

알콕사이드로부터  $Al_2O_3$ - $TiO_2$ 계 복합분체의 합성(2)  
2. Sol-Gel법으로 제조한  $Al_2TiO_5$ 와  $Al_2TiO_5$ /mullite (alumina)  
복합체의 열적·기계적 특성

이홍림 · 정종렬 · 이형민  
연세대학교 세라믹공학과  
(1996년 7월 3일 접수)

Preparation of  $Al_2O_3$ - $TiO_2$  Composite Powder from Alkoxides (2)  
2. Thermo-mechanical Properties of  $Al_2TiO_5$  and  $Al_2TiO_5$ /mullite (alumina)  
Composites Prepared by the Sol-Gel Method

Hong Lim Lee, Jong Yeol Jeong and Hyung Min Lee

Dept. of Ceramic Eng., Yonsei Univ., 134, Shunchon-Dong, Seodaemun-Ku, Seoul, 120-749, Korea  
(Received July 3, 1996)

요 약

Aluminium sec-butoxide( $Al(OC_4H_9)_3$ )와 tetraethyl orthotitanate( $Ti(OC_2H_5)_4$ )를 출발물질로 하는 sol-gel 법에 의하여  $Al_2TiO_5$  분말을 제조하여 좁은 입도분포의 미세한 분말을 얻을 수 있었으며 이로 인한 소결체의 미세균열의 감소로 보다 높은 강도값을 얻을 수 있었다. mullite와  $Al_2O_3$ 를 제 2상으로 첨가하였을 때  $Al_2TiO_5$ 의 입성장을 억제하는 역할을 함으로써 미세균열이 감소하고 그 결과로 강도가 증가하였으며 alumina보다 mullite를 첨가한 시편의 강도가 보다 우수하였다. 열팽창 거동 측정 결과 alumina와 mullite의 첨가량이 증가할수록 미세균열의 감소로 인해 열팽창도 약간 증가하는 결과를 나타내었으며 승온시에는  $Al_2TiO_5$ 가 분해되는 온도 범위인 1000°C부터 1250°C 사이에서 수축이 관찰되었다. 분해거동을 관찰한 결과, mullite 첨가량이 증가함에 따라  $Al_2TiO_5$ 의 분해량이 감소하는 반면  $Al_2O_3$ 의 첨가는 오히려 분해를 촉진시켰다. 알콕사이드로부터 제조한  $Al_2TiO_5$ 는 상용의  $Al_2O_3$ 와  $TiO_2$ 의 혼합분말로부터 제조한  $Al_2TiO_5$ 에 비하여 분말 특성과 소결체의 강도 및 열분해 특성에 있어서 더욱 우수하였다.

ABSTRACT

$Al_2TiO_5$  powder, prepared by the sol-gel processing from the metal alkoxides: aluminium sec-butoxide ( $Al(OC_4H_9)_3$ ) and tetraethyl orthotitanate ( $Ti(OC_2H_5)_4$ ), was very fine and had a narrower particle size distribution than that prepared from the commercial alumina and titania powders. The addition of mullite and  $Al_2O_3$  powder to  $Al_2TiO_5$  inhibited the grain growth and this resulted in decrease of microcracks and increase of fracture strength.  $Al_2TiO_5$ /mullite composite showed the higher fracture strength than  $Al_2TiO_5$ /alumina composite. The thermal expansion of  $Al_2TiO_5$  increased with the addition of mullite and alumina and also increased with temperature up to 1000°C, however, it decreased in the temperature range between 1000°C and 1250°C during heating. The decomposition test showed that the addition of mullite suppressed the decomposition of  $Al_2TiO_5$ , on the contrary, the addition of  $Al_2O_3$  accelerated the decomposition of  $Al_2TiO_5$ .

**Key words:** Aluminum titanate, Metal alkoxide, Microcrack, Fracture strength, Thermal expansion, Decomposition

I. 서 론

Aluminium titanate( $Al_2TiO_5$ )는 열충격 저항성이 크기 때문에 저열팽창성 세라믹 재료로서 최근 고온구조 세

라믹스의 응용분야에서 크게 관심을 불러 일으키고 있는 물질이다<sup>1)</sup>.

$Al_2TiO_5$ 는 결정축에 따르는 열팽창계수의 이방성으로 인하여 소결한 다음의 냉각과정에서 미세균열이 발생하

고 기계적 강도가 낮아지고 있다.<sup>50)</sup> 이와 같이  $Al_2TiO_5$ 는 기계적 강도가 낮으며 또한 700~1300°C 사이의 온도에서  $Al_2O_3$ 와  $TiO_2$ 로 분해되는 특성으로 인하여 그 응용에 있어서 많은 제약이 따르고 있으며 이에 따라 최근에는 mullite, MgO,  $SiO_2$  등을 첨가함으로써  $Al_2TiO_5$ 를 안정화시켜서 강도증진 및 열분해의 억제를 위한 연구가 진행되고 있다.<sup>7-11)</sup>

$Al_2TiO_5$ 는 용융 실리카정도의 낮은 열팽창 계수를 가지기 때문에 자동차 엔진의 exhaust port liner, missile nose cone, piston crown 등의 상업적 목적으로의 응용에 관심이 모아지고 있으며 실제로 유럽에서는 자동차의 exhaust port liner를 aluminium titanate로 대체하여 열효율을 증진시켰다고 보고되고 있다.<sup>36,12)</sup>

