

습식 체분리법을 이용한 알루미나분말 중의 조대입자 함량평가

정상진[†] · 임형미* · 이승인 · 김영희 · 김수룡 · 조용익**

요업기술원 세라믹·건재부

*요업기술원 신기능재료부

**전남대학교 공업기술연구소

(2002년 6월 14일 접수; 2002년 7월 24일 승인)

Measurement of Coarse Particle Mass in Alumina Powders Using Wet Sieve Method

Sang-Jin Jung[†], Hyung-Mi Lim*, Seung-In Lee, Young-Hee Kim, Soo-Ryong Kim and Yong-Ick Cho**

Building Materials Department, KICET, Seoul 153-801, Korea

*New Functional Materials Department, KICET, Seoul 153-801, Korea

**Engineering Research Institute, Chonnam National University, Gwangju 500-757, Korea

(Received June 14, 2002; Accepted July 24, 2002)

초 록

세라믹 분말을 이용하여 슬러리와 분산제의 농도에 따른 조대입자 함량평가에 대한 연구를 수행하였다. 시판용의 알루미나 분말을 조대입자 분리용 시료로 사용하였으며, 분산제로는 sodium hexametaphosphate와 sodium polyacrylate를 사용하였다. 알루미나 농도의 증가 및 분산제 농도의 감소에 따라 조대입자의 함량이 증가하였다. 슬러리 내의 시료농도가 1.0 wt%이고, 시료에 대해 1.0 wt%의 분산제를 첨가하였을 때 조대입자의 함량이 가장 작게 측정됨을 알 수 있었다. 고분자 분산제인 sodium polyacrylate를 사용하면 sodium hexametaphosphate보다 조대입자의 함량이 크게 측정되었다. 실험횟수가 증가함에 따라, 체의 질량이 일정한 비율로 감소하는 경향을 나타냈다. 조대입자의 함량을 알고 있는 임의의 슬러리를 제조하여 실험을 실시한 결과, 본 연구에서 사용한 습식 체분리 방법은 조대입자 함량평가에 적합한 것으로 사료된다.

ABSTRACT

The effects of solid and dispersant concentration was investigated by wet-sieving method for knowing the amount of coarse particle in fine powders. In the work alumina powders, sodium hexametaphosphate and sodium polyacrylate were used for preparing slurry. It was confirmed that the coarse particle mass increased by increasing alumina concentration and decreasing dispersant concentration. With systematic measurements we know that the alumina powder and dispersant of one weight percent(1.0 wt%) were proper quantity for coarse particle mass measuring, respectively. Sodium polyacrylate as dispersant showed higher coarse particle mass than sodium hexametaphosphate. The sieve mass was decreased according to increase of experiment number. Based on experiments it was considered that wet-sieving method is good tool for measuring a coarse particle mass in fine powders.

Key words : Coarse particle, Wet-sieving, Slurry concentration, Dispersant

1. 서 론

원료분말의 특성은 파인 세라믹스 제품의 품질에 직접적인 영향을 미치는 요인이 된다. 따라서, 신뢰성이 높은 고품질의 세라믹 제품을 제조하기 위해서는 표준측정법을 통하여 원료 분체의 특성을 평가할 필요가 있다. 현재, 입자입경 및 입도분포, 표면적, 형태 그리고 표면화학성 등과 같은 분체의 특성을 평가하는 많은 분석방법들

이 응용되고 있다. 그러나 이러한 시험법만 가지고는 분말을 완전히 평가하기에는 부족하다.¹⁻³⁾

세라믹 제품의 결함 및 파괴원인 중 하나로 출발원료 내에 포함되어 있는 조대입자를 들 수 있다. 미세입자 중에 함유되어 있는 조대입자는 그 양이 아주 적기 때문에 분석기기 내에서는 측정되지 않는다. 이러한 조대입자를 소결체내에서 큰 결함을 만들어내고 세라믹의 강도저하 및 파괴를 일으키는 요인이 된다. 이러한 조대입자는 그 생성 원인을 분명하게 밝혀서 원료생산 과정에서 포함되지 않게 하거나, 분급공정을 통하여 제거하는 것이 가장 바람직하다. 그러나, 이러한 공정은 대량의 원료를 생산하고 처리하는 현장에서는 적용하기 어려운 실정이다. 따라서, 조

[†]Corresponding author : Sang-Jin Jung

E-mail : sjjung@kicet.re.kr

Tel : +82-2-3282-2447 Fax : +82-2-3282-2430

대입자 함유에 의한 특성저하를 최소화하기 위해서는 세라믹스 제조 프로세스의 각 단계에서 출발원료 내에 포함된 미량의 조대입자 함유량에 대한 정량화 작업이 필요하다.

국내·외적으로 미량의 조대입자 함유량을 평가하는 기준은 아직 확립되어 있지 않다. 각종 체분리 공정에 대해서는 KS, ASTM, JIS 등에 많은 규격이 제시되어 있으나, 모두 다량의 혼합입자들을 입자크기에 따라 분리하고, 입도분포를 확인하는 시험법에 관한 규격들이다. 특히, 일반적인 습식 체분리 공정에서는 진동기나 초음파기, 진공 펌프 등을 이용하여 체분리 효율을 향상시키는 경향이 있고, 기존의 규격들에서도 진동기를 사용한 체분리 방법에 대해 주로 규정하여 놓고 있다.⁴⁻⁷⁾ 그러나, 미량의 조대입자 함유량을 분석하는 과정에서 이러한 방법은 다소 큰 입자들이 체구멍을 통과하도록 돕는 역할을 할 수 있으며, 이에 따라 조대입자 함유량이 실제보다 작게 평가될 우려가 있다. 따라서, 미량의 조대입자의 함유평가를 위한 공정에서는 이러한 기계적 공정에 의한 강제적인 체분리법은 적합하지 않다. Table 1은 각종 체분리 공정에 관련된 국내·외의 규격을 나타내는 표이다.^{4,13)}

본 연구에서는 습식 체분리법을 이용하여 알루미늄 원료 중에 포함된 미량의 조대입자 함유량을 평가하였으며, 체분리용 슬러리의 농도 및 분산제 첨가에 따른 측정결과를 비교·분석하여, 조대입자 함유평가에 가장 적합하다고 판단되는 실험조건을 제시하였다.

