

Y₂O₃-ZrO₂를 Al₂O₃ 매트릭스에 분산시 응력 유기 상변태의 효과

이태근·임웅극·김환

서울공대 무기재료공학과

(1984년 11월 15일 접수)

Effect of Stress Induced Phase Transformation on Al₂O₃ Matrix Dispersed with ZrO₂-Y₂O₃

Tae-Keun Lee*, Eung-Keuk Lim and Hwan Kim

Dept. of Inorg. Mater. Eng., Seoul National Univ.

(Received 15 Nov., 1984)

ABSTRACT

The effect of stress induced phase transformation on Al₂O₃ matrix dispersed with ZrO₂-Y₂O₃ has been studied. In order to determinate the mechanical properties, three Al₂O₃-ZrO₂ composite series, containing 1, 3 and 5 mole % Y₂O₃, were prepared.

The starting materials were Al₂O₃ and ZrO₂-Y₂O₃ which was prepared from the aqueous solution of high purity YCl₃·6H₂O and ZrOCl₂·8H₂O.

Powder mixtures of Al₂O₃-ZrO₂, containing Y₂O₃, have been prepared by ball-milling with methanol and the samples were formed by isostatic press and sintered at 1500°C for 2hrs.

After sintering, the specimens were polished for mechanical properties determination. The relative density of sintered specimens were also measured.

It was found that the additions of 1, 3mole% Y₂O₃ to ZrO₂ allowed full retention of the tetragonal phase in Al₂O₃, but partially stabilized zirconia (PSZ) was produced by additions of 5 mole % Y₂O₃.

The critical stress-intensity factor, K_{IC}, of Al₂O₃-ZrO₂ (containing 1 mole % Y₂O₃) composite materials increased with increasing ZrO₂ content. The maximum value of K_{IC}≈7 MN/m^{3/2} at 20 mole % ZrO₂ exhibited about twice that of the Al₂O₃. The modulus of rupture exhibited a trend similiar to K_{IC}. The maximum value of MOR was 580MN/m².

As the amount of Y₂O₃ increases, it was observed that the maximum of K_{IC} and MOR decreased: Additions of 3 mole % Y₂O₃ allowed the maximum of K_{IC}≈6MN/m^{3/2}, MOR≈540MN/m² at 15 mole % ZrO₂, additions of 5 mole % Y₂O₃ allowed the maximum of K_{IC}≈5MN/m^{3/2}, MOR≈410MN/m² at 10 mole % ZrO₂.

I. 서론

ZrO₂의 결정구조는 단사, 정방, 그리고 입방정의 세 가지 동질다상을 갖고 있으되, 정방정에서 단사정으로의 martensitic 변태가 요암체의 파괴 인성과 강도를 증진시킨다는 것이 널리 알려져 있다.^{1)~10)} 이와 같은 transformation toughening은 부분안정화

ZrO₂(PSZ)에서만 일어나는 고유 현상이라고 알려져 왔으나, Al₂O₃, Spinel 혹은 Mullite, Si₃N₄, SiC 매트릭스에 ZrO₂가 분산되었을 때도 transformation toughening 현상이 일어난다고 보고되었다.^{11), 12)}

Nils Claussen^{13), 14), 15)} 등은 냉각시 단사정 ZrO₂와 Al₂O₃ 매트릭스간의 열 팽창계수의 차이에 의해 발생하는 미세 균열을 이용하여 파괴 인성의 값을 10MN/

$m^{3/2}$ 까지 증가시켰다.

F. F. Lange¹⁵⁾는 Al_2O_3 - ZrO_2 계에서 2 mole% Y_2O_3 첨가에 의해 경방정 ZrO_2 를 안정화하였고, 강도와 파괴인성의 증가로 응력 유기 상변태 효과를 확인하였고, 경방정 ZrO_2 가 toughening agent라는 것을 확인하였다.

본 실험에서는 앞선 연구 보고^{13~16)}와 같은 Al_2O_3 - ZrO_2 계에서 첨가되는 Y_2O_3 의 양을 1, 3 그리고 5mole%로 변화하여 응력 유기 상변태의 전제 조건인 경방정 ZrO_2 의 안정화에 대한 고찰과 파괴 인성과 강도의 증가로 응력 유기 상변태의 효과를 규명 검토하고자 한다.

II. 실험방법

II-1 Y_2O_3 - ZrO_2 분말의 제조

입자의 크기가 작고 균일하게 혼합된 분말을 얻기 위해 공침법을 택하였다. 먼저 $\text{ZrOCl}_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ (일본 純正化學株 華學用)에 $\text{YCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (일본 三津化學株 99.9% pure)를 1, 3 그리고 5mole% Y_2O_3 의 비율로 0.2M 수용액을 맴든 다음 NH_4OH 로 처리하여 침전물을 얻었다. 세척용액이 0.1N AgNO_3 용액에 의해 Cl^- 반응을 나타내지 않을 때까지 세척한 후 분말의 응집 현상을 막기 위해^{17, 18)} 탈수된 침전물을 메탄올에 분산시켜 아스파레이티로 메탄올을 축출하였다. 이 침전물을 60°C에서 전조한 후 메탄올과 함께 알루미나 불밀로 24시간 분쇄하였다.

