

반응금속 침투법으로 제조된 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체에서 침투방향성이 미세구조 및 손상상에 미치는 영향

백운규 · 정연길*

한양대학교 공과대학 응용화학공학부 세라믹공학과

*창원대학교 공과대학 세라믹공학과

(2000년 6월 12일 접수)

Effects of Penetration Direction on Contact Damage and Microstructure in $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ Composite Fabricated by Reactive Metal Penetration

Ungyu Paik and Yeon-Gil Jung*

CPRC, Department of Ceramic Engineering, Hanyang University, Seoul, 133-791, Korea

*Department of Ceramic Engineering, Changwon National University, Changwon, 641-773, Korea

(Received June 12, 2000)

초 록

반응금속 침투법으로 제조한 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체의 파괴특성과 손상 내구성을 침투방향성에 따라 관찰하였으며, 복합체는 Al_2O_3 단일상보다 향상된 파괴인성과 Al 단일상보다 높은 경도값을 나타내었다. Vickers 압입법을 사용한 복합체의 손상형태에서는 침투방향에 따른 각각의 미세구조에 의해 상이한 특성을 나타내었으며, 헤르찌안 압입법을 사용한 복합체의 손상거동은 Al_2O_3 과 Al의 중간거동을 나타내었다. 헤르찌안 압입 후 강도저하시기로 복합체가 갖는 우수한 결함저항성을 관찰할 수 있었으며, 높은 헤르찌안 하중에서는 복합체의 강도저하 특성이 복합체의 미세구조에 의존함을 관찰할 수 있었다. 이와 함께 복합체에서의 반응금속 침투방향성, 미세구조 그리고 손상 내구성 사이 상호연관성에 대해 논의하였다.

ABSTRACT

Fracture characteristics and damage tolerance of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composite prepared by reactive metal penetration were examined in terms of the penetration direction. The composite represented improved properties in fracture toughness as compared to Al_2O_3 monolith and in hardness as compared to Al. Damage pattern of the composite in Vickers indentation was different with microstructure depending on penetration direction. Damage mode of the composite in Hertzian indentation showed a transitional response between Al_2O_3 and Al monoliths. Through the strength degradation tests after Hertzian indentation, we could observe an enhanced flaw-insensitivity of the composite and a dependence of microstructure in higher Hertzian indentation loads. The relationship among penetration direction, microstructure, and damage resistance was discussed.

Key Words : Damage, Hertzian indentation, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composite, Penetration direction, Microstructure

1. 서 론

최근 제조비용의 절감과 산업분야 응용에 대한 제한을 극복하기 위한 시도로 직접적인 금속의 산화로 복합체를 제조하는 in-situ 방법 (DIMOXTM),^{1,4)} 반응결합,^{3,5)} 그리고 액상금속의 치화반응⁶⁻¹²⁾ (반응금속침투법; Reactive Metal Penetration; 이하 RMP로 약함) 등이 많은 관심을 받고 있으며, 이와 관련된 연구들이 진행되고 있다. 이러한 3차원적인 망복구조를 갖는 세라믹/금속 복합체를 개발하기 위한 연구에 있어서 주로 연성이 있는 상 (금속상)에 의한 crack bridging으로 복합체 인성의 향상 및 미세구조 제어를 통한 공정개발에 초점을 맞춰왔다.

한편, 용융 Al과 산화물사이의 반응은 Al의 정면^{13,14)}과

관련하여 오래 전부터 알려져 왔지만 복합체를 제조하기 위한 방법으로는 특별히 연구되지 않았다. 특히 SiO_2 와 Al 계에서 복합체의 제조반응은 Yoshikawa *et al.*,⁶⁾ Breslin *et al.*⁷⁻⁹⁾ 등에 의해 최근 보고되고 있으며, 이들의 연구는 복합체를 비정질 SiO_2 와 용융 Al을 여러 온도에서 반응시켜 제조하는 것이었다. 이때 반응 생성물은 향상된 파괴인성과 다른 물리적 특성들을 가진 Al_2O_3 65 vol%-Al 35 vol%의 완전히 상호 침투한 구조를 나타내었다. 그리고 Leohman *et al.*¹⁰⁻¹²⁾에 의한 제조된 세라믹/금속 복합체는 비정질 SiO_2 이 아닌 조밀한 세라믹 예비 성형체의 다양한 조성으로부터 제조되었다. 이러한 기존의 연구에서도 금속상에 의한 인성의 향상 그리고 이와 관련된 공정개발에 초점을 맞추었다. 그러나 실제 환경에서 복합체의 용융을 위해서는 미세

구조와 연관된 각 성분의 부피분을 제어를 위한 제조공정의 개발 뿐만 아니라 복합체의 수명과 연관된 손상 내구성과 파로특성이 고려되어야 한다.

