

β -Si₃N₄ 종자입자 첨가 SiC-Si₃N₄ 복합재료의 기계적특성

이영일 · 김영욱 · 최현진* · 이준근*

서울시립대학교 재료공학과

*한국과학기술연구원 복합기능세라믹스연구센터

(2000년 9월 25일 접수)

Mechanical Properties of SiC-Si₃N₄ Composites Containing β -Si₃N₄ Seeds

Young-Il Lee, Young-Wook Kim, Heon-Jin Choi* and June-Gunn Lee*

Department of Materials Science & Engineering, University of Seoul, Seoul, 130-743, Korea

*Multifunctional Ceramics Research Center, Korea Institute of Science and Technology, Seoul, 136-791, Korea

(Received September 25, 2000)

초 록

β -Si₃N₄ 종자입자 첨가가 소결조제로 Y-Mg-Si-Al-O-N계 oxynitride glass를 사용하여 일축가압 소결을 행한 SiC-Si₃N₄ 복합재료의 미세구조와 기계적 특성에 미치는 영향을 고찰하였다. 길게 자란 β -Si₃N₄ 입자들과 등방성의 β -SiC 입자들이 균일하게 분포된 미세구조를 얻었다. β -Si₃N₄ 종자입자 함량이 증가함에 따라 SiC-Si₃N₄ 복합재료의 강도와 파괴인성이 증가하였고, 이는 복합화에 기인하는 결함크기의 감소와 길게 자란 β -Si₃N₄ 입자에 의한 균열가교 및 균열회절 등에 기인하였다. SiC-70 wt% Si₃N₄ 복합재료의 대표적인 강도와 파괴인성은 각각 770 MPa과 6.2 MPa · m^{1/2}이었다.

ABSTRACT

The effect of the addition of β -Si₃N₄ seeds on microstructure and mechanical properties of the hot-pressed SiC-Si₃N₄ composites with an oxynitride glass composition from the Y-Mg-Si-Al-O-N system as a sintering additive was investigated. A microstructure that consisted of uniformly distributed, elongated β -Si₃N₄ grains, equiaxed β -SiC grains and an amorphous grain-boundary phase was developed. The strength and fracture toughness of SiC-Si₃N₄ composites increased with increasing the β -Si₃N₄ seeds content, owing to the reduced defect size and enhanced bridging and crack deflection by elongated β -Si₃N₄ grains. Typical flexural strength and fracture toughness of SiC-70 wt% Si₃N₄ composites were 770 MPa and 6.2 MPa · m^{1/2}, respectively.

Key words : Silicon carbide, Silicon nitride, Composites, Mechanical property

1. 서 론

1970년대에 Prochazka¹⁾에 의해 boron과 carbon의 첨가로 SiC의 상압소결이 처음 성공한 이래로 탄화규소는 내열성, 내화학성, 내마모성 등의 특성이 우수하여 고온 구조재료로서 활용이 기대되는 재료였다. 그러나 다른 재료에 비해 너무 낮은 파괴인성(2.5~3.5 MPa · m^{1/2})과 높은 소결온도(~2100°C)에 기인하여 다른 우수한 특성에도 불구하고 구조재료로서 SiC의 응용은 제한되었다. 한편 1994년에 Al₂O₃ 및 Y₂O₃를 첨가하여 액상소결에 의해 제조된 이중미세구조를 갖는 고인성(8 MPa · m^{1/2}) 자기복합 탄화규소가 Padture²⁾와 이 등³⁾에 의해 처음 보고된 이래로 액상소결 탄화규소는 고상소결 탄화규소 보다 특성이 우수하여 주목을 받았다. 그러나 최근에 발표된 연구 결과들은⁴⁻⁸⁾ 이러한 액상소결 자기복합 탄화규소에서 길게 자란 육각 판상 입자들에 의해 파괴인성은 증가하나 강도가 낮아지는 "trade-off"현상

을 보고하였다.

