

Gel-Casting으로 제조한 알루미나 성형체의 건조와 미세구조

오창준 · 이홍림

연세대학교 공과대학 세라믹공학과
(1994년 7월 26일 접수)

Microstructures and Drying of the Alumina Green Body by the Gel-Casting Method

Chang Joon Oh and Hong Lim Lee

Dept. of Ceramic Engineering, College of Engineering,
Yonsei University, Seoul Korea
(Received July 26, 1994)

요 약

gelcasting으로 제조한 알루미나 성형체가 균일한 미세구조를 갖도록 하는 중간변수들인 분산과 건조 및 유기물의 burn-out에 관하여 고찰하였다. 알루미나 분말의 함량을 55 vol%, 성형체의 구조를 형성하는 유기물은 5 wt%를 첨가하였고, polyelectrolyte를 분산제로 0.28 wt% 첨가하는 것을 최적 분산 조건으로 하는 slip를 제조하였다. 상온에서 상대습도를 85% 이상으로 하여 성형한 시편의 건조속도를 조절하였다. 건조를 마친 시편을 승온속도를 달리하면서 유기물을 burn-out시켜 미세구조에 미치는 영향을 관찰하였다. gelcasting으로 제조한 시편은 건조속도가 일정한 구간이 나타나지 않았으며, 승온속도를 50°C/h로 유기물 burn-out을 하여 균일한 미세구조를 유지할 수 있었다. 시편을 1600°C에서 2시간 소결하여 상대밀도 99% 이상의 치밀한 소결체를 얻을 수 있었다.

ABSTRACT

The effects of the dispersion, drying, and binder burning-out on the green-microstructures of gelcasted alumina were studied. The slip consisting of 55 vol% alumina powder and 5 wt% organic materials was well-dispersed by adding 0.28 wt% polyelectrolyte polymer. Green bodies were dried at >85% relative humidity at room-temperature. Green-microstructures were observed to be depended on the heating rate during binder burn-out. Constant drying rate was not observed in drying process of gelcasted alumina. Sintered body showed its relative density higher than 99% when it was sintered at 1600°C for 2 hours.

1. 서 론

세라믹스의 응용범위가 넓어질수록 원하는 모양과 원하는 물성을 유지하는 제조 공정에 대한 관심이 높아지고 있다. 기존의 세라믹스를 제조하는 공정을 개선하려는 노력과 아울러 새로운 개념을 도입하여 새로운 공정기술을 개발하려는 노력도 함께 이루어지고 있다¹⁻⁴⁾. gel-casting은 O.O. Omatete에 의해 처음으로 제안되었다⁵⁾. 기존의 졸겔법과는 달리 유기 단량체의 화학결합을 이용하여 세라믹 성형체의 구조를 형성하고, 유기물을 제거하여 소결하는 방법이다. 이 공정법의 장점은 분산상의 분말이 그대로 성형체의 미세구조로 옮겨짐으로서 기존

의 공정법이 consolidation과정에서 발생시키는 밀도구배 등의 문제점이 없다는 것이다. 또한 near-net-shape의 성형체의 제조가 가능하고, 건조과정을 마친 성형체는 유기 중합체가 그 구조를 형성하여 기계적 가공이 가능한 충분한 강도와 인성을 지닌다는 장점이 있다⁶⁾. 그러나, 다른 colloidal process에 비해 성형체내에 잔류하는 용액의 양이 많아 이를 제거하는 과정에서 균열이나 휨등의 문제점이 심각하다는 것과 비교적 성형밀도가 낮다는 단점을 지닌다. 본 연구에서는 gelcasting의 공정과정에서 발생하는 주요 변수를 제시하고, 그러한 요소들이 최종 성형체의 미세구조에 어떠한 영향을 미치는가에 대하여 관찰하였다.

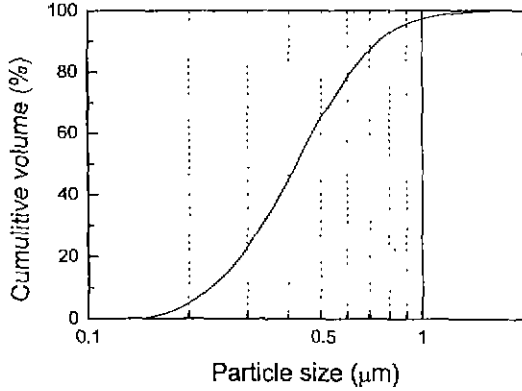


Fig. 1. Plots of the particle size distribution by light scattering method. The mean particle size is 0.42 μm .

2. 실험방법

2.1. 원료분말

상용 알루미늄 분말(AES-11, Sumitomo社, 일본)을 실험에 사용하였다. 분말 자체에 소결조제인 MgO가 0.1 wt% 함유되어 있고, 순도는 99.8%이다. 이 분말을 Light Scattering Method(Malvern Inst., Germany)를 이용하여 입도 분석을 한 결과 평균 입경이 0.42 μm 를 갖는 좁은 입도 분포를 나타내었다. 분말의 비표면적 값은 BET법을 이용하여 multi-point로 측정하여 9.92 m^2/g 을 얻었다. 사용분말에 대한 특성과 입도 분포를 Table 1과 Fig. 1에 각각 나타내었다. Fig. 1에서 표준편차가 1.56으로 좁은 입도분포를 나타내는데, 이는 H.K. Bowen이 보고한 좁은 입도 분포를 지닌 분말의 packing성이 향상된다는 이론을 본 실험에서 이용하고자 하였다⁷⁾.