이 분말의 결정화 온도를 관찰하기 위해 DTA 분석을 한 다음 450, 500°C에서 2시간 하소하였다. 이와 같이 얻어진 분말을 X-선 회절 분석을 통해 상분석을 하였다. 또한 BET 법으로 비표면적 측정장치(Micromeritics 社 Model, 2100D)를 이용하여 입자의 크기를 측정하였고, 이 분말의 morphology를 관찰하기 위해 JEOL-JEM 120C/SEG 투과 전자 현미경을 사용하여 가속 전압 100KV로 관찰하였다.

II-2 시편 제작

II-1에서 제조한 ZrO_2 분말과 Al_2O_3 (일본 Sumitomo Al. Co. 99.8% pure, mean diameter 0.4μm)을 사용하여 Table 1에 표시한 조성별로 조합하여, 메탄올을 분산매로 하여 알루미나 불밀로 24시간 혼합한 후 60°C로 전조하였다.

이 시료들을 13mmΦ 원주형 mould와 8mm×35mm의 각주형 mould를 사용하여 1ton/cm²의 압력으로 1성형차 한 다음 1.4ton/cm²의 압력으로 isostatic pressing 하였다. 이들 시편은 전기로를 사용하여 1500°C, 1600°C 그리고 1650°C에서 각각 2시간씩 소결하였다.

Table 1. Composition of the Specimens Prepared
(mole %)

component Symbol	Al_2O_3	ZrO_2	Note
	100		
A	95	5	1 mole % Y_2O_3 addition to ZrO_2
	90	10	
	85	15	
	80	20	
B	95	5	3 mole % Y_2O_3 addition to ZrO_2
	90	10	
	85	15	
	80	20	
C	95	5	5 mole % Y_2O_3 addition to ZrO_2
	90	10	
	85	15	
	90	20	

II-3 소결체의 특성

II-3-1 X-선 회절 분석

자온드에서 소결한 시편의 상분석을 위해 시편 표면을 X-선 회절 분석하였다. 또한 분쇄 절단 등의 기계적 처리에 의해 ZrO_2 가 일부 상변태¹⁹⁾로 경방정에서 단사점으로의 응력 유기 상변태를 확인하기 위하여 1500°C에서 소결한 시편을 diamond cutter로 결단하기 전후의 상태를 X-선 회절 분석하였다. 또한 입방정 ZrO_2 의 존재는 (400)peak의 split에 의해서 행하였다. 단사정 입방정 및 경방정 각상의 양적 비는 아래 식으로 계산하였다.

$$\frac{M_m}{M_{F,T}} = 0.82 \frac{I_m(111) + I_m(111)^{19)} }{I_{F,T}(111)} \quad (1)$$

$$\frac{M_F}{M_T} = 0.83 \frac{I_F(400)}{I_T(400) + I_T(004)} \quad (2)$$

여기서 M은 mole 분율이며 m, T, 그리고 F는 각각 단사점, 경방정 및 입방정을 표시한다.

II-3-2 밀도 및 흡수율 측정

KSL-3114에 따라 밀도와 흡수율을 측정하였으며 상대밀도는 결보기 밀도와 이론 밀도의 배분율로 결정하였다. 여기서 이론 밀도는 X-선 회절 분석으로 각상간의 비를 결정하여 (II-3-1 참조) 구하였다. 이때 각상의 이론 밀도로는 $\text{Al}_2\text{O}_3=3.97$, 경방정 $\text{ZrO}_2=6.10$, 단사정 $\text{ZrO}_2=5.56$, 입방정 $\text{ZrO}_2=5.97$, $\text{Y}_2\text{O}_3=5.01$ 의 값을 취하였다.

II-3-3 SEM 관찰 및 EPMA 분석

국부적인 기계적 성질의 변화는 매트릭스내에 ZrO_2 입자의 분포에 의해 결정됨으로 EPMA를 통해 ZrO_2 의 분포상태를 확인하였다. 또한 파단면을 SEM(ISH-SX-30)으로 가속 전압 30KV 하에서 10,000배로 관찰하였다.

II-3-4 임계응력 절중계수(K_{IC}) 측정

각 사편의 파괴 인성을 구하기 위해 SiC 연마지 #400, 800, 1200의 순서로 연마하고 diamond paste 6 μm , 1 μm 의 순서로 충분히 연마한 후 Vickers 경도 측정기(Type VKH-1)를 사용하여 10kg, 20kg의 하중으로 indentation 한 다음, 다음 식으로 측정하였다.

$$K_{IC} = 0.0726 \left(\frac{P}{D^{3/2}} \right)^{20} \quad (3)$$

여기서 P : 하중

D : 균열 반지를

이때 전파된 crack의 길이가 대칭이 아닌 것과 indentation 자국보다 2배이하인 것은 제외하였다.

