

이중조직을 갖는 Y-TZP/Y-TZP-Al₂O₃ 복합체의 열충격 거동

황규홍 · 김의훈* · 김 환**

경상대학교 무기재료공학과

*삼화화학주식회사

**서울대학교 무기재료공학과

(1992년 3월 27일 접수)

The Thermal Shock Behaviors of Y-TZP/Y-TZP-Al₂O₃ Composites having Dual Microstructure

K.H. Hwang, E.H. Kim* and Hwan Kim**

Gyeongsang Nat'l University, *SamHwa Chemical Co.,

**Seoul Nat'l University

(Received March 27, 1992)

요 약

3Y-TZP(혹은 TZ3Y)를 기질부로 하고 여기에 알루미늄이나 분산되어 탄성률 및 열팽창률이 작아진 Y-TZP-20 wt.% Al₂O₃ 또는 Y-TZP-40 wt.% Al₂O₃를 체조립한 과립 형태로 분산시켜 이중조직을 갖게 만들면 이러한 큰 분산부가 기질부에 압축응력을 주게 되어 열충격에 의한 균열의 전파가 대부분 분산부를 지나가게 된다. 그러나 분산부가 균열 전파에 대한 저항이 없으면 분산부의 존재에 의해 초기강도가 낮아짐에도 불구하고 도리어 유지 강도도 낮아지는 열충격 거동을 보여주었다. 반면 TZ3Y를 사용하여 밀도가 높은 기질부를 가지며 여기에 Y-TZP-40 wt.% Al₂O₃를 분산부로 하여 1500°C에서 소결한 이중구조의 복합체는 열충격 후의 유지 강도가 기질부만의 소결체에 비해 높아졌는데 이는 분산부내에서 일어나는 균열 편향 및 기공의 존재 때문에 열충격에 의해 생성되는 주 균열의 전파가 억제된 때문으로 생각된다.

ABSTRACT

Duplex composites such as Y-TZP/Y-TZP-20 wt.% Al₂O₃ and Y-TZP/Y-TZP-40 wt.% Al₂O₃ were made by mixing the sieve-shaked granules followed by isostatic pressing and sintering at 1500°C for 1 hour. So Y-TZP became matrix region and Y-TZP-20 wt.% Al₂O₃ or Y-TZP-40 wt.% Al₂O₃ became dispersed regions. In these composites, propagating cracks due to thermal shock always run into the dispersed region because these regions act as compressive zone due to low thermal expansion than matrix region. So duplexes having dispersed regions of Y-TZP-40 wt.% Al₂O₃ showed higher retained strength after thermal shock than matrix only composites because crack propagations were stopped more or less in the dispersed region. But when crack propagations were much more easy than matrix like Y-TZP-20 wt.% Al₂O₃ region, retained strength was decreased than the matrix only composites despite of the low initial strength.

1. 서 론

지르코니아의 정방-단사 상전이를 이용한 고강도 고인성 요업체중에서 Y₂O₃를 2~3 mole% 고용시켜 100% 정방정 상만으로 이루어지게 한 정방정 지르코니아 다결정체(Tetragonal Zirconia Polycrystal : 이하 Y-TZP로 약함)는 소결이 용이하고 존재하는 정방정 상이 응력에

의해 전부 단사점으로 전이할 수 있어 강도 및 인성이 획기적으로 높으므로 기계 구조용 세라믹으로써 그 이용이 날로 늘어가고 있다¹⁻⁴⁾.

한편 이렇게 균질한 하나의 상만으로 이루어진 Y-TZP에 열팽창계수가 작고 상호 고용한계도 적은 Al₂O₃를 분산시키면 냉각시 기지내에 압축 응력(compressive stress)을 유발시킬 수 있으므로 강도 및 열충격저항을

더욱 증진시킬 수 있다⁵⁻⁷⁾.

본 연구에서는 지르코니아에 Y_2O_3 를 3 mole% 고용시킨 3Y-TZP를 기본적인 기질부로 하고 이 3Y-TZP에 Al_2O_3 가 20 및 40 wt.% 첨가되어 압축응력과 변태 강화가 동시에 인성증가 기구로 작용하는 3Y-TZP- Al_2O_3 의 부분이 macro한 과립 형상의 분산부로 서로 상이하게 존재하는 이중조직을 갖는 소결체를 제조하여 이러한 불균질조직화에 따른 강도 및 열충격 거동의 변화를 고찰해 보고자 하였다.

2. 실험방법

2.1. 원료분말 및 과립의 제조⁸⁻¹⁰⁾

전체적인 기질부(matrix region)로 사용할 ZrO_2 에 3 mole% Y_2O_3 가 고용된 정방정 지르코니아는 다음의 두 분말을 사용하였다. 먼저 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ (Junsei : chemical pure)와 $Y(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$ (Aldrich : chemical pure)를 이용하여 기 보고된 바와 같이^{8,9)} 공침법으로 제조하여 600°C에서 1시간 하소한 분말으로써 이하 이를 3Y-TZP로 표기한다. 다음 이와 비교하기 위하여 Toyo Soda사에서 판매되는 3 mole% Y_2O_3 가 고용된 정방정 지르코니아도 원료분말로 사용하여 보았는데 이하 이를 상품명인 TZ3Y로 표기한다.

이 TZP에 Al_2O_3 (Sumitomo : AES-11)를 무게비로 0, 20, 40% 섞은 분말에 결합제로 PEG (#400, Shinyo, Extra pure)를 4 wt.% 섞은 후 메탄올을 용매로 불밀에서 4시간 혼합하였다. 이를 편석이 일어나지 않도록 잘 저어주면서 건조시켜 80 및 100 mesh, 140 및 170 mesh 체로 체질함으로써 80/100 mesh(177~149 μm), 100/140 mesh(149~105 μm) 및 140/170 mesh(105~88 μm) 사이의 크기를 갖는 과립을 제조하였다.

2.2. 시편 제조

Table 1에 TZP, TZP20A, TZP40A로 표시된 복합체는 3Y-TZP와 여기에 Al_2O_3 가 무게비로 20 및 40% 첨가된 과립만을 사용하여 성형 및 소결한 단일 복합체를 약칭으로 표시한 것이다. 또한 TZP/TZP20A, TZP/TZP40A는 제조된 3Y-TZP의 과립에 3Y-TZP-20 wt.% Al_2O_3 나 3Y-TZP-40 wt.% Al_2O_3 의 과립을 15 vol.% 섞어 성형 및 소결한 이중 복합체를, TZ3Y/TZ20A 및 TZ3Y/TZP40A의 경우는 분부 조립된 Toyo Soda Co.의 TZ3Y에 제조된 3Y-TZP-20 wt.% Al_2O_3 나 3Y-TZP-40 wt.% Al_2O_3 의 과립을 섞어 성형 및 소결한 이중 복합체를 표시한 것이다.

