

질화규소의 기계적 특성에 미치는 미세구조 및 소결조제의 영향

박혜련 · 이오상 · 박희동 · 이재도

한국화학연구소 구조재료연구실

Effect of Microstructures and Sintering Additives on the Mechanical Properties of Si_3N_4

Hye Lyun Park, Oh Sang Lee, Hee Dong Park and Jae Do Lee

Engineering Materials Laboratory, Korea Research Institute of Chemical Technology

초 록 질화규소 소재로 Si_3N_4 -8% Y_2O_3 , Si_3N_4 -6% Y_2O_3 -2% Al_2O_3 , Si_3N_4 -4% Y_2O_3 -3% Al_2O_3 , 그리고 Si_3N_4 -1% MgO -1% SiO_2 의 4가지 조성을 선정하여 주상모양의 β - Si_3N_4 결정상을 성장시켰으며, XRD, SEM, 입도분석과 기계적 특성을 조사하였다. Si_3N_4 -8% Y_2O_3 에서는 파괴인성값을 $9.8\text{MPa m}^{1/2}$ 까지 얻었으며 2000°C 에서 열처리한 후에도 파괴강도($>900\text{MPa}$)의 감소없이 파괴인성이 $8.0\text{MPa m}^{1/2}$ 이상인 Si_3N_4 -6% Y_2O_3 -2% Al_2O_3 와 Si_3N_4 -4% Y_2O_3 -3% Al_2O_3 를 얻었다. 질화규소의 파괴인성이 β - Si_3N_4 결정상 크기의 증가에 따라 직선적으로 증가하는 관계를 갖는 파괴인성에 대한 미세구조의 영향을 고찰하였다.

Abstract Four distinctive hot pressed and heat treated Si_3N_4 ceramics, Si_3N_4 -8% Y_2O_3 , Si_3N_4 -6% Y_2O_3 -2% Al_2O_3 , Si_3N_4 -4% Y_2O_3 -3% Al_2O_3 and Si_3N_4 -1% MgO -1% SiO_2 (in wt%), were prepared and characterized by X-ray diffraction, scanning electron microscopy, image analysis and mechanical tests. The fracture toughness of Si_3N_4 -8% Y_2O_3 specimens containing large elongated grains showed the highest value of about $9.8\text{MPa m}^{1/2}$. Two out of four Si_3N_4 ceramics(Si_3N_4 -6% Y_2O_3 -2% Al_2O_3 and Si_3N_4 -4% Y_2O_3 -3% Al_2O_3) heat treated at 2000°C retained the fracture strength of over 900MPa and fracture toughness of over $8.0\text{MPa m}^{1/2}$. Large β - Si_3N_4 grains having a diameter larger than $1\ \mu\text{m}$ appeared to contribute to increase in fracture toughness.

1. 서 론

질화규소는 대표적인 내열고강도 구조 세라믹스로서 베어링, 디젤엔진, 세라믹터보차저, 가스터빈등의 부품에 활용되는 중요한 재료이다. 미세한 입자로 완전 치밀화된 결점이 없는 질화규소 자체는 파괴강도가 3500MPa 정도라고 예측하며 creep rate도 질화규소의 분해 온도까지는 거의 없다고 한다¹⁾. 그러나 질화규소는 자체 확산이 매우 느린 난소결성 재료이므로, 치밀화시키기 위해서는 MgO , Al_2O_3 , Y_2O_3 , BeO 그리고 희토류 산화물등의 소결조제를 사용한다.^{2~6)} 그러므로 질화규소의 기계적 특성은 사용한 소결조제, 결함의 크기, 기공 등에 좌우될 뿐만 아니라 입자의 크기에도 영향을 받는다.

Larsen과 Adams⁷⁾가 미국, 일본 등의 세라믹스 회사들이 만든 여러 종류의 질화규소에 대한 물성을 조사 수집하였는데, 제조방법에 따라 물성이 현저하게 차이가 생기며 hot press나 HIP처리한 질화규소에서도 사용된 소결조제에 따라 상온에서의 파괴강도가 600 에서 900MPa 까지의 다양한 값을 가지며 고온에서는 더 많은 편차가 있는 것을 보여주었다. 그러므로 재현성과 신뢰성이 관건이 되는 engineering재료로 활용되기 위해서는 질화규소의 결함(flaws)을 최소화 할 수 있는 제조 기술과 소재의 고인성화가 동시에 실현되어야 한다.

