

이중분포를 갖는 알루미나 혼합분체의 소결거동

이정아 · 김정주

경북대학교 무기재료공학과
(1999년 3월 11일 접수)

Sintering Behavior of Bimodal Size-Distributed Alumina Powder Mixtures

Jung A Lee and Jeong Joo Kim

Department of Inorganic Materials Engineering,
Kyungpook National University, Taegu 702-701, Korea
(Received March 11, 1999)

초 록

이중분포를 갖는 알루미나 혼합분체의 소결 시, 치밀화 거동 및 미세 조직 변화를 조대한 분체의 첨가량을 변수로 조사하였다. 조대한 분체가 60~80 wt% 첨가되었을 때가 최대 성형 밀도를 나타내었다. 또한 소결동안 수축량은 최대 성형 밀도를 나타내는 점까지는 조대한 알루미나 분체의 첨가량이 증가함에 따라 직선적으로 감소하다가 그 이상 조대한 알루미나 분체의 첨가량이 증가하게 되면 급격히 저하하였다. 동시에 조대한 분체 첨가량이 60 wt% 이상 증가하게 되면 균열 형태의 기공이 나타났다. 그런데 소결 온도가 1650°C 이상으로 높아지게 되면 성형 밀도와의 관계없이 조대한 분체 첨가량에 따라 수축이 비정상 입자성장 억제와 동시에 직선적으로 감소하였다.

ABSTRACT

Densification and grain growth behavior of bimodal size distributed alumina powder mixtures were investigated as a function of amount of coarse alumina powder. The specimens which contained coarse alumina powder from 60 to 80 wt% showed the highest green density. The amount of shrinkage of sintered specimen linearly decreased with the increase of coarse alumina powder up to the content that showed the highest green density, and then further addition of coarse alumina powder led to drastic decrease of shrinkage of specimen. Especially, crack-like void were concurrently revealed in the sintered body with addition of coarse alumina powder above 60 wt%. When the sintering temperature increased up to 1650°C, the amount of shrinkage of specimen linearly decreased and the grain growth were also retarded with increase of coarse alumina powder.

Key words : Bimodal alumina powder mixtures, Densification, Shrinkage, Shrinkage rate, Crack-like void

1. 서 론

세라믹스 제조공정에서는 소결 후 가급적 치수변화가 없으며 동시에 보다 용이하게 치밀화를 이루고자 하는 서로 상반된 목표를 갖고 있다. 먼저 소결 후 치수 변화를 적게 하기 위해서는 보다 높은 성형 밀도를 갖게 하는 것이 필요하며 빠른 치밀화를 위해서는 소결 구동력이 큰 미세한 분체를 사용하는 것이 유리하게 된다. 이에 따라 성형 밀도 증가 방법 및 미세한 분체 제조가 소결 공정의 중요한 관심사가 되어왔다

미세한 입자와 조대한 입자의 혼합체를 제조하는 경우 조대한 입자사이의 공극을 미세한 입자가 채울 수 있기 때문에 높은 성형 밀도를 나타낸다는 것은 잘 알려져 있

다.¹⁻¹⁵⁾ 이 경우 Furnas 규칙¹²⁻¹⁵⁾에 따르면 이론적으로는 조대한 분체의 부피분율이 60~80 wt% 부근에서 가장 높은 성형 밀도를 갖게 된다. 하지만 이와 같이 조대한 입자의 분율이 60~80 wt% 정도로 큰 경우에는 높은 성형 밀도에도 불구하고 소결 구동력이 저하되어 치밀화는 상대적으로 어려울 수 있다. 동시에 서로 입자 크기가 다른 분체가 혼합되어 있는 경우에는 이들 분체들이 서로 소결 구동력이 다르기 때문에 차등소결(differential sintering)에 의해 성형체에 국부적으로 다른 응력이 미치게 되어 국부적으로 불균일한 조직을 얻을 수도 있다.

이와 같이 성형 밀도 증진과 치밀화 구동력증진 문제는 서로 상반되는 점이 존재하므로 입도 분포와 치밀화 거동을 상관 지은 많은 연구가 있었다. Coble¹⁾은 넓은

분포를 갖는 분체의 소결 시, 유발되는 응력이 분체의 충전 형태에 따라 소결을 촉진 혹은 억제 할 수도 있기 때문에 소결 과정에서 치밀화는 입자와 입자간 접촉 수에 비례하여 결정됨을 제안하고 넓은 분포의 분체가 치밀화에 유리할 수 있음을 지적하였다. T.S.Yeh 등¹³도 상업용 알루미늄의 소결에서 입도 분포가 넓을수록 성형밀도 증가와 동시에 치밀화 정도가 증가됨을 보였다. 그 외 F.S.Shian 등¹⁰은 입도 분포가 좁은 경우가 소결 중기 단계를 연장시켜 오히려 소결 초기 치밀화 속도를 저하시키며 동시에 입자 성장이 억제된다고 보고하였다. 이와 같이 원료 분체의 입도 분포가 넓은 경우, 성형 밀도 및 치밀화 속도가 증가 될 수 있다는 여러 실험 결과는 기공 형태와 기공에 대한 고상 입자의 배위수 감소 및 소결 과정에서 입자와 입자간 접촉 수 증가에 따른 소결 구동력의 증가로 요약될 수 있다.

