

마이크로파 혼합 가열에 의한 Al-Al₂O₃ 분말성형체의 산화와 소결

박정현 · 안주삼

연세대학교 공과대학 세라믹공학과
(1994년 11월 25일 접수)

The Oxidation and Sintering of Al-Al₂O₃ Powder Mixture by using Microwave (Hybrid) Heating

Jeong H. Park and Zou S. Ahn

Dept. of Ceramic Eng., Yonsei University

(Received November 25, 1994)

요 약

마이크로파 혼합 가열(MHH)로 Al-Al₂O₃ 분말성형체를 산화 소결시켰다. 이 중 25 v/o Al 시편과 35 v/o Al 시편은 전체 공정이 1시간 이내에 끝날 수 있어서 통상적인 로를 사용했을 때의 장시간 공정과 비교해 볼 때, 이 MHH 방식이 저수축 반응 소결 알루미늄을 제조하는 데에 매우 효율적인 공정임을 알 수 있었다. 통상적인 로안에서 급속 가열시킨 산화소결 결과와도 비교해 볼 때 같은 온도에서 40% 이상 산화가 증진되었는데, 이러한 빠른 산화는 마이크로파가 Al 분말표면에 ohmic 전류를 유도시켰기 때문으로 사료된다.

ABSTRACT

Microwave (Hybrid) Heating (MHH) was used to oxidize and sinter Al-Al₂O₃ powder mixture. For 25 v/o Al specimen and 35 v/o Al specimen, the total processing to produce low-shrinkage reaction bonded alumina was carried out within 1 hour even though conventional furnace process took more than 10 hours. Compared with conventional fast firing process, MHH process increased more than 40% oxidation at the same temperature, and these high oxidation rates were thought to be caused by the surface ohmic current on Al particles.

Key words: Microwave (hybrid) heating, Al-Al₂O₃ powder mixture, Oxidation of Al

1. 서 론

마이크로파를 각 재료 공정에 이용해 보려는 시도가 최근에 많이 진행되고 있다. 그 중의 하나가 금속과 세라믹 분말을 혼합하고 성형해 마이크로파로 가열시키고자 하는 연구가 있다¹⁻⁴⁾.

마이크로파는 금속의 전자운동에 의해 반사되기 때문에 일반적으로 마이크로파가 흡수되지 못하는 것으로 알려져 있다. 그러나 금속은 초전도체와는 달리 어느 정도의 전기 저항도를 갖기 때문에 마이크로파가 피부깊이(skin depth, δ)까지는 물질 안에 침투하여 흡수되어진다. 피부깊이는 마이크로파가 물질 안으로 침투하여 표면으로부터 전기장의 크기가 $1/2e$ 로 줄어드는 거리를 말한다.

피부깊이는

$$\delta = (\rho / (\pi \cdot \mu \cdot f))^{1/2} \quad (1)$$

여기서 $\mu = \mu_r \times \mu_0$ 이고 ρ 는 저항도(ohm·meter), f 는 주파수, μ_r 는 투자율, μ_0 은 비투자율, μ_0 은 진공의 투자율이다.

만일 금속을 피부깊이만한 크기의 분말로 만들 경우, 마이크로파가 이 금속분말 전체를 다 침투하게 되므로 쉽게 가열시킬 수 있게 된다. 그러므로 이 금속분말과 세라믹분말을 혼합한 성형체도 마이크로파로 가열할 수 있게 된다. 본 실험실에서 행한 이전의 산화실험에서는⁵⁾ Al-Al₂O₃ 분말성형체를 마이크로파에 직접 조사해서 Al 입자 표면에 ohmic 전류를 흐르게 해서 가열시킬 수 있었다.

본 실험에서는 마이크로파 혼합가열 방식(MHH)을

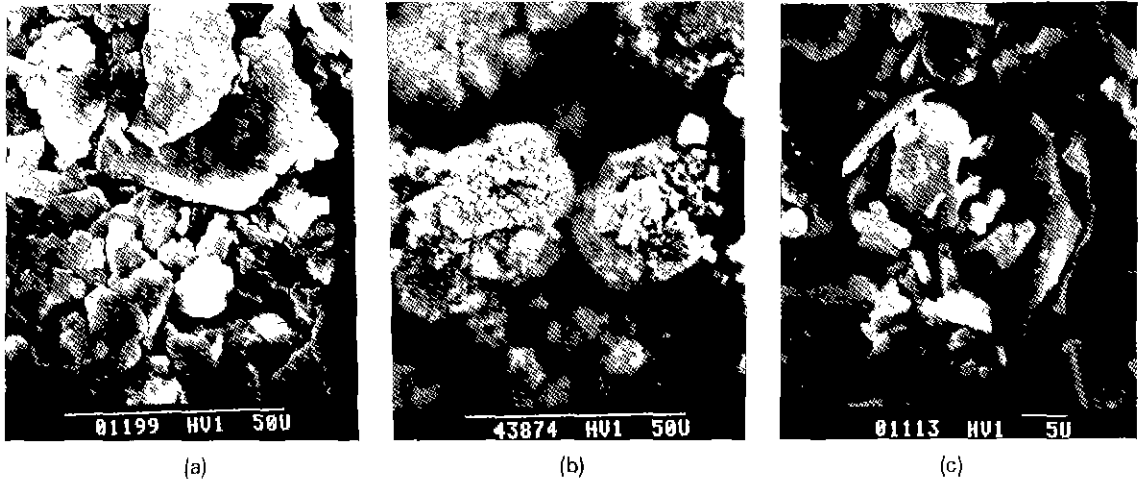


Fig. 1. SEM photographs of starting materials, (a) Al powder, (b) A-12 Al_2O_3 powder, (c) mixed and milled Al- Al_2O_3 powder mixture of 35 v/o Al content specimen.

