

## Microstructure of alumina-dispersed Ce-TZP ceramics

M.J. Kim and J.K. Lee

Department of Materials Engineering, Chosun University, B.K 21, Develpoment of Intelligent Haterials and Its Application  
Kwang-Ju 501-759, Korea

(Received February 25, 2000)

**Abstract** Microstructural evolutions in ceria-stabilized zirconia (Ce-TZP) and alumina-dispersed Ce-TZP ceramics were investigated as functions of doping and annealing conditions. All of sintered specimens showed the relative density over 99 %. Sintered specimens had linear grain boundaries and normal grain shapes, but ceria-doped specimens had irregular grain shapes and nonlinear grain boundaries due to the diffusion-induced grain boundary migration during annealing at 1650°C for 2 h. Mean grain boundary length of Ce-TZP with irregular grain shapes was higher than that of normal grain shapes, and was a value of 23 μm at the maximum. Alumina particles dispersed in Ce-TZP inhibited the grain growth of zirconia particles. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ce-TZP doped with ceria and annealed at 1650°C for 2 h showed irregular grain shapes as well as small grain size. Added alumina particles showed the grain growth during sintering or annealing, and they changed the position from grain boundary to inside of the grains during the annealing. The specimens with normal grain shapes showed an intergranular fracture mode, whereas the specimens with irregular grain shapes showed a transgranular fracture mode during the crack propagation.

## 알루미나가 분산된 세리아 안정화 지르코니아 세라믹스의 미세구조

김민정, 이종국

조선대학교 재료공학과, B.K 21, 핵심분야 지능재료 개발 및 산업화 사업단, 광주, 501-759

(2000년 2월 25일 접수)

**요 약** 불규칙 입자형상을 갖는 Ce-TZP와 알루미나가 분산된 Ce-TZP 세라믹스를 세리아 도핑조건과 열처리 조건을 변화시켜 제조한 다음, 미세구조를 관찰하였다. 제조된 시편들은 상대밀도가 99 % 이상인 고밀도의 소결체였으며, 정방정 및 입방정 상 지르코니아 입자로 구성되었다. 도핑하지 않거나 소결만 시킨 시편의 경우 직선적인 입계와 정상적인 입자형상을 나타내는데 비하여 세리아를 침적법으로 도핑한 후 고온으로 열처리한 시편에서는 확산구동 입계이동이 일어나 입계 및 입자형상이 불규칙하였으며, 이러한 Ce-TZP에서는 입자당 평균 입계길이가 정상입자에 비하여 크게 증가하였다. 알루미나를 분산시켜 소결한 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ce-TZP 시편의 경우, 알루미나 입자에 의해서 입성장이 크게 억제되었고, 세리아를 도핑한 후 소결과 열처리를 행한 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Ce-TZP에서는 불규칙 입자형상이 형성되면서도 입성장이 억제되어 입자크기에 비하여 입계면적이 크게 증가하였다. 분산된 알루미나 입자들은 소결과 열처리 과정 중 입자크기가 증가하였고, 열처리 동안 많은 입자들이 입계에서 입내로 위치가 변화하였다. 정상적인 입자형상을 갖는 시편에서는 균열진전시 입계파괴가 주로 일어났으나 불규칙 입자형상을 갖는 시편에서는 주로 입내파괴가 관찰되었다.

### 1. 서 론

세라믹스 재료는 고온강도, 내부식성, 내열성, 내마모성 등 열적, 기계적 물성이 우수함에도 불구하고 취성(brittleness) 때문에 구조용 재료로 다방면에 사용하기에는 다소 제약이 있어 세라믹스의 인성을 개선하는 방법이 중점적으로 연구되어 왔다. 세라믹스 복합체에 있어 취성 파괴현상을 극복하기 위한 일반적인 방법으로는 탄성계수가 큰 세

라믹스 기지 내에 지르코니아 입자를 균일하게 분산시켜 응력유기 상전이 및 미세 균열에 의한 인성증진효과를 이용하는 방법[1]과 기지상과 이차상 간의 열팽창계수 차이에 의하여 발생하는 잔류응력을 이용, 균열의 경로를 편향시키는 방법[2], 그리고 균열의 경로를 심하게 굴절시키기 위하여 장축과 단축의 비(aspect ratio)가 큰 침상의 입자나 whisker를 세라믹스 기지내에 첨가하여 균열진과 에너지를 증가시킴으로써 파괴인성을 증진시키는 방법[3] 등이 있다.

