

## 아연 용탕 내에서 불순물의 입자 크기 측정에 관한 연구<sup>1)</sup>

최옥태<sup>2)</sup> · 문광호<sup>3)</sup> · 이광학 · 김영홍  
금속공학과

### <요 약>

LiMCA방법으로 아연 용탕내에 Pb를 첨가하여 불순물의 입자크기를 측정하였다.

아연 용탕내에 Pb의 첨가량이 증가할수록 불순물의 수는 증가하였으며 불순물의 입자 분포는 일정범위를 크게 벗어나지 않고  $d=50\mu\text{m}$ 이하의 입자직경이 약 90% 이상 존재하였다.

실험 후 시편을 분석한 결과, 시편내에 미량의 ZnO와 PbO가 존재함을 확인하였으며, 이는 아연용탕 내에서 제 2상의 거동을 예상하고 첨가한 Pb에 의해 형성된 PbO와 극소량의 ZnO등이 불순물로 거동한 것으로 사료된다.

본 실험은 약 1분 정도의 짧은 시간으로 수행되었으며, 실험결과 사용된 장치의 감지 한계는 불순물의 입자직경이  $d=29\mu\text{m}$ 이었다.

---

## A Study on the Measurement of Particle Size for Impurities in the Molten Zinc

Wook-Tae Choi · Kwang-Ho Moon · Kwang-Hak Lee · Young-Hong Kim  
Dept. of Metallurgical Engineering

### <Abstract>

The particle size of impurities was measured with addition to Pb in the molten Zinc by using LiMCA method.

- 
- 1) 이 연구는 1992년도 대학 연구비의 지원으로 수행 되었음을 밝히며 이에 감사를 드립니다.
  - 2) 일진산업(주) 기술연구소
  - 3) 대학원 금속공학과 박사과정 수료

The number of impurities was increased with increasing Pb addition in the molten Zinc and particle size distribution of impurities was not deviated from the constant range therefore the particle size,  $d=50\mu\text{m}$  existed about 90% in this study.

The experimental results of X-ray analysis, it was found that the small amount of PbO and ZnO which are formed with Pb addition to the molten Zinc, expecting the second particle role, behavior as impurities.

This study was carried out about one minute and the detect limit of particle size of impurities using instrument was obtained  $d=29\mu\text{m}$ .

## 1. 서 론

용융금속 내에 존재하는 비금속 개재물의 수와 크기는 금속 제품의 순도 저하 및 결함을 야기시킨다. 그 일례로 알루미늄 캔 제품의 재활용에 있어서 재활용 비율이 증가하며 그러한 박판을 생산하는 경향이 증가함에 따라 비금속 개재물은 박판에서 편향, bright trim에서는 실선 홈, 음료수 캔등에서는 구멍이나 찢김등을 일으킬 수 있으므로 작은 개재물로부터 해소된 금속을 생산하는 것이 필요하게 되었다. 또한, 와이어 드로잉 조업시 파손 비율 증가와 판재 상품에 있어 표면 결함등을 일으킬 수 있으며, 또한 개재물은 수소 가스에 대해 핵생성자리를 제공하며 소둔한 잉곳에 기포를 발생시킬수 있고, 극한 경우에는 다이표피의 돌기를 증가시켜 압연 표면에 결함을 야기시키는 것으로 보고되었다<sup>1)</sup>.

강에서의 불순물은 응력, 부식 저항, 피로성질등 강제품의 성형 능력에 영향을 미치고 있으며<sup>2)</sup>, 순탄소강에서는  $10\mu\text{m}$ 이하의 알루미늄 개재물이 소성 성형을 위해 사용된 lens mould의 연마성에 영향을 미치는 것으로 보고되었으<sup>3)</sup>, Langerweger는 개재물의 조성과 영향에 대한 연구결과를 보고하였다<sup>4)</sup>. 마그네슘합금에서는 비금속개재물인 중간상의 존재가 전기저항과 내식성에 영향을 주는 것으로 나타나 있다<sup>5)</sup>.

한편, 아연은 비철 금속으로 Al, Cu 다음으로 많이 생산되며, 미국의 경우 도금용으로 40%, 다이캐스팅용으로 30%, 아연판, 안료등 기타분야에서 30%를 소비하고 있으며, 한국의 경우 고려아연(주)에서 연간 25만톤을 생산하며 그중 도금용으로 35%, 다이캐스팅용으로 5%, 나머지 60%는 전지, 제판용등 다양하게 소비되고 있다. 도금용으로 사용된 아연의 경우 건조한 공기중에서는 거의 산화되지 않으나 수분과 탄산가스 분위기에서는 표면에 염기성 탄화아연( $\text{ZnCO}_3$ ,  $\text{Zn(OH)}_3$ )의 피막을 만들어 부식이 내부에 진행되지 못하게 하는 대표적인 도금금속이다. 수중 부식율에 있어서도 Fe보다 현저히 낮으나 용해 산소량이 많을수록 부식율이 증가하고 특히 수온이  $65\sim 75^\circ\text{C}$  부근일때 부식율이 가장 크다. 그리고 아연 자체의 내식성은 불순물과 큰 관계가 있으며, 주요 불순물로는 Pb, Cd, Fe, Sn, Mg 등으로 가장 해로운 Fe의 경우 0.008% 이상이 되면 경질의 FeZn상이 나타나서 인성을 해친다. Pb, Sn, Cd등은 입간부식에 영향을 미치며, Mg의 경우 첨가량이 많아질수록 용탕에 Mg산화물이 증가하여 유동성이 나빠져 얇고 복잡한 다이캐스팅 주조가 곤란해진다. 기타 Li, Ni, Si, Mn등은 길이 변화에 영향을 주는 불순물이며,<sup>6)</sup> 일반적으로 존재하는 불순물들은 미량으로 존재하기 때문에 크게 해를 주지는 못한다.

실제 아연 용탕내에서 Pb첨가에 의한 제 2상의 거동은 Pb와 극소량의 ZnO등이 불순물로 예측되며, 이와 같은 불순물의 제거를 위해 선행되는 입자 크기 측정을 위해 다양한 방법이 개발되어 왔다. 즉, 원소나 화합물의 bulk 농도를 측정하는 화학적 방법<sup>7,8)</sup> 개재물이 금속내에 어떻게 분포되어 있는지를 알수 없어 개재물 측정 방법으로 부적당하며 물

리적 방법<sup>1),9),10)</sup>중 Alcan에 의해 제시된 여과비 시험(filtration rate test) 방법은 용융금속 내에 부유하는 모든 입자들이 여과비가 매우 작은 산화막과 입자 형성을 위한 미세핵들로 이루어 졌을 때는 사용이 어렵지만 그러나, 용집검사, 잉곳트의 압출등 거시적 결함검사에 일반적으로 사용되어온 초음파 시험(ultrasonic)방법<sup>11)</sup>은 Pitcher와 Young<sup>12)</sup>이 용융금속에 적용하여 현재 용융 알루미늄의 정화 측정을 위한 초음파 기술의 적용분야에 관한 연구를 수행하고 있다. 또한 광학적 방법<sup>1),9),13)~16)</sup>중 pre농도를 측정하는 방법으로 IMFA(in mould filtration apparatus)시험과 이를 개량한 PoDFA(porous disk filtration apparatus)시험이 있으나 이 방법들은 산화가 적은 금속을 사용하였을때 상이한 결과가 나타나는 경우가 있으며 복잡하고 측정에 많은 시간이 소모되는 문제점이 있다. 그 밖에 공정이나 생산품의 검사 수행에 주로 의존해온 조업 방법등도 있다.

따라서, 본 연구에서는 용융아연 내에 존재하는 불순물의 입자크기 측정에 관하여 신속한 분석을 위해 Coulter에 의해 개발된 저항 파동 원리에 근거를 둔 입자크기 분석 방법인 LiMCA(liquid metal cleanliness analyzer)<sup>1)</sup>를 이용하여 순수한 아연에 불순물로 Pb를 첨가하여 용탕내에 존재하는 불순물의 크기를 측정해 봄으로써 불순물 제거 장치의 1차적인 이용가능성을 판단하는데 그 목적이 있다.

