

## 알루미나 입도가 (Y,Nb)-TZP/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합체의 R-curve 거동에 미치는 영향

이득용<sup>†</sup> · 김대준\* · 김배연\*\* · 송요승\*\*\*

대림대학 재료정보공학과

\*KIST 복합기능세라믹센터

\*\*인천대학교 재료공학과

\*\*\*한국항공대학교 항공재료공학과

(2001년 8월 10일 접수; 2001년 9월 26일 승인)

### Effect of Alumina Particle Size on R-curve Behavior of (Y,Nb)-TZP/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composites

Deuk Yong Lee<sup>†</sup>, Dae-Joon Kim\*, Bae-Yeon Kim\*\* and Yo-Seung Song\*\*\*

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

\*Multifunctional Ceramics Research Center, KIST, Seoul 136-791, Korea

\*\*Department of Materials Engineering, University of Incheon, Incheon 402-749, Korea

\*\*\*Department of Materials Engineering, Hankuk Aviation University, Koyang 412-791, Korea

(Received August 10, 2001; Accepted September 26, 2001)

#### 초 록

5.31 mol% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-4.45 mol% Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-90.31 mol% ZrO<sub>2</sub>에 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 첨가한 복합체를 제조하여 알루미나 입도가 복합체의 균열 전파 저항성에 미치는 영향을 조사하였다. ZrO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합체에서는 R-curve 거동이 관찰되었으며 0.2, 2.8 μm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 20 vol%가 첨가된 복합체의 인성값은 각각 7.9, 8.8 MPam<sup>1/2</sup>이었다. 파괴인성값의 차이는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입도 크기에 의존하는 ZrO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합체 내의 정방정 ZrO<sub>2</sub>의 결정립 크기 차이에 의한 것으로 추정된다.

#### ABSTRACT

The influence of the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particle size on flaw tolerance of the ZrO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites prepared by mixing 5.31 mol% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-4.45 mol% Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-90.31 mol% ZrO<sub>2</sub> and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> was investigated. The composites exhibited rising R-curve behavior and plateau fracture toughness of 7.9 and 8.8 MPam<sup>1/2</sup> for the additions of 20 vol% of 0.2 and 2.8 μm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles, respectively. The difference in the fracture toughness resistance was attributed mainly to the grain size of tetragonal ZrO<sub>2</sub> phase in the composites, which scaled with the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particle size.

**Key words :** ZrO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite, Fracture toughness, R-curve, Phase transformation toughening, Grain bridging toughening

#### 1. 서 론

안정화제로 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>나 CeO<sub>2</sub>가 첨가된 정방정 지르코니아 (TZP)는 균열선단 주위에 정방정에서 단사정으로 상전이 효과에 의한 상전이 영역(transformation zone) 형성으로 인한 우수한 균열 저항성인 R-curve 거동을 갖고 있다.<sup>1-8)</sup> 이러한 R-curve 거동은 가공 중에 발생하는 결함에 대한 저항성과 균일한 강도 분포로 인하여 균열 성장을 억제하므로 구조재료로 사용하기에 적합하다. 그러나, 기존의 안정화 지르코니아는 저온에서 장시간 사용시 정방정에서 단사정으로 상전이에 의한 저온열화 현상으로 인하여 실용화에 제약을 지니

고 있다.<sup>9)</sup>

Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와 Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 산화물을 적절히 첨가한 TZP((Y,Nb)-TZP)는 우수한 상 안정성, 높은 인성값, 생체 적합성을 보이는 것으로 보고되었다.<sup>11-14)</sup> 그러나, 3 mol% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 첨가된 안정화 TZP(3Y-TZP)의 강도값이 850 MPa<sup>15)</sup>에 비해 강도값이 500 MPa<sup>11)</sup>로 작은 값을 지니는 문제점을 갖고 있다. 따라서, 우수한 상 안정성<sup>11-13)</sup>과 생체 적합성<sup>14)</sup>을 가진 (Y,Nb)-TZP를 세라믹 인공치아, 의료용 칼, 고관절 인공골 등등 생체 경조직 세라믹으로써 사용하기 위하여는 기계적 특성의 증진 및 균열저항성의 연구가 요구된다. 본 연구에서는 강도와 인성값을 증진시키고자 (Y,Nb)-TZP에다 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 첨가한 복합체를 제조하고자 하였는데, 그 이유는 3Y-TZP에 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 첨가한 복합체를 제조할 경우 강도는 증가

<sup>†</sup>Corresponding author : dylee@daelim.ac.kr

하지만 인성은 증가 혹은 감소한다는 보고가 있기 때문이다.<sup>16-21)</sup> Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 첨가한 복합체의 강도와 인성의 증가는 세 가지에 의해 일어난다고 발표되었다.<sup>22)</sup> 첫째는 상변태 강화(phase transformation toughening), 둘째는 결정입계 강화(grain boundary toughening), 셋째는 분산강화(dispersion toughening)이다. 그러나, 현재 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 첨가한 TZP/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합체의 강도와 인성에 대해 자세한 이론적 배경이 체계적으로 설명되어 있지 않은 상태이다. 따라서, 본 연구에서는 서로 다른 크기의 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 (Y,Nb)-TZP에 첨가하여 (Y,Nb)-TZP/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합체를 제조하였으며 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입자 크기가 복합체의 강도와 인성에 미치는 영향에 대하여 고찰하고자 하였다.