세라믹스 중에서 파괴인성이 가장 큰 지르코니아는 안정화체의 종류에 따라 물성 및 제조공정이 달라지는데, 그 중에서도 세리아 안정화 지르코니아(ceria-stabilized zirconia: 이하 Ce-TZP라 칭함)는  $\text{CeO}_2$ 가  $\text{ZrO}_2$ 에 넓은 범위에서 고용되어 정방정상을 형성하고, 소결체의 입자크기가  $30 \mu\text{m}$ 까지 큰 경우에도 상온에서 준안정한 상태로 유지될 수 있기 때문에 제조공정이 용이하며, 아울러 파괴인성이 높은 장점을 가지고 있다[4, 5]. 대부분의 세라믹스에서 알 수 있듯이 지르코니아 세라믹스의 기계적 성질은 입자크기, 입자모양, 밀도 등 미세구조와 밀접한 관계를 갖고 있으므로 이들의 상관관계를 적절히 제어하면 기계적 성질이나 열적 성질을 향상시킬 수 있다. 지르코니아 세라믹스에서 입자형상은 확산구동 입계이동(diffusion-induced grain-boundary migration)에 의하여 변화시킬 수 있는 것으로 알려져 있는데[6-10], 이러한 현상은 입자내의 세리아 농도차에 의하여 유발된다.

본 연구에서는 Ce-TZP에 세리아를 침적법으로 도핑시킨 후 소결 및 열처리하여 확산구동 입계이동에 의한 입자형상 변화 및 입계길이, 입자크기 등 미세구조를 관찰하고, Ce-TZP에 알루미늄을 분산시켜 알루미늄이 지르코니아 입자성장에 대한 억제효과와 입자형상 변화에 대한 영향을 알아보려고 하였다. 또한 불규칙 입자형상을 갖는 Ce-TZP 및 알루미늄 분산 Ce-TZP를 제조하여 정상적인 입자형상을 갖는 지르코니아 세라믹스와 미세구조를 비교하고, 균열 전파시 불규칙입자형상 및 분산 알루미늄의 파괴형태, 균열 편향(crack deflection)효과 등에 미치는 영향에 대하여도 고찰하고자 하였다.

## 2. 실험 방법

출발원료로는 일본 Tosoh사에서 분무건조법으로 제조된, 평균 입자크기가  $0.3 \mu\text{m}$ 이고 비표면적이  $12 \text{ m}^2/\text{g}$ , 결정립 크기가  $180 \text{ \AA}$ , 12 mol%의 세리아가 고용된 TZ-12CE 과립분말을 사용하였다. 분산용 알루미늄 분말은 상용 알루미늄 분말(Sumitomo Co. 易燒結性 알루미늄)로 부터 입도가 균일한 분말을 분급하여 사용하였는데, 알루미늄 분말을 지르코니아 불과 함께 폴리에틸렌 용기에 넣고 에탄올을 분산매로 하여 attritor에서 4시간 분쇄한 다음, 침강법으로 분급한 후 건조시켜 입자크기가  $0.18 \mu\text{m}$ 에 근접한 분말을 제조하였다. TZ-12CE 과립분말을 mold에 주입하여 일축가압성형 후 220 MPa의 압력으로 1분간 정수압성형을 하여 Ce-TZP 2차 성형체를 제조하였으며, TZ-12CE 분말에 알루미늄을 5 vol% 첨가하여 혼합 한 후 위와 같은 방법으로  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ce-TZP}$  2차 성형체를 제조하였다.

