

ZTA 에서 잔류응력이 파괴인성 증진에 미치는 영향

이영민·유진

한국과학기술원 재료공학과

(1990년 1월 9일 접수)

Effects of the Residual Stress on Fracture Toughness in ZTA

Young Min Lee and Jin Yu

Department of Materials Science & Engineering, KAIST

(Received January 9, 1990)

요 약

본 연구는 ZTA 에서 잔류 압축응력이 기계적 성질에 미치는 효과를 알아보기 위해서 3-layers bar 형태의 시편을 준비하였는데 표면층은 Al_2O_3 와 unstabilized ZrO_2 로 이루어졌고, 내부층은 Al_2O_3 와 stabilized ZrO_2 로 이루어졌다. 성형체를 소결 후 냉각하면 표면층의 정방정상 ZrO_2 는 단사정상으로 상변태를 하지만 내부층의 ZrO_2 는 정방정상으로 그대로 유지된다. 이때 부피팽창을 수반하는 상변태에 의해 표면층은 압축응력이 유발되고 내부층은 인장응력이 유발되는데 표면층의 두께비가 감소할 수록 잔류 압축응력은 증가하였다.

표면층에서 잔류 압축응력 때문에 3-layers 복합재의 파괴인성은 $10.21 \text{ Mpa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 이었으며, 이것은 기존의 ZTA 에 비해 25% 이상 향상된 것이다. 또한 3-layer 복합재는 열충격 시험으로 부터 충격 저항 환경에서는 파괴저항이 향상됨을 알 수 있었다.

ABSTRACT

In this investigation, bar-shaped specimens which consisted of three layers are prepared to study the effects of residual compressive stress on the mechanical properties in ZTA. The outer layers contained Al_2O_3 and unstabilized ZrO_2 and the central layer contained Al_2O_3 and stabilized ZrO_2 (with 5.10wt% Y_2O_3). When cooled from the sintering temperature, some of zirconia in the outer layers transformed to the monoclinic form while zirconia in the central layer was retained in the tetragonal form. The transformation which induces dilatational expansion led to the establishment of compressive stress in the outer layers and balances tensile stress in the central layer. Decrease of outer layer thickness (for a fixed total thickness) increases residual compressive stress.

Because of residual compressive stress in the outer layers, the fracture toughness of outer layers of 3-layers composite is $10.21 \text{ Mpa}\cdot\text{m}^{1/2}$, which is increased to 25% above in comparison with 1-layer specimens in ZTA. Also, the 3-layers composite is believed to exhibit greater fracture resistance in contact damage environment from thermal shock test.

1. 서론

구조용 ceramic 재료는 고온강도, 내부식성, 내열성, 내마모성 등의 물성은 우수하나, 근본적인 취성(brittleness) 때문에 구조용 재료로 사용하기에 많은 제약이 따른다. 이러한 ceramic의 파괴저항(fracture resistance)을 향상시킬 수 있는 한 방법으로 표면에 압축 잔류 응력을 일으켜 주는 방법이 알려져왔다¹⁻³⁾. 이것은 ceramic의 파괴가 주로 표면층의 흠(flaws)에서 파괴가 시작되므로 표면층에 압축 잔류응력을 유발시키므로써 균열 전진을 억제하여 ceramic 인성을 향상시킬 수 있기 때문이다.

Garvie 등은 연마(grinding)에 의해 표면에서 단사정상 ZrO₂의 양이 증가함에 따라 재료의 파괴강도가 증가함을 알았다⁴⁾. 또한 Al₂O₃-ZrO₂ 복합재에서는 연마 표면을 annealing 함으로써 재료의 기계적 성질이 크게 감소된다고 알려졌다⁵⁾. 이것은 연마시 유발되는 응력에 의해 정방정상 ZrO₂가 4% 부피 팽창을 수반하는 단사정상으로 상변태가 일어나서 표면층에 압축응력이 유발되기 때문이다^{6,7)}. 따라서 ZrO₂계 재료는 표면상변태에 의해 표면층에 압축 잔류 응력이 유발될 수 있고, 이러한 표면압축 잔류 응력은 재료의 기계적 성질을 향상시킬 수 있다⁸⁾. ZrO₂계 재료의 표면층에 상변태에 의한 잔류응력을 가하는 방법은 이제까지 다음과 같은 2가지 방법이 제시되었다^{8,9)}.

