

볼밀링에 의한 알루미늄 프레이크 분말 제조

이동원, 김병기, 이길근, 하국현

한국기계연구원, 재료공정연구부

Fabrication of Aluminium Flake Powder by Ball Milling Process

Dong-Won Lee, Byoung-Kee Kim, Gil-Geun Lee and Gook-Hyun Ha

Korea Institute of Machinery and Materials, Materials Forming Lab.

Changwon 641-010, Korea

(Received June. 20, 1996)

ABSTRACT A series of test were undertaken in order to establish the effect of different milling variables on dimension and quality of aluminium flake powder. Milling conditions such as initial powder size, milling container rotation speed, milling time, and ball size were varied to produce aluminium flake powder. Flake powder could then be obtained with size range from 15 μm to 40 μm with a maximum specific surface area of 5 m^2/g by controlling milling conditions. Diameter of milled powders with different milling container rotation speed and ball size were compared with that obtained from theoretical model. The best flake powder was obtained in milling condition of initial powder with average size of 19 μm , mill container rotation speed of 80 rpm, balls of 9.5 mm diameter, and milling time of 40 hours.

1. 서 론

알루미늄 프레이크 분말은 우수한 접착력과 특유의 은빛 색상을 띠는 특성을 가지기 때문에 지문 채취용, 경량 콘크리트 제조용, 페인트용, 잉크의 도료 원료용, 플라스틱 가전 제품의 코팅용 및 폭발재용 등으로 광범위하게 응용되고 있다^[3]. 우수한 프레이크 분말의 특성을 만족하기 위해서는 높은 비표면적 및 미세한 입자크기를 가져야 하지만, 비표면적이 지나치게 높고 입자 크기가 매우 미세할 경우 폭발의 위험이 있으므로, 용도에 따라 적절한 분말 크기 및 비표면적을 가져야 하는데, 알루미늄 프레이크 분말의 경우는 약 20~45 μm 의 평균 크기와 약 3~6 m^2/g 의 비표면적으로 제조된 프레이크 분말이 주로 상용되고 있다^[4].

알루미늄 프레이크 분말의 제조 방법으로는 주로 볼밀링(수평식 볼밀링, 어트리터밀링, 진동밀링등) 법이 일반적으로 사용된다^[5]. 수평식 볼밀링법의 경우는 볼의 충돌에너지가 작은 관계로 밀링시간이 장시간 소요되는 단점이 있지만, 제조 분말의 균일성이

우수하고 대량생산에 적합한 장점을 가지고 있기 때문에 현재 상용 공정으로 널리 활용되고 있다. 한편 어트리터 및 진동밀의 경우는 볼의 충돌에너지가 크기 때문에 단시간내에 요구하는 특성의 분말 제조가 가능하지만 공정 조건이 까다롭고 제품의 재현성이 떨어지며 용기 바닥에 분말이 심하게 옹축하는 공정상의 단점이 있다^[6].

최근 개개의 용도에 맞는 프레이크 분말의 제조 및 초기 원료 분말의 제조에 대한 연구는 활발히 진행되고 있으나^[7,8], 세부적인 밀링 공정 변화에 따른 프레이크 분말 특성의 최적화를 위한 연구는 거의 진행되지 않은 실정이다.

본 연구에서는 알루미늄 프레이크 분말의 제조 방법으로 수평식 볼밀링법을 선정하여, 주요 실험 변수로써 초기 원료분말 크기, 볼 크기, 밀용기 회전속도 및 밀링시간 등의 인자가 밀링 분말의 평균 입도와 비표면적 및 분말 형태에 미치는 영향을 검토하였으며, 또한 밀용기내 불운동의 동역학에 기초하여 프레이크 분말의 형성과정을 고찰함으로써 알루미늄 프레이크 분말 제조를 위한 최적의 볼밀링 공정을 제시

하고자 하였다.

