

IR spectrometer를 이용한 부유 입자의 IR 차폐능 측정

최기봉 · 고은미[†] · 안경일

국방과학연구소
(1995년 1월 26일 접수, 1995년 3월 31일 채택)

Measurements of IR Attenuation by Suspended Particles Using IR Spectrometer

Ki Bong Choi, Eun Mee Goh[†] and Kyung Il Ahn

Agency for Defense Development
(Received 26 January 1995; accepted 31 March 1995)

요 약

전자파 흡수 도료 등으로 사용되고 있는 분체를 이용하여 부유 상태에서 IR 차폐능과 물리적 성질과의 상관관계를 규명하기 위하여 IR spectrometer를 사용하였다. 흑연, 금속분말 등 다양한 분체를 IR spectrometer의 액체 측정용 cell에 부유시킨 후 적외선 투과도를 측정하여 분체의 재질, 형상, 평균입도에 따른 투과도의 변화를 관찰하였다. 분체의 평균입도가 작을수록, 순도가 높을수록 그리고 입자의 판상구조가 발달할수록 단위질량당 차폐능이 증가하였다. JG02는 질량소멸계수가 $1.41 \text{ m}^2/\text{g}$ 로 단위 질량당 차폐능이 가장 우수하였으며 BR06은 부피소멸계수가 $2.7 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ 로 단위 부피당 차폐능이 가장 우수한 분체였다. 액체 측정용 cell을 이용하여 IR spectrometer로 부유 분체의 적외선 차폐능을 측정하는 방법은 기존의 aerosol chamber를 이용한 실험방법에 비하여 외부 인자에 의한 오차를 제거할 수 있고 부유물의 형상 및 입도분포에 의한 적외선 차폐 효과를 간단하게 측정할 수 있는 방법이다.

Abstract—To examine the correlation between IR attenuation and physical properties of suspended particles, IR spectrometer can be used effectively. Several graphite flakes and metallic powders were suspended in a liquid cell and the IR attenuations were measured. The results were analyzed in terms of their physical properties such as shape, purity and mean particle size. It was found out that the powder which had smaller mean size, higher purity and more developed flake type showed higher IR attenuation. JG02 and BR06 showed the highest mass and volume extinction coefficient, $\alpha=1.41 \text{ m}^2/\text{g}$, $\beta=2.7 \text{ m}^2/\text{cm}^3$, respectively. This technique was considered as more efficient method than the conventional one using aerosol chamber. It could reduce the error caused by external factors and was even more simple to measure the physical effects of various kinds of suspended powders.

1. 서 론

절대영도 이상의 모든 물체는 그 자체에서 복사선을 내놓는다. 상온에서 물체가 내는 복사선의 파장은 대개

$0.5\text{--}50 \mu\text{m}$ 의 것으로 적외선 영역에 해당한다. 이렇게 발생한 적외선은 대기 중의 CO_2 및 수분에 의하여 거의 흡수되지만 $2\text{--}4 \mu\text{m}$ 와 $8\text{--}12 \mu\text{m}$ 영역대는 대기 중을 통과하여 대기창(atmospheric infrared window)을 형성

한다. 투과한 적외선은 전자광학 기술의 발달로 가시광선으로 변환시켜 물체의 형상으로 다시 나타낼 수 있게 되었다. 그러나 대기창을 통과한 적외선은 대기 중의 부유물에 의하여 차폐가 가능하며 차폐되는 정도는 부유물의 특성에 따라 달라진다. 부유물의 특성에 따른 적외선 차폐 효과를 관찰하기 위한 기존의 방법으로는 chamber에 분체를 분산시키고 적외선의 투과도를 직접 측정하는 방법[1]과 IR spectrometer를 이용한 KBr disc technique[2]이 널리 알려져 있다. Chamber 내 분산 실험은 고압의 압축공기를 이용한 분산장치, CO₂ laser나 radiometer 등의 측정장비 그리고 fan이 설치된 밀폐 공간 등 차폐능 측정을 위해 많은 장비와 시설이 필요하며 매번 차폐능 측정 후 chamber를 깨끗이 청소해 주어야 하며 한번의 차폐능 측정을 위해서는 chamber의 크기에 따라 수g-수십g의 시료가 필요하다는 단점을 가지고 있다. KBr disc technique은 측정시료가 KBr과 완전히 paste를 형성하므로 형상 및 크기에 의한 특성 파악이 어려우며 정량적인 검토에 어려움이 있다.

