

## 질화규소 세라믹의 레이저 예열선삭에 관한 연구 ( I ) - 공정변수에 따른 질화규소의 예열특성 및 산화거동 -

김종도\*<sup>†</sup> · 이수진\*\* · 서 정\*\*\* · 이제훈\*\*\*

\*한국해양대학교 기관시스템공학부

\*\*한국해양대학교 대학원

\*\*\*한국기계연구원 광응용생산기계연구실

### A Study on Laser Assisted Machining for Silicon Nitride Ceramics ( I ) - Preheating Characteristics and Oxidation Behaviors of Silicon Nitride Ceramics with Machining Parameters -

Jong-Do Kim\*<sup>†</sup>, Su-Jin Lee\*\*, Jeong Suh\*\*\* and Jae-Hoon Lee\*\*\*

\*Division of Marine System Engineering, College of Maritime Sciences, Korea Maritime University,  
Busan 606-791, Korea

\*\* Graduate School, Korea Maritime University, Busan 606-791, Korea

\*\*\* Korea Institute of Machinery & Materials, Laser Application Team, Daejeon 305-343, Korea

<sup>†</sup>Corresponding author : jdkim@hhu.ac.kr

(Receive March 24, 2010 ; Revised April 13, 2010 ; Accepted May 17, 2010)

#### Abstract

Silicon nitride is widely used as an engineering ceramics because it has high strength, abrasion resistance and corrosion resistance even at high temperature. However, machining of silicon nitride is difficult due to its high hardness and brittleness. Laser assisted machining(LAM) allows effective cutting using CBN tool by locally heating the cutting part to the softening temperature of YSiAlON using the laser beam. The effect of preheating depending on process parameters were studied to find out the oxidation mechanism. If silicon nitride is sufficiently preheated, the surface is oxidized and N<sub>2</sub> gas is formed and escapes from the material, thereby making the cutting process more advantageous. During laser preheating process before machining, high temperature results in strong oxidation which makes the bloating, silicate layers and micro cracks. Using the results of these experiments, preheating characteristics and oxidation behavior were found out.

Key Words : Silicon nitride, HPDL, LAM, Oxidation behavior, Machining parameters

#### 1. 서 론

비약적인 기술의 발전에 힘입어 최근에는 기기의 수명 및 관리에 대한 관심이 높아져 특수합금, 스테인리스강, 플라스틱 및 세라믹과 같은 신소재에 관한 연구가 지속되어 오고 있다. 고품질 세라믹 재료는 중량대비 고강도, 우수한 내마모성, 화학적 안정성 및 고온에서의 고강도 유지와 같은 뛰어난 특성으로 건축, 엔진,

의료응용, 항공 및 해양 분야 등 다양한 분야에서 널리 사용되고 주목을 받고 있다. 그러나 고품질 세라믹의 고강도 및 높은 취성이라는 재료적 특성으로 인하여 표면 결함, 미소균열, 표층하부의 손상 등이 쉽게 발생하여 재료를 제품으로 형상화하는 것이 어렵고, 제품가공에 있어서 높은 비용 및 긴 가공시간을 요구하므로 여러 분야에서의 폭넓은 적용에 큰 제약이 뒤따르고 있다<sup>1,2)</sup>.

따라서, 본 논문에서는 레이저를 이용하여 세라믹을 국부적으로 가열하고 연화된 부분을 선삭하여 제거하는

레이저보조가공(Laser assisted machining, LAM)에 대하여 연구를 진행하였다. 레이저는 고밀도의 에너지를 집중시키므로 국부적인 가열이 가능하여 시편 가열부의 온도를 매우 효과적으로 제어할 수 있다.

본 논문에서는 예열선삭시의 가공 지배인자를 도출하고, 그에 따른 메커니즘을 이해함으로써 세라믹의 효율적인 가공법을 제시하고자 하였다.