II-3-5 꺾임 강도 측정

꺾임 강도는 각 조성의 각주형 시편을 II-3-4의 경우와 같이 연마한 후 Tensilon(SIM-F-500BP)을 사용하여 3-point bending 법으로 측정하였다. 이 때 하중은 500kg이고 2mm/min의 속도로 측정하였다.

III. 결과 및 고찰

III-1 분말의 특성

공침법에 의해 제조된 Y와 Zr의 혼합염 분밀의 DTA 곡선을 Fig. 1에 나타내었다. 100°C 부근의 흡열 peak는 흡작수 및 결정수의 열 분해에 따른 것이고 350°C 부근의 약한 반열 peak는 분말사이에 존재하는 잔류 메탄올의 연소에 기인하며 450°C의 강한 발열 peak는 ZrO_2 의 결정화에 따른 것이다.

450°C와 500°C에서 하소한 1mole% Y_2O_3 첨가분말의 X-회절 분석결과를 Fig. 2에 나타내었다. 450°C에서는 거의 결정화된 정방정 ZrO_2 만으로 존재하였고 500°C에서는 정방정과 단사정상이 함께 나타났다. 또한 정방정 ZrO_2 의 안정화에 따른 입자크기의 효과를 알아보기 위해 비표면적을 측정한 결과 450°C에서는 100 m^2/g , 500°C에서는 80 m^2/g 으로 감소하였다. 그러나 3 mole% 및 5 mole% Y_2O_3 첨가의 경우는 500°C까지도 정방정 ZrO_2 만으로 존재하였다.

이상의 결과를 종합하여 볼 때 가열온도가 상승함에 따라 입자의 성장과 더불어 비표면적이 감소하게 되어 정방정 ZrO_2 가 단사정 ZrO_2 로 변태함을 알 수 있었

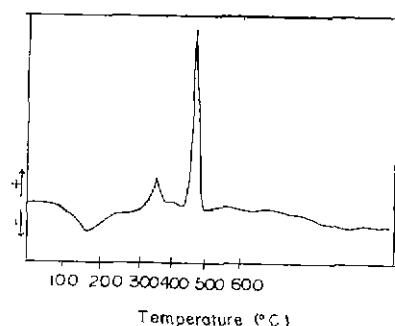


Fig. 1. DTA curve for $\text{ZrO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ prepared by co-precipitation.

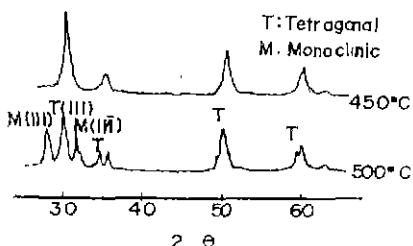


Fig. 2. X-ray diffraction patterns for ZrO_2 powders calcined at various temperatures for 2hrs.

다. 또한 앞선 연구 보고⁵⁾와 같이 Y_2O_3 의 양이 증가함에 따라 정방정 ZrO_2 로 존재할 수 있는 입자크기가 증가함을 알 수 있었다.

이러한 결과는 Garvie²¹⁾의 가정으로 설명되어 질 수 있다. 즉 임계 입자 크기에서 단사정과 정방정이 평형을 이루고 있다면 총 자유 에너지는 같게 된다는 가정 하에

$$G_m + \gamma_m A_m = G_t + \gamma_t A_t \quad (4)$$

식으로 설명할 수 있다. 여기서 m은 단사정 t는 정방정 G는 mole 당 자유에너지, γ 는 표면에너지, A는 mole 당 비표면적을 표시한다. 상온에서는 $G_m < G_t$ 이기 때문에 $A_m \gamma_m > A_t \gamma_t$ 가 성립하게 된다. 임계 크기 하에서는 총 표면에너지 효과의 구동력이 커져 정방정 ZrO_2 상의 총 자유에너지가 단사정 ZrO_2 상보다 작게 되어 정방정 ZrO_2 상이 안정화 된다.

또한 본 실험에서 사용한 공침법에 의해 미세한 분말을 얻을 경우 응집현상은 흔히 볼 수 있는 일이다. 응집물 간에 존재하는 기공때문에 이론 밀도에 가깝게 소결하기가 매우 어려움으로 분밀의 응집을 피하기 위하여 Fig. 3에서 보는 바와 같이 메탄올을 분산매로 사용한 결과 심한 응집 현상을 피할 수 있었다.

