

파인세라믹 분체의 특성 평가 방법 연구

엄 우식, 이 희수, 이 인식

생산기술연구원 산업기술시험평가연구소 재료평가팀

서울시 구로구 구로동 222-13

1. 서론

산업 분야에서 분체의 이용이 급격히 증가되는 현 추세에서, 분체의 물리·화학적 특성은 공정과 제품의 최종물성에 크게 영향을 미치고, 대량생산의 적절한 조절을 위해서는 분체 특성의 상세한 정보가 필요하기 때문에, 분체 특성 평가가 중요한 분야로 부상이 되고 있다. 그러나, 이와 같은 중요성에도 불구하고 국내 분체특성 평가 분야의 기술 축적이 빈약해, 수입 재료의 정확한 품질 확인 및 국산 재료의 불신으로 재료 산업의 저변 조성에 어려움을 겪고 있는 실정이다. 따라서 본 발표에서는 분체 평가의 국제적 동향과 생산기술연구원 재료 평가팀이 수행한 중요한 분체 특성 평가 항목을 중심으로 연구결과를 발표하고자 한다.

2. 본론

입자형태 (Particle Shape)

대부분의 입자형상의 평가는 광학 또는 전자현미경 (SEM, TEM)을 통하여 수행된다. 이때 얻어지는 형상의 구분은 SO 3252, BS 2955에서 정의하고 있다.¹ Fig. 1은 분무건조된 분말의 내부 형태를 관찰한 예를 나타내었다.² 입자 크기의 판정법으로는 Feret 경등 4가지로 구별할 수 있다.^{1,3}

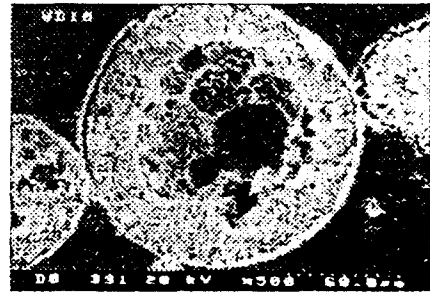


Fig. 1 Internal image of granule

입도 분포 (Particle Size Distribution)

입도분포 측정시 입자 크기가 작은 분체일수록, 오차를 크게 유발할 수 있는 항목은 분산조건이 된다. 즉, 입도 분포를 정확히 평가하기 위해서는 분산 상태가 양호해야하며, 이를 위해서 분산제를 첨가한다.⁴ 첨가되는 분산제는 electrical double layer force 또는 steric force를 증가시켜, 분산을 용이하게 해준다. 선택된 분산제는 완전히 wetting이 되어야 하며, 분산은 완전한 deagglomeration과 안정한 현탁액을 형성해야 한다. 또한, 분산의 효과를 더욱 증가시키기 위해 초음파 처리를 필수적으로 행하여 주는데 이 조작은 상당히 큰 효과를 준다. 이와 같이 입도분포 측정시, 분산제의 종류와 농도, 초음파 처리 파워와 시간등의 변수가 측정 되는 결과에 영향을 미치게 된다. (Fig. 2)

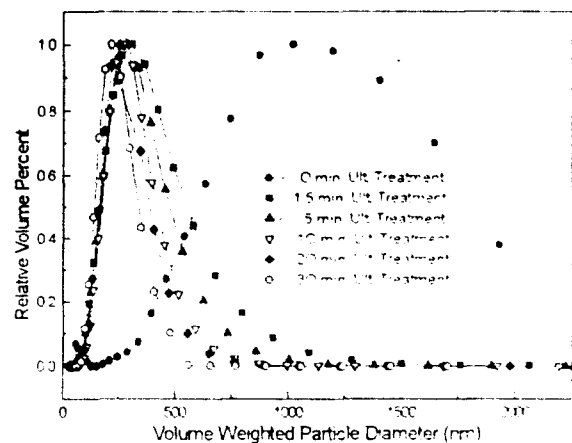


Fig. 2 PSD change of Al₂O₃ varying with the ultrasonic time

비표면적 (Specific Surface Area)

비표면적은 분체의 특성을 평가하는 중요한 항목 중의 하나이다. 이 비표면적 값을 측정함으로써, 입자들의 형태와 표면 상태, 그리고 입도 측정기로 검출 못하는 미세한 (submicron) 분말의 양을 알 수 있다. 또한, 비표면적 값은 여러 요구되는 표면 개질 첨가제 (surface modifying process

aid, 즉 결합제, 운할제등)의 양을 결정하기도 하고, 성형체의 결합 상태를 평가하는데 이용된다.^{5,6} 비표면적은 일반적으로 기체 흡착의 BET 이론을 이용하는 방법이 사용되고, 측정시는 여러 가지 변수에 의해 변화될 수 있다.^{7,8} 시편 cell 내의 분체의 무게를 변화시키면서, 측정되는 비표면적값의 변화를 관찰한 결과를 Fig. 3에 나타내었다. 이와 같은 경향은 cell내의 void 부피에서 기인한다. Degassing 조건도 측정된 비표면적 값에 크게 영향을 미치게 되고, degassing을 원활히 수행하기 위해서는 진공과 분체를 가열하는 방식을 동시에 수행해야 한다. 다른 측정변수로는, 가스의 순도, 액체 질소의 순도, 가스를 이동시키는 관의 오염, 시편 채취 문제등 여러 부수 조건들에 의해 평가되는 비표면적 값이 변환될 수 있다.

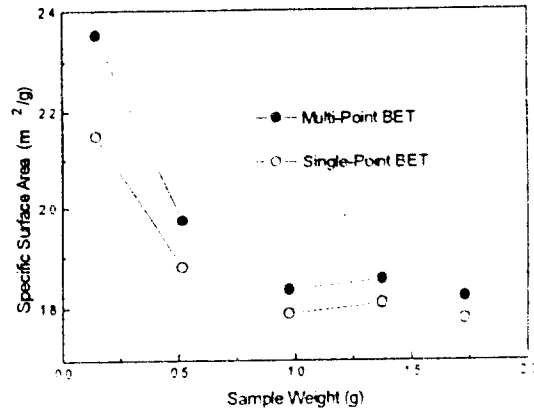


Fig. 3 BET value of BaTiO₃ with varying weight of sample

분체 밀도 (Powder Density)

이론 밀도는 각 결정 구조에 대하여 XRD로 측정되는 격자 상수와 원소 조성에 의해 계산이 된다. 10 μm 이하의 분체 밀도를 측정하기 위해서는 He를 이용한 가스 비중계 (gas pycnometer)를 이용하여 측정하는 것이 정확하나 간편한 측정을 위해서는 액체 비중병을 이용하여 것이 유용하다.^{3,5,9} 분체가 있는 용기를 일정한 수 충격을 준 후 분체가 차지하고 있는 부피로 분체의 무게를 나누어서 구하는 탭 밀도(tap density)는 간편성 때문에, 실험실에서나, 산업 현장에서 널리 쓰이고 있는 평가 방법이다. 이 tap density는 mass property를 나타내고, 종종 화학분석이나 입도 분석에서 검출하지 못하는 분체의 특성의 변화를 감지할 수 있다.¹⁰ 또한, 탭 밀도는 분체의 유동도를 나타내는 척도가 되며, 탭수(tapping number)와 충전밀도(packing density)와의 관계는 성형공정중 압력과 성형 밀도와 밀접한 관계가 있기 때문에 성형 공정의 지표가 되기도 한다.^{11,12}

유동도 (Flowrate)

과립의 특성 평가 항목 중에 중요한 항목의 하나인 유동도는 과립의 이동 능력을 나타내는 것으로 생산 공정에서 이송 또는 mold에 충전되는 경향을 나타내게 된다. 유동도를 측정하는 방법에는 여러 가지 방법이 있으나 가장 널리 보편화될 수 있는 것이 flowmeter를 이용한 유동도 측정 방법이다. 일반적으로 funnel로 부터 일정한 무게의 과립을 자연 유출시키는 시간(초)을 측정하여 분체의 유동성을 비교하며, 이 경우 유동시간이 짧을 수록 유동성이 좋은 과립이 된다. 다른 방법으로는 일정 시간, 분체를 유출시킨 후 유출된 분체의 무게를 측정하는 방법도 있다. 이와 같은 유동도는 원료의 종류, 과립의 입경, 바인더의 양, 수분함유량 등에 의하여 크게 변화된다.

분무 건조 과립의 강도 (Strength of Granule)

과립의 압축성 및 자체 강도는 생산 공정 중 가압 성형 공정에 크게 영향을 미치는 spray dried powder의 중요한 특성으로서, 정압을 가할 수 있는 UTM등을 이용하여 측정 가능하고, 가압과 성형밀도를 도시할 때 stage I에서 stage II으로 변하는 변곡점이 과립의 강도로 정의가 된다. (Fig. 4) 과립의 강도 측정시 탭밀도와 같이 적용하여

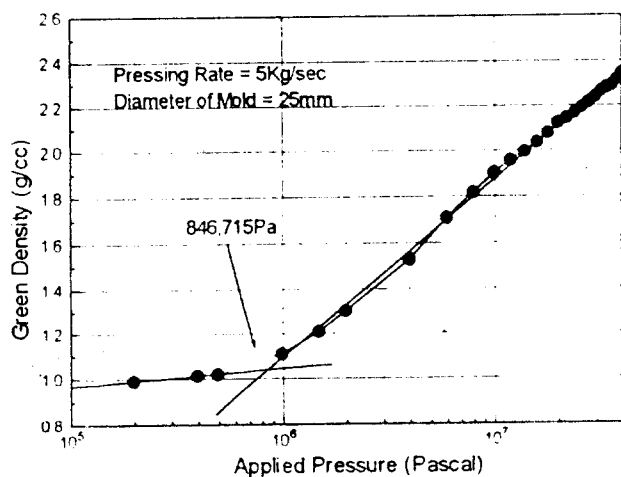


Fig. 4 Compaction diagram of BaTiO₃

측정을 하면 보다 신뢰할 수 있는 강도값이 얻어지는 연구결과를 보였다. 과립의 강도는 과립에 함유되어 있는 유리전이온도(Tg)와 밀접한 상관관계를 가지게 된다.

