

가수분해법에 의한 알루미나 코팅 지르코니아 분말의 제조

이종국* · 김윤수 · 김 환

*조선대학교 재료공학과
서울대학교 무기재료공학과
(1995년 7월 22일 접수)

Preparation of Alumina Coated Zirconia Powder by Hydrolysis of Aluminum Butoxide

Jong-Kook Lee*, Yoon-Soo Kim and Hwan Kim

*Dept. of Mater. Eng., Chosun Univ.
Dept. of Inorg. Mater. Eng., Seoul Nat. Univ.
(Received July 22, 1995)

요 약

지르코니아 입자 표면에 흡착된 수분과 aluminum sec-butoxide의 가수분해 반응에 의해 알루미나가 코팅된 지르코니아 분말을 제조하였다. 가수분해 반응 결과, 지르코니아 입자 표면에는 약 30 nm의 aluminum hydroxide 층이 형성되었으며, 생성된 aluminum hydroxide의 형태 및 분포는 계면활성제의 첨가 유무에 따라 변화하였다. 계면활성제를 첨가하여 제조한 분말에서는 입자 간의 응집이 억제되었으며, 생성된 aluminum hydroxide가 지르코니아 입자를 비교적 균질하게 코팅시켰다. 지르코니아 입자 표면에 형성된 알루미나 입자는 매우 미세하였으며, 이러한 코팅층은 지르코니아 분말의 비표면적을 코팅 전 $15 \text{ m}^2/\text{g}$ 에서 코팅 후 $120 \text{ m}^2/\text{g}$ 으로 크게 증가시켰다. 코팅 시 seed로 사용되는 지르코니아의 입자가 매우 작은 정방정상 지르코니아 분말의 코팅에서는 계면활성제의 역할이 감소되었으며, 이로 인하여 입자들이 $1 \mu\text{m}$ 크기 정도의 응집입자를 형성하였다.

ABSTRACT

Zirconia powder coated with alumina was prepared by hydrolysis of alumina butoxide. The coated powder was obtained by a hydrolysis reaction between the adsorbed water on the surface of zirconia particles and aluminum sec-butoxide. Amorphous aluminum hydroxide was uniformly coated on the surface of zirconia particles with the thickness of about 30 nm. The shape and distribution of aluminum hydroxide was varied with an existence of surfactant. The coated layer of aluminum hydroxide consists of the fine particle size, and the zirconia powder coated by aluminum hydroxide have the large specific surface area of $120 \text{ m}^2/\text{g}$, compared with that of starting zirconia powder.

Key words: Alumina coated zirconia powder, Surfactant, Hydrolysis of aluminum butoxide

1. 서 론

세라믹스는 금속이나 고분자 재료에 비하여 강도가 우수할 뿐만 아니라 높은 경도와 화학적인 안정성, 고온에서의 높은 크리프저항성 등 고온 구조재료로서 많은 장점을 보유하고 있다. 그 중에서도 지르코니아는 인성이 $20 \text{ MPam}^{1/2}$ 으로 금속에 근접하는 고인성을 보유하기 때문에 기계구조용 재료로 큰 기대를 모으는 세라믹스 중의 하나이다¹⁻³⁾. 그러나 지르코니아계에서도 가장 높은 인

성을 나타내는 Y-TZP나 Ce-TZP의 경우 $200\sim 300^\circ\text{C}$ 의 온도 구간에서 aging 할 경우 정방정상이 단사정상으로 자발적인 상전이를 일으키는 열적 불안정성을 가지고 있으며, 일단 상전이가 진행되면 전이 시 부피팽창에 따른 균열이 생성되어 강도와 인성 등 기계적 성질이 급격히 떨어지게 된다⁴⁻⁷⁾. 그러므로 고온영역에서 TZP계 세라믹스의 우수한 기계적 특성을 활용하기 위해서는 고강도, 고인성을 유지시키면서도 열안정성을 향상시키고 저온열화를 억제해야만 된다. 응력유기 상전이에 의한

파괴인성 증진효과의 감소가 없으면서도 정방정 지르코니아 입자의 열적 안정성을 향상시키는 방법으로 지르코니아에 알루미늄이나 등 영율이 높은 물질을 첨가하는 방법이 제안된 바 있다⁸⁻¹⁰. 지르코니아에 알루미늄을 첨가하는 연구는 강도와 크립저항성을 개선시키거나 저온에서의 열화를 억제하기 위한 열적 안정성의 향상이라는 측면에서 연구되어 왔다. 이러한 연구는 주로 알루미늄 분말과 지르코니아 분말을 직접 혼합하거나⁸ 지르코니아 소결체의 표면을 확산이나 infiltration을 통하여 알루미늄으로 치환하는 방법^{9,10} 주로 사용되어 왔는데, 전자의 경우 '열적 안정성 개선'만을, 후자의 경우 압축응력 생성에 따른 '강도 증진'만을 얻을 수 있었다.

