Journal of the Korean Ceramic Society
Vol. 30, No. 1, PP 62~68, 1993.

상온 반복압축 후 가압소결에 의한 알루미나 분말의 소결특성
-치밀화와 결정립 성장 및 파괴인성-

손건석 · 서 정 · 백성기* · 김기태
포항공과대학 기계공학과, *재료 · 금속공학과
(1992년 11월 25일 접수)

Sintering Characterization of Alumina Powders by Hot Pressing after Cold Cyclic Compaction
-Densification, Grain-Growth and Fracture Toughness-

G.S. Son, J. Suh, S.K. Baik* and K.T. Kim
Department of Mechanical Engineering,
*Department of Materials Science and Engineering
Pohang Institute of Science and Technology Pohang 790-600, Korea
(Received November 25, 1992)

요 약

알루미나 분말을 상온에서 반복압축을 한 후 가압소결하여 분말의 치밀화, 소결체의 결정립 크기 및 파괴인성을 조사하고 반복 압축과정이 없는 기존의 가압소결법에 의한 실험결과와 비교하였다. 상온 반복압축 후 가압소결은 기존의 가압소결법에 비해 가압소결시의 더 높은 치밀화와 가압소결시간을 줄이는데 효과적이었으며, 이는 상온 반복압축이 분말의 재배열을 촉진하여 충진밀도가 증가하기 때문임을 알 수 있었다. 소결체의 결정립의 크기는 단지 밀도와의 관계가 있었으며, 가압소결시의 치밀화는 격자확산이 지배적임을 알 수 있었다. 상온 반복압축 후 가압소결과 기존의 가압소결법에 의한 결정립 크기, 치밀화 기구 및 파괴인성의 실험치들의 비교로부터 낮은 상온 반복 압축력은 알루미나 분말의 파쇄에 미치는 영향이 거의 없음을 예측할 수 있었다.

ABSTRACT

Densification of alumina powder, grain size and fracture toughness of sintered body by hot pressing after cold cyclic compaction were investigated and compared to traditional hot pressing process (without cold cyclic compaction). To achieve a higher densification and to reduce the hot pressing time, hot pressing after cold cyclic compaction was more efficient compared to traditional hot pressing. This phenomenon resulted from the increment of packing density by the acceleration of rearrangement of powders under cold cyclic compaction. The grain size of sintered body was only dependent on relative density, and densification during hot pressing was governed by the lattice diffusion. Comprisons of grain size, densification mechanism and fracture toughness resulted from hot pressing after/without cold cyclic compaction showed that a low cyclic pressure may not effect on the fragmentation of alumina powders.

1. 서 론

세라믹스는 내화성, 경도, 고온강도와 양호한 열충격성 등의 기계적 · 열적 우수성을 가지고 있으므로 산업의 여러 분야에서 사용되고 있다. 세라믹스의 제조법으로는 상압소결법(pressureless sintering)과 가압소결법(hot pressing) 및 열간 등가압 소결법(hot isostatic pressing or HIP) 등이 있다. 상압소결법은 치밀한 소결체를 얻기 위해서 상당량의 첨가제와 긴 소결시간이 필요하며, 첨가제의 영향과 입자(grain)의 과대성장으로 소결체의 기계적 물성이 저하될 수 있다[1]. 열간 등가압 소결은 등방성의 소결체를 단시간내에 얻을 수 있는 장점이 있

으나, 분말 성형체의 상대밀도(성형체 밀도/이론밀도)가 0.9 이하인 경우에는 고융점의 유리 또는 금속캔을 사용해야 하며, 장비가 고가인 단점이 있다.

