

전기폭발법에 의한 Cu/CuO 나노분말의 제조 및 분말특성

맹덕영 · 이창규[†] · 이남희* · 박중학 · 김홍희 · 이은구*

한국원자력연구소 원자력재료기술개발팀

*조선대학교 금속재료공학과

Synthesis and Characteristics of Cu/CuO Nanopowders by Pulsed Wire Evaporation(PWE) Method

D. Y. Maeng, C. K. Rhee[†], N. H. Lee*, J. H. Park, W. W. Kim and E. G. Lee*

Nuclear Material Technology Development Team, Korea Atomic Energy

Research Institute, P.O. Box 105, Yusong, Daejeon 305-600

*Dept. of Metallurgical & Materials Eng., Chosun University, Gwangju 501-759

(2002년 9월 23일 받음, 2002년 12월 16일 최종수정본 받음)

Abstract Both Cu and Cu-oxide nanopowders have great potential as conductive paste, solid lubricant, effective catalysts and super conducting materials because of their unique properties compared with those of commercial micro-sized ones. In this study, Cu and Cu-oxide nanopowders were prepared by Pulsed Wire Evaporation (PWE) method which has been very useful for producing nanometer-sized metal, alloy and ceramic powders. In this process, the metal wire is explosively converted into ultrafine particles under high electric pulse current (between 10^4 and 10^6 A/mm²) within a micro second time. To prevent full oxidations of Cu powder, the surface of powder has been slightly passivated with thin CuO layer. X-ray diffraction analysis has shown that pure Cu nanopowders were obtained at N₂ atmosphere. As the oxygen partial pressure increased in N₂ atmosphere, the gradual phase transformation occurred from Cu to Cu₂O and finally CuO nanopowders. The spherical Cu nanopowders had a uniform size distribution of about 100nm in diameter. The Cu-oxide nanopowders were less than 70nm with sphere-like shape and their mean particle size was 54nm. Smaller size of Cu-oxide nanopowders compared with that of the Cu nanopowders results from the secondary explosion of Cu nanopowders at oxygen atmosphere. Thin passivated oxygen layer on the Cu surface has been proved by XPS and HRPD.

Key words : Cu nanopowder, Pulsed Wire Evaporation(PWE), oxidation, secondary explosion, XPS, HRPD

1. 서 론

산업이 발달함에 따라 기존의 재료들과는 다른 성질을 갖는 재료에 대한 관심이 높아지면서 나노미터 크기의 결정립을 갖는 재료를 제조하여 첨단산업기술분야에 응용하려는 연구가 전 세계적으로 활발하게 진행되고 있다.^{1~5)}

나노분말제조과정은 크게 균질액생성 및 응축과정을 통하여 분말을 제조하는 기상합성법과, 볼밀을 사용하여 분말을 분쇄시켜 나노화 시키는 기계적 분쇄법, 금속염의 수용액에 침전제나 환원제를 가하여 수용액에서 금속이나 산화물 분말을 제조하는 액상법 등을 들 수 있다.^{1~4)} 일반적으로 물리적으로 제조되는 기상합성법의 경우, 고순도의 분말을 제조할 수 있다는 장점이 있지만, 제조할 수 있는 분말이 한정되어있고, 에너지소비가 크다는 단점이 있다. 또한 기계적 분쇄법이나 액상법은 대량생산이 가능한 반면 분쇄 도구에 의한 분말 오염의 문제점을 가지고 있다. 나노분말 제조 시 요구되어지는 성질은 오염되지 않는 고순도와 균일

한 크기를 갖는 분말들이 서로 응집 (agglomeration) 되지 않아야 한다. 이러한 요구조건을 잘 만족시켜주는 나노분말 제조방법으로 전기폭발법 (pulsed wire evaporation method, PWE) 을 들 수 있다.^{1,2)}

전기폭발법은 펄스파워 (pulse power) 를 이용하여 캐퍼시터 (capacitor) 에 충전된 고전압 · 대전류를 금속와이어에 순간적으로 방전시켜 금속와이어를 증발 · 응축시켜 분말을 제조하는 방법으로, 와이어형태로 가공이 가능한 거의 모든 금속분말을 제조할 수 있으며, 금속와이어 주변의 분위기를 조절함으로써 산화물 및 질화물을 제조할 수 있을 뿐만 아니라 합금분말도 제조할 수 있다. 또한 이 공정은 펄스파워를 이용하기 때문에 시간당 3kW 라는 작은 에너지 소비효율을 가지며, 제조된 분말이외에 부산물이 전혀 없는 환경친화적인 장점이 있다.