본 연구에서는 지르코니아 입자의 표면에 알루미늄을 코팅시킨 분말을 합성하여 앞에서 서술한 두가지 효과를 동시에 증진 시키고자 하였다. 알루미늄으로 코팅된 지르코니아 분말을 사용하여 소결체를 얻을 경우 지르코니아 입자 사이에 알루미늄이 균질하게 분산되어 강도를 증진시키고 아울러 기지상의 영율을 증진시킴으로서 열적 안정성도 개선될 것으로 기대되었다. 지르코니아 분말에 알루미늄을 코팅하는 방법으로는 지르코니아 입자 표면에 미리 흡착수를 부착시킨 후 계면활성제를 가하여 수분을 소수성 용매내에서 안정화 시킨 다음, 여기에 알루미늄 알콕사이드를 가하여 가수분해 시키는 방법을 사용하였다.

2. 실험방법

본 실험에서는 출발원료로서 0.3 μm의 크기를 갖는 단사정상 지르코니아 분말(Junsei Chemical Co.)과 일차입자 크기가 0.03 μm인 정방정상 지르코니아 분말 TZ-3Y(Tosoh Co., 약 3 mol% Y₂O₃ 함유)를 사용하였다. 지르코니아 분말을 수증기 분위기에서 24시간 유지시켜 지르코니아 입자의 표면에 수분을 흡착시켰으며 이때 흡착된 수분의 양은 건조된 분말과의 중량차이로 부터 계산하여 그 양을 조절하였다.

수분이 흡착된 분말을 소수성 용매인 헥산(동양화학, 시약 1급, 수분함유량 0.07 wt% 이하)에 약 5 wt%의 계면활성제 span #80(Osaka 약리화학)을 분산시킨 후 30분간 초음파 분쇄와 5시간의 교반을 행하였다. 입자가 분산된 용액 중에 교반하면서 aluminum sec-butoxide[Al(OC₄H₉)₃; Fluoka, purity 96%]를 첨가하여 5시간 동안 가수분해 반응을 시켰으며 반응속도를 낮추기 위해 온도를 4°C로 유지하였다. 또한 계면활성제 span #80의 첨가 효과를 알아보기 위하여 수분이 흡착된 지르코니아

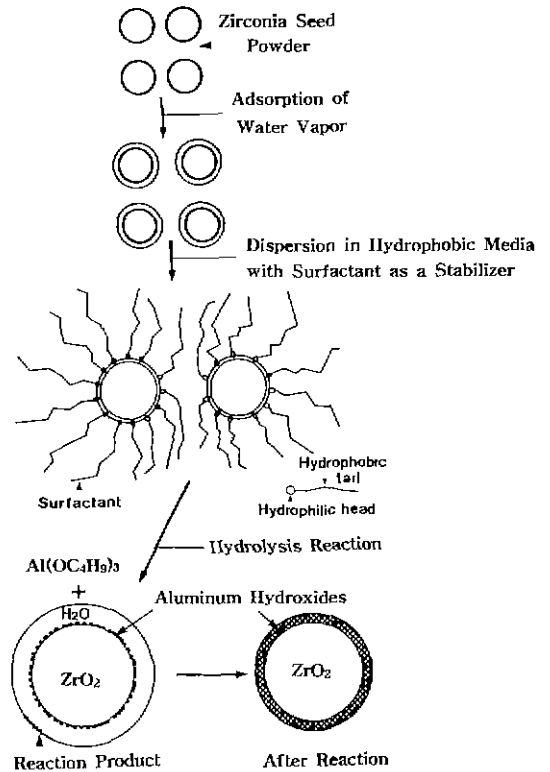


Fig. 1. Schematic diagram of coating process by hydrolysis of aluminum sec-butoxide on the zirconia powder.

분말의 일부에는 span #80을 첨가하지 않고 aluminum sec-butoxide를 가수분해시켜 분말을 제조하였다. 이때 첨가된 aluminum sec-butoxide 양은 첨가된 알콕사이드가 모두 가수분해된 후 알루미늄으로 생성되었을 경우를 기준으로 해서 알루미늄이 19 wt%가 되도록 하였다. 본 실험에서 알루미늄의 첨가량을 19 wt%로 고정한 것은 알루미늄의 함량이 19 wt%를 초과할 경우, 가수분해 생성물인 aluminum hydroxides의 응집이 급격히 증가할 뿐만 아니라 20 wt%의 알루미늄을 첨가한 지르코니아 복합체에서 강도 및 정방정상의 안정성이 가장 현저히 증가된다고 알려져 있기 때문이었다^{11,12}. 위에서 서술한 코팅 공정의 개략적인 도식을 Fig.1에 나타내었다.

