



工學碩士 學位論文

高出力 다이오드 레이저를 이용한 窒化硅素세라믹의

레이저 豫熱旋削에 관한 硏究

A Study on Laser-assisted Machining of Silicon Nitride using High Power Diode Laser



2010年 2月

韓國海洋大學校 大學院

機關ハ스템工學科

李 修 眞

本 論文을 李修眞의 工學碩士 學位論文으로 認准함



2009年 12月 24日

韓國海洋大學校 大學院

機關시스템工學科

李修眞

Abstract

1. 서론	1
1.1 연구 배경 및 목적	1
1.2 연구내용	5

3. 실험 재료 및 방법	— 45
3.1 실험재료와 장치의 구성	45

L 실험재료 ····································	3.1.1
2 실험장치	3.1.2
실험 및 분석 방법	3.2 실
l 실험방법 ·······56	3.2.1
2 분석방법60	3.2.2

4.실험 결과 및 고찰 ——————————————————————————————————	52
4.1 질화규소 세라믹의 예열특성	52
4.1.1 출력에 따른 질화규소 세라믹의 조직적 변화	52
4.1.2 이송속도에 따른 예열된 질화규소 세라믹 표면의 산화	70
4.1.3 소결방법에 따른 질화규소 세라믹의 예열특성	77
4.2 HIP 처리된 질화규소 세라믹의 레이저 예열선삭 특성	30
4.2.1 파라메타 변화에 따른 시편의 표면관찰	30
4.2.2 절삭된 칩의 형상관찰 {	36
4.2.3 절삭력 및 절삭공구의 변화) 1
4.3 소결방법에 따른 질화규소 세라믹의 예열선삭 특성비교) 5
4.3.1 파단면을 이용한 조직적 관찰) 5
4.3.2 절삭된 시편의 표면비교) 7
4.3.3 절삭된 칩의 형상비교)5
4.3.4 절삭력 및 절삭공구 수명의 비교)8
4.4 세라믹의 종류 및 레이저열원에 따른 예열선삭의 가능성 평가 11	3
4.4.1 각종 세라믹의 레이저 흡수율에 따른 가공성 평가	3
4.4.2 CO ₂ 레이저를 사용한 세라믹 예열선삭시의 절삭특성	17
4.5 질화규소의 절삭 메커니즘 및 조직적 거동의 규명	36
4.5.1 레이저조사에 의한 질화규소의 조직적 거동 및 결함발생 13	36
4.5.2 질화규소 세라믹의 레이저 예열선삭에 관한 열해석	52
4.5.3 질화규소 세라믹의 레이저 예열선삭 메커니즘	58

5. 겨로	161
3. 注亡	101

차고 드쳐	므처	14	<u> </u>
ΉĽ	포인)4



A Study on Laser-assisted Machining of Silicon Nitride using High Power Diode Laser

Su-Jin, Lee

Department of Marine System Engineering Graduate School of Korea Maritime University

Abstract

Driven by development of science, factory automation is establishing itself widely since the Industrial Revolution. So, the interest in instrument life span and management time and cost increased, that on-going researches on materials like ceramics, plastics and new materials are in progress. In particular, the engineering ceramics which have been used long time by human being are one of the materials advantageous in various conditions with high strength, endurance at high temperature, abrasion resistance and corrosion resistance etc. However, due to high strength and high brittleness of ceramics, a finishing process required after sintering is difficult. Recently, the diamond grinding is generally considered as the only method economically feasible for machining of materials for industrial application. The grinding can produce products with excellent surface finishing and measurement precision, but has low material removal rate and insufficient machining flexibility, and thus is difficult to be applied to ceramics parts of complex shape.

Accordingly, this study focused on laser assisted machining (LAM) of silicon nitride ceramic that efficiently removes the material through machining of softening zone by local heating. In this study, the textual characteristics of SSN and HIP treated silicon nitride ceramics by the temperature were researched as one of basic research on such laser machining. And, the effects of laser-assisted machining parameters were studied for cost reduction, and active application in processing of silicon nitride ceramics.

Laser assisted machining of silicon nitride allows effective cutting using CBN tool by locally heating the cutting part to the softening temperature of YSiAlON using the laser beam. If silicon nitride is sufficiently preheated, the surface is oxidized and N_2 gas is formed and escapes from the material, thereby making the cutting process more advantageous. During laser assisted machining, high power results in reduced cutting force and increased tool life, but excessive power brings oxidation of the surface. Increased feed rate also increases cutting energy during laser assisted machining and feed rate shows greater influence on cutting force than oxidation of the surface. Once appropriate cutting conditions are found by controlling the laser power and feed rate, silicon nitride ceramic can more efficiently be cut.

The surface temperature and cutting force were measured by pyrometer and dynamometer at real time respectively. And the surface and cross section of material were observed with video microscope and SEM, and oxidation of surface was analyzed using EDS and XRD. Using the results of these experiments, mechanism of laser assisted machining was ascertained.

- v -

1. 서론

1.1 연구배경 및 목적

19세기 산업혁명 이후, 급속하게 발전한 과학기술의 영향으로 생산 산업의 자동화가 널리 보급되었다. 그러나 최근에 대량생산에서 소비자의 다양한 요구 를 수용하는 시대로 변화하면서 모든 산업체들은 경쟁력 확보의 방안으로 시장 변화에 신속하게 대처하기 위한 신제품의 개발, 생산성 향상 그리고 단순하고 도 부분적인 자동화보다도 생산계획과 관리, 공정 및 설비 등에 대한 보다 높 은 수준의 자동화에 관심이 커지게 되었다. 이에 공장자동화 요구기술의 각 부 문에서 시장수요에 유연하고도 지능적인 생산자동화 기술의 발전이 요구되었 다. 이에 대응하여 여러 가지 가공 프로세스를 동일한 시스템에서 완료하는 복 합가공기의 개발이 활발히 진행되었다. 만일, 하나의 공작기계가 다기능화 되면 장비의 배치공간이 줄어들어 높은 공관활용성과 비용절감 및 생산성 향상을 도 모 할 수 있기 때문이다^[1].

한편, 최근에는 기기의 수명 및 관리에 대한 관심이 높아져 특수합금, 스테인 리스강, 플라스틱 및 세라믹(ceramic)과 같은 신소재에 관한 연구가 지속되어 오 고 있다. 특히, 세라믹은 금속, 플라스틱 등과 함께 산업전반에 사용되는 주요 재료인 동시에 인류가 사용하고 있는 가장 오랜 재료 중의 하나이다. 고품질 세라믹 재료는 중량대비 고강도(high strength), 우수한 내마모성(excellent wear resistance), 화학적 안정성(chemical stability) 및 고온에서의 고강도 유지(high strength at high temperature)와 같은 뛰어난 특성으로 Fig. 1.1과 같이 건축, 공학 계통, 엔진, 의료응용, 항공 및 해양 분야 등에 널리 사용되고 있으며, 그 우수 한 특성으로 인하여 다양한 분야에서 많은 관심을 받고 있다. 그러나 고품질 세라믹의 고강도 및 높은 취성(high brittleness)이라는 재료적 특성으로 인하여 표면결함(surface defect flaw), 미소균열(microcrack), 표층하부의 손상(subsurface damage) 등이 쉽게 발생하여 재료를 제품으로 형상화하는 것이 어렵고, 제품가 공에 있어서 높은 비용 및 긴 가공시간을 요구하므로 여러 분야에서의 폭넓은 적용에 큰 제약이 뒤따르고 있다.

세라믹 부품이 주조(casting), 프레스(press), 성형(molding) 가공에 의해 소결 (sintering) 공전 전에 그 형태는 거의 완성되나, 고품질 세라믹의 고강도를 얻기 위한 필수적인 소결 프로세스는 부품의 치수와 형상의 정밀도를 좌우할 수 있 기 때문에 마무리공정(finishing machining)을 항상 필요로 한다. 최근, 일반적으 로 연삭(grinding)은 일반적인 산업 적용에 있어서 이들 재료를 가공하는 가장 효과적인 방법으로 적용되고 있고, 초음파 가공(ultrasonic abrasive machining), 어브레시브 워터 젯 가공(abrasive water jet machining), 레이저 가공(laser beam machining), 전자빔 가공(electron beam machining), 이온빔 가공(ion beam machining), 화학 가공(chemical machining), 다이아몬드 가공(diamond machining), 열 보조 가공(thermally assisted machining ; TAM), 전도성 세라믹의 전기 방전 가공(Electric discharge machining) 및 전기-화학 가공(electro-chemical machining) 과 같은 하이브리드 공법 등이 특수한 환경에서 사용되고 있다. 특히, 연삭 (grinding)은 표면 마무리와 치수 정밀도가 뛰어난 제품을 생산 할 수 있는 반 면, 재료제거율(material removal rate, MRR)이 낮고 가공 유연성이 부족하기 때 문에 복잡한 형상의 세라믹 부품에 대해서는 적용에 어려움이 있다. 또한 연삭 비용은 세라믹 가공비용의 약 60~90 %를 차지하고, 그로인해 생산성 및 경제성 측면에서 많은 제약을 받고 있으므로 대체 가공법의 개발이 시급하다고 사료되 지만, 이에 대한 연구는 많이 이루어지고 있지 않다^[2-7].

따라서, 본 논문에서는 레이저를 이용하여 세라믹을 국부적으로 가열하고 연 화된 부분만을 선삭하여 제거하는 레이저보조가공(Laser assisted machining, LAM)에 대하여 연구를 진행하였다. 레이저 예열선삭은 레이저 빔을 가공할 취 성재료의 표면에 조사하여 가공부위를 국부적으로 가열함으로써 재료의 파괴강 도를 항복강도 이하로 감소시켜 취성파괴를 억제하고 소성변형(plastic deformation)에 의해 칩(chip)을 형성하는 절삭가공법이다. 최근, 세라믹 재료는 약 1,000 ℃ 이상에서 연화하기 시작하여 그 이상의 고온에서는 현격하게 경도 가 감소되어 일반적인 공작기계로도 절삭가공이 가능하다는 연구결과가 지속적 으로 보고되고 있다. 특히, 레이저는 고밀도의 에너지를 접속시키므로 국부적인 가열이 가능하여 시편 가열부의 온도를 매우 효과적으로 제어할 수 있다. 따라 서 예열선삭 시, 가공부의 온도를 특정 조건으로 제어하여 재료표면을 적절한 조건으로 만들면 절삭력 및 공구마모율이 감소하고 높은 재료제거율과 보다나 은 표면 품질을 얻을 수 있다^[5-7]. 또한, 레이저 예열선삭은 절삭공정과 레이저 예열이 복합된 공정이기 때문에 가공변수가 많고 복잡하므로 예열 선삭을 성공 적으로 이끌기 위해서는 공구의 측면에서 뿐만 아니라 레이저, 선반, 그리고 가 공재의 복합적인 관계를 파악하고 최적의 공정변수를 도출하여야 한다. 이때 레 이저에서는 입열을 결정하는 출력 및 빔 이송속도가 재료적 측면에서는 빔흡수 율, 열전도 특성 등이 레이저에 대한 예열효율을 결정하는 주요인자가 되며, 파 단인성 및 굽힘강도 및 열팽창률 등은 열충격에 대한 민감도를 결정하게 된다.

상기에서 서술한바와 같이 본 논문에서는 한 공정에서 레이저 예열선삭을 가능하게 하기 위해서 레이저 광학계와 공작기계간의 동기를 실현하였으며, 이 를 바탕으로 예열선삭시의 가공 지배인자를 도출하고, 그에 따른 메커니즘을 이해함으로써 자동화된 세라믹의 효율적인 가공법을 제시하고자 하였다.



(a) Parts of pump



(b) Parts of engine



(c) Parts of boiler

Fig. 1.1 Products of engineering ceramics

1.2 연구내용

본 연구에서는 HPDL(High power diode laser)을 이용한 세라믹 예열선삭을 실 험하고 그 표면, 칩, 공구, 절삭력 및 재료조직변화를 통하여 다양한 가공변수 (parameter)가 질화규소의 절삭성(machinability)에 미치는 영향을 분석함으로써 레이저 예열선삭 공정을 최적화 시켜 산업현장에서 적용하기 위한 기초를 마련 하고자 연구를 실행하였다. 이를 위하여 열원인 레이저의 종류에 따른 특성비 교와 레이저빔의 출력 및 이송속도 그리고 재료의 종류에 따른 특성 등을 비교 분석하여 레이저 예열선삭의 가공변수에 따른 질화규소의 예열선삭 특성을 분 석하였다.

기존에 연구된 레이저 예열선삭은 질화규소의 우수한 가공 성능과 품질에 관 하여 보고하고 있으나 이때 사용한 질화규소는 직경 약 8.5 mm 정도의 SSN(상 압소결; pressureless sintering) 처리된 재료였다. 또한 열원으로써는 대부분 CO₂ 레이저만을 사용한 제한적인 실험이었다. 따라서 본 실험에서는 HIP(고온정수 압; hot isostatic pressing)처리된 16 mm 직경의 환봉형 질화규소를 중심으로 SSN 처리된 질화규소 및 알루미나와 지르코니아를 사용하여 실험을 진행하였으며, 레이저 열원은 HPDL을 사용하였다. 또한 빔 프로파일(beam profile)은 기존에 사용하였던 가우시안빔(gussian bean)을 사용하지 않고 빔의 중심이 평평한 사각 빔을 사용하였다. 이에 의해 레이저빔 조사에 의한 시편표면의 열응력을 줄이 고 잠열손실을 막아 효과적인 예열이 실행 될 것으로 기대된다.

실험장비로는 레이저 가공과 선반 공작기계를 동시에 수행할 수 있는 레이저 복합가공기를 사용하였다. 레이저 광학계와 절삭공구는 개별적인 프로그램과 좌표계를 통하여 구동되나 두 장치는 CNC에서 동기제어가 가능하다.

본 논문에서는 연구내용의 이해를 돕기 위해 HPDL의 원리와 특성을 설명하 고, 공업용 세라믹의 특징 및 소결방법과 적용분야에 대해서도 논하였다. 특히, 본 실험에서 중점적으로 다룬 질화규소의 특징에 대해서는 심도 있게 다루었 다. 본 연구의 주제인 레이저 예열선삭의 기초인 절삭이론과 레이저 예열선삭 의 메커니즘도 동시에 기술하였다. 마지막으로 본 연구의 세부 연구내용을 정 (1) 레이저 예열선삭의 기본원리 및 가공 지배인자의 선정

세라믹의 레이저 예열선삭에 있어 다른 재료의 선삭과는 달리 레이저 조사에 의한 시편 표면의 산화 및 균열 발생문제에 따라 선삭 메커니즘이 변했다. 따 라서 주요 공정변수 또한 기존의 선삭과는 차별을 두었으며, 특히 시편 표면 변화에 큰 영향을 끼치는 레이저 출력, 빔의 이송속도 및 시편의 회전속도를 기준으로 하여 실험을 진행하였다. 또한 시편 표면의 온도변화와 절삭 깊이에 따른 표면의 산화 정도도 관찰하였다.

(2) 가공지배인자에 따른 레이저 예열 특성

선삭을 실행하기 이전에 시편 표면에는 레이저 조사에 의한 재료의 조직적 변화가 심화된다. 또한 이러한 조직적 변화가 후에 레이저 예열선삭의 특징을 결정짓는 큰 역할을 한다. 따라서 앞서 선정된 가공지배인자의 변화에 따라 시 편 표면이 조직적으로 변화한 모습을 관찰하였으며, 이를 통해 레이저 예열선 삭의 중요한 절삭 메커니즘 중 하나인 표면상에서의 비정질재의 연화를 확인할 수 있었다.

(3) 예열선삭된 HIP 질화규소 세라믹의 분석

레이저 예열선삭된 HIP 질화규소 세라믹을 시편표면, 파단면 및 칩의 형상 그리고 절삭공구의 형상, 절삭력 및 표면온도에 따른 조직적 변화를 SEM과 EDS를 사용하여 분석하였다. 또한 이를 통하여 레이저 예열선삭의 최적 조건을 도출하고 SSN 처리된 질화규소 세라믹의 예열선삭과 비교·분석하였다. 이로서 각 공정변수에 따른 절삭특성을 확인하고 최적공정을 위한 주요 가공인자를 제 시하였다. 더불어 질화규소 세라믹의 레이저 예열선삭에 있어서 표면 산화의 중요성도 발견하게 되었다. (4) 세라믹과 레이저의 종류에 따른 레이저 예열선삭의 비교

질화규소보다 열충격에 취약하지만 통상적으로 많이 사용되고 있는 대표적인 공업용 세라믹인 알루미나와 지르코니아계 세라믹에도 HPDL 레이저 예열선삭 을 적용하는 연구를 수행하였다. 더불어, 통상적으로 많이 연구되어온 CO₂레이 저의 예열선삭 특성과도 비교·분석하였다.

(5) 질화규소세라믹에 대한 레이저 예열선삭 메커니즘의 규명

질화규소 세라믹에 레이저를 조사함에 따라 재료의 표면이 산화되어 조직적 으로 변화하였다. 이러한 조직적 거동에 따라 표면에는 균열, 발포현상 (bloating), 크레이터(crater) 및 유리(glass)상의 산화조직이 형성되었다. 이러한 조 직적 변화의 원인을 도출하고 레이저 예열선삭의 메커니즘을 규명하였다. 그 결과를 토대로 재료의 레이저조사에 의한 조직적 변화가 레이저 예열선삭에 유 리하게 작용하는 부분과 절삭 후 재료 특성에 미치는 영향에 대하여 논하였다.



2. 이론적 배경

2.1 HPDL(High power diode laser)의 원리와 특성

레이저(Laser)란 유도방출에 의해 증폭시킨 광을 지칭하는 것으로 "Light amplification by stimulated emission of radiation"에서 머리글자를 따서 만든 단어 이다. 1913년 보어의 원자구조 및 스펙트럼에 관한 이론과 1916년 아인슈타인 의 유도방출에 대한 이론을 토대로 1952년 러시아 레베데프연구소의 바소프와 프로호로프에 의해 레이저의 원리가 발견되었으며, 1960년 미국 휴즈연구소에 서 메이만이 최초로 적색광 루비레이저(λ = 694.3 mm)를 발진시켰다. 그 이후, 고 체, 기체 및 액체의 다양한 종류의 배질로 이루어진 레이저가 발명되었다. 레이 저는 20세기 최대의 발명이라는 이름으로 불리며 광기술과 분광학에 혁신을 가 져왔다. 또한 생명과학, 의료, 항공, 해양, 자동차 및 핵융합에 이르는 수많은 분야에서의 연구가 진행되고 있다^[8-10].

오늘날에는 Table 2.1에 나타낸 것과 같이 다양한 매질과 발진방식에 의한 레 이저가 개발되었으며, 그에 따른 레이저별 특징을 가지고 있다. 이번 장에서는 그 중 본 연구에 사용된 다이오드 레이저에 대하여 중심적으로 다루도록 하겠다.

Name of laser	Medium	Excitation methode	Wavelength [µm]	Wave type	Remark
Ruby	Cr ³⁺ :Al ₂ O ₃	Flash lamp	0.6943	р	Visible rays, High power
YAG	Nd ³⁺ :YAG	Lamps Diode laser	1.064	cw/p	High power, General purpose
Glass	Nd ³⁺ :Glass	Flash lamp Diode laser	1.054, 1.062	р	High power laser amplifier
YLF	Nd ³⁺ :YLF	Lamps Diode laser	1.047, 1.053	cw/p	Glass laser oscillator
Sapphire	Ti ³⁺ :Al ₂ O ₃	Flash lamp Laser	0.66~ 1.178	cw/p	Tunable, Nano pulse
He-Ne	He, Ne	Discharge	0.6328	cw	Stability
Ar^+	Ar^{+}	Discharge	0.4885, 0.5145	cw	Excitation of high current density, Middle power
CO ₂	CO ₂ , N ₂ , He	Discharge, Electron light	10.6	cw/p	Efficiency, High power, General purpose
N ₂	N ₂	Discharge	0.337	р	High power, Stability, Excitation of dye laser
Copper vapor	Cu	Discharge	0.511, 0.578	р	Separation of isotope
Dye	R-6G etc.	Flash lamp Laser	0.308~ 1.285	cw/p	Tunable, Nano pulse
Diode	AlGaAs GaAa InGaAsP InP	Electron	0.68~0.88	cw/p	Compact, Efficiency, Direct modulation, High reliability
Eximer	KrF, XeCl etc.	Discharge, Electron light	0.249, 0.308	р	Efficiency, High power
Chemical	HF, HBr etc.	Chemical- reaction	2.4~ 6.3	Quasi-cw	High power

Table	2.1	Characteristics	of	various	lasers
-------	-----	-----------------	----	---------	--------

2.1.1 HPDL의 특성 및 적용

반도체 레이저는 1962년 제너럴 일렉트릭(General electric)사의 연구소에서 처 음으로 개발되었다. 그러나 이때의 반도체 레이저는 실온에서 발진되지 못하고 액체질소에서 77 K으로 냉각시켜 발진하였다. 1970년대에 에너지 구조가 다른 몇 종류의 화합물반도체를 겹친 샌드형의 P-N접합 다이오드로 만든 헤테로 (hetero)접합 구조로 개량되어 실온에서도 발진이 가능하게 되었다. 특히 스트라 이프(stripe)형 전극의 이중 헤테로접합구조는 실온에서 연속발진, 횡모드 제어, 광 출력특성의 선형화, 출력 증대, 이상발진 방지 및 변조특성의 개선 등 실용 화면에서 필요한 기술을 획득 할 수 있게 하였다. 최근에는 반도체의 격자결함 의 감소나 제조기술의 개선으로 실온에서 10만시간 이상 연속동작하는 반도체 가 만들어지게 되었다.

반도체 레이저는 GaAs 등의 화합물 반도체를 이용한 PN접합 다이오드에서 직접 여기시켜 레이저 발진을 얻는 것으로, 기체 레이저나 고체 레이저 등과는 구조에서나 특성에서도 다른 점이 많다. 일반적인 특징으로는 스트라이프형 레 이저의 칩 크기는 소형·경량이며 견고하고, 발진효율이 좋은 것 등이 있다. 또 한, 전류에 의해 10 GHz 이상의 고속 직접변조가 가능하고, 파장선택 범위도 0.6~1.7 µm정도로 넓으며, 수명이 길고 신뢰성도 좋다. 또한 대량생산이 가능하 여 가격이 저렴하다는 것 등을 들 수 있다.

반도체 레이저는 현존하는 가장 안정하고 콤팩트한 레이저로 알려져 있다. 또한 대량생산이 가능하고 배열 및 조립이 용이하기 때문에 상업상 매우 유용 하다. 초기에는 극저온에서만 발진이 가능한 작동 환경적인 제한으로 인해 광 통신 소스(source)로써 주로 많이 사용되었지만, 최근에는 상온에서도 발진이 가 능해지고, 고출력화의 실현으로 재료 가공 영역 등 다양한 분야에 적용되고 있 다. 그 뿐만 아니라 전류가 직접 레이저 광으로 변환되는 독특한 발진 메커니 즘을 가지므로 반도체 레이저의 전기-광 변환효율은 약 20~30 %로 CO₂레이저 의 10~15 %의 효율이나 Nd:YAG 레이저의 효율인 1~5 %에 비하여 높은 편이 다. 이론적으로는 효율이 90 %까지도 가능하지만 실제로 적용되는 최대 효율은 약 50%정도로 알려져 있다.

고출력 다이오드 레이저의 파장(wavelength)은 기본적으로 반도체 재료에 따 라 변화하고, 온도에 대해서는 1℃당 0.4 m 그리고 전류 1 mA당 0.025 m 정도 의 변화를 보인다. 따라서 재료에 따라 기본적인 파장은 정해지나 온도 및 전 류에 따라서 약간의 파장변화가 있어 다이오드 레이저의 경우 CO₂레이저나 Nd:YAG 레이저에 비하여 비교적 넓은 파장 밴드(wavelength band)를 가진다. 비 교적 파장이 짧은 HPDL은 10.6 µm 파장의 CO₂레이저나 1.06 µm 파장의 Nd:YAG 레이저보다 일반적으로 높은 흡수율을 가진다. 그러나 다이오드 레이저의 예상 수명은 다른 재료가공용 레이저에 비해 짧아 다이오드 레이저의 주요 결점 중 하나로 생각되며, 통상 다이오드의 수명은 10,000시간 정도이다. 하지만 유지, 보수 및 운용비용이 다른 레이저에 비해 작고, 제조가격 또한 동일 출력의 다 른 레이저에 비하여 저렴하다. 또한 발열정도가 작아 장치의 구성이 소형이므 로 기존의 공작기계나 로봇 팔 등에 쉽게 설치 할 수 있는 장점이 있다^[8-11].



