

질화규소의 소결 및 기계적 특성에 미치는 소결첨가제 혼합방법의 영향

김지순

울산대학교 재료공학과

(1993. 3. 5. 접수)

Effect of Mixing Method of Sintering Additives on the Sintered and Mechanical Properties of Si_3N_4

Ji - Soon Kim

Dept. of Mater. Sci. & Eng., University of Ulsan, Ulsan 680-749, Korea

(Received Mar. 5, 1993)

요약 : 소결첨가제 ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{Y}_2\text{O}_3$, YAG)를 질화규소에 공침방법으로 첨가하여, 통상적인 기계적 혼합 방법으로 준비된 혼합분말에 대한 혼합균일성과 소결 및 기계적 특성을 조사, 비교하였다. 준비된 혼합분말들을 SIMS를 사용하여 분말 표면과 내부의 조성을 비교분석한 결과, 공침법을 사용할 경우 소결첨가제가 Si_3N_4 표면에 피복된 상태로 존재하고 있음을 나타내어 기계적 혼합에 비해 우수한 균일혼합효과를 얻을 수 있음을 확인하였다. 공침법에 의한 균일혼합효과는 Si_3N_4 분말소결체의 소결밀도 및 미세구조의 개선을 수반하여 기계적 강도의 향상을 이룰 수 있음을 확인하였다.

Abstract : Si_3N_4 powders were mixed with sintering additives ($3\text{Y}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{Al}_2\text{O}_3$, YAG) by coprecipitation method. Mixing homogeneity, sintered and mechanical properties of coprecipitation-mixed powder compacts were compared with those of mechanically-mixed ones. SIMS-analysis for composition on the surface and in the matrix of prepared powder mixtures showed that the added YAG exists mainly on the Si_3N_4 powder surfaces in a form of coating. From this result it could be concluded that coprecipitation method is superior to mechanical mixing in the mixing homogeneity. This mixing homogeneity can accompany an improvement in sintered density, microstructure and consequently the mechanical properties of sintered bodys.

Key words : Si_3N_4 , Mixing, Sintering additives, Coprecipitation Method.

1. 서론

열적, 화학적, 기계적 특성 등이 우수하여 고온 내열 구조재료로서의 활용이 크게 기대되고 있는 Si_3N_4 는 세

라믹스 특유의 취성으로 인한 강도 특성의 낮은 신뢰성 문제로 그 실용화가 지연되고 있음은 잘 알려져 있는 바이다. Si_3N_4 의 기계적 특성의 낮은 신뢰도는 여타 세라믹스의 경우와 마찬가지로 공정 중 개재되는 재료

내외부의 불균일물들에서 응력집중이 일어나기 때문이며, Si_3N_4 의 제반 공정개선을 통해 결함을 최소화함으로써 기계적 특성의 개선과 신뢰성 및 재현성을 높이는 데에 많은 관심이 모아지고 있다.¹⁻⁷

Si_3N_4 는 특유의 강한 공유결합성과 그에 따른 낮은 체확산계수로 인하여⁸ 소결첨가제의 첨가 없이는 조밀화가 어려운 난소결성 재료로서, 소결첨가제가 첨가되는 과정에서 단단한 응집체, 혼입물, 균일하지 못한 혼합 등에 의한 불균일물들이 형성되어 후속되는 성형 및 조밀화 과정에서 용이하게 제거되지 않을 경우, 이들이 소결체의 기계적 성질에 부정적인 영향을 미침은 여러 연구자들에 의해 보고된 바 있다.^{3,5,7,9,10} 특히, 소결첨가제의 불균일혼합은 소결과정에 ‘국부적인 조밀화(local densification)’ 등에 의해 미세조직의 형성에 부정적인 영향을 미침으로써 기계적 특성의 저하를 수반할 것으로 사료된다.

본 연구에서는 Si_3N_4 원료분말과 소결첨가제를 각각 통상적인 기계적 혼합방법과 공침방법으로 첨가하여 혼합방법에 따른 혼합균일성 차이가 소결 및 기계적 특성에 미치는 영향을 조사하고자 하였다. 혼합균일성 비교를 위해서는 SIMS(Secondary Ion Mass Spectrometry)를 이용하여 혼합분말 표면과 내부의 조성 분석을 행하였으며, 소결에 따른 중량 및 선수축률 변화와 소결체밀도 등의 소결특성, 미세조직에 대한 주사전자현미경 관찰, 영률과 비커스경도 및 4점 굽힘강도와 파괴인성 등의 기계적 특성을 조사하여 혼합방법에 따른 이들 특성의 차이를 상호 비교하였다.