질화규소의 미세구조에 따른 파괴강도와 파괴인성의 영향에 대한 많은 연구결과^{8~12)}에 의하면 파괴인성이 4에서 $11\text{MPa m}^{1/2}$ 범위

있으며, 이 값들은 β 구조의 질화규소 결정상의 성장에 많은 영향을 받는다고 보고되고 있다. 반면에 파괴강도 값은 어떤 일정한 연관관계를 보여주지 않는다고 알려져 있다. 최근 일본 NKK에서는 주상모양의 β - Si_3N_4 결정을 성장시키므로 해서 파괴인성 $11.3\text{MPa m}^{1/2}$, Weibull modulus 26.1, 파괴강도 100kg/mm^2 이 상되는 질화규소를 제조하였다고 발표하였다.¹²⁾

본 연구에서는 질화규소의 기계적 특성을 향상시키기 위해 네가지 조성의 질화규소 소재의 미세조직을 변화시켜 소결조제에 따른 파괴강도의 영향 그리고 미세조직과 파괴인성의 상관관계를 고찰하였다.

2. 실험 방법

2.1 출발물질과 시편제조

본 연구에 사용한 분말은 Si_3N_4 , Y_2O_3 , Al_2O_3 , MgO 그리고 SiO_2 이었다. Si_3N_4 는 Ube사의 SN-E10으로 최대 입경은 $0.2\mu\text{m}$ 이고 β 상은 3wt% 이하였다. 소결조제로 사용한 Y_2O_3 는 일본 고순도 화학사 제품 Y130101로 순도 99.9% 평균입경 $1\mu\text{m}$ 이고, Al_2O_3 는 Sumitomo사제 AES-11C로 순도 99.9% 평균입경 $0.4\mu\text{m}$ 이었다. MgO 출발물질로는 Aldrich사의 $\text{Mg}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 를, 그리고 SiO_2 로는 일본 Junsei Chemical사의 $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ 를 사용하였다. Si_3N_4 에 원하는 조성의 소결조제를 첨가한 후 polyethylene병에서 ZrO_2 ball을 사용하여 24시간 동안 습식 milling하여 균일한 혼합물을 제조하였다. 분산제로 DarvanC를 0.5wt% 첨가하였다. 이 혼합물을 80°C 에서 24시간동안 건조후 polyethylene병내에서 4시간 동안 건식 milling하여 aggregate를 분쇄해 준 후 60mesh로 분급하여 체 통과분만 실험에 이용하였다. 원료 혼합 과정중에 유입된 유기물을 제거하기 위하여 분급 완료된 분말은 600°C 에서 2시간 열처리 하였다. 이때의 승온속도는 100°C/h 로 하여 충분한 유기물 산화시간을 주었다.

소결제를 첨가하여 준비한 Si_3N_4 분말을 치밀화하기 위해 열간가압소결(hot press)을 N_2 분위기에서 행하였고 온도는 1720°C , 압력은 28-34MPa이었다. 이때 사용한 hot press는 Vacuum Industry사제 Model 4236-60T이며, mold는 graphite 재질에 BN을 도포하여 사용

하였다. Hot press로 제조된 질화규소 시편은 크기 $65 \times 125 \times 10\text{mm}$ 의 plate형태였다.

열간가압소결하여 치밀화된 시편에서 주상 β - Si_3N_4 를 성장 시킨후 물성변화를 조사하기 위하여 1900과 2000°C 에서 20MPa의 gas압 중에서 열처리 하였다. Gas는 1900°C 열처리에서 Ar gas를, 2000°C 열처리에서는 N_2 gas를 사용하였다. 열처리용 고온로는 ABB사제 HIP를 사용하였다.

2.2 물성조사

질화규소 시편의 미세조직은 주사전자현미경(JSM 840A, 일본 Jeol사)으로 관찰하였고, 상은 X-선 회절 분석기(DMAX III B, Rigaku사)를 이용하여 분석하였다. 미세구조를 관찰하기 위하여는 시편을 diamond suspension $30\mu\text{m}$, $6\mu\text{m}$, $1\mu\text{m}$ 로 연마하고 시약급 FeO를 이용하여 미세연마를 한 후 용융 NaOH내에서 20-40초간 에칭하였다. 질화규소 시편의 입도분포를 조사하기 위해 Image Analyzer(Model Q-520, 영국 Cambridge사)를 이용하여 각 grain의 길이, 폭, 면적 등을 구하였다.