본 연구에서는 전도성페이스트, 금속촉매, 세라믹 구조재료의 분산강화용으로 널리 이용중인 Cu 나노분말 및 초전도 재료의 첨가제로 이용 가능한 산화구리나노분말을 전기

[†] E-mail: ckrhee@kaeri.re.kr

폭발법에 의해 제조하고 이에 대한 특성을 평가하였다.

2. 전기폭발법의 이론적 배경

2.1. 전압 및 분말생성 조건

전기폭발에 의해 제조된 분말의 크기는 와이어에 인가된 에너지 즉 전압, 와이어의 길이, 와이어의 직경, 금속이 가지는 고유한 승화에너지, 반응 챔버 내의 분위기와 압력 등에 의해 결정되어진다. 와이어의 폭발은 커패시터 뱅크 (capacitor bank) 에서 축적된 에너지 W_0 가 0이 될 때 이루어진다. 즉 에너지 W 가 금속와이어에 인가된다고 했을 때 인가된 에너지 W^{2-4} 는 식 1로 나타낼 수 있다.

$$W = A W_0 (10^{-6} \epsilon)^{-0.5} \quad (1)$$

여기서 $\epsilon = CV / (D^2 Z)$ 이며, C 는 capacity (μF), V_0 는 측정된 전압 (kV), D 는 wire의 직경, $Z = (L/C)^{0.5}$ 로 회로의 impedance (Ohm), L 은 축전된 회로의 inductance (μH), $W_0 = CV^2/2$ 로 wire에 인가된 에너지 (J) 그리고 A 는 와이어의 면적이다. 또한 ϵ 값을 에너지 W_0 와 와이어의 cross sectional area, S 로 정리하면 다음과 같은 식을 얻을 수 있다.

$$W = (h_b W_0 S^2 Z)^{0.5} \quad (2)$$

여기서 h_b 는 current pulse에 의해 가열된 재료의 열저항성이며 단위는 $A^2 s / mm^4$ 으로 나타낼 수 있다.

이때의 Cu 금속의 h_b 및 승화에너지 (sublimation energy)의 계산 값은 아래와 같다.

Cu 금속의 열저항 값 : $1.95 A^2 s / mm^4$

Cu 금속의 승화에너지 : $47.8 J / mm^3$

$W = W_0$ 라고 하고, 일반적인 전기회로에서 작동과정 중에 발생하는 에너지 소비를 무시하면 식 2는 다음과 같이 나타낼 수 있다.

$$W_0 = h_b S^2 Z \quad (3)$$

위 식 3이 capacitor bank에서 충전된 에너지가 모두 금속 wire에 인가되어 wire가 분말로 변하는데 필요한 이론적 조건이다. 일반적인 경우 전기폭발법에 의해 제조된 분말의 크기는 overheating factor K 에 의하여 결정되어진다. 즉 wire에 인가된 에너지 W 와 금속 wire를 가열하고 증발시키는데 필요한 에너지 W_u 에 의하여 결정되어진다고 말할 수 있다. 식 2를 W_u 로 나누면 다음과 같은 식 4를 얻을 수 있다.

$$K = W / W_u S l = (h_b W_0 Z)^{0.5} / W_u l \quad (4)$$

여기서 W_u 는 폭발하는 재료의 단위부피를 가열하고 증

발시키는데 필요한 비에너지 (specific energy) 이고 l 은 와이어의 길이이다. 그러나 아직까지 금속을 가열하고 증발시키는데 필요한 W_u 값은 알려져 있지 않음으로 overheating factor K 는 specific sublimation energy W_u 를 측정하여 얻을 수 있다.

따라서 $W_u S l$ 은 W_u 라 하면 위의 식 4는 다음과 같은 간단한 식으로 나타낼 수 있다.

$$K = \frac{W}{W_u} \quad (5)$$

이론적으로 overheating factor K 가 와이어길이에 역으로 비례하므로 와이어의 길이가 줄어들 경우에는 overheating factor K 는 증가하게 되고 재료는 강하게 가열하게 된다. 식 5에서 overheating factor K 가 1이라면 폭발에 가장 적합한 와이어의 길이 l_m 는 다음 식으로 나타낼 수 있다.