## 2. 사용 재료 및 실험방법

### 2.1 사용 재료

본 연구에서는 현재 산업계에 널리 사용되고 있는 질화규소( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) 세라믹을 사용하여 실험을 진행하였다. 질화규소는 공유결합성이 큰 물질로써 물질의 입계에너지와 표면에너지의 비가 이온결합이나 금속결합을 하고 있는 물질에 비하여 크며, 질화규소 결정안의 질소의 자체확산계수가 작고, 1기압 질소분위기 중에서  $1,883^\circ\text{C}$ 에 도달하면 Si와  $\text{N}_2$ 로 열분해가 발생한다. Fig. 1은 본 실험에 사용된 시편의 표면사진 및 파단면의 SEM 사진이다. 시편의 표면은 선삭시 레이저 예열특성이나 절삭시 공구의 손상 등의 실험오차를 줄이기 위하여 표면

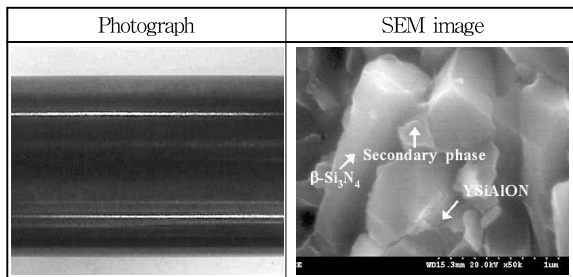


Fig. 1 Photograph of as-received surface and SEM image of fractured silicon nitride

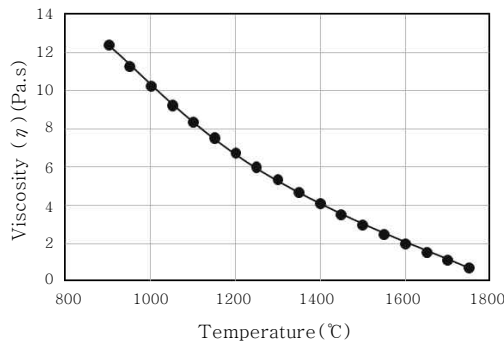


Fig. 2 Variation of YSiAlON viscosity with temperature<sup>7)</sup>

을 매끄럽게 연삭하였다. 파단면을 관찰하여보면 육각 봉상의  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  입자와 육각 입자사이에 새로이 형성되는 결정질의 2차상(secondary phase) 그리고 결정립계 주변의 YSiAlON 비정질로 이루어져 있는 것을 알 수 있다<sup>3-9)</sup>. 특히 YSiAlON의 경우 온도에 따른 점도변화 그래프인 Fig. 2에서 보이듯이  $1,000^\circ\text{C}$  이상의 온도에서 점도가 감소하여 소성변형에 의한 절삭을 유도할 수 있다<sup>4-9)</sup>.

본 연구에서는 선삭가공을 위하여 길이는 150mm 직경은 16mm의 HIP 소결한 환봉상의 질화규소 시험편을 사용하였다.

### 2.2 실험 방법

본 연구에서는 LASERLINE사의 LDF 1000-2500 모델로 연속파 타입의 빔광장 910nm와 980nm를 커플링한 최대출력 2.5kW의 고출력다이오드레이저(HPDL)를 열원으로 사용하였으며, 시편의 표면온도를 실시간으로 측정하기 위하여 적외선 타입의 고온계(pyrometer)를 사용하였다.

본 실험에서 사용된 공구는 CBN(cubic boron nitride) 공구로써 노즈반경(nose radius)이 0.8mm, 두께 4.76mm 및  $-6^\circ$ 의 음의 경사각을 가지는 인서트를 사용하였다.

레이저 예열선삭을 위해 설치한 실험장치의 사진을 Fig. 3에 나타낸다. 질화규소 세라믹시편은 3-jar 척에 고정되고, 레이저가 조사된다. 레이저의 조사부로부터  $90^\circ$  지점에 고온계를 설치하여 실시간으로 표면온도를 측정하였다.