## 2. 실험방법

(Y,Nb)-TZP 단미와 (Y,Nb)-TZP/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합체는 다른 참고문헌에 자세히 기술된 것에 따라 제조하였다.<sup>11-14)</sup> 원판형 성형체(Φ: 20, t: 1.8 mm)는 6°C/min의 속도로 900°C까지 승온시킨 후 3°C/min의 속도로 1550°C까지 승온 한 후 2시간 유지한 후 로냉하였다. 1 μm까지 최종 연마한 시편들은 연마로 인한 잔류응력을 제거하기 위하여 1200°C 온도에서 2시간 열처리하였다. 소결체 시편의 결보기 밀도는 아르키메데스 방법을 이용하여 측정하였으며, 미세구조는 소결시편의 표면을 자동연마기로 1 μm까지 연마한 후 소결온도보다 50°C 낮은 온도에서 12분간 에칭 후 주사전자현미경(SEM)을 이용하여 관찰하였다. 시편의 열팽창 계수는 상온에서 1200°C까지 10°C/min으로 승온하면서 dilatometer(Netsch, Selb, Germany)를 이용하여 측정하였다. 시편의 강도값은 이축강도 실험법으로 측정하였으며, 이축 강도(biaxial flexure testing) 실험<sup>23)</sup>과 파괴인성 측정용 indentation-strength법<sup>24,25)</sup>은 참고문헌에 자세히 기술되어있다. 강도와 파괴인성 실험 시 각각 5개 시편을 사용하였다.

Weibull 계수는  $P=(i-0.5)/n$ 의 식을 (P는 파괴확률, i 강도 순위, n 전체 시편수) 이용하여 계산하였다.<sup>26)</sup> 본 실험에서는 조성 당 각각 30개의 시편을 이용하여 측정하였다. 시편의 결함저항성(flaw tolerance) 분석은 indentation-strength 방법을 사용하였다.<sup>3,5,24,25,27-29)</sup> 원판형 시편 인장방향(tensile surface) 중앙에 4~490 N의 하중을 압흔 한 후 균열성장 저항 계수(crack growth resistance parameter,  $K_R$ )<sup>24)</sup>를 결정하기 위하여 균열의 길이(2c)를 현미경을 이용하여 측정하였다. 각 하중 당 5개의 시편을 사용하였다. 마지막으로, R-curve 거동은 Krause<sup>30)</sup>가 제시한 식에 따라 분석하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1. 강도 및 파괴인성의 실험결과 및 분석

#### 3.1.1. Zener 관계식

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 양에 따른 (Y,Nb)-TZP/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합체의 강도와 파

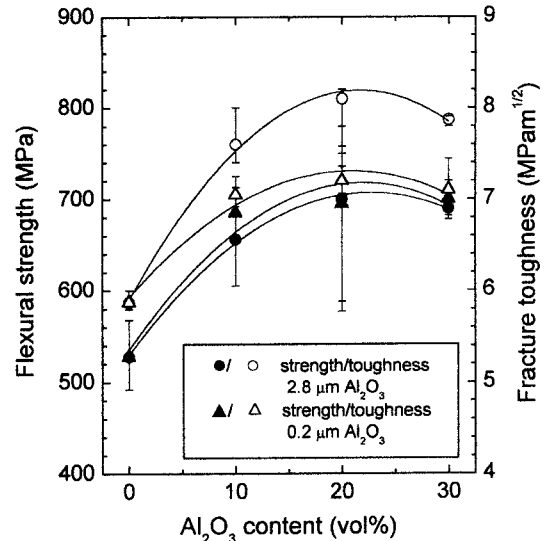


Fig. 1. Strength and fracture toughness of (Y,Nb)-TZP/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites containing different Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particle size as a function of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> content.