## 2. 실험장치

본 실험장치는 Fig. 1에 도식적으로 나타내었으며, 감압하에서 용융아연이 통과할 수 있도록 질연체 sampling tube의 작은 오리피스를 통한 전기적 전류 흐름은 일정한 전류공급과 용융아연이 침적된 두전극, 즉 sampling tube 내, 외부 전극으로 이루어진다.

그리고, sampling 동안 두 전극을 통하는 전압변화는 오리피스를 통과하는 입자들에 의해 야기된 피크를 differential pre-amplifier (Gain 1000)로 증폭하여 오실로 스코프로 관찰하고 이를 log-amplifier로 재증폭하여 다중채널 분석기(multi channel analyzer : MCA)로 분석한다.

본 실험장치는 3가지 중요부분으로 이루어진다.

1. 압력에 의한 금속 채취 장치(sampling tube) 포함
2. 고 전류량의 일정 DC전류공급기
3. 전압파동 측정시스템

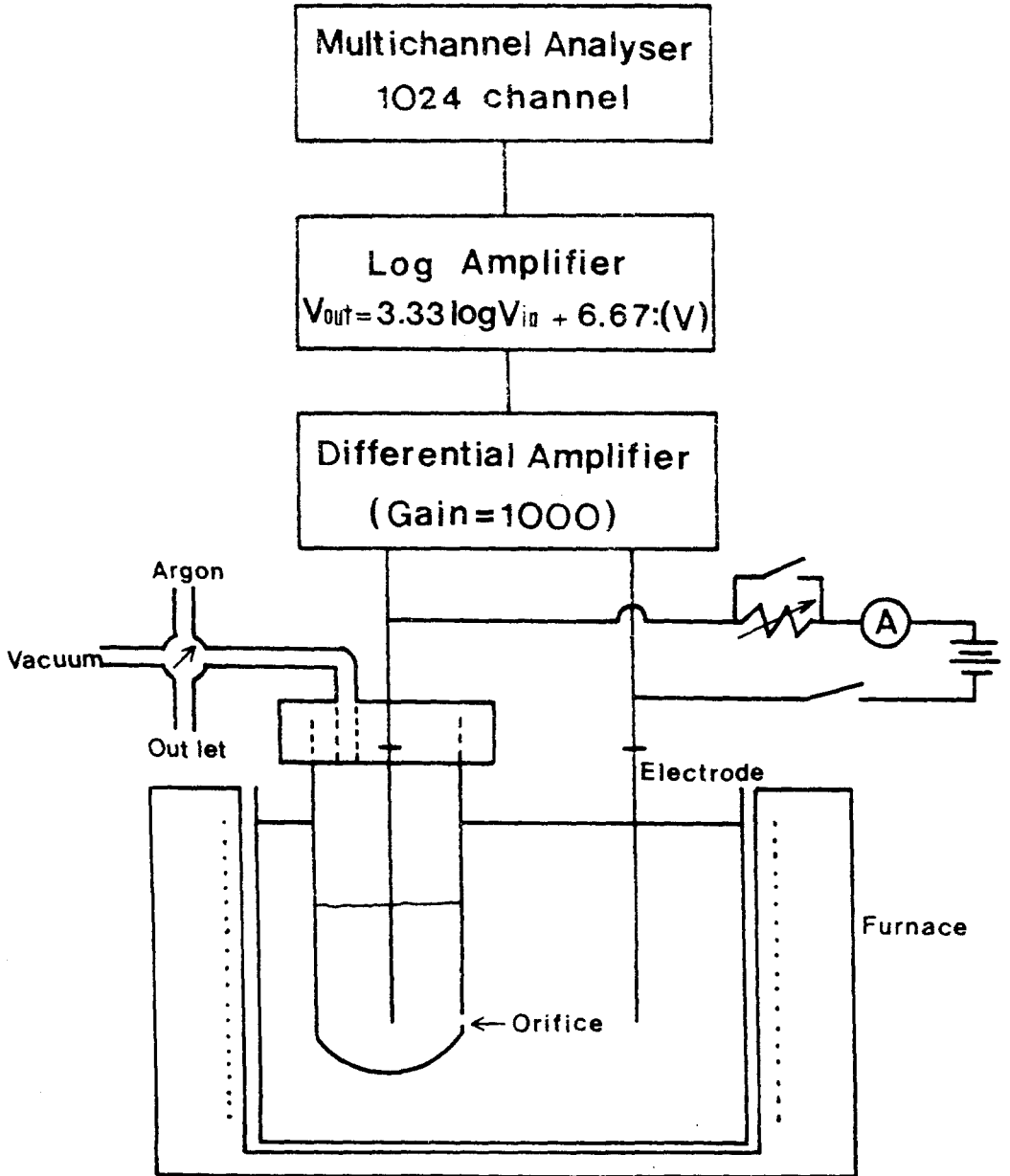


Fig. 1 ; A schematic diagram of the LiMCA apparatus

## 2-1. 용융아연 시료 채취 시스템

용융아연 시료 채취 시스템을 Fig. 2에 나타내었다. sampling tube는 "O" ring(실리콘)으로 sealing하여 황동 고정체로 고정하였으며, 고정체에는 아르곤 가스 유입장치와 진공장치 및 전극이 설치되어 있다.

진공장치에는 파동 흐름을 피하기 위하여 10ℓ 진공 chamber를 부착하고 필요시 계속 펌핑하였다. 아르곤 가스 사용의 두가지 목적은 첫째, sampling tube내로 유입되는 용탕의 표면산화를 막기 위해서이고 둘째, 실험후 sampling tube내에 유입된 용탕을 가스 압력으로 유출시켜 tube를 재사용하기 위함이다.

실험온도는 460℃로 일정하게 하였으며 sampling tube는 열적, 화학적 저항에 강한 20φ×200ℓ [mm]의 pyrex tube를 사용하여 오리피스 직경을 500μm로 되게 하였다.

## 2-2. 일정한 전류 공급과 전기적인 연결

전원 공급은 6 Volt 배터리(고성능 자동차용)를 사용하였으며 noise를 방지하기 위하여 전선을 꼬은 후 알루미늄 foil로 피복하여 사용하였다. 또한 안전저항은 0.5 Ohm 100Watt 저항 10개를 병렬로 연결하여 12~120[A]범위로 전류를 조절하였으며 2개의 스위치를 설치하여 하나는 실험이 잠시 중단되는 동안 배터리 소모를 피하기 위하여 회로를 열어놓기 위해 사용하며, 다른 하나는 저항기와 병렬로 연결하여 6V 배터리에서 200~300[A]의 고밀도 전류를 만들어 오리피스를 부분적으로 막기 위해 이물질들을 태우기 위해서 사용하였다.

전류는 안전저항의 변화로 조절하였으며 0~200[A]까지 측정 할 수 있는 DC전류계를 사용하여 측정하였다. 이 값은 식 (2)에서 [I]값으로 사용되며 전류계 측정값은 필요시 배터리 충전 시기를 가리켜준다. 또한 배터리의 충전은 6V 고성능 배터리 충전기로 재충전하였다.

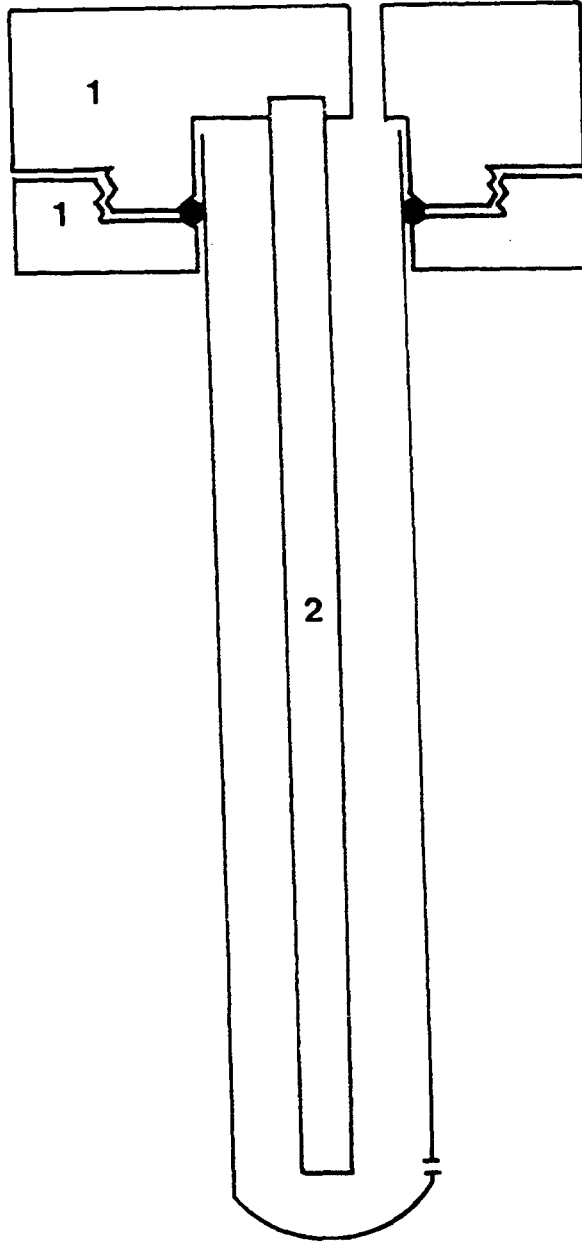


Fig. 2 ; A cross section of the sampling tube holder(1) and the current carrying electrode(2)