## 3. 실험 결과 및 고찰

### 3.1 레이저출력에 따른 질화규소 세라믹의 예열특성

시편을 척에 고정하고, 회전속도( $N$ ) 620rpm, 이송

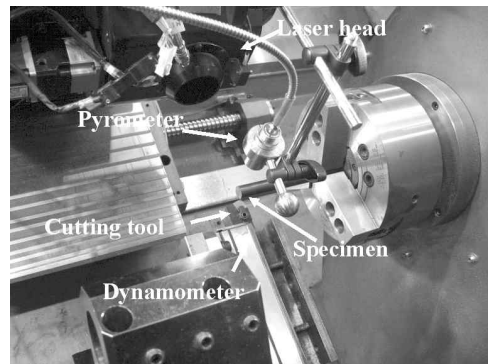


Fig. 3 Experimental system for LAM

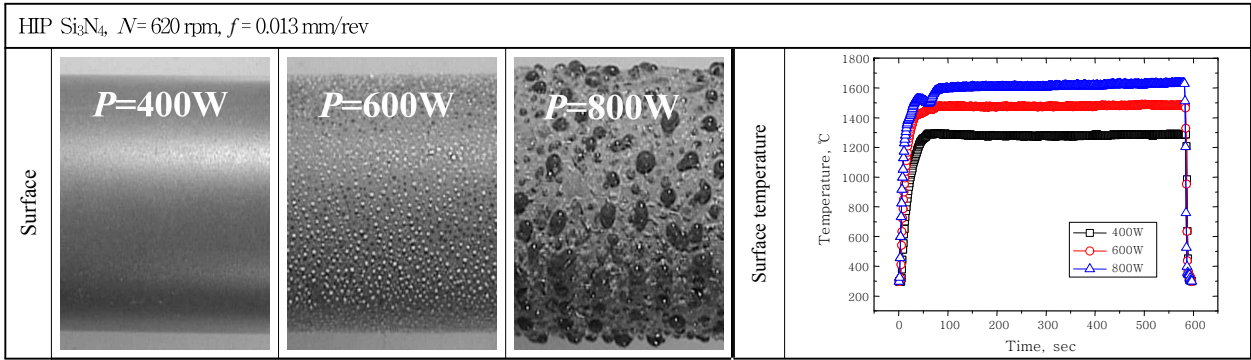


Fig. 4 Variation of surface morphology and surface temperature with laser power

속도( $f$ ) 0.013 mm/rev, 이송거리 70 mm에서 400 W, 600 W 및 800 W의 레이저출력( $P$ )에 변화를 주어 예열을 실시한 후 그 표면온도와 표면현상의 변화를 Fig. 4에 나타내었다. 비교적 낮은 출력인 400 W의 경우 온도는 약 1,250 °C를 유지하며 표면에 큰 변화는 없었지만 색상이 검은색에서 어두운 회색으로 변화된 것을 볼 수 있다. 600 W의 경우 표면이 부풀어 오르기 시작하며 이러한 경향은 800 W에서 더욱 심화된다. 800 W의 레이저 출력에서 부풀어 오른 발포(bloating)는 규산염 유리질로써 작은 충격에도 쉽게 떨어져 나가는 것을 알 수 있었다. 온도그래프에서 나타내듯이 출력이 증가할수록 온도가 상승하는 기울기가 커지고, 고온에서 일정 온도로 유지되는 온도가 상승하는 것을 알 수 있다.

각 표면의 경도를 측정하여 Fig. 5에 나타내었다. 시편 표면을 예열하는 출력이 증가할수록 시편표면의 가열온도는 상승하여 시편표면의 조직적 변화가 활발하게 일어나며, 800 W 이상에서는 과도한 산화에 의해 시편 표면의 경도가 저하되는 것을 예상할 수 있으며, 비커

