

A HŐKEZELT SiAlON KERÁMIÁK TRIBOLÓGIAI TULAJDONSÁGAI

Babcsánné Kiss Judit

Tudományos segédmunkatárs, Miskolci Egyetem, Anyagszerkezetani és Anyagtechnológiai Intézet,
3515 Miskolc, Miskolc-Egyetemváros, e-mail: metbab@uni-miskolc.hu

Absztrakt

A SiAlON kerámiák egyik legegyszerűbb tulajdonságmódosító térfogati kezelése az utó-hőkezelés. Ez történhet különböző atmoszférában, jelen cikk az oxidáló hőkezelés hatását mutatja be mind az anyagszerkezeti változások, mind a tribológiai viselkedés szempontjából. Az utó-hőkezelés 800, 1000, 1200 és 1400 °C-on történt, a kopási együttható "fretting" típusú kopásvizsgálattal került meghatározásra. A kísérletek alapján megállapítható, hogy a 800 °C-on hőkezelt SiAlON minták kopása csökkent, míg a magasabb hőmérsékleten kezelt próbatestek olyan anyagszerkezeti változásokon mentek keresztül, hogy az hátrányosan hatott a szilárdsági tulajdonságokra, vele együtt a tribológiai viselkedésükre is.

Kulcsszavak: Si_3N_4 , oxidáló hőkezelés, fretting,

Abstract

One of the simplest volume modifying process of SiAlON ceramics which can affect the mechanical properties is the post heat-treatment. This can occur in different atmospheres, in this article the effect of oxidative heat-treatment presents both in terms of material structure changes and tribological behaviour. The post heat-treatment was carried out at 800, 1000, 1200 and 1400 °C, the wear coefficient was determined with helps of fretting test. From the presented experiments it can be stated that the wear of SiAlON samples treated at 800 °C decreased, while in the case of the higher temperature treated specimen some material structure changes was occurred, which adversely affected their strength properties and consequently their tribological behaviour.

Keywords: Si_3N_4 , wear, fretting, oxidising,

1. Bevezetés

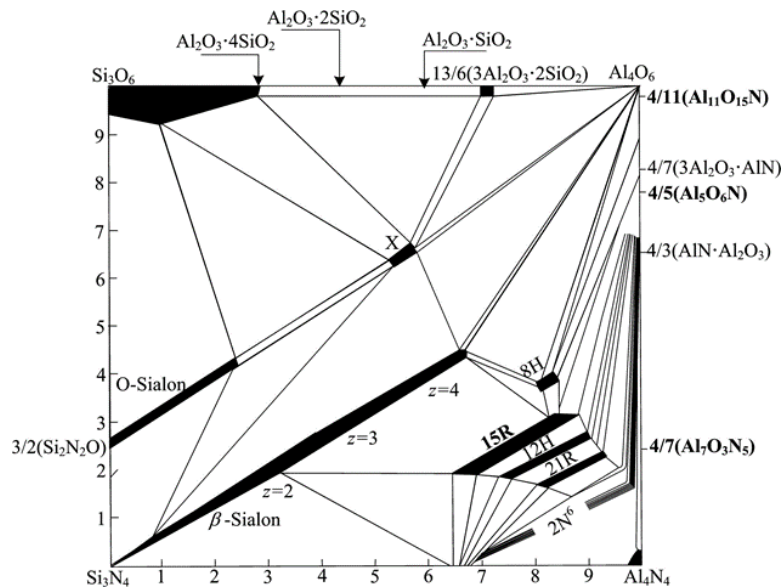
A tiszta Si_3N_4 kerámiák bonyolult gyártási technológiája miatt ezeknek a kerámiáknak a szilárdoldatos előállítás terjedt el, ezeket SiAlON-oknak [1] hívjuk. A SiAlON-ok olyan Si_3N_4 bázisú kerámiák, amelyekben a Si atomok 2/3-ad részét Al, illetve a N atomok egy részét O helyettesíti szerkezeti változás nélkül, a kation/anion arány konstans marad [2]:



A szilícium alumíniummal való helyettesítése esetén a következő formulával írhatjuk le az összetételt:



ahol $0 < z < 4$ (β' -sialon). Ahogy az a fázisdiagramon is látható (1. ábra), a β' -sialon valójában a Si_3N_4 és az $Al_2O_3 - AlN$ között elhelyezkedő szilárd oldat [3].

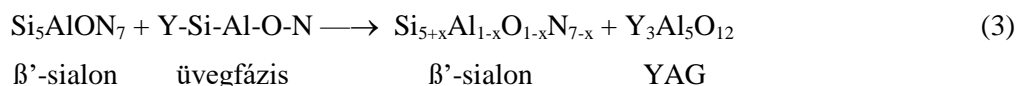


1. ábra A Si-Al-O-N rendszer fázisdiagramja [4, 5].