본 실험에서는 분체를 용매에 분산시킨 후 IR-spectrometer의 액체시료용 cell에 주입하여 IR-spectrometer로 대기창영역에서 투과도를 측정하였다. 이 방법은 차폐능을 빠른 시간에 측정할 수 있을 뿐 아니라 한번 측정하는데 1 mg 이하의 소량의 시료만을 필요로 하고 분산장치 등 다른 장비가 필요하지 않은 장점을 가지고 있다. IR-spectrometer를 부유입자의 투과도 평가장치로 활용하여 다양한 재질, 형상, 입도분포를 가진 분체의 적외선 차폐능을 측정하고 각 분체의 질량소멸계수(α)와 부피소멸계수(β)를 계산하였으며 평균입도, 입자형태, 순도 등과의 상관관계를 분석하였다.

2. 이론적 배경

투과한 적외선은 대기 중에 형성되어 있는 부유 입자의 흡수 또는 산란에 의하여 차폐되는데 이는 Beer-Lambert법칙[3]을 따른다.

$$\ln T = -\alpha CL \quad (1)$$

$$\beta = \alpha \cdot \rho \quad (2)$$

적외선은 부유 분체의 흡수 및 산란에 의해 소멸되는데 물리화학적 성질, 농도, 투과광 파장 등에 의하여 영향을 받게 된다. 흡수에 의한 소멸은 흡연 및 금속의 lattice vibration에 의하여 투과하는 전영역의 적외선을 감쇄시킨다[4]. 그러므로 투과광과 부유물의 접촉면이 증가할수록 즉 입자 크기가 감소하여 질량당 단위면적이 증가할수록 흡수량이 증가한다. 또한 산란에 의한 소

멸은 파장과 입도에 의해 다양하게 나타나는데 파장과 입자 크기가 일치하는 Mie 대역에서 산란효과가 가장 크게 나타나며 파장이 입자크기보다 크거나 작은 Rayleigh 대역의 산란과 기하광학적 산란은 Mie 산란에 비하여 상대적으로 작은 것으로 알려져 있다[5]. 본 실험에서 사용한 시료는 판상의 다분산 분체로 평균입도 분포가 2-10 μm 로 소멸대상의 적외선 파장과 유사한 대역을 이루므로 Mie 산란이 주로 나타난다. Mie 산란에서 입자가 커지면 단위 입자당 산란량은 증가하나 일정량을 분산시 입자가 작아질수록 단위 입자당 산란각이 커지면서 질량당 단위면적이 증가하여 차폐능이 증가한다. 이와 같이 입자 크기는 산란과 흡수 특성에서 서로 영향을 미치고 부유물의 체류시간에도 중요한 요소가 된다. 또한 각 시료의 재질, 형상, 생성원리, 분체화 방법 등에 따라 특성이 변하고 판상 구조 및 판의 두께 등에 따라 흡수 특성도 영향을 받을 것이다. 복잡한 특성을 갖는 부유물의 투과도 감소현상을 질량소멸 계수(α)를 이용하여 나타낸다. 질량소멸계수의 단위는 m^2/g 으로 1g의 시료로 차폐 가능한 면적을 나타내는 계수다. 그러나 분체는 각각의 가비중(bulk density)이 물질의 특성에 따라 크게 달라지므로 질량소멸계수에 각 분체의 가비중을 곱해서 부피소멸 특성을 나타낸다. 부피소멸계수(β)는 질량소멸계수에 가비중을 곱한 값이므로 단위는 m^2/cm^3 이며 1 cm^3 의 시료로 감쇄 가능한 면적을 나타낸다.

3. 재료 및 방법

3-1. 시료

전기전도도가 좋고 미립화 특성이 뛰어난 국내의외 천연 및 인조 흑연과 금속분말을 선정하였다.

3-2. 시료의 물리화학적 성질 분석

Malvern(Mastersizer MS20)입자분석기와 Fisher subsieve sizer를 사용하여 입도분포와 평균입도를 측정하였고 원소분석기를 사용하여 탄소의 함량을 측정하였다. 가비중은 1500 g에서 10분간 회전시켜 packing시킨 후 측정하였다.

