

온간성형용 분말의 고온 유동도와 걸보기 밀도 측정에 관하여

이정근* · 김순욱^a

기술표준원 물류교통표준과, "매그나칩 반도체 공존기술센터

On Apparent Density and Flow Rate Measurement at Elevated Temperature for Powder Mixes Intended for Warm Compacting

Jeong-Keun Lee* and Soon-Wook Kim^a

Logistics and Transportation Standards Division, Korean Agency for Technology and Standards, Gwacheon 427-716, Korea

^aProcess Technology Development Center, Magna Chip Semiconductor, Cheong ju 361-725, Korea

(Received January 31, 2006; Accepted February 14, 2006)

Abstract The aim of this work was to establish an optimal condition for determination of apparent density and flow rate for warm compacting powder. For this purpose it was evaluated uncertainty on them according to ISO Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. This evaluation example would be useful even in powder fluidity measurement at room temperature.

Keywords : Powder characterization, Apparent density, Flow rate, Warm compacting

1. 서 론

온간 성형이 단조 공정에 비하여 생에너지, 친환경적이므로 이를 이용한 성형공정에 대한 수요는 계속 늘어날 것으로 예상된다. 이에 따라 유동도 및 걸보기 밀도 등 분말의 기초적 물성을 측정하기 위한 시험 방법 확립이 필요하다. 이를 위해서는 A형 불확도 측정이 가장 합리적 수단으로 판단된다^{1,2)}. 왜냐하면 분말은 그 특성상 내재적 불확도가 높고 유동도와 걸보기 밀도는 시험방법이 단순하여 제통 효과를 기대하기 어렵기 때문이다. 따라서 본 연구에서는 온간 성형용으로 사용되는 분말의 유동도 및 걸보기 밀도 측정의 유용성과 신뢰성을 funnel 방법으로 평가하고자 하였다. 측정실험에서 발생하는 불확도는 분말의 평균입도, 측정시료의 양, funnel의 오리피스 직경, 실험자 등에 따라 ISO 지침에 따라 표현하였다³⁾.

2. 실험방법

본 실험에서 사용한 온간 성형용 분말은 한국회가 내스(주)의 낮은 가공경화능을 갖는 냉간 용접성 Fe계 합금분말로 0.6% 수지를 함유하고 있다⁴⁾. 이 분말은 100 mesh, 170 mesh와 325 mesh의 체(sieve)를 이용하여 분급한 후, 각 입도 별로 유동도 및 걸보기 밀도의 평가에 이용하였다. 시험 분말이 온간 성형에 적합한 분말인지에 대한 평가를 위해 105±2°C에서 1시간 건조시킨 후 테스트케이터에서 상온으로 냉각시킨 후 질량 변화량을 측정된 결과, 질량의 감소가 없었으므로 온간 성형에 적합한 분말임을 알 수 있었다⁵⁾.

온간 성형용 분말의 유동도 및 걸보기 밀도는 Hall Flow Meter를 이용하여 측정하였다. Hall Flow Meter의 funnel은 오리피스 직경이 2.5 mm와 5 mm인 것을 사용하였으며, funnel에 담은 측정 시료량은 25 g, 50 g, 75 g와 100 g으로 달리하였다. 측정에 사용되는 분말은 105±2°C에서 1시간 건조 후 건조로에서

*Corresponding Author : [Tel : +82-2-509-7241; E-mail : jklee@ats.go.kr]

130±2°C로 승온된 상태에서 시료로 사용하였다.

ISO/IEC의 적합성 평가 요구 사항에 따라 각 유동도 및 겉보기 밀도 측정 조건 별로 4명의 실험자가 동일한 방법으로 30회 반복 측정하였다⁶⁾. 측정값의 신뢰성 확보를 위해 한국표준과학연구원에서 제시한 측정불확도 표현지침에 따라, 반복 측정값에 대한 표준불확도를 표현하였다. 이렇게 얻어진 4명의 측정불확도 데이터를 종합하여 전체 데이터에 대한 합동표준불확도를 표현함으로써 최종 측정값에 대한 신뢰도를 표현하였다³⁾.