Nagy jelentőségű a β -SiAlON-ok csoportja, a kedvező szívósság mellett hajlító és húzószilárdságuk magas, kicsi a hőtágulási együtthatójuk, és ennek következtében igen jó a hősokkállóságuk. A kerámia szemcsék közti fázis minőségétől (amorf vagy részben kristályos) függően kúszásállóságuk is igen kedvező lehet, az említett mechanikai tulajdonságokat 1000-1400 °C-ig megtartják [6]. Az atomi elrendeződés miatt a β' -SiAlON hasonló mechanikai és fizikai tulajdonságokkal rendelkezik, mint a β -Si₃N₄, viszont a β' -SiAlON-ban több üvegfázis képződik alacsony hőmérsékleten az oxid adalékanyagoknak (pl. Y₂O₃) köszönhetően. Emiatt lehetséges nyomásmentes szintereléssel tömör SiAlON-t előállítani. A SiAlON-ok tulajdonságait tehát egyrészt az α és β módosulatok sajátosságai, másrészt a szintereléshez használt adalékok határozzák meg.

A szilícium-nitrid kerámiában a szemcsék alakja hosszúkás, tű alakú, amik nagyban befolyásolják a repedés terjedését. A repedés csak a tű-alakú β -szemcsék és a szemcséközi fázis között tud húzódni, így több energiát emészt fel a terjedése során, ami a szívósság növekedését eredményezi [7, 8].

A kerámiák utó-hőkezelése egy lehetséges módszer a magas hőmérsékletű tulajdonságok javítására, elősegítve ezzel az üvegfázis kristályosodását [9, 10, 11, 12]. Az a hőmérséklet tartomány, ahol szilárdsági növelést lehet elérni az utóhőkezeléssel, az az üvegesedési hőmérséklet (800°C) és a SiAlON-szemcséközi fázis eutektikus hőmérséklete (tipikusan 900-1000°C) közötti intervallum. A β -SiAlON – Y₃Al₅O₁₂ kerámia esetén ez a tartomány 1350°C-ig tolódhat. Ebben az esetben 1350°C-on a szinterelést követő hőkezelés következtében a mátrix és a szemcséhatár menti üveges fázis reagál egymással [13, 14] és egy gyengén módosult összetételű β' -Si₃N₄ és kristályos ittrium-aluminiogránát (Yag: Y₃Al₅O₁₂) jön létre [15]:



Ez utóbbi (β' Si₃N₄ + YAG) kiváló kúszásálló anyag és a legerősebb kifejlesztett Si₃N₄ alapú kerámia. Az 1050°C-on végzett hőkezelés egy másik termék kristályosodását eredményezi (Y₂SiAlO₅N).

Az 1000-1800°C-os intervallumban más fázisok is megjelenhetnek, amelyek egy része metastabil. A hőkezeléssel a kristályos fázis vagy a szemcsehatár menti üvegfázis mennyisége szabályozható, ezáltal a mechanikai tulajdonságok a kívánt felhasználáshoz társíthatóvá válnak. Az új fázisok kialakulásával befolyásolni tudjuk az anyag kopási tulajdonságait is, a cikkben bemutatott kísérletsorozat célja megtalálni azt az ideális hőkezelési hőmérsékletet, amely kedvezően hat a mechanikai- és tribológiai tulajdonságokra.

Ebben a cikkben egy korábbi, a mikroszerkezet vizsgálatára irányuló mérések kerültek kiegészítésre a vizsgált SiAlON minták tribológiai tulajdonságának kutatásával.

2. A vizsgált anyagok

A mérésekhez használt próbatestek szinter-HIP (Hot Isostatic Pressing) eljárással készültek **Hiba! A hivatkozási forrás nem található.** az MTA Műszaki Fizikai és Anyagtudományi Kutatóintézetében. A minták összetétele tömegszázalékban kifejezve a következő: Si_3N_4 : 90%, Al_2O_3 : 4% és Y_2O_3 : 6%. Az őrlés Fritsch bolygómalomban etil-alkohollal, korundgolyókkal történt, három órán keresztül. A minták ezután polietilén-glikol adalékkal együtt kerültek száraz sajtolásra. Méretük szinterelés után 5x4,5x50 mm volt. A szinterelés során az atmoszféra nagy tisztaságú nitrogén volt, ami bór-nitrid porba ágyazva történt. A hevítés során a gáz névleges nyomása 1 MPa volt, amelynek értéke a második lépcsőben 20, illetve 200 MPa-ra változott. Az 1-3 órás, 1640-1710 °C-os hőntartást 40 K/min sebességű hűtés követte.