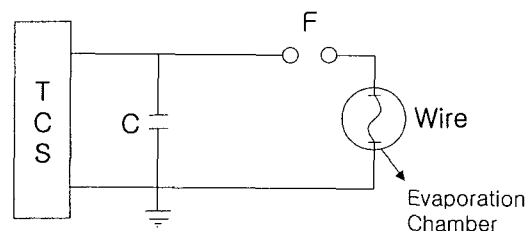
$$l_m = h_b S Z / W_u \quad (6)$$

위 식들에 의해 circuit parameter (L, C)와 h_b 값을 알면, 금속와이어의 직경과 길이를 고려하여 금속와이어에 인가되는 에너지 즉 전압을 계산 할 수 있다.

3. 실험방법 및 분말제조

3.1. 전기폭발장치 및 제조조건

Fig. 1은 본 연구에 사용된 전기폭발장치를 간단하게 나타낸 것이다. 이때 최대 사용 커패시터 뱅크가 2074J의 에너지를 저장할 수 있으며, 와이어 피딩 장치에 의해 연속적으로 제조가 가능하도록 설계되었다. 와이어가 저항발열에 의하여 기화되어 챔버 내부에 유입된 차가운 불활성가스와 접촉 후 짧은 시간동안 냉각될 수 있도록 하였고 챔버 외부에 냉각수를 흘려 챔버 내부의 온도를 낮추고자 하였다. 이때의 챔버 안은 로터리 펌프를 이용하여 10^{-3} torr까지 진공 배기 후 질소가스를 이용하여 1.4bar의 압력을 유지하였으며 공급된 와이어는 직경 0.4mm, 길이 88mm의 고순도 Cu 와이어로 와이어 공급속도를 분당 30회로 유지시켜 제조하였다. 폭발반응 후 챔버 내부에서 냉각된 나노분말은 블로어 (blower)에 의해 강제 순환되어 포집기를 통하여 운



TCD : High Voltage DC Source
F : Switch
C : capacitor

Fig. 1. Schematic diagram of pulsed wire evaporator.

반되어지고 얻어진 분말은 트랩(trap)과 2개의 사이클론(cyclone) 및 45 μ m의 porous fabric filter를 통하여 포집 및 분급된다. 특히 산화물 분말의 경우 스크류 세퍼레이터(screw separator) 및 15kV로 하전된 Cottrell 집진필터가 사용되어진다. 포집기에 포집된 금속나노분말의 상온안정화를 위해 챔버내부의 불활성가스를 가스배출라인을 통해 대기압으로 유지시킨 후 분당 3cc의 산소가스를 10시간 동안 챔버 내부에 흘려보내 금속나노분말 표면에 산화물을 얇게 피복시켜 상온에서 취급 및 보관이 용이할 수 있도록 부동태 피막처리(passivation)를 하였다. 또한 산화반응이 일어나지 않기 위한 용액분산처리 방법(conservation)도 사용하였다. 이는 O/O₂가 없는 C-H화합물인 헥산(hexane)을 이용하여 포집되는 Cu 분말을 In-situ로 보관 및 취급하는 방법이다. 산화 Cu분말 제조는 Cu분말제조와 같은 방법을 이용하여 챔버 안을 진공, 배기 후 와이어 주변의 분위기를 질소가스에서 10-30%의 산소가스를 공급해주면서 CuO계 나노분말을 제조하였다.

3.2. 분말특성평가방법

포집된 Cu분말과 CuO계 분말의 형상, 크기 및 분포를 측정하기 위해 SEM(JEOL 6300), TEM(JEOL JEM 2000FXII) 분석을 하였다. 각 분말의 상분석과 평균 결정 입도는 X-선 회절 분석(XRD; Rigaku D/Max-III) 방법을 하였다. 상분석의 경우, 파장 1.54056 Å의 Cu(K α) target을 이용하여 분당 2°의 속도로 20-80°까지 분석하였고, 평균입도의 측정을 위해 0.02°의 속도로 분석한 peak의 반가폭(FWHM: Full Width Half Maximum)으로부터 Scherrer⁶⁾ 공식에 대입하여 계산하였다. 또한 분말의 입도분포는 PSA(Laser Particle Size Analyzer-BIC, Co., 90 Plus)를 이용하여 측정하였다. 분말의 비표면적은 Brunauer-Emmett-Teller(BET; Micromeritics ASAP 2400)의 질소흡착법을 이용하여 측정하였으며, 이 비표면적으로부터 분말이 구형이라는 가정 하에 분말의 평균 입자 크기를 계산하였다. Passivation 처리된 Cu 분말의 피복된 산화물 층의 존재 여부를 확인하기 위하여 X-선 광전자분광시험(XPS; ESCA Lab 2201)을 하였다. 또한 얻어진 분말에 대해서 고분해능 중성자 회절장치(HRPD; High Resolution Powder Diffractometer)를 이용하여 시료에 대한 회절상 및 Rietveld 정련법으로 정량 분석을 시도하였다.

