

페라이트 분말의 분무건조와 제조된 과립의 특성

변순천 · 제해준* · 홍국선

서울대학교 무기재료공학과

*한국과학기술연구원 세라믹스연구부

(1995년 1월 23일 접수)

Spray Drying of Ferrite Powders and the Characteristics of the Granule

Soon-Cheon Byeon, Hae-June Je* and Kuk-Sun Hong

Dept. of Inorganic Materials Eng., Seoul National University

*Division of Ceramics, Korea Institute of Science and Technology

(Received January 23, 1995)

요 약

망간-징크 페라이트의 성형용 분말 제조시 많이 이용되고 있는 분무건조에 대하여 여러 변수들이 분무 건조된 과립의 형상에 미치는 영향과 이렇게 제조된 과립들의 성형특성과 소결특성에 대하여 알아보았다. 150°C에서 분무 건조한 과립의 형상이 가장 좋았으며 온도가 높아질수록 과립의 형태가 약간씩 불규칙해졌으며 사과 모양이나 도우넛 모양의 과립이 증가하였다. 분무 건조 압력이 커질수록 과립의 크기가 감소하였으며 구형의 과립수가 많아졌고 고품 분말의 함량이 많을수록 과립의 크기는 약간 커졌으며 결함이 거의 없는 과립을 얻을 수 있었다. 결합제의 양이 많아질수록 과립의 평균크기는 비슷하였으나 도우넛 형태의 과립 수가 증가하였으며 과립의 입도 분포가 넓어지고 있음을 알 수 있었다. PVA 205에 비해 PVA 217과 PVA 117을 첨가하여 분무 건조한 경우 더 많은 과립이 사과 모양이나 도우넛 형태임을 알 수 있었다. 사과모양이나 도우넛 모양 등의 hollow를 함유하고 있는 과립의 양이 많아짐에 따라서 성형 밀도는 작아짐을 알 수 있었으며 특히 고압으로 성형해도 이러한 hollow 등이 성형시에 잘 부서지지 않음을 알 수 있었고 과립 내부에 존재하던 기공은 성형이나 소결 후에도 잘 제거되지 않음을 알 수 있었다.

ABSTRACT

Mn-Zn ferrite granules were prepared by spray drying of the slurry containing different kinds and concentration of binders at various spray drying temperatures and atomizing pressures. The characteristics of the spray-dried granules were analyzed according to the processing variables of spray drying and the slurries containing different solid loading and kinds and concentration of binders. Typical shape of the spray dried granules was spherical. The granules spray dried at 150°C were more spherical and containing lower hollow percentage than any other granules prepared at higher temperature. The granules prepared at higher atomizing pressures were more spherical and become smaller in size. The granules prepared using slurry containing higher solid loading were larger in size and less defective in shape. As increasing the concentration of binder the number of donut-shaped granules was increased and the size distribution become broader. The granules prepared using the slurry containing PVA 205 were more spherical than those containing PVA 217 and PVA 117. As the amount of granules which were donut-shaped or dimpled increased the compaction response were less effective. The hollows were not fractured completely even at high pressures and remained after sintering.

Key words: Spray drying, Ferrite, Granule, Compaction, Binder

1. 서 론

일반적인 세라믹스 제조공정 중의 한 공정으로서 성형공정은 세라믹스의 소결특성에 지대한 영향을 미치게 되는데 여러가지 성형 방법 중 건식 성형법은 제품의 향상이 단순한 것에 국한되지만 경제성, 양산성이 뛰어나고 품질의 제어가 쉽다는 잇점으로 인해 널리 쓰이고 있다¹⁾. 고투자율 페라이트 역시 대부분 건식압축성형으로 제조되는데 자성체료에 있어서 효율성이 척도인 투자율은 그 특성상 제조공정에 매우 민감하며²⁾ 특히 성형체의 특성에 따라서도 크게 변한다. 투자율은 자벽이 얼마나 원활하게 이동되는가에 따라 결정되는데 이때 크게 영향을 미치는 인자가 소결체의 미세구조이다³⁾. 고성능 페라이트의 물리적 특성을 결정짓는 미세구조는 분말의 준비 단계에서부터 성형까지의 공정에 의해 거의 결정된다.

제조된 분말의 성형성이 우수하기 위해서는 우선 전처리로서 조립 공정이 필수적이다. 그 이유는 성형이나 그 이후의 공정상의 필요에 의해 첨가되는 결합제, 수분, 그리고 크기, 형태, 밀도 등이 서로 다른 응집체들로 이루어진 성형용 분말은 미분말이 많아 유동성이 부족하여 금형 내에서 조밀하게 충전되지 않아 균일한 미세구조로 조밀화되지 않아 성형체의 밀도가 균일해지지 않으므로 최종 제품의 치수 제어가 힘들어지며 최종 소결체의 물성도 나빠지기 때문이다. 따라서 조립공정은 과립이라 불리는 조절된 응집체로 이루어진 만족스런 공급재료를 생산하기 위하여 사용된다. 과립은 결합제와 다른 첨가제의 액체 혹은 용액을 교반된 분말안에 적절하게 첨가 혼합함으로써 직접 만들어지거나 간접적으로 슬러리를 분무건조함으로써 만들어진다. 조밀화와 압출 등 직접법에 의해 제조된 과립에 비하여 분무건조에 의해 제조된 과립이 더욱 구형에 가깝다⁴⁾.

분무 건조란 슬러리를 뜨거운 건조실로 분무시켜 균일하고 거의 구형에 가까운 과립을 만드는 공정으로서 균일한 부피밀도의 과립을 얻을 수 있으며 가압 성형시 발생되는 미세 분말의 날림 현상을 방지하여 깨끗한 환경과 성형체 표면에 흡착물 막을 수 있다. 분사기에서 분무된 액적들은 비표면적이 크고 건조 공기내에서 분산되어 있기 때문에 건조 효율이 크다 또한 슬러리 형태에서 바로 분무시켜 과립을 만들기 때문에 다성분계 세라믹스의 제조에 있어서 중요시되고 있는 각 성분의 균일한 혼합도가 보장되며 한번의 공정으로 양질의 분말을 얻을 수 있다^{5,6)}.

