

고품질 페라이트 본드자석 제조에 관한 연구



A Study on the Fabrication for High Quality Ferrite Plastic Magnets

신용진*, 문현욱**, 진성빈*, 정왕일*

Yong-Jin Shin, Hyun-Wook Moon, Sung-Bin Jin, Wang-Il Jeong

Abstract

This research has been performed for the fabrication of high quality ferrite plastic magnet. The magnetic properties of $Sr_{5.9}Fe_2O_3$ ferrite bonded magnets fabricated by injection moulding with a variety of applied magnetic field were investigated. 0.3wt% $CaCO_3$, 0.2wt% SiO_2 , 0.5wt% Al_2O_3 and 0.5wt% Na_2SiO_3 are added in order to improve the magnetic properties of Sr-ferrite plastic magnets during the powder fabrication. For carbon coating on chemical compound specimen, 5wt% polyvinyl alcohol is added, and then calcinated under N_2 environment of 1225°C. The particle size is distributed from 0.9~1.2 μm which approximates to the single domain. The obtained Sr ferrite powder is well mixed with silane coupling and calcium stearate of 1wt%. Next, the specimen is pelleted after kneading each of them with polyamide12 as a binder. When the temperature of injection and mould were 250°C and 80°C respectively at injection pressure of 200kgf/cm², the degree of orientation was 85.3% under the applied magnetic field of 12kOe. As the results, when the packing density of Sr ferrite powder was 90wt%, the magnetic properties of Sr ferrite bonded magnet were follows : $B_Hc=2.41kOe$, $Br=3.1kG$, $(BH)_{max}=2.21MGOe$. Especially, the Sr-ferrite bonded magnet with 10wt% $Nd_2Fe_{14}B$ additive were as follows : $B_Hc=2.57kOe$, $Br=3.14kG$ and $(BH)_{max}=2.39MGOe$.

Key Words(중요용어) : Sr-ferrite bonded magnet, polyamide 12, injection-moulding, carbon coating

1. 서 론

플라스틱자석은 제조시에 바인더가 혼합되기 때문에 $(BH)_{max}$ 값이 소결자석의 1/2 정도로 낮고 내열온도도 낮지만 플라스틱자석이 갖는 장점을 이용하여 기계적인 부분과 전기적인 부분과의 이중적 기능을 갖는 메카트로닉스(mechatronics) 부품으로 그 용도 범위가 날로 급증하고 있다.^{1)~3)}

그러나 플라스틱자석은 미립자분말의 제조, 바인더와의 결합률, 자계배열시의 배향도 등이 자석의

성능에 영향을 미치므로 제조공정상의 기술적 경험이 요구된다.^{4)~6)}

현재, Sr페라이트 플라스틱자석용 미립자분말의 제조기술개발은 포화자기모멘트 $\sigma_s=70\sim72emu/g$ 의 값을 갖는 입경 1~1.2 μm 의 미립자 분말을 생산하고 있으며,^{7)~9)} 이를 바인더(polyamide 12)와 혼련하여 자계중 사출성형공정을 통하여 충진율 85~89wt%, 밀도 3.0~3.5g/cm³, 배향도 75~82%, 보자력 $B_Hc=2.0\sim2.4kOe$, 잔류자속밀도 $Br=2.5\sim2.9kG$ 및 $(BH)_{max}=0.8\sim2.0MGOe$ 정도의 플라스틱자석이 생산되고 있으며(東北金屬), 기술적인 면에서 개선의 여지가 상당히 많은 것으로 알고 있다.^{10)~13)}

본 연구에서는 플라스틱자석 제조시 요구되는 미립자분말을 제조하고, 바인더와의 결합율을 높일

* 명지대학교 공과대학 전자공학과

** 동원전문대학 전자과

접수일자 : 1997년 1월 31일

심사완료 : 1997년 7월 8일

수 있는 탄소코팅법을 시행하여 플라스틱자석의 성능을 개선시키도록 하였다.