4. 결과 및 고찰

4.1. 전기폭발법에 의해 제조된 Cu 분말의 미세조직 및 상 안정성

전기폭발법에 의해 제조되는 분말은 와이어의 길이, 직경, 인가된 전압 및 overheating factor가 중요한 변수가 된다. Fig. 2는 와이어의 길이에 따른 overheating factor K와 인가된 전압과의 관계를 나타낸 것으로 앞서 설명된 식 1에서 4의 함수로부터 최종 식 5와 6을 얻어 계산되었다. 인가된 전압은 최대 38kV까지 사용할 수 있으며 전압이 증가할수록 와이어 길이와 상관없이 K값은 비례적으로

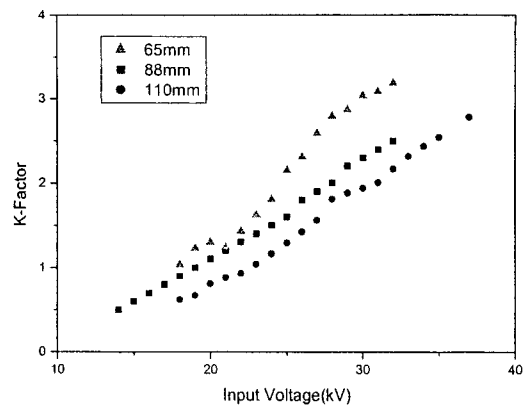


Fig. 2. Superheating K of copper powders versus input voltage for different wire lengths L.

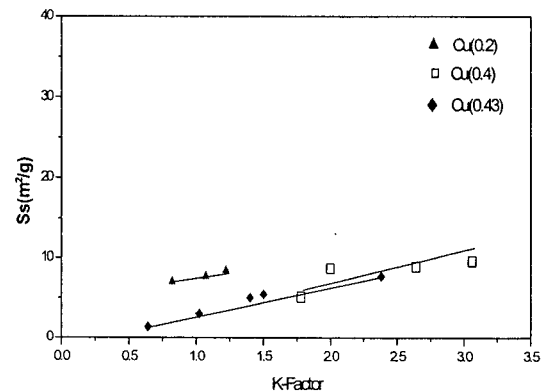


Fig. 3. The specific surface of copper powders versus superheating K for different wire diameters D.

증가하고 있다. 반면에 와이어의 길이가 작을수록 K값은 증가하고 있다.

본 연구에서는 나노 크기의 Cu분말 제조를 1.4bar (147Pa)의 질소 분위기에서 직경 0.4mm, 순도 99.9%의 Cu 와이어를 이용하였다. 이때의 Cu의 승화에너지는 47.8J/mm³이며 overheating factor, K가 2일 경우, 식 6으로부터 induced energy를 계산한 결과 와이어 길이가 88mm이고 이때의 공급된 전압은 28kV이다. Fig. 3은 Cu 와이어 길이 88mm로 0.2mm, 0.4mm, 0.43mm인 와이어 직경에 따른 K값 및 비표면적을 나타내고 있다. 그림과 같이 K값이 증가할수록 비표면적은 증가하며 와이어의 직경이 0.4, K값이 2일 때 비표면적 값은 8.67 (m²/g) 값을 얻었다. 이와 같은 결과로부터 제조된 Cu 분말은 Fig. 4와 같이 모두 구형에 가까운 등축상으로 50~120nm의 크기를 갖는다. 이때 분말간의 결합은 점접촉(point contact)에 의한 약한 응집으로 이루어져 있다. Cu 와이어에 고전압이 인가되면서 저항발열에 의하여 수 μ s내에 10⁴~10⁶K의 높은 온도로 가열되어지고 기화되기 시작하여 기상의 형태로 챔버 안에 분산이 되고 챔버 내부의 질소 가스와 접촉하면서 응축이 일어나게 되며 이때 계면의 에너지를 최소화하기 위하여 구형으로 복원되어 나타나게 된다. 나노분말제조 과정 중 문제점으로 여겨지던 입자간의 강한 결합에 의

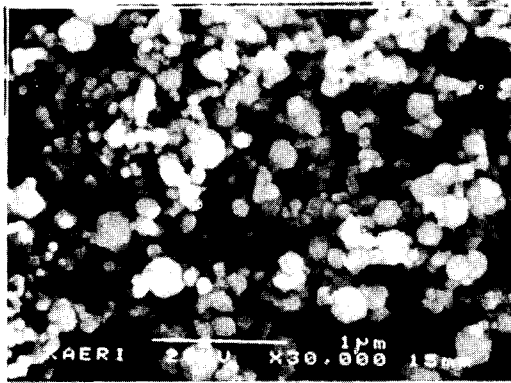


Fig. 4. Morphology of the Cu nanopowders by PWE.

