(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2010-0085215
(43) 공개일자 2010년07월29일

(51) Int. Cl.
B22F 1/02 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2009-0004388
(22) 출원일자 2009년01월20일
심사청구일자 2009년01월20일

(71) 출원인
충남대학교산학협력단
대전광역시 유성구 궁동 220번지 충남대학교
(72) 발명자
원창환
대전광역시 유성구 장대동 신성 월드컵패밀리 아파트 109동 301호
(74) 대리인
권오식, 박창희, 김종관

전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 구리분말의 은 코팅층 형성방법

(57) 요 약

본 발명은 무전해도금법을 이용한 구리분말의 은 코팅층 형성방법에 관한 것으로,

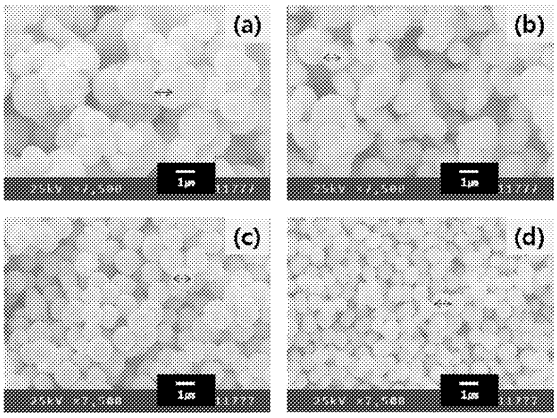
a) 증류수에 산화층이 제거된 구리분말 및 환원제로 하이드로퀴논(hydroquinone)을 첨가하여 제 1용액을 제조하고, 질산은 수용액과 암모니아 수용액을 혼합하여 제 2용액을 제조하는 단계;

b) 하이드로퀴논(hydroquinone)의 농도는 0.06 내지 0.18 M(mol/L), 질산은 수용액의 농도는 0.11 내지 0.19 M(mol/L), 암모니아 수용액의 농도는 1.1 내지 1.7 M(mol/L)이 되도록 상기 제 1용액과 상기 제 2용액을 혼합하여 반응시키는 단계;

c) 상기 제 1용액과 상기 제 2용액을 혼합하여 반응시킨 후 생성된 은 코팅층이 형성된 구리분말을 건조시키는 단계;

를 포함하는 구리분말의 은 코팅층 형성방법에 관한 것이다.

대 표 도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

a) 증류수에 산화층이 제거된 구리분말 및 환원제로 하이드로퀴논(hydroquinone)을 첨가하여 제 1용액을 제조하고, 질산은 수용액과 암모니아 수용액을 혼합하여 제 2용액을 제조하는 단계;

b) 하이드로퀴논(hydroquinone)의 농도는 0.06 내지 0.18 M(mol/L), 질산은 수용액의 농도는 0.11 내지 0.19 M(mol/L), 암모니아 수용액의 농도는 1.1 내지 1.7 M(mol/L)이 되도록 상기 제 1용액과 상기 제 2용액을 혼합하여 반응시키는 단계;

c) 상기 제 1용액과 상기 제 2용액을 혼합하여 반응시킨 후 생성된 은 코팅층이 형성된 구리분말을 건조시키는 단계;

를 포함하는 구리분말의 은 코팅층 형성방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 a)단계의 구리분말은 산성용액에 의하여 산화층이 제거된 것을 특징으로 하는 구리분말의 은 코팅층 형성방법.

청구항 3

제 2항에 있어서,

상기 a)단계의 구리분말 첨가량은 증류수 총 중량에 대하여 10 내지 20 중량%로 첨가되는 것을 특징으로 하는 구리분말의 은 코팅층 형성방법.

청구항 4

제 3항에 있어서,

상기 구리분말의 입자 크기는 5 내지 40㎛의 범위인 구리분말의 은 코팅층 형성방법.

청구항 5

제 1항에 있어서,

상기 b)단계의 제 1용액과 상기 제 2용액을 혼합하여 반응시키는 단계의 반응온도는 1 내지 10℃의 범위인 구리분말의 은 코팅층 형성방법.

청구항 6

제 5항에 있어서,

상기 b)단계의 하이드로퀴논(hydroquinone)의 농도는 0.1 내지 0.15 M(mol/L)인 것을 특징으로 하는 구리분말의 은 코팅층 형성방법.

청구항 7

제 6항에 있어서,

상기 b)단계의 질산은 수용액의 농도는 0.14 내지 0.16 M(mol/L)인 것을 특징으로 하는 구리분말의 은 코팅층 형성방법.

청구항 8

제 7항에 있어서,

상기 b)단계의 암모니아 수용액의 농도는 1.3 내지 1.5 M(mol/L)인 것을 특징으로 하는 구리분말의 은 코팅층 형성방법.

