

## 소결조건에 따른 Glass Frit의 기공량 변화

양진

쌍용중앙연구소 환경자원연구실

### The Porosity Change of Glass Frit with Sintering Condition

Jin Yang

SsangYong Research Center, Environment & Resources Research Team, Taejeon 305-345

(1998년 8월 3일 받음, 1998년 9월 9일 최종수정본 받음)

**초 록** 실험계획법을 이용하여 유리분말의 소결시 그 기공량에 영향을 미치는 각종 소결조건의 영향을 정량적으로 조사하였다. 본 실험범위내에서 결합제 유리의 총기공량, 개기공량 그리고 폐기공량은 모두 소결온도에 의해 가장 큰 영향을 받고 그 다음으로 소결온도에서의 유지시간에 의해 영향을 받으며 승온속도의 경우 그 영향이 상대적으로 미미함을 확인할 수 있었다. 또한 개기공량의 경우 소결온도가 높아지고 소결온도에서의 유지시간이 길어짐에 따라 총기공량에 비해 훨씬 급격히 감소함을 알 수 있었으며, 개기공량과 폐기공량의 경우 총기공량에 비해 소결온도에서의 유지시간의 영향이 상대적으로 커짐을 알 수 있었다. 이러한 결과들로부터 실제공정에 있어 승온속도보다는 다른 소결인자, 특히 소결온도를 조절하는 것이 결합제 유리의 기공량 조절에 가장 중요하리라 판단되며 실험계획법을 이용함으로써 보다 정확한 공정조건을 모색할 수 있었다.

**Abstract** The effect of various sintering conditions on the porosities of glassy bond was investigated by using the experimental design. It was observed that the sintering temperature is the most effective factor in the control of the total, open and closed porosity, and the effect of heating rate on the porosities is small relatively. Also it was noted that open and closed porosities were affected more intensively by the holding time on sintering temperature than total porosity. These results show that sintering temperature is the most important factor in controlling the porosities of glassy bond and the experimental design is the effective tools in the investigation of manufacturing conditions.

### 1. 서 론

유리 다공체는 가스분리, 바닷물의 정제, 혈액의 분리, 효모 및 미생물의 담체 등을 비롯한 각종 필터 또는 담체로서 뿐만 아니라 연삭공구에서의 결합제 등으로 폭넓게 사용되고 있다.<sup>1,2)</sup> 유리 다공체의 제조방법은 일반적으로 상분리법 또는 유리 분말(glass frit)의 소결에 의해 제조되는데, 이 중 상분리법에 의한 방법은 유리를 용융한 후 다시 열처리함으로써 상을 분리한 다음 분리된 상을 선택적으로 제거하여 제조하는 방법으로, 이 방법으로 제조된 유리는 통상 기공량 및 기공크기가 작고 다양한 형상의 제품제조가 어려운 특징을 가지고 있다. 반면 유리 분말에 의해 다공성 유리를 제조하는 방법은 일반적으로 연화온도 부근에서 소결이 이루어지므로 용융온도보다 훨씬 낮은 온도에서 제조가 가능하고 세라믹 분말 성형기술을 이용하여 복잡한 형태의 제품제조가 가능할 뿐 아니라 기공량이 비교적 많고 기공크기가 큰 특징을 가지고 있다.<sup>3)</sup>

따라서 비교적 많은 기공량을 요구하는 유리질 결합 공구에 있어서도 유리 분말을 알루미나, 실리콘 카바이드 등의 지석입자와 혼합, 소결함으로써 유리에 의해 지석을 결합시키고 동시에 기공을 형성하게 된다. 통상적으로 유리질 결합 공구는 17-40%의 기공량을 함유하게 되는데 이러한

기공은 연삭시 생성되는 chip을 포획하여 제거하는 chip pocket의 역할을 함으로써 공구에 걸리는 과도한 하중을 감소시키고 마찰열을 줄여 주는 역할을 한다. 아울러 기공들은 냉각수의 원활한 분산을 촉진시키기도 하고 또한 연삭시 지석 입자의 자발적인 돌출(self-sharpening)을 유도함으로써 드레싱(dressing)의 필요성을 경감시키는 등 공구의 구조 및 성능에 커다란 영향을 미치고 있다.<sup>4,5)</sup> 따라서 유리질 결합 공구에서 기공량의 조절은 매우 중요하다 할 수 있는데 이러한 기공량은 지석과 유리 분말의 혼합비율 및 화학반응, 지석의 입도, 유리의 적심성 그리고 성형 및 소결 조건 등 다양한 인자에 의해 정해지게 된다.