먼저 Sr페라이트 분말제조시에 폴리비닐알콜(polyvinyl alcohol)을 이용한 탄소코팅법을 시행하여, 단자구의 미립자분말을 제조하는 최적의 분말제조조건을 조사하였다. 그리고 분쇄시 격자결함으로 인한 보자력의 감소를 보상하기 위하여, 미분쇄된 분말을 열처리하였다. 그리고 이방성분말, 전자석 및 사출기를 설계, 제작하여 자체중 사출성형시의 인가자계의 세기에 따른 이방성 Sr페라이트 플라스틱자석의 자성분말의 자화 및 배향과정을 조사하고, 결합제와 활제를 사용하여 배향도를 향상시켰으며, 희토류를 첨가하여 그 자기특성의 향상을 시도하였다.

그리고, 플라스틱자석 제조시의, 폴리아미드12에 대한 자성분말의 방향성과 자기특성과의 관계를 규명하고, 사출성형조건과 자기특성과의 관계를 조사한 다음, 이들 결과를 토대로 하여, Sr페라이트 플라스틱자석 제조를 위한 조건을 모아 정리하였다.

2. 실험 방법

기본조성의 설정은 비화학양론 조성인 $SrO \cdot n Fe_2O_3$ ($n=5.9$)로 하였으며, 첨가제로서 0.2wt% SiO_2 , 0.3wt% $CaCO_3$, 0.5wt% Na_2SiO_3 , 0.5wt% Al_2O_3 를 각각 첨가하였다. 한편, 폴리아미드와의 커플링효과를 높이고 분쇄시 분쇄효과를 높이기 위해서 폴리비닐알콜 7%수용액 5wt%를 가하여 질소분위기에서 하소하여 표면이 탄소피복된 페라이트 분말을 얻었다.

그리고 분산매체로서 알콜을 사용하여 18시간 분쇄후 SEM 사진으로 분석한 결과, 단자구입자(평균입자 $1.2\mu m$)의 크기에 근접하는 페라이트 미분말을 얻었다. 한편 분쇄된 분말은 기계적결합에 의하여 자기이방성의 감소에 영향을 미치게 되어, 보자력의 급격한 감소를 야기시키므로 $900^\circ C$ 에서 30분간 열처리하여 이를 보상하였다.

플라스틱자석은 폴리아미드12와 조제로서 실란커플링[silane coupling, $(RO_3)_3-Sr-R$]을 혼합하여 제조하였다. 혼합시 폴리아미드는 난연성, 자체물성의 향상 및 흡습된 수분을 감소시키기 위해서 $230^\circ C$ 에서 6시간 건조시킨 후 실란커플링 1wt%를 첨가하여 혼련하였다. 혼련된 시료는 사출기로 밀어내어 직경 3~4mm 크기의 펠렛으로 만든 다음, 1mm정도의 크기로 다시 분쇄하였다.

분쇄된 시료는 호퍼에 넣어서 $250^\circ C$ 로 가열하여 $200kg/cm^2$ 정도의 노즐압력으로 자체중 사출성형하였으며, 이때 몰드온도는 $80^\circ C$ 가 되도록 하였다. 이방성분말은 전자석을 이용하여 몰드의 캐비티내에서 9kOe이상이 되도록 조절하였으며, 사출성형시 배향도에 따른 Sr-페라이트 분드자석의 고성능화를 위하여 인가자계의 세기를 변화시켰다.

3. 결과 및 고찰

그림 1은 탄소코팅한 시료와 코팅을 행하지 않은 하소 분말의 분쇄시간을 나타낸 것이다. 탄소코팅한 시료의 경우 18시간에서 $1\mu m$ 의 입자의 평균 입도분포를 얻을 수 있었다.

