

알루미나와 이트리아가 질화규소의 가공성에 미치는 영향

이수완 · 장태석* · 엄호성**

선문대학교 재료공학과, *금속공학과, **기계공학과

(1995년 8월 19일 접수)

Effect of Al_2O_3 and Y_2O_3 on Machining of Silicon Nitride

S. W. Lee, T. S. Jang* and H. S. Aum**

Dept. of Mater. Eng., *Metallurgical Eng and **Mechanical Eng, Sun Moon Univ.

(Received August 19, 1995)

요약

질화규소의 소결에 미치는 소결조제의 영향에 대해서는 많은 연구가 진행되어 왔으나, 소결조제가 가공성에 미치는 영향에 대한 연구는 아직 미흡한 편이다. 본 연구에서는 소결조제로서 Al_2O_3 과 Y_2O_3 의 첨가량을 0~8 wt%로 변화시킨 후 불리적, 기계적 성질들을 측정하였다. 우수한 기계 가공성을 갖는 질화규소 볼의 최적 미세조직을 조사하기 위하여 소결조제 첨가량을 달리한 질화규소 볼을 자성유체가공법으로 가공. 소결 첨가제의 변화에 따른 질화규소의 가공성에 대하여 조사하였다. 이율려 다양한 소결조제를 첨가한 질화규소의 기계적 성질과 가공성의 관계를 규명하고자 하였다.

ABSTRACT

The effect of sintering aids on the sinterability for silicon nitride has been studied by hundreds workers. However, the effect of sintering aids on the machinability as the own troubles, which is the major barrier for the field applications of the ceramic components, has not been fully studied. In this study, the contents of Al_2O_3 and Y_2O_3 in silicon nitride were varied from 0 to 8 wt%, respectively. The physical and mechanical properties of the silicon nitride were measured. The optimal microstructure of silicon nitride balls with the excellent machinability, by adding with various contents of sintering aids, was studied by MFG (magnetic-fluid grinding) technique. An attempt to figure out how the mechanical properties influence the machinability of silicon-nitride ball was made.

Key words: Magnetic fluid grinding, Silicon nitride, Alumina, Yttria, Machinability

1. 서 론

질화규소는 1857년 최초로 합성되었을 당시에는 물질에 대한 화학적 측면 외에는 별 관심사를 불러 일으키지 못하였다. 그 후 수력발전의 발전에 의해 대량으로 전기를 공급받을 수 있게 되자 제련업체에서 내화물 등의 단순 구조물을 사용하기 시작하였고, 1960년 대에는 영국을 중심으로 jet engine의 연소실, rocket nozzles, turbine blades, stator blades 등의 정밀 부품에 활용하려는 연구가 진행되었다. 최근에는 구조 세라믹스의 중요성이 더욱 대두되면서 금속재료보다 높은 내열성, 내마모성, 낮은 비중, 현저히 높은 사용온도 등의 특성을 지닌 질화규소를 열 엔진 기관에 적용하기 위한 연구가 활발히

진행되고 있다. 특히 질화규소는 내열성이 약한 zirconia와 파괴인성이 낮은 silicon carbide에 상호 보완되는 우수한 기계적 성질을 갖고 있기 때문에 그 사용 용도가 계속 증가되고 있다.

질화규소는 강한 공유결합으로 인하여 자기획성이 어렵고 고온에서의 열분해 때문에 소결온도가 제한되는 난소결성 재료이나, 따라서 질화규소 부품을 제조하려면 열분해를 억제시키면서 치밀화를 이루도록 해여야 하는데, 이를 위하여 그 표면에 존재하는 SiO_2 와 반응하여 액성을 형성하는 소결조제를 첨가하는 것이 일반적이다. 이를 소결조제는 치밀화를 촉진시키는 역할을 하지만, 소결체의 입체상에 잔류하여 질화규소의 기계적 성질에 영향을 준다 한편 질화규소는 높은 경도 및 낮은 파괴

인성을 갖는 난삭재이기 때문에, 제품의 단가는 그 가공 공정에 의해 좌우된다¹⁾. 그러나 질화규소의 치밀화를 위하여 첨가되는 소결조제가 가공성에 미치는 영향에 대한 연구는 아직 미흡하다.

본 실험에서는 소결이 잘되는 UBE E10(日本 UBE社 粉末 : silicon diimide 분해법으로 제조된 고순도 질화 규소 분말)에 Al_2O_3 와 Y_2O_3 를 각각 소결조제로 첨가하여 일정한 분말 공정조건 및 소결조건 하에서 질화규소 볼을 제작하였다. 제작된 볼(직경 8 mm)은 최근에 개발된 자성유체가공법²⁾을 이용하여 일정한 조건에서 가공하였다. 일반적인 강구 가공 방법을 이용하면 세라믹 볼의 가공에 2내지 3주의 시간이 소요되는 것에 비해 자성유체가공 방법으로는 몇 시간만에 세라믹 볼의 가공이 가능하였다. 한편, 소결조제의 성분조합에 따른 기계적 성질, 미세조직, 소결상태, 상변태 및 미세조직의 aspect ratio를 측정하여 질화규소의 미세조직이 가공성에 미치는 영향에 대하여 조사하였다.

