

Y-Nb-TZP/ Al_2O_3 복합체의 저온 상안정성 및 기계적 특성

이득용, 김대준*, 조경식**, 장주웅***

대림대학교 금속재료과, 안양, 431-715

*한국과학기술연구원 세라믹스부, 서울, 136-791

**금오공과대학교 재료금속공학부, 구미, 730-701

*** (주)우리동명 치과재료연구소, 광명, 324-060

Low-temperature phase stability and mechanical properties of Y-Nb-TZP/ Al_2O_3 composites

Deuk Yong Lee, Dae-Joon Kim*, Kyeong-Sik Cho** and Joo-Wung Jang***

Department of Metallurgical and Materials Engineering, Daelim College of Technology, Anyang 431-715, Korea

*Division of Ceramics, KIST, Seoul 136-791, Korea

**School of Materials and Metallurgical Engineering, Kumoh National University of Technology, Kumi 730-701, Korea

***Dental Material Research Center, We Dong Myung Co., Ltd., Kwangmyung 324-060, Korea

요 약 Y_2O_3 와 Nb_2O_5 가 첨가된 지르코니아에 입자 크기가 다른 두종류의 Al_2O_3 를 부피비로 10~30 % 첨가한 복합체를 1550°C 온도에서 5 시간 소결하여 250°C 온도의 공기 분위기하에서 1000시간 혹은 180°C 온도의 0.3 MPa H_2O vapor pressure 분위기하에서 5시간 열처리를 하여 X-ray 회절분석 방법을 이용하여 저온 상안정성을 조사하였다. 복합체 전부 열처리 후에 정방정 상에서 단사정 상으로 상전이가 발생하지 않는 우수한 저온 상안정성이 관찰되었다. 복합체의 상안정성에 Nb 첨가가 Al_2O_3 의 첨가보다 더 효과적이었다. 2.8 μm 입자 크기를 가진 Al_2O_3 를 부피비로 20 % 첨가한 복합체에서 최적의 조건이 관찰되었으며 강도와 인성값은 각각 670 MPa 와 7.1 MPam^{1/2}이었다. Al_2O_3 입자 크기가 2.8 μm 에서 0.2 μm 로 감소함에 따라 강도는 다소 증가하였으나 파괴인성값은 감소하였다.

Abstract Y_2O_3 and Nb_2O_5 co-doped zirconia composites containing 10~30 vol% Al_2O_3 with two different particle sizes were sintered for 5 h at 1550°C to evaluate low-temperature phase stability of the composite using X-ray diffractometry after heat-treatments for 1000 h at 250°C in air or for 5 h at 180°C in 0.3 MPa H_2O vapor pressure. No tetragonal to monoclinic phase transformation during degradation, so called enhanced low-temperature phase stability, was observed for all composites. It is concluded that Nb addition to the composite for the phase stability is more effective than Al_2O_3 addition. The optimum combination of strength (670 MPa) and fracture toughness (7.1 MPam^{1/2}) were obtained for the composite containing 20 vol% of Al_2O_3 with 2.8 μm particle size. As the Al_2O_3 particle size decreases from 2.8 μm to 0.2 μm , the flexural strength increases but the fracture toughness decreases.

1. 서 론

상온에서 고강도를 갖는 3 mol% 이트리아 부분안정화 정방정 지르코니아(3Y-TZP)를 1550°C에서 2시간 소결하면 1 GPa의 높은 강도값에도 불구하고, 5.4 MPam^{1/2}의 낮은 인성값을 가지며, 250°C에서 100시간 열처리 후에는 70 % 이상이 단사정으로 상변화가 발생하여 강도의 급격한 저하를 초래하였다[1]. 3Y-TZP에 Al_2O_3 입자를 첨가하여 3Y-TZP/ Al_2O_3 복합체를 공기 중에서 상압

소결 방법으로 제조하면 Al_2O_3 입자들이 지르코니아의 결정립 성장을 억제하여 상온에서 상안정성, 이온전도도, 열적, 전기적, 고온 기계적 특성등이 향상되지만[2, 3] 상대적으로 Al_2O_3 입자들이 지르코니아에 용해성이 적어 발생하는 결함에 의한 강도값의 저하가 관찰되었다[4, 5]. 하지만, 저온(100~400°C)에서 지르코니아를 장시간 열처리시 정방정 상이 단사정 상으로의 상전이에 의한 강도값의 저하가 Al_2O_3 를 첨가한 복합체의 경우에 상전이를 상당히 억제시킨다고 보고되었다[6].

