

## SHS법을 이용한 복합분말( $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC) 제조시 $\text{TiO}_2$ 첨가의 영향

윤기석 · 양범석 · 이종현 · 원창환<sup>†</sup>

충남대학교 금속응고센터

The effect of the addition of  $\text{TiO}_2$  in the preparation of  
 $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC composite powder by SHS Process

K. S. Yun, B. S. Yang, J-H Lee and C. W. Won<sup>†</sup>

Rapidly Solidified Materials Research Center

Chungnam National University, Taejeon, 305-764

(2001년 9월 29일 받음, 2002년 1월 3일 최종수정본 받음)

**Abstract**  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC and  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC-TiC composite powders were prepared by SHS process using  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ , Al and C as raw materials. Aluminum powder was used as reducing agent of  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$  and activated charcoal was used as carbon source. In the preparations of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC, the effect of the molar ratio in raw materials, compaction pressure, preheating temperature and atmosphere were investigated. The most important variable affecting the synthesis of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC was the molar ratio of carbon. Unreactants remained in the product among all conditions without compaction. The optimum condition in this reaction was  $\text{SiO}_2$ : Al: C = 3: 5.5, 80MPa compaction pressure under preheating of 400 °C with Ar atmosphere. However there remains carbon in the optimum condition. The effect of  $\text{TiO}_2$  as additive was investigated in the preparations of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC. As a result of  $\text{TiO}_2$  addition,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC-TiC composite powder was prepared. The  $\text{Al}_2\text{O}_3$  powder showed an angular type with 8 to 15  $\mu\text{m}$ , and the particle size of SiC powder were 5~10  $\mu\text{m}$  and TiC powder were 2 to 5  $\mu\text{m}$ .

**Key words:** SHS process,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC-TiC, molar ratio, compaction pressure, preheating temperature, additive

### 1. 서 론

자전연소합성(Self-propagating High-temperature Synthesis) 법<sup>1,2)</sup>은 미세한 분말상의 반응물질을 잘 혼합하여 압축성형한 후 성형체의 한쪽 끝에 텅스텐 필라멘트나 카본리본 등의 저항열이나 아크 같은 적당한 열원을 이용하여 매우 짧은 시간동안 점화시키면 최초의 반응열에 의하여 연소파가 자체반응열에 의해 자발적으로 전파되면서 반응이 진행되는 것이다. 이것은 기존의 소결방법이나 진공용해 방법에 비해서 많은 에너지와 제조시간을 절약할 수 있어서 경제적이며, 생성물이 형성되는 동안 생성열에 의해서 매우 높은 온도로 올라가기 때문에 불순물이 휘발할 수 있어서 높은 순도의 생성물을 얻을 수 있고<sup>3)</sup>, 다품종 소량생산에 적합한 장점이 있다. 반응속도는 보통 0.1~15cm/sec로 매우 빠르며 짧은 시간에 반응이 끝난 후 원료물질은 별도의 가공을 요하지 않고 목적했던 반응생성물로 반응생성된다. 또한 자전연소합성법에 의하여 제조될 수 있는 물질은 대략 200여 가지<sup>4~7)</sup>나 된다.

이와 같이 자전연소 반응기구는 매우 간단하지만 자전연

소반응에 영향을 미치는 변수들은 많고 복잡하여 정확한 이론의 정립은 매우 힘든 편이다. 그러나 지금까지의 연구 결과에 의하면, 반응조건들을 적당히 변화시켜 줌으로써 반응온도나 반응속도를 조정하는 것이 어느 정도 가능하다고 알려져 있다.

세라믹스 재료의 특징은 높은 경도와 내마모성 및 화학적인 안정성을 갖는 것이다.<sup>8,9)</sup> 지금까지  $\text{TiC}$ <sup>10~12)</sup>, (Hf, Nb, Ta, Ti, Zr)B<sub>x</sub><sup>13)</sup>, TaC<sup>14)</sup>, MoSi<sub>2</sub><sup>15)</sup> 그리고  $\text{Si}_3\text{N}_4$ <sup>16)</sup> 등에 관한 연구는 많이 있었다. 또한 복합물 제조에 관한 연구는 최근에  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -TiC<sup>17,18)</sup>,  $\text{TiB}_2$ -TiC<sup>19)</sup>,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{TiB}_2$ <sup>20)</sup> 그리고  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -B<sub>x</sub>C<sup>21)</sup> 등이 진행되었다. 특히  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 계 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -ZrO<sub>2</sub>,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -TiC...)는 종래의 초경(WC계) 및 cermet에 비해 내열충격성, 고온강도, 내마모성이 우수하며, 고경도재, 난삭재 등을 가공하는 고성능 세라믹 절삭공구로 이용되고 있다. 그러나  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC 복합물의 합성은  $\text{SiO}_2$ /Al/C계 자체만으로는 자전고온반응의 진행에 어려움이 있어 많은 연구가 진행되지 못한 실정이다. 최근에 Lee<sup>22)</sup> 등은  $\text{SiO}_2$ /Al/C계에 반응촉진제로서  $\text{KNO}_3$ 을 첨가하여 공기 중에서  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC 복합분말을 합성하였다고 보고하였