이와는 반대로 원료 분체의 입도 분포가 넓을수록 오히려 치밀화에 악영향을 미치게 된다는 여러 보고도 있다. 이들은 독자적인 연구 결과를 발표하고 있지만, 입도 분포가 넓은 경우 조대한 입자 틈새 자리에 존재하게 되는 미세한 입자로 인해 성형 밀도를 증가시킬 수 있지만 소결도중에는 미세한 입자들간의 치밀화가 우선적으로 유발되고 이에 따라 입자들 간에 인장 응력이 유발되게 되는데 이러한 국부적인 인장 응력은 조직 내부에서 커다란 기공을 발생시키기 때문에 치밀화에 악영향을 준다는 설명이다. 최근 SiO₂¹⁷와 TiO₂¹⁸계에서 균일하고 구형인 입자는 치밀화에 유리하다는 보고도 이와 동일한 관점에서 설명되고 있다.

이와 같이 입도 분포에 따른 치밀화 거동에 대하여서는 서로 상반된 결과가 보고되고 있는데 이는 이들 대부분의 연구에서 소결의 일부 과정의 치밀화 및 입자 성장 거동에만 각각 초점을 두었기 때문이다. 이에 따라 소결 전 과정에 대한, 즉 치밀화 및 입자성장 과정에 대한 체계적인 연구가 요구된다. 본 연구에서는 서로 평균 입자 크기가 상이한 상용 알루미늄에 대하여 이들 두 종류의 분체를 혼합하여 전체 입도 분포를 제어할 때 소결 전 과정에 걸친 미세 조직 발달 및 치밀화 거동을 동시에 조사하였다.

2. 실험방법

본 실험에서 사용된 원료는 서로 평균 입자 크기가 다른 상용 알루미늄 분체이다. 미세한 분체로는 AKP-30(Sumitomo, Japan)을 그리고 조대한 분체로는 AM-21(Sumitomo, Japan)을 사용하였다.

원료 분체의 입도 조절을 위해서 서로 입도가 다른 두 분체를 20 wt%간격으로 서로 혼합하였다. 편의상 미세

한 입자는 F(fine) 그리고 조대한 입자는 C(coarse)로 표시하였으며, 예를 들어 F80-C20은 미세한 분체 80에 조대한 분체 20을 무게비로 혼합한 것을 의미한다. 원료 분말의 입도 분석은 침강식 입도 분석기(Shimadzu SA-CP3)를 이용하였으며 분산제로는 (NaPO₃)₆를 2 wt% 섞은 수용액을 사용하였다.

모든 혼합 분체들은 증류수를 용매로 하여 16시간동안 습식 혼합하여 건조한 후 5 wt%의 PVA 바인더와 혼합하여 60메쉬 체로 조립하였다. 성형체 제조는 먼저 10 mm φ 몰드를 이용하여 원통형으로 가성형 한 후 100 MPa의 압력으로 정수압 성형하였다. 성형체는 1°C/min의 승온 속도로 성형체를 600°C까지 승온한 다음 6시간 동안 유지하여 결합제를 소각하였다. 결합제가 제거된 성형체는 1350°C에서 1650°C사이에서 2시간동안 각각 소결하였는데 이 경

냉각은 로냉하였다. 동시에 소결 전과정을 통한 수축 정도 및 각 온도에서의 수축률 측정은 Thermo Mechanical Analyzer(Setaram 9216, France)를 이용하여 1700°C까지 조사하였으며 이 경우에 승온 속도는 분당 5°C로 하여 소결시의 승온 속도와 동일하게 하였다

각 시편들의 성형 밀도는 샘플의 크기와 무게를 이용하여 계산하였으며 소결 밀도는 아르키메데스 법을 이용하여 측정하였다. 미세 조직 관찰을 위해서는 0.2 μm 다이아몬드 페이스트에서 최종 연마 후, 열부식 한 다음 주사전자현미경(SEM, JEOL 5400, Japan)을 이용하여 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 1(a)에는 본 실험에서 사용한 상용 알루미늄 분체의 주사전자 현미경 사진을 그리고 (b)에는 분체의 누적 분포를 각각 나타내었다. 측정된 평균 직경은 미세한 분체의 경우 0.38 μm 그리고 조대한 분체의 경우 3.88 μm로 이들 각 분체의 평균 직경 값의 차이는 약 10배 정도 되는 것으로 나타났다. 한편 (c)에는 (b)에서 나타낸 누적 분포를 각각의 평균 입경값으로 정규화한 것을 나타내었는데 조대한 분체의 경우 미세한 분체에 비해 약간 넓은 분포를 갖는 것으로 평가되었지만 전체적으로 두 분체간의 정규화된 입도 분포의 개형은 거의 유사하였다. 특히 현미경상에서 각 분체의 입자 크기를 고려할 때 미세한 분체의 경우 0.30±0.10 μm 그리고 조대한 분체의 경우 4.00±0.20 μm으로 나타났는데 이를 침강법으로 구한 평균 입경과 비교할 때 거의 동일한 값을 나타내었다. 이에 따라 (a)에 나타낸 주사전자현미경 사진에서도 나타나 있지만 입경 차이 이외의 분체 입자의 형태 및 응집 정도는 서로 유사한 것으로 평가되었다.