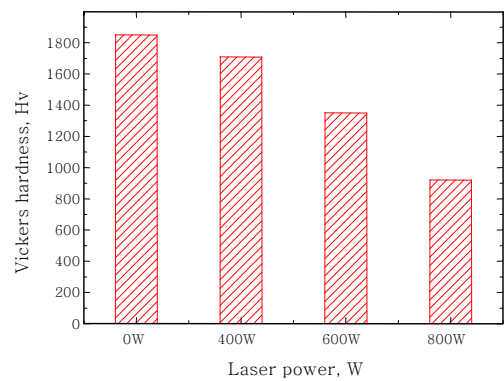


Fig. 5 Variation of Vickers hardness with laser power

스 경도기로 측정된 결과 출력이 상승함에 따라 시편 표면 경도가 급격하게 감소하는 것을 알 수 있다.

### 3.2 이송속도에 따른 질화규소의 예열특성

Fig. 6은 회전속도 620 rpm과 800 W의 레이저 출력 조건에서 0.013, 0.024 및 0.03 mm/rev로 이송

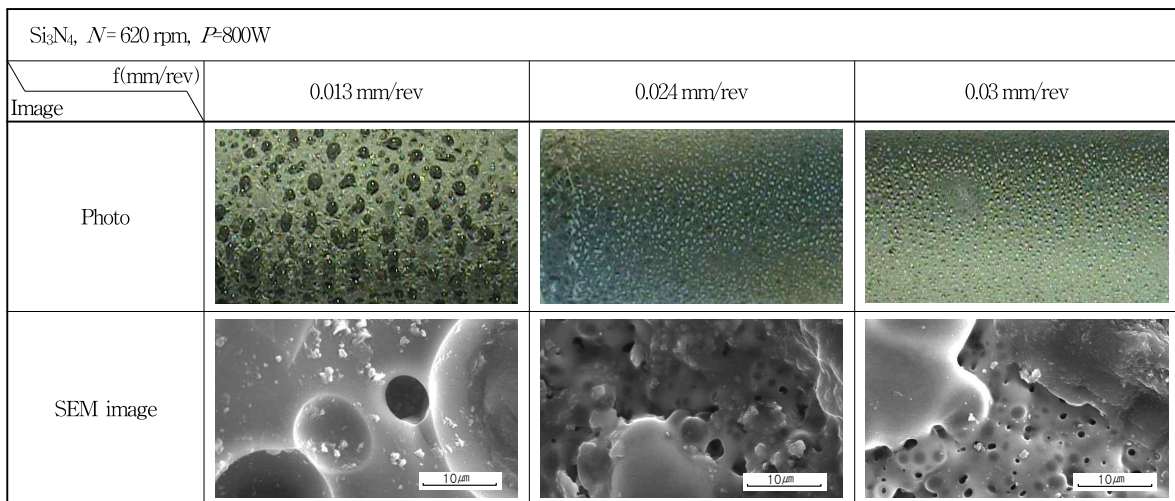


Fig. 6 Variation of surface morphology with laser power and feed rate

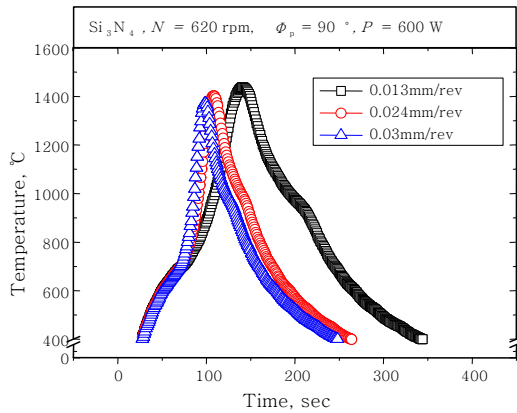


Fig. 7 Variation of surface temperature at one point with feed rate and time

속도에 변화를 주었을 때의 시편표면 변화를 나타낸다. 이송속도가 증가함에 따라 표면의 산화정도가 줄어드는 것을 확인할 수 있다. 0.013 mm/rev의 이송속도에서는 크고 많은 발포를 가지는 표면이 관찰되고, 이것은 이송속도가 증가함에 따라 크게 감소한다. SEM사진을 보면 Fig. 1의 가공전 시편표면에 비하여 규산염 유리질이 눈에 띄게 덮여져 있고, 이송속도가 증가할수록 규산염 유리질의 두께가 증가하는 것을 확인할 수 있다. 특히 0.013 mm/rev의 경우 표면에 규산염 유리질과 함께 크레이터 형상이 나타나는 것을 알 수 있다. 이송속도가 빠른 0.03 mm/rev의 이송속도에서도 연삭자국은 보이지 않고, 규산염 유리질 안에서 기공이 형성되는 것을 확인할 수 있으며 이러한 조직적 변화는 이송속도가 줄어들어 따라 증가한다.

이송속도가 증가함에 따라 시편의 표면변화가 줄어드는 이유를 확인하기 위하여 시편의 한점에 고온계를 고정하고 레이저 열원이 이 지점을 통과하여 지나갈 때의 시편의 온도변화를 600 W의 레이저 출력에서 이송속도의 변화를 주어가며 측정하였고 그 결과를 Fig. 7에 나타내었다. 이때 도달하는 최고온도에는 큰 차이가 없으나, 그래프의 기울기와 고온에서의 유지시간 차이는 열에너지를 나타내는 그래프의 면적에 영향을 미친다. 따라서 이송속도가 증가함에 따라 입열량이 크게 줄어들어 시편표면이 상대적으로 적은 열영향을 받는 것을 확인할 수 있다.

