

Preparation and Properties of the Intra-type Al₂O₃/Ag Nanocomposites

Sung-Ho Cheon,[†] In-Sub Han,* and Hideo Awaji**

The Research Institute of Daiyang Ind. Co., 405-3 Jangam, Majang, Icheon, Gyunggi, 467-813, Korea

*Energy Materials Research Center, Korea Institute of Energy Research, Daejeon 305-343, Korea

**Department of Materials Science and Technology, Nagoya Institute of Technology, Nagoya 466-8555, Japan

(Received February 6, 2007; Accepted March 23, 2007)

입내 분산형 Al₂O₃/Ag 나노복합체의 제조와 특성

천승호[†] · 한인섭* · 히데오 아와지**

대양산업 기술연구소

*한국에너지기술연구원 에너지재료연구센터

**나고야공업대학 재료공학부

(2007년 2월 6일 접수; 2007년 3월 23일 승인)

ABSTRACT

Alumina/silver (Al₂O₃/Ag) nanocomposites with Ag content up to 9 vol% were prepared from nanopowder by soaking method using γ -Al₂O₃ of needle type and spark plasma sintering (SPS). The mechanical properties of specimens were investigated three-point flexural strength and toughness as a function of the Ag contents. The maximum flexural strength of the alumina/silver nanocomposite was 850 MPa for the 1 vol% composite, and also higher than monolith alumina as about 800 MPa at 3, 5, and 7 vol% Ag contents. Fracture toughness by single edged V-notch beam (SEVNB) was 4.05 MPa·m^{1/2} for the 3 vol% composite and maintained about 4.00 MPa·m^{1/2} at 5, and 7 vol% Ag content. Microstructure of fracture surface for each fracture specimens was observed. Due to the inhibition effect of alumina grain growth, the average grain size of nanocomposites depends on the content of Ag nano particles. The fracture morphology of nanocomposite with dislocation (sub-grain boundary) by silver nano-particles of second phases in the alumina matrix also showed transgranular fracture-mode compare with intergranular of monolith alumina. Thermal conductivity of specimens at room temperature was about 40 W/mK for the 1 vol% Ag content.

Key words : Nanocomposite, Spark plasma sintering (SPS), Soaking method, Single edged v-notch beam (SEVNB), Transgranular fracture-mode

1. 서 론

세라믹스 재료는 일반 금속재료에 비해 고강도, 내열성, 내마모성, 화학적 안정성 등 우수한 성질을 가지고 있기 때문에 여러 분야에서 주요한 재료로 사용되어지고 있다. 그러나 이온결합이나 공유결합과 같은 강한 원자간 결합으로 세라믹스의 본질적인 성질은 전위나 소성변형의 성질을 가지고 있는 금속재료에 비해 기계적 특성이 떨어지기 때문에 사용범위가 상당히 제한되어져 있는 것은 사실이다.¹⁻³⁾

특히, 지르코니아, 알루미늄, 그리고 마그네시아 등과 같은 세라믹스는 높은 경도와 화학적 안정성 및 마모저항성 때문에 대표적인 구조재료로써 사용되어지지만, 이러한 산화물들 또한 단일상의 경우에는 낮은 파괴강도와 인성, 낮은 열충격 저항성 및 크립 저항성을 나타내고 있다.⁴⁻⁷⁾

따라서 이러한 구조적 특성의 한계를 극복하기 위해 세라믹스 매트릭스 상에 수십 나노미터 크기의 입자상이나 수 마이크로 크기의 휘스커 입자를 물리적 또는 화학적인 방법으로 입내나 입계에 분산시키거나, 지르코니아와 같이 정방정(tetragonal)에서 단사정(monoclinic)으로 상전이할 때 일어나는 재료 자체의 전단 변형과 부피 변화에 의한 기계적 특성 등을 향상시키려는 연구가 활발히 진행되어져 오고 있다.⁸⁻¹²⁾

이들 연구 중, Niihara는 나노복합체라는 새로운 재료 설계개념을 제시하였고, 구조세라믹스 재료에 대해 상당히 향상된 기계적 강도와 파괴인성을 나타내게 하였다.⁷⁾ 이러한 나노복합체의 미세구조는 입계와 매트릭스 입내에 분산된 제 2상의 나노크기의 입자들에 의해 이루어져 있다. 즉, 매트릭스와 제 2상의 나노입자 사이의 열팽창 불균일(thermal expansion mismatch)은 파괴강도, 파괴인성, 크립 저항, 열충격 저항, 그리고 마모 저항과 같은 기계적 성질에 있어서 뚜렷한 향상을 가져 오게 하였다.

