

## 고분자 결합제를 함유한 입상체의 압축특성

### I. 압축과정의 분류

김현수·박방삼·이준웅·이승무\*

국방과학연구소

\*연세대학교 화학공학과

(1988년 12월 14일 접수, 1989년 6월 5일 채택)

## Compression Characteristics of the Flocculated Granule with Polymeric Binders

### Part I. Classification of Compression Steps

Hyoun-Soo Kim, Bang-Sam Park, Jun-Wung Lee, and Sung-Moo Lee\*

Agency for Defense Development

\*Dept. of Chem. Eng., Yonsei Univ.

(Received 14 December 1988; accepted 5 June 1989)

### 요약

고분자 물질(Viton-A, Estane, PE)을 결합제로 사용하여 분체상 물질(Filler-R, CaCO<sub>3</sub>)을 피복-응집시킨 입상체의 압축특성을 규명하기 위하여, 분체의 압축성과 복원성의 정량적 산출이 가능한 실시간 자료 수집장치를 개발하였고, 압축-해압 전체과정 동안 가압상태하의 밀도를 연속 측정함으로써 결합제 종류, 입상체 크기 및 입도분포에 따른 단계별 압축과정을 분류하였다.

**Abstract**—The compression characteristics of the flocculated granule with polymeric binders were investigated. To evaluate quantitatively the compressibility and reassertion (postpressing growth) of the granular bed, real time data acquisition system was specially designed.

Nearly continuous pressure-density curves clearly showed the dominating volume-reduction mechanisms during the entire compression and decompression process and showed the effects of the binder characteristics, granule size.

### 1. 서 론

분체의 압축행태(compression behavior)는 압축이 진행되는 동안 독립된 압축기구(compression mechanism)들이 계속해서 변화되고, 또한 서로 중복되어 일어나기 때문에 동특성 규명이 극히 어렵다고 하겠다.

압축과정 중 일어날 수 있는 압축기구들은 입자의 재배열, 입자간의 가교구조 형성, 소성변형, 탄성변형, 정전기에 의한 인력, van der Waals force에 의한

인력, 기계적 상호결합, 입자의 파괴 등이다. 이들 중 높은 압력에 의해 압축을 할 경우 대표적인 밀도증대 기구는 입자의 파괴에 의한 변형, 소성변형, 탄성변형이라 할 수 있는데, 이때 변형의 형태 및 변형의 정도는 물질의 특성에 의해 좌우된다.

즉, 높은 연성(ductility) 갖는 분말금속의 경우 항복강도(yield strength) 이상의 압력을 가하면 소성변형[1]에 의한 압밀이 주로 일어나고 츄성(brITTLE)의 ceramic 분말의 경우 파괴강도 이상으로 압력을 가하

면 입자는 파괴되어 분쇄된 미세입자들의 재배열에 의해 압밀이 진행된다.

그러나, 대부분의 분체의 경우 압축행태는 특정 변형기구에 의해서만 압축이 이루어지는 것이 아니라 탄성, 소성, 파괴 변형기구들의 조합에 의해 동시에 압축이 진행되게 된다. 따라서 물질특성에 따른 압축기구의 해석을 위해 많은 연구가들에 의해 분체에 가해주는 압력과 압축밀도간의 상관관계 규명이 행하여 졌으며, 또한 이를 수학적으로 표현하기 위한 시도가 행해졌다.

일반적인 압축실험은 단동식 유압 프레스를 사용하여 여러 압축조건(압력, 온도, 체류시간 변화 등)에서 시료를 압축 후 추출하여 밀도와 기계적 강도를 측정하는 방법을 사용하였으나, 압축조건에 따른 제조 시편의 수가 너무 많이 소요됨은 물론 압력을 가한 상태에서의 특성치를 나타내는 것이 아니라 압축금형에서 빼낸 시편에 대한 측정을 통한 특성치를 나타내는 것이기 때문에 압축과정의 단계적 변화를 알 수 없고, 결합체에 의한 탄성복원 정도를 예측하기가 불가능하다.

따라서, 본 연구에서는 분체의 압축성과 복원성의 정량적 산출이 가능한 장치계를 개발하여[2] 전 압축과정 동안 가압상태하의 밀도를 연속 측정하여 Heckel식을 압축과정 및 해압과정(decompression phase)에 동시에 적용함으로써 결합체 종류 및 입도분포에 따른 압축 단계별 행태를 규명하고자 하였다.

## 2. 이 론

금속분말을 압축하는 경우, 분말의 압축과정이 1차 화학반응과 유사하다고 보고, 공극율을 반응물, 압축밀도를 생성물로 간주하면 압력에 따른 밀도의 증가율과 공극율간에는 비례관계가 성립한다. 즉,

$$\frac{dD}{dP} = K(1-D) \quad (1)$$

여기서, D는 상대밀도(압축밀도/진밀도), P는 압력, K는 압축비례상수, 1-D는 공극율(n)을 나타낸다.

압력을 가지지 않은 상태에서의 상대밀도를  $D_0$ 라 하고 (1)식을 적분하면

$$\ln \frac{1}{(1-D)} = KP + \ln \frac{1}{(1-D_0)} \quad (2)$$

그러나, 압축과정의 초기단계에서는, 입자운동에 의한 재배열 영향 및 응집하기 보다는 각자의 입자로 존재하여 하는 분체의 일반적 특성 때문에 (2)식과 같은 선형성이 성립되지 않는다. 따라서 Heckel[3, 4]은 (2)식

의 상수항  $\ln[1/(1-D_0)]$ 을 A로 치환하여,

$$\ln \frac{1}{(1-D)} = KP + A \quad (3)$$

(3)식과 같이 일정압력 이상에서 유용한 Heckel 방정식을 유도하였다. 여기서, 상수 A는 분체의 최초 겉보기밀도,  $\ln[1/(1-D_0)]$ 와 입자간의 bonding이 일어나기 전 낮은 압력에서 입자운동에 의한 재배열에 따른 밀도증대, B의 합으로 표현된다.

$$A = \ln \frac{1}{(1-D_0)} + B \quad (4)$$

전형적인 Heckel 방정식을 도식하면 Fig. 1의 아래 부분과 같다. Heckel은 압축초기의 곡선부분을 분체의 충진 및 입자의 재배열에 의한 밀도 증대로, 직선부분을 입자의 변형에 의한 밀도 증대로 분류하였다.

