

고에너지 볼밀링에 의한 Zr-Cu계의 준평형상 분말 형성 (Formation of metastable Zr-Cu powders by high-energy ball milling)

*박희상, **김용진, *안중호
(*안동대학교 재료공학과, **한국기계연구원)

1. 서론

일반적으로 분말의 기계적 합금화(mechanical alloying)는 볼과 볼, 또는 볼과 용기내벽 사이에서 반복되는 충돌(collision)이나 마찰(friction)에 의한 금속분말의 냉간압접과 파단에 의해 일어난다. 그러나 이러한 기계적 합금에 대한 최적의 밀링조건은 용기의 회전속도, 볼과 분말의 무게비, 볼의 크기, 장입비 등에 의존한다고 알려져 있으나 보다 체계적 연구는 미흡한 편이다. 본 연구에서는 수평식 볼밀의 최적 밀링조건을 알아보기 위해서 기계적 합금화에 의해 준안정 비정질상을 잘 형성하는 Zr-Cu계를 선택하여 조사하였다. 이를 위하여 용기의 회전속도, 볼과 분말의 무게비, 볼의 크기 등을 달리 하여 준평형상 형성과정을 비교하였다.

2. 실험 방법

출발분말은 Zr과 Cu를 50:50의 원자비로 하여 30g을 정량으로 하였으며, 밀링용기의 분위기는 진공 후 Ar분위기로 하여, 용기의 회전속도, 볼의 크기, 분말과 볼의 장입비 등을 변화시켜 실험하였다. 각 조건에서의 밀링 중 볼의 운동은 활동사진으로 찍어 분말의 밀링효과와 연관 지어 분석하였다. 밀링효과는 시간별로 채취한 분말의 XRD, SEM, DSC, TEM 관찰로 조사하였다. 결정립의 크기변화는 XRD를 이용한 Scherrer방법으로 구해서 비교해 보았다.

3. 결과 및 고찰

일반적으로 알려진 밀링의 최적 조건은 볼의 충격(collision or impact)을 최대로 하는 것에 근거를 하고 있다. 그러나 본 실험에서는 충격에 의한 밀링효과 보다는 볼과 볼 사이, 또는 볼과 용기내벽 사이의 마찰에 의한 합금화 효과가 더 큰 것으로 나타났다. 특히 볼과 용기내벽의 마찰이 최대가 되는 밀링조건에서의 기계적 합금화가 더 잘 이루어지는 것으로 나타났다. 이러한 결과는 X-ray 상분석이나 이를 이용한 결정립 크기 변화의 비교에서도 확인 할 수 있었다. 또한 동일한 회전속도에서 볼의 장입비, 혹은 무게에 따른 마찰의 효과도 다르게 나타났다. 즉 마찰에 의한 밀링효과가 장입비가 용기부피의 80%인 경우가 장입비가 보다 작은 경우 보다 뛰어난 것으로 나타났다.

4. 결론

Zr-Cu계의 기계적 합금화에 의한 비정질화 과정을 각기 다른 밀링조건하에서 실험을 통해서 알아본 결과, 기계적 합금화를 위한 최적 밀링조건은 볼 사이의 충격보다는 볼과 용기내벽의 마찰이 극대화되는 조건하에서 이루어졌다.