고에너지 밀링공정을 이용한 조대 마그네슘 분말의 미세화 거동

송준우 · 김효섭 · 김홍물^a · 김택수^b · 홍순직*

공주대학교 신소재공학부 및 희소금속 연구소, ^a주하나산업, ^b한국생산기술연구원

Refinement Behavior of Coarse Magnesium Powder by High Energy Ball Milling (HEBM)

Joon-Woo Song, Hyo-Seob Kim, Hong-Moule Kim^a, Taek-Soo Kim^b, and Soon-Jik Hong*

Division of Advanced Materials Engineering & Institute for Rare Metals,
Kongju National University, 275, Budae-dong, Chenan, 330-717, Korea

^aHana Industries Co., Ltd., #251-1, Suwarm-Ri, Seotan-Myeon, Pyeongtaek-Si, Gyeonggi-Do, Korea

^bDept. Of Echo-materials and processing, Korea Institute of Industrial Technology (KITECH),
7-47 Songdo-dong, Yeonsu-gu, Incheon 406-130, Korea

(Received July 6, 2010; Revised July 21, 2010; Accepted July 30, 2010)

Abstract In this research, the refinement behavior of the coarse magnesium powders fabricated by gas atomization was investigated as a function of milling time using a short duration high-energy ball milling equipment, which produces fine powders by means of an ultra high-energy within a short duration. The microstructure, hardness, and formability of the powders were investigated as a function of milling time using X-ray diffraction, scanning electron microscopy, Vickers micro-hardness tester and magnetic pulsed compaction. The particle morphology of Mg powders changed from spherical particles of feed metals to irregular oval particles, then plate-type particles, with increasing milling time. Due to having HCP structure, deformation occurs due to the existence of the easily breakable C-axis perpendicular to the base, resulting in producing plate-type powders. With increasing milling time, the particle size increased until 5 minutes, then decreased gradually reaching a uniform size of about 50 micrometer after 20 minutes. The relative density of the initial powder was 98% before milling, and mechanically milled powder was 92~94% with increase milling time (1~5 min) then it increased to 99% after milling for 20 minutes because of the change in particle shapes.

Keywords : Microstructure, Rapid solidification, High energy milling, Magnesium, Refinement

1. 서 론

최근 들어 전세계적으로 기술력 및 경제력에 의한 자유경쟁체제가 확대됨에 따라 선진국에서는 기술적 우위를 점유하기 위하여 최첨단 기술 확보를 위한 연구들이 활발히 진행되고 있다. 특히, 자동차, 항공기 등의 수송 수단의 경량화와 방위 산업 및 우주항공 등의 첨단분야에 사용하기 위한 저 비용, 고기능성 재료에 대한 관심과 수요가 급격히 증가하고 있는 추

세이다[1].

마그네슘과 그 합금은 밀도가 1.8 g/cm³ 정도로 구조용 금속 재료 중에서 최소의 밀도를 가지며, 동시에 높은 비강도 및 비탄성 계수를 가지고 있다. 또 다른 특징으로는 진동 및 충격 등에 대한 흡수성이 탁월하고, 전기 및 열전도도, 가공성 및 고온에서의 피로, 충격 특성 등이 우수하여 자동차, 항공기 등의 수송수단과 일반기계, 전자제품 등의 무게절감에 의한 경량화가 필수적으로 요구되는 분야에서 광범위

*Corresponding Author : [Tel : +82-41-521-9387; E-mail : hongsj@kongju.ac.kr]

하게 사용되고 있다[2-4]. 특히, 마그네슘은 특유의 높은 발화성과 폭발성으로 방위산업과 우주항공분야의 추진체의 재료로서 사용되고 있을 뿐만 아니라, 높은 수소저장 특성으로 인하여 수소 저장합금이나 Ni-MH 배터리의 음극재료로서 각광을 받고있다[5-6]. 그러나, 마그네슘은 용점이 낮아 고온에서의 적용이 어렵고, 열악한 부식특성과 높은 산소민감성 때문에 그 적용범위가 제한되어 있다[7]. 이에 전 세계적으로 마그네슘과 그 합금의 이러한 단점들을 개선하고 활용하기 위한 다양한 합금과 공정들을 개발하기 위한 연구가 활발히 진행되고 있다. 최근의 많은 연구에서 마그네슘을 분말형태로 미세화하면 기계적 특성과 부식 저항성을 향상시킬 수 있고, 수소저장량의 증가 등 기존 벌크형태의 재료에 비해 우수한 특성을 나타내는 것으로 보고되고 있다[8-10]. 따라서 마그네슘 재료의 미세화를 통해 요구되는 조건에 맞는 기능성 분말을 제조함으로써 보다 다양한 분야에 적용할 수 있을 것으로 기대되고 있다.