† E-mail: strangestone@hanmail.net

으나, 이들은 자전연소합성만으로는 미반응 실리콘을 완전히 제거하지 못하였으며, 공기 중에서 연소반응함으로써 펠렛 표면에 산화물( $\text{SiO}_2$ )이 생성된다는 문제점이 있을 수 있다.

이러한 문제점을 해결하기 위하여 이미 많은 연구가 진행되어져 왔는데, 예열이나 배소 등 그 과정이 비효율적이었다. 따라서 본 연구에서는 자전연소합성법으로  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC 분말을 합성함에 있어 예열이나 배소의 과정을 생략하고 대신  $\text{TiO}_2$ 를 첨가하였다.

$3\text{SiO}_2 + 4\text{Al} + 3\text{C} = 3\text{SiC} + 2\text{Al}_2\text{O}_3$ 의 반응은 상온에서 점화시킬 경우 연소반응이 불완전하거나 충분히 유지되지 못하였다. 따라서 상온에서의 점화를 원활하게 하고 반응생성열이  $\text{SiO}_2$ 보다 훨씬 큰  $\text{TiO}_2$ 를 넣어 반응을 진행하여 예열이나 배소등과 같은 공정을 생략하면서도 물성에 있어서는 뒤떨어지지 않는 복합물을 제조하고자 하였다.

## 2. 실험 방법

본 실험에서는  $\text{SiO}_2$ (98%,  $-44\mu\text{m}$ ),  $\text{TiO}_2$ (98.56%,  $0.3\mu\text{m}$ , 한국티타늄주식회사), Al(99.14%,  $5.0\mu\text{m}$ , 순정화학주식회사), C(99.90%,  $0.5\mu\text{m}$ )을 사용하였다.

본 실험에 사용된 자전연소 반응장치의 개요도를 Fig. 1에 나타내었다. 반응장치의 재료는 STS 304를 사용하여 지름 250mm, 높이 250mm 크기의 원통형으로 제작되었다. 시편이 고온으로 열을 내며 반응할 때 반응물 및 생성물이 산화되는 것을 방지하기 위하여 자전연소반응기 내부를 진공 및 불활성 가스 분위기로 제어할 수 있도록 설계하였다. 텅스텐 필라멘트는 반응기 중앙부에 위치하게 하여 그것의 저항열을 이용하여 시편을 점화시킬 수 있도록 설계하였다. 또한 반응기 내벽과 외벽사이에는 냉각수가 흐르게 하여 반응기 내부 반응물의 높은 반응열로 인한 반응기의 과열을 방지하였으며, 반응장치의 정면은 반응 용기 내부에서 발생하는 반응현상을 육안으로 관찰할 수 있도록 내열유리를 설치하였다. 반응기 다른 한쪽은 반응중의 연소온도 및 연소속도를 측정하기 위하여 C type(W/5%Re vs W/

