



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2020년06월01일

(11) 등록번호 10-2117783

(24) 등록일자 2020년05월26일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B22F 9/04 (2006.01) **B22F 1/00** (2006.01)
B22F 9/10 (2006.01)

(52) CPC특허분류
B22F 9/04 (2013.01)
B22F 1/0044 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2019-0036732

(22) 출원일자 2019년03월29일

심사청구일자 2019년03월29일

(56) 선행기술조사문헌

KR1020100019372 A

JP2010251292 A

JP2011236512 A

KR1020120064997 A

(73) 특허권자

한국기술교육대학교 산학협력단

충청남도 천안시 동남구 병천면 충절로 1600 (한국기술교육대학교내)

(72) 발명자

아르노캐론

충남 천안시 동남구 청수로 99, 203동 504호

장창희

충남 아산시 탕정면 탕정로93번길 3-34

태의식

울산광역시 남구 은월로40번길 8, 101동 1005호

(74) 대리인

특허법인오암

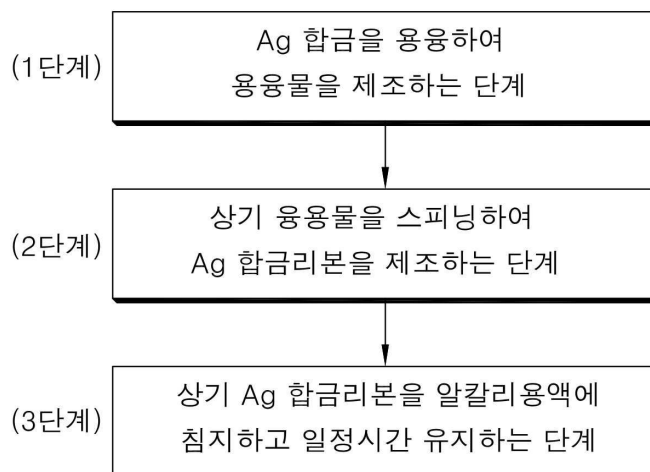
전체 청구항 수 : 총 7 항

심사관 : 좌승관

(54) 발명의 명칭 선택적 부식을 이용한 은 나노와이어 제조방법

(57) 요약

본 발명은 선택적 부식을 이용한 은 나노와이어의 제조방법에 관한 것으로서, 상기 목적을 달성하기 위하여 본 발명은 (1단계) Ag 합금을 용융하여 용융물을 제조하는 단계; (2단계) 상기 용융물을 스피닝하여 Ag 합금리본을 제조하는 단계; 및 (3단계) 상기 Ag 합금 리본을 알칼리용액에 침지하고 일정 시간 유지하는 단계;를 포함하는 선택적 부식을 이용한 은 나노와이어 제조방법을 제공한다.

대표도 - 도1

(52) CPC특허분류

B22F 9/10 (2013.01)

B22F 2301/255 (2013.01)

공지예외적용 : 있음

명세서

청구범위

청구항 1

(1단계) Ag 합금을 용융하여 용융물을 제조하는 단계;

(2단계) 상기 용융물을 스피닝하여 Ag 합금리본을 제조하는 단계; 및

(3단계) 상기 Ag 합금 리본을 알칼리용액에 침지하고 일정 시간 유지하는 단계;를 포함하는 선택적 부식을 이용한 은 나노와이어 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 1단계에서 Ag 합금은 Ag-Cu인 것을 특징으로 하는 선택적 부식을 이용한 은 나노와이어 제조방법.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 Ag 합금은 Cu가 25~30wt%포함되는 것을 특징으로 하는 선택적 부식을 이용한 은 나노와이어 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 2단계에서 Ag 합금리본은 층상구조를 갖는 것을 특징으로 하는 선택적 부식을 이용한 은 나노와이어 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 3단계에서 알칼리용액은 수산화나트륨(NaOH)인 것을 특징으로 하는 선택적 부식을 이용한 은 나노와이어 제조방법.