일반적으로 금속재료의 분말화 및 미세화하는 대표적인 방법으로서 액체상태로부터의 급속응고를 이용한 가스분무법과 고에너지 불릿에서 분말입자들의 냉각용접과 파괴, 재용접을 포함하는 분말 공정법인 기계적 밀링 공정 등이 이용되어지고 있다. 가스분무법으로 제조된 분말은 대량생산이 가능하고 우수한 특성을 나타내지만 그 크기범위가 다양하여 일부 조대한 분말들은 낮은 기계적 특성으로 인해 사용처가 매우 제한되어 있다. 이를 기계적 밀링 공정과 같은 방법을 이용하여 효과적으로 미세화하면 다시 다양한 분야에 재활용이 가능하지만, 기존의 밀링공정이 갖는 한계(용기 내 온도상승, 긴 밀링시간)로 인해 재활용 정도는 매우 미흡한 실정이다. 그러나 공정 개발에 대한 연구가 활발히 진행됨에 따라 최근에는 챔버 내 온도 및 분위기의 제어가 가능할 뿐만 아니라 짧은 시간동안 매우 높은 에너지를 전달함으로써 다양한 재료의 효과적인 미세화가 가능하다고 보고되고 있다[11-13]. 따라서 유사한 형태의 효과를 나타내는 급속응고 공정과 기계적 밀링 기술을 이용하면 분말 및 조직의 미세화와 기계적, 화학적 성질이 개량된 우수한 특성을 갖는 고품질의 기능성 분말의 제조가 가능할 것으로 기대된다. 또한, 기존 연구에서는 마그네슘 분말의 발화 및 폭발성 때문에 미세화거동에 관한 명확한 연구가 진행되지 못하였으

로, 본 연구를 통하여 이러한 분말의 효율적인 제조조건을 확립하는데 있어서 중요한 의미를 가진다고 할 수 있다.

이에 본 연구에서는 낮은 기계적성질로 인하여 응용범위가 좁은 가스분사법으로 제조된 조대한(90~250 μm) 마그네슘 분말을 고에너지 밀링공정을 이용하여 다양한 분야에 응용가능한 50 μm 크기의 균일하고 미세한 분말을 제조하고자 하며, 이러한 밀링 과정 동안 발생하는 분말미세화 거동과 특성에 관한 내용을 보고하고자 한다.

2. 실험방법

본 연구에 사용된 마그네슘 분말은 상업용으로 사용되는 마그네슘 순금속을 아르곤 분위기의 고주파 유도로서 용융시킨 후 고압의 아르곤 가스를 분사하여 제조하였다. 제조된 분말의 분급은 분급용 체를 사용하여 기계적인 방법으로 분급하였으며, 이 중 본 연구에서는 순도 99.99%, 평균입경 90~250 μm 크기 범위를 갖는 분말을 사용하였다. 이는 가스분사법으로 제조된 전체 분말량의 50 wt%에 해당된다.

고 에너지 밀링(Planetary Mill P100)은 직경 74 mm, 길이 60 mm의 견고한 스테인리스강 재질의 용기를 사용하였으며 냉각수를 이용하여 용기 외부를 냉각시킬 수 있는 구조에서 수행되었다. 밀링볼은 직경 7.5 mm의 스테인리스강 볼을 이용하였으며, 볼 대 분말의 비는 무게 비로 20:1로 하여 원료분말과 밀링볼을 밀링용기에 장입한 후 아르곤가스로 치환한 글러브박스내에서 밀폐하였다. 볼 밀링의 회전 속도는 본 장비의 최대 회전속도인 1100 rpm을 유지하였으며, 볼 밀링 시간은 1분, 5분, 10분 그리고 20분까지 다양하게 변화시켰다. 또한, 분말의 미세화 공정의 전 과정에서 높은 회전속도에 의해 발생하는 용기 내부의 온도를 낮추고, 분말 간의 접촉을 방지하며, 파쇄를 촉진하기 위하여 밀링용 용기는 밀링 전 과정동안 냉각수로 순환냉각을 실시하였다.

