

## 나노 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말의 건식 가압성형 거동

이해원 · 이종호 · 전형우 · 안재평 · 박종구 · 문 환\*  
한국과학기술연구원 세라믹공정연구센터, 삼화콘덴서(주)\*  
(2000년 8월 23일 접수)

### Dry Pressing Behavior of Nanosized Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Powders

Hae-Weon Lee, Jong-Ho Lee, Hyung-Woo Jun, Jae-Pyoung Ahn, Jong-Ku Park and Hwan Moon\*

Korea Institute of Science and Technology Ceramic Processing Research Center, Seoul, 136-791, Korea,  
Samwha Condenser, Yongin, 449-880, Korea\*

(Received August 23, 2000)

#### 초 록

표면 윤활층을 가진 나노 알루미늄을 진공중에서 가압성형함으로써 결합발생없이 높은 충전압력을 가할 수 있었으며, 높은 밀도, 미세기공, 좁은 기공경 분포를 가지는 성형체를 제조할 수 있었다. 윤활제의 화학 및 기계적 특성에 의하여 변하는 모세관 현상을 조정함으로써 충전효율을 증대하고 결합발생을 억제할 수 있다. 나노분말의 소결에서도 성형 미세구조의 균일도가 치밀화 거동에 여전히 지배적인 역할을 하였다.

#### ABSTRACT

Substantially higher compaction pressure could be applied during dry compaction by dry pressing surface lubricated nanosize alumina powders in vacuum, which was responsible for the improved green microstructure with high density, finer pore size and narrower pore size distribution. Mechanochemical characteristics of the surface lubricants appeared to play a significant role for controlling capillary phenomena which might be responsible for compaction efficiency and defect generation. The difference in green density persisted throughout sintering, which indicates that the homogeneity in green microstructure is still important even in nanosize powders in order to obtain the sintered body with high density and fine grain structure.

*Key words : Lubrication, Nanosize, Dry compaction, Capillary phenomena, Green microstructure*

#### 1. 서 론

나노 스케일을 가지는 다양한 재료의 물성은 마이크로 스케일을 가지는 재료에 비하여 우수할 뿐만 아니라 새로운 물성을 얻을 수 있다는 사실로부터 나노 분말의 합성, 소결, 응용에 걸친 연구가 활발히 전개되고 있다.<sup>1-3)</sup> 그러나, 나노 재료의 다양한 응용을 위한 노력에도 불구하고 이론 밀도를 가지는 소결체를 경제적으로 제조하는 것은 여전히 어려운 과제의 하나이다. 나노 스케일의 분말을 사용하여 소결 온도를 낮추고 나노 크기의 결정립 구조를 유지하면서 이론 밀도에 가까운 소결 밀도를 얻기 위하여 많은 노력이 경주되고 있다.<sup>3-8)</sup> 대부분의 나노분말 성형은 고압 장치를 이용하여 성형 및/또는 소결함으로써 상전이 온도와 기공의 입자 배위수를 낮추어 입성장을 억제하여 나노 결정립 구조의 소결체를 얻을 수 있음을 보고하고 있다.<sup>10-15)</sup>

그러나, 나노분말은 미세한 입자 크기에 따른 비표면적 때문에 입자간 마찰이 크고 입자 충전율이 낮으며 입자간 응집 경향이 매우 높다. 나노분말의 이러한 특징들은 성형체

의 충전밀도를 저하시키고 충전미세구조의 불균일성과 조대 충전결함을 발생시키는 원인으로 작용할 수 있다.<sup>5,16)</sup> 나노 입자의 충전과정에서 입자간 마찰을 줄이기 위한 다양한 방법이 가능하지만,<sup>17)</sup> Pechenik 등<sup>10,11)</sup>은 액체질소를 이용한 유체역학적 윤활(hydrodynamic lubrication) 원리를 적용하여 수 GPa의 압력까지 가하여 나노입자의 건식 성형을 시도하여 매우 균일한 가압성형체를 얻을 수 있었다. 그러나, 액체질소를 이용한 초고압 성형의 경우 가해지는 압력과 온도에 따른 액체질소의 상전이가 일어나며, 고액상전이는 약 20%의 부피변화를 동반하기 때문에 상태를 고려한 세심한 주의를 요한다. Pechenik 등이 초고압성형한 시편은 직경 6 mm, 높이 0.5 mm의 비교적 작은 크기로서 충전비가 매우 낮았기 때문에 압력분포차에 의한 불균일 충전이 억제되었을 가능성이 높다.<sup>10,11,18)</sup>

또한, 입자 크기가 미세해짐에 따라 비표면적이 매우 높은 나노분말의 충전과정에서 모세관 현상의 영향도 간과할 수 없는 인자로 작용할 것으로 예상된다. 충전과정에서 나노분말 사이에 형성되는 미세한 모세관으로 인하여 분말 입