매트릭스 재료와 나노입자 사이의 열팽창 불균일은 매

[†]Corresponding author : Sung-Ho Cheon
E-mail : nan1000sh @ msn.com
Tel : +82-42-860-3507 Fax : +82-42-860-3133

트릭스 입내의 균열 편향이나 미세균열 즉, 전위를 발달 시킴으로서 파괴강도나 인성을 가져올 뿐만 아니라 입계에 존재하는 입자들이 계면슬라이딩을 방해하기 때문에 일부 크립 저항성이 증가하는 것으로 알려져 있다.¹³⁾ 결국, 나노복합체의 파괴강도와 인성 증가기구는 세라믹스 재료 입내에서 전위의 생성정도에 따라서 파괴강도와 인성의 고유 값이 증가되는 것으로 사료된다. 제 2상으로 첨가되는 나노입자가 매트릭스 입내에 존재하는 구조인 입내 분산형(intra-type)⁷⁾의 나노복합체가 적합하다고 할 수 있다. 하지만 이러한 형태의 복합구조를 가지는 나노복합체를 제조하는 것은 쉽지가 않다.

따라서 본 연구에서는 침상의 1차 입자가 응집되어 있으며, 많은 나노 크기의 기공을 가지고 있는 γ -알루미나 분말을 이용하여 용액 침적법(soaking method)으로 나노복합체를 제조하였다.¹⁴⁾ 또한, 알루미나의 열팽창계수가 $8.8 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 인데 비해 Ag입자의 경우는 $22 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 로 상당히 크기 때문에¹⁵⁾ 소결 후 매트릭스 상에 많은 불규칙 전위가 형성되어 파괴강도나 인성이 더욱 향상될 수 있으며, 재료의 열전도도가 증가하여 내열충격 저항성이 우수한 재료를 얻을 수 있을 것으로 기대하여 알루미나/은 나노복합체를 제조하게 되었다. 그러므로 고강도, 고인성의 기계적 특성뿐만 아니라 높은 열전도도에 의한 우수한 내열성을 가지는 기능성 재료로서도 활용범위가 넓어질 수 있을 것으로 보아, 용액 침적법으로 입내분산형 알루미나/은 나노복합체를 제조하여 기계적 특성과 열적 특성을 조사해보았다.

2. 실험 방법

2.1. 원료 및 시편제조

나노복합체의 매트릭스로 사용된 재료는 1차 입자가 응집하여 미세한 나노기공을 가지고 있는 침상의 γ -Al₂O₃ (99.99%, 260 nm, AKP-G015, Sumitomo Chemical, Japan)를 이용하였으며, 매트릭스 상에서 제 2상의 은(silver) 나노입자를 생성시켜 나노복합체의 특성을 향상시키기 위해 사용된 시약은 Ag₂SO₄(99.5%, silver(I) sulfate, Osaka KISIDA Chemistry, Japan)를 이용하였다.

먼저 Ag₂SO₄ 시약을 γ -알루미나에 대해 각각 1, 3, 5, 7, 그리고 9 vol%를 취하여 중탕의 증류수에 용해시킨 후, 침상의 γ -알루미나를 Ag₂SO₄가 용해되어 있는 증류수에 넣고 약 3시간 동안 교반하였다. 입내 분산형 미세구조를 얻기 위해 혼합된 슬러리에 대해 진공 탈포를 1시간 동안 실시하여 Ag₂SO₄ 용액이 미세한 나노기공 속으로 완전히 들어가도록 유도한 용액 침적법을 이용하였다. 그 상태로 혼합된 분말을 완전히 건조하여 공기 분위기에서 600°C에서 3시간 동안 하소를 하였다.

하소된 분말에 대해 소결종(sintering seed)으로 10 wt%의

α -Al₂O₃(99.99%, 0.3 μm , AKP-53, Sumitomo Chemical, Japan)를 첨가하여 24시간 동안 에탄올 습식분말을 실시하였다. α -알루미나가 첨가된 슬러리를 완전히 건조하여 금속의 Ag 나노입자를 얻기 위해 800°C에서 2시간 동안 100% 수소(H₂) 분위기에서 환원을 하여 나노복합체를 제조하기 위한 분말을 준비하였다.

