

## 사출성형용 컴파운드의 유변학적 특성에 미치는 Sm-Co 계 분말의 입도 영향

정우상\* · 김운배 · 정원용

한국과학기술연구원, 금속공정센터  
서울 성북구 하월곡동 39-1

(2001년 5월 25일 받음, 2001년 7월 30일 최종수정본 받음)

Sm-Co계 플라스틱 자석 제조를 위한 사출 성형용 컴파운드의 제조법을 연구하기 위해 미세분말과 조대분말을 혼합하여 자성분말의 입도 변화, 배합비 및 부피분율에 따른 컴파운드의 유변학적 특성을 조사하였다. 조대분말의 평균입도가 증가하면 분말의 충전율이 증가하여 컴파운드의 점도가 감소하였다. 그러나 미세분말의 평균입도가 작아지는 경우, 미세분말들간의 응집성으로 인하여 오히려 점도가 증가하였다. 기계적으로 분쇄된 Sm-Co계 분말의 경우, 125~75  $\mu\text{m}$  크기의 조대분말과 평균입도 4.9  $\mu\text{m}$ 인 미세분말을 혼합하여 제조된 컴파운드의 점도는 분말의 배합비에 의존하며 조대분말을 60% 혼합한 경우 가장 낮은 점도를 나타냈다. 이는 조대분말의 양이 60%일 때 자성분말의 충전율이 최대가 됨을 의미한다. 자성분말의 부피분율에 따른 컴파운드의 점도는 유변학적 모델을 잘 만족시켰으며 사출 성형이 가능한 Sm-Co계 자성분말의 최대 부피분율은 약 66%이었다.

**주제어** : 플라스틱자석, 사출성형, 자성분말, Sm-Co합금, 유변학적 특성

### I. 서 론

플라스틱 자석은 자성분말을 유기 결합제와 혼합하여 압축 성형 및 사출성형 방법을 사용하여 원하는 제품 형태로 제조된다. 사출 성형으로 제조된 플라스틱 자석은 컴파운드의 유동성과 사출후의 자석의 강도 유지를 위해 유기 결합제를 바인더로 사용하기 때문에 소결자석에 비해 자기특성이 떨어지는 단점이 있으나, 칫수의 정밀도가 우수하고 제조법이 간단하여 제조 원가가 저렴하다는 장점이 있어 높은 자기특성이 요구되지 않는 부품에 널리 사용된다[1-3]. 그중에서도 특히 사출 성형에 의한 플라스틱 자석은 복잡한 형상 및 다양한 착자 방법을 적용하여 대량 생산이 가능하다는 잇점을 갖고 있어 그 수요가 급격히 증가하는 추세이다[4].

사출 성형용 컴파운드는 사출 가능한 유동성 범위내에서 여러번 반복 사용에 의한 유동성 감소가 거의 없어야 하기 때문에 컴파운드 내의 바인더가 자성분말과 강한 결합력을 갖고 용융온도 이상에서 우수한 열적 안정성을 가져야만 한다. 플라스틱 자석의 자기적 특성 향상을 위해서는 자성분말의 함량을 증가시켜야 하는데 자성분말 함량 증가시 컴파운드의 점도는 급격히 증가하게 된다. 사출 성

형용 컴파운드의 유동성은 자성분말 함량 이외에 분말의 입도, 분포 및 균질도, 자성분말의 충전율, 주 바인더 및 보조 바인더의 함량, 자성분말과 바인더의 결합력을 증대시키기 위한 적절한 커플링제 선정 및 커플링 처리 방법 등에도 영향을 받는다[5-7]. 따라서 자기적 특성이 우수한 사출 성형용 컴파운드를 제조하기 위해서는 이러한 변수들을 최적화하여 사출성형이 가능한 조건 내에서 자성분말의 함량을 최대한 증가시키는 것이 필수적이다.

본 연구에서는 Sm-Co계 플라스틱 자석 제조를 위한 사출 성형용 컴파운드 제조법을 연구하기 위해 분말 크기가 서로 다른 조대분말과 미세분말을 혼합하여 분말의 입도 및 배합비에 따른 컴파운드의 점도 변화를 모세관 레오미터로 조사하였다. 또한 동일한 분말 크기 조건에서 Sm-Co계 자성분말의 부피분율에 따른 컴파운드의 유변학적 특성을 조사하였다.

