

알콕사이드로부터 Al_2O_3 - SiC 복합재료의 제조 및 특성

III. 복합분말의 형태에 따른 Al_2O_3 - SiC 복합재료의 소결 특성 및 물성

이홍림·김규영

연세대학교 공과대학 세라믹공학과

(1993년 2월 10일 접수)

Synthesis and Properties of Al_2O_3 - SiC Composites from Alkoxides

III. Effect of Composite Powder Type on the Sintering Characteristics and Properties of Al_2O_3 - SiC Composites

Hong-Lim Lee and Kyu-Young Kim

Dept. of Ceramic Engineering, Yonsei University

(Received February 10, 1993)

요약

복합분말의 형태에 따른 SiC 강화 Al_2O_3 복합재료의 소결특성 및 물성변화를 연구하기 위해 분산형, 피복형 및 기계적 혼합분말을 합성하고 합성한 분말을 1500~1700°C, 2시간 Ar 분위기에서 상암소결하여 각 분말의 소결성을 비교한 결과 피복형 분말의 소결성이 가장 우수하였다. 미세구조 및 물성을 관찰하기 위해 1800°C, 30 MPa의 압력으로 1시간, 질소분위기에서 고온가압소결하여 상대밀도가 98% 이상의 치밀한 소결체를 얻을 수 있었으며, 분산형 복합분말의 소결체에서는 SiC 가 불균일하게 분포되어 있는데 비해 피복형 복합분말의 소결체에서는 SiC 가 균일하게 분포되어 있었다. 복합화된 SiC 입자는 Al_2O_3 의 임성장을 억제하였으며 Al_2O_3 기지내에 잔류응력을 발생시킴으로써 균열전파에 대한 저항성을 증진시켜 파괴인성을 높이는데 효과적으로 작용하였다.

ABSTRACT

Three types of dispersed, coated and mechanically mixed SiC reinforced Al_2O_3 composite powders were used to investigate the effect of composite powder type on sintering characteristics and properties of Al_2O_3 - SiC composites. Sinterability of coated type composite powders was superior to that of other composite powders when they were pressureless sintered at 1500~1700°C for 2 h in Ar atmosphere. However, sinterabilities (>98% TD) of each type of composite powders were similar when they were hot pressed at 1800°C for 1 h under 30 MPa in N₂ atmosphere. SiC powders were randomly distributed in the specimen prepared from dispersed type composite powders, whereas homogeneously distributed for coated type specimens. It was found that SiC powders inhibited the grain growth of Al_2O_3 , and fracture toughness was increased by the increment of crack growth resistance due to residual stress by secondary SiC particles within Al_2O_3 grains.

1. 서 론

세라믹스의 기계적 물성을 증진시켜 구조재료로서의 사용을 확대시키기 위해 세라믹스 기지내에 입자, 위스커, 섬유 등을 이차상으로 분산시켜 균열선단과 이차상과의 상호작용을 유도함으로써 균열전파에너지지를 흡수하여 균열의 진행을 억제시켜 강화하려는 복합체에 대한 연구가 최근 활발히 진행되고 있다. 그 중 알루미나는

세라믹스가 가지고 있는 우수한 재반물성들을 보유하고 있어 구조재료 및 기관재료로 가장 각광을 받고 있는 물질의 하나이다. 그러나 알루미나는 고온에서의 강도 저하가 현저하고 취성재료이므로 동적재료로서의 사용은 제한되어 왔다^[1]. 따라서 ZrO₂ 입자, TiC 입자, SiC Whisker 등의 이차상을 혼합시킴으로써 Al_2O_3 단위의 문제점을 해결하고자 하는 많은 연구가 이루어져 왔다^[2~6]. 그러나 근간의 Al_2O_3 기지 복합재료에 대한

연구는 보강재료로서 SiC Whisker를 이용하는 것이 대부분이었다^{5,6)}. 이때 Al_2O_3 -SiC_w의 소결은 SiC whisker의 난소결성 때문에 hot-pressing이나 HIP 등의 방법으로 제조되며 따라서 형태 및 크기에 제한될 수 밖에 없으며 이로 인해 기압소결축에 따른 불성의 이방성을 나타내게 된다⁹⁾. 또한 입자강화 복합체의 대다수는 micro 수준으로 복합화가 중심이 되었으며 그 특성개선에는 한계가 있었다. 따라서, nano 수준의 초미세한 이차상에 의한 nanocomposites에 대한 연구가 최근 일본의 Niihara 연구팀에 의해 제시되었다^{7,8)}. 그러나 구조재료로서의 복합체 대부분은 난소결성의 이차분산상을 사용하므로 소결온도를 높이거나 고온가압소결법 등의 소결법 개선을 통하여 복합체를 제조하여 왔기 때문에 제조되는 복합소결체의 미세구조는 제한될 수 밖에 없고 기계적 특성 역시 더 이상의 향상을 기대하기 어렵다. 따라서 최근에는 공침법, 혼합가수분해를 이용한 sol-gel법, 분무열분해법 등의 액상법 또는 CVD 등의 화학반응을 이용하여 고순도이며 초미립의 균질하게 혼합된 복합분체를 제조하여 왔으며 이러한 복합분체의 형상 및 구조재어를 통하여 균질하고 치밀한 미세구조 및 이에 따른 우수한 기계적 특성을 갖는 소결체를 얻을 수 있게 되었다⁹⁾.