반응이 끝난 후 얻어진 분말을 헥산으로 수회 세척한 후 여과하여 100°C에서 건조하였다. 건조된 분말의 미세구조를 알아보기 위하여 투과전자현미경(TEM) 관찰을 행하였으며, 아울러 출발 지르코니아 분말과 코팅된 분말에서 BET 분석을 각각 행하여 비표면적의 변화를

고찰하였다. 또한 DTA-TG 분석을 통하여 코팅된 알루미늄 성분의 열분해 과정을 관찰하였으며, 이를 통하여 하소온도를 결정하였다.

분말들을 800°C에서 1시간 동안 하소한 후 정수압 성형하여 1450°C에서 5시간 소결을 행한 다음, 다이아몬드 paste에 1 μm의 입도까지 연마한 후 SEM 관찰 및 EDS 분석으로 미세구조를 고찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 코팅분말의 미세구조

Fig. 2에는 코팅하기 전의 단사정상 지르코니아 분말 및 코팅 후의 분말에 대하여 투과전자현미경으로 관찰한 사진을 나타내었다. Fig. 2(a)에서 관찰되듯이, 상용 지르코니아 분말은 평균입자크기가 약 0.3 μm인 입자들로 구성되어 있으며, 입자 표면은 비교적 매끈한 형태를 나타내고 있다. Fig. 2(b)는 계면활성제 span #80을 첨가하지 않고 지르코니아 분말 중에 aluminum sec-butoxide를 직접 가수분해시킨 분말의 사진으로서 aluminum sec-butoxide의 가수분해에 의하여 생성된 물질들이 지르코니아 입자의 표면에 균질하게 코팅되지 않고 솜털과 같은 형상으로 지르코니아 입자 사이에 응집을 이루며 분산되어 존재하였다. 이에 비하여 계면활성제 span #80을 첨가하여 aluminum sec-butoxide를 가수분해시킨 경우에는 Fig. 2(c) 및 Fig. 3에서 보듯이 가수분해로 생성된 미세한 입자의 물질들이 지르코니아 입자의 표면을 둘러싸고 있으며 입자 표면은 출발 지르코니아 분말에서 처럼 비교적 매끈하였다.

코팅분말의 미세구조를 좀더 자세히 관찰하기 위하여 투과전자현미경의 암시야상으로 관찰하고 입자의 표면을 spot pattern으로 회절분석하여 Fig. 3(b)와 (c)에 각각 나타내었다. 암시야상에서 보듯이(Fig. 3의 (b)), 코팅층은 솜털같은 모양으로 입자 표면에 약 30 nm 정도의 두께로 형성되었으며, spot pattern 분석 결과, 지르코니아의 결정질 피크와 함께 비정질 링패턴이 관찰되었다. 따라서 입자 표면에 코팅된 층은 aluminum sec-butoxide의 가수분해 생성물인 비정질상의 aluminum hydroxide임을 알 수 있는데, 다른 문헌에 의하면¹⁵⁾, 그 중에서도 Bohemite(AIOOH) 상이 가장 잘 발달하는 것으로 알려져 있다. 코팅층은 사진에서 보듯이 솜털모양을 나타내고 입자의 표면에 주로 존재하였으며 그 크기는 명확히 구분되지 않을 정도로 매우 미세하였다.

