

테마별 실험실습 내용

재료실험실

목 차

- 1.재료강도실험
- 2.비파괴실험
- 3.표면처리 및 열처리
- 4.화학적 분석
- 5.조직관찰
- 6.무게분석
- 7.부피분석
- 8.세라믹 합성

인장시험(Tensile Test)

실험목적

- 고체재료의 인장하중을 가할때 나타나는 강도와 변형에 대한 물성치를 측정한다
- 재료의 역학적 작용과 재료거동에 대한 관찰
- ★ 항복강도, 인장강도, 연신율, 단면수축율등

사용학과

기계시스템디자인, 기계자동차, 신소재, 등

시험편 및 장비

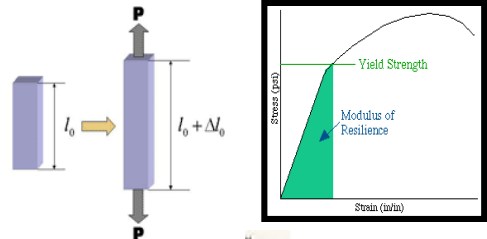


환봉 시험편
(KS4호시험편)

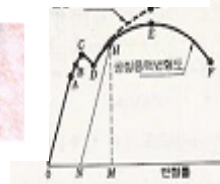


인장시험기

관련이론



파단면의

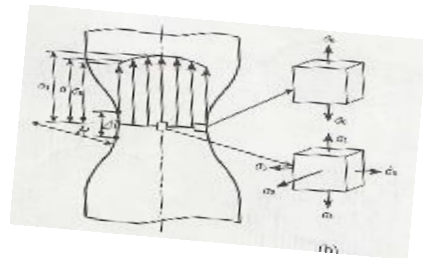


$$\sigma_{\max} = \frac{P_{\max}}{A_0} \text{ (최대인장강도)}$$

$$\sigma_v = \frac{P_v}{A_0} \text{ (항복강도)}$$

$$\epsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \text{ (연신율)}$$

$$\phi = \frac{A_0 - A_f}{A_0} \text{ (단면수축율)}$$



○ 측정 방법

1. 시험편 평행부 직경 측정 및 표점거리(gauge length) 표시

2. 시험편에 신장계(extensometer) 장착



3. PC에 의한 운용 프로그램에서 시험조건, 인장속도, 시험편형상, 데이터저장비율, 그래프영역등을 입력한다.

4. 실행

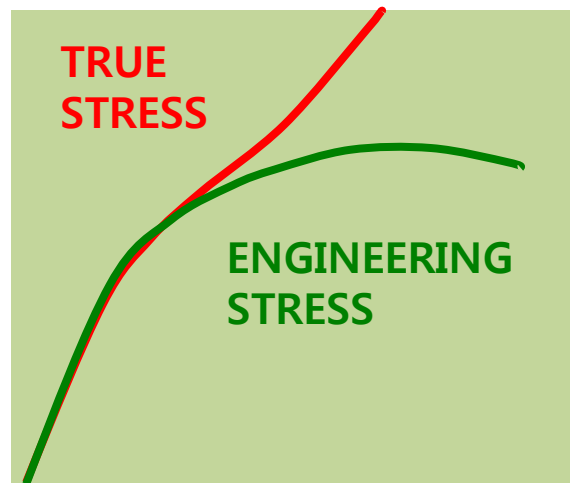
5. 시험편의 단면적 변화 및 응력 변형을 곡선을 관찰하면서 실험

6. 파단후 실험 종료



6 강도의 이해

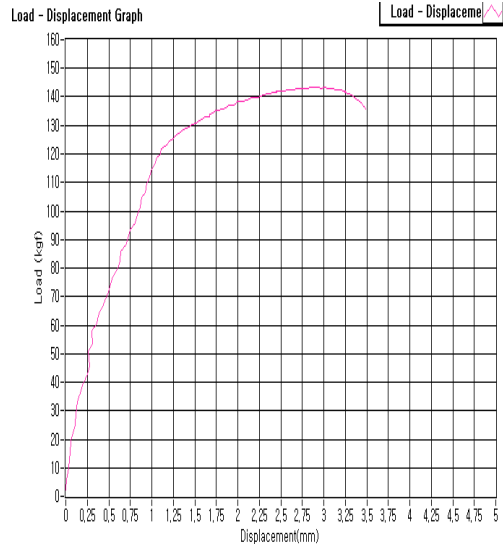
진응력과 진변형율의 곡선을 이해한다



□ 결과정리

1. 강도고찰
(인장강도, 항복강도, 파단강도)
2. 변형률 고찰
(연신률, 단면수축률)
3. 재료의 파단 특성 고찰
4. 응력변형률 선도의 이해
(역학적성질, 금속조직관찰)
5. 탄성과 소성의 이해
6. 공칭응력과 진응력의 이해

□ 결과 데이터



응력 과 변형률 곡선

Load	Strength	Stroke	Extension	Time	Elong
37.61	0.25	0.01	0.01	0.11	0.01
68.79	0.46	0.01	0.01	0.22	0.02
86.92	0.59	0.02	0.02	0.33	0.03
87.68	0.59	0.02	0.02	0.44	0.04
88.25	0.59	0.03	0.03	0.55	0.05
90.73	0.61	0.03	0.03	0.66	0.06
93.99	0.63	0.04	0.04	0.77	0.07
98.09	0.66	0.04	0.04	0.87	0.09
101.69	0.68	0.05	0.05	0.98	0.10
105.34	0.71	0.05	0.05	1.09	0.11
109.10	0.73	0.06	0.06	1.20	0.12
112.88	0.76	0.07	0.07	1.31	0.13
116.52	0.78	0.07	0.07	1.42	0.14
120.38	0.81	0.08	0.08	1.53	0.15
124.29	0.84	0.08	0.08	1.64	0.16
128.21	0.86	0.09	0.09	1.75	0.17
132.36	0.89	0.09	0.09	1.86	0.18
136.35	0.92	0.10	0.10	1.97	0.19

실험방법

1. 시험편의 표점표시, 직경 측정
2. 시험편 장비에 장착
3. 척의 상부에 먼저 장착
4. 크로스헤드 내리고 시험편 물림부가 충분히 물리도록 거리 조정
5. 시험편의 아랫부분을 장착
6. 이때 시험편의 하중이 걸리지 않도록 프로그램 디스플레이 모니터에 하중제거를 클릭하여 최소화시킨다
7. 프로그램상에서 시험편의 조건을 입력한다
8. 반드시 인장속도를 설정한다

9. 실험이 진행되는 동안 시험편의 표면현상과 모니터 그래프를 관찰하면서 특징을 관찰 기록한다

10. 시험편의 변형량과 강도와의 특징을 비교한다

실험결과

1. 인장시험의 원리 이해
2. 탄성과 소경의 관계를 이해
3. 강도와 소성변형에 대한 이해
4. 항복강도를 측정
5. 변형률을 측정
6. 파단면의 금속조직학적인 이해

로크웰경도시험 (Rockwell)

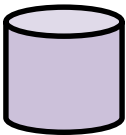
실험목적

재료를 파괴시키지않고 재료표면에 일정한 압입하중을 가하고 이때 재료의 소성변형에 대한 저항 정도를 측정한다

사용학과

기계시스템디자인, 기계자동차, 신소재, 등

시험편 및 장비

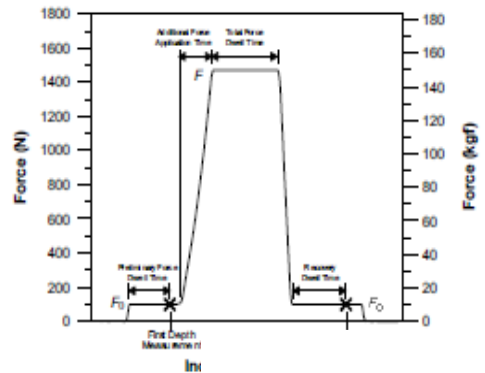
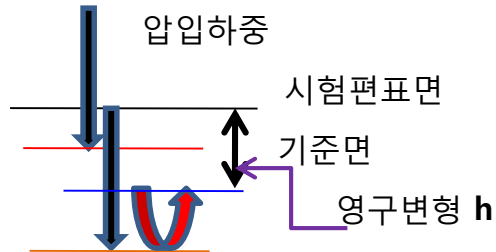


시험편



로크웰경도계

관련이론



$$\begin{aligned}
 \text{B scale } t &= (130 - H_R B) \cdot \frac{10}{500} \\
 &= (130 - H_R B) / 50 \text{ (mm)} \\
 \text{C scale } t &= (100 - H_R C) \cdot \frac{10}{500} \\
 &= (100 - H_R C) / 50 \text{ (mm)}
 \end{aligned}$$

실험방법

1. 시험편이 상,하면이 평행인지 확인
2. 시험편의 압입위치가 가장자리에서 4d만큼 거리를 두고 압입시킨다
3. 엔빌상승을 서서히하고 시험기 다이얼게이지내 단침을 먼저 맞추고 장침을 맞춘다
4. 시험하중을 가하고
5. 지침이 멈추면 눈금을 판독한다
6. 압입자의 종류에 따라 경도 표시가 달라진다

7. 2사3입하여 경도수를 읽는다

8. 로크웰경도 값의 원리를 이해하고 경도수의 의미를 파악한다

실험결과

1. 로크웰경도계 원리 이해
2. 경도수와 변형의 관계 이해
3. 경도와 소성변형에 대한 이해
4. 로크웰 경도수 측정

브리넬경도시험 (Brinell)

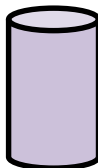
실험목적

재료를 파괴시키지않고 재료표면에 일정한 압입하중을 가하고 이때 재료의 소성변형에 대한 저항 정도를 측정한다

사용학과

기계시스템디자인, 기계자동차, 신소재, 등

시험편 및 장비



시험편

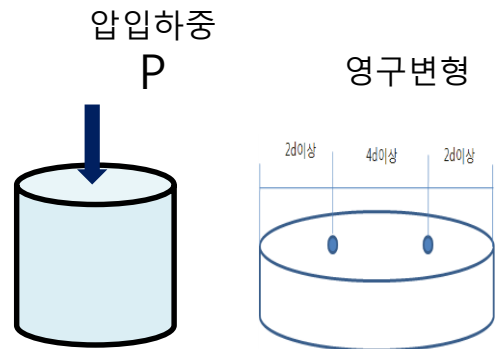


브리넬경도계



확대경

관련이론



$$x^2 + y^2 = (D/2)^2$$

$$dA = 2\pi x \cdot ds = 2\pi x \cdot ds = 2\pi x \sqrt{1 + \left(\frac{dx}{dy}\right)^2} \cdot dy$$

$$dA = 2\pi x \sqrt{1 + \left(\frac{y}{x}\right)^2} \cdot dy = \pi D \cdot dy$$

$$A = \int_{\frac{D}{2-h}}^{\frac{D}{2}} \pi D dy = \pi D h = \pi D \cdot \frac{1}{2} (D - \sqrt{D^2 - d^2})$$

P : 하중, D : 강구의 직경, d : 압흔의 직경
h : 압흔의 깊이, H_B : 브리넬 경도값

실험방법

1. 시험편이 상,하면이 평행인지 확인
2. 시험편의 압입위치가 가장자리에서 4d만큼 거리를 두고 압입시킨다
3. 엔빌상승을 서서히 상승 시키고 시험기의 압입자의 볼이 시험편면과 닿도록 한다
4. 시험하중을 가하고
5. 시험하중에 도달하면 시험하중 유지시간이 자동 카운터 된다.
6. 시험하중 유지시간은 시험자가 입력하고 시간이 지나면 유압이 릴리즈 된다.
7. 엔빌을 내려 시험편을 빼낸다

8. 20배율의 확대경을 통하여 압입된 직경이 원형인지를 확인하고 압흔의 직경을 측정한다

9. 이때 눈금이 희미하면 대안렌즈를 조정하여 시험자의 초점에 맞도록 한다.