2. 실험방법

2.1. 질화규소 볼의 소재 제조 공정

질화규소 분말은 α 분율이 높은 UBE E-10 분말 (UBE社 자료 : 평균입도 0.1~0.3 μm)을 사용하였다. 소결조제로 첨가된 Al_2O_3 는 Leynold사의 HP-DBN grade 볼, Y_2O_3 는 H.C. Stark사의 Fine grade powder를 각각 사용하였다. 소결조제 조성은 alumina를 2 wt%로 고정하고 yttria를 0~8 wt%까지 변화시켰다. 또한 yttria를 6 wt%로 고정시킨 후 alumina를 0~8 wt%까지 변화시켰다. IPA를 이용하여 1차로 습식 ball milling을 76 rpm에서 72시간 동안 실시하고 slurry를 #325 mesh로 처리한 후 오븐에 넣어 약 90~110°C에서 전조시켰다. 다음 결합제와 증류수 약 250 cc를 넣고 2차 ball milling을 1시간 동안 실시하고 오븐에서 건조한 후 분말을 분쇄, #325 mesh로 sieving한 다음 분말을 과립상태로 만들었다. 볼의 성형은 과립분말을 hand press(1 ton)한 후 CIP(2000 kg/cm²)로 하였으며, CIP 후 성형체를 탈자로의 alumina palette에 놓고 600°C에서 6시간 동안 탈지시켰다. 탈지된 성형체는 ASEA사의 HIP을 이용하여 모든 성형체 볼을 동시에 소결하였다. 소결 온도는 1820°C였고, 가스 압력은 N_2 분위기에서 6 kg/cm², 최종 유지시간은 1시간이었다. 이러한 질화규소 ball의 소재 제조 공정을 Fig. 1에 나타내었다. 소결 후 볼의 최종크기는 조성별로 수축율이 다르기 때문에 차이가 있었으며 색깔도 달랐으나 대략 지름이 8 mm였으며, hand

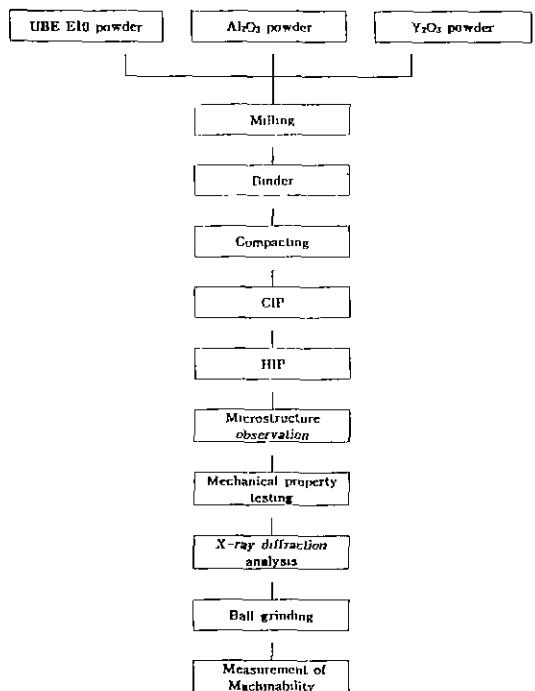


Fig. 1. Flow chart of Si_3N_4 ball machining process.

press시 형성된 band를 지나고 있었다.

소결된 볼에 대하여 각 조성별로 밀도를 측정하였다. 소결이 잘 되지 않은 경우 질화규소 입자간의 결합력이 약하여 pore가 상당량 존재하였고 상태적으로 밀도 및 기계적 특성을 측정하는데 다소 어려운 점이 있었다. Si_3N_4 , Al_2O_3 , Y_2O_3 의 각각의 이론 밀도를 이용하여 각 조성의 초기 원료 함량을 기준으로 mixed rule에 기준하여 이론 밀도를 계산하였다. 소결체의 상대 밀도는 부피 밀도와 이론 밀도의 배분율로 구하였다. 각각의 측정값은 조건당 10개의 시편을 임의로 채취하여 측정하였다. 한편 소결체의 미세구조를 관찰하기 위하여 볼 표면을 polishing한 후 NaOH 10 gram과 함께 니켈 도금에 넣고 300°C에서 10초간 침적한 후 etching 면을 SEM(JEOL JSM35)으로 관찰하였다. 또한 소결체의 결정상을 규명하기 위하여 소결된 볼을 절단하여 X-선 회절 분석을 실시하였다.

2.2. 기계적 성질 측정

소결된 시편에 대하여 Indentation 방법으로 경도와 파괴인성을 측정하였다. 경도기는 Swiss Zwick사의 3212 Hardness Tester를 사용하였고 10 kg 하중에서 15초 동안 유지하였다. 평균값은 조건당 10개의 Indentation

으로 계산하였다. 파괴인성값은 Evans와 Charles³⁾의 식에 대입하여 계산하였다. Flexural strength(곡강도) 측정은 볼 시편과 동시에 측정용 시편을 사각형으로 성형 및 소결하여 제작하였다. 우선 사각형의 소결 시편을 평면 연삭기로 연삭한 후 $3 \times 3 \times 45$ mm로 절단하여 시편을 제작하였다. 곡강도는 3-point 방법으로 상온에서 실시하였으며, 이때 span 거리는 25 mm, cross head speed 0.5 mm/min로 측정하였고, 각 조성별로 10개의 시편을 제작, 시험하여 그 평균값을 계산하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 가공성 평가

가공성을 수치적으로 표현하기 위해서는 가공률(remove rate : $\mu\text{m}/\text{min}$)이 이용되는데, 초기의 볼 지름과 가공 후의 볼 지름 차이를 가공률이라 한다. 이러한 가공률을 조사하기 위하여 질화규소 볼(시편 조성 : $\text{Si}_3\text{N}_4-\text{Y}_2\text{O}_3$ 6% - Al_2O_3 2%)을 10,000 rpm의 grinding speed와 40 vol%의 자성유체에 8 μm SiC 연마제를 8 gram 첨가한 조건에서 가공하였다. Fig. 2에는 grinding time에 따른 가공후 10개 볼의 지름에 대한 평균 편차(ball diameter deviation)를 나타내었다. 3시간 가공시까지 편차는 급격히 줄어들며 6시간 후에는 모든 볼들이 같은 지름을 갖는 것을 보여주고 있다. 볼 직경의 평균 편차가 0이면 진구에 가깝다는 것을 의미한다. 따라서, 6시간의 가공으로 거의 진구에 가까운 볼을 가공할 수 있었다.

