

마그네시아 첨가 Al_2O_3 세라믹스의 내부구조 및 Weibull Modulus

조용익[†] · 유선균 · 정상귀 · 조성용 · 김승재 · 오쿠미야 마사타로*

전남대학교 공업기술연구소

*일본 파인세라믹 협회

(2001년 3월 29일 접수; 2001년 4월 18일 승인)

Internal Structure and Weibull Modulus of Al_2O_3 Ceramics Sintered with Addition of MgO

Yong Ick Cho[†], Sun Kyun Yoo, Sang Gwi Chung, Sung Yong Cho,
Seung Jai Kim and Masataro Okumiya*

Engineering Research Institute, Chonnam National University, Kwang-ju 500-757, Korea

*Japan Fine Ceramics Association, Tokyo 105-0003, Japan

(Received March 29, 2001; Accepted April 18, 2001)

초 록

고순도 알루미나 분말에 소결제로서 MgO를 0 ppm 및 500 ppm 첨가하여 열분무건조기를 사용하여 준비한 과립을 800°C에서 하소를 함으로서 얻어진 과립으로 제작한 소결체의 MgO 첨가량에 따른 미세구조와 꺾임강도에 미치는 영향을 고찰하였다. 또한 시편두께를 50 μ m의 박편으로 가공하여 투광법으로 내부구조도 관찰하였다. MgO를 500 ppm 첨가하여 제작한 과립을 180 MPa의 냉간정수압성형 후 1600°C에서 소결한 소결체는 상대밀도가 100%에 도달하였고 균일한 결정립성장의 치밀한 미세구조를 나타내었다. MgO를 500 ppm 첨가한 시편의 4점 꺾임강도 또한 각 소결온도에서 MgO를 0 ppm 첨가한 시편보다 23%-32%정도 높은 강도를 나타내었으며, 특히 소결온도 1600°C에서는 꺾임강도가 501 MPa 그리고 weibull 계수가 20의 고강도이면서 신뢰성이 높은 알루미나 소결체가 얻어졌다. 본 연구에서는 weibull 계수의 값이 높은 시편일수록 내부구조의 결함크기가 작고 이 작은 결함이 시편내부에 균일하게 분포되어있음을 확인 할 수 있었다.

ABSTRACT

The preparation of granules was performed by adding either 0 ppm or 500 ppm of MgO as sintering agent to high-purity alumina powder using a spray-dryer. The effect of MgO addition on microstructure and flexural strength of sintered bodies fabricated using calcined alumina granules at 800°C was investigated. Internal structure of specimens with 50 μ m thickness was also observed by optical microscope. The relative density of sintered body lead to 100% at 1600°C fabricated from alumina granules adding 500 ppm MgO with cold isostatically pressing of 180 MPa. Four-point flexural strength of specimen added by 500 ppm MgO at each sintering temperature was 23 to 32% higher than that by 0ppm MgO. Especially, with high strength and reliability alumina sintered body showing 501 MPa of strength and 20 of weibull modulus was obtained at 1600°C. In this study, we found that defect size of specimen became smaller as weibull modulus became higher and was distributed uniformly inside of specimen.

Key words : Al_2O_3 granules, Sintering agent, Spray-dryer, Calcination, Weibull modulus, Flexural strength

1. 서 론

최근 재료의 개발은 소재 그 자체뿐만 아니라 제품의 미세화, 집적화, 지능화라고 하는 현실적인 목표를 가지고 연구되어지는 경향이 많아졌다. 그 중에서도 파인세라믹스는 일반적으로 내열성이 우수하기 때문에 여기에 새로운 부가 가치를 부여함으로써 고도의 목적에 대응할 수 있는 신재료가 되는 것이 기대되고 있다. 그러나 현 실정에서는 아직

재료내부에 결함이 생기며, 그곳으로부터 균열이 급격히 발생하기 쉬운 세라믹스의 약점이 나타나는 것을 가끔 볼 수가 있고 재료 그 자체에 대한 신뢰성이 충분하지가 못하다. 강도 및 신뢰성을 충분히 향상시키기 위해서는 재료의 내부 구조에 착목해서 재료설계에 대응할 수 있도록 제조과정을 엄격히 제어할 수 있는 제조방법을 확립하는 것이 필요하다.

