

α - β SiAlON의 微細構造 形成과 物性

최민호 · 김득중

성균관대학교 재료공학과

(1995년 11월 6일 접수)

Microstructure Formation and Mechanical Properties of α - β SiAlON

M. H. Choi and Deug-J. Kim

Dept. of Mater. Eng., Sung Kyun Kwan Univ.

(Received November 6, 1995)

요 약

α -Si₃N₄에 YAG(3Y₂O₃·5Al₂O₃)의 양을 10 wt%로 일정하게 하고 AlN의 양을 달리하여 준비한 시편을 1700°C 질소분위기에서 소결하여 α -SiAlON(α')과 β -SiAlON(β')의 상대비의 변화를 고찰하였다. 모든 시편에서 소결시간의 변화에 따라 입자크기를 변화시킬 수 있었으며, α' 와 β' 의 양과 기계적 물성과의 관계, 소결시간과 기계적 물성에 주는 영향을 살펴보았다. α' 의 양이 많을수록 경도값이 증가하였고, 소결시간이 증가함에 따라 경도값은 감소하나 10시간 이상 소결한 시편의 경도값은 소결시간과 관계없이 일정한 값을 가졌다. 파괴인성 값은 80% 이상의 β' 의 양을 가진 시편에서 소결시간의 증가에 따라 3.89 MPam^{1/2}에서 6.66 MPam^{1/2}로 증가하였다. 20% 미만의 β' 를 포함한 시편에서의 파괴인성값은 소결시간에 대하여 큰 변화가 없었으나, 20% 이상의 β' 를 포함한 시편에서는 소결시간이 증가할 수록 파괴인성값이 크게 증가하였다.

ABSTRACT

The specimens which were prepared from α -Si₃N₄ with additions of YAG (3Y₂O₃·5Al₂O₃)-10 wt% and various AlN contents were sintered in N₂ atmosphere at 1700°C. The effects of α , β -solid solution contents and sintering time on mechanical properties were investigated. As the content of β -solid solution and sintering time increased, the hardness is reduced, but the hardness of specimen sintered over 10 hours is constant irrespective of sintering time. While the fracture toughness increased with increasing of β -solid solution and sintering time. The fracture toughness of specimen with 80% β -solid solution content increased from 3.89 to 6.66 MPam^{1/2} with sintering time, up to 20 hours. But, the amount of increased fracture toughness of specimen with below 20% β -solid solution content is not significant.

Key words: α -SiAlON, β -SiAlON, Microstructure, Mechanical property

1. 서 론

산업의 발달에 따라 극한 조건에서의 재료의 사용이 불가피하고, 에너지 사용의 효율성, 생산성 향상 및 환경문제의 측면에서, 고온에서 사용 가능하며, 내마모성이 향상된 재료로서의 세라믹 재료에 대한 관심이 집중되고 있다. 그 중 질화규소(Si₃N₄)는 첨단 구조용 세라믹 재료로서 현재 가장 널리 사용되고 있는 재료이고, 내열충격성, 파괴인성, 내마모성, 내부식성 등의 우수한 특성¹⁾으로 인해 앞으로도 그 응용 범위가 확대되어질 유망한 재료이다. 특히, 금속계 엔진부품에 비해 내마모성, 단

열성이 좋고, 비중이 작기 때문에 엔진 부품으로의 응용개발이 활발히 진행중이며, 디젤엔진, 터보차저로터, 가스터빈등은 일부 실용화가 되고 있는 실정이다^{2,3)}.

질화규소는 고온에서의 열분해 현상과 열분해가 일어나는 온도 이하에서 낮은 부피확산계수로 인해 완전 치밀화를 위한 소결성이 낮은 문제점들로^{4,5)} 완전 실용화 단계가 늦어지고 있다. 하지만, 출발원료와 소결 첨가제, 또는 제조 공정을 변화함으로써 용도에 따라 다양한 특성을 갖는 소재의 제조가 가능하다. 최근 미세구조 조절에 의해 bimodal 입도 분포를 가지는 미세조직의 질화규소계 소결체가 파괴인성을 향상시킬 수 있다는

연구보고 이후⁶⁾ β - Si_3N_4 입자의 형성과 이에 따른 미세구조의 형성에 대한 새로운 연구가 많이 진행중이다. 이는 소결 중 일정량의 주상형의 β - Si_3N_4 입자를 선택적으로 성장시켜 whisker 보강 복합체 같은 효과로써 이와 같은 미세구조의 소결체는 균열편향^{7,8)}, 균열가교의⁹⁾ 균열 전파억제 기구에¹⁰⁾ 의해 파괴인성의 향상을 얻을 수 있으며, 기존의 복합 재료에서처럼 기지입자와 다른 재료의 fiber를 넣어 낮은 소결밀도를 갖게 되는 소결체와는¹¹⁾ 달리 거의 완전치밀화를 이룰 수 있다. 따라서 질화규소의 물리적 성질은 그대로 유지하면서도 안정되고 우수한 기계적 성질을 얻을 수 있다¹²⁾.

