

## 질화규소의 기계적 성질 및 접촉 손상 : I. $\alpha/\beta$ 상분율의 영향

이승건\* · 이기성 · 이시우 · 김재현 · 김도경

\*미국 표준과학 연구소, 한국과학기술원 재료공학과

### A Study on the Mechanical Properties and Contact Damage of Silicon Nitrides : I. Effect of $\alpha/\beta$ Phase Fraction

Seung Kun Lee\*, Kee Sung Lee, Shi Woo Lee, Jae Hun Kim, and Do Kyung Kim

\*Materials Science and Engineering Laboratory,

National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD20899, USA

Department of Materials Science and Engineering, KAIST, Taejeon, 305-701

(Received December 26, 1997)

**ABSTRACT** The effect of  $\alpha/\beta$  phase on the mechanical properties and contact damage of silicon nitrides ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) was investigated. Silicon nitride materials were prepared from two starting powders, at selective increasing hot-pressing temperatures to coarsen the microstructures: (i) from relatively coarse  $\alpha$ -phase powder, essentially equiaxed  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  grains, with limited, slow transformation to  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  grain; (ii) from relatively fine  $\alpha$ -phase powder, a more rapid transformation to  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ , with attendant grain elongation. The resulting microstructure thereby provided a spectrum of  $\alpha/\beta$  phase ratios, grain sizes, and grain shapes. Fracture strength, hardness, and toughness were measured, and contact damage and strength degradation after indentation were investigated by Hertzian indentation using spherical indenter. A brittle to ductile transition in  $\text{Si}_3\text{N}_4$  depended on  $\alpha/\beta$  phase ratio as well as grain size. Silicon nitride with elongated  $\beta$  grains showed a superior contact damage resistance.

## 1. 서 론

질화규소( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) 세라믹스는 열적, 기계적 성질이 금속이나 타 세라믹스에 비해 우수하여 수년 동안 이에 관한 연구가 있었으며, 파괴강도, 경도, 인성, 그리고 마모나 피로 저항성이 높은 소재 개발을 위한 많은 투자가 있었다.<sup>1-4</sup> 특히 응용 면에서 절삭 공구, 베어링, 노즐 및 자동차 부품 등으로 사용되고 있다.<sup>5</sup> 그러나 아직도 세라믹스 고유 특성인 낮은 파괴인성과 신뢰도의 결여 및 수명 예측의 어려움 등으로 사용에 제약을 받고 있고, 재료의 미세구조 및 최종 상의 상분율이 기계적 성질에 구체적으로 어떤 영향을 주는가에 대한 연구가 많지 않다. 특히 질화규소의 제조 시에 질화규소 결정립 크기와 형상뿐만 아니라 결정 상도 동시에 변하기 때문에, 어느 변수가 더 중요하며, 어떤 특성에 영향을 주는지 거의 알려져 있지 않다.

일반적으로 강도 및 인성이 우수한 질화규소 세라믹스를 제조하는데 있어서 출발 원료로서 미세한  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ 의 분말을 사용하며 소결 도중 용융-재석출 기구에 의해 장경비(aspect ratio)가 큰  $\beta$ 상으로 상변태 및 결정립 성장이 일어나게 되어 미세구조의 변화를 가져오게 된다.<sup>1-4</sup> 이 미세구조의 변화는 파괴강도, 인성, 마모 및 피로 저항성(fatigue resistance)등 기계적 성질에 영향을 주게 되는데, 미세구조의 변수와 기계적 성질간의 관계는 명료하지 않아서 미세구조의 변화가 기계적 성질에 어떤 영향을 끼치는지는 아직도 논란의 대상이 되고 있다. 그 이유 중의 하나로는 결정립(grain) 크기와 형상, 장경비(aspect ratio),  $\alpha$ 와  $\beta$ 의 비율 등 여러 미세구조의 변수들이 소결 도중 동시에 변하기 때문이다.<sup>4</sup>

한편 Hertzian indentation 방법은 재료의 접촉 손상 저항성을 측정할 수 있을 뿐만 아니라 재료의 탄성 및 소성 변형 거동을 연구하는데 매우 우수한 방법이

다.<sup>6,8)</sup> 최근에 질화규소에 대해 구형압자로 접촉 손상을 유도한 결과에 따르면, 질화규소의 결정립이 커짐에 따라서, cone 모양의 crack이 발생하는 취성 거동으로부터, 접촉된 아래 부분에 준소성 영역(quasi-plastic deformation)이 형성되는 준소성(quasi-plasticity) 거동으로 전이한다는 결과가 보고된 바 있다.<sup>9)</sup>

본 연구에서는 최종 상의 분율 및 미세구조가 질화규소 세라믹스의 기계적 성질과 접촉 손상에 미치는 영향을 연구하였으며, 우선 본고에서는  $\alpha/\beta$  상분율의 영향을 고찰하였다. 다양한 상분율과 결정립의 크기, 모양을 얻기 위하여 평균 입경이 서로 다른 두 가지 종류의 원료 분말을 사용하여 소결 온도를 변화시켰다. 제조된 시편의 상분율과 미세구조를 관찰하였고 기초적인 기계적 물성을 측정하였다. 또한 Hertzian indentation 방법을 사용하여 접촉 손상거동을 고찰하였다.