재료의 특성을 향상시킬 수 있는 한가지 접근방법은 복합화이다. 예를 들면 SiC-TiC 복합재료^{9,12)} 및 SiC-SiC whisker 복합재료는¹³⁾ SiC에 비해 높은 파괴인성을 갖고 있고, Si₃N₄-SiC 복합재료는¹⁴⁾ Si₃N₄ 보다 높은 강도를 갖고 있다. 지금까지 별로 연구되지 않았던 복합재료는 액상소결 β -SiC에 α -Si₃N₄ 및 β -Si₃N₄를 첨가하여 SiC-Si₃N₄ 복합재료를 제조하는 것이다. SiC는 높은 경도와 산화저항성을 갖고 있고, Si₃N₄는 높은 강도와 열충격 저항성을 갖고 있어 SiC-Si₃N₄ 복합재료의 제조 및 기계적특성의 조사는 흥미 있는 결과를 산출할 것이 예상된다. Shaoming 등¹⁵⁾은 La₂O₃와 Y₂O₃를 소결조제로 첨가하여 SiC-25 vol% Si₃N₄ 복합재료를 고온정수압소결(hot isostatic pressing)법으로 제조하였고, 최대 810 MPa의 강도와 액상의 조성이 다른 시편에서 5.5 MPa · m^{1/2}의 파괴인성을 보고하였다. 최근에 보고된 연구결과¹⁶⁾에 의하면 oxynitride계 액상을 사용한 SiC-

35 wt% Si₃N₄ 복합재료에서 1020 MPa의 강도와 5.1 MPa · m^{1/2}의 파괴인성이 보고되었다. 또한 이전에 보고한 결과^(17,18)에서 YAG 조성 및 oxynitride계 액상량을 변화시켜 제조한 SiC-Si₃N₄ 복합재료는 860 MPa의 강도와 5.7 MPa · m^{1/2}의 파괴인성을 보고하였다. Hirosaki 등⁽¹⁹⁾은 큰 β-Si₃N₄ 입자가 미세구조를 변화시켜 그로 인해 β-Si₃N₄ 입자에 의한 파괴인성값 증가를 보고하였다. 그러나 지금까지 seed로써 β-Si₃N₄ 입자를 첨가하여 제조된 SiC-Si₃N₄ 복합재료에 대한 연구는 보고된 바가 없다. 따라서 본 연구에서는 β-Si₃N₄ 종자입자를 첨가하여 SiC-Si₃N₄ 복합재료를 제조하였고, β-Si₃N₄ 종자입자 첨가가 미세구조 및 기계적 특성에 미치는 영향을 고찰하였다.

2. 실험 방법

출발 원료로는 β-SiC(grade Ultrafine, Ibiden Co. Ltd., Nagoya, Japan)와 α-Si₃N₄(grade E10, Ube Industries, Tokyo, Japan), β-Si₃N₄(grade SN-P21FC, Denki Kagaku, Tokyo, Japan), Al₂O₃(99.9% pure, Sumitomo Chemical Co., Tokyo, Japan)와 Y₂O₃(99.9% pure Shin-Etsu Chemical Co., Tokyo, Japan) 분말을 사용하였다. β-SiC 및 α-Si₃N₄의 평균입径은 제조회사가 제시한 규격에 의하면 각각 0.27 μm와 0.20 μm이었다. Y-Mg-Si-Al-O-N 조성의 소결조제를 10 wt%로 고정하고, Si₃N₄를 0-70 wt%로 변화시킨 4개의 원료조합을 준비하였다. 각각의 원료조합은 탄화규소 볼과 polyethylene 병을 사용하여 에탄올을 용매로 24시간 동안 습식 혼합한 후, 슬러리를 건조시키고 과립화 과정을 거쳤다. 소결은 1800°C, 25 MPa의 조건에서 N₂ 분위기를 사용하여 각각 3시간 동안 일축 가압 소결하였다. 소결한 시편들의 조성과 이름은 Table 1에서 보여준다.