명 세 서

발명의 상세한 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 구리분말의 은 코팅층 형성방법에 관한 것이다. 구체적으로 본 발명은 은 정구체 용액의 환원반응을 이용한 무전해도금법으로 구리분말 표면에 균일한 은 코팅층을 형성하는 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 금(Au), 은(Ag), 구리(Cu), 니켈(Ni) 등은 열적, 전기적 특성이 뛰어난 금속 재료로서, 그 중 금과 은(Ag)은 우수한 전기적 특성을 지니고 있지만 가격이 비싸다는 단점이 있고, 구리와 니켈 역시 우수한 전기적 특성을 지니고 있는 반면, 산화에 약하다는 단점을 가지고 있다. 이러한 금과 은, 구리와 니켈이 갖고 있는 단점을 극복하고자 코어-셸(core-shell) 구조를 갖는, 구리와 은의 우수한 열적, 전기적 특성을 모두 지닌 분말을 개발하고자 하는 연구가 전자산업 분야에서 활발히 진행되고 있다.

[0003] 일반적으로 분말 코팅방법은 전기도금법, 무전해도금법, 기상반응법 등이 있지만, 전기도금과 기상반응법 등의 방법은 효율성면에서 떨어지기 때문에 산업화가 곤란한 경우가 많다. 이에 반해 무전해도금법은 다른 코팅방법에 비하여 코팅층이 치밀하고 균일한 두께를 가지며 자유 금속(free metal)이 생성되지 않는 효율적인 코팅이 가능하고 도체뿐만 아니라 플라스틱이나 유기체와 같은 다양한 기판에 대해서도 적용할 수 있다. 또한 산업적인 측면에서도 제조비용이 낮고 대량생산이 가능하여 현재 많은 연구가 활발히 진행 중이다.

[0004] 한편, 한국공개특허 제 2007-0104802호에서는 질산은 수용액과 암모니아 수용액을 혼합한 후 분산제를 용해시켜 제 1용액을 제조하고, 암모니아 수용액 및 암모니아와 황산암모늄의 혼합 수용액으로 이루어진 군에서 선택되는 수용액에 모재 금속 분말과 환원제를 첨가하여 혼합한 후 산도(pH)를 7 내지 10으로 조절하여 제 2용액을 제조하고, 상기 제 1용액과 제 2용액을 혼합하는 단계를 포함하는 은 코팅층이 형성된 금속 분말의 제조방법을 제공하고 있다. 상기 문헌에서는 환원제로 아스코르브산(ascorbic acid), 로첼염(rochelle salt), 히드라진(hydrazine), 포름알데히드(formaldehyde), 포르말린(formalin) 또는 이들의 혼합물이 바람직하게 사용되었으며, 본 출원인들은 상기 문헌에 기재된 실시예에 따라 은 코팅층이 형성된 구리분말을 제조하였으나, 전체적으로 구리분말의 입자 크기와 입자 형상 면에서 불균일한 은 코팅층이 형성되어 만족할만한 것은 아니었다.

[0005] 상기 문헌에 기재된 비교예 중 환원제로 하이드로퀴논(hydroquinone)을 사용한 예가 있었으나, 환원제로 하이드로퀴논(hydroquinone) 사용 시 모재 금속 분말 표면에 코팅층이 형성되지 못하였고, 모재 금속 분말들이 서로 엉켜 있는 것을 확인 할 수 있다고 기재되어있다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

[0006] 본 발명은 상기와 같은 종래 기술의 문제점을 해결하기 위한 것으로, 상기 개시된 기술에 의하면, 환원제로 하이드로퀴논(hydroquinone)의 사용 시 모재 금속 분말 표면에 코팅층 형성이 불가능하다고 하였으나, 구리분말의 은 코팅층 형성방법에 있어서 환원제로 하이드로퀴논(hydroquinone) 사용 시 구리분말의 첨가량, 반응온도, 코팅 용액의 몰 농도를 조정함으로써 상기 문헌에 기재된 아스코르브산(ascorbic acid), 로첼염(rochelle salt), 히드라진(hydrazine), 포름알데히드(formaldehyde), 포르말린(formalin) 또는 이들의 혼합물로 이루어진 환원제를 사용한 것에 비해 균일한 은 코팅층이 형성된 구리분말 제조와 균일한 입자크기를 갖는 열적, 전기적 특성이 우수한 구리분말의 은 코팅층 형성방법을 제공하는 것이다.

과제 해결수단

[0007] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명에서는 구리분말의 은 코팅층 형성을 위하여 질산은 수용액을 원료로 사용하였고, 환원제로는 하이드로퀴논(hydroquinone)을 사용하여 새로운 환원시스템을 개발하였다. 구체적으로 본 발명은,

[0008] a) 증류수에 산화층이 제거된 구리분말 및 환원제로 하이드로퀴논(hydroquinone)을 첨가하여 제 1용액을 제조하

고, 질산은 수용액과 암모니아 수용액을 혼합하여 제 2용액을 제조하는 단계;

[0009] b) 하이드로퀴논(hydroquinone)의 농도는 0.06 내지 0.18 M(mol/L), 질산은 수용액의 농도는 0.11 내지 0.19 M(mol/L), 암모니아 수용액의 농도는 1.1 내지 1.7 M(mol/L)이 되도록 상기 제 1용액과 상기 제 2용액을 혼합하여 반응시키는 단계;

[0010] c) 상기 제 1용액과 상기 제 2용액을 혼합하여 반응시킨 후 생성된 은 코팅층이 형성된 구리분말을 건조시키는 단계;

[0011] 를 포함하는 구리분말의 은 코팅층 형성방법을 제공한다.

