

용융 Al의 치환반응에 의한 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체의 제조

정우화 · 김용진* · 배원태**

포항산업과학연구원 내화재료연구팀

*(주)창원 기술연구소

**경상대학교 무기재료공학과

(1997년 5월 6일 접수)

Fabrication of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ Composites by Replacement Reaction of Molten Metal Al

Doo-Ho Jeong, Yong-Jin Kim* and Won-Tae Bae**

Refractories Research Team, Research Institute of Industrial Sci. & Tech.(RIST)

*Institute of Technology, Changwon LTD.

**Dept. of Inorg. Mater. Eng., Kyungsang National University

(Received May 6, 1997)

요약

전용실리카 분말을 소결하여 만든 silica preform을 용융 알루미늄에 침적시킨 후 공기중에서 1000°C로 10시간 반응시켜 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체를 제조하였다. 용융 알루미늄의 치환반응이 가능한 silica preform의 기공율은 20%이 하였으며, 균질한 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체를 얻기 위한 silica preform의 소성온도는 비정질 실리카의 결정화가 억제되는 온도 범위인 1350~1400°C였다. 제조된 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체는 알루미나와 금속 알루미늄의 2상이 3차원적으로 교차된 연속상이었으며, 생성된 알루미나의 미세구조는 silica preform의 입자크기에 관계없이 일정하였다. 제조된 복합체는 preform과 크기가 거의 유사하며 선반가공이 가능하였다. 복합체는 밀도 3.30 g/cm³, 꺽임강도 350~430 MPa, 경도 300 kg/mm² 및 파괴인성 7 MPa · m^{1/2}의 물성을 나타내었다.

ABSTRACT

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composites were produced by displacement reaction method, which was carried out by immersing the sintered silica preform, which was prepared from fused silica powder, in molten aluminum. Because the molten aluminum did not penetrate into the silica preform with higher than 20% of porosity when the displacement reaction was accomplished at 1000°C for 10 hours in air atmosphere, the optimum range of sintering temperature of silica preform was from 1350°C to 1400°C. The microstructure of this $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composites showed three-dimensionally co-continuous alumina, which provides wear resistance and high stiffness, and aluminum which acts as a toughening phase. The grain size of the alumina in composites did not change with the particle size of the silica preform. The exact shape of the preform was retained and a net-shaped composite was produced. The representative $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composite prepared in this study showed 3.30 g/cm³ of bulk density, 350~430 MPa of flexural strength, 7.0 MPa · m^{1/2} of fracture toughness, and good machinability.

Key words : Melt infiltration, Aluminium, Fused silica preform, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composite

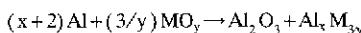
1. 서 론

세라믹스는 파괴인성이 약하다는 고유의 결점 때문에 세라믹스를 고인성화하기 위하여 ① 미세구조의 제어 ② 다른 세라믹스와의 복합화 및 ③ 금속과의 복합화 등이 행해지고 있다. 이들 중 특성이 우수한 복합체를 얻

기위해 ②, ③의 방법으로 연구^{1~3)}가 활발히 진행되고 있다. 세라믹-세라믹 복합체의 경우에는 세라믹 고유의 고온특성이 저하되지 않으나, 치밀한 소결체를 얻기 위해선 특수한 장치나 제조방법을 필요로 한다.^{4,5)} 한편 세라믹-금속 복합체의 경우에는 고온특성이 다소 저하되어 중, 저온에서 사용되며, 현재 실용화되어 있는 물질

계로서는 WC/Co 등의 초경합금을 들 수 있다. 고인성의 치밀한 세라믹-금속 복합체는 일반적으로 50-70 vol% 정도의 금속을 혼합해야 제조가 가능하며, 이렇게 제조된 복합체도 세라믹의 우수한 특성을 살리기에는 아직 미흡한 실정이다. 그런데, 최근 특수한 장치를 이용하지 않고 금속의 함유율이 25 vol%정도인 치밀한 세라믹-금속 복합체를 제조하는 기술들이 개발되고 있다. 이들은 용융금속의 화학반응을 이용하는 것으로 ① 용융금속을 산화 또는 질화시켜 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$, AlN/Al , TiN/Ti 등의 복합체를 제조하는 방법(DIMOX)^{6,8)}과 ② 용융 Al과 SiO_2 와의 치환반응에 의한 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체를 제조하는 방법^{9,10)}이다. 양자 모두 고유의 우수한 특성을 갖는데, 특히 후자의 경우 제조비용이 적게들고, 재료합성시 최종형상에 가까운 형상으로 복합체의 제조가 가능한 특징을 갖고 있기 때문에 연구가 활발히 진행되고 있다.

용융 Al과 산화물 사이의 반응은 일반적으로 다음과 같다.



여기서 MO_y 는 간단한 2성분이나 더복잡한 산화물일 수도 있고, 잔존의 금속상은 주어진 계의 상평형 관계에 의해 결정될 수 있는 여러 가지의 형태를 취한다. 용융 Al과 산화물과의 반응은 금속 알루미늄의 정현관계에서 수년동안 알려져 있으나 복합체제조를 위한 기술로서 탐구된 적은 별로 없었다.

SiO_2 -Al계에 있어서 복합체의 제조반응은 최근 Mastuo, Inabe^{9,10)} 그리고 Breslin 등¹¹⁾에 의해 보고된 적이 있는데, Mastuo와 Inabe는 900-1000°C에서 용융 Al과 비정질 실리카를 반응시켜 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체를 제조하였다. 복합체의 구성물은 알루미나 70 wt%이상에 Al 25wt%정도로 이루어지며, 물리적인 특성이 매우 향상된 것으로 보고하고 있다. 또한 Breslin 등에 의해서도 비정질 실리카와 용융 Al과의 반응에 의해 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체를 제조한 연구결과가 보고되고 있다.