볼 밀링된 분말의 미세조직은 주사전자현미경과 광학현미경을 이용하여 관찰하였으며, 분말의 결정구조는 X-선 회절분석기를 이용하여 분석하였다. 분말의 입도분석과 비표면적은 입도분석기(MASTERSIZER 2000)를 이용하여 분석하였다. 분말의 경도는 분말을 에폭시로 마운팅하여 연마 후, 하중 25그램의 마이크

Fig. 1. Low and high magnification SEM micrographs of Mg powders produced by HEBM with varying milling time: (a, b) 0 min, (c, d) 1 min, (e, f) 5 min, (g, h) 10 min and (i, j) 20 min.

로비커스 경도기를 이용하여 측정하였으며, 각각의 경도는 위치에 따라 15회 측정한 후 평균값을 사용하였다. 밀링된 분말은 자기펄스 압축성형장치를 이용하여 직경 10 mm 몰드에서 2 GPa의 압력으로 성형하였으며, 성형체의 밀도 및 경도를 측정하여 밀링 시간에 따른 성형특성 및 기계적 성질을 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

그림 1(a)와 (b)는 가스분사법으로 제조된 마그네슘 분말의 저배율과 고배율의 주사전자현미경 사진을 나타내고 있다. 가스 분사된 분말(그림 1(a))의 크기는 대략 90~250 μm 이고, 몇몇 타원형의 분말을 제외하고는 대부분 구형의 형태를 나타내고 있다. 고

배율 현미경사진(그림 1(b))을 보면, 구형 분말 주위로 아주 미세한 위성형 분말이 일부 관찰될 뿐 전체적으로 미려한 표면을 나타내고 있는 것을 알 수 있다. 그림 1(c), (e), (g) 그리고 (i)는 각각 1, 5, 10, 20분 동안 기계적으로 밀링한 마그네슘 분말의 형상 및 크기를 나타내고 있으며, 이들 분말의 고배율 사진을 그림 1(d), (f), (h) 그리고 (j)에 각각 나타냈다. 고에너지 밀링 시간이 증가함에 따라 초기의 가스분사된 분말(그림 1(a), (b))은 1분 밀링 후 전체적으로 크기가 증가하였으며, 압접에 의해 형성된 일부 조대한 분말들에서 형상이 불규칙한 타원형으로 변화됨을 관찰할 수 있었다. 평균 크기는 초기의 90~250 μm 에서 최대 800 μm 까지 증가하였다. 5분 밀링한 분말(그림 1(e))에서는 일정크기에 도달한 분말들이

Fig. 2. Scanning electron micrographs HEBM-ed Mg powder particles for various milling time (a) 1 min, (b) 5 min, (c, d) 10 min and (e) 20 min.

볼의 충격에 의한 변형으로 판상입자(plate-type particle)로 변화하였음을 알 수 있었다. 전체적으로 이러한 판상의 입자들을 쉽게 관찰할 수 있었으나, 여전히 구형과 타원형의 분말들이 다수 존재하였다. 이러한 판상의 입자들은(그림 1(f)) 400 μm 이상의 직경과 20 μm 이하의 두께를 나타내었다. 계속적인 밀링으로 10분 밀링한 분말(그림 1(g))에서는 모든 분말들이 판상의 형태로 변하였으며, 이러한 판상입자들이(그림 1(h)) 파쇄되어 300 μm 이하의 크기로 감소하였다. 또한, 조대한 판상입자 표면에 파쇄된 작은 입자들이 응집되어 있는 분말도 다수 관찰되었다. 이후 최종적으로 20분 밀링한 분말(그림 1(i))에서는 판상입자들이 반복적인 볼의 충격으로 인하여 완전히 파쇄되었으며, 10~20 μm 분말들이 응집되어 평균 50 μm 의 미세하고 균일한 분말들로(그림 1(j)) 제조되었음을 알 수 있었다.