Az utó-hőkezelés 800, 1000, 1200 és 1400 °C-on *oxigén* atmoszférában történt, ami során a felfűtési idő 24 °C/min, míg a hűtési idő 10 °C/min volt. A hőntartási időt minden esetben 50 h-n tartottuk. A hűtési időt a 800 °C és 1000 °C-os hőkezelnél 90 percre állítottuk be, az 1200 °C-ról 120 perc alatt hűlt le a kemence, míg 1400 °C-ról 140 perc alatt.

3. Vizsgálati módszer

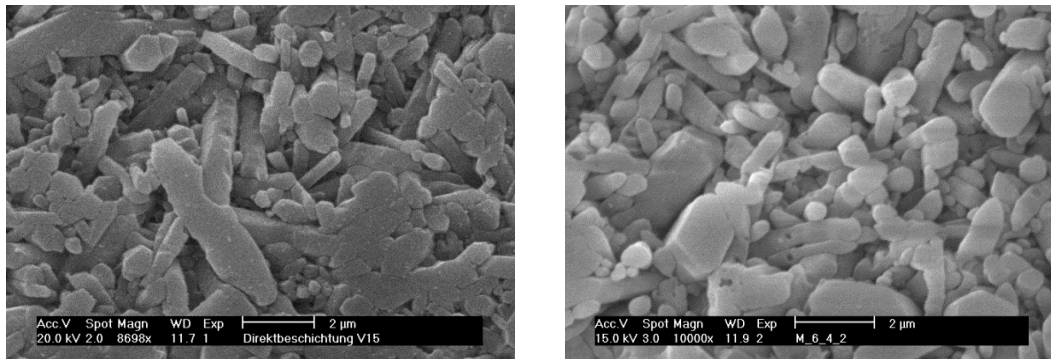
Az utóhőkezelés okozta mikroszerkezeti változások vizsgálata scanning elektron mikroszkóppal (SEM), transzmissziós elektron mikroszkóppal (TEM) és röntgen diffrakcióval (XRD) történt a Miskolci Egyetemen. A tribológiai vizsgálatokra a berlini Anyagtudományi Intézetben (Bundesantalt für Materialforschung) és a Miskolci Egyetem Műszaki Anyagtudományi Karán adódott lehetőség. A cikkben ismertetett kutatás során a műszaki kerámiák egyik legjellemzőbb koptatási módszerével történtek a mérések, a lineáris oszcilláló mozgáson alapuló fretting technikával. Szerszámként 10 mm átmérőjű, hasonló anyagú, azaz Si_3N_4 golyó szolgált, amivel kiküszöbölhető, hogy a vizsgálat szempontjából nem releváns anyagszerkezeti módosulások is lejátszódnak a minta és a szerszám között. Az oszcilláló mozgás frekvenciája (ν) 20 Hz volt, míg a kopási úthossz (Δx) 0,2 mm. A terhelőerő (F_n) 10 N, a ciklusszám (n) pedig 100.000 volt. A környezeti tényezők szempontjából a hőmérsékletet (T) 24 °C, a relatív páratartalom (R_h) 50% volt.

4. Mérési eredmények

4.1. Anyagszerkezeti vizsgálatok

Az anyagszerkezeti vizsgálatok világitanak rá elsősorban, hogy egy anyagban milyen fázisátalakulások vagy szemcse átrendeződések zajlanak le. Legkézenfekvőbb módszer, hogy a mintadarab szerkezetét megnézzük, ha scanning elektron mikroszkóppal vizsgáljuk a töretfelületet. A 2. ábra mutatja a

kezeletlen és az 1400 °C-on hőkezelt minta scanning elektron mikroszkópos felvételét. Jól megfigyelhetők a hosszúkás, tű alakú β -Si₃N₄ szemcsék és a hőkezelés hatására végbemenő szemcsék finomodása, ami az anyag mechanikai tulajdonságainak romlásához vezethet.

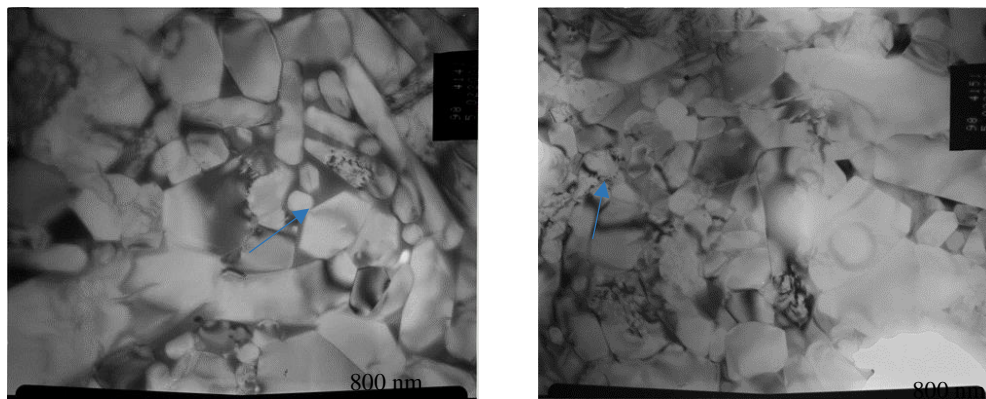


a)

b)