상기와 같이 용융 Al의 치환반응에 의한 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체의 제조에 있어서 preform으로서 silica glass를 이용한 연구는 많으나, 비정질 실리카의 소결체를 preform으로 이용한 연구는 많지 않다. silica glass는 그 자체가 너무 고가여서 우수한 물성의 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체의 제조가 가능하더라도 경제적인 장점이 없으며, 복잡한 형상의 preform을 제조하는데도 어려움이 따른다.

따라서 본 연구에서는 전용실리카 분말을 소결하여 만든 silica preform의 특성이 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체의 특성에 어떠한 영향을 미치는지 제조된 복합체의 반응두께, 물성 및 미세구조 관찰을 통하여 고찰하였다.

2. 실험방법

2.1. 출발원료

preform제조용 silica는 일본국 SOHWA DENKO사에서 전용법으로 제조하여 시판하는 순도 99%이상, 입경 1 mm정도의 전용실리카(Fused silica)를 출발원료로 하였으며, 전용실리카 분말의 입경이 preform과 복합체의 미세구조와 물성에 어떤 영향을 미치는지 조사하기위해 전용실리카를 알루미나질 포트밀에서 지르코니아볼을 이용하여 24, 48, 64시간씩 볼밀링 하여 출발물질로 하였다(이하 볼밀링 시간에 따른 전용실리카의 분말의 소결체 및 이들로부터 제조되는 복합체를 각각 M24, M48, M64로 표기 함). 또한 전용실리카 분말로 출발하여 1250°C에서 소성을 거친 실리카질 소결체를 금속제 전동분쇄기로 30초간 쟁분쇄한 것(이하 입도 및 이것으로 부터 제조되는 복합체를 NZ로 표기 함)도 preform제조용 분말로 사용하였다.

silica preform의 치환반응에 사용된 금속알루미늄은 경제적 측면을 고려하여 알루미늄 함량 96%인 공업용 알루미늄 pellet을 사용하였다.

2.2. Silica preform의 제조

성형시 충진밀도를 향상시키기 위하여 4종의 실리카 분말(M24, M48, M62, N/Z)을 100 mesh 체를 통과시켜 과립화 하였다.

용융 알루미늄과의 반응성을 조사하기 위한 시편은 15 mmφ × 10 mm크기의 pellet 형상으로, 물성측정용 시편은 60 mm × 15 mm × 20 mm의 크기로 금속몰드를 이용해 50MPa의 압력으로 일축성형하였다. 이때 얻어진 성형체의 밀도는 이론밀도의 55-60%였다.

성형체의 소성은 전기로로 공기중에서 행하였으며, 소성온도는 실리카의 소결성 및 상전이온도를 고려하여 1250°C, 1300°C, 1350°C, 1400°C에서 각각 2시간씩 소성하여 preform을 제조하였다.

2.3. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체의 제조

2.2항에서 언급한 방법으로 제조된 silica preform 및 알루미늄 pellet을 담은 알루미나 도가니를 전기로에 장입하여 로내온도를 1000°C까지 승온시켰다. 이때 승온속도는 분당 10°C로 하였으며, 로내온도가 1000°C에 이르면 silica preform을 알루미늄 용탕속에 침적시켜 반응시켰다. 10시간 동안 반응시킨 시편을 알루미늄 용탕에서 꺼내어 로냉시킨후 각종 분석 및 측정용 시편으로 사용하였다.

2.4. 물성측정 및 미세구조관찰

사용된 분말의 입도분석은 미국 MICROSCAN사의

SEDIGRAPH를 이용하였으며, 광물상은 X-ray diffraction 법으로 분석하였다. 제조된 silica preform과 복합체의 밀도 및 겉보기 기공율은 Archimedes법으로 측정하였다. 꺾임강도는 $4 \times 3 \times 40$ mm의 크기로 절단한 시편을 #1000 SiC연마지로 표면처리한 시편을 4점 꺾임시험법으로 INSTRON을 이용하여 측정했으며, cross head speed는 0.5 mm/min의 조건으로 하였다. 파괴인성은 꺾임강도 측정시편과 같은 크기로 만든 후 시험편 인장면의 중앙부에 다이아몬드 블레이드를 사용하여 폭이 0.1 mm이며, 깊이가 1.5 mm되게 notch를 생성시켰다. 시험편의 notch를 생성시킨 면을 인장면으로 하여 INSTRON을 사용하여 cross head speed 0.5 mm/min의 조건으로 3점 꺾임시험법으로 시험하여 파괴하중을 구하였다. 도입된 notch의 길이는 공구형 현미경(Nikon Co., MEASURESCPOE 20, JAPAN)을 사용하여 측정하였으며, 다음의 식(1)과 (2)로 부터 파괴인성을 구하였다.¹²⁾

$$K_{IC} = (PS/BW^{3/2}) \{3/2(a/W)^{1/2} \cdot Y(a/W)\} \quad (1)$$

$$Y(a/W) = 1964 - 2.837(a/W) + 13.711(a/W)^2 - 23.250(a/W)^3 + 24.129(a/W)^4 \quad (2)$$

여기에서, S : span거리, P : 하중, a : notch의 깊이, B : 시험편의 두께, W : 시험편의 폭, Y(a/W) : 형상인자 또한 silica preform과 Al_2O_3 -Al 복합체에 대한 미세구조관찰은 SEM을 이용하여 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 사용원료

preform제조에 사용된 silica분말의 화학조성을 Table 1에 나타내었는데, SiO_2 의 함유량은 99% 전후였다. 각 분말의 입도분포는 Fig. 1에 나타낸 바와 같다. 불밀링 시간(M24-M64)이 길어짐에 따라 전체적으로 입자크기가 작아졌으나, 불밀링의 시간에 관계없이 분쇄되지 않은 큰 입자들이 소량 존재하였다. 반면 NZ는 금속제진동밀을 사용한 것으로 입자크기의 분포가 다소 넓은 범위에 걸쳐있다. Fig. 2는 각 분말에 대한 XRD분석 결과이다. NZ의 경우 1250°C에서 2시간 열처리를 거친 것으로 다른 원료 분말과는 달리 α -quartz의 결정상이 나