Table 1. The Symbol and Compositions of TZP-based Duplexes.

Symbol	Compositions of green compacts
TZP	100% (3Y-TZP) granule
TZP20A	100% (3Y-TZP+20 wt.% Al_2O_3) granule
TZP40A	100% (3Y-TZP+40 wt.% Al_2O_3) granule
TZP/TZP20A	85 vol.% (3Y-TZP) granule + 15 vol.% (3Y-TZP+20 wt.% Al_2O_3) granule
TZP/TZP40A	85 vol.% (3Y-TZP) granule + 15 vol.% (3Y-TZP+40 wt.% Al_2O_3) granule
TZ3Y	100% (Toyo Soda TZ3Y) granule
TZ3Y/TZP20A	85% vol.% (Toyo Soda TZ3Y) granule + 15 vol.% (3Y-TZP+20 wt.% Al_2O_3) granule
TZ3Y-TZP40A	85 vol.% (Toyo Soda TZ3Y) granule + 15 vol.% (3Y-TZP+40 wt.% Al_2O_3) granule

먼저 단일 복합체는 1)항에서 140/170 mesh로 체조립된 과립을, 이중 복합체의 경우 기질부(matrix region)는 80/100 mesh로 체조립된 3Y-TZP 또는 분부 조립된 Toyo Soda Co.의 TZ3Y를, 분산부(dispersed region)는 100/140 mesh의 체조립된 과립을 사용하여 상호 과립의 상태로 섞어 건식으로 혼합하였다. 이를 6×50 mm의 각주형 몰드에서 20 MPa의 압력으로 1차 성형한 다음 196 MPa의 압력으로 2차 정수압 성형을 하였다. 건조된 시편은 $MoSi_2$ 전기로에서 TZ3Y를 기본으로한 복합체는 1500°C에서, 공침시킨 3Y-TZP를 기본으로 한 복합체는 1550°C에서 1시간 공기중에서 소결하였다.

2.3. 분말 및 시편의 특성 관찰

제조한 과립의 형상을 알기 위해 SEM 관찰을, 과립의 기공 분포를 Hg-porosimeter(Micromeritics : Poresizer 9300)로 측정하였다. 소결한 시편들을 105°C의 건조기에서 24시간 동안 건조시킨 후 시편의 건조 무게 및 현수무게를 측정하여 부피 비중(Bulk density)을 구하였으며 각 상의 이론밀도를 Al_2O_3 는 3.97 g/cm³, 3Y-TZP (또는 TZ3Y)는 6.10 g/cm³의 값으로 하여 각 시편의 상대밀도를 계산하였다.

다음 이 소결된 시편들을 SiC 연마지 #100에서 시작하여 #220, #400에서 매끈하게 하고 #600에서 마무리 연마 및 모서리를 rounding하였다. 이를 실험실에서 제작한 관상의 수직로를 사용하여 급냉시키고자 하는 온도에서 6개의 시편을 동시에 20분간 유지시킨 후 냉각되는 시간을 최소한으로 줄여 신속하게 석유 속에 떨어뜨려 급냉시킨 다음 아세톤에 세척하고 건조하여 30/10 mm 스펀을 이용한 four point법에 의해 곡강도를 측정하여 열충격 거동을 관찰하였다.

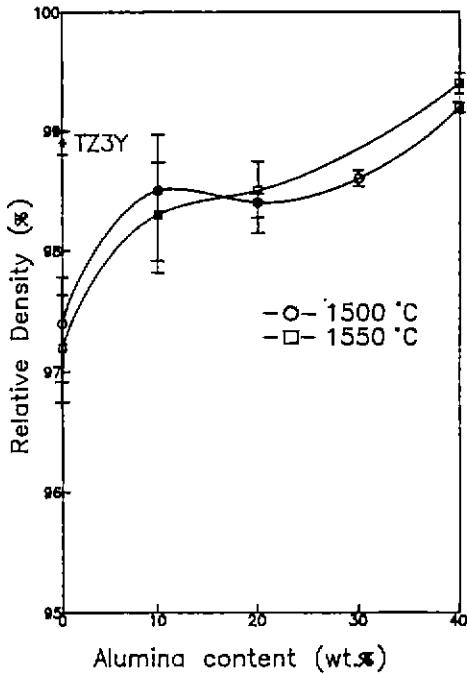


Fig. 1. Relative density of Y-TZP-Al₂O₃ composites as a function of alumina content.

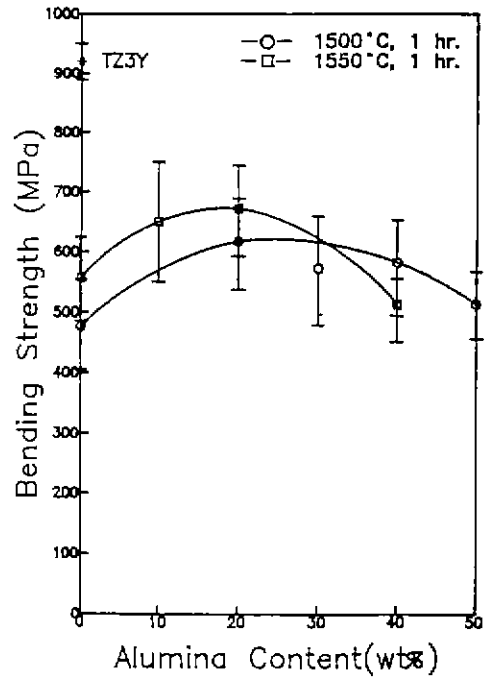


Fig. 2. Room temperature strength of TZP-Al₂O₃ composites as a function of alumina content.

