

실리카 소결체와 용융 알루미늄과의 반응에 의한 Al_2O_3/Al 복합체의 제조

정두화 · 배원태*

포항산업과학연구원 내화재료연구팀

*경상대학교 무기재료공학과

(1998년 5월 22일 접수)

Al_2O_3/Al Composites Fabricated by Reaction between Sintered SiO_2 and Molten Al

Doo-Hoa Jeong and Won-Tae Bae*

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

*Dept. of Inorg. Mater. Eng., Kyeongsang National Univ.

(Received May 22, 1998)

요 약

전용실리카 분말을 소결하여 만든 silica preform을 용융 알루미늄에 침적시킨후 공기중에서 반응시켜 Al_2O_3/Al 복합체를 제조하였다. 1000~1300°C 온도범위에서 반응온도와 시간에 따라 복합체의 생성두께를 측정하여 계산된 활성화에너지는 94 kJ/mole로 나타났다. 반응온도가 증가함에 따라 알루미늄 입자는 성장하였으며, 마그네슘을 함유한 알루미늄을 사용한 복합체에서는 알루미늄의 입자성장이 억제되었다. 850~1200°C에서 생성된 복합체의 꺾임강도는 평균적으로 1000°C에서 생성된 것이 393 MPa로 가장 높았으며, 850°C에서 생성된 복합체의 꺾임강도는 1000°C 이상에서 생성된 것보다 편차가 크게 나타났다. 1200°C에서 생성된 복합체의 꺾임강도가 저하되는 원인은 알루미늄의 입자크기와 기공경의 성장 때문이다. 복합체의 경도는 알루미늄의 함량에 따라 좌우되며, 동일한 알루미늄 함량의 경우 금속 알루미늄의 함량이 높을수록 경도는 낮고, 규소의 함량이 높을수록 경도가 높아진다.

ABSTRACT

Al_2O_3/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. An activation energy of 94 kJ/mole was calculated from Al-SiO₂ reaction data in 1000~1300°C temperature range. With increase of reaction temperature, the alumina particle in the Al_2O_3/Al composites produced with pure metal Al showed grain growth and the growth of alumina particle in Al_2O_3/Al composite produced by using of Mg contained Al alloy was inhibited. The flexural strength of Al_2O_3/Al composites produced at 1000°C showed the highest value as 393 MPa. Flexural strength of the composite fabricated at 850°C showed higher deviation than that of the composite produced at above 1000°C. Low flexural strength of the composite fabricated at 1200°C due to the growth of pore and alumina particle size. The hardness of composites depended on alumina content in Al_2O_3/Al composite, decreased with increasing of aluminium content in case the same alumina content, and increased with increasing of silicon content in composite.

Key words : Displacement reaction, Fused silica, Preform, Al_2O_3/Al composite, Aluminium

1. 서 론

원료혼합, 성형, 소결과정을 거치는 일반적인 복합체 제조방법은 강화제로서 섬유나 입자들을 기지내에 균일하게 분산시키는데 많은 어려움이 따르며, 소결하여 만

든 복합체를 최종제품의 크기와 치수로 가공하는데 소요되는 비용 때문에 생산비가 높아진다. 또한 복합체 제조를 위해서 별도의 전구체(Precursor)가 필요하고, 전구체를 preform에 함침시키거나 열처리하는 공정이 아주 세밀하게 이루어져야하기 때문에 시간이 아주 많이

소요된다. 이러한 요소들 때문에 복합체를 상업화시키는데 많은 어려움이 따른다.

이러한 문제점들을 보완하기 위한 최근에 in-situ processing technique 이 각광을 받고 있다.¹¹ 이러한 제조공정은 원하는 복합체의 micro/macro 조직을 제조와 동시에 near net shape로 얻을 수 있기 때문에 제조비용을 대폭 줄일 수 있는 장점이 있다. Al_2O_3/Al 복합체는 preform을 사용하지않고 용융 알루미늄을 직접산화시켜 복합체를 제조하는 DIMOX(Directed Metal Oxidation) process^{2,4)}와 preform으로서 silica glass나 SiO_2 계 세라믹스를 용융알루미늄과 치환반응시켜 복합체를 제조하는 RMP(Reactive Metal Penetration) process^{5,7)}가 있는데, 두 경우 모두 얻어진 복합체는 금속 알루미늄과 세라믹 알루미늄이나 3차원적으로 연속된 망목형의 동일한 미세구조를 갖는다고 알려져 있다. 후자의 경우 C⁴(Co-Continuous Ceramic Composites)재료로 잘 알려져 있으며 preform으로서, silica glass나 몰라이트 소결체를 이용하여 Al_2O_3/Al 복합체를 제조한 연구⁶⁾가 대부분이다.

SiO_2 와 금속 알루미늄 사이에는 $4Al+3SiO_2 \rightarrow 2Al_2O_3+3Si$ 의 in-situ 반응에 의해 near net-shape의 복합체 제조가 가능하며, 치환반응에 있어서 silica preform은 복합체의 최종형상을 결정한다. 반응시 충분한 시간을 주면 preform의 SiO_2 는 전부 소모되고 Si는 복합체내의 용융 알루미늄에 용해되며, 치환반응에 뒤이어 Si는 복합체외부의 알루미늄 용탕속으로 확산된다. 이렇게 제조된 Al_2O_3/Al 복합체는 Al_2O_3 가 70% 금속 Al이 30%로 구성된다.

본 연구는 전용실리카 분말을 소결하여 만든 silica preform을 용융금속과 반응시켜 Al_2O_3/Al 복합체 제조에 대한 것으로서 반응온도와 반응시간에 따라 용융 알루미늄의 침투거동을 조사하였으며, 반응온도 및 알루미늄의 종류가 생성된 복합체의 미세구조와 기계적 성

질에 어떤 영향을 미치는지 검토하였다.