이러한 분말형상의 관찰 결과에 따르면 초기의 조대한 마그네슘 분말(90~250 μm)은 20분의 짧은 밀링 공정에 의하여 평균 50 μm 크기를 갖는 분말로 미세화가 가능하였다. 이는 기존의 연구들에서 보고된 결과에 비하여 상대적으로 매우 짧은 시간이다.

기존의 저에너지 밀링 공정을 이용하여 분말을 충분히 미세화하기 위해서는 최소 수십 시간에서 수백 시간 이상의 극단적으로 긴 볼 밀링 시간이 요구되었지만[14-15], 본 연구에 사용된 고 에너지 밀링 장치는 순간적인 높은 응력으로 매우 큰 에너지를 전이할 수 있으므로 일반 밀링 장치와 비교하여 같은 조건에서 짧은 시간에 효과적으로 미세화가 가능하였다.

그림 2는 밀링과정에서 발생하는 이러한 마그네슘 분말의 판상입자 형성과정을 나타내는 미세조직 사진이다. 초기의 구형 또는 타원형의 분말입자가 볼에 의한 충격으로 그림 2(a)와 같이 변형이 시작되었다. 변형된 분말은 지속되는 충격에 의해 그림 2(b)와 같이 치츄 판상형태의 분말입자를 형성하며, 이러한 변형은 가속화되어 두께 10~20 μm 까지 진행되다가(그림 2(c)), 볼의 반복적인 충격에 의해 그림 2(d)과 같이 균열이 발생하기 시작하고 이들의 파쇄 및 압접이 반복되면서 그림 2(e)와 같이 미세화되는 것을 관찰할 수 있었다.

일반적으로 알루미늄과 같은 대부분의 연성금속은 밀링이 진행됨에 따라 반복적인 압접과 파쇄로 인하여 최종적으로 구형의 균일하고 미세한 분말을 형성

Fig. 3. Schematic diagram showing refinement process of Mg powders during mechanical milling.

하는 것으로 알려져 있다. 하지만 본 연구에서 사용된 마그네슘 분말은 밀링이 진행됨에 따라 독특한 형태의 판상입자를 형성하였는데, 이와 같은 현상은 FCC나 BCC 구조인 대부분의 금속들과는 다르게 마그네슘이 갖는 특유의 HCP 구조에 기인한 것으로 생각된다. HCP 구조를 갖는 재료는 외부에 충격에 의해 상대적으로 취약한 c축과 수직인 기저면 방향으로 변형이 발생한다[16-17]. 따라서 이와 같은 미세화 과정은 구형 또는 타원형의 마그네슘 분말입자가 불과 볼 사이에서 수직으로 충격 또는 압축을 받으면서 비교적 변형이 유리한 기저면 방향으로 슬립이 발생하여 판상입자를 형성하고, 지속적인 충격으로 전위가 증가하면서 임계치에 도달하게 되면 더 이상 변형이 진행되지 않고 전단이 발생하여 균열이 형성되고 파쇄가 되어 미세화 되는 것으로 생각된다.

그림 3은 본 실험에서 연구된 고 에너지 볼 밀링 과정 동안 마그네슘 분말의 미세화 과정을 설명하고 있는 모식도 이다. 초기의 부드럽고 연성을 가진 구상형 분말입자들이 충돌하는 볼사이에서 미끄러져 회전하는 불과 볼 혹은 회전하는 불과 밀링기 사이에서 냉간용접되고 합성되어 입자의 크기가 증가하게 된다. 이렇게 형성된 입자가 볼의 충돌작용에 의해 수직한 불과 볼사이 또는 불과 용기 사이에서 냉간 압착된 후, 미세단조되어 차츰 판상화 된다. 지속적인 밀링으로 모든 분말이 변형되어 판상화되고, 기계적 밀링 과정동안 발생하는 다양한 결정결합과 격자 변형에 의해 가공경화 되어 취성이 있게 된다. 반복적인 충격으로 판상의 분말입자에 균열이 발생하고 파쇄되어 미세화되고, 이렇게 미세화된 분말이 일정 크기에 이르면 분말입자의 크기는 더 이상 변화하지 않고 일정하게 유지된다. 미세화 된 분말간에는 인력이 발생하여 응집되고 균일화되는 미세화 거동을 보임을 알 수 있었다.