제조된 성형체 중 일부 Ce-TZP 성형체와  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ce}$ -

Table 1  
Specimens according to ceria doping and annealing condition

Specimen	Doping condition	Sintering condition (1500°C, 2 h)	Annealing condition (1650°C, 2 h)
CZ	×*	○ <sup>#</sup>	×
CZH	×	○	○
Ce/CZ	○	○	×
Ce/CZH	○	○	○
5A/CZ	×	○	×
5A/CZH	×	○	○
5A/Ce/CZ	○	○	×
5A/Ce/CZH	○	○	○

\*× : Case of undoping or only sintering.

○ : Case of doping or annealing after sintering.

TZP 성형체는 1 M의  $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  수용액에 각각 침적한 후 공기 중에서 건조하였으며, 도핑되는 세리아 양을 증가시키기 위하여 침적을 반복하였다. 2차 성형체와 세리아가 도핑된 성형체를 전기로에 넣고 1500°C에서 2시간 소결하였으며, 소결체에 대한 밀도측정은 아르키메데스법으로 하였다. 이 후 다이아몬드 paste로  $1 \mu\text{m}$ 까지 연마하였으며, 열처리에 따른 확산구동 입계이동을 유발하기 위하여 1650°C에서 2시간 열처리(annealing)하였다. 도핑 및 열처리 조건에 따른 시편의 분류를 Table 1에 표기하였다. 소결 및 열처리한 시편의 미세구조와 파단면을 주사전자현미경(scanning electron microscopy)으로 관찰하였고, EDS(energy dispersive X-ray spectroscopy)를 사용하여 알루미늄 입자를 확인하였다. 지르코니아 및 알루미늄 입자의 크기 및 입자당 평균 입계길이는 주사전자현미경 사진을 화상처리기(Material-Pro)로 분석하여 각각 측정하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1. 세리아 도핑에 의한 Ce-TZP 세라믹스의 미세구조 변화

본 실험에서 소결한 모든 시편은 이론밀도의 99% 이상인 고밀도 소결체였다. Fig. 1에는 도핑하지 않은 Ce-TZP를 소결한 CZ 시편과 이 시편을 1650°C에서 열처리한 CZH 시편, 그리고 세리아를 도핑시켜 소결한 Ce/CZ 시편과 이를 열처리한 Ce/CZH 시편의 주사전자현미경 사진을 각각 나타내었으며, 이 사진으로부터 분석한 미세구조적 인자는 Table 2에 나타내었다. CZ 소결시편(Fig. 1의 (a))의 경우 99% 이상의 고밀도를 나타냈으며, 입계 및 입자형상은 정상적인 형태를 나타냈는데, 지르코니아 입자의

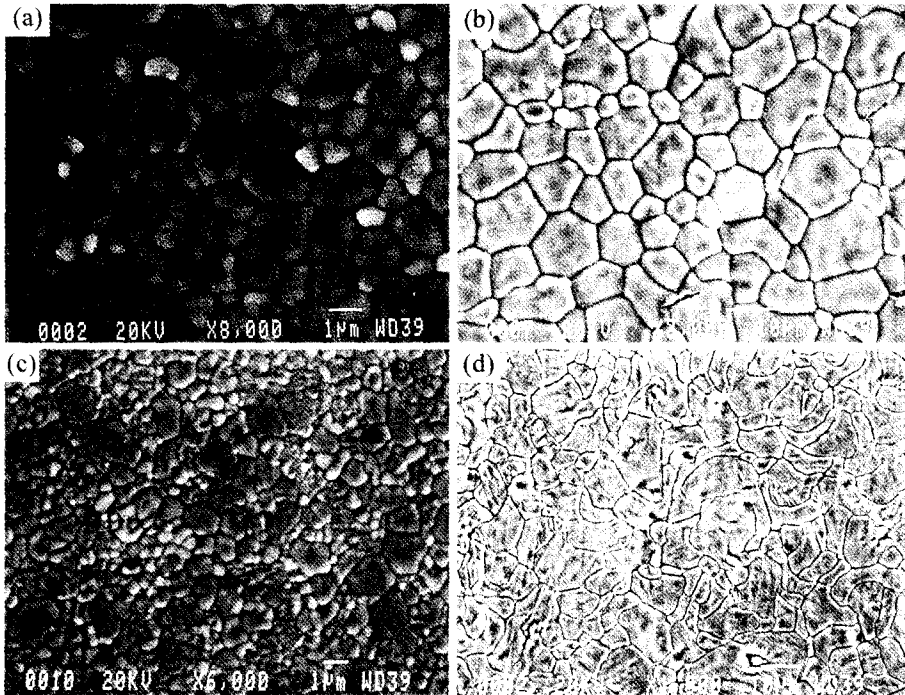


Fig. 1. Scanning electron micrographs of (a) CZ, (b) CZH, (c) Ce/CZ, and (d) Ce/CZH specimens.

