

## 탄화규소(SiC) 원료 분말의 평가 기술



조인철

한국 티타늄공업(주) 부설  
뉴세라믹스 연구소 과장

### 1. 머리말

화인세라믹스는 국내산업기술의 고도화에 따라서 새로운 기능의 산업재료의 연구개발을 촉진시킨 결과, 반도체, 통신, 우주항공 등 첨단산업의 본격화 하게 되었다.

이들 첨단산업의 기술혁신을 실질적으로 뒷받침 해온 것은 신소재로서, 그중 하나인 화인세라믹스는 우주왕복선 콜롬비아호 내열타일 등으로 그 기능과 역할이 크게 인식되어 80년대초부터 국내에서도 본격적으로 연구되었다.

한편 기계구조용 기능소재인 엔지니어링세라믹스는 철계 금속재료의 한계를 초월하는 우수한 내열성, 내마모성 및 내식성 등으로 열기관의 획기적 에너지 효율증대와 기계공업의 정밀도 향상 등 기계 기술 고도화에 큰 역할이 기대되어 미, 일 선진국 등에서 막대한 연구비를 투자하고 있는 실정이다.

기계구조용 화인세라믹스 소재중 가장 중요한 재료로는  $Al_2O_3$ ,  $ZrO_2$ ,  $Si_3N_4$  및 SiC등이 있다.

이중 SiC는 공유결합성이 가장 높은 소재로서 옛날부터 알려져, 연마재, 내화물로서 사용되어왔다. 특성상으로 보면  $Si_3N_4$ 에 비해 고온에서의 강도변

화가 적고, 내마모성, 자기윤활성이 좋아 mechanical seal 등에 사용되고 있으나, 열충격 저항, 인성이 다소 떨어져서, 기계구조용 세라믹스로는, 약간 용도가 좁다는 결점도 있지만 앞으로 그 용도가 확장될 것으로 본다.

따라서 본고(本稿)에서는 전기분야 기술자의 편의를 위하여 탄화규소(SiC)원료분말과 탄화규소 소결제품의 특성평가 기술을 중심으로 기술하고자 한다.

### 2. 탄화규소(SiC)세라믹스 개요

#### 2.1 SiC 세라믹스란?

탄화규소(SiC)는 약 90년전 E. G. Acheson에 의해 우연하게 합성된 인공광물로서 Acheson로라는 전기로에서 대량생산되고 있다.

Acheson에 의한 SiC는  $\alpha$ 형은 육방정계, 능면체정의 결정구조를 갖고, SiC의 또 다른 구조인  $\beta$ 형의 입방정계보다도 고온에서 안정한 형으로 결정조직이 발달한, 경도가 높은 인고트로서, 공업적으로 연삭·연마재, 내화제로 넓게 사용되고 있다.

$\beta$ 형-SiC는 silica 탄소환원법, silicon-carbon 직접반응법, 기상법 등 방법으로 얻어지며,  $\beta$ 형은

1500-1600℃ 저온 영역에서 생성하는 반면, α형은 생성온도 범위가 넓고, 통상 1800-2000℃이상 고온 영역에서 생성하는 고온안정형이다. β형은 1800-2000℃에서 α형으로 불가역적으로 전이를 개시하므로 소결시 온도제어가 충분히 요구된다. 또한 α, β형의 밀도는 약3.21g/cm<sup>3</sup>로 차이가 없다.

### 2.2 특성과 응용 분야

외국 각사별 SiC 미분 특성은 표 1과 같고, 응용 분야는 다음과 같다.

- 1) 고온 고강도 재료 : 가스터빈 부품, 디젤 엔진 부품, 고온도부재료 등
- 2) 내마모 재료 : mechanical seal, 베어링, 분쇄용볼 등
- 3) 내식성 재료 : 펌프, 밸브, 배관재료 등
- 4) 열전도성 재료 : 열교환기, 고열전도성 기판 등
- 5) 기타

## 3. SiC 미분의 분체 특성

### 3.1 화학 성분

submicron 영역의 미분으로 SiC 순도는 96-

97% 정도이며, 주로 불순물은 free carbon 과 산소분이지만, 산소분은 free SiO<sub>2</sub>형으로 추정된다. 미분일수록 산소는 증가하지만, 보통제품은 1%정도 함유하며 미량금속불순물로 분석된 Fe, Al 등은 소결성 및 소결체 특성에 영향을 미치므로 미량에서도 주의가 필요하다.

### 3.2 입도분포

현재 공급되는 최고 미세한 grade는 평균입경 0.5μ 이하로 비표면적이 15m<sup>2</sup>/g전후로서 현재 소결기술은 이정도 분말을 사용 소결의 성능을 내고 있다. 필요이상의 미세분말은 생성형체 밀도를 저하하여 성형성 및 소결시의 치수정도 안정성이 떨어진다.

### 3.3 입자 형상

β형 분말은 환형상(環形狀)이고, α형은 분쇄립 특유의 불규칙형상으로 약간 뾰족한 편장된 입자형상으로 제조된다. 또 α형은 분쇄조건을 조절하여 형상을 등골게 할 수 있으며, 같은 입경으로도, 구상에 가까운 분체족이 충전성이 양호하고 가압결보기 밀도가 높으므로 생성형체 밀도가 높아진다.