- 1) 연마에 의한 표면의 ZrO₂ 상변태 촉진
- 2) 고온에서 정방정상 안정화제(stabilizer)를 확산에 의해 제거함으로써 상변태 촉진

그러나, 1)의 방법은 연마에 의한 상변태층의 깊이가 한 정도며 연마에 의해 재료에 손상(damage)을 가할 수 있어 큰 향상을 기대하기가 어렵다. 또한 2)의 방법은 고온, 진공에서 확산에 의해 안정화제(Y₂O₃, CeO₂ 등)를 제거해야 함으로 경제적인 면에서 바람직하지 못하고 탈안정화층의 두께조절이 어렵다. 또한, 고온 열처리과정에서 결정립 성장을 야기시킬 수 있다. 따라서 이러한 방법은 실제적으로 응용하기에는 한계가 있다.

그러나 ZTA(zirconia toughened alumina)는 소결 특성을 이용하여 표면층에 압축 잔류 응력을 유발되는 3-layers 시편을 Fig.1과 같이 만들 수 있다. 분산상 ZrO₂를 표면층은 상온 안정상이 단사정상인 ZrO₂ 분말을 사용하고 내부층은 Y₂O₃로 정방정상 안정화 된 ZrO₂ 분말을 사용하여 3-layers 성형체를 만들어 소결(sintering)하면 두 영역의 소결 거동이 비슷하므로 소결시에는 모두 정방

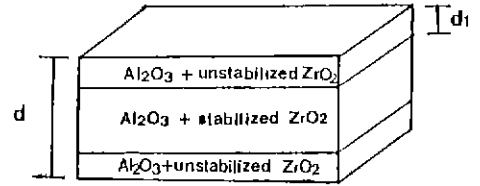


Fig.1. Schematic specimen shape of 3-layers ZTA.

정상 ZrO₂으로 안정하지만 냉각시에 표면층 영역의 정방정상 ZrO₂가 단사정상 ZrO₂로 상변태가 일어나서 표면층에는 압축 잔류응력이 유발된다. 이 방법은 시편 제작이 용이하고 압축 잔류 응력 영역의 두께를 임의로 조절할 수 있는 장점이 있다⁸⁾. 따라서 본 연구에서는 ZTA에서 분산상 ZrO₂의 안정화 정도와 부피분율의 변화가 기계적 성질에 미치는 영향과 Fig.1과 같은 3-layers 시편의 소결체를 얻어 표면층의 두께 변화에 따른 압축 잔류응력이 파괴인성 증진에 미치는 효과를 규명하였다.

2. 실험방법

2.1. 원료분말 및 시편조건

본 연구에 사용된 분말은 Sumitomo 사의 AKP-HP Alumina 분말과 TOYO SODA 사의 Zirconia 분말을 사용하였다. 각 분말의 특성은 Table 1에 나타내었다. 본 실험에 사용된 ZTA 계 시편의 종류는 3가지로 구분하여 각 특성을 Table 2에 나타내었다. 3-Layers 시편에서 표면 압축 잔류 응력(residual stress)에 의한 인성 증진 효과를 알기 위하여 표면층은 소결후 냉각시에 단사정상으로 상변태를 일으키는 AZO 분말을 사용하고 내부층은 냉각시에 상변태가 일어나지 않고 상온에서 정방정상으로 유지되는 AZY 분말을 사용하였다. 모든 Al₂O₃-ZrO₂ 분

Table 1. Raw Materials Used in this Experiment.

Powder	Compositon (wt%)	Particle size	Crystal structure	Production corp.
AKP-50	99.99% Al ₂ O ₃	0.19μm	hexagonal	Sumitomo
TZ-3Y	99.9% ZrO 5.10% Y ₂ O ₃	0.4μm	tetragonal	Toyo Soda
TZ-0Y	99.9% ZrO ₂	0.4μm	monoclinic	Toyo Soda

Table 2. The Characteristics of Specimens in this Experiment.

AZO	AZY	AZL
Al ₂ O ₃ (AKP-50) +unstabilized ZrO ₂ (TZ-OY)	Al ₂ O ₃ (AKP-50) +stabilized ZrO ₂ (TZ-3Y)	Outer layer : AZO Inner layer AZY

합재는 결정립의 과대성장(abnormal grain growth)을 막기 위하여 1500 ppm의 MgO를 첨가하였다¹⁰⁾.

2.2. 시편 제작 공정

각 시편의 분말은 원하는 조성의 Al₂O₃ 분말, ZrO₂ 분말, Mg(NO₃)₂·6H₂O 분말을 24시간 동안 wet milling 한 후 공기중에서 건조하였다. 건조된 분말은 MgO 성분만 남기기 위하여 600°C에서 2시간 동안 하소하였다. 하소된 분말을 분쇄하여 60번체로 체가름하였다. AZY 시편과 AZO 시편은 40mm×7mm 급속 die에서 20Mpa의 압력으로 1차 성형하였고, AZL 시편의 성형은 AZO 분말을 원하는 두께만큼 넣고 형태를 유지할 만큼 압력을 가해 표면층을 만든 후에 AZY 분말을 원하는 두께만큼 넣고 낮은 압력을 가해 내부층을 만들고 마지막으로 같은 방법으로 AZO 분말의 표면층을 만들었다. 그런 후에 표준시편과 같이 1차 성형하였다. 그리고 모든 시편을 150Mpa의 압력으로 CIP(cold isostatic pressing)를 하였다. 성형된 시편은 1600°C에서 1.5시간 동안 공기중에서 소결하여 최종적인 시편을 만들었다. 승온 속도는 300°C/hr.이며 냉각은 노냉하였다. 최종적인 시편의 크기는 길이(L) 32mm, 폭(b) 5.6mm, 두께(d) 3.4mm 이었다.