2. 실험방법

혼합분말 제조

Si_3N_4 와 소결첨가제의 혼합분말은 각각 통상적인 기계적 혼합방법과 염용액으로부터의 공침방법을 사용하여 준비하였다. Si_3N_4 원료분말은 독일 H. C. Starek

사의 LC-12S 분말을 사용하였으며, Table 1에 제조 회사로부터 제공된 분말특성 조사결과를 나타내었다. 소결첨가제로서는 $\text{YAG}(3\text{Y}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{Al}_2\text{O}_3)$ 조성을 택하여 전체 조성의 5, 10, 15 mol%가 되도록 첨가하였다.

기계적 혼합은 아트리터 내에 총 200g의 Si_3N_4 분말과 Y_2O_3 (Ventron사), Al_2O_3 (Alcoa사, A-16) 분말을 투입하여, 직경 2.6mm의 Al_2O_3 ball과 Isopropanol을 사용하여 1000rpm의 회전속도로 4시간 동안 행하였다. 혼합된 분말 슬러리로부터 분쇄매체로 사용된 Al_2O_3 ball의 파편을 제거하기 위해 진공여과플라스크와 체구멍 크기가 $32\mu\text{m}$ 인 체를 사용하였으며, 이렇게 하여 얻어진 혼합분말 슬러리는 60°C 로 유지된 오븐 내에서 24시간 동안 건조하였다. 건조된 혼합분말은 다시 진동 체거름장치 내에서 체구멍 크기 $160\mu\text{m}$ 의 체를 통과시켜 조대한 분말응집체의 제거와 조립화(granulation) 효과를 피하였다.

공침법으로 혼합분말을 준비하기 위해서는 먼저 0.5mol/l 농도를 갖는 $\text{Y}(\text{NO}_3)_3$ 와 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 염용액을 사용하여 Y과 Al 이온량의 비가 3:5인 혼합염용액을 제조하여, 200g의 Si_3N_4 원료 분말과 6mol/l 농도의 암모니아용액 1l로 이루어진 현탁액에 분무하였다. 이때 분말현탁액은 교반기를 사용하여 공침과정 동안 계속 교반시켜 주었다. 공침이 완료된 현탁액은 진공 여과장치를 이용하여 분말과 액체를 분리하였으며, 이때 6l의 증류수와 2l의 메틸알코올을 사용하여 세척을 병행하였다. 여과 및 세척이 끝난 혼합분말 cake은 60°C 와 120°C 로 유지한 오븐 내에서 각각 48시간과 1.5시간 동안 2회에 걸쳐 건조한 후, agate mortar로 분쇄하여 700°C 와 900°C 의 전기로 내에서 공기 중 또는 흐르는 질소가스 분위기로 1시간 동안 하소하였다. 건조 및 하소 중 형성된 응집체는 아트리터 내에서 1.5시간 동안 기계적 혼합방법과 동일한 조건으로 미분쇄하여 파괴하였다.

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

혼합분말 특성분석

혼합분말 내의 소결첨가제의 양을 확인하기 위해 AAS(Atomic Absorption Spectroscopy)에 의한 Al₂O₃와 Y₂O₃에 대한 조성분석을 행하였으며, 혼합분말들의 혼합균일성을 조사하기 위하여 SIMS(Secondary Ion Mass Spectrometry)를 이용하여 분말 표면과 내부의 조성을 분석하였다. SIMS 분석은 독일 워르딩엔 소재 바이엘사에 의뢰하여 시행하였다. 분말 표면과 내부의 Si₃N₄와 Al₂O₃, Y₂O₃의 조성은 SIMS 분석과는 별도로 행하여진 시료에 대한 산소분석 결과와, SIMS 분석에 의해 Mass Spectrometer에 검출되는 Si, Al 및 Y 이온의 강도변화를 스퍼터링 시간에 따라 측정하여, 스퍼터링 초기(t=0)와 말기(t=x)의 각 이온들의 강도를 얻은 후, 확인된 양의 산소가 모두 Al₂O₃ 및 Y₂O₃와 결합된 형태로 존재한다고 가정하여 구하였다. 이와 같이 하여 얻어진 결과로부터, Si₃N₄ 분말 표면에 대한 소결첨가제의 'Coating Parameter(또는 K-factor)'를 다음의 식에 의해 구하였다.

$$K = \frac{\left(\frac{C_{additive}}{C_{SN}}\right)_{t=0}}{\left(\frac{C_{additive}}{C_{SN}}\right)_{t=x}} \quad (2.1)$$

여기서 C_{additive}와 C_{SN}은 각각 소결첨가제를 구성하고 있는 Al₂O₃와 Y₂O₃ 조성의 합과 Si₃N₄의 조성을 나타내고 있다.