분무 건조 과립의 유리전이온도 (Glass Transition Temperature, Tg, of Granule)

분무 건조 과립 제조시 포함이 되는 유기물의 Tg는 함유된 수분의 함량, PEG의 양, 온도 등에 의해 변화를 일으키게 된다. 이러한 변수들에 의해 변하는 Tg에 의해 과립의 강도, 성형거동 및 밀도 등의 특성이 변화를 일으키게 된다. 과립의 유리전이 온도는 DTA, DSC, TMA등의 열분석기를 이용하여 평가를 행할 수 있으나 시편의 양, 승온속도, 분위기 등의 측정변수에 의해 측정값이 변화될 수 있다.

3. 결론

본 발표에서는 분체 특성 평가 연구의 국제 동향과 입자형태, 입도 분포, 비표면적, 분체 밀도, 유동도, 분무 건조 과립의 강도, 분무 건조 과립의 유리전이온도 평가 분야의 기본원리, 특히, 측정 시 변수들의 영향과 이러한 특성 변화에 따른 재료 특성 변화에 대하여 발표하고자 한다. 국내의 분체 특성 평가 분야의 연구는 선진국에 비해 낙후되어 있고, 관심도 또한 낮은 형편으로, 이 분야의 학문적, 산업적인 중요성을 고려할 때, 분체 특성 평가에 대한 기초 및 응용연구가 활성화되어야 할 것이다.

참고문헌

1. 荒井康夫, '分體の材料化學', 培風館, pp158 (昭和 62)
2. 3차년도 공기반보고서, '전자소재 및 재료의 시험·평가기술개발' 생기원, pp203-300 (1994)
3. K. Inoya et al, 'Powder Technology Handbook', pp3-35 (1987)
4. 用北公夫, '分體工學', 振書店, p161-200 (昭和 48)
5. J.S. Reed, 'Introduction to the Principles of Ceramic Processing', Wiley Intersci., p105-119 (1988)
6. C. Nystron, "The Use of Surface Area Measurements for the Evaluation of Bonding Surface Area in Compressed Powders", Powd. Tech., Vol.47, pp201 (1986)
7. 3차년도 공기반보고서, '전자소재 및 재료의 시험·평가기술개발' 생기원, pp203-300 (1994)
8. S. Lowell, 'Powder Surface Area and Porosity', Chapman & Hall, pp14 -p151 (1991)
9. 久保輝郎, '分體 理論と應用', pp457 (昭和 57)
10. M. Takahashi et al., "Numerical Analysis of Tapping Behavior of Ceramic Powders", Adv. Ceram. Sci. Bull., Vol. 12, Num. 65, pp1587 (1986)
11. A.B Yu et al., "Packing of Fine Powders Subjected to Tapping", Powd. Tech. Vol.76, pp247 (1994)
12. R. O. Grey et al., "On the Hausner Ratio and its Relationship to Some Properties of Metal Powders", Powd. Tech. Vol.2, pp323 (1968/69)

원료분말의 공정제어 및 평가기술

생산기술연구원 산업기술시험평가연구소
재료평가팀

엄 우 식

◎ Japan

- Electronic ceramic material의 특성평가방법과 표준화에 초점
- MITI (Minister of International Trade and Industry)의 후원아래, JFCA-EC3 (Powder, process and chemical characteristics part)와 JFCC (Japan Fine Ceramic Center)등이 연계하여 표준화 업무를 수행
- 특히 JFCC에서는 '입도분포 측정장치의 계통적 비교와 multiclient 연구'를 수행하여, 입도 특성 기술의 기술개발 및 표준화, 실용화에 노력

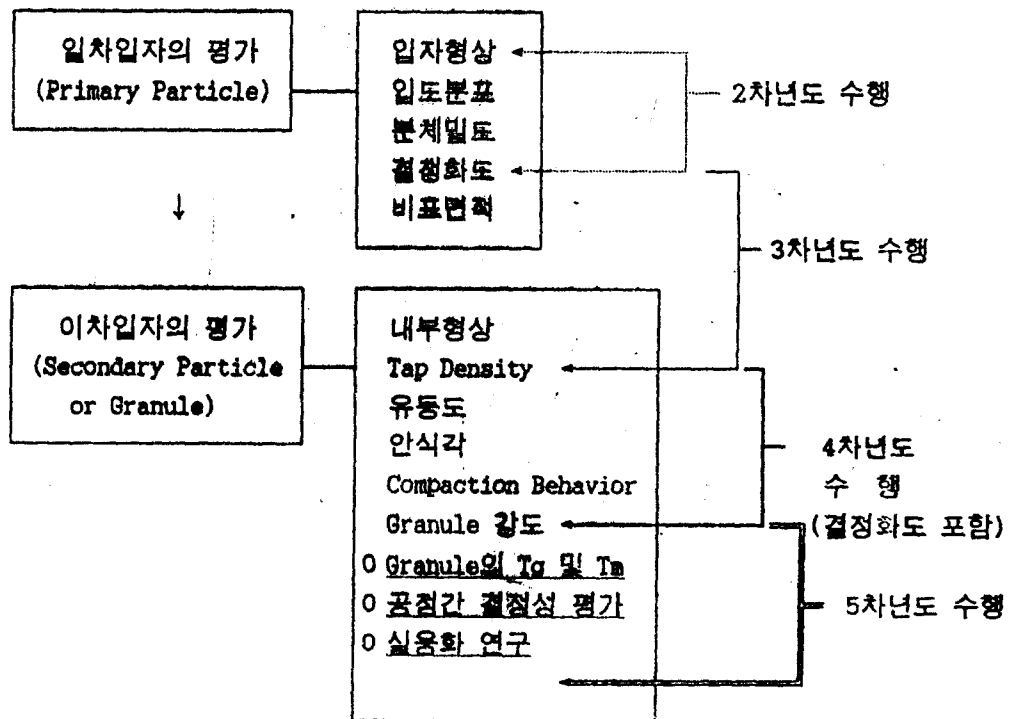
Table List of Important Items of the Long-Term Standardization Project Relating to Ceramic Powders only in Japan. (1988)

	Standardization Especially Necessary
Standardization Achievable in a Short-Period of Time	- Particle Size Distribution (0.1 μ m or greater) - Particle Absolute Specific Gravity - Particle Tap Density
Standardization Requiring a Somewhat Longer Period of Time	- Maximum Particle Diameter - Particle Shape (Aspect Ratio) - Particle Diameter (Powder, Organic Structure)
Standardization Requiring a Long Period of Time	- Particle Size Distribution (0.1 μ m or less) - Secondary Particle and Aggregation Properties - Powder Forming Characteristics

Table Progress of Survey and Research on Standardization of Ceramic Powder in Japan (1991)

Item	'89	'90	'91	'92	'93	'94	'95
Particle Size Distribution							
Density of Particle							
Specific Surface Area							
Sampling Method							
Granule Properties							
Slurry Properties							
Forming Properties							
Primary Particle size							

※ 분체 평가기술개발 Schedule



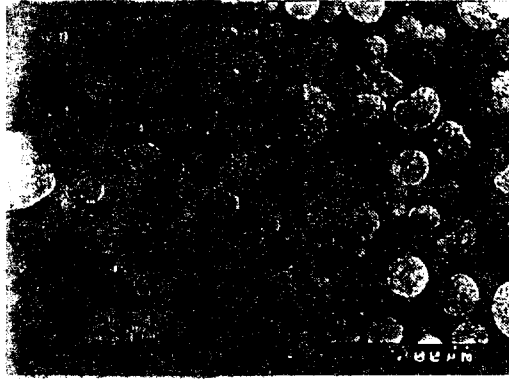
제 3 장 Spray Dried Powder의 평가

제 1 절 내부형상 평가

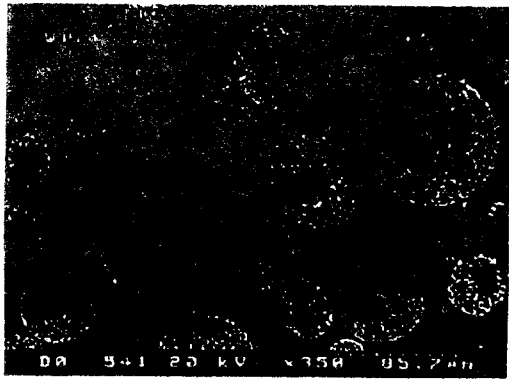
- 외부형태 평가는 용이하나,
내부구조 및 결합 평가는 어려움

◎ 평가 방법

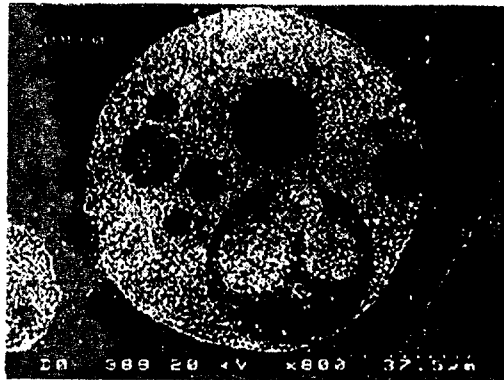
- Mounting Press Method
- Hold Mounting Method