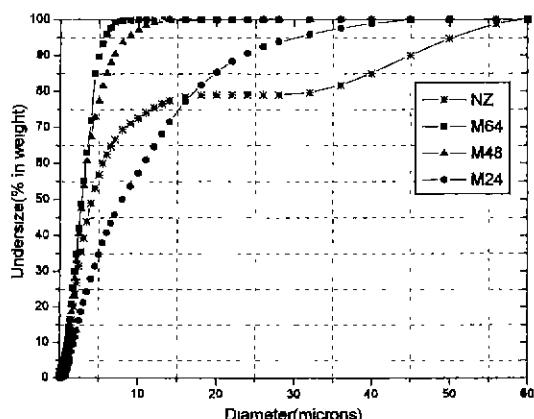


Fig. 1. Particle size distributions of fused silica powders

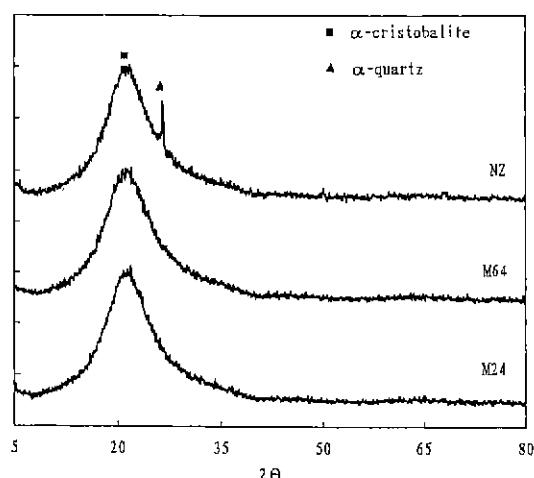


Fig. 2. X-ray diffraction patterns of fused silica powders used as raw materials.

타났으며, 그외의 분말은 모두 비정질상을 나타내었다.

Table 2에는 치환반응에 사용된 금속 알루미늄 pellet의 화학분석값을 나타내었는데, Al이 96%정도였으며, Al이외의 불순물로서 Mg와 Fe가 함유되어 있었다.

3.2. Silica preform의 특성

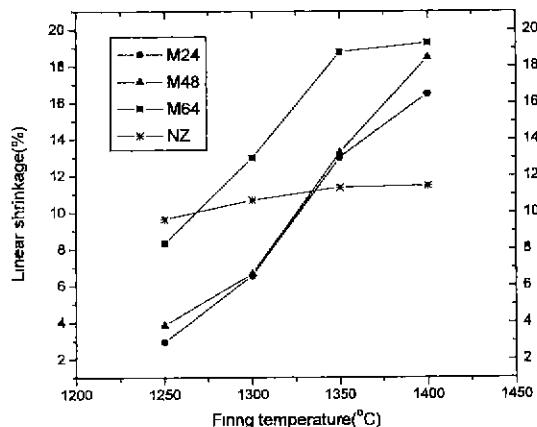
Fig. 3은 각 시편을 온도별로 소성한 후 각각에 대하여 소성수축율을 나타낸 것이다. 모두 소성온도가 높아짐에

Table 1. Chemical Compositions of Silica Powders for Preform

Chemical Composition(wt%) Materials	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	ZrO_2
Fused Silica for M series	99.890	0.052	0.006	0.009	Tr.	0.042
Fused Silica for NZ	98.430	1.370	0.083	0.069	0.027	0.019

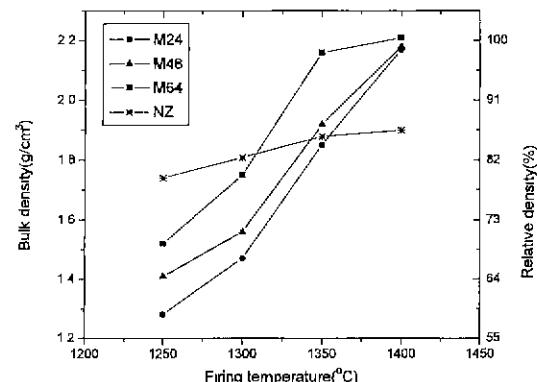
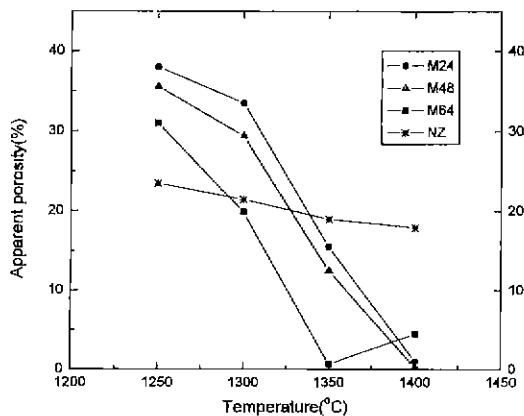
Table 2. Chemical Compositions of Metal Aluminium

Component	Al	Zn	Mn	Cu	Si	Mg	Fe
Content(wt%)	96.33	0.27	0.13	0.12	0.34	1.21	1.60

**Fig. 3.** Relationship between linear shrinkage and firing temperature of silica preforms.

따라 수축율이 증가하는 경향을 보이고 있다. 분쇄조건에 따라 소성수축율을 비교해 보면, M24와 M48의 경우 소성온도가 높아짐에 따라 수축율이 일정하게 증가하는데, M64는 낮은 온도에서부터 큰 수축율을 나타내며 1350°C까지는 수축율이 일정하게 증가하다가 그 이상의 온도에서는 거의 일정한 수축율을 나타내었다. 반면 열처리를 거친 NZ의 경우 낮은 온도범위에서는 수축율이 크나 1350°C 이상에서는 수축율이 일정하게 유지되었다.