2. 실험방법

2.1. 시료

조대입자 함유측정용 시료로는 시판용의 알루미늄 분말(ALM41, Sumitomo Chemical Co., Japan) 알루미늄 분말을 사용하였다. ALM 41 시료의 입도분포를 확인하기

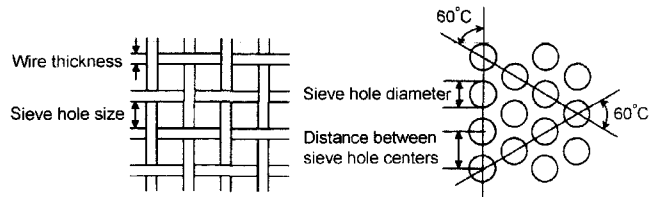


Fig. 1. Structure of standard sieves.

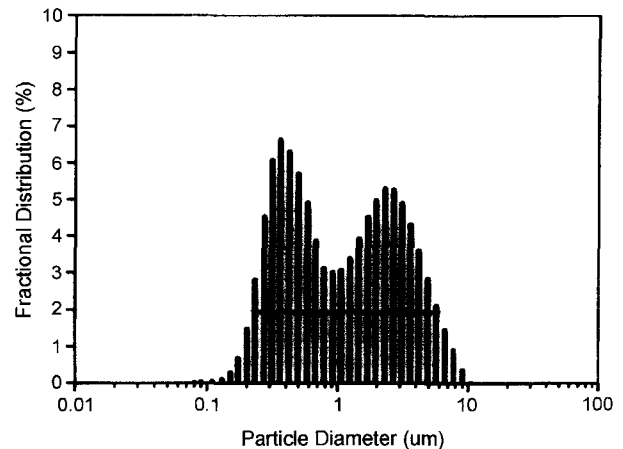


Fig. 2. Fractional distribution of ALM 41 (starting materials).

위해, 레이저 광회절 원리를 이용하여 입자의 크기 및 분포상태를 평가하는 MALVERN사(영국)의 mastersizer를 이용하였으며, 이 기기의 측정 가능한 입도분석 범위는 0.01 ~ 1000 μm 이다. 입도분석용 용매로는 증류수를 이용하였으며, 초음파 분산기를 사용하여 액 중 입자의 분산성을 향상시켰다.

Fig. 2는 ALM 41 분말시료의 입도분포를 나타내는 그래프이다. ALM 41의 평균입자 크기는 0.94 μm 이며, 0.1 $\mu\text{m} \leq d \leq 10.0 \mu\text{m}$ 의 입도분포 범위 내에 거의 모든 입

Table 1. Standard Methods of Sieve Analysis

| Spec | Title |
|------------------|--|
| 1 KS A 5101 | Test Sieves |
| 2 KS L 1211 | Precision Wet Sieve Analysis of Nonplastic Ceramic Powders |
| 3 KS L 4005 | Sieve Analysis of Nonplastic Ceramic Materials |
| 4 ASTM C 117-95 | Standard Test Method for Materials Finer than 75 μm (No.200) Sieve in Mineral Aggregates by Washing |
| 5 ASTM C 136-96a | Standard Test Method for Sieve Analysis of Fine and Coarse Aggregates |
| 6 ASTM C 325-81 | Standard Test Method for Wet Sieve Analysis of Ceramic Whiteware Clays |
| 7 ASTM C 371-89 | Standard Test Method for Wire-Cloth Sieve Analysis of Nonplastic Ceramic Powders |
| 8 ASTM E 11-81 | Standard Specification for Wire-Cloth Sieves for Testing Purpose |
| 9 JIS A 1102 | Method of test for sieve analysis of aggregates |
| 10 JIS Z 8800 | Test sieves with electroformed sheet |
| 11 JIS Z 8801-1 | Test sieves - Part 1 : Test sieves of metal wire cloth |
| 12 JIS Z 8815 | Test sieving |
| 13 JIS Z 8901 | Dusts and Aerosols for Industrial Testing |



Fig. 3. Microstructure of ALM 41 (×5,000).

자가 존재함을 알 수 있다. 따라서, 25 μm의 체를 사용할 경우, 이론적으로 모든 입자가 체를 통과해야만 한다. 만일, 실험결과 25 μm 이상의 조대입자를 포함하고 있으면 그 양은 입도분석 장치로는 감지되지 않을 만큼 미량일 것이다.

또한, 미세한 시료입자의 미세구조와 형상 및 입자크기 분포를 확인하기 위해 주사전자현미경(SEM)을 이용하여 관찰하였다. Topcon사의 ABT-32 모델을 이용하였으며, 확대배율은 5,000배로 관찰하였다.