그러나, 압축과정에 대한 해석만으로는 직선영역에서의 변형이 소성변형에 의한 것인지 또는 탄성변형에 의한 것인지의 구별이 불가능하다. 탄성변형은 분체의 압축특성을 결정하는데 있어서 매우 중요한 요소이다. 탄성변형이 큰 물질은 압축 후 해압과정에서 탄성팽창에 의해 bond가 깨어지므로 lamination의 발생은 물론, 그로 인해 압축물의 압축강도는 낮아진다.

본 실험에서는 압축과정은 물론 해압과정에도 Heckel식을 적용함으로써 소성변형 및 탄성변형을 구별하였고, 압축-해압 전체공정에 대한 압력과 공극율간의 상관관계를 구하였다. 결합체에 의해 응집된 입상체를 압축하는 경우 압축과정의 초기단계는 입상체의

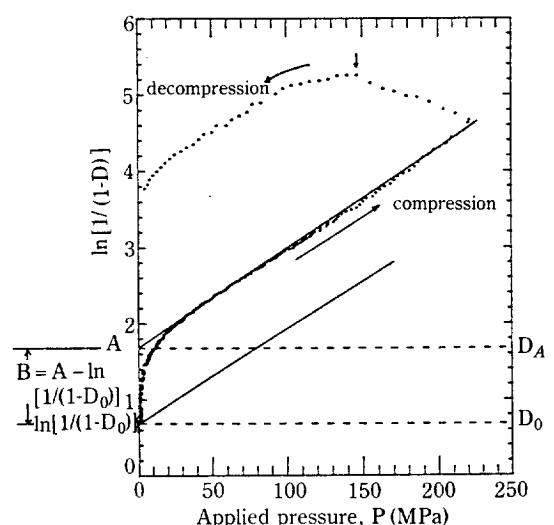


Fig. 1. Typical Heckel plot.

파괴로 인한 입자의 재배열에 의해 밀도가 증대되는 현상이 지배적일 것으로 예측되므로 이러한 현상의 정량적인 해석을 시도하였다. 그리고 압축과정에서의 기울기값으로부터 입상체의 변형능력을 구하였고, 이를 압축시편의 기계적 특성치와 비교 분석하여 상관관계를 구하였으며, 해압과정에서의 탄성복원 정도의 정량적인 해석을 시도하였다.

### 3. 실험장치 및 방법

#### 3-1. 입상체 제조

일반적으로 고분자가 녹아 있는 용액에 비용매를 가하면 혼합용매(용매+비용매)의 고분자에 대한 용해력이 비용매의 중량에 따라 감소되므로 고분자의 침전(석출)이 일어나게 된다. 침전된 고분자는 초기에는 점착성을 지니나 비용매의 점증으로 용해력이 극히 저하되면 점착성을 잃게 된다. 입상체의 제조공정은 이러한 고분자용액과 비용매간의 상분리, 그 중에서도 특히 석출된 고분자의 점착성을 이용한 것이다.

입상체 제조에 사용한 원시료의 물리적 특성치는 Table 1과 같다.

압축성형용 입상체는 Filler-R과 Estane, Filler-R과 Viton-A를 각각 중량비 95:5 비율로 water slurry 방법[5]에 의해 제조하였고  $\text{CaCO}_3$ 와 PE을 중량비 90:10 비율로 emulsion 공정[6]에 의해 제조하였다.

제조된  $\text{CaCO}_3/\text{PE}$ (이하 IP로 표시함), Filler-R/Estane(이하 RE로 표시함), Filler-R/Viton-A(이하 RV로 표시함) 입상체의 입도분석은 습식체 분석장치(Gilson Wet-Vacuum System)로 수행하였는데,

Table 1. Physical properties of raw materials

	Filler-R	$\text{CaCO}_3$	PE*	Estane**	Viton-A***
m.w.	222.1	100.09	8000	60,000	90,000
density	1.806*	2.71-2.83	0.92	$1.18 \pm 0.02$	1.90
m.p.(°C)	205**	825**	91***	-	-
T <sub>g</sub> (°C)	-	-	-46	-31	-20
dispersity#	1	1	-	2.06	13.41

\* Polyethylene, AC656 (Mfr.: Allied Chemical)

\*\* Polyurethane elastomer (Mfr.: BF Goodrich Co.)

\*\*\*Fluorocarbon elastomer (Mfr.: Du Pont)

+ TMD (Theoretical Maximum Density)

++ Melting point with decomposition

+++ Measured with a DSC

# $M_w/M_n$

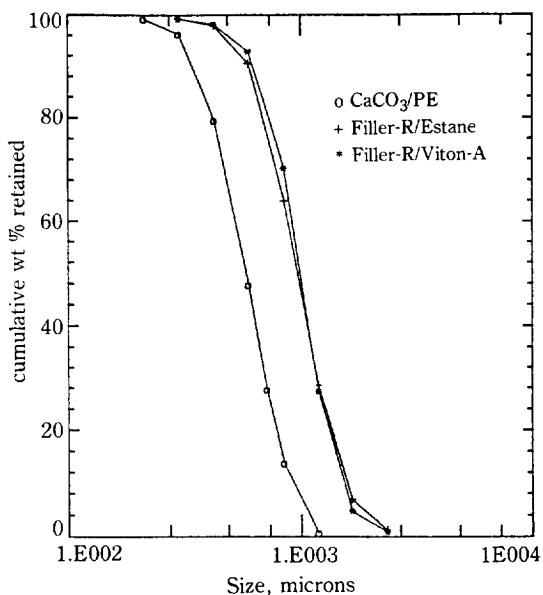


Fig. 2. Size distribution and sieve cut for  $\text{CaCO}_3/\text{PE}$ , Filler-R/Estane, Filler-R/Viton-A granules.