이러한 밀링공정을 통한 마그네슘 분말의 미세화 과정은 기존의 다른 연구들에서도 일부 보고되고 있지만 기존 연구에서는 저 에너지 밀링이나 SPEX 8000과 같은 비교적 높은 에너지의 밀링공정을 이용하였으며, 이들 연구에서는 본 연구에서 사용된 고에너지 밀링장치에 비하여 상대적으로 매우 긴 시간(40시간~200시간)과 이로 인해 발생하는 자(jar) 용기 내부의 높은 열로 인하여 발화 및 폭발성의 위험이 있는 마그네슘 분말의 충분한 미세화가 불가능하였

다[18-19]. 그러나 본 연구에서 사용된 고에너지 밀링장치는 기존의 밀링장치에 비해 매우 높은 회전력으로 인해 보다 강력한 에너지를 전이할 수 있을 뿐만 아니라, 수분사를 이용한 지속적인 냉각으로 용기 내부의 온도를 평균 40~50°C 내외로 유지할 수 있으므로, 기존 연구에서 달성하지 못한 단계의 마그네슘 분말의 미세화를 관찰할 수 있었다. 이러한 측면에서 본 연구에서 규명된 마그네슘 분말의 미세화 메커니즘은 이후의 연구들에 있어서 유용한 기초자료로서 활용될 수 있을 것으로 생각된다.

기계적 밀링 동안 발생한 이러한 분말의 미세조직의 전개의 변화를 이해하기 위해서는 볼 밀링된 분말들의 단면조직을 관찰해 볼 필요가 있다. 따라서, 그림 4에서는 볼 밀링된 분말의 밀링 시간에 따른 단면 미세조직의 변화를 관찰하였다. 밀링 초기상태에서의(1분) 단면 미세조직은 그림 4(b)에서 보여주듯이 가스분사된 분말들이(그림 4(a)) 밀링 과정에서 지속적인 볼의 충격으로 분말 간 냉간압접이 발생하여 그 크기가 증가하였음을 알 수 있다. 타원형의 조대한 분말 단면 미세조직에서 초기의 구형입자들이 압접되어 하나의 분말이 형성되는 과정을 확인 할 수 있다. 이후 밀링시간이 5분으로 증가함에 따라 그림 4(c)와 같이 판상의 입자들이 형성되었으며, 이 과정에서 형성된 판상입자의 내부에서는 아무런 균열현상이 관찰되지 않았다. 하지만 10분(그림 4(d))에서 관찰된 판상입자의 내부에서는 심한 균열이 관찰되었다. 20분(그림 4(e))에서는 반복적인 파쇄로 미세해진 분말들간의 인력에 의해 비교적 결합이 유리한 넓은 면끼리 결합이 발생하여 한 방향으로 응집되어 있음을 관찰할 수 있었다. 밀링과정에서 밀링 볼에 의해 분말입자에 작용하는 힘은 (1) 충격(impact) 및 (2) 전단(shear), (3) 마찰(friction), (4) 압축(compression)력으로 대별할 수 있다[20]. 그 중 충격과 압축에 의해 입자의 판상화, 접혀짐, 포개어짐, 늘어짐 등이 일어나며, 전단 및 마찰에 의해 입자의 미세화가 일어난다. 즉, 밀링 초기(1~5분)에서는 충격, 압축에 의해 공급되는 에너지가 입자의 변형에 주로 이용되었으며, 10분 이후에서는 전단 및 마찰에 의한 균열형성이 입자의 파쇄 및 미세화에 중요한 역할을 하였음을 알 수 있었다.