지르코니아에 3가와 5가 산화물의 적절한 첨가는 3Y-TZP에 비해 상 안정성뿐만 아니라 파괴인성값의 증가를 가져온다고 보고되었다[1]. 특히, 90.24 mol% ZrO₂-5.31 mol% Y₂O₃-4.45 mol% Nb₂O₅(Y-Nb-TZP)를 1550°C에서 5시간 상압 소결시 결정립 크기가 2.4 μm에도 불구하고 220°C에서 100시간 열처리한 후에도 정방정에서 단사정으로 상변태가 발생하지 않았으며, 3점 곡강도값은 540 MPa, dummy indentation 방법으로 측정한 파괴인성값은 7 MPa^{1/2}이었다. 지르코니아에 Y₂O₃와 Nb₂O₅의 비슷한 몰비의 혼합은 Y-Nb의 ordering을 이루는 이들 양이온들이 Zr을 치환함으로써 scheelite-like 구조를 가진 t-ZrO₂를 형성하여 격자 내부응력의 완화에 의해 상안정화가 이루어지고[7], 5가인 Nb⁺⁵ 첨가로 인한 상변태율(transformability)의 증가로 인성의 증가에 기여한다고 보고되었다[8]. 3Y-TZP/Al₂O₃ 복합체의 파괴인성값은 일반적으로 세가지 효과에 의해 결정되어 진다고 발표되었다[9]. 첫 번째는 상변태에 의한 효과로써 Al₂O₃의 양(volume fraction)이 증가할수록 상변태가 어려워져 인성의 감소를 초래하였다. 두 번째는 Al₂O₃ 입자의 분산효과(dispersion toughening)이다. Al₂O₃ 입자에 의한 균열 편향(crack deflection) 효과가 주된 인성 증가효과이고, 열팽창계수 차이에 의한 잔류응력(radial compressive stress, tangential tensile stress)으로 인한 인성 감소 효과이다. 세 번째는 Al₂O₃ 입자의 크기에 의한 결정립 접속(grain bridging/crack bridging) 효과로써 인성값의 증가를 가져온다고 보고되었다. 그러므로, 3Y-TZP 보다 파괴인성값과 상안정성이 우수한 Y-Nb-TZP에 Al₂O₃의 첨가는 Al₂O₃에 의한 상변태 감소에 의한 인성 감소효과를 다소 완화시킬 수 있을뿐만 아니라 상압소결한 Y-Nb-TZP의 강도가 3Y-TZP 보다 낮은 문제점이 있는바 Al₂O₃의 첨가가 분산효과에 의해 강도값을 증진시킬 것이라 기대되었다.

본 연구에서는 Y-Nb-TZP의 기계적 특성을 증진시키기 위해 0.2 μm와 2.8 μm Al₂O₃ 입자를 Y-Nb-TZP에 부피비로 10~30% 첨가하여 1550°C 온도에서 5시간 상압소결 방법으로 복합체를 제조하여 상용 3Y-TZP에 Al₂O₃를 첨가한 경우와 상안정성 및 기계적 성질을 비교 분석하는데 있다.

2. 실험 방법

Y-Nb-TZP의 제조방법은 참고문헌에 자세히 기술되어 있다[1]. Y-Nb-TZP(0.5 μm), 3Y-TZP(Tosoh Inc., Japan, 0.3 μm)와 Al₂O₃(Sumitomo, Japan, 0.2 μm and

2.8 μm)를 출발물질로 사용하고 혼합된 분체를 폴리에틸렌 병에 지르코니아 볼과 함께 에탄올을 매체로 하여 24시간 동안 습식 혼합하였다. 건조된 분말은 100메쉬 체에서 체조립하여 과립을 얻었으며 1차 성형 후 138 MPa의 압력으로 정수압 성형하여 34×34×5 mm가 되는 판 형태의 성형체를 제조하였다. 성형체는 6°C/min의 속도로 900°C까지 승온시킨 후 3°C/min의 속도로 각 소결 온도까지 승온한 다음 최대 5시간 유지시킨 후 로냉하였다.

