

졸-겔법을 이용한 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ 복합 분체의 in-situ 합성 및 미세조직 관찰

Microstructure and in-situ synthesis and microstructure of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ composite powder by sol-gel method

공주대학교 신소재공학부 이왕주, 한재길, 이병택

1. 서론

$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ 복합재료는 고강도 고인성을 증진시키기 위한 세라믹재료로서 널리 알려져 있다. 특히, 지르코니아는 소결온도에 따라 monoclinic, tetragonal, cubic 상의 결정구조로 상변태를 한다. 약 950°C 에서 tetragonal-monoclinic으로 상변태가 발생하며 이때 상변태에 기인한 부피 팽창에 의해 microcracking, phase transformation, crack deflection과 같은 파괴인성 기구로 도입되어 인성의 향상이 기대되는 것으로 알려져 있다. 그러나 기존의 ball milling이나 attrition milling 방법으로는 균질한 분말을 형성하기 어렵기 때문에 본 연구에서는 졸-겔법을 이용하여 균질한 분말을 합성하여 분말 및 소결체의 미세조직 거동과 상변화를 측정하였다.

2. 실험방법

Al_2O_3 와 ZrO_2 를 in-situ로 합성하기 전구체는 각각 aluminium acetylacetonate와 zirconium butoxide를 IPA 용액에 용해하여 탈이온수의 물비를 조절하여 수화반응과 축합반응을 실시하였다. 얻어진 겔은 dry oven에서 80°C , 24시간 건조하여 분말을 얻었다. 얻어진 분말은 아르곤 분위기에서 hot press를 압력 8000-11000psi, 온도 1450°C 에서 실시하여 소결체를 얻었다. 또한 소결체 및 하소온도 조건에 따른 분말의 미세조직과 거동을 SEM과 TEM으로 관찰하였다.

3. 결과

본 연구에서는 졸-겔법을 이용하여 in-situ로 나노스케일의 ZrO_2 와 Al_2O_3 분체를 성공적으로 합성할 수 있었다. 합성된 복합분체는 as-received 상태에서는 무정형의 코팅된 분말이었으나 온도가 증가함에 따라 cubic 상의 ZrO_2 로 천이 되었으며 Al_2O_3 경우는 1100°C 까지 Al_2O_3 결정상을 발견할 수 없었다. hot press를 실시한 소결체의 기계적인 성질을 분석하였고 상변화와 미세구조에 관한 연구는 TG/DTA, XRD, SEM 그리고 TEM을 통하여 관찰하였다.