

연소합성법에 의한 $\text{MoSi}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ 복합재료의 특성에 미치는 Mo/MoO_3 몰비의 영향

장윤식 · 이윤복 · 김용백 · 김인술* · 박홍채 · 오기동

부산대학교 무기재료공학과

*포항산업과학연구원

(1996년 7월 27일 접수)

Influences of the Molar Ratio of Mo/MoO_3 on Characteristics of $\text{MoSi}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ Composites by SHS Methods

Y. S. Jang, Y. B. Lee, Y. B. Kim, I. S. Kim*, H. C. Park and K. D. Oh

Dept. of Inorg. Mater. Eng., Pusan Nat. Univ.

*Research Institute of Industrial Sci. and Tech., POSCO

(Received July 27, 1996)

요 약

MoO_3 , Mo, Si, Al를 출발물질로 하여 SHS법으로 $\text{MoSi}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ 복합체를 제조하였다. 10, 20, 30, 40 wt% Al_2O_3 함유한 MoSi_2 합성물에서 연소합성이 가능한 MoO_3 에 대한 Mo의 몰비는 각각 6~9.5, 2~8, 1~5, 1~3이었고, 용융상 및 슬라그상의 분리가 적은 합성물의 몰비는 각각 9.5, 8, 5, 3이었다. 각 합성물에서 MoO_3 에 대한 Mo 몰비가 증가할수록 결정입자가 미세화하였다. XRD분석결과, 모든 합성물에서 MoSi_2 및 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 만 동정되었고, 20 wt% Al_2O_3 를 함유한 MoSi_2 합성물의 경우, MoSi_2 입내에는 Al성분이 3.4 wt%, Al_2O_3 입내에는 Si 및 Mo 성분이 각각 30.7 wt%, 7.7 wt%로 존재하였다. 10, 20, 30, 40 wt% Al_2O_3 를 함유한 MoSi_2 의 상대소결밀도는 각각 82.7, 86.5, 85.2, 81.9%이었다. Al_2O_3 함유량이 증가함에 따라 MoSi_2 소결체의 강도는 증가하였고, 20 wt% Al_2O_3 를 함유한 소결체의 파괴강도는 195 MPa이었다.

ABSTRACT

$\text{MoSi}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ composites were prepared by thermal explosion mode of self-propagating high temperature synthesis (SHS), using element powders of MoO_3 , Mo, Si and Al. The combustion products of MoSi_2 which have 10, 20, 30 and 40 wt% Al_2O_3 showed the molten state in the range of Mo to MoO_3 6 : 1~9.5 : 1, 2 : 1~8 : 1, 1 : 1~5 : 1 and 1 : 1~3 : 1 (molar ratio), respectively. The combustion products which made least separation the molten phase from the slag phase were in $\text{Mo}/\text{MoO}_3=9.5 : 1, 8 : 1, 5 : 1$ and $3 : 1$ (molar ratio), respectively. Particles size of MoSi_2 and Al_2O_3 in the combustion product were decreased as the molar ratio of Mo to MoO_3 increase. By XRD analysis, only MoSi_2 and $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ peaks were identified in the combustion products. In case of MoSi_2 containing 20 wt% Al_2O_3 , 5.1 wt% Al existed into MoSi_2 grains, and 30.7 wt% Si and 7.7 wt% Mo existed into Al_2O_3 grains. The relative density of MoSi_2 containing 10, 20, 30 and 40 wt% Al_2O_3 were 82.7, 86.5, 85.2 and 81.9%, respectively. The fracture strength of $\text{MoSi}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ composites increased with increasing Al_2O_3 , and that of $\text{MoSi}_2\text{-20 wt% Al}_2\text{O}_3$ composite was 195 MPa.

Key words: $\text{MoSi}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ composites, Thermal explosion mode of SHS, The molar ratio of Mo to MoO_3

1. 서 론

MoSi_2 는 규화물로서 열전도도가 높고, Al_2O_3 와 유사한 낮은 열팽창계수를 가지며 용점(2050°C)이 높을 뿐만 아니라 내산화저항성이 우수하므로 전기저항발열체로서

실용화되고 있으며 가스터빈, 노즐 등의 구조내열재료로도 그 응용이 기대된다¹⁾. 그러나, MoSi_2 소결체는 실온에서 높은 취성으로 인하여 기계적 가공이 어렵고, 또한 1000°C 이상의 고온에서는 소성변형으로 인하여 파괴강도가 떨어지며 특히, 열충격에 매우 약하다는 단

점이 있다. 이러한 단점을 개선하기 위하여 MoSi_2 를 지지(matrix)로 하고 SiO_2 , Al_2O_3 및 SiC 등을 섬유상, 휘스커 및 입자형태로 분산시킨 폴리브덴계 복합체를 제조하므로써 내산화성 및 고온강도를 증진시키기 위한 많은 연구²⁻⁶⁾가 행하여지고 있다.

규화물의 종래 합성법은 금속분말의 고상반응, 용해법, 금속산화물의 환원, 기상반응법 등이 있다^{7,8)}. 그 중에서도 고온로를 이용한 Mo와 Si의 직접반응에 의한 고순도 MoSi_2 합성이 비교적 효과적인 것으로 알려져 있다. 그러나 이의 경우 합성량이 적어 대량 생산이 요구되는 부분에서는 활용이 곤란하다.