2. 실험 방법

볼밀링에 의해 프레이크 분말 제조시 밀링 분말의 특성에 영향을 미치는 주요 공정 인자로는 밀용기 크기, 밀용기 회전속도, 볼과 초기 원료 분말 크기, 볼과 분말의 장입량, 밀링시간 및 용기내 분위기 등을 고려할 수 있다. 본 실험에서는 초기 원료 분말 크기, 볼의 크기, 밀링 시간 및 밀용기 회전속도를 주요 실험 변수로 설정하였다. 초기 원료 분말은 가스분사법으로 제조된 평균 입자 크기가 25 μm 와 19 μm 인 2종류의 순수 알루미늄 분말을 사용하였다. 밀링 볼은 4.8 mm \varnothing , 9.5 mm \varnothing 및 16 mm \varnothing 의 강(Steel)제 구를 사용하였으며, 밀링 용기는 길이 80 mm, 내경 70 mm \varnothing 스테인레스(SUS 304)제 용기를 사용하였고, 밀용기내의 볼과 원료 분말의 장입량은 각각 900 g과 30 g으로 하였다. 한편 밀링중 분말 입자의 과도한 응집을 억제하기 위하여 밀링조제(Process Control Agent: PCA)로써 스테아릭산(Stearic Acid)을 첨가하였다. PCA의 첨가량은 제조 공정 및 최종 제품의 용도에 따라 차이가 있는데, 분말 입자의 적절한 응집이 필요한 기계적 합금화(Mechanical Alloying)공정의 경우에는 원료 분말의 약 1wt%가 첨가되는 것으로 알려져 있다⁹⁾. 그러나 본 실험의 프레이크 분말 제조의 경우에는 분말 입자의 분쇄제어가 중요할 것으로 생각되어 기계적 합금화 공정의 경우보다 많은 3wt%를 첨가하였다¹⁰⁾. 소정의 양의 볼, 원료 분말 및 스테아릭산을 밀용기내에 장입하여 밀용기내를 진공 처리한 후 공정가스를 주입하여 밀용기를 밀폐하였다. 용기내 공정 가스로는 Ar+10 vol% O₂를 사용하였으며, 이때 산소를 함유한 공정 가스를 사용한 이유는 표면에너지가 높은 밀링 분말이 대기중에 노출시 폭발하지 않도록, 분말 표면에 약간의 산화막을 형성시켜 표면에너지를 감소시키기 위함이었다. 밀링은 실험실용의 수평식 회전 방식을 채택하여 밀용기 회전 속도를 40, 60, 80, 120 rpm으로 각각 변화시켜서 최대 40시간까지 하였다. 소정의 시간 밀링한 후 소량(2 g)의 밀링 분말을 채취하여 입도 분석기(COULTER LS130)와 비표면적 측정기(Micromeritics ASAP2000)를 이용하여 밀링 분말의 입도와 비표면적을 계측하였으며, 광학 현미경과 SEM을 이

용하여 밀링 분말의 형태를 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 초기 분말 크기의 영향

그림 1에 평균 입도가 19 μm 와 25 μm 인 초기 원료 분말에 있어서 밀링시간에 따른 밀링 분말 입자의 평균 크기의 변화를 나타내었다. 이때 볼의 크기는 9.5 mm \varnothing , 밀용기 회전속도는 80 rpm으로 하였다. 그림에서 알 수 있는 바와 같이 초기 분말 크기에 관계 없이 밀링시간이 증가함에 따라 분말 크기가 약간 증

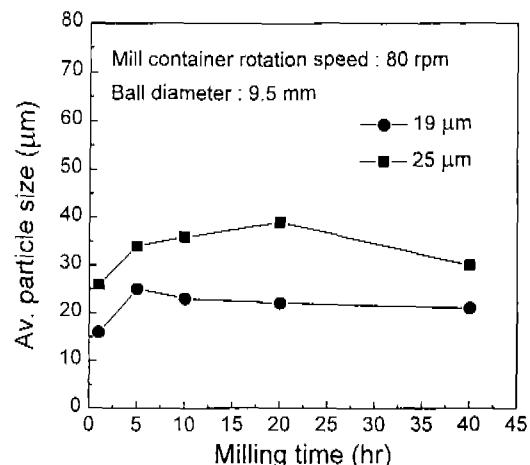


Fig. 1. Effect of initial powder size on size of ball-milled powder with different milling time.

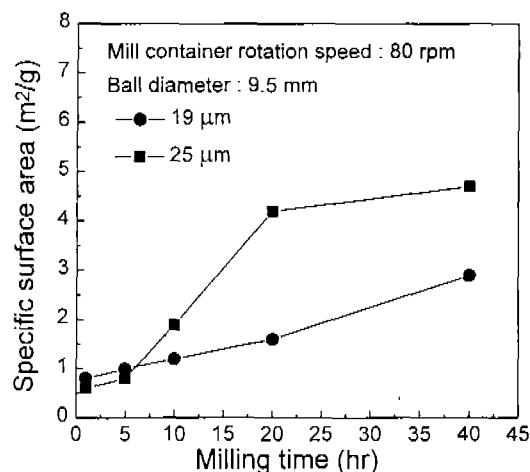


Fig. 2. Effect of ball size on specific surface area of ball-milled powder with different milling time.

가한 후 감소하는 것을 알 수 있다. 이는 밀링 초기에 분말이 응집한 후 밀링이 진행됨에 따라 다시 분쇄되었기 때문으로 생각되었다. 한편 초기 분말 크기가 25 μm 인 경우에는 약 20 시간 밀링에서 평균 입경 40 μm 및 19 μm 의 경우는 약 5 시간 밀링에서 평균 입경 25 μm 의 최대 입도를 나타내었다. 즉 초기 분말 크기가 25 μm 일 경우는 밀링중에 어느 정도의 응집과 분쇄가 일어나지만 초기 분말 19 μm 의 경우에는 응집과 분쇄가 거의 일어나지 않음을 알 수 있다.