그림 2는 폴리아미드12, 89wt%의 Sr페라이트분말, 1wt% 실란커플링제 및 스테아린 윤활제를 $230^\circ C$ 에서 혼련하여 펠렛한 시료의 SEM사진이다. 그림에서 알 수 있는 바와 같이, 폴리아미드와 Sr페라이트분말이 잘 혼련되어 있음을 알 수 있다.

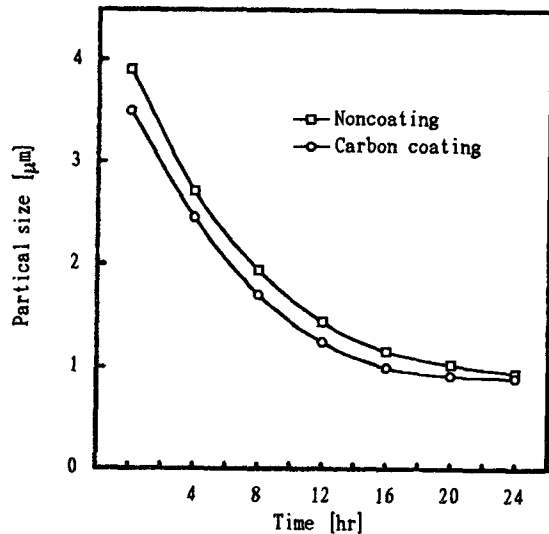


그림 1. Sr 페라이트분말의 분쇄시간과 입도
Fig. 1. Milling time and mean particle size of Sr-ferrite powder.

그림 3과 그림 4는 폴리아미드12를 바인더로 하고 함량비 89wt%의 Sr페라이트 분말의 등방성 및 이방성 플라스틱자석의 X선회절패턴이다. 그림에서 알 수 있는 바와 같이, (001)면과 (hkl)면이 공존하고 있으며, 주 피크는 (008)면이었다. 그러나

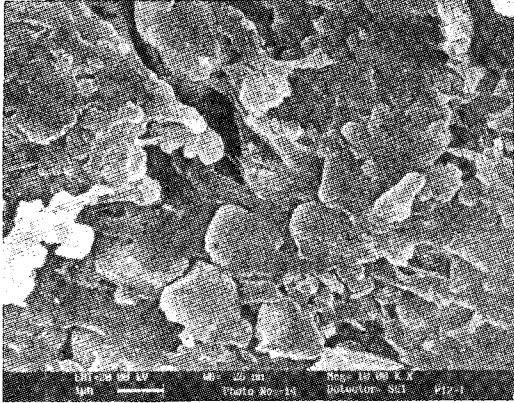


그림 2. 펠렛한 시료의 SEM사진(폴리아미드12 +89 wt% Sr 페라이트)

Fig. 2. SEM micrographs of pelleting sample (polyamide12+89wt% Sr ferrite).

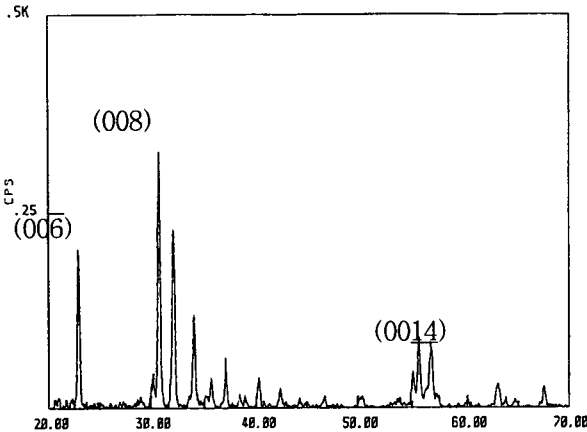


그림 3. 등방성 Sr-페라이트 본드자석의 X선 회절패턴

Fig. 3. X ray diffraction patterns of isotropic Sr-ferrite bonded magnet fabricated by injection moulding.

이방성의 경우 Basel평면인 (006), (008) 및 (0014) 면이 급격히 증가하고 (hkl)면은 미미하게 나타났다.