다음 소결 시편내의 미세조직을 관찰하기 위하여 이 시편을 적당한 크기로 절단하여 열경화성 수지로 mounting한 다음 SiC 연마지 #800, #1200 및 1µm 다이아몬드 paste로 충분히 연마한 후 1400°C에서 1시간 thermal etching하여 주사현미경 (ISI : SX40A)으로 가속전압 15 KV하에서 미세조직을 관찰하였으며 Vicker's 경도계 (Zwick)를 이용하여 10 kg의 하중으로 indentation 하여 압자에 의한 균열의 전파 거동을 관찰하고 이로부터 Lawn & Fuller¹¹⁾의 식을 이용하여 파괴인성(K_{IC} : Stress Intensity Factor)을 구하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. Y-TZP의 강도 및 열충격 거동에 미치는 Al₂O₃의 영향

Al₂O₃의 첨가에 따른 밀도의 변화를 Fig. 1에, 곡강도의 변화를 Fig. 2에, 압자법 (Indentation method)에 의한 파괴 인성의 변화를 Fig. 3에 나타내었다. 일반적으로 열팽창계수가 작고 탄성률이 큰 알루미늄을 상호 고용한계가 작은 TZP에 분산시키면 냉각시 TZP matrix에 압축응력 (hoop stress)을 주게 되므로 강도가 증가하는데 분산상으로 존재하여 상호 입성장을 억제하므로¹³⁾

Fig. 4의 SEM 사진에서 보듯이 20 wt.%가 첨가되어 비교적 균질한 미세구조를 가질 때 강도가 최대치를 가짐을 알 수 있다. 반면 밀도는 40 wt.% 첨가시까지도 증가하는데 이는 분산 알루미늄에 의한 TZP의 입성장 억제효과 때문으로 생각되며 분산된 알루미늄 입자의 크기는 반대로 커졌음을 볼 수 있다.

반면 파괴인성의 경우 Al₂O₃의 첨가에 따라 20 wt.%까지는 약간 감소하다가 40 wt.%의 Al₂O₃가 첨가되는 경우에는 소결온도에 따라 약간 상이한 형태를 보여주고 있다. 즉 1500°C에서 소결한 경우에는 도리어 인성이 더 높아지지만 1550°C에서 소결한 경우에는 인성이 계속 감소하고 있다. 이는 알루미늄의 첨가에 따라 TZP 분율의 감소, 즉 변태강화에 의한 인성 증가가 일어날 분율이 감소하는 양과 Fig. 5에서 보듯이 분산상에 의한 균열 편향 (crack deflection)과¹⁴⁾ 입계 파괴의 비율이 많아짐에 따른 균열 전파의 억제로 인성이 증가하는 양과의 상호 크기에 관계되는 것으로 여겨진다. 따라서 40 wt.%로 알루미늄의 양이 많아지면 균열의 편향 및 TZP의 입계 파괴에 의해 균열 전파가 억제되는 효과가 커지므로 인성이 증가하게 되며 1550°C의 높은 온도에서 소결하면 분산 알루미늄의 큰 입성장 때문에 균열이 편향되기 보다는 도리어 알루미늄을 통과하는 입내파괴

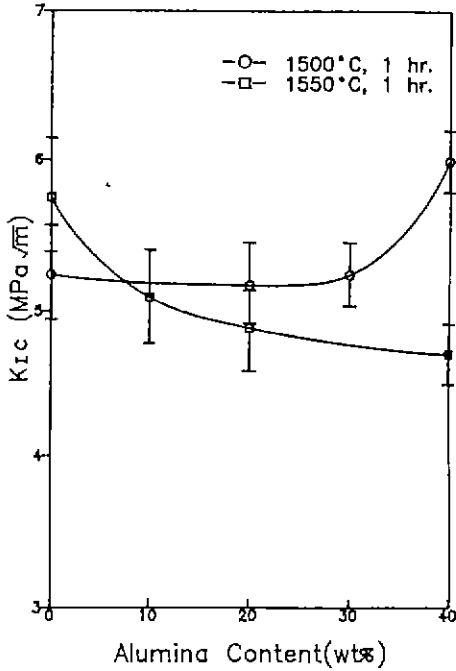


Fig. 3. Fracture toughness of TZP-Al₂O₃ composites as a function of alumina content.

가 많이 일어나기 때문에 균열 전파의 억제효과가 작은 것으로 생각된다.

Fig. 6에는 1550°C에서 소결한 TZP와 TZP20A, TZP40A 소결체의 열충격 거동을 나타내었다. TZP의 경우 400°C, TZP20A의 경우 500°C, TZP40A의 경우 450°C 정도의 임계온도(ΔT_c)를 보여주는데 임계온도가 높으면 열충격에 의한 시편내 균열의 생성이 어렵다는 것을 의미하므로 분산 알루미늄에 의한 시편내 압축응력이 균열의 생성을 크게 억제해주는 것으로 생각되며 40 wt.%로 첨가량이 많아지면 Al₂O₃의 낮은 ΔT_c 및 불균질해진 미세조직 등에 의해 다시 그 효과가 감소하는 것으로 여겨진다.

한편 임계온도 이상의 열충격을 받으면 시편내에 균열이 생기게 되므로 그 유지강도는 열충격에 의해 생성되는 균열의 전파에 대한 억제능력, 즉 생성된 균열 크기에 크게 영향을 받는다¹⁵⁾. 따라서 재료 및 임계온도가 다르므로 열충격 후의 유지강도만을 가지고 균열의 전파에 대한 저항을 상호 비교하기는 어렵지만 파괴인성과 연관시켜 간접적으로 비교하는 수단이 될 수는 있다. TZP의 경우 임계온도 이상에서 200 MPa 정도의 강도를 유지하다가 500°C 이상의 열충격을 받으면 점진적으로 강도가 저하되는 전형적인 요업체의 열충격 거

