

가교가능한 유기화합물을 이용한 알루미나의 분산과 성형

김봉호 · 신평우 · 백운규 · 정연길* · 최성철* · 박철원**

창원대학교 재료공학과

*한양대학교 무기재료공학과

**한양여자전문대학 도자기공예과

(1994년 11월 25일 접수)

Dispersion and Forming of Alumina Powders via Crosslinkable Organic Molecules

Bong-Ho Kim, Pyung-Woo Shin, Ungyu Paik, Yeon-Gil Jung*.

Sung-Churl Choi* and Cheol-Won Park**

Dept. of Mat. Science and Eng., Changwon National University

*Dept. of Inorganic Mater. Eng., Hanyang University

**Dept. of Ceramic Art, Hanyang Women's Junior College

(Received November 25, 1994)

요 약

가교가능한 유기분자를 이용하여 알루미나 분말을 분산시킨 후, 이들 유기분자의 가교반응을 이용하여 성형하였다. 유기용매 및 유기분자의 불리화학적 성질, 유기분자의 혼합비 등의 공정변수의 영향을 연구, 관찰하였으며, 적외선 분광기를 이용하여 이들 유기화합물이 알루미나 입자의 표면에 흡착되는 거동을 추론하였다. 이들 흡착성질 및 알루미나 입자들의 전자역학적 거동을 점도측정을 이용하여 알루미나 입자의 안정성과 연계하여 연구하였다. 유기분자를 이용하여 알루미나 입자를 안정화시킨 후, 유기분자의 가교반응을 통하여 성형된 알루미나 시편은 성형가공에 충분한 강도를 나타내었으며, 이들 알루미나의 소결체는 높은 굽힘강도 및 균일한 미세구조를 보였다.

ABSTRACT

Alumina powders were dispersed using crosslinkable organic molecules by electrosteric stabilization and then consolidated by crosslinking of organic molecules. The effect of processing variables such as the physicochemical properties of both solvent media and organic molecules, the proportions of mixed organic media, etc. were studied. FT-IR was used to deduce the mechanism of organic molecules adsorption on the alumina particle surfaces. The adsorption characteristics and the electrokinetic behavior of alumina suspensions were correlated with the stability of particle in alumina suspension using rheological measurements. The green body of alumina consolidated by the chemical crosslinking of the adsorbed organic molecules after the alumina suspension had been stabilized was tough enough for green machining and the sintered alumina fabricated by this proposed process also showed a high bending strength and a homogeneous microstructure.

Key words: Alumina, Electrosteric stabilization, Crosslinking, Stability, Green machining

1. 서 론

최근의 첨단 신소재 개발은 전기·전자 및 구조용 재료 산업분야에서 그 중요성이 점차 인식되어 개발과 생산에 역점을 두고 있다. 신소재 개발의 핵심기술 중 하나인 분산과 성형기술의 개발은 복잡하고 정교한 정밀요업부

품의 개발에 있어서 필수 조건이라 할 수 있다¹⁾.

콜로이드 요입분말(입도가 1 nm~1 μm)은 우수한 소결성으로 인하여 소결온도를 저하시킬 수 있을 뿐만 아니라, 치밀하고 미세한 구조의 요입체를 얻을 수 있다²⁾. 그러나 미세한 요입분말의 높은 비표면적으로 인한 입자 간의 van der Waals 인력은 입자 간의 응집을 유

도하여 입자부에 많은 기공을 형성하게 되고, 이는 성형시 국부적인 밀도의 저하와 소결시 기공을 형성하게 되어 재료내부에 결함을 야기하게 된다^{4,5}. 이러한 문제점을 극복하기 위하여, 요업분말과 분산매체 간의 상호작용을 제어하는 것은 요업분말의 공정기술 개발에 있어 필수요건이라 할 수 있다^{6,7}. 그리고 이 분산된 요업 현탁액(slurry)을 원하는 형태로 성형하는 공정이 요구되어지는데, 기존의 성형기술로는 pressing(저온 및 고온), 압출성형(extrusion), sol-gel, 사출성형(injection molding), 주입성형(slip casting), gel-casting 및 진동기술을 가미한 성형(가압 및 진공) 등을 들 수 있다⁸⁻¹⁰.

주입성형은 장시간의 성형시간 및 mold의 진조를 필요로 하며 낮은 강도의 성형체(green body)를 이루게 된다¹⁰. 또한 사출성형은 고가의 공정으로 인한 공정단가의 상승 및 두꺼운 성형체를 제조하기 어렵고, 공정시 유기화합물의 과도한 사용으로 인해 결함제가 소거(burn-out)되는 동안 소결체내에 결함을 야기시킬 수 있다¹¹. 최근에 미국 Oak Ridge 국립연구소에서 연구, 개발된 gel-casting 성형기법¹³, 결합제로 monomer 유기화합물을 사용하고 성형시 catalyst 혹은 initiator를 첨가하여 monomer를 polymerization시켜 성형하는 기술로서, 복잡한 성형체 제조에 있어 획기적인 기술로 각광을 받고 있다. 그러나 이 기술의 문제점으로는 성형시 catalyst 및 initiator의 부가적인 사용에 의한 공정의 복잡화 그리고, 이들 첨가제의 불균질한 흡착으로 인한 국부적인 unpolymerization으로 제품의 결함을 야기하는 단점을 지니고 있다.

Lange 박사의 진동성형기술에 의하면¹⁴, 성형공정시 mold를 진동하여 입자 간을 최밀충전시켜 성형하는 기술로서 유기첨가물을 사용하지 않아 결합제의 소거공정을 생략할 수 있는 장점이 있기 때문에 재료의 물성향을 기대할 수 있다고 주장하였다. 그러나 이 기술은 입자 간의 van der Waals 인력만으로 성형하는 기술이므로 성형시 충분치 못한 입자 간의 인력으로 성형체의 낮은 강도를 유발할 뿐만 아니라 성형체 내에 큰 입자와 작은 입자가 분리되는 문제점 때문에 요업성형의 기술로서는 한계점이 있는 실정이다.