3-3. IR-spectrometer

BRUKER사의 IFS88을 사용하였으며 resolution은 4 cm^{-1} 이고 scanner velocity는 10.0 kHz에 setting하여 8번 scanning한 값을 평균하여 spectrum을 획득하였다.

3-4. 분산 용매

Table 1. Physical and chemical characteristics of samples

Material	Sample	Manufacturer	Size(50%, μm)		Shape index	Carbon content (%)	Bulk density (g/ml)
			Malvern	Fisher			
Natural graphite	HD03	Hyundai(Korea)	3.48	0.36	9.67	97.1	0.36
	HD04		5.77	0.72	8.01	97.1	0.48
	HD05		6.44	0.81	7.95	97.1	0.62
	HD10		8.81	0.75	7.19	97.1	0.51
	HD05K		5.39	0.80	11.01	98.6	0.47
	HD10K		7.09	0.75	9.45	98.6	0.60
Synthetic graphite	KP04	Kropfmühl(Germany)	5.46	0.90	6.07	96.3	0.60
	LZ06K	Lonza(Swiss)	3.20	0.15	21.33	98.8	0.39
	LZ06P		3.30	0.20	16.50	99.2	0.37
	LZ15	Asbury(U.S.A.)	8.05	0.30	26.83	99.1	0.63
	AS25		4.99	0.31	16.10	98.9	0.53
	AS26		5.02	0.41	12.55	98.9	0.52
	AS47		5.64	0.30	18.80	99.5	0.50
	JG02	Showadenko(Japan)	2.10	0.40	5.25	99.7	0.37
Brass	BR06	U.S. Bronze(U.S.A.)	7.26	0.50	14.52		2.33
Aluminum	AL	Changsung(Korea)	9.28	9.90	0.94		1.39
Nickel	NI		10.31	4.80	2.15		2.74

적외선의 대기창 영역에서 대기 중의 gas, vapour, 부유입자들에 의하여 흡수 또는 산란되는 특성을 측정하기 위해서는 본 영역에서 흡수 band가 적은 용매를 선정해야 한다. IR-spectrometer용 용매로는 CS_2 , CCl_4 , CHCl_3 , CHBr_3 , C_2Cl_4 , C_6H_6 , CH_2Cl_2 , C_6H_{12} 등이 널리 사용되나 2-12 μm 범위에서 흡수 band가 적은 용매로는 CS_2 , CHCl_3 , CHBr_3 , C_6H_6 등이며 본 실험에서는 부유 입자 분산매로 CS_2 를 선택하였다.

3-5. 측정 방법

시료를 CS_2 에 2 mg/ml의 농도로 넣고 vortex mixer로 분산시킨 후 sonicator에서 overnight시켜 미세 입자가 모두 분산되도록 하였다. 0.5 mm의 spacer가 삽입된 AgBr window의 cell에 분산용매인 CS_2 를 주입하고 background scanning한 후 이 cell에 분산된 시료를 주입하여 scanning하였다.

4. 결과 및 고찰

4-1. 물리화학적 특성

Malvern 입도분석기와 Fisher subsieve sizer를 사용하여 측정된 시료의 평균 입도와 탄소함량 및 가비율을 Table 1에 나타내었다. Table 1에서 보는 바와 같이 두 측정기기는 입도의 측정원리가 다르기 때문에 평균 입도가 서로 다르게 나왔다. 이것은 Malvern 입도분석기가 빛이 입자에서 회절하는 현상을 이용하여 입자의

가로, 세로, 높이 평균값을 측정하여 입도를 분석하는 반면 Fisher subsieve sizer는 입자사이에서 공기의 흐름을 측정하기 때문에 판상인 입자일수록 공기흐름이 저하되어 작은 입자로 분석한다. Table 1의 shape index란 이러한 두 측정기기의 측정원리가 다른 점을 이용하여 입자의 판상구조를 파악하기 위한 입자 형상 지수이다. Shape index는 Malvern 입도분석기가 측정한 평균 입도를 Fisher subsieve sizer가 측정한 입도로 나눈 값으로 이 값이 클수록 판상구조의 입자이다. 따라서 전자현미경 사진인 Fig. 1에서 보는 바와 같이 구형인 AL 분말의 shape index는 0.94로 1.0에 근접한 반면 판상인 흑연 및 황동은 5.0을 넘고 있었다.