### 2-3. 전압 파동 측정 시스템

Fig. 1에 나타내었듯이, 입자들이 오리피스를 통과할 때마다 전압파동이 발생하며 이 전압파동은 RG-59U 동축 케이블을 따라 오실로스코프에 입력된다. 또한 각 케이블은 서로 꼬아서 알루미늄 foil로 피복하여 접지(ground)시켰다.

오실로스코프는 Tektronix TM 503으로 pre-amplifier에 연결하여 사용하였으며 pre-amplifier의 신호들을 다시 log-amplifier에 입력시켜 출력시킨다.

log-amplifier의 출력식은 다음과 같다.

$$V_{out} = 3.33 \log_{10}(V_{in}) + 6.67 \text{ (Volt)} \quad (1)$$

log-amplifier의 사용은 수mV의 입력전압을 0~10V 출력전압으로 변화시키는데 있으며 본 실험에 사용한 다중채널분석기(MCA, Norland, ino-tech 5300)는 0~10V의 입력범위를 1024의 채널로 나누고 상호변환으로 얻어진 기억을 두 구역의 512채널로 분할하여 선택할 수 있다. 따라서, 다중채널기(MCA)는 채널수에 대해 입자들이 512채널로 나누어지며, 다중채널분석기(MCA)의 각 채널은 실험조건에 따른 각각의 입자크기에 해당되고 입자직경 (d)과 채널수 사이의 관계는 다음과 같이 계산된다.

불순물이 오리피스를 통과할 때 나타나는 초기신호 ΔV는

$$\Delta V = \frac{4 \rho I d^3}{\pi D^4} f(d/D) \quad (2)$$

이며,

이 값을 gain의 증폭으로 pre-amplifier로 증폭하면 (3)식과 같다.

$$\Delta V_1 = G \cdot \Delta V \quad (3)$$

이 값을 대수 증폭기(log-amplifier)로 출력하면

$$\Delta V_2 = 3.33 \log_{10} (\Delta V_1) + 6.67 \quad (4)$$

가 된다.

마지막으로 나타나는 채널 넘버, #는

$$\# = \Delta V_2 \times \frac{512}{10} \quad (5)$$

가 된다.

그러므로, 어떤 주어진 실험에 대한 작동조건이 결정되면(전류, pre-amplifier gain, 오리피스 직경) 불순물의 입자직경에 사용하는 채널수는 고정된다. 예를 들면 다음의 실험조건 하에서 채널번호와 입자직경과의 대응값을 Table 1에 나타내었다.( I =60A, G=1000, D=500μm).

Table 1. Correspondence between the channel numbers of the multi channel analyzer and the particle diameter.

(Equation (5),  $I=60A$ ,  $G=1000$ ,  $D=500\mu m$ , Fluid=Zinc)

Channel Numbers	Particle Diameters( $\mu m$ )
4~46	29~35
47~76	35~40
77~102	40~45
103~125	45~50
126~147	50~55
148~166	55~60
167~184	60~65
185~200	65~70
200 <	70 <

### 3. 실험 방법

#### 3-1. 실험 방법

본 실험에 사용된 시편은 현재 울산 온산 공단에 있는 고려 아연(주)에서 수입한 북한산 아연 ingot로, 시편의 화학적 조성은 Table 2와 같다. 기지금속인 아연에 대해 불순물을 형성할 첨가제로 Pb ingot를 사용하였으며 아연 용탕에 Pb를 첨가함과 동시에 교반을 행하였다.

본 실험 장치는 앞의 Fig. 1에서 나타낸 바와 같다. 즉, 용해로는 1200℃까지 온도를 올릴 수 있는 칸탈선을 이용하여 제작하였으며, 자동 온도 조절기를 이용하여 용탕의 온도를  $\pm 2^\circ C$  이내로 조절하였다. 실험 조건은 60Ampere의 전류와 예비 증폭 1000 그리고 500  $\mu m$ 의 오리피스를 사용하였으며, 오리피스는 산소 torch로 튜브를 가열하고 지름이 500 $\mu m$ 인 텅스텐 wire로 가공하였다. 또한 용탕과 tube내의 전극은 지름이 8mm의 강봉(SM45C)을 알루미늄의 경우와 같이 850℃의 아연용탕에 용융용 용제인  $NH_4Cl(2g/kg(Zn))$ 을 첨가한 후 이 속에 약 5~10분 정도 침적시켜 전극에서 발생하는 noise를 감소시켜 사용하였다. 아연 시료 5kg을 알루미늄이나 도가니(10번)에 용해시킨 후 여기에 제 2상의 불순물을 형성하



기위해 첨가제로 Pb를 각각 50, 60, 70 및 100g을 첨가하여 용탕을 교반시켜 형성된 불순물 입자들이 용탕내에 균일하게 분포되도록 하였으며, 아연 용탕온도 460℃에서 Pb의 첨가량에 따른 불순물의 입자 크기를 측정하였다.

또한, Pb를 첨가한 아연 용탕은 응고시킨 후 용탕내에 존재하는 불순물의 분포를 조사하기 위해 주사전자현미경(scanning electron microscopy, SEM : Jeol, Jsm820)과 SEM-EDX(energy dispersive X-ray) 그리고 입자 성분 조사를 위해 X-선 회절분석(X-ray diffraction, XRD, Shimadzu, XD3A)을 행하였다.

한편, Table 3에서는 첨가제인 Pb의 화학적 조성을 나타낸 것이다.

Table 2. Chemical composition of Zinc.

Element	Zn	Pb	Fe	Cu	Cd	Ni
wt%	99.967	0.011	0.0016	0.0005	0.0091	0.0009

Table 3. Chemical composition of Lead.

Element	Pb	Fe	Zn	Cu
wt%	99.518	0.0005	0.00038	0.008
Sb	Na	Ca	Al	Bi
0.45	0.0028	0.0009	0.0007	0.017

### 3-2. 채취 시편 부피와 흡입 압력과의 관계

정량적인 불순물의 농도를 측정하기 위해서 매 실험마다 채취되는 금속 용탕의 부피는 일정해야만 한다.

이러한 목적을 위하여 진공 저장 방법으로 sample tube내에 일정한 미세 압력을 유지하면서 일정 시간 동안 채취하였다. 일정한 미세 압력 하에서 일정 시간 동안 채취되어지는 금속용탕의 양은 일정하며, 이러한 논리는 침수된 시편을 통과하는 용탕이 준안정상태로 흐르는 동안의 유입 속도(u,m/s)에 대한 식인 Bernoulli's 방정식으로 입증되었으며, 이 방법으로 액체 금속의 점성과 유사한 운동학적 점성을 갖는 물을 이용하여 500 $\mu$ m의 직경을 갖는 오리피스에 일정 시간 동안 채워지는 물의 양을 측정하여 증명하였다.

