

공침법으로 제조한  $ZrO_2 + 3m/o Y_2O_3$  계 분체의 특성 ( I ) :  
정방정 Zirconia 분체의 안정성

홍기곤 · 이홍림

연세대학교 공과대학 요업공학과

(1990년 2월 13일 접수)

---

Properties of the System  $ZrO_2 + 3m/o Y_2O_3$  Powder Prepared by  
Co-precipitation Method ( I ) :  
Stability of Tetragonal  $ZrO_2$  Powder

Gi-Gon Hong and Hong-Lim Lee

Dept. of Ceramic Engineering, Yonsei University

(Received February 13, 1990)

요 약

$ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 와  $YCl_3 \cdot 6H_2O$ 를 출발물질로 하여 pH가 7, 9, 10, 11인 조건에서 공침법으로 제조한  $ZrO_2 + 3m/o Y_2O_3$  계의 분체특성을 연구하였다. 수산화 지르코늄은  $Zr(OH)_4$  구조에 가까울수록 결정성이 크고, 정방정  $ZrO_2$ 의 생성 온도도 낮았다. 또한, 본 연구범위에서는 입방정  $ZrO_2$ 는 생성되지 않았으며, pH가 7인 조건에서 제조되었을 때 정방정  $ZrO_2$ 의 안정성이 가장 우수하였다. 수산화 지르코늄을  $600^\circ C$ 에서 1시간 동안 하소하여 제조된 정방정  $ZrO_2$ 의 평균입도 및 비표면적은 각각  $0.6-0.8\mu m$ 와  $45-70m^2/g$ 이었다.

ABSTRACT

The properties of the powder of  $ZrO_2 + 3m/o Y_2O_3$  system prepared by co-precipitation method at the pH values of 7, 9, 10 and 11 were investigated.  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  and  $YCl_3 \cdot 6H_2O$  were used as starting materials and  $NH_4OH$  as a precipitation agent. Zirconium hydroxide near by  $Zr(OH)_4$  structure showed more excellent crystallinity and lower formation temperature of tetragonal  $ZrO_2$ . In the range of this study, cubic  $ZrO_2$  was not formed and stability of tetragonal  $ZrO_2$  prepared in the condition of pH 7 was most excellent. Average particle sizes and specific surface areas of tetragonal  $ZrO_2$  powders, prepared as calcining amorphous zirconium hydroxides at  $600^\circ C$  for 1h, were  $0.6-0.8\mu m$  and  $45-70m^2/g$ , respectively.

1. 서 론

$ZrOCl_2$ ,  $ZrO(NO_3)_2$  등의 zirconyl salt solution을 상압<sup>1)</sup> 및 수열조건<sup>2)</sup>하에서 가열 가수분해하거나  $NH_4OH$  등

의 염기성 물질을 중화제로 첨가<sup>3)</sup>하면 균일한 형태와 크기를 갖고 분산성이 좋은 단사정  $ZrO_2$  미분체의 제조가 가능하다. 이러한 방법으로 제조된  $ZrO_2$  미분체는  $Y_2O_3$  등의 안정화제의 혼합후 하소하여 고강도, 고인성 세라믹스

용 원료로서 사용되고 있는데, 그 반응성과 안정화제의 고용성 및 고용의 결과로 나타나는 전이에 대하여 조사된 보고는 그다지 많지 않으며, ZrO<sub>2</sub>와 안정화제의 고용을 위해서 재열처리를 필요로 하고, 비교적 높은 하소온도를 필요로 한다는 단점이 있다.

증래에는 단사정 ZrO<sub>2</sub>와 MgO, CaO, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 등과의 고용에 관한 연구에서는 조대입자의 ZrO<sub>2</sub>에 관한 것이 많고, 고용을 위해서는 고온으로의 가열처리를 필요로 한다. 그러므로, 고용치리 온도를 낮추기 위해서는 zirconium과 안정화제의 혼합염 및 혼합 알콕사이드를 이용하여 미리 zirconium과 안정화제를 혼합시키는 방법을 취하고 있는데, 안정화 ZrO<sub>2</sub>를 저온에서 생성시킨 예로서는 수열처리<sup>1)</sup>가 있다.

침전법으로 ZrO<sub>2</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>계 분체를 제조한 경우는 드물며, 특히 pH 변화에 따른 거동을 연구한 예는 거의 없다.

본 연구는 zirconyl salt와 yttrium salt의 공통 수용액에 NH<sub>4</sub>OH를 가하여 pH 변화에 따른 생성상을 조사하고, 정방정 ZrO<sub>2</sub>의 안정성이 가장 우수한 최적 pH 조건을 찾는 데 그 목적이 있다.