인조흑연인 Asbury와 Lonza의 흑연은 현대산업의 흑연 및 BR06보다 더 판상구조였으나 JG02는 현대산업의 흑연보다 구형에 가까움을 알 수 있다. 현대산업의 흑연들은 독일산 천연흑연인 KP04보다 더 판상이었다. 입자의 가비율은 대체로 입자 크기에 비례하였다. 인조흑연의 탄소 함량은 98.8% 이상으로 천연흑연의 탄소 함량보다 높았다. HD05K와 HD10K는 탄소강 제조시 과산화되었던 흑연이 석출된 것으로 일반 천연흑연에 비하여 순도가 높고 판상구조가 더 발달하였다.

4-2. IR-spectrometer의 측정범위

부유입자의 투과능을 비교하기 위해서는 측정장치가 비교하고자 하는 농도범위에서 linear한 측정범위를 가지고 있어야 한다. 이를 확인하기 위해서 천연흑연인

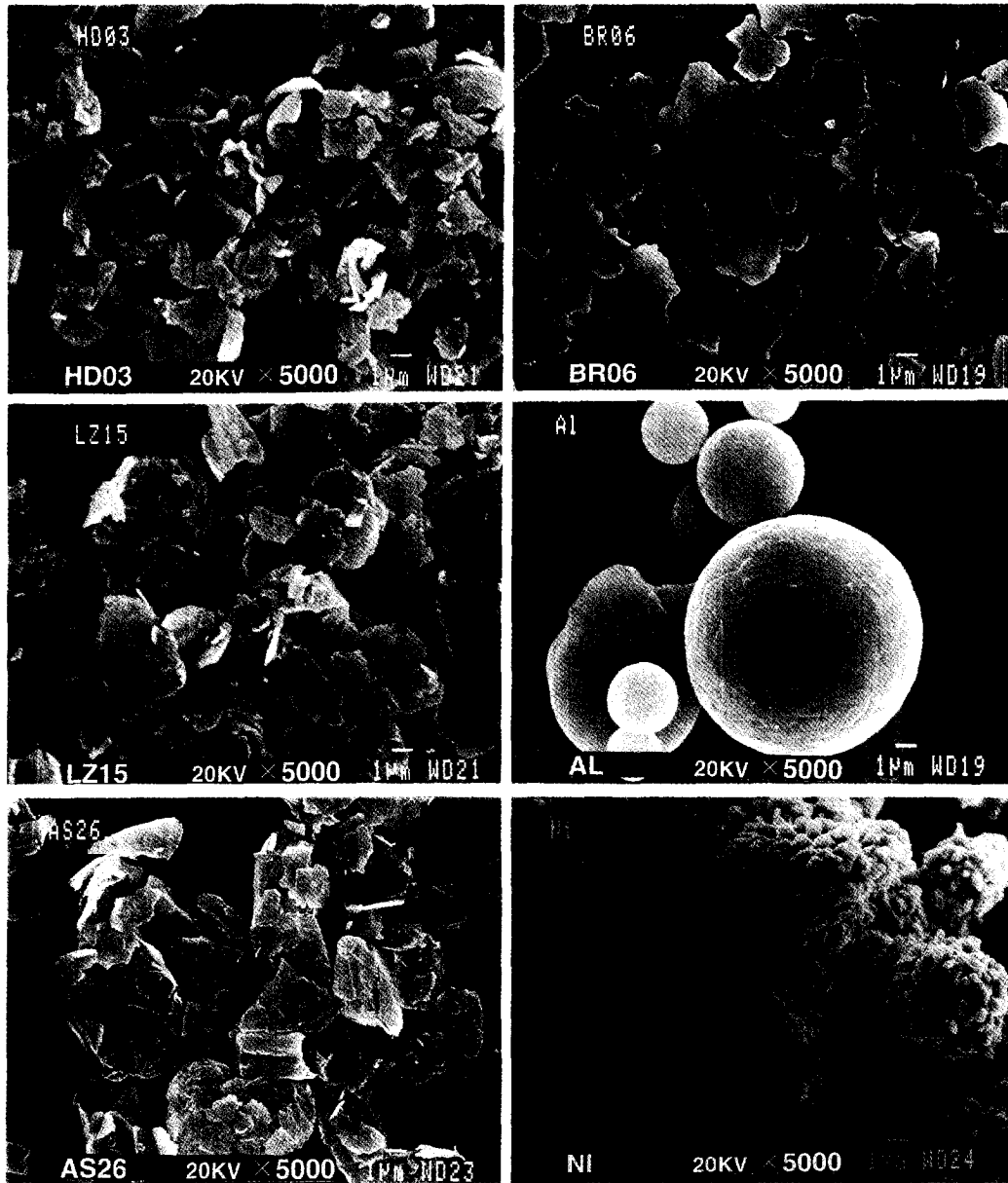


Fig. 1. Scanning electron micrographs of powders.

HD05를 농도별로 분산시키고 투과능을 측정하여 농도 증가에 따라 투과능이 linear하게 증가하는지를 조사하였다. Fig. 2에서 보는 바와 같이 0.5 mm spacer를 사용하는 경우 투과도가 30%가 되는 농도범위까지 linear하게 감소하므로 이 때의 농도인 3 mg/ml 까지의 범위에서 부유물간 적외선 투과도 비교가 가능한 것으로 판단되었다.

