

Hot Pressing에 의한 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ 나노복합체의 제조

김성현 · 김인술* · 박홍채 · 오기동

부산대학교 무기재료공학과

*포항제철 기술연구소

(1994년 2월 17일 접수)

Fabrication of $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ Nanocomposites by Hot Pressing

Seong-Hyun Kim, In-Sool Kim*, Hong-Chae Park and Ki-Dong Oh

Dept. of Inorganic Materials Engineering, Pusan National University

*Technical Research Laboratories, POSCO

(Received February 17, 1994)

요 약

α 형 질화규소 분말 기지에 초미분 탄화규소 입자를 0, 10, 20 및 30 vol%로 분산시켜 1800°C 와 1900°C 에서 30 MPa의 압력으로 hot pressing하여 제조한 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ 나노복합체의 물리적, 기계적 성질 및 미세구조를 관찰하였다. 1900°C 에서 hot press하여 제조한 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-10 vol%SiC}$ 나노복합체의 꺾임강도는 1002 MPa이었고, 밀도는 이론밀도의 97.9%이었으며, Si_3N_4 단상 소결체에 비해서 67%의 현저한 강도의 향상이 확인되었다. 파괴인성은 1800°C 에서 hot press한 같은 조성에서 가장 높은 $7.2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 를 나타내었다. 이것은 나노크기의 SiC입자가 Si_3N_4 의 과도한 입성장을 적절히 억제하고, 핵으로 작용하여 균일한 분상의 $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 결정이 잘 발달된 치밀한 미세구조에 기인하는 것으로 추정되었다.

ABSTRACT

SiC ultrafine particles of 0, 10, 20 and 30 vol% were dispersed in $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ matrix and hot-pressed under the condition of 30 MPa at 1800 and 1900°C respectively. Physical, mechanical properties and microstructures of sintered $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ nanocomposites were investigated. Flexural strength and density of $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-10 vol% SiC}$ nanocomposites hot-pressed at 1900°C represented the 1002 MPa and 97.9%T.D respectively, and it was confirmed as a remarkable improvement of 67% compared to Si_3N_4 monolith. Fracture toughness was shown as $7.2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ when the same composition was hot pressed at 1800°C. This effect was supposed to be due to the improvement of microstructure by the adequate suppression of the excessive growth of Si_3N_4 grain with SiC nano-particles.

1. 서 론

질화규소는 탄화규소와 함께 비산화물계 구조용 세라믹스를 대표하는 재료로서, 우수한 기계적 특성 때문에 turbocharger, rotor 등의 자동차용 부품을 비롯한 각종 engineering ceramics로서의 응용연구가 1970년대부터 활발히 진행되어 왔다¹⁻⁴⁾.

그러나, 질화규소는 강한 공유결합성 물질인 동시에 소결시 1500°C 이상의 고온에서 쉽게 분해되는 결점을 가지고 있어 가혹한 조건하에서의 신뢰성있는 특성을

나타내는 소결체를 얻기 위하여 소결조제⁵⁻⁷⁾와 소결법^{5,8-11)}, 복합화를 통한 고강도화와 고인성화의 연구가 계속되고 있다. 질화규소의 파괴인성과 강도의 증진을 위하여 소결체내의 입경, 기공, 잔류응력, 입계상 등의 미세구조를 제어하여 큰 성과를 거둔 바 있고⁶⁻⁹⁾, 단상 재료의 결점을 해소하기 위한 복합화를 통하여 제 2상으로서 이중입자 혹은 휘스커 등의 단점유 의 첨가효과를 얻기도 하였다^{12-23,27)}. 이중에서도 특히 질화규소를 지지로 하는 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$ 복합체에서 현저한 물성의 향상을 얻고 있다^{10-15,21-28)}.

그러나, Si₃N₄-SiC 휘스커 복합체의 경우, 파괴인성은 향상되지만 파괴강도는 저하되는 결점을 나타내었으며^{17-18,23}, 입자분산 복합체, 특히 SiC입자강화 복합체에 있어서는 Lange²⁰이 처음으로 고온강도의 증진효를 보고한 이래, Greskovich²¹, Tani¹⁰, Buljan¹⁴, Kodama²³ 등도 기계적 강도의 향상, 미세구조의 제어, 인성의 향상을 보고했다. 그리고, 우리나라에서도 Kim²⁷ 등이 가스압소결법으로 고강도 Si₃N_{4(p)}-SiC_(p) 복합체를 제조하여 보고한 예가 있다.

이와같이 Si₃N₄-SiC 마이크로-복합체에 대한 많은 연구의 성과에도 불구하고 소결체의 기계적 성질에는 한계가 있어 최근에는 복합체의 강화재료인 SiC의 나노입자화^{25,26} 또는 나노크기의 SiC입자를 첨가하여 Si₃N₄-SiC 나노복합체의 획기적인 특성 향상을 시도하고 있다^{19,24}.

본 실험에서는 일반적인 Si-C-N 전구체^{25,26}를 사용하지 않고 α-Si₃N₄분말에 나노 크기의 α-SiC 분말을 직접 분

산시켜 혼합하고 Y₂O₃-Al₂O₃계 소결조제를 사용하여 hot-press법으로 Si₃N₄-SiC 나노복합체를 제조하고자 하였으며, 얻어진 소결체의 기계적 특성과 미세구조 관찰을 통하여 강도와 인성의 증진을 도모하였다.

2. 실험방법

2.1. 출발물질

Si₃N₄ 분말로서는 α-Si₃N₄ 90 wt% 이상, β-Si₃N₄가 약 3 wt%이고, 평균입경 0.5 μm, 비표면적 15.6 m²/g인 LC-12S(H.C. Starck Co., Ltd., Germany)를 SiC분말은 최대입경 0.1 μm 이하인 T-1(β-SiC, Sumitomo Cement Co., Ltd., Japan)을 소결조제로는 평균입경 0.4 μm 이하인 Y₂O₃ 분말(grade fine, H.C. Starck Co., Ltd., Germany)과 평균입경 0.3 μm 이하의 α-Al₂O₃분말(AKP-30, Sumitomo Chemical Co., Ltd., Japan)을 사용하였다.