사용하였다⁴⁾. 대부분의 산화물 계통 세라믹은 2.45 GHz 주파수의 마이크로파를 흡수하지 않으므로 이 산화물들이 마이크로파를 흡수할 수 있는 온도까지 예열을 해 줄 필요가 있다. 마이크로파 혼합가열 방식에서는 Fig. 1에서 보는 바와 같이 시편 주위에 있는 susceptor로 쓰이는 SiC 기관과 지르코니아가 상온에서 2.45 GHz 주파수의 마이크로파를 흡수하여 고온으로 발열하므로 통상적인 로내에서와 같이 시편을 복사와 전도열로 임계 온도까지 가열시키게 된다. 이 온도 이상에서는 시편이 마이크로파를 흡수하여 자체적으로 발열을 하게 되며, 이런 식으로 susceptor를 사용하여 통상적인 복사, 전도열로 시편을 가열시키는 방법과 시편의 직접적인 마이크로파 흡수 방법을 다 함께 사용한 방식을 마이크로파 혼합가열방식(MHH)이라 부른다.

본 실험에서는 이전의 연구⁴⁾에서 사용되었던 SiC 봉을 사용하지 않고 SiC 기관을 사용했다. SiC는 높은 열전도도를 가지고 있기 때문에, 내화압 안의 온도를 균일화시켜 주며 SiC 기관 위에 있는 지르코니아의 thermal runaway 가능성을 줄여 준다고 보고되었다⁴⁾. 마이크로파로 시편을 소결시키면 소결온도저하, 소결시간의 단축, 물질 자체의 발열에 의한 내부적 체적적인 균일가열과 복합체의 소결이 비교적 쉬운 점 등이 보고되었다⁵⁾.

일반적으로 세라믹 분말성형체를 소결하게 되면 10~20%의 선수축율이 발생하게 되고 이 점 때문에 소결체의 정확한 크기를 예측하는 것의 매우 복잡한 형상의 소결체를 제조하는 것이 어려웠다. 이렇게 큰 수축율을 줄이기 위한 공정 중의 하나가 반응소결알루미늄(Reac-

tion Bonded Aluminum Oxide)이다. 이것은 알루미늄에 알루미늄의 상대량과 생소지 밀도를 조절함으로써 소결과정에서 생기는 수축율을 조절하거나 거의 없앨 수 있는 공정이다⁶⁾.

본 실험에서는 마이크로파 혼합 가열(MHH)방식을 사용하여 Al- Al_2O_3 분말 성형체를 산화시키고 곧 이어 소결시켜서 다공성의 저수축 알루미늄을 만들고자 하였다. 이 MHH로 산화시킨 시편과 금속가열로 산화시킨 시편의 산화정도를 비교하였으며, Al- Al_2O_3 분말성형체의 산화소결거동을 SEM을 이용하여 설명하였고 통상적인 로내에서의 소결 결과와도 비교하였다.

2. 실험 방법

본 마이크로파 실험은 가정용 전자렌지(대우 KOR111, 2.45 GHz, 650 W)를 사용하였다. 사용한 Al 분말(Junsei Chemical Co. Ltd, Japan)은 순도가 99.9% 이상이며 평균입경은 $23\ \mu\text{m}$ 이고 Fig. 1-a에서 보는 바와 같이 얇은 판상을 하고 있다. Al_2O_3 분말(A-12, IKEI Co., Japan)은 순도가 99.6%이고 평균입경은 $16\ \mu\text{m}$ 이며 Fig. 1-b에서 보는 바와 같이 평균입경이 $1\ \mu\text{m}$ 내외의 작은 알루미늄 입자들의 응집체로 이루어져 있다.

Table 1과 같은 5가지 조성의 시편들을 준비하였고, 이 조성대로 시료를 칭량한 다음, Al과 Al_2O_3 분말을 magnetic bar로 3시간 동안 교반하였고 이것을 다시 1시간 반 동안 유발처리공정을 하였으며 수화와 산화를 방지하기 위해서 에탄올을 혼합매로 사용하였다. 건조된 분

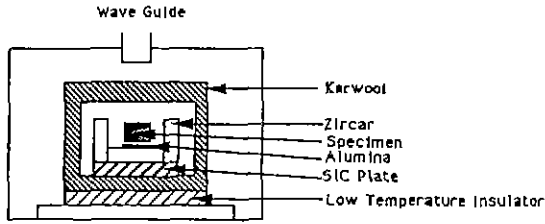


Fig. 2. Schematic diagram of insulation box inside home-style microwave oven.

말은 4 g 씩 칭량하여 1.5 ton의 압력으로 강철제 금형(직경=18 mm)을 사용하여 일축가압 성형하였다. 이 시편들을 20,000 psi로 정수압 성형하였고, 35 v/o Al* 시편만은 30,000 psi로 정수압 성형하였다.

MHH 실험시에는 Fig. 2에서 보는 바와 같이 저온용 내화벽돌 위에 다시 고온용 고급단열재(Karwool)를 올려 놓고 그 위에 SiC 기판을 깔고, 이 위에 susceptor로 쓰이는 지르코니아(Zircar Products Inc., ZYZ-3)로 반응실을 만들었으며, 그 가운데에 시편받침으로 알루미늄 기판을 놓았다. 이 지르코니아와 SiC 기판을 고급단열재로 다시 둘러 쌓았다. 시편의 온도 측정은 전면 단열체에 있는 지름 8 mm의 구멍을 통하여 광학온도 측정계(TR-630A, Minolta Camera, Ltd, Japan)로 측정하였으며 이 구멍의 크기는 흑체 복사열 측정조건에 맞을 만큼 작았다.