분말상태로부터 비교적 단시간내에 치밀한 소결체를 얻는 방법으로는 금형을 사용한 가압소결법이 이용된다[2]. 세라믹 분말의 가압소결에서는 흑연 금형이 가장 많이 사용되나, 금형에 가할 수 있는 압력이 제한되기 때문에 소결 초기단계의 밀도를 높히기가 힘들며 이는 소결시간에 영향을 미칠 수 있다. 최근에는 소결전 성형체의 밀도를 높힘으로서 소결시간과 첨가제의 양을 줄이고 소결시의 수축량을 줄이기 위해 진동성형법[3]과 반복압축법[4-7] 등이 연구되었다. 특히, 김기태 등[7]은 금형을 이용하여 알루미나 분말을 상온에서 반복압축을 하여 높은 성형압으로 1회 압축하기보다는 낮은 압력으로 반복압축하는 것이 알루미나 분말의 치밀화에 효과적임을 보였다.

본 논문에서는 김기태 등[7]의 실험결과를 근거로 하여 알루미나 분말을 상온에서 반복압축을 한 후 가압소결하여 분말의 치밀화와 소결체의 결정립 크기 및 파괴인성을 조사하고 반복압축 과정이 없는 기존의 가압소결법의 결과와 비교하였다. 가압소결시의 치밀화 기구는 Rahaman과 Jonghe[8-10]가 제안한 치밀화 속도식(densification rate equation)을 근거로 하여 고찰하였다. 또한, 알루미나 소결체의 파괴인성치는 SENB(single edge notched beam) 시편을 사용한 4점 굽힘실험으로부터 구하였다.

2. 실 험

2.1. 실험재료와 장치

본 실험에서는 상업용 알루미나 분말(AL-160SG-1, Showakeikinzoku Co., Japan)을 사용하였다. Table 1은 알루미나 분말의 물리적 성질과 화학적 성분을 나타낸다

알루미나 분말의 가압소결 실험에는 MTS 재료 시험기에 진공소결로를 부착한 실험장치를 사용하였다. 정하중과 반복하중 및 반복속도는 재료시험기의 console에 부착된 microprofiler로 제어하였다. 금형과 상부펀치 및 하부기저는 고온에서 하중에 잘 견디는 흑연으로 제작하였으며, 상부 및 하부 램(ram)은 고온 반복압축에 견딜 수 있는 몰리브덴으로 제작하였다. 금형의 외경과 내경은 각각 95.0±0.01 mm와 55.0±0.01 mm이며, 높이는 60.0 ±0.01 mm이다.

2.2. 실험방법 및 조건

Table 1. Characterization of Alumina Powder

Characterization of Alumina Powder	Value
Fired density (fired at 1550℃ at 2 hr, g/cm^3)	3.90
Mean particle size (μm)	0.4
Specific surface area (m^2/g)	7.0
Impurities (wt, %)	
Loss of ignition	0.60
Fe_2O_3	0.01
SiO_2	0.03
Na_2O	0.06
MgO	0.05

알루미나 분말을 정밀한 저울로 100±0.001 g을 달아서 금형내부에 부어 넣는다. 하부기저와 상부펀치가 장진된 상태에서의 충진된 분말의 초기높이는 35.97±0.001 mm로 항상 일정하게 실험하였으며, 이 상태에서 알루미나 분말만의 겉보기 밀도는 1.17 g/cm^{3}이다.

Fig. 1은 본 논문에서 이용한 가압소결(상온 반복압축-열간 정압축)의 실험조건을 나타낸다. 여기서, 실선은 온도를 나타내며, 점선은 하중을 나타낸다 소결온도(T_{hold})는 1550℃ 이며, 승온과 냉각속도는 각각 +10℃/min, −10℃/min이다. 하중은 상온(≈20℃)에서 최고 반복압축력 P_c로 사인파형의 반복압축을 한 후 온도를 소결온도까지 승온하여 정압축력 P_s로 가압하여 소결시간까지 일정하게 유지하였다. 상온 반복압축 횟수는 반복압축의 효과가 확실히 나타나기 시작하는 100회로 하였으며[7], 반복속도는 1/3 Hz, 제하(unloading)는 0 MPa까지 하였다. 실험중 진공은 항상 10^{-4} torr 이상을 유지하였다.

알루미나 소결체의 밀도는 가압소결 후 소결체를 상온으로 냉각한 후 금형에서 꺼내어 무게와 체적을 측정하여 구하였으며, 상대밀도는 알루미나 소결체 밀도와 알루미나의 이론밀도(3.987 g/cm^3)의 비로 나타내었다. 소결체의 결정립 크기는 연마한 후 1200℃ 에서 1시간 동안 열적 부식하여 주사전자현미경(SEM)으로 관찰하였다.