최근, 고융점무기화합물을 합성하는 자체전파연소합성 공정(self-propagation combustion synthesis, SHS)법이 제안되어 탄화물, 질화물, 규화물 등과 같은 비산화물, 금속간 화합물 및 세라믹 복합체의 제조에 관한 연구가 활발히 진행되고 있다. 이것은 자체전파 및 발열반응으로 높은온도의 외부 가열을 필요로 하지 않고 단시간에 원하는 물질을 합성할 수 있는 매우 경제적인 방법으로, 불순물의 휘발로 인한 고순도의 분체합성이 가능하고 결정성장이 억제되어 초미립 분체를 합성할 수 있다는 특징이 있다⁹⁾.

SHS 공정은 연소의 관점에서 자체전파연소모드(SHS mode of combustion) 및 열폭발법(thermal explosion mode of SHS)으로 구분한다. 일반적으로 규화물은 단열온도가 낮고 반응열이 작아서 연소반응을 자발적으로 진행시키기 어려운 것으로 알려져 있다¹⁰⁾. 따라서 이러한 공정을 개선하기 위하여 반응물을 200~600°C 온도범위로 예열하여 단열온도를 반응물 및 생성물의 융점 이상으로 제어함으로써 용융에 의한 고밀도, 고순도 세라믹스의 제조가 용이하다. Merzhanov¹¹⁾ 등은 NiAl 및 TiC를 예열(preheating)시킴으로써 용융상태를 얻는데 성공하였다.

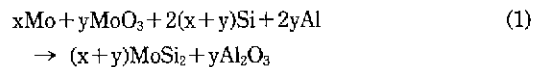
본 연구에서는 MoO_3 , Mo, Si, Al를 출발물질로 사용하여 MoSi_2 기지에 Al_2O_3 가 함유된 복합체를 열폭발법(SHS)으로 합성하고, MoO_3 에 대한 Mo 몰비가 화학양론적인 조성을 갖는 합성물의 특성에 미치는 영향을 조사하였다. 또한, 최적의 물성을 갖는 합성물을 분위기 가압소결시켜 복합소결체를 제조한 후, 그 소결체의 밀도와 파괴강도를 고찰하였다.

2. 실험방법

출발물질로는 금속 Mo 분말(일본 고순도화학사, 99.9%, 평균입경 0.7 μm), MoO_3 분말(일본 Junsei사, 평균입경

3.5 μm), 금속 Si 분말(Junsei사, 평균입경 6 μm) 및 환원제로는 환원력이 클 뿐만 아니라 산화반응열이 큰 금속 Al 분말(고순도 화학연구소, 99.9%, 평균입경 7 μm)을 사용하였다.

$\text{MoSi}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ 합성을 위한 반응물의 조합은 Al_2O_3 함량이 무게비로 10, 20, 30, 40 wt%가 되도록 평량하고, MoO_3 에 대한 Mo의 몰비를 1~9.5 범위로 하고, Si와 Al 분말은 아래의 총괄 반응식(1)을 근거로 하여, 화학양론적인 조성을 취하였다. 한편, Al_2O_3 함량이 부족한 경우 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 분말(ASM-9, 평균입경 0.7 μm)로 보충하였다.



각각의 반응물을 균일하게 혼합하기 위하여 분산매로 아세톤을 사용하여 충분히 혼합, 건조한 후 마노유발을 이용하여 분쇄하고 140 mesh 분급망을 통과시켜 과립화하였다. 250 kg/cm²로 일축가압성형하여 20×14 mmφ 크기의 압분체를 만든 후, 이를 흑연도가니에 넣고 Varrma¹²⁾ 등이 제안한 합성장치를 보완하여 제작한 연소 합성장치를 이용하여 열폭발법에 의한 $\text{MoSi}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ 합성을 시도하였다. 반응기를 우선 진공처리한 후, Ar 가스를 1.2기압이 되게끔 주입시키고 15°C/min로 승온하여 점화온도인 700~750°C 온도범위로 예열한 다음 연소반응을 유도하였다. 예열시 반응기 내부온도를 Pt-Pt13%Rh 열전대를 사용하여 측정하였다.

열폭발법으로 합성한 $\text{MoSi}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ 를 진동밀을 사용하여 1차 분쇄한 다음, 아세톤과 Al_2O_3 ball을 사용하여 24시간동안 다시 ball milling, 건조한 후, 300 mesh 분급망을 통과시켰다. 시편의 성형은 1000 kg/cm²로 일축가압한 후, 3000 kg/cm²로 정수압 성형을 하였다. 이때 시편은 15×15×60 mm의 크기로 하였다. 소성은 분위기 가압소결로(FPW100/150-2200-100-LA, KCE Special Furnace Co., Ltd., Roedenthal Germany)를 이용하여 1 bar-Ar 분위기 중에서 5°C/min으로 승온하여 1750°C에서 30분 유지시킨 후 실온까지 냉각하였다.