일반적으로 세라믹스는 여러 가지 성형방법으로 제조되고 있지만 가압성형은 가장 범용적으로 사용되고 있으며, 세라믹스 분말을 수십 μ m의 과립으로 제조해서 사용한다. 과립은 세라믹스의 분말 및 소결제를 균일하게 혼합시키기 위

[†]Corresponding author : yicho@chonnam.chonnam.ac.kr

해서 증류수등의 용매를 사용하여 슬러리로한후 분무건조기를 사용해서 제작되며, 이 과립의 특성이 성형체 및 소결체의 특성을 결정한다.¹⁻⁶⁾ 여기에서 소결조제는 치밀한 알루미늄나 소결체를 제작하기위해서 첨가한다. 알루미늄나 소결체 등에 영향을 미치는 소결조제로서 MgO 첨가효과의 입성장 거동과 소결체의 구조에 관한 연구⁷⁻¹³⁾는 지금까지 다수 보고되었으며, MgO는 소결과정에서 입체에 존재하면서 평균 입성장속도를 감소시켜 균일한 미세구조를 형성시키는데 유용하다는 사실은 잘 알려져 있다. 그러나 이와 같이 미세구조를 균일하게 제어한 알루미늄나 세라믹스에 대한 강도뿐만 아니라 신뢰성을 향상시키기 위한 기계적 특성 평가에 관한 보고^{5,14-16)}는 비교적 많지가 않다.

따라서 본 연구에서는 MgO의 공급원으로 초산마그네슘을 이용하여 얻어진 과립을 하소하여 제작한 소결체의 MgO 첨가량이 미세구조와 꺾임강도에 미치는 영향을 고찰하였다. 또한 시편을 박편화하여 투광법으로 관찰함으로써 소결 온도에 따른 내부결합의 변화와 weibull 계수와와의 관계를 검토하였다.

2. 실험방법

본 실험에 사용한 출발 분말은 평균입경이 0.50 μm 이며, 순도가 99.997%인 고순도 알루미늄나(AKP-20, Sumitomo Chemical Co. Ltd., Japan)를 사용하였다. Table 1에 출발 물질의 화학조성 및 특성을 나타내었다. 소결조제로 초산마그네슘($\text{Mg}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)을 알루미늄나 중량에 대해서 0 ppm과 500 ppm의 MgO가 되도록 첨가한 후 알루미늄나 분말과 함께 증류수에 20 vol%의 고체함량이 되도록 혼합한 후, 여기에 초산을 서서히 적하하면서 교반하여 pH를 약 4에 맞추므로써 알루미늄나 입자가 균일하게 분산된 슬러리를 제작했다. 그 후 슬러리를 2시간 자력교반기로 균일하게 혼

Table 1. Chemical Analyses and Powder Characteristics of AKP-20

Analyses	Values
	AKP-20
Impurities (ppm)	
Si	14
Na	5
Mg	2
Cu	1>
Fe	7
Total (ppm)	29
Al_2O_3 (%)	99.997
Mean particle size (μm)	0.50
BET specific surface area (m^2/g)	4.4

합시켰다. 상기한 슬러리를 열분무 건조기를 사용하여 입구의 열풍온도를 150°C 출구의 열풍온도를 70°C로 유지하면서 과립을 준비하였다. 얻어진 과립을 800°C에서 5시간 공기 중에서 하소(calcination)를 행하였다. 하소후의 알루미늄나 과립과 분산제(Celuna D-305, Chukyo Yushi Co. Ltd., Japan)를 함께 증류수에 혼합 후 20시간 불필로 분쇄하고 바인더(SMR-10M, Shinetsu Chemical Co. Ltd., Japan 및 Celuna WF-610, Chukyo Yushi Co. Ltd., Japan)와 윤활제(Serosol-920, Chukyo Yushi Co. Ltd., Japan)를 첨가해서 30분간 불필을 행하였다. 불필은 직경 15 mm의 고순도 알루미늄나 불(99.9%)을 사용하였다. 상기의 슬러리를 다시 날개교반기를 이용하여 첨가물이 균일하게 혼합되도록 2시간 교반을 행하였다. 얻어진 슬러리를 다시 한번 열분무 건조기를 사용하여 과립을 제작하였고 100 μm 스테인레스스틸 체를 통과시켜 과립의 크기를 일정하게 하였다. 제작한 과립에 대해서는 고분해능 SEM(JSM-6340F, JEOL Ltd., Japan)을 사용하여 과립의 구조를 관찰하였다.