Fig. 3은 이트리아와 알루미나 함량을 각각 다르게 하여 제작한 질화규소 볼의 가공률을 나타낸다. 가공조건들은 Fig. 2에서와 같고, 3시간 가공 후의 결과를 나타내었다. $\text{Si}_3\text{N}_4-\text{Al}_2\text{O}_3$ 2%의 시편에 Y_2O_3 를 첨가하지 않은 경우에는 가공 도중 볼이 파괴되어 가공률을 측정이 불가능하였다. 동일한 조성의 시편에 대하여 Y_2O_3 의 첨가량이 4% 일 때까지는 가공률이 0.5 $\mu\text{m}/\text{min}$ 으로 낮았으며, 4~6% 구간에서는 가공률이 3배 이상 향상되었다. 6% 이후에서는 가공률에 큰 차이가 없었다. 알루미나 함량에 따른 질화규소 볼($\text{Si}_3\text{N}_4-\text{Y}_2\text{O}_3$ 6%)의 가공성에 대하여서는, Al_2O_3 가 2% 첨가된 시편의 가공률은 0.6 $\mu\text{m}/\text{min}$ 이고 4% 첨가된 시편은 가공률이 가장 낮은 0.1 $\mu\text{m}/\text{min}$ 였다. 첨가량이 6~8%인 시편들의 가공률은 약 0.2 $\mu\text{m}/\text{min}$ 였다. 즉 Al_2O_3 가 2% 첨가된 시편이 가장 좋은 가공성을 나타내었다. 따라서 소결조제 첨가량에 따른 최적의 가공성은 $\text{Si}_3\text{N}_4-\text{Y}_2\text{O}_3$ 6% - Al_2O_3 2%에서 나타났다.

Fig. 4는 가공 전후의 볼 모양을 광학 현미경으로 찍어 비교한 것이다. Y_2O_3 6%에 Al_2O_3 를 무첨가한 경우 가공

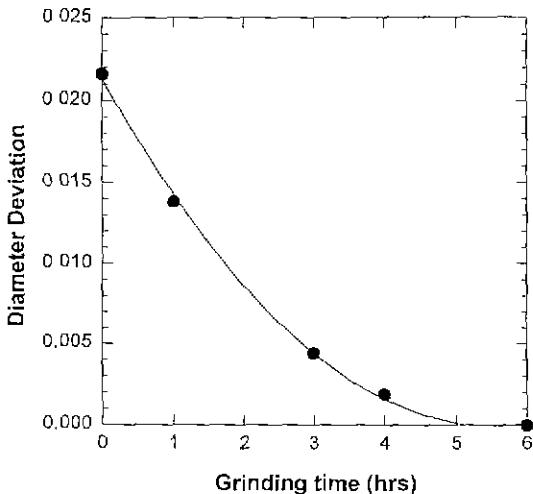


Fig. 2. Variation of sphericity of $\text{Si}_3\text{N}_4-\text{Y}_2\text{O}_3$ 6 wt% - Al_2O_3 2 wt% specimen with grinding time.

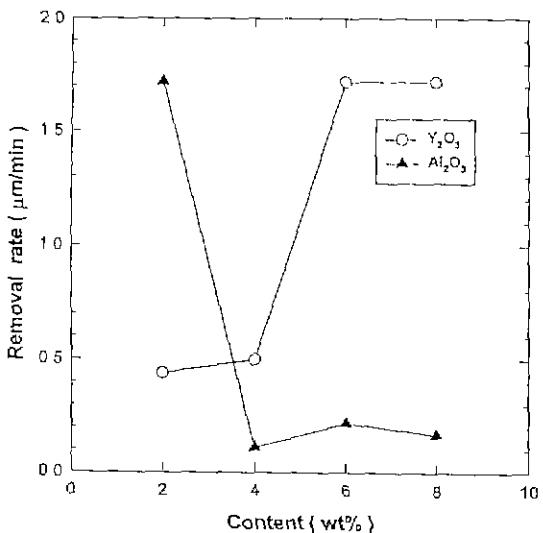


Fig. 3. Variation of removal rate with the different contents of sintering additives. with Y_2O_3 for $\text{Si}_3\text{N}_4-\text{Al}_2\text{O}_3$ 2 wt% and with Al_2O_3 for $\text{Si}_3\text{N}_4-\text{Y}_2\text{O}_3$ 6 wt%.

도중 볼이 파괴되었지만, 나머지 볼의 경우 가공 전에 나타난 press 과정에서 형성된 띠가 가공후 없어지면서, 동시에 진구에 가까운 둥근 볼로 가공됨을 보여주고 있다.