이와 같이 초기 원료 분말 크기에 따라 응집과 분쇄 거동이 다른 것은 밀링 조건(볼크기, 밀용기 회전속도, 밀링분위기 등)과 깊은 관계가 있을 것으로 생각되어지며, 이에 대해서는 추후 검토가 필요하리라 생각된다. 그럼 2에 밀링시간에 따른 비표면적의 변화를 나타내었다. 밀링시간이 증가함에 따라 비표면적이 증가하는 경향을 보이고 있지만, 19 μm 의 초기 분말의 경우는 25 μm 의 초기 분말의 경우에 비해 상대적으로 낮은 증가 경향을 보였다. 이는 그림 1에서

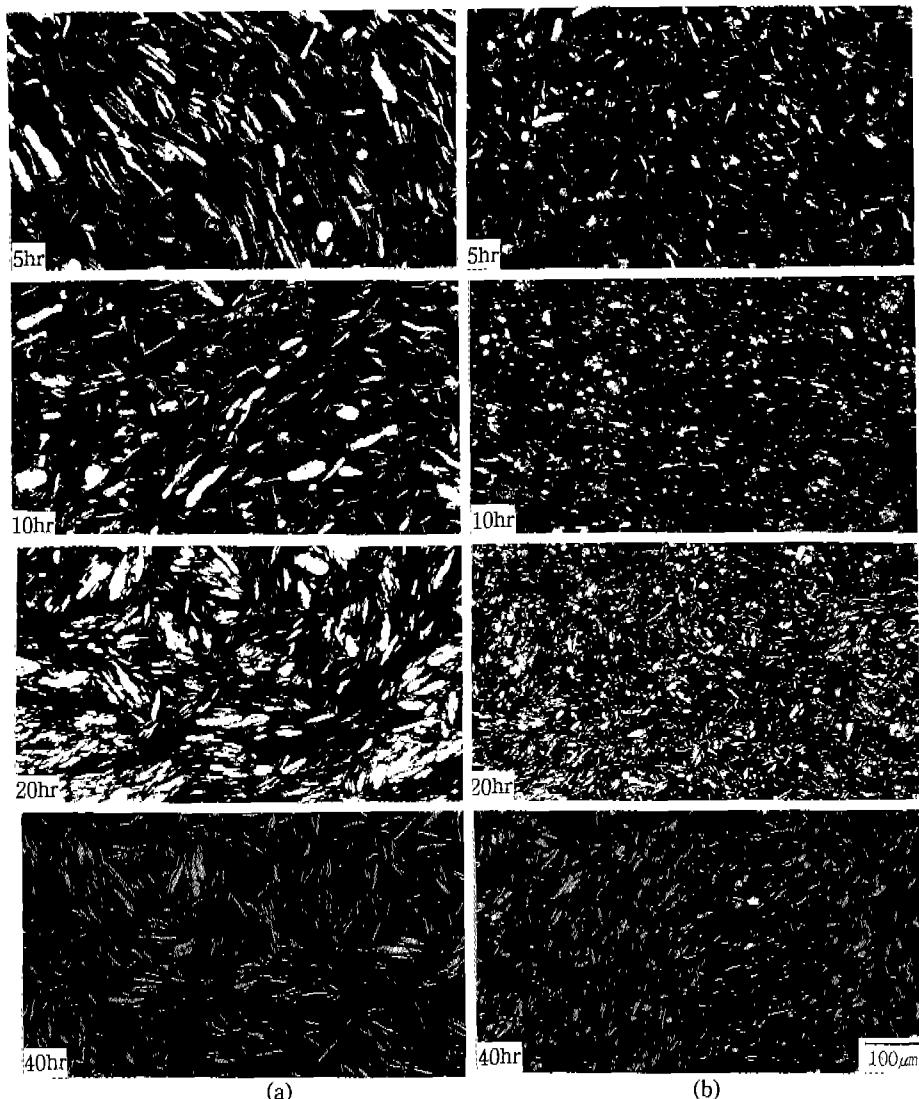


Fig. 3. Optical micrographs of ball milled powders with different initial powder size and milling time, a) 25 μm and b) 19 μm .

도 알수 있는 바와 같이 분말 입자의 응집과 분쇄가 동의 차이에 의한 것으로 생각된다. 또한 밀링 분말의 비표면적이 입자 크기의 변화(그림 1)에 관계 없이 밀링 시간의 증가에 따라 증가하는 것으로 보아, 본 실험에서 얻어진 프레이크 분말의 비표면적은 분말 입자 크기의 효과 보다 입자의 형태에 크게 의존함을 예상할 수 있다. 그림 3에 밀링시간에 따른 밀링 분말 단면의 광학 현미경 사진을 나타내었다. 25 μm 의 초기 분말의 경우는 밀링시간 20 시간 까지는 완만한 가장자리를 가지는 프레이크 분말이 형성되나, 밀링 40 시간에는 예리한 가장자리를 가지는 프레이크 분말이 형성됨을 알수 있다. 한편 19 μm 의 초기 분말의 경우에는 20 시간까지는 분말 단면형상의 큰 변화는 관찰되지 않았고, 밀링 40 시간에 약간의 프레이크화가 일어남을 알수 있다. 즉 19 μm 의 초기 분말 보다 25 μm 의 초기 분말이 밀링 중에 응집, 분쇄가 일어나기 용이하여 높은 비표면적을 가지는 분말 입자로 발달하기 쉬움을 알 수 있다. 이상으로부터 양호한 프레이크 분말을 효율적으로 제조하기 위해서는 밀링 중에 적당한 응집과 분쇄가 일어날 수 있는 적정한 크기를 가지는 초기 분말의 선택이 중요한 요인임을 알 수 있다.

