(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0107905
(43) 공개일자 2024년07월09일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C04B 35/26 (2006.01) *C04B 35/64* (2006.01)
H01F 1/34 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C04B 35/2683 (2013.01)
C04B 35/64 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2022-0190963
(22) 출원일자 2022년12월30일
심사청구일자 2022년12월30일

(71) 출원인
한국재료연구원
경상남도 창원시 성산구 창원대로 797 (상남동)
(72) 발명자
김영국
경상남도 창원시 마산회원구 양덕서로 30 메트로시티
이정구
경기도 성남시 분당구 백현로 265 푸른마을아파트
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
이원희

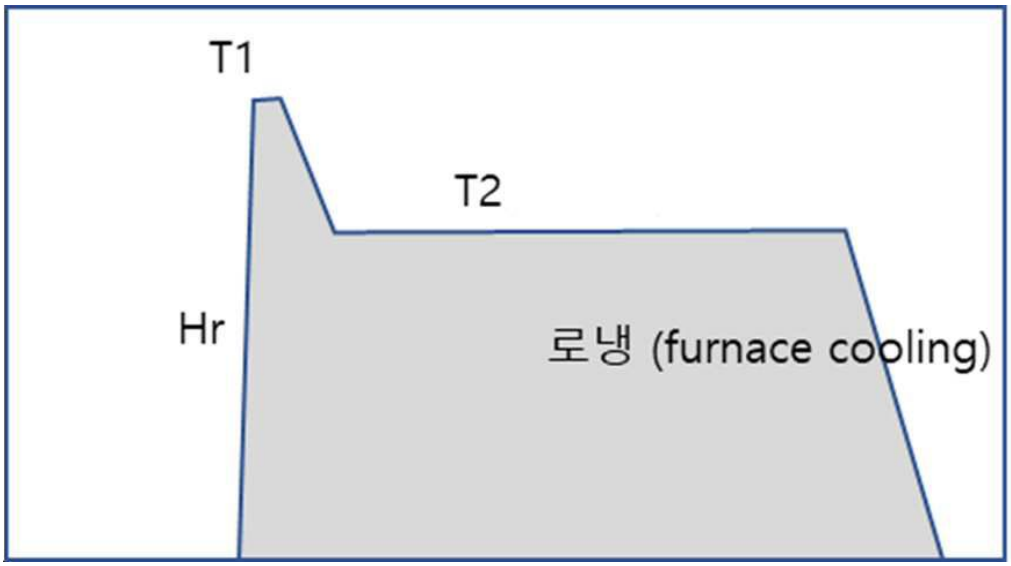
전체 청구항 수 : 총 9 항

(54) 발명의 명칭 **육방정 바륨 페라이트 소결체의 제조방법 및 이로부터 제조된 육방정 바륨 페라이트 소결체 및 영구 자석**

(57) 요 약

본 발명은 육방정 바륨 페라이트 소결체의 제조방법 및 이로부터 제조된 육방정 바륨 페라이트 소결체 및 영구 자석에 관한 것으로, 구체적으로는 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 나노분말을 성형한 성형체를 소결하는 단계;를 포함하는 단계;를 포함하고, 상기 소결은, 50℃/분 내지 100℃/분의 승온 속도로 1000℃ 내지 1100℃의 제1 온도까지 승온하는 단계; 상기 제1 온도에서 650℃ 내지 750℃의 제2 온도로 냉각하는 단계; 및 상기 제2 온도에서 유지하는 단계;를 포함하는, 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법 및 이로부터 제조된 육방정 바륨 페라이트 소결체 및 영구 자석에 관한 것이다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
H01F 1/344 (2013.01)
C04B 2235/656 (2013.01)
C04B 2235/661 (2013.01)
C04B 2235/666 (2013.01)
C04B 2235/77 (2013.01)
(72) 발명자
백연경
경상남도 창원시 성산구 대암로 253 프리빌리지아파트
최재영
경상남도 창원시 성산구 상남로 48 대우아파트

이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 1711155422
과제번호 PNCB950
부처명 과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명 한국연구재단
연구사업명 나노소재기술개발
연구과제명 소형모터용 희소자원 배제형 세라믹 영구자석 소재 신공정기술 개발(1단계)(3/3)
기 여 율 50/100
과제수행기관명 한국재료연구원
연구기간 2022.01.01 ~ 2022.12.31
이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 1711160002
과제번호 PNK8310
부처명 과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명 한국재료연구원
연구사업명 한국재료연구원연구운영비지원(주요사업비)
연구과제명 (자성소재) 성능재단형 복합자기구조 자성분말 소재기술 개발(2/5)
기 여 율 50/100
과제수행기관명 한국재료연구원
연구기간 2022.01.01 ~ 2022.12.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 나노분말을 성형한 성형체를 소결하는 단계;를 포함하는 단계;를 포함하고,

상기 소결은,

50℃/분 내지 100℃/분의 승온 속도로 1000℃ 내지 1100℃의 제1 온도까지 승온하는 단계;

상기 제1 온도에서 650℃ 내지 750℃의 제2 온도로 냉각하는 단계; 및

상기 제2 온도에서 유지하는 단계;를 포함하는, 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 나노분말은 크기가 1nm 내지 600nm인 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 승온하는 단계는

60℃/분 내지 80℃/분의 승온 속도로 상기 제1 온도까지 승온하는 것인, 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 소결은,

상기 제1 온도에서 30초 내지 2분간 유지하는 단계;를 더 포함하는, 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 제2 온도에서 유지하는 단계는

상기 제2 온도에서 20분 내지 1시간 유지하는 것인, 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 제2 온도에서 유지하는 단계는

상기 제2 온도에서 20분 내지 40분 유지하는 것인, 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 소결은 마이크로 전기로를 사용하여 수행되는, 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법.