입도분포는 Fig. 2와 같고, 평균입경은 각각 620, 1059, 1062 microns이다. 이들을 입상체 크기에 따른 압축특성을 실험하기 위해 IP의 경우 평균입경이 1015, 650, 358 microns이 되도록 체분급하였고, RE와 RV는 평균입경이 2030, 1015, 505 microns이 되도록 체분급하였다.

#### 3-2. 압축실험장치

실험장치는 압축장치 및 제어장치 그리고 실시간 자료 수집장치(real-time data acquisition system) 등으로 구성되어 있으며, 장치계의 개략도는 Fig. 3과 같다.

압축공정 해석을 위해 사용된 압축장치는 Instron 사의 Model 1193 인장 및 압축강도 시험기로 crosshead 구동 system과 제어부로 구분된다. 이 장치는 압축 또는 인장시험시 crosshead의 움직임에 의해 시료에 load를 가해주며, 가해진 load의 측정을 위해 strain gage type의 load cell(4)이 장착되어 있다. 또 load cell의 출력은 신호조절 증폭기(13)를 통해 chart recorder의 pen 구동 system으로 입력되고 같은 신호가 A/D board에 입력되도록 하였다.

압축금형은 내경이 10 mm인 mold(7)를 제작 사용하였으며, 압축물과 mold 벽면과의 마찰력(friction

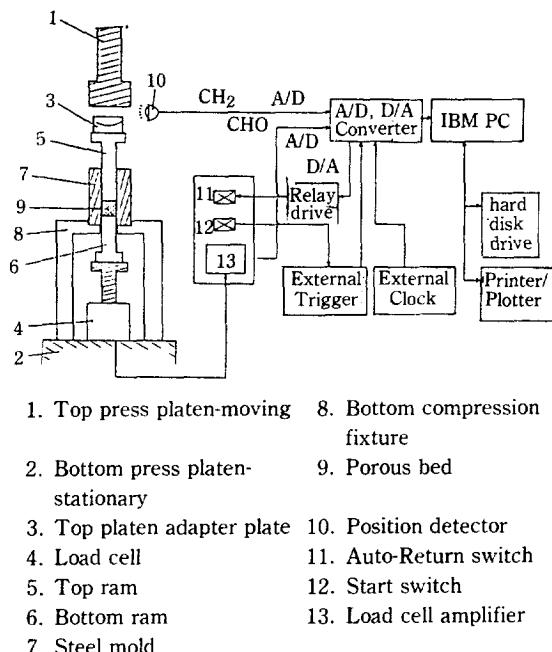


Fig. 3. Schematic diagram of the compression apparatus.

force)을 측정하기 위해 bottom compression fixture(8)을 설치하였다. 또한 유용한 data의 시작지점을 동일하게 유지시키기 위하여 position detector(10)를 설치하였다.

External trigger에 의해 A/D, D/A converter가 작동함과 동시에 top press platen(1)이 작동하게 되며, external clock에 의해 0.5초 간격으로 data를 수집하게 된다. 압축장치의 load cell(4)에 전달된 압력은 load cell amplifier(13)로 전달되며, 이는 다시 A/D converter에 의해 analog 신호가 digital 신호로 전환되어 이를 data는 연속적으로 computer에 저장된다. 압력이 설정치에 도달하면 D/A converter에 의해 digital 신호가 analog 신호로 전환되며, 이 신호에 의해 auto return switch(11)가 작동하게 되어 top press platen은 압축과정과 동일한 속도로 해압과정을 수행한다.

### 3-3. 실험방법

압축실험에 사용할 입상체는 3-1절에서 설명한 방법에 의해 제조 직후 건조로에서 60°C로 2-3일간 수분함량이 0.05% 이하로 될 때까지 건조시키고 완전밀봉하여 보관한 다음, 압축실험 전 수분영향을 배제하기 위

하여 진공 oven에서 60°C로 2시간 정도 다시 건조시킨 후 항습조에서 방치하여 상온으로 유지시킨 다음 시료로 사용하였다.

표준조건에서의 시료의 양은 chemical balance (Mettler, H31AR)를 사용하여  $1.5 \pm 0.001\text{g}$  씩 정량하여 실험을 수행하였고, 압축속도는  $1\text{ mm/min}$ 으로 하였다.

시료와 금형벽면과의 마찰에 의한 압력손실을 최소로 줄여서 압축시편 내부의 밀도분포 변화를 최소화하기 위해 top ram과 금형벽면에 윤활제로서  $\text{CCl}_4$ 에 magnesium stearate를 1 wt% 분산시킨 용액[7]을 도포하여 실험을 수행하였다.

## 4. 실험결과 및 고찰

### 4-1. 결정성 분말의 압축과정

전형적으로 소성변형에 의해 밀도증대가 이루어지는  $\text{NaCl}$ [8, 9]의 압축변形에 대한 압축밀도 변화간의 상관관계를 Heckel식을 이용하여 도식하면 Fig. 4와 같다. 전체 압력 구간에서 직선으로 나타남은 입자의 파괴 및 그에 따른 재배열 현상은 거의 존재하지 않고, 탄성변형 및 소성변형에 의해서만 압밀이 진행되는 것을 의미한다[3, 4]. 이러한 현상은 SEM(scanning electron microscopy) 사진촬영에 의한 결과로도 확

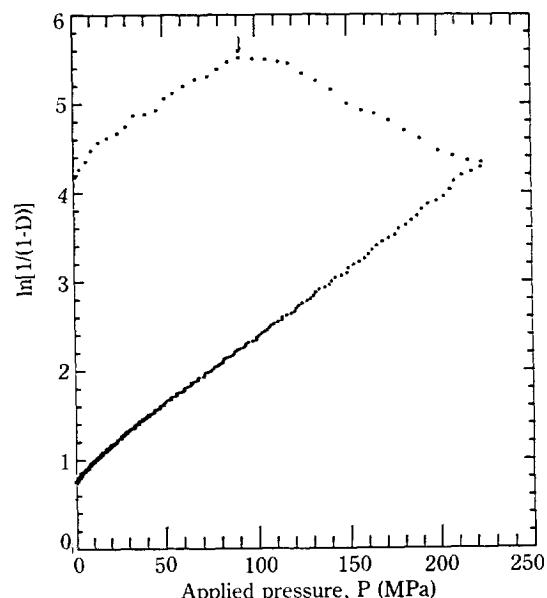


Fig. 4. Heckel plot of  $\ln[1/(1-D)]$  vs.  $P$  for  $\text{NaCl}$ .