청구항 6

제5항에 있어서,

상기 수산화나트륨의 농도는 0.1~6M인 것을 특징으로 하는 선택적 부식을 이용한 은 나노와이어 제조방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 3단계에서 Ag 합금리본은 알칼리용액에 6~25시간 침지되어 유지되는 것을 특징으로 하는 선택적 부식을 이용한 은 나노와이어 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 선택적 부식을 이용한 은 나노와이어의 제조방법에 관한 것으로서, 좀 더 자세하게는 Ag 합금을 알칼리용액에 첨가하는 간단한 방법으로 은 나노와이어를 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 최근 모바일 장치, 태양전지와 같은 친환경 에너지 소자, 디스플레이의 다양화 및 발전에 따라 투명 전극이 많

이 적용되고 있으며, 현재 투명 전극 소재로서 높은 빛 투과도 및 우수한 전도성을 갖는 산화인듐주석(ITO)이 주로 이용되고 있다. 그러나 산화인듐주석은 자연적인 세라믹 특성을 가짐으로써 유연전기소자에 적용하기 어려운 문제가 있다. 이에 투명 전극으로서 산화인듐주석을 대체할 수 있는 물질의 개발이 필요하며, 이러한 물질로서 탄소나노튜브, 그래핀, 전도성 고분자, 금속 나노와이어 등의 다양한 대체 물질이 개발되고 있다.

[0003] 이 중, 금속 나노와이어는 높은 전도성, 화학적 안정성, 유연성 및 가시광선 영역에서 눈으로 구분하기 어려운 매우 작은 크기를 가져 대면적 터치스크린 패널, 박막 태양 전지, 플렉시블 유기발광다이오드, 투명 디스플레이 등의 다양한 분야에 적용될 수 있는 신소재로 각광 받고 있다. 특히 고투과성을 지니면서도 높은 전도성을 띠는 은(Ag) 나노와이어에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다. 은 나노와이어는 은(Ag)이 갖는 우수한 전기 및 열전도율과 함께 가시광 영역에서 가장 높은 표면 증강 라만 효율을 나타내는 광학적 특성 및 화학적 안정성에 의해 전기, 자기, 광학, 화학 및 바이오센서 분야, 디스플레이 장치, 태양 전지 및 모바일 장치 등의 다양한 전자 제품에 대한 도전성 물질을 이용한 투명 전극에도 활용 가능하다.

[0004] 이러한 은 나노와이어 제조방법으로 종래 다양한 방법들이 제시되어 왔으며, 예를 들어 한국 등록특허 제10-1360688호에 가열된 프로필렌글라이콜(propylene glycol; PG)과 같은 폴리올 용매에 와이어 형성을 유도하는 폴리비닐피롤리돈(polyvinylpyrrolidone; PVP) 캡핑제(capping agent)와 촉매로서 염화나트륨(NaCl)을 포함하는 천일염 또는 정제염을 첨가한 다음 금속 화합물(은 전구체)을 첨가함으로써 상기 용액 내에서 은 나노와이어를 제조하는 방법을 개시하고 있다. 상기 제조방법의 경우 환원력이 우수한 프로필렌글라이콜 용매를 사용함으로써 반응 온도를 낮추고, 촉매로 천일염 또는 정제염을 사용함으로써 캡핑제의 양을 줄이면서도 와이어 형성을 용이하게 할 수 있는 이점이 있다. 그러나 상기 제조방법은, 촉매 사용에 의해 캡핑제 함량을 낮추고 있을 뿐, 용매 내의 물질 응집을 방지하여 나노와이어가 형성되도록 하기 위해서는 캡핑제가 필수적으로 포함되어야 할 뿐만 아니라, 용매 및 천일염 또는 정제염을 촉매로 사용함에 따라 수득되는 나노와이어로부터 상기 물질 또는 상기 에 의해 형성되는 불순물들을 완전하게 제거할 수 없는 문제점이 존재한다.

[0005] 한국 공개특허 제10-2015-0077601호에는 첨가제로 란탄염 계열의 금속염을 사용하여 은 나노와이어의 생성효율을 향상시키고, 수반되는 불순물 및 입자 등의 생성을 억제할 수 있는 나노와이어 제조방법이 개시되어 있다. 그러나 상기 제조방법은 염화나트륨(NaCl)을 포함하는 천일염 또는 정제염을 대신하여 란탄염 계열의 금속염을 사용할 뿐 여전히 캡핑제 및 폴리올 용매를 사용하고 있어, 이 역시 수득되는 나노와이어로부터 상기 물질 또는 상기 물질에 의해 형성되는 불순물들을 완전하게 제거할 수 없는 문제점이 존재한다.