### II. 실험 방법

분말 사출 성형용 Sm-Co계 컴파운드를 제조하기 위한 자성분말은 고주파 유도로서 용해후 금속 주형에 주조하여 잉곳을 얻었다. 분말의 조성은 49.7Co-24.5Sm-17Fe-5.5Cu-3.3Zr이다. 원료 잉곳을 Ar 분위기하에서 disk mill 방법으로 조분쇄한 후 300, 200, 125, 75  $\mu\text{m}$

\*Tel: 958-5429, E-mail: wsjung@kistmail.kist.re.kr

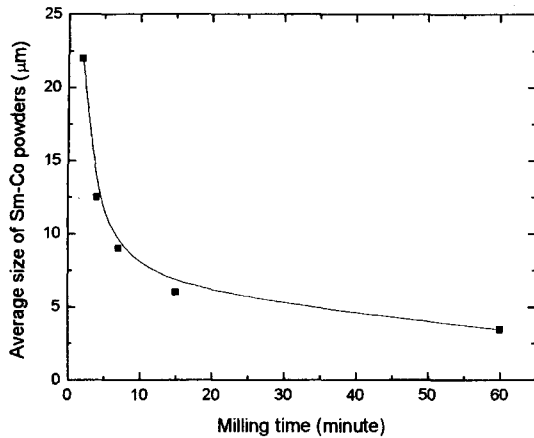


Fig. 1. Variation of average size of Sm-Co powders with milling time.

크기의 sieve로 분류하였다. 조분쇄후 분류된 분말 중 75 μm 이하 크기의 분말을 Alcohol을 매개체로 하여 유성밀을 사용하여 분쇄 시간을 달리하여 미분쇄함으로써 평균 입도가 각각 다른 분말을 얻었다. 미분쇄된 분말의 평균 입도는 sub sieve sizer(Fisher Scientific, model 95)로 측정하였으며 Fig. 1에 보여준 바와 같이 유성밀에서의 분쇄 시간 증가에 따라 초기에 급격히 감소하다가 15분 이상에서는 분쇄 속도가 아주 느리게 됨을 알 수 있다. 미분쇄된 분말의 평균 입도는 분쇄 시간에 따라 3.45~22.0 μm 범위를 나타냈다. Sieve로 분류된 조대분말 및 유성밀로 미분쇄된 미세분말의 형태는 분말 상태로 Hitachi 사의 S-4200 주사전자현미경으로 관찰하였다.

컴파운드 제조시 자성분말은 조대분말과 미세분말을 여러 가지 배합비로 섞어서 사용하였다. 무게 기준으로 미세분말 30 %와 조대분말 70 %를 V-mixer에서 30분 이상 혼합하여 균일한 원료 분말 특성을 갖도록 하였고, 30 %에서 85 % 까지 10 % 간격으로 조대분말과 미세분말의 배합비를 달리하여 컴파운드를 제조하였다.

균일하게 혼합된 Sm-Co계 분말에 실란계 커플링제인 A-1120(Witco Co., N-gamma aminopropyltrimethoxy silane)을 1 wt.% 첨가하여 분말 표면을 커플링 처리하였다. 분말 사출 성형용 Sm-Co계 컴파운드를 제조하기 위한 주 바인더로는 나일론 12(UBE, P3014U)를 사용하였다. 나일론 12의 밀도는 1.02, 융점은 178~180 °C이다. 컴파운드 제조시 자성분말의 함량이 60~68 %의 부피분율이 되도록 하여 나일론과 보조 바인더인 가소제 및 윤활제를 소량 첨가하여 믹서에서 10분간 혼합한 후 200 °C에서 2회

압출하여 컴파운드를 제조하였다. 제조된 컴파운드의 점도는 Rosand사의 RH14-C 모세관 레오미터를 사용하여 측정되었다. 이때 사용된 다이의 모세관 지름은 1 mm, 길이는 16 mm이고, 배럴온도는 220 °C였으며, 컴파운드의 온도평형을 위해 2분간 유지한 후 점도를 측정하였다.

컴파운드의 주 바인더인 나일론 12와 자성분말과의 결합 정도를 조사하기 위하여 DSC(differential scanning calorimetry, TA instrument Co. model 2010)를 사용하여 열분석하였다. 열분석은 질소 분위기에서 행하였으며 승온 속도는 10 °C/분 이었다.