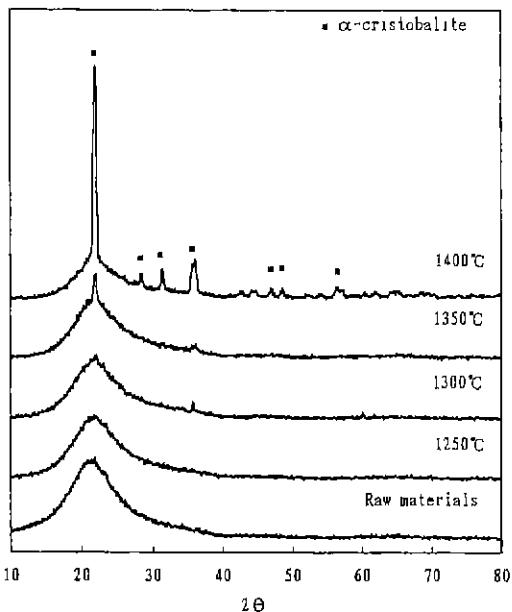
Fig. 4는 각 소결체의 밀도를 나타낸 것으로 소성수축율과 거의 유사한 경향을 나타내고 있다. 분말의 입자크기가 작은 M64의 경우 1350°C, M24와 M48은 1400°C

**Fig. 4.** Bulk density and relative density of silica preforms fired at various temperatures for 2 hours.**Fig. 5.** Apparent porosity of silica preforms fired at various temperatures for 2 hours.

에서 치밀화가 이루어졌으며, 대부분 이론밀도에 가깝게 소결되었다. 그러나 NZ의 경우 1400°C에서도 치밀화되지 않았다.

Fig. 5는 소결체의 기공율을 나타낸 것이다. 이들중 M64는 1350°C에서 기공율이 거의 영에 도달하는데, 소성온도를 1400°C로 한 것은 다시 기공율이 증가하는 것을 알 수 있다. 이는 비정질상의 결정화에 따른 균열발생과 실리카 입자가 성장되면서 기공이 함께 커졌기 때문으로 생각된다.

Fig. 6과 Fig. 7은 각 온도에서 소성한 시편에 대한

**Fig. 6.** X-ray diffraction patterns of silica preforms (M24) fired at various temperatures.

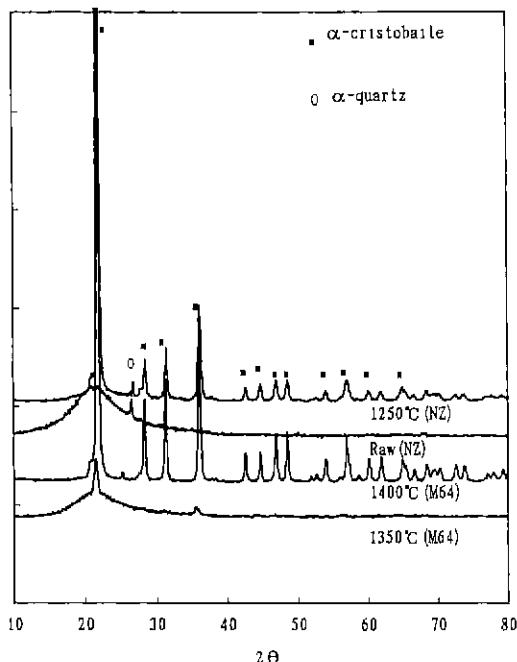


Fig. 7. X-ray diffraction patterns of silica preforms (M64 and NZ) fired at various temperatures.

XRD분석 결과이다. M24의 경우 1350°C부터 α -cristobalite 결정상이 나타나며, 1400°C에서 소성한 것은 결정화가 많이 진행되었음을 알 수 있다. M64의 경우는 1400°C에서 소성시 모두 결정화된 것으로 나타난다. 한편 NZ의 경우 1250°C의 낮은 온도에서도 결정화가 모두 진행되었음을 보여준다.

Fig. 8, 9, 10은 각 온도에서 소성한 silica preform에 대한 SEM사진을 나타낸 것으로, 소성온도가 높아짐에 따라 미세구조가 치밀화되는 현상을 잘 나타내고 있다. M24의 경우 1400°C, M64의 경우 1350°C에서 치밀화가 완료되는 것을 보여준다. 또한 M64의 경우 1400°C에서 미세조직이 완전히 변화되는 것을 알 수 있는데, 이는 소성온도가 높아서 비정질상이 완전히 결정화되었기 때문으로 생각되며, Fig. 9(d)는 결정화에 따른 균열발생상황을 잘 나타내어주고 있다. 반면, NZ는 본 실험 온도 범위에서는 치밀화되지 않았으며, 큰 입자들 내부에 균열이 많이 발생해 있었다. 이중 1300°C에서 소성한 것은 큰 입자들의 내부 외에도 domain을 형성하면서 큰 균열들이 발생해 있다. 이러한 결과는 1차 열처리시 생성된 미량의 결정상이 preform소성시 상전이의 촉진제로 작용하여 결정화되었기 때문으로 생각된다.