청구항 8

제1항의 제조방법으로 제조되며, 밀도(g/cm^3)가 5 g/cm^3이상이고, 보자력(Hc)이 3 kOe 이상인, 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체.

청구항 9

제8항의 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 포함하는 영구자석.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 육방정 바륨 페라이트 소결체의 제조방법 및 이로부터 제조된 육방정 바륨 페라이트 소결체 및 영구자석에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0003] $AFe_{12}O_{19}$(여기서 A는 Ba, Sr, Ca 등의 알칼리 토금속임)로 표시되는 마그네토플럼바이트형 육방정 페라이트는 고상반응에 기반한 일반적인 세라믹 공정으로 분말합성이 가능하며 통상적으로 1200℃ 내지 1400℃의 범위에서 소결되는 경자성 소재이다. 경자성 소재로 적용되기 위해서는 높은 자화도를 가지면서도 외부 자기장에 의해 자화도가 역전되기 어려운 보자력을 갖는 것이 중요하다.

[0004] 이와 관련하여, 대한민국 공개특허 제10-2021-0043119호에서는 페라이트 소결 자석의 제조 방법으로서, 육방정 페라이트 원료 화합물과 결정성 탄소 화합물을 혼합후 성형 및 소결하되, 승온 속도, 소결최고 온도, 유지 시간 및 냉각 속도를 조절하여 소결 자석의 자기 특성을 향상시킬 수 있음을 개시하며, 구체적으로는 승온 속도를 1℃/분 내지 10℃/분으로 조절하고, 소결 최고 온도를 1150 ℃ 내지 1300 ℃ 내로 조절하고, 최고 온도에서의 유지 시간을 0분 내지 120분의 범위로 조절하고, 냉각 속도를 1℃/분 내지 10℃/분으로 조절하여 보자력 및 성능지수(IP)가 향사된 소결 자석을 제조할 수 있음을 개시한 바 있다.

[0005] 한편, 보자력을 향상시킬 수 있는 실용적인 방법으로, 자기분역(magnetic domain)의 이동을 최대한 억제할 수 있는 방안이 필요하다. 단일 결정립 내에 1개의 자기분역이 존재하는 것을 단자구(single domain)라 하고, 그 이상이 존재하는 것을 다자구(muti-domain)라고 하며, 외부 자기장에 의한 자기분역의 이동 억제를 위해서는 단자구의 구현이 필요하다. 자기분역의 구조는 결정립의 크기에 많은 영향을 받으며, 특정 크기 이하의 결정립에 대해서만 단자구의 구현이 가능하며, 이러한 특정 크기를 단자구 한계크기(critical size of single domain, D_c)라고 한다.

[0006] $BaFe_{12}O_{19}$ 및 $Fe_{12}O_{19}$ 등 일반적으로 사용되고 있는 육방정 페라이트 기반 자성소재의 경우 D_c < 600nm 정도의 낮은 값을 나타낸다. 따라서 보자력이 우수한 영구자석 개발을 위해서는 결정립 크기가 D_c 보다는 작은 나노 분말이 필요하며, 이와 더불어 결정립 성장을 최대한 억제할 수 있는 소결 공정기술 확보가 필요하다. 더불어 높은

자속밀도의 영구자석 제작을 위해서는 밀도가 높은 치밀화 공정 기술이 요구된다.

[0007] 이에 본 발명자들은 경자성 재료인 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조함에 있어서, 제조된 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체가 높은 자화도, 보자력 및 자속밀도를 갖도록 고밀도로 형성하면서 동시에 소결체의 결정립 크기가 단자구 한계크기(D_c)보다 작거나 유사하도록 하는 소결 공정을 개발하고 본 발명을 완성하였다.

선행기술문헌

특허문헌

[0009] (특허문헌 0001) 대한민국 공개특허 제10-2021-0043119호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0010] 일 측면에서의 목적은

[0011] 육방정 바륨 페라이트 소결체의 제조방법 및 이로부터 제조된 육방정 바륨 페라이트 소결체 및 영구 자석을 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

[0013] 상기 목적을 달성하기 위하여,

[0014] 일 측면에서는

[0015] 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 나노분말을 성형한 성형체를 소결하는 단계;를 포함하는 단계;를 포함하고,

[0016] 상기 소결은,

[0017] 50℃/분 내지 100℃/분의 승온 속도로 1000℃ 내지 1100℃의 제1 온도까지 승온하는 단계;

[0018] 상기 제1 온도에서 650℃ 내지 750℃의 제2 온도로 냉각하는 단계; 및

[0019] 상기 제2 온도에서 유지하는 단계;를 포함하는, 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법이 제공된다.

[0021] 이때 상기 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 나노분말의 크기는 바람직하게는 1nm 내지 600nm이다.

[0023] 또한, 상기 승온하는 단계는 바람직하게는 60℃/분 내지 80℃/분의 승온 속도로 상기 제1 온도까지 승온하는 것일 수 있다.

