

## 세라믹/금속계 Nanocomposites의 미세구조에 미치는 공정인자의 영향 (The Effect of Processing Parameter on Microstructural Development of Ceramic/Metal Nanocomposites)

한양대학교 유지훈\*, 이재성  
大阪大學 産業科學研究所, 關野 徹, 新原皓一

### 1. 서론

나노크기의 금속입자를 세라믹 기지상 또는 입계에 분산시켜 기존의 세라믹 재료의 기계적 성질을 크게 향상시킨 세라믹/금속 나노복합재료에 대한 연구가 최근 미국, 일본을 중심으로 활발하게 진행되고 있다. 특히,  $Al_2O_3$ -W, Ni(20vol% 미만)등은 1 GPa 이상의 높은 강도와 2배 이상의 인성을 가질 뿐만 아니라, Ni 분산계의 경우 독특한 자성효과를 갖는 것으로 보고되고 있다<sup>1,2)</sup>. 이러한 세라믹/금속 나노복합재료의 성질은 나노분산상인 금속입자의 크기, 분포, 양 및 세라믹/금속상간 계면구조 등과 같은 미세구조에 크게 의존한다. 본 연구에서는 세라믹/금속계 나노분산상 복합재료의 제조시 제조공정변수에 따른 미세구조의 변화를 고찰함으로써 재료의 적절한 제조방안을 제시하고자 한다.

### 2. 실험방법

$Al_2O_3$ /금속계 나노복합재료는 크게 2가지 방법으로 제조되었다. 첫째로,  $\alpha-Al_2O_3$  분말을  $WO_3$ , NiO 등의 금속산화물과 최종조성이 5~20vol%가 되도록 혼합한 후, 60~80시간동안 ethanol을 용매로 습식불밀하고, 다시 24시간동안 건식불밀하는 방법과, 둘째로 금속산화물을 직접 질산 용매에 용해시키거나, 금속염을 가용한 용매에 녹인후 이를 각각의 용매와 함께 24시간동안 불밀하고, 공기중에서 하소한 후, 상기한 불밀과정을 통해 동일한 조성의 최종 혼합 분말을 제조하는 방법이다. 혼합된 분말은 hot press를 이용하여 다단계의 승온과정에서 수소 분위기로 환원하며, 최종소결온도(1400~1450℃)에서 1시간동안 300MPa의 압력으로 소결하여 복합재료를 제조하였다. 이 과정에서 일어나는 상변화와 미세구조의 변화를 hot-stage가 부착된 XRD, SEM, TEM 및 AFM을 이용하여 관찰하였다. 또한 나노금속분산상의 생성과정은 hot press와 동일한 온도조건에서 TG-hygrometry 실험을 통해 수소환원시 방출되는 수증기량을 측정하여 조사하였다.

### 3. 결과 및 고찰

소결후 복합재료에 대한 XRD와 SEM 분석결과, 수소에 의해 완전환원된 수십 nm이하의 미세한 금속분말입자들이  $Al_2O_3$  입계 혹은 입내에 균일하게 분산·석출된 형태로 존재하였다. 이는 불밀에 의해 산화물 분말들이 미세하게 분쇄되었을 뿐만아니라,  $Al_2O_3$  분말입자들 사이에 고르게 분포함으로써 소결후, 안정한 미세구조를 가질 수 있다. 특히, TG-hygrometry 실험결과에서는 제조방법에 따라 상이한 humidity 곡선을 얻을 수 있었는데, 이는 제조공정에 따른 미세구조적 조건(입도와 분포상태)의 변화가 복합분말의 환원조건과 환원경로에 영향을 미치기 때문이다. 이상의 결과를 분석해보면, 세라믹/금속계 나노복합재료의 물성에 직접적으로 영향을 주는 인자는 미세구조이며, 이 미세구조는 제조공정변수를 변화시킴으로써 제어될 수 있음을 보여준다.

#### 4. 참고문헌

1. T. Sekino and K. Niihara, **Nanostructured Materials**, 6 (1995) 663-666
2. T. Sekino, T. Nakajima, S. Mihara, S. Ueda and K. Niihara, **Ceramic Transactions**, 44 (1994) 243-252