3.2. 볼크기 및 밀용기 회전속도의 영향

그림 4에 밀용기 회전속도가 80 rpm이고 밀링시간이 40 시간일 때, 볼크기에 따른 밀링 분말의 크기의 변화를 나타내었다. 그림에서 알수 있는 바와 같이 각각의 경우에 있어서 모두 밀링 분말의 평균 크기는

약 35 μm 로 거의 일정하였다. 밀 용기 회전 속도가 고정될 경우 밀링 분말의 크기는 볼밀링시 볼크기 및 장입 볼수와 관련된 밀링 효율에 의해 결정될 수 있는 것으로 생각된다. 본 볼밀링 실험의 장입 볼 중량은 모두 900 g이었으며 이때 4.8 mm \varnothing 볼의 장입 개수는 약 2000개 이었고 16 mm \varnothing 볼의 장입 개수는 54개 이었다. 즉 높은 밀링 효율은 볼의 큰 충돌력과 높은 충돌 빈도수에 의해 기대할 수 있지만, 본 실험에 있어서 볼 크기가 상대적으로 작은 4.8 mm \varnothing 일 경우는 볼 충돌 빈도수는 많지만 충돌력이 작으며, 볼크기가 큰 16 mm \varnothing 의 경우는 충돌력은 강하지만 충돌빈도수가 매우 작다. 즉 볼 크기에 따라 이와 같이 상반되는 효과가 작용했기 때문에 전체적인 밀링 효율이 거의 일정하여 밀링 분말의 평균 크기 및 분포가 거의 유사했던 것으로 사료된다.

그림 5에 4.8 mm \varnothing , 9.5 mm \varnothing 및 16 mm \varnothing 의 볼을 사용하여 밀링시 밀링시간에 따른 밀링 분말의 비표면적 변화를 나타내었다. 이때 초기 분말은 25 μm 의 것을 이용하였으며, 밀용기 회전 속도는 80 rpm으로 하였다. 그림에서 알 수 있는 바와 같이 각각의 경우에 있어서 모두, 밀링시간이 증가함에 따라 밀링 분말의 비표면적은 점차 증가함을 알 수 있다. 또한 4.8 mm \varnothing 및 16mm \varnothing 볼의 경우에는 밀링시간의 증가와 함께 비표면적이 완만하게 증가하지만 9.5 mm \varnothing 볼의 경우에는 밀링 5 시간 이후에 급격히 비표면적이 증가하여 밀링시간 40 hr에서는 비표면적 5 m^2/g

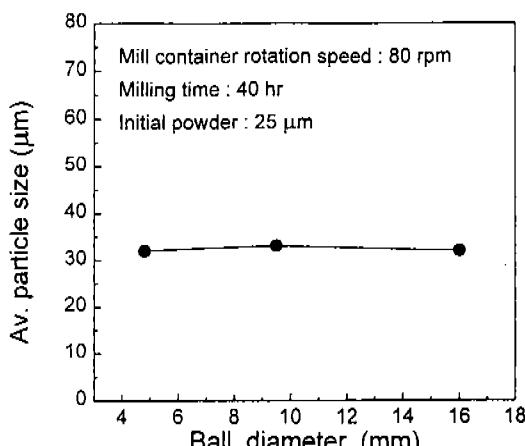


Fig. 4. Effect of ball diameter on ball milled powder size.

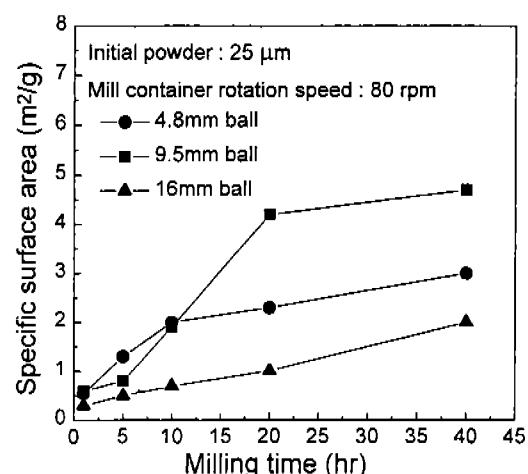


Fig. 5. Effect of ball size on specific surface area of ball milled powder with different milling time.

g 의 값을 나타내었다. 밀링 중 분말의 비표면적은 응집 및 분쇄 거동의 차이에 따라 달라질 것으로 사료되며, 밀링 중 높은 비표면적을 가지는 밀링 분말이 형성되기 위해서는 충돌하는 볼 사이에 분말이 끼어서 적절히 응집한 후 분쇄되어야 할 것이다. 또한 응집과 분쇄 거동은 앞에서 고찰한 충돌력과 충돌빈도 수에 따른 밀링 효율과도 깊은 관계가 있을 것으로 생각된다. 본 실험에서 볼크기가 $4.8 \text{ mm} \varnothing$ 인 경우에는 충돌력이 작은 관계로 응집과 분쇄가 어려우며, 볼크기가 $16 \text{ mm} \varnothing$ 인 경우에는 충돌력이 커서 응집과 분쇄가 수월하지만 충돌 빈도수가 상대적으로 작아 극히 소량의 분말만이 프레이크 분말로 발전하게 될 것이다. 즉 $9.5 \text{ mm} \varnothing$ 크기의 볼로 밀링한 분말의 경우가 적절한 충돌력과 충돌 빈도수에 의하여 높은 밀링 효율을 가지므로 높은 비표면적값을 나타낸 것으로 생각되어진다.