즉, Bernoulli식은 다음과 같이 나타낼 수 있다.

$$U = \left[ \frac{2(\Delta P + \rho g \Delta h)}{\rho} \right]^{1/2} \tag{6}$$

여기서,  $\Delta P$  : 진공에 의해 적용되는 미세 압력(Pa)  
 $\rho$  : 유동 물질의 밀도 (kg/m<sup>3</sup>)  
 $g$  : 중력 가속도 (m/s<sup>2</sup>)  
 $\Delta h$  : tube 내외 유체의 준위 차이

식 (6)에 오리피스의 면적(A)을 곱하여 이론적인 채취 부피를 구하면 다음과 같으며

$$Q_{th} = A \times u \quad (7)$$

한편, 실험에서 tube내에 가공한 오리피스의 직경은 500 $\mu$ m로 일정하게 하였으나 가공에서의 허용치를 생각하면 다소 미소한 차이가 있을 것이다. 따라서, 실험 계수(C<sub>D</sub>)를 계산할 필요가 있으며 C<sub>D</sub>는 식 (8)과 같이 나타낼 수 있다.

$$C_D = \frac{Q_{ac}}{Q_{th}} \quad (8)$$

식 (7)과 (8)을 곱하면 분당 채취되는 아연용탕의 부피를 측정할 수 있다.  
 즉,

$$Q_{zn} = C_D \times A \times u \quad (9)$$

따라서, Table 4는 실험 계수, C<sub>D</sub>를 고려하여 실제 물의 채취 부피를 나타내었다. 이러한 결과를 이용하여 Fig. 3에서는 오리피스의 직경 변화에 대한 채취 시료의 부피 변화를 나타내었다. 그림에서 알 수 있듯이, 이론적인 값과 실제적인 값의 차이는  $\pm 2\%$ 이내로 상당히 신빙성이 있는 값을 확인할 수 있었다.

Table 4 . Repeatability of volume of water aspirated in one minute by 5 sampling tubes.

Tube Number	Volume(ml)					Average Volume(ml)	
1	67,	66,	67.5,	67,	66	66.7	67.92
2	70,	71,	68.5,	69.5,	70.5	69.9	
3	71,	70,	70.5,	70,	69	70.1	
4	67,	67.5,	66.5,	67,	66	66.8	
5	65,	66,	66.5,	66,	67	66.1	

본 실험에서 분당 채취된 아연용탕의 부피는 다음과 같이 얻을 수 있다.

$$\begin{aligned} \Delta P &: 16800 \text{ Pa} \\ \rho &: 6620 \text{ Kg/cm}^3 \\ g &: 9.8 \text{ m/s}^2 \\ \Delta h &: 0.050 \text{ m} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} Q_{zn} &= C_D \cdot A \cdot \left[ \frac{2(\Delta P + \rho_{zn} \cdot g \cdot \Delta h)}{\rho_{zn}} \right]^{1/2} \times 60 \times 10^6 \\ &= 28 \text{ ml/min} \end{aligned} \tag{10}$$

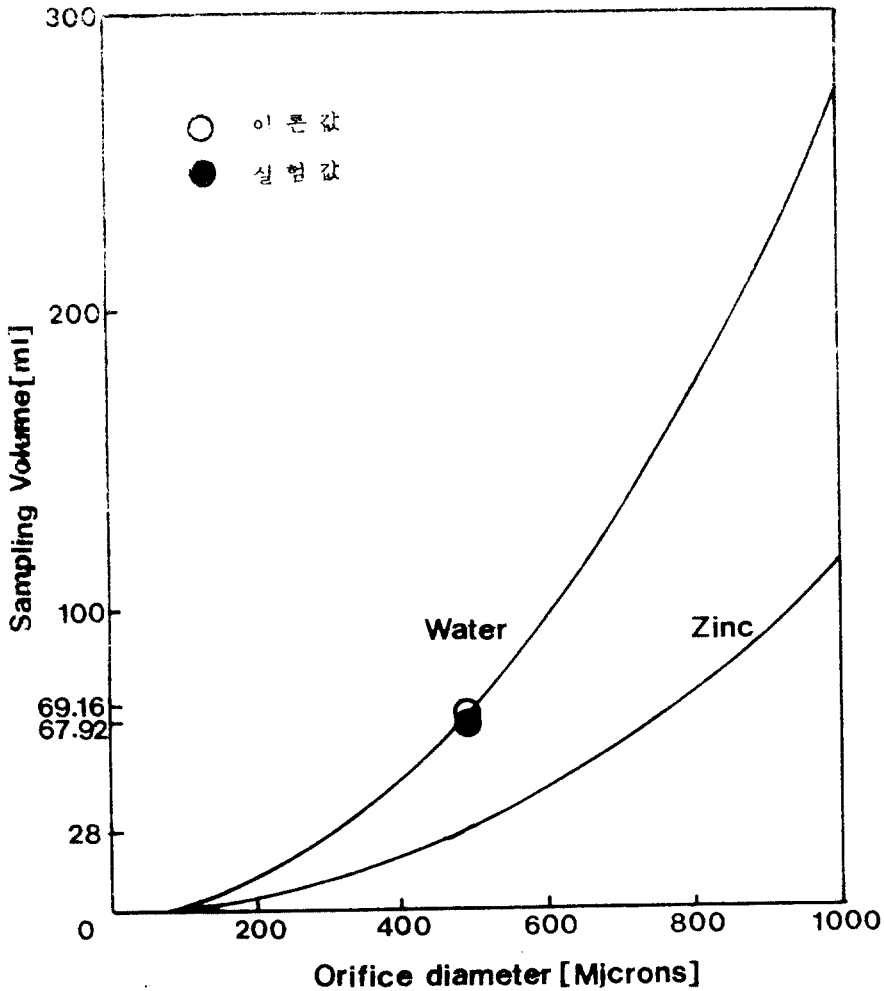


Fig. 3 ; Sampling volume as a function of the orifice diameter(D)

## 4. 실험 결과 및 고찰

### 4-1. Pb첨가량에 따른 불순물의 입자 크기 분포

불순물인 Pb첨가량에 대한 입자 크기 분포를 Table 5에 나타내었으며, 이 때의 실험 조건은 다음과 같다.

orifice diameter	0.5mm
current	60A
Temperature	460℃
amplifier gain	1000
detect limit	29 $\mu$ m
pressure	16.8KPa
Sampling Time (Vol.)	60sec (28ml)

Table 5에서 알 수 있듯이 Pb의 첨가량이 증가할수록 불순물의 입자수가 증가함을 알 수 있었다. 이는 첨가한 Pb가 PbO와 같은 불순물을 형성하여 제 2상으로 거동한 것으로 생각된다. 또한,  $d = 50\mu\text{m}$ 보다 더 큰 직경을 갖는 입자들의 증가는 뚜렷하게 나타나지 않음을 확인할 수 있었다. 한편, Fig. 4, 5, 6, 7 및 Fig. 8은 Table 5를 이용하여 Pb첨가량에 따른 불순물의 입자 수를 히스토그램으로 나타낸 것으로 각 그림에서 알 수 있듯이, 본 실험에서 감지 한계는  $d = 29\mu\text{m}$ 이었으며 그 이하의 입자는 측정할 수 없었다.

photo. 1은 아연용탕에 1.4wt%의 Pb를 첨가하여 실험 후 시편 저부에 대한 주사전자현미경 조직을 관찰한 결과로서 평균 직경,  $d = 10\mu\text{m}$ 의 불순물 입자들이 존재함을 확인하였다.

또한, photo. 2는 아연용탕에 1.4wt%의 Pb를 첨가하여 실험한 후의 시편에 대한 SEM-EDX 결과를 나타낸 것이다. 사진에서 알 수 있듯이, 불순물 입자의 중앙부인 ㉠에서는 Pb가 대부분 존재하고 경계부인 ㉡에서는 Zn와 Pb가 공존함을 확인할 수 있었다. 한편, Fig. 9에서는 동일 시편에 대한 X-ray분석 결과를 나타낸 것으로 ZnO와 PbO같은 산화물이 존재함을 알 수 있었으며 이는 아연 용탕내에서 이러한 산화물들이 불순물 입자로 거동한 것으로 사료된다.

Table 5. Size distribution of impurities with addition to Pb in molten Zinc.