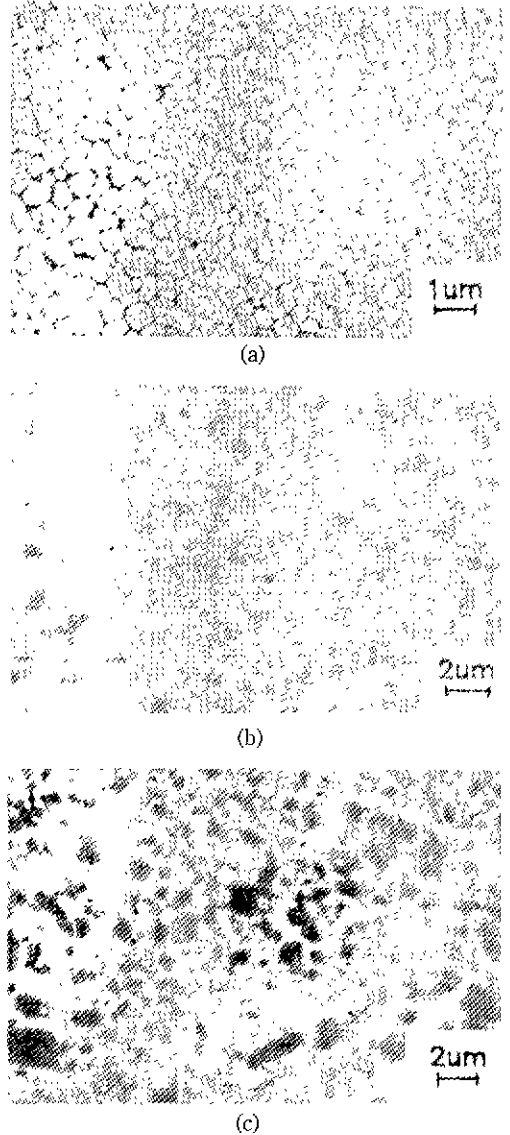


Fig. 4. The SEM microscopy of Y-TZP-Al₂O₃ composites sintered at 1550°C for 1 hr. (a) TZ3Y, (b) TZP-20 wt.% Al₂O₃, (c) TZP-40 wt.% Al₂O₃.

동을 보여주고 있는 반면¹⁵⁾ TZP20A의 경우 임계온도 이상의 열충격에도 유지 강도가 훨씬 높음을 볼 수 있다. 또한 TZP40A의 경우도 TZP20A에 비해 낮은 임계온도를 보였지만 임계온도 이상에서의 유지강도가 오히려 낮은 열충격 거동을 보여주고 있다.

일반적으로 치밀한 소결체의 경우 초기강도가 높으면 임계온도가 높아지지만 그 이상의 열충격에는 도리어

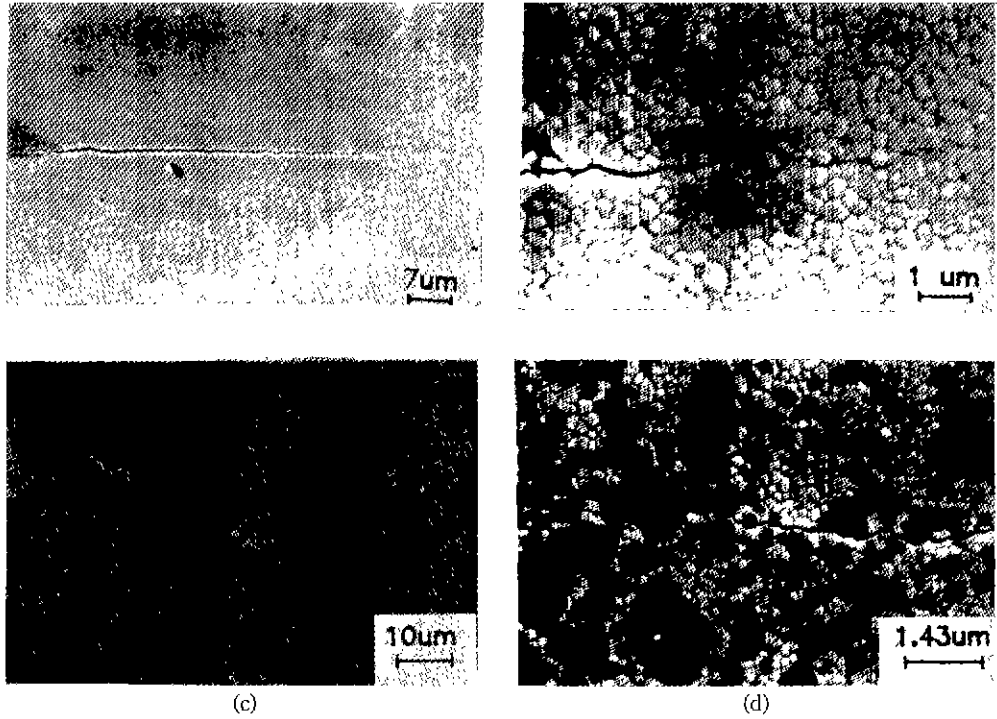


Fig. 5. The crack propagation patterns of Y-TZP-Al₂O₃ composites by Vicker's indentation. (a), (b) TZ3Y, (c), (d) TZP-40A.

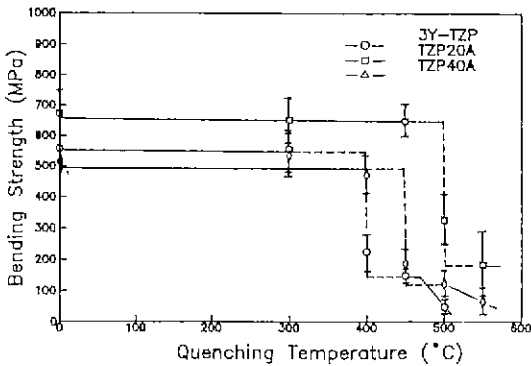


Fig. 6. Thermol shock behaviors of TZP-Al₂O₃ composites using sieve-shaked granule and sintered at 1550°C for 1 hr.

낮은 유지강도를 갖는다는¹⁵⁾ 사실과 반대가 되는데 이는 TZP20A의 경우 열충격에 의해 난 하나의 큰균열이 시편의 연마 방향, 즉 길이 방향으로 생겨 시편을 거의 2등분 하다시피 하므로 큰 균열이 생겨도 높은 강도를 유지하기 때문이다. 반면 TZP40A의 경우 임계온도 이상의 열충격을 받으면 TZP20A와는 달리 시편내에 여러개의 작은 균열이 생기므로 도리어 열충격 후의 유지

강도가 낮아지는 것으로 생각된다.

따라서 임계온도가 다르면 열충격 후의 유지강도를 가지고 균열의 전파에 대한 저항을 상호 비교하기는 어렵지만 특히 TZP20A의 경우 열충격에 의해 일단 발생된 균열의 전파는 매우 용이한 것으로 생각된다. 즉 Fig. 3의 파괴인성으로부터도 알 수 있었던듯이 시편내의 기 존재하는 압축응력에 의해 균열의 전파는 Y-TZP보다 더 쉽게 일어남을 알 수 있어 균열의 초기 성장이 어렵지 일단 성장이 일어난 다음에는 균열의 계속적인 전파는 쉬운 재료로 여겨진다.