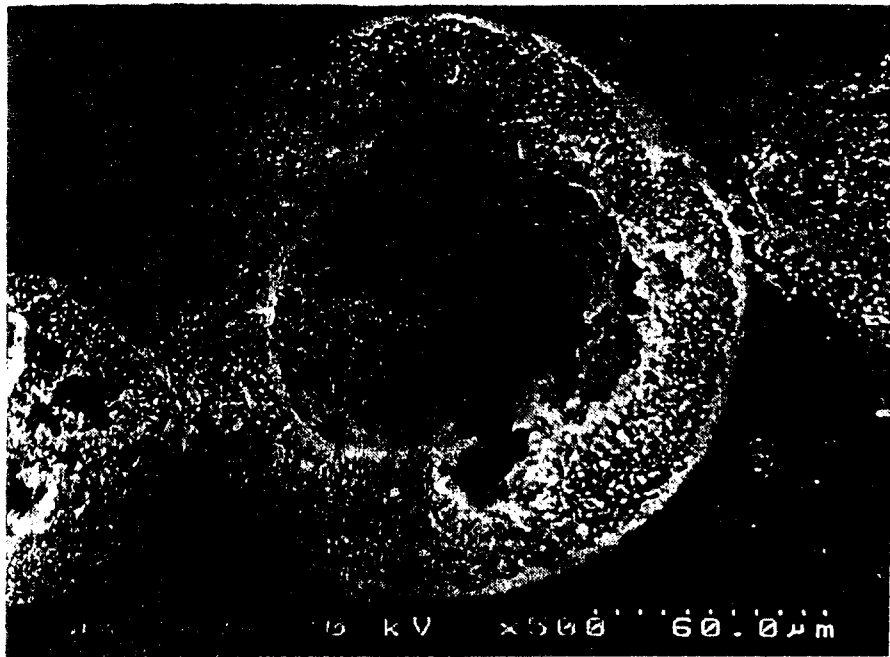
(a)



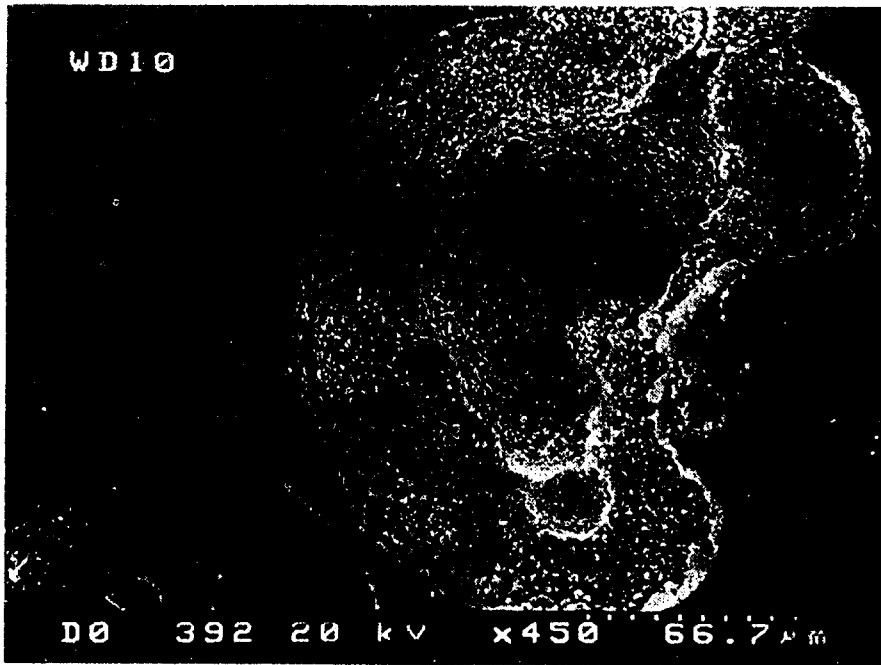
(b)



(c)



(d)



(e)

Fig.3-3 SEM photograph of BaTiO₃ spray dried powder (C,D)

(a) morphology of C - powder granule

(b) and (c) cross-section of C - powder granule

(d) and (e) cross-section of D - powder granule

제 2 절 Tap Density 평가

1. 평가목적

- 실험의 간편성: 실험실, 산업현장에서 널리 쓰임
- Mass Property 평가
- 화학분석이나 입도분석에서 검출하지 못하는 분체의 특성의 변화 감지
- 분체의 유동도 척도
- 성형공정의 지표 :

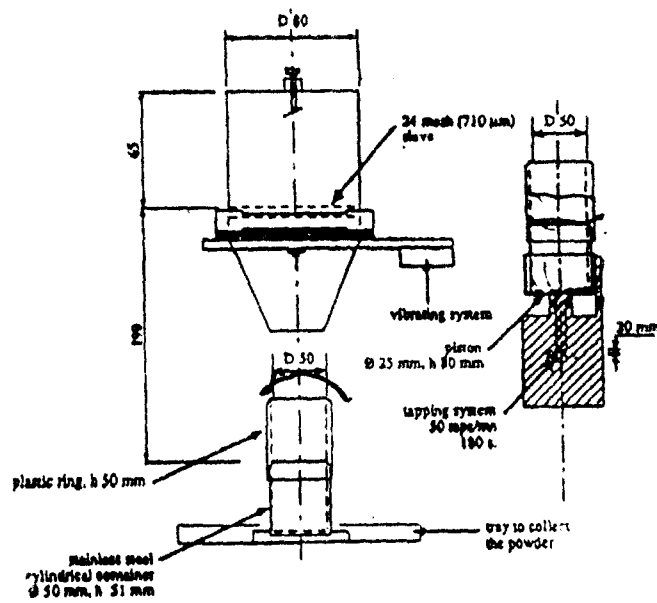
Tapping Number 와 Packing Density 관계] 유사
성형공정중 Pressure와 Packing Density 관계]

3. 실험방법

◎ ASTM Method - Constant Volume



◎ CEN Method - Constant Weight



◎ ASTM 방법과 CEN 방법의 비교

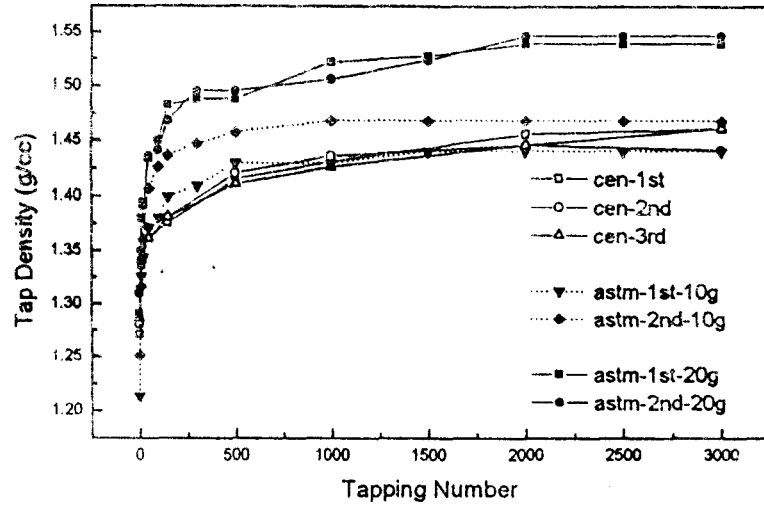


Fig. 3-15 Comparison tap densities of ASTM with CEN in BaTiO₃ granules (A)

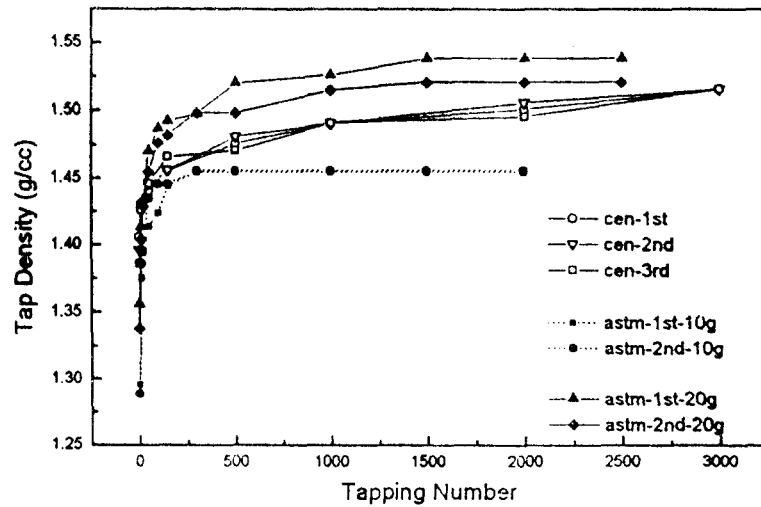


Fig.3-16 Comparison tap density of ASTM with CEN in BaTiO₃ granules (B)