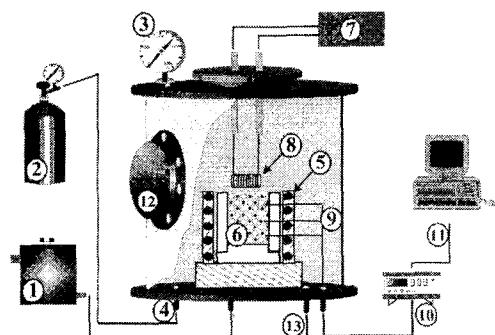


Fig. 1. Schematic diagram of a SHS reactor

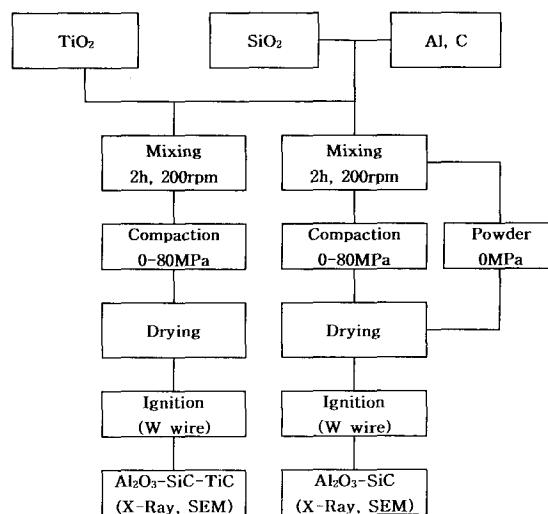


Fig. 2. Schematic diagram of an experimental procedure

26%Re) 열전대를 부착하여 데이터 처리 시스템과 컴퓨터에 연결하였다.

Fig. 2에 본 실험의 제조공정을 나타내었다.  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ , Al, C를 적정한 몰 비로 칭량한 다음 2시간동안 200rpm의 속도로 볼 밀에서 골고루 혼합하였고 혼합된 분말은 전조기에서 충분히 전조되었다. 이 전조된 분말은 각 실험조건에 맞도록 각각 압력이 가해지지 않은 분말형태와 80MPa의 압력으로 지름 40mm, 높이 25~30mm의 원통형 예비 성형체로 제조하였다. 각 시료는 텅스텐 필라멘트의 저항열을 이용하여 점화하였다. 반응 펠렛은 반응기 내부에 장착된 소형로를 이용하여 예열하였다. 연소반응 후 얻은 생성물의 결정구조 분석은 X-선 회절장치(Rigaku Geigerflex사, Model:2028, Japan)를 이용하였다. 주사전자현미경(SEM, JEOL사, Model:JSM-5410, Japan)으로 미세구조를 관찰하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1. $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC의 제조

단열반응온도는 연소대의 온도를 나타낸다. 이것은 어떤 반응계가 외부로부터 에너지 공급 없이도 정상적인 자전연소반응이 일어날 수 있는가의 척도가 된다. 또한 이 단열반응온도가 1800K 이하일때는 자전연소반응이 일어나지 않거나 또는 불완전한 연소반응이 일어남이 경험적으로 알려져 있다.<sup>17)</sup>

본 연구의 반응식은 다음과 같다.

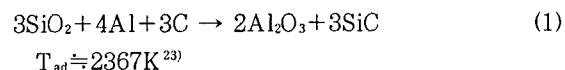


Fig. 3은  $\text{SiO}_2$ :Al:C의 화학당량비를 3:4:3으로 하였을 때 반응분위기에 따른 온도 profile이다. 그림에서 보면 연소온도는 대기분위기일 때와 불활성 분위기일 때 2138K, 2108K로 비교적 높고 진공분위기일 때 1949K로 상당히 낮아졌음을 알 수 있다. 또한 냉각속도 또한 대기나

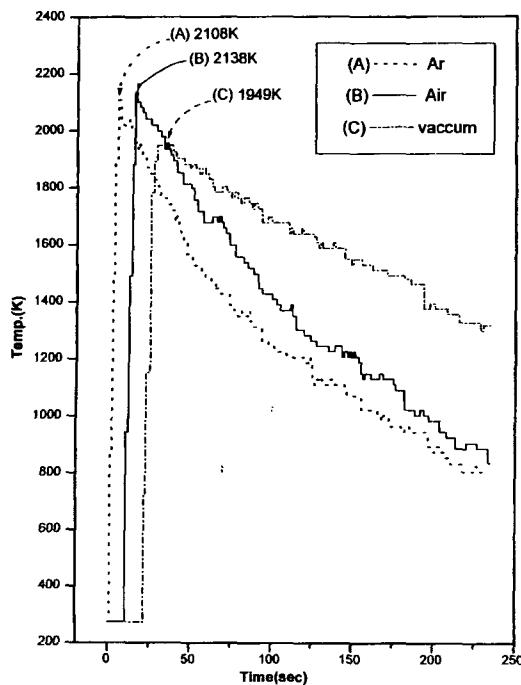


Fig. 3. Combustion Temperature profiles of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC in various atmospheres( $\text{SiO}_2:\text{Al:C}=3:4:3$ ,  $\text{SiO}_2$ :325mesh)