그림 6에 $9.5 \text{ mm} \varnothing$ 볼을 사용하여, 40시간 밀링한 경우 밀용기 회전 속도에 따른 밀링 분말 입자의 평균 크기 및 비표면적의 변화를 나타내었다. 용기 회전 속도가 40 rpm에서 120 rpm으로 증가할 때 밀링 분말 입자의 평균 크기는 $40 \mu\text{m}$ 에서 $20 \mu\text{m}$ 로 감소하였으며, 비표면적은 $1 \text{ m}^2/\text{g}$ 에서 $9 \text{ m}^2/\text{g}$ 으로 증가하였다.

일반적으로 볼밀링 시 볼크기와 장입량 등의 기타 변수가 고정될 경우 밀링 효율은 밀용기 회전속도에 의해 결정된다. 밀링 시 밀용기 회전속도가 임계 밀용기 회전속도(rpm_{cr}) 보다 느릴 경우 볼은 원심력보다 중력이 크게 작용하게 되므로 용기 바닥에 머무른 상

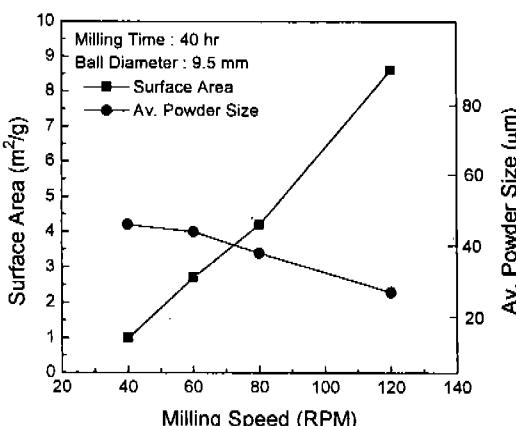


Fig. 6. Specific surface area and size of powder milled with different mill container rotation speed.

태(Sliding 상태)에서 밀링되는데, 이러한 경우 분말은 볼과의 충돌이 거의 없는 상태로 주로 마찰력에 의해 소성변형되기 때문에 낮은 밀링효율을 갖게되며, 밀용기 회전속도가 rpm_{cr} 보다 빠를 경우 볼은 큰 원심력에 의해 용기 내벽에 붙은 상태(Rolling 상태)에 있게 되어 역시 낮은 밀링 효율을 갖게된다. 즉 최대의 밀링 효과는 용기 내의 볼이 원심력에 의해 용기벽을 타고 올라가서 상사점에 도달하기 직전에 중력에 의해 떨어질 경우(cataracting 상태)이다. 한편

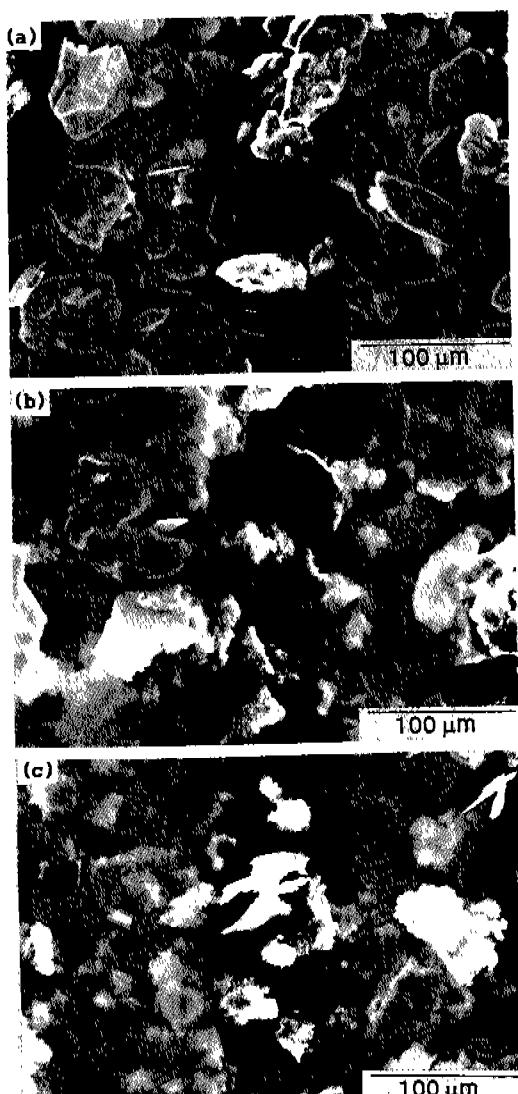


Fig. 7. SEM micrographs of powder milled with different mill container rotation speed, a) 40 rpm, b) 80 rpm, c) 120 rpm.

