

실버 아세테이트와 팔라듐 아세테이트로부터 분리된 금속 나노 구조물의 제조와 분해반응해석

Synthesis and Kinetics of Metallic Nanostructures Decomposed from Silver and Palladium Acetate

이성은^a, 정용수^b, 오한준^c, 지충수^{a*}

^{a*}국민대학교 신소재공학과, ^bKIMS, ^c한서대학교 신소재공학과

초 록:

금속 아세테이트가 금속으로 열분해하는 반응을 이용하여 템플레이트 안에 잘 정렬된 금속 나노 구조물을 얻는 것은 센서(sensor), 분리 막(separation), 저장 장치(storage), 에너지 전환 장치(energy conversion)에 응용이 가능하다. 실버 아세테이트와 팔라듐 아세테이트에서 순수 실버와 팔라듐 나노 구조의 제조 및 형태의 차이를 밝히는 것을 목적으로 나노 입자의 크기와 활성화 에너지가 이에 영향을 주는 것으로 확인할 수 있었다. 금속 나노 구조의 확인 및 나노입자의 크기와 활성화 에너지를 분석 관찰하기 위해 DSC, TG, XRD, FE-SEM 등을 이용하였다.

1. 서론

최근 나노 다공성막 안에 고분자 및 금속 물질을 충전 하여 나노 구조를 제조하는 습윤법 (Template Wetting) 이 활발히 연구되고 있다. 충전 방법으로 전기화학적 방법, 무전해도금법, CVD법, Sol-gel법 등 다양한 방법이 있지만, 습윤법은 실험이 간편하고 용이하며 우수한 재현성을 바탕으로 나노 튜브 및 나노 와이어 제작에 널리 이용되고 있다. 이 중에서 polymer/metal acetate 소스를 혼합 용액으로 하여 열분해 반응을 통해 금속 나노 튜브를 제조하려는 노력이 활발히 이루어지고 있다. [1-9]

metal carboxylates의 열적인 분리 현상은 잘 분산된 금속이나 금속 산화물을 얻기 위해 널리 이용되고 있다. 금속 아세테이트는 유기물 제조와 석유화학 산업에서 중요한 응용을 가지는 화합물 중의 하나이다. 그것들의 일반적인 형태는 $(CH_3COO)_2M \cdot xH_2O$ 으로 M은 전이 금속 양이온이고 아세테이트 그룹은 금속 이온과 다양한 방식으로 결합할 수 있다. 이러한 재료의 중요한 기술적인 응용에도 불구하고 많은 보고가 이루어지지 않았다.

본 연구에서는 열분해 과정 동안 필요한 활성화 에너지와 그 결과로 silver와 palladium의 나노 구조물의 형태가 나노 튜브 및 나노 와이어로 제조되는 연관성을 알아보고자 하였다.

2. 본론

본 실험에서 사용된 시편은 고순도 99.99 %의 알루미늄으로 두께가 300 μm 인 판상형태이며 기공형 알루미늄 템플레이트를 제조하기 위해 2단계 양극산화법을 이용하였다. 전처리 후 0°C의 0.1 M 인산용액에서 직류 180V의 조건으로 양극산화를 하였고, 기공의 크기를 넓혀주기 위해 0.3 M 인산용액에 40분간 침지시켰다. 나노 다공성 막을 이용하여 금속 나노 구조를 제조하는 과정은 Fig. 1. 과 같다. 순수한 팔라듐 및 실버 나노 구조를 얻기 위하여 palladium acetate 또는 silver acetate와 PLA를 1:1로 CH_2Cl_2 에 혼합하여 나노 기공성 알루미늄 템플레이트 위에 도포하고 전기로에 90분간 열처리 하였다. 또한 순수한 팔라듐과 실버 나노 구조만을 남기기 위해 KOH에 3분간 침지하여 알루미늄을 제거하였으며 이를 FE-SEM을 통해 관찰하였다. 금속 아세테이트의 열분해 거동은 DSC와 TG 열분석 기기를 이용하여 분석하였고, TG curve를 이용하여 Friedman방식으로 활성화 에너지를 알아보았다.

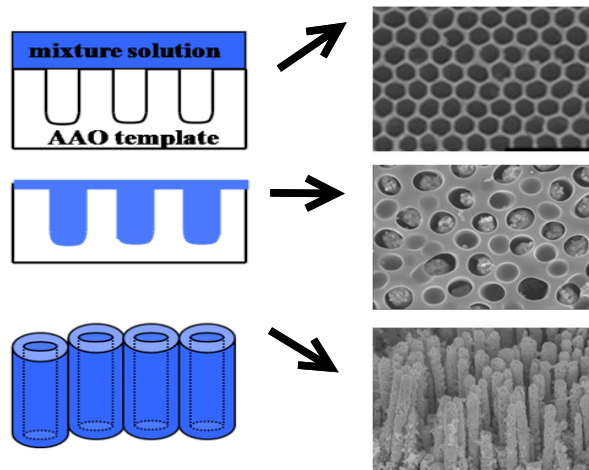


Fig. 1. Schematic diagram of the fabrication process

3. 결론

동일한 열처리 조건에서 실버 아세테이트는 실버 나노 와이어 구조로, 팔라듐 아세테이트는 팔라듐 나노 튜브 구조로 제조되었다.

나노 구조물을 형성 할 때에 나노 입자의 크기는 실버가 평균 22.3 nm, 팔라듐이 평균 10 nm로 확인되었고 더 작은 입자로 구성될 수록 나노 튜브 구조로 이루어짐을 관찰 할 수 있었다. Friedman 방식으로 계산된 금속 아세테이트의 분해 반응 시 활성화 에너지는 각각 팔라듐 아세테이트는 65-98 kJ/mol, 실버 아세테이트는 355-400 kJ/mol로 계산되어지며 이것이 나노 입자의 크기에 영향을 주어 순수 금속 나노 구조물을 제조할 때에 형태의 차이로 나타남을 보였다.

참고문헌

1. J.Kong, A.M.Cassell, and H.Dai, Chem. Phys. Lett. 292 (1998) 567
2. G.Che, B.B.Lakshmi, C.R.Martin, E.R.Fisher, and R.S.Ruoff, Chem. Mat. 10 (1998) 260
3. W.I.Park, Met. Mater. -Int. 14 (2008) 6
4. M.J.Zheng, L.D.Zhang, G.H.Li, and W.Z.Shen, Chem. Phys. Lett. 363 (2002) 123
5. T.Molares, M.E.Brotz, J.Buschmann, V.Dobrev, D.Neumann, R.Scholz, R.Schuchert, I.U.Trautmann, and C.Vetter, Adv. Mater. 13 (2001) 62
6. H.K.Seong, M.H.Kim, H.J.Choi, Y.J.Choi, and J.G.Park, Met. Mater. -Int. 14 (2008) 4
7. M.Daub, M.Knez, U.Gösele and K.Nielsch J. Appl. Phys. 101 (2007) 09J111
8. C.R.Martin, Accounts Chem. Res. 28 (1995) 61
9. J.C.Hulteen and C.R.Martin, J. Mater. Chem. 7 (1997) 1075