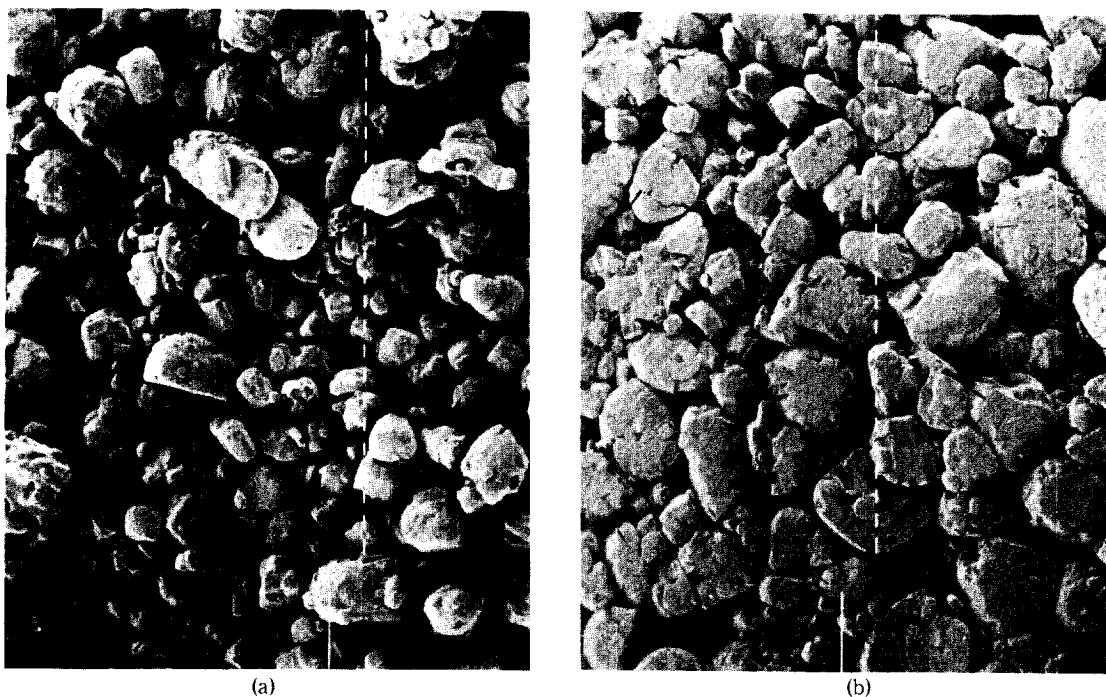


Fig. 5. SEM photographs of NaCl. (a) before pressing, (b) surface of pressed NaCl (40 MPa).

인할 수 있는데, Fig. 5(a)는 압축 전 NaCl의 형상이고 Fig. 5(b)는 40 MPa로 압축시킨 시편의 표면형상이다. 압축이 진행되는 동안 입자의 파괴는 거의 일어나지 않고, 입자의 형태만 변형됨을 알 수 있다. 한편, 해압과정에서 최대압력점과 최소공극율점(Fig. 4의 화살표)간의 시간차(time-lag)가 발생하므로 압축과정이 소성변形에 의한 것임을 확인할 수 있다. 그리고, 최소공극율을 지나 압력이 완전히 제거될 때까지 밀도가 감소하는 것은 탄성복원에 의한 것으로, 이는 압축과정 중의 밀도 증대는 일부분 탄성변形에 의한 압밀이 포함되어 있음을 의미한다.

한편,  $\text{CaSO}_4$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 의 압축형태를 Fig. 6에 도식하였는데,  $\text{NaCl}$ 의 경우와는 대조적으로 전체 압축 과정을 통하여 곡선형태의 경로를 나타내므로, 입자의 파괴 및 그에 따른 입자의 재배열에 의한 압축이 지배적임을 알 수 있다.  $\text{CaSO}_4$  경우, 압축 전후의 SEM 사진촬영에 의한 입자형상은 Fig. 7과 같은데, 압축이 진행되는 동안 입자가 파괴되는 현상이 뚜렷하게 나타남을 알 수 있다. 또한 Fig. 6에서 해압과정의 경로가 거의 직선으로 나타나 압축과정에서의 탄성 및 소성변형은 거의 무시할 수 있음을 확인할 수 있다.

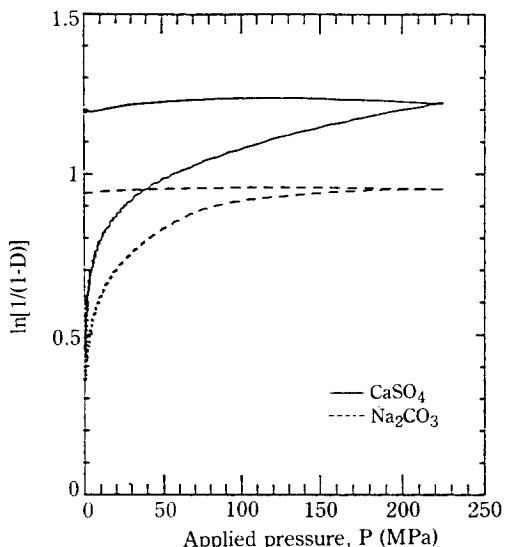


Fig. 6. Heckel plot of  $\ln[1/(1-D)]$  vs. P for  $\text{CaSO}_4$  and  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