본 연구에서는 기지상과 분산상의 혼합방법에 따라 분산형, 피복형 및 기계적 혼합분말로 구분하여 금속알록사이드의 혼합가수분해와 탄소열환원법을 통해 분산형 복합분말을 합성하였으며 피복형 복합분말은 표면개질법을 통하여 합성하였다^{10,11)}. 또한 이를 형태의 복합분말과의 소결성 비교를 위하여 기계적 혼합에 의해서도 복합분말을 합성하였다. 이렇게 합성한 각각의 분말을 상압소결 및 고온가압소결을 통하여 Al_2O_3 -SiC 복합소결체를 제조하고 복합분말의 형태에 따른 Al_2O_3 -SiC 복합소결체의 소결특성, 미세구조 및 물성변화를 고찰하고자 하였다.

2. 실험방법

분산형, 피복형 및 기계적 혼합분말을 합성하기 위한 실험공정을 Fig. 1에 나타내었다. 알록사이드이 혼합가수분해와 탄소열환원 반응을 통해 분산형 복합분말을 합성하는 공정을 Process 1. SiC에 $\text{Al}(\text{i}-\text{OC}_3\text{H}_7)_3$ 를 가수분해하여 피복하는 피복형 복합분말 제조법을 Process 2, $\text{Al}(\text{i}-\text{OC}_3\text{H}_7)_3$ 로부터 합성한 Al_2O_3 와 SiC를 ball milling을 통하여 얻은 기계적 혼합분말 제조법을 Process 3로 구분하였다. 이때 사용한 SiC 분말은 β -SiC 분말은 Hermann C. Stark사(순도: 99% 이상, 비표면적: $14.30 \text{ m}^2/\text{g}$, 평균입경: $0.62 \mu\text{m}$)의 것이었다.

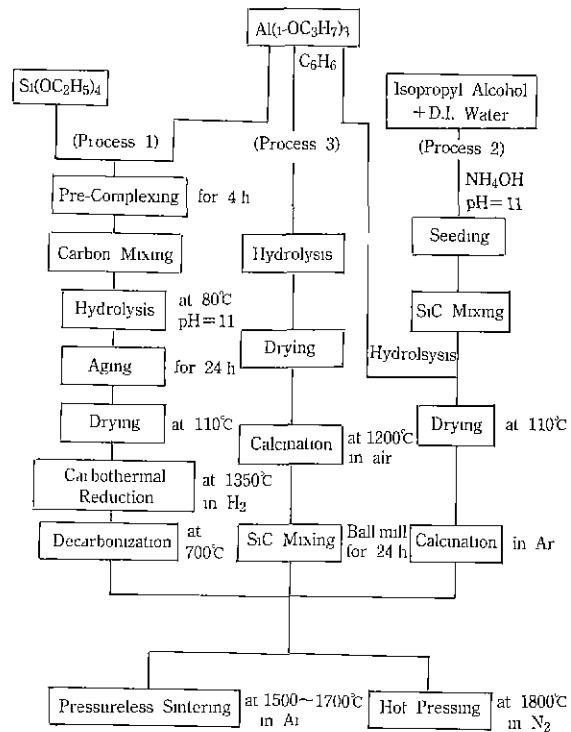


Fig. 1. Schematic diagram of experimental procedure.

/g, 평균입경: $0.62 \mu\text{m}$)의 것이었다.

2.1. Al_2O_3 -SiC 복합분말의 소결

각 방법으로 합성한 복합분말을 상압소결과 고온가압소결을 통하여 Al_2O_3 -SiC 복합소결체를 제조하였다. 상압소결의 경우에는 소결제로 MgO 를 첨가하였으며, 고온가압소결의 경우에는 소결조제를 첨가하지 않았다. 소결조제 첨가는 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 를 사용하였고 각 조성에서 α - Al_2O_3 에 대해 1 wt%의 MgO 로 환산하여 solution method를 통해 첨가하였다. $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 를 에틸알콜에 용해시킨 후 이 용액에 합성한 복합분말을 혼합하여 자력교반기를 사용하여 충분히 교반하였으며 균일한 혼합을 위해 초음파 처리를 병행하였다. 이를 전조하여 700°C에서 1시간 하소하여 MgO 첨가 Al_2O_3 -SiC 복합분말을 제조하였다. 이렇게 제조된 분말을 14 mm 원형볼드를 사용하여 $1000 \text{ kg}/\text{cm}^2$ 의 성형압으로 일축성형한 후 138 MPa의 압력으로 냉간 정수압 성형을 하였다. 이 성형 시편을 측연 발열체를 사용하는 전기로에서 1500~1700°C의 온도에서 2시간, 아르곤 분위기로 상압소결을 행하였다. 고온가압소결의 경우에는 BN

으로 피복한 graphite die에서 고온발열체를 사용하는 고온가압소결로(Astro HP20-3560, U.S.A)로 30 MPa의 압력을 가하여, 1800°C, 질소분위기하에서 1시간 행하여 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ 복합소결체를 제조하였다.

2.2. 측정 및 관찰

2.2.1. 밀도측정

상압소결 및 고온가압소결한 시편의 밀도는 ASTM 373-72에 의한 합수법으로 측정하였다. 복합체의 이론 밀도는 Al_2O_3 를 3.98 g/cm^3 , SiC 를 3.21 g/cm^3 로 계산하였고, 상압소결체의 경우는 MgO 를 3.58 g/cm^3 로 하여 혼합법칙에 따라 계산하였다. 또한 상대밀도는 측정밀도와 이론밀도와의 백분율로부터 산출하였다.