2.1.2 HPDL의 발진 원리

기체레이저나 고체레이저의 경우에는 레이저 매질 안에 고립되어 분포하고 있는 원자나 분자에 각각 구성하는 에너지상태가 있고 그 에너지준위 사이의 전자천이에 의해 레이저 발진작용이 일어난다. 그러나 반도체 레이저의 경우에 는 레이저 매질인 원자(electron)가 결정을 구성하고 있기 때문에 각각의 원자가 아니라 결정안의 전자집단으로써의 에너지 상태이므로, 반도체의 에너지준위는 거의 연속적으로 된 에너지띠로 되어있다. Fig. 2.1에서는 P형과 N형 반도체 (semiconductor)와 P-N접합의 구조를 나타낸다. 반도체의 에너지띠 구조는 전자 가 꽉 차있는 가전자대(valence band)와 전자가 존재하거나 존재할 수 있는 전도 대(conduction band)로 구성되어 있고, 가전자대와 전도대의 사이는 금지대라 불 리는 전자가 존재하지 않는 영역이 있다. 또 금지대의 중앙에 있어 전자와 정공 의 에너지분포가 대칭으로 되는 중심선에서 전자의 점유확률이 50%가 되는 곳 (Ea)을 페르미(Fermi)준위라 하다. 레이저발진을 일으키기 위해서는 전도대와 가 전자대 사이에서 전자의 분포가 반전되어야만 한다. 이 같은 반도체에 어떠한 방법으로든 에너지를 공급하면 Fig. 2.2와 같이 가전자대 중의 전자가 전도대에 여기되어 가전자대에는 전자가 빠져나간 뒤 빈 곳이 생긴다. 이 빈곳을 정공 혹 은 홀(hole)이라고 불리며, 양전하를 가진 캐리어(carrier)로써 활동한다. 또한 전 자가 다시 전도대에서 가전자대로 천이가 되면 광자가 발생한다.

Fig. 2.3에서 나타내듯이 실제 P-N접합 다이오드에 순방향 바이어스 전압을 걸 면, 전자는 N형 영역에서 접합부의 P형 영역 부근까지 흘러들어간다. 동시에 P형 영역에서는 정공이 같은 형태로 흘러들어간다. 이 같은 상태를 여기라 하는데 주 입이 많아지면 접합부에 많은 전자와 정공이 대응하기 때문에 재결합이 맹렬히 일어나 전도대와 가전자대의 에너지간격(Eg)에 상당하는 레이저광을 방출한다. 여 기서 레이저 천이를 일으키는 접합부를 공간전하영역 혹은 활성영역이라 한다.

일반적인 레이저의 여기와 천이를 반도체 레이저와 비교하여 Fig. 2.4에 나타 내었다. 일반적인 기체나 고체 레이저에서는 에너지 준위사이의 에너지 차인 hv에 상당하는 광자를 방출하는 것으로 발진파장의 폭이 급히 좁다. 에너지띠 에서 전도대의 전자밀도분포와 가전자대의 정공밀도분포는 그림에 나타낸 것처 럼 되지만 전자와 정공의 재결합이 반드시 전도대의 하단과 가전자대의 상단 사이에만 일어나는 것이 아니므로 Eg보다 약간 큰 에너지 간격에서 천이가 일 어나고 천이에너지 자체에도 폭을 가지고 있어 레이저 발진파장의 폭도 넓어진 다. 반도체의 발진파장은 온도가 높아지면 전자와 정공의 밀도분포가 더욱 넓 어지므로 발진 가능한 파장의 범위도 넓어진다. 보통 여기전류를 늘려 발진 출 력을 증가시키면 발진파장은 Fig. 2.5에 나타낸 것 같이 변한다. 이는 여기전류 를 증가시키면 레이저 활성층 온도가 올라가 에너지간격(Eg)이 줄어 발진파장이 긴쪽으로 이동하기 때문이다. 이같이 반도체 레이저의 발진파장은 정해진 하나 의 파장이 아니고 조건에 따라 변할 수 있다.

Fig. 2.6에 Febry-Perot 타입의 반도체레이저의 모식도를 나타낸다. 좁은 접합구 역에서 레이저빔이 방출되고 전류를 통과시키기 양호한 옴접촉을 주도록 전극과 접촉되는 면은 양호한 전기전도도를 가지게 한다. 또한 광학적인 귀환기구를 구 성하기 위하여 접합구역의 서로 수직한 두개의 면 중에서 레이저빔이 방출되는 방향에 수직하 면들은 평행을 이루고 있어야 하다. 그렇기 때문에 면들은 결정 면을 따라 이루어진 절단으로 벽개면을 만들어 한 측은 완전반사를 일으키게 연 마하고 다른 한 측은 그대로 사용하여 부분 투과거울의 역할을 하도록 한다. 이 러한 경우 분포반전의 크기는 전류에 의하여 결정되며 만일 전류가 적으면 각종 손실에 의하여 분포반전 현상을 상쇄시키므로 레이저 발진이 일어나지 않는다. 방사되는 레이저광의 강도는 전자의 재결합 크기에 따라 결정되지만 Fig. 2.7의 그래프에서 보이듯이 어떤 임계전류 이하에서는 자연방출에 의하여 광선(LED) 이 방출되며, 그 출력은 전류의 크기에 비례한다. 그러나 전류가 임계값 이상으 로 증가됨에 따라 유도방출에 의하여 광선의 출력은 레이저빔의 방향으로 갑자 기 증가되어 레이저빔이 방출되며, 그 출력 증가의 기울기는 전류의 증가에 따 라 급격하게 커진다. 그리고 Fig. 2.8의 그래프에 나타내듯이 임계값 이하에서 동작하는 자연방출 스펙트럼이 넓은 반면에 전류가 임계전류 이상이 되어 방출 된 레이저빔의 발산각도와 방출되는 빔의 스펙트럼 폭이 감소한다^[8-11].



Fig. 2.1 Energy bands of P and N type semiconductor



Filled electron

Fig. 2.2 Generation of electron and hole in semiconductor



(a) Band structure of P-N junction



(b) P-N junction forward-bias

Fig. 2.3 Mechanism of laser oscillation of P-N junction diode laser





Fig. 2.5 Variation of wavelength according to oscillator power



Fig. 2.6 Dimensions and cross section through a edge emitting diode laser



Fig. 2.8 Comparative electroluminescence intensity of laser and LED

2.2 질화규소 세라믹의 특징

2.2.1 세라믹의 소결방법 및 종류

세라믹(ceramics)은 고체분말의 성형체를 가열하고, 구워 단단하게 만든 무기 질 비금속재료를 표현하는 말로서 여러 세기 전부터 만들어져 왔다. 최초의 세 라믹 부품은 자연에 존재하는 천연원료로 만들어졌다. 처음에는 점토광물에 물 을 첨가하고 성형을 하여 햇볕에서 건조하거나 불로 구워 단단하게 제작 하였 다. 세라믹이란 말은 그리스어인 'keramos'에서 비롯되었고 이는 '구운재료' 라는 의미를 담고 있다. 고대인이 사용했던 천연원료는 현재에도 사용되고 있으며 매우 넓은 분야에서 적용되고 있다. 보통 이러한 세라믹제품을 전통 세라믹 (conventional ceramics)이라고 부른다. 전통 세라믹의 주요 용도를 Table 2.2에 나타내었다. 전통 세라믹 공정의 발전에 있어서는 점토가 매우 중요한 역할을 하는데, 물이 첨가됨으로써 지니게 되는 가소성(plasticity)은 도자기(pottery), 식 기(dinnerware), 벽돌(block), 타일(tile), 파이프(pipe) 등의 제조에 매우 중요한 역 할을 한다^[2-4].

반면에 최신 세라믹(engineering ceramics)은 지난 50년 동안 많은 과학자와 기 술자들이 제조공정에 대해 연구하여 천연광물을 정련하거나 새로운 조성을 합 성하여 원하는 물성을 갖도록 할 수 있음을 발견하였고, 연구된 방법으로 제작 된 새로운 세라믹을 말한다. 이는 전통 세라믹에서 적용하기 어려운 용도에서 만족시킬 수 있도록 고안되었다. 최신 세라믹 즉 공업용 세라믹은 산화물 (Al₂O₃, ZrO₂, ThO₂, BeO, MgO, MgAl₂O₄), 자성체(PbFe₁₂O₁₈, ZnFe₂O₄, Y₆Fe₁₀O₂₄), 강유전체(BaTiO₃), 핵연료(UO₂, UN)와 질화물, 탄화물 및 붕화물(Si₃N₄, SiC, TiB₂) 등이 포함된다. Table 2.3에 여러 가지 최신 세라믹의 용도를 제시하였다.

이와 같은 고품질의 공업용 세라믹은 소결공정을 거치게 된다. 세라믹 분말 성 형체의 치밀화(densification)를 기술적으로 소결(sintering)이라고 한다. 소결은 초기 분말 사이의 기공들이 제거되어야 하므로 분말 성형체의 수축을 수반하고, 인접 입자들 간의 강한 결합이 동시에 형성되어야 한다. 가장 기본적인 물질이동 기구 는 확산과 점성유동이다. 열은 입자와 입자의 접촉 및 표면장력에 의한 에너지 차이에 관련된 중요한 에너지원이다. 그 밖의 여러 가지 기구에 의해서 소결이 일어날 수 있다. 이러한 기구들은 치밀화를 위해 단독으로 작용하거나 다른 기구 들과 결합하여 작용한다. 다음에 대표적인 소결방법 몇 가지를 소개한다.

(1) 기상소결(vapor-phase sintering)

기상소결은 몇 개의 물질에서만 중요하게 작용한다. 구동 에너지는 표면 곡 률의 함수인 증기압의 차이로 주어진다. 입자가 작을수록 양의 곡률은 커지게 되고 기상 이동을 위한 구동력도 커지게 된다. 기상을 통한 물질이동은 기공의 모양을 변화시키고 인접한 입자간의 결합을 형성시키며, 이에 따라 재료의 강 도를 증가시키고 열린기공(open pore)에 의한 투과도(permeability)를 감소시킨다. 그러나 이때 수축과 치밀화는 일어나지 않는다. 외부 표면으로의 기공 이동 그 리고 내부의 물질이동을 위해서는 다른 물질이동 기구가 병행되어야 한다.

(2) 고상소결(solid-state sintering)



고상소결에서는 확산을 통한 물질이동이 일어난다. 확산은 표면이나 입계면 혹은 재료자체를 통한 원자나 공공(vacancy)의 이동에 의해 이루어진다. 기상이 동처럼 표면확산은 수축을 일으키지 않는 반면 입계면이나 격자전위를 통한 체 적확산은 수축을 일으킨다. 고상소결에서의 구동력은 입자들의 자유표면과 접 촉점 사이의 자유에너지 또는 화학적 전위의 차이이다. 미세한 분말이 소결속 도가 빠르며, 큰 입자들에 비하여 낮은 온도에서 소결된다. 입자충진의 균일성, 입자의 모양, 입경의 분포 등은 최종물성에 큰 영향을 끼친다. 만일 성형체 내 의 입자충진이 균일하지 않으면 소결하는 동안에 모든 기공을 제거하기 어려우 며 그 응집체는 불균일성의 원인이 된다. 불균일성은 성형중 발생하는 경우가 많으며 주로 기체의 함입, 입자의 편석, 층상화 및 성형틀에 의한 주름선 생성 등에 의해 발생된다.

(3) 액상소결(liquid-phase sintering)

액상소결은 소결온도에서 일정점도를 지닌 액상을 포함하며, 대부분의 실리 케이트계에서 중요한 치밀화 기구이다. 액상소결은 소결온도에서 액상이 입자 들에 완전히 젖을(wetting)때 쉽게 일어난다. 입자들 사이의 좁은 통로는 모세관 압을 유발한다. 입자의 크기가 작을수록 모세관압도 증가하며 작은 곡률반경으 로 높은 표면에너지를 가져 큰 입자들 보다 치밀화 구동력이 더 크다. 액상소 결속도는 온도에 큰 영향을 받는다. 대부분의 조성에서 온도가 조금만 증가해 도 액상량은 크게 증가한다. 하지만 과도한 입자성장은 강도의 저하를 초래하 거나 변형이 발생되기 때문에 이롭지 못한 경우도 있다.

액상소결의 일종인 SSN 소결법은 sintered(pressureless) silicon nitride의 약자로 써 가장 널리 사용되고 있는 소결법 중 하나이다. 1기압의 질소분위기에서 소 결조제를 1,700~1,800 ℃까지 가열하여 액상(유리)을 형성하여 입자간 용해에 의 한 석출을 유도함으로써 빠른 액상소결을 진행하는 방법이다. 이렇게 제작된 세라믹의 잔류유리상은 고온에서 쉽게 연화되어 강도저하의 원인이 되며, 이를 해결하기 위해 적당한 열처리를 통해 유리상을 결정화 시켜 고온강도를 개선하 기도 한다.

(4) 반응성 액상소결(reactive liquid sintering)

반응성 액상소결은 전이 액상소결(transient liquid sintering)이라고도 불린다. 존재하는 액상은 소결시 일반적인 액상소결에서와 같이 치밀화의 구동력으로 작용하지만, 소결이 진행되거나 완료되었을 때 액상의 조성이 변하거나 소멸된 다. 액상이 반응하여 소멸되므로 최종 재료는 매우 좋은 고온특성을 갖게 되며, 소결온도보다 높은 온도에서도 사용이 가능한 경우도 있다.

이전까지는 분말 성형체가 온도에 의해서만 치밀화를 일으키는 일반적인 소 결이었으며 다음에 소개할 공정들은 더욱 치밀하고, 고상을 증착시키거나 강한 결합을 이루기 위해 활용될 수 있다. (5) 고온가압 소결(HP; hot pressing).

고온가압 소결은 압력과 온도를 동시에 가해주는 것을 제외하곤 일반소결과 동일하다. 고온가압소결은 가압소결(pressure sintering)이라고도 불린다. 소결온도 에서 압력을 가하면 입자들간의 접촉 응력이 증가하고 입자들의 재배열로 충진 효과가 커지게 되어 치밀화 반응속도가 가속화 된다. 소결시의 가압은 치밀화 에 영향을 주는 에너지를 약 20배 이상 증가시킨다. 따라서 치밀화 시간을 단 축시키고, 온도를 낮출 수 있으며, 종종 상압소결보다 작은 입자성장을 일으킨 다. 또한 잔류 기공률이 적어지고 낮은 기공률과 입자성장에 의해 상압소결보 다 높은 강도를 나타낸다.

(6) 고온 정수압 소결(HIP; hot isostatic pressing)

이 소결법은 질화규소 원료 분말이나 성형체를 Ta과 같은 고융점 금속이나 유리로 된 용기 속에 넣어 개기공(open pore)이 없어질 정도로 예비 소결한 소 결체를 Ar, N₂, He 등의 기체를 매체로 하여 1,300~1,900 ℃에서 100~200 MPa의 정수압을 가하여 질화규소 소결체를 제조하는 방법이다. HIP는 일축 고온가압 소결의 중요한 문제를 해결하였다. 압력이 모든 방향에서 동일하게 가해지므로 임의의 모양을 갖는 소결체를 만들 수 있고 틀 벽과의 마찰이 없고 선택적 배 열이 제거되므로 균일한 성질을 나타낸다. 따라서 높은 강도와 와이블모듈 (Weibull modulus)을 나타낸다. 매우 높은 압력과 온도를 가해주므로 이론밀도에 좀 더 가깝게 제작할 수 있으며, 보다 넓은 조성의 선택을 가능케 해 준다. 예 를 들어 높은 온도와 압력은 소결조제가 적게 들어간 조성의 치밀화를 가능케 하여 응력파괴수명과 산화저항성을 크게 향상시킨다. 또한 필요한 치수에 가까 운 모양을 쉽게 만들 수 있다. 고온크리프특성이나 고온강도가 다른 방법에 의 해 제조된 질화규소에 비하여 우수하지만, 고가의 장비가 필요하여 가격이 높 다^[12-20].

Table	2.2	Applications	of	conventional	ceramics
-------	-----	--------------	----	--------------	----------

White ware	Dish, Plumbing, Enamel, Tile, etc.		
Heavy clay products	Sewer pipe, Pottery, Brick, etc.		
Refractory	Brick, Castables, Cements, Crucible, Molds, etc.		
Construction	Brick, Block, Plaster, Concrete, Tile, Glass, Fiberglass, etc.		
Abrasive product	Grinding wheel, Abrasive, Milling media, Sandblast nozzles, Sandpaper, etc.		
Glass	a lot of		

 Table 2.3 Applications of engineering ceramics

Electronic material	Heating element, Dielectrics, Substrates, Semiconductor, Insulator, Transducers, laser, Hermetic seal, Igniters, etc.		
Aerospace and automobile material	Reentry, Radomes, Components of turbine, Heat exchanger, Emission, etc.		
Medical material	Prosthetics, Controls, etc.		
High temperature structure	Furnace parts, Braze parts, etc.		
Nuclear material	Fuel, Controls, etc.		
etc.	Cutting tool, Armor, Glass ceramics, Fiber optics, etc.		

2.2.2 공업용 세라믹의 종류 및 특성

공업용 세라믹은 하중을 지탱하고 열과 환경에 견뎌야 하는 구조물, 또는 그 부품에 사용하는 세라믹을 말한다. 세라믹은 금속에 비하여 고강도, 고경도, 내 열성, 내마모성, 내부식성이 우수하지만, 인성이 부족하여 취성을 가진 것이 결 점이다. 공업용 세라믹으로는 가장 많이 사용되는 탄화규소(silicon carbide ; SiC), 질화규소(silicon nitride ; Si₃N₄), 지르코니아(zirconia ; ZrO₂), 알루미나 (alumina ; Al₂O₃) 등이 있다. 이러한 세라믹은 각종 엔진부품, 우주왕복선 본체 의 단열재, 절삭공구, 내마모 라이닝(lining), 메커니컬 실(mechanical seal), 볼베 어링(ball bearing) 등과 같은 산업부품과 가위, 칼 및 장식품 등과 같은 일반제 품에 이르기까지 적용 가능한 범위가 넓으며, 점차 확대되어가고 있다. 최근 가 스터빈용 부품과 같이 고온에서 고강도를 필요로 하는 용도가 증가하여 내열 고강도 재료에 대한 연구개발이 진전되어 왔다. 고온에서 고강도를 가지는 세 라믹으로써 유망한 재료는 공유 결합성이 큰 Si₃N₄, SiAlON, SiC 등의 비산화물 재료 등이 있다. 또한 실온부근에서의 고강도 재료로는 Al₂O₃, Mulite, PSZ(partially stabilized zirconia ;부분안정화 지르코니아) 등이 있다. 세라믹 중에 서 높은 경도를 이용하는 제품으로는 절삭공구, 연삭공구, 지그 등이 있다.

(1) 티타니아(TiO₂)

산화티탄(TiO₂)에는 광물로서 고온에서 안정한 루틸(rutile), 저온에서 안정한 아나타이스(anatase) 및 고온에서 안정한 브루카이트(brookite)의 세가지 상이 존 재를 한다. 아나타이스와 부루카이트는 약 900 ℃ 이상의 온도에서 루틸로 전이 하며, 이 전이는 비가역적이다. 루틸의 융점은 1,855 ℃이고, 1,500 ℃이상의 온 도에서는 점차 산소성분을 잃고 백색에서 흑색으로 변화한다. 흑색의 티타니아 는 반도체 성질을 가진다. 산화티탄의 굴절률은 산화아연이나 산화납에 비해 매우 높은 값을 가지고 있다. 이러한 산화티탄은 구조재료로 사용되는 일은 거 의 없고 그 광학적, 전기적 특성을 이용한 기능재료로써 사용되고 있다. 단결정 은 굴절률이 다이아몬드의 2.4보다 높은 2.7로써 인공보석으로 사용하고, 소결 체는 산소농도에 따라 반도체성을 가지므로 산소센서로 사용된다. 산화티탄을 실리카의 결합력으로 다공화한 글라스 세라믹과 양극산화로 다공화한 것은 분 체의 특성을 이용하여 가스센서 등에 사용될 수 있으며 산화 주로 CVD(chemical vapor deposition)법으로 만들어지는 산화티탄 박막은 전자적인 소 자의 응용에 사용되고 있는 등 여러 형태로 다양하게 적용되고 있다.

(2) 칼루시아(CaO)

산화칼슘(CaO)은 알칼리 토금속 원소의 산화물이지만 마그네시아(MgO)와 때 우 흡사한 성질을 가진다. 다만 산화칼슘은 마그네시아에 비하여 일반적으로 반응성이 강하므로 물과의 반응도 빠르고 물에 대한 용해도도 크다. 산화칼슘 은 오래전부터 과자류 포장내부의 방부제 등으로 사용되어 왔으며 수산화반응 이 일어날 때 열이 발생하므로 목재창고 등에서는 화재의 위험이 커 위험물로 지정되어있다. 산화칼슘은 제강용 원료, 중화제, 비극탈황제, 건조제 등으로 대 량 사용되고 있으며 고순도 제품은 각종 세라믹 소결제등의 첨가제, 고순도의 금속을 용해시키는 도가니 등에 사용되고 있다.

(3) 알루미나(Al₂O₃)

알루미나는 수산화물의 저온탈수에 의해서 생성되는 낮은 결정성의 v-알루미 나와 1000℃ 이상으로 가열하여 생성하는 안정된 a-알루미나가 있다. 알루미나 의 결정형은 사용하는 원료, 온도조건에 따라 복잡하게 변화한다. 그러나 결정 변화는 불가역이며 a상은 실온에서도 안정상이다. 그로 인하여 소결품은 실온 에서도 안정적으로 사용이 가능하다. 알루미나는 전체적으로 균형잡힌 재료로 선택의 폭이 넓다. 더욱이 a화한 알루미나는 상변화도 없고 대기와의 반응성도 없어 안정하다. 따라서 알루미나는 가장 사용하기 편하고 안전한 세라믹스 원 료로서 오래전부터 사용되어 오고 있다. 알루미나는 내연기관에 사용하는 스파 크플러그의 절연체, 분쇄용 마블, 자동차용 워터펌프의 메커니컬실, 기판, 히터, 오존발생기, 인공관철, 인공치근, 밸브, 우주로켓, 공업용 로봇과 반도체 제조장 (4) 실리카(SiO₂)

실리카는 지구상에서 가장 많이 존재하는 성분으로 결합되어있으며 온도변화 에 따라 상태가 다양하게 변화된다. 실리카의 결정변화는 복잡하며, 고온에서 용응한 것은 석영 글라스가 되어 실온에서도 비정질한 상태로 안정하게 존재한 다. 실리카의 성질은 그 제품을 제조하는 원료에 따라 크게 달라진다. 실리카의 특이점은 소결체로 거의 이용되지 않는다는 점인데 이는 실리카 소결체가 고온 에서의 특성이 그다지 우수하지 않고 다른 물질에서는 얻어지지 않는 유리상태 의 석영유리 특성이 뛰어난 점이다. 수정상태의 실리카는 수정진동자, 필터, 공 예재료로 쓰이고, 석영유리는 광학용 렌즈, IC마스크기판, 반도체 제조용 지그, 도가니로, 열전대 보호관, 적외선 히터광, 다공질체(필터, 산소고정) 등에 쓰이 며 섬유는 광섬유, 경량단열타일, 실리카겔은 바인더, 자기테이프, 연마재 등에 쓰이는 등 여러 가지 형태로 다양한 분야에서 적용된다.

(5) 지르코니아(ZrO₂)



일반적으로 지르코니아의 단사정과 정방정간의 결정전이는 가역적이고 5%에 달하는 체적 변화가 생기므로 순수한 지르코니아의 성형체는 이러한 전이형상 이 일어날 때 균열이 발생하여 붕괴된다. 그러므로 지르코니아에 안정화제를 고용시키면 이방정 및 정방정의 안정역을 저온쪽으로 넓힐 수 있다. 안정화제 가 많이 함유된 것은 실온에서도 입방정이므로 이를 안정화 지르코니아(full stabilized zrconia ; FSZ)라 부르고 안정화제가 비교적 적게 들어가 있는 것은 부 분 안정화 지르코니아(partially stabilized zrconia ; PSZ)라 한다. 지르코니아의 비 중은 알루미나나 질화규소에 비하여 크고 파괴인성은 큰 편이다. 지르코니아는 오래전부터 우수한 내열성, 단열성 및 내식성으로 인하여 유리용해 및 제철 제 강용 등의 내화물로 사용되어 왔다. 전기적인 응용으로는 보일러 등의 연소장 치의 산소농도 계측과 자동차의 공연비 검시용 산소센서가 실용화 되어있고, 기계적으로는 가위, 나이프, 식칼 및 공업용 커터 등 내마모성 부품, 다이스와 절삭공구 및 골프의 패터 등에 응용되고 있다.

(6) 질화규소(Si₃N₄)

질화규소는 공유결합의 고내열 재료이므로 고온, 고강도 특성을 이용한 고온 구조재료로 이용이 기대되며, 소결기술, 원료처리 기술의 발달로 이트리아 같은 원소를 소량 첨가하여 치밀한 고강도 소결체의 제조가 가능하게 되었다. 질화 규소는 열팽창률이 낮고 내열충격성이 뛰어나며 1,200 ℃까지 고강도를 유지하 므로 터빈이나 엔진재료로 유망하고, 터보차져의 실용화 등에 적용이 기대되고 있다. 질화규소에 대한 자세한 사항은 다음에 다시 논하기로 한다.