3.2. 기계적 성질

Fig. 5는 소결조제인 Y_2O_3 와 Al_2O_3 의 첨가량을 변화시

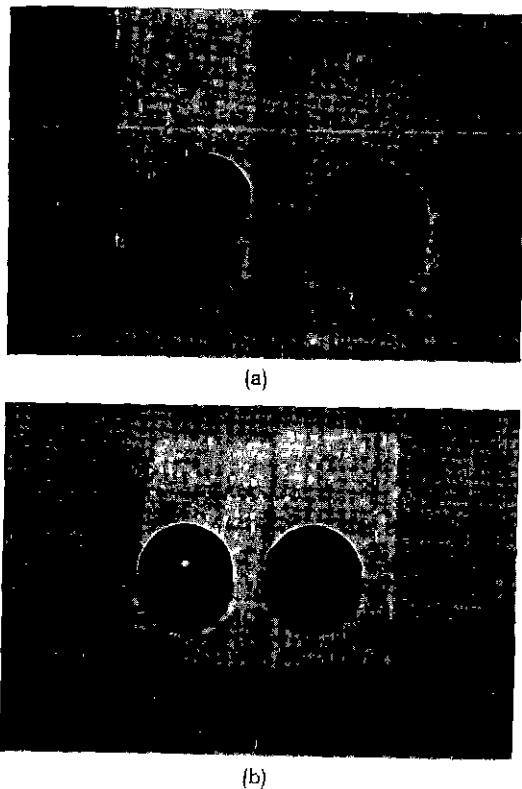


Fig. 4. Optical micrographs of the ground ball and the sintered ball for $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ 2 wt% - Y_2O_3 0 wt% and $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ 2 wt% - Y_2O_3 6 wt%.

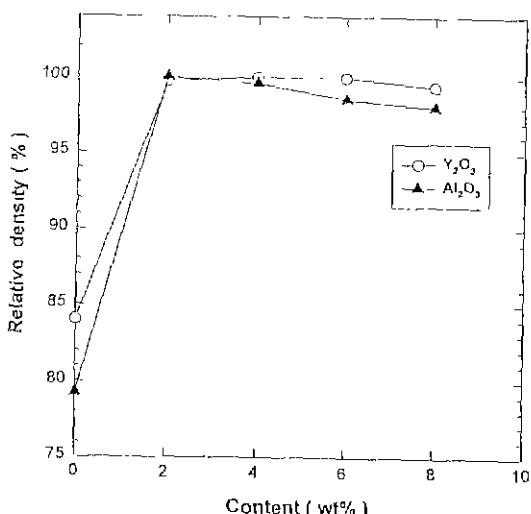


Fig. 5. Variation of relative density with the different contents of sintering additives: with Y_2O_3 for $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ 2 wt% and with Al_2O_3 for $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Y}_2\text{O}_3$ 6 wt%

쳤을 때 질화규소 볼의 밀도 변화를 나타낸 것이다. $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ 2% 시편에 Y_2O_3 를 첨가한 경우, 무 첨가시에는 상대 밀도가 84%로 아주 낮아 소결이 불량한 것으로 판단되며, 첨가량이 2%일 때는 상대 밀도가 99%까지 증가하였고, 4%와 6% 첨가된 시편에서는 거의 이론밀도에 도달하였다. 그러나 첨가량이 과도한 경우, 즉 8%의 Y_2O_3 를 첨가한 경우에는 상대 밀도가 다시 감소하여 99%에 이르렀다. 따라서 4% 또는 6%의 Y_2O_3 를 첨가하였을 때 가장 소결이 우수함을 알 수 있다. 한편 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Y}_2\text{O}_3$ 6%의 시편에서 Al_2O_3 의 첨가량을 변화시켰을 경우, Al_2O_3 를 첨가하지 않은 시편의 상대 밀도는 79%로서 소결이 아주 불량하였고, 2% 첨가시에 상대 밀도가 거의 이론밀도에 도달하였다가 첨가량이 증가함에 따라 점차 감소하였다. 이상의 결과로부터 소결조제의 조합이 Y_2O_3 6% - Al_2O_3 2%일 때 가장 소결 밀도가 높음을 알 수 있으며, 이 결과는 질화규소 볼의 가공 결과와 잘 일치하였다.

Fig. 6은 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ 2%에서 Y_2O_3 의 첨가량을 변화시켰을 때 연마 후 etching한 SEM 사진들을 비교한 것이다. Y_2O_3 를 첨가하지 않은 경우에는 pore가 상당량 존재하였으며, 첨가량이 2%일 때는 needle 형태와 equiaxial 형태의 작은 입자들이 혼재하였으나, Y_2O_3 의 첨가량이 증가할수록 두가지 형태의 입자들이 동시에 조대화하였다. 특히 첨가량이 8%에 이르면 needle 형태 입자의 조대화가 더욱 두드러져 rod 형태의 입자로 변화됨을 알 수 있다. 이러한 미세조직의 변화는 후술할 정도, 강도, 파괴인성 등의 기계적 성질의 변화와 밀접한 관계가 있다. Fig. 7은 Y_2O_3 를 6% 함유한 Si_3N_4 에서 Al_2O_3 의 첨가량을 변화시켰을 때 나타나는 미세조직의 변화를 SEM으로 관찰한 것이다. Fig. 6에서의 조직 변화와는 달리 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Y}_2\text{O}_3$ 6% 시편들의 경우에는 Al_2O_3 의 첨가가 입자 성장과 관계가 없음을 알 수 있다. 즉 Al_2O_3 를 8% 까지 첨가하여도 입자의 형태나 크기에 커다란 변화가 없었다. 특히 Al_2O_3 를 첨가하지 않은 경우, 큰 rod 형태의 입자들로만 조직이 구성되어 치밀화가 이루어지지 않은 것을 알 수 있으며, 이로 인하여 상대밀도가 낮고(79%) 소결이 불량한 것으로 판단된다. Fig. 6과 7에 나타난 needle 형태 또는 rod 형태의 입자들에 대하여 장축 길이에 대한 단축 길이의 비를 aspect ratio라 한다. 이 비율의 소결조제 첨가량에 따른 변화를 Fig. 8에 나타내었다. 그림에서 보는 바와 같이 두 경우 모두 소결조제의 첨가량이 증가하면 aspect ratio도 증가하였다.