질화규소의 생성상 중에서 등축의 입자 모양의 α 상에 β 상에 비해 우수한 내마모성을 가지는 반면 낮은 파괴인성치를 갖는다. 따라서 높은 내마모성과 파괴인성치의 향상된 물성을 갖는 질화규소를 제조하기 위해서는 균일한 α 상과 장경비가 큰 β 상의 복합체에 대한 연구가^{13,14)} 필수적이며, 이러한 α 상- β 상 복합체는 질화규소에 넣는 소결첨가제의 조성과 양에 따라, 소결온도와 소결시간에 따라 두 상의 비가 결정된다. 하지만 bimodal 구조는 β 상 한가지 밖에 구현되지 않았고, 정확한 미세구조의 형성 기구나 미세구조와 물성과의 최적 조건과의 관계에 관한 기초적인 연구가 이루어져 있지 않다. 또한, Si_3N_4 의 출발상에 의한 미세구조의 변화에 관한 연구는 아직 부족하며 Si_3N_4 를 출발 물질로 하여 생성되는 다양한 상 중에서 β 상에 비해 내마모성이 우수한 α 상에 관한 연구는 아직 미진한 형편이다.

본 연구에서는 소결변수의 조절로 인한 미세구조의 최적화를 위해, α - SiAlON 상과 β - SiAlON 상의 다른 입자형상으로 인한 상변태 관찰을 용이하게 하도록 α - Si_3N_4 를 출발상으로 하여 상평형도에서 α -, β - SiAlON 상이 공존하는 영역을 소결첨가제의 양과 소결 시간에 따라 규정하고, 이 영역에서 Si_3N_4 재료에서의 주된 물성향상의 원인이 되는 β 상 입자의 생성, 성장 및 β 상의 양과 기계적 성질과의 관계를 고찰하였다.

2. 실험방법

2.1. 분말제조

본 실험의 공정은 일반적인 세라믹 공정순서를 따랐다. 실험에 사용한 분말은 α - Si_3N_4 , AlN , Al_2O_3 , Y_2O_3 로써 α - Si_3N_4 는 α 상이 95% 이상인 일본 UBE사의 SN-E10으로 평균 입자 크기가 0.3~0.5 μm 인 분말을 사용하였으며, AlN 은 독일의 H.C. Starck사의 grade C, Al_2O_3 는 일본 Smitomo사의 AKP-30, Y_2O_3 는 ShinEtsu 사의 grade A

분말을 사용하였다. 각 분말을 조성별로 칭량하여 Plastic Jar에 알루미늄나 Ball과 함께 채우고, 메탄올을 매체로 하여 10시간 동안 습식혼합을 하였다. 혼합액을 건조한 후 알루미늄나 유발에서 분쇄를 하고, 100메쉬의 체를 통과시켰다.

2.2. 성형 및 소결

채거름을 한 분말을 직경이 14.05 mm인 원통형 mold로 100 MPa의 압력으로 일방향 압축성형을 한 후 성형체를 SiC 도가니에 넣었다. 이때 고온에서의 열분해 현상으로 인한 질량감소를 최소로 하기위해 α - Si_3N_4 분말로 성형체 주위를 완전히 덮은후 질소 분위기 로내에서 각 시편을 1600~1800°C에서 1시간씩 소결을 하였다. 소결이 끝난 각 시편은 중량손실과 수축율을 구하기 위해 질량을 0.001 g까지 측정하고, 직경을 0.01 mm까지 측정하였다. 각 시편의 밀도는 아르키메데스 방법을 이용하여 측정하였으며 소결체 내의 각 상의 정량분석을 위해 각 시편의 표면을 2 mm 정도 연마한 후, XRD 분석을 하였다. 이때, 소결체내 α 와 β 의 상비 $F(\beta)$ 는 Grand 등이 제안한 식에¹⁵⁾ 따라 계산을 하였다. XRD 분석이 끝난 시편을 다이아몬드를 이용하여 미세연마를 하고 비커스 압흔법을 이용하여 연마된 시편의 표면을 10 kg의 하중으로 10초간 압입한 후 압흔적의 길이 및 균열의 길이를 측정하여 경도를 측정하고¹⁶⁾, 파괴인성값은 Lawn과 Fuller에 의해 제안된 식에¹⁷⁾ 의해 구하였다. 경도 및 파괴인성 측정이 끝난 시편은 NaOH 용융액에서 각각 150~200초 사이에서 에칭을 하고 주사전자현미경을 이용하여 미세조직을 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

α - $\text{SiAlON}(\alpha')$ 의 조성영역은 Fig. 1의 Si_3N_4 - SiO_2 - AlN - Al_2O_3 상평형도에서 AlN 조성 쪽으로 치우친 조성에서 일어난다. 질화규소체의 입계상 조성으로 가장 많이 이용되는 YAG($3\text{Y}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{Al}_2\text{O}_3$)를 한쪽 끝으로 고정하여 Si_3N_4 - AlN -YAG 조성단면을 택하고, YAG 첨가량을 10%로 고정한 후, AlN 함량을 변화시켜 α -, β - $\text{SiAlON}(\alpha', \beta')$ 의 공존영역을 조사하였다.

