

입상체의 압축이론식에 관한 연구

김현수 · 박방삼 · 이준웅

국방과학연구소
(1991년 8월 16일 접수, 1991년 12월 12일 채택)

The Study on the Theoretical Compression Equation of the Flocculated Granules

Hyoun-soo Kim, Bang-sam Park and Jun-wung Lee

Agency for Defense Development
(Received 16 August 1991; accepted 12 December 1991)

요 약

Mohr의 응력원을 이용하여 입상체의 압축특성해석에 적합한 이론식을 유도하였는데, 고분자 결합제로 피복-응집된 입상체를 압축하는 경우 입상체의 점탄성 특성에 의해 bulk volume에서 granule volume까지 압축되는 동안에는 힘이 거의 소요되지 않음이 확인되었고, 따라서 실질적인 압축의 시작점을 granule volume으로 간주하여 유도한 입상체 압축이론식은 다음과 같다.

$$C_g = 1 - \frac{V}{V_g} = \frac{C_m b P}{1 + b P}$$

여기서 C_g 는 입상체 축융도, P 는 시료에 가해진 압력, V 는 압력 P 를 가했을 때의 시료부피, V_g 는 granule volume, C_m 과 b 는 상수이다. 압축이론식과 실제의 실험결과는 서로 잘 일치하였고, 압축이론식의 상수 C_m 과 granule porosity는 같은 값으로 나타났다.

Abstract—Using Mohr's stress circle, a theoretical compression equation was derived which closely fit the compression stage of the granular bed. A new concept was conceived for the polymer bonded granule that when compressed during initial compression stage from bulk to granule volume negligible energy was consumed. This phenomenon was largely due to the viscoelastic behavior of the granule. Considering the granule volume as the real starting point of the bed compression, the following theoretical compression equation was derived;

$$C_g = 1 - \frac{V}{V_g} = \frac{C_m b P}{1 + b P}$$

where, C_g is degree of volume reduction from granule volume, P is pressure, V is volume, V_g is granule volume, C_m and b are constants. The experimental results and the results from theoretical compression equation showed good agreement over the whole range of experimental condition and the compression constant C_m was found to be the same value as granule porosity.

1. 서 론

압축성형 공정의 궁극적 목적은 분체상 물질의 공극율을 감소시켜 원하는 압축밀도와 기계적 강도를 갖도록 하는데 있다. 분체의 압축특성에 관한 연구는 분말금속, 촉매제조, 요업 및 의약품 제조 분야 등에서 많은 연구가 이루어지고 있으나 입상체(granule)의 압축특성연구는 특수약품 제조, 고품약의 압축성형[1] 등 극히 제한된 분야에서 연구가 이루어지고 있다.

압축성형용 복합화약은 분체상의 고품약에 소량의 결합제(binder)를 균일하게 피복시키면서 응집시킨 입상체 형태로서, 화학 자체를 둔감화시켜 고밀도 충전 및 기계가공이 용이하도록 제조한 조성을 말한다[2].

고품약의 압축성형 공정 자체는 요구되는 안전성에 관한 고려사항을 제외하면 상기한 분야와 크게 다를 바 없다고 판단되나, 소결공정(sintering)을 거치는 green body 경우는 금형의 마모문제에 인하여 이론최대밀도(theoretical maximum density, 이하 TMD로 칭함)의 80-85% 정도로 압축시키고, 촉매 pellet 제조의 경우 적정강도 유지와 함께 충분한 기공을 갖게 하여 내표면적을 크게 유지시킬 수 있도록 압축시키며, 의약품 정제성형 공정(tableting)의 경우 역시 최대이론밀도에 접근시키기 보다는 적정 기계적 강도 유지 및 용해성이 더욱 중요시 되는 반면, 고품약 압축성형의 경우는 폭속의 충대를 위하여 밀도를 가능한 한 이론최대밀도에 접근시켜야(98% 이상) 함과 동시에 원하는 내열 및 내충격강도(thermal and mechanical shock resistance)를 가져야 하며 기계적 강도가 중요시 된다[3, 4].

분체의 압축행태(compression behavior)는 여러 독립기구(mechanism)들이 서로 중첩되어 일어나는 물론, 압축이 진행되는 동안 계속해서 변화하기 때문에 동특성 규명이 극히 어렵다고 하겠는데, 주로 분체에 가해주는 압력과 분체부피(또는 밀도)와의 상관관계로부터 분체의 압축과정을 분류하고자 하는 연구가 수행되었고, 이를 수학적으로 표현한 많은 압축실험식들이 제시되었다.

본 연구에서는 고분자 결합제로 분체상 고품약을 피복-응집시킨 입상체의 경우, 압축식은 입상체의 점탄성으로 인해 금속, 무기재료, 유기화합물 등의 실험결과로부터 얻은 실험식과는 상이할 것으로 판단되어, Mohr의 응력원을 이용하여 이들 입상체의 압축특성해석에 적합한 이론식을 유도하였고, 이를 실험결과와 비교분석하여 타당성을 검토하고자 하였다.

2. 이론적 배경

2-1. 압축실험식의 재해석

압축과정 중 일어날 수 있는 압축기구들은 입자의 재배열, 입자간의 가교구조 형성, 소성변형, 탄성변형, 정전기에 의한 인력, van der Waals force에 의한 인력, 기계적 상호결합(mechanical interlocking), 입자의 파괴 등이다. 이들 중 높은 압력에 의해 압축을 할 경우 대표적인 밀도증대 기구는 입자의 파괴에 의한 변형, 소성변형, 탄성변형이라 할 수 있는데, 이 때 변형의 형태 및 변형의 정도는 물질의 특성에 의해 좌우된다.

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 연구진들에 의해 분체에 가해주는 압력과 압축밀도간의 상관관계 규명이 행하여졌으며, 또한 이를 수학적으로 표현하기 위한 시도가 행해졌다.