2.2.2. 소결체의 미세구조 관찰

소결체의 미세구조 관찰을 위해 파단면과 파괴인성 측정 후의 crack path에 대해 전자주사현미경으로 관찰하였다.

2.2.3. 경도 및 파괴인성 측정

소결시편을 SiC 연마지를 사용하여 #400, #800, #1000, #1200의 순으로 연마한 후 최종적으로 $0.5 \mu\text{m}$ 의 diamond 지립을 이용하여 거울면으로 연마하였다. 연마한 시편을 Vicker's Microhardness 시험기를 이용하여 암자압입법(Indentation Method)으로 측정하였으며, 압입 후 20초간 유지하였다. 경도측정은 균열이 발생하지 않는 최대하중인 1 kg을 가하여 압입한 후, 압흔의 대각선 길이를 측정하여 Lee와 Brun^[12]이 제시한 다음 식에 따라 계산하였다.

$$H = 0.4636 \times (P/a^2)$$

여기서 H : 경도

P : 압입시의 하중

a : 압입에 의해 생성된 압흔의 반경

압입법에 의해 파괴인성을 측정할 경우에는 압입시의 하중을 10 kg 으로 하였으며, 모든 crack mode는 median crack으로 가정하였고 Niihara^[13]에 의해 제안된 식에 대입하여 구하였다.

$$\frac{K_{IC}}{H \cdot a^{1/2}} = 0.203(c/a)^{-1/2}$$

여기서 K_{IC} : 파괴인성

P : 압입시의 하중

c : 압흔 후 균열의 길이

H : 경도

a : 압입에 의해 생성된 압흔의 반경

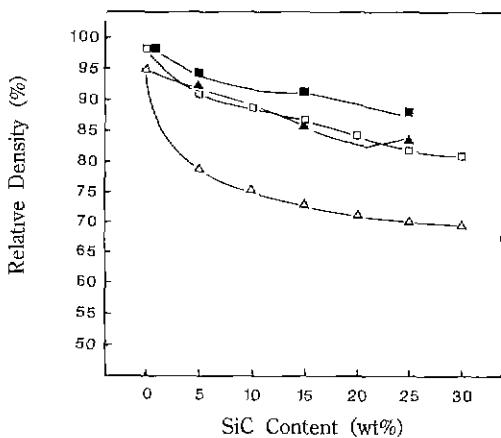


Fig. 2. Relative densities of process 1 (open mark) and process 3 (closed mark) specimens pressureless sintered at 1600°C (\triangle , \blacktriangle) and 1700°C (\square , \blacksquare) for 2 h in Ar as a function of SiC content.

3. 결과 및 고찰

3.1. 상대밀도의 변화

Fig. 2에는 process 1으로 합성한 분산형 복합분말과 process 3로 합성한 기계적 혼합분말을 1600, 1700°C에서 2시간 Ar 분위기에서 상압소결한 시편의 상대밀도를 나타내었다. $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 를 얻기 위해서는 앞에서와 동일한 조건으로 가수분해하였고 이를 1150°C에서 2시간 하소하여 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 분말을 합성하였다. 분산형 복합분말을 1600°C에서 상압소결한 결과 Al_2O_3 단자는 95%의 높은 상대밀도를 보였으나 5 wt% SiC 함량에서 78.9%를 급격한 감소를 보이며, SiC 함량이 증가함에 따라 계속 감소하였다. 1700°C에서 상압소결한 경우에도 1600°C 소결시편과 비슷한 경향을 보였으나 상대적으로 밀도는 10% 정도 높게 나타났다. 기계적 혼합분말의 소결체는 1600, 1700°C에서 모두 분산형 복합분말에 비해 높은 상대밀도를 보이고 있으나 25 wt% SiC 를 첨가한 경우 1600°C에서 84.2%, 1700°C에서 88.2%로 전체적으로 저밀도를 보이고 있다.

분산형 복합분말의 소결성이 이렇게 낮은 이유는 다음과 같은 3가지 이유라고 생각된다. 첫번째는 분산형 복합분말 합성시 부산물로 생성되는 SiC whisker로 인하여 Al_2O_3 기지의 소결이 방해받았기 때문이다^[10]. Lee^[14,15] 등은 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}_w$ 복합체를 합성할 때 사용한 Al_2O_3 의 비표면적이 높을수록 치밀한 복합소결체를 얻을 수 있었으며, 또한 소결조제로 2 wt% Y_2O_3 와 0.5 wt% MgO 를 소결조제로 첨가하거나 infiltration을 이용하여

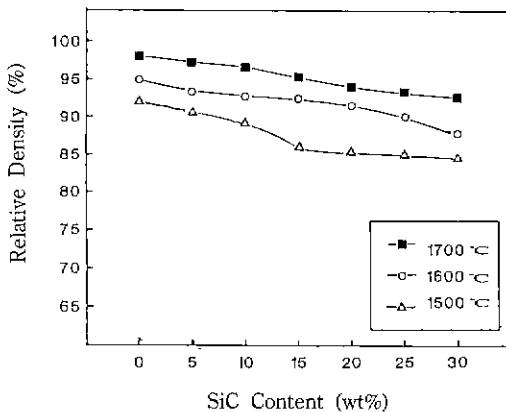


Fig. 3. Relative density of process 2 specimens pressureless sintered at various temperature for 2 h in Ar as a function of SiC content.