10. 압흔의 직경을 판독하고

11. 경도환산표를 찾아 브리넬경도수를 읽는다

12. 환산표에서 구할수 없으면 이론식에 적용 구해낸다

실험결과

1. 브리넬경도계 원리 이해
2. 경도수와 변형의 관계 이해
3. 경도와 소성변형에 대한 이해
4. 브리넬경도수 측정

쇼어경도시험 (Shore)

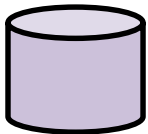
실험목적

재료를 파괴시키지않고 재료표면에 일정한 압입하중을 가하고 이때 재료의 소성변형에 대한 저항 정도를 측정한다

사용학과

기계시스템디자인,기계자동차, 신소재,등

시험편 및 장비

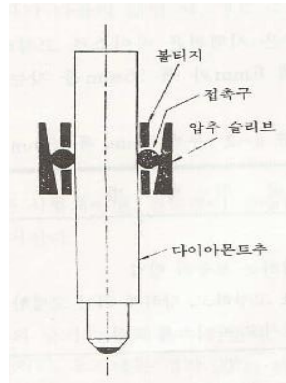
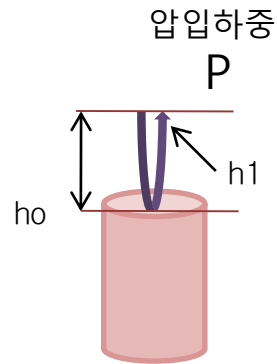


시험편



쇼어경도계

관련이론



$$HS = \frac{1000}{65} \times \frac{h_1}{h_0}$$

반발높이 h1
낙하높이 ho

실험방법

1. 시험편이 상,하면이 평행인지 확인
2. 시험편의 압입위치가 가장자리에서 4d만큼 거리를 두고 압입시킨다
3. 시험기하단에 있는 수평조절나사를 이용하여 시험기의 수평을 유지시킨다
4. 시험편 고정 손잡이를 지그시 잡아 시험편이 고정되게 한다.
5. 다른손으로 시험하중 핸들을 돌려 시험기 내부에 있는 시험추가 낙하될때까지 손잡이를 아주 천천히 돌린다
6. 시험추가 시험편에 낙하되고 이때 시험하중을 가하는 손잡이를 절대 놓지 말고 잡고 있는상태로 처음의 위치로 풀어준다

7. 시험기 상부에 있는 다이얼게이지 눈금 지침이 더 이상 움직이지 않을때의 눈금을 읽는다

8. 시험하중 핸들을 시험추 낙하후 바로 놓으면 경도수의 오차가 생긴다.

실험결과

1. 쇼어경도계 원리 이해
2. 경도수와 변형의 관계 이해
3. 경도와 소성변형에 대한 이해
4. 쇼어경도수 측정

비커스경도시험 (Vicker's)

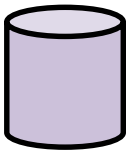
실험목적

재료를 파괴시키지 않고 재료표면에 일정한 압입하중을 측정 방법에 따라 가하고 이때 재료의 저항 정도를 측정한다

사용학과

기계시스템디자인, 기계자동차, 신소재, 등

시험편 및 장비

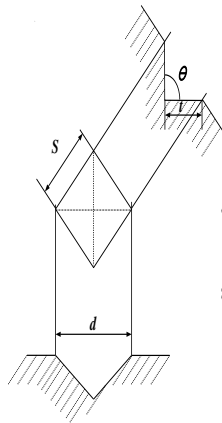


시험편



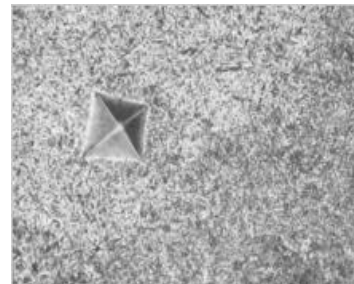
비커스경도계

관련이론



$$HV = \left(\frac{S}{2}\right)\left(\frac{S}{2}\right)\operatorname{cosec}\left(\frac{\theta}{2}\right) = \frac{d^2}{2} \operatorname{cosec}\left(\frac{\theta}{2}\right)$$
$$= \frac{d^2}{2 \times \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)}$$

압입자국



실험방법

1. 시험편이 상,하면이 평행이며 반드시 측정면은 마이크로 폴리싱을 하여 스크래치가 없도록 정마한다
2. 시험편의 압입위치가 가장자리에서 4d만큼 거리를 두고 압입시킨다
3. 시험편을 엔빌에 놓고 시험편의 측정위치가 시험기의 중앙부에 있는 대물렌즈에 최대한 근접시킨다 이때의 시험방법은 광학현미경 측정방법과 같다.
4. 시험편의 측정위치에 대물렌즈가 닿을 정도의 최 근접 되었음을 눈으로 보고 대안렌즈에 눈을 갖다댄다.
5. 대안렌즈를 통해 측정위치의 표면이 렌즈에 나타나고 최적화 시킨다.

6. 시험시작버튼을 터치하면 압입자가 터닝되어 압입을 하게된다

7. 시험이 끝나면 압입자는 제위치로 돌아가고 대물렌즈가 압입 흔적을 보여준다.

8. 압흔의 양 대각선을 시험기 상단에 있는 좌,우 스켈바를 작동시켜 읽어 들인다.

9. 액정판넬에 비커스 경도수가 나타난다

실험결과

1. 비커스경도계 원리 이해
2. 경도수와 변형의 관계 이해
3. 경도와 소성변형에 대한 이해
4. 비커스경도수 측정

마이크로 비커스경도시험 (Micro Vicker's)

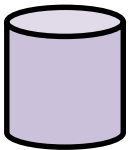
실험목적

재료를 파괴시키지 않고 재료표면에 일정한 압입하중을 측정 방법에 따라 가하고 이때 재료의 저항 정도를 측정한다

사용학과

기계시스템디자인, 기계자동차, 신소재, 등

시험편 및 장비

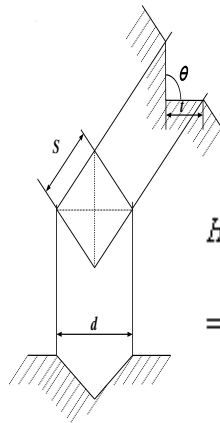


시험편



마이크로 비커스경도계

관련이론



$$HV = \left(\frac{S}{2}\right)\left(\frac{S}{2}\right)\operatorname{cosec}\left(\frac{\theta}{2}\right) = \frac{d^2}{2} \operatorname{cosec}\left(\frac{\theta}{2}\right)$$
$$= \frac{d^2}{2 \times \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)}$$

압입자국



실험방법

1. 시험편이 상,하면이 평행이며 반드시 측정면은 마이크로 폴리싱을 하여 스크래치가 없도록 정마한다
2. 시험편의 압입위치가 가장자리에서 4d만큼 거리를 두고 압입시킨다
3. 부식된 시험편의 조직을 보고 조직간 경도의 정도를 측정하기 위하여 측정되며 표면경도 측정은 비커스 경도를 이용한다.
(1Kgf 이하 하중)
4. 시험편을 엔빌에 놓고 시험편의 측정위치가 시험기의 중앙부에 있는 대물렌즈에 최대한 근접시킨다 이때의 시험방법은 광학현미경 측정방법과 같다.
5. 시험편의 측정위치에 대물렌즈가 닿을 정도의 최근접 되었음을 눈으로 보고 대안렌즈에 눈을 갖다댄다.
6. 대안렌즈를 통해 측정위치의 표면이 렌즈에 나타나고 최적화 시킨다.

6. 대안렌즈를 통해 측정 위치의 표면이 렌즈에 나타나고 최적화 시킨다.

7. 시험시작버튼을 터치하면 압입자가 터닝되어 압입을 하게된다

8. 시험이 끝나면 압입자는 제위치로 돌아가고 대물렌즈가 압입 흔적을 보여준다.

9. 압흔의 양 대각선을 시험기 상단에 있는 좌,우 스켈바를 작동시켜 읽어 들인다.

10. 액정판넬에 비커스 경도수가 나타난다

실험결과

1. 마이크로 비커스경도계 원리 이해
2. 경도수와 변형의 관계 이해
3. 경도와 소성변형에 대한 이해
4. 마이크로 비커스경도수 측정

충격시험 (Impact)

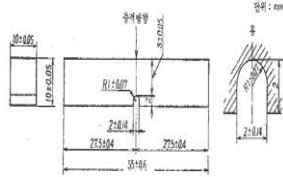
실험목적

충격력에 의한 재료의 저항정도를 측정하며 충격시험을 통하여 재료의 인성(toughness) 및 취성(brittleness) 정도를 파악할 수 있다

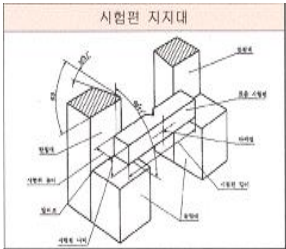
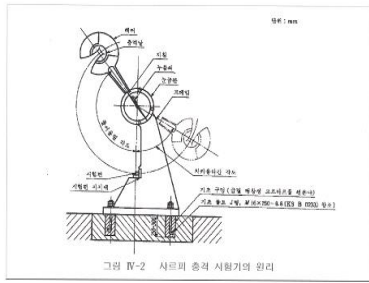
사용학과

기계시스템디자인, 기계자동차, 신소재, 등

시험편 및 장비



관련이론

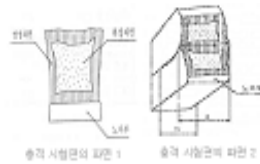


- 초기해머의 위치 E

$$Wh_1 = WR + WR \cos(180^\circ - \alpha) \text{ (Kgf.m)}$$
- 시험편 파괴 후 위치 에너지

$$Wh_2 = W(R - \cos \beta) \text{ (Kgf.m)}$$
- 시험편 흡수 에너지

$$E = Wh_1 - Wh_2 = WR(\cos \beta - \cos \alpha) \text{ (미소저항무시)}$$



파단면



실험방법

1. 시험편의 대칭성 및 노치의 각, 깊이를 정확하게 측정하고 시험에 임한다.
2. 시험기가 대단이 위험하므로 시험자는 시험기의 장비가 항상 정위치에 이룰때 시작한다.
3. 시험편의 노치부 뒤면을 시험추가 충격하도록 위치시키며 시험편을 시험기의 시험대 고정대에 놓을때는 시험편 집계를 사용하고 반드시 시험집계만이 시험편 고정대에 움직이는 반경이 되도록 한다.
4. 시험편의 노치가 시험추의 충격점에 중앙에 오도록 해야 한다.

5. 시험기의 작동은 p.c상의 시험시작 버튼을 클릭하여 시작하며 시작전 주위를 경계하여 완전히 안전상태에서 시작버튼을 클릭한다.

6. 시험추가 낙하되고 시험편이 파괴되어 비산될 때 시험자가 성급히 시험파편을 주어려고 움직이면 안된다.

7. 시험이 끝나고 시험추가 준비상태로 돌아가면 집계로 시험파편을 줍는다.

8. 시험전 각도 및 시험후 각도를 읽어 계산한다.

실험결과

1. 시험편의 흡수 에너지를 측정
2. 판단면적에 대한 충격값을 측정
3. 각도와 충격에너지의 변화 측정
4. 판단면의 관찰

회전굽힘피로시험 (Rotary Fatigue)

실험목적

재료의 내구한도를 구하기 위하여 정적하중에서의 항복강도, 인장강도의 기준하중을 토대로 반복응력을 재료에 가하여 피로수명을 예측한다

사용학과

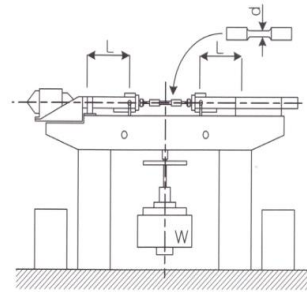
기계시스템디자인, 기계자동차, 신소재, 등

시험편 및 장비



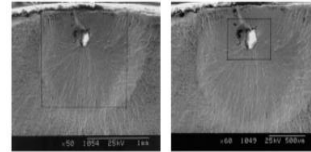
피로시험기

관련이론

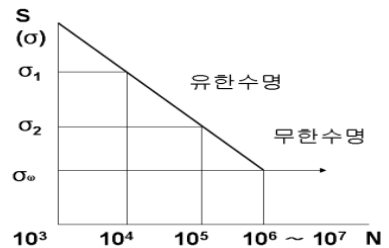


$$\sigma = \frac{Mc}{I} = \frac{\frac{W}{2}L}{\frac{\pi d^4}{32}} = \frac{16WL}{\pi d^3}$$

- 여기서, M = 굽힘 모멘트(N·m)
- c = 시험편 도심까지의 거리(m)
- I = 시험편의 관성 모멘트(m⁴)
- W = 축의 무게(N)
- L = 유효길이(0.2m)
- d = 시험편의 직경(8mm=0.008m)



피로 파단면



S-N 선도

실험방법

1. 시험편의 정적강도를 파악한다 인장시험을 통하여 항복강도 및 인장강도를 먼저 파악하게된다.

