

Plasma Activated Sintering법으로 제조된 지르코니아의 소결특성에 미치는 온도의 영향

신종호·정연길*·허성강

창원대학교 공과대학 금속재료공학과, *창원대학교 공과대학 세라믹공학과
(2000년 4월 15일 접수)

Effect of Temperature on Sintering Properties in Zirconia Fabricated by Plasma Activated Sintering

Jong-Ho Shin, Yeon-Gil Jung* and Sung-Kang Hur

Dept. of Metallurgy & Materials Science, Changwon National University, Changwon, 641-773, Korea

*Dept. of Ceramic Science and Engineering, Changwon National University, Changwon, 641-773, Korea

(Received April 15, 2000)

초 록

상압 소결법과 통전활성 소결(Plasma Activated Sintering; PAS)법으로 1200°C부터 1500°C의 온도범위에서 제조된 지르코니아의 기계적 특성을 ring on ring disk 굽힘시험으로 비교하여 고찰하였다. 모든 소결온도범위에서 PAS법으로 제조된 소결체의 밀도와 경도는 상압 소결법에 의해 제조된 소결체 보다 높게 나타났다. 결정립의 크기는 두 소결법에 의해 제조된 소결체 모두에서 소결온도 증가에 따라 증가하였으나, PAS법으로 제조된 소결체가 상압 소결법으로 제조된 소결체 보다는 결정립 성장이 억제되었다. 파괴인성은 PAS법으로 제조된 소결체의 경우 1300°C에서 최고값을 나타낸 후 소결온도 증가에 따라 미세하게 감소하였으며, 상압 소결법으로 제조된 소결체의 경우 소결온도 증가에 따라 증가되었다. 소결체의 상분을 변화는 PAS법으로 제조된 경우 전 온도범위 (1200~1500°C)에서 정방정상만 관찰되었으며, 상압 소결법의 경우 단사정상과 정방정상의 혼합상을 나타내었고, 소결온도 증가에 따라 정방정상의 비율이 증가하였다. 결과적으로 PAS법의 경우 지르코니아의 최적 소결온도는 1300°C이며, 상압 소결법의 경우 1500°C임을 알 수 있었으며, 소결체의 파괴인성에 미치는 영향은 결정립 크기 및 정방정상의 분율임을 확인할 수 있었다.

ABSTRACT

Mechanical properties of zirconia were characterized with ring on ring disk bend test. The zirconia was prepared by plasma activated sintering (PAS) and pressureless sintering in the temperature ranges of 1200°C to 1500°C. It was found that density and hardness of the zirconia sintered by PAS were higher than those of the zirconia fabricated by pressureless sintering at all sintering temperature. Grain size of the zirconia sintered by both methods was increased with increasing sintering temperature. However, the grain growth of the zirconia fabricated by PAS was restricted, compared with the zirconia fabricated by pressureless sintering, showing finer grain size in the zirconia by PAS. Fracture toughness of the zirconia sintered by PAS showed the maximum value at 1300°C and then gradually was decreased with increasing the sintering temperature. For the zirconia sintered by pressureless sintering, fracture toughness was increased with increasing the sintering temperature. Only tetragonal phase was observed in the zirconia sintered by PAS over all sintering temperatures. However, a mixed phase of monoclinic and tetragonal phases was investigated in the zirconia sintered by pressureless sintering, and the content of tetragonal phase was increased with increasing the sintering temperature. Subsequently it was verified that the optimum sintering temperatures in PAS and the pressureless sintering were 1300°C and 1500°C, respectively. The grain size and the content of tetragonal phase affected fracture toughness of the zirconia sintered by each sintering method.

Key words : Zirconia, Fracture toughness, Sintering temperature, PAS(Plasma Activated Sintering), Ring on ring disk bend test, Phase

1. 서 론

지르코니아(ZrO_2)는 고온에서 냉각 시 950°C 부근에서 정방정상(Tetragonal zirconia; $t-ZrO_2$)에서 단사정상(Monoclinic zirconia; $m-ZrO_2$)으로 마르텐사이트 변태 시 3~5%의 부피

증가와 8% 정도의 전단변형율이 발생되어 미세균열이 형성되며, $t-ZrO_2$ 는 외부응력에 의해서도 $t-ZrO_2$ 에서 $m-ZrO_2$ 로 상변태를 일으킨다.¹⁻³⁾ 이러한 응력유기 상변태는 균열의 성장 시 균열 주위에 발생되는 높은 응력을 완화시킴과 동시에 상변태에 따른 부피 팽창으로 균열 주위에 압축응력을

Table 1. Characteristics of 3 mol% Y₂O₃-ZrO₂ Powder¹¹⁾

Materials	Melting Point (°C)	Density (g/cm ³)	Mean Partle Size (μm)	Modulus of Elasticity (GPa)	Poisson's Ratio
3 mol% Y ₂ O ₃ -ZrO ₂	2719	6.05	0.024	186(20°C)	0.31

발생시켜 균열의 전파를 억제함으로써 높은 강도와 파괴인성을 이룰 수 있게 된다.⁴⁾ 따라서, 높은 강도와 인성을 갖는 지르코니아는 t-ZrO₂에서 m-ZrO₂로 상변태를 발생시키는 t-ZrO₂의 함량이 높아야 하며, 이를 위해서는 높은 안정화 함량(Y₂O₃, MgO, CaO 등), 작은 결정립 및 높은 밀도 등의 요구조건들이 충족되어야 한다고 알려져 있다.^{5,6)}