35 v/o Al* 시편과 45 v/o Al 시편은 850°C, 1050°C, 1150°C 에서 90분씩 산화시키기 위해 입력전압과 power level을 조절하였다. 결과기 밀도는 아르카메스 원리에 의해서 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 1-b의 SEM 사진에서 볼 수 있듯이 본 실험에 쓰인 A-12 알루미늄은 응집체로 이루어져 있다. 이 A-12 알루미늄은 유발처리공정을 하는 동안 Al 분말을 선탠하여서 그 크기를 감소시키고 또 자기 자신의 크기도 줄어들었음을 Fig. 1-c를 통해서 볼 수 있었으며, 큰 Al 입자가 없으므로 이것 때문에 생기는 column 구조가¹⁾ 본 실험에서는 발달하지 않았음을 산화된 시편의 SEM 분석을 통해 알 수 있었다.

Fig. 3은 이론적으로 계산된 산화백분율(figure의 limit 값)과 실제 산화백분율을 보여주고 있다. 이 두가지 값의 차이는 시편제조 과정에서 Al 분말 손실과 온도가 상승함에 따라 생기는 Al 증기의 유출 그리고 어찌면

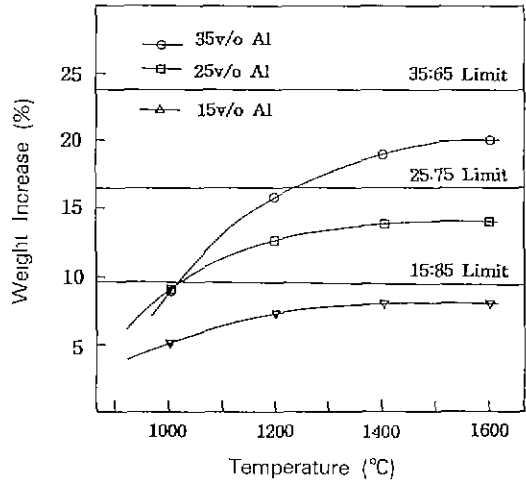


Fig. 3. Weight increase as a function of temperature for different composition specimen.

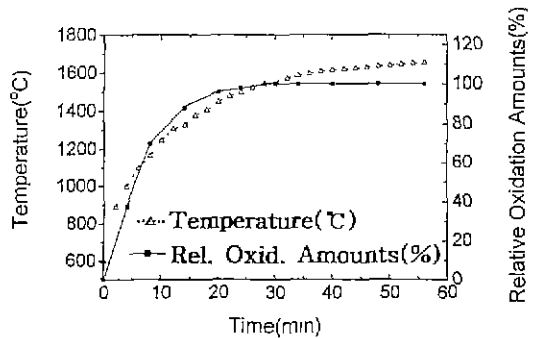


Fig. 4. Temperature profile and relative oxidation amount of 35 v/o Al specimen.

있을지 모르는 산화되지 않은 매우 작은 Al 때문에 사료된다. Fig. 4는 35 v/o Al 시편의 온도가열곡선(-△-)과 비교 산화백분율(-□-)을 표시하였다. 45 v/o Al 시편과 35 v/o Al* 시편을 제외하고는 전체 산화와 소결에 걸린 시간은 1시간 이내였다

통상적인 로내에서 Al-Al₂O₃ 분말성형체를 산화시켰을 때 산화기동은 다음과 같이 설명될 수 있다. Al의 용융 온도까지는 고상 Al의 산화로 Al 분말 표면에 Al₂O₃ 산화층이 형성되면서 서서히 무게증가가 일어난다. Al의 용융온도(660°C) 부근에서 Al 분말은 분말내부의 용융 Al과 표면의 Al₂O₃ 산화층으로 구성된다. Al 용융온도 이상으로 온도가 증가하면 용융 Al의 부피 및 증기압 증가가 산화층 내부에서 일어나고 용융 Al과 표면 산화층간의 열팽창계수차에 의한 열응력이 제면에 발생하

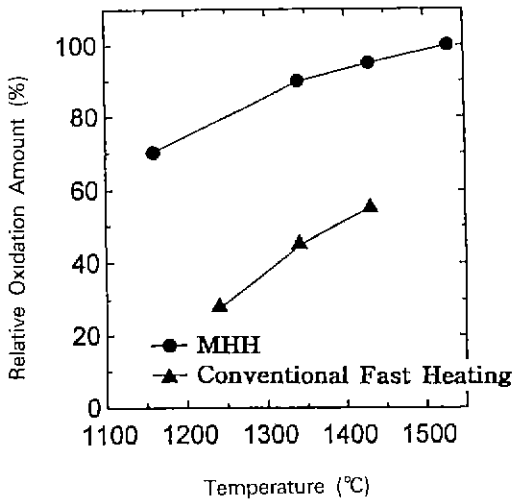


Fig. 5. Comparison of relative oxidation amount of 35 v/o Al specimen treated by MHH with that of the same composition specimen treated by conventional fast heating.

여 내부 용융 Al이 표면 산화층을 깨고 밖으로 용출되면서 급격히 산화된다. 이에 따라 무게가 갑자기 증가하기 시작하고 이런 급격한 무게증가는 어느 정도 유지되는 것으로 생각된다.