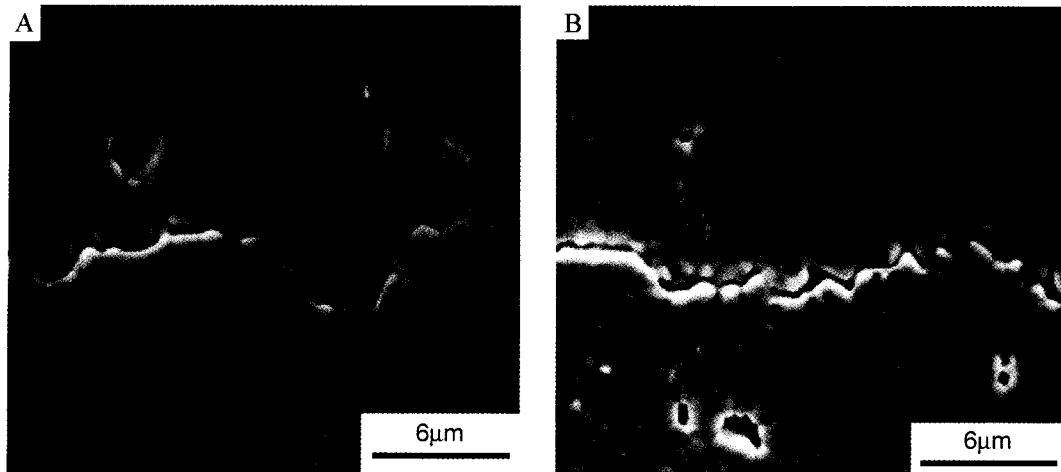
괴인성값이 Fig. 1에 나타내었다. 복합체의 강도와 파괴인성 값은 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 20 vol%까지 증가하다가 감소하였다. (Y,Nb)-TZP 파단면의 단사정(m-ZrO<sub>2</sub>) 양은 37%이었는데<sup>11)</sup> 복합체 파단면의 m-ZrO<sub>2</sub> 양은 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 증가함에 따라 감소하였다.<sup>31)</sup> 이는 Fig. 2에서 보는 것과 같이 복합체의 정방정 ZrO<sub>2</sub>(t-ZrO<sub>2</sub>)의 결정립 크기가 단미(1.7 μm)<sup>11)</sup>에 비해 작았는데 이는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 결정립 성장 억제 효과에 의한 것으로 추정된다. 입자 크기가 큰 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 첨가된 복합체는 조대한 TZP 미세조직을 나타냈는데 이는 Zener의 관계식 (1)에<sup>32)</sup> 의한 것으로 추정된다.

$$R = \frac{4r}{3f} \quad (1)$$

R은 평균 결정립의 반경, r은 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입자 반경, f는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 부피분율이다. 조직사진에는 196 N의 압흔에 의한 균열과 미세조직간의 관계(interaction)을 알 수 있다. 2.8 μm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 첨가된 복합체의 경우에는 균열저항성을 나타내는 결정립 가교(crack/grain bridging) 현상이 관찰되었지만 0.2 μm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 첨가된 복합체에서는 그 효과가 미미하였다.

#### 3.1.2. 파괴인성 강화 기구

불순물 석출(segregation)에 의한 결정립 강화에<sup>22)</sup> 의하면 입자 크기가 작은 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 첨가된 복합체가 입자 크기가 큰 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 첨가된 복합체보다 결정입계 면적(grain boundary area)이 크므로 균열 저항성이 우수하여야 하는데 Fig. 2에 의하면 반대되는 현상이 관찰되었다. 따라서, 파괴인성 강화기구 중 분산강화(dispersion toughening)와 상전이 강화(transformation toughening) 기구<sup>18)</sup>만이 적용 가능한 것을



**Fig. 2.** SEM micrographs of typical crack paths induced by 196 N Vickers indentation in (A) (Y,Nb)-TZP/20 vol% of 2.8  $\mu\text{m}$   $\text{Al}_2\text{O}_3$  composite and (B) (Y,Nb)-TZP/20 vol% of 0.2  $\mu\text{m}$   $\text{Al}_2\text{O}_3$  composite. An intergranular crack path and grain bridging sites are apparent in Fig. 2(A).

알 수 있다. 상전이 강화 효과는 식 (2)와 같다.<sup>33)</sup>

$$\Delta K_c^{t \rightarrow m} = k E V e_{t,v} \sqrt{h} (1-v)^{-1} \quad (2)$$

$k$ 는 상수,  $E$ 는 탄성계수,  $V$ 는 상전이(transformable)  $t$ - $\text{ZrO}_2$ 의 부피분율,  $e_t$ 는 상전이 strain,  $h$ 는 상전이 영역(height of transformation zone),  $v$ 는 포인슨 비이다.