Fig. 1에 이들 원료의 SEM 및 TEM 사진을 나타내

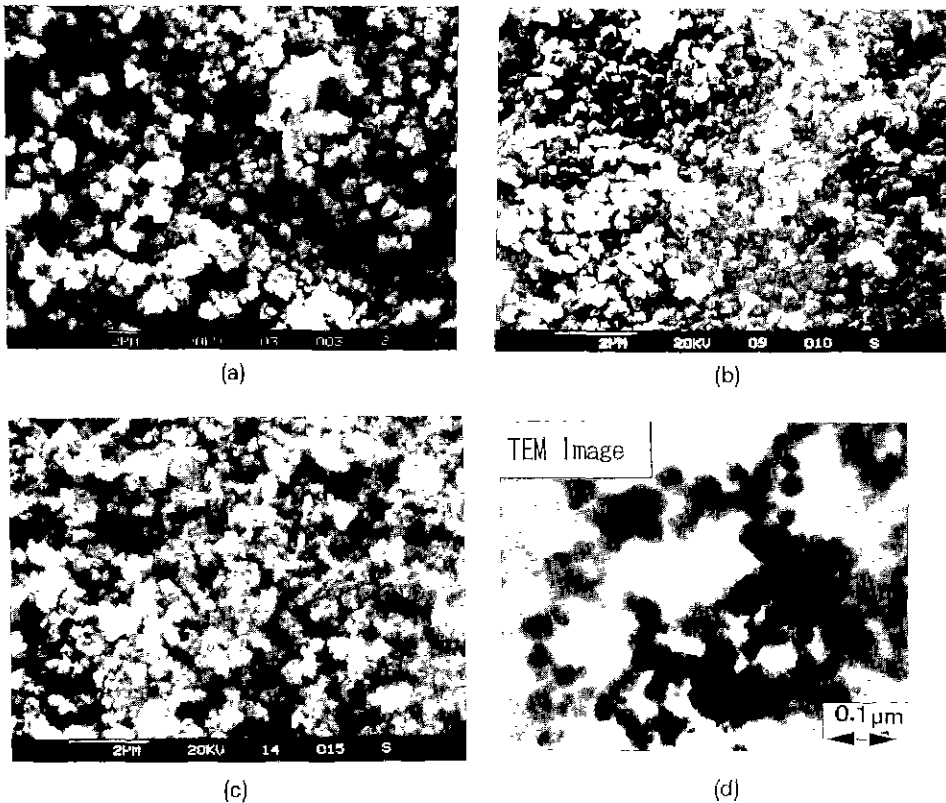


Fig. 1. Starting materials for sintering of Si₃N_{4(p)}-SiC_(p) nanocomposites.

(a) Si₃N₄ (LC12S) H.C. Starcks (b) Al₂O₃ (AKP-30) Sumitomo (c) Y₂O₃ (grade fine) H.C. Starcks (d) SiC (T-1) Sumitomo

Table 1. Batch Compositions for Si₃N₄-SiC Nanocomposites

Materials Specimens	Si ₃ N ₄ LC12S (vol%)	SiC T-1 (vol%)	Al ₂ O ₃ AKP30 (wt%)	Y ₂ O ₃ grade fine (wt%)
NC-0	100	0	2	6
NC-10	90	10	2	6
NC-20	80	20	2	6
NC-30	70	30	2	6

었다.

2.2. 시편제조

시편은 Table 1과 같이 Si₃N₄ 분말에 SiC 분말을 0, 10, 20 및 30 vol%를 첨가하고, 소결조제로서 2 wt%-Al₂O₃와 6 wt%-Y₂O₃ 분말을 첨가하여 Fig. 2와 같은 방법으로 제조하였다.

SiC 분말을 500 cc의 증류수에 넣은 다음, 초음파세척기를 이용하여 30분간 충분히 분산시키면서 SiC입자의 응집을 억제할 목적으로 NH₄OH를 적당량 첨가하여 pH 10~11이 되도록 조정하였으며, 계속해서 초음파세척기에서 Si₃N₄, Al₂O₃ 및 Y₂O₃ 분말을 차례대로 투입하여 30분간 분산시켰다. 얻어진 혼합물을 폴리에틸렌 pot에 Si₃N₄ ball과 함께 넣어 24시간 ball milling하였다. 이때 pot mill의 r.p.m은 약 40으로 설정하였다. 혼합된 slip은 SiC입자의 재응집을 억제할 목적으로 slip을 beaker에 배출한 즉시 초음파세척기로 분산상태를 유지하면서 citric acid를 첨가하여 pH를 6~7로 신속하게 변화시켜 점도를 높였다.

고점도화된 slip을 흡인여과하여 강제적으로 수분을 제거한 후 dry oven에서 약 50°C로 12시간 이상 건조시켰다. 건조된 시료는 agate mortar를 이용하여 분쇄하고 60 mesh 분급망을 통과시켜 과립화하였다. 이 과립상 분말을 1800°C 와 1900°C 의 온도에서 30 MPa의 압력으로 1시간 동안 각각 hot pressing하여 40 mm×5 mmH 크기의 원형시편으로 제조하였다.

2.3. X-선 회절분석

Hot press법으로 제조한 Si₃N₄-SiC 나노복합체에 있어서 Si₃N₄와 SiC의 상전이 정도를 확인하기 위하여 소결체를 vibration mill로 30초 동안 미분쇄하여 분말시료를 조제하고, X선 회절분석기(D-Max, 1400, Rigaku Co., Ltd., Japan)를 이용하여 Ni-filtered Cu-Kα target, 60 kV, 150 mA의 조건으로 상분석을 하였다.