표 1. 외국 각사별 SiC 미분 특성

		A사				B사		C사	D사		E사	F사		
		A-1	A-2	A-2S	B-1	A-10	B-10	Ultra fine	UF15	UF10	#10,000	F		
결정형		*	α	α	α	β	α	β	β	α	α	α	β	
화학 성분 (%)	SiC	1	97	98	96	96	97	95	95	96	97	95	> 99	
	Free C	2	0.8	0.5	0.6	1.0	1.0	1.9	1.4	0.4	0.5	0.8	< 0.3	
	SiC <sub>2</sub>	3	0.7	0.3	1.0	0.2	0.8	0.1	0.2	0.5	0.4	1.9	< 0.2	
	F·Si	4	0.02	.	.	.	0.01	0.02	.	.	.	.	.	
	금속 불순물	Al		0.01	0.01	0.01	0.05	0.10	0.04	0.10	0.06	0.07	0.05	< 0.03
		Fe	5	0.04	0.04	0.27	0.04	0.01	0.02	0.04	0.01	0.02	0.08	< 0.02
	Total		0.11	0.08	.	.	0.16	0.11	0.21	0.11	0.15	.	0.07	
누적 중량 (%) * 6	2μ	0	15	5	0	18	10	8	0	1	0	.		
		1	5	40	30	1	40	31	26	4	20	11	.	
		0.4	60	75	70	48	68	63	69	52	69	76	.	
	평균입경(μ)	6	0.4	0.7	0.6	0.4	0.7	0.6	0.6	0.4	0.6	0.6	0.4	
비표면적(m <sup>2</sup> /g)		7	15	9	11	18	11	15	16	15	10	14	15	
겉보기 비중		8	1.9	2.0	1.9	1.9	2.0	2.0	1.8	1.6	1.7	1.6	.	
생성형체 밀도(%)		9	61	65	.	.	68	70	61	.	.	.	.	
소결체 밀도(%)		10	98	95	.	.	96	93	96	.	.	.	.	

### 3.4 소결 특성

각종 소결 원료분말을 분체특성에 따라 평가하는 것은 가능하지만, 분체특성은 소결체특성을 추정하기 때문에 중요하다. 최종 소결체 특성으로 원료분말의 양부를 판정하려면 이것은 매우 어려운 문제이다. 각 grade별 가장 이상적인 소결기술 자체 확립이 요구되고, 또한 각각의 분말에 최적소결조건이 제작기 존재하므로, 단지 어떤 일정 조건에서 소결성을 비교 판정은 불가능하다.

$\alpha$ 형과  $\beta$ 형 소결성 차이에 대해서도 매우 흥미를 갖지만, 소결용 원료로서의  $\alpha$ ,  $\beta$ 형 우세에 대하여 결론을 내리기가 어렵다.  $\alpha$ 형 원료를 사용한 경우 주상정(柱狀晶) 조직인데 반해,  $\beta$ 형은 합판상(合板狀) 결정으로 발달하여 미립상이 서로 결합한 조직으로 뚜렷한 차이가 있다.

## 4. SiC 미분말의 분석기술

### 4.1 화학조성분석

#### 1) SiC조성

세라믹스의 일반적인 화학조성 분석법은 표 2와 같다. 측정대상시료 중의 분석성분의 함량, 요구정도 등에 대응하여 표 2에 나타난 각종 분석 방법을 선택한다. 주성분 분석은 주로 중량분석, 용량분석법이 이용되고, 때에 따라서 형광X선 분석법(XRF)도 사용가능하다. 미량성분 분석은 원자흡

광분석법(AAS법), 흡광광도법이 널리 보급되어 있지만 이들 방법은, 고순도의 화인세라믹스용 원료 분말 중 미량불순물의 정량 분석에는 미흡하므로, 최근에는 ICP(유도결합 플라즈마)발광분석법이 많이 이용되고 있다. 또 중성자 방사화학 분석법은 다윈소의 고감도 분석법이지만, 방사선 피폭관리상 설치 및 운영상 제약이 있으며, 우리나라는 원자력 연구소, 포항전자빔가속기 등 일부에서 지원되고 있다.

또한 표 2에 나타난 스파크 발광 분석법, 형광X선 분석법, 고체질량 분석법, 중성자 방사화학 분석법은 고체시료 그대로 분석가능하다. 세라믹스 시료는 용액화 하는 것이 어려울 경우가 많으므로, 용액시료를 대상으로 한 분석법에서는, 분석조작시간이 오래 소요되고, 또한 공인된 세라믹스 표준시료가 없으므로, 정확한 분석대비가 곤란하다.

파인세라믹스업체에서는 자사내에 분석데이터 관리를 위해서는 적당한 표준시료를 제작하여 사용할 필요가 있다고 본다.

현재 탄화규소(SiC)중의 불순물을 분석하는 방법으로서 JIS R6124-1980 탄화규소질 연삭재의 화학분석 방법이 있다(DIN 51075 Tei 15 "Chemische Analysis von Siliciumcarbid" 도 자주 사용됨).

