

ASTM의 도입 및 적용

허용기

<동양시멘트(주) 삼척공장>

1. ASTM 도입배경

1998년 미국 CEMEX사로부터 저알칼리형(T.A 0.60 이하) Type I/II 시멘트의 생산 가능성에 대한 검토 요청이 있었고 같은 해 12월 #6.7 Kiln과 #5 C/M에서 시생산이 수행되었다. 동 12월 CEMEX사와 '99년 100만톤의 물량에 대한 계약이 이루어 졌다. 이를 위해 당사에서는 ASTM 시험을 위한 제반 시험기기의 구입/설치 그리고 당사 물리시험자에 대한 CEMEX사 현지 출장교육을 실시하기로 협의 하였다. 이에 따라 지난 '99년 1월중순 제반 ASTM 시험기기가 입고되었고 시험자 및 관리자 각 1명에 대한 미국현지 기술교육이 1/11-1/29 기간동안 실시 되었다. 현지교육내용에 대한 전 품질관리요원에 대한 전달교육이 약 1개월 실시되었고 새로 입고된 시험기기의 설치가 완료되어 1월말부터 Type I/II 시멘트의 상용생산과 함께 ASTM에 의한 모든 시험이 수행되었다.

2. ASTM 전격적 도입시 나타난 문제점

ASTM를 당사에 적용하는 과정에서 나타난 문제점은 다음과 같다.

- 1) 신규 추가 시험항목에 대한 숙달
 - Wagner Fineness, Air Content, False Set, Wet Fineness
- 2) 샘플링/시험 분석 업무량의 급증
 - C/M별 daily Composite sample외

- 3) 중복 KS 및 ASTM 시험항목 조정 및 시험 방법의 정리
 - 동일 시험항목이 시험기기규격 또는 시험절차 상이한 경우 (Autoclave, Flow Table외)

이의 계획적인 접근 및 해결을 위해

- 1) 공인 Standard Sample을 이용한 시험자 별 개인편차 감소 시험
- 2) 전 시험항목에 대한 KS & ASTM 종합비교 및 이에 대한 대처방안 수립
- 3) ASTM Program에 대한 적극적인 참여 (LIP, PSP)등이 이루어 졌다.

3. ASTM 시험기기 신규/추가 구입목록

- 1) 신규구입목록
 - Wagner Turbidimeter 1Set
 - Air Content용 기기 1set (Flow Table 1 Set, Measure)
 - Moist Cabinet 1Set (일체형)
 - Wet 45- μ m sieve 1 Set
 - ASTM Standard Sand 2종
 - 기타 부대 기기 1 Set (Trowel외 7종)
- 2) 추가구입목록
 - Gillmore Apparatus, Vicat Apparatus
 - CompressiveStrength Mlod
 - Blaine Tester
 - Autoclave Expansion 부대기기의 다수

주) 전체 목록은 별첨 참조 (총 \$23,000)

4. Type I/II 시멘트 생산을 위한 ASTM 품질 관리시스템 구축

- 1) 화학/물리 시험절차서 (ASTM에 근거)
 - ASTM 요구사항 파악 (~'98. 12. 31)
 - 초안 제정 (~'99. 1. 15)
 - 절차서 보완 (~'99. 1. 31)
- 2) 품질관리 절차서 (광산~출하)
 - Selective quarrying of limestone & shale의 11종
 - 초안제정 ('98. 12. 31)
 - 1차 보완 ('99. 1. 15)
- 3) 고객사 품질전문가 당사 방문 (Cemex사)
 - 방문기간 : 2. 22~2. 23
 - 시험기기 세팅 확인 및 시험자 교육
 - 물리실험실 설치 조건 최종 보완

5. Specification of Type I/II cement required by Cemex (별첨1 참조)

6. ASTM 시험방법 기술교육

- 1) 미국현지 기술교육
 - 교육대상자 : 대리 1명(물리/화학), 사원 1명(물리)
 - 교육일정

구 분	일 정	비 고
Cemex Central Laboratory	1/13~14	Mexico Monterrey
Sunbelt Cement사	1/16	San Antonio
North Texas Cement사	1/18~26	Dallas
교육평가	1/27	Dallas

- ASTM 화학분석 교육항목
 - ☞ 클링커/시멘트 습식분석방법
 - ☞ Raw materials 습식분석방법
 - ☞ 기기에 의한 화학분석
- XRF(ARL 8680 & PW 1606)의 2종

