

입자크기의 결과 분석 (입도 분포; particle size distribution analyzing)

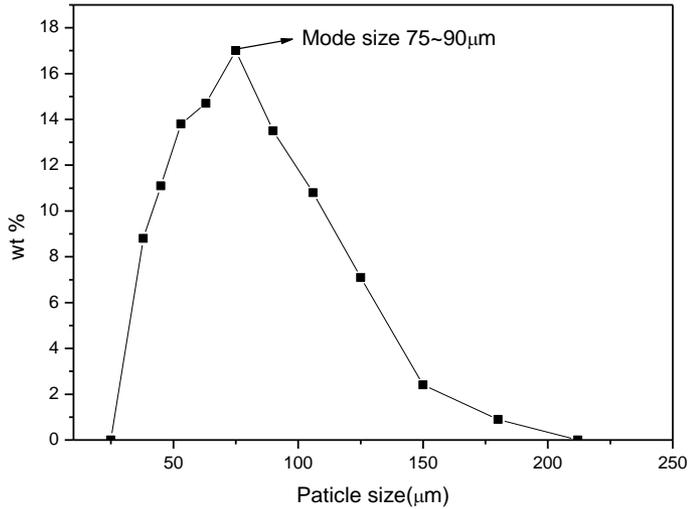
mesh size	Opening (μ m)	weight retained (g)
70	212	0.0
80	180	1.1
100	150	3.0
120	125	8.7
140	106	13.2
170	90	16.5
200	75	20.8
230	63	18.0
270	53	16.9
325	45	13.6
400	38	10.8
500	25	0.0
total wt	122.6g	122.6

mesh size	Opening (μ m)	weight retained (g)	interval %	Cumulative %
500	25	0.0	0.0	0.0
400	38	10.8	8.8	8.8
325	45	13.6	11.1	19.9
270	53	16.9	13.8	33.7
230	63	18.0	14.7	48.4
200	75	20.8	17.0	65.3
170	90	16.5	13.5	78.8
140	106	13.2	10.8	89.6
120	125	8.7	7.1	96.7
100	150	3.0	2.4	99.1
80	180	1.1	0.9	100.0
70	212	0.0	0.0	100.0
total wt	122.6g	122.6		



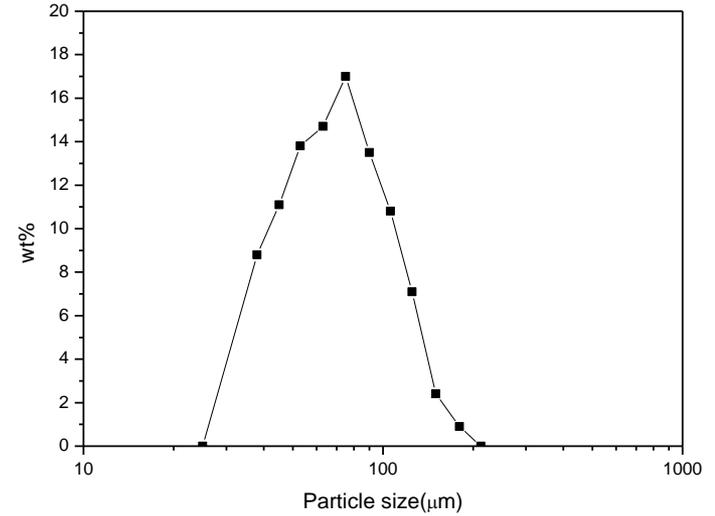
오름차순으로 정리 후 interval%,cumulative% 계산

Linear Plot

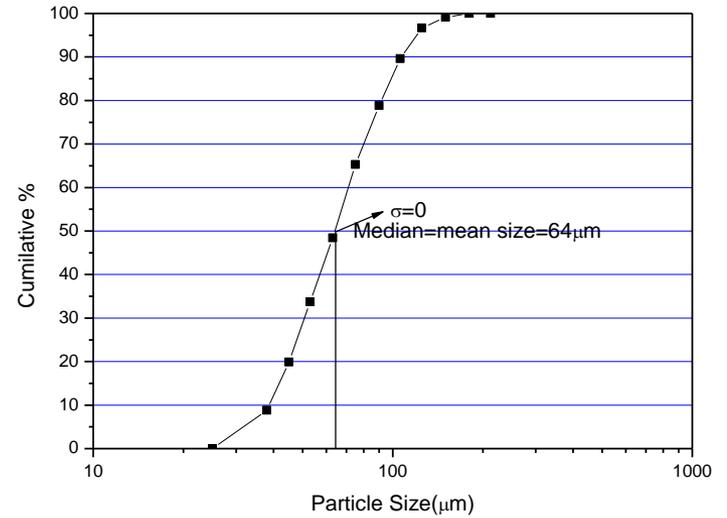
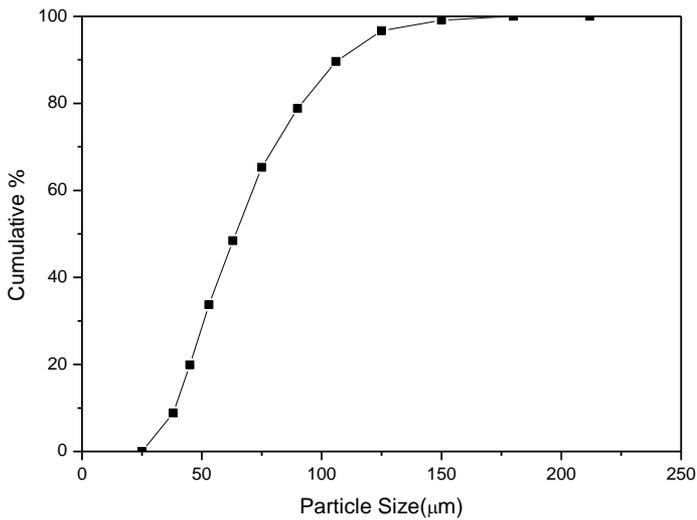


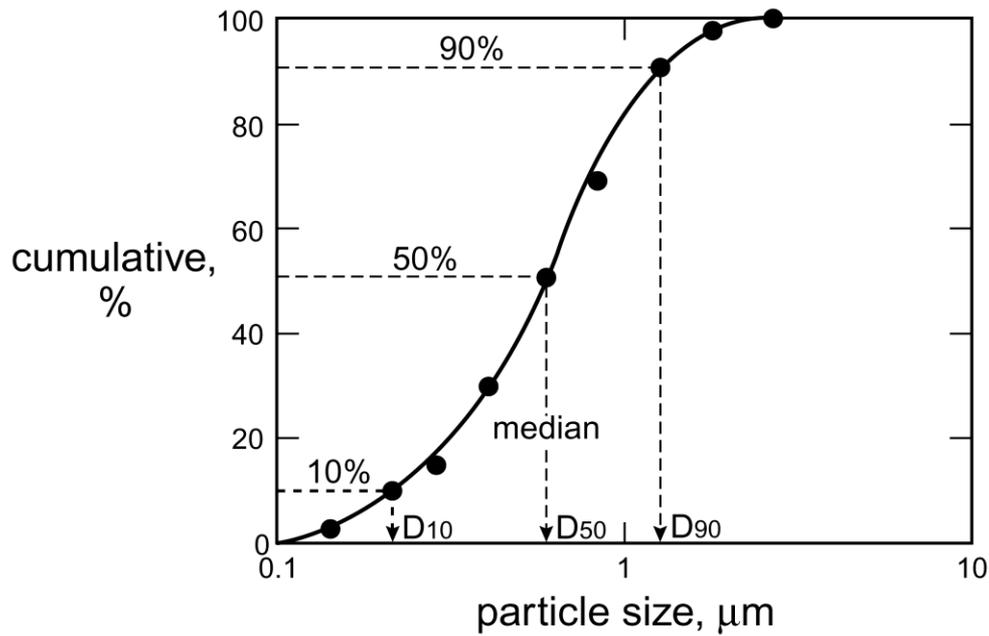
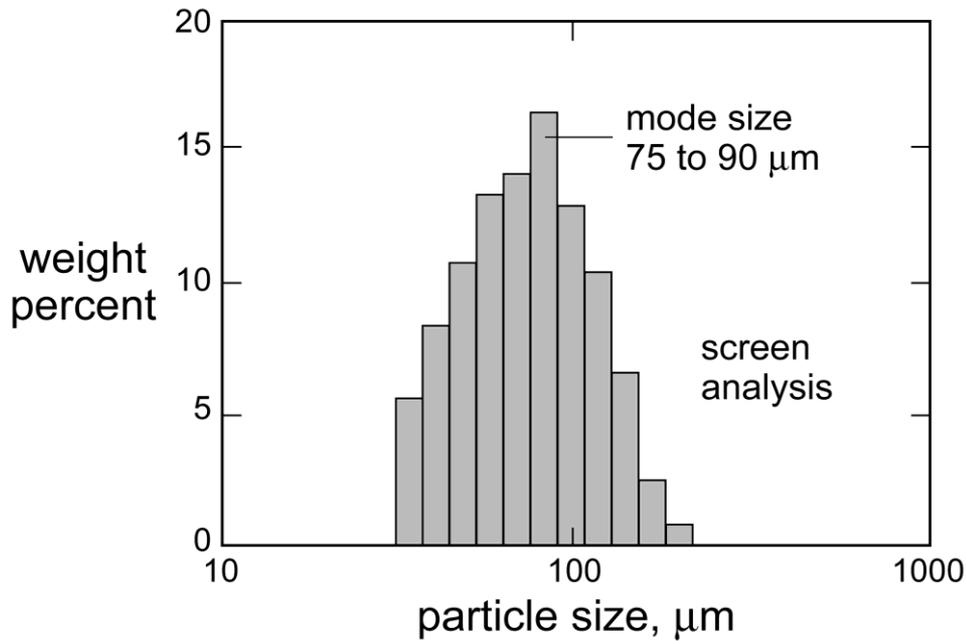
interval%

log-wt.% plot



cumulative%





-
-
- **Mean** – This is the average value of a set of numbers.

If your numbers are 7, 9, 5, 3, 15, 15. To find the mean you must add all of the numbers together, and divide by how many there.

$$7 + 9 + 5 + 3 + 15 + 15 = 54$$

$54/6 = 9$ The mean is 9.

- **Median** – This is the number that is in the middle of your set.

Put your numbers in order from lowest to highest.

That would be: 3, 5, 7, 9, 15, 15

There is an even number of numbers (6 total). Since there is no middle number, you must take the 7 and 9 and take their average to get the median.

$$7 + 9 = 16, \Rightarrow 16/2 = 8 \quad \text{The median is 8.}$$

- **Mode** – This is the number that occurs most frequently in your set.

Since the number 15 occurs twice in your set, this is your number. The mode is 15.

Note: If there were no numbers that repeated in the data set, there would be no mode.

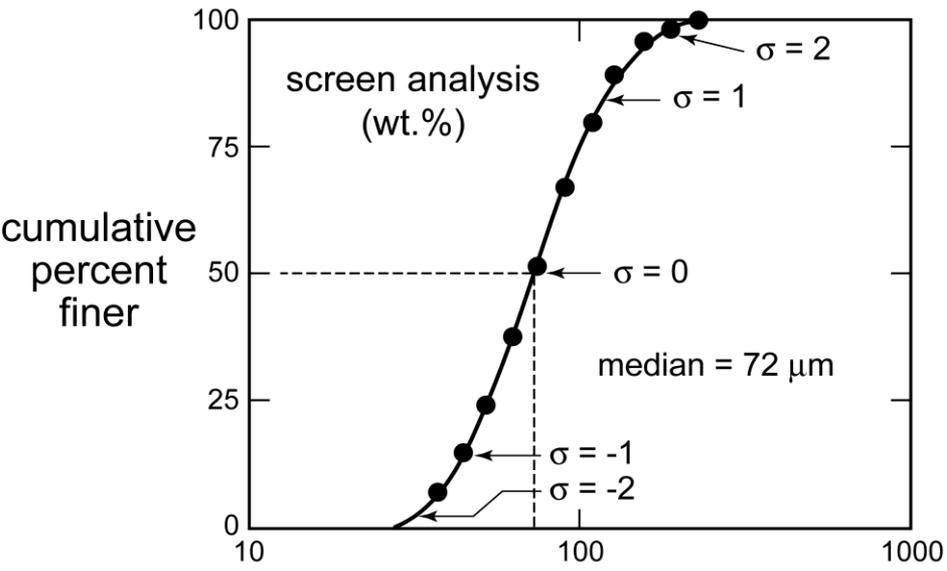
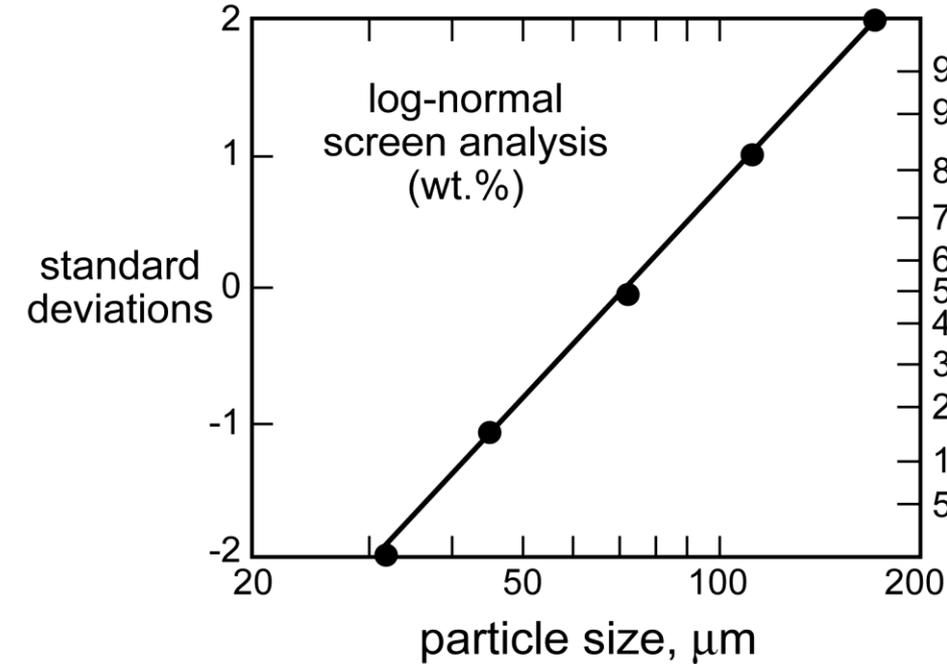


표 2.6 누적입자크기분포에서 백분율과 표준편차

Deviations	Percentage
-2.0	2.28
-1.5	6.68
-1.0	15.87
-0.5	31.85
0.0	50.00
0.5	69.15
1.0	84.13
1.5	93.32
2.0	97.72



cumulative percent

- 표준편차(標準偏差)는 자료의 산포도를 나타내는 수치로, 분산의 음이 아닌 제곱근으로 정의된다.
- 표준 편차가 작을수록 평균값에서 변량들의 거리가 가깝다.
- 일반적으로 모 집단의 표준편차는 σ 로, 표본의 표준편차는 S 로 나타낸다.

