

## Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al 복합체 제조시 용융 알루미늄의 치환반응에 미치는 금속 마그네슘의 영향

정두화 · 배원태\*

포항산업과학연구원 내화재료연구팀

\*경상대학교 무기재료공학과

(1997년 11월 24일 접수)

## Effects of Metal Mg on Replacement Reaction of Molten Al for Fabrication of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al Composites

Doo-Hoa Jeong and Won-Tae Bae\*

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

\*Dept. of Inorg. Mater. Eng., Kyeongsang National University

(Received November 24, 1997)

### 요 약

전용실리카 분말로 소결하여 만든 silica preform을 마그네슘이 함유된 용융 알루미늄에 침적시킨후 공기중에서 반응시켜 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al복합체를 제조하였다. 복합체 제조시 반응온도의 변화에 대해 용융 알루미늄의 침투거동을 조사한 결과 3가지 영역, 즉 저온영역(750°C-850°C), 중온영역(900°C-950°C), 고온영역(1000°C이상)으로 구분되었다. 저온영역에서는 반응온도에 비례해서 침투속도가 증가하였으나, 중간온도 영역은 치환반응에 의해 생성된 알루미늄의 상전이에 따른 영향으로 저온영역인 850°C에서보다 오히려 침투속도가 감소하였다. 고온영역중 1000°C에서는 침투속도가 가장 빠르나 1050°C이상에서는 용융알루미늄의 침투가 거의 이루어지지 않았다. 1050°C이상에서 침투가 일어나지 않는 것은 용융 알루미늄중의 마그네슘이 먼저 실리카와 반응하여 silica preform의 표면에 치밀한 스피넬층을 형성하기 때문으로 판명되었다.

### ABSTRACT

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al composites were produced by immersing the sintered silica preform in molten aluminum which contained magnesium as impurity. Three distinct regions existed in the penetration behavior of molten metal with changing the reaction temperature. These regions are denoted as low temperature regime(750°C-850°C), intermediate regime(900°C-950°C), and high temperature regime(1000°C≤). In the low temperature regime, the penetration speed of molten aluminum increased with increasing reaction temperature, whereas it decreased in the intermediate regime due to the phase transition of alumina, formed by displacement reaction. In the high temperature regime, the penetration speed of molten aluminum was the highest at 1000°C which was 3.6 mm/hr. But above 1050°C molten aluminum did not penetrate into the silica preform because of the formation of a dense spinel layer at the preform surface by magnesium in molten Al.

**Key words :** Reactive metal penetration, Aluminium, Fused silica, Preform, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al composite, Spinel

### 1. 서 론

세라믹스는 파괴인성이 약하다는 고유의 결점 때문에 세라믹스를 고인성화하기 위하여 ① 미세구조의 제어 ② 다른 세라믹스와의 복합화 및 ③ 금속과의 복합화등이 행해지고 있다. 이들중 특성이 우수한 복합체를 얻기 위해 ②③의 방법으로 많은 연구<sup>1-3)</sup>가 진행되고 있다.

원료혼합, 성형, 소결과정을 거치는 일반적인 복합체 제조방법은 강화재 즉, 섬유나 입자들을 기지내에 균일하게 분산시키는데 많은 어려움이 따르며, 소결하여 만든 복합체를 최종제품의 크기와 치수로 가공하는데 소요되는 비용 때문에 생산비가 높아진다. 이러한 문제점들을 보완하기 위한 방법으로 최근에 In situ composites 제조공정이 각광을 받고 있다.<sup>4)</sup> 이러한 제조공정은 원하는

복합체의 micro/macro 조직을 제조와 동시에 near net shape로 얻을 수 있기 때문에 제조비용을 대폭 줄일 수 있는 장점이 있다.  $Al_2O_3/Al$ 복합체의 경우, preform을 사용하지 않고 용융 알루미늄을 직접산화시켜 복합체를 제조하는 DIMOX(Directed Metal Oxidation) process<sup>5-7)</sup>와 preform으로서 silica glass나  $SiO_2$ 계 세라믹스를 용융 알루미늄과 치환반응시켜 복합체를 제조하는 RMP(Reactive Metal Penetration) process<sup>8-10)</sup>가 있는데, 두 경우 모두 얻어진 복합체는 금속 알루미늄과 세라믹 알루미늄이나 3차원적으로 연속된 망목형의 동일한 미세구조를 갖는다고 알려져 있다. 후자의 경우  $C^4$ (Co-Continuous Ceramic Composites)재료로 잘 알려져 있으며 preform으로서, silica glass나 몰라이트 소결체를 이용하여  $Al_2O_3/Al$ 복합체를 제조한 연구<sup>11)</sup>가 대부분이다.

본 연구는 전용실리카 분말로 부터 출발한 분말을 소결하여 만든 silica preform을 용융금속과 반응시켜  $Al_2O_3/Al$ 복합체 제조에 대한 것으로서 이전 보고서에서는 용융 알루미늄의 최적 침투조건을 세라믹 preform의 제조조건 측면에서 밝힌바 있다.<sup>12)</sup>

본 연구에서는 전용실리카 분말로 소결하여 만든 silica preform을 용융 알루미늄과 반응시 반응온도와 반응시간에 따라 용융 알루미늄의 침투거동을 조사하였으며, 반응온도가 생성된 복합체의 결정상 및 미세구조에 어떤 영향을 미치는지 검토하였다. 또한 반응시 사용된 용융 금속의 화학성분이 복합체의 생성에 어떤 영향을 미치는지 조사하였다.