24×24×4 mm 판형태의 소결체는 가공기를 이용하여 24×4×3 mm의 크기로 절단 양면을 연마하고 인장 방향면은 0.04 μm까지 연마하였다. 가공중에 발생할 수 있는 상변태를 제거하기 위해 1200°C에서 1시간 동안 열처리 하였다. 복합체의 저온 열화 시험은 공기중에서 250°C 온도에서 최대 1000시간 열처리한 경우와 autoclave를 이용하여 180°C 온도에서 0.3 MPa의 H₂O 증기압하에서 최대 5시간 유지시킨 후 X-ray 회절분석을 이용하여 상분석을 하였으며, 단사정과 입방정의 상분율은 참고문헌[10]에 의거 계산하였다.

Bar 시편의 기계적 특성인 곡강도는 만능시험기기(Instron, Model 4202)를 이용하여 0.5 mm/min의 속도로 3점 곡강도 실험을 하였다. Bar 시편의 파괴인성은 Vickers 미세경도기를 이용하여 막대시험편의 인장 방향면의 중앙에 인장방향과 압축체의 모서리방향이 일치하도록 하고 하중 294 N의 조건으로 압흔한 후 4점 곡강도 지그(jig)로 파단하였고, 파단된 시편의 인장방향면을 Knoop 압흔체를 이용하여 균열이 발생하지 않는 98 N의 하중으로 압흔하여 압흔체의 대각선의 길이(b'/a')를 측정 Marshall 등이[11] 제안한 식 b'/a' = 0.14 - 0.45(H/E)를 이용하여 경도(H)와 탄성계수(E)의 비를 계산한 후, Chantikul 등[12] 제안에 의거한 indentation/strength 방법의 계산식인 $K_{IC} = 0.59(E/H)^{1/6}(\sigma P^{1/3})^{3/4}$ 에 강도값(σ)과 압흔시 하중값(P)을 대입하여 파괴인성(K_{IC})을 결정하였다.

소결체 시편의 결보기 밀도는 아르키메데스 방법에 의하여 측정하였으며 미세구조는 소결시편의 표면을 자동연마기로 0.04 μm까지 표면 연마하고 소결온도보다 50°C 낮은 온도에서 12분 에칭 후 주사현미경(SEM)으로 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

1550°C에서 소결한 Y-Nb-TZP/Al₂O₃ 복합체의 Al₂O₃ 양과 소결시간에 따른 상대밀도값의 변화가 Fig. 1에 나타나 있다. 상대밀도는 Y-Nb-TZP, 3Y-TZP, Al₂O₃의 이론밀도를 6.02, 6.10, 3.99를 기준으로하여 계산되어졌

다. Al_2O_3 의 입자크기가 $2.8\ \mu\text{m}$ 이고 첨가량이 10 vol% 일 때 소결시간이 1시간에서 5시간으로 증가함에 따라 상대밀도는 97.8 %에서 99.8 %로 증가하였다. 5시간 소결조건하에서 Al_2O_3 입자 크기가 $0.2\ \mu\text{m}$ 로 감소시켰을 때 Al_2O_3 양이 증가함에 따라 상대밀도값은 감소하였으며 Al_2O_3 첨가량이 20 vol%부터 상대밀도값이 98 % 이하로 감소하였다. Al_2O_3 양(volume fraction)이 증가함에 따라 일반적으로 상대밀도값이 감소하였는데 이는 Al_2O_3 입자가 지르코니아에 용해되지 않으면서 높은 정도와 탄성계수에 의한 견고성(rigidity)[13] 때문에 밀도값이 감소하는 것으로 추정되었다. 상대밀도값 관찰결과, Al_2O_3 의 입자크기가 $2.8\ \mu\text{m}$ 이고 소결시간이 5시간 일 때 이론밀도값에 접근하였는데 이는 Y-Nb-TZP를 같은 소결조건에서 상압소결시 평균 결정립 크기가 $2.4\ \mu\text{m}$ 로 기지상과 분산상 사이의 크기 차이가 거의 없으므로 Li와 Watanabe[9]에 의거 입자 크기에 비례하는 열팽창계수 차이에 의한 열적 잔류응력(thermal residual stress)이 감소하여 기지상과 분산상과의 결합의 증진으로 소결성이 우수한 것으로 추정되었다.