한편 Fig. 2과 3에서 보듯이 계면활성제의 첨가 유무에 따라 가수분해 반응에 의하여 생성된 비정질 aluminum

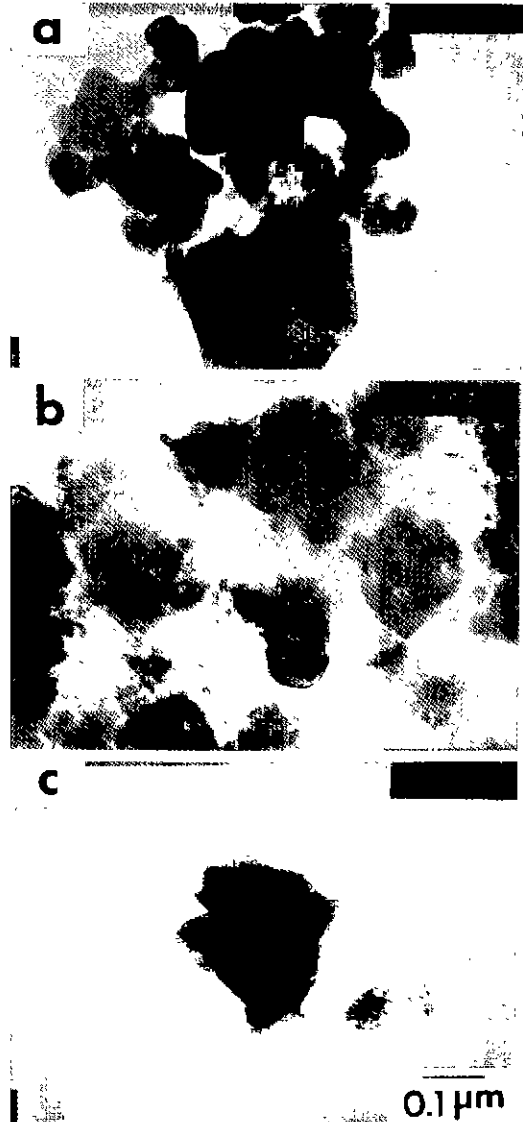


Fig. 2. Transmission electron micrographs of (a) starting monoclinic zirconia powder, (b) coated monoclinic zirconia powder without a surfactant and (c) coated monoclinic zirconia powder with a surfactant of span #80.

hydroxide의 분포 및 응집정도가 달리 나타났는데, 계면활성제가 첨가된 경우에는 지르코니아 입자 주위에만 미세한 비정질 aluminum hydroxide 층이 존재하고 용매 중에는 거의 보이지 않았다. 이것으로 미루어 지르코니아 입자의 표면 위에 부착된 수분은 계면활성제와 같이 소수성 용매인 헥산 내에서 유지되고, 지르코니아 입자의 표면에서만 흡착된 수분에 의하여 aluminum sec-buto-

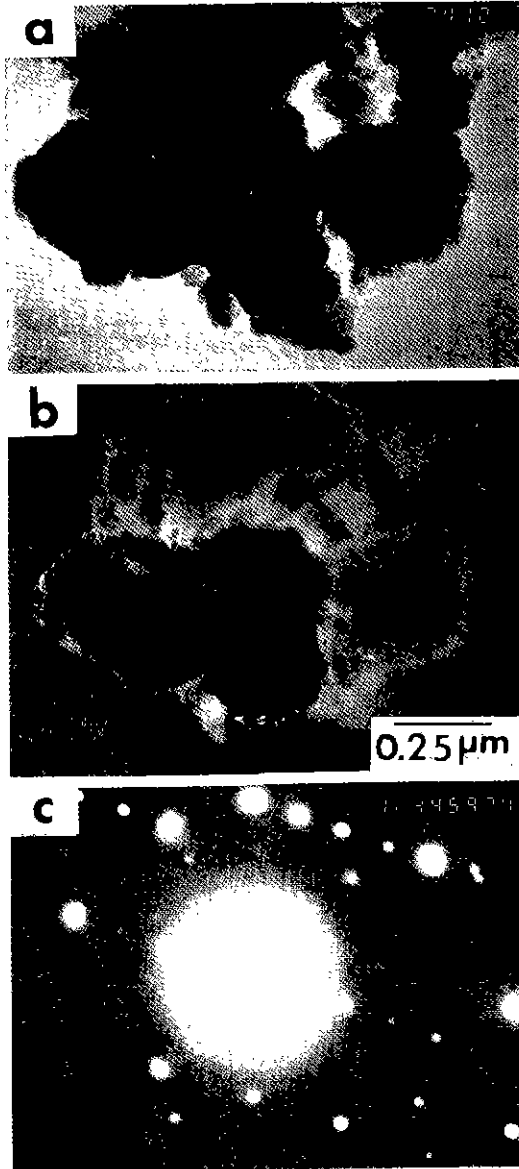


Fig. 3. Transmission electron micrographs of monoclinic zirconia powder coated by aluminum hydroxide with a surfactant; (a) bright field image, (b) dark field image and (c) spot pattern.

xide의 가수분해 반응이 일어나 코팅층을 형성하는 것으로 보인다.

반면에 계면활성제가 첨가되지 않은 경우에는 수분과 소수성 용매인 헥산과의 계면 에너지를 낮추는 인자가 없기 때문에 지르코니아 입자 표면에 흡착된 수분층이 유지되지 못하고 공정 중 교반이나 초음파 분쇄에 의하여

헥산 속으로 분산되는 것으로 판단된다. 이에 따라 aluminum sec-butoxide의 가수분해 반응은 헥산 내에서 광범위하게 이루어지고, 반면에 지르코니아 입자 표면에서 생성되는 aluminum hydroxide는 heterogeneous nucleation에 의해 부분적으로 나타나므로 그 양은 적어지게 된다. 그러므로 이 경우, 가수분해로 생성된 aluminum hydroxide가 지르코니아 입자를 코팅하기 보다는 지르코니아 입자 사이에 비정질상의 aluminum hydroxide 입자가 혼재된 상태로 존재하게 된다.