Fig. 3은 ALM-41 분말시료의 SEM 사진이다. 입자의 크기 분포가 고르지 않으나, 2.0 μm 이하의 크기를 갖는 입자들이 다수를 차지하고 있는 것을 알 수 있다. 그러나, 그 이상의 입자들도 다량 포함되어 있다. ALM 41 시료에 포함된 조대입자가 SEM 사진에서 보이지 않는 이유는 상대적으로 개수가 작기 때문이라고 생각되며, 조대입자의 함량이 매우 적은 것은 입도분석 실험의 결과에서 이미 확인하였다.

또한, 입자의 형상을 살펴보면, 완전한 구형이 아닌 여러 가지 형태의 균일하지 못한 입자들로 구성되어 있음을 알 수 있다. 효과적이고 정확한 체분리 결과를 얻기 위해서는 균일한 구형의 입자들로 구성된 시료를 이용하는 것이 유리하다. 입자의 형상이 다양하면 단순히 체구멍의 크기와 입자크기의 관계로써 체분리 효율을 설명하는 것이 어려우며, 실험결과도 입도분석 결과와 차이가 있을 수 있다. 그러나, 실제 산업현장에서는 완전한 구형의 입자들로만 구성된 분말시료를 이용하는 것이 사실상 불가능하다. 따라서 본 연구에서 다양한 형상의 입자들을 이용하여 얻은 실험결과는 실제 산업현장에서 매우 유용하게 이용될 수 있을 것이라고 생각한다.

2.2. 체분리용 슬러리의 제조

슬러리 제조 시 분말시료의 농도와 분산제의 종류 및

농도를 변화시켰으며, 이에 따른 조대입자 함량 측정치의 차이를 비교하였다. ALM 41 슬러리의 농도를 0.5 wt%, 1.0 wt% 그리고 5.0 wt%로 변화시켜, 조대입자의 함량이 최소가 되는 슬러리 농도 조건을 확인하였다.

슬러리의 분산성 향상을 위해 분산제를 첨가하였다. Sodium Hexametaphosphate(SHP)는 미세한 무기 분말시료의 분산에 자주 이용되는 분산제로서, 입자 표면에 흡착하여 정전기력에 의한 입자간의 반발력을 증가시킴으로써 슬러리를 분산시킨다.¹⁷⁾ SHP의 첨가량에 따른 분산성의 차이를 확인하기 위해 시료에 대한 첨가량을 0.2 wt%, 1.0 wt% 그리고 2.0 wt%로 조절하여 체분리 실험을 실시하였다. 또한, 분산 메커니즘의 차이에 의한 조대입자 함량 측정치의 차이를 확인하기 위해, 분산제로 Sodium Polyacrylate(SP, 중합량 : 22,000~70,000)를 이용하여 실험을 실시하여 결과를 비교·분석하였다. Sodium Polyacrylate는 미세한 알루미늄 입자의 분산에 주로 이용되는 고분자 분산제이며, 입자 주위에 흡착하여 일정한 두께의 흡착층을 형성함으로써 분산성을 향상시킨다.¹⁸⁾

2.3. 체와 시료의 준비

조대입자 분리용 sieve로는 일본의 IIDA SEISAKUSHO Co.사 및 국내의 청계상공사에서 제작한 500 mesh(25 μm) sieve를 사용하였으며, 그 규격은 각각 Φ55 mm×H25 mm 와 Φ75 mm×H20 mm이다.

원료분말중의 조대입자를 정량화하기 위해서 원료분말 약 30 g을 질량을 알고 있는 유리병에 넣은 후 200°C의 열풍식건조기를 사용하여 105°C에서 2시간 건조시킨 다음 데시케이터 안에서 상온으로 냉각시켰다. 건조분말의 중량을 총중량에서 유리병의 중량을 뺀 값으로 결정하였다. 실험용 체는 bath형 초음파세척기를 이용하여 10분 간 2회 세척한 후, 동일한 건조기에서 105°C로 2시간 건조하였으며, 시료와 마찬가지로 데시케이터 내에서 실온으로 냉각시킨 후 사용하였다.

시료 및 체의 질량을 측정하기 위해서 소수점 아래 넷째 자리까지 측정이 가능한 저울을 사용하였으며, 피측정물을 저울에 올려놓은 후 약 30초 후에 저울이 표시하는 값을 측정값으로 정하였다. 또한, 질량측정의 정확성을 높이기 위해 모든 측정치는 세 번의 측정값에 대한 평균값으로써 나타내었다.

2.4. 표준망체를 이용한 습식 체분리

체분리 하기 전에 약 5분간 초음파 분산을 실시하여 슬러리의 분산성을 높여 주었으며, 분산 후 약 20분간 magnetic stirrer를 이용해서 슬러리를 교반함으로써 초음파 분산에 의해 상승한 슬러리의 온도를 실온으로 낮추어 주었다. 제작한 1l의 슬러리를 체에 통과시켰으며, 체분리 공정 중의 초음파나 진동 등은 조대입자가 체구멍

