

공침법으로 제조한 $Al_2O_3 - ZrO_2$ 계 세라믹스의 기계적 성질

이홍림 · 홍기곤 · 정형진*

연세대학교 공과대학 요업공학과

*한국과학기술원 무기재료 연구실

(1986년 2월 6일 접수)

Mechanical Properties of $Al_2O_3 - ZrO_2$ Ceramics Prepared by Co-precipitation Method

Hong-Lim Lee, Gi-Gon Hong and Hyung-Jin Jung*

Dept. of Ceramic Engineering, Yonsei University

*Inorg. Mater. Lab., KAIST

(Received February 6, 1986)

ABSTRACT

$Al_2O_3 - ZrO_2$ ceramics was obtained by the co-precipitation method using $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ and $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ as starting materials, $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ as a sintering aid, and NH_4OH as a hydrolyzing agent.

The coprecipitate from the above raw materials was calcined at $1250^\circ C$ for 1 h and again sintered at $1650^\circ C$ for 2 h before measurements of strength, hardness and fracture toughness.

MgO addition was found to increase mechanical properties of the $Al_2O_3 - ZrO_2$ system. The strength and fracture toughness of $Al_2O_3 - ZrO_2$ ceramics were considered to be increased by stress-induced phase transformation of ZrO_2 .

I. 서론

세라믹스는 일반적으로 강도는 크나 파괴인성이 낮으므로 구조용 재료로 사용할 때 문제점으로 지적되어 왔다. 그러나, 단사정, 정방정, 입방정의 세 가지 동질 이상을 갖고 있는 ZrO_2 가 무열상전이, 무확산상전이, 체적변화의 특성을 갖는^{1~2)} 정방정 \rightarrow 단사정으로의 martensite 형 전이를 일으키면 세라믹스의 파괴인성과 강도를 증진시킨다고 알려져 있다.

1975년 Garvie³⁾ 등에 의하여 부분안정화 ZrO_2 (PSZ)의 기계적 성질이 검토되어 정방정 \rightarrow 단사정으로의 martensite 형 전이가 파괴에너지를 흡수에 이용된다는 사실이 밝혀진 후에 PSZ는 소위 응력유기상전이에^{4~5)} 의하여 고인성이 나타나게 된다는 사실이 주목받기 시작했다. 한편, 인성발휘의 기구는 다르지만, Clausen^{6~8)}

등이 ZrO_2 의 정방정 \rightarrow 단사정으로의 전이를 이용하여 소위 미세균열에 의한 $Al_2O_3 - ZrO_2$ 세라믹스의 파괴인성증진기구를 제시한 후에 spinel, mullite, Si_3N_4 , SiC 등의 매트릭스내에 ZrO_2 가 분산되어 있을 때에도 전이에 의한 파괴인성증진효과가 일어난다고 보고되었다.⁹⁾

본 실험에서는 균일한 혼합과 미세분말을 얻기 위해 공침법을 사용하여 $Al_2O_3 - ZrO_2$ 계에 첨가되는 MgO의 양을 변화시켜 MgO의 역할을 규명하고 정방정 ZrO_2 의 안정화에 대한 고찰과 ZrO_2 의 응력유기상전이가 파괴인성, 강도, 경도등에 미치는 효과를 밝히고자 한다.

II. 실험방법

II-1. 시료

II-1-1. 분말의 제조

입자의 크기가 작고 균일하게 혼합된 분말을 얻기 위하여 공침법을 택하였으며 Al₂(SO₄)₃ · 18H₂O, ZrOCl₂ · 8H₂O, MgCl₂ · 6H₂O에 각각 물을 가하여 수용액을 만들고 각각의 수용액을 합한 다음 교반기로 충분히 혼합되도록 하고 6N의 NH₄OH를 가하여 공침물을 얻었다. 잉여 NH₄OH용액을 제거하기 위하여 여과시켰으며 세척용액이 0.1N AgNO₃ 용액에 의하여 Cl⁻ 반응을 나타내지 않을 때까지 증류수를 사용하여 세척한 다음 PH가 7~8에 이를 때까지 무수알코올로 다시 세척하였다. 세척후에 건조기를 100°C로 유지시켜 24시간 동안 건조시킨 다음 무수알코올을 분산매로 하여 알루미늄아 불필로 24시간 1250°C에서 1시간 동안 하소하여 분말을 제조하였다.

II-1-2. 시편제작

Table 1에 표시한 조성별로 II-1-1에서 기술한 방법으로 분말을 제조한 후 7.08 × 39.86mm의 직사각형 die를 사용하여 758.73 psi의 압력으로 1차성형한 다음 20,000psi의 압력으로 isostatic pressing 하였다. 이들 시편을 발열체가 super kantal인 머플가마를 사용하여 1650°C에서 2시간 동안 소결하였다.

Table 1. Compositions of Specimens.

Notation	Compositions (mole %)		
	Al ₂ O ₃	ZrO ₂	MgO
AO	100		
AZ	90	10	
AMZ - 1	90	9.5	0.5
AMZ - 2	90	9.0	1.0
AMZ - 3	90	8.5	1.5
AMZ - 4	90	8.0	2.0
AMZ - 5	90	7.5	2.5

II-2. 분석 및 측정방법

II-2-1. X선 회절분석

MgO와 ZrO₂의 첨가량의 변화에 따른 Al₂O₃의 억제효과와 ZrO₂의 상전이 경향을 정량적으로 측정하기 위하여 각 조성에서 8개의 시편을 취하여 X선 회절 분석을 행한 후에 정방정 ZrO₂와 단사정 ZrO₂의 비율 Garvie와 Nicholson¹⁰⁾에 의하여 보고된 polymorph method를 사용하여 계산한 뒤 평균을 구하였다.