(7) 탄화규소(SiC)

탄화규소는 비산화물계 세라믹의 대표적인 것으로 다이아몬드 합성 실험도중 에 우연히 발견된 이래 그 우수한 특성으로 연삭숫돌 등의 연마재, 발열체와 배 리스터 등의 전기재료, 내화물을 중심으로 광범위한 분야에서 중요한 공업재료 로 이용되어왔다. 탄화규소는 용해가 어렵고 높은 경도, 내열성, 전기 및 열의 높은 전도성을 갖는 특성이 있으나 치밀한 소결이 어려워 내화재료 용도에는 다 공질 소결체가 사용되고, 그 외에는 반응 소결체가 사용되었다. 하지만 소결기술 의 발달과 함께 치밀화된 탄화규소의 고온구조재료로써의 적용이 기대되고 있 다. 탄화규소는 질화규소에 비해 상온 강도는 약간 낮고, 인성도 적으나 1,500 ℃ 까지 강도의 저하가 없어 고온 특성이 우수하다. 각종 내마모성 부품과 고온용 세라믹 지그류에 응용되고 있다. 또한 온도에 의한 변화에 융점을 갖지 않고 2,830 ℃에서 열분해하여 Si과잉의 기상과 카본이 되는 것으로 알려져 있다.

그 밖에 질화알루미늄(AlN), 질화티탄(TiN), 탄화티탄(TiC), 탄화붕소(B₄C) 및 질화붕소(BN)등 다양한 공업용 세라믹이 존재하며 계속 개발되어 여러 분야에 적용되고 있다^[14-18].

2.2.3 질화규소 세라믹의 특성

질화규소는 공유결합성이 큰 물질로써 물질의 입계에너지와 표면에너지의 비 값이 이온결합이나 금속결합을 하고 있는 물질에 비하여 크며, 질화규소 결정 안의 질소의 자체 확산계수가 작고, 1기압 질소 분위기 중에서 1,883 ℃에 도달 하면 Si와 N₂로 열분해가 발생한다. 질화규소는 산, 알카리에 대한 내식성이 강 하고, 용융 금속과의 반응성도 낮다. Si 원자와 원자반지름이 흡사한 Al원자와 는 넓은 범위에서 치환하여 연속 고용체를 만든다. 질화규소는 N원자를 O원자 로 치환하는 것도 가능하며, 이 때문에 사이알론(sialon)이라는 화합물이 존재한 다. 사이알론에는 Al₂O₃, AlN, SiO₂, Mg, Li 및 Y 등 다수의 원소와 치환고용체 를 만드는 것이 알려져 있으며 매우 많은 화합물이 존재한다. 질화규소는 소결 기술, 원료처리 기술의 발달로 이트리아 같은 원소를 소량 첨가하여 치밀한 고 강도의 소결체 제조가 가능하게 되었다. α상의 함유율이 많은 질화규소를 이용 하고, 입계결정화를 도모하면 고강도 재료가 된다.

질화규소는 일반적으로 α상과 β상의 두 가지의 결정구조를 가지고 있다. 두 개의 상 모두 단위격자는 육방정계이며 공유결합성 물질이다. β상은 α상에 비 하여 고온이나 산소분압이 낮을 때 비교적 안정한 상이며, 산소분압이 높으면 질소의 일부가 치환되어 산화질화물(oxynitride)을 형성하게 되며 이는 β상과 같 은 구조를 가진다. Si는 N와, 그리고 Al은 O와 각각 치환되어 고용된 사면체 를 만들며, 이를 "β-SiAlON" 혹은 "β′-Si₃N₄, β′-Solid solution"이라고 한다. α 상의 경우도 비슷한 구조를 가지며 α상의 Al 위치에 O가, 그리고 Si에는 N가 일부 치환 고용되고 동시에 단위격자 중에 존재하는 3Å정도의 격자공간에 일 정한 금속을 침입형으로 고용한 화합물이 발생하는데 이를 α-SiAlON라고 한다.

질화규소의 a상은 저온에서, β상은 고온에서 안정한 동질다형(polymorphism) 으로 알려져 있으며 a상에서 β상으로의 상변태는 질화규소를 1,500 ℃이상의 온 도에서 일정시간 열처리하면 발생하나 β상에서 a상으로의 변태는 관찰할 수 없 는 단향성(monotropic) 상변태이다. a상에서 β상으로의 상변태는 용융-재석출 과 정을 거치게 되므로, 변태하는 동안 석출된 β상의 성장은 소결체의 미세구조에
큰 영향을 미치게 된다. 따라서 α상에서 β상으로의 상변태에 의한 미세구조의 변화는 치밀화와 더불어 중요한 의미를 가지게 된다. 이러한 상변태에는 가한 압력, 온도 등과 같은 제조공정상의 요인이 큰 영향을 미친다. 질화규소 소결 시 압력을 가하거나 온도를 높이면 β상의 핵형성 속도가 증가하고 이에 따라 보다 많은 입자의 변태된 β상이 석출되고 보다 미세한 입자가 증가하게 된다. 또한 β상의 분율이 낮을수록 석출된 β상의 종횡비(aspect ratio)가 증가하게 된다 고 보고되고 있다.

Fig. 2.9는 파우더 형태의 질화규소를 소결하는 과정을 보여주는 파단면 SEM 사진이다. 그림에서 볼 수 있듯이 처음에는 등축 육방정계의 α상의 Si₃N₄를 중 심으로 이루어져 있으며 온도가 상승함에 따라 봉상의 β-Si₃N₄로 상변태를 하게 된다. 특히, (d)의 1,760 ℃에서 5분간 유지한 질화규소 세라믹을 파단하여 관찰 한 사진을 살펴보면 화살표 표시가 말해 주듯이 확연한 침상의 β-Si₃N₄가 관찰 되기 시작한다. 1,760 ℃에서 장시간 소결한 그림 (e)의 경우 본 연구에 사용된 질화규소 세라믹과 유사한 봉상의 β-Si₃N₄조직을 보인다.

Fig. 2.10은 본 과제에서 사용된 절화규소 세라믹의 소결분말을 SEM으로 촬 영한 사진이다. 상기의 분말로 소결된 절화규소 세라믹의 미세조직 사진을 Fig. 2.11에 나타내었다. 사진에서 볼 수 있듯이 소결된 절화규소 세라믹은 육각봉상 의 β-Si₃N₄입자와 육각 입자 사이에 새로이 형성되는 결정질의 2차상(secondary phase) 그리고 결정립계 주변의 YSiAION비정질로 구성되어 있다.

이와 같은 세라믹은 상온에서 높은 고강도의 특징을 지니고 있어서 일반적인 기계가공이 매우 어렵다고 알려져 왔다. 그러나 고온에서 입계에 존재하는 유리 상의 열화로 세라믹의 고강도를 저하시켜 금속재료와 같이 소성유동에 의한 기 계가공이 가능한 것으로 보고되고 있다. 따라서 최근 레이저를 이용하여 세라믹 의 표면만을 국부적으로 가열함으로써 PCBN(Poly-crystalline cubic boron nitride) 과 같은 기계가공공구로 절삭공정을 수행할 수 있는 길이 열렸다. 특히, 질화규 소의 경우에는 Fig. 2.12의 그래프에서 나타내듯이 1,000 ℃ 이상에서 소결제와 반응하여 생성된 비정질 YSiAION의 점도감소로 인한 연화로 소성변형이 일어날 수 있게 되고, 고온에 의한 열영향부의 균열발생에 의해 재료의 제거가 보다 쉽 게 이루어지기 때문이다.

YSiAION이 연화되기 전에는 β-Si₃N₄결정의 입내파괴(transgranular fracture)가 주로 일어나지만, 1,000 ℃ 이후의 고온에서는 β-Si₃N₄주변의 연화된 YSiAION의 소성변형에 의하여 입계파괴(intergranular fracture)가 주로 일어나므로 온도를 상 승시켜 점도가 낮은 상태에서 선삭가공을 행함으로서 질화규소를 효율적으로 절삭할 수 있고, 사용되는 공구의 수명을 증가시키는 것도 가능하다. 질화규소 는 열팽창률이 낮고, 내열 충격성이 뛰어나며 1,200 ℃까지 고강도를 유지하는 특성이 다른 구조용 세라믹과 비교한 특징이다. 이것은 내열 충격성이 뛰어나 고 고온에서도 고강도를 유지하기 때문에 세라믹 터빈이나 엔진재료로 유망하 고, 터보 차져의 실용화로 주목을 받고 있는 재료이기도 하다^[13-20].





Fig. 2.9 Variation of silicon nitride fracture according to temperature and time of sintering



Fig. 2.10 SEM image of powder before sintering of silicon nitride



Fig. 2.11 SEM image of HIP treated silicon nitride



Fig. 2.12 Variation of YSiAlON viscosity with temperature

2.2.4 질화규소 세라믹의 적용

질화규소는 고강도, 내마모성, 높은 파괴인성, 용융금속과의 젖음이 나쁜 특 징 및 낮은 열팽창률과 뛰어난 내열 충격성을 가지고 있으며, 특히 다른 세라 믹과 비교하여 1,200 ℃의 비교적 높은 온도까지 고강도를 유지하는 특성이 있 다. 즉, 내열 충격성이 뛰어나고 고온에서도 고강도를 유지하기 때문에 세라믹 터빈이나 엔진재료로써의 장래가 밝다. 최근에는 질화규소 세라믹을 이용한 터 보 차져의 실용화가 크게 주목받고 있다.

질화규소의 용도를 Table 2.4에 나타낸다. 질화규소 세라믹은 파우더, 형상성 형, 전자제품 및 섬유와 위스커 등의 형상으로 제작되어 다양한 분야에서 적용 되고 있다. 이들 질화규소를 사용한 재료는 이미 재료로써 평가를 받은 것도 많다. 예를 들면 질화규소로 만든 베어링의 경우 800 ℃의 고온에서 윤활유 없 이 사용할 수 있을 뿐 아니라 화학약품 안에서도 사용할 수 있다. 그러나 가격 이 일반베어링에 비교하여 100배 이상이 되어 아직은 특수한 용도에 국한되어 이용되고 있다. Fig. 2.13 및 Table 2.5에 디젤엔진 부품에 적용되고 있는 세라믹 의 응용 예를 질화규소를 중심으로 나타내었다. 질화규소 세라믹은 로커암 시 트, 탑시트, 밸브 가이드, 배기밸브, 터보차저, 밸브시트, 실린더 라이너, 피스톤 크라운, 피스톤 핀, 푸시로드 측의 로커암 팁, 푸시로드 팁, 예연소실, 와류실 캠, 실린더 헤드, 타펫트 및 캠 등에 적용되고 있다. 적용된 세라믹의 성형방법 은 금형프레스 성형, 사출성형, 압출성형, 러버프레스 성형 및 이장주입 성형 등 다양하게 사용되었다^[24,13,16-18,20].

Materials	Applications				
Powder	Coating material, Refractories, etc.				
Shape-forming	Nozzle, Cutting tool, Roller, Bearing, Mechanical seal, Dies, Components of pump, Gage block, Components of automobile, Cooking plates, Valves, Valve plate for common rail system, Turbo charger rotors, Components of engines, Components of aircraft, etc.				
Electron products	Semiconductor substrate				
Fiber • whisker	FRP, FRM, FRC				

Table 2.4 Applications of dense silicon nitride



Fig. 2.13 Examples of application for diesel engine parts

No.	Name	Material
1	Rocker arm seat	SiC, Si_3N_4 , Al_2O_3
2	Top seat	SiC, Si_3N_4 , Al_2O_3
3	Valve guide	SiC, Si ₃ N ₄ , Al ₂ O ₃ , MICA
4	Exhaust port liner	Si ₃ N ₄ , LAS, MAS, MICA, ZrO ₂
5	Exhaust valve	SiC, Si ₃ N ₄
6	Turbo charger	SiC, Si ₃ N ₄
7	Valve seat	SiC, Si ₃ N ₄
8	Cylinder liner	SiC, Si_3N_4 , Al_2O_3
9	Piston crown	SiC, Si_3N_4 , Al_2O_3
10	Piston pin	SiC, Si_3N_4 , Al_2O_3
11	Rocker arm tip	SiC, Si_3N_4 , Al_2O_3
12	Push rod tip	SiC, Si_3N_4 , Al_2O_3
13	Pre-combustion chamber	Si ₃ N ₄ , LAS, MAS, MICA, ZrO ₂
14	Glow plug	SiC
15	Swirl casing cap	SiC, Si ₃ N ₄
16	Cylinder head	SiC, Si ₃ N ₄
17	Tappet	SiC, Si_3N_4 , Al_2O_3
18	Cam	SiC, Si_3N_4 , Al_2O_3

Table 2.5 Examples of application for diesel engine parts

2.3 절삭이론의 기초

2.3.1 절삭공구의 구조와 형상에 따른 영향

절삭은 피삭재보다 경도가 높은 공구를 이용하여 피삭재를 깎아내어 희망하 는 모양의 제품을 만드는 작업이기 때문에 절삭공구의 형상과 각도는 칩의 배 출상태를 결정하고 절삭면의 조도, 공구의 수명, 절삭력 등을 좌우하는 중요한 변수로 작용한다.

또한 가공재료를 절삭할 때는 단순히 절삭기능만을 보는 것이 아니라 생산성 이나 비용까지 포함해서 판단해야 하며, 일반적으로 어떤 재료의 피절삭성이 좋다는 것은 공구의 마모가 적고 높은 절삭속도로 절삭할 수 있거나 절삭저항 이 적고 절삭면의 조도가 양호한 것을 말한다. 따라서 이러한 사항을 고려하여 가공특성에 맞는 공구를 선택하는 것이 매우 중요하다. 기본적인 절학공구의 구조 및 명칭을 Fig. 2.14에 나타낸다.

절삭날면의 공구상면(rake)과 측면(flank), 그리고 절삭날이 맞닿는 곡선으로 되어있는 날끝(nose) 등이 절삭에 관여하는 주요부분이며 공구각에 대해서는 아 래에 간략하게 설명한다.

(1) 앞면 절삭날각(end cutting edge angle) - 앞절삭날이 공구 홀더의 측면에 수 직한 선과 이루는 각

(2) 날끝각(nose angle) - 주절삭날과 앞절삭날이 이루는 각

(3) 옆면 절삭날각(side cutting edge angle) - 주절삭날이 공구 홀더의 측면에 수 직한 선과 이루는 각

(4) 경사각(rake angle) - 주절삭날과 절삭면이 이루는 각

(5) 앞면 여유각(end relief angle) - 공구 끝을 통과하는 중심선을 포함한 수직 단면에서 공구전면이 절삭면과 이루는 각

일반적인 절삭의 경우, 공구의 경사각은 절삭력 및 공구수명을 결정하는 중 요한 인자로 알려져 있다. 일반적으로 경사각이 증가하면 절삭열의 발생이 적 어져 공구수명이 증가하고, 경사각이 너무 커지면 절삭날의 강도가 저하하며 치핑(chipping)이 발생한다. 또한 양(+)의 경사각일 경우에는 칩을 위로 퍼올리는 형상이 되어 절삭저항 및 채터링이 감소하고, 절삭열의 발생을 억제할 수 있지 만 표면조도가 좋지 않다는 결점이 있다. 이에 반해 음(-)의 경사각에서는 공구 가 피삭재를 누르면서 절삭되는 형태가 되어 절삭저항이 커지고 채터링이 증가 하지만 표면조도는 향상된다. 상술한 내용은 일반적인 경향이므로 선삭특성에 대하여 참고하는 것은 가능하지만 레이저 예열선삭의 매개변수에 대하여 고려 해야한다. Fig. 2.15에 양(+)과 음(-)의 경사각을 모식도로 간략하게 정의하였다.

본 연구에서는 좋은 표면조도를 얻기에 유리한 음의 경사각을 가지는 공구를 사용하였으며, 절삭공정 전에 레이저로 예열을 실시하여 고온에서 공정이 행해 지므로 일반 공정에서 칩 생성시 발생하는 소성변형에 의한 온도의 증가나 공 구와 재료의 마찰에 의한 온도상승이 절삭공정에 미치는 영향이 거의 없으므로 일반 절삭공정과 절삭 메커니즘이 확연히 다르다^[21].





Fig. 2.15 Geometrical comparison of positive and negative rake angles of CBN cutting tool

2.3.2 절삭된 칩의 형태

공구를 이용하여 재료를 절삭할 때 만들어지는 칩(chip)의 형태는 절삭공구의 형상, 피삭재의 재질, 절삭속도, 절삭깊이 및 이송속도 등에 따라 좌우되며, 절 삭 상태를 간접적으로 판단할 수 있는 기준이 된다. 일반적으로 칩은 Fig. 2.16 과 같이 크게 4가지 종류로 나눈다.

유동형 칩(flow type chip)은 연성재료를 큰 경사각과 얕은 절삭깊이에서 고속으 로 절삭할 때 발생하는 형태로써 Fig. 2.16(a)와 같이 가공물이 공구면에 의해 강 한 압력으로 압축되고 그 압축력이 전단면을 따라 파단을 일으킨다. 이러한 좁은 간격의 슬립(slip) 현상이 연속적으로 발생하여 칩이 공구면 위를 따라 유동하면 절삭저항의 변동 및 진동(chattering)이 적어 가공면의 조도가 좋아 진다. 따라서 일반적으로 유동형 칩이 생성되는 가공을 양호한 가공이라고 평가한다.

유동형 칩보다 슬립 간격이 큰 경우에, Fig. 2.16(b)와 같이 공구날의 전방 ab 를 따라 슬립이 발생하게 되면 이에 대한 절삭저항은 0에 가깝게 되고 공구가 전진함에 따라 a, b, c, d 부분은 점선과 같이 압축되며 다시 bc 방향으로 슬립 이 발생하여 절삭저항이 증가하게 되는 현상을 반복하면서 유동형 칩보다는 절 삭저항의 변동이 크고 표면조도가 거친 전단형 칩(shear type chip)이 형성되게 된다. 취성재료의 경우 혹은 깊은 절삭깊이와 작은 경사각에 의한 연성재료의 절삭시 발생한다.

열단형 칩(tear type chip)은 Fig. 2.16(c)와 같이 연성이 매우 좋은 재료의 절삭 시 경사면의 마찰이 심하여 칩이 공구면에 점착하여 미끄러져 나가지 못하므로 전단형의 경우처럼 상향 슬립이 발생하지 않고 하향으로 균열이 발생한다. 이 하향균열은 공구가 전진함에 따라 성장하지만 어느 한계에 이르면 bc 방향으로 슬립이 발생한다. 이와 같은 균열과 전단형상이 반복되어 절삭이 이루어지며 이 때의 절삭저항은 유동형, 전단형에 비하여 훨씬 크고 1개의 칩을 형성할 때 마다 변동하므로 공구의 진동이 심하고 가공면의 정밀도가 나빠진다.

균열형 칩(crack type chip)은 Fig. 2.16(d)와 같이 균열이 발생한다는 점에서는 열단형과 비슷하지만, 이 경우에는 상향균열이 발생하는 것이 다른 점이다. 공 구가 진행함에 따라 균열이 표면에 도달하여 거의 균열만으로 칩이 생성된다. 이 균열은 절삭각이 작으면 수평보다 상향으로 발생하고 절삭각이 크면 하향으 로 발생하며 가공면에 굴곡이 심하여 절삭저항의 변동이 크다^[21].

여기에서, 세라믹의 예열선삭 메커니즘을 간략하게 살펴보면 집광된 레이저 열원에 의해 피가공재 표면층이 산화되고 용융 및 증발된다. 이때 비정질상의 점성 유동에 따른 전단 구역에서의 소성변형에 의해 재료가 제거되고 결정립간 미세균열이 생성되어, 유착 및 전파에 의해 칩이 생성된다. 이와 같이 미세균열 의 전파에 의한 균열형 칩의 형성도 재료제거의 한 형태이지만, 이보다는 소성 변형에 따른 유동형 칩의 생성에 의한 선삭이 바람직하다.





Fig. 2.16 Schematics of chip types

2.4 세라믹의 레이저 예열선삭

2.4.1 기존의 세라믹 절삭가공

소결공정만으로도 일부 세라믹은 최종부품 형상을 가질 수 있으나 대부분의 경우 치수를 보정하고 더 양호한 표면을 얻기 위한 표면가공을 필요로 한다. 가공공정은 전체 제조비용중 60~90 %의 큰 비중을 차지하고 있기 때문에 가능 한 최소화 하고, 효과적으로 수행해야 하다. 세라믹은 강도와 취성이 높아 가 공이 어렵고 비용이 많이 든다. 앞에서 언급한 금속용 절삭공구는 세라믹과 경 도가 비슷하거나 작고, 국부적으로 큰 인장하중이 가하지면서 파괴를 유발시키 기 때문에 세라믹 가공에는 용이하지 못하다. 일반적인 절삭에서 공구는 가공 하려는 세라믹 재료에 비하여 경도가 높아야 하며, 부품에 과응력이 걸리지 않 고 가공이 가능하도록 고려하여 설치되어야 한다. 세라믹 재료는 기계적, 열적 및 화학적 방법으로 제거시킬 수 있다. 세라믹 가공이 가능한 가공법을 열거하 여 보면 접착된 연마재가공(mounted abrasive machining), 비접착 연마재 가공 (free abrasive machining), 충돌재 연마 가공(impact abrasive machining), 화학적 machining), 광에칭 가공(photoetching machning), 방전가공 가공(chemical (electrical discharge machining ; EDM) 및 레이저 가공(laser machining) 등이 있 다. 세라믹 가공에 사용되고 있는 가공종류의 개략도를 Fig. 2.17에 나타내었 다. Fig. 2.18에는 세라믹가공에 가장 많이 사용되는 다이아몬드를 이용한 연삭 을 나타낸다^[6-8,22-34]



Fig. 2.17 Diagram of ceramic fabrication techniques



Fig. 2.18 Diamond grinding of engineering ceramics

2.4.2 레이저 예열선삭의 개요

레이저 예열선삭은 절삭하기 어려운 고경도강(hardened steel), 공업용 세라믹 (engineering ceramics), 니켈합금(nickel alloy)과 소결카본(sintered carbon) 등의 난 삭재를 가공함에 있어 레이저빔을 이용하여 재료를 국부적으로 가열하여 표면 의 연화를 유도하여 보다 수월하게 절삭을 행하는 것이다. 특히, 레이저 예열선 삭에 비하여 레이저만을 이용한 가공은 비접촉 가공으로 고밀도의 국부적인 열 워을 이용하여 재료를 용융 혹은 증발시키므로 절삭공구와 피가공재와의 상호 작용 및 그에 관련된 공구마모, 채터링과 기계공구의 편자를 재거할 수 있지만 피가공재의 절삭면에 고밀도의 국부적인 가열에 의한 열적손상, 균열, 미세구조 의 변화 및 나쁜 표면처리를 가질 수 있다는 단점이 있다. 하지만 레이저 예열 선삭은 재료를 재거하기 위해 사용되는 절삭공구가 열손상된 표면을 제거하므 로 레이저 가공과 비교하여 우수한 가공재의 표면상태와 치수공차를 얻을 수 있다. 특히 스테인리스강, 니켈기 슈퍼합금 및 T-i6Al-4V와 같은 고경도 재료에 대한 레이저 예열선삭의 적용에 관한 연구가 보고되고 있고, 특히 칩 형성 중 전단영역에 레이저빔을 조사함으로써 절삭력을 감소시키고 재료제거율이 상당 증가하는 것이 관찰되었다. 현재까지의 연구에서는 CO₂, Nd:YAG 및 히 Excimer 레이저가 가공에 많이 사용되어 왔으나 HPDL(high power diode laser)을 이용한 레이저 가공에 관한 연구는 부족하여 본 연구에서는 HPDL을 사용한 레 이저 예열선삭에 관하여 집중적으로 분석하였다^[5-7,22-34].

3. 실험 재료 및 방법

3.1 실험재료와 장치의 구성

3.1.1 실험재료

(1) HIP 및 SSN 소결된 질화규소

본 연구에서는 선삭가공을 위하여 길이 150 mm 및 직경(D) 16 mm의 환봉형 질화규소 세라믹 시험편을 사용하였다. 본 실험에서는 SSN(sintered silicon nitride) 및 HIP(hot isostatic pressing) 처리된 두 가지의 질화규소 세라믹을 사용 하였고, 이들 소결법의 특징은 아래와 같다.

SSN 소결법은 1기압의 질소분위기에서 소결조제를 1,700~1,800 ℃까지 가열함 으로 액상(유리)을 형성시켜 입자간 용해에 의한 석출을 유도함으로써 빠른 액 상소결을 진행하는 방법이다. 이렇게 제작된 세라믹의 잔류유리상은 고온에서 쉽게 연화되어 강도저하의 원인이 되며, 이를 해결하기 위해 적당한 열처리를 통해 유리상을 결정화 시켜 고온강도를 개선하기도 한다.

HIP 소결법은 질화규소의 원료 분말이나 성형체를 고융점 금속이나 유리로 된 용기 속에 넣어 개기공(open pore)이 없어질 정도로 예비 소결한 소결체를 Ar, N₂, He 등의 기체를 매체로 하여 1,300~1,900 ℃에서 100~200 MPa의 정수압 을 가하여 질화규소 소결체를 제조하는 방법이다. 이 방법은 고온 가압 소결법 에 비하여 물성이 등방성을 유지하며, 소결촉진제를 첨가하지 않거나 극히 소 량만을 첨가하여도 높은 밀도를 갖는 소결체를 얻을 수 있으며, 필요한 치수에 가까운 모양을 쉽게 만들 수 있다. 고온크리프특성이나 고온강도가 다른 소결 방법에 의해 제조된 질화규소에 비하여 우수하지만, 고가의 장비가 필요하여 가격이 높다.