따라서, 본 연구에서는 열적으로 가교(crosslink)가능한 유기화합물을 요업공정에 도입하여 요업분말의 분산 뿐만 아니라 유기화합물의 가교반응을 이용하여 요업 현탁액을 응고시킴으로써 복잡하고 정밀한 요업성형체의 성형을 가능하게 하는 것이다. 특히 gel-casting에 이용되는 monomer 유기화합물은 요업분말의 분산에는 관여하지 않아 공정시 부가적인 분산제가 필요하지만, 본

연구에서는 가교기능하며 carbon chain 길이가 입자 상호 간에 steric hindrance를 부여할 수 있는 유기화합물을 이용하였다. 그러므로, 이 유기화합물은 요업분말의 표면에 물리화학적으로 흡착되어 steric stabilization을 유도하며 상온에서는 분산제로서의 역할을 도모하고, 성형시에는 온도의 변화로 인한 가교반응을 생성시켜 입자 간의 인력을 유도하여 고강도의 결합체 역할을 동시에 기대할 수 있다.

본 연구의 또 하나의 장점은 본 연구에서 사용한 유기화합물은 요업분말의 분산 및 결합의 두가지 역할을 동시에 수행함으로써, 요업분말공정시 요구되는 과량의 유기첨가물의 사용을 억제할 수 있는 것이다. 그리고 본 유기화합물의 강한 가교반응은 높은 성형강도를 가진 성형체를 얻을 수 있기 때문에 최근에 산업계에서 추진중인 요업체의 성형가공(green machining)을 가능하게 함으로써 공정단가의 삭감을 가져올 수 있을 것으로 기대된다.

2. 실험방법

본 연구의 실험개요는 Fig. 1에서 상세히 나타내었다.

2.1. 출발물질

알루미나 분말은 고순도(99.99%)이면서 응집이 없는 Sumitomo Co. (Japan)의 AKP-30을 이용하였으며 분산매체로써는 시약급의 유기용매를 이용하였다. 특히 본

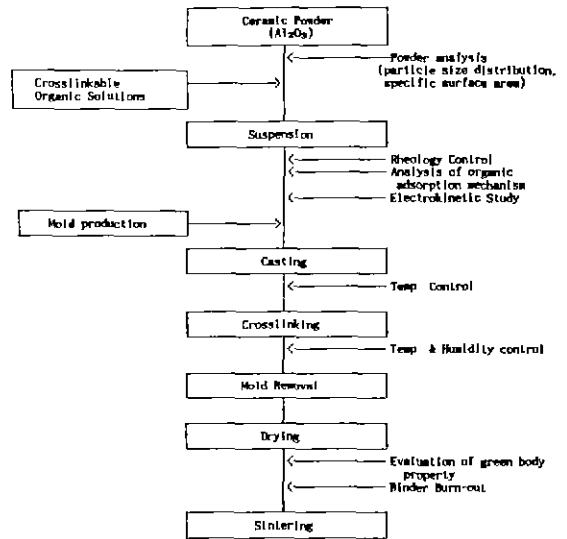


Fig. 1. Experimental Flow Diagram.

산매체의 순도는 유기첨가물과 알루미늄 입자표면의 상호작용에 큰 영향을 미치므로 사용시 마다 유기용매의 수화반응방지를 위하여 건조된 질소를 주입하면서 사용하였다.

본 실험에서 사용된 공정첨가제 즉, 분산제 및 결합제인 유기화합물은 상업적으로 구입이 가능한 물질을 사용하였으며 여러 종류의 functional group에 따른 영향을 비교 검토하였다.

2.2. 현탁액의 준비과정

요업분말 분산매체의 물리화학적 성질의 조절과 분산을 동시에 이룬 후, ultrasonicator(Branson Model 450)를 이용하여 입자간의 soft 응집을 제거하였다. 특히 현탁액의 온도상승방지를 위하여 직경 3인치의 cup horn을 이용하여 수냉하였으며, 이렇게 준비된 suspension에 따로 준비한 유기화합물 용액을 혼합하면서 숙성(aging) 시간을 조절하여 요업입자의 표면에 균일하게 흡착시켰다. 이 모든 과정에서 온도와 시간을 엄격히 조절하여 유기첨가물 간의 상호작용에 대한 변수가 없도록 하였다.

2.3. 현탁액의 점도

점도측정기(Brookfield Digital Rheometer, Model DV-III with UL Adapter)를 사용하여 요업분말의 분산도를 여러 조건을 변화시키면서 측정하였다. 점도는 전단속도에 따른 겔보기 점도의 변화를 측정하였다.

침전속도(Sedimentation Rate)은 점도(Viscosity)의 보충자료로 활용하였으며, 이들의 측정은 시간에 따른 분말의 용액매체 중에서의 침전속도로 측정하였다. 이 두가지 실험결과로 유기첨가물을 이용한 요업분말의 분산도에 steric hindrance 및 정전기적 척력(electrostatic repulsive force)이 미치는 영향을 2.4. 및 2.5.의 결과로부터 연구분석하여, 이 두가지 변수간의 상호관계를 연구하였다.

2.4. Electrokinetic Sonic Amplitude(ESA)

이 실험에서는 분말의 near-surface 포텐셜을 측정하여 입자간의 정전기적 척력을 연구하였다. 그리고 특히 Electrokinetic Sonic Amplitude(Matec Model ESA-8000 with Nonaqueous Matching Network) 시스템은 변화하는 전기장에서 입자와 용액매체 간의 밀도 차에 의한 진동으로부터 전기장의 진동수와 같은 음파와 연계하여 포텐셜을 측정하는 것으로 Zeta potential과 연관할 수 있는 장치이다¹⁵⁾. 이 ESA는 수용액 중에 분산된 유기화합물의 전기적 성질을 관찰할 수 있는 기계이다.

2.5. UV Spectroscopy

UV는 유기첨가물이 요업입자표면에 흡착되는 양을 측정하기 위한 실험이며, UV Spectroscopy에서는 Beers-Lambert 법칙에 의한 농도와 흡수량의 Calibration Curve를 설정하여 측정하였다. 유기첨가물의 흡착량은 요업 Slip을 원심분리기를 사용하여 분말과 용액매체를 완전히 분리한 후, 용액매체를 UV Spectroscopy를 사용하여 측정하였다.