II-2-2. DTA분석

공침법에 의하여 제조된 지르코니아, 마그네시아, 알

루미나의 각 비정질 수화물의 결정화 온도를 측정하기 위하여 시차열분석을 1,000°C까지 행하였으며, 각 물질의 측정용 시료는 II-1-1에 언급한 방법으로 제조하였다.

II-2-3. 밀도 및 흡수율의 측정

KSL-3114에 따라 측정하였고 상대밀도는 겔보기 밀도와 이론밀도의 백분율로 정하였으며 각 상의 이론 밀도는 Al₂O₃ = 3.97, 단사정 ZrO₂ = 5.56, 정방정 ZrO₂ = 6.10, 입방정 ZrO₂ = 5.97, MgO = 3.58, spinel = 3.58의 값을 취하였다.

II-2-4. 꺾임강도의 측정

각 조성의 직사각형 시편을 diamond wheel을 사용하여 400 grit, 800 grit, 1,200 grit의 순서로 연마하고 모서리를 rounding 하였으며 표면연마 방향은 시편의 길이방향으로 하였다.

연마시편을 Instron을 사용하여 100 kg load cell로 cross head speed 0.5mm/min. span 26.08mm 조건으로 3-point bending 법을 사용하여 강도값을 구하였다.

II-2-5. 미세구조의 관찰

소결체의 결정립 크기, ZrO₂입자의 분산위치, 미세균열 생성 등의 미세구조는 SEM으로 K_{1c} 측정 후의 시편을 사용하여 관찰하였으며 SEM시편은 167°C로 끓인 H₃PO₄에서 30초간 etching 한 다음 금으로 증착시켜 표면을 관찰하였다.

II-2-6. 임계응력확대계수 및 경도측정

ZrO₂ 함량변화에 따른 각 조성의 경도 및 파괴인성을 구하기 위해서 시편을 SiC연마지로 #400, #800, #1,200의 순서로 연마한 후 diamond wheel 1,200 grit를 사용하여 연마하였다.

연마한 시편은 초음파 세척기로 충분히 세척하였으며 Vicker 경도 측정기를 사용하여 8 kg의 하중으로 indentation 한 다음, 다음 식으로 계산하였다.¹¹⁾

$$K_{1c} \Phi / H \sqrt{a} = 0.15K(c/a)^{3/2}$$

여기에서, K_{1c} = 파괴인성

H = 경도

Φ = 억제상수 (≒ 3)

c = Indentation 후의 균열의 길이

a = Indentation 흔적의 대각선의 반

K ≒ 3.2

III. 결과 및 고찰

III-1. 각 물질의 결정화 온도

Fig. 1은 공침법에 의하여 제조된 지르코니아, 마그네시아, 알루미늄의 각 비정질수화물의 결정화 온도를

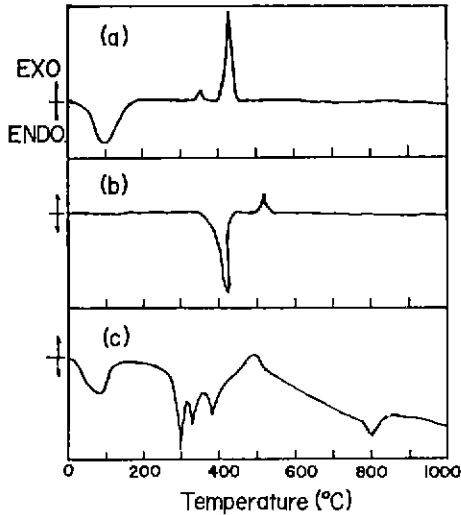


Fig. 1. DTA curves for noncrystalline hydrated-
(a) Zirconia, (b) Magnesia, (c) Alumina

나타내는 시차열 분석 결과이다.

(a)에서 보듯이 비정질 수화 ZrO_2 의 경우, 100 ~ 200°C 범위에서 강한 흡열 peak를 나타내는데 이는 부착수 및 OH^- 기의 이탈에 의한 것이며, 350°C 부근의 약한 발열 peak는 분말 사이에 존재 하던 잔류에탄올의 연소에 기인하며, 430°C 부근의 강한 발열 peak는 ZrO_2 의 결정화에 의한 것이다.

비정질 수화마그네시아의 경우는 (b)에서 보듯이 400 ~ 430°C 부근에서 강한 흡열 peak를 나타내는데 이는 OH^- 기의 이탈에 의한 것이며 530°C 부근의 발열 peak는 MgO 의 결정화에 의한 것이다.