#### 4-2. IP 입상체의 압축과정

충전물로  $\text{CaCO}_3$ 와 결합제로 PE를 사용하여 제조한 입상체(IP)의 압력변화에 대한 압축밀도 변화간의

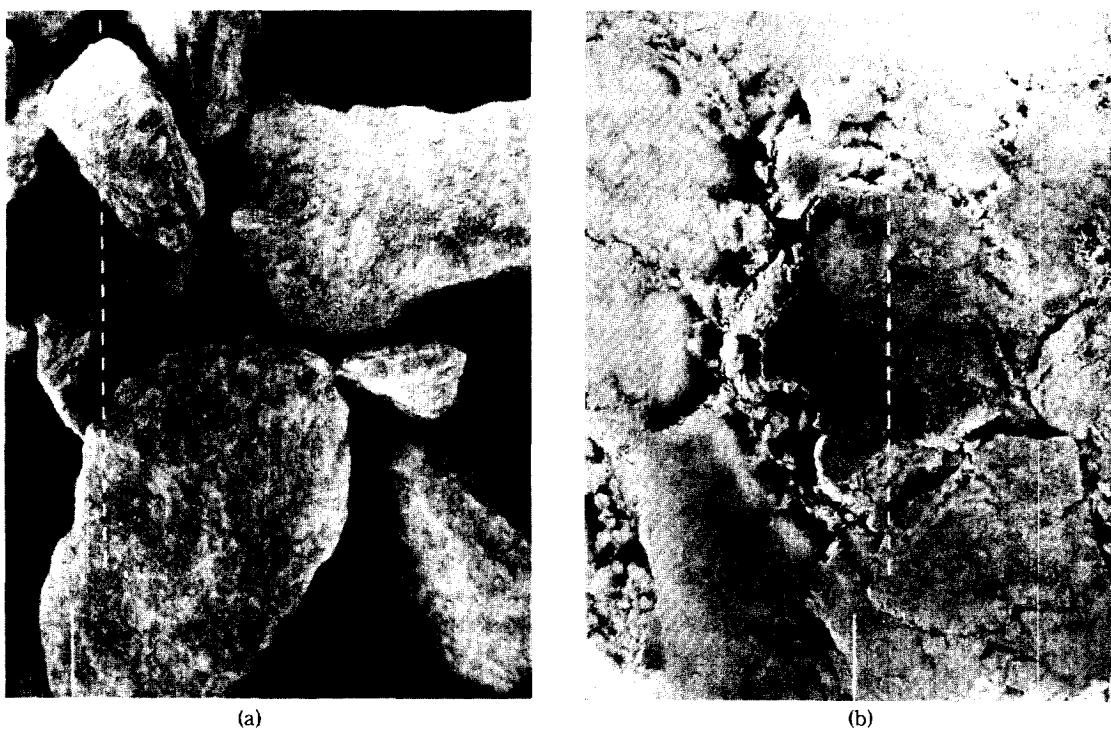


Fig. 7. SEM photographs of CaSO<sub>4</sub>. (a) before pressing, (b) surface of pressed CaSO<sub>4</sub> (40 MPa).

상관관계를 Heckel 방정식을 이용하여 도식하면 Fig. 8과 같다.

CaCO<sub>3</sub>만을 압축하는 경우 전체 압축과정을 통해 입자의 파괴 및 그에 따른 입자의 재배열에 의한 압축이 지배적이다. 해압과정의 경로가 직선으로 나타남은 압축과정에서의 소성 및 탄성변형은 거의 무시할 수 있음을 의미한다.

그러나, 고분자 물질을 결합제로 사용하여 괴복 응집된 입상체의 경우 압축행태는 크게 달라져, 압축행태는 고분자 물질의 특성에 의해 좌우된다. IP의 경우 입상체의 크기가 작을수록 압축밀도는 증가함을 알 수 있다. 압력이 60-70 MPa이 될 때까지는 입상체의 크기에 관계없이 압축되는 정도는 일정한데, 이 단계는 입상체의 재배열에 의한 밀도증대 및 입상체가 부분적으로 파괴되어 재배열이 되는 과정이다.

압력이 70 MPa 이상이 되면 입상체의 크기에 따라 압축정도는 달라지는데 이러한 현상은 결합제로 사용된 PE이 결정성 고분자 물질이기 때문에 입상체들은 서로 응집하기 보다는 각각의 단위입자로 존재하려는 성

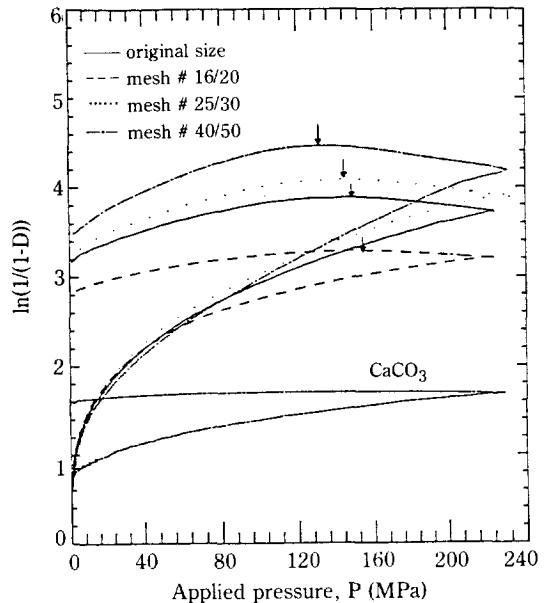


Fig. 8. Heckel plot of  $\ln[1/(1-D)]$  vs.  $P$  for  $\text{CaCO}_3/\text{PE}$  granules

질이 강하기 때문이다. 따라서 비록 시료원입자(충전물)의 입도분포는 같을지라도 입상체의 크기에 따라 압축행태는 크게 달라진다.

그리고, 압력이 120 MPa 이상부터 최대압에 이를 때까지는 직선에 가까운 형태가 나타나는데, 이는 이때의 압축과정이 탄성변형 및 소성변형에 의한 것임을 의미한다.

한편, 해압과정에서 최대압력점과 최소공극율점 간에 시간차가 발생하면 이는 압축과정에서 소성변형이 일어났음을 의미하는데, 입상체의 크기가 작을수록 소성변형 정도는 커짐을 알 수 있다. 또한 최소공극율을 지나 압력이 완전히 제거되었을 때 압축밀도가 감소되는 것은 탄성복원에 의한 것이다.