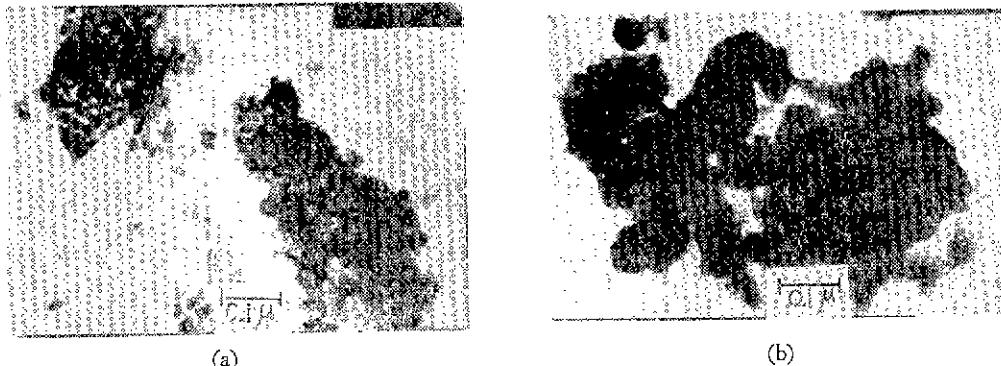


Fig. 3. Transmission electron micrographs of Y_2O_3 - ZrO_2 powders calcined at 450°C
a) by methanol dispersoid b) by water dispersoid

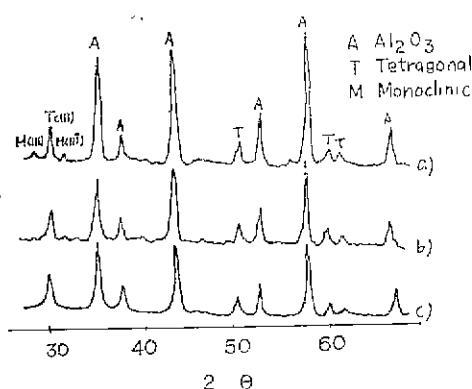


Fig. 4. X-ray diffraction patterns of 0.95 Al_2O_3 -0.05 ZrO_2 composites sintered at
a) 1650°C b) 1600°C c) 1500°C for 2hrs:

III-2 소결체의 특성

Al_2O_3 를 메트릭스로하여 Y_2O_3 를 첨가한 ZrO_2 를 분산시킨 자석판의 X-선 회절 분석결과를 Fig. 4에 나타내었다. 1600°C 에서 소결한 경우 분산된 ZrO_2 가 산온으로 냉각시 정방정상으로 완전히 안정화하지 못하고 미량 단사형 ZrO_2 로 변태되었음을 알 수 있었다. 또한 1650°C 에서 소결한 경우 1600°C 에서 소결한 경우 보다 조금 많이 단사형 ZrO_2 가 존재함을 알 수 있었는데 이는 소결온도가 증가함에 따라 ZrO_2 입자가 성장하여 경방정 ZrO_2 로 안정화 될 수 있는 임계 입자크기를 초과하게 되어 냉각시 단사형으로 변태함을 알 수 있었다.

이에 따라 기계적 성질은 앞선 연구결과²²⁾와 같이 메트릭스내에 존재하는 정방정의 응력 유기 상변태에 따른 파괴 변형 에너지를 흡수하는 기구와 냉각시 정방정상이 단사형 ZrO_2 로 변태될 때 수반되는 부파 괭

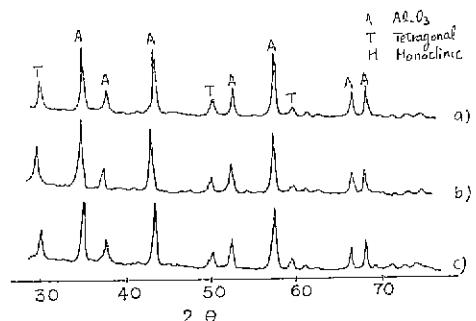


Fig. 5. X-ray diffraction patterns of 0.95 Al_2O_3 -0.05 ZrO_2 composites sintered at 1500°C for 2hrs
a) added 1 mole % Y_2O_3 b) added 3 mole % Y_2O_3 c) added 5 mole % Y_2O_3 .

창과 미끼 균열의 효과가 복합적으로 작용하여 영향을 받을 것이다.

그러나 Fig. 5에 보임과 같이 1500°C 로 소결한 시편의 경우 첨가된 Y_2O_3 의 양에 관계없이 단사형 ZrO_2 상이 존재하지 않으며 1, 3 mole% Y_2O_3 첨가의 경우 정방정상으로 완전히 안정화되었음을 알 수 있었다. 또한 5mole% Y_2O_3 첨가의 경우 임방정 ZrO_2 상과 정방정상으로 부분 안정화되었음을 알 수 있었다. 이에 따라 기계적 성질은 오직 메트릭스내에 존재하는 정방정의 응력 유기 상변태에 따른 파괴 변형에너지를 흡수하는 기구에 의해서 영향을 받을 것이다.