Fig. 9는 소결 조제 첨가량을 변화시켰을 때 나타나는 정도값의 변화를 나타낸다. $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ 2%의 시편에서 Y_2O_3 를 첨가하지 않은 경우 경도값이 약 3 GPa로 가장

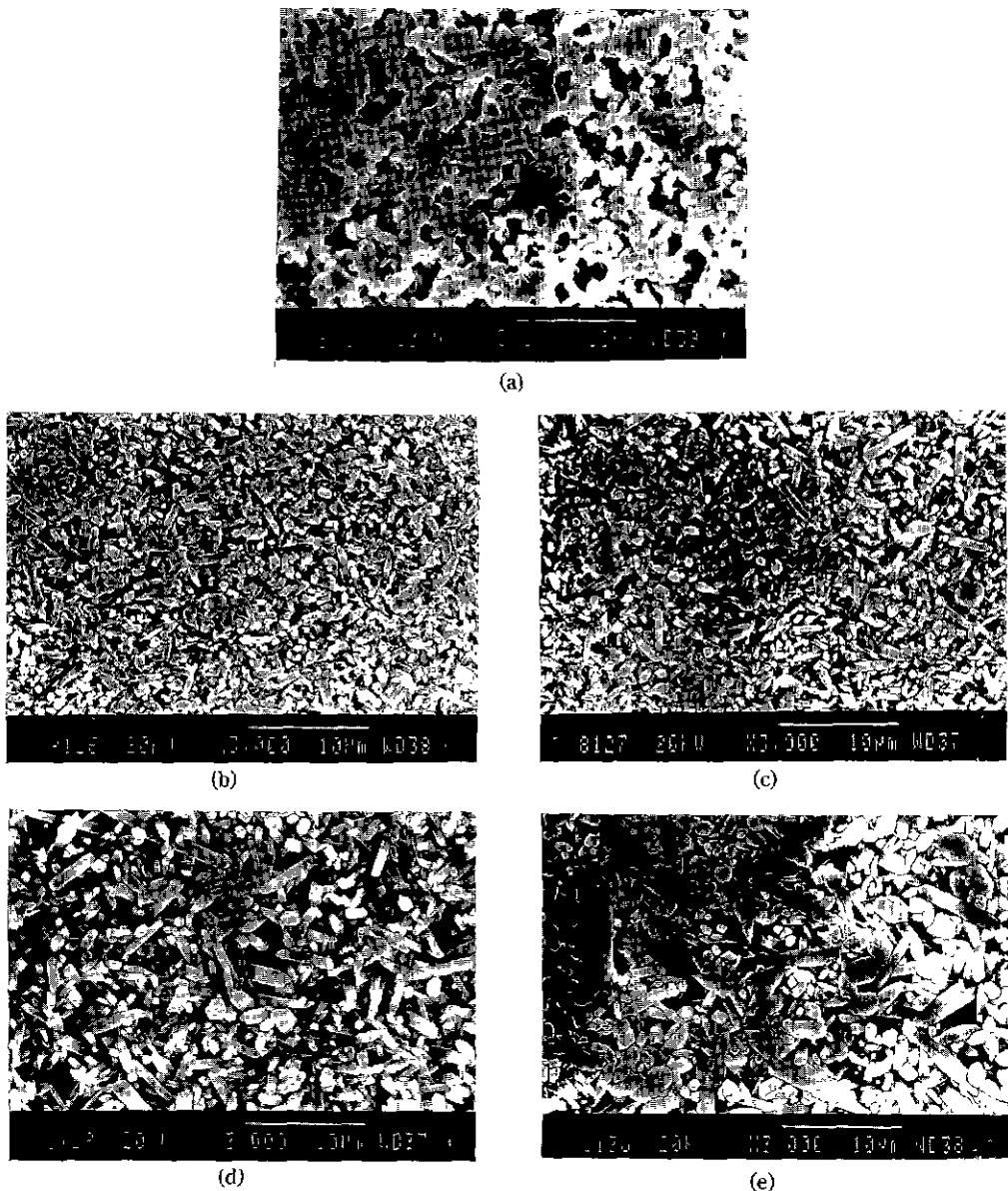


Fig. 6. SEM micrographs of the etched surface with the different contents of Y_2O_3 in $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ 2 wt%:
(a) 0 wt%, (b) 2 wt%, (c) 4 wt%, (d) 6 wt%, and (e) 8 wt%.

낮으며, 첨가량이 2%일 때 가장 큰 경도값($\sim 15 \text{ GPa}$)을 보이다가 첨가량의 증가에 따라 경도가 감소하는 경향을 보이고 있다. $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Y}_2\text{O}_3$ 6%의 시편에서 Al_2O_3 첨가량을 변화시켰을 경우에도 무 첨가시에 가장 낮은 경도값($\sim 3.5 \text{ GPa}$)을 나타내었다. 그러나 Al_2O_3 를 2~8% 함유한 시편들은 약 14.5 GPa의 서로 유사한 경도값들을 나타냈으며, 이는 질화규소 볼의 경도 변화가 Al_2O_3 첨

가량의 변화에 민감하지 않음을 말해준다.