### 3.3 공정변수에 따른 예열된 표면과 파단면 관찰

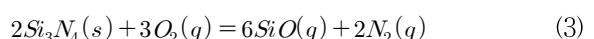
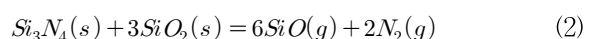
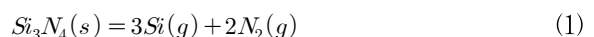
600 W와 800 W의 레이저 출력에서 이송속도에 따른 표면형상변화 및 파단면을 관찰하여 Fig. 8에 제시하였다. 비교적 저배율로 시편표면을 관찰한 결과 이송속도에 따른 표면의 변화를 더욱 확실히 관찰할 수 있

었다. 레이저출력 600 W의 경우 이송속도가 저하할수록 산화도가 증가하는 것을 알 수 있었으며, 가장 낮은 0.013 mm/rev의 이송속도에서 발포가 관찰되었다. 반면 레이저출력 800 W의 경우 0.03 mm/rev의 이송속도에서부터 발포가 관찰되었으며 이송속도가 감소할수록 발포의 크기가 커지는 것을 알 수 있다. 파단면을 관찰하여보면 레이저출력 600 W와 이송속도 0.03 mm/rev의 표면 관찰에서는 보이지 않던 규산염안의 기공이 파단면에서 관찰이 되었다. 파단면에서 관찰된 발포는 이송속도가 감소하면서 크기가 커지는 것을 확인할 수 있었으며, 800 W의 레이저출력에서는 모든 조건에서 발포가 관찰되었고, 0.013 mm/rev의 이송속도의 경우 발포가 충격에 약하여 파단면 생성과정에서 파손되어 관찰하기 어려웠으나, 그 아래 기지 윗부분에서 기공이 발견되었다. 또한 각 발포아래 기지사이의 규산염 유리질의 두께가 점점 두꺼워 지는 것을 확인할 수 있다. 이는 이송속도가 줄어들어 따라 산화정도와 깊이가 증가했기 때문이다.

800 W의 경우 발포와 함께 발포 아래 기지부근에 균열을 유발하는 기공을 확인하였고 관찰결과 조직이 변질된 이러한 산화층은 출력이 높아 산화가 많이 일어나는 비교적 높은 레이저 출력의 경우임에도 불구하고 20 μm를 넘지 않는 것을 알 수 있었다. 그 산화층 아래에서는 모재의 조직과 유사한 봉상의 질화규소조직을 보인다. 중앙부의 조직은 모든 레이저출력 조건에서 처리되기 전 모재조직과 같은 형상을 보인다. 따라서 시편의 내부에는 열영향에 의한 조직적 변화가 없었음을 알 수 있었다. 결과적으로 아무리 고온으로 가열되어도 시편 표면에 산화로 인한 충격에는 산소의 침투한계깊이에 의하여 조직적 변화에 한계가 있음을 판단할 수 있었다.

