

◆특집◆ 초정밀가공기술

초정밀가공을 위한 구조 세라믹스의 미세구조 분석

곽태수*

Microstructure Analysis for Efficiency Grinding of Structural Ceramics

Tae-Soo Kwak*

Key Words : Structural Ceramics (구조 세라믹스), Mirror surface grinding (경면연삭), Intergranular Fracture (입계 파괴), Transgranular Fracture (입내파괴), Surface Roughness (표면조도)

1. 서론

세라믹스 재료는 열팽창 계수가 낮고, 내전압 특성이 양호하며 내마모성, 내식성등 우수한 물리적, 화학적 특성을 가지고 있으며 기능성 재료로서 반도체 공정을 비롯한 각종 첨단산업 분야에 활발히 응용되고 있다. 세라믹스의 우수한 기능적 특성으로 인해 전통적인 소결로의 내화물 재료를 비롯하여 전자재료, 생체재료, 첨단 정밀공작 기기 및 계측기기의 정밀부품으로 적용되는 등 산업적 가치가 매우 높은 재료이다. 특히, 구조용 세라믹스는 우수한 화학안정성, 고경도, 고내열 특성 등으로 고온, 고진공, 고응력과 같은 극한 환경하에서 내마모 부품 재료의 후보물질로 주목 받고 있다.¹ 그러나 이러한 세라믹 재료들의 우수한 기계적, 화학적, 열적 특성에도 불구하고 금속재료에 비해 경도가 높고, 취성이 강하므로 기계가공이 어려운 특징을 가지고 있어 응용성에 제한을 받아왔다. 최근에는 구조 세라믹 재료인 SiC 를 고온에서 염소 처리하여 탄소 표면 층을 얻어 내마모 특성을 개선^{2,3} 하고 재료 코팅 및 내마모 부품에 적

용하는 등 세라믹스의 응용성을 높이기 위한 연구가 활발히 진행되고 있다.⁴

세라믹스의 기계가공은 다이아몬드 공구에 의한 절단, 연삭이 주류를 이루고 있으나 고능률 가공이 어렵고, 복잡한 형상가공에 많은 시간이 소요되는 문제점을 가지고 있다. 이와 같은 문제를 해결하기 위하여 다이아몬드 공구에 의한 기계가공 이외에 레이저를 이용한 세라믹 가공기술이 적용되고 있다. 레이저가공은 재료를 국소적으로 용융, 증발 또는 분해하여 제거하는 가공으로서 종래의 다이아몬드 공구에 의한 가공에서는 어려운 고능률 가공 및 복잡형상의 가공이 가능한 장점이 있으므로 세라믹스의 유력한 가공방법으로서 기대되고 있으나 가열함에 따라 발생하는 열응력의 영향으로 피가공재가 깨지거나 크랙이 발생하는 단점이 있다.⁵ 세라믹스의 형상가공을 위해서는 건조와 소성을 하지 않은 성형체 또는 생소지(Green Body)를 압축 성형한 후 절삭하여 제작하거나 분말 사출성형 등의 방법으로 형상을 제작하고, 이와 같이 만들어진 성형체를 소결한 후 제품을 완성한다. 이와 같은 가공방법에도 소결 공정에 따른 형상 및 치수 변화가 동반되므로 최종품의 정밀형상 치수를 얻기 위해서는 기계가공에 의한 마무리 공정이 필수적이다.

본 연구는 세라믹스의 고효율 가공을 위해 알루미나(Al_2O_3) 구조용 세라믹 소재를 개발하고 이에 대하여 미세구조 분석 및 연삭성을 평가한다.

* 국립진주산업대학교 기계공학과
Tel. 055-751-3317, Fax. 055-751-3319
Email tskwak@jinju.ac.kr

세라믹 초정밀가공 특히, 나노가공을 이용한 난삭 재료의 고효율 형상가공 기술에 관심을 두고 연구활동을 하고 있다.

또한, 분말의 종류와 소결 방식에 따른 세라믹 조직의 변화를 분석하고 이에 따른 강도 및 연삭 특성을 평가한다.

