

## 하동 카올린으로부터 제조한 $\beta$ -Sialon 분체의 계면특성

임현진 · 이홍림

연세대학교 세라믹공학과  
(1992년 5월 14일 접수)

### Interfacial Characterization of $\beta$ -Sialon Powder Prepared from Hadong Kaolin

Hun-Jin Lim and Hong-Lim Lee

Dept. of Eng., Yonsei Univ.  
(Received May 14, 1992)

#### 요 약

X-선 회절 및 IR 스펙트럼 분석을 하고 제타-전위를 측정하여 표면조작 전후의  $\text{Si}_3\text{N}_4$  및  $\beta$ -Sialon 분체의 계면특성에 대하여 연구하였다.  $\beta$ -Sialon 분체는 하동 카올린으로부터 탄소환원질화법으로 합성하여 사용하였다. 표면조작 전의  $\text{Si}_3\text{N}_4$  및  $\beta$ -Sialon 분체의 등전점은 각각 8.4와 7.4였다.  $800^\circ\text{C}$  공기 중에서 24시간 동안 산화시킨 분체의 등전점은  $\text{Si}_3\text{N}_4$  및  $\beta$ -Sialon 분체 모두 실리카의 등전점( $\text{pH}=3$ )과 일치하였다. 계표제로 Darvan C를 사용하는 경우에는 등전점은 3.0이었으며, 제타-전위는  $\text{pH}$  5~12의 범위에서 거의 일정하였다. SN 7347을 사용한 경우에는 등전점은 8.3이었으며,  $\text{pH}$  11 이상에서  $-156\text{ mV}$ 의 높은 제타 전위값을 나타내었다.

#### ABSTRACT

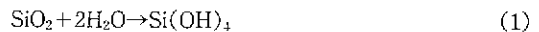
X-ray diffraction patterns, IR spectra and zeta-potentials of silicon nitride and  $\beta$ -Sialon powders were investigated before and after surface manipulations.  $\beta$ -Sialon powder was produced from Hadong Kaolin by the carbothermic reduction and simultaneous nitridation. Isoelectric points of as-prepared  $\text{Si}_3\text{N}_4$  and  $\beta$ -Sialon powders were 8.4 and 7.4, respectively. After both silicon nitride and  $\beta$ -Sialon powders were oxidized at  $800^\circ\text{C}$  for 24 h in air, the isoelectric points of these powders corresponded to that of silica ( $\text{pH}=3$ ). In case of the addition of Darvan C as deflocculant, its isoelectric point was 3 and zeta-potential was nearly constant in the range of  $\text{pH}$  5~12. When SN 7347 was used as deflocculant, its isoelectric point was 8.3 and zeta-potential over  $-156\text{ mV}$  was measured above  $\text{pH}$  11.

#### 1. 서 론

현탁액에서의  $\text{Si}_3\text{N}_4$  및 Sialon 분체의 계면화학은 분쇄, 혼합 그리고 성형공정에 영향을 미치며, 이로 인하여  $\text{Si}_3\text{N}_4$  및 Sialon 세라믹스의 소결성 및 기계적 성질에도 영향을 준다<sup>1)</sup>. 용매에 잘 분산되어진 슬러리를 이용하여 주입성형 등을 하면 큰 기공이나 응집현상을 피할 수 있으므로, 균일한 미세구조를 갖는 성형체를 얻을 수 있다<sup>2)</sup>. 나아가 성형체의 미세구조의 균일도(uniformity)가 증가하여 소결성 및 기계적 성질의 향상도 기대할 수 있다<sup>3)</sup>.

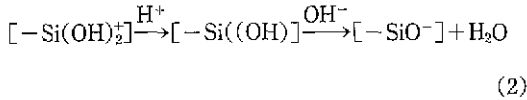
$\text{Si}_3\text{N}_4$  및 Sialon 분체의 표면은 비정질 산화물의 층

으로 덮혀 있으며 이 산화물층의 대부분이 실리카이며 그의  $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$  상으로 존재하기도 한다<sup>4,5)</sup>.  $\text{SiO}_2$ 와 유사한 표면층을 가지고 있으므로,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 의 산염기 표면반응은  $\text{SiO}_2$ 의 가수분해 반응이 지배적으로 작용한다.



그러므로, 실리콘상의 해리반응에 의해  $\text{pH}$ 는 감. 하게 되므로 수성현탁액에서의  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 의 산염기 반응은 표면 조성을 특성화하는데 사용된다.

수성 용매 중의  $\text{Si}_3\text{N}_4$  표면전하는 다음의 반응에 따라 입자 표면에 존재하는 약산성의 silanol기의  $\text{pH}$ 에 의존하는 해리반응에 의해 생겨나기 쉽다.