표준 편차(standard deviation)는 분산의 양의 제곱근 값으로 정의된다. 모집단 전체 자료의 분산을 모집단 분산(σ^2), 표준 편차를 모집단 표준 편차(σ : **sigma**)라 하고 표본 자료의 경우는 표본 분산(s^2), 표본 표준 편차(**s**)라 한다.

표준편차나 분포는 순서 통계량에 의해 자료의 흩어진 정도를 나타내는| 범위나 IQR 과는 달리 측정치들이 평균으로부터 떨어진 정도를 숫자로 나타낸다. 측정치와 평균의 차이를 제곱함으로써 멀리 떨어질수록 자료의 흩어진 정도에 더 많은 영향을 미치게 된다. 즉 표준 편차나 분산은 자료들이 평균으로부터 평균적으로 얼마나 떨어져 있는지를 나타내는 수치이다.

▶▶ 모집단 분산, 표준 편차 계산식: N개의 관측치에서 (x_1, x_2, \dots, x_N)

$$\text{모 분산} \quad \sigma^2 = \sum_{i=1}^N \frac{(x_i - u)^2}{N} \quad \text{모 표준 편차} \quad \sigma = \sqrt{\sigma^2}$$

▶▶ 표본 분산, 표준 편차 계산식: n개의 관측치에서 (x_1, x_2, \dots, x_n)

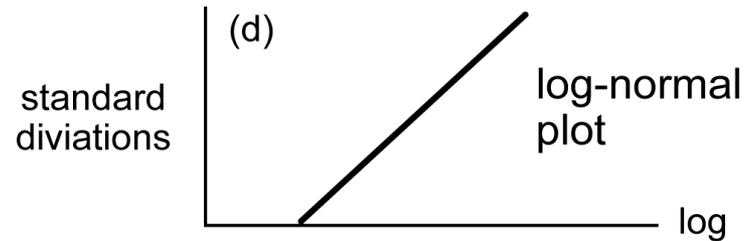
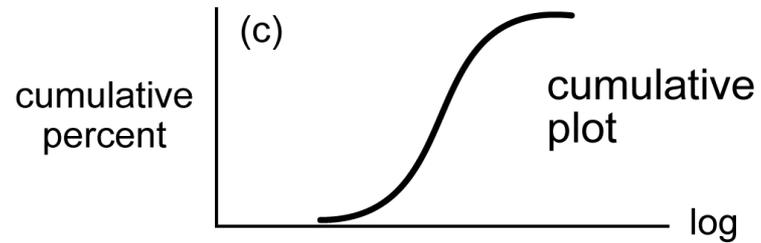
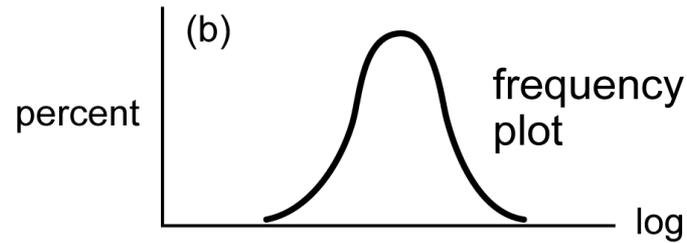
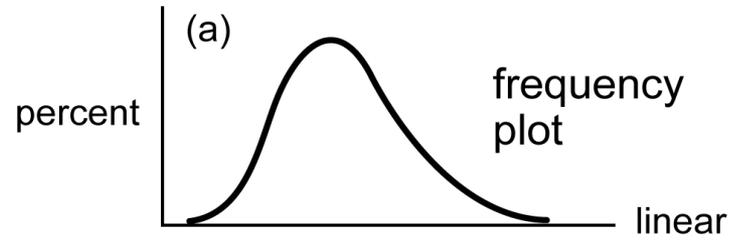
$$\text{표본 분산} \quad s^2 = \sum_{i=1}^n \frac{(x_i - \bar{x})^2}{n-1} = \frac{1}{n-1} \left[\sum_{i=1}^n x_i^2 - n(\bar{x})^2 \right] \quad \text{표본 표준 편차} \quad s = \sqrt{s^2}$$

|| **Example II** || 표본 자료 (7, 8, 9, 10, 11)의 분산과 표준 편차를 계산하면,

$$\sum_{i=1}^5 x_i = 7 + 8 + 9 + 10 + 11 = 45 \rightarrow \bar{x} = 45 / 5 = 9$$

$$\sum_{i=1}^5 x_i^2 = 7^2 + 8^2 + 9^2 + 10^2 + 11^2 = 415 \quad / \quad s = \frac{1}{5-1} \sqrt{\sum_{i=1}^5 x_i^2 - n(\bar{x})^2} = \frac{1}{4} \sqrt{415 - 5(9)^2} = 1.5811$$

기준축의 조건에 따른
분포곡선의 변화



평균의 종류(산술평균, 기하평균, 조화평균)

- 산술평균(arithmetic mean) : 가장 널리 쓰이는 평균입니다.

$$m = \frac{X_1 + X_2 + \dots + X_n}{n}$$

Ex) 국어 점수 70점, 영어 점수 80점, 수학 점수 90점인 학생의 평균 점수는 다음과 같다.

$$80 = \frac{70 + 80 + 90}{3}$$

- 기하평균(Geometric mean) : 배수로 이루어지는 관계나 도형을 다루는 기하학에서의 평균입니다. 기하평균을 g, 변수의 개수를 n, 양수를 a로 한다면 다음과 같은 식으로 표현할 수 있습니다.

$$g = \sqrt[n]{a_1 \cdot a_2 \cdot \dots \cdot a_n}$$

- Ex) 어느 신도시의 인구가 2007년에 1만명, 2008년의 인구가 2만명, 2009년에 16만명이 되었다. 그렇다면 이 도시의 인구가 2007년부터 2009년까지 3년동안 연당 평균 몇 배 늘었는가?

이럴 때 단순히 산술 평균을 사용하면 $(1+2+16)/3=6.33$ 배가 늘었다고 할 수 있다. 그러나 이것은 평균을 잘못 사용한 개념이다. 이를 대입해보면 2007년에 1만명, 2008년에 6.33만명, 2009년엔 약 40만명이 되어야 한다. 배수로 이루어지는 개념이니까 기하평균을 이용해서 구하면 다음과 같다.

$$3.1748 \approx \sqrt[3]{1 \cdot 2 \cdot 16}$$

즉 1년간 평균 약 3.18배씩 인구가 증가했다고 해석 할 수 있다.

- **조화평균(Harmonic mean)** : 속력으로 이루어지는 관계나 음악을 다루는 화성학에서의 평균입니다. 조화평균을 h , 변수를 x , 변수의 갯수를 n 로 한다면 다음과 같은 식으로 표현 할 수 있다.

$$h = \frac{n}{\left(\frac{1}{x_1} + \frac{1}{x_2} + \dots + \frac{1}{x_n}\right)}$$

- Ex)시속 100km로 한 시간을 달려야 하는 길을 왕복하려고 한다. 갈 때는 국도를 이용하여 시속 80km의 속력으로 달려야 하였다. 그렇다면 나머지 절반을 어느 정도 속력으로 달려야 왕복 두 시간이 될까? 단순히 산술 평균을 통해 시속 120km로 달리게 되면 왕복 시간이 두 시간을 넘게 된다. 왜냐하면 갈때 80Km/h, 올때 120Km/h로 달리게 될 경우 평균 속력은

$$96 = \frac{2}{\left(\frac{1}{80} + \frac{1}{120}\right)}$$

로 96Km/h의 속력이 나오기 때문이다

$$100 = \frac{2}{\left(\frac{1}{80} + \frac{1}{x}\right)} \quad x \approx 133.33$$

위의 식을 방정식으로 치환하여 풀면 약 133.33Km/h로 돌아와야 평균 속력이 100Km/h가 된다는 것을 알 수 있다.

Arithmetic mean size
(산술평균)

$$D_{am} = \left(\frac{1}{N} \right) \sum y_i D_i$$

y_i : frequency of occurrence in size interval

D_i : midpoint size for each interval

N : the sum of y_i over all size interval = total weight

y_i

mesh size	Opening (μ m)	weight retained (g)	interval %	Cumulative %	Di	Di*yi
500	25	0.0	0.0	0.0	31.5	340.2
400	38	10.8	8.8	8.8	41.5	564.4
325	45	13.6	11.1	19.9	49	828.1
270	53	16.9	13.8	33.7	58	1044.0
230	63	18.0	14.7	48.4	69	1435.2
200	75	20.8	17.0	65.3	82.5	1361.3
170	90	16.5	13.5	78.8	98	1293.6
140	106	13.2	10.8	89.6	115.5	1004.9
120	125	8.7	7.1	96.7	137.5	412.5
100	150	3.0	2.4	99.1	165	181.5
80	180	1.1	0.9	100.0	196	0.0
70	212	0.0	0.0	100.0		8465.6
total wt.	122.6g	122.6				69.1

$$\sum D_i y_i$$

$$\left(\frac{1}{N} \right) \sum y_i D_i$$

N

Geometrical mean size
(기하평균)

$$\log D_{gm} = \left(\frac{1}{N} \right) \sum y_i \log(D_i)$$

$$D_{gm} = 10^{\left(\frac{1}{N} \right) \sum y_i \log(D_i)}$$

mesh size	Opening (μ m)	weight retained (g)	interval %	Cumulative %	Di	yi*logDi
500	25	0.0	0.0	100.0	31.5	16.2
400	38	10.8	8.8	108.8	41.5	22.0
325	45	13.6	11.1	119.9	49	28.6
270	53	16.9	13.8	133.7	58	31.7
230	63	18.0	14.7	148.4	69	38.2
200	75	20.8	17.0	165.3	82.5	31.6
170	90	16.5	13.5	178.8	98	26.3
140	106	13.2	10.8	189.6	115.5	17.9
120	125	8.7	7.1	196.7	137.5	6.4
100	150	3.0	2.4	199.1	165	2.4
80	180	1.1	0.9	200.0	196	0.0
70	212	0.0	0.0	200.0		221.4
total wt	122.6g	122.6				1.8

$$\sum y_i \log(D_i)$$

$$\left(\frac{1}{N} \right) \sum y_i \log(D_i)$$

$$D_{gm} = 10^{\left(\frac{1}{N} \right) \sum y_i \log(D_i)}$$

분포곡선

1) Interval weight % vs particle size

2) Cumulative weight % vs particle size

→ Screening

3) Population % vs particle size

4) Cumulative population %vs particle size

→ 현미경법 등

Population base plot (분말의 개수에 대한 그래프)

(Number of particles in certain size)

$$\rho_m = \frac{m_1}{V}$$

$$V = \frac{4}{3} \pi \left(\frac{D}{2} \right)^3 = \frac{\pi}{6} D^3$$

$$\therefore m_1 = \rho_m \frac{\pi}{6} D^3$$

m_1 : one particles weight with D

w: total weight with m_1

$$\therefore n = \frac{w}{m_1} = \frac{6w}{\rho_m \pi D^3}$$

n: number of particles in certain size

D: Particle size

ρ_m : Density

w: weight fraction of powder with certain size

size range, μm	weight, g
0 to 1	0.0
1 to 2	0.4
2 to 4	5.5
4 to 8	23.4
8 to 12	19
12 to 20	17.6
20 to 32	5.9
32 to 44	1.1
44 to 88	0.3
over 88	0.0

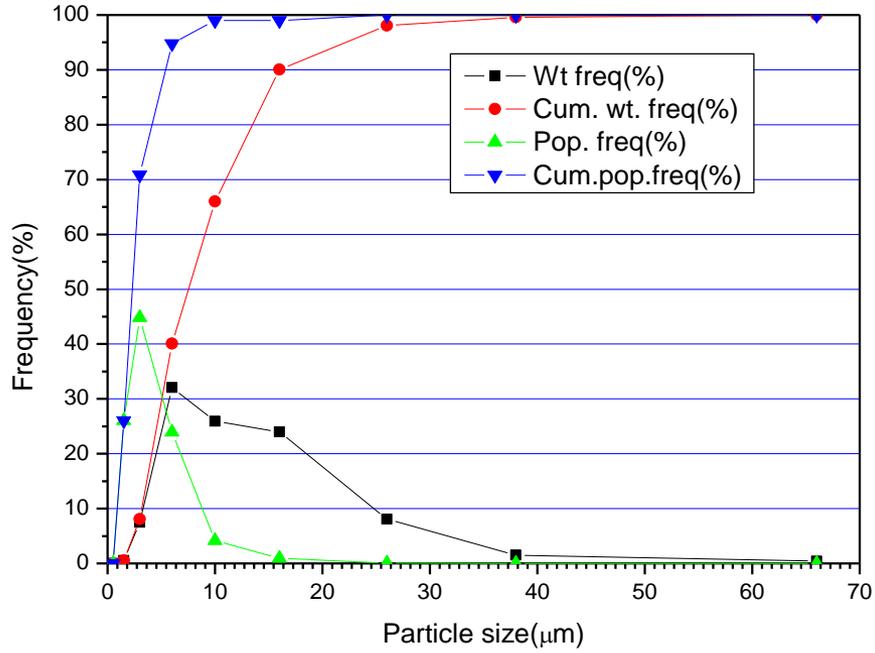
$$\text{average} = \frac{\text{range}}{2}$$

