

수산침전법을 이용한 미세 산화동 분말의 제조

(Preparation of the fine copper oxide powder by oxalic acid method)

류동림, 최희락, 노광수*

부경대학교 재료공학과, *한국과학기술원 재료공학과

1. 서론

산화동은 산화물 초전도를 포함하여 광범위한 분야에 응용되고 있는 성분으로, 고상반응시에 출발원료인 산화동의 크기, 형태 등이 소결체의 특성을 좌우할 수 가 있다. 그래서 미세하고 균일한 산화동을 얻는 것이 중요하다.

미분말을 제조하기 위하여 일반적으로, 입자의 크기나 모양의 제어가 용이한 습식법을 많이 이용하며, 얻어진 전구체를 열분해하여 원하는 분말을 얻고 있다. 그 중에서 수산염은 비교적 결정성이 높고 여과하기 쉬운 물질이 많고 열분해 온도가 낮기 때문에 수산침전법이 초전도체 등의 합성에 자주 사용된다. 일반적으로 산화물의 크기와 모양은 출발원료의 특성에 의해 크게 좌우된다. 그러나, 대부분의 연구는 소성후의 산화물에만 관심이 있고, 침전반응과 숙성에 대한 연구는 거의 없다. 본 보고에서는 미세한 산화동 분말을 얻기 위하여, 수산침전법을 이용한 미세한 산화동 전구체를 만들 수 있는 최적의 조건을 찾고자 한다.

2. 실험방법

침전제로서는 수산용액과 질산동과 황산동의 수용액을 사용하여, 실온 그리고 40℃의 항온조에서 magnetic stirrer로 기계적 교반을 하면서 반응을 진행시켰다. 미세 분말을 얻기 위한 최적의 조건을 찾기 위하여 실험조건으로는 출발용액의 온도, 농도, pH, 초음파 등을 변화시켜 침전반응을 진행시켰다. 침전된 분말은 원심분리(1800RPM)하여 증류수로 세척하여 50℃의 건조대에서 건조하였다.

상분석은 XRD(Rigaku, RINT 2000)로 하였고, 침전된 분말의 열적 거동은 TG-DTA(MCA SCIENCI, TG-DTA 2000)를 가지고 관찰하였다. SEM(HITACHI, S-2700)으로 형태를 관찰하였고, 입자의 크기는 입도 분포 측정기(SHIMADZU, SALD-2001)로 측정하였다.

3. 실험결과

전구체 분말을 XRD로 관찰한 결과, 여러 실험조건에서의 침전분말은 모두 수산동(Cu_2O)이었다. SEM과 입도 분포 측정기로 관찰한 결과, 낮은 농도인 0.1mol에서는 수 μ m의 구형분말이 침전되었고, 높은 농도인 1.0mol에서는 수백nm의 미세한 분말이 생성되었다. 이는 고농도에서는 저농도와 비교하여 많은 핵의 생성으로 다량의 미세한 분말이 생긴 것으로 생각할 수 있다. Ammonia solution을 첨가하여 pH를 변화시킨 경우에는 Ammonia solution의 첨가량이 많을수록 입자의 크기는 작아지는 것이 관찰되었다. 결과적으로 수산침전법을 이용한 미세한 산화동 전구체를 만들 수 있는 최적의 조건은 고농도일수록, 온도가 낮을수록, pH가 클수록 입자의 크기가 미세해지는 것이 관찰되었다.