

## 인장강도 시험을 통한 질화규소 소재의 설계계수 계산

최영민 · 이재도 · 고 준\*

한국화학연구소 무기소재연구부

\*충남대학교 재료공학과

(1996년 4월 12일 접수)

### Calculation of Design Parameter of $\text{Si}_3\text{N}_4$ for Engineering Part through the Measurement of Tensile Strength

Young-Min Choi, Jae Do Lee and Jun Ko\*

Div. of Inorg. Mater., Korea Res. Inst. of Chem. Tech.

\*Dept. of Material Eng., Chungnam Nat. Univ.

(Received April 12, 1996)

#### 요 약

원통형 시편을 사용하는 인장강도 시험기를 이용하여 인장강도를 구함으로써 질화규소질 엔지니어링 부품 설계에 필요한 설계계수를 구할 수 있었다. 시험에 사용된 시편은 상대밀도가 각각 98.5 및 99.2%인 질화규소 소결체로써 상압소결(PLS) 및 Sinter/HIP의 방법으로 제조하였다. 지름이 7.15 mm, 길이가 110 mm인 원통형 시편을 유압식 인장강도 시험기를 이용하여 인장강도를 측정된 결과 상압소결체는 378 MPa, Sinter/HIP한 소결체는 509 MPa의 평균 인장강도를 나타냈다. Weibull 이론을 적용하여 구한 질화규소의 Weibull modulus,  $m$ 은 8-12의 범위였으며 이론적으로 계산한 체적과 강도 사이의 관계는 실제 측정값과 잘 일치하였다.

#### ABSTRACT

Design parameter of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  for engineering part could be calculated through the measurement of tensile strength with cylindrical specimen ( $\phi=7.15$ ,  $l=110$  mm). Relative densities of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  test specimen prepared by pressureless sintering (PLS) and sinter/HIP were 98.5 and 99.2%, respectively. Tensile strength of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  was 378 MPa for PLS and 509 MPa for sinter/HIP. By the Weibull statistic, Design parameter such as Weibull modulus,  $m=8-12$ , could be calculated. Fracture strength of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  related to volume could be effectively predicted by using Weibull theory.

**Key words:** Tensile test, Weibull modulus, Material design parameter

#### 1. 서 론

최근 세라믹스의 엔지니어링 부품으로의 응용이 확대되면서 부품 설계에 필수 불가결한 기계적 물성 데이터의 중요성이 더욱 증대되고 있다. 부품 설계에 필요한 기계적 물성 데이터로는 굽힘강도, 인장강도, 압축강도, 크리프 및 피로 등이 있으며 사용조건에 적합한 부품의 설계를 위해서는 이들 데이터를 정확히 측정하고 적절한 설계계수(design parameter)를 알아야 한다.

세라믹 재료에 있어서 대부분의 경우 기계적 물성 데이터로 굽힘강도와 인장강도 시험결과가 사용되고 있다. 두가지 시험 방법은 모두 세라믹 재료에 인장응력이

가해지는 상태에서의 파괴강도를 측정한다는데 있어서는 동일하나 유효체적 또는 유효면적과 관련된 시편에 가해지는 인장응력의 분포, 시편 형상 및 가공 난이도 등에 있어서 차이가 있다.

인장강도 시험은 시편 전체에 균일한 인장응력이 가해지기 때문에 유효체적 및 유효 표면적이 굽힘강도 시험보다 상대적으로 커서 체적이 큰 실제 응용 부품의 설계계수를 구하는데 유용하다는 장점이 있다. 그러나 인장시험에 이용되는 시험 시편은 대개의 경우 형상이 복잡하여 가공이 어렵고 하중선 불일치로 인한 비틀림을 방지하기가 어렵다는 문제가 있다. 한편 굽힘강도 시험은 유효체적이나 유효면적이 인장강도 시험에 비해 상대적