2.6. FTIR Spectrophotometry

분말의 표면과 유기첨가물의 반응에 따른 분자결합변화 및 유기물 간의 반응을 측정하기 위하여 FTIR을 이용하여 결합 peak의 down field 혹은 upward field 변화를 측정하여 이들의 상호반응을 연구하였다. 분말의 준비는 UV의 측정에서 사용된 시료중의 침전된 분말을 다시 유기용매로 여러번 씻어내 불안정하게 흡착된 유기물을 제거한 후 유기첨가물이 흡착된 분말표면을 진공건조기를 사용하여 충분히 건조시켜서 측정하였다.

2.7. 성형 및 가교반응 거동

주입성형으로 성형하여 제조된 시편을 가열하면 분말의 표면에 흡착된 유기화합물의 가교반응을 통하여 3차원적인 Network을 형성되었으며, 시편 가열시 온도변화에 따른 가교반응과 시편의 건조균열의 방지를 위하여 정밀한 온도제어를 행하였다. Crosslinking 거동을 관찰하기 위하여 IR을 이용하여 연구 관찰하였다.

2.8. 강도 및 미세구조 관찰

연마된 시편에 대해 Universal Testing Machine(Shimadzu Model : AGS-5000, Type 1)을 사용하여 500 kg load cell로 cross head speed 0.5 mm/min, upper-span 10 mm, down-span 20 mm의 조건으로 4점 굽힘시험을 하여 파괴하중을 구한 후, 다음 식으로부터 시편의 굽힘강도를 계산하였다.

$$S = \frac{3 P (L - l)}{2 b d^2}$$

여기서,

S : 굽힘강도(kgf/mm²)

P : 시험편이 파괴되었을 때의 최대 하중(kgf)

L : 하부 지점간의 거리(mm)

l : 상부 하중점간의 거리(mm)

b : 시험편의 너비(mm)

d : 시험편의 두께(mm)

Table 1. Physical and Chemical Properties of Organic Solvents

Solvent	Dielectric Constant	HBCP	Acid-Base	A[H]
EtOH	25	20.0	Weak Acid	6.37
Acetone	21.45	11.0	Base	6.64
EtAc	6.40	8.9	Base	6.69
CH ₂ Cl ₂	9.08	9.6	Acid	7.87
THF	7.35	6.7	Strong Base	7.42
CHCl ₃	4.79	6.3	Strong Acid	7.60

HBCP=Hydrogen Bonding Cohesion Parameter,
 A[H]=Calculated Hamaker Constant,
 $A[H]=2.8 \times 10^{-21} \gamma[d]$, (joule $\times 10^{-20}$),
 Ethyl Alcohol=EtOH, Ethyl Acetate=EtAc,
 Methylene Chloride=CH₂Cl₂, Tetrahydrofuran=THF,
 Chloroform=CHCl₃

또한 소결체의 미세구조는 파단면에 대해 주사현미경 (SEM)을 이용하여 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

요업공정시 입자가 분산용매에서 잘 분리된 분산체는 요업성형공정에서 높은 성형밀도를 나타내며, 이것은 우수한 소결성과 균질한 미세구조의 소결체를 가능하게 한다¹⁶⁻¹⁹. 그러므로 본 연구에서 이용한 유기화합물의 선택 및 합성시 carbon chain 길이가 10 정도이며 요업입자의 표면에 강하게 흡착될 수 있는 anchor 그룹을 가진 유기물질을 이용함으로써 요업입자의 표면에 물리적인 에너지 벽을 만들고, 그 결과 입자 간의 van der Waals 인력을 극복하는 steric hindrance을 유도하였다²⁰⁻²³. 이러한 steric hindrance은 요업분말의 응집을 억제하여 요업입자 간의 잘 분리된 계를 얻음으로써 결과적으로 우수한 미세조직의 요업체를 얻을 수 있다. 특히, 유기용매가 알루미늄 현탁액의 분산도에 미치는 영향은 연구·관찰함으로써 최적의 현탁액 계(slurry system)를 얻을 수 있었다.

분산매체로서는 유기용매를 사용하였으며 이들이 요업분말의 표면에 정전기적 척력 및 steric hindrance에 미치는 영향을 연구하였다. 그리고 유기용매는 Table 1에서 나타낸 물리화학적 성질을 고려하여 그 영향을 연구, 평가하였다.

Fig. 2에서는 APIB, LA, DMPS 및 Lecithin 등, 4종류의 polymer를 사용하여 tetrahydrofuran 용매에 알루

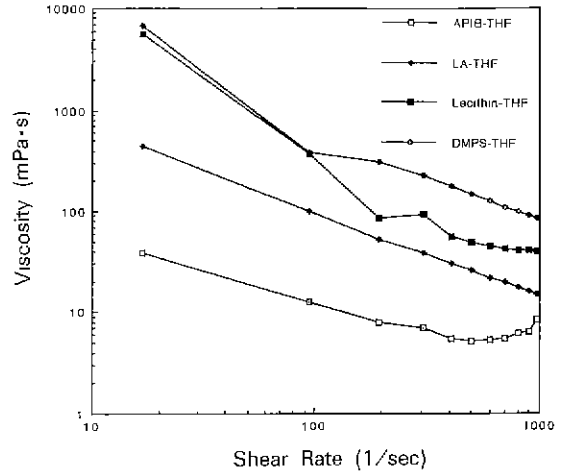


Fig. 2. Effects of four different polymers in tetrahydrofuran medium on the rheological behaviors of 30 volume % alumina suspensions.