최대의 밀링 효율을 갖기 위한 임계 밀용기 회전속도 (rpm_{cri})는 아래와 같이 표현되며¹⁰,

$$\text{rpm}_{\text{cri}} = 42.2 / (\text{용기 직경} [\text{m}] \cdot \text{볼 직경} [\text{m}])^{0.5}$$

본 실험 조건(밀내경: 70 mm \varnothing , 볼크기: 9.5 mm \varnothing)에서의 rpm_{cri} 은 약 130 rpm으로 계산되었다.

그림 7은 밀용기 회전속도가 40 rpm, 80 rpm 및 120 rpm으로 제조한 대표적인 분말을 SEM으로 관찰한 결과로써, 용기 회전 속도가 120 rpm으로 제조된 밀링 분말 경우는 밀링 효율이 높아 가장자리 부분의 대부분이 심하게 파쇄되어 있었으며, 40 rpm으로 제조된 밀링 분말의 경우는 상대적으로 낮은 밀링 효율로 파쇄되지 않은 둔탁한 형태를 나타내고 있음이 확인되었다. 한편 밀용기 회전속도가 120 rpm일 경우는 매우 높은 비표면적을 갖는 분말이 제조되었지만 이때 제조된 밀링 분말은 지나치게 미세하고 비표면적이 큰 관계로 대기 중에 노출시 폭발 현상이 발생했기 때문에 프레이크 분말의 안전성에 대한 연구가 추가되어야 할 것으로 사료된다. 한편 폭발 현상을 방지하기 위하여 공정 가스내의 산소 농도를 더욱 높힌 후 rpm_{cri} 의 밀용기 회전 속도로 밀링 할 경우 더욱 특성이 우수하고 안전한 프레이크 분말의 제조가 가능하리라 예상되었다.

이상으로 부터 볼밀링에 의해 프레이크 분말 제조 시 볼의 충돌력과 충돌 빈도가 주요한 공정인자로 작용하고 있음을 알 수 있으며, 프레이크 분말을 효율적으로 제조하기 위해서는 이러한 공정인자에 영향을 미치는 볼크기와 밀용기 회전속도의 적절한 설정이 중요함을 알 수 있었다. 본 실험 조건에서는 25 μm 의 초기 분말과 9.5 mm 크기의 볼을 사용하여 밀용기 회전속도를 80 rpm로 하여 40 시간 밀링 할 경우가 가장 특성이 우수하고 안정한 프레이크 분말이 제조됨을 알 수 있었다.

3.3. 프레이크 분말의 형성

볼밀링에 있어서의 프레이크 분말의 형성은 밀링 공정 인자, 즉 밀용기내의 볼 운동에 크게 의존함을 알았다. 따라서 본 연구에서는 볼 운동의 동역학적인 관점에서 프레이크 분말의 형성을 검토해 보았다. 볼밀링에 있어서의 프레이크 분말의 형성은 그림 8과 같이 크게 3 가지로 나눌 수 있다. 즉 볼과 볼의 충돌 시 볼사이에 분말 입자가 끼여 프레이크화 되는 경우

(a), 볼의 압축과 전단에 의한 경우 (b), 그리고 볼표면과 용기벽에 분말이 응착되어 코팅층을 형성한 후 충돌에 의해 코팅층이 파괴, 박리되어 프레이크 분말로 되는 경우이다(c). 본 실험에서는 볼표면과 밀용기내벽에의 코팅층이 관찰되지 않아, 프레이크 분말 입자의 형성은 주로 그림 8의 (a)와 (b)에 의한 것으로 생각되어 진다. 충돌 및 압축 전단에 의해 프레이크 분말이 형성될 경우 분말 입자의 분쇄를 무시하면 볼과 볼 사이의 유한한 접촉 영역 내에서 프레이크 분말이 형성되어지며, 프레이크 분말의 크기와 접촉 영역의 크기와는 밀접한 상관 관계가 있을 것으로 생각된다. 탄성체의 반경 R을 갖는 볼이 속도 V로 상호 충돌시 접촉면의 직경은 Hertz 탄성 이론에 의해식 (1)과 같이 나타내어진다¹¹.

$$2R_h = 2.12 M^{1/5} (1 - v^2)^{1/5} E^{-1/5} R^{2/5} V^{2/5} \dots \dots \dots (1)$$