Fig. 3.1은 SSN 및 HIP 처리된 질화규소 시편의 파단면을 SEM으로 촬영한 사진이다. 사진에서 확인할 수 있듯이 두 세라믹의 결정입자 크기가 다르다. 특 히, SSN 처리된 시편의 질화규소봉 길이는 약 7 µm 정도이고 HIP 처리된 시편 의 절화규소봉 길이는 약 1.5 µm로 SSN 처리된 시편의 입자크기가 HIP 처리된 시편에 비하여 크다는 것을 알 수 있다. 이러한 입자의 크기가 가공 후 표면 조도에 큰 영향을 미치기도 한다. 또한 두 종류의 질화규소 세라믹의 무게를 비교한 결과, HIP 처리된 시편이 SSN 처리된 시편에 비하여 약 1.04배 무거웠 다. 즉, HIP 처리된 시편이 밀도가 높고 조직이 더욱더 치밀한 것을 알 수 있 다. 따라서 예열선삭시 HIP 처리된 질화규소 세라믹의 가공에서 절삭력이 더 크고 공구마모가 심한 이유도 이러한 조직적 특성이 일부 기여한 것으로 판단 된다. 그러나 예열선삭시에는 이러한 조직적 특성보다는 소결법에 따른 유리상 의 고온강도가 가공성을 결정하는 주요 인자로 생각된다.

(2) 알루미나(Al₂O₃)와 지르코니아(ZrO₂)

질화규소(Si₃N₄)이외에 산업계에 많이 사용되고 있는 공업용 세라믹인 알루미 나(Al₂O₃)와 지르코니아(ZrO₂) 등을 비교재료로써 사용하였다. 세라믹의 종류에 따라 기계적 성질이 다르고 예열선삭공정시 매개변수 및 프로세스 방법에 지대 한 영향을 미치므로 이에 대한 분석이 필요하다.

Table 3.1은 공업용 세라믹의 기계적 성질을 나타내었다. 열전도성(thermal conductivity)은 레이저 예열시 열구배에 따른 급열과 급랭으로 내부응력이 유도 되는 정도를, 굽힘강도(flexural strength)는 열적인 파단과 균열 또는 응력유도에 대한 민감도를 각각 나타낸다. 또한 파단인성(fracture toughness)은 균열이 성장 하여 파단에 이르게 하는 응력강도 인자인 임계응력확대계수(Critical stress intensity factor, KIC)의 일종으로, 이 값이 클수록 최대 허용균열크기가 증가하 므로 균열이 진행되기 어렵다. 파괴인성값(KIC)은 다음 식으로 정의된다.

 $\sigma_1 = KIC\pi C$

여기에서, σι은 균열이 성장해 파괴에 도달 할 때의 인장강도, C는 표면균열의 길이이다. 질화규소는 알루미나와 지르코니아에 비교하여 전체적으로 굽힘강도, 파단인 성, 열전도도 및 내열충격성이 크기 때문에, 레이저 예열에 의한 열충격에는 가 장 안정할 것으로 예상되며 알루미나와 지르코니아는 열충격에 상당히 취약할 것으로 예상된다.





Fig. 3.1 Fracture SEM image of SSN and HIP treated silicon nitride

	Material	Al ₂ O ₃	ZrO ₂	Si ₃ N ₄
Mechanical property Unit	Color	Ivory	Ivory	Black
Vickers hardness(load 500 g)	GPa	17.2	13.2	14
Flexural strength	MPa	380	1000	880
Young's modulus of elasticity	GPa	380	200	300
Poisson's ratio	-	0.23	0.31	0.28
Thermal conductivity(20 $^{\circ}$ C)	W/(m · k)	32	3	30
Heat shock resistance (Put in water)	$\Delta T_{\mathfrak{c}} \mathfrak{C}$	250	300	750
Coefficient of linear thermal expansion(40~800 °C)	×10 ⁻⁶ /℃	8.0	11	3.0
Specific heat	$J/(kg \cdot k)$	0.79×10 ³	0.46×10 ³	0.66×10 ³

Table 3.1 Mechanical properties of ceramics

3.1.2 실험장치

본 연구는 2.5 kW급 HPDL을 열원으로 사용하였으며, 고온계와 공구동력계를 이용하여 실시간으로 온도 및 절삭력을 측정하였다. Table 3.2에 각 실험장치의 세부사양을 나타낸다.

(1) HPDL(high power diode laser)

고출력 다이오드 레이저의 경우 빔이 파이버를 통하여 전송이 가능하고 적은 전력으로 비교적 많은 양의 레이저를 만들어 낼 수 있어 효율(efficiency)적인 면 에서 우수하다. 또한 소형이고 유지비용 및 보수비용이 저렴하여 산업적으로 적 용이 기대된다. 따라서 본 연구에서는 기존의 세라믹 가공에 관한 연구에서 거의 사용되지 않았던 HPDL을 이용하여 실험을 진행하였다.

본 연구에 적용된 HPDL은 LASERLINE사의 LDF 1000-2500 모델로 연속파 (continuous wave, CW)타입이다. 레이저 빔의 파장은 910 nm와 980 nm를 커플링 하였고, 레이저발진의 최대 출력은 2.5 kW이다. 세팅된 HPDL의 작업거리(working distance)는 광학모듈 전방 윈도우에서 시편표면까지 약 183 nm이다. 시편표면에 서 빔 폭은 최대 출력밀도 50%를 기준으로 약 5 mm×5 mm인 사각빔을 주로 사 용하였다. 본 연구에 사용된 사각빔의 프로파일을 **Fig. 3.2**에서 제시한다.

(2) 레이저 복합가공기

현대의 급격하게 변화하고 발전하는 생산업계에서는 생산모델의 변경이 빈번 하기 때문에 다품종소량생산 및 다양한 형상의 생산을 능동적으로 대처하는 것 을 요구하고 있다. 그 결과 하나의 가공기를 사용하여 다양한 가공을 행할 수 있는 복합가공기의 개발이 활발하게 이루어지고 있다. 본 논문에서는 절삭공정 과 레이저 열처리를 동시에 행할 수 있는 복합가공기를 개발하여 사용하였다. 레이저는 정밀성, 공정의 유연성, 비접촉 가공 및 국부적 가열의 특성으로 열영 향부를 최소화 할 수 있고, 빔의 형상을 광학계를 이용하여 변화시킬 수 있어 가공에 적합한 열원을 형성할 수 있는 장점을 가지고 있다. 따라서 기존의 가 공기술과 접목하여 적용하기에 용이하고, 우수한 가공성을 가질 것으로 기대한 다. 본 논문에서 사용한 레이저 복합가공기는 터릿형 CNC선반에 HPDL을 설치 하여 절삭공정과 레이저 조사를 동시 혹은 개별로 운행하는 것이 가능하며, 선 삭, 드릴링, 절삭가공 및 레이저를 이용한 열처리, 마킹, 드릴링, 용접과 절단 그리고 절삭공정과 레이저 공정을 접목시킨 레이저 예열선삭이 가능하다.

레이저빔은 파이버(fiber)를 통화여 광학모듈로 이송되고 Fig. 3.3에 나타낸 특 수광학계를 통하여 시편에 조사된다. 본 실험에 사용된 광학계는 리볼버 (revolver), 초점거리 조절장치 및 틸팅(tilting)구동부 등의 구조로 되어있다. 리볼 버는 원형빔(circular beam) 및 사각빔(rectangular beam) 등으로 빔형상을 다양하 게 구현할 수 있도록 제작되었으며, 초점거리 조절장치는 콜리메이팅렌즈 (collimating lens)와 집속렌즈(focusing lens)로 구성되어 빔의 크기와 초점거리를 조절한다. 틸팅부는 광학모듈을 회전시켜 레이저빔의 입사각을 제어할 수 있다. 레이저 복합가공기의 외관 및 부속장치의 사진을 Fig. 3.4에 나타내었다. Fig. 3.5는 본 실험을 위하여 세팅되어있는 복합가공기 내부의 실험장치 사진이다. 레이저 광학모듈과 터릿이 독립적으로 움직이고, 공작물과 레이저 절삭공구의 세팅과 공정이 서로의 간섭을 받지 않고 수월하게 행해지도록 광학계는 공작 시편을 기준으로 상단에, 절삭공구가 세팅될 터릿은 공작물을 기준으로 하단에 배치되었다. 본 논문에 사용된 복합가공기의 스핀들 최대 회전수 4,000 rpm, 최 대 축이송속도가 각 축에 대하여 30, 16 및 30 m/min이며, 복합가공기의 Z축에 리볼버 광학모듈을 설치하여 실험을 실시하였다.

(3) CBN 인서트

본 연구에서 사용된 공구는 질화붕소를 육각형 구조에서 다이아몬드에 근사한 구조로 변형시켜 금속과 소결하여 제작한 CBN(cubic boron nitride) 공구로써 다이 아몬드와 유사하게 상호 결합된 2개의 체심입방격자로 한쪽은 붕소원자(B) 다른 한쪽은 질소원자(N)로 구성되어있다. 본 실험에 사용된 절삭공구는 Fig. 3.6에서 나타내는 것과 같이 일반적으로 외경가공에 널리 사용되는 음의 경사각 -6°를 가지는 Taegutec사의 CNMA 120408 LN TB 650 선삭용 인서트로 노즈반경(nose radius)은 0.8 mm, 두께는 4.76 mm이고 공구 끝 팁(tip)부분에 CBN이 코팅되어있 다. 또한 CBN 공구를 고정하는 공구홀더는 PCLNL-2525 규격을 사용하였다.

(4) 측정장치

절삭력 측정을 위하여 KISTLER사의 9257B type 공구동력계(dynamometer)를 사용하였으며, 측정범위는 -5~5 kHz로서 측정값은 0을 중심으로 하여 +, -의 방향을 가지는 벡터값으로 나타내어진다. 즉, 미는 힘과 당기는 힘 양쪽 방향에 대하여 모두 측정된다. 예열선삭 중 절삭공정이 행해지는 방향으로 작용하는 절삭력인 주분력(F_c), 공구의 이송방향으로 작용하는 이송력(F_f) 및 시편의 중심 방향인 절삭깊이 방향으로 작용하는 배분력(F_t)을 1초에 5회 각각 샘플링 (sampling)하여 실시간으로 계측하였다.

세라믹의 표면 온도 측정을 위한 고온계(Pyrometer)는 KLEIBER 사의 KGAF 730모델이다. 이는 적외선 타입으로써 측정범위는 300~2,300 ℃이며 사용되는 파장은 1.58~2.2 µm로 본 연구에서 주로 사용하는 HPDL 및 비교분석을 위한 CO₂ 레이저 파장의 영향을 받지 않는다. 예열되는 부분의 면적이 좁은 경우에 보다 정확한 측정을 위하여 기존의 측정거리 300 mm에 측정면적 직경 4.3 mm 의 모델에서 측정거리를 60 mm로 줄이고 측정면적을 직경 0.5 mm로 수정하여 특수 제작하였다.

Spec. Item	Picture	Specifications					
HPDL		Maker/Model	Т	уре	Max. power		Wave length
		LASER LINE/ LDF1500 - 100	Fiber diod	coupled e Laser 2.5 kV		V	910 + 980 nm
Multi-		CNC controller		Max. rpm		Traveling speed	
machine		FANUC 31i-A		4000		30/16/30 m/min	
Dynamo- meter		Maker/Model		Measuring range		Natural frequency	
		KISTLER/ 9257B		-5 ~ 5 kN			3.5 kHz
Pyro- meter		Maker/Model		Temp. range		Spectral range	
		KLEIBER/ KGAF730		300 ~ 2300 °C		1	1.58 ~ 2.2 µm
Page Horizontal Line Profile							

Table 3.2 Specifications of experiment setup



Fig. 3.2 Beam profile of high power diode laser $(5 \times 5 \text{ rectangular beam}))$



Fig. 3.3 Photo and schematic of optical module



Fig. 3.4 Experiment equipments of HPDL system with multi-tasking machine



Fig. 3.5 Experimental system for laser-assisted machining



Fig. 3.6 Photo and geometry of cutting tool(Taegutec/CNMA120408)

3.2 실험 및 분석 방법

3.2.1 실험방법

레이저 예열선삭을 위해 설치한 실험장치의 개요와 모식도를 Fig. 3.7에 각각 나타낸다. 시험편의 편심에 의하여 가공중 채터링이 발생하는 것을 막기 위하 여 시험편을 척(chuck)에 고정시킨 후 다이얼 게이지를 사용하여 편심을 최대 ± 3 µm 이내로 조정하였다. Fig. 3.7(a)의 실험장치 시스템을 보면 고온계를 이용 하여 실시간으로 측정된 온도와 공구에 부착된 공구동력계에서 실시간으로 측 정된 절삭력은 아날로그 입력을 디지털수로 변환하는 데이터이력기록기를 통하 여 컴퓨터에 파일로 기록하고 저장하였다. Fig. 3.7(b)의 레이저 예열선삭 모식 도를 보면 시편은 척으로 고정되어 620 rpm(*N*)으로 회전한다. 시편표면을 절삭 가능한 온도로 상승시키기 위해 레이저빔을 조사하여 60초간 이송 없이 예열했 다. 공구의 직접적인 레이저 조사로 인한 열충격 및 손상을 방지하기 위해 레 이저빔 중심에서 2.3 mm의 리드거리(*L*₁)를 두고 레이저 위치로부터 180°되는 지점(*Q*)에서 레이저빔과 같은 이송속도로 이송하며 절삭을 실행하였다. 이때 공구동력계는 공구에 부착되고, 고온계는 레이저 조사부에서 리드거리 없이 90 °위치(*Q*₀)를 측정하도록 설치하였다.

레이저 예열선삭은 절삭공정과 레이저 예열이 복합된 공정이기 때문에 예열 선삭을 성공적으로 이끌기 위해서는 공구의 측면에서 뿐만 아니라 레이저, 선 반, 시험편 그리고 이들의 복합적인 관계를 파악하고 최적의 매개변수를 도출 하여야 한다. 주요 매개변수를 Fig. 3.8에 정리한다. 레이저에서는 입열을 결정 하는 레이저출력 및 레이저빔 이송속도, 예열 부위의 사이즈를 결정하는 빔 모 양 및 스폿 사이즈(spot size)가 가장 큰 가공변수로 작용하게 된다. 재료의 측면 에서는 빔홉수율 및 열전도 특성 등이 레이저에 대한 예열효율을 결정하는 주 요인자가 되며 파단인성, 굽힘강도와 열팽창률 등은 열충격에 대한 민감도를 결정하게 된다. 또한 선반에서는 회전속도 및 이송속도(feed rate) 등이, 가공중 에는 예열온도와 예열시간 및 절삭깊이 등이 주요 인자가 될 것이다. 고온계(pyrometer)는 레이저 조사부 또는 조사부와 일정거리 떨어진 뒤쪽에서 시험편 표면의 온도를 실시간으로 측정하고, 절단 공구(tool)는 레이저에 의해서 연화되는 것을 막기 위하여 일정거리 떨어져 이송되면서 일정 깊이로 재료를 제 거한다. 재료를 절삭하는 것은 재료에 소성변형을 주어 칩(chip)을 공작물 표면에 서 분리시키는 것이기 때문에 공구는 공작물로부터 저항을 받게 되는데 이를 절 삭저항이라고 부르고 앞서 기술하였듯이 3분력으로 나타낸다. F_c는 절삭방향으로 작용하는 분력으로써 주절삭력(main cutting force)이라 하고, F_f는 이송에 대한 저 항력으로 이송력(feed force), F_t는 공구의 축 방향으로 작용하는 분력 즉 바이트가 절삭깊이 방향으로 미는 반대방향으로의 힘으로써 배분력(thrust force)이라고 한 다. 이들 힘은 공구동력계(dynamometer)를 이용하여 실시간으로 측정된다.

본 연구에서는 레이저빔을 시편표면에 조사하여 시편표면의 온도를 상승시켜 비교적 낮은 온도에서 점성이 저하되는 YSiAION 비정질재의 연화를 유도하여 β-Si₃N₄의 봉상입자의 입계파괴로 절삭을 행한다. 이 때 레이저 출력, 이송속도 및 절삭깊이의 변수에 변화를 주어 실험을 실시하여 각 공정변수에 따른 레이 저 예열선삭 특성을 분석하고 세라믹 재료와 레이저 종류에 따른 레이저 예열 선삭의 특성을 제시하였다.



Fig. 3.7 Schematic illustration of experimental system



Fig. 3.8 Principal parameters of laser-assisted machining system

3.2.2 분석방법

HPDL을 열원으로 사용한 레이저 복합가공기를 이용하여 레이저 예열선삭된 환봉형의 질화규소 세라믹 시편은 예열과 선삭에 의한 표면의 산화 및 가공성 을 평가하기 위하여 표면사진을 촬영하고 단면 및 파단면 분석을 위하여 절단 되었다. 시편의 절단과정에서 절단면에 레이저 예열선삭과 다른 절단효과를 가 져올 우려가 있어 절단된 시편을 파단 시킨 후 절단면에서 1 mm 이내는 관찰 하지 않았다. 가공은 일반적으로 20 mm 진행하였으므로 시편은 25 mm 로 절단 하여 SEM 장비를 이용하여 표면을 관찰할 수 있도록 준비했다.

(1) 시편의 표면 관찰

시편의 표면은 영상현미경(Video microscope) 및 전자현미경(SEM)을 사용하여 관찰했다. 영상현미경으로 시편의 산화정도, 조도 및 절삭가공의 평가를 행하였 고, 전자현미경으로 100배에서 10,000배까지 확대하여 시편의 표면 및 조직의 거동을 관찰했다.



(2) 시편 표면의 경도측정

레이저열원에 의한 재료의 산화가 시편표면에 미치는 영향 및 레이저 예열선 삭부의 표면경도변화를 관찰하기 위해서 마이크로 비커스 경도기(Micro vickers hardness tester)를 사용하여 가공 후 질화규소 시편 표면의 경도를 측정하였다.

(3) 공구동력계를 통한 절삭력의 분석

일반적으로 많이 사용되는 CBN 공구를 사용하여 고강도의 질화규소 세라믹 을 가공함에 있어 가장 중점적으로 다뤄지는 변수중 하나는 바로 공구의 마모 도와 수명이다. 특히 피가공재의 경도가 공구보다 높은 경우 공구의 파손을 유 발하기 쉽다. 하지만 HPDL을 이용하여 시편을 국부적으로 가열함으로써 피가 공재를 연화시키고 경도를 저하시켜 고강도의 세라믹을 CBN 공구로 절삭하는 것이 가능하며, 공구 수명의 연장도 가능하게 된다. 따라서 공구동력계를 이용 하여 실시간으로 절삭에너지를 측정하여 고온에서의 조직적 변화가 예열선삭에 미치는 영향에 대하여 분석하였다.

(4) 절삭된 칩을 이용한 가공특성 분석

앞에 기술한 일반적인 공구의 절삭에서 칩의 형상은 절삭가공의 정밀성, 효 율성, 및 피가공재의 조도 등을 판단할 수 있는 중요한 요소 중 하나임을 밝힌 바 있다. 비록 레이저를 사용하여 시편을 예열시킨 후 고온에서 재료의 물성변 화를 유도하여 가공을 행하기 때문에 일반적인 가공메커니즘과는 다르지만, 절 삭된 칩을 분석하여 세라믹의 가공성을 판단하는 하나의 지표로써 활용하였다.

(5) 질화규소 세라믹의 조직 분석

질화규소 세라믹은 소결된 고강도 세라믹으로 조직적 구조가 복잡하고, 고온 에서 조적적 거동이 변한다. 이에 EDS(energy dispersive spectroscopy) 및 XRD(X-Ray diffractometer) 분석을 사용하여 레이저 예열선삭 공정에 일어나는 질화규소 세라믹 조직의 미세구조 거동을 분석하였다. 특히 레이저의 국부적인 가열로 인한 산화 및 균열발생의 메커니즘을 확인하기 위하여 산소(O)의 분포 와 질화규소 내부에 존재하는 질소(N)의 거동을 중심으로 분석을 실시하였다.

4. 실험 결과 및 고찰

4.1 질화규소 세라믹의 예열특성

4.1.1 출력에 따른 질화규소 세라믹의 조직적 변화

질화규소 세라믹을 레이저 예열선삭하는 기본적인 메커니즘은 레이저빔을 사용하여 재료를 국부적으로 예열하여 조직을 연화시키는 것이다. 따라서 절삭가 공에 있어 재료의 조직적 변화가 중요한 역할을 하는 것을 알 수 있다. 본 실험에서 주로 사용된 HIP 처리된 질화규소의 가공전 재료의 표면사진과 파단면 및 표면의 SEM 사진을 Fig. 4.1에 나타낸다. 시편은 HIP 소결방법으로 소결하고 표면을 마무리 처리한 직경(D) 16 mm에 길이(L) 150 mm의 환봉형 질화규소 이다. 시편은 절삭조건의 균등화를 위하여 마무리 처리에 의하여 거의 정확한 치수를 가지며, 그림에서 보듯이 매끈한 표면을 가진다. 파단면을 관찰하여 보면 면 전형적인 육각봉상의 질화규소 입자가 비정질재에 의하여 서로 연결되어 있는 것을 볼 수 있다. 시편 표면을 SEM을 이용하여 자세히 관찰하여 보면 마무 리 공정의 연삭자국이 남아있는 것을 볼 수 있다.

본 시편을 척에 고정하고, 회전속도(N) 620 rpm, 이송속도(f) 0.013 mm/rev, 이 송거리 70 mm에서 400 W, 600 W 및 800 W의 레이저출력(P)에 변화를 주어 예 열을 실시하고 그 표면과 온도의 변화를 Fig. 4.2에 나타내었다. 비교적 낮은 출 력인 400 W의 경우 온도는 약 1,250 ℃를 유지하며 표면에 큰 변화는 없었지만 색상이 검은색에서 어두운 회색으로 변화된 것을 볼 수 있다. 600 W의 경우 표 면이 부풀어 오르기 시작하며 이러한 경향은 800 W에서 더욱 심화된다. 800 W 의 레이저 출력에서 부풀어 오른 발포(bloating)는 규산염 유리질로써 작은 충격 에도 쉽게 떨어져 나가는 것을 알 수 있었다. 온도그래프에서 나타내듯이 출력 이 증가할수록 온도가 상승하는 기울기가 커지고, 고온에서 일정 온도로 유지 되는 온도가 상승하는 것을 알 수 있다.

이러한 표면의 변화를 자세히 알아보기 위하여 각 출력별로 예열된 시편표면

- 62 -

의 SEM사진을 관찰하여보았다. Fig. 4.3에서는 출력별 표면 SEM 사진 및 800 W 의 출력에서 나타난 크레이터(crater)를 확대한 SEM사진과 출력별 비커스경도값 을 제시하였다. 400 W의 경우 육안으로는 산화 정도가 크지 않고 색상만 검회 색으로 변했었으나, SEM으로 관찰한 결과 이미 크레이터 자국이 발생하기 시 작하고 조직이 변화하여 내부에 기공(pore)이 형성되어 있는 것을 확인할 수 있 었다. 또한 600 W 및 800 W로 출력이 상승할수록 크레이터의 크기가 커지는 것 을 알 수 있으며 특히, 800 W 출력으로 예열된 시편의 표면에는 크레이터 자국 아래에 크랙(crack)이 존재하는 것을 알 수 있었다. 이러한 균열은 절삭공구로 시편을 절삭함에 있어 유리하게 작용할 것으로 기대된다. 시편 표면을 예열하 는 출력이 증가할수록 시편표면의 가열온도는 상승하여 시편표면의 조직적 변 화가 활발하게 일어나 급기야 800 W이상에서는 과도한 크레이터 생성에 의한 균열의 발생으로 시편 표면의 경도가 저하되는 것을 예상할 수 있으며, 비커스 경도기로 측정한 결과 출력이 상승함에 따라 시편표면 경도가 급격하게 감소하 는 것을 알 수 있다.

이러한 조건에서 파단면을 관찰하여 조직적 변화를 면밀히 검토하고자 하였 다. Fig. 4.4에서는 각 출력별 파단면을 100배와 3,000배의 SEM사진으로 관찰하 였다. 600 W로 예열된 시편에서는 표면에 부풀어 오른 발포(bloating)이 생성되 는 것을 알 수 있다. 800 W의 출력으로 예열한 경우 앞서 말했듯이, 표면에 과 도한 발포가 생성되었지만, 작은 충격에도 쉽게 떨어져 나가는 성질로 인하여 파단시편을 제작하는 과정에서 충격으로 모두 떨어져나갔다. 따라서 800 W로 예열된 시편의 경우 발포의 아랫부분을 중심으로 관찰하였다. 400 W의 경우 표 면에 얇은 산화층이 존재하며 산화층 바로 아래 육각봉상의 질화규소를 가지고 있는 기지(substrate)가 나타난다. 600 W의 경우 발포를 관찰할 수 있었으며 발 포내부에 기공(pore)를 가지고 있는 것을 확인할 수 있었다. 이는 질화규소 (Si₃N₄)내부에 존재하고 있는 질소(N)가 질소가스(N₂)로 결합하여 시편표면으로 분출되는 과정에 생성되었으며 급격한 산화반응의 일종으로 유추할 수 있다. 또한, 800W의 레이저출력으로 예열된 경우 비록 발포는 깨어져 관찰할 수 없 었으나 600 W의 경우와 다르게 발포내부의 기공 외에 산화층과 기지 사이에서 도 공극이 나타나는 것을 확인할 수 있었으며, 이러한 공극의 형성이 크랙을 유발하는 것으로 사료된다.

