Journal of the Korean Ceramic Society
Vol. 40, No. 11, pp. 1138~1140, 2003.

단 신

Glass Frit 소결체의 탄성계수

이병철 · 김명정 · 류봉기†
부산대학교, 무기재료공학과
(2003년 8월 26일 접수; 2003년 10월 20일 승인)

The Elastic Modulus of the Sintered Glass Frit

Byung Chul Lee, Myeong Jeong Kim, and Bong Ki Ryu†
Department of Inorganic Materials Engineering, Pusan National University, Pusan 609-735, Korea
(Received August 26, 2003; Accepted October 20, 2003)

초 록

Glass frit 소결체의 탄성계수와 소결도와의 관계를 조사하기 위해 일반적인 soda-lime glass가 분쇄되어 사용되었다. 다양한 시간과 온도범위에서 열처리된 glass frit 소결체의 밀도와 초음파를 이용하여 탄성계수가 측정되었다. 측정된 밀도와 탄성계수는 강한 상관관계를 나타내었다.

ABSTRACT

To investigate the relation between the sintering degree and the elastic modulus of sintered glass, ball-milled commercial soda-lime-silica glass were used. It was heat-treated at various temperatures and for various times, and then the density and elastic modulus of sintered glass frit were measured. The experimental results showed a strong correlation between them.

Key words : Glass frit, Pulse/Echo method, Elastic modulus

저온에서의 소결이 가능한 glass frit은 다양한 형태의 디스플레이 소자 및 전자 부품 소자로 사용되고 있다. 이러한 사용에 있어서 glass frit 소결체의 기계적 특성은 부품 소자 성능과 직접적인 관계가 있어 중요하다. 그러나 glass frit 소결체는 주로 유리, 금속, 혹은 세라믹스 재료와 접합된 형태로 부품소자에 이용되고 있어 glass frit 소결체의 기계적 특성의 실측은 어렵다. 최근, 다공성 소결체의 기계적 특성이 소결 공정에 따라 특성화 될 수 있다는 연구보고가 있다.[1] 특히, 소결체의 탄성계수는 입자의 넥성장(neck growth)과 밀접한 관련이 있다는 것을 생각하면 쉽게 이해할 수 있다. 탄성계수와 소결의 정도를 관련시켜 생각할 때, 한가지의 장점은 소결체의 탄성계수는 초음파를 이용한 비파괴적인 방법으로 비교적 쉽게 측정 가능하다는 것이다. 본 연구에서는 glass frit 소결체의 소결도와 초음파를 이용하여 측정된 탄성계수와의 관계를 알고자 한다.

본 연구에서는 일반적인 soda-lime glass가 분쇄되어 사용되었다. 먼저 soda-lime glass를 세척 후, 자동 유발을 이용하여 초기 분쇄하였고, 초기 분쇄된 유리 분말을 325 mesh 체를 이용하여 체가름 후, 325 mesh를 정통한 분말을 에탄올을 용매로 알루미나 볼과 함께 24시간 볼-밀링하였다. 분쇄된 glass frit은 건조 후, 입도측정과 SEM관찰이 행해졌고, 나머지는 데시케이터에 보관되었다.

볼-밀링으로 얻어진 glass frit을 막대모양의 몰드를 이용 약 20 MPa의 일축가압 성형하였다. 일축가압 성형한 시편을 다시 ~200 MPa로 정수압 성형하여 시편을 제작하였다. 이렇게 제작된 시편은 560~660°C의 온도 범위에서 다양한 시간범위동안 열처리되었다. 열처리된 시편의 밀도는 아르키메데스법과 부피 및 무게를 측정하여 계산하는 Dimension법을 병행하여 측정하였다.[2]

시편의 탄성계수는 초음파의 속도를 이용한 pulse/echo 법을 이용하여 측정하였다. 초음파 신호의 송/수신은 5 MHz ultrasonic transducers를 이용하였고, 시편의 두께와 초음파의 속도를 측정하여 시편의 탄성계수를 측정하였다.

탄성계수의 계산에 사용된 수식은 식 (1)과 같으며, 여기서 V_s는 shear sound velocity, V_l은 longitudinal sound velocity, ρ는 시편의 밀도를 나타낸다.[3-5]

$$E = \rho V_s^2 \frac{(4V_s^2 - 3V_l^2)}{(V_s^2 - V_l^2)} \quad (1)$$

볼-밀링 후 유리 프릿의 입도 분포는 Fig. 1에서처럼 bimodal 분포를 나타내었고, 중심입경은 2.85 μm였다. 분

†Corresponding author : Bong Ki Ryu
E-mail : bkryu@pusan.ac.kr
Tel : +82-51-510-2384 Fax : +82-51-517-8838