### 3.4 질화규소의 산화반응

일반적으로 질화규소 세라믹의 표면 산화반응은 기공의 크기 및 분포, 폐기공이나 개기공 등에 의한 복합요소에 의해 이루어지지만, 보통은 기공율이 높을수록 산화반응율이 높다고 알려져 있다. 질화규소 세라믹은 가공 중 산화되기 이전에 가열상태에서 열분해 반응을 일으킨다. 이 열분해 반응현상은 다음과 같다.



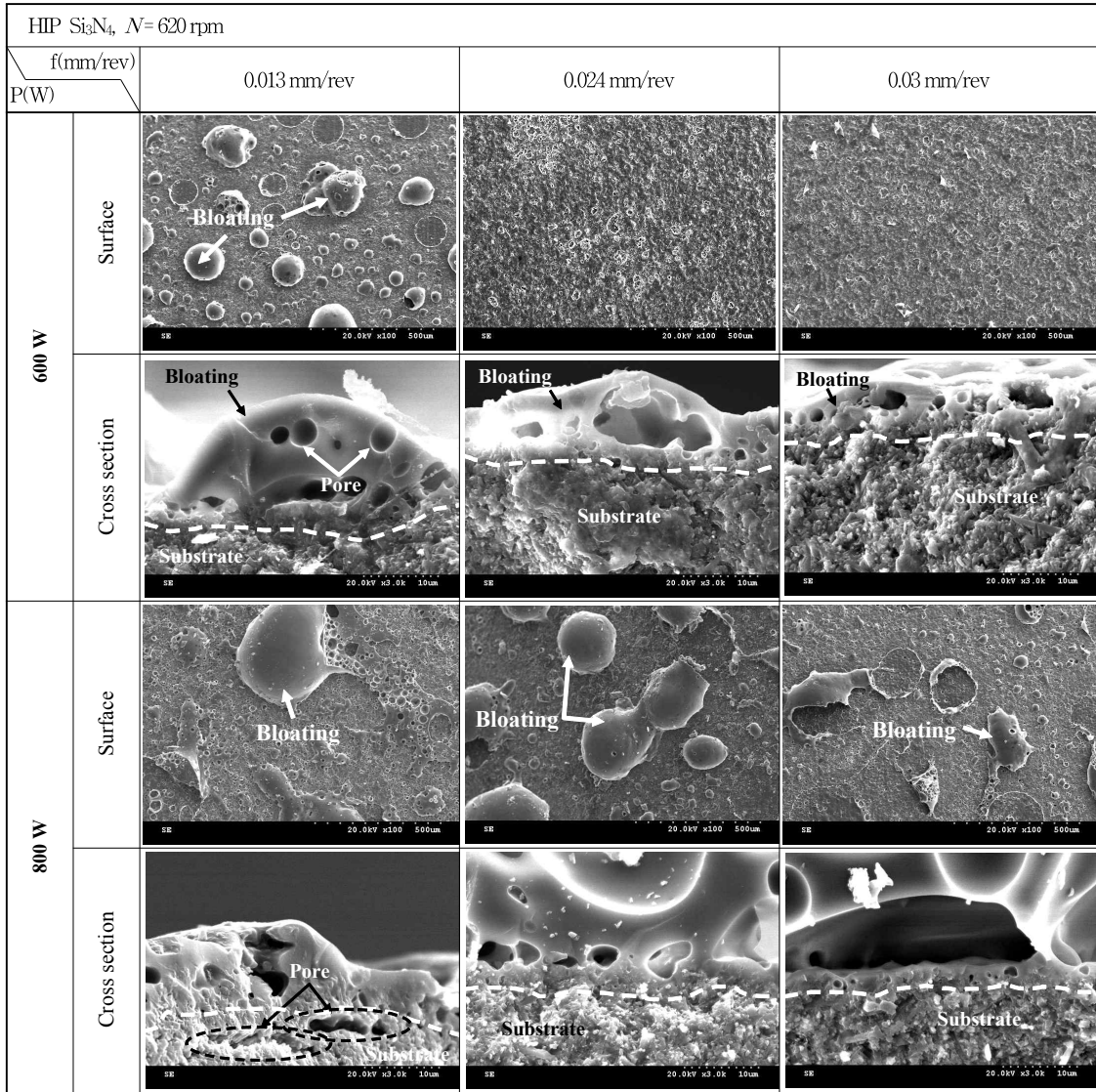
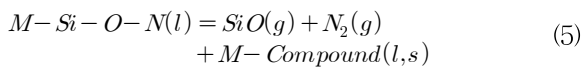
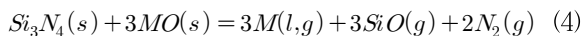