상기 항에서 제조한 과립은 60 mm×60 mm의 사각 초경 합금몰드를 사용하여 9.8 MPa로 일축가압성형한 뒤 고무주머니에 넣어 180 MPa의 압력으로 3분간 냉간정수압성형을 하여 성형체를 제작하였다. 성형체는 공기 중에서 150°C/h로 승온한 후 1500°C, 1550°C, 1600°C에서 2시간 소결한 후 로냉하여 각 소결조건에서 4개씩의 소결체를 제조하였다. 한편 소결체 상대밀도는 아르키메데스법을 이용하여 측정하였다. 강도는 임의로 선택한 사각의 소결체로부터 3 mm×4 mm×40 mm로 절단하여 만능시험기를 이용하여 4점 굽힘강도를 측정하였다. 이때 span length는 내부와 외부가 각각 10 mm와 30 mm이고 crosshead speed는 0.5 mm/min이었다. 시편의 연마된 표면의 미세조직관찰은 각 소결온도 보다 50°C 낮은 온도에서 30분간 열에칭한뒤 SEM(JSM-T300, JEOL Ltd., Japan)으로 관찰을 하였다. 시편의 내부 구조 관찰은 강도측정에 사용한 시편을 800 및 1000 grit 다이아몬드휠을 사용하여 표면을 깎아 낸 뒤 최종적으로 0.2 μm 다이아몬드 paste로 양표면을 연마하여 두께 약 50 μm 의 박편으로 가공하여 광학현미경으로 투광법을 사용하여 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

출발 분말인 고순도 알루미늄나에 소결조제로 MgO를 500 ppm 첨가한 후 열분무 건조기를 사용하여 준비한 과립을 하소 후 불필링을 행한다음 다시 열분무 건조기로 제작한 과립구조의 SEM 사진을 Fig. 1에 나타내었다. 본 실험의 슬러리 조건에서 제작한 과립은 타원형으로 중앙에는 분산 슬러리로부터 제작한 과립의 특징인 dimple¹⁵⁻¹⁶⁾이 존재하고 있고(Fig. 1(A)) 그 구조는 단순하지는 않지만 dimple의 직경은 과립직경의 1/4~1/3 정도이었다. 한편 과립의 내부구

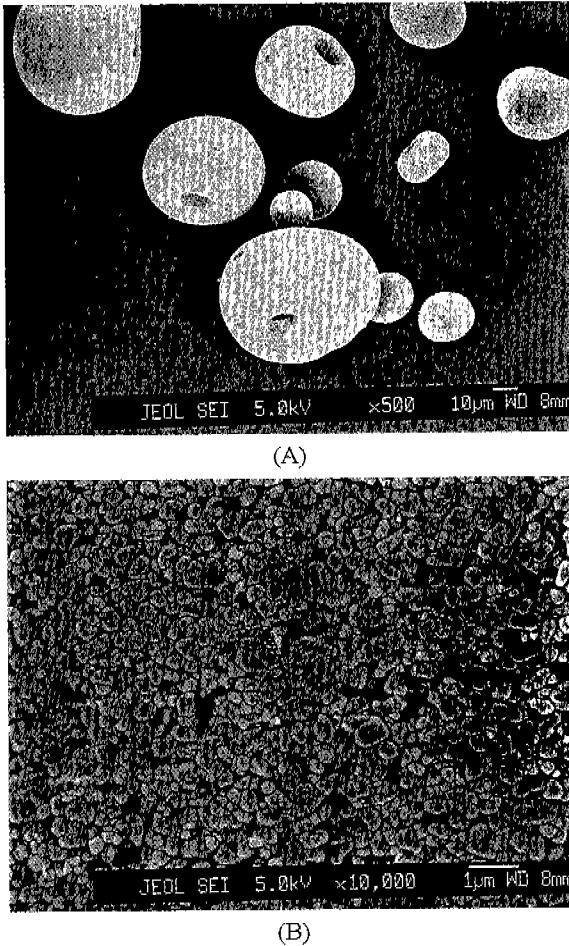


Fig. 1. SEM observation of spray-dried alumina granules fabricated from MgO=500 ppm. (A) Granule structure and (B) Surface morphology.

조는 알루미나 입자가 균일하게 분산되어있음을 알 수 있었고 (Fig. 1(B)) 소결조제로 초산마그네슘을 첨가하여 제작한 과립내에 이와 같이 응집입자가 존재하지 않고 알루미나 입자가 균일하게 분산되어있는 점으로 미루어보아 알루미나 입자와 함께 MgO가 균일하게 분산되어 있으리라고 예상된다.