그런데, 서로 다른 연구진들에 의해 제안된 대부분의 압축식들은 표현방법이나 기호가 서로 다르므로 상호 비교 및 평가를 용이하게 하기 위하여 압력과 밀도만의 향으로 이들 식들을 재표현하여(Table 1)에 정리하였다. 이들 식들은 본질적으로 실험식(또는 경험식)인데, 대부분 특정물질 또는 특정 압축실험조건에 국한된 상관관계식이라 할 수 있다. Table 1의 두번째 열은 첫번째 열에 기술한 연구진들에 의해 제안된 압축식을 압력과 밀도의 향만으로 재표현한 것이고, 세번째 열은 공극율에 대한 식으로 다시 유도한 것이다.

여기서, 이론적으로 분체의 압축시 분체층 내의 공극율은 압력이 0일 때는 최초 공극율 n_0 이고, 압력이 무한대에 가까워지면 분체층의 공극율은 0이 되어야 한다. 이러한 관점에서 볼 때, Table 1에 나열한 여러 압축식 중 넓은 범위의 압력 조건에서 이론적으로 유효한 식은 결국 Heckel식[5, 6]과 Kawakita식[7, 8]으로 요약된다.

Heckel은 금속분말의 압축과정이 1차 화학반응과 유사하다고 보고, 다음과 같은 압축실험식을 제한하였다.

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

여기서 D는 상대밀도, P는 압력, K와 A는 상수이다. 그러나 압축과정의 초기단계에서는 입자운동에 의한 재배열의 영향 및 응집하기 보다는 각각의 입자로 존재하려는 분체의 일반적인 특성 때문에 (1)식과 같은 선형성이 성립되지 않는다.

한편, Kawakita식은 다음과 같다.

Table 1. Comparison of porosity derived from various compression equation

Author	Equation	Porosity	P→0	P→∞
Athy Heckel Konopicky	$\ln \frac{d_t - d_0}{d_t - d} = KP$	$n = n_0 \exp(-KP)$	n_0	0
Ballhausen	$\ln \frac{d}{d_0} \left(\frac{d_t - d_0}{d_t - d} \right) = KP$	$n = \frac{1}{1 + K_1 \exp(KP)}$	$\frac{1}{1 + K_1}$	0
Nutting Nishihara	$\ln \frac{d}{d_0} = KP^a$	$n = 1 - \left(\frac{d_0}{d_t} \right) \exp(KP^a)$	n_0	$n_0(a < 0)$ $-\infty (K > 0, a > 0)$ $1 (K < 0, a > 0)$
Cooper Eaton	$\frac{1 - d_0/d}{1 - d_0/d_t} = ae^{-K_1/P} + be^{-K_2/P}$	$n = 1 - \frac{V_t/V_0}{1 - n_0(ae^{-K_1/P} + be^{-K_2/P})}$	n_0	$\frac{n_0 - n_0(a+b)}{1 - n_0(a+b)}$
Umeya	$\frac{d_0}{d} = 1 - KP^a$	$n = 1 - \frac{n_0 - 1}{KP^a - 1}$	n_0	1
Smith	$d = d_0 - KP^{1/2}$	$n = n_0 - KV_t P^{1/2}$	n_0	$-\infty (K > 0)$ $+\infty (K < 0)$
Kawakita	$\frac{d - d_0}{d} = \frac{abP}{1 + bP}$	$n = \frac{n_0}{1 + (V_t/V_0)KP}$	n_0	0
Balshin Higuchi	$\frac{1}{d} = K - a \ln P$	$n = 1 - \frac{a}{b - \ln P}$	1	1
Gurnham	$d = K + a \ln P$	$n = 1 - \frac{K_1 + a \ln P}{d_t}$	∞	$-\infty$
Jones	$\ln P = -a \left(\frac{d_t}{d} \right)^2 + b$	$n = 1 - \left(\frac{a}{b - \ln P} \right)^{1/2}$	1	1
Mogami	$\frac{1}{d} = K - a \ln(P - b)$	$n = 1 - \frac{1}{K_1 - K_2 \ln(P + K_2)}$	$1 - \frac{1}{K_1 - K_2 \ln K_3}$	1

$$C = \frac{V_0 - V}{V_0} = \frac{abP}{1 + bP} \quad (2)$$

이 식은 일반적으로 유기화합물 및 의약품 원료 분말 등의 압축 해석에 유용한데, 분체의 최초 부피(V_0)의 실험적인 측정에 있어서 많은 어려움이 있으며, 측정된 V_0 값의 변동에 따라 축축도(C, degree of volume reduction) 또한 크게 변하므로 plot 자체가 크게 달라지는 단점이 있다.

2-2. 이론식 유도

분체의 압축시 분체 내에 작용하는 응력의 상태는 Mohr의 응력원(Mohr's stress circle)을 이용하면 기하학적 해석이 가능하다[9-11]. 견고한 원통형 금형에 분체를 담아서 압축하는 경우(confined compression)

분체층에 작용하는 응력의 상태는 Fig. 1a와 같다.

최대주응력(major principal stress) α_1 가 가해지면 분체의 압축이 진행되며, 그와 함께 분체층은 최소주응력(minor principal stress) σ_R 을 갖게 된다. 그리고 최소주응력 방향과 θ 각 만큼 기운 평면에서는 그 면과 수직인 압축응력(또는 수직응력, compressive stress 또는 normal stress)과 수평방향의 전단응력(shear stress)이 작용한다. 이러한 응력상태를 Mohr의 응력원으로 도식하면 Fig. 1b와 같다.

점 A, 즉 최소주응력 방향과 θ 각 만큼 기운 평면에 가해지는 응력상태를 수식으로 표현하면 다음과 같다 [12].