- ASTM 물리시험 교육항목
 - ☞ Fineness by Turbidimeter의 10종

- 2) 사무실/품질관리요원 ASTM 전달교육
 - 대상 : 물리실/현장품질관리요원
 - 교육방법
 - ☞ ASTM교육/VTR 상영/실습

7. KS & ASTM 주요 시험방법 종합비교 (별첨2 참조)

8. ASTM 시험/분석 시스템의 공인 검증 program 참여

- 1) LIP(Laboratory Inspection Program)
 - 주관 : 미국무성산하 NIST 소속 CCRL (시멘트 및 콘크리트 표준화 관리기관)
 - 기간 : '99. 8. 10~12 (03일간)
 - 비용 : \$9,000
 - 주요 Inspection/평가 내용
 - ☞ ASTM 시험기기 세팅/관리상태
 - ☞ ASTM 시험절차 준수상태
 - ☞ ASTM 시험요원의 숙달정도
 - Inspection 결과
 - ☞ ASTM 시험절차 준수상태 양호
 - ☞ 물리시험요원의 ASTM Skill 양호
 - ☞ ASTM 시험기기 설치/관리 전반적 양호, 일부노후기기 규격에 맞도록 교체의견 제시
 - Inspection 예상효과
 - ☞ 향후 미주 시멘트 및 클링커 수출 시장 확대에 기여할 것으로 기대

- 2) PSP(Proficiency Sample Program) 참여
 - 주관 : LIP와 동일기관
 - 참여기간 : '99. 8. 20~27
 - 참여방법 : CCRL의 Standard Sample을 이용하여 분석결과에 대한 정확도 및 신뢰도 평가
 - 참여비용 : \$340(물리시험에 국한)

주) 아시아 지역에서는 당사가 최초로 상기 program에 참여 기록으로 남았으며 계약전 이러한 적극적인 자세가 Buyer에게 좋은 인상을 준 것으로 자체 평가

9. Type I/II 시멘트 생산 및 품질관리현황

1) 저알칼리형 Type I/II 시멘트란?

- 품질요구특성

- ① 28일 압축강도 : 425kg/cm² 이상
- ② C3A함량 : 5~8%
- ③ T.A. : 0.6%이하

- 생산특성

- ① 높은 HM/SM으로 킬른소성열량 증가 (약 15kcal/kg-cli)
- ② 높은 SM으로 부원료 비용 증가
 - ☞ 규석/슬래그 사용량 증가로 R/M 원료분쇄성 저하(약 10%)
- ③ 저알칼리 부원료 비용증가
 - ☞ 슬래그, 제강슬래그
- ④ 고품위 석회석/고령토 집중채굴로 원료고갈 심화 (특히 K2O)
- ⑤ 클링커 분쇄성 저하로 분쇄비 증가
- ⑥ 낮은 클링커 수율로 제조원가 상승
 - ☞ 5mm undersize 클링커만 type I/II 시멘트 분쇄용으로 사용함
 - ☞ 평균 클링커수율 33% (Loss감안)
 - ☞ 지속적인 킬른의 안정운전 요구

2) 클링커 입도분리를 활용한 저알칼리용 클링커의 생산 (특허출원중)

- 근거 : 정상조업시 클링커는 size가 작아질수록 낮은 알칼리값을 갖는다는 데 착안

<그림> 클링커 사이즈별 TA 분포현황

전체	+40mm	-30~+20	-20~+10	-5mm
0.62	0.81	0.70	0.64	0.50
0.77	0.97	0.83	0.67	0.63
0.77	-	0.90	0.81	0.54
0.72	0.89	0.81	0.71	0.56

주) 전체클링커 TA 0.72 이하 유지시 undersize에서 0.60이하 생산 가능

- 제품의 설계

- ☞ 클링커 Moduli : HM(2.14), SM(2.50), IM(1.45)
- ☞ 원료 Moduli : HM(2.24), SM(2.58), IM(1.37)
- ☞ 배합비 계산 & 예상 클링커 품위 (별첨3 참조)

3) Type I/II 클링커 및 시멘트 품질실적

- 클링커 성적(5mm undersize)

SiO ₂	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	SO ₃	TA	f-CaO
21.58	3.78	0.75	0.07	0.16	0.56	1.05
HM	SM	IM	C3S	C2S	C3A	C4AF
2.15	2.49	1.42	60.43	16.31	7.42	10.94