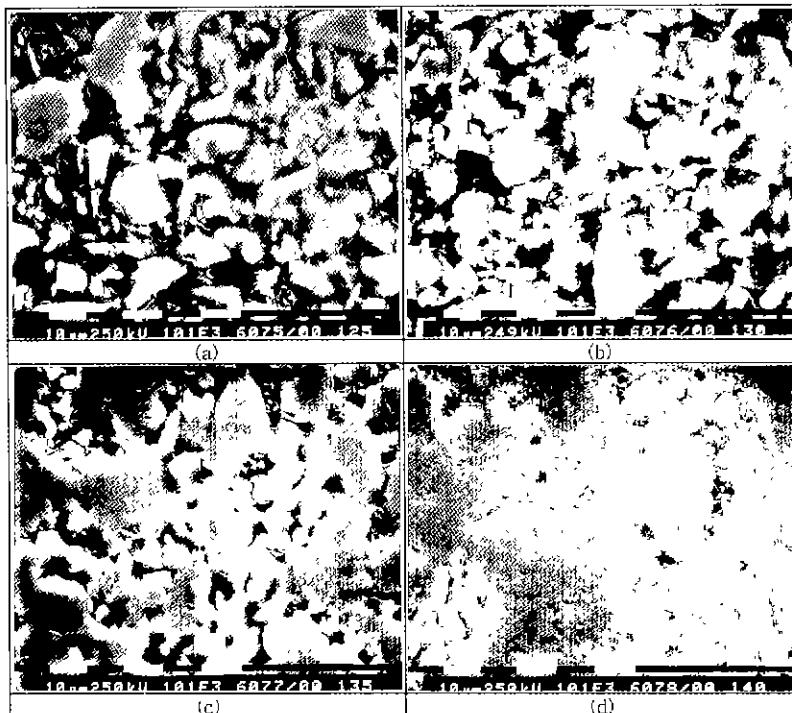


Fig. 8. SEM photographs of silica preforms(M24) sintered at various temperatures: (a) 1250°C (b) 1300°C (c) 1350°C and (d) 1400°C

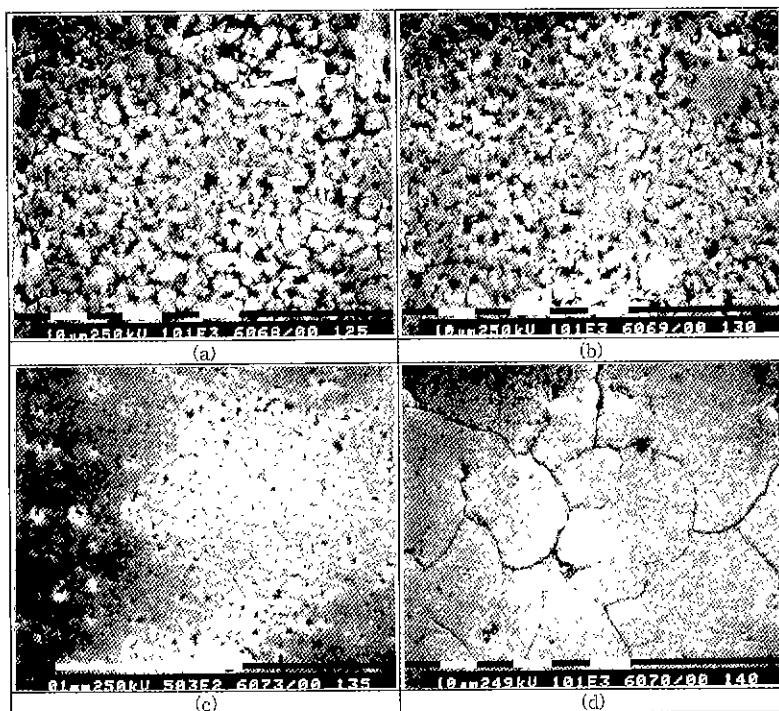


Fig. 9. SEM photographs of silica preforms(M64) sintered at various temperatures: (a) 1250°C (b) 1300°C (c) 1350°C and (d) 1400°C

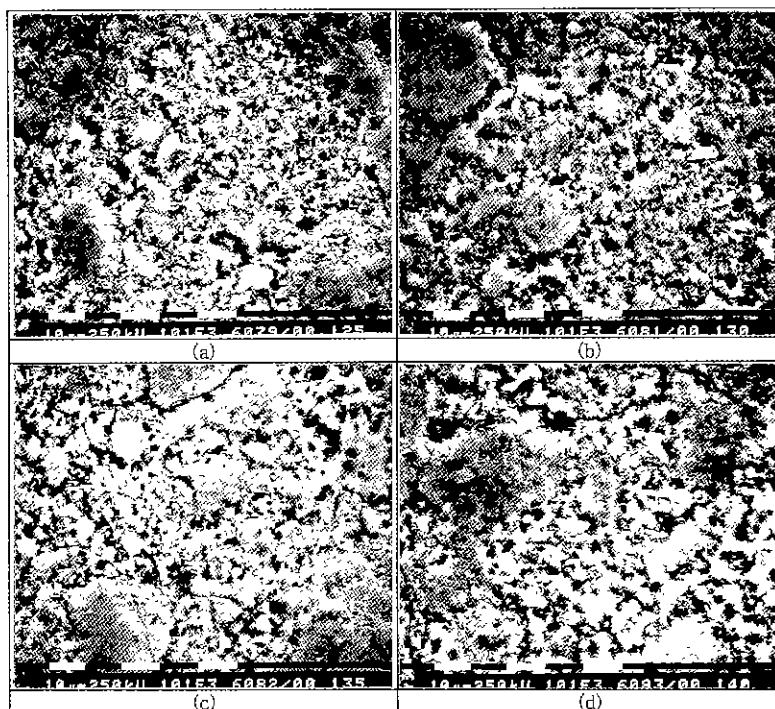


Fig. 10. SEM photographs of silica preforms(NZ) sintered at various temperatures; (a) 1250°C (b) 1300°C (c) 1350°C and (d) 1400°C

3.3. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체

3.3.1. 복합체의 생성반응

Fig. 11은 각 온도에서 제조된 silica preform을 1000°C의 알루미늄 용탕속에서 10시간 반응시켜 꺼낸 시편의 중앙부를 잘라 사진촬영한 것이다. (a)는 1250°C에서 소성한 silica preform에 대하여 반응시킨 것으로 NZ를 제외한 다른 시편들은 침투반응이 완전하지 않았다. (b)는 1300°C로 소성한 preform들을 반응시킨 것으로 NZ와 M64는 완전히 침투되었으며, M24과 M48은 침투가 완료되지 않고 미반응상태의 silica가 시편의 중앙부에 존재하고 있는 상태이다. (c),(d)는 1350°C와 1400°C에서 소성한 preform들에 대한 것으로 모든 시편이 침투가 완료된 상태를 나타내고 있다. Fig. 11의 반응결과를 살펴보면 silica preform에 대한 용융 알루미늄의 침투반응성이 preform의 밀도 또는 기공률과 깊은 관련성이 있음을 알 수 있다. 즉 밀도가 높을수록 침투반응이 빨리 진행되며, 이 반응조건에서는 silica preform의 밀도가 이론밀도의 80%이상 도달해야 용융 알루미늄의 침투반응이 빨리 진행됨을 알 수 있었다.