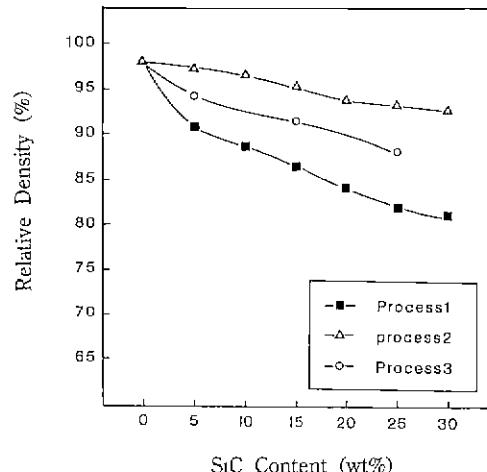


Fig. 4. Relative density as a function of SiC content in specimens pressureless sintered at 1700°C for 2 h in Ar.

밀도를 향상시킬 수 있다고 보고하였다. 이는 소결조제인 Y_2O_3 로 인해 액상인 YAG[$1/2(3\text{Y}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{Al}_2\text{O}_3)$]상을 생성하므로 입계의 확산도를 증가시켜 입계를 통한 물질이 동을 증가시켰기 때문이다. 그러나 본 연구에서 소결조제로 선택한 MgO는 액상을 생성하지 못했을 뿐만 아니라 낮은 산소압에서 Al_2O_3 에 비해 휘발속도가 빠르므로 graphite furnace를 사용하여 상압소결한 본 연구에서는 강한 환원분위기로 인해 소결온도에서 부분적으로 분해되었으리라 생각된다. 둘째로는 탄소열환원 반응식 전류하는 SiO_2 의 영향이다. SiO_2 와 carbon black을 탄소열환원 반응을 통해 SiC를 합성시에는 비정질의 SiO_2 가 남게 된다. 또한 SiO_2 는 Al_2O_3 의 치밀화를 방해하는 것으로 보고되고 있다^[16,17]. 따라서 본 연구에서 분산형 복합분말내에는 합성시에 남은 SiO_2 와 탈탄시에 SiC가 부분적으로 산화되어 생긴 SiO_2 로 인해 Al_2O_3 기지의 소결을 저해했을 가능성도 생각해 볼 수 있다. 세째로는 분산형 복합분말의 형상도 이러한 치밀화속도에 영향을 끼쳤으리라 생각된다. 전보^[10]의 Fig. 8(b)에서 볼 수 있듯이 Al_2O_3 중 많은 부분이 SiC 입자에 의해 둘러싸여 있으므로 Al_2O_3 입자는 서로 접촉되지 못한 형상을 이루고 있어 이와같이 낮은 소결성을 보였으리라 추측된다.

Fig. 3에는 process 2로 합성한 피복형 복합분말을 1500, 1600, 1700°C에서 2시간 Ar 분위기에서 상압소결한 복합소결체의 상대밀도를 나타내었다. 1500°C에서는 Al_2O_3 단자가 92%의 상대밀도를 보이고 있으며 SiC 첨가량이 증가함에 따라 약간 감소하여 30 wt% SiC 조성에서 약 85%의 상대밀도를 보이고 있다. 소결온도가

1600, 1700°C로 높아짐에 따라 전체적으로 밀도는 증가하고 있으며, 1700°C에서 30 wt% SiC를 첨가한 경우 92.9%의 상대밀도를 가지는 소결체를 얻을 수 있었다. 그러나 전체적으로 밀도는 아직 낮았으며 이는 소결조제인 MgO의 분해로 인한 것으로 생각된다. 따라서 적절한 소결조제를 선택하여 액상소결을 유도하면 치밀한 소결체를 얻을 수 있으리라 생각된다.

밀도가 가장 높았던 1700°C에서 세가지 형태의 복합분말을 소결한 소결체의 상대밀도를 비교하여 Fig. 4에 나타내었다. 상대밀도는 피복형 복합분말이 가장 높았고 분산형 복합분말의 밀도가 가장 낮았다. 또한 기계적 혼합분말 및 분산형 복합분말은 SiC 첨가에 따라 현저한 밀도감소가 관찰되는 반면 피복형 복합분말은 밀도의 저하폭이 작다. 이는 SiC 표면에 Al_2O_3 로 피복을 함으로써 난소결성 입자인 SiC끼리의 접촉을 막고 또한 소결시에 발생되는 hydrostatic stress를 Al_2O_3 피복층에 의해 막아줌으로써 밀도저하폭이 감소되었을 것으로 생각된다. Hu^[18] 등은 ZnO-ZrO_2 복합체를 합성하는데 있어 난소결성의 core 물질인 ZrO_2 를 ZnO 로 피복함으로써 복합체의 소결성을 현저하게 증가시킬 수 있었으며, 이러한 형태를 가지는 복합분말의 소결성은 core 물질의 입경 및 부피분율과는 무관하다고 보고하고 있으며, 이 결과는 본 연구의 결과와도 합치한다고 할 수 있다. 이로부터 피복형 복합분말의 제조를 통하여 소결성이 우수한 복합소결체를 제조할 수 있을 것으로 예상된다.