2. 실험방법

2.1 시편제조

실험시편의 소재는 알루미나(Al_2O_3)로 내열 내마모성이 우수한 구동기구, 정전척, 요도구 등에 널리 적용되는 구조 세라믹스이다. 재료 및 물성 분석은 기계적 강도, 미세 표면경도, 결정립크기 등의 특성을 분석하여 기계적 특성과 미세구조의 상관관계를 관찰하고 열처리 조건 변경이 물성에 미치는 영향을 확인한다.

알루미나의 연삭 특성을 분석하기 위해 본 연구를 통해 개발된 YA 및 YB 재료와 시판용 소재인 M 및 S 시편을 선정하여 직경 50mm, 두께 10mm의 시편을 제작(Fig. 1)하고 미세구조를 분석하여 입경과 연삭 특성의 상관관계를 분석하였다. 한편, 알루미나의 기계적 특성과 미세구조를 분석하기 위해 알루미나 분말 99.8% low soda(LS998), 99.6% low soda(LS996), 99.5% normal soda(NS995), 3 종류를 사용하여 시편을 제작하고 각 재료에 대해 온도유지 구간 없이 소성한 시편 LS998_A, LS996_A, NS995_A 의 3 종류와 소성시 결정립 제어 위해 온도유지 구간을 둔 시편 LS998_B, LS996_B, NS995_B 의 3 종류의 시편을 각각 만들었다.

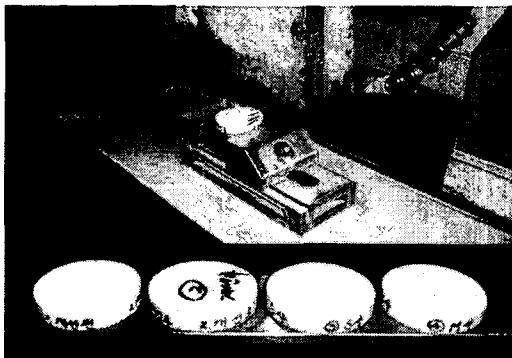


Fig. 1 Photograph of Al_2O_3 test pieces and grinding experiments

2.2 연삭실험

알루미나 소재의 연삭 성능을 평가하는데 사용된 연삭기는 Jones & Shipman의 FORMAT5 200이며 YA, YB, M, S 4 개의 시편에 대해 동일가공 조건으로 연삭하였으며, 가공조건은 절입량 5um, Step Feed 5mm, F3000, 입도 200의 다이아몬드 슛들을 사용하였다. 표면조도 측정은 Kosaka의 SE-3500 표면조도계를 이용하여 Ra, Ry, Rz 값을 측정하였다.

2.3 굽힘강도 및 표면경도

기계적 강도시험은 만능재료시험기(Instron model 5454 및 4204, Fig. 2)에 의해 굽힘 강도를 측정하였으며, 시편은 KS1591에 근거하여 3mm×4mm×36mm의 크기로 제작되었다. 시편의 중앙부위에 금속봉으로 하중 2kN, 속도 5mm/min의 조건으로 굽힘강도를 측정하였다. 각 시편의 표면경도는 비커스 경도 시험기(VMT-7)에 의해 이루어졌으며 10mm 길이로 준비하여 지립의 평균입경이 각각 8um, 4um, 1um, 0.25um의 연마재로 표면에 흠집이나 굽힘없이 매끄럽게 폴리싱한 후 측정하였다. 하나의 시편을 임의의 지점에서 총 8회 측정하여 평균값을 구하였다.



Fig. 2 Universal material testing machine, Instron 4204 and 5454

2.4 결정립크기 분석

시편의 결정립 크기 관찰은 FE-SEM(JEOL JSM6700F)을 이용하여 이루어졌으며 표면경도 측정 시편과 동일한 과정으로 폴리싱한 후 조직의 구조가 쉽게 관찰될 수 있도록 열에칭(Thermal etching)하였다. 열에칭은 10℃/min 조건으로 1500℃까지 150분에 걸쳐 가열하고 1500℃에서 150분간 유지하였다. 입경은 단위면적당의 결정립의 수를

측정하는데, 일정한 원안에 들어있는 결정립의 수와 단주와 교차하고 있는 결정립의 수를 측정하여 계산하는 Jefferise 법을 이용하였다.