그래서, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 분체의 표면전하 φ<sub>0</sub>는 수정 Nernst 방정식을 적용하여 다음과 같이 표현된다<sup>6)</sup>.

$$\phi_0 = 2.3 \frac{kT}{e} (\text{pHz} - \text{pH}) - \frac{kT}{e} \left[ \ln \frac{(\text{SiO}^-)}{(\text{SiOH}_2^+)} \right] \quad (3)$$

여기서, pHz는 IEP에서의 pH이며, 이 때(SiOH<sub>2</sub><sup>+</sup>) 농도는 (SiO<sup>-</sup>) 농도와 같다. 식 (3)으로부터 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>의 유효표면전위는 silanol site density와 pH의 함수로서의 산·염기 해리반응에 의해 조절된다.

본 연구에서는 하동 카올린으로부터 탄소환원질화법으로 제조한 β-Sialon 분체의 표면 산화층의 성질 변화에 따른 계면특성을 조사하기 위하여 다음의 조건으로 표면조작을 하여 X-선 회절분석, IR 분석을 하고, 제타전위를 측정하였다. 상업용 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 분체(H.C. Starcks, LCN-12 grade)에 대해서도 같은 실험을 하여 β-Sialon 분체의 결과와 비교 고찰하였다. ① as-prepared 분체, ② 550°C 공기 중에서 8시간 산화시킨 분체, ③ 800°C 공기 중에서 24시간 산화시킨 분체, ④ 1300°C 아르곤 분위기에서 2시간 열처리한 분체 그리고, 유기 폴리머의 영향을 조사하기 위하여 Darvan C와 SN-7347의 첨가량에 따른 제타전위의 변화에 대해서도 연구하였다.

## 2. 실험방법

### 2.1. β-Sialon 및 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 분체의 표면조작

Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 분체를 전보<sup>7)</sup>에서 기술한 방법으로 제조한 β-Sialon 분체와 함께 Table 1의 조건으로 표면을 조작하였다. 이 때 as-prepared 분체를 Powder 1, 550°C 공기 중에서 8시간 산화시킨 분체를 Powder 2, 800°C 공기 중에서 24시간 산화시킨 분체를 Powder 3, 1300°C 아르곤 분위기에서 2시간 열처리한 분체를 Powder 4라 명명하였다.

### 2.2. 분석 및 측정

X선 회절 분석기(D-Max. 3, Rigaku, Japan)를 사용하여 반응생성물의 상분석을 하였다(처리조건: Ni-filtered CuKα radiation, 30 KV, 15 mV).

α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>와 β-Sialon 분체의 표면조작조건에 따른 결합 형태를 관찰하기 위하여 FTIR-Spectroscopy(Mattson Instruments Co., 미국)를 사용하여 KBr법으로 400~4000 cm<sup>-1</sup>의 파수범위에서 적외선 분광분석을 하였다.

Table 1. Conditions of Surface Oxide Manipulation for α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> and β-Sialon Powder

Notation	Condition of Surface Oxide Manipulation
Powder 1	As-Prepared
Powder 2	Heat-Treatment at 550°C for 8 h in air
Powder 3	Heat-Treatment at 800°C for 24 h in air
Powder 4	Heat-Treatment at 1300°C for 2 h in air

Table 2. Reference Infrared Absorption Peaks in Silicon Nitride

α-Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (cm <sup>-1</sup> )		β-Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (cm <sup>-1</sup> )	
300	499	874	380
355	512	895	447
357	580	909	580
412	600	935	910
440	688	995	985
463	855	1040	1040

이때 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>의 분석을 위한 기준 데이터로는 Wada<sup>8)</sup>의 결과를 사용하였으며, 일반적인 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 분체의 FTIR의 피크값을 Table 2에 나타내었다.

제타전위는 Lazer Zee Meter(Model 501, Pen Kem Co., U.S.A.)를 사용하여 측정하였다. 0.01 g의 β-Sialon 또는 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 분체를 100 cc의 증류수에 넣고 초음파 탐침을 이용하여 5분간 강력하게 분산시켰다. 전해질로는 NaCl을 사용하였으며, 분산제를 12시간 동안 숙성한 후 HCl/NaOH 용액을 적정하여 pH를 조절하였다. pH를 조절한 현탁액을 micro-electrophoresis cell에 주입하여 주어진 전기장하에서 이동하는 입자들은 군속도를 측정하고 Smoluchowski 식<sup>9)</sup>을 사용하여 제타전위를 산출하였다. 제타전위의 값은 각 조건에서 5~10번 측정된 값을 평균하여 취하였다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3.1. 표면조작 조건에 따른 상의 변화