합성물과 소결체의 결정상은 X-선 회절분석기(D/max-IIA, Rigaku)를 이용하여 Ni-filtered CuK target, 40 Kv-20 mA, scan speed 8°C/min, cps 1000의 조건으로 분석하였다. 합성물과 소결체의 밀도는 KSL-3114에 준하여 측정하였으며, 파괴강도는 다이아몬드 절삭기(MX-833, Maruto)를 이용하여 4×4×50 mm 크기로 절단하고 0.5 μm Al_2O_3 분말로 표면을 연마한 후, Instron 장치(Model-6025)를 이용하여 cross head speed 0.5 mm/min의

조건으로 4점법으로 측정하였다. 시편표면의 미세구조와 파괴시 파단면을 EDS(Roran Series-III)가 부착된 주사형 전자현미경(JSM-5400)을 사용하여 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 합성물의 특성

3.1.1. 열역학적 고찰

모든 생성 엔탈피가 생성물의 온도상승에 사용되었다는 가정하에서, 연소시 최고에 달하는 반응온도, 즉 이론단열온도(T_{ad})는 아래의 식의 관계에 의해서 구할 수 있다^{13,14}.

$$-\Delta H_{T_0} = \int_{T_0}^{T_{ad}} C_{p(s)} dT \quad (T_{ad} < T_m) \quad (2)$$

$$-\Delta H_{T_0} = \int_{T_0}^{T_{ad}} C_{p(s)} dT + v\Delta H_m \quad (T_{ad} = T_m) \quad (3)$$

$$-\Delta H_{T_0} = \int_{T_0}^{T_m} C_{p(s)} dT + v\Delta H_m + \int_{T_m}^{T_{ad}} C_{p(l)} dT \quad (T_{ad} > T_m) \quad (4)$$

여기서, $C_{p(s)}$ 는 고상 생성물의 정압열용량, T_m 은 융점, ΔH_m 은 용융열, v 는 용융한 비율, $C_{p(l)}$ 은 액체상태의 정압열용량이다. 이 관계들은 각 온도에서 Mo , MoO_3 , Al 및 Si 반응물들과 MoSi_2 와 Al_2O_3 생성물들의 엔탈피를 도식화하여 구하였다.

Fig. 1은 점화가 일어나기 전의 온도 300~1100K 온도범위로 예열시 10, 20, 30, 40 wt% Al_2O_3 를 함유한 MoSi_2 생성물에 대한 이론단열온도를 산출한 것이다. 각

반응생성물에 따라 다소 차이가 있지만 예열온도가 상승함에 따라 이론단열온도는 상승하였다. 450~550K에서 MoSi_2 및 Al_2O_3 는 용융이 일어나기 시작하고, 850~1050K 이상의 온도에서는 이론단열온도는 생성물의 융점 이상으로 증가함을 알 수 있다. 따라서 각 반응생성물을 용융상으로 존재하기 위해서 외부에서 보충해야 할 예열온도 450~1050K 범위이다. 그러나 실제 단열계에서는 외부의 열방출로 인하여 연소반응이 진행되지 않는 경우가 많으므로 이러한 반응조건은 실제와는 상당한 차이를 보일 것으로 예상된다.

3.1.2. 합성물의 형상

Fig. 2는 10, 20, 30, 40 wt% Al_2O_3 를 함유한 MoSi_2 합성물의 형상을 MoO_3 에 대한 Mo 의 몰비에 따라 나타낸 사진이다. 연소합성에 의해서 얻어진 합성물은 반응전보다 수축된 피상의 덩어리로, 용융상과 슬래그상이 구분되는 형태로 존재하였다. 반응후 전 조성 영역에서 얻어진 생성물을 관찰하여 용융상과 슬래그상의 분리를 반정량적으로 Table 1에 나타내었다. 10, 20, 30, 40 wt% Al_2O_3 를 함유한 MoSi_2 합성물에 대해서 연소합성이 가능한 MoO_3 에 대한 Mo 의 몰비는 각각 6~9.5, 2~8, 1~5, 1~3이었다. 그 중에서도 MoO_3 에 대한 Mo 의 몰비는 각각 9.5, 8, 5, 3인 경우가 다른 조성영역에 비하여 용융상과 슬래그상의 분리가 적었다.

연소합성의 반응온도는 2000°C 이상의 고온이 될 때가 많아서 출발물질이 중간생성물을 거쳐서 최종생성물이 되는 과정에서 일반적으로 용융상이 수반된다. 연소합성과정에서 MoO_3 가 Al 의 환원에 의하여 MoSi_2 화합물을

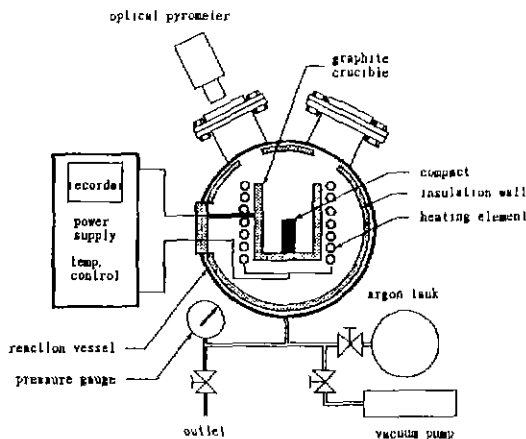


Fig. 1. Schematic diagram of experimental SHS furnace.