3. 결과 및 고찰

세라믹 소재의 연삭 특성을 분석하기 위해 본 연구에서 개발된 YA 및 YB 시편과 시판 소재인 M, S의 시편을 제작하였다. 알루미늄의 기계적 특성과 미세구조의 상관관계를 확인하고 피가공 특성을 개선하기 위해 개발한 LS998_A/B, LS996_A/B, NS995_A/B 6 종류의 시편을 제작하였다. 실험 시편의 미세구조 분석은 FE-SEM 을 이용하여 평균입경을 측정하고 조직사진을 촬영하여 각 시편의 조직 상태를 가시화 하였으며, 각 시편에 대해 표면경도 및 굽힘 강도, 연삭 실험 후 표면조도를 각각 측정하여 미세구조와 연삭 특성을 평가하였다.

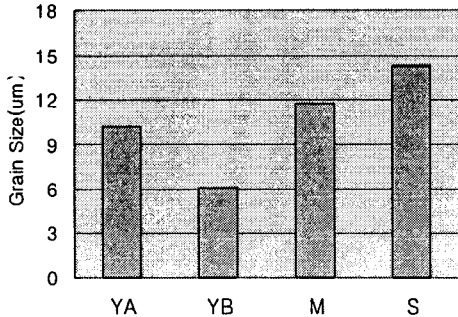


Fig. 3 FE-SEM analysis results for average grain size measured by Jefferise method

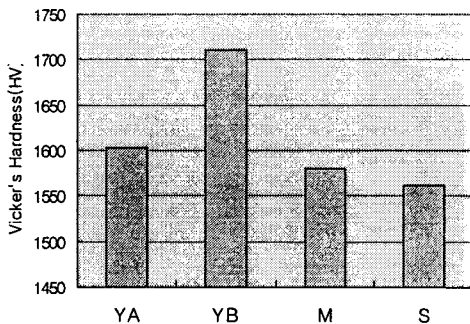


Fig. 4 Vicker's hardness testing results

3.1 연삭특성

FE-SEM 을 이용하여 Jefferise 법에 의해 얻어진 시편의 평균입경은 Fig. 3 과 같이 YA: 10.17um, YB: 6.1um, M: 11.8um, S: 14.3um 로 평균입경의 크기는 S > M > YA > YB 의 순서로 YB 재료가 가장 작았다. 표면경도는 하나의 시편을 총 8 회 측정하여 평균값을 구하였다. 표면경도는 Fig. 4 와 같이 입경과 반비례하여 YB > YA > M > S 의 순으로 나타났다.

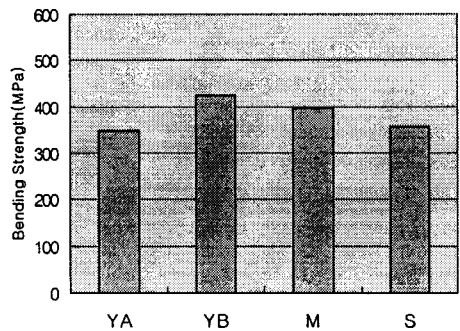


Fig. 5 Bending strength measured by universal material testing machine

한편, 만능재료 시험기(Instron model 4204)를 이용하여 굽힘 강도를 측정한 결과 굽힘 강도는 Fig. 5 와 같이 YB > M > S > YA 의 순으로 YA 를 제외하고는 평균입경과 반비례하고 있음을 알 수 있었다.

파괴 발생의 원인으로서는 기공, 이물, 이상입자, 표면흄 등이 있으나, 본 논문의 굽힘 강도 실험에 있어서 영향을 미친 요인으로 평균입경과 함께 기공, 이상입자 성장이 유력하다. 시편은 모두 동일 조건에서 폴리싱하여 제작되었으므로 표면 상태의 영향으로 보기는 어렵다. Fig. 6 과 같이 FE-SEM 을 통한 조직 사진에 의하면 YA 의 기공율은 M 시편과 비슷한 수준이나 이상입자의 성장이 진행된 것이 확인된다. 이것은 YA 시편이 결정립간 결합력이 타 시편에 비해 낮아 입계파괴가 발생하여 강도 저하가 있었을 것으로 사료된다.