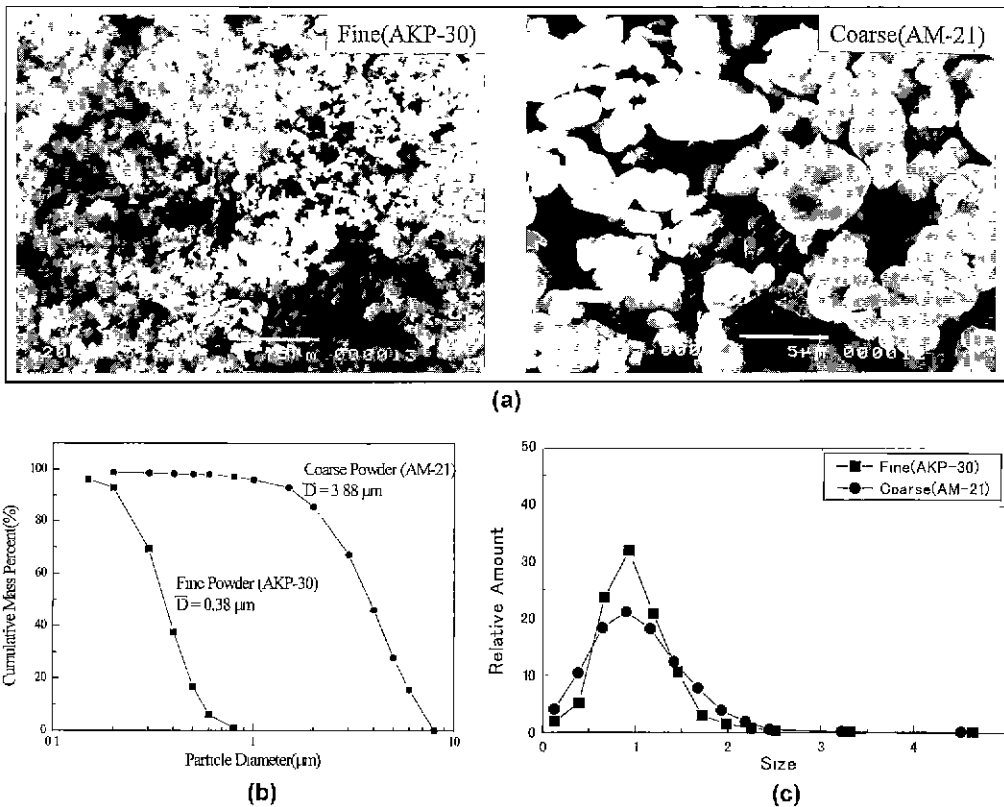


Fig. 1. (a) SEM photographs, (b) cumulative particle size distribution and (c) normalized particle size distribution of fine and coarse Al_2O_3 powders.

Fig. 2의 경우 각 혼합분체들로 제조된 시편들을 각각의 소결 온도에서 2시간동안 소결 하였을 때의 상대 밀도와 성형 밀도를 동시에 나타내었다. 성형밀도는 미세한 분말만 사용한 경우(F100-C0)가 $54.41 \pm 0.03\%$ 그리고 조대한 분말만 사용한 경우(F0-C100)는 $58.49 \pm 0.11\%$ 을 나타내어 미세한 입자의 경우가 성형성이 저하되는 것으로 나타났다. F40-C60 및 F20-C80 조성으로 제조된 시편의 경우는 각각 $67.09 \pm 0.10\%$ 와 $65.91 \pm 0.07\%$ 를 나타내어 상대적으로 높은 성형 밀도를 나타내었다. 이와 같이 입도가 서로 다른 분체를 혼합하는 경우, 조대한 입자들이 이룬 공극 속을 미세한 분체가 채우기 때문에 상대적으로 단일 입자들의 경우보다 성형성이 높은 것으로 평가되었다. 이 경우 조대한 분말과 미세한 분말의 크기비가 증가될수록 성형 밀도는 높아지는 것으로 알려져 있다.¹⁹⁾ 반면, 소결 밀도의 경우는 소결 구동력이 높은 미세한 분말의 경우가 1550°C 정도의 소결 온도에서 가장 높은 값인 $98.02 \pm 0.04\%$ 를 나타내지만 소결 구동력이 상대적으로 낮은 조대한 분말로 제조된 F0-C100의 경우는 1650°C 의 고온 소결에서도 시편의 밀도는

요업학회지

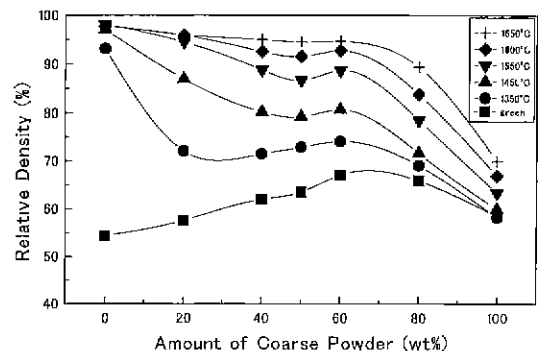


Fig. 2. Relative density variation of green and sintered Al_2O_3 specimen as a function of amount of coarse particle.