이방성 Sr페라이트플라스틱자석의 이방화에 대한 정량적인 표현으로서 Lotgering-Gillan의 자성 계수(magnetic quality factor)의 개념을 도입하여 등방성 및 이방성 X선회절강도로 부터 방위지수 f를 계산해 본 결과, f=0.85로서, 앞에서 언급한 B-H 자기 히스테리시스곡선으로부터 구한 배향

도와 거의 동일하게 나타났다.³⁾ 히스테리시스곡선으로부터 구한 배향도의 계산식은 다음과 같다.

$$\text{배향도} = \frac{Br(\parallel)}{Br(\parallel) + Br(\perp)} \times 100(\%)$$

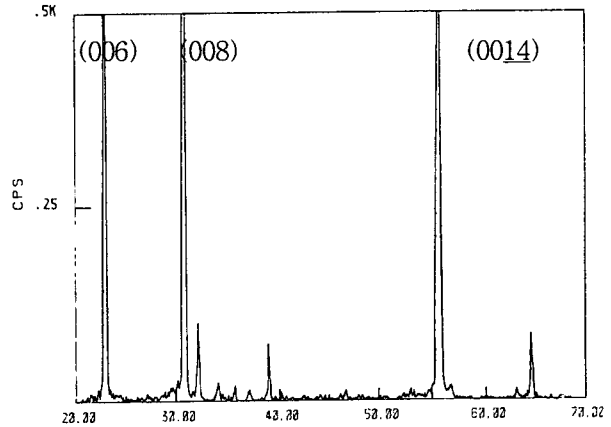


그림 4. 이방성 Sr-페라이트 본드자석의 X선 회절패턴

Fig. 4. X ray diffraction patterns of anisotropic Sr-ferrite bonded magnet fabricated injection moulding.

그림 5는 폴리아미드12를 바인더로 했을 때 Sr 페라이트분말의 함유량과 배향도와 관계를 나타낸 것이다. 90wt% 이후의 배향도의 감소는 페라이트 함유량의 증가에 따른 유동성의 저하로 결합제와 페라이트분말간의 결합력이 떨어지고 이로 인한 페라이트분말의 c축 배열이 곤란해 졌기 때문이다.

그림 6은 본 연구에서 제작한 Sr페라이트·플라스틱자석의 페라이트분말의 함유량과 보자력의 관계를 나타낸 것이다. 플라스틱자석의 제조시 함유 82wt% 이하에서는 보자력의 변화가 크지만, 함유 82wt% 이상에서는 일정수준의 충전성으로 인하여 일정한 증가율을 나타내고 있음을 알 수 있다.

그림 7은 Sr페라이트·플라스틱자석의 잔류자속 밀도를 나타낸 것이다. 그림에서 알 수 있는 바와 같이, 함유 90wt%에서 가장 높은 값이 나타났으며, 함유 90wt% 이상에서 급격히 저하하고 있다. 이것은 그림 4의 배향도에서도 알 수 있는 바와 같이, Sr페라이트의 함유량이 증가함에 따라 90wt% 이상에서는 사출물의 유동성 및 바인더의 결합력 저하로 인가자계에 의한 페라이트분말의 c축 배열이 방해로 받아 밀도와 배향도가 급격히 감소하였으며, 이로 인하여 잔류자속밀도가 감소한 것으로

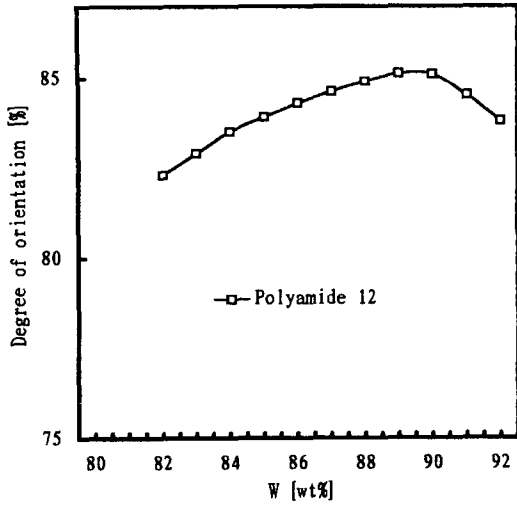


그림 5. 사출성형에 의한 Sr-페라이트 본드자석의 배향도
 Fig. 5. Degree of orientation of Sr-ferrite bonded magnet fabricated by injection moulding.