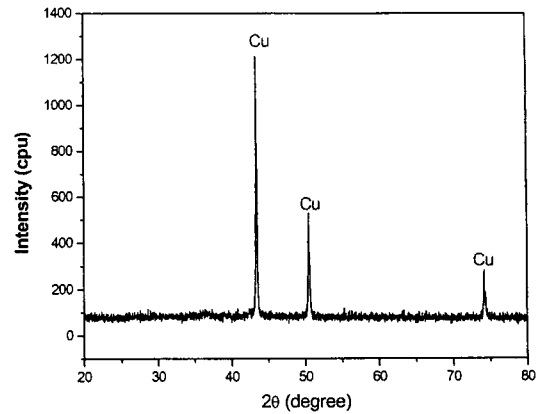


Fig. 6. XRD pattern of the Cu nanopowders by PWE.

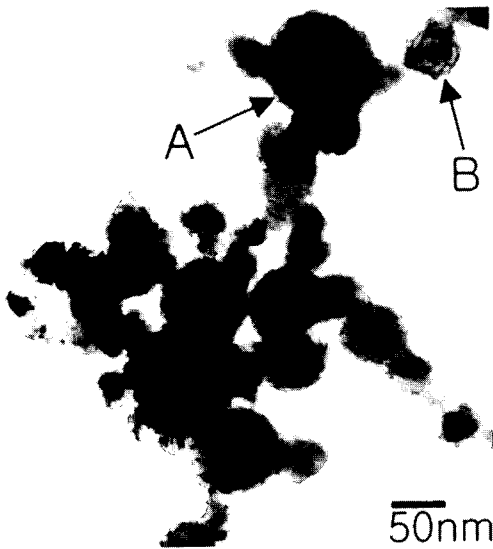


Fig. 5. TEM micrograph of Cu nanopowders by PWE.

한 응집입자가 존재하지 않은 반면 두 입자간의 약한 응집인 Van der Waals' force에 의한 응집으로 이루어져 있음을 확인할 수 있다. 한편 이러한 응축 중에 액상들이 응집되면 큰 입자가 생성되고, 완전한 고상이 되지 못한 반응고체 (semi-solid) 상이 응집되면 액상의 응집보다 작지만 비교적 조대한 입자가 생성된다.^{4,6)} 이러한 현상은 Fig. 5의 투과전자현미경 (TEM) 에 의한 분말사진으로 구체화될 수 있으며 100nm 이하의 크기를 갖는 구형의 분말로 화살표 A는 액상간의 응집에 의해, B는 반응고체의 응집에 형성된 입자로 관찰된다. 또한 약한 응집 상태에서 서로 느슨하게 결합되어 있고 부분적으로는 분말사이에 neck 형성을 관찰할 수 있다. 이는 전기폭발시 증발-응축에 의해 생성된 작은 입자들의 큰 표면적과 폭발시 나타나는 높은 증기압에 의한 기상이동 등으로 입자들의 표면에너지의 증가와 상호결합력의 증가로 인해서 neck이 형성되는 것으로 사료된다.^{2~6)}

제조된 분말의 상분석을 위한 X-ray 회절 시험한 결과는 Fig. 6과 같고, (111) 면에서의 주 peak을 비롯한 fcc 결정구조를 갖는 Cu 결정상만이 관찰되었다.

금속이 나노분말이 되면서 갖는 상온에서의 높은 폭발성

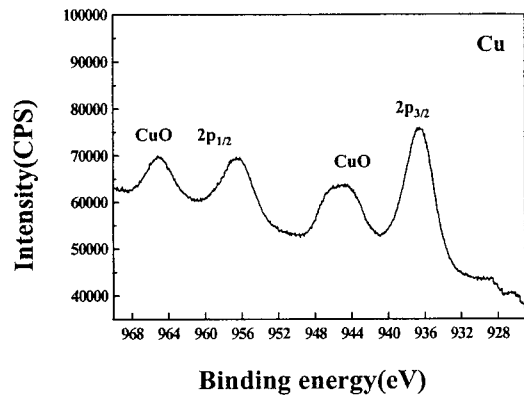


Fig. 7. X-ray photoelectron spectrum of passivated Cu nanopowders.