### III. 결과 및 고찰

본 연구에서는 Sm-Co계 컴파운드 제조를 위해 조대분말과 미세분말을 여러 가지 배합비로 균일하게 혼합하여 사용하였다. Fig. 2는 유성밀로 분쇄된 미세분말의 형상을 분쇄 시간별로 주사전자현미경으로 관찰한 결과이다. 미세분말은 크기가 큰 모 분말의 귀퉁이가 떨어져나와 형성된 미세분말과 나머지 큰 분말이 혼재되어 있으며 분쇄 진행에 따라 미세분말의 양은 더욱 증가하고 모분말의 크기가 감소하여 전체 평균 입도가 감소하였다.

Fig. 3은 disk mill로 조분쇄한 원료 분말을 sieving하여 분류한 조대분말의 형상을 보여주는 사진이다. Sm-Co계 분말은 기계적으로 파쇄한 경우 나타나는 전형적인 분말의 모서리가 예리한 불규칙 형태를 갖고 있었다. 75 μm sieve 이하로 분류된 분말은 조분쇄시의 모 분말과 함께 모 분말에서 파쇄된 미세분말이 혼재된 이중 분포 형태를 나타냈다. 자기적 특성이 우수한 컴파운드 제조를 위해서는 Fig. 3 (a)~(c)과 같은 조대분말의 적층시 분말 사이에 형성되는 공극을 Fig. 2와 같은 미세분말로 채워 충진율을 최대화할 수 있는 분말 크기비 및 함량에 대한 조건을 먼저 결정해야 한다. 이론적으로 불규칙 형상을 갖는 입자의 경우, 큰 분말과 작은 분말의 크기비가 증가할수록 입자의 충진율은 증가하나 크기비가 약 8 이상이 되면 충진율 증가율이 거의 포화된다[8]. 따라서 충진율 증가를 위해서는 미세분말의 입도를 감소시키고 조대분말의 크기를 증가시켜야 하나 미세분말의 크기가 감소되면 분말의 상대 표면적 증가로 인하여 Sm-Co계 분말의 표면 산화로 인하여 자기적 특성이 감소하고, 또한 미세분말들 사이의 작은 공극으로 인해 분말 충진율이 감소되기 때문에 자기적 특성 향상을 위해서는 적절한 분말 크기비를 갖도록 컴파운드를 제조하는 것이 필수적이다.

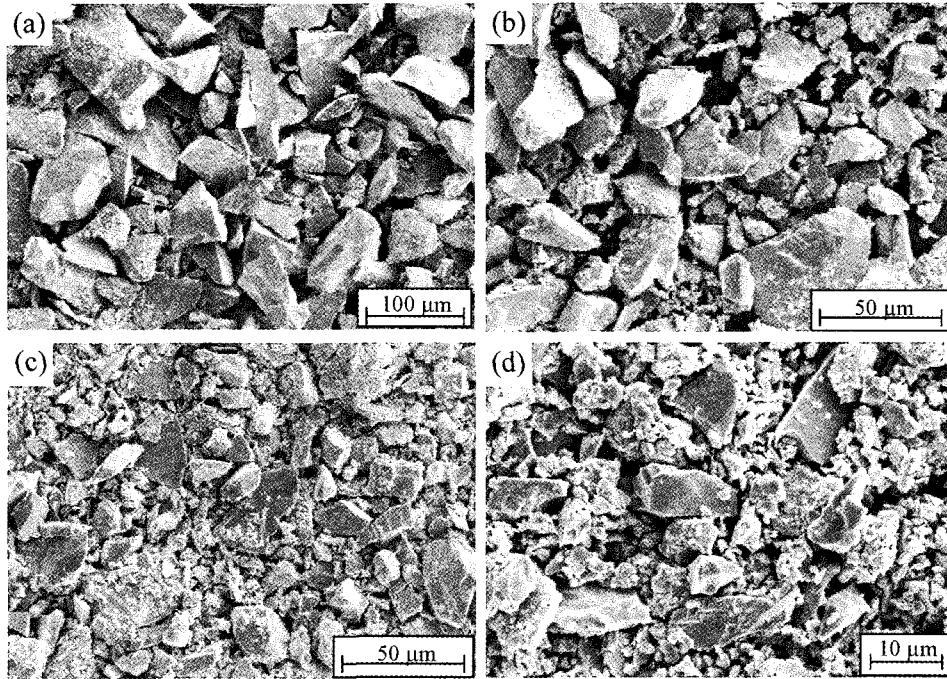


Fig. 2. Morphology of Sm-Co powders milled in different time (a) 2 min., (b) 7 min., (c) 15 min. and (d) 60 min.