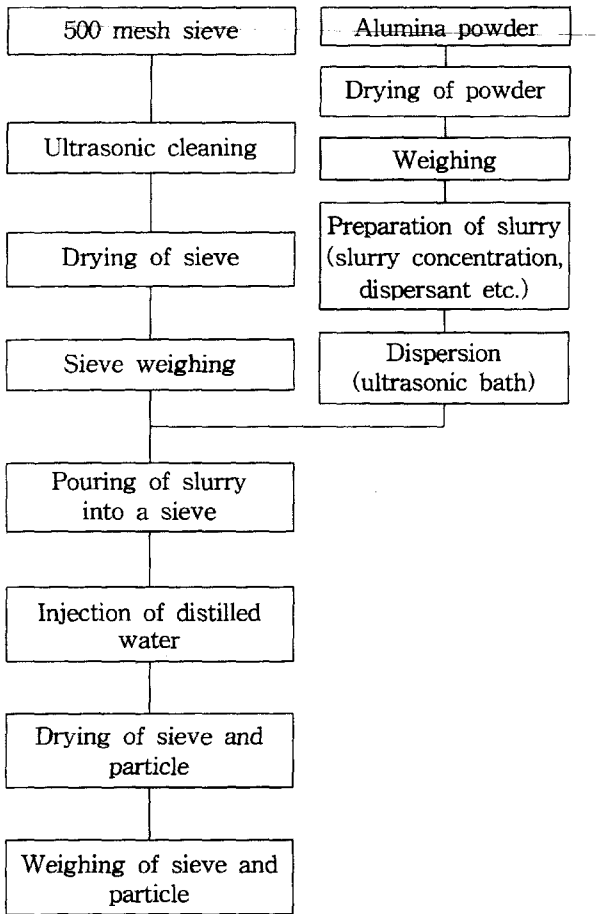


Fig. 4. Procedure of measuring coarse particle mass.

을 통과하게 하며, 결국 조대입자의 함량이 과소평가될 수 있다. 따라서, 본 연구에서는 단지 증류수에 의한 세척을 통해서만 체분리를 실시하였다.¹³⁾

원료분말 슬러리의 체분리가 끝난 후, 증류수를 1 l/min의 일정한 속도로 체에 부어 체망에 부착되어 통과하지 못한 미세분말이나 체벽에 부착되어 있는 분말을 제거하였으며, 증류수의 양은 슬러리의 10배인 10 l를 사용하였다. Fig. 4는 체분리를 통한 조대입자 함량평가 실험공정을 나타낸 그림이다.

2.5. 조대입자 함량 계산

조대입자의 의미에 대해서는 명확히 정의되어 있지 않다. 일반적으로 시료의 평균 입자크기보다 수십 배 이상 큰 입자들을 그 시료에 포함된 조대입자라고 말하며, 본 연구에서는 원료분말 평균입경의 20~30배 이상되는 입자를 조대입자라고 정의하기로 한다.

체분리 실험이 끝난 후 조대입자 함유율은 다음 식(1)에 의해 계산하였으며, 조대입자의 함유율은 소수점 이하를 반올림하여 나타내었다.

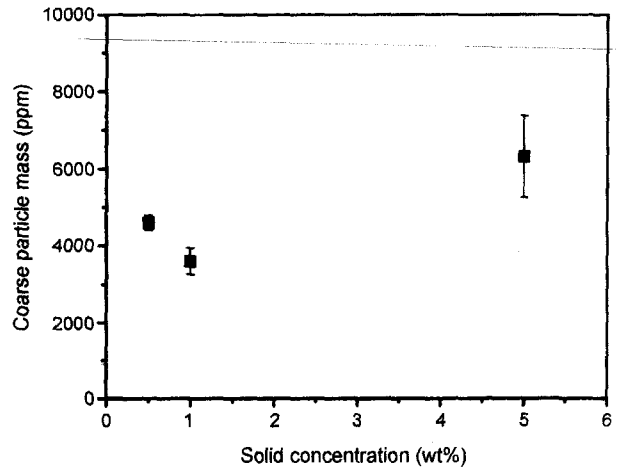


Fig. 5. Coarse particle mass as function of slurry concentration.

$$X = \frac{W_{sp} - W_s}{W_p} \times 10^6 \tag{1}$$

여기서, X는 조대입자의 함유율[ppm]을 나타내며, W_{sp}는 체분리 후의 체와 시료의 질량[g], W_s은 체분리 전의 체의 질량[g] 그리고 W_p는 체분리 실험에 투입한 분말시료의 질량[g]을 나타낸다.

2.6. 실험 후 체의 세척 및 보관

체분리 실험이 끝난 후, 분말시료가 부착되어 있는 체를 초음파 세척기로 10분 간 2회에 걸쳐 세척하였다. 초음파 세척이 끝난 체는 건조기 내에서 105°C로 2시간 건조 후, 다음 실험이 진행될 때까지 데시케이터 내에서 보관하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 슬러리 농도의 영향

Fig. 5는 체분리용 슬러리의 농도에 따른 조대입자 함량평가 결과를 나타낸 그래프이며, 이 그래프에서 분산제의 첨가량은 시료에 대해 1.0 wt%로 일정하다. 슬러리 농도가 1.0 wt%에서 5.0 wt%로 증가하면, 조대입자의 함량은 약 3,500 ppm에서 약 6,500 ppm으로 2배 정도로 커지며, 오차도 증가함을 알 수 있다. 이는 슬러리의 농도가 증가할 경우, 상대적으로 분산 안정성이 떨어지기 때문인 것으로 생각된다.

그러나, 슬러리 농도가 0.5 wt%로 낮을 때에도 조대입자의 함량은 4,600 ppm 정도로 다소 크게 평가되었으며, 반복실험의 결과를 볼 때 실험오차는 아닌 것으로 생각된다. 슬러리의 농도가 너무 낮으면, 분산공정에서 입자끼리의 충돌에 의한 응집과괴가 발생할 가능성이 줄어들게 된다.¹⁷⁾

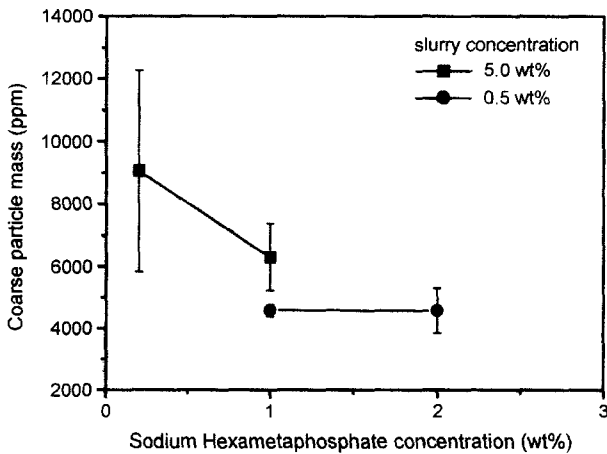


Fig. 6. Coarse particle mass at different SHP concentrations.