2.3. X-선 회절 분석

ZTA 시편에서 정방정상의 ZrO₂과 단사정상의 ZrO₂의 정량분석을 위하여 Garvie 등의 분석 방법을 사용하였다¹¹⁾ ZrO₂(t) : ZrO₂(m)의 비를 구하여 지지체의 총 ZrO₂ 입자에 대한 ZrO₂(t)과 ZrO₂(m)의 부피 분율을 구하였다.

$$X_m = \frac{I_m(111) + I_m(1\bar{1}\bar{1})}{I_m(111) + I_m(1\bar{1}\bar{1}) + I_m(111)} \dots\dots\dots(1)$$

- X_m : 단사정상 ZrO₂의 부피분율
- X_t : 정방정상 ZrO₂의 부피분율
- I : 적분강도

2.4. 꺾임강도 및 파괴인성 측정

꺾임강도는 4점 꺾임법으로 측정하였다. 시편의 준비는

각 조건에서 5개 이상의 시편을 취하여 표면을 #100, #400, #800의 diamond disc로 연마하였다. 표면의 연마방법은 시편의 길이 방향으로 하였고, 시편모서리는 응력 집중을 막기 위하여 환형성형 하였다. 측정조건은 Instron에서 200kg의 load cell, 0.5mm/min의 cross head 속도로 하였고, span 길이는 outer span 길이 : 21mm, inner span 길이 : 7mm로 하였다. 꺾임강도를 구하는 식은 다음과 같다.

$$\sigma_1 = \frac{3P(L_1 - L_2)}{2bd^2} \dots\dots\dots(2)$$

- L₁ : inner span 길이
- L₂ : outer span 길이
- P : 파괴 하중
- b : 시편의 폭
- d : 시편의 두께

파괴인성의 측정은 Vickers 경도 측정기로 indentation 균열 길이를 측정하여 구하였다. 시편 준비는 각 조건에서 시편을 2mm×4mm 정도로 절단하여 mounting하여 #100, #400, #800, #1200 순서의 diamond disc로 잘 연마한 후에 3μm, 1μm, 0.25μm의 diamond paste로 연마하였다. 파괴인성은 Lawn과 Fuller에 의한 다음 식으로부터 구하였고¹²⁾, 하중 조건은 10kg 이었고 Indenter 각은 136°이었다.

$$K_{Ic} = \frac{P}{(\pi C)^{3/2} \tan(\theta/2)} \dots\dots\dots(3)$$

- θ : indenter의 각
- C : 균열 길이
- P : indentation 하중

균열길이 측정은 하중을 가한 후에 시편을 잉크속에 담겨서 초음파 세척기를 이용하여 균열속으로 잉크가 스며들도록 한 후에 광학 현미경으로 사진을 찍어 길이를 측정하였다.

2.5. 열 충격 시험

표면층의 압축 잔류 응력을 가지적으로 보기위하여 시편을 수직로에서 온도를 균일하게 유지한 후에, 20°C 물에 낙하시켜 급냉하였다.

2.6. 미세 구조 관찰

입자 크기와 소결 상태를 알기 위하여 SEM 사진을 찍었다. 시편 준비는 파괴인성 측정시와 같이 연마한 다음에 초음파 세척기에서 세척한 후 1400°C에서 1.5시간 동

안 thermal etching 하였다. etching 한 시편을 1만 배율로 SEM 사진을 찍었다. 평균입자 크기는 linear intercept method 를 이용하여 분석하였다¹⁰⁾.

