

섬유기기용 Al₂O₃계 세라믹스의 강도 특성 Strength Properties of Al₂O₃ Ceramics with Textile Machinery

안병건 · 안석환 · 박인덕 · 남기우

B. G. An, S. H. Ahn, I. D. Park and K. W. Nam

Key Words : Al₂O₃(알루미나), Bending Strength(굽힘강도), Sintering(소결), Textile Machinery(섬유기기)

Abstract : For many years researchers have been attempting to establish the relations among the preparation history, structure and properties of ceramics. In this study, the strength property of Al₂O₃ ceramics with components and guides of the textile machinery was investigated. The optimized conditions of pressureless sintering were investigated in order to obtain the maximum strength of Al₂O₃ ceramics for using at the textile machinery. As the sintering conditions, 1,400~1,700°C of temperatures and 30~150 minutes of times were applied. Three-point bending test was conducted on the sintered materials to obtain the strength property. From test results, the optimum sintering temperature has 1,600°C. And the optimum sintering time in 1,600°C has about 100 minutes.

1. 서 론

세라믹스는 크게 classic ceramics와 fine ceramics로 구분할 수 있다. classic ceramics는 규산염 공업을 형성하고 있는 것이라고 말할 수 있는데, 주로 점토제품, 시멘트, 내화물 및 유리 등을 말하고 있다. 이러한 classic ceramics는 국가 기간산업의 근간을 이루는 것으로서 예로부터 많은 생산을 해오고 있다. fine ceramics는 2차 세계대전 후 급진전한 공업의 발달에 따라 일어난 여러 가지 새로운 특성을 갖는 재료로써 classic ceramics보다 뛰어난 내구성, 기계적 성질, 특수한 전기적 특성 및 화학적 내구성을 갖는 세라믹스를 말한다. 이러한 특성을 갖는 제품을 만들기 위하여 종전에 사용되었던 규산염 물질 외에 산화물, 탄화물, 질화물, 붕화물 및 황화물 등의 거의 모든 무기재료를 사용하기에 이르렀다.^{1,2)}

이와 같이 세라믹스는 금속, 플라스틱 등에 비하여 매우 우수한 기계적 특성, 열적 특성, 전기적 특성, 광학적 특성, 화학적 특성 등이 매우 우수하기 때문에 전기 절연부품, 기계부품, 님시도구, 각종 인조보석,

부싱, 시계부품, 볼펜, 스포츠용품 등 많은 분야별로 다종다양하게 활용되고 있으며 여러 분야에 응용을 위해서 세계적으로 활발히 연구가 진행되고 있다.^{1,3)}

그러나 섬유기계에 사용되는 각종 부품 및 가이드는 체계적인 연구가 이루어지지 않았으며, 소규모 공장에서 전승되고 있는 재래적인 방법으로 생산되고 있다.

따라서 본 연구는 섬유기계용 부품 및 각종 가이드에 사용되는 Al₂O₃계 세라믹스의 최대강도를 얻기 위한 상압소결 최적조건을 구하기 위하여 1,400~1,700°C로 소결온도를 변화시키고 또한 소결최적의 온도에서 소결시간을 변화시켜 얻어진 소결체에 대하여 굽힘강도를 측정하고, 소결 전후의 밀도 및 굽힘시험에 의한 파단면을 조사하였다.

2. 실험방법

2.1 시험편

본 연구에 사용된 시료의 분말 조성은 90%Al₂O₃-4%CaF₂-clay이며, 상압소결 성형기를 사용하여 3*6*24 mm의 시험편을 제작하였다. 이때 사용한 Al₂O₃ 분말은 KM101(평균입경 0.2μm, Kioritz Co. Ltd., Japan)이다. 시험편의 형상과 치수를 Fig. 1에 나타내었다. 시험편의 표면은 #600 다이아몬드지석을 이용하여 평면연삭 후 절단하고, 에머리페이퍼 #3000

접수일 : 2004년 9월 25일
남기우(책임저자) : 부경대학교 신소재공학부
E-mail : namkw@pknu.ac.kr Tel. 051-620-1640
안병건 : 대구기능대학
안석환, 박인덕 : 부경대학교 공과대학