$$\therefore n = \frac{w}{m_1} = \frac{6w}{\rho_m \pi D^3}$$

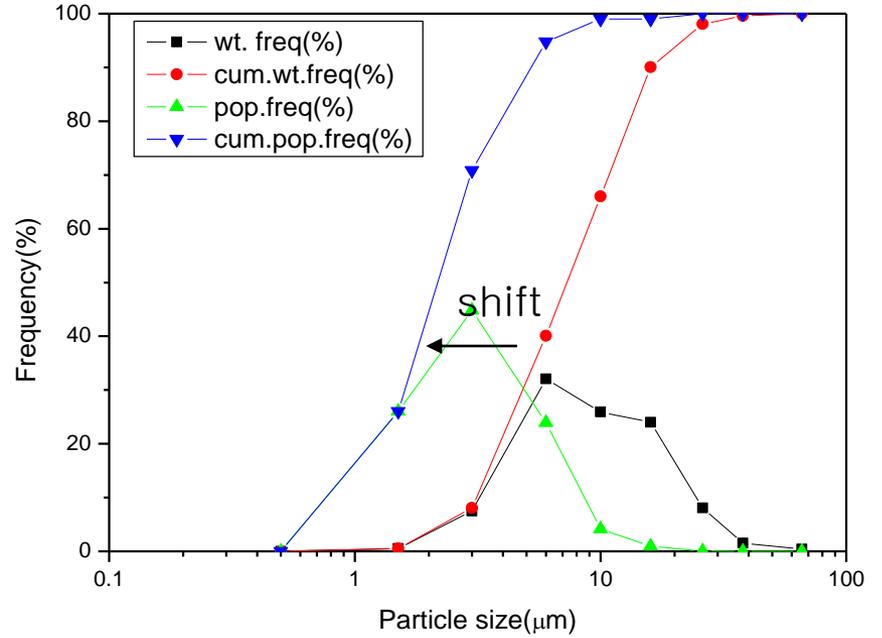
population base

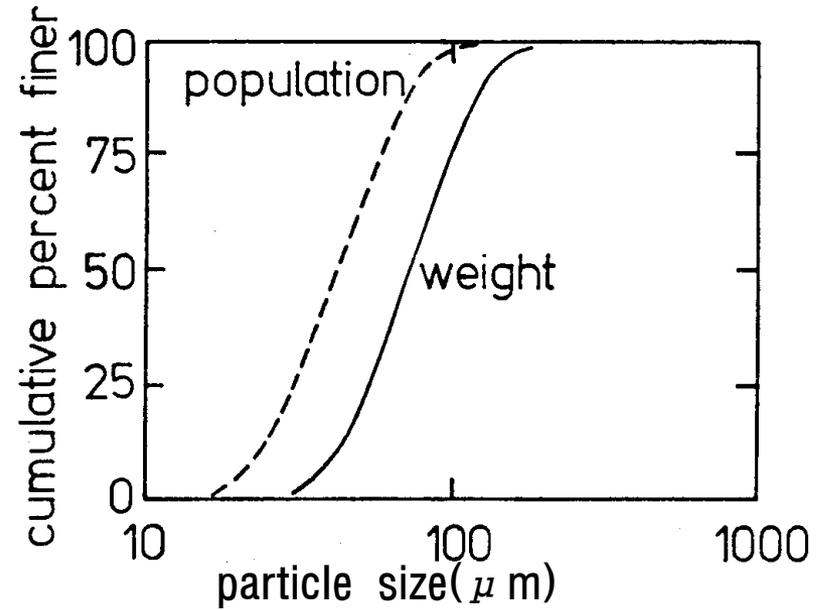
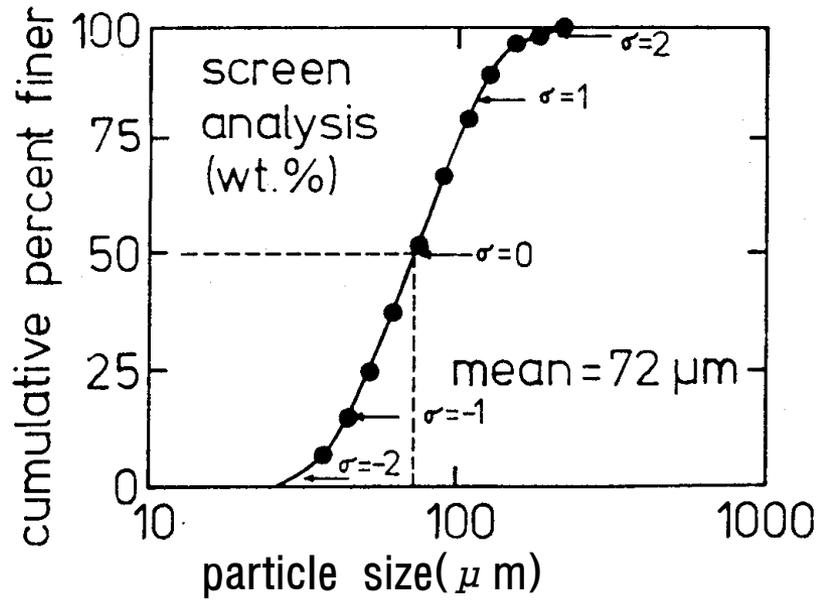
Average Size (micron)	Wt(g)	wt. Freq%	Cum. Freq.	Numbers	Freq(N)%	Cum.Freq(N)
0.5	0	0	0.0	0.000E+00	0.00000	0.0
1.5	0.4	0.546448	0.5	8.388E+10	26.09338	26.1
3	5.5	7.513661	8.1	1.442E+11	44.84799	70.9
6	23.4	31.96721	40.0	7.667E+10	23.85098	94.8
10	19	25.95628	66.0	1.345E+10	4.18309	99.0
16	17.6	24.04372	90.0	3.041E+09	0.94601	99.9
26	5.9	8.060109	98.1	2.376E+08	0.07391	100.0
38	1.1	1.502732	99.6	1.419E+07	0.00441	100.0
66	0.3	0.409836	100.0	7.385E+05	0.00023	100.0
90	0	0	100.0	0.000E+00	0.00000	100.0
	73.2			3.215E+11		

Linear scale

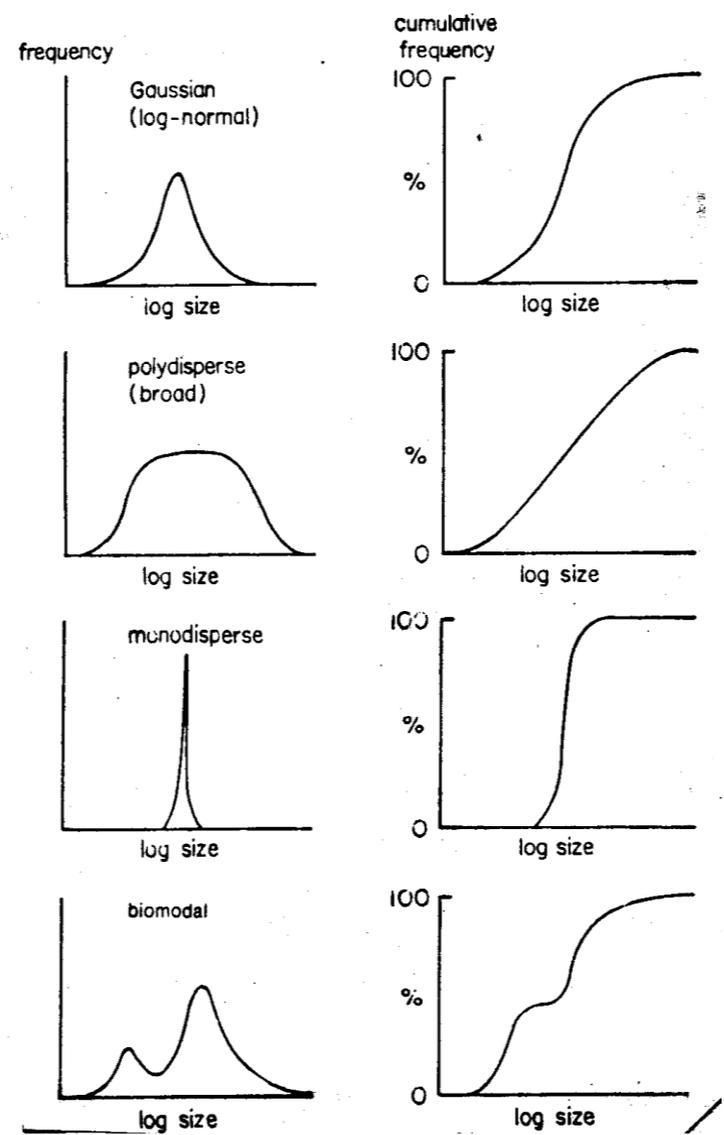
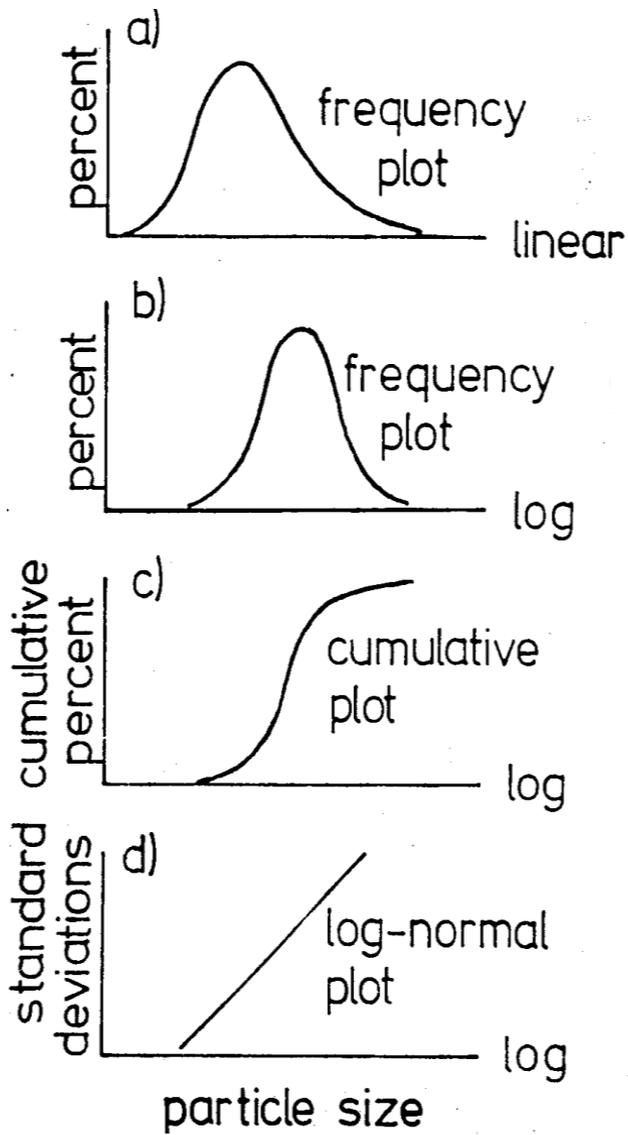


