

공침법에 의한 소결첨가제의 균일혼합이 Si₃N₄ 상압소결체의 기계적 특성에 미치는 영향

김 지 순

울산대학교 재료공학과
(1993년 3월 4일 접수)

Effect of Homogeneous Mixing of Sintering Additives by Cocrecipitation Method on Mechanical Properties of Pressureless-Sintered Si₃N₄

Ji-Soon Kim

Dept. of Mater. Sci. & Eng., University of Ulsan
(Received March 4, 1993)

요 약

Si₃N₄와 소결첨가제를 통상적인 기계적 혼합방법이 아닌 염용액으로부터의 공침방법을 이용하여 혼합함으로써 그에 따른 균일혼합효과가 Si₃N₄ 상압소결체의 기계적 특성에 미치는 영향을 조사하였다. 소결첨가제로서는 3Y₂O₃·5Al₂O₃(YAG) 조성을 택하였으며, 이때 첨가된 양은 전체 조성의 10 mol%가 되도록 하였다. 소결은 0.15 MPa의 질소분위기에서 소결온도 1850°C, 유지시간 30분으로 Si₃N₄ powder bed를 사용하여 행하였다. 기계적 특성으로는 Young's modulus, Vickers hardness, 4점굽힘강도와 파괴인성(K_{IC})을 측정하였다. 혼합방법에 따른 기계적 특성 비교 결과, 탄성율과 경도, 파괴인성치는 모든 시편에서 거의 차이가 없었으나, 굽힘강도와 Weibull 계수는 공침혼합과 기계적 혼합의 경우, 각각 (677±68 MPa, 12.0)과 (539±108 MPa, 5.5)를 나타내어 공침법에 의해 Si₃N₄ 분말을 혼합하였을 때 그 소결체의 강도와 신뢰도가 크게 향상될 수 있음을 확인하였다.

ABSTRACT

Effect of mixing homogeneity in powder mixtures of Si₃N₄ and sintering additive (10 mol% YAG) prepared by cocrecipitation on the mechanical properties of pressureless-sintered body was investigated. Sintering was performed in a graphite furnace at 1850°C for 0.5 h under 0.15 MPa N₂ atmosphere using Si₃N₄ powder bed. Results from the measurement of Young's modulus, Vickers hardness, 4-point-bending strength, and K_{IC} for the cocrecipitation-treated (CP) and the mechanically-mixed specimens (MM) showed that a remarkable improvement in flexural strength and Weibull parameter can be achieved for the CP specimens: (677±68 MPa, 12.0) for CP samples and (539±108 MPa, 5.5) for MM. Other properties were almost same irrespective of preparation methods.

1. 서 론

Si₃N₄는 우수한 열적, 화학적, 기계적 특성으로 인하여 그 활용이 크게 기대되고 있는 재료의 하나이나 세라믹스 특유의 취성에 따른 강도 특성의 낮은 신뢰성 문제로 그 실용화에 제한을 받고 있는 것이 사실이다. Si₃N₄의 기계적 특성저하의 주된 원인으로서의 여타 세라믹스의

경우와 마찬가지로 공정 중 개제되는 재료 내부의 불균일물에서 응력집중이 일어나기 때문이며, Si₃N₄의 공정개선을 통해 결함을 최소화함으로써 기계적 특성의 개선과 신뢰성 및 재현성을 높이는 데에 많은 관심이 모아지고 있다¹⁻⁷.

Si₃N₄는 특유의 강한 공유결합성으로 인하여 고온에서도 극히 낮은 체적확산계수를 갖기 때문에 상압소결의

경우 조밀화를 촉진하는 소결조제가 필수적으로 혼합, 첨가되어야 함은 주지의 사실이다. 그러나, 이러한 분말 준비 과정에서 형성될 수 있는 응집체, 혼입물, 균일하지 못한 혼합 등에 의한 불균일물질들은 조밀화 과정을 포함한 후속공정에서 용이하게 제거될 수 없으므로, 최근에는 소위 ‘무결함 공정(defect-free processing)’의 중요성이 더욱 강조되고 있다. 특히, 소결첨가제의 불균일혼합은 조밀화 과정을 통하여 미세조직의 형성에 영향을 미침으로써 기계적 특성의 변화를 가져올 것임을 쉽게 예상할 수 있으며, 이러한 영향은 상용 Si_3N_4 원료분말의 입도 미세화 및 고순도화와, Si_3N_4 소결체의 고온강도 저하 문제 해결을 위해 불가피하다 할 수 있는 소결첨가제 양의 최소화 경향으로 말미암아 더욱 심화될 것으로 사료된다. 이와같은 전지에서, 소결첨가제를 통상적인 기계적 방법보다 우수한 화학적 방법으로 균일하게 혼합하여 Si_3N_4 의 소결성 및 기계적 특성을 향상시키고자 하는 연구가 이미 다수 발표되어온 바 있으며⁸⁻¹³⁾, 본 연구자 등에 의해서도 염용액으로부터 산화물첨가제($3\text{Y}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{Al}_2\text{O}_3$, YAG)를 공침시켜 Si_3N_4 분말과 혼합시킴으로써 분말표면의 퍼복효과를 동시에 얻을 수 있는 가능성이 조사된 바 있다¹⁴⁾. 이 연구결과에 의하면, 소결첨가제가 각각 공침방법과 기계적 혼합방법으로 첨가되었을 때, 공침법을 사용한 경우에 보다 높은 소결밀도와 균일한 미세조직을 얻을 수 있었으며, 특히 공침혼합에 따른 균일혼합효과는 적은 양의 소결조제가 첨가되는 경우에 더욱 뚜렷한 것을 확인하였다. 이러한 결과는 공침법에 의한 소결첨가제의 균일혼합이 소결성과 미세조직 개선과 함께 기계적 특성의 향상을 수반할 것임을 쉽게 예상케 하였으며, 따라서 본 연구에서는 통상적인 기계적 혼합에 비하여 공침법에 의해 소결첨가제를 혼합하였을 때 그 균일혼합효과가 Si_3N_4 상압소결체의 기계적 특성에 미치는 영향을 조사하고자 하였다.