3. 결과 및 고찰

3.1. 입자크기 변화

AZO 와 AZY 시편에서 ZrO₂ 부피분율 변화에 따른 기지상 Al₂O₃와 ZrO₂ 입자크기를 알아보았다. AZO 시편과 AZY 시편의 각 입자크기 변화를 Table 3과 Table 4에 나타내었다. Table 3에서 AZO는 ZrO₂의 부피분율이 증가

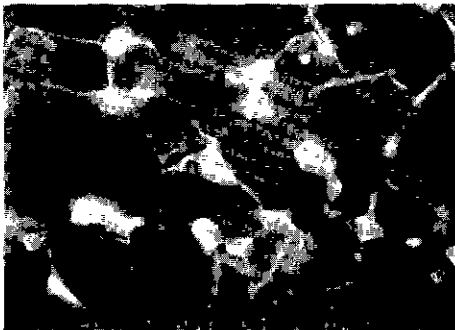
할 수록 기지상 Al₂O₃ 결정립 크기는 감소하고 ZrO₂의 입자크기는 증가함을 알 수 있다. 마찬가지로 Table 4에서 AZY는 Al₂O₃의 결정립 크기는 감소하나 ZrO₂의 입자크기는 완만하게 증가함을 알 수 있다. AZO와 AZY 시편의 소결 거동이 비슷하므로 ZTA의 미세구조는 AZO로 통일하여 Fig.2에 나타내었다. Fig.2(a)에서 AZO-5 시편은 기지상 Al₂O₃ 결정립 속에 ZrO₂ 입자가 물입되기도 한다. 그러나 AZO-10 시편은 Fig.2(b)처럼 ZrO₂ 입자의 Al₂O₃입계 구석에 존재하면서 기지상의 성장이 억제되었음을 볼 수 있다. 그러나 AZO-ZO 시편은 ZrO₂부피분율이 커져 Fig.2(c)처럼 ZrO₂입자의 coalescence가 생겨나

Table 3. The Average Grain Size as a Function of ZrO₂ Volume in AZO.

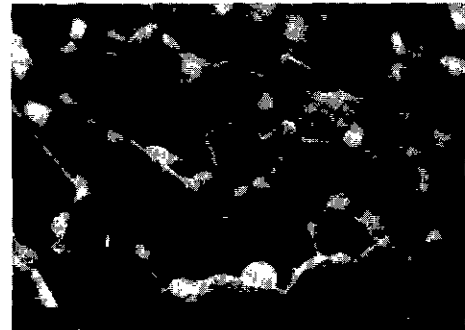
Specimen	AZO-5	AZO-10	AZO-15	AZO-20
Average grain size of Al ₂ O ₃	2.06 μ m	1.79 μ m	1.61 μ m	1.50 μ m
Average grain size of ZrO ₂	0.39 μ m	0.47 μ m	0.57 μ m	0.68 μ m

Table 4. The Average Grain Size as a Function of ZrO₂ Volume in AZY.

Specimen	AZY-5	AZY-10	AZY-15	AZY-20
Average grain size of Al ₂ O ₃	2.28 μ m	1.70 μ m	1.71 μ m	1.59 μ m
Average grain size of ZrO ₂	0.45 μ m	0.50 μ m	0.55 μ m	0.60 μ m



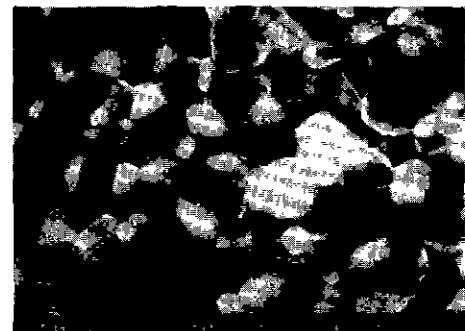
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 2. SEM micrographs of AZO specimens.

(a) AZO-5, (b) AZO-10, (c) AZO-15, (d) AZO-20

기 시작한다. 그런데 ceramic 은 파괴강도가 재료내에 존재하는 흠(flaws) 크기에 영향을 받고 입자크기와 흠 크기는 비례하므로 ZrO_2 의 부피분율에 따른 Al_2O_3 와 ZrO_2 의 입자크기 변화는 파괴강도에 영향을 미치게 될 것으로 생각된다¹⁴⁾.

3.2. 상변태 특성

Fig.3는 AZO-10, AZY-10, AZL($d_1/d=0.225$)시편의 표면에서 단사정상 ZrO_2 의 부피분율을 구한 X-선 회절분석이다. 시편을 면하하면 표면에서 정방정상의 ZrO_2 가 응력 유도에 의해 상변태가 일어날 수 있으므로 X-선 분석은 연마를 하지 않은 시편을 사용하였고, 본 실험의 목적이 표준시편과 AZL(3-layers ZTA)시편의 기계적 성질의 비교에 있으므로 AZO(unstabilized ZrO_2 를 사용한 ZTA), AZY(stabilized ZrO_2 를 사용한 ZTA)시편은 모두 ZrO_2 의 부피분율이 10%인 ZTA 표준시편을 택하였다. Table 5에는 각 시편에서 단사정상 ZrO_2 의 평균 부피분율과 이 결과로부터 ZrO_2 입자크기가 정규분포를 따른다고 가정하여 정방정상 ZrO_2 가 단사정상 ZrO_2 로 상변태가 일어나는 임계크기를 구하여 나타내었다. AZO-10 시편은 기지 억제 효과로 57.4%만 상변태가 일어나며