일반적으로 지르코니아의 소결에 사용되고 있는 상압 소결법(pressureless sintering)에서는 높은 소결밀도를 얻기 위해 고온에서 장시간의 소결이 요구되므로 결정립 성장이 소결과정에서 발생하게 되어 소결특성의 제어가 어렵다는 단점이 있다. 따라서, 지르코니아의 소결특성 발현 및 제어를 위해서는 소결방법의 개발이 필요한 실정이다. 본 연구에서 지르코니아의 소결을 위해 사용한 통전활성 소결법(Plasma Activated Sintering; 이하 PAS 약함)은 기존의 상압 소결법과는 달리 짧은 소결 시간 및 결정립 성장억제 효과를 이룰 수 있으며 소결기구는 크게 다음과 같이 두 단계로 나누어진다. 소결 초기 단계에서는 가해진 펄스형 직류(DC pulse)에 의해 분말접점에서 방전이 발생되고, 이 방전에 의해 입자표면이 정화(cleaning)된다. 한편 방전으로 발생된 가스는 고압 프라즈마를 형성하고, 이 고압 프라즈마에 의해 입자표면이 심하게 소성 변형된다. 다음 단계에서는 통상적인 DC를 소성변형된 분체에 가해 joule열을 발생시키고 이 joule열에 의한 가열과 기계적 압력에 의해 소결이 완료된다. 이 과정에서 초기단계에서 받은 소성변형 상태에서 고온 압축 가열되므로 열확산이 촉진되고, 또한 고밀도 전류에 의한 전계확산이 발생하여 전체적으로 확산이 크게 촉진되어 확산촉진효과와 소결 시 가압효과에 의해 보다 낮은 온도에서 단시간에 소결이 완료된다. 따라서, PAS법은 고밀도의 소결체 및 미립의 결정립을 갖는 소결체를 얻을 수 있으므로,⁷⁻¹⁰⁾ 이러한 PAS법의 장점을 지르코니아 소결에 활용할 경우 기존의 상압 소결법의 경우보다 소결특성의 발현 및 제어가 용이할 것으로 기대된다.

따라서, 본 연구에서는 최근 새로 개발된 PAS법과 일반적으로 지르코니아 소결에 사용되는 상압 소결법에 의해 제조된 지르코니아 소결체의 특성 즉, 밀도, 결정립 크기, 경도, 파괴인성을 비교 평가하여, PAS법이 지르코니아 제조법으로의 응용가능성을 제시하고자 한다.

2. 실험방법

2.1. 출발원료 및 PAS법 소결 공정

본 연구에서는 지르코니아 출발원료로 3 mol% Y₂O₃를

포함한 부분안정화 지르코니아(Partially Stabilized Zirconia; PSZ, Tosho Corp., Japan)분말을 사용하였으며, PSZ분말 특성은 Table 1에 나타내었다.¹¹⁾

PAS장치(ELTEK CO., Ltd, Korea)는 Fig. 1과 같이 압축용 유압장치, 전원공급장치, Chamber, 냉각장치로 구성되어 있으며, 이를 이용한 PAS 소결공정은 Fig. 2에 개략적으로 나타내었다.⁹⁾ 1단계(stage 1)에서 가압공정으로 유압장치를 이용하여 소결용 분말에 압력을 가하며, 2단계(stage 2)에서는 펄스형 직류(DC pulse)를 가하고, 이 펄스형 직류에 의해 발생된 방전(pulse discharge)에 의해 입자표면을 활성화시킨다. 3단계(stage 3)에서는 펄스형 직류 대신 통상적인 직류를 가하여 본격적으로 분말을 가열하였으며, 소결온도에 도달한 후, 일정한 시간동안 유지하여 소결을 완료한다. 4단계에서는 압력을 제거하고 시편을 냉각시킨다.¹⁰⁾

이러한 기본적인 PAS 소결공정을 이용한 본 연구에서의 소결공정은 PSZ 분말을 graphite die속에 넣어 30 MPa로 가압 상태에서 압력을 유지하면서 1200°C~1500°C 온도범위에서(100°C의 간격) 각각 2분간 소결하였다. 소결이 완료된 후, 상온까지 냉각하였으며, 이때 얻어진 소결체의 크기는 직경 8.5 mm, 두께 2~2.5 mm이었다. PAS법으로 제조된 지르코니아와의 소결특성 비교를 위해 상압 소결법으로 지르코니아를 소결하였으며, 이때의 소결공정은 다음과 같다. PSZ 분말을 die속에 넣어 30 MPa로 가압 성형한 후, 로(RHF1513 Carbolite, Korea)에서 6°C/min로 승온하여 1200°C~1500°C 온도범위에서(100°C의 간격) 소결하였으며,

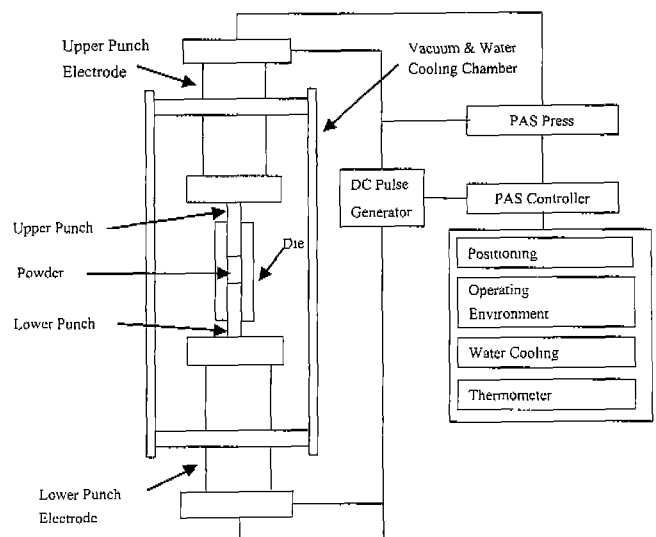


Fig. 1. Schematic of plasma activated sintering process.