2. 시험편의 평행부가 정마되어 있도록 점검하고 기계가공 흔적이 남아 있으면 샌드 페이퍼를 기계가공 흔적을 최대한 없앤다.

3. 시험기는 교류 100볼트로 작동되며 시험편을 회전축에 연결할때 반드시 축을 돌려 시험편과 축이 일직선상에서 정속할수 있도록 직선 정렬이 되도록 한다 롤링이 있으면 원인을 찾고 시험편의 양쪽 나사부의 원인이 많으므로 점검한다

4. 시험추는 탄성보 방정식을 이용하여 인장시험에서의 인장강도의 90%에서 시작한다

5. 시험편을 물리고 시험기 카운터부의 OVF 시작 버튼을 클릭한다.

6. 시험기가 3000~5000RPM정도에서 추를 가감한다 추를 건후 RPM이 떨어지면 좀더 올린다 8000RPM에서 정속토록 조정한다.

7. 수시로 RPM을 점검하고 카운터에 나타난수의 1000배하면 피로 싸이클이 된다.

실험결과

1. S-N 선도(SEMI LOG scale)의 이해
2. 유한수명과 무한수명을 파악한다
3. 피로수명에 영향을 주는 인자들을 고찰
4. 피로 파단면을 고찰(정적파괴, 피로파괴)

비틀림피로시험 (Tortion Fatigue)

실험목적

재료의 비틀림 강도에 대한 피로수명은 기계구조물에서 무수히 존재한다. 비틀림반복응력을 재료에 가하여 피로수명을 예측한다

사용학과

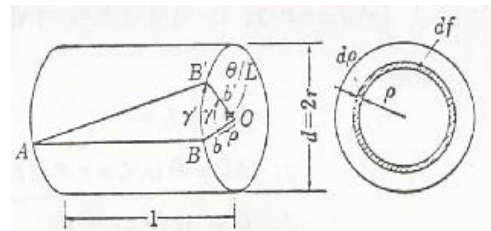
기계시스템디자인, 기계자동차, 신소재, 등

시험편 및 장비

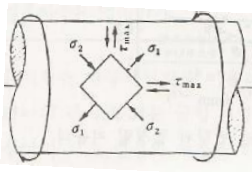


비틀림피로시험기

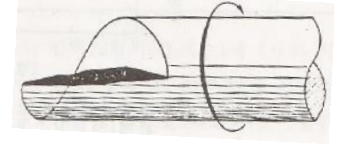
관련이론



비틀림각 θ 와 변위량 γ 의 관계



비틀림을 받는 원주 시험편의 응력상태



비틀림에 의한 전단파괴

$$M_x = \int \tau \rho df = \frac{\pi d^3}{16} \tau$$

$$= \gamma \frac{G}{r} \times \int \rho^2 df \quad \therefore \tau = \frac{16 M_x}{\pi d^3}$$

실험방법

1. 시험기의 윤활유가 적당한지 체크하고 윤활유의 점도를 측정한다

2. 시험기 캘리브레이션 바를 시험편 측정축에 물려 시험기의 용량 10Kgf.m가 될때 좌,우,다이얼 눈금이 얼마인지를 정한다.

3. 캘리브레이션된 토오크 값의 다이얼 눈금을 기준으로 시험자는 시험 토오크의 눈금을 파악하게 된다.

4. 시험편을 워축 능동부와 피동부에 물린다. 이때 고정될 시험편 볼트가 고르게 고정되도록 고르게 힘을 가하여 고정시킨다.

5. 다이얼게이지의 스피들을 돌려 시험기 각도 측정지그에 닿도록 한다.

6. 시험기 모터부의 워축 토오크 고정 볼트를 풀고 워축을 돌려 측정할 토오크를 정한다

7. 토오크 조정 공구를 사용하여 워축을 돌리면서 다이얼게이지를 조정한다.

8. 조정이 끝나면 상,하 다이얼 게이지 스피들을 돌려 시험기와 분리시켜야 한다

9. 계측부에서 사이클 카운터를 리셋한다. 30HZ로 작동되며 1000000사이클이 지나면 다시 시작되며 카운터 모드에서 100만사이클의 회수가 저장된다.

10. 리미트스위치 녹색 하한, 적색상한으로 위치시킨다.

실험결과

1. T-N 선도의 이해
2. 유한수명과 무한수명을 파악한다
3. 피로수명에 영향을 주는 인자들을 고찰
4. 피로 파단면을 고찰(정적파괴, 피로파괴)

마모시험 (Wear Test)

실험목적

마모는 표면의 상대운동 결과로 미세한 입자들이 접촉면에서 이탈되는 현상으로서, 모든 기계 장치에서 불가피하게 발생하는 현상이다. 실험을 통해서 두재료간 마찰력, 마찰계수, 마모율등을 파악한다.

사용학과

기계시스템디자인, 기계자동차, 신소재, 등

시험편 및 장비

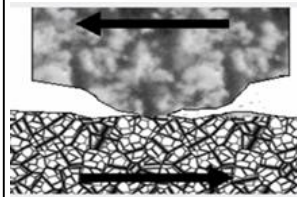


시마모시험기



표준시험편

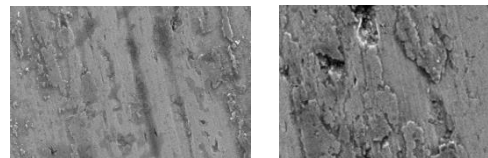
관련이론



응착마모현상

$T_s \propto (fPU/AK \times G + Ta)$
 T_s : 접촉면 사이의 온도 U : 속도
 f : 마찰계수 Ta : 주위온도
 P : 하중 A : 면적
 G : 열전달 함수 K : 열전도도

$Ar = P/V$
 Ar :참 접촉면적, P :하중



마모표면

실험결과

1. 마찰력의 이해
2. 마모율 측정
3. 온도조건에 의한 마모율
4. 마멸상태 관찰
5. 마찰계수 측정

복합재료시험 (Composite Materials)

실험개요

두 가지 이상의 재료를 조합하여 만든 섬유강화 복합재료 (fibrous composite)의 물성을 금속재료와 정적하중에서의 기계적 성질을 비교 측정해본다.

사용학과

기계시스템디자인, 기계자동차, 신소재, 등

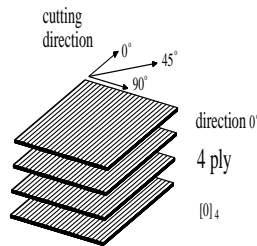
시험편 및 장비



오토클레이브

관련이론

-프리프레그 적층-



비강도가 매우 우수한 탄소섬유와 레진으로 이루어진 프리프레그를 필요한 두께로 여러층 쌓는다.

-Curing-



적층된 프리프레그를 고온 환경에서 적당한 진공과 압력을 가하여 경화시킨다.

실험결과

1. 일반 강재와 복합재의 강도 비교 고찰
2. 복합재료의 응용분야 고찰

쇼트피닝시험 (shot Peening)

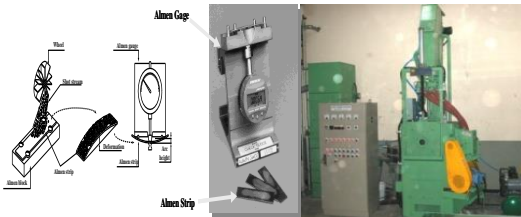
실험목적

재료의 내구성을 증가하기 위하여 특수한 가공방법을 이용한다. 재료의 표면에 쇼트 피닝하여 가공경화 현상을 일으켜 표면을 경화시켜 재료의 강도 효과를 알아본다

사용학과

기계시스템디자인, 기계자동차,
신소재, 등

시험편 및 장비

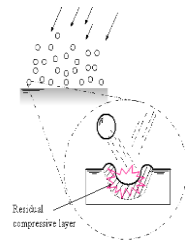


알멘게이지

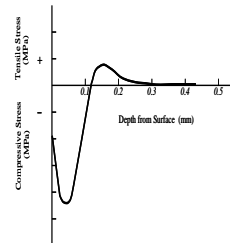
쇼트피닝시험기

관련이론

1. 쇼트피닝에 의한 소성 가공



2. 압축잔류응력



실험결과

1. 시간에 따른 아크하이트의 변화
2. 속도에 따른 아크하이트의 변화
3. 커버리지에 대한 이해
4. 압축잔류응력의 이해

자분탐상법

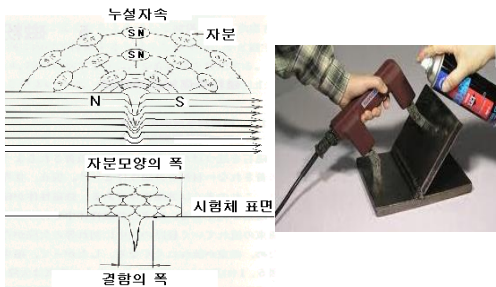
실험목적

강자성체인 시험체에 자속을 흐르게 하고(자화), 자분을 시험면에 살포하며(자분의 적용), 결함부에 흡착되어 형성된 자분모양을 발견하여(관찰), 시험면 또는 표층부에 존재하는 결함을 검출하는 방법

사용학과

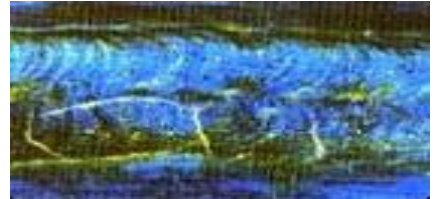
기계시스템디자인, 기계자동차, 신소재, 등

시험원리



결함부에 흡착된 자분모양

측정방법



- 1) 검사 방법
 - 가) 시험체: 강판 맞대기 용접부(두께 6mm)
 - 나) 자화방법: 프로드법
 - 다) 자분의 적용시기: 연속법
 - 라) 자분의 적용방법: 비형광자분 · 건식법
- 2) 작업준비(확인할 사항)
 - 가) 탐상기 등의 점검 및 외관검사는 극간법과 동일하게 준비 한다.
 - 나) 관찰면의 어둡기는 20 lx 이하, 자외선강도는 관찰면에서 최소 800 μ W/cm²이상인지 확인한다.
 - 다) 형광자분을 물에 타서 적정농도의 검사액을 만들어 수동식 검사액살포기에 넣는다. 이때 검사액의 농도는 침전관으로 측정한다.
 - 라) 탐상유효범위의 설정: A형 표준시험편을 시험체에 부착하고
프로드의 전극 간격은 15cm로 하며, 자화전류치는 600Amp 정도로 조정한다. 그리고 자외선조사 등을 비추며 통전 스위치를 눌러 시험체를 자화하면서 검사액을 뿌리고, 자분모양을 관찰하여 자화의 정도를 확인하고 탐상유효범위를 설정한다.

