(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0086181
(43) 공개일자 2020년07월16일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H01F 41/02 (2006.01) *B22F 1/00* (2006.01)
B22F 9/04 (2006.01) *H01F 1/04* (2006.01)
(52) CPC특허분류
H01F 41/0253 (2013.01)
B22F 1/0081 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2019-0002492
(22) 출원일자 2019년01월08일
심사청구일자 없음

(71) 출원인
한국기계연구원
대전광역시 유성구 가정북로 156 (장동)
(72) 발명자
김종우
경상남도 창원시 성산구 원이대로 495, 207동 1401호
최철진
경상남도 창원시 의창구 창원천로94번길 19, 103동 1402호
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인 피씨알

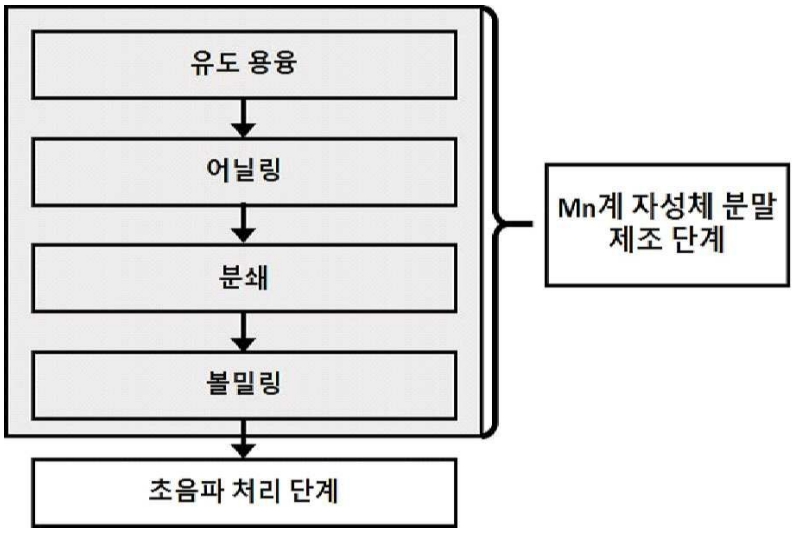
전체 청구항 수 : 총 11 항

(54) 발명의 명칭 **Mn계 영구자석 제조방법**

(57) 요 약

본 발명은 Mn계 영구자석의 제조방법에 관한 것이다. 본 발명의 일 구현예에 따르면 보자력이 우수하고 최대 자기 에너지적이 큰 Mn계 영구자석을 얻을 수 있다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
B22F 9/04 (2013.01)
H01F 1/04 (2013.01)
B22F 2009/043 (2013.01)
(72) 발명자
양 양
대한민국 51508 경상남도 창원시 성산구 창원대로 797
박지훈
경상남도 창원시 성산구 원이대로878번길 9, 105동 2804호

정국채
경상남도 창원시 진해구 조천로 30, 105동 1004호

이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 2016M3D1A1027835
부처명 과학기술정보통신부
연구관리전문기관 한국연구재단
연구사업명 창의소재디스커버리사업
연구과제명 0-D 메조스케일 자성입자 제조 신공정 및 벌크화기술 개발(3/3)
기 여 율 1/1
주관기관 재료연구소
연구기간 2018.02.01 ~ 2019.01.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

Mn계 자성체 분말을 제조하는 단계; 및

상기 Mn계 자성체 분말을 초음파 처리하는 단계를 포함하는 Mn계 영구자석의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 Mn계 자성체 분말은 MnBi, MnAl, MnGa 및 Mn-C 중에서 선택된 1종의 자성체 분말인 Mn계 영구자석의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 Mn계 자성체 분말을 제조하는 단계는 용융법 또는 고상반응법으로 수행되는 Mn계 영구자석의 제조방법.