Y-Nb-TZP/ Al_2O_3 소결체와 3Y-TZP/ Al_2O_3 소결체의 상안정성을 관찰하기 위하여 250°C 에서 최대 1000시간 공기 중에서 열처리한 경우와 autoclave에서 0.3 MPa의 H_2O vapor pressure 분위기하에서 180°C 의 온도에서 5시간 열처리한 후 X-ray 회절분석을 행하였다. Y-Nb-TZP/ Al_2O_3 복합체에서는 열처리 후 단사정이 전혀 관

찰되지 않았다. 하지만, Nb_2O_5 가 첨가되지 않은 3Y-TZP/ Al_2O_3 ($0.2\ \mu\text{m}$) 복합체의 경우에는 Fig. 2에서 보인 것처럼 단사정 상이 관찰되었다. 3Y-TZP/ Al_2O_3 복합체를 소결 후에는 단사정 상이 관찰되지 않았지만, 공기중 250°C 에서 열처리함에 따라 Al_2O_3 의 첨가량이 적을수록 정방정에서 단사정으로 상전이가 쉽게 발생하였다. 500시간 열처리시 Al_2O_3 의 양이 20 vol%일 때 5%의 단사정 상이 관찰되었으나, 1000시간 열처리시에는 Al_2O_3 의 양이 30 vol%까지 단사정 상이 관찰되었다. 단사정량은 같은 조성의 시편일 경우 공기 중에서 열처리 시간이 길수록 증가하였다. 3Y-TZP/ Al_2O_3 복합체를 autoclave에서 2시간 열처리시 Al_2O_3 의 첨가량이 10 vol%에서만 3%의 단사정 상이 관찰되었으나, 열처리 시간이 5시간으로 증가함에 따라 Al_2O_3 의 첨가량에 상관없이 단사정량이 급격하게 증가한 것이 관찰되었다. 특히 Al_2O_3 의 첨가량이 10 vol%일때 정방정 상에서 단사정 상으로 70 %의 상전이가 관찰되었으며 Al_2O_3 의 첨가량이 30 vol%일 때 24 %의 단사정량이 관찰되었다. 따라서, 3Y-TZP/ Al_2O_3 복합체의 상안정성을 유지하기 위해서는 3Y-TZP에 더 많은 Al_2O_3 를 첨가하여야 하지만 3Y-TZP에 $0.2\ \mu\text{m}$ Al_2O_3 입자를 10 vol% 첨가한 경우 파괴인성값은 $5.2\ \text{MPam}^{1/2}$ 이었고 20 vol% 이상 첨가시 $4.9\ \text{MPam}^{1/2}$ 이하로 인성이 감소하는 문제점이 있다. Y-Nb-TZP/ Al_2O_3 복합체의 경우 상안정성이 유지되는 이유는 Y-Nb ordering에 의하여 양이온들이 Zr 이온을

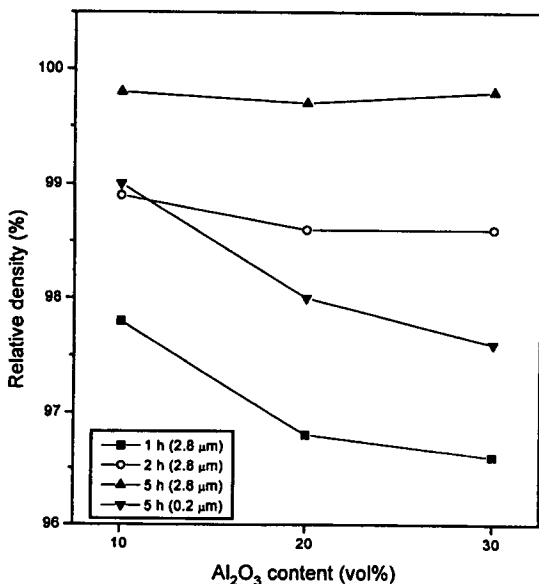


Fig. 1. Effect of Al_2O_3 addition on the relative density of Y-Nb-TZP/ Al_2O_3 composites sintered at 1550°C with various sintering times and Al_2O_3 particle sizes.