Table 2  
Sintered density, grain size, and mean grain boundary length in Ce-TZP

Specimen	Density (g/cm <sup>3</sup> )	Grain size (μm)	Grain boundary length (μm)
CZ	6.19	1.5	3.5
CZH	6.12	5	15
Ce/CZ	6.18	1	3
Ce/CZH	6.17	7.5	23

평균 크기는 1.5 μm, 입자당 평균 입계길이는 3.5 μm이고, 입자모양은 등면체 형태를, 그리고 입계는 직선적인 형태를 나타내었다. CZ 소결시편을 1650°C에서 2시간 열처리한 CZH 시편의 경우 밀도가 98% 정도로 다소 감소하였는데, 이는 열처리시 단사정상이나 일부 입방정상이 생성되어 나타난 것으로 보인다. 열처리 후에도 입자모양과 형태는 소결체와 동일하게 유지되었으나, 평균 입자크기는 5 μm로 크게 성장하였고 입자당 평균 입계길어도 같은 배율로 증가하였다.

한편, Ce(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O 수용액에 침적법으로 도핑하여 소결한 Ce/CZ 시편(Fig. 1의 (c))의 평균 입자크기는 1 μm이고, 평균 입계길이는 3 μm 정도였는데, 이러한 시편에서는 세리아 안정화제를 도핑하지 않은 CZ(Fig. 1의 (a)), CZH(Fig. 1의 (b)) 시편에 비해 입계모양이 다소 굴곡을

가진 곡선의 형태이며, 크기가 1.5 μm 정도인 큰 입자와 0.5 μm 정도인 작은 입자로 혼합되어 구성된 것을 관찰할 수 있었다. 이와 같이 입자크기가 두 종류가 나타난 것은 세리아 도핑에 의한 안정화제의 증가 때문인데, 안정화제의 양이 일부 증가할 경우 대부분의 지르코니아 입자는 정방정상을 나타내지만 안정화제가 국부적으로 많이 고용된 일부 입자에서는 입방정이 형성되고, 이러한 입자는 입계이동에 대한 구동력이 커서 입성장이 빨리 일어나게 된다[11]. 따라서 이러한 시편에서는 입자크기가 입방정상의 일부 큰 입자와 정방정상의 작은 입자로 구성된 bimodal 분포를 나타내게 된다.

Ce/CZ 시편을 1650°C에서 2시간 열처리한 Ce/CZH 시편에서는 Table 2에 나타낸 바와 같이 평균 입자크기가 7.5 μm로 입성장이 크게 일어났으며, 이에 따라 입자당 평균 입계길이는 23 μm로 증가하였다. 또한 열처리 동안 입계의 형상과 입자모양이 크게 변화된 것을 알 수 있는데, 입계는 대부분 지그재그(zig-zag) 형태로 바뀌었으며, 이에 따라 대부분의 입자형상도 불규칙한 형태를 나타내었다. 이와 같은 확산구동 입계이동(diffusion-induced grain boundary migration)은 계면에서 제2상의 조성차가 유발되어 화학적으로 불안정한 계가 입계면적을 증가시키므로써 전체 계의 에너지를 낮추기 위해 일어나는데, 확산구동 입계이동의 구동력은 coherency strain energy의 개념으로 설명된다

[12-15]. coherency strain energy란 확산에 의해 고용체 내의 조성이 균질하지 않을 경우 두 조성간의 정합상태를 유지하기 위해 격자간에 탄성변형이 일어나면서 수반되는 응력에너지를 의미하며, 이러한 응력에너지의 완화가 입계에너지의 증가와 관련된 것보다 열역학적으로 크고 입계에 이동에 대한 충분한 동역학적 요소가 가미될 경우 입계는 직선적 형태가 아닌 지그재그 형상을 나타내게 된다.