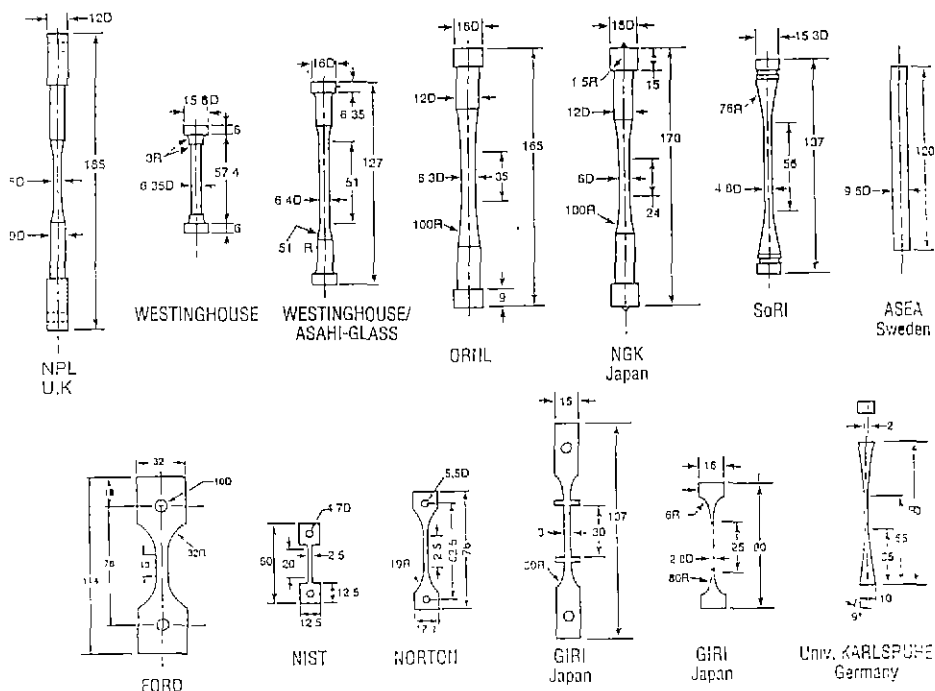


Fig. 1. Various types of specimen for tensile test.

으로 작고 시편내의 응력 분포가 균일하지 않지만 시편의 가공 및 시험방법이 용이하여 단시간내 재료의 상대적 비교 평가가 가능하다는 장점이 있다. 따라서 세라믹 재료 자체의 물성 평가 및 상대적 비교치를 얻기 위해서는 굽힘강도 시험 데이터만으로도 충분하나 실제 응용되는 부품의 설계에는 유효면적 또는 유효체적이 크고 시편 내의 응력이 균일한 상태에서의 인장강도 시험으로부터 구한 설계계수, 즉 엔지니어링 데이터가 반드시 필요하다고 할 수 있다.

현재 본 연구실에서 엔지니어링 부품으로의 응용연구 및 실장시험 중인 질화규소( $Si_3N_4$ ) 소재에 대하여 부품 설계시 반드시 필요한 설계계수를 구하기 위하여 다른 인장강도 시험기에 비하여 시편 형상이 비교적 단순하여 시편 제작이 상대적으로 용이한 인장강도 시험기를 이용하여 질화규소 소재의 인장강도를 측정하였다. 일반적으로 인장강도 시험에는 어느 특정부위에 응력집중이 일어나지 않도록 특별히 설계되고 정밀 연삭된 시편을 사용하고 있으며 Fig. 1에 나타난 바와 같이 여러 종류의 시험편이 설계·제작되어 사용되고 있다. 그러나 Fig. 1에 주어진 대부분의 인장강도 시험편은 공통적으로 모양이 복잡하고 가공비가 비싸다는 단점을 가지고 있으나 본 연구에서는 형상이 비교적 단순하여 가공이 용이한 단순

원통형의 시편을 사용하는 인장강도 시험기(model : AS-CERA, ABB Cerama AB, Sweden)를 이용하여 인장강도를 구하고<sup>1)2)</sup> 4-점 굽힘 강도와와의 관계를 Weibull 통계학을 이용하여 규명함으로써 이들로부터 부품 설계에 필수 불가결한 엔지니어링 데이터를 구하였다.

## 2. 실험방법

### 2.1. 강도 실험용 시편 제조

실험에 사용한 질화규소는 4 wt%의  $Y_2O_3$ 와 3 wt%의  $Al_2O_3$ 가 소결제로 첨가된 조성으로 현재 본 연구실에서 자동차 엔진 부품으로의 응용 연구가 진행중인 재료이다<sup>3)</sup>.

4-점 굽힘시험용 시편을 제조하기 위하여 위에 설명한 조성의 질화규소 분말을 고밀도폴리에틸렌 용기에 넣고 볼밀을 이용하여 tumbling 함으로써 유동성을 좋게 한 후 실리콘 고무로 된 직육면체 몰드( $25 \times 25 \times 160$  mm)에 vibrator를 이용하여 충진하였다. 이것을 200 MPa의 압력으로 CIP 장치(model : CL3-23-30, Mikikiso, Japan)를 이용하여 cold isostatic pressing 하였다. 이 성형체를 저항가열로(Ace vacuum co., Korea)를 이용하여 공기 분위기로 600°C에서 2시간 동안 binder burning 한 후

1720℃, 질소분위기에서 2시간 동안 상압소결(PLS)하여 소결체를 제조하였다. 이 소결체의 일부는 다시 Ar 분위기에서 1750℃의 온도와 150 MPa의 압력으로 HIP (model : QIH-3, ABB, USA)을 이용하여, 40분간 Sinter/HIP 하여 소결체를 제조하였다.

상압소결체와 Sinter/HIP 한 소결체를 JIS R 1601 (1981) 규격에 따라 가공하여 굽힘강도 시험편을 제조하였다. 시험편의 가공은 400번 다이아몬드 휠을 사용하여 1차 거친연삭을 한 후 800번 다이아몬드 휠을 사용하여 50 μm 이상 정밀연삭하여 두께, 너비 및 길이가 3×4×36 mm가 되도록 하였다<sup>9)</sup>. 정밀 연삭이 끝난 후 0.2 mm씩 모떼기를 하여 최종 굽힘강도 시험편을 제작하였다.

