(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2023-0154510
(43) 공개일자 2023년11월09일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H01F 1/147 (2006.01) *H01F 1/20* (2006.01)
H01F 1/34 (2006.01) *H02K 1/02* (2006.01)
(52) CPC특허분류
H01F 1/14725 (2013.01)
H01F 1/14783 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2022-0053982
(22) 출원일자 2022년05월02일
심사청구일자 2022년05월02일

(71) 출원인
한국재료연구원
경상남도 창원시 성산구 창원대로 797 (상남동)
(72) 발명자
정재원
경상남도 창원시 성산구 원이대로878번길 9 창원가음한화꿈에그린
양상선
경상남도 창원시 성산구 대암로 253 프리빌리지아파트
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인 피씨알

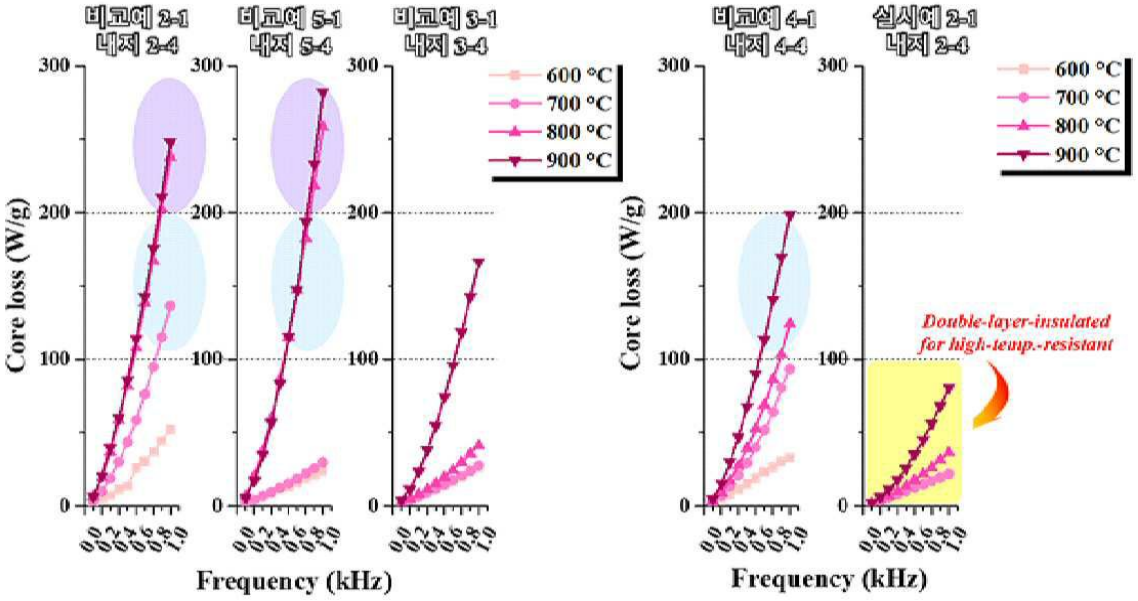
전체 청구항 수 : 총 16 항

(54) 발명의 명칭 **다층 절연코팅 연자성 재료, 이의 제조방법, 연자성 복합체, 및 이의 제조방법**

(57) 요 약

본 발명은 다층 구조의 절연 코팅을 포함하여 철손이 감소된 연자성 복합체를 제공할 수 있는 다층 절연코팅 연자성 재료, 이의 제조방법, 이에 따라 철손이 감소된 연자성 복합체, 이의 제조방법을 제공한다.

대 표 도 - 도13



(52) CPC특허분류
H01F 1/20 (2013.01)
H01F 1/342 (2013.01)
H02K 1/02 (2013.01)
(72) 발명자
권영태
경상남도 창원시 성산구 원이대로 774 성원아파트

장민선
경상남도 창원시 성산구 중앙대로 85 리제스타워

이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 1711129007
과제번호 2020M3H4A3105634
부처명 과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명 한국연구재단
연구사업명 나노·소재기술개발(R&D)
연구과제명 극미세 조직제어형 영구자석/SMC(soft magnetic composite) 소재 및 모터용 회전자/고정자 부품화 기술 개발(1단계)(2/3)
기 여 율 3/10
과제수행기관명 한국재료연구원
연구기간 2021.01.25 ~ 2021.12.31
이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 1711132517
과제번호 2020M3H4A3082028
부처명 과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명 한국연구재단
연구사업명 나노·소재기술개발(R&D)
연구과제명 고포화자화/고투자율 자성 소재 기반 고주파용 저손실 인덕터 코어 개발(1단계)(2/3)
기 여 율 7/10
과제수행기관명 한국재료연구원
연구기간 2021.01.15 ~ 2021.12.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

자성 코어;

상기 자성 코어 표면에 구비되고, 녹는점이 1200 ℃ 이상인 제1금속 산화물을 포함하는 제1층; 및

상기 제1층 표면에 구비되고, 상기 제1금속 산화물과 상이한 제2금속 산화물을 포함하는 제2층; 을 포함하는 다층 절연코팅 연자성 재료.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 제1금속 산화물의 금속은 원자 반경이 140 pm 이상인 것인 다층 절연코팅 연자성 재료.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 제1금속 산화물은 800 ℃의 온도에서 하기 식 1을 만족하는 것인 다층 절연코팅 연자성 재료:

[식 1]

$|\Delta G_{MO1}| > 410$ (kJ/mol)

상기 식 1에서 $|\Delta G_{MO1}|$는, 상기 제1금속 산화물의 800 °C의 온도에서 산화물 형성 반응의 깁스 프리 에너지의 절대값이다.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 제1금속 산화물의 금속은 철과의 혼합 반응에 있어 양의 엔탈피를 가지는 것인 다층 절연코팅 연자성 재료.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 제2금속 산화물은 밴드갭(bandgap)이 5 eV 이상이며, 비저항이 10^5 Ωcm 이상인 것인 다층 절연코팅 연자성 재료.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 제2금속 산화물은 물과 반응하여 수화물(hydroxide)을 형성하지 않는 것인 다층 절연코팅 연자성 재료.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 제1금속 산화물은 MgO, ZnO, In_2O_3, SnO_2, CaO, La_2O_3, CeO_2 및 SrO 중 1종 이상을 포함하고,

상기 제2금속 산화물은 SiO_2, Al_2O_3, ZrO_2 및 Y_2O_3 중 1종 이상을 포함하는 것인 다층 절연코팅 연자성 재료.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 제1층의 평균 두께는 30 nm 내지 1500 nm 이고, 상기 제2층의 평균 두께는 30 nm 내지 1500 nm 인 것인 다층 절연코팅 연자성 재료.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 자성 코어는 분말 형상, 칩 형상 및 막대 형상 중에서 선택된 형상을 갖고,

상기 자성 코어는 Fe, Ni, Co, Si, P, Al, B, 및 C 중 1종 이상을 포함하는 것인 다층 절연코팅 연자성 재료.

청구항 10

녹는점이 1200 ℃ 이상인 제1금속 산화물을 포함하는 제1층이 형성된 자성 코어를 제조하는 단계; 및

상기 제1층 표면에, 상기 제1금속 산화물과 상이한 제2금속 산화물을 포함하는 제2층을 형성하여 다층 절연코팅 연자성 재료를 제조하는 단계;를 포함하는

제1항 내지 제11항 중 어느 한 항의 다층 절연코팅 연자성 재료의 제조방법.

청구항 11

제10항에 있어서,

상기 제1층이 형성된 자성 코어를 제조하는 단계;는,

상기 자성 코어의 표면을 개질하는 단계;

표면이 개질된 자성 코어를 염기성 화합물 및 제1금속 전구체를 포함하는 용액에 혼합하고 반응시켜 제1중간물을 수득하는 단계;

상기 제1중간물을 건조하고 어닐링하는 단계;를 포함하는 것인 다층 절연코팅 연자성 재료의 제조방법.

청구항 12

제11항에 있어서,

상기 제1금속 전구체는 제1금속을 포함하고, 상기 제1금속은 Mg, Zn, In, Sn, Ca, La, Ce 및 Sr 중 1종 이상을 포함하고,

상기 제1금속 전구체는 상기 제1금속의 염화물, 산화물, 수산화물, 알콕시화물, 황화물, 황산화물, 질산화물, 질화물 및 플루오린화물 중 1종 이상을 포함하고,

상기 제2금속 산화물은 SiO_2인 것인 다층 절연코팅 연자성 재료의 제조방법.

청구항 13

제12항에 있어서,

상기 제2층을 형성하는 단계;는,

제1층이 형성된 자성 코어 표면을 개질하는 단계;

표면이 개질된 제1층이 형성된 자성 코어를 APTES를 포함하는 제1 용액과 혼합하여 표면을 추가 개질하는 단계;

표면이 추가 개질된 제1층이 형성된 자성 코어를 TEOS를 포함하는 제2용액과 혼합하고, 염기성 화합물을 포함하는 제3용액과 혼합하고 반응시켜 제2중간물을 제조하는 단계;

상기 제2중간물을 건조하고 어닐링하는 단계;를 포함하는 것인 다층 절연코팅 연자성 재료의 제조방법.

청구항 14

제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 따른 다층 절연코팅 연자성 재료를 가압 성형하고 열처리하는 단계;를 포함하는 연자성 복합체의 제조 방법.

청구항 15

제14항에 있어서,

상기 가압은 500 내지 2500 MPa의 압력을 가하여 수행되고,

상기 열처리는 600 내지 1100 ℃의 온도에서 0.5 시간 내지 6 시간동안 수행되는 것인 연자성 복합체의 제조 방법.

청구항 16

제15항에 따른 방법으로 제조되고, 0.3 T의 조건으로 0.1 내지 1 kHz 범위 내에서 측정된 철손(core loss)이 100 W/g 이하인 것인 연자성 복합체.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 다층 절연코팅 연자성 재료, 이의 제조방법, 연자성 복합체, 및 이의 제조방법에 관한 것이다. 구체적으로, 고온 내구성이 우수한 다층 절연코팅 연자성 재료, 이의 제조방법, 철손이 감소된 연자성 복합체, 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0003] 최근에는 다양한 분야에 있어 에너지원을 전기로 대체하려는 시도가 늘고 있다. 이러한 시도에 있어, 각 분야에서 특별히 필요한 기능 내지 성능들을 특화하는 방향으로 기술을 개발하고자 하는 연구가 활발히 진행되고 있다.

[0004] 예를 들어, 전기차를 필두로 하여, 전기를 에너지원으로 하는 항공기나 자율주행로봇, 무인운반차, 자동유도카

트 등의 운반 수단과 같은 기기의 경우 장거리 구동을 위한 경량화 및 소형화와 함께, 고출력화 모터가 필요하다. 또 다르게는, 미래 로봇 개발, 즉 웨어러블 장비 및 휴머노이드와 같은 로봇 개발에 있어 컴팩트한 고속 구동 시스템이 요구되고 있다.

[0005] 이와 같이 전기 에너지를 활용하여 움직이는 기기를 개발함에 있어서는 모터가 필수적이다. 모터의 경우, 자석(고정자)에 감긴 코일에 전기를 걸어 주어 발생하는 자기장의 방향에 따라 자석(회전자)이 정렬하는 힘을 이용하여, 자석(고정자)에 인가되는 전기의 흐름 방향을 바꾸거나, 그 세기를 바꿈으로서 자기장을 주기적으로 변화시키며 결과적으로 움직이는 자석(회전자)이 회전할 수 있도록 하는 것을 기본 원리로 한다. 이러한 모터의 고출력화를 위하여는 자석의 특성이 우수할 필요가 있다.

[0006] 도 1에 연자성 자석의 히스테리시스 곡선의 일반적인 형태를 나타내었다. 구체적으로, 모터에 일반적으로 적용되는 연자성 자석의 경우, 포화자화도(Ms)가 높을 때 고출력 모터를 구현할 수 있다. 또한, 투자율(μ)이 높을 때에는 연자성 자석에 감기는 코일의 권선수를 줄일 수 있고, 투입 원재료를 줄일 수 있게 되어 모터 생산 효율을 향상시킬 수 있다. 나아가 연자성 자석의 철손(core loss)이 낮을 경우 역시 모터의 효율을 증대시킬 수 있다.

[0007] 이러한 자기적 특성을 보다 증강하기 위해, 연자성 복합체(Soft Magnetic Composite; SMC)에 대한 연구가 널리 진행되고 있다. 연자성 복합체의 경우, 절연 코팅된 철계 연자성 금속 분말을 압축 성형하여 고밀도의 성형체로서 제조될 수 있다. 연자성 복합체는, 분말 표면에 코팅되어 있던 절연층이 형성하는 연속적인 절연층 매트릭스를 내부에 포함하고 있어 와전류 발생을 최소화할 수 있고, 이에 따라 철손을 낮추면서도 높은 포화자화도를 달성할 수 있는 특징이 있다. 또한, 분말 형태의 원료를 사용함으로써 복잡한 형태의 3차원 구조 부품도 구현이 가능한 특징이 있다.

[0008] 기존에는 벌크 형태의 스테인레스강을 몰딩으로 성형하고, 이를 적층 등으로 결합하여 모터를 구성하였으나, 탑다운(top-down) 공정으로 제조하는 방법으로 인해 모터 설계에 한계가 있어 모터의 출력 밀도가 다소 낮은 문제가 있었다.

[0009] 한편, 연자성 복합체의 경우 분말 형태를 기초로 바텀업(bottom-up) 공정으로서 자유롭게 형상을 조절하여 모터 부품을 제조할 수 있고, 증가된 출력밀도를 갖는 모터를 구현할 수 있는 장점이 있으며, 나아가 재료의 손실을 최소화할 수 있으며 그 재활용도 용이하여 차세대 고성능 및 고효율 모터 핵심 소재로서 대두되고 있다.

[0010] 그러나 이러한 연자성 복합체에 있어서도 극복해야 할 한계가 존재하였다. 자석 내부에 형성된 절연층 매트릭스의 경우, 대체로 세라믹 소재로서 취성이 높아 기계적 물성이 나쁜 문제가 있었으며, 기존의 스테인레스강을 사용하는 경우보다 철손이 다소 높은 문제가 있었다.

[0011] 이러한 문제점을 해결하기 위해, 700 ℃ 이상의 고온에서 열처리하는 방안이 고려되었다. 고온에서 연자성 복합체를 열처리함으로써, 결정 크기를 조대화하여 투자율 향상 및 철손 감소와 같이 자기적 특성을 향상시키고, 세라믹 소재의 절연층을 치밀화하여 강도를 향상시키는 방안이 제안된 것이다.