## 2. 실험방법

### 2.1. 시편 제조 공정 및 미세구조, 상분율 분석

본 연구에서 사용한 질화규소 출발 원료로는 미세한(fine)  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ (UBE-SN-E10, Ube Industries Tokyo, Japan: 평균 입경 0.3  $\mu\text{m}$ )와 조대한(coarse)  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ (UBE-SN-E3, Ube Industries Tokyo, Japan: 평균 입경 1  $\mu\text{m}$ )의 두 종류의 분말을 사용하였다. 각 분말에 소결 조제로서 2 wt%의  $\text{Al}_2\text{O}_3$ (AKP50, Sumitomo Chemical Co. Ltd., Tokyo, Japan), 5 wt%의  $\text{Y}_2\text{O}_3$ (H. C. Starck GmbH, Goslar, Germany) 그리고 1 wt%의 MgO(High Purity, Baikowski Co., NC, U.S.A.)를 동일하게 첨가하여 폴리프로필렌 용기 내에서 이소프로판올 용액 및 알루미늄 불과 함께 24시간 동안 ball milling하여 혼합하였다. 혼합된 슬러리를 오븐 내에서 건조하였으며 그 후 체가름하여 혼합 분말을 얻었다.

얻어진 혼합 분말은 흑연 도가니 내에서 1,570, 1,600, 1,650, 1,700 그리고 1,800°C의 각 온도에서 30 MPa의 압력으로 1시간 동안 질소 분위기 하에서 고온 가압 소결(hot pressing)하여 소결체를 제작하였다. 얻어진 소결체를 출발 원료에 따라 각각 다음과 같이 표기하였다: AC(출발 원료가 E3- $\text{Si}_3\text{N}_4$ ), AF(출발 원료가 E10- $\text{Si}_3\text{N}_4$ ). 50 mm의 직경과 4 mm의 두께로 제작된 소결체의 상하면을 다이아몬드 휠로 연

마한 후 기계적 특성 평가를 위해 3 mm × 4 mm × 25 mm의 직육면체 시편을 제작하였다.

각 온도에서 제작된 시편의 표면을 고온 가압 소결시의 가압축과 수직인 방향에 대해 다이아몬드 페이스트로 1  $\mu\text{m}$ 까지 경면 연마(polishing)하였다. 경면 연마된 시편들의 미세구조를 관찰하기 위해  $\text{CF}_4/\text{O}_2=2:1$ 인 혼합 가스 분위기 내에서 8~10분 동안 플라즈마 에칭 하였고, 에칭된 표면을 주사 전자현미경(SEM)으로 관찰하였다. 각 재료의 미세구조는 이미지 분석기(image analyser)로 분석하여 평균 입경과 장경비(aspect ratio)를 구하였다. 평균 입경은 각 입자를 구형으로 가정하여 얻어진 입경들의 합을 총 입자 수로 나누어 계산하였고, 장경비(aspect ratio)로서는 길이/폭의 비가 4 이상인 입자들의 분율을 계산하여 평가하였다.<sup>9)</sup> 각 소결체의 최종 상분율은 Gazzara의 분석 방법을 활용하여 X-ray 회절 peak를 이용, 정량화 하였다.<sup>10)</sup>

### 2.2. 기계적 성질

각 온도에서 제작된 소결체들의 경도와 인성을 Vickers indentation으로 측정하였다.<sup>11)</sup> 경도는  $H=P/2a^2$ , 인성은  $T=0.016(E/H)^{1/2}(P/c^{3/2})$ 의 식을 이용, 계산하였고 여기서  $P$ 는 가해 준 하중,  $a$ 는 압흔의 대각선 길이의 1/2,  $E/H$ 는 탄성계수/경도의 비이고,  $c$ 는 균열(radial crack)의 크기이다.