질화규소의 파괴강도는 4점 꺾임강도 시험방법(4-point bending test)을 이용하여 측정하였다. 질화규소 시편은 Si_3N_4 -8wt% Y_2O_3 (S8Y), Si_3N_4 -6wt% Y_2O_3 -2wt% Al_2O_3 (S6Y2A), Si_3N_4 -4wt% Y_2O_3 -3wt% Al_2O_3 (S4Y3A) 그리고 Si_3N_4 -1wt% MgO -1wt% SiO_2 (S1M1S)의 네가지 조성으로서 hot press한 것과 열처리한 시편을 3-6개씩 사용하였다. 질화규소 시편을 일본공업규격(JIS R 1601)에 맞게 $3 \times 4 \times 40\text{mm}$ 규격으로 diamond saw로 가공하고 모서리를 45° 각도로 면취하여 사용하였다. 4점 꺾임강도는 만능재료 시험기(Instron사제 Model 1122)를 이용하였으며, 5000kg load cell로 cross head속도 0.5mm/min, outer span 30mm, inner span 10mm의 조건으로 식 (2-1)에서 구하였다.

$$\sigma_f = \frac{3P}{2bd^2}(L_0 - L_1) \quad (2-1)$$

여기서,

- P : Concentrated load at rupture
- b : Width of specimen
- d : Depth of specimen
- L_0 : Outer span
- L_1 : Inner span

파괴인성은 압자압입 강도법(Indentation-strength method)을 이용하여 측정하였다. 시편의 규격은 파괴강도 측정 시편과 동일하게 하여 주었으며, Vickers 미소경도 시험기(Page-Wilson사)로 3kg의 하중과 15초간 압입하고 4점 꺾임강도를 측정하여 식(2-2)로부터 파괴인성 값을 구하였다.

$$K_{IC} = 0.59(E/H)^{1/8}(\sigma_f P^{1/3})^{3/4} \quad (2-2)$$

여기서,

E : Young's modulus

H : Hardness

σ_f : Fracture strength

P : Concentrated load at rupture

3. 결과 및 고찰

실험에서 언급한 바와 같이 질화규소 시편을 hot press로 제조하였다. 제조된 질화규소 시편은 Si_3N_4 -8% Y_2O_3 (S8Y), Si_3N_4 -6% Y_2O_3 -2% Al_2O_3 (S6Y2A), Si_3N_4 -4% Y_2O_3 -3% Al_2O_3 (S4Y3A), 그리고 Si_3N_4 -1% MgO -1% SiO_2 (S1M1S)의 4가지 조성을 갖는다.

그림 1은 hot press와 열처리를 한 질화규소 시편들의 XRD결과이다. Hot press만 한 시편에서는 α 상과 β 상의 질화규소가 함께 있는 것을 보여주며, 1900°C와 2000°C에서 열처리한 시편에서는 α 상의 질화규소가 없어지고 고온의 질화규소 결정상인 β 상이 대부분이었다. 원료인 질화규소 분말은 제조회사인 일본 Ube사의 분석에 의하면 대부분이 α 상이고 β 상 3% 이내 이므로 이미 hot press하는 과정에서도 β - Si_3N_4 결정상이 많이 생성된 것을 알 수 있다. Hot press는 한 방향에서 가압소결하는 제조 방법이므로 제조된 질화규소 시편에서도 방향성이 예상된다. 그림 2는 2000°C에서 열처리한 질화규소 시편을 hot press한 방향에 수직인 면과 평행한 면의 상분석을 다르게 나타내었다. 그림에 나타난 XRD pattern을 관찰하면 hot press방향에 따라 선강도가 다르게 나타난다. 그림에는 나타나지 않았지만, hot press만 한 시편이나 1900°C에서 열처리한 시편에서도 hot press한 방향에 평행한 면은 그림 2(a) 그리고 수직인 면은 그림 2(b)와 같은 경향의 선강도를 보여주고 있다.