표면조작 조건에 따른 β-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 분체의 X선 회절분석 결과와 FTIR 스펙트럼의 개형을 Fig. 1과 Fig. 2에 각각 나타내었다. Powder 1, 2, 4에서는 X선 회절결과 α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>의 특성 피크 이외에는 다른 결정상은 관찰되지 않았으며, FTIR 스펙트럼의 개형도 일치하였다. 그러나, 800°C에서 24시간 동안 산화시킨 Powder 3에서는 Fig. 1(c)에서와 같이 20값이 18°에서 25° 사이에 걸쳐 base line이 broad하게 올라간 것이 관찰되었고, FTIR 스펙

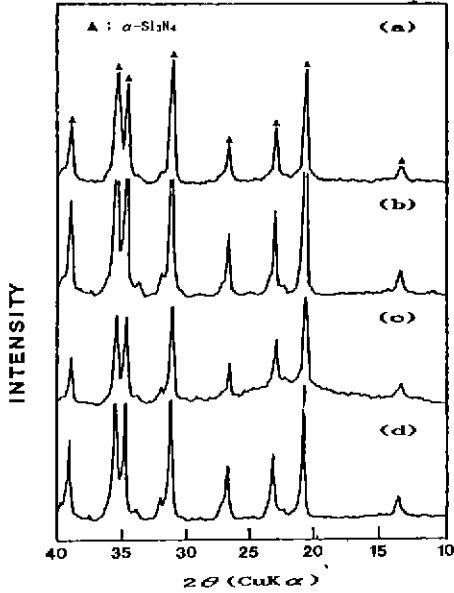


Fig. 1. X-ray diffraction patterns of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  powders. (a) powder 1, (b) powder 2, (c) powder 3, (d) powder 4

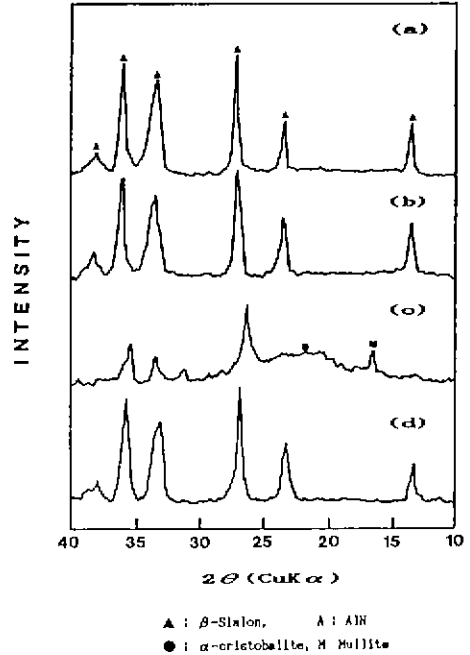


Fig. 3. X-ray diffraction patterns of  $\beta$ -Sialon powders (a) powder 1, (b) powder 2, (c) powder 3, (d) powder 4

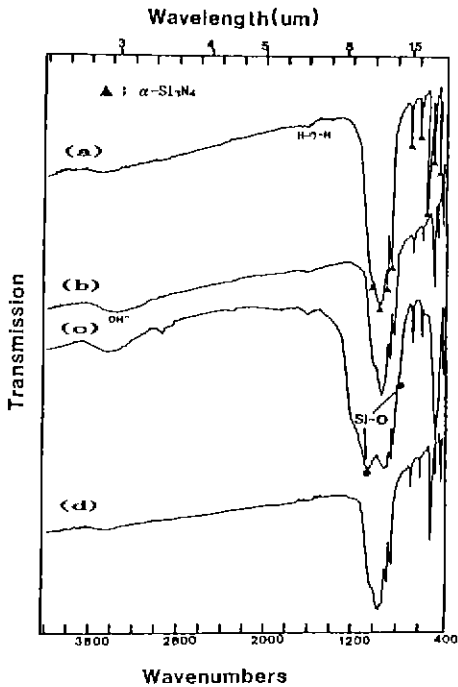


Fig. 2. Infrared absorption spectrum of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  powders in KBr pellet at room temperature. (a) powder 1, (b) powder 2, (c) powder 3, (d) powder 4