또한 Fig. 2와 3을 살펴보면 계면활성제의 첨가 유무에 따라 지르코니아 및 생성된 aluminum hydroxide 입자의 응집정도가 달라지는 것을 알 수 있는데, 계면활성제를 첨가한 경우 코팅된 지르코니아 입자가 비교적 균질하게 분산되어 있으며(Fig. 2의 (c)), 반면에 계면활성제를 첨가하지 않은 경우에는 Fig. 2의 (b)에서 보듯이 지르코니아 입자 사이에 aluminum hydroxide가 응집되어 존재하였다. 소수성 용매 중에 수분이 흡착된 입자를 분산시키는 경우에는 입자 간의 낮은 반발력 및 소수성 용매와 수분 간의 높은 계면에너지로 인하여 입자 간에 응집이 쉽게 야기된다¹⁴⁾. 따라서 입자 간의 응집을 막고 수분이 흡착된 입자를 소수성 용매 중에서 균질하게 분산시키기 위해서는 steric stabilization를 이루는 계면활성제의 첨가가 필요하게 된다. 계면활성제의 경우, Fig. 1에 나타낸 바와 같이 친수성의 머리부와 소수성의 꼬리부로 이루어져 있는데, 보통 친수성의 머리 부분은 수분의 막에 흡착되고 소수성의 꼬리 부분은 소수성 용매에 분산되어 두 액체의 계면에 위치하게 된다. 이에 따라 계면활성제가 흡착된 입자가 서로 접근하게 되면 polymer chain이 서로 중첩되어 반발력을 제공하게 되므로 입자간의 분산을 유도하게 되며 수분과 소수성 용매간의 높은 계면에너지를 감소시키므로서 분말 표면에 흡착된 수분도 안정화시키게 된다.

수분이 흡착된 분말의 분산체에 aluminum sec-butoxide를 첨가하게 되면 소수성 용매 중에 aluminum sec-butoxide가 용해되고, 아울러 분말표면의 수분과 반응하여 가수분해 반응을 일으켜 aluminum hydroxide를 생성시키게 된다. 가수분해 반응은 수분이 흡착된 입자와 소수성 용매의 계면에서 일어나는데, 반응으로 생성된 aluminum hydroxide가 친수성을 띠게 되므로 소수성 용매 중으로 분산되지 않고 수분 흡착층의 내부로 이동하여 입자표면에 달라 붙게 되고, 반응이 진행될 수록 코팅층은 점차 성장하게 된다.

출발물질로 사용된 지르코니아 분말의 비표면적과 aluminum hydroxide가 표면에 코팅된 분말을 BET법

Table 1. Specific Surface Area of Starting Zirconia Powder and Coated Powders.

Sample	Specific Surface Area (m ² /g)	Alumina Content (wt%)
Starting* ZrO ₂ powder	15	0
Coated powder without surfactant**	96	19
Coated powder with surfactant	120	19

*Junsei Chem. Co., Monoclinic phase

**Surfactant; span #80

으로 분석한 비표면적을 Table 1에 나타내었다. 평균 입경이 0.3 μm인 출발 지르코니아 분말의 비표면적은 15 m²/g으로 TEM에 나타난 입자크기에 대체로 부합되는 값을 나타내었다. 이에 반하여 aluminum hydroxide로 코팅한 분말은 Table 1에서 보여지듯이 매우 높은 비표면적 값을 나타내었는데, 계면활성제를 첨가하지 않은 경우에는 비표면적이 96 m²/g을, 그리고 계면활성제를 첨가한 경우에는 120 m²/g을 각각 나타내었다. 이와 같이 비표면적이 aluminum hydroxide 코팅 분말에서 급격히 증가하는 것은 가수분해 생성물인 aluminum hydroxide의 미세한 입자크기 때문인데, 이러한 입자의 크기는 Fig. 2와 3에서 보았듯이 TEM 사진에서도 서로 구분되지 않을 정도로 매우 작은 것으로 관찰되었다.