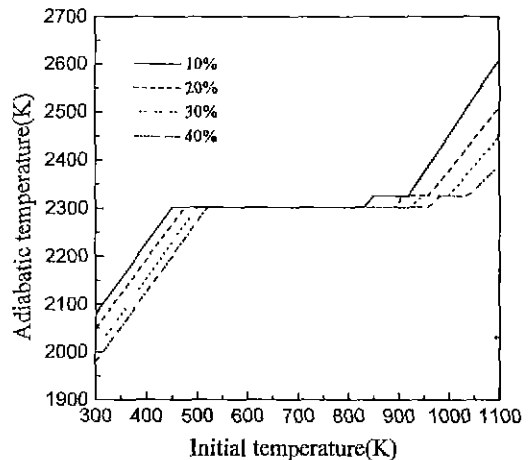


Fig. 2. Calculated variation in adiabatic temperature with initial reactant temperature for the combustion product.

Table 1. The Degree of Phase Separation of the Combustion Products.

Mo : MoO ₃	MoSi ₂	MoSi ₂	MoSi ₂	MoSi ₂
	-10% Al ₂ O ₃	-20% Al ₂ O ₃	-30% Al ₂ O ₃	-40% Al ₂ O ₃
1 : 1	—	—	●	▲
2 : 1	—	●	■	▲
3 : 1	—	●	■	▲
4 : 1	—	■	▲	×
5 : 1	—	■	▲	×
6 : 1	■	▲	×	×
7 : 1	■	▲	×	×
8 : 1	■	▲	×	×
9 : 1	▲	×	×	×
9.5 : 1	▲	×	×	×
10 : 1	×	×	×	×

—: the region in which batching is impossible, ●: complete phase separation, ■: phase separation in many parts, ▲: phase separation in a few parts, ×: no reaction

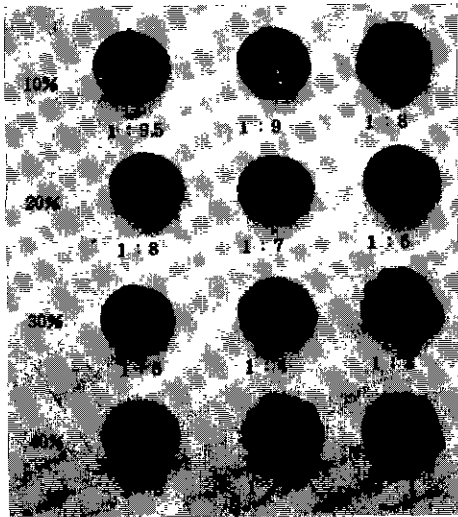


Fig. 3. Photograph of the combustion products by SHS.

생성하고 동시에 Al의 산화로 인하여 발생한 다량의 반응열이 높은 단열온도에 기여하여 Al₂O₃를 포함하는 복합상이 되거나 비중차에 의해서 두 상으로 분리되었다. 또한 합성물에서 외형상의 조직이 차이를 나타내는 것은 출발물질의 혼합조성비에 따라 발생하는 열량의 차이가 단열온도 및 연소속도에 영향을 미치기 때문으로 생각

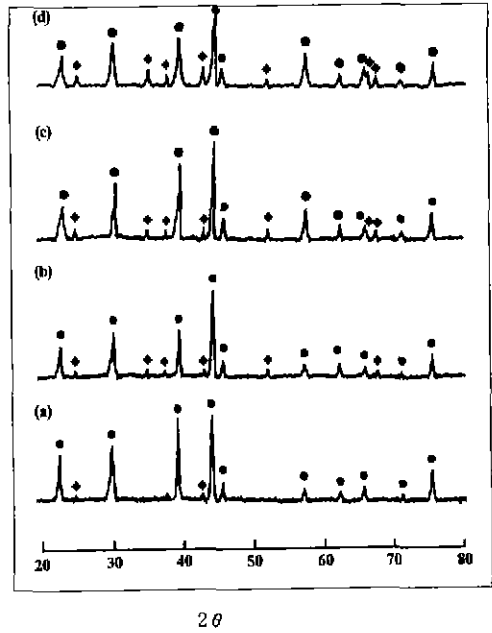


Fig. 4. XRD patterns of the combustion products (●-MoSi₂, ◆-Al₂O₃).
(a) MoSi₂-10 wt% Al₂O₃ (b) MoSi₂-20 wt% Al₂O₃
(c) MoSi₂-30 wt% Al₂O₃ (d) MoSi₂-40 wt% Al₂O₃

된다.

