

Mullite-Zirconia 복합체의 미세구조와 기계적 성질에 미치는 Al_2O_3 강화재 형상의 영향

박 상 업

강릉대학교 재료공학과
(1995년 3월 22일 접수)

The Effect of Al_2O_3 Reinforcement Shapes on the Microstructure and Mechanical Properties of Mullite-Zirconia Composites

Sang-Yeup Park

Dept. of Materials Eng., Kangneung National University
(Received March 22, 1995)

요 약

Mullite-zirconia에 Al_2O_3 강화재 형상을 particle, platelet, fiber로 각각 첨가하여 mullite-zirconia 다중강화 복합체를 제조하였다. 소결온도 $1700^\circ C$ 에서 예비소결 후 $1600^\circ C$ 에서 HIP 처리된 소결체의 경우 Al_2O_3 fiber 강화시 파괴인성은 $4.4 MPa \cdot \sqrt{m}$ 으로 platelet($4.0 MPa \cdot \sqrt{m}$)과 particle($3.9 MPa \cdot \sqrt{m}$) 강화에 비해 우수하였으나 파괴강도는 Al_2O_3 particle 강화시 304 MPa로 platelet(293 MPa)과 fiber(248 MPa) 강화에 비해 우수하였다.

ABSTRACT

The multiply reinforced mullite-zirconia composites were prepared with addition of Al_2O_3 particles, platelets, and fibers. The sinter-HIP specimens (presintered at $1700^\circ C$ and HIPped at $1600^\circ C$) showed that the fracture toughness of Al_2O_3 fiber reinforcement ($4.4 MPa \cdot \sqrt{m}$) was higher than those of platelet ($4.0 MPa \cdot \sqrt{m}$) and of particle ($3.9 MPa \cdot \sqrt{m}$) reinforcement, whereas the fracture strength of Al_2O_3 particle reinforcement (304 MPa) was higher than those of platelet (293 MPa) and of fiber (248 MPa) reinforcement.

Key words: Mullite-zirconia, Al_2O_3 particle, Platelet, Fiber, Sinter-HIP

1. 서 론

Mullite-zirconia 복합체는 mullite 기지가 지닌 낮은 열팽창계수와 고온에서의 우수한 creep 특성과 zirconia 첨가로 인한 기계적 성질 증가로 인해 고온구조재료로 많은 주목을 받고 있다^{1,2}. 특히 zirconia는 균열전파시 정방정-단사정으로 상변태로 인해 균열이 지닌 탄성에너지를 흡수하게 되는 응력유기(stress-induced) 상변태로 인한 파괴인성 증가가 가능하므로 구조재료의 강화재로 널리 응용되고 있다^{3,4}. 그러나 zirconia의 상변태로 인한 파괴인성 증진 효과는 약 $700^\circ C$ 로 제한되며⁵ 그 이상의 온도에서 파괴인성 증가가 요구될 경우는 3차상을 첨가한 다중복합 강화가 필요하다. 다중 복합강화에 이용되는 파괴인성 증진 기구는 주로 균열굴절(crack deflection) 효과로 알려져 있으며⁶ aspect ratio가 큰 SiC

whisker가 대표적으로 사용되고 있다. SiC whisker의 첨가는 소결체의 치밀화를 감소시키며 고온에서 산화로 인한 급격한 기계적 성질 감소의 단점을 지니고 있다⁷. 따라서 이러한 단점들을 극복하기 위해서는 SiC whisker를 산화물계 강화재를 대치하여 소결체의 치밀화를 높이고 고온에서 산화로 인한 급격한 기계적 성질 감소를 방지하는 것이 필요하다.

본 논문에서는 mullite-15 vol% zirconia(TZ-3Y)에 whisker를 대치할 강화재로 Al_2O_3 fiber, platelet, particle 등을 각각 첨가하여 강화재 형상에 따른 미세구조 및 기계적 성질을 고찰하고자 하였다.

2. 실험방법

2.1. 사용분말

Mullite 분말은 일본 Chichibu cement사 제품으로 sol-gel 법으로 제조된 것(sol-gel mullite: 이후 MSG로 표기)이며, ZrO_2 는 3 mol% Y_2O_3 가 고용된 부분안정화 ZrO_2 (TZ3Y)로 일본 Toyo soda사 제품이였다. 사용된 3차상 Al_2O_3 강화재는 particle, platelet, fiber로 이들의 주사전자 현미경 사진을 Fig. 1에 나타내었다. Al_2O_3 particle은 독일 H. C. Starck사 제품으로 순도는 99.8%로 평균입자 크기는 $30\ \mu m$ 이며, Al_2O_3 platelet는 일본 Showa Denko사 제품으로 순도는 99.8%이며 평균입자 크기는 $40\ \mu m$, Al_2O_3 fiber는 미국 Dupont사 제품으로 순도는 99%이며 길이가 $200\ \mu m$, 직경은 $20\ \mu m$ 이었다.