Table 1은 각 조성의 시편들을 1700°C, 1800°C에서 1시간 소결한 결과를 나타내었다. XRD 분석결과 시편내의 주된 상은 α' , β' 으로 이루어졌으며, AlN 의 양의 변화에 따른 α' 의 양과 β' 의 양의 변화관계를 살펴보면 AlN 양이 증가함에 따라 α' 의 양이 증가하고, β' 의 양은 감소하였다. 각 시편 모두 소결온도가 1700°C에서 1800°C로

상승함에 따라 β'의 함량은 큰 변화없이 비슷한 값을 나타내었으며, 각 시편의 중량손실은 2%를 넘지 않는 무시할 정도의 양이었다. 1700°C와 1800°C에서 소결한 시편의 경우 20% 전후의 수축율을 보이고 있으며, 밀도값도 3.17~3.26 g/cm³로 조성율 기준으로 계산한 이론 밀도 3.278~3.286 g/cm³과 비교하여 97% 이상임을 알 수 있었다.

이들 시편을 1600°C에서 소결하였을 때는 수축율이 15% 미만이고, 치밀화도 완전히 이루어지지 않았다. 이는 Si₃N₄-Al₂O₃-Y₂O₃계에서 AlN이 첨가되면, AlN이 존재함으로 인해 발생하는 반응기구의 변화에 의해 Si₃N₄-Al₂O₃-Y₂O₃계보다 높은 온도에서 2차 수축이 일어난다는 Chen의 실험에서¹⁸⁾ 볼 때 본 실험 조성에서는 1600~1700°C 사이의 온도에서 용융-재결합에 의한 상변화와 함께 치밀화가 이루어짐을 알 수 있었다.

고용체상이 형성되는 과정을 관찰하기 위하여 1600°C에서 1시간 소결한 A, B, C, D 시편의 XRD 분석한 결과를 Fig. 2에 나타내었다. Fig. 2를 보면 α와 α', 그리고

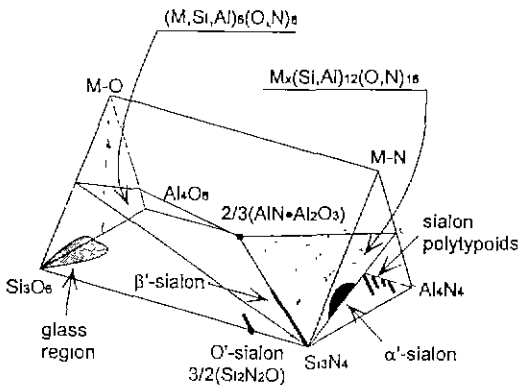


Fig. 1. Phase relationship between α- and β-SiAlON.

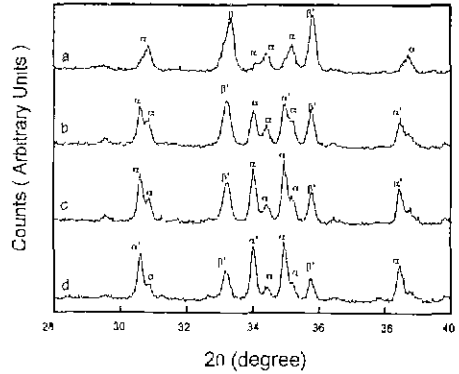


Fig. 2. X-Ray diffraction analysis of specimen sintered at 1600°C for 1 hour.

a) specimen-A (AlN-5 wt%), b) specimen-B (AlN-10 wt%), c) specimen-C (AlN-12.5 wt%), d) specimen-D (AlN-15 wt%).

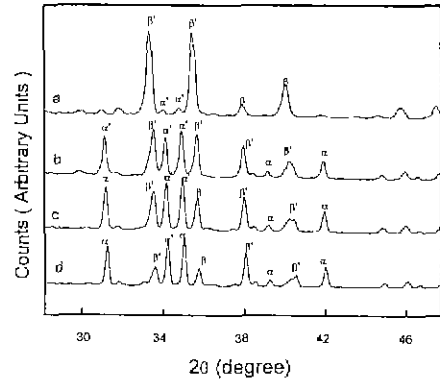


Fig. 3. X-Ray diffraction analysis of specimen sintered at 1700°C for 1 hour

a) specimen-A (AlN-5 wt%), b) specimen-B (AlN-10 wt%), c) specimen-C (AlN-12.5 wt%), d) specimen-D (AlN-15 wt%).

Table 1. Composition and Result of Sintered Specimens.

Specimen.	Composition (wt%)			Sintering Condition	Weight loss (%)	Shrinkage (%)	Density (g/cm ³)	β'/(α'+β') ratio(%)
	Si ₃ N ₄	AlN	YAG					
A	85	5	10	1700°C 1 hr	0.65	21.13	3.25	85
B	80	10	10		0.60	21.49	3.26	35
C	77.5	12.5	10		0.80	21.42	3.26	22
D	75	15	10		0.35	21.35	3.23	24
A	85	5	10	1800°C 1 hr	0.78	20.64	3.18	78
B	80	10	10		0.60	20.52	3.17	31
C	77.5	12.5	10		1.40	21.31	3.26	29
D	75	15	10		0.46	20.38	3.26	20

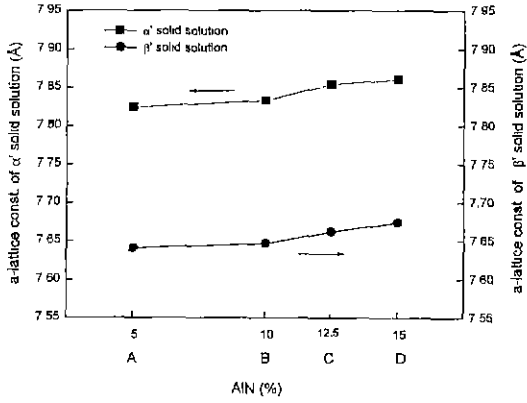


Fig. 4. Calculated a-lattice constant of α -solid solution and β -solid solution from X-Ray diffraction angles of (210) plane.