3.2. 이중구조를 갖는 Y-TZP/Al₂O₃ 복합체의 열-기계적 성질

Fig. 7에는 3Y-TZP의 기질부에 100/140 mesh 크기의 체조립된 3Y-TZP-40 wt% Al₂O₃ 과립을 15 vol.% 분산부로 분포시킨 TZP/TZP40A의 이중구조를 갖는 복합체의 SEM 사진을 나타내었다. 이 경우 Fig. 8(b)에서 보듯이 체조립된 과립의 크기 및 형상이 불균일하게 때문에 분산부의 크기나 형태가 불규칙한 상태로 분포되어 있으나 Fig. 11의 SEM 사진에서 볼 수 있듯이 분산부와외 경계부라 하여 특별히 흠이 생기지는 않았음을 알 수

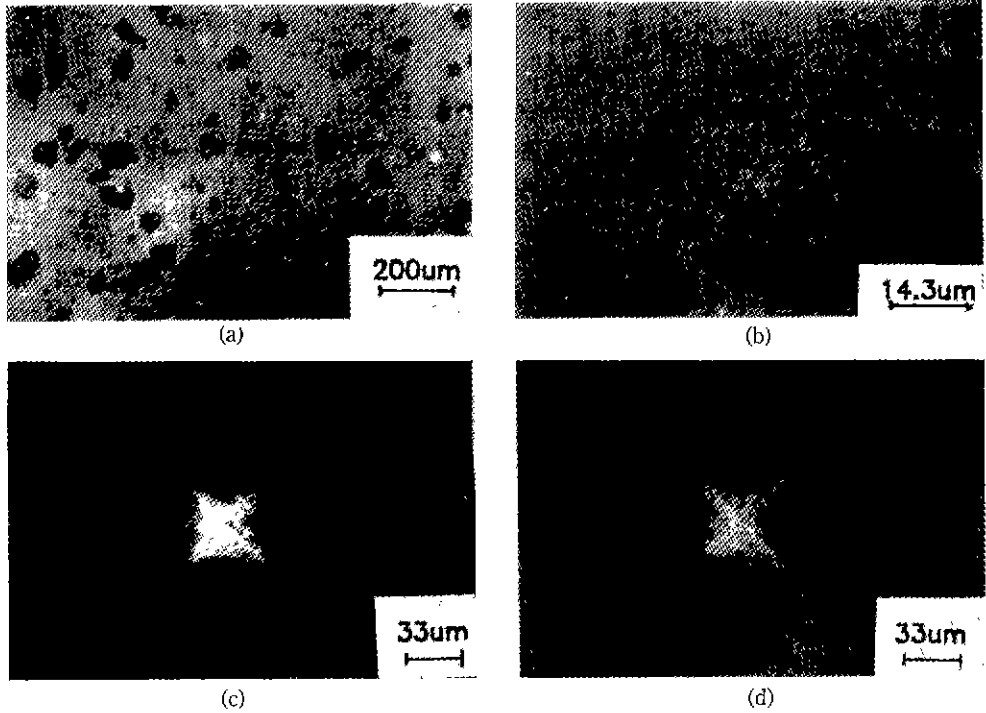


Fig. 7. SEM micrographs of Y-TZP-based duplexes sintered at 1550°C for 1 hr.
 (a), (b) irregular shape of dispersed region, (c), (d) indentation marks in duplexes.

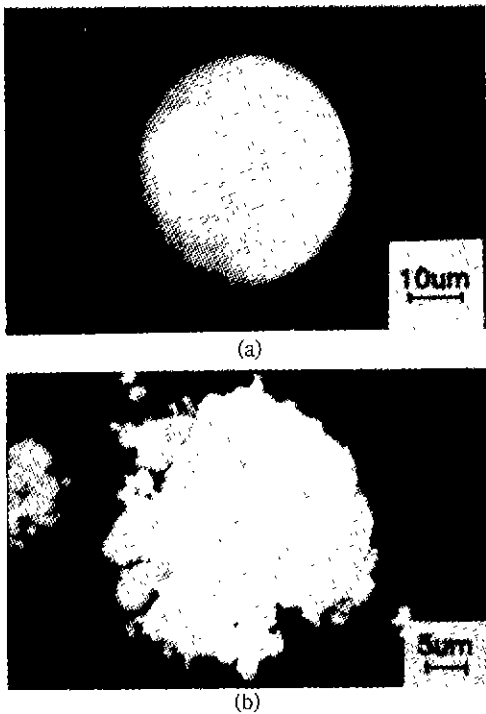


Fig. 8. SEM photographs of (a) TZ3Y(spray dried) and (b) 3Y-TZP(sieve-shaked) granule.

있다. 그러나 이러한 이중구조를 갖는 복합체의 밀도는 Fig. 10에서와 같이 소결온도에 따라 다른 양상을 보이는데 이는 1550°C의 경우 기질부에 공침법에 의해 제조된 3Y-TZP를, 1500°C의 경우는 Toyo Soda Co.의 TZ3Y를 사용했기 때문이다. 즉 Fig. 8(a)처럼 분무 조립된 구형의 TZ3Y를 이용하여 소결하게 되면 과립의 기공 분포가 Fig. 9(a)에서 보듯이 체조립된 과립에 비해 훨씬 균질하기 때문에 흠이 거의 없어 밀도가 높고 강도도 900 MPa 이상으로 높은 소결체를 얻을 수 있다. 그러나 이러한 TZ3Y를 사용하여 1500°C에서 제조한 이중 복합체는 단일 복합체에 비해서 낮은 밀도를 보여주고 있어 이중구조의 경우 분산부내의 기공이 기질부를 통과하면서 소멸되기가 어려움을 알 수 있고 SEM 조직상으로도 분산부가 단일 복합체였을 경우에 비해서는 기공이 많아졌음을 볼 수 있었다.

이러한 이중구조의 복합체에 Vickers 압자를 찍어보면 Fig. 7(c)나 (d)에서 보듯 macro한 분산부가 직접적으로 균열의 전파에 대해 영향을 주는지는 관찰할 수 없었다. 하지만 Fig. 11에서 보듯이 단일 복합체에서의 마찬가지로 3Y-TZP의 기질부에서는 주로 입내파괴(transgranular fracture)를 보이며 알루미늄이 첨가된 분산부에서는 입계파괴(interganular fracture)의 비율이 증가하고 TZP

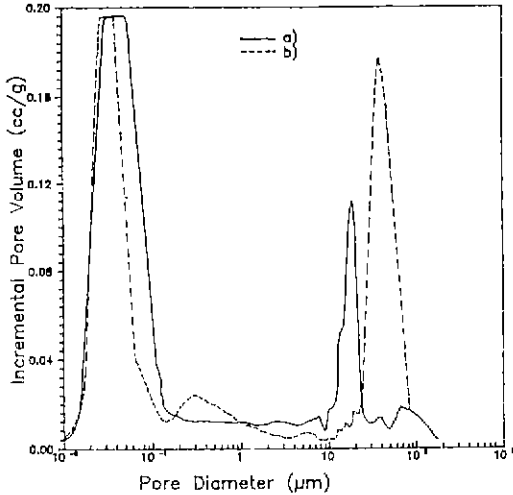


Fig. 9. The incremental pore volume vs. pore diameter of (a) TZ3Y (TOSOH) and (b) sieve shaken TZP granule.