수평방향의 전단응력 τ ;

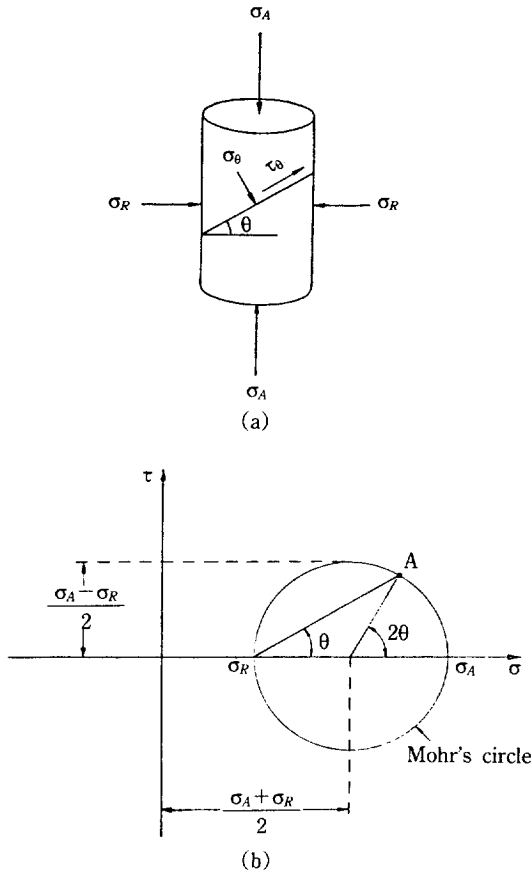


Fig. 1. Representation of stress by Mohr's circle.

(a) Stresses on the compacting column of powder.
 (b) Mohr's diagram for state of stress at a point.
 τ is positive when counterclockwise; θ is measured counterclockwise from the direction of σ_A .

$$\tau = (\sigma_A - \sigma_R) \sin \theta \quad \cos \theta = \frac{\sigma_A - \sigma_R}{2} \sin 2\theta \quad (3)$$

수직방향의 압축응력 σ ;

$$\sigma = \sigma_A \cos^2 \theta + \sigma_R \sin^2 \theta = \frac{\sigma_A + \sigma_R}{2} + \frac{\sigma_A - \sigma_R}{2} \cos 2\theta \quad (4)$$

한편, 분체에 가해지는 힘을 점차 증가시켰을 때 분체 내의 응력상태 변화를 Mohr의 응력원으로 표시하면 Fig. 2와 같다.

분체에 stress σ_A 를 가했을 때, 분체 내의 응력상태는 그림의 K_1 상태와 같다. 즉, K_1 은 한계 응력상태하의 분체의 응력상태를 나타낸다. 또한 원점으로부터 Mohr's circle K_1 을 잇는 접선과 주응력 방향과의 사잇각 ϕ 를 내부 마찰각(angle of internal friction)이라 정의한다.

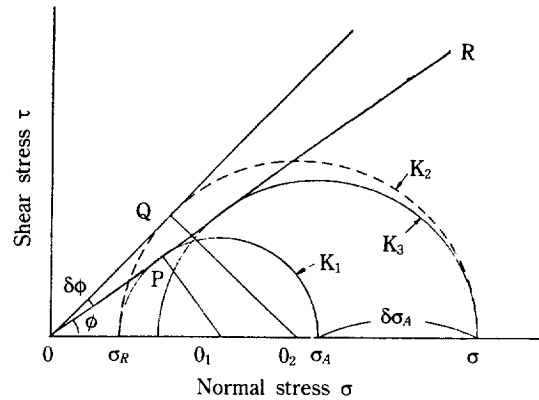


Fig. 2. Mohr's stress circle showing the stress state of a powder in the state of limiting stress.

여기서, 분체에 힘을 가하여 최대주응력 σ_A 를 $\delta\sigma_A$ 만큼 증가시켰을 때, 순간적으로 최소주응력 σ_R 은 변하지 않는다고 가정하면[9] 이 때의 응력상태는 K_2 로 표시할 수 있다. 그러나 K_2 는 불안정한 상태이므로 안정된 상태인 K_3 가 되는 조건으로 최소주응력 σ_R 은 변하게 된다. 따라서 내부 마찰각은 $\delta\phi$ 만큼 변하게 되는데 내부 마찰각의 변화량 $\delta\phi$ 는 입자배열의 상태변화가 일어나는 확률로 간주한다.

$\delta\phi$ 는 그림으로부터 다음과 같이 유도할 수 있다.

$$\sin \phi = \frac{O_1P}{OO_1} = \frac{(\sigma_A - \sigma_R)/2}{(\sigma_A + \sigma_R)/2} = \frac{\sigma_A - \sigma_R}{\sigma_A + \sigma_R} \quad (5)$$

(5)식을 정리하면,

$$\sigma_R = \frac{1 - \sin \phi}{1 + \sin \phi} \sigma_A = K \sigma_A \quad (6)$$

여기서, $K = \frac{1 - \sin \phi}{1 + \sin \phi}$; Rankine coefficient

그리고, 내부 마찰각의 변화량은

$$\delta\sigma_A = 2(O_2Q - O_1P) \quad (7)$$

여기서,

$$\begin{aligned} \overline{O_2Q} &= \overline{OO_2} \sin(\phi + \delta\phi) \\ &= \frac{\sigma_R + \sigma}{2} \sin(\phi + \delta\phi) \\ &= \frac{\sigma_R + \sigma_A + \delta\sigma_A}{2} \sin(\phi + \delta\phi) \\ &= \frac{\{(1+K)\sigma_A + \delta\sigma_A\}}{2} \sin(\phi + \delta\phi) \end{aligned} \quad (8)$$

$$\begin{aligned}
 \overline{O_1P} &= \overline{OO_1} \sin\phi = \frac{\sigma_A + \sigma_R}{2} \sin\phi \\
 &= \frac{\sigma_A + K\sigma_A}{2} \sin\phi \\
 &= \frac{(1+K)\sigma_A}{2} \sin\phi \quad (9)
 \end{aligned}$$