2.2. 성형체의 제조

알루미늄 분말과 분산제인 물, 분산제, 나중에 중합체를 형성하는 단량체를 혼합하여 ball-milling을 24시간 동안 하였다. 이 때 분산제는 분자량이 15,000 정도를 갖는 APMA(Ammonium Polymethacrylate, Darvan C,

Table 1. The Characteristics of Used Al_2O_3 Powder

Characteristics	Alumina
Geometric mean diameter (μm)	0.42
Geometric standard deviation	1.56
BET specific surface area (m^2/g)	9.92
purity (%)	99.8
MgO (%)	0.01

R.T. Vanderbilt Co., Inc., Norwalk, CT)를 사용하였고, 분산제의 최적 첨가량은 실험을 통하여 결정하였다. 알루미늄 slip의 solid loading은 55 vol%로 하였으며, 분산제의 최적량은 알루미늄 분말에 대한 질량비로 계산하여, 점도를 측정하여 결정하였다. slip에서 유기 단량체의 비율은 분말에 대하여 5 wt%를 첨가하고, 단량체(monomer)와 이량체(dimer), 개시제(initiator) 그리고 촉매(catalyst)의 비율은 Table 2에 나타낸 바와 같다. ball-milling 공정을 거친 slip은 solid-loading과 점도가 높아 기포를 많이 포함하고 있기 때문에, 소결체에 발생될 가능성이 있는 flaw를 방지하기 위하여 자력교반기로 교반을 하면서 진공펌프를 이용하여 slip내에 포함되어 있는 기포를 제거하였다. 성형체의 모양을 만들기 위해 mold에 slip을 붓게 되는데, mold에 붓기 직전에 개시제와 촉매를 첨가한다. gelation이 시작되는 시간은 촉매의 양에 따라 달라지며 일단 반응이 일어나면 급격하게 반응이 진행되므로 촉매의 양을 적절히 조절하는 것이 중요하며, 본 실험에서는 반응이 시작되는데 걸리는 시간을 6~7분으로 조절하였다. mold에서 gelation이 완전히 끝난 후에 시편을 꺼내어 상대습도를 85% 이상 유지하는 건조기에 넣어 건조를 시켰다. 이 때 온도는 상온을 유지하고, 높은 습도를 유지하기 위하여 vapor generator를 chamber에 연결하고, 내부에서 균일한 습도를 유지하기 위하여 chamber 아래에 fan을 설치하였다. chamber 내부의 습도 상승에 의한 수증기의 응축을 방지하기 위하여 내부 공기를 외부로 빼내는 fan을 옆면에 부착하였다. 건조기의 모식도는 Fig. 2에 나타내었

Table 2. The Components of Premixed Solution

	Classification	Weight (g)	mole ($\times 10^{-5}$)
Acrylamide	monomer	0.9542	1342.4
N,N'-methylene bisacrylamide	dimer	0.2070	134.24
Ammonium persulfate	initiator	0.00153	0.67120
N,N,N',N'-Tetra methylethylendiamine	catalyst	0.0156	13.424

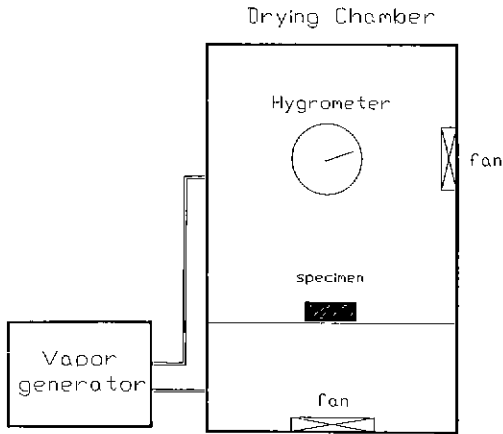


Fig. 2. Schematic diagram of drying chamber.

다. 건조기에서 24시간 동안 건조를 시키면서 시간의 경과에 따른 시편의 건조 무게를 계속 측정하였다. 건조가 끝난 시편은 건조 과정에서 잔류하는 수분과 성형체에 포함 되어 있는 중합체를 제거하기 위하여 burn-out을 한다. burn-out 공정의 승온 schedule은 TG data를 바탕으로 하여 결정하였다. burn-out 후의 시편을 Archimedes의 원리에 의한 함수법(ASTM C 373-72)에 의하여 성형밀도(green density)를 측정하였다. 소결온도를 1200℃, 1400℃, 1600℃로 각각 변화시키면서 미세구조를 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. Gelation 반응