## 2. 실험방법

### 2.1. 분체제조

ZrOCl<sub>2</sub> · 8H<sub>2</sub>O (Junsei Chemical Co., Ltd., chemical pure, 일본)와 YCl<sub>3</sub> · 6H<sub>2</sub>O (Aldrich Chemical Co., Inc., 99.9%, 미국)를 출발물질로 하여 ZrO<sub>2</sub> + 3m/o Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 조성이 되도록 칭량한 후, 증류수를 가하여 pH가 1.5인 공통수용액을 만들고, NH<sub>4</sub>OH를 가하여 pH가 7, 9, 10, 11의 조건에서 공침물을 제조하였으며, 세척액에서 0.1N AgNO<sub>3</sub> 용액에 의하여 AgCl의 침전반응이 일어나지 않을 때까지 2차 증류수로 세척하였다. Cl<sup>-</sup>이온이 제거된 후에는 에탄올로써 다시 세척하였으며, 에탄올을 제거하기 위하여 적외선 램프를 사용하여 건조한 후, 건조물을 600°C에서 1시간 동안 하소시켜 정방정 ZrO<sub>2</sub> 분체를 제조하였다.

### 2.2. 측정 및 관찰

#### 2.2.1. X-선 회절분석

pH 변화에 따른 침전 수산화물의 존재상, 하소온도와 시간에 따른 생성상, 결정입자의 크기 계산, 정방정 ZrO<sub>2</sub>와 단사정 ZrO<sub>2</sub>의 존재비 계산 및 분석을 위하여 X선 회절분석기(D-Max.3, Rigaku, 일본)를 사용하여 10° ≤ 2θ

≤ 80°의 범위에서 다음과 같은 조건으로 X-선 회절분석을 하였다.

Target : CuKα, Filter Ni, Power : 30KV-10mA, Scanning Speed : 8°(2θ)/min.

Full Scale 2000cps, Time Constant 0.5sec

#### 2.2.2. 비표면적

pH 변화에 따른 금속 수산화물 및 600°C에서 하소한 정방정 ZrO<sub>2</sub> 분체의 비표면적 변화를 측정하기 위하여 비표면적 측정기(Surface Area Analyzer 848, Micromeritics, 미국)를 사용하여 120°C에서 측정용 분체를 건조시켜 수분을 제거한 후, -196°C에서 N<sub>2</sub> gas를 흡착시켜 비표면적을 구하였다

#### 2.2.3. 열분석

열중량법(TGA)에 의하여 온도함수로의 중량곡선인 감량곡선으로부터, 시료의 탈수량 및 휘발성 물질의 존재 유무를 확인하였다. 또한, 시차열 분석(DTA)에 의하여 결정화 온도를 측정하였다. 이때 사용한 기기는 열분석기(Rigaku TAS 100, 일본)로써 공기중에서 10°C/min의 속도로 승온시켜 상온~1000°C의 온도범위에 걸쳐서 행하였다.

#### 2.2.4. 입자크기 및 morphology 관찰

침전 수산화물과 열처리 후에 생성된 산화물의 입경 및 형태를 관찰하기 위하여 분산대로써 에탄올을 사용하여 초음파 세척기로 분산시킨 후, TEM(H600, Hitachi, 일본)으로 관찰하였다.

#### 2.2.5. 입도분석

각 pH 조건에서 얻어진 침전 수산화물을 하소하여 제조된 Y-TZP 분체의 입도분포를 조사하기 위하여 laser 입도분석기(Autosizer II, Malvern사, 영국)를 사용하였으며, 측정조건은 다음과 같다.

온도 : 25°C, 점도 : 0.8911,

굴절율 : 1.330, 각도 : 90.0°

#### 2.2.6. 정방정 ZrO<sub>2</sub>와 단사정 ZrO<sub>2</sub>의 존재비

X선회절에 의한 ZrO<sub>2</sub>의 정량은 Garvie와 Nicholson<sup>4)</sup>에 의하여 보고된 polymorph method를 사용하였다.

$$X_m = \frac{[I_m(111) + I_m(1\bar{1}\bar{1})]}{[I_m(111) + I_m(1\bar{1}\bar{1}) + I_t(111)]}$$

여기서, X<sub>m</sub> : 단사정 ZrO<sub>2</sub>의 분율

I<sub>m</sub>(111) : 단사정 ZrO<sub>2</sub>의 (111)면의 적분강도

I<sub>m</sub>(1 $\bar{1}\bar{1}$ ) : 단사정 ZrO<sub>2</sub>의 (1 $\bar{1}\bar{1}$ )면의 적분강도

$I_{1(111)}$  : 정방정  $ZrO_2$ 의 (111)면의 적분강도

2.2.7. 결정입자크기(crystallite size)

$ZrO_2(+3m/o Y_2O_3)$ 계 공침분체를 하소온도를 변화시키면서 열처리하였을 때,  $ZrO_2$ 의 결정입자크기의 변화를 측정하기 위하여 Scherrer<sup>3)</sup> 식을 사용하였으며, Warren의 방법으로 보정하였다.