2.2. 성형방법

Mullite와 ZrO_2 를 각 조성별로 90 g 취한 후 ZrO_2 의 균일한 분산을 위하여 1000 rpm의 속도로 teflon jar에서 isopropanol을 분산매로 사용하여 4시간 attrition milling 하였다. 사용된 ball은 90 wt% Al_2O_3 -10 wt% SiO_2 조성을 지녔으며 attrition 후 ball 마모량은 0.05 g으로 milling 전의 분말조성을 크게 변화시키지 않았다. Milling 된 분말은 약 $70^\circ C$ oven에서 24시간 동안 건조 후 $200\ \mu m$ 체로 체거름하였다. Mullite-zirconia와 Al_2O_3 강화재의 혼합은 Fig. 2에 제시된 과정을 따랐으며, 3차상 강화재는 $32\ \mu m$ 체를 통해 체거름한 후 초음파 세척기에서 10분 정도 두어 응집체를 제거하였다. Mullite-zirconia와 Al_2O_3 강화재의 혼합은 plastic ball을 사용하여 isopropanol 분산매에서 20시간 tumbling mixing 하였다. 혼합된 분말은 건조시 응집체 형성을 방지하기 위하여 rota-evaporator(Büchi, Swiss)에서 $80^\circ C$, $0.03\ Pa$ 조건으로 건조하였다. 충분히 건조된 분말은 $315\ \mu m$ 체로 체거름한 후 $640\ MPa$ 압력으로 냉간 정수압 성형하였다.

2.3. 소결방법

성형된 분말은 super-kanthal을 발열체로 한 상자형로(Naber, Germany)에서 소결온도를 $1650^\circ C$, $1700^\circ C$ 로 대기중에서 1시간 예비소결 하였다. 이때, 승온 및 냉각 속도는 $10^\circ C/min$ 으로 일정하게 유지하였다. 열간 정수압 소결은 tungsten mesh를 발열체로 하는 열간 정수압 소결로(Asea, Germany)에서 $1600^\circ C$, 10 min, $200\ MPa$ 조건으로 소결하였다. 압력매체는 Ar을 사용하였으며 가열 및 가압을 동시에 하였다. 가열속도는 $10^\circ C/min$ 이었으며 냉각은 소결이 끝난 후에 전원을 차단하여 자연 냉각되도록 하였다. 시편의 소결속도 곡선을 얻기 위해 LVDT(Linear Voltage Differential Transformer)가 부착된 흑연저항로(Astro, USA)를 사용하였다. 소결속도는

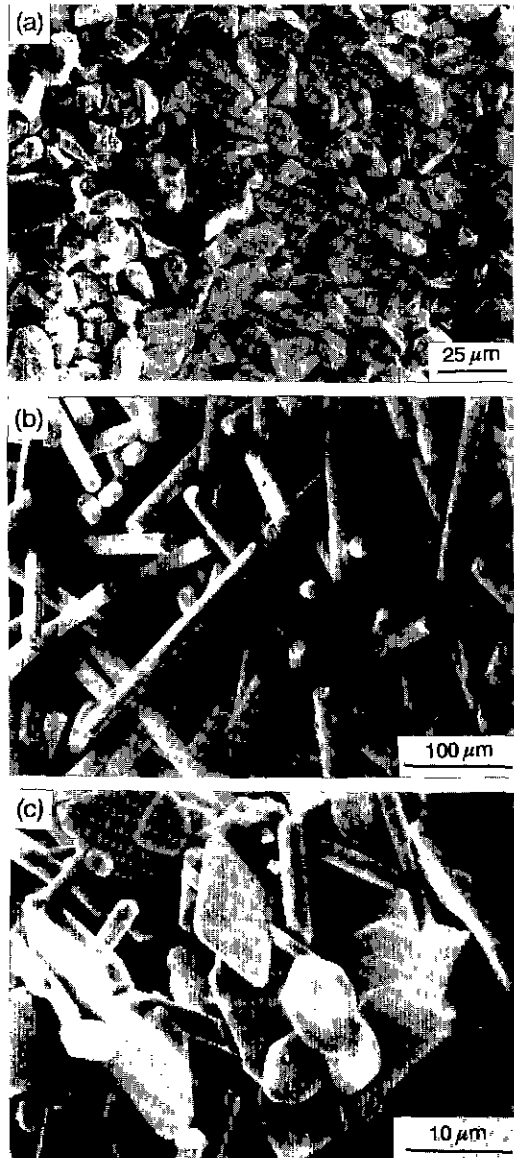


Fig. 1. SEM micrographs of (a) Al_2O_3 particles (b) fibers (c) platelets.