한편, 비정질 수화알루미나의 경우는 (c)에 나타내었는데 100°C 부근의 흡열 peak는 부착수의 증발에 의한 것이며 250 ~ 410°C 부근의 흡열 peak는 OH^- 기의 이탈에 의한 것으로 3 단계로 탈수가 일어난다는 사실을 알 수 있고, 490°C 부근의 발열 peak는 anhydrated aluminium sulfate의 결정화에 따른 것이며, 800°C 부근의 흡열 peak는 SO_3 기체의 방출에 의한 것인데 그 이후에도 계속해서 SO_3 가 방출한다는 것을 알 수 있다. 이 사실은 Fig. 2에 나타낸 바와 같이 aluminium sulfate는 온도가 상승함에 따라 열분해가 진행되나, $\alpha-Al_2O_3$ 는 1,000°C에서도 완전히 형성되지 않고 분해도 덜 되었다는 사실을 알 수 있다.

III-2. 하소분말의 특성

각 조성의 분말을 1250°C에서 1시간 동안 하소한 X선 회절분석결과를 Fig. 3에 나타내었다.

AO는 전 범위에 걸쳐서 $\alpha-Al_2O_3$ 의 특성 peak 만

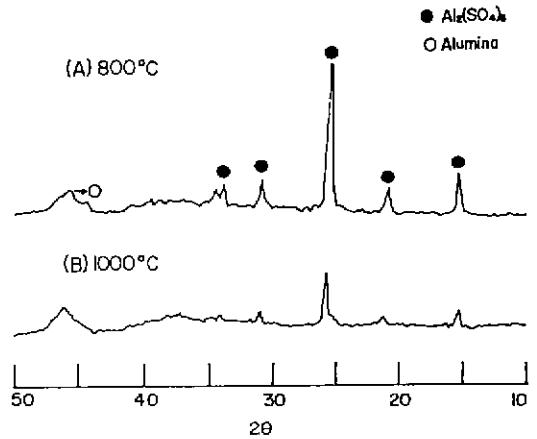


Fig. 2. X-ray diffraction patterns of precipitation material prepared from $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ and heated for 1hr at each temperature.

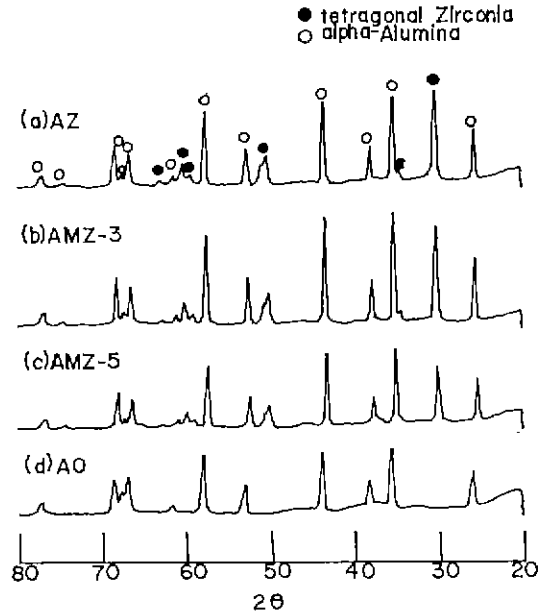


Fig. 3. X-ray diffraction patterns of powders calcined at 1250°C for 1hr.

존재하며 AZ와 AMZ는 $\alpha-Al_2O_3$ 와 정방정 ZrO_2 로 존재하며, X-ray 입도 분석기를 사용하여 입도 분석을 한 결과 분말의 평균 입径크기는 0.5 μm 이었다.

Fig. 4는 하소분말의 형태를 관찰하기 위한 TEM 사진인데 공침법으로 분말을 제조할 시 가장 먼저 결정화한 ZrO_2 는 Al_2O_3 가 결정화할 때 일부는 Al_2O_3 입자 내부로 들어가고 나머지 대다수의 ZrO_2 입자들은

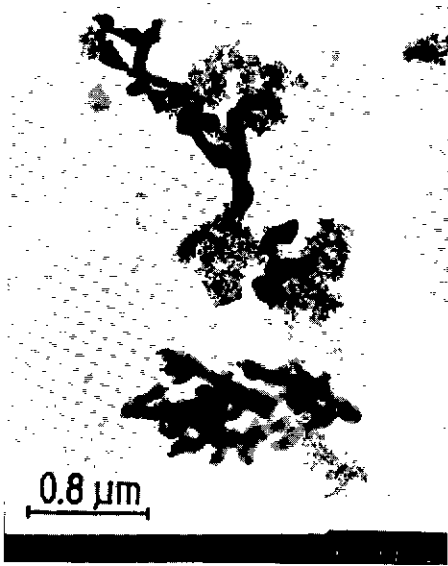


Fig. 4. TEM photograph of powder prepared from co-precipitation method and calcined at 1250 °C for 1hr.

Al_2O_3 입자 외부에 존재하므로 소결시 Al_2O_3 결정립의 이동원동력 여하에 따라서 하소때 Al_2O_3 입자 외부에 존재하던 ZrO_2 입자들이 Al_2O_3 결정립 내부에 존재할 것인지 결정립계에 존재할 것인지의 여부가 결정될 것이라는 사실을 예측할 수 있으며, 하소때 Al_2O_3 입자들의 응집현상도 관찰할 수 있다.

III-3. 소결체의 상조성

1650°C에서 2시간 동안 소결시킨 후의 각 조성에 있어서의 X-선 회절분석과 ZrO_2 상의 존재비 및 spinel 생성정도를 각각 Fig. 5와 Fig. 6에 나타내었다.

