

반응 소결 Alumina의 소결거동과 기계적성질에 미치는 Al첨가량의 영향

장복기 · 문종하 · 이종호
전남대학교 무기재료공학과
(1997년 4월 2일 접수)

Effect of Al Amount on the Sintering Behavior and Mechanical Properties of Reaction Bonded Alumina

Pok-Kie Chang, Jong-Ha Moon and Jong-Ho Lee
Dept. of Inorganic Materials Eng. Chonnam Natl. University
(Received April 2, 1996)

요 약

Al함량이 반응결합 알루미나의 소결거동, 미세구조, 기계적 특성에 미치는 영향을 조사하였다. 승온 속도가 느릴 수록 임계 Al첨가량이 증가하였으며, 반응 소결 후의 무게 증가와 수축률은 55 vol% Al에서 각각 28%와 6.5%로 이론적인 값에 비해 30%정도 낮았다. 반응 소결체의 밀도는 Al첨가량이 15에서 55 vol%로 증가함에 따라 96에서 94%로 감소하였다. 반응 소결 시편의 경도는 Al첨가량이 15에서 55 vol%로 증가함에 따라 17.8에서 19.9 GPa로, 꺾임 강도는 370에서 570 MPa로 증가하였다. 한편, 비마모량은 Al첨가량이 15에서 55 vol%로 증가함에 따라 6.7에서 $3.39 \times 10^{-5} \text{ mm}^2/\text{kg}$ 로, 파괴 인성은 4.1에서 3.6 $\text{MPa m}^{1/2}$ 로 감소하였다. 파괴양상은 입내파괴와 입자간파괴가 혼재되어 나타났으며, Al첨가량이 증가함에 따라 입내파괴가 지배적으로 나타났다.

ABSTRACT

The effect of Al content and heating rate on the sintering behavior, microstructure, and mechanical properties of reaction bonded alumina (RBAO) was investigated. As the heating rate became slower a critical Al content which could be added to RBAO increased. The weight gain and linear shrinkage of RBAO containing of 55 vol% Al were 28% and 6.5%, respectively. The relative density of RBAO decreased from 96 to 94%, as the amount of Al increased from 15 to 55 vol%. The hardness of RBAO increased from 17.8 to 19.9 GPa and the bending strength enhanced from 370 to 570 MPa, as the amount of Al increased from 15 to 55 vol%. On the other hand, the wear rate of RBAO degraded from 6.7 to $3.39 \times 10^{-5} \text{ mm}^2/\text{kg}$ and the fracture toughness decreased from 4.1 to 3.6 $\text{MPa m}^{1/2}$, as the amount of Al increased from 15 to 55 vol%. Fracture modes were shown to the mixed mode of inter/transgranular. However, transgranular fracture was dominant with increasing the content of Al.

Key words : Reaction bonded alumina, Al, Heating rate, Microstructure, Hardness, Wear rate, Fracture toughness, Fracture mode

1. 서 론

Al_2O_3 는 화학적, 기계적, 전기적 및 열적 성질 등이 우수하여 공업적으로 널리 이용되고 있다. 알루미나를 일반 소결법에 의해 소결할 경우 1600°C이상의 고온이 필요할 뿐만 아니라 10~30%의 소성 수축으로 인해 형상 변형, 균열, 잔존 응력과 같은 결함이 발생한다. 따라서 소결을 용이하게 하고 소성수축으로 인한 결함을 줄이기 위하여 기상, 액상 및 고상이 서로 화학반응하여 새

로운 상을 생성하는 반응 소결법(reaction bonding 또는 reaction sintering method)이 개발 되었다.

반응 소결 세라믹스에 대한 연구는 Si_3N_4 와 같은 질화물^{1,5,11)}이나 SiC, TiC와 같은 탄화물^{6,10,12,13)}등에 주로 적용되어져 왔으며, 산화물계 세라믹스에 관한 반응 소결법 연구는 용융금속의 직접산화법(DMO: directed melt oxidation method)^{14,15)}가 개발되면서 시작되었다. Claussen 등은^{16,17)} DMO방법을 변형시킨 RBAO(Reaction Bonded Aluminum Oxide)를 보고 하였다.

RBAO방법이란 Al_2O_3/Al 혼합 분말을 마분쇄한 후, 공기 중에서 열처리하여 금속 Al을 완전히 산화시켜 소결체를 제조하는 방법이다. Al이 산화되어 Al_2O_3 가 되면서 89%의 무게 증가와 28.6%의 부피 증가가 발생하게 되는데, 이 부피 증가가 Al_2O_3 가 소결될 때 일어나는 수축을 보상하여 소성수축이 없거나 적은 소결체를 얻을 수 있다.

RBAO에서는 금속 Al입자의 형상과 크기, Al/ Al_2O_3 혼합비, 성형압, 열처리 조건 등이 반응 소결체의 특성을 좌우하며¹⁶⁾ Al입자의 분쇄가 충분하게 이루어지지 못한 경우 치밀한 소결체 제조가 불가능하다.¹⁸⁾

본 연구에서는 승온속도와 Al첨가량을 변화시켜 그에 따른 RBAO의 반응 소결 거동과 미세 구조, 그리고 기계적 특성의 변화를 조사하였다.

2. 실험방법

본 실험에서 사용한 Al원료는 일본 Yakuri Pure Chemical사의 판상 Al이며, 평균 입경 $101.73 \mu m$, 비표면적은 $0.03 m^2/g$ 이었다. Al_2O_3 원료는 Al의 분쇄 효율성을 고려하여^{16,19,20)} 커친 입자를 사용하였으며, 일본 Junsei사의 특급 시약으로 평균 입경은 $55.28 \mu m$, 비표면적은 $0.45 m^2/g$ 이었다.