3. 결과 및 고찰

그림 1은 100 mesh로 분급된 온간 성형용 분말을

2.5 mm 직경의 오리피스를 이용하여 측정 시료량을 달리한 후, 4명의 실험자가 동일한 방법으로 유동도를 30회 반복 측정한 결과의 산포를 나타내는 것이다. 그림에서 보는 바와 같이 측정 시료량이 25 g일 경우(그림 1a)는 실험자에 따른 산포가 50 g, 75 g, 100 g일 경우(그림 1b-d)보다 상대적으로 매우 불규칙적으로 나타났다. 또한, 25 g의 시료량에서 유동도의 최소/최대의 차이도 약 0.6s로 50 g과 75 g의 약 0.3s 보다 2배 넓은 분포를 나타내었다. 반면에 중앙값에서 최대 빈도수는 25g의 경우가 다른 측정 시료량 보다 약 2.5-4배 많이 나타났다. 한편, 그림 1에서 반복 측정에 따른 유동도 값의 분포는 각 측정자에 대해 정규분포에 가까운 t-분포를 이루고 있음을 알 수 있다. 따라서, 측정값들의 평균값에 대한 표준

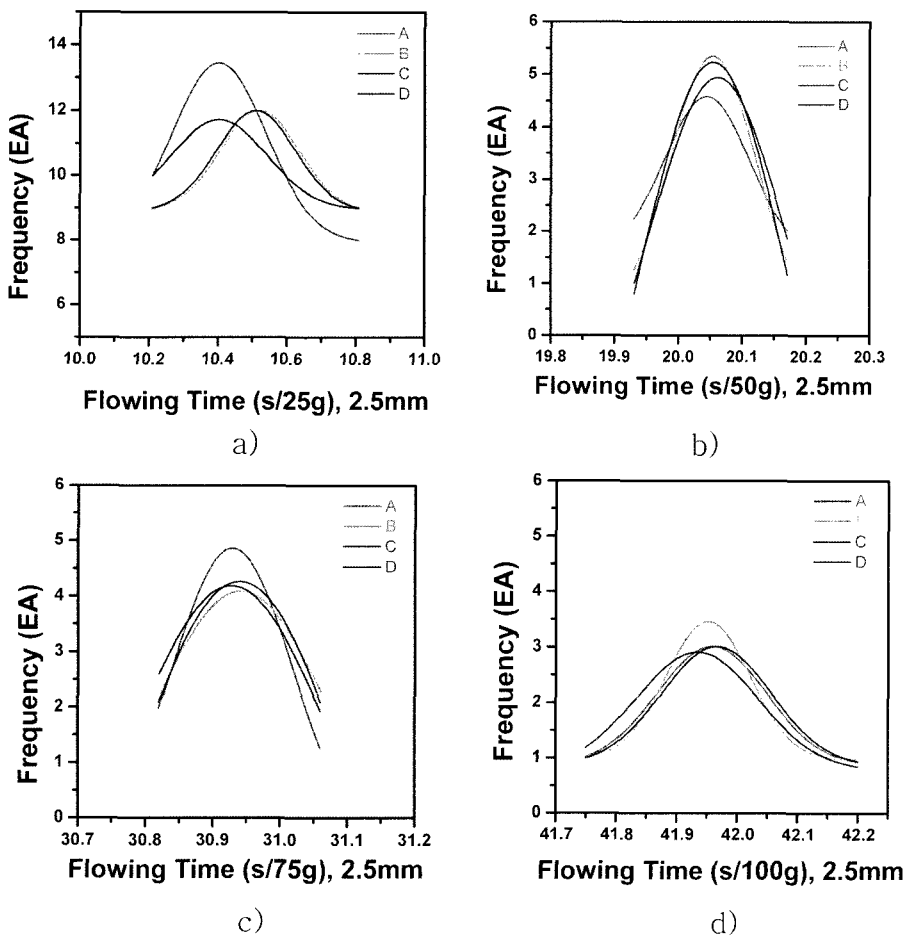


Fig. 1. Distribution of flow rate measurement which 4 observers took with the orifice 2.5 mm in diameter using (a) 25 g, (b) 50 g, (c) 75 g, (d) 100 g powder sample of #100.