[0012] 이하 본 발명을 더욱 상세하게 설명한다.

[0013] 본 발명은 무전해 도금법을 이용한 것으로 구리분말의 입자 표면에 은 코팅층을 형성하여 구리의 산화를 억제시키며 구리와 은의 우수한 열적, 전기적 특성을 모두 지닌 분말제조를 가능하게 할 뿐만 아니라 은 분말의 고가격 문제 또한 해결할 수 있는 코어 셸 구조의 은 코팅층이 형성된 구리분말의 은 코팅층 형성방법에 관한 것이다.

[0014] 구리와 은은 열적, 전기적 특성이 뛰어난 금속 재료이다. 하지만 은은 가격이 비싸다는 단점이 있으며, 구리는 산화에 약하다는 단점이 있다. 이러한 구리와 은의 단점을 극복하고자 구리분말의 입자 표면에 은을 코팅하게 되면 은은 구리의 산화를 억제시키며 구리와 은의 우수한 열적, 전기적 특성을 모두 지닌 분말 제조가 가능해지고, 은 분말의 고가격 문제 또한 해결할 수 있게 된다. 이렇게 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말은 전자파 차폐용 분말로 사용될 수 있다.

[0015] 상기 구리분말의 입자 크기는 5 내지 40 ㎛의 범위인 것이 바람직하며, 10 내지 30 ㎛인 것이 더욱 바람직하다.

[0016] 본 발명에서 구리분말의 은 코팅층 형성방법은,

[0017] a) 증류수에 산화층이 제거된 구리분말 및 환원제로 하이드로퀴논(hydroquinone)을 첨가하여 제 1용액을 제조하고, 질산은 수용액과 암모니아 수용액을 혼합하여 제 2용액을 제조하는 단계;

[0018] b) 하이드로퀴논(hydroquinone)의 농도는 0.06 내지 0.18 M(mol/L), 질산은 수용액의 농도는 0.11 내지 0.19 M(mol/L), 암모니아 수용액의 농도는 1.1 내지 1.7 M(mol/L)이 되도록 상기 제 1용액과 상기 제 2용액을 혼합하여 반응시키는 단계;

[0019] c) 상기 제 1용액과 상기 제 2용액을 혼합하여 반응시킨 후 생성된 은 코팅층이 형성된 구리분말을 건조시키는 단계;

[0020] 를 포함한다.

[0021] 먼저, 증류수에 산화층이 제거된 구리분말 및 환원제로 하이드로퀴논(hydroquinone)을 첨가하여 제 1용액을 제조한다.

[0022] 상기 a)단계의 구리분말은 산성용액에 의하여 산화층이 제거된 것을 사용하는 것이 바람직하며, 구리분말의 산화층 제거를 통해 구리분말의 표면을 활성화 시켜 은 코팅층 형성을 가능하게 한다.

[0023] 상기 a)단계에서 사용되는 산성 용액은 질산용액 또는 황산용액이 바람직하게 사용될 수 있는데, 그 중 황산 용액이 구리분말의 산화층 제거를 위해 가장 바람직하게 사용될 수 있다. 상기 산성용액은 수분이 포함되지 않은 강산용액을 사용하는 것이 바람직하며, 수분이 함유되어 있을 경우 구리분말 표면 전체의 산화층 제거에 어려움이 있다.

[0024] 상기 a) 단계에서 제 1용액 제조 시 사용되는 환원제는 반응성 및 반응속도에 영향을 주기 때문에 최종적으로 제조되는 은 코팅층이 형성된 구리분말의 입자 형태 및 입자 크기를 결정하는데 중요한 역할을 하게 된다. 상기 환원제로는 하이드로퀴논(hydroquinone)이 바람직하게 사용될 수 있다.

[0025] 상기 a)단계의 구리분말 첨가량은 증류수 총 중량에 대하여 10 내지 20 중량%로 첨가되는 것이 바람직하며 그 중 구리분말이 12 내지 16 중량%로 첨가되는 것이 더 바람직하다. 상기 구리분말의 첨가량이 10 중량% 미만일 경우에는 구리분말의 입자 표면에 흡착되지 못한 은이 과량으로 석출되며, 20 중량%를 초과할 경우에는 은 코팅층의 두께가 감소하여 열적, 전기적 특성이 저하되는 문제가 있다.

[0026] 상기 a) 단계의 제 2용액 제조에 있어서, 질산은 수용액과 암모니아 수용액을 혼합하는 것은 수용액 내에 친화력이 높은 은 착이온이 형성되어 은의 분산이 잘 일어나 균일한 코팅이 잘 일어나도록 하기 위함이다.