Fig. 2에는 MgO 첨가량이 각각 0 ppm과 500 ppm으로 제작한 과립을 일축가압성형에 이어서 180 MPa로 냉간정수압성형 후 소결한 소결체의 상대밀도와 소결온도와의 관계를 보여준다. MgO 첨가량이 500 ppm으로 제작한 소결체의 경우는 1500°C에서 이미 상대밀도가 99.7%에 도달해있고 소결온도의 증가에 따라서 상대밀도도 증가해 소결온도 1600°C에서는 상대밀도가 100%의 소결체가 얻어졌다. 한편 MgO를 첨가하지않고 제작한 소결체의 경우도 소결온도에 따라서 밀도가 증가하고있으나 상대밀도가 98.4%에서 99.4% 사이로 MgO를 500 ppm 첨가한 소결체에 비해서 상대적으로 밀도가 낮은 소결체가 되었음을 알 수 있다. 이같은

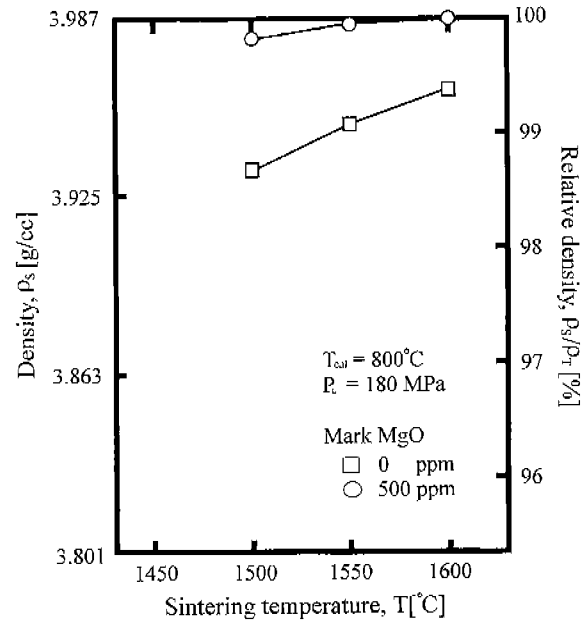


Fig. 2. Effect of MgO additive on relative density of sintered bodies.

차이는 소결조제로서 초산마그네슘을 첨가하여 제작한 소결체는 알루미나 입자내에 MgO가 고르게 분산되어 소결조제로서의 역할을 충분히 해냈다고 생각되며, 이러한 경향은 지금까지의 보고^{8,11)}와 잘 일치된다. 그러나 MgO를 첨가할 경우에도 공기 중에서 소결을 행할 때 소결과정에서 입계에 존재하는 MgO가 휘발되기 때문에 알루미나 입계에 수 많은 기공이 형성되어 소결온도의 증가에따라서 밀도가 낮아지는 경향도 보고되어있다.⁹⁾ 이에 반해 본 연구에서 제작한 소결체에서는 MgO의 휘발은 관찰되지않고 1600°C에서 완전한 치밀체가 얻어진 것은 소결조제로 첨가한 초산마그네슘이 수화되어 수산화마그네슘으로 형성된 다음 과립의 하소에 의해서 MgO 성분으로 알루미나 과립내에 균일하며, 안정하게 존재하기 때문이라고 추측되어진다.

꺾임강도를 측정할 시편중 각 소결온도에서 평균 꺾임강도값을 나타낸 시편을 선택하여 열에칭한 후 표면을 관찰한 SEM 사진을 Fig. 3과 Fig. 4에 나타냈다. MgO=0 ppm의 조건에서 제작한 시편의 소결체는 불균일하고 기공이 많은 미세구조를 보이고 있다. 이 미세구조는 소결온도의 증가에 따라서 비정상결정립성장이 관찰되며, 소결온도 1600°C에서는 거의 전범위에 걸쳐 입내와 입계에 많은 기공이 존재하고있다. 한편 MgO=0 ppm의 조건에 비해서 상대밀도가 높았던 MgO=500 ppm의 경우 전반적으로 평균결정립 크기는 소결온도가 높아짐에 따라 증가하였으나 결정립성장이 억제되어 소결체의 미세구조는 기공이 감소하고 균일한 결정립성장이 관찰되었다. 특히 상대밀도가 100%에 도달한 소결온도 1600°C의 미세구조에서는 입내기공이나 입계에 기공이 존재하지 않은 치밀한 구조가 되었다.