본 연구에서는 이러한 지석과 유리 분말을 혼합, 소결하였을 때의 기공량의 관찰에 앞서 유리 분말만을 대상으로 하여 제반 소결조건이 그 기공량에 미치는 영향을 알아보고자 하였다. 이는 유리질 결합 공구의 경우 유리 분말만의 소결시 형성되는 기공과 지석을 첨가함에 따라 발생하는 기공이 혼재되어 있다고 볼 수 있는데 이 중 유리 분말에 의하여 형성되는 기공량의 변화를 보다 자세히 관찰함으로써 지석과의 혼합소결시 발생하는 기공량의 변화와 구분하여 연구하기 위함이었다. 또한 공구의 결합용 유리의 경우 그 개발방향이 지석에 대한 적심성을 향상시키는 방향으로 개발되어 왔는데 이와 같이 적심성이 우수할 경우 공구의 기

공량은 결합제 유리 자체의 기공량에 의해 크게 영향을 받을 것으로 예상되기 때문이었다. 한편 유리 분말의 조성 및 양이 일정할 경우 기공량은 성형압 및 소결조건에 의해 결정되는데 성형압이 높을 경우 그에 따른 기공량의 변화는 거의 무시할 수 있다고 알려져 있어 결국 소결조건에 의해 기공량이 결정된다.<sup>6,7)</sup> 따라서 본 연구에서는 소결조건 즉 소결온도, 소결온도에서의 유지시간 그리고 승온속도의 변화가 유리 분말의 소결시 생성되는 총기공량, 개기공량 그리고 폐기공량에 미치는 영향을 보다 자세히 파악하고자 하였다. 이를 위하여 본 연구에서는 통계적인 방법인 실험계획법을 이용하였으며 이로부터 각 소결인자가 기공량에 미치는 영향을 정량적으로 파악함으로써 결합제 유리의 기공량조절을 위한 적정소결조건을 모색하고자 하였다.

2. 실험 방법

Table 1은 본 실험에서 사용한 유리 분말(Cookson Co.)의 화학조성과 물성을 나타낸 것이다. 실험에서는 이 분말 1.5 g을 칭량한 후 직경 1 cm의 원통형 금형을 사용하여 1 ton/cm<sup>2</sup>의 압력으로 가압하여 성형하였다. 본 연구에서 중점적으로 관찰하고자 하는 소결조건으로는 소결온도, 소결온도에서의 유지시간 그리고 승온속도의 3가지 인자를 선택하였으며 이를 각각 A, B 그리고 C로 표시하였다. 또한 각각의 인자에 대해 2가지의 수준을 정하였는데 이들을 각각 아랫첨자 0, 1으로 표시하였으며 Table 2에

이들 각 인자와 그 수준을 나타내었다.

유리질 결합 공구의 소결은 유리 분말이 충분히 용융되어 지석을 견고히 지지해야 하는 반면 지석과 유리간의 화학반응으로 말미암은 지석의 열화가 일어나지 않아야 하는데 이를 위하여는 가능한 한 소결온도는 낮게 그리고 소결시간은 짧아야 한다. 따라서 본 실험에서는 Table 2에 나타낸 바와 같이 소결온도의 경우 그 수준을 700℃ (A<sub>0</sub>)와 850℃ (A<sub>1</sub>)로 정하였으며 소결온도에서의 유지시간 경우 0시간 (B<sub>0</sub>)과 3시간 (B<sub>1</sub>) 그리고 승온속도의 경우 4℃/min (C<sub>0</sub>)와 8℃/min (C<sub>1</sub>)의 각각 2수준씩을 택하였다.

한편 Table 3는 L<sub>8</sub>(2<sup>7</sup>)의 직교배열표 및 각 인자 즉 소결온도 (A), 소결온도에서의 유지시간 (B) 그리고 승온속도 (C)를 직교배열한 실험조건을 나타낸 것이다. 표에서 1, 2 그리고 4열에는 A, B 그리고 C 세 개의 인자를 배치하였으며 3, 5 그리고 6열에는 이들 세 인자의 교호작용을 알아 보기 위하여 각각 A×B, A×C 그리고 B×C를 배치하였고 7열은 오차항으로 취급하였다. 여기서 오차항이란 실험특성치의 오차에 해당하는 난으로 뒤에 언급할 분산분석을 실시하기 위하여 배치한 것이다.