로 완전히 전달되지 못하여, 단위부피당 사출물의 함량도 감소되어 92wt%에서는 8.2462g으로 감소하였다.

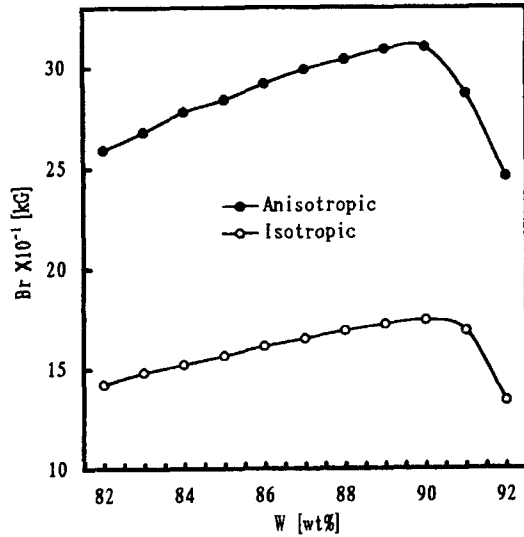


그림 7. 사출성형에 의한 Sr-페라이트 본드자석의 잔류자속밀도
 Fig. 7. Remanence of Sr-ferrite bonded magnet fabricated by injection moulding.

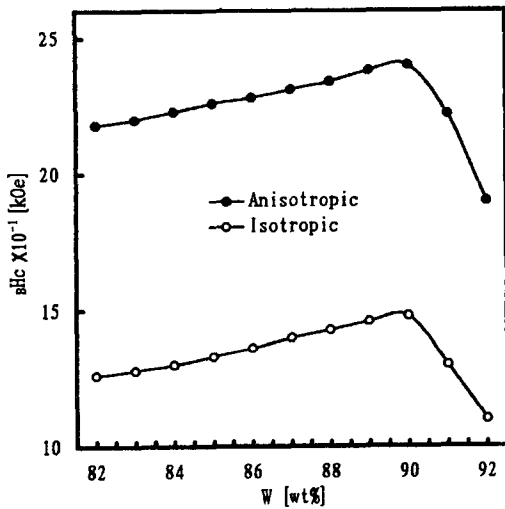


그림 6. 사출성형에 의한 Sr-페라이트 본드자석의 보자력
 Fig. 6. Coercive force of Sr-ferrite bonded magnet fabricated by injection moulding.

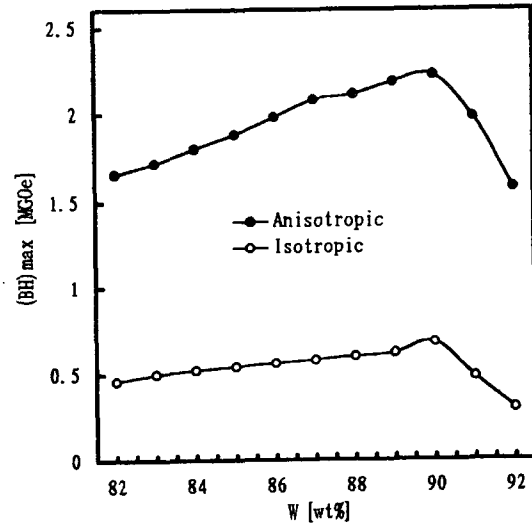


그림 8. 사출성형에 의한 Sr-페라이트 본드자석의 최대에너지곱
 Fig. 8. Maximum energy product of Sr-ferrite bonded magnet fabricated by injection moulding.