본 연구에서는 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체의 제조에 있어서 반응금속의 침투방향성이 복합체의 미세구조에 미치는 영향을 관찰하였으며, Vickers 및 Hertzian 압입시험을 통해 접촉 시 발생하는 손상거동을 조사하여 미세구조 변화가 재료의 손상거동에 미치는 원인을 규명하였다. 또한 반응금속의 침투방향성이 복합체의 강도저하 및 파괴거동에 미치는 영향을 관찰하여 복합체의 손상 내구성을 고찰하였다.

2. 실험방법

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체 제조를 위해서 상업용 비정질 SiO_2 (99% purity, 50 mm × 30 mm × 5 mm, Toshba Ceramics Inc., Japan)를 preform으로 사용하였으며, Al_2O_3 합성을 위해 Al (sections cutting an ingot of 99% purity, 10 series, Alfa, U.S.A.)를 사용하였다. 이때 SiO_2 preform을 비 반응성 SiC 질 도가니에 넣고 SiO_2 preform의 윗 표면에 Al을 둔 후, 1100°C까지 승온 후 10시간 유지하는 조건으로 반응시켰다. 반응은 10°C/min의 승온속도와 냉각속도로 진행되었으며, 반응온도는 새로운 상 (Al_2O_3)의 결정화를 위해 선택하였고 반응시간은 금속이 SiO_2 preform에 완전 침투되는 것과 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 의 결정화 성장을 위해 선택하였다. 복합체에서 비 반응성분과 생성물을 관찰하기 위해 X선 회절기 (XRD, Rigaku Co., Japan)을 사용하였으며, 반응금속의 침투방향성에 따른 미세구조 변화는 전자현미경(SEM, S-2700, Hitachi, Japan)으로 관찰하였다. 경도는 Vickers 경도기 (DVKH-1, Tokyo Co, Japan)를 이용하여 측정하였으며,^{15,16)} 50 N으로 Vickers 경도시험을 한 후 반응금속 침투방향성이 접촉손상에 미치는 영향고찰하기 위해 a/b 비를 측정하였다. 파괴인성은 SENB (Single Edge Notched Beam) 방법을 이용하여 4점 굽힘강도로 측정하였으며 (inner span 10 mm, outer span 20 mm), Fig. 1에서 SiO_2 preform과 Al의 반응에 따른 미세구조의 형성과 특성평가에 대한 방향성을 나타내었다.

복합체의 경도와 파괴 인성을 비교하기 위해 Al_2O_3 및 Al 단일상의 시험편을 제조하였다. Al_2O_3 은 Al_2O_3 분말 (99.9%, 0.3-0.4 μm, Alcoa A16SG, The Netherlands)을 1600°C에서 2시간 소결하여 제조하였으며, Al 시험편은 1100°C에서 Al ingot를 용융하여 준비하였다.

계면 접합기술 (bonded-interface technique)¹⁷⁻¹⁹⁾을 이용한 복합체의 표면 및 표면아래의 접촉손상을 광학현미경을 이용하여 관찰하였으며, 압자 ($r = 3.18$ mm)로는 WC (tungsten carbide, J&L Industrial Supply Co., MI, USA)의 구형압자를 사용하였다. Hertzian 압입시험법에 대한 상세한 설명은 이전에 발표된 논문들에서 자세히 언급되었으며,¹⁷⁻²⁰⁾

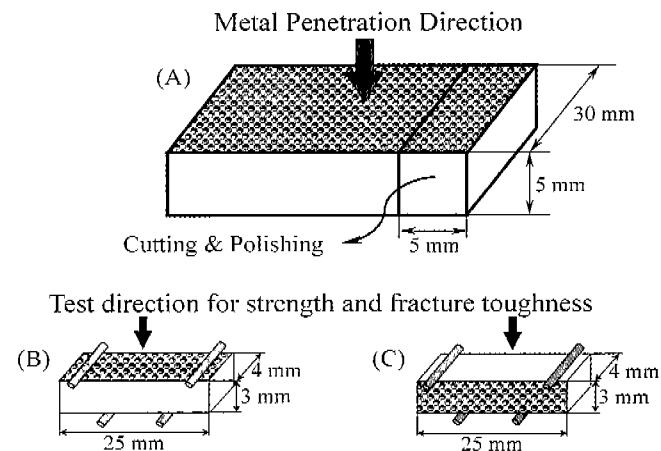


Fig. 1. Schematic diagrams of metal penetration and test directions: (A) metal penetration direction, (B) parallel direction and (C) perpendicular direction.