제3장 Spray Dried Powder 유동도 평가기술 연구

제 1 절 Flow Rate 평가기술

1. 연구목적

- ① 유동도 - Spray dried powder의 이동 능력을 나타냄
- ② Flowrate - Funnel 로 부터 spray dried powder를 통과시키는 시간 (sec)
- ③ Spray dried powder 자체 변수 - 원료 종류, 입도 분포, 바인더양, 수분함유량
- ④ 기존규격 - 금속분말대상

Spray dried powder에 적용 문제점 제시
(Funnel hall 크기 : 일본 설문 조사)

Table 3-1-1 Comparison standards for flow rate of metal powder

규격 항목	ASTM B213	ISO 4490	JIS Z2902
대상재료	금속분말	금속분말	금속분말
시료무게	50g	50g	50g
Funnel Hall Diameter	2.54mm	2.5mm	2.63mm
교정분말	150-mesh Turkish Emery	-106 μ m Turkish Emery	이러담 A #100

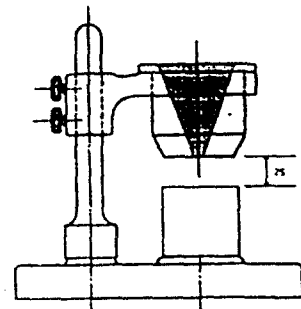


Fig 3-1-1 Flowmeter



Fig. 3-1-2. Flowmeter

2. 실험방법

- ① Constant weight method
- ② Funnel hall 지름 변화 - 2.54mm, 5.03mm
- ③ 대상물질 - 생산용 Al_2O_3 , $BaTiO_3$, NTC, ZnO_2 spray dried powder
- ④ Flowmeter 보정용 powder 연구

3. 결과 및 고찰

가. Constant weight method

- ① 5.03mm 보다 2.54mm 지름의 funnel hall 적용 가능

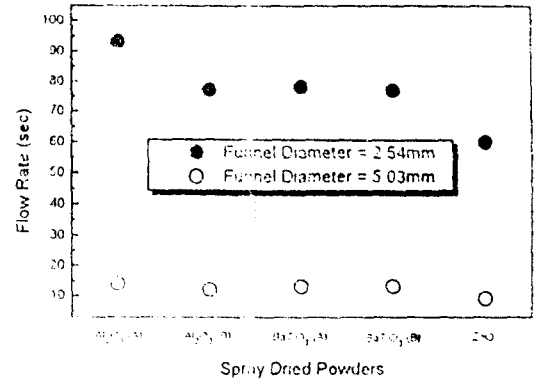


Fig. 3-1-3 Flow rate variation of spray dried powders varying with diameter of funnel

나. Flowrate 보정용 powder

- ① Fused Alumina powder 경우

Table 3-1-2 Flowability of fused alumina powder (50g)

	평균값 (sec)	표준편차
Before Drying	78.565	1.53
After Drying (100°C 30min)	73.713	1.52

- ② Sus 316 powder 경우 → 적당

Table 3-1-3 Flowability of Sus 316 powder (50g)

	평균값 (sec)	표준편차
Before Drying	21.85	0.077
After Drying (100°C 30min)	21.63	0.075

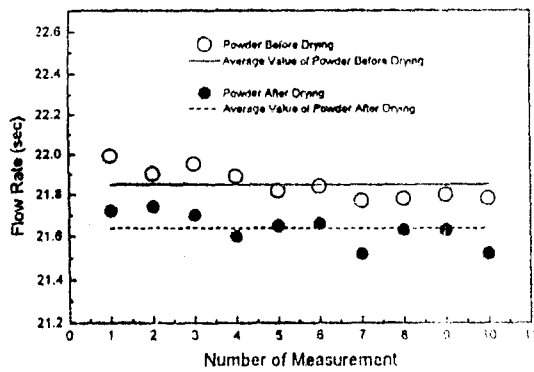


Fig. 3-1-17 Flow rate variation of SUS 316 powders (50g)

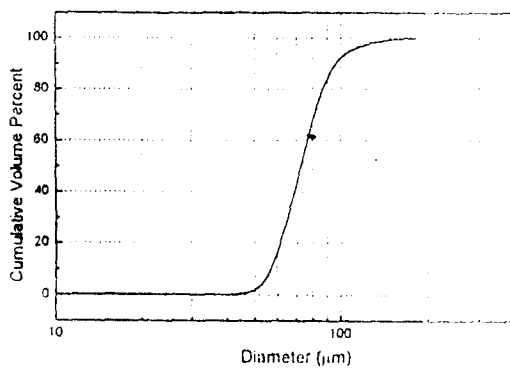
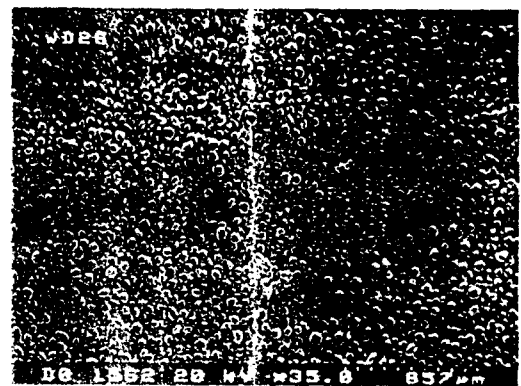


Fig. 3-1-19 Volume-weighted cumulative particle size distribution



Fig. 3-1-18 SEM image for Sus 316 powder

다. 실제 적용의 예

- ① 같은 조건·다른 lot의 spray dried powder
 - BaTiO₃ (C) - no sticking powder
 - BaTiO₃ (D) - sticking powder
- ② Tap density 측정 - 내부에 100 μm 등의 결함 존재
 Flowrate 측정 - spray dried powder 표면 상태가 불림

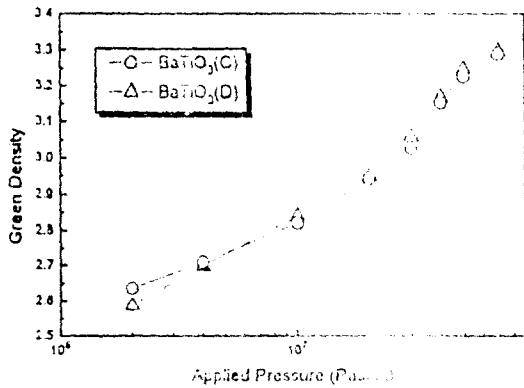


Fig. 3-1-8 Comparison of compaction curves of BaTiO₃ (C) and (D)

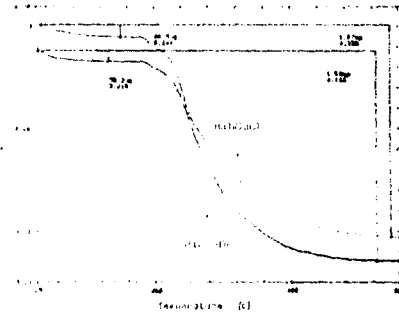


Fig. 3-1-9 Flow rate variation for BaTiO₃ (C) and (D) spray dried powder

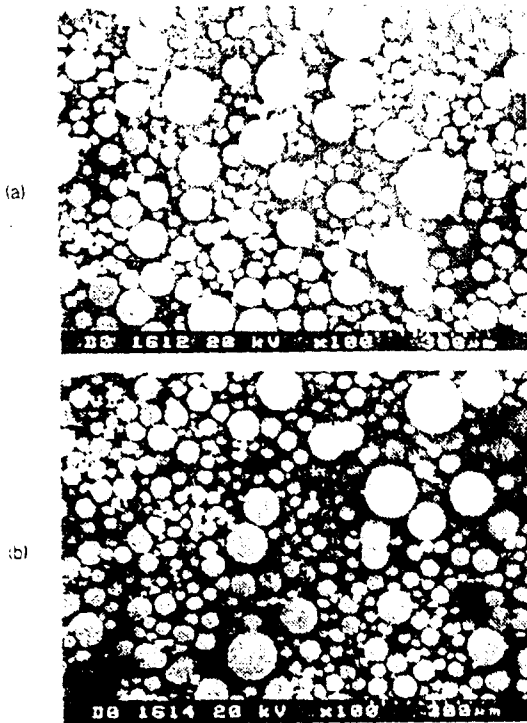


Fig. 3-1-10 SEM photograph for (a) BaTiO₃(C) and (b) BaTiO₃(D) spray dried powder