β' 이 관찰되는데, 이로써 1600°C 온도에서 고용체상의 형성은 이미 이루어지고 있으며, β' 으로의 상변태가 이 온도에서 벌써 많이 이루어졌음을 알 수 있었다.

Fig. 3은 1700°C에서 1시간 소결한 A, B, C, D 시편의 XRD 분석한 결과이다. Fig. 2의 결과와 달리 원료상인 α - Si_3N_4 의 peak는 나타나지 않고 α' 와 β' 만으로 이루어진 것으로 보아 이미 고용체상 형성과 상변태가 완료되었음을 알 수 있었다.

소결시편에 나타난 α' 와 β' 의 고용정도를 확인하기 위해 α' 와 β' 의 (210) 면의 XRD 분석 결과를 통해 계산한 a-격자상수 값은 Fig. 4에 나타내었다. Fig. 4에서보면 A 조성에서 D조성으로 갈수록 (210) 면의 회절각이 감소하여 α' 과 β' 모두 격자상수가 증가함을 알 수 있는데, 이는 A-D 조성선이 실험조성 면상에서 tie line으로 존재하지 못하며, 각 조성별 tie line은 서로 겹쳐지지 않고 평행하게 연결될 것으로 생각된다. 또한, (210) 면의 회절각의 감소는 A조성에서 D조성으로 갈수록 Si_3N_4 에서 금속이온의 치환과 산소이온의 치환정도가 모두 증가함을 의미하며, 격자상수 값에 의해 시편의 치환도 값을 구하여 보면 α' 의 경우 $\text{Si}_3\text{N}_4 + X(0.1\text{Y}_2\text{O}_3 \cdot 0.9\text{AlN}) \rightarrow \text{Y}_x(\text{Si}, \text{Al})_{12}(\text{O}, \text{N})_{16}^{19)}$ 에서 치환도 x 값은 A시편이 0.53, B시편이 0.63, C시편이 0.82, D시편이 1.00으로 A조성에서 D조성으로 갈수록 증가하였고, β' 의 경우 $(6\text{-Z})\text{Si}_3\text{N}_4 + \text{ZAl}_2\text{O}_3 + \text{ZAlN} \rightarrow 3\text{Si}_{6-7}\text{Al}_2\text{O}_2\text{N}_{8-2}$ 에서²⁰⁾ 치환도 z 값은 A시편이 1.25, B시편이 1.40, C시편이 2.05, D시편이 2.55로 증가하였다.

미세조직과 기계적 성질과의 관계를 살펴보기 위해 각 시편을 1700°C에서 1, 5, 10, 20시간 소결한 결과를

Table 2. Result of Sintered Specimens at 1700°C.

Specimen	Sintering Time	Weight loss (%)	Shrinkage (%)	Density (g/cm ³)	$\beta'/(\alpha' + \beta')$ ratio (%)
A	1 hr	0.65	21.13	3.25	85
	5 hr	1.10	21.42	3.23	88
	10 hr	1.20	20.99	3.24	95
	20 hr	2.09	21.78	3.25	76
B	1 hr	0.60	21.49	3.26	35
	5 hr	0.85	21.42	3.24	40
	10 hr	0.95	21.13	3.24	38
	20 hr	0.10	21.64	3.23	25
C	1 hr	0.80	21.42	3.26	22
	5 hr	0.85	20.92	3.24	33
	10 hr	0.85	20.85	3.23	21
	20 hr	0.95	21.42	3.22	10
D	1 hr	0.35	21.35	3.23	24
	5 hr	0.40	21.28	3.24	21
	10 hr	0.80	21.49	3.24	8
	20 hr	0.75	20.71	3.23	7

Table 2에 나타내었다. 모든 시편에서 주상으로서의 α' 과 β' 이 관찰되었으며 시편별로 시간이 증가하여도 β' 함량은 큰 변화가 없었으나, AlN량이 많은 시편에서는 소결시간이 증가함에 따라 약간 감소하는 경향을 보이고 있었다. 이는 AlN 함량의 증가로 인해 질소함량이 적은 조성보다 AlN 용해가 늦게 일어나므로써 평형도달이 늦어지기 때문으로 생각되어진다.