인장강도 시험편의 제작 방법은 다음과 같다. 앞서 설명한 조성의 질화규소 분말을 고밀도폴리에틸렌 용기에 넣고 불필을 이용하여 tumbling 함으로써 유동성을 좋게 한 후 실리콘 고무로된 원통형 몰드(φ13×180 mm)에 vibrator를 이용하여 충진하였다. 이를 200 MPa의 압력으로 CIP 한 후 600℃에서 하소하여 유기물을 제거하였다. 완전 소결된 세라믹 재료의 원통연마가 어렵기 때문에 가공성을 높이기 위하여 1100~1300℃에서 예비 소결하고 1차 원통연마하여 예비 소결체를 제조하였다. 1차 원통연마한 시험편을 굽힘강도 시험편과 동일 조건으로 상압소결 및 Sinter/HIP 하여 최종 소결체를 얻었다. 이 소결체를 800번 다이아몬드 휠로 50 μm 이상 centerless grinding 하여 지름 7.15 mm, 길이 110 mm인 최종 인장시험용 시험편을 제작하였다. 시험에 사용한 시험편은 굽

힘강도와 인장강도 시험에 대하여 각각 30개와 20개씩 제작하였다.

2.2. 미세구조 관찰

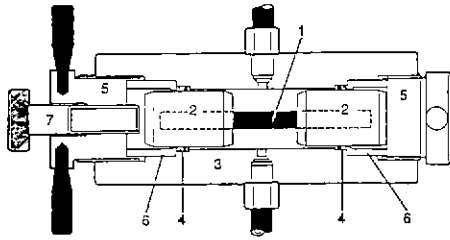
제 2.1.절에서 제조한 시험편은 ASTM C 20에 규정된 water immersion 방법을 사용하여 상대밀도를 구하였다. 또한 시험편의 미세구조 관찰을 위해서 각 시험편을 diamond saw를 사용하여 적당한 크기로 절단하고 mounting 한 후 30, 6, 1 μm의 diamond polishing compound를 사용하여 차례로 연마하였다 다시 시약급 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 이용하여 final polishing 하였다. 연마된 시험편을 용융 NaOH를 써서 20~40초간 화학 에칭한 것을 SEM(model : S2150, Hitachi, Japan)으로 미세구조를 관찰하였다. 또한 강도 시험을 실시하여 파괴된 시험편의 파단면을 SEM을 이용하여 관찰함으로써 파괴 근원(fracture origin)을 조사하였다.

2.3. 강도시험

강도 측정을 위한 시험조건을 Table 1에 요약하여 놓았다. 우선 강도시험기(model : 1122, Instron, USA)를 이용하여 제 2.1.절에서 제조한 굽힘강도 시험편의 4-점 굽힘강도를 측정하였다. 이때 load cell은 500 kg, cross head speed는 0.5 mm/min이었으며 내부 span은 10 mm, 외부 span은 30 mm인 JIS R 1601 규격에 따라 실시하였다. 시험편의 파괴 순간의 하중을 측정하여 식(1)에 의해 4-점 굽힘강도를 계산하였다.

Table 1. Summary of the Test Condition.

Condition \ Method	Hydraulic Tensile Test	4-Point Bending Test
Specimen Preparation	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (4Y3A) Dry bag CIP Pressureless Sintering (PLS) Sinter/HIP	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (4Y3A) Dry bag CIP Pressureless Sintering (PLS) Sinter/HIP
Machining	Centerless Grinding #400, #800 Resin Bonded Diamond Wheel	Grinding #400, #800 Resin Bonded Diamond Wheel
Dimension of Specimen (mm)	φ7.15×110	3×4×36
Testing	EP0241715 Stress rate=3 MPa/sec	JIS R 1601 Load cell=500 Kg Cross Head Speed=0.5 mm/min Span=30/10 mm
No. of Sinter	PLS : 20 Sinter/HIP : 20	PLS : 30 Sinter/HIP : 30



1 Test bar  
2 Piston  
3 Pressure chamber  
4 High pressure seal  
5 End closure  
6 Seal holder  
7 Positioning screw

**Function :**  
The ceramic cylindrical test bar is attached to two steel pistons by a high strength glue. A hydraulic pressure creates axial forces on the two pistons. Transfer of bending stresses to the specimen is restricted by a flexible high pressure seal arrangement

Fig. 2. Schematic diagram of the hydraulic tensile testing apparatus.

$$\sigma_{4B} = \frac{3 P (L_0 - L_1)}{2bd^2} \quad (1)$$

$\sigma_{4B}$ : 4-point flexural strength  
P: concentrated load at rupture  
b: width of specimen  
d: depth of specimen  
 $L_0$ : outer span length  
 $L_1$ : inner span length