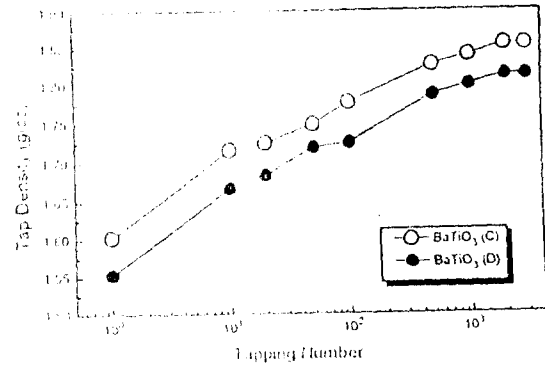


Fig. 3-1-11 Tap density curve

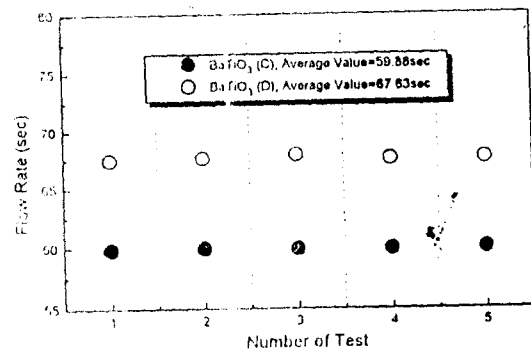


Fig. 3-1-12 Flow rate variation of BaTiO₃ spray dried powders

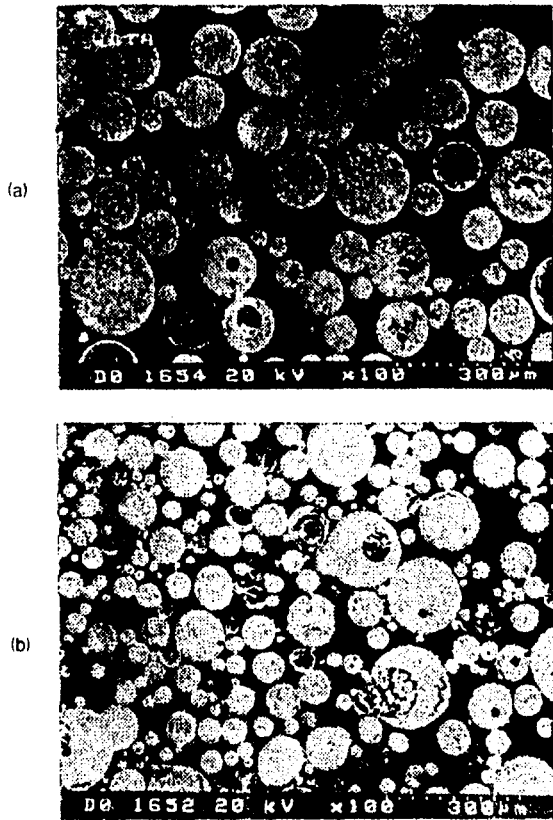


Fig. 3-1-13 SEM cross section for (a) BaTiO₃(C) and (b) BaTiO₃(D) spray dried powder

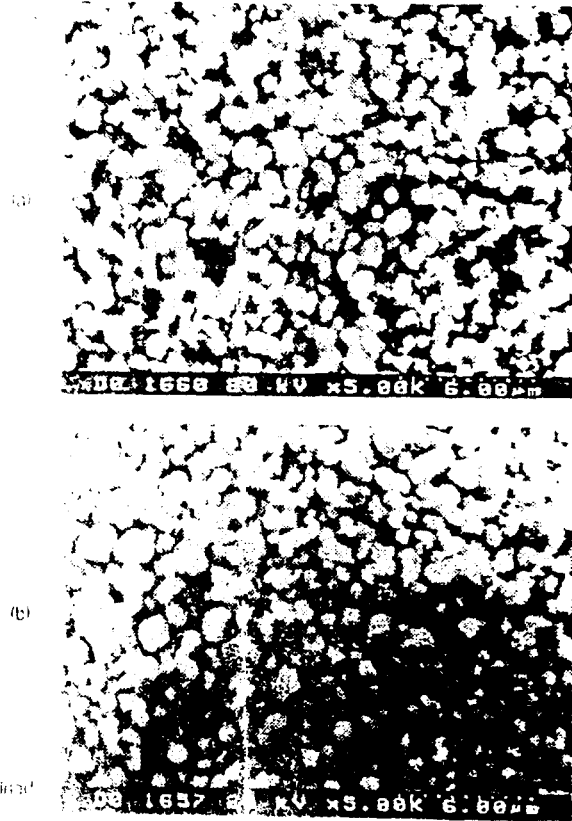


Fig. 3-1-14 SEM surface image for (a) BaTiO₃(C) and (b) BaTiO₃(D) spray dried powder

4. 결론

- ① 기존 금속 적용 flowmeter - spray dried powder에 적용 가능성 연구
- ② Flowmeter 보정용 powder 연구 - Sus 316 powder
- ③ Flowmeter와 보정용 powder - working group 사 현장 배포 (8개사)

제 2 절 안식각 (Angle of Repose) 평가 기술 연구

1. 연구목적

- ① 국내, 일본 JFCC 설문조사 → 안식각에 대한 요구도가 매우 높음
- ② 애로점 → 분체층 표면의 붕괴 현상
→ 재현성 문제
- ③ Flowmeter 법과 연관하여 연구

2. 실험방법

- ① Injection Method 채용
- ② Injection Funnel의 크기 → $\phi 2.54, 5.03\text{mm}$
- ③ 대상물질 → 생산용 $\text{Al}_2\text{O}_3, \text{BaTiO}_3, \text{NTC}, \text{ZnO}_2$ spray dried powder
- ④ 측정변수연구 → Falling Distance, Injection Rate, Weight, 직경크기, 수분함량
- ⑤ 직접 판독법 (각도기), 사진 판독법 (카메라)

3. 결과 및 고찰

가. Constant weight method

- ① Falling Distance 변화 : Falling Distance 증가
→ 안식각 감소, 경사각간 편차 증가, 붕괴현상 발생

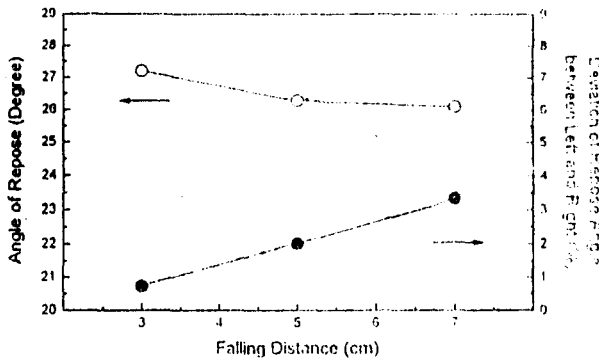
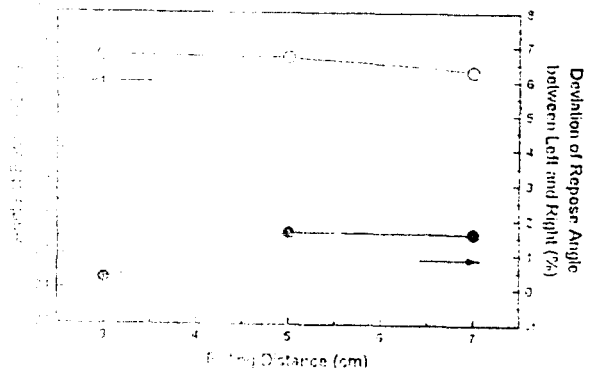
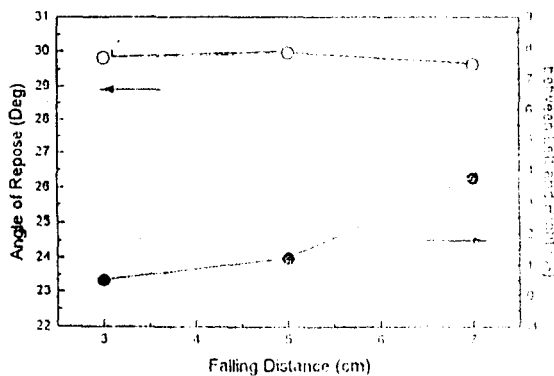


Fig. 3-2-3 Angle of repose and deviation with varying falling distance for Al_2O_3 (Sample Weight = 50g)



Fig. 3-2-4 Angle of repose and deviation angle varying with falling distance for Al_2O_3 (Sample weight = 50g) at 3 cm, 5 cm, and 7 cm



② Injection Rate 변화

무게 증가 → 안식각 감소, 편차감소

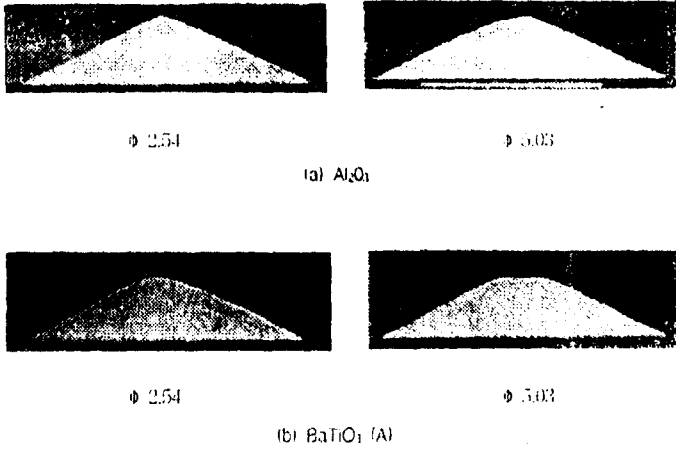


Fig. 3-2-9 Comparison of repose angle varying with injection rate
(a) Al_2O_3 (b) $BaTiO_3(A)$

