



아래글은 스탠포드 대학교 재료과학과 Robert Sinclair 교수가 '03.6.24. 기술표준원 외래교수실에서 강연한 내용을 요약한 것임

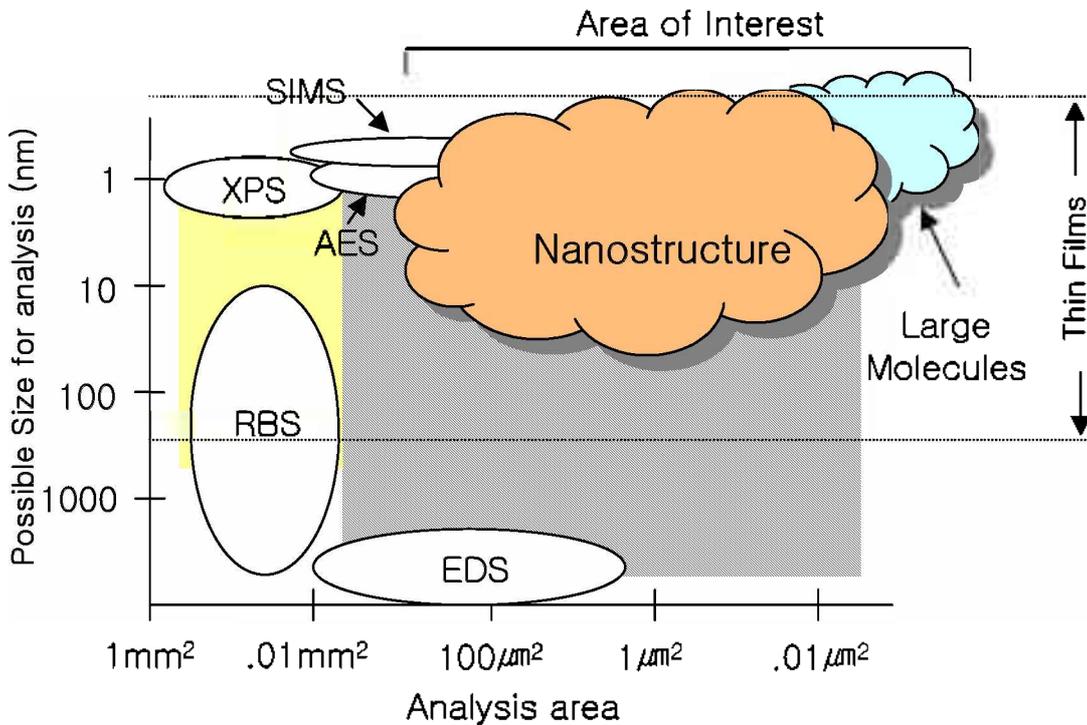
나노소재 평가를 위한 최근 기술개발 동향

- 나노기술의 발전 (현재까지는 Nano-Fabrication 기술이 주류) 에 따라 이를 평가하기 위한 평가기술의 중요성도 그에 비례하여 급격히 증가되고 있는 실정임
- 나노기술의 평가를 위한 장비는 다음과 같이 두 부류로 구분 가능
 - Microscopes (미세구조 관찰)
 - : High resolution Scanning Electron Microscopes (고분해능 주사전자현미경), Focussed ion beam (FIB, 이온빔집속장치), High resolution Transmission Electron Microscope (1nm 크

기의 화학조성의 분석이 가능한 고분해능 투과전자현미경)

- Surface Chemical Analysis (표면화학분석)
 - : High resolution Auger Electron Spectroscopy (고분해능 오제이전자분광기, AES), X-ray Photoelectron Spectroscopy(엑스선 광전자분광기, XPS), Secondary Ion Mass Spectrometry (이차전자질량분석기, SIMS)
- 가장 대표적인 미세구조 분석장비인 주사전자현미경은 깊이방향으로의 분해능이 우수하고 (1-2nm), 우수한 미세구조(10-100nm)의 성분분석이 가능하며 후방산란전자의 패턴 및 저에너지 이미지화를통해 다양한 평가분석이 가능
 - 주사전자현미경의 대표적 응용
 - : 높은 심도의 분해능이 요구되는 탄소 및 코발트 나노튜브 등
 - 나노소재 평가를 위한 장비개선 및 분석 소프트웨어의 개발 필요