3.1.3. 합성물의 결정상 및 미세구조

Fig. 3은 10, 20, 30, 40wt% Al₂O₃를 함유한 MoSi₂에 대하여 MoO₃에 대한 Mo의 몰비가 각각 9.5, 8, 5, 3인 합성물의 절단면에 대한 X-선회절 분석결과이다. 모든 합성물에서 MoSi₂와 α-Al₂O₃ 회절피크만이 관찰되었고, 예상할 수 있는 다른 중간상¹⁴⁾ Mo₅Si₃와 Mo₃Si, 미반응 상태의 원소 Mo, Si, Al 등은 확인되지 않았다. 연소합성시 화합물을 생성하는 기구는 반응확산기구 및 화합물 용해기구가 제안되어 있다¹⁵⁾. 반응확산기구는 두 개의 반응원소가 접촉계면에서 화합물을 형성하고, 이 화합물 층을 통하여 확산이 발생하여 반응이 지속되는 것이다. 대부분의 연소합성은 1분 이내에 반응이 종결되기 때문에 확산과정에 의한 반응이 일어나기에 충분한 시간을 갖지 못한다. 따라서 고온의 평형상태에서 급속냉각시 중간상 또는 미반응 상태의 원소는 합성물내에서 존재할 수 있다. 만약 Mo 및 Si계에서 반응이 완결되지 않았다면 Mo₅Si₃와 Mo₃Si 및 미반응 상태의 원소 Mo, Si, Al 등이 검출되어야 할 것으로 예상된다. 그러나 XRD 분석결과 MoSi₂ 및 α-Al₂O₃ 만이 동정되었으므로 부터 MoSi₂ 및 α-Al₂O₃의 생성과정이 반응확산메카니즘 이외의 메카니

증에 의해서 이루어짐을 추정할 수 있다.

Fig. 4는 합성물의 절단면을 연마한 표면에 대한 SEM 사진이다. 어둡게 보이는 입자는 Al₂O₃이고 밝게 보이는 입자가 MoSi₂이다. 크고 작은 MoSi₂와 Al₂O₃ 입자 및 겹겹이 보이는 기공들이 불균일하게 분포하였다. 또한, 10 wt% Al₂O₃를 함유한 합성물은 Al₂O₃ 함유량이 많은 합성물에 비하여 MoSi₂와 Al₂O₃ 결정입자크기가 감소하는 경향을 나타내었다. 앞에서 언급하였듯이 연소합성 과정시 MoSi₂와 α-Al₂O₃ 생성물은 MoO₃가 Al의 환원에 의하여 MoSi₂ 화합물을 생성함과 동시에 Al의 산화로 인하여 Al₂O₃를 포함하는 복합상이 된다. 만약 MoSi₂와 α-Al₂O₃ 입자가 용해-석출기구에 의해서 생성된다고 가정하면 용융 Si/고상 Mo의 계면에서 MoSi₂가 생성되기 보다는 우선 Mo이 액상 Si에 용해되어, 액상 Si는 Mo에 의해서 과포화되고 적절한 조건이 만족되면 MoSi₂ 입자가 석출할 것이다. 이러한 석출과정과 입자의 성장은 액상이 완전히 소모될 때까지 계속된다. MoSi₂ 입자는 부분적인 용융으로 인하여 조대화 할 수 있다. 따라서 입자성장은 액상량과 과냉각의 정도에 의해서 억제될 수 있다 하겠다. 여기서 과냉각도는 MoSi₂와 α-Al₂O₃의 용융온도 및 단열온도와의 차이를 의미하는 것이다. 화학양론적조성을 갖는 반응계에서 MoO₃에 대한 Mo 몰비의 증가는 단열온도 및 결정성장속도에 영향을 주어 결정 입자의 미세화에 기여한 것으로 생각된다.

Table 2는 MoSi₂-20wt%Al₂O₃ 합성물에서 MoSi₂와 Al₂O₃ 결정입자내부에 대한 EDS 분석결과이다. MoSi₂

Table 2. Content of Al, Si, Mo in MoSi₂ and Al₂O₃ Grains Measured with EDS.

observed grain		content (%)		
		Al	Si	Mo
MoSi ₂	1	8.7	60.7	30.6
	2	8.7	59.4	31.9
	3	3.9	61.9	34.2
	4	0.0	63.9	36.1
	5	4.0	68.9	27.2
	average	5.1	62.9	32.0
Al ₂ O ₃	1	52.7	30.6	16.7
	2	65.5	31.2	3.7
	3	74.5	24.9	0.6
	4	61.6	30.7	7.7
	5	53.5	36.0	10.5
	average	61.0	30.7	7.7

및 Al₂O₃에 대하여 각 5개의 결정립을 선택하여 측정된 결과, MoSi₂ 입내에는 Al 성분이 5.1 wt%, Al₂O₃ 입내에는 Si 및 Mo 성분이 각각 30.7 wt%, 7.7 wt%로 존재하였다. Fig. 3의 X-선회절분석결과로 미루어 보아, 이의 경우 각 구성원소들의 상호확산에 의한 고용의 가능성 보다는 용융물이 평형상태에서 급속냉각시 속박효과가 발생하여 MoSi₂ 입자내에 α-Al₂O₃가, α-Al₂O₃에 MoSi₂ 입자가 존재하는 것으로 추정된다.