이에 따라 Table 3에서 실험번호 1번은 1열의 A<sub>0</sub>, 2열의 B<sub>0</sub> 그리고 4열의 C<sub>0</sub>에 해당하는 700℃, 0시간 그리고 4℃/min의 실험조건으로 소결하게 된다. 이와 같은 방법으로 총 8회의 소결을 행하였으며 한 번의 실험마다 5개의 시편을 동시에 소결하였다. 소결이 끝난 시편은 건조무게

Table 1. Chemical composition and physical characteristics of the glass frit.

| Chemical composition(wt. %)    |    | Physical characteristics |                           |
|--------------------------------|----|--------------------------|---------------------------|
| SiO <sub>2</sub>               | 38 | Specific gravity         | 3.17                      |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 30 |                          |                           |
| B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>  | 25 | Thermal expansion coeff. | 8.8 × 10 <sup>-6</sup> /℃ |
| Na <sub>2</sub> O              | 5  |                          |                           |
| CaO                            | 2  | Softening point          | 630℃                      |

Table 2. Factors and levels of selected sintering condition of the glass frit.

| Factor | A<br>(sintering temp.) |                | B<br>(holding time on sintering temp.) |                | C<br>(heating rate) |                |
|--------|------------------------|----------------|----------------------------------------|----------------|---------------------|----------------|
|        | A <sub>0</sub>         | A <sub>1</sub> | B <sub>0</sub>                         | B <sub>1</sub> | C <sub>0</sub>      | C <sub>1</sub> |
| Level  | 700℃                   | 850℃           | 0hr                                    | 3hr            | 4℃/min              | 8℃/min         |

Table 3. Experimental layout of L<sub>8</sub>(2<sup>7</sup>) orthogonal array and experimental condition.

| Exp. No.    | Column No. |   |     |   |     |     |   | Experimental Condition |       |          |
|-------------|------------|---|-----|---|-----|-----|---|------------------------|-------|----------|
|             | 1          | 2 | 3   | 4 | 5   | 6   | 7 | A[℃]                   | B[hr] | C[℃/min] |
| 1           | 0          | 0 | 0   | 0 | 0   | 0   | 0 | 700                    | 0     | 4        |
| 2           | 0          | 0 | 0   | 1 | 1   | 1   | 1 | 700                    | 0     | 8        |
| 3           | 0          | 1 | 1   | 0 | 0   | 1   | 1 | 700                    | 3     | 4        |
| 4           | 0          | 1 | 1   | 1 | 1   | 0   | 0 | 700                    | 3     | 8        |
| 5           | 1          | 0 | 1   | 0 | 1   | 0   | 1 | 850                    | 0     | 4        |
| 6           | 1          | 0 | 1   | 1 | 0   | 1   | 0 | 850                    | 0     | 8        |
| 7           | 1          | 1 | 0   | 0 | 1   | 1   | 0 | 850                    | 3     | 4        |
| 8           | 1          | 1 | 0   | 1 | 0   | 0   | 1 | 850                    | 3     | 8        |
| Assign-ment | A          | B | A×B | C | A×C | B×C | e |                        |       |          |

( $W_d$ )와 현수무게 ( $W_{susp}$ ) 그리고 포수무게 ( $W_{sat}$ )를 각각 측정하여 다음과 같은 식<sup>9)</sup>에 의해 부피비중 ( $d_b$ ), 총기공량 ( $P_t$ ), 개기공량 ( $P_o$ ) 그리고 폐기공량 ( $P_c$ )의 부피분율을 계산하였으며 유리 분말의 이론밀도 ( $d_t$ )로는 회사측이 제시한 3.17을 사용하였다.