Al/ Al_2O_3 혼합분말의 Al함량을 10~60 vol%로 변화시켰다. 원료의 전처리과정에서 Al의 산화나 수화를 최소화하기 위해 분쇄매액으로 아세톤을 사용하였으며²⁵⁾ 분쇄매체로는 직경 5 mm의 지르코니아 구를 사용하였다. 이때에 attrition mill의 회전속도는 600 rpm으로 하였다.

Al첨가량이 증가함에 따라 분쇄속도가 현저히 낮아지므로 비슷한 입도의 혼합분말을 얻기 위해 Al함량에 따라 분쇄시간을 10~20시간으로 변화시켰다. 분쇄된 혼합분말은 회전 증발법(rotor evaporation)으로 건조한 후, 성형성을 좋게하기 위해 $100 \mu m$ 체를 사용하여 조립화하였다.

성형시편의 크기는 $8 \times 8 \times 40$ mm였으며, 50 MPa의 압력으로 1차 성형한 후 300 MPa의 정수압하에서 2차 성형을 행하였다. 반응소결은 상자형 고온 전기로를 사용하여 $1600^\circ C$ 에서 행하였다. 승온은 2-단계 방식^{16,17,20)} 과 1-단계 방식²¹⁻²⁴⁾이 고려되고 있는 바, 본 연구에서는 1-단계 방식을 채택하였으며, $1100^\circ C$ 까지의 승온속도를 $0.5\text{--}2^\circ C/min$ 으로 변화시켜 반응소결 거동을 고찰하였다. $1100\text{--}1600^\circ C$ 의 승온속도는 $5^\circ C/min$ 였으며, $1600^\circ C$ 에서 3시간 유지한 후 $5^\circ C/min$ 로 냉각하여 반응소결을 종료하였다.

반응소결 후 무게변화, 선수축 및 KSL3114에 따라 밀도를 측정하였다. 미소경도계를 사용하여 500 g의 압력으로 경도를 측정하였으며, 꺾임강도는 3점식으로 측정하였다. 이때 지지점간 거리는 30 mm, 가압속도는 10

요업학회지

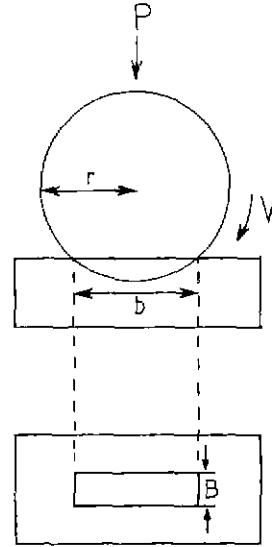


Fig. 1. Schematic diagram of wear tester.

mm/min이었다. 파괴인성은 미소경도계를 사용하여 압자압입법으로 측정하였으며, 압입하중은 4 kgf, 가압시간은 15초로 하였다. 동일시편에 대하여 5군데씩 측정 후 KSL 1600 및 JISR I607에 따라 K_{IC} 를 계산하였다.

내마모성 측정은 자체 제작한 시험장치를 사용하였으며, 1,000 m 접동 후 비마모량을 측정하였다. 접동 속도는 1 m/sec였으며, 접동 상대 재료는 140~170 mesh의 다이아몬드 판이었고, 하중은 0.8 kg이었다. Fig. 1에 접동 상태의 모식도를 나타내었다.

비마모량의 측정은 마모흔(wear trace)으로 부터 다음 식에 의해 마모량(W)을 구한 다음 비마모량을 계산하였다. 마모량(wear rate, W)은

$$W = B \left[r^2 \sin^{-1} \frac{b}{2r} - \frac{b}{2} \left(r^2 - \frac{b^2}{4} \right) \right] = \frac{Bb^3}{12r}$$

비마모량 (specific wear rate, W_s)

$$W_s = 15 \frac{W}{P \cdot x}$$

여기서 B는 마모흔의 폭, b는 마모흔의 길이, r은 sliding wheel의 반경, P는 가압 하중, x는 접동 거리이다.

SEM을 사용하여 미세구조를 관찰하였으며, 인위적으로 생성시킨 균열의 전파경로를 현미경으로 관찰하여 파괴양상을 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 분말의 제조

Al/ Al_2O_3 혼합 분말의 Al함량을 10 vol%~60 vol%까지

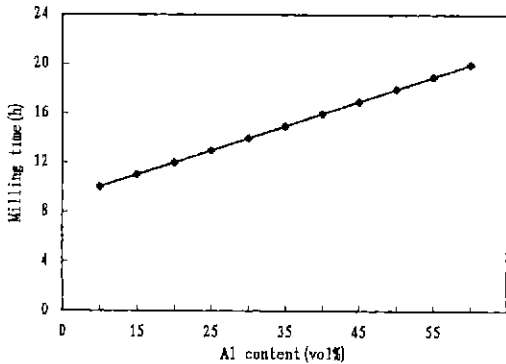


Fig. 2. Milling time when could be obtained the same particle size in each composition as a function of Al content.

5%간격으로 변화시켰다. 혼합 분말의 분쇄 효율은 Al의 연성 때문에 Al함량이 증가할수록 현저히 감소하였다. 분쇄하는 동안 Al입자는 입자 전체 면에 걸쳐 반복된 thinning과 snapping과정에 의해 미세한 입자로 되며, snapping을 촉진하기 위해서 거친 Al_2O_3 입자를 사용하였다. 분쇄 전후의 Al을 취급하는 과정에서 대기로부터의 산소나 수분의 유입을 피할 수 없다. 이로인해 Al입자 표면에 존재하는 $Al_2O_3 \cdot xH_2O$ 는 450~500°C에서 OH기를 해리하면서 기포를 발생한다.^{23,24)} 이와 같은 문제를 최소화하고, 분쇄 과정 중 Al입자끼리의 냉간결합(cold welding)을 방지할 목적으로 아세톤을 분쇄 매액으로 사용하였다.