[0006] 또한, 종래 이러한 은 나노와이어 제조방법들은 합성조건이 까다롭거나 공정이 복잡하여 은 나노와이어를 대량 생산하는데 어려움이 있다. 이에 본 발명자들은 캡핑제, 촉매 등을 사용하지 않아 은 나노와이어 상에 불순물을 형성하지 않으며, 간단한 공정만으로 은 나노와이어를 제조하는 방법을 개발하게 되었다.

선행기술문헌

특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 대한민국 등록특허 제10-1360688호 (발명의 명칭 : 나노 와이어 및 이의 제조 방법, 출원인 : 주식회사 나노픽시스, 엘지이노텍 주식회사, 등록일 : 2014년02월03일)

(특허문헌 0002) 대한민국 공개특허 제10-2015-0077601호 (발명의 명칭 : 금속의 나노와이어를 제조하는 방법 및 그로부터 제조된 금속 나노와이어, 출원인 : 삼성에스디아이 주식회사, 공개일 : 2015년07월08일)

(특허문헌 0003) 대한민국 공개특허 제10-2015-0072518호 (발명의 명칭 : 금속 나노와이어를 제조하는 방법, 금속 나노와이어 및 전자 소자, 출원인 : 삼성정밀화학 주식회사, 공개일 : 2015년06월30일)

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명의 목적은 캡핑제, 촉매 등을 사용하지 않으면서도 선택적 부식을 이용하여 간단한 공정만으로 은 나노와이어를 용이하게 제조할 수 있는 은 나노와이어의 제조방법을 제공하는 데 있다.

[0009] 또한, 본 발명의 다른 목적은 상기 제조방법을 통해 제조되어 불순물을 형성하지 않은 은 나노와이어를 제공하

는 데 있다.

과제의 해결 수단

- [0010] 상기의 목적을 달성하기 위하여 본 발명은 (1단계) Ag 합금을 용융하여 용융물을 제조하는 단계;
- [0011] (2단계) 상기 용융물을 스피닝하여 Ag 합금리본을 제조하는 단계; 및
- [0012] (3단계) 상기 Ag 합금리본을 알칼리용액에 침지하고 일정 시간 유지하는 단계;를 포함하는 선택적 부식을 이용한 은 나노와이어 제조방법을 제공하는 것을 특징으로 한다.
- [0013] 상기 1단계에서 Ag 합금은 Ag에 Cu가 포함된 Ag-Cu 합금인 것을 특징으로 하며, 상기 Cu는 25~30wt%로 포함되는 것일 수 있다.
- [0014] 상기 2단계에서 Ag 합금리본은 층상구조를 갖는 것일 수 있다.
- [0015] 상기 3단계에서 알칼리용액은 수산화나트륨인 것을 특징으로 하며, 상기 수산화나트륨의 농도는 0.1~6M일 수 있다.
- [0016] 또한, 상기 3단계에서 Ag 합금리본은 알칼리용액에 6~25시간 침지되어 유지되는 것일 수 있다.