소결밀도는 Archimedes 방법을 사용하여 측정하였고, 각 시편의 이론밀도는 β-SiC(3.217 g/cm³), α-Si₃N₄(3.18 g/cm³) 및 oxynitride glass(3.18 g/cm³)를 사용하여 혼합법칙(rule of mixture)을 사용하여 구하였다. 소결 및 열처리한 시편들을 자르고 연마하여, CF₄와 7.8% O₂의 혼합가스로 플라즈마 에칭을 하였다. 미세구조는 주사전자현미경(SEM)을 사용하여 관찰하였고, 결정상을 분석하기 위하여 시편들

을 분말로 분쇄하여 Cukα를 사용하여 X-선 회절 분석(XRD)을 하였다. 강도는 2.5×3×25 mm 크기의 시편을 사용하여 20 mm의 out span과 10 mm의 inner span에서 4-point bending 방법으로 측정하였고, 파괴인성은 indentation 방법으로 측정하였다.⁽²⁰⁾

3. 결과 및 고찰

소결한 시편들의 특성을 Table 1에서 보여준다. 일축가압 소결한 시편들의 경우에 모든 시편이 99.5% 이상의 상대밀도를 나타내었다.

Fig. 1은 일축 가압 소결한 시편들의 미세구조를 보여준다. SiC-Si₃N₄ 복합재료에서 Si₃N₄ 입자들은 etching 속도가 SiC 보다 빠르기 때문에, 같은 조건에서 etching하면 오히려 Si₃N₄ 입자들이 SiC보다 더 많이 노출된다. Fig. 1의 (a)에서 보듯이, SiC 단일 세라믹스(monolithic)는 미세한(0.1~0.3 μm) 등방성(equiaxed) 입자와 상대적으로 보다 큰(~1.7 μm) 등방성 입자들로 구성된 미세구조를 가지며, 일부 입자들은 core/rim 구조를 보여 준다. 이는 소결중 입자성장이 용해-재석출 공정으로 일어났음을 나타낸다.⁽²¹⁾ SiC-Si₃N₄ 복합재료는 등방성의 SiC 입자들과 비교적 장경비가 큰 β-Si₃N₄ 입자들이 잘 분산된 전형적인 세라믹 복합재료의 미세구조를 보여주며, 질화규소 첨가에 따라 탄화규소 입자의 성장이 억제되어 입자크기가 작아짐을 알 수 있었다. Fig. 1의 (b),(c) 및 (d)에서 미세한 SiC 입자들이 Si₃N₄ 입자 내에 갇혀있는 것도 관찰할 수 있다. 이러한 결과는 김 등⁽¹⁶⁾이 연구한 결과와 비슷하였고, Si₃N₄-SiC 나노복합재료와도 비슷한 결과였다.⁽²²⁾ SiC-Si₃N₄ 복합재료에서 Si₃N₄ 입자의 성장은 전형적인 자기복합 Si₃N₄와 비교해 볼 때,⁽²³⁻²⁶⁾ 일반적으로 β-Si₃N₄ 종자입자가 1.05 wt% 이하에서는 침상구조가 잘 발달되지 않은 것을 관찰할 수 있었고, 이는 Si₃N₄ 입자의 성장이 SiC의 존재에 기인하여 억제되었기 때문이다. 그러나, β-Si₃N₄ 종자입자가 1.5 wt% 이상에서는 침상구조가 관찰됨을 알 수 있었다.

Fig. 2는 일축가압 소결한 시편들의 대표적인 파단면을 보여준다. SiC 단일 세라믹스(monolithic)는 (Fig. 2(a)) 입내 파괴와 입계파괴가 함께 관찰되었고, SiC-Si₃N₄ 복합재료

Table 1. Characteristics of the Sintered Samples

Sample designation	Batch composition (wt%)				Relative density (%)	Crystalline phase	
	β-SiC	α-Si ₃ N ₄	β-Si ₃ N ₄	Oxynitride*		Major	Trace
H1	90	-	-	10	99.7	β-SiC	
H2	70	19.4	0.6	10	99.7	β-SiC	β-Si ₃ N ₄
H3	55	33.95	1.05	10	99.5	β-SiC	β-Si ₃ N ₄
H4	40	48.5	1.5	10	99.6	β-Si ₃ N ₄ , β-SiC	
H5	20	67.9	2.1	10	99.8	β-Si ₃ N ₄ , β-SiC	

*The composition of the oxynitride is Y_{0.124}Mg_{0.160}Si_{0.414}Al_{0.502}O_{1.4}N_{0.151}.