[0012] 그러나, 종래 사용되던 연자성 재료의 경우 코팅성이 우수한 PO_4 기반의 절연 코팅이었고, 이러한 절연 코팅은 열에 취약하여 700 ℃ 이상의 고온에서는 대체로 용해되어 철계 분말 내부로 확산되고, 결과적으로 절연 매트릭스 자체가 제대로 생성되지 않아 철손이 오히려 급증하는 문제가 있었다.

[0013] 이에, 연자성 복합체의 자기적 특성 및 효율은 향상시키기 위해 고온에서도 절연층이 분해되지 않고 잘 유지되는 원료 분말에 대한 수요가 높은 상황이다.

선행기술문헌

특허문헌

[0015] (특허문헌 0001) (001) 대한민국 공개특허공보 제10-2012-7009997호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0016] 본 발명이 이루고자 하는 기술적 과제는 철손이 감소된 연자성 복합체를 제공할 수 있는 다층 절연코팅 연자성 재료, 이의 제조방법, 이에 따라 철손이 감소된 연자성 복합체, 이의 제조방법 및 모터를 제공하는 것이다.

[0017] 다만, 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 상기 언급한 과제로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 과제들은 하기의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

[0019] 본 발명의 일 측면에 따르면, 자성 코어; 상기 자성 코어 표면에 구비되고, 녹는점이 1200 ℃ 이상인 제1금속 산화물을 포함하는 제1층; 및 상기 제1층 표면에 구비되고, 상기 제1금속 산화물과 상이한 제2금속 산화물을 포함하는 제2층; 을 포함하는 다층 절연코팅 연자성 재료가 제공된다.

[0020] 본 발명의 일 측면에 따르면, 녹는점이 1200 ℃ 이상인 제1금속 산화물을 포함하는 제1층이 형성된 자성 코어를 제조하는 단계; 및 상기 제1층 표면에, 상기 제1금속 산화물과 상이한 제2금속 산화물을 포함하는 제2층을 형성하여 다층 절연코팅 연자성 재료를 제조하는 단계;를 포함하는 상기 다층 절연코팅 연자성 재료의 제조방법이 제공된다.

[0021] 본 발명의 일 측면에 따르면, 다층 절연코팅 연자성 재료를 가압 성형하고 열처리하는 단계;를 포함하는 연자성 복합체의 제조 방법이 제공된다.

[0022] 본 발명의 일 측면에 따르면, 상기 방법으로 제조되고, 0.3 T의 조건으로 0.1 내지 1 kHz 범위 내에서 측정된 철손(core loss)이 100 W/g 이하인 것인 연자성 복합체가 제공된다.

[0023] 본 발명의 일 측면에 따르면, 상기 연자성 복합체를 포함하는 모터가 제공된다.

발명의 효과

[0025] 본 발명의 일 구현예에 따른 다층 절연코팅 연자성 재료는 연자성 복합체의 원료로서 저보자력, 고투자율, 저철손 및 고강도의 연자성 복합체를 제공할 수 있다.

[0026] 본 발명의 일 구현예에 따른 다층 절연코팅 연자성 재료는 고온 내구성이 우수한 층과, 코팅성이 우수하고 비저항이 높은 층을 동시에 포함하여 고특성 연자성 복합체를 제공할 수 있다.

[0027] 본 발명의 일 구현예에 따른 다층 절연코팅 연자성 재료의 제조방법은 간단한 방법으로 상기 다층 절연코팅 연자성 재료를 제공할 수 있다.

[0028] 본 발명의 일 구현예에 따른 연자성 복합체의 제조방법은 자기적 특성 및 기계적 물성이 우수한 연자성 복합체를 제공할 수 있다.

[0029] 본 발명의 일 구현예에 따른 연자성 복합체는 저보자력, 고투자율, 저철손 및 고강도의 자기적 특성을 갖는 것일 수 있다.

[0030] 본 발명의 일 구현예에 따른 모터는 자기적 특성이 우수한 상기 연자성 복합체를 포함하여 고출력을 구현할 수 있다.

[0031] 본 발명의 효과는 상술한 효과로 한정되는 것은 아니며, 언급되지 아니한 효과들은 본원 명세서로부터 당업자에게 명확히 이해될 수 있을 것이다.

도면의 간단한 설명

[0033] 도 1은 연자성 자석의 히스테리시스 곡선의 일반적인 형태를 나타내었다.

도 2는 제조예 1의 분말의 SEM 이미지이다.

도 3은 제조예 2의 분말의 SEM 이미지 및 EDS 원소 맵핑 이미지이다.

도 4는 실시예 1의 분말의 SEM 이미지 및 EDS 원소 맵핑 이미지이다.

도 5는 비교예 1의 분말의 SEM 이미지 및 EDS 원소 맵핑 이미지이다.

도 6은 참조예 1의 분말의 SEM 이미지를 나타내었다.

도 7은 실시예 2-3 내지 2-4의 연자성 복합체의 단면 SEM 이미지 및 EDS 원소 맵핑 이미지이다.

도 8은 비교예 2-1 내지 2-4의 연자성 복합체의 단면 SEM 이미지이다.

도 9는 비교예 3-2 내지 3-4의 연자성 복합체의 단면 SEM 이미지

도 10은 비교예 5-1 내지 5-4의 연자성 복합체의 단면 SEM 이미지이다.

도 11은 실시예 2-1 내지 2-4 및 비교예 2-1 내지 2-4, 3-1 내지 3-4, 4-1 내지 4-4, 5-1 내지 5-4의 연자성 복합체의 포화자화도(Bmax), 투자율(μmax), 보자력(Hc)의 그래프를 나타내었다.

도 12는 실시예 4의 연자성 복합체의 히스테리시스 곡선이다.

도 13는 실시예 2-1 내지 2-4 및 비교예 2-1 내지 2-4, 3-1 내지 3-4, 4-1 내지 4-4, 5-1 내지 5-4의 연자성 복합체의 주파수에 대한 철손 그래프이다.

도 14는 실시예 4의 연자성 복합체의 주파수에 대한 철손 그래프이다.

도 15는 실시예 2-1 내지 2-4의 연자성 복합체, 비교예 5-2 내지 5-4의 연자성 복합체의 항절력 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0034] 본 명세서에서 어떤 부분이 어떤 구성요소를 "포함" 한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성 요소를 더 포함할 수 있는 것을 의미한다.

[0035] 본원 명세서 전체에서, 어떤 부재가 다른 부재 "상에" 위치하고 있다고 할 때, 이는 어떤 부재가 다른 부재에 접해 있는 경우뿐 아니라 두 부재 사이에 또 다른 부재가 존재하는 경우도 포함한다.

[0036] 본원 명세서 전체에서, 단위 "중량부"는 각 성분간의 중량의 비율을 의미할 수 있다.

[0037] 본원 명세서 전체에서, "A 및/또는 B"는 "A 및 B, 또는 A 또는 B"를 의미한다.

[0038] 이하, 본 발명에 대하여 더욱 상세하게 설명한다.

[0039] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 자성 코어; 상기 자성 코어 표면에 구비되고, 녹는점이 1200 ℃ 이상인 제1금속 산화물을 포함하는 제1층; 및 상기 제1층 표면에 구비되고, 상기 제1금속 산화물과 상이한 제2금속 산화물을 포함하는 제2층; 을 포함하는 다층 절연코팅 연자성 재료가 제공된다.

[0040] 종래에는 PO_4, SiO_2와 같이 코팅성이 우수한 물질을 절연 코팅 소재로 이용해왔다. 그러나 이러한 소재들은 전술한 바와 같이 고온에 약해 연자성 복합체 제조 과정의 열처리에 있어 철계 분말(코어) 내부로 확산되어 절연층 매트릭스가 제대로 구성되지 않는 문제가 있었다.

[0041] 본 발명의 일 구현예에 따른 다층 절연코팅 연자성 재료는 연자성 복합체의 원료로서 고온 내구성이 우수한 층과, 코팅성이 우수하고 비저항이 높은 층을 동시에 포함하여 고보자력, 고투자율 및 저철손의 고특성 연자성 복합체를 제공할 수 있다.

[0042] 본 발명의 일 구현예에 따른 다층 절연코팅 연자성 재료는 자성 코어, 자성 코어 표면의 제1층, 제1층 상의 제2층을 포함한다. 상기 제1층은 제1금속 산화물을 포함하고, 제2층은 제2금속 산화물을 포함한다.

[0043] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제1금속 산화물은 녹는점이 1200 ℃ 이상 이다. 구체적으로, 제1금속 산화물은 내열성이 우수한 것으로서 녹는점이 1200 ℃ 이상, 1500 ℃ 이상, 1700 ℃ 이상, 2000 ℃ 이상, 2200 ℃ 이상 또는 2500 ℃ 이상으로, 1200 ℃ 미만의 온도에서 용융되거나 분해되지 않는다. 본 발명의 일 구현예에 따른 다층 절연코팅 연자성 재료는 다층 구조의 절연코팅에 있어 고온 내구성이 우수한 제1금속 산화물을 포함하는 제1층을 포함함으로써, 추후 연자성 복합체로 제조됨에 있어 고온에서 열처리되더라도 분해 혹은 용융되어 자성 코어 내부로 확산되지 않아 고특성 연자성 복합체를 제공할 수 있다.

[0044] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 고온에서의 환원 및 자성 코어 내부로의 용해, Fe 내부로의 확산이 방지된 것으로서 제1금속 산화물의 금속을 선정하는 것일 수 있다. 제1금속 산화물은 자성 코어와 직접적으로 접하는 제1층에 포함되는 것으로서, 자성 코어에 주 성분으로서 포함될 수 있는 철(Fe)과의 상용성을 고려하여 다음의 조건을 만족하는 것을 선정하는 것일 수 있다.

[0045] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제1금속 산화물의 금속은 원자 반경이 140 pm 이상일 수 있다. 상기 제1금속 산화물은 고온 조건의 공정을 거치면서 자성 코어 내부로 확산되지 않아야 하며, 자성 코어의 원자 간의 격자로 침투하여 확산하거나, 자성 코어의 주 성분으로서 포함될 수 있는 철 원자를 기준으로 할 때 철 원자를 치환하는 형태로 확산하지 않을 필요가 있는 바, 상기 범위 내의 원자 반경을 가짐으로써 이러한 격자 공간 또는 철 원자를 대체하기에 큰 크기에 해당하여 치환이 방지되는 것일 수 있다. 결과적으로, 고온 공정에 따른 자성 코어 내부로의 확산이 억제되어 제조되는 연자성 복합체의 자기적 특성이 우수할 수 있다.

[0046] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제1금속 산화물은 800 ℃의 온도에서 하기 식 1을 만족하는 것일 수 있다.

[0047] [식 1]

[0048] $|\Delta G_{MO1}| > 410\ (kJ/mol)$

[0049] 상기 식 1에서 $|\Delta G_{MO1}|$는, 상기 제1금속 산화물의 800 °C의 온도에서 산화물 형성 반응의 깁스 프리 에너지의 절대값이다.

[0050] 또한, 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제1금속 산화물은 900 ℃ 의 온도에서 하기 식 2를 만족하는 것일 수 있다.

[0051] [식 2]

[0052] $|\Delta G_{MO2}| > 394\ (kJ/mol)$

[0053] 상기 식 2에서 $|\Delta G_{MO2}|$는, 상기 제1금속 산화물의 900 °C의 온도에서 산화물 형성 반응의 깁스 프리 에너지의 절대값이다.

[0054] 또한, 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제1금속 산화물은 1000 ℃ 의 온도에서 하기 식 3을 만족하는 것일 수 있다.

[0055] [식 3]

[0056] $|\Delta G_{MO3}| > 377\ (kJ/mol)$

[0057] 상기 식 3에서 $|\Delta G_{MO1}|$는, 상기 제1금속 산화물의 1000 °C 이상에서 산화물 형성 반응의 깁스 프리 에너지의 절대값이다.

[0058] 상기 제1금속 산화물이 상기 식 1, 상기 식 2, 또는 상기 식 3을 만족함으로써, 800 ℃, 900 ℃ 또는 1000 ℃에서의 산화철 형성 반응의 자유에너지($4/3Fe+O_2 \rightarrow 2/3Fe_2O_3$)에 해당하는 에너지인 -410 kJ/mol, -394 kJ/mol, 또는 -377 kJ/mol 보다 낮은 값, 즉 절대값으로서 더 큰 값을 가지게 되고, 결과적으로 제1금속 산화물이 철에 의해 환원되지 않을 수 있어 제1층이 손실되지 않고 유지될 수 있다.

[0059] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제1금속 산화물의 금속은 철과의 혼합 반응에 있어 양의 엔탈피를 가지는 것일 수 있다. 구체적으로, 상기 제1금속 산화물의 금속은 철과의 혼합 반응에 있 어 별도의 에너지가 인가되어야 하는 것으로서 일반적인 조건에서는 제1금속 산화물의 금속이 철과 합금 및/또는 화합물을 구성하지 않는 것일 수 있다. 이 경우 역시, 제1금속 산화물이 철과 반응하여 자기적 특성을 열화시키는 부산물을 형성하지 않을 수 있어 제1층이 손실되지 않고 유지될 수 있다.

[0060] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제1금속 산화물 및 이에 포함되는 금속은 상기 조건들 중 일부 또는 전부를 만족하는 것일 수 있다.

[0061] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제1금속 산화물의 금속은 원자 반경이 140 pm 이상이고, 철과의 혼합 반응에 있어 양의 엔탈피를 가지는 것일 수 있고, 상기 제1금속 산화물은 상기 식 1을 만족하는 것일 수 있다. 즉,

상기 제1금속 산화물 및 이에 포함되는 금속에 있어, 상기 조건을 모두 만족하는 것일 수 있다.

[0062] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제1금속 산화물은 MgO, ZnO, In_2O_3, SnO_2, CaO, La_2O_3, CeO_2 및 SrO 중 1종 이상을 포함하는 것일 수 있다. 상기 제1금속 산화물은 전술한 바와 같은 조건들 중 적어도 일부를 만족하는 것일 수 있으며, 특히 고온 내열성이 우수하여 제1금속 산화물로서 적합할 수 있다.

[0063] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제1금속 산화물의 금속은 Mg, Zn, In, Sn, Ca, La, Ce 및 Sr 중 1종 이상을 포함하는 것일 수 있다. 상기 열거된 제1금속 산화물의 금속과 철은, 하기 표 1과 같은 특성을 갖는 것일 수 있다. 하기 표 1에 나타낸 바와 같이, 상기 열거된 금속은 원자 반경이 140 pm 이상이거나, 철과의 혼합 반응에 있어 양의 엔탈피를 가지거나, 상기 열거된 금속의 산화물은 상기 식 1, 식 2 또는 식 3을 만족하는 것을 확인할 수 있으며, 상기 조건을 모두 만족하는 것일 수 있다.