분산형 및 피복형 복합분말의 상압소결체는 전체적으

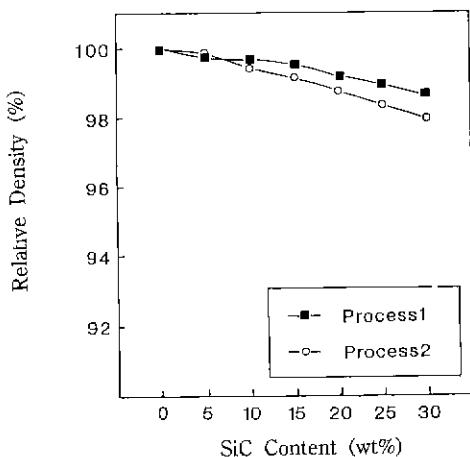


Fig. 5. Comparison of relative density as a function of SiC content between hot pressed specimens through process 1 and 2.

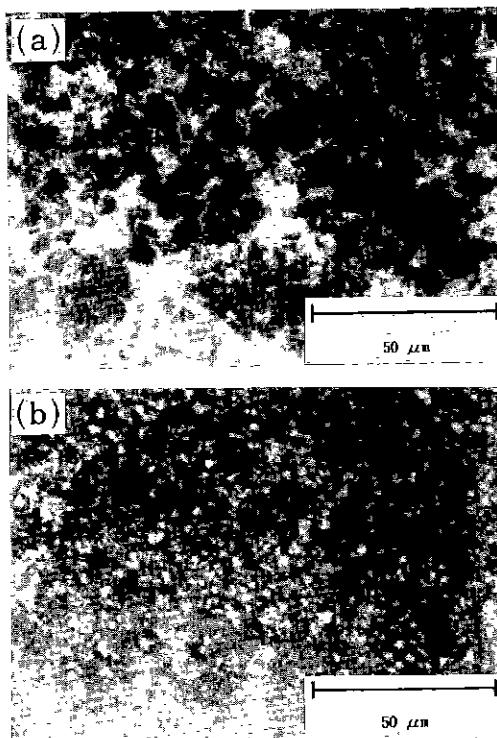


Fig. 6. Optical micrographs showing SiC dispersion of hot pressed Al_2O_3 -20 wt% SiC specimens from (a) process 1 and (b) process 2.

로 밀도가 낮았으므로 미세구조 관찰 및 물성측정을 위해 고온가압소결을 하였으며, 고온가압소결체의 상대밀도를

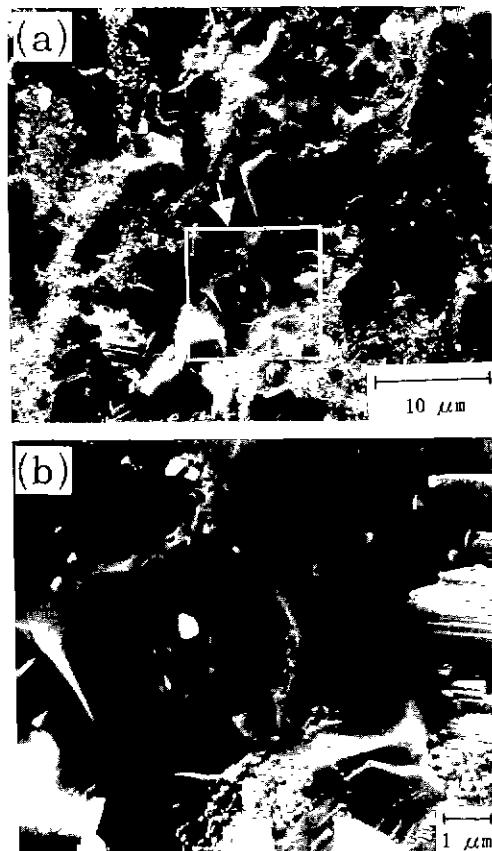


Fig. 7. Scanning electron micrographs of fractured surface of hot pressed Al_2O_3 -15 wt% SiC specimen from process 1.

Fig. 5에 나타내었다. 고온가압소결체는 두 경우 모두 98% 이상의 고밀도를 보였으나 상압소결과는 반대로 분산형 복합분말의 고온가압소결체가 더 높은 상대밀도를 보였다. Katsumura^[19] 등은 Al_2O_3 -SiC 복합체의 소결성을 개선할 목적으로 SiO_2 를 첨가 또는 SiC를 산화시켜 비정질의 SiO_2 를 생성시킴으로써 소결시 mullite의 생성으로 인해 이 복합체의 소결성을 개선시킬 수 있다고 보고하였다. 그들은 2~3 vol%의 SiO_2 로도 1750°C에서 고온가압소결하여 99% 이상의 치밀한 소결체를 얻을 수 있었다. 따라서 본 연구에서 분산형 복합분말을 1800°C에서 고온가압소결을 한 시편이 높은 밀도를 보이는 것은 앞의 3.2항에서 Ar 분위기하에서 상압소결한 경우와는 달리 탄소열환원 반응시에 잔류하는 SiO_2 와 탈탄시 생성된 SiO_2 가 복합분말내에 존재하여 미량의 mullite를 생성시킴으로써 이와같이 치밀한 소결체를 얻었으리라