트럼(Fig. 2(c))에서 파수  $800\text{ cm}^{-1}$ 과  $1090\text{ cm}^{-1}$ 에서 Si-O 결합이 관찰되었다. 이것은 Powder 3의 표면조작 조건에 있는  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  분체의 표면에 산화가 일어나 비정질 실리카상이 생성되었기 때문으로 생각된다. Fig. 3에는  $\beta$ -Sialon 분체의 표면조작 조건에 따른 X선 회절분석 결과의 개형을 나타내었다. X선 회절결과 각 Power 모두  $\beta$ -Sialon과 AlN 피크가 관찰되었으며, Fig. 1(c)에서의  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  분체의 결과와 유사하게 Powder 1, 2, 4의 X선 회절결과는 거의 같았으나, Powder 3의 분체에서만  $2\theta$  값이  $18^\circ$ 에서  $25^\circ$  사이에 걸쳐 base line이 broad하게 올라갔으며, 미량의  $\alpha$ -cristobalite와 mullite 상도 관찰되었다. Fig. 4에는  $\beta$ -Sialon 분체의 표면조작 조건에 따른 TIR 스펙트럼의 개형을 나타내었다. 먼저 합성  $\beta$ -Sialon 분체의 FTIR 분석결과를 보면(Fig. 4(a)),  $\beta$ -Sialon 분체의 특성피크는 Table 2에서 나타낸  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ 의 특성피크 이외에  $650\text{ cm}^{-1}$ 에서 Al-O 결합이 관찰되었다. 그리고,  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ 와 합성  $\beta$ -Sialon 분체의 특성피크의 파수를 비교하여 보면,  $\beta$ -Sialon 분체의 경우  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  분체보다 약  $20\text{ cm}^{-1}$  정도 낮은 에너지의 영역으로 파수값의 변이가 일어났음을 알 수 있다. IR 파수의 구조적인 변이는 Table 3에 나타낸 것과 같이 치환의 형태에 따라 세 가지로

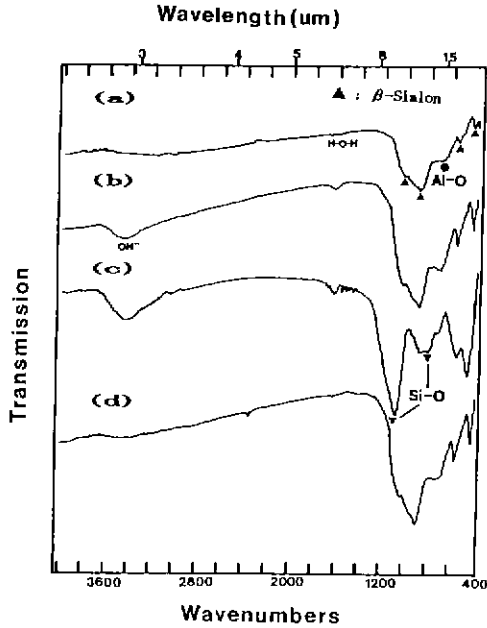


Fig. 4. Infrared absorption spectrum of  $\beta$ -Sialon powders in KBr pellet at room temperature. (a) powder 1, (b) powder 2, (c) powder 3, (d) powder 4

나눌 수 있다. Sialon에서 Si 자리에 Al이 N 자리에 O는 비등가적으로 규칙적으로 배열하여 치환 고용하게 되는

Table 3. Expected Spectral Behavior accord to Type of Substitution

Type of Substitution	Expected Spectral Behavior
Random	No new bands. Frequency shifts
Ordering on non-equivalent site	No new bands. Frequency shifts
Ordering on equivalent sites	New bands. Frequency shifts

것이므로 새로운 band는 생기지 않고 낮은 주파수로의 band의 이동이 일어나게 된다. Wild 등<sup>10)</sup>은  $\beta$ -Sialon의 Z값의 변화에 따른 단위격자의 크기와 IR 파수와 이동 값을 구하였다. Table 4에 Wild 등<sup>10)</sup>이 보고한 결과를 인용하였는데, 본 실험에서 제조한  $\beta$ -Sialon 분체의 Z값은 1.15~1.45의 범위의 값을 가졌다. 일반적으로 X선 회절 결과로부터 단위격자크기를 구하여  $\beta$ -Sialon의 Z값을 결정하는 방법이 많이 이용되고 있으나, 이 방법은 Al과 O성분의 치환 고용이 완전히 이루어진 소결체의 Z값을 결정하는데는 유용하지만 합성분체처럼 minor phase가 존재하는 경우에는 적용하기 곤란하다. 그리고, ICP나 EDX로 성분분석을 하는 경우에도 minor phase를 고려할 수 없기 때문에, IR 스펙트럼으로부터 합성  $\beta$ -Sialon 분체의 Z값을 구하는 것이 유용한 방법으로 생

Table 4. Unit-Cell Dimension and Wave Number of  $\beta$ -Sialon as a Function of Z-value<sup>10)</sup>

Z value	Figure code	Unit-Cell Dimension (Å)		Wave Number <sup>†</sup> (cm <sup>-1</sup> )		
		a	c	v1	v2	v3
0	a	7.6035(6)	2.9079(3)	578.5	442	376.5
0.5	—	7.6161(6)	2.9169(3)	573	438	377
1.15	b	7.6253(10)	2.9260(4)	564	434	375
1.45	g	7.6351(8)	2.9346(3)	556	427	376
1.9	c	7.6486(10)	2.9464(4)	550	423	—
2.0	—	† 7.660	2.957	539	416	—
2.5	h	7.6782(8)	2.9729(3)	527	407	—
3.3	d	7.6912(15)	2.9833(7)	517.5	506	—
3.75	—	7.7057(12)	2.9961(5)	498	398	306
3.97	i	7.7107(5)	3.0046(2)	496	371	304
4.0	c	7.7169(8)	3.0085(4)	496	371	304
4.0	j	7.7181(6)	3.0094(3)	494.5	367.5	303
x=5.5*	—	7.7189(10)	3.0113(4)	489.5	362.5	304
4.5	k	† 7.7259(12)	3.0190(5)	481.5	362.5	303