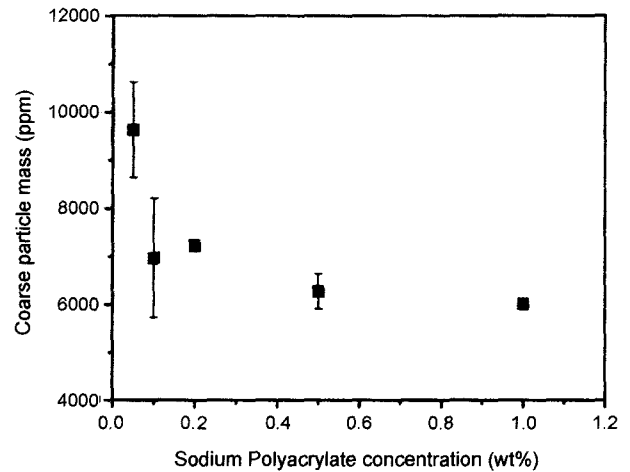


Fig. 7. Coarse particle mass in relation to SP concentration.

측정 data들 간의 오차범위는 농도가 증가함에 따라 커지는 것을 알 수 있었으며, 이는 고농도 슬러리의 경우에 분산성의 저하로 인하여 오차범위가 커지는 것이라 생각된다. 슬러리의 최적 분산이 이루어진다면, 조대입자 함량은 최소로 나타날 것이다. 따라서, 본 논문에서는 습식 체분리법을 이용하여 25 μm 이상의 조대입자 함량을 평가하기 위해서 조대입자 함유량의 증가에 따른 체의 막힘방지 및 측정에 따른 오차범위를 작게 할 수 있는 슬러리 농도로서 1.0 wt%를 택하여 실험을 수행하였다.

3.2. 분산제 농도의 영향

Fig. 6은 분산제로 첨가한 SHP의 농도에 따른 조대입자의 함량을 나타낸 그래프이다. 5.0 wt% 농도의 슬러리에 대해 분산제의 농도가 0.2 wt%에서 1.0 wt%로 증가하면 조대입자의 함량이 약 9,000 ppm에서 약 6,000 ppm으로 작게 평가되며, 오차범위도 작아지는 것을 알 수 있다. 이는 분산제의 농도가 증가하면, 슬러리 내 분말시료의 분산성이 증가하기 때문이다. 반면에, 0.5 wt% 농도의 슬러리에 대해서는 분산제의 농도가 1.0 wt%에서 2.0 wt%로 2배 증가해도 조대입자 함량은 약 5,000 ppm으로 큰 변화가 없으며, 오차범위는 오히려 증가한다. 이는 최적 분산을 위해 필요한 적정량 이상의 분산제가 첨가되면 분산성의 향상은 더 이상 일어나지 않고, 오히려 액 중에 용해되어 있는 여분 분산제의 재 응집에 의해 반대효과가 나타나는 것이라고 판단된다. 따라서, 본 실험에서는 ALM 41 시료를 분산시키기 위해서 SHP의 양을 분말시료에 대해서 1.0 wt%로 하였다.

Fig. 7은 고분자 분산제인 SP를 첨가하였을 때 1.0 wt%의 슬러리에 대한 조대입자 함량 측정치를 보여준다. SP의 첨가량이 증가할수록 조대입자의 함량 측정치도 감소하는 경향을 보이나, 0.5 wt%의 첨가량과 1.0 wt%의 첨가량에 대한 조대입자의 함량은 약 6,500 ppm으로 큰 차이

가 없다. 이로부터 SP를 더 첨가해도, 분산성은 향상되지 않을 것이라 생각할 수 있다. 따라서, ALM 41 시료 분산을 위한 SP의 적정 첨가량은 0.5~1.0 wt% 정도로 SHP와 유사하다고 말할 수 있다.

SHP와 SP, 두 분산제의 첨가에 의한 조대입자 함량 측정결과를 비교하면, 최적의 분산성을 보인다고 판단되는 1.0 wt%의 첨가량에 대해서 SHP를 사용할 경우에 조대입자 함량이 절반 정도 낮은 값으로 평가되었다. 이는 몇 가지 이유로 생각해 볼 수가 있다. 첫 번째는 슬러리 내에서 입자 분산성의 증가이다. ALM 41 시료에 대해 SHP의 분산성이 SP 보다 우수하기 때문에 이런 결과가 나온다고 생각할 수 있다. 두 번째는 입자크기의 변화이다. 고분자 물질인 SP가 입자의 주위에 흡착할 경우, 입자의 크기가 증가하여 체를 통과할 수 있는 가능성은 줄어들게 된다. 세 번째는 슬러리의 점도증가이다. ALM 41 슬러리에 대해 SP를 첨가하였을 때 점도가 눈에 띄게 증가함을 확인할 수 있었다. 슬러리의 점도가 증가하면, 상대적으로 체분리 효율은 감소하게 된다. 끝으로, 분산제가 체에 미치는 영향이다. SHP의 경우에는 물에 잘 용해되고, 체망에 흡착되더라도 체분리 효율에 큰 영향을 미치지 않는다. 그러나, SP는 흡착성이 좋은 고분자 물질이므로, 체분리 과정에서 체망에 흡착하기가 쉬우며, 따라서 상대적으로 체구멍이 작아져 입자가 통과할 확률이 줄어들게 된다. 또한, 증류수 세척과정에서 체에 부착한 고분자 물질들이 완전히 제거되지 않으면, 실험 후에 시료가 담긴 체의 질량을 증가시켜 조대입자의 함량을 증가시킬 수 있다.