이 JIS방법의 분석 항목은 (1)규소 (2)Fe (3)Al (4)CaO (5)MgO (6)탄소 (7)유리탄소 (8)SiC (9)유리 규산 (10)유리규소이다.

표 2. 화학조성 분석방법 비교

분석방법	물리적내용	대상	시료	감도	정도(%)	감도결정요인
화학적분석법	적정, 중량분석	주성분 미량성분	액체(D)	$10^{-2}$ mol $10^{-5}$ mol	0.01 1.0	분석방법, 약품순도, 실험기구의 흡착
흡광광도법	광흡수	미량성분	액체(D)	$5 \times 10^{-4}$ -0.1ppm	5-10	측정조건과 공론원소
플라로그래피법	전류-전압특성	미량성분	액체(D)	$1 \times 10^{-4}$ -0.1ppm	5-10	체적측정
염광 광도법	원자발광법	발광스펙트럼	미량성분	액체(D)	$2 \times 10^{-3}$ -0.1ppm	버너구조, 잡음
	원자흡광법	흡광스펙트럼	미량성분	액체(D)	$1 \times 10^{-3}$ -0.1ppm	원자화부의 구조와 흡수광
발광 분석법	스파크여기법	발광스펙트럼	미량성분	고체(D)	0.1-100ppm	플라즈마 방전중의 온도변화 자기흡수, 분위기 가스 종류
	유도결합고주파 플라즈마법	발광스펙트럼	미량성분	액체(D)	0.1-10ppm	네버라이저 및 플라즈마 방전관의 구조
형광X선분석법	특성X선	주성분 미량성분	고정 및 액체(N)	10-100ppm	0.01-0.1 5-10	일차X선강도, 검출기감도, 백그라운드연속X선
고체질량분석법	질량대전하비	미량성분	고체(D)	0.01-0.1ppm	반정량	여기 및 검출 방식
중성자방사화 분석법	$\alpha$ 선, $\beta$ 선, $\gamma$ 선	미량성분	고체(N)	$10^{-3}$ - $10^4$ ppm	2-10	조사조건과 측정핵종

D : 시료분해      N : 시료분해안함

이 분석만으로는 탄화규소(SiC)원료 분말의 개발에는 불충분하며, 他분석과 병용하여 고순도 탄화규소(SiC)중에 함유된 금속불순물 원소의 분석 기술이 진행되고 있다.

이 연구는 K, Na와 같은 알칼리금속 원소는 원자흡광분석법(AAS), 그 외의 금속원소는 ICP발광분석법을 사용한다.

DC아크발광분석의 이차 이온 질량분석에 의한 정성분석으로 검출된 전금속원소의 미량분석 방법은 다음과 같다. 탄화규소 시료 전처리는 분해, 용해법으로 나뉘며 시료 중에 함유된 금속 불순물의 평균조성의 정량을 위해서 불순물의 원료 분체에 균일한 분포인지, 편재되었는지, 내부에 존재하는 것에 의해 전처리가 다르다. 탄화규소는 HF<sup>+</sup>산에 침식되지 않지만, 알칼리에 의해서 쉽게 분해된다. 분체입자 표면에 편재된 불순물은 산에 의해서 쉽게 추출되지만, 원료 분체 전체의 불순물 평균조성의 분석은 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 용해법을 사용한다.

여기에 분석 조작의 계통도를 그림 1, 그림 2에 나타냈다. 그림 1에 따라서 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>용해한 시료액에서는 매트릭스(matrix)로서, 금속불순물 외에 SiC 산화에 의해 생성한 SiO<sub>2</sub>가 용출하여, SiF<sub>4</sub>로서 존재한다.

그림 3은 매트릭스(matrix)로서, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 및 HF-HNO<sub>3</sub>를 가하여 얻은 Ti의 검량선으로, 실제

시료용액에 Ti를 표준 첨가한 것의 비교이다.

Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 용해한 시료액, 산 추출한 시료액에서의 경향은, 각각 Na<sup>+</sup> 매트릭스(matrix), HF-HNO<sub>3</sub> 매트릭스에서 얻은 검량선과 같은 경향이다.

다시 말해 실제 시료의 분석에서는 각각의 매트릭스(matrix)에 목적 원소를 첨가하여 만든 검량선을 사용하는 것이 바람직하다.