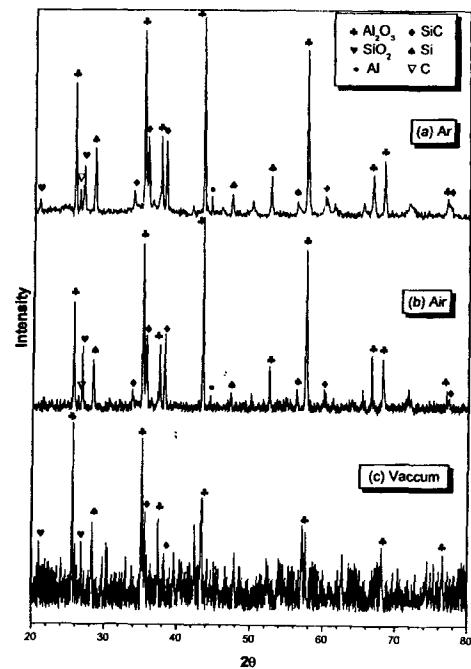


Fig. 4. X-ray diffraction patterns of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC in various atmosphere( $\text{SiO}_2:\text{Al:C}=3:4:3$ ,  $\text{SiO}_2$ :325mesh)

Table 1. Reactivity and final products with various molar ratio of raw materials and preheating temperature

$\text{SiO}_2:\text{Al:C}$ molar ratio	Compaction pressure(MPa)	Preheating temperature(°C)	Reactivity	Products
3:4:3	No Compaction (Powder State)	Room Temp.	△	$\text{Al}_2\text{O}_3, \text{SiC}, \text{SiO}_2, \text{Al}, \text{Si}$
3:4:4~5			○	$\text{Al}_2\text{O}_3, \text{SiC}, \text{SiO}_2, \text{Al}, \text{Si}$
3:4:6			○	$\text{Al}_2\text{O}_3, \text{SiC}, \text{SiO}_2, \text{Al}, \text{Si}$
3:4:5~3			○	$\text{Al}_2\text{O}_3, \text{SiC}, \text{SiO}_2, \text{Al}, \text{Si}$
3:6:3			×	.
3:4:4~6		400	◎	$\text{Al}_2\text{O}_3, \text{SiC}, \text{SiO}_2, \text{Al}, \text{Si}$
3:4:5~3			○	$\text{Al}_2\text{O}_3, \text{SiC}, \text{SiO}_2, \text{Al}, \text{Si}$
3:4:3	80	400	○	$\text{Al}_2\text{O}_3, \text{SiC}, \text{SiC}$
3:4:4			○	$\text{Al}_2\text{O}_3, \text{SiC}, \text{SiC}$
3:4:5			◎	$\text{Al}_2\text{O}_3, \text{SiC}, \text{C}$
3:4:6			◎	$\text{Al}_2\text{O}_3, \text{SiC}, \text{C}$
3:4:5~6	80	Room Temp.	○	$\text{Al}_2\text{O}_3, \text{SiC}, \text{Si}, \text{C}$
		200	○	$\text{Al}_2\text{O}_3, \text{SiC}, \text{Si}, \text{C}$
		400	◎	$\text{Al}_2\text{O}_3, \text{SiC}, \text{C}$
		600	◎	$\text{Al}_2\text{O}_3, \text{SiC}, \text{C}$

불활성 분위기일 때는 비교적 빠르지만 진공분위기에서는 냉각에 필요한 반응열의 방출과 대류를 수행하는 매개체가 없어 냉각속도가 굉장히 느림을 알 수 있다. 본 반응에서는  $\text{Al}$ 이  $\text{SiO}_2$ 의 산소와 반응하면서  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 를 형성하고 반응열을 발생하는데 이 생성된 반응열은 환원된  $\text{Si}$ 와  $\text{C}$ 의 결합반응에 이용된다. 따라서 대기중에서 연소반응이 일어날 때  $\text{Al}$ 은 반응물중의  $\text{SiO}_2$  중의 산소와 산화반응을 함과 동시에 대기중의 산소와도 산화반응을 일으키므로 연소온도가 상승한다고 생각된다. 그러나 진공분위기에서 가장 낮은 연

소온도를 나타내고 또한 가장 느린 냉각속도를 나타내고 있는 것은 진공중에서는 열전달이 대류나 전도에 의해서 일어나지 않고 복사에 의하여 일어나므로 대기나 불활성 분위기와는 달리 느린 열전달 현상을 나타냈기 때문이다.