gelcasting에 이용되는 gelation 반응은 일반적인 졸겔법에서 용매량이 줄어들면서 일어나는 열적인 gelation이 아니고 단량체 또는 이량체의 형태로 slip에 첨가한 유기물이 free radical 반응에 의하여 생성하는 중합체에 의한 화학적 gelation이다. 중합체를 형성하는 단량체인 acrylamide는 free radical을 형성하여 반응을 개시하도록 작용하는 개시제인 ammonium persulfate에 의하여 연속적인 free radical 반응에 의하여 linear-linking을 형성한다⁸⁾. 분자간에 부분적인 imide를 형성하면서 cross-linking을 형성하기도 하는데, 그 빈도가 매우 낮기 때문에 peroxide나 persulfate oxygen에 의하여 hydrogen bond를 형성하지 못하므로 cross-linking agent로 작용하는 N,N'-methylenebisacrylamide를 사용하여 copolymer를 만드는 방법을 사용하였다. Initiator가 작용하는 반응과 중합체를 형성하는 모식도를 Fig. 4에 나타내었다.

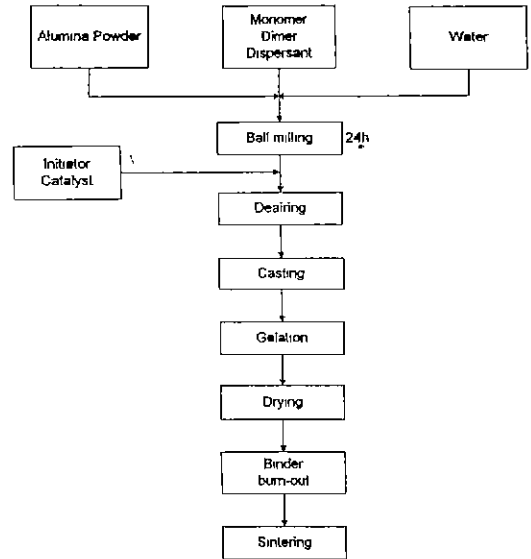
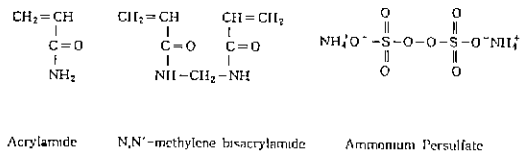
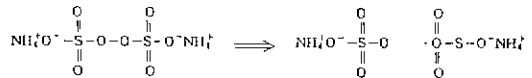


Fig. 3. Alumina gelcasing process flowchart.

1. The structural formulas of organic materials



2. Free-Radical Formation of Initiator



3. Initiation of the free-radical reaction

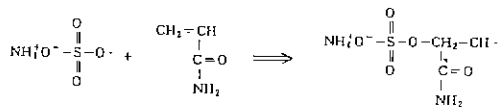


Fig. 4. schematic diagrams of the structural formulas of organic materials and initiation of the free-radical reaction.

acrylamide의 개시제에 의한 중합반응의 속도식은 다음과 같이 보고되고 있다⁹⁾.

$$R_p = k[M]^{1.30 \sim 1.60}[I]^{0.5} \quad (1)$$

여기서 k는 반응속도상수, M은 단량체의 농도, I는 개시제의 농도이다. 본 연구에서는 촉매(N,N,N',N'-Tetra-

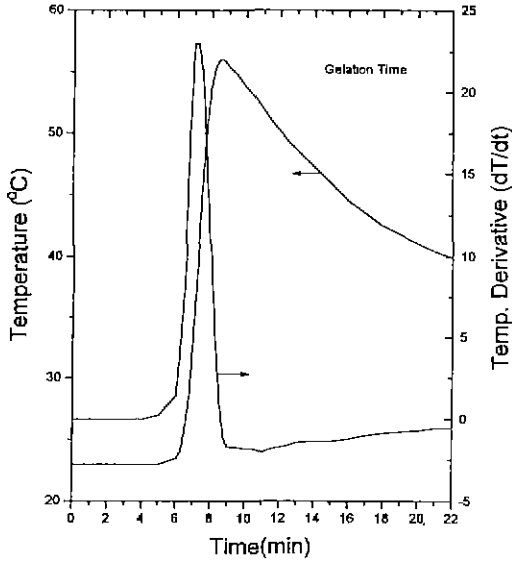


Fig. 5. Change of premixed solution temperature and temperature derivative during gelation.

methylethylenediamine)를 사용하여 중합반응을 시켰으며, 이 중합반응은 발열 반응이었다. 실제로 알루미늄 분말을 분산시킨 slip에서 반응이 시작되는 시간과 끝나는 시간을 알아보기 위하여 촉매를 첨가한 다음에 시간에 따른 slip의 온도를 측정하였다. Fig. 5에는 시간에 따른 온도변화와 이것을 시간에 대하여 미분하여 얻은 반응속도를 나타내었다. 촉매를 첨가한 후 6분 동안은 slip의 온도에는 변화가 없다가 일단 반응이 시작되면 급격하게 온도가 상승한다. 초기의 온도변화가 없는 구간의 길이는 첨가하는 촉매의 양에 따라 변화한다. 미분하여 얻은 반응속도를 통해 반응의 진행과 종결에 걸리는 시간은 2~3분으로 매우 짧다는 것을 알 수 있었다. 따라서 반응이 진행되는 동안의 slip 내의 변화는 거의 일어날 수 없다는 것을 알 수 있다. 결국 알루미늄 분말을 slip 내에 이상적으로 분산시킬 수 있다면 분산상태가 그대로 성형체의 구조로 바뀔 때 따라 균일한 미세구조를 갖는 성형체를 제조할 수 있는 장점을 지니게 된다.