시편 제조는 펄스통전(PECS, Pulse Electric Current Sintering)법¹⁶⁾에 의한 SPS(Spark Plasma Sintering)으로 진공 분위기에서 30 MPa의 압력으로 1350°C에서 5분간 유지하여 나노복합체 시편을 제조하였다.

2.2. 특성평가

제조된 소결체의 밀도는 Archimedes법을 이용하여 체적밀도와 상대밀도를 구하였으며, 환원된 분말에 대해 금속 Ag 입자의 생성여부를 확인하기 위하여 X-선 회절분석기(SHIMADZU, XD-D1, Japan)를 이용하여 결정상 분석을 하였으며, 또한 침상의 γ -알루미나 응집체 안에 금속 나노입자가 존재하는 것을 투과전자현미경(TEM, Tecnai 20, Philips, Netherlands)으로 확인하였다.

시편의 파괴강도를 측정하기 위해 시편의 크기를 2×2×10 mm로 하여 0.5 mm/min의 하중속도로 3점 꺾임 강도를 실시하였고, 파괴인성은 SEVNB(Single Edged V-Notch Beam)법¹⁷⁾을 이용하여 측정하였다.

그리고 시편 파단면의 미세구조는 전계방사형 주사전자현미경(SEM, JEOL, JSM-6360LV, Japan)으로 관찰하였다.

열전도도를 조사하기위해 직경 10 mm, 두께 1 mm의 시편을 준비하여 열확산도/비열측정장치(Ulvac Shinku-Riko, Flash Constant Analyzer, TC-7000, Japan)를 이용하여 열확산계수(α)와 비열(C_p)을 측정된 후 아래의 식 (1)에 의해 계산되었다.

$$k = \rho C_p \alpha \tag{1}$$

3. 결과 및 고찰

Fig. 1은 용액 침적법을 이용하여 800°C에서 환원된 분

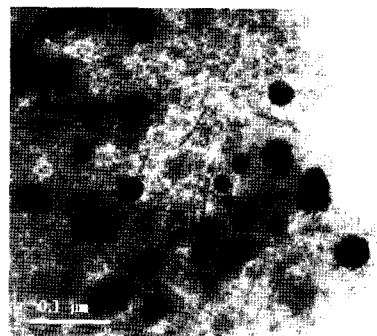


Fig. 1. TEM micrograph for reduced silver particles within γ -alumina grains.

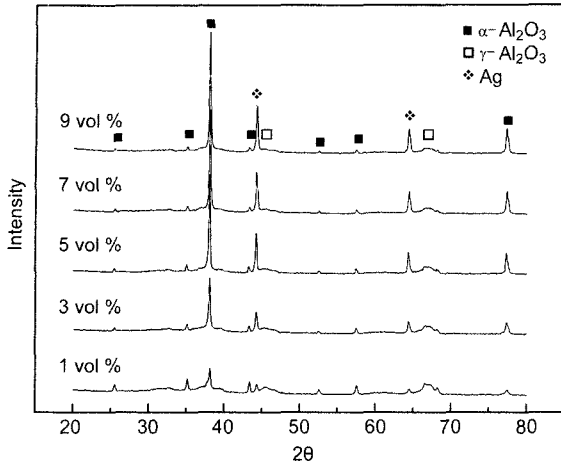


Fig. 2. XRD patterns of reduced nanocomposites powder with Ag contents at 800°C for 2 h in 100% H₂ atmosphere.

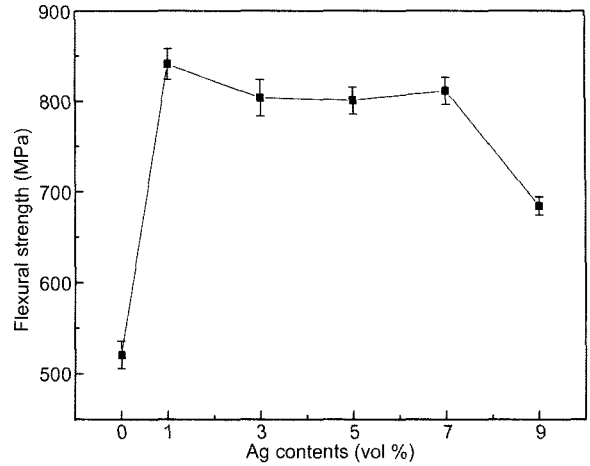


Fig. 4. Flexural strength of sintered nanocomposites specimens with Ag contents.