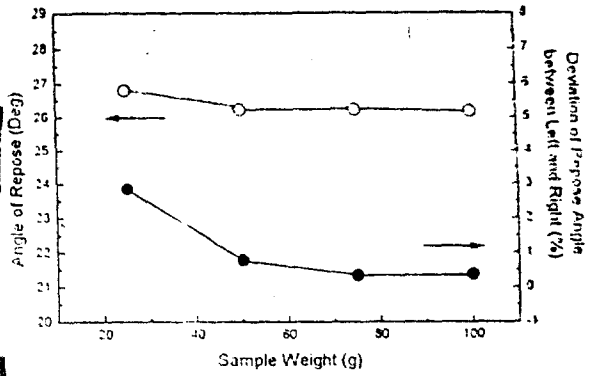


Fig. 3-2-10 Angle of repose and deviation with varying sample weight for Al_2O_3 (Falling Distance = 3cm)

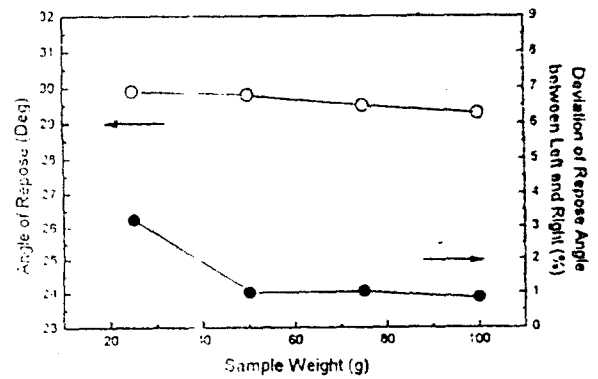


Fig. 3-2-11 Angle of repose and deviation with varying sample weight for $BaTiO_3(A)$ (Falling Distance = 3cm)

③ Flow Rate와 비교 → 경향이 일치되지 않음

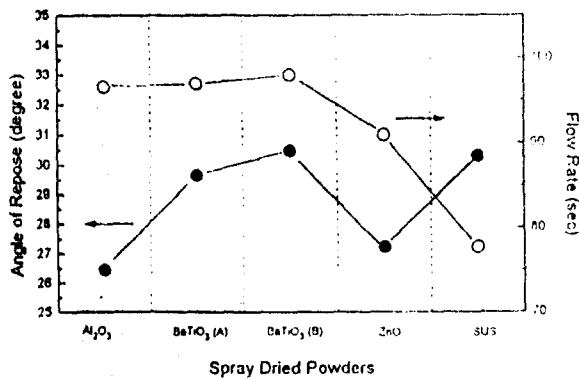


Fig. 3-2-16 Comparison of rheology between repose angle and flow rate (Sample Weight = 50g, Falling Distance = 3cm)

나. Constant Volume Method

① 안식각, 편차 모두 변화 적음

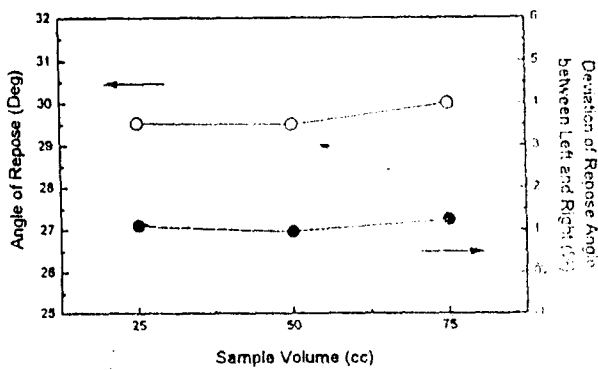


Fig. 3-2-17 Angle of repose and deviation with varying sample volume for $BaTiO_3(A)$ (Falling Distance=3cm)

② Flow Rate와 비교 → 경향 일치

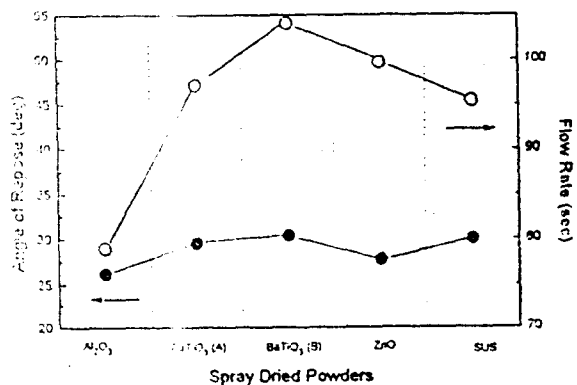


Fig. 3-2-19 Comparison of rheology between repose angle and

4. 결론

- ① Injection Method 연구
- ② Falling Distance와 Injection Rate 변화에 따라 인식각과 편차 변화, 붕괴현상 관찰
- ③ Constant Weight Method 보다는 Constant Volume Method가 적절

제 4 장 Spray dried powder 압축·강도 평가기술에 대한 연구

1. 연구목적

- ① spray dried powder 압축성, 강도 → 가압 성형 공정에 크게 영향을 미침
- ② 현존 규격 → 상세 설명 부족, 금속 분말 대상

Table 4-1 Comparison of CEN and ASTM for compaction

	CEN 725-10	ASTM B331
Die 재질	Tungsten Carbide	Cemented Carbide, Tool Steel
Compaction 모양	Cylinder Type (diameter : 20-26mm) • Fig. 4-2 참조	Rectangular Type (W=12.7mm, L=31.8mm, H=5-7mm) Cylindrical Type (D=25.4mm, H=12-25.4)
분체 전 처리	Organic을 포함한 분체: 건조 분체: 110±5°C at least 24h desiccator에 보관	
Lubricant	사용, not 사용 선택	원상 사용
Pressing Condition	25, 50, 100, 200MPa	Pressing Rate: 415MPa/min
기타	Pressing 후 compact는 desiccator에 1hr 유지 → expansion due to spring back	

2. 실험방법

- ① Manual hand press, UTM 이용
- ② spring effect, mold size 변화, loading rate 변화, tap density에의 연관성등 연구
- ③ 대상물질 → 생산용 Al₂O₃, BaTiO₃, PZT spray dried powder

3. 결과 및 고찰

가. Manual Method

- ① 재현성 어느 정도 좋음 → spray dried powder 강도 측정 불가 (0.1 ton에서 이미 변형)

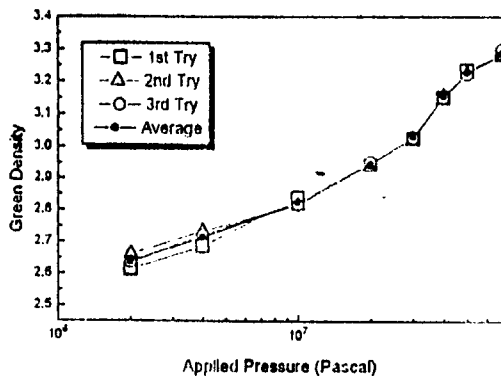


Fig. 4-3 Compaction curve of BaTiO₃ (A) using manual hand press



Fig. 4-4 (a) SEM of green body of BaTiO₃ (A) at pressed at 0.1 ton

② Springback effect 관찰

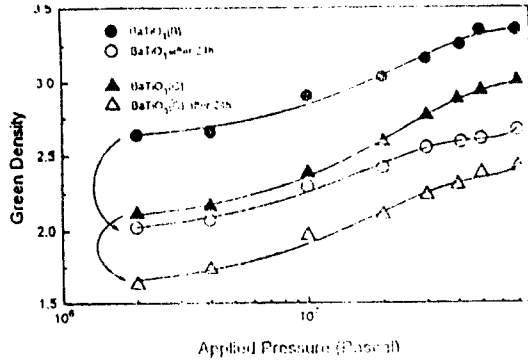


Fig. 4-7 Compaition curve of BaTiO₃(B) & BaTiO₃(C) by hand press (Springback effect)

③ 부피감소 압축도 = $\frac{\text{탭 밀도 (Tap Density)}}{\text{겉보기 밀도 (Apparent Density)}}$

피커 압축도 = $\frac{\text{프레스 밀도}}{\text{탭 밀도 (Tap Density)}}$

나. 정속·정압 가압 Compaction 거동

① Compaction curve 변곡점을 통해 spray dried powder의 강도 구형

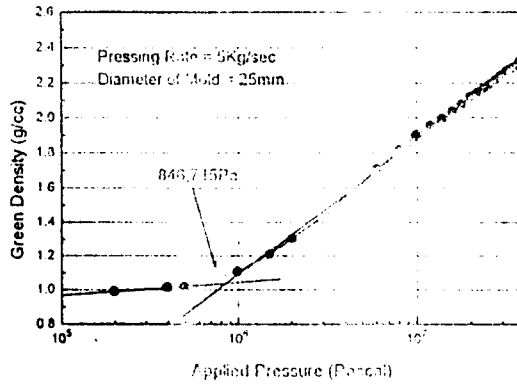


Fig. 4-9 Compaction curve of BaTiO₃ (C)