앞서 말한 여러 가지 가능성 중에서, 분산능력의 차이 보다는 고분자 분산제의 특성에 따른 이유로 인해 조대입자의 함량이 크게 나타난 것으로 보인다. 따라서, 미세한 분말시료의 체분리 공정에서는 고분자 물질이 분산제로써 적당하지 않다고 사료된다.

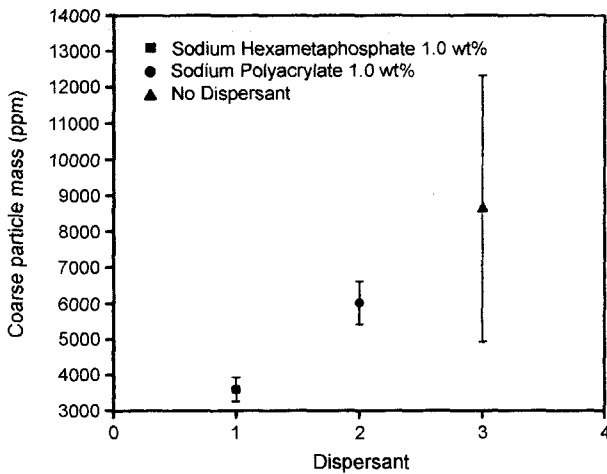


Fig. 8. Coarse particle mass as function of dispersant.

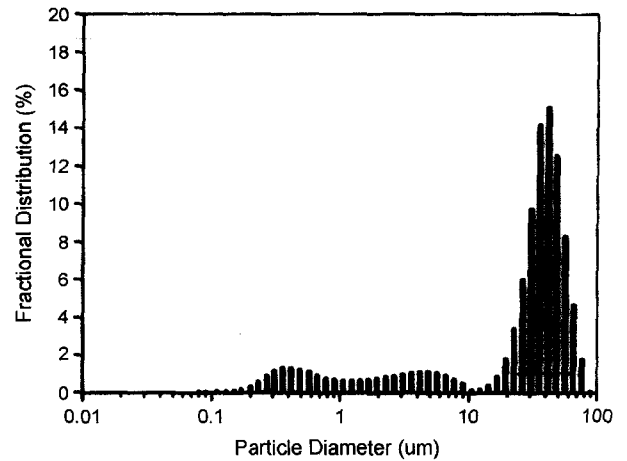


Fig. 10. Fractional distribution of oversize ALM 41 (adding dispersant).

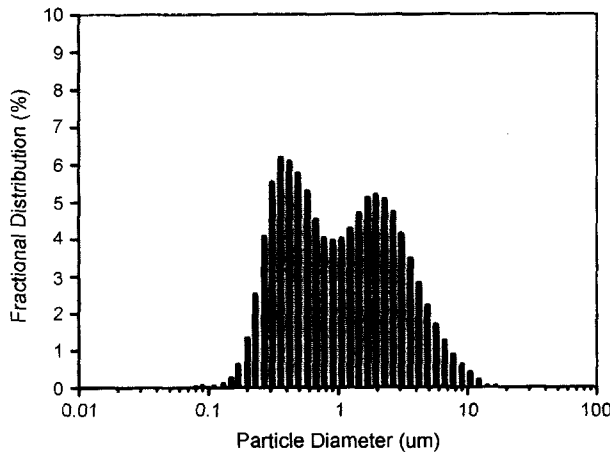


Fig. 9. Fractional distribution of undersize ALM 41 (adding dispersant).

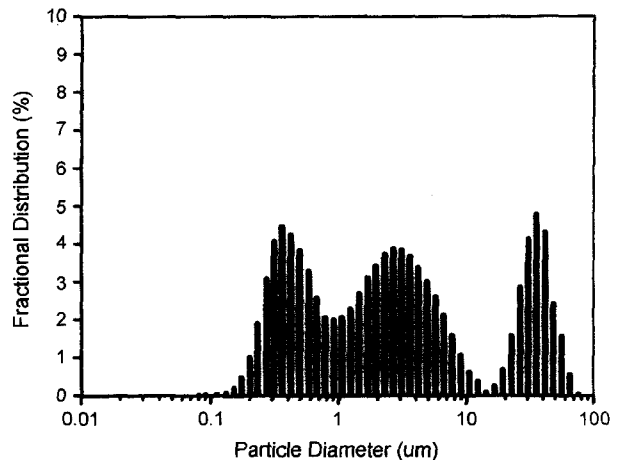


Fig. 11. Fractional distribution of oversize ALM 41 (no dispersant).

3.3. 분산제 첨가 유·무에 따른 영향

Fig. 8은 분산제로 첨가하였을 때와 분산제를 첨가하지 않았을 때의 조대입자 함량 측정값 변화를 보여주는 그래프이다. 분산제를 첨가하지 않은 경우, 조대입자의 함량이 2배 이상 크게 측정됨을 확인할 수 있으며, 오차범위도 40% 이상으로 매우 커진다. 따라서, 종류에 상관없이 분산제를 첨가함으로써 체분리를 통한 조대입자 함량 평가에서 보다 정확한 결과를 얻을 수 있다고 사료된다.