말의 TEM 사진으로 침상의 γ -알루미나 1차 응집체 속에 평균입경이 수십 nm 크기의 Ag 입자가 분산되어 있는 것을 확인할 수 있었다. 침상형이 아닌 매트릭스 재료의 경우에는 매트릭스 입자 주위에 2차상이 형성되어 입내 분산형(intra-type)구조가 쉽게 만들어지지 않고 소결 후에는 입내보다는 입계에 2차상들이 존재할 확률이 다소 높다. 하지만 본 연구에서 실시한 용액 침적법은 2차상들이 입계보다는 모세기공이 존재하는 입내에 존재할 확률이 높아 입내 분산형 구조를 쉽게 만들 수 있는 방법이었다.

Fig. 2는 환원된 각각의 분말에 대한 결정상 분석으로서 대부분의 γ -알루미나가 α -상으로 상전이된 것을 확인할 수 있었고, 일부만 γ -상으로 존재하고 있는 것을 볼 수 있었다. 수소 분위기에서 환원된 금속 Ag 입자는 함유량이 높을수록 강도가 높은 피크를 나타내었다.

Archimedes법에 의해 소결된 Ag 나노복합체의 밀도를 측정된 결과, Fig. 3에서 보는 바와 같이 Ag의 함유량이

높을수록 일반 알루미나(3.98 g/cm³)의 밀도에 비해 체적 밀도가 증가하였지만, 상대밀도를 계산해 본 결과, 1 vol%가 첨가된 나노복합체의 경우는 약 98%의 값을 나타낸 반면, 9 vol%는 약 94% 정도로 은의 함유량이 높을수록 상대밀도는 감소하는 것으로 나타났다.

각각의 소결체에 대해 파괴강도 값을 측정된 결과, Fig. 4와 같이 나노복합체의 강도 값이 알루미나의 강도 값인 521 MPa보다 훨씬 높았으며, 1 vol%의 경우에는 약 850 MPa로 알루미나 재질로서는 상당히 높은 파괴강도 값을 보이고 있다. 또한 3, 5, 7 vol%에서도 800 MPa 이상의 값을 보였으나, 9 vol%에서는 오히려 감소되는 것을 확인할 수 있었다. 하지만, 이 강도 값 역시 순수한 알루미나 보다는 훨씬 높은 값으로 나타났다.

일반적으로 알루미나의 입계나 입자들은 비대칭 열팽창과 결정축에 따른 영률, 그리고 입계를 가로 지르는 결정학적 불균일에 의해 초래되는 잔류응력을 포함하고 있다. 그러므로 소결된 알루미나에 있어서, 기공을 포함한 결함이 존재할 때 외부에서 외력을 가하게 되면 입계를 따라서 발생하는 큰 균열은 잔류응력과 진행 결함의 두 작용에 의해서 일어나고, 균열의 크기는 재료의 입자 크기에 상응하고, 입계를 따라 발생하는 가장 취약한 균열이 재료의 전체적인 강도를 지배한다. 따라서, 나노입자를 포함하고 있지 않은 알루미나의 경우 소결입자가 크고, 입계에 존재하는 잔류응력이 클 때 재료의 고유 강도 값만 가지게 되는 반면, 나노입자가 포함된 복합체의 경우에는 소결 중 나노입자의 방해로 인하여 매트릭스 입자의 성장억제와 함께 매트릭스 입내에 나노입자가 존재하므로 매트릭스와 나노입자 사이의 열팽창 불균일(thermal expansion mismatch)에 의해 잔류응력이 발생하여 매트릭스 입계에 존재하는 잔류응력을 완화해 버림으로써 외부에서 에너지가 가해지더라도 기공을 포함한 원래 크기의

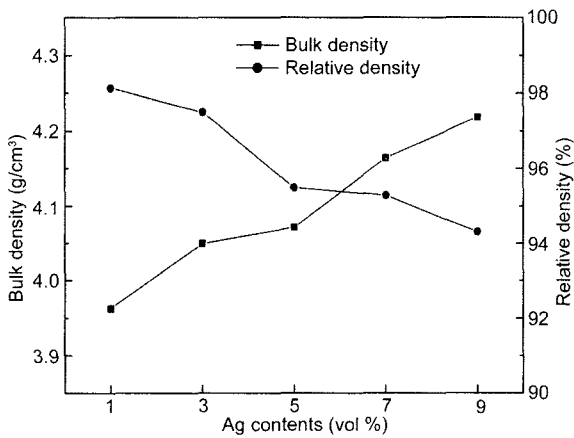


Fig. 3. Bulk density and relative density of sintered nanocomposites specimens with Ag contents.