[0027] 상기 a) 단계의 제 2용액 제조 시 사용되는 암모니아 수용액은 구리분말의 표면 활성제로 사용되는 것으로, 구리 표면의 활성을 높이고, 구리 표면에 잔존할 수 있는 불순물을 제거하며, 구리분말의 분산이 잘 일어나도록 한다.

[0028] 상기 b) 단계에 있어서, 하이드로퀴논(hydroquinone)의 농도는 0.06 내지 0.18 M(mol/L), 질산은 수용액의 농도는 0.11 내지 0.19 M(mol/L), 암모니아 수용액의 농도는 1.1 내지 1.7 M(mol/L)이 되도록 상기 제 1용액과 상기 제 2용액을 혼합하여 반응시킨다.

[0029] 상기 b) 단계의 제 1용액과 상기 제 2용액의 혼합액에서 하이드로퀴논(hydroquinone)의 농도는 0.06 내지 0.18 M(mol/L)인 것이 바람직하며, 0.1 내지 0.15 M(mol/L)인 것이 더 바람직하다. 상기 하이드로퀴논(hydroquinone)의 농도가 0.06 M(mol/L)보다 낮은 경우에는 하이드로퀴논(hydroquinone)의 환원력이 떨어지고, 0.18 M(mol/L)보다 높은 경우에는 제조된 구리분말의 입자 크기가 감소하여 구리분말에 은 코팅층을 형성하는데 문제가 있다.

[0030] 상기 b) 단계에서 제 1용액과 상기 제 2용액의 혼합액에서 질산은 수용액의 농도는 0.11 내지 0.19 M(mol/L)인 것이 바람직하며, 0.14 내지 0.16 M(mol/L)인 것이 더 바람직하다. 상기 질산은 수용액의 농도가 0.11 M(mol/L)보다 낮은 경우에는 은 코팅층이 충분하게 형성되지 못하였으며, 0.19 M(mol/L)보다 높은 경우에는 은의 과도한 석출로 인하여 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말의 입자 표면의 코팅층이 두껍게 형성되는 문제가 있다.

[0031] 상기 b) 단계에서 제 1용액과 상기 제 2용액의 혼합액에서 암모니아 수용액의 농도는 1.1 내지 1.7 M(mol/L)인 것이 바람직하며, 1.3 내지 1.5 M(mol/L)인 것이 더 바람직하다. 상기 암모니아 수용액의 농도가 1.1 M(mol/L)보다 낮은 경우에는 구리분말의 입자 표면에 흡착되지 못한 은이 존재하며, 1.7 M(mol/L)보다 높은 경우에는 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말의 입자 표면의 거칠기가 상승되는 문제가 있다.

[0032] 상기 b)단계의 제 1용액과 상기 제 2용액을 혼합하여 반응시키는 단계의 반응온도는 1 내지 10℃인 것이 바람직하며, 3 내지 6℃인 것이 더 바람직하다. 상기 반응온도가 1℃보다 낮은 경우에는 구리분말의 입자 표면에 은 코팅층이 불균일하게 생성되며, 10℃보다 높은 경우에는 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말의 입자 표면의 거칠기가 상승되는 문제가 있다.

화학식 1

$$2AgNO_3 + 2NH_4OH \rightleftharpoons Ag_2O\downarrow + 2NH_4NO_3 + H_2O$$

화학식 2

$$Ag_2O + 4NH_4OH \rightleftharpoons 2[Ag(NH_3)_2]OH + 3H_2O$$

화학식 3

$$[Ag(NH_3)_2]OH + NH_4NO_3 \rightleftharpoons [Ag(NH_3)_2]NO_3 + NH_4OH$$

화학식 4

$$\begin{array}{ll} 2Ag(NH_3)_2^{+} + 2e^{-} \rightarrow 2Ag\downarrow + 4NH_3 & E^0 = +0.373\,V \\ Cu + 4NH_3 \rightarrow Cu(NH_3)_4^{2+} + 2e^{-} & E^0 = -0.05\,V \\ \hline 2Ag(NH_3)_2^{+} + Cu \rightarrow 2Ag\downarrow + Cu(NH_3)_4^{2+} & \Delta E^0 = +0.323\,V \end{array}$$

화학식 5

$$2Ag(NH_3)_2^{+}\ C_6H_4(OH)_2 + 2OH^{-} \rightleftharpoons 2Ag\downarrow + C_6H_4O_2 + 2H_2O + 4NH_3$$

[0033]

[0034] 상기 구리분말의 은 코팅층 형성방법에 있어서 화학식 1에 의하여 질산은 수용액에 암모니아 수용액을 첨가하게 되면 용액이 점점 노란색에서 진한 갈색으로 변하게 된다. 그리고 다시 화학식 2와 화학식 3의 반응을 거치게 되면 상기 용액의 색은 투명하게 변하게 된다. 화학식 3에 의하여 전환된 용액을 구리분말이 첨가된 산성 용액에 첨가하게 되면 화학식 4에서와 같이 표준 산화·환원 전위차(ΔE^0)가 양의 값을 갖는 것에 따라 반응은 자발적으로 일어나게 되고, 구리보다 표준 환원전위가 높은 Ag^+가 Ag^0으로 석출되게 된다.