알루미나 소결체의 파괴인성치는 소결체를 SENB(single edge notched beam) 굽힘시편으로 제작하여 4점 굽힘실험으로 구하였다. Fig. 2는 SENB 시편의 개략도이다. 여기서 L은 시편의 길이, b는 시편의 폭, h는 시편의 높이, a와 w는 각각 노치(notch)의 깊이와 폭을 나타낸다. 시편은 소결체를 다이아몬드 휠을 사용하여 #400, #800과 #1000의 순으로 연마한 후 L=45 mm,

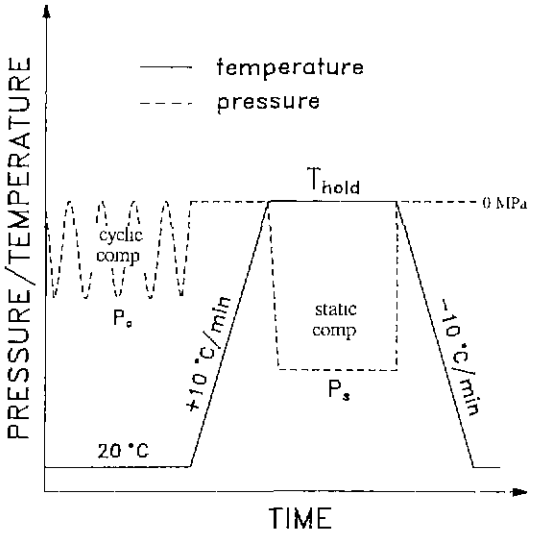

Fig. 1. Loading and temperature conditions used for hot pressing process.

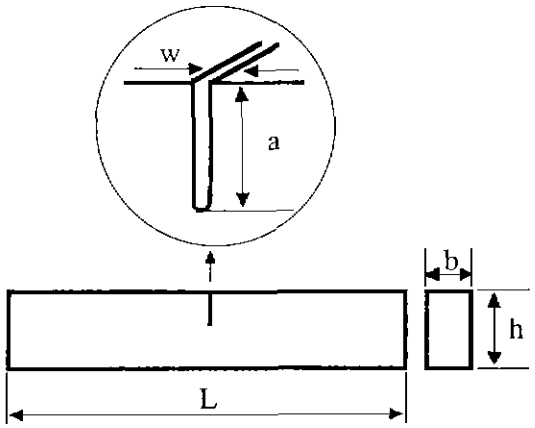

Fig. 2. Specimen geometry of single edge notched beam specimen.

b=5 mm, h=12 mm의 굽힘시편으로 절삭하였다. 노치는 초음파 절삭기(Ultrasonic cutting machine)로 가공하였다. 노치의 폭은 w=450~550 μm, 노치의 깊이는 a=0.31~0.36 h이다. 파괴인성 실험은 MTS 재료 시험기에 외부스팬(outer span)과 내부스팬(inner span)이 각각 40 mm와 20 mm인 MTS 4점 굽힘장치를 부착하여 행하였다. 축방향 변위속도는 MTS 재료시험기의 console에 부착된 microprofiler를 사용하여 0.1 mm/min로 제어하였다.

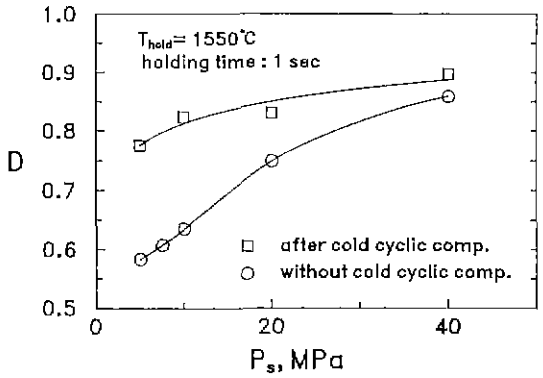

Fig. 3. Pressure vs. relative density relations for alumina powder by hot pressing for 1 sec after/without cold cyclic compaction.