3.2. 원료 분말의 분산

본 연구에서는 steric stabilization과 유사하지만 첨가되는 중합체가 용액에서 해리되어 전하를 띠는 polyelectrolyte 즉, APMA에 의한 분산을 이용하였다. polyelectrolyte에 의한 분산에서는 분산제의 최적 첨가량과 최적 pH 점이 존재한다. 알루미늄의 경우에 pH가 등전점이

하의 경우에는 입자표면에 positive로 하전된 site가 증가하여 첨가한 negative 전하를 띠는 polyelectrolyte (APMA) 중의 음이온인 PMA⁻의 흡착성은 증가하지만 polyelectrolyte의 해리되는 정도가 감소하여 중합체가 neutral charge를 형성하여 정전기적 반발력이 감소한다. pH가 등전점 이상이 되면 입자표면에 negative charge site가 증가하여 polyelectrolyte 중의 양이온 PMA⁺가 흡착되는 경향이 감소하고, 용매속에 과량으로 남게 되는 중합체의 양이 증가하게 된다. 등전점에서는 입자표면의 positive charge site에 하전된 polyelectrolyte가 흡착되고 입자표면의 negative charge site는 하전된 polyelectrolyte와 반발하여 넓은 표면적에 흡착층을 형성한다. 흡착층을 형성하면서 표면의 정전기력을 높이는 동시에 tail을 형성하여 steric 효과를 이루게 되는데, 이는 용액에 존재하는 염이 negative charge polymer 사이에서 shielding 효과를 이루어 중합체가 neutral한 거동을 나타내는 loop를 형성 하도록 한다. 따라서 polyelectrolyte에 의한 분산은 정전기적 반발력을 이용하는 동시에 중합체에 의한 steric stabilization 효과를 이용하기 때문에 electrosteric이라고 한다^{10,11}. 분산성을 평가하기 위하여 polyelectrolyte 첨가량을 변화시키면서 55 vol%의 slip을 제조한 후에 점도를 측정하였다. 점도를 측정할 때 slip의 pH값은 8.4로서 이미 보고된 알루미늄의 등전점과 거의 일치하는 값이다. pH값이 7보다 높은 이유는 첨가한 polyelectrolyte 중에 결합되어 있는 NH⁴⁺가 얼마간 해리되어 존재하기 때문이라고 생각된다. 또한 shear rate가 증가함에 따라 점도값이 감소하는 shear-thinning 현상을 나타내었다. Fig. 6에서와 같이 첨가된 polyelectrolyte 양이 적을 때에는 높은 점도를 유지하다가 0.22~0.28 wt%로 첨가한 경우에서 최소값을 나타내다가 다시 완만하게 점도가 증가함을 알 수 있다. 이러한 최저점이 나타나는 것은 위에서 설명한 바와 같이 electrosteric 현상 때문인 것으로 생각된다. shear rate가 145.2 sec⁻¹에서 76 cps로서 최소값을 나타내었다. 따라서 polyelectrolyte의 최적 첨가량을 0.28 wt%로 결정하여 이후 실험에서는 이 조건으로 slip을 제조하였다.

3.3. 성형체의 건조

colloidal process를 이용하여 제조한 세라믹스 성형체를 건조할 때에는 많은 물리적 및 화학적 현상이 관련되어 그 건조현상을 수식으로 간단하고 명쾌하게 설명하기는 힘들다. 건조단계는 크게 3단계로 나누어 지는데 성형체 내부를 분말들이 골격을 형성하고 난 나머지 부분에 완전히 액체가 포화되어 있는 단계와 액체가

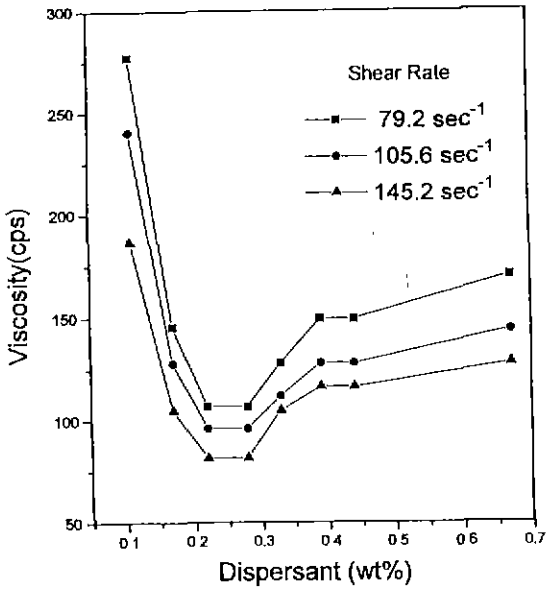


Fig. 6. Effect of dispersant on the viscosity of 55 vol% alumina slip.