접촉 손상 특성을 고찰하기 위하여 구형의 WC(tungsten carbide) 압자를 재료에 압입 하는 Hertzian indentation 방법을 사용하였다. 압입 후의 재료 내부의 소성 변형 및 손상 거동을 규명하기 위해 "bonded-specimen" 시편을 제조하였다.<sup>6-8)</sup> 시편을 제조하는 순서를 나열하면 다음과 같다. 먼저 두개의 막대 모양의 시편(3 mm × 4 mm × 25 mm)을 2개 준비하였다. 각각의 시편의 한 면을 경면 연마(1  $\mu\text{m}$ )한 후 접착제로 결합시키고 다시 구형의 압자가 압입 되는 면을 경면 연마하였다. 연마된 면 위에 두 시편간의 계면의 중앙 위치에 반경  $r=1.98$  mm인 구형의 압자를 압입하였다. 압입이 끝난 시편은 아세톤에 넣어 두 시편을 분리시키고 광학 현미경으로 Nomarski illumination 하에서 시편의 윗면과 옆면의 접촉 손상을 관찰하였다.

한편 시편의 윗면을 경면 연마한 후  $P=50$  N 간격으로 하중을 증가시켜 가면서 구형압자를 압입하였

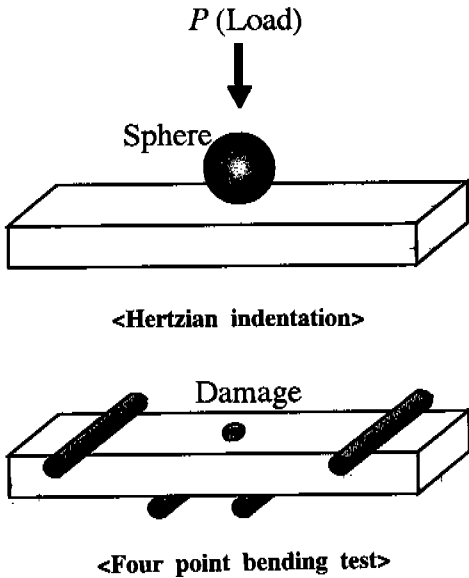


Fig. 1. Schematics for strength degradation experiments using Hertzian indentation.

고, 광학 현미경을 통해 표면에 impression이 처음 가해지는 하중을  $P_y$ 로, ring crack이 처음 형성되는 하중을  $P_c$ 로 정의하였다.

강도 측정을 위해  $3\text{ mm} \times 4\text{ mm} \times 25\text{ mm}$ 의 규격으로 시편을 제작하였고, 측정시 인장이 걸리는 면은  $1\text{ }\mu\text{m}$ 까지 다이아몬드 연마하였으며, 모서리로부터의 파괴를 막기 위해 모따기를 하였다. 파괴강도는 4점 곡강도 법으로 측정하였고, 측정 시의 Instron의 crosshead 속도는  $1.67\text{ }\mu\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ 로, 파괴 시의 외부의 환경 효과 즉 공기중 수분에 의한 slow crack 성장을 최소화 하였다.

또한 접촉 손상이 재료의 강도에 어떤 영향을 주는지를 관찰하기 위하여 경면 연마된 4점 곡강도 시편의 중앙에 구형의 WC 압자를 압입한 후, 압입된 면에 인장응력이 걸리도록 시편을 Instron에 위치시키고 강도측정때와 동일한 조건에서 4점 곡강도를 측정하였고 이를 압입 하중에 따라 plot 하였다. Fig. 1에 이에 대한 모식도를 나타내었다.

### 3. 결과 및 고찰

본 연구에서 사용된 평균 입경이 서로 다른 질화규소 분말들의, 원료 처리를 거친 후 SEM으로 관찰한

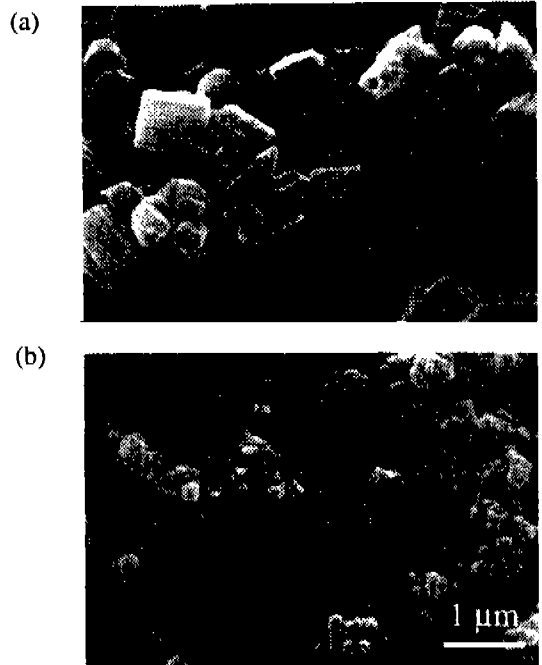


Fig. 2. SEM micrographs of starting powders for (a) AC and (b) AF  $\text{Si}_3\text{N}_4$  material.