$69.90 \pm 0.03\%$ 이상을 넘지 못하였다. 특히 성형 밀도가 가장 높았던 F40-C60 시편의 경우, 1600°C 에서 소결할 때까지도 F60-C40, F50-C50 등의 미세 분체 함량이 높은 시편보다 오히려 높은 소결 밀도를 나타내었다. 이는 치밀화 촉진을 위해서는 분체 미세화를 통한 소결 구동력의 증진 뿐만 아니라 성형 밀도²⁰⁻²³⁾를 상승시키는 것 또

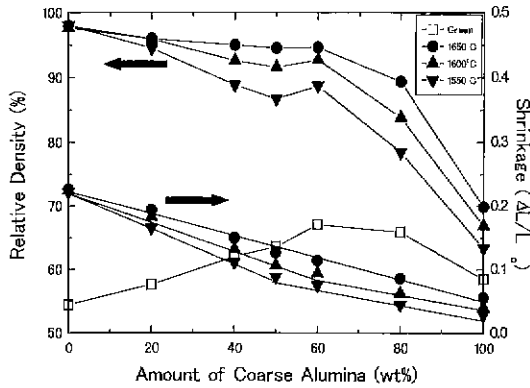


Fig. 3. Relative density and shrinkage plots for sintering of bimodal mixtures of alumina powders.

한 중요하다는 것을 의미한다

Fig. 3은 혼합된 알루미늄 시편의 성형 밀도, 소결 밀도 및 수축 정도를 각 온도별로 나타내었다. 이때의 수축률은 각 소결 온도에서의 전체 수축률을 의미한다. 소결 후 수축 정도는 1550°C나 1600°C에서 소결하는 경우, 조대한 분말의 양이 증가하여 분율이 약 50-60 wt%, 즉 최대 성형 밀도를 나타낸 분율까지는 직선적으로 감소하다가 조대한 분말의 첨가량을 그 이상으로 증가시키면 급격하게 수축정도가 둔화하는데 이는 최대 성형 밀도를 나타내는 점을 경계로 소결 후 수축량 변화 정도가 급격히 변화하는 것을 의미하고 있다. 즉 조대한 분말의 양이 상대적으로 적을 경우에는 조대한 분말보다는 미세한 분말의 수축 정도가 전체 수축을 지배할 수 있으며 조대한 분말의 양이 50-60 wt% 이상 첨가되어 조대한 입자들끼리 서로 맞닿은 경우에는 조대한 입자간의 수축이 더욱 중요하게 되는 것을 의미한다. 그러나 소결 온도가 1650°C로 증가하게 되면 전 구간을 통해 조대한 입자량에 따라 직선적으로 수축량이 감소하게 되어 1550°C 및 1600°C에서 관찰되는 꺾인 직선은 사라지게 된다. 이는 고온 소결 시 먼저 치밀화된 미세한 입자들의 입성장으로 시편내의 모든 입자들이 조대화하였고 이때부터는 조대한 입자간의 소결 과정이 되기 때문이다.

Fig. 4는 각각의 혼합 분체에 대하여 가열온도에 따른 (a) 수축량과 (b) 수축률을 Thermo Mechanical Analyzer (TMA)로 측정하여 동시에 나타낸 것이다. 미세한 분체로만 이루어진 F100-C0 시편의 경우, 900°C 부근에서 수축이 시작되고 있으며 1500°C 부근에서 소결이 완료되어 더 이상의 수축이 일어나지 않음을 보였다. 반면, 조대한 분말로만 이루어진 F0-C100의 경우는 본 실험에서 행한 최고 온도인 1700°C에서도 계속 수축이 일어나고 있음을 보였다. 한편 미세한 입자에 조대한 입자의 첨가량이 증가함에 따라 수축이 시작되는 온도가 높아지

