〈연구논문〉 J. Korean Oph. Opt. Soc., Vol. 11, No. 2, pp. 85-89, April 2006

렌즈절삭용 탄화규소계 공구의 크랙전파 거동

이영일
동남보건대학 안경광학과
(2006년 1월 4일 받음, 2006년 3월 3일 수정본 받음)

렌즈 절삭공구의 기계적 특성을 향상시키는 기구에 관한 연구를 하기 위해, 탄화규소와 탄화티타늄을 주재료로 사용되었다. 또한, 소결첨가제로 알루미나와 이트리아를 첨가하였다. 첨가제 조성비는 알루미나와 이트리아 비를 1:1로 유지하였다. 이를 1810℃에서 1시간 일축가압 소결 후 1860℃에서 3, 6 그리고 12시간 동안 열처리 하였다. 열처리 시간이 길어질수록 입자크기는 점점 증가하였다. 미세구조는 주사전자현미경으로 관찰하였으며 이미지프로그램(Image-Pro Plus, Media Cybernetics, Maryland, U.S.A.)으로 상분석 하였다. 파괴기구는 주로 길게 자란 탄화규소 입자에 의한 균열회절에서 일어나고 있음을 알 수 있다. 균열회절기구에 영향을 미친 SiC입자들은 대부분 두께가 2.3μm 이하였고, 장경비는 2.5 이상이었다. 균열가교도 일부 파괴인성 증진기구에 기여함을 알 수 있다.

주제어: 기계적 특성, 일축가압 소결, 미세구조, 상분석

Ⅰ. 서 론

플라스틱 안경렌즈 절삭용 탄화규소계 공구재료의 연구는 여러 소결첨가제를 첨가하거나, 2차상을 첨가하는 여러 연구가 진행되어 왔다.[1~4] 안경렌즈 및 여러 절삭공구재료의 개발은 절삭속도 및 기계적 특성을 향상시키는 방향으로 지속되어 왔으며, 이러한 과정에서 세라믹계 절삭공구는 좋은 특성을 구비하고 있다. 세라믹 소재는 우수한 기계적 특성으로 각광받고 있는 재료이나, 낮은 파괴인성과 난소결성으로 그 응용이 제한되어 오고 있다. 이러한 세라믹소재의 난제를 극복하는 시도가 많이 진행되어 오던 중, 미국의 Padture[5]에 의해 이중 미세구조의 탄화규소를 개발하여 고인성화를 달성하였다. 일반적으로 세라믹스 공구가 가져야할 특성조건은 고온경도와 고온강도, 내마모성, 고인성을 지녀야 한다. 따라서 본 연구는 기계적 특성이 좋은 플라스틱 안경렌즈 절삭용 탄화규소계 재료를 만들고, 절삭공구의 기계적 특성 중 파괴인성을 증가시키는 기구에 관해 연구하고자 한다.

Ⅱ. 실험 방법

파괴인성을 증가시키는 mechanism연구실험에 β-SiC, α-SiC, TiC 등이 사용되었다. 해당조성 비율의 복합물에 소결조제로 Al_2O_3와 Y_2O_3를 1:1 비율로 첨가한 뒤 탄화규소 볼과 polyethylene 병을 사용하여 에탄올을 용매로 24시간 동안 습식 혼합하였다. 소결은 흑연발열체를 내장한 소결로를 사용해 1810℃, 25 MPa의 조건에서 Ar 분위기를 사용하여 1시간 동안 일축 가압 소결하였다. 소결 후 1860℃에서 3, 6, 12시간 동안 Ar 분위기를 사용하여 2차 열처리를 행하였다.

소결밀도는 Archimedes 방법을 사용하여 측정하였고, 각 시편의 이론밀도 혼합법칙(rule of mixture)을 사용하여 구하였다. 소결 및 열처리한 시편들을 자르고 연마하였다. 연마는 소결된 시편을 일축가압 방향에 수직한 면으로 절단한 후 경면연마기를 사용하여 다이아몬드 페이스트 9 → 6 → 3 → 1μm의 순으로 경면연마 하였다. 미세구조는 주사전자현미경(SEM)을 사용하여 관찰하였다.