분무 건조 공정이 적절히 제어되면 압축성형시 유동과

충진이 잘 되는 20 μm 이상의 비교적 밀한 구형에 가까운 과립을 얻을 수 있다⁷⁾. 분무 건조된 과립은 유동성(flowbility)이 좋고 부피밀도가 균일하며 성형에 쓰이는 금형의 벽면에 잘 붙지 않아 성형이 용이하며 성형 장치의 수명을 연장시켜 주고 과립내의 수분 함량을 조절할 수 있어서 소결시 수축률을 제어할 수 있다.

페라이트계에서의 분무 건조 공정 자체와 성형특성에 관한 체계적인 연구는 거의 없는 실정이다. 성형특성에 관해서는 성형체에 충분한 강도를 주기 위해 첨가하는 결합제의 양과 종류^{8,9)}, 분무건조된 과립의 수분 함유 정도¹⁰⁾, 성형 온도¹¹⁾ 등에 따라 성형특성이 달라진다고 보고되어 있다. 그러나 분무 건조 공정 자체의 공정 변수, 즉 분무 건조 온도, 분무 건조 압력, 슬러리의 고형 분말의 함량 등이 과립의 특성에 미치는 영향에 대한 체계적인 연구나 결합제로 가장 많이 쓰이는 PVA의 양과 종류에 따른 과립의 특성, 그리고 이렇게 제조된 과립의 성형 특성과 소결특성에 미치는 영향에 대한 연구는 없는 실정이다.

따라서 본 연구에서는 페라이트계에서 분무 건조 공정에 대한 체계적인 연구를 통하여 각 공정 변수와 첨가 결합제의 종류와 양이 건조된 과립의 특성에 미치는 영향을 알아보기 위해 분무 건조의 각 공정과 일반적으로 결합제로 가장 많이 쓰이는 PVA의 양과 종류를 달리하여 제조된 슬러리를 분무 건조시켜 얻은 과립의 특성과 이들 과립을 이용하여 성형한 성형체의 성형 특성, 소결 특성에 대해 연구하였다.

2. 실험방법

99.9% 이상의 순도를 갖는 Fe_2O_3 , MnO , ZnO 를 52 : 24 : 24 mol%의 비율로 혼합하여 steel ball로 습식 혼합하고 건조로에서 충분히 건조시켜 950°C에서 하소하였다. 하소된 분말을 분쇄한 후 분무 건조 공정의 여러 변수들이 과립의 형상에 미치는 영향에 대하여 알아보았다. 즉 분무 건조 온도, 분무 건조 공기 압력, 슬러리의 고형 분말의 함량, 결합제의 종류와 양 등이 과립의 형상에 어떠한 영향을 미치는가에 대하여 연구하였다. 본 실험에 쓰인 결합제는 일본 Kuraray 사 제품의 PVA로서 각각의 사양을 Table 1에 나타내었다. 분무 건조는 Denmark Niro Atomizer 사의 분무 건조기(Niro Atomizer Mobile Spray Dryer Unit-nozzle type)로 행하였다. Table 2에는 본 실험에서 선택한 여러가지 분무 건조의 실험 변수들을 나타내었다.

각 조건으로 만들어진 과립을 외경 22 mm, 내경 14

mm의 toroid 형 몰드로 높이가 4 mm가 되도록 성형한 후 무게와 치수를 측정하고 열분석 결과로부터 얻은 무게 감량을 고려하여 성형 밀도를 계산하였으며 성형 밀

도의 편차는 0.01 g/cm³ 이내였다. 분무 건조된 과립과 성형체의 파단면은 주사전자현미경을 이용하여 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

Table 1. Specification of PVA

kinds of PVA specification	PVA 205	PVA 217	PVA 117
degree of polymerization	500	1700	1700
molecular weight	22000	74800	74800
hydrolysis (mol%)	87~89	87~89	98~99
ash (% max)	0.4	0.4	0.4
viscosity (cps, 4% sol'n at 20°C)	4.6~5.4	20.5~24.5	25~31
pH	5~7	5~7	5~7

분무된 액적이 처음으로 만나는 건조 공기의 온도가 과립의 형상에 어떤 영향을 미치는가를 알아보기 위하여 PVA 205가 1.0 wt% 함유되어 있고 고품 분말의 함량 (solid loading)이 30 vol%인 슬러리를 분무 압력 3 atm 으로 150, 200, 300°C에서 분사시켜 얻은 과립의 형상을 Fig. 1에 나타내었다. 과립의 크기는 30~100 μm으로 분무 건조 온도에 관계없이 비슷하였다. 건조 공기의 온도가 150°C일 때에는 과립의 모양이 구형이며 사과 모양의 과립이 약간 생기나 건조 공기의 온도가 높아질수록 과립의 형태가 약간 불규칙해지며 사과 또는 도우넛 모양의 과립이 많이 생성되고 있음을 알 수 있다. 분무 건조 온도가 높을 때는 분무된 액적이 급속히 가열되므로 액적의 표면이 급격히 건조되어 표면에 침투성이 낮은 층이 형성되기 때문에 수분의 건조 속도가 늦어져 과립의 승온 속도가 더 커지게 된다. 이에 따라 순간적으로 과립의 겹질 내부에서 수분이 증발하여 증기 기포를 형성할

Table 2. Experimental Variables in Spray Drying

Spray dried at 200°C using slurry containing PVA 205 1.0 wt%	atomizing air pressure	2 atm	3 atm	4 atm	
	solid loading	20 vol%		Fig. 3(a)	
	30 vol%	Fig. 2(a)	Fig. 2(b) Fig. 3(b)	Fig. 2(c)	
	40 vol%		Fig. 3(c)		
Spray dried at 3 atm using slurry containing 30 vol% solid loading	kinds of PVA	PVA 205	PVA 217	PVA 117	
	concentration of PVA	0.5 wt%	150°C-Fig. 1(a) Fig. 4(a)		
		0.5 wt%	200°C-Fig. 1(b)		
		0.5 wt%	300°C-Fig. 1(c)		
		1.0 wt%	200°C-Fig. 4(b) Fig. 5(a)	200°C-Fig. 5(b)	200°C-Fig. 5(c)
		2.0 wt%	200°C-Fig. 4(c)		