계면활성제의 첨가에 의해 비표면적의 값이 증가하는 것은 입자 간의 응집과 관련이 있는데¹³⁾, 계면활성제를 첨가하지 않은 코팅 분말의 경우, 수분을 흡착한 지르코니아 입자 및 가수분해에 의해 생성된 aluminum hydroxide가 소수성 용매 내에서 매우 높은 계면에너지를 가지게 된다. 그러므로 전체 계의 자유에너지를 줄이기 위한 방법으로서 입자 간의 강한 응집이 폭넓게 일어나며, 이에 따라 비표면적도 그 만큼 감소할 것으로 판단된다. 반면에 계면활성제가 첨가되는 경우, 앞에서 언급하였듯이, 입자간에 polymer chain이 서로 중첩되어 반반력을 제공하게 되므로, 응집이 억제되어 상대적으로 높은 비표면적을 나타내게 된다.

계면활성제를 첨가하여 얻은 합성 분말의 DTA-TG 분석 결과를 Fig. 4에 나타내었다. 100°C 이하에서 나타나는 흡열 피크 및 중량 감소는 분말 내에 남아있는 핵

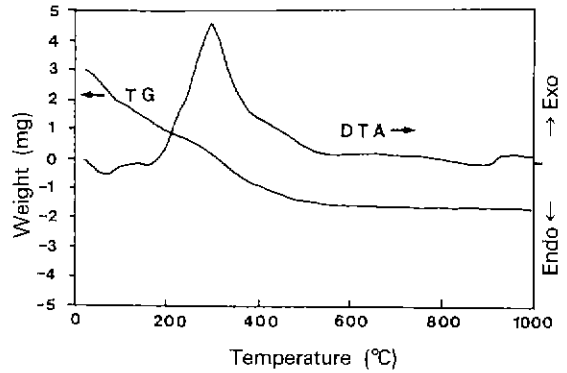


Fig. 4. DTA-TG curve of monoclinic zirconia powder coated by aluminum hydroxide with a surfactant.

산, 알콜 등 유기물과 잔류 수분의 증발에 의하여 나타나는 것으로 보이며, 300°C 부근의 큰 발열 피크는 계면활성제 등 유기물의 연소에 의하여 나타나는 피크로 보인다. 또한 약 600°C까지 계속되는 중량감소는 aluminum hydroxide에 붙어 있는 결정수의 탈수에 의한 것으로 보이는데 결정화에 따른 발열 피크는 계면활성제 연소에 의해 나타나는 피크에 의해 가려진 것으로 판단된다. 아울러 900°C 이상에서의 발열피크는 Bohemite → α-Al₂O₃의 상전이로 인하여 나타남 피크로 보인다¹³⁾.

3.2. TZ-3Y 분말의 코팅 특성 및 소결체 미세구조

Fig. 5에는 평균입경이 0.03 μm인 정방정상 지르코니아 분말 TZ-3Y 및 이 분말을 출발원료로 하여 입자의 표면에 aluminum hydroxide를 코팅시킨 분말을 투과전자 현미경으로 관찰한 사진을 나타내었다. 출발 시의 TZ-3Y 분말에 비해 aluminum hydroxide가 코팅된 분말의 경우 응집이 심하게 나타났으며, 가수분해 생성물인 aluminum hydroxide가 응집체 전체에 걸쳐 분포되었다. 이러한 응집은 입자크기 감소에 따른 계면에너지의 증가에 기인되는 것으로 판단되는데, 일반적으로 분말에 있어서 입자크기가 1/10로 감소하게 되면 비표면적은 10배가 증가하게 되고, 이에 따라 계면에너지는 크게 증가하게 된다. 단사정 지르코니아 분말에 비해 입자크기가 1/10인 TZ-3Y 분말의 경우, 분말 표면에 흡착된 수분층과 소수성 용매인 핵산과의 계면에너지가 단사정 지르코니아 분말에 비해 약 10배 정도 증가하게 되는데, 분산체의 계면에너지가 크면 입자들은 충돌 시 응집체의 형성에 의한 비표면적을 감소시켜 전체 분산체의 에너지를 줄이려는 경향을 나타내게 된다. 단사정상 지르코니아 분말의 경