혼합 분말의 분쇄 효율이 Al함량이 증가함에 따라 현저히 감소하므로 Al함량 변화에도 불구하고 비슷한 입도의 Al/ Al_2O_3 혼합 분말을 얻기 위해서 Al함량에 따른 분쇄 시간을 조사하였다. Fig. 2는 Al함량에 따라 동일한 입도가 얻어지는 혼합분말의 분쇄 시간이다. 분쇄된 혼합분말의 입도 분포와 현미경 관찰 결과를 Fig. 3과 4에 나타내었다. 입도 분석 결과 이들의 평균 입경은 Al함량에 상관없이 3~5 μm , 비표면적은 0.65~0.75 m^2/g 이었으며, 현미경 관찰 결과 일치함을 알 수 있다.

3.2. 승온속도의 영향

반응소결과정(reaction bonding process)은 고상-액상, 고상-기상, 액상-기상이 서로 화학 반응하여 새로운상을 생성(reaction)하고, 서로 결합(bonding)하여 이루어진다. 반응 소결 과정 초기에는 화학반응 속도가, 후기에는 열 및 물질유통(heat or mass transport) 속도가 반응을 좌우하게 된다. 온도가 상승함에 따라 Al입자의 내부 증기압이 동시에 증가한다. 빠른 승온 속도로 인해 증가하는 Al의 내부 증기압에 비해 알루미늄의 생성반응 속도가 느리면 균열, 파열 또는 Al용융액의 용출 등이 발생한다. 따라서, Al이 산화반응하여 Al_2O_3 가 되

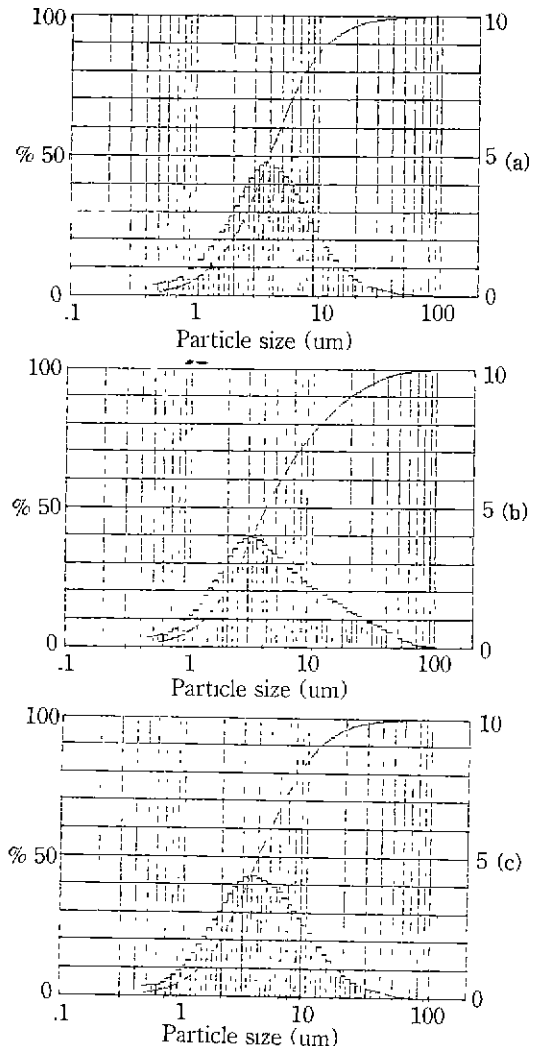


Fig. 3. Particle size distribution of attrition milled mixed powder : (a) Al 15vol% (b) Al 35vol% (c) Al 55vol%

는 반응소결 초기단계(상온~1100°C)에서는 승온속도가 반응 양상에 커다란 영향을 미친다.

알루미늄의 반응소결 실험에서 열처리 조건은 RBAO개발 초기에는 1100~1250°C의 온도에서 장시간 유지하여 Al의 산화를 종료시킨 후, 다시 승온하여 1500~1600°C에서 소결을 행하는 2-단계 가열 방식을 채택하였다.^{16,17,20)} 그러나 혼합 분말의 미분화와 승온속도 조절이 가능해짐에 따라 1100~1200°C까지의 승온속도를 조절하여 Al의 산화를 완료시키면서 중간 온도에서의 유지 없이 바로 1500~1600°C까지 신속 승온하여 소결을 완료하는 1-단계 가열 방식을 사용하고 있다.^{21,22)} 1-단계 가열 방식을 사용할 경우 혼합 분말의 미분화가

전제되어야 하며 1100°C까지의 승온속도는 2°C/mm를 초과할 수 없는 것으로 보고되고 있다.²³⁾

본 연구에서는 1100°C까지의 승온속도를 0.5, 1, 2°C/min로 변화시키면서 승온 속도에 따른 반응 소결 거동과 입계 Al첨가량을 조사하였다. Fig. 5에 나타난 바와 같이 승온 속도가 2°C/min일 때 Al을 25 vol%이상 첨가할 경우 균열이 발생하고, Al용융액의 용출이 발생하였다. 따라서, 승온 속도가 2°C/min일 때 한계 Al첨가량은 20 vol%임을 알 수 있었으며, 1°C/min일 때는 45 vol%, 0.5°C/min일 때는 55 vol%가 Al의 한계 첨가량이었다.