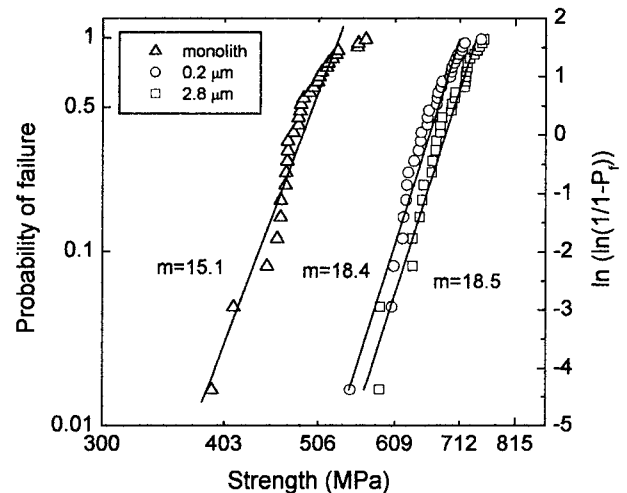
Li와 Watanabe<sup>18)</sup> 의하면 상전이  $t$ - $\text{ZrO}_2$  부피분율의 감소에 있어서  $\text{Al}_2\text{O}_3$  첨가 효과를 식 (3)과 같이 설명하였다.

$$V_c = V_m (1-f) \quad (3)$$

$V_c$ 와  $V_m$ 은 각각 복합체와 기지상(matrix)의 상전이  $t$ - $\text{ZrO}_2$ 의 부피분율이다. 식 (3)에서는  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 의 높은 탄성계수 때문에 식 (2)의 탄성계수의 증가 효과를 무시하였다.<sup>22)</sup>  $V$ 의 감소로 인한 파괴인성의 감소 효과는 기지상과 분산상간의 열팽창계수 차이에 의한  $t$ - $\text{ZrO}_2$ 의 격자 뒤틀림(lattice distortion) 효과에 의하여 상쇄된다.<sup>34)</sup> 상전이 영역(zone height)이  $\text{Al}_2\text{O}_3$  첨가에 의한 결정립 성장 억제 효과에 의하여 다소 감소할 지라도  $t$ - $\text{ZrO}_2$  기지상에서 열팽창 계수 차이에 의해 발생하는 잔류응력에 의하여 상전이 영역 높이는 증가할 것으로 추정된다. 식 (3)에 의하면 상전이(phase transformation) 효과는 복합체의 파괴인성에 감소 효과로 작용한다.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 가 20 vol% 이상 첨가된 복합체에서 강도와 인성의 감소 현상은 높은 탄성계수를 가진  $\text{Al}_2\text{O}_3$  첨가에 의한 복합체의 치밀화(densification) 감소와 연관된 상전이  $t$ - $\text{ZrO}_2$ 의 부피분율 감소와 상전이 영역의 감소로 인하여 발생된 것으로 추정된다.

### 3.2. Weibull 계수

(Y,Nb)-TZP 단미체와 (Y,Nb)-TZP/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  복합체의 Weibull 분포가 Fig. 3에 도시되어 있다. 단미, 복합체(0.2  $\mu\text{m}$ , 2.8



**Fig. 3.** Weibull plots for (Y,Nb)-TZP/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  composites having different  $\text{Al}_2\text{O}_3$  particle size.

$\mu\text{m}$ )의 Weibull 계수는 각각 15.1, 18.4, 18.5이었다.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  첨가는 복합체의 강도를 결정하는 결함의 크기를 제어하지만  $\text{Al}_2\text{O}_3$  입도는 강도 분포 변화에 큰 변화를 주지 못하는 것을 알 수 있다. 즉, (Y,Nb)-TZP의 큰 균열길이는  $\text{Al}_2\text{O}_3$  첨가에 의하여 감소되어지고 (Y,Nb)-TZP에 존재하는 결함의 분포(flaw distribution)는 효과적으로 균일해져서 결함 저항성은 증가하였다.

단미와 복합체의 강도와 압흔 하중간의 상관관계를 Fig. 4에 나타내었는데, 단미와 복합체(0.2  $\mu\text{m}$ , 2.8  $\mu\text{m}$ )의 초기 강도값(inert strength)은 각각 480 MPa, 690 MPa, 700 MPa 이었다. 단미의 경우에는 임계 압흔 하중(critical load)이 3 N까지, 복합체는 10 N까지 강도값이 하중에 무관하다가 그 이상의 하중에서는 강도값이 감소하였다. 복합체에서의 불

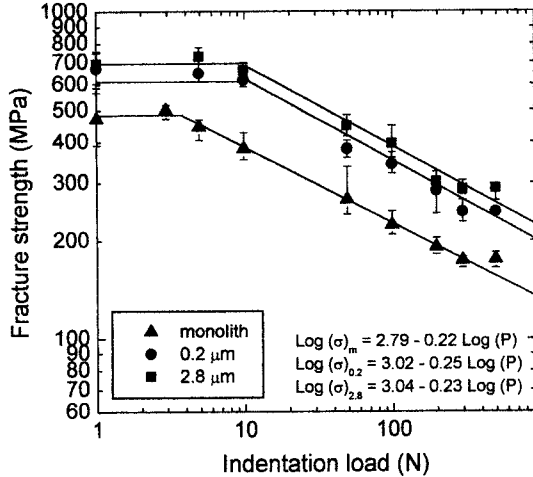


Fig. 4. Strength of (Y,Nb)-TZP/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites as a function of indentation load. The strengths from natural flaws were arbitrarily plotted at P = 1 N.