2. ábra. a) Kezeletlen és b) 1400 °C-on hőkezelt SiAlON minták SEM töretfelvételei

A szemcsék közötti fázisok ezzel a módszerrel nem vizsgálhatóak, erre a nagyobb felbontású és az anyag belsejét látni engedő transzmissziós elektron mikroszkóp alkalmas. A 3. ábra mutatja a kezeletlen és az 1400 °C-on hőkezelt mintadarabok TEM felvételeit. Ezekon az ábrákon már felfedezhetők a különböző fázisok, a világos színűek a β -Si₃N₄ szemcsék, illetve kis mennyiségű Al₂O₃ és Y₂O₃, közöttük található a sötét színű - az ábrán kék nyíl jelöli - üvegfázis a kezeletlen minta esetén (3. ábra a) felvétel).

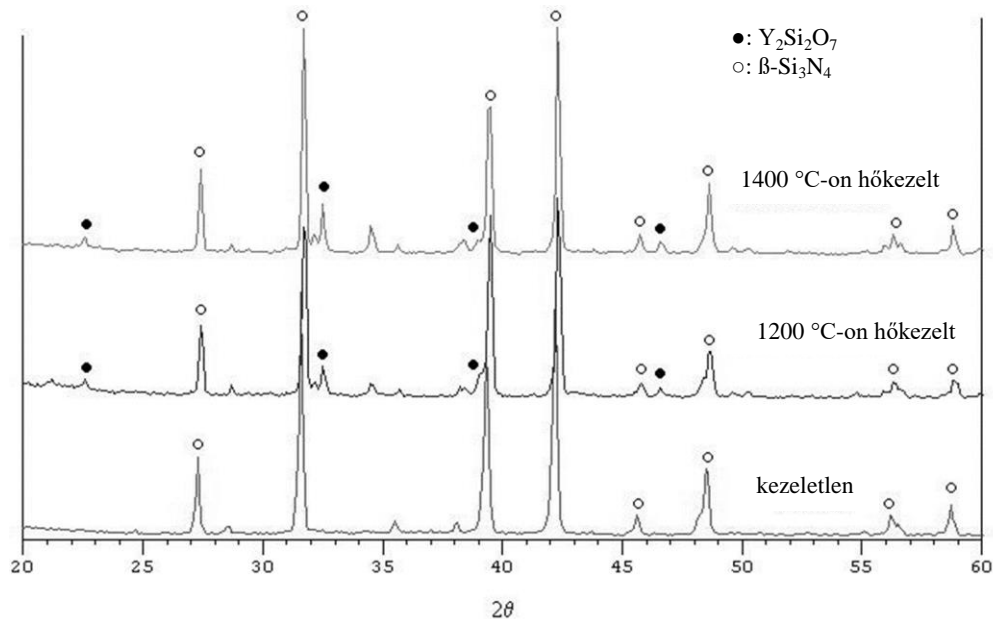


a)

b)

3. ábra. TEM felvétel a kezeletlen és az 1400 °C-on hőkezelt mintáról

A mintadarabok szerkezeti átalakulása a különböző hőmérsékleten kezelt esetekben fokozatosan következik be, drasztikus változás 1400 °C-os hőkezelés hatására megy végbe. Ezeknek a mintadaraboknak a térfogata is megnőtt, ami az alacsonyabb hőmérsékleten hőkezelt mintáknál nem volt tapasztalható. Mint ahogy a SEM mérések során is látható volt, a β -Si₃N₄ szemcsék finomodása a hőkezelés hatására itt is nyomon követhető, illetve jól megfigyelhető a szemcsék közötti üvegfázis átalakulása, új, kocka alakú szemcsék alakulnak ki magas itrium tartalommal (3. ábra b) felvétel), amit a röntgen diffrakciós mérések is igazoltak. A 4. ábra mutatja a röntgen spektrumokat.