자 사이에 존재하는 기체가 성형체를 빠져나가는 데 걸리는 시간은 입자 크기가 감소함에 따라 급격히 증가하며, 이로 인하여 기체분자가 입자사이의 공극에 포획될 가능성이 매우 높다. 이 때 포획된 기체는 입자의 표면화학적 특성에 따라 모세관 응축 또는 모세관 증발에 따라 성형체 내에서의 분포가 달라지며 충전 특성에도 큰 영향을 미칠 수 있다.<sup>19-21)</sup> Kelvin 식<sup>20)</sup>에 따르면 모세관경이 미세해지면 포화 증기압이 크게 낮아질 수 있다. 주어진 상대습도 하에서 나노분말입자의 접촉면이 가장 미세한 입경을 가지게 되며, 모세관 응축도 입자 접촉면에서 집중적으로 발생하게 된다. 입자 접촉면에 형성된 모세관 응축 부위는 강한 결합력에 의하여 강응집체로서 작용하여 충전압력의 비효율적 전달과 충전밀도의 저하를 일으키는 요인으로 작용할 수 있다. 대조적으로 모세관 증발은 입자간의 접촉면에서 증발현상이 발생하고 입자간에 형성된 공극에서 응축되는 현상으로 기체의 포획 효과이외에는 입자충전에 미치는 영향은 거의 무시할 수 있을 것으로 예상된다. 이러한 모세관 현상은 대상 유체의 특성과 입자의 표면화학적 특성간의 친화도에 따라 크게 달라진다.

본 연구에서는 표면 윤활층을 이용한 계면 윤활(boundary lubrication) 작용이 나노분말 입자의 충전에 미치는 영향을 분석하고 이들 표면 윤활층의 화학적 특성에 따른 충전거동의 변화를 관찰하였다. 또한, 이들 성형체의 소결 거동에 대하여 간단히 논하고자 한다.

## 2. 실험방법

### 2.1. 나노 알루미늄 분말의 분산

본 실험에 사용한 분말은 99.5%의 순도를 가지고 진밀도가  $3.6 \text{ g/cm}^3$ 이며 대부분이  $\gamma$  상인 평균입경 약 30 nm의 알루미늄 초미분 (Nanophase Technologies Corporation, USA)이었다. 일차입자 상태의 입도분포와 응집도를 보여주는 TEM 사진을 Fig. 1에 보여준다. 비표면적이 큰 초미세

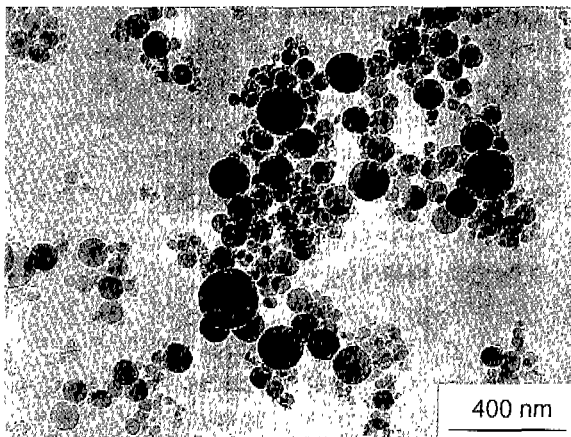


Fig. 1. TEM micrograph of nanosize  $\text{Al}_2\text{O}_3$  powder.

분말의 용해도 문제를 고려하여 본 실험에서는 액상매체로 물 대신 에틸 알코올을 사용하였다.

출발 분말에 포함된 조대 응집체의 분쇄와 윤활제 유기물의 흡착을 용이하게 하기 위하여 에틸 알코올을 액상매체로 하여 초음파 처리와 과립 제조를 수행하였다. 본 실험에 사용된 유기 윤활제는 oleic acid(이하 OA라 표기), stearic acid(이하 SA라 표기), poly(vinyl pyrrolidone)(이하 PVP라 표기)이었으며, 평균 입경 측정(ZetaPlus, Brookhaven Instruments, USA)을 통하여 최적 첨가량을 결정하였다.<sup>22)</sup> OA, SA, PVP의 최적 첨가량은 분말 무게 기준으로 각각 4%, 6%, 2%였다.

상기한 최적 첨가량의 유기 윤활제를 포함하는 슬러리에 대하여 2시간의 초음파 처리를 통하여 분말부피분율 15%의 슬러리를 얻을 수 있었다. 상기한 슬러리를 사용하여 열분무 건조기(Pulvis GB22, Yamato, Japan)를 사용하거나 저온에서 건조한 후 분쇄하여 성형실험을 위한 과립을 준비하였다. 열분무 건조 과립(이하 SG라 표기)은 입구 및 출구의 열풍 온도를 각각  $72^\circ\text{C}$ 와  $38^\circ\text{C}$ 로 유지하여 얻었으며, 저온 건조 과립(이하 CG라 표기)은 건조온도를  $50^\circ\text{C}$ 로 유지하여 24 시간 건조한 후 막자 유발에서 분쇄하고 체분리를 통하여  $45\sim 200 \mu\text{m}$  범위에 속하는 과립을 준비하였다.