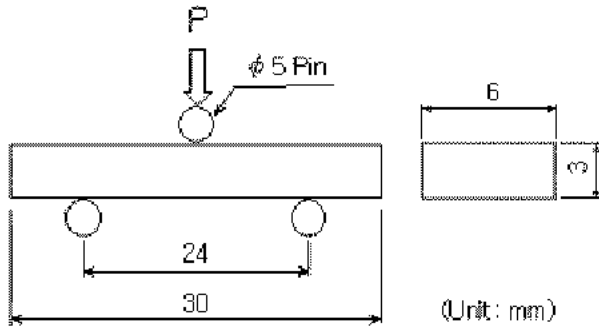


Fig. 1 Three-point bend specimen and loading system

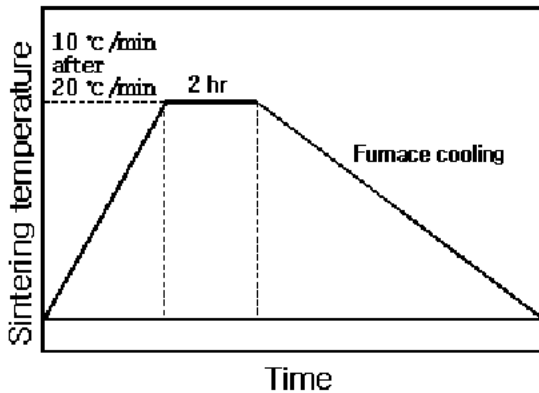


Fig. 2 Schematic illustration of sintering

까지 연마한 후 0.05 μ m의 Al₂O₃ 분말을 사용하여 표면 마무리하였다.

2.2 최적 상압소결 온도의 결정

상압소결의 최적 온도조건을 구하기 위하여 최종 소결온도를 1,400, 1,450, 1,500, 1,600, 1,650 및 1,700 $^{\circ}$ C의 6가지 조건으로 설정하였다. 이때 승온은 Fig. 2에 나타내듯이 각각의 최종온도에 도달할 때까지 1,200 $^{\circ}$ C까지는 20 $^{\circ}$ C/min으로 승온하였고, 1,200 $^{\circ}$ C 이상에서는 약 10 $^{\circ}$ C/min으로 승온하였다. 그리고, 최종 소결온도에 도달하면 2시간을 유지한 후, 실온까지 냉각을 실시하였다.

각 조건에서 소결한 시험편을 사용하여 실온 대기 중에서 크로스헤드 속도 0.2mm/min으로 3점 굽힘시험을 실시하였고, 파단면의 미세조직은 SEM으로 조사하였다.

2.3 1,600 $^{\circ}$ C에서 유지시간에 따른 소결

최적 상압소결 온도인 1,600 $^{\circ}$ C에서 최적 소결 시간을 구하기 위하여 30, 60, 80, 100, 120 및 150min에서 소결하였다. 이때 승온은 2.2절과 같은 방법으로 하였

으며, 1,600 $^{\circ}$ C에 도달하면, 소정의 시간 유지 후, 실온까지 냉각하였다.

각 조건에서 소결한 시험편을 사용하여 2.2절과 같은 방법으로 실온 대기 중에서 크로스헤드 속도 0.2mm/min으로 3점 굽힘시험을 실시하고, 파단면의 미세조직은 SEM으로 조사하였다.

3. 실험 결과 및 고찰

3.1 온도에 따른 굽힘강도

소결온도에 따른 굽힘강도의 결과를 Fig. 3에 나타내었다. 3점 굽힘 시험의 결과, 소결 온도가 1,400 $^{\circ}$ C 일 때는 평균 굽힘응력이 약 131MPa정도로 낮으나, 1,450 $^{\circ}$ C일 때는 평균 굽힘응력이 약 230MPa로 상당히 증가하여, 1,600 $^{\circ}$ C일 때는 평균 굽힘응력이 약 304MPa로 최고값을 나타내었다. 그러나 1,600 $^{\circ}$ C 이상의 온도에서는 오히려 평균 굽힘강도 값이 감소하였다. 따라서 섬유기계용 알루미나계 세라믹스의 상압소결 최적 온도조건은 1,600 $^{\circ}$ C임을 알 수 있었다.