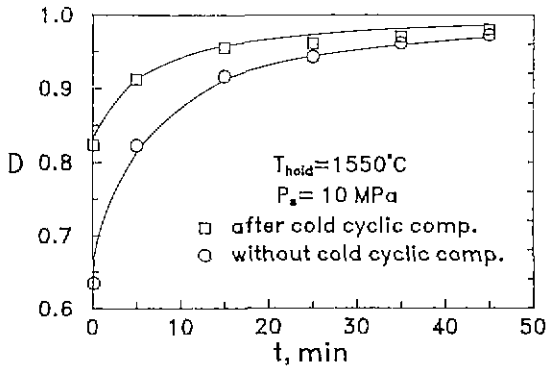

Fig. 4. Relative density vs. time relations for alumina powder by hot pressing after/without cold cyclic compaction.

3. 실험결과 및 고찰

3.1. 가압소결의 치밀화 거동

일반적으로 가압소결과정의 초기단계의 치밀화는 가해진 하중에 기인한 입자들의 파쇄와 미끄러짐을 치밀화 기구로 하는 재배열 단계로 볼 수 있으며, 수초 안에 이루어진다[2,11,12]. Fig. 3은 상온 반복압축 후 가압소결과 기존의 가압소결법으로 1550℃에서 1 sec 동안 가압소결한 알루미나 분말 소결체의 상대밀도 D와 열간 정압축력 P_s의 관계를 나타내며, 가압소결의 초기단계이다. 실험치 □은 P_c=5 MPa과 1/3 Hz로 100회 상온 반복압축한 후 여러 정압축력으로 가압소결한 시편의 가압소결 초기의 상대밀도이다. 실험치 ○는 상온 반복압축과정없이 여러 정압축력으로 가압소결하는 기존의 가압소결법

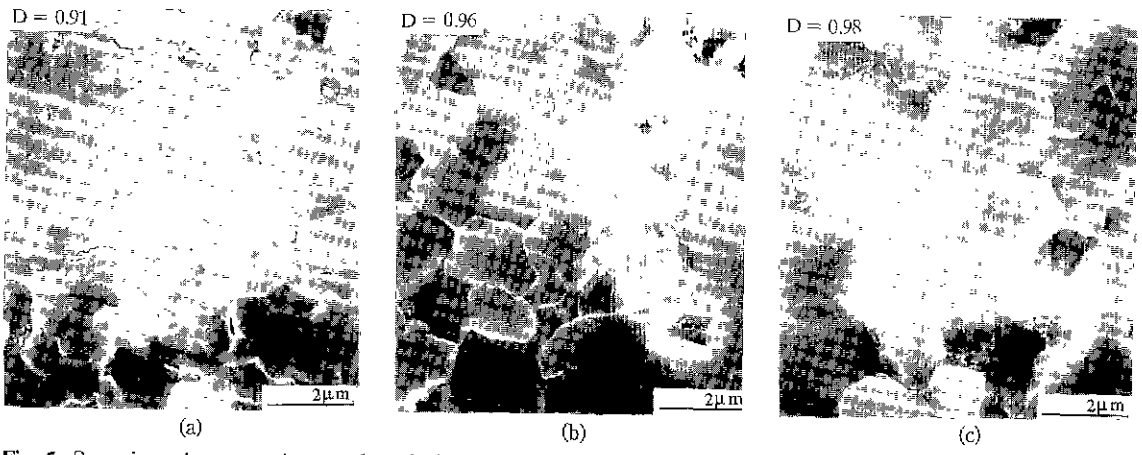

Fig. 5. Scanning electron micrographs of sintered alumina by hot pressing after cold cyclic compaction.