Table 5. The Phase Transformation Characteristics of the Specimens

	AZO-10	AZY-10	AZL ($d_1/d=225$)
$\frac{m-ZrO_2}{total ZrO_2}$	57.4%	10.1%	39.3%
Critical particle size (ZrO_2)	0.46 μm	0.83 μm	0.60 μm

AZY-10 시편은 정방정상 ZrO_2 입자가 89.9% 정도 존재하므로 상변태 강화효과가 크게 작용할 것으로 기대된다. AZL 시편은 같은 조성이지만 잔류 압축응력에 의해 상변태가 더욱 억제되었다고 생각된다.

3.3. 기계적 성질

3.3.1. 꺾임강도(M.O.R)

취성을 갖는 ceramic 재료의 파괴강도는 주로 두가지 재료 변수에 의해 좌우된다. 즉 specific fracture energy (γ)와 flaw size(a)인데 이것은 재료의 미시적 구조와 밀접한 관계를 가지고 있다. Davidge와 Evans는 Griffith식을 수정하여 파괴강도(σ_f)를 다음과 같이 표현하였다¹⁴⁾.

$$\sigma_f = (1/Y) [2E\gamma/a]^{1/2} \dots\dots\dots(4)$$

여기서 Y는 geometrical constant, E는 Young' modulus이며 γ 는 파괴인성과 $Kc^2=2\gamma E$ 인 관계를 갖는다. 따라서 파괴강도는 Kc가 증가하거나 flaw 크기가 감소함에 따라 증가된다는 것을 알 수 있다. ZrO_2 부피분율에 따른 AZO와 AZY 시편의 꺾임강도는 Fig.4에 나타내었다. AZO-5 시편은 ZrO_2 부피분율이 작아 기지상 Al_2O_3

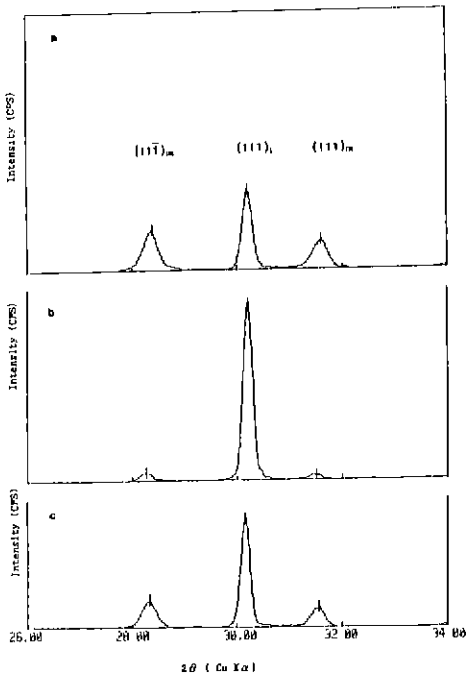


Fig.3. X-ray diffraction patterns of (a) AZO-10, (b) AZY-10, (c) AZL($d_1/d=0.225$)

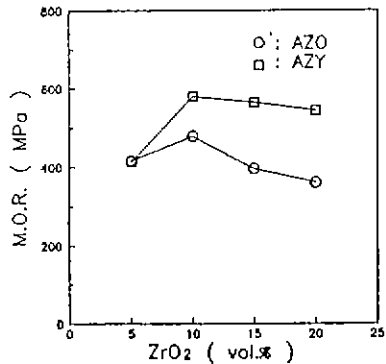


Fig.4. Flexural strength as a function of ZrO_2 volume fraction.

이 조대화로 flaws가 크기때문에 꺾임강도가 낮아지며 AZO-15, AZO-20 시편들은 ZrO₂ 입자가 많아지면서 기지상의 결정립은 작아지지만 Al₂O₃와 ZrO₂의 입계가 많아지면서 thermal mismatch와 상변태에 의해 응력 집중영역이 많아지면서 미세균열의 coalescence가 조장되기 때문으로 여겨진다. 이것은 Evans¹⁵⁾ 등의 실험에서 7 μ m 이상의 비정상적인 미세균열이 생겨 파괴강도가 급격히 낮아진다는 보고에서도 알 수 있다. 따라서, 기지상의 성장 억제와 미세균열이 적은 AZO-10 시편이 최대 꺾임강도를 갖는다. AZO-5 시편은 AZO-5와 같이 기지상의 조대화가 가장 낮은 꺾임강도를 갖는 주된 이유가 되고, 또한 상변태 강화효과도 가장 적기 때문이다. 그러나 AYZ-10 시편은 기지상 성장이 억제되고 상변태 강화가 잘 일어날 수 있기 때문에 최대 꺾임강도를 갖는다. AZY-15, AZY-20 시편은 ZrO₂양이 많아지면서 thermal mismatch로 입계에서 미세균열이 발생하여 꺾임강도가 낮아지지만 상변태 강화가 커질 수 있으므로 AZO 시편과는 달리 완만하게 감소함을 알 수 있다.