Fig. 8 SEM image of surface and cross section preheated by laser power and feed rate



여기서 M은 Al과 Y 같은 첨가제의 금속성분을 나타낸다<sup>5)</sup>.

질화규소 세라믹을 제작하기 위한 소결공정 중 이러한 열분해 반응이 소결온도나 분위기 가스 및 압력 등의 제어조건에 문제가 있으면 치밀화 반응보다 먼저 열분해가 발생하여 중량감소에 의한 밀도저하가 일어나게 될 수 있다. 또한 치밀화 반응 이후 열분해가 일어나면 표면에 발포 및 다공질화 등을 생성할 수 있다.

질화규소 세라믹의 분해를 억제하기 위해 N<sub>2</sub>가압 분위기 내에서 소결된 질화규소는 대기 중에서 열에 노출되면 표면부에서 열분해된 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>의 Si(g)가 대기중의

O<sub>2</sub>와 만나 SiO<sub>2</sub>로 환원되며 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>분해를 촉진한다. SiO<sub>2</sub>는 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>에 비하여 연화되는 온도가 낮아 비교적 낮은 온도에서 연화되고 용융되게 된다. 또한 질소가 N<sub>2</sub>가스로 결합하여 분출하는 과정에서 표면에 발포 및 균열을 유발하여 표면의 경도를 저하시킨다.

이러한 메커니즘을 확인하기 위하여 질화규소를 레이저 출력 800 W로 예열한 표면을 N과 O를 중심으로 면분석하여 Fig. 9에 나타내었다. N의 경우 조직적 변화가 없는 기지부에 골고루 분포하고 있으나 표면에서는 거의 검출되지 않았으며, 이는 표면의 질소가 N<sub>2</sub>가스로 결합하여 분출되었기 때문이다. O의 경우 기지에는 거의 분포해 있지 않지만 표면에서 대량 함유되어 있는 것을 알 수 있어, 표면이 외부 산소의 침투에 의하여 산화된 것을 알 수 있다.

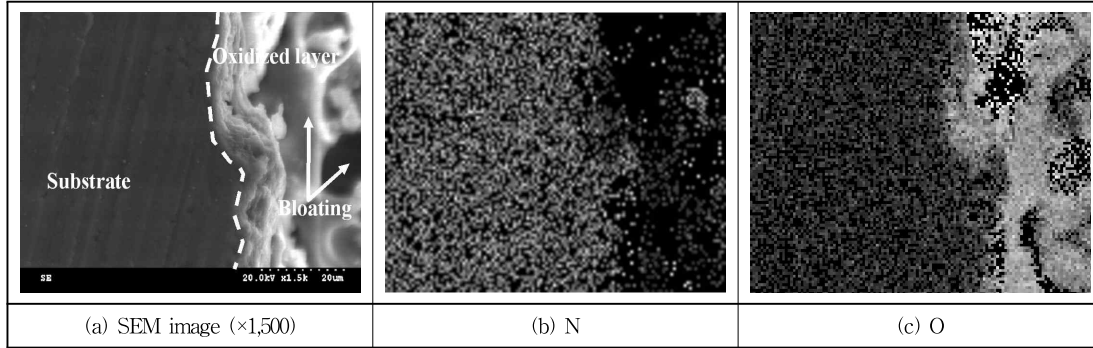


Fig. 9 Element mapping of HIP silicon nitride heated by 800 W of laser power with EDX detector