소결된 시편의 길이와 밀도 및 LVDT를 통하여 얻은 선수축 자료에 의한 computer 프로그램을 이용하여 얻어진 것이다.

2.4. 소결밀도 측정

소결밀도는 ASTM-C20 방법으로 측정하였으며, 시편의 상대밀도는 각 분말의 혼합률에 의거하여 이론밀도에 대한 겉보기 밀도의 비로 표시하였다.

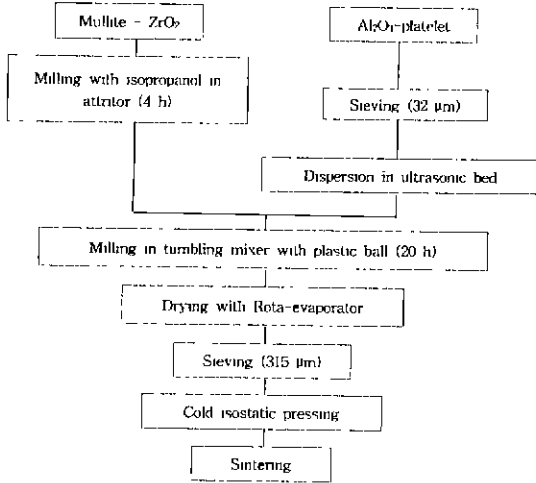


Fig. 2. Flow chart of mullite-ZrO₂-Al₂O₃ composites processing.

2.5. 미세구조 관찰

소결된 시편들을 diamond cutter로 절단한 후 호마이 카로 mounting 하여 자동연마기(Pedmax, Denmark)에서 1 μm까지 미세연마 하였다. 연마된 시편들을 1450°C에서 1시간 동안 thermal etching 후 표면을 금으로 coating 하여 주사 전자현미경으로 미세구조를 관찰하였다.

2.6. 파괴강도 및 파괴인성 측정

시편의 파괴강도는 4점 곡강도법(4-point bending strength method)을 이용하였다. 시편의 크기는 4×3×50 mm의 표준형으로 한면을 1 μm까지 미세연마 하여 상온에서 내부간격 20 mm, 외부간격 40 mm의 steel jig에서 cross head speed 0.1 mm/min 조건에서 곡강도 시험기(Zwick, Germany)를 사용하여 파괴강도를 구하였다. 파괴인성치는 Vickers 경도시험기로 시편중앙부에 30 kg 하중으로 indentation 한 후 3점 곡강도 시험에 의한 강도값을 이용한 ISB(Indentation/Strength-in-bending) 법에 의해 측정하였다. 강도시험 조건은 cross head speed가 0.1 mm/min이고 span 길이가 12 mm인 steel jig를 사용하였으며, 파괴인성치는 3점 곡강도 시험에 의한 강도 값을 Chantikul 등이 제시한 다음 식에 대입하여 계산하였다⁹⁾.

$$K_{IC} = 0.59(E/H)^{1/8} (\sigma_3 P_1^{1/3})^{3/4}$$

K_{IC} : 파괴인성
E : 탄성계수
H : 경도

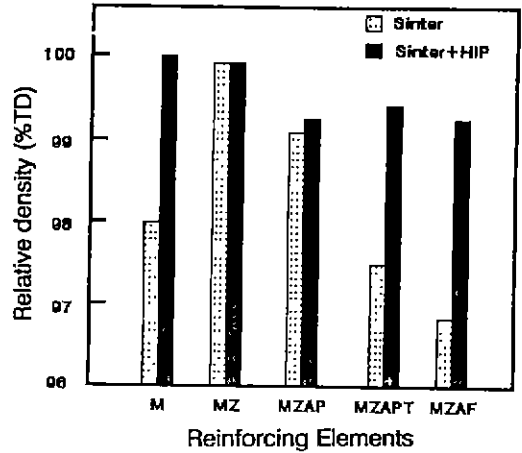


Fig. 3. Variation of relative densities of mullite based composites with different reinforcing elements. Specimens were presintered in air at 1700°C for 1 hr. (M: sol-gel mullite, Z: Zirconia, AP: Al₂O₃ particle, APT: Al₂O₃ platelet, and AF: Al₂O₃ fiber)