- : 소재의 미세화에 따라 평가시료의 손상을 방지하기 위해 보다 낮은 에너지를 통해 발생하는 극미세한 신호를 강도의 손실없이 받아들여 분리할 수 있는 기술 요구
- 주사전자현미경이 이온집중장치와 결합함으로써 보다 강력한 분석 도구로서 응용가능
 - 이온 또는 전자에 의한 이미지화: 화학분석 가능
 - 이온빔을 이용한 가공
 - : 고정밀 나노스케일 구멍, 단면/측면 등 나노시편 준비 용이
 - : 나노 증착 기술 (갈륨이온빔과 유기금속물질을 이용한 패턴 구성등)
 - 이온 또는 전자빔을 이용한 미세구조 수정
- 투과전자현미경용 시편제조
 - : 경도가 높은 재질 (세라믹스 및 합금 등)의 시편 가공 용이
 - : 반도체 집적 회로내 나노미터 두께의 박막을 원하는 형상대로 가공하여 분석 가능
- 투과전자현미경은 나노스케일의 분석이 가능하게 한 최초의 분석장비로서 원자수준의 분해능 (0.1-0.2nm)를 가지며 0.5nm 스케일의 고분해능 화학분석이 가능하고, 나노크기 결정 및 준결정/비정질의 회절 분석과 격자내의 결합분석 가능
 - : 투과전자현미경은 나노기술의 평가를 위해 가장 강력한 도구임에도 불구하고 시편의 준비가 어려웠으나 FIB를 적용함으로써 응용범위가 넓어짐



- 고분해능 투과전자현미경의 대표적 응용분야
 - : 탄소나노튜브내의 원소성분 분석 및 원자간 거리 측정
 - : 나노 탐침기를 이용한 화학원소 분포 분석 (1-2nm 범위)
 - : 나노입자내와 입자 계면에서의 성분변화에 따른 특성분석
- 나노표면의 화학분석을 위한 평가장비별 특징은 아래와 같다.
 - XPS : 모든 물질에 적용 가능하고 시편의 손상이 적음
(사용 엑스선의 spot size를 줄임으로써)
 - AES : 원소별 및 깊이방향으로의 분포 분석과 미소영역에 응용 가능
(10nm 깊이 분석가능, 반도체내 유기나노입자 분석)
 - SIMS : 동위원소 및 복합이온 분석과 미소영역에 응용 가능
- (10억분의 1 이상의 분석 정확도가 가능하고 바이오 시편에 대한 분석도 가능)
- RBS(러더포드후방산란분석) : 격자의 손상, 원소별/깊이방향으로의 분석 (초기단계→지속적 연구 필요)
- TEM을 이용한 극한조건에서의 미세구조변화를 관찰함으로써 나노소재의 물성 향상을 위한 기초 기술 개발이 가능
- 결론적으로 나노기술의 평가를 위한 기술개발은 근시일내에 경제적인 이득을 얻을 수 있는 분야는 아니며 이는 나노기술개발에 대한 미국측 연구자들의 생각과도 일맥상통함. 더불어 나노기술 개발 분야에서의 나노평가기술의 중요성은 소자 및 부품이 미세화 되어가면 갈수록 더욱 커질 것임

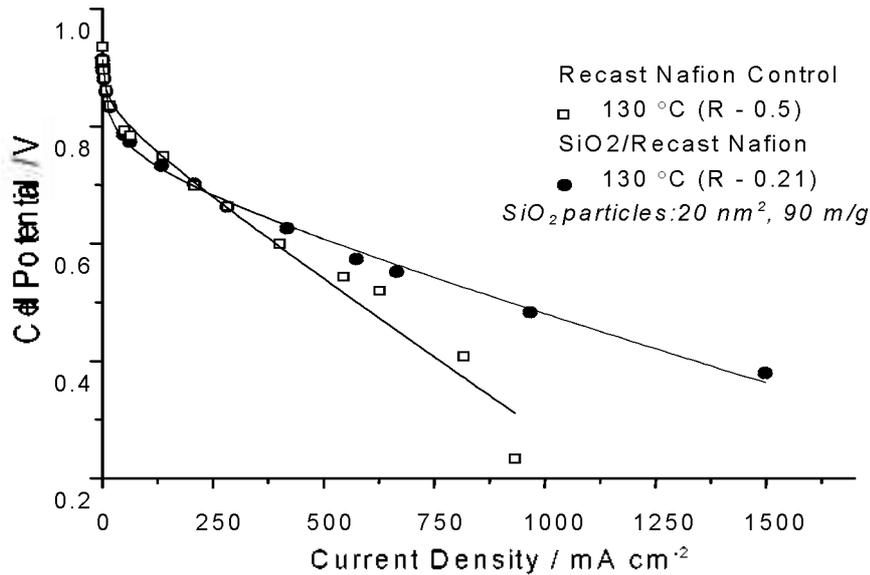
Robert Sinclair (약력 및 소개)