$$d_b = \frac{W_d}{W_{sat} - W_{susp}} \quad (1)$$

$$P_t(\%) = \left[ 1 - \frac{d_b}{d_t} \right] \times 100 \quad (2)$$

$$P_o(\%) = \frac{W_{sat} - W_d}{W_{sat} - W_{susp}} \times 100 \quad (3)$$

$$P_c(\%) = P_t - P_o \quad (4)$$

### 3. 결과 및 고찰

Table 4는 유리 분말을 소결한 시편에서의 총기공량을 분산분석 (analysis of variance)<sup>10, 11)</sup>한 결과를 나타낸 것으로, 이러한 분산분석은 실험오차에 비해 특성치에 많은 영향을 미치는 인자는 무엇인가를 판단하기 위하여 실시하였다. 표에서 S, f 그리고 V는 각각 변동 (sum of squares), 자유도 (degree of freedom) 그리고 분산 (variance)을 나타낸다. 또한 표에서  $F_0$ 값은 각 인자의 효과가 실험오차에 비해 얼마나 큰가를 나타내는 수치로서 각 인자의 분산을 오차의 분산 ( $V_e=1.7$ )으로 나누어 준 것이다. 본 실험의 경우 표에서 나타낸 바와 같이 각 인자의 자유도는 1이고 오차의 자유도는 33이며, 95%의 확률 (또는 5%의 유의수준)을 가지고 인자의 효과가 실험오차보다 더 큼을 판단할 수 있는 값 즉  $F(1,33;0.05)$  값은  $F$ -분포표<sup>10)</sup>에서 4.14이다. 따라서 각 인자의  $F_0$ 값이 이 값에 비해 클수록 특성치에 미치는 영향이 오차에 비해 크다고 판단할 수 있다. 표로부터 총기공량에 영향을 주는 인자 (\*로 표시)는 A (소결 온도), B (소결온도에서의 유지시간), C (승온속도) 그리고  $A \times B$  (소결온도 및 그 유지시간과의 교호작용)임을 알 수 있으며  $A \times C$  및  $B \times C$ 의 인자는 영향을 주지 않는다는 것을 알 수 있다.

Table 5는 Table 4에서 오차에 비해 그 영향이 미미하여 특성치에 영향을 주지 않는 인자를 다시 오차에 넣어서 새로운 오차항 ( $e'$ )을 만들어 주는 풀링 (pooling) 과정을 거친 후 이를 다시 분산분석한 결과를 나타낸 것이다. 표에서 앞에서와 같은 방법으로 각 인자의  $F_0$ 값과 이 때의  $F$ 값 (4.12)를 비교한 결과 Table 4의 결과와 마찬가지로 A, B, C 그리고  $A \times B$ 의 4인자가 총기공량에 영향을 미치고 있음을 알 수 있다. 또한 표에서 A, B 인자의 경우 그 자체의 효과뿐만 아니라 그들 사이의 교호작용이 특성치에 영향을 미친다는 것을 알 수 있다. 이 때 교호작용은 어떤 인자의 영향이 다른 인자의 수준에 따라 변화하는 경우를 의미하는 것으로, 본 실험의 경우 유의한 것으로 나타난 A, B 인자의 교호작용의 영향을 아는 것이 필요하다

Table 6의 (a), (b)는 각각 교호작용이 유의한 AB의 2

원표 (2-way table) 그리고 교호작용이 미미한 C의 1원표 (1-way table)를 나타낸 것이다. AB 2원표에서  $A_0B_0$ 의 경우 Table 3에서 같은 조건 ( $A_0B_0$ )으로 행한 실험번호 1, 2의 특성치의 합을 나타낸 것이며 다른 경우도 마찬가지로 방법으로 구한 것이다. 또한 C의 1원표에 있어서는  $C_0$ 의 경우 이러한 조건으로 실험한 실험번호 1, 3, 5 그리고 7의 특성치합을 나타낸 것이며  $C_1$ 의 경우도 같은 방법으로 구한 것이다. 이들 각각의 값을 특성치의 개수 (AB 2원표의 경우 10개, C 1원표의 경우 20개)로 나누면 각 인자의 조건에 따른 총기공량을 알 수 있는데 이를 Fig. 1에 나타내었으며, 각 점에서의 오차범위, 즉 신뢰한계는 다음의 식을 이용하여 계산하였다.

$$\epsilon = \pm \sqrt{\frac{F(f_1, f_2; \alpha) \times V_e}{n_e}} \quad (5)$$

(5) 식에서  $\epsilon$ ,  $f_1$ ,  $f_2$ ,  $\alpha$ ,  $V_e$  그리고  $n_e$ 는 각각 신뢰한계, 인자의 자유도, 오차의 자유도, 유의수준, 오차분산 그리고 유효반복수를 의미하며, 그림에서의 오차범위는 유의수준

Table 4. Analysis of variance table for total porosity of the glassy bond.

| Factor       | S     | f  | V     | $F_0$  |
|--------------|-------|----|-------|--------|
| A            | 182.3 | 1  | 182.3 | 104.4* |
| B            | 50.6  | 1  | 50.6  | 20.9*  |
| C            | 25.6  | 1  | 25.6  | 14.7*  |
| $A \times B$ | 20.4  | 1  | 20.4  | 11.7*  |
| $A \times C$ | 1.6   | 1  | 1.6   | 0.9    |
| $B \times C$ | 12.9  | 1  | 12.9  | 1.7    |
| e            | 57.6  | 33 | 1.7   |        |
| T            | 341.0 | 39 |       |        |