빠져나가고 기공이 형성 되었지만 기공이 3차원적으로 연결되어 있지 못한 furnicular 상태, 그리고 기공이 3차원적으로 연결되어 액체가 고립되어 있는 pendular 상태로 나누어 진다. 액체가 성형체 내부로부터 밖으로 빠져나가도록 하는 힘은 여러가지가 제안되고 있으며, 여러 힘들이 복합적으로 작용하고 있다. 액체의 이동현상은 Darcy's law에 의한 흐름과 Fick's law에 의한 확산으로 설명할 수 있다^{12,13}. 유체의 흐름은 압력차에 의한 현상이며 액상이 연결되어 있어야 일어날 수 있고 기공의 크기가 큰 경우와 초기건조에서 furnicular 상태까지 유체이동의 주된 기구라고 생각된다. 확산에 의한 액체의 이동은 액상이 고립되어 있는 pendular 상태에서 주로 일어난다고 생각된다. 건조의 초기단계에서는 건조속도가 일정한데 이는 성형체 표면이 액체막으로 덮혀 있어 기화속도가 일정하기 때문이다. 본 연구에서는 시간에 따른 수분의 양을 측정하여 얻은 결과를 이용하여 건조속도를 구해 본 결과, 초기의 일정한 건조속도를 나타내지 않았다. 즉, 액체가 내부에서 외부로 흘러 나오는 속도보다 증발속도가 초기부터 매우 빠른 것을 알 수 있었는데, 이는 세라믹 분말 사이를 유기중합체 분자들이 다시 기공을 형성함으로써 일반적인 세라믹 분말로만 이루어진 경우보다 더 미세한 기공을 통한 유체흐름이 일어남으로 액체의 흐름과 확산이 더욱 어려워졌기 때문이라고 생각된다. 또한 유기중합체는 액체와 접촉면

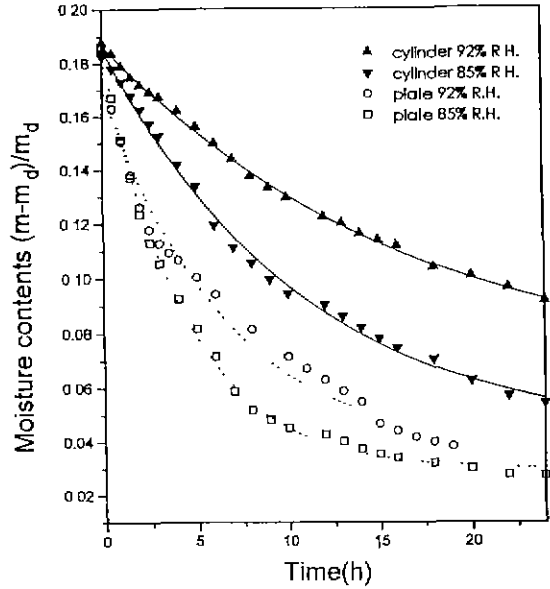


Fig. 7. Variation of moisture contents with time during drying at 85%, 92% relative humidity and room temperature.

적이 넓기 때문에 물분자와 수소결합등에 의한 흡착력이 증가하여 유체이동을 어렵게 하는 역할을 한다고 생각 된다. 외부의 증기압을 높여서 증발속도를 느리게 하여 성형체 표면과 외부의 압력차를 줄여서 유체의 제거에 의한 수축속도를 줄이고 평형 포화 기공반경을 줄여서 서로 크기가 다른 기공에서 증발을 고르게 일어나도록 하여 균일한 응력이 성형체에 분포되어 부분적인 응력 집중에 의한 건조중의 휨이나 파괴를 방지하고자 하였다. 표면에서의 증발속도는 주위의 공기 흐름속도, 온도, 습도의 주로 세가지 인자에 의해 결정된다. 상대습도는 어떤 온도에서 응축된 증기압에 대한 부분 수증기압의 비율이 된다. 본 연구에서 주위 공기의 흐름속도와 온도를 일정하게 하고 상대습도를 조절하여 건조속도와와의 관계를 관찰하였다. Fig. 7은 상대습도를 92%와 85%로 유지하면서 건조한 원통형 시편과 판형 시편의 수분함량을 시간변화에 따라 나타낸 것이다. 수분함량은 건조기에서 건조가 끝난 시편을 120°C에서 24시간 동안 완전히 건조한 후의 질량에 대한 수분의 변화량이다. 수분함량을 시간에 대하여 미분하여 건조속도를 구한 것을 Fig. 8에 나타내었다. 건조초기부터 건조속도가 감소하며 건조는 습도가 낮은 경우가 빨리 일어나는 것을 볼 수 있는데 이는 상대습도가 낮은 경우가 내부와 외부의 압력차가 크기 때문에 용액의 확산과 흐름이 보다 빠르게