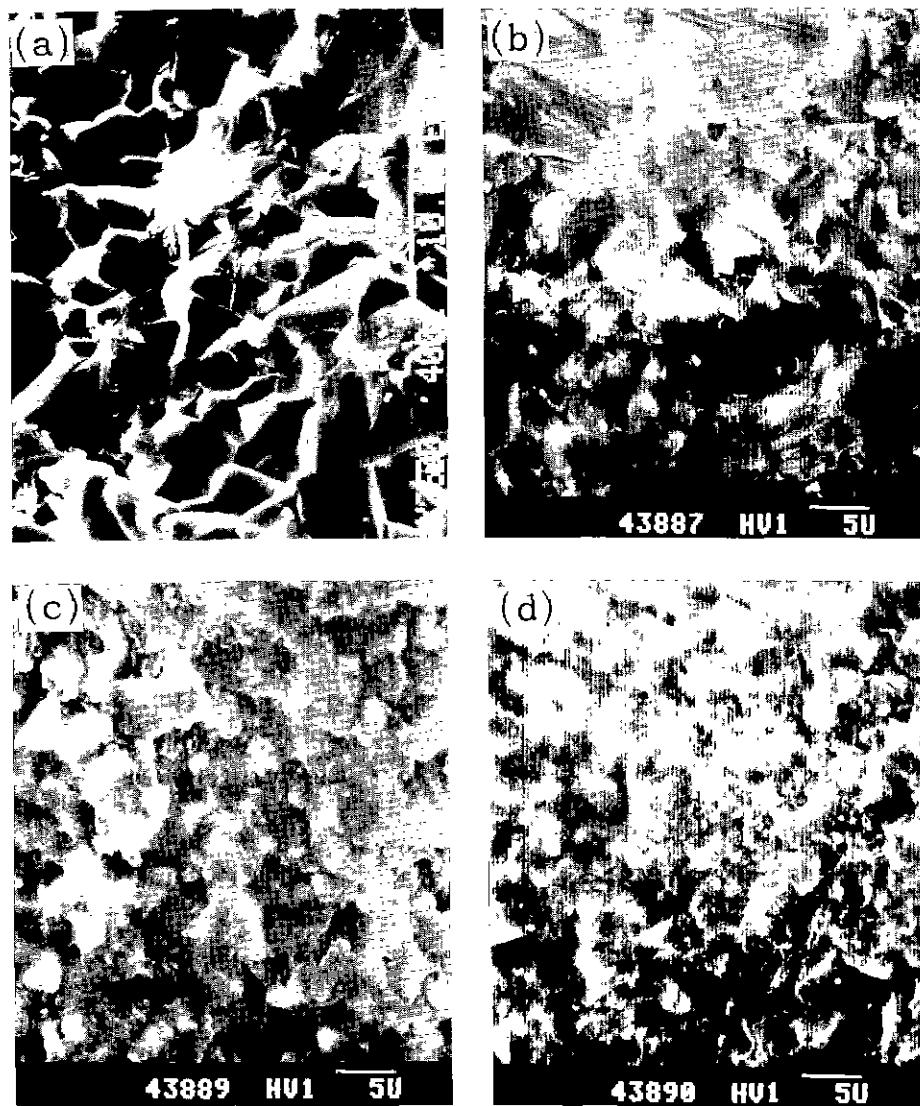


Fig. 8. Scanning electron micrographs of fractured surfaces of hot pressed (a) Al_2O_3 monolith, (b) Al_2O_3 -5 wt% SiC, (c) Al_2O_3 -15 wt% SiC and (d) Al_2O_3 -25 wt% SiC specimens from process 2.

추측된다.

3.2. 미세구조 관찰

Fig. 6는 각각 분산형 및 피복형 복합분말을 고온가압 소결한 시편 연마면의 광학현미경 사진이다. 사진에서 회계 보이는 부분이 SiC로써 분산형 복합분말을 고온 가압소결한 경우는 SiC가 심하게 응집되어 있고 불균일한 분포를 보이는 반면 피복형 복합분말을 고온가압 소결한 경우는 SiC의 응집이 상대적으로 덜할 뿐만 아

니라 균일한 분포를 보이고 있다. Fig. 7은 분산형 복합분말 중 Al_2O_3 -15 wt% SiC 조성에 대해 고온가압소결한 시편의 파단면 사진이다. (a)는 2000배 확대사진으로 비교적 회계 보이는 부분들이 SiC 입자이다. SiC 입자들은 충분히 잘 분산되지 못하고 응집이 심한 상태이며 주로 입계에 위치하고 있다. (b)는 (a)의 □부분을 확대한 사진으로 대부분의 SiC 입자들은 입계에 위치하며 일부 입내에 위치한 SiC 입자 주위에 기공이 형성되어 있음이 관찰된다. 피복형 복합분말을 고온가압소결한 시편의

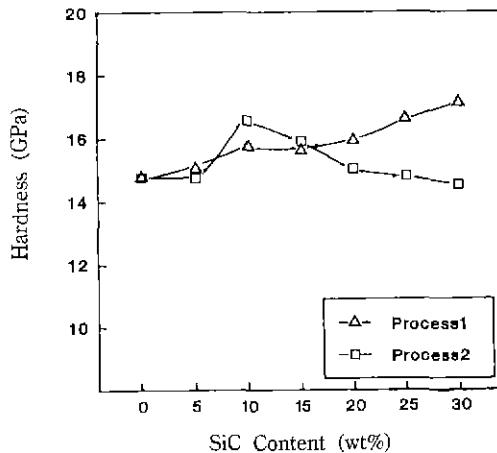


Fig. 9. Hardness of hot pressed specimens from process 1 and process 2 as a function of SiC content.