### 2.2. 나노 알루미늄의 성형 및 소결

상기 항에서 준비한 SG 및 CG 과립을 사용하여 540 MPa까지의 충전압력으로 건식성형하여 지름 약 10 mm, 높이 약 3-4 mm의 디스크 형태의 시편을 제조하였다. 대기 또는 진공의 충전분위기와 상온에서  $60^\circ\text{C}$ 에 걸친 충전온도 범위에서 건식 가압성형을 수행하였다. 일부 시편에는 중력 침강법으로 분리한  $0.1\text{-}0.2 \mu\text{m}$ 의  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  중차입자를 1-2% 범위에서 첨가하였다. 성형밀도는 시편 무게에 분말 분율을 곱한 실제 분말 무게를 지름과 높이를 측정하여 계산한 부피로 나누어 얻었으며, 소결밀도는 아르키메데스 원리를 이용하여 얻은 벌크 밀도 값을 사용하였다. 기공구조분석은 수은 침투법을 사용하여 수은 압력 205 MPa까지 시행하여 기공 크기 약 7 nm까지 측정하여 충전기분 단위에 대한 평가를 수행하였다. 예비 소결실험은 저항 발열로를 사용하여 분당  $5^\circ\text{C}$ 로 승온한 후  $1400^\circ\text{C}$ 에서 2 시간 열처리한 후 로냉하였다.

Fig. 2는 나노분말의 건식 가압성형 공정에 대한 이해를 돕기 위하여 윤활제가 포함되지 않은 분말을 대기중에서 65 MPa의 압력으로 가압성형한 다음 소결한 시편에서 극심한 박리결함이 발생함을 보여준다. 이러한 박리결함은 충전중에 축적된 과도한 탄성에너지를 이형과정에서 이완시키지 못하기 때문이므로 입자간 마찰을 최소한으로 줄임으로써 박리결함의 발생을 억제하면서 충전압력을 증가시켜 충전밀도를 증가시키고자 하였다.

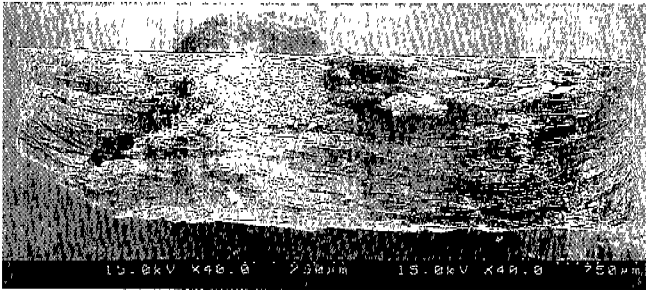


Fig. 2. SEM micrograph of severe delamination in sintered Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> compact dry pressed at 65 MPa without lubricant and sintered at 1400°C for 2 h.

### 3. 결과 및 고찰

Fig. 3은 n-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 열분무 건조 과립(SG)과 저온에서 건조하고 분쇄하여 얻은 과립(CG)을 건식 가압 성형하였을 때 얻은 성형체의 밀도를 충전압력의 함수로 표시한 것이다. SG 과립의 경우 아주 작은 치밀화가 일어난 반면, CG 과립의 충전밀도는 50-100 MPa 사이에서 급격히 상승한 후 그 이상에서는 매우 느린 충전 치밀화가 이루어짐을 보여준다. 이러한 충전거동의 차이는 과립의 미세구조 및 과립강도와 밀접한 관계가 있을 것으로 예상된다.

우선, 미세구조 측면을 고려해 보면, 열분무 건조과립은 슬러리 액적을 건조하여 얻게 되는데, 이 때 슬러리에 포함된 윤활제는 모세관 흐름에 의하여 액체매체와 함께 액적 표면으로 이동하고, 표면에 도달한 액상매체가 표면증발에 의하여 제거된다. 다시 말하면, 열분무 건조과립 내의 윤활제 분포가 불균일할 가능성이 매우 크고 상대적으로 입자간 마찰이 증가할 것으로 사료된다.<sup>23-25)</sup> 반면, 저온에서 액상매체를 서서히 증발시킨 CG 과립은 상대적으로 균일한 윤활제 분포를 가지며 충전과정에서 입자간 마찰력을 효과적으로 감소시키는 것으로 기대된다.

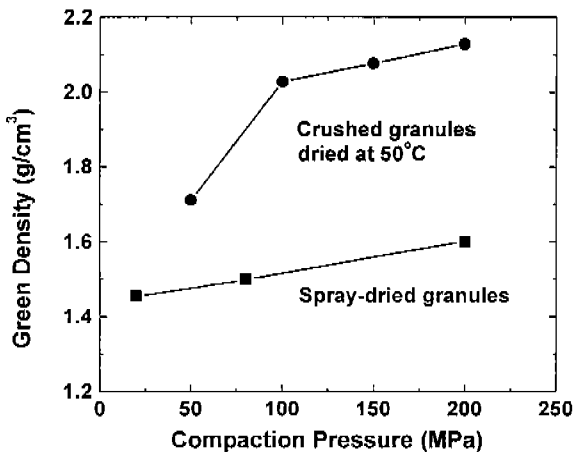


Fig. 3. Compaction behaviors of both spray-dried granules and crushed granules after slow drying.