40A의 분산 과립부에서는 균열의 편향(crack deflection)이 크게 관찰되고 있다(Fig. 11(d)).

이렇게 TZ3Y를 기질부로 하고 여기에 체조립된 TZP 20A 및 TZP40A를 15 vol.% 분산시켜 1500°C에서 1시간 소결시킨 이중 복합체의 열충격 거동을 Fig. 12에 나타내었다. 여기서 보면 초기강도는 기질부 만인 TZ3Y보다는 훨씬 낮아 형상이 불규칙하고 밀도가 낮은 분산부가 균열의 생성원으로 어느 정도 작용하였다고 생각된다. 그러나 임계온도는 400°C 정도로 기질부 자체만의 소결체와 비슷하였으며 임계온도 이상의 열충격을 받게 되면 TZP20A가 분산된 이중복합체는 기질부 자체에 비해 유지강도가 낮아졌지만 TZP40A의 경우는 더 높아졌음을 볼 수 있다. 이는 통상적으로 임계온도가 비슷한 상태에서 초기강도가 낮으면 열충격 후의 유지 강도는 높아진다는 사실에 비추어¹⁰⁾ 볼 때 분산부인 TZP20A가 균열 전파에 대해서는 저항성이 없으나 TZP40A의 경우 분산부 내부에서 일어나는 균열 편향 및 기공의 존재에 의해 균열 전파가 억제됨에 기인하는 것으로 생각된다.

한편 1550°C에서 소결한 이중 복합체에서는 분산부가 존재하면 밀도가 약간 증가하였는데 이는 TZP 자체의 낮은 밀도가 주 원인으로 생각된다¹²⁾. 이러한 이중 복합체의 열충격 거동을 Fig. 13에 나타내었는데 체조립된 TZP 과립을 기질부로 하였기 때문에 초기강도가 TZ3Y를 사용하는 경우에 비해서는 낮게 나타나고 있다. 그러나 이중 복합체의 초기강도나 임계온도는 3Y-TZP나 거의 비슷하게 나타나고 있어 이러한 불균질화가 균열의 생

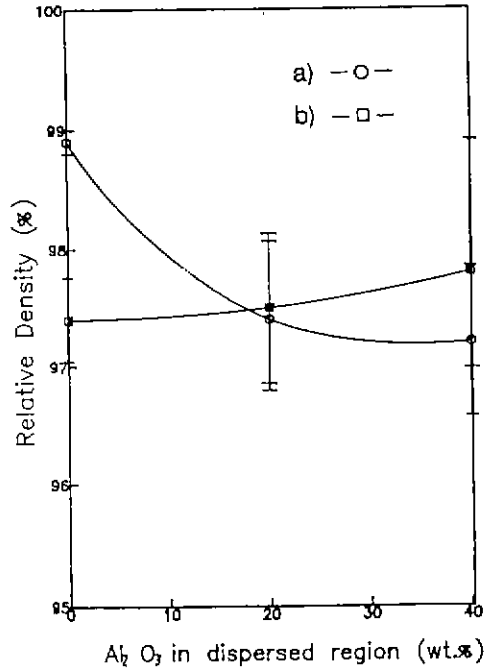


Fig. 10. Relative density of duplexes as a function of alumina contents in dispersed region.

(a) TZ3Y-based, sintered at 1500°C for 1 hr.

(b) TZP-based, sintered at 1550°C for 1 hr.

성원으로 더욱 크게 작용하지는 않는 것으로 여겨진다. 반면 400°C 정도의 임계온도를 넘는 열충격을 받은 후의 유지강도가 1500°C에서 소결했을 때와는 달리 분산부가 TZP20A나 TZP40A인 경우 모두 100 MPa 정도로 기질부만에 비해 훨씬 낮은 값을 갖는다. 이는 일단 생성된 균열이 분산부를 지나면서 더욱 용이하게 전파되기 때문으로 TZP20A나 TZP40A 모두 1550°C에서 소결하면 Fig. 3에서와 같이 같이 TZP에 비해 인성이 감소하는 것에 그 원인이 있으며 특히 TZP40A의 경우 1500°C와 비교하여 분산 알루미늄의 큰 입성장 때문에 균열이 편향되기 보다는 알루미늄을 통과하는 입내파괴가 많이 일어나는 것에 기인하는 것으로 생각된다. 따라서 분산 입자에 의해 균열 편향이 일어나기 위해서는 분산 입자가 어떤 임계크기를 넘지 않아야 함을 알 수 있다¹⁴⁾.

즉 기질부에 압축력을 주는 분산부가 macro하게 존재하는 이중구조의 경우, 분산부와의 경계에서 접선 방향으로는 인장력이 작용하게 되므로³⁾ Fig. 14(a)에서 보듯이 열충격에 의해 생긴 균열이 대부분 분산부를 지나가게 된다. 따라서 분산부의 존재만으로 또는 초기강도가 낮다고 열충격 후의 유지 강도가 높아지는 것이 아니라 임계온도 이상의 열충격을 받는 경우 분산부가