Log scale



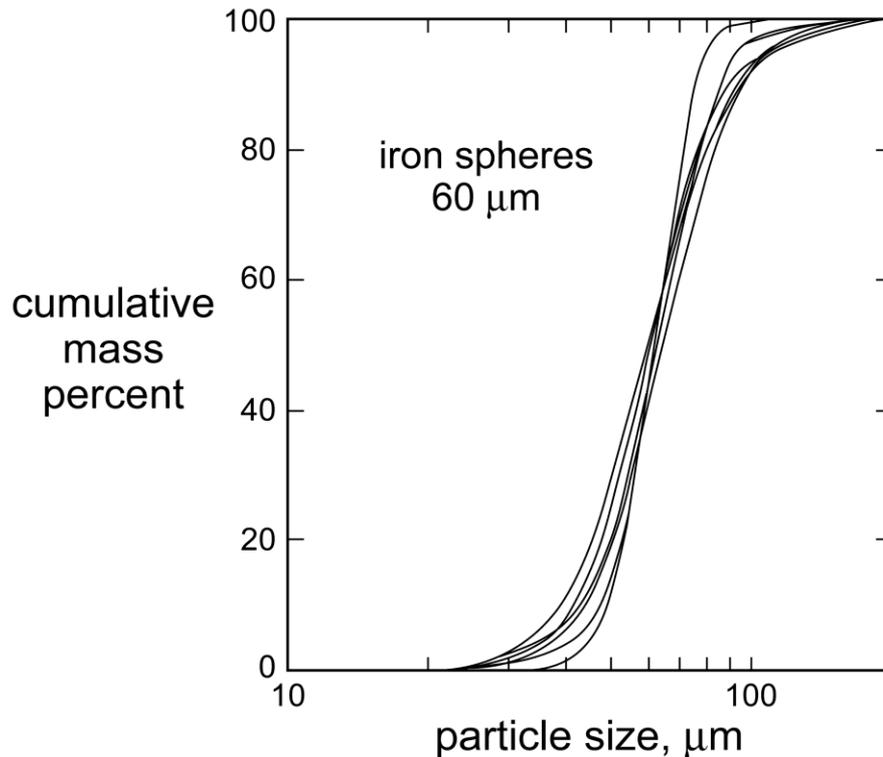


•통상 population base plot은 작은 입자 쪽으로 좀더 치우치는 현상을 보임



입도분석의 문제점

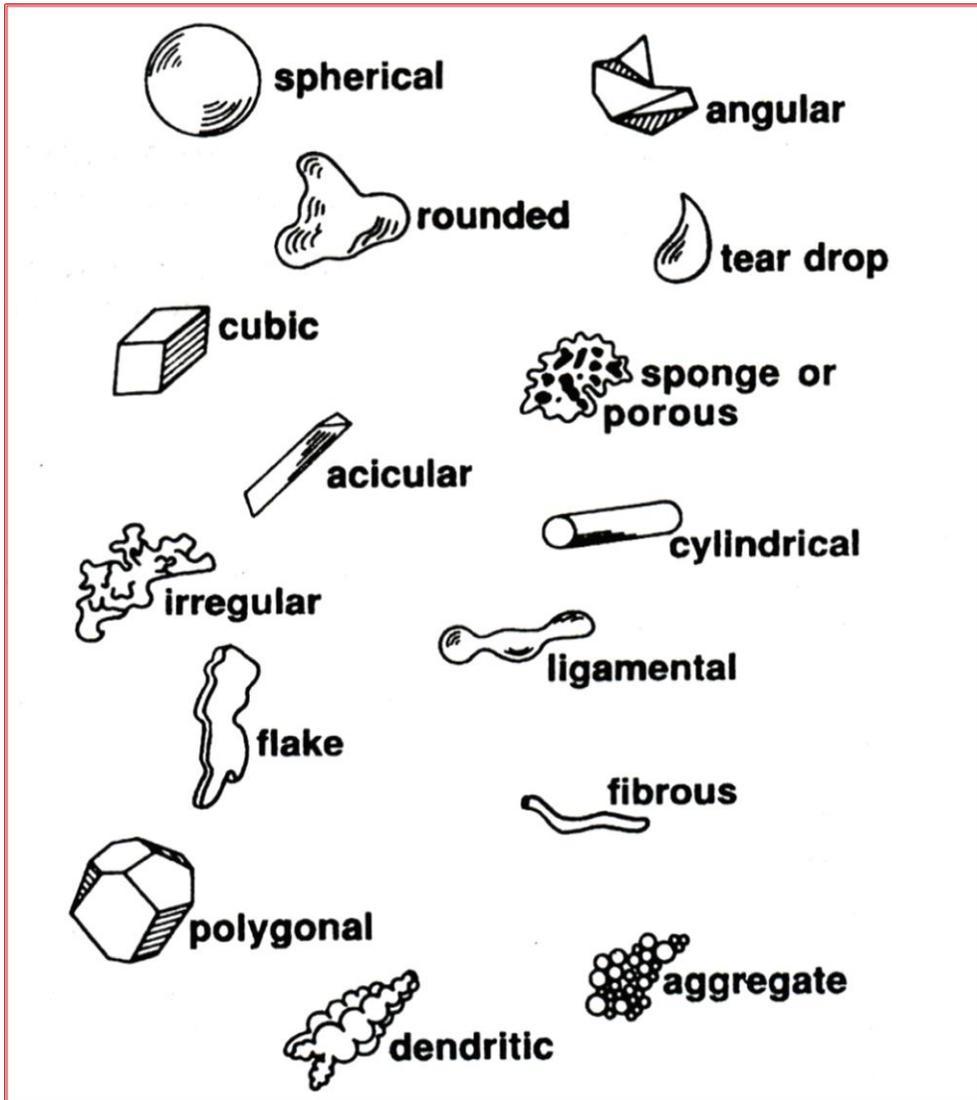
- 방법이나 측정장비에 따른 유효도 차이 : 체질 $\sim 38\mu\text{m}$, 현미경 법 $\sim 1\mu\text{m}$
- 침강법의 경우도 물리적 특성에 따른 제한
- 입자형상의 고려 필요: 비구형 분말을 구형으로 가정하여 오차발생
- 입자크기의 차이에 따른 무게고려(입자크기비가 1:25인 경우 무게비 15,625배 차이)
- 작은 분말의 경우 큰 입자에 비해 매우 큰 응집효과 \rightarrow 오차발생(교반, 밀링 등 분산 필요)
- 자동입도 분석기의 경우 분말 겹침 현상 \rightarrow 큰 입자로 분석하는 오차발생



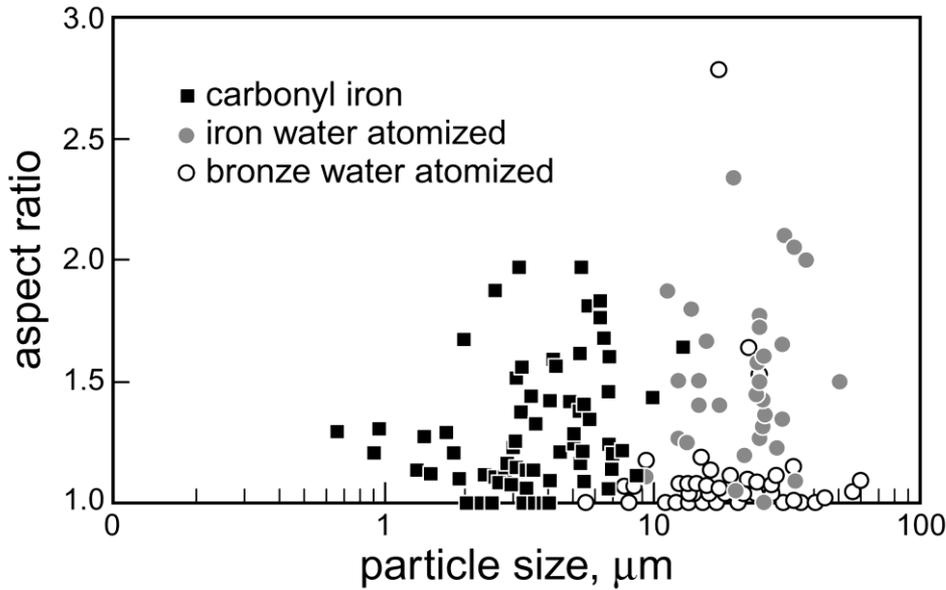
4종의 레이저입도측정기로 7번 분석한 결과
최소 10%의 오차 발생가능

(장비간에도 30-50%의 불일치도 존재)

2) 형상 (Shapes/morphologies)



- 일반적으로 미세하고 균일한 형상 일 수록 최종제품의 물리적 성질이 균일
- 구형 분말일수록 분말간의 bridging 현상감소
→ 충전 밀도가 크다.

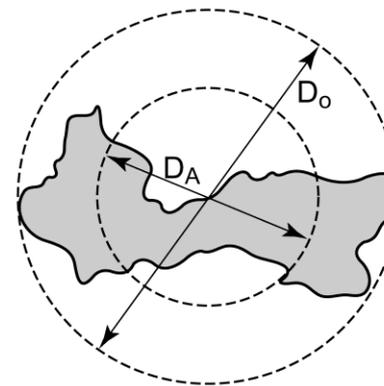


긴 형태



구 형태

Aspect ratio (장단축비)의 측정 예 : 현미경법



D_o = diameter of outer embracing circle

D_A = diameter of circle with equal projected area

불규칙형 입자의 투영상과 주변 원직경으로 나타낸 2가지 측정형태

(2) Surface area analysis

- Surface area is an average measure of the external surface of large number of particles.
→ often correlated with kinetics and geometric characteristics
- 비표면적특성
 - Chemical activity, catalysis, friction adsorption, contamination, pressing and sintering 특성에 직접적인 영향을 미친다.

Surface area analysis

- 비표면적(Specific surface area): m^2/g , cm^2/g

-구형분말의 경우:

$$A = \pi D^2$$

$$V = \pi D^3 / 6$$

$$W = \rho_m \cdot V$$

W ; weight of solid particle

$$S = A/W$$

S : the area per unit weight

$$\therefore S = \frac{6}{\rho_m} \cdot D$$

- complex shape의 경우

$$S = \frac{k}{\rho_m} \cdot D, \quad \text{where } k = \text{형상인자}$$

형상인자 구하는 방법의 예:
text box 2.9 참조

TABLE 2.7 Shape Influence on the Surface Area Dependence on Particle Size

$$S = k/(D_v \rho_m)$$

D_v = equivalent volume diameter

Shape	Axial Ratio	k -factor
sphere	1:1:1	6.00
ellipsoid	1:2:4	7.57
cylinder	1:1:1	6.86
cylinder	1:1:2	7.21
cube	1:1:1	7.44
parallelepiped	1:4:4	9.38
flake	1:10:10	24.00

구형입자에서 입자크기와 비표면적은 상수인자 6과 관계가 있다. 형상인자 K_s 는 통상적인 기하학적 형상을 가지는 입자에서 입자크기와 비표면적을 연계하기 위해 도입하였다. 이는 입자크기 측정에 사용된 변수에 의해 영향을 받는다. 직경 D 에 2배의 높이를 가지는 원통형 모양의 입자를 생각해보자. 체질방법으로 측정된 크기 변수를 직경으로 간주하며, 표면적 A 는 다음과 같이 나타낸다.

$$A = 2\pi D^2 + \frac{\pi}{2}D^2 = \frac{5}{2}\pi D^2$$

그리고 체적은

$$V = \frac{\pi}{4}D^2(2D) = \frac{\pi}{2}D^3$$

그리고 무게는 밀도와 체적을 곱인, $\rho_M V$ 이므로, 비표면적 S 는 다음과 같이 주어진다.

$$S = \frac{A}{V\rho_M} = \frac{\frac{5}{2}\pi D^2}{\frac{1}{2}\rho_M \pi D^3} = \frac{5}{D\rho_M}$$

체질법에서 입자는 입자 크기보다 같거나 큰 mesh를 통과하려 할 것이다. 따라서 평균 입자크기는 원통형 직경 D 로 측정이 될 것이며, K_s 값은 5.0이 된다. 대안으로 만약 구형의 체적직경 D_V 로부터 입자크기를 계산한다면, 다음과 같다.

$$\frac{\pi}{6}D_V^3 = \frac{\pi}{2}D^3$$

혹은 $D_V = 3^{1/3}D$. 따라서 두 식을 연결하면,

$$S = \frac{A}{V\rho_M} = \frac{5}{\rho_M D_V} = 5 \frac{3^{1/3}}{\rho_M D}$$

이 되고, K_s 값은 7.21이 된다.

Surface area measurement techniques

1) 흡착법(Gas adsorption surface area analysis)

- 분말입자표면에 특정분자 또는 이온을 흡착시켜 그 흡착 량에 따른 시료의 비표면적 측정
- BET법(Brunauer, Emmett and teller) ,1938
- 통상 N_2 , He, Ar, C_4H_{10} gas 사용

2) BET (Brunauer, Emmett and Teller) equation

분말 표면에 흡착되는 가스가 흡착율과 증발율이 같을 때 평형

- p = 흡착가스의 부분압
- p^0 = 흡착가스의 응축압
- X = 압력 p 에서 흡착가스량
- X_m = 분말의 단층량
- A_0 = 흡착가스의 단면적(standard DIN 66131,IUPAC: $N_2=0.162nm^2$, $Kr=0.202nm^2$)
- C = 상수

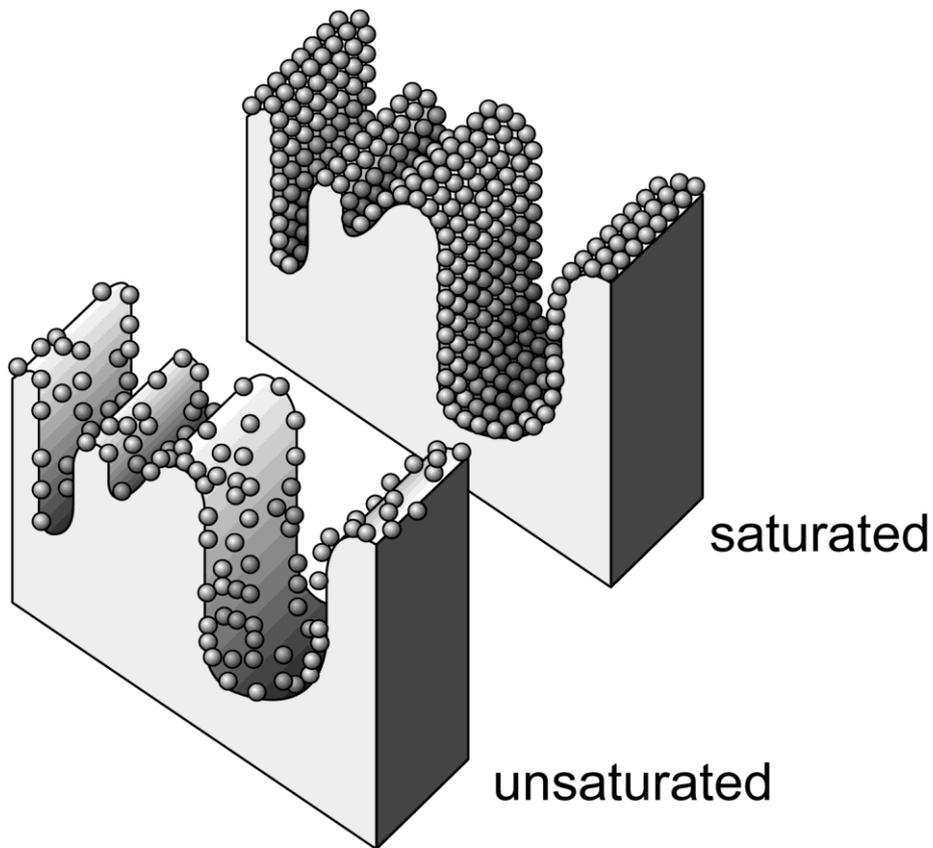
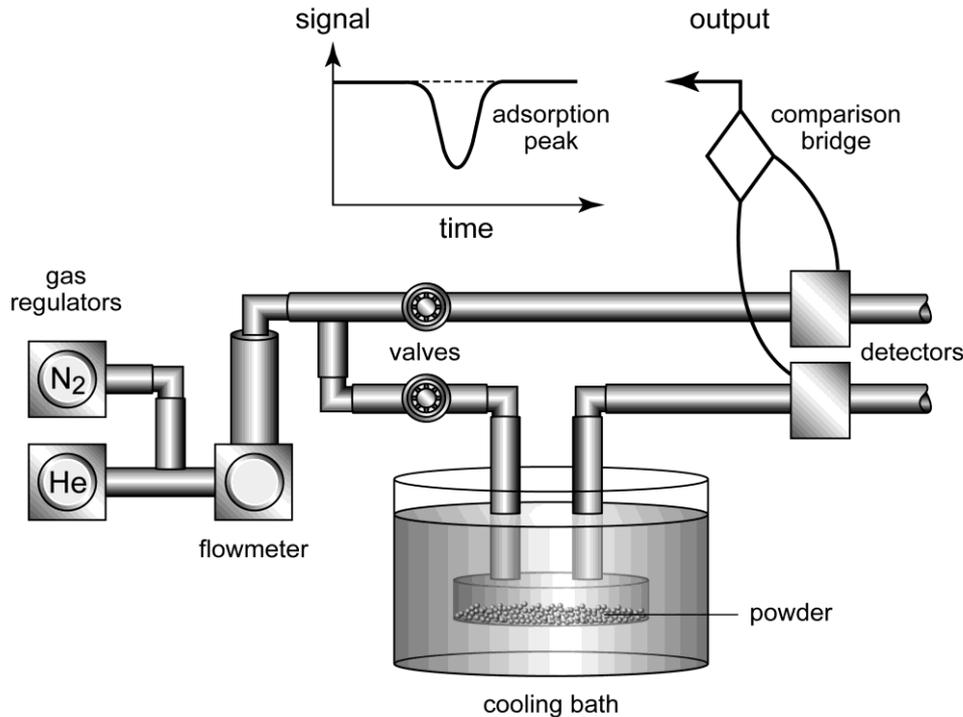


Figure 2.28. Illustration of molecular adsorption on a surface and the use of a monolayer coating at saturation to assess the surface area.