Virkar 등은 3-layers 복합재료에서 잔류응력을 간단한 beam 이론으로 구하였는데 그 결과로부터 표면층의 두께가 작을수록 표면층은 잔류 압축응력이 커지고 내부층은 잔류 인장응력이 커짐을 알 수 있다⁶⁾. 표면층과 내부층의 두께비(d₁/d)에 따른 AZL 시편의 꺾임강도는 Fig.5에 나타내었다. Table 6에서 표면층의 잔류 압축응력을 보면 표면층의 두께가 증가할수록 압축 잔류응력이 낮아지지만 꺾임강도는 잔류응력에 비례하지 않음을 알 수 있다. 이것은 표면층의 압축 잔류응력이 표면층의 두께가 커지면서 크게 감소하고, 꺾임강도 측정방법이 4점 굽힘 때문이

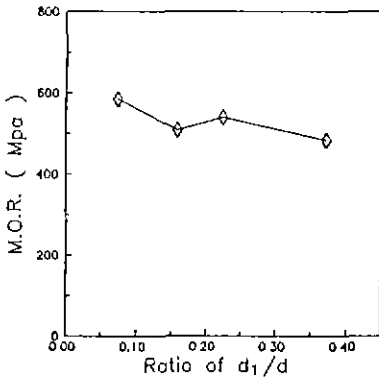
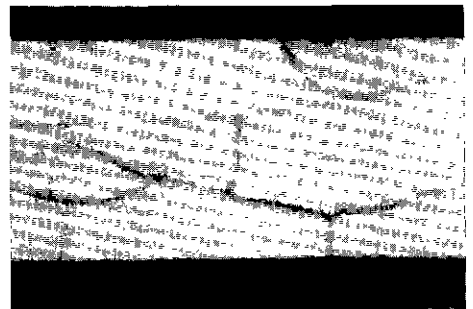


Fig.5. Flexural strength as a function of ratio d₁ (outer layer thickness)/d(total thickness).

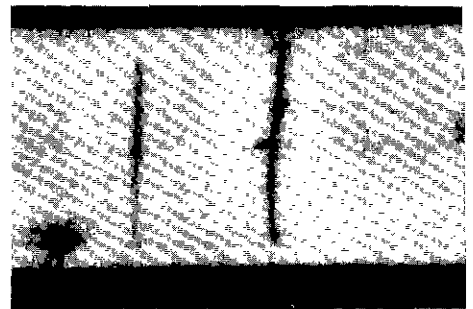
다. 즉, d₁/d=0.159인 시편이 d₁/d=0.225 시편보다 낮은 이유는 내부층의 인장 잔류응력이 커서 layer 경계영역에서 4점 굽힘시 최대 응력이 걸리기 때문이다. 그러나 표면층의 두께가 충분히 커지면 내부층의 잔류응력은 크지만 표면층의 압축 잔류응력이 해소되어 4점 굽힘 응력을 가할 때 표면층에서 최대응력이 걸리기 때문이다. Fig.6은 AZO-15와 AZL 시편 측면을 수냉한 후에 찍은 것이

Table 6. The Mechanical Analysis as a Function of d₁ (outer layer thickness)/d(total thickness) in AZL.

d ₁ /d	0.074	0.159	0.225	0.372
Residual stress(Mpa) , at surface	-228	-184	-148	-69
Theoretical Kc(Mpam ^{1/2})	10.44	9.96	9.58	8.70
Experimental Kc(Mpam ^{1/2})	10.21	9.50	8.27	7.43



(a)



(b)

Fig.6. (a) Thermal cracks induced thermal shock in AZO(ΔT : 340°C). (b) Thermal cracks induced thermal shock in AZL(ΔT : 380°C).

다 Fig. 6에서 표준시편은 시편의 선단에서 열 응력이 집중되어 균열 진전(propagation)이 시작되어 안으로 진전하는데 AZL 시편은 표면층의 잔류응력에 의해 균열이 내부층에서 진전되어 표면층 경계영역에서 멈추게 됨(arrest)을 보여준다. 이는 표면압축응력이 열충격에 대해서도 효과적인 강화법임을 알 수 있다.