Channel Number	d( $\mu\text{m}$ )	Zn	Zn+Pb(1%)	Zn+Pb(1.2%)	Zn+Pb(1.4%)	Zn+Pb(2%)
		CPM	CPM	CPM	CPM	CPM
4~46	29~35	42	59	63	65	72
47~75	35~40	24	43	45	48	54
76~102	40~45	11	30	32	35	38
103~125	45~50	5	11	14	14	16
126~147	50~55	1	4	4	5	5
148~166	55~60	2	3	3	4	4
167~184	60~65	1	3	4	3	4
185~200	65~70	2	2	1	2	2
200<	70<	1	1	2	1	1

D=500 $\mu\text{m}$ , I=60[A], Q=28ml/min

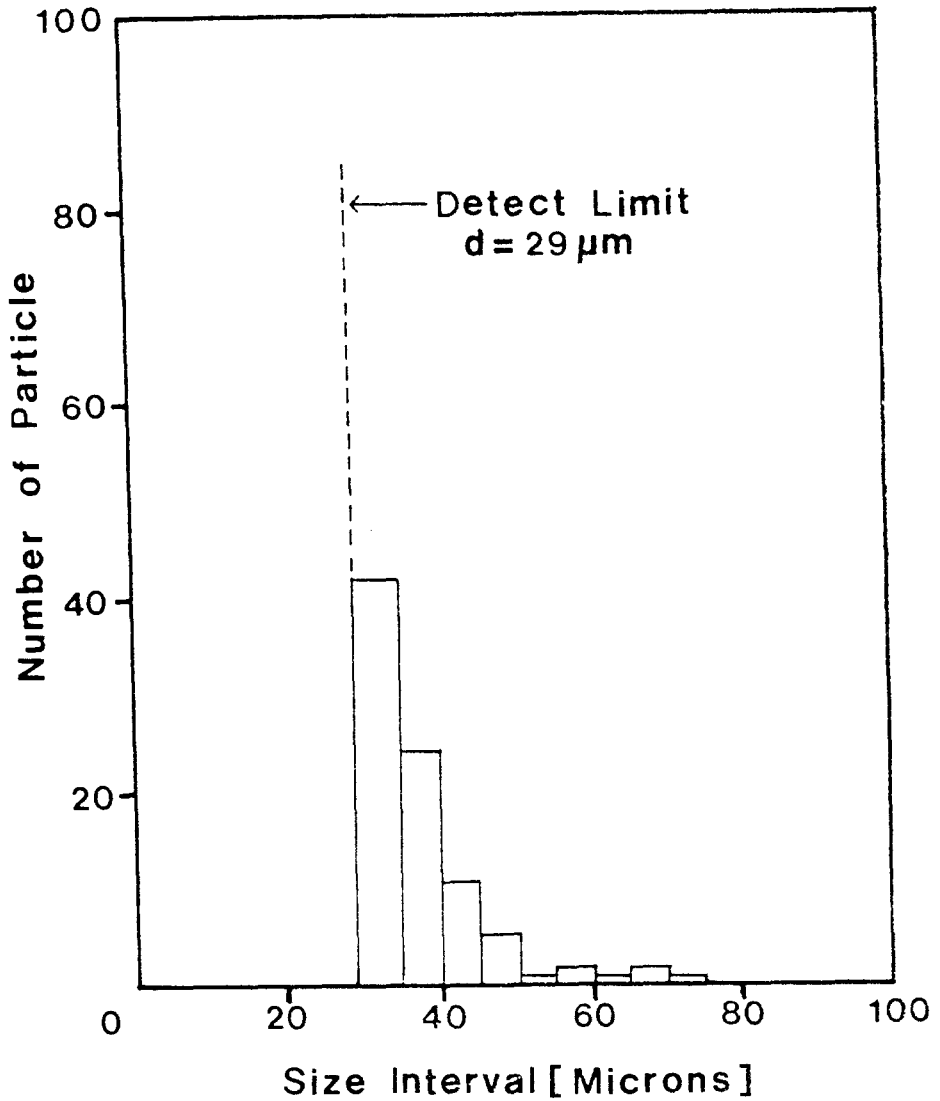


Fig. 4 ; Size distribution of impurities in the molten Zinc