## 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 알루미늄질 포트밀에서 지르코니아불을 이용하여 24시간 불밀링한후 건조한 분말을 사용하였다. preform 제조에 사용된 silica 분말의 화학조성을 Table 1에 나타내었다. Preform의 성형밀도를 향상시키기 위하여 분쇄한 실리카분말을 100 mesh 체를 통과시켜 과립화시켰다. 과립화시킨 시료를 금속몰드를 이용하여 50 MPa의 압력으로 15 mmφ×10 mm 크기의 pellet을 제조하였으며, 이

Table 1. Chemical Composition of Material for Preform

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

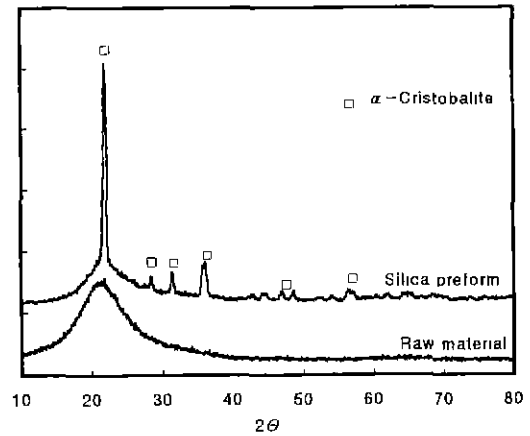


Fig. 1. X-ray diffraction patterns of raw material and silica preform fired at 1400°C.

Table 2. Chemical Composition of Metal Aluminum

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

때 얻어진 성형체의 성형밀도는 이론밀도의 55-60%였다. 성형체의 소성은 전기로를 이용하여 공기중에서 행하였으며, 실리카의 소결성 및 상전이온도를 고려하여 1400°C에서 2시간 유지하였다. 얻어진 소결체의 물성은 비중 2.17, 기공율 1.0%였다. Fig. 1은 출발원료인 silica 분말과 각온도에서 소성한 소결체 preform에 대한 XRD 분석 결과이다. 1400°C에서 2시간 소성시킨 silica preform은 cristobalite로의 결정화가 약간 진행된 것으로 나타났다. Table 2는 치환반응에 사용된 금속 알루미늄의 화학분석값을 나타내었는데, Al이 96%정도였으며, Al이외의 불순물로서 주로 Mg와 Fe가 함유되어 있었다.

제조된 silica preform 및 알루미늄 pellet을 담은 알루미늄 도가니를 전기로에 장입하여 로내온도를 목적하는 반응온도(750-1100°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.

### 2.2. 반응두께 측정 및 분석

반응시킨 pellet상의 시편을 절반으로 잘라서 복합체의 생성 두께를 버니어캘리퍼스를 이용하여 측정하였다. 반응 생성물에 대해서는 X-선 회절분석기(RINT-

1400, Rigaku Co. Ltd., Japan)로 Cu K $\alpha$ 를 사용해 상분석을 행하였으며 이때 50 kV, 150 mA의 출력과 분당 7도의 속도로 측정하였다. 또한 반응생성물에 대한 미세구조 관찰 및 성분분석은 SEM-EPMA를 이용 하였다.

### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1. 반응온도와 시간에 따른 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al 복합체의 생성두께

Fig. 2는 각 온도(750°C-1000°C)에서 반응시킨 복합체의 생성두께를 반응시간에 대해 도시한 것이다. 이 온도범위에서의 반응두께를 살펴보면 반응온도에 상응해서 복합체 생성이 빨라지는 것이 아니라는 것을 알 수 있다. 즉, 반응온도 800°C, 850°C 1000°C에서는 복합체의 생성 반응이 빠르며, 반응시간의 증가에 따라 복합체의 생성두께가 선형적으로 비례하여 증가하는 경향을 나타내고 있다. 반면 750°C, 900°C, 950°C에서는 반응이 다소 느린 경향을 나타내고 있는데, 특히 900°C와 950°C에서는 반응시간이 증가하여도 복합체의 생성두께가 선형적으로 비례해서 증가하지 않는다는 것을 알 수 있다. 이러한 원인에 대해서는 각 반응온도에서 생성된 결정상의 분석을 통하여 상세히 설명하고자 한다. 반응온도 1050°C이상에 대하여 생성물의 두께를 나타내지 않은 것은 그 이상의 온도에서는 반응층이 생성되지 않

았기 때문이다. Fig. 3은 800°C, 900°C, 1000°C, 1050°C에서 시간별로 반응시킨 시편의 중앙부를 절단하여 촬영한 사진이다. 사진에서도 알 수 있는 것처럼 800°C와 1000°C에서는 반응시간이 증가함에 따라 반응층의 두께가 증가하는 것을 알 수 있다. 그러나 900°C에서의 반응시편은 반응시간과 전혀 관계가 없는 것은 아니지만 반

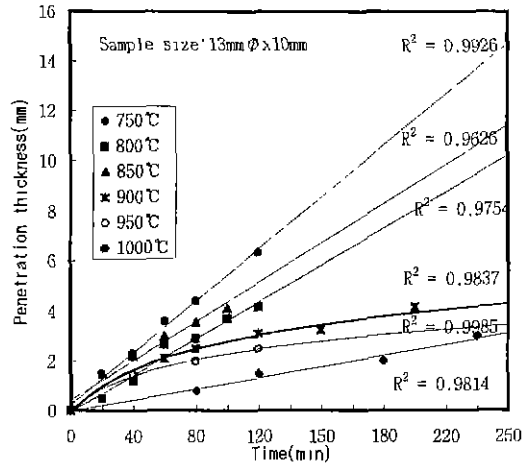


Fig. 2. Al metal penetration and composite formation as function of time and temperature.