각 시편의 연삭 특성을 조사하기 위해 기준면을 가공한 후 동일 연삭 조건에서 연삭 깊이 0.11mm, 가공시간 4min 동안 실시하고 표면조도를 측정하여 Fig. 7 과 같은 결과를 얻었다. 4 종류의 시편 모두 연삭 저항이 4% 이하로 모니터링 되었

으며 비교적 안정적으로 연삭이 진행되었다. 표면 조도는 YB > YA > M > S 의 순으로 나타났으며 평균입경의 크기와 정확히 반비례하는 결과를 얻었다.

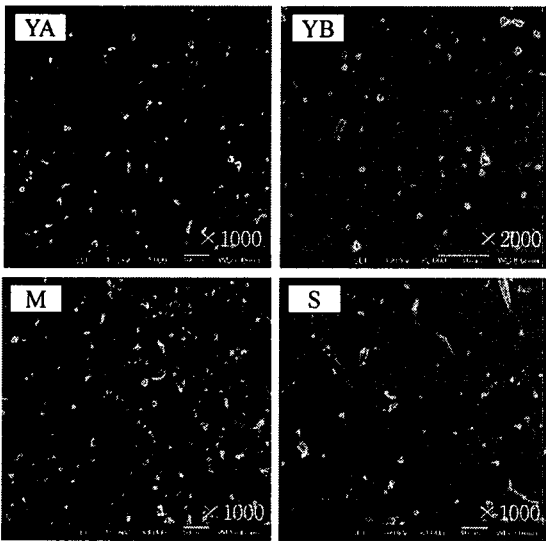


Fig. 6 FE-SEM pictures of micro-structure texture

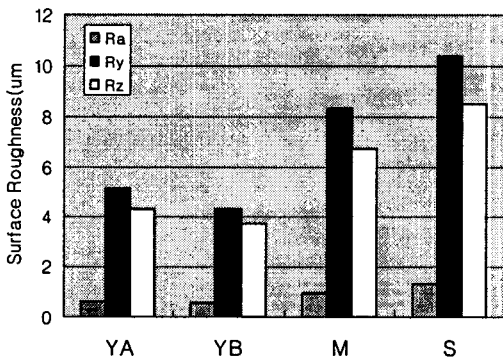


Fig. 7 Results of surface roughness measured on ground surface

3.2 미세구조와 기계적 강도

알루미나의 기계적 특성과 미세구조의 상관관계를 확인하고 피가공 특성을 개선하기 위해 개발한 LS998_A/B, LS996_A/B, NS995_A/B 6 종류에 대해 각각의 실험에 필요한 18 개의 시편을 제작하였다. FE-SEM 에 의해 측정된 평균입경은 Fig. 8 의 결과와 같이 LS998_A/B, LS996_A/B, NS995_

A/B 는 각각 6.3um/6.2um, 6.5um/6.1um, 8.5um/5.5um 으로 나타났다. NS995_A 시편은 평균입경이 큰 반면에 시편별 편차가 심하고 다른 시편에 비해 넓은 영역에서 분포하였다. 측정 결과를 살펴보면 온도유지 구간을 둔 소결 조건하에서 평균입경이 줄어드는 것을 확인할 수 있었다.