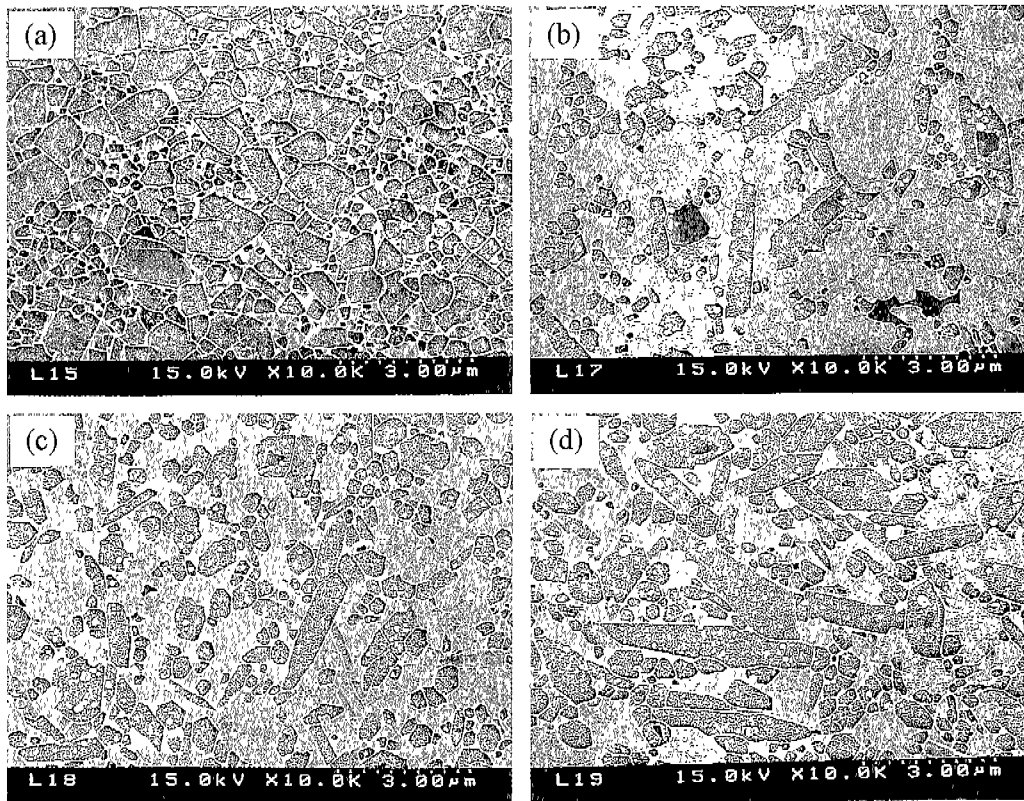


Fig. 1. Microstructures of hot-pressed samples: (a) H1, (b) H3, (c) H4 and (d) H5 (refer to Table 1).