따라서, 상기결과로부터 IP 입상체의 압축과정을 설명하면,

#### 1) 입상체의 재배열에 의한 압축

2) 입상체의 부분적인 파괴 및 그에 따른 재배열에 의한 압축

#### 3) 부분적으로 깨진 각각의 단위입상체 상태로 압축

#### 4) 탄성변형 및 소성변형에 의한 압축

의 단계로 분류할 수 있다. 물론 이들의 단계가 분명하게 구별되어 진행되는 것은 아니고, 실제로는 서로 중복되어 일어나게 된다.

또한 고분자 물질로 피복 응집된 입상체의 경우 원시료( $\text{CaCO}_3$ ) 자체의 물성은 압축특성에 큰 영향이 없음을 알 수 있다.

### 4-3. RE 및 RV 입상체의 압축과정

고무성질이 강한 Estane을 결합제로 사용하여 Filler-R을 피복시킨 입상체(RE)의 경우 압력변화에 대한 밀도변화 상관관계는 Fig. 9와 같다.

RE 입상체는 IP의 경우와는 달리 입상체의 크기에 관계없이 압축행태는 거의 유사한 것으로 나타났다. 이러한 현상은 결합제로 사용된 Estane의 고무성질 때문에 일정압력 이상이 되면 입상체는 각각의 단위입자로 존재하는 것이 아니라 하나의 끝으로 합쳐지기 때문이다. 이 결과는 일정압력으로 압축 후, axial compression test에 의해 압축시편을 파괴한 후 그 표면을 관찰해 보면, IP의 경우 Fig. 10과 같이 입상체간의 경계면이 분명히 관찰되지만, RE는 Fig. 11과 같이 경계면이 전혀 발견되지 않는 것으로 확인되었다.

RE의 압축행태는 입상체의 크기에 관계없이, 압력이 50-60 MPa 이 될 때까지는 입상체의 재배열 및 입

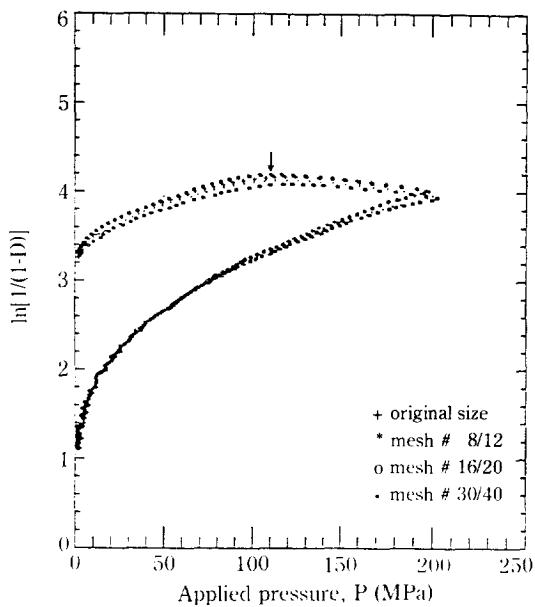


Fig. 9. Heckel plot of  $\ln[1/(1-D)]$  vs. P for Filler-R/Estane granules.

상체가 부분적으로 파괴되어 그에 따른 재배열에 의한 밀도증대가 진행되며, 그 이상의 압력에서는 최대압에 이를 때까지 직선에 가까운 형태가 나타나는데 이는 이 과정에서의 압축이 탄성변형 및 소성변형에 의한 것임을 알 수 있다.

그리고, 해압과정에서 최대압력과 최소공극율 간의 시간차가 존재하므로 압축과정에서 소성변형이 일어났음을 확인할 수 있고, 압력이 완전히 제거되었을 때 압축밀도가 감소되는 것은 탄성복원에 의한 것이다. RE의 냉간압축에서의 탄성복원율은 2.7-3.0%이다.

한편, fluoro carbon elastomer인 Viton-A를 결합제로 사용하여 Filler-R을 피복 - 응집시킨 입상체(RV)의 압축 실험결과, 압축행태는 Fig. 12와 같다. RV 입상체는 mesh #8/12 입상체의 해압경로를 제외하면 입상체 크기에 관계없이 압축행태는 거의 유사한 것으로 나타났다. 이러한 현상은 RE 입상체와 마찬가지로 결합제로 사용된 Viton-A의 고무성질 때문에 일정압력 이상이 되면 입상체는 각각의 단위입자로 존재하는 것이 아니라 하나의 끝으로 합쳐지기 때문인 것으로 사료된다.