[0025] 또한, 상기 소결은,

[0026] 상기 제1 온도에서 30초 내지 2분간 유지하는 단계;를 더 포함할 수 있다.

[0028] 또한, 상기 제2 온도에서 유지하는 단계는

[0029] 바람직하게는 상기 제2 온도에서 20분 내지 1시간 유지하는 것일 수 있고, 보다 바람직하게는 상기 제2 온도에

서 20분 내지 40분 유지하는 것일 수 있다.

[0031] 또한, 상기 소결은 마이크로 전기로를 사용하여 수행될 수 있다.

[0033] 다른 일 측면에서는

[0034] 상기 제조방법으로 제조되며, 밀도(g/cm^3)가 5 g/cm^3이상이고, 보자력(Hc)이 3 kOe 이상인, 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체가 제공된다.

[0036] 또 다른 일 측면에서는

[0037] 상기 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 포함하는 영구자석이 제공된다.

발명의 효과

[0039] 본 발명은 높은 보자력 및 밀도를 갖는 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조할 수 있다.

[0040] 본 발명은 고밀도로 가지면서 동시에 소결체의 결정립 크기가 단자구 한계크기(D_c)보다 작거나 유사한 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조할 수 있다.

[0041] 본 발명의 효과들은 이상에서 언급한 효과들로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 효과들은 아래의 기재로부터 통상의 기술자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

도면의 간단한 설명

[0043] 도 1은 일 실시 예에 따른 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법에서의 소결 공정 모식도이다.

도 2는 실시 예 및 비교 예에 따른 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법에서 제1 온도 및 제2 온도를 달리하여 제조된 소결체의 상기 제1 온도 및 제2 온도 따른 밀도를 비교한 그래프이다.

도 3은 실시 예 및 비교 예에 따른 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법에서 제1 온도 및 제2 온도를 달리하여 제조된 소결체의 미세구조를 주사전자현미경(SEM)으로 관찰한 사진이다.

도 4는 실시 예 및 비교 예에 따른 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법에서 제1 온도 및 제2 온도를 달리하여 제조된 소결체의 상기 제1 온도 및 제2 온도 따른 보자력을 비교한 그래프이다.

도 5는 실시 예 및 비교 예에 따른 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법에서 제1 온도까지의 승온 속도를 달리하여 제조된 소결체의 승온 속도에 따른 밀도를 비교한 그래프이다.

도 6은 실시 예 및 비교 예에 따른 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법에서 2단계 온도 조건에서 소결하여 제조된 소결체 및 단일 온도 조건에서 소결하여 제조된 소결체의 밀도를 비교한 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0044] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시 예를 설명한다. 그러나 본 발명의 실시 예들은 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 이하에서 설명하는 실시 예로 한정되는 것은 아니다. 또한, 이하의 실시 예는 당해 기술분야에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 발명을 더욱 완전하게 설명하기 위해서 제공되는 것이다. 또한, 명세서 전체에서 어떤 구성요소를 "포함"한다는 것은 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성요소를 더 포함할 수 있다는 것을 의미한다.

[0046] 일 측면에서는

[0047] 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 나노분말을 성형한 성형체를 소결하는 단계;를 포함하는 단계;를 포함하고,

[0048] 상기 소결은,

[0049] 50℃/분 내지 100℃/분의 승온 속도로 1000℃ 내지 1100℃의 제1 온도까지 승온하는 단계;

[0050] 상기 제1 온도에서 650℃ 내지 750℃의 제2 온도로 냉각하는 단계; 및

[0051] 상기 제2 온도에서 유지하는 단계;를 포함하는, 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법이 제공된다.

[0053] 이하, 일 실시 예에 따른 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법을 각 단계별로 상세히 설명한다.

[0055] 일 실시 예에 따른 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법은 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 나노분말을 성형한 성형체를 소결하는 단계를 포함한다.

[0057] 일 실시 예에 따른 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법은 경자성 재료인 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조하되, 고밀도 및 고보자력을 갖도록, 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 나노분말을 사용한다.

[0059] 이때 상기 나노분말로서 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$)의 단자구 한계크기(D_c) 미만의 크기를 갖는 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 나노분말을 사용할 수 있으며, 바람직하게는 크기가 600nm이하, 600nm 미만, 500nm이하, 400nm이하, 300nm이하, 200nm이하, 100nm이하일 수 잇고, 1nm 이상, 50nm이상일 수 있다.

[0061] 일 실시 예에 따른 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법은 상기와 같이 단자구 한계크기(D_c) 미만의 크기를 갖는 나노분말을 사용하고, 이후 소결 공정을 조절하여 소결체의 결정립이 단자구 한계크기(D_c) 미만이 되도록 형성함으로써, 단일 결정립 내에 1개의 자기분역이 존재하는 것을 단자구(single domain)를 구현할 수 있고, 이를 통해 보자력을 보다 향상시킬 수 있다.

[0063] 일 실시 예에 따른 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법은 상기 나노분말을 성형하여 성형체를 형성한다.

[0064] 이때 상기 성형체는 가압 성형의 방법으로 형성될 수 있으나 이에 제한된 것은 아니며, 분말을 이용하여 성형체를 제조하는 다른 방법이 수행될 수 있다.