- 시멘트 성적(별첨4 참조)

4) 수출/품질현황 및 향후방향

- 8월말 현재 약 65만톤 시멘트 수출 완료
 - ☞ Cemex (14), North Texas (3모선)
- 품질 Recommendation이 전혀 없음
- Cement Mill System 특성에 따라 Wagner 값에 대한 고유 특성현황 파악 중요
- 낮은 TA, C3A으로 높은 분말 특성에도 낮은 주도범위를 보임 (약24.5~24.8%)
- 향후 클링커 수율향상에 주력예정
 - ☞ 일차 V/S size증대로 수율 향상
 - ☞ 저 알칼리/저가 부원료 개발 제고

별첨1.

Specification of Type I/II cement required by Cemex

시 험 항 목		Specification		
		Average	Minimum	Maximum
화 학 성 적	SiO ₂ (%)	20.7	20.0	22.0
	Al ₂ O ₃ (%)	4.7	4.0	5.0
	Fe ₂ O ₃ (%)	3.3	2.8	3.7
	CaO (%)	63.3	62.0	66.0
	MgO (%)	3.7	-	4.3
	f-CaO (%)	1.3	-	1.8
	LOI (%)	0.9	-	1.5
	Insoluble residue (%)	0.2	-	0.5
	T.A.(Na ₂ O equiv' %)	0.57	-	0.6
	C ₃ S (%)	57	52	-
	C ₂ S (%)	18	14	27
	C ₃ A (%)	6.5	5.0	7.5
물 리 성 적	Blaine (cm ³ /g)	3750	3600	3900
	Wagner Fineness (cm ³ /g)	2100	2000	2180
	Air Content (%)	8	6	10
	False Set (%)	85	65	-
	Time of Set (Vicat)			
	Initial Set (min)	130	90	180
	Final Set (min)	240	176	310
	Autoclave expansion (%)	0.28	-	0.40
	Compressive Strength (psi)			
	1 Day	1700	1500	-
	3 Day	3600	3400	-
	7 Day	4900	4700	-
28 Day	6000	5800	-	

별첨 2. KS & ASTM 시험방법 종합비교

기기명 또는 시험명	내 용	시험방법 차이점	
		KS	ASTM
Moist Cabinet (C-511)	내부온도	23±2℃	23±1.7℃
	양생수조	23±2℃	23±1.7℃
	양생수	언급없음	중류수+CaOH포화용액 (3g/ℓ)
Autoclave Expansion(c-151)	안전장치	21±5 kg/cm ² 의 자동압력조절 및 안전밸브장치가 있을 것	350psi±5%에서 터지는 파열디스크나 최대 305psi에서 6~10%(약 330psi) 초과하는 압력에서 작동하는 안전밸브장치가 필요함
	다공금속판(Disk)	-	안전밸브는 6개월마다 주기적 점검/교환
Fineness(Blaine법) (C-204)	플러저 각 평면	-	항상같은면이 겹으로 될 수 있도록 한쪽면에 표시 폭 3.0±0.3mm
	마노미터 규격	15mm, 70mm, 110mm	15±1mm, 70±1mm, 110±1mm
	시료준비	100㎖병에 넣고 밀봉하여 2분간 혼합	120cm 밀봉용기에 넣고 2분간 혼합, 2분간 빙치
	베드 준비	플러저로 1회 가볍게 누른 다음 천천히 뺀다	플러저로 1회 누른 후 천천히 끌어올려 90° 회전후 다시 누른 후 천천히 뺀다.여과지는 1회만 사용하리
	Recalibration	정기주기 언급없음	최소 Recalibration 주기 : 2년반
	시멘트 시료의 량	-	베드를 만들 때 thumb pressure이상 누르지 않으며 누르는 것을 중단시 plunger가 솟아오르지 않도록
Time of setting (by Gillmore Needles) (C 266--89)	시험체성형 받침대	10cm 정사각형의 깨끗한 유리판	102±3mm Plane Non-Absorptive Plate
	시험체 성형	패드를 만든 뒤 윗면을 편평하게 한다	패드를 만든 뒤 위면을 한 번만에 편평하게 한다