미나를 30 vol% 분산시킨 후, 그들의 분산도를 측정하기 위하여 shear rate를 증가하면서 현탁액의 점도를 측정하였다. DMPS 및 Lecithin의 두 polymer는 1000 Centipoise 이상의 아주 높은 점도를 보이며 높은 응집도를 나타내는 반면에 APIB 및 LA는 1000 Centipoise 이하의 낮은 점도를 보이면서 균일한 분산상태를 관찰할 수 있다. polymer들이 요업입자의 분산도에 영향을 미치는 연구는 많이 진행되었으며 이들의 연구결과는 polymer가 요업입자의 분산에 기여하기 위해서는 기본적으로 첫째, polymer가 요업입자의 표면에 강하게 흡착되어야 하며 둘째, 이들 polymer의 꼬리가 용매에서 엉키지 않으면서 volume restriction 효과를 나타낼 수 있도록 길게 뻗어 나가야 한다^{20,21}. 이들 연구고찰을 토대로, DMPS는 알루미늄 입자의 표면에 강하게 흡착할 수 있는 anchor 그룹이 존재하지 않기 때문에 알루미늄 표면에 흡착되지 못하는 반면 입자간의 응집을 야기시킴으로써 높은 점도를 보이며 Lecithin은 알루미늄 입자에 강하게 흡착되지만 용매의 낮은 용해도로 인해 용매속으로 충분히 뻗어 나가지 못함으로써 volume restriction이 이루어지지 않기 때문에 알루미늄 현탁액이 비교적 높은 점도값을 나타내고 있으며 알루미늄의 응집을 보이고 있다. 반면에 APIB 및 LA는 이들이 강한 base 및 acid functional groups에 기인하여 amphoteric 성질의 알루미늄 표면에 흡착되어 steric stabilization을 이루고 있음을 알 수 있다. 이상의 연구에서, 알루미늄의 높은 분산도를 위해 APIB 및 LA에 대해서 유기용매에 따른 알루미늄의 분산

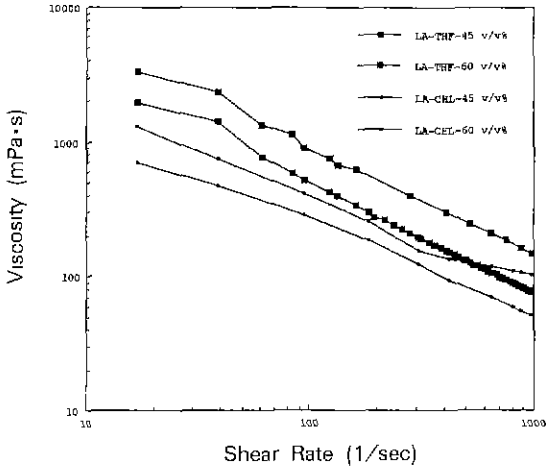


Fig. 3. Effects of organic solvent on the rheological behaviors of alumina suspensions prepared with LA for different solid loadings.

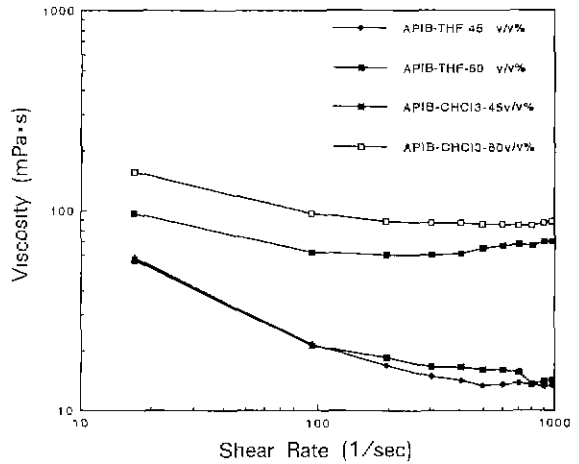


Fig. 4. Effects of organic solvent on the rheological behaviors of alumina suspensions prepared with APIB for different solid loadings

영향성을 Fig. 3 및 4에서 연구하였으며, 특히 알루미나의 solid loading이 60 vol%까지 증가됨에 따른 분산도를 측정하였다.

Fig. 3에서는 LA가 tetrahydrofuran 및 chloroform 용매에서 알루미나 현탁액의 분산도를 측정된 것으로서, LA가 chloroform 용매에서 60 vol%에서도 아주 낮은 점도(700 mPa·S at 100 sec⁻¹)를 보이는 것을 알 수 있다. 그리고 Fig. 4에서는 APIB가 tetrahydrofuran 및 chloroform 용매에서의 알루미나 현탁액의 점도값을 측정된 것으로서 chloroform 용매 보다는 tetrahydrofuran에서 낮은 점도를 보이면서 60 vol%에서는 100 mPa·S 정도로 Newtonian 거동과 유사한 현탁액 분산도를 나타내고 있다. 이 현상은 APIB가 LA보다 상대적으로 열기성 고분자이며 강한 산성용매인 chloroform에서 보다는 같은 열기성이면서도 상대적으로 낮은 열기성 즉 중성에 가까운 tetrahydrofuran에서 높은 분산효과를 나타냄을 알 수 있다. Fig. 3 및 4의 현상을 자세히 연구 관찰하기 위하여 이들 현탁액이 다른 종류의 용매에서 보이는 전기적 거동을 electrokinetic sonic amplitude(ESA-8000)를 이용하여 관찰하였다. 현재까지 유기용매에서의 입자의 전기적 거동은 기존의 Zeta potentiometer를 이용한 측정에 어려운 점이 많았으나, ESA는 유기용매에서 측정은 물론 1~5 vol%의 높은 solid loading에서의 오염 입자의 전기적 거동을 관찰할 수 있는 방법이다. 이 ESA는 아래의 식에 의하여 입자의 electrical mobility 및 Zeta potential과 연결될 수 있으며,

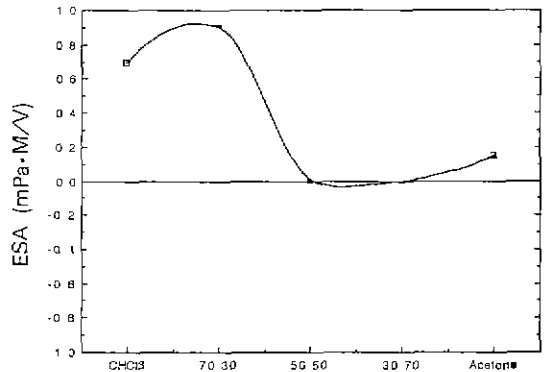


Fig. 5. Variation of ESA as a function of suspending media for alumina prepared with LA.

$$ESA = \frac{P}{E} = c \Delta \rho \phi \lg \mu(\omega)$$

윗 식에서 P/E는 가해진 ac 전기장에서 압력의 크기이며, c는 음속, $\Delta \rho$ 는 용매와 입자간의 밀도차, ϕ 는 입자부피분율, 그리고 \lg 는 기하학적 인자이다. Fig. 5는 chloroform을 acetone에 조금씩 혼합하면서 이들의 전기적 거동을 관찰한 것으로서 산성인 chloroform이 알루미나 입자를 양성으로 대전(charge)시킴을 알 수 있으며, 알루미나에 상대적으로 중성내지는 산성인 acetone은 거의 전기를 띄지 않는 즉, 수용액에서의 isoelectric point(IEP)를 보여줌을 알 수 있다. Fig. 6에서는 ace-