2. 실험방법

실험에 사용된 Si_3N_4 분말은 독일 H.C. Starck사의 LC-12S 분말이었으며, 제조회사로부터 제공된 분말특성 조사결과를 Table 1에 나타내었다. 소결첨가제로서는 $3\text{Y}_2\text{O}_3$

$\cdot 5\text{Al}_2\text{O}_3$ (YAG) 조성을 택하였으며, 그 양은 전체 조성의 10 mol%가 되도록 첨가하였다. 분말혼합을 위해서는 통상적인 기계적 혼합(MM, mechanical mixing)과 염용액으로부터의 공침법(CP, coprecipitation) 등 두가지 방법을 사용하였다.

기계적 혼합은 아트리터내에서 총 500 g의 Si_3N_4 분말과 Y_2O_3 (Ventron사), Al_2O_3 (Alcoa사, A-16) 분말을 직경 3 mm의 Si_3N_4 ball과 Isopropanol을 사용하여 1000 rpm의 회전속도로 4시간 동안 행하였다. 혼합된 분말 슬러리는 32 μm sieve를 통과시킨 후 70°C로 유지된 오븐내에서 24시간 동안 건조하였다. 건조된 혼합분말은 160 μm sieve를 통과시켜 단단한 분말응집체의 제거와 조립화(granulation)효과를 피하였다.

공침법에 의한 분말혼합을 위해서는 6 mol/l 암모니아 용액내에 500 g의 Si_3N_4 분말을 투입, 교반하여 현탁액을 제조한 후, 계속 교반시켜 주면서 계산된 양의 0.5 mol/l $\text{Y}(\text{NO}_3)_3$ 와 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 의 혼합염용액을 분무하였다. 공침반응이 완료된 현탁액은 진공 여과장치를 이용하여 분말과 액체를 분리하였으며, 이때 증류수와 메틸알콜을 사용한 세척을 병행하였다. 여과 및 세척이 끝난 혼합분말 cake은 60°C로 유지한 오븐내에서 72시간 건조하여, 다시 120°C에서 1.5시간 동안 건조시켜 분쇄한 후 각각 700°C와 900°C에서 질소분위기에서 1시간 동안 하소하였다. 건조 및 하소 중 형성된 응집체는 아트리터내에서 1.5시간 동안 기계적 혼합방법과 동일한 조건으로 미분쇄하여 파괴하였다.

준비된 혼합분말은 실리콘 고무몰드에 채워 정수압성 형기를 사용하여 200 MPa의 압력으로 10×18×70 mm³ 크기의 직육면체 막대모양으로 성형하였으며, 이때 성형체밀도는 혼합물에 의해 얻어진 이론밀도(3.29 g/cm³)의 약 56%인 1.83~1.85 g/cm³이었다. 성형체의 소결은 Si_3N_4 powder bed를 사용하여 graphite를 발열체로 한 고온로내에서 1000°C까지는 50°/min, 1000°C부터 소결 온도까지는 10°/min으로 승온하여 소결온도 1850°C, 유지시간 30분으로 행하였으며, 소결온도에서의 질소가스 분위기 압력은 0.15 MPa이 되도록 조절하였다. 얻어진 소결체의 밀도는 이론밀도치의 약 98%인 3.21~3.23 g/cm³이었다.