질화규소의 JCPDS diffraction data card(#

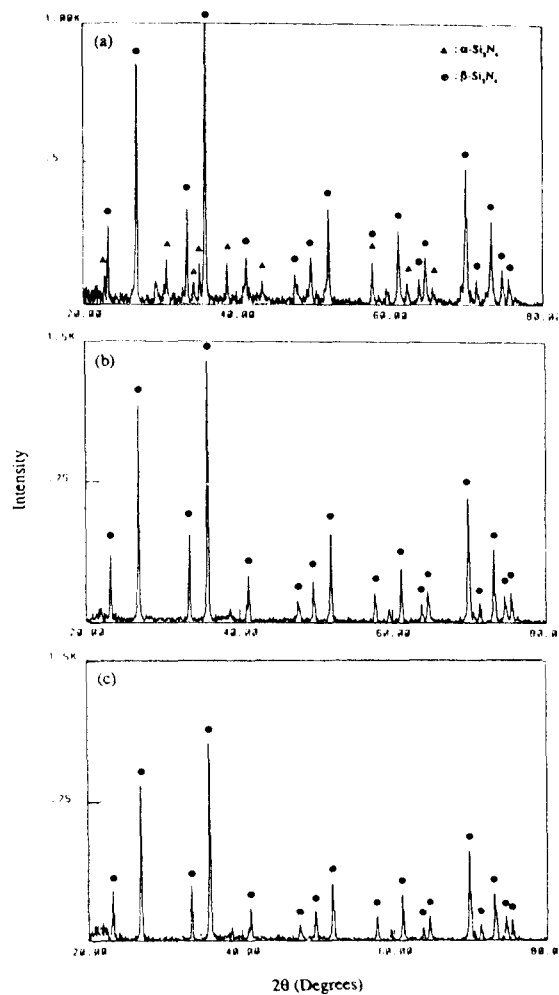


Fig. 1. XRD patterns of the area of Si_3N_4 specimen (S6Y2A) perpendicular to hot pressing direction : (a) hot pressed, (b) hot pressed and heat treated at 1900°C in Ar, and (c) hot pressed and heat treated at 2000°C in N_2 .

9-259)와 비교하여 보면 hot press방향과 수직인 면은 Miller지수(hkl)에서 l이 0인(100), (200), (210)등이 강하게 나타나며, 반면에 평행한 면은 k가 0인 (101), (201), (301)등이 강하게 나타난다. 이것은 hot press방향에 따라 질화규소의 결정성장에서 방향성을 보여주는 것으로 생각된다.

그림 3은 hot press한 질화규소 시편(Si_3N_4 -4% Y_2O_3 -3% Al_2O_3)에서 hot press만 했을때와 열처리를 했을때의 미세구조 변화를 나타내었

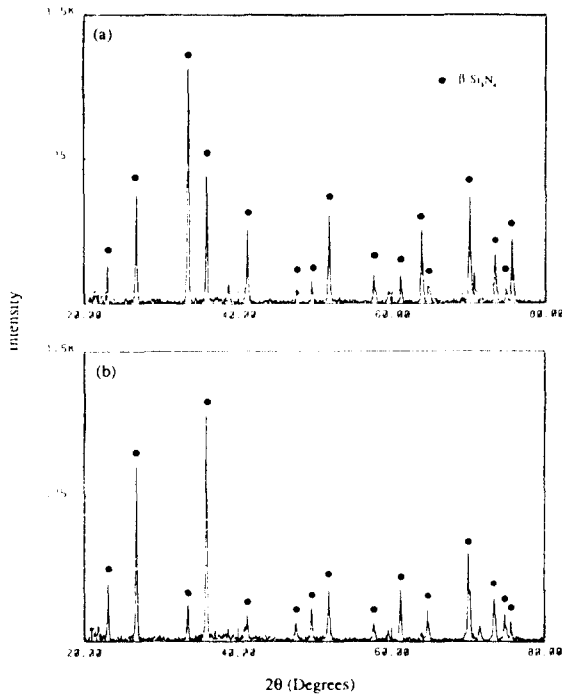


Fig. 2. XRD patterns of Si_3N_4 specimen(S4Y3A) heat treated at 2000°C in N_2 : (a) the area parallel to hot pressing direction, and (b) the area perpendicular to hot pressing direction.

다. 열처리는 질화규소 시편의 분해를 억제하기 위해 20MPa의 가스압중 1900°C 와 2000°C 에서 하였다. 그림에서 나타난 것과 같이 열처리한 시편들은 hot press만 한 시편보다 $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 결정상이 많이 성장한 것을 알 수 있다. 열처리에서 $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 결정상들이 많이 성장하여 서로 엇갈려 배열되어 있으나 interlocking 되어 있는 것은 거의 찾아볼 수 없다. Ar분위기 중 1900°C 에서 열처리한 질화규소가 N_2 분위기중 2000°C 에서 보다 $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 결정상이 더 성장하였다. 이런 결과를 현재의 실험결과만으로 추정하기는 미흡하나 열처리 분위기에 따른 영향이 크게 나타나는 것으로 생각된다.

그림 4는 2000°C 에서 열처리한 네 가지 조성의 질화규소 시편의 SEM 사진을 나타내었다. 열처리한 질화규소 시편중 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-}8\% \text{Y}_2\text{O}_3$ 가 다른 세 조성의 질화규소보다 $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 결정상들이 더 크게 성장하였다. 소결조제로 Y_2O_3 만 첨가한 질화규소가 Y_2O_3 와 Al_2O_3 혹은 MgO 와 SiO_2 를 첨가한 경우보다 고밀도화 시키기