표면적 측정법 (BET 법)



- 측정된 비표면적으로부터 평균분말입도 계산
- P_0/P 변화율로부터 기공분포 분석 가능

BET equation

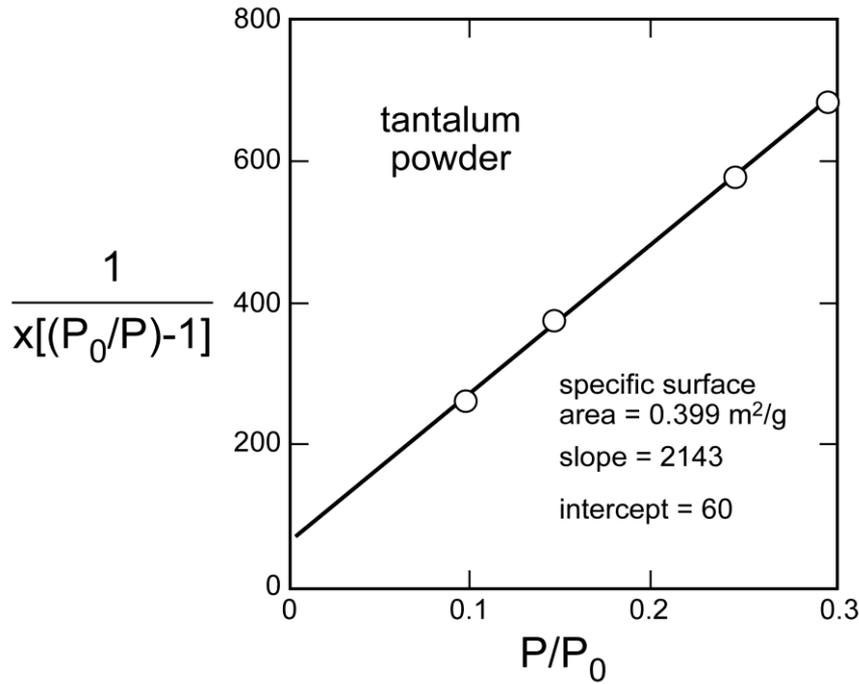
$$\frac{P}{x(P_0 - P)} = \frac{1}{x_m C} + \frac{C-1}{x_m C} \cdot \frac{P}{P_0} \Rightarrow \frac{P}{x(P_0 - P)} = B + A \frac{P}{P_0}$$

$$(x_m = \frac{1}{A+B})$$

$$S = \frac{x_m N_o A_o}{wM}$$

Specific surface area : $s = \frac{k}{\rho_m D}$

($k = 6$ for sphere, $k > 6$ for non-sphere)



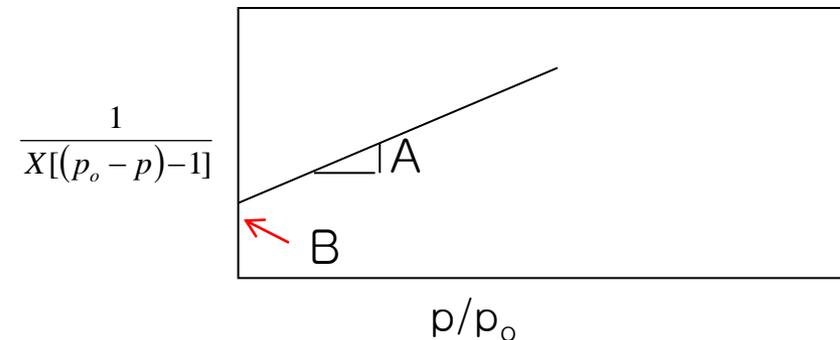
$$\frac{p}{X(p^o - p)} = \frac{1}{X_m C} + \frac{C-1}{X_m C} \frac{p}{p^o}$$

$$A = \frac{C-1}{X_m C}$$

$$B = \frac{1}{X_m C}$$

$$A + B = \frac{C}{X_m C} = \frac{1}{X_m}$$

$$X_m = \frac{1}{A + B}$$



$$S = X_m N_o A_o / wM$$

M : 흡착 가스의 분자량

w : 시편 무게

2) 가스투과 표면적 측정(Gas permeability surface area analysis)

충진된 분말의 기동을 유체가 통과할 때 생기는 저항으로 부터 표면적 계산
 즉, 통과유속 $\propto 1/(\text{충진 분말의 표면적})$

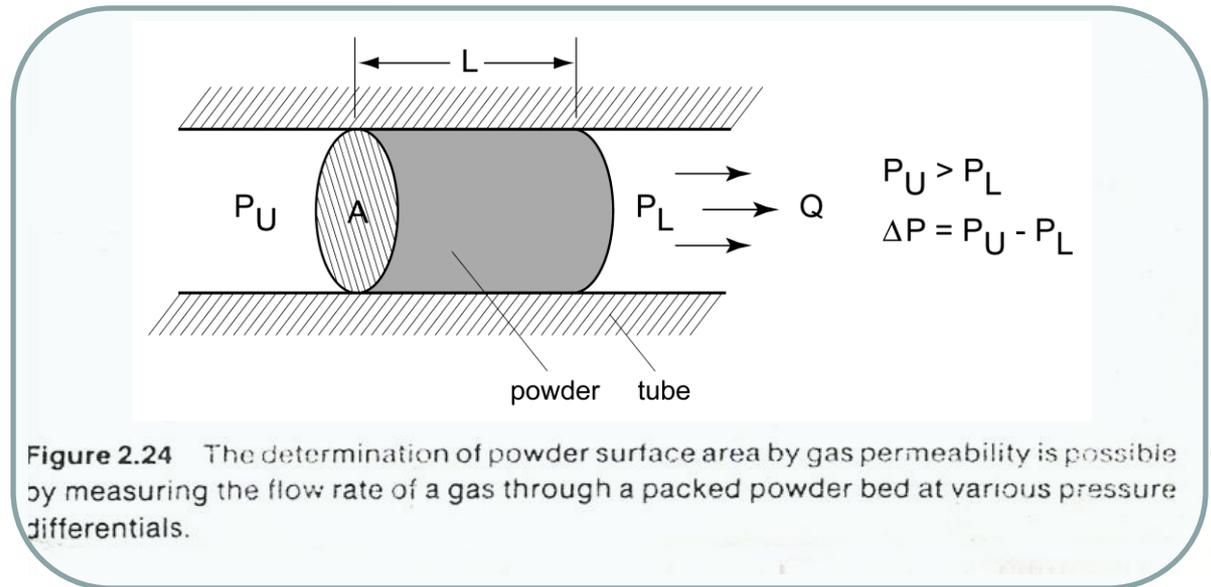
유동속도

$$Q\left(\frac{m^3}{s}\right) = \frac{\Delta p \alpha A}{L \eta}$$

저압측 가스의 속도

$$v = \frac{\Delta p \alpha}{L \eta}$$

α : 투과상수, η : 가스점성도, v : 단위면적당 통과 유량



$$S = \frac{1}{\rho_m} \left[\frac{1}{5\alpha} \frac{\varepsilon^3}{(1-\varepsilon)^2} \right]^{1/2}$$

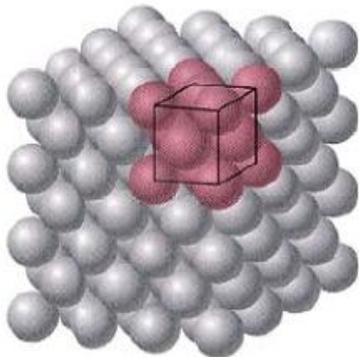
ε : porosity (기공율)

충진 밀도

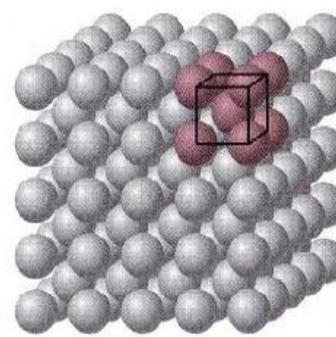
- 분말 충전시 입경이 작을 수록, green density (성형밀도) 증가 → 소결성 양호
- 충전율 : 구형분말의 경우 같은 크기의 분말 충전시
- 충전 밀도를 높이기 위해 적정 크기의 분말 혼합 가능 (대70%+소30%등)

Type	Packing Factor(%)	Porosity(%)
Simple Cubic	52	48
BCC	68	32
FCC	74	26

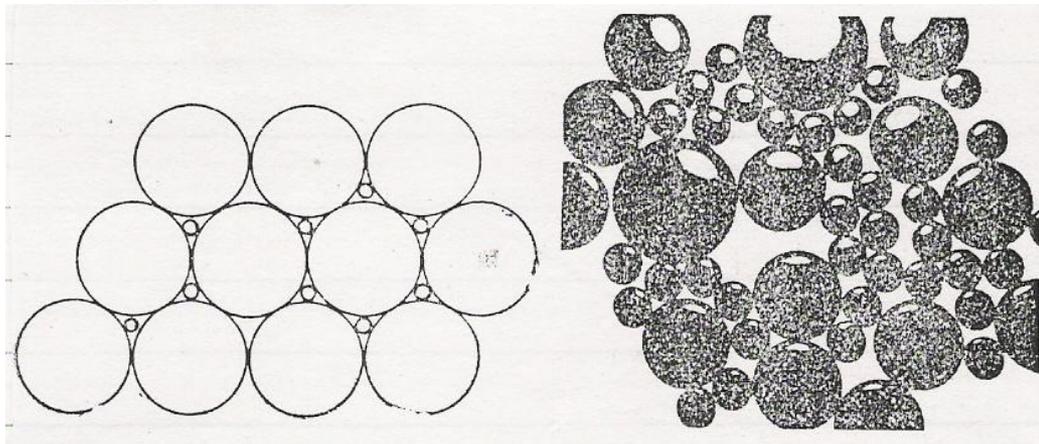
→ 최대 충전율



FCC



BCC



적절한 입도분포
충진율 향상

작은 분말 들에 의하여 발생하는
Bridge 현상 → 충진율에 유해

입자구조

분말의 크기와는 관계없으나 외부 모양과 밀접한 관계

- 다결정 입자
- 단결정 입자: 결정 입계 부식법에 의하여 제조된 분말

밀도(density)

겉보기 밀도(Apparent density): 분말의 충전 및 소결성에 영향 – loose packing

Hall flow meter를 사용하여 25cm³의 brass cup에 분말을 충전한 후 무게측정

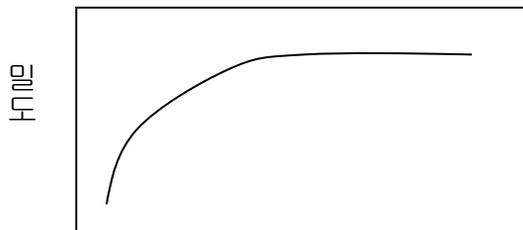
겉보기 밀도는 분말의 모양, 크기, 분포 및 배열에 따라 변함

- 탭밀도(Tap density): ASTM-B527: 1000cycle at 284cycle/min

용기에 분말을 넣은 후 일정조건으로 용기를 진동 또는 Tapping 시켜 충전 밀도 측정

기계적 충격 → 분말유동 촉진 → 침강 → 충진율 향상

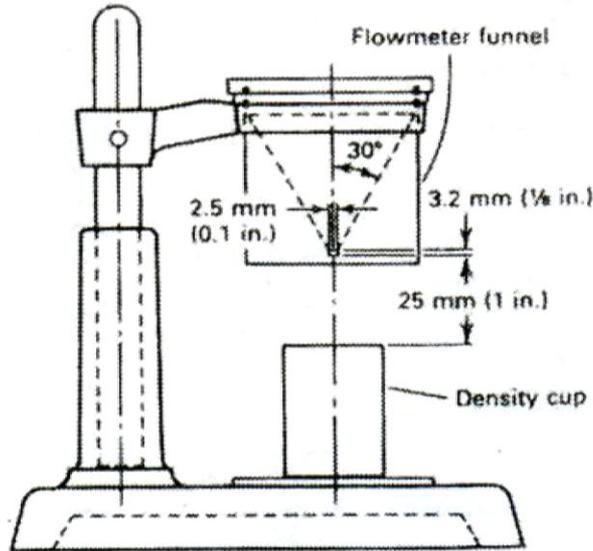
초기 Tap density의 증가는 급격히 진행되나 시간에 따라 감소하여 일정해 짐



- 성형체 밀도(green density)
- 소결 밀도 (sintered density)

겉보기 밀도 (apparent density)와 유동도 측정 (Hall flow meter)

Brass density cup, 25-cm³ (1.5-in.³) capacity

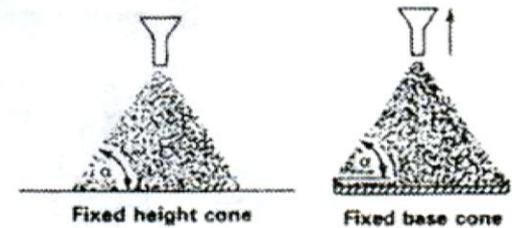
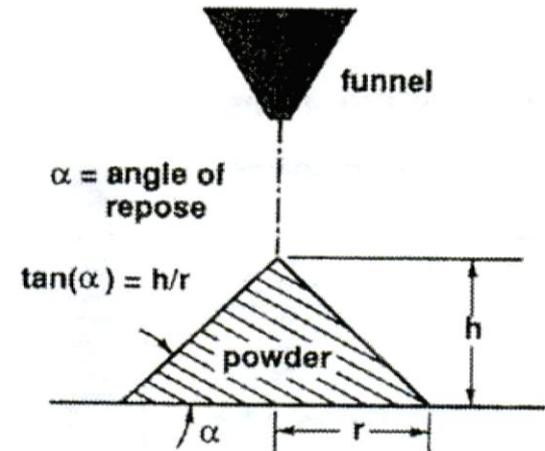