2. 실험방법

2.1. Al_2O_3/Al 복합체의 제조

Preform 제조용 silica는 일본국 SOHWA DENKO사에서 전용법으로 제조하여 시판하는 순도 약 99.9%. 입경 1 mm정도의 전용실리카(Fused silica)를 알루미늄 질 포트밀에서 지르코니아볼을 이용하여 48시간 볼밀링한후 건조한 분말을 사용하였다. preform 제조에 사용된 silica 분말의 화학조성을 Table 1에 나타내었다. silica 분말을 금속몰드를 이용하여 50 MPa의 압력으로 15 mm×10 mm 크기의 pellet상 또는 15 mm×15 mm×60 mm 크기의 직육면체 시편을 제조하였으며, 이때 얻어진 시편의 성형밀도는 이론밀도의 55~60%였다. 성형체의 소성은 전기로를 이용하여 공기중에서 행하였으며, 실리카의 소결성 및 상전이온도를 고려하여 1400°C에서 2시간 유지하였다. 얻어진 소결체의 물성은 비중 1.9, 기공율 12%였다. Table 2는 치환반응에 사용된 금속 알루미늄의 화학분석값을 나타낸 것이다. 알루미늄은 Al이 99.9% 정도로 고순도였으며, 알루미늄 함금은 Al이 97%이며 합금성분으로는 Mg이 2.2%정도 함유되어 있다.

제조된 silica preform 및 알루미늄 pellet을 담은 알루미늄 도가니를 전기로에 장입하여 로내부의 온도를 목적하는 반응온도(800~1300°C)까지 승온시켰으며, 이때 승온속도는 분당 10°C로 하였다. 로내온도가 반응온도에 이르면 silica preform을 알루미늄 용탕속에 침적시켜 공기중에서 일정시간 반응시킨후 시편을 알루미늄 용탕에서 꺼내어 로냉시킨후 각종 분석 및 측정용 시편으로 사용하였다.

또한 복합체의 생성온도와 금속의 종류에 따라 미세구조 및 기계적 특성을 조사하기 위해 Table 3의 조건

Table 1. Chemical Composition of Material for Preform

Composition (wt%) Materials	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	ZrO_2
Fused Silica	99.89	0.052	0.006	0.009	Tr.	0.042

Table 2. Chemical Compositions of Metal Aluminium

Component (wt%) Metal	Al	Zn	Mn	Cu	Si	Mg	Fe
Pure Al	99.9	0.003	-	0.002	0.04	0.002	0.03
Al alloy (5052)	97.05	0.1	0.1	0.1	0.2	2.2	0.25

Table 3. Reaction Conditions for Fabrication of Al₂O₃/Al Composite from Silica Preform and Metal Al

Specimen	Reaction Temperature and Holding Time	Kind of Al
1	850°C×5 hrs	Pure Al
2	1000°C×5 hrs	Pure Al
3	1200°C×5 hrs	Pure Al
4	850°C×5 hrs+1000°C×1 hr	Pure Al
5	850°C×5 hrs+1000°C×1 hr	5052 (Mg contained Al alloy)

으로 Al₂O₃/Al 복합체를 제조하였다.

2.2. 반응두께 측정 및 분석

반응시킨 pellet상의 시편을 절반으로 잘라서 복합체의 생성 두께를 비어니어켈리퍼스를 이용하여 측정하였다. 반응 생성물에 대해서는 X-선 회절분석기(RINT-1400, Rigaku Co. Ltd., Japan)로 Cu Kα를 사용해 상 분석을 행하였으며 이때 50 kV, 150 mA의 출력과 분당 7도의 속도로 측정하였다. 또한 반응생성물에 대한 미세구조 관찰 및 성분분석은 SEM-EPMA를 이용하였다.

2.3. 기계적성질 측정

취임강도는 4×3×40 mm의 크기로 절단한 시편을 #1000 SiC연마지로 표면처리한후 4점 취임시험법으로 INSTRON을 이용하여 측정했으며, cross head speed는 0.5 mm/min의 조건으로 하였다. 파괴인성 및 경도는 시편을 1μm diamond phaste로 연마한후 indentation technique(136°의 Vicker's indenter)를 이용하여 하중 10 kg, 유지시간 20초의 조건으로 실험하였으며, 경도는 식 (1)에 의하여, 파괴인성은 식 (2)에 의하여 계산하였다.⁹⁾

$$Hv = 0.4636 \times (P/a^2) \tag{1}$$

단, Hv: 경도, P: 압입시의 하중, a: 압흔의 반경

$$K_{IC}/Hv \cdot a^{1/2} = 0.203 \times (C/a)^{-3/2} \tag{2}$$

단, K_{IC}: 파괴인성, C: 압흔후의 균열의 반경

3. 결과 및 고찰

3.1. 반응온도와 시간에 따른 Al₂O₃/Al 복합체의 생성두께

Table 4는 각 온도(800~1300°C)에서 80분 동안 반응시킨후 복합체의 생성두께를 알루미늄의 종류별로 나타낸 것이다. preform으로 silica glass를 이용하여 알루미늄과 반응시킨 것과 유사한 침투 거동을 나타내었다.⁷⁾ 즉 순수 알루미늄을 사용한 것은 800°C에서 보다 900°C에서는 반응온도가 상승했음에도 불구하고 반응

Table 4. Relationship between Reaction Temperature and Thickness of the Reacted Layer after Reaction Time for 80 min

Reaction Temp. (°C)	Thickness (mm)	
	Pure Al	Mg contained Al (5052)
800	2.50	2.65
900	2.10	2.00
1000	3.15	3.60
1100	4.14	0.01
1200	6.00	0.01
1300	7.70	0.01