MgO를 함유하고 있지 않은 AZ의 경우가 MgO를 함유한 AMZ보다 단사정 ZrO_2 에 대한 정방정 ZrO_2 의 존재비가 컸으며 AMZ의 경우는 MgO의 첨가량이 증가할수록 정방정 ZrO_2 의 존재비가 증가하다가 감소하는 경향을 나타내고 있다.

AMZ의 경우, 탄성계수가 큰 Al_2O_3 매트릭스에 상대적으로 탄성계수가 낮은 ZrO_2 를 분산시키면 Al_2O_3 매트릭스의 억제효과에 따라서 존재하는 정방정 ZrO_2 의 존재비가 결정되는데 ZrO_2 의 첨가량이 증가함에 따라 Al_2O_3 매트릭스에 분산된 ZrO_2 의 입자가 더욱 가까이 접근하게 되어 소결시 ZrO_2 입자가 임계입자크기 이상으로 성장할 수 있으므로 냉각시 단사정 ZrO_2 로 전이되는 율이 증가하게 된다.¹²⁾ 따라서 AMZ-1에서부터 AMZ-3 까지 정방정 ZrO_2 의 존재비가 증가하

- alpha-Alumina
- tetragonal Zirconia
- x monoclinic Zirconia
- Spinel

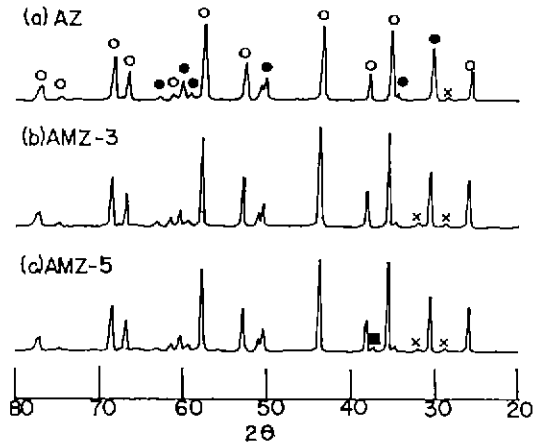


Fig. 5. X-ray diffraction patterns of as-fired surface sintered at 1650°C for 2hrs.

I_s = Intensity of Spinel 100 peak.
 I_A = Intensity of Al_2O_3 100 peak.

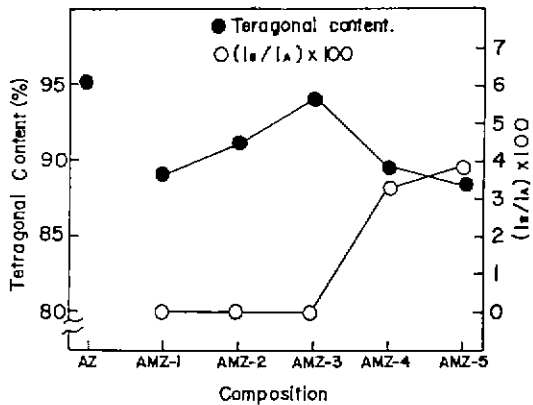


Fig. 6. Monoclinic - to - tetragonal ZrO_2 ratio and I_s/I_A ratio of as fired surfaces sintered at 1650°C for 2hrs.

는 것은 AMZ-3로 갈수록 ZrO_2 의 첨가량이 감소하므로 Al_2O_3 매트릭스 억제효과와 증가에 따른 것이며 AMZ-3를 지나면서 정방정 ZrO_2 의 존재비가 감소하는 것은 spinel 생성에 의한 매트릭스의 억제력 감소에 기인한다.¹³⁾

MgO가 첨가되면 소결초기에 Al_2O_3 의 결정립이 성장하여 결정립계의 이동원동력이 낮아지므로 계면에 부착되는 ZrO_2 입자가 증가하게 되어¹⁴⁾ AMZ가 AZ보

다 intragranular ZrO_2 가 감소하며, 일반적으로 intragranular ZrO_2 는 구형을 하고 있으며 martersite 전이를 일으키기 어렵기 때문에¹⁵⁾ AZ가 AMZ 보다 정방정 ZrO_2 의 양이 증가하게 된다.

또한, Fig. 7에서 보듯이 MgO는 Al_2O_3 의 치밀화 작용을 촉진시키며 AMZ-3의 조성을 지나면서 spinel을 형성시키므로 MgO는 ZrO_2 의 안정화제로 작용하기보다는 Al_2O_3 매트릭스내에 우선적으로 용해하며 일단 용해도 범위를 넘어서면 spinel을 형성한다는 사실을 알 수 있다.

III-4. 밀도 및 흡수율의 변화

1650°C에서 2시간 동안 소결시킨 후의 밀도 및 흡수율의 변화를 Fig. 7에 나타내었다.