표 1

[0065]

금속원소	산화물	원자반경 (pm)	철과의 혼합 반응 엔탈피 ($\triangle H_{mix}$, kJ/mol)	산화물 형성 반응의 깁스프리에너지 $\triangle G_{MO}$ (kJ/mol)			녹는점 (℃)
				@800℃	@900℃	@1000℃	
Fe	Fe_2O_3	126	-	-410	-394	-377	1565
Mg	MgO	173	18	-987	-962	-938	2852
Zn	ZnO	142	-	-482	-462	-425	1975
In	In_2O_3	220	19	-500	-481	-457	1910
Sn	SnO_2	225	11	-364	-344	-325	1630
Ca	CaO	231	25	-1047	-1028	-1008	2572
La	La_2O_3	250	5	-993	-974	-956	2315
Ce	CeO_2	248	3	-992	-973	-954	2400
Sr	SrO	255	-	-865	-844	-824	2531

[0067] 본 발명의 일 구현예에 따른 다층 절연코팅 연자성 재료는 자성 코어, 자성 코어 표면의 제1층, 제1층 상의 제2층을 포함하고, 제2층은 제2금속 산화물을 포함한다. 기존의 단일층 구성의 절연 코팅과 달리, 본원발명은 고온 내열성이 우수한 제1층 외에도 코팅성 및 절연성이 우수한 제2층을 포함하여, 제1금속 산화물의 다소 균일한 코팅이 어려워 절연 매트릭스에 우려될 수 있는 결함을 방지하기 위하여 코팅성이 우수하고 비저항이 높은 제2금속 산화물을 포함하는 제2층을 구비하는 것일 수 있다.

[0068] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제2금속 산화물은 밴드갭(bandgap)이 5 eV 이상일 수 있다. 상기 제2금속 산화물의 밴드갭이 상기 범위를 만족하는 경우, 제2금속 산화물의 비저항이 높아 절연성이 우수할 수 있다.

[0069] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제2금속 산화물은 비저항이 10^5 Ωcm 이상인 것일 수 있다. 상기 범위 내의 비저항을 가짐으로써, 제2금속 산화물을 포함하는 제2층의 절연성이 확보될 수 있고, 결과적으로 우수한 연자성 복합체를 제공할 수 있다.

[0070] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제2금속 산화물은 물과 반응하여 수화물을 형성하지 않는 것일 수 있다. 제2금속 산화물이 물과 접촉하여 수화물이 형성되는 경우, 제2층의 밀도가 저하되게 되고, 고온 조건의 공정을 거치면서 산화물로 변환되는 과정에서 제2층의 수축이 발생하여 절연층의 단속이 일어나는 등의 결함이 발생하여 균일한 절연층을 형성하지 못할 우려가 있으며, 이는 와전류의 발생을 초래하여 철손을 증가시킬 수 있으므로 상기 제2금속 산화물은 물과 반응하여 수화물을 형성하지 않는 것이 바람직할 수 있다.

[0071] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제2금속 산화물의 녹는점도 1300 ℃ 이상일 수 있고, 구체적으로 1200 ℃ 미만의 온도에서 용융되거나 분해되지 않을 수 있다.

[0072] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제2금속 산화물은 SiO_2, Al_2O_3, ZrO_2 및 Y_2O_3 중 1종 이상을 포함하는 것일 수 있다. 상기 제2금속 산화물은 전술한 바와 같은 조건들 중 적어도 일부를 만족하는 것일 수 있으며, 특히 절연성이 우수하여 제2금속 산화물로서 적합할 수 있다.

[0073] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제2금속 산화물의 금속은 Si, Al, Zr 및 Y 중 1종 이상을 포함하는 것일 수 있다. 상기 열거된 제2금속 산화물의 금속은, 하기 표 2와 같은 특성을 갖는 것일 수 있다. 하기 표 2에 나타낸 바와 같이, 상기 열거된 금속은 비저항이 10^5 Ωcm 이상이거나, 밴드갭이 5 eV 이상이거나, 물과 반응하여 수화물을 형성하지 않거나, 녹는점이 1200 ℃ 이상인 것을 확인할 수 있으며, 상기 조건을 모두 만족하는 것일 수 있다.

표 2

[0075]

금속원소	산화물	비저항(Ωcm)	밴드갭(eV)	녹는점(℃)	비고
Si	SiO_2	10^{17}	9.04	1710	물과 반응하여 수화물을 형성하지 않음
Al	Al_2O_3	10^{14}	8.61	2072	물과 반응하여 수화물을 형성하지 않음
Zr	ZrO_2	10^{12}	6	2715	물과 반응하여 수화물을 형성하지 않음
Y	Y_2O_3	10^{14}	5.63	2425	물과 반응하여 수화물을 형성하지 않음

[0077] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제1층의 평균 두께는 300 nm 내지 1500 nm, 300 nm 내지 1300 nm, 500 nm 내지 1500 nm, 300 nm 내지 1100 nm, 500 nm 내지 1300 nm, 700 nm 내지 1500 nm, 300 nm 내지 900 nm, 500 nm 내지 1100 nm, 700 nm 내지 1300 nm 또는 900 nm 내지 1500 nm일 수 있다. 상기 범위 내의 평균 두께를 갖는 경우, 제1층이 절연 매트릭스로서의 역할은 수행하면서도 연자성 재료로부터 제조되는 연자성 복합체의 자기적 특성은 우수하게 유지할 수 있다.

[0078] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제2층의 평균 두께는 300 nm 내지 1500 nm, 300 nm 내지 1300 nm, 500 nm 내지 1500 nm, 300 nm 내지 1100 nm, 500 nm 내지 1300 nm, 700 nm 내지 1500 nm, 300 nm 내지 900 nm, 500 nm 내지 1100 nm, 700 nm 내지 1300 nm 또는 900 nm 내지 1500 nm일 수 있다. 상기 범위 내의 평균 두께를 갖는 경우, 제2층이 절연 매트릭스로서의 역할은 수행하면서도 연자성 재료로부터 제조되는 연자성 복합체의 자기적 특성은 우수하게 유지할 수 있다.

[0079] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제2층의 두께 편차는 평균 두께의 ±10% 이내인 것일 수 있다. 즉, 상기 제2층은 균일도가 높은 층으로서 두께가 가장 얇은 부분과 가장 두꺼운 부분이 평균 두께의 ±10% 범위 내인 것일 수 있다. 제1층은 고온 내구성은 높을 수 있으나, 상대적으로 균일한 코팅 형성이 어려울 수 있고, 제2층이 상기와 같은 두께 편차를 갖는 경우 이러한 점을 보완할 수 있는 바, 결과적으로 제조되는 연자성 복합체의 자기적 특성이 우수할 수 있다.

[0080] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 자성 코어는 Fe, Ni, Co, Si, P, Al, B, 및 C 중 1종 이상을 포함하는 것일 수 있고, 바람직하게는 Fe를 포함하는 것일 수 있고, 보다 바람직하게는 Fe로 구성되는 것일 수 있다. 즉, 상기 자성 코어로는 그 소재가 특별히 한정되지 않으나, 상기 자성 코어는 순철계 코어일 수 있다.

[0081] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 자성 코어는 분말 형상, 칩 형상 및 막대 형상 중에서 선택된 형상을 갖는 것일 수 있다. 상기 자성 코어의 형상은 상기 열거한 것들로 특별히 제한되지는 않는다.

[0082] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 자성 코어는 그 형상이 비정형(irregular)인 것일 수 있다. 구체적으로, 상기 자성 코어가 순철계 분말인 경우 수분사 공정으로 제조되는 것으로서 냉각 과정에서 불규칙한 형상으로 제조되는 것일 수 있다.

[0083] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 다층 절연코팅 연자성 재료의 평균 최대 직경은 자성 코어의 평균 직경에 대하여 제1층 및 제2층의 평균 두께를 더한 것일 수 있다. '평균 최대 직경'이란, 다층 절연코팅 연자성 재료의

임의의 입자에 있어 여러 방향의 직경을 측정하였을 때, 가장 큰 값들에 대한 평균값을 의미하는 것일 수 있다. 구체적으로, 상기 다층 절연코팅 연자성 재료의 평균 최대 직경은 1 μm 내지 100 μm 인 것일 수 있다. 다만 이에 한정되는 것은 아니고, 제조하고자 하는 연자성 복합체의 활용 목적 및 달성하고자 하는 자기적 특성 등을 고려하여 자성 코어의 입경과 제1층 및 제2층의 두께를 조절하여 다층 절연코팅 연자성 재료의 평균 최대 직경도 조절할 수 있다.

[0085] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 녹는점이 1200 ℃ 이상인 제1금속 산화물을 포함하는 제1층이 형성된 자성 코어를 제조하는 단계; 및 상기 제1층 표면에, 상기 제1금속 산화물과 상이한 제2금속 산화물을 포함하는 제2층을 형성하여 다층 절연코팅 연자성 재료를 제조하는 단계;를 포함하는 상기 다층 절연코팅 연자성 재료의 제조방법이 제공된다.

[0086] 본 발명의 일 구현예에 따른 다층 절연코팅 연자성 재료의 제조방법은 간단한 방법으로 상기 다층 절연코팅 연자성 재료를 제공할 수 있다.

[0087] 이하, 본 발명의 일 구현예에 따른 다층 절연코팅 연자성 재료의 제조방법의 각 단계를 시간 순서대로 구체적으로 설명한다.

[0089] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 우선 녹는점이 1200 ℃ 이상인 제1금속 산화물을 포함하는 제1층이 형성된 자성 코어를 제조한다. 즉, 자성 코어 표면에 제1금속 산화물을 포함하는 제1층을 형성한다. 상기 제1층을 형성하는 방법은 특별히 제한되지 않으나, 예를 들어 하기와 같은 공정으로 형성되는 것일 수 있다

[0090] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제1층이 형성된 자성 코어를 제조하는 단계;는, 상기 자성 코어의 표면을 개질하는 단계; 표면이 개질된 자성 코어를 염기성 화합물 및 제1금속 전구체를 포함하는 용액에 혼합하고 반응시켜 제1중간물을 수득하는 단계; 상기 제1중간물을 건조하고 어닐링하는 단계;를 포함하는 것일 수 있다.

[0091] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 자성 코어의 표면을 개질하는 단계는, 계면활성제, 용제 및 상기 자성 코어를 혼합하여 수행되는 것일 수 있다. 상기 자성 코어는 제1금속 산화물을 포함하는 제1층과 이종 소재에 해당하는 바, 제1층과 자성 코어 표면 간의 상용성과 접합력을 향상시키기 위해 표면을 개질하는 것일 수 있다.

[0092] 상기 계면활성제는 액체와 고체, 또는 액체와 액체 간의 서로 맞닿은 계면의 경계를 완화시켜 상용성을 향상시키는 역할을 한다. 일반적으로 계면활성제는 머리 부분은 친수성, 꼬리부분은 소수성을 띄며, 친수성 머리의 구성 방식에 따라 4가지로 구분된다. 음이온성 (64%), 양이온성 (7%), 비이온성 (2%), 양쪽성 계면활성제로 나눌 수 있으며, 본 발명에서는 양이온성 계면활성제를 사용할 수 있다.

[0093] 대표적인 양이온 계면활성제에는 세트리모늄브로마이드 (cetrimonium bromide, CTAB), 세틸피리디늄클로라이드 (cetylpyridinium chloride), 염화알킬트리메칠암모늄(Alkyltrimethyl ammonium chloride), 염화디알킬디메칠암모늄 (Dialkyl dimethyl ammonium chloride), 염화벤잘코늄 (Benzalkonium chloride) 가 있다. 수용액에서 이 농도가 충분히 높아 자성 코어 표면에 미셀(Micelle) 구조를 형성하게 되고 이는 자성 코어 표면과 제1금속 전구체를 포함하는 층의 경계를 완화시켜 보다 균일하고 연속적인 코팅층 형성을 가능하게 한다.

[0094] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 용제는 수계 용제 또는 유기 용제일 수 있고, 예를 들어 증류수, 탈이온수 등의 수계 용제 또는 에탄올 등의 유기 용제일 수 있다.

[0095] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 자성 코어의 표면을 개질하는 단계에 있어서, 상기 계면활성제는 상기 자성 코어 100 중량부에 대하여 0.01 내지 3 중량부, 0.1 내지 3 중량부, 1 내지 3 중량부, 1.5 내지 3 중량부 또는 1.5 내지 2 중량부의 양으로 혼합되는 것일 수 있다. 상기 범위 내의 함량으로 계면활성제를 사용하는 경우, 자성 코어의 표면 전체를 개질하기에 충분한 양으로서 후술하는 제1층 형성 공정이 원활히 진행될 수 있다.

[0096] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 계면활성제, 용제 및 상기 자성 코어를 혼합하는 공정은, 초음파 처리로서 5 내지 30 분 동안 상온에서 수행되는 것일 수 있다. 초음파 처리를 통해, 계면활성제를 완전히 용해시킬 수 있고, 자성 코어를 균일하게 분산시켜 그 표면을 처리할 수 있다.

[0097] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 자성 코어의 표면을 개질한 이후 에탄올과 같은 유기 용제로 1 내지 5회 세척하는 것일 수 있다. 세척 공정은 일반적 공정으로서, 표면의 잔류하는 미반응 계면활성제나 수분을 제거하기 위해 수행되는 것일 수 있다.

[0098] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 다음으로 표면이 개질된 자성 코어를 염기성 화합물 및 제1금속 전구체를 포함하는 용액에 혼합하고 반응시켜 제1중간물을 수득할 수 있다. 상기 혼합 및 반응 과정에서, 제1금속 전구체를 포함하는 층을 형성하여, 추후 열처리로 제1금속 산화물을 포함하는 제1층을 형성할 수 있는 전구층을 형성하는 것일 수 있다.

[0099] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 염기성 화합물은 NH_4OH, KOH, NaOH, 및 $Ca(OH)_2$ 중 1종 이상을 포함하는 것일 수 있다. 상기 염기성 화합물은 코팅층의 형성 속도를 높이기 위하여 혼합되는 것일 수 있다.

[0100] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제1금속 전구체는 제1금속을 포함하고, 상기 제1금속은 Mg, Cu, Al, Y, Zr 및 Zn 중 1종 이상을 포함하고, 상기 제1금속 전구체는 상기 제1금속의 염화물, 산화물, 수산화물, 알콕시화물, 황화물, 황산화물, 질산화물, 질화물 및 플루오린화물 중 1종 이상을 포함하는 것일 수 있다. 상기 제1금속 전구체는 용해되어 금속 이온을 포함하여 이온화될 수 있는 화합물일 수 있다.

[0101] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제1금속 전구체는 상기 표면이 개질된 자성 코어 100 중량부에 대하여 50 중량부 내지 200 중량부의 양이 되도록 혼합되는 것일 수 있다. 상기 범위 내의 양으로 제1금속 전구체를 혼합하는 경우, 적절한 두께를 갖는 제1층을 구현할 수 있다.