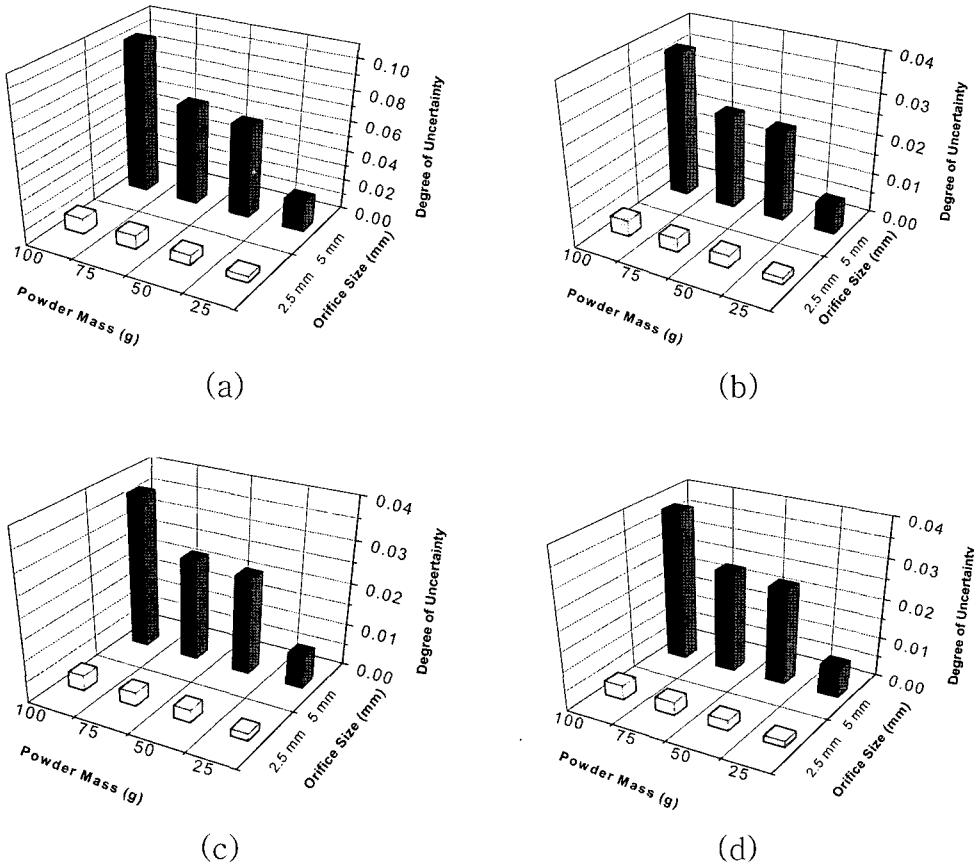


Fig. 2. Type A evaluations of flow rate measurement taken (a) observer A, (b) B, (c) C and (d) D.