소결체의 밀도는 이론밀도의 89% 이상, 92% 이하로 나타났는데 이론밀도의 98% 이상의 소결체를 얻을 수 없었던 이유는 분말제조 때 고체표면에 흡착되어 있던 Cl^- 이온과 SO_4^{2-} 이온의 영향이라고 생각된다.¹⁶⁻¹⁸⁾

Cl^- 이온과 SO_4^{2-} 이온은 OH^- 이온과 O^{2-} 이온보다 이온반경이 크므로 ZrO_2 와 Al_2O_3 격자내에 고용되지 않으며 고용되더라도 아주 소량일 것이기 때문에 이러한 음이온들이 하소과정 후에도 고체 표면에 흡착되어 있다가 소결과정중에 Cl^- 이온은 Cl_2 로, SO_4^{2-} 이온은 SO_2 나 SO_3 형태로 기체가 된 다음 가까운 곳에 형성된 기공에 모이게 되고 온도가 증가함에 따라 작은 기공속에 모여든 기체들은 보다 커다란 기공으로 이동하여 Fig. 12에 나타내었듯이 크고 둥근 모양의 기공이

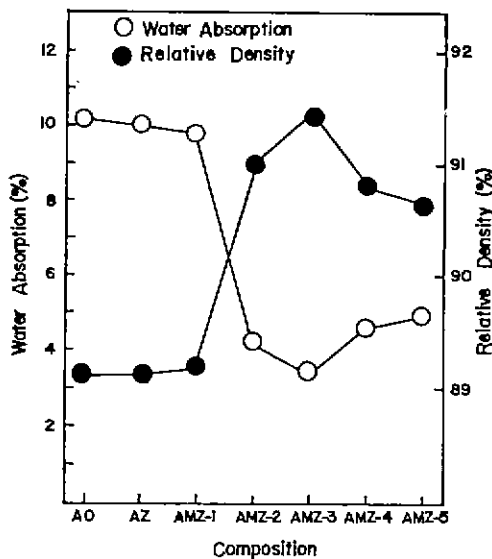


Fig. 7. Relative density and water absorption after sintering at 1650°C for 2hrs.

존재하이 밀도가 감소하게 된다.

한편, AO에서 AMZ-1까지는 밀도가 거의 일정하다가 AMZ-3까지는 밀도가 증가하며 그 이후 다시 감소한다. AMZ-1을 지나면서 AMZ-3까지 밀도가 증가하는 것은 MgO가 첨가되어 치밀화 반응이 일어난 때문이며 AMZ-3를 지나면서 밀도가 감소하는 것은 과량의 MgO가 첨가되어 spinel이 형성되었기 때문이다.

III-5. 꺾임강도의 변화

Fig. 8에 꺾임강도의 변화를 나타내었는데 AO에서 AZ사이에는 강도값의 저하를 보이다가 AZ를 지나면서 AMZ-3까지는 강도가 증가하며 그 이후 다시 감소한다.

AMZ-1에서부터 AMZ-3까지의 범위에서 강도값이 증가하는 것은 Fig. 7에서 보듯이 치밀화의 차이와 Fig. 9와 Fig. 10에서 보듯이 ZrO_2 의 정방정 → 단사정으로의 응력유기 상전이 효과에 의한 것이며 AMZ-3를 지나면서 강도값이 감소하는 것은 Fig. 6과 Fig. 7에서 보듯이 spinel 생성에 의한 치밀화의 저하와 Fig. 10에서 보듯이 매트릭스의 억제력 감소에 의한 전이율의 감소에 기인하는 것이며, 이러한 결과로부터 MgO의 첨가는 spinel이 형성되지 않는 범위에서 효과적이며 정방정 ZrO_2 는 응력장에서 응력

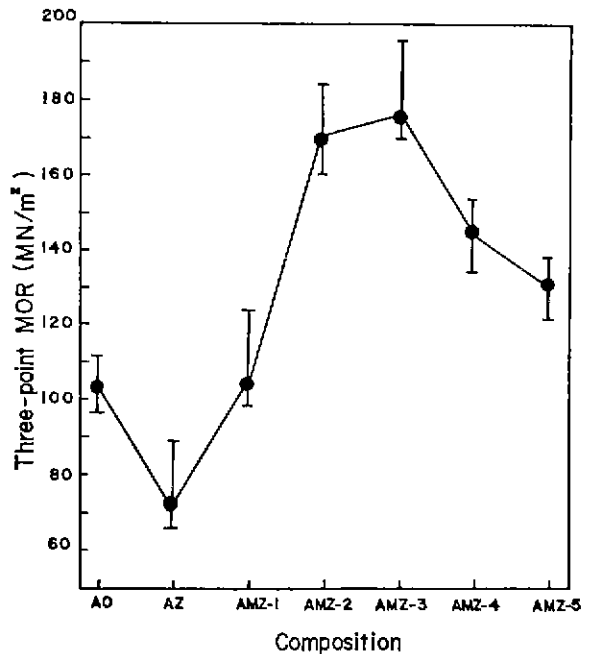


Fig. 8. Three Point MOR of each compositions sintered at 1650°C for 2hrs.

유기 상전이를 하는 동안 균열의 파괴변형 에너지를 흡수하여 강도를 증가시킨다는 사실을 알 수 있다.