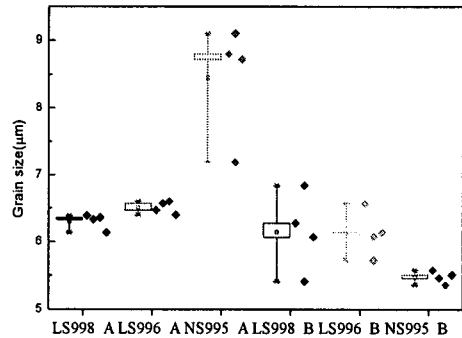


Fig. 8 FE-SEM analysis results of average grain size

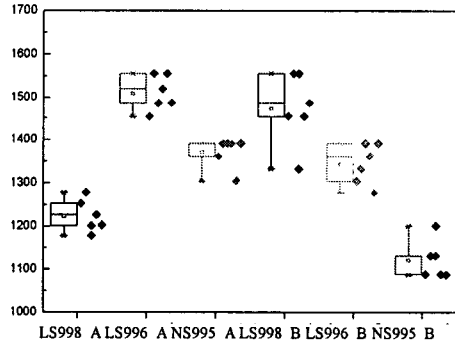


Fig. 9 The results of vicker's hardness testing

표면경도는 동일 시편에 대해 총 8 번 측정하여 평균하여 구했으며 각각 HV 1223/1473, 1486/1343, 1386/1099 로 나타났다(Fig. 9). LS998_A/B 시편을 제외하고 온도유지 구간을 둔 시편은 평균입경이 작아졌음에도 불구하고 경도저하가 나타났다. 이와 관련하여 각 시편에 대해 밀도를 측정하고 조직사진을 분석하였다. 각 시편에 대해 밀도 (g/cc)는 3.76/3.79, 3.79/3.81, 3.88/3.61 로 LS998_A/B, LS996_A/B 시편의 경우 온도유지 구간을 두는 경우에 밀도가 높아졌고 NS995_A/B 시편에서는 오히려 낮아졌다. 또한 Fig. 10 의 조직사진을 분석한 결과 LS998_A/B 은 기공이 줄어든 반면, LS996

_A/B, NS995_A/B 의 경우에는 기공이 증가된 것을 확인하였다. 밀도 및 조직사진 분석을 통해 기공의 증감에 따른 표면경도의 변화를 확인할 수 있었다.

각 시편에 대해 만능재료 시험기(Instron model 5454)에서 굽힘 강도를 측정한 결과는 Fig. 11 과 같다. LS998_A/B, LS996_A/B 시편에서 온도유지 구간이 있는 경우에 굽힘 강도가 증가한 반면 NS995_A/B 의 경우에는 굽힘 강도가 저하되었다. 굽힘강도가 저하된 원인을 분석하기 위해 파단면의 FE-SEM 조직사진(Fig. 12)으로 확인한 결과 LS998_A 와 NS995_B 시편에서는 입계 파괴가 일어난 반면 Fig. 12 의 원내와 같이 나머지 시편에서는 입내 파괴가 확인 되었다.

따라서 LS998_A 와 NS995_B 시편은 입자간 결합력이 타 재료에 비해 낮음을 알 수 있고 앞선 실험에서 확인된 바와 같이 기공율이 다른 시편에 비해 높으며 밀도가 낮기 때문에 굽힘 강도가 낮게 나타난 것으로 사료된다. 한편, NS995_A 시편의 경우에 시편 별로 굽힘 강도의 편차가 매우 컸다. 이것은 평균 입경의 편차가 크기 때문에 나타난 현상으로 사료된다.

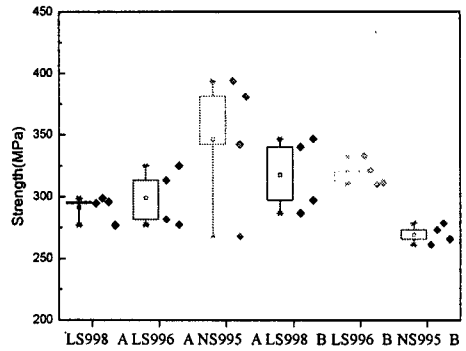


Fig. 11 Results of bending strength testing

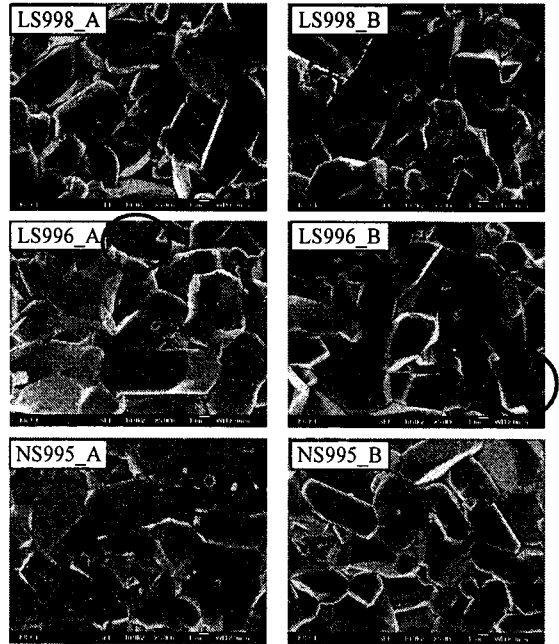


Fig. 12 FE-SEM pictures for observation of intergranular and transgranular(inside of circles) fracture