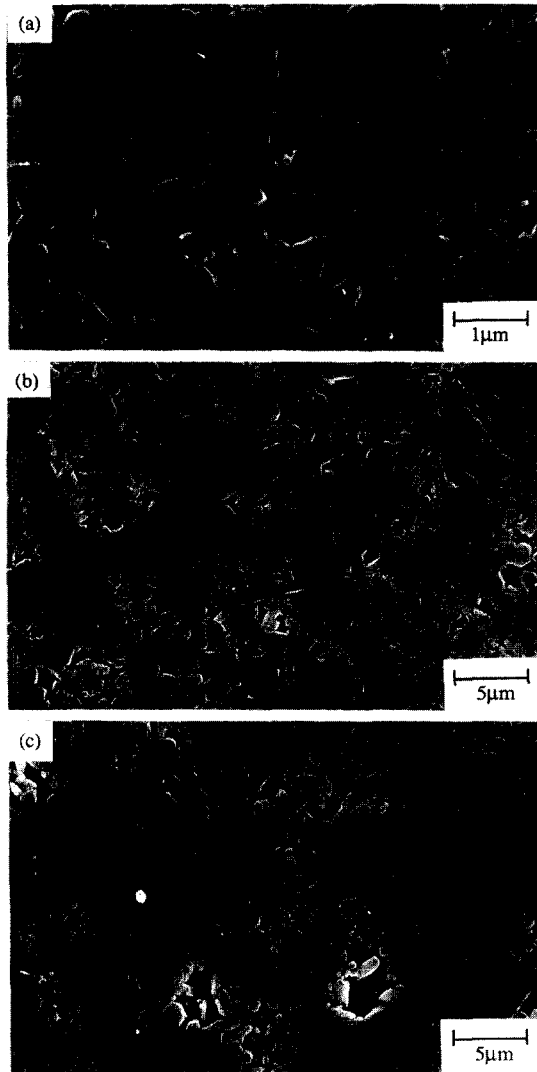


Fig. 3. Scanning electron micrographs of polished and chemically etched surface of S4Y3A specimen : (a) hot pressed, (b) hot pressed and heat treated at 2000°C in N_2 , and (c) hot pressed and heat treated at 1900°C in Ar.

는 더 어려우나 $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 결정성장에는 더 효과가 있다. 본 연구에서 제조한 질화규소 시편들의 밀도, 이론밀도, 평균입도, 파괴강도와 파괴인성을 Table 1에 나타내었다. Hot press만 하거나 열처리까지 한 시편 모두 소결밀도는 거의 변하지 않았으며 이론밀도에 가까운 값을 갖고 있다. 그러므로 이미 hot press에서 치밀화는 거의 이루어졌으며 열처리 과정에

Table 1. Density, image analysis results, fracture strength and fracture toughness of Si_3N_4 specimens.

Specimen	Heat treatment condition	Bulk density (g/cm ³)	Calculated density	Average grain size			σ_f (MPa)	K_{Ic} (MPa·m ^{1/2})
				Area(μm^2)	Length(μm)	Width(μm)		
S8Y	HP(1720°C)	3.21	3.29	0.052	0.363	0.252	1038±122	7.2±0.4
	1900°C/2h	3.28		1.575	2.000	1.583	920±52	8.0±0.4
	2000°C/2h	3.28		1.038	1.562	1.092	650±46	9.8±0.3
S6Y2A	HP(1720°C)	3.24	3.28	0.039	0.312	0.220	986±83	6.4±0.4
	1900°C/2h	3.26		0.643	1.278	0.845	970±121	7.1±0.2
	2000°C/2h	3.24		0.512	1.151	0.755	892±118	8.7±0.5
S4Y3A	HP(1720°C)	3.20	3.26	0.039	0.328	0.251	869±67	5.5±0.6
	1900°C/2h	3.15		0.452	1.049	0.735	928±62	6.3±0.4
	2000°C/2h	3.21		0.363	0.894	0.625	907±82	8.0±0.4
S1M1S	HP(1720°C)	3.10	3.19	—	—	—	1020±110	5.7±0.5
	1900°C/2h	3.21		0.399	0.993	0.748	997±79	7.0±0.2
	2000°C/2h	3.16		0.303	0.858	0.604	822±112	6.9±0.7