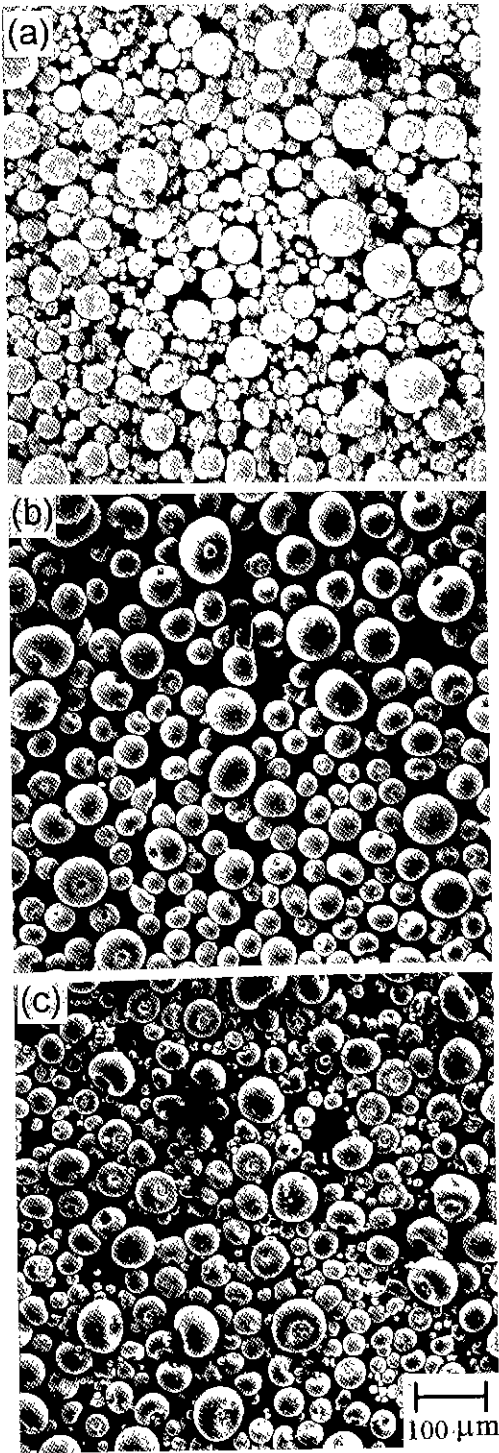


Fig. 1. The effect of spray drying temperature on the shape of granule.
 (a) 150°C, (b) 200°C, (c) 300°C

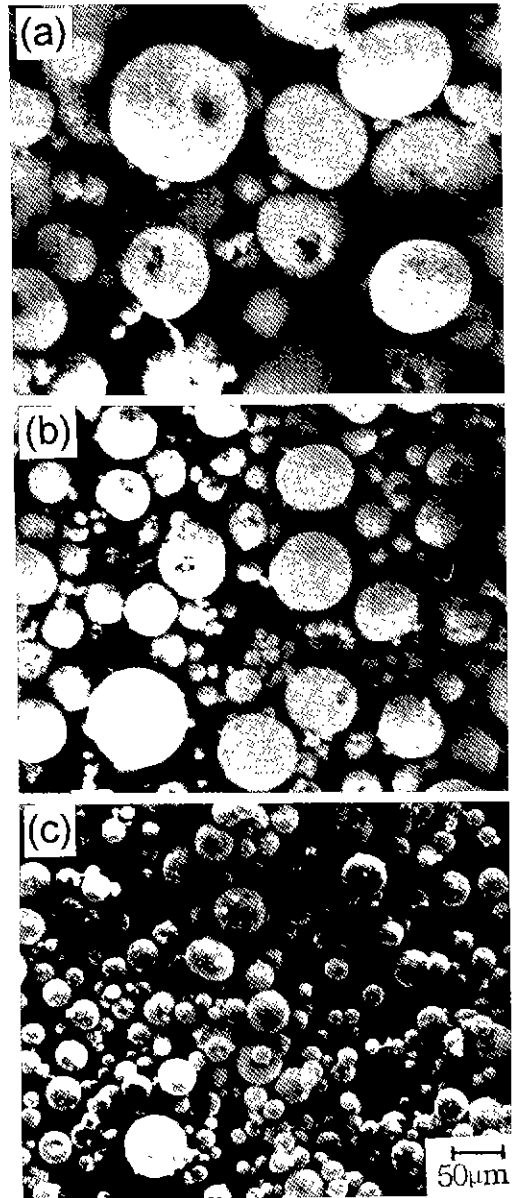


Fig. 2. The effect of spray drying pressure on the shape of granule.
 (a) 2 atm, (b) 3 atm, (c) 5 atm

수 있기 때문에 과립이 팽창될 수 있으며 이로 인해 과립이 부서지면 과립 내부의 슬러리가 표면 장력에 의해 밖으로 흘러나오게 되어 사과 모양 또는 도우넛 모양의 과립이 형성된다.

분무 공기의 압력이 과립의 형상에 미치는 영향을 알아보기 위하여 PVA 205가 1.0 wt% 함유되어 있고

고형의 분말의 함량이 30 vol%인 슬러리를 200°C의 건조 공기에서 분무 압력을 2, 3, 5 atm으로 변화시켜 얻은 과립의 형상을 Fig. 2에 나타내었다. 분무 압력이 커질수록 과립의 크기는 감소하였고 사과 모양의 과립수도 감소하였음을 알 수 있다. 분무 압력이 2 atm으로 작을 때는 슬러리로부터 분무되는 액적의 크기가 크므로 결과적으로 생기는 과립의 평균 크기가 100 μm 정도로 커진 것으로 생각되며 이렇게 큰 액적이 건조되려면 액적의 내부에서 표면으로 모세관 현상에 의해서 오랜 시간 동안 많은 양의 슬러리가 표면으로 이동되어야 하므로 건조과정의 종료 단계에서 액적의 내부가 부분적인 진공 상태가 되면서 과립이 붕괴되기도 하고 사과 모양의 hollow가 있는 큰 과립이 생성되기도 하는 것으로 생각되며 분무 압력이 5 atm일 때는 분무되는 액적의 크기가 감소하여 과립의 평균 크기가 40 μm 정도가 되었으며 입도 분포도 감소하고 결함도 거의 없는 과립이 생겼음을 알 수 있다.