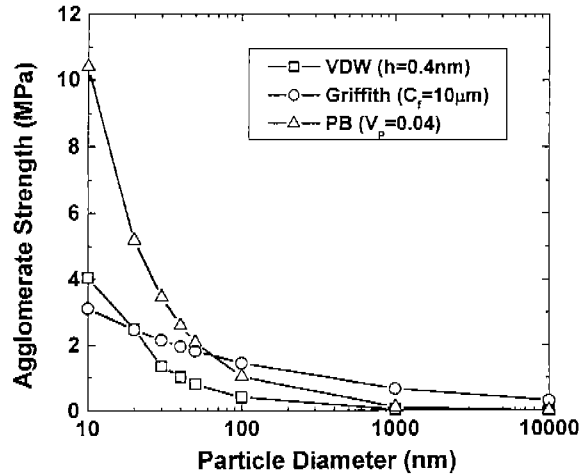


Fig. 4. Plots of estimated agglomerate strength as a function of particle diameter calculated from various models.

과립 강도 측면에서 살펴보면, Fig. 4에 나타난 바와 같이 분말 입자가 미세해짐에 따라 응집체 강도가 급격하게 증가하는 경향을 보인다. Fig. 4는 Van der Waals 모델 (Van der Waals model), Griffith 모델 (Griffith model), 고분자 가교 모델 (polymer bridge model)에 의한 분말 응집체의 강도를 비교한 것이다.<sup>26)</sup> Van der Waals 모델의 경우 입자간 거리를 흡착 물 분자를 고려하여 0.4 nm로, Griffith 모델의 경우 임계 결함 크기를 10 μm로, 고분자 가교 모델의 경우 고분자의 부피 분율을 4%로 가정하여 응집체 강도를 계산하였다. 분말 입경이 1 μm 일 때 응집체의 강도는 0.1-0.7 MPa 정도에 불과하며, 일반적인 열분무 과립의 강도가 약 0.5-0.6 MPa 임을 고려하면 매우 합리적인 값이라 여겨진다. 반면 분말 입경이 20 nm 정도에 이르면 응집체의 강도는 2-5 MPa로 최대 50배 정도 증가하게 된다. 만약 Kwon 등<sup>27,28)</sup>이 제안한 바와 같이 용매에 용해된 용질들이 건조과정에서 모세관에 집중되는 용질 가교의 영향을 받는다면, 응집체 강도는 더욱 증가할 가능성이 있다. Kwon 등<sup>27,28)</sup>은 수계분산계와 알코올 분산계로부터 얻은 보헤마이트 과립의 강도가 각각 약 23과 6 MPa 임을 보이면서, 그 차이가 두 분산계에 대한 보헤마이트 입자의 용해도 차에 기인한다고 지적하였다. 용해도차가 용질 가교에 의하여 형성되는 입자간 네크의 부피를 결정하고, 결과적으로 응집체의 강도를 결정하는 것으로 분석하였다.

Fig. 5는 윤활제로 사용된 3 가지 첨가제에 대하여 나노 분말의 충전밀도를 충전압력의 함수로 비교한 것이다. OA를 첨가제로 사용하였을 때 가장 높은 충전밀도를 얻은 반면, 상대적으로 분자량이 큰 PVP를 사용하였을 때 충전 최종단계에서의 충전밀도가 가장 낮은 경향을 보였다. 이러한 충전거동의 차이는 윤활제의 분자량에 의해서도 영향을 받지만, 대기중에 포함되거나 입자표면에 흡착된 수분에 대한 윤활제의 친화력이 큰 영향을 미치기 때문으로 보인다.<sup>20)</sup>

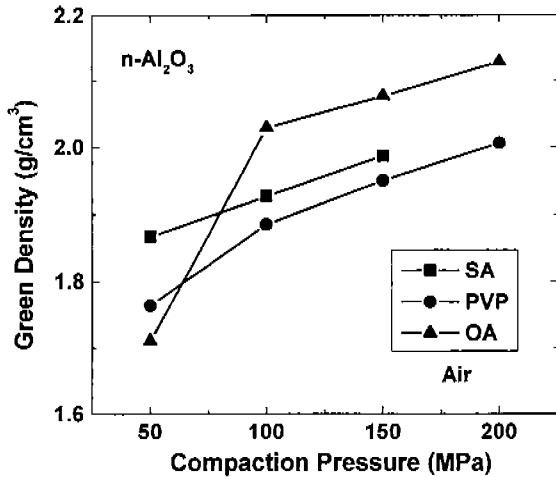


Fig. 5. Plots of green density versus compaction pressure for the samples dry pressed in air using the powders treated with various lubricating additives.