및 산화성을 방지하기 위한 방법으로 부동태피막 (passivation) 처리를 하였지만 이러한 산화물 피복 층이 매우 얇고 Cu분말에 비해 체적비가 상대적으로 작아 X-선의 검출범위에 벗어났거나 결정질로 보기가 힘들기 때문에 산화물 peak이 나타나지 않은 것으로 사료된다. 이에 본 실험에서는 X-선 광전자 분광시험 (XPS) 을 통하여 Cu와 CuO계가 가지는 결합에너지 차를 측정하고 Cu나노분말표면에 피복된 산화물 층의 존재 여부를 확인하고자 하였다. X-선 광전자 분광시험의 결과는 Fig. 7과 같이 936.5eV에서 나타난 2p_{3/2}로 표시한 peak와 956.5eV에서 나타난 2p_{1/2}로 표시한 peak는 Cu에 해당하는 것이고 945.2eV 및 965.1eV에 나타낸 CuO는 Cu 산화물을 나타내고 있다. 이와 같은 결과로부터 Cu분말 표면에 산화물 층이 피복 되어 있음을 확인할 수 있었다. 이를 구체화하기 위하여 중성자 분말상 (diffraction pattern) 을 측정하였고, Rietveld⁷⁾ 정련법 (refinement method) 으로 정량 분석하였다. 이와 같이 중성자는 X선이나 방사광 보다 정량 분석이 원리적으로 우월하다고 알려져 있으며 특히 산화물의 경우에는 산소에 대한 산란 단면적에 의해 다른 방법보다 중성자 법이 정량 분석에서 월등히 우수하다는 특성으로 금속 산화물 등 산업적으로 널리 쓰일 수 있는 강력한

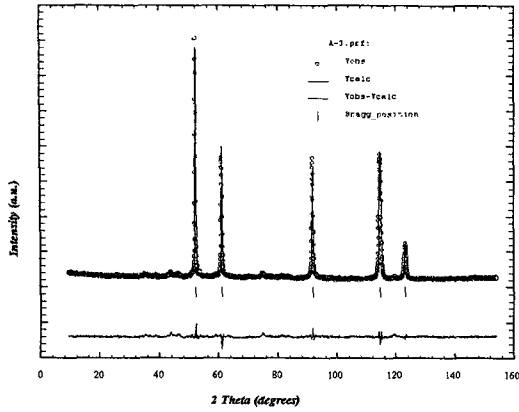


Fig. 8. Neutron diffraction pattern of Cu nanopowders by PWE.

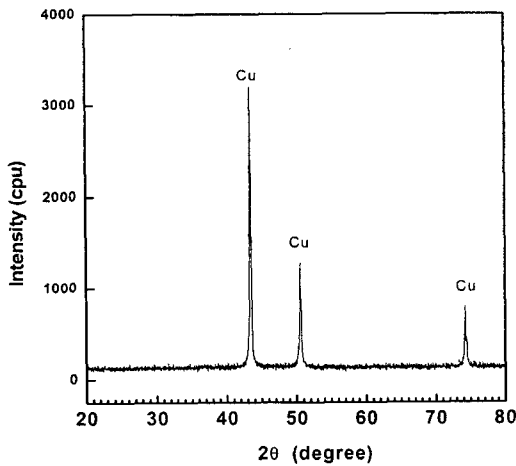
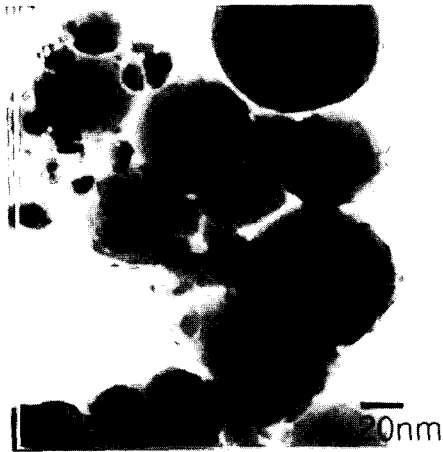


Fig. 9. TEM micrograph(a) and XRD pattern(b) of conserved Cu nanopowders.

수단이 된다. Fig. 8과 같이 passivation된 Cu 분말에서의 고분해능 중성자 회절에 의한 회절상에서도 Cu peak 만이 관찰되었다. 또한 Rietveld 정련법(refinement method)으로 정량 분석한 결과 CuO는 0%로 확인되었다. 즉, passivation 처리되어 얻어진 Cu 분말에서의 CuO 층은 결정상이 아닌 비정질 상으로 판단된다.