[0102] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제1금속 전구체는 상기 용액에 1 M 내지 5 M의 함량으로 포함되는 것일 수 있다. 상기 범위 내의 농도로 제1금속 전구체를 포함하는 경우, 별도의 응집 입자는 형성하지 않으면서 표면이 개질된 자성 코어 표면에 제1층의 전구층을 형성할 수 있다.

[0103] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 용액은, 제1금속 전구체 및 용제를 포함하는 전구 용액에 염기성 화합물을 첨가하여 제조되는 것일 수 있다. 또한, 상기 염기성 화합물은 전구 용액의 부피 100 ml를 기준으로 50 내지 100 ml의 부피로 첨가되는 것일 수 있다.

[0104] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 용제는 수계 용제 또는 유기 용제일 수 있고, 예를 들어 증류수, 탈이온수 등의 수계 용제 또는 에탄올 등의 유기 용제일 수 있다.

[0105] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 표면이 개질된 자성 코어를 염기성 화합물 및 제1금속 전구체를 포함하는 용액에 혼합하고 반응시킴에 있어 상기 반응은 교반되며 수행되는 것일 수 있고, 구체적으로 300 내지 600 rpm의 속도로 교반되며 수행되는 것일 수 있다.

[0106] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 표면이 개질된 자성 코어를 염기성 화합물 및 제1금속 전구체를 포함하는 용액에 혼합하고 반응시킴에 있어 상기 반응은 50 내지 70 ℃의 온도에서 1 내지 3 시간동안 수행되는 것일 수 있다. 상기 반응 과정에서 제1층의 전구층이, 표면이 개질된 자성 코어 표면에 형성된 제1중간물이 형성될 수 있다.

[0107] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 반응이 완료된 후 에탄올과 같은 유기 용제로 1 내지 5회 세척하는 것일 수 있다. 세척 공정은 일반적 공정으로서, 표면의 잔류하는 미반응 제1금속 전구체나 수분을 제거하기 위해 수행되는 것일 수 있다.

[0108] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기와 같이 수득한 제1중간물을 건조하고 어닐링하는 단계;를 포함하는 것일 수 있다.

[0109] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 세척 공정을 거쳐 수득한 제1중간물, 즉 제1층의 전구층이, 표면이 개질된 자성 코어 표면에 형성된 제1중간물을 건조하여 잔여 에탄올을 제거하는 것일 수 있다. 상기 건조의 조건은 특별히 제한되지 않으며, 다만 에탄올이 제거될 수 있으면서도 부반응은 억제할 수 있는 정도의 온도에서 충분한 시간동안 수행되는 것일 수 있다.

[0110] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 600 내지 1100 ℃의 온도에서 0.5 시간 내지 6 시간동안 수행되는 것일 수 있다. 상기 범위 내의 온도 및 시간 조건에서 어닐링이 수행되는 경우, 제1층의 전구층에 포함되어 있던 제1금속 전구체의 제1금속이 산화되어 제1금속 산화물로 변환될 수 있고, 결과적으로 자성 코어 표면에 제1층이 형성될 수 있다.

[0112] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 다음으로 상기 제1층 표면에, 상기 제1금속 산화물과 상이한 제2금속 산화물을 포함하는 제2층을 형성하여 다층 절연코팅 연자성 재료를 제조한다. 상기 제2층을 형성하는 방법은 특별히 제한

되지 않으나, 예를 들어 하기와 같은 공정으로 형성되는 것일 수 있다.

[0113] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제2금속 산화물은 SiO_2인 것일 수 있고, 상기 제2층을 형성하는 단계;는, 제1층이 형성된 자성 코어 표면을 개질하는 단계; 표면이 개질된 제1층이 형성된 자성 코어를 APTES를 포함하는 제1 용액과 혼합하여 표면을 추가 개질하는 단계; 표면이 추가 개질된 제1층이 형성된 자성 코어를 TEOS를 포함하는 제2용액과 혼합하고, 염기성 화합물을 포함하는 제3용액과 혼합하고 반응시켜 제2중간물을 제조하는 단계; 상기 제2중간물을 건조하고 어닐링하는 단계;를 포함하는 것일 수 있다.

[0114] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제1층이 형성된 자성 코어 표면을 개질하는 단계는, 계면활성제, 용제 및 상기 제1층이 형성된 자성 코어를 혼합하여 수행되는 것일 수 있다. 전술한 바와 같이, 제1금속 산화물을 포함하는 제1층 및 제2금속 산화물을 포함하는 제2층 역시 서로 이종 소재에 해당하는 바, 제1층 및 제2층 간의 상용성과 접합력을 향상시키기 위해 표면을 개질하는 것일 수 있다.

[0115] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 계면활성제 및 용제는 전술한 바와 같을 수 있다.

[0116] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제1층이 형성된 자성 코어 표면을 개질하는 단계에 있어서, 상기 계면활성제는 상기 상기 제1층이 형성된 자성 코어 100 중량부에 대하여 0.01 내지 3 중량부, 0.1 내지 3 중량부, 1 내지 3 중량부, 1.5 내지 3 중량부 또는 1.5 내지 2 중량부의 양으로 혼합되는 것일 수 있다. 상기 범위 내의 함량으로 계면활성제를 사용하는 경우, 상기 제1층이 형성된 자성 코어의 제1층 표면 전체를 개질하기에 충분한 양으로서 후술하는 제2층 형성 공정이 원활히 진행될 수 있다.

[0117] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 계면활성제, 용제 및 상기 제1층이 형성된 자성 코어를 혼합하는 공정은, 초음파 처리로서 5 내지 30 분 동안 상온에서 수행되는 것일 수 있다. 초음파 처리를 통해, 계면활성제를 완전히 용해시킬 수 있고, 제1층이 형성된 자성 코어를 균일하게 분산시켜 그 표면을 처리할 수 있다.

[0118] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 제1층이 형성된 자성 코어의 표면을 개질한 이후 에탄올과 같은 유기 용제로 1 내지 5회 세척하는 것일 수 있다. 세척 공정은 일반적 공정으로서, 표면의 잔류하는 미반응 계면활성제나 수분을 제거하기 위해 수행되는 것일 수 있다.

[0119] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 다음으로 표면이 개질된 제1층이 형성된 자성 코어를 APTES를 포함하는 제1용액과 혼합하여 표면을 추가 개질하는 것일 수 있다. 상기 APTES를 포함하는 제1용액과 표면이 개질된 제1층이 형성된 자성 코어를 혼합함으로써, APTES의 트리에톡시실란기에서 에틸기 3개가 떨어지고, 표면이 개질된 제1층이 형성된 자성 코어 표면에 결합될 수 있고, 이에 따라 제2층이 형성될 수 있는 표면 상태를 조성할 수 있다.

[0120] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제1용액은 용제 및 APTES를 포함할 수 있고, 상기 제1용액은 용제에 액상 APTES를 첨가하여 제조되는 것일 수 있다. 또한, 상기 APTES는 용제 부피 100 ml를 기준으로 5 내지 15 ml의 양으로 첨가되는 것일 수 있다.

[0121] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 표면이 개질된 제1층이 형성된 자성 코어를 APTES를 포함하는 제1용액과 혼합함에 있어 교반으로 수행되는 것일 수 있고, 구체적으로 300 내지 600 rpm의 속도로 교반되며 수행되는 것일 수 있다.

[0122] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 표면이 개질된 제1층이 형성된 자성 코어를 APTES를 포함하는 제1용액과 혼합함에 있어, 교반은 실온에서 10 분 내지 60 분 동안 수행되는 것일 수 있다.

[0123] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 제1층이 형성된 자성 코어의 표면을 추가 개질한 이후 에탄올과 같은 유기 용제로 1 내지 5회 세척하는 것일 수 있다. 세척 공정은 일반적 공정으로서, 표면의 잔류하는 미반응 APTES를 제거하기 위해 수행되는 것일 수 있다.

[0124] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 표면이 추가 개질된 제1층이 형성된 자성 코어를 TEOS를 포함하는 제2용액과 혼합하고, 염기성 화합물을 포함하는 제3용액과 혼합하고 반응시켜 제2중간물을 제조할 수 있다. 상기 혼합 및 반응 과정에서, TEOS를 포함하는 층을 형성하여, 추후 열처리로 제2금속 산화물로서 SiO_2를 포함하는 제2층을 형성할 수 있는 전구층을 형성하는 것일 수 있다.

[0125] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제2용액은 용제 및 TEOS를 포함할 수 있다. 상기 TEOS는 제2금속 전구체로서, SiO_2 형성을 위한 Si 공급원일 수 있다. 상기 용제는 전술한 바와 같을 수 있으며, 상기 TEOS는 상기 용제 부피 100 ml를 기준으로 15 내지 30 부피%의 양으로 포함되는 것일 수 있다.

[0126] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제2용액은 용제에 TEOS를 첨가하여 교반함으로써 혼합되어 제조되는 것일 수 있다. 상기 교반은 40 ℃ 내지 70 ℃의 온도에서 10 분 내지 30 분 동안 200 내지 400 rpm의 교반속도로 수행되는 것일 수 있다.

[0127] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제3용액은 용제 및 염기성 화합물을 포함할 수 있다. 상기 염기성 화합물은 NH_4OH, KOH, NaOH, 및 $Ca(OH)_2$ 중 1종 이상을 포함하는 것일 수 있다. 상기 제2금속 산화물이 SiO_2인 경우, 제2층은 가수분해 및 축합 반응을 기반으로 하는 졸겔 공정을 통해 제조되는 것일 수 있다. 이러한 가수분해 공정에 있어 산성 분위기보다 염기성 분위기에서 가수분해반응이 빠르게 일어나 같은 온도 및 시간 조건에서 더 많은 제2층을 형성하기 위한 전구층을 형성할 수 있고, 결과적으로 제2층이 균일하게 코팅되어 형성될 수 있다. 상기 용제는 전술한 바와 같을 수 있다. 또한, 상기 염기성 화합물은 용제 100 ml를 기준으로 10 내지 25 ml의 양으로 포함되는 것일 수 있다.

[0128] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 제3용액은 용제에 염기성 화합물을 첨가하여 교반함으로써 혼합되어 제조되는 것일 수 있다. 상기 교반은 40 ℃ 내지 70 ℃의 온도에서 10 분 내지 30 분 동안 200 내지 400 rpm의 교반속도로 수행되는 것일 수 있다.

[0129] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 표면이 추가 개질된 제1층이 형성된 자성 코어를 TEOS를 포함하는 제2용액과 혼합하고, 염기성 화합물을 포함하는 제3용액과 혼합하고 반응시킴에 있어 상기 반응은 교반되며 수행되는 것일 수 있고, 500 내지 1000 rpm의 속도로 교반되며 수행되는 것일 수 있다.

[0130] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 표면이 추가 개질된 제1층이 형성된 자성 코어를 TEOS를 포함하는 제2용액과 혼합하고, 염기성 화합물을 포함하는 제3용액과 혼합하고 반응시킴에 있어 상기 반응은 50 내지 70 ℃의 온도에서 1 내지 3 시간동안 수행되는 것일 수 있다. 상기 반응 과정에서 제2층의 전구층이, 표면이 추가 개질된 제1층이 형성된 자성 코어 표면에 형성된 제2중간물이 형성될 수 있다.

[0131] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 반응이 완료된 후 에탄올과 같은 유기 용제로 1 내지 5회 세척하는 것일 수 있다. 세척 공정은 일반적 공정으로서, 표면의 잔류하는 미반응 TEOS를 제거하기 위해 수행되는 것일 수 있다.

[0132] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기와 같이 수득한 제2중간물을 건조하고 어닐링하는 단계를 포함하는 것일 수 있다.

[0133] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 세척 공정을 거쳐 수득한 제2중간물, 즉 제2층의 전구층이, 표면이 추가 개질된 제1층이 형성된 자성 코어 표면에 형성된 제1중간물을 건조하여 잔여 에탄올을 제거하는 것일 수 있다. 상기 건조의 조건은 특별히 제한되지 않으며, 다만 에탄올이 제거될 수 있으면서도 부반응은 억제할 수 있는 정도의 온도에서 충분한 시간동안 수행되는 것일 수 있고, 예를 들어 50 내지 100 ℃의 온도에서 1 내지 3 시간동안 수행되는 것일 수 있고, 특히 진공 조건에서 수행되는 것일 수 있다.

[0134] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 어닐링은 600 내지 1100 ℃의 온도에서 0.5 시간 내지 6 시간동안 수행되는 것일 수 있다. 상기 범위 내의 온도 및 시간 조건에서 어닐링이 수행되는 경우, 제2층의 전구층에 포함되어 있던 제2금속 전구체, 즉 TEOS의 Si이 산화되어 제2금속 산화물, 즉 SiO_2로 변환될 수 있고, 결과적으로 자성 코어 표면의 제1층 상에 제2층이 형성될 수 있다.

[0135] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 다층 절연코팅 연자성 재료를 가압 성형하고 열처리하는 단계;를 포함하는 연자성 복합체의 제조 방법이 제공된다.

[0136] 본 발명의 일 구현예에 따른 연자성 복합체의 제조방법은 자기적 특성 및 기계적 물성이 우수한 연자성 복합체를 제공할 수 있다.

[0137] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 연자성 복합체의 제조 방법은 해당 기술 분야에서 활용되는 공정으로 수행되는 것일 수 있으며, 가압 성형하고 열처리하는 단계;를 포함하는 공정으로서 다른 공정을 더 포함하는 것일 수 있다.

[0138] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 다층 절연코팅 연자성 재료를 가압 성형하기 전에, 상기 다층 절연코팅 연자성 재료를, 윤활제(lubrication) 및 바인더 중 1종 이상을 포함하는 첨가제와 혼합하는 단계;를 더 포함하는 것일 수 있다.

[0139] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 다층 절연코팅 연자성 재료에 상기 윤활제를 첨가하여 가압 성형하는 경우, 연

자성 재료의 입자 간의 마찰력을 줄여 보다 고밀도의 연자성 복합체를 제공할 수 있다. 윤활제는 가압 성형 시 금형의 몰드 벽 및 연자성 재료의 입자 표면에 도포되어 몰드 벽-재료 입자 및 재료 입자-재료 입자 간의 마찰을 감소시켜 균일한 성형체 밀도의 구현을 가능하게 하고, 금형의 손상을 억제할 수 있다.

[0140] 이 때 윤활제는 잔류물을 남기지 않는 것이 제조되는 연자성 복합체의 자기적 특성의 측면에서 바람직하고, 다층 절연코팅 연자성 재료 100 중량부에 대하여 약 0.2 내지 1.0 중량부를 첨가하는 것일 수 있다.