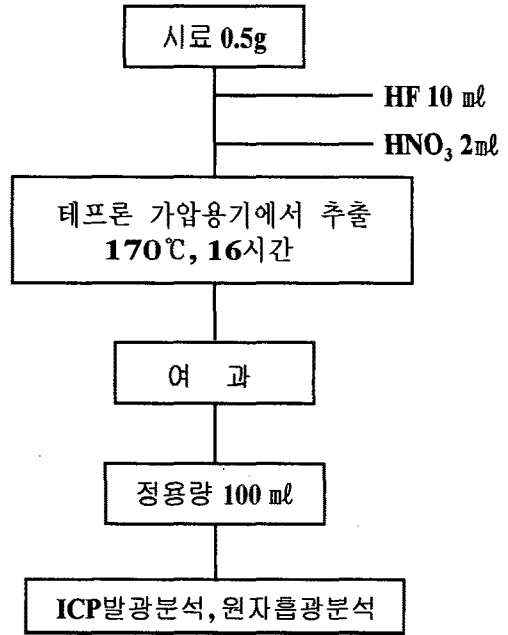


그림 2. 탄화규소의 HF-HNO<sub>3</sub>추출계통도

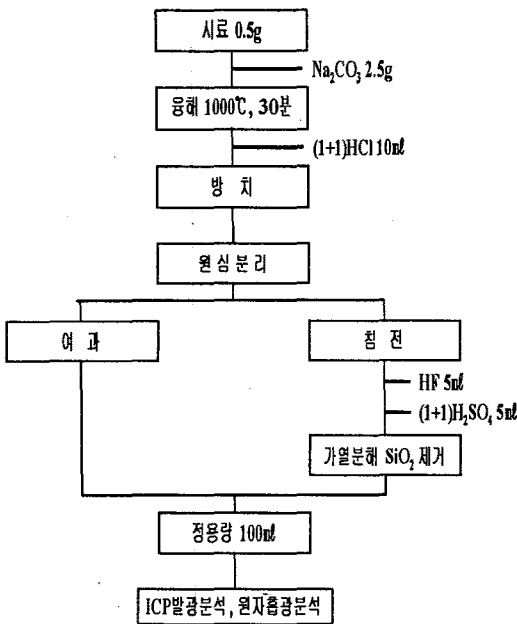


그림 1. 탄화규소의 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 용해추출 계통도

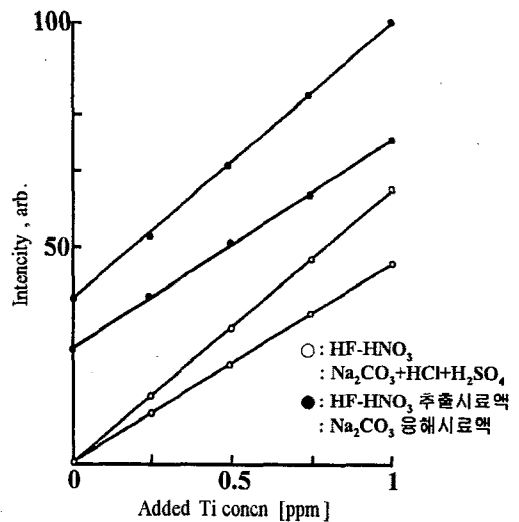


그림 3. Ti에 대한 matrix의 영향

표 3은  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  용해한 시료와,  $\text{HF-HNO}_3$  추출한 시료에서의 검출합을 나타냈다.  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  용해(濼解)한 시료에서는, 산 추출한 시료에 비하여 검출한계는 떨어진다.

표 3. ICP발광 분석법에서 SiC중 불순물 검출한계

원소	측정파장 [nm]	HF-HNO <sub>3</sub> 추출 [ppm]	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 용해 [ppm]
Al	396.15	5	6
B	249.77	0.8	1
Ba	455.40	0.1	0.3
Ca	393.37	0.1	0.3
Cr	267.72	0.9	1
Cu	324.75	1	1
Fe	238.20	0.7	1
Mg	279.55	0.1	0.2
Mn	257.61	0.2	0.3
Mo	202.03	1	2
Na	589.59	10	-
Ni	231.60	2	2
Sr	407.77	0.03	0.04
Ti	334.94	0.4	0.5
V	292.40	1	1
W	207.91	7	7
Zn	202.55	0.4	0.4
Zr	343.82	0.8	0.9

그림 4는 각종 반응조건에서 불순물을 HF-HNO<sub>3</sub> 추출한 결과이다.

Al, Ca 이외는 170℃ 4시간, 200℃ 16시간 조건에서도  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  용해조건과 거의 같다. Al은 추출은도, 시간을 증가하면 추출량이 커진다. 이밖에 200℃ 16시간 조건에서도 완전하게 추출되지 않는다. 이상에서 (1) 대부분의 불순물은 SiC 분체표면에 편재되어 있고 (2) Al 공유결합 환경은 Si 공유결합에 근사하므로, Al의 일부가 SiC의 Si로 치환하여 고용되어 있다고 판단되므로, 산(酸)에 의해서 완전히 추출되지 않는다고 사료된다.

## 2) 산소분석

질화규소( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ), 탄화규소(SiC) 원료분말 중에 함유한 산소의 정량분석은 중요하다.