$F(1,33;0.05)=4.14$

Table 5. Analysis of variance table for total porosity of the glassy bond after pooling.

| Factor       | S     | f  | V     | $F_0$ |
|--------------|-------|----|-------|-------|
| A            | 182.3 | 1  | 182.3 | 102.7 |
| B            | 50.6  | 1  | 50.6  | 28.5  |
| C            | 25.6  | 1  | 25.6  | 14.4  |
| $A \times B$ | 20.4  | 1  | 20.4  | 11.5  |
| $e'$         | 62.1  | 35 | 1.8   |       |
| T            | 341.0 | 39 |       |       |

$F(1,35;0.05)=4.12$

Table 6. (a) AB 2-way table and (b) C 1-way table for the total porosity.

|       | $A_0$ | $A_1$ |
|-------|-------|-------|
| $B_0$ | 291.1 | 262.7 |
| $B_1$ | 282.9 | 225.9 |

(a)

| $C_0$ | $C_1$ |
|-------|-------|
| 547.3 | 515.3 |

(b)

( $\alpha$ )이 0.05일 때의 오차범위를 나타낸 것으로 각 인자는 95%의 신뢰도를 가지고 이 오차범위내에 존재하게 된다.

Fig. 1으로부터 총기공량을 크게 하기 위해서는  $A_0B_0C_0$  즉 700°C, 0 시간 그리고 4°C/min의 조건을 선택하면 되고 총기공량을 적게 하기 원한다면  $A_1B_1C_1$ 의 조건 즉 850°C, 3시간 그리고 8°C/min의 조건을 선택하면 된다는 것을 알 수 있다. 이는 소결온도가 낮을수록 그리고 소결시간이 짧을수록 치밀화가 덜 일어난다는 종래의 결과와 일치하는 것이나 그림에서 나타난 바와 같이 승온속도의 변화에 따른 영향은 다른 인자에 비해 상대적으로 미미하다는 것을 알 수 있다.

한편 총기공량을 크게 하고자 할 때의 최적조건  $A_0B_0C_0$ 의 조건으로 계속 반복 소결하였을 때 총기공량의 추정치가 수렴하는 값(95%의 신뢰도 경우)은 다음 식에 의하여 구할 수 있다.

$$\begin{aligned} \mu(\text{공정평균의 추정치}) &= (A_0B_0\text{를 택했기 때문에 전체평균보다 좋게 되어 나타나는 양}) \\ &+ (C_0\text{를 택했기 때문에 전체평균보다 좋게 되어 나타나는 양}) \\ &- \text{전체평균} = 29.9 \end{aligned} \quad (6)$$

$$\epsilon(\text{신뢰한계}) = \pm \sqrt{\frac{F(f_1, f_2; \alpha) \times V_e}{n_e}} = \pm 0.96 \quad (7)$$

따라서 총기공량의 공정평균(population mean)은  $29.9 \pm 0.96$ 이라 할 수 있는데 이는 같은 조건에서의 실제 실험치인 28.8%와는 다른 값으로 이 값은 실험오차 등을 고려하여 계속  $A_0B_0C_0$ 의 조건에서 소결시 총기공량이 수렴해 나가는 값이라 할 수 있다. 또한 Table 3에서 실제 실험시 얻어진 총기공량의 최대 평균값은 실험번호 3번( $A_0B_1C_0$ )의 29.8로 나타났으므로 총기공량을 크게 하고자 할 때 이 조건을 따르기 쉬우나, 이는 실험오차와 데이터 편차의 영향을 무시한 것으로 본 실험과 같이 분산분석을 행한 후 적정 공정조건을 찾아내는 것이 더욱 의미가 있다고 할 수 있다.

한편 Fig. 2와 Fig. 3은 총기공량의 경우와 마찬가지로 방법으로 개기공량 및 폐기공량의 분산분석을 실시한 후 유의한 것으로 나타난 인자만을 대상으로 각 인자별 효과를 나타낸 것이다. 우선 개기공량의 경우(Fig. 2)를 살펴 보면 개기공량을 크게 하기 위한 적정 공정조건은  $A_0B_0$ 와  $B_0C_1$ 의 조건 즉  $A_0B_0C_1$ (700°C, 0시간 그리고 8°C/min)이고 적게 하기 위한 공정은  $A_1B_1C_1$ 임을 알 수 있다. 이는 일반적인 요업체와 마찬가지로 소결온도가 높을수록( $A_1$ ) 그리고 소결시간이 길수록( $B_1$ ) 치밀화가 일어나고 이에 따라 개기공이 폐기공화하는 것에 기인하는 것으로 판단된다. 그러나 승온속도의 경우 그 속도가 빠른 경우( $C_1$ )가 개기공량을 크게 하거나 적게 하는 두 경우 모두에 해당되는데 이는 승온속도의 경우 그 영향이 상대적으로 미미하고 또한 다른 인자와의 교호작용에 의해 이러한 결과가 나타난 것으로 추정된다. 또한 그림에서  $A_0B_0$ 와  $A_1B_1$ 에서의 개기공량