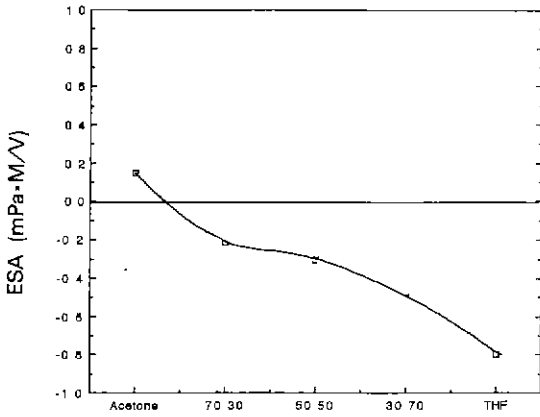


Fig. 6. Variation of ESA as a function of suspending media for alumina prepared with LA.

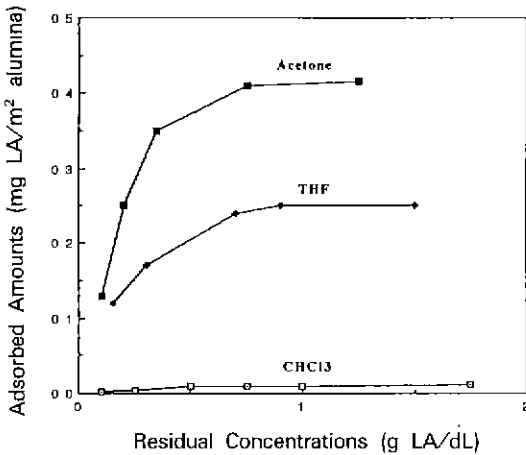


Fig. 7. Adsorption isotherms of LA on alumina particles prepared with three different organic solvents.

tone에서 염기성인 tetrahydrofuran 용매로 변환하면서 알루미늄의 전기적 거동을 관찰하였으며, tetrahydrofuran을 0 vol%에서 30 vol%로 변화하였을 때 알루미늄 입자가 양성에서 음성적으로 바뀌는 현상을 관찰할 수 있다. Fig. 5 및 6에서 알루미늄은 강한 산성인 chloroform 및 강한 염기성인 tetrahydrofuran의 용매에서 아주 높은 전하를 띠고 있음을 알 수 있다. 이 현상은 알루미늄의 입자가 수용액에서 분산되었을 때 pH=4 및 11인 강산성 및 강염기성 용액에서 높은 전하를 띠는 현상과 연계되어 이해될 수 있다.

Fig. 7은 알루미늄의 입자를 acetone, tetrahydrofuran 및 chloroform 용매에서 LA의 흡착량을 측정한 것으로써

Table 2. Characteristics of Dispersion and Forming of Alumina Powder with Organic Solvents and Polymers.

• polymer	Organic Solvent	Dispersion	Forming
• APIB	Chloroform	good	bad
	Tetrahydrofuran	excellent	bad
• LA	Chloroform	good	bad
	Tetrahydrofuran	good	excellent
• APIB + LA (30 : 70)	Chloroform	good	bad
	Tetrahydrofuran	excellent	good

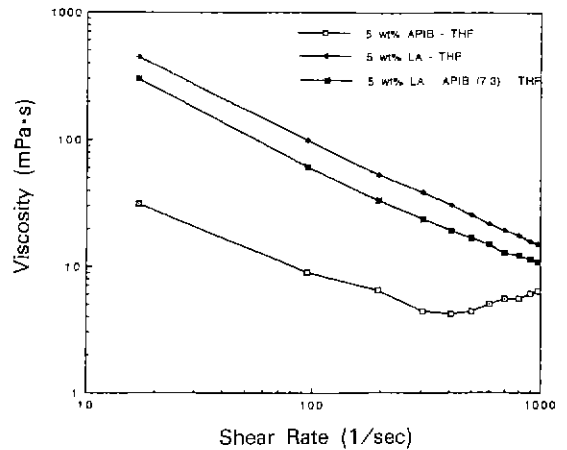


Fig. 8. Effect of polymer mixture on alumina suspensions prepared with tetrahydrofuran.

acetone이 아주 높은 흡착량을 보이는 반면 chloroform에서는 LA가 아주 또는 거의 흡착되지 않음을 관찰할 수 있다. 기존의 연구에서 유기용매에서의 분산도는 polymer가 유기용매에서 요업입자에 많은 흡착을 가져와야 높은 분산계를 얻을 수 있다고 알려졌으나, 본 연구에서 알루미늄이 tetrahydrofuran 및 chloroform에서 높은 분산도를 보이는 현상은 유기용매계에서도 입자의 전기적 거동을 관찰하여야 함을 알 수 있다.

이상의 분산연구를 토대로 Table 2에 나타난 것 같이, 각각의 polymer 및 유기용매에 따른 알루미늄의 성형성 결과를 정리하였다.

Table 2에서는 LA가 tetrahydrofuran에서 높은 성형성을 보이는 것은 산성인 LA가 염기성인 유기용매에서 염기성인 알루미늄 입자에 강하게 흡착하여 알루미늄의 높은 성형강도에 기여함을 알 수 있다. 이 현상은 Fig. 7에서처럼 chloroform에서보다는 tetrahydrofuran에서 높은 흡착도를 보임을 알 수 있다. 반면 chloroform이 낮은

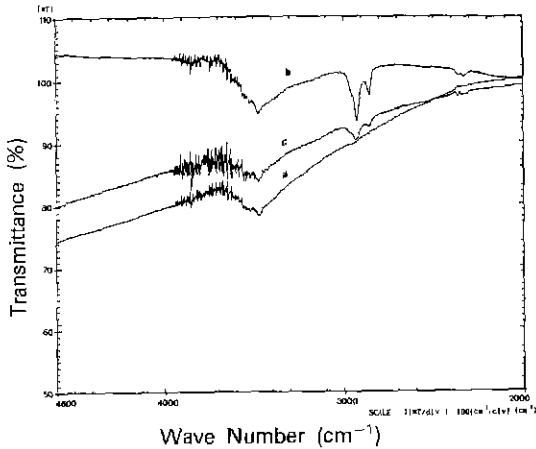


Fig. 9. FTIR spectra of LA adsorbate on the alumina particle surfaces (a) pure alumina, (b) alumina with LA, (c) alumina with LA after heated at 200°C for 12 hours.