이므로, (8) 식과 (9) 식을 (7) 식에 대입한 후 정리하면,

$$\begin{aligned}
 d\sigma_A &= \{(1+K)\sigma_A + d\sigma_A\} \sin(\phi + \delta\phi) \\
 &\quad - (1+K)\sigma_A \sin\phi \approx d\sigma_A \sin\phi \\
 &\quad + (1+K)\sigma_A \delta\phi \cos\phi \quad (10)
 \end{aligned}$$

이 식을 $\delta\phi$ 에 대해 정리하면

$$\delta\phi = \frac{1}{1+K} \frac{1 - \sin\phi}{\cos\phi} \frac{d\sigma_A}{\sigma_A} \quad (11)$$

여기서, $\sin\phi = \frac{1-K}{1+K}$, $\cos\phi = \frac{2\sqrt{K}}{1+K}$ 이므로 결국, 주 응력 변화에 따른 내부 마찰각 변화의 상관관계는 다음과 같다.

$$\delta\phi = \frac{\sqrt{K}}{1+K} \frac{d\sigma_A}{\sigma_A} \quad (12)$$

여기서 $\delta\phi$ 는 입자배열의 상태변화가 일어날 수 있는 확률을 나타내므로 분체의 충전상태와 관련된 물리적 특성과 함수관계가 있다고 생각할 수 있다. 그러나 $\delta\phi$ 와 함수관계가 있는 물리적 특성을 실험적으로 규명하기는 극히 어려운 일이므로 이들의 상관관계를 가정하여야 하는데, $\delta\phi$ 를 결정하는 물리적 특성의 가정에 따라 압축식은 크게 달라진다. 즉, $\delta\phi$ 가 공극율 감소에 비례한다고 가정하면 압축식은 Gurnham식과 동일하며 Smith식과도 유사하게 된다. 만약 dC 에 비례한다고 가정하면 Balshin식과 동일한 식이 되고, $-dn/nP$ 와 비례한다고 가정하면 압축식은 Athy, Heckel식과 동일한 식으로 유도된다(Table 1 참조).

결국 압축이론식을 유도하기 위해서는 $\delta\phi$ 와 분체의 충전상태를 나타내는 물리적 특성과의 비례관계를 가정하고, 이로부터 유도한 압축식을 사용하여 실제 실험결과와 비교분석하여 이론식의 타당성을 검토하여야 하는데, 본 연구에서는 $\delta\phi$ 는 $-dn/(n^2P)$ 에 비례한다고 가정하였다. 단 이러한 가정은 압축실험결과에 의한 추론일 뿐 현재까지의 연구로는 어떠한 이론적 근거에 바탕을 두고 있는 것은 아니다. 따라서 내부 마찰각 변화량과 실질적인 비례관계가 성립되는 물리적 특성을 규명하는 것이 앞으로의 연구과제이다.

(12)식으로부터 입상체의 압축과정에 적합한 이론적인 압축방정식을 유도하기로 하자.

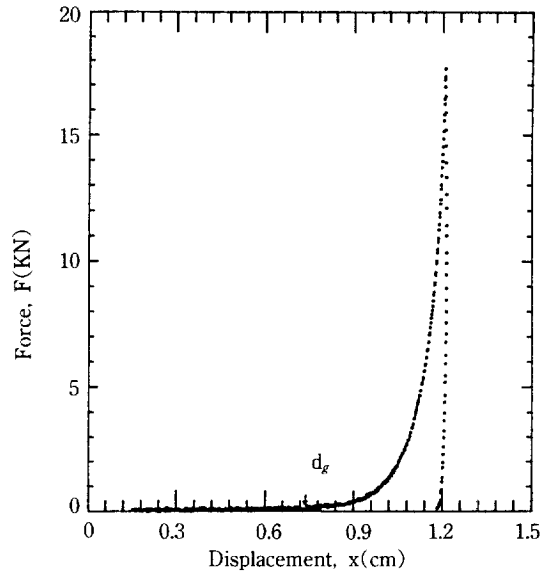


Fig. 3. Typical F-x trace of compression of the flocculated granule with polymeric binder.

Fig. 3은 고분자 결합제로 피복 응집된 입상체를 압축하는 경우 시료에 가해진 힘(F)에 대한 압축물의 높이 변화(x)를 도시한 것이다. Fig. 3으로부터 알 수 있듯이 입상체의 점탄성(viscoelastic) 특성에 의해 bulk volume(V_0)에서 granule volume(V_g)까지 압축되는 동안에는 힘이 거의 소모되지 아니하므로

$$\frac{d\sigma_A}{\sigma_A} \approx 0 \quad \text{따라서, } \delta\phi \approx 0$$

즉, 실제적인 압축의 시작점은 granule volume으로부터 간주한다.

한편, granule volume(또는 granule density, d_g)에 도달한 후, 압축과정을 거치는 동안에는 내부 마찰각의 변화량 $\delta\phi$ 는 $-dn/(n^2P)$ 에 비례한다고 가정한다. 즉,

$$\delta\phi = -m \frac{dn}{n^2P} \quad (13)$$

따라서, (12)식으로부터

$$-\frac{dn}{n^2P} = \frac{\sqrt{K}}{m(1+K)} \frac{dP}{P} = k \frac{dP}{P} \quad (14)$$

여기서, $k = \frac{\sqrt{K}}{m(1+K)}$; constant

$$-\frac{dn}{n^2} = kdP \quad (15)$$

(15)식을 $P=0$ 일 때 $n=n_g$ 의 경계조건으로 적분하면

$$n = \frac{n_g}{1 + n_g k P} \quad (16)$$

$$\text{여기서, } n = 1 - \frac{V_t}{V}, \quad n_g = 1 - \frac{V_t}{V_g} \quad (17)$$

(17)식을 (16)식에 대입한 후 정리하면

$$1 - \frac{V_t}{V} = \frac{1 - (V_t/V_g)}{1 + (V_t/V_g) b P} \quad (18)$$

여기서, $b = \{(V_g/V_t) - 1\} k$

$$\frac{V_t}{V} \frac{V_g}{V_t} = \frac{1 + b P}{1 + (V_t/V_g) b P} \quad (19)$$

$$1 - \frac{V}{V_g} = \frac{\{1 - (V_t/V_g)\} b P}{1 + b P} = \frac{C_m b P}{1 + b P} \quad (20)$$