주 저자 연락처: 이영일, 경기도 수원시 장안구 정자동 937번지 동남보건대학 안경광학과
TEL : 031-249-6515, E-mail : yelee@dongnam.ac.kr

Table 1. List of composition and annealed condition

Sample designation	Batch composition (wt%)					Relative density (%)	Condition	
	β -SiC	α -SiC	TiC	Al_2O_3	Y_2O_3		Temperature	Time
ST1-3	67		23	5	5	99.0	1860℃	3hr
ST1-6	67		23	5	5	98.6	1860℃	6hr
ST1-12	67		23	5	5	98.1	1860℃	12hr
ST2-3	65.5	1.5	23	5	5	99.2	1860℃	3hr
ST2-6	65.5	1.5	23	5	5	98.8	1860℃	6hr
ST2-12	65.5	1.5	23	5	5	98.3	1860℃	12hr

파괴인성 향상기구를 분석하기 위해 이미지프로그램 (Image-Pro Plus, Media Cybernetics, Maryland, U.S.A.)을 통해 상분석 하였다. 비커스 Indentation 방법으로 파괴인성을 측정하였다.[6]

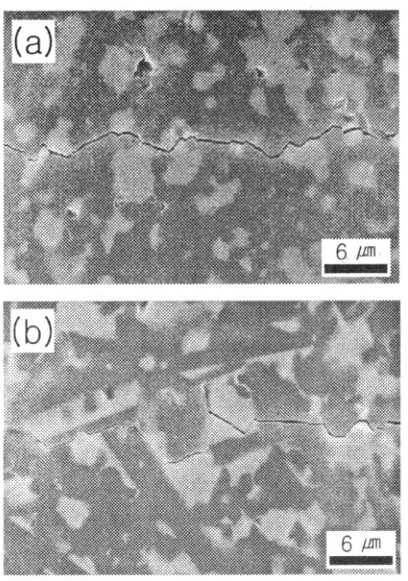

Fig. 1. SEM micrographs of crack paths by a vickers indentor: (a) ST2-3 and (b) ST2-6

Ⅲ. 결과 및 고찰

각 시편은 Table 1에서 보여주는 것처럼, 상대밀도가 98.1% 이상의 높은 상대밀도를 보여주고 있다. 이것은 소결조제(sintering additives)인 알루미나와 이트리아의 도움으로 치밀화 할 수 있었다. 또한, 열처리 시간이 증가함에 따라 상대밀도가 감소함을 나타내었다. 일반적으로 액상소결 일축 가압소결한 시편들은 열처리 공정에서 소결첨가제가 고온에서 액상이 형성되므로 액상의 휘발이나 화학반응에 의한 액상의 손실로 밀도 저하가 생긴다.[7] 전체적인 미세구조의 특성은 시간

이 지남에 따라 길게 자란 미세구조를 보여주고 있다. 이는 열처리 시간이 플라스틱 안경렌즈 절삭공구의 미세구조 및 기계적 특성에 영향을 주고 있음을 알 수 있었다. Fig. 1은 열처리한 시편의 파괴진전 미세구조를 보여주고 있다. 소결 후 열처리한 시편들의 미세구조를 보면, 주사전자현미경(5800, JEOL, Japan)에 의한 미세구조에서 어둡게 보이는 것은 탄화규소 입자이며, 밝게 보이는 입자는 탄화티탄이다. 이 미세구조 사진을 통해 보면 길게 자란 탄화규소 입자에 의한 균열회절이 증가되어 파괴 인성값이 증가됨을 알 수 있다. Fig. 2는 ST1-6시편의 파단면을 보여주고 있다. 이 시편의 파괴양상을 보면 입계파괴를 보여주고 있다. 이러한 결과는 소결첨가제로 첨가한 알루미나와 이트리아계의 입계상이 균열회절 및 균열가교 등의 파괴인성 증진 기구로 작용하기에 적합한 액상임을 보여주고 있다.

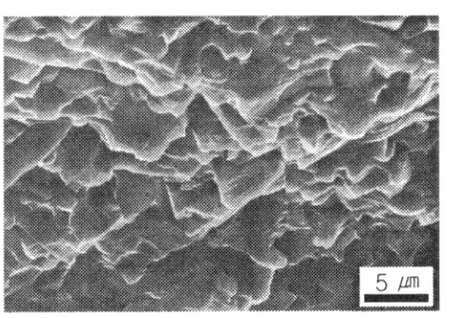

Fig. 2. SEM micrographs of the fracture surfaces of annealed samples for ST1-6.