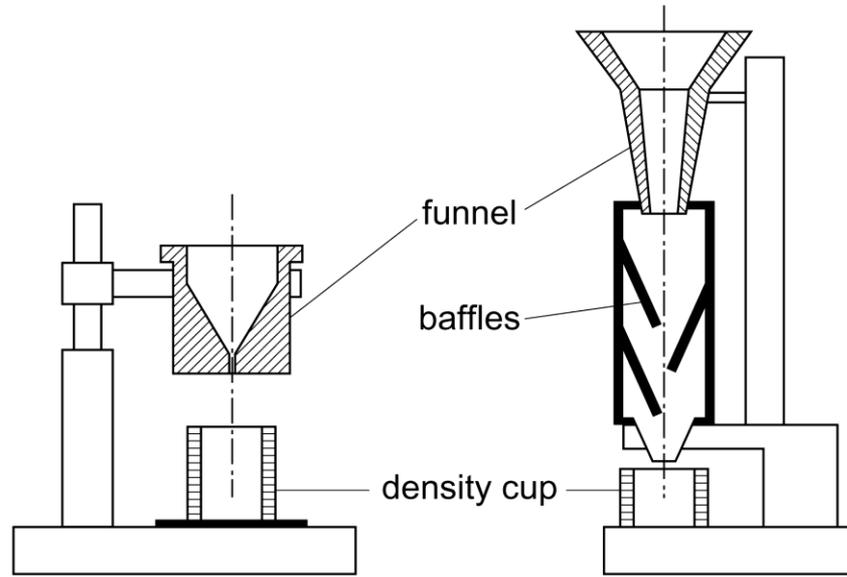
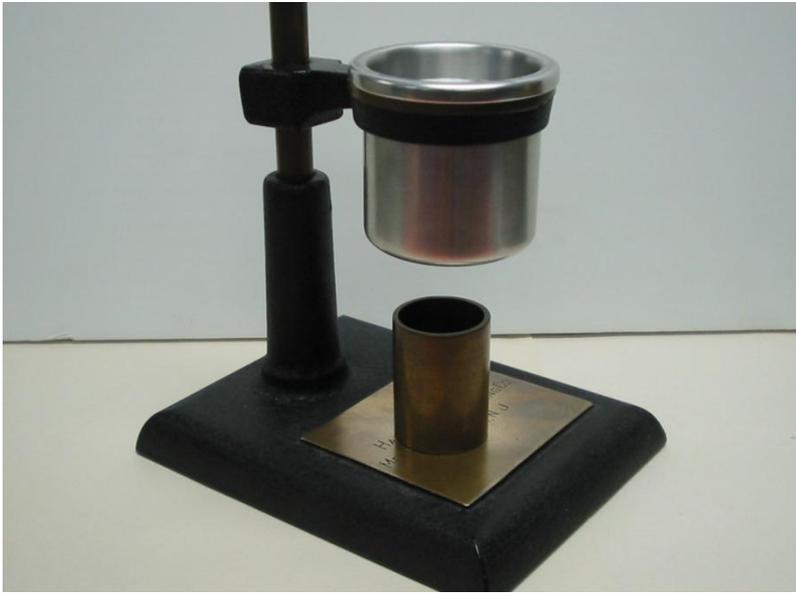
• 분말 유동도 측정

일정량의 분말이 funnel을 통과하는데 걸리는 시간을 측정하여 유동도로 계산

• 겉보기 밀도 측정

밀도 컵에 분말을 완전히 채운 후, 분말의 무게를 측정하여 겉보기 밀도로 계산





Hall

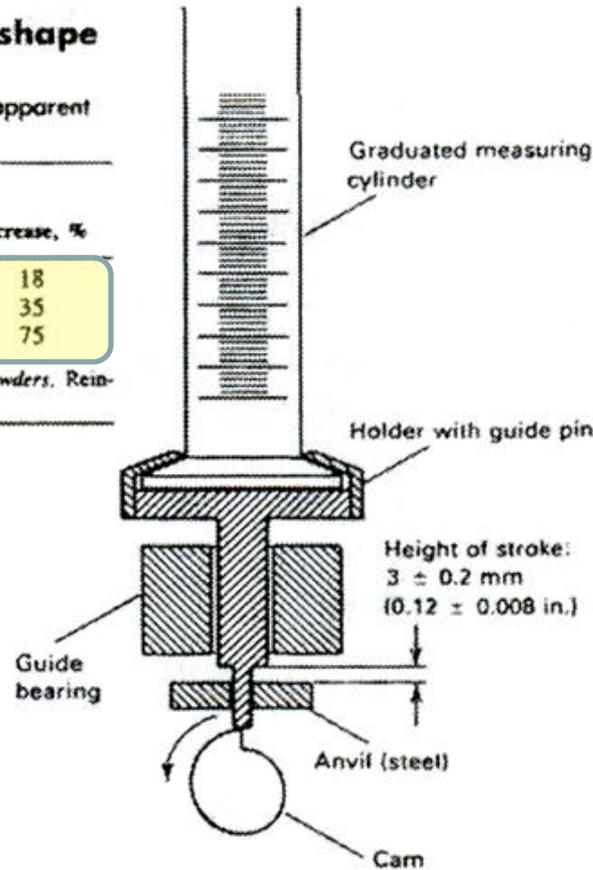
Scott

Effect of particle shape of copper powders

Particle size distribution is the same for apparent and top density values.

Particle shape	Apparent density, g/cm ³	Tap density, g/cm ³	Increase, %
Spherical	4.5	5.3	18
Irregular	2.3	3.14	35
Flake	0.4	0.7	75

Source: Poster, A. R., Ed., *Handbook of Metal Powders*, Reinhold, New York, 1966, p 17



Effect of particle size on apparent density for several metal powders

Material	Average particle diameter(a), μm	Apparent density, g/cm ³
Aluminum		
Atomized	5.8	0.62
	6.8	0.75
	15.5	0.98
	17.0	1.04
	18.0	1.09
	60% above 44 (+325 mesh)	1.22
	75% above 44 (+325 mesh)	1.25
Copper		
Electrolysis	90% min, -325 mesh	1.5-1.75
Hydrometallurgical	81.9%, -325 mesh	1.69
Oxide reduced	95% min, -325 mesh	2.10-2.50
Hydrometallurgical	49.1%, -325 mesh	2.42
Oxide reduced	50-65%, -325 mesh	2.65-2.85
Electrolysis	60-75%, +100 mesh	4.0-5.0
Atomized	70% min, -325 mesh	4.5-5.1
Atomized	50-60%, -325 mesh	4.9-5.5

Powder 또는 bulk 밀도:

- **pycnometer** (피크노미터) 를 사용하여 측정
- He gas pressure-volume technique
- pore free density (무 기공 밀도)

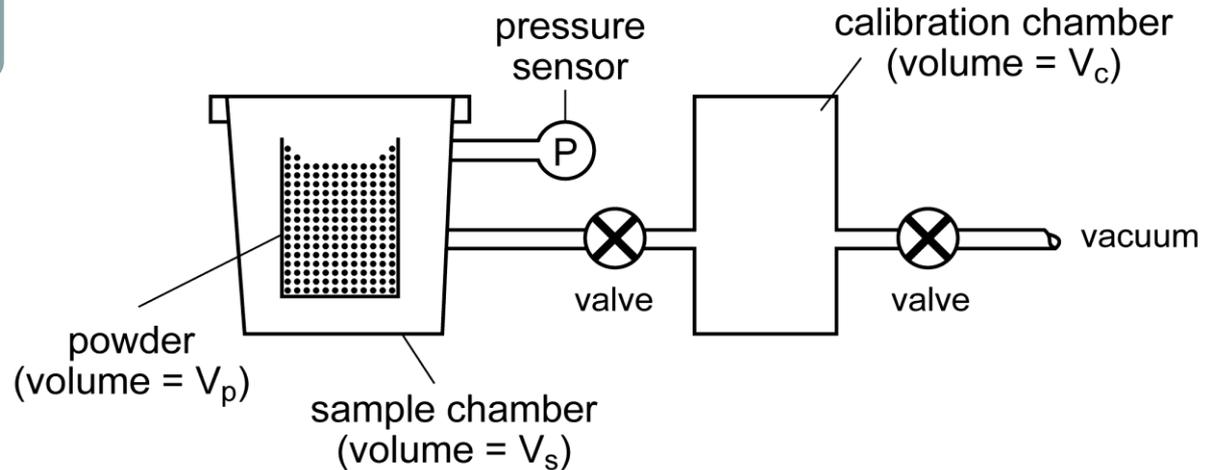
정해진 무게의 분말을 V_s 의 용기 안에 장입 후 분말의 부피 V_p 를 측정
초기 용기의 압력 P_1 , 평형압력조정 후 P_2

$$P_1 (V_s - V_p) = P_2 (V_s - V_p + V_c)$$

$$V_p = V_s + \frac{V_c}{\left(1 - \frac{P_1}{P_2}\right)}$$

V_s, V_c, P_1, P_2, m_p : known values

$$\therefore \text{Powder density} = \frac{m_p}{V_p}$$



• 성형(체) 밀도(Green density)

- die pressing 등에 의한 압축성형 후 성형체의 밀도(겔보기밀도의 2-3배)
- 기하학적 형상을 갖는 성형체의 밀도는 산술적 부피계산에 의하여 밀도 계산
- 복잡한 형상의 경우 밀도의 정확성을 향상시키기 위하여
 - 아르키메데스 법에 의하여 부피측정(기공 sealing 필요)
 - Mercury porosimeter

$$D = (4g \cos \theta) / P$$

Where,

P is the applied pressure,

D is the pore diameter,

g is the surface tension of mercury (480 dyne cm⁻¹)

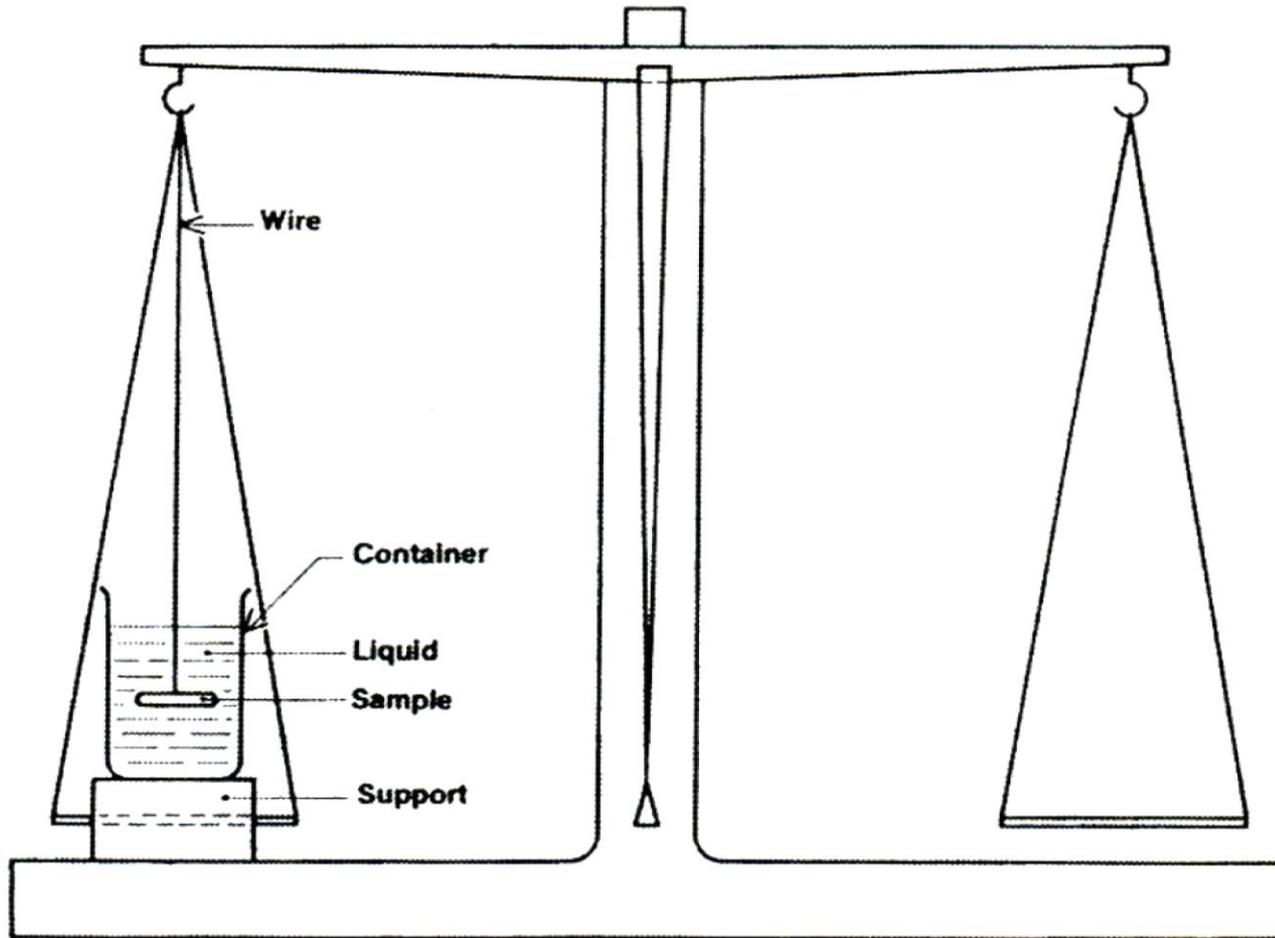
θ is the contact angle between mercury and the pore wall, usually taken as 140° .