슬러리의 고형 분말의 함량이 과립에 미치는 영향을 알아보기 위하여 PVA 205가 1.0 wt% 함유되어 있고 고형 분말의 함량이 20, 30, 40 vol%인 슬러리를 건조 공기 온도를 200°C로 하여 3 atm의 분무 압력으로 분무 건조한 과립의 형상을 Fig. 3에 나타내었다. 고형 분말의 함량이 커질수록 과립의 평균 크기가 약간 커졌으며 사과 모양의 hollow가 있는 과립의 수도 감소하였음을 알 수 있다. 일반적으로 분무 건조에 있어서 슬러리의 고형 분말의 함량이 클수록 경제적인 측면에서 유리하며 과립의 수율도 높아진다. 또한 과립의 밀도도 커져 성형성이 우수해지므로 슬러리의 고형 분말의 함량을 최대한 높이는 것이 바람직하다. 그러나 고형 분말의 함량일 커질수록 슬러리의 점도가 커지므로 적절한 분산제의 종류와 양을 찾아내는 것이 중요하다. 슬러리의 점도는 500 cps 이하가 적절하며 의사가소성(pseudoplastic)이나 요변성(thixotropic)의 거동을 보이는 슬러리가 좋다고 알려져 있다⁷⁾. 슬러리의 고형 분말의 함량이 20 vol%로 낮을 때에는 슬러리의 점도가 낮은 상태이며 분무된 액적에서 많은 양의 수분이 증발되므로 과립의 평균 크기가 50 μm 정도가 되었으나 고형 분말의 함량이 40 vol%로 높을 때에는 슬러리의 점성이 크므로 분무되는 액적의 크기도 커지며 증발되는 수분의 양도 작아서 과립의 평균 크기가 80 μm 정도로 커졌고 결함도 거의 없는 과립을 얻을 수 있었다.

성형체에 강도를 주기 위해 첨가한 결합제의 양이 분무 건조된 과립에 미치는 영향을 알아보기 위하여 PVA 205를 0.5, 1.0, 2.0 wt% 첨가하여 고형 분말의 함량이 30

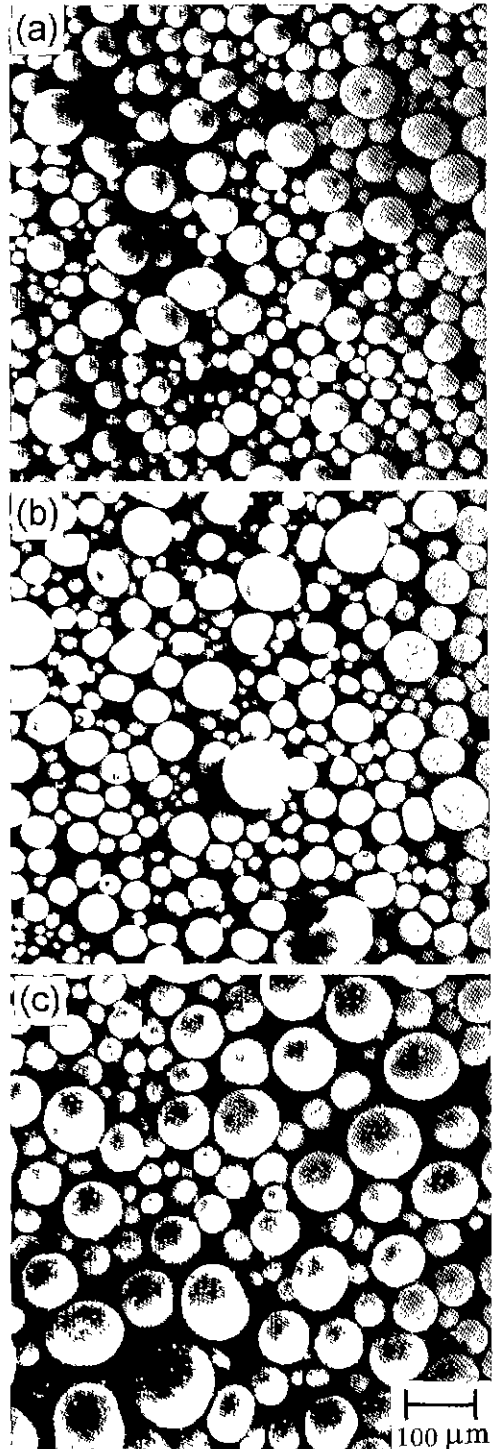


Fig. 3. The effect of solid loading on the shape of granule.
(a) 20 vol%, (b) 30 vol%, (c) 40 vol%