급격한 산화가 어느 정도 진행된 후 용출된 Al의 양이 점점 고갈되게 되고 반대로 새로운 산화층이 그만큼 두텁게 형성되기 때문에 이 때부터의 산화는 다시 표면 산화층을 통한 물질이동으로 진행된다. 통상적으로 가열속도가 빠르면 산화율도 빨라진다. 이런 Al의 산화거동은 통상적인 로 내에서나 마이크로파를 사용한 경우나 크게 차이가 나지 않을 것으로 사료된다.

이 마이크로파 혼합가열 방식에서는 45 v/o Al 시편과 35 v/o Al* 시편을 제외하고는 대부분의 산화(≥90 weight%)가 20분 이내에 일어났다. 그러나 본 실험에서 "마이크로파 효과"가 있었던 지를 보기 위해서 MHH 실험에서와 같은 가열속도로 통상적인 로에서 급속가열 실험을 하였다. Fig. 5에서는 마이크로파가 시편의 산화를 얼마나 증진시키는 가를 명확히 보여주고 있다. 1430°C에서 통상적인 로 내에서 급속가열한 시편은 55% 산화율을 보이고 있으나 마이크로파로 가열한 경우에는 95% 산화율을 보여주고 있다. Fig. 6은 전자렌지 안에서 산화된 시편과 급속가열한 시편의 산화정도의 차이를 절단면을 통하여 잘 보여주고 있다. 전자렌지 안에서 1430°C에서 산화된 시편은 회색빛을 띠는 가운데 부분을 깨고는 거의 다 산화되었으나, 급속가열한 경우에는 표면층만 회색

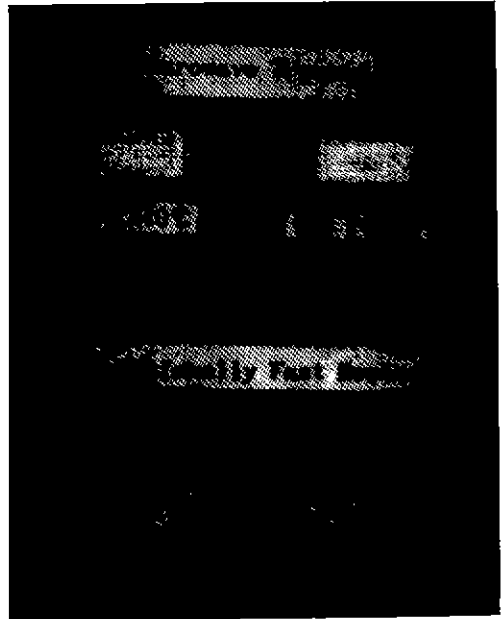


Fig. 6. Photograph showing the differences of oxidation amount of specimens treated by MHH and conventional fast heating.

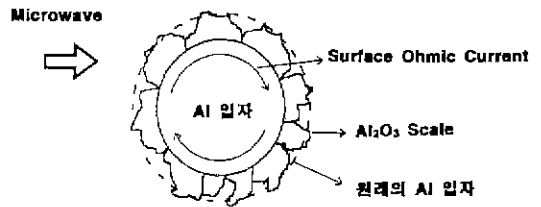


Fig. 7. Schematic diagram showing the fast oxidation of Al particle due to the surface Ohmic current.

산화되었을 뿐 내부는 빌로 산화되지 않았음을 볼 수 있었다. 마이크로파로 1340°C에서 산화한 시편은 거의 90% 산화가 일어났으나 급속가열한 경우에는 50%만이 산화되었을 뿐이다. 이런 산화량의 차이는 내화압 위쪽에서 내려오는 마이크로파에 의하여 Al 입자 표면에 유도된 ohmic 전류 때문인 것으로 사료된다. Fig. 7에서 보듯이 알루미늄의 임계전이온도 이하에서는 입사해 들어오는 마이크로파가 선택적으로 Al 입자만 가열하게 되는데, 특히 새로 생긴 알루미늄 피막 밑을 ohmic 전류가 흘러 가열시킴으로써 이층과 Al₂O₃ 산화층간에 온도차이에 의한 큰 열팽창계수 때문에 쉽게 균열이 발생하게 되고, 따라서 산소의 공급이 원활해져서 보다 빨리 효과적으로 산화가 진행되는 것으로 사료된다.

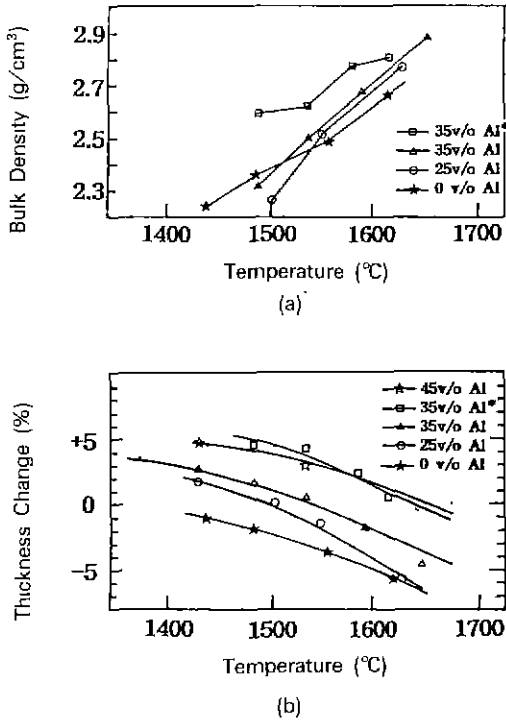


Fig. 8. (a) Bulk density and (b) thickness change as a function of temperature at each composition.