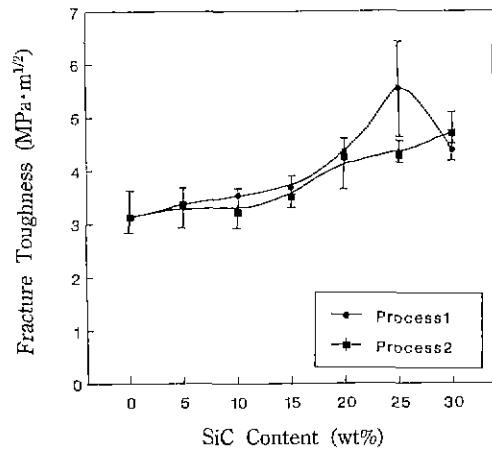


Fig. 10. Fracture toughness of hot pressed specimens from process 1 and process 2 as a function of SiC content.

파단면을 Fig. 8에 나타내었다. (a)는 Al_2O_3 단미로써 5~10 μm 의 grain size를 가지고 있는 반면 SiC가 많은 조성일수록 grain size가 감소함을 알 수 있었다. 이는 첨가된 SiC 입자가 Al_2O_3 의 입성장을 억제하였기 때문이다. Niihara⁷ 등은 Al_2O_3 -SiC nano 복합체를 제조하고 Al_2O_3 와 SiC의 큰 열팽창계수 차(Al_2O_3 의 열팽창계수 : $8 \times 10^{-6}/\text{C}$, SiC의 열팽창계수 : $4 \sim 5 \times 10^{-6}/\text{C}$)에 의해 SiC 입자 주변에는 1000 MPa 이상의 큰 잔류응력이 발생하여 파괴양상이 입계파괴에서 입내파괴로 변화된다고 보고하였다. Fig. 8(a)는 Al_2O_3 단미로써 파단면 관찰결과 입계파괴를 보이고 있으며, SiC 함량이 증가함에 따라

(Fig. 8(b)→(d)) 점차 입내파괴를 보이고 있다.

3.3. 물성 측정결과

Fig. 9과 Fig. 10는 압자압입법에 의해 측정한 경도 및 파괴인성 값을 SiC 첨가량에 따라 나타내었다. 경도는 Al_2O_3 단미가 14.77 GPa를 나타낸 반면 SiC를 첨가하게 되면 process 1과 2 모두 증가함을 알 수가 있었다. Process 1의 경우는 SiC 함량이 증가함에 따라 계속 증가하여 30 wt% SiC를 첨가한 경우 17.14 GPa로 최고값을 보였다. Process 2의 경우는 10 wt% SiC를 첨가한 경우 16.59 GPa로 최고값을 보였으며 그 이상의 SiC를 첨가한

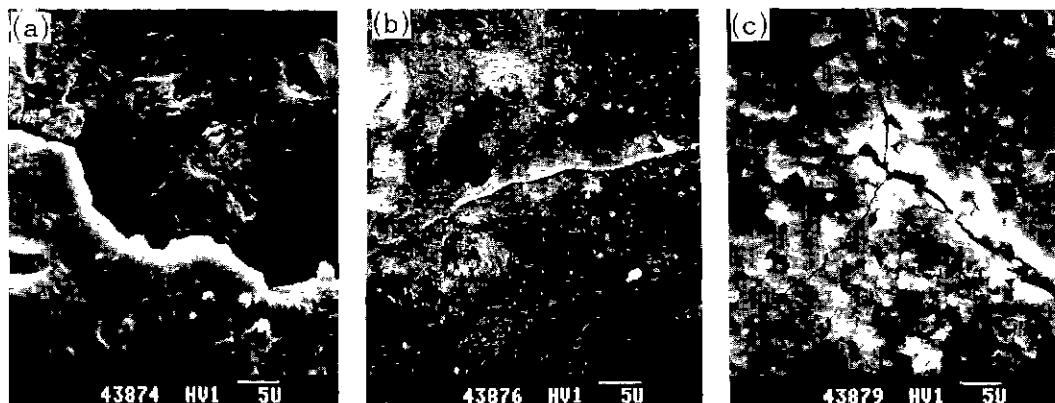


Fig. 11. Scanning electron micrographs showing crack propagation path of (a) Al_2O_3 monolith, (b) Al_2O_3 -15 wt% SiC specimen from process 1 and (c) Al_2O_3 -15 wt% SiC specimen from process 2 hot pressed at 1800°C for 60 min.

경우에는 오히려 감소하였다. 파괴인성 역시 SiC 첨가에 따라 증가하는 경향을 보였는데 process 1의 경우는 25 wt% SiC 첨가의 경우 $5.53 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 의 최고 인성값을 보였고, process 2는 30 wt% SiC에서 $4.69 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 의 최고인성값을 보였다. 이와같이 SiC 첨가에 따라 파괴인성값이 증가하는 것은 3.2에서 설명한 바와 같이 기자와 보강재 사이의 열팽창계수 차에 의한 잔류응력이 발생되어 균열전파에 대한 저항성을 증대시켰기 때문이라고 생각된다. 이는 Fig. 11의 SEM 사진에서도 알 수 있듯이 Al_2O_3 단단의 경우 균열은 입계를 따라 전파되고 있으나, Al_2O_3 -15 wt% SiC 복합체의 경우는 첨가된 SiC로 인해 기자내에 잔류응력이 발생하여 균열이 입계가 아닌 입자내부로 전파되고 있음이 관찰된다.

4. 결 론

복합분말의 형태에 따른 Al_2O_3 -SiC 복합체의 소결특성 및 물성변화를 연구하기 위해 분산형 복합분말, 피복형 복합분말, 기계적 혼합분말을 합성하고, 이를 상압소결과 고온가압소결을 행하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) 상압소결 결과 피복형 복합분말에서는 SiC가 증가함에 따라 밀도변화가 그리 크지 않은데 비해 분산형 및 기계적 혼합분말은 SiC가 증가함에 따라 급격한 밀도의 저하가 관찰되었다. 이는 소결시 난소결성 입자인 SiC로부터 발생되는 hydrostatic stress를 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 피복층에 의해 막아주었기 때문으로, 피복형 복합분말의 소결성이 가장 우수하다고 생각된다.