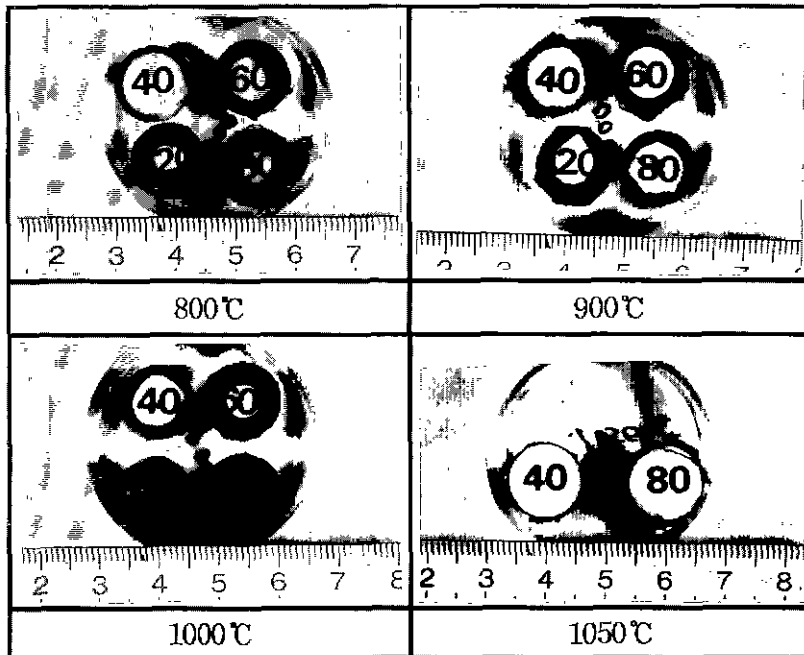


Fig. 3. Cross-sections of silica ceramic samples after reacting with aluminum at various temperature for 40, 60, 80 and 120 min. (the black areas represent formation of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al composite).

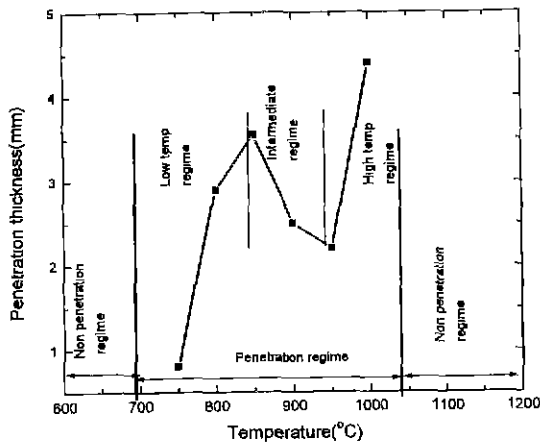


Fig. 4. Variation of transformation rate with transformation temperature. Samples were transformed at their respective temperature for 80 min.

용두께의 증가가 반응시간의 경과에 비해 상당히 느림을 알 수 있다. 또한 1050°C에서는 반응시간에 관계없이 표면에만 반응물이 생성되며, 그 생성물의 두께가 전체 시간에 따라 증가하지 않음을 알 수 있다. Fig. 4는 각 온도에서 80분 동안 반응시킨후 생성된 반응층의 두께를 측정하여 도시한 그래프이다. Fig. 4에서 알 수 있는 것처럼 전 온도 영역에서 크게 4가지 영역으로 분류될 수 있는데, 첫째는 반응이 진행되지 않는 영역으로 750°C미만과 1050°C이상에서 이와같은 현상이 보인다. 750°C미만에서는 금속 알루미늄이 충분히 용융되지 않았기 때문에 나타나는 당연한 결과이다. 그러나 1050°C이상에서는 금속 알루미늄이 용융되어 silica preform과 충분히 반응할 수 있는 온도임에도 불구하고 반응이 이루어지지 않는 것은 복합체 생성에 다른 억제요인이 작용하고 있다는 것을 암시하고 있다. 두 번째는 저온영역(750°C-850°C)으로, 이 영역에서는 반응온도와 시간이 증가함에 따라 복합체의 생성 두께가 증가하는 경향을 나타내고 있다. 세 번째는 중간온도 영역(900°C-950°C)으로 반응온도가 상승했음에도 불구하고 800°C 또는 850°C에서의 생성두께보다 오히려 감소하는 경향을 나타낸다. 네 번째로는 고온영역(1000°C이상)인데 이영역에서는 저온영역에서와 같이 반응시간이 증가함에 따라 생성물의 두께가 거의 시간에 비례하여 증가하고 있음을 알 수 있다. Breslin 등에 의하면 silica glass와 용융 알루미늄의 반응에 있어서, 최초 화학적 농도구배에 의해 silica glass의 표면에 얇은 알루미늄 반응층이 생성되며, SiO<sub>2</sub>의 알루미늄화에 의한 부피감소로 발생하는 인장응력으로 알루미늄층에 균열이 발생되며, 이렇게 생성된 균열을 통하여 용융 알루미늄은 계속적으로

silica glass의 내부까지 침투하고, 침투된 용융 알루미늄은 실리카와 치환반응하여 알루미늄산화된다고 보고하였다.<sup>10)</sup> 또한 지금까지 연구된 보고에 의하면 용융 알루미늄을 silica glass와 반응시 반응온도를 1000°C이상으로 하면 반응생성물의 두께는 시간에 비례해서 증가하는 것으로 알려져 있다. 그런데 본 연구에서는 특이하게 고온영역에서의 침투거동이 기존의 보고와는 완전히 다를 수 있다. 즉, 1050°C이상에서는 용융알루미늄의 침투반응이 silica preform의 표면부를 제외하고는 거의 일어나지 못하고 있으며, 시간이 경과하여도 복합체의 생성두께에 전혀 영향을 주지 못한다는 사실이다.