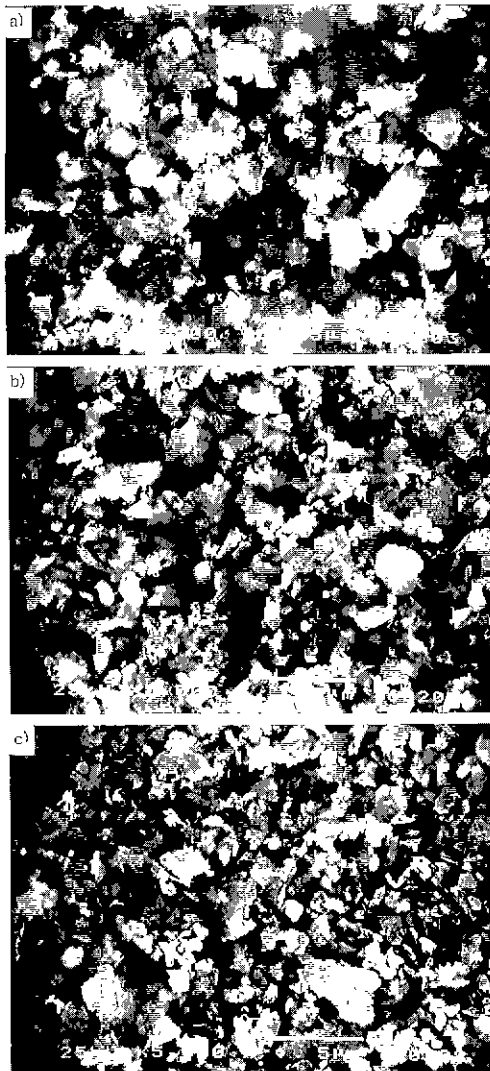


Fig. 4. SEM photographs of attrition milled mixed powder : (a) Al 15 vol% (b) Al 35 vol% (c) Al 55 vol%

0.5°C/min에서 60 vol% Al시편의 경우 미량의 Al용출이 관찰되었으나 균열이나 미세 구조 및 물성상의 이상은 관찰되지 않았다. 그러나, 시편 표면에서 Al의 용출물이 관찰되었으므로 한계 첨가량을 55 vol%로 간주하였다.

3.3. 무게 변화 및 소성 수축

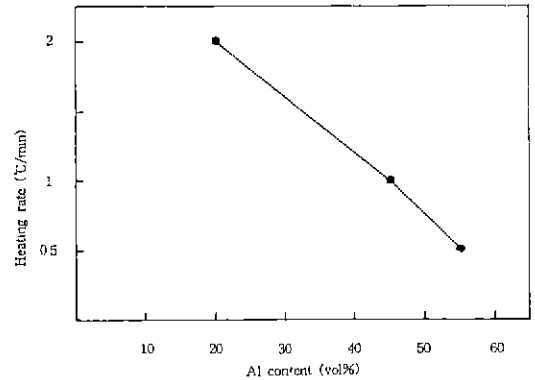


Fig. 5. Critical Al content as a function of heating rate.

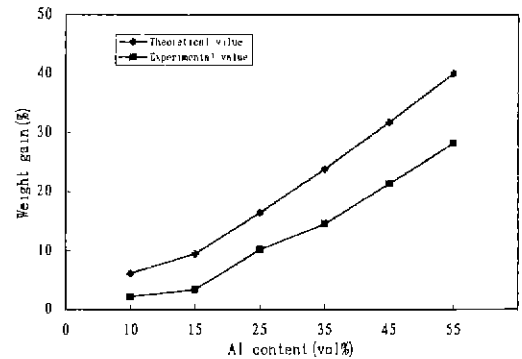


Fig. 6. Weight gain of reaction bonded specimens as a function of Al content.

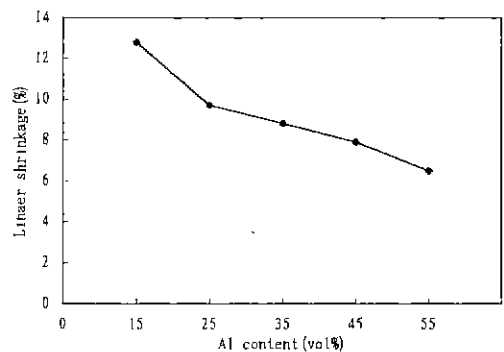


Fig. 7. Sintering shrinkage of reaction bonded specimens as a function of Al content.

반응 소결 후 시편의 무게 및 소성 수축률 측정 결과를 Fig. 6과 7에 각각 나타내었다. Fig. 6의 무게 변화를 살펴보면 10, 35, 55 vol%에서 각각 2, 14.5, 28%의 무게 증가를 나타내고 있으며, 이론적으로 계산한 값과는 30~40%의 차이를 보이고 있다. 이는 첨가한 Al의 일부가 제조 공정중에 수화 또는 산화되거나, 반응 소결 도중 휘발한데 기인하는 것으로 생각된다. 소성수축률은 Al함량이 10 vol%에서 55 vol%로 증가함에 각각 13.5%에서 6.5%로 감소하였다.

3.4. 반응소결체의 밀도

Fig. 8은 300 MPa로 냉간 정수압 성형한 시편의 밀도와 1600°C에서 3시간 반응 소결 후 KS3114에 의거하여 측정된 부피밀도와 이론밀도로 부터 계산한 상대밀도를 나타낸 것이다. 성형 시편의 밀도는 크기와 무게로부터 계산한 부피 밀도로서 Al함량이 증가할수록 높아지고 있다. 이는 금속 Al이 성형 과정에서 소성 변형하면서 성형성과 충전성을 좋게 해주기 때문이라고 생각된다. 반응 소결시편의 상대 밀도는 이론 밀도를 알루미늄의 이론 밀도를 3.98 g/cm³로 할 경우 94~96%를 나타내고 있으며, Al함량에 따라 감소하는 경향을 보인다.

Fig. 9는 반응 소결 시편의 흡수율을 측정 결과이다. 흡

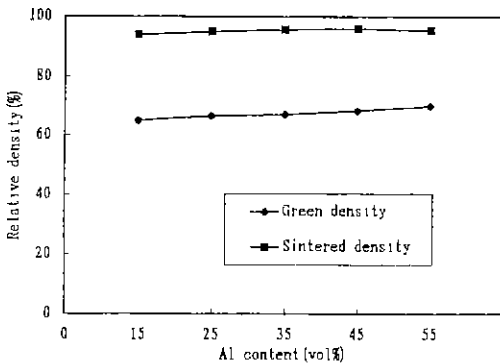


Fig. 8. Relative density as a function of Al content.