인장강도 시험은 Fig. 2와 같은 구조의 유압식 인장강도 시험기(model : ASCERA, ABB Cerama AB, Sweden)를 이용하였다. 균일한 응력 분포를 갖도록 특별히 설계된 시편 홀더에 재 2.1.절에서 제작한 원통형 인장강도 시편을 접착시켰다. 시편홀더에 시편을 접착시키기 위하여 인장시험에 충분한 접착강도를 지닌 에폭시계 접착제(Araldite AV138, Ciba-Geigy, Switzerland)를 사용하였다. 이때 시편과 홀더의 평행을 맞추기 위해 V-block 위에 올려 놓고 80°C의 온도에서 2시간 동안 에폭시 접착제를 경화시켰다. 홀더에 고정된 시편을 인장강도 시험기에 장치하고 고압용 oil seals로 밀폐하여 유압으로 가해지는 압력이 외부로 손실되지 않고 모두 인장력으로 시편에 작용하도록 하였다. 또한 flexible 한 고압용 oil seals는 하중선 불일치로 인한 비틀림이나 bending stress를 상쇄시켜주는 역할을 하게 된다. 인장시험시 가해지는 stress rate은 3 MPa/sec로 하였으며 시편이 파괴되는 순간의 최고 압력을 측정하여 식 (2)에 의해 인장강도를 계산하였다.

$$\sigma_T = \frac{A - A_s}{A} \times P \quad (2)$$

$\sigma_T$ : tensile strength

$A_s$ : crosssectional area of specimen  
A: crosssectional area of specimen holder  
P: pressure of rupture

#### 2.4. Weibull 통계의 적용

강도 데이터를 통계학적으로 해석하기 위하여 최악 결함설에 바탕을 둔 Weibull 이론<sup>5)</sup>을 도입하였다. Weibull 이론에 의하면 강도 시험편의 파괴 확률  $P_f$ 는 식 (3)에 의해 표시할 수 있다.

$$\ln \ln(1/(1 - P_f)) - \ln \ln(1/P_s) = m \ln \sigma_f - m \ln \sigma_0 \quad (3)$$

$P_f$ : failure probability  
 $P_s$ : survival probability  
 $\sigma_f$ : flexural strength  
 $\sigma_0$ : characteristic flexural strength  
(strength at failure probability = 63.2%)

m: Weibull modulus

따라서 강도 시험으로 부터 구한 강도값과 median rank에 의해 구한 파괴확률을 Weibull plot 하면 직선이 얻어지게 된다. 이 직선의 기울기가 Weibull modulus, m이고 그 값은 최소자승법에 의해 계산할 수 있다. 그리고 계산된 직선의 기울기 m과 절편으로부터 characteristic flexural strength( $\sigma_0$ )도 계산할 수 있다.

또한 Weibull modulus(m)을 알면 강도( $\sigma$ )와 유효체적 ( $V$ )과의 관계를 식 (4)에 의해 계산할 수 있다.

$$\sigma_{4B}/\sigma_T = (V_T/V_{4B})^{1/m} \quad (4)$$

$V_T$ : effective volume of tensile specimen

$V_{4B}$ : effective volume of 4-point flexural specimen

식 (4)를 이용하여 본 실험에서 구한 Weibull modulus를 대입하여 실제 측정된 인장강도와 굽힘강도 사이의 관계를 비교하여 범으로써 실용부품의 설계에 필요한 설계 계수를 구할 수 있다.

### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1. 미세구조

상압소결 및 Sinter/HIP 하여 제조한 질화규소 소재의 상대밀도는 각각 98.5%와 99.2%로 상압소결보다 Sinter/HIP 한 경우가 더 치밀화가 이루어졌음을 알 수 있었다. Fig. 3은 강도 시험용 시편을 polishing 하고 화학에칭하여 SEM으로 관찰한 미세구조의 사진이다. 예비소결하지 않은 굽힘강도 시편과 원통연마를 위하여 예비소결을 한 인장시험 시편을 비교하여 볼 때 예비

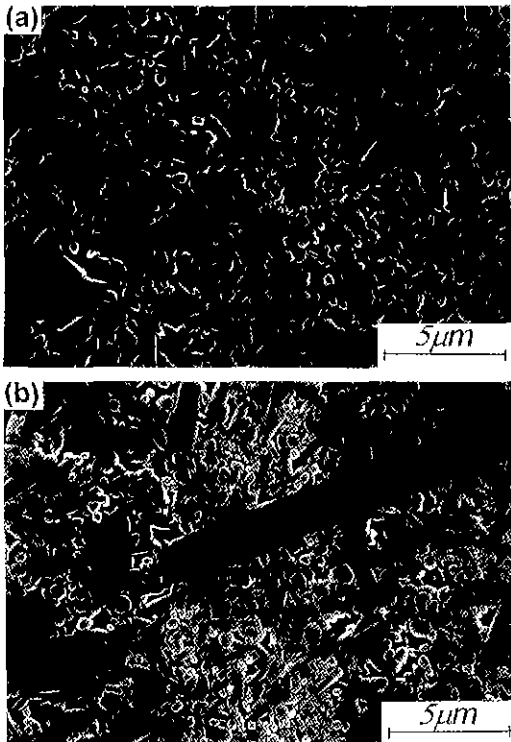


Fig. 3. SEM photographs of polished and etched surface of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> prepared by (a) Pressureless Sintering (PLS) and (b) Sinter/HIP.