3.4.2. 파괴인성(Kc)

Claussen¹⁶⁾ 등에 의해 Al₂O₃ 기지에 ZrO₂ 입자를 분산시켜서 파괴인성을 증가시킨 새로운 계인 ZTA(zirconia toughened alumina)에 있어서는 파괴인성 증진이 PSZ (partially stabilized zirconia)에서와는 달리 복합적인 기구로 이루어진다고 보고되고 있다.^{17,18)} 첫째 기구는 PSZ에서와 같이 ZrO₂ 입자의 상변태에 의한 파괴인성 증진기구이며, 둘째 기구는 ZrO₂ 입자의 상변태시 Twin 영역과 열팽창 계수차이 등에 의한 미세균열을 생성시키면서 탄성에너지를 흡수하는 미세균열 증진기구(microcrack toughening mechanism)이다. 이외에 균열 굴절(crack deflection)에 의한 증진 효과도 보고되고 있다.¹⁹⁾

Fig. 7은 ZrO₂ 부피분율에 따른 AZO와 AZY 시편의 파괴인성을 나타낸 것이다. AZO 시편의 파괴인성은 미세균열에 의한 강화효과와 미세 균열의 증가에 따른 재료의 물성 저하를 고려해야 한다. AZO-10의 재료는 물성 저하가 일어나지만 잔류 변형(residual strain)을 수반하는 미세 균열 강화가 작용해 최대값을 갖는다. AZO-5는 기지상 조대화화 미세 균열 강화가 작아 파괴인성은 작다. AZO-15, AZO-20은 재료내에 미세균열이 많아지면서 재료 물성이 크게 나빠지기 때문에 파괴인성이 급격히 감소한다고 생각된다. AZY-10은 상변태 강화효과가 가장 크게 작

용해 최대 파괴인성을 갖는다. 그러나 AZY-5는 ZrO₂ 부피분율이 작아 상변태 강화가 일어날 능력이 작고 기지상의 조대화로 최소 파괴인성을 갖는다. AZY-15, AZY-20은 ZrO₂ 부피분율이 증가하면서 ZrO₂ 입자의 조대화로 단사정상 ZrO₂가 점차 많아지고 미세균열의 증가로 인한 물성저하에 따라 파괴인성이 점차 감소함을 알 수 있다. Fig. 8은 표면층의 두께비에 따른 AZL 시편의 표면층 파괴인성을 나타낸 것이다. AZL 시편의 표면층에서 파괴가 일어날 때 fracture criterion 은

$$K_c = K_0 - 2\sigma_R \sqrt{C/\pi} \dots \dots \dots (5)$$

K₀ : AZO-10의 파괴인성

σ_R : 잔류응력

이다. Table 6는 표면층 잔류응력, 실험적 파괴인성, 식 (5)로 부터 구한 이론적 파괴인성을 나타낸 것이다. 표면층 파괴인성은 잔류 압축응력이 커질수록 파괴인성은 잔류응력에 비례하여 증가해야 한다. 그러나 표면층 두께가 작을 때는 이론적으로 구한 파괴인성과 실험적으로 구한 파괴인성의 일치하는 경향을 보이지만 표면층의 두께가 커질수록 두 파괴인성의 오차가 증가함을 알 수 있다. 이것은 표면에서 구속이 작아지면서 잔류 압축응력의 해소가 커지기 때문으로 생각된다.

4. 결 론

1) AZO(unstabilized ZrO₂를 사용한 ZTA) 시편의 파괴강도는 재료내에 이미 존재하는 흠(flaw) 크기에 큰 영향을 받는다. 그러나 파괴인성은 ZrO₂를 10% 부피분율을

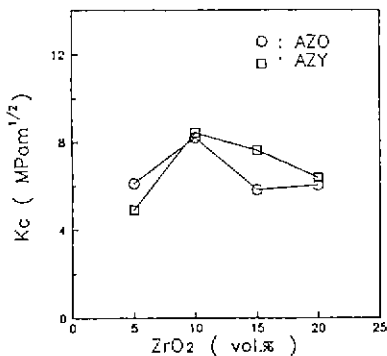


Fig. 7. Fracture toughness as a function of ZrO₂ volume fraction.

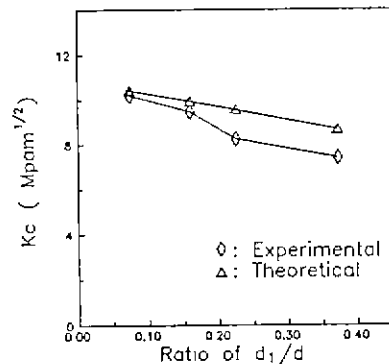


Fig. 8. Fracture toughness as a function of ratio d₁ (outer layer thickness)/d (total thickness).

갖는 AZO 시편에서처럼 미세균열 증진효과에 의해 AZY (Y_2O_3 stabilized ZrO_2 를 사용한 ZTA) 시편의 파괴인성과 비슷한 $8.1\text{Mpm}^{1/2}$ 을 갖는다.