4-3. 소멸 특성 비교

IR-spectrometer를 사용하여 파장별로 투과도를 측정한 결과를 Fig. 3에 나타내었다. 파장에 따른 차폐 곡선의 투과도는 시료, 형상, 순도 등에 따라 변화하였지만 투과 특성을 나타내는 곡선의 모양은 시료에 상관 없이 모두 비슷하였다. 본 실험은 입자의 크기가 2-10 μm 범위의 다분산 분체로 구성되어 입자 크기에 따른

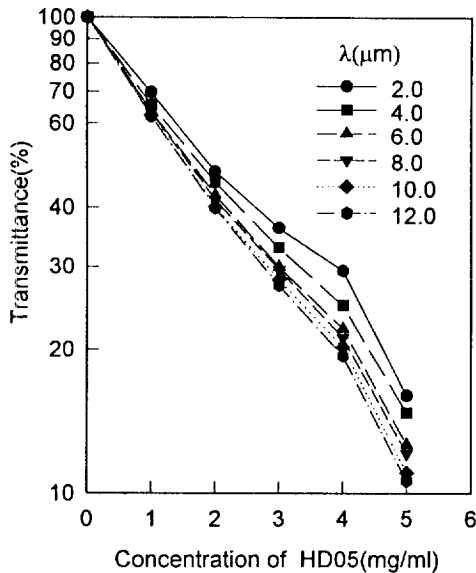


Fig. 2. Transmittance curves of HD05 by IR spectrometer.

산란 및 흡수 특성을 전체적인 투과량의 변화로 관찰하였다. 측정된 투과도를 이용하여 계산된 3.0 μm 와 10.6 μm 에서의 시료의 질량소멸계수와 부피소멸계수를 Table 2에 나타내었으며 10.6 μm 에서의 질량소멸계수와 평균 입도의 상관 관계를 Fig. 4에 나타내었다. 전체적으로 평균 입도가 감소할수록 질량소멸계수가 증가하였으며 현대산업의 HD03, HD04, HD05, HD10의 입도와 질량소멸계수와와의 관계는 상관관계계수가 0.985로 입자의 순도, 형태 등이 비슷하면 평균입도에 linear하게 소멸계수가 증가하였다. 이는 적외선이 흡수 및 산란에