Figs. 9~11은 SHP 분산제 첨가 유·무에 따른 체 통과입자 및 잔류입자의 입도분포를 보여주는 그래프이다. Fig. 9에서 체를 통과한 입자는 출발원료와 입도분포가 거의 일치함을 알 수 있다. 그 이유는 출발원료의 입도분석에서 미량의 조대입자가 측정되지 않았기 때문이다. Fig. 10은 분산제를 첨가한 슬러리 중 체에 잔류한 입자의 입도분포이다. 출발원료에서는 측정되지 않았던 10~100 μm 크기의 조대입자가 상대적으로 다량 포함되어 있는 것을

알 수 있다. Fig. 11은 분산제를 첨가하지 않은 슬러리 중 체에 잔류한 입자의 입도분포를 나타내는 그래프이다. 미세입자와 조대입자가 모두 다량으로 포함되어 있다. 이는 슬러리의 분산성 저하로 인해, 다량의 미세입자 응집체가 체 위에 잔류했거나, 응집체에 의해 체구멍 막힘현상이 증가하여 미세입자가 체를 통과하지 못하였기 때문이라고 사료된다.

3.4. 습식 체분리법의 신뢰성 평가

원료분말 중의 조대입자 함량평가를 위해 사용한 습식 체분리법의 신뢰성을 확인하기 위해 조대입자의 함량을 알고 있는 표준슬러리를 제조하여 평가를 하였다. 조대입자로서는 White Fused Alumina(dp=50 μm, JIS Z8901)를 사용하여 응집체가 존재하지 않는 알루미늄분말 (Sumiconrundum AA-1, dp=1 μm)에 첨가하여 조대입자함량이 1999,

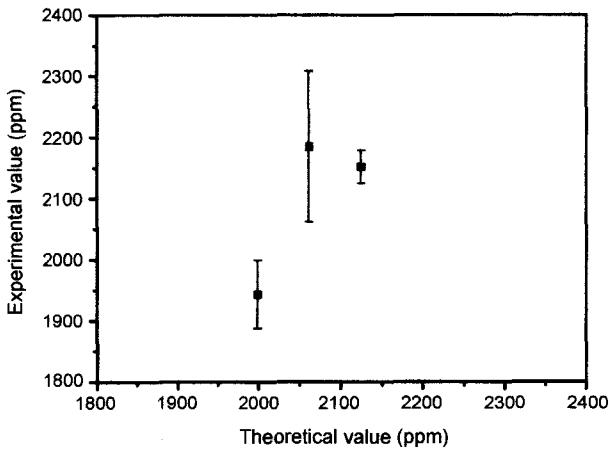


Fig. 12. Coarse particle mass of referential experiment.

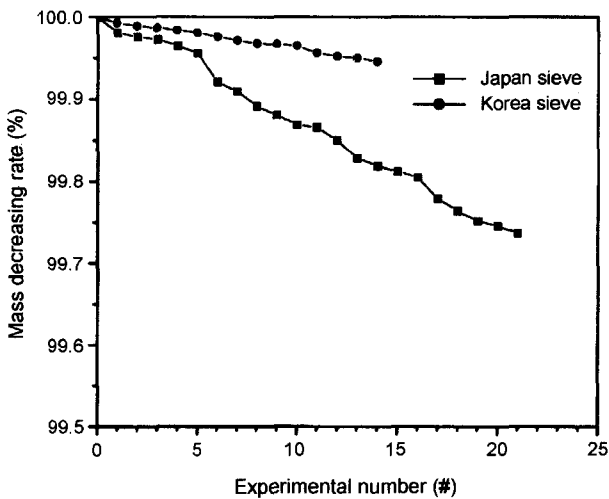


Fig. 13. Mass decreasing rate of sieve as function of experiment number.

2062, 2125 ppm인 표준슬러리를 제조하였다. Fig. 12는 조대입자함량이 각각 다른 슬러리의 이론적인 조대입자 함량값과 실험값의 오차를 보여주며, 세 가지의 조대입자함량이 다른 실험에 대해서 최대의 오차범위는 $\pm 6.0\%$, 최소오차는 $\pm 1.3\%$ 이고, 평균 $\pm 3.5\%$ 의 오차를 갖는 것으로 나타났다. 오차범위 $\pm 3.5\%$ 는 잘못된 공정에 기인한 것이 아니라, 일반적으로 발생할 수 있는 실험오차라고 생각된다. 따라서, 습식 체분리 공정에 의한 조대입자 함량평가 방법은 적합하다고 판단된다.

3.5. 체분리 실험에 따른 체의 질량 감소

Fig. 13은 본 연구에서 사용한 두 가지 체에 대해, 실험 횟수 증가에 따른 체의 질량감소율을 나타낸 그래프이다. 두 체 모두 실험횟수가 증가함에 따라 체의 질량이 일정한 비율로 감소하는 것을 알 수 있다.

실험횟수에 따라 체의 질량이 감소하는 것은, 체의 체조과정에서 표면처리를 위해 행해진 칠이나 코팅이 실험 중 초음파 세척 등에 의해 벗겨지기 때문인 것으로 생각된다. 체분리 실험공정에서 실험 전 체의 질량측정은, 각각의 공정 초기에 세척 및 건조가 끝난 후 이루어지므로 질량감소율이 조대입자 함량계산에는 영향을 미치지 못한다. 그러나, 체의 질량감소에 관한 실험자료는, 실험이 진행되는 동안 체의 상태를 확인하기 위한 참고자료로써 필요하다.