즉, PVP의 경우 수분에 대한 표면 흡착층의 친화력이 크고 입자 충전에 의하여 형성되는 모세관경이 아주 미세해짐에 따라 모세관 응축 현상이 발생하는 것으로 예상된다. 반면, OA는 소수성이 강하고 -COOH 관능기에 의하여 입자표면에 대한 결합력이 강하기 때문에 대기중에 존재하는 수분이 접촉면에서 모세관 증발현상을 보일 것으로 예상된다. 윤활제 SA를 사용한 경우 소수성인 OA와 친수성인 PVP의 중간 정도의 충전밀도를 보여 윤활제의 화학적 특성을 반영한다.

Fig. 6는 Fig. 4에 나타난 분말들을 진공 중에서 가압충전하였을 때 얻은 성형체의 충전밀도를 충전압력의 함수로 비교한 것이다. 진공 중에서 가압 성형함으로써 탈기효과를 얻을 수 있음은 물론 대기중에 포함된 수분의 영향을 거의 배제한 상태에서 입자 충전이 이루어진다고 볼 수 있다. 공기

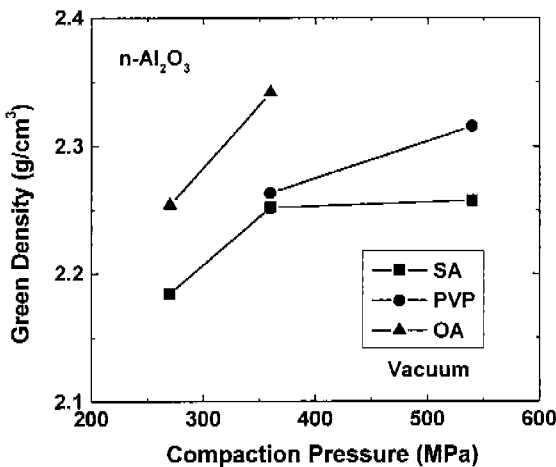


Fig. 6. Plots of green density versus compaction pressure for the samples dry pressed in vacuum using the powders treated with various lubricating additives.

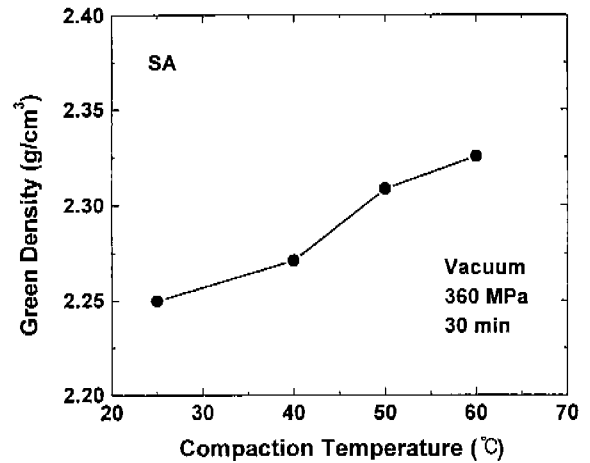


Fig. 7. Plots of green density versus compaction temperature for the samples dry-pressed for 30 min at 360 MPa in vacuum with SA treated powders.

중에서 가압성형하였을 때 박리결합의 발생없이 가할 수 있는 최대 충전압력이 약 150-200 MPa 정도였지만, 진공중에서 가압성형하였을 때 최대 충전압력은 540 MPa 까지 가능하였다. 진공중에서의 충전압력 증가에 의하여 충전밀도는 증가하였으며, SA, PVP, OA 윤활제를 사용한 분말을 사용하여 얻은 성형체의 충전밀도는 각각 2.26, 2.32, 2.34 g/cm³로 공기중에서 얻은 충전밀도에 비하여 약 10-16%의 밀도증가 효과를 얻을 수 있었다. 다만, Fig. 5의 공기중 충전결과와 달리 SA 윤활제를 사용한 시편의 충전밀도가 PVP를 사용한 충전밀도에 비하여 낮은 값을 가지는 경향을 보인다. 이것은 표면 윤활층과 입자표면과의 결합력차로 인한 윤활층의 손상이나 분자 사슬간의 결합력차에 의한 마찰계수의 차이 등에 기인할 수 있지만, 입자충전과정에서 이를 체계적으로 분석하기란 쉽지 않다.<sup>29)</sup>

일단 나노분말의 충전과정에서 윤활작용의 온도 의존성을 살펴보기 위하여 SA 윤활제를 사용한 분말을 진공중에서 충전압력 360 MPa으로 상온에서 60°C에 걸쳐 성형한 시편의 충전밀도를 충전온도의 함수로 나타낸 것이 Fig. 5이다. 예상한 대로 충전온도를 상온에서 60°C로 상승시킴에 따라 충전밀도는 점진적으로 증가하여 2.25에서 2.33 g/cm³로 약 3.5% 정도 증가하였다. 이 값은 Fig. 6에서 가장 높은 충전밀도를 보인 OA 윤활제 시편의 2.34 g/cm³와 거의 일치하는 값으로 윤활제에 따라 최적 윤활 작용을 얻는 조건이 달라질 수 있음을 보여준다.<sup>30)</sup> 충전온도 증가효과를 가장 극단적으로 보여주는 것이 Fig. 8에 나타난 바와 같이 탄성이 완에 의하여 발생하는 탄성 스프링백(spring-back)을 실질적인 범위로 감소시킨다는 사실이다. 충전온도가 증가함에 따라 스프링백은 점진적인 감소하는 경향을 보여, 상온에서 약 1%에 달하는 스프링백이 60°C에서는 0.28%의 아주 낮은 값을 보였다. 입자간 마찰 및 입자-몰드 벽면간 마찰에 의