흡착량에도 불구하고 알루미나의 높은 분산도를 보이는 것은 Fig. 5에서의 같이 높은 정전기적 반발력에 기인함을 알 수 있다. 그러나 이러한 정전기적 반발력은 알루미나의 성형강도를 저해하는 요인임을 알 수 있다. 그리고 Fig. 8에서 LA에 APIB를 30 vol% 첨가하였을 때 알루미나의 분산도가 증가됨을 알 수 있으나 APIB의 첨가량이 증가함에 따라 알루미나의 성형강도는 저해되는데, 이것은 여러 요업성형조건에 따른 고분자의 첨가 비율조절이 필요함을 알 수 있다.

Fig. 9는 LA가 알루미나 입자표면에 화학적으로 흡착됨을 FTIR로써 관찰하였으며, a는 알루미나의 peak이며 b는 알루미나에 LA를 첨가한 후 관찰한 IR peak로써 2950~2850 cm⁻¹ 근처에 LA의 C-H peak을 관찰할 수 있었다. 이것으로 LA가 알루미나의 표면에 화학적으로 강하게 흡착됨을 알 수 있다. c에서는 알루미나 성형체를 200°C에서 가열하면, 알루미나 표면에 존재하는 LA의 C-H peak가 감소하면서 crosslink가 진행됨을 관찰할 수 있다.

Fig. 10은 알루미나 성형체를 drill 및 diamond cutter를 사용하여 성형가공한 후의 성형체 사진으로써 낮은 공정단가로 알루미나의 기계적 가공 및 연마가 가능함을 예측할 수 있게 한다. Fig. 11은 4점 bending tester로 측정된 파괴강도 변화를 나타내었다. 소결온도의 증가 및 다른 두 종류의 유기용매에 따른 파괴강도의 변화를 관찰하였다. Fig. 12~14에서는 각 소결온도에서의 파단면을 나타내었다. 소결온도가 높아짐에 따라 알루미나의 입성장이 진행되고 기공이 감소됨을 알 수 있었다. 그

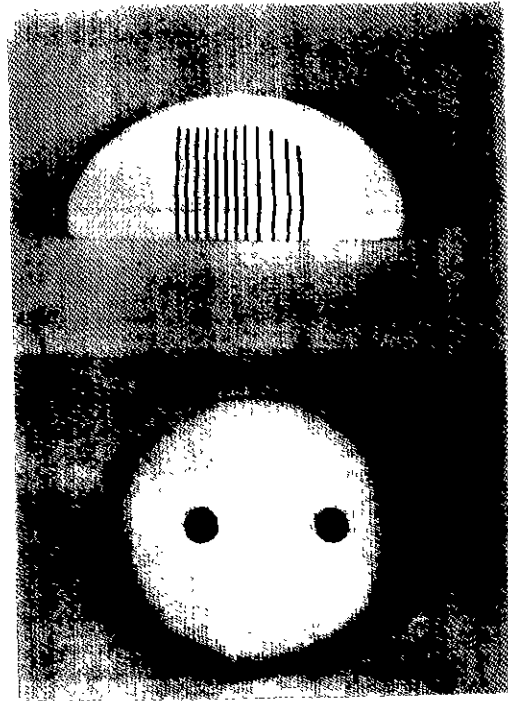


Fig. 10. Photographs of green machined alumina bodies.

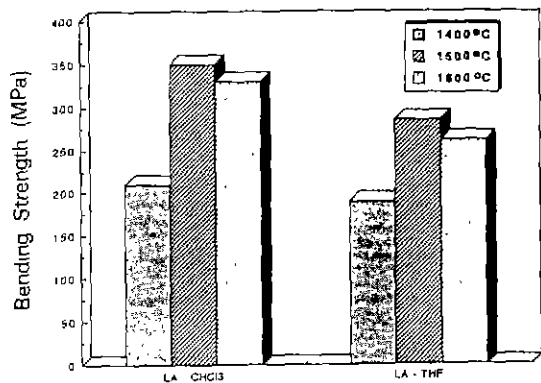


Fig. 11. 4-point bending strength of the sintered alumina specimens prepared from two different organic solvents.

러나 평균입경이 파괴강도에 미치는 영향으로 잘 알려진 Orowan의 보고에 의하면 평균입경이 감소할 수록 파괴강도는 증가한다고 하였다. 그러나 본 연구에서는 평균입경이 가장 낮은 1400°C에서 소결한 시편편에서 가장 낮은 파괴강도 값을 나타내었는데, 이것은 입체에 존재