Fig. 6에서 보는 바와 같이 마이크로파로 산화시킨 시편은 급속가열시킨 시편보다 내부가 빨리 산화됨을 알 수 있었다. 이것은 전에 논의된 바³⁾와 같이 피부깊이가 증가했기 때문으로 사료된다. MHH 방식에서는 SiC나 지르코니아 susceptor가 Al-Al₂O₃ 분말성형체를 복사/전도열로 가열함으로써 Al 입자의 온도가 높아져서 전기 저항도가 높아지게 되고 이에 따라 피부깊이가 깊어지게 되어 마이크로파가 시편 속에 더 깊이 침투할 수 있게 되기 때문으로 사료된다. 이런 마이크로파 효과는 35 v/o Al 시편의 임계전이온도인 1300°C 이하에서 좀 더 명백하게 나타난다

시편 속의 Al 함량이 많을수록 임계전이온도가 높아지는 것을 볼 수 있는데, 이것은 질량효과(mass effect) 때문에 일어난 것으로 고려된다. 왜냐하면 시편에 Al의 함량이 많으면 상대적으로 알루미늄의 함량이 적어지게 되고 또 Al 입자가 판상이므로 Al 함량이 많으면 이 판상 Al이 시편을 효과적으로 더 감싸게 되므로 마이크로파가 침투할 수 있는 거리가 짧아지게 된다. 이에 따라 마이크로파를 흡수할 수 있는 알루미늄의 함량이 적어지게 됨으로 더 높은 임계전이온도가 필요하게 되는 것으로

사료된다.

Fig. 8은 각기 다른 조성의 소결온도에 따른 두께 변화와 겉보기 밀도를 보여준 것이다. 0 v/o Al 시편은 가장 큰 두께변화와 작은 겉보기 밀도를 보여주고 있으나 소결이 제대로 안되어서 쉽게 부서졌다. Al 함량이 높고 성형압이 높을수록 더 작은 두께변화와 더 높은 겉보기 밀도를 보이고 있다. 30,000 psi로 정수압성형을 한 35 v/o Al* 시편은 1615°C에서 가장 낮은 +1%의 두께변화와 가장 높은 겉보기 밀도(2.78)를 보였다. 35 v/o Al 시편은 35 v/o Al* 시편보다 약간 낮은 겉보기 밀도와 약간 더 큰 두께변화를 보였다. 이런 경향은 25 v/o Al 시편에서도 볼 수 있었다. 25 v/o Al 시편은 35 v/o Al 시편과 비슷한 미세구조와 소결특성을 가졌으므로 35 v/o Al 시편만 과단면을 SEM 촬영하였다.

Fig. 9-a는 시편의 표면을 찍은 것으로 약간 큰 산화된 알루미늄 입자를 보여주고 있다. Fig. 9-b는 시편의 표면에서 2~3 mm 밑에 있는 표면층을 찍은 것으로 매우 작은 새로이 산화된 알루미늄 입자를 보여주고 있다. 이런 표면과 표면 층에서의 산화정도가 차이가 나는 것은 이 MHH 방식에서 처음에는 SiC나 지르코니아 susceptor가 발열해서 나온 복사/전도열로 인해 시편의 표면이 먼저 가열되기 때문인 것으로 사료된다. 그래서 처음에는 산화가 표면에서 시작되어 시편 안으로 진행되었다. 상온에서 Al의 피부깊이는 μm 정도이기 때문에 실험초기에는 마이크로파가 시편 깊숙이는 침투하지 못하지만, susceptor에 의한 복사/전도열과 Al의 산화가 시작됨에 따른 산화로 시편의 온도가 높아지게 되고 이에 따라 Al의 피부깊이가 깊어지게 되어서 마이크로파가 시편 깊이 침투할 수 있게 된다. 이해서 더 많은 Al의 산화열을 얻게 되어서 시편의 온도가 임계전이온도에 이르면 원래의 A-12 알루미늄과 산화된 알루미늄이 마이크로파를 흡수하게 되어 소결이 진행되어진다

Fig. 9-c에서 보여주는 바와 같이 1430°C에서는 산화된 작은 알루미늄 입자가 성장하여 같은 산화 알루미늄 또는 큰 A-12 알루미늄과 결합을 이루고 있는 모습을 보여주고 있다. 출발원료로 쓰인 A-12 알루미늄은 소결성이 좋지 않으므로 낮은 온도(1200°C)에서는 반응성이 매우 좋은 새롭게 산화된 매우 작은 알루미늄 입자들이 먼저 입성장하여 주위의 입자와 결합하기 시작한다. 소결온도가 높아짐에 따라 주위의 더 작은 입자들을 흡수하며 입성장하게 되어서 Fig. 9-d와 같이 원래의 A-12 알루미늄과 구별할 수 없을 정도로 커지게 됨을 볼 수 있다.