Table 1. Characteristics of Si_3N_4 Powders Used

Element (wt.%)							α-fraction (%)	BET surface area (m ² /g)
Si	N	O	C	Fe	Al	Ca		
59.35	38.43	1.98	0.19	0.006	0.038	0.004	≈ 95	19.7

Table 2. Results of SIMS Analysis for Compositions on the Surface and in the Matrix of Si₃N₄ Powder Mixtures¹⁴⁾

Preparation	Additive content	Surface (wt.%)			Matrix (wt.%)			K-factor
		Al ₂ O ₃	Y ₂ O ₃	Si ₃ N ₄	Al ₂ O ₃	Y ₂ O ₃	Si ₃ N ₄	
MM	5 mol%	4.1	2.6	93.3	3.0	1.0	96.0	2
CP	5 mol%	24.0	18.2	57.8	2.9	2.4	94.7	13
	10 mol%	33.7	39.0	27.3	8.3	9.5	82.5	12

소결된 시편은 두께 4 mm의 판상으로 가공하여 Ultrasonic pulse echo technique에 의해 Poisson's ratio와 Young's modulus를 구하였다. 영을 측정이 끝난 시편은 4점굽힘강도 측정을 위해 3×4×50 mm³의 크기로 가공하여 인장이 걸리는 면을 1 μm까지 다이아몬드 페이스 트로 연마한 후 모서리를 SiC 연마지상에서 손작업으로 제거하였다. 굽힘강도 측정은 상부와 하부 span의 길이를 각각 20과 40 mm로 하여 모든 시편에 대해 하중속도 5 mm/sec로 최소 20개의 시편에 대해 행하여 평균값과 표준편차, Weibull 계수를 구하였다. 파괴인성(K_{IC}) 측정을 위해서는 ISB(Indentation-Strength in Bending) 방법을 사용하였으며, 300 N의 하중으로 Vickers 압흔을 부여한 시편에 대해 span 길이 12 mm의 3점굽힘강도를 행하여 최소 10개의 시편으로부터 얻은 값의 평균값과 편차를 구하였다. 소결체의 미세조직과 파단면 관찰은 SEM과 광학현미경 등을 사용하여 행하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 공침처리 혼합분말의 혼합균일성

공침처리된 Si₃N₄ 혼합분말의 혼합균일성에 대한 본 연구자 등의 SIMS(Secondary Ion Mass Spectrometry) 조사 분석결과에 의하면¹⁴⁾, 4보다 큰 값을 나타낼 때 피복이 이루어진 것으로 평가하는 '피복계수(Coating Parameter 또는 K-Factor)' 값이¹⁵⁾, 기계적 혼합방법에 비해 공침법을 사용한 경우 월등히 높은 것으로 나타나, 공침법에 의해 소결조제를 첨가하여 균일혼합을 이룰 수 있음을 확인하였다. Table 2는 이 연구결과 중 일부를 나타낸 것으로써, 5 mol%와 10 mol% YAG가 공침법으로 첨가된 경우(CP)와 5 mol%의 YAG를 기계적으로 첨가한 경우(MM)의 Si₃N₄ 혼합분말의 표면과 내부의 조성분석 결과를 제시하였다. 표에서 알 수 있는 바와 같이, MM 분말의 경우 분말표면과 내부의 조성에 차이가 거의 없는 반면, 공침법의 경우에는 분말표면의 Al₂O₃와 Y₂O₃ 조성이 기계적 혼합법에 비해 매우 높아 첨가된 YAG가 Si₃N₄ 분말표면에 피복된 형태로 분포하고 있음을 알 수

Table 3. Young's Modulus and Vickers Hardness for Si₃N₄ with 10 mol% YAG After Pressureless-Sintering at 1850°C for 0.5 hr

Property	CP7	CP9	MM
Young's Modulus (GPa)	270	275	278
H _v (GPa)	12.6	12.6	12.7

있다.

3.2. 탄성율과 경도

탄성율은 ultrasonic pulse echo overlap technique을 사용하여 다음 식으로부터 구하였다¹⁶⁾.

$$v = \frac{(C_l/C_t)^2 - 2}{2(C_l/C_t)^2 - 2} \quad (1)$$

$$E = \frac{C_l^2 \rho (1 + \nu)(1 - 2\nu)}{1 - \nu} \quad (2)$$

여기서 ν 와 E 는 Poisson's ratio와 Young's modulus, C_l 과 C_t 는 각각 longitudinal과 transverse sound velocity, ρ 는 시편의 밀도를 나타낸다.

Table 3에 나타낸 바와 같이 측정된 Young's modulus값과 Vickers 경도값은 각각 270~278 GPa과 12.6 GPa을 보였으며, 혼합방법에 따른 차이는 거의 확인할 수 없었다. 이는 Si₃N₄의 탄성율이 입계상의 체적분율과 기공도, α 와 β 상의 상대분율 등에 의해 결정된다는 점에서 쉽게 설명될 수 있다^{17,18)}. 즉, 본 실험에 사용된 소결첨가제의 양은 모든 시편에 대해 동일하였으므로 입계상의 양 역시 모든 시편에 대해 동일할 것으로 사료되며, 소결밀도 역시 이론밀도의 98±0.4%로서 큰 차이를 보이지 않았다. 또한 소결체에 대한 XRD에 의한 상분석 결과는, 혼합방법에 상관없이 Si₃N₄ 원료분말의 대부분을 차지하고 있던 α 상이 소결 후 100% β 상으로 변환되었음을 나타내었다. 따라서, 위에서 언급한 바 있는 탄성율 결정인자 모두가 본 실험에서의 시편에 대해 동일하였으므로 혼합방법에 따른 영률과 경도의 차이가 작을 수 밖에 없었을 것으로 사료된다. Yeheskel 등¹⁹⁾은