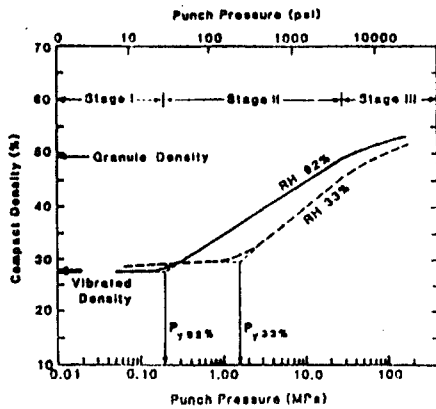


Fig. 4-10 Compaction diagrams indicating stages of compaction and dependence on granule deformability

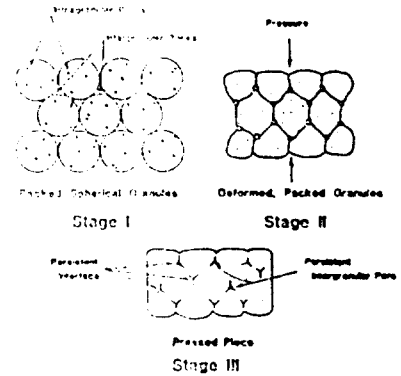


Fig. 4-11 Schematic of a granule shape and pore size distribution during compaction

③ 측정온도

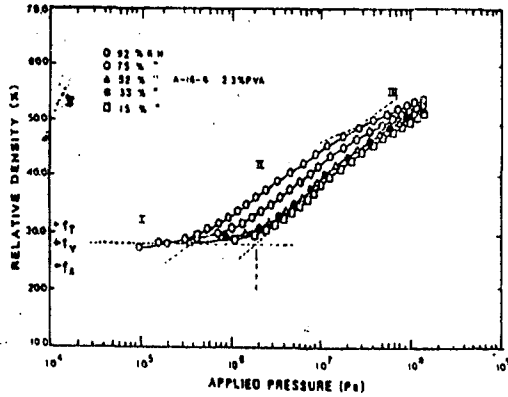


Fig. 4-20 Compaction diagram with changing humidity

④ 습도

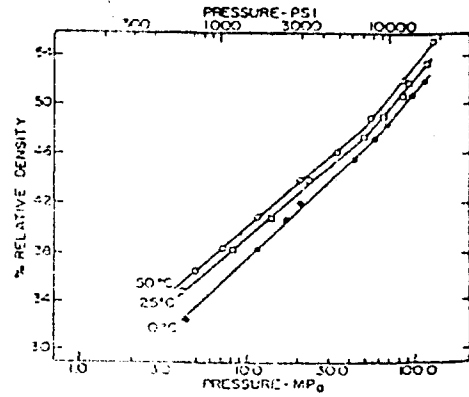


Fig. 4-19 Effect of temperature on compaction of Mn-Zn ferrite spray dried powders

4. 결론

- ① Manual Method - spray dried powder 강도 측정 불가
부피 압축도, 파괴 압축도
- ② 정속·정압 Method - compaction curve의 변곡점으로부터 spray dried powder 강도 측정
- ③ Saturated tap density를 이용 정확한 spray dried powder의 강도 측정 가능함
- ④ Compaction 평가시 주요 변수 연구
Pressing rate, mold 모양, 시편 크기, 측정온도, 습도 영향

다. Tap Density와 Compaction 거동의 상관 관계 연구

① Saturated tap density를 이용한 검정 방법

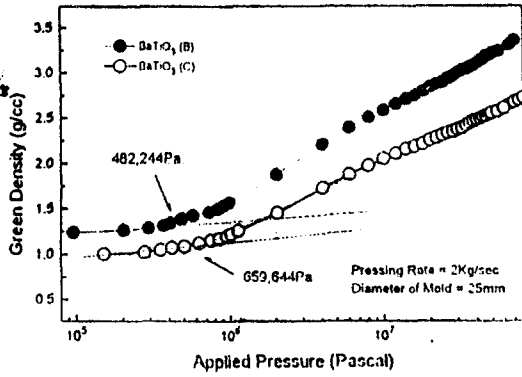


Fig. 4-12 Compaction curve of BaTiO₃ (B) and (C)

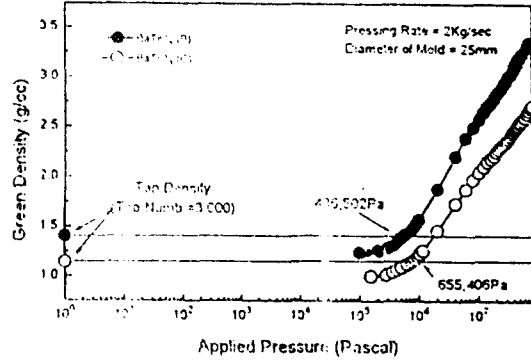


Fig. 4-14 Compaction curve of BaTiO₃ (B) and (C) with tap density

라. Compaction 평가의 변수 연구

① Pressing Rate

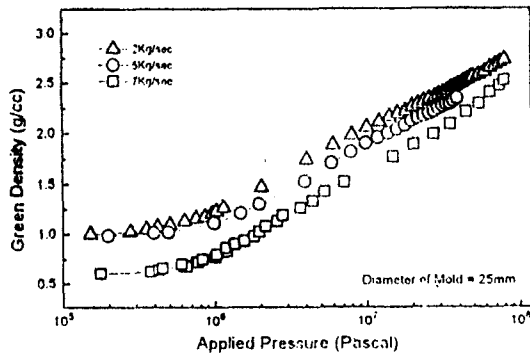


Fig. 4-16 Compaction curve of BaTiO₃ (C) with changing pressing rate

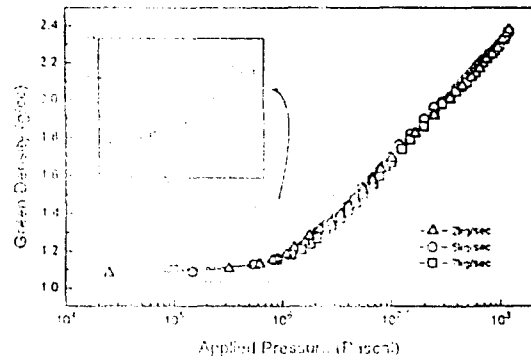


Fig. 4-17 Compaction curve of Al₂O₃ (C) with changing pressing rate

② Mold의 모양 및 시편의 크기

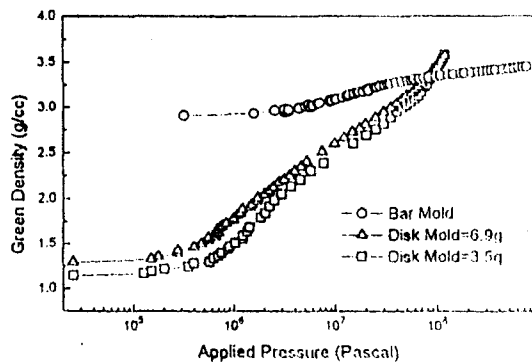
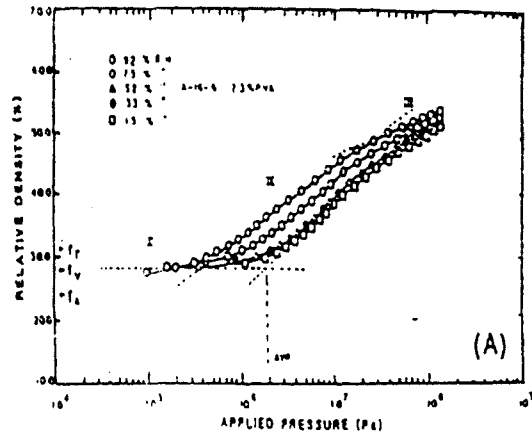
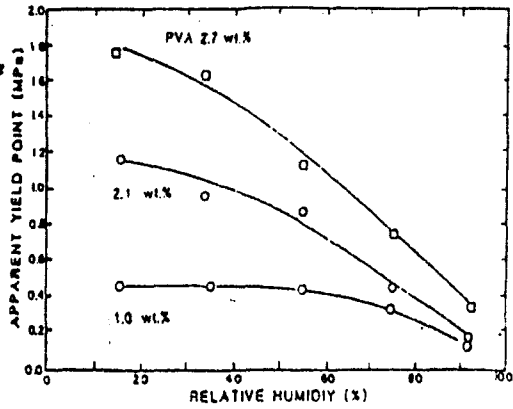


Fig. 4-18 Compaction curve of BaTiO₃ (B) with changing the amount of sample and mold style

Spray Dried Powder의 Tg 및 Tm 평가

○ Effect of Humidity : polymer의 겹점성, Tg를 변화 시킴



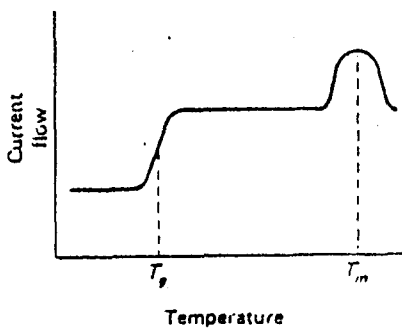
○ 충전 거동 및 성형체의 특성은 organic binder의 특성에 좌우

○ 높은 습도에서 유지시켜 PVA의 수분 함량이 증가될수록 높은 성형 밀도 얻어짐

→ Granule에 포함된 있는 유기물의 Tg (Glass Transition Temperature)에 의해 좌우

◎ Tg (Glass Transition Temperature)

- Tg 이하의 온도 : glass phase로 존재 → rigid property
- Tg 이상의 온도 : polymer phase로 존재 → flexible and deformable
- Ceramic Spray Dried Powder중 Binder의 Tg는 상온 이하가 되어야 함



이 고분자의 DSC는 T_g 와 T_m 의 특성곡선을 나타낸다.