사진을 Fig. 2에 나타내었다. AC  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 의 원료 분말로 사용한 E3- $\text{Si}_3\text{N}_4$ 의 혼합 분말이 상대적으로 입경이 크고 각진 형상을 하고 있는 반면, AF  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 에 사용된 E10- $\text{Si}_3\text{N}_4$ 의 혼합 분말은 상대적으로 미세하고 구형의 분말임을 알 수 있다.

각각의 온도에서 얻어진 모든 소결체의 상대 밀도는 99% 이상이었다. 소결된 질화규소 세라믹스의 상분율을 소결 온도에 따라 Fig. 3에 나타내었다. 소결 온도에 따라  $\beta$ 상의 분율이 증가하는 경향을 보이고 있는데 이 결과는 소결 온도가 증가함에 따라  $\alpha/\beta$  상변태가 수반되는 기존의 연구 결과와 잘 일치한다.<sup>1)</sup> 미세한 입자로 출발한 AF  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 에 비해 상대적으로 조대한 분말로 출발한 AC  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 의 경우, 상전이 속도가 보다 느려  $1,700^\circ\text{C}$ 까지 대부분  $\alpha$ 상으로 남아 있다. 이후  $1,800^\circ\text{C}$ 에서 대부분의  $\alpha$ 상이  $\beta$ 상으로 급격히 상전이 되지만 여전히 소량이나마  $\alpha$ 상이 잔존한다. 반면 AF  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 의 경우,  $1,650^\circ\text{C}$ 에서도 대부분  $\beta$ 상으로의 상전이가 일어났고  $1,700^\circ\text{C}$ 에서 1시간 소결하였을 때 상전이가 완료되는 것을 확인할 수 있다. 이러한 결과는 출발 원료의 평균 입자 크기의 차에 의해 소결 구동력의 제어가 가능하며, 이를 통해

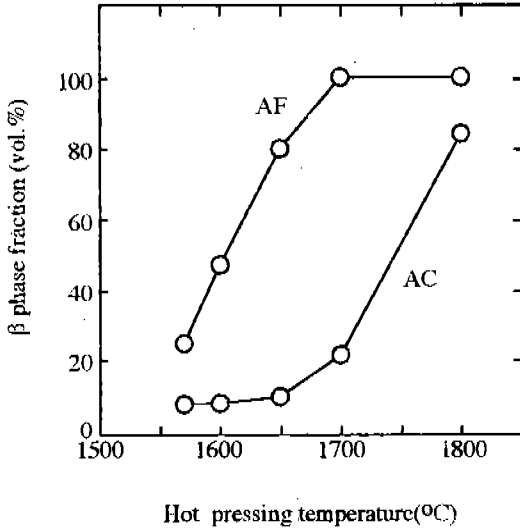


Fig. 3. Variation of volume fraction of  $\beta$  phase in AC and AF  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , as a function of hot pressing temperature.

결정 상의 상분율의 제어 역시 가능하다는 것을 제시하여 준다.

Fig. 4에 1,600, 1,700, 그리고 1,800°C 각각의 온도

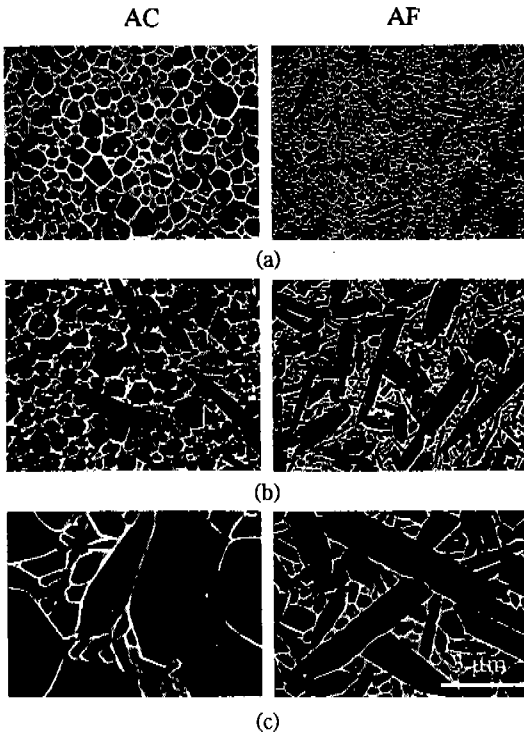


Fig. 4. Microstructures of AC and AF  $\text{Si}_3\text{N}_4$  materials fabricated at (a) 1,600, (b) 1,700, and (c) 1,800 °C for 1 hr.