결국,

$$C_g = 1 - \frac{V}{V_g} = \frac{C_m b P}{1 + b P} \quad (21)$$

(21)식과 같이 Kawakita 실험식과 유사한 형태의 압축식을 유도할 수 있다. 결국, 앞서 언급하였듯이 본 연구에서 유도한 압축식과 Kawakita 실험식과의 근본적인 차이점은 후자의 경우 분체의 압축시작점을 시료의 bulk volume으로 간주한 점이고, 전자는 점탄성이 있는 입상체의 압축시 압축의 시작점을 시료의 granule volume으로 간주한다는 점이다. (21)식에서 주목할 것은 상수 C_m 은 압력이 무한대일 때의 C_g 값과 같다는 것이다.

$$C_g (@ P = \infty) = \frac{V_g - V_t}{V_g} = C_m \quad (22)$$

결국, 상수 C_m 은 granule porosity, n_g 와 같은 값이 된다.

그리고, (21)식은 다음과 P/C_g 와 P 간에 직선관계를 갖는 식으로 표현할 수 있는데, (23)식은 P/C_g 와 P 간의 선형회귀분석에 의해 상수 C_m 과 b 를 구하는데 사용된다.

$$\frac{P}{C_g} = \frac{1}{C_m b} + \frac{P}{C_m} \quad (23)$$

3. 실험방법

시험에 사용할 압축성형용 고복약 입상체는 Filler-R과 Viton-A를 중량비 95:5 비율로 water slurry 방법 [13]에 의해 제조하였는데, 결합제로 사용한 Viton-A는 fluoride와 hexafluoropropylene의 공중합체이다. 제조된 Filler-R/Viton-A(이하 RV로 표시함) 입상체의 입

Table 2. Physical properties of granules

Sample	Sieve* no.	Ave.** size	d ₀	d _{tap}	d _g	n _g	d _t
RV	# 8/12	2030	0.801	0.859	1.282	0.292	1.810
RV	# 16/20	1015	0.840	0.866	1.371	0.243	1.810
RV	# 30/40	505	0.856	0.936	1.378	0.239	1.810
RV	original	1059	0.856	0.885	1.341	0.258	1.810

*U.S. Standard Sieve No.

**average granule size(microns)

d₀=bulk density

d_{tap}=tap density

d_g=granule density

n_g=granule porosity

d_t=true density

도분석은 습식체분석장치(Gilson Wet-Vacuum System)로 수행하였는데, 평균입경은 1059마이크론이다. 이를 입상체 크기에 따른 압축특성을 실험하기 위해 평균입경이 2030, 1015, 505 microns이 되도록 체분급하였다.

분급한 입상체들의 bulk density와 tap density는 bulk densitometer[14]를 사용하여 측정하였고, granule density와 porosity는 pore sizer(Micromeritics, model 9305)로 측정하였으며, true density는 air pycnometer(Beckman, model 930)를 사용하여 측정하였다. 이들의 측정결과를 Table 2에 수록하였다.

실험에 사용된 장치계의 개략도는 Fig. 4와 같다. 압축시험장치는 INSTRON사의 Universal Tester(Model 1193)를 사용하였는데, 이 장비에 저자가 개발한 실시간 자료수집장치(real-time data acquisition system)[15]를 부착하여, 압축과정 동안 가압상태하의 밀도를 연속적으로 측정할 수 있도록 제작하였다.

External trigger에 의해 A/D, D/A converter가 작동함과 동시에 top press platen이 작동하게 되며, external clock에 의해 0.5초 간격으로 data를 수집하게 된다. 수집되는 신호는 압력, 변위, 압축개시 기준점을 지시하여 주는 position detector의 신호인데, 압축장치의 load cell에 의해 감지된 압력신호는 load cell amplifier와 buffer amplifier를 거쳐 A/D board로 입력되고, extensometer에 의해 감지된 변위신호는 strain data amplifier와 buffer amplifier를 거쳐 A/D board로 입력된다. 그리고 position detector의 신호는 photo electric switch를 이용하여 A/D board로 입력된다. 이들 신호는 다시 A/D converter에 의해 analog 신호가 digital 신호로 전환되어 연속적으로 computer에 저장된다. 압력이 설정치에 도달하면 D/A converter에 의해 digital 신호가 analog 신호로 전환되며, 이 신호에 의해 auto return switch가 작동하게 되어 top press platen은 압

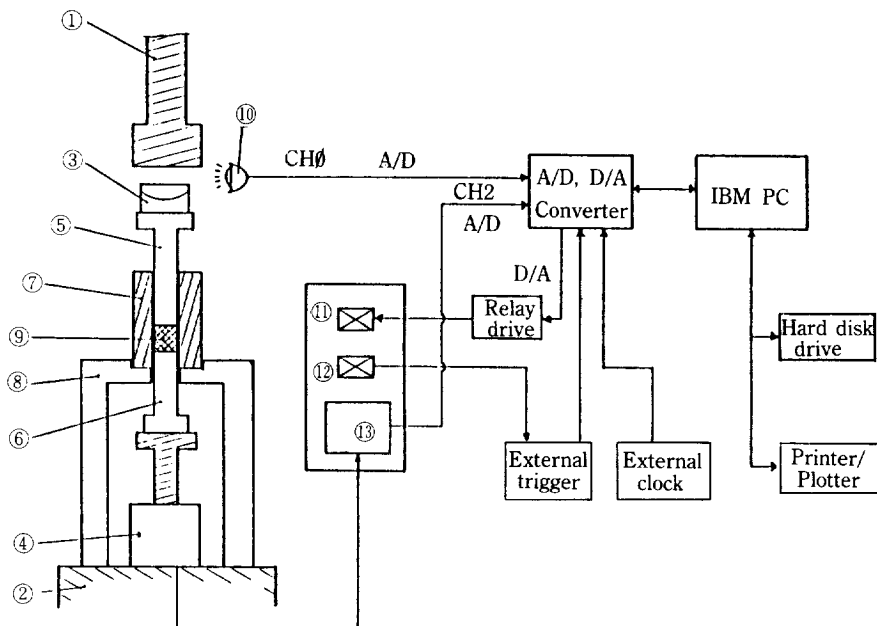


Fig. 4. Schematic diagram of the compression apparatus.