$Al_2TiO_5$ 의 합성방법에는  $Al_2O_3$ 와  $TiO_2$  상용 분말을 기계적으로 혼합하여 1300°C 이상에서 열처리하는 방법이 일반적으로 알려져 있으나<sup>13-15)</sup> 이 방법은 미세구조 조절이 힘들고 혼합 불균일성에 따른 재현성에 문제가 있어 금속 알콕사이드를 사용한 sol-gel법을 이용하여 우수한 미세구조를 나타낼 수 있는 aluminium titanate 분체, precursor 및 소결체를 합성하고자 하는 연구가 현재 활발히 진행되고 있다.<sup>16-19)</sup>

본 연구에서는  $Al_2TiO_5$ 의 저열팽창성 등의 우수한 열적 성질을 유지하며 동시에 강도등 기계적 및 열적 특성을 향상시키고자 알콕사이드를 사용하여 균질하고 미세한 aluminium titanate 분말을 합성하여 전보<sup>20)</sup>에서 보고한 데 이어서, 합성한  $Al_2TiO_5$ 와 여기에 mullite와  $Al_2O_3$ 를 각각 첨가하여 소결함으로써 입성장 제어와 미세구조 제어를 통한 강도증진, 열팽창계수의 조정 및 열분해 억제 등 제2상에 의한 효과를 관찰하였다.

## 2. 실험방법

### 2.1. $Al_2O_3$ - $TiO_2$ 계 복합분말의 합성 및 소결체 제조

$Al_2O_3$ 의 공급원으로는 aluminium sec-butoxide( $Al(OC_4H_9)_3$ , ASB)를 사용하고,  $TiO_2$ 의 공급원으로는 tetraethyl orthotitanate( $Ti(OC_2H_5)_4$ , TEOT)를 사용하여, 전보<sup>20)</sup>에서 보고한 바와 같이 sol-gel법에 의하여  $Al_2TiO_5$  분말을 제조하였다. 이 분말에 다시 mullite와 alumina 분말을 각각 0, 10, 20 wt% 씩 첨가하여 150 MPa의 압력으로 6×6×45 mm의 bar 형으로 냉간 정수압 성형한 후 공기 분위기 중에서 1500°C와 1600°C에서 2시간 소결하여  $Al_2O_3$ - $TiO_2$ /mullite 및  $Al_2O_3$ - $TiO_2$ / $Al_2O_3$  복합재료의 시편을 제조하였다.

또한 일반적인 제조방법으로 제조된 aluminium tita-

nate와의 물성을 비교하기 위하여 상용의  $Al_2O_3$ (AES11)와  $TiO_2$  분말(Junsei Chemical Co. Ltd.)을 1:1의 몰비로 혼합한 후 1350°C에서 1시간 유지하여 aluminium titanate를 합성하고, 이후의 과정은 알콕사이드를 출발 물질로 할 경우와 동일한 방법으로 하여  $Al_2O_3$ - $TiO_2$ /mullite 및  $Al_2O_3$ - $TiO_2$ / $Al_2O_3$  복합재료의 시편을 제조하였다.

## 2.2. 측정 및 관찰

### 2.2.1. 꺾임 강도 측정

소결시편을 SiC paper로 표면 연마한 후 인장면의 모서리에 존재하는 flaw를 제거하기 위해 모서리 가공을 하여 강도측정 시편을 준비하였다. 이 시편들을 꺾임강도 시험기(Model 4024, Instron, U.S.A.)를 사용하여 cross head speed 0.5 mm/min, outer span 30 mm, inner span 10 mm의 조건으로 상온에서 각 소성당 3회 반복 측정 후 4점 꺾임강도값을 얻었다.

### 2.2.2. 열팽창 거동 관찰

소결시편을 지름 5 mm, 길이 20 mm의 원통형으로 가공한 후 dilatometer(TMA8140, Rigaku, Japan)를 이용하여 승온시에는 6°C/min의 속도로, 냉각시에는 10°C/min의 속도로 온도를 변화시키며 상온에서 1400°C까지의 열팽창 거동을 관찰하였다.

### 2.2.3. 분해 거동 관찰

각각의 소결시편을 1200°C의 공기분위기에서 12, 24, 48, 100 h 씩 유지시킨 후 X선 회절 분석장치(D/MAX, Rigaku, Japan)를 이용하여 회절각도(2 $\theta$ ) 25°에서 29° 사이에서 상분석을 행하여 aluminium titanate가  $Al_2O_3$ 와  $TiO_2$ 로 분해되는 분해거동을 관찰하였다.

## 3. 결과 및 고찰

Table 1에는 전보<sup>20)</sup>에서 제조하고 본 연구에서 사용한 시편의 명칭에 따른 출발물질과 조성 그리고 첨가제인 alumina( $Al_2O_3$ )와 mullite( $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ )의 함량을 나타내었다.

### 3.1. 꺾임 강도

꺾임강도 측정 결과 sol-gel법으로 제조한 aluminium titanate 분말의 소결체가 혼합분말로부터 제조한 분말보다 더 높은 강도를 나타내는 것을 확인하였으며 1500°C와 1600°C에서 소결한 시편의 강도값을 Fig. 1과 Fig. 2에 각각 나타내었다. 밀도 측정 결과와 SEM 사진에서 확인한 바<sup>20)</sup>와 마찬가지로 sol-gel법으로 제조한 분말의 경우 출발분말이 좁은 입도와 작은 입경을 가진 까닭에