한편 소결조제 첨가량의 변화에 따른 파괴인성의 변화는 Fig. 10에 나타내었다. $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ 2% 시편의 경우, Y_2O_3 첨가량의 증가에 따라 파괴인성이 직선적으로 증가하여 6%의 Y_2O_3 를 함유한 시편의 파괴인성치는 약 6.5 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 였고, 8%의 Y_2O_3 를 첨가한 시편의 파괴인성치는 약 7 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 였다. 이와같은 파괴인성의 증가는

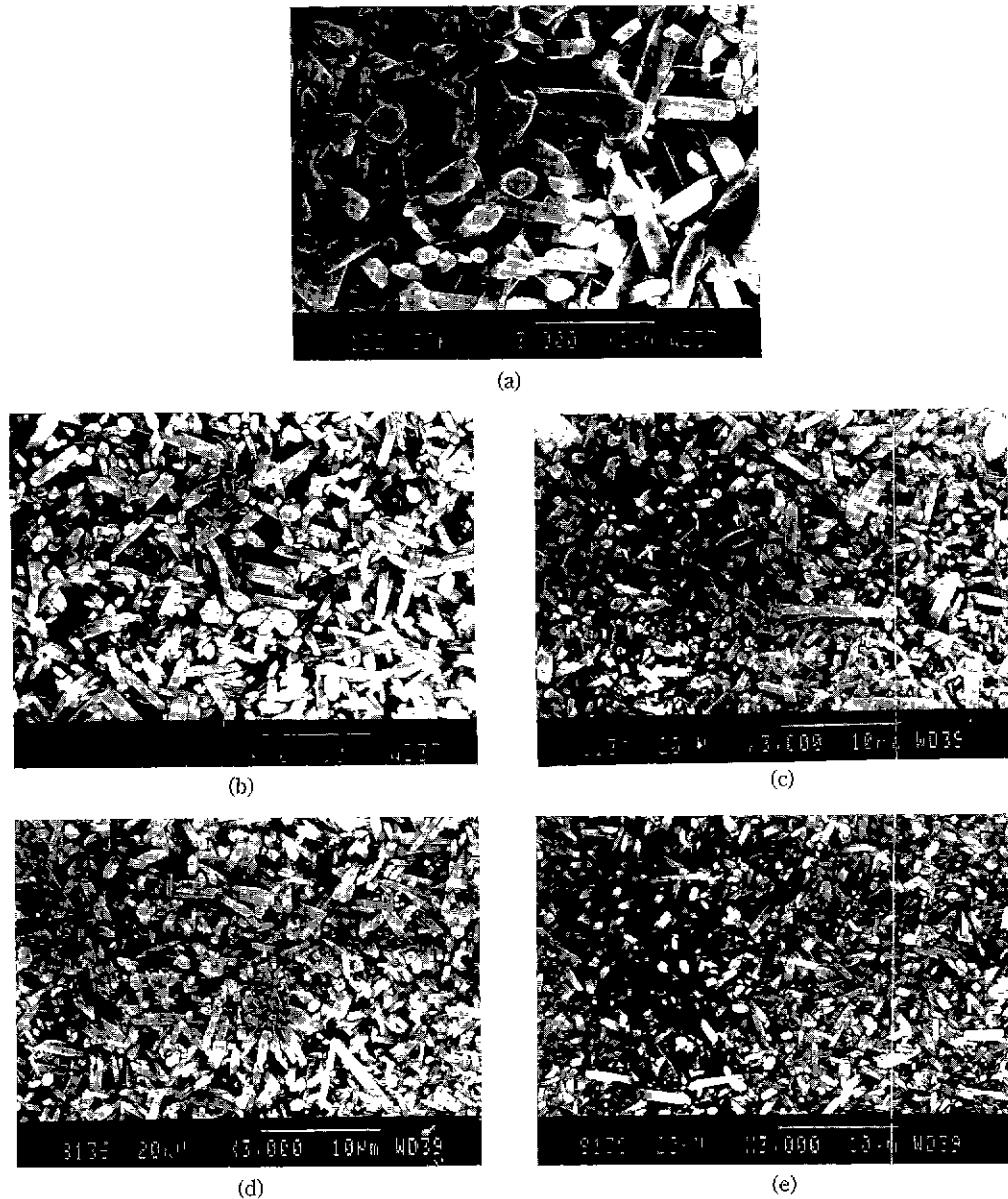


Fig. 7. SEM micrographs of the etched surface with the different contents of Al_2O_3 in $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Y}_2\text{O}_3$ 6 wt%:
(a) 0 wt%, (b) 2 wt%, (c) 4 wt%, (d) 6 wt%, and (e) 8 wt%.

Fig. 6의 조직 사진에 나타난 바와 같이 Y_2O_3 의 첨가량이 증가하면서 입자 크기가 증가하여 grain bridging, crack deflection 등의 현상이 일어나기 때문이라고 생각된다. 일반적으로 가공성은 파괴인성이 증가하면 함께 증가하지만, 8%의 Y_2O_3 를 함유한 경우에는 파괴인성이 증가하였어도 가공성에 변화가 없었다. $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Y}_2\text{O}_3$ 6% 시편의 경우, Al_2O_3 의 첨가량이 4%에 도달할 때까지는 파괴인

성이 첨가량에 비례하여 증가하였으나, 4%에서 포화값에 이르러 4%와 6%의 Al_2O_3 를 함유한 시편 모두 $6.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 의 파괴인성치를 나타내었고, 8%를 첨가한 시편에서는 파괴인성치가 약간 감소하여 $6.46 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 의 값을 보였다. Al_2O_3 를 8% 첨가한 시편에서 이와같이 파괴인성치가 약간 감소하는 것은 Al_2O_3 의 첨가가 경도값이나 입자 크기에 영향을 주지는 않지만, Fig. 5에 나타난 바

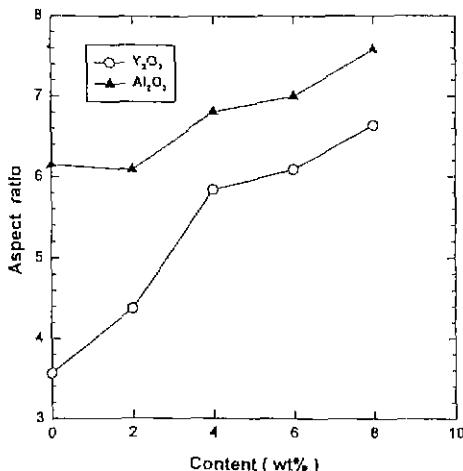


Fig. 8. Variation of aspect ratio with the different contents of sintering additives: with Y_2O_3 for Si_3N_4 - Al_2O_3 , 2 wt% and with Al_2O_3 for Si_3N_4 - Y_2O_3 , 6 wt%.