경방정 ZrO_2 상의 안정화가 입자 크기의 영향 인지를 확인하기 위해 쪽임강도 측정후의 파단면을 Fig. 6에 나타내었는데 둥근 ZrO_2 의 입자 크기는 모든 조성에 걸쳐 모두 $1\mu\text{m}$ 이하 입자를 알 수 있었다. 이는 자유 에너지를 감소하는 Y_2O_3 의 첨가와 단성 계수가 큰 Al_2O_3 메트릭스가 ZrO_2 의 변태를 억제하여 상온에서

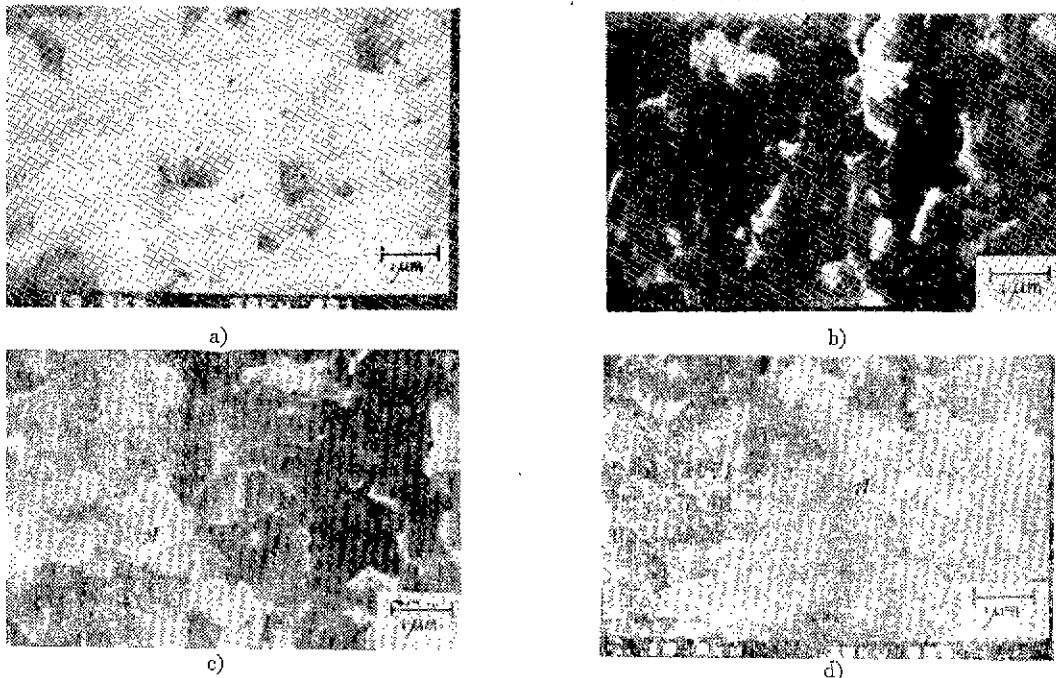


Fig. 6. Fracture Surfaces of Al_2O_3 , 0.9 Al_2O_3 -0.1 ZrO_2 composites [$\times 10,000$]

a) Al_2O_3 b) added 1 mol % Y_2O_3 c) added 3 mole % Y_2O_3 d) added 5 mole % Y_2O_3 .

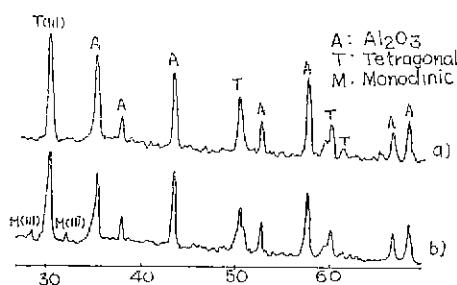


Fig. 7. Effect of cutting on tetragonal-to-monoclinic phase transformation in 0.85 Al_2O_3 -0.15 ZrO_2 added 1 mole % Y_2O_3 sintered at 1500°C for 2hrs a) before cutting b) after cutting.

정방정 ZrO_2 로 안정화될 수 있는 임계 입자 크기가 1 μm 까지 증가된다는 앞선 연구보고와 잘 일치함을 알 수 있었다¹⁰⁾.

이상의 결과를 종합하여 볼 때 상온에서 정방정 ZrO_2 의 안정화는 탄성 계수가 높아서 변태를 억제하는 매트릭스와 자유 에너지를 감소하는 Y_2O_3 의 첨가에 의해서 정방정 ZrO_2 상이 상온에서 안정화될 수 있는 임계 입자 크기가 증가하여 첨가된 Y_2O_3 의 양에 관계

없이 정방정상으로 안정화 될 수 있었다.

Fig. 7에서 보인마와 같이 정방정 ZrO_2 로 안정화된 시편을 Diamond Cutter로 절단한 전후의 X-선 회절분석 결과로 절단 후 단사정 ZrO_2 상이 생성됨에 따라 정방정 상이 감소함을 알 수 있었다. 이는 분쇄 절단 등의 기계적 처리에 의한 용력에 의해 정방정상이 Martenitic 상변태를 통해 단사정상으로 변태한다는 Mitsuhashi²³⁾ 결과와 잘 일치하고 있다. 이에 따라 안정화된 정방정 ZrO_2 가 단사정상으로의 용력 유기 상변태를 통해 균열의 파괴변형 에너지를 흡수하여 강도와 파괴 인성이 증가하게 된다.

