

C2

Sol-Gel 법에 의한 $\text{Na}\beta''\text{-Al}_2\text{O}_3/15\text{vol}\%\text{ZrO}_2$ 복합재의 제조 (Synthesis of a $\text{Na}\beta''\text{-Al}_2\text{O}_3/15\text{vol}\%\text{ZrO}_2$ composites by Sol-Gel Processing)

한국항공대학교 항공재료공학과
허승무, 박상면

I. 서론.

Na-S 축전지, Na 열-전기 변환장치 등의 전해질 소자로 쓰이는 $\text{Na}\beta''\text{-Al}_2\text{O}_3$ 의 기계적 물성을 개선시키기 위하여 $\text{ZrO}_2/\text{Na}\beta''\text{-alumina}$ 복합재물 sol-gel법을 이용하여 제조하였다. 특성이 우수한 $\text{Na}\beta''\text{-alumina}$ 를 제조하기 위해서는 화학적으로 균질하며 미세한 입자를 형성시켜야 하며, 특히 강화 효과를 증대시키는 ZrO_2 입자는 $\text{Na}\beta''\text{-alumina}$ 의 입성장을 억제하기 위하여 균질하게 분산되어야 한다. 따라서, 본 실험에서는 이러한 특성을 얻기 위하여 알코옥사이드를 출발원료로 사용하였으며 제조된 복합재의 기계적 물성을, 일반적인 습식 방법에 의해서 제조한 복합재와 비교하였다.

II. 실험방법.

$\text{Na}\beta''\text{-alumina}$ 의 평형 조성은 $\text{Na}_{1.67}\text{Mg}_{0.67}\text{Al}_{10.33}\text{O}_{17}$ 이며 15vol% ZrO_2 가 첨가된 복합재의 제조방법은 다음과 같다. 우선, Aluminum isopropoxide와 Zirconium butoxide를 상온에서 각각 가수 분해한 다음 혼합하여 복합 sol을 제조하였고, Citric acid에 용해된 MgO 를 첨가하여 상온에서 gel화 시켰다. 건조된 gel은 약 1250°C 에서, 5시간 하소한 뒤에 Na_2CO_3 를 첨가하여 1300°C 에서 5시간 하소하였다. 제조된 복합 분말은 $7\text{-}8^\circ\text{C}/\text{min}$ 의 승온 속도로 1620°C 까지 가열한 뒤 10분간 유지하여 소결하였고 1250°C , 1300°C 에서 하소한 분말과 1620°C 에서 소결한 소결체의 분말을 각각 X-ray 분석하였다.

시편의 파괴 인성은 비이커스 경도계를 이용한 압흔 측정법으로부터 산출하였으며, Diamond paste를 이용하여 $0.25\mu\text{m}$ 까지 연마하였다.

미세조직을 관찰하기 위한 시편은 $0.25\mu\text{m}$ 까지 연마후 1500°C 에서 10분간 Thermal etching하여 주사전자현미경(SEM)으로 관찰하였다.

III. 실험결과

1250°C , 1300°C 에서 하소한 분말과 1620°C 에서 소결한 소결체의 X-ray 분석 결과로 $\text{Na}\beta''\text{-alumina}$ phase의 형성을 확인할 수 있었고 미세조직 관찰을 통해 $\text{Na}\beta''\text{-alumina}$ matrix 위에 약 $0.3\mu\text{m}$ 의 미세한 ZrO_2 입자가 균질하게 분산되어 있음을 확인할 수 있었다. 성형체의 파괴인성과 3점 굽힘강도 값은 일반적인 습식 방법에 의해서 제조된 복합재 보다 우수할 것으로 예상된다.