청구항 4

제3항에 있어서,

상기 용융법은 Mn계 물질을 포함하는 원료 물질을 용융하여 혼합 용융액을 제조하는 단계;

상기 혼합 용융액을 어닐링하여 자성상 Mn계 잉곳을 형성하는 단계; 및

상기 자성상 Mn계 잉곳을 분쇄한 다음 볼밀링하는 단계를 포함하는 Mn계 영구자석의 제조방법.

청구항 5

제4항에 있어서,

상기 원료 물질은 Bi계 물질, Al계 물질 및 Ga계 물질 및 C계 물질 중에서 선택된 1종 이상을 더 포함하는 Mn계 영구자석의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 초음파 처리는 물, 메탄올, 및 에탄올 중에서 선택된 1 종 이상의 매질 중에서 수행되는 Mn계 영구자석의 제조방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 초음파 처리는 5분 이상 120분 이하 동안 수행되는 Mn계 영구자석의 제조방법.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 초음파 처리는 자석 존재하에서 수행되는 Mn계 영구자석의 제조방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 초음파 처리는 20℃ 이하의 온도를 유지하면서 수행되는 Mn계 영구자석의 제조방법.

청구항 10

제1항에 있어서,

상기 초음파 처리 후 자성 분리 단계를 더 포함하는 Mn계 영구자석의 제조방법.

청구항 11

제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 따른 방법으로 제조되고, 2T에서 최대 자기 에너지적이 11MGOe 이상인 Mn계 영구자석.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 최대 자기 에너지적($(BH)_{max}$)이 뛰어난 Mn계 영구자석 제조방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0003] 화석연료의 고갈과 환경오염 문제로 인하여 이를 해결하기 위한 그린에너지에 대한 관심이 높아지고 있다. 이에 따라 친환경적인 풍력발전기, 전기 및 하이브리드 자동차 등에 쓰이는 고성능 영구자석의 수요가 급격히 증가하고 있다.

[0004] 영구자석은 전자장치, 정보 통신, 의료, 공작 기계 분야, 산업용 자동차용 모터 등 광범위한 분야에 응용되고 있다. 특히, 하이브리드 자동차의 보급 증가, 산업분야에서의 에너지 절약 및 발전 효율 향상에 대한 요구로 인하여 특성이 뛰어난 영구자석 개발에 대한 기대가 높아지고 있다.

[0005] 하지만 현재 영구자석 분야에서 널리 쓰이는 희토류계 원소는 전량 수입에 의존하고 있으며, 희토류 자원 보유국에서 희토류 원소를 전략소재화 함에 따라 가격과 공급에 대한 불안정성에 대한 문제가 큰 이슈가 되고 있다. 또한 희토류 영구자석은 고온영역에서 보자력이 급격하게 감소하는 자기적 특성으로 하이브리드 및 전기자동차 모터 구동용 영구자석등과 같은 고온영역에서의 활용은 한계가 있다.

[0006] 따라서 최근 미국, 중국, 일본을 중심으로 희토류계 원소를 쓰지 않고 고온영역에서 높은 보자력을 지니는 영구자석에 대한 연구가 활발히 이루어지고 있다. 비희토류 영구자석 중 Mn계 영구자석, 특히 MnBi 영구자석은 이론적 최대 에너지적이 18 MGOe에 이르고, 온도가 올라갈수록 보자력이 증가하는 자기적 특성을 지니고 있어 고온용 영구자석으로 기존의 영구자석을 대체할 강력한 후보이다.

[0007] 하지만 MnBi-LTP(MnBi-Low Temperature Phase)에서만 강자성(ferromagnetic) 특성을 나타내기 때문에, 높은 분율의 MnBi-저온상(MnBi-LTP)을 형성해야 우수한 자석 특성을 얻을 수 있다. MnBi-저온상(MnBi-LTP)은 Mn과 Bi를 모두 용융시킨 후 이를 냉각하여 얻을 수 있으나, 포정반응(peritectic reaction)이 넓은 온도범위와 조성에 존재하며, Bi의 확산 속도가 느려 높은 분율의 MnBi-저온상(MnBi-LTP)을 제조하는데 많은 어려움이 있다.