(2) 분산형 복합분말을 고온가압한 소결체에서는 SiC가 불균일하게 분포되어 있는데 비해 피복형 복합분말의 소결체에서는 SiC가 균일하게 분포되어 있었다.

(3) 파괴인성 측정결과 SiC 첨가에 따라 인성값은 계속 증가하여 분산형 복합분말의 소결체에서는 Al_2O_3 -25 wt% SiC에서 $5.53 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 의 최고값을 보였고, 피복형 복합분말의 소결체에서는 Al_2O_3 -30 wt% SiC에서 $4.58 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 의 최고값을 나타내었다. 주요한 파괴인성 증진 기구는 SiC 첨가에 의한 잔류응력의 발생 및 균열전파에 대한 저항성의 증대라고 생각된다.

후 기

본 연구는 94년도 교육부 신소재분야 연구지원(Ministry of Education Research Fund for Advanced Materials)에 의해 이루어졌다.

REFERENCES

- T.G. Gupta, "Strength Degradation and Crack Propagation in Thermally Shocked Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, **55**(5), 249-253 (1972).
- A. Nakahira, K. Niihara and T. Hirai, "Microstructure and Mechanical Properties of Al_2O_3 -SiC Composites," *Yogyo-Kyokai-Shu*, **94**(8), 767-772 (1986).
- Y. Katsumura, K. Kobori and H. Suzuki, "Studies on the Development of Al_2O_3 -SiC Ceramics," *J. of Japan Society of Powd & Powd Metal.*, **37**(7), 174-179 (1990).
- Y.W. Kim and J.G. Lee, "Pressureless Sintering of Alumina-Titanium Carbide Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**(8), 1333-1337 (1989).
- T.N. Tiegs and P.E. Becher, "Sintered Al_2O_3 -SiC Whisker Composites," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **66**(2), 339-342 (1987).
- P.F. Becher and G.C. Wei, "Toughening Behavior in SiC Whisker Reinforced Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, **67**(12), C267-C269 (1984).
- K. Niihara and A. Nakahira, "Structural Ceramic Nanocomposites by Sintering Method. Roles of Nano-size Particle," pp. 404-417 in CERAMICS: TOWARD THE 21st CENTURY: Centennial International Symposium Ed. by Soga, A. Kato, The Ceramic Society of Japan (1991).
- 新原 啓一, “ナノ微構造と破壊,” セラミクス., **27**(4), 293-299 (1992).
- D.R. Ulrich, "Potential Impact of Ultrastructural Processing on Government and Industry," pp. 6-11 in Ultrastructure Processing of Ceramics, Glasses and Composites Ed. by L.L. Hench, John Wiley & Sons, Inc (1984).
- H.L. Lee and K.Y. Kim, "Synthesis of Al_2O_3 -SiC Composites from Alkoxides and Their Characterization: I. Synthesis of Dispersed Type Al_2O_3 -SiC Composite Powders," *J. Kor. Ceram. Soc.* to be published.
- H.L. Lee and K.Y. Kim, "Synthesis of Al_2O_3 -SiC Composites from Alkoxides and Their Characterization. II Synthesis of Coated Type Al_2O_3 -SiC Composite Powders," *J. Kor. Ceram. Soc.* to be published.
- Lee and Brun, pp. 863, *Ceram. Sci. Eng. Proc.* (1983)
- 新原 啓一, pp. 59, 第 59, 第 21 回 窯業基礎討論會講演要旨集, 福岡 (1983).
- H.W. Lee and M.D. Sacks, "Pressureless Sintering of SiC Whisker Reinforced Al_2O_3 Composites: I. Effect of Matrix Powder Surface Area," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**(7), 1884-1893 (1990).
- H.W. Lee and M.D. Sacks, "Pressureless Sintering of SiC Whisker Reinforced Al_2O_3 Composites: II. Effect of Sintering Additives and Green Body Infiltration,"

- J. Am. Ceram. Soc.*, 73(7), 1894-1900 (1990)
- 16. S. Sumita and H.K. Bowen, "Effects of Foreign Oxides on Grain Growth and Densification of Sintered Al_2O_3 ," pp. 840-847 in *Ceramic Powder Science II*, B., Ed. by G.L. Messing, The American Ceramic Society, Inc (1988).
 - 17. H.D. Kim and H.K. Kang, "Effect of SiO_2 on Grain Growth and Densification of Alumina Prepared by Sol-Gel Technique," pp. 1460-1468 in *Euro Ceramics*, Vol. 1. Ed. by G.de with, R.A. Terpstra and R. Metselaar,
 - Elsevier, London (1989).
 - 18. C.L. Hu and M.N. Rahaman, "Factors Controlling the Sintering of Ceramic Particulate Composites: II. Coated Inclusion Particles," *J. Am. Ceram. Soc.*, 75(8), 2066-2070 (1992).
 - 19. Y. Katsumura, M. Kobayashi, K. Kobori and H. Suzuki, "Improvement of Sinterability of Al_2O_3 -SiC Ceramics," *J. of Jpn. Soc. of Powd. and Powd. Metal.*, 35(6), 532-537 (1988).