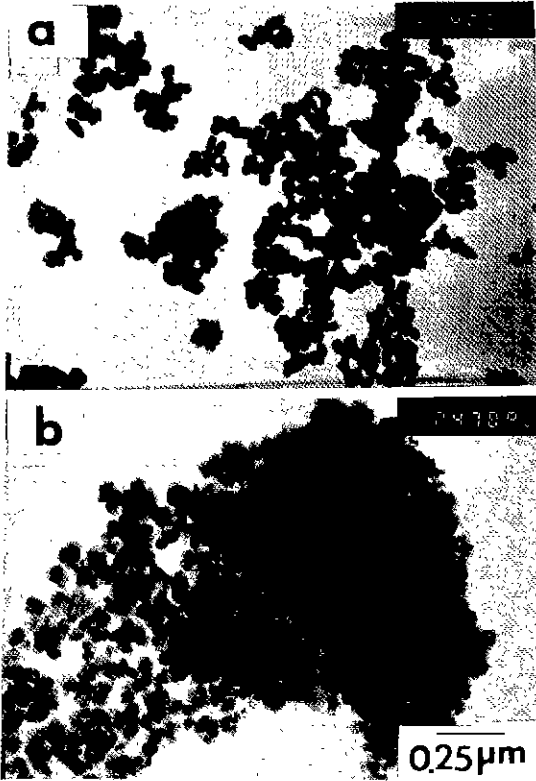


Fig. 5. Transmission electron micrographs of (a) tetragonal zirconia powder (TZ-3Y) and (b) zirconia powder coated by aluminum hydroxide with a surfactant of span #80.

우, 앞에서 언급하였듯이, 코팅 시 계면활성제의 첨가에 의해 계면에너지를 낮추어주므로써 용매 내에서 응집을 억제하고 입자를 분산시키는 것이 어느정도 가능하였으나, TZ-3Y 분말의 경우 입자크기 감소 효과에 따른 계면에너지의 증가가 매우 크기 때문에, 계면 활성제 첨가에 의한 입자의 분산 효과가 비교적 적어 Fig. 5(b)처럼 약 1 μm의 크기로 응집이 심하게 일어난 것으로 보인다. 이러한 응집 현상의 억제는 코팅 시 계면에너지를 보다 효과적으로 감소시키면서도 입자간의 반발력을 극대화시키는 계면활성제를 사용하거나, 물과의 계면에너지가 작은 용매를 사용하므로써 가능할 것으로 판단된다.

Fig. 6은 코팅한 TZ-3Y 분말을 1450°C에서 5시간 소결한 시편의 사진으로, 조직이 매우 치밀하고 지르코니아 입자 사이에 존재하는 알루미늄의 분포가 균일한 미세 구조를 나타내었다. 또한 기존의 알루미늄과 지르코니아의 분말 혼합에 의해 제조된 소결체에서 보다 미세한 약 0.5 μm 크기의 입자를 나타내었는데, 이러한 효과는

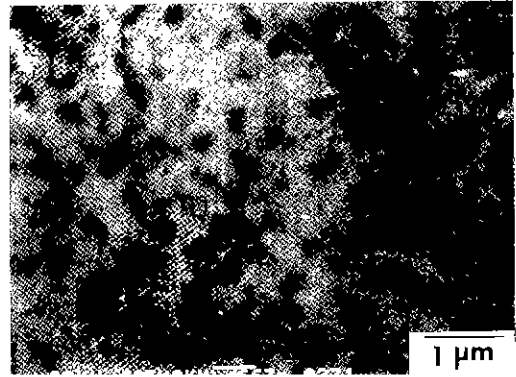


Fig. 6. Scanning electron micrograph of sintered body prepared from tetragonal zirconia powder coated by alumina.

코팅된 분말의 경우 지르코니아 입자를 알루미늄 입자가 둘러싸고 있는 형태이므로, 소결과정에서 알루미늄이나 지르코니아의 확산을 억제함과 동시에 입성장을 방해하기 때문인 것으로 사료되었다¹⁴⁾. 이와 같이 정방정상 지르코니아 입자 사이에 알루미늄이 균질하게 분산되고, 정방정상의 작은 입자크기를 갖는 시편의 경우 시편 자체의 강도 증진은 물론, 기지상의 명료 증진 및 입자 크기 효과에 의해 열적 안정성이 크게 개선될 것으로 판단된다.

소결체에서의 알루미늄 함량을 EDS 분석 결과를 통하여 환산한 결과, 18.9 wt%의 알루미늄이 검출되었으며, 이 양은 계산에 의하여 첨가된 알루미늄 함량인 19.0 wt%에 거의 일치하였다. 이러한 결과로 미루어 볼 때, 용매에 첨가된 aluminum sec-butoxide가 가수분해 반응을 통하여 모두 aluminum hydroxide로 치환됨을 알 수 있었다.