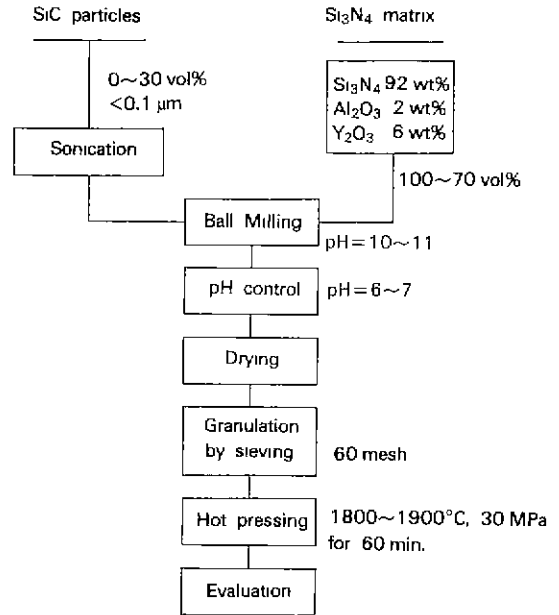


Fig. 2. Processing of Si₃N₄-SiC nanocomposites.

2.4. 미세구조 및 기계적 특성

소결된 시편은 Archimedes법에 의하여 밀도를 측정하였으며, 꺾임강도는 diamond cutter(MX-833, Maruto Co., Ltd., Japan)를 이용하여 4×4×40 mm 크기의 시편으로 절단한 후 10 μm-diamond powder로 연마하여 Instron(Model-6025, Instron, England)을 이용하여 4점법, cross head speed 0.5 mm/min의 조건으로 측정하였다.

파괴인성은 10 μm-diamond powder로 연마한 시편을 1 μm-diamond powder로 1차 연마한 후 0.4 μm 이하의 diamond powder로 2차 연마한 면에 대하여 indentation technique, 136°-Vicker's indenter(DUH-200, SHIMA-DZU Co., Ltd., Japan)를 이용하여 하중 10 kg, 유지시간 15초의 조건으로 시험하여 측정된 a, c, H_v(H_v=1.8544·P·D^{-2/3})값으로부터 Niihara식 (1)에 의하여 계산으로 구하였다.

$$K_{IC} = 0.064 \cdot H_v \cdot \frac{a^2}{c^{2/3}} \tag{1}$$

단, K_{IC} : fracture toughness(MPa·m^{1/2})

H_v : hardness(kg·mm^{1/2})

c : length of crack(mm)

a : D/2(mm)

D : diagonal of indented mark(mm)

P : load(kg)

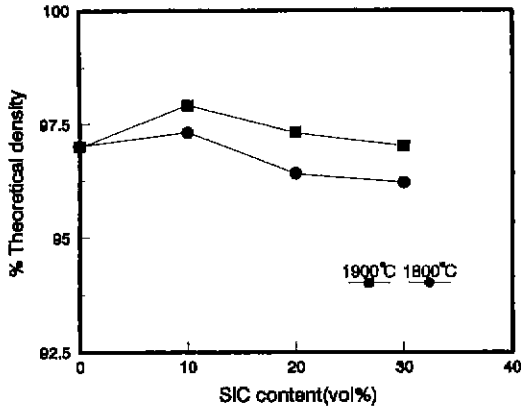


Fig. 3. [%] Theoretical densities as a function of SiC content.

미세구조는 파괴인성의 측정에 사용한 시편을 450°C의 NaOH 용액으로 60~90초간 에칭한 다음 SEM을 이용하여 복합체중의 입성장된 Si₃N₄의 형상과 indentation에 의하여 발생된 균열의 진행과정을 조사하였다. 조직내의 나노크기 SiC 입자는 소결체를 10~20 Nm의 두께로 시편을 가공한 다음, JEOL사의 투과전자현미경(JEM-4000FX)을 이용하여 가속전압 400 kV의 조건으로 관찰하였으며, 이때 격자관찰은 300만배, morphology 관찰은 8만배로, Si₃N₄입자속의 SiC입자의 확인은 EDX 분석에 의한 [Si]원소의 상대회절강도를 이용하여 계산으로 구한 값과 이론치를 비교하여 행하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1. 물리적 특성

나노크기의 SiC 분말을 10 vol% 첨가하였을 때(NC-10) 97.3% 이상의 높은 소결밀도를 나타내었으며, 1900°C에서 hot press한 경우 가장 높은 이론밀도의 97.9%를 나타내었다(Fig. 3). 그러나, SiC첨가량이 20 vol%, 30 vol%로 증가될수록 이론밀도의 저하를 보여 결국 10 vol%를 초과하는 SiC분말의 첨가는 Si₃N₄ 입성장의 저해요인^{10-11, 23, 25, 26)}이 됨을 간접적으로 시사하는 것으로 추정되었으며 이것은 꺾임강도의 측정, 미세구조의 관찰로 확인하고자 하였다.

3.2. 기계적 성질

Fig. 4에 1800°C 및 1,900°C에서 30 MPa로 hot press한 각 시편의 꺾임강도와 파괴인성치를 나타내었다. 1900°C에서 hot press한 NC-10(Si₃N₄/10 vol%SiC)가 최대의

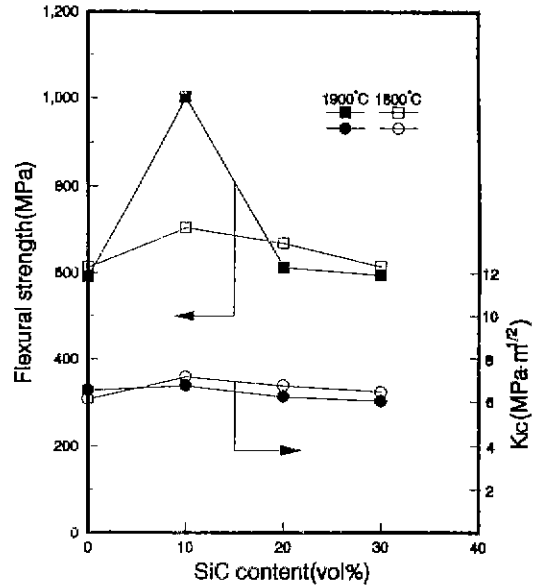


Fig. 4. Relationship between SiC particle content and flexural strength or fracture toughness of Si₃N₄ matrix composites reinforced by SiC particles (T-1) at 1800 and 1900°C, 30 MPa.