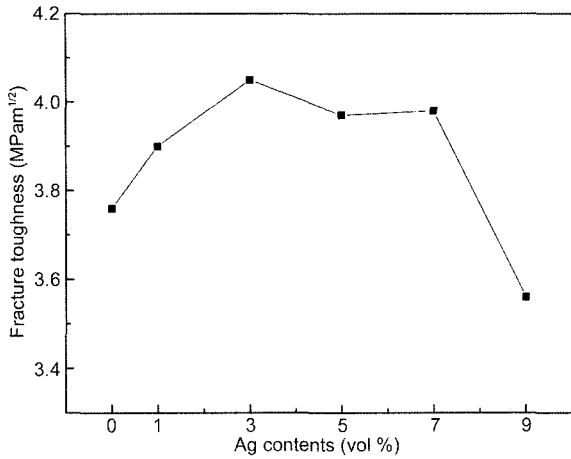


Fig. 5. Fracture toughness of sintered nanocomposites specimens with Ag contents.

결함(cavity)만 한정되어 균열이 전파하고 더 이상의 균열 진전을 보이지 못하므로 입계 결합강도가 높아져 전체적인 재료의 강도는 향상된다.

또한 나노입자와 매트릭스와의 열팽창 불균일은 입내에서 전위를 형성시키는데, 입내에 존재하는 전위는 상온에서 이동하기 힘들며, 작은 응력집중의 원인 역할을 하기도 하고, 진행하고 있는 균열 주위에 나노균열을 생성하기도 한다. 매트릭스 입내에 필요 이상의 전위가 형성되거나 입계의 응력보다 매트릭스 입내의 잔류응력이 커져 오히려 강도 값이 저하되는 경우가 종종 발생하지만, 나노 균열인 전위의 형성은 파괴모드를 입계파괴에서 입내파괴 형식으로 전환시켜 전체 나노복합체의 파괴인성 값을 증가시키는 역할도 한다.^{5,7)} 그러므로 본 연구의 경우를 살펴보면,

1 vol%일 때 가장 높은 파괴강도 값을 나타내었지만, Ag 함유량이 9 vol%일 때는 필요 이상의 전위가 형성되어 오히려 강도 값을 저하시키는 현상을 보였다. 그리고 Ni($13.7 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$)이나 SiC ($4.7 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$) 등의 재료와 비교하여 Ag ($22 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$)의 열팽창계수가 상당히 크기 때문에 알루미늄 ($8.8 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$)/Ag 나노복합체의 소결과정과 냉각과정에서 매트릭스 입내의 나노입자 주위에 존재하는 전위의 길이가 크게 확산이 되어 적은 양이지만 강도 값에는 큰 영향을 미치는 것으로 나타났다.

그리고, 각각의 소결체에 대해 SEVNB법으로 파괴인성을 측정하였는데, SEVNB법은 SEPB(Single Edged Precracked Beam)법에 비해 측정 시편준비가 아주 용이하고, 측정된 유효 인성 값은 거의 일치하는 것으로 알려져 있다.¹⁷⁾ SEVNB법은 SENB(Single Edged Notched Beam)법의 단점을 보정한 방법으로 노치 길이 약 1 mm, V-홈의 각도는 약 30°로 하고 노치 끝 부분의 곡률반경이 20 μm 이하로 가공하였다. 곡률반경이 작을수록 유효 값의 정확성이 높을데, 본 연구의 시편에 대한 곡률반경을 측정해본 결과, 실제 모든 시편의 곡률반경이 약 15 μm 정도였다. 이들 시편에 대해 최대파괴 하중(P), 지점간거리(S), 시편의 두께(B), 폭(W), 그리고 예비균열 길이(a)를 측정하고 형상계수 $Y(\alpha = a/W)$ 를 구한 후, JIS R 1067과 같이 다음 식 (2)으로부터 인성 값을 계산하였다.