III-3 기계적 성질

Al_2O_3 매트릭스내에 ZrO_2 입자들이 불균일하게 분포되어 있으면 기계적 성질의 국부적인 변화를 나타낸다. Fig. 8에서 보듯 등글고 훤히 입자인 ZrO_2 상들이 매트릭스에 균일하게 분포되어 기계적 성질의 국부적인 변화현상을 배제할 수 있었다.

Fig. 9는 Al_2O_3 매트릭스내에 분산된 ZrO_2 mole 분율의 함수로 상태밀도를 나타낸 것이다. 상태 밀도는 ZrO_2 양과 Y_2O_3 양이 증가함에 따라 감소하며 이는 ZrO_2 와 Y_2O_3 양의 증가에 따라 기공율이 증가함을 의미한다.

Fig. 10은 Al_2O_3 매트릭스내에 분산된 ZrO_2 mole 분율의 함수로 K_{IC} , 껍입강도를 나타낸 것이다. 1 mole %

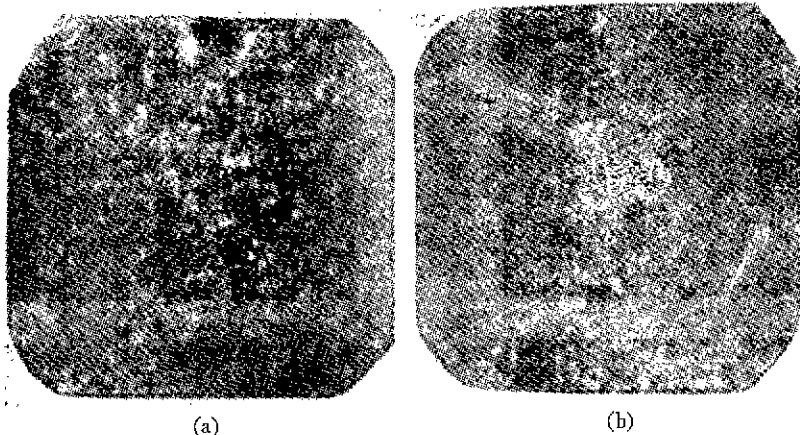


Fig. 8. EPMA for Samples (ZrK_α X-ray Image) \times (600)
 a) 80 Al₂O₃-20 ZrO₂ (added 1 mole % Y₂O₃)
 b) 80 Al₂O₃-20 ZrO₂ (added 3 mole % Y₂O₃)

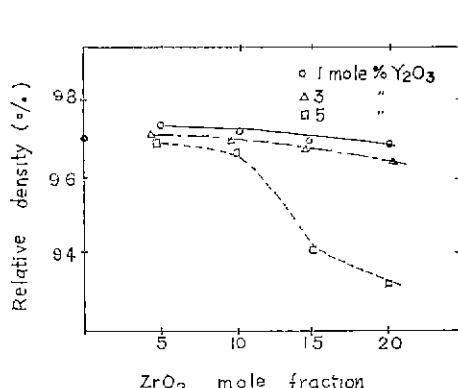


Fig. 9. Relative density ZrO₂ in terms of mole fraction in Al₂O₃ matrix.

Y₂O₃ 첨가의 경우 K_{IC} 와 꺾임 강도의 값은 ZrO₂의 함량이 증가함에 따라 증가함을 나타내고, 3 mole% Y₂O₃ 첨가시 K_{IC} 와 꺾임 강도는 15mole % ZrO₂ 함량에서 최대값을 나타내었다. 또한 5 mole % Y₂O₃ 첨가시 K_{IC} 와 꺾임 강도는 10 mole % ZrO₂ 함량에서 최대값을 나타내었다.

1 mole % Y₂O₃ 첨가의 경우 20 mole % ZrO₂ 함량에 서 K_{IC} 는 7.0MN/m^{3/2}, 꺾임 강도는 580MN/m² 으로 순수한 Al₂O₃ 매트릭스의 두 배에 가까운 값까지 ZrO₂ 의 양이 증가함에 따라 계속 증가함을 나타내었다. 이러한 결과는 전 조성에 걸쳐 안정화된 경방정 ZrO₂ 가 Fig. 7에서와 같이 균열선단의 응력장에서 단사정상으로 응력 유기 상변태를 하는 동안 균열의 파괴 변형에 너지를 흡수하여 파괴인성 및 꺾임강도를 증진시킴을