꺾임강도인 1002 MPa를 나타냈으며, 파괴인성은 1800°C에서 hot press하였을 때 가장 높은 값인 7.2 MPa·m^{1/2}을 나타내었다. SiC첨가량이 20 vol%를 초과하면 꺾임강도와 파괴인성은 소결온도에 관계없이 점진적인 감소를 나타내었다.

오스왈트 성장의 범위보다 큰 입성장 파라미터(\bar{r}_{max}/\bar{r})를 가지는 단상의 α-Si₃N₄ 소결체에서는 온도의 증가에 따라 이방성입자가 발달하게 되며, aspect ratio(\bar{r}_{max}/\bar{r})가 큰 이방성 입자일수록 crack의 진행방향을 크게 변화시키기 때문에 파괴인성이 크게 되는 반면에^{6,12)} 결정립의 증대에 따라 내재하는 결함의 크기가 증대됨으로써 파괴강도는 저하하는 경향을 나타낸 것으로 생각된다. 특히, 1900°C에서 hot press한 경우는 Si₃N₄-SiC 마이크로 복합체²⁰⁾와 비슷한 K_{IC}를 나타내고 있으며, 이것은 Fig. 5에 나타낸 1900°C에서 소결한 Si₃N₄-SiC 나노복합체의 indented mark의 광학현미경 사진에 나타난 비슷한 crack의 진행경로로부터 확인된다.

그러나 Si₃N₄입자내에 제2상으로서 나노 크기의 SiC 입자를 도입시키면 이 SiC입자는 소결과정중 액상으로 부터 β-Si₃N₄의 재석출, 성장을 위한 핵으로 작용하여 이상입성장을 억제하면서 균일한 분상의 Si₃N₄ 결정이 많이 발달된 조직⁶⁾을 이루게 되며, crack deflection 및

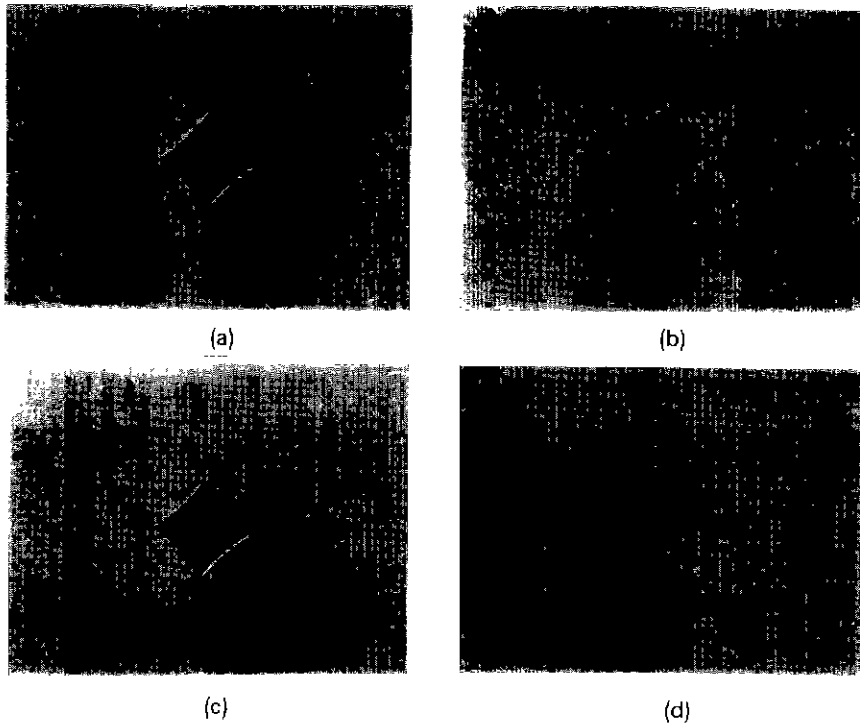


Fig. 5. Optical micrographs of the polished and indented surface of $\text{Si}_3\text{N}_{4(p)}\text{-SiC}_{(p)}$ nanocomposites sintered at 1900 °C.

(a) NC-0 (b) NC-10 (c) NC-20 (d) NC-30

pull out 효과를 나타내게 된다. 또, 나노크기의 SiC 입자 주위에 소결의 가열, 냉각과정중에 micro-crack의 수반 없이 발생된¹³⁾ 국부적인 잔류응력에 의한 전위의 pinning 및 pile up 효과¹²⁾에 의하여 조직이 강화됨으로써 강도는 현저하게 증가되었으며, 파괴인성은 비록 단상의 Si_3N_4 에 비해 약간의 증가에 그쳤으나 전 SiC 첨가 범위에서 높은 값을 나타낸 것으로 생각된다.

이와 같은 결과는 micro-composite에 있어서 Greskovich 등²¹⁾의 보고와, nanocomposite에 있어서 K. Izaki 등²⁵⁾의 보고와 일치한다.