서 주로 β - Si_3N_4 결정상들이 성장한 것을 알 수 있다. 그리고 1900°C와 2000°C에서 가스압이 20MPa인 상태에서 열처리를 하였으므로 질화규소의 분해도 0.5wt%미만이였다. 가압소결한 질화규소의 경우, Si_3N_4 -8% Y_2O_3 시편이 가장 높은 파괴강도 값인 1038MPa를 보여주고 있는 반면에 Al_2O_3 를 많이 첨가한 Si_3N_4 -4% Y_2O_3 -3% Al_2O_3 시편은 가장 낮은 파괴강도 값인 869MPa를 나타내는데, 이것은 Y_2O_3 보다는 Al_2O_3 를 첨가할 때 파괴강도 값이 저하된다는 일반적인 결과⁵⁻⁷⁾와 잘 일치하고 있다. 질화규소 불 베어링 소재로 많이 사용되는 Si_3N_4 -1% MgO -1% SiO_2 시편에서는 Si_3N_4 -8% Y_2O_3 시편의 파괴강도 값 정도의 높은 값을 갖는다. 그리고 열처리를 한 질화규소 시편들 중에서 Si_3N_4 -6% Y_2O_3 -2% Al_2O_3 와 Si_3N_4 -4% Y_2O_3 -3% Al_2O_3 시편들은 파괴강도 값이 900MPa 이상을 보여주고 있으나, Si_3N_4 -8% Y_2O_3 시편은 650MPa의 낮은 파괴강도 값을 나타내고 있다. 그러므로 4점 꺾임강도 시험법으로 측정된 질화규소의 파괴강도들은 650~1038MPa범위의 값을 보여주고 있으며, 이 결과는 Larsen과 Adams⁷⁾가 수집한 많은 질화규소의 파괴강도 값들과 매우 유사하다.

파괴인성은 가압소결한 질화규소의 경우에 5.5~7.2MPa m^{1/2}범위의 값을 보여주고 있으며 이 파괴인성 값들은 문헌에 나와 있는 data와

비슷하다. 1900°C에서 열처리를 한 질화규소는 가압소결한 시편보다 파괴인성 값이 10%정도 증가되었으나, 2000°C에서 열처리한 경우에는 35%정도 증가되었다. 특히 2000°C에서 열처리한 Si_3N_4 -8% Y_2O_3 는 9.8MPa m^{1/2}의 파괴인성 값을 보여주고 있다. 소결조제로서의 Y_2O_3 양이 감소할수록 파괴인성 값도 감소하는 경향을 나타내고 있다. 이 파괴인성 값과 미세구조를 비교하여 보면, 높은 파괴인성을 갖는 Si_3N_4 -8% Y_2O_3 는 다른 세 조성보다 β - Si_3N_4 결정상이 더 성장된 것을 알 수 있다(그림 4참조). 그래서 성장된 β - Si_3N_4 결정들이 서로 엇갈려 있고 균열의 진행을 억제하고 있기 때문에 높은 파괴인성을 보여주고 있다. 질화규소의 미세구조를 image analysis를 통해 더 자세히 관찰하였는데 그 결과는 Table 1에 나타나 있다. Table 1에 나타난 평균 입도의 크기를 보면 열처리를 통하여 β - Si_3N_4 결정들이 많이 성장된 것을 알 수 있으며, Si_3N_4 -8% Y_2O_3 가 가장 많이 성장하였고 Si_3N_4 -4% Y_2O_3 -3% Al_2O_3 가 가장 적게 성장하였다. 가압소결한 질화규소에서는 소결조제에 따른 입도크기의 영향은 거의 없는 것 같다. 그러나 그림 3에서 보여준 미세구조 사진과 같이 1900°C에서 열처리한 시편이 2000°C에서 열처리한 것보다 β - Si_3N_4 결정상이 20% 이상 성장된 것을 알 수 있다. 이 결과는 열처리한 분위기에 의한 영향이라고 생각된다.