Table 2. Mass and volume extinction coefficients of samples

Sample	$\lambda = 3.0 \mu\text{m}$		$\lambda = 10.6 \mu\text{m}$	
	Mass extinction coefficient (m^2/g)	Volume extinction coefficient (m^2/cm^3)	Mass extinction coefficient (m^2/g)	Volume extinction coefficient (m^2/cm^3)
HD03	1.02	0.37	1.21	0.44
HD04	0.86	0.41	1.02	0.49
HD05	0.76	0.47	0.90	0.56
HD10	0.65	0.33	0.77	0.39
HD05K	1.11	0.52	1.22	0.57
HD10K	0.86	0.51	1.02	0.61
KP04	1.16	0.54	0.92	0.55
LZ06K	1.08	0.42	1.27	0.50
LZ06P	1.09	0.40	1.30	0.48
LZ15	0.92	0.58	1.06	0.67
AS25	0.97	0.52	1.15	0.61
AS26	0.84	0.44	1.00	0.52
AS47	1.04	0.52	1.19	0.60
JG02	1.23	0.45	1.41	0.52
BR06	0.94	2.20	1.16	2.70
AL	0.13	0.17	0.14	0.19
NI	0.07	0.19	0.08	0.21

의해 소멸되며 입도가 작을수록 면적이 증가하여 흡수, 산란이 모두 증가하기 때문이다. 그러나 평균입도가 소멸대상 적외선 영역보다 작은 1 μm 이하의 경우 Mie 산란 대역에서 벗어나므로 산란량이 감소하여 전체적인 질량소멸계수가 감소할 것으로 예상된다. AL와 NI를 제외한 모든 입자의 입도와 질량소멸계수와와의 상관관계계수는 0.770으로 나타났으며 이와 같은 결과로 입도

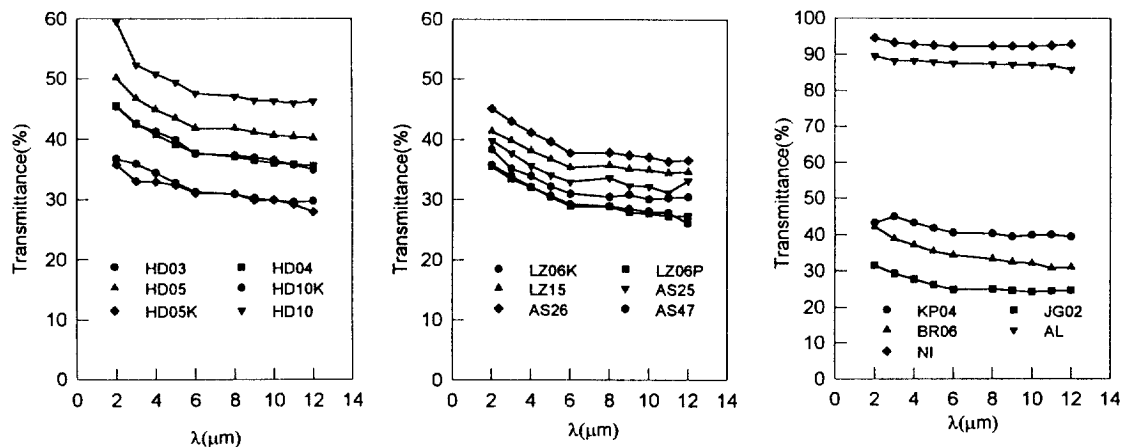


Fig. 3. Transmittance curves of powders.

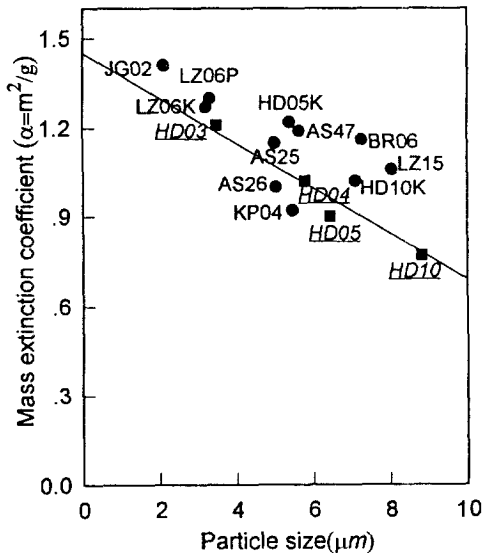


Fig. 4. Correlation between mass extinction coefficient(α) and particle size.

(Solid line: correlation line of HD03, HD04, HD05 and HD10)

이외의 재질, 순도, 형상 등의 요인도 중요함을 알 수 있다.