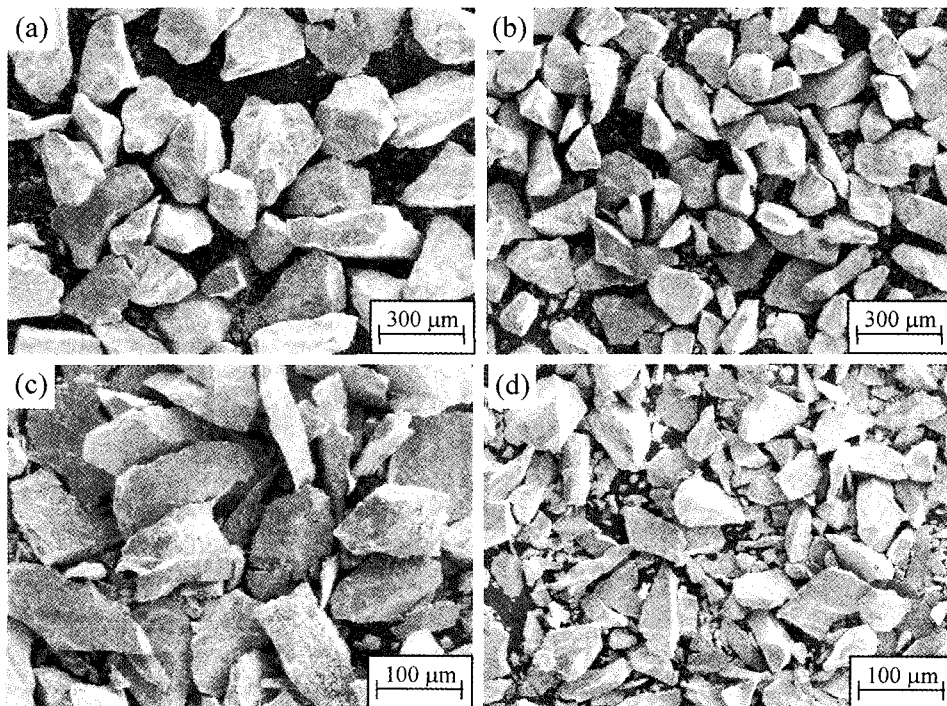


Fig. 3. Morphology of sieved Sm-Co powders (a) 300-200 μm, (b) 200-125 μm, (c) 125-75 μm, and (d) below 75 μm.

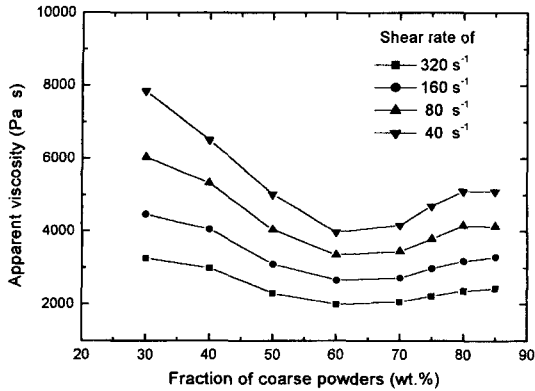


Fig. 4. Variation of apparent viscosity of Sm-Co type compound with various coarse/fine powder mixture ratio.

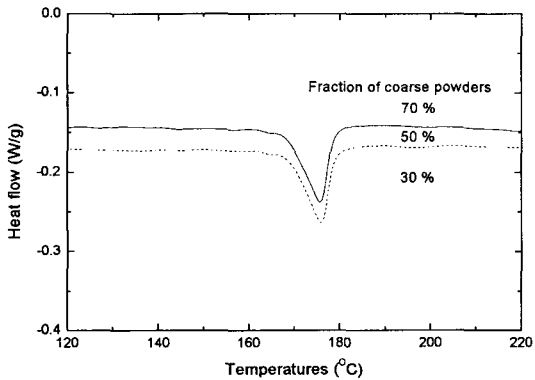


Fig. 5. Differential scanning calorimetric analysis of Sm-Co type compound with indicated fraction of coarse powders.