$$t = \frac{0.9\lambda}{B \cos \theta}$$

여기서,  $t$  : 결정입자크기 (nm)

$\lambda$  : target 으로 사용한  $CuK\alpha$ 의 파장 (nm)

$\theta$  : Bragg angle (degree)

$B$  : 회절강도의 높이가 1/2이 되는 곳에서의 회절선의 폭 (radian)

3. 결과 및 고찰

$ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 에 대하여  $YCl_3 \cdot 6H_2O$ 가  $ZrO_2+Xm/o Y_2O_3$ ( $X=1\sim 10$ )의 조성이 되도록 칭량한 후, 중화제로  $NH_4OH$ 를 사용하여 pH가 7인 조건에서 제조된 공침분체의 하소온도에 따른 생성상의 변화를 Fig.1에 나타내었다.  $Y_2O_3$ 의 첨가량이 4m/o 일 때에는 800°C에서 부터 입

방정상이 관찰되었으며,  $Y_2O_3$ 가 10m/o 첨가되었을 경우는 500°C에서 부터 입방정상이 관찰되었다.

pH가 7인 조건에서 제조된  $ZrO_2+Xm/o Y_2O_3$ ( $X=1\sim 3$ )계 공침분체의 하소온도 변화에 따른 정방정과 단사정  $ZrO_2$ 의 존재비율 Fig.2에 나타내었다. 안정화제의 첨가량이 증가할수록 정방정  $ZrO_2$ 의 안정성이 증가하였음을

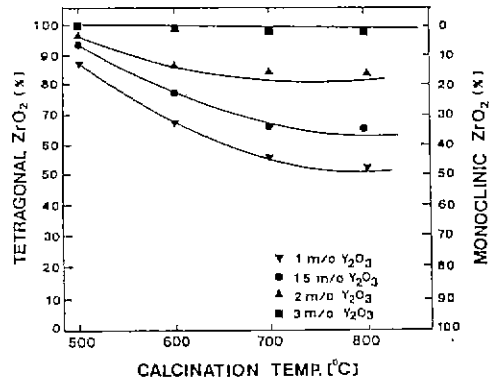


Fig. 2. Tetragonal-to-monoclinic  $ZrO_2$  ratio of co-precipitated  $ZrO_2+Xm/o Y_2O_3$  powder as a function of calcination temperature, calcined for 1h at each temperature and furnace-cooled

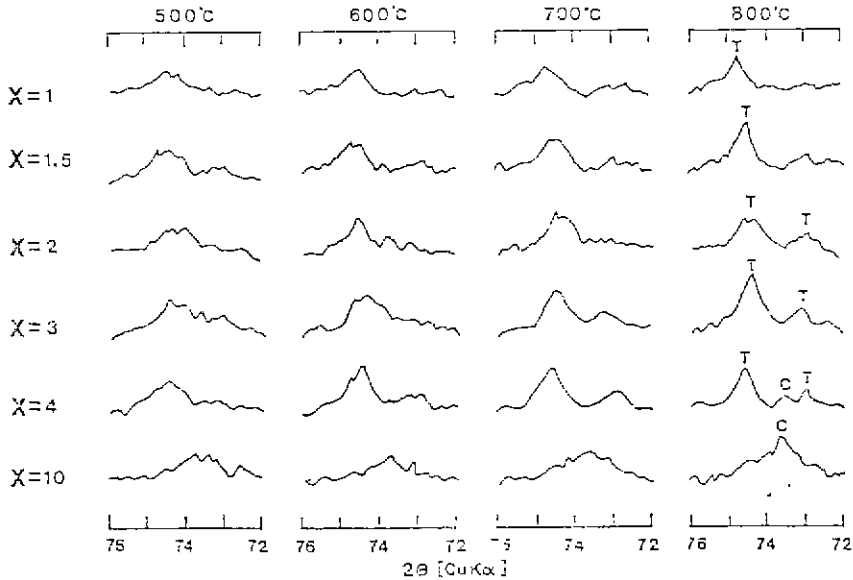


Fig.1. X-ray diffraction patterns of  $ZrO_2(+Xm/o Y_2O_3)$  powders prepared by co-precipitation method and calcined at various temperatures.

T : tetragonal  $ZrO_2$ , C cubic  $ZrO_2$

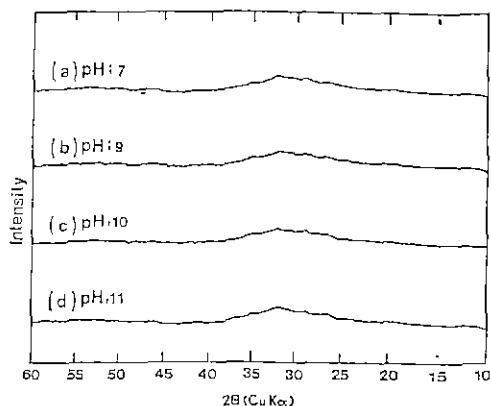


Fig. 3. X-ray diffraction patterns of zirconium hydroxides as a function of pH.