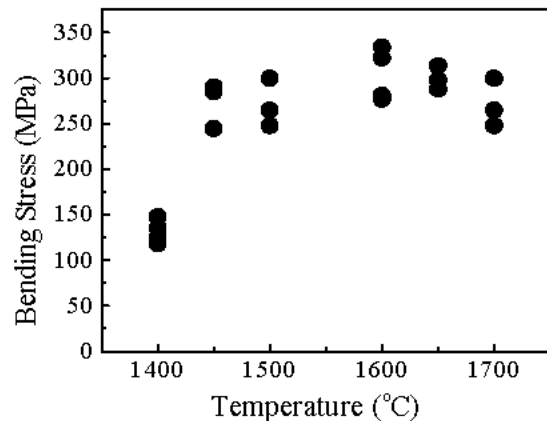


Fig. 3 Relationship between sintering temperature and bending stress

3.2 1,600 $^{\circ}$ C에서 유지시간에 따른 굽힘강도

3.1절에서 얻어진 최적 온도조건인 1,600 $^{\circ}$ C에서 유지시간에 따른 소결시험편의 굽힘강도를 Fig. 4에 나타낸다. 굽힘강도는 유지시간 30분과 60분에서 각각 평균 굽힘응력이 약 296MPa과 290 MPa으로 낮았다. 그러나 유지시간 80분에서 약 314MPa로 증가하였고, 100분에서 평균 굽힘응력이 약 316MPa으로 최고값을 나타낸 후 120분과 150분에서는 약 280MPa로 감소하였다. 따라서 최적 소결 온도 1,600 $^{\circ}$ C에서 가장 적합한 유지시간은 80분~100분임을 알 수 있었다.

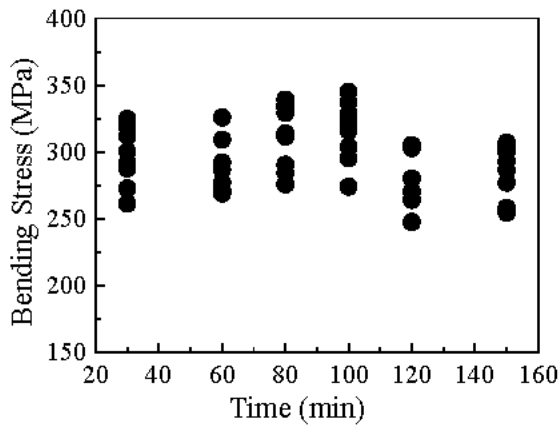


Fig. 4 Relationship between sintering time and bending stress at 1,600°C

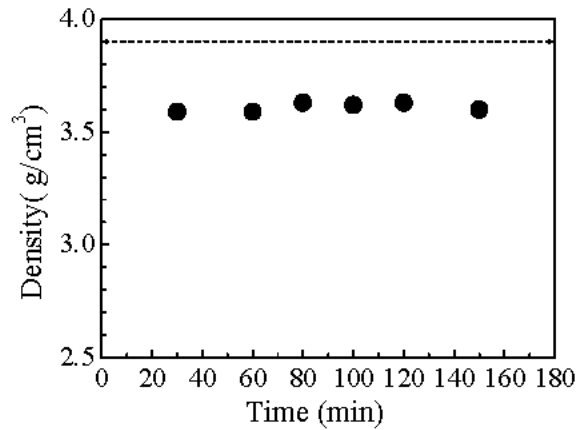


Fig. 5 Relationship between specific density and sintering temperature at 1,600°C (dot line is theoretical density)

3.3 소결체의 밀도

소결이란 소성하는 동안에 제품의 합체를 기술하기 위하여 사용되는 용어이다. 합체는 제품 안에서 입자들이 강도를 가진 응결체(aggregate)로 서로 결합되는 것을 의미한다. 소결이란 말은 보통 수축과 치밀화가 일어난다는 것을 의미한다. 소결에 의한 치밀화에 의해 시료의 밀도가 증가하게 된다. 이러한 밀도의 증가는 보통 세단계로 일어나며 보통 초기의 약 2%의 밀도 증가단계를 초기 단계, 밀도증가의 대부분을 차지하며 치밀화가 일어나는 범위를 중간 단계, 치밀화 속도가 급격히 감소되어 멈추는 영역을 최종 단계라고 부른다. 따라서 이러한 치밀화가 일어나면 시료의 소결밀도는 증가하고 따라서 소결체 강도가 증가한다.