여기서 M은 볼의 중량[kg], v는 볼의 Poisson's Ra-

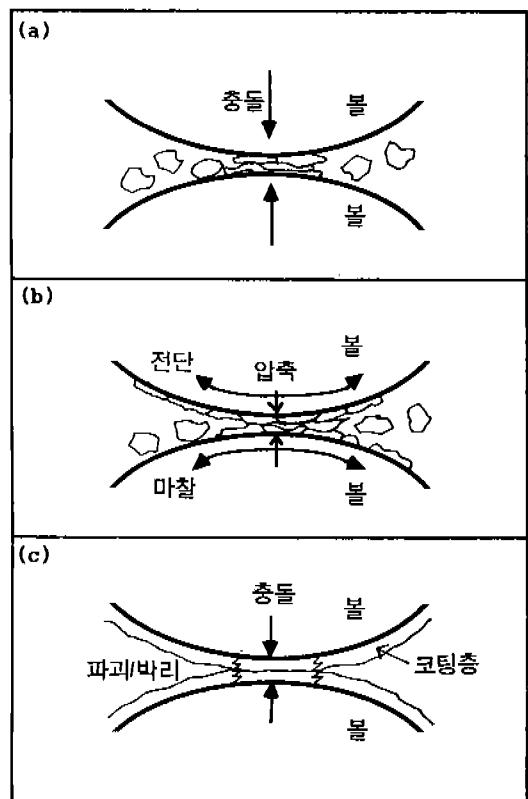


Fig. 8. Formation of flake powder during ball milling process.

tio 이고 E는 볼의 탄성 계수[Pa]이다. 만약 접촉면내의 분말 충진율이 100%가 되고 프레이크 분말 입자의 두께를 무시하면, 형성되는 프레이크 분말의 직경은 $2 R_p$ 가 될 것이다. 그러나 실제 접촉면내의 분말 충진율은 100%가 아니기 때문에 실제 형성되는 분말의 크기는 충돌에 참여하는 유한 체적(V_{eff}) 내에서 분말이 차지하는 부피분율(V_p)의 함수로 나타낼 수 있다¹²⁾. 그러나 V_{eff} 를 정확히 구하기는 곤란하므로 본 연구에서는 프레이크 분말의 크기를 균사적으로 식(1)의 $2 R_p$ 의 함수로써 고찰하였다. 볼 충돌시 접촉면의 면적(A_h)은 식(2)와 같이 나타내어지며 충돌에 참여한 분말이 모두 웅집한다고 가정하면 형성되는 프레이크 분말의 한면의 면적(A_p)과는 식(3)과 같은 관계가 성립한다.

여기서 α 는 불 충진충내 공극 부피에 대해 분말이 차지하는 부피 분율이다. 따라서 프레이크 분말의 두께를 무시하고 분쇄 효과가 없다고 가정할 경우 프레이크 분말 입자의 직경은 식 (4)와 같이 나타낼수 있다.

$$2R_{\text{eff}} = 2R_b \times \alpha^{0.5} \quad \dots \dots \dots \quad (4)$$

본 실험에서 밀링볼 사이의 공극 부피는 약 90 cc 이었고, 분말의 겉보기 부피는 약 27 cc이었기 때문에 α 는 약 0.3으로 추정되었다. 따라서 볼 충돌 속도 V 를 알면 최종적으로 식 (4)의 $2R_{\text{heff}}$ 를 알 수 있으나, 밀용기내의 볼 충돌 속도를 직접 계측하기에는 곤란하다. 따라서 본 연구에서는 Hashimoto 등이 제안한 회전 볼 밀의 모델 시뮬레이션에 의한 볼 충돌 속도 치¹³⁾를 이용하여 본 실험 조건에 맞는 밀용기 내의 볼의 평균 충돌 속도를 유추하였다. 그 결과 약 0.05~0.1 m/sec으로 파악되었다. 그럼 9는 볼의 평균 충돌 속도가 0.05~0.1 m/sec의 경우에 있어서 밀 용기 회전속도에 따른 $2R_{\text{heff}}$ 와 실제 제조한 밀링 분말의 직경을 비교한 결과이다. 이때 v 는 0.3, R 은 4.75×10^3 m(9.5 mm Ø 볼), M 은 3.58×10^3 kg 그리고 E 는 200 GPa로 하였다. 이론적인 분말 직경 $2R_{\text{heff}}$ 는 볼 충돌 속도 0.05 m/sec에서 72 μm , 볼 충돌 속도 0.1 m/sec 일 때 95 μm 이었으나, 실험적으로 얻어진 밀링 분말의 평균 직경은 밀 용기 회전속도의 증가에 따라 약 45 μm 에서 30 μm 로 약간 감소하였으며, 이러한 밀

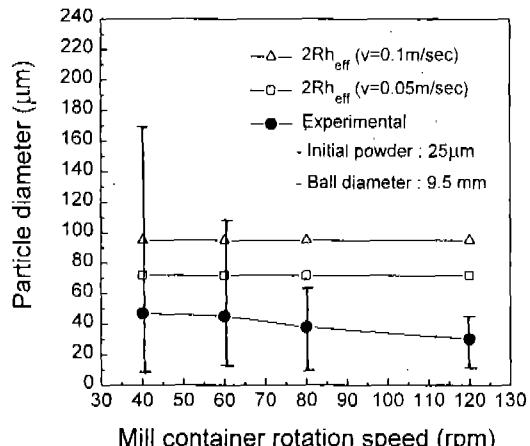


Fig. 9. Milled powder diameter determined from experimental and theoretical model with different mill container rotation speed.