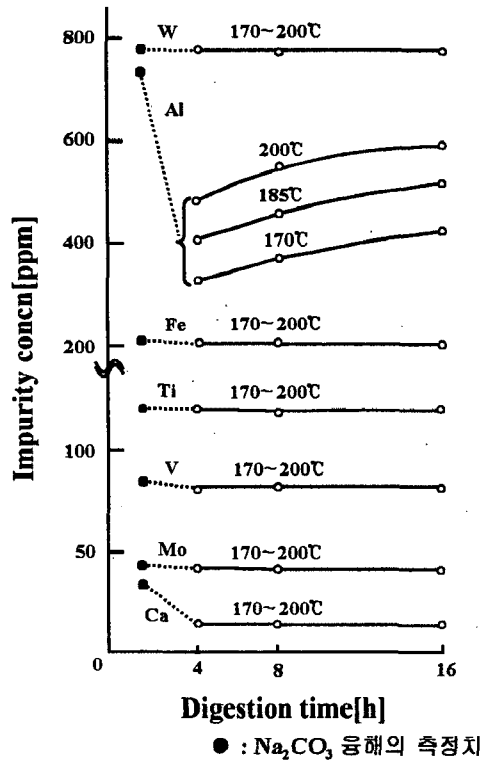


그림 4. 불순물의 HF-HNO<sub>3</sub> 추출

현재 사용되는 산소분석 방법으로, 중성자 방사화 분석, 고주파로 추출법이 있다. 중성자방사화 분석은 방사선 대책관계상 설치제약이 있어, 한정적 기관에서 보유하고 있으며, 일반적으로 고주파로 추출법을 이용하고 있다. 이 방법은 고주파로 내에서 시료를 용융하여 발생한 가스(최종적으로는 CO<sub>2</sub> 가스)를 열전도 검출기 또는 적외선 검출기로 정량하는 방법이다.

그림 5는 탄화규소 원료분말 중의 고주파로 추출법과 중성자 방사화분석법의 측정결과를 대비한 것이다. 두 방법 모두 거의 같은 결과를 나타내고 있다. 고주파로 추출법은 중성자 방사화 분석에 비하여 저가이고 조작하기 쉽기 때문에 일반적으로 사용되고 있다.

## 4.2 입도 특성

성형체의 구조는 소결체 미세구조 형성에 큰 영향을 미치므로, 성형체를 구성하는 원료 분말 입자의 입도특성에 직접적인 영향을 받는다. 여기서 원료 분말의 입도 특성에 관한 평가법을 기술하였다.

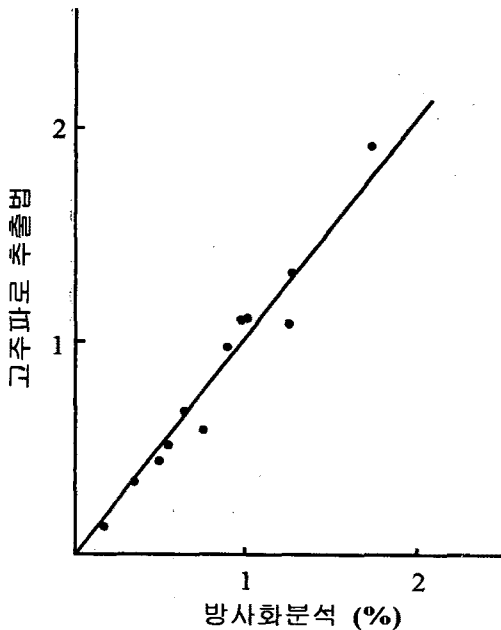


그림 5. 산소분석 방사화분석과 고주파로 추출법

#### 1) 분체 밀도

분체 밀도는 입자의 기본 물성량으로서, 밀도는 물질의 단위체적당 질량이다. 질량의 측정엔 천칭에 의해서 가능하지만, 물질이 분체로 있으면 체적의 측정은 곤란하므로, 이 측정정도가 분체밀도의 측정정도이다. 분체체적 측정방법으로서 분체를 액체에 침투하는 액침법과 기체를 사용하여 보일의 기체법칙으로 구하는 기상용적법(氣相容積法)이 사용되지만, 기상용적법의 측정정도는 떨어지므로, 일반적으로 액침법이 많이 사용된다.

액침법의 경우, 사용하는 액침이 분체를 용해하지 않고, 분체 표면에 잘 분포하여 입자와 입자사이의 공기를 완전하게 제거하는, 크실렌 등 유기용매가 잘 사용된다. 또 액침법은 시멘트 비중 시험용으로서 비중법(JIS R5201), 인조연삭재의 비중시험방법(JIS R6125)이 있지만, 보통 파크노메타(Pycnometer)를 사용하는 것 일반적이다.

이 측정방법을 그림 6에 나타낸 것처럼 분체 밀도의 측정치는 탈기에 의해서 측정된 결과이다. 이보다 정확한 측정법은 현미경과 침강법으로, 같은 침강법이라도, 계측수법에 따라서 측정 데이터가 차이가 생길 수 있다. 이처럼 측정방법이 다르면 측정결과도 차이가 나는 것이 일반적 경향이다.