에 의한 시편의 가압소결 초기의 상대밀도를 나타낸다. 여기서 상온 반복압축이 없는 기존의 가압소결법에 비해 낮은 압축력으로 상온 반복압축 후 가압소결하는 것이 가압소결의 초기단계의 치밀화의 향상을 위해서 효과적임을 알 수 있으며, 이는 상온에서 반복압축하는 것이 입자들의 재배열을 촉진하여[7] 가압소결전의 분말의 충진밀도를 증가시키기 때문이라고 설명될 수 있다.

Fig. 4는 상온 반복압축 후 가압소결과 기존의 가압소결법에 의한 소결시간에 따른 알루미나 분말의 치밀화 거동의 비교를 나타낸다. 실험치 □는 상온에서 P_c=5 MPa과 1/3 Hz로 100회 반복압축한 후 온도를 승온하여 1550℃를 유지한 상태에서 정압축력 P_s=10 MPa로 가압소결한 소결체의 소결시간에 따른 상대밀도를 나타낸다. 실험치 ○는 상온 반복압축 과정이 없이 1550℃에서 정압축력 P_s=10 MPa로 가압소결한 소결체의 시간에 따른 상대밀도를 나타낸다. 소결체의 상대밀도는 소결시간에 비례하여 증가함을 알 수 있으며, 시간이 경과함에 따라 입자들의 재배열에 의해 치밀화가 급격히 일어나는 초기단계를 마치고 가해진 하중에 의해 강화된 확산(diffusion)에 의해 소결과 치밀화가 이루어짐을 나타낸다[2,11,12]. 또한, 상온 반복압축 후 가압소결에서는 소결시간 t=15분에 상대밀도 D=0.95 이상의 치밀화가 이루어졌으며, 기존의 가압소결법에서는 30분 정도가 경과해야 함을 알 수 있다. 이는 상온 반복압축 과정에서 입자의 재배열 촉진으로 인한 충진밀도의 상승이 접촉 입자간의 접촉 면적을 증가시키고, 접촉 입자들간의 중심거리를 감소시켜 가압소결이 가속화된 것으로 해석할 수 있다.

3.2. 결정립 성장

Fig. 5는 주사전자현미경(SEM)으로 관찰한 가압소결체의 결정립을 나타낸다. Fig. 5(a), (b) 및 (c)는 상온에서 P_c=5 MPa로 반복압축한 후 1550℃에서 정압축력 P_s=10 MPa로 각각 5, 25, 45분간 가압소결한 소결체를 나타내며, 상대밀도 D는 각각 0.91, 0.96 및 0.98이다. 소결체의 밀도가 증가함에 따라 결정립이 성장함을 알 수 있다.

Fig. 6은 상온 반복압축-가압소결법과 기존의 가압소결법에 의한 시편의 결정립 크기 G와 상대밀도 D의 관계를 나타낸다. 결정립 크기 G는 미세연마한 시편의 표면에서 일직선이 입계와 만나는 교점거리로부터 구한 결정립 크기의 평균치 G_x와 다음 식[13]으로부터 구하였다.

$$G = 1.56G_x \quad (1)$$

실험치 □는 상온에서 P_c=5 MPa과 1/3 Hz로 100회 반복압축한 후 1550℃에서 정압축력 P_s=10 MPa로 가압소결한 시편의 결정립 크기를 나타낸다. 실험치 ○는 상온 반복압축과정없이 1550℃에서 정압축력 P_s=10 MPa로 가압소결한 시편의 결정립 크기를 나타낸다. 두 가압소결법에 의한 결정립 크기는 소결하는 방법에 관계없이 다만 밀도와 밀접한 관계가 있음을 알 수 있다. 또한, Lange와 Kellett[14] 및 Bruch[15]는 결정립의 성장이 온도와 시간의 경로와 무관하며, 단지 밀도의 함수임을 보고했다. Fig. 6의 실선은 본 논문에서 경험적으로 구한 다음 식의 계산치를 나타낸다.