[0035] 화학식 5는 환원제에 의한 은의 석출반응이며, 암모니아수에 의해 생성된 $Ag(NH_3)_2^+$ 착이온은 환원제인 하이드로퀴논(hydroquinone)에 의해 결정이 성장하면서 은으로 석출된다. 이러한 반응이 성공적으로 진행될 경우 구리분말의 입자 표면에 균일한 형태의 은 코팅층이 형성되게 된다.

효 과

[0036] 본 발명에서 구리분말의 은 코팅층 형성방법은 구리분말의 입자 표면에 은 코팅층을 형성하여 구리분말의 산화를 억제시켜 구리와 은의 우수한 열적, 전기적 특성을 모두 지닌 은 코팅층이 형성된 구리분말 제조를 가능하게 할 뿐만 아니라 균일한 은 코팅층이 형성된 구리분말을 제조할 수 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

[0037] 이와 같은 본 발명을 실시예 및 비교예에 의거하여 설명하면 다음과 같은 바, 본 발명이 실시예 및 비교예에 의하여 한정되는 것은 아니다.

[0038] 본 발명의 실시예 1 및 실시예 2와 비교예 1 내지 비교예 12에 의하여 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말의 단면을 분석하기위하여, JEOL사의 모델명 JSM-5410인 주사전자현미경(SEM, scanning electron microscopy)을 사용하였고, 상기 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말의 정량분석을 위하여 HORIBA 사의 모델명 EX-250인 에너지 분산형 X선 분광기(EDX: energy dispersive x-ray spectrometer)를 이용하여 분석하였다.

[0039]

[0040] [실시예 1]

[0041] 구리분말의 산화층 제거를 위해 황산 용액에 입자 크기가 25 μm인 구리분말을 첨가하여 20 분간 교반시켜 세척

한 후, 증류수에 산화층이 제거된 구리분말을 증류수 총 중량에 대하여 12 중량%로 첨가하고, 질산은 환원을 위한 환원제로 하이드로퀴논(hydroquinone)을 첨가하여 제 1용액을 제조하였다. 질산은 수용액과 암모니아 수용액을 혼합하여 제 2용액을 제조한 후 하이드로퀴논(hydroquinone)의 농도는 0.1 M(mol/L), 질산은 수용액의 농도는 0.15 M(mol/L), 암모니아 수용액의 농도는 1.4 M(mol/L)이 되도록 상기 제 1용액과 상기 제 2용액을 4 ℃의 반응온도에서 20 분간 교반시키면서 혼합하여 반응시켰다. 반응이 종결된 후 생성된 은 코팅층이 형성된 구리분말을 채취하여 증류수와 에탄올(ethanol)을 이용하여 수차례 세척하고, 60 ℃에서 24 시간동안 건조하여 은 코팅층이 형성된 구리분말을 제조하였다.

[0042] [실시예 2]

[0043] 상기 구리분말의 첨가량이 16 중량%인 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하였다.

[0044] [비교예 1]

[0045] 상기 제 1용액과 상기 제 2용액의 혼합액에서 하이드로퀴논(hydroquinone)의 농도가 0.01 M(mol/L)인 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하였다.

[0046] [비교예 2]

[0047] 상기 제 1용액과 상기 제 2용액의 혼합액에서 하이드로퀴논(hydroquinone)의 농도가 0.05 M(mol/L)인 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하였다.

[0048] [비교예 3]

[0049] 상기 제 1용액과 상기 제 2용액의 혼합액에서 하이드로퀴논(hydroquinone)의 농도가 0.20 M(mol/L)인 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하였다.

[0050] [비교예 4]

[0051] 상기 제 1용액과 상기 제 2용액의 혼합액에서 질산은 수용액의 농도가 0.25 M(mol/L)인 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하였다.

[0052] [비교예 5]

[0053] 상기 제 1용액과 상기 제 2용액의 혼합액에서 암모니아 수용액의 농도가 1.0 M(mol/L)인 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하였다.

[0054] [비교예 6]

[0055] 상기 제 1용액과 상기 제 2용액의 혼합액에서 암모니아 수용액의 농도가 1.8 M(mol/L)인 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하였다.

[0056] [비교예 7]

[0057] 상기 제 1용액과 상기 제 2용액의 혼합액에서 암모니아 수용액의 농도가 2.2 M(mol/L)인 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하였다.

[0058] [비교예 8]

[0059] 상기 제 1용액과 상기 제 2용액을 혼합하여 반응시키는 단계의 반응온도가 상온인 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하였다.

[0060] [비교예 9]

[0061] 상기 제 1용액과 상기 제 2용액을 혼합하여 반응시키는 단계의 반응온도가 50 ℃인 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하였다.

[0062] [비교예 10]

[0063] 상기 제 1용액과 상기 제 2용액을 혼합하여 반응시키는 단계의 반응온도가 80 ℃인 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하였다.