### 3.2. 온도별 생성된 복합체의 결정상

Fig. 5는 각 온도에서 생성된 복합체를 cutting한 내부에 대하여 결정상을 분석한 결과이다. 반응온도는 동일하나 반응시간은 약간의 차이가 있었다. 반응온도 950°C와 1000°C에서는 각각의 회절패턴이 거의 유사함을 알 수 있다. 주 결정상으로는  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와 금속 Al로 이루어져 있고 금속 Si도 소량 존재함을 알 수 있다. 반면 800°C에서 반응시킨 것은 생성된 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 피크의 강도가 다른 온도에 비해 약하고 피크의 회절각(2 $\theta$ )과 회절

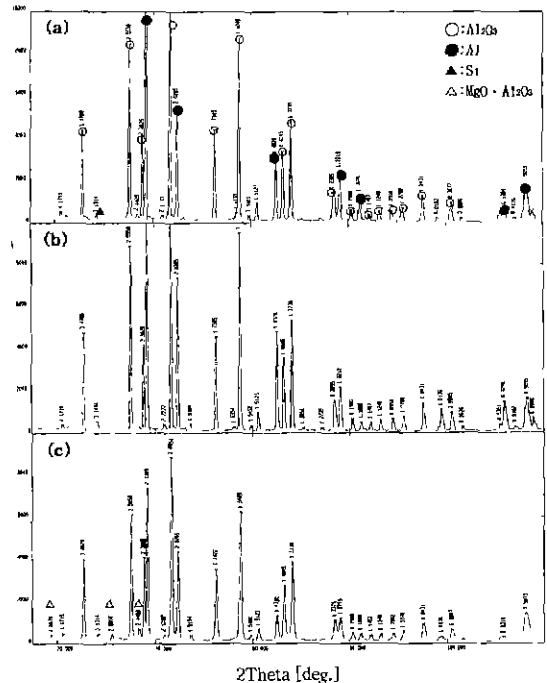


Fig. 5. XRD patterns of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al composites formed at various temperatures. (Cross section) (a) 1000°C, 200 min, (b) 950°C, 160 min and (c) 800°C, 200 min.

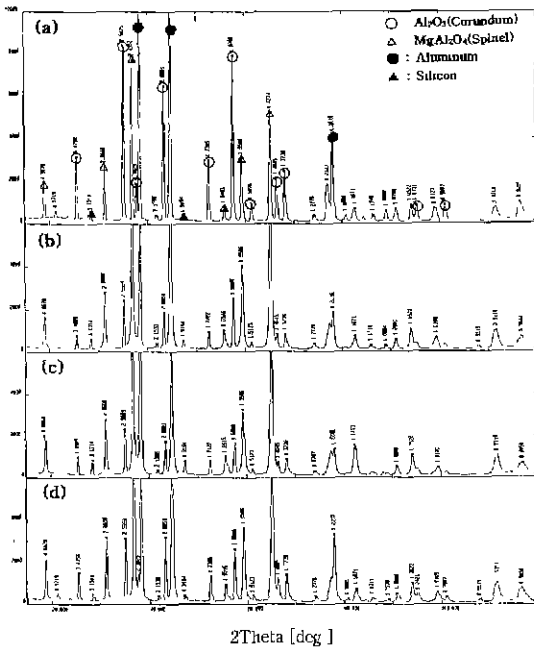


Fig. 6. XRD patterns of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al composites formed at various temperatures.(Surface) (a) 950°C, 160 min. (b) 900°C, 200 min, (c) 850°C, 80 min and (d) 750°C, 240 min.

선의 폭이 약간 다르게 나타나며, 금속 Al과 금속 Si 결정상 외에 스피넬(MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) 피크가 약하게 존재함을 알 수 있다.

Fig. 6과 Fig. 7은 각 온도에서 생성된 복합체의 표면에 대하여 결정상을 분석한 결과이다. 각 온도에서 생성된 복합체의 내부를 분석한 것과는 달리 복합체의 표면부에서는 800°C이상의 온도에서도 스피넬 피크가 강하게 나타나고 있다. Fig. 6은 저온 및 중온영역에서 생성된 복합체의 표면부에 대한 XRD분석 결과이다. 각 온도별로 생성된 결정상을 살펴보면 스피넬 피크는 거의 유사하게 나타나나 알루미늄 피크의 회절각과 회절선의 폭 및 강도에 있어서 약간의 차이점을 나타낸다. 즉 900°C이하에서는 알루미늄 피크가 작는데 950°C에서는 알루미늄 상의 피크가 매우 커짐을 알 수 있고 회절선의 폭과 회절각(2θ)도 약간의 차이를 나타낸다. Fig. 7은 고온영역에서 생성된 복합체표면에 대한 분석 결과이다. 여기서 스피넬 피크 및 알루미늄 피크의 강도 값이 크게 차이는 것은 반응시간의 차이에 따른 결과로 생각되며, 알루미늄 피크의 회절각과 회절선의 폭은 950°C에서와 동일하게 나타났다. 그러나 900°C이하에서 생성된 알루미늄은 1000°C이상에서 생성된 알루미늄과는 다르게 주피크의 강도가 부피크 보다 적게 나타나며,

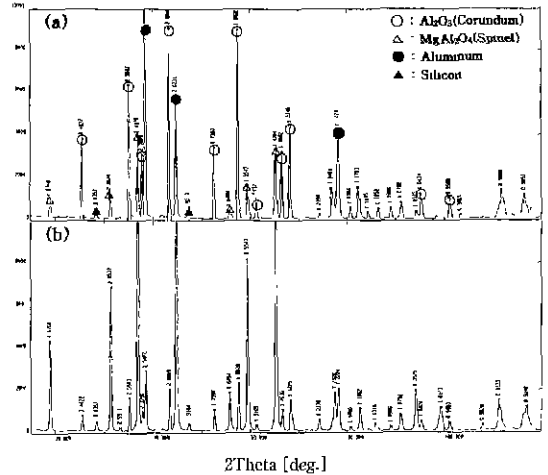


Fig. 7. XRD patterns of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al composites formed at various temperatures.(Surface) (a) 1100°C, 60 min and (b) 1000°C, 300 min.