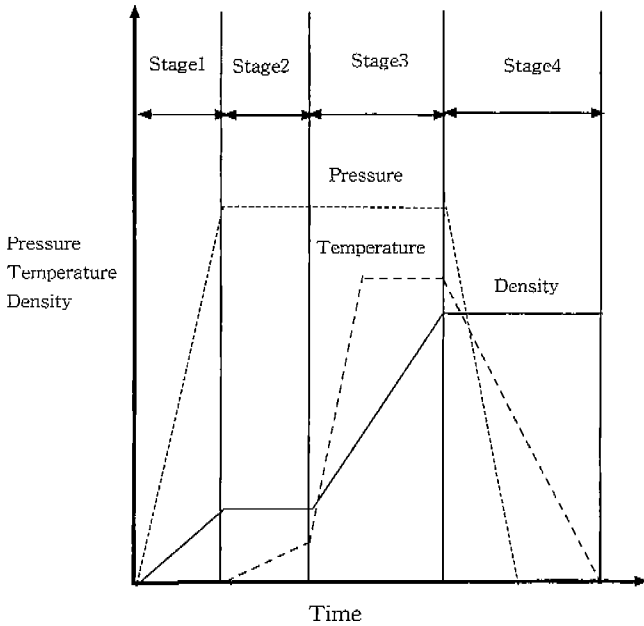


Fig. 2. Schematic of plasma activated sintering pressure, temperature and density profiles.

각 소결온도에서 5시간 유지 후 공냉하였다. 소결체의 크기는 PAS법에서와 같은 크기로 제조하였다.

이때 각 소결법(PAS 및 상압소결)에서의 유지시간은 예비실험을 통해 각 소결체의 밀도 및 경도 값을 측정 한 후 유사한 소결특성을 나타내는 유지시간으로 설정하였다.

2.2. 특성 평가

두 종류의 소결법에 의해 제조된 소결체의 밀도는 Archimedes 원리를 이용한 밀도 측정기(PRECISA 205A, Korea)로 측정하였으며, 경도는 경도기(FM-7e, Future-Tech Corp. Japan)를 사용하여 1 kg의 하중을 15초 가하여 측정하였다.

각 소결체의 파괴인성은 ring on ring disk bend test 방법을 이용하여 측정하였으며, ring on ring disk bend test 개략도를 Fig. 3에 나타내었다. ring on ring disk bend test¹²⁻¹⁵⁾ 시험에는 PAS법과 상압 소결법으로 제조된 disk 모양의 소결체를 1 μm까지 연마한 시험편을 사용하였으며, 실험방법은 다음과 같다. Fig. 3(a)에서처럼 disk형 시험편에 압흔을 만들기 위하여 Vicker's indenter를 만능시험기(Instron 8503, USA)의 load cell에 부착하여 약 200~500 N 범위에서 압축하중을 가하였으며 crosshead speed는 0.02 mm/min로 하였다. 압흔이 형성된 시험편을 Fig. 3(b)에서처럼 반경 1/8 inch ring으로 시험편을 지지하고, 반경 1/16 inch ring형태의 indenter를 사용하여 굽힘 변형을 가하였으며, 이때 crosshead speed는 0.1 mm/min으로 하였다.

Ring on ring bending mode에서 파괴강도는 식 (1)을 사용하여 계산하였다.¹⁶⁾

$$\sigma_r = \frac{3F_m}{2\pi t^2} \left[(1+\nu) \ln \frac{a}{b} + \frac{(1-\nu)}{2} \left(1 - \frac{b^2}{a^2} \right) \frac{a^2}{R^2} \right] \quad (1)$$

여기서 a는 하부 링 반경(1/8 in), b는 상부 링 반경(1/16 in), R은 시험 반경, t는 시험 두께, ν는 포아슨 비,¹¹⁾ F_m는 파괴초기하중, 그리고 σ_r는 파괴강도이다.

한편, 재료의 파괴저항성(Fracture Resistance)이 균열길이에 의존하는 경향을 나타낼 경우, 파괴인성(K_∞)은 아래의 식 (2), 식 (3)을 이용하여 구할 수 있으며,¹⁷⁾ 이때 사용된 탄성계수(E)는 (186 GPa),¹¹⁾ 각도(θ)는 Vicker's 압자 각도의 1/2인 74°를 사용하였다.

$$\sigma_f^{-3} = mF + C \quad (2)$$

$$m = \frac{\Psi}{24(1-2\nu)(\sqrt{2\pi} \tan \theta)^3} \left(\frac{E}{H} \right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{4}{K_{\infty}} \right)^4 \left(\frac{\phi}{3} \right)^3 \quad (3)$$