[0141] 상기 윤활제로는 스테아레이트계 윤활제를 사용할 수 있고, 예를 들어 아연 스테아르산을 사용할 수 있다. 또한, 마그네슘, 아연, 칼슘, 카드뮴, 납의 스테아르산 염을 사용할 수도 있다.

[0142] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 다층 절연코팅 연자성 재료에 상기 바인더를 첨가하여 가압 성형하는 경우 연자성 재료의 소실을 줄일 수 있고, 연자성 재료를 균일하고 조밀하게 주입할 수 있다.

[0143] 상기 바인더로는 에폭시계 바인더, 벤조산계 바인더, 또는 왁스계 성분을 70 중량% 이상 포함하는 물질 등이 사용될 수 있으며, 해당 기술 분야에서 일반적으로 사용되는 것을 채용할 수 있고, 상기 바인더의 함량은 목적에 따라 해당 기술 분야의 통상의 기술자가 조절할 수 있다.

[0144] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 가압은 500 내지 2500 MPa의 압력을 가하여 수행되는 것일 수 있다. 상기 범위 내의 압력으로 다층 절연코팅 연자성 재료를 가압하는 경우 고밀도 벌크화가 가능할 수 있다. 또한, 상기 압력은 다층 절연코팅 연자성 재료의 형상을 고려하여 조절할 수 있으며, 예를 들어 다층 절연코팅 연자성 재료가 칩 형상인 경우에, 분말 형상인 경우보다 높은 압력, 예를 들어 1500 내지 2500 MPa의 압력을 가하여 수행되는 것일 수 있다.

[0145] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 열처리는 600 내지 1100 ℃, 700 내지 1000 ℃ 또는 800 내지 1000 ℃의 온도에서 0.5 시간 내지 6 시간, 2 시간 내지 5 시간, 3 시간 내지 6 시간, 2 시간 내지 4 시간, 3 시간 내지 5 시간 또는 4 시간 내지 6 시간동안 수행되는 것일 수 있다. 상기 범위 내의 온도 및 시간 조건으로 열처리하는 경우, 열처리 과정에서 다층 절연코팅 연자성 재료의 자성 코어 내부의 결정립이 성장하고 다층 구조의 절연 코팅의 조직이 치밀화되어 연자성 복합체의 자기적 특성 및 기계적 물성이 우수해질 수 있다.

[0147] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 방법으로 제조되고, 0.3 T의 조건으로 0.1 내지 1 kHz 범위 내에서 측정된 철손(core loss)이 100 W/g 이하인 것인 연자성 복합체가 제공된다.

[0148] 본 발명의 일 구현예에 따른 연자성 복합체는 고보자력, 고투자율 및 저철손의 자기적 특성을 갖는 것일 수 있다.

[0149] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 연자성 복합체는 0.3 T의 조건으로 0.1 내지 1 kHz 범위 내에서 측정된 철손이 100 W/g 이하이고, 0.5 T의 조건으로 0.4 kHz에서 측정된 철손이 50 W/g 이하일 수 있고, 0.5 T의 조건으로 1 kHz에서 측정된 철손이 250 W/g 이하일 수 있다. 본 발명의 일 구현예에 따른 연자성 복합체는, 상기 다층 절연코팅 연자성 재료를 원료로 하여 제조됨으로써, 고온에서 처리되어 제조되더라도 철손이 낮아 자기적 특성이 우수할 수 있다.

[0151] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 연자성 복합체는 강도가 30 내지 200 MPa 인 것일 수 있다.

[0152] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 연자성 복합체는 투자율이 150 내지 300 또는 190 내지 300 일 수 있다. 상기 범위 내의 고투자율을 보유하여, 본 발명의 일 구현예에 따른 연자성 복합체는 자기적 특성이 우수할 수 있다.

[0154] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 연자성 복합체를 포함하는 모터가 제공된다.

[0155] 본 발명의 일 구현예에 따른 모터는 자기적 특성이 우수한 상기 연자성 복합체를 포함하여 고출력을 구현할 수 있다.

[0156] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 모터는 상기 연자성 복합체를 고정자로서 포함하는 것일 수 있다. 상기 자기적 특성 및 기계적 물성이 우수한 연자성 복합체를 고정자로 포함함으로써, 모터의 구동 내구성이 우수할 수

있고, 구동 효율을 증대시킬 수 있다.

[0158] 이하, 본 발명을 구체적으로 설명하기 위해 실시예를 들어 상세하게 설명하기로 한다. 그러나, 본 발명에 따른 실시예들은 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 아래에서 기술하는 실시예들에 한정되는 것으로 해석되지 않는다. 본 명세서의 실시예들은 당업계에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 발명을 보다 완전하게 설명하기 위해 제공되는 것이다.

[0160] **제조예 1 (MgO)**

[0161] 순철 분말 50 g(평균 입도 크기 (D50) 238.17 um, ㈜엠케이) 순철 분말 50 g과 물 100 ml 및 CTAB 1 g을 실온에서 10분간 초음파 처리하여 혼합하였다. 상기 혼합 후에, 혼합물을 여과하고 에탄올로 3회 세척한 다음 2 M $MgCl_2$ 수용액 100 ml 및 액상 NH_4OH 80 ml를 첨가하여 60 ℃에서 2 시간동안 400 rpm으로 교반하며 혼합하였다. 혼합 후에 혼합물을 여과하여 에탄올로 5회 세척하고 진공 오븐에 넣어 70 ℃에서 4 시간동안 건조하였다. 건조 이후, 500 ℃에서 4 시간동안 어닐링하여 MgO를 포함하는 코팅층이 형성된 순철 분말을 수득하였다.

[0163] **제조예 2 (SiO_2)**

[0164] 순철 분말 50 g, 에탄올 30 ml 및 APTES 2.5 ml를 실온에서 30 분간 400 rpm으로 교반하며 혼합하였다. 상기 혼합 후에, 혼합물을 여과하여 에탄올로 3회 세척하고, TEOS 12.5 ml 및 에탄올 50 ml를 포함하는 용액을 첨가하고 60 ℃에서 15분동안 300 rpm으로 교반한 다음 액상 NH_4OH 20 ml을 첨가하고 60 ℃에서 15분동안 400 rpm으로 교반하며 혼합하였다. 이후, 추가적으로 60 ℃에서 2 시간동안 600 rpm으로 교반하였다.

[0165] 다음으로, 혼합물을 여과하여 에탄올로 3회 세척하고 진공 오븐에서 70 ℃로 2 시간동안 건조하였다. 건조 이후, 500 ℃에서 4 시간동안 어닐링하여 SiO_2를 포함하는 코팅층이 형성된 순철 분말을 수득하였다.

[0167] **실시예 1 (MgO-SiO_2)**

[0168] 상기 제조예 2에 있어, 순철 분말 대신, 하기와 같이 제조한 분말을 사용한 것을 제외하고는 동일한 공정을 수행하여, MgO를 포함하는 제1층 및 SiO_2를 포함하는 제2층이 형성된 순철 분말로서 다층 절연코팅 연자성 재료를 제조하였다:

[0169] 순철 분말 50 g(평균 입도 크기 (D50) 238.17 um, ㈜엠케이), 물 100 ml 및 CTAB 1 g을 실온에서 10분간 초음파 처리하여 혼합하였다. 상기 혼합 후에, 혼합물을 여과하고 에탄올로 3회 세척한 다음 2 M $MgCl_2$ 수용액 100 ml 및 액상 NH_4OH 80 ml를 첨가하여 60 ℃에서 2 시간동안 400 rpm으로 교반하며 혼합하였다. 혼합 후에 혼합물을 여과하여 에탄올로 5회 세척하고 진공 오븐에 넣어 70 ℃에서 2 시간동안 건조하였다. 건조 이후, 500 ℃에서 4 시간동안 어닐링하여 MgO를 포함하는 코팅층이 형성된 순철 분말을 수득하였다.

[0170] 상기 MgO를 포함하는 코팅층이 형성된 순철 분말 50g을 물 100 ml 및 CTAB 1 g을 실온에서 10분간 초음파 처리하여 혼합하였다. 상기 혼합 후에, 혼합물을 여과하고 에탄올로 3회 세척하여 준비하였다.

[0172] **비교예 1 (SiO_2-MgO)**

[0173] 상기 제조예 1에 있어, 순철 분말 대신 하기와 같이 제조한 분말을 사용한 것을 제외하고는 동일한 공정을 수행하여, SiO_2를 포함하는 제1층 및 MgO를 포함하는 제2층이 형성된 순철 분말로서 다층 절연코팅 연자성 재료를 제조하였다:

[0174] 순철 분말 50 g, 에탄올 30 ml 및 APTES 2.5 ml를 실온에서 30 분간 400 rpm으로 교반하며 혼합하였다. 상기 혼합 후에, 혼합물을 여과하여 에탄올로 3회 세척하고, TEOS 12.5 ml 및 에탄올 50 ml를 포함하는 용액을 첨가

하고 60 ℃에서 15분동안 300 rpm으로 교반한 다음 액상 NH_4OH 20 ml을 첨가하고 60 ℃에서 15분동안 400 rpm으로 교반하며 혼합하였다. 이후, 추가적으로 60 ℃에서 2 시간동안 600 rpm으로 교반하였다.

[0175] 다음으로, 혼합물을 여과하여 에탄올로 3회 세척하고 진공 오븐에서 70 ℃로 2 시간동안 건조하였다. 건조 이후, 500 ℃에서 4 시간동안 어닐링하여 SiO_2를 포함하는 코팅층이 형성된 순철 분말을 수득하였다.

[0176] 상기 SiO_2를 포함하는 코팅층이 형성된 순철 분말 50g을 물 100 ml 및 CTAB 1 g을 실온에서 10분간 초음파 처리하여 혼합하였다. 상기 혼합 후에, 혼합물을 여과하고 에탄올로 3회 세척하여 준비하였다.

[0178] **참조예 1 (PO_4)**

[0179] 순철 분말 50 g, 아세톤 250 ml, H_3PO_4 20 g 및 $NaNO_3$ 0.01 g을 실온에서 10 분간 400 rpm으로 교반하며 혼합하였다. 상기 혼합 후에, 혼합물을 여과하여 아세톤으로 세척하고 70 ℃에서 건조하여 PO_4 를 포함하는 코팅층이 형성된 순철 분말을 수득하였다.

[0181] **실시예 2-1 내지 2-4**

[0182] 상기 실시예 1의 다층 절연코팅 연자성 재료 100 중량부에 대하여 0.4 중량부의 윤활제(Kenulube)를 혼합하고, 500 MPa의 압력으로 가압 성형한 다음 600 ℃, 700 ℃, 800 ℃ 또는 900 ℃의 온도로 4 시간동안 열처리하여 연자성 복합체를 제조하였다.

[0184] **비교예 2-1 내지 2-4, 3-1 내지 3-4, 4-1 내지 4-4, 5-1 내지 5-4**

[0185] 제조예 1, 제조예 2, 비교예 1 또는 참조예 1에서 제조한 분말을 사용한 것을 제외하고는 실시예 2-1 내지 2-4와 동일한 방법으로 연자성 복합체를 제조하였다.

[0187] 하기 표 3에 실시예 및 비교예의 원료가 된 분말 및 열처리 온도를 정리하여 나타내었다.

표 3

[0189]

구분	원료 분말	열처리 온도(℃)	구분	원료 분말	열처리 온도(℃)
실시예 2-1	실시예 1	600	비교예 4-1	비교예 1	600
실시예 2-2		700	비교예 4-2		700
실시예 2-3		800	비교예 4-3		800
실시예 2-4		900	비교예 4-4		900
비교예 2-1	제조예 1	600	비교예 5-1	참조예 1	600
비교예 2-2		700	비교예 5-2		700
비교예 2-3		800	비교예 5-3		800
비교예 2-4		900	비교예 5-4		900
비교예 3-1	제조예 2	600			
비교예 3-2		700			
비교예 3-3		800			
비교예 3-4		900			

[0191] **실시예 3**

[0192] Fe-Si(6.5wt%) 합금 칩 50 g(가로 2 mm * 세로 2 mm * 두께 40 μm), 물 100 ml 및 CTAB 1 g을 실온에서 10분간 초음파 처리하여 혼합하였다. 상기 혼합 후에, 혼합물을 여과하고 에탄올로 3회 세척한 다음 2 M $MgCl_2$ 수용

액 100 ml 및 액상 NH_4OH 80 ml를 첨가하여 60 ℃에서 2 시간동안 400 rpm으로 교반하며 혼합하였다. 혼합 후에 혼합물을 여과하여 에탄올로 5회 세척하고 진공 오븐에 넣어 70 ℃에서 2 시간동안 건조하였다. 건조 이후, 500 ℃에서 4 시간동안 어닐링하여 MgO를 포함하는 코팅층이 형성된 순철 칩을 수득하였다.

[0193] 상기 MgO를 포함하는 코팅층이 형성된 순철 칩 50g을 물 100 ml 및 CTAB 1 g을 실온에서 10분간 초음파 처리하여 혼합하였다. 상기 혼합 후에, 혼합물을 여과하고 에탄올로 3회 세척하여 표면처리된 MgO를 포함하는 코팅층이 형성된 순철 칩을 준비하였다.

[0194] 그 다음, 상기 표면처리된 MgO를 포함하는 코팅층이 형성된 순철 칩 50 g을 에탄올 30 ml 및 APTES 2.5 ml를 실온에서 30 분간 400 rpm으로 교반하며 혼합하였다. 상기 혼합 후에, 혼합물을 여과하여 에탄올로 3회 세척하고, TEOS 12.5 ml 및 에탄올 50 ml를 포함하는 용액을 첨가하고 60 ℃에서 15분동안 300 rpm으로 교반한 다음 액상 NH_4OH 20 ml을 첨가하고 60 ℃에서 15분동안 400 rpm으로 교반하며 혼합하였다. 이후, 추가적으로 60 ℃에서 2 시간동안 600 rpm으로 교반하였다.

[0195] 다음으로, 혼합물을 여과하여 에탄올로 3회 세척하고 진공 오븐에서 70 ℃로 2 시간동안 건조하였다. 건조 이후, 500 ℃에서 4 시간동안 어닐링하여 MgO를 포함하는 제1층 및 SiO_2를 포함하는 제2층이 형성된 순철 칩으로서 다층 절연코팅 연자성 재료를 제조하였다.

[0197] **실시예 4**

[0198] 상기 실시예 3의 다층 절연코팅 연자성 재료 100 중량부에 대하여 0.4 중량부의 윤활제(Kenulube)를 혼합하고, 1800 MPa의 압력으로 가압 성형한 다음 900 ℃의 온도로 4 시간동안 열처리하여 연자성 복합체를 제조하였다.