Fig. 4는 조대분말과 미세분말의 배합비를 변화시켜 컴파운드를 제조한 후의 점도 측정 결과를 조대분말 비율에 따라 나타낸 것이다. 컴파운드 제조에 사용한 조대분말은 125~75  $\mu\text{m}$  범위의 것을, 미세분말은 평균 입도가 4.9  $\mu\text{m}$  인 것을 사용하였으며, 그 크기비는 약 20 정도이다. 컴파운드 중 Sm-Co계 합금 분말의 부피분율은 62 %로 고정하였다. 그 결과 조대분말의 함량이 증가함에 따라 점도는 감소하다가 분율 60 %에서 최저값을 갖고 다시 증가하였다. 즉 조대분말과 미세분말의 크기비가 약 20인 경우 조대분말 함량이 60 % 일때 조대분말 사이의 공극을 미세분말이 가장 잘 채워 자성분말의 충전율이 최대가 된다는 것을 알수 있다. Fig. 4에 나타난 컴파운드 중 조대분말의 함량이 각각 70 %, 50 %, 30 %인 컴파운드의 DSC 열분석 결과를 Fig. 5 에 나타내었다. 그림에서 보여주는 피크는 컴파운드내의 주 바인더인 나일론의 용융 온도이다. 나일론의 용융 온도는 조대 분말의 함량에 따라 거의 변

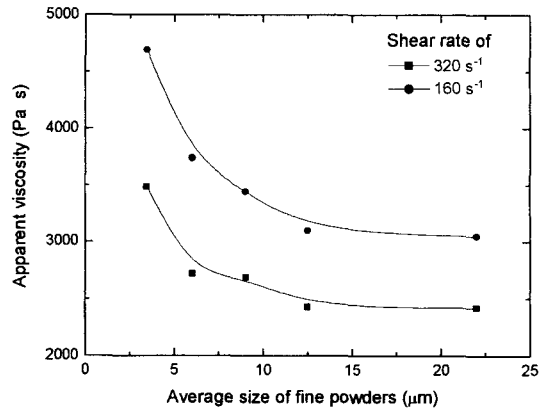


Fig. 6. Variation of apparent viscosity in Sm-Co compound with average size of fine powders at indicated shear rate.

화가 없었다. 용융 온도는 컴파운드의 유동성과 밀접히 관련되며 커플링처리된 자성분말과 나일론과의 결합력에 의존한다. 본 연구에서의 가스제의 함량은 일정하기 때문에 조대분말과 미세분말의 배합비에 따른 점도 변화는 자성분말의 충전율에 기인한 것으로 판단된다.

75~125  $\mu\text{m}$  크기의 조대분말 70 %와 서로 다른 입도를 갖는 미세분말 30 %를 혼합하여 컴파운드를 제조한후 측정된 Sm-Co계 컴파운드의 점도를 미세분말의 평균 입도에 따라 Fig. 6에 나타내었다. 컴파운드 제조시 커플링 처리는 분말 무게 기준으로 1 wt.%의 A-1120을 사용하였고, 컴파운드내의 Sm-Co계 자성분말의 부피분율은 64 %이었다. 서로 다른 입도를 갖는 두 분말을 혼합하여 제조된 컴파운드의 점도는 미세분말의 입도가 증가함에 따라 감소하였다. A-1120으로 커플링처리된 혼합 분말의 입도가 감소함에 따라 Sm-Co계 자성분말간 자력은 증가한다. 자력 증가시 컴파운드내의 분말들간의 뭉침성 및 응집성을 증가시켜 분말의 분산도를 감소시켜 분말의 충전율 저하를 초래하게 된다. 분말의 충전율이 감소하게 되면 분말-바인더 결합이 불균일해져 컴파운드의 점도가 증가하게 된다.

Fig. 7은 평균 입도가 5.1  $\mu\text{m}$ 인 미세분말 30 %와 Fig. 3의 조대분말 70 %를 혼합하여 제조한 컴파운드의 점도 측정 결과이다. 이때 자성분말의 부피분율은 64 %, 커플링 처리시의 커플링제 A-1120의 함량은 1 wt.% 였다. 조대분말의 입도 증가에 따라 컴파운드의 점도는 감소함을 알수 있다. 조대분말의 크기가 증가하는 경우, 조대분말과 미세분말의 상대 크기비 증가로 인해 분말 충전율이 증가되고 이에 따라 컴파운드의 점도가 감소되는 것으로 판단된다.