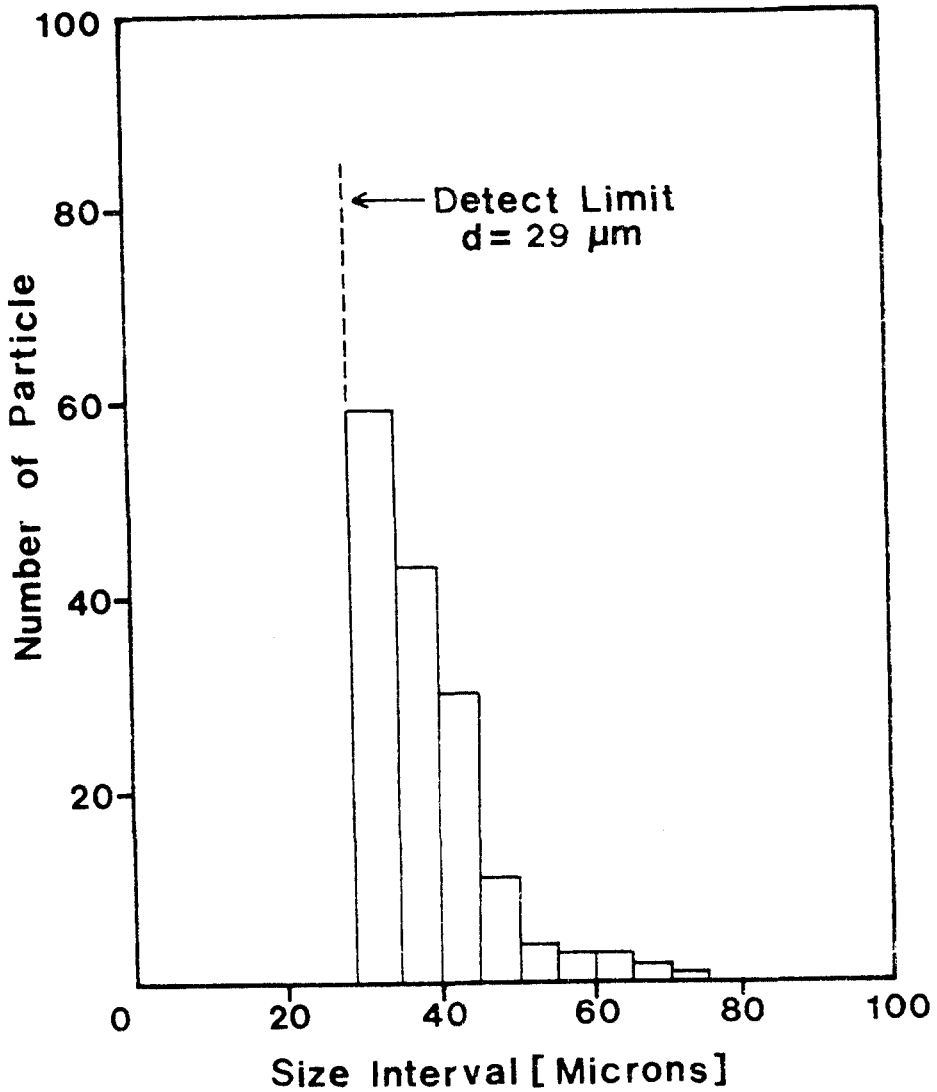


Fig. 5 ; Size distribution of impurities with 1% Pb addition to the Zinc

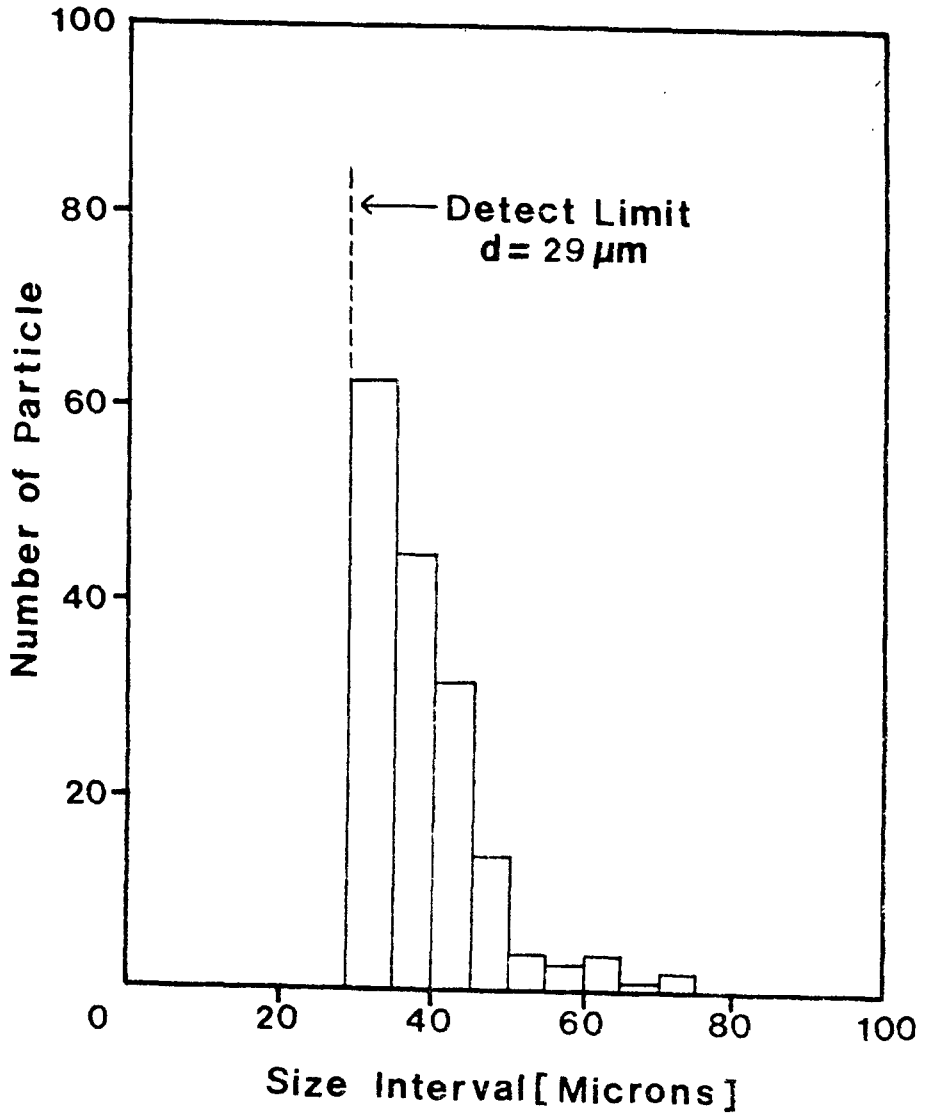


Fig. 6 ; Size distribution of impurities with 1.2% Pb addition to the Zinc



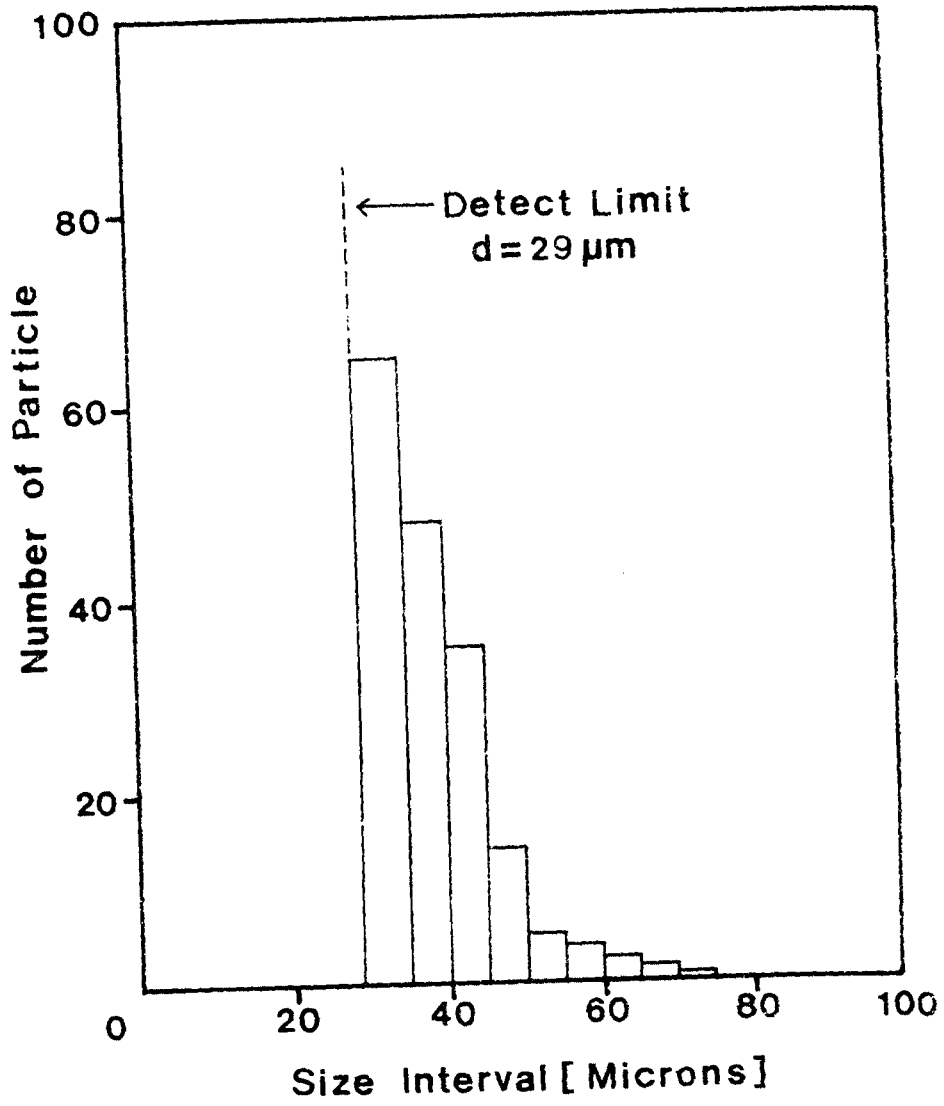


Fig. 7 ; Size distribution of impurities with 1.4% Pb addition to the Zinc

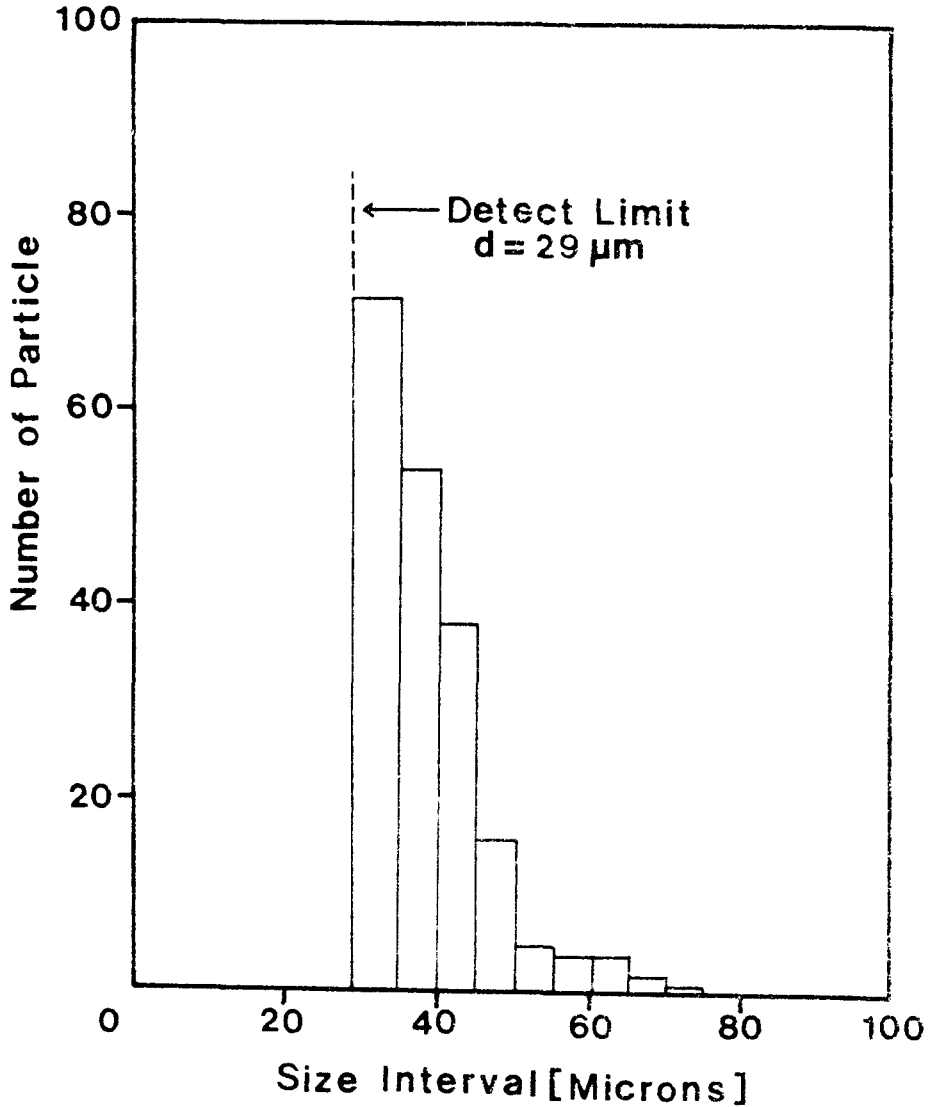


Fig. 8 ; Size distribution of impurities with 2% Pb addition to the Zinc