소결에 따른 미세구조적 차이는 거의 없었다. 반면 소결방법에 따라서 미세구조에 큰 차이가 있었는데 Sinter/HIP 한 질화규소는 기공이 거의 없이 치밀화 되어 있고 입자크기가 작고 둥근 입자 주위에 길이가 5~15 µm 정도이고 굵은 주상의 β-상 입자가 많은 미세조직을 갖고 있었다. 이에 비하여 상압소결한 질화규소는 소결체 내에 기공이 상대적으로 많았고 굵은 주상으로 성장한 β-상의 입자가 Sinter/HIP 한 경우에 비해 상대적으로 적었다.

3.2. 굽힘강도

4-점 굽힘시험 결과를 Table 2에 순위를 정하여 나타내었다. 상압소결한 시편은 평균강도가 538 MPa(표준편차 62 MPa)이었으며 Sinter/HIP 한 시편의 경우는 이보다 높은 894 MPa(표준편차 95 MPa)이었다. 이와 같은 결과는 제 3.1.절의 관찰에서도 예견된 결과로 재료내에 기공이 많은 상압소결체가 Sinter/HIP 한 소결체보다 약 350 MPa 정도 낮은 값을 나타냈다. 본 연구에서 제조한 질화규소의 강도를 문헌에 발표된 값과 비교하여 보면

Table 2. Four Point Flexural Strength of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> and Survival Probability Calculated by Median Rank.

Rank	Pressureless Sintering (PLS)		Sinter/HIP	
	σ <sub>4B</sub> (MPa)	P <sub>s</sub> (%)	σ <sub>4B</sub> (MPa)	P <sub>s</sub> (%)
1	411	97.7	609	97.7
2	440	94.4	690	94.4
3	440	91.1	772	91.1
4	446	87.8	775	87.8
5	450	84.5	811	84.5
6	456	81.2	819	81.2
7	489	78.0	840	78.0
8	502	74.7	851	74.7
9	508	71.4	862	71.4
10	515	68.1	871	68.1
11	520	64.8	872	64.8
12	527	61.5	875	61.5
13	535	58.2	876	58.2
14	539	54.9	883	54.9
15	544	51.6	918	51.6
16	556	48.4	925	48.4
17	562	45.1	948	45.1
18	563	41.8	949	41.8
19	564	38.5	952	38.5
20	568	35.2	952	35.2
21	572	31.9	955	31.9
22	578	28.6	957	28.6
23	580	25.3	958	25.3
24	583	22.0	964	22.0
25	597	18.8	968	18.8
26	604	15.5	978	15.5
27	606	12.2	978	12.2
28	612	8.9	982	8.9
29	632	5.6	1000	5.6
30	649	2.3	1042	2.3
Average	538		894	
St. Dev.	62		95	

Sinter/HIP 한 경우의 평균값은 Norton사<sup>7)</sup>의 NT154 (GPS/HIP)의 907 MPa과 거의 비슷하고 상압소결한 경우는 ESK<sup>8)</sup>의 Ekasin S(sintering)의 300~600 MPa 범

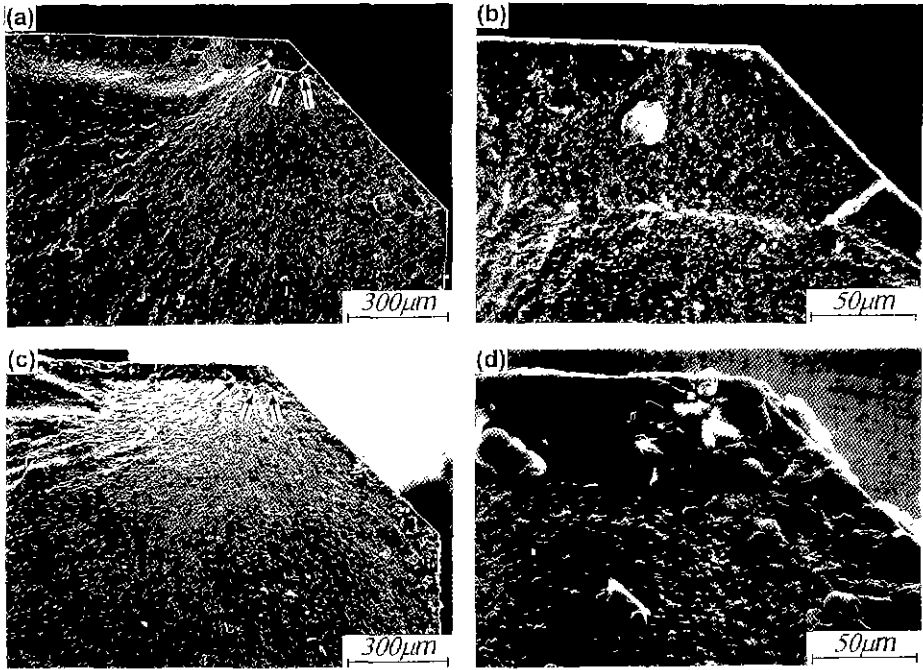


Fig. 4. SEM photographs of fractured surface of  $Si_3N_4$  (Sinter/HIP) after 4-point bending test: (a), (c)-x80 and (b), (d)-x500.