Table 1. Sample Notation Used in Tris Research

| Sample Name | Starting Material   | Phase  | Additive Contents |
|-------------|---|--|-------------------|
| AT          | $Al_2O_3 + TiO_2$<br>mixed powder                         | $Al_2TiO_5, 3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ (mullite) | no millite        |
| ATM10       |   |  | mullite 10 wt%    |
| ATM20       |   |  | mullite 20 wt%    |
| SGATM0      | Aluminium sec<br>butoxide, Tetra-<br>ethyl ortho-titanate |  | no mullite        |
| SGATM10     |   |  | mullite 10 wt%    |
| SGATM20     |   |  | mullite 20 wt%    |
| AT          | $Al_2O_3 + TiO_2$<br>mixed powder                         | $Al_2TiO_5,$<br>$Al_2O_3$                    | no alumina        |
| ATA10       |   |  | alumina 10 wt%    |
| ATA20       |   |  | alumina 20 wt%    |
| SGAT        | Aluminium sec<br>butoxide, Tetra-<br>ethyl ortho-titanate |  | no alumina        |
| SGATA10     |   |  | alumina 10 wt%    |
| SGATA20     |   |  | alumina 20 wt%    |

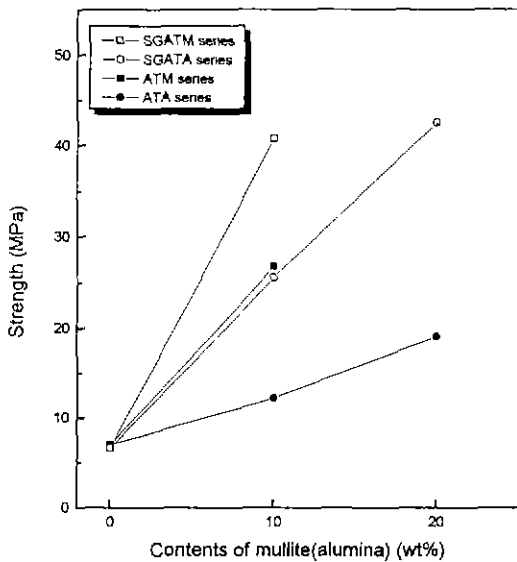


Fig. 1. 4-point bending strength of  $Al_2TiO_5$  sintered at 1500C for 2 h.

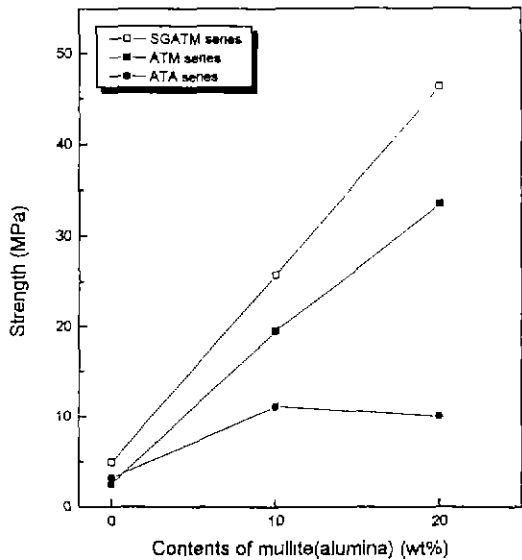


Fig. 2. 4-point bending strength of  $Al_2TiO_5$  sintered at 1600C for 2 h.

소결체의 grain 크기가 작고 균일하게 분포하여 소결후 냉각과정에서 발생하는 미세균열들의 크기가 감소하여 강도가 증진되었다고 판단된다. Fig. 1과 Fig. 2에서 볼 수 있는 바와 같이 alumina와 mullite의 첨가로 강도가 증진되는 것을 확인할 수 있으며 첨가량의 증가와 함께 강도도 증가하는 경향을 보였다. 이는 SEM 사진<sup>20)</sup>에서 확인한 바와 같이 새 2상으로 존재하는 alumina와 mullite가 aluminium titanate의 입성장을 억제함으로써 강도에 치명적인 영향을 미치는 미세균열의 수와 크기를

감소시킴으로써 강도가 증진된 것으로 설명할 수 있다.  $Al_2TiO_5$ /mullite 복합체의 강도와  $Al_2TiO_5$ /alumina 복합체의 강도를 비교하여 볼 때 제 2상으로 mullite를 첨가한  $Al_2TiO_5$ /mullite 복합체의 강도가 더 높았으며 이러한 결과는 열팽창 계수 차이에 의해 소결 후 소결체내에 존재하는 잔류응력과 관련이 있는 것으로 판단된다. 즉, 20~1000°C의 동일 온도범위에서 aluminium titanate 다결정체의 열팽창 계수가 약  $0.2 \times 10^{-6} /K$  인데 비해 mullite의 열팽창 계수는  $5 \times 10^{-6} /K$ , alumina의 열팽창

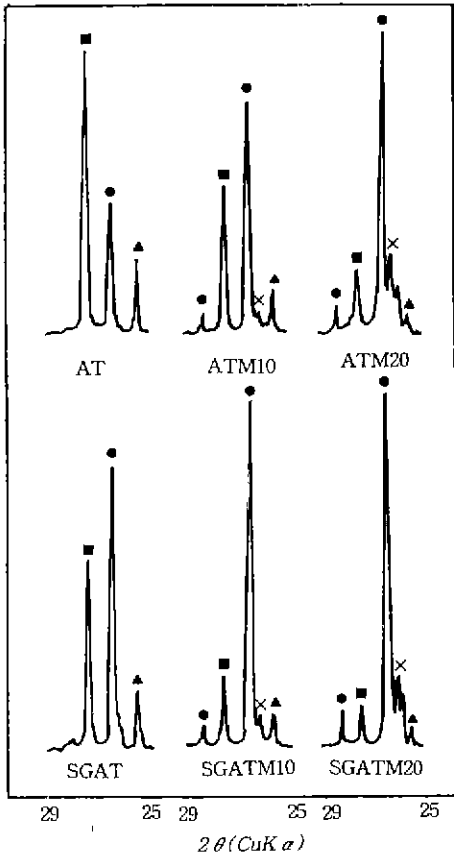


Fig. 3. XRD patterns of  $\text{Al}_2\text{TiO}_7$ /mullite composites sintered at  $1600^\circ\text{C}$  for 2 h and annealed at  $1200^\circ\text{C}$  for 12 h.  
 (●:  $\text{Al}_2\text{TiO}_7$ , ▲:  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , ■:  $\text{TiO}_2$ , x: mullite)