Fig. 4는 상기조건에서 반응생성된 생성물의 XRD pattern이다. 그림에서 볼 수 있듯이 진공중에서는 불완전한 반응을 나타냄을 알 수 있다. 즉 XRD peak는 결정성이 떨어지는 형태를 나타내었고 생성물의 peak 또한 불규칙적이고 잘 알아볼 수 없었다. 이는 완전한 반응생성물을 형성하

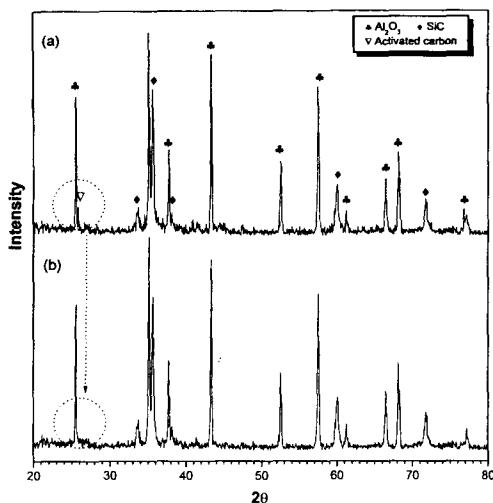


Fig. 5. X-ray diffraction patterns of the powder synthesized by optimum SHS condition( $\text{SiO}_2:\text{Al:C}=3:4:6$ , Compaction pressure: 80MPa, preheating temp:400°C, -325mesh) (a) before roasting (b) after roasting(roastion:650°C, 30min, Air Atmosphere)

기에는 불충분한 낮은 연소온도로 인한 것으로 사료된다. 대기분위기에서는  $\text{SiO}_2$  환원제의 역할을 하는 Al이 대기중의 산소와도 일부 반응되는 관계로 반응물  $\text{SiO}_2$ 를 완전히 환원시키지 못하여 미환원  $\text{SiO}_2$ 가 소량 남아있음을 알 수 있다. 따라서 본 반응에서의 반응분위기는 불활성 분위기가 가장 적절함을 알 수 있다.

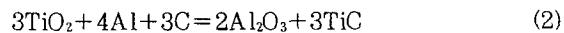
Table 1은  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC 제조시 불활성 분위기에서 각각의 조성의 경우 상온·분말상태와 성형압력 80MPa일 경우, 또한 예열온도에 따른 시료의 반응성 및 반응생성물의 변화를 나타낸 것이다. 여기서 보면 상온·분말상태의 반응에서는 전체적으로 반응성은 양호한 편이었으나 생성물에는 미반응  $\text{SiO}_2$ , Al 그리고 잔류 Si, C가 남아있었다. 또한 반응성이 상대적으로 좋았던  $\text{SiO}_2:\text{Al:C}$ 의 비가 3:4:4~6, 3:4~5:3일 때 400°C로 예열한 경우라도 반응생성물에는 미반응  $\text{SiO}_2$ 나 Si, C가 남아 있었다. 그러나 성형압력을 80MPa로 하고 400°C로 예열하였을 경우 모든 몰비에서 전체적으로 반응이 양호하였으나 반응생성물에는 C이 존재하였다. 앞서 불순물로 남아있었던 미반응  $\text{SiO}_2$ , Al, 그리고 Al에 의해  $\text{SiO}_2$ 가 환원되어 Si가 된뒤 C와 반응하여 SiC가 되지 못하고 남아있던 Si가 거의 나타나지 않음을 알 수 있었는데 이는 시료를 펠렛화하여 반응물질간의 접촉거리가 가까워져 앞서 미처 반응에 참가하지 못하고 미반응물로 남아있던  $\text{SiO}_2$ , Al이 비교적 균일하고 안정한 반응을 나타내었고 Al에 의해 환원되어 생긴 Si가 C와 반응하여 SiC가 되었기 때문이라고 사료된다. 하지만 또한 앞서 성형압력이 80MPa이고 예열온도가 400°C 일 때 반응성이 상대적으로 양호하였던  $\text{SiO}_2:\text{Al:C}$ 가 3:4:5~6일 경우의 각각의 예열온도에 따른 반응생성물을 살펴보면 예열온도 200°C 이하에서는 Si와 C가 존재함을 알 수 있었다. 이 Si의 존재는 예열온도가 충분히 높지 않아 반응발열량이 적어 미처 C과 반응하여 SiC가 되지 못하고 남게 되는 것으로 사료된

다. 또한 400°C 이상에서는 Si의 존재가 사라지긴 하였지만 아직도 C은 계속 존재하고 있음을 알 수 있었다. 따라서 잔류 C을 제거하기 위하여 배소의 과정이 있어야만 하였다.