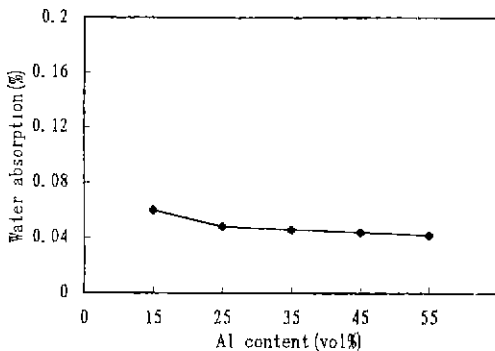


Fig. 9. Water absorption as a function of Al content.

수율이 0.04~0.06%정도이면 거의 무시할 수 있을 정도의 낮은 값으로, 이는 시편에 기공이 거의 없이 잔존 기공은 대부분 폐기공으로 존재하는 것을 의미한다.

3.5. 미세 구조 관찰

반응 소결 시편의 연마면에 대한 주사형 전자 현미경 (SEM) 관찰 결과를 Fig. 10에 나타내었다. Al이 산화되어 성장한 입자와 기존의 Al₂O₃입자가 혼재되어 있어 입자 크기가 불균일하게 분포해 있다. Al첨가량에 따른 미세 구조의 차이는 뚜렷하지 않으나, Al첨가량이 증가할

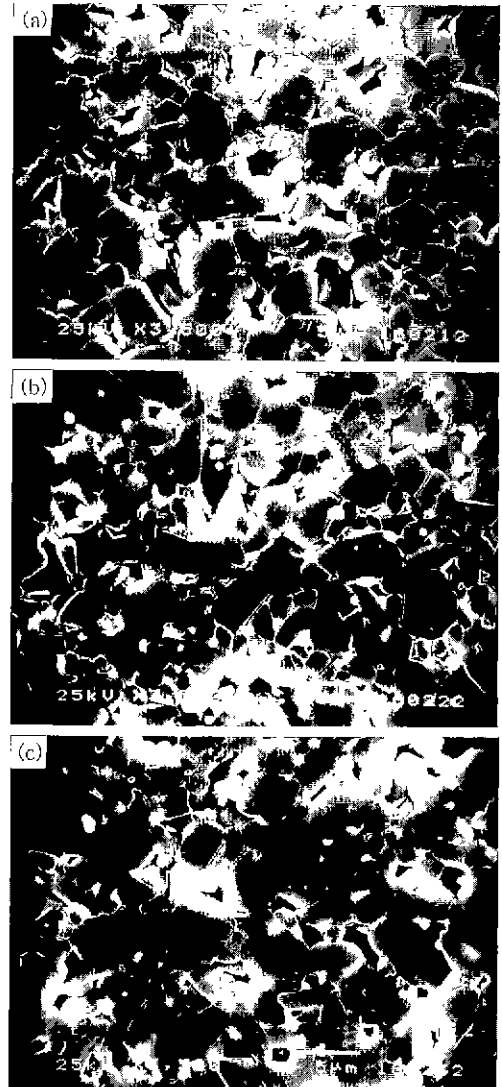


Fig. 10. SEM photographs of polished surface of reaction bonded specimens: (a) Al 15 vol% (b) Al 35 vol% (c) Al 55 vol%

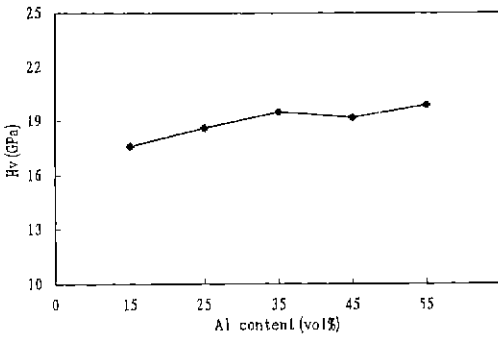


Fig. 11. Vicker's hardness of reaction bonded specimens as a function of Al content.

수록 입자 형태가 불규칙하게 되는 경향을 보이고 있다.

Linear intercept method²⁶⁾를 사용하여 측정된 평균 입자 크기는 2.4~2.8 μm로 Al함량에 따라 차이가 없었다. 한편, Al함량이 많아짐에 따라 1 μm이하의 작은 ZrO₂입자들이 Al₂O₃입체에 분포되어 있는 것을 볼 수 있다. 이는 Al함량이 증가하여 분쇄 시간이 길어질수록 ZrO₂불의 마모량이 증가되어 유입된 것으로 생각된다.

3.6. 기계적 특성

반응 소결 시편에 대한 Vicker's 경도 측정 결과와 3점식 꺾임강도(three point bending test) 측정결과를

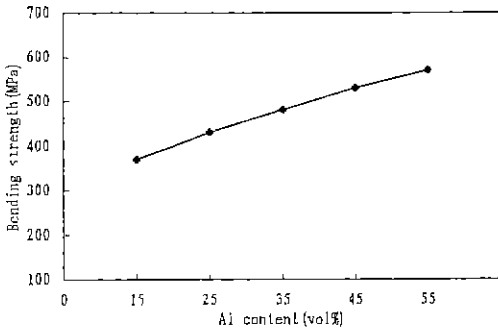


Fig. 12. Bending Strengths of reaction bonded specimens as a function of Al content.