\*Based on Jack's originally reported composition; Si<sub>(60-0.7x)</sub>Al<sub>(0.67x)</sub>N<sub>(8-x)</sub>O<sub>x</sub>; †Measurement using Hägg Guinier camera, all other measurement made with 19 cm powder camera. ‡Maximum error of measurement ± 1 cm<sup>-1</sup>

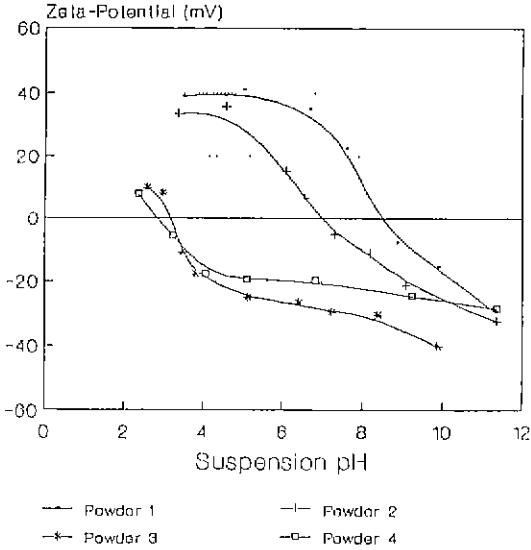


Fig. 5. Zeta-potential of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  powders measured as a function of pH.

각된다. 그리고, Powder 2의 IR 개형은 Powder 2의 IR 개형과 거의 같았으나, Powder 3의 FTIR 스펙트럼(Fig. 4(c))에서도 파수  $800\text{ cm}^{-1}$ 과  $1090\text{ cm}^{-1}$ 에서 Si-O 결합이 관찰되었으므로, Fig. 1, 2, 3, 4의 결과에 의해서  $500^\circ\text{C}$ 에서 8시간 산화시킨 Powder 2에서는 산화가 거의 일어나지 않았으며,  $800^\circ\text{C}$ 에서 24시간 산화시킨 Powder 3의 분체에서만 산화가 일어난 것으로 생각된다. Ar 분위기에서 열처리한 Powder 4의 X선 회절분석 및 IR 분석 결과는 Powder 1의 결과와 거의 차이가 없었다.

### 3.2. $\beta$ -Sialon 분체의 계면특성

표면조작 조건에 따른  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  분체의 제타-전위를 pH를 변화시키면서 측정한 결과를 Fig. 5에 나타내었다.  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 의 등전점의 이론값은 6이나 시판되고 있는  $\text{Si}_3\text{N}_4$  분체의 제타-전위값은 모두 다르다. 이것은 시판되고 있는  $\text{Si}_3\text{N}_4$  분체표면의 silanol site density가 모두 다르기 때문으로 생각되며,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 의 표면은 항상 비정질 산화물층으로 덮혀 있으므로 6 이하의 값을 가지는 것이 타당하다<sup>6)</sup>. KEMAORD사나 Siconide P95M 등의 반응소결에 의해 제조되어진  $\text{Si}_3\text{N}_4$  분체의 등전점은 약 4로 보고되고 있으며, 실리콘-이미이드법으로 제조한  $\text{Si}_3\text{N}_4$  분체의 등전점은 6으로 보고되고 있다<sup>11,12)</sup>. 실리콘-이미이드법으로 제조되어진 분체의 경우도 표면에 산화층이 존재하지 않기 때문에 6의 값을 가지는 것이 아니라, 이것은 분체의 표면에 Si-NH<sub>2</sub> 또는 Si<sub>2</sub>NH 결합이 존재