[0064] [비교예 11]

[0065] 상기 구리분말의 첨가량이 4 중량%인 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하였다.

[0066] [비교예 12]

[0067] 상기 구리분말의 첨가량이 8 중량%인 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하였다.

[0068] 하기 표 1은 실시예 1 및 실시예 2와 비교예 1 내지 비교예 12에서 첨가된 각 조성 및 반응조건을 나타낸 것이다.

표 1

실시예 및 비교예	하이드로퀴논 (mol/L)	질산은 수용액 (mol/L)	암모니아 수용액 (mol/L)	구리분말 (중량%)	반응온도 (℃)
실시예 1	0.1	0.15	1.4	12	4
실시예 2	0.1	0.15	1.4	16	4
비교예 1	0.01	0.15	1.4	12	4
비교예 2	0.05	0.15	1.4	12	4
비교예 3	0.2	0.15	1.4	12	4
비교예 4	0.1	0.25	1.4	12	4
비교예 5	0.1	0.15	1.0	12	4
비교예 6	0.1	0.15	1.8	12	4
비교예 7	0.1	0.15	2.2	12	4
비교예 8	0.1	0.15	1.4	12	상온
비교예 9	0.1	0.15	1.4	12	50
비교예 10	0.1	0.15	1.4	12	80
비교예 11	0.1	0.15	1.4	4	4
비교예 12	0.1	0.15	1.4	8	4

[0069]

[0070] 도 1은 상기 실시예 1 및 비교예 1 내지 비교예 3에 따라 제조된 구리분말의 주사전자현미경(SEM) 사진으로, 도 1(a)는 비교예 1, 도 1(b)는 비교예 2, 도 1(c)는 실시예 1, 도 1(d)는 비교예 3에 따라 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말을 나타낸 것이다.

[0071] 도 1(a)와 도 1(b)는 하이드로퀴논(hydroquinone)의 환원력이 떨어져 AgO와 AgO_2 등의 미 반응물이 일부 검출된 것을 확인 할 수 있었고, 도 1(d)는 입자크기가 도 1(a) 내지 도 1(c)에 비해 작아진 것을 확인할 수 있었다. 반면, 도 1(c)에서는 분산성이 우수하고 구리분말의 입자크기가 동일한 은 코팅층이 형성된 구리분말을 확인할 수 있었고, 구리분말 표면에 은 코팅층이 균일하게 형성되었음을 확인할 수 있었다.

[0072] 도 2는 상기 실시예 1 및 비교예 4에 따라 제조된 구리분말의 주사전자현미경(SEM) 사진으로, 도 2(a)는 실시예 1 및 도 2(b)는 비교예 4에 따라 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말을 나타낸 것이다.

[0073] 상기 비교예 4는 상기 제 1용액과 상기 제 2용액의 혼합액에서 질산은 수용액의 농도가 0.25 M(mol/L)인 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시한 것으로, 비교예 4로 제조된 구리분말은 도 2(b)를 통하여 은이 과도하게 석출되어 구리분말 입자 표면에 코팅층이 두껍게 형성된 것을 확인할 수 있었고, 반면, 실시예 1로 제조된 구리분말은 도 2(a)를 통하여 구리분말 표면에 은 코팅층이 균일하게 형성되었음을 확인할 수 있었다.

[0074] 도 3은 상기 실시예 1 및 비교예 5 내지 비교예 7에 따라 제조된 구리분말의 주사전자현미경(SEM) 사진으로, 도 3(a)는 비교예 5, 도 3(b)는 실시예 1, 도 3(c)는 비교예 6, 도 3(d)는 비교예 7에 따라 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말을 나타낸 것이다.

[0075] 도 3(a)는 구리분말 입자 표면에 흡착 되지 못한 은이 존재하는 것을 확인할 수 있었고, 도 3(c)와 도 3(d)는 구리분말 입자 표면에 불균일하게 형성된 은 코팅층과 구리분말 표면의 거칠기가 상승하는 것을 확인할 수 있었

다. 반면 도 3(b)는 구리분말의 입자 표면에 대부분의 은이 흡착되어 균일한 은 코팅층이 형성되었음을 확인할 수 있었다.

[0076] 더욱 상세하게는 도 4는 상기 실시예 1 및 비교예 5 내지 비교예 7에 따라 제조된 구리분말의 에너지 분산형 X선 분광기(EDX) 측정 결과로, 도 4(a)는 비교예 5, 도 4(b)는 실시예 1, 도 4(c)는 비교예 6, 도 4(d)는 비교예 7에 따라 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말의 에너지 분산형 X선 분광기(EDX) 측정 결과이다. 도 4(a)에서는 입자 내부의 구리분말 피크는 확인할 수 있지만 입자 표면의 은 피크는 소량으로 분석되었다. 도 4(c)와 도 4(d)에서도 구리분말의 입자 표면에 불균일한 은 코팅층이 과도하게 성장하여 입자 표면의 은 피크가 두껍게 나타나는 것을 확인할 수 있었다. 반면, 도 4(b)에서는 구리분말 입자 표면에 균일한 은 코팅층이 형성되었음을 확인할 수 있었다.