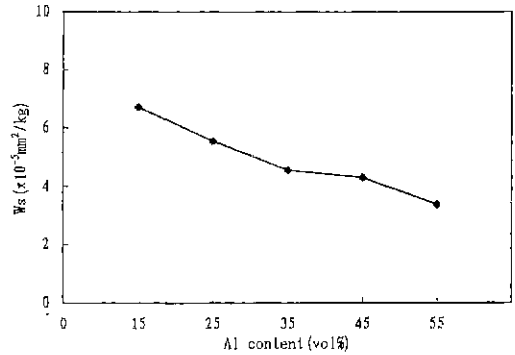


Fig. 13. Specific wear rate as a function of Al content.

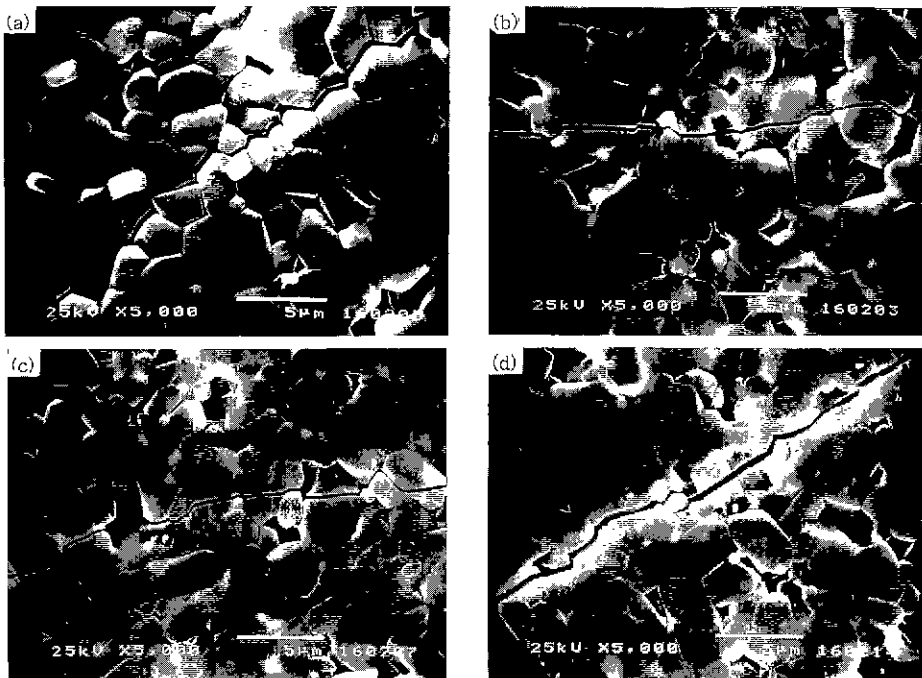


Fig. 14. SEM photographs of crack propagation · (a) Al 15 vol% (b) Al 35 vol% (c) Al 55 vol% (d) Al 55 vol%

Fig. 11과 Fig. 12에 각각 나타내었다. 경도는 Al함량이 15 vol%에서 55 vol%로 증가함에 따라 17.8에서 19.7 GPa로 증가하는 경향을 보이고 있다. 일반적으로 알루미늄의 경도는 입계에 존재하는 유리질상에 기인한 입자간들의 약한 결합력때문에 입자크기에 비례하여 증가하는 것으로 알려져 있다.²⁷⁾ 그러나 본 반응소결 시편의 경우 Al첨가량이 증가함에 따라 입자크기가 비슷함에도 불구하고 경도 값이 증가하는 것은 입자간의 결합력 차이에 기인하는 것으로 사료된다.

한편 Fig. 12의 쪼임강도 측정결과에 의하면 Al함량이 15, 35, 55 vol% 일 경우 각각 370, 460, 570 MPa로서 매우 높은 값을 나타내고 있다. 이러한 결과는 일반 소결 알루미늄 시편의 경우(본 실험에서 비교한 결과 소결밀도가 98.7%, 입자크기가 2.6 μm 인 소결체의 쪼임강도는 240 MPa이었다)와 비교하면 더 높은 잔존 기공에도 불구하고 2배 이상 높은 값이다. 반응소결 시편의 내마모 시험 결과 얻어진 비마모량 (Ws)을 Fig. 13에 나타내었다. 비마모량은 15 vol% Al시편에서 $6.70 \times 10^{-5} \text{ mm}^2/\text{kg}$, 55 vol% Al시편에서 $3.39 \times 10^{-5} \text{ mm}^2/\text{kg}$ 으로 Al함량의 증가에 따라 선형적으로 감소하였다. 일반 알

루미나 소결체의 비마모량은 $15 \times 10^{-5} \text{ mm}^2/\text{kg}$ 이었다. 이와 같이 일반 알루미늄 소결체와 반응 소결체의 기계적 특성이 큰 차이를 나타내는 요인은 반응 소결체의 입자크기가 일반 알루미늄 소결체와 비슷한 2.4~2.8 μm 인 것으로 보아 입자크기의 영향은 아닌 것으로 판단되며, 입계의 성질에 기인하는 것으로 사료된다. Fig. 14의 균열 경로 관찰 결과에서 볼 수 있는 바와 같이 일반 알루미늄 소결체에서 발생한 균열은 입계를 따라 전파(입자간 파괴)되는 반면, 반응소결 시편에서 파괴양상은 입

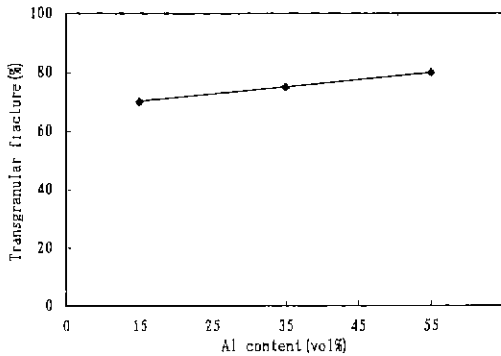


Fig. 15. Fraction of transgranular/intergranular fracture as a function of Al content.