링 분말의 평균 직경은 이론적인 계산치 보다 전체적으로 작게 나타났다. 이와 같이 이론적으로 계산한 분말의 직경이 실험적으로 얻어진 밀링 분말의 평균 직경보다 큰 이유는, 본 연구에서 가정한 프레이크 분말의 형성 과정을 충돌하는 볼사이에서 α 의 비율로 끼어들어가는 분말이 모두 응집하는 것만을 고려하였으나, 실제로는 충돌하는 볼사이에서는 분말의 응집 이외에 분쇄가 일어나고, 또한 본 실험에서는 밀링 첨가재로써 스테아릭산을 첨가하였으므로, 프레이크 분말의 형성과정에 분말 입자의 분쇄와 스테아릭산에 의한 응집 방지 효과가 일어났기 때문으로 사료된다. 특히 본 실험에서의 프레이크 분말 입자의 형성과정이 응집보다 입자의 분쇄에 지배됨을 그림 1의 밀링시간에 따른 평균 입자 크기의 변화로부터 재확인 할 수 있었다. 따라서 이론적인 $2R_{\text{heat}}$ 와 실제 밀링 분말의 평균 직경과의 차이를 더욱 줄이기 위해서는 식 (4)에 분말의 분쇄 효과와 스테아릭 산의 영향이 고찰되어야 할 것으로 생각된다. 스테아릭산의 영향을 추가하기 위해서는 분말 입자의 표면에너지와 볼의 운동역학(예: 마찰 계수의 영향 등) 등에 대한 정량적 고찰이, 분말의 분쇄 효과를 추가하기 위해서는 충돌하는 볼 사이에서 분말이 분쇄될 수 있는 확률의 정량적 고찰이 선행되어야 한다. 볼밀링시 분말의 분쇄 확률은 분말의 파쇄에너지, 분말의 순도, 첨가재 량, Crack의 생성/전파속도, 밀용기의 형상 및 볼운동 형상등 복잡한 인자에 의해 결정되는 것으로

보고되어지고 있으며¹⁴⁾, 이에 대한 계속적인 연구가 추가되어야 할 것으로 사료된다.

4. 결 론

볼밀링 공정에 있어서의 밀링 공정 변수를 변화시켜 알루미늄 프레이크 분말의 특성을 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) 양호한 프레이크 분말을 효율적으로 제조하기 위해서는 밀링 중에 적당한 응집과 분쇄가 일어날 수 있는 적정한 크기를 가지는 초기 분말을 사용하여야 하며, 본 실험의 경우 19 μm 보다 25 μm 의 평균 크기를 갖는 초기 분말이 더욱 적정하였다.

2) 사용 볼의 장입량이 일정할 때 볼크기가 작을 경우에는 충돌 빈도수는 많지만 충돌력이 작으며, 볼 크기가 클 경우에는 충돌력은 크지만 충돌빈도수가 낮아 낮은 밀링 효율을 나타내었다. 본 실험의 경우 9.5 mm \varnothing 크기의 밀링 볼을 사용할 때 적정한 충돌력과 충돌빈도수에 의해 가장 높은 밀링효율을 나타내어 높은 비표면적을 갖는 프레이크 분말이 제조되었다.

3) 밀용기 회전 속도가 40 rpm에서부터 120 rpm 까지 증가함에 따라 밀링 효율이 증가하여, 밀링 분말의 비표면적은 1 m^2/g 에서 9 m^2/g 으로 증가하였으며, 평균 크기는 40 μm 에서 20 μm 로 감소하였다.

4) 25 μm 의 초기 분말과 9.5 mm \varnothing 의 볼을 사용하여 80 rpm의 밀용기 회전속도로 40 시간 밀링할 경

우 최적의 프레이크 분말이 제조되었으며 이때 프레이크 분말의 평균 입도와 비표면적은 30 μm 와 5 m^2/g 으로 나타났다.

참 고 문 헌

1. J. D. James and B. Wilshire : *Aluminium Industry*, **11**(1) (1992) 32
2. C. A. Pounds : *Forensic Sci. Prog.*, **3** (1988) 91
3. J. D. Jame : *Powder Metallurgy*, **34**(1) (1991) 39
4. *Metals Handbook*: 9th Edition, **7** (1984) 600
5. *Metals Handbook*: 9th Edition, **7** (1984) 56
6. U. S. Patent, 4172720, (1979)
7. R. J. Gowland: *Intern. J. Powder Metall.*, **29**(4) (1993) 393
8. B. F. Chen: *Proceeding of 1993 Powder Metallurgy World Congress*, (1993) 967
9. J. H. Weber: *Solid State Powder Processing*, TMS (1990) 227
10. M. E. Fayed and L. Otten: *Handbook of Powder Science and Technology*, Van Nostrand Reinhold Company, (1984) 591
11. G. G. Lee, H. Hashimoto and R. Watanabe : *Materials Transactions*, **JIM**, **36**(4) (1995) 548
12. D. R. Maurice and T. H. Courtney : *Metall. Trans. A*, **21A** (1990) 289
13. H. Hashimoto, G. G. Lee and R. Watanabe: *Collective Abstract of 1992 Fall Meeting of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*, Kyoto, (1992) 90
14. S. Nomura, K. Hosoda, and T. Tanaka: *Powder Technology*, **68** (1991) 1