위의 강도값과 비슷한 값을 나타냈으며 62~95 MPa 정도의 표준편차는 엔지니어링 데이터에서는 보편적인 값이라 할 수 있다. 현재 본 연구실에서는 자동차 엔진 부품으로 응용하기 위해 강도와 인성을 동시에 높이는 연구가 진행중이다. 본 연구에서는 강도 자체보다는 Weibull 이론의 적용을 통한 강도 데이터의 통계적 해석 및 엔지니어링 데이터를 확보하는 것이 일차적 목적이며 차후 강도와 인성을 동시에 증진시키는 실험과 병행하여 세라믹 소재의 응용에 필요한 엔지니어링 데이터를 축적하여 나아갈 예정이다.

4-점 굽힘시험후 파괴된 시편의 파단면을 보여주는 SEM 사진은 Fig. 4와 같다. 그림에서 파괴 원인 규명에 유용한 mirror, mist 및 hackle plan 등으로 볼 때 대부분의 시편이 모서리 부근의 표면 근처에서 파괴가 시작된 것으로 보이며 fracture origin은 모따기 가공시 표면에 발생한 가공결함(Fig. 4(a), (b))과 표면 부근에 잠중된 유리질상(Fig. 4(c), (d))이 주요 fracture origin으로 작용한 것으로 보인다. 가공 결함의 경우는 굽힘시험용 시편 제작시 면가공 뿐만 아니라 모따기 가공시에도 #400 및 #800 다이아몬드 휠의 순서로 정밀연삭해야 했으나 #400 휠만으로 연삭하였기 때문으로 보이며 차후 강도시험용 시편 제조시 유의해야 할 것으로 생

각된다. 또한 Fig. 4(d)에서와 같은 표면 부근의 유리질상의 경우는 불균일하게 응집되어 있던 과량의 액상인 것으로 생각되나 보다 정확한 것은 차후 규명되어야 할 것으로 사료된다.

### 3.3. 인장강도

원통형 인장시편을 이용한 인장강도 시험 결과는 Table 3에 나타낸 바와 같다. 상압소결한 시편의 평균 인장강도는 378 MPa(표준편차 35 MPa)로 나타났으며 Sinter/HIP 한 경우는 509 MPa(표준편차 71 MPa)의 인장강도 값을 나타냈다. 앞에서의 4-점 굽힘시험에서와 같이 인장시험에서도 역시 Sinter/HIP 한 경우가 상압소결체보다 높은 강도값을 나타냈으나 그 차이는 4-점 굽힘강도 시험 결과 보다는 작았다. 인장강도 시험 후 파괴된 시편의 파단면을 SEM으로 관찰한 결과가 Fig. 5에 주어져 있다. 4-점 굽힘강도 시험에서와는 다르게 파괴가 시편의 내부에서 부터 일어난 것(Fig. 5(a), (b))과 표면 결함에서부터 파괴가 일어난 것(Fig. 5(c), (d))이 존재하는 것으로 보아 인장시험의 경우 시편내 응력분포가 균일함을 간접적으로 알 수 있다. 시편 내부에서부터 파괴가 일어난 경우 대부분의 fracture origin은 agglomerated particle이었으며 표면 파괴의 원인은 대부분이 가공결함이

**Table 3.** Tensile Strength of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> and Survival Probability Calculated by Median Rank.

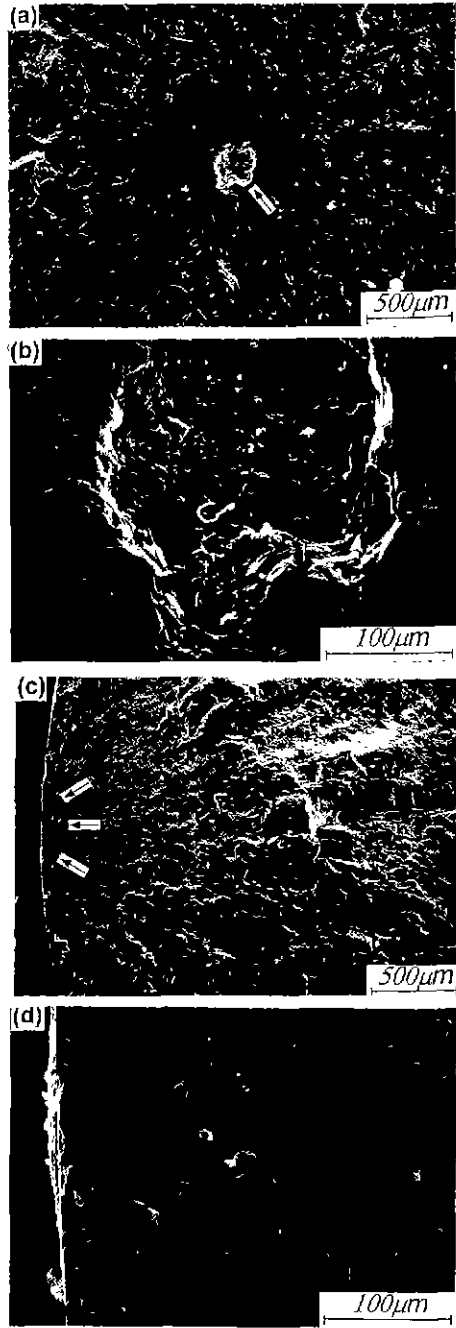
Rank	Pressureless Sintering (PLS)		Sinter/HIP	
	$\sigma_t$ (MPa)	P <sub>s</sub> (%)	$\sigma_t$ (MPa)	P <sub>s</sub> (%)
1	326	96.6	411	96.6
2	333	91.7	415	91.7
3	335	86.8	420	86.8
4	337	81.2	429	81.2
5	346	77.0	447	77.0
6	355	72.1	452	72.1
7	369	67.2	463	67.2
8	372	62.2	491	62.2
9	372	57.4	502	57.4
10	376	52.4	505	52.4
11	381	47.6	505	47.6
12	381	42.6	518	42.6
13	285	37.8	521	37.8
14	390	32.8	525	32.8
15	392	27.9	539	27.9
16	394	23.0	546	23.0
17	397	18.4	610	18.4
18	413	13.2	617	13.2
19	449	8.3	621	8.3
20	456	3.4	635	3.4
Average	378		509	
St. Dev.	35		71	