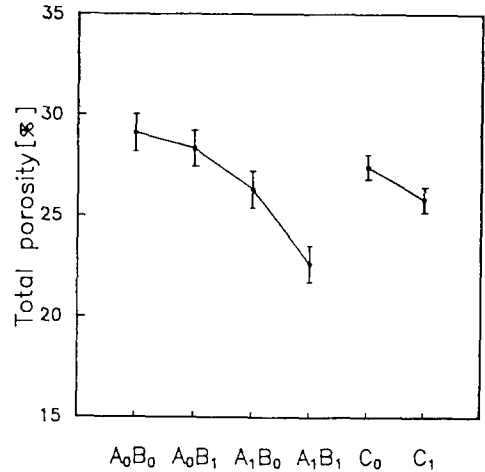


Fig. 1. Change of the total porosity with the factors and levels. ( $A_0=700^\circ\text{C}$ ,  $A_1=850^\circ\text{C}$ ;  $B_0=0\text{hr}$ ,  $B_1=3\text{hr}$ ;  $C_0=4^\circ\text{C}/\text{min}$ ,  $C_1=8^\circ\text{C}/\text{min}$ )

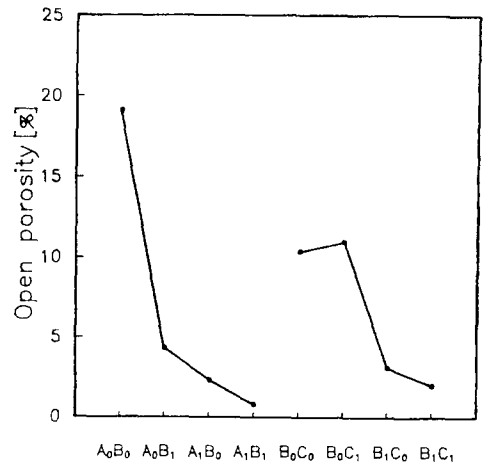


Fig. 2. Change of the open porosity with the factors and levels. ( $A_0=700^\circ\text{C}$ ,  $A_1=850^\circ\text{C}$ ;  $B_0=0\text{hr}$ ,  $B_1=3\text{hr}$ ;  $C_0=4^\circ\text{C}/\text{min}$ ,  $C_1=8^\circ\text{C}/\text{min}$ )

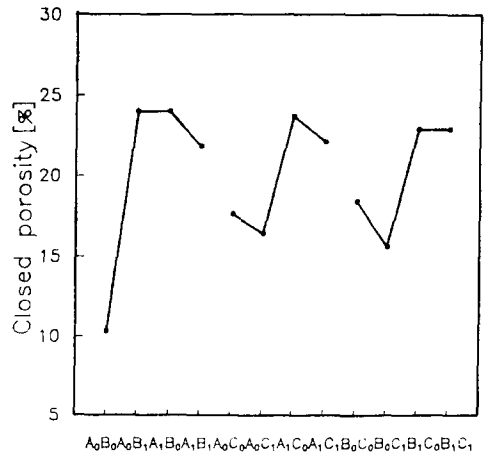


Fig. 3. Change of the closed porosity with the factors and levels. ( $A_0=700^\circ\text{C}$ ,  $A_1=850^\circ\text{C}$ ;  $B_0=0\text{hr}$ ,  $B_1=3\text{hr}$ ;  $C_0=4^\circ\text{C}/\text{min}$ ,  $C_1=8^\circ\text{C}/\text{min}$ )

Table 7. Contribution ratios of the each factor on the total, open and closed porosity of the glassy bond.

|                             | A    | B    | C   | A×B  | A×C  | B×C | e    | T     |
|-----------------------------|------|------|-----|------|------|-----|------|-------|
| $\rho$ (%, total porosity)  | 52.9 | 14.3 | 7.0 | 5.5  | -    | -   | 20.3 | 100.0 |
| $\rho$ (%, open porosity)   | 46.9 | 30.0 | -   | 20.1 | -    | 0.3 | 2.7  | 100.0 |
| $\rho$ (%, closed porosity) | 25.1 | 24.9 | 1.4 | 47.2 | <1.0 | 1.4 | <1.0 | 100.0 |