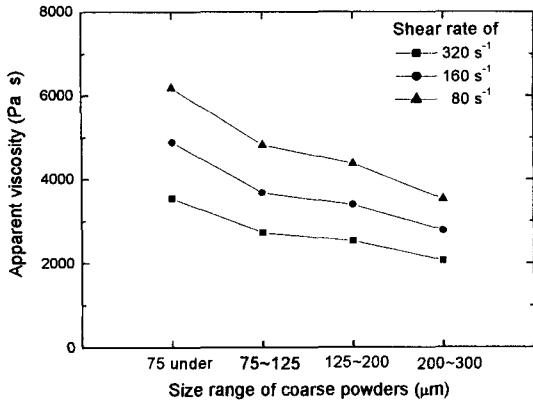


Fig. 7. Apparent viscosity of Sm-Co type compound with the variation of coarse powder size.

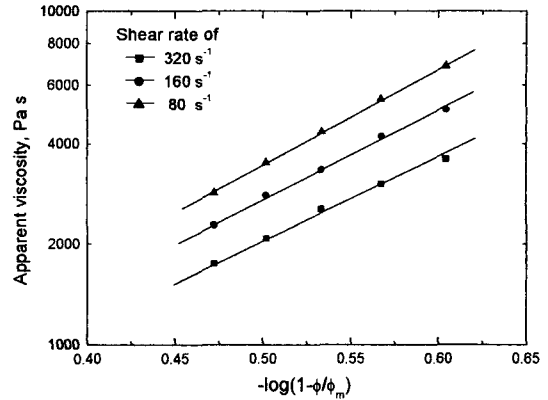


Fig. 8. Variation of apparent viscosity of Sm-Co type compound with different powder loading.

분말 사출 성형법으로 Sm-Co계 영구자석을 제조하기 위해서는 지금까지 살펴본 변수 즉, 분말의 입도 분포, 분말의 평균 입도 이외에 주바인더인 나일론에 미량 첨가되는 여러 가지 첨가제의 종류 및 함량등이 컴파운드의 유동성에 큰 영향을 미친다. 또한 영구자석의 자기적 특성 향상을 위해서는 사출 성형이 가능한 조건 내에서 Sm-Co계 자성분말 함량을 증가시키는 것이 필수적이다. 자성분말의 부피분율에 따른 컴파운드의 점도 변화를 예측하는 모델에 의하면[9-11], 컴파운드의 점도는 다음과 같은 식으로 나타낼수 있다.

$$\eta = \eta_b \cdot A (1 - \phi/\phi_m)^{-n} \quad (1)$$

여기서  $\eta$ 는 컴파운드의 점도,  $\eta_b$ 는 바인더의 점도,  $\phi$ 는 자성분말의 부피분율,  $\phi_m$ 은 자성분말의 최대 부피분율이며 A, n은 컴파운드 제조와 관련된 변수, 즉 사용된 분말 및 바인더의 종류, 커플링제 및 그 처리 방법, 각종 첨가제의 종류와 함량 등, 에 의존하는 상수값이다. 최대 부피분율은 분말의 형태 및 그 분포에 따라 변화하는 값으로 bimodal 분포를 갖는 경우 얻을수 있는 최대 부피분율은 0.905로 알려져 있다[8].

75~125 μm 크기의 조대분말 70%와 평균 입도 4.9 μm인 미세분말 30%를 혼합하여 Sm-Co계 자성분말을 제조한 후 자성분말의 부피분율을 60~68%로 변화시켜 컴파운드를 제조하였다. Fig. 8은 측정된 점도의 대수값을  $\log(1-\phi/\phi_m)$ 에 대해 나타낸 것으로 직선성을 만족시킴을 알수 있다. 이때  $\phi_m$ 은 0.905를 사용하였다. 따라서 컴파운드의 결합제 시스템과 제조 공정이 동일한 경우 자성분말의 부피분율 변화에 따른 컴파운드의 점도를 식 (1)에

의해 예측할수 있으리라 예상된다. 또한 실제 양산 금형을 이용하여 시험한 결과에 의하면 컴파운드의 점도가 전단 속도가 320 s<sup>-1</sup>일때 3000 Pa s 보다 낮아야만 사출이 가능하였다. 본 연구에서 조대분말과 미세분말을 혼합하여 컴파운드를 제조하는 경우, 사출 가능한 Sm-Co계 자성분말의 부피분율은 최대 66%였다. 앞으로도 본 연구 결과에서 보여준 분말의 입도 분포를 잘 조절하고 결합제 및 첨가제 시스템을 최적화한다면 분말 사출 성형시의 자성분말의 부피분율을 증가시켜 플라스틱 자석의 자기적 특성 향상이 가능할 것으로 예상된다.