그림 5는 고 에너지 밀링 공정에서 밀링시간의 함수로서 평균분말 입자 크기를 나타낸 것으로, 평균

Fig. 4. Cross-sectional scanning electron micrographs of Mg powder (a) As-atomized and HEBM-ed (b) 1 min, (c) 5 min, (d) 10 min and (e) 20 min.

Fig. 5. Variation in particle size of Mg powder as a function of milling time.

입자크기는 5분까지 증가하였다가 이후 급격히 감소하여 20분에서 최종 입자 크기에 도달한 것을 확인할 수 있다. 마그네슘 분말의 밀링 시간에 따른 평균 입자 크기의 변화는 분말의 형상을 제외하고 다른 연성 금속들과 일치하는 경향을 나타내었다. 하지만 마그네슘은 다른 금속에 비해 상대적으로 낮은 연성값을 가지므로(알루미늄: ~25%, 마그네슘: ~14%)[19] 보다 짧은 시간에 미세한 분말로 제조가 가능할 것으로 생각된다.

그림 6은 밀링시간에 따른 마그네슘 분말의 비표면적의 측정결과를 나타내고 있다. 밀링 시간이 증가함에 따라 비표면적은 10분 까지 서서히 증가하다가 10분 이후 급격히 증가하였음을 알 수 있다. 이는 분

Fig. 6. Variation in specific surface area of Mg powder as a function of milling time.

Fig. 8. Vickers hardness of HEBM-ed Mg powder as a function of milling time.

Fig. 7. XRD patterns of HEBM-ed Mg powders produced with different milling time.

연구에서 관찰된 미세조직에서 분말의 급격한 미세화 및 응집이 발생하는 시점과 일치하였으며, 이러한 높은 비표면적 값은 결과적으로 분말간의 반데르발스 인력을 야기하여 응집을 발생시키는 원인으로 작용하였음을 알 수 있었다.

그림 7은 가스분사된 분말을 20분까지 기계적으로 밀링된 분말의 X선 회절분석 결과를 나타내고 있다. 밀링 시간이 증가함에 따라 (002)의 회절 피크 강도의 변화가 심하게 나타났다. 초기 1분까지는 피크 강도의 변화가 없다가 5분에서는 (002)의 회절 피크 강도가 다소 증가하였는데 이는 HCP구조인 마그네슘 분말이 초기의 비교적 낮은 변형 에너지에 의해 전위가 형성되고, 다른 방향보다 취약한 c축에 수직

한 방향인 기저면 방향((002)면)으로 전위 이동에 의한 슬립 변형이 발생하였기 때문이다[21]. 이후 지속적인 에너지의 공급으로 분말의 모든 방향에서 무작위로 전위가 형성되어 변형이 일어나다가 전위의 양이 임계치에 이르면 더 이상 변형은 일어나지 않고 상대적으로 충격에 취약한 상태가 된다. 계속되는 밀링으로 판상 분말입자들이 전단에 의한 균열과 파쇄로 인해 미세화되어 10분에서는 (002) 피크의 강도가 감소하였음을 알 수 있었다. 또한, 측정된 X선 회절분석 결과의 주 피크를 이용하여 이들의 반가폭을 계산하여 본 결과, 1분 밀링한 분말은 0.246으로 밀링 전 분말과 큰 차이가 없었으며, 5분에서 급격히 감소하여 0.197을 나타내었다. 이후 10분까지 다시 급격히 증가하다가 이후 서서히 증가하여 최종 20분에서 0.223의 값을 나타내었다. 이는 앞선 분말입자 크기 변화 경향들과 잘 일치함을 확인할 수 있었다.

그림 8은 밀링 시간과 마이크로버스 경도와의 관계를 나타낸 그래프이다. 분말의 경도는 1분까지 증가(45 kg/mm²)하였다가 판상형태의 입자로 변하는 5분에서 30 kg/mm² 까지 급격히 감소하였다. 다시 이들 분말이 미세화 되는 10분까지 다시 급격히 증가하였고, 이와 같은 경향은 20분까지 계속 증가하여 최고 50 kg/mm²을 나타내었다. 밀링과정에서 나타나는 이러한 경도의 변화는 다음과 같이 해석할 수 있다. 기계적 밀링은 다양한 결정결함과 격자변형을 동반하며, 분말입자들은 가공경화 되어 단단해진다. 따라서 초기 1분에 나타나는 경도증가는 분말표면의 전

Fig. 9. Variation of density in MPC-ed Mg bulk with different milling time.