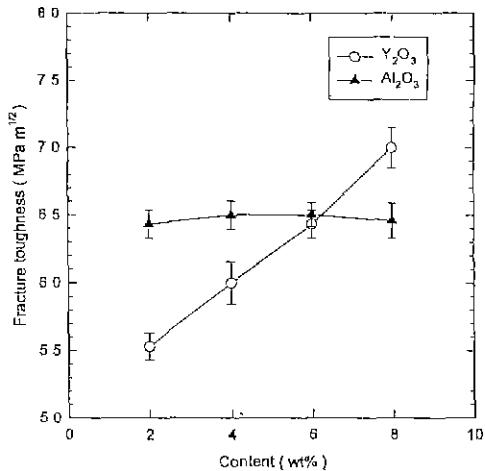


Fig. 10. Variation of fracture toughness with the different contents of sintering additives: with Y_2O_3 for Si_3N_4 - Al_2O_3 , 2 wt% and with Al_2O_3 for Si_3N_4 - Y_2O_3 , 6 wt%.

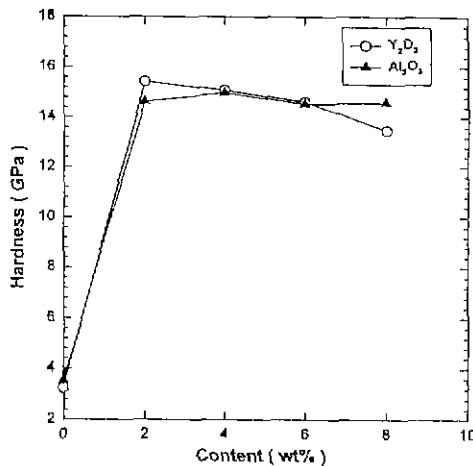


Fig. 9. Variation of hardness with the different contents of sintering additives: with Y_2O_3 for Si_3N_4 - Al_2O_3 , 2 wt% and with Al_2O_3 for Si_3N_4 - Y_2O_3 , 6 wt%.

와같이 8%의 Al_2O_3 첨가로 인하여 시편의 상대밀도가 98%로 다소 떨어졌기 때문이라고 생각된다. 일반적으로 질화규소의 액상 소결시 Al_2O_3 를 첨가하면 소결온도에서 액상의 점도가 낮아져서 액상을 통한 물질 이동이 용이하게 일어나기 때문에 소결이 용이하며 입자 성장도 잘 일어나나, 위와같이 Al_2O_3 를 과량 첨가한 경우에는 이와 상반된 결과를 초래하였다. Smith 등⁴⁾은 질화규소에 Al_2O_3 를 첨가함으로써 보다 용이하게 원전 치밀화를 이를 수 있다고 보고하였다. 그들은 소결조제의 양에

따른 곡강도의 변화와 내산화성의 변화등을 조사하였는데, Y_2O_3 의 양을 6 wt%로 고정하고 Al_2O_3 의 양을 증가시키면 상온강도는 증가하고 고온강도(1400°C)는 감소하나, Al_2O_3 의 양을 2 wt%로 고정하고 Y_2O_3 의 양을 변화시킨 경우에는 이러한 일관된 경향을 찾을 수 없다고 보고하였다. 이는 Y_2O_3 가 상당히 내열성이 좋은 입계상을 형성하지만 치밀화를 저해하는 난점이 갖고 있기 때문이다.

Fig. 11은 질화규소의 곡강도에 미치는 소결조제의 영향에 대하여 나타낸 것이다. Si_3N_4 - Al_2O_3 2% 시편의 경우, Y_2O_3 의 첨가량이 6%에 이를 때까지는 곡강도가 첨가량에 비례하여 직선적으로 증가하였으나, 8%를 첨가한 경우에는 급격히 감소하였다. 이것은 Fig. 5에 나타난 상대밀도와 밀접한 관계가 있으며, 8%의 Y_2O_3 첨가시 입자간 결합력이 약해지면서 상대밀도도 감소하고 동시에 곡강도도 감소하는 것으로 보인다. Si_3N_4 - Y_2O_3 6% 시편의 경우, Al_2O_3 의 첨가량이 4%일 때 최대의 곡강도(1050 MPa)를 보이다가 첨가량이 증가하면 현저히 감소하였다. Si_3N_4 - Y_2O_3 6%에 Al_2O_3 를 4% 첨가한 시편은 비록 상대밀도가 99.5% 정도였지만 다른 시편들에 비해 경도, 파괴인성, 곡강도 등의 기계적 성질이 우수하였으며, 상대적으로 가공성은 가장 낮게 나타났다.