일반적으로 세라믹에 대한 용융금속의 침투는 젖음성(wettability)과 반응에 대한 길스에너지가 음의 값을 갖는 것이 필수조건이다. V.Raurent 등¹³⁾에 의하면 비정질 실리카에 대한 용융 알루미늄의 젖음성은 900°C에서

접촉각 0가 68°로 보고하고 있다. 또한 실리카와 용융 알루미늄의 반응에 대한 열역학적인 구동력인 길스에너지지를 계산해보면 0°C-2000°C온도 범위에서 음의 길스에너지¹⁴⁾를 갖는다. 이러한 조건을 본 실험과 비교해보면 silica preform에 대하여 용융 알루미늄이 충분히 침투 가능할 것으로 판단된다.

Breslin에 의하면¹¹⁾ silica glass와 용융 알루미늄의 반응에 있어서, 최초 화학적 농도구배에 의해 silica glass의 표면에 얇은 알루미나 반응층이 생성되며, SiO_2 의 알루미나화에 의한 부피감소로 발생되는 인장응력으로 알루미나층에 균열이 발생되며, 이렇게 생성된 균열을 통하여 용융 알루미늄은 계속적으로 silica glass의 내부까지 침투하고, 침투된 용융 알루미늄은 실리카와 치환반응하여 알루미나화된다고 보고하였다. 그러나 세라믹 preform을 실리카질 소결체로 하였을 때 preform 자체에 기공이 있기 때문에 glass질의 침투과정에서 말하고 있는 반응 알루미나층에서의 균열을 통한 용융 알루미늄의 침투와, preform의 모세관력도 용융 알루미늄을 흡인하는 구동력이 된다고 생각한다.

침투에 있어서 모세관현상의 흡인력은 용융금속이나 세라믹의 표면장력(surface tension) 또는 계면에너지(surface energy)와 접촉각(contact angle)이 관계하는데 일반적으로 다음의 식으로 나타낸다.

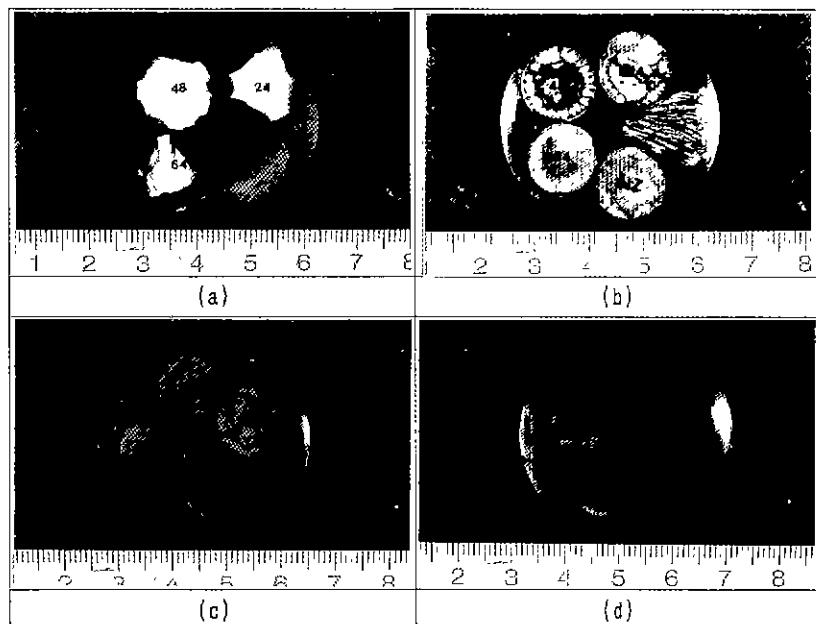


Fig. 11. Cross-sections of samples showing the degree of Al penetration as a function of sintering temperatures of silica preforms after reacting with Al at 1000°C for 10 hours: (a) 1250°C (b) 1300°C (c) 1350°C and (d) 1400°C.

$$\Delta P = 2r_l \cos \theta / r \quad (3)$$

여기서 ΔP : 흡인력, r_l : 용융금속의 표면장력, $\cos\theta$: 접촉각, r : 모세관반경

또한 preform을 잘 wetting하는 용융금속이 모세관력에 의해 기공속을 침투해 나가는 거리(X)는 다음의 식¹⁵⁾과 같이 나타낼 수 있다.

$$X = c \sqrt{K} \cos \theta / \eta \varepsilon \quad (4)$$

여기서 K : 세라믹의 통기율, ε : 기공율, η : 점성계수, r : 기공의 반경, c : 상수, t : 시간

상기의 식들로부터 용융금속이 세라믹내로 침투할 수 있는 구동력을 크게 하기 위해서는 가능한한 세라믹의 기공경을 작게하는 것이 좋다.

따라서 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체를 제조하기 위한 silica preform제조는 사용된 분말의 입경에 따라 소성온도를 달리하여 소결체의 기공경을 적게하는 것이 용융 알루미늄의 침투속도나 복합체 조직의 균질성 확보를 위해 유리할 것으로 생각된다.