Fig. 5는  $\text{SiO}_2:\text{Al:C}$ 의 몰비가 3:4:5일 때 불활성 분위기에서 성형압력 80MPa, 예열온도 400°C으로 하여 반응시켰을 때 생성된 반응생성물의 배소 전후의 XRD patterns를 나타낸 것이다. 배소과정은 650°C에서 30분간 행하였다. 그림에서 볼 수 있듯이 배소전에 존재하고 있던 잔류 C이 배소후에 사라짐을 알 수 있었다. 하지만 배소과정이 존재함에 따라서 공정이 복잡해지고 공정시간이 길어질 뿐 아니라 경제적인 측면에서도 그리 좋지 않기 때문에 배소과정을 생략할 수 있는 방법이 고안될 필요가 있게 되었다. 따라서 반응생성물이 SiC와 비슷한 물성을 나타낼 뿐 아니라 반응열이  $\text{SiO}_2$ 보다 더 높은  $\text{TiO}_2$ 를 첨가하게 되었다.

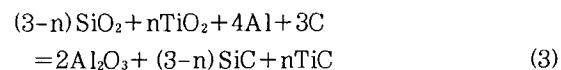
### 3.2. $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC-TiC 제조

$3\text{SiO}_2+4\text{Al}+3\text{C}=2\text{Al}_2\text{O}_3+3\text{SiC}$ 의 반응은 상온에서 점화시킬 경우 앞에서 언급한 바와 같이 연소반응이 불완전하거나 충분히 유지되지 못하였다. 또한 예열을 한다 하더라도 반응생성물에는 불순물이 존재함을 알 수 있었다. 따라서 반응을 보다 원활하게 하고 환원시  $\text{SiO}_2$ 보다 훨씬 큰 반응열을 생성하는  $\text{TiO}_2$ 를 넣어 반응을 진행하였다. 기본적으로  $\text{SiO}_2$ 대신  $\text{TiO}_2$ 만을 넣어 반응시키는 경우



가 된다. 이 반응식의 단열반응온도는 2546K이다.<sup>17)</sup>

$\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC-TiC의 제조의 경우 반응식은 다음과 같다.



즉  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC를 제조할 때의 식 (1)을  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -TiC를 제조할 때의 식 (2)와 비교해볼 때 (2)식의 단열반응온도가 179K 더 높음을 알 수 있다. 따라서  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC-TiC를 제조하는 (3)식의 단열반응온도는 최소한  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC를 제조할 때의 식 (1)의 단열반응온도보다는 높을 것으로 사료된다. 이 실험에서  $\text{TiO}_2$ 의 첨가로 TiC가 생성되지만, TiC는 고경도, 고강도, 내마모성 등의 우수한 성질을 가지고 있으므로, 초경재료에 대한 반응생성물의 물성향상에 더 큰 효과를 가지며,  $\text{TiO}_2$ 를 첨가함으로써  $\text{SiO}_2$ 보다 높은 반응온도로 인한 예열효과를 보상할 수 있는 결과를 얻을 수 있다. 그러나  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC 복합분말의 고유 특성을 유지하기 위하여는  $\text{TiO}_2$ 첨가량을 최소화하는 것이 본 실험의 목적에 부합된다고 할 수 있다.

반응식 (3)에서 n값을 0.4에서 2까지 변화시켜 실험을 실시하였는데  $\text{TiO}_2$ 의 몰비인 n값이 증가할수록 전파속도가 빨라지고 불꽃을 내면서 활발히 반응하였고 n값이 감소할수록 반응은 서서히 진행되었다. 그러나 n값이 0.3이하에서는 완전한 반응이 진행되지 않았다. 따라서 완전한 반

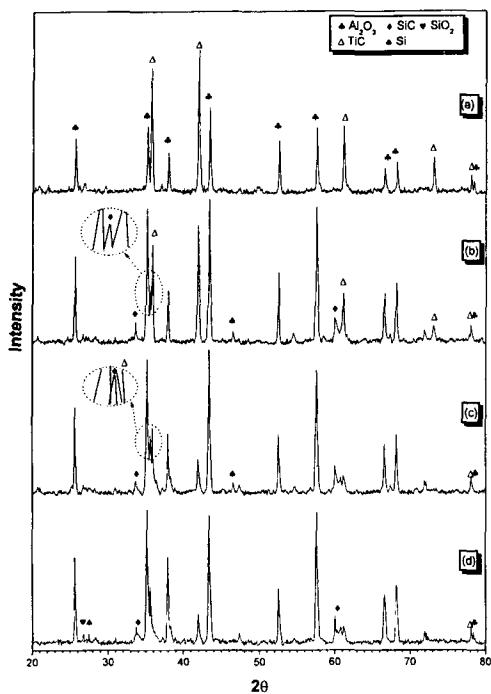


Fig. 6. X-ray diffraction patterns of reaction products with various  $\text{TiO}_2$  molar ratio ((a) 2.0mole (b) 1.0mole (c) 0.5mole (d) 0.4mole)