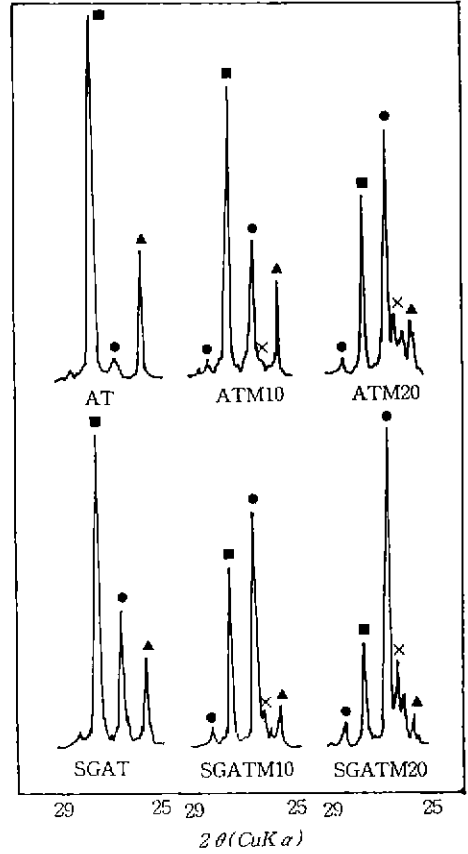


Fig. 4. XRD patterns of  $\text{Al}_2\text{TiO}_7$ /mullite composites sintered at  $1600^\circ\text{C}$  for 2 h and annealed at  $1200^\circ\text{C}$  for 24 h.  
 (●:  $\text{Al}_2\text{TiO}_7$ , ▲:  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , ■:  $\text{TiO}_2$ , x: mullite)

계수는  $8.5 \times 10^{-6} \text{K}^{-1}$ 로서<sup>14</sup> aluminium titanate와 mullite간의 열팽창 계수 차이가 aluminium titanate와 alumina간의 열팽창 계수 차이보다 작기 때문에 mullite를 첨가할 경우 alumina보다 소결체 내부의 열팽창 계수 차이에 의해 발생하는 잔류응력이 보다 작기 때문으로 생각된다.

### 3.2. 분해 거동

Aluminium titanate가  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 와  $\text{TiO}_2$ 로 분해되는 분해거동을 살펴보기 위하여  $1600^\circ\text{C}$ 에서 2시간 소결한  $\text{Al}_2\text{TiO}_7$ /mullite 복합체 시편을  $1200^\circ\text{C}$ 에서 12시간, 24시간, 48시간, 100시간 동안 유지한 후 XRD로 상분석하여 회절각( $2\theta$ )  $25^\circ$ 에서  $29^\circ$  사이에 나타나는 X선 피크를 Fig. 3에서 Fig. 6까지에 나타내었다. 회절각( $2\theta$ )  $25^\circ$ 와  $29^\circ$  사이에  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 의 (012)면,  $\text{Al}_2\text{TiO}_7$ 의 (110)면,

$\text{TiO}_2$ (rutile)의 (110)면이 차례로 존재한다. 따라서  $\text{Al}_2\text{TiO}_7$ 의 X선 피크의 강도와 그 좌우로 나타나는  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 와  $\text{TiO}_2$ 의 X선 피크의 강도를 서로 비교함으로써  $\text{Al}_2\text{TiO}_7$ 가 분해되는 과정을 정량적이지는 않으나 XRD peak의 상대적인 강도를 비교함으로써 분해의 정도를 확인할 수 있었다.  $\text{Al}_2\text{TiO}_7$ /mullite 복합체 시편을  $1200^\circ\text{C}$ 에서 12시간 유지한 후에는  $\text{Al}_2\text{TiO}_7$ 가  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 와  $\text{TiO}_2$ 로 분해가 진행되고 있음을 Fig. 3에서 확인할 수 있었다. 그러나 mullite를 첨가한 시편의 경우에는 mullite 함량이 증가할수록  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 와  $\text{TiO}_2$  피크의 강도는 감소하고  $\text{Al}_2\text{TiO}_7$  피크의 강도는 증가하였으며 이로부터 mullite가  $\text{Al}_2\text{TiO}_7$ 의 분해를 억제하는 역할을 하는 것으로 판단할 수 있다. Fig. 4, 5, 6에서 볼 수 있는 바와 같이 유지시간에 관계없이 모두 mullite 함량이 증가할수록 분해가 억제되었으며  $1200^\circ\text{C}$ 에서 유지하는 시간이 길어질수록 분해도