3.3.2. 복합체의 미세구조 및 결정상

Fig. 12는 1400°C에서 소성된 preform들을 용융 알루

미늄과 반응시켜 만든 복합체에 대한 SEM사진을 나타낸 것이다. 출발원료의 입자크기에 관계없이 동일한 형상의 미세구조를 갖고 있으며, preform상에 존재하는 균열은 복합체 생성후에도 그대로 존재하였다. 사진에서 일정한 형상을 갖는 것이 Al_2O_3 이며, matrix부 처럼 보이는 것이 금속 알루미늄이다. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체의 미세구조는 금속 알루미늄과 알루미나가 3차원적으로 연속된 망목형의 미세구조를 하고 있으며, 생성된 알루미나의 입자크기는 silica preform의 입경과 관계없이 20 μm 로 일정하였다.

Fig. 13은 얻어진 복합체의 XRD분석 결과 이다. 주 결정상은 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 와 금속 알루미늄으로 이루어져 있으며, 소량의 금속 규소가 포함되어 있었다.

3.3.3. 복합체의 기계적 성질 및 가공성

Fig. 14는 합성된 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체에 대하여 부피밀도를 측정한 결과이다. M24와 M48은 preform의 소성온도가 높아짐에 따라 합성된 복합체의 밀도가 한층 증진되는 경향을 나타내고 있으며, 1300°C에서 소성한 것은 침투가 충분히 이루어지지 않아서 밀도가 3.00 g/cm^3 에도 미치지 못하였으나, 1400°C에서 소성한 것은 밀도가 3.50 g/cm^3 에 달하였다. M64의 경우 1350°C에서 소성

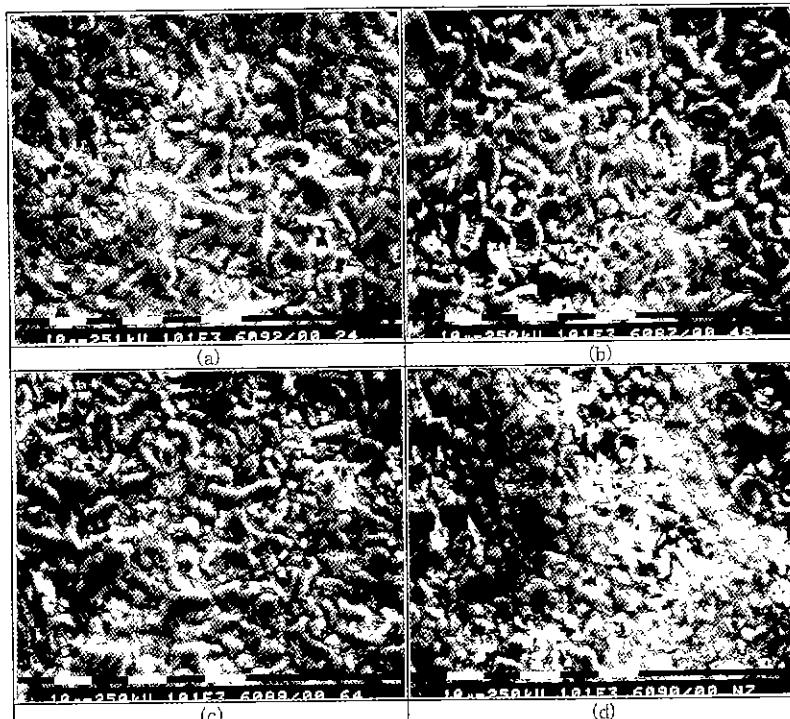


Fig. 12. Microstructures of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composites made of various silica preforms sintered at 1400°C; (a) M24, (b) M48, (c) M64 and (d) NZ

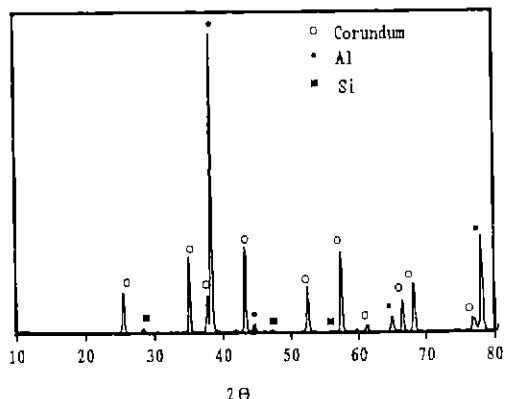


Fig. 13. X-ray diffraction pattern of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composite (M24).

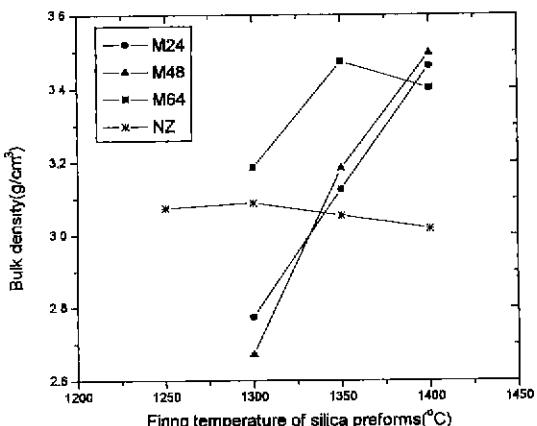


Fig. 14. Bulk density of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composites after reacting silica preforms with molten Al at 1000°C for 10 hrs.

한 것이 가장 높은 밀도를 나타내며, 1400°C 에서 소성한 것은 오히려 밀도가 저하되었다. 반면, NZ 복합체는 $3.10 \text{ g}/\text{cm}^3$ 정도의 밀도를 나타내는데, 소성온도가 높아지면서 밀도가 오히려 저하되는 경향을 보인다. 이러한 결과들은 preform제조시 상전이로 인해 생성된 균열 때문인 것으로 생각된다.