본 연구에서도 이들에 의거하여 시험편 준비 및 접촉손상을 관찰하였다.

강도저하 시험을 위해서는 반응금속의 침투방향과 평행한 것 (Fig. 1(A))과 수직인 것 (Fig. 1(B))의 두 종류의 복합체를 준비하였다. 복합체의 강도저하는 Hertzian 압입을 행한 면 (압입하중 $P = 500\text{-}2500$ N)을 인장응력이 형성되는 면으로 하여 4점 굽힘시험으로 수행하였으며, 강도측정 시의 수분에 의한 영향을 배제시키기 위해 silicon oil을 압축 자리에 떨어뜨린 후 빠른 파괴 (파괴시간 < 40 ms)로 강도를 측정하였다.²⁰⁾

3. 결과 및 고찰

SiO_2 preform과 용융 Al이 1100°C에서 반응하여 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 를 합성한 후 복합체에 잔류 하는 상에 대한 XRD 분석 결과를 Fig. 2에 나타내었다. 이 온도에서 용융 Al이 SiO_2 preform에 침투하기 위한 SiO_2 에 대한 Al의 젖음각 (wetting angle)은 90° 보다 작으며, Gibbs 자유 에너지는 음의 값을 나타낸다.^{8,21,22)} 따라서 반응 동안 충분한 시간을 제공하면 SiO_2 는 용융 Al과 반응하여 새로운 상인 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 를 합성하게 되며, 반응에서 생성되는 free Si는 용융 Al에 용해하게 된다. 이러한 반응기구에 있어서 free Si가 용해된 용융 Al은 새로운 용융 Al가 모세관력에 의해 반응 구역으로 계속적으로 침투되기 때문에 복합체 주위의 Al 용탕으로 확산되어 빠져나온 것으로 사료된다. 따라서 Fig. 2에서 나타낸 것과 같이 복합체의 X-ray 패턴에서 Si의 피크는 나타나지 않았으며, free Si가 용해된 용융 Al은 침투 채널을 통하여 복합체에서 빠져나오는 것으로 사료된다.

Fig. 3은 30 mole% 수산화 나트륨(NaOH) 용액으로 복합체에서 금속상을 완전히 용해한 미세구조를 보여주고 있다. 미세구조는 3차원의 망목구조를 나타내고 있으며, 밝은

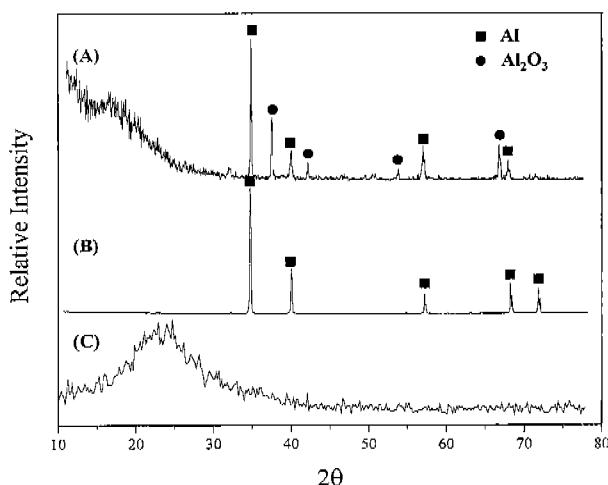


Fig. 2. X-ray diffraction patterns of (A) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composite, (B) Al and (C) amorphous quartz glass(SiO_2).

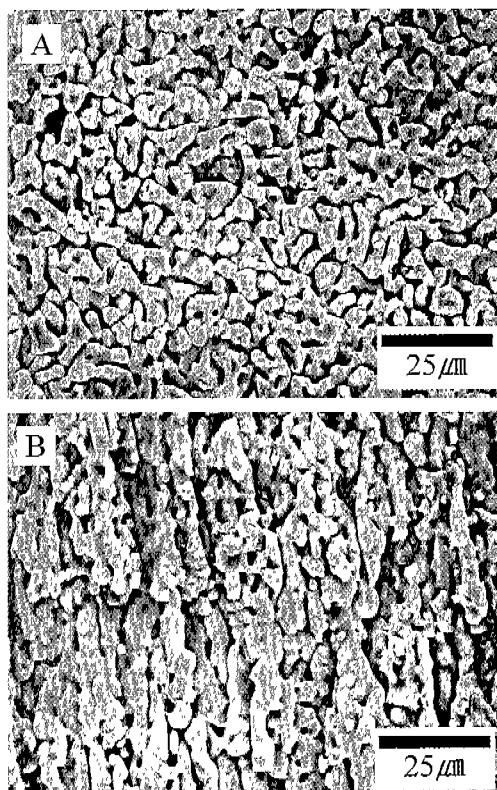


Fig. 3. Microstructure after leaching out Al component in $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composite: (A) parallel direction and (B) perpendicular direction.