회절선의 폭도 약간 넓은 것을 확인 할 수 있다. 이러한 결과로부터 900°C이하에서는 α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>상만 존재하는 것이 아니라는 것을 추정할 수 있다.

지금까지의 분석 결과로부터 900°C이하의 낮은 온도에서 생성된 복합체의 알루미늄과 1000°C이상에서 생성된 알루미늄이 서로 다를 수 있으며, 900°C이하에서 생성된 알루미늄을 완전한 α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 결정으로 보기는 어려울 것 같다. 즉, 실리카와 금속 알루미늄이반응시 반응온도가 낮기 때문에 반응생성물이 모두 α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>로 되지 못하고 알루미늄 다형의 일종인 θ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 같이 존재하는 것으로 생각된다. 이러한 θ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 존재는 다른 연구결과에서도 밝히바 있다.<sup>10)</sup> 본 연구결과에서 θ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 X-선 분석 결과에 명확하게 나타나지 않는 것은 반응성이 좋은 θ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 금속 Al 내에 존재하는 Mg 성분과의 스피넬 반응에 소모되었기 때문으로 생각된다. 이처럼 반응온도 950°C부근에서는 알루미늄과 SiO<sub>2</sub>의 치환반응에 의해 생성된 알루미늄이 상전이를 일으키면서 θ-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 morphology 변화도 있을 것으로 생각된다. 이러한 반응이 일어나기 위해서는 계면의 불안정성을 유발하기 위한 화학적 구동력이 필요하게 되며, 따라서 복합체의 생성반응이 다른 온도범위에서와 차이를 나타내는 것으로 생각된다.

또한 복합체의 내부와 외부에 스피넬이 존재하는 이유는 복합체의 생성반응에 사용된 금속 알루미늄의 펠렛내에 함유되어 있는 금속 마그네슘이 작용하였기 때문인 것으로 추정된다. 마그네슘은 알루미늄보다 용점이 낮을 뿐만 아니라 열역학적으로 산소와의 친화력이 높기 때문에 치환반응시 알루미늄의 용탕속에 존재하는

마그네슘이 알루미늄보다 먼저 실리카와 반응하기 때문인 것으로 생각된다. 즉, 알루미늄 용탕속에 존재하는 마그네슘은 반응초기에 실리카와 치환반응을 일으켜 MgO를 생성하고, 뒤이어서 알루미늄이 실리카와 반응하여 들어가기 때문에 반응물 내부로 갈수록 스피넬의 함량이 낮아지는 것을 알 수 있다. 이러한 반응과정에서 생성된 MgO는 뒤에 생성되는 알루미늄과 반응하여 스피넬을 형성한 것으로 생각된다.

### 3.3. 온도별 생성복합체의 미세구조 분석

반응온도별 복합체의 생성반응은 크게 저온영역, 중온영역, 고온영역으로 나눌 수 있는데, 각 온도영역에서 생성된 복합체에 대해 대표적으로 미세구조를 관찰하였다. Fig. 8은 저온영역에 속하는 800°C에서 반응한 생성물에 대해 표면부에서 내부로 SEM-EPMA 분석한 결과이다. 조성상에서 불규칙하게 나타나는 흰부분이 금속 알루미늄임을 확인할 수 있었고, 생성된 알루미늄은 아직 특정한 형태를 갖지 않은 상태이다. EPMA 분석결과 전체적으로 실리카가 알루미늄화되었음을 알 수 있으며, 반응생성물 내부에는 실리카로부터 석출된 금속 규소가 많이 존재함을 알 수 있다. 또한 금속 알루미늄에 함유

된 마그네슘도 반응생성물 내부에 균일하게 분포되어 있는 상태이다. Fig. 9는 중간온도영역인 900°C에서 반응한 생성물에 대한 것이다. 800°C의 반응생성물에 대한 분석결과와 달리 조성상을 살펴보면 표면부가 더욱 치밀한 층을 이루고 있으며, Mg성분을 mapping한 결과 조성상의 치밀층과 일치되게 Mg성분이 집중되어 분포하고 있는 것을 알 수 있다. Fig. 10은 고온영역인 1000°C에서 반응한 생성물에 대한 분석결과이다. 조성상을 살펴보면 800°C 및 900°C의 생성물과는 달리 생성된 알루미늄이 독특한 형상을 이루고 있는 것이 특징인데, 이는 XRD분석 결과에서 보았듯이 950°C이상에서 알루미늄 피크의 강도가 매우 커지는 결과와 상관이 있음을 알 수 있다. 즉 1000°C에서 생성된 특정 형상의 알루미늄은  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 로 볼 수 있겠다. 또한 Mg 성분에 대한 mapping결과 표면으로 부터 일정깊이(약 140  $\mu\text{m}$ )까지 집중적으로 분포되어 있음을 알 수 있다. Fig. 11은 이를 재확인하기 위해 생성물의 표면으로 부터 내부로 Mg성분에 대해 선분석한 결과이다. 여기서도 Mg성분이 일정깊이까지만 검출이 되고 그이상의 깊이에서는 간헐적으로 Mg성분이 존재함을 알 수 있었다.