### 3.2. 알루미늄 분산 Ce-TZP의 미세구조

Fig. 2에는 5 vol%의 알루미늄을 분산시켜 소결한 5A/CZ 시편과 이를 1650°C에서 2시간 열처리한 5A/CZH 시편, 그리고 알루미늄 분산 후 세리아를 도핑하여 소결한 5A/Ce/CZ 시편과 이를 열처리한 5A/Ce/CZH 시편의 미

세구조를 각각 나타내었으며, Table 3에는 소결밀도 및 주사전자현미경으로부터 화상처리로 분석한 입자크기 등 미세구조적 인자를 나타내었다. 5A/CZ 시편의 경우(Fig. 2의 (a)) 지르코니아 입자의 평균크기는 1  $\mu\text{m}$ , 평균 입계길이는 2  $\mu\text{m}$ 으로 알루미늄을 첨가하지 않은 CZ 시편에 비하여 다소 감소하였으나 입자모양과 입계모양은 동일한 형태를 나타내었다. 소결시편에서 분산된 알루미늄 입자의 평균크기는 0.3  $\mu\text{m}$ 이었는데, 초기 입자크기가 0.18  $\mu\text{m}$ 인 것을 감안하면 알루미늄도 소결하는 동안 입성장은 일어나지만 지르코니아 입자에 비하여 그 성장 속도가 크게 작은 것을 알 수 있었다. 첨가된 알루미늄 입자는 Table 3에서 보듯이 10% 정도만 입내에 존재하였고 대부분 알루미늄 입자는 지르코니아 입자의 입계에 분포하였다.

5A/CZ 시편을 1650°C에서 2시간 열처리한 5A/CZH

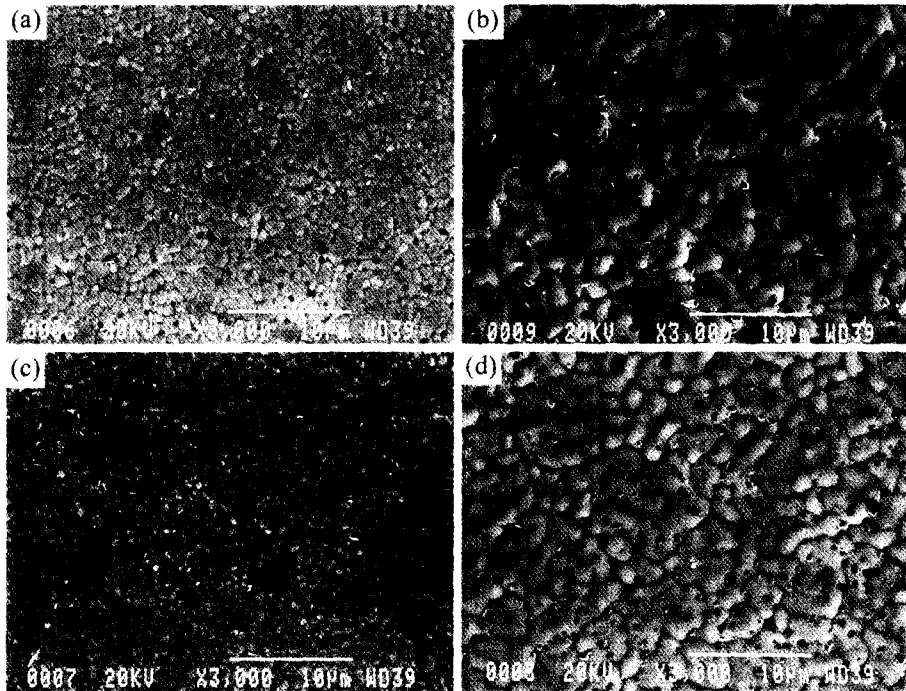


Fig. 2. Scanning electron micrographs of (a) 5A/CZ, (b) 5A/CZH, (c) 5A/Ce/CZ, and (d) 5A/Ce/CZH specimens.