을 보면 19.1%에서 0.8%로 감소한다. 이는 같은 조건에서의 총기공량이 29.1%에서 22.6%로 감소하는 것과 비교해 보면 훨씬 급속히 감소함을 알 수 있다. 따라서 이러한 결과로부터 본 실험조건하에서의 소결온도와 소결온도에서의 유지시간 변화는 총기공량에 비해 개기공량에 훨씬 많은 영향을 미치고 있음을 알 수 있다.

한편 Fig. 3는 폐기공량의 경우를 나타낸 것으로, 이 경우 총기공량 및 개기공량의 경우와는 달리 소결온도, 유지시간 그리고 승온속도를 비롯한 이들의 교호작용 모두가 폐기공량에 영향을 미치는 것으로 나타났다. 또한 그림에서 폐기공량을 적게 하기 위한 공정조건은  $A_0B_1C_1$  그리고 폐기공량을 크게 하기 위한 조건은  $A_1B_1C_0$ (850°C, 3시간 그리고 4°C/min)임을 알 수 있는데, 이와 같이 소결온도가 높아지고 그 유지시간이 길어질수록 폐기공량이 증가한 것은 유리 분말의 치밀화가 일어남에 따라 개기공이 보다 많이 폐기공화되기 때문인 것으로 해석된다.

Table 7은 총기공량, 개기공량 그리고 폐기공량에서의 분산분석 결과를 이용하여 각 인자의 기여율( $\rho$ : contribution ratio)을 나타낸 것이다. 이러한 기여율은 우선 각 인자의 순변동  $S'$ ( $=S - f \times V$ )를 구한 후 이를 다시 전제변동으로 나눈 비율로서, 이는 특성치의 전 변화량중에서 각 인자의 수준변화에 의한 기여량을 나타내므로 이로부터 각 인자의 영향을 정량적으로 파악할 수 있다.

표에서 총기공량의 경우 소결온도(A)의 기여율이 52.9%로 총기공량에 가장 영향을 많이 미침을 알 수 있는데 이는 특성치의 전 변화량 중 A의 수준변화에 의한 것이 52.9%임을 의미한다. 그 다음이 소결온도에서의 유지시간(B)의 14.3%이며 승온속도(C)의 경우 그 기여율이 7.0%로 이의 영향은 상대적으로 미미함을 알 수 있다. 이러한 결과들로부터 총기공량이 받는 영향은 본 실험조건하에서는 소결온도만에 의해 50% 이상 좌우되기 때문에 만약 유리 분말의 소결공정에서 치밀한 소결체를 얻기를 원한다면 유지시간을 길게 하는 것보다 소결온도를 높이는 것이 훨씬 효과적이라는 것을 알 수 있으며, 승온속도의 경우 분산분석 결과는 빠른 쪽( $C_1$ , 8°C/min)으로 하는 것이 치밀화에 보다 효과적이나 그 영향이 미미하므로 그 속도를 느리게 하는 것도 가능하리라는 것을 예측할 수 있다.

또한 개기공량의 경우 A, B, A×B 그리고 B×C의 4가지 인자가 유의하나 이중 승온속도(C)는 유의하지 않을뿐 아니라 소결온도에서의 유지시간과의 교호작용인 B×C의 인자도 다른 인자에 비해 그 기여율(0.3%)이 매우 작음을 알 수 있다. 따라서 개기공량의 경우도 총기공량의 경우와 마찬가지로 승온속도의 영향은 매우 미미하며 주로 소결온도 및 시간에 영향을 받음을 알 수 있다. 아울러 개기공량

의 경우 총기공량에 비해 소결온도에서의 유지시간의 기여율이 보다 커졌음을 알 수 있는데 이로부터 개기공량의 변화는 총기공량에 비해 소결온도에서의 유지시간의 영향이 보다 큼을 알 수 있다.

폐기공량의 경우는 표에서 알 수 있는 바와 같이 5%의 유의수준에서 모든 인자가 영향을 미치고 있다. 그러나 승온속도 및 이에 관련된 교호작용(A×C, B×C)의 기여율은 다른 인자에 비해 매우 작음을 알 수 있으며 따라서 폐기공량의 경우에도 승온속도의 영향은 미미하다 할 수 있다. 그리고 폐기공량에 미치는 각 인자의 기여율을 총기공량 및 개기공량의 경우와 비교하여 보면 소결온도의 영향이 상대적으로 감소하고 소결온도와 그 유지시간과의 교호작용이 가장 큰 영향을 미치고 있어 소결온도 및 시간이 모두 중요함을 알 수 있다.