HD05K와 HD10K는 같은 크기의 일반 천연흑연에 비하여 질량소멸계수가 크게 나왔는데 이는 이들의 순도가 높고 shape index에서 보는 바와 같이 판상구조가 더 발달했기 때문으로 판단된다. KP04는 순도가 낮고 판상구조가 작기 때문에 크기에 비하여 질량소멸계수가 작게 나왔다. Lonza사의 LZ06K, LZ06P, LZ15는 모두 같은 크기의 천연흑연보다 질량소멸계수가 큰데 이는 이들의 순도가 높고 판상구조가 발달했기 때문이며 특히 LZ15는 실험에 사용한 시료 중 가장 판상구조가 발달했으며 순도도 높아 크기에 비하여 질량소멸계수가 매우 크게 나왔다. Asbury사 흑연의 질량소멸계수는 순도가 높고 판상구조가 발달된 순서인 AS26, AS25, AS47순으로 높게 나왔다. JG02의 질량소멸계수는 $1.41 \text{ m}^2/\text{g}$ 으로 가장 높게 나왔는데 이는 JG02의 판상구조가 발달되지는 못했지만 실험에 사용된 시료 중에서 평균 입도가 작고 순도가 가장 높기 때문이다. 그외 금속 분체의 경우 brass로 만들어진 BR06이 aluminum이나 nickel보다 훨씬 우수한 특징을 나타내었다. 이는 AL과 NI는 구형인데 반해 BR06은 판상이므로 적외선 차폐능이 우수하였다. 그러나 흑연과는 달리 가비중이 커서 단위부피당 적외선 차폐 특성을 나타내는 부피소멸계수는 $2.7 \text{ m}^2/\text{cm}^3$ 로 가장 높았다.

5. 결 론

적외선 차폐용 부유물은 lattice vibration에 의하여 적외선을 흡수할 수 있는 미세분체로 입자의 크기, 형상, 순도 등에 따라 다양한 소멸특성을 갖는다. 그 중 입자의 크기가 가장 중요한 요인으로 작용하여 입도가 작을수록 질량소멸특성이 증가하여 입도가 가장 작은 JG02의 질량소멸계수가 가장 크게 나타났다. 또한 분체의 순도 및 형태에 따라라도 소멸특성이 달라지는데 순도가 높고 판상구조일수록 적외선 차폐능이 증가하므로 LZ15처럼 형상지수가 높고 순도가 높은 흑연의 질량소멸계수는 동일한 크기의 현대산업 흑연의 질량소멸계수 계산치보다 높은 값으로 나왔다. 여러 물질 중 흑연은 천연적으로 판상구조이고 전도성이므로 적외선 차폐능이 우수하고 단순 분쇄만으로 제조가 가능할 뿐만 아니라 비중이 작아 분산이 용이하므로 적외선 차폐용 분체로 적합하였다. IR-spectrometer의 액체 cell에 분체를 분산시켜 순간적인 투과도를 측정하는 방법은 대기창 영역에서 측정 대기 중의 외부 인자에 의한 오차를 제거하고 균일농도로 분산, 안정화가 용이하며 분체의 미세한 차이에서 나타나는 투과도 소멸특성을 쉽게 측정할 수 있는 간단한 방법으로 추천된다.

사용기호

- α : mass extinction coefficient [m^2/g]
- β : volume extinction coefficient [m^2/cm^3]
- ρ : bulk density [g/cm^3]
- C : aerosol concentration [g/m^3]
- I : intensity after pass distance L
- I_0 : incident wave intensity
- L : pass distance [m]
- T : transmittance [I/I_0]
- λ : wavelength [μm]

참고문헌

1. Wright, R. J. and Drumgoole, W. J.: "Characterization of Solid Particle Screening Aerosols Using a Test Chamber", CRDEC-TR-201, CRDEC, USA(1990).
2. Kenley, R. A., Witham, C. L. and Sancier, K. M.: "Proc. Smoke/Obscurants Symp. V", 667-700(1981).
3. Mie, G.: *Ann. Phys.*, **25**, 377(1908).
4. Bishop, G. D., Gowland, C. J. and Wilshire, B.: *Int. J. Powder Metall.*, **34**, 265(1991).
5. Embury, J. F.: *Opt. Eng.*, **22**, 71(1983).