금속나노분말의 상온 안정화를 위한 또 다른 방법으로는

액체분산(conservation) 처리 방법이 있다. Fig. 9(a)는 conservation 처리된 Cu분말의 상온에서의 TEM 조직 사진으로 상당히 깨끗한 표면을 갖고 있다. 이는 핵산에 의한 C-H화합물이 분말에 코팅되어 일정한 시간이 지나도 쉽게 산화되지 않고 Cu 분말 고유의 성질을 나타내고 있는 것으로 판단된다[Fig. 9(b) 참조].

4.2. 전기폭발법에 의해 제조된 Cu 나노분말의 특성

일반적으로 평균결정입도 및 평균분말입도를 계산하는 방법으로는 XRD와 BET를 이용하여 분석할 수 있다.

X-선 회절시험시 측정된 반가폭으로 분말입자의 결정립 크기를 측정할 결과 분말입자의 결정립 크기는 33nm가 얻어졌다. 또한 질소가스흡착법(BET)을 이용하여 측정된 분말의 비표면적은 8.67(m²/g)이었으며 계산된 분말의 평균 입자사이즈는 77nm였다.

분말들의 응집을 고려하여 에탄올에서 10분간 초음파로 분산시킨 후 PSA로 입도분석한 결과 100nm 영역에서 99% 이상이 존재하였으며, 일차입자의 응집에 의한 2차 입자 또는 트랩에서 제거되지 못한 200nm 이상의 조대한 일차입자가 미량 존재하였다. 이상에서 관찰된 분말입도의 결과를 Table 1에 요약하였다. 실험결과 반가폭으로 얻어진 분말의 결정립 크기가 BET 및 PSA로 측정된 분말의 평균 입자크기와 다른 이유는 전기폭발법으로 만들어진 나노입자는 한 개의 결정립을 갖는 단결정 입자가 아닌 28nm크기의 결정립을 갖는 단결정이 2-3개 모여 이루어진 다결정 체이거나, 분말의 완전한 분산처리가 되지 않은 상태에서 단결정인 30nm급의 분말들이 BET 실험시 분말의 표면이 부분적으로 접촉하여 응집체를 이루고 있어 그 접촉면으로 질소원자가 흡착되지 않아 상대적으로 높은 값이 나오는 것으로 생각할 수 있다.

4.3. CuO계 나노분말의 제조

Fig. 10은 챔버내 산소의 농도가 대략 20%인 상태에서 K 값이 1이고 25kV의 고전압을 직경 0.4mm, 133mm와이어에 인가시켜 전기폭발에 의해 제조된 분말의 주사전자현미경 사진으로 100nm이하의 크기를 갖는 구형의 분말을 관찰할 수 있다. 앞서 설명한 바와 같이 Cu나노분말제조에 비해 와이어의 길이가 증가되고 와이어에 인가된 전압 또한 감소하였지만, 와이어주변에 존재하는 산소가스와 분말의

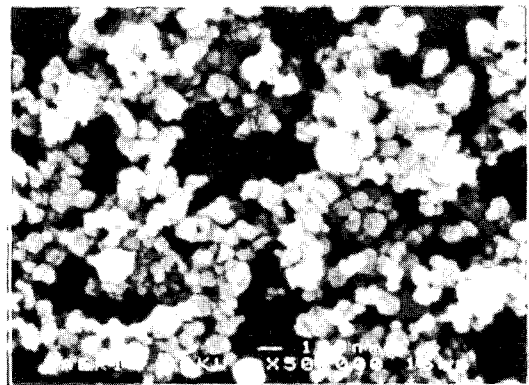


Fig. 10. SEM micrograph of Cu-oxide nanopowders by PWE.

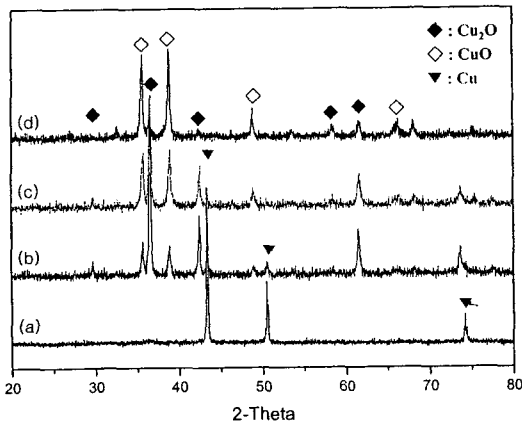


Fig. 11. XRD result of Cu/CuO/Cu₂O nanopowders at various oxygen concentration.