2) AZY 시편의 파괴강도는 상변태 강화효과와 미세 균열발생 원인이 작기때문에 AZO 시편보다 향상된다. ZTA 재료의 파괴강도는 Y_2O_3 로 안정화 된 ZrO_2 를 사용하는 것이 효과적이다. 또한, 파괴인성도 상변태 증진효과로 AZO 시편보다 크다.

3) AZL(3-layers ZTA) 시편의 파괴강도는 내부층의 잔류응력으로 파괴가 표면층과 내부층의 경계에서 발생하여 AZY 시편에 비해 향상되지 않았다.

4) AZL 시편의 파괴인성은 표면층의 압축응력으로 기존의 표준 시편들보다 25% 이상 향상되었다

5) 또한, 표면층 압축 잔류응력으로 열 충격 저항이 향상되고 접촉충격(contact damage)에서도 파괴 저항이 향상된다.

REFERENCES

1. D.A. Duke, J.E. Megles J.E. MacMowell and H.E. Bopp, "Strengthening Glass-Ceramics by Application of Compressive Glazes," *J. Am. Cer. Soc.*, **51** (2) 98-102 (1968).
2. M.L. Torti, Jr. and D.W. Richerson, "High Strength Composite Structure," U.S. Pat. No. 3911, 188 (1975).
3. R.A. Cutler and A.V. Virkar, "The Effect of Binder Thickness and Residual Stresses on the Fracture Toughness of Cemented Carbides," *J. Mater. Sci.*, **20**, 3557-3575 (1985).
4. R.T. Pascoe and R.C. Garvie, "Surface Strengthening of Transformation Toughened Zirconia," in *Ceramic Microstructures'76*, Westview Press, Boulder, CO (1977).
5. J.S. Reed and A. Lejus, "Effect of Grinding and Polishing on Near Surface Phase Transformations in Zirconia," *Mater. Res. Bull.*, **12** (10) 947-954 (1977).
6. A. Virkar, J.L. Huang and R.A. Cutler, "Strengthening of Oxide Ceramics by Transformation-Induced Stresses," *J. Am. Cer. Soc.*, **70** (3) 164-170 (1987).
7. B. Budiansky, J.W. Hutchinson and Lambropoulos, "Continuum Theory of Dilatant Transformation Toughening in Ceramics," *Int. J. Sol. Struc.*, **19** (4) 337-366 (1983).
8. D.J. Green, "A Technique of Introducing Surface Compression into Zirconia Ceramics," *J. Am. Cer. Soc.*, **66** (10) C-178-C-179 (1983).
9. D.J. Green, *J. Amer. Cer. Soc.*, "Residual Surface Stresses in Al_2O_3 - ZrO_2 Composites," in *Advances in Ceramics*, *Am. Cer. Soc.*, **12** 240-250 (1984).
10. Tomas Kosmac, "Influence of MgO Addition on the Microstructure and Mechanical Properties of Al_2O_3 - ZrO_2 Composites," *J. Am. Cer. Soc.*, **65** (5) C-66 (1982).
11. R.C. Garvie and P.S. Nicholson, "Phase Analysis in Zirconia Systems," *J. Am. Cer. Soc.*, **55** (1) 303-305 (1972).
12. B.R. Lawn and E.R. Fuller, "Equilibrium Penny-like Cracks in Indentation Fracture," *J. Mat. Sci.*, **10**, 2016-2024 (1975).
13. McCall and Steele, ASTM STP 839, 118 (1983)
14. Ronald E. Loehman and David T. Rowcliffe, "Sintering of Si_3N_4 - Y_2O_3 - Al_2O_3 ," *J. Am. Cer. Soc.*, **63** (3-4) 144-148 (1980).
15. M. Ruhle, A.G. Evans, R.M. McMeeking, P. G. Charalambides and J.W. Hutchinson, "Microcrack Toughening in Alumina/Zirconia," *Acta Metall.*, **35** (11) 2701-2710 (1987).
16. N. Claussen, "Fracture Toughness of Alumina with Unstabilized Zirconia Dispersed Phase," *J. Am. Cer. Soc.*, **59**, 49 (1976).
17. R.M. McMeeking and A.G. Evans, "Mechanics of Transformation Toughening in Brittle Solids," *J. Am. Cer. Soc.*, **65** (5) 242-245 (1982).
18. J.W. Hutchinson, "Crack Tip Shielding by Micro-Cracking in Brittle Solids," *Acta Metall.*, **35** (7) 1605-1619 (1987).
19. K.T. Faber and A.G. Evans, "Crack Deflection Processes-I. Theory," *Acta Metall.*, **31** (4) 565-576 (1983).