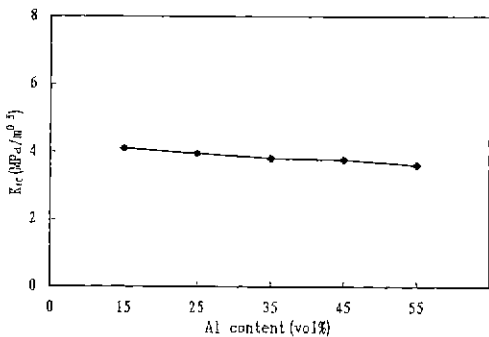


Fig. 16. Fracture toughness (K_{IC}) of reaction bonded specimens as a function of Al content.

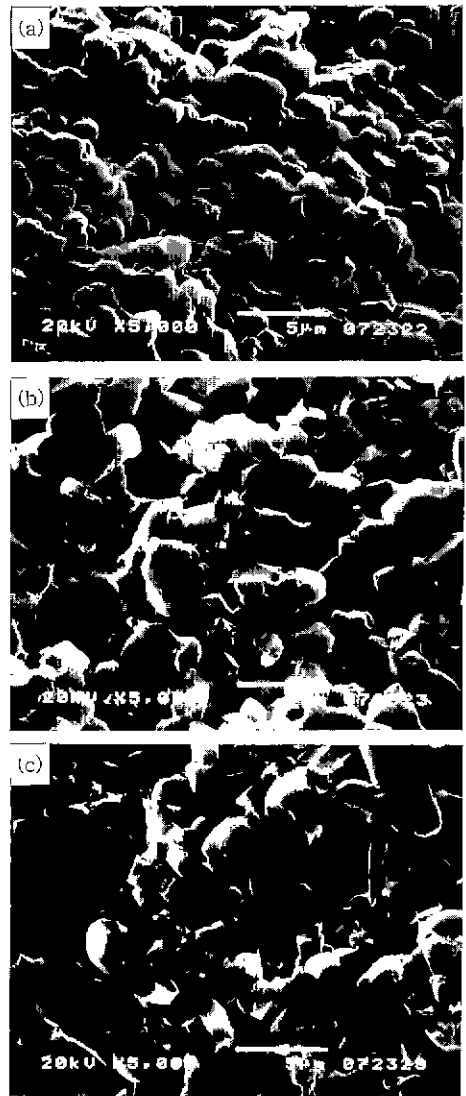


Fig. 17. SEM photographs of fractured surface of reaction bonded specimens: (a) Al 15 vol%, (b) Al 35 vol% (c) Al 55 vol%

시간과 입내파괴가 혼재되어 나타났다. 입자간과 입내 파괴의 구성 비율은 Fig. 15에 나타낸 바와 같이 Al첨가량이 증가함에 따라 높아지며, 55 vol% Al시편에서는 입내파괴가 약 80%를 차지하여 주로 입내파괴가 진행된다는 것을 알 수 있었다. 이러한 양상은 Fig. 16의 파 단면에 관한 현미경 관찰 결과에서도 쉽게 확인할 수 있다. Al함량이 15 vol%에서 55 vol%로 높아질수록 입내 파괴가 점차 증가하여 55 vol%의 시편의 경우 대부분의 균열은 입내로 전파되었다. 일반 알루미늄나 소결체와는 달리 알루미늄나 반응 소결체에서 Al함량이 증가함에 따라 경도와 꺾임 강도가 증가하고 비마모량이 감소하며, 입내파괴 비율이 증가하는 것은 반응 소결체의 입계 특성에 기인하는 것으로 생각된다.

한편 Fig. 17의 압자 압입법(Indentation Microfracture Method)으로 측정된 반응 소결체의 파괴인성(K_{IC}) 측정 결과에 의하면 Al함량이 15에서 55 vol%로 증가함에 따라 파괴 인성은 4.1에서 3.6 MPa·m^{1/2}로 감소하고 있다. 이는 Fig. 15와 16의 결과에 나타나듯이 입내파괴가 증가함에 따라 균열굴절의 감소에 의한 파괴에너지(fracture energy)의 감소때문으로 생각된다.

4. 결 론

Al함량이 반응결합 알루미늄나 소결체, 미세구조, 기계적 특성에 미치는 영향을 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 1100°C까지의 승온 속도에 따른 입계 Al함량은 2°C/min일 때 20 vol%, 1°C/min일 때 45 vol%, 0.5°C/min일 때 55 vol%로 승온 속도가 낮을수록 Al함량을 증가시킬 수 있었다.
2. 반응 소결 후의 무게 증가와 수축률은 55 vol% Al에서 각각 28%와 6.5%로 이론적인 값에 비해 30%정도 낮게 나타났다.
3. 반응 소결체의 밀도는 Al첨가량이 15에서 55 vol%로 증가함에 따라 94에서 96%로 증가하였다. 흡수율은 잔존 기공들의 대부분이 폐기공으로 존재하여 0.04~0.06%로 매우 낮게 나타났다.
4. 소결 시편의 경도는 Al첨가량이 15에서 55 vol%로 증가함에 따라 17.8에서 19.9 CPa로, 꺾임 강도는 370에서 570 MPa로 증가하였다. 비마모량은 Al첨가량이 15에서 55 vol%로 증가함에 따라 6.7×10^{-5} 에서 3.39×10^{-5} mm²/kg로 감소하였다.
5. 반응 소결 시편의 파괴양상은 입자간 파괴와 입내 파괴가 혼재되어 나타났으나, Al함량이 증가할수록 입내파괴가 지배적이었다.
6. 반응 소결 시편의 파괴 인성은 Al첨가량이 15에서

55 vol%로 증가함에 따라 4.1에서 3.6 MPa·m^{1/2}로 감소하였다.

감사의 글

이 논문은 1995년도 교육부 학술연구 조성비(신소재)(Ministry of Education Research Fund for Advanced Materials in 1995)에 의하여 연구되었으며, 이에 감사드립니다.