생성층의 두께가 오히려 감소하는 경향을 나타내며, 1000°C 이상에서는 반응온도가 높아짐에 따라 생성물의 두께가 온도에 비례하여 증가하고 있음을 알 수 있다. 반면 Mg함유 알루미늄 합금을 사용한 것은 1000°C 이하에서는 침투거동이 순수 알루미늄을 사용한 것과 유사하나 1100°C 이상에서는 침투가 전혀 일어나지 않는다. 이러한 이유에 대해서는 알루미늄에 함유된 Mg성분이 먼저 반응하여 preform의 표면에 치밀한 스피널층을 형성하여 silica preform으로 알루미늄의 공급을 막기 때문으로 보고된 바 있다.¹⁰⁾ Fig. 1은 실리카 소결체를 순수 알루미늄과 1000°C 이상에서 반응시킬 때 반응온도와 시간에 대하여 복합체의 생성두께를 측정하여 나타낸 것이다. 반응온도와 반응시간이 증가할수록 반응층의 두께가 증가하는 것을 알 수 있다. 높은 온도에서 반응시간을 길게하지 않은 것은 silica preform의 크기가 작기 때문이었다. Fig. 2는 Fig. 1의 자료를 근거로 각 온도에서의 반응속도정수(기울기)를 구하고, 그 반응속도정수(기울기)에 자연대수를 취하여 온도에 대하여 Arrhenius plot한 것이다. 실리카 소결체와 알루미늄의 반응에 있어서 활성화에너지는 94 kJ/mole로 계산되었다. 5052 알루미늄 합금으로는 1100°C 이상에서 침식이 이루어지지 않아 활성화에너지를 구할 수가 없었다. Breslin 등에 의하면 silica glass의 경우 900~1100°C의 온도범위에서는 활성화에너지가 138 kJ/mole이며, 1200~1400°C의 온도범위에

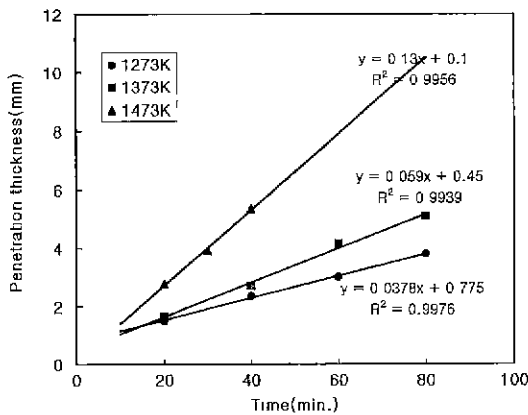


Fig. 1. Al metal penetration and composite formation as function of time and temperature.

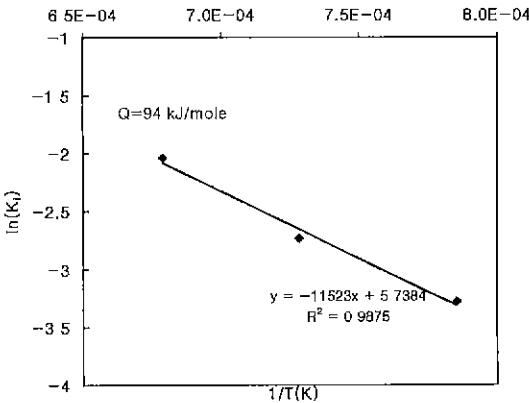


Fig. 2. An Arrhenius plot of linear rate constants.

서는 55 kJ/mole 인 것으로 보고하고 있다.¹¹⁾ 이처럼 온도 영역별로 활성화에너지가 차이가 나는 것은 실리카에서 알루미늄으로 변형시 알루미늄의 저온상인 세타 알루미늄의 생성유무에 따른 것으로 보고하고 있다. 또한 1100~1400°C 온도범위에서 활성화에너지가 160 kJ/mole 이라는 보고도 있다.⁷⁾

본 실험에서 활성화에너지가 낮게 나타나는 것은 silica glass와는 달리 비정질 실리카 분말을 소결한 것으로 소결체내에 기공이 존재하기 때문으로 생각한다. 즉 복합체의 생성반응에 있어서 구동력으로 작용하는 것은 화학적인 농도구배에 의한 것 뿐만 아니라 실리카 소결체내에 존재하는 미세기공들에 의해 물리적인 흡인력이 추가적으로 작용하기 때문에 silica glass에서 알루미늄으로 전이될때의 기구와 차이가 있을 것으로 생각된다. Breslin 등에 의하면 silica glass와 용융 알루미늄의 반응에 있어서, 가장먼저 화학적 농도구배에 의해 silica glass의 표면에 얇은 알루미늄 반응층이 생성되며, SiO₂

의 알루미늄화에 의한 부피감소로 발생하는 인장응력 때문에 알루미늄층에 균열이 발생되며, 이 균열을 통하여 용융 알루미늄은 silica glass층으로 계속 공급되며, 침투된 용융 알루미늄은 실리카와 치환반응하여 알루미늄화 된다고 보고하였다.⁷⁾

이에 비하여 실리카 소결체는 기공이나 입계가 존재하여 silica glass 보다 알루미늄의 이동을 더 빠르게 할 것으로 생각되며, 실리카 소결체가 silica glass 보다 동일 조건에서 침식속도가 빠르며, 활성화에너지가 적은 것이 이를 증명해준다.

3.2. Al₂O₃/Al 복합체의 미세구조와 결정상

Fig. 3은 Table 3의 침식조건중 복합체의 생성온도 즉, 850°C, 1000°C, 1200°C에서 각각 5시간 반응시켜 제조한 Al₂O₃/Al 복합체의 미세구조를 SEM으로 관찰한 것이다. 어두운 색을 띄는 것이 알루미늄 상이며, 밝은색을 나타내는 것이 금속 알루미늄 상이다. 850°C와 1000°C에서 생성된 복합체의 알루미늄 입자는 5 μm 이하로 유사한 크기를 나타내나 1200°C에서 제조된 복합체는 알루미늄의 입자 크기가 10~15 μm 정도 성장한 것을 알 수 있으며, 성장된 알루미늄 입자의 형태는 마치 form filter의 골격(strut)과 같은 형상을 하고 있다. 이처럼 성장한 알루미늄의 입자내부에는 큰 기공을 함유하고 있는 것으로 보아 하나의 입자가 주위의 알루미늄 입자들을 합체하면서 성장해 가는 것으로 생각한다.