발명의 효과

- [0017] 본 발명에서 제공하는 선택적 부식을 이용한 은 나노와이어 제조방법을 통해 Ag 합금리본을 알칼리 용액에 침지하는 간단한 방법으로 은 나노와이어를 제조할 수 있다. 이에 은 나노와이어를 용이하게 대량 생산할 수 있어 경제적이다.
- [0018] 또한, 본 발명은 상기 제조방법을 통해 불순물을 포함하지 않는 은 나노와이어를 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0019] 도 1은 본 발명의 선택적 부식을 이용한 은 나노와이어의 제조방법을 설명하기 위한 순서도이다.
- 도 2는 Ag/Cu의 상평형 그림이다.
- 도 3은 본 발명의 Ag 합금리본의 층상구조를 보여주는 주사전자현미경(Scanning Electron Microscope; SEM) 이미지이다.
- 도 4는 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 NaOH 농도에 따른 은 나노와이어들의 원자현미경(Atomic Force Microscope; AFM) 이미지이다.
- 도 5는 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 은 나노와이어의 원자현미경(Atomic Force Microscope; AFM) 이미지이다.
- 도 6은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 은 나노와이어의 원자현미경(Atomic Force Microscope; AFM)이미지이다.
- 도 7은 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 은 나노와이어의 원자현미경(Atomic Force Microscope; AFM)이미지이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0020] 본 발명의 구체적 실시 예를 첨부한 도면을 참조하여 자세히 설명한다.
- [0021] 도 1은 본 발명의 선택적 부식을 이용한 은 나노와이어의 제조방법을 설명하기 위한 순서도이고, 도 2는 Ag/Cu의 상평형 그림이며, 도 3은 Ag 합금리본의 층상구조를 보여주는 주사전자현미경 이미지이다.
- [0022] 종래 기술과 다르지 않은 부분으로서 발명의 기술적 사상을 이해하는데 필요하지 않은 사항은 설명에서 제외하나, 본 발명의 기술적 사상과 그 보호범위가 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0023] 도 1 내지 도 3을 참고하여 본 발명의 선택적 부식을 이용한 은 나노와이어 제조방법을 자세히 설명한다.
- [0024] 먼저 Ag 합금을 용융하여 용융물을 제조한다(1단계). 이때, 상기 1단계에서 Ag 합금은 Ag에 Cu가 포함된 Ag-Cu 합금인 것을 특징으로 하며, 상기 Ag 합금은 Cu가 25~30wt%로 포함되는 것이 바람직하다. 더욱 바람직하게는 Ag

합금은 Ag 72wt% Cu 28wt%의 조성을 갖는 것일 수 있으며, 이는 도 2에 나타난 바와 같이 Ag-Cu 합금의 공정점 조성으로, 상기 조성을 갖는 경우 Ag 합금 용융물을 냉각하면 두 성분 금속이 동시에 정출되어 Ag 합금이 모두 층상구조(lamellar structure)를 갖게 된다. Ag 합금 내 Cu의 함량이 25~30wt%를 벗어나는 경우 층상구조가 충분히 형성되지 않거나, 아예 형성되지 않아 은 나노와이어 제조에 어려움이 있으므로 바람직하지 않다.

[0025] 다음으로 상기 용융물을 스피닝하여 Ag 합금리본을 제조한다(2단계). 상기 2단계에서 Ag 합금리본은 Ag와 Cu가 겹겹이 쌓인 층상구조(lamellar structure)를 갖는 것을 특징으로 하며, 바람직하게는 층간 간격을 줄이기 위해 melt spinning법을 이용하여 제조될 수 있다. 이를 보다 자세히 설명하면, Ag 합금 용융물을 회전하는 고속회전 휠(wheel) 표면에 접촉시켜 급속 냉각시킴으로써 기존의 합금 금속의 층상 구조보다 더 좁은 층간 간격을 갖는 Ag 합금리본을 제조할 수 있다. 이때, 상기 Ag 합금 용융물과 접촉하는 상기 고속회전 휠은 당 분야에 알려진 통상적인 휠을 사용할 수 있으며, 예를 들어 구리 휠 등일 수 있다. 여기서 고속회전 휠의 회전속도는 500~1500rpm일 수 있으며, 휠의 지름은 20~30cm일 수 있다. 상기 전술한 조건을 만족할 경우 휠의 표면과 접촉하는 용융물이 급속 냉각됨과 동시에 두께가 얇고 미세구조를 갖는 합금리본이 형성될 수 있다. 특히 휠의 회전속도가 500rpm 미만일 경우 층간 간격이 넓어져 은 나노와이어 형성에 어려움이 있으며, 1500rpm을 초과하는 경우 빠른 냉각 속도로 인해 합금리본의 잔류 응력이 높아져 은 나노와이어 제조에 어려움이 있어 바람직하지 않다.