4. ábra. Kezeletlen, 1200 °C-on és 1400 °C-on hőkezelt minták összetételének változása [16]

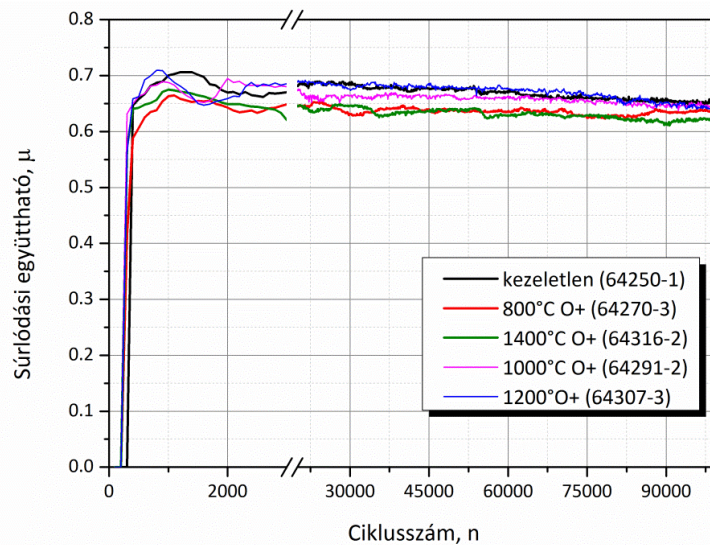
A 800- és 1000 °C-on hőkezelt próbatestek összetételében nem volt kimutatható szerkezeti átalakulás, ezért ebben a cikkben csak a magasabb hőmérsékleten kezelt minták spektrumai kerülnek elemzésre. Az 1200- és 1400 °C-on végzett hőkezelés hatására extra csúcsok jelennek meg, viszont az eredeti csúcsok közül egy sem tűnik el. A kerámia csak béta Si_3N_4 -ből áll (PDF 331160), ez csak kis mértékben van ötvözve Al_2O_3 -al és Y_2O_3 -al. 1000 °C-on $\text{Y}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ (PDF 221103 és 380440) és $\text{Y}_2\text{Si}_3\text{O}_3\text{N}_4$ (PDF 450249) fázis keletkezése fedezhető fel. A kristályos szerkezetű $\text{Y}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ és $\text{YSi}_3\text{O}_6\text{N}$ hasonló szerkezetű, ennek a fázisnak a mennyisége növekszik magasabb hőmérsékleten, ami az eredeti mintában jelen lévő üvegfázisból alakul át, az 1400 °C-on hőkezelt minta TEM-felvételén kék nyíllal jelöltem (3. b) ábra).

4.2. Tribológiai vizsgálatok

Az anyagok tribológiai viselkedésének jellemzésére a súrlódási együttható (ν), a különböző kopási mérőszámok, mint a lineáris kopás (W_1), a planimetrikus kopás (W_p) és a volumetrikus kopás (W_v) illetve a kopási sebesség (k_s) és kopási együttható (k) használatosak. Ezek meghatározása részben a mérések során felvett értékekből, részben a mérések után mért paraméterekből történt, a számolás részletes leírása egy másik cikkben található [17].

4.2.1. Súrlódási együttható

A súrlódási együttható a súrlódási erő és a normál erő hányadosaként definiálható. Az oszcilláló mozgás során a súrlódási erő szintén szakaszosan változik, az értékek minden fél-ciklus alatt kerülnek detektálásra, a végső súrlódási együttható a mérés második felében mért értékek átlagából adódik. A 5. ábra mutatja a kiinduló anyag és a hőkezelt kerámiák mérés közben felvett súrlódási együttható görbéit.



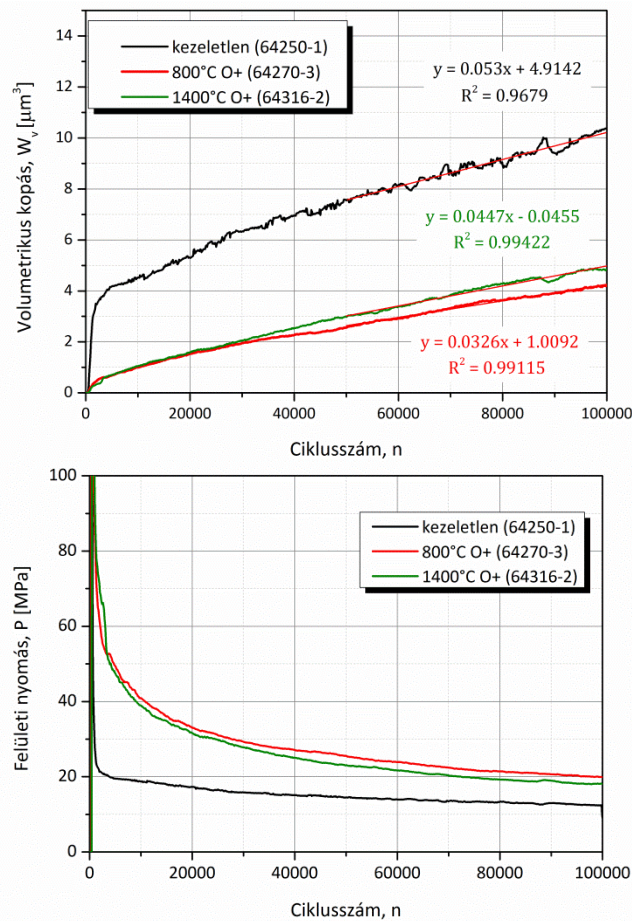
5. ábra. A súrlódási együttható a ciklusszám függvényében