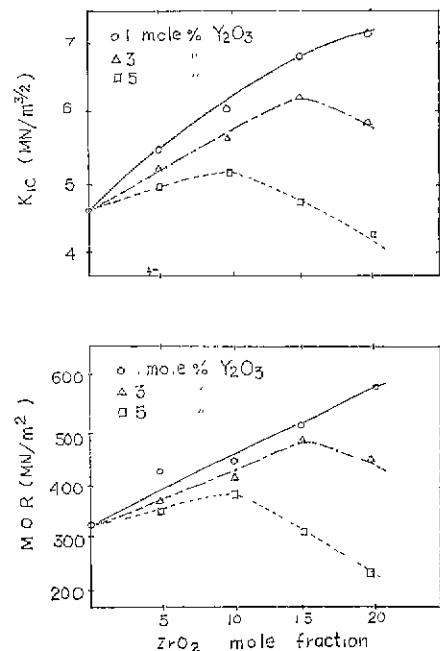


Fig. 10. Fracture toughness (K_{IC}) and Modulus of rupture as a fraction of ZrO₂ in Al₂O₃ matrix.

알 수 있었다. 파괴 인성의 증가는 응력 유기 상변태에 따른 균열의 파괴인형 에너지를 흡수하는 기구와 냉각시 매트릭스에 발생한 미세균열의 효과로 설명할 수 있으나 미세 균열의 발생에 따라 전체 계의 강도는 증가하지 못하고 오히려 감소함을 나타낸다는 연구보고^{11, 14, 15}로부터 위에 나타난 파괴 인성과 강도의 증가

는 앞선 연구보고¹⁵⁾와 같이 정방정 ZrO_2 상이 균열 선단의 응력강에서 단사정으로 응력 유기 상변태를 하는 동안 균열의 변형에너지지를 흡수하여 나타나는 것으로 해석할 수 있다.

3 mole % Y_2O_3 첨가의 경우 15 mole % 조성에서 K_{IC} 는 $6\text{MN/m}^{3/2}$, 꺽임강도는 540MN/m^2 의 최대값을 나타내었다. 이러한 결과는 1 mole % Y_2O_3 첨가의 경우와 같이 전 조성에 걸쳐 안정화된 정방정 ZrO_2 상이 응력 유기 상변태를 통해 균열의 변형 에너지를 흡수하는 효과로 최대값까지 증가하게 되나 Fig. 9에서 보듯 첨가된 Y_2O_3 량의 증가에 따른 기공율의 증가에 의해 최대값 이후 감소함을 나타내었다.

또한 5 mole % Y_2O_3 첨가의 경우 10 mole % ZrO_2 조성에서 K_{IC} 는 $5\text{MN/m}^{3/2}$, 꺽임강도는 410MN/m^2 의 최대값을 나타내었다. 이러한 결과는 냉각시 메트릭스와 위방정 ZrO_2 상 간의 열 팽창계수 차이에 의한 잔류응력의 발생과 첨가된 Y_2O_3 량의 증가에 따른 기공율의 증가에 의한 잔소 효과들이 정방정 ZrO_2 의 응력 유기 상변태에 따른 증가효과와 복합적으로 작용하기 때문이다.

한편 첨가된 Y_2O_3 량에 따른 K_{IC} 및 꺽임강도의 값을 비교해 보면 안정화된 정방정 ZrO_2 의 응력 유기 상변태에 의한 기계적 성질의 증가와 첨가된 Y_2O_3 의 양이 1에서 5 mole % 까지 증가함에 따라 기공율이 3%에서 6%까지 증가함에 따라 기계적 성질은 급격히 감소함을 보여주고 있다. 또한 5 mole % Y_2O_3 첨가의 경우는 위방정 ZrO_2 의 생성에 따라 잔류응력의 발생으로 최대값을 나타내는 조성은 20 mole % ZrO_2 조성에서 10 mole % ZrO_2 조성으로 이동함을 보여준다.

이상의 결과를 종합하여 볼 때 안정화된 정방정 ZrO_2 의 양이 증가함에 따라 응력 유기 상변태를 통해 균열의 변형에너지를 흡수하는 파괴인성과 꺽임강도의 증가 효과가 많아져 파괴인성과 꺽임강도가 계속 증가하는 것을 알 수 있었다. 앞선 연구 결과¹⁶⁾와 마찬가지로 정방정 ZrO_2 상이 응력 유기 상변태를 통해 toughening, strengthening의 agent라는 것을 알 수 있었다. 또한 첨가된 Y_2O_3 의 양이 증가함에 따라 기공율의 증가와 잔류응력의 발생으로 파괴 인성과 꺽임강도의 값은 급격히 감소함을 알 수 있다.

IV. 결 론

탄성 계수가 큰 Al_2O_3 메트릭스에 Y_2O_3 를 첨가한 ZrO_2 를 분산시켜 소결한 후 ZrO_2 의 응력 유기 상변태에 따른 기계적 성질의 변화를 검토하여 얻어진 결과

를 요약하면 다음과 같다.

1) 소결 온도가 높아지면 입자크기가 증가하여 ZrO_2 의 경방정상의 양은 감소하고 단사정상의 양은 증가한다.