$$K_{IC} = \left(\frac{PS}{BW^{3/2}} \right) \left(\frac{3}{2} Y(\alpha) \sqrt{a} \right) \quad (2)$$

각 시편의 파괴인성을 계산한 결과, Fig. 5에서 보는 바와 같이 Ag 함유량이 3 vol%일 때 4.05 MPa·m^{1/2}를 나타

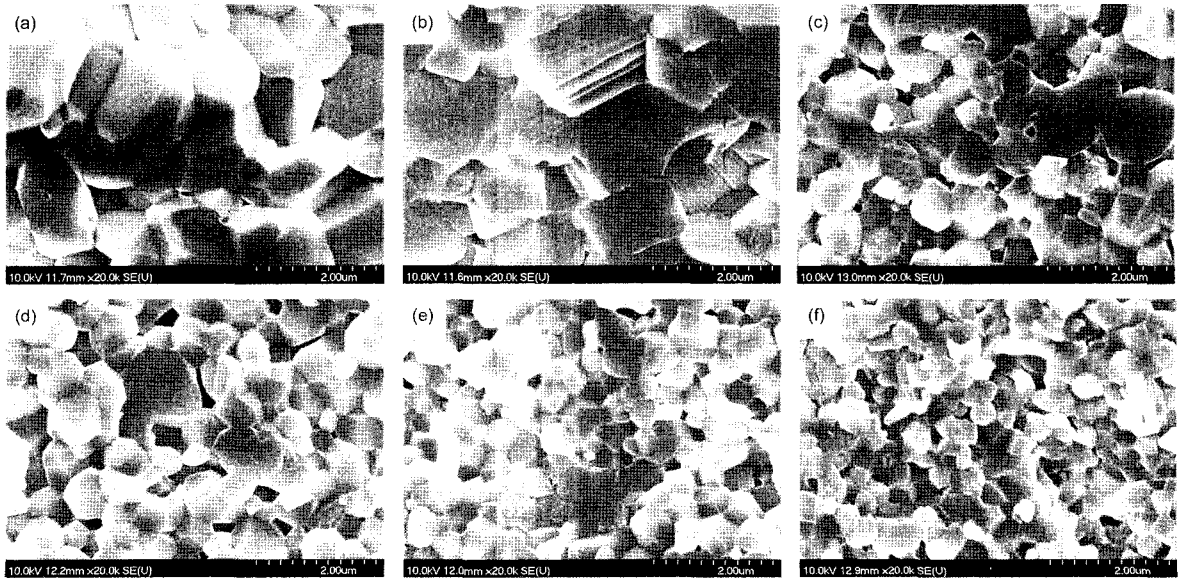


Fig. 6. SEM micrographs of fracture surface for sintered nanocomposites specimens with Ag contents; (a) monolithic alumina, (b) 1 vol%, (c) 3 vol%, (d) 5 vol%, (e) 7 vol%, (f) 9 vol%.

내었으며, 5, 7 vol%일 때도 $4.0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 정도의 값을 유지하다가 9 vol%일 때는 오히려 알루미늄 단일체의 파괴인성 값보다 저하되는 것을 알 수 있었다. 이것은 Fig. 6의 미세구조 사진에서 살펴보면 알 수 있듯이 Ag 함유량이 높아질수록 소결 후 매트릭스 입자의 크기가 줄어드는 것을 관찰할 수 있었다. 1 vol%의 경우, 다른 소결체에 비해 상당히 큰 입자성장을 보였으며, 입내의 전위형성에 의한 입계 잔류응력의 감소로 파괴강도는 높을 수 있지만, 입계가교에 의한 파괴인성 증가는 그다지 보이지 않는 반면, 3 vol%의 경우 소결된 입자의 크기가 1 vol%에 비해 상당히 작고, 균일한 입성장에 의한 치밀화가 일어난 것을 관찰할 수 있었으며, 파단면을 살펴보면 주로 입내파괴 구조를 가질 뿐만 아니라 입계가교에 의한 파괴도 진행되고 있음을 알 수 있어 파괴인성 값 역시 상대적으로 증가된 것으로 판단된다. 한편 5, 7 vol%의 경우도 비슷한 미세구조를 가지지만 입계파괴가 주도적으로 진행되고 일부의 입내파괴도 나타나고 있음을 관찰할 수 있다. 그러나 9 vol%의 경우, 과량의 Ag 입자로 인해 입성장이 억제됨에 따라 치밀화가 상대적으로 충분치 못하게 진행되었으며, 입내보다는 입계에 Ag 입자가 많이 존재하기 때문에 기계적 특성을 저하시키는 것으로 사료된다. 즉, 과량의 Ag가 함유된 경우에는 입내파괴가 주도적으로 진행되어도 입성장 억제에 의한 작은 입자간 결합력으로 인해 순수한 알루미늄 소결체에 비해 파괴인성은 낮고, 강도는 높게 나타내었다고 사료된다.