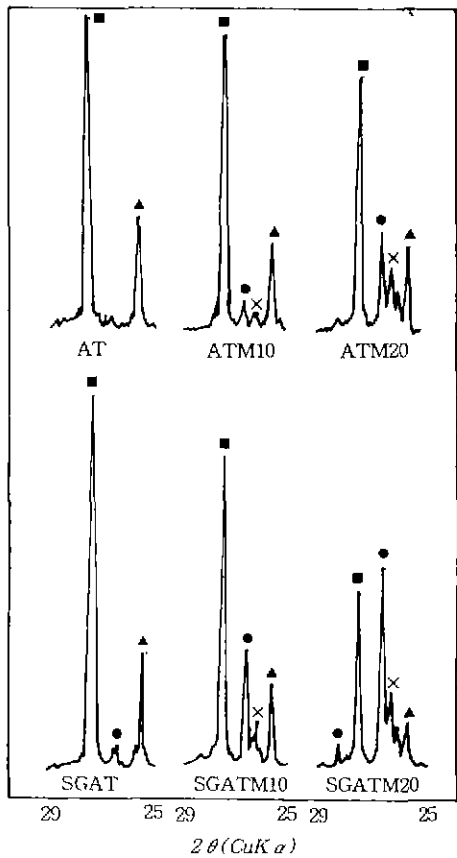


Fig. 5. XRD patterns of  $Al_2TiO_5$ /mullite composites sintered at  $1600^\circ C$  for 2 h and annealed at  $1200^\circ C$  for 48 h.  
(●:  $Al_2TiO_5$ , ▲:  $Al_2O_3$ , ■:  $TiO_2$ , x: mullite)

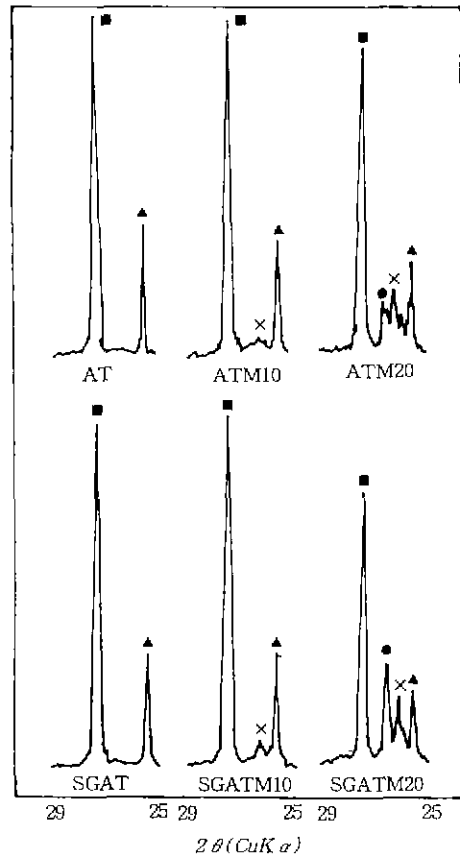


Fig. 6. XRD patterns of  $Al_2TiO_5$ /mullite composites sintered at  $1600^\circ C$  for 2 h and annealed at  $1200^\circ C$  for 100 h.  
(●:  $Al_2TiO_5$ , ▲:  $Al_2O_3$ , ■:  $TiO_2$ , x: mullite)

많이 일어났다 특히 100시간 유지한 경우에는 mullite가 10 wt% 첨가된 소결체도 모두  $Al_2O_3$ 와  $TiO_2$ 로 분해되었다. 또한 sol-gel법으로 제조한 SGATM Series 시편이 혼합분말로부터 제조한 ATM Series 시편의 경우보다 선반적으로 우수한 분해 억제 효과를 보였다.

분해 억제 기구는 아직 정확하게 밝혀져 있지 않으나 aluminum titanate 결정의 열팽창 계수의 이방성에 의해 입계에 걸리는 압축응력으로 분해가 촉진된다는 연구결과에<sup>21)</sup> 비추어 볼 때 mullite에 의해 aluminum titanate 입자 성장이 억제되고 그 결과 입계에 걸리는 압축응력이 감소하여 분해가 억제되었다고 할 수 있다. SEM 사진 분석 결과<sup>21)</sup> 입자 크기의 큰 차이를 볼 수 없었던 SGATM Series와 ATM Series 시편의 경우 SGATM Series 시편이 ATM Series 시편보다 우수한 분해 억제 효과를 나타낸 결과로부터 입자크기 이외에도 소결체

내에 존재하는 불순물들이 분해에 영향을 미치는 것으로 추측된다. 즉, aluminum titanate의 분해반응은 핵생성 속도가 율속단계라는 Kato 등의 연구 결과로<sup>21)</sup> 미루어 볼 때 sol-gel법에 의해서 제조되는 SGATM Series의 시편 내에 존재하는 불순물들이 상용의 혼합분말로 부터 제조되는 ATM Series 시편들에 비해서 상대적으로 적어서 핵생성이 늦어짐으로써 분해가 둔화된 것으로 추정된다. 그러나 아직 정확한 이유에 대해서는 더욱 연구를 하여 밝혀야 할 것으로 생각된다.

Fig. 7에는  $1500^\circ C$ 에서 소결한 ATA Series와 SGATA Series 시편을  $1200^\circ C$ 에서 12시간 유지한 후 XRD로 상분석한 결과를 나타내었다. mullite를 첨가한 경우에는 반대로 alumina를 넣은 소결체는 모두  $Al_2O_3$ 와  $TiO_2$ 로 분해되었다. 소결온도에 의한 영향인지를 확인하기 위하여  $1600^\circ C$ 에서 2시간 소결한 시편을 동일조건인  $1200$