• 소결밀도(Sintered density)

- 고상화 소결 성형체의 밀도

(6) 분말의 유동성

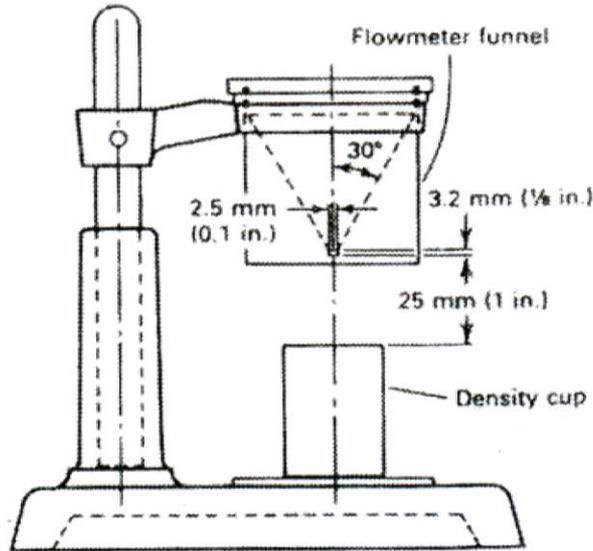
분말이 경사면을 따라 흐르는 성향으로부터 분말이 중력하에서 Hall flow meter 등의 깔때기를 통하여 유동하는 정도 (g/sec, sec/g 등)



아르키메데스 방법
소결체의 밀도 = 무게/부피

겉보기밀도 (apparent density)와 유동도 측정 (Hall flow meter)

Brass density cup, 25-cm³ (1.5-in.³) capacity

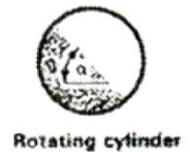
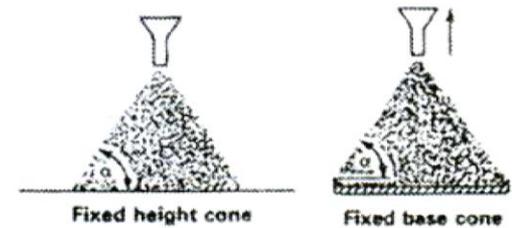
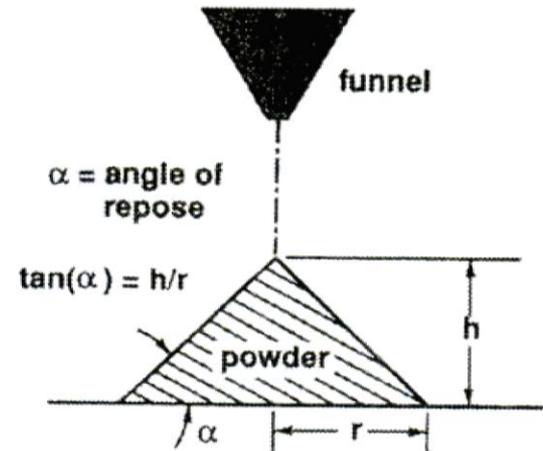


• 분말 유동도 측정

일정량의 분말이 funnel을 통과하는데 걸리는 시간을 측정하여 유동도로 계산

• 겉보기 밀도 측정

밀도 컵에 분말을 완전히 채운 후, 분말의 무게를 측정하여 겉보기 밀도로 계산



- **유동도**: 부품생산성에 직접적인 영향: 고유동률 → 생산성향상(g/sec or g/min)

분말의 유동저항

- 분말입자의 직간접적인 접촉으로 자유운동방해: powder 상호간의 마찰계수, 일시적 응집, interlocking 에 의존
- 분말의 종류, 입도, 분포, 형상, 겉보기 밀도, (수분, 가스, 공기)함유량 또는 자성에 따라 변화
- 큰 입자의 구형일수록 유동성 증가
- Fine particle → granulation

입자의 마찰특성 (Inter particle friction: IF)

- 마찰특성은 powder flow 및 packing density에 영향을 미친다.

Surface area ↑ → friction ↑ → friction between particles ↑ → efficient flow and packing ↓

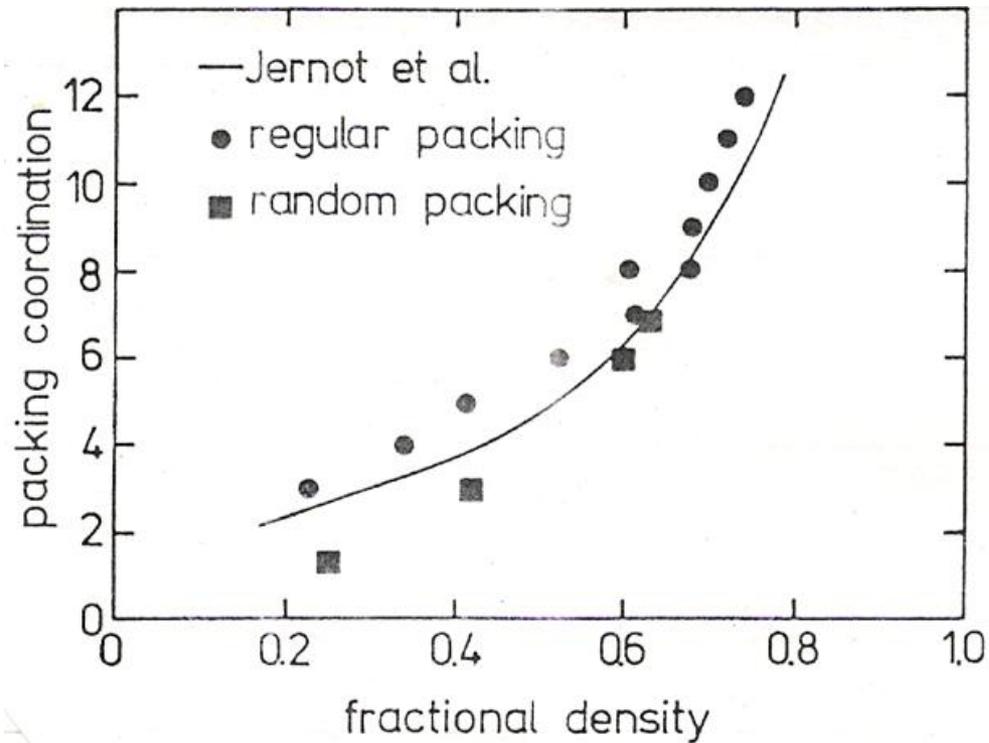
(여기서 fine particle → surface area ↑)

- Fractional density (밀도분율)= apparent density / true density

$$\rho = \left(\frac{N_c - 1}{N_c} \right)^3, N_c = \text{coordination number (배위수)}$$

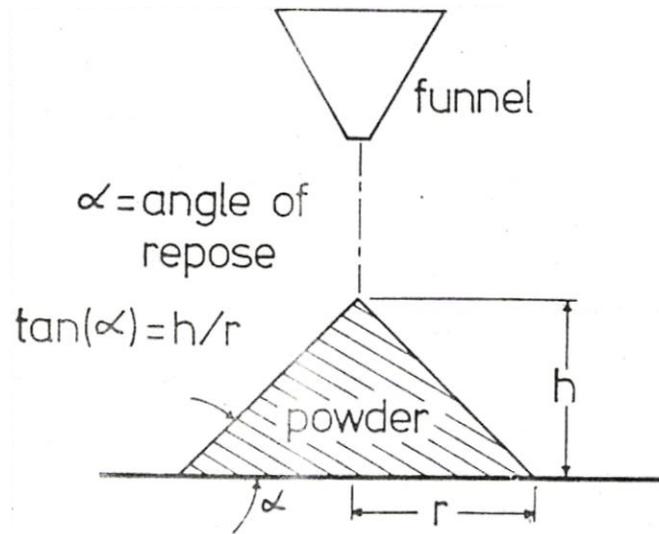
$$N_c \uparrow \Rightarrow \rho \uparrow$$

- coarse particle의 loose packing의 경우: $\rho=0.6$
- fully close packed: $\rho=0.74(N_c=12)$
- careful combination of selective size to fill interstitial $\rho \doteq 0.98$



입자간 마찰력 (IF) 측정방법

- 간접식 : apparent density, tap density, flow rate
- 직접식 ; measurement of repose angle (안식 각도 측정)



The angle of repose is a measure of the interparticle friction. It is determined from the height and radius of the powder after passing through a funnel.

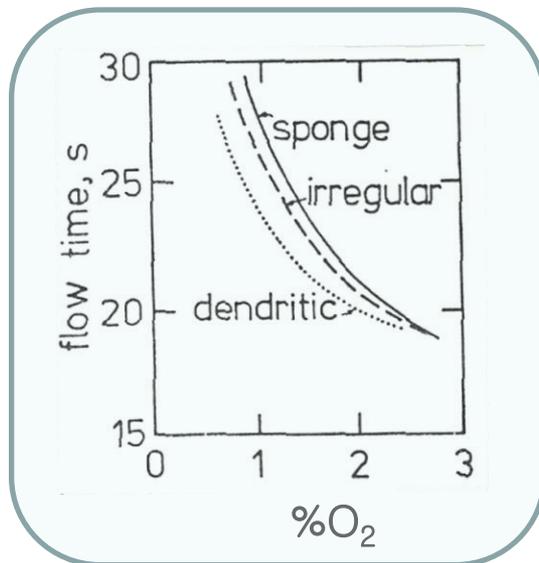
공정에 미치는 입자간 마찰의 영향(IF effects on mixing and milling)

- Origin of inter-particle force

- Intrinsic: 고유마찰계수, surface energy(예:자성)
- extrinsic: 입자크기 또는 형상에 의하여 지배되는 특성

- Control of extrinsic factor

- Sample weight \uparrow \rightarrow flow rate \uparrow
- Coarse particle \rightarrow less friction \rightarrow flow rate \uparrow
- Mixing with specific particle sizes \rightarrow flow rate \uparrow \rightarrow density \uparrow
- Surface oxidation \rightarrow particle hardening \rightarrow friction \downarrow \rightarrow flow rate \uparrow
그러나 산화는 압축성형 및 소결 특성에 해로운 영향을 미칠 수 있음
- Humidity Condition: dry powder \rightarrow low IF \rightarrow flow rate \uparrow
Humidity \uparrow \rightarrow agglomeration \rightarrow flow rate \downarrow (예:15% \rightarrow flow stop)



분말의 압축성(compressibility) 및 성형성(compactibility)

분말의 압축성형시 die 내에 분말의 균일 충전 및 압분체의 강도 유지도

- 분말의 입도, 분포, 조직에 의한 영향
- 재료의 연성 취성에 의한 영향:
- 압축율 (압축성형비) : 압축 성형 전후의 용적 수축률
- 성형압: 충분한 강도를 지니는 압분체를 만드는 최소 압력
- 가공경화가 심하게 발생하는 재료의 압축성은 현저히 떨어지며 성형이 어려움

$$\text{압축성형비 } C_R = \frac{V_L}{V_c} = \frac{\rho_G}{\rho_A}$$

(V_L =무 가압 분말의 부피, V_c = 압축성형부피, ρ_G = 성형체 밀도, ρ_A = 겉보기밀도)

전형적인 분무 철분말은 겉보기밀도가 2.9 g/cm^3 이고, 414 MPa 의 압력에서 6.78 g/cm^3 밀도의 성형체를 얻는다. 따라서 성형비는 다음과 같이 된다.

$$C_R = \frac{\rho_G}{\rho_A} = \frac{6.78}{2.9} = 2.34$$

만약 분말이 높이 18 mm 로 압축된다면, 일축 압축시 초기 분말장입 높이는 42.1 mm 가 되어야 한다. (18 mm 의 2.34배)

분말의 화학적 성질

- 산화성
- 불순물

1) 분말의 조직 및 불순물: 최종제품에 직접적 영향

- 분말의 표면적이 크므로 가스흡착, 산화, 오염 등이 발생→성형전 가스, 습기 등을 제거하기 위하여 진공 탈 가스 처리, 보관 시 분위기 조절 chamber에 보관
- Fe의 경우 함유된 불순물이 Pb, Co, Mn, Cu등은 유해하지 않으나, carbide형태의 화합물은 유해

2) 산화성

비표면적이 증가하여 Ta과 같이 내산화성이 강한 분말일지라도 산에 쉽게 침식

3) 발화성 및 독성

미세분말은 산화시 폭발 위험성 존재(12 μ m Zr: 안정, 3 μ m Zr: 폭발)

중금속(Ni, Pb, Te, Cd), 독성분말(As,Be), 방사능 분말(Pu, U)등의 분말의 비산→

→ 체내축적 → 위험

!!! Always check with Materials safety Data Manual (MSDM) !!!

분말의 특성 평가 검사방법의 예

Parameters	Measurement Techniques
Density or porosity	Dimensions and weight, Archimedes water immersion X-ray, gamma ray, neutron absorption Quantitative microscopy Helium pycnometry Ultrasonic attenuation
Pore size	Quantitative microscopy Bubble point Mercury porosimetry Small angle neutron scattering
Grain size	Quantitative microscopy
Neck size	Quantitative microscopy
Shrinkage or swelling	Linear dimensions Dilatometry
Surface area	Gas adsorption Mercury porosimetry Gas permeability Quantitative microscopy

마이크로 분말의 미세조직제어

- 분말의 미세조직은 제조방법에 따른 큰 차이 - significant effect on end products
 - 기계적 합성법 : 내부의 소성 변형으로 많은 전위 내포.
 - 용융체로부터의 제조 : 응고조직 생성, 응고속도에 따르는 독특한 미세조직
(응고속도 빠르면 미세결정립 생성)
- 제조방법에 의한 미세구조제어가 가능하며 나노 분말 제조 가능:
 - 기계적 합금화: 나노 결정립 제조가능
 - 기상 응축법, 화학기상 응축법 : 나노 크기 결정립 제조 가능

마이크로 분말의 특성 평가

마이크로 분말소재: 형상, 입도, 조성, (탭)밀도, 유동도, 합금 용질 성분의 양 등

성형체 : 밀도, 경도, 항절력, 내마모도, 기공도, 자성, 미세조직 등

반응특성 : 소결 반응 특성, 확산 특성 등

마이크로 분말의 미세조직 및 분석

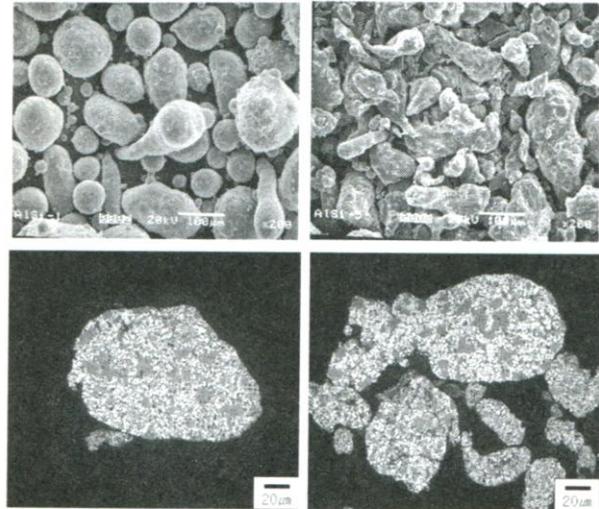
1) 분말의 외형

- : 입체적 형상의 외형 관찰
- : 육안-조대분말 크기 및 색깔 분석
- : FE-SEM- 미세분말 형상 및 크기 분석 가능

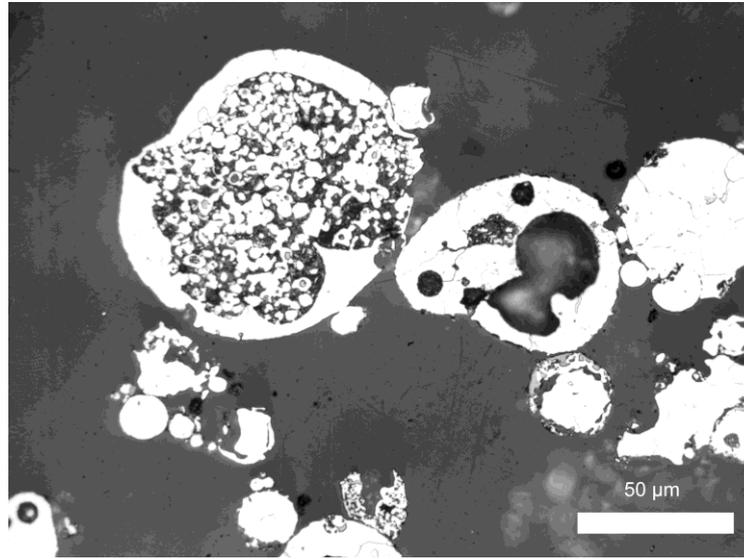
2) 분말의 미세조직

- : 미세조직분석
- : 결정립 크기 분석
- : 내부 조직관찰
 - 분말 단면을 **polishing** 하여 미세조직 분석
 - 광학현미경- 거시적 미세조직 분석
 - XRD-분말의 결정구조와 결정립크기 분석가능
 - FE-SEM-미시적 미세조직분석가능
 - SEM-EDS: 성분분석 가능
 - EPMA-성분 정량분석 가능
 - XPS-분말표면 성분 분석 가능
 - TEM-분말의 결정학적 특성과 미세조직 분석 가능