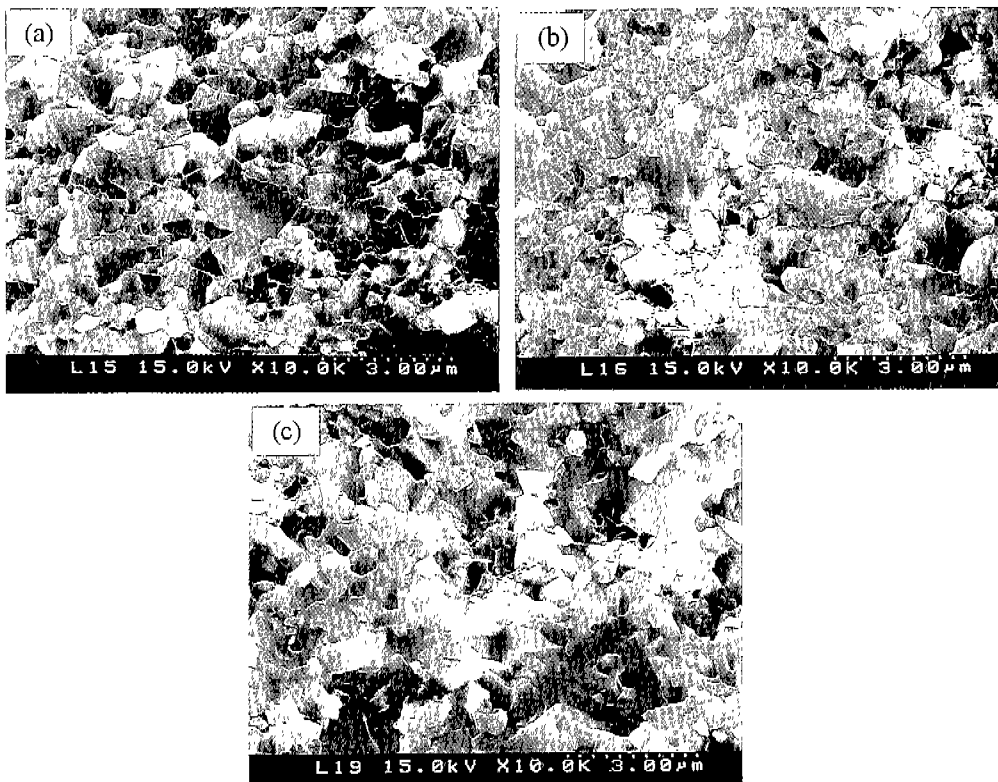


Fig. 2. SEM micrographs of the fracture surfaces of the hot-pressed samples: (a) H1, (b) H2 and (d) H5 (refer to Table 1).

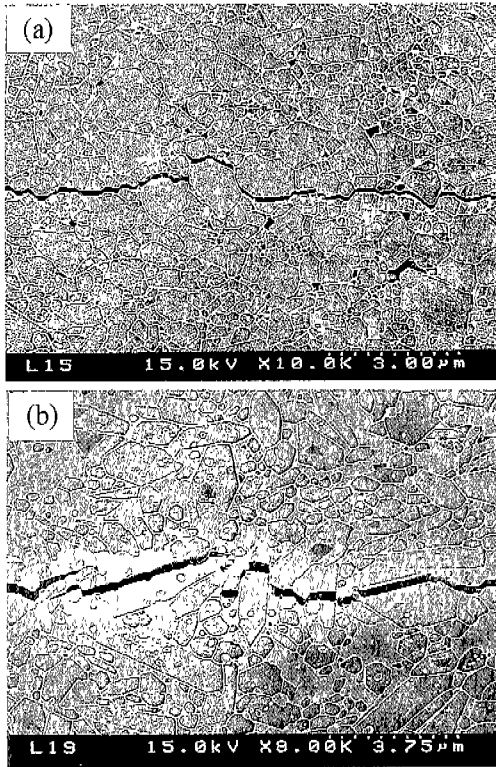


Fig. 3. SEM micrographs of crack paths induced by a Vickers indenter for (a) H1 and (d) H5 (refer to Table 1).

(Fig. 2(b),(c))에서는 주로 입계파괴가 일어남을 알 수 있었다.

Fig. 3은 일축가압 소결한 시편들의 대표적인 균열진행 양상을 보여준다. 단일 SiC 세라믹스 및 SiC-Si₃N₄ 복합재료에서는 주로 균열회절이 있어남으로서 파괴인성 증진기구가 작용했다는 것을 알 수 있다. 이런 결과는 SiC 및 Si₃N₄와 Oxynitride계 입계상간에 열팽창계수 차이 때문에 일축 가압 소결 후 냉각될 때 SiC 및 Si₃N₄와 입계상 사이의 계면에 잔류응력이 형성되고, 이러한 응력에 의해 균열회절 및 균열가교 등의 파괴인성 증진 기구가 작용하기 때문인 것으로 판단된다.⁷⁾ 이는 Oxynitride계 입계상이 SiC-Si₃N₄ 복합재료에서 파괴인성 증진 기구가 작용하기에 적합한 액상임을 나타낸다.