#### IV. 결 론

분말 사출 성형용 Sm-Co계 컴파운드의 제조시 크기가 서로 다른 두종류의 분말을 혼합하여 분말 크기비 및 배합비에 따른 컴파운드의 유변학적 특성을 조사하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 조대분말의 평균 입도 증가에 따라 분말의 충전율이 증가하여 컴파운드의 점도가 감소하였다. 그러나 미세분말의 평균 입도가 감소하는 경우, 분말의 응집성이 증가하여 점도가 증가하기 때문에 적절한 분말의 입도 조절이 필수적이다.
2. 125~75 μm 크기의 조대분말과, 평균입도가 4.9 μm인 미세분말을 배합비를 달리하여 혼합한 후 컴파운드를 제조한 결과, 조대분말 함량이 증가함에 따라 점도는 감소하다가 다시 증가하였으며 조대분말 함량이 60%일 때 점도가 가장 낮았다.
3. 분말 부피분율에 따른 컴파운드의 점도 변화는 유변

학적 모델을 잘 만족시켰으며, 사출 성형이 가능한 Sm-Co계 자성분말의 최대 부피분율은 약 66 % 였다.

참 고 문 헌

[1] M. Hamamo, Plastic age, May, 127(1988).  
 [2] R. M. German, K. F. Hens and S. P. Lin, Am. Ceram. Soc. Bull., **70**(8), 1294(1991).  
 [3] R. M. German, "Powder Injection Molding," Metal Powder Industries Federation, Princeton, New Jersey, 197-217(1990).  
 [4] P. R. Homsby, Plastics Compounding, **6**, 65(1983).  
 [5] Bulletin KR-0975-2, Kenrich Petrochemicals Inc., Bayonne, New Jersey, (1975).  
 [6] S. H. Lee, J. W. Choi, T. J. Moon and W. Y. Jeung, J. Kor. Mag. Soc., **8**(3), 150(1998).  
 [7] R. B. Seymour, Additives for Plastics, Academic Press, New Jersey, **1**, 123(1978).  
 [8] R. M. German, "Powder Injection Molding," Metal Powder Industries Federation, Princeton, New Jersey, 23-58 (1990).  
 [9] C. I. Chung, B. O. Rhee, M. Y. Cao and C. X. Liu, Advances in Powder Technology, **3**, 67(1989).  
 [10] A. B. Metzner, Journal of Rheology, **29**, 739(1985).  
 [11] D. I. Lee, Transactions of the Society of Rheology, **13**, 273(1969).

Effect of Powder Size on the Rheological Characteristics of Sm-Co Type Compound for Powder Injection Molding

Woo Sang Jung\*, Yoon Bae Kim and Won Young Jeung

Metal Processing Research Center, KIST, P.O. Box 131 Cheongryang, Seoul 130-650, Korea

(Received 25 May 2001, in final form 30 July 2001)

Rheological characteristics of Sm-Co type plastic magnet compound for powder injection molding process were investigated with the variation of the magnetic powder size, their relative contents and volume fraction using the mixture of fine and coarse powder. Shear viscosity of Sm-Co type compound was decreased with increasing the size of coarse powder due to the increase of powder packing density. However, the smaller the average size of fine powder resulted in the higher viscosity of compound due to the increase of agglomeration force. In case of mechanically milled Sm-Co type powder, the viscosity of compound with the mixture of coarse powder of 125-75 μm and fine powder of average size of 4.9 μm greatly depends on their relative contents and shows a minimum value at the 60 % coarse powder fraction. This means that the compound shows a maximum packing density at the 60 % coarse powder fraction. Compound viscosities satisfied well the rheological model with the volume fraction of magnetic powder, and maximum volume fraction of magnetic powder in Sm-Co type compound for powder injection molding was about 66 %.

Key words : plastic magnet, injection molding, magnetic powder Sm-Co compound, rheological model