vol%가 되도록 제조한 슬러리를 200°C의 건조 공기로 3 atm의 분무 압력으로 분무 건조한 과립의 형상을 Fig. 4에 나타내었다. 결합제의 양에 따라서 과립의 평균 크기는 비슷하였으나 그 형상은 크게 변하고 있음을 알 수 있다. 결합제의 양이 많아질수록 도우넛 형태의 과립 수가 증가하였으며 과립의 입도 분포가 넓어지고 있음을 알 수 있다. 유기물 첨가제의 양은 슬러리의 레올로지(rheology)와 밀접한 관련이 있으므로 적절하게 선택해야 한다. 첨가량이 많으면 슬러리의 점도가 커지며 과립이 딱딱하게 되는 문제점이 있으며 과립의 밀도도 떨어지게 되어 성형성이 나쁘게 된다. 또한 수용성 결합제의 경우 건조 도중에 수분의 흐름을 따라 과립의 표면으로 결합제가 이동하게 되어 과립의 표면에 결합제의 농도가 증가하게 된다. 따라서 표면층이 딱딱하게 되어 가압 후에도 잘 부서지지 않아 결과적으로 소결체의 내부 결합으로 남게 된다. 이러한 결합제의 이동은 첨가량이 많을수록 커지게 되며 이렇게 이동된 결합제와 건조된 분말 입자가 이루는 투과성이 낮은 표면층으로 인해서 어느 정도 건조가 되면 액적내에 있던 수분의 건조는 과립의 내부에서의 증발에 의해 이루어지기 때문에 더 이상 결합제의 이동도 없어지게 된다. 또한 분무시 슬러리가 받는 큰 전단 변형률(shear strain rate) 때문에 첨가한 결합제의 양이 많을수록 분무되는 액적의 내부에 기포가 함유될 가능성이 높아지게 된다. 따라서 이때 과립 내부에서의 수분의 증발과 액적 내에 함유되어 있던 기포로 인해 과립에 hollow가 생길 확률이 높아지게 되어 도우넛 형태의 과립이 많이 생김을 알 수 있다.

첨가한 결합제의 종류가 분무 건조된 과립에 미치는 영향을 알아보기 위하여 PVA 205, 217, 117을 1.0 wt% 첨가하여 고휘 분말의 함량이 30 vol%가 되도록 제조한 슬러리를 200°C의 건조 공기로 3 atm의 분무 압력으로 분무 건조한 과립의 형상을 Fig. 5에 나타내었다. 중합도가 500인 PVA 205에 비해 중합도가 1700인 PVA 217과 PVA 117을 첨가하여 분무 건조한 경우가 보다 많은 과립이 사과 모양이나 도우넛 형태임을 알 수 있으며 중합도가 1700으로 같지만 부분 수화물인 PVA 217과 완전 수화물인 PVA 117을 첨가한 경우에는 과립의 형상이나 분포에 있어서 큰 차이를 보이지 않음을 알 수 있다. 중합도가 낮은 결합제보다 중합도가 큰 결합제를 첨가하였을 때 슬러리의 점도가 커지기 때문에 액적이 건조되기 위해 과립의 내부에서 표면으로 모세관을 통해 이동되는 수분과 결합제의 이동 속도가 느려지게 된다²⁾. 따라서 위에서 언급한대로 사과 모양이나 도우넛 형태의 과립이 생길 확률이 많아지게 된다. 그러므로 낮은 점

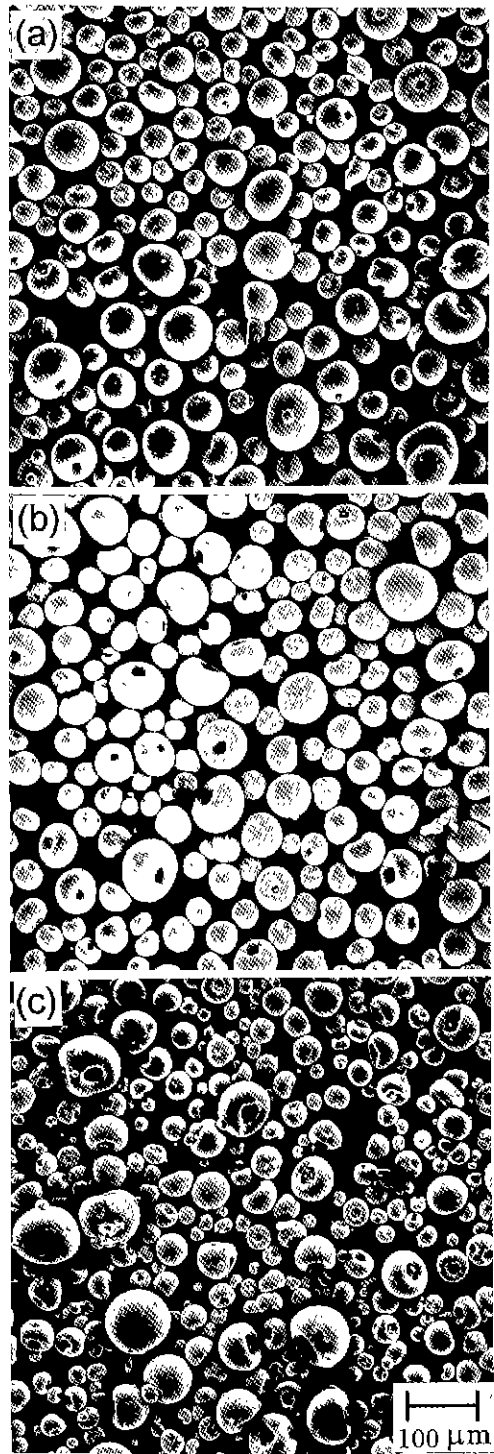


Fig. 4. The effect of binder concentration on the shape of granule.
(a) 0.5 wt%, (b) 1.0 wt%. (c) 2.0 wt%