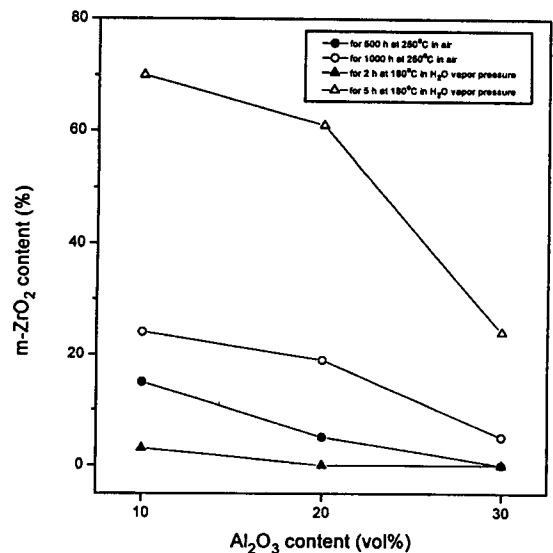


Fig. 2. m-ZrO₂ content of 3Y-TZP/ Al_2O_3 composites alloyed with $0.2\ \mu\text{m}$ Al_2O_3 particle. Composites were sintered for 5 h at 1550°C and subsequently aged for up to 1000 h at 250°C in air or for up to 5 h at 180°C in 0.3 MPa H_2O vapor pressure.

치환함으로써 이온크기가 작은 Zr 이온과 산소 이온과의 배위수를 감소시켜 내부응력의 완화로 상안정성을 개선했을 뿐만 아니라 Al_2O_3 의 첨가로 기지상인 Zr의 결정립 성장을 제어하므로(constraint) 정방정 상이 두가지 효과에 의해 안정화가 일어나 상안정성이 우수한 것으로 추정되었다. 하지만, 3Y-TZP에 Al_2O_3 를 첨가하면 상용 3Y-TZP 보다 상안정성은 어느정도 개선되지만 저온에서 장시간 열처리시 단사정으로 상전이 현상이 발생하므로 Nb_2O_5 의 첨가가 복합체의 상안정성에 Al_2O_3 를 첨가한 효과보다 더욱 우수하다는 것을 알 수 있다.

3Y-TZP/ Al_2O_3 와 Y-Nb-TZP/ Al_2O_3 복합체 파단면의 단사정 양은 Fig. 3에서처럼 Al_2O_3 양이 증가함에 따라 감소하였는데, 이는 Al_2O_3 첨가에 의하여 복합체의 정방정 상의 안정화가 일어난 것을 알 수 있다. Al_2O_3 첨가량이 10 vol%이고 Al_2O_3 입자 크기가 0.2 μm 일 때 3Y-TZP/ Al_2O_3 복합체 파단면의 단사정량은 14 %이었으나, Nb_2O_5 가 첨가된 Y-Nb-TZP/ Al_2O_3 복합체의 경우에는 두배인 28%의 단사정량이 관찰되었다. 따라서, Nb_2O_5 의 첨가가 응력 유도 상변태(stress-induced phase transformation)를 용이하게 하므로 복합체의 인성 증가에 Nb_2O_5 가 첨가되지 않은 3Y-TZP보다 우수하다는 것을 알 수 있다. Y-Nb-TZP/ Al_2O_3 복합체에 첨가한 Al_2O_3 입자 크기가 0.2 μm 에서 2.8 μm 로 증가함에 따라 파단면의 단사정 양은 더욱 증가하였는데 이는 입자 크기가 증가할수록 응력 유도 상변태 효과도 증가하는 것으로 추정되었다.