실험결과

▷ 결함의분류 고찰

- 가) 의사모양 확인
- 나) 확인된 결함 자분모양 및 분포상태
- 다) 구별이 어려울 경우
 - 자분모양을 제거하고, 그 결함을 확대경을 이용하여 분류
- 라) 결함으로 확인된 자분모양
그 위치 및 모양, 치수를 측정하여 기록한다

초음파탐상시험

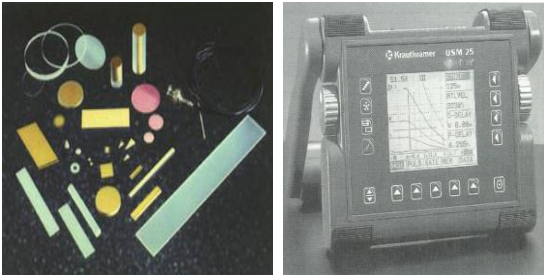
실험목적

시험체 내에 결함이 있을 경우 탐촉자로부터 시험체 내로 송신된 초음파 펄스가 시험체를 전파하다가 결함에 부딪히면 반사되어 시험체 표면으로 되돌아와 수신된 것을 LCD(CRT)스크린에 나타내어 판정하는 검사방법이다

사용학과

기계시스템디자인, 기계자동차,
신소재, 등

시험편 및 장비



초음파진동자 디지털초음파탐상기

실험이론

신뢰성평가는 파괴시험 및 비파괴시험을 이용하여 얻은 데이터를 이용하여 재료의 수명평가 및 제품의 신뢰성 및 측정된 데이터들의 신뢰도를 평가하는데 사용된다. 비파괴 평가기법 중 하나인 초음파 기법을 이용하여 시험체의 고장 데이터를 획득하고 이 데이터를 통해 시험체의 수명 및 이 데이터의 신뢰성 평가를 한다. 신뢰성 평가를 위한 초음파 탐상 검사는 펄스반사법을 사용하며 펄스반사법에 의한 초음파탐상 검사의 원리는 시험체 내에 결함이 있을 경우 탐촉자로부터 시험체 내로 송신된 초음파 펄스가 시험체를 전파하다가 결함에 부딪히면 반사되어 시험체 표면으로 되돌아와 수신된 것을 LCD(CRT)스크린에 나타내어 판정하는 검사방법이다. 이러한 데이터를 획득하여 시험체의 열화 평가 및 데이터의 신뢰성 평가를 한다.

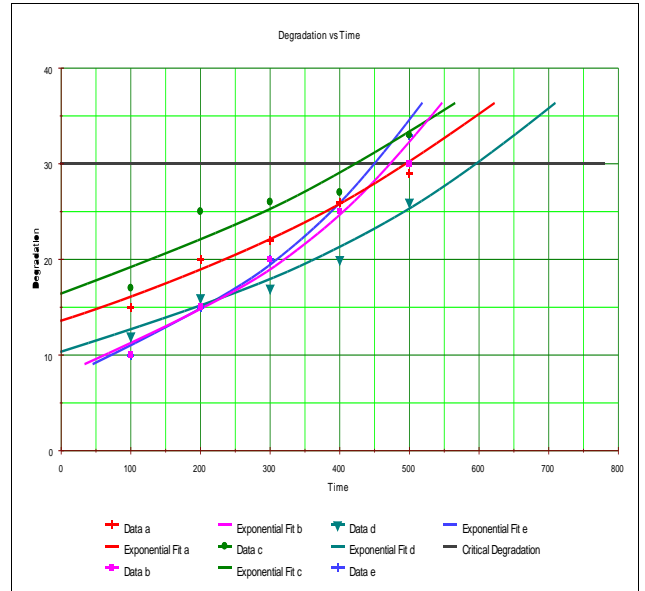
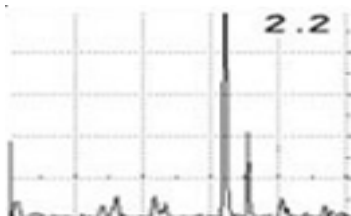
측정방법

1. 수직탐상

- 가) 측정범위의 조정
- 나) 반사원의 위치측정
- 다) 거리진폭특성곡선의 작성
- 라) 지연에코의 확인

2. 사각탐상

- 가) 입사점 측정
- 나) 측정범위의 조정
- 다) 굴절각의 측정
- 라) 결함위치의 추정
- 마) 거리진폭특성곡선에 의한 에코 높이구분선의 작성
- 바) 에코높이구분선의 영역구분
- 사) 탐상감도의 조정과 검출레벨의 선정
- 아) 결함지시길이의 측정



Weibull++를 이용한 신뢰성 열화 분석

실험결과

▷ 측정범위에 의한(mm)

1. 빔진행거리 (mm)
2. 탐촉자거리 (mm)
3. Y,K수평방향의위치 (mm)
4. 길이위치 (mm)

C-SCAN을 이용한 시험편 검사 및 시험 데이터의 신뢰성 평가

실험목적

비파괴 시험 데이터의 신뢰성 평가를 위한 초음파 결함신호 획득

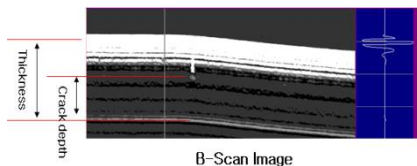
사용학과

기계시스템디자인, 기계자동차, 신소재, 등

시험편 및 장비



C-SCAN의 구성



시험체의 결함 길이 및 깊이 측정 예

실험이론

신뢰성평가는 파괴시험 및 비파괴시험을 이용하여 얻은 데이터를 이용하여 재료의 수명평가 및 제품의 신뢰성 및 측정된 데이터들의 신뢰도를 평가하는데 사용된다. 비파괴 평가기법 중 하나인 초음파 기법을 이용하여 시험체의 고장 데이터를 획득하고 이 데이터를 통해 시험체의 수명 및 이 데이터의 신뢰성 평가를 한다. 신뢰성 평가를 위한 초음파 탐상 검사는 펄스반사법을 사용하며 펄스반사법에 의한 초음파탐상 검사의 원리는 시험체 내에 결함이 있을 경우 탐촉자로부터 시험체 내로 송신된 초음파 펄스가 시험체를 전파하다가 결함에 부딪히면 반사되어 시험체 표면으로 되돌아와 수신된 것을 LCD(CRT)스크린에 나타내어 판정하는 검사방법이다.

실험결과

데이터를 획득하여 시험체의 열화 평가 및 데이터의 신뢰성 평가를 한다.

방사선투과시험 실습 RT I,II,III(CT)

실험목적

공업용 X선 발생장치의 구조, 기능, 조작법을 익히고 원리를 이해하며 방사선 장애에 대한 지식과 안전대책을 배운다

사용학과

기계시스템디자인, 기계자동차, 신소재, 등

실험이론



<방사선 투과 사진>

X선을 시험체에 조사하여 생기는 투과 X선량의 차이를 사진으로 처리하면 방사선투과사진상이 생기는데 이를 관찰하여 시험체의 양부를 판정하는 것

방사선 투과 검사 보고서

시험체		검사장치							
재질	<input type="checkbox"/> 철강	X선발생장치명							
모재두께	mm	초점의 크기	mm						
가공방법	<input type="checkbox"/> 용접 <input type="checkbox"/> 주조 <input type="checkbox"/>	최대용량	kvp mA						
적용규격/상질		보조기기							
규격명		종류	<input type="checkbox"/> 바늘형 <input type="checkbox"/> 유공형						
상질 종류	<input type="checkbox"/> A급 <input type="checkbox"/> B급 <input type="checkbox"/> P1급 <input type="checkbox"/> P2급	투과도계 번호							
촬영방법		계조계 종류	<input type="checkbox"/> 15형 <input type="checkbox"/> 20형 <input type="checkbox"/> 25형						
FFD	cm	필름 제조회사	<input type="checkbox"/> Kodak <input type="checkbox"/> Fuji <input type="checkbox"/> Agfa						
노출조건	kvp mA	필름 종류/크기	/						
노출시간	분 초	증감지의 두께	앞 mm, 뒤 mm						
투과사진의 상질									
투과도계 식별도		사진농도	계조계의 농도차						
식별최소선경	mm	구분 최저농도 최고농도	구분 계조계 모재 농도차						
판정 좌측 우측	<input type="checkbox"/> 합 <input type="checkbox"/> 부 <input type="checkbox"/> 합 <input type="checkbox"/> 부	측정 판정	측정 판정						
결함의 등급분류									
번호	결함의 종류				결함점수/ 결함길이		등급	판정	비고
	1종	2종	3종	4종					
1									
2									
3									
4									
5									
6									
7									
8									
참고사항		작성 연월일 200 년 월 일							
		검사자 성명/자력 서명							
		입회자 성명/자력 서명							

실험결과

방사선 투과 검사 보고서 작성

첨단 NDE 기법 실습(SAM/UAFM)

실험목적

단 비파괴 평가 기법을 적용한 실험장비(SAM/UAFM)를 통해 재료의 내부 결함 및 표면의 특성을 분석 방법을 고찰

사용학과

기계시스템디자인, 기계자동차, 신소재, 등

실험이론

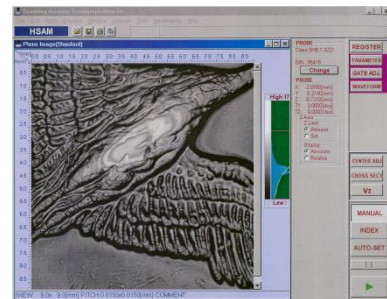
내부결함의 크기 뿐 아니라 위치도 파악할 수 있고, 섬유 복합재료에서 섬유와 기지 사이의 결합 상황을 관찰하거나, 반도체 회로에서 박막과 기판간의 결함을 조사하는데도 활용

실험방법

- 소프트웨어 실행
- 탐촉자 선택 및 연결
- 이미지 스캔

실험결과

이미지 스캔



시험편 절단작업

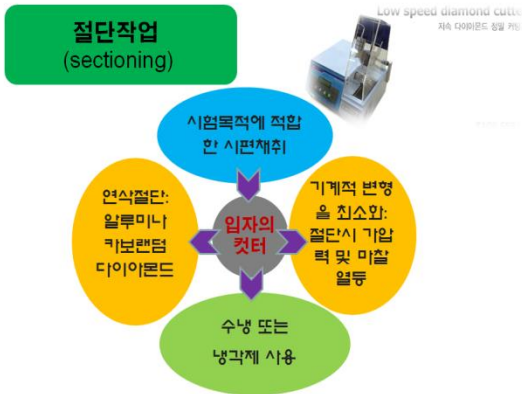
실험목적

금속조직을 관찰하기 위하여 시험편을 측정하기에 용이하도록 절취하는 작업

사용학과

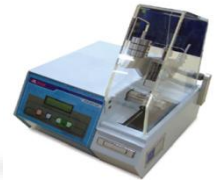
기계시스템디자인, 기계자동차, 신소재, 등

실험방법



절단은 파괴, shearing, 기계톱 (hacksaws, band saw, wire saw), abrasive cutter, 반절단기 등으로 할 수 있는데 이 중에서 abrasive cutting 방법이 시편에 손상을 적게 주고 사용범위(재질, 경도)가 넓기 때문에 가장 많이 쓰인다.

이때 쓰이는 절단용 재료는 작은 조각의 연마재를 적당한 중간 결합재로 결합시킨 비교적 얇은 회전판(abrasive cutting wheel)이다. 실재 절단을 위해 wheel 을 선택할 때는 연마질, 결합재, 결합강도, 연마재 밀도 등이며 냉각재, 누르는 압력, wheel의 마모속도 등이 절단면의 질에 영향을 미친다.



실험결과

상하표면이 평행되고 마운팅충진재가 시험편을 감싸고 시험편이 고정될 정도의 크기로 절단(직경 20mm 이하 높이 20mm이하)

절단(sectioning) 절단할 때 피절단물의 재질, 절단장치, 절단속도, 냉각제의 종류에 따라 시편이 손상을 받을수 있다.

마운팅(Cold Mounting) 작업

실험목적

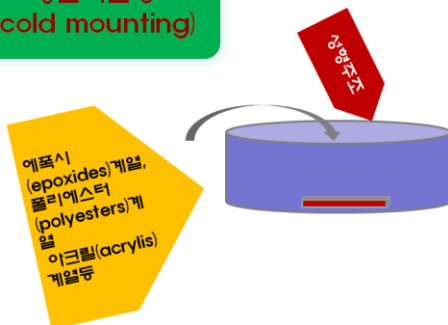
크기가 작거나 형상이 복잡하거나 끝부분이 날카로운 재료는 마운팅을 하여 현미경 관찰

사용학과

기계시스템디자인, 기계자동차, 신소재, 등

실험방법

냉간마운팅
(cold mounting)



합성수지에 의한 마운팅작업

소형의 시험편은 합성수지(포리코트)로 마운팅하여 폴리싱(Polishing)한다. 합성수지(수축율1%,투명)와 경화제(경화제사용)를 용기에 넣고 1`2시간 응고시켜 용기로부터 마운팅된 시험편을 빼낸어 연마 및 폴리싱작업을 한다.