SiC 첨가량이 20 vol% 이상인 경우, 파괴인성과 강도가 감소하는 경향이 관찰된 것은 $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 가 석출될 때 핵이 되는 SiC 입자의 수가 과도하게 많아 본상의 $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 의 성장이 억제되었기 때문으로 생각된다¹⁶⁾. 그리고, 30 vol%의 SiC 첨가의 경우 더욱 더 강도 및 인성의 저하가 일어난 것은 시편제조시 나노크기의 SiC 분말의 분산 상태를 유지하기 위하여 pH를 조정하여 슬러리 전체를 응집시켜¹⁵⁾ SiC 분말간의 재응집을 막아 잘 분산된 파립상의 분말을 얻고자 하였음에도 불구하고 과량의 SiC에 의한 재응집 발생이나 Si_3N_4 입성장의 과도한 여

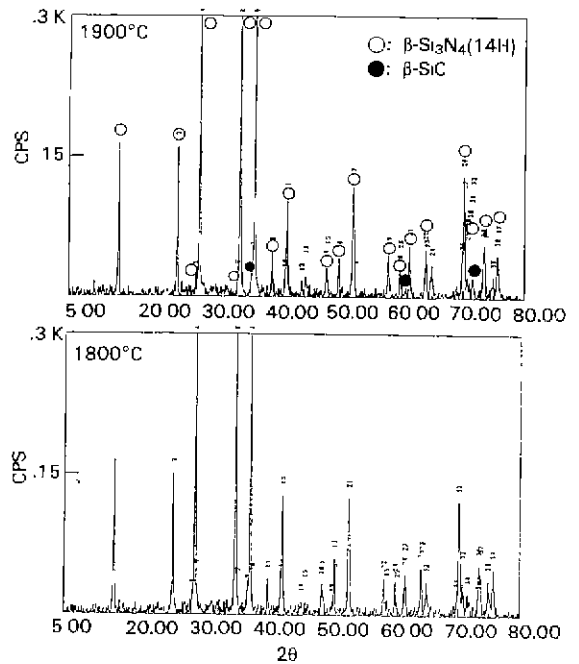


Fig. 6. XRD patterns of 90 vol% $\text{Si}_3\text{N}_{4(p)}\text{-10 vol% SiC}_{(p)}$ nanocomposites sintered at 1800 and 1900 °C, 30 MPa.

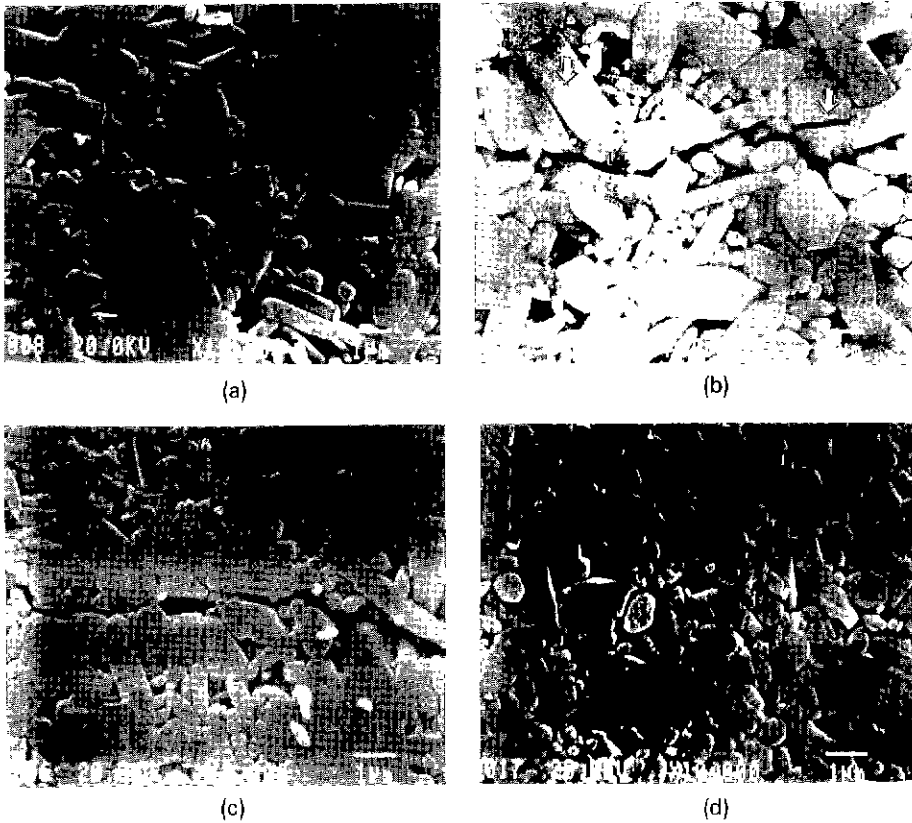


Fig. 7. Crack propagation pattern of $\text{Si}_3\text{N}_4(\text{p})\text{-SiC}(\text{p})$ nanocomposites sintered at 1900°C .
 (a) NC-0 (b) NC-10 (c) NC-20 (d) NC-30

제^{1011,24,27,28)}에 기인하는 것으로 생각된다.

3.3. X선 회절분석 결과

X선 회절분석 결과를 Fig. 6에 나타내었다. 검출된 광물상은 Si_3N_4 와 SiC 만이 확인되었는데, Si_3N_4 는 거의 전량이 β 상으로 상전이²⁹⁾되었음을 알 수 있었으며 SiC 의