Fig. 4는 1200°C에서 반응시켜 제조한 복합체에 대하여 고배율로 SEM 관찰한 것과 각 부위에 대하여 EDAX 분석한 결과이다. SEM상을 살펴보면 크게 3가지로 구분할 수 있다. 즉, 크게 연결된 알루미늄 입자(A), 큰 입자 주위의 미세입자들(B) 그리고 matrix(C)로 나타나는 것들이다. 이들 세 부위에 대해 EDAX 분석한 결과, 크게 성장한 알루미늄 입자(A)는 알루미늄과 산소의 비가 화학양론적으로 거의 알루미늄에 가까운 구성비를 이루고 있으나 미세 입자(B)와 matrix(C)는 알루미늄의 구성이 훨씬 많음을 알 수 있다. 또한 matrix 중에는 알루미늄과 산소외에 silica에서 치환된 Si성분이 다량 존재하였다.

Fig. 5는 반응조건을 850°C에서 5시간 반응시킨후로 내온도를 1000°C로 올려서 1시간동안 반응시킨 것이다. 이중 (a)는 침식제로 순수 알루미늄을 사용한 것이며, (b)는 Mg를 함유한 알루미늄 합금을 사용한 것이다. Mg를 함유한 알루미늄 합금을 사용한 것은 순수한 Al을 사용한 것보다 생성된 알루미늄의 입자가 2~3 μm로 아주 작음을 알 수 있다. 이는 금속 알루미늄 내에 존재하는 Mg가 알루미늄의 입자성장을 억제한 것으로 생각

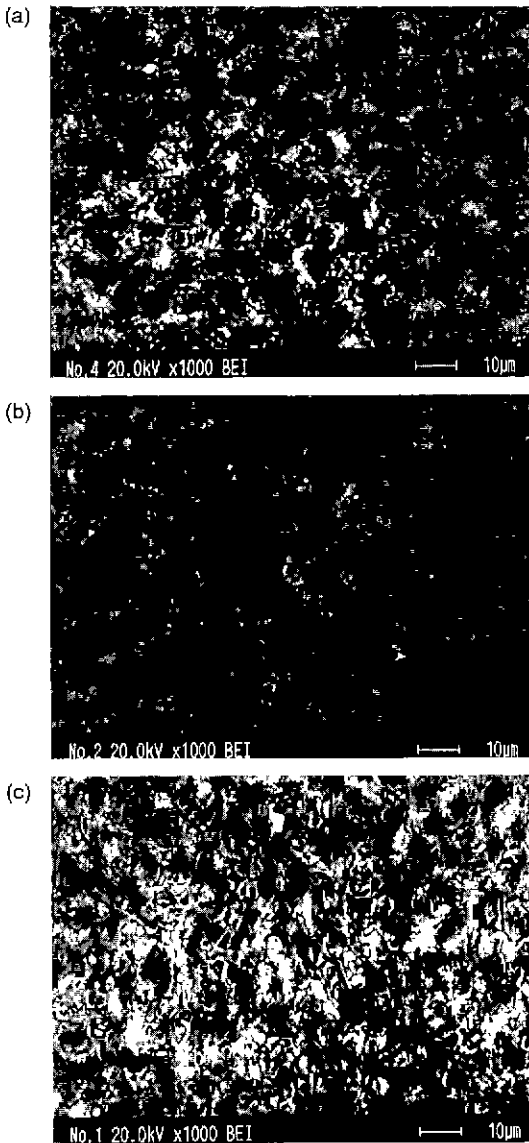


Fig. 3. SEM micrographs of Al_2O_3/Al composites fabricated at (a) 850°C, (b) 1000°C and (c) 1200°C for 5 hrs.

된다.¹²⁾

Fig. 6은 850°C와 1200°C에서 5시간 반응시켜 제조한 복합체와 850°C에서 5시간 반응시킨후 1000°C에서 1시간동안 반응시킨 복합체를 염산으로 부식시킨후 SEM 관찰한 것이다. Fig. 6의 (a)와 (b)에서는 온도증가에 따라 알루미늄의 입자가 커진 것을 명확히 알 수 있으며, (c)와 (d)에서는 알루미늄 금속의 종류에 따라 생성된 알루미늄 입자크기의 차이를 명백히 알 수 있다. 즉 마그네슘이 함유된 알루미늄 금속을 사용하면 복합체 생



Type Element (At %)	Strut (Point A)	Particle (Point B)	Matrix (Point C)
Al	57.44	74.21	70.36
O	42.56	25.79	12.09
Si	-	-	17.55

Fig. 4. SEM micrograph and EDAX analysis results for Al_2O_3/Al composite fabricated at 1200°C for 5 hrs.

성시 마그네슘 성분이 알루미늄의 입자성장을 억제하는 것을 알 수 있었다.

Fig. 7은 각 온도에서 생성된 복합체에 대하여 XRD로 분석한 결과이다. 구성광물상은 반응온도에 관계없이 세가지 모두 Al_2O_3 , Al, Si로 나타난다. 1000°C와 1200°C에서는 생성된 복합체의 광물상은 거의 차이가 없으며, 850°C에서 생성된 복합체의 광물상은 알루미늄 피크가 1000°C와 1200°C에서 생성된 것보다 반가폭이 약간 넓게 나타나며, 알루미늄 피크중 104면과 030면의 피크 크기가 역전되는 차이점이 있었다.

