

B16

Silicon Nitride 가스압 소결체의 미세조직과 기계적성질에 미치는 Yttria와 Alumina 첨가량의 영향

박 동 수, 김 해 두, 정 중 회*

한국기계연구원 요업재료실

*주식회사 신 서

I. 서 론

질화규소 세라믹스는 여러 구조 세라믹스 가운데, 강도, 파괴인성, 경도, 고온강도등의 특성이 비교적 잘 균형을 이루고 있어, 활용이 크게 기대되고 있다. 그러나, 질화규소는 강한 공유결합을 하는 난소결성 재료로써, 소결조제를 사용하여 소결을 행하는 것이 일반적이다. 소결조제의 역할은 Si_3N_4 의 표면에 존재하는 SiO_2 와의 반응을 통하여 액상을 형성함으로써 소결을 촉진하는 것이다. 그러나 이러한 액상은 소결체 내부에 잔류하여 그 기계적 특성등에 영향을 미치게 된다. 뿐만 아니라, 액상의 양은 $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 의 결정립의 성장에도 영향을 주는 것으로 알려져 있다. 한편, 질화규소 세라믹스의 파괴인성은 소결체를 구성하는 $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 결정립의 크기에 따라 증가하는 것으로 알려져 있다.

본 연구에서는 소결조제로 사용된 온도와 Yttria와 Alumina의 양에 따른 $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 결정립의 크기의 변화와, 이러한 미세조직의 변화에 따른 기계적 특성의 변화를 조사하였다.

II. 실험 방법

Si_3N_4 (LC12SX, H.C. Stark), Y_2O_3 (Fine, H.C.Stark), Al_2O_3 (AKP-30, Sumitomo)분말을 정량하여 Si_3N_4 -4w/o Y_2O_3 -1w/o Al_2O_3 , Si_3N_4 -6w/o Y_2O_3 -1.5w/o Al_2O_3 , Si_3N_4 -8w/o Y_2O_3 -2w/o Al_2O_3 가 되도록 하고, 이를 Ethanol과 질화규소 구석을 이용하여 72시간 ball milling하였다. 혼합된 분말은 lever press로 성형한 후, 250MPa의 압력으로 CIP하였다. 이를 1920°C에서 2.5시간 또는 2030°C에서 4시간 가스압 소결하여 시편을 제작하였다. 시편은 2 μm 로 최종 연마하여 곡강도, 경도, 파괴인성 (indentation 방법)을 측정하고, etching한 후, 미세조직을 관찰하였다.

III. 결과 및 고찰

소결체는 모두 이론밀도의 99%이상으로 치밀화 되었으며, 4%이하의 무게

감량을 나타내었다. 1920°C의 실험결과, 미세조직상의 결정립의 크기는 조성에 크게 의존하지 않고, 비슷한 크기를 나타내었으며, 2030°C의 결과, 결정립은 소결조제의 양이 가장 작은 Si_3N_4 -4w/o Y_2O_3 -1w/o Al_2O_3 의 조성이 가장 조대한 결정립을 나타내었다. 이는 소결조제의 양이 증가함에 따라 액상의 양도 증가하여 입성장을 위한 물질이동 거리가 길어지기 때문으로 생각된다. 3점곡강도의 측정결과, 소결온도의 증가에 따라 강도는 저하함을 알 수 있었으며, 1920°C에서는 소결조제의 양이 증가함에 따라 강도가 저하하는 경향을 보였고, 2030°C에서는 가장 조대한 미세조직을 보인 Si_3N_4 -4w/o Y_2O_3 -1w/o Al_2O_3 조성이 가장 낮은 강도를 나타내었다. 파괴인성의 경우에는 1920°C에서는 모두 비슷한 값을 보였으며, 2030°C에서는, 미세조직으로부터 기대했던 바와는 다르게, 소결조제의 첨가량의 증가에 따라 증가하는 경향을 나타내었다. 이러한 경향은 입계유리질의 열팽창 계수와 연관될 수 있다.

IV. 결 론

Yttria와 Alumina를 4w/o-1w/o, 6w/o-1.5w/o, 8w/o-2w/o 첨가하여 가스압 소결한 결과, 모두 이론밀도의 99% 이상으로 치밀화된 질화규소 소결체를 얻었다. 2030°C에서 소결된 경우가 1920°C에서 소결된 경우보다 높은 밀도와 무게감량을 나타내었다. 미세조직의 관찰 결과, 1920°C에서는 결정립의 크기가 조성에 의존하지 않았으며, 2030°C에서는 소결조제의 양이 가장 작을 때 가장 조대한 결정립을 나타내었다. 3점곡강도는 1920°C에서는 소결조제의 양에 따라 감소하고, 2030°C에서는 결정립의 크기가 가장 큰 Si_3N_4 -4w/o Y_2O_3 -1w/o Al_2O_3 조성이 가장 낮은 강도를 나타내었다. 파괴인성치는 1920°C에서는 비슷한 값을 보였으며, 2030°C에서는 미세조직으로부터 기대된 바와는 다르게 가장 조대한 결정립을 보인 Si_3N_4 -4w/o Y_2O_3 -1w/o Al_2O_3 조성이 가장 낮은 값을 나타내었다.