Table 4. 4-Point Flexural Strength, Weibull Parameter and Fracture Toughness for Si₃N₄ with 10 mol% YAG after Pressureless-Sintering at 1850°C for 0.5 hr

Property	CP7	CP9	MM
Flexural Strength (MPa)	677±68	548±77	539±108
Weibull parameter	11.97	8.81	5.48
K _{Ic} (MPa·m ^{1/2})	5.86±0.11	5.84±0.16	5.90±0.17

입계상의 영향을 고려치 않을 때의 기공도와 α/β 비에 따른 Si₃N₄의 탄성을 변화를 다음과 같이 제시한 바 있다.

$$E_{Si_3N_4} = C_{\alpha/(\alpha+\beta)} E_{\alpha}(1-2.0P) + C_{\beta/(\alpha+\beta)} E_{\beta}(1-3.3P) \quad (3)$$

여기서 $C_{\alpha/(\alpha+\beta)}$, $C_{\beta/(\alpha+\beta)}$ 는 α와 β상의 분율, E_{α} 와 E_{β} 는 α와 β상의 이론적인 Young's modulus로서 각각 362 GPa과 312 GPa로 주어졌으며, P는 시편의 기공도를 나타낸다. 본 실험에서 얻어진 소결체 데이터를 윗식에 적용시킬 경우(α 분율=0, β 분율=1, 기공도=0.02), 탄성율은 291 GPa로서 실제 측정치 270 GPa보다 20 GPa 정도 높은 값이 구해지는데, 이는 조밀화 과정 중 형성된 액상이 낮은 탄성율을 갖는 입계상으로 존재하고 있기 때문일 것으로 사료된다¹⁹⁾.

3.3. 4점 굽힘강도와 Weibull 계수

앞의 절에서 살펴본 탄성율과 경도는 혼합방법에 관계없이 모든 시편이 거의 동일한 값을 나타내었으나, 4점 굽힘강도와 Weibull 계수는 공침법을 사용하였을 때 기계적 혼합의 경우에 비해 크게 향상되었음을 확인하였다 (Table 4). 기계적으로 혼합한 분말소결체(MM)의 평균 4점굽힘강도값은 539 MPa의 가장 낮은 값을 보였으며, 그 편차는 108 MPa로 20%에 달하여 Weibull 계수 역시 가장 낮은 5.48을 나타내었다. 공침처리 후 900°C에서 하소한 혼합분말의 경우(CP9)는 평균강도 548 MPa, 편차 77 MPa(14%)로 강도특성면의 개선은 그다지 만족스럽지 않았으나, Weibull 계수는 8.81로서 특성의 신뢰도 면에서 MM 시편의 경우에 비해 개선된 결과를 보여주었다. 이상의 시편들과는 달리, 공침처리 후 700°C에서 하소한 혼합분말소결체(CP7)에서는 높은 굽힘강도와 낮은 편차(677±68 MPa, 10%), 월등히 높은 Weibull 계수(11.97) 등의 우수한 기계적 특성을 얻을 수 있었다. 4점굽힘강도 측정으로부터 얻어진 강도 data를 Weibull diagram에 ($\ln \ln(1/(1-P))$ vs. $\ln \sigma$)로 도시하였으며(Fig. 1), 이와같은 혼합방법에 따른 강도특성의 차이는 다음 절에서 기술할 소결체의 미세조직과 파단면의 관찰 결과와 연관하여 설명할 수 있었다.

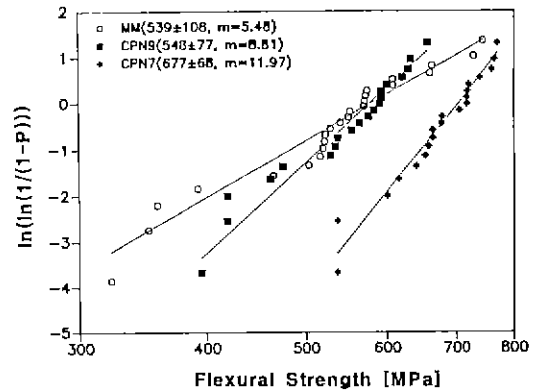


Fig. 1. Weibull diagram for CP7, CP9 and MM specimens.