Fig. 12와 Fig. 13은 고온영역중에서 거의 반응이 이

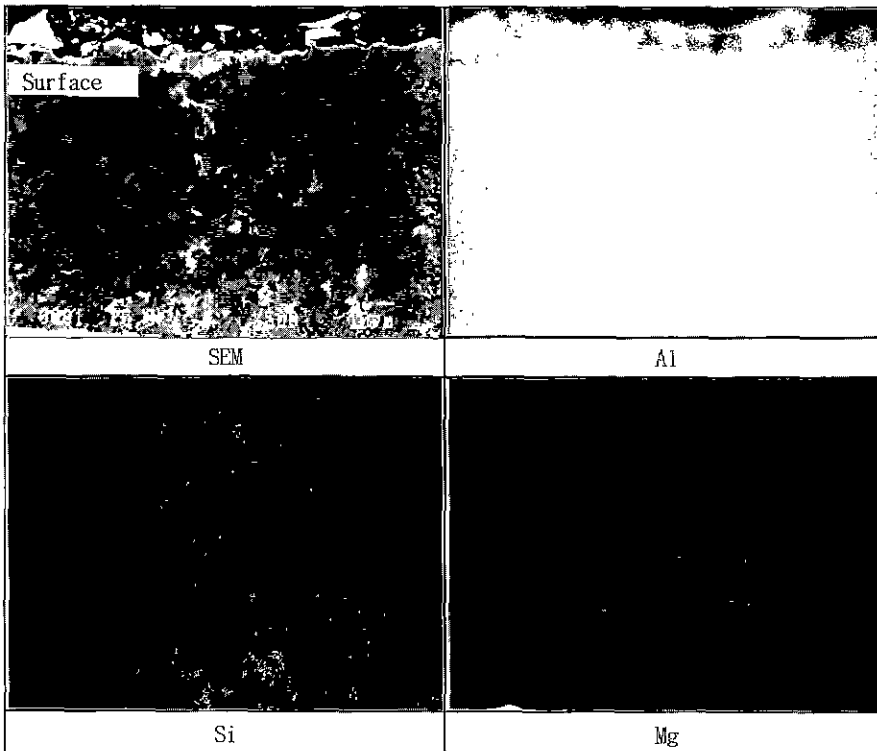


Fig. 8. SEM photograph and EPMA images for cross-section of composite fabricated at 800°C.

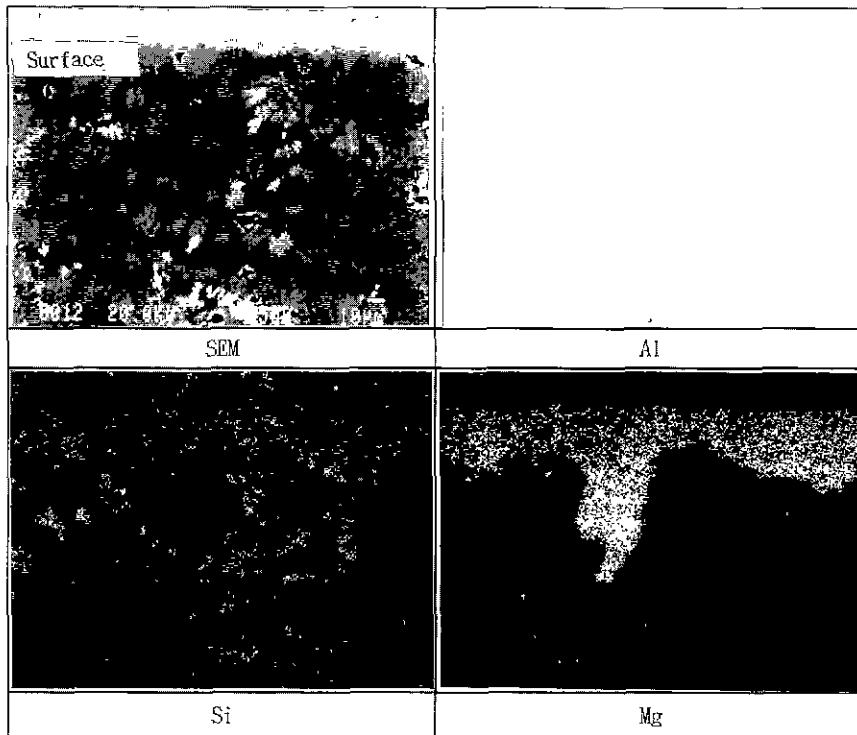


Fig. 9. SEM photograph and EPMA images for cross-section of composite fabricated at 900°C.