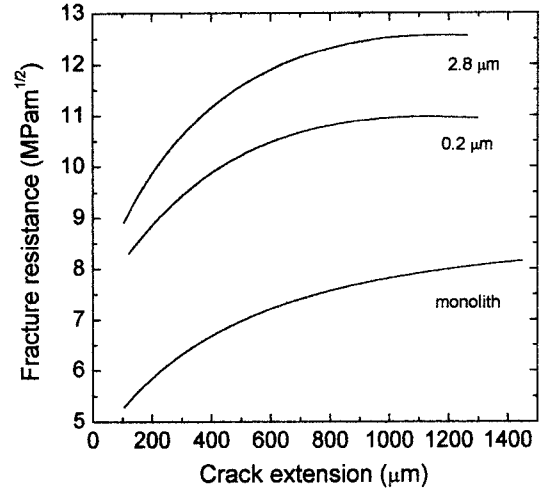


Fig. 5. R-curves for the (Y,Nb)-TZP/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites containing fine and coarse Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles constructed by the indentation-strength method.

안정한 균열 길이는 단미보다 크지만 복합체에서는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입도에 의하여 불안정한 균열 길이는 변하지 않는다는 것을 알 수 있다. 또한, 단미나 복합체에서의 임계 압흔 하중의 차이는 Fig. 3의 Weibull 계수 결과와 잘 일치하는 것을 알 수 있다. 따라서, 파괴강도의 결함저항성(flaw sensitivity)이 기계적 신뢰성(mechanical reliability)을 결정한다는 것을 알 수 있다. 2.8 μm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 첨가된 복합체가 모든 영역에서 0.2 μm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 첨가된 복합체보다 우수한 강도값이 관찰되었는데 이는 우수한 R-curve 거동 효과에 의한 것으로 추정된다. Fig. 4의 data를 직선회기법으로 계산한 기울기값들은 1/3보다 작았는데<sup>10)</sup> 모든 시편들이 R-curve 거동을 나타내었다.

3.3. R-curve 거동

3.3.1. 상전이 강화 효과(Phase Transformation Toughening)의 분석

K<sub>R</sub>과 균열 길이(Δc)간의 상관관계인 R-curve가 Fig. 5에 나타나 있다. 복합체가 단미보다는 우수한 R-curve 거동이 관찰되었으며 입자 크기가 큰 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 첨가된 복합체의 R-curve 효과가 입자 크기가 작은 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 첨가된 복합체보다 우수하였다. 이는 Fig. 1의 결과가 R-curve 효과에 의한 것이라곤 할 수 있다. 그러나, 복합체들의 R-curve의 초기 기울기 값의 차이는 Fig. 3의 Weibull 결과와는 일치하지 않았으며 복합체(0.2 μm, 2.8 μm)들의 파괴인성값(steady-state fracture toughness)은 각각 7.9, 8.8 MPam<sup>1/2</sup>이었다. 복합체의 R-curve 거동에 대한 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입도 효과에서 상전이 효과에 대한 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입도 효과를 무시하면 결정립 가로(gain bridging)와 잔류응력(thermal residual stress)이다.<sup>18)</sup> 두 복합체(0.2 μm, 2.8 μm) 파단면의 m-ZrO<sub>2</sub> 양은 각각 22%, 30%이었다. 상전이에 의한 인성강화는 식 (2)을 이용

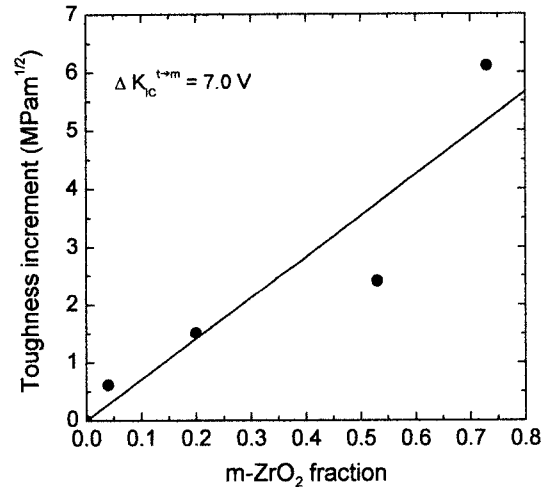


Fig. 6. Fracture toughness of 3Y-TZP and 3Y-TZP containing Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> as a function of m-ZrO<sub>2</sub> content on the fractured surface of the specimens.