Table 3

Sintered density, grain size, mean grain boundary length, and position of alumina in alumina-dispersed Ce-TZP

Specimen	Density (g/cm <sup>3</sup> )	Grain size of TZP ( $\mu\text{m}$ )	Grain boundary length of TZP ( $\mu\text{m}$ )	Grain size of alumina ( $\mu\text{m}$ )	Alumina position G/I (%) <sup>*</sup>
5A/CZ	6.19	1	2	0.3	90/10
5A/CZH	6.12	2.5	10	0.7	85/25
5A/Ce/CZ	6.18	1	3.5	0.3	95/5
5A/Ce/CZH	6.16	3	14	0.5	45/55

G : Percentage of alumina distribution on Ce-TZP grain boundary.

I : Percentage of alumina distribution within Ce-TZP grain.

시편에서의 지르코니아 입자의 평균크기는  $2.5\ \mu\text{m}$ 로 순수 지르코니아에 비하여 약 1/2로 감소하였고, 평균 입계길이는 약  $10\ \mu\text{m}$ 로 입자크기에 비하여 입계길이가 크게 증가한 것을 알 수 있는데, 이는 입계가 알루미늄 분산 때문에 약간의 굴곡을 가진 곡선 형태를 나타내기 때문이었다. 분산된 알루미늄 입자는 열처리동안  $0.7\ \mu\text{m}$ 로 두배 이상 성장하였고, 15% 정도의 알루미늄 입자가 지르코니아 입성장에 의해 입계에서 입내로 이동하여 존재하였다.

세리아를 도핑한 5A/Ce/CZ 시편의 소결체(Fig. 2의 (c))에서는 도핑하지 않은 시편(Fig. 2의 (a))과 유사한 미세구조를 나타내었다. 그러나  $1650^\circ\text{C}$ 에서 2시간 열처리한 5A/Ce/CZH 시편(Fig. 2의 (d))에서의 미세구조는 도핑하지 않은 시편과 다르게 관찰되었는데, 이 시편에서의 입계는 확산구동 입계이동에 의해 곡선적인 형태를 나타내고 입자형상은 불규칙하였다. 이에 따라 Ce-TZP의 평균 입자크기는 약  $3\ \mu\text{m}$ 이었으나, 평균 입계길이는  $14\ \mu\text{m}$ 으로 그 비가 가장 크게 나타났는데, 이는 위에서 언급한대로 알루미늄 첨가에 의하여 입성장은 억제되고 세리아 도핑에 의해 입계가 굴곡화되었기 때문인 것으로 판단되었다. 이 시편에서 분산된 알루미늄의 입자크기는 약  $0.5\ \mu\text{m}$ 로 도핑하지 않은 시편에 비하여 다소 작게 입성장을 하였으며, 알루미늄 입자의 위치도 Table 3에서 보듯이 지르코니아 입자의 내부에 더 많이 존재하였는데(입내 55%, 입계 45%), 이

는 세리아 도핑에 의해 안정화제의 고용량이 큰 입방정 지르코니아 입자가 일부 생성되어 빠른 입계이동 속도를 가지고 성장하고 이로 인하여 지르코니아의 입계이동을 제지하던 일부 알루미늄 입자가 지르코니아 입자에 포획되어 지르코니아 입자의 내부에 존재하는 것으로 판단된다.