성형 및 소결

성형체는 실리콘 고무몰드와 정수압 성형기를 사용하여, 소결특성 조사와 기계적 특성 조사를 위해 각각 직경 14mm와 높이 12mm의 디스크 형태와 10×18×70mm³ 크기의 직육면체 모양으로 성형하였다. 이때 가해진 성형압력은 200MPa이었으며, 성형체밀도는 혼합물에 의해 얻어진 이론밀도의 약 57±1%였다. 소결특성 조사를 위한 조밀화는 BN crucible 내에 디스크 형태의 시편을 장입하여, 1000℃까지는 50°/min, 1000℃부터 1800℃까지는 10°/min으로 승온하여 유지시간 30분을 주어, graphite를 발열체로 한 고온로 내에서 시편마다 개별적으로 행하였으며, 이때 질소가스 분위기 압력은 소결온도에서 0.15MPa이 되도록 조

절하였다. 기계적 특성 조사를 위한 시편의 소결은, 직경 100mm, 높이 200mm의 graphite crucible 내에 powder bed으로 사용한 Si₃N₄ 분말을 50mm 높이까지 채우고 그 위에 성형체들을 일정한 간격으로 세워서 장입하여 다시 Si₃N₄ 분말을 이들 시편들 사이와 crucible 뚜껑까지 채운 다음, 위에서와 같은 소결조건으로 소결온도만 1850℃로 높여 별도의 고온소결로 내에서 행하였다. 얻어진 소결체로부터 중량감소, 선수축률, 밀도 등을 측정 비교하였으며, 소결체의 미세조직은 연마면을 plasma-etching시켜 SEM으로 관찰하였다.

기계적 강도 측정

소결된 직육면체형의 시편은 다이아몬드 절삭기와 연마기를 사용하여 두께 4mm의 판상 시편으로 가공하여 Ultrasonic pulse echo technique에 의해 Young's modulus를 구하였다. 영률측정이 끝난 판상의 시편은 4점 굽힘강도 측정을 위해 3×4×50mm³의 크기로 재차 가공하여 인장이 걸리는 면을 1μm까지 다이아몬드 페이스트로 연마한 후, 모서리를 SiC 연마지상에서 손작업으로 제거하였다. 굽힘강도의 측정은 하중속도 5mm/sec로 최소 20개의 시편에 대해 행하였으며, 얻어진 값들로부터 평균값과 표준편차, Weibull 계수를 구하였다. 이때 상부와 하부 span의 길이는 각각 20mm와 40mm였다. 파괴인성(K_{1c})은 ISB(Indentation-Strength in Bending) 방법을 사용하여 측정하였으며, 300N의 하중으로 Vickers 압흔을 부여한 시편에 대해 span 길이 12mm의 3점굽힘강도를 행하여 최소 10개의 시편으로부터 얻은 값의 평균값과 편차를 구하였다.

3. 결과 및 고찰

3. 1. AAS와 SIMS 분석

혼합분말 내에 소결첨가제인 YAG이 원하는 조성으로 첨가되었는지를 확인하기 위해 전체 조성 중의 Al₂O₃와 Y₂O₃의 양을 AAS(Atomic Absorption Spectroscopy)에 의해 분석, 예상되는 이론치와 비교하여 그 결과를 Table 2에 제시하였다. 표에서 보는 바와 같이, 혼합된 소결첨가제의 양에 관계없이, Y₂O₃의 조성은 예상치와 비교적 정확하게 일치하고 있으나, Al₂O₃

Table 2. Results of chemical analysis for the composition of Al_2O_3 and Y_2O_3 in the prepared Si_3N_4 powder mixtures containing various amounts of YAG additive.

Preparation	Additive content	Calculated		Measured		Difference	
		Al_2O_3	Y_2O_3	Al_2O_3	Y_2O_3	Al_2O_3	Y_2O_3
CPN9	5 mol%	2.3	3.0	4.4	3.4	2.1	0.4
MM				4.1	3.1	1.8	0.1
CPN9	10 mol%	4.5	6.0	6.0	5.9	1.5	-0.1
	15 mol%	6.8	9.0	8.2	8.5	1.4	-0.5

의 양은 모두 예상치보다 높은 것을 알 수 있다. 이는 혼합분말 준비를 위해 사용되었던 Al_2O_3 ball이 attrition 과정에서 마모되어 혼입되었기 때문으로 사료된다.

Si_3N_4 혼합분말의 혼합균일성을 조사하기 위해 시행한 SIMS에 의한 혼합분말 표면과 내부의 조성분석 결과를 Table 3과 같이 요약하였으며, 여기서 MM은 통상적인 기계적 혼합분말을, CPA9과 CPN9은 공침혼합 후 900℃의 온도로 각각 공기 중과 질소가스 분위기에서 하소시킨 혼합분말을 나타내고 있다. 표에서 알 수 있는 바와 같이, MM의 경우에는 소결첨가제를 구성하고 있는 Al_2O_3 와 Y_2O_3 의 조성이 분말 내부와 표면에서 거의 차이가 없는데 비해, 공침혼합분말의 경우에는 조사된 모든 혼합분말 시료에서 소결첨가제의 조성

이 분말 표면에서 크게 높은 것으로 나타나, 혼합된 소결첨가제가 주로 Si_3N_4 분말 표면에 집중적으로 분포되어 있음을 알 수 있다.