Fig. 5는 각 조성의 시편들을 20시간 소결한 후 미세연마와 부식처리 한 후 주사전자현미경으로 관찰한 미세구조이다. A조성에서 D조성으로 갈수록 같은 소결조건에서 제조된 시편임에도 불구하고 입자크기가 크게 증가하였으며, β' 으로 여겨지는 주상형의 입자가 A시편에서 가장 많이 나타나고, D시편에서 가장 적게 나타나는데, 이것은 XRD 분석결과와 잘 일치한다. “Lee”의 실험에²¹⁾ 의하면 Si_3N_4 계에서의 입자성장은 확산반응보다는 계면 반응에 의해 지배되며 이 경우 고용도가 증가하면, Bond당 Si-N의 결합에너지와 Al-O의 결합에너지는 거의 같지만²²⁾, Al_2O_3 의 음이온당 결합의 수보다 1.5배가 되는 Si_3N_4 의 음이온당 결합의 수는 Si-N 결합이 Al-O 결합으로 치환됨에 따라 총 결합 수가 감소하므로 고상입자내의 원자들의 총 결합에너지는 감소하여 빠른

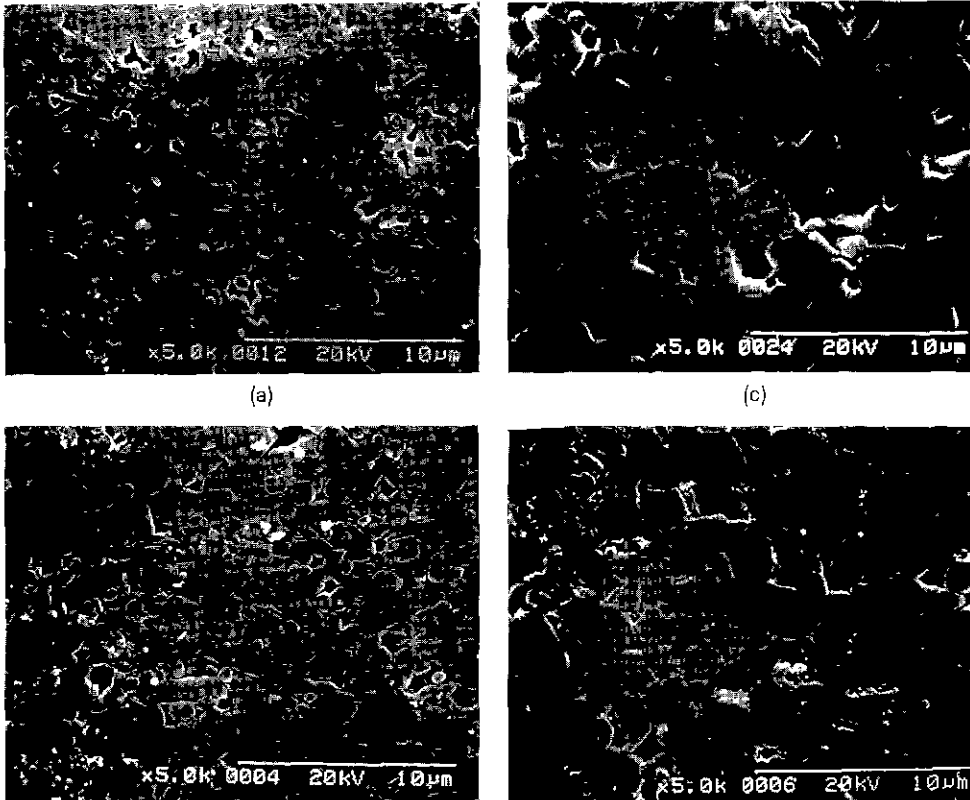


Fig. 5. SEM Micrographs of specimens sintered at 1700°C for 20 hours.

a) specimen-A (AlN-5 wt%), b) specimen-B (AlN-10 wt%), c) specimen-C (AlN-12.5 wt%), d) specimen-D (AlN-15 wt%).

입자성장을 보인다. 본 실험에서 A조성에서 D조성으로 갈수록 Si_3N_4 고용상의 x, z 값이 증가하고 이에 따라 입자성장은 가속화된다.

미세조직 사진상에서 β' 의 주상입자의 장경비는 대략 3.5~4.5 정도의 범위를 갖고 있었다. 다결정체 질화규소 소결 미세조직상의 장경비는 이상적인 장경비인 8 정도의 값보다는²⁰⁾ 작은 수치를 나타내는데, 그 원인으로는 주상입자의 성장시 다른 주위의 입자들의 성장으로 인해 성장의 방해를 받음으로써 길게 자라지 못하게 되며 결과적으로 적은 장경비를 나타내는 것으로 생각된다. Si_3N_4 의 고용상으로서의 상변태는 불균일 핵생성에 의해 일어나고²⁰⁾ 이 경우 시편중에 존재하는 핵생성자리의 수가 미세구조 형성에 큰 영향을 줄 수 있다. 본 실험에서는 α' , β' 두상이 모두 고용상으로 존재하고 $\alpha \rightarrow \alpha'$, $\beta \rightarrow \beta'$ 로 변화는 과정에서의 가능한 핵생성 자리의 수의 변화는 시편 별로 큰 차이가 없을 것이며, 조성이 변하

여도 β' 의 장경비는 서로 비슷하였다.