[0026] 마지막으로 상기 Ag 합금리본을 알칼리용액에 침지하고 일정 시간 유지한다(3단계). 상기 3단계에서 알칼리용액은 수산화나트륨(NaOH)인 것을 특징으로 한다. 선택적 부식이란 두 금속의 합금에 전해질을 사용하여, 반응성의 차이로 하나의 금속을 용해시키는 방법으로서, 합금을 용매에 침지하면 반응성이 큰 금속이 용해됨과 동시에 반응성이 적은 금속이 원자 단위로 재배열된다. 즉, Ag 합금리본을 수산화나트륨 용액에 침지하면, 구리가 하기 반응식 1과 같이 반응하여 소실된다.

[0027] [반응식 1]

[0028]
$$\text{Cu} + \text{NaOH} \rightarrow \text{Cu}(\text{OH})_2(\downarrow) + \text{Na}$$

[0029] 이때, 본 발명의 Ag 합금리본은 도 3과 같이 Ag와 Cu가 층층이 쌓여있는 층상구조로 되어 있기에 구리가 상기 반응을 통해 소실됨으로써, 자동적으로 은 나노와이어가 생성될 수 있다.

[0030] 상기 3단계에서 수산화나트륨의 농도는 0.1~6M인 것이 바람직하며, 더욱 바람직하게는 3~6M일 수 있다. 수산화나트륨의 농도가 0.1M 미만일 경우 상기 선택적 부식 반응이 매우 빠르게 진행되어 은 나노와이어 제작에 부적합하며, 6M을 초과하는 경우 밀집된 원자에 의해 원자 이동이 원활하지 못해 선택적 부식을 방해할 수 있으며, 이로 인해 은 나노와이어 제조에 어려움이 있어 바람직하지 않다.

[0031] 또한, 상기 3단계에서 Ag 합금리본은 알칼리용액에 6~25시간 침지되어 유지되는 것이 바람직하다. 침지 시간이 6시간 미만일 경우 은 나노와이어가 충분히 생성되지 않으며, 25시간을 초과하는 경우 시간에 따른 은 나노와이어 생성 효과가 미미하므로 경제적이지 못해 바람직하지 않다.

[0032] 또한, 상기 3단계는 15~45℃에서 수행되는 것이 바람직하다. 수행 온도가 15℃ 미만일 경우 은 나노와이어 생성 반응이 충분히 일어나지 않으며, 45℃를 초과하는 경우 선택적 부식 반응이 매우 빠르게 진행되어 은 나노와이어 제작에 부적합하므로 바람직하지 않다.

[0033] 본 발명의 선택적 부식을 이용한 은 나노와이어 제조방법을 통해 제조된 은 나노와이어는 60~80nm의 직경 및 3~10 μm 의 길이를 갖는 것일 수 있다.

[0034] 따라서 본 발명은 층상구조의 Ag 합금리본을 알칼리 용액에 침지하는 간단한 방법으로 은 나노와이어를 용이하게 제조할 수 있으며, 이로 인해 별도의 캡핑제, 촉매 등을 필요로 하지 않기에 불순물을 포함하지 않는 은 나노와이어를 제공할 수 있는 것을 특징으로 한다.

[0035] 이하 본 발명의 바람직한 실시예를 상세히 설명하기로 한다. 그러나, 본 발명은 여기서 설명되는 실시예에 한정되지 않고 다른 형태로 구체화될 수도 있다. 오히려, 여기서 소개되는 내용이 철저하고 완전해지도록, 당업자에게 본 발명의 사상을 충분히 전달하기 위해 제공하는 것이다.

[0036] 은 나노와이어 제조

[0037] 1. NaOH 농도에 따른 은 나노와이어의 제조

[0038] 먼저 Ag에 Cu를 28wt%로 용융시킨 후, 1000rpm의 속도로 회전하는 구리 휠(지름 25cm, 두께 4cm) 표면에 Ag 및

Cu 용융물을 접촉시켜 급속 냉각시킴으로써 층상구조를 갖는 Ag-Cu 합금리본을 제조하였다.

[0039] 이어서 상기에서 제조된 Ag-Cu 합금리본을 25℃ 온도에서 3M, 5M, 7M 및 10M의 수산화나트륨 용액에 각 24시간 침지시켰다. 이후 원자현미경(Atomic Force Microscope; AFM)에 의해 표면을 관찰하였으며, 그 결과를 도 4에 나타내었다.