1,600°C에서 유지시간에 따른 소결시험편의 굽힘강도는 100분일 때 평균 굽힘응력이 약 316MPa으로 최고값을 나타내었다. 이와 같은 이유는 소결과정 중 치밀화에 의한 밀도증가가 원인이라 판단되어, 이론 밀도를 계산하고 각각의 유지시간에서의 소결된 시료의 밀도를 측정하여 비교하였다. 본 연구에서 사용된 Al₂O₃계 세라믹스의 이론밀도는 Al₂O₃의 밀도 3.987g/cm³, CaF₂의 밀도 3.2g/cm³, 점토의 밀도 2.85g/cm³이므로 각각의 밀도에 조성비를 곱하여 계산하여 구하였다. 그 결과 Al₂O₃계 세라믹스의 이론밀도는 약 3.88 g/cm³이었다. 이것을 Fig. 5중에 점선으로 나타낸다. 또한, 1,600°C에서 각각의 유지시간을 달리한 시료의 밀도를 측정하였다. 밀도의 측정은 같은 부피의 물의 무게에 대한 각 시료의 무게를 비교하여 산출하는 밀도측정법을 사용하였다.

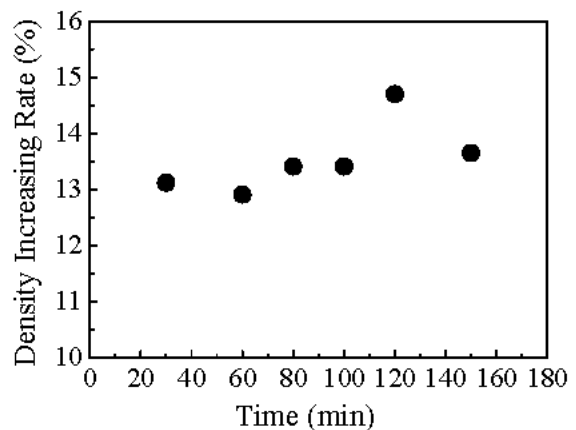


Fig. 6 Relationship between density increasing rate and sintering time at 1,600°C

Fig. 5에는 앞서의 방법으로 구한 이론밀도와 밀도 측정법을 이용하여 구한 각각의 조건에서의 측정밀도를 비교하였다. 그 결과 최종소결온도에 서 유지시간이 80분, 100분, 120분의 경우의 측정밀도의 평균값이 각각 약 3.63, 3.61, 3.63으로 가장 높게 나타나 치밀화 정도가 가장 높음을 알 수 있고, 이는 유지시간이 100분 전후에서 굽힘강도가 가장 높게 나타난 결과와 일치하고 있다.

Fig. 6은 각각의 소결 유지시간으로부터 얻어진 밀도증가율을 나타내었다. 이것은 상압성형 한 것을 기준으로 나타낸 것이다. 소결 유지시간이 80분, 100분, 120분의 경우의 평균 밀도 증가율은 각각 약 13.41%,

13.41%, 14.46%로 120분의 경우가 가장 높게 나타나, 유지시간이 100분일 경우굽힘강도가 가장 높게 나타난 결과와는 약간 상이하였다. 이는, 굽힘강도는 소결체의 평균밀도 증가율보다는 소결체의 밀도에 지배된다는 것을 알 수 있다.

3.4 파단면 조직

Fig. 7은 1,400℃에서 1,700℃까지 소결온도를 변화시키면서 2시간동안 소결한 시험편의 굽힘시험에 의한 파단면을 나타낸다. 소결온도가 비교적 낮은 1,400℃는 세라믹스 분말 입자간의 반응이 아직 완전하지

않은 상태이고, 입자간의 결합이 약한 모습을 보이고 있다. 그러나 온도가 상승함에 따라서 입자간의 반응이 완전하게 이루어져 강한 결합을 나타낸다. 1,400℃에서 넓게 분포되어 있던 기공들이 소결온도가 높아짐에 따라 입계주위로 이동을 하고 있고 그 수도 다수 제거되어지고 있는 현상을 볼 수 있다. 따라서