에서 제조된 AC와 AF  $\text{Si}_3\text{N}_4$  소결체들의 미세구조 사진을 나타내었다. 왼쪽 줄의 사진은 조대한 출발 원료로 시작한 AC  $\text{Si}_3\text{N}_4$  소결체들의 주사 전자 현미경(SEM) 사진이고, 오른쪽 줄의 사진은 AF  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 이다. 1,700°C까지 대부분의 상이  $\alpha$ 상으로 남아 있는 AC  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 의 경우 상대적으로 등축상(equiaxed)인 결정립들이 많이 관찰되는 반면, 동일 온도에서  $\beta$ 상의 분율이 높은 AF  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 의 경우 장경비(aspect ratio)가 큰 결정립들이 많이 존재함을 알 수 있다. 이러한 각 온도에 따른 미세구조 사진에 대해 분석한 평균 입경과 장경비(aspect ratio)를 최종 상의 분율에 대해 나타낸 결과를 Fig. 5에 나타내었다. 평균 입경(Fig. 5a)

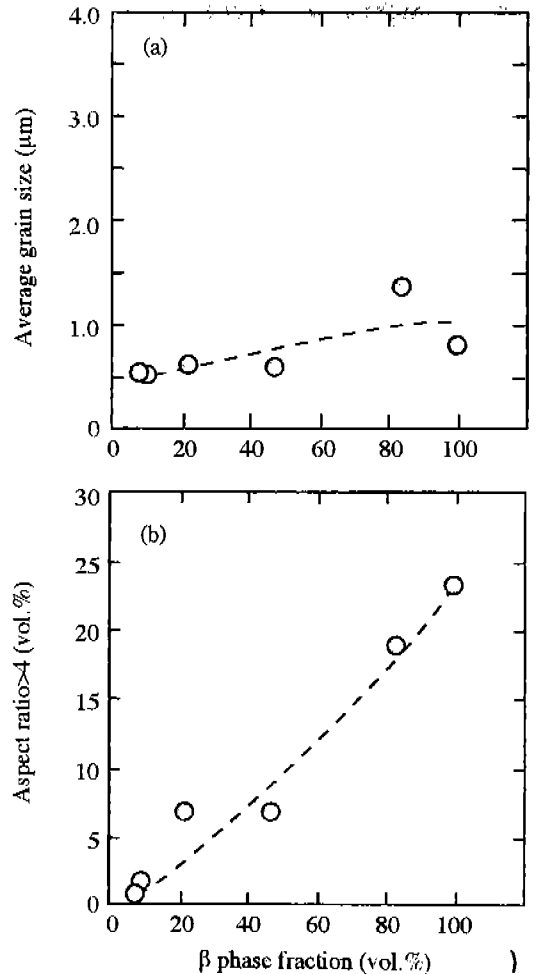


Fig. 5. Microstructure characterization of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  materials: (a) average grain size and (b) volume percentage of grains with aspect ratio > 4.

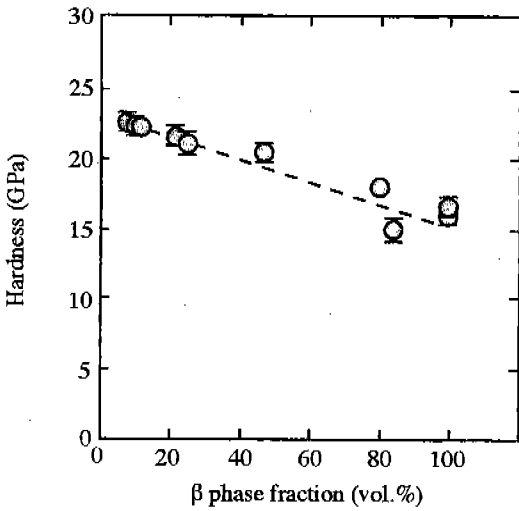


Fig. 6. Variation of hardness of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  materials as a function of volume fraction of  $\beta$  phase.

은 상분율의 영향을 크게 받지 않지만, 장경비(aspect ratio)의 경우(Fig. 5b)  $\alpha/\beta$  상분율의 영향을 크게 받는 것을 알 수 있다. 즉  $\beta$ 상으로의 상전이가 일어나면서 등축상의 입자는 장경비가 큰 입자로 변화되는 경향이 있음을 알 수 있다.