용기에 시험편을 넣을때

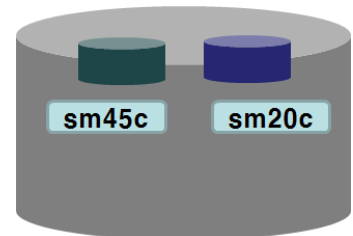
1.시편을 맨먼저 바닥에 놓는다. 이때 딱풀등을 이용 시편이 움직이지 않게 살짝 바닥에 묻혀 시편을 고정한다. 그리고 수지+경화제 혼합액을 용기의 2/4정도 붓는다

2.시편의 작은 표시 라벨을 넣고 혼합액을 용기에 더 붓는다

3. 1~3시간 굳힌후 마운팅 틀에서 시험편을 분리한다.

실험결과

마운팅된 시험편이 양면 평면이 되도록 만들어 연마작업이 용이토록 제작한다.



연마(Grinding)작업

실험목적

변형이 일어난 층을 갈아내고 흠이 없는 거울같이 깨끗한 면을 만드는 마무리 연삭 실습

사용학과

기계시스템디자인, 기계자동차, 신소재, 등

실험방법

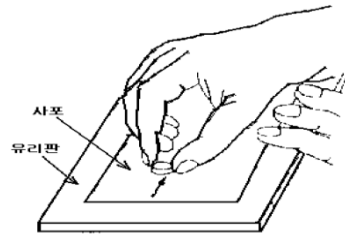
연마작업
(grinding)

연마제 입자번호
(mesh:) 80,150,240,320,400,600,800,1000,2000
연마지를 비둘 때 마다 연마방향을 바꾼다

전반, 유리판, 평판

연마지로 연마작업을 할 때는 연마지를 두꺼운 유리 혹은 이와 유사한 평판위에 고정시키고 가능하면 두손으로 시편을 잡고

앞뒤로 일방향으로 연마를 하는데 이때 좌우 한쪽으로 힘이 쏠리지 않도록 주의하고 힘은 밀때 주는것이 좋다. 단, 누르는 힘이 너무 강하면 열이나 조직이 변하거나, 연마면에 소성변형이 생길 가능성이 있으므로 가볍게 누르면서 천천히 연마해야한다. 그 다음 시편을 90도 회전하여 처음과 같이 연마하되 먼저 연마에 의한 자국이 없어질때 까지 계속하고 그 다음에 미세 연마지로 연마하는 작업을 같은 요령으로 한다.



실험결과

폴리싱작업을 위하여 시편 양면에 연마된 스크래치가 없도록한다.

정마(Polishing)실습

실험목적

변형이 일어난 층을 갈아내고 흠이 없는 거울같이 깨끗한 면을 만드는 마무리 연삭 실습

사용학과

기계시스템디자인, 기계자동차, 신소재, 등

실험방법



연마된 시험편은 상,하면이 평행이 되도록 연마한후 정밀 연마를 실행한다
폴리싱기에 의한 연마작업은 1)회전원판에 연마포를 붙이고 습식연마를 한다.

시험편을 연마포에 평행하게 가볍게 대고 연마포중심과 주변사이를 천천히 왕복하면서 연마한다.3)연마포에 산화크롬(Cr_2O_3) 또는 알루미늄(Al_2O_3) 분말 $0.5, 0.3\mu$ 수용액을 증류수와 5~20배 희석하여 연마포 중앙부에 떨어뜨리면서(화살표) 작업한다

회전원판의 원주방향과 최종 거친 연마방향이 직각이 되게하여 앞의 연마작업에 의한 흠이 완전히 소멸될때까지 연마한다.

5)폴리싱중 시편은 원판의 회전과 반대방향으로 천천히 회전시킨다

6)예비폴리싱의 원판회전수는 600~1200rpm으로분말은 $8\sim 3\mu$ 중간폴리싱은 1μ 분말을 사용하고 마무리는 원판회전수 250~400rpm으로하고 분말은 $0.5\sim 0.3\mu$ 을 농도를 묽게하여 사용한다.

7)시험편을 물로 깨끗이 씻고 건조시켜 현미경으로 배율 x 100,200배로 검경하여 조흔이 없는지 확인한다

실험결과

마운팅된 시험편의 양면을 평행되게 연마포로 연삭하고 최종 현미경으로 조직을 관찰할 수 있도록 스크래치(scratch)가 없는 평활한 시험편이 되도록 시험편을 완성한다.

부식(Etching)실험

실험목적

부식액(etchant)으로 관찰할 시편면을 부식시키면 결정립계, 상의경계, 상의종류, 결정방향 등의 조직을 관찰

사용학과

기계시스템디자인, 기계자동차, 신소재, 등

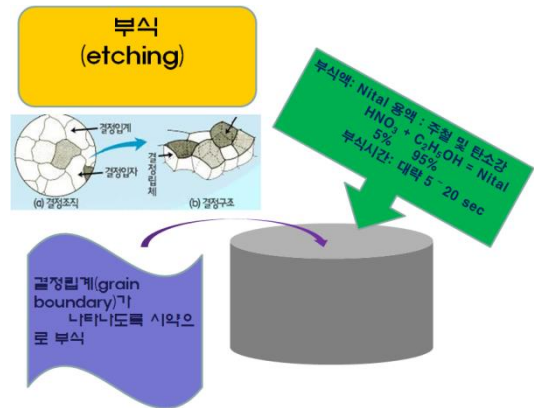
실험이론

●부식액

1.6:4 황동인 경우
염산30ml + 에탄올 120ml
+ 염화제1철 10ml
2.탄소강인 경우
질산(HNO₃)5ml

+ 에탄올(C₂H₅OH)95ml을 혼합하여 시약을 만들고 이를 탈지면이나 면봉에 적셔 관찰할 시편의 정마된 면에 흠이 가지 않도록 주의하면서 수초(5~10초) 동안 가볍게 묻힌다.

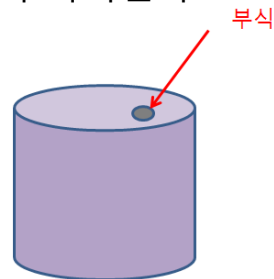
이를 탈지면이나 면봉에 적셔 관찰할 시편의 정마된 면에 흠이 가지 않도록 주의하면서 수초(5~10초) 동안 가볍게 묻힌다.



부식정도가 적당하게 이루어지면(부식된 면이 희뿌연 색깔이 되면) 시편을 정류수나 에탄올로 씻어 부식액을 완전히 제거하고 자연 건조시킨다

실험결과

부식된 시험편을 광학 현미경으로 관찰하여 조직이 잘 나타나도록 시편면을 부식시킨다



금속조직관찰

실험목적

정마된 시험편을 부식시키고 현미경으로 관찰하여 조직의 특성을 이해

사용학과

기계시스템디자인, 기계자동차, 신소재, 등

실험방법

현미경관찰
($\times 200$)



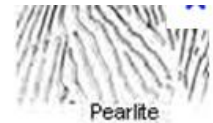
조직의 형태
관찰 측정 검토

1. 정마된 시험편을 에탄올로 세척하고 NITAL용액으로 10~30초동안 부식한다.
2. 광학현미경 저배율($\times 200$)로부터 조직을 관찰하여 $\times 500$ 배율로 판독한다
3. 사진을 촬영하고 조직을 면밀히 분석하여 재료의 특성을 알아낸다

실험결과



Austenite



Pearlite



Martensite



Bainite



Ferrite



Cementite

시험편 조직의 특징을 관찰, 촬영하고 결정립의 크기, 결정립의 분포, 형상등을 비교하여 재료의 성질을 파악한다.

실험제목	6.무게분석
실험목적	신소재공학실험에필요한무게분석을익힌다.

1. 무게분석이란?

* 무게분석 : 시료중의 정량대상 성분을 분리한 후, 일정 조성의 화합물 또는 단체로 하여 그 무게를 측정하여 정량하는 방법으로 침전무게분석, 가스무게분석, 전해무게분석으로 나뉜다.

2. 이론적 배경

(1)지시약이란?

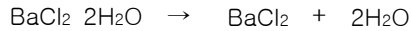
지시약은 담겨있는 물질의 산성도에 따라 자신의 색깔을 변화시킴으로써 그 물질이 어떤 특성(산성, 중성, 염기성)을 지니는가를 구분해주는 물질을 말하며 침전반응에서 침전이 완결되었는지 또 산화환원반응이 완결되었는지를 알리는 길잡이로써 사용된다

지시약	산성에서의 색	변색범위(pH)	염기성에서의 색
methyl violet	yellow	0 ~ 2	violet
thymol blue	pink	1.2 ~ 2.8	yellow
bromophenol blue	yellow	3.0 ~ 4.7	violet
methyl orange	pink	3.2 ~ 4.4	yellow
bromocresol green	yellow	3.8 ~ 5.5	blue
bromocresol purple	yellow	5.2 ~ 6.8	purple
litmus	red	4.7 ~ 8.2	blue
phenolphthalein	무색	8.3 ~ 10.0	pink
thymolphthalein	무색	9.3 ~ 10.5	blue
alyzarin yellow	무색	10.1 ~ 12.1	yellow
trinitrobenzene	무색	12.0 ~ 14.3	orange

3. 실험 반응에 대한 이론 및 실험 과정

1) 결정수 정량

결정 염화바륨을 100℃ 이상으로 가열하면 ;



반응에 의해 염 자체는 분해하지 않고 2분자의 결정수만이 떨어져 나와 증발한다.
따라서 탈수 전 후의 무게 차에 의해서 결정수를 정량 분석함

- (1) 15ml들이 병을 뚜껑과 같이 닦아서 물기를 제거한 후 건조기 속에서 105℃ 로 가열 건조한다.
- (2) 다음 데시케이터에 넣어서 30분간 냉각 시키고 0.1mg 까지 정확히 단다.
- (3) 위의 예비 실험으로 정량이 된 병에 염화바륨결정 약 1g을 넣어 0.1mg까지 정확히 칭량한다.
- (4) 이 병의 뚜껑을 약간 열어 넣고 약 300℃로 강열한다.
- (5) 불을 끄고 잠시 냉각 시킨 후 데시케이터 속에서 완전히 냉각된 후 칭량한다.

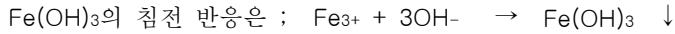


결론) % H₂O = (증발된 물의 무게 / 시료의 무게) × 100

2) 철의 정량

안정한 난용성 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 를 형성하기 위해 Fe^{3+} 으로 산화 시킨 후,

이것을 수산화물로 침전시켜 건조 및 가열하여 안정한 Fe_2O_3 형태로 철을 정량 분석함.



- (1) 철 0.1~0.2g 함유하는 Mohr염을 약 1g 정도를 정확히 달아 비이커에 넣고 40~50ml의 증류수와 1:1 염산 10ml를 가하여 녹이고 끓기 시작할 때까지 가열
- (2) 용액을 유리 막대로 교반하면서 진한 질산 5~10ml를 한방울 씩 가하여 용액내의 Fe^{2+} 이온을 완전히 Fe^{3+} 이온으로 산화 시킨다.
- (3) 이 때 검은색의 $\text{FeSO}_4 \cdot \text{NO}$ 가 생기나 곧 열에 의하여 재 분해한다.
- (4) 용액을 3~5분간 끓여도 계속 맑은 색의 황색을 나타내면 용액 한 방울을 점적판에 떨어뜨린 후 0.01% $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ 용액을 떨어뜨려 청색이 나타나면 산화가 불충분 한 것이므로 질산을 더 가하여 끓인 후 이 조작을 청색이 나타나지 않을 때까지 반복한다.
- (5) 완전히 산화되면 증류수로 용액이 200ml 정도가 되도록 물히고 끓기 시작할 때까지 가열한다.
- (6) 여기에 1:1 암모니아수를 조금씩 가하여 용액에서 암모니아 냄새가 날 때까지 충분히 가한다.
- (7) 이 용액을 가열을 중지시키고 침전이 가라앉도록 조용히 둔다.
- (8) 거름종이에 맑은 빛물을 따라부은 후 비이커에 남은 침전물에 뜨거운 증류수로 반복 세척을 3회 실시한다.
- (9) 마지막 용액에 0.1N AgNO_3 를 가하여도 백색의 침전이 형성되지 않을 때 까지 반복하여 세척한다.
- (10) 침전이 들은 거름종이를 자제도가니에 옮겨 충분히 건조하고 약 $1,000^\circ\text{C}$ 의 온도로 유지된 전기로 내에서 가열을 가하고 냉각 후 무게를 달아 분석한다.