- 스탠포드대학교 재료과학과 교수, 재료평가센터설립 프로젝트 책임자
- 연구분야 : 나노소재 개발 및 고분해능 전자현미경을 이용한 평가기술 개발, 표면 및 계면 상변태에 대한 분석기술 개발
- * 주소 : Peterson Building, Bldg. 550, Room 550L, Stanford, CA 94305-2205, U.S.A e-mail : bobsinc@stanford.edu

아래글은 프린스턴 대학교 화학과 Andrew Bocarsly 교수가 '03. 6. 26. 기술표준원 외래교수실에서 발표한 내용을 요약한 것임

(프로톤교환막을 이용한) 고온형 고체 고분자 연료전지 개발

- 오늘날 프로톤교환막(Proton Exchange Membrane : PEM)을 이용한 연료전지는(작동 온도 : $\sim 80^{\circ}\text{C}$) 수소연료내에 존재하는 미량의 일산화탄소에 의한 독성피해 문제가 있으며,
- 이러한 문제를 해결하는 한가지 방법으로 고온($120\sim 150^{\circ}\text{C}$)에서 작동하는 PEM연료전지를 개발하는 것이다.
- 현재 채용되고있는 Nafion과 같은 불소화 술폰산계 교환막은 $80\sim 90^{\circ}\text{C}$ 이상의 온도영역에서도 열적으로 안정하지만 탈수화가 진행되어 막의 프로톤 전달 특성을 잃는다.
- 이러한 문제는 연료전지내 압력을 올려줌으로서 해결할 수 있으나, $\sim 120^{\circ}\text{C}$ 이상에서는 압력을 높이는 방법도 의미가 없다.
- 연료전지내의 적절한 압력 조절과 더불어 Nafion 막 내에 금속산화물을 첨가함으로써 $\sim 140^{\circ}\text{C}$ 에서도 작동의 재현성과 안전성을 나타내는 것을 확인하였다.
- 금속산화물/Nafion 복합체 교환막은 sol-gel법에 의하여 Nafion막내부에 금속산화물 고분자를 형성하는 방법이나, 나노사이즈 또는 그 이상 크기의 입자를 재성형 Nafion 용액에 직접 첨가한 후 용 매를 증발시키는 방법이 있다.
- 두가지 방법 모두 고무적인 결과를 나타내었으나(이때 금속산화물의 함량은 $3\sim 10$ weight%), Nafion이나 유사한 ionomer용액에 금속산화물을 직접 첨가한 경우 더 우수한 결과를 얻었다.
- 아래 그림에 반응가스(수소와 산소)의 압력이 0.5atm 이고 전체 연료 전지에 걸리는 압력이 3atm , 온도 130°C 조건에서 20nm 실리카 입자를 포함한 Nafion 복합체 막과 순수Nafion막의 전류-전위곡선을 나타내었는데,
- 순수 Nafion막의 경우 전류-전위 응답이 늦을 뿐만 아니라 물질이 동제한에 의한 저전류값이 나타나지 않았다.
- 또한 Nafion 복합체 막의 경우가 순수 Nafion막에 비하여 우수한 성능(낮은 전지저항)을 나타내었다.
- $120\sim 140^{\circ}\text{C}$ 범위에서의 Nafion 복합체 막을 사용한 연료전지의 성능은 사용되는 금속산화물의 종류, 입자크기, 입자표면적 및 금속산화물 표면의 화학적 성질에 좌우되며, 이러한 요소들을 잘못 선정하면 순수 Nafion막의 경우보다 못한 응답을 나타낸다.
- 따라서 적절한 복합체시스템을 구성하면 열적으로 안정하고, 원하는 온도범위에서 우수한 에너지 변환효율을 나타내며 CO에의 노출에 민감도가 떨어진다. 즉 공급되는 수소가스내에 CO농도가 500ppm 까지 허용될 수 있는데 이는 순수 Nafion 막을 사용한 연료전지가 저온에서 CO가 존재하지 않은 상태에서 작동하는 것과 비교할 수 있다.



○ 이러한 실험결과 금속산화물상은 순수Nafion막에서와 같이 막내의 전해질을 유지시키면서 Nafion막의 유리전이온도(Tg)를 증가시키는데, 이때 친수성 Nafion막내에 금속산화물이 안정적으로 분산되어야 한다.

○ 결론적으로 이러한 실험을 통하여 원하는 온도특성과 전도특성을 갖는 무기화합물/불소계교환막을 제조할 수 있었다.



Andrew B. Bocarsly (소개)

- 연구분야 : 전기화학, 광화학, 고체화학 및 에너지변환분야를 융합한 물리무기화학
- ※ 주소 : Department of Chemistry Frick Laboratory Princeton University Princeton, NJ 08544 / e-mail : bocarsly@princeton.edu