[0066] 일 실시 예에 따른 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법은 상기 성형체를 소결하되, 상기 소결은

[0067] 50℃/분 내지 100℃/분의 승온 속도로 1000℃ 내지 1100℃의 제1 온도까지 승온하는 단계;

[0068] 상기 제1 온도에서 650℃ 내지 750℃의 제2 온도로 냉각하는 단계; 및

[0069] 상기 제2 온도에서 유지하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0071] 일 실시 예에 따른 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법은 상기와 같이 제1 온도로 승온 후 제2 온도로 냉각하여 유지하는 소결방법을 통해 상기 나노입자로부터 형성한 소결체의 결정립 성장을 억제할 수 있고, 궁극적으로는 밀도가 5 g/cm^{3}이상이고, 보자력(Hc)이 3 kOe 이상인 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$)를 제조할 수 있다.

[0073] 또한, 상기 제1 온도까지 승온하는 승온 속도를 조절하여 제조되는 소결체의 결정립 성장을 억제하여 밀도 및 보자력을 보다 향상시킬 수 있다.

[0074] 이때 상기 승온 속도는 50℃/분 내지 100℃/분일 수 있고, 바람직하게는 60℃/분 내지 80℃/분일 수 있고, 바람직하게는 70℃/분 내지 80℃/분일 수 있다.

[0076] 한편, 상기 소결은 발열체를 이용한 저항 가열 방식의 전기로, 마이크로파 흡수를 이용하는 마이크로파 가열로, 레이저 등을 이용한 가열 장치가 사용될 수 있으나, 소결시 보다 빠른 승온 속도가 요구되므로 소결 장치로 간접가열로 시료를 가열하는 일반적인 저항가열식 전기로를 사용하는 것보다는 마이크로파, 레이저 광 등 전자기파를 이용한 직접가열 방식이 적합하며, 고속가열을 위해 필요한 경우 간접가열과 직접가열을 복합적으로 사용하는 것도 가능하다.

[0077] 이에, 상기 소결은 바람직하게는 보다 빠른 속도로 승온 가능하고, 비교적 큰 시료도 적용가능한 마이크로 전기로를 사용하는 것이 보다 바람직하다.

[0079] 또한, 일 실시 예에 따른 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법은 1000℃ 내지 1100℃의 제1 온도까지 승온 후 상기 제1 온도에서 10초 이상 또는 30초 이상 및 2분 이하 또는 1분 이하로 짧게 유지하여, 고온에서의 결정립 성장을 억제하는 것이 바람직하며, 이를 통해, 제조되는 소결체의 밀도 및 보자력을 보다 향상시킬 수 있다.

[0081] 또한, 일 실시 예에 따른 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법은 1000℃ 내지 1100℃의 제1 온도에서 650℃ 내지 750℃의 제2 온도로 냉각하여 유지하며, 이때 상기 제2 온도에서의 유지 시간은 20분 이상, 30분 이상 및 2시간 미만, 1시간 이하, 40분 이하일 수 있다.

[0082] 일 실시 예에 따른 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법은 상기와 같이, 1000℃ 내지 1100℃의 제1 온도에서의 10초 내지 2분으로 짧은 유지 후 상기 제1 온도보다 저온인 650℃ 내지 750℃의 제2 온도에서 20분 내지 2시간 미만으로 유지함으로써, 결정립 성장을 억제하되 치밀화를 이룰 수 있어, 소결체의 밀도 및 보자력을 보다 향상시킬 수 있다.

[0084] 일 실시 예에 따른 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법은 전술한 바와 같이, 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 나노분말을 소결하여 형성하되, 소결 온도 조건을 조절함으로서, 소결체의 밀도(g/cc)가 5 g/cm^{3}이상이고, 보자력(Hc)이 3 kOe 이상으로 향상된 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조할 수 있다.

[0086] 다른 일 측면에서는

[0087] 상기 제조방법으로 제조되며, 밀도(g/cc)가 5 g/cm^{3}이상이고, 보자력(Hc)이 3 kOe 이상인, 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체가 제공된다.

[0089] 또 다른 일 측면에서는

[0090] 상기 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 포함하는 영구자석이 제공된다.

[0092] 이하, 실시 예 및 실험 예를 통하여 본 발명을 상세하게 설명한다.

[0093] 단, 하기 실시 예 및 실험 예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기의 실시 예에 의해 한정되는 것은 아니다.

[0095] <실시 예 1>

[0096] 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 나노분말로 평균 직경 100nm 미만인 Sigma-Aldrich사의 $BaFe_{12}O_{19}$ 나노분말을 사용하였다.

[0097] 상기 나노분말로 성형체를 형성하기 위해 10mm의 내경을 가지는 스테인레스 스틸 소재의 몰드에 분말을 장입한 후 200MPa의 압력으로 1축 가압 성형하였다.

[0098] 상기 성형으로 제조한 성형체를 2kW 이상의 마이크로파 인가가 가능한 마이크로파 전기로에 넣고 소결을 수행하였다. 이때 페라이트 자체가 마이크로파 흡수능이 있어 마이크로파 가열에 적합하지만, 좀 더 충분한 가열을 위해 주위에 마이크로파 흡수 특성이 좋은 SiC 판을 배치하여 좀더 급속가열이 가능하도록 배치하였다.