3.4. 미세조직과 파단면 관찰

혼합방법에 따라 4점굽힘강도 및 Weibull 계수의 차이가 나타나는 이유를 설명하기 위해 미세조직과 파단면에 대한 관찰을 행하였다. Fig. 2는 소결체의 미세조직을 plasma-etching한 후 SEM으로 관찰한 사진으로써, 공침법으로 처리된 시편(CP9)이 기계적으로 혼합시킨 경우(MM)에 비해 상대적으로 미세하고 균일한 β상의 조직을 갖고 있음을 알 수 있다. 이는 공침법에 의한 혼합의 경우 소결첨가제가 보다 균일하게 혼합되어, 소결중 형성된 액상이 시편 전체에 고르게 분포됨으로써 기계적 혼합의 경우에 생길 수 있는 β상의 국부적인 재석출과 성장이 억제되었기 때문으로 생각된다.

굽힘강도 측정에 앞서 시편의 인장응력이 걸리는 연마면의 표면상태를 광학현미경으로 조사한 결과에 의하면(Fig. 3(a)-(d)), CP7 시편의 경우에는 매우 미세한 기공이 시편 전체에 균일하게 분포되어 있음을 알 수 있으며, MM 시편의 경우 역시 기공의 분포는 비교적 고른 편이나 그 크기가 CP7에 비해 크다는 것을 알 수 있다. 가장 바람직하지 못한 표면상태는 CP9 시편에서 관찰되고 있으며 앞의 두 시편들에서 볼 수 있었던 미세기공 외에도 50 μm 이상의 크기를 가진 결함들이 국부적으로

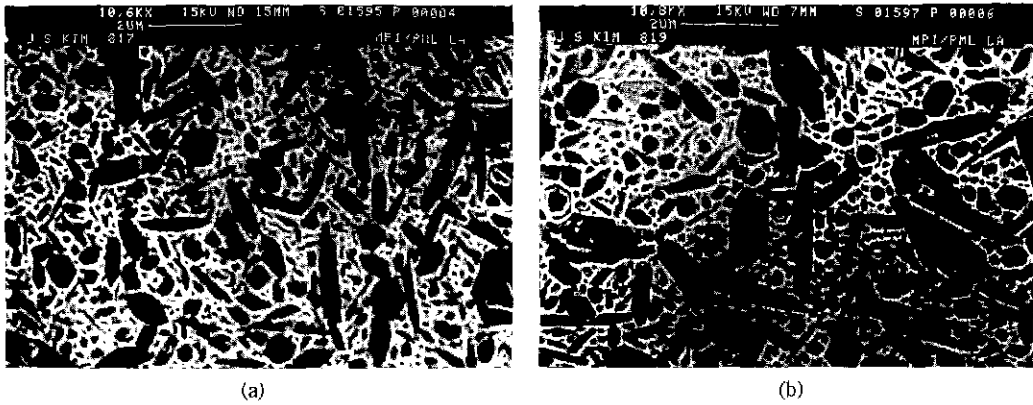


Fig. 2. SEM images of plasma-etched Si₃N₄ specimens containing 10 mol% YAG after pressureless-sintering at 1850°C for 0.5 h: (a) CP9 and (b) MM.