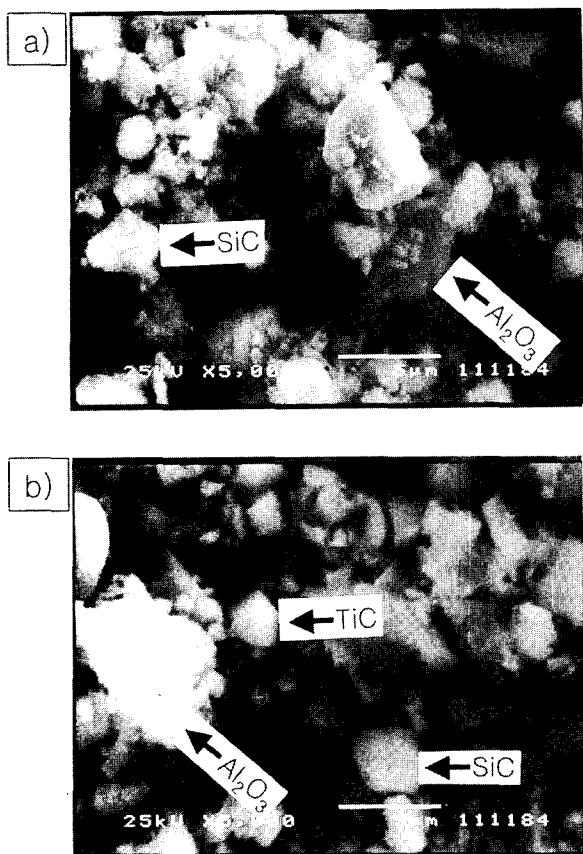


Fig. 7. SEM Photographs of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC and  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC-TiC  
(a)  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC(preheating temp.:400°C) b)  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC-TiC

응을 지속시킬 수 있는  $n$ 값은 0.4 이상이었다.

Fig. 6에  $\text{TiO}_2$ 의 몰비를 0.4~2mole까지 변화시키면서 반응시킨  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC-TiC 생성물에 대한 XRD pattern을 나타내었다.  $\text{TiO}_2$ 가 2mole 첨가되었을 때는 SiC가 완전하게 합성되지는 않았으며, 0.4mole의  $\text{TiO}_2$ 가 첨가되었을 때는  $\text{SiO}_2$ 와 Si가 소량 존재하였다. 그러나 0.5~1.0mole에서는 불순물이 존재하지 않는  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC-TiC가 합성되었다. 따라서 본 실험의 목적에 부합되는  $\text{SiO}_2:\text{TiO}_2:\text{Al:C}$ 의 몰비는 2.5:0.5:4:3임을 알 수 있었다.

Fig. 7은  $\text{SiO}_2:\text{Al:C}=3:4:5 \sim 6$ 일 때 400°C의 예열온도에서의  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC 반응생성물과  $\text{SiO}_2:\text{TiO}_2:\text{Al:C}=2.5:0.5:4:3$ 일 때  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC-TiC 반응생성물의 SEM 사진이다. 그림에서 보면  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -TiC와  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC-TiC의 반응생성물의 경우  $\text{Al}_2\text{O}_3$  입자크기는 8~15 $\mu\text{m}$ , SiC와 TiC의 입자는 5~10 $\mu\text{m}$ 를 나타내며 서로 그리 큰 차이를 나타내지는 않았다. 이는 출발온도와 연소온도에는 거의 차이가 있었지만 반응시간이나 냉각시간에는 거의 차이가 없었기 때문에 반응 후 복합물의 입자의 생성이나 성장이 비슷했기 때문으로 사료된다.

#### 4. 결 론

SHS 반응을 이용하여  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC 및  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC-TiC 복합분말을 제조하였다.

##### 1) $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC의 제조

- ① 동일조건에서 불활성 분위기일 때가 반응성과 성생물의 순도가 가장 좋았다.
- ② 분말상태의 연소합성시에 가장 적정 몰비에서 반응시킨다 하더라도  $\text{SiO}_2$ , Si, Al, C와 같은 불순물을 완전히 제거할 수는 없었고, 80MPa 성형압력을 가하여 400°C 이상 예열을 하였을 경우 C를 제외한 불순물이 거의 제거됨을 알 수 있었다.
- ③ 잔류 C는 650°C, 30분동안의 배소로 완전히 제거될 수 있었다.
- ④ 예열온도에 따른 생성물의 입자크기의 차이는 없었으며,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  입자크기는 8~15 $\mu\text{m}$ , SiC 입자는 5~10 $\mu\text{m}$ 를 나타내었다.