하여 계산할 수 있다. 다른방법은, 복합체들의 파단면의 m-ZrO<sub>2</sub>양을 측정하여 Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>가 첨가된 3Y-TZP의 파단면의 m-ZrO<sub>2</sub> 양의 상관관계(Fig. 6)에서 계산할 수 있다.<sup>35)</sup> 3Y-TZP의 경우, Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>가 첨가되어도 밀도와 결정립 크기가 변하지 않기 때문이다.<sup>35)</sup> 즉, 식 (2)에서 가장 중요한 인자는 상전이 t-ZrO<sub>2</sub>의 부피분율과 상전이 영역이다. 상전이 영역은 결정립 크기의 함수이므로<sup>19)</sup> 결정립 크기가 일정하다면 식 (2)에서 제외시킬 수 있다. Fig. 6의 직선관계식에 복합체 파단면의 m-ZrO<sub>2</sub> 양을 대입하면 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입도에 의한 인성값의 차이는 0.6 MPam<sup>1/2</sup>이다. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입도는 식 (1)에 나타난 것과 같이 t-ZrO<sub>2</sub> 결정립 크기와 비례하므로 결정립 크기가 증가할수록 결정립 크기의 함수인 열팽창계수 차이

에 의한 잔류 응력에 의하여 정방정에서 단사정 상으로 상변태가 증가하는 것을 알 수 있다.<sup>36)</sup> 그러나, 0.6 MPam<sup>1/2</sup> 값은 Fig. 5에서 관찰한 두 복합체 파괴인성값의 차이인 0.9 MPam<sup>1/2</sup> 보다 작았다.

3.3.2. 결정립 가교 효과(Grain bridging toughening)의 분석 이론값과 실험값의 차이는 Fig. 2에서 관찰되는 것처럼 결정립 가교 효과 때문으로 식 (4)와 같이 설명된다.<sup>18)</sup>

$$\Delta K_c = 2.5fE_p(\alpha_p - \alpha_m)\Delta T\sqrt{\Delta r} \quad (4)$$

$E_p$ 는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 탄성계수(412 GPa),<sup>37)</sup>  $\alpha_p(9.0 \times 10^{-6}/^\circ\text{C})$ <sup>38)</sup>와  $\alpha_m(9.92 \times 10^{-6}/^\circ\text{C})$ 은 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와 (Y,Nb)-TZP의 열팽창계수,  $\Delta T$ 는 잔류응력이 제거되지 않는 온도차이(1200°C),<sup>18)</sup>  $\Delta r$ 은 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 반경 차이이다. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>의 반경이 0.1 μm와 1.4 μm를 식 (4)에 대입하면 인성값의 차이는 0.2 MPam<sup>1/2</sup>이었다. 상전이(0.6 MPam<sup>1/2</sup>)와 결정립 가교(0.2 MPam<sup>1/2</sup>) 효과에 의한 파괴인성 강화의 이론적 계산값은 0.8 MPam<sup>1/2</sup>로 실제 실험 차이(0.9 MPam<sup>1/2</sup>)와 비교하면 잘 일치하는 것을 알 수 있다. 또한, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입도에 의한 ZrO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합체의 파괴인성 강화의 주된 효과는 상전이 효과이며 결정립 가교 효과는 상대적으로 작다는 것을 알 수 있다.

#### 4. 결 론

2.8 μm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 첨가된 ZrO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합체가 단미나 0.2 μm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 첨가된 복합체에 비해 균열성장 저항성과 결합 저항성이 우수하였다. 단미 및 복합체(0.2 μm, 2.8 μm)의 Weibull 계수는 각각 15.1, 18.4, 18.5이었다. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 첨가는 복합체의 강도를 결정하는 결합의 크기를 제어하지만 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입도는 강도 분포 변화에 큰 변화를 주지 못하는 것을 알 수 있다. 즉, (Y,Nb)-TZP의 큰 균열길이는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 첨가에 의하여 감소되어지고 (Y,Nb)-TZP에 존재하는 결합의 분포 (flaw distribution)는 효과적으로 균일해져서 결합저항성은 증가하였다.

0.2 μm와 2.8 μm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>가 첨가된 ZrO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합체의 파괴인성값은 각각 7.9 MPam<sup>1/2</sup>, 8.8 MPam<sup>1/2</sup>이었다. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입자 크기에 의한 ZrO<sub>2</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 복합체의 파괴인성값의 차이는 0.9 MPam<sup>1/2</sup>으로 이러한 R-curve 거동의 차이는 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입자 크기에 비례관계를 갖는 t-ZrO<sub>2</sub> 결정립 크기에 의한 정방정에서 단사정 상으로 상전이 효과(0.6 MPam<sup>1/2</sup>)가 주된 효과였으며 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 입도 차이에 의한 결정립 가교 효과(0.2 MPam<sup>1/2</sup>)도 관찰되었다.