$$G = k_1 \ln\left(\frac{1}{1-D}\right) + k_2 \quad (2)$$

여기서 길이 차원을 갖는 k_1과 k_2는 각각 0.54와 0.2이며, 실험치와 식 (2) 및 BMDP 통계소프트웨어[16]를 이용하여

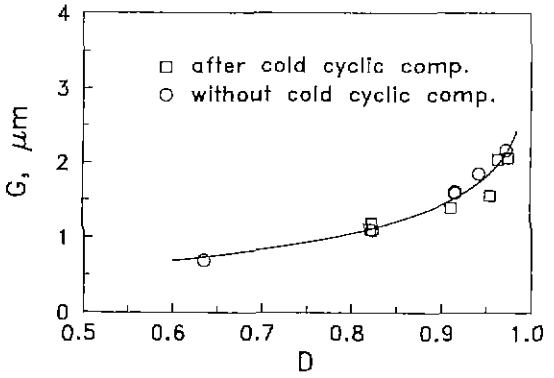

Fig. 6. Grain size vs. relative density relations for sintered alumina by hot pressing after/without cold cyclic compaction. Solid curve is obtained from Eq. (2) with $k_1=0.54$ and $k_2=0.2$.

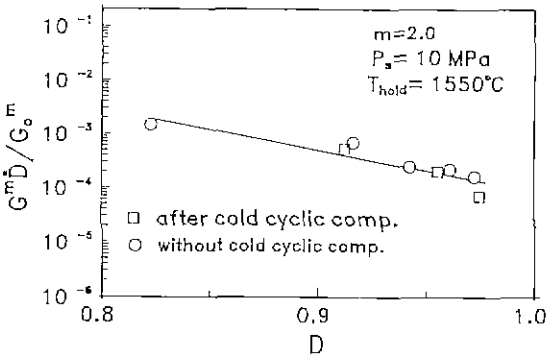

Fig. 7. Grain size compensated densification rate, $G^2\dot{D}/G_o^2$, vs. relative density.

구하였다. 상온 반복압축-가압소결과 기존의 가압소결법에 의한 결정립 성장을 같은 식으로 표현할 수 있음은 소결시 입계에너지 감소 기구가 같음을 의미하며, 이에 대해 3.3절에서 이론적 해석을 하였다.

3.3. 치밀화 기구의 해석

기존의 가압소결에 의한 세라믹 분말의 치밀화를 나타내기 위해 여러 식들이 제안되었다. 그중 최근에 주목을 받고 있는 식은 Rahaman과 Jonghe[8-10]가 제안한 식으로 다음과 같다.

$$\dot{D}=\frac{BD_d\Omega}{k_BT}\frac{\Sigma}{G^m}e^{g(1-D)(m-1)/2} \tag{3}$$

여기서 $\dot{D}$는 상대밀도의 시간변화율, B는 기하학적으로 결정되는 상수, D_d는 확산계수, Ω는 분자부피, k_B는 볼쯔만 상수, T는 절대온도, Σ는 소결 구동력(driving force), G는 결정립 크기(grain size), a는 이면각(dihedral angle)의 평형으로부터 구하는 상수이다. 상수 m은 치밀화 기구의 특성에 의해 결정된다. 즉, 상수 m=2이면 격자확산기구(lattice diffusion, Nabaro-Herring creep)에 의한 치밀화를, m=3이면 입계확산기구(grain-boundary diffusion, Coble creep)에 의한 치밀화를 나타낸다. 또한, Rahaman과 Jonghe[8-10]는 식 (3)으로부터 $\log(G^m\dot{D}/G_o^m)$과 상대밀도 D의 관계가 선형적으로 나타남을 보였다. 여기서 G_o는 초기밀도차에 의한 결정립 성장의 영향을 제거하기 위해 사용되는 가압소결의 초기단계의 결정립 크기를 나타낸다.

Fig. 7은 상온 반복압축 후 가압소결과 기존의 가압소결법에 의한 $G^m\dot{D}/G_o^m$과 상대밀도 D와의 관계를 나타낸다. 여기서, G_o는 소결시간 t=1 sec에서의 결정립 크기이다. m=2.0인 경우에 초기밀도가 다른 두 가압소결법에 의한 실험치가 공통 기울기를 가지므로 동일한 정압축력 P_s=10 MPa에 의한 소결 구동력이 같음을 알 수 있다. 또한, 본 논문의 가압소결 실험조건(G=0.6~2.3 μm, T_{hold}=1550℃)에서 알루미나 분말의 치밀화 기구는 빈자리(vacancy)가 넥크(neck)에서 격자를 통해 이동하여 입계에서 소멸되는 격자확산(lattice diffusion)이 지배적임을 알 수 있다[17].