A különböző hőmérsékleten hőkezelt próbatestek közel azonos viselkedést mutattak a koptatás során, csupán kis eltérések detektálhatók. Az 1. táblázat adatai alapján a 800- és 1400 °C-on hőkezelt mintadarabok súrlódási együttható értékeiben látszik némi csökkenés. Ennek magyarázata a 800 °C-on hőkezelt minta esetén egyértelműen a tribológiai tulajdonságok javulása, az 1400 °C-on hőkezelt próbatest esetén a hőkezelés hatására a felületen kialakuló porózus réteg hatása. Az utóbbi mintadarabokon szabad szemmel is megfigyelhető volt ez a fehér porózus réteg, ami a polírozás után a felületi érdességben nem jelentett változást, viszont koptatás során szerepet játszott a kis súrlódási együtthatónál. Az itt felsorolt mechanizmusok eredményezték, hogy a 800 °C-on hőkezelt minta esetén csökkent a súrlódási együttható és a kopási együttható, az 1400 °C-on hőkezelt próbatest esetén pedig szintén csökkent a súrlódási együttható, a kopási együttható viszont kis mértékben, de megnövekedett. Ezzel egyidejűleg azt is észre vehetjük a diagramból, hogy a súrlódási értékek a mérés második felében fokozatosan csökkentek, ez a koptatás során lejátszódó tribológiai folyamatoknak, az úgynevezett filmképződésnek köszönhető [17].

4.2.2. Volumetrikus kopás

A mérés során detektált lineáris kopásból (W_l), azaz a szerszám és a minta távolságának a terhelőerő irányában mért változásából és a kopásnyom méreteiből származtathatjuk a volumetrikus kopást (W_v), amit az 6. ábra mutat.

A hőkezelt mintadarabok diagramjai jellegzetes, "négyzetgyök függvényt" mutatnak ami arra utal, hogy a hőkezelt próbatestek volumetrikus kopása (W_v), azaz a kikoptatott térfogat, figyelembe véve a kopásnyom geometriáját, egyenletes volt, azaz a kopási sebesség (a volumetrikus kopás - ciklusszám függvény meredeksége) egyenletes. A kezeletlen próbatest kopásvizsgálata közben felvett volumetrikus kopás diagramjának kezdeti szakaszában megfigyelhető ugrást a felületi nyomás hirtelen esése is mutatja (6. ábra. második diagram), mindezzel együtt nagyon rövid időn belül, körülbelül 2000 ciklus után beáll az egyenletes kopás.



6. ábra. A kezeletlen, a 800 °C-on és az 1400 °C-on hőkezelt minták volumetrikus kopása (W_v) és a felületi nyomása (P) a ciklusszám függvényében

Ahogy a volumetrikus kopás (W_v) értékéből látszik (1. táblázat), ez a kezdeti ugrás nem eredményez nagyobb kikoptatott anyagmennyiséget a hőkezelt mintákhoz képest, mert ebben az esetben, ahol kicsi a kopásnyom mérete, a kopási együttható meghatározásához a profilométerrel meghatározott kikoptatott anyagmennyiség figyelembe vétele javasolt, a görbe elsősorban minőségi jellemzésre szolgál.

A volumetrikus kopás görbék második szakaszára illesztett egyenesek segítségével került meghatározásra az R^2 értéke, azaz a determinációs együttható. Az értékekből látszik, hogy a folyamat jól becsülhető, a kopás növekedése hasonló tendenciát mutat, mint a vizsgálat lezárásával megadott érték, azaz a ciklusszám növelésével a koptatott mintadarabok kopási együtthatói ugyanolyan arányt fognak mutatni egymáshoz képest.

4.2.3. Kopási együttható

A kopási együttható kiszámításához a volumetrikus kopást (W_v) vesszük alapul a (4) összefüggés szerint:

$$k = \frac{W_v}{\Delta x \cdot N \cdot F_n} \quad (4)$$

ahol

k: a kopási együttható, [mm³/Nm];

W_v: a teljes, vagy ún. együttes volumetrikus kopás, [mm³];

F_n: a normál irányú terhelés, [N];

Δx: a kopásnyom hossza, [mm];

N: a koptatási ciklusok száma.

Az 1. táblázat tartalmazza a kopási mérésorozat eredményeit, a volumetrikus kopást a szerszám esetén (W_{v,golyó}), a minta esetén (W_{v,minta}) és az együttes volumetrikus kopást (W_{v,együttes}), valamint a kopási sebességet a szerszámra (k_{golyó}), a mintára (k_{minta}) és az együttes kopási sebességet (k_{együttes}) illetve a súrlódási együtthatót (μ).