[0008] 따라서, 고성능의 Mn계 영구자석에 대한 요구가 여전히 있는 실정이다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0010] 본 발명의 목적은 최대 자기 에너지적과 같은 자기적 특성이 우수한 Mn계 영구자석의 제조방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0012] 상기와 같은 목적을 달성하기 위하여, 본 발명의 일 측면에 따르면,

[0013] Mn계 자성체 분말을 제조하는 단계; 및

[0014] 상기 Mn계 자성체 분말을 초음파 처리하는 단계를 포함하는 Mn계 영구자석의 제조방법이 제공된다.

발명의 효과

[0016] 본 발명의 일 구현예에 따른 방법으로 제조된 Mn계 영구자석은 우수한 보자력 및 최대 자기 에너지적을 나타낸다.

도면의 간단한 설명

[0018] 도 1은 본 발명의 일 구현예에 따른 Mn계 영구자석 제조방법의 공정 흐름도이다.

도 2는 본 발명의 다른 구현예에 따른 Mn계 영구자석 제조방법의 초음파 처리 단계의 모식도이다.

도 3은 본 발명의 실시예 1에서 제조한 자성체의 공정 단계별 자기장 인가에 따른 자화 강도를 나타낸 그래프이다.

도 4는 본 발명의 실시예 1에서 제조한 자성체의 초음파 처리 시간에 따른 최대 자기 에너지적을 나타낸 그래프이다.

도 5는 본 발명의 실시예 1에서 제조한 자성체의 초음파 처리 시간에 따른 XRD 패턴을 나타낸 그래프이다.

도 6은 본 발명의 실시예 1에서 제조한 자성체의 초음파 처리 전 후의 TEM 사진이다.

도 7은 본 발명의 실시예 1에서 제조한 자성체의 초음파 처리 시간별 자기장 인가에 따른 자화 강도를 나타낸 그래프이다.

도 8은 본 발명의 실시예 2에서 제조한 자성체의 초음파 처리 시간별 자기장 인가에 따른 자화 강도를 나타낸 그래프이다.

도 9는 실시예 4에서 제조한 자성체의 초음파 처리 시간별 자기장 인가에 따른 자화 강도를 나타낸 그래프이다.

도 10은 본 발명의 실시예 2에서 제조한 자성체의 초음파 처리 시간별 XRD 패턴을 나타낸 그래프이다.

도 11은 본 발명의 실시예 3에서 제조한 자성체의 초음파 처리 시간별 XRD 패턴을 나타낸 그래프이다.

도 12는 본 발명의 실시예 4에서 제조한 자성체의 초음파 처리 시간별 XRD 패턴을 나타낸 그래프이다.

도 13은 본 발명의 실시예 2에서 제조한 자성체의 초음파 처리 시간별 자기장 인가에 따른 자화 강도를 나타낸 그래프이다.

도 14는 본 발명의 실시예 5에서 제조한 자성체의 초음파 처리 시간별 자기장 인가에 따른 자화 강도를 나타낸 그래프이다.

도 15는 본 발명의 실시예 6에서 제조한 자성체의 초음파 처리 시간별 자기장 인가에 따른 자화 강도를 나타낸 그래프이다.

도 16은 본 발명의 실시예 7에서 제조한 자성체의 초음파 처리 시간별 자기장 인가에 따른 자화 강도를 나타낸 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0019] 이하, 본 발명에 따른 Mn계 영구자석의 제조방법을 도면을 참고로 하여 설명하기로 한다.

[0020] 본 발명의 일 측면에 따른 Mn계 영구자석의 제조방법은 Mn계 자성체 분말을 제조하는 단계; 및 상기 Mn계 자성체 분말을 초음파 처리하는 단계를 포함한다.