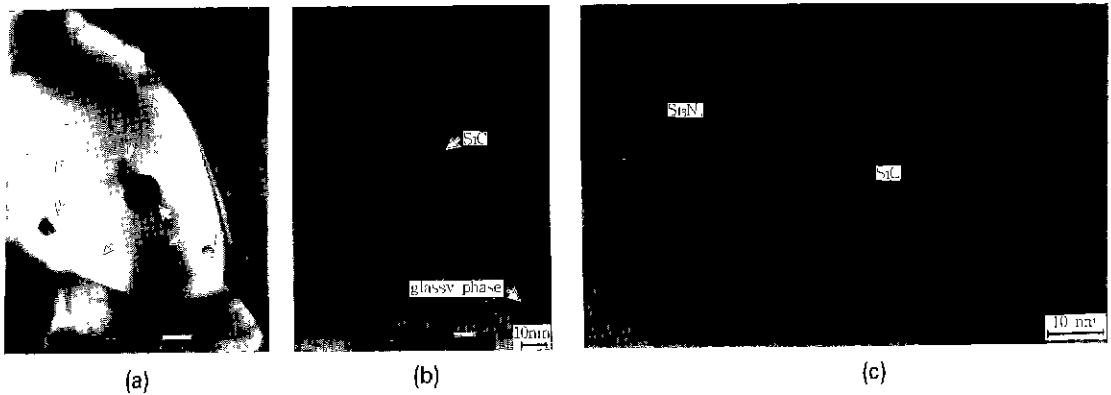


Fig. 8. Transmission electron micrograph for the $\text{Si}_3\text{N}_4/10 \text{ vol}\% \text{SiC}$ nanocomposite. (a) $\times 80,000$ (Arrows indicate intra-SiC particles) (b) $\times 600,000$ (c) high resolution transmission electron micrograph for the SiC particle within Si_3N_4 grain.

Table 2. Relative Intensity Ratio of [Si] in $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ Nanocomposites

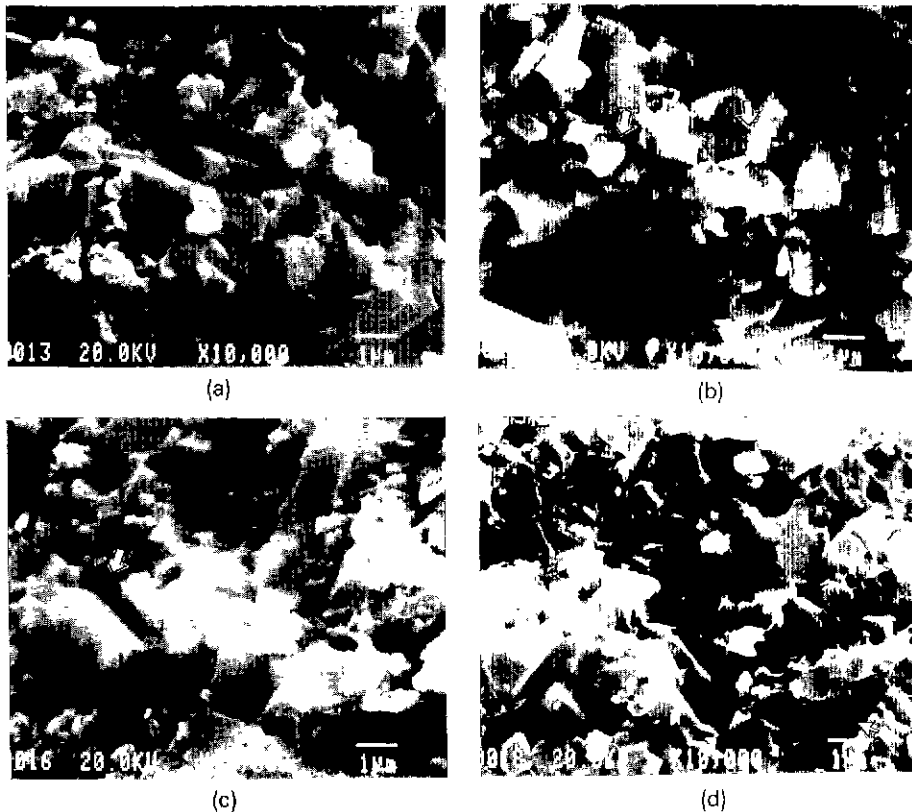
Analysis point Relative intensity ratio	1	2	3	Ave. relative intensity ratio	Theoretical ratio
$I_{\text{Si}} = \frac{[\text{Si}]_{\text{SiC}}}{[\text{Si}]_{\text{Si}_3\text{N}_4}}$	1.26	1.10	1.20	1.19	1.17

경우에는 소량의 $\alpha\text{-SiC}$ 만이 검출되어 $1800\sim 1900^\circ\text{C}$, 30 MPa의 hot press의 조건에서는 약간 상전이 되었음을 알 수 있었다. 따라서, 첨가된 나노크기의 $\beta\text{-SiC}$ 입자의 $\alpha\text{-SiC}$ 로의 소량의 상전이는 소결체의 물리적특성과 기계적 특성에 큰 영향을 미치지 않은 것으로 생각되었다.

3.4. 미세구조

Fig. 7에 1900°C 에서 hot press한 시편의 표면을 10000 배로 확대하여 관찰한 SEM 사진을 나타내었다. 전체적으로 SiC나노입자의 첨가량이 증가될수록 Si_3N_4 의 결정립의 크기가 현저하게 작아지는 모습²⁵⁾을 확인할 수 있는데 이것은 Greskovich 등²¹⁾과 Izaki 등²⁵⁾이 보고한 바와

같이 SiC입자의 첨가량이 증가될수록 Si_3N_4 의 입성장이 억제된 것으로 해석되며, 10 vol% SiC를 첨가한 경우 균일한 분상의 결정이 잘 발달된 치밀한 조직체를 나타내고 있으며, crack 전파경로가 입계 및 입내를 통과하고 있는 것을 알 수 있다. Si_3N_4 결정내에 SiC 입자로 보여지는 미세입자('모' 표시)를 관찰할 수 있는데, SiC가 첨가되지 않은 NC-0에서는 이방성입자가 발달하여 있으며 crack을 비교적 크게 편향시켜 파괴인성의 증진에 기여한 것으로 생각되어진다. 그리고 NC-30에서는 과잉 첨가된 SiC가 Si_3N_4 입자의 입성장을 저지하여 $1\mu\text{m}$ 이하의 등축상 결정이 다량 존재하고 있으며, 부분적으로 이상입성장이 나타나고 있음을 알 수 있다.