[0200] **실험예 1: SEM 이미지 및 EDS 원소맵핑 이미지 확인**

[0201] 제조예 1, 제조예 2, 실시예 1, 비교예 1 및 참조예 1의 분말에 대하여, 주사전자현미경(SEM)을 이용하여 이미지를 촬영하였다. 또한, 에너지분산형 분광분석법(EDS)을 통해 EDS 원소 맵핑 이미지를 수득하였다.

[0202] 도 2 내지 도 6에 각각 제조예 1, 제조예 2, 실시예 1, 비교예 1 및 참조예 1의 분말의 SEM 이미지 및 EDS 원소 맵핑 이미지를 나타내었다.

[0203] 구체적으로, 도 2에 제조예 1의 분말의 SEM 이미지를 나타내었고, 도 3에 제조예 2의 분말의 SEM 이미지 및 EDS 원소 맵핑 이미지를 나타내었고, 도 4에 실시예 1의 분말의 SEM 이미지 및 EDS 원소 맵핑 이미지를 나타내었고, 도 5에 비교예 1의 분말의 SEM 이미지 및 EDS 원소 맵핑 이미지를 나타내었고, 도 6에 참조예 1의 분말의 SEM 이미지를 나타내었다.

[0204] 도 2 내지 도 6를 참조하면, 모두 분말 표면에 절연층이 형성된 것을 확인할 수 있다.

[0205] 또한, 도 2 및 도 3을 참조하면 각각 제조예 1 및 2의 분말로서 MgO 또는 SiO_2를 포함하는 절연층이 표면에 형성된 것을 확인할 수 있고, 도 4를 참조하면 실시예 1의 분말로서 순철 분말 표면에 MgO를 포함하는 제1층 및 제1층 상에 형성되고 SiO_2를 포함하는 제2층이 형성된 것을 확인할 수 있다.

[0206] 한편 도 5를 참조하면, 비교예 1의 분말로서 순철 분말 표면에 SiO_2를 포함하는 제1층 및 제1층 상에 형성되고 MgO를 포함하는 제2층이 형성된 것을 확인할 수 있다.

[0208] 또한, 실시예 2-3 내지 2-4 및 비교예 2-1 내지 2-4, 3-2 내지 3-4, 4-1 내지 4-4, 5-1 내지 5-4의 연자성 복합체를 절단하고, 표면의 SEM 이미지를 촬영하였다. 또한, 실시예 2-3 내지 2-4의 연자성 복합체 절단면에 대하여는 EDS 원소 맵핑 이미지를 수득하였다.

[0209] 도 7에 실시예 2-3 내지 2-4의 연자성 복합체의 단면 SEM 이미지 및 EDS 원소 맵핑 이미지를 나타내었다. 도 7에서 스케일바의 크기는 10 ㎛이다.

[0210] 도 8에 비교예 2-1 내지 2-4의 연자성 복합체의 단면 SEM 이미지를 나타내었다.

[0211] 도 9에 비교예 3-2 내지 3-4의 연자성 복합체의 단면 SEM 이미지를 나타내었다. 구체적으로, 도 9의 하단에 비교예 3-4의 SEM 이미지로서 서로 다른 배율의 SEM 이미지를 나타내었다.

[0212] 도 10에 비교예 5-1 내지 5-4의 연자성 복합체의 단면 SEM 이미지를 나타내었다.

[0213] 도 7 내지 도 10을 참조하면, 비교예 2-1 내지 2-4, 3-2 내지 3-4, 5-1 내지 5-4는 단일층의 절연층을 포함하는 분말을 원료로 하여 제조된 연자성 복합체로서 고온에서 열처리되는 경우 절연층이 일부 손실되어 절연 특성이 저하되는 것을 확인할 수 있다. 반면, 실시예 2-3 내지 2-4의 연자성 복합체는 각각 800 ℃ 또는 900 ℃의 고온에서 열처리되어 제조되었음에도 절연층이 분해되거나 손상되지 않고 우수한 절연 특성을 유지하는 것을 확인할 수 있다.

[0215] **실험예 2: 연자성 복합체의 자기적 특성 측정 및 평가**

[0216] **(1) 직류 측정: 보자력 및 투자율**

[0217] 실시예 2-1 내지 2-4, 실시예 4 및 비교예 2-1 내지 2-4, 3-1 내지 3-4, 4-1 내지 4-4, 5-1 내지 5-4의 연자성 복합체에 있어, 인가 자장 5 kA/m 조건에서 포화자화도(Bmax) 투자율(μ_{max}), 보자력(H_c)를 측정하고 그 값을 하기 표 4에 나타내었다.

표 4

[0219]

구분	B_{max} (T)	μ_{max}	H_c (kA/m)
실시예 2-1	0.563	85	0.227
실시예 2-2	0.985	150	0.206
실시예 2-3	1.03	158	0.197
실시예 2-4	1.11	170	0.172
실시예 4	1.05	1466	0.0763
비교예 2-1	0.742	110	0.382
비교예 2-2	0.795	121	0.227
비교예 2-3	1.04	159	0.215
비교예 2-4	1.05	160	0.187
비교예 3-1	0.881	134	0.220
비교예 3-2	0.892	136	0.205
비교예 3-3	0.988	151	0.212
비교예 3-4	1.09	311	0.165
비교예 4-1	0.945	195	0.207
비교예 4-2	1.03	156	0.213
비교예 4-3	0.993	151	0.197
비교예 4-4	1.09	167	0.187
비교예 5-1	0.640	98	0.190
비교예 5-2	0.636	97	0.182
비교예 5-3	1.14	844	0.190
비교예 5-4	1.27	1937	0.194

[0221] 또한, 도 11에 실시예 2-1 내지 2-4(@MgO@SiO_2) 및 비교예 2-1 내지 2-4(@MgO), 비교예 3-1 내지 3-4(@SiO_2), 비교예 4-1 내지 4-4(@SiO_2@MgO), 비교예 5-1 내지 5-4(@PO_4)의 연자성 복합체의 (a) 포화자화도(B_{max}), (b) 보자력(H_c), (c) 투자율(μ_{max})의 그래프를 열처리 온도에 대하여 나타내었다.

[0222] 도 12에는 실시예 4의 연자성 복합체의 히스테리시스 곡선을 나타내었다.

[0223] 도 11 및 표 4를 참조하면, 실시예 2-1 내지 2-4의 연자성 복합체의 경우, 열처리 온도가 증가할수록 보자력이 감소하는 것을 확인할 수 있고, 또한 열처리 온도가 증가할수록 투자율이 커지는 것을 확인할 수 있다. 즉, 상

기 결과를 통하여 내열성이 우수한 제1층 및 비저항이 높고 코팅성이 우수한 제2층을 포함하는 다층 구조의 절연층을 포함하는 분말을 원료로 하여 연자성 복합체를 제조하는 경우 보자력이 향상될 수 있고, 특히 고온에서 열처리하는 경우 투자율과 같은 자기적 특성이 향상된다는 점을 확인할 수 있다.

[0224] 또한, 도 12를 참조하면, 보자력이 작고 포화자화도가 큰 형태로서 이상적인 연자성 복합체의 히스테리시스 곡선의 형상과 유사한 것을 확인할 수 있다.

[0226] **(2) 교류 측정: 철손**

[0227] 실시예 2-1 내지 2-4 및 비교예 2-1 내지 2-4, 3-1 내지 3-4, 4-1 내지 4-4, 5-1 내지 5-4의 연자성 복합체에 있어, 교류 전류를 가하여 0.3 T의 자기장 조건 및 0.1 내지 1 kHz의 주파수 범위에서 철손을 측정하였다.

[0228] 또한, 실시예 4에서 제조한 연자성 복합체에 있어, 교류 전류를 가하여 0.3 T, 0.5 T, 0.7 T 또는 1 T의 자기장 조건 및 0.05 kHz 내지 1 kHz의 주파수 범위에서 철손을 측정하였다.

[0229] 도 13에 실시예 2-1 내지 2-4 및 비교예 2-1 내지 2-4, 3-1 내지 3-4, 4-1 내지 4-4, 5-1 내지 5-4의 연자성 복합체의 철손을 주파수에 대한 그래프로 나타내었다.

[0230] 도 13를 참조하면, 실시예 2-1 내지 2-4는 다른 비교예들보다 훨씬 적은 철손을 나타내는 것을 확인할 수 있고, 특히 가장 높은 온도에서 열처리되어 제조된 연자성 복합체인 실시예 2-4의 경우, 1.0 kHz까지의 주파수에서, 100 W/g 이하의 철손을 나타내어 단일 절연층을 적용한 비교예에 비해 철손 증가율이 현저히 낮은 것을 확인할 수 있다.

[0231] 또한, 도 14에 실시예 4의 연자성 복합체의 철손을 주파수에 대한 그래프로 나타내었다.

[0232] 도 14을 참조하면, 실시예 4의 연자성 복합체는 다양한 자기장 및 주파수 조건에서 최대 약 40.861 W/g 이하의 철손을 나타내어 상기 실시예 2-1 내지 2-4보다도 철손이 훨씬 낮아 특성이 우수한 것을 확인할 수 있다.

[0233] 즉, 내열성이 우수한 제1층 및 비저항이 높고 코팅성이 우수한 제2층을 포함하는 다층 구조의 절연층을 포함하는 재료을 원료로 하여 연자성 복합체를 제조하는 경우 철손 증가를 억제시킬 수 있다는 점을 확인할 수 있고, 나아가 자성 코어의 형상을 칩 형상으로 하는 경우 철손 증가를 억제시키는 효과를 보다 증대시킬 수 있는 것을 확인할 수 있다.

[0235] **실험예 3: 연자성 복합체의 강도 측정 및 평가**

[0236] 실시예 2-1 내지 2-4의 연자성 복합체, 비교예 5-2 내지 5-4의 연자성 복합체에 대하여 강도를 측정하였다. 강도를 측정함에 있어, 구부러짐에 대한 저항력 및 휨 정도를 측정하는 항절 시험을 기반으로 하였다. 구체적으로, ASTM B528 조건의 규격(W×L×T=12.7 ×31.8 ×6.35 mm)으로 제조한 시편의 양 끝을 지지하고 중앙에 하중을 걸어 절단될 때의 하중의 크기를 측정하여 항절력을 구하였다. 이때, 시편의 상부는 압축력, 하부는 인장 응력을 받고, 시편은 구부려지면서 인장 응력이 최대값이 되어 파괴된다.

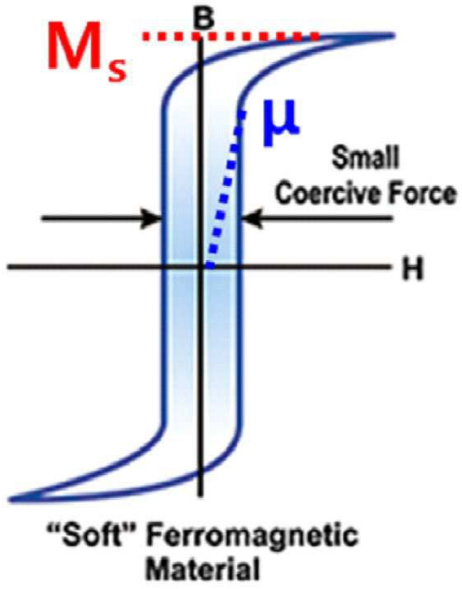
[0237] 도 15에 실시예 2-1 내지 2-4의 연자성 복합체, 비교예 5-2 내지 5-4의 연자성 복합체의 항절력을 나타내었다.

[0238] 도 15을 참조하면, 상기 실시예 2-1 내지 2-4의 연자성 복합체는 모두 우수한 자기적 특성을 가지는 동시에 강도도 우수한 것을 확인할 수 있다. 반면, 비교예 5-2의 경우, 11 MPa 수준의 낮은 강도 특성을 나타내며, 비교예 5-3과 5-4의 경우, 절연층이 사라져 bulk Fe의 높은 강도 (185~229 Mpa) 특성이 나타나는 것을 알 수 있다.

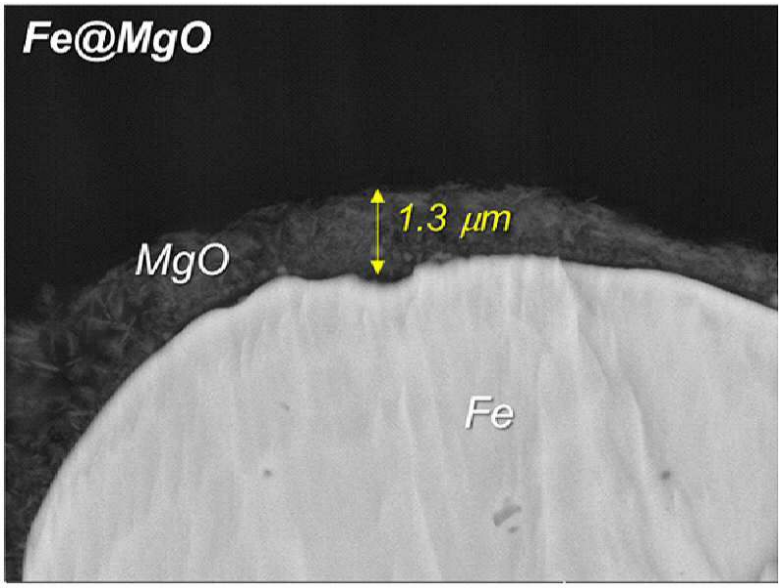
[0240] 이상에서 본 발명은 비록 한정된 실시예에 의해 설명되었으나, 본 발명은 이것에 의해 한정되지 않으며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 본 발명의 기술사상과 아래에 기재될 특허청구범위의 균등범위 내에서 다양한 수정 및 변형이 가능함은 물론이다.