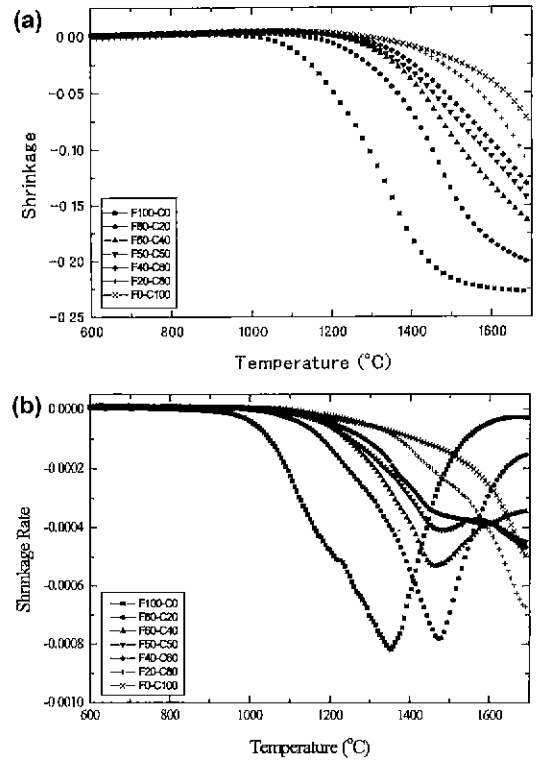


Fig. 4. (a) Shrinkage and (b) shrinkage rate as a function of temperature and particle size distribution of Al_2O_3 .

고 수축량도 저하되고 있는데 이는 조대한 입자 첨가에 따른 시편 전체의 소결 구동력이 저하되는 것으로 이해된다. 또한 F100-C0 시편의 경우 1350°C 부근에서 최대 수축률을 나타내고 조대한 분말이 첨가되는 경우는 60 wt%까지 최대 수축률을 나타내는 온도는 모두 1500°C로 일정하였고 다만 수축률의 정도만 감소하는 것으로 나타났다. 특히 F50-C50과 F40-C60의 경우는 1500°C 정도에서 최대 수축률을 나타내는 피크 이외에 1700°C 이상에서 또 다른 최대 수축률을 보이는 피크의 관찰이 예상되었다. 이 경우 1500°C 부근의 피크는 미세한 입자들간의 수축으로 그리고 1700°C 이상의 피크는 미세한 입자들에 비해 상대적으로 소결 구동력이 작은 즉 조대한 입자들간의 수축에 의한 것으로 추정된다. 한편 조대한 입자분율이 80 wt% 이상으로 더욱 증가하는 경우, 최대 수축률을 나타내는 온도 영역이 1700°C 이상에서 존재할 것으로 예상되었다.

일반적으로 미세한 입자와 조대한 입자가 혼합되어 있는 경우에는 미세한 입자들간의 소결이 먼저 이루어지고 다음으로 조대한 입자끼리의 치밀화가 유발되며 이에 따라 수축률 곡선에 극값들이 생기게 된다. 성형밀도가 최대한인 점은 결국 조대한 입자들끼리 최밀 충진을 하고 그

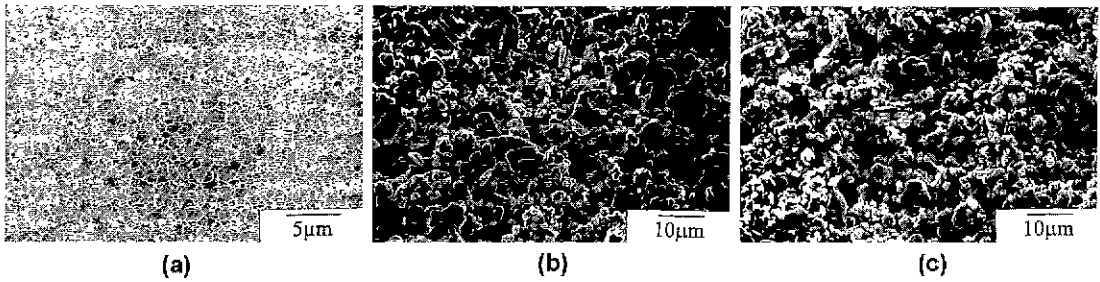


Fig. 5. Microstructures of (a) F100-C0, (b) F50-C50 and (c) F0-C100 specimens sintered at 1350°C for 2 h.

틈새 자리에 미세한 입자가 채워진 상태를 말하는 것으로 조대한 입자가 이미 맞닿아 있기 때문에 소결 도중 미세한 입자의 소결에서도 수축률의 증가는 기대할 수 없다. 이에 따라 최대 성형 밀도를 나타내었던 F40-C60에서는 1500°C 부근의 수축 즉, 미세 분체에 의한 수축률보다는 1700°C 부근, 즉 조대한 입자간의 수축이 더 클 것으로 믿어지며 동시에 조대한 입자의 분율이 증가될수록 1500°C 부근의 수축률 최대 폭선이 소멸하게 되며 더 높은 온도에서 최대 수축률을 나타내게 된다.