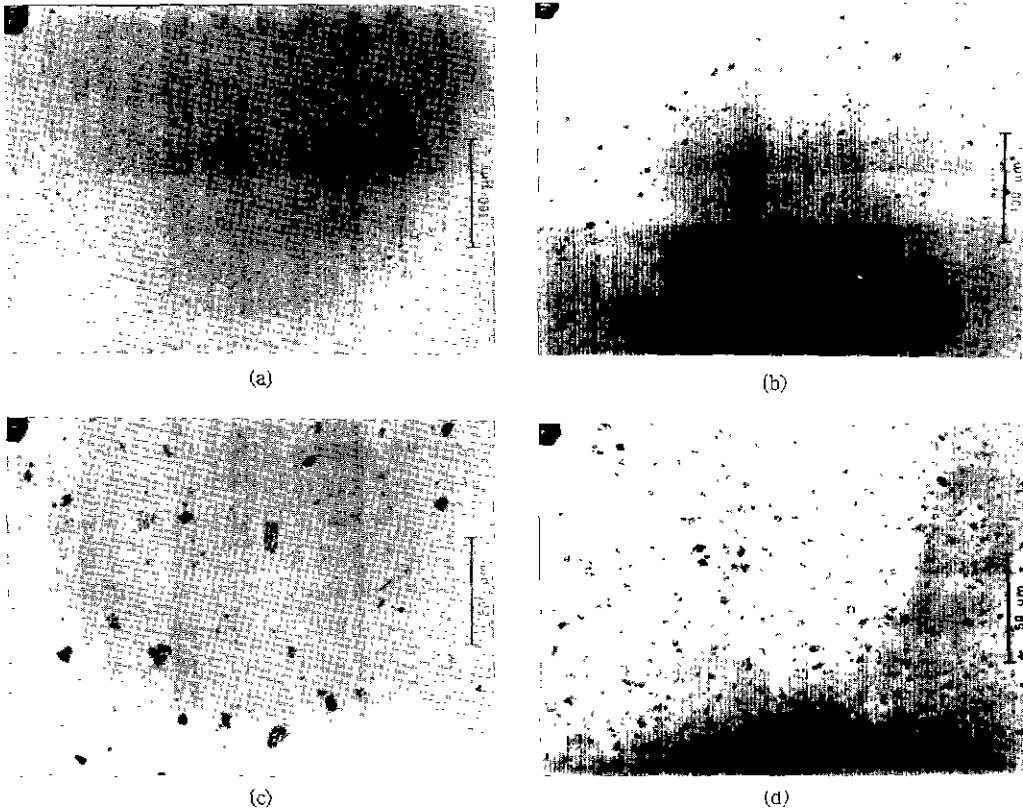


Fig. 3. As-polished surfaces of bending test specimens observed with optical microscope: (a) CP7, (b) MM and (c)-(d) CP9.

존재하고 있음을 알 수 있다. 이 결함 중의 하나를 확대하여 관찰한 결과를 Fig 3(d)에 제시하였다. 이와 같은 결함의 발생원인으로서 공침처리에 의해 Si₃N₄ 입자

표면에 형성된 미세한 hydroxide precipitate들에 의해 이들로 피복된 Si₃N₄ 입자들간에 agglomeration이 이루어졌을 가능성을 생각할 수 있으며, 특히 수십 nm의