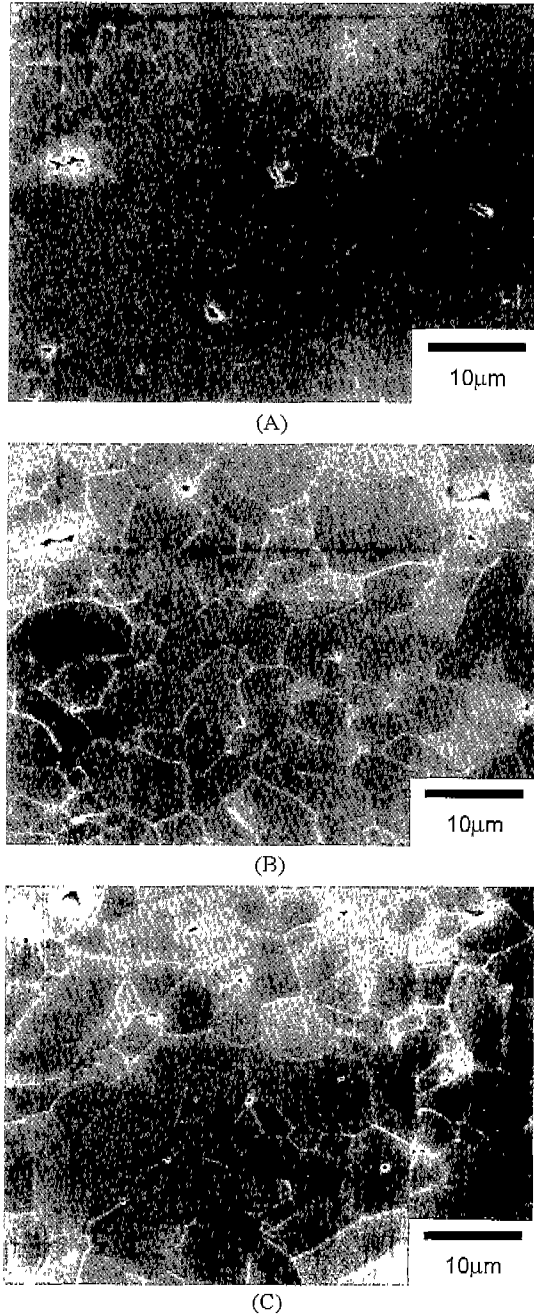


Fig. 3. SEM observation of microstructure of sintered bodies fabricated from MgO=0 ppm. (A) 1500°C, (B) 1550°C and (C) 1600°C.

다음으로 Fig. 4에서 시편의 표면관찰에 사용한 시편을 유리 슬라이드에 고정시킨 후 50 μm 두께의 박편으로 가공하여 관찰한 내부구조의 결과를 Fig. 5에 나타냈다. 그림 중에 검은 부분은 시편내부에 존재하는 기공(결함)을 나타내고 있다. 소결온도 1500°C의 시편에서는 크기가 큰 타원형의 기공주위를 미세하게 연결된 기공들이 둘러싸듯이 존재하고 있고 또한 크기와 형태가 틀린 기공이 내부에 분포하고 있

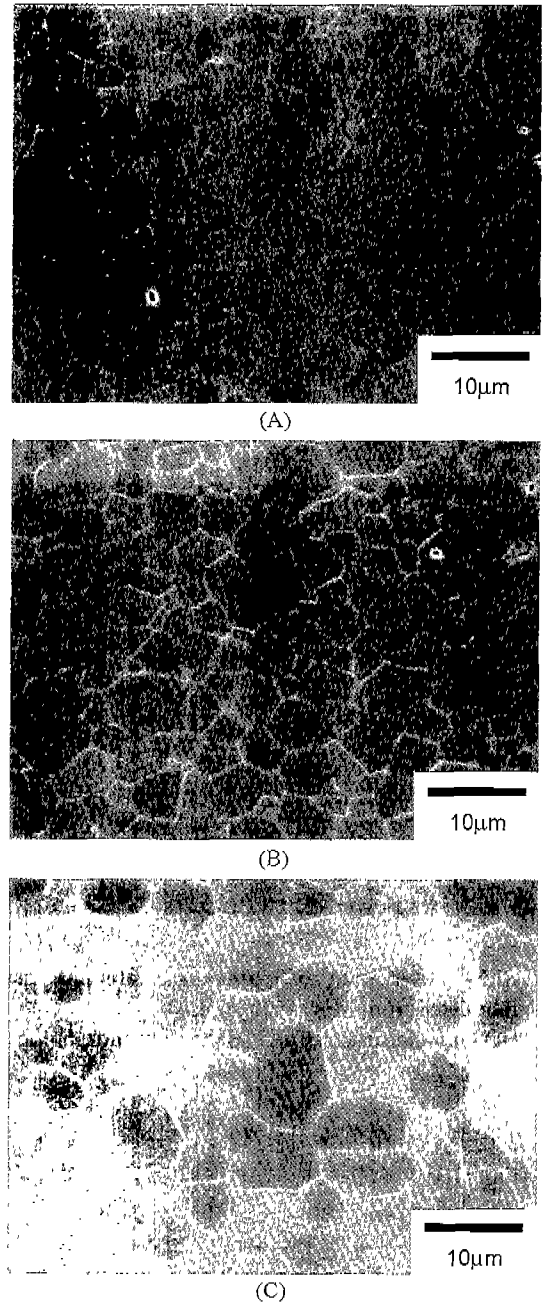


Fig. 4. SEM observation of microstructure of sintered bodies fabricated from MgO=500 ppm. (A) 1500°C, (B) 1550°C and (C) 1600°C.