생각된다. 실제로 함량 90wt%에서 사출성형한 시편이 캐비티내로 완전한 충전이 이루어져서 시편의 공기중의 중량도 9.7024g이었으나, 함량 90wt% 이상에서는 유동성의 저하로 사출압력이 캐비티내

그림 8은 $(BH)_{max}$ 특성을 나타낸 것이다. 그림에서 알 수 있는 바와 같이, 함량 90wt%에서 보자력과 잔류자속밀도가 높게 나타났다. 이것은 그림 4에서 배향도가 85%로서 인가자계에 의하여 자화용이면(001)면이 c축으로 배열되었기 때문인 것으로 생각된다.

이상의 결과에서 알 수 있는 바와 같이, 폴리아미드12를 바인더로 하여 이방성 Sr페라이트·플라스틱자석을 제작했을 때, 페라이트함유량 90wt%에서 보자력 $B_Hc=2.41kOe$, 잔류자속밀도 $Br=3.10kG$, 최대에너지곱 $(BH)_{max}=2.21MGOe$, 밀도 $d=3.64g/cm^3$ 및 배향도 $f=85\%$ 를 얻을 수 있었다.

그림 9는 Sr페라이트함량 90wt%의 Sr페라이트분말과 폴리아미드12와의 혼합물에 다시 희토류($Nd_2Fe_{14}B$)를 첨가했을 때의 자기특성을 나타낸 것이다. 그림에서 알 수 있는 바와 같이, 잔류자속밀도는 거의 변화가 없었으나, 보자력은 완만하게 증가하였다. 이것은 자계중 사출성형시에 인가한 세기 12kOe의 자계가 희토류분말을 포화시키기에는 부족하여, 자화용이축회전이 완전히 이루어지지 않았기 때문에, 잔류자속밀도의 변화가 거의 나타나지 않은 것으로 생각된다. 보자력의 경우는 희토류분말이 가지고 있는 고유의 보자력 때문에 완만한

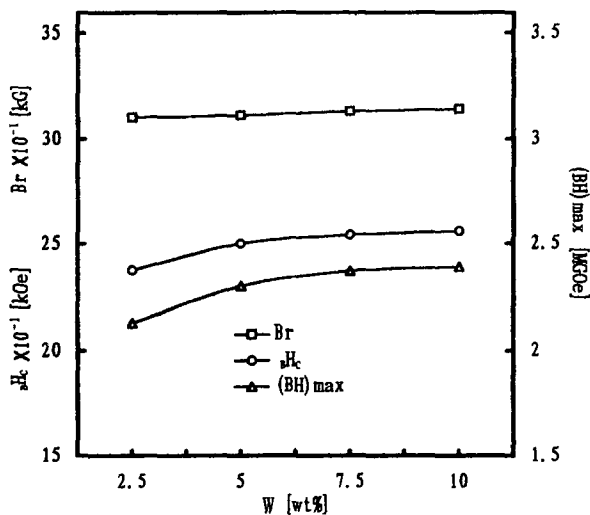


그림 9. Nd-Fe-B 첨가에 따른 사출성형에 의한 Sr-페라이트 본드자석의 자기적 특성

Fig. 9. Magnetic properties of Sr-ferrite bonded magnet fabricated by injection moulding with content of $Nd_2Fe_{14}B$ rare earth powder.

증가로 나타난 것으로 생각된다. 희토류($Nd_2Fe_{14}B$)를 첨가한 경우의 자기특성은, 펠렛팅된 희토류의 양이 10wt%이었을 때, 보자력 $B_Hc=2.57kOe$, 잔류자속밀도 $Br=3.14kG$ 및 최대에너지곱 $(BH)_{max}=2.39MGOe$ 을 얻었다.