통상 silica glass를 preform으로 사용하여 합성한 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체는 $3.5\sim3.7 \text{ g}/\text{cm}^3$ 의 밀도를 나타내는 것으로 알려져 있는데, 실리카 소결체를 preform으로 사용하더라도 충분히 침투반응을 유도하면 우수한 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체의 제조가 가능할 것으로 판단된다.

실리카 소결체 M24를 기준으로 하여 제조된 silica preform을 용융 알루미늄과 1000°C 에서 반응시켜 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체를 합성한 후 기계적 성질을 평가하여 Table 3에 요약하였다. 복합체의 밀도는 $3.30 \text{ g}/\text{cm}^3$ 이

Table 3. Properties of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ Composites

Property	Value
Bulk Density(g/cm^3)	3.3
Apparent Porosity(%)	0.3
Flexural Strength(MPa)	350~420
Vicker's Hardness(kg/mm^2)	300
Fracture Toughness(MPa $\cdot \text{m}^{1/2}$)	7.0

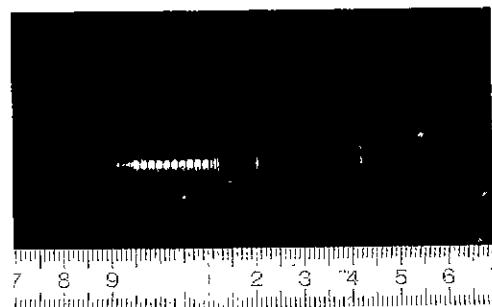


Fig. 15. Appearance of the screw made from $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composite by milling machine

고, 기공율은 0.30%정도였다. 꺽임강도는 350~430 MPa정도로 통상의 알루미늄이나 소결체보다는 강도가 훨씬 증진되었다. 또한 파괴인성은 $7.0 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 를 나타내는데, 이는 복합체에 존재하는 금속 알루미늄의 영향으로 생각된다.

Fig. 15는 본 연구에서 제조된 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체의 가공성을 판단하기위해 선반가공한후 그 형상을 사진으로 나타낸 것이다. 수나사 형상을 정밀하게 가공할 수 있을 정도의 가공성을 갖고 있었다.

4. 결 론

전용실리카 분말을 소결하여 만든 silica preform을 용융 알루미늄과 반응시켜 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체를 제조하였다. 복합체 제조에 용이한 silica preform의 특성과 얻어진 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체의 특성은 다음과 같다

1. 균일한 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체를 얻기위한 silica preform의 최적 소성온도는 비정질 silica의 결정화로 silica preform내부에 균열이 발생하는 온도 이하인 $1350^\circ\text{C}\sim1400^\circ\text{C}$ 가 적당하다.

2. 용융 알루미늄과의 용이한 반응을 위한 silica preform의 특성으로, 소결밀도가 이론밀도의 80%이상 도달해야 한다.

3. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체의 미세구조는 금속 알루미늄과 세라믹 알루미나가 3차원적으로 연속된 망목형의 미세구조를 하고 있으며, 생성된 알루미나의 입자크기는 sil-

ica preform의 입경과 관계없이 20 μm 로 일정하였다.

4. 본 연구에서 제조된 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체는 부피밀도 3.30 g/cm^3 , 꺾임강도 $350\text{-}430 \text{ MPa}$, 파괴인성 $7.0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 의 기계적 특성을 나타내며, 가공성도 우수하였다.

감사의 글

이 논문은 1996년도 한국과학재단 특정기초연구(과제번호 : 96-0300-20-01-3)결과의 일부이며, 재단의 지원에 감사드립니다.

REFERENCES

1. セラミックス, “特集セラミックスの強じん化に挑む,” 21 (1986).
2. 香川 豊, 八田博志, “セラミックス基複合材料,” アグネ承風社 (1990).
3. 新原啓一, 機能材料, No.6, 13-19 (1982).
4. 玉利信幸, “繊維強化セラミックスの製法と特性,” セラミックス, 22, 502-507 (1987).
5. 日経ニューマテリアル, No 35, 32-45 (1987).
6. T Beardsley, Nature, 318, 500 (1985)
- 7 M.S.Newkirk, A.W.Urquhart, H.R.Zwicker and E Breval, "Fabrication of Lanxide™ Ceramic Composite Materials," *J Mater. Res.*, 1, 81-86 (1986)
8. M.S.Newkirk, H.D.Lesher, D.R.Hwhite, C.R.Kennedy, A.W.Urquhart and T.D.Clear, "Preparation of Lanxide™ Ceramic Matrix Composites : Matrix Formation by the Directed Oxidation of Molten Metals," *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, 8, 879-885 (1987).
9. 松尾秀逸, 伊藤和男, 稲葉毅, 酒井幸文, “アルミニウム複合,” 金属, 59, 7月號, 61-65 (1989).
10. 松尾秀逸, 稲葉毅, “融置換反による $\text{Al}-\text{Al}_2\text{O}_3$ 複合の作製,” セラミックス, 26, 222-223 (1991).
11. M.C.Breslin, J.R.Ringnald, J.Seeger, A.L.Marasco, G S.Daehan, and L.Fraser, “Alumina/Aluminium Co-Continuous Ceramic Composites(C*)Materials Produced by Solid/Liquid Displacement Reactions : Processing Kinetics and Microstructures.” *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, 15(4) 104-112 (1994).
12. 한국공업규격, KSL 1600 (1990).
- 13 V.Laurent, D.Chatain and N.Eustathopoulos, “Wettability of SiO_2 and Oxidized SiC by Aluminium,” *Mater. Sci. & Eng.*, A135, 89-94 (1991).
14. Ronald E. Lochman and Kevin Ewsuk, “Synthesis of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ Composites by Reactive Metal Penetration,” *J Am. Ceram. Soc.*, 79(1) 27-32 (1996)
15. 清石直幸, 井上晃, 永吉博隆, “耐火物中のslagの浸入機構に関する研究(第3報),” 耐火物, 22, 417 (1970).