[0021] 상기 Mn계 자성체 분말은 MnBi, MnAl, MnGa 및 Mn-C 중에서 선택된 1종의 자성체 분말일 수 있다.

[0022] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 Mn계 자성체 분말을 제조하는 단계는 용융법 또는 고상반응법으로 수행될 수 있으며, 종래의 Mn계 자성체 분말을 제조하는 방법을 제한없이 사용할 수 있다.

[0023] Mn계 자성체 분말을 용융법으로 제조하는 경우, 상기 용융법은 Mn계 물질을 포함하는 원료 물질을 용융하여 혼합 용융액을 제조하는 단계; 상기 혼합 용융액을 어닐링하여 자성상 Mn계 잉곳을 형성하는 단계; 및 상기 자성상 Mn계 잉곳을 분쇄한 다음 볼밀링하는 단계를 포함할 수 있다.

[0024] 도 1은 본 발명의 일 구현예에 따른 Mn계 영구자석 제조방법의 공정 흐름도를 나타낸 것이다.

[0025] 상기 혼합 용융액을 제조하는 단계에서 용융은 545K 이상 1500K 이하의 의 온도에서 수행될 수 있다. 상기 용융은 유도가열 공정, 아크-용융(arc-melting) 공정, 기계화학적(mechanochemical) 공정, 및 소결 공정중에서 선택된 1종 이상의 방법으로 수행될 수 있다.

[0026] 상기 원료 물질은 Mn계 물질 이외에 Bi계 물질, Al계 물질, Ga계 물질 및 C계 물질 중에서 선택된 1종 이상을 더 포함할 수 있다.

[0027] 상기 Mn계 물질을 포함한 원료 물질은 분말상일 수 있다. Mn계 물질은 망간(Mn)을 포함하는 것일 수 있고, 보통 망간 금속의 고체 분말일 수 있으며, 상기 비스무트계 물질은 비스무트(Bi)를 포함하는 것일 수 있고, 일반적으로 비스무트 금속의 고체 분말일 수 있다.

[0028] 상기 용융을 통하여 Mn 물질을 포함하는 원료 물질의 혼합 용융액을 얻게 된다.

[0029] 상기 혼합 용융액을 어닐링하는 단계는 비활성 분위기, 예를 들어, Ar 분위기에서, 400K 이상 800K 이하의 온도에서 36시간 이상 96 시간 이하 동안 수행될 수 있다. 예를 들어, 500K 이상 600K 이하의 온도에서, 48 시간 이상 84 시간 이하 동안, 구체적으로 573K의 온도에서 72시간 동안 수행될 수 있다. 상기 어닐링을 통하여 자성상 Mn계 잉곳을 얻게 된다.

[0030] 상기 자성상 Mn계 잉곳을 분쇄하는 것은 해당 기술분야에서 일반적인 분쇄 방법을 이용하여 수행할 수 있다. 예를 들어 파쇄 및 시빙(sieving)하여 일정 크기 미만, 예를 들면 25 마이크로미터 미만의 조분말을 얻을 수 있다. 이와 같이 얻은 Mn계 자성체 조분말을 볼밀링, 예를 들어 저에너지 볼밀링을 수행하여 Mn 계 자성체 분말을 얻을 수 있다.

[0031] 저에너지 볼밀링은 1 시간 이상 5시간 이하 동안 100 rpm 이상 300rpm 이하의 조건으로, 구체적으로 175rpm으로 3시간동안 수행할 수 있다.

[0032] 상기 볼밀링은 Mn계 자성체 조분말: 분말이 1:5 내지 1:15, 바람직하게는 1:10의 비율로 혼합되어 수행될 수 있으며, 볼은 Φ5 일 수 있다.