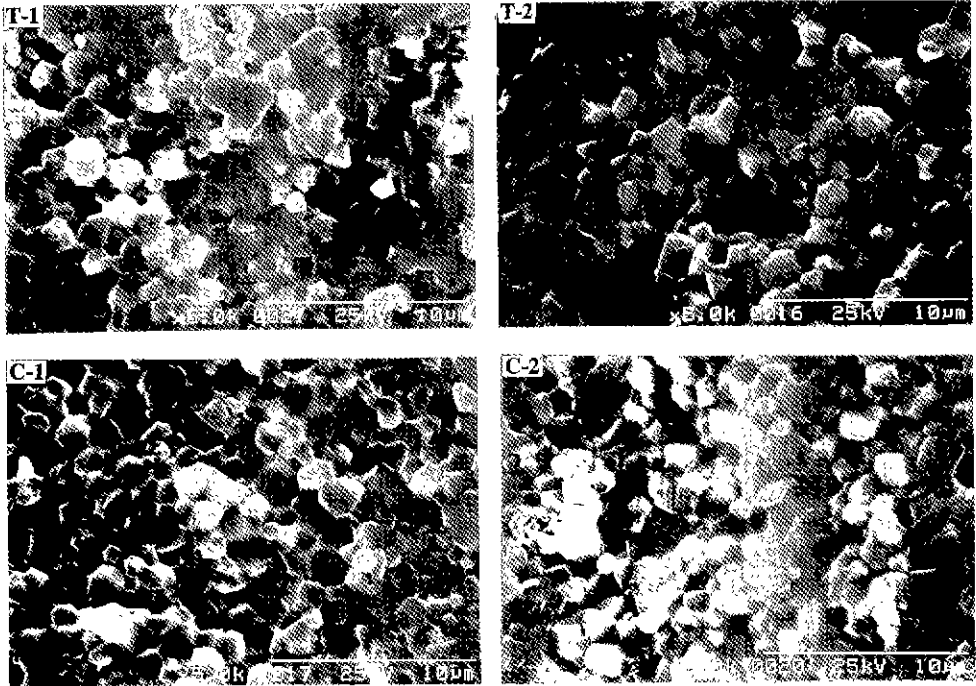


Fig. 12. Scanning electron micrographs (SEM) of fracture surface of alumina sintered at 1400°C for 2 hrs.

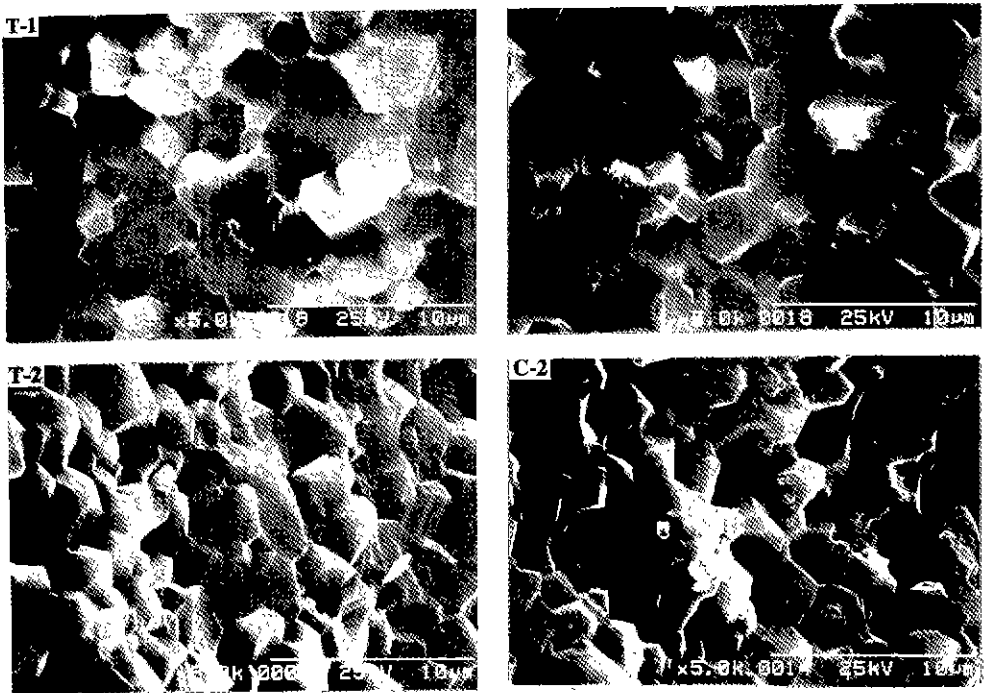


Fig. 13. Scanning electron micrographs (SEM) of fracture surface of alumina sintered at 1500°C for 2 hrs.

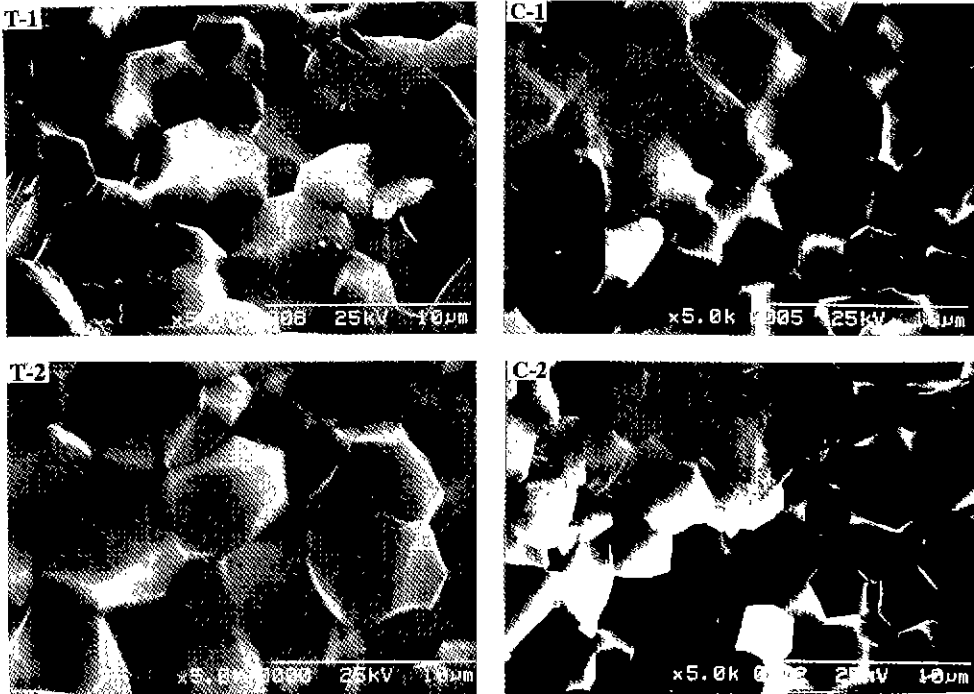


Fig. 14. Scanning electron micrographs (SEM) of fracture surface of alumina sintered at 1600°C for 2 hrs.

하는 미세기공 그리고 국부적으로 관찰되는 미세입자와 큰 기공으로부터 소결이 아직 진행 중이기 때문인 것으로 생각되어진다. 또한, 많은 입자들이 입내파괴를 일으키고 있으며, 특히 T-1에서 대부분의 파괴가 입내파괴로 이루어지고 있는 것도 강도저하에 대한 요인이다. 1500°C에서 소결한 시험편은 넓은 영역에서 입계파괴가 일어나며 1400°C에서 소결한 시험편에서 관찰된 입계에서의 미세기공이나 국부적인 큰 기공 등이 감소함에 따라 각 조건에서 가장 높은 파괴 강도 값을 나타내었다. 소결 온도가 높아지게 되면(1600°C) 이상입자성장을 하게 되어 1500°C에서 소결한 시험편보다 낮은 파괴강도값을 나타낸다. 그리고 입계에서의 기공은 감소하였으나 앞에서 언급한 결빙입자 내부에 존재하는 기공에 의한 강도저하도 고려되어진다.