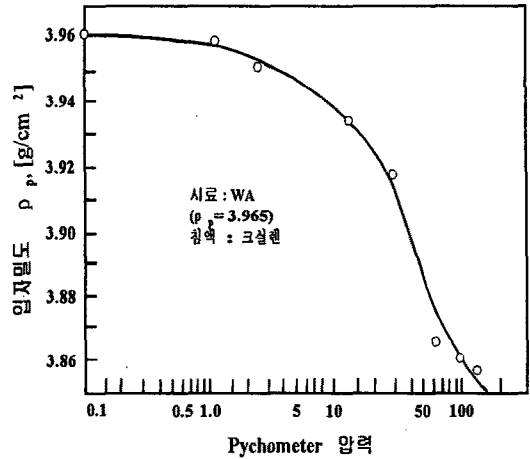


그림 6. 밀도 측정치에 미치는 탈기압의 영향

화인세라믹스용 원료분말은 미세한 입도가 요구되지만, 일반적으로 분말의 입도가 미립이고, 응집력이 강하고, 입도분포측정시 2개 이상의 입자가 합체(合體)되어 조립자로서 계측될 수가 있다.

이밖에 입도분포측정시료의 분산조건이 측정결과에 영향을 미치는 것도 충분히 고려하여야 한다.

측정결과와 일례로서, 초음파 분산기를 이용하여 시료를 분산시킨후의 입도분포 측정결과와 평균입경과 분산시간 변화에 따른 비표면적 값을 대비한 것을 그림 7, 8에 나타냈다.

여기서 사용한 시료는 일차입자의 형상이 구(球)에 가까운 질화규소분체이고, 입도분포 측정기는 자연침강과 원심침강을 병용한 광투과식 입도분포 측정치로, 증류수에 0.3%hexameta 인산소다를 가한 용액을 사용하였다.

그림 8에서와 같이 분산시간이 짧을 경우는, 응집입자를 초음파로 분산액 중에 균일하게 분산하는 것이 불충분하여 측정된 평균입자경이 큰쪽이지만, 분산시간이 증가할수록 응집입자의 해체(解碎)가 진행하여, 평균 입자경도 작아 지다가 일정한 값이 된다. 입도분포의 측정시는 시료의 분산을 충분히 하는 것이 요구된다.

이처럼 입도분포의 측정은 분산조건을 일정하게 하여, 동일 입도분포측정기를 사용하는 것이 필요하며, 이러한 의미에서 분말의 입도분포를 측정하기 위해서는 전처리 조작, 동일입도분석장비, 조건을 갖는 입도분포측정법의 규격화가 정밀도 향상에 기여할 것이다.

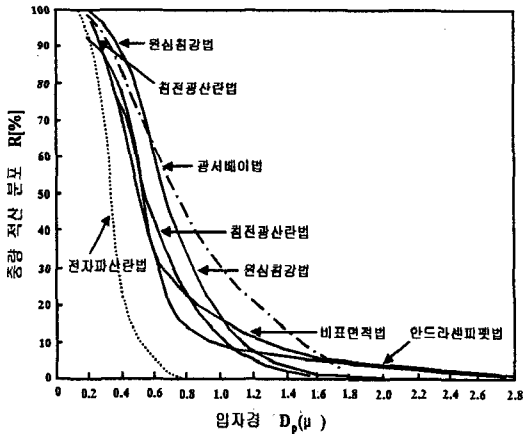


그림 7. 각종 측정방법간의 측정결과의 비교

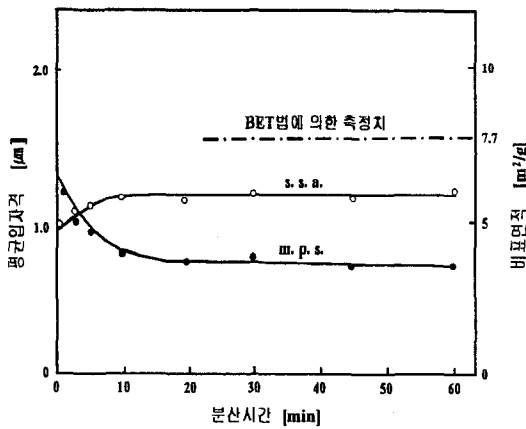


그림 8. 입도분포 측정 결과에 미치는 분산 조건의 영향

2) 비표면적

비표면적(specific surface area)은 화인세라믹스 원료분말의 중요한 물성이다. 원료분말에서 입도분포와 같이 비표면적도 중요한 품질특성중의 하나이다.

원료분말의 비표면적 측정방법은, BET식에 의한 가스흡착법과, Fisher-Sub-Sieve-Sizer로 대표되는 기체투과법이 사용되고 있다.

가스흡착법은 분체시료의 표면에 활성이 큰 분자를 흡착시켜서, 그 흡착량에서 비표면적을 구하는 것이다. 이 방법은 분체입자 표면의 미립기공 등에

도 분자가 흡착하므로, 입자전표면의 크기가 측정되며, 기체투과법에 비하여, 신뢰도가 높은 정확한 분체비표면적 값으로, 분체의 입도의 기준치로서 자주 활용되고 있다. 분체의 충전층에 공기와 같은 기체를 통과시킬 때 분체입자가 미립으로 완전하게 충전층이 형성될 때는 세공경(細孔徑)이 작으므로, 기체는통과하기 어렵다. 즉 분체입도와 충전체에 대한 기체의 투과성(透過性)에는 상관관계가 있으므로, 이 상관성을 이용하여 분체의 비표면적을 구하는 방법이 기체투과법이다.