1. táblázat. Az oxigénben hőkezelt minták kopási eredményei.

Minta	W _{v,golyó}	W _{v,minta}	W _{v,együttes}	k _{golyó}	k _{minta}	k _{együttes}	μ
	10 ⁻⁶ mm ³			10 ⁻⁶ mm ³ /Nm			-
eredeti	2821	2559	5380	7,05	6,40	13,45	0,67
800 °C	2359	2471	4830	5,90	6,18	12,08	0,64
1000 °C	2084	3246	5331	5,21	8,12	13,33	0,66
1200 °C	2707	3010	5716	6,77	7,52	14,29	0,66
1400 °C	3009	2526	5536	7,52	6,32	13,84	0,64

A táblázat adataiból látszik, hogy a SiAlON próbatestek megközelítőleg ugyanolyan mértékben koptak, mint a Si₃N₄ anyagú szerszám golyó, azaz, az együttes kikoptatott térfogat körülbelül ugyanolyan arányban oszlott meg a próba és a szerszám között. Az eredmények statisztikai kiértékelését egymintás t-próbával végeztem, aminek eredményeit a 2. táblázat tartalmazza. A referencia átlagértéknek a kezeletlen próbatest átlagos kopási együttható értékét, szignifikancia szintnek 5%-ot választottam. A 2. táblázat értékei a következők, mintaszám (N), átlag, szórás (SD), a t-érték és a valószínűségi érték (p).

2. táblázat. Az oxigénben hőkezelt minták kopási eredményeinek statisztikai értékelése.

Minta	N	átlag	SD	t	p
800 °C	3	12.08	0.53	-4.3609	0.04877
1000 °C	3	13.33	0.94	-0.13513	0.90488
1200 °C	3	14.29	0.93	1.66271	0.23827
1400 °C	3	13.84	0.92	0.82639	0.49548

A t-próbás kiértékelés azt mutatja, hogy a 800°C-on hőkezelt mintadarabok kopási együttható értékei szignifikánsan eltérnek az eredeti próba értékéhez képest, a valószínűségi érték itt adódott a megadott szignifikancia szintnél kisebbre. Ebből tehát megállapíthatjuk, hogy a 800 °C-on végzett hőkezelés előnyösen hatott a próbatestek kopási tulajdonságára. A magasabb hőmérsékleten hőkezelt mintadarabok együttes kikoptatott térfogata és ezzel együtt a kopási együtthatója nem tér el szignifikánsan a kiinduló alapanyag értékeitől, itt nem tudunk egyértelmű megállapítást tenni a tribológiai viselkedést illetően.

5. Összefoglalás

A kutatómunka során a SiAlON kerámiák egyik legelterjedtebb szilárdság javító módszer hatását vizsgáltam, a szinterelés utáni hőkezelést. A mintadarabok tribológiai viselkedésének vizsgálata mikroszkópiai és röntgen diffrakciós anyagszerkezeti mérésekkel egészült ki, alátámasztva a kapott eredményeket. A kopatási vizsgálatok fretting típusú tribométeren történtek, a szerszám 10 mm átmérőjű Si_3N_4 golyó volt.

A súrlódási együttható értékei a különböző hőmérsékleten kezelt próbatesteknél csökkenést mutatott a kiinduló anyaghoz képest, ezt egyértelműen az anyagszerkezeti változások okozták. Újszerű felfedezés, hogy amíg a 800 °C-on hőkezelt anyagnál ez együtt járt a kopási együttható csökkenésével az üvegfázis kezdeti átalakulása miatt, addig az 1400 °C-on hőkezelt minták kopási tulajdonságai romlottak, ami az üvegfázisból átalakult kisebb szemcséknek köszönhető.

A 800 °C-on végzett hőkezelés (a SiAlON kerámia üvegesedési hőmérséklete) után a mintadarab kopási együtthatója szignifikánsan kisebb lett, mint a kiinduló anyag kopási együttható értéke, az ezen a hőmérsékleten végzett hőkezelés tehát előnyösen hatott a próbatestek tribológiai tulajdonságára.

Az 1000 °C-on hőkezelt próbatest szerkezeti átalakulásánál már megindul a $\text{Y}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ és $\text{Y}_2\text{Si}_3\text{O}_3\text{N}_4$ új fázis kialakulása, de még nem egyértelmű a tribológiai tulajdonságokra gyakorolt hatása, a kopása javult (habár csak kis mértékben, inkább csak a szerszám kopásának csökkenése miatt) a kezeletlen anyaghoz képest.