Fig. 6에 B시편의 소결 시간에 따른 미세구조의 변화를 나타내었다. Fig. 6에서 보듯 1시간 소결 시편에서는 주상입자가 뚜렷이 구별되지 않고, 소결시간이 5시간 이상인 시편부터 주상입자를 확인할 수 있었다. 10시간 소결시편부터는 주상입자의 단축길이와 기지상의 평균 입자 크기보다 커짐을 알 수 있었다. 또한 소결 시간이 증가함에 따라 주상입자와 기지상의 입자 크기가 모두 증가함을 알 수 있었다.

Fig. 7에는 소결시간에 따른 경도 값의 변화를 나타내었다. 소결시간이 증가함에 따라 경도 값은 감소하며, 소결시간이 10시간이 지나면서부터 경도 값은 일정함으로 보아 어느정도의 소결시간 이상에서는 더 이상의 경도 감소가 없음을 알 수 있었다. 소결시간에 따른 경도 변화는 일반적으로 재료의 경도값은 입자의 크기에 반비례한다는 결과와 잘 일치하나 고하중의 비커스 압흔법에

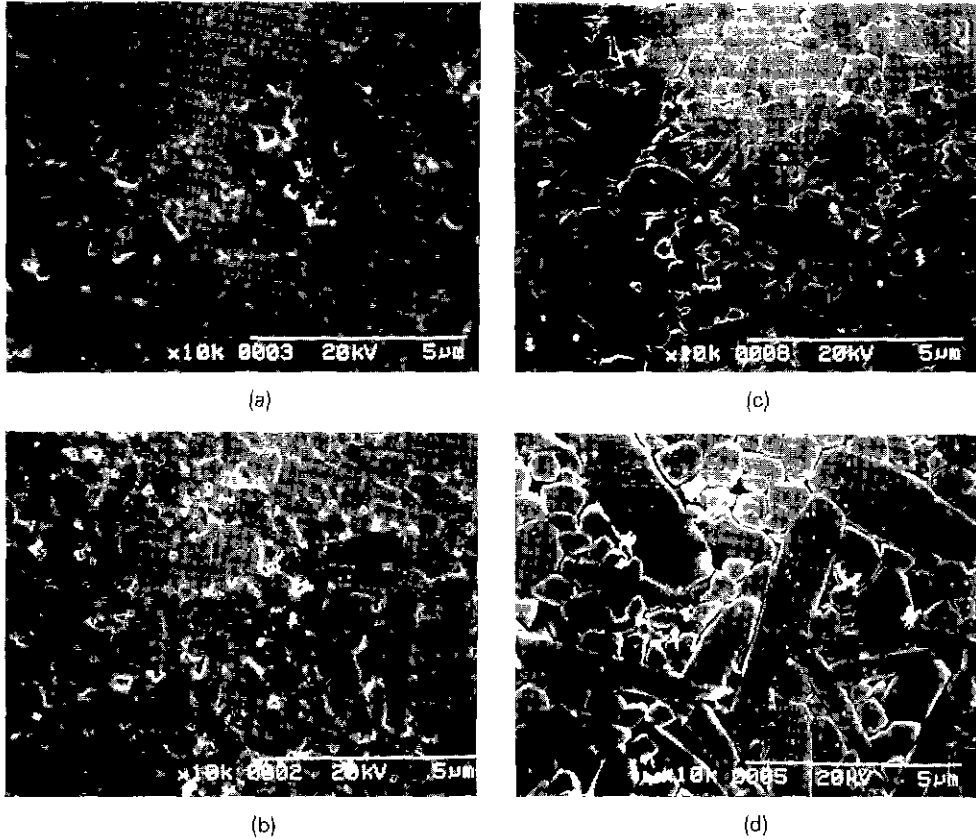


Fig. 6. SEM Micrographs of specimen-B (AlN-10%) sintered at 1700°C in varied sintering time. a) 1 hr, b) 5 hr, c) 10 hr, d) 20 hr.

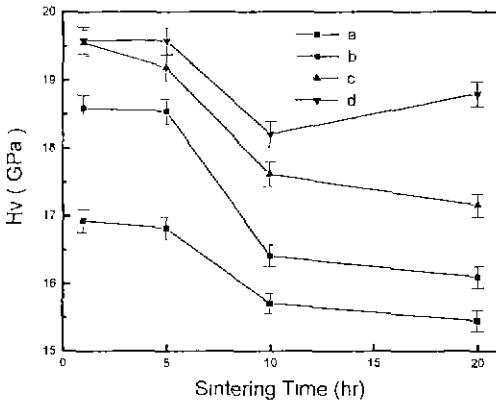


Fig. 7. Variation of hardness of specimen sintered at 1700°C with sintering time. a) specimen-A (AlN-5 wt%), b) specimen-B (AlN-10 wt%), c) specimen-C (AlN-12.5 wt%), d) specimen-D (AlN-15 wt%).