Fig. 10. Vickers hardness of MPC-ed Mg bulks as a function of milling time.

위집적에 의한 가공경화 때문이며, 이후 5분에서는 기저면 방향으로 전위가 이동함으로써 슬립에 의한 변형이 일어나면서 가공경화 효과는 사라지고 경도는 감소하게 된다. 계속되는 밀링으로 10분에서는 변형이 감소하면서 분말 내부에 전위집적도가 다시 증가하여 경도는 증가하게 되고 임계치에 이르면 거의 일정한 값을 나타내게 된다.

그림 9는 밀링된 분말들을 짧은 시간에 높은 성형 압력으로 분말의 성형이 가능한 신성형 공정인 자기 펄스 압축성형장치(Magnetic Pulsed Compaction: MPC)를 이용하여 직경 10 mm의 몰드에서 2 GPa의 압력으로 성형한 성형체의 상대밀도를 나타내고 있다. 초기의 가스분사법으로 제조된 분말은 구형 분말이 가지는 우수한 유동성 및 낮은 강도로 인하여 약 98%의 높은 성형 밀도를 나타내었다. 밀링 시간이 증가함에 따라 타원형 또는 판상형태로 변하는 1~10분까지는 94~92%로 상대적으로 낮은 밀도를 나타내었으며, 최종 미세화 된 20분에서는 초기 보다 우수한 99%이상의 높은 성형특성을 나타내었다. 성형에 있어서 분말입자의 형상은 분말 충전성(packing), 유동성, 압축성과 관련이 있으며 이는 결과적으로 최종 성형체의 밀도와 기계적 성질에 큰 영향을 미친다[22]. 따라서 1~10분 사이에서 밀도가 크게 감소한 이유는 불규칙한 타원형 또는 판상의 입자들에 의해 감소한 충전율과 낮은 변형률로 인한 압축성의 저하로 성형체 내부에 많은 수의 기공과 결함이 발생했기 때문으로 해석된다.

그림 10은 밀링시간에 따른 성형체의 경도를 측정

하여 나타낸 그래프로서 측정된 결과 앞선 성형밀도와 일치하는 경향을 나타냈다. 초기 가스분사된 분말과 20분 밀링된 분말의 성형체에서 약 60 kg/mm²의 높은 값을 나타내었으며, 분말의 크기와 형상의 변화가 시작된 1분부터 10분까지는 평균 약 43 kg/mm²로 상대적으로 낮은 정도 값을 나타내었다.

이상의 연구결과들로부터 본 연구는 기계적 성질이 떨어지는 조대 마그네슘 분말의 미세화 제어를 통하여 응용범위가 넓은 고품위 미세 마그네슘 분말을 제조할 수 있는 공정 기술을 확보하였다. 또한, 마그네슘 분말의 기계적 합금화에 있어서 분말입자의 미세화 거동을 제시하였다.

4. 결 론

본 연구에서는 고 에너지 밀링 장비를 이용하여 가스분사된 마그네슘 분말을 20분 까지 기계적 밀링하여 밀링 시간에 따른 입자 미세화, 미세조직, 미소경도 그리고 성형특성에 대한 연구를 진행하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) 밀링 시간에 따른 분말의 미세조직 전개를 통하여 마그네슘 분말의 미세화 과정을 확인할 수 있었다. Mg 분말입자의 형태는 초기의 구형의 원료분말 입자로부터 불규칙한 타원형을 거쳐 판상입자로 변형되었으며, 제조된 분말의 크기는 판상입자가 형성되는 5분까지 급격하게 증가하였다가 이후 파쇄로 인하여 분말 크기가 지속적으로 감소하여 20분에서 상용화가 가능한 평균 50 μm 크기의 분말을 얻을 수

있었다.