Fig. 4는 Oxynitride glass를 소결조제로 첨가한 SiC-Si₃N₄ 일축가압 소결한 시편들에서 Si₃N₄의 함량변화에 따른 강도와 파괴인성의 변화를 보여준다. 이전에 실험한¹⁶⁾ SiC-Si₃N₄ 복합재료의 파괴인성값과 미세구조를 본 실험결과와 비교해 볼 때, SiC-35 wt% Si₃N₄ 복합재료의 인성값은 5.1 MPa·m^{1/2}으로 둘 다 비슷한 값이었고, 미세구조상에서 SiC의 입자크기와 형상도 비슷하였으며, 단지 Si₃N₄ 입자의 장경비가 seed를 첨가하였을 때 더 증가한 것을 알 수 있다. 따라서, 본 실험에서 1.5 wt%이상 β -Si₃N₄ 종자입자가 증가될 수록 장경비(aspect ratio)가 증가하여 이전에

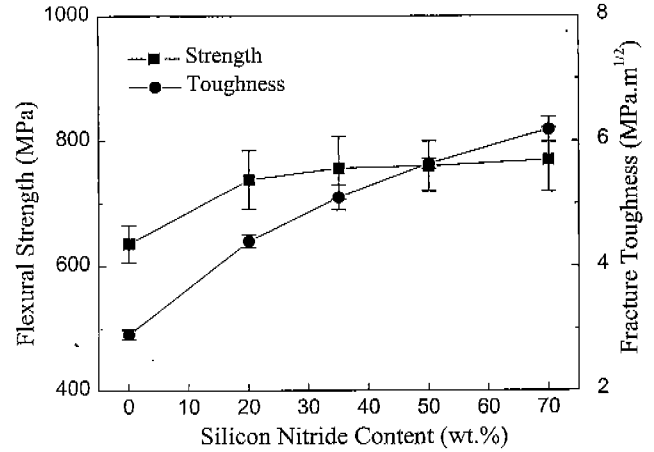


Fig. 4. Variation of the flexural strength and fracture toughness of the hot-pressed samples as a function of Si₃N₄ content.

실험한 것보다 약 8% 이상 파괴인성값이 증가함을 알 수 있었다. 특히, β -Si₃N₄ 종자입자 함량이 2.1 wt% 첨가될 때 최대값 6.2 MPa·m^{1/2}를 나타내었다. 또한, Fig. 4에서 보듯이 β -Si₃N₄ 종자입자 함량이 증가할수록 SiC-Si₃N₄ 복합재료의 파괴인성이 증가하는 것을 알 수 있다. 이러한 파괴인성의 증가는 Fig. 3의 미세구조와 비교해 볼 때 기계적 특성이 미세구조와 밀접한 관계가 있으며, SiC 입자보다 장경비(aspect ratio)가 큰 β -Si₃N₄ 종자입자에 의한 균열회절이 파괴인성값을 증가시켰다고 생각된다. 또한, SiC-70 wt% Si₃N₄ 복합재료의 경도값은 1675 kg/mm²로써 단일 Si₃N₄ 세라믹스의 경도값인 1500~1650 kg/mm² 보다 높은 값을 나타내었다.

β -Si₃N₄ 종자입자 함량이 증가함에 따라 강도도 증가하는 것을 보여주는데, Si₃N₄ 함량이 70 wt% 첨가될 때 770 MPa의 강도를 나타내며, 본 실험에서 얻어진 단일 SiC 세라믹스의 강도에 비하여 약 20% 이상 높은 값이다(636 MPa). $K_{IC}=1.35\sigma_c^{1/2}$ 식과 측정된 파괴인성 및 강도 값을 사용하여 계산한 입계결함 크기는 β -Si₃N₄ 종자입자 함량이 2.1 wt% 첨가된 시편(H5)에서 35 μ m 정도이다. 이러한 입계결함 크기는 복합체 미세구조를 갖는 전형적인 단일 SiC 세라믹스의 입계 결함 크기(112~246 μ m)⁶⁾ 보다 매우 작다. 이러한 입계결함크기의 감소는 SiC에 Si₃N₄의 첨가가 보다 균일한 미세구조를 산출하였기 때문이며, 이러한 결과는 YAG상 및 oxynitride를 첨가하여 제조한 SiC-Si₃N₄ 복합재료에서 얻어진 결과와 동일한 것이다.¹⁶⁻¹⁸⁾ 따라서 β -Si₃N₄ 종자입자 함량이 증가함에 따라 SiC-Si₃N₄ 복합재료의 강도 증가는 주로 복합화에 기인하는 입계결함 크기의 감소에 기인하며, Si₃N₄ 입자의 존재에 기인하는 파괴인성의 증가도 강도 증기에 부분적으로 기여하였다고 생각된다. 일반적으로 자기 강화 SiC에서 강도와 파괴인성은 반비례적인 관계를 보여 주며, 강도와 파괴인성을 동시에 증가시