Fig. 5는 1350°C에서 2시간 동안 소결한 시편들의 미세 구조로서 (a)는 F100-C0, (b)는 F50-C50, 그리고 (c)는 F0-C100 조성의 시편이다. (a)의 미세한 분말로만 제조된 F100-C0의 경우, $93.12 \pm 0.12\%$ 의 밀도를 나타내어 소결의 말기 단계에 이미 도달된 상태를 나타내고 있었다. 반면 (b)의 미세한 분말과 조대한 분말이 각각 50 wt%씩 섞인 F50-C50 경우 소결 밀도가 $72.81 \pm 0.20\%$ 로 성형밀도가 $63.57 \pm 0.33\%$ 임을 고려할 때 소결의 진행정도가 상대적으로 낮았다. 특히 (c)의 조대한 분말로만 제조된 F0-C100 경우는 성형밀도는 $58.50 \pm 0.11\%$, 그리고 소결밀도는 $58.26 \pm 0.17\%$ 로 나타나 거의 소결되지 않은 모습을 보였다.

Fig. 6은 1600°C에서 2시간 동안 소결한 시편들의 미세 구조로서 (a)는 F100-C0, (b)는 F50-C50, 그리고 (c)는 F0-C100 조성의 시편이다. (a)의 F100-C0 경우는 입

자 크기는 $4.11 \pm 0.36 \mu\text{m}$ 정도를 나타내며 시편전체에 걸친 균일한 입성장을 보이고 있으며 거의 완전 치밀화에 도달하였음을 보여준다. (b)의 F50-C50 경우도 소결밀도는 $91.6 \pm 0.05\%$ 로 소결의 말기 단계로의 이행단계로 입자 크기가 $6.49 \pm 0.49 \mu\text{m}$ 였는데 조대한 분체의 평균 크기가 $3.88 \mu\text{m}$ 임을 고려할 때 입자성장은 1.7배정도 이루어진 것으로 나타났다. 반면 (c)의 조대한 입자만으로 이루어진 F0-C100은 성형체와 유사한 상태로 소결이 진행되지 못하였음을 보여준다.

Fig. 7은 1650°C에서 2시간동안 소결한 시편들의 미세 구조로서 (a)는 F100-C0, (b)는 F80-C20, (c)는 F50-C50, (d)는 F40-C60, (e)는 F20-C80, 그리고 (f)는 F0-C100 조성으로 제조된 알루미늄 시편들이다. (a)의 F100-C0의 경우, 고온 소결 시 알루미늄 소결체에서 쉽게 나타나는 비정상 입성장을 나타내는 입자들이 나타났다. 또한 정상 입성장을 보이는 매트릭스 부분의 입자크기도 $7.03 \pm 0.57 \mu\text{m}$ 를 측정되어 1600°C에서 소결했을 때의 입자크기 $4.11 \pm 0.36 \mu\text{m}$ 와 비교하여 상당한 입성장이 유발된 것으로 평가되었다 (b)의 F80-C20의 경우 입자 크기는 $6.61 \pm 0.14 \mu\text{m}$, 그리고 (c)의 F50-C50의 경우는 $6.64 \pm 0.23 \mu\text{m}$ 로 나타났는데 이 경우 모두 비정상 입자성장은 나타나지 않았다. 특히 이와 같이 미세한 입자에 조대한 입자 분율을 증가시키거나 경우 조대한 입자가 비정상 입자성장의 핵 역할을 한다는 보고⁹⁾가 있

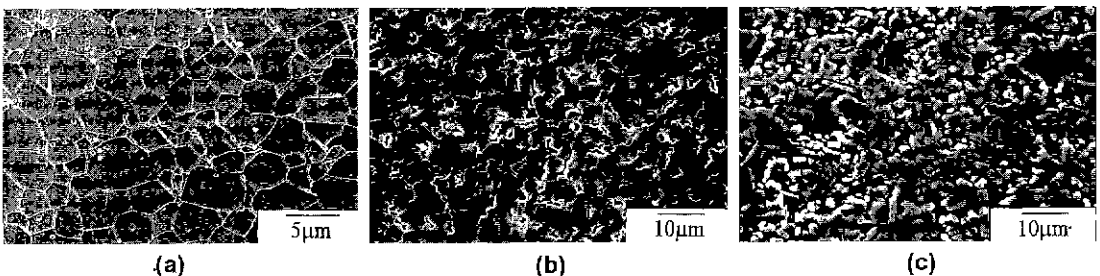


Fig. 6. Microstructures of (a) F100-C0, (b) F50-C50 and (c) F0-C100 specimens sintered at 1600°C for 2 h.