었다.

**3.4. Weibull 통계에 의한 해석**

제 2.4.절에서 설명한 방법에 따라 구한 파괴확률(또는 파괴되지 않을 확률)을 강도에 대하여 Weibull plot 한 결과가 Fig. 6에 주어져 있다. 각각의 강도 데이터는 비교적 직선과 잘 일치하였으며 최소자승법을 이용하여 이 직선의 기울기, 즉 Weibull modulus(m)를 구할 수 있었다. 각각의 Weibull modulus를 Table 4에 정리하여 나타냈다. Table 4에서 알 수 있는 바와 같이 4-점 굽힘시험으로부터 구한 Weibull modulus는 상압소결체와 Sinter/HIP 한 경우가 거의 유사하게 나왔으나 인장강도 시험으로부터 구한 값은 Sinter/HIP 한 경우가 상압소결체보다 작은 것으로 나타났다.

강도와 재료의 체적과의 관계를 알아보기 위하여 식

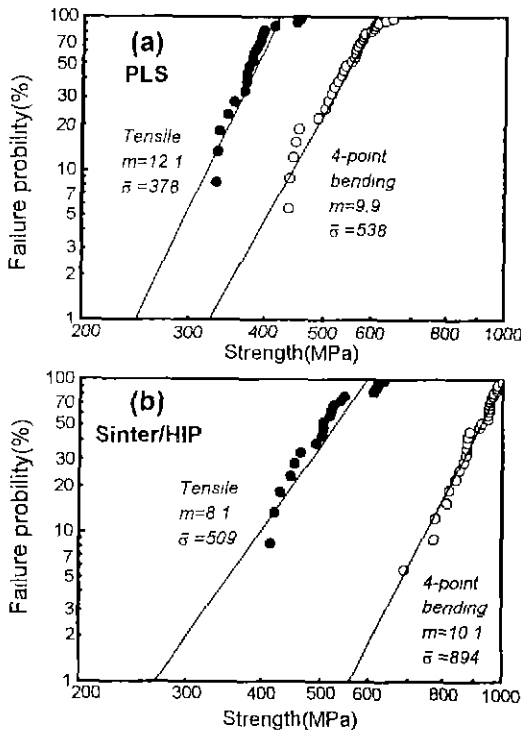


**Fig. 5.** SEM photographs of fractured surface of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (Sinter/HIP) after tensile test: (a), (c)-x40 and (b), (d)-x300.

(4)를 이용하여 계산한 값과 실제 측정값을 비교한 결과가 Fig. 7에 주어져 있다. Sinter/HIP 한 질화규소재료의 경우 4-점 굽힘시험으로부터 구한 Weibull modulus,

**Table 4.** Strength and Weibull Modulus of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Prepared by Sintering and Sinter/HIP.

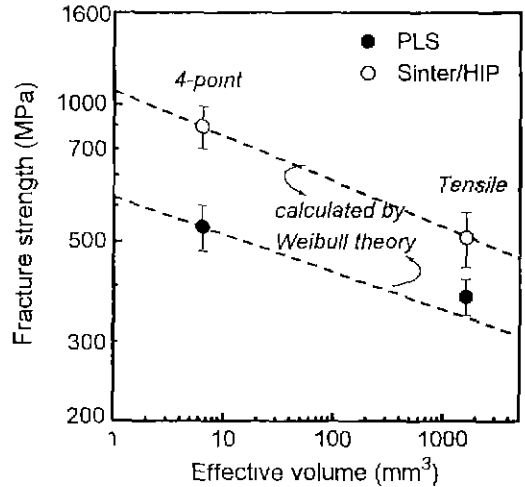
Test Method	Sintering Process	Strength (MPa)	Characteristic Flexural Strength (MPa·(m <sup>3</sup> ) <sup>1/m</sup> )	Weibull modulus, m
Four Point Bending	PLS	538	589	9.9
	Sinter/HIP	894	976	10.1
Hydraulic Tensile Testing	PLS	378	724	12.1
	Sinter/HIP	509	1345	8.1