의한 경도 값은 세라믹 특히 공유결합성 물질의 경우 입자크기와 연관성이 적음을 감안하긴 설명하기가 어렵다. 오히려 이방성 결정구조를 갖는 세라믹 물질에서의 세라믹 경도는 입자크기가 증가하면 열팽창 이방성에 의한 응력에너지의 증가로 경도값은 증가할 수 있다²⁰⁾. Si₃N₄ 재료는 소결과정에서 상변태가 일어나며 초기과정에서 불균일한 핵생성에 의한 core 구조를 형성한다. 이때 경계면에서의 각자불일치로 인한 전위 망상구조를 형성한다. 이로 인해 경도값은 영향을 받을 수 있으며 소결시간이 길어지면 확산에 의한 균일한 미세조직이 형성되어 이 효과는 줄어들 것이다. 모든 시편에서 10 시간 소결 후의 경도값은 큰 변화가 없으므로 보아 미세구조의 평형이 이 조건에서 이루어진 것으로 판단된다. 조성에 따른 소결시편의 경도값 변화는 A조성에서 D조성으로 갈수록 즉 α'이 증가할수록 경도값은 증가하여 α'이 80~90% 포함된 D시편의 경우 10시간 이상 소결한

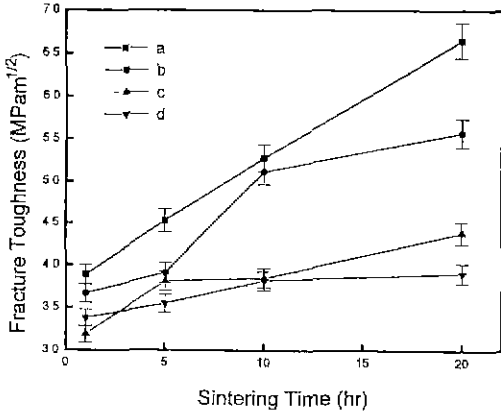


Fig. 8. Variation of fracture toughness of specimen sintered at 1700°C with sintering time. a) specimen-A (AlN-5 wt%), b) specimen-B (AlN-10 wt%), c) specimen-C (AlN-12.5 wt%), d) specimen-D (AlN-15 wt%).

시편에서 1892 Hv 값을 나타내었다. 이는 문헌에 보고된 α'의 경도가 β'보다는 높다는 결과²⁶⁾와 잘 일치하며, β-상의 양이 증가함에 따라 경도값의 감소가 나타남을 알 수 있었다.

Fig. 8에는 소결시간에 따른 파괴인성 값의 변화를 나타내었다. 모든 시편에서 소결시간이 증가함에 따라 파괴인성 값도 따라서 증가하였으나 β' 양이 적은 D시편에서는 파괴인성 값이 소결시간에 따라 증가하나 변화 폭은 적었고, β' 양이 많은 A시편으로 갈수록 파괴인성 증가폭이 증가하였으며, 이를 통해 주된 파괴인성의 향상은 β' 입자에 의해 크게 좌우됨을 알 수 있었다. 다결정질 세라믹재료에서 어느정도의 입자크기 범위에서는 입자크기가 증가함에 따라 파괴인성은 증가한다²⁷⁾. 등축상의 α'를 주로 포함한 D시편의 경우 입자크기 증가에 따라 파괴인성은 증가하나 그 증가폭은 적으며, 파괴인성의 증가폭은 주상형의 β-고용상량이 증가함에 따라 증가하여 주된 상이 β'인 A시편에서는 20시간 소결시 6.66 MPam^{1/2}를 나타내었다. 이 결과로 보아 파괴인성 향상의 주된 기구는 등축상 입자의 역할보다는 주상형 입자의 균열 편향^{7,8)} 균열 가교등의⁹⁾ 균열 전파 억제기구로서¹⁰⁾ 설명될 수 있으며 주상형 입자의 입도 조절이 파괴인성 향상에 큰 영향을 주는 것으로 판단된다.

4. 결 론

1. α-Si₃N₄와 YAG(3Y₂O₃·5Al₂O₃)를 일정하게 하고 AlN의 양을 변화함으로써 α-SiAlON과 β-SiAlON의 양의

비가 다른 치밀화된 소결체를 얻을 수 있었고, 소결시간 변화에 따라 입자크기를 변화시킬 수 있었다.

2. 시편내의 α-SiAlON의 양이 많아질수록 경도가 증가함을 알 수 있었고, 소결시간에 따른 경도 변화는 소결시간이 증가함에 따라 경도는 감소하나 10시간 이상의 시편의 경도 값은 소결시간과 관계 없이 일정한 값을 갖음을 알 수 있었다.

3. 파괴인성 값은 소결시간이 길어질수록 증가하나 β-SiAlON이 증가할수록 증가폭이 컸으며 이를 통해 주상형의 β-SiAlON 입자의 입도 조절이 파괴인성에 큰 영향을 주는 것으로 생각되어진다.

감사의 글

본 연구는 94년도 교육부 신소재분야 연구지원에 의해 이루어졌으며 이에 감사드립니다.