기체투과법은 저가로 조작성이 용이하고, 또 측정치의 재현성도 비교적 양호하여, 널리사용되고 있으며, 시멘트 분말의 입도를 측정하는 JIS 규격으로, 브레인법(Blain법)은 기체투과법에서의 비표면적 측정법의 하나이다. 분말야금의 분야에서는, 옛부터 분말의 입도측정에 기체투과법에 의한 측정법의 하나로서, Fisher-Sub-Sieve-Sizer(FSSS법)을 사용하고 있지만, 이는 측정된 비표면적 값에서 비표면적입경을 환산하여 구하며, 그 입경을 FSSS입경 혹은 평균입경이라고 표시하고 있다. 그리고, 분말야금분야에서 발달한 파인세라믹스용 원료분말, 특히 질화규소, 탄화규소, 원료분말은 평균적인 입도로서 표시가, 이 FSSS 입경에 의해서 관습적으로 사용되어지고, 분말 maker 대부분의 품질표시의 하나로써 FSSS 입경을 사용하고 있다.

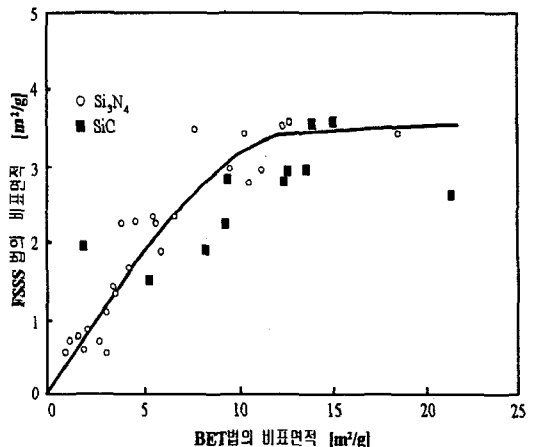


그림 9. 공기 투과법(FSSS법)과 BET법의 비표면적 측정치의 상관 관계

기체투과법에 의한 비표면적 측정은, 분말의 진비

표 4. 입도 측정법의 분류

원리	측정 방법	측정 범위			측정 입자경	분포기준	시료상태
		mm	μm	nm			
계수	광학 현미경	—————			길이 면적	개수 분포	W, D
	전자 현미경	—————			길이 면적	개수 분포	D
	Coulter counter	—————			구상 입경	중량 분포	W
	광 서베이법	—————			구상 입경	개수 분포	W
	레이저전방 산란법	—————			구상 입경	체적 분포	W, D
	광산란(OWL)	—————			구상 입경	체적 분포	W, D
체분리	표준체분석법	—————			Sieve 크기	중량 분포	W, D
침강속도	중력침강법	—————			Stokes 식	중량 분포	W, D
	원심침강법	—————			Stokes 식	중량 분포	W, D
	광투과법	—————			Stokes 식	면적 분포	W
	풍력, 수비	—————			Stokes 식	중량 분포	W, D

W : 습식, D : 건조

표면적(眞比表面積)을 구하는 방법으로 신뢰도는 낮고, 분말이 미세하면, 측정정도가 저하한다. 일 예로서, 각종분말의 FSSS 법과 BET(N<sub>2</sub>-가스흡착)법에 의한 비표면적 상관관계를 그림 9에 나타냈다.

여기서 양자의 관계는 포화곡선을 나타내고, FSSS법은 입경이 미세하고, 비표면적이 큰 분말에서 한계가 있고, 또 비표면적이 작은 분말(입경이 큰 분말)에서도 양자 측정치는 1 : 1 대응되고, FSSS법에 의한 측정치는 BET법 측정치보다 작은 비표면적값을 나타내고 있다.

### 3)분체충특성

화인세라믹스용 원료 분말은 성형공정을 거쳐 소성하여 소결제품을 얻는다. 여기서 분말의 취급성, 성형성에 대한 평가라는 견지에서, 분말층의 성형

특성은 화인세라믹스에서 매우 중요한 인자이다.

분체충특성에서 가장 널리 사용되는 항목은, 분체 걸보기 밀도, tap 밀도, 압분체밀도이다.

분체 걸보기밀도는 일정용적 용기에 정해진 방법으로 분체를 충전하여, 그 용적중에 들어간 분말의 질량을 측정하여 얻어지며 금속분말, 인공연삭재에서도 사용되며, 분말취급성을 조사하는 간편법으로 이용되고 있다.

또 tap밀도는 분말을 일정 용적기에 충전하여 그 충전용기를 가볍게 충격을 가해서 충전체 체적 감소를 반복하여, 일정치로 될 때의 체적과 충전된 분말 질량에서 구하는 밀도이며, 분말의 유동성, 충전성에 대한 기본 데이터로 활용되고 있다. 또 압분체밀도는 분체를 일축프레스 또는 정수압프레스(CIP)로 가압하여, 그 압분체의 질량과 압분체의 기하학적수법으로 구해진 체적에 의해 얻어지는 밀



도이고, 분체 성형성에 활용한다.