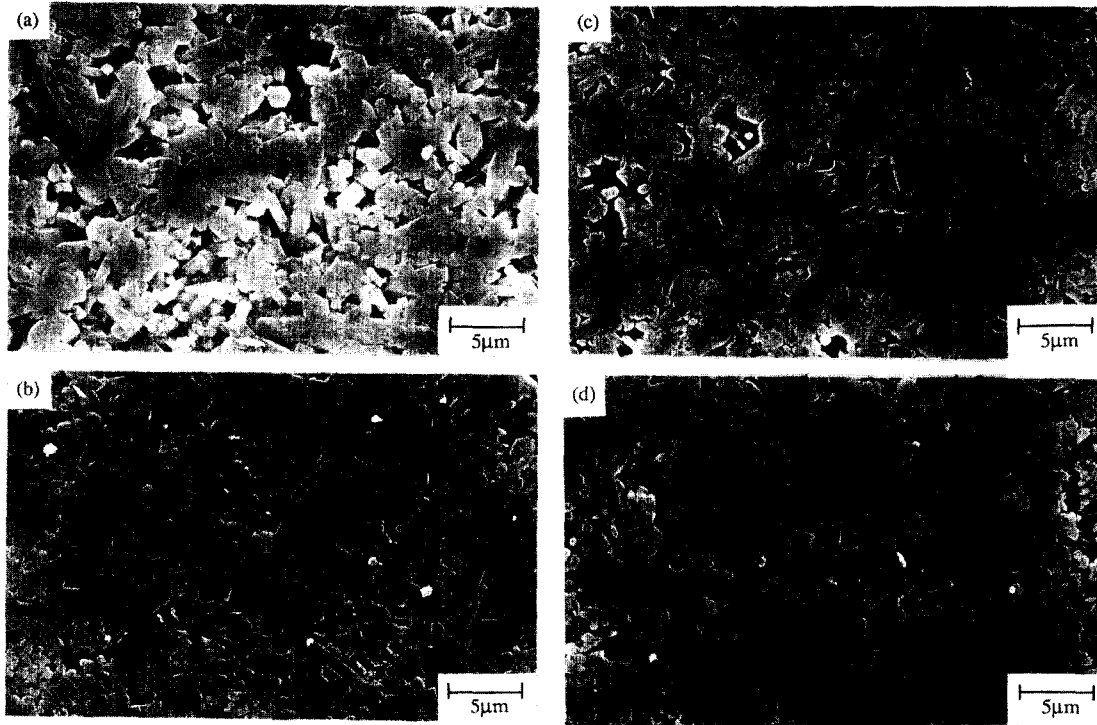


Fig. 4. Scanning electron micrographs of polished and chemically etched surface of (a) S8Y, (b) S6Y2A, (c) S4Y3A, and (d) SIMIS specimens hot pressed and heat treated at 2000°C in N₂.

질화규소의 파괴강도 값들의 열처리 온도에 따른 변화를 그림 5에 나타내었는데, 조성에 따라 두 가지의 경향을 보여주고 있다. Si₃N₄-6% Y₂O₃-2% Al₂O₃와 Si₃N₄-4% Y₂O₃-3% Al₂O₃의 경우에는 1900°C와 2000°C에서 각각 열처리를 하였어도 파괴강도 값이 감소되지 않고 그대로 유지되는 경향을 보여주고 있다. 반면에 Si₃N₄-8% Y₂O₃와 Si₃N₄-1% MgO-1% SiO₂는 열처리를 하면 파괴강도 값이 감소하는 경향을 보이며 특히 2000°C에서 열처리한 Si₃N₄-8% Y₂O₃는 열처리를 하지 않았을때 보다 37% 정도나 감소한 650MPa 정도의 파괴강도 값을 보여주고 있다. 비록 고온에서의 파괴강도 값은 측정하지 않았지만 위의 결과로 보아 Si₃N₄-6% Y₂O₃-2% Al₂O₃와 Si₃N₄-4% Y₂O₃-3% Al₂O₃는 고온에서도 파괴강도 값이 감소하지 않을 것이라고 예측할 수 있다.

그림 6은 N₂분위기에서 가압소결후 열처리한 질화규소 시편에서 β-Si₃N₄결정의 평균 굵기에 따른 파괴인성의 영향을 나타내었다. Selkregg등⁸⁾에 의하면 결정의 평균 굵기가 크면 클수록 파괴인성이 증가된다고 보고있고,

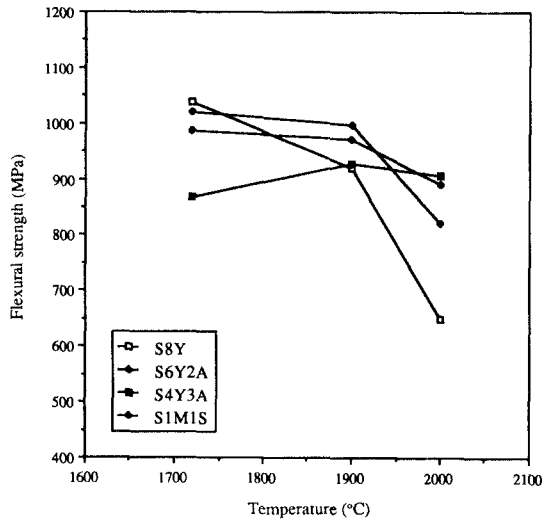


Fig. 5. Flexural strength of Si₃N₄ specimens with heat treating temperature.

본 연구에서의 질화규소 시편들의 평균 grain의 크기가 0.6µm 이상이므로 β-Si₃N₄결정의 굵기가 1µm 이상되는 것들을 조사하여 파괴인

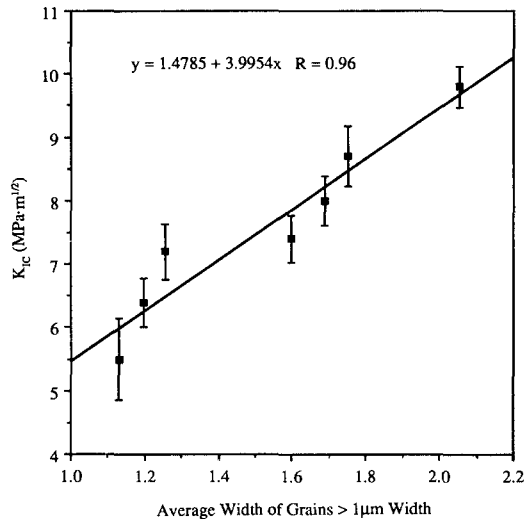


Fig. 6. Influence of average width of grains greater than or equal to $1\mu\text{m}$ on the fracture toughness of various Si_3N_4 specimens.