- | | | |
|-----------------------------------|-------------------------------|-------------------------|
| 1. Top press platen-moving | 6. Bottom ram | 10. Position detector |
| 2. Bottom press platen-stationary | 7. Steel mold | 11. Auto-return switch |
| 3. Top platen adapter plate | 8. Bottom compression fixture | 12. Start switch |
| 4. Load cell | 9. Porous bed | 13. Load cell amplifier |
| 5. Top ram | | |

축과정과 동일한 속도로 해압과정을 수행한다.

압축금형은 내경이 10 mm인 mold를 제작 사용하였으며, 압축실험에 사용할 입상체는 재조직후 건조로에서 60°C로 2-3일간 수분함량이 0.05% 이하로 될 때까지 건조시키고 완전밀봉하여 보관한 다음, 압축실험전 수분 영향을 배제하기 위하여 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 ± 0.001 g씩 정량하여 실험을 수행하였다. 일반적으로 최종 압축시편 높이의 1/10 정도의 거리를 1분간 움직이는 속도를 최적 압축속도로 간주하는데[1], 본 연구에서는 최종 압축시편의 높이가 9-11 mm이므로 표준조건에서의 압축속도는 1 mm/min으로 설정하였다. 시료와 금형벽면과의 마찰에 의한 압력손실을 최소로 줄여서 압축시편 내부의 밀도분포 변화를 최소화하기 위해 top ram과 금형벽면에 윤활제로서 CCl_4 에 magnesium stearate를 1 wt% 분산시킨 용액[16]을 도포하여 실험을 수행하였다.

4. 실험결과 및 고찰

입상체의 압축이론식의 타당성을 평가하기 전에, 우선 일반적인 유기화합물의 압축실험결과로부터 Kawakita 식의 타당성을 고찰하고자 한다.

입자가 결정형태인 유기화합물, 즉 NaCl , Na_2CO_3 , Na_2SO_3 분말의 압축실험결과, 시료에 가해진 힘(F)에 대한 압축물의 높이변화(x)의 상관관계를 Fig. 5에 도시하였다. 그림으로부터 알 수 있듯이 결정성 유기화합물의 경우 압축초기부터 높이변화 즉, 밀도증대를 위해서는 상당한 힘이 필요함을 알 수 있다. 이들을 압력변화에 대한 축용도(C)의 관계로 도시하면 Fig. 6과 같다. 그림에서 점으로 표시된 것은 각각의 실험 data들이고, 실선은 Kawakita식[(2)식]을 도시한 것인데 결정성 유기화합물을 압축하는 경우 실제 실험 data와 Kawakita식은 서로 잘 일치함을 알 수 있다.

결국, 결정성 유기화합물로서, 본체 자체의 기공(micro pore)이 존재하지 않는 물질을 압축하는 경우에는 압축초기부터 상당한 힘이 필요하며, 따라서 압축과정은

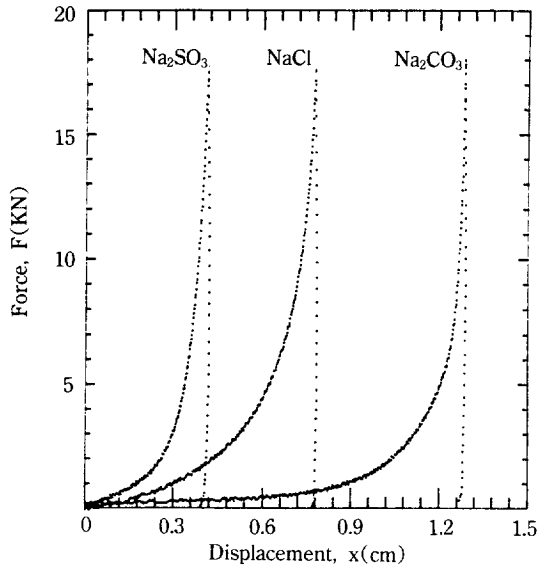


Fig. 5. Actual F-x traces of compression for NaCl, Na₂CO₃, Na₂SO₃ powder.

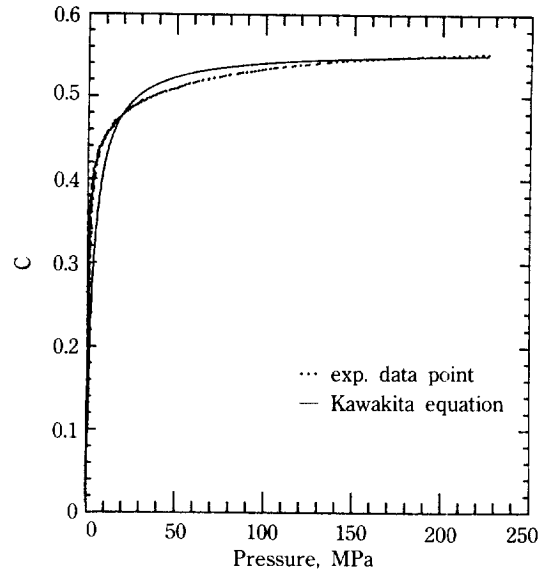


Fig. 7. Compression diagram for Filler-R/Viton-A granules and Kawakita equation(#8/12 sieve cut).

