

화학적 방법을 이용한 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Fe}$ 나노복합분말의 합성 및 특성 (Synthesis and Properties of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni-Fe}$ Nanocomposites Powder by Chemical Method)

한양대학교 남궁석*, 오승탁, 이재성
충남대학교 금속공학과 김형섭
요업기술원 나노소재팀 정영근

1. 서론

세라믹기지에 나노크기의 금속입자를 분산시킨 나노복합재료는 우수한 기계적 특성을 나타내며 또한 자기적 특성 등 새로운 기능성을 부여할 수 있다는 점에서 많은 관심을 받고 있다. 이러한 세라믹/금속 나노복합재료의 특성은 금속입자의 크기, 분포 및 조성 등에 절대적으로 의존한다. 따라서 요구되는 특성을 갖는 기능성 재료의 제조를 위해서는 합금상 등 다양한 분산상을 갖는 복합재료 계에서의 정밀한 미세조직 제어 및 합성공정 개발에 관한 연구가 요구된다. 본 연구에서는 일반적인 구조용 세라믹재료인 Al_2O_3 를 기지상으로, ferromagnetic 성질을 갖는 Fe-50 wt% Ni 합금을 분산상으로 선택하여, 합금상이 균일하게 분산된 나노복합분말의 합성공정 및 hot-pressing을 통하여 제조된 소결체의 기계적, 자기적 특성에 관하여 조사하였다.

2. 실험방법

최종조성이 Fe-50 wt% Ni이 되도록 금속염 ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)을 Al_2O_3 분말에 첨가한 후 불밀을 통하여 혼합분말을 제조하였다. 혼합분말은 하소 및 수소환원 과정을 거쳐 최종적으로 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe-Ni}$ 합금 나노복합분말로 합성하였으며 이때 분산상의 양은 10 wt% Fe-Ni 합금이 되도록 하였다. 수소환원 및 합금화과정은 TG 및 hygrometry를 이용하여 해석하였으며, XRD 및 TEM관찰을 통하여 합성된 나노복합분말의 특성을 조사하였다. 합성된 분말혼합체는 hot-press내에 장입 후 700°C , 수소분위기에서 환원처리를 하였으며, 1450°C , Ar 분위기에서 1 h 동안 30 MPa의 압력으로 소결 하였다. 소결체의 미세조직은 SEM을 이용하여 관찰하였으며, 파괴인성은 indentation fracture(IF)방법으로, 자기적 특성은 SQUID을 이용하여 해석하였다.

3. 결과 및 고찰

금속염 상태의 초기분말혼합체는 하소를 통하여 금속산화물 형태로 변환되었으며, 최종적으로 수소환원 및 in-situ alloying¹⁾을 통하여 $\text{Al}_2\text{O}_3/\gamma\text{Fe-Ni}$ 합금상으로 형성되었다. 합성된 나노복합분말은 Fig. 1의 사진과 같이 Al_2O_3 분말의 표면위에 30 nm 크기의 합금상이 균일하게 분산된 형태의 조직을 나타내며, XRD 분석결과 불순물상이 없이 단지 순수한 Al_2O_3 및 $\gamma\text{Fe-Ni}$ 합금상으로 존재하였다. 소결체는 상대밀도 98% 이상의 치밀화된 조직을 갖으며 단상 Al_2O_3 와 비교하여 향상된 파괴인성 값을 나타내었다. 또한, 치밀화된 복합체는 자성을 갖는 합금상 분산에 기인하여 전형적인 자기이력곡선을 나타내며 측정된 보자력 값은 13.2 Oe 이었다.



Fig. 1 TEM micrograph of the reduced powder mixture in hydrogen at 700°C for 1 h. Arrows indicate $\gamma\text{Fe-Ni}$ particles.

4. 참고문헌

- 1). J.S. Lee, T.H. Kim, J.H. Yu, and S.W. Chung, Nanostr. Mater., 9, 1997, p. 153.