서로 다른 상분율을 갖는 각각의 소결체(Fig. 4 참조)에 대해 경도, 인성 및 강도를 측정후, 이 결과를 최종 상의 분율에 따라 Fig. 6-8에 나타내었다. 먼저 상분율이 경도에 미치는 영향을 살펴보면, Fig. 6

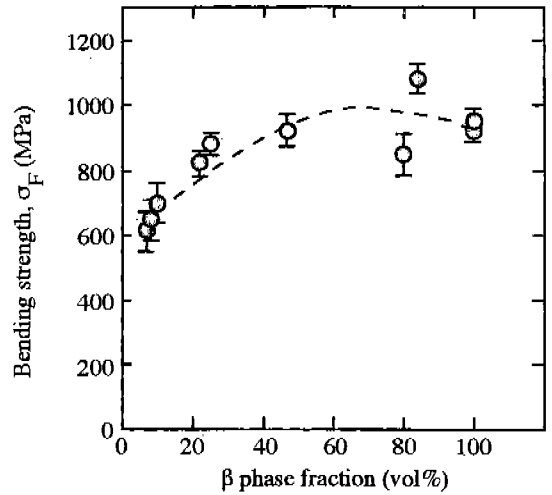


Fig. 8. Four point bending strength of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  materials as a function of volume fraction of phase.

에서 보는 바와 같이 질화규소 세라믹스의 최종 상중  $\alpha$ 상의 분율이 높을수록 높은 경도 값을 보였고, 반면  $\beta$ 상으로의 상전이가 일어나면서 재료의 경도는 감소하는 경향을 나타내었다. 이는  $\alpha$ 상의 경도가 상대적으로  $\beta$ 상보다 높기 때문이다.<sup>12,13</sup> 따라서 경도가 뛰어난 질화규소 소재를 개발하기 위해서는  $\alpha$ 상을 많이 잔존시키는 방법이 유리함을 알 수 있다. 이에 반해 파괴인성은 Fig. 7에서와 같이 최종 상의  $\beta$  분율이 높을수록 증가하게 된다. 그 이유로서는 장경비가 큰  $\beta$  결정립이 존재할 경우 crack deflection과 crack bridging 현상이 일어나 균열의 전파 에너지를 흡수시켜 궁극적으로 파괴인성의 증진을 가져오기 때문이다.<sup>2</sup> 일반적으로 장경비(aspect ratio)가 상대적으로 큰 입자를 많이 포함하고 있는  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 의 경우가 파괴인성이 높다는 것은 잘 알려져 있는 사실이다.<sup>4</sup> 본 결과에서도 Fig. 5b에 나타낸 최종 상분율과 장경비(aspect ratio)의 관계로부터, 장경비가 큰 미세구조를 보일수록 파괴인성이 높은 결과를 보임으로써 기존의 결과와 잘 일치함을 알 수 있다. Fig. 8은 최종 상의 분율과 파괴강도와의 관계이다.  $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ 에서  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 로 상전이가 일어나면서 파괴강도는 증가하는 경향을 보이고 있다. 이상의 결과로 볼 때, 경도와 파괴인성, 파괴강도 등의 기계적 성질은 최종 상의 분율에 매우 강하게 의존함을 알 수 있고, 따라서 결정 상의 양적인 제어가 가능하다면 질화규소 세라믹스의 특

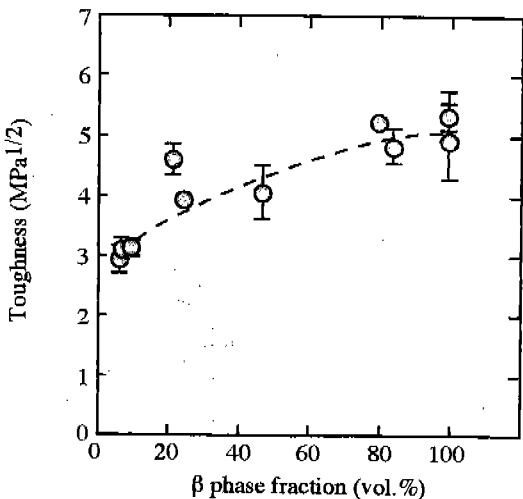


Fig. 7. Variation of toughness of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  materials as a function of volume fraction of  $\beta$  phase.

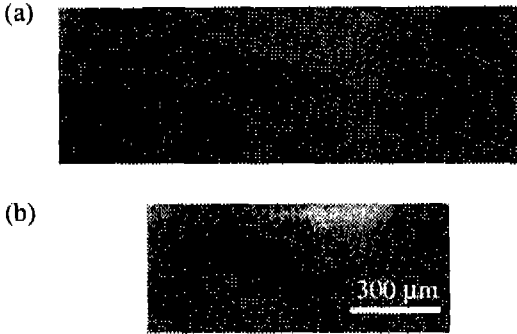


Fig. 9. Contact damage under  $P=4000\text{ N}$  of (a) AC and (b) AF  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , material fabricated at  $1,700\text{ }^\circ\text{C}$ .

성을 다양화시킬 수 있다는 것을 알 수 있다. 즉 사용 용도에 따라서 높은 경도를 필요로 하는 내마모 재료인 경우 상대적으로  $\alpha$  상의 분율이 많이 남도록 하고, 고강도, 고인성을 요구하는 용도에는 상대적으로  $\beta$  상의 분율을 높임으로써, 용도에 적합한 미세구조와 결정 상을 제어할 수 있다.