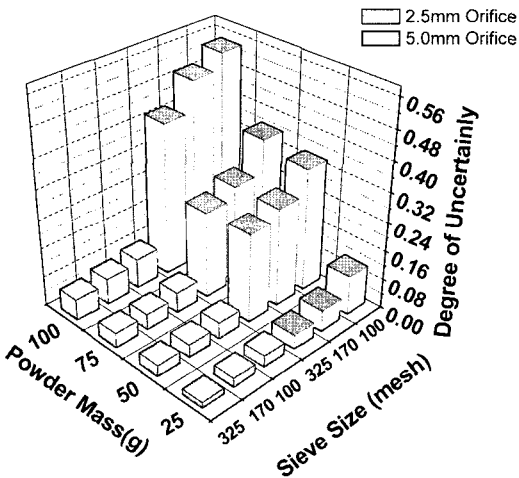


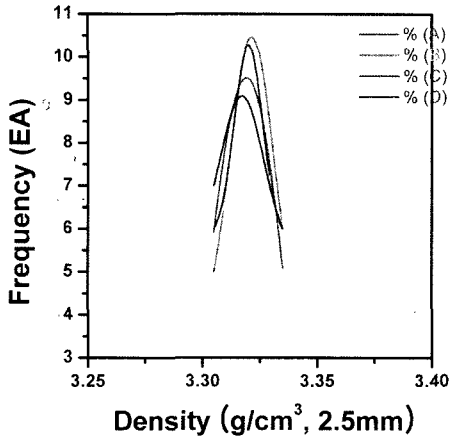
Fig. 3. Combined standard uncertainty of flow rate measurement over the powder size range.

불확도를 구하는 방법에 신뢰성을 부여할 수 있다⁷⁾.

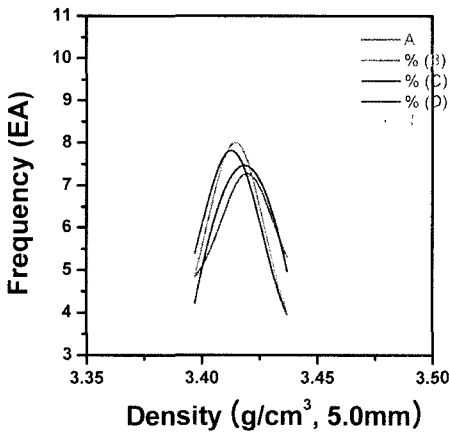
그림 2는 온간 성형용 분말의 유동도를 4명의 측

정자와 오리피스 직경에 따른 상대측정불확도로 표현한 그래프이다. 그림에서 보는 바와 같이 측정자에 상관없이 funnel의 오리피스 직경이 5 mm에서 2.5 mm으로 작아지면 유동도의 상대측정불확도는 크게 감소하는 것을 알 수 있다. 또한, 동일 오리피스 직경에서는 측정 시료량이 감소할수록 상대측정불확도도 감소하는 것으로 나타났다.

그림 3은 온간 성형용 분말의 유동도를 분말입도와 오리피스 직경에 따른 합동실험표준불확도로 표현한 그래프이다. 본 실험은 통계적 관리가 잘 이루어진 실험으로 측정불확도 표현 지침에 따라 측정자 4명에 대한 합동실험표준불확도를 구할 수 있었다. 그림 3에서 보는 바와 같이 오리피스 직경의 증가뿐만 아니라, 분말의 평균 입도의 증가와 측정 시료량의 증가에 따라서도 4명에 대한 합동실험표준불확도가 증가하였다. 이러한 결과에서 합동실험표준불확도가 가장 작은 값은 2.5 mm의 오리피스의 funnel을 사용



a)

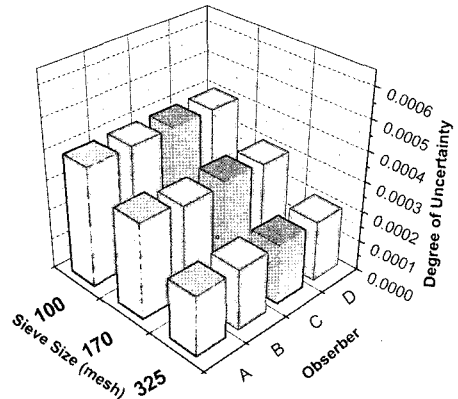


b)

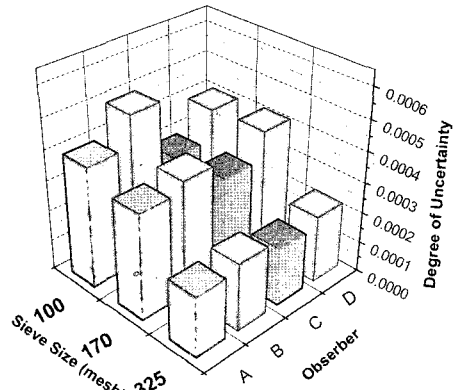
Fig. 4. Distribution of apparent density measurement which 4 observers took with the orifice (a) 2.5 mm and (b) 5.0 mm in diameter.