[0033] 상기 볼밀링의 시간, 볼과 자성체의 비율 및 볼배합은 Mn 계 자성체 조분말의 자기 특성을 최대한 유지한 상태로 분말 형태로 물리적인 형상을 변형하는 것일 수 있다.

[0034] 이와 같은 볼밀링을 통해서, Mn계 자성체 분말은 입자 크기가 0.5 내지 7 ㎛일 수 있고, 바람직한 크기로는 약 1 내지 5 ㎛일 수 있다.

[0036] 상기 자성상 Mn계 미분말을 초음파 처리하는 단계는 물, 메탄올 및 에탄올 중에서 선택된 1 종 이상의 매질 중에서 수행될 수 있다. 예를 들어, 에탄올에서 수행될 수 있다.

[0037] 상기 초음파 처리는 5분 이상 120분 이하, 20분 이상 100분 이하, 40분 이상 60분 이하 동안 수행될 수 있다. 상기 범위의 시간동안 초음파 처리를 수행함으로써 Mn계 자성체의 최대 자기 에너지적을 효과적으로 향상시킬 수 있다.

[0038] 상기 초음파 처리는 자석 존재하에서 수행될 수 있다. 자석 존재하에서 초음파 처리 함으로써 Mn계 자성체의 최대 자기 에너지적을 효과적으로 향상할 수 있다.

[0039] 도 2는 본 발명의 다른 구현예에 따른 Mn계 영구자석 제조방법의 초음파 처리 단계의 모식도이다. 초음파 처리 시 자석 존재하에서 수행하는 경우, 도 2a와 같이 자성체 분말과 자석을 배치하거나, 자성체의 산화 방지를 위하여 도 2b와 같이 비활성 기체, 예를 들어, Ar 기체의 존재하에 자성체 분말과 자석을 배치할 수 있다.

[0041] 상기 초음파 처리는 20℃ 이하, 예를 들어 15℃ 이상 20℃ 이하를 유지하면서 수행할 수 있다.

[0042] 본 발명의 일 구현예에 따르면, Mn계 영구자석의 제조방법은 상기 초음파 처리 후 자성 분리 단계를 더 포함할 수 있다.

[0043] 본 발명의 다른 측면에 따르면, 상기 방법으로 제조되고, 2T에서 최대 자기 에너지적이 11MGOe 이상, 예를 들어 13MGOe 이상인 Mn계 영구자석이 제공된다.

[0044] 이하, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 용이하게 실시할 수 있도록 본 발명의 실시예에 대하여 첨부한 도면을 참고로 하여 상세히 설명한다. 그러나 본 발명은 여러 가지 상이한 형태로 구현될 수 있으며 여기에서 설명하는 실시예에 한정되지 않는다.

[0046] 실시예 1

[0047] 1) 혼합 용융액의 제조

[0048] 먼저 망간(Mn) 금속 분말(구입처:iTASCO, 순도:99.95%)과 비스무트(Bi) 금속 분말(구입처:Aldrich, 순도:99.999%)을 24.31: 75.69 중량비로 혼합하고, 이 혼합 분말을 노(furnace)(제조사명:Indutherm, 장치명:Induction melter, 모델명:MC 20V)에 장입한 후 유도 가열 방식을 통해 용융시켰다. 즉, 노의 온도를 순간적으로 1200℃까지 상승시켜 혼합 용융액을 제조하였다.

[0050] 2) 자성상 Mn-Bi계 잉곳의 제조

[0051] 상기 1)에서 제조된 혼합 용융액을 573K의 온도에서 72 시간 동안 Ar 분위기에서 어닐링하여, 자성상 Mn-Bi계 잉곳을 형성하였다.

[0053] 3) Mn-Bi 영구자석 제조

[0054] 상기 2)에서 제조한 자성상 Mn-Bi 잉곳을 유발(hand-mill)을 사용하여 분쇄하고, 시브(sieve, ASTM mesh No. 500)를 사용하여 시빙하여 25㎛ 이하의 Mn-Bi 자성체 조분말을 얻었다.