$1,700\text{ }^\circ\text{C}$ 에서 제조된 AC, AF  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 에 대해 WC 압자를 이용한 Hertzian indentation 방법으로 접촉 손상 거동을 고찰하였다. Fig. 9는 압입 후의 접촉 손상을 측면에서 본 그림이다. AC  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 에는  $500\text{ }\mu\text{m}$  크기의 cone crack이 관찰되고 압입된 아래 부분에 손상된 영역(damage zone)을 볼 수 있다. 이와 같은 cone crack의 형성은 유리와 같은 brittle 한 재료에서 잘 알려져 있는 현상으로, 구형의 압자를 압입 시에 압자와 시편이 접촉된 바로 바깥쪽에서(인장응력이 최대인 곳) cone crack이 발생하고 재료 내부로 임의의 각도(cone crack angle)를 가지고 전파한다. 이때의 cone crack의 각도는 재료의 poisson's ratio에 의해 결정되고 crack의 크기는 재료의 파괴인성과 가해 준 하중에 의존한다.<sup>13)</sup> 구형 압자의 압입 시에 이와 같은 cone crack 이외에 압입된 시편 아래 부분에서(전단응력이 최대인 곳) 전단응력에 의한 재료의 소성 변형이 나타날 수 있는데 특히 이러한 소성 변형은 결정립이 큰 알루미늄<sup>6)</sup>와 glass ceramics<sup>8)</sup> 및 결정립이 큰 질화규소에서 잘 알려져 있다. 이와 같은 소성 변형은 금속에서와 같이 재료 내의 dislocation의 움직임으로 형성되는 것이 아니라 재료 내의 약한 부분 즉 결정립계(grain boundary) 또는 twin 및 slip 면들이 전단응력에 의해 미끄러지고 결국 재료 내부에 미세균열(microcrack)들을 형성시킨다.<sup>4,6-8,14)</sup> 미세균열(micro crack)들에 의

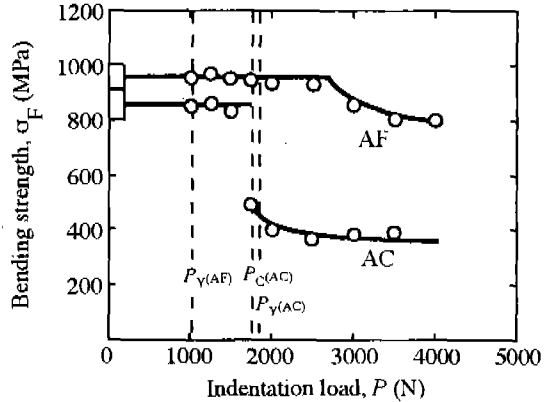


Fig. 10. Strength degradation for AC and AF  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , materials fabricated at  $1,700\text{ }^\circ\text{C}$ , after indentation with WC sphere,  $r=1.98\text{ mm}$ . Boxes at left axis indicate natural strengths of unindented specimens.

해 형성된 소성 거동을 일반적으로 준소성성(quasi-plasticity)이라고 일컫는다.<sup>14)</sup> AC  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 는 이와 같은 준소성 변형이 일어난 손상 영역과 동시에 cone crack이 동시에 관찰된다. 한편 AF  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 는 cone crack 없이 손상 영역만이 관찰되었다. 이와 같은 결과로 AF  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 가 AC  $\text{Si}_3\text{N}_4$  보다 crack 형성 저항성이 우수한 것을 알 수 있었다. Cone crack 발생의 억제에 대한 원인은 몇 가지로 알려져 있는데, 첫째로 재료의 소성 변형으로 인한 재료 표면에 가해지는 인장응력의 감소와 둘째로 일단 crack이 발생하여도 재료 내의 큰 결정립들이 이 crack을 다른 영역(압축응력 영역)으로 deflection 시키는 효과로 보고된다.<sup>4)</sup>

$1,700\text{ }^\circ\text{C}$ 에서 제조된 AC, AF  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 에 대해 WC 압자를 이용하여 Fig. 1과 같이 접촉 손상(contact damage)을 재료 표면에 야기시키고, 이에 의한 재료의 강도 저하(strength degradation)를 측정된 결과를 Fig. 10에 나타내었다. 즉 Fig. 9에서 관찰한 접촉 손상들이 재료의 강도에 어떠한 영향을 미치는지를 고찰하였다. 왼쪽의 box는 압입 전의 AF와 AC의 파괴 강도 값이다. 압입에 의한 인장응력 때문에 발생하는 cone crack이 형성되는 임계 하중  $P_c$ 와 압입에 의한 전단응력으로 발생하는 준소성(quasi-plasticity)이 시작되는 임계 하중  $P_\gamma$ 를 각각 그림에 표시하였다. AC는  $1700\text{ N}$  근처에서 발생한 cone crack에 기인해 재료의 강도가 급격히 저하된 반면, AF는 재료에 영구 소성 변형이 형성되는  $1000\text{ N}$  이후에도 강도 저하를