REFERENCES

1. G. Petzow and P. Greil, "Pressureless Sintered Si₃N₄ Alloys for Application in Automotive Engines," pp 177-198 in Proc. of International Symposium on Ceramic Components for Engine Edited by S. Somiya, E. Kanai and K. Ando, KTK Scientific Publishers, Tokyo, 1984.
2. R.P. Larsen and L.R. Johnson, "Ceramic Rocker Turbochargers: A Case Study of Near-Term Application of High-strength Ceramics," ANL/CNSV-45 1984.
3. M.F. Lasker, R.P. Craig and J.L. Mason, ASME Paper 85-IGT-149 1985
4. D.R. Messier and E.J. Degure, "Thermal Decomposition in the System Si-Y-Al-O-N," *J Am Ceram Soc.* 7(9), 602-05 (1984)
5. C. Greskovich, and S. Prochazka, "Stability of Si₃N₄ and Liquid Phase(s) During Sintering," *J. Am Ceram Soc. Comm.*, 64, C-96 (1981).
6. M. Mitomo and S. Uenosono, "Microstructural Development During Gas-Pressure Sintering of α-Silicon Nitride," *J. Am Ceram. Soc.*, 75(1), 103-8 (1992).
7. F.F. Lange, "Fracture Toughness of Si₃N₄ as a Function of the Initial α-Phase Content," *J. Am Ceram. Soc.* 62(7-8), 428-30 (1979).
8. K.T. Faber and A.G. Evans, "Crack Deflection Processes-II. Experiment," *Acta Metall.*, 31(4), 577-84 (1983).
9. P.F. Becher, C.-H. Hsueh, P. Angelini, and T.N. Tieg. "Toughening Behavior in Whisker-Reinforced Ceramic Matrix Composites," *J. Am. Ceram Soc.*, 71(12), 1050-61 (1988).
10. P.F. Becher, "Microstructural Design of Toughened

- Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**(2), 255-69 (1991).
11. T.N. Tiegss and P.F. Becher, "Sintered Al_2O_3 -SiC-Whisker Composition," *Am Ceram. Soc. Bull.*, **66**(2), 339-42 (1987).
 12. E. Tam, S. Umebayashi, K. Kishi, K. Kobayashi, and M. Nishijima, "Gas-Pressure Sintering of Si_3N_4 with Concurrent Addition of Al_2O_3 and 5 wt% Rare Earth Oxide: High Fracture Toughness Si_3N_4 with Fiber-Like Structure," *J. Am. Ceram. Soc. Bull.*, **65**, 1311-15 (1986).
 13. T. Ekström and N. Ingelstrom, "Characterization and Properties of Sialon Materials," pp. 231-254 in *Non-Oxide Technical and Engineering Ceramics* edited by S. Hampshire, Elsevier, U.K., 1986
 14. T. Ekström, "Effect of Composition, Phase Content and Microstructure on the Performance of Yttrium Si-Al-O-N Ceramics," *Material Science and Engineering*, **A109**, 341-349 (1989).
 15. G. Grand, J. Demit, J. Ruste, and J.P. Torre, "Composition and Stability of Y-Si-Al-O-N Solid Solutions Based on α - Si_3N_4 Structure," *J Mater. Sci. Lett.*, **14**, 1749-51 (1979).
 16. H.W. Hayden, W.G. Moffatt, and Wulff, "The Structure and Properties of Materials," Vol. 3: Mechanical Behavior, John Wiley & Sons, Inc, New York, 1965.
 17. B.R. Lawn and E.R. Fuller, "Equilibrium Penny-like Cracks in Indentation Fracture," *J. Am Ceram Soc.*, **59**, 371 (1976)
 18. S.L. Hwang and I.W. Chen, "Reaction Hot Pressing of α' - and β' -SiAlON Ceramics," *J. Am Ceram Soc.*, **77**(1), 165-71 (1994).
 19. Z.K. Huang, P. Greil, and G. Petzow, "Formation of α - Si_3N_4 Solid Solutions in the System α - Si_3N_4 -AlN- Y_2O_3 ," *J. Am. Ceram. Soc.*, **66**(6), C-96-C-97 (1983).
 20. K.H. Jack, "The Crystal Chemistry of the Sialon and Related Nitrogen Ceramics," pp. 109-28 in *Nitrogen Ceramics* Edited by F.L. Riley, Noordhoff, The Netherlands, 1977.
 21. D.D. Lee, "Kinetics of Microstructural Change during Liquid Phase Sintering of Sialon," KAIST 1987.
 22. Chemical Bonds and bond Energy, Edited by R.T. Sanderson, pp. 171-198. Academic Press, New York, U.S. A., 1971.
 23. S.M. Han, "The Mechanical of Phase Transition and Microstructure Development in M-Si-Al-O-N System," KAIST 1994.
 24. S. Boskovic, L.J. Gaukler, G. Petzow, and T.-Y. Tien, "Reaction Sintering Forming β - Si_3N_4 Solid Solutions in the System Si, Al/N, O: Sintering of Si_3N_4 -AlN- Al_2O_3 Mixtures," *Powder Metall. Int.*, **11**(4), 169-71 (1979).
 25. I.J. McColm, Ceramic Hardness, Plenum, 1990.
 26. C. Greskovich, and G.E. Gazza, "Hardness of Dense α - and β - Si_3N_4 Ceramics," *J Mater Sci.*, (4), 195-6 (1985).
 27. R.W. Rice, S.W. Freiman, and P.F. Becher, "Grain Size Dependence of Fracture Energy in Ceramics: I, Experiment," *J. Am. Ceram. Soc.*, (64), 345-350 (1981).
 28. T. Ekstrom and M. Nygrwn, "SiAlON Ceramics," *J. Am Ceram. Soc.*, **75**(2), 259-76 (1992).