

## Cu oxide 분산 및 환원에 의한 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Cu 나노복합재료의 제조 (Synthesis of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Cu Nanocomposite by Dispersion and Reduction of Cu Oxide)

한양대학교 민경호\*, 김대건, 김영도, 문인형

### 1. 서론

알루미나 세라믹 재료는 비중이 낮고, 매우 우수한 내마모성과 고온내열특성, 내식성 등의 특성을 이용한 구조용 재료로 널리 사용되어 왔다. 또한, 세라믹 재료의 열적/전기적 부도체 특성을 이용하여 각종 기능성 세라믹 재료에 많이 사용되고 있다. 그러나, 알루미나 세라믹 재료는 고온에서의 열충격에 취약하고, 가공성이 낮아 제조에 어려움이 있어 활용이 크게 제한된다. 그중에서도, 알루미나 세라믹 재료의 응용을 제한하는 가장 큰 요소는 금속재료에 비해 취약한 파괴인성이다. 이러한 알루미나의 파괴인성을 향상시키기 위해 제 2상을 첨가하는 등의 연구가 활발히 진행되고 있으나, 대부분의 경우 대량생산이 어렵고, 강도 등 다른 기계적 특성이 취약해지는 단점이 있다.

본 연구에서는 Cu oxide 분말을 제 2상으로 첨가하여 밀링/환원한 후, Pulse Electric Current Sintering (PECS) 방법으로 소결하여 모든 기계적 특성이 향상된 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Cu 나노복합재료의 제조를 시도하였다.

### 2. 실험방법

원료분말로 순도 99.8%, 평균입도 0.38 $\mu$ m의 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말과, 순도 99.9%, 평균입도 10 $\mu$ m의 CuO 분말을 사용하였다. 최종조성에서 Cu의 분율이 각각 5vol.%, 10vol.%가 되도록 원료분말을 칭량하였으며, 3차원 믹서에서 20분동안 예비혼합을 진행하였다.

준비된 혼합분말을 simoloyer를 이용하여 볼과 분말의 비가 부피비로 15:1이 되도록 하여 900rpm의 속도로 30분에서 10시간까지 건식밀링을 진행하였다. 밀링시에 agglomeration을 막기 위해 공정제어제로 4-아미노벤조닉산을 0.1wt.% 첨가하였다.

밀링된 분말을 수소분위기에서 350 $^{\circ}$ C의 온도로 30분간 환원하였으며, 각각의 분말을 XRD, SEM과 TEM을 이용하여 분석하였다. 그리고, 이전까지의 실험에서의 문제점이었던 milling media의 마모에 의한 오염정도를 분석하기 위해 XRF를 이용하였다.

환원분말을 PECS 방법을 이용하여 1100-1300 $^{\circ}$ C의 온도에서 소결하였다. 100 $^{\circ}$ C/min의 승온 속도로 각각의 온도에서 5분간 유지하였으며 900 $^{\circ}$ C의 온도에서 soaking을 실시하여 소결체에 미치는 영향을 평가하였다. 제조된 소결체의 상대밀도를 아르키메데스 원리를 이용하여 측정하였으며, SEM을 이용하여 소결체의 미세구조를 관찰하였다.

### 3. 결과 및 고찰

Simoloyer를 이용하여 건식 밀링을 진행함으로써 milling media에 의한 오염문제를 방지할 수 있었으며, 분산재 건조과정의 생략으로 인하여 이전까지의 복합재료의 제조공정이었던 습식 밀링에 비하여 짧은 시간안에 복합분말을 제조할 수 있었다.

제조된 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/CuO 복합분말을 350 $^{\circ}$ C의 온도에서 30분간 수소분위기로 환원하고 XRD를 이용하여 분석한 결과 CuO peak를 발견할 수 없었다. 이와 같은 결과에 비추어볼 때 적절한 환원조건 하에서 CuO가 성공적으로 환원되었음을 예상할 수 있다.

환원분말을 PECS 방법을 이용하여 소결하여, 높은 상대밀도를 갖는 소결체를 제조할 수 있었으며, 미세구조 관찰을 통해 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 기지내에 고르게 분산된 Cu 입자를 확인할 수 있었다. 이러한 Cu의 분산효과는 제조된 복합체의 기계적 성질을 크게 향상시킬 것으로 예상된다.