Franz 등은 식 (2.1)로부터 얻어지는 'Coating Parameter(또는 K-factor)'값이 4 이상이면 피복이 이루어진 것으로 간주할 수 있다고 보고한 바 있으며¹¹, 본 실험에서 조사된 혼합분말들 중에서 5mol%의 YAG이 첨가된 경우의 기계적 혼합방법과 공침혼합방법을 비교할 때, 전자에서는 K값이 2에 머문 반면, 공침법을 사용한 경우에는 월등히 높은 값(K=13 과 17)을 가짐으로써 공침법에 의해 소결첨가제를 첨가할 경우 Si_3N_4 분말이 소결첨가제에 의해 coating되는 형태로 혼합이 이루어짐을 알 수 있다.

Table 3. Results of SIMS analysis for compositions on the surface and in the matrix of prepared Si_3N_4 powder mixtures containing various amounts of YAG additive.

Preparation	Additive content	Surface			Matrix			K-factor
		Al_2O_3	Y_2O_3	Si_3N_4	Al_2O_3	Y_2O_3	Si_3N_4	
MM	5 mol%	4.1	2.6	93.3	3.0	1.0	96.0	2
CPA9		30.6	29.7	39.7	4.6	3.5	91.9	17
CPN9		24.0	18.2	57.8	2.9	2.4	94.7	13
CPN9	10 mol%	33.7	39.0	27.3	8.3	9.5	82.5	12
CPN9	15 mol%	23.8	36.9	39.3	8.0	12.6	79.4	6

3. 2. 소결특성

소결특성 조사를 위하여 BN crucible 내에서 Si₃N₄ powder bed을 사용하지 않고, 1800℃에서 30분간 상압소결한 소결체로부터 측정된 소결특성을 Table 4에 정리하여 제시하였다. 첨가된 소결첨가제의 양에 상관없이, 공침처리 후 700℃에서 하소한 혼합분말(CPN7) 성형체가 가장 높은 중량 감소율을 보이고 있으며, 이는 공침법에 의해 첨가되어 Si₃N₄ 분말 표면을 덮고 있던 YAG 입자들이 혼합 후 보관과정에서 공기 중의 수분을 흡수하여 재수화(rehydroxylyzation)되었기 때문으로 사료된다. 하소온도가 CPN7의 경우보다 높은 900℃에서 하소된 공침혼합분말의 경우(CPN9), 소결에 따른 중량감소율이 기계적 혼합에서보다는 큰 편이지만 CPN7에 비해서는 현저히 작은 결과는 이와 같은 해석을 뒷받침해 주고 있다.