이상의 3개의 분체층밀도에서 분체밀도를 고려하여 무차원화하여, 각각의 기공율을 구하여 표시하는 경우도 있다.

이와같이 이들 분체밀도, tap밀도, 압분체 밀도는 각각의 상관성이 높으며, 일례로서 그림 10에 각종 분말을 측정된 압분체밀도와 tap밀도와의 상관관계를 나타내고, 그림 10처럼 양자의 상관관계는 강하여, 화인세라믹스용 원료분말의 특성항목 중에 tap 밀도를 넣고 있는 회사가 많다.

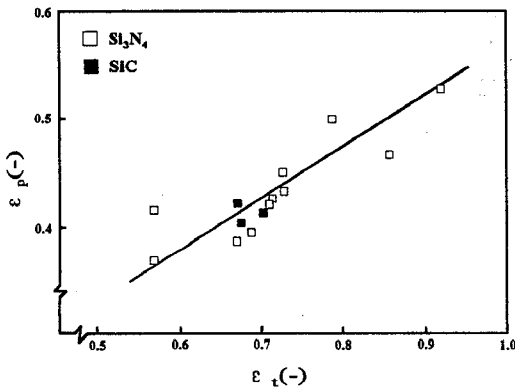


그림 10. 압분체(壓粉體)와 밀도와의 관계

이밖에 일정용적 용기에 분말을 충전하여 분체겉보기 밀도를 측정한후, 용기하부에서 분말을 배출시켜서 충전한 분말이 배출 종결될때까지의 소요시간에서 분말의 유동율을 평가하는방법(금속성은 JIS 화 되어 있음)을 이용하고 있는 회사도 있으며, 또 분말의 안식각(安息角)을 측정하는 회사도 있지만, 앞의 tap 밀도를 측정하는 회사에 비하여 그수는 적다. 특히 정수압 프레스(CIP)에서 압분체를 만들어, 압분체밀도를 측정하고, 압분체의 세공경(입자간 형성된 공극경)을 수은압입식 Porosimeter로 측정하여 활용하는 회사도 있다.

지금까지 화인세라믹스용 원료분말의 분체층 특성에 관한 평가는 성형, 소결으로 연결되는 제조공정의 입구에 상당하므로, 확실적인 방법을 정하는 것은 곤란하지만, 일부에서 분말의 유동성, 충전성에 관한 평가방법검토도 요망되고 있다.

또 전술한 분말의 유동성, 충전성을 알 수 있는 tap 밀도와 분말의 입도 분포와의 상관성과 압분체 성형체의 세공경과 비표면적과의 상관성성이 같이

알려지고 있어 원료분말의 입도 특성에 관한 평가방법의 규격화가 필요로 되고 있다.

## 5. 맺는말

이상에서 화인세라믹스용 원료분말에 관한 평가방법의 현황과 분석 기술 개략을 기술하였다. 특히 탄화규소(SiC)분말은 내화학적, 내열성, 고순도화·초미립화의 특성으로 분석시의 완전 용융, 용해가 어려우며 미립자 분산이 쉽지 않고, 각종 평가방법이 세부적으로 규격화가 이루어져 있지 않다.

이러한 실정으로 각회사에서는 각회사마다 조금씩 다른 시험 방법으로 분말의 품질을 검사하고 있으며, 시험분석 방법은 광산, 요업, 금속 분야에서는 시험방법이 규격화 되어 있는 항목은 규격에 준하여 측정하며 없는 항목은 각회사마다, 조작 및 방법에서 시험분석이 차이가 있는 상황이다.

화인세라믹스의 최종물성은 소결후의 특성이 품질을 좌우하지만 소결 특성은 출발원료인 화인세라믹스 분말의 화학조성, 입도분포, 입자형상, 비표면적, 분체밀도, 생성형체 밀도 등에 의해서 좌우된다고 하여도 과언이 아니다.

이러한 분체의 특성을 정확한 데이터로 상호비교 평가할수 있도록 「원료분말의 분석·시험방법의 규격화, 표준화」가 요구되고 있으며 분체의 특성을 화인세라믹스의 제조공정을 고려한 분말의 분석, 시험방법의 규격화가 분말의 제조측과 사용자측에서 더욱 요망되고 있다.

## 참고문헌

- 1) Z. Inoue, J. Mater. Sci., 17, 3189-96.
- 2) 宗宮, 吉村 : 機能材料. 2, 5, p. 56.
- 3) 昭和輕金屬 카タログ
- 4) 風間 : 세우믹스, 17, 764(1982).
- 5) 加藤ら監修 : 뉴어세라믹스粉體ハンドブック, p. 242(1983, 사이엔스오라움).
- 6) ファインセラミックス協會 : ファインセラミックスカタログ'集 84, 昭58年11月.
- 7) この項では主として, 桑原好孝 ファイセラミックス評價技術セミナー豫稿集, p. 17, 中部科學技術センター(1984)によつた.
- 8) 三輪茂雄 : 粉體工業研究會誌, 6, 115 (1969).
- 9) 粉體工學研究會編 : 粒度測程技術, 日刊工業(1975).