Table 2. List of the microstructure-crack interaction

	D(μm)	L(μm)	Aspect Ratio
1	2.20	7.60	3.45
2	3.60	12.40	3.44
3	2.00	7.20	3.60
4	2.20	7.20	3.27
5	2.80	9.20	3.29
6	1.20	4.60	3.83
7	2.80	9.20	3.29
8	3.60	10.40	2.89
9	1.10	4.25	3.86
10	1.95	5.10	2.62
11	3.25	7.50	2.31
12	2.10	5.60	2.67

(a) Transgranular fracture

	D(μm)	L(μm)	Aspect Ratio
1	1.43	4.00	2.80
2	2.00	5.43	2.71
3	2.57	15.73	6.11
4	0.86	9.15	10.67
5	1.50	10.50	7.00
6	1.60	9.20	5.75
7	1.20	7.60	6.33
8	2.40	9.20	3.83
9	0.80	2.40	3.00
10	1.20	9.20	7.67
11	1.20	6.40	5.33
12	0.80	7.60	9.50
13	1.20	9.60	8.00
14	1.20	8.00	6.67
15	2.40	6.80	2.83
16	2.20	6.00	2.73
17	1.00	2.40	2.40
18	1.20	7.60	6.33
19	2.00	11.20	5.60
20	1.40	4.40	3.14
21	0.99	5.61	5.67
22	1.16	3.63	3.14
23	0.99	5.28	5.33
24	1.65	7.26	4.40
25	0.99	4.29	4.33
26	1.32	3.30	2.50
27	1.98	6.60	3.33
28	1.65	7.92	4.80
29	1.32	4.95	3.75

(b) Crack deflection fracture

	D(μm)	L(μm)	Aspect Ratio
1	0.63	1.72	2.73
2	2.50	11.00	4.40
3	1.00	4.00	4.00
4	0.67	2.66	4.00
5	1.75	6.00	3.43
6	1.25	3.50	2.80
7	0.50	3.80	7.60
8	0.80	2.60	3.25
9	0.70	3.80	5.43
10	1.00	4.30	4.30
11	0.76	4.10	5.39
12	0.98	4.41	4.50
13	0.97	4.06	4.19

(c) Crack bridging fracture

보다 구체적으로 플라스틱 안경렌즈 절삭용 공구의 파괴인성을 증진시키는 기구를 알기 위해 주사전자현미경으로 본 파괴진전 미세사진을 이미지 프로그램으로 상분석 하였다. 파괴 기구를 크게 3가지로 구분하였다. 파괴진전이 입자를 뚫고 지나간 입내파괴와 입계를 지나간 입계파괴 중 균열회절 그리고, 균열가교로 분리하였다. 이미지를 통해 분석한 data는 Table 2에서 보여주고 있다. 이를 통해 알 수 있듯이, 플라스틱 안경렌즈 절삭용 재료의 파괴기구는 주로 균열회절에서 일어나고 있음을 알 수 있다. 모두 54개의 파괴입자에서 29개(53.7%)가 균열회절로 나타났으며, 균열가교는 13개(24.0%)로 나타났다. 한편, 입내파괴는 12개(22.3%)가 조사되었다. 균열회절 기구에 영향을 미친 탄화규소 입자들은 대부분 두께가 2.3μm 이하였고, 장경비(aspect ratio)는 2.5 이상이었다(Table 2). 길게 자라 절단된 입자들은 대부분 2~4.5 범위의 장경비(aspect ratio)와 2~4μm 범위의 두께를 갖고 있었다. 균열가교에 기여한 입자들은 균열회절에 기여한 입자들보다 두께가 가늘고 길이가 짧았으며, 입내균열파괴에 기여한 입자들은 균열회절에 기여한 입자들보다 상대적으로 두껍고 긴 입자들이었다. 특히, 균열가교에 기여한 입자들은 두께가 2μm 이하였다. 이는 균열의 팁이 강화된 입자를 지나는 동안, 이 입자들의 휘어짐에 의해 응력을 받을 때, 두꺼운 입자들이 가는 입자들보다 유연성이 적어서 2μm보다 두꺼운 길게 자란 SiC 입자들

은 균열가교 기구를 일으키지 못하고, 휘어지는 동안 파괴가 일어나, 입내파괴를 일으킨다.

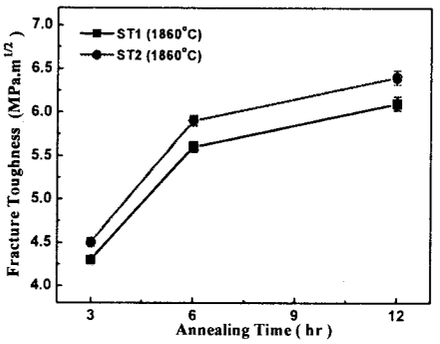

Fig. 3. Variation of the fracture toughness and annealing time of the hot-pressed samples.