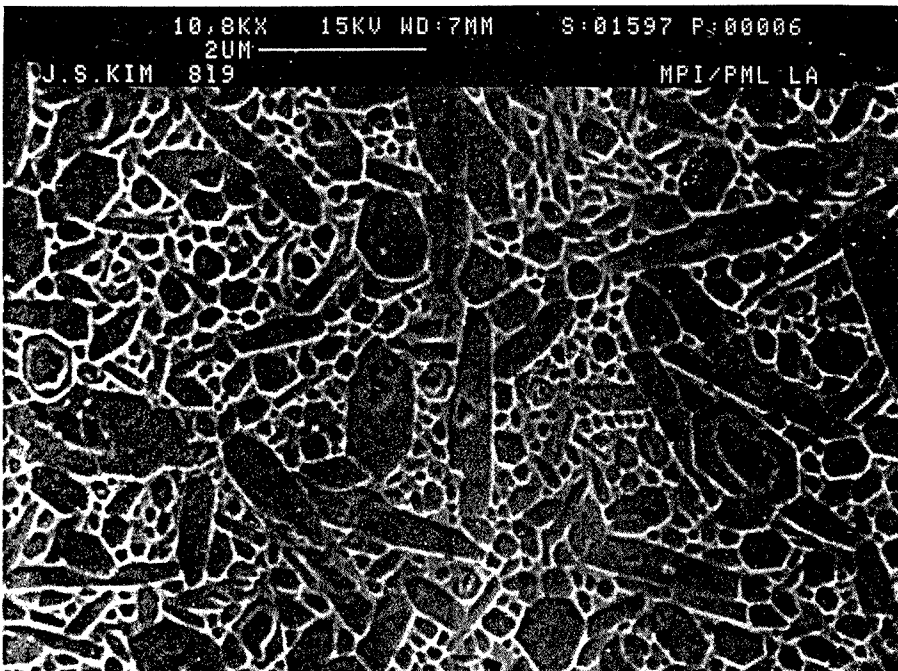
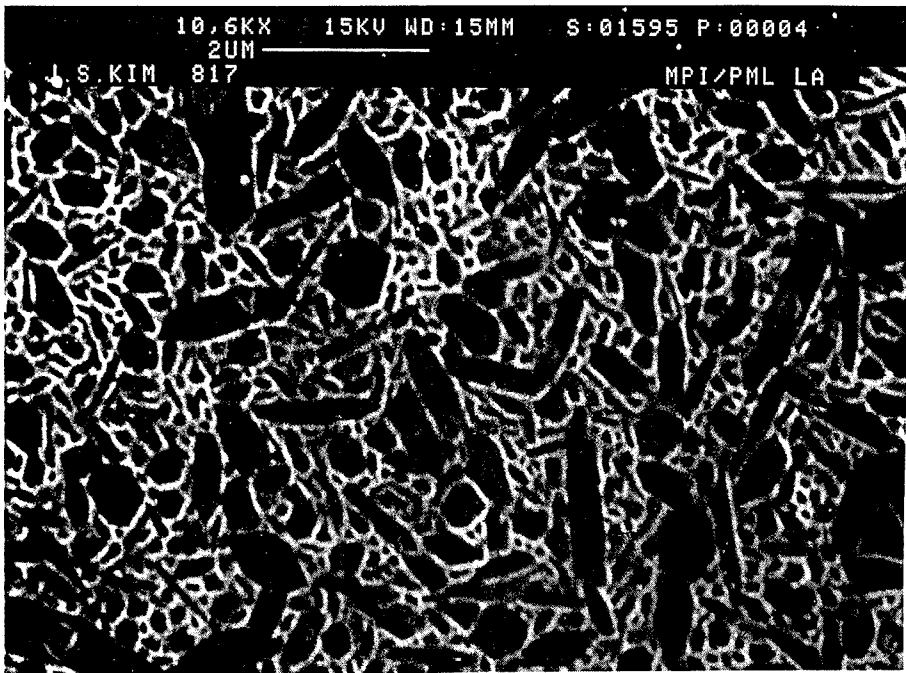
소결체의 선수축률은 표에서 보는 바와 같이, CPA9의 경우를 제외하면, 일반적으로 공침혼합분말의 경우가 기계적 혼합에서보다 높은 것으로 나타나고 있으며, 소결밀도 또한 5mol%의 YAG을 첨가한 경우에는 공침법을 사용하였을 때가 기계적 혼합의 경우보다 높은 것으로 나타나, 균일혼합효과가 소결성에 영향을 미치고 있음을 보여 주고 있다. 여기서, 공침혼합분말들 중 가장 우수한 혼합균일성을 보인 바 있는 CPA9 시편 (Table 4 참조)만이 예외적으로 낮은 선수축률과 소결밀도를 보이고 있는 것은, 이 혼합분말이 공기 중에서

하소되는 과정에서 Si₃N₄ 분말 표면이 산화되어 원료 분말내의 SiO₂량을 증가시키고, 증가된 SiO₂는 조밀화 중 형성되는 액상 내에서 Si₃N₄와 반응하여 Si₂N₂O 상을 형성하는 것과 연관이 있음이 본 연구자에 의해 조사된 바 있다.¹² 이에 관한 연구 결과는 별도의 발표를 위해 현재 준비중에 있다.

위에서 살펴본 바와 같이, 혼합방법에 따른 소결밀도의 차이는 5mol%의 YAG이 첨가된 경우에는 뚜렷하였으나, 10mol% 이상의 YAG이 첨가된 경우들에서는 그 차이가 매우 작아 소결성에 미치는 균일혼합효과가 크지 않음을 알 수 있다. 그러나 Fig. 1에 제시한 이들 소결시편에 대한 미세구조 관찰결과는 혼합균일성이 미세구조의 형성에 영향을 미치고 있음을 확인시켜 주고 있다. 즉, Fig. 1의 (a)와 (b)는 각각 10mol%와 15mol%의 YAG이 공침법과 기계적 혼합방법으로 첨가된 혼합분말 소결체의 연마면을 plasma-etching시킨 후 SEM으로 관찰한 것으로, 소결첨가제의 양에 상관없이 공침법으로 준비된 시편이 보다 미세하고 균일한 β상의 미세구조를 갖고 있음을 알 수 있다. 이는 공침법에 의해 소결첨가제가 균일하게 분포됨에 따라, 조밀화과정 중 형성되는 액상 역시 시편 전체에 걸쳐 고르게 분포되어, 기계적 혼합의 경우 발생할 수 있는 β상의 국부적인 재석출과 성장이 억제될 수 있었기 때문으로 사료된다.