#### 감사의 글

이 논문은 2000년도 한국학술진흥재단의 지원에 의하여 연구되었으며, 이에 감사드립니다(KRF-2000-041-F00275).

#### REFERENCES

1. K. Kendall, N. McN. Alford, S. R. Tan and J. D. Birchall, "Influence of Toughness on Weibull Modulus of Ceramic Bend Strength," *J. Mater. Res.*, **1**(1), 120-123 (1986).
2. N. Ramachandran, L. Chao and D. K. Shetty, "R-curve Behavior and Flaw Insensitivity of Ce-TZP/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite," *J. Am. Ceram. Soc.*, **76**(4), 961-969 (1993).
3. M. J. Readey and C. L. McCallen, "Microstructure, Flaw Tolerance and Reliability of Ce-TZP and Y-TZP Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **78**(10), 2769-2776 (1995).
4. S. J. Burns and M. V. Swain, "Fracture Toughness of MgO-partially-stabilized ZrO<sub>2</sub> Specimens with R-curve Behavior from Transformation Toughening," *J. Am. Ceram. Soc.*, **69**(3), 226-230 (1986).
5. J. Li, A. Kawasaki and R. Watanabe, "R-curve Determination of 3Y-PSZ by the Indentation Strength-in-bending Method," *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **105**(1), 88-90 (1997).
6. R. M. Anderson and L. M. Braun, "Technique for the R-curve Determination of Y-TZP Using Indentation-produced Flaws," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**(10), 3059-3062 (1990).
7. D. K. Shetty and J. Wang, "Crack Stability and Strength Distribution of Ceramics that exhibit Rising Crack-growth-resistance (R-curve) Behavior," *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**(7), 1158-1162 (1989).
8. C. Yu and D. K. Shetty, "Transformation Zone Shape, Size and Crack-growth-resistance (R-Curve) Behavior of Ceria-partially-stabilized Zirconia Polycrystals," *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**(6), 921-928 (1989).
9. S. Lawson, "Environmental Degradation of Zirconia Ceramics," *J. Eur. Ceram. Soc.*, **15**, 485-502 (1995).
10. M. Hirano and H. Inada, "Fabrication and Properties of (Y,Ce)-TZP/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Y-TZP/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composites from Fine Powder Prepared by a Hydrolysis Technique," *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **99**(2), 124-130 (1991).
11. D. Y. Lee, D-J. Kim and D-H. Cho, "Low-temperature Phase Stability and Mechanical Properties of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> Co-doped Tetragonal Zirconia Polycrystal Ceramics," *J. Mater. Sci. Lett.*, **17**(3), 185-187 (1998).
12. D. Y. Lee, J-W. Jang and D-J. Kim, "Raman Spectral Characterization of Existing Phases in the ZrO<sub>2</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-N<sub>2</sub>O<sub>5</sub> System," *Ceram. Intl.*, **27**(3), 291-298 (2001).
13. D. Y. Lee, D-J. Kim, M-H. Lee and J-W. Jang, "Flaw Tolerance of (Y,Nb)-TZP/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composites," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **38**(1), 56-60 (2001).
14. D-J. Kim, M-H. Lee, D. Y. Lee and J-S. Han, "Mechanical Properties, Phase Stability, and Biocompatibility of (Y,Nb)-TZP/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite Abutments for Dental Implant," *J. Biomed. Mater. Res.*, **53**(4), 438-443 (2000).
15. D-J. Kim, H-J. Jung, J-W. Jang and H-L. Lee, "Ionic Conductivity, Fracture Toughness and Low Temperature Phase Stability of Tetragonal Zirconia Co-doped with Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>," *J. Am. Ceram. Soc.*, **81**(9), 2309-2314 (1998).
16. D. D. Upadhyaya, P. Y. Lalvi and G. K. Dey, "Processing and Properties of Y-TZP/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composites," *J. Mater. Sci.*, **28**, 6103-6106 (1993).