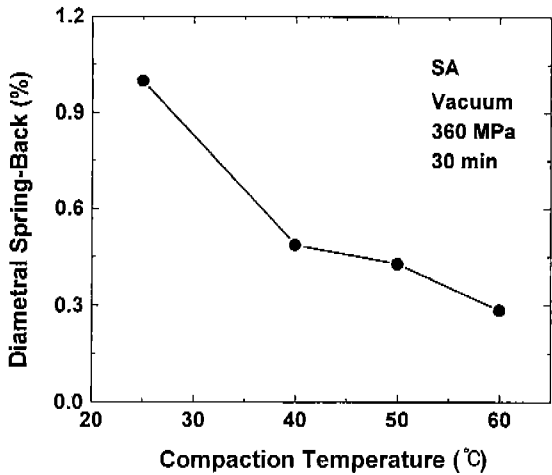


Fig. 8. Plots of diametral spring-back versus compaction temperature for the samples dry-pressed for 30 min at 360 MPa in vacuum with SA treated powders.

하여 발생하는 스프링백은 Fig. 5에서 보는 것처럼 박리결함의 발생으로 충전압력을 200 MPa 이상으로 증가시키지 못하는 요인이다. 그러나, 상기 결과는 표면 윤활층과 충전 온도의 적절한 선택에 의하여 박리결함의 실질적인 억제인 스프링백 약 0.75% 이하의 수준에서 가압성형을 수행할 수 있음을 보여준다.<sup>31)</sup>

Fig. 9는 각각 SA 윤활제를 첨가한 분말을 사용하여 공기 중에서 탄성이완(또는 스프링백)에 의한 박리결함 없이 가할 수 있는 최대 압력인 200 MPa를 가하여 얻은 시편과 진공 중에서 360 MPa의 압력으로 얻은 시편의 기공크기 분포를 비교한 것이다. 이 과정에서 충전밀도가 약 8% 정도 증가한 것은 물론 평균 기공크기도 13.5 nm에서 12.2 nm로 약 10% 정도 감소하는 것을 알 수 있다. 특히 주목할 사항은 진공 가압 성형 시편의 경우 약 16 nm 이상의

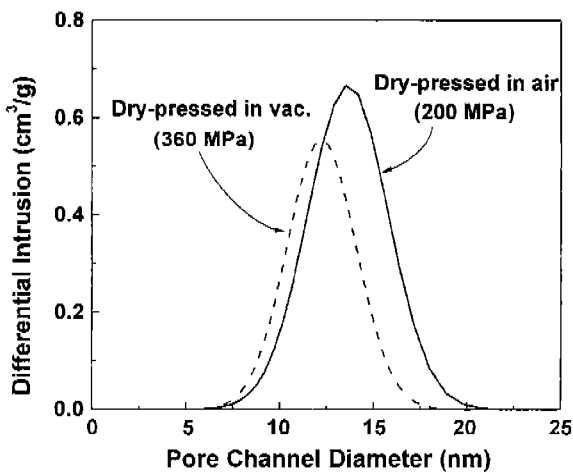


Fig. 9. Plots of pore size distributions obtained from the samples dry-pressed at both 200 MPa in air and 360 MPa in vacuum.

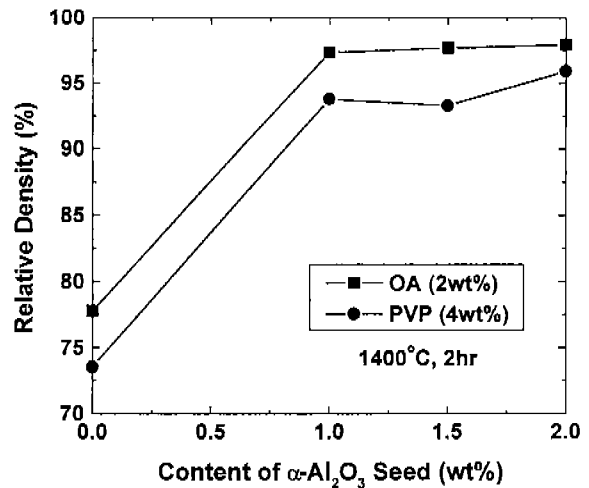


Fig. 10. Plots of sintered density versus  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> seed content for the samples dry-pressed with the powders containing lubricants of oleic acid and poly(vinyl pyrrolidone) and sintered 1400°C for 2 hr.