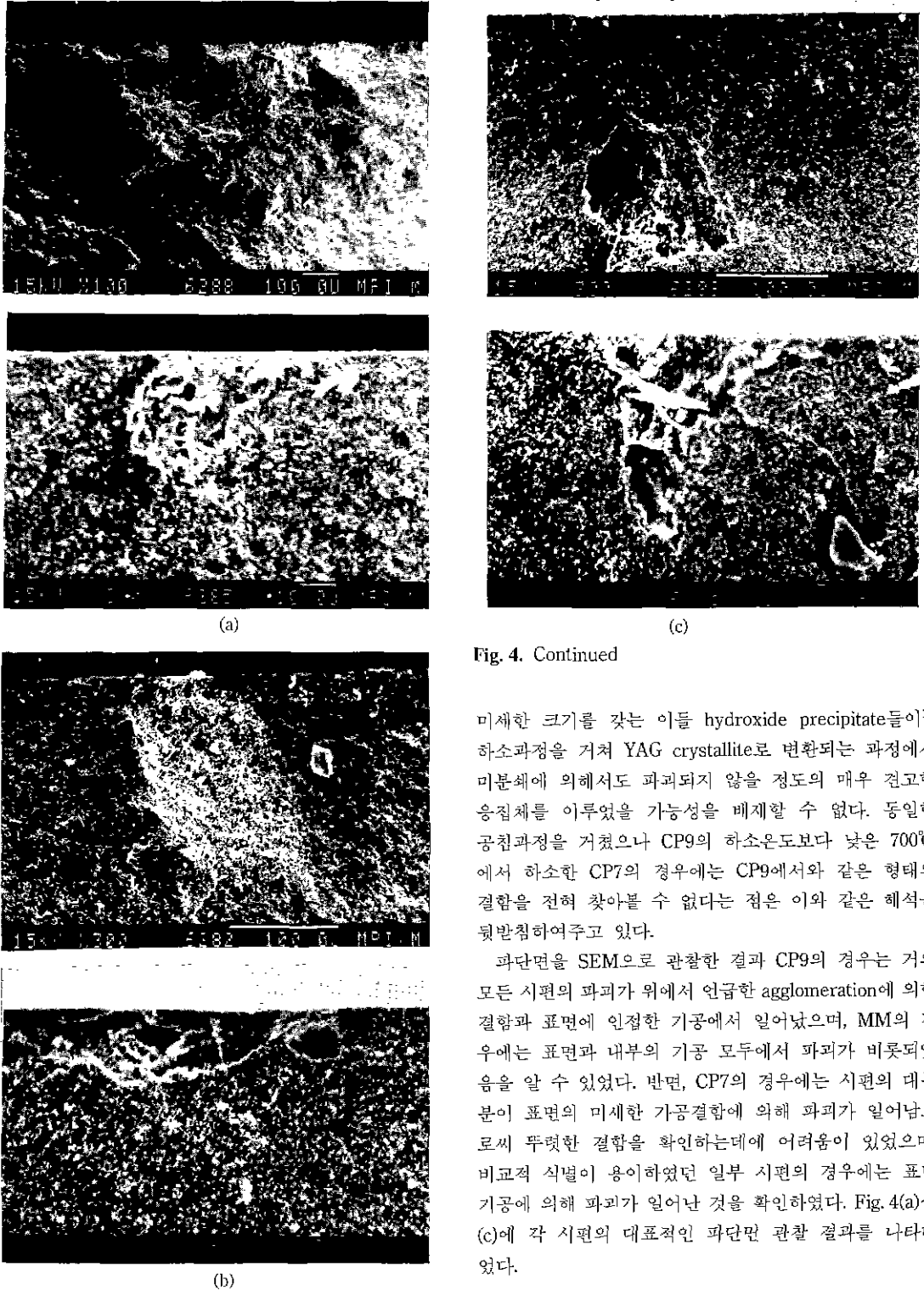


Fig. 4. Continued

미세한 크기를 갖는 이들 hydroxide precipitate들이¹⁰ 하소과정을 거쳐 YAG crystallite로 변환되는 과정에서 미분쇄에 의해서도 파괴되지 않을 정도의 매우 견고한 응집체를 이루었을 가능성을 배제할 수 없다. 동일한 공침과정을 거쳤으나 CP9의 하소온도보다 낮은 700°C에서 하소한 CP7의 경우에는 CP9에서와 같은 형태의 결함을 전혀 찾아볼 수 없다는 점은 이와 같은 해석을 뒷받침하여주고 있다.

파단면을 SEM으로 관찰한 결과 CP9의 경우는 거의 모든 시편의 파괴가 위에서 언급한 agglomeration에 의한 결함과 표면에 인접한 기공에서 일어났으며, MM의 경우에는 표면과 내부의 기공 모두에서 파괴가 비롯되었음을 알 수 있었다. 반면, CP7의 경우에는 시편의 대부분이 표면의 미세한 가공결함에 의해 파괴가 일어났으므로 뚜렷한 결함을 확인하는데에 어려움이 있었으며, 비교적 식별이 용이하였던 일부 시편의 경우에는 표면 기공에 의해 파괴가 일어난 것을 확인하였다. Fig. 4(a)~(c)에 각 시편의 대표적인 파단면 관찰 결과를 나타내었다.

3.5. 파괴인성

Fig. 4. Typical flaws observed with SEM: (a) CP7, (b) CP9 and (c) MM.

Table 4에 나타난 바와 같이 파괴인성치는 CP7, CP9, MM의 경우 각각 5.86, 5.84, 5.90으로 혼합방법에 따른 차이를 거의 확인할 수 없었으며 이에 대한 설명은 다음과 같이 주어질 수 있다.

이상적인 탄성파괴의 경우 파괴인성은 탄성율과 파면의 표면에너지가 변함에 따라 달라질 수 있으며($K_{Ic} = \sqrt{2E\gamma}$), 표면에너지는 다음과 같이 세분된 형태로 바꾸어 쓸 수 있다²⁰.

$$\gamma = S\gamma_1 + \gamma_2 + \gamma_3 + \gamma_4 \quad (4)$$

여기서 γ_1 은 파단면이 완전한 평면을 이루었을 경우의 파면에너지, S는 평면이 아닌 불균일 파면에 따른 형상인자, γ_2 는 균열 선단에서의 소성변형에너지, γ_3 는 파괴시 소리 및 광의 형태로 소모된 에너지, γ_4 는 섬유상 또는 분산상 등에 의한 강화가 있을시의 흡수에너지를 의미한다. 본 연구에서는 강도측정이 상온에서 빠른 하중속도로 행하여졌으며, 섬유 또는 분산상에 의한 강화는 없었으므로 결국 첫번째 항만이 고려의 대상이 될 것이다. 형상인자 S의 경우에는 특히 Si_3N_4 의 경우 aspect ratio가 큰 β 상 입자의 crack deflection에 의해 영향을 받을 것으로 예상된다. 실제로 여러 연구자들의 연구에서 β 상 입자의 분율과 aspect ratio를 적절히 변화시켜 줌으로써 높은 K_{Ic} 값을 얻을 수 있었으며, 원료 Si_3N_4 분말의 α/β ratio 및 β - Si_3N_4 의 aspect ratio와 분율, 파괴인성간에 연관성이 있음이 보고된 바 있다^{18,20,21}. 본 실험에서는 모든 시편에 대해 동일한 원료분말이 사용되었고, 소결 후 모든 α 상이 β 상으로 변태되었으며, 앞서 Fig. 2에서 이미 살펴본 바와 같이 혼합방법에 따른 aspect ratio의 차이가 그리 크지 않았으므로 $S\gamma_1$ 차이에 따른 파괴인성치의 차이를 확인할 수 없었을 것으로 사료된다.

4. 결 론

공침법을 이용하여 Si_3N_4 와 소결첨가제(10 mol% YAG)를 균일하게 혼합함으로써 Si_3N_4 소결체의 기계적 특성을 향상시킬 수 있었다. 특히 4점굽힘강도와 Weibull 계수는 공침법에 의한 혼합의 경우가 통상적인 기계적 혼합에 대해, 각각 (677 ± 68 MPa : 539 ± 108 MPa)과 (11.97 : 5.48)로 나타나 평균강도와 그 편차, 특성의 신뢰도 면에서 모두 우수함을 확인하였다. Young's modulus와 Vickers hardness, K_{Ic} 는 혼합방법에 따른 차이를 보이지 않았으며, 이는 모든 시편에 대해 기공도와 입계상의 양, β 상의 분율 및 aspect ratio 차이가 이들 특성에 영향을

미칠 만큼 크지 않았기 때문으로 사료된다.