입계를 따라 존재하는 결합크기의 감소나 전위에 의한 매트릭스 내 잔류응력의 감소는 나노복합체의 전체적인 강도 향상을 가져오며, 또한 나노복합체의 몇몇 기계적 성질은 이와 같은 이유로 경도나 내마모성, 크립 저항, 그리고 열충격 저항 등이 개선된다고 하였다. Davidge 등¹⁸⁾은 모노리스 알루미늄과 나노복합체 사이의 연마, 마모 표면특성이 전혀 다르며, 모노리스 알루미늄의 표면의 경

우 입자 탈락이 관찰되어지지만, 나노복합체는 입계의 강도가 증가하였기 때문에 연마면이나 평활면이 관찰되어진다고 보고하였다.

Fig. 7은 각 시편에 대한 열전도도를 측정된 것으로 Ag 함유량이 증가할수록 열전도도가 감소하였는데, 이러한 현상은 시편의 미세구조 및 상대밀도와 관련이 있는 것으로 보인다. 즉, 소결입자가 크고, 상대밀도가 높은 1 vol%의 경우는 다른 시편에 비해 가장 높은 값인 40 W/mK 을 나타내었으며, Ag 함유량이 증가할수록 소결입자가 작고 시편의 상대밀도가 낮아 다소 많은 기공을 포함하고 있기 때문에 열전도도가 감소하는 것으로 나타났다. 하지만, 이 값은 금속 Ag 입자를 포함하고 있지 않은 모노리스 알루미늄의 약 30 W/mK 의 값보다 높은 열전도도를 나타냄으로써 내열충격성이 우수한 나노복합체가 제조되었음을 예측할 수 있었다.

4. 결 론

1차 입자의 응집에 의해 미세한 나노기공을 가지고 있는 침상 γ -알루미늄을 이용하여 용액 침적법 및 SPS법으로 입내 분산형 알루미늄/Ag 나노복합체를 제조하여 기계적 및 열적 특성을 조사하였다. Ag 나노 입자의 함유량에 따른 파괴강도를 측정된 결과, 1 vol%일 때 850 MPa 로 가장 높은 값을 나타내었으며, 3, 5, 그리고 7 vol% 또한 800 MPa 이상의 높은 값을 보였고, SEVNB법으로 파괴인성을 측정된 결과, 3 vol%일 때 $4.05 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 를 나타내었으며, 5, 7 vol%일 때도 약 $4.00 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 정도의 값을 유지하였다. 각각의 시편에 대한 파단면의 미세구조를 관찰한 결과, 제 2상으로 첨가된 Ag 나노 입자에 의해 알루미늄 매트릭스의 입자성장 억제 현상이 관찰되었고, 알루미늄 매트릭스에 형성된 전위로 인하여 주로 입내파괴 현상을 보였다. 열전도도를 측정된 결과, Ag의 함유량이 1 vol%일 때 가장 높은 값인 약 40 W/mK 의 값을 나타내었다.

따라서 본 연구의 나노복합체는 파괴강도 및 인성이 높은 재료일 뿐만 아니라 열전도도가 상당히 높아 내열충격성이 우수한 재료로 활용될 수 있을 것으로 기대되었다.

Acknowledgment

“이 논문은 2005년 정부(교육인적자원부)의 재원으로 한국학술진흥재단의 지원을 받아 수행된 연구임.”(KRF-2005-214-D00297)

REFERENCES

1. M. Nawa, T. Sekino, and K. Niihara, “Microstructure and Mechanical Properties of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mo}$ Nanocomposites,” *Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*, **39** [12]