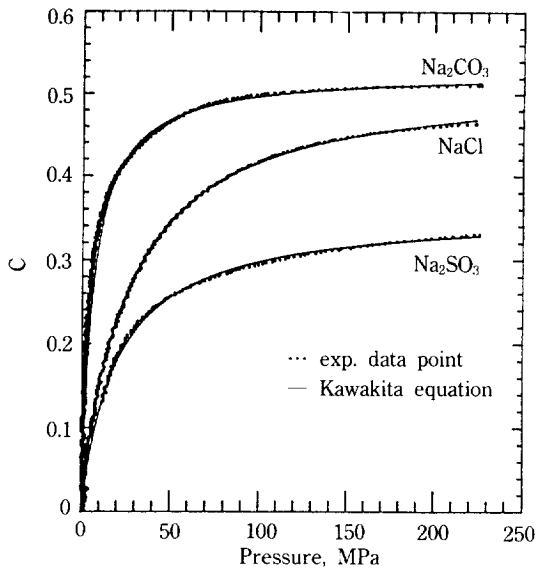


Fig. 6. Compression diagram for NaCl, Na₂CO₃, Na₂SO₃ and Kawakita equation.

압축의 시작점을 bulk volume으로 간주한 Kawakita식으로 해석이 가능함을 알 수 있다.

압축초기부터 상당한 힘이 소요되는 결정성 분말의 경우와는 대조적으로, 결합제를 사용하여 분말을 피복·응집시킨 입상체를 압축하는 경우 특이한 현상은 앞서 언급했듯이 입상체층의 높이가 특정 높이만큼 압축되는

동안에는 거의 힘이 소요되지 않는다는 것이다.

RV 입상체를 체번호 8/12(U.S. standard sieve no.)로 분급시킨 시료를 1.5g 사용하여, 시료에 가해진 힘에 대한 입상체층의 높이변화를 분석한 결과 최초높이로부터 0.8 cm 정도 높이변화가 일어나는 동안은 힘이 거의 소요되지 않음을 확인하였다. 이 시료의 경우 최초 입상체층의 높이가 2.29 cm이므로(주: bulk densiometer로 측정한 bulk density가 0.8 g/cc이므로 최초높이는 2.39 cm이어야 하나, 실제 실험에서는 시료의 충전방향이 다르고, top ram의 자중에 의해 미소 압축되므로 실측높이는 2.29 cm이다.) 입상체층의 높이가 1.49 cm로 될 때까지는 힘이 거의 소요되지 않는데, 이 때의 높이를 밀도단위로 환산하면 1.28 g/cc로서 이는 granule density와 같은 값이다(Table 2 참조). 따라서 RV 입상체의 경우 실질적인 압축시작점은 granule density(또는 granule volume)부터임을 알 수 있다.

Fig. 7의 점으로 표시된 것은 상기 시료에 대한 실험 결과를 압력변화에 따른 축용도(C)의 관계로 도시한 것인데 이를 압축의 시작점을 bulk density(또는 bulk volume)로 간주한 Kawakita식의 도시결과(그림의 실선)와 비교하면 이들간에는 큰 차이가 있음을 알 수 있다.

한편, Fig. 8에 상기 실험결과를 압력변화에 대한 입상체 축용도(C_v , degree of volume reduction from granule volume)의 상관관계로 나타내었는데, 실험결과를 압축의 시작점을 granule volume으로 간주하여 유도한

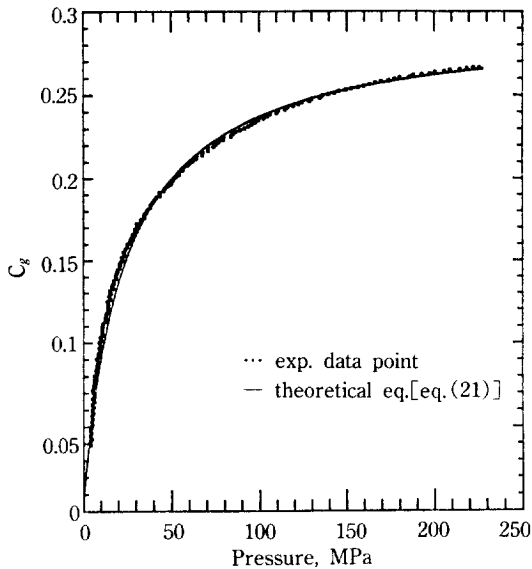


Fig. 8. Compression diagram for Filler-R/Viton-A granules and theoretical compression equation(# 8/12 sieve cut).

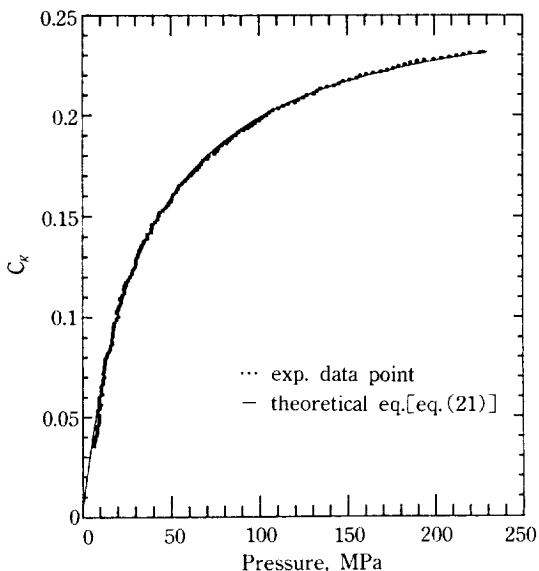


Fig. 9. Compression diagram for Filler-R/Viton-A granules and theoretical compression equation(original size).

압축이론식[(21)식]과 서로 잘 일치함을 알 수 있다.