3.2. 소결체의 특성

3.2.1. 소결체의 밀도

Fig. 5는 10, 20, 30, 40 wt% Al₂O₃를 함유한 MoSi₂에 대하여 MoO₃에 대한 Mo의 몰비가 각각 9.5, 8, 5, 3인 합성물을 분쇄, 성형한 후, 1750°C, 30분간 Ar 분위기 가압소결한 MoSi₂-Al₂O₃ 소결체에 대한 상대밀도이다. 상대밀도는 MoSi₂와 α-Al₂O₃의 이론밀도값 6.24 g/cm³, 3.96 g/cm³을 기준으로 하여 각각의 부피밀도에 대한 상대치의 백분율(%)로 구하였다. 10, 20, 30, 40 wt% Al₂O₃를 함유한 MoSi₂ 소결밀도는 각각 82.7, 86.5, 85.2, 81.9%였다. 이것은 앞에 보고된 Al₂O₃를 함유하지 않은 MoSi₂ 소결밀도(87.3%)에 비하여 다소 낮은 값이었다.

3.2.2. 소결체의 강도 및 미세구조

Al₂O₃ 함유량에 따른 MoSi₂ 소결체의 강도를 Fig. 6에 나타내었다. Al₂O₃를 함유량이 증가함에 따라 MoSi₂ 소결체의 강도는 98.5 MPa에서 180~200 MPa로 증가하였다. 이것은 Al₂O₃를 함유하지 않은 MoSi₂ 소결체의 강도 (82 MPa)값¹⁶⁾에 비하여 현저히 증가한 값이다. 세라믹스는 제조공정상에서 불순물입자가 함유물로서 도입될 때 기지와 열팽창계수 및 탄성율의 차이로 인하여 균열이 발생되거나, 응력집중현상이 생겨서 파괴의 근원이 된다. 역으로, 입자를 분산시킴으로써 기지와 상호작용을 이용하여 재료를 강화시키는 경우가 있다¹⁷⁾. Huffadine¹⁸⁾에 의하면 MoSi₂를 기지로 하여 Al₂O₃를 함유한 복합체에서 강도의 증가는 두 상들 간의 열팽창계수가 유사하므로 순수한 기계적 결합뿐만 아니라 화학적 결합에 의해서 발현된다고 한다. 화학적 결합이 일어나는 이유에 대하여 명확하게 제시된 바는 없지만, 소결시 MoSi₂ 입자표면이 산화되어 생성된 MoO₃가 Al₂O₃와 반응하여 생성된 Al₂(MoO₄)₃가 결합제 역할한다고 한다¹⁹⁾. 이에 반하여 본 실험에서의 분위기 가압소결한 경우는 MoSi₂ 입자표면에 흑연몰드 사용에 따른 탄소분위기의 영향으로 인하여 생성된 SiC 박막층에서의 고용체가 두 상들 간의 결합력을 발전시키는 것으로 하는 예상된다. 추후, 이러한 부분에 대해서는 보다 정밀한 분석을 통하여

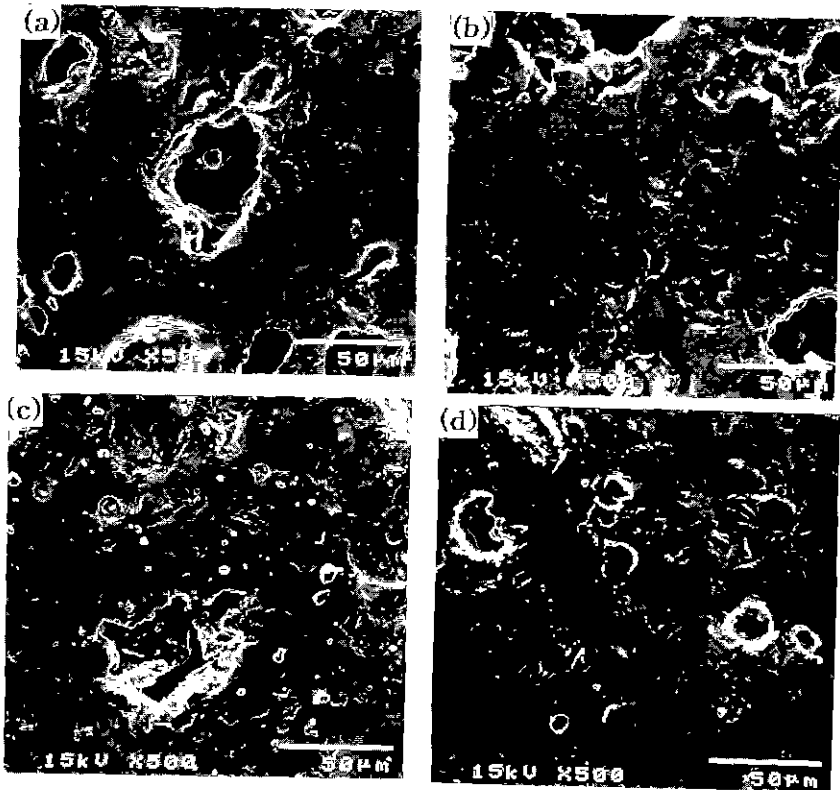


Fig. 5. SEM micrographs of the combustion products.
 (a) MoSi₂-10 wt% Al₂O₃, (b) MoSi₂-20 wt% Al₂O₃, (c) MoSi₂-30 wt% Al₂O₃, (d) MoSi₂-40 wt% Al₂O₃