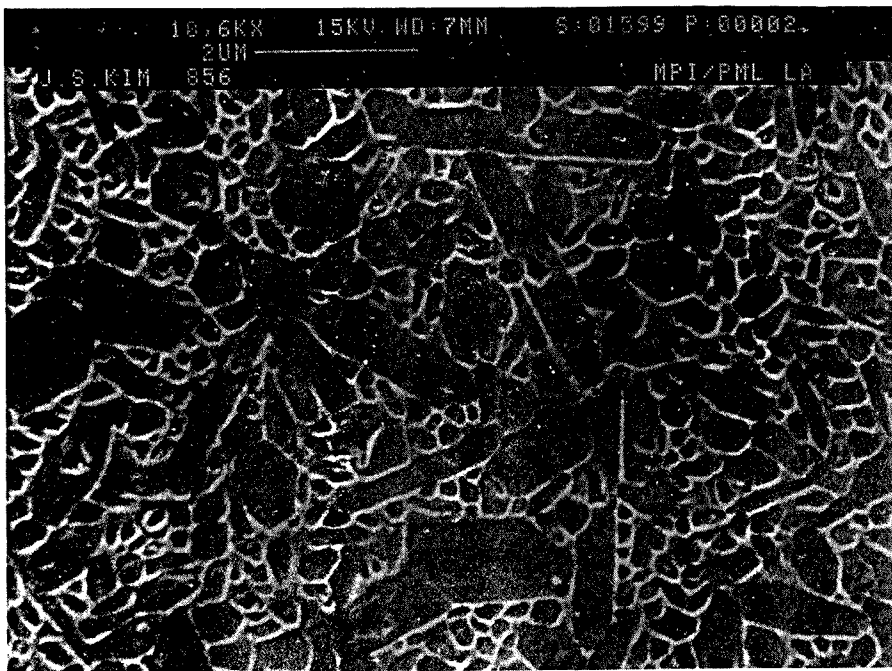
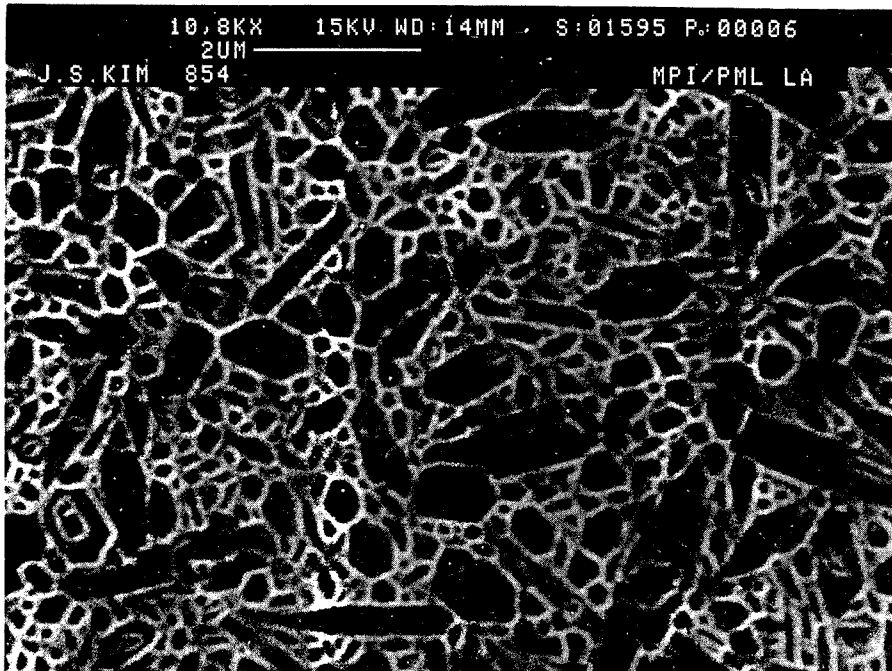
Table 4. Sintering results for Si₃N₄ powder compacts with various amounts of YAG additive after pressureless-sintering at 1800℃ for 0.5hr. without use of Si₃N₄ powder bed.

Additive content	Specimen	Δm / m ₀ (%)	Δl / l ₀ (%)	D, (g / cm ³)	RD (% TD)
5 mol%	CPA9	3.77	16.4	2.880	88.9
	CPN7	3.96	17.2	3.087	95.3
	CPN9	2.32	17.8	3.129	96.6
	MM	1.99	16.9	3.035	93.7
10 mol%	CPN7	3.39	18.9	3.231	98.2
	CPN9	2.47	18.7	3.238	98.4
	MM	1.97	17.1	3.234	98.3
15 mol%	CPN7	4.25	19.3	3.268	97.8
	CPN9	2.98	19.2	3.264	98.6
	MM	2.04	17.5	3.270	97.8



(a)

Fig. 1. SEM images of plasma-etched Si_3N_4 specimens containing (a) 10mol% YAG and (b) 15mol% YAG after pressureless-sintering at 1800°C for 0.5hr.(top:CPN9, bottom:MM).



(b)

Fig. 1. (Continued).