도면

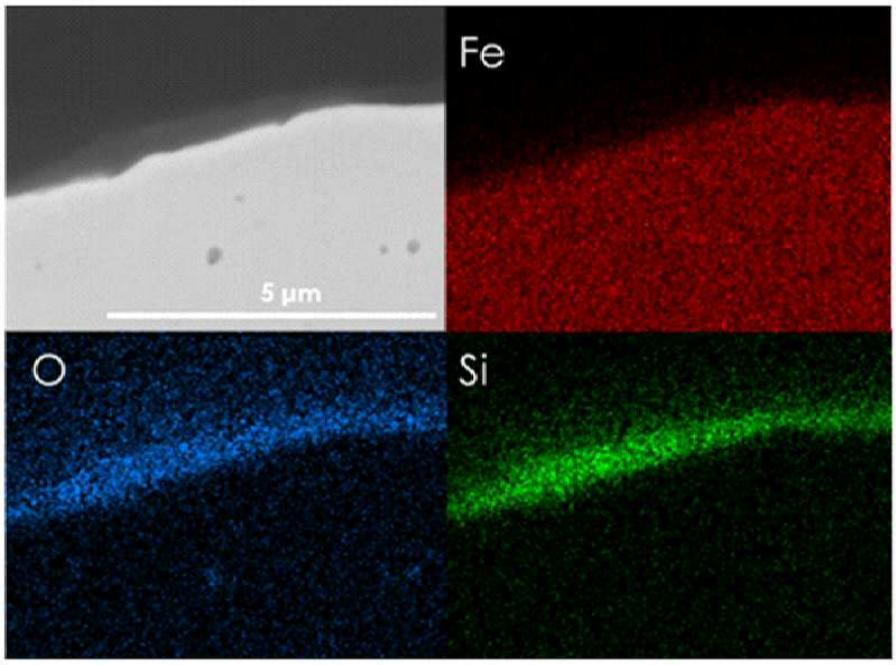
도면1


B
M_s
μ
Small
Coercive Force
H
"Soft" Ferromagnetic
Material

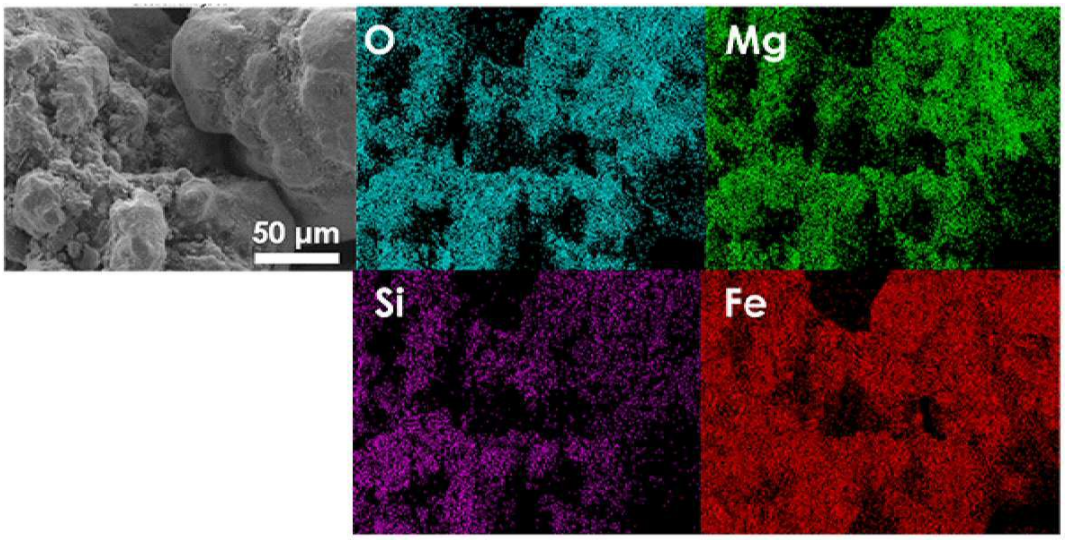
도면2


Fe@MgO
1.3 μm
MgO
Fe

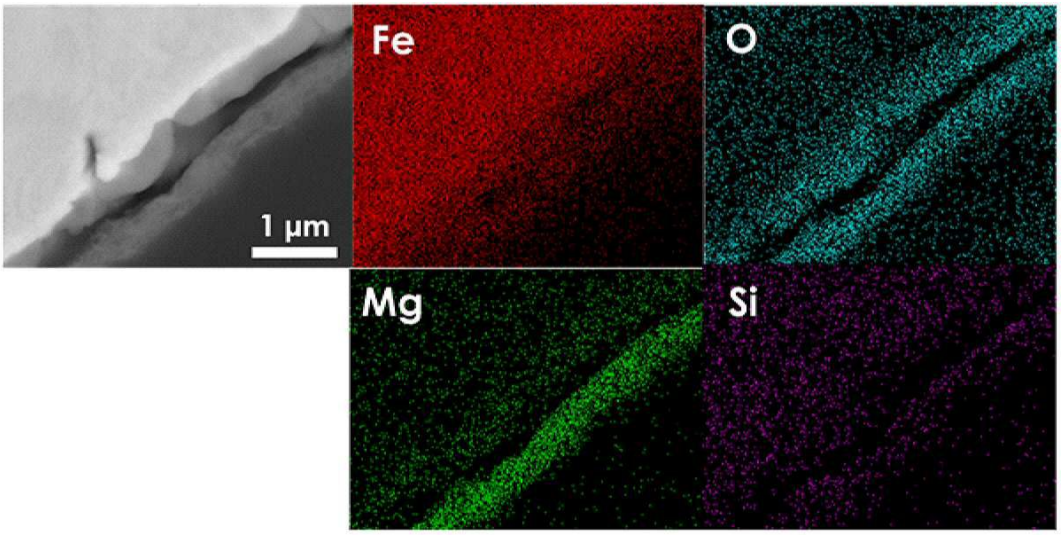
도면3



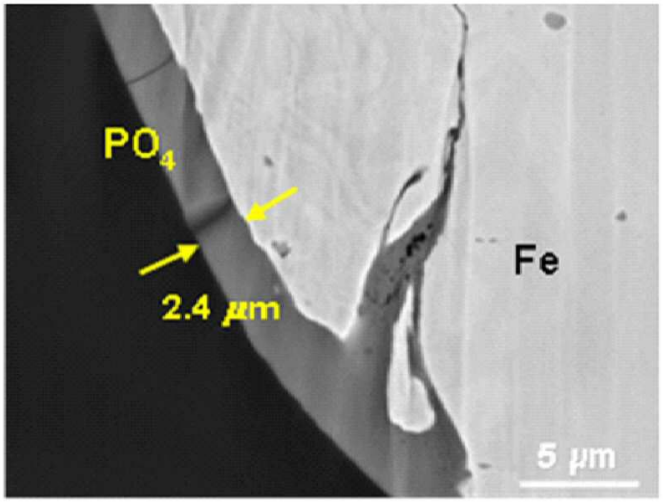
도면4



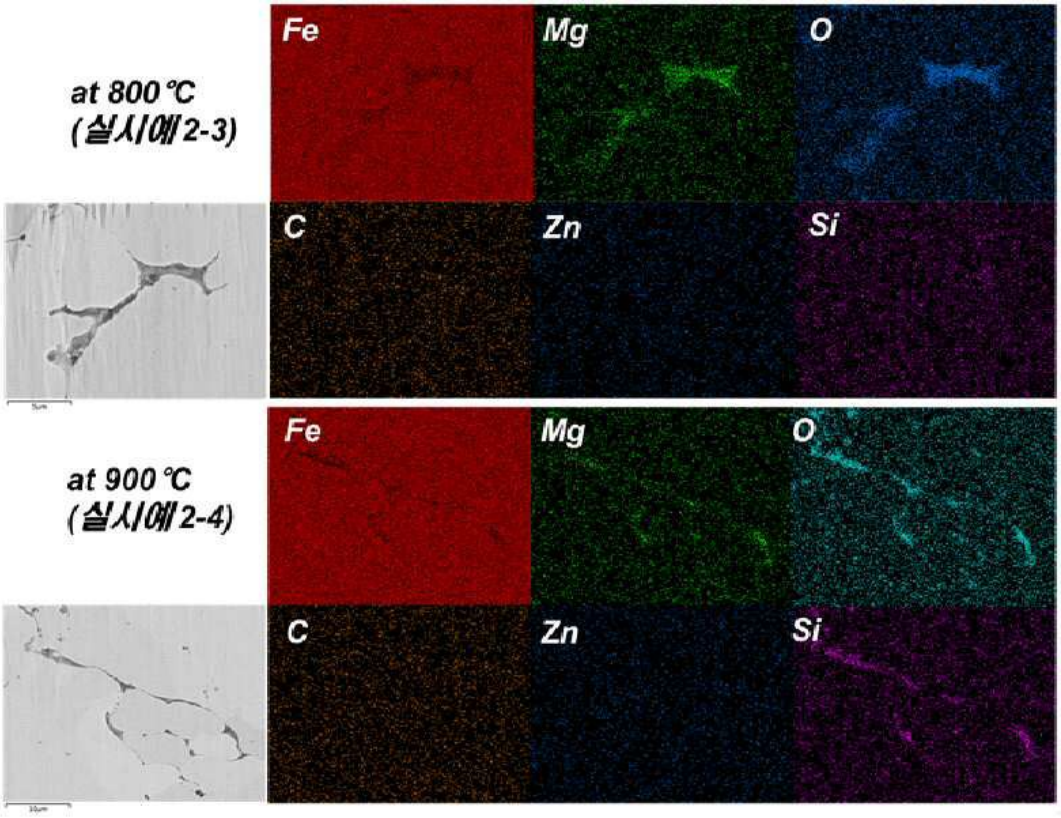
도면5



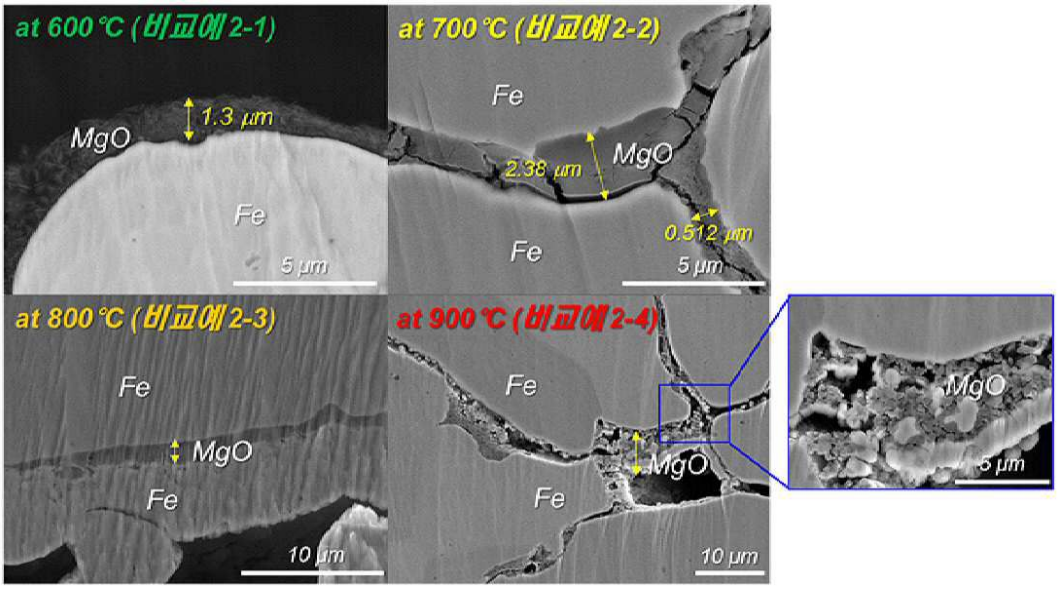
도면6



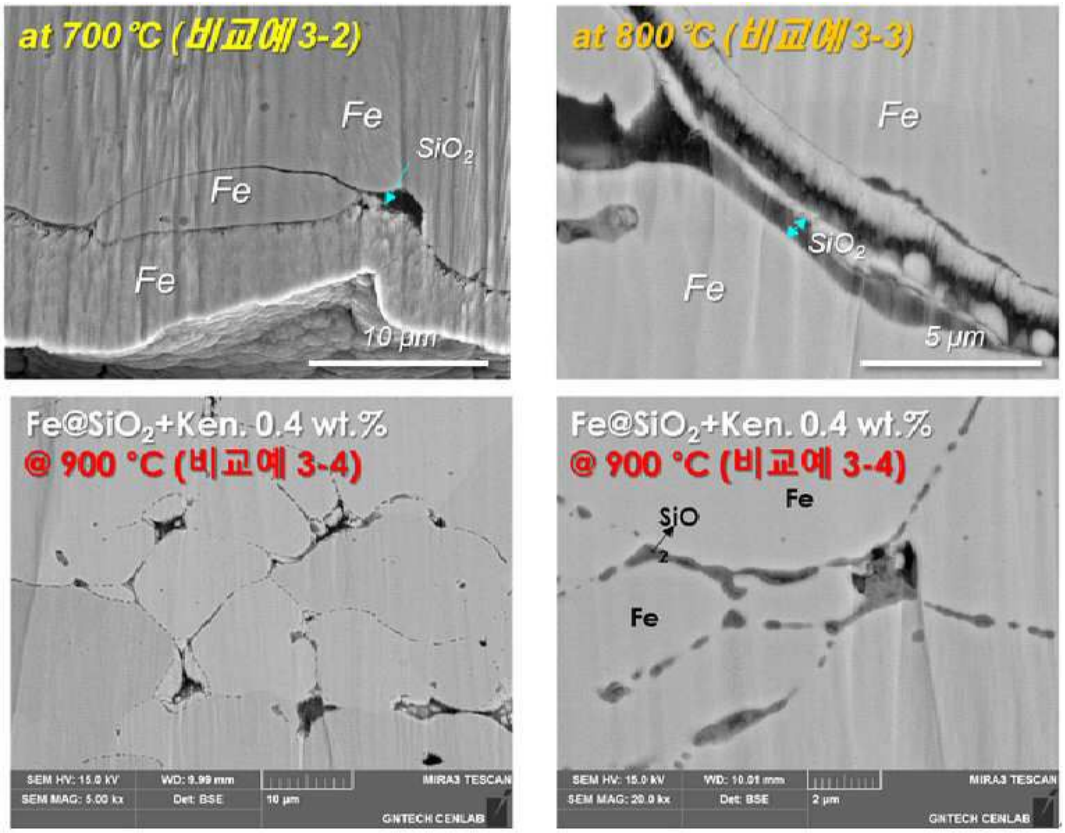
도면7


at 800℃
(실시예2-3)
Fe
Mg
O
C
Zn
Si
at 900℃
(실시예2-4)
Fe
Mg
O
C
Zn
Si

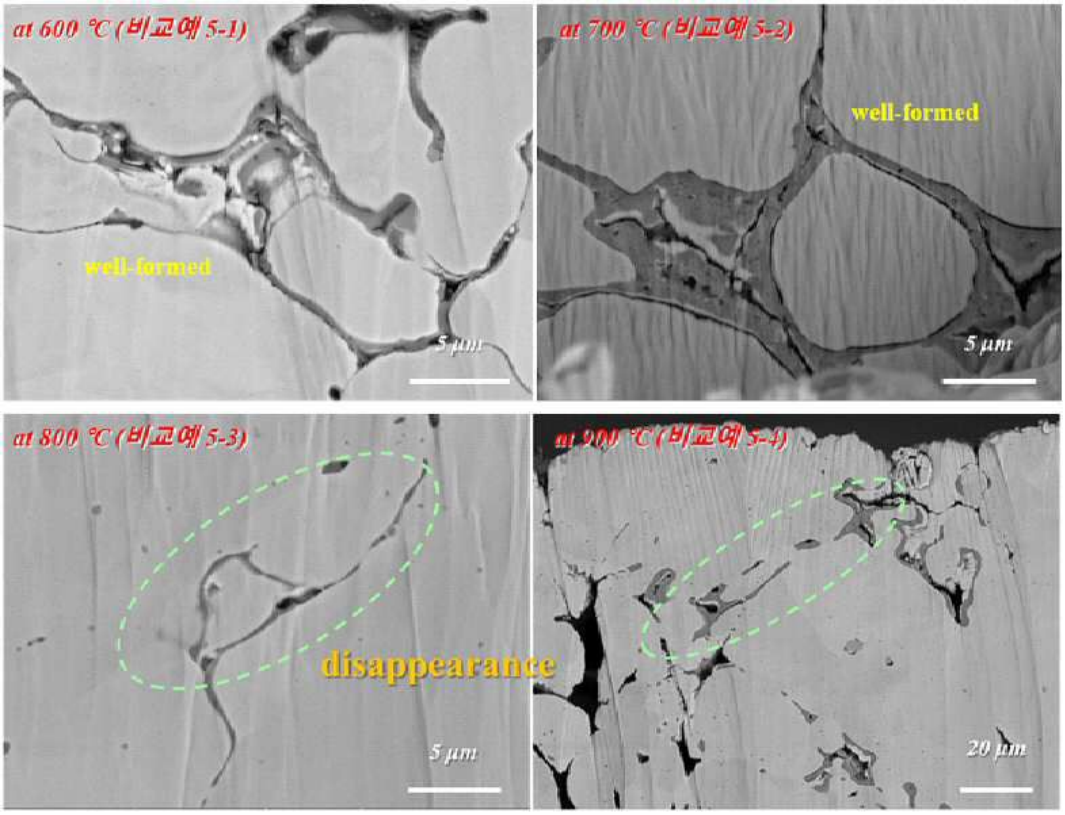
도면8


at 600℃ (비교예2-1)
1.3 μm
MgO
Fe
5 μm
at 700℃ (비교예2-2)
Fe
2.38 μm
MgO
0.512 μm
Fe
5 μm
at 800℃ (비교예2-3)
Fe
MgO
Fe
10 μm
at 900℃ (비교예2-4)
Fe
MgO
Fe
10 μm
MgO
5 μm

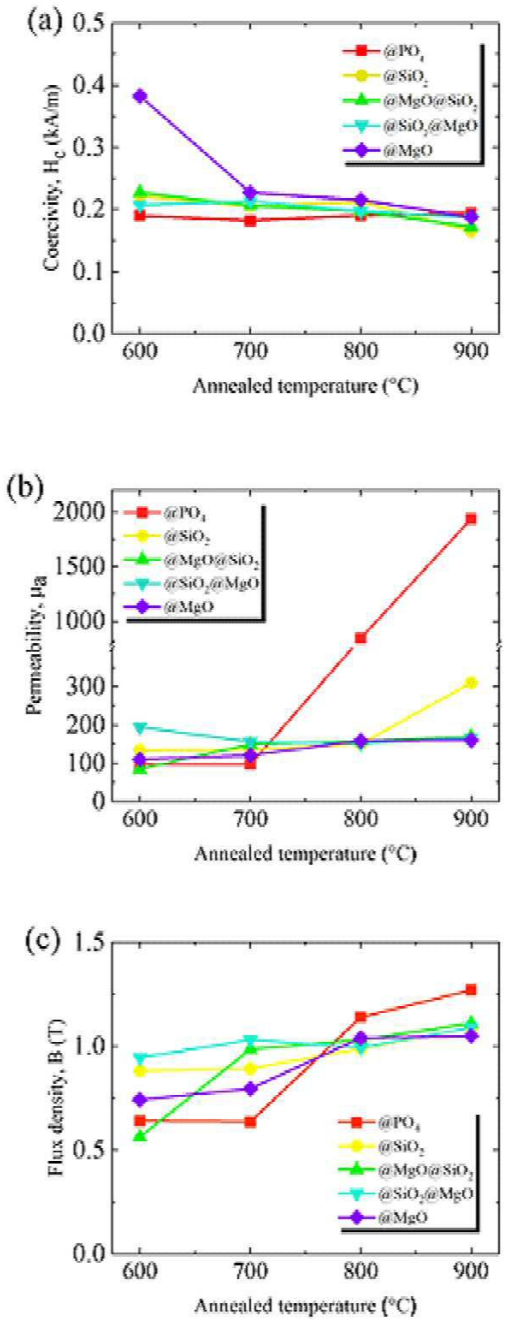
도면9


at 700 ℃ (비교예 3-2)
Fe
SiO2
Fe
Fe
10 μm
at 800 ℃ (비교예 3-3)
Fe
SiO2
Fe
5 μm
Fe@SiO2+Ken. 0.4 wt.%
@ 900 ℃ (비교예 3-4)
Fe@SiO2+Ken. 0.4 wt.%
@ 900 ℃ (비교예 3-4)
SiO2
Fe
Fe

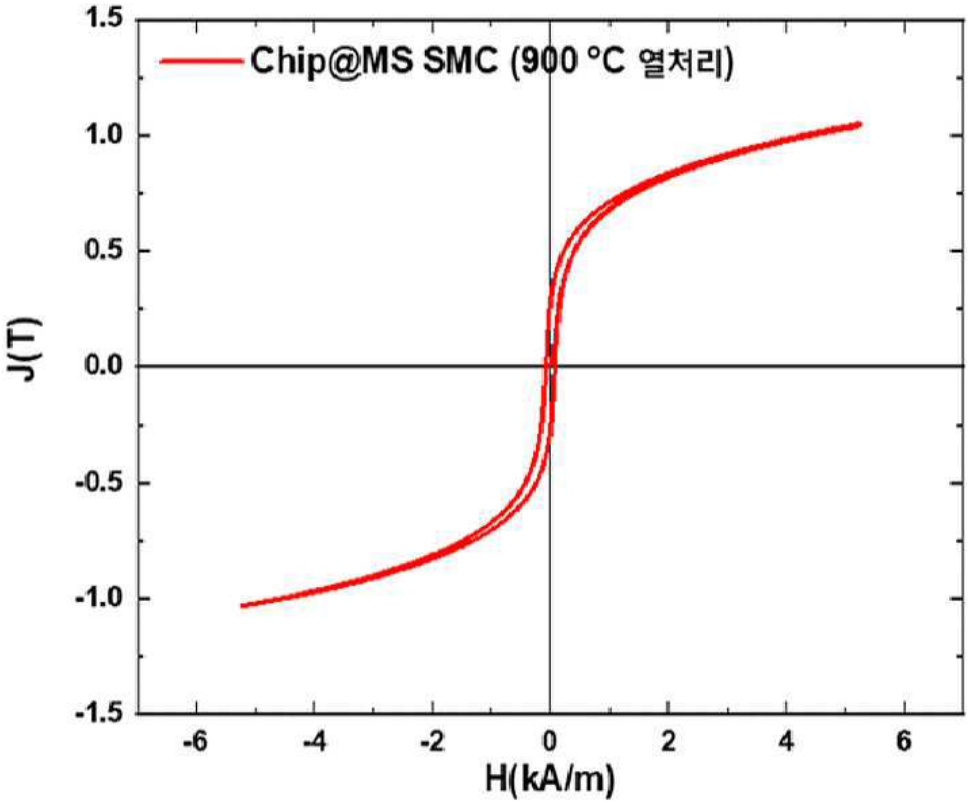
도면10


at 600 ℃ (비교예 5-1)
well-formed
5 μm
at 700 ℃ (비교예 5-2)
well-formed
5 μm
at 800 ℃ (비교예 5-3)
disappearance
5 μm
at 900 ℃ (비교예 5-4)