부분은 복합체에서 Al_2O_3 를 나타내는 부분이며 나머지 부분은 용해된 Al 영역을 나타내고 있다. 복합체는 약 65 vol%의 Al_2O_3 과 나머지의 Al으로 구성되어 있으며, Fig. 3(A)는 반응금속 침투방향에 평행한 부분을 나타내었다. 한편, Fig. 3(B)의 Al_2O_3 구조는 반응금속 침투방향에 수직면을 나타낸 것으로 마치 파이프처럼 채널이 연결되어 있었다. 이것은 금

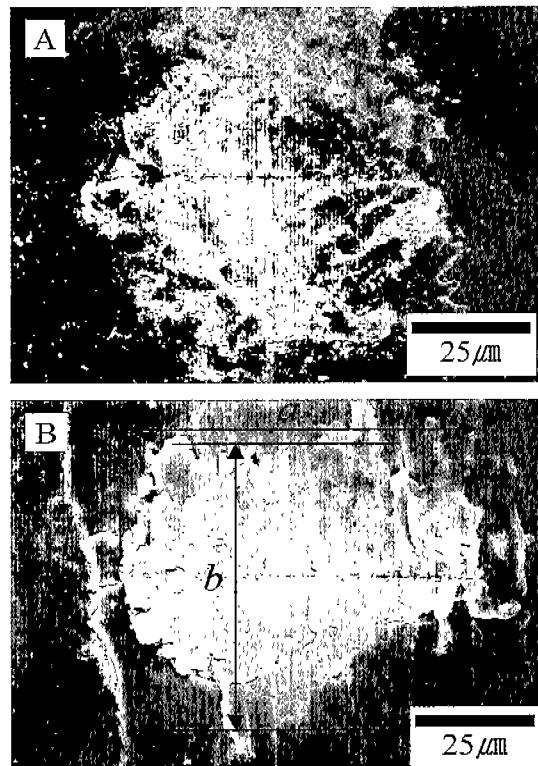


Fig. 4. Scanning electron micrographs of Vickers impressions in $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composite: (A) parallel direction and (B) perpendicular direction.

Table 1. Effects of Microstructure on Plastic Impression and Hardness in $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ Composite

Properties \ Direction	Parallel Direction*	Perpendicular Direction**
a/b ratio	0.98 ~ 1.02	1.1 ~ 1.2
a-hardness(GPa)***	4.4 ~ 4.8	2.31 ~ 3.59
b-hardness(GPa)***	4.5 ~ 4.8	3.7 ~ 4.4

*Test plane for hardness as shown in Fig. 4(A) and Fig. 5(A).

**Test plane for hardness as shown in Fig. 4(B) and Fig. 5(B).

***Measured direction after Vickers indentation as shown in Fig. 5.

속 침투가 한 방향으로 잘 일어나는 것을 의미하는 것으로 반응금속의 침투방향성이 복합체의 방향성 미세구조를 형성시키고 있음을 알 수 있었다. 또한 이러한 미세구조의 차이는 복합체의 파괴거동과 기계적 특성에 영향을 미칠 수 있을 것이라 사료된다.

침투방향에 따라 형성되는 각각의 미세구조에 대한 복합체의 접촉손상 특성을 고찰하기 위해 Vickers 압입시험 후 복합체 표면에 형성되는 압흔(impression)을 관찰하였으며, 수평방향에서의 압흔형성(Fig. 4(A))과 수직방향에서의 압흔형성(Fig. 4(B)) 및 각 경우의 경도값과 a/b비를 측정하여 Table 1에 나타내었다. 경도측정을 위한 시험 면의 개략

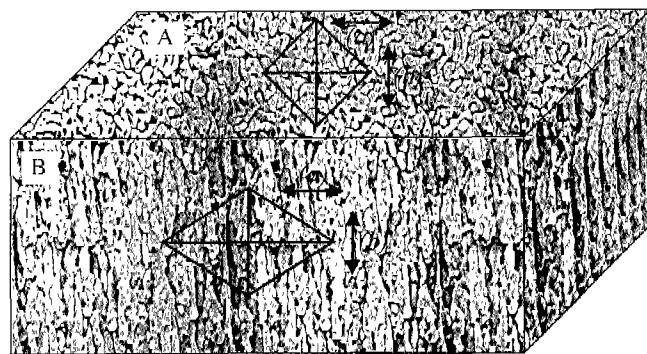


Fig. 5. Schematic diagram for Vickers indentation to measure hardness with penetration direction, showing different microstructure: (A) parallel direction and (B) perpendicular direction.