[0099] 또한, 상기 소결은 제1 온도(T_1)인 1100℃까지 80℃/분으로 승온하고 1분 유지 후 제2 온도(T_2)인 700℃로 냉각하여 상기 제2 온도에서 약 30분간 유지하고, 이후 상온까지 로냉시켜 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조하였다.

[0101] <실시 예 2>

[0102] 상기 실시 예 1에서, 제1 온도(T_1)를 1000℃로 달리한 것을 제외하고 실시 예 1과 동일한 방법을 수행하여 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조하였다.

[0104] <실시 예 3>

[0105] 상기 실시 예 1에서, 제1 온도(T_1)까지의 승온 속도를 70℃/분으로 달리한 것을 제외하고 실시 예 1과 동일한 방법을 수행하여 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조하였다.

[0107] <실시 예 4>

[0108] 상기 실시 예 1에서, 제1 온도(T_1)까지의 승온 속도를 60℃/분으로 달리한 것을 제외하고 실시 예 1과 동일한 방법을 수행하여 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조하였다.

[0110] <실시 예 5>

[0111] 상기 실시 예 1에서, 제1 온도(T_1)까지의 승온 속도를 50℃/분으로 달리한 것을 제외하고 실시 예 1과 동일한 방법을 수행하여 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조하였다.

[0113] <비교 예 1>

[0114] 상기 실시 예 1에서, 제1 온도(T_1) 및 제2 온도(T_2)온도를 아래의 표 1에서와 같이 달리한 것을 제외하고 실시

예 1과 동일한 방법을 수행하여 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조하였다.

[0116] <비교 예 2>

[0117] 상기 실시 예 1에서, 제1 온도(T_1)까지의 승온 속도를 40℃/분으로 달리한 것을 제외하고 실시 예 1과 동일한 방법을 수행하여 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조하였다.

[0119] <비교 예 3>

[0120] 상기 실시 예 1에서, 제1 온도(T_1)까지의 승온 속도를 20℃/분으로 달리한 것을 제외하고 실시 예 1과 동일한 방법을 수행하여 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조하였다.

[0122] <비교 예 4>

[0123] 상기 실시 예 1에서 소결을 1100℃까지 80℃/분으로 승온하고 상기 온도에서 약 30분간 유지하고, 이후 상온까지 로냉시키는 것으로 달리한 것을 제외하고 실시 예 1과 동일한 방법을 수행하여 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조하였다.

[0125] <비교 예 5>

[0126] 상기 실시 예 1에서 소결을 700℃까지 80℃/분으로 승온하고 상기 온도에서 약 30분간 유지하고, 이후 상온까지 로냉시키는 것으로 달리한 것을 제외하고 실시 예 1과 동일한 방법을 수행하여 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조하였다.

[0128] <비교 예 6>

[0129] 상기 실시 예 1에서, 제2 온도(T_2)에서의 유지 시간을 2시간으로 달리한 것을 제외하고, 실시 예 1과 동일한 방법을 수행하여 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조하였다.

[0131] <비교 예 7>

[0132] 상기 실시 예 1에서 소결을 저항가열식 전기로를 이용하여 900℃까지 분당 5℃로 승온하고 상기 온도에서 약 4시간 유지하고, 이후 상온까지 로냉시키는 것으로 달리한 것을 제외하고 실시 예 1과 동일한 방법을 수행하여 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조하였다.

[0134] <실험 예 1>

[0135] 실시 예에 따라 80℃/분의 승온 속도로 제1 온도(T_1)까지 승온하여 1분 유지 후 제2 온도(T_2)로 냉각시켜 상기 제2 온도에서 약 30분 유지하여 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조하되, 아래의 표 1에서와 같이 제1 온도(T_1)를 900℃ 내지 1200℃로 달리하고, 제2 온도(T_2) 또한 600℃ 내지 900℃로 달리하여 제조된 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 밀도, 포화자화값(M_s) 및 보자력(H_c)을 비교하기 위하여, 실시 예 1, 2 및 비교 예 1에서 제조한 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체에 대하여, 아르키메데스법을 이용하여 밀도를 측정하고, 자기이력특성 분석을 통해 포화자화값(M_s) 및 보자력(H_c)을 측정하고 주사전자현미경을 이용하여 미세구조를 관찰하여 그 결과를 아래의 표 1, 도 2 내지 4에 나타내었다.

표 1

[0136]

	T_1	T_2	밀도(g/cm^3)	M_s (emu/g)	H_c (kOe)
비교예 1-1	1200	900	5.185	69.06	1.0786
비교예 1-2	1300	800	5.150	69.4	0.47
비교예 1-3	1100	800	5.097	67.1	2.69
실시예 1	1100	700	5.125	66.7	3.03
실시예 2	1000	700	5.039	67.8	4.32
비교예 1-4	1100	600	5.101	75.1	2.57
비교예 1-5	1000	600	4.812	67.3	4.08
비교예 1-6	900	600	4.415	57.7	5.55

[0138] 도 2는 실시 예 및 비교 예에 따라 제조된 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제1 및 제2 온도에 따른 밀도 곡선이고, 도 3은 주사전자현미경(SEM)을 이용하여 비교예 1-2(T_1=1300℃,T_2=800℃), 실시 예 1(T_1=1100℃,T_2=700℃), 비교예 1-6(T_1=900℃,T_2=600℃)의 미세구조를 관찰한 사진이고, 도 4는 실시 예 및 비교 예에 따라 제조된 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제1 및 제2 온도에 따른 보자력 곡선이고,

[0139] 상기 표 1 및 도 2에 나타난 바와 같이, 제1 온도(T_1)가 1000℃이상 이고, 제2 온도(T_2)가 700℃ 이상인 비교예 1-1 내지 1-4 및 실시 예 1 및 2는 5 g/cm^3 이상의 높은 밀도를 갖는 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조할 수 있는 반면, 상기 조건을 충족하지 못하는 비교 예 1-5 및 비교 예 1-6은 밀도가 5 g/cm^3 미만으로 낮은 것을 확인할 수 있다.