[0077] 도 5는 상기 실시예 1 및 비교예 8 내지 비교예 10에 따라 제조된 구리분말의 주사전자현미경(SEM) 사진으로, 도 5(a)는 실시예 1, 도 5(b)는 비교예 8, 도 5(c)는 비교예 9, 도 5(d)는 비교예 10에 따라 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말을 나타낸 것이다.

[0078] 도 5(a) 내지 도 5(d)를 통해 상기 제 1용액과 상기 제 2용액을 혼합하여 반응시키는데 있어서, 반응온도가 상승할수록 석출되는 은의 양이 증가하고, 구리분말 입자 표면의 은 코팅층이 거칠어지는 것을 확인할 수 있었다. 도 5(b)에서는 은 코팅층이 비교적 균일하였으나 구리분말에 흡착되지 못한 은이 소량 검출되었고, 도 5(c)에서는 구리분말 입자 표면의 은 코팅층이 불균일하게 형성되었음을 확인할 수 있었다. 도 5(d)에서도 온도가 상승할수록 석출 반응의 가속화를 가져와 은 코팅층이 불균일하게 형성되었음을 확인할 수 있었다. 반면, 도 5(a)에서는 구리분말 입자 표면에 균일한 은 코팅층이 형성되었음을 확인할 수 있었다.

[0079] 도 6은 상기 실시예 1 및 실시예 2와 비교예 11 및 비교예 12에 따라 제조된 구리분말의 주사전자현미경(SEM) 사진으로, 도 6(a)는 비교예 11, 도 6(b)는 비교예 12, 도 6(c)는 실시예 1, 도 5(d)는 실시예 2에 따라 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말을 나타낸 것이다.

[0080] 도 6(a) 내지 도 6(d)를 통해 상기 제 1용액과 상기 제 2용액의 혼합액에서 구리분말의 첨가량이 4 중량%인 도 6(a)와 구리분말의 첨가량이 8 중량%인 도 6(b)에서는 상대적으로 많은 비율의 질산은 수용액으로 인하여 구리분말 입자 표면에 코팅되고 남은 은이 용액 중에 과량으로 석출되었다. 반면, 구리분말의 첨가량이 12 중량%인 도 6(c)와 구리분말의 첨가량이 16 중량%인 도 6(d)에서는 구리분말 입자 표면에 코팅층이 균일하게 형성되었음을 확인할 수 있었다.

도면의 간단한 설명

[0081] 도 1은 본 발명에 따라 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말의 주사전자현미경(SEM) 사진으로, 도 1(a)는 비교예 1, 도 1(b)는 비교예 2, 도 1(c)는 실시예 1, 도 1(d)는 비교예 3에 따라 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말의 주사전자현미경(SEM) 사진이다.

[0082] 도 2는 본 발명에 따라 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말의 주사전자현미경(SEM) 사진으로, 도 2(a)는 실시예 1, 도 2(b)는 비교예 4에 따라 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말의 주사전자현미경(SEM) 사진이다.

[0083] 도 3은 본 발명에 따라 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말의 주사전자현미경(SEM) 사진으로, 도 3(a)는 비교예 5, 도 3(b)는 실시예 1, 도 3(c)는 비교예 6, 도 3(d)는 비교예 7에 따라 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말의 주사전자현미경(SEM) 사진이다.

[0084] 도 4는 본 발명에 따라 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말의 에너지 분산형 X선 분광기(EDX) 측정 결과로, 도 4(a)는 비교예 5, 도 4(b)는 실시예 1, 도 4(c)는 비교예 6, 도 4(d)는 비교예 7에 따라 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말의 에너지 분산형 X선 분광기(EDX) 측정 결과이다.

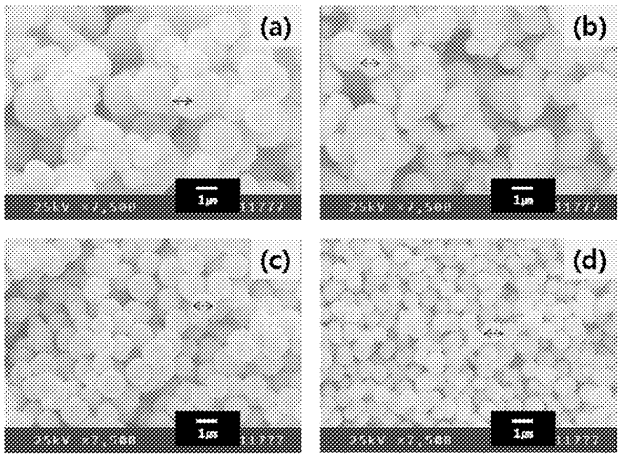
[0085] 도 5는 본 발명에 따라 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말의 주사전자현미경(SEM) 사진으로, 도 5(a)는 실시예 1, 도 5(b)는 비교예 8, 도 5(c)는 비교예 9, 도 5(d)는 비교예 10에 따라 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말의 주사전자현미경(SEM) 사진이다.