하기 때문으로 알려지고 있다<sup>13)</sup>. 본 실험에서 사용한 H. C. Strack LCN-12 등급의 분체의 경우 as-received 상태 (Powder 1)에서 등전점은 8.3을 나타내었는데, 이 분체는 반응소결법으로 분체를 제조한 후 free Si를 제거하고 산소의 함량을 줄이기 위하여 HF 또는 HCl 처리공정을 거치는데 이 때 F 또는 Cl이온의 표면에 흡착되어 등전점이 증가하는 것으로 알려져 있다<sup>13)</sup>. Powder 2 분체의 제타전위가 Powder 1보다 낮아지는 것은, 앞서의 3.1에서 X선 회절분석, IR 스펙트럼 결과 및 전보의 XPS에 의한 표면상의 분석결과 거의 차이가 없었으므로  $500^\circ\text{C}$ 에서 8시간 산화시켜 표면의 산화량의 증가에 의한 영향보다는 as-received 분체의 표면에 흡착되어 있었던 F이온이 탈착되었기 때문으로 생각된다.  $800^\circ\text{C}$ 에서 24시간 동안 산화시킨 Powder 3의 경우에는 등전점이 3.2로 낮아졌다. 이것은 전보<sup>7)</sup>의 투과전자현미경 사진에서  $\text{Si}_3\text{N}_4$  및 Sialon이 산화되어 표면의 실리카층이 두꺼워졌으며, 3.1절의 X선 회절결과와 IR 결과에서 Si-O 결합이 확인된 것으로 미루어 보아,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  및 Sialon의 표면에 존재하는 실리카의 등전점(pH 3)을<sup>14)</sup> 나타낸 것으로 생각된다. 그리고, Powder 4의 경우 X선 회절결과와 IR 결과는 Powder 1과 유사하나, 등전점은 2.9의 낮은 값을 나타내었다. 전보의 XPS 결과에서 고찰한 바와 같이<sup>7)</sup> 아르곤 기체내에 미량 존재하는 산소와 반응하여  $\text{Si}_3\text{N}_4$  및 Sialon 표면에서 질소의 함량이 감소하고 산소의 함량이 증가하였는데, 이로 인하여  $\text{Si}_3\text{N}_4$  및 Sialon의 표면에는 실리카의 층이 존재하여 실리카의 등전점을 나타내었으나, 그 양이 적어서 X선 회절이나 IR로서는 검출할 수 없었기 때문으로 생각된다.

Fig. 6에는 표면조작 조건에 따른  $\beta$ -Sialon 분체의 제타-전위를 pH를 변화시키면서 측정한 결과를 나타내었다. as-prepared 분체(Powder 1)의 등전점은 7.4로서 H. C. Strack사의  $\text{Si}_3\text{N}_4$  분체를 제외한 대부분의  $\text{Si}_3\text{N}_4$  분체의 등전점은 보다는 높은 값을 나타내었다. 이것은 3.1절에서의 FTIR 결과와 전보<sup>7)</sup>의 XPS 결과에서  $\beta$ -Sialon 분체의 표면에는 Al-O 결합이 존재하는데  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 의 등전점은 9이므로<sup>14)</sup>, 표면에 존재하는 Al-O 결합의 영향 때문에  $\text{Si}_3\text{N}_4$  분체의 등전점보다 높은 값을 보이는 것으로 생각된다.  $500^\circ\text{C}$ 에서 8시간 산화시킨 Powder 2의 등전점은 Powder 2와 거의 같았다. 그러나,  $800^\circ\text{C}$ 에서 24시간 산화시킨 Powder 3 분체의 등전점은 2.7로 실리카의 등전점과 거의 같은 값을 나타내었다. 이것은  $\text{Si}_3\text{N}_4$  분체의 결과와 마찬가지로 표면산화층의 양이 증가하였기 때문으로 생각된다. Ar 분위기에서 열처리한 Powder 4의 등전점도  $\text{Si}_3\text{N}_4$  분체의 결과와 유사하게 아르곤 기체내에

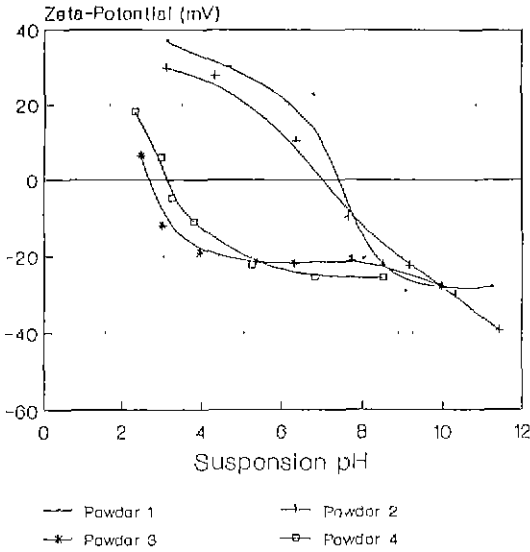


Fig. 6. Zeta-potential of  $\beta$ -Sialon powders measured as function of pH.

Table 5. Isoelectric Points in Zeta-Potential for Each Powder

	Isoelectric Point	
	$\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$	$\beta$ -Sialon
Powder 1	~8.4	~7.4
Powder 2	~7.0	~7.0
Powder 3	~3.2	~2.7
Powder 4	~2.8	~5.6

함유되어 있던 산소와 반응하여 표면에 산화가 일어나 등전점은 5.4로 Powder 1의 등전점보다 낮아진 것으로 생각된다. 표면조각 조건에 따른  $\text{Si}_3\text{N}_4$  분체와  $\beta$ -Sialon 분체의 등전점값들을 Table 5에 정리하여 나타내었다.