Fig. 3은 일축 가압소결한 후 다시 열처리한 시편의 파괴인성을 보여준다. 상대적으로 작고 조밀한 조성을 갖는 ST1-3과 ST2-3은 4.3과 4.5 MPa·m1/2의 낮은 파괴인성 값을 갖는다. 반대로, 상대적으로 크고 길게 자란 입자 조성을 갖는 ST1-12와 ST2-12는 비교적 높은 6.1과 6.4 MPa·m1/2의 파괴인성 값을 갖는다. 이는 크게 자란 입자에 의해 발생한 균열회절이 파괴인성 증진에 직접적인 영향을 주었음을 알 수 있다. 위의 실험결과를 통해 탄화규소계 절삭용 재료의 파괴인성증진기구에 기여하는 것은 균열회절임을 확인할 수 있었고, 균열가교 기구도 일부 기여함을 알 수 있다. 균열회절이 많이 발생하면 그만큼 더 우수한 탄화규소계 플라스틱 안경렌즈 절삭공구를 만들 수 있음을 알 수 있었다.

Ⅳ. 결 론

탄화티탄을 2차상으로 첨가하여 플라스틱 안경렌즈 절삭용 재료를 제조하였다. 열처리 시간이 짧은 대부분의 미세구조는 상대적으로 등방형 구조를 갖는 모양이었으나, 열처리 시간이 긴 시편의 경우 크게 길게 자라는 입자를 관찰할 수 있었다. 상분석기를 이용하여 파괴된 입자를 분석한 결과 53.7%의 균열회절이 관찰되었고, 균열가교 및 입내파괴는 각각 24.0%와 22.3%로 나타났다. 균열회절기구에 영향을 미친 탄화규소 입자들은 대부분 두께가 2.3μm 이하였고, 장경비(aspect ratio)는 2.5 이상이었다. 균열가교 기구도 일부 기여함을 알 수 있다. 특히, 균열가교에 기여한 입자들은 두께가 2μm 이하였다.

감사의 글

본 논문은 동남보건대학 2005년도 학술연구비 지원에 의해 수행되었습니다.

참고문헌

[1] Y. I. Lee and Y. W. Kim, "Process-tolerant SiC-TiC composites", J. Mater. Sci. Lett., 21:883-86(2002).

[2] Y. W. Kim and Y. I. Lee, "Microstructure and fracture toughness of in-situ-toughened SiC composites", Inter. J. Mater & Pro. Tech., 18:222-37(2003).

[3] Y. I. Lee, Y. W. Kim and Mitomo. M, "Microstructure stability of fine-grained silicon carbide ceramics during annealing", J. Mater. Sci., 39(4):3613-17(2004).

[4] S. H. Lee, Y. I. Lee, Y. W. Kim and Mitomo. M, "Mechanical properties of hot-forged silicon carbide ceramics", Scripta. Mater., 52(2):153-56(2005).

[5] N. P. Padture, "In-Situ Toughened Silicon Carbide", J. Am. Ceram. Soc., 77(2):519-23 (1994).

[6] G. R. Anstis and D. B. Marshall, "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements", J. Am. Ceram. Soc., 64(9):533-38(1981).

[7] Y. W. Kim and J. G. Lee, "Pressureless Sintering of Alumina-Titanium Carbide Composites", J. Am. Ceram. Soc., 72(8): 1333-37(1989).

Crack Path Behavior of SiC Based Tools for Spectacle Lens Cutting

Young-Il Lee

Department of Optometry and Vision Science Dongnam Health College

(Received January 4, 2006 : Revised manuscript received March 3, 2006)

To research of the improved mechanical properties of materials for spectacle lens cutting, SiC and TiC were used as the main powder. Also, Al_2O_3 and Y_2O_3 was included as a sintering additive. The weight ratio of the alumina(Al_2O_3) to yttria(Y_2O_3) was set to 1:1. The materials for spectacle lens cutting were fabricated by hot-pressing at 1810℃ for 1h and subsequently annealed at 1860℃ for 3, 6 and 12h to initiated grain growth. The longer annealing time is, the bigger the grain size is. The microstructures were observed by scanning electron microscopy (SEM). The SEM images were quantitatively analyzed by image analysis (Image-Pro Plus, Media Cybernetics, Maryland, U.S.A.). Crack deflection by elongated SiC grains was most frequently observed as the dominant toughening mechanism. Crack deflection was generally observed for elongated SiC grains with aspect ratio(AR) > 2.5 and grain thickness < 2.3μm. Crack bridging was also observed as one of the operating toughness mechanism.

Key words: Mechanical property, Hot-pressing, Microstructure, Image analysis