[0055] 상기 Mn-Bi 자성체 조분말을 175rpm에서 3시간동안 저에너지 볼밀링하여 Mn-Bi 자성체 분말을 얻었다. 얻은 Mn-Bi 자성체 분말을 초음파 처리 장치(제조사명:Powersonic, 모델명:620)에 넣은 다음 탈이온수를 매질로 하여 처리 시간을 달리하여 초음파 처리하였다. 이 때 온도는 20℃ 이하로 유지하였다. 초음파 처리된 Mn-Bi 자성체 분말을 영구자석을 이용한 자성상 분리(magnetic separation 공정으로 자성분리하여 Mn-Bi 영구자석을 얻었다.

[0057] 실시예 2

[0058] 초음파 처리시 탈이온수 대신 에탄올(순도 95중량%)을 매질로 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 Mn-Bi 영구자석을 제조하였다.

[0060] 실시예 3

[0061] 초음파 처리시 자석을 배치하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 Mn-Bi 영구자석을 제조하였다. 자석을 배치하는 방법은 도 2에 초음파 처리 단계를 모식적으로 나타낸 바와 같이, Mn-Bi 자성체를 담은 병 사이에 자석을 배치하여 수행할 수 있다.

[0063] 실시예 4

[0064] 초음파 처리시 자석을 배치하는 것을 제외하고는 상기 실시예 2와 동일한 방법으로 Mn-Bi 영구자석을 제조하였다.

[0066] 실시예 5

[0067] Bi 금속 분말 대신 Al 금속 분말을 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 Mn-Al 영구자석을 제조하였다.

[0069] 실시예 6

[0070] Mn 분말과 Bi 분말의 혼합 분말을 비율에 맞게 정확히 칭량한 후 분말을 3D 믹서를 이용하여 혼합한 후, 반응성을 높이기 위해 펠릿화(pelettizing)한 다음, Ar분위기 노(furnace)에서 273°C - 500°C에서 24시간 - 72시간 동안 열처리하여 MnBi 상을 얻었다.

[0072] 실시예 7

[0073] 초음파 처리시 에탄올(순도 95중량%) 대신 에탄올(순도 99.9중량%)을 매질로 사용하는 것을 제외하고는 상기 실시예 2와 동일한 방법으로 Mn-Bi 영구자석을 제조하였다.

[0075] 비교예 1

[0076] 초음파 처리 단계를 거치지 않는 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 Mn-Bi 영구자석을 제조하였다.

[0078] 비교예 2

[0079] 초음파 처리 단계를 거치지 않는 것을 제외하고는 상기 실시예 5와 동일한 방법으로 Mn-Al 영구자석을 제조하였다.

[0081] 상기 실시예 1 내지 실시예 6에서 제조한 자성체에 대하여 하기와 같이 자기적 특성을 측정하였다.

[0082] 상기 자기적 특성은 보자력, 포화자화도, 잔류자화도 및 최대 자기 에너지적 특성을 분석하였다.

[0083] 상기 실시예에서 제조한 자성체의 자기이력곡선은 2T의 자기장하에서 300K의 온도에서 Lakeshore사의 VSM 장비로 측정하였다.

[0084] 도 3은 본 발명의 실시예 1에 따른 Mn-Bi 자성체 제조시 볼밀링 전, 볼밀링 후, 볼밀링 및 자성 분리후, 및 볼밀링, 초음파 처리 및 자성분리후의 결과물의 자기장 인가에 따른 자화 강도를 나타낸 그래프이다.

[0085] 도 3에서 보듯이, 본 발명과 같이 초음파 처리를 하는 경우, 초음파 처리를 하지 않은 경우보다 자화 강도 및 포화 자화도가 뛰어남을 알 수 있다.

[0086] 도 4는 실시예 1에서 제조한 자성체에서 초음파 처리 시간에 따른 최대 자기 에너지적을 나타낸 그래프이다.