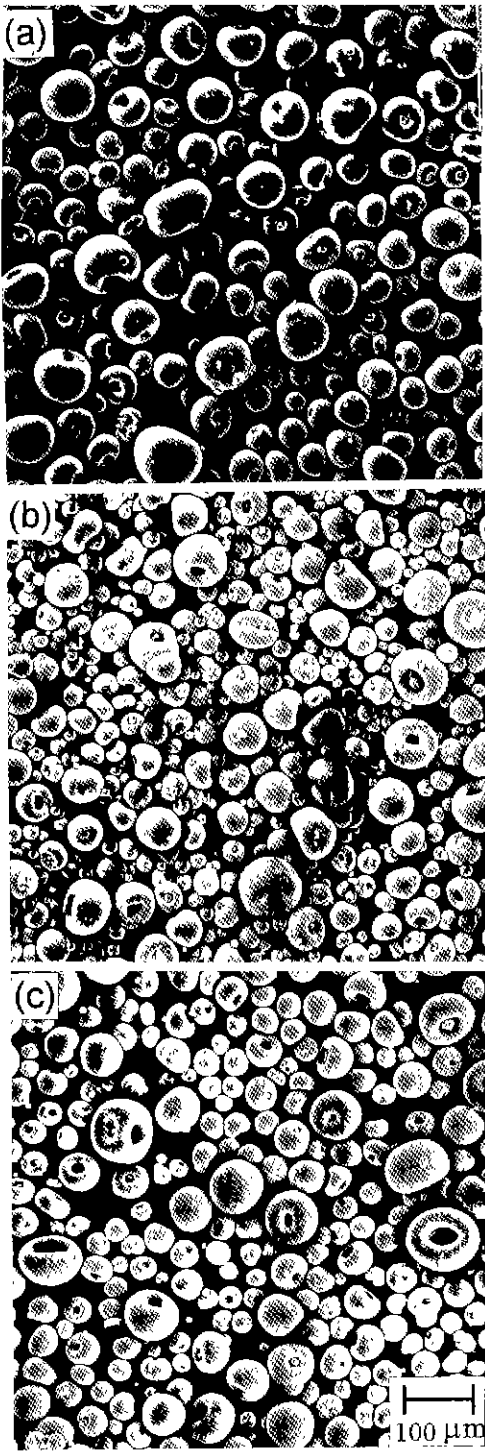


Fig. 5. The effect of kinds of binder on the shape of granule.

(a) PVA 205, (b) PVA 217, (c) PVA 117

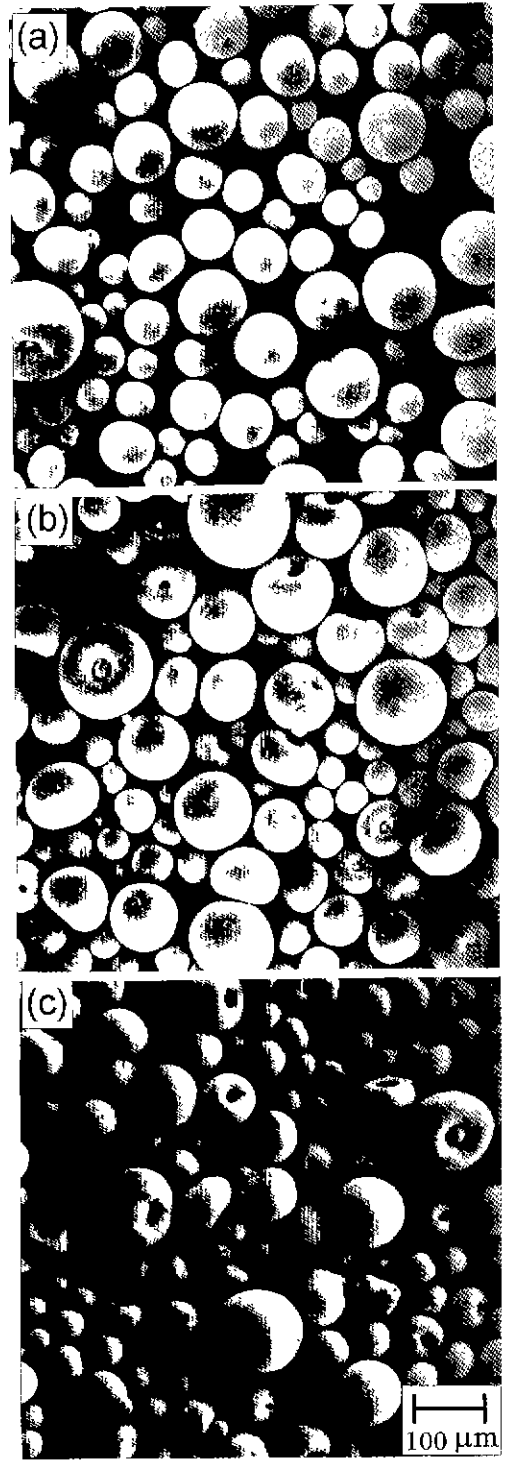


Fig. 6. Morphology of granules containing different hollow content.

(a) 10%, (b) 50%, (c) 90%

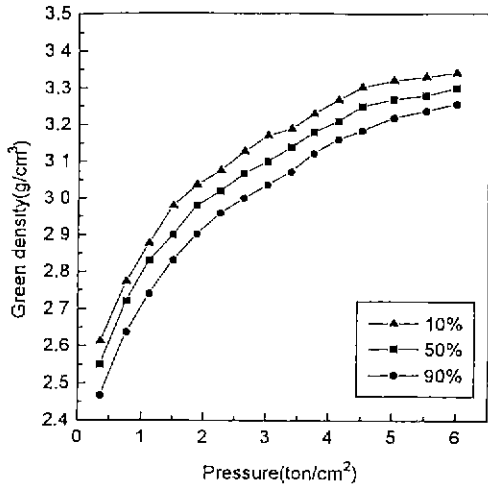


Fig. 7. The effect of hollow concentration on the green density.

(a) 10%, (b) 50%, (c) 90%

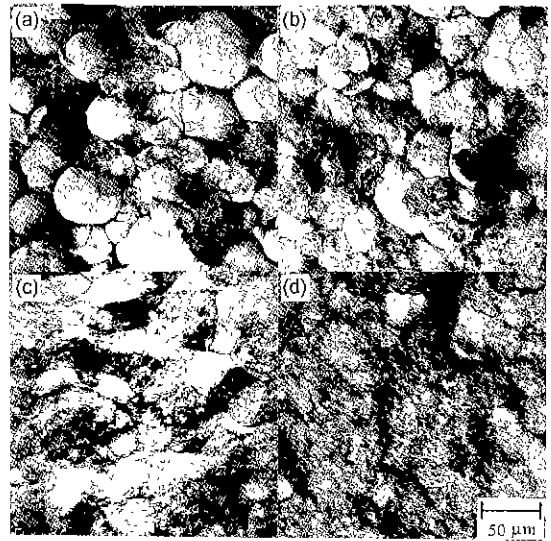


Fig. 8(b). Fracture surface of green body containing 50% hollow and formed at (a) 0.37 ton/cm², (b) 1.50 ton/cm², (c) 3.0 ton/cm², (d) 4.50 ton/cm²