20 μm

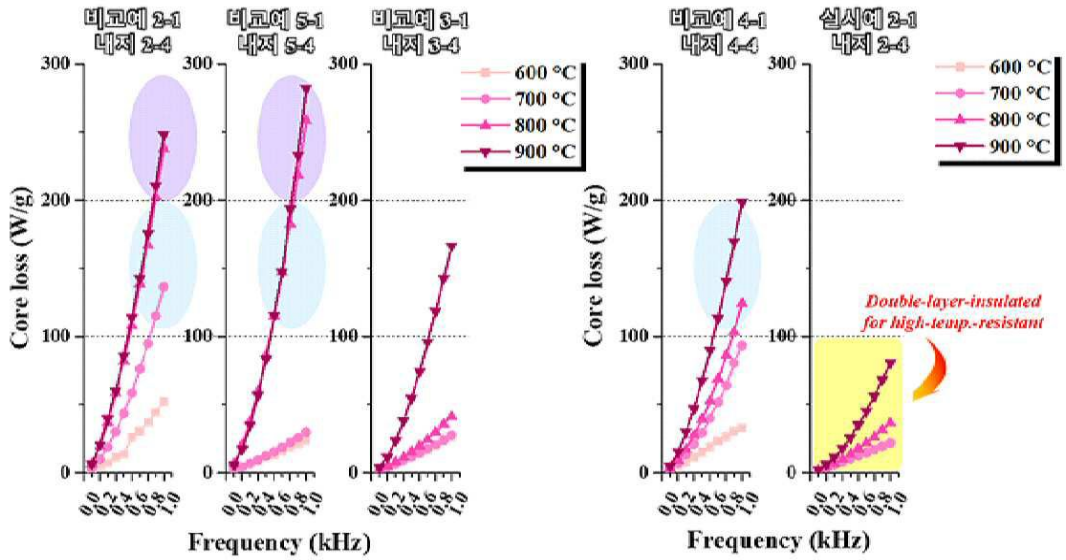
도면11


(a)
Coercivity, H_c (kA/m)
0.0
0.1
0.2
0.3
0.4
0.5
600
700
800
900
Annealed temperature (°C)
@PO_4
@SiO_2
@MgO@SiO_2
@SiO_2@MgO
@MgO
(b)
Permeability, μa
0
100
200
300
1000
1500
2000
600
700
800
900
Annealed temperature (°C)
@PO_4
@SiO_2
@MgO@SiO_2
@SiO_2@MgO
@MgO
(c)
Flux density, B (T)
0.0
0.5
1.0
1.5
600
700
800
900
Annealed temperature (°C)
@PO_4
@SiO_2
@MgO@SiO_2
@SiO_2@MgO
@MgO

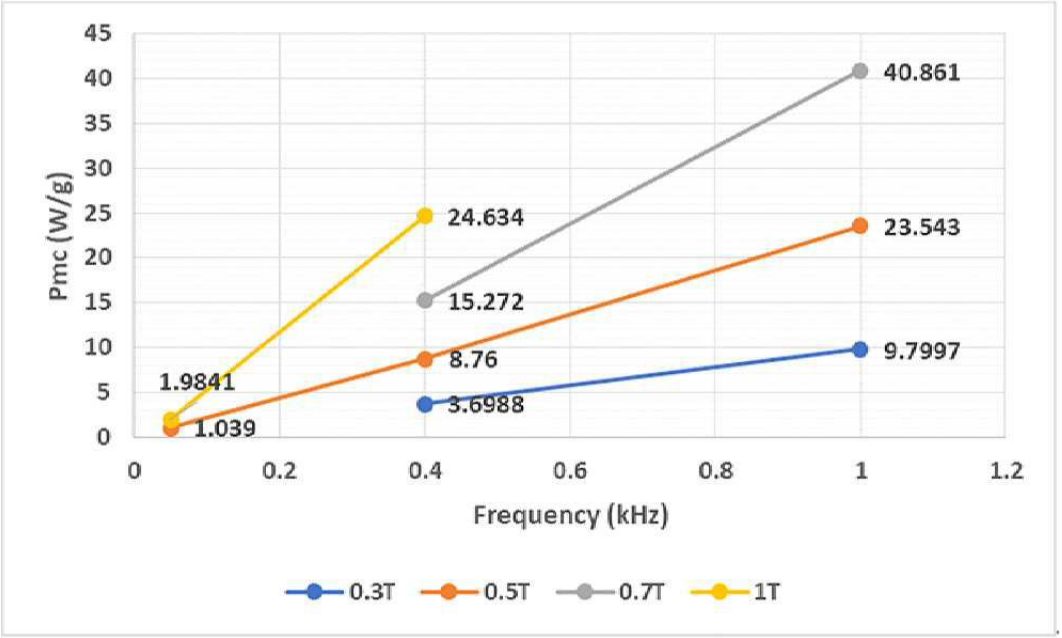
도면12


Chip@MS SMC (900 °C 열처리)
J(T)
H(kA/m)
1.5
1.0
0.5
0.0
-0.5
-1.0
-1.5
-6
-4
-2
0
2
4
6

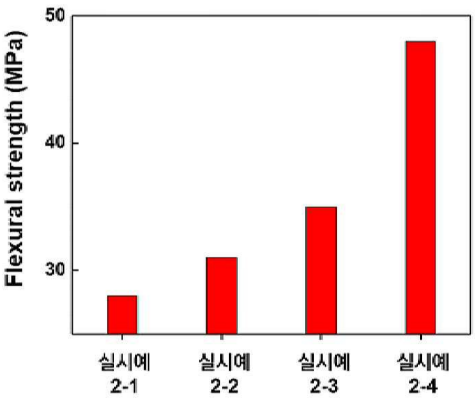
도면13

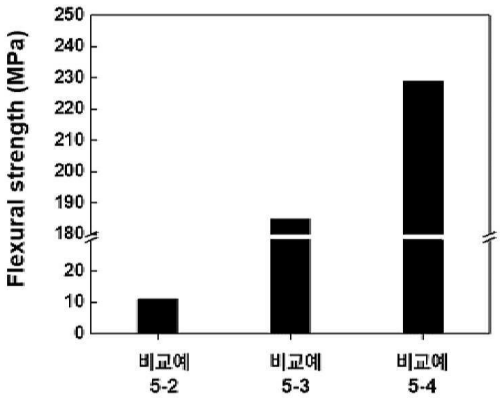

비교예 2-1
내지 2-4
비교예 5-1
내지 5-4
비교예 3-1
내지 3-4
비교예 4-1
내지 4-4
실시예 2-1
내지 2-4
600 °C
700 °C
800 °C
900 °C
Core loss (W/g)
Frequency (kHz)
Double-layer-insulated
for high-temp.-resistant

도면14


Pmc (W/g)
Frequency (kHz)
40.861
24.634
23.543
15.272
8.76
9.7997
1.9841
1.039
3.6988
0.3T
0.5T
0.7T
1T

도면15


Flexural strength (MPa)
실시예 2-1
실시예 2-2
실시예 2-3
실시예 2-4


Flexural strength (MPa)
비교예 5-2
비교예 5-3
비교예 5-4