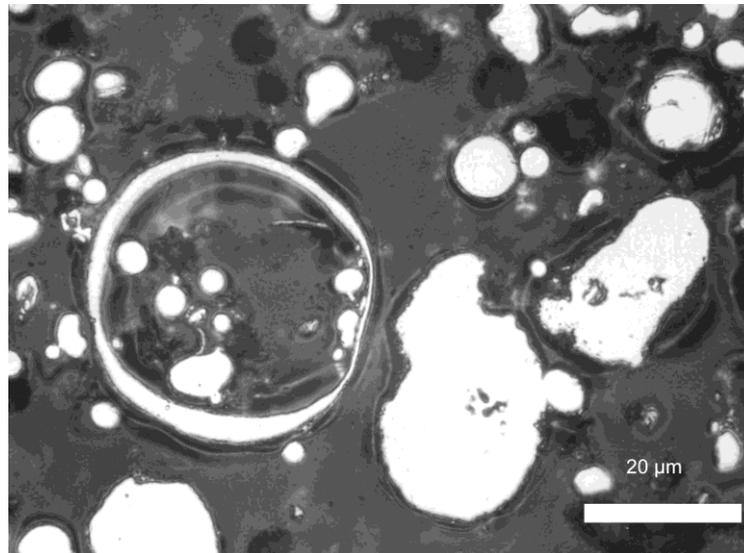
- FE-SEM 및 OM에 의한 미세조직
: 분말 외형 및 내부 조직 분석



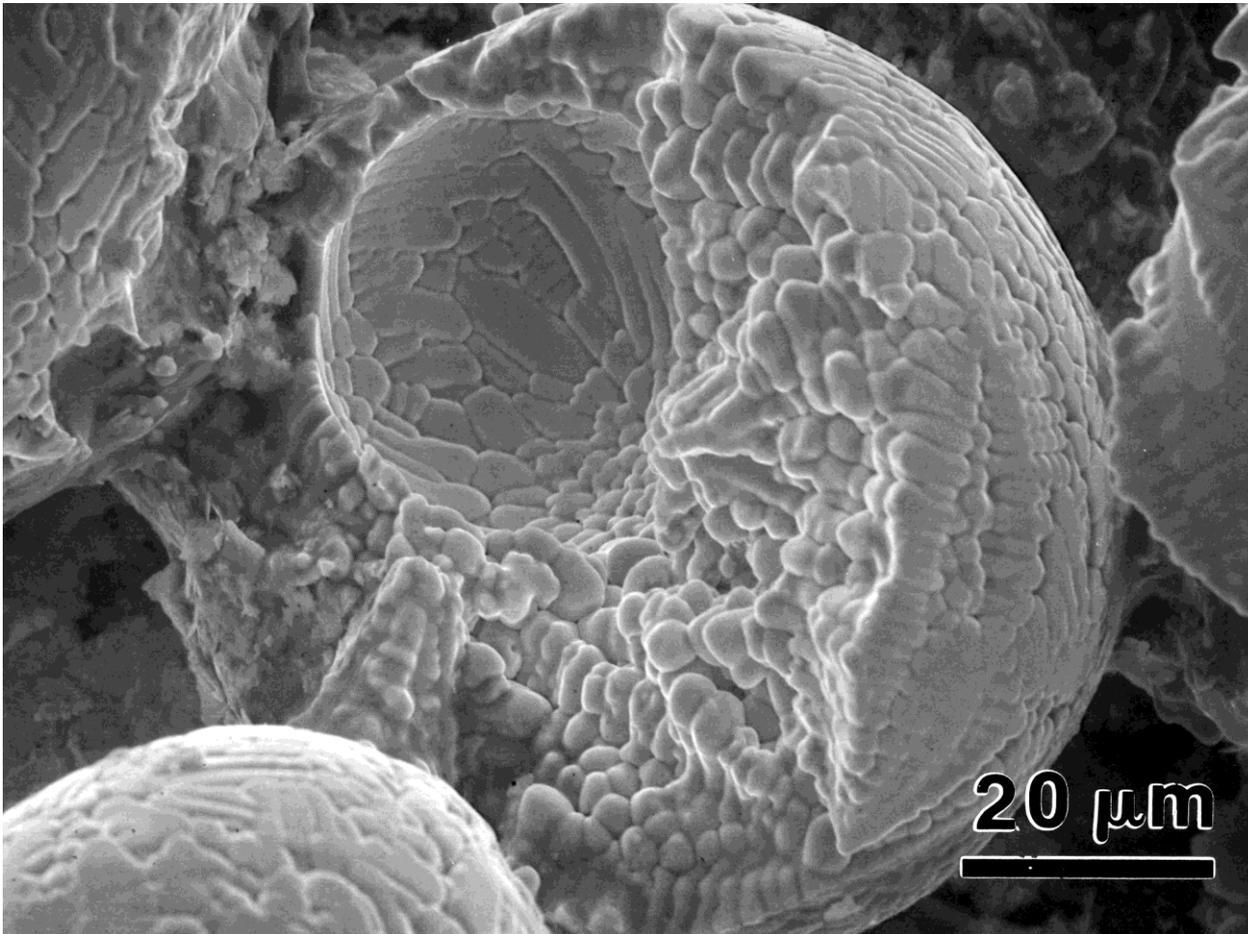
분말내부의 미세조직OM
제조공정 유추가능



Cu

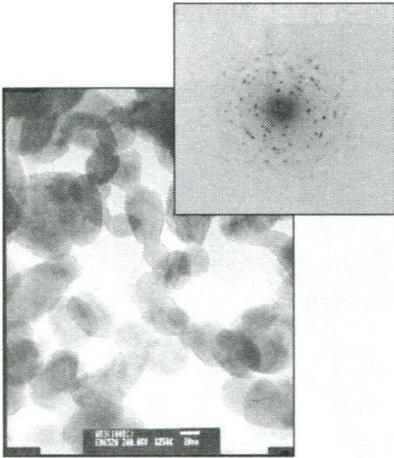


Stainless steel

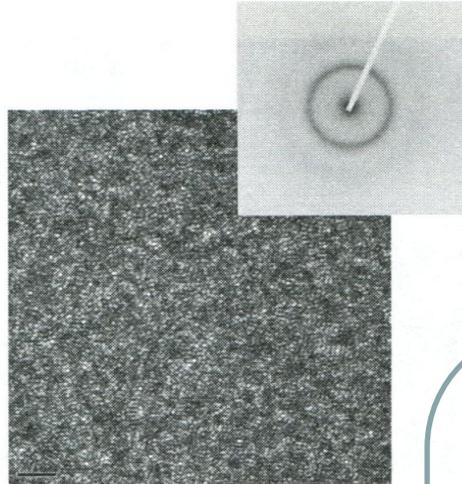


분사법(atomizing)으로 제조된 분말의 SEM 사진: 수지상정(dendrite) 내부구조

- TEM에 의한 나노분말의 미세조직 분석



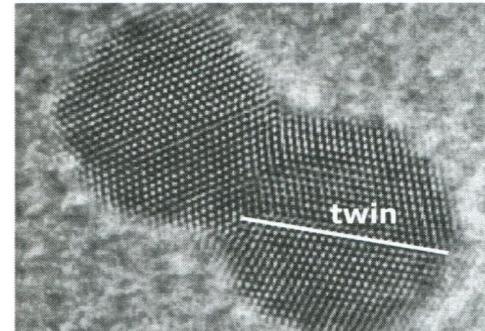
나노결정분말



비정질분말

- 나노결정분말의 미세조직 분석 : HR-TEM

- ✓ **Crystal structures**
 - appearance of meta-stable phase(s)
 - ※ excess surface energy
 - defects (twins, vacancies, etc)

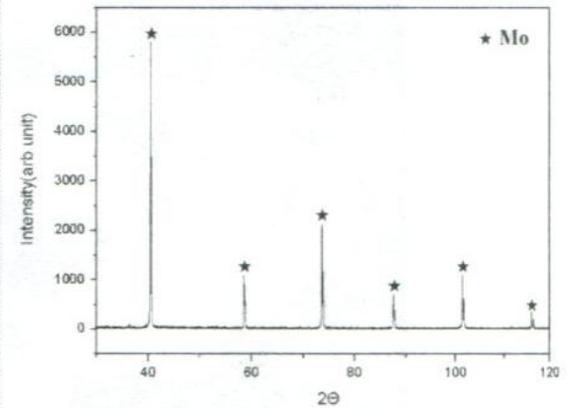
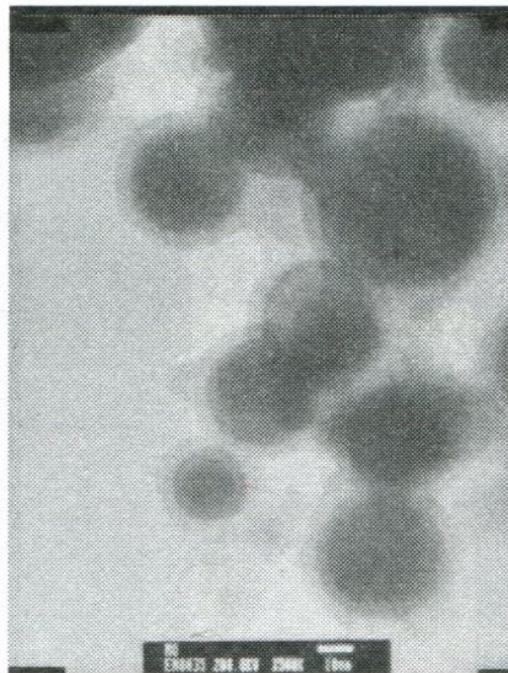
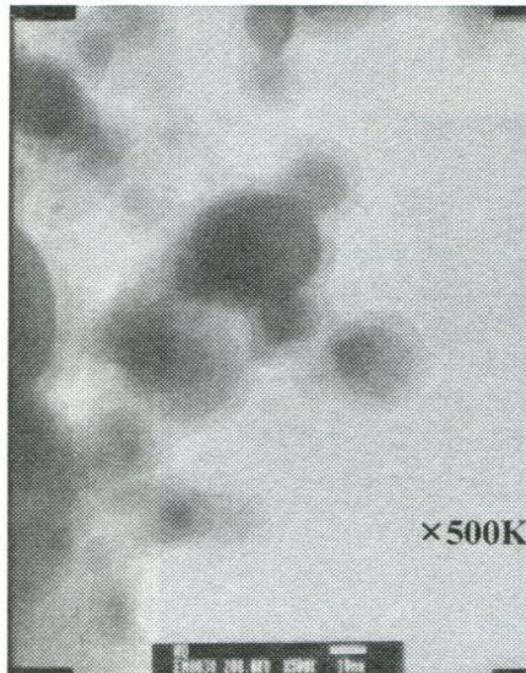


Au nanoparticles

- 나노분말 TEM & XRD 분석

: 나노 W 분말

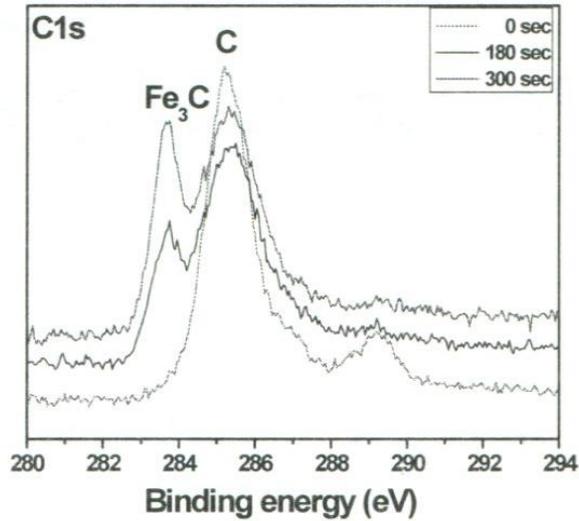
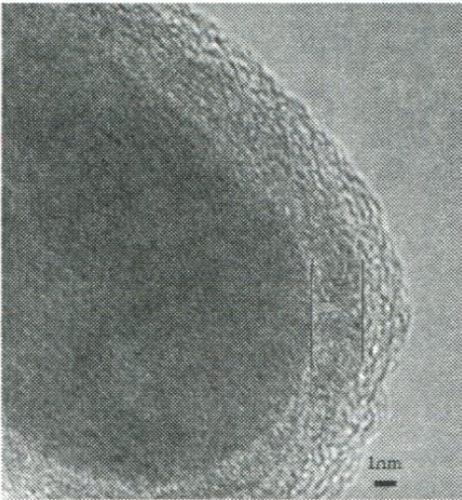
: Oxide Coating layer 분석 가능



- TEM & XPS에 의한 분말 표면 분석

: 분말 코팅층의 정밀 분석

: 코팅층 etching에 의한 depth profile 가능



- EPMA에 의한 분말 성분 분석

: 각 성분 image화 가능