### 3.3. Ce-TZP와 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ce-TZP}$ 파괴 형태

Fig. 3에는  $1650^\circ\text{C}$ 에서 2시간 열처리한 시편들의 파단면을 도핑 및 알루미늄 분산 조건에 대하여 각각 나타내었다. 도핑하지 않은 CZH와 5A/CZH 시편에서는 주로 입계파괴가 일어났으며(Fig. 3의 (a)와 (c)), 반면에 세리아를 도핑한 Ce/CZH와 5A/Ce/CZH 시편에서는(Fig. 3의 (b)와 (d)) 주로 입내파괴가 관찰되었다. 일반적으로 지르코니아 소결체의 경우 대부분 입계파괴가 관찰되는데, 세리아를 도핑한 시편에서 입내파괴가 주로 관찰되는 것은 확산구동 입계이동으로 인하여 입계가 곡선으로 변하고 이로 인하여 입계길이가 증가하기 때문인데, 이러한 시편에 응력이 가해져 입계를 통한 균열이 진행되면 비록 단위면적당 파괴에너지가 입내파괴보다도 적을지라도 균열전파 경로가 증가하여 큰 파괴에너지가 요구되므로 상대적으로 입내파괴에 대한 자유 에너지가 낮아지게 되어 입계파괴보다는 입내파괴가 일어나게 된다.

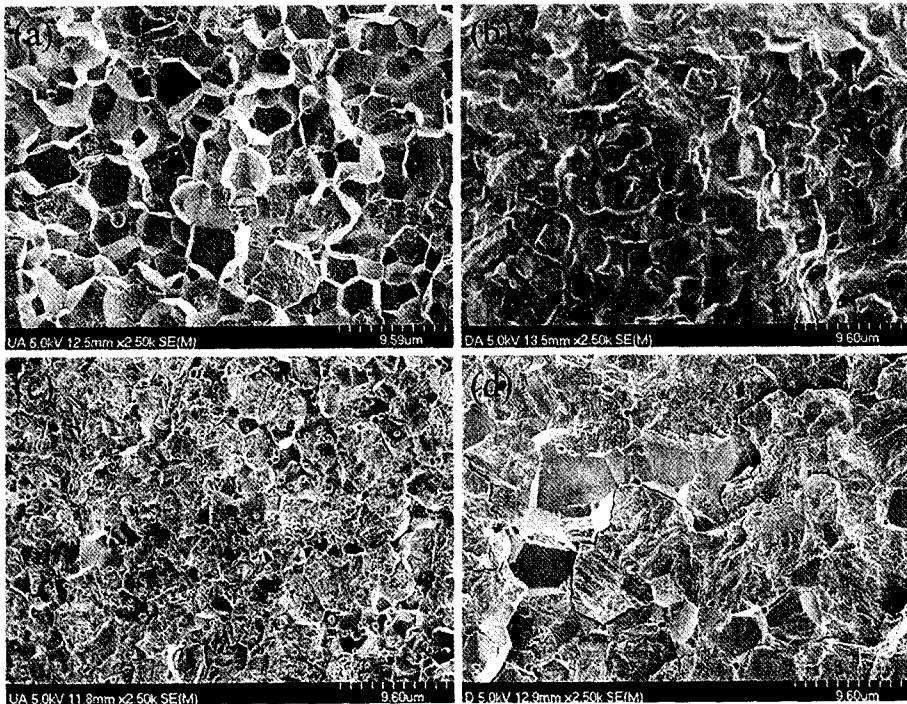


Fig. 3. Fracture surfaces of (a) CZH, (b) Ce/CZH, (c) 5A/CZH, and (d) 5A/Ce/CZH specimens.

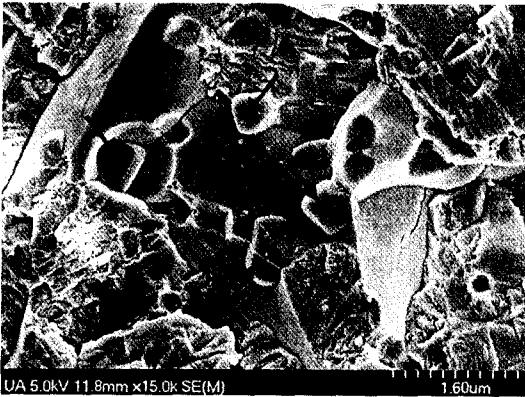


Fig. 4. Fracture surface of 5A/CZH specimen.

Fig. 4에는 5A/Ce/CZH 시편의 파단면을 나타내었다. 알루미늄 입자는 사진상의 화살표로 나타낸 바와 같이 기지상 Ce-TZP의 입내와 입계에 모두 분포되어 있었으며, 파단면에서 대부분의 알루미늄 입자가 둥근 다면체 형상을 나타내는 것으로 보아 파괴시 알루미늄 입자에 의해 균열 편향(crack deflection)이 일어나는 것을 알 수 있었다.