Table 1. The crystallite and particle size of Cu/CuO powder measured by SEM, TEM, XRD and BET

	SEM & TEM	XRD	BET(m ² /g)
Cu	형상: 구형 100nm 이하	FWHM: 0.0447 33nm	BET: 8.67 77.37nm
CuO/Cu ₂ O	형상: 구형 70nm 이하	FWHM: 0.0299 32.3nm	BET: 12.53 53.6nm

산화에너지 반응에 의한 이차폭발에 기인하여 분말의 크기는 더욱 작아진 것으로 사료되며, 이때의 결정립 및 분말크기는 Table 1과 같이 순수 Cu 금속 분말에 의한 것보다 상대적으로 작은 결정립과 20nm 이상 차이의 분말크기를 보이고 있다.

상분석을 위하여 X-선 회절시험한 결과 Fig. 11과 같고 대부분의 분말은 monoclinic 구조의 CuO와 cubic 구조를 갖는 Cu₂O 분말의 peak가 관찰되었다. 또한 분말형성에 산소가 미치는 영향을 조사하기 위하여 챔버안의 산소 농도 (concentration ; vol%)를 0에서 30%까지 증가시키며 분말을 제조하였다. X-선 회절시험 분석결과 챔버안의 산소 분율이 낮을수록 분말은 Cu가 강하게 형성되었으며, 챔버내부에 산소량이 증가할수록 CuO가 우세하게 형성됨을 확인하였다. 산소 농도가 0%일 때 대부분의 분말은 fcc구조의 Cu 나노분말이 형성되었고 산소농도가 10% 및 20%에서는 순수한 Cu 및 oxide계 화합물이 혼재한 상을 동시에 보여주고 있다. 그러나 산소의 농도가 30%일 때 Cu peak은 전혀 관찰되지 않고 CuO 또는 Cu₂O의 oxide계 화합물만이 관찰되었다.

5. 결 론

Cu 와이어를 이용하여 전기폭발법으로 Cu 및 CuO계 나

노분말을 제조한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1) 직경 0.4mm, 길이 88mm Cu 와이어에 28kV의 고전압이 순간적으로 인가되면서 100nm 크기의 Cu 나노분말을 얻었다.
- 2) 제조된 Cu 및 산화구리 나노분말은 모두 구형으로 분말간의 결합은 물리적 접촉에 의한 약한 응집으로 이루어져 있다.
- 3) X-선 회절시험을 이용하여 분말의 결정구조를 관찰한 결과 순수한 Cu 결정으로 33nm의 결정립을 형성하였다. 이는 2-3개의 결정립들이 모여 하나의 분말을 이룬 것으로 사료된다.
- 4) BET 시험에 의해 얻어진 Cu 나노분말 및 산화구리 나노분말 크기는 각각 77nm, 53nm 정도이었으며 전자현미경으로 관찰한 결과와 유사한 값을 나타내었다.
- 5) Cu 나노분말의 상온 안정화를 위하여 분말표면에 부동태피막 처리를 한 결과, 표면에 CuO막이 형성된 것을 XPS 분석을 통하여 확인하였다.
- 6) X-선 회절시험에 의한 산화 구리분말의 생성 거동은 산소농도가 증가함에 따라 산화구리 결정구조를 형성하였고, 30vol%의 산소함량에서는 CuO 및 Cu₂O의 산화물만이 관찰되었다.

감사의 글

본 연구는 산업자원부의 차세대 신기술 개발사업의 일환인 고기능 나노 복합재 개발 연구비 지원으로 수행되었으며 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

1. H. Gleiter. Acta mater., Vol. 48, 1 (2000).
2. K. Kubo, K. Itanani, F.S. Howell, A. Kishioka and M. Kishioka, J. Eur. Ceram. Soc., vol. 15, 661 (1995).
3. D.Y. Maeng, C.K. Rhee, K.H. Kim and W.W. Kim, Material Science and Eng. A (2003) in press.
4. Y.A. Kotov and O.M. Samatov, Nanostructured Materials, vol. 12, 119 (1999).
5. K.E. Gonsalves, S.P. Rangarajan, and J. Wang, Handbook of nanostructured materials and nanotechnology, col. 1 Synthesis and processing, chap. 1 (2000).
6. Y.A. Kotov, V.V. Osipov, O.M. Samotov, and M.G. Ivanov, 4th Ins. Conf. on Nanostructured Materials, (1998).
7. H.M. Rietveld, J. Appl. Cryst. 2, 65 (1969).