다. 이러한 기공은 성형체나 소결체 초기단계에서 과립의 경계부분에 존재했던 기공이 소결과정에서도 소멸하지 않고 남아있던 것으로 과립간이나 과립구조가 원인으로 들 수 있다. 이러한 기공은 소결온도의 증가에 따라서 다소 없어지거나 크기가 감소해지지만 완전히 소멸되지는 않고 소결체에 잔류한다.¹⁷⁾ 한편 소결온도 1600°C에서는 기공형태가 변형되어 시편 전체에 크기가 작고 형태가 일정한 기공이 균일하게 분포해 있음을 알 수 있다. Fig. 4(C)의 SEM 사진

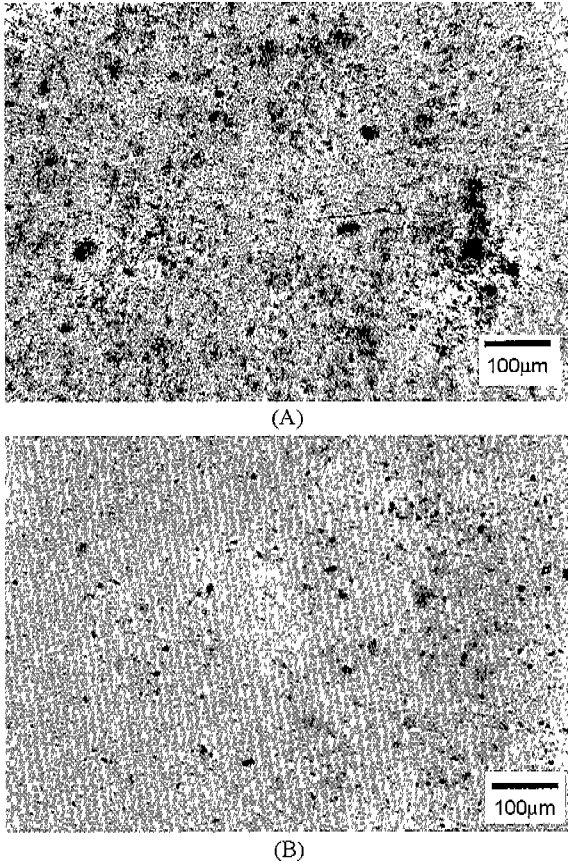


Fig. 5. Optical microscopic examination on the effect of sintering temperature on pore structure in sintered alumina ceramics fabricated from MgO=500 ppm. (A) 1500°C and (C) 1600°C.

처럼 기공이 존재하지 않는 치밀한 소결체일지라도 시편내 부에는 전반적으로 많은 기공이 존재한다는 사실을 알 수 있었다.

Fig. 6에는 각 소결온도에서 제작한 시편의 4점 꺾임강도 측정의 결과를 나타냈다. 180 MPa의 냉간정수압성형을 하여 제작한 성형체를 공기 중에서 150°C/h로 승온한 후 1500°C, 1550°C, 1600°C에서 2시간 소결한 후 로냉하여 각각의 소결온도에서 각 4개씩의 같은 소결체를 제조하였다. 이렇게 소결조건이 동일한 4개의 사각의 소결체중에서 임의로 2개의 소결체를 선택하여 15~22개의 시편을 잘라내어 강도를 측정하였다. MgO를 0 ppm 첨가한 과립으로 제작한 시편의 경우(Fig. 6(A)) 소결온도에 따른 강도의 현저한 차이는 관찰되지 않았고 weibull 분포 또한 소결온도의 증가에 따라서 약간 증가하고있지만 weibull 계수가 7.6의 낮은 값을 나타내고 있다. 한편 소결조제로서 MgO를 500 ppm 첨가한 과립으로 제작한 시편의 경우(Fig. 6(B))는 MgO를 0 ppm 첨가한 시편보다 각 소결온도에서 23%~32% 정도 높은 강도를 나타내었고 소결온도 1500°C에서는 576 MPa의 대단히 높은 강도값이 얻어졌다. 특히 주목할만