3. 3. 기계적 특성

Table 5는 측정된 기계적 특성치들을 정리하여 요약한 것으로서, 탄성률과 경도, 파괴인성은 모든 시편에서 비슷한 값을 보이고 있으나, 굽힘강도와 Weibull 계수는 기계적 혼합에 비해 공침 혼합방법을 사용할 경우 크게 개선될 수 있음을 보여 주고 있다. 탄성률은 ultrasonic pulse echo overlap technique을 사용하여 다음의 식들로부터 구하였다.¹³

$$\nu = \frac{\left(\frac{C_l}{C_t}\right)^2 - 2}{2\left(\frac{C_l}{C_t}\right)^2 - 2} \quad (3.1)$$

$$E = \frac{C_l^2 \rho (1+\nu)(1-2\nu)}{(1-\nu)} \quad (3.2)$$

윗 식들에서 ν 와 E 는 각각 Poisson's ratio와

Table 5. Mechanical Properties of Si_3N_4 containing 10mol% YAG after pressureless-sintering at 1850°C for 0.5hr in Si_3N_4 powder bed

	CPN7	CPN9	MM
Young's Modulus [GPa]	270	275	278
H_v [GPa]	12.6	12.6	12.7
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

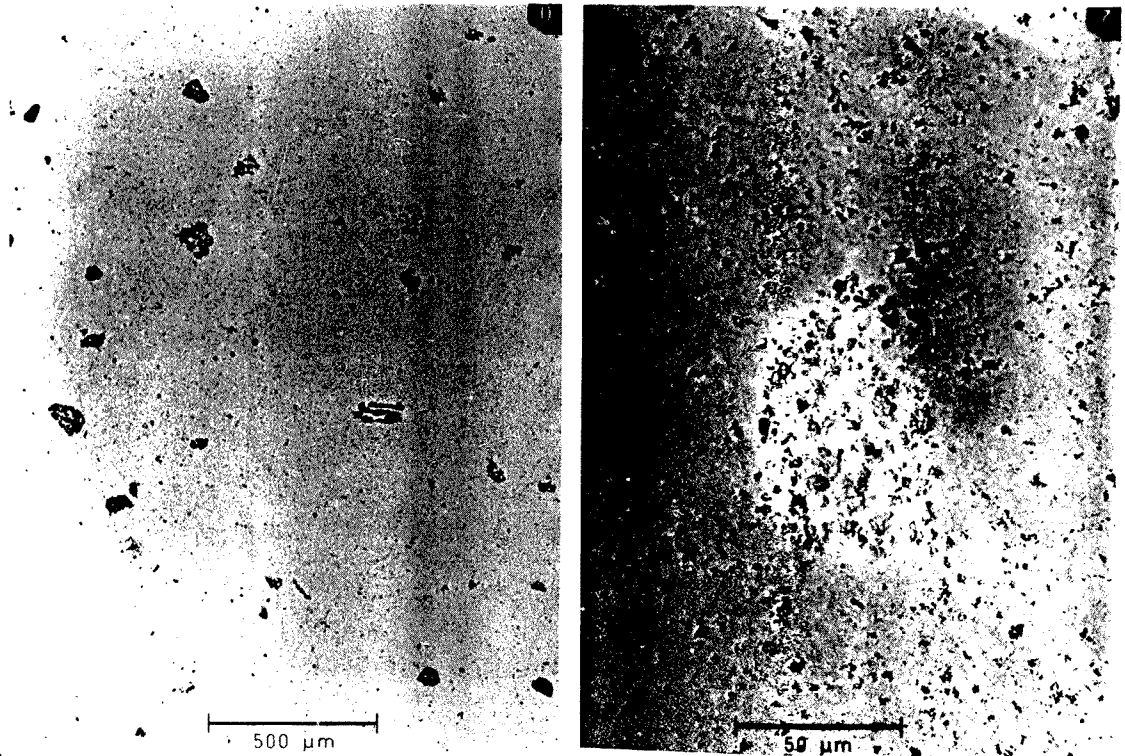


Fig. 2. As-polished surfaces of CPN9 specimens for 4-point bending test.

Young's modulus를, C_L 과 C_T 는 각각 longitudinal과 transverse wave velocity, ρ 는 시편의 밀도를 나타낸다.

혼합방법에 따른 탄성률의 차이가 나타나지 않은 것은 Si_3N_4 의 탄성률을 결정하는 인자가 입계상의 체적 분율과 기공도, α 와 β 상의 상대분율 등임을 고려하면 이미 예상되었던 결과라 할 수 있다. 즉, 모든 시편에서 혼합방법에 관계없이 같은 양의 YAG이 동일한 Si_3N_4 원료 분말에 첨가되었고, 소결체의 밀도 역시 이론밀도의 98% 내외로 차이가 없었으며, 원료 분말의 대부분을 구성하고 있던 α 상이 소결 후 100% β 상으로 변하였으므로 위에서 언급한 탄성률 결정인자들의 큰 차이는 기대될 수 없기 때문이다.