Fig. 13을 살펴보면, 15회의 실험에 대해 일본제 체의 질량감소율은 0.15% 정도로 국산의 약 0.04% 보다 3배 이상 큰 것으로 나타났다. 이것은 국산 체의 질량이 일본 체보다 2배 이상 크기 때문에, 동일한 감소량에 대해 감소율이 크게 나타난 것으로 생각되며, 질량감소율 면에서 체의 안정성은 국산체가 다소 우수하다고 말할 수 있을 것이다.

4. 결 론

입도분석 결과 평균입도가 $0.94 \mu\text{m}$ 이며, $0.1 \sim 10.0 \mu\text{m}$ 의 입도분포를 갖는 ALM 41 분말에 대해, 조대입자의 함량을 평가하기 위한 연구를 수행하였다. 조대입자 분리 방법으로는 습식 체분리법을 사용하였으며, 슬러리 중 분말 시료의 농도, 분산을 위한 첨가제의 종류 및 농도에 따른 조대입자 평가결과를 비교·분석하였다. 본 연구를 수행한 결과, 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

1. 조대입자 함량은 슬러리의 농도가 높아지면 크게 평가되며, 오차범위도 커진다. 본 실험에서는 조대입자의 함량을 정확히 평가하기 위해서는 1.0 wt% 정도의 저농도 슬러리를 이용하는 것이 유효하다.
2. 분산제를 첨가하여 슬러리의 분산성을 높여주면, 보다 정확한 조대입자 함량을 측정할 수 있다. 이 경우, 고분자 물질보다 계면활성제를 분산제로 이용하는 것이 바람직하다.
3. 분산제의 농도가 증가할수록, 조대입자의 함량은 작게 측정된다. 그러나, 최적량 이상을 첨가하면, 조대입자의 함량은 오히려 증가할 수도 있다. ALM 41 시료에 대해 SHP를 1.0 wt% 정도 첨가할 경우, 조대입자 함량이 낮게 평가되었다.
4. 실험횟수에 따라 세척에 의한 체의 질량감소가 발생한다. 그러나 조대입자의 함량계산에는 실험전의 체의 질량을 사용하기 때문에 체의 질량감소가 조대입자의 함량계산에 직접적인 영향을 주지는 않는다.
5. 조대입자의 함량을 알고 있는 표준슬러리를 제조하여 평가실험을 실시한 결과, 오차범위가 $\pm 3.5\%$ 정도인 것으로 나타났다. 따라서, 본 연구에서 이용한 습식 체분리 공정은 조대입자 함량평가에 적합하다고 사료된다.

감사의 글

본 연구는 기술표준원의 학술연구용역사업에 의하여 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

REFERENCES

1. M-J. Kim, J-K. Lee and E-G. Lee, "Influence of Alumina-dispersion on the Microstructure and Fracture Toughness of Y-TZP Ceramics," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **38** [2] 166-72 (2001).
2. J-S. Lee, J-H. Mun, B-D. Han, D-S. Park and H-D. Kim, "Effect of Raw-Si Particle Size on the Mechanical Properties of Sintered RBSN," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **38** [8] 740-48 (2001).
3. Y. I. Cho, S. G. Chung, S. Y. Cho and S. J. Kim, "Effect of Strating Material for MgO on the Mechanical Properties of Alumina Ceramics," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **39** [1] 51-6 (2002).
4. KS L 1211, "Precision Wet Sieve Analysis of Nonplastic Ceramic Powders," 1-3 (1996).
5. KS L 4005, "Sieve Analysis of Nonplastic Ceramic Materials," 1-2 (1972).
6. ASTM E 11-95, "Standard Specification for Wire Cloth and Sieves for Testing Purposes," 1-5 (1995).
7. ASTM C 371-89, "Standard Test Methods for Wire-cloth Sieve Analysis of Nonplastic Ceramic Powders," 1-2 (1989).
8. Y. Arai, "Ceramic Powder Materials Engineering," pp. 205-8, Pierson Education Korea, Seoul, 1994.
9. S. H. Kang, "Powder Engineering," pp. 31-4, 203, 222, Heejung-dang, Seoul, 1995.
10. W. S. Choi, "Present Conditions and Problems for Korean Sieving Technology," *Pharm. Res. J. of Pusan Nat. Univ.*, **30** [2] 1-12 (1996).
11. KS A 5101, "Test Sieves," 1-14 (1999).
12. ASTM C 136-96a, "Standard Test Methods for Sieve Analysis of Fine and Coarse Aggregates," 1-5 (1997).
13. ASTM C 117-95, "Standard Test Methods for Materials Finer than 75 μm (No. 200) Sieve in Mineral Aggregates by Washing," 1-3 (1995).
14. JIS Z 8815, "Test Sieving," 1-9 (1988).
15. JIS Z 8801-1, "Test sieves - Part 1 : Test Sieves of Metal Wire Cloth," 623-29 (2000).
16. JIS A 1103, "Method of Test for Amount of Material Passing Standard Sieve 75 μm in Aggregates," 661-62 (1997).
17. A. K. Helmy¹, E. A. Ferreiro and S. G. de Bussetti, "Effect of Particle Association on 2,2'-Bipyridyl Adsorption onto Kaolinite," *J. Colloid and Interface Sci.*, **225** [2] 398-402 (2000).
18. J. Boisvert¹, J. Perselloa, J. Castaingb and B. Cabanec, "Dispersion of Alumina-coated TiO₂ Particles by Adsorption of Sodium Polyacrylate," *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, **178** [1] 187-98 (2000).