$$\sigma_3 : 3점 곡강도(= 3 Pl/2 bh^2)$$

3. 결과 및 고찰

3.1. 치밀화

Fig. 3은 sol-gel mullite matrix에 2차상으로 15 vol% ZrO₂ 및 3차상으로 10 vol% Al₂O₃ 첨가하여 소결시 상대 밀도 변화를 나타낸다. Mullite에 ZrO₂가 첨가되면 상대 소결밀도는 증가되는데, 이는 mullite와 ZrO₂ 간의 상호 치환적 고용효과로 인한 것이다⁹⁾. 소결온도 1650°C에서는 3차상 강화재인 Al₂O₃의 형상에 따라 복합소결체의 상대밀도 변화는 급격하며, 이는 길이와 너비비인 aspect ratio 증가에 따른 소결응력(sintering stress)과 상반되는 역응력(back stress) 크기가 증가하기 때문이다. 여기서, 소결응력이란 소결시 입자들이 계면에너지를 줄이기 위해 입자들 간에 발생하는 압축응력으로 소결 구동력 개념의 응력인 반면 역응력은 소결응력과 반대되는 개념인 인장응력으로 강화재의 첨가량이 증가될수록 역응력은 증가되는 것으로 알려져 있다¹⁰⁾. Particle의 aspect ratio를 1로 놓을 경우 platelet은 0.3으로 되고 fiber의 경우 10으로 되어¹¹⁾ fiber를 첨가할 경우 역응력이 증가되므로 소결밀도가 낮은 것을 알 수 있다. 한편, particle과 platelet의 경우 aspect ratio 차이는 크지 않으므로 1700°C 소결조건에서는 거의 같은 소결밀도(98.4%)를 지니게 되며 fiber 첨가에 따른 소결밀도는

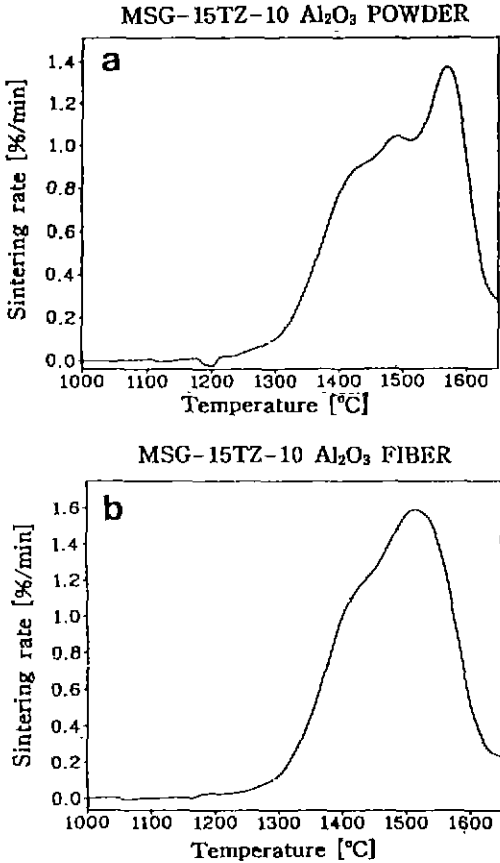


Fig. 4. Sintering rate vs temperature for mullite/ZrO₂ composites containing (a) Al₂O₃ particles (b) Al₂O₃ fibers.

98.5%로 1650°C 소결시 밀도인 96.6%에 비해 크다. 이는 소결온도가 증가됨에 따른 역응력의 완화로 인해 소결 밀도가 증가된 것으로 생각된다. 한편 mullite 기지에 강화재로 ZrO₂ 및 Al₂O₃를 첨가시 열간 정수압 후의 소결밀도 변화는 aspect ratio가 1보다 작은 platelet과 1보다 큰 fiber 형상의 Al₂O₃에서 정수압 소결에 의한 밀도증가가 현저하였다. 이러한 결과는 aspect ratio가 큰 것으로 인해 생성되는 역응력과 강화재 주위에 존재하는 결함이 열간 정수압 소결에 의해 소멸된 것으로 판단된다.

Mullite-ZrO₂에 Al₂O₃ 첨가시 Al₂O₃ 형상에 따른 치밀화를 보다 상세하게 고찰하기 위하여 고온 dilatometer를 통한 소결온도에 따른 소결속도를 Fig. 4에 제시하였다. 소결속도는 Al₂O₃ particle과 fiber 첨가시 1400°C와 1500°C 구간에서 감소되는 경향을 나타내며, 이는 시편내부 반응에 따라 높은 점도를 지닌 액상이 형성