키는데 한계가 있어 보이나,⁶⁾ SiC-Si₃N₄ 복합재료에서는 β-Si₃N₄ 종자입자 함량이 증가함에 따라 강도와 파괴인성이 동시에 증가하는 것을 보여주고 있다. 앞으로 미세구조 최적화로 보다 향상된 기계적 특성의 달성이 가능할 것으로 생각된다.

4. 결 론

소결소재로 Y-Mg-Si-Al-O-N계 oxynitride glass를 사용하여 β-Si₃N₄ 종자입자 첨가 SiC-Si₃N₄ 복합재료를 일축 가압소결 하여 제조하였다. SiC-Si₃N₄ 복합재료의 미세구조는 등방성의 β-SiC 입자들과 길게자란 β-Si₃N₄ 입자들이 분산된 전형적인 입자 강화 복합재료의 미세구조를 보여준다. SiC-Si₃N₄ 복합재료에 기계적 특성을 향상시키기 위해 seed로 첨가된 1.5 wt%이상 β-Si₃N₄ 종자입자 함량이 증가할수록 장경비(aspect ratio)가 증가하여 강도값 및 파괴인성값이 증가하는 seed 효과가 나타났다. 강도증가는 복합화에 기인하는 임계결함 크기의 감소에 기인하며, 파괴인성의 증가는 β-Si₃N₄ 종자입자에 의한 균열가교 및 균열회절 등의 파괴인성 증진기구가 기인하였다. SiC-70 wt% Si₃N₄ 복합재료의 대표적인 강도와 파괴인성은 각각 770 MPa 및 6.2 MPa · m^{1/2}이었다.

감사의 글

이 논문은 1999년도 한국학술진흥재단의 연구비에 의하여 지원되었음 (KRF-99-042-E00133).