알 수 있는데, 이것은 안정화제의 첨가량이 클수록 고용 효과<sup>6)</sup>에 의한 정방정  $ZrO_2$ 의 안정성이 증가하였기 때문으로 생각된다.

그러므로, 본 연구에서는 Fig.1과 Fig.2를 근거로 하여 정방정  $ZrO_2$ 가 상온에서 유지될 수 있는 최적조건이라 생각되는  $ZrO_2+3m/o Y_2O_3$ 의 조성에 대하여 연구하였다.

Fig.3에 pH 변화에 따른 수산화 지르코늄의 생성상을 나타내었는데 pH 조건에 관계없이 모두 비정질이었다.

Fig.4에 pH 변화에 따른 수산화 지르코늄의 morphology를 나타내었다. 전체적으로 볼 때 입자형태에 있어서는 커다란 차이가 관찰되지 않았다. 그러나, 응집입자의 크기는 pH 조건이 7일 때 가장 크게 나타났으며, pH가 9와 10인 조건에서는 다소 감소하다가 pH가 11인 조건에

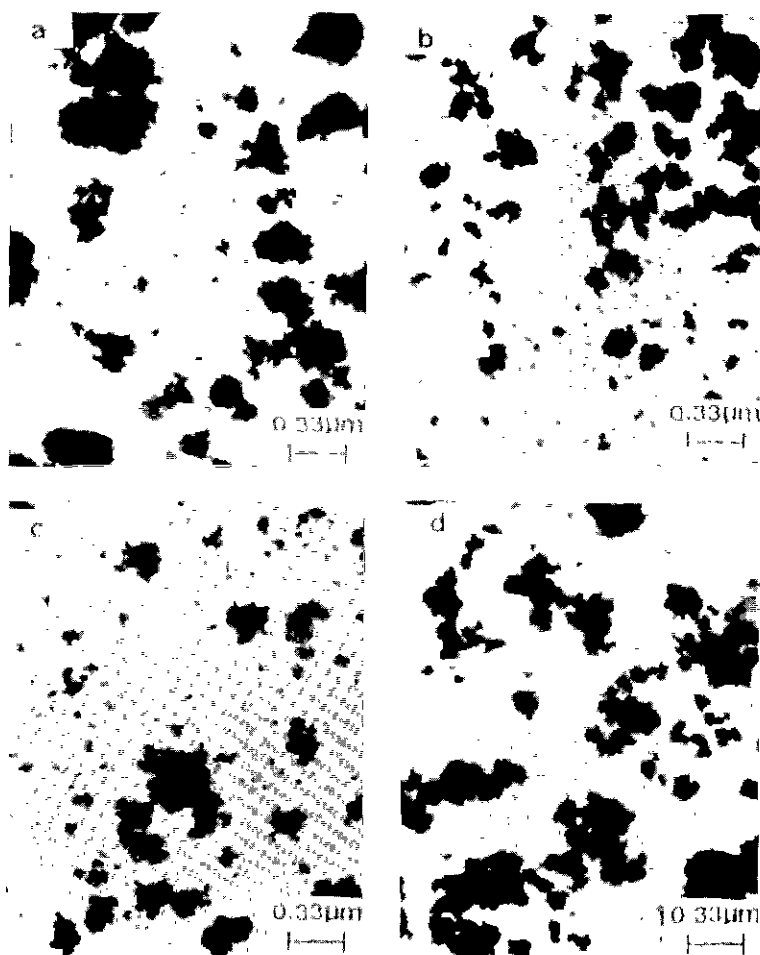


Fig.4. TEM photographs representing morphologies of zirconium hydroxides as a function of pH. (a) pH=7, (b) pH=9, (c) pH=10 and (d) pH=11

서 다시 증가하였다. 응집입자의 크기와 Table 1에 나타난 비표면적을 비교해 보면 반대의 경향(즉, 비표면적이 클수록 응집입자의 크기가 크다.)을 나타내고 있는 것으로 미루어 볼 때, 수산화 지르코늄의 응집입자 크기가 클