또한, AZ가 AMZ-1보다 단상정으로의 전이율이 큼에도 불구하고 강도값의 저하가 나타나는 것은 Fig. 11 과 Fig. 12에서 보듯이 AZ가 AMZ 조성보다 결정립이 크고 균일하지 않기 때문이며 AO와 AZ사이의 범위에서도 AZ의 응력유기상전이 효과가 있음에

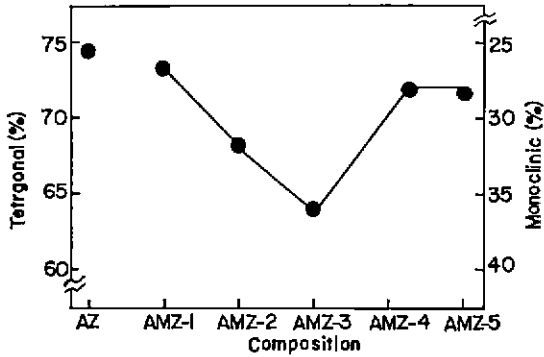


Fig. 9. Monoclinic to tetragonal ZrO₂ ratio of fracture surface after three-point MOR.

$$R = \frac{R_a - R_f}{R_a} \times 100$$

R_a = Tetragonal ZrO₂ Content in As-fired Surface.

R_f = Tetragonal ZrO₂ Content in Fracture Surface after Three-point MOR Measurements.

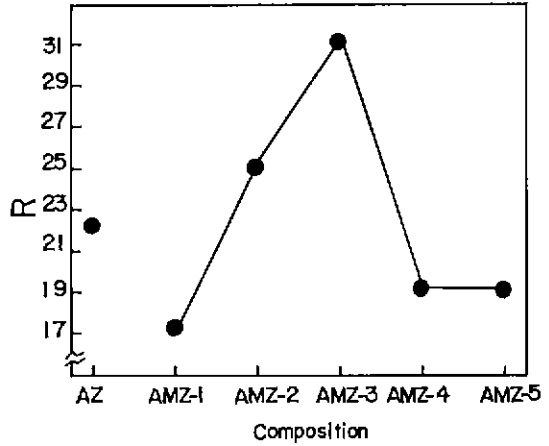


Fig. 10. The change of tetragonal ZrO₂ content.

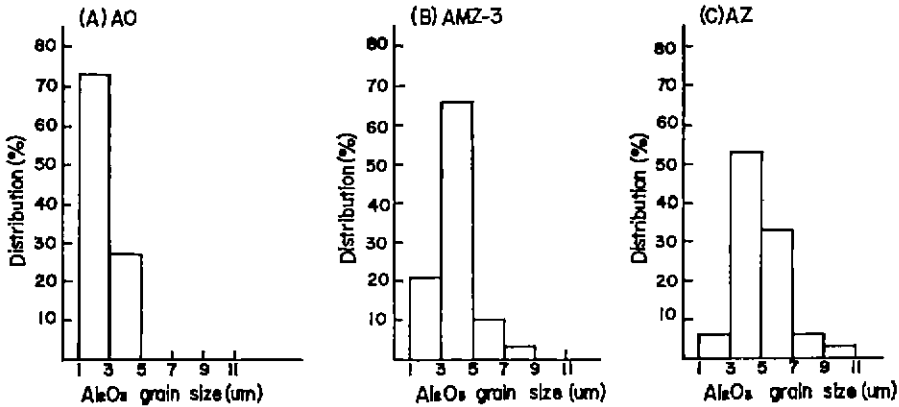


Fig. 11. Histograms of Al₂O₃ grain size distribution.

도 불구하고 강도값의 저하가 나타나는 것은 AZ가 AO보다 결정립이 크고 균일하지 않기 때문인데 이러한 결과로부터 결정립의 크기가 강도에 커다란 영향을 미친다는 사실을 알 수 있으며 일반적으로 ZrO₂의 첨가량이 증가할수록 Al₂O₃ 결정립의 지나친 성장이 억제되고 균일해지므로 본 실험에 있어서 AZ 조성에서 Al₂O₃의 결정립 성장을 억제하기 위해서는 10mole% 이상의 ZrO₂가 첨가되어야 한다고 예측할 수 있다.

III-6. 미세구조 및 결정립 크기 분포

Fig. 11 과 Fig. 12에서 spektor (chord) analysis¹⁹⁾ 방법을 사용한 Al₂O₃ 결정립의 분포와 미세구조를 각각 나타내었다.

Fig. 12에서 보듯이 AMZ는 AO보다 결정립이 크고, AZ보다는 결정립이 작으며 AMZ가 AO보다 Al₂O₃ 결정립이 큰 것은 MgO가 첨가되었기 때문이며, AZ보다 작은 것은 Fig. 12에서 보듯이 계면에 위치

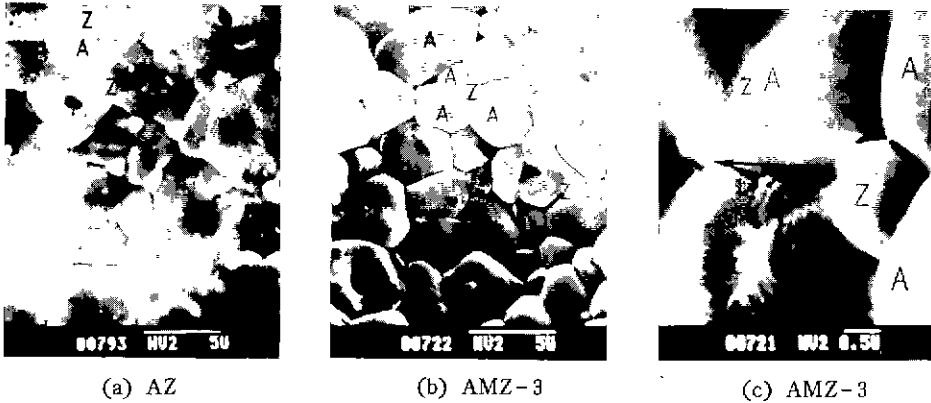


Fig. 12. SEM photograph representing microstructure (a and b) and microcrack (c). A : Al_2O_3
Z : ZrO_2 P : Pore.