3.4. 파괴인성치

알루미나 소결체의 SENB 시편의 4점 굽힘실험에서 파괴인성치 K_{IC}는 Brown과 Srawley[18]가 제안한 다음 식으로부터 구하였다.

$$K_{IC}=\frac{3Fe\sqrt{\pi a}}{bh^2}Y \tag{4}$$

$$Y=1.12-1.39(a/h)+7.32(a/h)^2$$
$$-13.1(a/h)^3+14.0(a/h)^4$$

여기서 F는 시편에 작용한 하중, e는 4점 굽힘실험 장치의 외부 스팬과 내부 스팬 길이 차의 1/2을 나타내며, 본 논문에서 e=10 mm이다.

Table 2는 SENB 시편의 노치 깊이와 시편의 높이의 비 a/h, 노치의 폭 w, 결정립의 크기 G, 시편의 상대밀도 D 및 파괴인성치 K_{IC}를 나타낸다. S#는 1550℃에서 정압축력 P_s=10 MPa로 가압소결한 후 노치를 가공한 시편을 나타낸다. CS#는 상온에서 P_c=5 MPa로 반복압축한 후 1550℃에서 정압축력 P_s=10 MPa로 가압소결한 후 노치를 가공한 시편을 각각 나타낸다. 상온 반복압축 후 가압소결에 의한 소결체의 파괴인성치는 기

Table 2. Fracture Toughness of Hot Pressed Alumina

Specimen No.	notch depth /specimen height a/h, mm	notch width w, μm	grain size G, μm	rel. density D	K_{IC} MPa $m^{1/2}$
S1	0.35	500	2.3	.986	5.27
S2	0.35	472	2.3	.984	6.10
CS1	0.31	560	2.3	.982	6.73
CS2	0.33	508	2.3	.978	5.79
CS3	0.36	648	2.3	.982	5.60
CS4	0.36	564	2.3	.986	4.87

존의 가압소결법과 비슷한 값을 가짐을 알 수 있다. 상온 반복압축시에는 압축력에 의한 분말의 파쇄가 재배열을 촉진하는 하나의 현상으로 고려될 수 있으며[2,11,12] 분말의 심한 파쇄는 결정립 성장과 치밀화 기구에 영향을 미칠 수 있다. 또한, 분말의 파쇄에 따른 국부적인 미세결함의 형성은 파괴인성에도 영향을 미칠 수 있다. 그러나, 상온 반복압축 후 가압소결과 기존의 가압소결법에 의한 결정립 크기, 치밀화 기구와 파괴인성의 실험치들의 비교로부터 거의 비슷한 결과를 얻을 수 있었으며, 이로부터 P_c=5 MPa 정도의 낮은 상온 반복압축력이 알루미나 분말의 파쇄에 미치는 영향이 없음을 예측할 수 있다. 또한, 이러한 결과는 본 논문에서 사용한 분말의 크기가 미세하기 때문에 나타날 수 있으며, 이에 대한 정확한 해석을 하기 위해서는 상온 압축력의 크기 및 입자의 크기에 따른 실험이 추가되어져야 할 것이다.

4. 결 론

상온 반복압축 후 가압소결에 의한 알루미나 분말의 치밀화와 소결체의 결정립 크기 및 파괴인성을 조사하고 상온 반복압축 과정이 없는 기존의 가압소결법에 의한 실험결과와 비교하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) 상온 반복압축 후 가압소결은 기존의 가압소결법에 비해 알루미나 분말의 더 높은 치밀화와 가압소결시간을 줄이는데 효과적이었다. 이는 상온에서 반복압축하는 것이 입자들의 재배열을 촉진하여 가압소결전의 분말의 충진밀도를 증가시키기 때문임을 알 수 있었다.