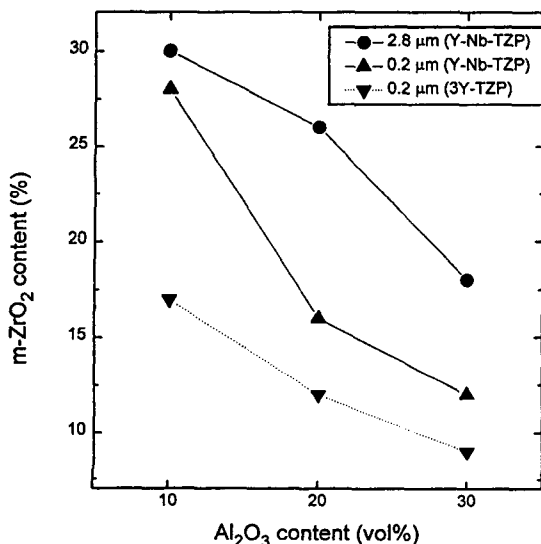


Fig. 3. m-ZrO₂ content of the fracture surface of Y-Nb-TZP/ Al_2O_3 and 3Y-TZP/ Al_2O_3 composites alloyed with different Al_2O_3 particles. Composites were sintered for 5 h at 1550°C.

소결밀도가 우수한 1550°C에서 5시간 상압소결한 Y-Nb-TZP/ Al_2O_3 복합체의 파괴인성과 극강도값의 변화가 Al_2O_3 의 양과 입자크기에 따라 Fig. 4에 나타나있다. Al_2O_3 의 입자크기에 상관없이 Al_2O_3 첨가량이 20 vol%일 때 복합체는 최대의 강도값을 보였으며 Y-Nb-TZP에 Al_2O_3 입자를 20 vol% 이상 첨가함에 따라 강도값은 감소하였다. Al_2O_3 의 첨가로 결정립 성장이 억제되고 Al_2O_3 입자의 분산효과(dispersion toughening)에 의해서 20 vol%일 때 최대의 강도값을 보였으나 Al_2O_3 의 첨가량이 20 % 이상 증가함에 따라 복합체의 정방정상의 안정화로 강도값이 감소하는 것으로 추정되었다. Al_2O_3 입자의 크기가 0.2 μm 이고 첨가량이 20 %일 때 강도와 인성은 각각 730 MPa, 5.5 MPam^{1/2}이었고, Al_2O_3 입자의 크기가 2.8 μm 일때는 강도와 인성은 각각 670 MPa, 7.1 MPam^{1/2}이었다. 파괴인성값은 Al_2O_3 의 양(volume fraction)이 증가함에 따라 상안정화로 인하여 일반적으로 감소하였다. 따라서, 1550°C에서 5시간 소결한 경우 Al_2O_3 첨가량이 20 vol% 일때가 최적의 조성으로 관찰되었으며 Al_2O_3 입자 크기가 2.8 μm 일때의 7.1 MPam^{1/2}의 인성값은 0.2 μm Al_2O_3 입자를 첨가한 경우와 비교하면 우수한 값으로 Al_2O_3 첨가량이 20 vol%로 같으므로 분산효과와의 차이가 거의 없다고 가정하면 입자 크기로 인한 결정립 접속(grain bridging/crack bridging)에 의한 효과로 추정하였다. 또한, 같은 소결 조건의 Y-Nb-TZP의 강도값과 파괴인성값은 각각 540 MPa, 7 MPam^{1/2}로 2.8 μm Al_2O_3 입자를 Y-Nb-TZP에 첨가한 복합체와 비교하면 큰 입자 크기를 가진

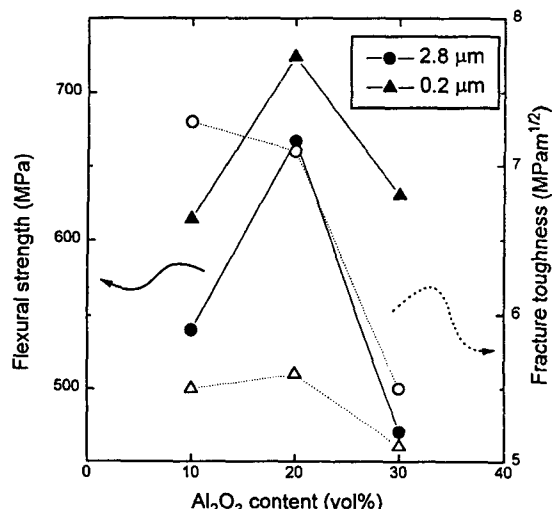


Fig. 4. Flexural strength and fracture toughness of Y-Nb-TZP/ Al_2O_3 composites having different Al_2O_3 particle sizes.