[0086] 도 6은 본 발명에 따라 제조된 은 코팅층이 형성된 구리분말의 주사전자현미경(SEM) 사진으로, 도 6(a)는 비교예 11, 도 6(b)는 비교예 12, 도 6(c)는 실시예 1, 도 6(d)는 실시예 2에 따라 제조된 은 코팅층이 형성된 구

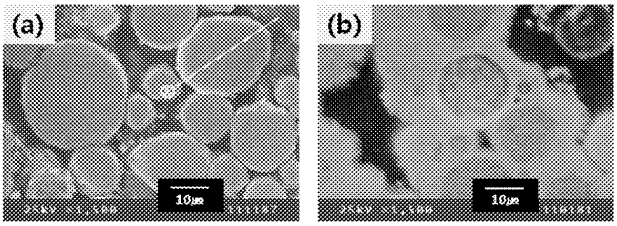
리분말의 주사전자현미경(SEM) 사진이다.

도면

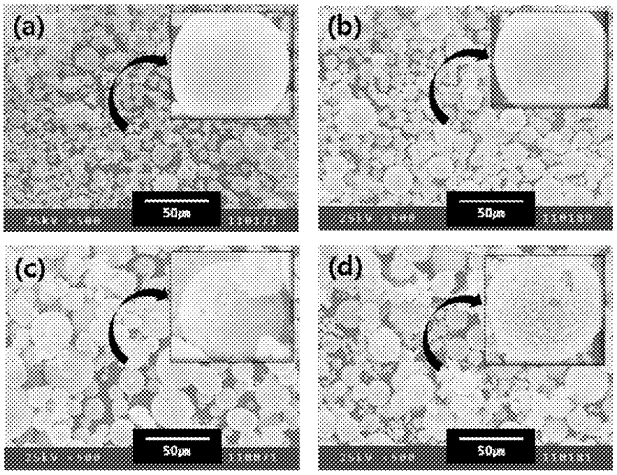
도면1



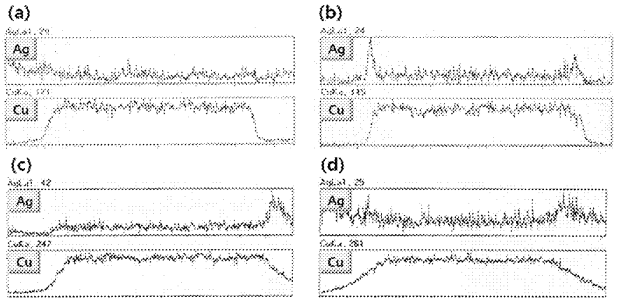
도면2



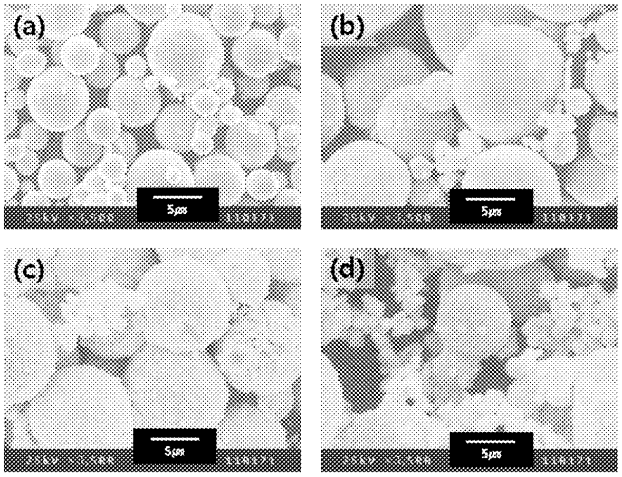
도면3



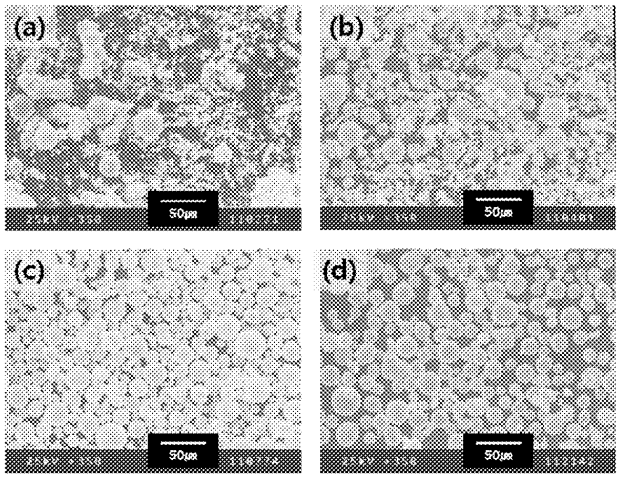
도면4


(a)
Ag
Cu
(b)
Ag
Cu
(c)
Ag
Cu
(d)
Ag
Cu

도면5


(a)
5μm
(b)
5μm
(c)
5μm
(d)
5μm

도면6


(a)
50μm
(b)
50μm
(c)
50μm
(d)
50μm