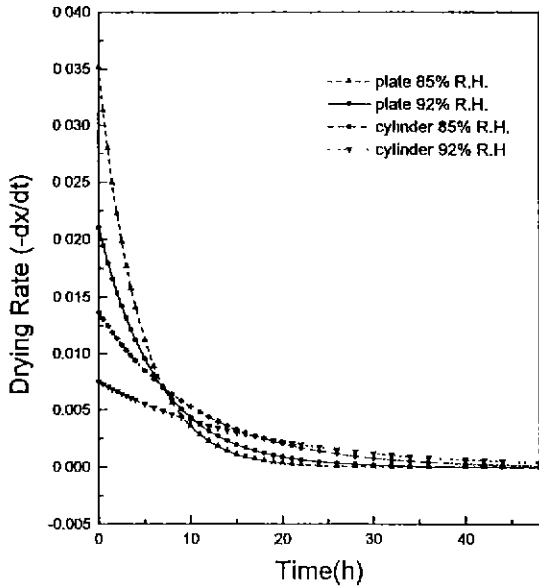


Fig. 8. Variation of drying rate with time at 85%, 92% relative humidity and room temperature. $X = (m - m_a) / m_a$

일어나므로 결국 건조속도의 증가를 가져오게 되는 것이다. 원통형 시편의 경우에는 18시간, 판형 시편의 경우에는 8시간이 경과한 후에는 건조속도가 오히려 습도가 92%인 경우가 더 크게 나타나는데 이는 시편의 증기압과 외부의 증기압의 차가 거의 없어서 시편의 평형증기압 값에 가까워짐에 따라 먼저 평형증기압에 도달한 낮은 습도인 경우가 건조속도가 더욱 낮게 나타난 것이라고 생각된다. 판형 시편의 건조가 습도변화에 관계없이 원통형 시편에 비해 매우 빠르게 일어나는데, 이는 용액의 흐름과 확산이 일어나는 길이가 원통형에 비하여 짧고 증발이 일어나는 pore channel의 수가 단위면적당 많기 때문이다. 건조에 의한 수축은 평균적으로 3~4%가 일어나는데 원통형의 시편은 상대습도를 75% 이하로 건조를 한 경우에 시편의 가운데 부분에서 crack이 발생하였다. 상대습도의 조절과 성형체의 형상이 gelcasing으로 제조한 시편의 건조에서는 결정적인 변수로 작용함을 알 수 있었다. Fig. 9는 건조를 끝낸 시편의 미세구조 사진이다. 분말의 분포는 매우 균일하게 이루어져 있음을 알 수 있는데 분말이 agglomerate되지 않고 잘 분산된 slip의 분산구조가 그대로 성형체의 미세구조로 전환되었기 때문이다. 일부분에서 세라믹 분말들이 유기중합체에 의하여 연결되어 있는 것을 관찰할 수 있었다. 이것은 초기에 분말과 분말사이를 연결하고 있던

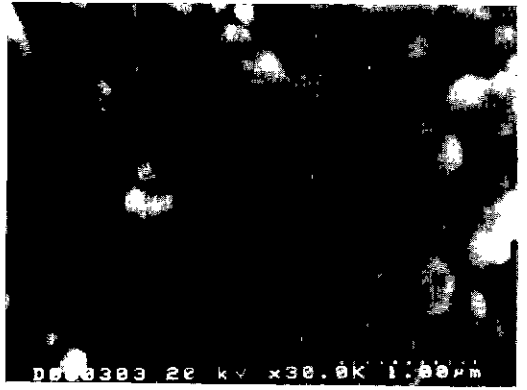
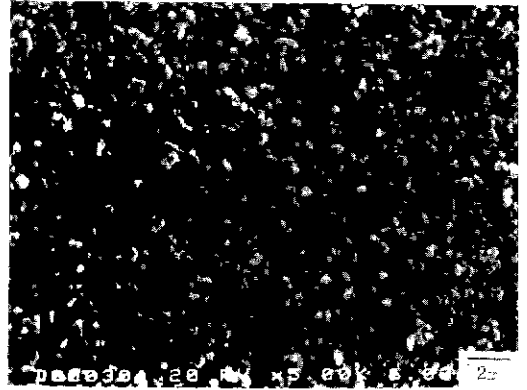


Fig. 9. Scanning electron micrographs of the gelcasted alumina after drying.

유기중합체가 물이 제거되면서 연결고리가 끊어지고 분말 주변을 둘러싸거나 따로 입자를 형성하면서 존재한다고 생각된다.

3.4. Binder burn-out

건조과정에서 잔류한 물과 성형체의 구조를 형성하는 유기중합체를 제거하는 과정으로서 본 연구의 gel-casting에서는 ceramic injection molding이나 tape casting에 비해 유기물의 양이 상대적으로 적어 공정시간이나 burn-out 중의 균열에 관한 문제점이 비교적 적다. burn-out 공정의 조건을 설정하기 위하여 thermogravimetry (TG)를 이용하여 어느 온도에서 유기물이 제거되는지를 알아 보았다. 건조를 끝낸 시편에서 21 mg을 채취하여 승온속도는 10°C/min로 하고 carrier gas로는 공기를 사용하여 Fig. 10에서와 같은 결과를 얻었다. 100°C 부근에서 감량이 되는 것은 건조후에 잔류한 물이 제거되기 때문에 나타난 것이고 유기물은 250°C 에서부터 제거되기 시작하여 500°C 에서 완전히 제거가 되었다. TG 관찰결