**Table 1.** Specific Surface Areas of Co-Precipitated Powders in the System  $ZrO_2+3m/o Y_2O_3$  as a Function of pH.

pH	Specific Surface Area( $m^2/g$ )
7	340
9	261
10	254
11	297

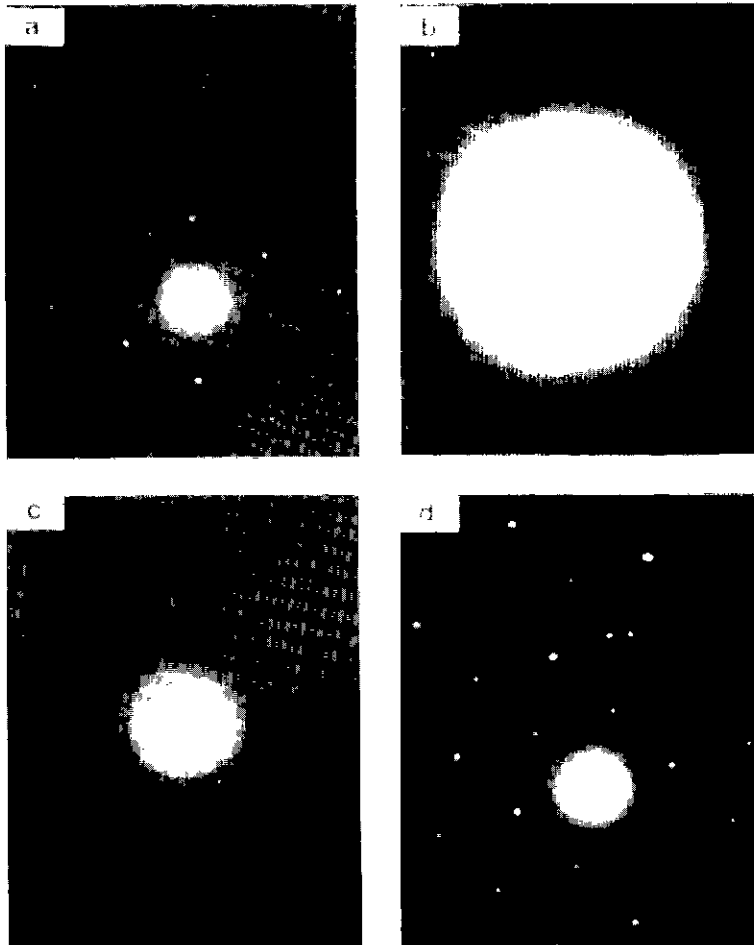
**Table 2.** Thermal Analysis Results on Zirconium Hydroxides as a Function of pH.

pH	Dehydration Temp of Structural Water by DTA( $^{\circ}C$ )	Crystallization Temp of Tetragonal $ZrO_2$ by DTA( $^{\circ}C$ )	Weight Loss by TG (%)
7	138	420.0	18.90
9	125	437.5	17.75
10	120	427.5	18.75
11	137	417.5	19.50

\*Theoretical Weight Loss of  $0.97Zr(OH)_2+0.03 \times 2Y(OH)_3$ , 13.12%

\*Theoretical Weight Loss of  $0.97Zr(OH)_4+0.03 \times 2Y(OH)_3$ , 22.14%

\*DTA/TG Heating Rate  $10^{\circ}C/min$



**Fig. 5.** TEM diffraction patterns of zirconium hydroxides as a function of pH. (a) pH=7, (b) pH=9, (c) pH=10 and (d) pH=11

수록 더 다공성이라는 사실을 알 수 있다.

침전물의 기공구조에 영향을 미치는 인자들<sup>2)</sup>로서는 다음과 같은 것을 생각할 수 있다.

1. 침전입자들의 입자크기분포
2. 침전입자들의 평균 배위수
3. 응집입자들 사이의 응축도
4. 세척 및 건조과정

세척 및 건조과정은 pH 변화에 관계없이 동일하므로 본 연구에서는 적용되지 않는다. 그러므로, 본 연구에서 침전물의 입자크기가 클수록 비표면적이 더 크게 나타난 것은 나머지 세가지 인자에 의하여 지배된다는 것을 알 수 있다. 따라서 수산화 지르코늄의 비표면적이 큰 것일수록 다음과 같은 세가지 가정을 하는 것이 가능하다.

1. 침전입자들을 구성하고 있는 일차입자들의 크기가 더 작다.
2. 침전입자들의 평균 배위수가 더 크다(즉, 평균 기공의 크기가 더 크다).
3. 응집입자들의 응축도가 더 작다(즉, H<sub>2</sub>O 함량이 많다.)

위의 세가지 가정중에서 응집입자들의 응축도는 간접적으로 Table 2에 나타난 중량감소로부터 추정할 수 있으나, 중량감소에서의 커다란 차이가 관찰되지 않으므로 수산화 지르코늄의 비표면적 차이는 주로 일차입자의 크기

와 침전입자의 평균 배위수 차이 때문이라 생각된다

Fig. 5는 pH 변화에 따른 수산화 지르코늄의 결정성을 나타낸 TEM 회절 분석 결과이며, Fig. 6은 이것을 근거로 도식적으로 나타낸 것이다. 또한, 시차 열분석에 의한 정방정 ZrO<sub>2</sub>의 결정화 온도와 열중량 분석에 의한 중량감소를 Table 2에 나타내었으며, 수산화 지르코늄의 대표적인 DTA와 TG 거동을 Fig. 7에 나타내었다.