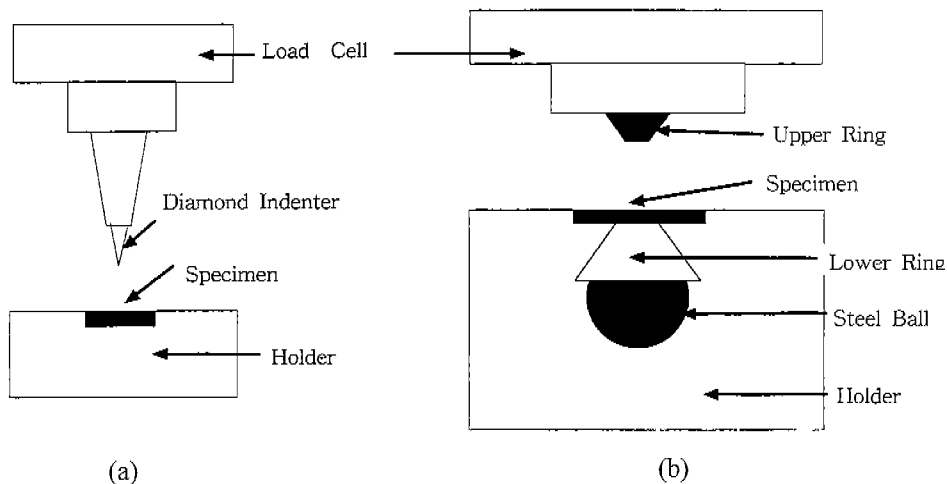


Fig. 3. Schematic drawing for testing apparatus; (a) controlled indentation and (b) ring on ring disk bend test.

여기서 F 는 압흔 하중, H 는 경도, ϕ 는 균열과 시편의 형상에 관계된 인자 (1.24)¹⁷⁾이다.

결정상 분석을 위하여 X-선 회절법(X'PERT MPD, Philips, USA)이 사용되었으며, 측정조건은 Cu K α , 가속전압 40 Kv, 전류는 30 mA이었으며, $2\theta = 25-35^\circ$ 의 범위에서 0.02° 마다 20초간 유지시켜 회절피크를 기록하였다. 이 회절각 범위는 지르코니아 결정상 함량을 정량적으로 분석할 수 있는 구간으로 식 (4)를 이용하여 계산하였다.¹⁸⁾

$$\frac{M_m}{M_{c,t}} = 0,82 \frac{I_m(\bar{1}11) + I_m(111)}{I_{c,t}(111)} \quad (4)$$

PAS법과 상압 소결법으로 제조된 지르코니아 결정립의 크기는 파단면 상에 나타나는 결정립을 주사전자현미경(S2400, Hitachi, Japan)으로 촬영한 후 Image analyzer(Image-pro Plus Version 3.0, Media Cybernetics, L.P., USA)를 이용하여 평균 입자크기를 결정하였다.

3. 결과 및 고찰

PAS법과 상압 소결법으로 제조한 지르코니아 소결체의 밀도, 입도와 경도변화를 소결온도에 따라 관찰하였으며, 결과를 Fig. 4와 5에 나타내었다. 두 소결법으로 제조된 소결체에서는 소결온도가 증가함에 따라 밀도와 경도가 증가하였으며, 결정립 크기도 증가하였다. 본 연구에서 사용된 소결 온도범위에서 PAS법으로 제조된 소결체의 밀도 및 경도가 상압 소결법으로 제조된 소결체의 경우 보다 높았으며, 결정립 크기는 미세하게 나타났다. 이런 효과는 PAS법이 상압 소결법과 비교해 볼 때 소결공정 동안 압력을 가하기 때문에 빠른 밀도 증가를 나타내며, 이것은 소결체의 경도에도

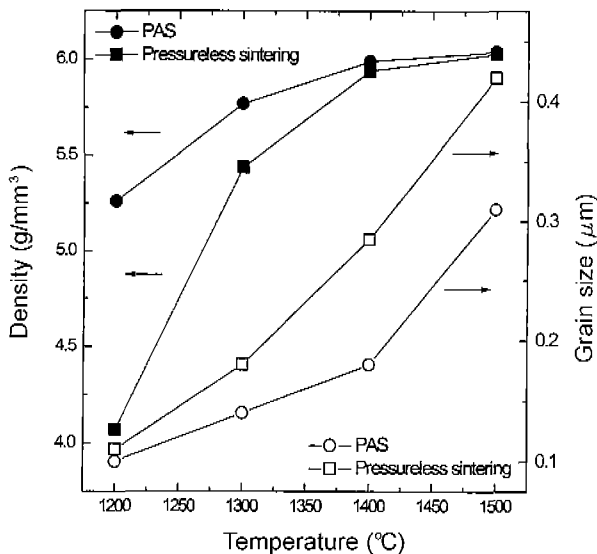


Fig. 4. Effect of sintering temperature on density and grain size of zirconia in pressureless sintering and PAS.

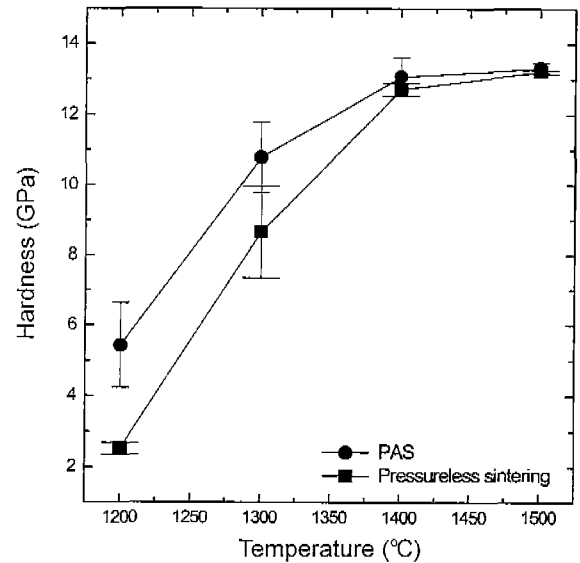


Fig. 5. Variation of hardness of zirconia sintered by pressureless sintering and PAS as a function of sintering temperature.