보이지 않다가 2500 N의 하중에서 강도가 저하하기 시작한다. 이와 같은 강도 저하는 전단응력에 의해서 형성된 재료 내의 미세한 균열들이 재료의 강도에 영향을 미치기 때문으로 판단된다.<sup>4)</sup>

#### 4. 결 론

질화규소의  $\alpha/\beta$  상분율이 기계적 성질에 미치는 영향을 연구하기 위해 본 연구에서는 두 가지 변수로서 서로 다른 출발 원료와 소결 온도를 선택하였다. 출발 원료로서는 평균 입경이 각각 0.3  $\mu\text{m}$ 와 1  $\mu\text{m}$ 인  $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ 를 사용하였고, 소결 온도는 1,570, 1,600, 1,650, 1,700, 그리고 1,800 $^\circ\text{C}$ 로 변화시켰다. 이 때 기공의 영향을 배제하기 위해 고온 가압 소결법을 이용하여 전 온도 범위에 걸쳐 완전히 치밀화된 소결체를 제작하였다. 평균 입경이 상대적으로 큰  $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ 의 경우  $\alpha/\beta$  상전이가 입경이 작은 원료에 비해 상대적으로 느려서 1,700 $^\circ\text{C}$ 까지 대부분의 상이  $\alpha$ 상으로 잔류하였다. 반면 평균 입경이 작은  $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ 는 상전이 속도가 빨라서 1,700 $^\circ\text{C}$ 에서  $\beta$ 상으로 상변태가 완료되었다.

상분율이 각기 다른 최종  $\text{Si}_3\text{N}_4$  소결체에 대해 파괴 강도, 경도, 인성 등의 기계적 성질을 고찰한 결과  $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$  소결체는 경도값이,  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$  소결체는 강도와 인성이 상대적으로 높았다. 한편 접촉 하중에 의한 손상 거동과 외부 접촉 손상에 의한 강도 저하 실험을 실시한 결과  $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$  소결체는 취성적이고 외부 손상에 의한 강도 저하가 일어난 반면  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$  소결체는 외부 하중에 의한 손상 저항이 강한 특성을 보였다.

#### 감사의 글

본 연구는 재료계면공학 연구센터의 지원으로 미

국 표준과학 연구소(NIST)의 B. R. Lawn 박사와의 국제 공동 연구로서 수행되었습니다.

#### 참 고 문 헌

1. F. F. Lange: J. Am. Ceram. Soc., **62**[7-8] (1979) 428.
2. C.-W. Li, S.-C. Lui and J. Goldacker: J. Am. Ceram. Soc., **78**[2] (1995) 449.
3. M. Mitomo, M. Tsutsumi, H. Tanaka, S. Uenosono and F. Salto: J. Am. Ceram. Soc., **73**[8] (1990) 2441.
4. S. K. Lee, S. Wuttiphon and B. R. Lawn: J. Am. Ceram. Soc., **80**[9] (1997) 2367.
5. R. Nathan Katz: Preparation and Properties of Silicon Nitride Based Materials, Materials research society symposium proceedings, Vol. 287, Brookfield, VT (1989) 197.
6. F. Guiberteau, N. P. Padture and B. R. Lawn: J. Am. Ceram. Soc., **77**[7] (1994) 1825.
7. B. R. Lawn, N. P. Padture, H. Cai and F. Guiberteau : Science, **263** (1994) 1114.
8. H. Cai, M. A. Stevens Kalceff and B. R. Lawn: J. Mater. Res., **9**[3] (1994) 762.
9. P. Sajgalik, J. Dusza and M. J. Hoffmann: J. Am. Ceram. Soc., **78**[10] (1995) 2619.
10. C. P. Gazzara and D. R. Messier: Am. Ceram. Soc. Bull., **56**[9] (1997) 777.
11. D. B. Marshall, T. Noma and A. G. Evans: J. Am. Ceram. Soc., **65**[10] (1982) C175.
12. C. Greskovich and G. E. Gazza: J. Mater. Sci. Lett., **4** (1985) 195.
13. O. Yeheskel and Y. Gefen: Mat. Sci. and Eng., **71** (1985) 95.
14. B. R. Lawn, Fracture of Brittle Solids, Cambridge University Press, Cambridge, 1993, Ch. 8.