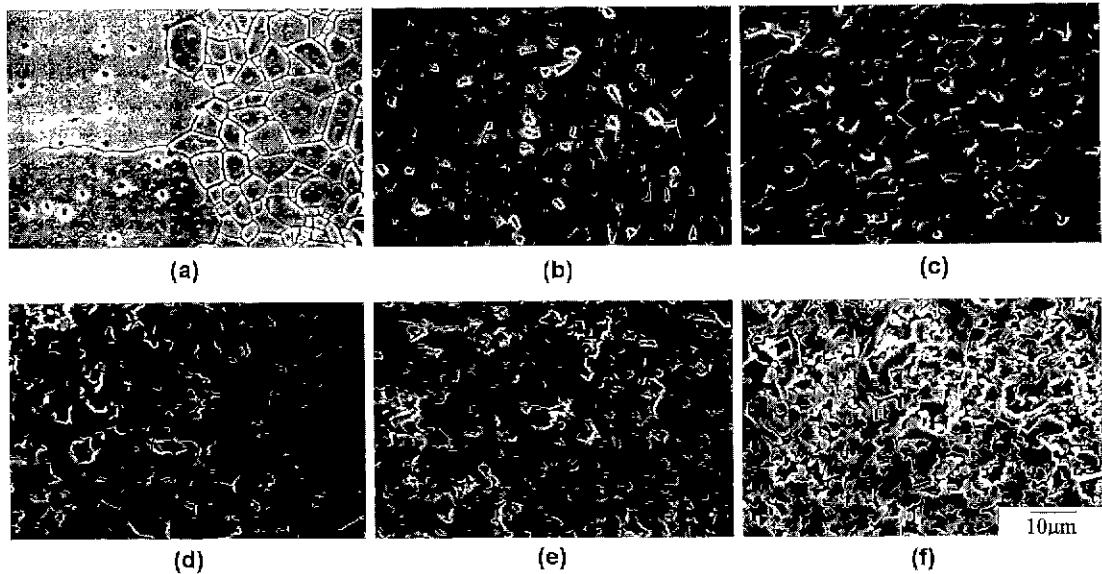


Fig. 7. Microstructures of (a) F100-C0, (b) F80-C20, (c) F50-C50, (d) F40-C60, (e) F20-C80 and (f) F0-C100 specimens sintered at 1650°C for 2 h.

나 본 실험의 경우는 조대한 입자 첨가로 조직내의 치밀화가 상대적으로 늦어 기공이 상당량 존재하며 동시에 이들 기공이 모두 입체에 존재하는 것으로 나타나 입자 성장을 억제하여 비정상 입자성장이 억제된 것으로 믿어진다.

이로써 존재하는 기공이 입체이동을 억제하기 때문에 비정상 입성장을 나타내는 시점에는 도달하지 못한 것으로 추정된다. 또한 (d)의 F40-C60은 $94.66 \pm 0.09\%$ 를 그리고 (e)의 F20-C80은 $89.39 \pm 0.16\%$ 의 소결 밀도를 나타내어 치밀화가 불충분할 뿐 아니라 특히 사진 상에서 O표를 한 것과 같이 균열 형태의 기공이 상당량 존재함을 알 수 있다. (f)의 F0-C100의 조대한 분말로만 제조된 경우는 소결 밀도도 $69.90 \pm 0.03\%$ 정도로 나타나 아직도 소결 초기 단계에 머물러 있는 것으로 평가되었다.

한편 Fig. 7의 (d)와 (e)의 경우, 균열 형태의 기공은 조대한 입자 공극 사이에 존재하던 미세한 분체의 차등 소결 때문에 생긴 것으로 믿어진다. 즉, 이론적으로 미세한 분체의 양이 많은 경우, 조대한 입자들은 기지인 미세한 입자들 사이에 분산되어, 소결 시 미세한 입자들이 먼저 치밀화가 되더라도 시편 전체가 균일하게 수축할 수 있다. 그러나 조대한 입자의 양이 상대적으로 많은 경우, 조대한 입자가 기지상이 되고 그 공극에 미세한 입자가 포획되어 있기 때문에 미세한 입자가 먼저 치밀화 하게 되면 조대한 입자들이 이미 서로 맞닿아 있기 때문에 시편 전체의 균일한 수축은 기대할 수 없고 이에 따라 조대한 입자사이의 공극에 균열 형태의 큰 기공이

형성되게 된다.³¹⁾ 따라서 최대 성형 밀도를 나타내었던 F40-C60의 경우부터는 조대한 입자들이 성형 단계부터 이미 맞닿아 있을 가능성이 상대적으로 크기 때문에 미세한 입자들간의 차등 소결 발생으로 인한 균열 형태의 기공들이 상당량 존재하고 있음을 알 수 있다.

4. 결 론

입자 크기가 서로 다른 알루미늄 혼합 분체를 소결하였다. 성형밀도는 F40-C60 조성의 경우가 가장 높은 값을 나타내었으며 반면 미세한 분말로만 제조된 F100-C0의 경우가 가장 낮은 값을 나타내었다. 한편 소결 밀도는 미세한 분말로만 제조된 경우가 가장 높았으며 조대한 분말로만 제조되었을 때가 가장 낮은 값을 나타내었다. 또한 수축량과 수축률의 측정 시, 미세한 분체의 경우가 최대 수축 온도가 가장 낮았으며 조대한 분체의 경우는 거의 수축되지 않은 모습을 보였다. 미세구조 관찰 시, 미세한 분체는 1600°C까지는 균일한 입성장을 하였으며, 1650°C에서는 비정상 입성장을 보였다. 반면, 조대한 분말의 첨가는 비정상 입자성장을 억제하였으며 특히 최대 성형 밀도를 나타내었던 조대한 분체량이 60 wt% 이상이 되는 경우부터 균열 형태의 기공들이 나타났다.