영향을 미쳐 전반적으로 상압 소결법 보다 높은 경도 값을 나타내었으며, 또한 소결 시간이 짧기 때문에 결정립의 성장이 억제되어 미세한 결정립이 PAS법으로 제조된 소결체에서 관찰된 것으로 사료된다. 그러나, 압력의 영향은 높은 소결온도 보다는 낮은 소결온도에서 크게 작용하였으며, 같은 소결온도에서 2분과 5시간이라는 소결시간을 고려할 때 PAS법으로 제조된 소결체의 결정립 크기가 5시간 동안 상압 소결법으로 제조한 소결체의 결정립 크기의 약 1/2정도인 것으로 결정립 성장에 소결시간 보다 소결온도가 지배적이라는 것을 알 수 있었다. 이와 함께 상압 소결법과 비교해서 PAS법이 2분이라는 매우 짧은 시간 내에 소결이 이루어졌음에도 불구하고, 더 우수한 물성을 나타내고 있다고 할 수 있다.

각각의 소결법으로 제조된 소결체의 파괴인성을 비교·고찰하기 위해 ring on ring disk bend test법을 이용하였으며, 압흔 하중에 따른 파괴강도(σ_f)를 log-log plot한 것을 Fig. 6과 7에 나타냈다. Ring on ring disk bend test에서 압흔 하중이 증가함에 따라 파괴강도(σ_f)는 감소하는 경향을 나타내었으며, 압흔 자국이 균열 발생 기점(origin)으로 작용하는 것을 확인하기 위해서 압흔 하중과 파괴강도(σ_f)의 log-log plot에서 기울기가 -1/3인가를 조사하였다. Ring on ring disk bend test법을 이용한 파괴인성 측정에서는 필수적으로 압흔 자국에 의한 파괴(indentation-controlled fracture)가 일어나야 하며, 이것은 압흔 하중과 파괴강도(σ_f)의 log-log plot의 기울기가 -1/3을 벗어나면 indentation-controlled fracture mode가 아닌 microstructure-controlled fracture mode이기 때문에 파괴인성 측정을 위한 데이터로 사용할 수 없기 때문이다.^{13,17)} PAS법으로 제조된 모든 소결체와 상압 소

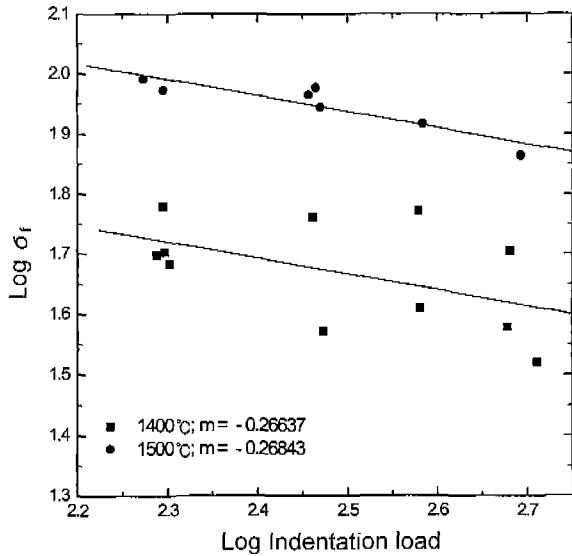


Fig. 6. Log-log plot of fracture stress vs. indentation load in zirconia prepared by pressureless sintering.

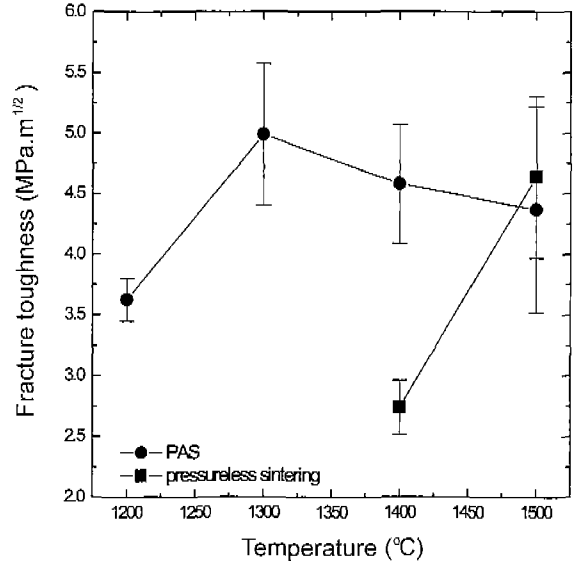


Fig. 8. Effect of sintering temperature on the fracture toughness of zirconia in pressureless sintering and PAS.

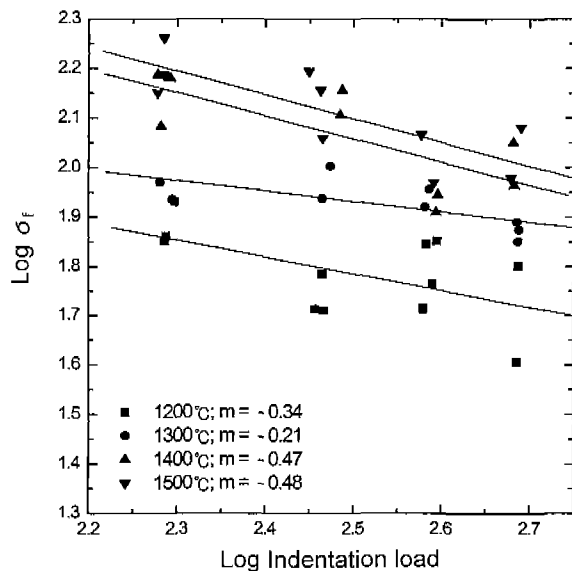


Fig. 7. Log-log plot of fracture stress vs. indentation load of zirconia prepared by PAS.