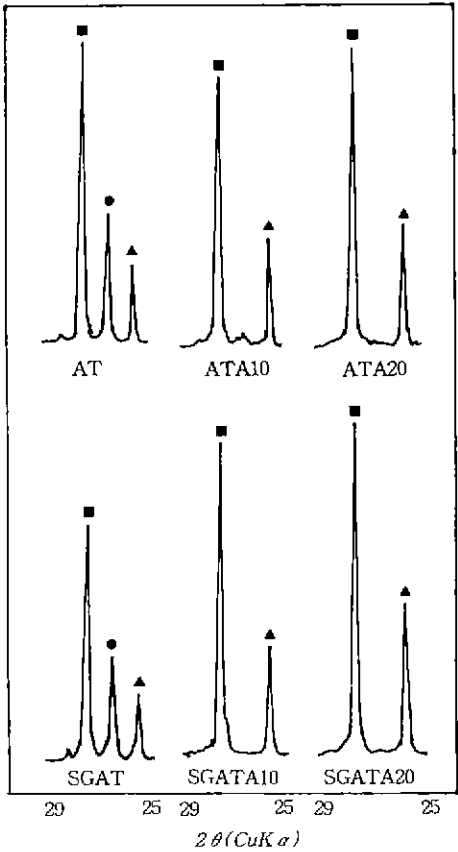


Fig. 7. XRD patterns of  $Al_2TiO_5$ /mullite composites sintered at  $1500^\circ C$  for 2 h and annealed at  $1200^\circ C$  for 12 h.  
 (●:  $Al_2TiO_5$ , ▲:  $Al_2O_3$ , ■:  $TiO_2$ )

C에서 12시간 유지한 후 XRD 분석한 결과를 Fig. 8에 나타냈으며 역시  $1500^\circ C$  소결시편과 마찬가지로 alumina가 첨가된 시편은 모두 분해되어  $Al_2O_3$ 와  $TiO_2$ 상만이 남아 있음을 알 수 있었다. alumina가 mullite와 달리 aluminium titanate의 분해를 촉진시키는 기구는 alumina가 분해 생성상중 하나이기 때문에 분해반응물의 seed 역할을 하여 분해를 촉진시킨 것으로 생각된다.

### 3.3. 열팽창 거동

Aluminium titanate의 열팽창 거동중 승온부분과 냉각부분을 분리하여 Fig. 9에서 Fig. 12까지에 나타내었다. 승온부분을 나타낸 Fig. 9와 Fig. 10에서 볼 수 있는 바와 같이 alumina와 mullite의 첨가량이 증가할수록 미세균열이 감소하여 열팽창이 증가하는 것을 확인할 수 있으며 약  $1000^\circ C$ 부터  $1250^\circ C$  사이, 즉 aluminium titanate의

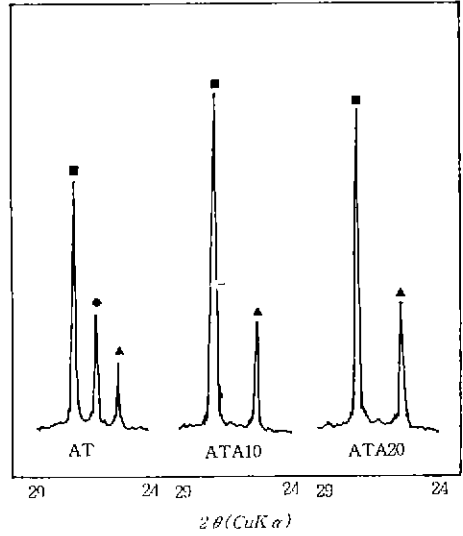


Fig. 8. XRD patterns of  $Al_2TiO_5$ /mullite composites sintered at  $1600^\circ C$  for 2 h and annealed at  $1200^\circ C$  for 12 h.  
 (●:  $Al_2TiO_5$ , ▲:  $Al_2O_3$ , ■:  $TiO_2$ )

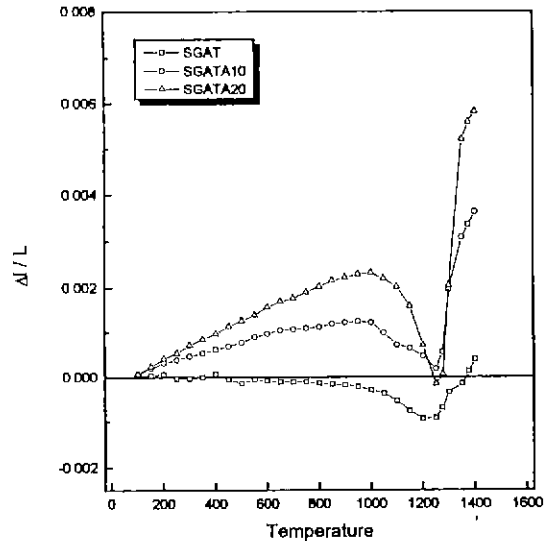


Fig. 9. Thermal expansion behavior during heating for  $Al_2TiO_5/Al_2O_3$  composites sintered at  $1500^\circ C$  for 2 h.

분해온도 부근에서 수축하는 부분이 존재하였다. 이는 aluminium titanate(밀도:  $3.7 g/cm^3$ )가  $Al_2O_3$ (밀도:  $3.99 g/cm^3$ )와  $TiO_2$ (밀도:  $4.25 g/cm^3$ )로 분해될 때 밀도차이에 의해 약 11%의 부피 수축이 일어난다는 점으로 미