4. 결 론

APIB 및 LA가 알루미나의 분산에 효과적인 polymer이며 특히 60 vol% 알루미나 solid loading에서는 1000 mPa·S 이하의 낮은 점도를 나타내었다. 이것은 유기분산 시스템에서도 steric stabilization 뿐만 아니라 유기용매로 인한 알루미나 입자의 정전기적 척력도 고

려되어야 함을 알 수 있었다. 그리고 LA는 tetrahydrofuran에서 높은 알루미나 성형성 및 성형가공이 가능하였는데, 이것은 LA가 알루미나의 표면에 강하게 흡착되어, 온도증가에 따라 LA가 3차원적 Network를 형성하면서 알루미나의 성형강도가 증가된 것에 기인하였다. 따라서 상기의 공정방법을 이용한 알루미나 소결체에서는 높은 굽힘강도 및 균일한 미세구조를 얻을 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 1993년도 교육부 신소재분야 연구지원(Ministry of Education Research Fund for Advanced Materials in 1993)에 의해 이루어졌으며 이에 감사드립니다.

REFERENCES

1. I.A. Aksay, "Microstructure Control Through Colloidal Consolidation," pp. 94-104 in *Advances in Ceramics*, Vol. 9, *Forming of Ceramics*, edited by J.A. Mangles, Am. Cera. Soc, Columbus, OH, 1984.
2. F.F. Lange, "Powder Processing Science and Techno-

- logy for Increased Reliability." *J. Am. Cera. Soc.*, **72**(1), 3-15 (1989).
3. E.A. Barringer, N. Jubb, B. Fegley, R.L. Pober, and H.K. Bowen, "Processing Monosized Powders," pp. 315-333 in *Ultrastructure Processing of Ceramics, Glasses, and Composites*, edited by L.L. Hench and D.R. Ulrich, Wiley-Interscience, N.Y., 1984.
 4. F.F. Lange and M. Metcalf, "Processing Related Fracture Origins: II, Agglomerate Motion and Cracklike Internal Surface Caused by Differential Sintering," *J. Am. Cera. Soc.*, **66**(6), 398-406 (1983).
 5. A.G. Evans and A.H. Heuer, "Transformation Toughening in Ceramics: Martensitic Transformations in Crack-Tip Stress Fields," *J. Am. Cera. Soc.*, **63**(5), 241-248 (1980).
 6. J.W. Goodwin, "The Rheology of Dispersions," pp. 246-293 in *Colloid Science, Vol. 2, The Chemical Society*, London, 1975.
 7. D.H. Napper, *Polymeric Stabilization of Colloidal Dispersion*, Academic Press, London, 1983.
 8. J.S. Reed, "Critical Issues and Future Directions in Powder Forming Processes," pp. 601-610 in *Ceramic Transactions, Vol. 1, Ceramic Powder Science II*, edited by G.L. Messing, E.R. Fuller, Jr., and H. Hausner, Am. Cera. Soc., Westerville, OH, 1987.
 9. D.W. Richerson, *Modern Ceramic Engineering*, Marcel Dekker, NY, 1982.
 10. P.D. Pierre, "Slip Casting Nonclay Ceramics," pp. 45-51 in *Ceramic Fabrication Processes*, edited by W.D. Kingery, MIT Press, Cambridge, MA, 1963.
 11. J.A. Mangels, "Injection Molding Ceramics," *Cera. Eng. Sci. Proc.*, **3**(9-10), 529-537 (1982).
 12. C.L. Quackenbush, K. French, and J.T. Neil, "Fabrication of Sinterable Silicon Nitride by Injection Molding," *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, **3**(1-2), 20-34 (1982).
 13. A.C. Young, O.O. Omatete, M.A. Janney, and P.A. Menchhofer, "Gelcasting of Alumina," *J. Am. Cera. Soc.*, **74**(3), 612-618 (1991).
 14. B.V. Velamakanni, J.C. Chang, F.F. Lange and D.S. Pearson, "New Method for Efficient Colloidal Particle Packing Via Modulation of Repulsive Lubricating Hydration Forces," *Langmuir*, **6**, 1323-1325 (1990).
 15. Anon., *ESA Applications Note*, Matec Instruments, Hopkinton, MA, 1985.
 16. M.D. Sacks, "Rheological Science in Ceramic Processing," pp. 522-538 in *Science of Ceramic Chemical Processing*, edited by L.L. Hench and D.R. Ulrich, Wiley-Interscience, NY, 1986.
 17. R.J. Hunter, *Zeta Potential in Colloid Science*, Academic Press, London, 1981.
 18. T. Sato and R. Ruch, *Stabilization of Colloidal Dispersion by Polymer Adsorption*, Marcel Dekker, NY, 1984.
 19. M. Egashira, Y. Shimizu, Y. Takao, R. Yamaguchi, and Y. Ishikawa, "Effect of Carboxylic Acid Adsorption on the Hydrolysis and Sintered Properties of Aluminum Nitride Powder," *J. Am. Cera. Soc.*, **77**(7), 1793-1798 (1994).
 20. P.J. Flory, *Principles of Polymer Chemistry*, Cornell University Press, Ithaca, NY, 1953.
 21. P.J. Flory, *Statistical Mechanics of Chain Molecules*, Wiley and Sons, NY, 1953.
 22. F. Fowkes, "Interface Acid-Base/Charge-Transfer Properties," pp. 337-371 in *Surface and Interface Biomedical Polymer*, Vol. 1, edited by J.D. Andrade, Plenum Press, NY, 1985.
 23. O.O. Omatete, R.A. Strehlow, and C.A. Walls, "Drying of Gelcasting Ceramics," pp. 101-107 in *Ceramic Transactions, Vol. 26, in Forming Science and Technology*, edited by M.J. Cima, Am. Cera. Soc., Westerville, OH, 1992.