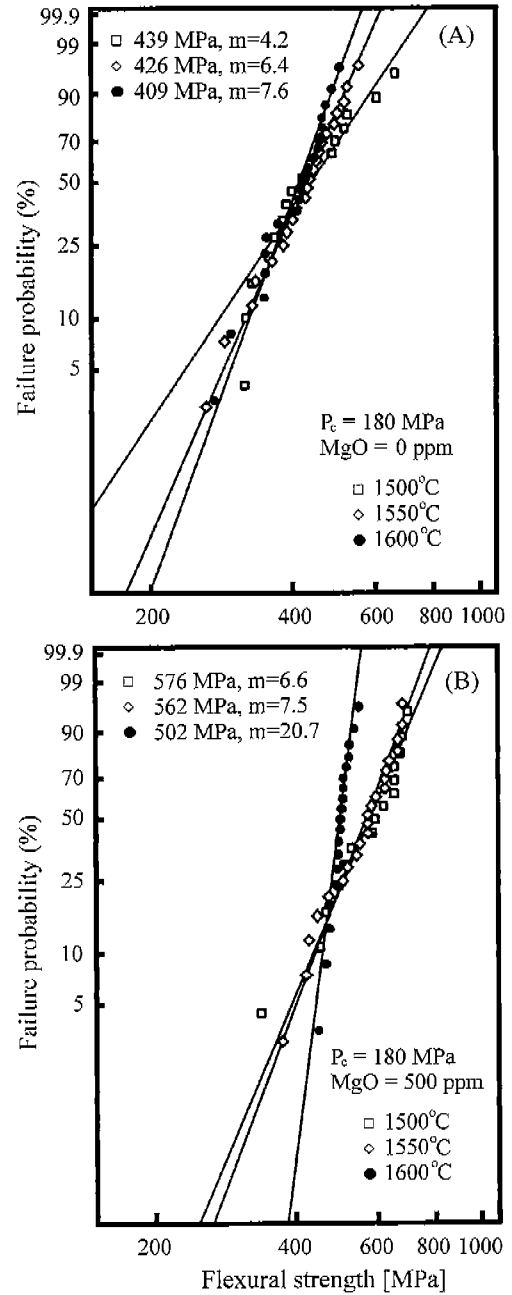


Fig. 6. Weibull plots of the flexural strength for specimens made with (A) MgO=0 ppm and (B) MgO=500 ppm.

한 점은 소결온도 1600°C의 조건에서 제작한 시편에서는 weibull 계수가 급격히 증가해서 weibull 계수가 20.7의 신뢰성 높은값이 얻어졌고 이때의 강도 또한 502 MPa의 고강도의 알루미나 소결체가 얻어졌다. 이상의 결과에서 보는바와 같이 평균강도의 감소와 더불어 weibull 계수가 증가하는 것은 높은 소결온도(1600°C)에서 제작한 시료 중에는 기공이 파괴원이라는 사실을 보여주고 있다. 즉 높은 소결온도에서는 Fig. 5(B))에서 관찰된 바와 같이 다수의 동일한 크기의 기공이 분포되어있고 파괴는 이것들의 기공에 의해

서 지배되지만 크기와 형태가 일정하기 때문에 파괴응력은 거의 일정범위에 들어간다. 한편 낮은 소결온도(1500°C)에서 제작한 시편에서는 기공의 농도는 낮고 또한 그 크기와 형태가 일정하지 않다(Fig. 5(A)). 이 경우에는 시료층의 최대 인력이 가해지는 영역(시료의 아래면 중앙)에 큰 파괴원이 존재하지 않을 가능성이 높고 시료를 가공할 때에 발생하는 표면상처 또는 표면상처와 내부기공과의 복합결합등이 파괴원이 되는 가능성이 높다. 그러기 때문에 파괴원의 종류나 크기 및 형태가 여러 가지로 되고 파괴에 필요한 응력의 범위가 넓어져서 weibull 계수가 작게된다.

4. 결 론

소결조제로서 초산마그네슘을 사용하여 첨가량에 따른 알루미늄나 소결체의 미세구조 관찰 및 특성평가를 행하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 고순도 알루미늄 분말에 소결조제로서 MgO를 500 ppm 첨가하여 준비한 과립을 800°C에서 5시간 하소를 함으로서 얻어진 과립을 사용하여 1600°C의 소결온도에서 4점 꺾임 강도가 502 MPa이며, weibull 계수가 20.7인 고강도이면서 신뢰성이 높은 알루미늄나 소결체를 제조하였다. 이는 초산마그네슘을 첨가하여 제작한 과립에 대해서 하소가 과립내에 존재하는 MgO를 균일하게 분산시킴으로서 소결체의 미세구조 및 기계적 특성을 향상시키는데 유용하다는 사실을 설명해주었다.

2. MgO를 첨가하지 않은 과립에 비해서 MgO를 500 ppm 첨가한 과립으로 제작한 소결체가 전반적으로 높은 상대밀도를 나타냈으며, 특히 1600°C의 소결온도에서는 상대밀도가 100%의 완전히 치밀한 소결체가 얻어졌다. 이 소결체의 미세구조 또한 입내기공이나 입계에 존재한 기공이 없으며, 균일한 결정립성장의 구조를 보여주었다.