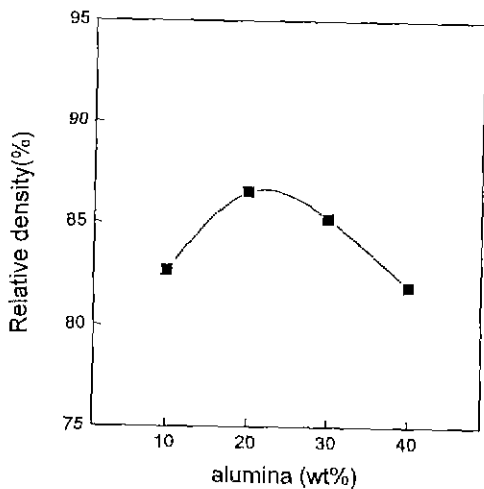


Fig. 6. Relative density of MoSi₂-based specimens containing various amounts of Al₂O₃.

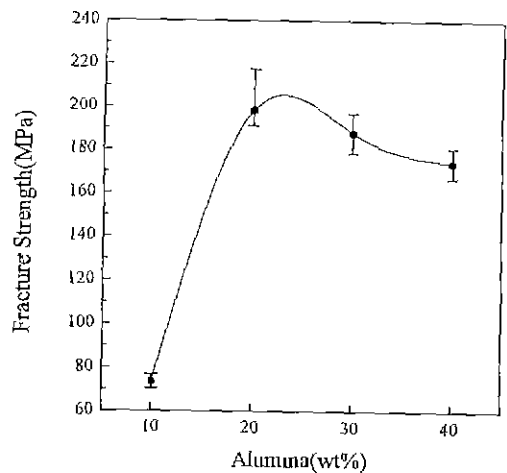


Fig. 7. Fracture Strength of MoSi₂-based specimens containing various amounts of Al₂O₃.

점토가 되어야 할 것으로 생각된다.

Fig. 7은 소결체의 파단변을 Al₂O₃ 함유량에 따라 나

타낸 SEM 사진이다. 파괴는 입계와 입내파괴 형태로서 일어났으며 10wt%Al₂O₃를 함유한 MoSi₂에 비하여 20,

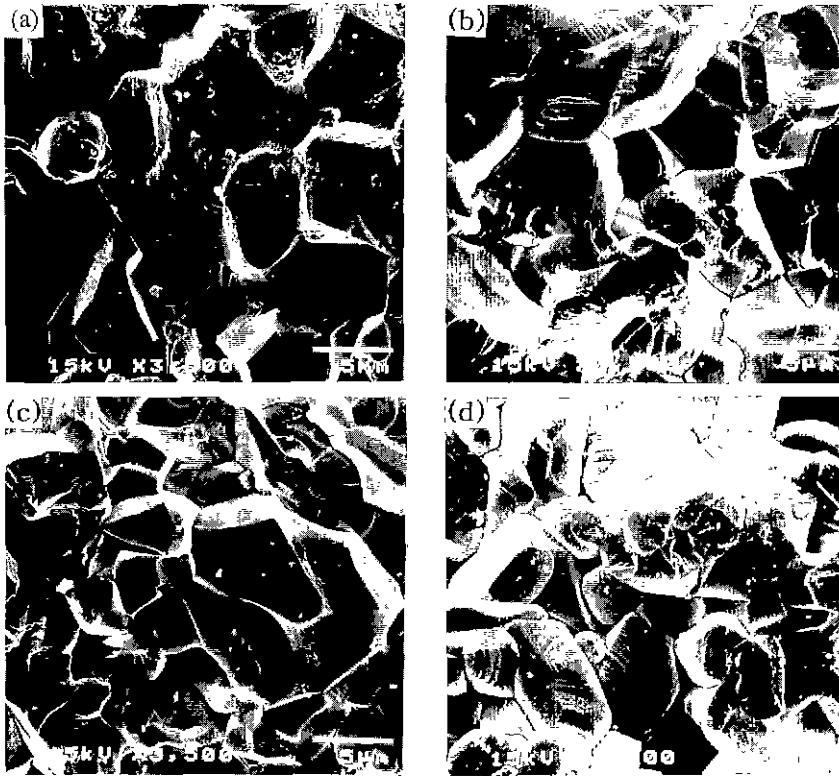


Fig. 8. SEM micrographs on the fracture surface of MoSi_2 -based specimens containing various amount of Al_2O_3 , (a) MoSi_2 -10 wt% Al_2O_3 , (b) MoSi_2 -20 wt% Al_2O_3 , (c) MoSi_2 -30 wt% Al_2O_3 , (d) MoSi_2 -40 wt% Al_2O_3

30, 40 wt% Al_2O_3 함유한 것이 강한 입체간 결합력으로 인하여 입체과피의 형태보다 입내과피가 우세하였다.