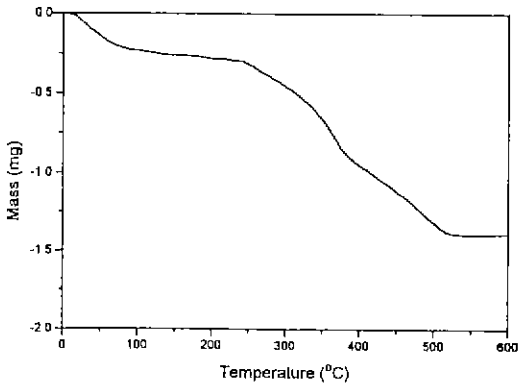


Fig. 10. Thermogravimetry (TG) analysis of the gelcasted body.

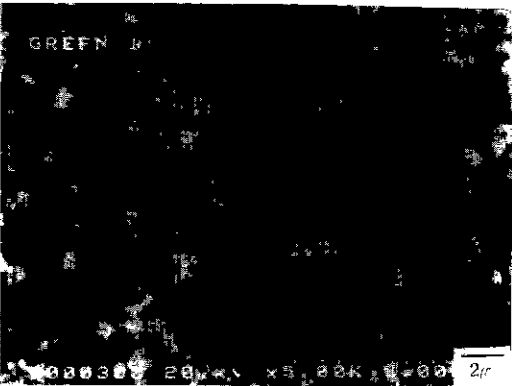
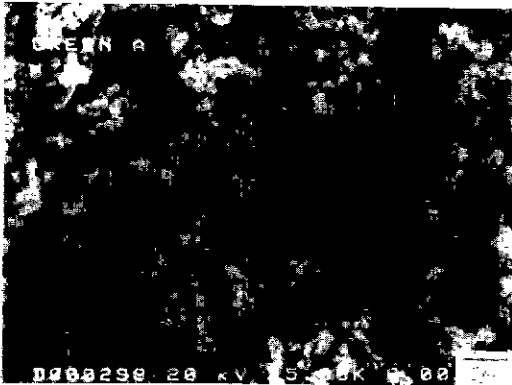


Fig. 11. Scanning electron micrographs of the gelcasted alumina after burnout at 600°C: Heating rate (a) 100°C/h, (b) 50°C/h (300~600°C).

피를 바탕으로 하여 승온속도를 달리한 두가지 schedule로 성형체의 binder를 burn-out하였다. 상대습도 85%에서 건조한 시편은 승온속도를 100°C/h로 한 경우와 300~600°C에서 승온속도를 50°C/h로 한 경우의 미세

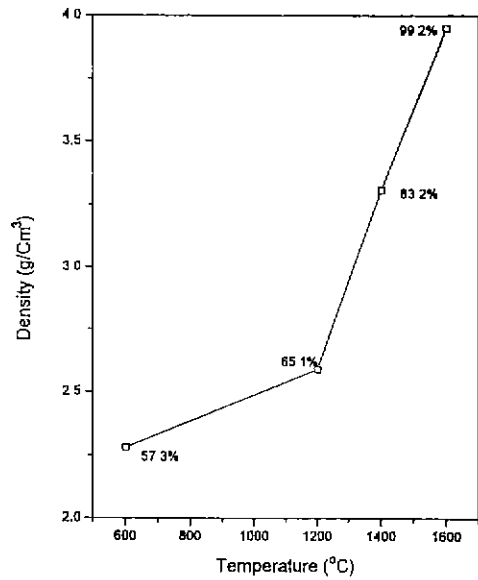


Fig. 12. Increase in density at different temperatures.

구조를 Fig. 11에 나타내었다. 유기물의 분해속도를 천천히 하여 균일한 기공구조를 갖는 시편을 얻을 수 있었다. 승온속도를 100°C/h로 burn-out을 했을 때 판형의 시편은 파괴가 일어나지 않았으나 원통형 시편의 일부는 균열이 발생하여 파괴가 일어났다. burn-out 공정에서도 건조과정에서와 같이 성형체의 형상에 의한 유기물 제거속도와 균열이 발생하는 것에 크게 작용한다고 생각된다.

3.5. 성형체의 소결

상대습도를 85%로 하여 건조하고 승온속도를 100°C/h로 하여 burn-out한 시편을 1200°C, 1400°C, 1600°C에서 각각 2시간 동안 소결한 후에 미세구조와 밀도를 측정하였다. Fig. 12는 각 온도에 따른 밀도의 변화를 나타내었다. 사용한 알루미나 분말은 소결조제인 MgO가 0.1 wt%가 이미 포함된 분말이다. 1600°C에서 상대밀도가 99% 이상의 소결체를 얻을 수 있었다. 소결수축은 17~20% 일어났다. Fig. 13에서와 같이 1400°C까지는 gram의 생성은 관찰되지 않았으며 1600°C에서 소결한 시편에서도 확대입성장을 관찰할 수 없었다. slip casting에 의하여 제조한 시편들에 비해서 성형밀도가 55~58%로 비교적 낮았지만 성형체의 미세구조가 균일하여 소결성이 우수하였다.