기공이 거의 존재하지 않는다는 사실이다. 이는 소결 공정이 미세한 기공의 제거로 시작하여 최종적으로 조대 기공의 제거로 이어지는 공정임을 고려할 때 진공 중에서 적절한 표면 개질을 한 분말을 사용하여 충전시킬 경우 균일한 성형 미세구조를 얻을 수 있음을 보여준다.<sup>32)</sup>

Fig. 10은 OA와 PVP 두 종류의 윤활제를 사용하여 200 MPa 공기 중에서 가압성형한 후 1400°C에서 2 시간 소결한 시편의 소결 밀도를  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 종자입자 첨가량의 함수로 비교한 것이다. 두 시편 모두 종자입자를 1% 이상 첨가하였을 때 소결밀도가 급격히 증가하는 경향을 보였으며, 2%의 종자입자를 포함하는 OA 시편의 소결밀도는 이론밀도의 98%에 이르는 높은 값을 보였다. 다만, Fig. 3에 보인 것처럼 PVP 시편과 OA 시편간의 충전밀도 차이(3.3%)가 종자입자의 첨가량에 관계없이 소결밀도에 그대로 반영되고 있다는 사실이 매우 흥미롭다. 소결 과정에서 상전이( $\gamma \rightarrow \alpha$ )를 수반하는데도 불구하고 초기 충전 밀도차를 그대로 유지하는 것으로부터 이 경우에도 충전밀도가 높고 기공경이 미세하며 기공경분포가 좁은 균일한 미세구조의 성형체를 얻는 것이 우수한 치밀화 특성을 얻는 선행 조건임을 확인할 수 있다.

Fig. 11은 1.5%의  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 종자입자와 윤활제 OA를 첨가하여 공기중 200 MPa과 진공중 360 MPa에서 건식 가압성형한 시편을 소결한 시편의 파단면을 비교한 SEM 사진이다. 기공크기가 미세하고 기공크기분포가 비교적 좁은 진공중에서 360 MPa로 성형한 시편의 미세구조가 비교적 균일한 결정립 발달을 하고 있음을 볼 수 있다. 따라서, Fig. 9의 기공크기 분포에서 보는 것처럼 매우 작은 차이지만, 기공크기가 균일해짐에 따라 소결미세구조도 균일해지는 경향을 확인할 수 있다.



**Fig. 11.** SEM micrographs of fracture surfaces for the sintered samples prepared with 1.5% seed addition which were dry pressed under different conditions: (A) 200 MPa/air and (B) 360 MPa/vac.

#### 4. 결 론

나노 분말을 oleic acid로 표면처리하여 진공중에서 건식 가압성형함으로써 이론밀도의 63.7%에 달하는 박리결함 없는 성형체를 얻을 수 있었다. 대기와 진공 중에서 성형한 시편의 충전밀도 차는 탈기 증진 효과와 모세관 응축 억제 효과에 기인하는 것으로 보인다. 탄성이완에 의한 박리결함의 발생없이 대기중과 진공중에서 가할 수 있는 최대 충전압력은 각각 200 MPa과 540 MPa이었다. 진공중에서 가압성형함으로써 얻어지는 충전압력의 상승효과는 충전밀도의 증가와 더불어 기공구조의 균일도 향상으로 나타났다. 상 전이를 수반하는  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 의 예비소결 결과는 충전밀도의 차이가 소결밀도에 그대로 반영되는 경향을 보였으며, 이는 성형체의 균일 미세구조가 높은 소결 밀도와 미세한 결정립의 소결체를 얻기 위한 선행조건임을 보여준다.

#### REFERENCES

1. Nanomaterials: Synthesis, Properties and Applications, Ed. by A.D. Edelstein and R.C. Cammarata, Institute of Physics Publishing, Philadelphia, USA, 1998.