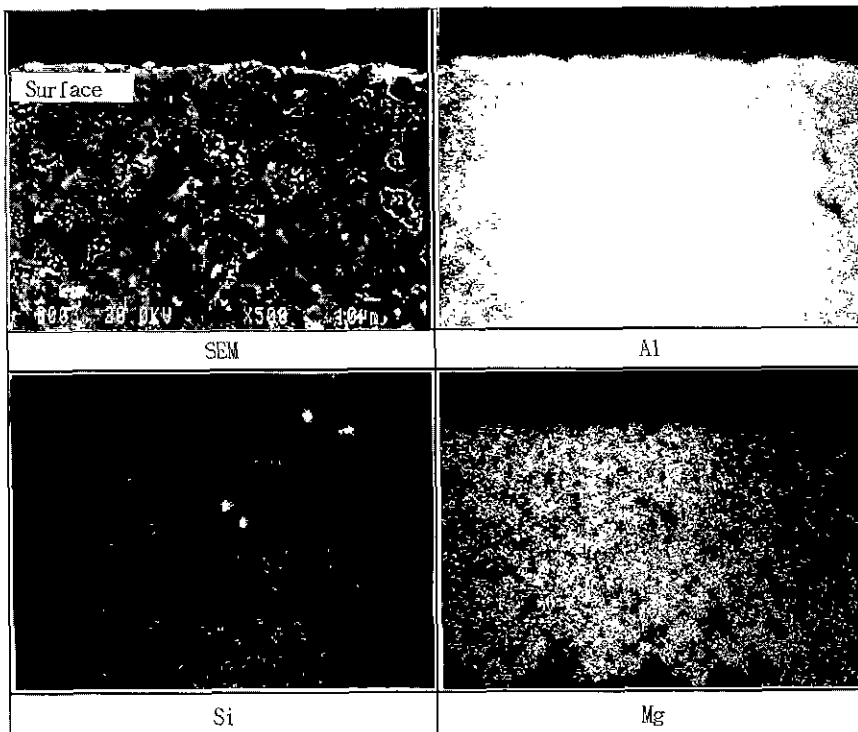


Fig. 10. SEM photograph and EPMA images for cross-section of composite fabricated at 1000°C.

루어지지 않았던 1050°C와 1100°C에서의 생성물에 대한 분석 결과이다. 조성상은 1000°C에서의 조성상과 전체적으로 유사한 형태를 나타내나 특이한 점은 생성물의 표면이 아주치밀한 층을 이루고 있으며, 이러한 치밀

층은 생성 알루미늄상의 주위를 에워싸고 있다. 또한 치밀층은 Mg 성분 mapping결과로 부터 스피넬임을 확인할 수 있다. 1050°C 및 1100°C에서도 Mg성분의 침투깊이는 1000°C에서와 마찬가지로 약 140 μm 까지였으며, 그 이상의 깊이로는 알루미늄의 침투가 이루어지지 않았다는 것을 Si 성분의 mapping결과로 부터 알 수 있었다.

silica preform을 마그네슘이 함유된 용융 알루미늄에 침적시켜 반응시 1000°C이하에서는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al복합체 제조에 문제가 없으며, 1050°C이상에서는 먼저 반응한 마그네슘이 알루미늄과 반응하여 스피넬화되고, 생성된 스피넬은 높은 온도로 인하여 silica preform의 표면에 치밀층을 형성하기 때문에 용융 알루미늄이 silica preform으로 공급되는 것을 차단하여 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al복합체의 생성 반응은 진행되지 않는 것을 알 수 있었다.

#### 4. 결 론

진음실리카 분말로 소결하여 만든 silica preform을 마그네슘이 함유된 용융 알루미늄과 반응시켜 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al복합체를 제조하였다. 반응온도별 얻어진 복합체에

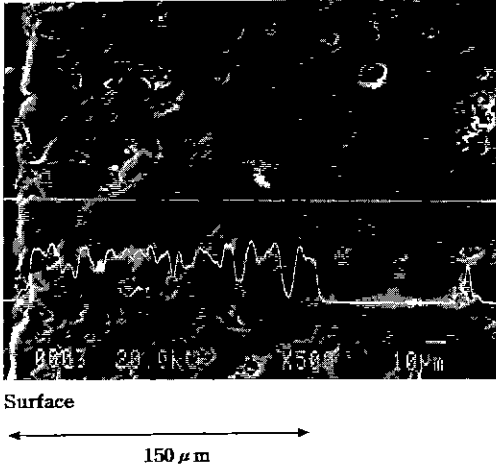


Fig. 11. EPMA analysis showing Mg variation through Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al composite fabricated at 1000°C.

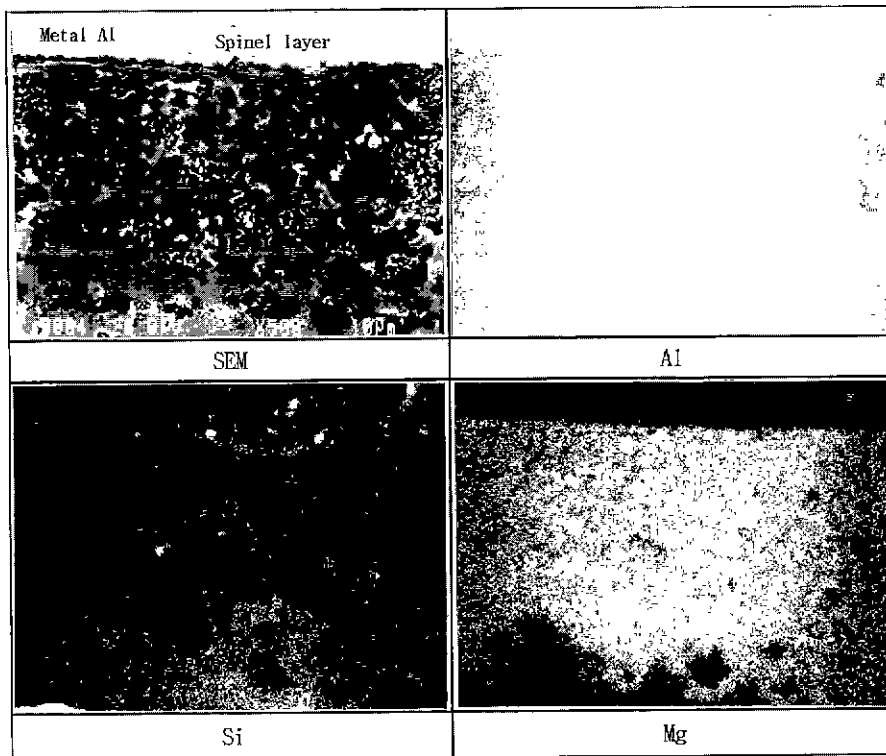


Fig. 12. SEM photograph and EPMA images for cross-section of composite fabricated at 1050°C.