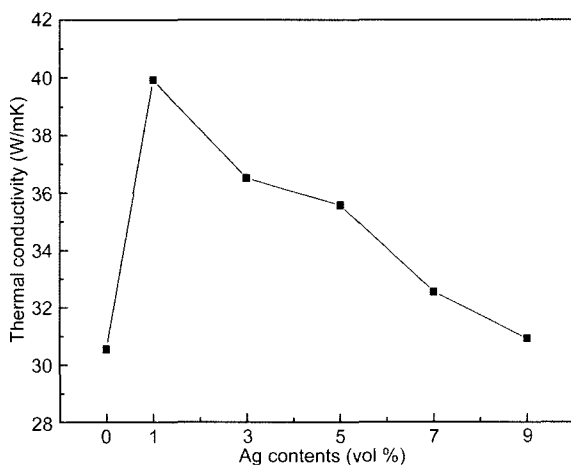


Fig. 7. Thermal conductivity of sintered nanocomposites specimens with Ag contents.

- 1104-08 (1992).
2. H. Awaji, "Strength of Ceramic Materials," Corona Pub., Tokyo, pp. 1-8, 2001.
 3. S. M. Choi, S. Honda, T. Nishikawa, H. Awaji, T. Sekino, and K. Niihara, "Strengthening Mechanism in Alumina Matrix Nanocomposites," *J. Soc. Mat. Sci., Japan*, **52** [11] 1374-78 (2003).
 4. K. Niihara and A. Nakahira, "Particulate Strengthened Oxide Ceramics-Nanocomposites," pp. 637-44, *Advanced Structural Inorganic Composites* Ed. by, P. Vincenzini, Elsevier Science Publishers B. V., 1991.
 5. N. Claussen, J. Steeb, and R. F. Pabst, "Effect of Induced Microcracking on the Fracture Toughness of Ceramics," *Am. Ceram. Soc. Bull.* **56** [6] 559 (1977).
 6. J. Lankford, "Tensile Failure of Unflawed Polycrystalline Al₂O₃," *J. Mater. Sci.*, **13** 351-7 (1978).
 7. K. Niihara, "New Design Concept of Structural Ceramics-Ceramic Nanocomposites," *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **99** 974-81 (1991).
 8. R. P. Wahi and B. Ilshner, "Fracture Behavior of Composites Based on Al₂O₃-TiC," *J. Mater. Sci.*, **15** 875-85 (1980).
 9. F. F. Lange, "Transformation Toughening," *J. Mater. Sci.*, **17** 225-39 (1982).
 10. P. F. Becher and G. C. Wei, "Toughening Behavior in SiC-Whisker-Reinforced Alumina," *J. Am. Ceram. Soc.*, **67** C-267-69 (1984).
 11. H. Kondo, T. Sekino, Y. H. Choa, and K. Niihara, "Mechanical Properties of 3Y-ZrO₂/Ni Composites Prepared by Reductive Sintering," *Key Eng. Mater.*, **161-163** 419-22 (1999).
 12. L. Donzel and S. G. Roberts, "Microstructure and Mechanical Properties of Cubic Zirconia (8YSZ)/SiC Nanocomposites," *J. Euro. Ceram. Soc.*, **20** 2457-62 (2000).
 13. T. Ohji, Y. K. Jeong, Y. H. Choa, and K. Niihara, "Strengthening and Toughening Mechanisms of Ceramic Nanocomposites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **81** [6] 1453-60 (1998).
 14. H. Awaji and S.-M. Choi, "Review: Ceramic-Based Nanocomposites in: S.G," Pandalai (Ed.), *Recent Research Developments in Materials Science & Engineering*, **1** 585-97 (2002).
 15. W. B. Chou and W. H. Tuan, "Toughening and Strengthening of Alumina with Silver Inclusions," *J. Euro. Ceram. Soc.*, **15** 291-95 (1995).
 16. M. Tokita, "Development of Automatic FGM Manufacturing Systems by the Spark Plasma Sintering (SPS) Method, Functionally Graded Materials 2000," in: K. Trumble, K. Bowman, I. Reimanis, S. Sampath (Eds.), *Ceramic Transactions*, **114** 283-90 (2001).
 17. H. Awaji and Y. Sakaida, "V-notch Technique for Single-edge Notched Beam and Chevron Notch Methods," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73** [11] 3522-23 (1990).
 18. R. W. Davidge, "Effect of Microstructure on the Mechanical Properties of Ceramics, Fracture Mechanics of Ceramics vol. 2," pp. 447-68, in: R. C. Bradt, D. P. H. Hasselman, F. F. Lange (Eds.) Plenum Press, New York, 1973.