#### 4. 결 론

불규칙 입자형상을 갖는 Ce-TZP와 알루미늄이 분산된 Ce-TZP 세라믹스를 세리아 도핑조건과 열처리 조건을 변화시켜 제조한 다음, 미세구조를 고찰한 결과 제조된 시편들은 상대밀도가 99% 이상인 고밀도의 소결체였으며, 정방정 및 일부 입방정상 지르코니아 입자로 구성되었다. 소결만 행한 시편의 경우 직선적인 입계와 정상적인 입자형상을 나타내는데 비하여 세리아를 침적법으로 도핑한 후 고온으로 열처리한 시편에서는 확산구동 입계이동이 일어나 입계 및 입자형상이 불규칙하였으며, 이러한 Ce-TZP에서는 입자당 평균 입계길이가 최대 23  $\mu\text{m}$ 로 정상입자에 비하여 매우 크게 증가하였다.

알루미늄을 분산시켜 소결한  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ce-TZP}$  시편의 경우, 입계에 분포된 알루미늄 입자에 의해서 입성장이 크게 억제되었고, 세리아를 도핑한 후 소결과 열처리를 행한  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ce-TZP}$ 에서는 불규칙 입자형상이 형성되면서도 입성

장이 억제되었다. 분산된 알루미늄 입자들은 소결과 열처리 과정 중 입자크기가 증가하였고, 열처리 동안 많은 입자들이 입계에서 입내로 이동하였다. 정상적인 입자형상을 갖는 시편에서는 균열진전시 입계파괴가 주로 일어났으나 불규칙 입자형상을 갖는 시편에서는 주로 입내파괴가 관찰되었으며, 분포된 알루미늄 입자들은 균열진파시 균열편향을 유도하였다.

#### 감사의 글

이 논문은 1998년도 한국학술진흥재단의 학술연구비(신소재 분야)에 의하여 지원되었으며, 이에 감사를 드립니다.

#### 참 고 문 헌

- [ 1 ] T.K. Gupta, F.F. Lange and J.H. Bechtold, J. Mater. Sic. 13 (1978) 1464.
- [ 2 ] C. Greskovich and J.A. Palm, J. Am. Ceram. Soc. 63 (1980) 597.
- [ 3 ] R. Lundberg, L. Kahman, R. Pompe, R. Carlsson and R. Warren, Am. Ceram. Soc. Bull. 67 (1987) 333.
- [ 4 ] H. Schubert and G. Petzow, J. Ceram. Soc. 24A (1998) 21.
- [ 5 ] E.P. Butler and A.H. Heuer, J. Am. Ceram. Soc. 68 (1985) 197.
- [ 6 ] F.J.A. Den Broeder, J. Acta Meta. 20 (1972) 319.
- [ 7 ] Hebert K. Schmid, J. Am. Ceram. Soc. 74 (1991) 387.
- [ 8 ] J.W. Jeong and D.Y. Yoon, J. Am. Ceram. Soc. 75 (1992) 2659.
- [ 9 ] H.Y. Lee, S.J. Kang and D.Y. Yoon, J. Am. Ceram. Soc. 77 (1994) 1301.
- [ 10 ] T. Sato, S. Ohtaki, T. Endo and M. Shimada, J. Adv. Ceram. Soc. 24A (1988) 29.
- [ 11 ] J.K. Lee, H.H. Kang, Y.J. Kim and H. Kim, J. Kor. Ceram. Soc. 35 (1998) 1294.
- [ 12 ] H.Y. Lee, S.J. Kang and D.Y. Yoon, J. Am. Ceram. Soc. 77 (1994) 1301.
- [ 13 ] M. Hillert, Scripta Metall. 17 (1983) 237.
- [ 14 ] M.S. Sulonen, Acta Metall. 12 (1964) 749.
- [ 15 ] W.H. Lee, Y.D. Song and D.N. Yoon, Acta Metall. 35 (1987) 56.