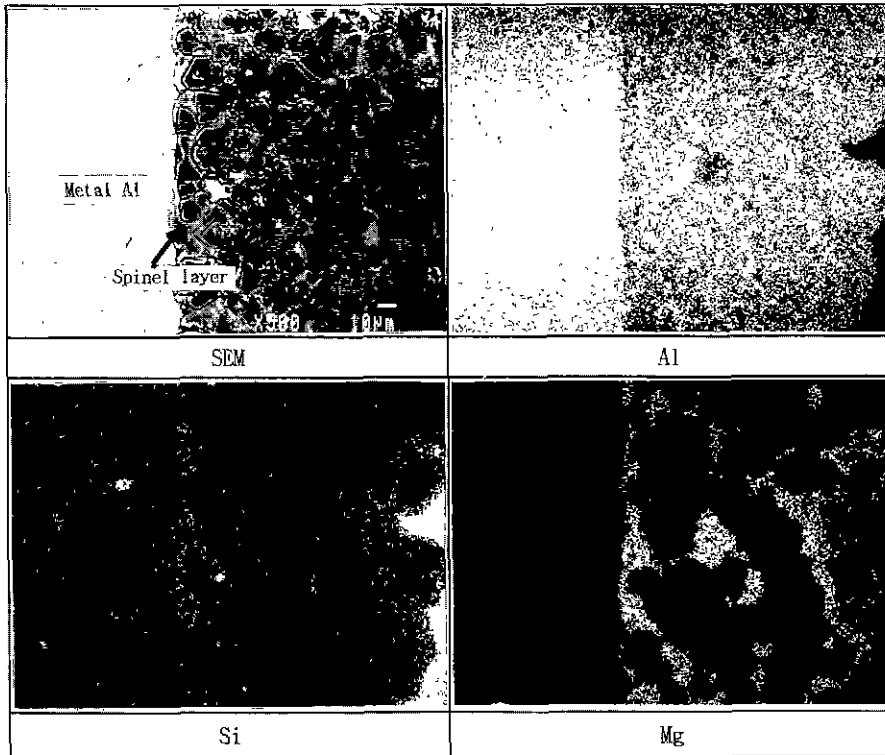


Fig. 13. SEM photograph and EPMA images for cross-section of composite fabricated at 1100°C.

대해 결정상 및 미세구조관찰을 통하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al 복합체 제조시 마그네슘을 함유한 알루미늄 금속을 사용하면 침투경향은 3영역 즉, 저온영역 ( $T_m \leq T \leq 850^\circ\text{C}$ ), 중온영역 ( $900^\circ\text{C} \leq T \leq 950^\circ\text{C}$ ), 고온영역 ( $1000^\circ\text{C} \leq T$ )으로 구분되었다.

2. 중온영역에서 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al 복합체의 생성속도가 저하되는 이유는 치환반응에 의해 생성된 알루미늄이 상전이 ( $\theta \rightarrow \alpha$ )를 일으키기 때문에 나타나는 영향으로 생각된다.

3. 치환반응에 마그네슘이 함유된 알루미늄 금속을 사용하면 생성된 복합체는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al Si 상외에 다량의 Spinel (MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) 생성이 확인되며, 이 스피넬은 1050°C 이상에서는 perform의 표면에 치밀층을 형성하여 용융 알루미늄이 계속 침투하지 못하도록 한다.

#### 감사의 글

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

#### REFERENCES

1. 鈴木恵一朗, "微構造制御と破壊じん性," 세라믹스, 21(7), 590-597 (1986)
2. 香川 豊, 八田博志, "セラミックス基複合材料," 아그네 承風社, 1990.
3. 新原皓一, "セラミックスのむろさを克服する," 세라믹스, 21(7), 581-589 (1986).
4. 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.
5. T. Beardsley, "Rush to Metal/Oxide Composites," Nature, 318(12), 500 (1985).
6. M.S. Newkirk, A.W. Urquhart, H.R. Zwickler and E. Breval, "Fabrication of Lanxide TM Ceramic Composite Materials." J. Mater. Res., 1, 81-86 (1986)
7. M.S. Newkirk, H.D. Leshner, D.R. White, C.R. Kennedy, A.W. Urquhart and T.D. Claar, "Preparation of Lanxide TM Ceramic Matrix Composites: Matrix Formation by the Directed Oxidation of Molten Metals," Ceram. Eng. Sci. Proc., 8, 879-885 (1987).
8. 松尾秀逸, 伊藤和男, 稲葉毅, 酒井幸文, "アルミナ-アルミニウム複合," 金屬, 59, 7月號, 61-65 (1989).
9. 松尾秀逸, 稲葉毅, "融置換反による Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 複合の

- 作製," セラミックス, 26, 222-223 (1991).
10. M.C. Breslin, J.R. Ringnald, J. Seeger, A.L. Marasco, G.S. Daehan and L. Fraser, "Alumina/Aluminium Co-Continuous Ceramic Composites(C<sup>4</sup>)Materials Produced by Solid/Liquid Displacement Reactions: Processing Kinetics and Microstructures," *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, **15**(4) 104-112 (1994).
  11. W.G. Fahrenholtz, K.G. Ewsuk, R.E. Loehman and A. P. Tomsia, "Synthesis and Processing of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/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.
  12. 정두화, 김용진, 배원태, "용융 Al의 치환반응에 의한 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al복합체 제조," *요업학회지*, **34**(6), 591-600 (1997).