#### 4. 결 론

높은 강도와 취성을 가진 질화규소 세라믹의 활발한 적용을 위한 새로운 가공법개발의 일환으로 레이저 예열선삭의 가능성을 평가하고 재료의 조직적 변화 및 질화규소의 산화거동을 연구하여 그 결과를 다음에 정리한다.

1) 레이저 출력이 증가함에 따라 시편표면의 온도가 상승하여 질화규소 세라믹의 조직적 변화가 크다. 온도가 상승함에 따라 질소가스가 분출되고 표면이 산화되어 균열을 발생하여 그 정도값이 저하하는 경향을 보인다.

2) 이송속도가 증가함에 따라 동일한 출력에서 한 지점에 레이저가 조사되는 시간이 짧아 총 흡수되는 열에너지가 줄어든다. 따라서 시편표면의 온도가 상대적으로 낮아 시편표면의 산화도는 줄어든다.

3) 질화규소를 고온으로 가열하면  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 가 열분해 반응을 일으켜  $\text{N}_2$  가스 및  $\text{SiO}_2$ 의 생성을 유발한다.  $\text{N}_2$  가스가 분출되면서 표면에 균열 및 열화를 야기시키고, 생성된  $\text{SiO}_2$ 는 표면의 강도를 저하시켜 절삭에 유리한 영향을 준다.

본 연구에서 살펴본 레이저를 이용한 재료의 예열은 조직적 변화를 유발하며 이러한 산화거동은 레이저 예열선삭을 유리하게 한다.

#### 후 기

본 연구는 지식경제부의 지역산업기술 개발 산업인 “레이저 복합가공기 개발”과제와 지식경제부 및 정보통신진흥원의 대학 IT 연구센터 지원사업의 연구결과로 수행되었음(NIPA-2010-C1090-1021-0015)

#### 참 고 문 헌

1. 신소재연구회 : 21세기를 뒤받침할 신소재 · 신재료, 겸지사, 2002 (in Korean)
2. 김종희, 박지연, 김도경, “최신세라믹공학”, 반도출판사, 1991 (in Korean)
3. Somiya, Shigeyuki, Mitomo, Mamoru, Yoshimura, Masahiro : Silicon nitride-1, ElseVier Applied Science, 1990
4. W. D. Kingery, H. K. Bowen, D. R. Uhlmann : Introduction to Ceramics, JOHN WILEY & SONS, 1975, 448-515
5. Branko Matovic : Low temperature sintering additives for silicon nitride, University Stuttgart, Bericht Nr. 137, 2003
6. Jong-Do Kim, Su-Jin Lee, Seo-Jeong Park : The Basic Study on machinability of ceramics in  $\text{CO}_2$  laser assisted machining, Journal of the Korean Society of Marine Engineering, 33-2, 2009, 322-329 (in Korean)
7. 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, 2000, 2213-2233
8. Jong-Do Kim, Su-Jin Lee, Hee-Jong Yoon, Seo-Jeong Park : The Characteristics of Laser Assisted Machining for  $\text{Si}_3\text{N}_4$  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), 2009, 154
9. Jong-Do Kim, Su-Jin Lee, Jae-Hoon Lee, Yuji Sano : A Study on the Microstructural, Thermal and Mechanical Properties of Silicon Nitride Ceramic, Journal of the Korean Society of Marine Engineering, 33-7, 2009, 1026-1033