**Fig. 9.** Fractured surfaces of $\text{Si}_3\text{N}_{4(p)}\text{-SiC}_{(p)}$ nanocomposites sintered at 1900°C , 30 MPa.

(a) NC-0 (b) NC-10 (c) NC-20 (d) NC-30

실제로 Si_3N_4 입자내에 존재하는 나노크기의 SiC 입자를 확인하기 위하여 투과전자현미경을 이용하여 Si_3N_4 입자속에 균일하게 분산되어 있는 SiC 입자로 보이는 구형 입자를 관찰한 사진을 Fig. 8에, Si_3N_4 입자속의 나노크기의 입자가 SiC 입자임을 규명하기 위하여 EDX로 [Si] 원소분석을 각각 같은 가속전압의 조건으로 분석한 후, SiC 입자의 [Si]의 peak intensity와 Si_3N_4 입자의 [Si]의 peak intensity의 비를 계산하여 이론치와 비교한 결과를 Table 2에 각각 나타내었다. Fig. 8의 a중에 '슈'로 표시한 세 곳에 대하여 각각 원소분석한 [Si] peak intensity의 비가 1.1~1.26으로서 평균 1.19를 얻었는데 이것은 이론치인 1.17에 거의 일치함으로, Fig. 8a의 TEM image 사진중의 10~100 Nm 크기의 입자는 SiC 입자로 확인되었으며 Fig. 6의 X선 회절분석 결과와도 일치하였다.

그리고, 대부분의 0.1 μm 이하인 SiC 입자는 intra-SiC 형태로만 관찰되고, Si_3N_4 입계에서는 거의 찾아보기 어려운 것은 바로 Sasaki 등에 의해 보고된 바 있는 Si_3N_4 입계상을 구동시키는 핵으로서 작용^{24,25)}하였기 때문으로 생각된다. Fig. 8의 b는 Si_3N_4 입내에 분산되어 있는 SiC 입자 주위의 고분해능 사진(3×10^6 배)으로, Niihara 등^{12,13)}이 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_2\text{O}_3$ 계 소결조제를 사용한 경우 SiC와 Si_3N_4 의 입계에 불순물 상이 존재한다는 보고와는 달리 본 실험에서는 SiC 입자와 Si_3N_4 입자의 계면에서는 불순물인 glassy phase가 관찰되지 않았다.

파단면 사진(Fig. 9b)에서도 파괴형태는 주로 비교적 큰폭의 crack deflection 및 pull-out('슈' 표시)을 동반한 입내파괴와 입계파괴가 동시에 일어났음을 알 수 있다. 이는 10 vol% SiC를 첨가한 경우 가장 우수한 물리적, 기계적 특성을 나타낸 Fig. 4의 결과와 잘 일치하고 있다. 파단면의 사진(Fig. 9d)에서도 이상입성장된 결정에서만 crack 편향이 거의 없는 상태에서 입내파괴가('슈' 표시) 일어났음을 알 수 있으며 기공도 다수 나타나 있다. 따라서, crack deflection의 폭이 좁아지고, pull out 효과가 적게 되기 때문에 파괴에 소요되는 에너지가 낮을 것⁶⁾으로 생각된다. 그러므로 이 경우의 첨가된 나노크기의 SiC 입자는 Si_3N_4 -SiC 나노복합체의 강도와 파괴인성 증진에는 기여하지 않은 것¹⁷⁾으로 판단된다.

4. 결 론

Al_2O_3 - Y_2O_3 계 소결조제로 하는 α - Si_3N_4 에 기지에 나노 크기의 β -SiC 분말을 특성강화물질로 첨가하여 hot press법으로 Si_3N_4 -SiC 나노복합체를 제조하고, 얻어진 소결체의 기계적 특성, 미세구조의 관찰을 통하여 다음과

같은 결론을 얻었다.

1. 1900°C 로 hot press하여 제조한 Si_3N_4 -10 vol% SiC 나노복합체가 가장 높은 1002 MPa의 꺾임강도와 가장 높은 97.9%의 이론밀도를 나타내었으며, SiC 첨가량이 20 vol% 이상일 때는 오히려 감소하였다.

2. 파괴인성은 1800°C 에서 hot press한 Si_3N_4 -10 vol% SiC 조성이 가장 높은 7.2 MPa·m^{1/2}를 나타내었다.

3. 나노크기의 SiC 입자는 β - Si_3N_4 입내에 대부분 존재하고 있으며, SiC 입과 Si_3N_4 입의 계면은 불순물의 개재없이 직접 결합되어 있었다. 첨가량이 증가될수록 β - Si_3N_4 결정의 크기는 감소하였고, 10 vol%를 첨가한 경우 가장 치밀하고 균일한 분상의 β - Si_3N_4 조직체를 나타내었으며, 20 vol% 이상일 때는 등축상 결정이 점점 증가하였다. 이것은 파괴 mode 및 강도의 증·감에 밀접한 관계를 나타내었다.