(2) 소결체의 결정립 크기는 단지 밀도만의 함수로 나타낼 수 있었으며, 결정립 크기가 보정된 치밀화 속도식을 근거로 하여 가압소결시의 치밀화 기구는 격자확산이 지배적임을 알 수 있었다.

(3) 상온 반복압축 후 가압소결과 기존의 가압소결법에 의한 결정립 크기, 치밀화 기구와 파괴인성의 실험치들의 비교로부터 낮은 상온 반복압축력이 알루미나 분말의 파쇄에 미치는 영향이 없음을 예측할 수 있었다.

REFERENCES

1. E. Dorre and H. Hübner, Alumina, Ed. by B. Ilschner and N.J. Grant, 49-69, Springer-Verlag, New York, 1984.
2. R C. Rossi and R.M. Fulrath, "Final Stage Densification in Vacuum Hot-Pressing of Alumina," *J. Am. Ceram. Soc*, **48**, 558-564 (1965).
3. W.C. Bell, R.d. Dillender, H.R. Lominac and E.G. Manning, "Vibratory Compacting of Metal and Ceramic Powders," *ibid.*, **38**, 396-404 (1955).
4. Y. Matsuo, T. Nishimura, K. Jinbo, K. Yasupa and S. Kimura, "Development of Cyclic-CIP and its Application to Powder Forming," *J. Ceram. Soc. Jpn*, **95**, 1226-1231 (1987).
5. T. Nishimura, K. Kubo, K. Jinbo, Y. Matsuo and S. Kimura, "Forming of Ceramic Powders by Cyclic-CIP-Effect of Frequency," *ibid.*, **98**, 1368-1371 (1990).
6. T Nishimura, K. Jinbo, Y. Matsuo and S. Kimura, "Forming of Ceramic Powders by Cyclic-CIP-Effect of Bias Pressure," *ibid.*, **98**, 735-738 (1990).
7. 김기태, 손건석, 서 정, "반복압축하의 응집된 알루미나 분말의 치밀화," 한국요업학회지, **29**, 136-142 (1992).
8. M.N. Rahaman and L.C. De Jonghe, "Creep-Sintering of Zinc Oxide," *J. Mater. Sci.*, **22**, 4326-4330 (1987).
9. M.N Rahaman and L.C. De Jonghe, "Effect of Shear Stress on Sintering," *J. Am. Ceram Soc.*, **69**, 53-58 (1986).
10. L.C. De Jonghe and M.N. Rahaman, "Sintering Stress of Homogeneous and Heterogeneous Powder Compacts," *Acta. Metall.*, **36**, 223-229 (1988).
11. R.L. Coble, "Diffusion Models for Hot Pressing with Surface Energy and Pressure Effects as Driving Force," *J. Appl Phys.*, **41**, 4798-4807 (1970).
12. L. Bower, R.J. Weston, T.G. Carruthers and R.J.

Brook, "Hot-Pressing and the α-β Phase Transformation in Silicon Nitride," *J Mater Sci.*, **13**, 341-350 (1978).
13. R.L. Fullman, "Measurement of Particle Sizes in Opaque Bodies," *J. Met.*, **5**, 447-452 (1953).
14. F.F. Lange and B.J. Kellet, "Thermodynamics of Densification: II, Grain Growth in Porous Compacts and Relation to Densification," *J Am. Ceram. Soc.*, **72**, 735-741 (1989).
15. C.A. Bruch, "Sintering Kinetics for the High Density Alumina Process," *Am. Ceram Soc. Bull.*, **41**, 799-806 (1962).
16. BMDP Statistical Software Manual. Ed. by W.J. Dixon. pp. 200, University of California Press, Berkeley, 1985.
17. M.P. Harmer and R.J. Brook, "The Effect of MgO Additives on the Kinetics of Hot Pressing in Al_2O_3," *J. Mater. Sci.*, **15**, 3017-3024 (1980).
18. W.F. Brown, Jr. and J.E. Srawley, "Plane Strain Crack Toughness Testing of High Strength Metallic Materials," ASTM, STP 410, Philadelphia, 1966.