탄성률과 경도와는 달리, 굽힘강도와 Weibull계수의 혼합방법에 따른 차이는 뚜렷하였는데, 특히 CPN7의 경우에 677 MPa의 가장 높은 평균강도와 11.97의 Weibull계수를 얻은데 비해, MM의 경우에는 539 MPa의 강도와 5.48이라는 낮은 Weibull계수만을 나타내어 균일혼합효과가 Si_3N_4 소결체의 강도 및 신뢰성 향상에 크게 영향을 미치고 있음을 알 수 있다. 그러나 CPN9에서는 Weibull계수는 MM에 비해 높은 값인 8.81을 보여 강도의 신뢰성은 향상된 반면, 548 MPa의 낮은 굽힘강도를 나타냄으로써 균일혼합효과에 따른 강도의 개선이 그다지 만족스럽지 않은 결과를 나타내고 있으며, 이는 하소 및 소결과정에서 형성된 내부결함에 기인한 것으로 사료된다. 즉, Fig. 2에 제시한 CPN9 굽힘강도 시편의 인장응력이 걸리는 면을 광학현미경으로 관찰한 결과에서 보는 바와 같이, 시편 전체에 걸쳐 수십 μm 크기의 결함들이 형성되어 있으며 이 결함들에 의해 강도의 저하가 야기되었을 것임을 쉽게 알 수 있다. 이러한 결함들은 그 관찰된 형태로 보아, Si_3N_4 분말 표면을 덮고 있던 미세한 공침입자들에 의해 Si_3N_4 분말들이 하소 중에 단단한 응집체를 형성하여, 계속되는 소결과정에서 국부적인 조밀화가 일어남으로써 형성되었을 것으로 사료된다. 같은 공침혼합을 하였으나 하소온도가 낮았던 CPN7에서는 이와 같은 결함들을 전혀 찾아볼 수 없었던 점은 이러한 설명을 뒷받침하고 있다.

4. 결론

3통상적인 기계적 혼합방법과 염용액으로부터의 공침

법을 이용하여 Si_3N_4 와 YAG($3Y_2O_3 \cdot 5Al_2O_3$) 혼합분말을 준비하여 각각의 혼합균일성과 소결성, 기계적 특성을 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) 공침법으로 소결첨가제가 첨가될 경우, Si_3N_4 분말 표면이 첨가제에 의해 피복되는 형태로 혼합됨으로써, 기계적인 혼합에 비해 매우 우수한 혼합균일성을 얻을 수 있었다.

(2) 공침법에 의한 Si_3N_4 와 소결첨가제의 균일혼합은 Si_3N_4 의 소결성 향상과 균일한 미세조직의 형성을 가능케 하였으며, 이와 같은 균일혼합효과는 특히 적은 양의 소결첨가제를 사용하였을 때 더욱 뚜렷하였다.

(3) 하소와 같은 분말 준비과정이 적절히 제어될 경우, 균일혼합효과를 통하여 굽힘강도와 Weibull계수 등의 기계적 특성을 현저히 개선시킬 수 있었다.

REFERENCES

1. M. Paulus, "Processing of Crystalline Ceramics", p. 17~31, H. Palmour III., R. F. Davis and T. M. Hare, Ed., Plenum Press, New York, U.S.A., 1978.
2. D. W. Johnson, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **60**, 221-24 and 243(1981).
3. A. G. Evans, *J. Am. Ceram. Soc.*, **65**, 127-37(1982).
4. A. Bleier, "Emergent Process Methods for High Tech Ceramics", p.1~12, H. Palmour III., R. F. Davis and R. L. Porter, Ed., Plenum Press, New York, U. S. A., 1984.
5. A. Roosen and H. Hausner, *Adv. Ceram. Mater.*, **3**, 131-37(1988).
6. P. Greil, *Mater. Sci. Eng.*, **A109**, 27-35(1989).
7. F. F. Lange, *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**, 3-15(1989).
8. K. Kijima and S. Shirasaki, *J. Chem Phys.*, **65**, 2668-2671(1976).
9. A. E. Pasto, J. T. Neil and C. L. Quackenbush, "Ultrastructure Processing of Ceramics, Glasses and Composites", p. 476, L. L. Hench and D. R. Ulrich, Ed., John Wiley & Sons, New York, U. S. A., 1984.
10. F. F. Lange, *J. Am. Ceram. Soc.*, **67**, 611-618(1984).
11. Wickel, Franz and Schoenfelder, DEA 3637506 Al, 1986.
12. J. S. Kim, H. Schubert and G. Petzow, unpublished work.
13. D. I. Crecraft, *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, **16**, 181(1983).
14. O. Yeheskel and Y. Gefen, *Mater. Sci. Eng.*, **71**, 95-99(1985).