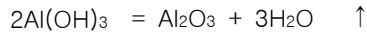
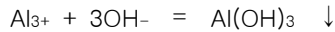


결론) $\% \text{Fe} = (\text{Fe}_2\text{O}_3 \text{의 무게} \times 0.699 / \text{시료의 무게}) \times 100$
 $\text{mg Fe} = \text{mg Fe}_2\text{O}_3 \times (2 \times 55.84 / 159.69)$

3) 알루미늄의 정량

알루미늄을 수산화알루미늄으로 침전시키고, 강열하여 산화알루미늄의 형태로 무게를 달아

알루미늄의 함량을 정량 분석함



- (1) 알루미늄을 함유하는 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 0.8~1g 정도를비이커에 넣고 약 200ml의 증류수를 가하고 여기에 4-5g의 염화암모늄을 넣어 용해시킨다.
- (2) 0.1% 페놀레드 몇 방울을 지시약으로 가한 후 끓인다.
- (3) 유리막대로 교반하면서 1:1 암모니아수를 용액이 황색에서 적색으로 변할 때까지 가한다.
- (4) 2-3분간 더 끓인 후 가열을 멈추고 침전을 형성시킨다.
- (5) 침전물을 거름종이에 옮긴다. (이 때 세척액은 암모니아수로 중화한 뜨거운 2% 염화암모늄용액으로 3-4회 세척하고 나머지 침전물을 옮긴다 : 세척수에 NH_4Cl 이 함유되어 있어야 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 침전의 풀림을 방지할 수 있다.)
- (6) 거름종이를 건조기에서 건조 시킨 후 이미 무게를 알고 있는 자제도가나에 옮긴 후 1150°C 의 온도에서 함량이 될 때까지 가열 냉각 한 후 무게를 단다.

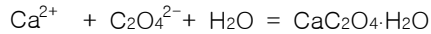


결론) % Al = (Al_2O_3 의 무게 \times 0.5291 / 시료의 무게) \times 100

mg Al = Al_2O_3 의 무게 \times 0.5291

4)칼슘의 정량

탄산칼슘은 물에 난용성이므로 염산을 가해 탄산칼슘을 분해시켜 칼슘 분석용 시료용액을 만드는 시료의 전처리 조작을 제외하고, 포틀랜드시멘트 중 Ca의 정량과 CaCO₃중 Ca의 정량은 정량원리나 정량방법이 모두 같다. 즉, 탄산칼슘을 염산으로 산처리하여 얻어지는 시료용액중의 칼슘은 뜨거운 염산용액에서 침전제로 옥살산암모늄을 가한 다음 암모니아수로 중화시키면 옥살산칼슘으로 침전한다.



이 침전을 세척하고 건조한 후 가열하여 산화칼슘의 형태로 그 무게를 달아 Ca을 정량한다.

- (1)CaCO 약 0.4~0.5g을 정확히 달아 500ml 비이커에 넣고 증류수 10ml와 3N 염산 10ml를 가한다.
- (2) 소량의 물을 가하고 가열하여 CO₂ 가스를 모두 용액에서 제거한다.
- (3) 메틸레드를 지시약으로 하고 NH₄OH로 중화한다.
- (4) 여기에 진한 염산 3-5ml를 가하고 증류수를 가해 200ml로 희석한다.
- (5) 뜨거운 옥살산암모늄용액(50g/l) 30ml를 가한다.
- (6) 용액을 70-80°C가 되도록 가열하고 유리막대로 저으면서 1:1 암모니아수로 용액의 색이 적색에서 황색이 될 때까지 한 방울씩 가한다
- (7) 용액은 더 가열하지 않고 처음 30분간 때때로 저어주고 1시간 동안 놓아둔다.
- (8) 거름종이로 침전을 거르고 소량의 옥살산암모늄용액(1g/l) 로 2-3회 세척한다.
- (9) 건조된 거름종이를 1100°C 로 약 20-30분간 가열하고 냉각시킨 후 그 무게를 다는데 이 가열조작을 그 무게가 일정한 값을 나타낼 때까지 계속 반복한다.



결론) mg Ca = mgCaO X 0.7147

실험·제목	부피분석
실험목적	신소재공학실험에 필요한부피분석을익힌다.

1.부피분석이란?

시료중의 정량 대상성분 또는 그것과 일정한 관계가 있는 성분과 농도가 정확히 알려져 있는 표준시약용액을 반응시켜서 반응이 완결될 때까지 소요된 반응용액의 부피를 측정한 후, 이 표준용액의 농도와 소요된 부피로부터 정량대상성분의 양을 정량하는 방법으로 표준용액으로 적정하는 동안 생기는 화학반응의 종류에 따라 중화적정, 산화-환원적정, 착이온적정, 침전적정으로 나뉜다.

2. 이론적 배경

1) 완충용액이란?

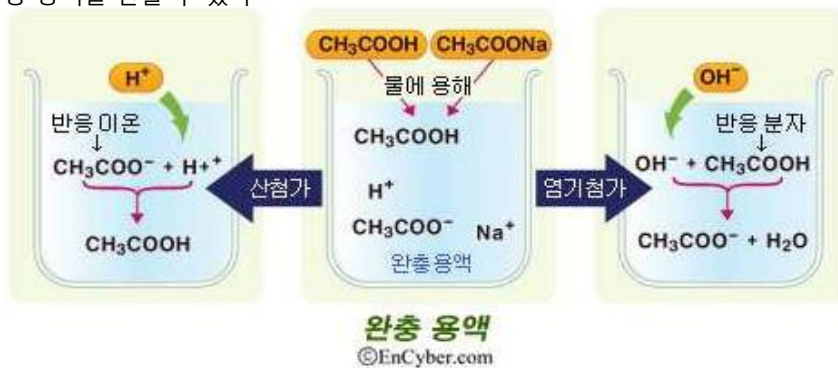
외부에서 산이나 염기를 가해주어도 pH의 변화가 거의 없는 용액을 말한다.

다시 말하여 pH를 정하게 맞추어 주는 용액으로 보통 약산과 그 짝염기 혹은 약염기와 그 짝산으로 이루어진 용액.

대표적으로 아세트산 CH_3COOH 와 그 짝염기 CH_3COONa 를 들수 있으며 일반적으로 약한 산(weak acid)과 그

짝염기(conjugate base)나 약한 염기(weak base) 와 그 짝산(conjugate acid)을 적당히 혼합함으로써 여러 가지

pH값의 완충 용액을 만들 수 있다



위의 아세트산-아세트산나트륨 혼합용액을 와르포르의 완충용액이라고 한다. 이밖에 필요로 하는 pH와 사용하는 시약에 따라 세렌센·코르토프·매킬베인·미하에리스·브리튼-로빈슨 등의 완충용액이 있다.

3. 실험 반응에 대한 이론 및 실험 과정

1) 표준용액

산 알카리 적정에는 보통 산의 표준용액으로서 1/5N, 1/10N의 염산, 황산, 질산, 과염소산 및 옥살산 용액이 쓰인다. 그런데 이들 중에서도 옥살산은 표준용액을 만들기가 쉬어 더욱 많이 쓰인다.

(1) 0.1N NaOH 표준용액의 제조 및 농도 결정

① 용액의 제조

NaOH 약 5-6g을 저울에서 단 다음, 증발접시에 넣고 증류수로 표면을 연속적으로 3회에 걸쳐 세척한다. 1L들이 메스플라스크에 NaOH를 넣고 미리 끓여둔 증류수로 1L까지 불린 후 마개를 닫고 상하진동으로 잘 용해시킨 다음 실온까지 냉각시킨 후 농도를 결정한다.

② 농도결정

0.3g전후의 옥살산을 정확히 칭량한 다음 20ml의 끓여서 냉각한 증류수에 용해시켜, 페놀프탈레인 0.1% 용액을 2-3방울 떨어뜨린 후 농도를 결정한다.

계산) 1ml의 0.1N-NaOH 용액은 6.303mg의 옥살산용액에 해당된다.

(2) 0.1N HCl 표준용액의 제조 및 농도결정

① 용액의 제조

1L 메스플라스크에 진한 염산(12.4N), 8.1ml를 피펫으로 정확히 취하여 넣고 여기에 약 10분간 끓여서 냉각한 증류수를 표선까지 채워서 1L 용액으로 만든다.

② 농도 결정

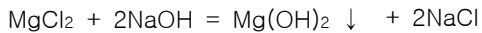
1.2-1.4g의 Na_2CO_3 를 150-160°C에서 약 2시간 건조 및 탈수시킨 다음, 데시케이터에서 실온으로 냉각시켜 그 중 0.9-.2g을 정확히 칭량한다. 이 Na_2CO_3 를 250ml의 메스플라스크에 넣고 표선까지 증류수로 채워 균일한 용액을 만든 다음, 그 중 50ml를 250ml 삼각플라스크에 넣고 여기에 메틸레드와 브롬크레졸그린의 혼합지시약 3방울을 떨어뜨린 다음, 흰 종이위에서 농도를 결정하는 HCl 용액으로 표정한다. 당량점에서는 지시약이 녹색에서 적색으로 돌변한다.

계산) $[\text{mg Na}_2\text{CO}_3 / (105.99/2)] \times (1/\text{ml HCl 소비량})$



2) MgCl₂ 용액에서의 마그네슘 정량

약염기와 강산으로 이루어진 염은 강알카리의 가입에 의해서 약염기를 유리한다. 즉,



- ① 약 1N의 마그네슘 용액 25ml를 피펫으로 취하여 250ml 메스플라스크에 넣는다.
- ② 이 용액에 메틸오렌지 1-2방울을 가한다음 먼저 0.2N-NaOH를 피펫으로 가하여 용액을 중화한다.
- ③ 다음 표선까지 물로 채운다음 좌우로 번갈아 뒤집어서 균일한 용액을 만든다.
- ④ 이 용액 100ml를 피펫으로 취하여 제2의 250ml메스플라스크에 넣고 여기에 0.2N-NaOH 100ml를 가한 후 다시 표선까지 물로 채운 다음, 균일용액이 되도록 여러번 좌우로 번갈아 뒤집는다.
- ⑤ 침전이 생긴 제2의 메스플라스크는 건조된 거름종이로 거르고, 거를 때 처음 나오는 거른액 500ml는 이를 버리고 나중에 걸러지는 액 100ml를 삼각플라스크에 넣는다.
- ⑥ 이 용액을 메틸오렌지를 지시약으로 하여 0.2N-HCl로 미반응 NaOH를 역적정한다.

계산 :

$$\text{mg Mg} = (100\text{ml } 0.2\text{N-NaOH} - \text{소비된 } 0.2\text{N-HCl ml}) \times 2.431\text{mg/ml}$$

3) 0.1M-EDTA용액의 조제 및 Mg의 정량

: EDTA를 이용한 킬레이트적정에 관하여 배운다.

(1) 0.1M-EDTA용액의 조제 및 Mg의 정량

약 80℃에서 일정량이 될 때까지 건조된 EDTA를 정확히 37.2342g 칭량하여 1L 메스플라스크에 용해시킨다. 그러면 이용액은 정확히 0.100M에 해당된다. 이와 같이 만든 용액은 함량측정을 위해서 농도를 결정할 필요가 없지만, 구태여 농도를 결정하고 싶으면, 함량을 아는 칼슘용액으로 농도를 결정하면 된다. 한편 EDTA용액은, 이를 폴리에틸렌제나 경질유리로 된 병에 넣어두면 수개월씩 저장하여도 함량이 변하는 일이 거의 없다.