성과의 관계를 알아 보고자 하였다. 그림 6에서 나타난 것과 같이 파괴인성은 굵기가 $1\mu\text{m}$ 이상인 $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 결정의 평균 굵기와 직선적인 비례관계, $y = 4.0x + 1.5$ 를 보이고 있으며 상관계수는 0.96이다. 일반적으로 질화규소 시편에서 $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 의 평균 굵기를 $2.2\mu\text{m}$ 이상으로 성장시키면 파괴인성이 $10\text{MPa m}^{1/2}$ 이상인 질화규소 소재를 얻을 수 있을 것으로 예상할 수 있다.

4. 결 론

1. 질화규소 소재로 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-}8\% \text{Y}_2\text{O}_3$, $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-}6\% \text{Y}_2\text{O}_3\text{-}2\% \text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-}4\% \text{Y}_2\text{O}_3\text{-}3\% \text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-}1\% \text{MgO}\text{-}1\% \text{SiO}_2$ 의 네 가지 조성을 선정하여 주상모양의 $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 결정상을 성장시켜 파괴인성을 $9.8\text{MPa m}^{1/2}$ 까지 달성하였다.

2. $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-}6\% \text{Y}_2\text{O}_3\text{-}2\% \text{Al}_2\text{O}_3$ 와 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-}4\% \text{Y}_2\text{O}_3\text{-}3\% \text{Al}_2\text{O}_3$ 의 두 Si_3N_4 system에서는 2000°C 에서 열처리한 후에도 파괴강도 ($>900\text{MPa}$)의 감소없이 $8.0\text{MPa m}^{1/2}$ 이상의 파괴인성치를 얻었다.

3. 질화규소의 파괴인성은 $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 결정상의 크기 증가에 따라 직선적으로 증가하는 관계를 갖는다.

감사의 글

본 연구는 1990년 과학기술처의 연구비 지원을 받아, 수행된 특정연구개발사업의 결과로서 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

1. M.L. Torti, "The Silicon Nitride and Sialon Families of Structural Ceramics," pp 161-194 in Structural Ceramics, Edited by J.B. Wachtman Jr., Academic Press, Inc., 1989
2. G.G. Deely, J.M. Herbert, and N.C. Moore, "Dense Silicon Nitride," Powder Metall., **8** (8), 145-51(1961)
3. Y. Oyama and O. Kamigaito, "Solid Solubility of Some Oxides in Si_3N_4 ," Jpn. J. Appl. Phys., **10**(11), 1637(1971)
4. G.E. Gazza, "Hot-Pressed Si_3N_4 ," J. Am. Ceram. Soc., **56**(12), 662(1973)
5. R.W. Rice and W.J. McDonough, "Hot-Pressed Si_3N_4 with Zr-Based Additions," J. Am. Ceram. Soc., **58**(5-6), 264(1975)
6. K. Negita, "Effective Sintering Aids for Si_3N_4 Ceramics," J. Mater. Res. Sci. Lett., **4**, 755-758(1985)
7. D.C. Larsen and J.W. Adams, "Property Screening and Evaluation of Ceramic Turbine Materials," AFWAL-TR-83-4141, Wright Patterson Air Force Base, Ohio, U.S. A.
8. K.R. Selkregg, K.L. More, S.G. Seshardri, and C.H. McMurty, "Microstructural Characterization of Silicon Nitride Ceramics Processed by Pressureless Sintering, Overpressure Sintering, and Sinter HIP," Ceram. Eng. Sci. Proc., **11**(7-8), 603-615(1990)
9. P.J. Whalen, C.J. Gadsaska, and R.D. Silvers, Ceram. Eng. Sci. Proc., **11**(7-8), 633-649(1990)
10. E. Tani, S. Umebayashi, K. Kishi, K. Kobayashi, and M. Nishijima, Am. Ceram. Soc. Bull., **65**(9), 1311-15(1986)
11. C.W. Li, and J. Yamanis, Ceram. Eng. Sci. Proc., **10**(7-8), 632(1989)
12. NKK News, V.30(2), March 1990, NKK Corporation