Az 1200 °C-on hőkezelt SiAlON kerámia szerkezeti átalakulása következtében már egyértelműen megjelentek az új fázisok, az 1400 °C-on hőkezelt próbatesthez hasonlóan itt már olyan drasztikus szerkezeti átalakuláson esett át az anyag, hogy az hátrányosan hatott a tribológiai tulajdonságaira.

Megállapítható tehát, hogy a műszaki kerámiák esetén a szinterelés utáni hőkezeléssel a tribológiai tulajdonságok javíthatók, található egy olyan optimális hőmérséklet, ahol a szerkezeti átalakulások még kedvezőek ezen tulajdonságok szempontjából.

6. Köszönetnyilvánítás

A cikkben ismertetett kutatómunka az EFOP-3.6.1-16-2016-00011 jelű „Fiatalodó és Megújuló Egyetem – Innovatív Tudásváros – a Miskolci Egyetem intelligens szakosodást szolgáló intézményi fejlesztése” projekt részeként – a Széchenyi 2020 keretében – az Európai Unió támogatásával, az Európai Szociális Alap társfinanszírozásával valósult meg.

Irodalom

- [1] Metselaar, R., Terminology for Compounds in the Si-Al-O-N System, *J. Eur. Cer. Soc.*, 18, p183-4, 1997.
- [2] Jack, K. H., Wilson, W. I., Ceramics based on the Si-Al-O-N and Related Systems. *Nature Phys. Sci.*, 238, p28, 1972. <https://doi.org/10.1038/physci238028a0>
- [3] Ziegler, G., Heinrich, J., Wötting, G., Review: Relationships between processing, microstructure and properties of dense and reaction-bonded silicon nitride, *J. Mat. Sci.*, 22, p3041-86, 1987. <https://doi.org/10.1007/BF01161167>
- [4] Jack, K. H., Sialons and related nitrogen ceramics, *Journal of Materials Science*, 11(6), pp1135–1158, 1976. <https://doi.org/10.1007/BF02396649>

- [5] Jack, K. H., SiAlON Ceramics: Retrospect and Prospect, Material Research Society Symposium, 287, 1993. <https://doi.org/10.1557/PROC-287-15>
- [6] Arató: Szilikáttudomány, Építőanyag, 6, p130-137, 1995.
- [7] ASM Handbook: Ceramics and Glasses, Engineering Properties of Nitrides, Vol. 4, 1998.
- [8] Balázs, Cs., Doktori értekezés, http://real-d.mtak.hu/610/7/BalazsiCsaba_doktori_mu.pdf
- [9] Mandal, H., Thompson, D. P., Ekström, T., Reversible $\alpha \leftrightarrow \beta$ Sialon Transformation in Heat-Treated Sialon Ceramics, J. Eur. Cer. Soc., 12, p421-9, 1993. [https://doi.org/10.1016/0955-2219\(93\)90074-2](https://doi.org/10.1016/0955-2219(93)90074-2)
- [10] Zhao, R., Cheng, Y., Drennan, J., Microstructural Features of the α to β -Sialon Phase Transformation, J. Eur. Cer. Soc., 16, p529-34, 1996. [https://doi.org/10.1016/0955-2219\(95\)00164-6](https://doi.org/10.1016/0955-2219(95)00164-6)
- [11] Thompson, D. P., Cooking Up Tougher Ceramics, Nature, 417, p237, 2002. <https://doi.org/10.1038/417237a>
- [12] Lee, W. E., Hilmas, G. E., Microstructural Changes in β -Silicon Nitride Grains upon Crystallizing the Grain-Boundary Glass, J. Am. Ceram. Soc., 72[10], p1931-37, 1989. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1989.tb06003.x>
- [13] Yang, H., Gao, L., Shao, G., Xu, R., Huang, P., Grain Boundary Glassy Phase and Abnormal Grain Growth of Silicon Nitride Ceramics, Cer. Int., 27, p603-5, 2001. [https://doi.org/10.1016/S0272-8842\(00\)00117-6](https://doi.org/10.1016/S0272-8842(00)00117-6)
- [14] Bernard-Granger, G., Crampon, J., Duclos, R., Cales, B., Glassy Grain-Boundary Phase Crystallization of Silicon Nitride: Kinetics and Phase Development, J. Mat. Sci. Let., 14, p1362-65, 1995. <https://doi.org/10.1007/BF00270729>
- [15] Arató, P., Hangos, I., Kele, A., Modern Műszaki Kerámiák a Gép- és Vegyipar Számára, Korszerű Technológiák, 3, p7-13, 1987.
- [16] Babcsán, J ; Maros, M B ; Arató, P, Microstructural Features of the Post Heat-Treated Si₃N₄ Based Ceramics, Silicate Industriels 69:7-8 pp. 199-203. (2004)
- [17] Babcsánné K. J. A páratartalom hatása a Si₃N₄ alapú kerámiák kopására, Multidiszciplináris Tudományok, megjelenés alatt.