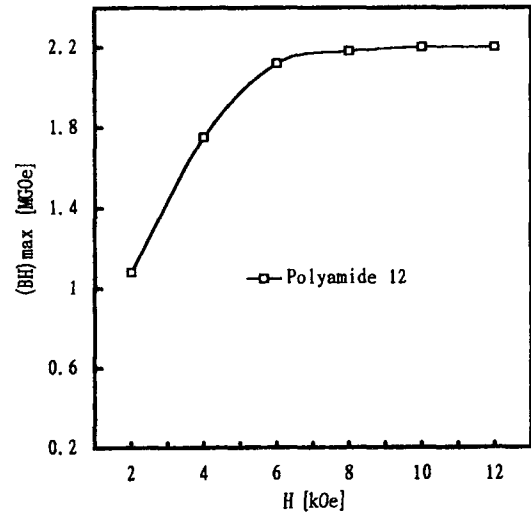


그림 10. 인가자계의 세기에 따른 사출성형에 의한 Sr-페라이트 본드자석의 최대 에너지적

Fig. 10. Maximum energy product of Sr-ferrite bonded magnet fabricated by injection moulding as a function of applied magnetic intensity.

그림 10은 인가자계의 세기에 따른 $(BH)_{max}$ 의 변화를 나타낸 것이다. 그림에서 알 수 있는 바와 같이, 인가자계 8kOe에서 포화가 완료되어 있다. 이것은 외부자계 8kOe로 Sr페라이트분말의 배향이 끝난 상태에 있는 것으로 간주된다. 이것은 실험을 통해서도 확인하였는데, 그림 11은 인가자계의 세기와 배향도의 관계를 나타낸 것이다. 그림에서 보는 바와 같이, 외부자계 8kOe에서 배향도가 84.8%이고, 10kOe부터는 배향도가 85%로서 거의 변화가 없었다. 본 연구에서는 인가자계의 세기를 좀더 높여서 12kOe로 하였다.

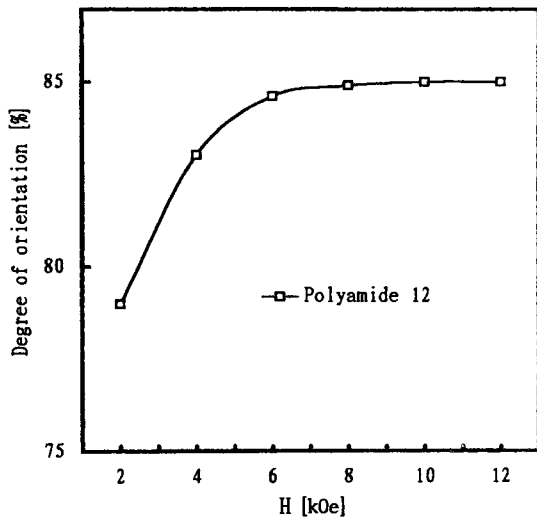


그림 11. 인가자계의 세기에 따른 사출성형에 의한 Sr-ferrite 본드자석의 배향도

Fig. 11. Degree of orientation of Sr-ferrite bonded magnet fabricated by injection moulding as a function of applied magnetic intensity.

4. 결 론

Sr-ferrite 본드자석의 고성능화를 위하여 Sr-ferrite 분말의 충전율, 희토류(Nd₂Fe₁₄B)와 인가자계의 세기에 따른 연구결과는 다음과 같다.

1) 비화학양론조성인 SrO·5.9Fe₂O₃의 소결온도는 1225℃로 하였으며, 탄소코팅법에 의해서 Sr 페라이트 분말의 미분쇄시 분쇄효과를 높였으며, 이로 인해 18시간 분쇄에서 0.9~1.2μm의 단자구에 가까운 미립자분말을 얻을 수 있었다.

2) Sr페라이트·본드자석의 제조조건은 사출온도 250℃, 사출압력 200kgf/cm², 몰드온도 80℃, 인가자계의 세기와 시간은 12kOe, 10초로 하였다. Sr페라이트 분말의 함량은 90wt% 이었으며, 이때 이방성 Sr페라이트·본드자석의 배향도는 85.3%를 얻을 수 있었다.