3. 본 연구에서 제작한 시편을 박편으로 가공하여 내부구조를 관찰한 결과 weibull 계수가 높은 시편일수록 크기가 작고 형태가 일정한 기공이 시편전체에 균일하게 분포되어 있는 것이 확인되었다.

감사의 글

본 연구는 한국학술진흥재단의 연구비 지원에 의해 이루어졌으며 이에 감사드립니다.

REFERENCES

1. K. Uematsu, M. Miyashita, J. Y. Kim and N. Uchida, "Direct Study of the Behavior of Flaw-forming Defect in Sintering," *J. Am. Ceram. Soc.*, **75**(4), 1016-1018 (1992).
2. W. J. Walker, Jr., J. S. Reed and S. K. Vema, "Influence of Granule Character on Strength and Weibull Modules of Sintered Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, **82**(1), 50-56 (1999).
3. H. Takahashi, N. Shinohara, K. Uematsu and J. Tsubaki, "Influence of Granule Character and Compaction on the Mechanical Properties of Sintered Silicon Nitride," *J. Am. Ceram. Soc.*, **79**(4), 843-848 (1996).
4. Y. Iwamoto, H. Nomura, I. Sugiura, J. Tsubaki, H. Takahashi, K. Ishikawa, N. Shinohara, M. Okumiya, T. Yamada, H. Kamiya and K. Uematsu, "Microstructure Evolution and Mechanical Strength of Silicon Nitride Ceramics," *J. Mater. Res.*, **9**(5), 1208-1213 (1994).
5. N. Shinohara, M. Okumiya, T. Hotta, K. Nakahira, M. Natio and K. Uematsu, "Effect of Seasons on Density, Strength of Alumina," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **78**(2), 81-84 (1999).
6. Y. I. Cho, S. G. Chung, S. Y. Cho, S. J. Kim, N. Shinohara and M. Okumiya, "Influence of Granules Characteristics and Compaction Pressure on the Microstructure and Mechanical Properties of Sintered Alumina," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **38**(3), 212-217 (2001).
7. C.-J. Ting and H.-Y. Lu, "Defect Reaction and the Controlling Mechanism in the Sintering of Magnesium Aluminate Spinel," *J. Am. Ceram. Soc.*, **82**(4), 841-848 (1999).
8. S. I. Bae and S. Baik, "Critical Concentration of MgO for the Prevention of Abnormal Grain Growth in Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, **77**(10), 2499-2504 (1994).
9. Y. K. Paek, K. Y. Eun and S. J. L. Kang, "Effect of Sintering Atmosphere on Densification of MgO-doped Al₂O₃," *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**(8), C-380-C-382 (1988).
10. S. J. Bennison and M. P. Harmer, "Grain-growth Kinetics for Alumina in the Absence of a Liquid Phase," *J. Am. Ceram. Soc.*, **68**(1), C-22-C-24 (1985).
11. 박정현, 조경식, 송규호, "분무열분해법에 의한 MgO 첨가 Al₂O₃ 분체합성 및 소결특성에 관한 연구," *요업학회지*, **27**(4), 501-512 (1990).
12. C. A. Handwerker, P. A. Morris and R. L. Coble, "Effects of Chemical Inhomogeneities on Grain Growth and Microstructure in Al₂O₃," *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**(1), 130-136 (1989).
13. W. A. Kaysser, M. Sprissler, C. A. Handwerker and J. E. Blendell, "Effect of a Liquid Phase on the Morphology of Grain Growth in Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**(5), 339-343 (1987).
14. 임현진, 조덕호, 김무경, 한상미, 이와사 미키오, "알루미늄나 세라믹스의 기계적 특성 평가," *요업학회지*, **33**(3), 339-347 (1996).
15. M. Naito, T. Hotta, H. Abe, N. Shinohara, Y. I. Cho, M. Okumiya and K. Uematsu, "Relevance of the Fracture Strength to Process-related Defects in Alumina Ceramics," *Mater. Trans.*, **42**(1), 114-119 (2001).
16. N. Shinohara, M. Okumiya, T. Hotta, K. Nakahira, M. Naito and K. Uematsu, "Seasonal Variation of Microstructure and Sintered Strength of Dry-pressed Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, **82**(12), 3441-3446 (1999).
17. K. Uematsu, M. Sekiguchi, J. Y. Kim, K. Saito, Y. Mutoh, M. Inoue and Y. Fujino, "Effect of Processing Conditions on the Characteristics of Pores in Hot Isostatically Pressed Alumina," *J. Mater. Sci.*, **28**, 1788-1792 (1993).