도는 Fig. 3의 미세구조를 기초로 하여 Fig. 5에 나타내었다. 앞의 미세구조 관찰에서 예상했던 것과 같이 손상형태는 미세구조에 따라 다르게 나타났으며, 수평방향은 a/b 비가 0.98-1.02인 균일한 구조를, 수직방향에서는 a/b 비가 1.1-1.2로 한 방향에서 긴 자국을 보여주는 상대적인 샌드위치형 구조(합성된 Al_2O_3 와 Al 상호간의 구조에서)를 나타내고 있음을 확인할 수 있었다. 이와 같은 Vickers 압입에 의한 손상형태는 복합체의 미세구조에 따른 탄성/소성 영역에 영향을 받는 것으로, 미세구조를 구성하고 있는 각 성분의 탄성을(E)과 경도(H)는 재료 상수로써 재료의 파괴역학에 중요한 역할을 한다.^{23,24)} 또한 복합체에서 각 성분의 부피 분율($\text{Al}_2\text{O}_3: f_1 = 65 \text{ vol\%}$, Al: $f_2 = 35 \text{ vol\%}$)과 미세구조는 방향에 따른 다른 암흔자국의 결과로서 탄성계수($\text{Al}_2\text{O}_3: E_1 = 400 \text{ GPa}$,¹⁶⁾ Al: $E_2 = 70 \text{ GPa}$ ²⁵⁾)에 영향을 미치게 되며, Fig. 4(A)의 미세구조에서는 284.5 GPa ($E = f_1E_1 + f_2E_2$)의 탄성계수를 나타내며 Fig. 4(B)의 미세구조에서는 145.5 GPa ($I/E = f_1/E_1 + f_2/E_2$)의 탄성계수를 나타내게 된다. 따라서 반응금속의 침투방향에 평행한 미세구조의 경우 경도값의 범위는 4.4-4.8 GPa⁶이고 수직 방향에 대한 경도값은 평행한 미세구조의 경우보다 낮은 값을 가지면서 방향 의존성을 보였다. 암흔자국이 미세구조에 따라 다르게 나타남에도 불구하고 파괴인성 값에서는 7-9 MP · m^{1/2} 범위로 미세구조의 차이에는 크게 영향을 받지 않음을 알 수 있었다. 결과적으로 복합체와 단일상(Al_2O_3 및 Al)과의 기계적 특성 비교에 있어서 복합체는 중간적인 물성치를 나타내었다(Al_2O_3 경도: 14-16 GPa, 파괴 인성: 3-5 MP · m^{1/2}; quartz glass 경도: 6.4-7.8 GPa, 파괴 인성: ≈ 1 MP · m^{1/2}; Al 경도: 0.4-0.8 GPa, 파괴 인성: > 20 MP · m^{1/2}).

Fig. 6은 계면접합 시험편으로부터 Hertzian 압입 후 (Fig. 5(B)의 방향으로 압입 후) 표면 및 표면 아래에서 나타난 접촉손상에 대한 것을 나타내고 있다. 이때 각 재료의 특성에 맞추어서 압입하중(P)은 제어되었으며 Al_2O_3 의 경