2. Handbook of Nanostructured Materials and Nanotechnology, Ed. by H.S. Nalwa, Academic Press, 2000.
3. 김신영, 유지훈, 이재성, 김종렬, 김병기, "화학기상응축법에 의한  $\text{TiO}_2$  나노분말의 합성," 한국요업학회지, **36**(7), 742-750 (1999).
4. I.-W. Chen and X.-H. Wang, "Sintering Dense Nanocrystalline Ceramics without Final-Stage Grain Growth," *Nature*, **404**, 168-171 (2000).
5. W. H. Rhodes, "Agglomerate and Particle Size Effects on Sintering Ytria-Stabilized Zirconia," *J. Am. Ceram. Soc.*, **64**(1), 19-22 (1981).
6. T.-S. Yeh and M. D. Sacks, "Low-Temperature Sintering of Aluminum Oxide," *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**(10), 841-44 (1988).
7. G. L. Messing and M. Kumagai, "Low-Temperature Sintering of  $\alpha$ -Alumina -Seeded Boehmite Gels," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **73**(10), 88-91 (1994).
8. P. Duran, M. Villegas, F. Capel, J. F. Fernandez and C. Moure, "Nanostructured and Near Defect-Free Ceramics by Low-Temperature Pressureless Sintering of Nanosized Y-TZP Powders," *J. Mater. Sci.*, **32**, 4507-4512 (1997).
9. J.-P. Ahan, J.-K. Park and H.-W. Lee, "Effect of Compact Structures on the Phase Transition, Subsequent Densification and Microstructure Evolution During Sintering of Ultrafine Gamma Alumina Powder," *Nanost. Mater.*, **11**(1), 133-140 (1999).
10. A. Pechenik, G. Piermarini and S. C. Danforth, "Fabrication of Transparent Silicon Nitride from Nanosize Particles," *J. Am. Ceram. Soc.*, **75**(12), 3283-3288 (1992).
11. M. R. Gallas, B. Hockey, A. Pechenik and G. Piermarini, "Fabrication of Transparent  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  from Nanosize Particles," *J. Am. Ceram. Soc.*, **77**(8), 2107-2112 (1994).
12. C. S. Nordahl and G. Messing, "Transformation and Densification of Nanocrystalline  $\theta$ -Alumina during Sinter Forging," *J. Am. Ceram. Soc.*, **79**(12), 3149-3154 (1996).
13. J.-P. Ahn, J.-K. Park and M.-Y. Huh, "Effect of Green Density on the Subsequent Densification and Grain Growth of Ultrafine  $\text{SnO}_2$  Powder during Isochronal Sintering," *J. Am. Ceram. Soc.*, **80**(8), 2165-2167 (1997).
14. S.-C. Liao, Y.-J. Chen, W. E. Mayo and B. H. Kear, "Transformation-Assisted Consolidation of Bulk Nanocrystalline  $\text{TiO}_2$ ," *Nanost. Mater.*, **11**(4), 553-557 (1999).
15. S.-C. Liao, K. D. Pae and W. E. Mayo, "Retention of Nanoscale Grain Size in Bulk Sintered Materials Via Pressure-Induced Phase Transformation," *Nanost. Mater.*, **8**(6), 645-656 (1997).
16. F. W. Dynys and J. W. Halloran, "Influence of Aggregates on Sintering," *J. Am. Ceram. Soc.*, **67**(9), 596-601 (1984).
17. 김병익, 최상훈, "동적 정수압 가압성형에 의한 분말의 성형특성," 한국요업학회지, **29**(5), 391-395 (1992).
18. E. J. Gonzalez and G. J. Piermarini, "Low-Temperature Compaction of Nanosize Powders"; pp. 215-249 in Handbook of Nanostructured Materials and Nanotechnology, Vol. 1, Synthesis and Processing, Ed. by H.S. Nalwa. Academic Press, New York, 2000.
19. R. M. German, Particle Packing Characteristics; pp. 327-

329. Metal Powder Industries Federation, Princeton, NJ, 1989.
20. D. F. Evans and H. Wennerstrom, *The Colloidal Domain*, 2nd Ed.; pp. 264-269. Wiley-VCH, New York, 1999.
21. S. Lampenscherf, W. Pompe and D. S. Wilkinson, "Stress Development Due to Capillary Condensation in Powder Compacts: A Two-Dimensional Model Study," *J. Am. Ceram. Soc.*, **83**(6), 1333-1340 (2000).
22. 이해원, 오성록, "분산계 특성이 질화규소 미분의 과립특성 및 충전거동에 미치는 영향," *한국요업학회지*, **32**(4), 462-470 (1995).
23. S. J. Lukasiewicz, "Spray-Drying Ceramic Powders," *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**(4), 617-624 (1989).
24. S. J. Lukasiewicz and J. S. Reed, "Character and Compaction Response of Spray-Dried Agglomerates," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **57**(9), 798-801 (1978).
25. H. W. Lee, H. Song, I. Suk, S. Oh and S. Choi, "Effect of Suspension Property on Granule Morphology and Compaction Behavior"; pp. 41-50 in *Ceramic Trans.*, Vol. 54, The American Ceramic Society, Westerville, OH, 1995.
26. T. A. Ring, *Fundamentals of Ceramic Powder Processing and Synthesis*; pp. 721-726. Academic Press, New York, 1996.
27. S. Kwon and G. L. Messing, "The Effect of Particle Solubility on the Strength of Nanocrystalline Agglomerates: Boehmite," *Nanostructured Mater.*, **8**(4), 399-418 (1997).
28. S. Kwon and G. L. Messing, "Dry Pressing Boehmite Gels for the Fabrication of Monolithic  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>," *J. Sol-Gel Sci. Tech.*, **9**, 53-64 (1997).
29. D. Myers, *Surfaces, Interfaces, and Colloids*, 2nd. Ed.; pp. 448-475. Wiley-VCH, New York, 1999.
30. P. C. Michael, E. Rabinowicz and Y. Iwasa, "Thermal Activation in Boundary Lubricated Friction," *Wear*, **193**, 218-225 (1996).
31. J. S. Reed, *Principles of Ceramic Processing*, 2nd Ed.; pp. 434-442. John Wiley and Sons, New York, 1995.
32. J. Zheng and J. S. Reed, "The Differential Role of Forming and Sintering on Densification of Powder Compacts," *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**(9), 1410-1416 (1992).