이러한 조직적 변화를 자세히 알아보기 위하여 Fig. 4.5에서 시편 표면에서의 조직적 변화를 10,000배의 SEM사진을 이용하여 모식도에서 보이듯이 표면의 최상단부터 차례로 1,2 및 3 포인트를 관찰하고 절단과정에서 조직적 변화를 일으킬 가능성이 있는 절단면 측 중심부에서 약1mm 상단의 포인트 4를 모재 의 조직사진과 비교하여 관찰하였다. 400 W의 경우 가장 상단에서는 전형적인 육각봉상의 질화규소 조직이 눈에 띄지 않고 규산염 유리층(silicate glass layer) 이 덮여있는 것을 확인 할 수 있다. 600 W의 경우 표면에 기공을 포함한 발포 를 확인할 수 있으며, 발포 아래에서 얇은 규산염 유리층이 관찰되다가 기질이 나타나는 것을 알 수 있다. 800 W의 경우 발포와 함께 발포 아래 기질부근에 균열을 유발하는 공극을 확인하였고 관찰결과 조직이 변질된 이러한 산화층은 출력이 높아 산화가 많이 일어나는 비교적 높은 레이저 출력의 경우임에도 불 구하고 20 m를 넘지 않는 것을 알 수 있었다. 그 산화층 아래에서는 모재의 조 직과 유사하 봉상의 질화규소조직을 보인다. 중앙부의 조직은 모든 레이저출력 조건에서 처리되기 전 모재조직과 같은 형상을 보인다. 따라서 시편의 내부에 는 열영향에 의한 조직적 변화가 없었음을 알 수 있었다. 결과적으로 아무리 고온으로 가열되어도 시편 표면에 산화로 인한 충격에는 산소의 침투한계깊이 에 의하여 조직적 변화에 한계가 있음을 판단할 수 있었다.


Fig. 4.1 Photos and SEM images of surface and fracture of HIP treated silicon nitride



Fig. 4.2 Photos of surface variation and graph of surface temperature of HIP treated silicon nitride by laser power



Fig. 4.3 SEM images of surface and vickers hardness of HIP treated silicon nitride by laser power



Fig. 4.4 Fracture SEM image of HIP treated silicon nitride by laser power



Fig. 4.5 SEM images of fractural cross section of HIP treated silicon nitride by laser power

4.1.2 이송속도에 따른 예열된 질화규소 세라믹 표면의 산화 앞장에서는 출력에 따른 질화규소 세라믹의 예열특성을 관찰하였다. 이번 장 에서는 이송속도의 변화에 따른 질화규소 세라믹의 예열특성을 관찰해 보기로 한다. Fig. 4.6은 회전속도 620 rpm과 400, 600 및 800 W의 레이저 출력 조건에서 0.013, 0.024 및 0.03 mm/rev로 이송속도에 변화를 주었을 때의 시편표면 변화를 나타낸다. 출력이 증가함에 따라 표면의 산화정도가 높아지며, 이송속도가 증가 함에 따라 표면의 산화정도가 줄어드는 것을 확인할 수 있다. 특히, 800 W의 레 이저 출력 조건에서 가장 눈에 띄는 변화를 보이므로 이를 대표적으로 살펴보 면, 0.013 mm/rev의 이송속도에서는 크고 많은 발포를 가지는 표면이 관찰되고, 이것은 이송속도가 증가함에 따라 크게 감소한다.

이를 SEM으로 관찰한 사진을 Fig. 4.7에 나타낸다. 육안으로 관찰하기에 가장 산화정도가 적었던 0.03 mm/rev의 이송속도에서 400 W의 레이저 출력 조건으로 예열된 시편 표면을 관찰하여 보면 연삭자국은 남아있지만 Fig. 4.1의 가공전 시편표면에 비하여 규산염 유리질이 눈에 띄게 덮여져 있고, 이송속도가 증가 할수록 규산염 유리질의 두께가 증가하는 것을 확인할 수 있다. 특히 0.013 mm/rev의 경우 표면에 규산염 유리질과 함께 크레이터 형상이 나타나기 시작하 는 것을 알 수 있다. 이러한 경향은 출력이 증가하여도 비슷한 양상을 보이며, 비교적 높은 출력의 800 W에서는 이송속도가 빠른 0.03 mm/rev의 이송속도에서 도 연삭자국은 보이지 않고, 규산염 유리질 안쪽에서 기공이 형성되는 것을 확 인 할 수 있으며 이러한 조직적 변화는 이송속도가 줄어듦에 따라 증가한다.

600 W와 800 W의 레이저 출력에서 이송속도에 따른 표면변화 및 파단면을 관찰하여 Fig. 4.8에 제시하였다. 비교적 저배율로 시편표면을 관찰한 결과 이송 속도에 따른 표면의 변화를 더욱 확실히 관찰할 수 있었다. 레이저출력 600 W 의 경우 이송속도가 저하할수록 산화도가 증가하는 것을 알 수 있었으며, 가장 낮은 0.013 mm/rev의 이송속도에서 발포가 관찰되었다. 반면 레이저출력 800 W 의 경우 0.03 mm/rev의 이송속도에서부터 발포가 관찰되었으며 이송속도가 감소 할수록 발포의 크기가 커지는 것을 알 수 있다. 파단면을 관찰하여보면 레이저

출력 600 W와 이송속도 0.03 mm/rev의 표면 관찰에서는 보이지 않던 규산염안 의 기공이 파단면에서 관찰이 되었다. 파단면에서 관찰된 발포는 이송속도가 감소하면서 크기가 커지는 것을 확인 할 수 있었으며, 800 W의 레이저출력에서 는 모든 조건에서 발포가 관찰되었고, 0.013 mm/rev의 이송속도의 경우 발포가 충격에 약하여 파단면 생성과정에서 깨어졌지만, 그 아래 기지 윗부분에서 공 극이 발견되었다. 또한 각 발포아래 기지사이의 규산염 유리질의 두께가 점점 두꺼워 지는 것을 확인할 수 있다. 이는 이송속도가 줄어듦에 따라 산화정도와 깊이가 증가했기 때문이다. 이를 확인하기 위하여 시편표면의 온도를 측정하여 Fig. 4.9에 나타내었다. 출력별 온도를 관찰하여보면 같은 출력에서 이송속도가 증가함에 따라 유지되는 온도가 저하되는 것을 알 수 있다. 그러나 비교적 높 은 800 W의 레이저 출력에서는 이송속도의 증가에 따른 유지온도의 저하정도 가 줄어드는 것을 알 수 있다. 이송속도가 증가함에 따라 시편의 표면변화가 줄어드는 이유를 확인하기 위하여 시편의 한점에 고온계를 고정하고 레이저 열 원이 이 지점을 통과하여 지나갈 때의 시편의 온도변화를 600 W의 레이저 출 력에서 이송속도의 변화를 주어가며 측정하였고 그 결과를 Fig. 4.10에 나타내 었다. 이때 도달하는 최고온도에는 큰 차이가 없으나, 그래프의 기울기와 고온 에서의 유지시간 차이는 열에너지를 나타내는 그래프의 면적에 영향을 미친다. 따라서 이송속도가 증가함에 따라 입열량이 크게 줄어들어 시편표면의 열영향 이 줄어드는 것을 확인 할 수 있다.

HIP Si ₃ N ₄ , $N = 620$ rpm, $\phi_p = 90^\circ$, Preheating distance = 70 mm				
$\frac{f(\text{mm/rev})}{P(W)}$	0.013 mm/rev	0.024 mm/rev	0.03 mm/rev	
(a) 400 W				
(b) 600 W				
(c) 800 W				

Fig. 4.6 Photographs of HIP silicon nitride surface preheated by laser power and feed rate

HIP Si ₃ N ₄ , $N = 620$ rpm, $\phi_p = 90$ °, Preheating distance = 70 mm				
$\frac{f(mm/rev)}{P(W)}$	0.013 mm/rev	0.024 mm/rev	0.03 mm/rev	
(a) 400 W	10 <i>µ</i>	<u>_10///</u>	С. <u>10/л</u> .,	
(b) 600 W	10,m			
(c) 800 W				

Fig. 4.7 SEM image of HIP silicon nitride surface preheated by laser power and feed rate



Fig. 4.8 SEM image of HIP silicon nitride surface and cross section preheated by laser power and feed rate



Fig. 4.9 Variation of HIP silicon nitride temperature by laser power and feed rate



Fig. 4.10 Variation of HIP silicon nitride temperature at one point by feed rate

4.1.3 소결방법에 따른 질화규소 세라믹의 예열특성

전술한 실험에서 HIP(hot isostatic pressing) 처리된 세라믹의 표면예열특성을 관찰한 것과 같은 방법으로 SSN(sintered silicon nitride) 소결된 질화규소 세라믹 의 예열된 표면특성을 관찰하였다. Fig. 4.11은 이송속도 0.013 mm/rev에서 레이 저출력을 400 W, 600 W 및 800 W로 변화 시켰을 때의 시편표면 SEM 사진이다. HIP 처리된 질화규소와 마찬가지로 출력이 증가할수록 표면의 산화정도가 증가 하는 것을 알 수 있다. 특히, HIP 처리된 질화규소 세라믹의 경우보다 비교적 낮은 레이저출력인 400 W에서부터 개기공(open pore)이 형성되기 시작하지만, 아직은 다이아몬드 연삭자국이 남아있는 것을 알 수 있다. 600 W에서는 개기공 의 발생이 더욱 증가하고 연삭자국이 사라졌으며 표면이 변질되었다. 800 W의 경우 표면 대부분에서 개기공이 다량 형성되어 있으며 표면 내부까지 다공질로 이루어져 있는 것으로 보인다.

출력별 질화규소 세라믹의 표면경도를 500 g의 하중으로 측정하여 Fig. 4.12에 나타내었다. 레이저 예열을 하지 않은 모재의 경우에는 평균 약 1,800 Hv정도였 다. 열영향을 받은 시편의 표면은 처리 전의 시편과 비교하여 경도 값이 크게 저하되는 것으로 측정되었다. 또한 HIP 처리된 시편과 마찬가지로 출력이 증가 함에 따라 경도가 저하되는 것을 알 수 있다. 하지만 SSN 처리된 시편의 출력 상승에 의한 경도 값 하강의 정도는 HIP 처리된 질화규소 세라믹의 경도값에 비하여 작다. 특히, 비교적 낮은 출력인 400 W에서도 급격한 경도저하를 보였다.

Fig. 4.13은 이송속도 증가에 따른 시편표면의 변화를 SEM으로 촬영한 사진이 다. 출력변화에 비해 속도변화에 따른 산화정도의 차이는 크지 않았으나 이송속 도가 빠를수록 다이아몬드 연삭자국이 남아있는 것을 확인할 수 있다. 따라서 이송속도가 느릴수록 산화진행이 많이 일어나 조직이 변질된다. 이러한 조직의 변화정도는 이송속도보다 출력변화에 더 큰 영향을 받는 것으로 판단된다.



Fig. 4.11 SEM images of SSN silicon nitride surface preheated by laser power



Fig. 4.12 Graph of vickers hardness of SSN silicon nitride by laser power



Fig. 4.13 SEM images of SSN silicon nitride surface by feed rate

4.2 HIP 처리된 질화규소 세라믹의 레이저 예열선삭 특성

4.2.1 파라메타 변화에 따른 시편의 표면관찰

회전속도 620 rpm, 이송속도 0.013 mm/rev, 그리고 절삭깊이(d)를 0.3 mm로 고 정하고 레이저 출력을 400 W, 600 W 및 800 W로 변화시키면서 예열선삭한 시 편 표면의 SEM사진을 Fig. 4.14에 나타내었다. 레이저 출력 400 W의 경우, 육안 으로 관찰하기에는 매끄럽고 미려한 표면을 가지고 있으나 SEM사진으로 관찰 하여 보면 0.3 mm의 깊이까지 충분히 예열되지 못해 소성가공이 되지 못하고 전단된 표면을 볼 수 있다. 또한 출력이 증가할수록 가공선단의 레이저 열원으 로부터 가공면에 입열이 전달되는 후열(post-heating)효과에 의해 가공면이 산화 되면서 발포부위가 형성되는 것을 확인 할 수 있는데, 특히 800 W의 경우에는 과도한 입열로 발포부위의 생성뿐만 아니라 재료내부의 과입열로 인하여 질화 규소가 열분해되어 형성된 폐기공(close pore)이 절삭후 표면에 노출되어 잔류하 기도 한다. 즉, 레이저출력이 증가할수록 시편표면의 온도가 높아져 시편의 연 화 및 열화가 가속화 되는데, 이는 앞서 기술하였듯이 높은 가열온도는 질화규 소의 열분해 및 입계의 유리상을 연화시키므로 그로인해 공구수명이 증가할 수 있다. 절삭된 시편의 표면경도는 Fig. 4.15의 경도그래프에서 보이듯이 예열만 실시한 시편들과 유사하게 출력이 증가할수록 경도저하가 나타났는데, 이는 예 열에 의해 열화된 부분이 절삭되어도 예열에 의한 열과 절삭후 레이저 빔 조사 부의 열전달에 의한 후열의 영향으로 다시 열화되기 때문이다.

시편의 회전속도 620 rpm, 레이저 출력 600 W, 그리고 절삭깊이 0.3 mm로 설 정하고 이송속도를 각각 0.013, 0.024 및 0.03 mm/rev으로 변화시켰을 때의 레이 저 예열선삭 된 HIP 처리된 질화규소 세라믹의 표면을 관찰하였다.

Fig. 4.16에서 보듯이 이송속도 0.013 mm/rev의 경우, 표면열화에 따른 산화 및 발포현상이 관찰된다. 이 열화정도는 이송속도가 증가함에 따라 감소하는 것을 확인할 수 있다. 이송속도 0.024 mm/rev에서는 가공표면에서 발포부위는 관찰되지 않았지만 내부의 폐기공이 노출된 것으로 미루어 입열의 제어가 필요

할 것으로 보인다. 마지막으로 이송속도 0.03 mm/rev에서는 열화에 의한 영향은 관찰되지 않았으나 상대적으로 빠른 가공속도에 의해 가공표면에 전단가공의 영향이 나타나기 시작했다.

600 W 및 800 W의 레이저 출력 조건에서 이송속도를 0.024 mm/rev과 0.03 mm/rev으로 변화시켰을 때의 절삭된 시편표면의 경도를 비커스 경도기를 사용 하여 측정하였다. Fig. 4.17에 대표적인 압흔의 SEM사진과 가공표면의 평균경도 값을 나타낸다. 그림에서 보듯이 800 W의 경우가 600 W의 경우에 비하여 경도 값이 저하하는 것을 확인 할 수 있었으며, 이송속도가 증가함에 따라 경도는 레이저 출력 600 W에서는 약 200 Hv 그리고 800 W의 경우 약 10 Hv 증가하였다. 즉, 측정된 경도값은 앞서 관찰한 표면의 열화정도를 입증하는 하나의 척도 로 사용될 수 있을 것이다.

시편의 회전속도 620 rpm, 레이저 출력 600 W, 그리고 이송속도를 0.013 mm/rev으로 고정하고 절삭깊이를 0.5, 0.7 및 0.9 mm로 변화시켜 절삭을 실시 한 시편의 표면 SEM사진을 Fig. 4.18에 나타낸다. 절삭깊이 0.5 mm에서는 절삭 전 예열에 의해 받은 열과 절삭후 절삭면 선단에서 레이저 조사부의 열전달에 의한 후열에 의해 표면의 질화규소와 입계의 유리질이 열분해 및 열화되어 규 산염 유리막(silicate glass)층을 형성하고 있는 것이 관찰되며, 0.7 mm에서는 상 대적으로 더 깊은 절삭에 의해 유리막 보다는 발포부위와 개기공 등이 관찰되었다. 0.9 mm에 이르러서는 절삭깊이에 따른 열전달 정도가 감소하여 상대적으로 열화 및 산화의 영향이 적었다. 따라서 절삭깊이가 깊어짐에 따라 열영향을 받은 부위가 더욱 깊이 제거되므로 표면의 열화정도가 감소하는 것을 알 수 있었다. 또한, 0.9 mm를 초과하는 절삭깊이에서는 절삭부 내부의 연화부족으로 절 삭이 불가능하였다. 더불어, 0.9 mm의 절삭 깊이부터는 공구의 수명도 크게 떨 어져서 적합하지 않은 조건으로 판단된다.



Fig. 4.14 SEM images of surface for HIP silicon nitride machined by laser power



Fig. 4.15 Graph of vickers hardness for HIP silicon nitride machined by laser power



Fig. 4.16 SEM images of surface for HIP silicon nitride machined by feed rate







Fig. 4.18 SEM images of surface for HIP silicon nitride machined by cutting depth

4.2.2 절삭된 칩의 형상관찰

절삭가공의 적합성을 판단하는 기준의 하나로써 절삭된 칩을 관찰하였다. 앞 서 기술한 것처럼 절삭된 칩이 유동형일수록 절삭조건이 소성유동을 일으켜 공 구의 수명을 증가시키고 유리한 가공조건을 가지며 좋은 가공표면을 얻는다. Fig. 4.19에서 출력변화에 따른 가공된 시편의 표면사진과 칩의 형상을 관찰하 였다. 출력이 비교적 낮은 200 W의 레이저 출력에서는 가공 표면에 산화부가 거의 눈에 띄지 않지만 칩이 전단형인 것을 확인할 수 있으며, 출력이 증가함 에 따라 표면이 하얗게 변화되어 산화되었다는 것을 알 수 있고, 칩의 형상이 점점 연속적으로 변화되는 것을 알 수 있다. 이는 출력이 상승함에 따라 시편 표면의 온도가 상승하여 YSiAION의 연화에 의하여 소성변형을 일으켜 전단형 칩이 유동형칩으로 전이되었기 때문이다. 따라서 시편표면의 산화도를 고려하 지 않는다면, 출력이 상승할수록 절삭공정에 유리한 것을 확인할 수 있다.

Fig. 4.20에서는 이송속도에 따른 시편표면의 변화 및 칩의 변화를 나타낸다. 출력이 상승함에 따라 칩의 변화는 뚜렷하였으나 열에너지를 받은 양이 다름에 도 불구하고 이송속도에 따른 칩의 변화는 거의 나타나지 않았다. 이송속도의 변동 범위가 출력변화의 범위에 비하여 작아 변화정도가 눈에 띄지 않았으며, 본 연구에서 사용된 이송속도의 변동범위는 앞서 나타내었던 0.013 mm/rev의 이 송속도로 절삭한 시편의 표면 및 칩의 형상을 고려해 볼 때, 시편표면의 산화 도에는 영향을 미치지만 칩의 형상변화에는 큰 영향을 미치지 않는 것으로 사 료된다.

또한 회전속도 620 rpm, 레이저 출력 600 W 및 이송속도 0.013 mm/rev의 가공 조건에서 절삭깊이를 0.7 mm 및 0.9 mm로 하였을 때 시편표면 및 칩의 변화를 Fig. 4.21에 나타내었다. 보이듯이 시편 표면에서는 앞서 실험하였던 절삭깊이 0.3 mm의 경우와 비교하여 하얗게 변화하는 정도가 줄어든 것을 확인 할 수 있 다. 이는 산회된 표면이 절삭에 의해 제거되어 상대적으로 가공면의 산화정도 가 줄어들었기 때문이다. 또한 칩은 절삭깊이 0.3 mm 조건의 칩에 비해 두께가 두꺼운 것을 확인할 수 있다. 이는 절삭깊이가 칩의 두께를 결정짓는 주요 인 자이기 때문이며, 0.9 mm에서는 절삭가공 중 공구가 깨어져 정밀한 치수를 얻 지 못하였으므로, 본 조건에서는 0.9 mm이상의 절삭공정이 불가능 한 것으로 판단된다. 하지만 칩은 유동형 칩을 나타내었으므로 소성변형과 취성파괴가 동 시에 일어났으나, 공구의 끝에서 세라믹의 연화정도가 적어 취성파괴 위주의 가공이 일어났음을 예상할 수 있었다.



HIP Si ₃ N ₄ , $N = 620$ rpm, $f = 0.013$ mm/rev, $d = 0.3$ mm, $\phi_p = 90^\circ$, $\phi_t = 180^\circ$, Machining distance = 20 mm			
P(W) Image	200 W	400 W	
Surface photo			
Chips photo	Збо <i>р</i> а		
P(W) Image	600 W	800 W	
Surface photo	The second		
Chips photo			

Fig. 4.19 Photos of surface and chips for HIP silicon nitride machined by laser power

HIP Si ₃ N ₄ , $N = 620$ rpm, $d = 0.3$ mm, $\phi_p = 90^\circ$, $\phi_t = 180^\circ$,			
Machining distance = 20 mm			
<i>f</i> (mm/rev)	0.024 mm/rev		
P(W) Image	600 W	800 W	
Surface photo			
Chips photo			
f(mm/rev)	0.03 m	nm/rev	
P(W) Image	600 W	800 W	
Surface photo			
Chips photo			

Fig. 4.20 Photos of surface and chips for HIP silicon nitride machined by laser power and feed rate



Fig. 4.21 Photos of surface and chips for HIP silicon nitride machined by cutting depth

4.2.3 절삭력 및 절삭공구의 변화

앞서 행한 조건에서의 절삭공구 및 절삭력의 변화를 관찰하였다. Fig. 4.22에 서는 출력에 따른 절삭공구의 수명을 비교하기 위하여 날끝(nose)부와 공구상면 (rake)부를 관찰한 사진이다. 레이저 출력이 낮은 200 W의 경우 날끝부와 공구 상면부가 모두 깨어진 것을 확인할 수 있다. 따라서 절삭된 시편의 치수정밀도 가 떨어질 것을 예상할 수 있으며, 가공조건으로 부적합 하다고 판단된다. 400 W에서는 200 W의 경우와 비교하여 깨어지는 형상은 없었으나 마모정도가 심한 것을 확인할 수 있다. 특히 공구상면부에서도 확연한 마모를 관찰할 수 있다. 600 W에서는 마모정도가 급격하게 저하되었으며 그 정도는 출력이 상승할수록 줄어들었다. 이 때의 절삭력을 실시간으로 측정하여 Fig. 4.23에 나타내었다. 출 력이 낮을수록 절삭력이 높고 채터링(chattering)이 증가하는 것을 보인다.

이송속도의 및 절삭깊이의 변화에 따른 공구의 마모도를 Fig. 4.24에 나타내 었다. 이송속도가 증가함에 따라 공구의 마모정도는 증가하는 것을 보인다. 따 라서 칩의 변화보다는 공구 수명에 있어서 이송속도가 큰 영향을 미치는 것을 예상할 수 있다. 또한 절삭깊이가 증가할수록 공구는 크게 마모되고 0.9 mm의 절삭깊이에서는 공구가 깨어진 것을 알 수 있다. 절삭깊이는 공구의 수명에 크 게 영향을 미치는 것을 알 수 있다. 이송속도 및 절삭깊이에 따른 절삭력 그래 프를 각각 Fig. 4.25와 Fig. 4.26에 나타내었다. 이송속도에 따른 절삭력 그래 에서 측정된 절삭력의 길이가 다른 이유는 이송속도를 제외한 같은 조건에서 같은 길이의 시편을 절삭하면 이송속도가 빠를수록 가공시간이 적기 때문에 시 간을 기준으로 측정되는 절삭력의 측정량이 줄어들기 때문이다. 하지만 이송속 도가 느릴수록 절삭력이 낮고 채터링이 적은 것을 알 수 있다. 또한, 절삭깊이 변화에 따른 절삭력을 보면 절삭깊이가 깊어질수록 절삭력이 증가하고 가공이 어느정도 진행된 후 채터링이 증가하지만 절삭깊이가 깊을수록 채터링이 커지 는 것을 알 수 있다.

HIP Si ₃ N ₄ , $N = 620$ rpm, $f = 0.013$ mm/rev, $d = 0.3$ mm, $\phi_p = 90^\circ$,			
$\phi_t = 180^\circ$, Machining distance = 20 mm			
$\begin{array}{c} \text{Location} \\ P(W) \end{array}$	Nose	Rake	
200 W			
400 W			
600 W			
800 W			

Fig. 4.22 Photos of tool used for HIP silicon nitride machining by laser power



Fig. 4.23 Graph of main cutting force for HIP silicon nitride by laser power



Fig. 4.24 Photos of tool used for HIP silicon nitride machining by feed rate and cutting depth



Fig. 4.25 Graph of main cutting force for HIP silicon nitride by feed rate



Fig. 4.26 Graph of main cutting force for HIP silicon nitride by cutting depth

4.3 소결방법에 따른 질화규소 세라믹의 예열선삭 특성 비교

4.3.1 파단면을 이용한 조직적 관찰

앞서 관찰한 HIP 처리된 질화규소 세라믹과 비교하여 SSN 처리된 질화규소 세라믹의 예열선삭 특성을 관찰하였다. 가공전 모재의 파단면 사진을 Fig. 3.1에 서 비교하였다. SEM 사진에서 보이듯이 입자의 크기가 확연히 다른 것을 알 수 있으며, SSN 처리된 세라믹의 경우 약 7 µm정도의 길이를 가지고 HIP 처리 된 세라믹의 경우 약 1.5 µm길이의 봉상임을 확인할 수 있다. 일반적으로 질화 규소세라믹의 산화반응은 기공의 크기와 분포정도 및 산소의 확산에 의하여 정 해지는 것으로 알려져 있다. 따라서 입자의 크기가 크고 기공이 크고 많은 SSN 처리된 질화규소가 보다 쉽게 산화될 것으로 판단할 수 있다.