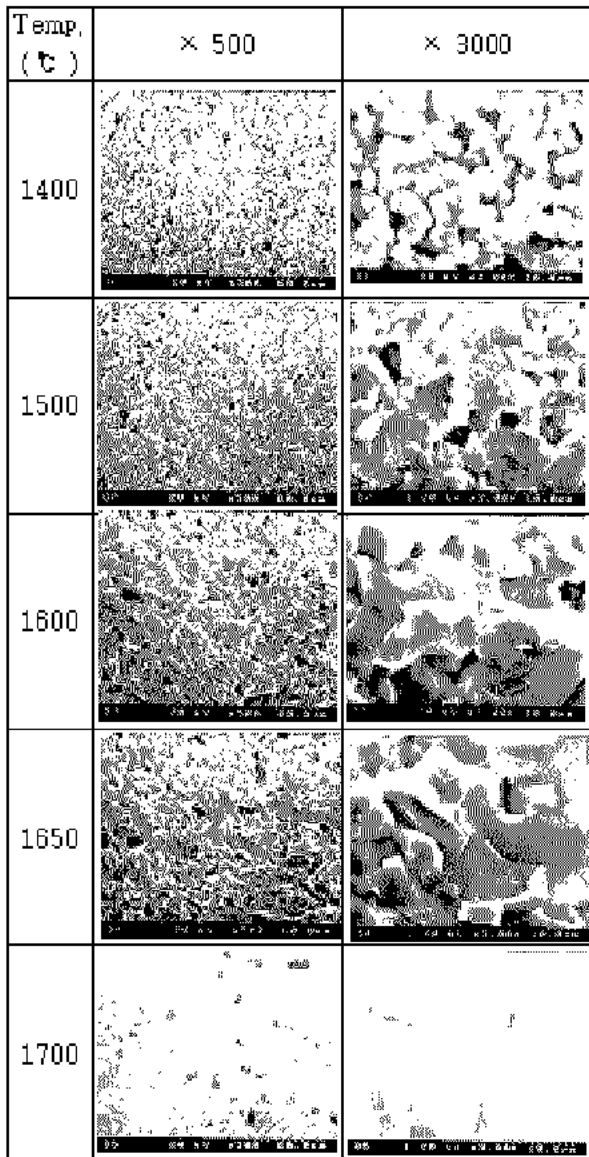


Fig. 7 Fracture surface of sintered specimen from 1,400℃ to 1,700℃ at 2 hours

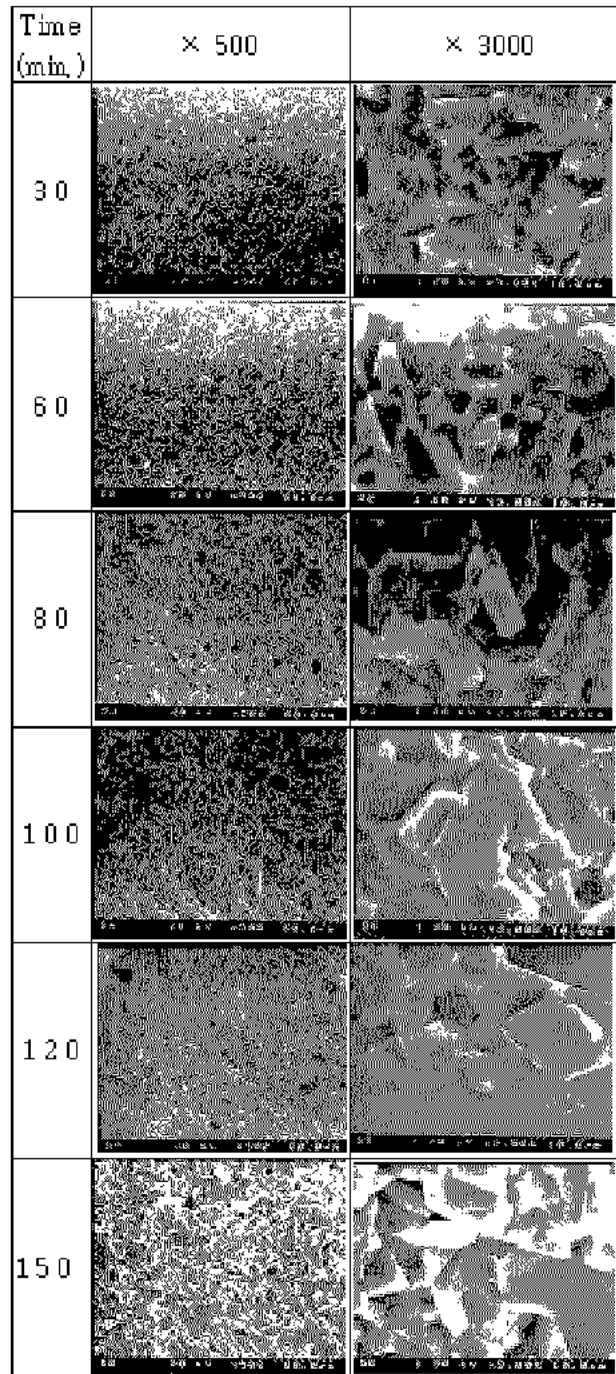


Fig. 8 Fracture surface of sintered specimen from 30 min. to 150 min. at 1,600℃

1,600°C에서의 굽힘강도가 가장 크게 나타나고 있는 것으로 사료된다. 한편 온도가 1,700°C가 되면 소결은 완결되어 있지만, 입자간의 결합이 현저하고 입성장이나 입자형태의 변화가 나타난다. 소결체는 결합성이 떨어지고, 기공이 증가하는 양상이다. 소결온도가 1,650°C를 넘어서면서 판상의 형태로 결정립이 성장하고 있고 판상의 형태에 따른 응력집중 등과 결정립의 조립화가 Fig. 3의 결과에 나타난 강도저하의 원인으로 작용하는 것으로 판단된다.^{1,5,6)}

Fig. 8은 최적의 소결을 나타낸 1,600°C에서 30분에서 150분까지 시간을 변화시켜 소결한 시험편의 굽힘 시험에 의한 파단면이다. 소결시간이 30, 60분의 경우에는 다수의 기공들이 산재해 있고 치밀화가 떨어지고 있다. 이에 반해 소결시간이 100, 120분으로 증가됨에 따라 기공들이 제거되어지면서 치밀화되어지는 양상을 보이고 있다. 따라서 Fig. 4에 나타난 결과에서처럼 이때의 굽힘강도가 가장 크게 나타나고 있는 것과 좋은 일치를 보여준다. 그러나 소결시간이 120분을 전후해서는 앞에서 서술했던 것처럼 판상 형태의 결정성장에 따른 응력집중과 결정의 조립화에 의해 굽힘강도가 떨어지는 결과를 나타내는 것으로 판단된다.^{1,5,6)}

5. 결 론

본 연구에서는 섬유기기용에 사용되는 Al₂O₃계 세라믹스의 최적 상압소결 조건을 찾기 위하여 굽힘시험과 밀도 측정을 실시한 결과, 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1) 각각의 온도조건에서 굽힘시험은 1,600°C의 굽힘강도가 약 316MPa로 가장 높아, 최적의 소결온도는 1,600°C이었다.