[0140] 또한, 도 3을 통해 고밀도 소결체 제작을 위해서는 제1 온도(T_1)가 1000℃이상 이고, 제2 온도(T_2)가 700℃ 이상의 온도에서 소결하여야 함을 확인할 수 있다.

[0141] 또한, 상기 표 1 및 도 4에 나타난 바와 같이, 5 g/cm^3 이상의 높은 밀도를 갖는 비교예 1-1 내지 1-4 및 실시 예 1 및 2의 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체 중, 실시 예 1 및 2의 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체는 3kOe 이상의 높은 보자력을 갖는 반면, 비교예 1-1 내지 1-4는 3kOe 미만으로 보자력이 낮은 것을 확인할 수 있다.

[0142] 상기 결과를 통해 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 나노분말을 소결하여 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$)를 제조함에 있어서, 소결 시 제1 온도 및 제2 온도의 2단계 온도 조건으로 소결을 수행하되, 상기 제1 온도를 1000℃ 내지 1100℃로 조절하고 제2 온도를 650℃ 내지 750℃로 조절하여 밀도를 높이고 결정립 성장을 억제함으로써 5 g/cm^3 이상의 높은 밀도 및 3kOe 이상의 높은 보자력을 갖는 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조할 수 있음을 알 수 있다.

[0144] <실험 예 2>

[0145] 실시 예에 따라 제1 온도(T_1)인 1100℃까지 승온하여 1분 유지 후 제2 온도(T_2)인 700℃로 냉각시켜 상기 제2 온도에서 약 30분 유지하여 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조하되, 상기 제1 온도(T_1)까지의 승온 속도를 달리하여, 제조된 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 밀도를 비교하기 위하여, 제1 온도(T_1)까지의 승온 속도를 80℃/분(실시예 1), 70℃/분(실시 예 2), 60℃/분(실시 예 3), 50℃/분(실시 예 4), 40℃/분(비교 예 2) 및 20℃/분(비교 예 3)으로 하여 제조한 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체에 대하여, 아르키메데스 법을 이용하여 밀도를 측정하고 그 결과를 도 5 및 아래의 표 2에 나타내었다.

표 2

[0146]

승온 속도 (°C/min)	밀도 (g/cm^3)
20	4.873
40	4.906
50	4.98
60	5.062
70	5.14
80	5.125

[0147] 상기 표 2 및 도 5에 나타난 바와 같이, 제1 온도(T_1)까지의 승온 속도에 따라 제조된 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 밀도가 달라짐을 확인할 수 있으며, 상기 승온 속도를 80℃/분 내지 50℃/분(실시예 1 내지 4)로 한 경우, 약 5 g/cm^{3}에 가깝거나 5 g/cm^3 이상의 높은 밀도를 갖는 반면, 상기 승온 속도를 40℃/분 이하로 낮추는 경우, 소결 밀도가 4.9 g/cm^{3}이하로 저하되는 것을 확인할 수 있다.

[0148] 상기 결과를 통해 5 g/cm^3 이상의 높은 밀도를 갖는 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조하기 위해서는 제1 온도(T_1)까지의 승온 속도를 50℃/분 이상, 바람직하게는 50℃/분 내지 80℃/분, 보다 바람직하게는 60℃/분 내지 80℃/분으로 수행해야 함을 확인할 수 있으며, 특히 70℃/분의 승온 속도를 수행할 경우 가장 우수한 밀도를 갖는 소결체를 제조할 수 있다.

[0150] <실험 예 3>

[0151] 실시 예에 따라 제1 온도(T_1)인 1100℃까지 승온하여 1분 유지 후 제2 온도(T_2)인 700℃로 냉각시켜 상기 제2 온도에서 유지하여 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조하되, 상기 제2 온도(T_2)에서의 유지시간을 달리하여 제조된 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 밀도 및 보자력을 비교하기 위하여, 상기 제2 온도(T_2)에서의 유지시간을 30분으로 수행한 경우(실시 예 1) 및 2시간(비교 예 6)으로 수행한 경우 제조된 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 밀도 및 보자력을 실시예 1과 동일한 방법으로 측정하고 그 결과를 아래의 표 3에 나타내었다.

표 3

[0152]

	밀도 (g/cm^3)	보자력(H_c) (kOe)
실시예 1	5.125	3.03
비교예 6	5.129	2.48

[0153] 상기 표 3에 나타난 바와 같이, 상기 제2 온도(T_2)에서의 유지시간을 30분으로 수행한 실시 예 1의 경우, 5g/cm^3 이상의 높은 밀도 및 3 kOe이상의 높은 보자력을 갖는 반면, 상기 제2 온도(T_2)에서의 유지시간을 2시간으로 수행한 비교 예 6의 경우 밀도는 5g/cm^3 이상으로 높게 나타나는 반면, 보자력이 2.5 kOe미만으로 낮아지는 것을 확인할 수 있다.