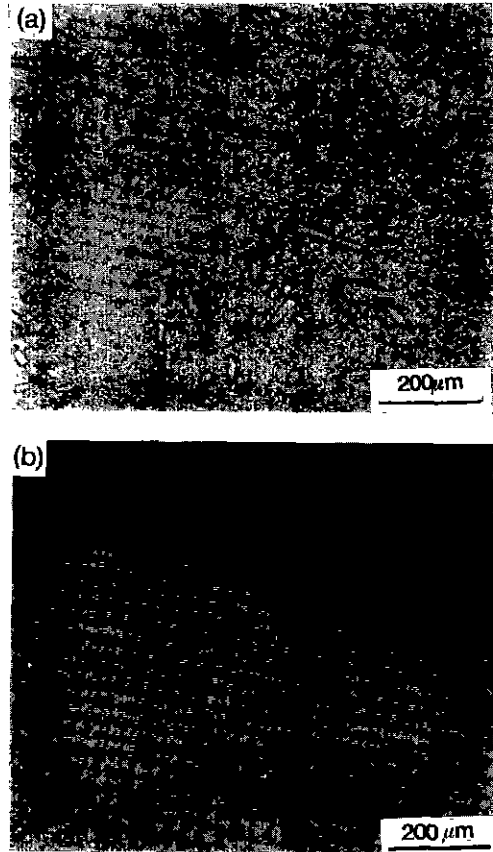


Fig. 5. Optical micrographs of mullite/ZrO₂ composites containing (a) Al₂O₃ fibers and (b) Al₂O₃ particles, sintered in air at 1700°C for 1 hr.

되거나 또는 밀도가 낮은 상이 형성되는 것으로 유추할 수 있다. 이러한 결과는 미세구조 분석 결과 Al₂O₃ particle과 fiber를 첨가한 시편에서 Al₂O₃ 주위에 미세한 mullite 상이 생성되는 것을 확인하였는데, 이는 Al₂O₃와 mullite로부터 공급된 SiO₂가 반응하여 표준조성의 mullite (72 wt%)에 비해 Al₂O₃가 많은 조성의 mullite(74.8 wt%)가 생성됨에 따른 밀도감소로 인한 부피팽창 효과가 일어나기 때문이다.

3.2. 미세구조 관찰

Fig. 5는 mullite-15 vol% ZrO₂ 기지에 Al₂O₃ particle과 fiber를 각각 10 vol% 첨가하여 1650°C에서 1시간 소결된 시편의 광학현미경 사진이다. Al₂O₃가 10 vol% 첨가된 시편(Fig. 5(a))에서 약 200 μm 크기의 입자는 fiber로 이들 주위의 ZrO₂ 분율은 기지내에 존재하는 ZrO₂ 분율에 비해 작은 것을 알 수 있으며 이러한 경향은 10

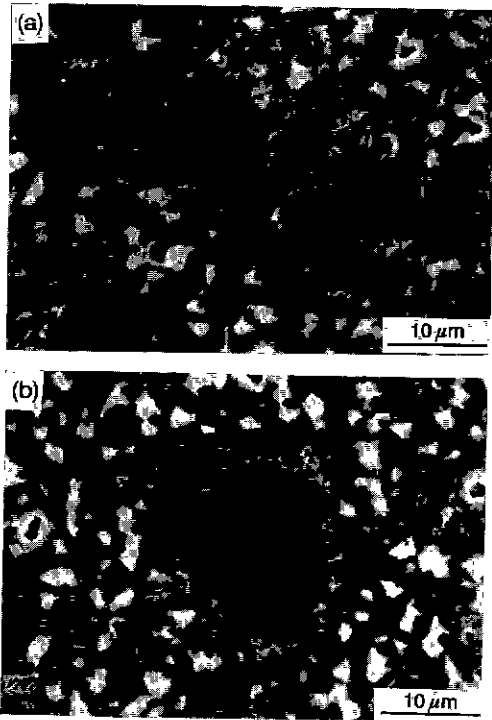


Fig. 6. SEM micrographs of mullite/ ZrO_2 composites containing (a) Al_2O_3 fibers and (b) Al_2O_3 particles, sintered in air at $1700^\circ C$ for 1 hr. (indicated by circle in Fig. 5)

vol% particle을 첨가한 시편(Fig. 5(b))에서도 관찰된다. 한편 기지내에 존재하는 fiber는 앞서 제시된 fiber 형상(Fig. 1)에 비해 불규칙한 형상을 나타내고 있다. 이러한 불규칙한 형태의 fiber는 단결정으로 이루어진 whisker와는 다르게 다결정으로 구성되어 소결도중 mullite 기지와와의 반응을 통해 fiber 형태가 소실된 것으로 생각된다. Fiber 주변의 미세구조를 주사 전자현미경으로 보면(Fig. 6(a)) fiber는 대략 $10\ \mu m$ 크기의 입자로 분리되어 있고, fiber 주위는 미세한 입자들로 둘러 쌓여 있다. Energy dispersive X-ray analysis(EDAX)를 사용하여 조성을 분석한 결과 미세한 입자들은 mullite 조성을 지니고 있는 것으로 밝혀졌다. 생성된 mullite 입자는 74.8 wt% Al_2O_3 를 함유하며 이는 기지로 사용된 표준 mullite 조성인 72 wt% Al_2O_3 에 비해 Al_2O_3 함유량이 높은 것이다. 강화재로 첨가된 Al_2O_3 가 기지와 반응하여 mullite를 생성하는 현상은 Al_2O_3 particle을 첨가한 경우에도 관찰되나(Fig. 6(b)) 첨가된 Al_2O_3 platelet 주위에서는 기지와와의 반응으로 인한 mullite 생성이 관찰되지 않았다. 이러한 현상은 상평형도를 참조하면 mullite의