[0040] 도 4를 참고하여, 3M 및 5M의 수산화나트륨 용액에서 은 나노와이어가 관찰되었으며, 특히 5M의 수산화나트륨 용액에서 다량의 균일한 모양의 은 나노와이어가 관찰되었다. 7M 및 10M의 수산화나트륨 용액에서는 은 나노와이어가 관찰되지 않았으며, 이는 용액의 농도가 증가함에 따라 수용액 속의 원자 밀도가 증가하고 이로 인해 Cu의 용해속도와 Ag의 확산속도가 감소하여 와이어 형태가 아닌 구형이 형성되었기 때문인 것으로 확인된다.

[0041] 2. 합금 제조 시 냉각속도에 따른 은 나노와이어의 제조

[0042] 합금 제조 시 냉각속도에 따른 은 나노와이어 제조 효과를 비교하기 위해 Ag 72wt% 및 Cu 28wt%를 용융시킨 후, 500, 1000, 1500, 2000, 3000rpm의 속도로 회전하는 구리 휠(지름 25cm, 두께 4cm) 표면에 각각 접촉시켜 급속 냉각시킴으로써 층상구조를 갖는 Ag-Cu 합금리본을 제조하였다.

[0043] 이어서 상기에서 제조된 Ag-Cu 합금리본을 25℃ 온도에서 각각 5M의 수산화나트륨 용액에 24시간 침지시켰다. 이후 원자현미경(Atomic Force Microscope; AFM)에 의해 표면을 관찰하였다.

[0044] 그 결과, 500 내지 1500rpm의 냉각속도로 제조된 Ag-Cu 합금으로부터는 은 나노와이어가 관찰되었으나, 냉각속도가 1500rpm의 초과하는 경우, 도 5에 나타난 바와 같이 은 나노와이어가 전혀 생성되지 않았다. 이는 너무 빠른 냉각속도로 인해 리본의 잔류 응력이 높아져서인 것으로 확인된다.

[0045] 추가로, 500rpm의 냉각속도로 제조된 Ag-Cu(Cu 28wt%) 합금을 0.1M 및 0.5M의 수산화나트륨 용액에 24시간 침지시킨 후 원자현미경에 의해 표면을 관찰하였다. 그 결과 은 나노와이어가 생성되었으며, 특히 도 6에 나타난 바와 같이 0.5M의 수산화나트륨 용액에 침지한 경우 다수의 은 나노와이어가 생성되었음을 확인할 수 있었다.

[0046] 3. 온도에 따른 은 나노와이어 제조

[0047] 수산화나트륨 용액 침지 시 온도에 따른 은 나노와이어 제조 효과를 비교하기 위해 먼저, Ag에 Cu를 28wt%로 용융시킨 후, 1000rpm의 속도로 회전하는 구리 휠(지름 25cm, 두께 4cm) 표면에 Ag 및 Cu 용융물을 접촉시켜 급속 냉각시킴으로써 층상구조를 갖는 Ag-Cu 합금리본을 제조하고, 이어서 상기에서 제조된 Ag-Cu 합금리본을 40℃ 온도에서 4M의 수산화나트륨 용액에 6시간 침지시켰다. 이후 원자현미경(Atomic Force Microscope; AFM)에 의해 표면을 관찰하였으며, 그 결과를 도 7에 나타내었다.

[0048] 도 7을 참고하여, 40℃ 온도 조건에서 소량의 은 나노와이어가 발견되었음을 확인할 수 있었다.

표 1

[0049]

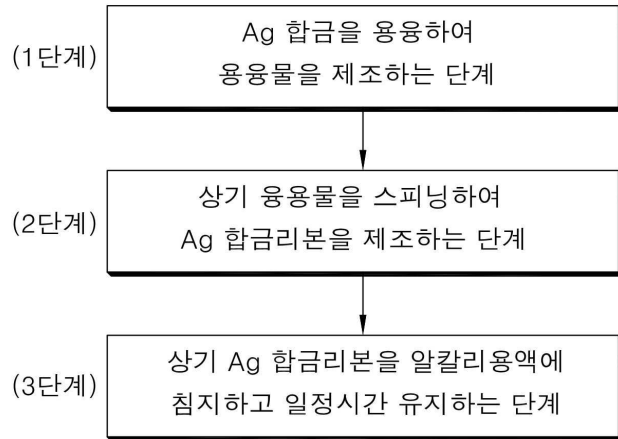
Ag:Cu (wt%)	휠 회전속도 (rpm)	NaOH 농도 (M)	온도 (℃)	은 나노와이어 생성 여부
72:28	500	0.1	25	△
72:28	500	0.5	25	○
72:28	500	5	25	○
72:28	1000	3	25	○
72:28	1000	5	25	○
72:28	1000	7	25	×
72:28	1000	10	25	×
72:28	1500	5	25	○
72:28	2000	5	25	×
72:28	3000	5	25	×
72:28	1000	4	40	△
○ : 다수의 은 나노와이어 생성 △ : 소량의 은 나노와이어 생성 × : 은 나노와이어 생성되지 않음				