As-Prepared  $\beta$ -Sialon 분체에 대하여 전해질로 사용한 NaCl 수용액의 이온강도를  $10^{-3}\text{M}$ 과  $10^{-2}\text{M}$ 로 변화시키면서 측정된 제타전위값을 Fig. 7에 나타내었다. 등전점보다 낮은 pH의 조건에서는 pH 변화에 따른 제타전위의 일반적인 거동과 같이 이온강도가 증가함에 따라 제타전위는 감소하였다. 그러나, pH 8 이상의 염기성의 조건에서는  $I=10^{-2}\text{M}$ 에서의 제타전위값이  $I=10^{-3}\text{M}$ 에서의 값보다 더 큰 값을 나타내는 비정상적인 거동을 보였다. 이러한 비정상적인 거동은  $I=10^{-3}\text{M}$ 에서보다  $I=10^{-2}\text{M}$ 에서의 adsorbate인 암모니아의 desorption이 더 많이 일어났기 때문에  $I=10^{-2}\text{M}$ 에서 더 많은 음이온 자리를 남길 수 있어서 전단면을 음이온의 표면에 가

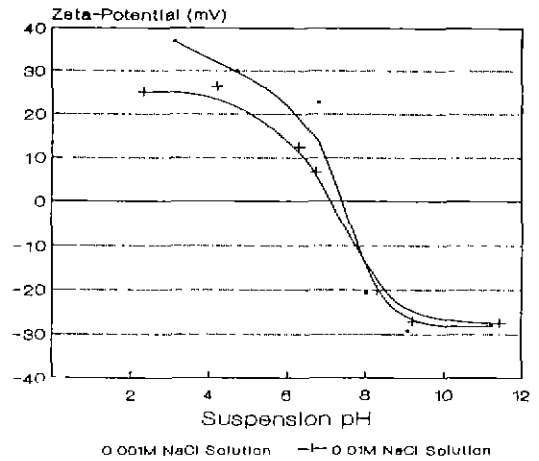


Fig. 7. Zeta-potential for powder 1 of  $\beta$ -Sialon measured as a function of pH in different ionic strength.

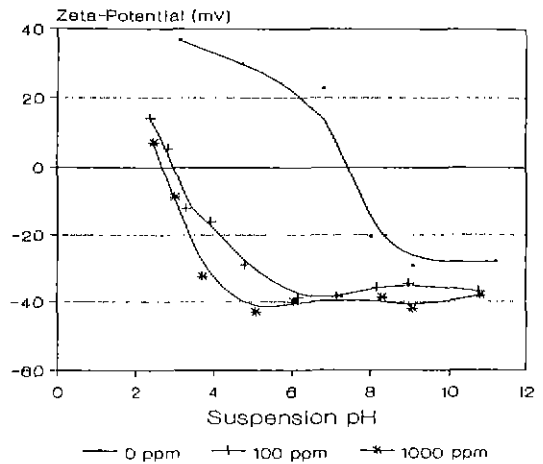


Fig. 8. Zeta-potential for powder 1 of  $\beta$ -Sialon measured as a function of pH in different Darvan C concentrations.

깝도록 이동시켰기 때문으로 생각된다. Fig. 8에는 해교제로 Darvan C를 0 ppm과 100 ppm, 1000 ppm 첨가한 경우의 pH 변화에 따른 as-prepared  $\beta$ -Sialon 분체의 제타전위를 나타내었다. Darvan C를 해교제로 첨가하였을 때에는 등전점이 7.4에서 3.0으로 감소하였으며, pH 5~12의 범위에서 거의 일정한 제타전위값을 나타내었다. Darvan C를  $\beta$ -Sialon의 해교제로 사용하는 경우에는 넓은 pH 범위에서 안정한 현탁액의 제조가 가능할 것으로 생각된다. Fig. 9에는 해교제로 SN 7347을 0 ppm과 100 ppm, 1000 ppm 첨가한 경우의 pH 변화에 따른 as-

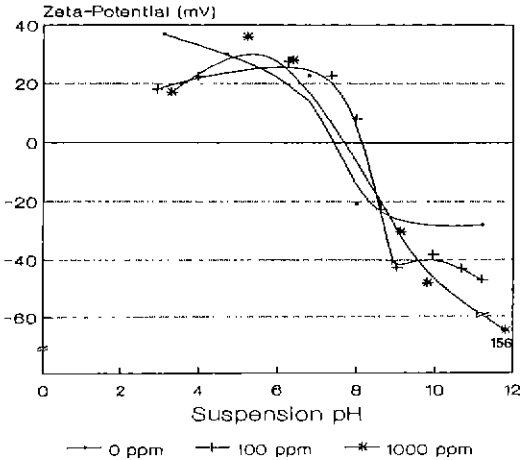


Fig. 9. Zeta-potential for powder 1 of  $\beta$ -Sialon measured as a function of pH in different SN-7347 concentrations.

prepard  $\beta$ -Sialon 분체의 제타전위를 나타내었다. SN 7347은 아주 강염기성의 해교제로서 pH 11에서 -156 mV의 높은 제타전위값을 나타내었으므로,  $\beta$ -Sialon 현탁액을 제조할 때 해교능이 우수할 것으로 예상된다.