SSN 처리된 질화규소 세라믹의 가공전 모재와 예열처리된 시편 및 예열선삭 된 시편을 절단하여 단면을 관찰한 SEM 사진을 Fig. 4.27에 제시하였다. 사진에 서 보이듯이 레이저 가공전 질화규소 시편의 표면측에도 규산염 유리질이 존재 하는 것을 알 수 있다. 이는 소결공정 혹은 연마공정 과정에서 표면이 산화층 으로 덮이게 되었다고 유추할 수 있다. 이를 600 W의 레이저 출력으로 예열한 표면을 관찰하여 보면, 산화층이 모재에 비하여 두껍게 형성된 것을 확인할 수 있다. 이는 산소가 확산될 수 있는 층까지 산화반응이 일어난 것으로 사료된다. 600 W의 레이저 출력으로 예열하고 0.03 mm/rev의 이송속도 및 절삭깊이 1 mm 로 가공을 행한 시편의 표면을 관찰하여 보면 규산염 유리질이 거의 나타나지 않았다. 이는 절삭공정 중 산화층이 대부분 제거되었기 때문이다.



Fig. 4.27 SEM images of cross section of as-received, preheated and machined SSN silicon nitride

4.3.2 절삭된 시편의 표면비교

SSN 처리된 질화규소 세라믹을 회전속도 620 rpm, 이송속도 0.013 mm/rev 및 절삭깊이 1 mm의 가공조건을 고정하고 레이저 출력에 따른 절삭된 시편의 표 면의 매크로 및 SEM 사진을 **Fig. 4.28**에 나타내었다. 레이저 출력 400 W의 경 우, 육안으로 관찰시 미려한 표면을 가지고 있었으며, 10,000배의 SEM사진으로 관찰하여 보면 소성유동에 의한 유동형 표면이 확인되고 규산염 유리층이 거의 관찰되지 않았다. 레이저 출력이 증가할수록 가공면이 열화되는 것을 확인 할 수 있는데, 600 W 부터는 산화층이 절삭시 제거되어도 400 W보다 입열량이 크 기 때문에 절삭전 예열에 의해 받은 열과 절삭후 절삭면 선단에 있는 레이저 빔 조사부의 열전달에 의해 형성된 후열로 가공부에 질화규소가 열분해 되면서 형성된 규산염 유리질 및 개기공이 관찰되며, 800 W에서는 개기공의 크기 및 수량뿐만 아니라 규산염 유리층의 두께도 증가하는 것이 관찰되었다. 즉, SSN 세라믹의 예열선삭 시에도 레이저 출력이 증가할수록 표면온도가 높아져 시편 의 연화가 촉진되므로 절삭에 필요한 에너지가 줄어들게 된다. 하지만 과도한 입열에 의한 절삭부 표면이나 내부의 질화규소 열분해는 N₂가스를 발생시켜 개 기공이나 산화물을 남기므로 표면조도를 떨어뜨릴 수 있다. 그러나 600 W 이상 의 출력임에도 불구하고 0.9 mm의 절삭도 행해지지 않았던 HIP 처리된 시편에 비하여 비교적 저출력에서 1 mm까지 절삭이 가능하였다.

이상과 같은 조건으로 가공된 시편표면의 경도의 변화를 Fig. 4.29의 그래프 에 나타내었다. 그래프에서 보듯이 출력이 증가할수록 경도가 저하되는 것을 알 수 있는데, 이는 앞서 HIP 처리된 질화규소를 관찰한 바와 같은 양상이며, 그 원인은 과입열에 의한 시편표면의 열화에 의한 경도저하이다.

시편의 회전속도 620 rpm, 레이저 출력 600 W 그리고 절삭깊이를 1 mm로 고 정시키고 이송속도를 각각 0.013, 0.024 및 0.03 mm/rev으로 변화시켰을 때의 레 이저 예열선삭된 SSN 질화규소 세라믹의 표면을 관찰한 사진을 Fig. 4.30의 그 림에 나타낸다. 시편표면은 이송속도가 증가할수록 산화정도가 줄어들었다. 0.013 mm/rev의 이송속도에서는 상대적으로 느린 가공속도에 의한 후열의 영향 으로 표면에 개기공과 규산염 유리상의 존재가 확인되며, 0.024 mm/rev부터 이 러한 현상은 사라지고 소성가공에 의한 유동형 표면이 관찰된다. 600 W의 레이 저 출력에서 시편을 1 mm의 절삭깊이로 예열선삭 가공시 이송속도에 따른 가 공부 표면의 경도변화를 Fig. 4.31의 그래프에 나타내었다. 이송속도가 증가함에 따라 전반적으로 시편표면의 경도가 증가하는 것을 알 수 있다. 이로써 이송속 도가 빨라짐에 따라 입열량이 감소하여 가공부 표면의 산화 및 열화가 줄어들 고, 그에 따라 표면경도가 개선된다는 것을 알 수 있다.

시편의 회전속도 620 rpm, 레이저 출력 600 W, 그리고 이송속도를 0.013 mm/rev으로 고정하고 절삭깊이를 1, 2 및 3 mm로 변화 시켰을 때 시편의 표면 을 SEM으로 관찰한 사진을 Fig. 4.32에 나타낸다. 절삭깊이가 깊어짐에 따라 열 영향을 받은 부분의 제거 깊이가 깊어지므로 절삭부와 가공부 선단의 레이저 빔과의 거리도 멀어짐에 따라 후열의 영향도 감소하여 가공부의 산화 및 열화 정도가 개선됨을 알 수 있다. 그러나 3 mm이상의 절삭깊이는 절삭공구 팁 선단 의 CBN 코팅이 3 mm미만이어서 더 이상 실험을 진행하지 않았다. 이와 같이 절삭깊이에 따른 시편의 표면 경도변화를 Fig. 4.33의 그림에 나타내었다. 절삭 깊이가 깊어짐에 따라 대체적으로 경도 값이 상승한 것을 볼 수 있다. 이는 동 일 레이저 출력 하에서 깊이별로 미치는 열영향이 다르다는 것을 의미한다. 따라서 열영향을 비교적 많이 받은 깊이까지 재료를 최대한 제거하는 것이 제품 의 표면품질을 향상시키는 방법이라는 것을 알 수 있다.



Fig. 4.28 Photos and SEM images of surface for SSN silicon nitride machined by laser power



Fig. 4.29 Graph of vickers hardness for SSN silicon nitride machined by laser power


Fig. 4.30 Photos and SEM images of surface for SSN silicon nitride machined by feed rate



Fig. 4.31 Graph of vickers hardness for SSN silicon nitride machined by feed rate



Fig. 4.32 Photos and SEM images of surface for SSN silicon nitride machined by cutting depth



Fig. 4.33 Graph of vickers hardness for SSN silicon nitride machined by cutting depth

4.3.3 절삭된 칩의 형상비교

SSN 처리된 질화규소 세라믹의 예열절삭 특성을 절삭된 칩의 형상을 이용하 여 관찰하였다. 회전속도 620 rpm, 이송속도 0.013 mm/rev 및 절삭깊이 1 mm를 고정하고 레이저 출력에 변화를 주었을 경우 생성된 칩은 Fig. 4.34와 같다. 200 W의 레이저 출력에서는 전단형 칩을 가졌으며, 출력이 증가함에 따라 400 W에 서부터 눈에 띄는 유동형 칩으로의 전이가 이루어 졌다. 출력이 600 W 및 800 W로 증가함에 따라 칩의 유동성 및 연속성은 더욱 잘 나타났으며, HIP 처리된 질화규소의 예열선삭에서 발생한 칩과 비교하여 절삭깊이의 차이에 의하여 절 삭된 칩의 두께가 더욱 두꺼워지는 현상을 고려하더라도, 소성변형에 의한 유 동형 칩의 경향이 강하므로 SSN 처리된 질화규소는 같은 출력에서 더 나은 가 공결과를 가지는 것으로 판단된다.

이송속도 및 절삭깊이에 따른 칩의 형상을 Fig. 4.35에서 비교하였다. 출력 및 절삭깊이가 동일한 경우 이송속도에 따른 칩의 형상 변화는 두드러지지 않았으 나 이송속도가 증가함에 따라 유동성이 조금 저하한 경향을 보인다. 또한 절삭 깊이가 깊어짐에 따라 칩의 두께가 두꺼워져 칩의 형상이 유동형칩을 유지하기 쉬워져 보다 쉽게 유동형 칩을 발생하는 것을 확인할 수 있다. 절삭깊이 0.3 mm로 절삭된 칩의 경우 유동형 칩의 형상을 가지지만 절삭깊이가 깊은 조건의 칩에 비하여 비교적 연속성 및 유동성이 저하되는 것이 관찰된다.



Fig. 4.34 Photos of chips for SSN silicon nitride machined by laser power

SSN Si ₃ N ₄ , $N = 620$ rpm, $P = 600$ W, $\phi_p = 90^{\circ}$, $\phi_t = 180^{\circ}$,						
Machining distance = 20 mm						
$\frac{d(\text{mm})}{f(\text{mm/rev})}$	1 mm	f(mm/rev) d(mm)	0.013 mm/rev			
0.013mm/rev		0.3 mm				
0.024mm/rev	<u>350/m</u>	1 mm				
0.03mm/rev		2 mm				

Fig. 4.35 Photos of chips for SSN silicon nitride machined by feed rate and cutting depth

4.3.4 절삭력 및 절삭공구 수명의 비교

SSN 처리된 질화규소 세라믹의 출력에 따른 주절삭력을 Fig. 4.36에 나타내었 다. 200 W의 레이저 출력에서는 절삭이 진행되다가 공구가 파손되어 더 이상 절 삭공정이 진행되지 못하였으며, 절삭력이 높고 채터링이 큰 것을 확인할 수 있 다. 더불어 출력이 증가함에 따라 주절삭력이 줄어드는데, 이는 고온으로 시편표 면이 예열됨에 따라 YSiAION이 연화되어 소성변형에 의한 절삭으로 절삭력이 저하되었기 때문이며, 이는 절삭공구의 마모도 저하시켜 공구의 수명이 증가하 는 것을 의미한다. 또한 채터링이 감소하므로 가공된 표면의 조도도 양호할 것 으로 예상할 수 있다. 따라서 가공후 시편 표면의 산화도를 고려하지 않는다면 출력이 증가할 수록 공구수명이 증가하는 좋은 가공조건을 가지는 것을 알 수 있다.

Fig. 4.37에서는 이송속도의 변화에 따른 절삭력을 나타내었다. 앞서 기술했던 HIP 처리된 시편과 마찬가지로 이송속도의 변화에 따라 가공시간이 변화되어 측정된 절삭력의 길이가 다르다. 이송속도가 증가함에 따라 가공시간은 줄어들 고 절삭력이 증가하는 것을 알 수 있다. 따라서 이송속도의 증가는 공구수명을 단축시키는 원인이 될 수 있다. Fig. 4.38에서는 절삭깊이에 따른 절삭력을 비교 하였다. 비교적 양호한 가공조건인 600 W의 레이저 출력에서 절삭깊이를 1, 2 및 3 mm로 변화를 주어 실험을 실시한 결과 절삭깊이가 깊어질수록 절삭력이 증가하는 것을 알 수 있었다. 이는 온도가 상승한 시편표면에서 깊이방향으로 나아갈수록 예열이 부족하여 YSiAION이 충분히 연화되지 않아 더 많은 절삭력 을 요구하였기 때문이다. 또한 절삭깊이가 깊어질수록 절삭된 칩의 두께가 두꺼 워지므로 더 두꺼운 칩을 절삭하기 위하여서 절삭력이 증가할 수밖에 없음을 알 수 있다. 표면의 산화도를 고려하지 않는다면 절삭깊이가 작은 쪽이 공구 수명 을 증가시킬 수 있다. 하지만, 전반적으로 HIP 처리된 질화규소 세라믹과 비교 하여 양호한 절삭력으로 절삭이 가능하였다. 결과적으로 SSN 처리된 질화규소 가 같은 레이저 출력에서 더 쉽게 연화되고 산화되는 것을 알 수 있었다.

지금까지 기술했던 가공조건들을 기준으로 비교적 절삭가공에 유리한 SSN

처리된 시편을 Fig. 4.39에서 보이는 것처럼 다양한 형상으로 가공을 시도하였 다. 그림에서 보이듯이 탭가공, 홈바이트가공, 복합가공 및 단면처리 등 여러 가지 가공이 온도제어를 이용하여 실시되었으며, 그 결과 일부 산화된 표면을 유발하였지만 양호한 레이저 예열선삭이 가능하였다. 따라서 질화규소 세라믹 의 경우 원하는 형상을 가공함에 있어 레이저를 사용하여 시편표면을 연화시킨 다면 보다 쉽고 저렴하며 빠르게 가공이 가능한 것을 알 수 있었다. 이에 질화 규소 세라믹의 예열선삭은 여러 분야에서의 적용이 가능할 것으로 기대된다.





Fig. 4.36 Graph of main cutting force for SSN silicon nitride by laser power



Fig. 4.37 Graph of main cutting force for SSN silicon nitride by feed rate



Fig. 4.38 Graph of main cutting force for SSN silicon nitride by cutting depth



Fig. 4.39 Examples of laser-assisted machining for dense silicon nitride with various shapes

4.4 세라믹의 종류 및 레이저열원에 따른 예열선삭의 가능성 평가

4.4.1 각종 세라믹의 레이저 흡수율에 따른 가공성 평가

세라믹의 종류에 따라 레이저 빔의 파장에 대한 흡수성이 달라진다. 2~3고조 파 Nd:YAG 레이저 또는 엑시머레이저와 같은 단파장 레이저, Nd:YAG 레이저 및 CO₂ 레이저에 대한 대표적인 공업용 세라믹의 흡수성을 나타내면 **Table 4.1** 과 같다. SiC를 제외한 표에 제시된 모든 세라믹은 레이저 파장이 증가함에 따 라 빔흡수율이 점차 감소하고 있다. CO₂ 레이저의 경우 알루미나, 질화규소, 지 르코니아 모두 0.9정도의 비슷한 흡수율을 나타낸다. 실험에 사용한 HPDL의 파 장대에 관해서는 표에 제시되어 있지 않으나, 경향상으로 보아 지르코니아와 알루미나의 경우에는 CO₂ 레이저에 비하여 10배 이상으로 에너지 효율이 감소 할 것으로 예상된다.

Table 4.1에서 유추할 수 있듯이, 알루미나는 910 nm와 980 nm의 파장을 가지 는 HPDL에서는 흡수율이 0.1이하이므로 질화규소가 약 0.6~0.8의 흡수율을 가 지는 것에 비하여 1/6 가까이 흡수율이 낮기 때문에 다른 레이저에서는 비교적 쉽게 예열될 가능성을 가지지만 HPDL에서는 2.5 kW의 최대출력으로 장시간 예 열하여도 고온계가 측정할 수 있는 최소온도인 300 ℃에도 미치지 못하였다. 따 라서 HPDL로 알루미나를 예열하는 것은 현재의 레이저출력에서는 불가능하다 고 판단된다. 즉, HPDL은 알루미나의 예열선삭에는 적합하지 않았다.

지르코니아의 경우 Table 3.1에서 보이듯이 열전도성, 굽힘강도, 파단인성 등 의 측면에서 열충격에 상당히 민감하므로 예열선삭을 위해서는 단계적인 예열 이 필요하였다. 따라서 지르코니아에 레이저출력을 200 W로 조사하여 단계적인 예열을 하려고 하였으나 예열을 시작한지 50초 정도 후에 시험편이 파괴되었 다. 더욱더 적합한 단계적인 예열을 위해 시간은 많이 걸리지만 Fig. 4.40과 같 이 여러 단계로 출력을 변화시켜 실험을 해 보았으나 대부분의 경우에 파단되 었다. 또한 파단이 되지 않는 경우 시편표면의 온도가 레이저 예열선삭을 하기 에 너무 낮은 온도까지만 예열이 되었으므로 레이저 예열선삭에 불리하다고 판 단되었다. 이는 검은색의 지르코니아가 아비보리색의 지르코니아에 비하여 파 단인성이 0.7배 낮기 때문에 이와 같이 쉽게 파단이 일어났다고 생각되며 지르 코니아의 가공을 위해서는 파단인성이 좋다고 알려져 있는 부분안정화 지르코 니아(partially stabilized zirconia, PSZ)의 검토가 필요하다고 사료된다. 따라서 일 반적으로 세라믹이 좋은 레이저 흡수율을 가지는 CO₂레이저를 사용하여 알루 미나, 지르코니아 및 질화규소의 레이저 예열선삭 특성을 실험하여 다음 항에 간략하게 기술하였다.



Wave length(µm)	0.3~0.6	1.06	10.6
Material	(Short wave length laser)	(Nd:YAG laser)	(CO ₂ laser)
Al ₂ O ₃	-	0.05~0.1	0.93~0.98
MgO	-	0.2	0.93~0.98
SiO ₂	Transp.	Transp.	0.9
ZrO ₂	- HAADIIME	0.1~0.2	0.85~0.98
SiC	0.8~0.9	0.85~0.95	0.8~0.9
Si ₃ N ₄	0.6~0.7	0.6~0.8	0.9

Table 4.1 Spectral absorptivity of materials at principal laser wavelengths



Fig. 4.40 Variation of zirconia heated according to heating steps

4.4.2 CO2 레이저를 사용한 세라믹 예열선삭시의 절삭특성

본 실험에서 사용된 CO₂ 레이저는 최대 사용가능 출력이 350 W이고 스폿 사 이즈는 사용한 초점범위 내에서 약 2~3 mm였으며 가우시안 빔을 사용하였다. 레이저 헤드는 반자동 범용선반인 HWACHEON WL-380B에 설치하여 실험을 진행하였다. 선반은 기어식이므로 정해진 범위내에서만 조작이 가능하고 스피 들 회전속도는 최소 330 rpm, 최대 1800 rpm, 이송속도는 0.013 mm/rev, 0.024 mm/rev 및 0.03 mm/rev으로 고정되어 있다. 본 실험에 사용된 장치의 모식도 및 사진을 Fig. 4.41에 나타내었다.

시편은 공용선반 척에 고정시키고 330 rpm, 620 rpm 및 1260 rpm으로 회전시 켰다. 이때 CO₂레이저를 시편 표면에 조사하고 이때 시편의 온도를 고온계 (pyrometer)를 설치하여 측정한다. 공구는 공구동력계와 함께 레이저 조사부에서 약 90°에 설치하여 절삭을 행하였다. 질화규소를 비롯한 알루미나와 지르코니 아 세라믹을 이용한 실험 결과를 아래에 기술한다.





Fig. 4.41 Experimental setup with the CO_2 laser and a lather

(1) 질화규소(Si₃N₄)의 가공특성

질화규소 세라믹은 CO2 레이저에 대하여 약 0.9의 빔흡수율을 가지기 때문에 빔홉수율이 약 0.7인 HPDL에 비하여 열효율이 높다. 실험에 사용 된 질화규소 는 β-Si₃N₄와 YSiAlON으로 구성되며 YSiAlON이 연화되기 이전에는 β-Si₃N₄ 결 정의 입내파괴(transgranular fracture)가 주로 일어나고, 1000 ℃ 이후의 고온에서 는 β-Si₃N₄ 결정 주변의 YSiAlON가 연화되며 소성변형을 일으키는 입계파괴 (intergranular fracture)가 주로 일어나므로 온도를 상승시켜 낮은 점도에서 선삭 가공을 함으로써 절삭력을 감소시킬 수 있다. 하지만 온도가 너무 높을 경우 공구의 연화로 오히려 공구 수명을 감소시킬 수 있으므로 적절한 예열조건의 선정이 중요하다. 직경 16 mm의 질화규소를 회전속도에 변화를 주어 시편표면 의 온도를 측정하였다. 본 실험에 사용된 CO2 레이저는 빔의 스폿이 작고 최대 출력이 350 W로 HPDL에 비하여 낮으므로 예열이 용이하지 못하고, 온도 유지 가 어려웠다. 회전속도 360, 620 및 1,260 rpm에서 예열하였을 때 표면온도가 최 대 얼마까지 상승하는지를 알아보기 위하여 시험편을 회전시킨 후 이송하지 않 고 제자리에서 레이저를 조사 하였고 온도가 고온에서 유지될 때 까지 유지하 여 그 결과를 Fig. 4.42에 나타낸다. 이 때 고온계는 회전방향에 대하여 레이저 와 25°의 각도(妳)를 이루고 레이저 조사지점을 향하고 있다. 예열시간 10초 이 전에는 온도가 300 ℃ 이하를 유지하다가 10초가 되는 시점에서 1.200 ℃로 급 격하게 온도가 상승하였으나 이후에는 온도가 서서히 올라가다가 1분후 최대 약 1,400 ℃까지 상승하였다. 회전속도가 빠를수록 표면예열이 빠르고 높은 온 도를 유지하는 것을 확인하였다. 따라서 본 실험에서는 회전속도를 1,260 rpm으 로 고정하여 실험을 실시하였다.

예열 전후의 표면분석 결과를 Fig. 4.43에 나타낸다. 레이저 조사부는 용융이 되고 일부 애블레이션이 일어났으며 그 주위로 열영향을 받아 산화된 흰색 부 분이 관찰되었다. 모재는 육안으로 관찰시에는 매끈한 표면을 나타내었으나 3,000배로 확대하여 살펴보면 Fig. 4.43(a)와 같이 연삭에 의한 흔적이 남아있다. EDS 분석결과, 모재에서는 질소(N)가 검출되었으나 (b)와 (c)의 열영향부와 예 열부에서는 검출되지 않았다. 이것은 온도 상승시 질소가 질소가스의 형태로 모재를 빠져나갔기 때문이며 열영향을 받은 부분과 예열부에서는 산화로 인해 모재보다 산소(O)가 더 많이 검출되었다.

상기와 동일한 실험조건에서 고온계의 위치를 90°로 하고, 레이저를 이동하지 않은 상태에서 1분간 예열시, 최대 950 ℃까지 밖에 표면온도가 상승하지 않았고 레이저 조사부에서 측정한 경우와 450 ℃의 온도차이를 보였다. 실제 레이저 예 열선삭은 레이저와 공구가 이송되면서 이루어지기 때문에 레이저이송 중에 절삭 부 표면의 온도 변화를 알아보기 위하여 이송속도를 0.013 mm/rev으로 하여 이 송시의 온도를 측정하였다. 질화규소의 예열선삭을 위한 절삭부의 온도는 최소 1,200 ℃이상이 되어야 절삭이 가능하기 때문에 레이저 정지시 계측온도가 1,200 ℃가 되도록 5분동안 예열한 후 이송을 시작하였다. 이송이 시작됨과 함께 표면 온도는 급격히 하강하였는데 이는 레이저 출력이 부족하기 때문이다.

Fig. 4.44에 레이저 이송시 온도 변화에 따른 시험편의 표면의 매크로 및 SEM 사진과 EDS 분석결과를 나타낸다. 5분동안 제자리에서 레이저를 조사하였기 때 문에 예열부위에서는 띠 모양으로 애블레이션이 일어나고 레이저 이송에 따른 표면온도의 하강에 의해 시험편 표면이 변하고 있다. 고온에서는 질소가스가 급 격하게 팽창하여 표면에서 터져 배출되므로 크레이터 형상이 많이 관찰되며, 온 도가 하강할수록 그 정도는 줄어들고 있다. 특히, 고온으로 예열된 부위에서는 이트륨(Y)과 알루미늄(Al)의 양이 증가하는 것이 관찰되었는데, 이것은 예열되지 않은 모재의 경우에 세라믹의 결합제인 YSiAION의 결합력이 강하지만 고온으로 예열한 경우에는 YSiAION이 연화되면서 이트륨과 알루미늄이 표면으로 확산되 었으며, 규소(Si)와 질소가 가스화 되서 그 당량이 줄어들어 상대적으로 이트륨 과 알루미늄의 양이 늘어났기 때문에 동정되는 것으로 사료된다.