결법으로 1400°C, 1500°C에서 제조된 소결체는 indentation-controlled fracture mode를 나타낸 반면, 상압 소결법으로 1200°C, 1300°C에서 제조된 PSZ은 기울기가 0에 근접하는 값으로 나타나기 때문에 microstructurecontrolled fracture mode를 보여 ring on ring bend test에 부적합하여 Fig. 6에서는 제외되었다.

식(2)와 식(3)을 이용하여 구한 파괴인성 결과를 Fig. 8에 나타내었다. PAS법으로 제조된 소결체에서는 1300°C에서 최고 파괴인성(평균 5.0 MPa·m^{1/2}) 값을 나타낸 후 온도 증가에 따라 미세한 감소경향을 나타내었으며, 상압 소결법

으로 제조된 소결체에서도 온도증가에 따라 파괴인성이 증가되었다. 최종 소결온도인 1500°C에서는 두 소결법 모두 유사한 파괴인성을 나타내었으나, 1400°C의 경우에는 상압 소결법 보다 PAS법으로 제조한 소결체가 높은 파괴인성을 발현하였다. 이와 같이 PAS법에 의해 제조된 소결체는 낮은 소결온도(1300°C 및 1400°C)에서 상압 소결법으로 제조된 소결체에 비해 높은 파괴인성을 나타내는 것은 밀도 및 입자크기만의 영향으로는 설명할 수 없으며, 정방정상의 분율에 의한 영향도 고려되어야 할 것으로 생각한다. 이러한 것은 지르코니아가 높은 파괴인성을 나타내기 위해서는 소결체 내부에 pore가 없는 우수한 소결성이 요구되나 파괴인성을 나타내는 Fig. 8은 소결성을 나타내는 Fig. 4와 Fig. 5와는 다른 경향을 보이고 있으며, 오히려 정방정상 분율을 나타내는 Fig. 9와 유사한 경향을 보이고 있기 때문이다.

XRD 피크로부터 정방정상과 단사정상의 상분율을 식 (4)를 이용하여 계산한 결과 PAS법으로 제조한 소결체는 소결 온도 변화에 관계없이 정방정상만 나타났으며, 상압 소결법으로 제조된 소결체는 소결온도 증가에 따라 정방정상의 분율이 증가되었다(Fig. 9). 따라서, L. Gao *et al.*¹⁹⁾의 연구결과와 같이 고온 안정상인 정방정상이 소결 후 냉각에 따라 단사정상으로 변태를 하게 되어 부피 팽창을 하게 되는데 소결온도가 증가함에 따라 밀도가 증가하게 되어 각 결정립의 부피 팽창을 억제시킴 (constrain effect)으로 상변태가 억제되어 정방정상 분율을 증가시키는 것으로 나타났다. PAS법으로 제조된 소결체에서는 결정립 미세효과와 억제효과에 의해 정방정상이 상온으로 유지 될 수 있었던 것으로 생각된다. 본 연구에서는 모든 소결온도에서 상압 소결법과 PAS법으로 제조된 소결체가 1 μm이하의 결정립으로 구성

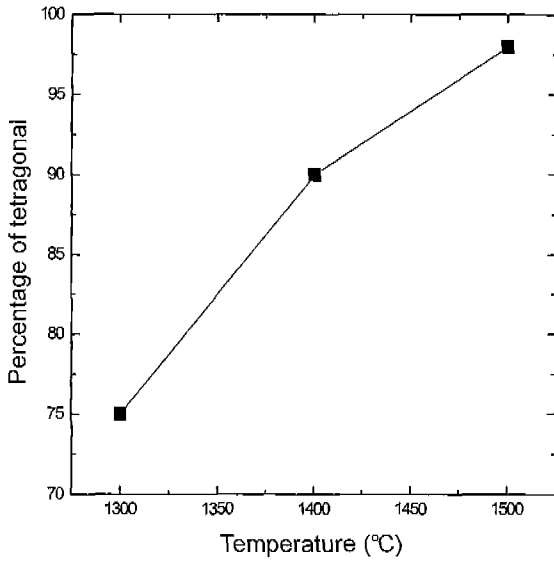


Fig. 9. Content of tetragonal phase in zirconia prepared by pressureless sintering.

되어 정방정상을 유지할 수 있는 것으로 생각되었지만, 상압 소결법으로 제조된 소결체에서는 소결온도에 따라 정방정상의 분율이 증가되는 경향을 나타내었다.

각 소결법으로 제조된 소결체에서 소결온도가 미세구조 변화 및 파괴거동에 미치는 영향을 고찰하기 위해 ring on ring disk bend test한 후의 파단면 관찰하였으며, 그 결과를 Fig. 10과 11에 나타내었다. Fig. 4에서 관찰한 소결온도에 따른 결정립 크기의 결과와 같이 전반적으로 온도가 상승함에 따라 결정립 크기가 성장함을 보여 주고 있으며, 또한 내부 기공(pore)이 감소하고 있음을 알 수 있었다. 상압 소결법 보다 PAS법으로 제조된 소결체가 낮은 온도에서 빠른 내부 기공의 감소와 미세한 결정립을 나타내었으며, 이러한 결과는 PAS 소결공정의 장점으로 사료된다. 또한 각 소결체의 파괴거동은 입계파괴를 나타내었으며, 낮은 소결 온도(상압소결; 1300°C, PAS; 1200°C)에서는 낮은 소결밀도에 기인하는 다량의 기공이 파괴에 주 요인으로 작용한 것으로 생각된다.



Fig. 10. SEM micrographs of fracture surface after bending test in zirconia prepared by pressureless sintering; (a) 1300°C, (b)1400°C and (c)1500°C.