Al_2O_3 를 첨가함에 따라 강도와 인성 모두 증가하는 것이 관찰되었다.

1550°C에서 5시간 소결한 2.8 μm Al_2O_3 가 첨가된 Y-Nb-TZP/ Al_2O_3 복합체의 SEM 관찰결과가 Fig. 5에 나타나 있는데 하얀 부분이 ZrO_2 결정립이고 검은 부분이 Al_2O_3 이다. Al_2O_3 의 양이 10 vol%에서 30 vol%로 증

가함에 따라 ZrO_2 의 평균 결정립 크기는 각각 2.9 μm , 2.6 μm , 1.7 μm 로 감소하였고 Al_2O_3 입자들이 ZrO_2 의 결정입계에 주로 존재하는 것이 관찰되었는데, Al_2O_3 입자들이 ZrO_2 결정립 사이에 존재하여 ZrO_2 의 결정립 성장을 억제하는 것으로 Al_2O_3 의 양이 증가함에 따라 결정립 억제 효과가 증진되었다. ZrO_2 결정립들은 균일하게 성장하였고 미세균열이나 twinning은 관찰되지 않았다. Al_2O_3 입자부분에서 기공(pore)들이 관찰되었는데 이는 Butler와 Drennan[3]가 보고하였던 것처럼 ZrO_2 결정립계(grain boundary)가 Al_2O_3 입자사이를 이동(migrate)함에 따라 Al_2O_3 입자들의 응집현상(coalescence)이 일어나 낮은 에너지 영역에 모이고(segregate) 또한 미세한 기공(결합)들이 이부분으로 이동하여 응집하면서 형성되는 것으로 추정되었다. 이런 결합등이 파단시 파괴의 원인으로 제공되어 상압소결한 복합체 시편들의 강도가 일반적으로 낮은 값을 보였다.

4. 결 론

Nb_2O_5 가 첨가된 TZP에 Al_2O_3 를 첨가하여 Y-Nb-TZP/ Al_2O_3 복합체를 1550°C에서 5시간 상압소결 방법으로 제조하여 기계적 특성을 조사한 결과 Al_2O_3 를 20 vol% 첨가하였을 때가 최적의 조성 조건이었다. 공기 중과 H_2O vapor pressure 분위기하에서 저온열화 실험 결과 Y-Nb-TZP/ Al_2O_3 복합체에서는 단사정이 전혀 관찰되지 않는 우수한 상안정성이 관찰되었다. 하지만, 0.2 μm Al_2O_3 입자를 10 vol% 첨가한 3Y-TZP/ Al_2O_3 복합체를 autoclave를 이용 180°C 온도에서 0.3 MPa의 H_2O vapor pressure하에서 5시간 열처리한 경우에는 70 %의 단사정량이 관찰되었다. 따라서, 복합체의 인성 값과 상안정성을 증진시키는데 Al_2O_3 첨가보다는 Nb_2O_5 의 첨가가 효과적이었다.

2.8 μm Al_2O_3 입자를 20 vol% 첨가한 Y-Nb-TZP/ Al_2O_3 복합체를 1550°C에서 5시간 상압소결시 최적의 기계적 특성이 관찰되었는데 강도와 인성값은 각각 670 MPa, 7.1 MPa $\text{m}^{1/2}$ 이었다. 이값은 Nb_2O_5 가 첨가되지 않은 Y-Nb-TZP의 540 MPa 보다 우수하였으며 인성 증진에는 Al_2O_3 의 입자 크기가 클수록 효과적이었다.

감사의 글

본 연구는 과학기술처 특정연구사업(U01830) 지원에 의해 이루어졌으며 이에 감사드립니다.