상기와 동일한 조건인 시험편 회전속도 1,260 rpm, 레이저 출력 350 W, 예열 시간 5분, 이송속도 0.013 mm/rev에서 공구를 사용하여 절삭깊이(*d*) 0.5 mm로 예 열선삭 하였다. 고온계는 공구의 이동에 방해를 주지 않으면서 가능한 절삭부 와 가까운 위치에서 온도를 측정하기 위해 시험편 회전방향에 대하여 레이저와 65°를 이루도록 설치하였다. Fig. 4.45에 예열선삭후의 시험편 표면과 측정된 온도 및 절삭력을 각각 나타낸다. 5분간의 예열 후 선삭을 시작한 직후에 약 800℃까지 온도가 급격히 떨어졌다가 다시 100℃정도 상승한 후 재하강하고 있음을 알 수 있다. 전체적으로 온도가 하강하는 것은 레이저 출력이 낮기 때 문에 이송에 대하여 예열이 따라가지 못하기 때문이며 온도하강 도중에 100℃ 정도 재상승한 것은 레이저 이송과 동시에 예열된 고온의 칩이 떨어져 나갈때 고온 계에 센싱된 것으로 생각된다. 또한, 절삭력(*F*_f : feed force, *F*_t : thrust force, *F*_c : main cutting force)을 살펴보면 선삭을 시작하면서부터 절삭력이 급격히 상승하 였고 배분력인 *F*_t의 경우는 250 N을 넘는 높은 값을 나타내었다. 이는 시험편 직경에 비해 레이저 출력이 현저하게 낮기 때문에 배분력이 상승한 것으로 판 단된다.





Fig. 4.42 Graph of surface temperature for HIP silicon nitride by CO₂ laser



Fig. 4.43 Variation of HIP silicon nitride surface heated by CO_2 laser



Fig. 4.44 Variation of HIP silicon nitride surface heated with 0.013mm/rev of feed rate by CO₂ laser



Fig. 4.45 Characteristics of HIP silicon nitride machined by CO2 laser

(2) 알루미나(Al₂O₃)의 가공 특성

알루미나의 가공특성을 연구하기 전에 예열하지 않은 알루미나와 예열이송한 시 험편 표면의 특성을 알아보기 위하여 SEM과 EDS 분석을 하였다. Fig. 4.46에 알루 미나 모재의 분석결과를, Fig. 4.47에 예열이송시 온도에 따른 표면 상태 및 EDS 분석결과를 각각 나타낸다.

모재의 확대 사진에서 알 수 있듯이 육안으로는 매끈한 표면이었으나 연삭에 의 해 표면이 균일하지 못함을 알 수 있다. 실험에 사용한 알루미나는 순도 99.7%이 기 때문에 EDS분석에서는 O와 Al의 성분만이 동정되었다. Fig. 4.48의 레이저 예 열된 시편의 표면사진을 보면 균열이 발생 한 것을 볼 수 있다. 예열된 시편은 산 화작용이 일어났을 것으로 예상되었으나 알루미나는 이미 산화된 Al물질이므로 예 열을 하여도 특별히 산화가 더욱 진전되지 않는다는 것을 EDS 분석을 통하여 알 수 있다.

미세한 입자로 이루어진 시편을 어떠한 높은 온도에서 가열하면 재결정화의 발 생여부와 상관없이 그 평균입자크기가 커지게 된다. 평균입자크기가 커지기 위해 서는 일부 입자들이 작아져서 완전히 없어지는 현상이 일어나게 되는데, 입자성장 에 있어서 그 원동력은 미세입자들이 대형입자로 바뀔 때 입계면적의 감소에 따른 계면에너지의 감소이다. 계면의 구조를 생각해보면 원자가 계면을 넘어 점프하는 것으로, 활성화 에너지는 입계확산에서의 활성화 에너지와 비슷해야 할 것이다. 만 일 모든 입계가 똑같은 에너지를 가지고 있다고 가정하면, 입자들은 서로 120°의 각을 이루며 만나게 된다. 이를 2차원적으로 나타내면 직선의 입계가 서로 120°의 각도를 이루는 것은 6면을 가진 입자들 간에서만 가능하다. 6면보다 적은 면적을 가지는 입자들은 그 입자의 중심에서 볼 때 오목한 계면을 가지게 된다. Fig. 4.48(a)에 나타내듯이 입계는 곡률의 중심을 향해 이동함으로 6면 이하의 입자들은 점점 작아지게 되고 6면 이상의 입자들은 점점 커지게 된다. 이러한 입자 성장에 의하여 완전한 순도의 재료라 할지라도 입계에 원자결함에 의한 스페이스 차지 (space-charge) 분위기가 형성되게 되고 용질석출도 일어나게 된다. Fig. 4.48(b)에서 보이듯이 원자결함이나 불순물이 입계에 모여 입자성장을 저지하고 계면에 결함을 가져오기 쉽다. 따라서 고온으로 처리된 표면은 입자가 성장하고 그로 인하여 입 계의 균열이 발생하여 효과적인 절삭을 유도할 수 있을 것으로 판단된다. 이러한 균열은 선삭가공 중에 결정립간의 균열 증식에 도움이 되기 때문에 절삭력을 낮추 는 요인으로 작용할 것으로 생각되고 균열이 발생한 바로 아래를 선삭하여 균열이 없는 표면을 얻는 것이 중요한 제어인자가 될 것으로 사료된다.

이 실험에서는 직경 16 mm 시험편의 경우 출력이 부족하여 이송을 실시하는 즉 시 온도가 저하되었기 때문에 상대적으로 입열양이 적어도 되는 직경 8 mm의 알 루미나 시험편을 이용하여 추가실험을 진행하였다.

앞서 실험한 조건과 유사한 방법으로 직경 8 mm의 알루미나를 예열선삭한 결과, 예열온도는 충분히 올라가고 선삭도 가능하였으나 선삭 중에 파단되거나 선삭 후 작은 충격에도 쉽게 깨어졌다. 이는 알루미나의 열충격저항이 약 250 AT℃이므로 급격한 온도상승에 열충격을 받아 시편에 균열이 생기면서 작은 충격에도 파괴되 기 쉽기 때문이다. 이를 최소화하기 위하여 레이저 출력을 단계적으로 변화시켜 절삭을 실행하였다. 단계적으로 예열절삭을 실시한 시험편은 그렇지 않은 시험편 에 비하여 충격에 깨어지는 현상이 현저히 저하하였는데, 이것은 단계적 예열이 시험편의 급격한 열충격을 완화시켰기 때문이다. Fig. 4.49에 열충격을 최소화하기 위하여 레이저출력을 단계적으로 변화시키고 예열온도를 1,100, 1,300, 1,500 및 1,700 ℃로 변화시켜 표면온도변화와 절삭력 및 표면상태를 관찰하여 그 결과를 각 각 나타내었다. 레이저 출력을 변화시킬 때 수동으로 슬롭 업(slope up)을 하였기 때문에 선삭중 온도가 일정하게 유지가 되지 않은 경우도 있었으나 전체적인 예열 선삭의 경향을 파악하는 데에는 큰 어려움이 없을 것으로 생각된다.

절삭력은 예열 온도가 상승함에 따라 알루미나가 연화되어 절삭 저항이 줄어들 기 때문에 전체적으로 낮아지는 것을 볼 수 있다. 예열온도가 1,500 ℃ 이상에서부 터는 표면이 뜯어져 나가는 듯한 양상을 나타내었다. 따라서 절삭력 측면에서는 높은 예열온도가 유리하나 표면조도(Ra)를 고려한다면 1,300 ℃ 또는 그 이하로 예 열하는 것이 적당할 것으로 생각된다.



Fig. 4.46 Characteristics of as-received alumina



Fig. 4.47 Variation of alumina surface heated with 0.013 mm/rev of feed rate by CO₂ laser



Fig. 4.48 Schematic of mechanism of grain growth and pore agglomeration for Al₂O₃



Fig. 4.49 Characteristics of Al₂O₃ machined with various temperature by CO₂ laser



(b) Preheating : 1,300 $^\circ\!\!\mathrm{C}$

Fig. 4.49 To be continued



(c) Preheating : 1,500 $^\circ C$

Fig. 4.49 To be continued



(d) Preheating : 1,700 $^\circ\!\!\mathrm{C}$

Fig. 4.49 To be continued

(3) 지르코니아(ZrO₂)의 가공특성

공업용 세라믹 재료중의 하나로써 절삭가능성을 검토하기 위하여 CO₂ 레이 저를 사용하여 직경이 14 mm인 아이보리색의 지르코니아를 예열선삭하였다.

지르코니아도 알루미나와 마찬가지로 열충격에 민감하기 때문에 1,200 ℃까지 단계적으로 예열하였다. Fig. 4.50의 실험결과를 살펴보면 절삭력은 비교적 높게 측정되었으나, 표면상태는 알루미나의 경우 보다 양호하였다. 표면을 자세히 관 찰해 보면 미세한 균열이 보이고 칩 또한 전단형이나 절삭가능성은 충분하다는 것을 알 수 있었다.





Fig. 4.50 Characteristics of zirconia machined by CO₂ laser

4.5 질화규소의 절삭 메커니즘 및 조직적 거동의 규명4.5.1 레이저조사에 의한 질화규소의 조직적 거동 및 결함발생

대기중 가열에 의한 질화규소 세라믹의 조직적 특성을 파악하기 위하여, 우 선 HIP 처리된 질화규소 세라믹을 파쇄한 뒤 대기 중에서 가열로를 이용하여 100 ℃/min의 속도로 1,500 ℃까지 승온한 후 온도를 1분간 유지하고 100 ℃/min 의 속도로 냉각시킨 후 가열전·후의 파단면을 SEM으로 관찰하였다. Fig. 4.51 의 그림에서 보듯이 가열전 질화규소 세라믹은 3,000배 사진에서 치밀한 질화 규소 조직이 확인되고 있으며, 10,000배 사진에서는 질화규소 세라믹의 전형적 인 육각봉상의 조직을 확인 할 수 있다. 그러나 1,500℃까지 예열하면 질화규 소는 대기압에서 이미 분해가 시작되므로 기존의 조직은 산화되어 3,000배의 사진에서도 확인할 수 있듯이 가열전과는 달리 치밀한 조직이 붕괴되어 있는 것을 알 수 있다. 10,000배 사진에서는 대부분의 결정상이 산화되어 원래의 치 밀한 육각봉상이 거의 관찰되지 않았다. 이와 같이 가열에 의한 표면의 산화는 EDS 분석을 통해서도 확인 할 수 있었는데 가열전보다 가열 후 0의 피크값이 상승하는 것을 알 수 있다. SSN 처리된 질화규소 세라믹도 HIP 처리된 경우와 동일하게 파쇄 후 가열하여 SEM관찰 및 EDS 분석을 실시하여 Fig. 4.52에 나 타내었다. SEM 관찰결과 가열전 SSN 세라믹은 HIP 세라믹에 비해 조직이 상 대적으로 치밀하지 못하였으며, 10,000배의 확대이미지에서도 보이듯이 육각봉 결정립의 크기도 더 큰 것을 알 수 있다. 또한 1,500 ℃까지 가열한 세라믹은 HIP 처리된 세라믹 보다 더 급격한 변화를 나타냈는데, 대부분의 조직이 열분 해 하여 산화됨으로 원래의 조직특성인 육각봉상의 결정이 거의 사라지고 발포 가 형성되는 것을 알 수 있다. EDS 분석결과 강력하 산화의 영향을 보여주고 있는데, 가열전과 후의 O의 피크 값이 매우 크게 변화하고 있으며, 가열에 의 해 표면 입계 유리상으로부터 확산되어 나온 첨가제 양이온인 Al과 Y의 피크 값도 증가하고 있다. 특히, SSN 세라믹은 HIP 세라믹에 비해 열안정성이 매우 떨어져 1,400 ℃(1기압) 이상부터 질화규소가 급격하게 분해되어 질소는 방출되
고 SiO₂로 환원된다. 따라서 EDS 분석에서도 1,500 ℃로 가열된 세라믹은 N의 피크가 거의 발견되지 않았다.

일반적으로 질화규소 세라믹의 표면 산화반응은 기공의 크기 및 분포, 폐기 공이나 개기공 등에 의한 복합요소에 의해 이루어지지만, 보통은 기공율이 높 을수록 산화반응율이 높다고 알려져 있다. 따라서 상기의 SEM 이미지에도 확 인하였듯이 HIP 및 SSN 소결처리된 세라믹 간의 조직 치밀도가 산화에 미치는 영향은 매우 클 것으로 생각된다.

질화규소 세라믹은 가공 중 산화되기 이전에 가열상태에서 열분해 반응을 일 으킨다. 이 열분해 반응현상은 다음과 같다.

 $Si_3N_4(s) = 3Si(g) + 2N_2(g)$ (1)

 $Si_3N_4(s) + 3SiO_2(s) = 6SiO(g) + 2N_2(g)$ (2)

 $2Si_{3}N_{4}(s) + 3O_{2}(g) = 6SiO(g) + 2N_{2}(g)$ (3)

 $Si_3N_4(s) + 3MO(s) = 3M(l,g) + 3SiO(g) + 2N_2(g)$ (4)

$$M-Si-O-N(l) = SiO(g) + N_2(g) + M-Compound(l,s)$$
(5)

여기서 M은 Al과 Y 같은 첨가재의 금속성분을 나타낸다.

만약, 이러한 열분해 반응이 소결 중 온도나 분위기 가스 그리고 압력 등의 제어 조건을 잘못 조절하여 치밀화 반응보다 선행되어 나타나면 치밀화는 일어 나지 않고 중량감소에 의한 밀도저하가 일어난다. 또한 치밀화 반응 이후에도 이와 같은 열분해 반응이 일어나면 표면의 부풀어 오름이나 다공질화 등이 생 성된다. 특히, 질화규소는 1기압하 1,500 ℃ 이상의 온도에서 다음과 같은 분해 과정을 거친다.

$$Si_3N_4(s) = 3Si(1) + 2N_2(g)$$
 (6)
 $Si(1) = Si(g)$ (7)

이로부터 식(1)의 상관관계식을 얻으면

 $Psi_3 \times PN_{22} = K_p$

(8)

여기서 Kp는 평형상수이다.

즉, 식(8)은 N₂(g)의 압력이 높아지면 Si(g)의 평형압력이 식(7)에 따라 Si(l)에

대한 평형압력 값 저하로 Si₃N4의 자발적인 분해가 억제 된다는 뜻이다. 또한 역으로 Si(g)가 어떠한 원인에 의해 감소한다면 Si(g)의 평형분압이 형성되지 않 아 N₂(g)의 압력이 아무리 높아도 Si₃N₄는 분해된다. 따라서 질화규소 세라믹의 분해를 억제하기 위해 N2가압 분위기 내에서 소결된 질화규소는 대기 중에서 열에 노출되면 표면부에서 열분해된 Si₃N₄의 Si(g)가 대기중의 O₂와 만나 SiO₂로 화원되며 Si_sN₄분해를 촉진하다. 이상과 같은 원인에 의해 SSN 처리된 세라믹 이 HIP 처리된 세라믹에 비해 큰 공극율과 그에 따른 세라믹 내부로의 산소확 산에 의해서 가열시 Si₃N₄분해 및 산화가 더 활발하게 일어난 것으로 생각된다. Fig. 4.53과 Fig. 4.54의 그림은 HIP 와 SSN 처리된 질화규소 세라믹의 온도변화 에 따른 조직의 상태를 SEM으로 관찰한 사진이다. 이때 가열온도는 600~1,400 ℃로 실시하였다. 그 결과 HIP의 경우에는 1,400 ℃부터 표면에 산화에 따른 조 직의 변화가 관찰된 반면, SSN 처리된 세라믹은 1,300 ℃부터 산화의 영향이 관 찰 되었으며, 1,400 ℃부터는 내부에서 열분해 되어 가스로 방출되는 가스에 의 해 형성된 발포가 나타나고 있다. 이는 SSN 질화규소 세라믹이 HIP 세라믹에 비해 가열시 열안정성이 취약하여 산화 및 질소가스 생성에 의한 결함발생이 일어나기 쉽다는 것을 나타낸다.

HIP 및 SSN 처리된 질화규소 세라믹의 온도상승에 따른 조직적 변화를 EDS 분석을 통하여 확인한 결과를 Fig. 4.55 및 Fig. 4.56에 나타내었다. 1,300 ℃까지 는 EDS 분석결과 큰 변화가 없었으나 1,400 ℃의 조직 사진에 규산염 유리층이 나타난 시점에서 O의 피크가 상승하는 것을 볼 수 있다. 또한 N의 값도 점차 감소한다. 따라서 표면의 산화 및 질소가스의 생성 및 분출을 증명하였다.

SSN 처리된 질화규소의 경우 1,200 ℃까지 조직적 변화 및 EDS 분석결과의 변화는 거의 없었으나 HIP 처리된 질화규소에 비하여 낮은 온도인 1,300 ℃에서 조직적 변화가 관찰되었으며 EDS 분석결과 O의 양이 크게 증가하였다. 따라서 표면이 산화된 것을 확인할 수 있었으며 결정립계의 YSiAION 비정질재의 분해 에 의한 AI의 확산으로 AI의 검출량이 증가하였다. 또한 시편의 산화는 온도가 증가함에 따라 강해져 1,400 ℃이상에서는 N₂가스의 발생 및 분출에 의한 발포 가 관찰되었다. 결과적으로 SSN 질화규소가 열분해 및 산화에 취약한 것을 알 수 있다.

질화규소 세라믹의 산화물 및 모재의 표면에 존재하는 조직이 규산염 유리층 인 것을 확인하기 위하여 XRD 분석을 실시하였다. 레이저로 조사하기 전 시편 표면에 규산염 유리질이 존재하는 것은 앞서 4.3.1항에서 언급하였다. 또한 레 이저 예열이 행해져 표면이 산화되면 그 규산염 유리층이 두꺼워 지는 것을 알 수 있었다. 이러한 규산염 유리층은 EDS 분석을 통하여 시편 표면의 산소의 양 이 증가하는 것으로 질화규소가 SiO₂로 결합하여 규산염으로 존재할 것으로 예 상할 수 있었으나 비정질인지는 확인되지 못했다. 이를 규명하기 위하여 XRD 분석을 실시하여 Fig. 4.57 및 Fig. 4.58에 나타내었다.

이는 시편을 절단하여 얻어진 시편의 내부, 가공전 시편표면 및 800 W의 레 이저 출력으로 예열된 시편표면을 CuKa X-ray 방사선원을 이용하여 가속전압 40 kW 및 30 mA로 같은 시간동안 동일한 조건으로 분석한 결과이다. Fig. 4.57 에서는 순수한 질화규소 세라믹으로 구성되었다고 보이는 절단된 시편의 내부 를 XRD 분석하여 그 결과를 데이터베이스를 이용하여 어떤 물질의 격자구조를 가지는지를 확인하였다. Fig. 4.57(a)에서 피크값을 추출하여 (b)에 보이듯이 reference 값과 맞추어 보았다. 그 결과 질화규소(silicon nitride)와 피크값이 일치 하는 것을 알 수 있었다.

따라서 시편 내부의 규산염 유리층이 존재하지 않을 것으로 예상되는 부위는 전형적인 Si₃N₄의 격자구조를 가지는 것을 알 수 있으며 피크치가 400 counts 근 방까지 검출되었다. 하지만 Fig. 4.58에서 보이듯이 가공전 시편표면은 같은 패 턴에서 피크치가 상승하나 상승정도는 현저히 줄어들었으며 이러한 경향은 레 이저 예열은 행한 시편에서도 나타난다. 예열된 시편이 가공전 시편보다 더 낮 은 피크치를 가진다. Si와 N 원소는 다른 원소에 비하여 비교적 가벼워 XRD 분석시 침투깊이가 재료를 투과하여 더 깊은 부위 까지 분석될 가능성이 커 비 정질 아래의 질화규소 조직의 피크치가 반영될 가능성이 있다. 하지만 같은 분 석조건과 시간에서 피크치의 큰 변화는 격자구조를 가지는 조직의 분포도가 낮 다는 것을 증명하므로, 비정질의 규산염 유리층의 존재와 그 분포의 증가를 확 인 할 수 있었다.

Fig. 4.59에서는 이제까지 연구한 내용을 바탕으로 질화규소의 산화메커니즘 을 규명한 모식도이다. 레이저가 조사되기 전 질화규소의 표면은 아주 얇은 규 산염 유리층으로 덮여져 있고, 그 아래 육각봉 형상의 β-Si₃N₄와 이를 서로 연 결하고 있는 비정질의 YSiAION으로 구성되어 있다. 이러한 시편을 1,000 ℃ 이 하로 레이저를 조하사여 가열하면 조직적으로 큰 변화는 일어나지 않는다. 하 지만, 1,000 ℃ 이상으로 가열되면 YSiAION이 연화되기 시작하며 Si₃N₄에 비하 여 용융온도가 낮은 규산염 유리층에 의해 산소가 확산되어 산화층이 두꺼워지 기 시작한다. 1,200 ℃이상에서 표면이 용융하고 온도가 더욱 상승하면, Si₃N₄도 Si와 N으로 분해되어 산소와 반응하여 규산염 유리질과 N₂를 형성한다. N₂는 응집되어 분출하여 시편표면의 균열 및 발포를 발생시키고, 온도저하 후 공극 을 형성하여 시편 표면을 산화 및 열화시킨다.

이러한 메커니즘을 확인하기 위하여 HIP 및 SSN 처리된 질화규소를 레이저 출력 800 W로 예열한 표면을 면분석하여 Fig. 4.60 및 Fig. 4.61에 나타내었다. N의 경우 조직적 변화가 없는 기지부에 골고루 분포하고 있으나 표면에서는 거의 검출되지 않았으며, 이는 표면의 질소가 N₂가스로 결합하여 분출되었기 때문이다. O의 경우 기지에는 거의 분포해 있지 않지만 표면에서 대량 함유되 어 있는 것을 알 수 있어, 표면이 산화되었으며 산소가 외부에서 침투한 것을 알 수 있다. Si의 경우 기지에는 일정하게 분포되어 있지만 표면에서는 분포가 고르지 못하고 특히, 발포주변에선 거의 검출되지 않고 그 외부에 존재하는 것 을 알 수 있다. AI 및 Y은 함유량이 극히 적어 관찰하기 힘들었으나 표면측에 서 농도가 상승한 것을 통하여 재료내의 AI 및 Y가 표면으로 확산된 것을 알 수 있다. 이러한 경향은 HIP 및 SSN 시편 모두 동일하게 나타났다.



Fig. 4.51 SEM images and EDS analyses of HIP treated silicon nitride



Fig. 4.52 SEM images and EDS analyses of SSN treated silicon nitride



Fig. 4.53 Variation of HIP silicon nitride microstructure by increasing temperature



Fig. 4.54 Variation of SSN silicon nitride microstructure by increasing temperature



Fig. 4.55 SEM image and EDS analysis for variation of HIP silicon nitride microstructure by increasing temperature



Fig. 4.56 SEM image and EDS analysis for variation of SSN silicon nitride microstructure by increasing temperature



Fig. 4.57 XRD analysis measurement and pattern list of Si_3N_4



Fig. 4.58 Results of XRD analysis of Si₃N₄



Fig. 4.59 Schematic illustration of variation mechanism of silicon nitride microstructure with heated using HPDL



Fig. 4.60 Element mapping of HIP silicon nitride heated by 800 W of laser power with EDX detector



Fig. 4.61 Element mapping of SSN silicon nitride heated by 800 W of laser power with EDX detector

4.5.2 질화규소 세라믹의 레이저 예열선삭에 관한 열해석 질화규소 세라믹의 레이저 예열선삭시 레이저에 의한 예열온도의 깊이 분포와 절 삭부의 온도를 예측하기 위하여 열해석을 실시하였다. 다음의 Fig. 4.62에 열해석 결과를 그래프로 나타내었다. 시뮬레이션에 필요한 질화규소에 관한 물성데이터가 1,000 ℃ 이전까지만 데이터베이스(database)화 되어있고 1,000 ℃ 이후에 대한 물성 데이터가 부족하여 1.000 ℃이후의 온도에서는 오차가 발생하였으나 그래프에서 보 이듯이 그 경향은 유사한 것으로 판단된다. 특히, 초기 예열 60초를 지나 이송을 시 작하여 60초를 넘은 120초 이후에서는 실험데이터와 시뮬레이션 데이터의 오차가 크게 줄어 거의 유사한 것을 확인할 수 있었다. 본 연구에서 가장 많이 사용되고 적절한 레이저 출력이라고 판단되는 600 W에서의 온도 분포를 중심으로 열해석을 실시하였다. 직경 16 mm 및 길이 150 mm의 SSN 처리된 환봉형 질화규소 세라믹을 회전속도 620 rpm와 이송속도 0.013 mm/rev으로 예열할 때의 열해석을 실시하였다. Fig. 4.63에서 보이듯이 시편이 회전할 때 환봉형 시편의 1/4부위를 열해석 하였다. 회전방향과 반대방향으로 레이저조사부가 이동하기 때문에 절삭공정이 일어나는 부 위의 온도를 중심으로 분석하기 위하여 열해석 부위를 절단위치로 정하였으며 공구 의 위치에서 180°에 레이저조사부가 위치하며 레이저빔은 2mm 앞서 진행하였다.