(2) Mg 정량

1L당 0.01몰 이하의 마그네슘을 함유하고 있는 용액 100ml에 $\text{NH}_3\text{-NH}_4$ 완충용액 2ml를 가입하고, 여기에 2-4 방울의 Erio-T 지시약 용액을 떨어뜨린 다음, 0.1M-EDTA용액으로 천천히 적정한다. 당량점에서는 적색용액이 청색으로 변하는데 용액에는 조금도 붉은 기운이 없어야 한다.

계산) $\text{mg Mg} = \text{ml } 0.1\text{M-EDTA용액의 소비량} \times 2.431 \text{ mg/ml}$

- 이 반응은 착물 형성 반응이기 때문에 당량점 가까이에서는 매우 천천히 진행된다.

(3) Ca 정량

1L당 0.01몰 이하의 칼슘을 함유하고 있는 용액 100ml에 완충용액 2ml를 가입하고, 여기에 0.1M-Mg-EDTA용액 1ml와 Erio-T 지시약 2-4방울을 떨어뜨린 다음, 마그네슘 정량때와 같은 요령으로 적정을 진행한다.

계산) $\text{mg Ca} = \text{ml } 0.1\text{M-EDTA 소비량} \times 4.008\text{mg/ml}$



4) KMnO_4 표준용액 제조 및 용액의 농도결정.

- 산화환원법 적정에서는 산화 또는 환원된 이온의 농도가 =0이 되게끔 적정을 진행한다. 여기서 산화라 함은 전자를 유리하여 보다 높은 원자가 단계로 가는 것을 말하며, 반대로 환원이라 함은 전자를 인수하여 보다 낮은 원자가 단계로 들어감을 의미한다.

어떤 반응이든 산화 또는 환원만이 단독으로 일어나는 반응은 없고, 산화와 환원은 언제나 같이 수반한다. 그런데 이들 많은 산화환원반응 중에서 극소수만이 적정반응으로 쓰이는 까닭은, 반응이 정량적으로 진행하지 못하거나, 부반응 때문에 반응식으로 표현하는 반응과는 다른 반응이 진행되기 때문이다. 여기서 정량적이라 함은 적어도 처음 농도보다 10% 이하로 농도 감소가 초래되어야 함을 말한다.

(1) KMnO_4 표준용액의 제조

1N- KMnO_4 용액을 만들기 위해서는 31.608g을 1L로 용해하여야 하는데 실제론 0.1N- KMnO_4 용액을 쓰기 때문에 1L 용액에는 3.1068g만이 쓰인다.

한편 0.1N- KMnO_4 용액을 만들기 위해서는 약 3.2g의 KMnO_4 를 칭량하여 갈색의 입이 넓은 병에 넣고, 1L의 물을 넣은 다음 잘 흔들어서 8-10일간 방치하여 둔다. 이와같이 용액을 놓아두는 이유는, 제조한 용액의 KMnO_4 함량이 증류수 속에 들어 있는 먼지나 유기질 또는 암모늄염 등의 흔적 때문에 만든 후 수일간은 계속적으로 변화하기 때문이다.

그러나 만약 만든 후 곧바로 사용하여야 할 경우에는 이 용액을 몇 시간 끓여서 사용하면 된다. 이 용액은 직사광선을 피하고 갈색 유리병에 넣어서 보관한다.

(2) 농도 결정

농도 결정을 위해서는 보통 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 가 쓰인다. 그 이유는 이 염이 필요에 따라서 재결정에 의하여 거의 순도 100%의 결정으로 얻어질 수 있으며, 약 250°C 로 건조될 때 쉽게 수분이 제거 될 수 있기 때문이다. 건조된 0.15-0.20g의 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 시약을 $\pm 0.1\text{mg}$ 까지 정확히 칭량한 다음 400ml 삼각플라스크에 넣고 200ml의 증류수를 가하여 용해한다. 이 용액에 황산(1:4 = 1부피 황산 + 4부피 증류수) 10ml를 가입하여 $75-85^\circ\text{C}$ 로 가열한 다음 KMnO_4 용액을 뷰렛에 넣어서 적정에 의하여 농도를 결정한다.

KMnO_4 용액을 가입할 때는 매우 천천히 진행하나 용액 내에 Mn^{2+} 이온이 생겨남에 따라 빨리 진행한다. 그리고 반응 종말점에서는 용액이 연한 보라색을 띠는 것으로서 알 수 있다.



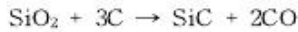
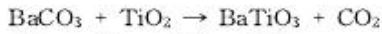
실험제목	8.세라믹분말합성
실험목적	세라믹 및 분말 합성등의 과목에서 미처 다루지 못한 세라믹 분말합성을 직접 하소, 성형, 소결, 등을 실시하여 이론과 목들의 이해를 돕고, 종합적인 사고능력을 기른다.

1. 세라믹 분말 합성이란?

1) 세라믹 분말 합성

(1) 고상반응법(Solid State Reaction)

여러 가지 조성을 가진 세라믹 분말을 합성할 때 일반적으로 각 조성 원소를 포함하는 산화물이나 탄산염 등의 분말을 배합, 혼합한 후 고온에서 반응시키는 방법이다. 예를 들어



일반적인 공정을 아래 그림에 나타내었다.

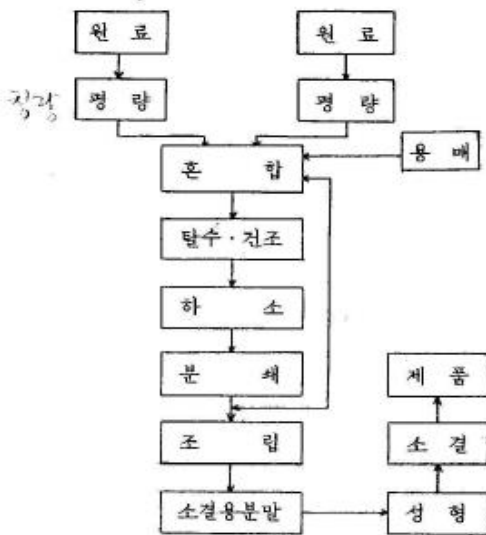


그림 4.1.4 고상반응에 의한 분체의 제조

※ 하소(calcination)

혼합된 분말에 열을 가하여 소정의 반응을 일으켜서 원하는 화합물을 제조하던가 또는 사용 목적에 적당한 성질을 부여시키는 공정

(2) 액상법에 의한 분말 합성

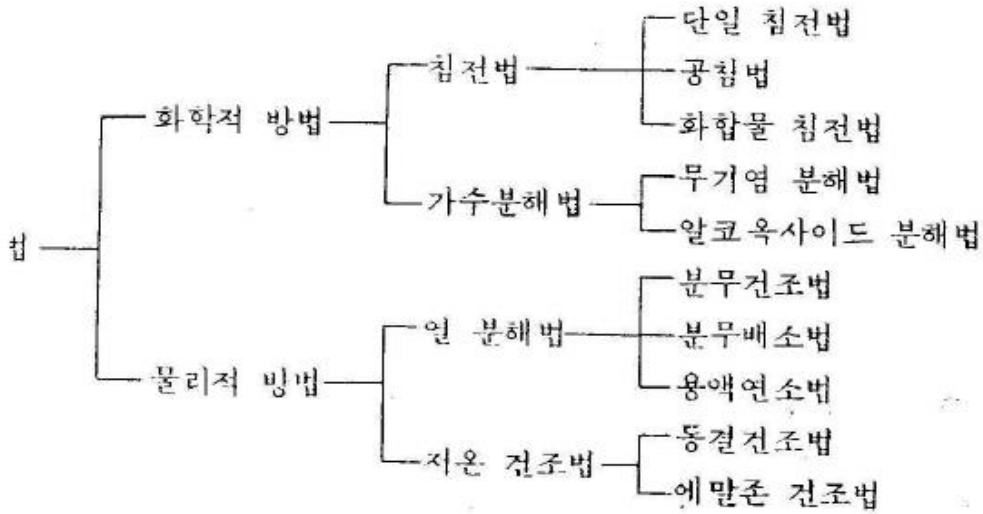
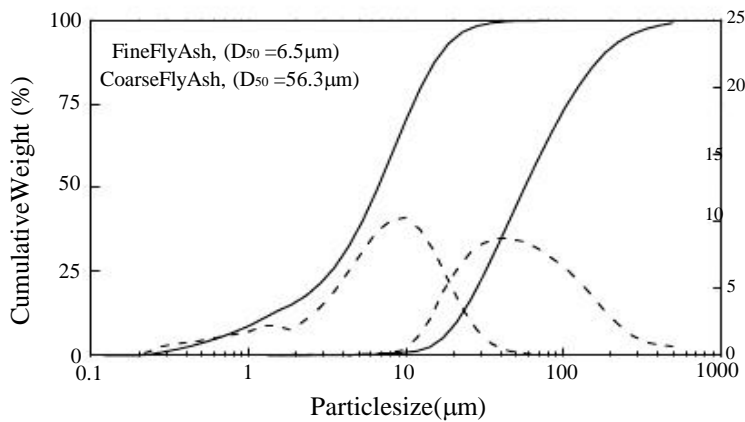


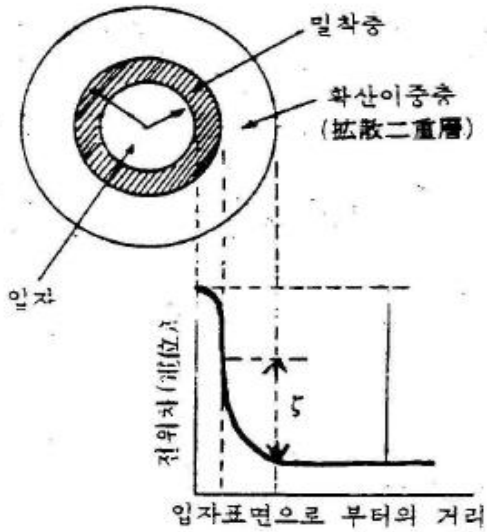
그림 4.1.1 액상법을 이용한 세라믹 미분체의 제조방법

2) 분말 특성

(1) 입도분포 (particle size distribution): 분말 입자의 크기 분포



(2) 제타 전위(zeta potential)



3) 혼합 및 분쇄

분말의 혼합이나 분쇄에 사용되는 장치는 여러 가지가 있으나 대표적인 것으로 볼밀(ball mill)이 있다.

동이 회전하면 볼이 원심력에 의하여 벽을 따라 올라갔다가 떨어지면서 주로 충격에 의하여 분쇄된다.

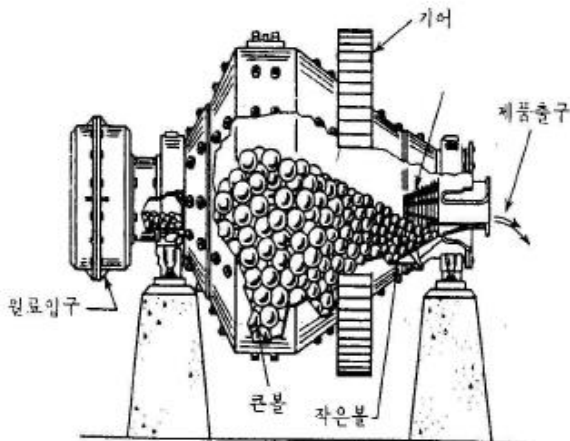


그림 5-18(a) 볼의 운동

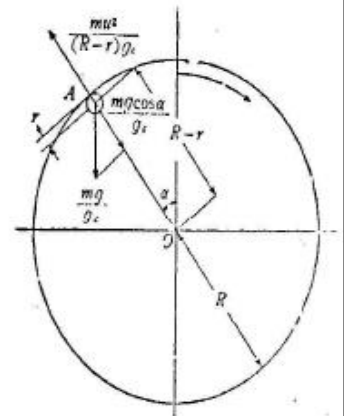


그림 5-18(b) 볼의 운동원리

※ 건식분쇄와 습식분쇄

	건 식 분 쇠	습 식 분 쇠
허용수분 또는 slip 농도	허용수분 연질원료 0.5%이하 경질원료 1~0.5% 이하 전동밀, 분급기를 붙였을때 상온의공기 3~6%이하 해머 밀 60%이하	slip 농도 로드밀 80% 볼 밀 70% 미분쇄용 볼 밀 80%
부속 설비	집진기	레이크 분급기
동력 비	1.33	1.0
마모 손실	0.1~0.25	1.0
분쇄 능력	미분쇄에 의한 완충작용 때 분에 일어나는 능률저하	미분쇄물은 유출되므로 능률 증대
기 타	손실이 많고 위생상 나쁘다	가용성 물질에 부적당, 탈수작업 을 필요로 한다.

