

# 고에너지 볼밀링법으로 제조된 $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ 합금 분말의 미세조직 및 자성특성 관찰

김보식\*, 장시영

한국항공대학교 항공재료공학과

## 1. 서론

최근 고성능 희토류 영구자석은 다른 자석재료에 비하여 매우 고가이지만 그 자기적 특성 때문에 가정용-산업용의 전기·전자기기의 고성능화는 물론, 소형화 및 경량화를 위하여 그 수요는 증가하고 있다. 그 중 Sm-Co계의  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  희토류 영구자석은 (BH)max가  $240 \text{ kJ/m}^3$ 을 넘는 고성능 자석[1]으로서, Nd-Fe-B계 자석에 비하여 Curie 점이 훨씬 높을 뿐만 아니라, 내식성도 우수하여 특수 목적으로 수요가 증대되고 있으며, 그 제조법에 있어서도 활발한 연구가 진행중이다[2]. 본 연구에서 쓰인 고에너지 볼밀링을 이용한 기계적 합금화법은 분말제조와 벌크 제품화가 쉽고 비용이 싸다는 장점을 가지고 있으며[3], 나노 결정 합금 분말의 벌크 제품화 종류들 중 가장 강력하고 편리한 방법이다. 본 연구에서는 최적조건인 고에너지 볼밀링법이  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  합금 분말의 미세조직과 자성특성에 미치는 영향을 관찰하였다.

## 2. 실험방법

본 실험에서는  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  합금 분말을 합금 분말을 스테인레스 스틸볼 100 g과 분말 5 g (20:1)의 비율로 하고, 공정제어제(Toluene)를 7 wt% 첨가하여 Ar 분위기에서 5시간 동안 고에너지 볼밀링을 하였다. 볼밀링 회전속도는 800 rpm으로 고정하여 각 조건의 분말을 Ar 분위기의 글로브 박스 내에서 미량으로 채취하였다. 주사전자현미경(SEM)을 이용하여 밀링 후 분말의 크기 및 형상 변화를 관찰하였고, 화상해석을 이용하여 분말 입자의 크기와 형상을 정량화하였다. 분말의 자성특성은 VSM을 통해 상온에서  $\pm 12.5 \text{ kOe}$  자기장을 인가하여 측정하였다.

## 3. 실험결과

그림 1은 최적의 조건으로 고에너지 볼밀링된  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  합금 분말의 미세조직을 SEM을 이용하여 관찰한 것이다. 초기 분말은 크기 범위가  $3 \sim 115 \mu\text{m}$  정도의 각 형상을 나타내지만, 밀링후에는  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  합금 분말의 크기가 감소하며, 분말의 형상은 구형에 가까워 변하는 것을 알 수 있다.

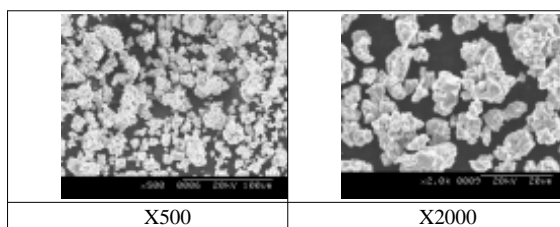


Fig. 1. SEM images showing ball-milled  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  alloy powders with 800 rpm for 5 h.

그림 2는 그림 1로부터 얻어진  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  합금 분말의 크기와 형상변화를 정량적으로 나타낸 결과이다. 밀링 후 분말의 크기는 약  $15 \mu\text{m}$  정도로 감소하였고, 형상인자가 0.72인 초기 분말은 밀링 후 0.81로서 구형에 가까워짐을 알 수 있다.

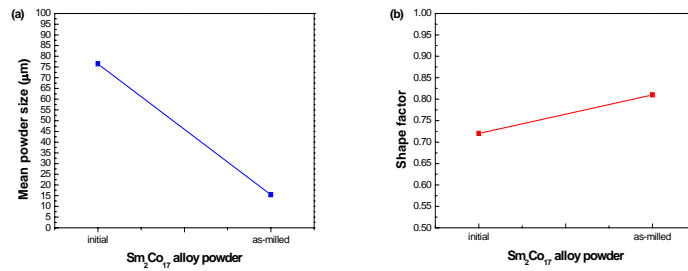


Fig. 2.  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  alloy powders of (a) mean powder size, (b) shape factor.

그림 3은 볼밀링된  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  합금 분말과 볼밀링 후  $800^\circ\text{C}$ 에서 30분간 열처리된  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  합금 분말의 보자력과 포화자화 값의 변화를 VSM을 이용하여 측정한 그래프이다. 볼밀링 후 보자력이 약 76 Oe로 감소했지만, 열처리 후에는 초기 분말의 보자력보다 증가하여 약 658 Oe를 나타낸다.

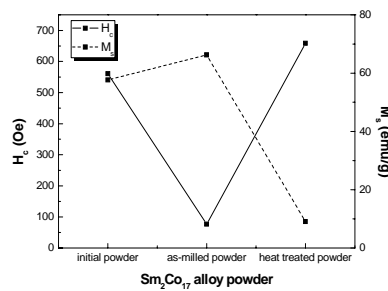


Fig. 3. Coercivity  $H_c$  and saturation Magnetization  $M_s$  of ball-milled  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  alloy powders.

#### 4. 고찰

결정립의 크기가 임계크기 이하로 줄어들 때 보자력의 급격한 감소를 가져와서 초상자성이 발생한다[4]. 그림 3에서의 보자력 값의 변화는 결정립크기가 임계크기 이하로 감소함에 따라 나타나는 초상자성과 입자 미세화로 인해 상대적으로 영향이 커지는 열 에너지에 따른 진동이 입자의 자기 모멘트를 흔들리려는 열 효과 때문인 것으로 판단된다. 열처리 후 보자력 값이 증가하는 것은 확산에 의한 결정립 크기의 증가 때문인 것으로 생각된다.

#### 5. 결론

본 연구에서는 고에너지 볼밀링법을 이용하여 제조된  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  합금 분말의 미세조직과 자성특성을 관찰하였다. 볼밀링 후 분말의 크기는 감소하였으며, 형상은 구형에 가깝게 변화하였다. 분말의 자성 특성을 관찰한 결과, 볼밀링 후 보자력이 감소하였지만 볼밀링된 분말을 열처리하였을 경우 보자력이 다시 회복하는 결과를 나타내었다. 앞으로 TEM을 통하여 결정립 크기에 대한 연구를 수행할 예정이다.

#### 6. 참고문헌

- [1] T. Ojima, S. Tomizawa, T. Yoneyama : IEEE Trans. Magn., MAG-13 (1977), 1371.
- [2] Herget, C. : Metallurgical Methods for the production of Rare Earth-Transition Metal Permanent Magnet Materials, MPR, 438~444, June, (1987).
- [3] B.D. Culity and C.D. Graham : Introduction to Magnetic Materials, Wesley-IEEE, 2006.
- [4] G. Herzer : J. Mag. Mag. Mater. 157/158 (1996) 113.

본 연구는 지식경제부 소재원천기술개발사업의 연구비 지원으로 수행되었습니다.