그러나 45 v/o Al 시편과 35 v/o Al* 시편은 Al의 함량과 성형압이 높아서인지 마이크로파가 시편 깊이 침

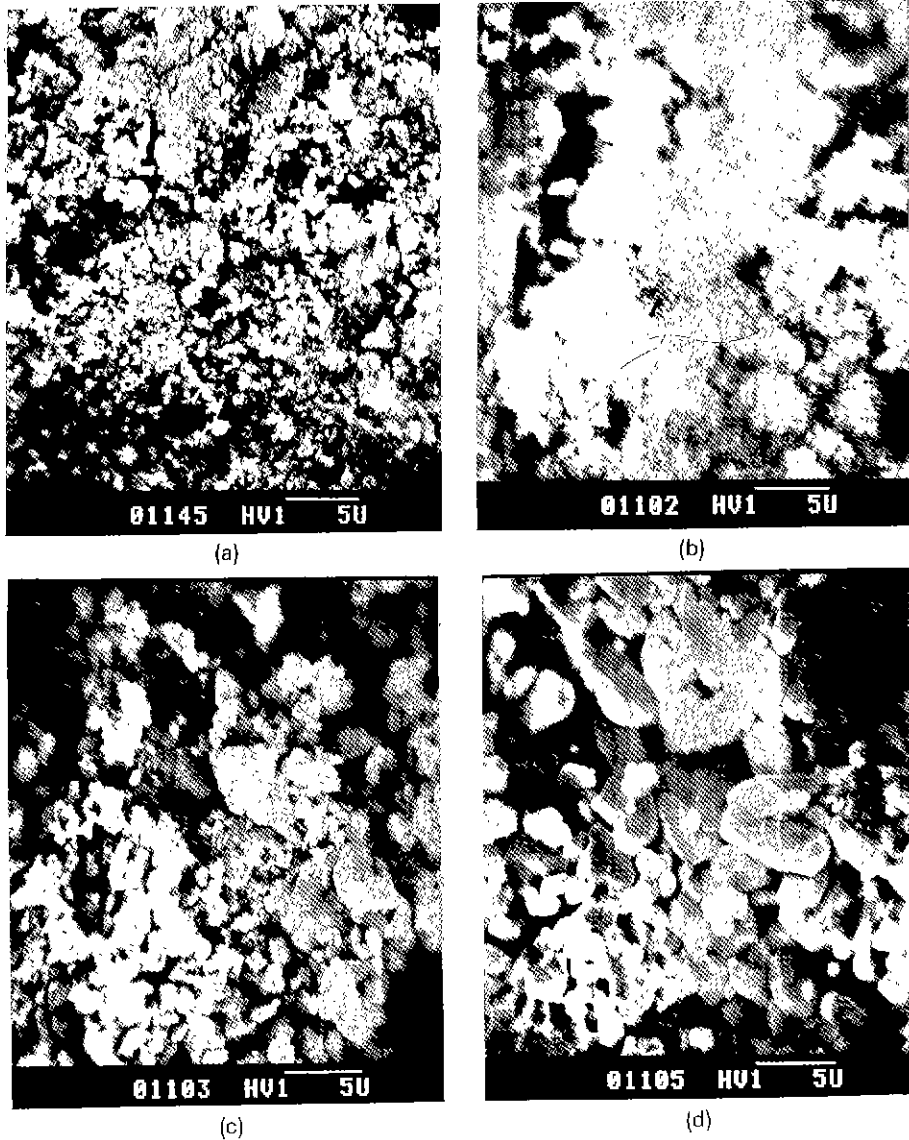


Fig. 9. SEM photographs of fractured surface at different temperature for 35 v/o Al specimen.
 (a) 1010°C (on the surface), (b) 1010°C (surface layer), (c) 1430°C (surface layer), (d) 1620°C (surface layer)

투를 못한 것으로 사료된다. 그래서 이 시편들의 중심부는 1시간 동안의 산화소결공정 후에도 별로 산화가 되지 않았었다. 반면에 시편표면층은 소결이 되었음을 볼 수 있었는데, 이것은 MHH의 가열속도가 매우 빨랐기 때문이었다. 중심부가 산화가 안된 이유는 이 빠른 가열속도 때문에 시편표면에 있는 기공이 Al의 산화에 의한 부피팽창과 표면층의 소결 때문에 빨리 소멸되어 내부로의 산소유입을 막았기 때문이라 여겨진다. 그래서 이

시편들은 표면층의 기공이 먼저 소멸되는 것을 막기 위해서 저온에서 4½시간 동안 산화를 시켰다

통상적인 마이크로파 소결실험에서는 시편의 자체발열 때문에 시편내부의 온도가 시편표면의 온도보다 높는데, 본 실험에서는 정반대의 현상이 일어나는 것으로 추측된다. 즉 MHH 실험에서의 산화와 소결거동도 통상적인 로내에서의 산화와 소결거동과 같이 표면에서부터 내부로 산화가 진행되어 갔음을 SEM을 통해 관찰해 보았을