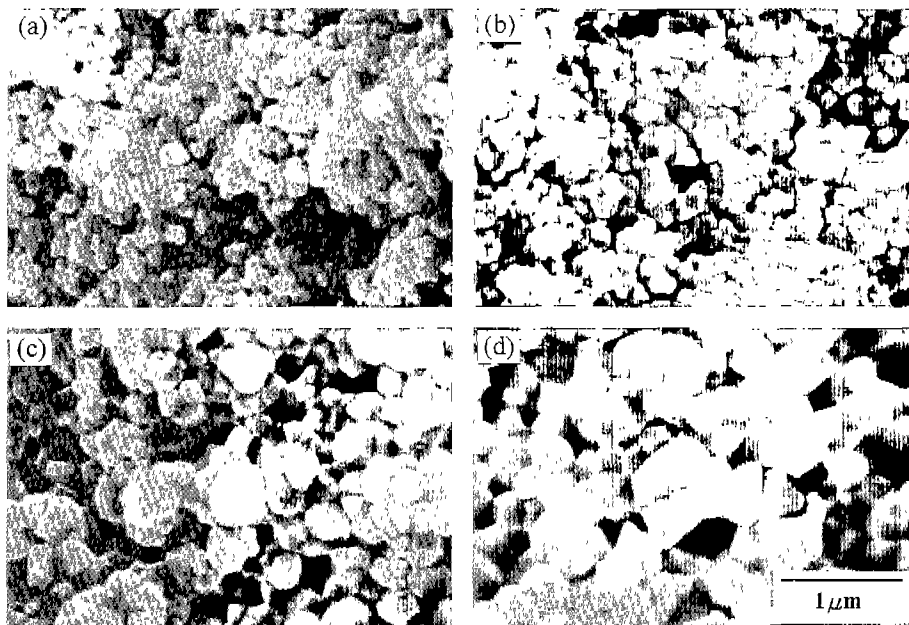


Fig. 11. SEM micrographs of fracture surface after bending test in zirconia prepared by PAS; (a) 1200°C, (b)1300°C, (c)1400°C and (d)1500°C.

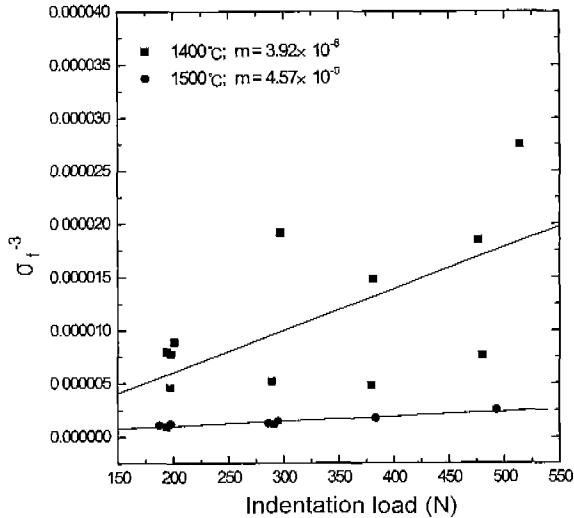


Fig. 12. σ_f^{-3} vs. indentation load of zirconia prepared by pressureless sintering.

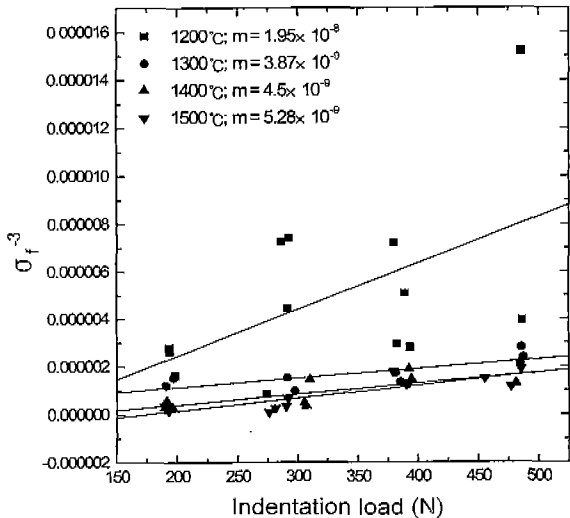


Fig. 13. σ_f^{-3} vs. indentation load of zirconia prepared by PAS.

상압 소결법과 PAS법으로 제조된 지르코니아 소결체에 대한 기계적 특성 비교에 있어서는 상압 소결법 보다 짧은 소결시간 그리고 낮은 소결온도라는 PAS 장치의 우수한 특성에 기인하여 밀도, 경도 그리고 파괴인성에 대해 PAS법으로 제조된 소결체의 소결특성이 우수한 것으로 나타났으며, 미세구조에 있어서도 PAS법으로 제조된 소결체에서 보다 균일한 미세구조를 관찰할 수 있었다. 따라서, 본 연구를 통해 PAS법이 지르코니아 제조법으로의 응용가능성을 확인할 수 있었다.

4. 결 론

본 연구에서는 상압 소결법과 PAS법으로 제조된 지르코

니아 소결체에서 소결온도 변화가 기계적 특성에 미치는 영향에 대하여 조사하였으며, 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

1. 동일 소결온도의 경우 PAS법으로 제조된 소결체는 상압 소결법에 의해 제조된 소결체 보다 현저히 짧은 시간에 소결이 완료되었으며, 소결 후 결정립의 크기도 미세하였다.