[0050] 따라서 층상구조를 갖는 Ag 합금리본을 수산화나트륨 용액에 침지하는 간단한 방법만으로 은 나노와이어를 용이하게 제조할 수 있으며, 이때, 층상구조의 합금리본 제조 시 휠 속도는 500~1500rpm이고, 제조된 합금리본을 수

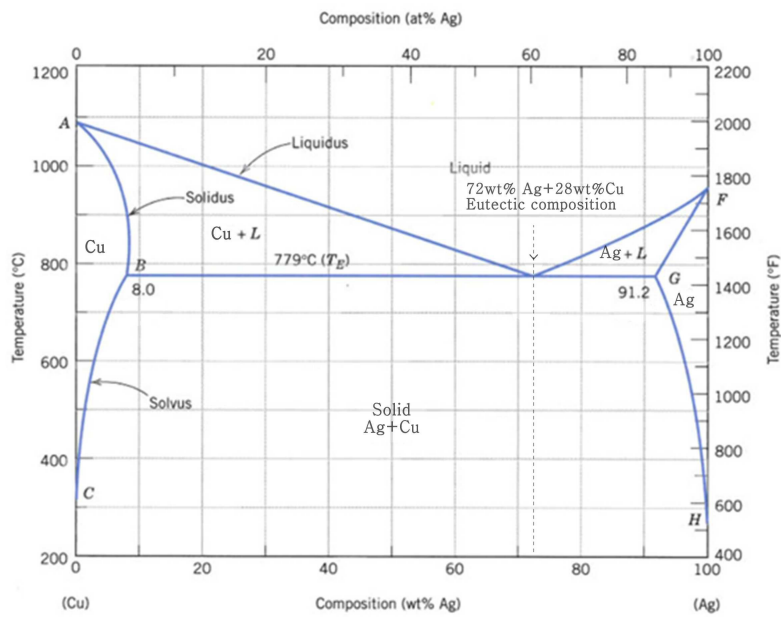
산화나트륨 용액에 침지 시 수산화나트륨의 농도는 0.1~6M이며, 반응 온도는 15~45℃인 것이 바람직하다