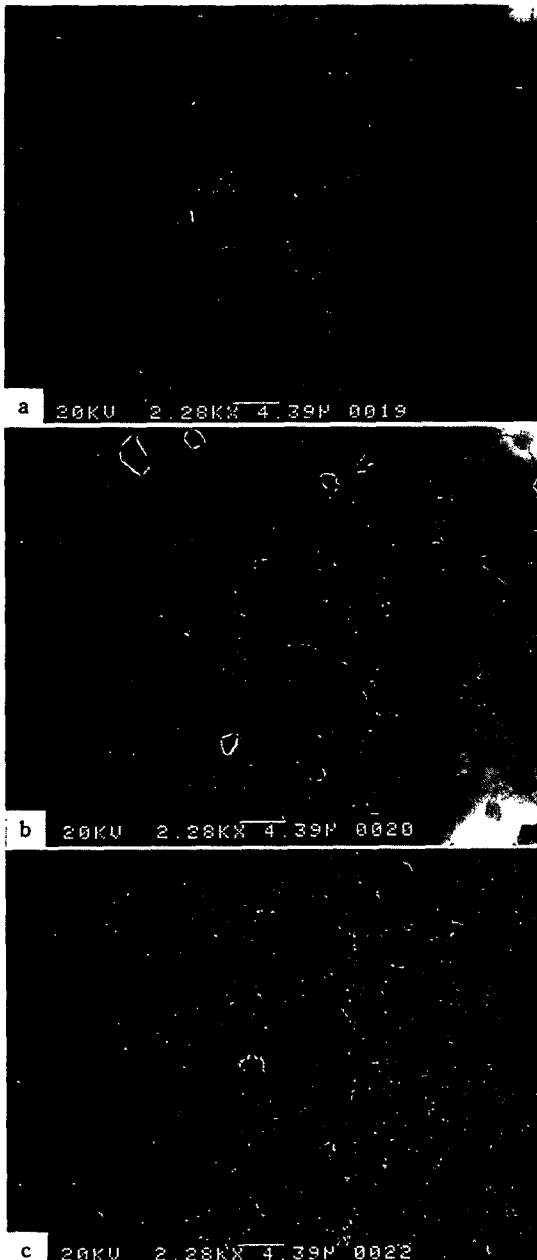


Fig. 5. Scanning electron micrographs of Y-Nb-TZP/ Al_2O_3 composite sintered for 5 h at 1550°C. (a) 10 vol% Al_2O_3 ; (b) 20 vol% Al_2O_3 ; (c) 30 vol% Al_2O_3 .

참 고 문 헌

- [1] D.Y. Lee, D.-J. Kim and D.-H. Cho, J. Mater. Sci. Lett. 17(3) (1998) 185.
- [2] F.J. Esper, K.H. Friese and H. Geier, Mechanical, thermal, and electrical properties in the system of stabilized ZrO_2 (Y_2O_3)/ α - Al_2O_3 in Advances in ceramics, Science and technology of zirconia II, edited by N. Claussen, M. Ruhle, A. Heuer, Vol. 12 (1985) pp. 528-536.
- [3] E.P. Butler and J. Drennan, J. Am. Ceram. Soc. 65(10) (1982) 474.
- [4] K. Tsukuma, K. Ueda, K. Matsushita and M. Shimada, J. Am. Ceram. Soc. 68(1) (1985) C-56.
- [5] D.D. Upadhyaya, P.Y. Dalvi and G.K. Dey, J. Mater. Sci. 28 (1993) 6103.
- [6] H. Tsubakino, R. Nozato and M. Hamamoto, J. Am. Ceram. Soc. 74(2) (1991) 440.
- [7] P. Li, I. Chen and J.E. Penner-Hahn, J. Am. Ceram. Soc. 77(5) (1994) 1289.
- [8] D.-J. Kim, H.-J. Jung and D.-H. Cho, Solid State Ionics 80 (1995) 67.
- [9] J.-F. Li and R. Watanabe, J. Am. Ceram. Soc. 78(4) (1995) 1079.
- [10] R.C. Garvie and P.S. Nicholson, J. Am. Ceram. Soc. 55(6) (1983) 303.
- [11] D.B. Marshall, T. Noma and A.G. Evans, J. Am. Ceram. Soc. 65(10) (1982) C-175.
- [12] P. Chantikul, G.R. Anstis, B.R. Lawn and D.B. Marshall, J. Am. Ceram. Soc. 64(9) (1981) 539.
- [13] J.L. Shi, B.S. Li and T.S. Yen, J. Mater. Sci. 28 (1993) 4019.