이와 같은 결과로부터 본 실험범위내에서 결합제 유리의 기공량은 총기공량, 개기공량 그리고 폐기공량 모두 소결온도의 영향을 가장 크게 받으므로 공구의 제조시에도 다른 소결인자의 조절보다는 소결온도의 조절이 가장 큰 영향을 미칠 것으로 생각된다. 본 연구는 유리 분말의 소결시 기공량의 변화를 실험계획법을 이용하여 각 소결인자의 영향을 정량적으로 파악하고 실험오차 및 데이터편차 등을 고려한 적정 소결조건을 모색하였으나 이러한 결과를 바탕으로 지식첨가에 따른 기공량변화에 대한 연구가 앞으로 더욱 진행되어야 할 것으로 판단되며 실제 공구에서는 기공량뿐만 아니라 기공의 크기 및 분포 등도 연삭기구에 영향을 미칠 것으로 예상되므로 이에 관한 연구 또한 필요하리라 판단된다.

#### 4. 결 론

실험계획법을 이용함으로써 각각의 소결조건이 결합제 유리의 기공량에 어떠한 영향을 미치는가를 정량적으로 파악할 수 있었다. 본 실험범위내에서 결합제 유리의 기공량은 총기공량, 개기공량 그리고 폐기공량 모두 소결온도에 의해 가장 큰 영향을 받고 그 다음으로 소결온도에서의 유지시간에 의해 영향을 받으며 승온속도의 경우 그 영향이 상대적으로 미미함을 확인할 수 있었다. 또한 총기공량의 경우 소결온도만의 영향이 52.9%로 가장 크므로 이의 조절이 다른 인자에 비해 가장 중요하다는 것을 알 수 있었으며 실험계획법을 이용함으로써 실험오차와 데이터의 편차를 고려한 적정 공정조건을 정확히 모색할 수 있었다. 아울러 개기공량의 경우 소결온도가 높아지고 소결온도에서의 유지시간이 길어짐에 따라 총기공량에 비해 훨씬 급격히 감소함을 알 수 있었으며, 개기공량과 폐기공량의 경우 총기공량에 비해 소결온도에서의 유지시간의 영향이 상대적

로 커짐을 알 수 있었다. 이러한 결과들로부터 결합제 유리의 기공량을 조절하기 위하여는 승온속도보다는 소결온도와 소결온도에서의 유지시간, 특히 소결온도를 조절하는 것이 가장 중요하리라 판단된다.

#### 참 고 문 헌

1. M. Moser, "Microstructures of Ceramics - Structure and Properties of Grinding Tools," Acad miai Kaid, Budapest, 1980
2. W.D. Kingery, A.P. Sidhwa and A. Waugh, "Structure and Properties of Vitrified Bonded Abrasives," Am.Ceram.Soc.Bull., **42** (5), 297-303 (1963)
3. 박용완, 이준영, "소결법에 의한 다공질 유리의 제조," 요업학회지, **31** (9), 957-968 (1994)
4. H.O. Juchem and B.A. Cooley, "Vitrified Bond - No longer a Synonym for Conventional Abrasive Tools," 1984
5. T.I. Barry, L.A. Lay and R. Morrell, "The Strength of Experimental Grinding Wheel Materials including Use of Novel Glass and Glass-Ceramic Bonds," Trans.J.Brit. Ceram.Soc. **79**, 139-145 (1980)
6. K. Shinozaki, M.Yokoi, N.Mizutani and M.Kato, "Study on Grinding Wheel Manufacture - Vitrified Bonded Alumina Abrasive Wheel," Yogyo-Kyokai -Shi, **88** (7), 418-423 (1980)
7. S. Okada, "New Techniques in Grinding Wheel Manufacture," Ceramics, **15** (7), 520-526 (1980)
8. 横川 宗彦, 横川 和彦, "ボラゾンCBNホイール(砥石)の研削性能-4," 機械と工具, **29** (1), 150-159 (1985)
9. 임응극, "요업학 기초실험," 달성인쇄소, 1985
10. 박성현, "현대실험계획법," 대영사, 1989
11. G. Taguchi, "System of Experimental Design," Unipub/Kraus International Publications, New York, 1987