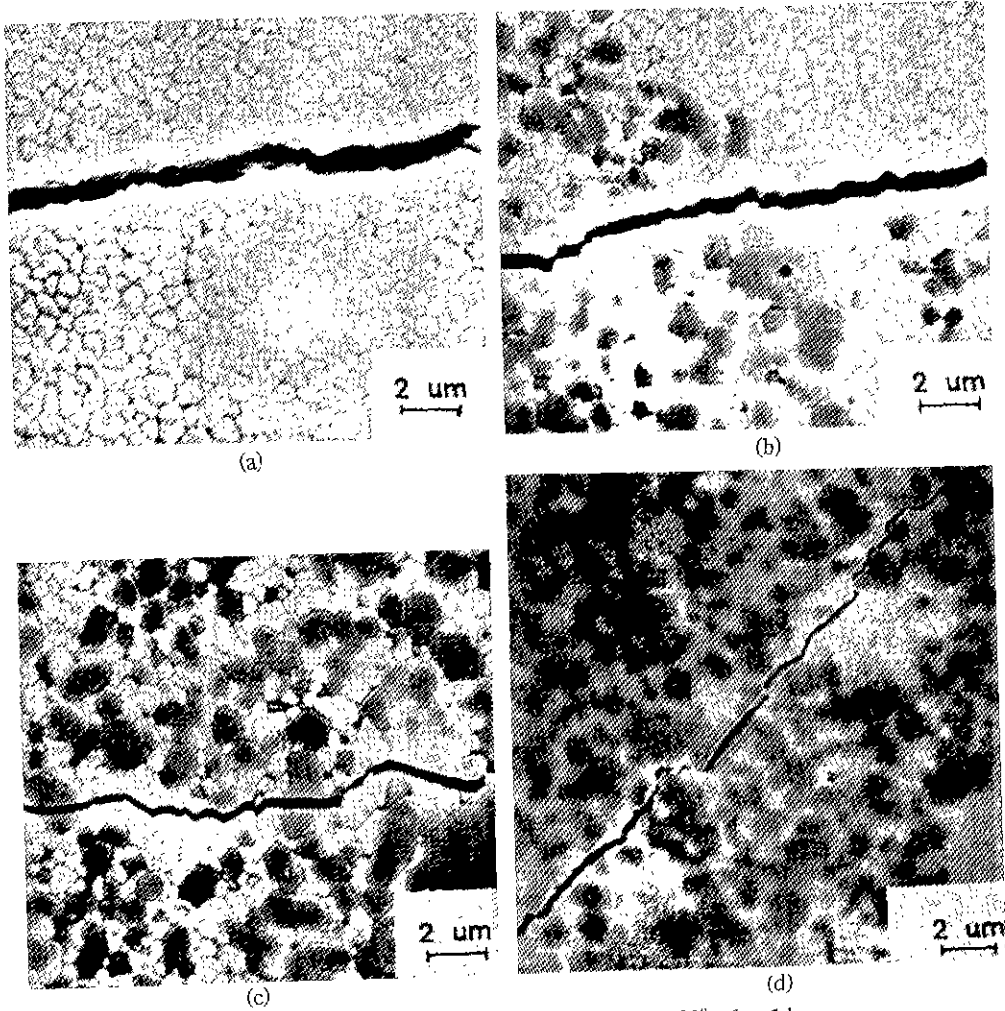


Fig. 11. The SEM micrographs of TZ3Y-based duplexes sintered at 1500°C for 1 hr. (a) matrix region, (b) boundary region, (c) dispersed region, (d) crack deflection in dispersed region.

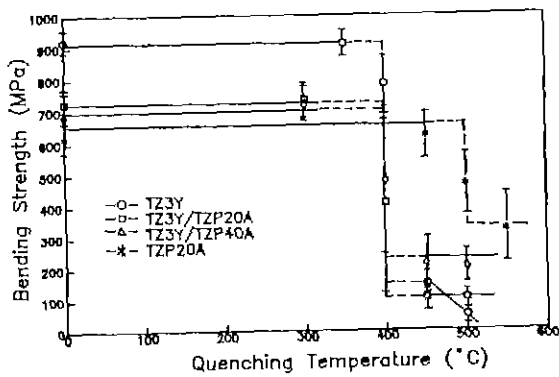


Fig. 12. Thermal shock behaviors of TZ3Y-based duplexes sintered at 1500°C for 1 hr.

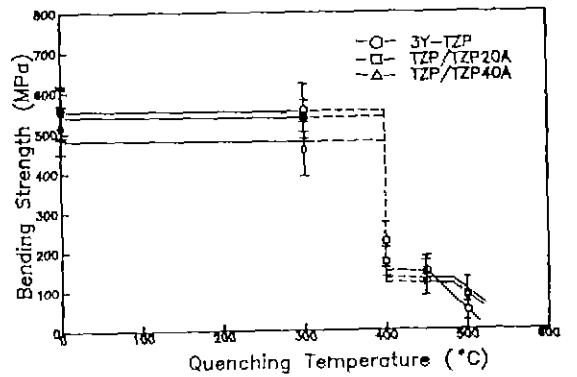


Fig. 13. Thermal shock behaviors of TZP-based duplexes sintered at 1550°C for 1 hr.

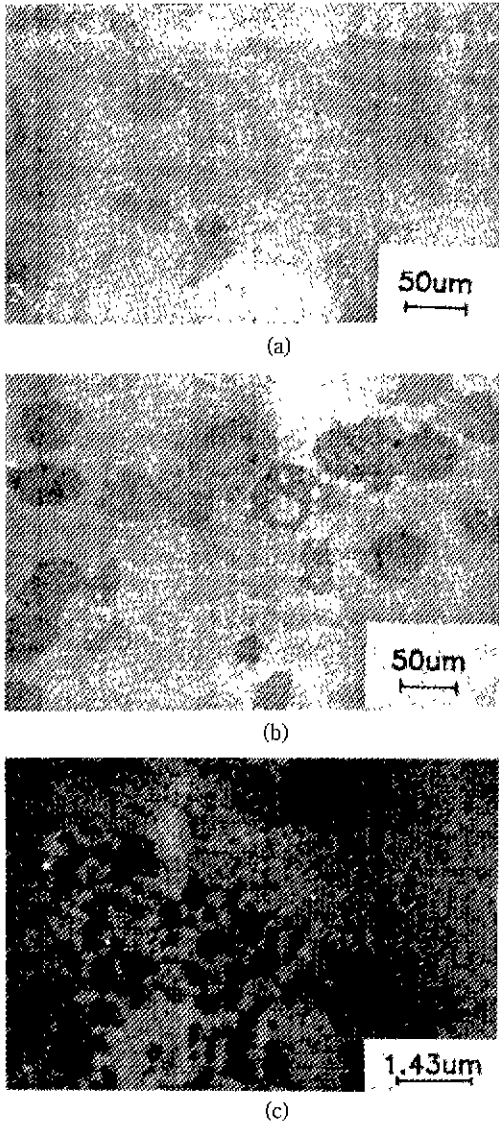


Fig. 14. Crack propagation patterns in TZ3Y/TZP40A duplexes due to the thermal shock of 450°C.