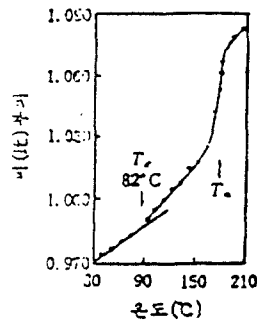
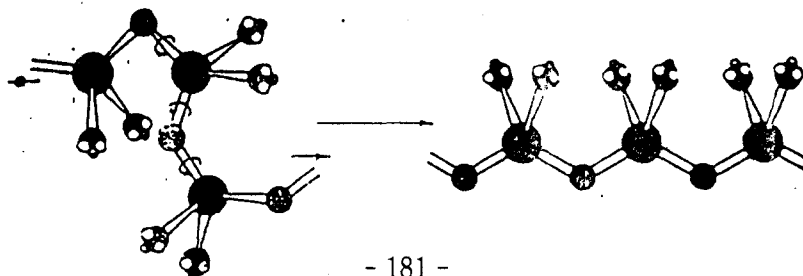


그림 11-13 Poly-N, N'-sebacoylpiperazine의 온도-비부피곡선



◎ Binder의 Tg를 변화시키는 요인

- Plasticizer (PEG) → PVA 분자에 침투해 chain의 hydrogen bonding을 끊는 역할을 함
- 수분도 역시 같은 역할을 함

Table I. Characteristics of Spray-Dried Powders

PVA/PEG content (wt%)	T _g at 50% rh (°C)	Granule yield point (MPa)	Granule density (g/cm ³)	Powder bulk density (g/cm ³)	
				Poured	Vibrated
100/0	47	2.29	1.89	1.05	1.21
80/20	37	1.90	1.87	1.05	1.23
60/40	22	1.45	1.92	1.08	1.26
40/60	18	1.15	1.98	1.11	1.31
20/80	17	0.72	2.08	1.13	1.32

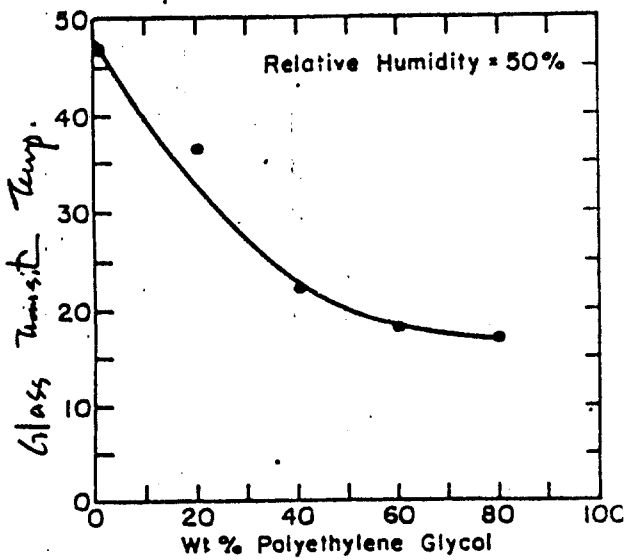


Fig. 1. Effect of plasticizer (PEG) content on glass-transition temperature of PVA at 50% rh.

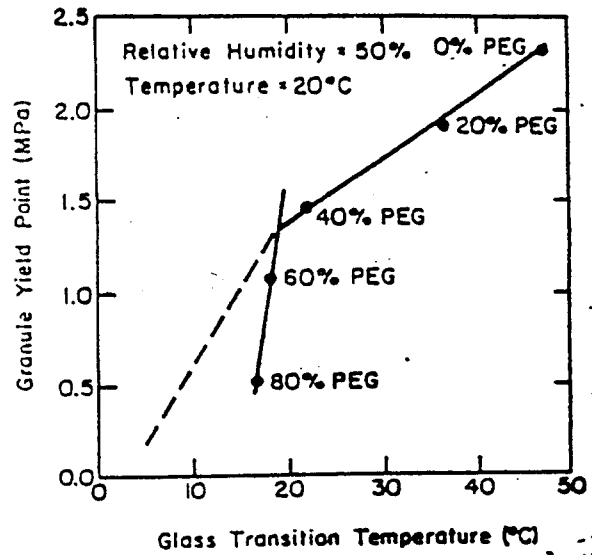
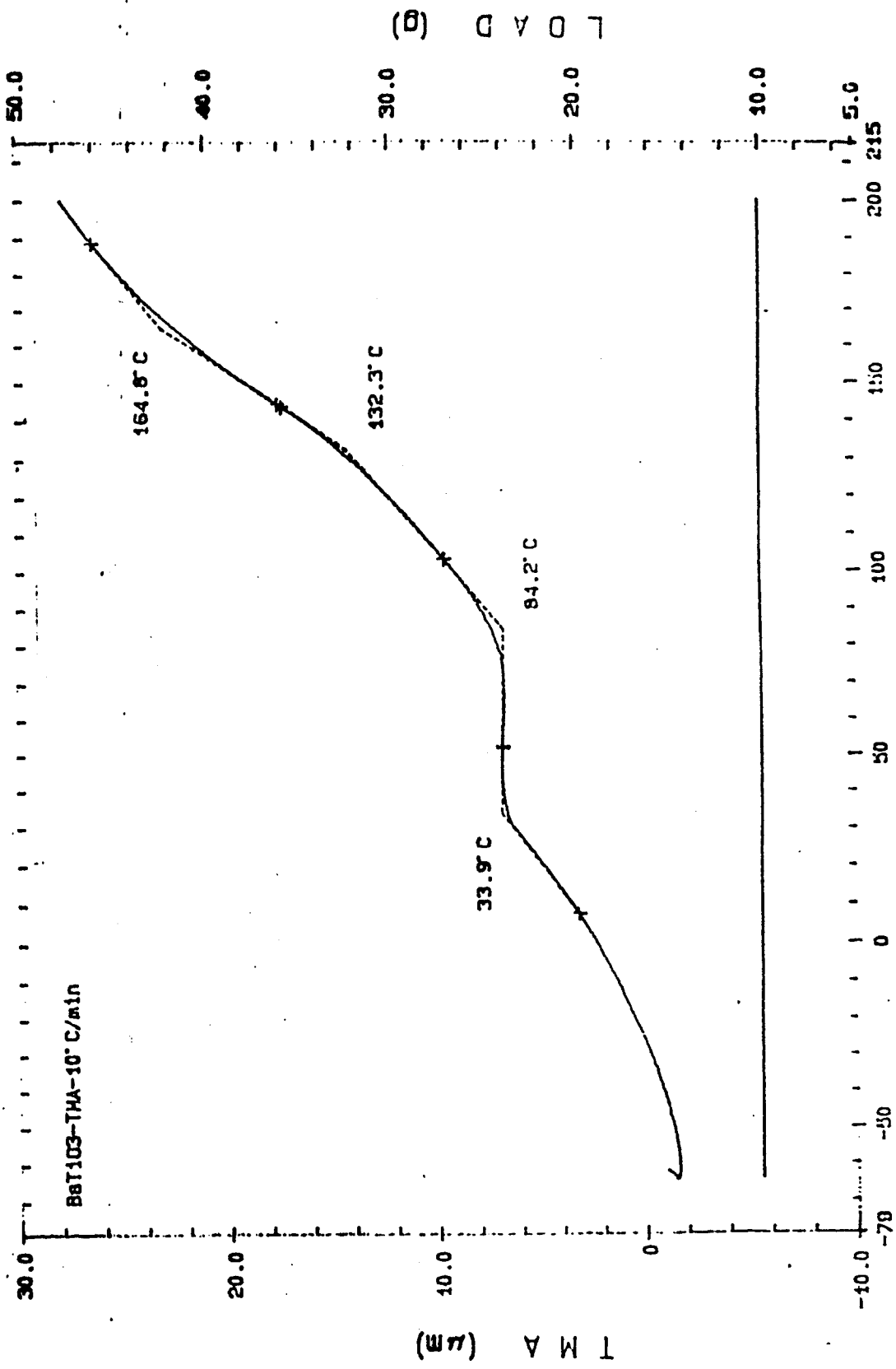


Fig. 2. Change in granule yield point as a function of binder T_g.

Sample : BAT103-2
 Comment : AIR
 Date : 96-06-10 11:58
 Operator : KXITECH
 File name : BAT-10.SMO

Sampling : 1.0 sec
 Length : 9.57 mm
 Rate : 10.0 deg/min
 Thermocouple : PL



MAC SCIENC

	File name	Sample	Comment
[1]	B-HR-5-S.SMO	BAT103-HR-5C-1st-seal	ATR
[2]	B-HR-50-S.SMO	BAT103-MS-10C-1st	ATR
[3]	B-HR-30-S.SMO	BAT103-HR-20C-1st-s	ATR
[4]	B-HR-30-S.SMO	BAT103-HR-30-1st-seal	ATR