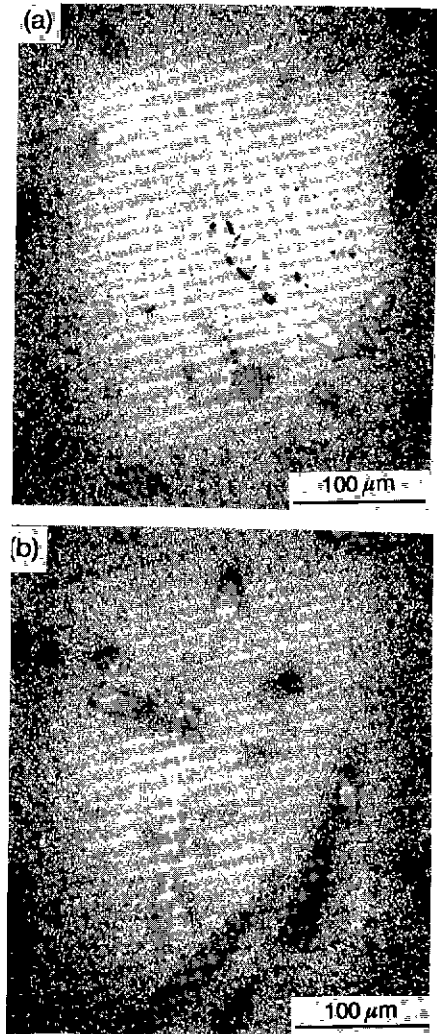


Fig. 7. Optical micrographs of mullite/ ZrO_2/Al_2O_3 fibers composite (a) before and (b) after HIP treatment. Specimens were presintered in air at $1700^\circ C$ for 1 hr.

조성 범위가 $1700^\circ C$ 에서 72~82 wt% Al_2O_3 로 넓기 때문으로 Al_2O_3 강화재내에 포함된 불순물인 SiO_2 가 mullite 생성을 촉진시키는 것으로 추측된다²⁾.

Fig. 7은 mullite-zirconia에 Al_2O_3 fiber를 첨가한 시편의 HIP 처리 전후 미세구조를 나타낸다. HIP에 의해 소결체에 존재하는 기공들이 소멸되어 있음을 알 수 있다. Fig. 8은 mullite- ZrO_2 기지에 Al_2O_3 fiber를 첨가하여 소결한 후 Vickers indentation에 의한 균열의 전파모습을 나타낸다. 균열은 강화재인 Al_2O_3 fiber 주위에서 굴절됨을 알 수 있으며, 특히 fiber와 mullite 간에

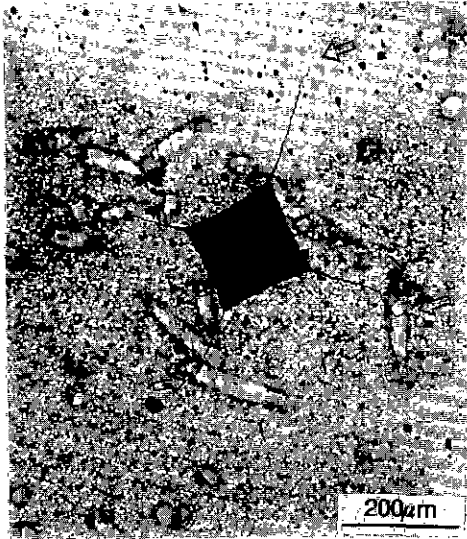


Fig. 8. Optical micrographs showing crack paths in mullite/ ZrO_2/Al_2O_3 fibers composite.