Fig. 8은 850°C에서 5시간 반응시킨후 1000°C에서 1시간 반응시킬 때 알루미늄의 종류를 (a) Mg 함유 알루미늄을 사용한 것, (b) 순수 알루미늄을 사용한 것, (c) 순수 알루미늄을 사용하면서 850°C에서 5시간 반응시킨 것을 XRD로 분석하여 비교한 것이다. Mg를 함유한 알루미늄을 사용한 (a)는 Al_2O_3 , Al, Si 외에 spinel($MgAl_2O_4$)이 다량 존재함을 알 수 있다. (b)와 (c)는 복합체 생성시 온도조건이 다른 것으로 850°C에서 5시간 반응후 1000°C에서 1시간 반응시킨 (b)는 알루미늄 피크중 104면과 030면의 피크 강도가 정상적으로 됨을 알 수 있다. 이러한 결과로부터 1000°C 이하에서 생성된 Al_2O_3/Al 복합체내에는 완전한 $\alpha-Al_2O_3$ 로 전이되지 않은 상이 존재하는 것으로 생각된다. 그러나

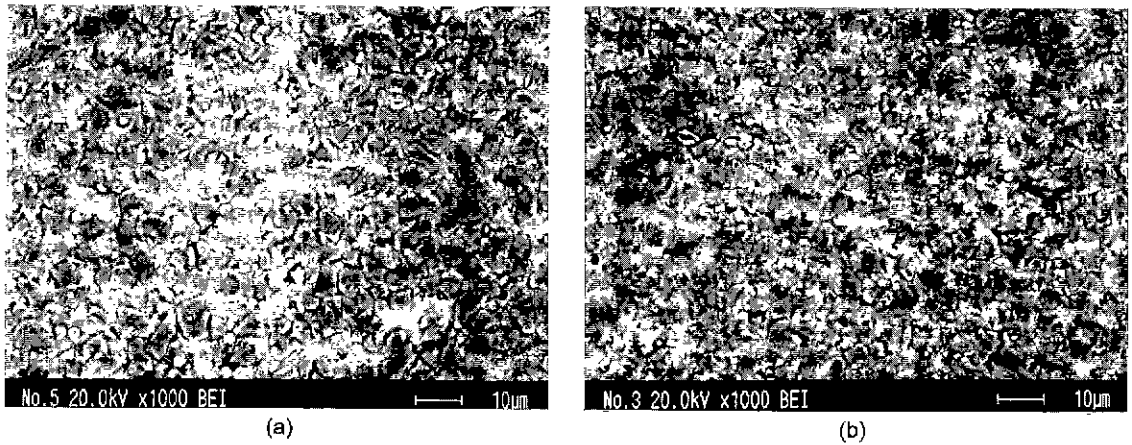


Fig. 5. SEM micrographs of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composites fabricated at 1000°C for 1 hr after holding at 850°C for 5 hrs with (a) pure Al and (b) Mg contained Al.

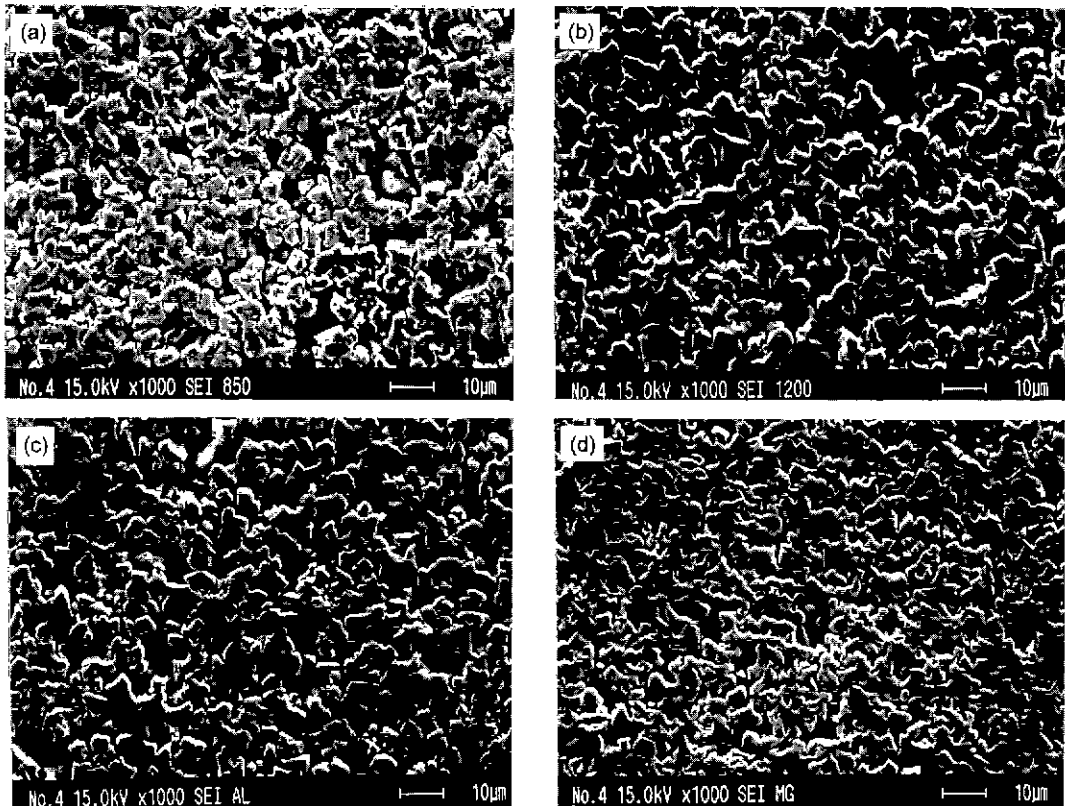


Fig. 6. SEM micrographs of specimens after HCl treatment $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composites fabricated at (a) 850°C , (b) 1200°C for 5 hrs with pure Al, (c) 1000°C for 1 hr after holding at 850°C for 5 hrs with pure Al and (d) Mg contained Al metal.