기기명 또는 시험명	내 용	시험방법 차이점	
		KS	ASTM
Time of setting (by Vicat Needles) (C 191-92)	시멘트량	500g	650g
	침입도의 확인	기시험한 곳으로부터 6mm이내 접근 불가 물드내면에 9mm이내 접근불가	기시험한 곳으로부터 6.4mm이내 접근 불가 물드내면에 9.5mm이내 접근불가
Flow Table (C 230-97)	Calibration	-	Flow Table용 표준물질(AB-61)로 관리(105±5%)
	시멘트:모래 배합비 mounting	1:2.45 견고하게 몰트로 쥘다	1:2.75 20lb. ft의 torque로 고정한다
Air Content (C-185)	실내/혼합수온도(℃)	20~27.5/23±1.7	23.0±2.0/23.0±1.7
	용기(Measure) 골은자(Straightedge)	안지름(76±1.5mm), 벽과 바닥두께(3.0mm) 길이(100mm이상), 두께(1.5~3.5mm)	안지름(76±2mm), 벽과 바닥두께(2.9mm)
Fineness (45-µm Sieve) (C430-96)	표준체지름	50±6mm	
	표준체를 높이 Spray Nozzle flow rate	75±6mm 언급없음	1500~3000g/min
Compressive Strength (C-109)	표준체 세척방법	1초 1회 수평으로 저으면서 1분간 세척	체클 12mm깊이유지 60초간 60회 돌리면서 세척
	Cleaning 주기	10회 측정후	5회 측정후
Compressive Strength (C-109)	시멘트/모래량(g)	510/1520	500/1375
	혼합수	일반수도수	증류수
	모래의 투입	처음1속 30초동안	처음1속 60초중 나머지 30초 동안
	표면마무리	뜸질하듯 잘라낸 후 흡수 바닥부분으로 2~3회 손질	한 번에 톱질하듯 잘라냄

별첨3.

- 제품의 설계

☞ 클링커 Moduli : HM(2.14), SM(2.50), IM(1.45)

☞ 원료 Moduli : HM(2.24), SM(2.58), IM(1.37)

구 분	LOI	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	수분	배합비
석회석	41.54	4.92	1.52	0.89	48.16	2.65	0.44	0.01	2.50	86.31
Shale 1	3.45	64.00	19.95	7.46	0.99	1.40	2.30	0.35	8.30	6.42
Shale 2	2.93	73.00	9.65	8.34	1.79	1.75	2.30	0.14	9.50	3.29
규석	0.22	95.34	2.73	0.75	0.22	0.17	0.56	0.01	1.08	3.04
철광석	2.04	15.65	4.67	54.94	1.59	20.47	0.48	0.16	0.99	0.97
제강슬래그	0.00	11.72	7.00	34.48	38.30	7.81	0.21	0.28	5.00	0.50
조합원료	36.15	13.46	3.02	2.20	41.85	2.67	0.61	0.04		
클링커	-	21.58	5.11	3.52	64.64	4.13	0.96	0.06		
	C3S		C2S		C3A		C4AF			
	59.75		16.87		7.58		10.71			

별첨4.

Type I/II 시멘트 품질실적

시험 항목		Specification			실 적
		Average	Minimum	Maximum	
화학적	SiO ₂ (%)	20.7	20.0	22.0	20.52
	Al ₂ O ₃ (%)	4.7	4.0	5.0	4.21
	Fe ₂ O ₃ (%)	3.3	2.8	3.7	3.45
	CaO (%)	63.3	62.0	66.0	62.55
	MgO (%)	3.7	-	4.3	3.64
	f-CaO (%)	1.3	-	1.8	0.99
	LOI (%)	0.9	-	1.5	0.56
	Insoluble residue (%)	0.2	-	0.5	0.15
	T.A. (Na ₂ O equiv' %)	0.57	-	0.6	0.55
	C ₃ S (%)	57	52	-	58.4
	C ₂ S (%)	18	14	27	14.8
	C ₃ A (%)	6.5	5.0	7.5	5.3
물리성적	Blaine (cm ² /g)	3750	3600	3900	3650
	Wagner Fineness (cm ² /g)	2100	2000	2180	2090
	Air Content (%)	8	6	10	7.7
	False Set (%)	85	65	-	82.8
	Time of Set (Vicat)				
	Initial Set (min)	130	90	180	115
	Final Set (min)	240	176	310	246
	Autoclave expansion (%)	0.28	-	0.40	0.10
	Compressive Strength (psi)				
	1 Day	1700	1500	-	1730
	3 Day	3600	3400	-	3560
	7 Day	4900	4700	-	5020
28 Day	6000	5800	-	6470	