상기 결과로부터 RE 및 RV의 단계별 압축과정을 설명하면

#### 1) 입상체의 재배열에 의한 압축

#### 2) 입상체의 부분적인 파괴 및 그에 따른 재배열에

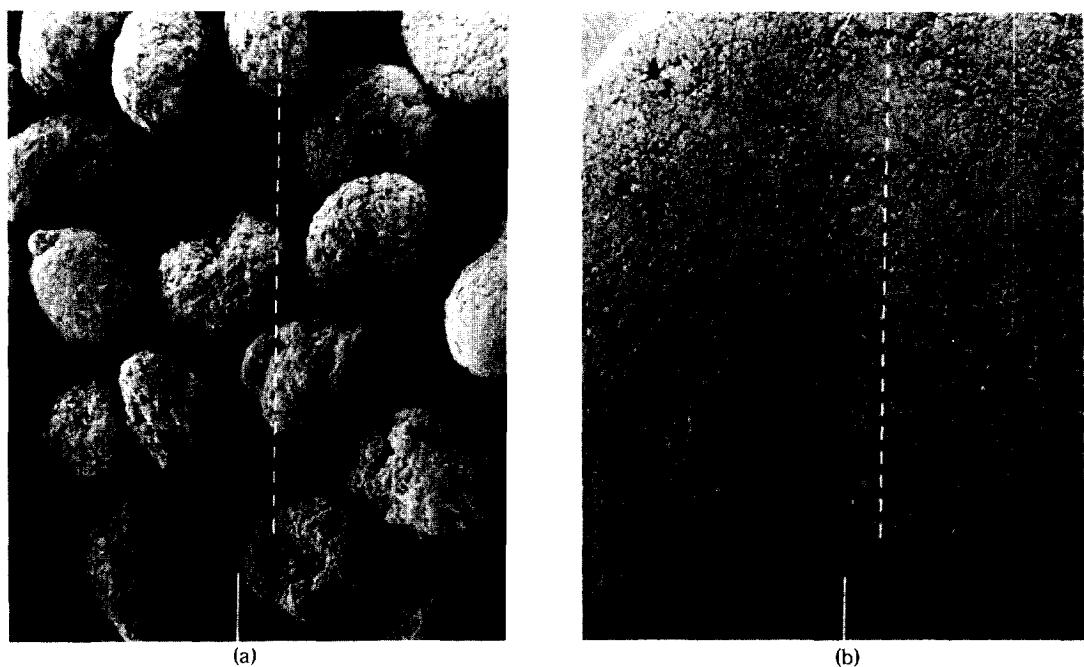


Fig. 10. SEM photographs of IP granules. (a) before pressing, (b) fracture surface of pressed IP granules (70 MPa).

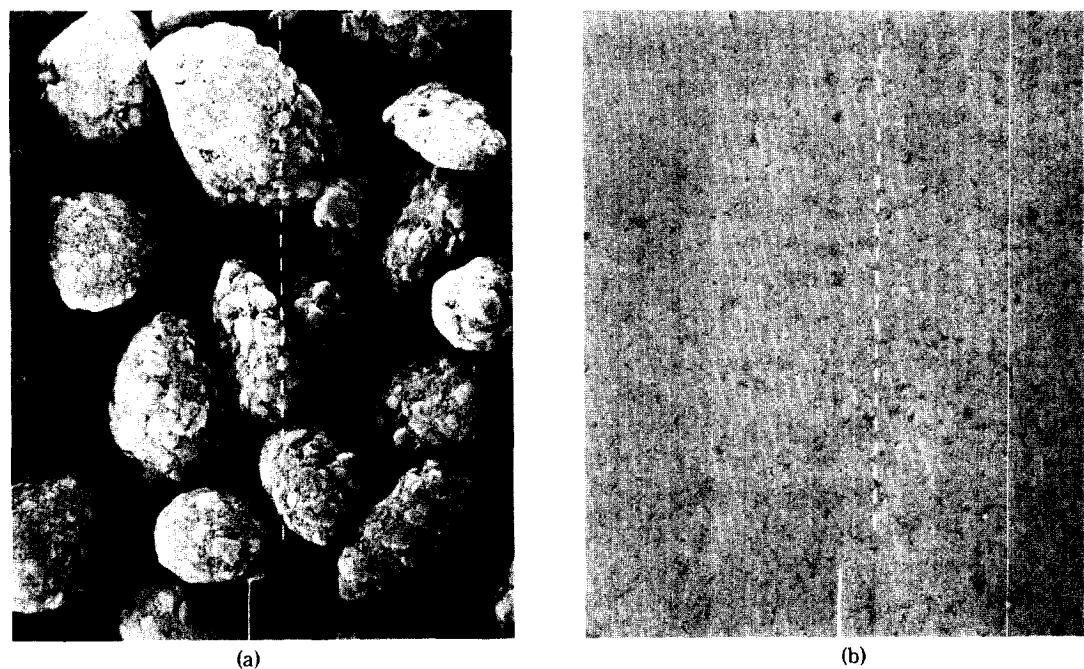


Fig. 11. SEM photographs of RE granules. (a) before pressing, (b) fracture surface of pressed RE granules (70 MPa).

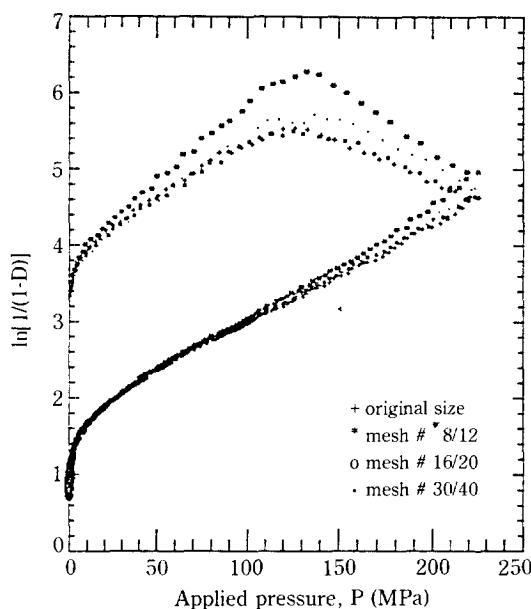


Fig. 12. Heckel plot of  $\ln[1/(1-D)]$  vs.  $P$  for Filler-R/Viton-A granules.

#### 의한 압축

- 3) 단위입상체가 합체되어 경계면을 갖지 않는 상태로 압축
- 4) 탄성변형 및 소성변형에 의한 압축  
의 단계로 분류할 수 있다.

#### 4-4. 압축상수의 해석

충전물은 동일하고 결합제가 서로 다른 RV와 RE 입상체의 압축행태를 비교해 보면 RV의 경우 RE보다 훨씬 낮은 압력(20-30 MPa)에서부터 탄성 및 소성변형이 일어남을 알 수 있다. 이러한 결과는 RV 입상체의 항복강도가 RE 입상체보다 훨씬 낮음을 의미하는데, 이는 Heckel 식의 기울기값으로도 확인할 수 있다. Table 2에 IP, RE, RV 입상체에 대한 Heckel 식의 parameter를 수록하였는데, 여기서 기울기값  $K$ 는 변형 능력(total deformation ability)을 의미하고 기울기값의 역수는 물질의 항복강도에 비례한다[3, 4, 9]. 따라서 RV의 경우 RE보다 훨씬 낮은 압력에서 변형에 의한 압밀이 시작됨을 알 수 있다. 또한,  $D_B$ 는 입상체의 파괴 및 재배열에 의한 밀도증대의 정도를 나타내는 것인데 RE의 경우 0.45 정도인데 비해 RV는 0.35 정도로 나타나 압축 초기단계부터 탄성 및 소성변형이 지배적임을 확인할 수 있다.