REFERENCES

1. S. Prochazka, "The Role of Boron and Carbon in the Sintering of Silicon Carbide," pp.171-178 in Special Ceramics 6, Ed. by P. Popper, British Ceramic Research Assoc., Manchester, 1975.
2. N. P. Padture, "In Situ-Toughened Silicon Carbide," *J. Am. Ceram. Soc.*, **77**(2), 519-523 (1994).
3. S. K. Lee and C. H. Kim, "Effects of α-SiC versus β-SiC Starting Powders on Microstructure and Fracture Toughness of SiC Sintered with Al₂O₃-Y₂O₃ Additives," *J. Am. Ceram. Soc.*, **77**(6), 1655-1658 (1994).
4. D. H. Cho, Y.-W. Kim and W. J. Kim, "Strength and Fracture Toughness of In Situ-toughened Silicon Carbide," *J. Mater. Sci.*, **32**, 4777-4782 (1997).
5. C. S. Lee, Y.-W. Kim, D. H. Cho, H. B. Lee and H. J. Lim, "Microstructure and Mechanical Properties of Self-reinforced Alpha-silicon Carbide," *Ceram. Int.*, **24**, 489-495 (1998).
6. Y.-W. Kim, M. Mitomo, H. Emoto and J. G. Lee, "Effect of Initial α-Phase Content on Microstructure and Mechanical Properties of Sintered Silicon Carbide," *J. Am. Ceram. Soc.*, **81**(12), 3136-3140 (1998).
7. N. P. Padture and B. R. Lawn, "Toughness Properties of a Silicon Carbide with an In Situ Induced Heterogeneous Grain Structure," *J. Am. Ceram. Soc.*, **77**(10), 2518-2522 (1994).
8. J. Y. Kim, Y.-W. Kim and K. S. Cho, "Effect of Annealing on Mechanical Properties of Self-reinforced Alpha-silicon Carbide," *J. Mater. Sci.*, **34**, 2325-2330 (1999).
9. G. C. Wei and P. F. Becher, "Improvements in Mechanical Properties in SiC by the Addition of TiC Particles," *J. Am. Ceram. Soc.*, **67**(8), 571-574 (1984).
10. K. S. Cho, Y.-W. Kim, H. J. Choi and J. G. Lee, "In Situ-toughened Silicon Carbide-titanium Carbide Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **79**(6), 1711-1713 (1996).
11. H. G. An, Y.-W. Kim and J. G. Lee, "Effect of Initial α-phase Content of SiC on Microstructure and Mechanical Properties of SiC-TiC Composites," *J. Eur. Ceram. Soc.*, in press.
12. Y.-W. Kim, S. G. Lee and Y. I. Lee, "Pressureless Sintering of SiC-TiC Composites with Improved Fracture Toughness," *J. Mater. Sci.*, **35**, 5569-5574 (2000).
13. D. H. Lee, H. E. Kim and S. J. Cho, "Microstructure and Fracture Toughness of Hot-pressed Silicon Carbide Reinforced with Silicon Carbide Whiskers," *J. Am. Ceram. Soc.*, **77**(12), 3270-3272 (1994).
14. K. Niihara, "New Design Concept of Structural Ceramics-Ceramic Nanocomposites," *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **99**(10), 974-982 (1991).
15. D. Shaoming, J. Dongliang, T. Shouhong and G. Jingkun, "Hot Isostatic Pressing of SiC/Si₃N₄ Composite with Rare Earth Oxide Additions," *Ceram. Int.*, **21**, 451-455 (1995).
16. Y.-W. Kim, Y. I. Lee, M. Mitomo, H. J. Choi and J. G. Lee, "Fabrication and Mechanical Properties of Silicon Carbide-silicon Nitride Composites with Oxynitride Glass," *J. Am. Ceram. Soc.*, **82**(4), 1058-1060 (1999).
17. 이영일, 김영옥, 최현진, 이준근, "YAG상 첨가 탄화규소-질화규소 복합재료의 기계적 특성," 한국요업학회지, **36**(8), 799-804 (1999).
18. Y. I. Lee, Y.-W. Kim, H. J. Choi and J. G. Lee, "Effects of Additive Amount on Microstructure and Mechanical Properties of Silicon Carbide-silicon Nitride Composites," *J. Mater. Sci.*, accepted for publication.
19. N. Hirotsaki, Y. Akimune and M. Mitomo, "Effect of Grain of β-silicon Nitride on Strength, Weibull Modulus, and Fracture Toughness," *J. Am. Ceram. Soc.*, **76**(7), 1892-1896 (1993).
20. G. R. Anstis, P. Chantikul, B. R. Lawn and D. B. Marshall, "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I. Direct Crack Measurements," *J. Am. Ceram. Soc.*, **64**(9), 533-558 (1981).
21. L. S. Sigl and H.-J. Kleebe, "Core/Rim Structure of Liquid-phase-sintered Silicon Carbide," *J. Am. Ceram. Soc.*, **76**(3), 773-776 (1993).
22. H. J. Park, H. E. Kim and K. Niihara, "Microstructure and High-temperature Strength of Si₃N₄-SiC Nanocomposite," *J. Eur. Ceram. Soc.*, **18**, 907-914 (1998).
23. D. S. Park, S. Y. Lee, H. D. Kim, B. J. Yoo and B. A. Kim, "Extra-large Grains in the Silicon Nitride Ceramics Doped

- with Yttria and Hafnia," *J. Am. Ceram. Soc.*, **81**(7), 1876-1880 (1998).
24. 박지연, 김종희, " α -질화규소 Whisker의 α/β 상변태," 한국요업학회지, **25**(5), 502-508 (1988).
25. 백용혁, 신중윤, 정종인, 한창, "Si₃N₄ 결합 SiC의 소결과 기계적 특성에 미치는 첨가제의 영향," 한국요업학회지, **29**(7), 511-516 (1992).
26. 유성근, "질화규소의 피로균열진전과 입자가교효과," 한국요업학회지, **33**(11), 1203-1208 (1996).