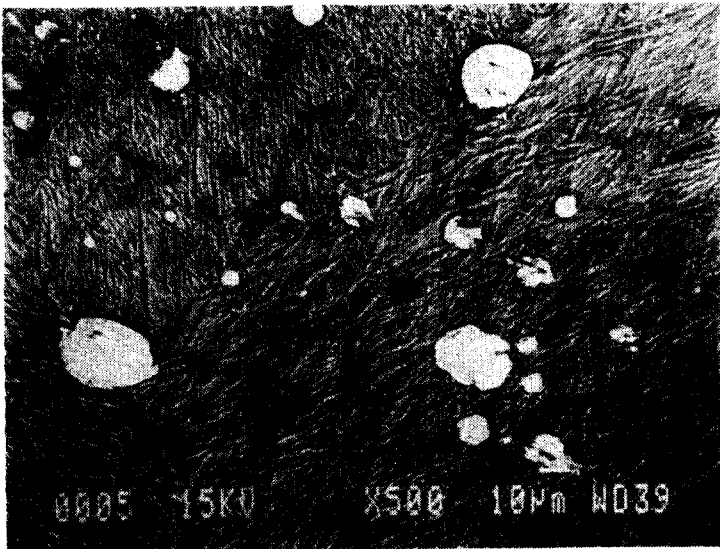
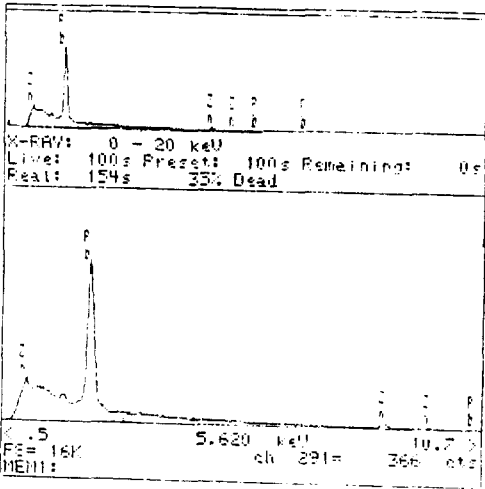
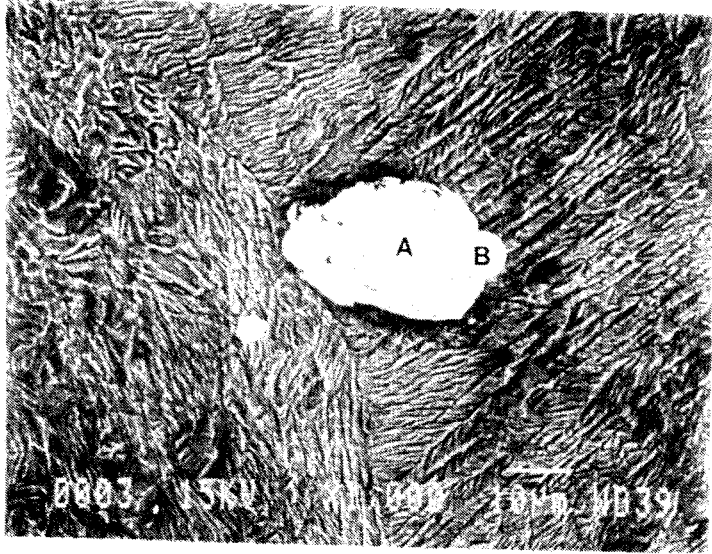
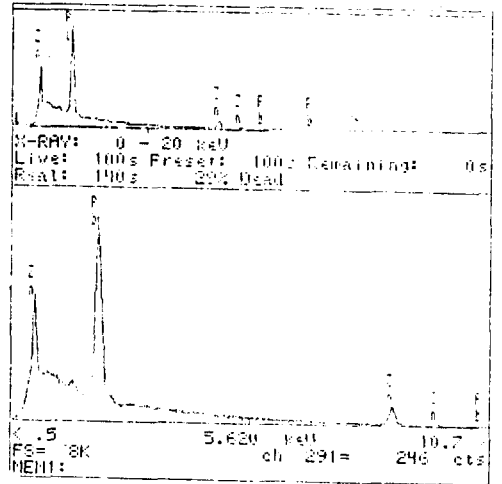


Photo. 1 ; Micrograph of SEM for 1.4% Pb addition to the Zinc  
(Bottom part)



(A)



(B)

Photo. 2 ; SEM-EDX spectra for the cross section of 1.4% Pb addition to the Zinc

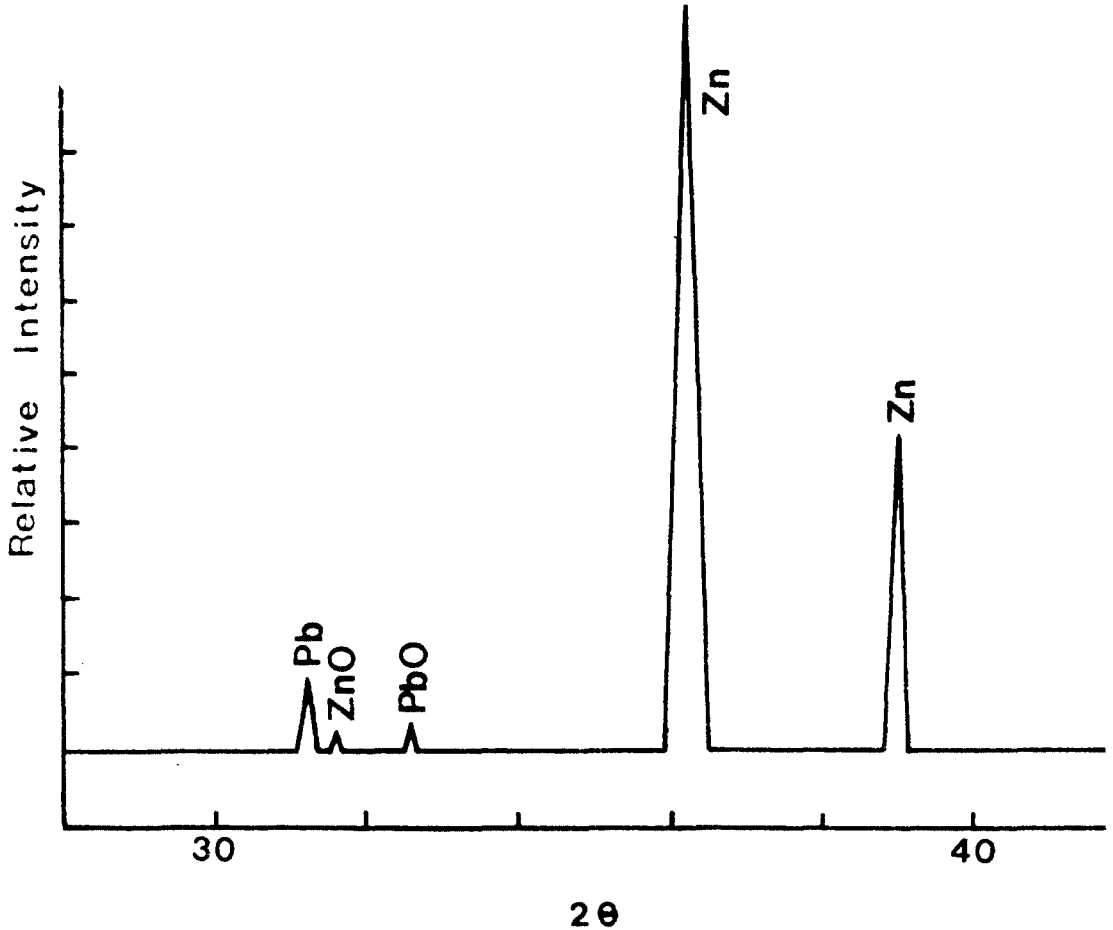
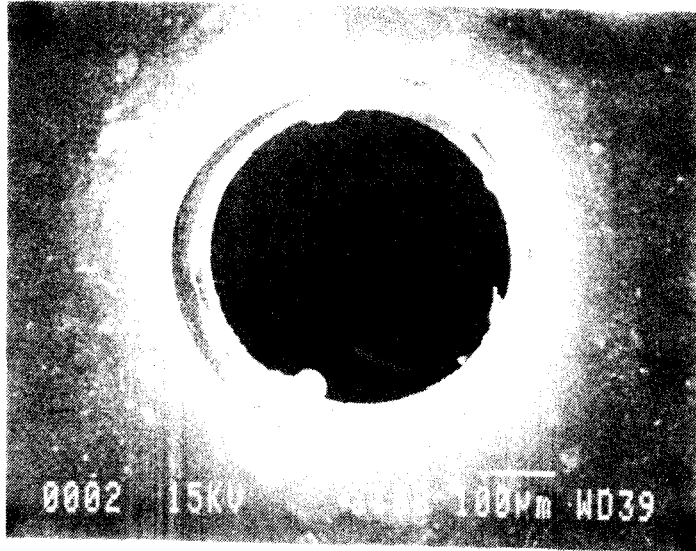