[0087] 도 4에서 보듯이, 볼밀링 이후보다 초음파 처리를 120분동안 수행한 후에 최대 자기 에너지적이 2T에서 11MGOe에서 13.6MGOe로 약 26% 증가하였음을 알 수 있다.

[0088] 도 5는 본 발명의 실시예 1에서 제조한 자성체에서 초음파 처리 후 자성체의 XRD 패턴을 관찰한 결과를 나타낸다. 도 5에서 보듯이, (101), (102) 및 (110)에 해당하는 결정면의 회절 각도가 초음파 처리 시간 경과에 따라 조금씩 이동하였음을 알 수 있다. 따라서, 초음파 처리를 통하여 Mn-Bi의 결정 구조에 변화가 생겼으며, 이를 통하여 보자력이 향상되었음을 알 수 있다.

[0089] 도 6은 본 발명의 실시예 1에서 20분동안 초음파 처리 전(도 6a) 및 후(eh 6b)의 자성체의 TEM 사진이다. 도 6에서 보듯이, 초음파 처리를 통하여 격자 상수에 변화가 있음을 알 수 있다.

[0090] 도 7 내지 도 9는 각각 실시예 1, 실시예 2 및 실시예 4에서 제조한 자성체에서 초음파 처리 시간에 따라 자기장 인가 세기별 자화 강도를 나타낸 그래프이다.

[0091] 도 7 내지 도 9에서 보듯이, 초음파 처리 시간에 따라 자화 강도 및 포화자화도가 조금 증가하였음 알 수 있다.

[0092] 하기 표 1 내지 표 3에 각각 실시예 1, 실시예 2 및 실시예 4의 자성체의 자기적 특성을 나타내었다.

표 1

[0093]

실시예 1	Mr	Ms	Hc	$(BH)_{max}$
30분간 초음파 처리후	52.26	55.48	11737	7.73
120분간 초음파 처리후	52.01	54.55	12009	7.77

표 2

[0094]

실시예 2	Mr	Ms	Hc	$(BH)_{max}$
30분간 초음파 처리후	65.47	67.52	10383	11.44
120분간 초음파 처리후	64.09	67.12	10434	11.00

표 3

[0095]

실시예 4	Mr	Ms	Hc	$(BH)_{max}$
30분간 초음파 처리후	64.65	66.96	10913	11.45
120분간 초음파 처리후	68.70	70.40	11266	13.04
	67.62	68.82	14200	13.20

[0096] 상기 표 1 내지 표 3으로부터 초음파 처리 후 최대 자기 에너지적이 증가함을 알 수 있다.

[0097] 도 10 내지 도 12는 각각 실시예 2, 실시예 3 및 실시예 4에서 제조한 자성체에서 초음파 처리 시간에 따른 자성체의 XRD 패턴 및 (101) 피크를 확대해서 나타낸 도면이다. 도 10 내지 도 12에서 보듯이, 초음파 처리 시간 및 매질의 종류에 따라 (101) 결정면의 2Θ 값이 이동함을 알 수 있다.

[0098] 도 13은 실시예 2에서 제조한 자성체에서 초음파 처리 시간에 따른 자성체의 자화 강도 그래프이다.

[0099] 하기 표 4는 실시예 2에서 얻은 자성체의 초음파 처리 시간에 따른 자기적 특성을 나타내었다.

표 4

[0100]

실시예 2 (에탄올 95 중량%)	Ms	Hc	$(BH)_{max}$
볼밀링 전	70.2	4386	6.74
볼밀링 후	63.4	11417	10.89
5분간 초음파 처리후	65.3	11628	11.46
10분간 초음파 처리후	65.9	12097	11.83
15분간 초음파 처리후	64.8	11897	11.42
30분간 초음파 처리후	64.1	12008	11.12
60분간 초음파 처리후	61.2	11882	10.17

[0101] 도 13 및 표 4 에서 보듯이, 초음파 처리에 따라 자성체의 최대 자기 에너지적이 증가함을 알 수 있다.