4. 결 론

MoO_3 에 대한 Mo 몰비에 따른 화학양론적인 조성비를 갖는 $\text{MoSi}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ 복합체를 열폭발법(SHS)으로 제조하고, 최적의 함성물 및 그 소결체의 특성을 검토하였다.

1. 10, 20, 30, 40 wt% Al_2O_3 함유한 MoSi_2 함성물에서 연소합성이 가능한 MoO_3 에 대한 Mo 의 몰비는 각각 6~9.5, 2~8, 1~5, 1~3이었다.

2. 다른 조성영역에 비하여 용융상과 슬라그상의 분리가 적은 함성물의 경우 MoO_3 에 대한 Mo 의 몰비는 각각 9.5, 8, 5, 3로서, MoO_3 에 대한 Mo 몰비가 증가할수록 결정입자의 미세화에 기여하였다.

3. 모든 함성물에서 MoSi_2 와 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 이외에 다른 중간상과 미반응원소는 확인되지 않았고, 20 wt% Al_2O_3 를 함유한 함성물의 경우 MoSi_2 입내에는 Al 성분이 5.1 wt%, Al_2O_3 입내에는 Si 및 Mo 성분이 각각 30.7 wt%,

7.7 wt%로 존재하였다.

4. 10, 20, 30, 40 wt% Al_2O_3 를 함유한 MoSi_2 소결체의 상대밀도는 각각 82.7, 86.5, 85.2, 81.9%이었다. Al_2O_3 함유량이 증가함에 따라 MoSi_2 의 소결체의 강도는 증가하여 20 wt% Al_2O_3 를 함유한 소결체의 경우 강도는 195 MPa였다.

감사의 글

본 연구는 95년 한국과학재단 핵심전문연구비(951-0802-014-1)의 지원에 의해 수행된 것으로, 이에 감사드립니다.

REFERENCES

1. V. Bizzari, B. Linde, and N. Lindskog, "Molybdenum Disilicide Heating Element," *Ceram. Bull.*, **68**(10), 1843-1835 (1989).
2. A.K. Vasudevan and J.J. Petrovic, "A Comparative

- Overview of Molybdenum Disilicide Composites," *Mater. Sci. and Eng.*, **A155**, 1-17 (1992).
3. J.J. Petrovic et al., R.K. Wade, and K.J. McCellan, "ZrO₂ and ZrO₂-SiC particle reinforced MoSi₂ matrix composites," *Mater. Sci. and Eng.*, **A155**, 259-266 (1992).
 4. J. Subrahmanyam, and R.M. Rao, "Combustion Synthesis of MoSi₂-SiC Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **78**(2), 487-490 (1995).
 5. L. Xio, and R. Abbaschian, "Interfacial modification in Nb/MoSi₂ composites and its effects on fracture toughness," *Mater. Sci. and Eng.*, **A155**, 135-145 (1992).
 6. A.C. Siliva, and M.J. Kaufman, "Application of in situ reactions to MoSi₂-based materials," *Mater. Sci. and Eng.*, **A195**, 75-78 (1995).
 7. Y.L. Jeng, and E.J. Lavernia, "Processing of Molybdenum Disilicide," *J. Mater. Sci.*, **29**, 2557-2571 (1994).
 8. 박홍채, "규화물 세라믹스의 이용현황과 개발전망," *월간세라믹스*, **4**, 77-80 (1992).
 9. O. Odawara, "Combustion Synthesis of Metal Borides," *Ceramics*, **24**(6), 509-514 (1989).
 10. 김상훈, 박원훈, "SHS 공정에 의한 첨단세라믹의 합성," *요업재료의 과학과 기술*, **6**(1), 24-36 (1991).
 11. A.G. Merzhanov, and I.P. Borovinskaya, "A New Class of Combustion Processes," *Comb. Sci. Technol.*, **10**, 195-201 (1975).
 12. A. Varma, and J.P. Lebrat, "Combustion synthesis of advanced material," *Chem. Eng. Sci.*, **47**(9-11), 2179-2194 (1992).
 13. Z.A. Munir, "Synthesis of High Temperature Materials by Self-Propagating Combustion Methods," *Ceram. Bull.*, **67**(2), 343-349 (1988).
 14. J. Subrahmany, "Combustion synthesis of MoSi₂-Mo₅Si₃ composites," *J. Mater. Res.*, **9**(10), 2620-2626 (1994).
 15. 이희철 역, 연소합성의 화학, pp. 50-61, 반도출판사, 1993.
 16. 이승재, 장윤식, 김인술, 박홍채, 오기동, "SHS에 의한 고온발열체용 MoSi₂의 합성과 소결," *요업학회지*, **32**(9), 1085-1091 (1995).
 17. A.G. Evans, "Structural Reliability: A Processing-Dependent Phenomenon," *J. Am. Ceram. Soc.*, **65**(3), 127-137 (1982).
 18. J.B. Huffadine, "The fabrication and properties of molybdenum disilicide and molybdenum disilicide-alumina," pp. 220-236, Special Ceramics, ed. by P. Popper, Heywood and Company Ltd., 1960.
 19. 素木洋一, 세라믹스 제조 프로세스, Vol. 3, pp. 268-272, 技報堂, 1978.