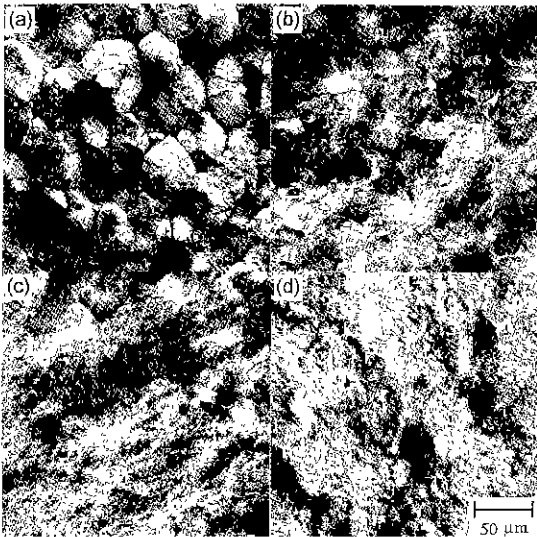


Fig. 8(a). Fracture surface of green body containing 10% hollow and formed at (a) 0.37 ton/cm², (b) 1.50 ton/cm², (c) 3.0 ton/cm², (d) 4.50 ton/cm²

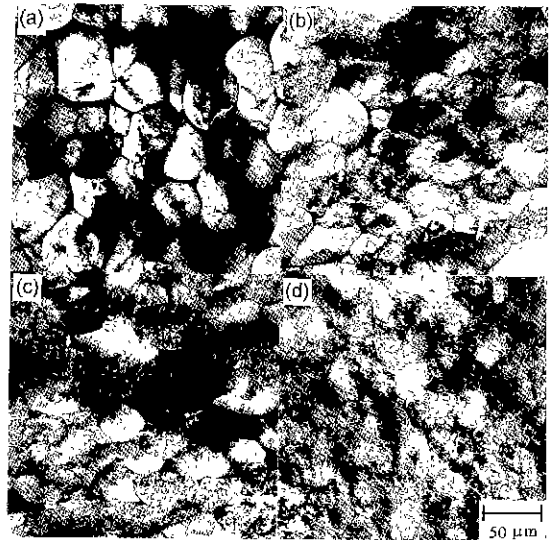


Fig. 8(c). Fracture surface of green body containing 90% hollow and formed at (a) 0.37 ton/cm², (b) 1.50 ton/cm², (c) 3.0 ton/cm², (d) 4.50 ton/cm²

도를 갖는 결합제를 사용하는 것이 슬러리의 점도를 낮추면서도 고흥 분말의 함량을 높일 수 있어서 양질의 과립을 얻을 수 있음을 알 수 있다. 수화도(hydrolysis)가 큰 PVA 117에 비해 PVA 217은 용해도가 작긴 하지만 일단 물에 용해가 된 상태에서는 슬러리의 거동에 크게 영향을 주지 못하므로 수화도에 따라서는 과립의 형상이

큰 차이가 없는 것으로 판단된다.

사과 모양이나 도우넛 모양등의 hollow를 서로 다르게 함유하고 있는 과립들의 성형특성을 알아보기 위해 고흥 분말의 함량과 분무 건조 압력을 변화시켜 얻은 과립의

형상을 Fig. 6에 나타내었다. 각 과립들은 PVA 205를 1.0 wt% 함유하고 있고 200°C에서 분무 건조된 것이다. Fig. 6은 hollow를 함유하고 있는 과립의 양이 각각 약 10, 50, 90% 정도되는 과립들을 보여주고 있으며 이들 과립을 이용하여 성형한 성형체의 성형밀도를 Fig. 7에 나타내었고 각 성형 압력에 따른 과립의 거동을 Fig. 8에 나타내었다. Fig. 7에서 알 수 있듯이 사과 모양이나 도우넛 모양 등의 hollow를 함유하고 있는 과립의 양이 많아짐에 따라서 성형 밀도는 작아짐을 알 수 있다. 특히 고압으로 성형해도 성형밀도가 여전히 차이가 나고 있음을 알 수 있는데 이는 이러한 hollow 등이 성형시에 잘 부서지고 있지 않음을 보여주고 있으며 이를 Fig. 8(a), (b), (c)에서 직접 확인할 수 있다. Fig. 8은 이 세가지 과립들을 0.37, 1.50, 3.0, 4.5 ton/cm²으로 성형한 성형체의 파단면을 나타낸 것이다. Fig. 8에서 알 수 있듯이 hollow가 10% 정도인 과립은 성형 압력이 1.5 ton/cm² 정도만 되어도 모든 과립이 완전히 부서져서 치밀화되고 있음을 알 수 있고 hollow의 함량이 커질수록 성형특성이 나빠지는 것을 알 수 있다. 특히 hollow가 90% 정도 되는 과립의 성형 거동을 나타낸 Fig. 8(c)에서 고압으로 성형해도 이러한 hollow 들은 잘 없어지지 않고 있음을 알 수 있다.