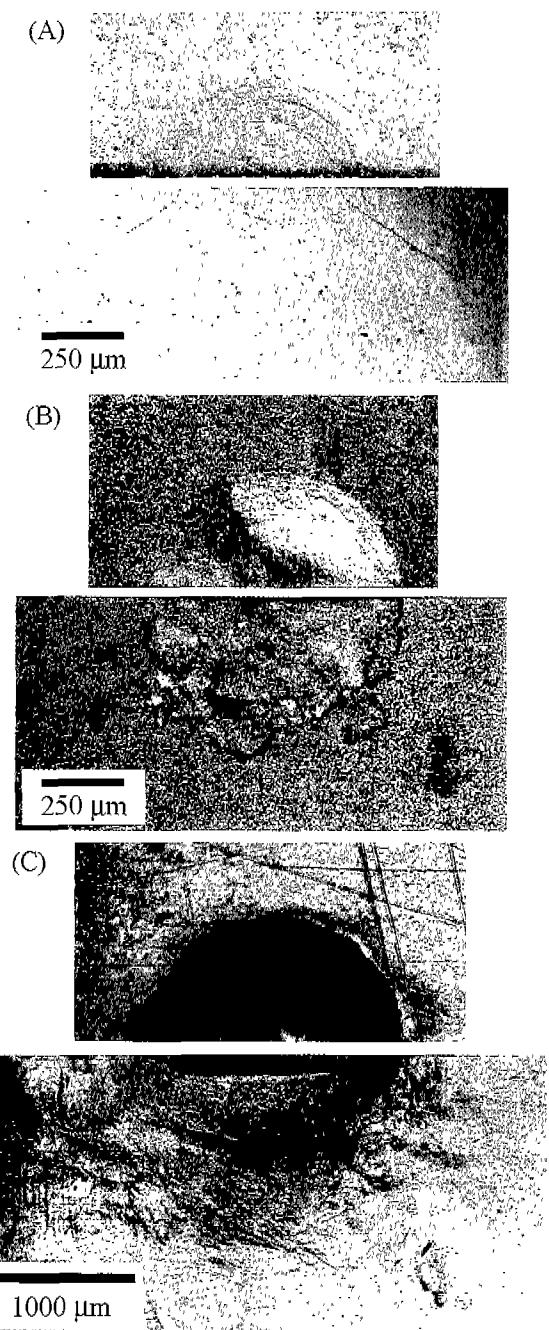


Fig. 6. Optical micrographs of Hertzian contact damage showing half-surface(upper) and section(lower) views from bonded-interface specimen: (A) Al_2O_3 monolith, (B) $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composite, and (C) Al monolith.

우 $P = 2000 \text{ N}$, 복합체의 경우 $P = 1000 \text{ N}$, 그리고 Al의 경우 $P = 500 \text{ N}$ 을 사용하였다. Al_2O_3 의 손상형태는 전형적인 취성재료에서 나타나는 cone 형태의 균열만이 관찰되었으며, 암흔의 흔적은 관찰되지 않았다. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체에 있어서는 표면에서 미세한 ring 형태의 균열과 표면 및 표면 아래에서 준 소성변형을 관찰할 수 있었으며, 이러한 준

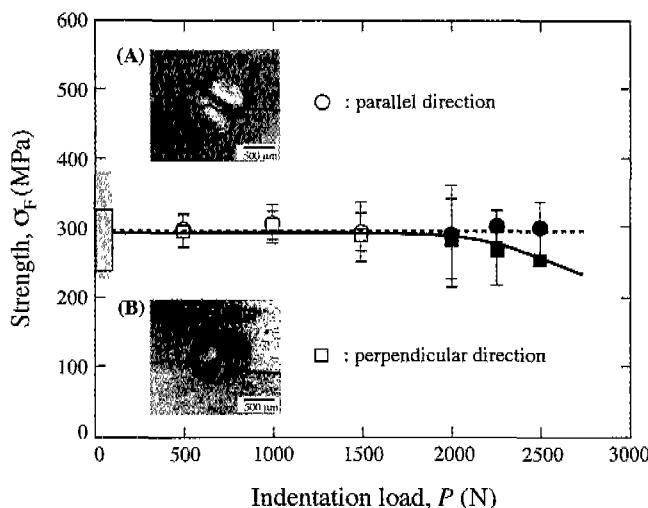


Fig. 7. Strengths of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ composite with different direction after Hertzian indentation, as a function of indentation load P . Inset micrographs show failure origins at $P = 2250$ N: (A) parallel direction and (B) perpendicular direction. Data are means and standard deviations of a minimum of 5 specimens at each load.

소성변형은 Hertzian 압입 시 전단응력에 의해 형성되는 미세균열에 의해 형성되는 것으로 복합체에서 관찰되는 손상형태와 유사한 특성을 나타내고 있다. 한편, Al 에 있어서의 손상형태는 전형적인 소성변형을 나타내는 것으로 균열은 표면 및 표면아래의 손상에서 관찰되지 않았으며, 순수한 소성변형만 관찰되었다. 따라서 앞의 기계적 특성의 고찰에서 언급한 것과 같이 복합체에서의 접촉손상은 취성거동(세라믹)과 소성거동(금속)의 중간적인 거동을 나타냄을 알 수 있었다.