[0154] 상기 결과를 통해 5 g/cm^3 이상의 높은 밀도를 갖되, 보자력 또한 3 kOe이상으로 갖기 위해서는 제2 온도(T_2)에서 2시간 미만, 바람직하게는 20분 내지 1시간, 보다 바람직하게는 20분 내지 40분 유지해야 함을 확인할 수 있다.

[0156] <실험 예 4>

[0157] 실시 예에 따라 2단계 온도 조건을 사용한 경우 및 단일 온도 조건을 사용 경우 제조된 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 밀도를 비교하기 위하여, 실시 예 1, 비교 예 4 및 5에서 제조한 소결체의 밀도를 아르키메디스법을 사용하여 측정하고 그 결과를 도 6에 나타내었다.

[0158] 도 6에 나타난 바와 같이, 실시 예에 따라 2단계 온도 조건에서 소결한 실시 예 1의 소결체는 밀도가 약 5.125g/cm^3로 높은 반면, 1100℃의 단일 온도에서 소결한 비교 예 4의 소결체 및 700℃온도의 단일 온도에서 소결한 비교 예 5의 소결체는 밀도가 5 g/cm^3미만으로 실시 예 1 대비 현저히 낮음을 확인할 수 있다.

[0159] 상기 결과로부터 실시 예에 따라 2단계 온도 조건을 사용한 경우 5 g/cm^3 이상으로 보다 높은 밀도를 갖는 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조할 수 있음을 확인할 수 있다.

[0161] <실험 예 5>

[0162] 실시 예에 따라 제조된 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체 및 종래의 소결 방법인 900℃에서 4시간 소결하여 제조된 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 밀도 및 보자력을 비교하기 위하여, 실시 예 1 및 비교 예 7에서 제조한 소결체의 밀도 및 보자력을 실험 예 1과 동일한 방법으로 측정하고 그 결과를 아래의 표 4에 나타내었다.

표 4

[0163]

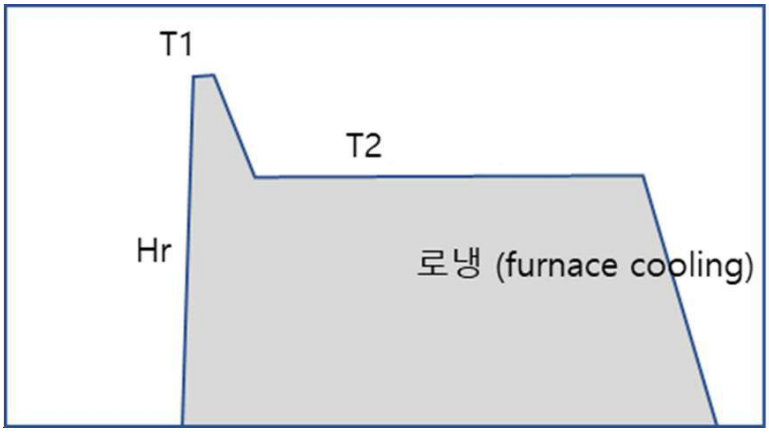
	밀도 (g/cm^3)	보자력(H_c) (kOe)
실시예 1	5.125	3.03
비교예 7	4.5	5.82

[0164] 상기 표 4에 나타난 바와 같이, 실시 예 1의 경우, 5g/cm^3 이상의 높은 밀도 및 3 kOe이상의 높은 보자력을 갖는 반면, 비교 예 6의 경우 5.82kOe의 높은 보자력을 갖는 반면, 밀도가 4.5g/cm^3로 낮은 것을 확인할 수 있다.

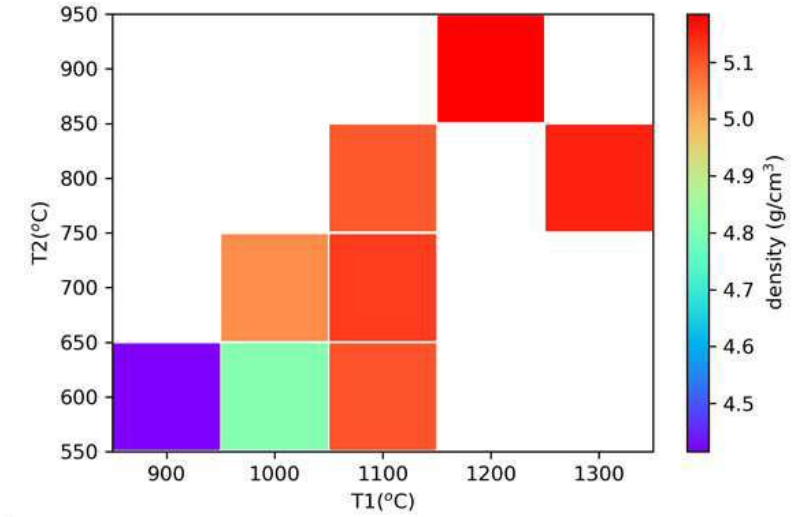
[0165] 상기 결과를 통해 일 실시 예 따른 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체의 제조방법은 2단계 온도 조건을 사용하여 보다 짧은 시간동안 소결을 함에도 불구하고 고밀도 고보자력을 동시에 갖는 육방정 바륨 페라이트($BaFe_{12}O_{19}$) 소결체를 제조하는 점에서 우수함을 확인할 수 있다.

