

LAS계 결정화 유리의 결정화도가 투과율에 미치는 영향

Studies on the Effects of Crystallinity on the Transmittance of LAS Glass-ceramics

최진옥***, 김창열*, 최덕균**

*요업(세라믹)기술원

**한양대학교 세라믹공학과

결정화 유리(glass-ceramics)는 유리질 매트릭스 내에 수 마이크론 이내의 결정들이 분산되어 있는 재료를 일컫는다. LAS계 결정화 유리는 $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 의 3성분으로 이루어진 유리를 제조한 후 핵형성과 결정성장의 2단계 열처리를 통하여 제조된 재료이다. 이 LAS계 결정화 유리에는 eucryptite($\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$)와 spodumene($\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2$) 등의 결정상을 포함하고 있다. 또한 silicate 함량이 높은 영역에서는 β -quartz 결정상을 포함하기도 한다. 이러한 결정화 유리는 조성에 따라 열팽창계수가 0인 것도 제조 가능하며, 투명한 결정화 유리의 제조도 가능하다. 이러한 독특한 특성을 이용하여 열선투과 내열창, 식기, 조리기나 화학실험용 기기 등의 제조에 이용되고 있다.

본 연구에서는 $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 를 45:25:75를 기본조성으로 하여 핵형성제로서 TiO_2 와 ZrO_2 를 각각 1 wt% 첨가한 조성의 유리를 1650°C 에서 4시간 열처리하여 제조하였다. 제조한 유리를 780°C 에서 2시간 열처리하여 핵형성을 시키고 900 , 1000 , 1100°C 에서 2시간 열처리하여 결정성장시켜 LAS계 결정화 유리를 제조하였다. 이렇게 제조한 유리를 DTA 분석을 통하여 결정이 성장하는 온도를 분석하였고, 분말 X선 회절분석을 통하여 결정화 유리의 결정상을 확인하였다. 이 때 780°C 와 900°C 에서는 β -quartz 결정상이 확인되었고 1000°C 에서는 β -quartz와 함께 spodumene의 결정상도 함께 확인되었다. Ohlberg가 다음과 같이 상대결정화도(relative crystallinity)를 제안하였다.

$$\text{Crystallinity of glass-ceramics} = (\text{I}_g - \text{I}_x) / (\text{I}_g - \text{I}_b) * 10 \quad (1)$$

I_g , I_x , I_b 은 각각 모유리의 산란강도, 결정화 유리의 산란강도, 결정화유리 조성의 분말을 혼합한 샘플의 산란강도(background 산란강도와 거의 의미가 같음)를 의미한다. 본실험에서 제조한 결정화 유리를 (1)식으로 계산한 결과, 780°C 에서 핵형성만 시킨 샘플은 약 63%, 900°C 에서 결정성장시킨 샘플은 약 75%, 그리고 1000°C 에서 결정성장시킨 경우는 약 80%의 결정화도를 나타내었다. 이러한 결정화 유리는 900°C 까지는 투명하였으나 1000°C 에서는 유백색으로 바뀌었다. 또한 Li_1 의 함량이 많아질수록 낮은 온도에서도 불투명하게 되었다. 이렇게 하여 제조한 결정화 유리를 FE-SEM을 이용하여 결정의 크기를 확인하였으며 UV/VIS spectroscopy를 이용하여 200 - 1100 nm의 범위에서 투과율을 측정하였고, 결정의 크기와 결정화도에 따른 투과율의 변화를 측정하였다.