복합체 생성후 1000°C 에서 일정시간 유지하면 생성된 알루미늄은 모두 안정한 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 로 전이됨을 알 수 있다. 이러한 결과를 이용하면 Mg 함유 알루미늄 합금을

침식제로 사용할 때 스피넬 생성에 의해 1050°C 이상에서 반응이 진행되지 않는 문제점을 해결할 수 있으며, 저온에서 복합체를 만드는데 이용할 수 있을 것으로

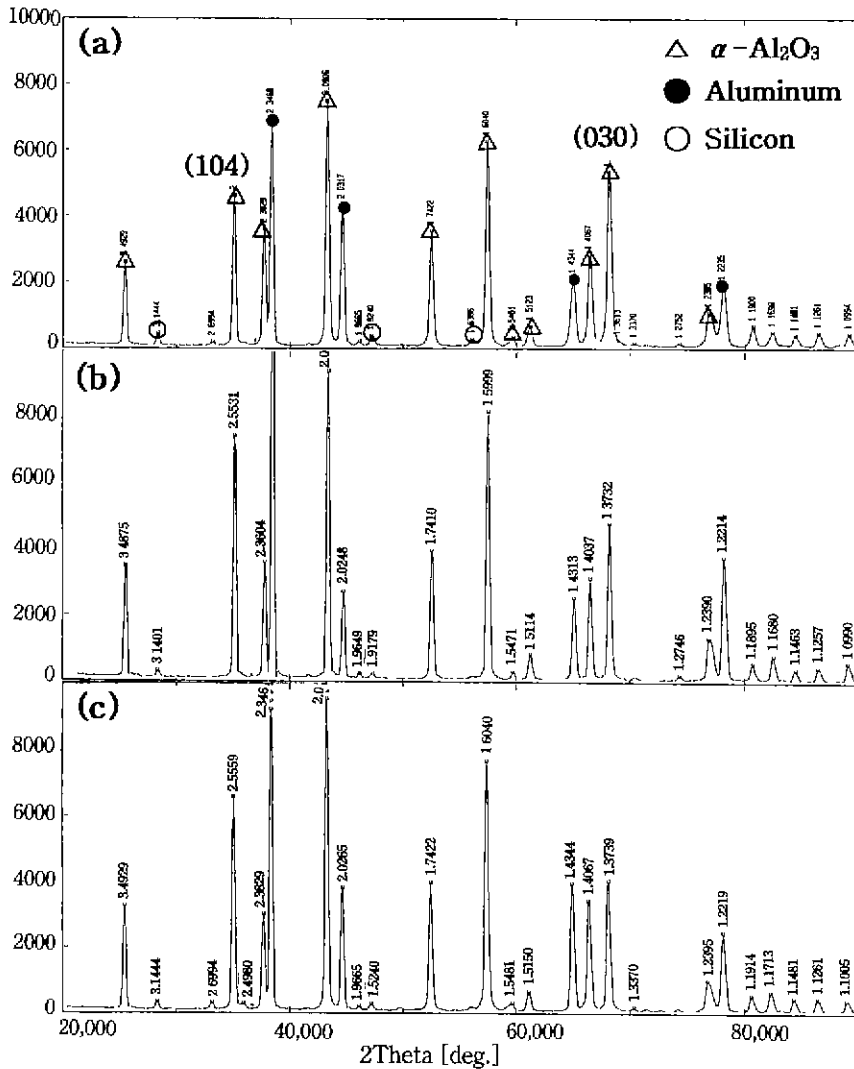


Fig. 7. XRD patterns of Al_2O_3/Al composites fabricated at (a) 850°C, (b) 1000°C and (c) 1200°C for 5 hrs with pure Al Metal.

로 생각된다.

Table 5는 각 반응조건에서 만들어진 복합체에 대하여 EDAX 분석한 결과를 요약한 것이다. 850°C에서 반응시킨 것은 1000°C 이상에서 반응시킨 것과 비교시 Si의 함량이 많음을 알 수 있다. 또한 850°C에서 반응후 1000°C에서 반응한 것도 850°C에서만 반응시킨 것과 Si의 함량은 유사하게 나타난다. 이는 치환반응할 때 알루미늄과 풀격을 사이에 생성된 metal Si가 반응온도가 낮아서 matrix 내에서 알루미늄 용탕속으로 빨리 확산되지 못하였기 때문으로 생각된다. 즉, 복합체내의 금속 Si의 함량은 복합체 생성반응의 온도에 의존함을 알 수 있다.

3.3. 복합체의 기계적 성질

Fig. 9는 복합체의 생성온도에 따라 꺾임강도를 측정 한 결과이다. 850°C에서 생성된 복합체는 1000°C 이상에서 생성된 것보다 강도값의 편차가 심한 것을 알 수 있으며, 1200°C에서 생성된 것은 1000°C에서 생성된 것보다 꺾임강도 값이 저하됨을 알 수 있다. 1000°C 이하에서 제조된 복합체는 $\alpha-Al_2O_3$ 로 미전이된 알루미늄이 함유되며, 이는 복합체의 물성을 저하시키는 요인으로 알려져 있으나 그 기구에 대해서는 아직 명확하지 않다.¹³⁾