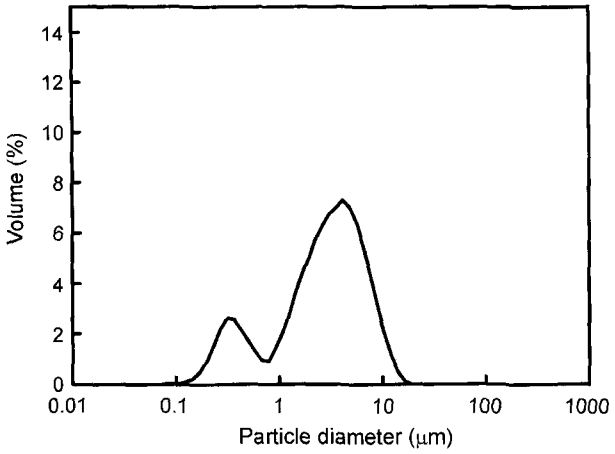

Fig. 1. The size distributions of wet ball-milled glass frit during 24 h.

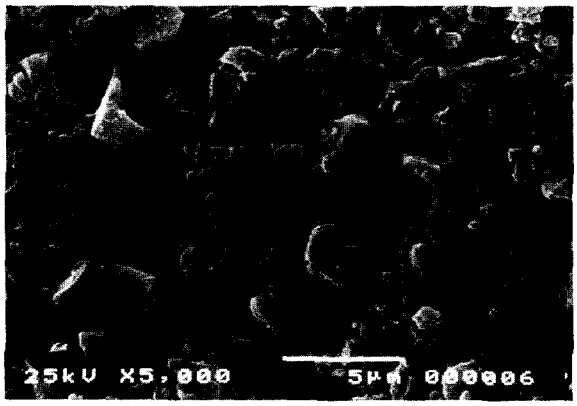

Fig. 2. SEM micrograph of wet ball-milled glass frit during 24 h.

쇄된 glass frit은 bimodal 형태의 입도분포를 나타내는데, 이것은 일반적인 glass frit이 용융법에 의해 거대한 모유리를 제조하고 이를 분쇄공정을 통해서 작은 입자 크기를 갖도록 제조하는데, 유리자체는 마찰력이 적기 때문에 분쇄 시 모든 입자가 균일한 크기로 되는 것이 어렵고 이에 따라 bimodal 형태의 입도분포를 나타낸다고 생각된다.[2] Fig. 2는 입자의 형상을 나타내는 SEM 사진으로 분쇄 시 일반적으로 나타나는 비구형, 비대칭적인 형상을 나타내고 있다.[6]

볼밀된 glass frit의 열처리 전후의 X-ray 분석결과 어떠한 결정화의 징후가 발견되지는 않았다. 이것은 본 실험에서 사용된 glass frit의 소결 기구가 점성 유동에 의한 것임을 알 수 있다.[6]

Fig. 3은 다양한 시간동안 열처리된 glass frit의 밀도를 나타내는 그림으로 각 온도에서 열처리 시간이 증가함에 따라 밀도가 증가함을 알 수 있다. Fig. 4는 열처리 시간에 따른 소결체의 탄성계수를 나타내는 그림으로, 밀도변화와 같은 경향을 나타내고 있다. 여기서, 580°C에서 20

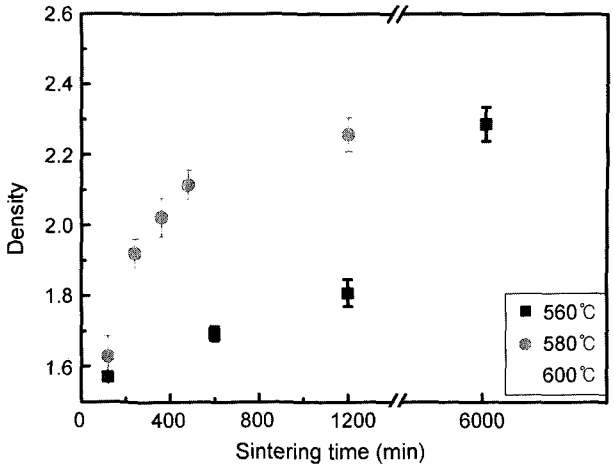

Fig. 3. Density of glass specimens after sintering at various times. The error bar indicates the standard deviation in the data.

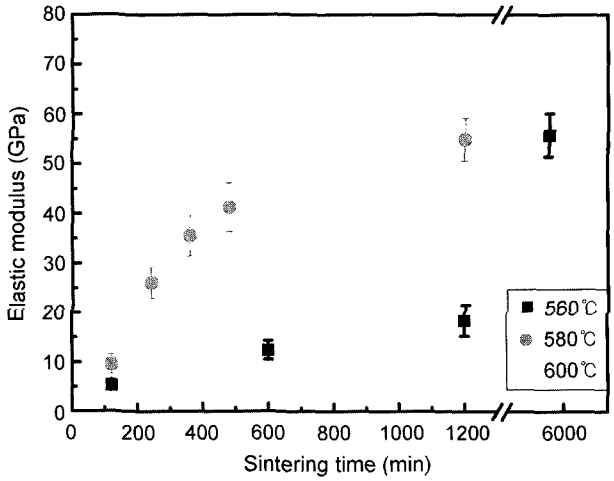

Fig. 4. Elastic modulus of glass specimens after sintering at various times. The error bar indicates the standard deviation in the data.