복합체의 손상 내구성을 알아보기 위해 Hertzian 시험 후의 강도저하 시험을 행하였으며, 이에 대한 결과를 Fig. 7에서 나타내었다. Fig. 7에서 실선과 점선은 압입하중에 대한 강도저하 결과의 실험치를 나타내는 것이며, 닫힌 심볼(●)은 파괴가 압입으로부터의 결합에 의해 일어나는 것을 의미하며 열린 심볼(○)은 자연적인 결함(natural flaws)에 의해 파괴가 일어난 것을 의미한다. Fig. 7의 좌축에 나타낸 회색 사각형은 반응금속 침투방향성에 평행한 시험편, 빈 사각형은 수직방향의 시험편에 대한 강도값을 나타내었으며, Fig. 7에 삽입된 파괴표면의 사진은 $P = 2250$ N에서 각 경우의 압입자리에서 파괴가 일어난 것을 보여주고 있다. 침투방향성에 평행한 미세구조의 시험편은 전 압입하중의 범위에서 강도저하는 관찰되지 않고 있으며, 파괴가 Hertzian 압입에 의한 결합으로부터 일어났지만 초기의 강도를 계속 유지하고 있음을 관찰할 수 있다. 또한 침투방향성에 수직인 미세구조를 갖는 시험편에서도 강도저하가 $P = 2000$ N까지 일어나지 않고 있으며, 매우 높은 압입하중($P \geq 2250$ N)에서

는 미세한 감소경향을 나타내었다. 이러한 강도저하 시험을 통해 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체의 손상 내구성을 관찰할 수 있으며, 또한 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체가 파괴 전에 부분적인 소성변형으로 손상 변형에너지의 상당한 양을 흡수 할 수 있다는 것을 관찰할 수 있었으며, 파인 세라믹스나 유리와 같은 전형적인 취성재료보다 급격한 파괴에 덜 민감하다는 것을 확인할 수 있었다.^{18,19,26)}

이러한 결과로부터 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체는 침투방향성에 따른 Vickers 압입 손상에서는 차이를 나타내지만 파괴인성, 강도의 관점에 있어서는 침투방향성에 영향을 받지 않는다는 것을 확인할 수 있었다. 그러나 매우 높은 Hertzian 압입하중($P \geq 2250$ N)에서는 침투방향성에 따라 수직방향의 미세구조에서 강도저하 현상을 나타내기 시작하였으며, 따라서 침투방향성에 평행한 미세구조가 보다 우수한 손상저항성을 나타낸다고 할 수 있었다.

4. 결 론

SiO_2 preform과 용융 AI금속과의 상호 반응성에 의해 제조된 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체에서 반응금속의 침투방향성이 복합체의 미세구조 및 손상접촉에 미치는 연구를 통해 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

1. SiO_2 preform과 Al 의 반응으로 3차원 망목구조를 갖는 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ 복합체를 제조할 수 있었으며, 잔류 SiO_2 및 free Si가 용해된 Al 은 복합체에서 발견되지 않았다.
2. 새로운 상인 Al_2O_3 이 합성되어 나타나는 복합체의 미세구조는 반응금속이 침투되는 방향에 따라 영향을 받아 두 가지 형태의 미세구조를 나타내었다. 복합체의 경도와 Vickers 압입에 의한 손상형태는 미세구조에 영향을 받아 반응금속 방향에 수직인 미세구조에서는 a/b 비가 차이를 나타내었다.
3. Hertzian 압입에 따른 표면 및 표면아래의 손상형태에서는 복합체의 준 소성변형 특성을 관찰할 수 있었으며, 취성거동을 나타내는 Al_2O_3 과 소성거동을 나타내는 Al 의 중간적인 거동임을 확인할 수 있었다. 또한 기계적 특성 변화에서도 이러한 중간적 물성변화를 관찰할 수 있었다.
4. Hertzian 압입 후의 강도저하에서는 압입하중이 $P = 2000$ N까지는 미세구조에 영향을 받지 않았지만 $P \geq 2250$ N에서는 반응금속 방향성에 수직인 미세구조의 복합체에서 강도저하 현상을 관찰할 수 있었다. 이와 함께 복합체의 우수한 손상 내구성을 관찰할 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 한양대학교 1999년 교내연구비에 의해 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