850°C에서 5시간 반응시킨후 1000°C에서 한시간 유지시킨 것은 강도 값이 오히려 저하되는데, 이러한 원

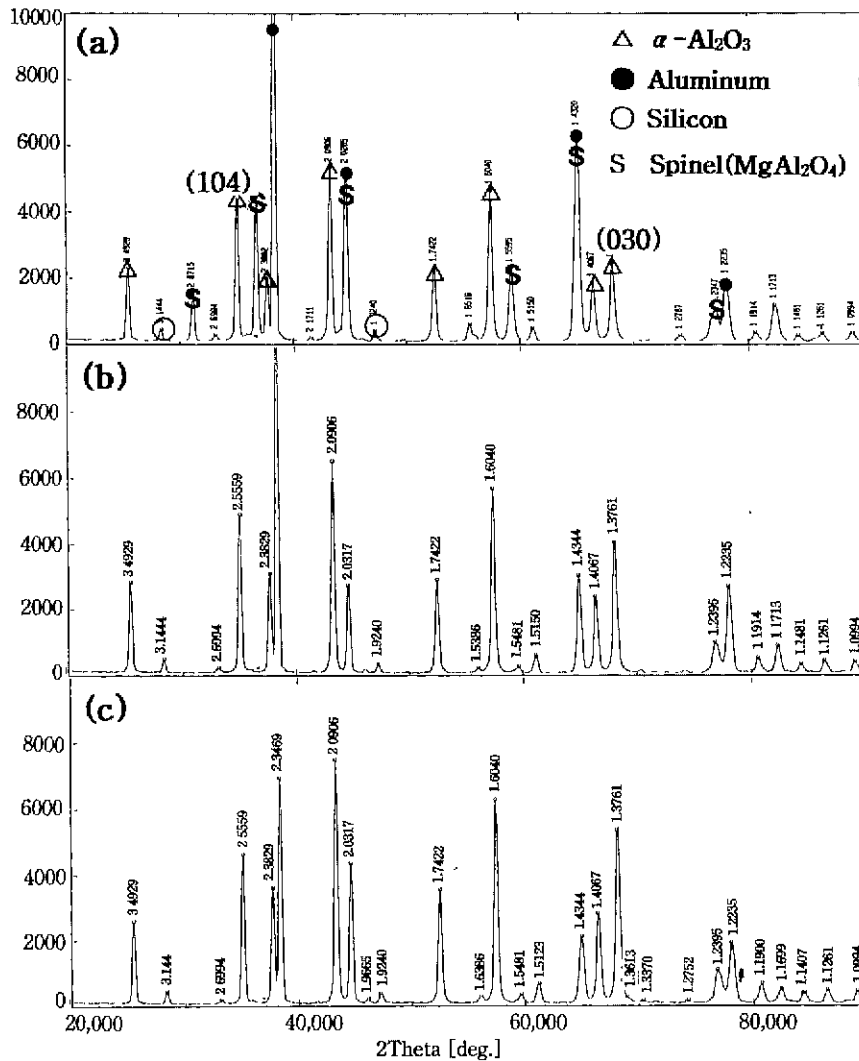


Fig. 8. XRD patterns of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composites fabricated at (a) 1000°C for 1 hr after holding at 850°C for 5 hrs with Mg contained Al metal, (b) pure Al metal and (c) 850°C for 5 hrs with pure Al Metal.

인은 850°C에서 미전이 알루미늄으로 존재하던 것이 1000°C에서 알파상의 알루미늄으로 전이되면서 밀도차이에 기인하여 복합체 내부에 미세크랙이 생성되었기 때문에 생각된다. 1200°C에서 생성된 복합체의 꺾임강도가 감소하는 이유는 복합체내의 알루미늄 입자크기와 알루미늄의 함량과 관계가 깊은 것으로 생각된다. 즉 복합체내부의 알루미늄 입자가 커질수록 또한 알루미늄의 함량이 적을수록 강도값이 저하된다. 알루미늄의 입자가 커지는 것은 주위의 미세한 알루미늄 입자들이 합체되면서 성장하기 때문에 기공도 함께 성장하여 강도가 저하된 것으로 생각된다. 꺾임강도에 있어서 편차가 적고 안정적이며 높은 값을 얻기 위해서는 $\text{Al}_2\text{O}_3/$

Al 복합체의 생성온도를 1000°C로 하는 것이 적합하였다.

Table 6은 복합체의 제조 조건별로 꺾임강도 및 경도값을 평균하여 요약한 것이다. 이때 파괴인성은 indentation method로써는 균열의 진행을 확인할 수 없어 측정이 불가능하였다. 복합체의 경도는 1200°C에서 만들어진 것이 가장 높았으며, 1000°C에서 제조된 것이 가장 낮았다. Table 5의 EDAX 분석결과와 연관지어 살펴보면, 알루미늄의 함량이 높으면 복합체의 경도는 높고, 동일한 알루미늄의 함량일 경우 급속 알루미늄의 함량이 많을수록 경도는 낮으며, 규소의 함량이 많을수록 경도가 높아졌다.

Table 5. Result of EDAX Analysis for Al₂O₃/Al Composites Fabricated at Various Conditions

Specimen	Reaction condition	Type of Al	Result of EDAX analysis				
			Al ₂ O ₃	Al	Si	Al+Si	Mg
1	850°C×5 hrs	Al	67.41	29.85	2.75	32.6	-
2	1000°C×5 hrs	Al	67.30	31.58	1.12	32.7	-
3	1200°C×5 hrs	Al	70.13	28.36	1.5	29.86	-
4	850°C×5 hrs+1000°C×1 hr	Al	67.49	30.01	2.5	32.51	-
5	850°C×5 hrs+1000°C×1 hr	Mg contained Al	61.56	30.74	2.06	32.8	5.64

Table 6. Mechanical Properties of Al₂O₃/Al Composites with Reaction Conditions

Specimen	Reaction condition	Kind of Al	M.O.R. (Mpa)	Hardness (kg/mm ²)
1	850°C×5 hrs	Al	387	230
2	1000°C×5 hrs	Al	393	185
3	1200°C×5 hrs	Al	335	330
4	850°C×5 hrs+1000°C×1 hr	Al	365	230
5	850°C×5 hrs+1000°C×1 hr	Mg contained Al	346	230

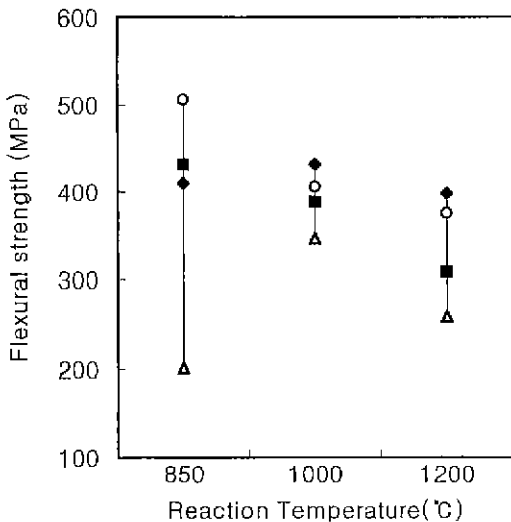


Fig. 9. Flexural strength of composites formed at various temperature for 5 hrs.