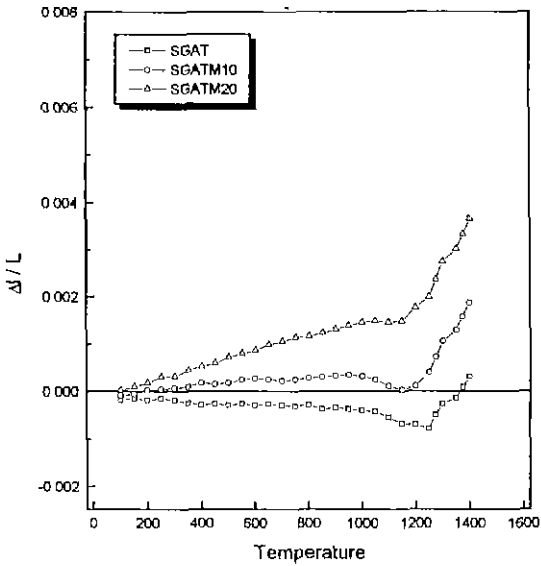


Fig. 10. Thermal expansion behavior during heating for  $Al_2TiO_5$ /mullite composites sintered at 1600°C for 2 h

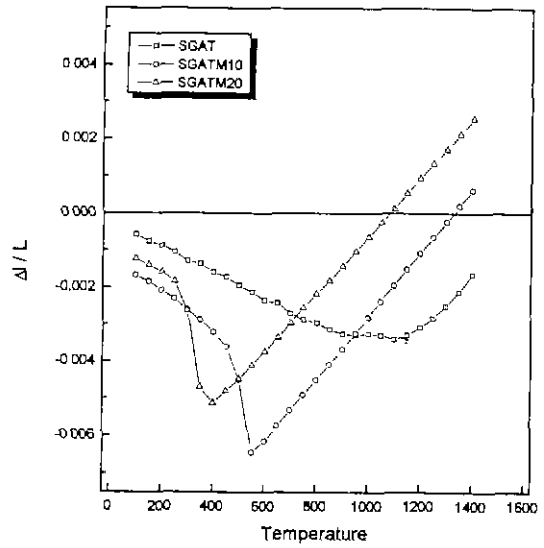


Fig. 12. Thermal expansion behavior during cooling for  $Al_2TiO_5$ /mullite composites sintered at 1600°C for 2 h.

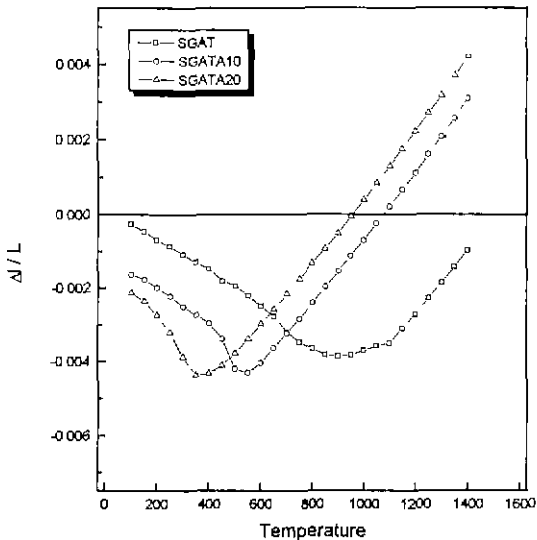


Fig. 11. Thermal expansion behavior during cooling for  $Al_2TiO_5/Al_2O_3$  composites sintered at 1500°C for 2 h

루어 보아 aluminum titanate의 분해에 의해 수축이 발생한 것으로 생각된다. 또한 Fig. 9의 alumina가 첨가된 소결체는 첨가량이 증가하면서 분해가 촉진되어 수축도 급속히 일어난 반면 Fig. 10의 mullite가 첨가된 소결체는

첨가량이 증가함에 따라 분해가 억제되어 수축도 완만히 나타났다고 설명할 수 있다. 이러한 결과는 XRD 분석으로 살펴 본 분해 거동 관찰 결과와 일치하는 것으로 수축이 일어나는 원인이 aluminum titanate의 분해에 의한 것이라고 결론지을 수 있다.

Fig. 11과 Fig 12에 나타난 냉각과정에서의 열팽창 거동에 관한 관찰결과, 수축 후에 다시 재팽창하는, 즉 미세균열들이 발생하기 시작하는 온도인 microcracking temperature를 확인할 수 있었다. 첨가량이 증가할수록 microcracking temperature는 낮아짐으로써 미세균열이 감소하는 원인이 되었으며 이는 첨가제에 의해 입성장이 억제되어 미세균열이 감소함으로써 강도가 증진되었다는 앞서의 결과와도 잘 일치하는 것이다.

#### 4. 결 론

Aluminium sec-butoxide( $Al(OC_4H_9)_3$ )와 tetraethyl orthotitanate( $Ti(OC_2H_5)_4$ )를 출발물질로 하는 sol-gel 법에 의하여  $Al_2TiO_5$  및  $Al_2TiO_5$ /mullite(alumina) 복합체를 제조하고 그 기계적 및 열적인 특성을 측정하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. Al과 Ti의 금속 알루미늄을 출발물질로 제조한 aluminium titanate 분말의 소결체는 미세균열 크기의 감소와 균일한 입자 분포에 의해 강도가 증진되었다.

2. 제 2상으로 첨가한 mullite와  $Al_2O_3$ 는 aluminium titanate 소결체내에서 각각 안정한 상으로 존재하여 aluminium titanate의 입성장을 억제하는 역할을 하였으며 그 결과 미세균열이 감소하여 밀도와 강도가 증가하였다. 그러나 열팽창 계동을 측정된 결과에 의하면 이들의 첨가량이 증가하면서 발생하는 미세균열의 감소로 열팽창도 증가하는 경향을 보였다.

3. Mullite가 aluminium titanate의 분해를 억제하는 역할을 하는 반면  $Al_2O_3$ 는 분해를 촉진시켰으며 금속 알록사이드를 출발물질로 제조한 aluminium titanate 소결체가 혼합분말로부터 제조한 aluminium titanate 소결체보다 분해량이 적었다.