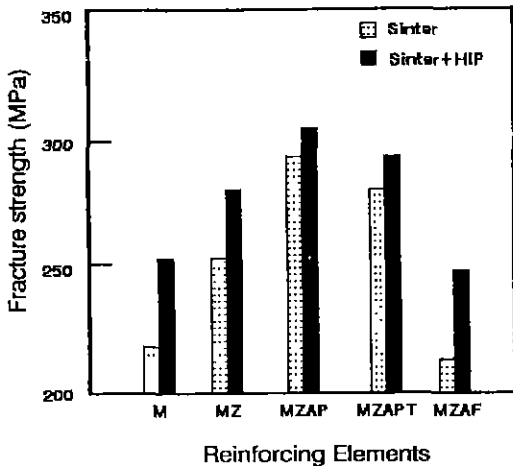


Fig. 9. Variation of fracture strength of mullite based composites with different reinforcing elements.

생성된 반응층을 통과시에 균열이 지닌 탄성에너지가 소모되어 균열의 진행이 저지된 것을 나타낸다. 이처럼 균열이 Al_2O_3 fiber와 기지간의 반응층을 통과시 균열의 진행이 억제된다는 것은 계면내 존재하는 잔류응력을 이용한 파괴인성 증가가 가능함을 의미한다.

3.3. 기계적 성질

Fig. 9, 10은 mullite에 강화재로 ZrO_2 와 Al_2O_3 를 첨가함에 따른 HIP 처리 전후의 파괴강도 및 파괴인성값의

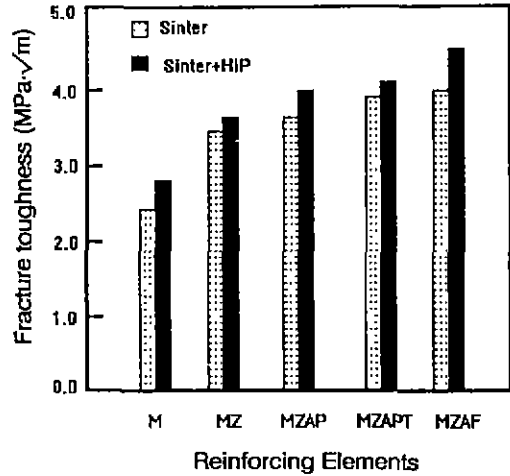


Fig. 10. Variation of fracture toughness of mullite based composites with different reinforcing elements.

변화를 나타내며, 파괴강도 및 파괴인성값은 $1700^{\circ}C$ 에 비소결시에 비해 $1600^{\circ}C$ 에서 HIP 처리시 증가되는 경향을 나타낸다. Al_2O_3 fiber 첨가시 파괴강도값(248 MPa)은 mullite-zirconia 복합체(280 MPa)에 비해 감소되었다. 이는 첨가된 Al_2O_3 fiber가 기지와 반응하여 fiber가 입자로 분리되어 기지상내에 결합의 도입 또는 mullite 기지와 Al_2O_3 fiber 간의 계면에 tensile hoop stress로 인한 강도 감소를 유발할 수 있다. 그러나, 기지와 계면반응이 일어나는 Al_2O_3 particle의 경우 mullite-zirconia에 비해 높은 파괴강도값(304 MPa)을 나타내는데, 이는 fiber와 비교시 형상손실 정도가 크지 않기 때문인 것으로 판단된다. 한편, 파괴인성값은 mullite-zirconia에 비해 Al_2O_3 fiber 첨가시 $4.4 MPa \cdot \sqrt{m}$ 으로 particle 첨가 ($3.9 MPa \cdot \sqrt{m}$)나 platelet 첨가($4.0 MPa \cdot \sqrt{m}$)에 비해 우수하였는데, 이는 다음 두가지 가능성을 유추할 수 있다. 첫째는 mullite 기지의 탄성계수($E=220 MPa$)와 Al_2O_3 의 탄성계수($E=410 MPa$)를 고려하면 균열 전파시 Al_2O_3 가 mullite에 비해 load transfer 면에서 유리하다. 따라서, 균열이 Al_2O_3 주위를 돌아나가거나 통과하게 될 때 균열전단의 탄성응력이 감소하게 되는 균열굴절기구에 의해 aspect ratio가 큰 fiber가 particle이나 platelet에 비해 파괴인성 증진면에서 유리하기 때문이다. 두번째는 앞에서 제시된 fiber와 기지와의 반응으로 형성된 mullite에서 발생하는 잔류응력으로 인한 파괴인성 증진 가능성이 있다. 파괴인성 증진에 관한 두가지 가능성 중에서 소결중에 fiber 형태가 소실되어 입자형태로 나누어지는

Table 1. Mechanical Properties of Mullite Based Composites Before and After HIP Treatment. Specimens were Presintered at 1700°C for 1 hr. (MSG: sol-gel mullite, Z: Zirconia, AP: Al₂O₃ particle, APT: Al₂O₃ platelet, and AF: Al₂O₃ fiber)

