며 이렇게 제조된 템플레이트를 세공확장공정을 거쳐 직경 80~100nm의 크기의 세공으로 확장하여 사용하였다.

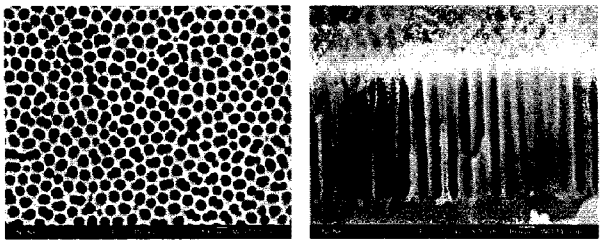

Fig.3 AAO nano-template

Fig.4 는 양극산화 시간에 따른 AAO 템플레이트의 두께 변화를 나타내었다. 그래프에서 보듯이 두께는 초기에 빠르게 증가하다가 일정하게 증가함을 볼 수 있다. 이 그래프를 통하여 우리는 원하는 두께의 AAO 템플레이트를 얻을 수 있다. Pore widening 공정은 Fig.4의 그래프에서와 같이 20℃로 유지된 6.0wt% H_3PO_4 + 1.8wt% CrO_3 용액에서 일정하게 확장됨을 알 수 있었으며 140분 이상에서는 Cell 벽이 무너져 템플레이트가 사라짐을 관찰할 수 있었다. 이 그래프를 통해 우리는 직경80~100nm의 세공크기를 갖는 템플레이트를 제조하는데 이용하였다.

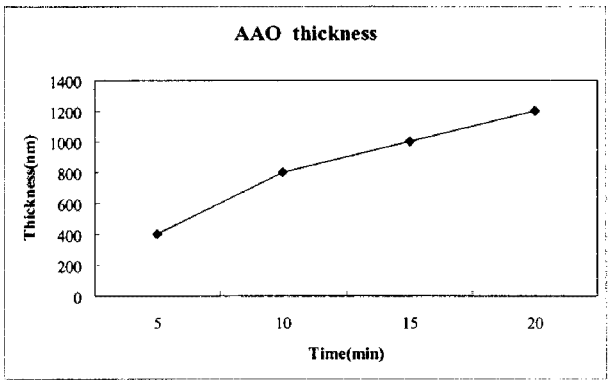

Fig.4 AAO template thickness with time

Fig.5 는 양극산화 시간에 따른 AAO 템플레이트의 나노 세공의 크기 변화를 나타내었다. 그래프에서 보듯이 나노세공의 크기는 초기부터 일정한 속도로 증가함을 볼 수 있다.

제조된 템플레이트 내에 (300g/l NiSO4.6H2O

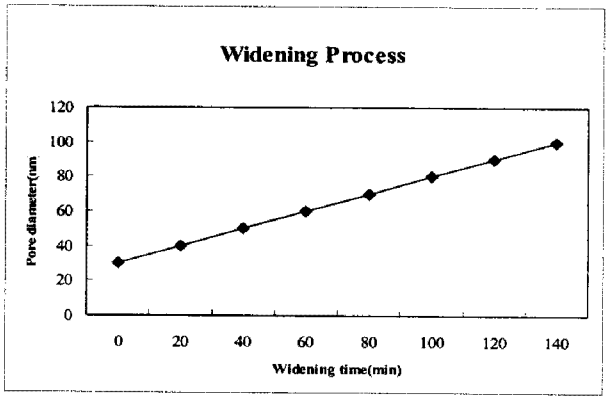

Fig.5 AAO template pore widening with time

,45g/l NiCl2.6H2O ,45g/l H3BO3)의 Ni 전기도금 Watt욕에 욕온도 20℃ 전류밀도 5 (A/m^2)로 도금한 결과 Fig.6 에서와 같이 길이 약 500nm로 균일하게 성장한 것을 볼 수 있다. 이는 직경 40mm 원형의 템플레이트 내에 동일하게 성장하였다.

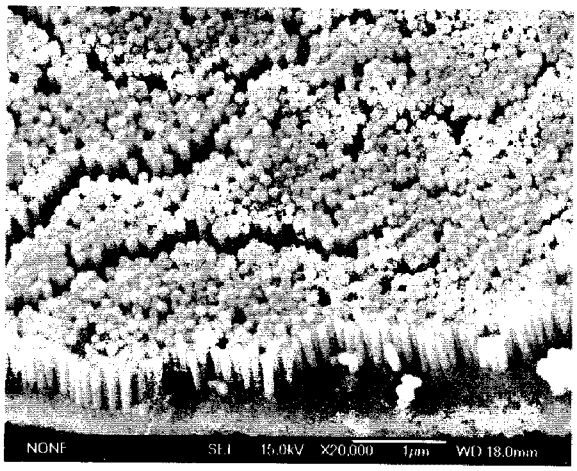

Fig.6 Examples of Ni nanorod

4. 결 론

전기화학적인 방법으로 제조된 AAO 템플레이트를 이용하여 Ni 나노로드를 제조한 결과 다음과 같은 결과를 얻을 수 있었다.

(1) 온도와 전해질 용액을 선정하여 양극산화한 결과 시간의 제어로 원하는 두께의 AAO 템플레이트를 만들 수 있었다.

(2) 일정 온도를 유지한 세공확장 에칭용액에서 시간 제어로 원하는 세공크기를 얻을 수 있다.

(3) 시판용 알루미늄판재를 이용함으로써 경제적으로 대면적 고밀도 나노로드 제조가 가능함을 알 수 있었다.

참 고 문 헌

[1] 이창우, 함영민, 강현섭, 장윤호, 1998, 양극산화에 의한 다공성 알루미나 막의 제조시 전해질의 영향, J. of Korean Ind. & Eng. Chemistry, Vol.9, No.7, December, 1047~1052

[2] Yanchun Zhao, 2005 A facile approach to formation of through-hole porous anodic aluminum oxide film, Materials Letters 59, 40~43

[3] S. Kato, 2005, Application of ferromagnetic nano-wires in porous alumina arrays for magnetic force generator, Science and Technology of Advanced Materials 6, 341~343

[4] Kyungtae Kim, 2006 Pulsed electrodeposition of palladium nanowire arrays using AAO template, Materials Chemistry and Physics 96, 278~282

[5] Cheonho Yoon & Jung Sang Suh, 2002, Electrochemical Fabrication of Cds/Co Nanowire Arrays in Porous Aluminum Oxide Templates, Bull. Korean Chem. Soc, Vol.23, No.11

[6] Jianyu Liang, 2002, Two-dimensional lateral superlattices of nanostructures: Nonlithographic formation by anodic membrane template, Journal fo Applied Physics, Vol.91, No.4

[7] Dmitri Routkevitch, A.A. Tager, 1996, Nonlithographic Nano-Wire Arrays: Fabrication, Physics, and Device Applications, IEEE Transactions on Electron Devices, Vol.43, No.10

[8] S G Yang, 2000, A study of cobalt nanowire arrays, J. Phys. D: Appl. Phys.33, 2388~2390

[9] Xiu-Yu Sun, 2005, Cyclic voltammetry for the fabrication of high dense silver nanowire arrays with the assistance of AAO template, Materials Chemistry and Physics 90, 69~72

[10] Cai-Ling Xu, 2006, Electrodeposition of ferromagnetic nanowire arrays on AAO/Ti/Si substrate for ultrahigh-density magnetic storage devices, Materials Letters

[11] Hua-Bing Xu, 2005, Fabrication of organic copper phthalocyanine nanowire arrays via a simple AAO template-based electrophoretic deposition, Chemical Physics Letters 412, 294~298