하여 25 g의 분말 유동도를 측정하는 것이다. 그러나, 25 g의 측정 시료량을 사용할 경우에 유동시간이 매우 짧기 때문에 비록 반복 측정 빈도수는 증가할지라도 측정자에 따른 산포는 그림 1(a)와 같이 매우 넓게 나타났다. 즉, 측정의 어려움으로 인하여 보정할 수 없는 계통효과가 커짐으로써 측정치의 의미가 없어진다⁶⁾. 따라서, 신뢰성 있는 유동도 측정을 위해서는 2.5 mm 직경의 오리피스에서 50 g 이상의 측정 시료를 사용하는 것이 바람직한 것으로 판단된다.

그림 4는 100 mesh로 분급된 온간 성형용 분말을 오리피스 직경에 따른 겉보기 밀도를 4명의 실험자가 동일한 방법으로 30회 반복 측정한 결과의 산포



a)



b)

Fig. 5. Combined standard uncertainty of apparent density measurement with the orifice (a) 2.5 mm and (b) 5.0 mm in diameter.

를 나타내는 것이다. 그림에서 보는 바와 같이 오리피스 직경이 2.5 mm에서 5 mm로 증가함에 따라 온간 성형용 분말의 겉보기 밀도의 산포는 넓어지고 중앙값의 최대 빈도수도 상대적으로 감소하는 것으로 나타내었다. 반복 측정에 따른 겉보기밀도 값의 분포는 측정자에 상관없이 정규분포에 가까운 t-분포를 나타내고 있으므로 측정값들의 평균값에 대한 표준불확도를 구하는 방법에 신뢰성을 부여할 수 있다⁷⁾.

그림 5는 오리피스 직경이 각각 2.5 mm와 5 mm 일때, 분말의 평균입도와 4명의 측정자에 따른 온간 성형용 분말의 겉보기밀도를 합동실험표준불확도로 나타낸 그래프이다. 그림에서 보는 바와 같이 겉보기 밀도의 측정불확도는 오리피스 직경에 상관없이 분

말의 평균입도가 증가할수록 증가하였다. 반면에 측정 실험자에 따른 불확도는 오리피스 직경이 2.5 mm에서 5 mm로 증가하면서 상대적으로 불규칙적인 값을 나타내었다.

4. 결 론

온간 성형용 분말의 유동도 측정에서, 측정방법의 유용성과 표준불확도 값의 신뢰성을 비교하여 판단한 결과, 정확한 유동도 측정을 위해서는 2.5 mm 오리피스 funnel에 분말 50 g을 사용하는 것이 바람직한 측정 방법임을 알 수 있었다. 온간 성형용 분말의 걸보기 밀도 측정에서, 측정방법의 유용성과 표준불확도 값의 신뢰성을 비교하여 판단한 결과, 분말의 안정적인 낙하를 통한 걸보기 밀도 측정 방법으로는 2.5 mm 오리피스 퓨널을 사용하여 걸보기밀도 측정하는 방법이 신뢰성 있는 측정방법임을 알 수 있었다.

참고문헌

1. Franz Adunka: Messungssicherheiten, Theorie und Praxis, 1st Ed. Vulkan Verlag (1998).
2. Hugh W. Coleman and W. Glenn Steele: Experimentation and Uncertainty Analysis for Engineers, 2nd Ed., John Wiley & Sons (1999).
3. GUM: Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, ISO (1995).
4. Hoeganaes Catalog: Products and applications (2000).
5. Z.Y. Xiao, M.Y. Ke, W.P. Chen, D.H. Ni and Y.Y. Li: Mater. Sci. Forum, **471-472** (2001)
6. ISO/IEC 17025: General Requirements for the technical competence of testing laboratories, ISO (1999).
7. ISO/TC 213, ISO/DIS 14253-1, Part 1: Decision Rules for providing conformance or nonconformance with specification, ISO (1998).
8. NCSL RP12: Determining and Reporting Measurement Uncertainties, Recommended Practice, NCSL, Boulder CO (1995).