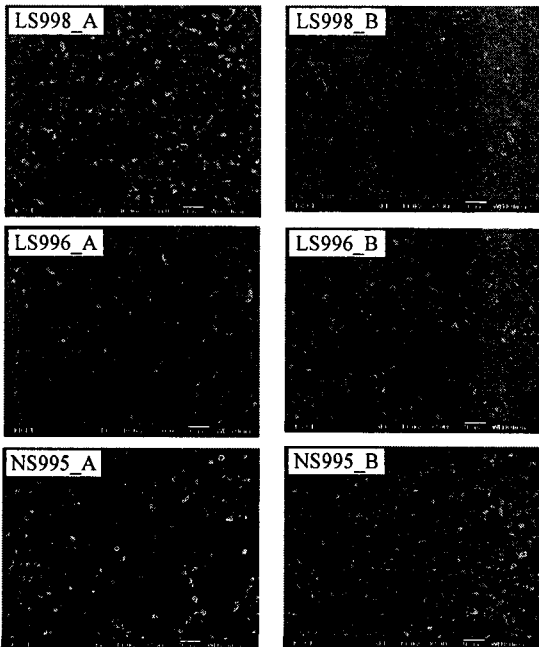


Fig. 10 FE-SEM pictures for observation of micro-structure textures and micro pores

4. 결론

세라믹스의 고효율 가공을 위해 알루미늄(Al_2O_3) 구조용 세라믹 소재를 개발하고 이에 대하여 미세구조 분석 및 연삭 성능을 평가하였다. 평균입경은 세라믹 소재의 경도 및 강도와 밀접한 상관관계를 가지고 있으며, 연삭 특성과도 연관성이 높은 것으로 사료된다. 연삭 특성 실험에서 표면조도는 평균입경의 크기와 반비례하고 굽힘 강

도는 입내 파괴인 경우에는 평균입경의 크기와 비례하나 입계 파괴가 발생하는 경우에는 현저하게 낮아지는 것을 확인하였다. 입도 200 의 다이아몬드 스톨을 이용한 연삭 실험에서 표면조도 R_y 는 시편에 따라 평균 입경의 50% ~ 72% 수준이었다. 미세구조 분석 실험에서는 시편의 소결시 온도유지 구간의 여부에 따라 기공이 증감하였고 이에 따른 표면경도의 변화가 발생하였다. 온도유지 구간을 두는 경우에 평균 입경은 줄어들었다. 굽힘강도는 밀도가 낮고 기공률이 높으며 입계 파괴가 발생할 때 강도 저하가 현저하게 일어났다.

참고문헌

1. Hsu, S. M. and Shen, M. C., "Ceramic Wear Maps," Wear, Vol. 154, No. 75, p. 200, 1996.
2. Gogotsi, Y., Welz, S., Ersoy, D. A. and McNallan, M. J., "Conversion of Silicon Carbide to Crystalline Diamond-structured Carbon at Ambient Pressure," Nature, Vol. 283, No. 86, p. 411, 2001.
3. Gogotsi, Y., Jeon, I. D. and McNallan, M. J., "Carbon Coatings on Silicon Carbide by Reaction with Chlorine-containing Gases," J. Mater. Chem., Vol. 1841, No. 48, p. 7, 1997.
4. Grill, A., "Tribology of Diamond-like Carbon and Related Materials: An Updated Review," Surface and Coatings Technology, Vol. 507, No. 13, pp. 94-95, 1997.
5. Kuwaharada, S., Nakamura, T., Sawasaki, H. and Terao, T., "The Study of Cutting Process of Ceramics using CO₂ Laser Maching," Institute of Kagoshima Industry Technology, Research report, No. 16, pp.5-9, 2002.