Specimen Name	Sintering Temp. (°C)	Sintered		Sinter+HIP	
		Strength (MPa)	Toughness (MPa·√m)	Strength (MPa)	Toughness (MPa·√m)
MSG	1700	222±24	2.5±0.2	253±22	2.8±0.3
MSG15Z	1700	252±28	3.4±0.2	280±33	3.6±0.2
MSG15Z10AP	1700	294±16	3.6±0.1	304±3	3.9±0.2
MSG15Z10APT	1700	281±25	3.8±0.4	293±19	4.0±0.1
MSG15Z10AF	1700	216±13	3.9±0.2	248±32	4.4±0.1

것을 고려한다면 fiber로 인한 균열굴절기구에 의한 파괴인성 증진보다는 잔류응력에 의한 파괴인성 증진 가능성을 유추할 수 있다. 참고적으로 1700°C에서 예비소결 후 1600°C에서 HIP 처리된 시편들의 기계적 성질 데이터를 Table 1에 표시하였다.

4. 결 론

Mullite-15 vol% ZrO₂에 Al₂O₃ 강화재 형상을 particle, platelet, fiber로 각각 첨가한 후 sinter-HIP에 의해 Al₂O₃ 강화 mullite-zirconia 복합체를 제조하였다. Sinter-HIP 소결시 치밀화는 particle 첨가에 비해 platelet, fiber 첨가시 현저한 증가를 나타내었으며, 파괴강도는 particle 첨가시 304 MPa로 platelet(293 MPa), fiber(248 MPa) 첨가에 비해 우수하였으나 파괴인성은 fiber 첨가시 4.4 MPa·√m 으로 particle(3.9 MPa·√m), platelet(4.0 MPa·√m)에 비해 우수하였다. Fiber 첨가의 경우 소결중 지지와의 반응으로 fiber 형상이 소실되어 강도는 감소되나, 파괴인성은 반응생성물인 mullite 주위에 형성되는 잔류응력으로 인하여 증가되었다. Sinter-HIP 소결은 소결체내에 존재하는 역응력과 결함을 제거하여 치밀화 및 기계적 성질이 예비소결시에 비해 증가되므로 다중복합 강화 소결체의 치밀화 및 기계적 성질 증진에 있어서 매우 유용한 방법임을 의미한다.

감사의 글

본 연구를 지원해 주신 독일과기처(BMFT)에 감사드립니다.

REFERENCES

1. T. Mah and K.S. Mazdiyasi, "Mechanical Properties

of Mullite," *J. Am. Ceram. Soc.*, **66**(10), 699-703 (1983).
 2. S. Kansaki and H. Tabata, "Sintering and Mechanical Properties of Stoichiometric Mullite," *ibid.*, **68**(1), C6-C7 (1985).
 3. F.F. Lange, "Transformation Toughening Part 4: Fabrication Fracture Toughness and Strength of Al₂O₃-ZrO₂ Composite," *J. Mat. Sci.*, **17**, 247-254 (1982).
 4. S. Prochzka, J. Wallace and N. Claussen, "Microstructure of Sintered in Situ-Reacted Mullite-Zirconia Composite," *ibid.*, **63**(3-4), 228-229 (1980).
 5. P.F. Becher and T.N. Tieg, "Toughening Behaviours and Multiple Mechanism: Whisker Reinforcement and Zirconia Toughening," *ibid.*, **70**(9), 651-645 (1987).
 6. N. Claussen and G. Petzow, "Whisker Reinforced Zirconia Toughened Ceramics," pp. 649-662 in Tailoring Multiphase and Composite Ceramics, Vol. 20. Edited by R.E. Tessler, G.L. Messing, C.G. Pantano, and R.E. Newman, Plenum Press, New York, 1986.
 7. P.F. Becher and T.N. Tieg, "Temperature Dependence of Strengthening by Whisker-Reinforced Alumina in air," *Adv. Ceram. Mat.*, **3**(2), 148-153 (1988).
 8. P. Chantikul, G.B. Antis and B.R. Lawn Marshall, "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: II. Strength Method," *J. Am. Ceram. Soc.*, **64**(9), 539-543 (1981).
 9. L.C. De Jonghe and M.N. Rahaman, "Sintering Stress of Homogeneous and Heterogeneous Powder Compacts," *Acta Metall.*, **36**(1), 223-229 (1988).
 10. Z. Li and R.C. Bradt, "Micromechanical stresses in SiC-Reinforced Al₂O₃ Composites," *J Am Ceram. Soc.*, **72**(1), 70-77 (1989).
 11. I.A. Aksay and J.A. Pask, "Stable and Metastable Equilibria in the System SiO₂-Al₂O₃," *ibid.*, **58**(11-12), 507-512 (1975).