17. J. L. Shi, B. S. Li and T. S. Yen, "Mechanical Properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Particle-Y-TZP Matrix Composite and its Toughening Mechanism," *J. Mater. Sci.*, **28**, 4019-4022 (1993).
18. J-F. Li and R. Watanabe, "Fracture Toughness of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-particle-dispersed Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-partially Stabilized Zirconia," *J. Am. Ceram. Soc.*, **78**(4), 1079-1082 (1995).
19. J. Freim and J. McKittrick, "Modeling and Fabrication of Fine-grain Alumina-zirconia Composites Produced from Nanocrystalline Precursors," *J. Am. Ceram. Soc.*, **81**(7), 1773-1780 (1998).
20. K. Tsukuma, T. Takahata and M. Shiomi, in *Advanced in Ceramics*, Vol. 24B, ed. S. Somiya, N. Yamamoto and H. Yanagida. Am. Ceram. Soc., Westerville, OH (1988).
21. K. Tsukuma, K. Ueda and M. Shimada, "Strength and Fracture Toughness of Hot-isostatic-pressed Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-partially stabilized ZrO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **68**(1), C4-C5 (1985).
22. S. J. Glass and D. J. Green, "Mechanical Properties of Infiltrated Alumina-Y-TZP Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **79**, 2227-2236 (1995).
23. Standard Test-Method for Biaxial Flexure Strength (Modulus of Rupture) of Ceramic Substrates, ASTM Designation F 394-78, Annual book of ASTM Standards Vol. 15.02, Section 15, 446-450. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1996.
24. G. R. Anstis, P. Chantikul, B. R. Lawn and D. B. Marshall, "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I. Direct Crack Measurements," *J. Am. Ceram. Soc.*, **64**(9), 533-538 (1981).
25. D. B. Marshall, T. Noma and A. G. Evans, "A Simple Method for Determining Elastic-modulus-to-hardness Ratios using Knoop Indentation Measurements," *J. Am. Ceram. Soc.*, **65**(10), C175-C176 (1982).
26. J. D. Sullivan and P. H. Lauzon, "Experimental Probability Estimators for Weibull Plots," *J. Mater. Sci. Lett.*, **5**(12), 1245-1247 (1986).
27. M. S. Kaliszewski, G. Behrens, A. H. Heuer, M. C. Shaw, D. B. Marshall, G. W. Dransmann, R. W. Steinbrech, A. Pajares, F. Guiberteau, F. L. Cumbreira and A. Dominguez-Rodriguez, "Indentation Studies on Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-stabilized ZrO<sub>2</sub>: II. Development of Indentation-induced Cracks," *J. Am. Ceram. Soc.*, **77**(5), 1185-1193 (1994).
28. G. W. Dransmann, R. W. Steinbrech, A. Pajares, F. Guiberteau, A. Dominguez-Rodriguez and A. H. Heuer, "Indentation Studies on Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-stabilized ZrO<sub>2</sub>: II, Toughness Determination from Stable Growth of Indentation-induced Cracks," *J. Am. Ceram. Soc.*, **77**(5), 1194-1201 (1994).
29. B. R. Lawn, A. G. Evans and D. B. Marshall, "Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics: The Median/Radial Crack System," *J. Am. Ceram. Soc.*, **63**(9-10), 574-581 (1980).
30. R. F. Krause, Jr., "Rising Fracture Toughness from the Bending Strength of Indented Alumina Beams," *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**(5), 338-343 (1988).
31. D. Y. Lee, D-J. Kim, M-H. Lee and H-J. Hwang, "Mechanical Properties of Hot Isostatic Pressed (Y,Nb)-TZP/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composites," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **36**(12), 1381-1389 (1999).
32. R. E. Reed-Hill, *Physical Metallurgy Principles*, 2nd ed.; pp. 316-318. D. Van Nostrand, New York, 1973.
33. A. G. Evans and R. M. Cannon, "Toughening of Brittle Solids by Martensitic Transformation," *Acta Metall.*, **34**(5), 761-800 (1986).
34. F. J. Esper, K. H. Friese and H. Geier, in *Advances in Ceramics*, Vol. 12 ed. N. Claussen, M. Ruhle and A. Heuer, Am. Ceram. Soc., Westerville, OH (1984).
35. D-J. Kim, H-J. Jung and D-H. Cho, "Phase Transformation of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> Doped Tetragonal Zirconia during Low Temperature Ageing in Air," *Solid State Ionics*, **80**, 67-73 (1995).
36. P. F. Becher, A. B. Alexander, A. Bleier, S. B. Waters and W. H. Warwick, "Influence of ZrO<sub>2</sub> Grain Size and Content on the Transformation Response in the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> (12 mol% CeO<sub>2</sub>) System," *J. Am. Ceram. Soc.*, **76**(3), 657-663 (1993).
37. *Engineering Property Data on Selected Ceramics*, Vol. 3. Single Oxide, Metals, and Ceramics, Information Center, Battelle Columbus Laboratories, Columbus, OH, 1981.
38. O. J. Whittemore and N. N. Ault, "Thermal Expansion of Various Ceramic Materials to 1500°C," *J. Am. Ceram. Soc.*, **39**(12), 443-444 (1957).