2) 일반적으로 대부분의 연성금속은 밀링이 진행됨에 따라 반복적인 압점과 파쇄로 인하여 최종적으로 구형의 분말을 형성하는 데 비해 마그네슘 분말은 밀링이 진행됨에 따라 독특한 형태의 판상입자를 형성하였다. 이는 마그네슘 특유의 HCP 구조에 기인하며 외부의 충격에너지에 의해 변형이 유리한 c축의 수직인 기저면 방향으로 변형이 발생했기 때문이다.

3) 밀링 시간에 따른 분말의 성형밀도는 초기의 구형 입자들(98%)에서 분말의 변형이 시작되는 1분에서 감소하여 판상형태의 10분까지 지속적으로 감소하였고, 분말입자의 미세화가 완전히 진행된 20분에서 다시 급격히 증가하여 99%의 높은 성형특성을 나타내었다. 결과적으로 마그네슘 분말의 미세화의 중간단계인 조대한 판상형태의 입자가 성형성을 저하시키며, 높은 성형성 및 기계적 특성을 위해서는 충분한 미세화가 요구된다는 것을 알 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 2009년도 지식경제부의 재원으로 한국에너지기술평가원(KETEP)의 지원을 받아 수행한 연구 과제입니다(S20090030).

참고문헌

- [1] B. L. Mordike and T. Ebert: Mater. Sci. Eng. A **302** (2001) 37.
- [2] S. W. Lim, T. Imai, Y. Nishida and T. Cho: Scripta Metall. **32** (1995) 1713.
- [3] M. A. Thein, L. Lu and M.O. Lai: J. Mater. Process. Technol., **209** (2009) 4439.
- [4] B. Wolf, C. Fleck and D. Eifler: Int. J. Fatigue **26** (2004) 1357.
- [5] S. Bouaricha, J. P. Dodelet, D. Guay, J. Huot, S. Boily and R. Schulz: J. Alloys Compd., **297** (2000) 282.
- [6] H. Imamura, K. Masanari, M. Kusuhara, H. Katsumoto, T. Sumi and Y. Sakata: J. Alloys Compd., **386** (2005) 211.
- [7] C. Chen, G. Zhang, W. Wang and Z. Wang: Mater. Sci. Eng. A **272** (1999) 363.
- [8] M. O. Lai, L. Lu and W. Laing: Comp. Struct., **66** (2004) 301.
- [9] T. Yamasaki, Y. J. Zheng, Y. Ogino, M. Terasawa, T. Mitamura and T. Fukami: Mater. Sci. Eng. A **350** (2003) 168.
- [10] K. I. Moon and K. S. Lee: J. Alloys Compd., **291** (1999) 312.
- [11] B. Ghosh and S. K. Pradhan: J. Alloys compd., **486** (2009) 480.
- [12] Ismail Ozdemir, Sasha Ahrens, Silke Mucklich and Bernhard Wielage: J. Mater. Process. Technol., **205** (2008) 111.
- [13] B. Ghosh and S. K. Pradhan: J. Alloys Compd., **477** (2009) 127.
- [14] Y. R. Uhm, J. W. Kim, J. W. Jung and C. K. Rhee: J. Kor. Powder. Metall. Inst., **16** (2009) 110 (Korean).
- [15] J. W. Song, H. S. Kim, S. S. Kim, J. M. Koo and S. J. Hong: J. Kor. Powder. Metall. Inst., **17** (2010) 242 (Korean).
- [16] M. H. Yoo: Metall. Trans. A **12** (1981) 409.
- [17] H. Tonda and S. Ando: Metall. Mater. Trans. A **33** (2002) 831.
- [18] M.-H. Grosjean, M. Zidoune, L. Roue, J. Huot and R. Schulz: Electrochim. Acta, **49** (2004) 2461.
- [19] S. Hwang, C. Nishimura and P. G. McCormick: Mater. Sci. Eng. **318** (2001) 22.
- [20] G. G. Lee, Ryuzo Watanabe, I. P. Park and H. Y. Jeoung: J. Kor. Inst. Met. Mater. **33** (1995) 888. (Korean)
- [21] K. Asano, H. Enoki and E. Akiba: J. Alloys Compd., **486** (2009) 115.
- [22] H. H. Hausner and M. K. Mal: Hand book of Powder Metallurgy, second edition, Chemical Publishing, New York, NY, 1982.