Fig. 11 ; Diffraction patterns of X-ray for 1.4% Pb addition to the Zinc

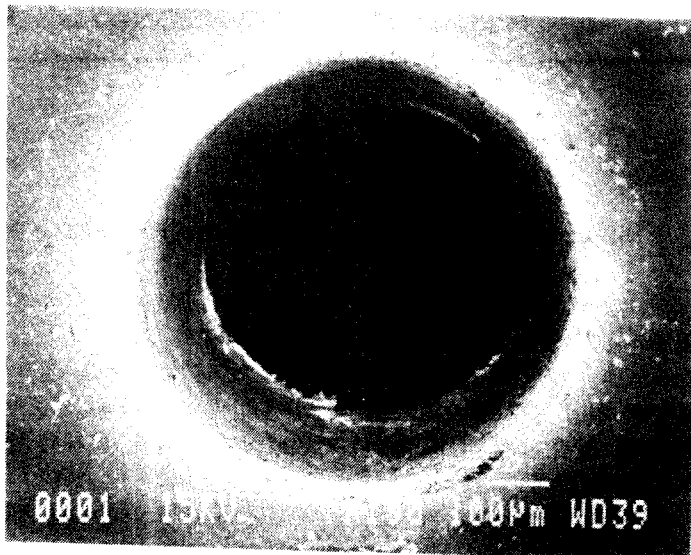
#### 4-2. 오리피스스의 안정성

식 (2)에서 보듯이, 전압 파동은 오리피스 직경인 D의 4승에 반비례하므로 오리피스 직경 치수의 수치적 안정성과 열적, 화학적 안정성이 유지되어야만 하며, 따라서 실험 전과 실험 후에도 오리피스의 크기가 일정해야 한다.

photo. 3에서 (a)는 실험 전의 오리피스를 (b)는 실험 후의 오리피스로, 460°C의 아연용탕에서 30분 동안 1회 사용한 후 상온까지 서냉시켜 튜브에 부착되어 있는 미량의 아연을 10% HCl 용액으로 제거시킨 후 주사현미경으로 사용 전과 사용 후의 오리피스를 비교하였다. 사진에서 보듯이 오리피스의 크기와 모양은 실험 전과 후에도 큰 변화가 없음을 알 수 있었다. 따라서, 실험에 사용된 pyrex tube는 약 700°C까지는 열적 안정성을 유지하므로 460°C의 아연용탕에서 사용된 오리피스의 직경은 실험 전의 직경과 거의 변화가 없는 것으로 확인되었다.



(a)



(b)

Photo. 3 ; Micrograph of SEM for the orifice in pyrex tube (a) before use and (b) after use for thirty minutes at 460°C

## 5. 결 론

용융 아연에 Pb를 첨가하여 저항 파동 원리를 이용한 LiMCA방법으로 실험한 결과는 다음과 같다.

1. 용융 아연에서 불순물의 입자 크기는 일정한 범위를 크게 벗어나지 않고  $d=50\mu\text{m}$  이 하인 입자 크기가 약 90%이상 존재함을 알 수 있었다.
2. Pb의 첨가량이 증가할수록 불순물의 입자수는 증가하였으며 실험 후 채취한 시편에 미량의 ZnO 및 PbO와 같은 산화물이 존재함을 확인하였다. 이는 아연용탕 내에서 PbO와 같은 산화물들이 불순물 입자로 거동하였을 것으로 사료된다.
3.  $460^{\circ}\text{C}$ 의 아연 용탕에서 사용한 pyrex tube의 오리피스 직경은 실험 전과 실험 후에 도 열적, 화학적으로 안정성을 유지하여 치수의 변화가 거의 없음을 확인하였다.

## 참 고 문 헌

- 1) H. Nordberg Swedish Symposium on Nonmetallic Inclusions in Steel, and R. Sandstrom Eds. Arranged by the Uddeholm Reserach Foundation, Swedish Institute for metal Rasearch, (1981) April 27-29
- 2) K. Bengtsson, "Inclusions and Polishability", (1981) 450 ~ 462
- 3) J. Langerweger, "Nonmetallic Particles as the Cause of Structural Porosity, Heterogeneous Cell Structure and Surface Cracks in DC Cast Aluminum Products", Light Metals, The Metallurgical Society of AIME, (1981) 685 ~ 705
- 4) S. kuyucak and R. I. L. Guthrie, "On Line Detection and Meaurement of Inclusions in Molten Alloys of Magnesium", Metal. Trans. (1987) 229 ~ 238
- 5) 양훈영, 김수영, 금속재료학, (1982), 448 ~ 452,
- 6) C. J. Siemensen, "Gas Chromatographic Analysis of Carbides in Aluminum and Magnesium", Fresenius. Z. Anal. Chem, 292 (1978) 207 ~ 212
- 7) C. J. Siemensen, "Sedi;mentation Analysis of Inclusions in Aluminum and Magnesium", Met. Trans. B, 12B (1981) 733 ~ 743
- 8) Don A. Doutre, "The Development and Application of a Rapid Method of Evaluating Molten Cleanlines", McGill University (1984)
- 9) S. A. Levy, "Applications of the Union Carbide Particulate Tester", Light Metals, The Metallurgical Society of AIME, (1981) 723 ~ 733
- 10) S. A. Levy, J. C. Milleer, P. McNanara and D. A. Feitig, "Molten Metal Quality-Particulate Tests", Light Metal, The Metallurgical Society of AIME, (1977) 149 ~ 169
- 11) M. G. Silk, "Sizing Crack-like Defects by Ultrasonic Means", in Research Techniques in Nondestructive Testing, r. I. Sharpe Ed., vOL. 3, Academic n.y., (1977) 97
- 12) D. E. Pitcheer and R. S. Young, "Methods of an Appraratus for Testing Molten Metal", U.S. Patent, 3, 444, 726, May 20, (1969)

- 13) J. E. Dore and J. C. Yarwood, "Ceramic Foam-A Unique Method of Filtering Molten Aluminum Alloys", Light Metals, The Metallurgical Society of AIME, (1977) 171 ~ 189
- 14) D. A. Bates and L. C. Hutter, "An Evaluation of Aluminum Filtering Systems Using a Vacuum Filtration Sampling Device", Light Metals, The Metallurgical Society of AIME, (1981) 707~721
- 15) F. R. Mollard, J. E. Dore and W. S. Peterson, "High Temperature Centrifuge for Studies of Melt Cleanliness", Light Metals, The Metallurgical Society of AIME, (1972) 483~500
- 16) D. J. Hedjazi, G. H. J. Bennet and V. Kondic, "Removal of Nonmetallic Inclusions and their Assessment of Al-alloy Melts", British Foundryman, 68 (1975) 305~309