4. 결 론

지르코니아 입자 표면에 흡착된 수분과 aluminum sec-butoxide의 가수분해 반응에 의해 지르코니아 입자에 알루미늄이 코팅된 분말을 합성하였다. 물이 표면에 흡착된 상태로 핵산 용매 중에 분산된 지르코니아 입자 분산체에 aluminum sec-butoxide를 첨가하여 가수분해시킨 결과, 지르코니아 입자 표면에 약 30 nm의 aluminum hydroxide 층이 형성되었다. 가수분해 반응에 의하여 생성된 aluminum hydroxide의 형태 및 분포는 계면활성제의 첨가 유무에 따라 변화하였는데, 계면활성제 span #80을 첨가하여 합성한 분말의 경우 입자

간의 응집이 억제되었으며, 이로 인하여 가수 분해로 생성된 aluminum hydroxide가 지르코니아 입자를 비교적 균질하게 코팅시켰다. 이러한 코팅층은 지르코니아 분말의 비표면적을 $15 \text{ m}^2/\text{g}$ 에서 $120 \text{ m}^2/\text{g}$ 으로 크게 증가시켰는데, 이것으로 미루어 지르코니아 입자 표면에 형성된 알루미늄 입자는 매우 미세한 것으로 고찰되었다. 코팅시 seed로 사용되는 지르코니아의 입자 크기가 매우 작은 정방정상 지르코니아 분말의 경우, 높은 계면에너지 때문에 계면활성제의 역할이 감소되었으며 이로 인하여 입자 간에는 응집이 일어나고, 그 결과 대부분의 입자들은 $1 \mu\text{m}$ 크기의 응집입자를 형성하였다. 합성 분말을 사용하여 제조된 소결체는 입자크기가 매우 작고 알루미늄 입자가 지르코니아 입자 사이에 균질하게 분포된 양호한 미세구조를 나타내었다.

REFERENCES

1. R.C. Garvie, R.H. Hannink and R.T. Pascoe, "Ceramic Steel?," *Nature*, **258**, 703-704 (1975).
2. T.K. Gupta, F.F. Lange and J.H. Bechtold, "Effect of Stress Induced Phase Transformation on the Properties of Polycrystalline Zirconia Containing Metastable Tetragonal Phase," *J. Mater. Sci.*, **13**, 1464-1470 (1978).
3. G. Fisher, "Zirconia: Ceramic Engineering's Toughness Challenge," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **65**(10), 1355-1360 (1986).
4. T. Sato and M. Shimada, "Transformation of Yttria Doped Tetragonal ZrO_2 Polycrystals by Annealing in Water," *J. Am. Ceram. Soc.*, **68**(6), 356-59 (1985).
5. S. Schmauder and H. Schaubert, "Significance of Internal Stresses for the Martensitic Transformation in Yttria-Stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystals during Degradation," *J. Am. Ceram. Soc.*, **69**(7), 534-40 (1986).
6. M. Yoshimura, "The Effects of High Temperature and High Pressure Water on the Low Temperature Degradation Behavior of Y-TZP," *Yogyo Kyokaishi*, **96**(3), 265-270 (1988).
7. T.T. Lepisto and T.A. Mantlyra, "A Model for Structural Degradation of Y-TZP Ceramics in Humid Atmosphere," *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, **10**(7-8), 658-667 (1989).
8. K. Tsukuma and M. Shumada, "Thermal Stability of Y_2O_3 -Partially Stabilized Zirconia (Y-TZP) and Y-PSZ/ Al_2O_3 Composites," *J. Mater. Sci. Lett.*, **4**(7), 857-861 (1987).
9. H. Schubert, N. Claussen and M. Ruhle, "Surface Stabilization of Y-TZP," *Proc. Brit. Ceram. Soc.*, **34**, 157-161 (1984).
10. H.M. Jang and J.H. Moon, "Homogeneous Fabrication and Densification of Zirconia-toughened Alumina (ZTA) Composite by the Surface-induced Coating," *J. Mater. Res.*, **5**(3), 615-622 (1990).
11. S. Rajendran, M.V. Swain and H.J. Rossell, "Mechanical Properties and Microstructures of Co-precipitation Derived Tetragonal Y_2O_3 - ZrO_2 - Al_2O_3 Composites," *J. Mater. Sci.*, **23**, 1805-1812 (1988).
12. H. Tsubakino and R. Nozato, "Effect of Alumina Addition on the Tetragonal to Monoclinic Phase Transformation in Zirconia-3 mol% Yttria," *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**(2), 440-43 (1991).
13. H.W. Lee, G.D. Kim, H.J. Jung and C.E. Kim, "Preparation of Alumina by the Sol-Gel Process(I)-Characteristics of Polymeric Alumina Sol," *J. Korean Ceram. Soc.*, **28**(1), 60-66 (1991).
14. M.V. Parish, R.R. Garcia and H.K. Bowen, "Dispersion of Oxide Powders in Organic Liquide," *J. Mater. Sci.*, **20**, 996-1008 (1985).
15. M.F. Yan, "Effect of Physical, Chemical, and Kinetic Factors on Ceramic Sintering," *Advanced in Ceramics*, Vol. 21: Ceramic Powder Science, 635-669 (1987).