REFERENCES

- M. S. Newkirk, A. W. Urquhart, H. R. Zwicker and E. Breval, "Fabrication of LaxideTM Ceramic Composite Materials," *J. Mater. Res.*, **1**(1), 81-86 (1986).
- A. W. Urquhart, "Novel Reinforced Ceramics and Metals: A Review of Laxide's Composite Technologies," *Mat. Sci. Eng.*, **A144**, 75-82 (1991).
- Y. M. Chiang, J. S. Haggerty, R. P. Messner and C. Demetry, "Reaction-Based Processing Methods for Ceramic-Matrix Composites," *Am. Ceram. Bull.*, **68**(2), 420-428 (1989).
- D. R. Clarke, "Interpenetrating Phase Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **75**(4), 739-759 (1992).
- S. Wu, A. J. Gesing, N. A. Travitzky and N. Clausen, "Fabrication and Properties of Al-infiltrated RBAO-based Composites," *J. Europe. Ceram. Soc.*, **7**, 277-281 (1991).
- N. Yoshikawa, Y. Watanabe, Z. M. Velloza, S. Taniguchi and A. kikuchi, "Mechanical Properties of Al/Al₂O₃ Composites Fabricated by Reaction between SiO₂ and Molten Al, Al-Cu," *J. Mater. Sci. Letter*, **16**, 1547-1550 (1997).
- M. C. Breslin, J. Ringnalda, J. Seeger, A. L. Marasco, G. S. Daehn and H. L. Fraser, "Alumina/aluminum 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).
- M. C. Breslin, J. Ringnalda, L. Xu, M. Fuller, J. Seeger, G. S. Daehn, T. Otani and H. L. Fraser, "Processing, Microstructure, and Properties of Co-continuous Alumina-aluminum Composites," *Mat. Sci. And Eng.*, **A195**, 113-119 (1995).
- M. C. Breslin, "Process for Preparing Ceramic-Metal Composite Bodies," U.S. Pat. No. 5214011, May 25, 1993.
- R. E. Loehman and K. G. Ewsuk, "Synthesis of Al₂O₃-Al Composites by Reactive Metal Penetration," *J. Am. Ceram. Soc.*, **79**(1), 27-32 (1996).
- W. G. Fagrenholtz, K. G. Ewsuk, D. T. Ellerby and R. E. Loehman, "Near-Net-Shape Processing of Metal-Ceramic Composites by Reactive Metal Penetration," *J. Am. Ceram. Soc.*, **79**(9), 2497-2499 (1996).
- Y. Gao, J. Jia, R. E. Loehman and K. G. Ewsuk, "Transmission Electron Microscopy Study of Al/Al₂O₃ Composites Fabrication by Reactive Metal Infiltration," *J. Mater. Res.*, **10**(5), 1216-1225 (1995).
- A. E. Standage and M. S. Gani, "Reaction Between Vitreous Silica and Molten Aluminum," *J. Am. Ceram. Soc.*, **50**(2), 101-105 (1967).
- K. Prabripataloong and M. R. Piggott, "Reduction of SiO₂ by Molten Al," *J. Am. Ceram. Soc.*, **56**(4), 184-185 (1973).
- Tabor, Hardness of metals, Oxford, Clarendon, U.K, 1951.
- B. R. Lawn, Fracture of Brittle Solids, 2nd Ed., **Chap. 8**, Cambridge Univ., Cambridge, U.K, 1993.
- H. Cai, M. A. Stevens Kalceff and B. R. Lawn, "Deformation and Fracture of Mica-Containing Glass-Ceramics in Hertzian Contacts," *J. Mater. Res.*, **9**(3), 762-770 (1994).
- F. Guiberteau, N. P. Padture and B. R. Lawn, "Effect of Grain Size on Hertzian Contact in Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, **77**(7), 1825-1831 (1994).
- B. R. Lawn, "Indentation of Ceramics with Spheres; A Century after Hertzian," *J. Am. Ceram. Soc.*, **81**(8), 1977-1994 (1998).
- D. B. Marshall and B. R. Lawn, "Flaw Characteristics in Dynamic Fatigue: The Influence of Residual Contact Stresses," *J. Am. Ceram. Soc.*, **63**(9-10), 532-536 (1980).
- M. W. Chase, Jr., C. A. Davis, J. R. Downery, Jr., D. J. Fruip, R. A. McDlnald and A. N. Syverud, "JANAF Thermochemical Tables, 3rd Edition," *J. Phys. Chem. Ref. Data*, **14**(1), 1-1856 (1985).
- O. Knacke, O. Kubaschewski and K. Hesselmann, Thermochemical Properties of Inorganic Substances. 2nd Ed., Springer-Verlag, Berlin, Germany, 1991.
- B. R. Lawn, A. G. Evans and D. B. Marshall, "Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics; The Median/Radial Crack System," *J. Am. Ceram. Soc.*, **63**(9-10), 574-581 (1980).
- B. R. Lawn and V. R. Howes, "Elastic Recovery at Hardness Indentations," *J. Mater. Sci.*, **16**, 2745-2752 (1981).
- J. E. Hatch, Aluminum Properties and Physical Metallurgy, American Society for Metals, Metals Park, OH, 1984.
- B. A. Latella, B. H. O'Conner, N. P. Padture and B. R. Lawn, "Hertzian Contact Damage in Porous Alumina Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **80**(4), 1027-1031 (1997).