그리고, RV 입상체를 체번호 16/20, 30/40으로 분급한 시료 및 원래의 입도를 갖는 RV 입상체의 압축실험결과 역시 실제의 압축시작점은 각각의 시료의 granule vol-

Table 3. Compression constants C_m and b

Sample	n_g^*	C_m	b
RV original	0.258	0.265	0.030
RV # 8/12	0.292	0.293	0.042
RV # 16/20	0.243	0.248	0.022
RV # 30/40	0.239	0.241	0.019

*granule porosity measured with pore sizer

ume임이 확인되었고, 결국 Kawakita식으로는 해석이 불가능하였다. 따라서 이들의 실험결과를 압력과 입상체 축용도의 상관관계로 도시한 결과 압축이론식에 의한 도시결과와 서로 잘 일치함을 알 수 있었는데, 대표적으로 원래의 입도분포를 갖는 RV 입상체의 실험결과를 Fig. 9에 도시하였다.

한편, 각각의 시료에 대한 실험결과로부터 (23)식을 사용하여 선형회귀분석에 의해 구한 압축식의 상수값을 Table 3에 수록하였다. 2-2절에서 설명한 것처럼 상수 C_m 은 granule porosity, n_g 와 같은 값이어야 하는데, Table 3의 C_m 값과 n_g 값은 거의 일치하므로 압축이론식 [(21)식]의 타당성을 입증한다고 하겠다. 그리고 입상체 크기가 감소할수록 b 는 감소하는데, 상수 b 는 입상체의 부착력, 입상체형상 등과 밀접한 관계가 되므로 [17] 입상체 크기만을 관련지어 해석하는 것은 큰 의미가 없으며, 상수 b 와 관련된 영향인자에 대한 연구가 앞으로의 과제이다.

5. 결 론

고분자물질을 결합제로 사용하여 분체상물질들을 피복·응집시킨 입상체의 압축특성을 규명하기 위하여, 분체의 압축성과 복원성의 정량적 산출이 가능한 실시간 자료 수집장치를 개발하였다. 압축장치로 Instron(model 1193)을 사용하여, 전체 압축과정동안 가압상태하의 밀도를 연속 측정함으로써 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) 분체 내에 작용하는 응력의 상태를 나타내는 Mohr의 응력원을 이용하여, 유도한 입상체 압축이론식은 다음과 같다.

$$C_k = 1 - \frac{V}{V_g} = \frac{C_m b P}{1 + b P}$$

C_k 는 입상체 축용도(degree of volume deduction from granule volume), P 는 시료에 가해진 압력, V 는 압력 P 를 가했을 때의 시료부피, V_g 는 granule volume이며, C_m 과 b 는 상수이다.

(2) 압축이론식과 실제의 실험결과들은 서로 잘 일치하였고, 상수 C_m 은 granule porosity, n_g 와 거의 같은

값을 나타내었다.

NOMENCLATURE

A	: constant of Heckel equation
a	: constant of Kawakita equation
b	: constant of Kawakita equation
	constant of theoretical compression equation
C	: degree of volume reduction, $(V_0 - V)/V_0$
C_g	: degree of volume reduction from granule volume, $(V_g - V)/V_g$
C_m	: constant of theoretical compression equation
D	: relative density under pressure P
d	: density under pressure P [g/cc]
d_0	: bulk density [g/cc]
d_g	: granule density [g/cc]
d_t	: true density [g/cc]
K	: slope of Heckel equation [MPa^{-2}]; Rankine coefficient
k	: constant, $\sqrt{K}/m(1+K)$ [MPa^{-1}]
m	: proportional constant [MPa]
n	: porosity under pressure P
n_0	: bulk(initial) porosity
n_g	: granule porosity
P	: pressure [MPa]
V	: powder volume under pressure P [cc]
V_0	: bulk(initial) volume [cc]
V_g	: granule volume [cc]
V_t	: true volume [cc]
σ	: normal stress [MPa]
σ_A	: major principal stress [MPa]
σ_R	: minor principal stress [MPa]
τ	: shear stress [MPa]
ϕ	: angle of internal friction

REFERENCES

- Kim, H. S., Park, B. S. and Lee, J. W.: "Study on the Compaction Characteristics of Molding Powder", AWHD-519-88060, ADD(1988).
- Gibbs, T. R.: "LASL Explosive Property Data", University of California Press(1980).
- Yee, R. Y., Adicoff, A. and Pearl, D. M.: "High Pressing Technique for Solvated Cyclotrimethylenetrinitramine(RDX) and Cyclotetramethylenetetranitramine(HMX) Pellets", NWS(1980).
- Harrel, J. D.: "A Study for Compacting the Explosive LX-17", MHSMP(1981).
- Heckel, R. W.: *Trans. Metal. Soc. of AIME*, **221**, 671 (1961).
- Heckel, R. W.: *Trans. Metal. Soc. of AIME*, **221**, 1001(1961).
- Ludde, K. H. and Kawakita, K.: *Pharmazie*, **7**, 393 (1966).
- Kawakita, K. and Tsutsumi, Y.: *Japan J. Appl. Phys.*, **35**, 260(1966).
- Wakabayashi, T.: *J. Japan Soc. Powder Met.*, **10**, 83 (1963).
- Lawrence, P.: *J. Mat. Sci.*, **5**, 663(1970).
- Strijbos, S., Rankin, P. J., Wassink, R. J. K., Bannink, J. and Oudemans, G. J.: *Powder Technology*, **18**, 187(1977).
- Crandall, C. H. and Dahl, N. C.: "An Introduction to the Mechanics of Solids", 2nd ed., McGraw-Hill (1979).
- Kim, H. S., Lee, K. J. and Kim, H. S.: "Study on the Improvement of Manufacturing Process of DXD-51", ADD(1987).
- MIL-STD-650: "Explosive; Sampling, Inspection and Testing", Method no. 201.2(1962).
- Kim, H. S., Kim, S. H. and Park, B. S.: "Development of the Real-Time Data Acquisition System for Molding Powder Compressibility Evaluation", AWHD-519-88061, ADD(1988).
- Fukumori, Y. and Carsten, J. T.: *Int. J. Pharm. Tech. and Prod. Mfr.*, **4**, 1(1983).
- Yamashiro, M., Yuasa, Y. and Kawakita, K.: *Powder Technology*, **34**, 225(1983).