2. PAS법으로 제조된 소결체는 온도상승에 따라 경도, 밀도는 계속적으로 증가하였으나, 파괴인성은 1300°C에서 최고 값(약 5.0 MPa·m^{1/2})을 나타내었으며, 1300°C이상의 온도에서는 소결온도 증가에 따라 미세한 감소 경향을 나타내었다. 그러나, 상압 소결법으로 제조된 소결체는 온도상승에 따라 경도, 밀도, 파괴인성이 계속적으로 증가하는 경향을 나타내었다.

3. 경도, 밀도, 파괴인성 값 등의 특성 변화에 대한 고찰로서 PAS법의 경우에는 1300°C에서, 상압 소결법에서는 1500°C에서 소결이 이루어 짐을 알 수 있었다. 또한, PAS법의 경우가 상압 소결온도 보다 낮은 온도에서 소결이 이루어진다는 것을 알 수 있다.

4. 파괴인성의 향상에 영향을 미치는 인자로는 소결성, 정방정상 분율, 결정립 크기가 있으며, 본 실험의 결과로 이들 인자들 중 파괴인성에 가장 큰 영향을 미치는 것은 정방정상의 분율임을 확인할 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 1998년도 한국학술진흥재단의 연구비지원에 의해 수행되었으며 이에 감사드립니다.

APPENDIX

본 연구에서는 파괴인성을 구하기 위하여 먼저 식 (2)에 의해 σ_f^{-3} vs. 압흔 하중의 직선의 기울기를 구하였고, 그 결과를 Fig. 12와 13에 나타내었으며, 기울기를 식 (3)에 대입하여 파괴인성(K_{∞})을 구하였다.

REFERENCES

1. E. C. Subbarao, "Zirconia-an Overview," Science and Technology of Zirconia III, Adv. in Ceramics, **3**, 1 (1981).
2. F. F. Lange, "Transformation Toughening Part 1: Size Effects Associated with the Thermodynamics of Constrained transformations." *J. of Mat. Sci.*, **17**, 225 (1982).
3. A. G. Evens, "Toughening Mechanisms in Zirconia Alloys," Science and Technology of Zirconia III, Adv. in Ceramics, **12**, 193 (1986).
4. J. H. Park and S. W. Moon, "Sinterability and Stability of Tetragonal Zirconia Polycrystals Co-Stabilized by CeO₂ and Other Oxides," *J. of Kor. Ceram. Soc.*, **28**(7), 541-548 (1991).
5. N. Cloussen, "Microstructural Design of Zirconia-toughened

- Ceramics (ZTC)," Science and Technology of Zirconia II, Ed. by N. Cloussen, adv. in Ceramics, **12**, 325-351 (1984).
6. F. F. Lange, "Transformation Toughening," *J. of Mat. Sci.*, **17**, 240-246 (1982).
 7. G. S. Choi, J. Y. Kim and D. H. Lee. "Resistance/Spark Sintering under Pressure of Intermetallic TiAl Powders," *J. Kor. Inst. Met. & Mater.*, **30**(7), 840-847 (1992).
 8. J. R. Groza, S. H. Risbud and K. Yamazaki, "Plasma Activated Sintering a Novel Versatile," Plasma Synthesis and Processing of Materials, Ed. by K. Upadhy, Minerals, Metals & Materials Society, pp. 85-93, 1993.
 9. M. Tokita, "Trends in Advanced SPS Spark Plasma Sintering Systems and Technology," *J. of Soc. Power Tech. Japan*, **30**(11), 790-804 (1997).
 10. J. E. Hensley, Jr., S. H. Risbud, J. R. Groza and K. Yamazaki, "Plasma-Activated Sintering of Aluminum Nitride," *J. of Mater. Eng. and Perform.*, **2**(10), 665-670 (1993).
 11. Y. G. Jung, S. C. Choi and C. W. Park, "A Study on Zirconia/Metal Functionally Gradient Materials by Sintering Method(III)," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **32**(12), 1337-1348 (1995).
 12. H. Li, F. C. Chen and A. J. Ardell, "A Simple, versatile Miniaturized Disk-Bend Test Apparatus for Quantitative Yield-Stress Measurements," *Metall Trans*, **22A**, 2061-2068 (1991).
 13. J. Zhang and A. J. Ardell, "Measurement of the Fracture Toughness of CVD-grown ZnS Using a Miniaturized Disk-bend Test," *J. Mater. Res.*, **6**(9), 1950-1957 (1991).
 14. D. E. Meyers, F. C. Chen, J. Zhang and A. J. Ardell, "Optimization of Test Parameter for Quantitative Stress Measurements Using the Miniaturized Disk-Bend Test," *J. of Testing and Evaluation*, **21**(4), 263-271 (1993).
 15. S. J. Eck and A. J. Ardell, "Fracture Toughness of Polycrystalline NiAl from Finite Element Analysis of Miniaturized Disk-Bend Test Results," *Metall. and Mater. Trans.*, **28A**(4), 991-996 (1997).
 16. M. N. Giovan and G. Sines, "Biaxial and Uniaxial Data for Statistical Comparisons of a Ceramic's Strength," *J. of Am. Soc.*, **62**(9), 510-515 (1979).
 17. J. Zhang and A. J. Ardell, "Measurement of the Fracture toughness of Ceramic Materials Using a Miniaturized Disk-Bend Test," *J. of Am. Ceram. Soc.*, **76**(5), 1340-1344 (1993).
 18. R. C. Garvie and P. S. Nicholson, "Phase Analysis in Zirconia Systems," *J. of Am. Ceram. Soc.*, **55**(6), 303 (1972).
 19. L. Gao, T. S. Yen and J. K. Guo, "Influence of ZrO₂ Particle Size on toughness In Hot-Pressed Y-TZP," Science and Technology of Zirconia III, adv. in Ceramics, **24**, 405-414 (1988).