수산화 지르코늄의 결정성은 pH가 7과 11인 경우가 9와 10인 경우에 비해서 더 크게 나타났으므로, 응집입자의 크기가 크고(Fig. 4), 결정수의 함량(Table 2)이 클수록(즉, 수산화 지르코늄의 구조가 Zr(OH)<sub>4</sub>구조에 가까울수록) 수산화 지르코늄의 결정성이 더 크게 나타났다. 그러나, pH 7과 11사이에서 pH 증가에 따라 수산화 지르코늄의 결정성 및 결정수의 함량이 계속 증가하지 않는 이유에 대해서는 현 연구단계에서는 확실하지 않다.

Table 2의 DTA 분석결과를 살펴보면, 수산화 지르코늄의 결정성이 클수록 구조 수의 탈수온도는 더 높게 나타났는데, 이것으로부터 수산화 지르코늄의 결정성이 클수록 Zr과 결합된 OH<sup>-</sup>기의 결합력이 더 크다는 사실을 알 수 있다. 또한, 수산화 지르코늄의 결정성이 클수록 정방정 ZrO<sub>2</sub>의 생성온도가 더 낮게 나타났다.

pH가 7인 조건에서 채조된 수산화 지르코늄의 DTA와 TG 분석결과인 Fig. 7에서 살펴보면, 정방정 ZrO<sub>2</sub>의 생성 후에 단사정 ZrO<sub>2</sub>로의 전이는 관찰되지 않았으며, 냉각시

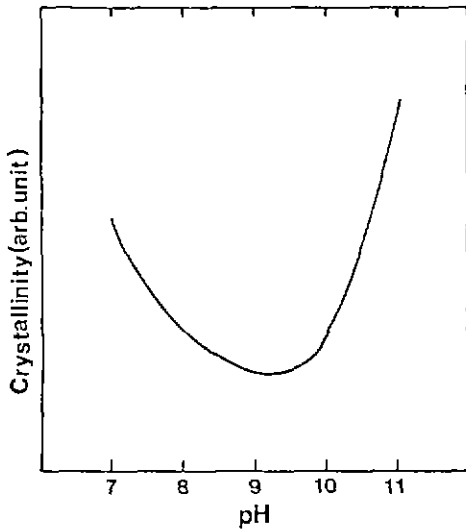


Fig. 6. Crystallinity of zirconium hydroxides predicted from TEM diffraction patterns as a function of pH.

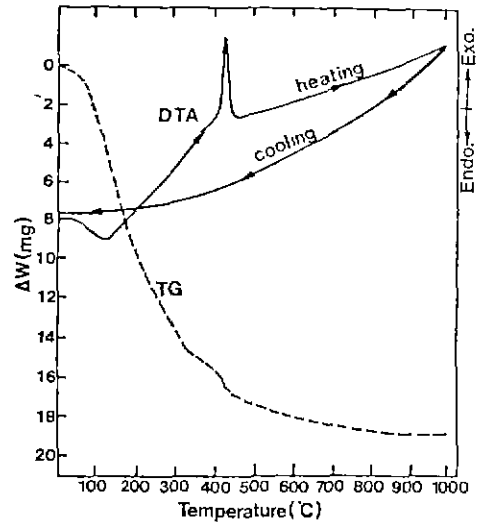


Fig. 7. Thermal analysis results on zirconium hydroxide of pH 7.

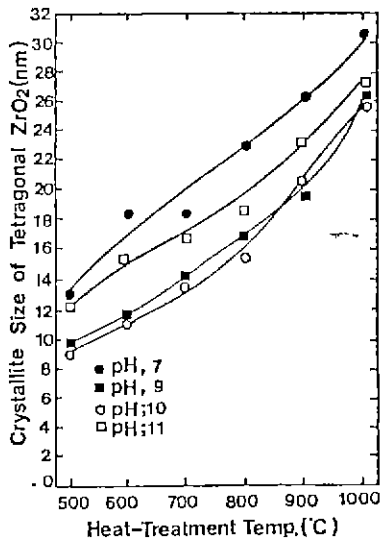
에도 단사정  $ZrO_2$ 로의 전이는 관찰되지 않았다. 그러므로, 본 연구에서 제조된 정방정  $ZrO_2$ 의 안정성이 매우 뛰어나다는 사실을 알 수 있다

본 연구에서 제조된 수산화 지르코늄을 열처리한 경우, 단사정  $ZrO_2$ 를 거치지 않고 정방정  $ZrO_2$ 로 결정화하는 이유는 안정화제 첨가에 의한 고용효과<sup>6)</sup>, 생성분체의 미세화에 의한 표면에너지효과<sup>8)</sup>로 설명될 수 있다.