4. 열팽창 계동을 측정할 결과, 승온시 aluminium titanate가 분해되는 온도범위에서 수축이 발생하였으며 수축의 정도는 분해량이 많을수록 커졌다.

### 감사의 글

본 연구는 1995년도 교육부 신소재분야 연구지원(Ministry of Education Research Fund for Advanced Materials in 1995)에 의해 이루어 졌으며 이에 감사드립니다.

### REFERENCES

1. Materials Science and technology: Structure and properties of ceramics. edited by R.W. Cahn, P. Haasen and E.J. Kramer, vol 11, pp 528-530, 1994
2. Hiroyuki Morishima, Zenzi Kato, Keizo Uematsu, Katsukazu Saito, Toyohiko Yano and Noboru Otsuka. "Synthesis of aluminium titanate-mullite composites having high thermal shock resistance," *J. Mat. Sci. letters*, **6**, 389-390 (1987).
3. Yutaka Ohya, Kenya Hamano, and Zenbe-e Nakagawa. "Grain boundary microcracking due to thermal expansion anisotropy in aluminium titanate ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**(8), c184-c186 (1987).
4. Fred J. Parker and Roy W. Rice, "Correlation between grain size and thermal expansion for aluminium titanate materials," *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**(12), 2364-2366 (1989)
5. H.A.J. Thomas, and R. Stevens, "Aluminium titanate-A literature review, Part 1: Microcracking phenomena," *Br. Ceram. Trans.*, **88**, 144-151 (1989)
6. H.A.J. Thomas, and R Stevens, "Aluminium titanate-A literature review, Part 2: Engineering properties and thermal stabilities," *Br. Ceram. Trans.*, **88**, 184-190 (1989).
7. Masayuki Ishitsuka, Tsugio Sato, Tadashi Endo and Masahiko Shimada, "Synthesis and thermal stability of aluminium titanate solid solution," *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**(2), 69-71 (1987)
8. Toyohiko Yano, Nobuaki Nagai, Masakatsu Kiyohara, Katsuchi Saito and Nozomu Otsuka, "Thermal and mechanical properties of aluminium titanate-mullite composites: Part 1 Effects of composition," *Yogyo-Kyokai-Shi*, **94**(9), 970-976 (1986).
9. Toyohiko Yano, Masakatsu Kiyohara, and Nozomu Otsuka, "Thermal and mechanical properties of aluminium titanate-mullite composites: Part 2 Thermal shock resistance," *Yogyo-Kyokai-Shi*, **94**(11), 1190-1192 (1986).
10. Yutaka Ohya, Kenya Hamano, and Zenbe-e Nakagawa, "Effects of some additives on microstructure and bending strength of aluminium titanate ceramics," *Yogyo-Kyokai-Shi*, **94**(7), 665-670 (1986)
11. Duan-Fen Qian, Yutaka Ohya, Kenya Hamano and Zenbe-e Nakagawa, "Effects of excess alumina on microstructure of aluminium titanate ceramics prepared from mixture of alumina with titania," *Yogyo-Kyokai-Shi*, **93**(6), 315-321 (1985).
12. C. Razim and C. Kaniut. "Ceramics in the automobile industry," in Designing with structural ceramics, edited by R.W Davidge and M.H. Van De Voorde, Elsevier Applied Science, pp 273-295, 1990
13. Bernhard Freudenberg and Alan Mocellin, "Aluminium titanate formation by solid-state reaction of fine  $Al_2O_3$  and  $TiO_2$  powders," *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**(1), 33-38 (1987)
14. Bernhard Freudenberg and Alan Mocellin, "Aluminium titanate formation by solid-state reaction of coarse  $Al_2O_3$  and  $TiO_2$  powders," *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**(1), 22-28 (1988).
15. Kenya Hamano, Yutaka Ohya, and Zenbe-e Nakagawa. "Microstructure and Mechanical strength of aluminium titanate ceramic prepared from mixture of alumina and titania," *Yogyo-Kyokai-Shi*, **91**(2), 94-101 (1983).
16. P.A. Brugger and A. Mocellin, "Preparation of composite  $Al_2O_3$ - $TiO_2$  particles from organometallic precursors and transformations during heating," *J. Mat. Sci.*, **21**, 4431-4435 (1986).
17. Hiromichi Okamura, Eric A. Barringer and H. Kent Bowen, "Preparation and sintering of monosized  $Al_2O_3$ - $TiO_2$  composite powder," *J. Am. Ceram. Soc.*, **69**(2), c22-c24 (1986)
18. Hiromichi Okamura, Eric A. Barringer and H. Kent Bowen, "Preparation and sintering of narrow-sized  $Al_2O_3$ - $TiO_2$  composite powders," *J. Mat. Sci.*, **24**, 1867-



- 1880 (1989).
19. W.F. Kladnig and H. Mayer, "Aluminium titanate formation by the gas-phase hydrolysis method," *J. Mat Sci.*, **25**, 1973-1977 (1990)
  20. 정종열, 이형민, 이홍립, "알루미늄산화물로부터  $Al_2O_3$ - $TiO_2$ 계 복합분체의 합성," *요업학회지*, **33**(10), 1138-1146 (1996).
  21. Etsuro Kato, Keiji Daimon and Yuichi Kobayashi, "Factors affecting decomposition rate of  $Al_2TiO_5$ ," *Yogyo-Kyokai-Shi*, **86**(12), 626-631 (1978)
  22. Tsuguhiko Kameyama and Takashi Yamaguchi, "Kinetic studies on the eutectoid decomposition of  $Al_2TiO_5$ ," *Yogyo-Kyokai-Shi*, **84**(12), 589-593 (1976).