또한 과립에 함유되어 있는 이러한 hollow가 소결체의 미세구조에 미치는 영향을 알아보기 위하여 Fig. 1에 나타내었던 분무 건조 온도를 달리하여 얻은 과립들을 서로 다른 압력으로 성형하여 소결한 소결체의 미세구조를 Fig. 9에 나타내었다. PVA를 결합제로 사용하였을 경우 분무 건조 온도가 높으면 과립 표면에서의 급격한 수분의 증발로 인해 표면에 단단한 층이 형성되며 내부에 기공을 남기기 쉽다. 이러한 과립들은 성형시에도 잘 부서지지 않아 성형 밀도가 작아지게 되며 소결 밀도도 작아지게 된다. Fig. 9에는 분무 건조 온도와 성형 압력에 따라 1300°C에서 5시간 동안 평형 산소분압하에서 소결한 소결체의 파단면을 나타내었다. 150°C에서 분무 건조한 과립을 0.37 ton/cm²으로 성형한 경우 성형시 부서지지 않았던 과립들이 소결 후에도 선명하게 남아 있음을 알 수 있으며 3.0 ton/cm²으로 성형한 경우는 대부분의 과립이 부서져서 소결 후 치밀화된 구조가 되었음을 알 수 있다. 그러나 300°C에서 분무 건조한 과립을 0.37 ton/cm²으로 성형한 경우 과립내에 존재하던 기공들은 소결 후에도 잘 제거되지 않음을 알 수 있고 3.0 ton/cm²으로 성형해도 기공이 어느 정도 남아 있음을 알 수 있다. 따라서 분무 건조 온도는 가능한 낮은 온도에서 하는 것이 좋을 수 있고 성형 압력은 분무 건조된 과립

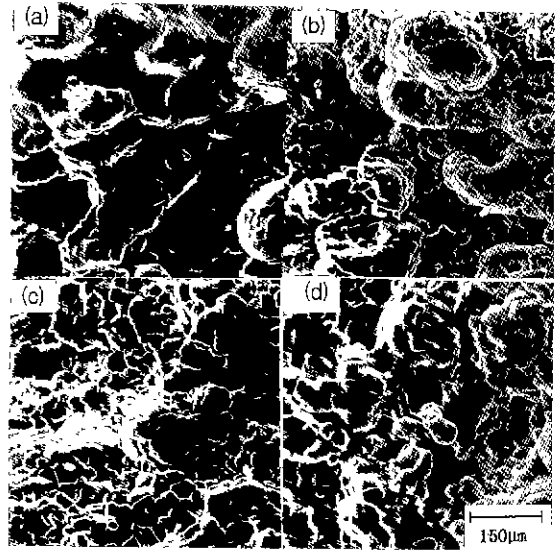


Fig. 9. Microstructure of sintered body with different forming pressure and spray drying temperature.
 (a) 0.37 ton/cm²-150°C, (b) 0.37 ton/cm²-300°C,
 (c) 3.00 ton/cm²-150°C, (d) 3.00 ton/cm²-300°C

내에 존재하는 기공이 거의 다 사라지고 과립이 완전히 부서져서 치밀화되는 압력에서 해야 소결 특성이 좋을 수 있다.

4. 결 론

가압 성형에서 성형용 분말 제조시 많이 이용되고 있는 분무건조에 대하여 분무 건조시 여러 변수들 즉, 분무 건조 온도, 건조 공기 압력, 슬러리의 고형 분말의 함량, 결합제의 종류와 양 등이 분무 건조된 과립의 형상에 미치는 영향에 대하여 알아보았으며 이렇게 제조된 과립들의 성형특성과 소결특성에 대하여 알아보았다.

분무 건조 온도는 150°C에서 한 과립의 형상이 가장 좋았으며 온도가 높아질수록 과립의 형태가 약간씩 불규칙해졌으며 사과 모양이나 도우넛 모양의 과립이 증가하였다. 분무 건조 압력이 커질수록 과립의 크기가 감소하였으며 구형의 과립수가 많아졌으며 고형 분말의 함량이 많을수록 과립의 크기는 약간 커졌으며 결합이 거의 없는 과립을 얻을 수 있었다. 결합제의 양이 많아질수록 과립의 평균 크기는 비슷하였으나 도우넛 형태의 과립 수가 증가하였으며 과립의 입도 분포가 넓어지고 있음을 알 수 있었다. 중합도가 500인 PVA 205에 비해

중합도가 1700인 PVA 217과 PVA 117을 첨가하여 분무 건조한 경우 더 많은 과립이 사과 모양이나 도우넛 형태임을 알 수 있었으며 중합도가 1700으로 같지만 부분 수화물인 PVA 217과 완전 수화물인 PVA 117을 첨가한 경우에는 과립의 형상이나 분포에 있어서 큰 차이를 보이지 않음을 알 수 있었다. 사과 모양이나 도우넛 모양 등의 hollow를 함유하고 있는 과립의 양이 많아짐에 따라서 성형 밀도는 작아짐을 알 수 있었으며 특히 고압으로 성형해도 이러한 hollow 등이 성형시에 잘 부서지고 있지 않음을 알 수 있었고 과립 내부에 존재하던 기공은 성형이나 소결 후에도 잘 제거되지 않음을 알 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 1994년도 교육부 신소재 분야 연구지원에 의해 이루어졌습니다.

REFERENCES

1. 窯業協會, セラミックスの製造プロセス, p. 184, 技報堂 (1984).
2. A. Goldman, Modern Ferrite Technology, chap. 6, Van

Nostrand Reinhold, New York (1990).

3. D.J. Perduijn and H.P. Peloschek, "Mn-Zn Ferrites with very High Permeability," *Proc. Brit Ceram. Soc.*, **10**, 263 (1968).
4. J.S. Reed, Introduction to the Principles of Ceramic Processing, chap. 19, John Wiley and Sons (1988).
5. K. Masters, Spray Drying, John Wiley and Sons (1976).
6. P.J. Sherrington and R. Oliver, Granulation, Heydon and Sons, London (1981).
7. S.J. Lukasiewicz, "Spray-Drying Ceramic Powders," *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**(4), (1989).
8. J.W. Harvey and D.W. Johnson, Jr., "Binder Systems in Ferrites," *Am Ceram. Soc. Bull.*, **59**(6), 637 (1980).
9. R.A. DiMillia and J.S. Reed, "Dependence of Compaction on the Glass Transition Temperature of the Binder Phase," *Am Ceram. Soc. Bull.*, **62**(4), 484 (1983).
10. J.A. Brewer, R.H. Moore and J.S. Reed, "Effect of Relative Humidity on the Compaction of Titanate and Manganese Zinc Ferrite Agglomerates Containing Polyvinyl Alcohol," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **60**(2), 212 (1981).
11. R.A. Youshaw and JW Halloran, "Compaction of Spray-Dried Powders," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **61**(2), 227 (1982).