Table 3에 각 pH 조건에서 제조된 수산화 지르코늄을 600°C에서 1시간 동안 하소하였을 때의 정방정  $ZrO_2$ 의 입도 및 비표면적을 나타내었다. 평균 입도는 약 0.6~0.8  $\mu m$  정도로 나타났으며, 비표면적은 약 45~70  $m^2/g$ 이었다.

**Table 3.** Particle Size Distributions and Specific Surface Areas of  $ZrO_2+3m/o Y_2O_3$  Powders Calcined at 600°C for 1h

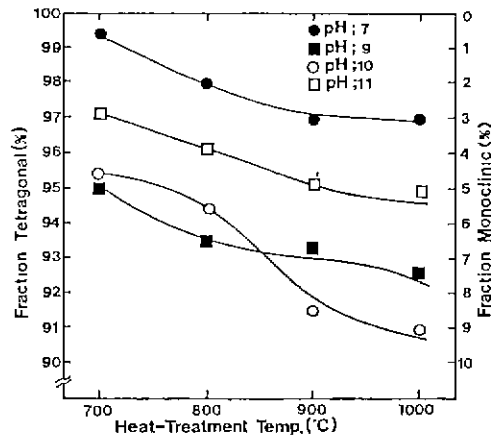
pH	Particle Size Range ( $\mu m$ )	Average Particle Size ( $\mu m$ )	Specific Surface Area ( $m^2/g$ )
7	0.28-1.60	0.74	45.6
9	0.40-2.76	0.79	68.7
10	0.36-2.97	0.77	70.7
11	0.30-2.99	0.60	59.4



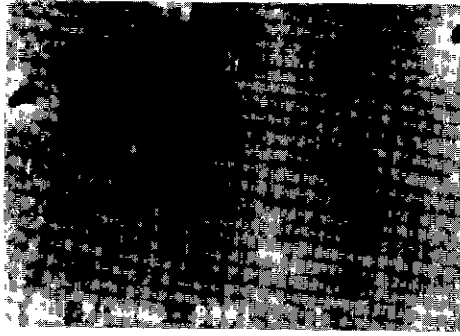
**Fig. 8.** Scherrer line broadening crystallite size of  $ZrO_2$  measured from tetragonal  $ZrO_2$  (101) line as a function of heat-treatment temperature; soaked for 1h at each temperature.

Fig. 8과 Fig. 9에 열처리 온도에 따른 정방정  $ZrO_2$ 의 결정립 크기의 변화와 정방정과 단사정  $ZrO_2$ 의 존재비를 나타내었다. 열처리온도가 증가함에 따라 정방정  $ZrO_2$ 의 결정립 크기는 증가하였으며, 정방정  $ZrO_2$ 에서 단사정  $ZrO_2$ 로의 전이량이 증가되었다. 그러나, pH가 7과 11인 조건의 결정립 크기가 pH가 9와 10인 조건에 비하여 더 큼에도 불구하고 정방정  $ZrO_2$ 의 존재량이 더 크게 나타난 것은 Table 3에서 보듯이  $ZrO_2$ 입자의 평균입자 크기가 더 작기 때문으로 생각된다. 특히, pH가 7인 조건에서 결정립 크기가 가장 큼에도 불구하고 정방정  $ZrO_2$ 의 안정성이 가장 크게 나타난 것은 입도분포가 미세한 입자쪽으로 주로 분포되어 있기 때문으로 생각된다. 또한, pH가 7과 11인 조건의 결정립 크기가 크게 나타난 것은 Table 2에서 보듯이 pH가 9와 10인 조건에 비해서 정방정  $ZrO_2$ 가 먼저 생성되기 때문으로 생각된다.

일반적으로 정방정  $ZrO_2$ 와 입방정  $ZrO_2$ 가 공존할 경우 X선 회절에서는 회절각  $2\theta$ 가 72~76°인 범위에서 두 상을 구별하는 방법을 쓰는데, 입방정  $ZrO_2$ 가 미량 존재할 때에는 X선 회절에 의하여 입방정  $ZrO_2$ 를 확인한다는 것은 상당히 힘들다. Fig. 1에 나타내었듯이 pH가 7인 조건에서 제조된  $ZrO_2+3m/o Y_2O_3$ 계 분체에서는 X선 회절 분석상으로는 입방정  $ZrO_2$ 가 검출되지 않았다. 그러나, 본 연구에서는 좀 더 자세히 입방정  $ZrO_2$ 의 존재여부를 확인하기 위하여 pH가 7인 조건에서 제조된  $ZrO_2+3m/o Y_2O_3$ 계 분체를 소결하여 SEM으로 미세구조를 확인하는 간접방법을 병행하였다.