감사의 글

본 연구는 1991년도 교육부 지원 한국학술진흥재단의 지방대육성과제 학술연구조성비에 의해 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

REFERENCES

1. F.F. Lange, "Powder Processing Science and Technology for Increased Reliability," *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**, 3-15 (1989).
2. A.G. Evans, "Structural Reliability: A Processing-Dependent Phenomenon," *J. Am. Ceram. Soc.*, **65**, 127-137 (1982).
3. M. Paulus, "Physical and Chemical Parameters Controlling the Homogeneity of Fine Grained Powders and Sintering Materials," pp. 17-31 in *Processing of Crystalline Ceramics*, Ed. by H. Palmour III., R.F. Davis and T.M. Hare, Plenum Press, New York, 1978.
4. D.W. Johnson, "Nonconventional Powder Preparation Techniques," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **60**, 221-224 and 243 (1981).
5. A. Bleier, "The Science of the Interaction of Colloidal Particles and Ceramic Processing," pp. 1-12 in *Emergent Process Methods for High Tech Ceramics*, Ed. by H. Palmour III., R.F. Davis and R.L. Porter, Plenum Press, New York, 1984.
6. A. Roosen and H. Hausner, "Techniques for Agglomeration Control During Wet-Chemical Powder Synthesis," *Adv. Ceram. Mater.*, **3**, 131-137 (1988).
7. P. Greil, "Processing of Silicon Nitride Ceramics," *Mater. Sci. Eng.*, **A109**, 27-35 (1989).
8. T.M. Shaw and B.A. Pethica, "Preparation and Sintering of Homogeneous Silicon Nitride Green Compacts," *J. Am. Ceram. Soc.*, **69**, 88-93 (1986).
9. M. Mitomo, T. Shogai, H. Yoshimatsu, and Y. Kitami, "Preparation of Sialon Powder from Alkoxides," *J. Ceram. Soc. of Japan*, **93**, 364-369 (1985).
10. M. Mitomo and Y. Yoshioka, "Preparation of Si_3N_4 and AlN Powders from Alkoxide-Derived Oxides by Carbothermal Reduction and Nitridation," *Adv. Ceram. Mater.*, **2**, 253-256 (1987).
11. M. Mitomo, M. Takeuchi and M. Ohmasa, "Preparation of α -Sialon Powders by Carbothermal Reduction and Nitridation," *Ceram. Int.*, **14**, 43-48 (1988).
12. K. Kishi, S. Umebayashi, R. Pompe, and M. Persson, "Interaction of Aluminum-Iso-Propoxide Solution and Si_3N_4 Powder," *J. Ceram. Soc. of Japan*, **96**, 698-701

- (1988).
13. M. Kulig, W. Oroshin and P. Greil, "Sol-Gel Coating of Silicon Nitride with Mg-Al Oxide Sintering Aid," *J. Europ. Ceram. Soc.*, **5**, 209-217 (1989).
 14. J.S. Kim, "Homogeneous Mixing of Si_3N_4 with Sintering Additives by Coprecipitation Method," To be published.
 15. Wickel, Franz and Schoenfelder, "Verfahren zur Herstellung von ingenieurkeramischen Pulvern mit Additiven," DEA 3637506 A1, 1986.
 16. D.I. Crecraft, "Ultrasonic Instrumentation: Principles, Methods and Applications," *J Phys. E: Sci. Instrum.*, **16**, 181 (1983).
 17. O. Yeheskel and Y Gefen, "The Effect of the α -Phase on the Elastic Properties of Si_3N_4 ," *Mater. Sci. Eng.*, **71**, 95-99 (1985)
 18. K. Ueno, "Microstructure Dependence of Fracture Toughness and Hardness of Silicon Nitride," *J. Ceram. Soc. of Japan*, **97**, 85-87 (1989).
 19. D.R. Messier and A. Broz, "Microhardness and Elastic Moduli of Si-Y-Al-O-N Glasses," *J. Am. Ceram. Soc.*, **65**, C123 (1982).
 20. T. Nishioka, K. Matsunuma, Y. Kuwagaki, Y. Takano, M. Higuchi, M. Honda, and M. Miyake, "Development of a High-Strength Si_3N_4 Sintered Body," Sumitomo Electric Technical Review, **23**, 262-268 (1990).
 21. F.F. Lange, "Fracture Toughness of Si_3N_4 as a Function of the Initial α -Phase Content," *J. Am. Ceram. Soc.*, **62**, 428-430 (1979).