3) 이방성 Sr페라이트·본드자석의 자기적특성으로, 보자력 $B_H C = 2.41 kOe$, 잔류자속밀도 $B_r = 3.10 kG$ 및 최대에너지곱 $(BH)_{max} = 2.21 MGOe$ 의 우수한 특성을 얻을 수 있었다.

4) 특히, Sr페라이트 분말의 함량 90wt%에 희토류(Nd-Fe-B, Wellmax-CN)분말 10wt%를 첨가하여 보자력 $B_H C = 2.57 kOe$, 잔류자속밀도 $B_r = 3.14 kG$ 및 최대에너지곱 $(BH)_{max} = 2.39 MGOe$ 의 우수한 값을 얻을 수 있었다.

※ 본 연구는 한국과학재단 특정연구과제(93-0300-12-01-3)에 의해 수행되었음.

참 고 문 헌

- 1) 정원용 : "최신 플라스틱자석의 제조기술의 현황", 대한금속학회회보, 6(1), 671 (1993)
- 2) Kinit : "영구자석의 개발과 응용기술", 기술정보시리즈, 제36호, 607 (1983)
- 3) 雨宮大二 : "ゴム磁石", エレクトロニク・セラミックス, '72.7, 複合材料特集, p.37, (1972)
- 4) 岩間義郎 外 6人 : "硬質磁性材料", 丸善株式会社, p.99, (1976)
- 5) 米野實 : "Plastic Magnets", National Technical Report, 25(5), 880 (1979)
- 6) K.Oda et al : "Magnetic Properties of SrFe₁₂O₁₉ Particle Prepared by the Glass-Ceramic Methode", J.Ma.Sci, Lett, p.3, (1984)
- 7) 小島 浩 : "フェライト磁石", 日本金屬學會會報, 24,(9), p.699, (1985)
- 8) K.Haneda et al : "Preperation of Small Particle of SrFe₁₂O₁₉ with High Coercivity by Hydrolysis of Metal-Organic Completes", IEEE Trans.MAG., MAG-23, (5), p.3134, (1987)
- 9) X.Solands, et al : "Crystal Structure Strontium Hexaferrite SrFe₁₂O₁₉", J.S.S.Chem., 72, p.218, (1988)
- 10) Tokin : "永久磁石", 東北金屬(株), p.14, (1989)
- 11) 金管 三 : "新時代の 磁性材料", p.25, (1989)
- 12) N.Horiishi and S.Yamamoto : "Ferrite Powder For Bonded Magnets.", ICF 6, Tokyo and Kyoto, Japan (1992)
- 13) M.Hamano : "Overview Of Bonded Magnets In Japan", ICF 6, Tokyo and Kyoto, Japan (1992)

저자소개



신용진

1935년 10월 20일생. 1962년 2월 고려대학교 물리학과 졸업. 1964년 9월 동 대학교 대학원 물리학과 이학석사. 1981년 2월 명지대학교 대학원 전기공학과 공학박사. 1978년 현재 명지대학교 전자공학과 교수.



진성빈

1966년 7월 4일생. 1993년 2월 명지대학교 전자공학과 공학사. 1995년 2월 동 대학교 대학원 전자공학과 공학석사. 1995년-현재 명지대학교 대학원 전자공학과 박사과정.



문현욱

1960년 8월 7일생. 1988년 2월 명지대학교 전자공학과 공학사. 1990년 2월 동 대학교 대학원 전자공학과 공학석사. 1996년 2월 동 대학교 대학원 전자공학과 공학박사. 1996년-현재 동원전문대학 전자과 교수.



정왕일

1970년 5월 24일생. 1996년 2월 명지대학교 전자공학과 공학사. 1996년-현재 동 대학교 대학원 전자공학과 석사과정.