**Fig. 9.** Tetragonal-to-monoiclinic  $ZrO_2$  ratio as a function of heat-treatment temperature.



Properties of Y-TZP

Bending Strength, MPa		700
Fracture Toughness, MPa · m <sup>1/2</sup>		9.4
Relative Density, %		96
Tetragonal, Monoclinic	A	100 : 0
	P	95 : 5
	F	57 : 43
Hardness, GPa		11.2

Fig.10. SEM micrograph and properties of Y-TZP sintered at 1500°C for 2h. K<sub>IC</sub> value was calculated by Charles and Evans equation  
A : As-fired surface, P Polished surface, F : Fractured surface.

일반적으로, TZP 기지내에 입방정 ZrO<sub>2</sub>가 존재한다면 입방정 ZrO<sub>2</sub>는 TZP 기지와는 다른 contrast 를 갖는 회색의 색상을 나타낸다고 Kihara<sup>9)</sup> 등이 보고한 바 있다. Kihara 등은 투과형 전자현미경(TEM)으로 전자선회절 morphology 에 입방정 ZrO<sub>2</sub> 특유의 용존산소에 의한 산란 산란의 유무로 결정하였는데, 회색의 색상을 나타내는 결정립의 전자선회절 morphology 에 산란산란이 확인되어 이 회색의 상이 입방정 ZrO<sub>2</sub>라는 것이 판명되었다.

Fig 10에 pH 가 7인 조건에서 제조된 ZrO<sub>2</sub>+3m/o Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>계 분체를 1500°C에서 2시간 동안 공기중에서 소결한 Y-TZP 소결체의 미세구조와 특성을 나타내었다. Y-TZP 기지에 Kihara 등이 보고한, 기지와는 다른 contrast 를 갖는 회색의 결정립이 관찰되지 않았으므로, 본 연구에서 제조한 ZrO<sub>2</sub>+3m/o Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>계 분체는 거의 정방정 ZrO<sub>2</sub>라는 사실을 알 수 있다

이상의 결과로부터, 본 연구범위에서는 정방정 ZrO<sub>2</sub>의 안정성은 pH 가 7인 조건에서 제조된 ZrO<sub>2</sub>+3m/o Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>계 분체가 가장 우수한 것으로 나타났다.

#### 4. 결 론

- 1) 수산화 지르코늄은 Zr(OH)<sub>4</sub> 구조에 가까울수록 결정성이 크고, 정방정 ZrO<sub>2</sub>의 생성은 도도 낮았다.
- 2) 입방정 ZrO<sub>2</sub>는 생성되지 않았으며, pH 가 7인 조건에서 제조되었을 때 정방정 ZrO<sub>2</sub>의 안정성이 가장 우수하였다.
- 3) 수산화 지르코늄을 600°C에서 1시간 동안 하소하여 제조된 정방정 ZrO<sub>2</sub>의 평균 입도 및 비표면적은 각각 0.6-0.8 μm 와 45-70 m<sup>2</sup>/g 이었다

#### REFERENCES

1. A. Clearfield, "Crystalline Hydrated Zirconia," *J. Inorg. Chem.*, **3** (1) N 146-147 (1964)
2. A.R. Burkiun, H. Saricimen and B.C.H. Stelle, *Trans. J. Brit. Ceram. Soc.*, **79**, 105-108 (1980).
3. V.S. Stubican et al., "Phase Equilibria and Ordering in the System ZrO<sub>2</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>," *J. Am. Ceram. Soc.*, **61** (1-2) 17-21 (1978).
4. R.C. Garvie and P.S. Nicholson, "Phase Analysis in Zirconia System," *J. Am. Ceram. Soc.*, **56** (6) 303-305 (1972)
5. B.D. Cullity, *Elements of X-Ray Diffraction*, pp.284-285, Addison-Wesley Publishing Co. Inc., 1978
6. E.D. Whitney, "Effect of Pressure on Monoclinic-Tetragonal Transition of Zirconia. Thermodynamics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **45** (12) 612-613 (1962).
7. E. Crucean and B. Band, "Calcination of Zirconia Gels," *Trans. J. Brit. Ceram. Soc.*, **79**, 58-64 (1979).
8. R.C. Garvie, "The Occurrence of Metastable Tetragonal Zirconia as a Crystallite Size Effect," *J. Phy. Chem.*, **69**, 1238 (1965).
9. M. Kihara, T. Ogata, K. Nakamura and K. Kobayashi, "Effects of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Addition on Mechanical Properties and Microstructures of Y-TZP," *Yogyo-Kyokai-Shi*, **96** (6) 646-653 (1988).