

알루미나/산화동 분말혼합체에서 산화동의 수소환원 거동 (The Kinetics of CuO Hydrogen Reduction in the Al₂O₃/CuO Powder Mixtures)

한양대학교 오승탁*, 김범성, 이재성

1. 서론

세라믹기지 금속입자 분산 나노복합재료의 일반적인 제조공정은 세라믹 및 금속산화물 분말을 균일하게 혼합한 후, 수소분위기에서 금속산화물을 나노크기 금속입자로 환원하고 이를 열간 가압소결하여 치밀화 하는 방법이다. 세라믹/금속 나노복합재료에서 분산된 금속입자의 크기 및 분포 등은 최종 소결체의 기계적 및 물리적 성질과 직접적으로 관련이 있으므로, 환원 및 소결기구의 이해는 원하는 형태로의 미세조직 제어라는 측면에서 매우 중요하다. 본 연구에서는 산화물 Cu를 이용한 나노복합분말의 제조시 각 출발원료의 특성에 따른 나노금속입자의 환원기구를 해석하여, 환원공정과 미세조직과의 관계를 구명하고자 한다.

2. 실험방법

Al₂O₃ (0.2 μm) 와 CuO 또는 Cu-nitrate분말을 소결후 최종조성이 Al₂O₃/5 vol% Cu를 갖도록 계산하여, 분말혼합체를 제작하였다. Al₂O₃/CuO 혼합체의 경우는 고순도 Al₂O₃ 분 (직경 5 mm, 순도 99.5%)을 이용하여 에탄올 용액내에서 습식방법으로 24시간 밀링하여 제작하였으며, Al₂O₃/Cu-nitrate 혼합체는 동일조건에서 밀링후 300°C, 2 시간 하소처리를 하였다. 두 경우, 응집체를 제거하기 위하여 직경 10 mm의 고순도 Al₂O₃ 분을 이용한 건식밀링을 행하였다. 각각의 분말혼합체는 thermogravimetry (TG) 및 수소분위기내에서 H₂O의 발생량을 측정할수 있는 전자식 습도분석기 (hygrometry)를 이용하여 환원거동을 정량적으로 분석하였다. 분말의 미세조직 특성은 BET, XRD, FE-SEM등을 이용하여 분석하였다.

3. 실험결과

출발원료에 따라 환원전후의 분산상 입자크기에 차이가 있음을 확인하였으며, Cu-nitrate를 출발원료로 한 혼합체의 경우는 질소등의 불순물을 함유하고 있었다. Al₂O₃/Cu-nitrate를 출발원료로 한 혼합체의 경우는 Al₂O₃/CuO 분말혼합체의 경우보다 고온영역에서 수소환원이 시작되었으며, 환원에 대한 활성화에너지는 53.5 kJ/mol로서 후자의 경우인 42.8 kJ/mol보다 큰 값을 나타내었다.