한 ZrO_2 가 주로 Al_2O_3 결정립의 3-grain junction
이나 4-grain junction 에 위치하여 Al_2O_3 의 결정립
성장을 억제했기 때문이며 AMZ에서 ZrO_2 가 주로
결정립계에 존재하는 것은 MgO가 첨가되어 소결초기
에는 결정립이 AZ보다는 클 것이므로 결정립계의 이
동 원동력이 낮아져서 제면에 부착되는 ZrO_2 입자가
증가하기 때문이며 AZ가 AO보다 결정립이 큰 것은
소결시 ZrO_2 가 Al_2O_3 의 소결조제로 소량 작용했을
뿐만 아니라²⁰⁾ Fig. 12에서 보듯이 Al_2O_3 의 입계에
존재하는 ZrO_2 가 Al_2O_3 결정립의 성장을 효과적으로
억제하지 못했기 때문이다.

Fig. 12의 (a)와 (b)에서 보듯이 ZrO_2 는 Al_2O_3
의 결정립 사이와 결정립 내부에 존재하여 있는데
 Al_2O_3 의 결정립 사이에 있는 ZrO_2 는 화살촉 모양을 하
고 있으며 Al_2O_3 의 결정립 내부에 있는 ZrO_2 는 모
두 구형을 하고 있으므로 결정립 내부의 ZrO_2 는 모
두 정방정이며 Al_2O_3 의 억제효과가 Al_2O_3 결정립 사
이에 있는 ZrO_2 에 미치는 것보다 더 크므로 ZrO_2
의 결정립이 작다는 것을 알 수 있으며 (a)의 경우
에 ZrO_2 의 입계가 관찰되므로 ZrO_2 의 결정립성장은
coalescence process에 의하여 일어난다는 사실을 알
수 있다. 또한 ZrO_2 가 Al_2O_3 의 3-grain junction
과 4-grain junction에 위치해 있는 경우는 ZrO_2 가
2-grain junction에 위치하거나 Al_2O_3 의 junction을
채우지 않을 때보다 결정립 크기가 작은 것이 관찰되
므로 ZrO_2 가 Al_2O_3 결정립의 3-grain junction과 4
-grain junction을 모두 채울 경우 Al_2O_3 의 지나친
결정립 성장을 억제할 수 있으므로 응력집중의 요인
이 되는 비정상 결정립 성장에 의한 강도값의 저하를
막을 수 있다는 사실을 알 수 있다.

한편 Al_2O_3 결정립 내부에 존재하는 크고 둥근모양
의 기공은 Cl^- 이온과 SO_4^{2-} 이온에 의한 것이며 (c)
에서 보듯이 ZrO_2 가 Al_2O_3 의 결정립 사이에 존재할
경우 입계크기를 넘어선 ZrO_2 는 정방정→단사정으로
전이되면서 미세균열을 발생시킨다는 사실을 알 수
있으며 본 실험에서의 ZrO_2 입계크기는 0.5 ~ 0.6
 μm 정도였다.

III-7. 경도 및 파괴인성 증진기구

Fig. 13과 Fig. 14에 경도 및 K_{Ic} 측정결과를 나
타내었는데 경도 및 K_{Ic} 값이 ZrO_2 가 첨가된 AZ와
AMZ가 AO보다 상당히 증가되었다는 사실을 알 수
있다.

AZ와 AMZ-1과의 관계와 AMZ-2와 AMZ-3
의 관계에서 살펴보면 AZ와 AMZ-2의 강도값이
각각 AMZ-1과 AMZ-3보다 작음에도 불구하고
 K_{Ic} 값이 거의 같아졌다는 사실로부터 ZrO_2 의 정방
정→단사정으로서의 응력유기상전이에 의한 강화효과는

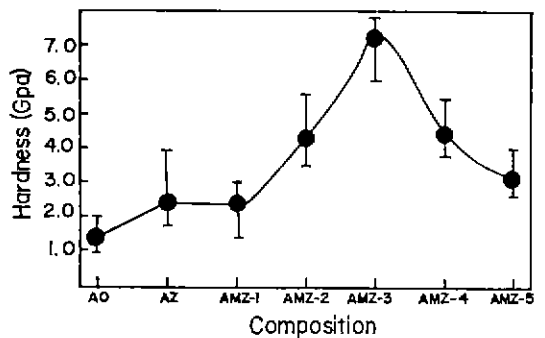


Fig. 13. The change of hardness.