REFERENCES

1. S. Kamiya, M. Murachi, H. Kawamoto, S. Kato, S. Kawakami, and Y. Suzuki, "Silicon Nitride Swirl Lower-Chamber for High Power Turbocharged Diesel Engines," *SAE Transaction*, No. 850523, 3894-3906 (1985).
2. K. Katayama, T. Watanabe, K. Matoba, and N. Katoh, "Development of Nissan High Response Ceramic Turbocharger Rotor," *SAE Transaction*, No. 861128, 46 54-4663 (1986).
3. T. Shmizu, K. Takayama, H. Enokishima, K. Mikame, and N. Kamiya, "Silicon Nitride Turbocharger Rotor for High Performance Automotive Engines," *SAE Transaction*, No. 900656, 163-175 (1990).
4. T. Taguchi, "Application of High-Technology Ceramics in Japanese Automobiles," *Adv. Ceram. Mater.*, **2**(4), 754-762 (1987).
5. G.R. Terwilliger and F.F. Lange, "Hot-Pressing Behavior of Si_3N_4 ," *J. Am. Ceram. Soc.*, **57**(1), 25-29 (1974).
6. E. Tani, 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," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **65**(9), 1311-1315 (1986).
7. C. Boberski, H. Bestgen, and R. Hamminger, "Microstructural Development during Liquid-phase Sintering of Si_3N_4 Ceramics," *J. European Ceram. Soc.*, **9**(2), 95-99 (1992).
8. M. Mitomo, *J Mater Sci.*, **11**, 1103 (1976).
9. K.R. Selkregg, K.L. More, S.G. Seshaddri, and C.H. McMurty, "Microstructural Characterization of Silicon

- Nitride Ceramics Processed by Pressureless Sintering, Overpressure Sintering, and Sinter HIP," *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, **11**(7-8), 603-615 (1990).
10. E. Tani, M. Nishijima, K. Kishi, and S. Umabayashi, "Gas Pressure Sintering of Composite of Si_3N_4 -SiC System," *Yogyo-Kyokai-Shi*, **95**(9), 917-920 (1987).
 11. P. Greil, G. Petzow, and T. Tanaka, "Sintering and HIPing of Silicon Nitride-Silicon Carbide Composite Materials," *Ceramic International*, **13**, 19 (1987).
 12. K. Niihara, "New Design Concept of Structural Ceramics-Ceramic Nanocomposite," The Centennial Memorial Issue of The Ceramic Society of Japan, **99**(10), 974-982 (1991).
 13. A. Nakahira, K. Niihara, and T. Hirai, *Yogyo-Kyokai-Shi*, **94**, 767-772 (1987).
 14. S.T. Buljan, J.G. Baldoni, and M.L. Huckabee, " Si_3N_4 -SiC Composites," *Am Ceram. Soc. Bull.*, **66**(2), 347-352 (1987).
 15. P.D. Shalek, J.J. Petrovic, G.F. Hurley, and F.G. Gac, "Hot-Pressed SiC Whisker/ Si_3N_4 Matrix Composites," *Ceram. Bull.*, **65**, 351 (1986).
 16. K. Niihara, K. Izaki, Silicon Nitride Ceramics 2, Edited by M. Mitomo, S. Somiya, Uchida Rokakuho Publishing Co., LTD., Tokyo, pp. 169-179 (1990).
 17. M. Mitomo, "Microstructural Development During Liquid Phase Sintering of Silicon Nitride," Silicon Nitride Ceramics 2, edited by M. Mitomo, S. Somiya, publ. by Uchida Rokakuho Publishing Co., LTD., Tokyo, pp. 93-108 (1990).
 18. K. Niihara, T. Hirano, A. Nakahira, and T. Izaki, "Proc. of MRS Meeting on Advanced Materials," Tokyo, pp. 107-112 (1988).
 19. K. Niihara, T. Hirano, A. Nakahira, K. Suganuma, K. Izaki, and T. Kawakami, *JJpn. Soc. Powder and Powder Metall.*, **36**(3), 243-246 (1989).
 20. F.F. Lange, "Effect of Microstructure on Strength of Si_3N_4 -SiC Composite System," *J. Am. Ceram. Soc.*, **56** (9), 445-450 (1973).
 21. C. Greskovich and J.A. Palm, "Observation on the Fracture Toughness of β - Si_3N_4 - β -SiC Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **63**(9-10), 597-599 (1980).
 22. K. Ueno and Y. Toibana, "Mechanical Properties of Silicon Nitride Ceramic Composite Reinforced with Silicon Carbide Whisker," *Yogyo-Kyokai-Shi*, **91**(11), 491-497 (1983).
 23. H. Kodama, T. Suzuki, H. Sakamoto, and T. Miyoshi, "Toughening of Silicon Nitride Matrix Composites by the Addition of Both Silicon Carbide Whisker and Silicon Carbide Particles," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**(3), 678-683 (1990).
 24. G. Sasaki, H. Nakase, K. Suganuma, T. Fujita, and K. Niihara, "Mechanical Properties and Microstructure of Si_3N_4 Matrix Composite with Nano-meter Scale SiC Particles," *J. Ceram. Soc. Japan*, **100**(4), 536-540 (1992).
 25. K. Izaki, K. Hakkei, K. Ando, T. Kawakami, and K. Niihara, "Fabrication and Mechanical Properties of Si_3N_4 -SiC Composites from Fine, Amorphous Si-C-N Powder Precursors," Ultrastructure Processing of Advanced Ceramics edited by J.D. Mackenzie and D.R. Ulrich, publ. by John Wiley & Sons, pp. 891-900 (1988).
 26. K. Niihara, K. Izaki, and T. Kawakami, "Hot-Pressed Si_3N_4 -32%SiC Nanocomposite from Amorphous Si-C-N Powder with Improved Strength above 1200°C," *J. Mat. Sci. Let.*, **10**, 112-114 (1990).
 27. B.S. Kim, I.S. Kim, Y.S. Jang, H.C. Park, and K.D. Oh, "High Strength Si_3N_4 -SiC Structural Ceramics," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **30**(12), 999-1006 (1993).
 28. R. Lundberg, L. Kahlmun, R. Pompe, R. Carlsson, and R. Warren, "SiC Whisker Reinforced Si_3N_4 Composites," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **66**(2), 330-333 (1987).
 29. D.S. Tomson and P.L. Pratt, Science of Ceramics, Vol. 3, edited by G.H. Stewart, publ. by Academic Press, New York, p.33 (1967).