이상과 같은 실험 결과로부터 질화규소 볼의 상대밀도, 경도, aspect ratio, 파괴인성, 곡강도 등의 여러 요소 중에서 볼의 가공성과 가장 관계가 깊은 요소는 파괴인성을 알 수 있었으며, 경도값은 본 실험의 가공조

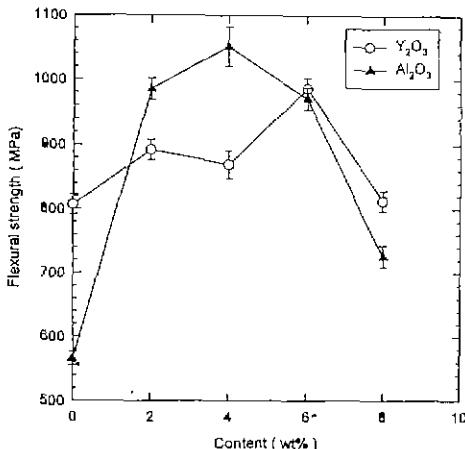


Fig. 11. Variation of flexural strength with the different contents of sintering additives: with Y_2O_3 for $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ 2 wt% and with Al_2O_3 for $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Y}_2\text{O}_3$ 6 wt%.

전에서는 가공성에 직접적인 영향을 주지 않음을 알 수 있었다. 조직 관찰을 통하여 알 수 있듯이, $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ 2%에 Y_2O_3 를 첨가하지 않은 경우에는 소결이 불완전하여 많은 pore가 존재하였고, $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Y}_2\text{O}_3$ 6%의 시편에 Al_2O_3 를 첨가하지 않은 경우에는 조대한 침상조직만 존재하면서 치밀화가 이루어지지 않아 두 경우 모두 파괴인성이 적었으며, 가공중 불이 파괴되어 가공에 관한 data를 얻을 수 없었다.

3.3. 가공인자

세라믹의 주된 가공 기구는 표면손상(surface disruption or microcracking)이다. 낮은 응력범위 조건에서는 brittle fracture에서 plastic shear-induced deformation으로 전이되기 때문에⁹, microabrasive wear가 주된 가공 기구가 되며, 이와 관련된 인자들은 입자 크기, 경도, 탄성계수 등이다. 이 외에 가공면에서 발생되는 tribochemical products도 가공성과 관련이 있다. 특히 비산화물 세라믹은 공유결합을 하고 있기 때문에 tribochemical reaction이 일어나면 계면 접착 형성에 영향을 주며, 이것이 가공과 관련된 중요한 요소로 작용할 수 있다. 즉 본 실험과 같이 자성유체를 사용하는 가공법에서는 자성유체 중의 Fe_3O_4 와 질화규소 중의 Si 사이에서 가공중에 반응이 일어나는 chemo-mechanical effect¹⁰가 발생할 수 있으며, 이것이 불의 가공성과 깊은 관계가 있다고 본다. 이러한 계면에서의 화학반응은 가공장치의 작동조건 및 마찰조건에 따라 microabrasive grinding에 영향을 주며, 가공을 촉진시킬 수 있다. 위와 같은 여러 가공인자들은 재료의 고유한 특성에 따라 달라질 수

있다. 한편 세라믹 재료의 가공에 미치는 경도와 파괴 인성의 영향에 대한 보고¹¹가 있지만 이와 같은 chemo-mechanical effect에 대한 자세한 mechanism은 아직 밝혀지지 않고 있다.

전술한 바와 같이 본 실험 결과 세라믹 재료의 파괴 인성이 가공에 상당히 중요한 역할을 하는 것으로 밝혀졌으며, 파괴인성 외에도 재료의 미세구조, 열충격 및 경도 등의 인자들도 가공성에 매우 중요하다고 판단된다.

4. 결 론

Y_2O_3 (0~8 wt%)와 Al_2O_3 (0~8 wt%)를 복합 첨가한 질화규소의 경우 Y_2O_3 가 첨가됨으로써 소결성이 좋아지고 β -상인 elongated grain이 조대해지므로써 파괴인성도 증가하며, 강도와 경도, 가공성도 우수하였다. 가공성과 관련된 주요 기계적 성질은 본 실험 결과 파괴인성인 것으로 나타났다. Y_2O_3 의 양을 6 wt%로 고정하고 Al_2O_3 의 양을 변화시킨 경우에는 이러한 일관된 경향을 찾을 수 없었다.

감사의 글

본 연구는 과학재단 연구비 지원(과제번호 941-0800-024-2)으로 이루어졌으며 이에 감사드립니다.

REFERENCES

- S Jahanmir, L K. Ives, A.W. Ruff, and M.B. Peterson, *Ceramic Machining: Assessment of Current Practice and Research Needs in the United States*, National Institute of Standards and Technology SP 834, U.S. Government Printing Office, Washington, D.C. (1993).
- N. Umehara and K. Kato, "Principles of Magnetic Fluid Grinding of Ceramic Balls," *J. Applied Electromagnets in Materials*, **1**, 37-43 (1990)
- A.G. Evans and E.A. Charles, "Fracture Toughness Determination by Indentation," *J Am Ceram Soc.*, **59**, 371-372 (1976).
- J.T. Smith and C.L. Quackenbush, "A Study of Sintered Si_3N_4 Compositions with Y_2O_3 and Al_2O_3 Densification Additives," Proc. Int. Symposium of Factors in Densification and Sintering of Oxide and Non-oxide Ceramics, Japan, 426-442 (1978).
- H. Vora, T.W. Orent, and R.T. Stokes, "Mechano-Chemical Polishing of Silicon Nitride," *J Am. Ceram Soc.*, **61**, 397-8 (1978).
- S. Danyluk, J. Clark, S.W. Lee, and D.S. Lee, "Abrasion and Wear of Silicon in Fluid Environments," *Wear of Materials*. Ed. by K.C. Ludema, 187-193 (1983).