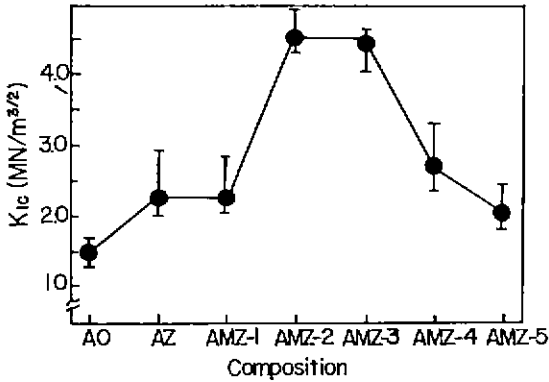


Fig. 14. Critical stress intensity factor

ZrO_2 의 첨가량에 의존한다는 사실을 알 수 있으며, AMZ-3를 지나면서 경도 및 K_{1c} 값이 감소하는 것은 spinel의 생성과 ZrO_2 함량 감소에 기인하는 것이다. 또한, AZ와 AMZ-3에서의 경도 및 K_{1c} 값의 현격한 차이는 ZrO_2 의 응력유기상전이 효과 외에 MgO의 첨가유무에 따른 치밀화 차이에 기인한 것이라 생각된다.

IV. 결 론

공침법으로 제조한 $Al_2O_3 - ZrO_2$ 계 세라믹스의 기계적 성질에 관한 연구결과로부터 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 분말제조시 공침법을 사용함으로써 상온에서 정방정 ZrO_2 를 유지시킬 수 있었다.
2. spinel 형성이 억제되는 범위에서 MgO의 첨가는 Al_2O_3 의 강도, 경도 및 파괴인성의 증진에 기여했다.
3. ZrO_2 는 Al_2O_3 결정립 성장억제에 효과적이었으며, Al_2O_3 의 강도를 증진시키기 위해서는 Al_2O_3 결정립의 지나친 성장을 억제하는 범위에서 첨가하여야 하며 ZrO_2 의 정방정→단사정으로의 응력유기상전이 효과로 Al_2O_3 의 강도를 증가시킬 수 있었다.
4. 파괴인성은 ZrO_2 의 첨가량에 의존하며 ZrO_2 의 정방정→단사정으로의 응력유기상전이가 Al_2O_3 파괴인성 증진의 주된 기구였다.

참 고 문 헌

1. G. M. Wolten, "Diffusionless Phase Transformations in Zirconia and Hafnia", *J. Am. Ceram. Soc.*, **46**(9) 418 - 422 (1963).
2. A. H. Heuer, "Alloy Design in Partially Stabilized Zirconia", in *Advanced in Ceramics*, Vol. 3.

3. R. C. Garvie et al., "Ceram Steel", *Nature* 258 703 - 704 (1975).
4. D. L. Potter et al., "Microstructural Development in MgO-PSZ", *J. Am. Ceram. Soc.*, **62** (5-6) 298 - 305 (1979).
5. 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).
6. Nils Claussen, "Fracture Toughness of Al_2O_3 with an Unstabilized ZrO_2 Dispersed Phase", *J. Am. Ceram. Soc.*, **59** (1-2) 49 - 51 (1976).
7. Nils Claussen and Jorg Steeb, "Toughness of Ceramic Composites by Oriented Nucleation of Microcracks", *ibid.*, **59** (9-10) 457 - 458 (1976).
8. Nils Claussen, Jorg Steeb and Reiner F. Pabst, "Effect of Induced Microcracking on the Fracture Toughness of Ceramics", *Ceram. Bull.*, **56** (6) 559 - 562 (1977).
9. 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 (1984) 137 - 163.
10. Ronald C. Garvie and Patrick S. Nicholson, "Phase Analysis in Zirconia Systems", *J. Am. Ceram. Soc.*, **55**(6) 303 - 305 (1972).
11. A. G. Evans and E. A. Charles, "Fracture Toughness Determination by Indentation", *ibid.*, **59** (7-8) 371 - 372 (1976).
12. F. F. Lange et al., "Hindrance of Grain Growth in Al_2O_3 by ZrO_2 Inclusion", *ibid.*, **67** (3) 164 - 168 (1984).
13. Tomaz Kosmac, Jay S. Wallace and Nils Claussen, "Influence of MgO Additions on the Microstructure and Mechanical Properties of $Al_2O_3 - ZrO_2$ Composites", *ibid.*, c-66 - 67 (1982).
14. W. D. Kingery, H. K. Bowen and D. R. Uhlmann, "Grain Growth, Sintering and Vitrification", in *Introduction to Ceramics*, A Wiley-Interscience Publication. 448 - 468 (1976).
15. B. W. Kibbel and A. H. Heuer, "Ripening of Inter- and Intragranular ZrO_2 Particles in ZrO_2 - Toughened Al_2O_3 ", in *Advance in Ceramics*,

- Vol. 12, "Science and Technology of Zirconia", The Am. Ceram. Soc. Inc (1984) 415-24.
16. M. H. Leipold and C. M. Kapadia, "Effect of Anions on Hot-Pressing of MgO", *J. Am. Ceram. Soc.*, **56**(4) 200-203 (1973).
17. C. E. Scott and J. S. Reed, "Analysis of Cl⁻ ions Laundered from Submicron Zirconia Powders", *Ceram. Bull.* **57**(8) 741-743 (1978).
18. C. E. Scott and J. S. Reed, "Effect of Laundering and milling on the Sintering Behavior of Stabilized ZrO₂ Powders", *ibid.*, **58**(6) 587-590 (1979).
19. Ervin E. Underwood, "The Spektor (Chord) Analysis" in *Quantitative Stereology*, Addison-Wesley Publishing Company. (1970) 126-129.
20. Walter H. Citzen, "Sintering" in *Alumina as a Ceramic Material*, The Am. Ceram. Soc. Inc (1970) 127-134.