- 2) 1,600°C에서 각각의 유지시간에 따른 소결시험편의 굽힘강도는 유지시간이 100분일 때 평균 굽힘응력이 약 316MPa으로 최고값을 나타내어 유지시간이 100분이 최적이라고 판단된다.
- 3) 밀도는 소결 조건 1,600°C, 100분 전후의 밀도 평균값이 가장 높게 나타나 치밀화 정도가 가장 높음을 알 수 있었고, 이는 유지시간이 100분의 전후가 굽힘강도가 가장 높게 나타난 결과와 일치하였다.

참고 문헌

1. W. D. Kingery, H. K. Bowen and D. R. Uhlmann, 1976, "Introduction to ceramics," 2nd Edition, John Wiley & Sons, New York.
2. F. H. Norton, 1974, "Elements of ceramics," 2nd Edition, Addison Wesley Publishing Co., Inc., Reading, Mass.
3. M. W. Barsoum, 1997, "Fundamentals of ceramics," The McGraw-Hill Companies, Inc., New York.
4. ASTM Standard C 1161, 1997, "Standard test method for flexural strength of advanced ceramics at ambient temperature".
5. R. L. Coble and W. D. Kingery, 1956, "Effect of porosity on physical properties of sintered alumina," J. Am. Ceram. Soc., Vol. 39, No. 11, pp. 381-382.
6. S. Saito et al., 1988, "Fine ceramics," Elsevier.