4) 가압 성형

금속 틀 속에 분말을 넣고 편치로 가압하여 분말을 응집시킴으로써 일정한 형상을 갖도록 하는 공정을 말한다. 보통의 경우 가하여진 압력은 한 방향뿐이나, 모든 방향에서 가압하는 방법은 정수압 성형(isostatic pressing)이라고 한다. 한 방향으로만 가압하면 분말과 틀 사이의 마찰 때문에 분말 내에 압력의 분포가 달라진다. 그러나 정수압을 가하면 압력분포가 균일한 성형체를 얻을 수 있다. 성형체의 균열이나 파괴를 방지하기 위하여 가압성형 시 분말에 미량의 결합제(binder)를 첨가한다.

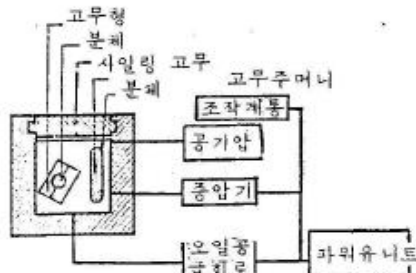


그림 5-62 습식법 러버 프레스

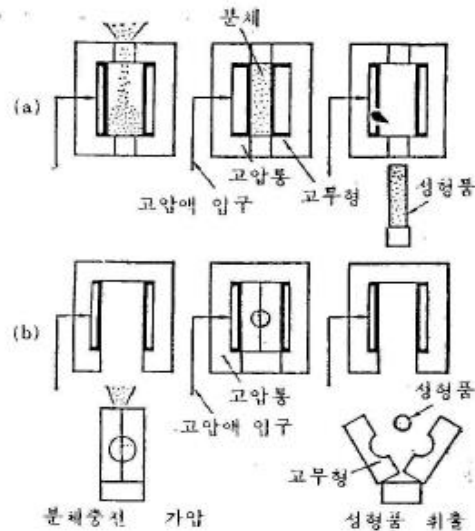
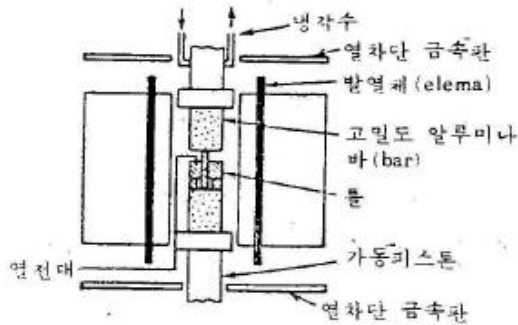
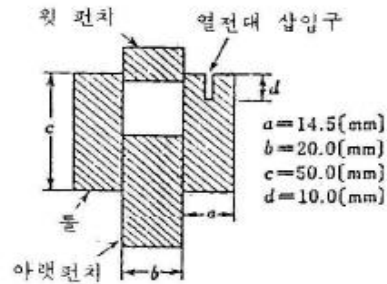


그림 5-63 건식법 러버 프레스



(b) 고온 프레스의 장치



(c) 고온 프레스의 틀

그림 5-64 고온 프레스의 장치와 틀

5) 소결(소성)

(1) 소결(sintering)

세라믹 제품은 일반적으로 분말을 소결의 형상으로 성형하여 이를 높은 온도에서 구워서 제조한다.

(2) 열분석(thermal analysis)

많은 세라믹 원료는 소결 과정 중에 고유한 열화학적 변화를 일으켜서 고온에서 일정한 상태로 되는데, 이러한 원료의 열화학적 변화에는 열분해, 상전이, 반응, 산화, 환원, 결정화, 용융 등이 있다.

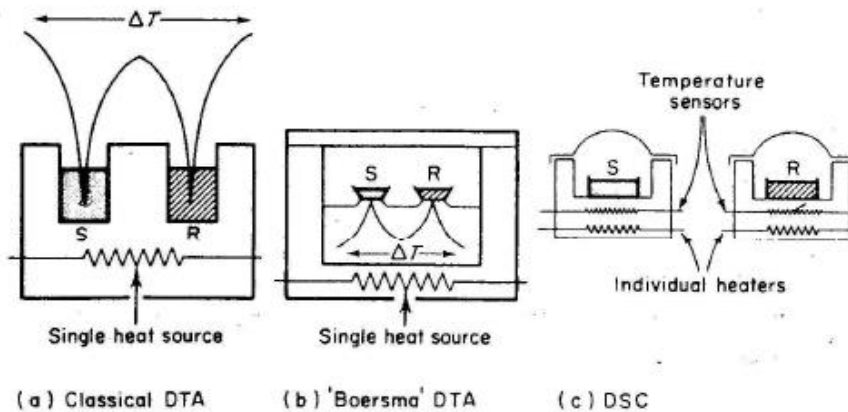


Fig. 1.4. Schematic diagram of the three main differential thermoanalytical techniques.

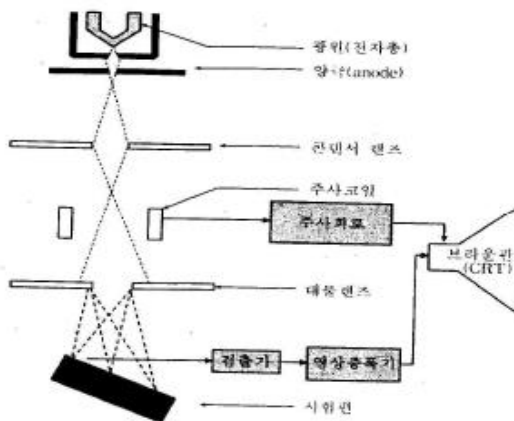
6) 분석 평가

(1) 비중

비중에는 다음과 같은 종류가 있다.

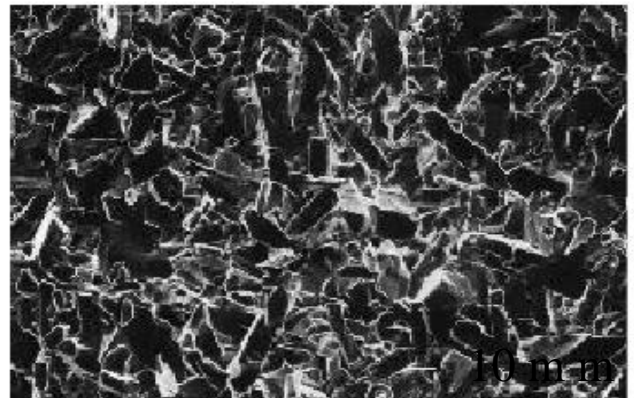
- ① 부피 밀도(apparent density)
=(시편의 무게)/(고체, 개기공, 폐기공을 모두 포함한 부피)
- ② 겉보기 밀도(bulk density)
=(시편의 무게)/(고체와 폐기공을 포함한 부피)
- ③ 진 밀도(true density)
=(시편의 무게)/(고체의 부피)

(2) 미세구조



다음은 현미경의 원리를 대략적으로 설명한 그림이다.

오른쪽 사진은 TiB_2 를
2000℃에서 hot press한
시편의 파단면 미세구조를
SEM으로 관찰한 사진이다.



2. 실험방법

1) BaTiO₃ 고상합성

(1) 혼합

조성 : BaO/TiO₂ = 1.005, 1.000, 0.995

출발원료 : BaCO₃, TiO₂

20g batch

- 각 조성비에 맞추어 BaCO₃와 TiO₂의 무게 계산
- 습식혼합(증류수) : 2hr
- 건조 : 건조기



(2) 하소 : 900°C/2hr



(3) 성형

0.5% PVA 용액 제조

pressing : 15 mm Φ 원형 mold,

성형압력 : 200 kg/cm²



(4) 소결

온도 : 1250 $^{\circ}$ C, 1275 $^{\circ}$ C, 1300 $^{\circ}$ C/2hr

승온속도 : 600 $^{\circ}$ C/hr



(5) 물성 평가

XRD : 혼합분말, 하소분말

SEM : 소결체

유전율 : Ag paste 도포, 500 $^{\circ}$ C/10min 소부

Impedance Analyzer 측정

(5) 물성 평가

XRD : 혼합분말, 하소분말

SEM : 소결체

유전율 : Ag paste 도포, 500°C/10min 소부

Impedance Analyzer 측정

C: 재료의 정전용량 [F],

ϵ_r : 물질의 비유전율($=\epsilon/\epsilon_0$),

ϵ_0 : 진공의 유전율($=8.8542 \times 10^{-12}$ F/m)

S : 전극의 면적

d : 전극 간 거리

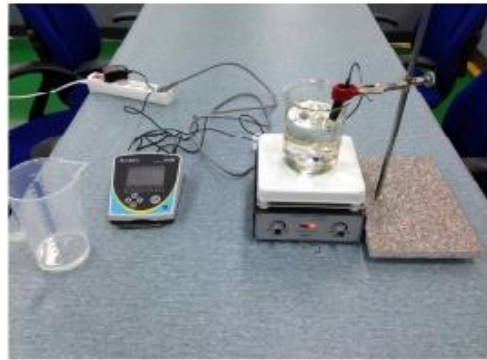


1. 양쪽 전극에 유전율을 구하고자 하는 물체를 멀리 한 후
2. 매뉴얼을 보고 세팅을 완료한다
3. 전극 양쪽에 물체를 붙이면 유전율 구한 후
4. 전극 간 거리 와 정전용량 값을 이용하여 비유전율을 구한다

2) 액상 분말 합성

(1) 분말 합성

- ① 3mol% Y_2O_3 - 97mol% ZrO_2 조성
 - $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 와 $YCl_3 \cdot 6H_2O$ 를 칭량
 - 0.2 M 수용액 제조(500 ml)
- ② stirring하면서 0.2M- NH_4OH 용액 적정,
pH meter 로 pH 7 확인
 - aspirator로 Cl^- 이온 제거,
탈수 (증류수 1000ml)
 - 에탄올(500ml)로 분산(응집 방지),
 - aspirator로 에탄올 제거
 - 건조 ($80^\circ C$, 24hr)



(2) 하소

- $600^\circ C$, $800^\circ C$, $1000^\circ C/1hr$



(3) 성형

- 0.5% PVA 용액 제조
- pressing : 15 mm Φ 원형 mold,
성형압력 : 200 kg/cm²



(4) 소결

- 온도 : 1400 $^{\circ}$ C, 1500 $^{\circ}$ C/5hr
- 승온속도 : 300 $^{\circ}$ C/hr



* 주의 사항

소결 시 알루미나 플레이트에 소결되기 전 물체를 최대한 붙지 않게끔 놓는다
알루미나와 성형체와 많이 닿아 있는 상태로 소결시 표면을 통해 알루미나와 합성될 가능성을
사전에 차단하기 위한 과정.

(5) 밀도측정: 아르키메데스 원리를 이용

- 겉보기 비중 $S_a = W_d / (W_d - W_{sus})$
- 부피비중 $S_b = W_d / (W_s - W_{sus})$
- 흡수율 $A_w = (W_s - W_d) / W_d \times 100$

여기서 W_d : 시편의 건조 무게
 W_{sus} : 포수 시편의 물 속 무게
 W_s : 포수 시편의 무게



* 아르키메데스의 원리를 이용하여 시편의 건조된 무게와 포수 시편의 물속의 무게, (물속 무게는 비중계를 이용하여 잴 수 있다.) 또한 시편의 개기공 안에 물이 찬 상태인 포수 시편의 무게를 각각 재면 겉보기 비중, 부피 비중, 흡수율 등을 구할 수 있다.