도면

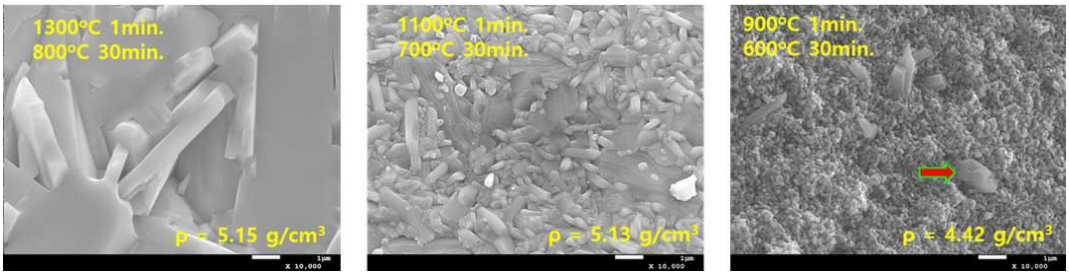
도면1



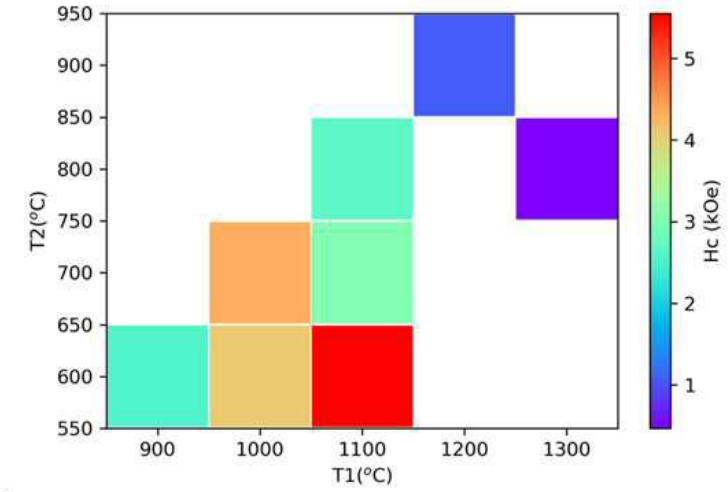
도면2


950
900
850
800
750
700
650
600
550
T2(°C)
900
1000
1100
1200
1300
T1(°C)
5.1
5.0
4.9
4.8
4.7
4.6
4.5
density (g/cm³)

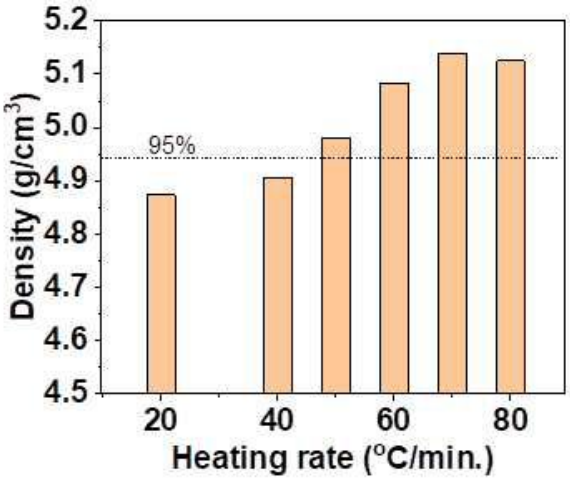
도면3


1300°C 1min.
800°C 30min.
ρ = 5.15 g/cm³
1100°C 1min.
700°C 30min.
ρ = 5.13 g/cm³
900°C 1min.
600°C 30min.
ρ = 4.42 g/cm³

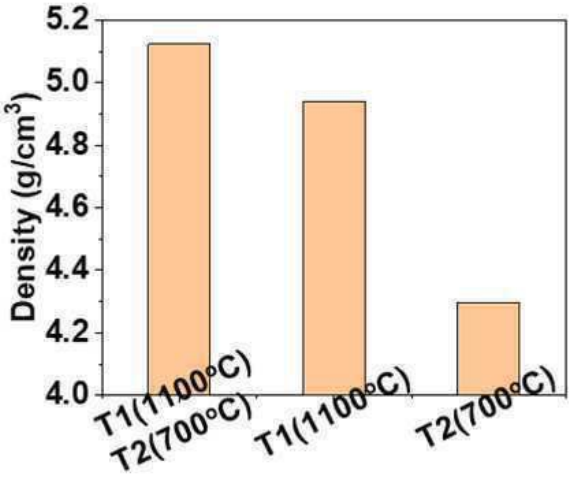
도면4


950
900
850
800
750
700
650
600
550
T2(°C)
900
1000
1100
1200
1300
T1(°C)
5
4
3
2
1
Hc (kOe)

도면5


5.2
5.1
5.0
4.9
4.8
4.7
4.6
4.5
Density (g/cm3)
95%
20
40
60
80
Heating rate (°C/min.)

도면6


5.2
5.0
4.8
4.6
4.4
4.2
4.0
Density (g/cm3)
T1(1100°C)
T2(700°C)
T1(1100°C)
T2(700°C)