

수소환원을 이용한 Cu-Co 나노복합분말의 합성과 자기적 특성

Synthesis and Magnetic Property of Cu-Co Nanocomposite Powder Using the Hydrogen Reduction

한양대학교 정승혁* · 안효상 · 권상균 · 좌용호 · 이재성

1. 서 론

최근 비자성 기지상내에 나노크기의 단자구 자성체를 분산시킨 나노복합재료를 GMR(Giant Magnetoresistance)소재로 응용하려는 연구가 활발히 진행되고있다. Cu-Co 이원계는 상온에서의 고용도가 0.1% 이하로 매우 작기 때문에, 기계적 합금화, 급속응고법 등을 이용하여 준 안정상인 과고용체를 형성한 후 열처리를 이용하여 자기적 특성에 영향을 주는 입자의 미세구조를 제어하는 연구가 이루어지고 있다, 그러나 불순물의 혼입과 실험상화 어려움을 가지고 있으므로 본 실험에서는 실험상화에 용이한 나노분말을 제조하고자 불밀한 산화물을 수소환원하여 Cu-Co 나노복합분말을 제조하고 열처리에 따른 자기적 특성변화를 조사하였다.

2. 실험방법

CuO(99.9%)와 Co₃O₄(99.9%)를 최종조성이 Cu-10wt%Co가 되도록 혼합한 후 stainless steel 재질의 attritor mill과 볼(지름 3 mm)을 이용하여 300rpm의 속도로 1h 습식분말을 실시하였다. 분말 분말은 건조 후 360℃, 수소(99.999%)분위기에서 수소환원을 실시하여 환원분말을 제조하였다. 분말의 미세구조는 SEM(Scanning Electron Microscope)을 이용하여 관찰하였고 조성 및 불순물은 EDS(Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)를 이용하여 분석하였다. 환원 후 Cu-Co의 과고용체를 열처리를 통하여 Co를 석출시키고자 400℃~600℃에서 0.5h~3h 수소분위기로 열처리를 실시한 후 VSM(Vibrating-Sample Magnetometer)을 측정하여 자기적 특성변화를 조사하였다.

3. 실험결과 및 고찰

수소환원한 Cu-Co환원분말을 SEM관찰한 결과 평균입도는 30 nm로 관찰되었으며 EDS 통해 불순물의 변화를 관찰한 결과 불밀에 따른 불순물의 혼입은 없는 것으로 나타났다. 열처리한 환원분말의 미세구조 변화를 SEM으로 관찰한 결과 열처리 온도 증가에 따라 Cu입자들간에 necking이 일어나면서 성장하는 것을 관찰할 수 있었다. 열처리에 따른 자기적 특성변화를 관찰하기 위하여 VSM을 측정한 결과 400℃에서 열처리한 분말은 포화자화값과 보자력값이 열처리 시간이 증가하여도 변화가 없는 것으로 측정되었으며, 열처리 온도가 높아질수록 열처리 시간 증가에 따라 포화자화값은 13.8emu/g alloy에서 17.2emu/g alloy로 증가되었으며, 보자력값은 610Oe에서 303Oe로 감소하였다. 이것은 Cu-Co의 과고용체가 400℃이상의 온도에서 열처리시 Co석출에 의한 포화자화값의 증가와 Co입자성장에 의한 보자력의 감소로 나타난 것으로 판단되어진다.