시간 열처리된 시편과 560°C에서 100시간 열처리된 시편의 밀도는 각각 2.26 g/cm^3, 2.29 g/cm^{3}였고, 초음파를 이용하여 측정한 탄성계수는 각각 54.9 Gpa, 55.8 GPa이였다. 이 두 시편은 열처리 온도와 시간이 상이했음에도 불구하고 밀도와 탄성계수의 값이 비슷한 결과를 나타내었다. 이러한 결과는 glass frit 소결체의 최종 물성은 열처리 경로와 방법에 따라 다양한 결과를 나타낼 수 있고, 또한 소결체의 밀도는 소결체의 탄성계수와 직접적인 연관을 가진다고 생각할 수 있다. Fig. 5는 다양한 온도범위와 다양한 시간범위동안 열처리된 소결체의 탄성계수를 소결체의 이론 밀도에 대한 백분율로 나타낸 그림으로, 이론밀도의 약 60%을 갖는 소결체로부터 거의 완전히 치밀화된 소결체에 이르기까지 거의 전범위에 걸쳐 소결밀도와 측정된 탄성계수는 강한 상관관계를 나타내고 있다.

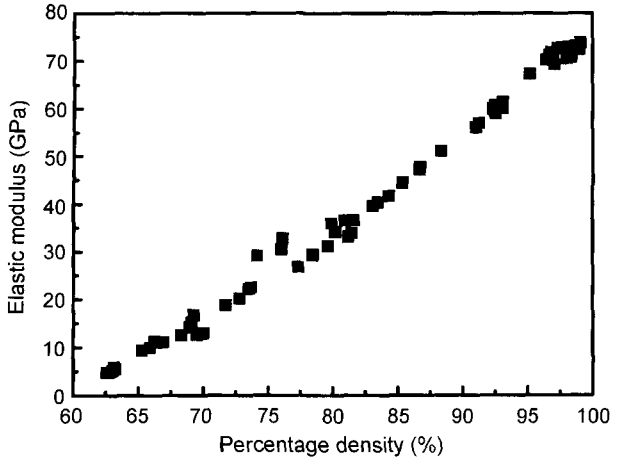

Fig. 5. The room temperature elastic modulus values of the sintered glass frit as a function of percentage density after sintering at various temperatures and for various times.

Green과 그의 동료들은 구형의 유리 분말을 이용하여 부분적으로 소결된 다공성 소결체의 탄성계수와 강도는 소결에 따른 유리 분말의 넥성장과 밀접한 상관관계를 갖는다고 하였다.[1] 하지만, 본 연구에서는 부분적으로 소결된 다공성 소결체만이 아니라 완전 치밀화된 소결체에 이르기까지 이러한 관계를 확장시켜 생각할 수 있다는 결론을 얻었다.

감사의 글

본 연구는 과학기술부·한국과학재단 지정, 부산광역시 지원협력센터인 동의대학교 전자세라믹스연구센터의 지원에 의한 것입니다.

REFERENCES

1. S. C. Nanjangud and D. J. Green, "Mechanical Behavior of Porous Glasses Produced by Sintering of Spherical Particles," *J. Eur. Ceram. Soc.*, **15** 655-60 (1995).
2. K. D. Koo and K. H. Auh, "Effect of Softening Point of Glass Frit on the Sintering Behavior of Low-temperature Cofireable Glass/Ceramic Composites," *J. of Kor. Asso. of Cryst. Growth*, **8** [4] 619-25 (1998).
3. Raouf El-Mallawany, "Tellurite Glasses Part 1. Elastic Properties," *Mater. Chem. and Phys.*, **53** 93-120 (1998).
4. L. Robert, N. Brunet, T. Flaherty, T. Randles, E. Matthaei-Schulz, H. Vetters, D. Rats, and J. von Stebut, "Characterisation of TiN and Carbon-doped Chromium Thin Film Coatings by Acoustic Microscopy," *Surf. and Coatings Tech.*, **116-119** 327-34 (1999).
5. J. S. Sik and C. Y. Kim, "Properties of $CaO-P_2O_5-SiO_2$," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **30** [4] 289-98 (1993).
6. A. R. Boccaccini, M. Bûcker, P. A. Trusty, M. Romero, and J. M. Rincon, "Sintering Behavior of Compacts Made from Television Tube Glasses," *Glass Tech.*, **38** [4] 128-33 (1997).