어느 정도 균열의 전파를 억제해 줄 수 있어야만 기질 부만에 비해서 시편의 유지 강도를 높일 수 있음을 알 수 있다.

4. 결 론

응력유도 상진이에 의해 높은 강도 및 인성을 갖는 정방정 지르코니아 다결정체에 알루미늄을 분산시켜 압축 응력을 유발시킨 TZP-Al₂O₃ 복합체 및 이를 바탕으로 한 이중구조의 소결체의 파괴 거동을 고찰한 결과 다음과

같은 결론을 얻었다.

1) 3 mole% Y₂O₃ 조성의 3Y-TZP에 Al₂O₃를 첨가한 3Y-TZP-Al₂O₃ 복합체를 1500~1550°C에서 1시간 소결 하면 정방정 ZrO₂상의 matrix에 Al₂O₃가 분산상으로 존재하게 된다. 따라서 서로 입자 성장을 방해하여 20 wt.% Al₂O₃ 첨가시 비교적 균질한 분산 상태를 보여주었으며 이 조성에서 최대의 폭강도 값을 나타내었다.

2) 이러한 3Y-TZP-20 wt.% Al₂O₃ 복합체의 경우 분산상인 알루미늄에 의해 생기는 기지내 압축 응력에 의해 균열의 초기 성장이 크게 억제되지만 일단 성장되는 균열은 더욱 전파가 용이함을 알 수 있었다. 따라서 높은 초기강도 및 임계온도를 가지며 열충격 후의 유지 강도가 매우 높은 열충격 거동을 보여주었다.

3) 3Y-TZP-40 wt.% Al₂O₃ 복합체는 알루미늄의 큰 입성장으로 불균질해진 미세조직을 갖기 때문에 3Y-TZP-20 wt.% Al₂O₃ 복합체에 비해 낮은 초기강도를 보이지만 분산상인 알루미늄의 적절한 입성장이 일어나면 균열 편향 및 TZP matrix의 입계 파괴에 의해 균열 전파는 어느 정도 억제됨을 알 수 있었다.

4) 기질부를 TZP로 하고 여기에 TZP-20 Al₂O₃나 TZP-40 Al₂O₃의 분산부를 과립크기로 분산시킨 이중 조직을 갖는 복합체는 기질부만에 비해서 초기강도는 낮았다. 그러나 분산부에 의해 기질부에 생기는 응력장 때문에 균열이 항상 분산부를 지나가게 되므로 분산부에서 균열 전파를 어느 정도 억제해줄게 되면 임계온도 이상의 열충격시에도 유지 강도를 높일 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 1988년도 과학재단 일반기초연구 지원사업 (891-0603-024-2)에 의해 행해진 것으로 관계기관에 감사드립니다.

REFERENCES

1. R.C. Garvie *et al.*, "Ceramic Steel?," *Nature*, **258**, 703-704 (1975).
2. T.K. Gupta *et al.*, "Effect of Stress Induced phase Transformation on the Properties of Polycrystalline Zirconia Containing Metastable Tetragonal Phase," *J. Mat. Sci.*, **13**, 1464-1470 (1978).
3. M. Matsui *et al.*, "Effect of Microstructure on the Strength of Y-TZP Composites," pp. 371-381 in *Advances in Ceramics*, Vol. 12, Science and Technology of Zirconia II, Ed. by N. Claussen *et al.*, Am. Cer. Soc. Inc, Ohio (1984).

4. R.C. Garvie, "Structural Application of ZrO₂-Bearing Materials," *ibid.*, pp. 465-479 (1984).
5. N. Miyata, "Dispersion Toughening of Ceramics," *Ceramics Japan*, **21**(7), 605-612 (1986).
6. F.J. Esper *et al.*, "Mechanical, Thermal, and Electrical Properties in the System of Stabilized ZrO₂(Y₂O₃)/α-Al₂O₃," pp. 528-536 in *Advances in Ceramics*, Vol. 12, Science and Technology of Zirconia II, Am. Cer. Soc. Inc. (1984).
7. K. Matsushida *et al.*, "High-Temperature Strength and Fracture Toughness of Y₂O₃-Partially-Stabilized ZrO₂/Al₂O₃ Composites," *J. Am. Cer. Soc.*, **68**(2), C-56-C-58 (1985).
8. T. Masaki, "Mechanical Properties of Toughened ZrO₂-Y₂O₃ Ceramics," *ibid.*, **69**(8), 638-640 (1986).
9. S. Rajendran *et al.*, "Mechanical Properties and Microstructures of Coprecipitation derived Tetragonal Y₂O₃-ZrO₂-Al₂O₃ Composites," *J. Mat. Sci.*, **23**, 1805-1812 (1988).
10. 황규홍, "중화침전법에 의해 제조된 지르코니아 분말 중에서의 정방정 ZrO₂상의 안정화에 관한 연구," 경상대학교 논문집, **23**(1), 225-230 (1984).
11. Idem *et al.*, "Al₂O₃-ZrO₂ 복합체의 강도 및 열충격 저항의 향상에 관한 연구," 한국요업학회지, **23**(1), 225-230 (1988).
12. B.R. Lawn *et al.*, "Equilibrium Penny-like Cracks in Indentation Fracture," *J. Am. Cer. Soc.*, **59**, 371 (1976).
13. F.F. Lange, "Processing-Related Fracture Origin: I. Observations in Sintered and Isostatically Hot-Pressed Al₂O₃/ZrO₂ Composites," *ibid.*, **66**(6), 396-398 (1983).
14. Idem, "Grain Growth in Two-Phase Ceramics: Al₂O₃ Inclusions in ZrO₂," *ibid.*, **70**(11), 827-830 (1987).
15. K.T. Faber *et al.*, "A Statistical Analysis of Crack Deflection as a Toughening Mechanism in Ceramic materials," pp. 77-91 in *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol. 6, ed. by R.C. Bradt *et al.*, Plenum Press, NY, 1983.
16. D.P.H. Hasselman, "Unified Theory of Thermal Shock Fracture Initiation and Crack Propagation in Brittle Ceramics," *J. Am. Cer. Soc.*, **52**(11), 600 (1969).
17. N. Claussen *et al.*, "Improvement of Thermal Shock Resistance of Brittle Structural Ceramics by a Dispersed Phase of Zirconia," pp. 381-395 in *Thermal Stress in Severe Environments*, edited by D.P.H. Hasselman *et al.*, Plenum (1980).