2) 탄성계수가 높은 Al_2O_3 메트릭스와 총 자유에너지 를 낮추는 Y_2O_3 의 첨가에 의해서 분산된 ZrO_2 는 1500°C 에서 2시간 소결한 결과 정방정 ZrO_2 로 안정화할 수 있었다.

3) 1 mole % Y_2O_3 첨가의 경우 20 mole % ZrO_2 함량에서 순수한 Al_2O_3 메트릭스의 두배에 가까운 $K_{IC} \approx 7.0\text{MN/m}^{3/2}$, 꺽임강도는 580MN/m^2 으로 ZrO_2 의 양이 증가함에 따라 계속 증가함을 나타내었다.

4) 첨가된 Y_2O_3 양이 3, 5 mole %로 증가하게 됨에 따라 K_{IC} 값의 최대값은 $6.5\text{MN/m}^{3/2}$ 으로 꺽임 강도의 최대값은 540, 410MN/m^2 으로 감소하였는데 이 때의 조성은 15, 10 mole % ZrO_2 조성이었다.

“이 논문은 1983년도 산학 협동제단의 연구비에 의하여 연구되었음”

Reference

- R.C. Garvie, et al., "Ceramic Steel", *Nature* **258** 703-704 (1975).
- D.L. Paster et al., "Microstructural Development in MgO-PSZ", *J. Am. Ceram. Soc.* **62** (5-6), 298-305 (1979).
- T.K. Gupta, et al., "Stabilization of Tetragonal Phase in Polycrystalline Zirconia", *J. Mat. Sci.* **12** 2421-2426 (1977).
- T.K. Gupta, et al., "Effect of Stress Induced Phase Transformation on the Properties of Polycrystalline Zirconia Containing Metastable Tetrapodal Phase", *J. Mat. Sci.* **13** 1464-1470 (1978).
- F.F. Lange, "Transformation Tourghening Part III", *ibid* **17** 240-246 (1982).
- Idem, *ibid* **17** 225-234 (1982).
- Idem, *ibid* **17** 235-239 (1982).
- G.K. Bansel et al., "Precipitation in Partially Stabilized Zirconia", *J. Am. Ceram. Soc.* **58**(5-6) 235-238 (1975).
- D.J. Green, et al., "Microstructural Development in PSZ in the System CaO-ZrO₂", *ibid* **57** (3) 136-139 (1974).
- R.C. Garvie, et al., "Structure and Thermochemical Properties of PSZ in the CaO-ZrO₂", *ibid*

- 55 (3) 152-157 (1972).
11. D. J. Green, "Critical Microstructures for Micro-cracking in Al_2O_3 - ZrO_2 Composites", *J. Am. Ceram. Soc.* 65 (12) 610-614 (1982).
 12. N. Claussen, et al., "Design of Transformation Toughened Ceramics", in Advanced in Ceramics, Vol. 3, "Science and Technology of Zirconia", *The Am. Ceram. Soc. Inc.* (1981) 137-163.
 13. N. Claussen, "Stress-induced Transformation of Tetragonal ZrO_2 Particles in Ceramics Matrices", *J. Am. Ceram. Soc.* 61 (1-2) 85-86 (1978).
 14. N. Clussen, "Fracture Toughness of Al_2O_3 with an Unstabilized ZrO_2 Dispersed Phase", *ibid* 59 (1-2) 49-51 (1976).
 15. N. Claussen, "Effect of Induced Microcracking on the Fracture Toughness of Ceramics", *Am. Ceram. Soc. Bull.* 56 (6) 559-562 (1977).
 16. F. F. Lange, "Transformation Toughening Part IV", *J. Mat. Sci.* 17 247-254 (1982).
 17. A. Roosen, et al., "The Influence of Processing Conditions on the Sintering Behavior of Coprecipitated Calcia-Stabilized Zirconia Powders" in Ceramic Powder. Edited by P. Vincenzini, *Elsevier. Sci. Pub. Co.* (1983). 773-782.
 18. R. Pampuch, et al., "Agglomerates in Ceramic Micropowders and Their Behaviour Cold Pressing and Sintering", *ibid* 623-634 (1983).
 19. R. A. Miller, et al., "Phase Stability in Plasma-Sprayed PSZ-Yttria" in Advanced in Ceramics, Vol. 3 "Science and Technology of Zirconia", *The Am. Ceram. Soc. Inc.* (1981) 241-253.
 20. R. H. Marison, in Fracture Mechanics Applied to Brittle Materials. pp. 103-111.
 21. R. C. Garvie, "Stabilization of the Tetragonal Structure in ZrO_2 Microcrystal", *J. Phys. Chem.* 82 (2) 218-224 (1978).
 22. 김진영외, "Al₂O₃-ZrO₂계에서 기계적 성질에 미치는 준안정질방 ZrO₂상의 효과", *요업학회지* 21 (2) 61-67 (1984).
 23. T. Mitsuhashi, et al., "Characterization and Stabilization of Metastable Tetrapodal ZrO_2 ", *J. Am. Ceram. Soc.* 57 (2) 97-101 (1974).