4. 결 론

알루미나를 gelcasting 하여 성형체를 제조하고 건조

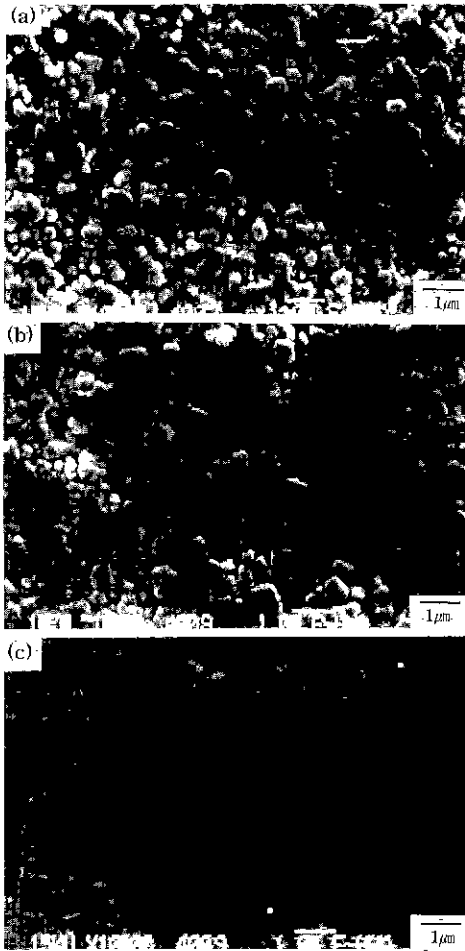


Fig. 13. Microstructures of the gelcasted alumina sintered at 1200°C (a), 1400°C (b), 1600°C (c) each for 2 hours.

및 소결하는 과정에 대하여 연구 관찰하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. slip 상태에서 electrostatic 기구에 의하여 잘 분산된 상태가 gelation 과정에서 그대로 유지되어 균일한 미세구조를 갖는 성형체 제조가 가능하였다.

2. gelcasting법으로 제조한 성형체의 건조는 중합체의 개제로 인하여 건조속도가 일정한 구간이 나타나지 않았다.

3. gel-casting한 성형체는 85% 이상의 상대습도를 유지한 건조기에서 균열의 발생없이 건조를 할 수 있었다.

4. gel-casting한 성형체를 승온속도 50°C/h에서 burn-out을 함으로써 균일한 pore structure를 갖는 미세구조를 얻을 수 있었다.

5. 건조한 시편을 1600°C에서 2시간 동안 소결하여 상대밀도 99% 이상의 치밀한 소결체를 얻을 수 있었다.

REFERENCES

- Gideon S. Grader and Limor Zuri, "Tape Casting Slip Preparation by in Situ Polymerization," *J. Am. Ceram. Soc.*, **76**(7), 1809-1814 (1993).
- A.J. Fanelli and R.D. Silvers et al., "New Aqueous Injection Molding Process for Ceramic Powder," *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**(10), 1833-1836 (1989).
- Eric Linger and Rishu Raj, "Packing and Sintering of Two Dimensional Structures Made from Bimodal Particle Size Distributions," *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**(11), 843-849 (1987).
- Peter A. Smith and Richard A. Haber, "Reformulation of an Aqueous Alumina Slip Based on Modification of Particle-Size Distribution and Particle Packing," *J. Am. Ceram. Soc.*, **75**(2), 290-294 (1992).
- A.C. Young, O.O. Omatete, M.A. Janney, and P.A. Mennhofer, "Gelcasting of Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**(3), 612-618 (1991).
- O.O. Omatete, M.A. Janney and R.A. Strehlow, "Gelcasting-A New Ceramic Forming Process," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **70**(10), 1641-1649 (1991).
- E. Barringer, N. Jabb, B. Fegley, R.L. Pober and H.K. Bowen, "Processing Monosized Powders," pp. 315-33, *Ultrastructure Process of Ceramics, Glasses, and Composites*, Edited by L.L. Hench and D.R. Ulrich, Wiley-Interscience, New York, 1984.
- "Acrylamide Polymers," Vol. 1, pp. 169-209, *Encyclopedia of Polymer Science and Engineering*, John Wiley and Sons, 1985.
- D. Hunkeler and A.E. Hamielec, "Mechanism and Kinetics of the Persulfate Initiated Polymerization of Acrylamide," *Water-Soluble Polymers*, Edited by C.L. McCormick and G.B. Butler, American Chemical Society, Washington DC, 1991.
- Joseph Cesarano III, I.A. Aksay and Alan Bleier, "Stability of Aqueous α - Al_2O_3 Suspensions with Poly(methacrylic acid) Polyelectrolyte," *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**(4), 250-255 (1988).
- Joseph Cesarano III and I.A. Aksay, "Processing of Highly Concentrated Aqueous α -Alumina Suspensions Stabilized with Polyelectrolyte," *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**(12), 1062-1067 (1988).
- George W. Scherer, "Theory of Drying," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**(1), 3-14 (1990).
- C.J. Brinker and G.W. Scherer, "Sol-Gel Science," pp. 453-513, Academic Press, N.Y., 1990.