4. 결 론

전용실리카 분말을 소결하여 만든 silica preform을 용융 알루미늄과 반응시켜 Al₂O₃/Al 복합체를 만들 때, 반응온도와 시간에 따라 용융 알루미늄의 침투기동을 조사하였으며, 반응온도와 알루미늄의 종류가 복합체의 미세구조와 기계적 성질에 미치는 영향을 조사하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 1000~1300°C 온도범위에서 SiO₂와 Al 반응에 대

한 활성화에너지는 94 kJ/mole로 계산되었다. 실리카 유리에 비해 활성화에너지가 낮게 나타난 것은 소결체 내의 미세기공들에 의해 용융 알루미늄의 침투에 모세관력이 작용하였기 때문으로 생각된다.

2. Al₂O₃/Al 복합체는 반응온도가 높을수록 알루미늄 입자가 성장하였으며, 마그네슘을 함유한 알루미늄을 사용한 복합체에서는 알루미늄의 입자성장이 억제되었다.

3. 850°C에서 생성된 복합체는 1000°C 이상에서 생성된 것보다 Si의 함량이 높았으며, XRD 회절상의 알루미늄 피크가 1000°C 이상에서 생성된 것보다 반가폭이 넓고, 피크의 강도에 차이를 나타내었다.

4. 복합체의 꺾임강도는 850°C에서 생성된 것은 편차가 심하였으며, 1000°C에서 생성된 것은 안정적으로 높은 값을 나타내며, 또한 1200°C에서 생성된 것은 1000°C에서 생성된 것보다 강도가 저하되었다.

5. 복합체의 경도는 알루미늄의 함량에 따라 좌우되며, 동일한 알루미늄 함량의 경우 금속 알루미늄의 함량이 많을수록 경도는 낮고, 규소의 함량은 높을수록 경도가 높아진다.

감사의 글

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

REFERENCES

1. S.G Fishman, "In-Situ Processing of Metal-Ceramic

- Composites," pp.1-19 in *In-Situ Composites : Science and Technology* Edited by M Singh and D. Lewis, The Minerals, Metals & Materials Society, 1994.
2. T. Beardsley, "Rush to Metal/Oxide Composites," *Nature*, **318**(12), 500 (1985).
 3. 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).
 4. M.S. Newkirk, H.D. Lesher, D.R. White, C.R. Kennedy, A.W. Urquhart and T.D. Claar, "Preparation of Lanxide™ Ceramic Matrix Composites: Matrix Formation by the Directed Oxidation of Molten Metals," *Ceram Eng. Sci. Proc.*, **8**, 879-885 (1987).
 5. S. Matsuo, K. Itou, T. Inaba and Sakai, "Al₂O₃-Al Composites," *KINZOKU*, **59**(7), 61-65 (1989).
 6. S. Matsuo and T. Inaba, "Fabrication of Al-Al₂O₃ Composites by Substitutional Reaction in Fused Aluminum," *Ceramics*, **26**, 222-223 (1991).
 7. M.C. Breslin, J.R. Ringnalda, J. Seeger, A.L. Marasco, G.S. Daehan and L. Fraser, "Alumina/Aluminium Co-Continuous Ceramic Composites(C⁴)Materials Produced by Solid/Liquid Displacement Reactions : Processing Kinetics and Microstructures," *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, **15**(4), 104-112 (1994).
 8. W.G. Fahrenholtz, K.G. Ewsuk, R.E. Lochman and A. P. Tomsia, "Synthesis and Processing of Al₂O₃/Al Composites by In Situ Reaction of Aluminum and Mullite," pp.99-109 in *In Situ Reaction for Synthesis of Composites, Ceramic and Intermetallic*. Edited by E.B.Berrera, F.D.S. Marquis, W.E. Frazier, S.G. Fishman, N.N. Thadhani and Z.A. Munir. The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, PA, 1995.
 9. K. Niihara, pp 59 in Preprint of the 21 st Symposium in Basic Ceramics, Fukuoka, Japan, 1983.
 10. 정두화, 배원태, "Al₂O₃/Al 복합체 제조시 용융 알루미늄의 치환반응에 미치는 금속 마그네슘의 영향," *요업학회지*, **35**(1), 23-32 (1998).
 11. A.L. Marasco, J. Ringnalda, M.C. Breslin, G.S. Daehan and H.L. Fraser, "Transformation Kinetics of the Reaction between Silica Glass and Aluminium to Produce an Al₂O₃/Al Composite," pp.35-46, in *Processing and Fabrication of Advanced Materials III*, Ed. by V.A. Ravi, T.S. Srivastan and J.J Moore, The Minerals, Metals & Materials Society, 1994.
 12. K.A. Berry and M.P. Harmer, "Effect of MgO Solute on Microstructure Development in Al₂O₃," *J. Am. Ceram. Soc.*, **69**(2), 143-149 (1986).
 13. M.C. Breslin, M. Fuller, A.C. Strange, J. Ringnalda, G.S. Daehan and H.L. Fraser, "Processing, Microstructure and Properties of an Al/Al₂O₃ Co-Continuous Ceramic Composite," pp.225-233, in *Processing and Fabrication of Advanced Materials IV*, Ed. by T.S. Srivastan and J.J Moore, The Minerals, Metals & Materials Society, 1996.