REFERENCES

1. M. L. Torti, "The Silicon Nitride and Sialon Families of Structural Ceramics," *Special Ceramic*, 1(24) 161-194 (1989).
2. S. T. Buljan, J. G. Baldom, M. L. Huckabcc, "Si₃N₄-SiC Composites," *Am Ceram. Soc. Bull.*, 66(2) 330-333 (1987).
3. B. W. Sheldon, J. S. Haggerty, "The Nitridation of High purity, Laser-Synthesized Silicon Powder to form Reaction Bonded Silicon Nitride," *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, 9(7-8) 1061-71 (1988).
4. A. J. Moulson, "Reaction-Bonded Silicon Nitride: Its Formation and Properties," *J. Mater. Sci.*, 14 1017-51 (1979).
5. J. S. Haggerty, A. Lightfoot, J. E. Ritter, S. V. Nair and P. Gennari, "Properties of Reaction Bonded Silicon Nitride made from High Purity Silicon Powder," pp1059-1068 in *Ceramic Transactions Vol. I, Ceramic Powder Science II-B*, Ed. by G.L. Messing, *Am. Ceram. Soc.*, Westerville, OH, 1988.
6. Y. M. Chiang, J. S. Haggerty, R. P. Messner and C. Demetry, "Reaction-Based Processing Methods for Ceramic-Matrix Composites," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 68(2) 420-428 (1989).
7. W. B. Hillig, R. L. Mchan, C. R. Morelock, V. J. Decarlo and W. Laskow, "Silicon/Silicon Carbide Composite," *Am Ceram. Soc. Bull.*, 54(12) 1054-56 (1975).
8. G. G. Trantina and R. L. Mehan, "High Temperature Time Dependent Strength of an Si/SiC Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, 60(3-4) 177-78 (1977).
9. R. L. Mehan, "Effect of SiC Content and Orientation on the Properties of Si/SiC Ceramic Composite," *J. Mater. Sci.*, 13 358-66 (1978).
10. D. F. Carroll and R. E. Tressler, "Time Dependant Strength of Siliconized Silicon Carbide under Stress at 1000°C and 1100°C," *J. Am. Ceram. Soc.*, 68 143-46 (1985).
11. M. K. Aghajanian, J. P. Biel, R. J. Smith and C. R. Kennedy, "Microstructure and Properties of AlN matrix Composites Produced by the Directed Nitridation of Molten Aluminum," *J. Mater. Sci. Lett.*, 13 293-96

- (1994).
12. K. W. Chae, D. I. Chun and D. Y. Kim, "Microstructural Evolution During the Infiltration Treatment of Titanium Carbide-Iron Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**(7) 1979-82 (1990).
 13. J. C. Lasalvia, L. W. Meyer and M. H. Meyer, "Densification of Reaction Synthesized Titanium Carbide by High-velocity Forging," *J. Am. Ceram. Soc.*, **75**(3) 592-602 (1992).
 14. M. S. Newkirk, A. W. Urquhart and H. R. Zwicker, "Formation of Lanxide Ceramic Composite Materials," *J. Mater. Res.*, **1**(1) 81-89 (1986).
 15. M. K. Aghajanian, N. H. Macmillan, C. R. Kennedy, S. J. Luszc and R. Roy, "Properties and Microstructures of Lanxide Al_2O_3 -Al Ceramic Composites Materials," *J. Mater. Sci.*, **24** 258-70 (1989).
 16. N. Claussen, T. Le and S. Wu, "Low Shrinkage Reaction-bonded Alumina," *J. Euro. Ceram. Soc.*, **5** 29-35 (1989).
 17. N. Claussen, N. A. Travitzky and S. Wu, "Tailoring of Reaction-Bonded Al_2O_3 (RBAO) Ceramics," *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, **11**(7-8) 806-20 (1990)
 18. 박정현, 이현권, 정경원, 염강섭, "저 수축 반응 소결 알루미늄 세라믹스의 제조," *한국요업학회지*, **29**(6) 419-30 (1992).
 19. 황규홍 박정환, 윤태경, "산화물과 금속 복합 분말의 Attrition Milling 및 반응소결 : I. 분말의 특성에 따른 분쇄거동," *한국요업학회지*, **31**(3) 337-45 (1994).
 20. 황규홍, 김의훈, "산화물과 금속 복합분말의 Attrition Milling 및 반응소결 : II. 분말의 분쇄특성에 따른 반응 소결 거동," *ibid.*, **31**(4) 448-56 (1994)
 21. S. Wu, D. Holz and N. Claussen, "Mechanisms and Kinetics of Reaction-Bonded Aluminum Oxide Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **76**(4) 970-80 (1993).
 22. N. Claussen, S. Wu and D. Holz, "Reaction Bonding of Aluminum Oxide (RBAO) Composites : Processing, Reaction mechanism and Properties," *J. Euro. Ceram. Soc.*, **14** 97-109 (1994).
 23. D. Holz, S. Wu, S. Scheppokat and N. Claussen, "Effect of Processing Parameters on Phase and Microstructure Evolution in RBAO Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **77**(10) 2509-17 (1994)
 24. N. Claussen, R. Janssen and D. Holz, "Reaction Bonding of Aluminum Oxide(RBAO)-Science and Technology," *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **103**(8) 749-758 (1995).
 25. W. L. Archer and V. L. Stevens, "Reactivity of Aluminum with Solvent and Additives in Coatings," *J. Coat Technol.*, **54**(691) 47-53 (1982).
 26. J. C. Wurst, J. A. Nelson, "Lineal Intercept Technique for Measuring Grain size in Two Phase Polycrystalline Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **55**(2) 109-111 (1972).
 27. I. J. McColm; *Ceramic Hardness*. pp 255-264, Pergamon Press (1989).