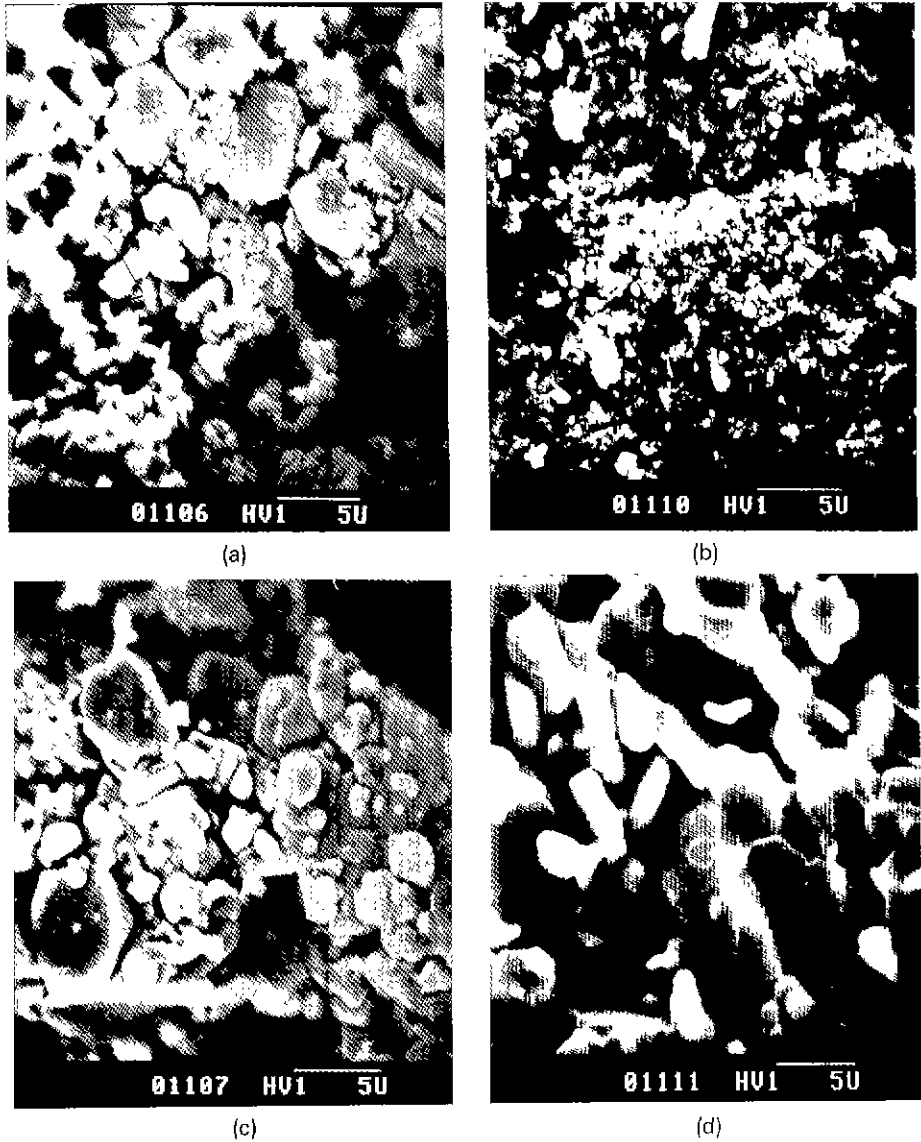


Fig. 10. SEM photographs of fractured surface at different temperature for 35 v/o Al* specimen which were isopressed under 30,000 psi.

(a) 1480°C (surface layer), (b) 1480°C (core), (c) 1530°C (surface layer), (d) 1615°C (surface layer)

때 시편표면의 온도가 내부의 온도보다 더 높은 것으로 추측된다. 이런 현상은 다른 마이크로파 실험들과 비교해 볼 때 Al의 형상이 aspect ratio가 매우 큰 판상이기 때문에 일어난 것으로 사료된다. 왜냐하면 이 큰 판상의 Al은 구형의 Al보다 더 효과적으로 시편을 감쌀 수 있기 때문에 다른 마이크로파로 한 실험과는 달리 마이크로파가 시편중심까지 잘 침투하지 못한 것으로 고려되기 때문이다. 이런 시편의 내부와 외부의 산화정도의 차이가

존재하기 때문에 대부분의 SEM 사진은 표면층에서 찍었다. 45 v/o Al 시편은 장시간의 산화와 소결 후에도 시편에 균열이 있었기에 더 이상 실험을 하지 않았다.

30,000 psi로 정수압한 35 v/o Al* 시편에서는 높은 성형압 때문에 세로 산화된 알루미늄과 A-12 알루미늄이 더 큰 접촉면적을 갖게 되므로 35 v/o Al보다 입자들의 성장이 용이하고 더 큰 밀도를 가질 수 있게 된 것으로 보인다. Fig. 10-a와 b는 1480°C에서 시편의 표면층과



Fig. 11. SEM photographs of fracture surface at different temperature (a) alumina powder and (b) sintered body (1615°C) for 0 v/o Al specimen, and (c) mixed powder, and (d) sintered body (1615°C) for 35 v/o Al¹⁸ specimen

중심부를 각각 보여준 것이다. 이 사진들은 시편의 표면에서부터 산화가 시작된 것을 다시 보여주고 있으며, 중심부는 저온에서 4시간 반 동안 산화를 시켰음에도 불구하고 산화가 다 되지 않았음을 보여주고 있다. Fig. 10-a에서는 1480°C에서 시편표면층의 사진을 보여주고 있는데 산화된 매우 작은 입자들이 입성장하여서 더 큰 입자로 변하고 또 이 입자들이 A-12 알루미나와 같이 입성장하여서 결합되어 있는 모습을 Fig. 10-b에서 볼 수

있었다. Fig. 10-c는 이 입자들이 입성장을 계속하여서 더 큰 입자로 바뀌었고 또 A-12 알루미나와 결합되어 있는 모습을 볼 수 있었다. Fig. 10-d는 이 입성장이 충분히 일어나서 입자가 큰 A-12 알루미나와 구별이 어려울 정도임을 보여주고 있다.