결국, 입상체의 항복강도는 낮고, 탄성 - 소성변형 정

Table 2. Compression parameters for IP, RV, RE granules

sample	$K(\text{MPa})^{-2}$	$D_A$	$D_0$	$D_B$	ER(%)
IP original	5.946E-3	0.911	0.412	0.499	2.37
IP #16/20	3.349E-3	0.916	0.396	0.520	2.53
IP #25/30	6.322E-3	0.918	0.401	0.517	2.73
IP #40/50	1.378E-2	0.823	0.411	0.412	2.53
RV original	1.280E-2	0.815	0.473	0.342	3.42
RV #8/12	1.411E-2	0.808	0.442	0.366	3.67
RV #16/20	1.311E-2	0.817	0.464	0.353	3.49
RV #30/40	1.335E-2	0.811	0.473	0.338	3.20
RE original	8.029E-3	0.915	0.479	0.436	3.04
RE #8/12	7.807E-3	0.917	0.423	0.494	2.84
RE #16/20	7.952E-3	0.915	0.466	0.449	2.73
RE #30/40	8.012E-3	0.912	0.485	0.427	2.98

Table 3. Mechanical properties of the compacted IP, RE, RV granules

sample	$S_m^*$ (bar)	s.d. <sup>#</sup>	$E_m^+$ (%)	s.d.
IP original	119.7	2.5	3.1	0.2
IP #16/20	96.9	1.8	3.2	0.3
IP #25/30	112.4	1.6	3.1	0.1
IP #30/40	125.8	1.5	3.1	0.1
IP #40/50	139.9	2.5	3.1	0.2
RV original	102.5	1.7	2.9	0.1
RV #8/12	93.8	1.9	3.1	0.1
RV #16/20	99.7	2.2	3.0	0.1
RV #30/40	105.7	0.2	2.9	0.2
RE original	57.0	1.2	2.9	0.1
RE # 8/12	57.7	1.6	2.8	0.1
RE #16/20	59.3	1.0	2.7	0.1
RE #30/40	61.2	1.0	2.3	0.1

\*uniaxial compression tester; Instron(1193)

operating condition; strain rate = 1 mm/min

sample dimension;  $\phi 10$  mm, H 11 mm

number of observations; 6 times

<sup>#</sup>maximum compressive strength

<sup>#</sup>standard deviation

<sup>+</sup>elongation at maximum stress

도가 큰 RV가 압축시편의 압축강도는 RE보다 훨씬 높을 것으로 예측되는데 uniaxial compression test에 의한 기계적 특성치 측정결과는 Table 3과 같다.

Table 3에서  $S_m$ 은 시험 중 시편에 걸린 최대의 힘, 즉 시편이 파괴될 때의 힘을 시편의 초기 단면적으로 나눈 값이고,  $E_m$ 은 최대압이 되었을 때 시편길이의 변형분을 시편의 최초길이로 나눈 값이다. 따라서,  $S_m$ 은

시편의 압축강도를 의미하는데, RV가 RE보다 훨씬 큰 값으로 나타나 항복강도가 낮고 변형능력이 큰 물질이 압축시편내의 입자들간의 결합력을 훨씬 증대됨을 알 수 있다.

IP 입상체의 경우 Fig. 8과 Table 2에서 알 수 있듯이 입상체 크기가 작을수록 Heckel 식의 기울기(K)는 증가하는 것으로 나타나 탄성 및 소성변형에 의한 압밀 효과가 크고, 그 결과 압축시편의 기계적 특성치 또한 훨씬 클 것으로 예측되는데, Table 3에 기술한 uniaxial compression test에 의한 측정결과와 일치한다.

## 5. 결 론

고분자 물질을 결합제로 사용하여 분체상 물질을 피복-응집시킨 입상체의 압축특성을 규명하기 위하여, 압축장치로는 Instron(model 1193)을 사용하고, 분체의 압축성과 복원성의 정량적 산출이 가능한 실시간 자료 수집장치를 개발하여 전체 압축과정 동안 가압상태 하의 밀도를 연속 측정함으로써 다음과 같은 결론을 얻을 수 있다.

1. 고분자 결합제를 함유한 입상체의 압축과정은 다음의 단계로 분류할 수 있다.

1단계 : 입상체의 재배열에 의한 압축

2단계 : 입상체의 부분적인 파괴 및 그에 따른 재배열에 의한 압축

3단계 : 단위입상체가 합체되어 경계면을 갖지 않는 상태로 압축(결정성고분자 물질을 함유한 IP 입상체의

경우 부분적으로 파괴된 각각의 단위입상체 상태로 압축)

4단계 : 탄성변형 및 소성변형에 의한 압축

2. Heckel 식을 압축과정 및 해압과정에 동시에 적용하여 압축성과 복원성의 정량적인 분석 결과, 입상체의 항복강도가 낮을수록 물질의 변형능력을 의미하는 Heckel 식의 기울기값은 커지며, 최종 압축시편의 압축강도는 증가한다.

## REFERENCES

1. Crandall, C.H. and Dahl, N.C.: "An Introduction to the Mechanics of Solids", 2nd ed., McGraw-Hill (1979).
2. Kim, H.S., Kim, S.H., and Park, B.S.: "Development of the Real-time Data Acquisition System for Molding Powder Compressibility Evaluations", AWHD-519- 88061, ADD (1988).
3. Heckel, R.W.: *Trans. Metal. Soc. of AIME*, **221**, 671 (1961).
4. *ibid.*, **221**, 1001 (1961).
5. Brunley, C.D.: "Solvent Replacement for PBX 9407 Process", HDC, (1979).
6. Reams, C.S.: "Potential Composition A-3 Explosive Replacement", NWS (1981).
7. Fukumori, Y. and Carsten, J.T.: *Int. J. Pharm. Tech. and Prod. Mfr.*, **4**, 1 (1983).
8. Nyström, C., Mazur, J., and Sjogren, J.: *Int. J. of Pharm.*, **10**, 209 (1982).
9. Duberg, M. and Nyström, C.: *Powder Technology*, **46**, 67 (1986).