##### 2) $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC-TiC의 제조

- ①  $\text{TiO}_2$ 를 첨가함으로써 연소반응조건의 범위를 넓힐 수 있어 분말상태의 반응에서 불순물이 적은 생성물을 얻을 수 있었다.
- ② 반응이 일어날 수 있는  $\text{TiO}_2$  첨가량의 최소 몰비는 0.4mole이었으며, 생성물의 순도 및 경제적인 면을 고려할 때 적정몰비는  $\text{SiO}_2:\text{TiO}_2:\text{Al:C}=2.5:0.5:4:3$ 임을 알 수 있었다.
- ③ 연소합성된  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC-TiC 분말은  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC 계에 비해 연소파의 전파속도가 빨라 입자크기는 훨씬 작았으며, TiC 입자의 크기는 2~5 $\mu\text{m}$ 였다.

#### 참 고 문 헌

1. Z.A. Munir, Ceramic Bulletin, 67, 2, 342~349 (1988).

2. J.F. Cider, Ceramic Eng. Sci. Proc., **3**, 519 (1982).
3. M. Ouabdesselam and Z.A. Munir, J. Met. Sci., **22**, 1799 (1987).
4. A.P. Hardt and P.V. Phung, Combustion and Flame, **21**, 77~89 (1973).
5. A.P. Hardt and R.W. Holsinger, ibid., **21**, 91 (1973).
6. A.G. Merzhanov and I.P. Borovinskaya : Dokl. Akad. Nauk. SSSR (Chem) **204**, 429 (1972).
7. Z.A. Munir, "Synthesis of High Temperature Materials by Self-propagating Combustion Methods", Ceramic Bulletin, V.**67** (2), 342 (1988).
8. M.M. Schwartz : Handbook of Structural Ceramics, Sikorsky Aircraft Division United Technologies Corporation, 8.13~8.17 (1992).
9. Powder metallurgy, Hee-jung dang. Inst. kor : J. Kor. Inst. Met. & Mater., 166~167 (1987).
10. J.B. Holt and Z.A. Munir : J. Mater. Sci., **21**, 251~259 (1986).
11. W.C. Lee and S.L. Chung : J. Mater. Sci., **30**, 1487~1494 (1995).
12. V.M. Shkiro and I.P. Borovinskaya : Comb. Proc. in Chem. Eng. and Met., Chernogolovka, 253~258 (1975).
13. I.P. Borovinskaya : Fizika Gorenija i Vzryva, **10**, 1, 4~15 (1974).
14. V.M. Shkiro, I.P. Borovinskaya and G.A. Nersisyan : Fizika Gorenija i Vzryva, **14**, 4, 58~64 (1978).
15. S.W. Jo, G.W. Lee, A.J.T. Moon and Y.S. Kim : J. Kor. Inst. Met. and Mater., **33**, 1 107~116 (1995).
16. A.S. Mukasyan and I.P. Borovinskaya : International J. of SHS, **1**, 1, 55~63 (1992).
17. S.K. Ko, Preparation and Sintering of Alumina-Titanium Carbide Composite Powder by Self-Propagating High Temperature Synthesis, **7**, Chungnam National University (1998).
18. H.J. Feng, J.J. Moore and E.G. Wirth : Metall. Trans. A, **23A**, 9, 2373~2379 (1992).
19. H.B. Lee, D.H. Cho and J.W. Jang : J. Kor. Ceram. Soc., **29**, 7, 577~585 (1992).
20. K.V. Logan : 28 in combustion and Plasma Synthesis of High Temperature Materials, Edited by Z.A. Munir and J.B. Holt VCH Publishers, New York, 219 (1990).
21. S.M. Joo, S.K. Ko, J.H. Lee and C.W. Won : J. Kor. Inst. Met. and Mat., **33**, 9, 1154~1159 (1995).
22. H.M. Lee and H.L. Lee : J. Kor. Ceram. Soc., **32**, 11~16 (1995).
23. C.Y. Ahn. Characteristics of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC Powder Prepared by Self-propagating High Temperature Synthesis Process and its Sintering Behavior, **20**. Chungman National University (1999).