Fig. 11-a와 c는 순수한 A-12 Al₂O₃의 분말을 1620°C에서 소결한 시편의 파단면 SEM 사진이다. Fig. 11-b와 d는 35 v/o Al 시편의 SEM 사진이다. 소결된 시편중에서

Table 1. Specimen which were Used in this Work were Represented by Following Symbols

Composition	Forming pressure (Isostatically pressed)	Symbols
100% Al ₂ O ₃	20,000 psi	0 v/o Al
75 v/o Al ₂ O ₃ + 25 v/o Al	20,000 psi	25 v/o Al
65 v/o Al ₂ O ₃ + 35 v/o Al	20,000 psi	35 v/o Al
65 v/o Al ₂ O ₃ + 35 v/o Al	30,000 psi	35 v/o Al*
55 v/o Al ₂ O ₃ + 45 v/o Al	20,000 psi	45 v/o Al

Al이 함유되지 않은 0 v/o Al 시편의 입경(Fig. 11-c)이 Al이 함유된 35 v/o Al 시편의 입경(Fig. 11-d)보다 큰 것을 볼 때, 이전에도⁶⁾ 보고된 바와 같이 Al의 첨가가 Al₂O₃의 입성장을 억제한 것으로 추측된다.

본 실험에 쓰인 A-12 알루미늄은 작은 알루미늄으로 이루어진 응집체이기 때문에 이 알루미늄과 Al 분말을 균일하게 혼합하는 것이 어려웠으며 이로 인한 특이한 입도 분포도와 미세구조를 가졌고 또 A-12 알루미늄은 소결용 알루미늄이 아니므로 소결성이 안 좋았기 때문에, 소결 후에도 큰 기공이 남았으며 또 밀도도 그리 높지 않았다.

Table 2는 통상적인 로내에서의 산화소결시킨 시편들의 겉보기 밀도와 두께변화 측정치⁶⁾와 마이크로파로 산화소결시킨 시편들의 측정치를 비교한 것이다. 여기서 보는 바와같이 두 측정치의 값은 거의 비슷하였으나 마이크로파로 한 경우 두께변화값과 겉보기 밀도가 통상적인 로에서 한 경우보다 약간 낮았다. 통상적인 로를 사용한 경우⁶⁾에는 1100°C 에서 산화시켰다가 다시 냉각한 다음 다시 1650°C 에서 2시간 소결을 시켰기 때문에 전체공정이 10시간 이상 소요되었으나 마이크로파를 사용

한 경우에는 비슷한 소결결과를 얻었음에도 불구하고 전체 공정이 1시간 소요되었을 뿐이었다. 이로써 마이크로파로 Al-Al₂O₃ 성형혼합체를 산화소결시키는 방법이 매우 효율적이었음을 알 수 있었다.

4. 결 론

1. 통상적인 급속가열과 비교해 볼 때 MHH 방식은 Al 입자의 표면을 흐르는 ohmic 전류 때문에 매우 빠른 산화를 시킬 수가 있었다.

2. 25 v/o Al 시편과 35 v/o Al 시편에서 MHH 방식으로 산화소결한 경우와 통상적인 로를 사용한 경우를 비교해 볼 때 소결결과는 둘 다 비슷하나 공정시간 상으로 마이크로파로 한 경우에는 산화와 소결공정이 불과 1시간 이내에 끝났다. 따라서 이 MHH 방식이 Al-Al₂O₃ 분말성형체를 산화소결시켜 저속 다공성 알루미늄을 만드는 데 있어 매우 효율적임을 알 수 있었다.

3. 산화는 시편 표면에서 시작하여 시편 속으로 진행하였고 시편의 온도도 시편표면이 내부보다 높았으리라 추정된다. 이것은 다른 마이크로파 실험에서는 부피발열 때문에 시편내부의 온도가 시편외부의 온도보다 높는데, 이와는 다른 온도구배를 하고 있음을 의미한다.

감사의 글

본 연구는 1993년도 한국과학재단 핵심연구과제지원에 의해 이루어진 것으로 이에 감사드립니다.

REFERENCES

1. C.P. Lorenson, M.D. Ball, R. Herzig and H. Shaw, "The Microwave Heating Behaviour of Metallic-Insulator Composite Systems," *Mater. Res. Soc. Proc.* **189**, San Francisco, CA, 279-282 (1990).
2. E. Becher and J.D. Mackenzie, "Microwave Heating

Table 2. The Comparison of Sintering Results between this Work and Previous Work⁶⁾

	Specimen	Temp	Time	Weight gain (%)	Thickness change (%)	Bulk density (g/cc)
This work	35 v/o Al	1620°C	0 hour	13.5%	-5%	2.75
	35 v/o Al	1650°C	0 hour	20%	-4.5%	2.88
	35 v/o Al*	1615°C	0 hour	20%	+1%	2.78
Previous work ⁶⁾	20 v/o Al	1650°C	2 hour	10.9%	-6.5%	2.9
	50 v/o Al	1650°C	2 hour	30.8%	-2.7%	3.2

- of Cermets," *Ceram. Trans.*, **21**, 557-563 (1991).
3. Jeong H. Park and Zou S. Ahn, "Study on the Oxidation and Sintering Behaviours of Al-Al₂O₃ Powder Mixture by using Home-Style Microwave Oven," was sent to *J. Mater. Sci.*
 4. A. De, I "Microwave (Hybrid) Heating of Alumina at 2.45 GHz," *Ceram. Trans.*, **21**, 319-328 (1991).
 5. M.A. Janney, C.L. Calhoun and H.D. Kimrey, "Microwave Sintering of Zirconia-8 Mol% YTTRIA," *ibid.*, 311-318.
 6. Jeong H. Park, H.K. Lee, K.W. Chung and K.S. Youm, *J. Kor. Cer. Soc.*, **29**, 419-430 (1992).
 7. N. Claussen, T. Le and S. Wu, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **5**, 29-35 (1989)
 8. N. Claussen, S. Wu and N.A. Travitzky, *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, **11**, 806-820 (1990).