#### 4. 결 론

상염용  $\text{Si}_3\text{N}_4$  분체와 하동 카올린으로부터 합성한  $\beta$ -Sialon 분체의 표면조각 조건에 따른 표면 및 계면특성을 X선 회절분석, FTIR 스펙트럼, 제타전위 메타 등을 이용하여 비교연구한 결과는 다음과 같다.

1) 제타전위의 측정결과 표면조각 전의  $\text{Si}_3\text{N}_4$  분체와  $\beta$ -Sialon 분체의 등전점은 각각 8.4와 7.4였다. 표면을 산화시킴에 따라 등전점은 낮은 값으로 이동하여 공기 중 800°C에서 24시간 동안 산화시킨 분체에서는 실리카의 등전점과 거의 같은 값을 나타내었다.

2) 해교제로 Darvan C를 사용한 경우에는 등전점은 3.0이었으며, 제타전위는 pH 5~12의 범위에서 거의 일정하였다. SN 7347을 사용한 경우에는 등전점은 8.3이었으며, pH 11 이상에서 -156 mV의 높은 제타전위값을 나타내었다.

#### REFERENCES

1. F.F. Lange, "Powder Processing Science and Techni-

logy for Increased Reliability," *J. Am. Ceram. Soc.*, **72** (1), 3-15 (1989).

2. I.A. Aksay, "Microstructure Control Through Colloidal Consolidation,"; pp.94-104 in *Advances in Ceramics*, Vol. 9, Forming of Ceramics. Edited by J.A. Mangels and G.L. Messing American Ceramic Society, Columbus OH, 1984.

3. A.E. Pasto, J.T. Neil and C.L. Quackenbush, "Microstructural Effects Influencing Strength of Sintered Silicon Nitride,"; pp.476-89 in *Ultrastructure Processsing of Ceramics, Glasses, and Composites*. Edited by L.L. Hench and D.R. Ulrich, Wiley, New York, 1984.

4. S. Prochazka and C. Greskovich, "Synthesis and Characterization of a Pure Silicon Nitride Powder," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **57**(6), 579-81, 586 (1986).

5. M.N. Rahaman, Y. Boiteux and L.C. Jonghe, "Surface Characterization of Silicon Nitride and Silicon Carbide Powders." *Am. Ceram Soc. Bull.*, **65**(8), 1171-76 (1986).

6. P. Greil, "Evaluation of Oxygen Content on Silicon Nitride Powder Surface from the Measurement of the Isoelectric Point," *J. European Cera. Soc.*, **7**, 353-59 (1991)

7. H.J. Lim and H.L. Lee, "Surface Characterization of  $\beta$ -Sialon Powder Prepared from Hadong Kaolin." *J. Kor Ceram Soc.* **28**(12), 961-68 (1991).

8. N. Wada, S.A. Solin, J. Wong and S. Prochazka, "Raman and IR Absorption Spectroscopic Studies on  $\alpha$ ,  $\beta$ , and Amorphous  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ," *J. Non-Cryst. Solids*, **43**, 7-15 (1981).

9. A.W. Adamson, *Physical Chemistry of Surfaces*, Wiley, New York, 1976.

10. S. Wild, H. Elliott and D.P. Thomson, "Combined Infra-red and X-ray Studies of  $\beta$ -Silicon Nitride and  $\beta'$ -Sialons," *J. Mat. Sci.* **13**, 1769-75 (1978).

11. R. de Jong and R.A. McCauley, "Dispersin of Silicon Nitride Powders in and Aqueous Medium,"; pp.477-84 in *Ceramic Powder Science II A* Edited by G.L. Messing, E.R. Fuller, Jr and H. Hausner, Americas Ceramic Society, Westerville, Ohio, 1988

12. S.G. Malgham and L. Lum, "Factors Affecting Interface Properties of Silicon Nitride Powders in Aqueous Environment,"; pp. 403-12 in *Ceramic Powder Science III*. Edited by G.L. Messing, S.I. Hirano and H. Hausner Americas Ceramic Society, Westerville, Ohio, 1990.

13. R.K. Brow and C.G. Pantano, "Thermochemical Nitridation of Microporous Silica Films in Ammonia," *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**(1), 9-14 (1987).

14. J. Reed, pp.134 in *Introduction to the Principles of Ceramic Processing*, Wiley, New York, 1988.