도면

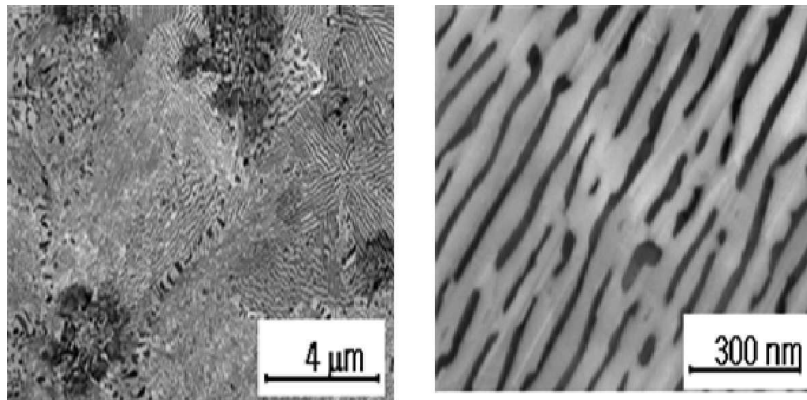
도면1



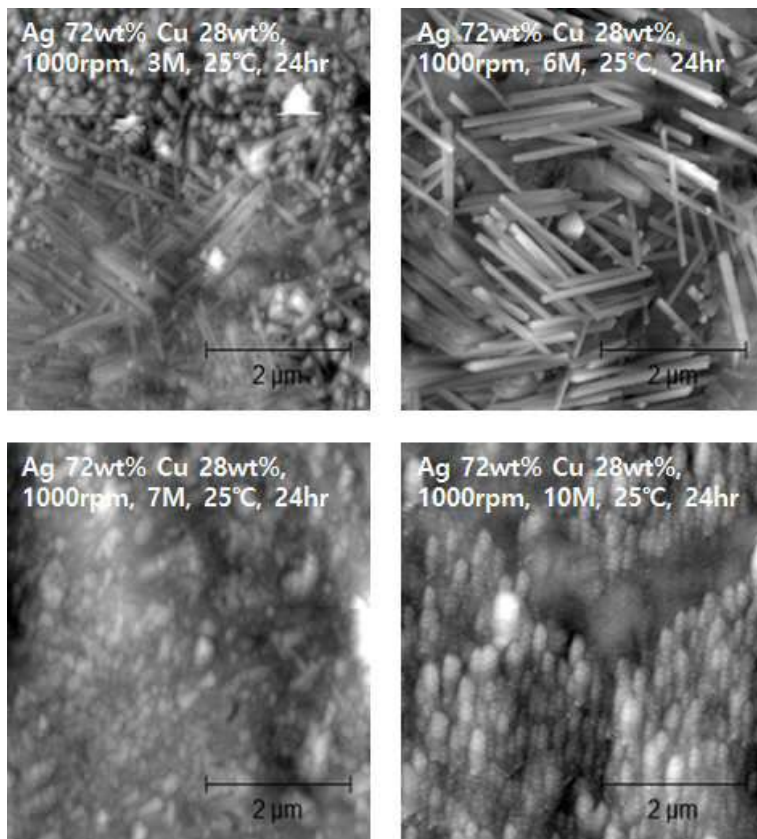
도면2



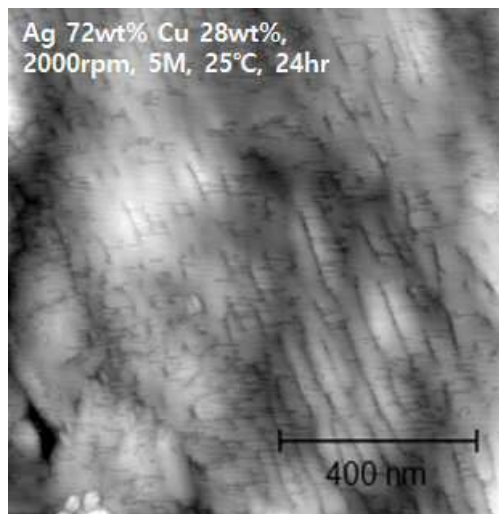
도면3



도면4

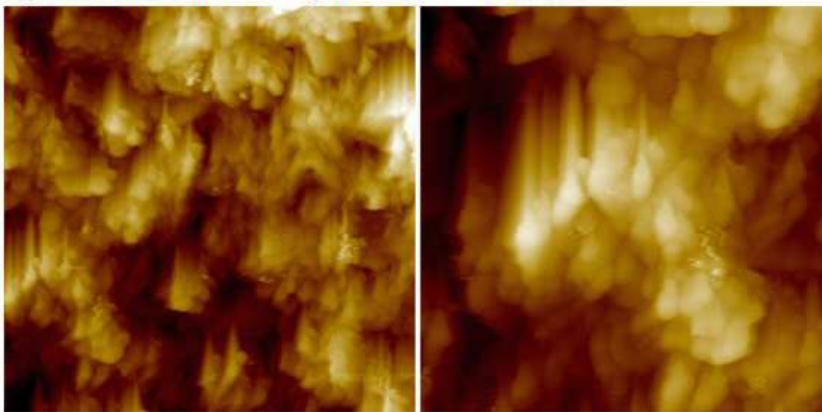


도면5



도면6

Ag 72wt% Cu 28wt%, 500rpm, 0.5M, 25°C, 24hr



도면7

Ag 72wt% Cu 28wt%, 1000rpm, 4M, 40°C, 6hr