**Fig. 6.** Weibull plots of flexural and tensile strength data of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> prepared by (a) Pressureless Sintering (PLS) and (b) Sinter/HIP.

m=10.1을 대입하여 Weibull 이론에 의해 계산한 직선이 실제 측정값과 잘 일치하고 있다. 그러나 상압소결한 경우는 4-점 굽힘으로부터 구한 m보다 인장시험으로부터 구한 Weibull modulus, m=12.1을 이용하여 계산한 값이 실제값에 보다 더 근접하였다.

본 연구실에서 엔진부품으로의 응용이 추진되고 있는



**Fig. 7.** Variation of strength with effective volume measured and calculated by Weibull theory.

소재에 대하여 위에서 구한 설계계수를 적용하면 다음과 같다. Sinter/HIP으로 제조된 부품이 지름 5.962 mm이고 길이 100 mm의 원통형이라 하면 이 부품의 유효체적은 2792 mm<sup>3</sup>이고 이 때 예상되는 인장강도는 Fig. 7로부터 대략 480 MPa이 됨을 알 수 있다. 또한 FEM(Finite Element Method) 분석결과<sup>2)</sup> 본 부품의 실장 운전시 발생하는 열응력은 최대 -32 MPa(인장응력)인 것으로 나타났으므로 열응력을 제외한 부품에 인가되는 최대 인장응력이 대략 450 MPa 이하가 되도록 설계하여야 함을 알 수 있다.

#### 4. 결 론

질화규소 소재를 엔지니어링 부품으로 응용하는데 있어서 반드시 필요한 설계계수를 구하기 위하여 원통형 시편을 사용하는 인장강도 시험기를 이용하여 인장강도를 구하였다. Weibull 이론을 적용하여 설계계수를 구할 수 있었으며 그 결과는 다음과 같다.

1. 상압소결(PLS) 및 Sinter/HIP의 방법으로 상대 밀도가 각각 98.5와 99.2%인 질화규소 소결체를 제조하였으며 Sinter/HIP 한 것이 상압소결한 것보다 굵고 길이가 긴(5~15 μm) 주상의 β-상 입자가 더 많은 미세조직을 나타냈다.
2. 질화규소 소재의 4-점 굽힘 시험결과 상압소결한 시편은 538 MPa이고 Sinter/HIP 한 시편은 이보다 큰 894 MPa의 평균강도를 나타냈으며 대부분 모따기 가공 시 생긴 표면 결함으로부터 파괴가 일어났으며 일부는



표면 부근의 유리질 응집체로 보이는 결함으로부터 파괴가 일어났다.

3. 원통형 시편을 이용한 인장강도 시험결과 상압소결한 시편은 378 MPa, Sinter/HIP 한 시편은 509 MPa의 강도를 나타냈다. 대부분의 fracture origin은 agglomerated particle이었으며 일부 가공결함으로부터 파괴된 것도 있었다.

4. 인장강도 및 4-점 굽힘시험으로부터 구한 강도 데이터에 Weibull 이론을 적용하여 Weibull modulus,  $m$ 을 구할 수 있었으며 그 값은 8~12의 범위임을 알 수 있었다.

5. Weibull 이론을 이용하여 계산한 체적과 강도 사이의 관계는 실제 측정값과 잘 일치함을 알 수 있었으며 질화규소 소재를 엔지니어링 부품으로 응용하기 위한 일차적 설계계수를 확보할 수 있었다.

REFERENCES

1. T. Bennett, "First Investigation on a New Tensile Tes-

ting System for Brittle Materials," *Br. Ceram. Trans. J.*, **89**, 21 (1990).

2. Mattsson, "Means and Method for Determining the Tensile Strength of Ceramic Materials," EP0241715 (1987).

3. 이재도, 이오상, 이상훈, 최영민, "열기관용 세라믹 소재 및 부품개발-세라믹 valve용 소재 및 제조기술 개발," 과학기술처 연구보고서 (1995).

4. 조성재, "세라믹 역학 특성 평가용 시편 제작 능력 확충," 과학기술처 연구보고서, KRIS-94-046-IR (1994).

5. W. Weibull, "A Statistical Theory of the Strength of Materials," *Ing. Ventenstage Alad*, **151**, 1 (1939).

6. R.W. Davidge, "Engineering Design Data," pp. 132 in *Mechanical Behavior of Ceramics*, Cambridge University Press, Cambridge (1979).

7. D.E. McCullum, "Summary of Results of the Effects of Environment on Mechanical Behavior of High Performance Ceramics." *Ceramic Eng. Sci Proc.*, **12**(9-10), 1886 (1991).

8. ESK Technical Information Data.