

Sono-milling법으로 준비된 CuO-Co₃O₄ 나노복합산화물의 수소환원거동

Hydrogen reduction behavior of CuO-Co₃O₄ nanocomposite oxide powder prepared by sono-milling process

한양대학교 안효상* · 정승혁 · 오승탁 · 이재성

서 론

최근 GMR(Giant Magneto-Resistance)재료로써 각광을 받고 있는 Cu-Co 합금은 낮은 고용도를 갖는 계로써 일반적으로 용체화처리후 석출과정을 통해 Co 나노입자를 형성시켜 나노복합상 자성재료로 응용되어 오고 있다. 그러나 다양한 응용성 및 부품가공을 위해서는 Cu-Co 나노복합분말을 응용한 재료가 요구된다. 본 연구는 나노크기의 Co가 석출된 Cu 나노복합분말을 제조하기 위한 기초실험으로 Cu, Co 산화물 분말을 sono-milling (SM) 분쇄혼합한 후 산화물의 혼합도가 수소환원 및 합금화 거동에 미치는 영향과 이에 따른 분말특성 변화를 조사하였다.

실험방법

Cu-10wt%Co 나노복합분말은 CuO(3N)와 Co₃O₄(3N) 금속산화물 분말을 메탄올 매질 내에서 sono-milling 한후 수소환원하여 제조하였다. Sono-milling 법은 초음파에 의한 혼합효과와 볼에 의한 분쇄효과가 복합된 방법으로 공정 중 혼합도를 극대화하고 불순물 혼입을 최소화한다는 장점이 있다. CuO와 Co₃O₄ 금속산화물 분말을 혼합 후 sono-milling 한 SM 분말과 혼합 전 각각의 금속산화물 분말을 sono-milling 후 삼차원 혼합기에서 혼합한 DM (sono-milling + dry mixing) 분말을 제조하여 미세 혼합도에 따른 영향을 알아보았다. 혼합분말의 수소환원 거동은 TG와 Hygrometry를 통해 분석하였고 AAS, SEM 및 EDS를 통해 혼합도 및 불순물 혼입여부를 조사하였다. 환원된 복합분말의 분말특성은 BET, XRD, DSC를 이용하여 분석하였다.

결과 및 고찰

SEM과 BET 분석을 통해 측정된 SM, DM 분말은 평균 53nm의 입자 크기를 갖고 있다. 또한 SM 분말은 하나의 응집체에 두가지 산화물이 균일하게 혼합되어 있고 DM 분말은 각각의 산화물이 독립적으로 응집체를 형성하고 있다. TG를 통한 수소환원거동 분석을 통해 DM 분말은 CuO의 환원온도가 상승하고 SM 분말은 Co₃O₄의 환원온도가 낮아짐을 확인하였다. BET방법으로 측정된 SM 과 DM 환원분말의 입자크기는 각각 179nm와 313nm 이었고 XRD 정량분석을 통해 SM 분말에서 부분적 고용이 발생함을 알 수 있었다. DSC를 통해 환원된 SM 분말을 열처리 한 결과 약 7 J/g의 발열반응이 발생하는 것을 확인했으며 이는 부분적으로 고용된 Co 입자가 열처리 중에 석출되어 발생한 것으로 판단된다. 따라서 수소환원 중 혼합도의 차이는 입자 크기의 변화 뿐아니라 환원온도를 변화시키고 산화물들의 동시환원을 촉진하여 비고용 나노복합분말의 고용도를 증가시킨 것으로 판단된다.