Fg. 4.64에서 열해석한 부위의 전체 해석결과를 나타내었다. 이 열해석 결과는 레 이저빔이 x에서 y방향으로 시편 끝단에서 조사되기 시작하여 z축으로 15 mm 이송된 순간을 나타낸다. 옆의 온도 테이블은 절대온도(K)값이다. 레이저가 조사된 시편표면 에서 가장 온도가 높은 구역은 약 1,500 ℃이상임을 알 수 있다. 이 열해석 결과의 절 삭가공 영역의 온도분포를 알아보기 위해서 공구가 접촉되는 부위의 온도를 z-x축 중 심으로 분석한 내용이 Fig. 4.65이다. 가장 큰 온도의 변화를 보이는 끝단 부위를 확 대하고, 온도분석을 세밀하게 하여 Fig. 4.66에 나타내었다. 가로길이로 나누어진 구 역인 한 칸이 1 mm이며 세로길이로 나누어진 구역은 표면에서 0.4, 0.8, 1.2, 1.6, 2.6, 3.7, 4.8, 6.2, 7.1 및 8 mm(시편중심)을 나타낸다. 레이저 시작점 끝단에서 15 mm 지점 이 레이저빔조사 위치의 180° 후방이며, 13 mm 지점이 공구가 닿는 지점이다. 표면 온도를 관찰하면, 레이저 조사부 주변과 절삭공구 위치의 온도분포가 거의유사하게 가장 높은 온도 범위를 가지는 것을 알 수 있다. 절삭에 유리한 조건을 약 1,300 ℃보 다 높은 온도로 결정할 경우 조사부에서 5 mm 선단 끝쪽으로는 시편 내부까지 충분 하게 가열될 것으로 예상되며 따라서 절삭공정의 온도에 따른 제한은 깊이방향으로 는 없는 것으로 판단된다. 따라서 공구의 형상만 고려된다면 본 연구에서는 SSN 처 리된 질화규소의 경우 깊이방향으로는 자유롭게 절삭이 가능하였다. 또한 레이저 조 사 중심부보다 시편 끝단 방향으로 1 mm 이동된 부위가 깊이 방향으로 온도상승이 가장 깊게 일어난 것을 알 수 있었으며, 약 1.6 mm 아래까지 1,470 ℃이상을 유지하는 것으로 예측되었다. 또한 빔 이송후 시편의 온도저하는 내부보다 대기와 접촉하고 있 는 상부에서 먼저 일어나는 것을 예측할 수 있었다.

범 이송부와 공구 접촉부에서의 깊이방향 및 원호방향 온도분포를 확인하기 위하 여 x-y축 방향으로 열해석한 결과를 각각 Fig. 4.67 및 Fig. 4.68에 나타내었다. 레이저 범 부위의 열해석은 레이저범 조사부가 열해석 상단 꼭대기측에서 180° 아래부분 환 봉형 시편 아래부에서 실질적으로 진행되고 있으며 시편의 길이방향으로는 레이저 조사부 중심위치를 해석한 것이다. 약 1,500 ℃를 넘는 범위의 온도를 유지하는 것이 레이저 조사부에서 180° 위치에서는 어렵지만 1,400 ℃를 넘는 범위의 온도를 유지하 는 경우는 1.5 mm이상의 깊이까지 가능한 것을 알 수 있었다. 1,300 ℃이상의 온도는 시편중심부 약 2 mm를 제외하고는 유지하는 것이 가능하였다. 공구 접촉부는 Fig. 4.68의 가장 상단이며 범의 위치에 비하여 1,500 ℃이상의 고온 유지는 어려웠으나 1,400 ℃ 이상으로 온도유지는 범 위치를 분석한 결과와 유사한 약 1.45 mm의 깊이까 지 온도유지가 가능한 것으로 예측이 되었다. 또한 1,300 ℃이상의 유지는 범 위치 분 석값보다 더 유리하여 시편 내부까지 온도 유지가 가능한 것을 확인하였다.

이러한 열해석의 예측결과를 바탕으로 레이저빔의 조사부보다 약 1 mm에서 4 mm 후방에서 절삭을 하는 것이 내부까지 1,300 ℃이상의 온도유지가 가능하여 절삭에 유리한 것을 예측할 수 있었으며 내부의 온도가 고온으로 장시간 유지되 는 것으로 절삭공정 후 표면의 온도가 고온으로 장시간 유지되는 것을 확인할 수 있었다.



Fig. 4.63 Schematic illustration of thermal simulation model



- 155 -

Fig. 4.65 Temperature result of thermal simulation model for z-x section

5.513e+002 4.593e+002



Fig. 4.66 Temperature result of thermal simulation model for z-x section (magnification)



Fig. 4.67 Temperature result of thermal simulation model for x-y section at laser beam location (magnification)



Fig. 4.68 Temperature result of thermal simulation model for x-y section at tool location (magnification)

4.5.3 질화규소 세라믹의 레이저 예열선삭 메커니즘

앞에서 기술한 내용을 토대로 레이저 예열선삭 메커니즘을 규명하여 Fig. 4.69에 나타내었다. Fig. 4.69(a)는 레이저 예열선삭시 레이저의 조사에 따른 시편의 온도 와 공구를 이용하 절삭을 모식화한 것이다. A는 레이저가 조사되기 전의 시편의 표면을, B는 레이저 조사부위를, C는 절삭이 실행되는 부위를 마지막으로 D는 절 삭 후 시편의 표면을 나타낸다. 온도는 레이저 빔 중심부에서 약간 뒷부분이 가장 높은 온도를 나타내었다. 절삭이 진행되는 C는 온도가 충분히 예열된 C-1과 예열 이 부족한 C-2로 나누어 나타내었다. A의 확대된 모식도를 보면 표면에 얇게 규산 염 유리층이 덮여있고 그 아래 육각봉상의 β-Si₃N₄와 이를 서로 연결하고 있는 비 정질의 YSiAION으로 구성되어 있다. B의 레이저 조사부는 온도상승에 의한 표면 의 용융과 산소의 침투에 의한 산화반응 및 YSiAlON의 연화가 관찰되며, 절삭공 정에 있어서 그래프에서 나타내듯이 온도가 충분히 상승된 경우 YSiAlON의 연화 에 의하여 질화규소 입자가 깨어지는 것이 아니라 떨어져 나가는 소성변형에 의하 입계파괴가 일어난다. 온도가 충분히 상승되지 못한 C-2의 경우, 입계가 충분히 연 화되지 않아 절삭공구에 의하여 소성변형에 의한 입계파괴가 아닌 질화규소 입자 가 깨어져 떨어져 나가는 입내파괴로 절삭이 행해지게 된다. 입계파괴에 의한 절 삭의 경우 소성변형에 의하여 절삭력이 감소하여 공구의 수명이 증가하는 반면에 입내파괴의 경우 입자를 부러뜨리는 힘이 공구의 절삭력으로 요구되어지므로 절삭 력이 상승하고 공구가 부하를 많이 받아 쉽게 마모되거나 깨어질 수 있다. 따라서 충분히 온도를 상승시켜 소성변형에 의한 입계파괴를 유도하는 C-1의 경우가 좋은 가공조건이다. 절삭이 진행된 후 시편의 표면을 관찰하여보면 레이저 조사에 의해 예열되어 상승된 온도가 잔존하고, 레이저 조사부에서의 열전도에 의한 후가열에 의해 시편표면의 온도가 높으므로 산소와 반응하여 규산염 유리층을 생성하는 산 화반응이 일어나게 된다. 이러한 경향은 온도가 높을수록 쉽게 일어나며, 과도한 레이저 출력은 가공후 표면에 기공을 형성하기도 한다. 이러한 산화반응에 의하여 가공된 표면의 경도가 저하하는 문제점이 발생하기도 하므로, 가공시 가공면의 가 공 후 산화반응을 고려하여 레이저 출력을 선정하는 것이 좋다.



Fig. 4.69 Schematic illustration of laser-assisted machining mechanism



Fig. 4.69 To be continued

5. 결론

높은 강도와 취성을 가진 질화규소 세라믹의 활발한 적용을 위한 새로운 가공법 개발의 일환으로 레이저 예열선삭의 가능성과 공정변수에 따른 가공특성을 평가하 고 재료의 조직적 변화 및 가공메커니즘을 연구하여 그 결과를 다음에 정리한다.

- (1) 질화규소 세라믹은 봉상의 β-Si₃N₄와 이를 서로 연결하고 있는 비정질의 YSiAION으로 구성되어 있다. 고강도의 질화규소 세라믹은 상온에서 CBN 공구로 절삭하는 것이 불가능 하였으나 레이저를 조사하여 시편을 예열하 여 연화한 후 절삭하는 레이저 예열선삭이 가능하였다. 이는 레이저 조사부 의 온도상승에 의한 표면의 용융과 산소의 침투에 의한 산화반응 및 YSiAION 비정질재가 1000 ℃이상에서 점도가 감소하여 연화되기 때문이다.
- (2) 레이저 출력이 증가함에 따라 시편표면의 온도가 상승하여 세라믹의 조직 적 변화가 크므로 보다 낮은 절삭력으로 효율적인 절삭이 가능하였고, 공구 의 수명이 증가하였다. 하지만, 절삭된 시편 표면이 산화하여 그 경도값이 저하하는 경향을 보였다. HIP 처리된 질화규소의 경우 이송속도 0.013 mm/rev로 0.3 mm를 절삭하는 가공조건에서 400 W에서 600 W의 레이저 출 력이 양호하다.
- (3) 이송속도가 증가함에 따라 동일한 출력에서 한 지점에 레이저가 조사되는 시 간이 짧아 총 흡수되는 열에너지가 줄어든다. 따라서 시편표면의 온도가 상 대적으로 저하되므로 절삭시 절삭력이 상승하고 시편표면의 산화도는 줄어든 다. 하지만 이송속도가 증가함에 따라 상승하는 절삭력의 차이가 시편표면의 산화에 의한 경도저하에 비하여 크며, 공구의 마모도가 증가하여 공구의 수 명이 줄어든다. 따라서 이송속도는 공구의 수명에 큰 영향을 끼친다.

- (4) 출력이 증가함에 따라 재료의 온도상승으로 비정질재의 연화에 의하여 전단 형 칩에서 유동형 칩으로 전이되는 것을 볼 수 있다. 따라서 출력이 증가할 수록 절삭력이 저하되고 공구의 수명이 증가하는 양호한 가공이 얻어진다.
- (5) 상대적으로 질화규소 입자가 크고 기공이 많은 SSN 처리된 시편이 HIP처리 된 경우보다 쉽게 산화 및 연화되었으며, 출력이 증가함에 따라 절삭공정이 유리해 지고 이송속도가 증가함에 따라 절삭력이 상승하고 시편표면의 산화 도는 줄어들었다. 절삭깊이가 상승함에 따라 절삭력과 공구의 마모도는 증가 하지만 시편표면의 산화도는 줄어들었다. 600 W의 레이저출력에서 HIP 처리 된 시편은 최대 0.9 mm 깊이까지 절삭이 행해졌지만 SSN 처리된 경우에는 3 mm이상의 깊이까지 가공이 가능하였다. SSN 처리된 질화규소 세라믹의 절삭된 칩은 HIP의 절삭된 칩과 비교하여 유동형이며 절삭력도 크게 떨어져 같은 CBN공구로 더 깊은 깊이까지 절삭을 행하여도 공구의 수명이 길었다.
- (6) 알루미나와 지르코니아는 HPDL 레이저빔의 흡수율이 낮아 본 장비의 최대 출력인 2.5 kW의 레이저 출력으로 장시간 예열을 실시하여도 알루미나와 지 르코니아를 예열하는 것이 어려웠다. 특히 알루미나는 고온계 측정 범위인 300 ℃를 넘지 못하였으며, 지르코니아는 열충격에 약한 특성으로 단계적인 예열을 실시하였으나 열충격에 의하여 거의 파괴되는 경향을 보였다. 따라서 HPDL 레이저는 알루미나 및 지르코니아의 예열선삭에 적합하지 않다.

ARIIME UN

(7) CO₂레이저는 HPDL에 비하여 모든 세라믹에서 레이저 흡수율이 가장 높았다. 질화규소의 경우 예열은 부족하였으나 HPDL을 이용한 예열선삭과 유사한 경향을 보였다. 알루미나와 지르코니아의 경우 질화규소와 비교하여 열 충격에 약하므로 단계적인 예열을 실시하였으며 그 결과 양호한 가공을 보였으므로 레이저 예열선삭의 가공성이 확인되었다.

- (8) 레이저 조사에 의한 질화규소의 조직적 거동을 다음과 같이 규명하였다. 레이저가 조사되기 전 질화규소의 표면은 아주 얇은 규산염 유리층으로 덮여져 있고, 그 아래 육각봉 형상의 β-Si₃N₄와 이를 서로 연결하고 있는 비정질의 YSiAION으로 구성되어 있다. 이러한 시편을 1,000 ℃ 이하로 레이저를 조하사여 가열하면 조직적으로 큰 변화는 일어나지 않는다. 하지만, 1,000 ℃ 이상으로 가열되면 YSiAION이 연화되기 시작하며 Si₃N₄에 비하여 용융 온도가 낮은 규산염 유리층에 의해 산소가 확산되어 산화층이 두꺼워지기 시작한다. 1,200 ℃이상에서 표면이 용융하고 온도가 더욱 상승하면, Si₃N₄도 Si와 N으로 분해되어 산소와 반응하여 규산염 유리질과 N₂가스를 형성한다. N₂가스는 응집되어 분출하여 시편표면의 균열 및 발포를 발생시킨다.
- (9) 레이저 조사부에서는 고온에서 표면의 용융과 산소의 침투에 의한 산화반 응 및 YSiAION의 연화가 관찰되며, 표면온도가 충분히 상승되면 절삭시 YSiAION의 연화에 의하여 질화규소 입자가 깨어지는 것이 아니라 떨어져 나가는 소성변형에 의한 입계파괴가 일어난다. 온도가 충분히 상승되지 못 한 경우 입계가 충분히 연화되지 않아 절삭공구에 의하여 질화규소 입자가 깨어져 떨어져 나가는 입내파괴로 절삭이 행해지게 된다. 절삭이 진행된 후 시편의 표면을 관찰하여보면 시편표면의 온도가 높으므로 산소와 반응하여 규산염 유리층을 생성하는 산화반응이 일어나기도 한다. 이와 같은 레이저 예열선삭의 메커니즘을 규명하였다.
- (10) 본 연구에서는 질화규소 세라믹의 레이저 예열선삭의 가능성을 연구하고 각 파라메타에 따른 절삭특성 및 절삭 메커니즘을 규명하였다. 이는 세라 믹의 가공시간을 줄이고 부품의 다양한 형상화 및 가공비용을 낮출 수 있 는 가능성을 제시하기에 충분하였다. HPDL을 이용한 질화규소 세라믹 레 이저 예열선삭의 현장적용에 본 논문 내용이 기초가 되어 긍정적인 영향 을 미칠 것을 기대한다.

참고문헌

- [1] 강영국, 김호연, 곽노찬, "국내 공장 자동화의 발전 전망", The Magazine of the IEEK, Vol. 13, NO.5, pp.469-487, 1986
- [2] 신소재연구회, "21세기를 뒤받침할 신소재·신재료", 겸지사, 2002
- [3] 김종희, 박지연, 김도경, "최신세라믹공학", 반도출판사, 1991
- [4] 백영남, 신영의, 정남용, 정승부, 정재필, 이성희, "공학도를 위한 신소재공
 학", 삼성북스, 2008
- [5] S. Lei, Y. C. Shin and F. P. Incropera, "Experimental Investigation of Thermo-Mechanical Characteristics in Laser-Assisted Machining of Silicon Nitride Ceramics", Journal of Manufacturing Science and Engineering, Vol.123, pp.639-646, NOV, 2001
- [6] Chryssolouris, G., Anifantis, N., and Karagiannis, S., "Laser assisted machining: an overview", Journal of Manufacturing Science & Engineering, Transactions of the ASME, Vol. 119, Iss. 4(B), pp.766-769, 1997
- [7] Anoop N. Samant, Narendra B. Dahotre, "Laser machining of structural ceramics-A review", Journal of the European Ceramic Society, Vol. 29, pp.969-993, 2009
- [8] 김도훈, "레이저 가공학", 경문사, 2005
- [9] 김병태, "레이저공학", 상학당, 2004
- [10] 송순달, "레이저의 기초원리와 응용", 청문각, 1999
- [11] 新井武二, 宮本 勇, "レーザー加工の基礎(上, 下券)", マシニスト出版
- [12] 최헌진, 김영욱, 이준근, "가압소결한 질화규소의 산화거동에 미치는 소결 첨가제의 영향", Journal of Korean Ceramic Society, Vol. 31, No. 7, pp.777-783, 1994
- [13] Somiya, Shigeyuki, Mitomo, Mamoru, Yoshimura, Masahiro, "Silicon nitride-1", ElseVier Applied Science, 1990
- [14] 이준근, "세라믹스의 소결", 반도출판사, 1991
- [15] V.A. Izhevskiy, L.A. Genova, J.C. Bressiani, F. Aldinger, "Progress in SiAlON

ceramics", Journal of the European Ceramic Society, 20, pp.2275-2295, 2000

- [16] 박정현, "뉴세라믹스", 반도출판사, 1979
- [17] 이준근, 송종택, 김병훈, 한상목, 김환, 박정현, 김철영, "세라믹공학", 반도 출판사, 1979
- [18] W. D. Kingery, H. K. Bowen, D. R. Uhlmann, "Introduction to Ceramics", JOHN WILEY & SONS, pp.448-515, 1975
- [19] Branko Matovic, "Low temperature sintering additives for silicon nitride", University Stuttgart, Bericht Nr. 137, 2003
- [20] Michael J. Hoffmann, Günter Petzow, "Tailoring of mechanical properties of Si₃N₄ Ceramics", Kluwer Academic Publishers, 1994
- [21] 김동열, 박정보, "절삭이론과 실제", 기전연구사, 1992
- [22] Armitage Kelly, "Laser Assisted Machining of Hard to Wear Materials", Master Thesis, Swinburne University of Technology, Aug. 2006
- [23] Jong-Do Kim, Su-Jin Lee, Seo-Jeong Park, "The Basic Study on machinability of ceramics in CO₂ laser assisted machining", Journal of the Korean Society of Marine Engineering, Vol. 33, No. 2, pp.322-329, 2009
- [24] Jay C. Rozzi, F. E. Pfefferkorn, Y. C. Shin, F. P. Incropera, "Experimental evaluation of the laser assisted machining of silicon nitride ceramics", Journal of Manufacturing Science and Engineering, Vol. 122, pp.666-670, NOV, 2000
- [25] S.Lei, Y.C. Shin, and F.P.Incropera, "Deformation Mechanisms and Constitutive Modeling for Silicon Nitride undergoing Laser-assisted Machining", International Journal of Machine Tools & Manufacture, 40, pp.2213-2233, 2000
- [26] P.A.Rebro, Y.C.Shin and F.P.Incropera, "Laser-Assisted Machining of Reaction Sintered Mullite Ceramics", Journal of Manufacturing Science and Engineering, Vol. 124, pp.875-885, 2002
- [27] M.H. Bocanegra-Bernal, B. Matovic, "Dense and near-net-shape fabrication of Si₃N₄ ceramics", Materials Science and Engineering A, 500, pp.130-149, 2009
- [28] Chih-Wei Chang, Chun-Pao Kuo, "Evaluation of surface roughness in laser-assisted machining of aluminum oxide ceramics with Taguchi method", International Journal of Machine Tools & Manufacture, Vol. 47, pp.141-147, 2007

- [30] Y. Tian, Y. C. Shin, "Laser-Assisted Machining of Damage-Free Silicon Nitride Parts with Complex Geometric Features via In-Process Control of Laser Power", Journal of the American Ceramics Society, Vol. 89, No.11C, 2006
- [31] S. Lei, Y. C. Shin and F. P. Incropera, "Experimental Investigation of Thermo-Mechanical Characteristics in Laser-Assisted Machining of Silicon Nitride Ceramics", Journal of Manufacturing Science and Engineering, Vol. 123, pp.639-646, NOV, 2001
- [32] Jong-Do Kim, Su-Jin Lee, Hee-Jong Yoon, Seo-Jeong Park, "The Characteristics of Laser Assisted Machining for Si₃N₄ by Laser Power and Cutting Feed Rate", The 5th International Congress on Laser Advanced Materials Processing LAMP 2009, HPL-3, Removal, #TuOH 4-4(#258), pp.154, 2009
- [33] Yinggang Tian, Yung C. Shin, "Multiscale Finite Element Modeling of Silicon Nitride Ceramics Undergoing Laser-Assisted Machining", Journal of Manufacturing Science and Engineering, Vol. 129, pp.287-295, APRIL 2007
- [34] S. Skvarenina, Y. C. Shin, "Laser-assisted machining of compacted graphite iron", International Journal of Machine Tools & Manufacture, Vol. 46, pp.7-17, 2006

감사의 글

길게도 그렇다고 짧게도 느껴지지 않았던 석사과정의 작은 결과물인 학위논문 을 마무리하면서, 보내온 시간과 그 시간을 함께한 분들께 감사함을 전하고자 합니다. 승선생활하기 전부터 깊이 있는 연구에 대한 열망이 있었으며, 기회가 주어졌을 때 망설임 없이 그 기회를 잡았습니다. 때로는 옳은 선택이었는지에 대한 의문과 보이지 않는 미래에 대한 두려움으로 망설임도 있었지만 많은 분 들의 격려와 조언으로 힘을 내어 뒤돌아보지 않고 지내온 시간이었습니다. 먼저 약 3년간 저를 제자로써 받아주시고 때로는 엄하게 때로는 자상하게 지도 하여 주신 김종도 교수님께 감사의 말씀을 전합니다. 지식과 성공 이외에도 사 랍사이의 정과 삶의 자세에 대한 많은 가르침을 받았습니다. 또한 바쁘신 와중 에도 흔쾌히 제 논문의 심사를 받아주신 문경만 교수님과 이명훈 교수님께 깊 이 감사드립니다. 대학원 수업에 적응하기 쉽도록 도움주시고 가르쳐주신 김기 준 교수님과 김영식 교수님, 목포해양대학교에서 학부생활을 할 때부터 절 이 끌어주시며, 조언과 격려로 저의 전략을 지지하여 주시고 도와주시는 박중순

본 논문주제를 연구함에 있어서 지도와 조언을 아끼지 않으셨던 기계연구원의 이제훈 박사님, 서정 박사님과 신동식 박사님께 깊은 감사의 말씀을 드립니다. 항상 웃는 얼굴로 함께 실험하며 고민하고 석사생활에 대한 격려를 해주신 임 세환 박사님과 김관우 선배님 감사합니다. 두 분의 박사학위취득을 축하드립니 다. 실험장치를 제작해 주시고 실험을 위해 물심양면으로 도움을 주신 아메코 (주)의 김기현 이사님과 김명신 과장님, 바쁜 회사생활 가운데에서도 부족한 제 가 분석함에 있어서 항상 자상하게 도움을 주시고 많은 시간을 할애하여 주신 유니온스틸의 강태영 박사님께 감사의 마음을 전합니다.

교수님과 남정길 교수님께 감사의 말씀을 드립니다.

특별히 함께 긴 시간을 동고동락하며 많은 도움을 주었던 창제선배, 정한선배 그리고 입학동기인 착한 무근이, 귀염둥이 막내 재범이, 이미 졸업하고 사회생 활중인 연구에 많은 도움을 주었던 운주선배와 명섭이, 또한 함께 수업을 들으 며 조언과 격려를 해주셨던 현준선배, 태경봉 부장님, 윤희종 사장님, 이상수 사장님, 황현태 연구원님, 김한준 사장님, 송영채님과 김장수 사장님께 감사의 마음을 전합니다. 다른 연구실이지만 함께 수업하며 서로를 격려했던 표면공학 실험실의 상민이, 정현이, 준이, 훈성오빠, 연원이, 혜나, 일용선배 감사합니다. 제 인생의 하나의 큰 전환점인 승선생활을 할 수 있게 도와주시고 함께 생활하 였던 저를 항상 응원해 주시는 현대상선의 많은 분들께도 감사의 마음을 전합 니다.

그리고 저의 정신적 버팀목이 되어주시는 하나님과 항상 해낼 수 있다고 믿어 주시는 양황승 선생님 그리고 사랑하는 친구들 정윤, 남선, 현정, 지희, 계호와 나의 멋진 동기들에게도 감사드립니다.

마지막으로 항상 저의 선택을 믿어주시고 언제나 제 뒤에서 든든한 후원자가 되어주시는 아버지와 어머니 그리고 먼 부산까지 언니를 보기위해 발걸음을 마 다하지 않고 찾아와주던 동생 지숙이 고맙고 사랑합니다. 자랑스러운 딸과 언 니가 되도록 노력하겠습니다.

이외에도 언급하진 못했지만 힘들 때 위로하고 격려하며 도움이 필요할 땐 흔 쾌히 도와주신 모든 분들께 감사의 말씀을 전합니다.

저의 짧은 삶 중에서 하나의 의미 있는 결실을 맺게 되었습니다. 아직 많이 부 족하지만 또 다른 시작을 위한 밑거름으로 삼고 다시 한번 더 새로운 발걸음을 내딛도록 하겠습니다. 앞으로도 더 열심히 하루하루 소중히 살아가겠습니다. 지 금껏 받아온 관심과 사랑에 감사드리며 앞으로의 행보를 따뜻한 눈길로 지켜봐 주시고 많은 조언 부탁드립니다.

2010년 1월

이 수 진