REFERENCES

1. R.L. Coble, "Effects of Particle-Size Distribution in

- Initial-Stage Sintering," *J. Am. Ceram. Soc.*, **56**(9), 461-466 (1973)
2. M.J. O'Hara and I.B. Culter, "Sintering Kinetics of Binary Mixtures of Alumina Powders," *Proc. Brit. Ceram. Soc.*, **12**, 145-154 (1969).
 3. J.P. Smith and G.L. Messing, "Sintering of Bimodally Distributed Alumina Powders," *J. Am. Ceram. Soc.*, **67**(4), 238-242 (1984).
 4. S. Takuta, K. Kitajima, N. Takusagawa, K. Okada and N. Otsuka, "Burn-out of Binder and Sintering Behavior of Powder Compacts of Bimodally Distributed Alumina Powders with Stearic Acid and Polyethyleneglycol," *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **99**(12), 1189-1194 (1991).
 5. S. Takuta, K. Kawashima, K. Kitajima, N. Takusagawa, K. Okada and N. Otsuka, "Influence of Zirconia Addition on the Sintering Behavior of Bimodal Size Distributed Alumina Powder Mixtures," *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **102**(2), 139-144 (1994).
 6. S. Taruka, T. Takano, N. Takusagawa, K. Okada and N. Otsuka, "Liquid Phase Sintering of Bimodal Size Distributed Alumina Powder Mixtures," *J. Mater. Sci.* **31**, 573-579 (1996).
 7. R.M. German, "Sintering Densification for Powder Mixtures of Varying Distribution Widths," *Acta Metall.*, **40**(9), 2085-2089 (1992).
 8. T.R. Gattuso and H.K. Bowen, "Processing of Narrow Size Distribution Alumina," pp. 644-655 in *Structure and Properties of MgO and Al₂O₃ Ceramics*, Vol. 10, *Advanced in Ceramics*. Edited by W.D. Kingery, The American Ceramic Society, Inc., Ohio, 1984.
 9. A.G. Evans, "Consideration of Inhomogeneity Effects in Sintering," *J. Am. Ceram. Soc.*, **65**(10), 497-501 (1982).
 10. G.L. Messing and G.Y. Onoda Jr., "Sintering of Inhomogeneous Binary Powder Mixtures," *J. Am. Ceram. Soc.*, **64**(8), 468-472 (1981).
 11. R.M. German, *Sintering Theory and Practice*, Chap. 1, pp. 178-221, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1996.
 12. David C.C. Lam and Mitsuo Nakagawa, "Packing of Particles(Part 2)-Effect of Extra Pore Volume on Packing Density of Mixtures of Monosized Spheres," *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **101**(1), 1234-1238 (1994).
 13. David C.C. Lam and Mitsuo Nakagawa, "Packing of Particles(Part 3)-Effect of Particle Size Distribution Shape on Composite Packing Density of Bimodal Mixtures," *J. Ceram. Soc. Jpn.* **102**(2), 133-138 (1994).
 14. J.S. Reed, *Introduction to the Principles of Ceramic Processing*, Chap. 13, pp. 215-227, John Wiley and Sons, Inc., New York, 1995.
 15. T.S. Yeh and M.D. Sacks, "Effects of Particle Size Distribution on the Sintering of Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**(12), C-484-C-487 (1988).
 16. F.S. Shiau, T.T. Fang and T.H. Leu, "Effect of Particle-size Distribution on the Microstructural Evolution in the Intermediate Stage of Sintering," *J. Am. Ceram. Soc.*, **80**(2), 286-290 (1997).
 17. E. Barringer, N. Jubb, B. Fegley, R.L. Pober and H.K. Bowen, "Processing Monosized Powders," Chap. 26 in *Ultrastructure Processing of Ceramic Glasses and Composites*, Edited by L.L. Hench and D.R. Uhlmann, Wiley & Sons, New York, 1984.
 18. E.A. Barringer and H.K. Bowen, "Formation, Packing and Sintering of Monodisperse TiO₂ Powders," *J. Am. Ceram. Soc.*, **65**(12), C-199-C-201 (1982)
 19. S. Taruta, A. Kitajima, N. Takusagawa, K. Okada and N. Otsuka, "Influence of Coarse Particle Size on Packing and Sintering Behavior of Bimodal Size Distributed Alumina Powder Mixtures," *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **101**(5), 583-588 (1993).
 20. J. Zheng and J.S. Reed, "Effects of Particle Packing Characteristics on Solid-State Sintering," *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**(5), 810-817 (1989).
 21. F.W. Dynys and J.W. Halloran, "Influence of Aggregates on Sintering," *J. Am. Ceram. Soc.*, **67**(9), 596-601 (1984).
 22. C.A. Bruch, "Sintering Kinetics for the High Density Alumina Process," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **41**(12), 799-806 (1962).
 23. F.F. Lange, "Sinterability of Agglomerated Powders," *J. Am. Ceram. Soc.*, **67**(2), 83-88 (1984).