[0102] 도 14 및 도 15는 각각 실시예 5 및 실시예 6에서 제조한 자성체에서 초음파 처리 시간에 따른 자성체의 자화 강도를 나타낸 그래프이다.

[0103] 도 14 및 도 15에서 보듯이, 초음파 처리를 함에 따라 포화자화도가 증가함을 알 수 있다.

[0104] 하기 표 5 및 표 6에 각각 실시예 5 및 실시예 6에서 제조한 자성체의 자기적 특성을 나타내었다.

표 5

[0105]

실시예 5	Ms	Mr/Ms	Hc	$(BH)_{max}$
볼밀링 전	67.13	24.24	481	0.098
볼밀링 후 자성 분리후	72.00	23.61	469	0.101
30분간 초음파 처리후	75.34	24.82	484	0.120
90분간 초음파 처리후	76.62	25.84	498	0.130

표 6

[0106]

실시예 6	Ms	Mr/Ms	Hc	I Bi/ I MnBi	$(BH)_{max}$
볼밀링 전	54.26	93.68	5960	37.73	5.53
30분간 초음파 처리후	55.98	92.07	6045	26.04	5.67
90분간 초음파 처리후	55.41	94.30	5943	25.93	5.96

[0107] 상기 표 5 및 표 6에서 보듯이, Mn계 자성체 분말에 초음파 처리를 수행하는 경우 최대 자기 에너지적이 증가함을 알 수 있다.

[0108] 도 16은 실시예 7에서 제조한 자성체의 초음파 처리 시간 및 온도에 따른 자성체의 자기장 인가에 따른 자화 강도를 나타낸 그래프이고, 표 5에는 각각 자성체의 자기적 특성을 나타내었다.

표 7

[0109]

실시예 7 (에탄올 99.9 중량%)	Ms	Hc	$(BH)_{max}$	온도 (℃)
볼밀링 전	62.7	6341	7.04	
볼밀링 후	61.3	11042	9.67	

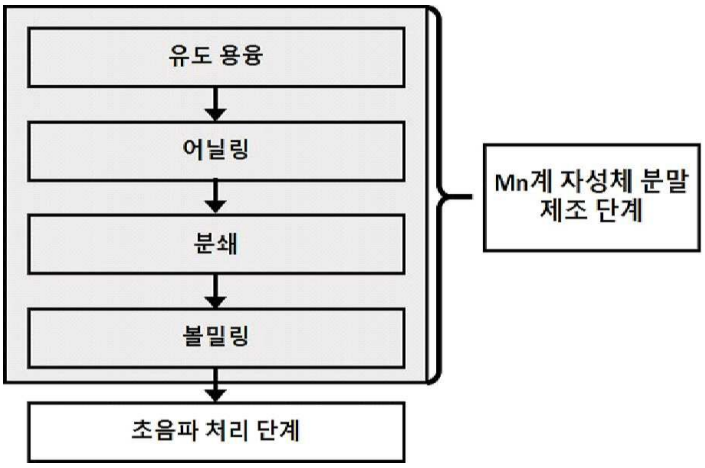
볼밀링 후 자성분리 후	62.1	11114	10.11	17.5
10분간 초음파 처리후	62.8	11448	10.64	20
20분간 초음파 처리후	62.3	11177	10.21	22
30분간 초음파 처리후	63.5	11227	10.33	23
90분간 초음파 처리후	61.9	11312	10.14	33
120분간 초음파 처리후	62.2	11348	9.91	36
180분간 초음파 처리후	62.1	11754	10.51	35

[0110] 도 16 및 표 7 에서 보듯이, 초음파 처리 후 최대 자기 에너지적이 증가함을 알 수 있다.

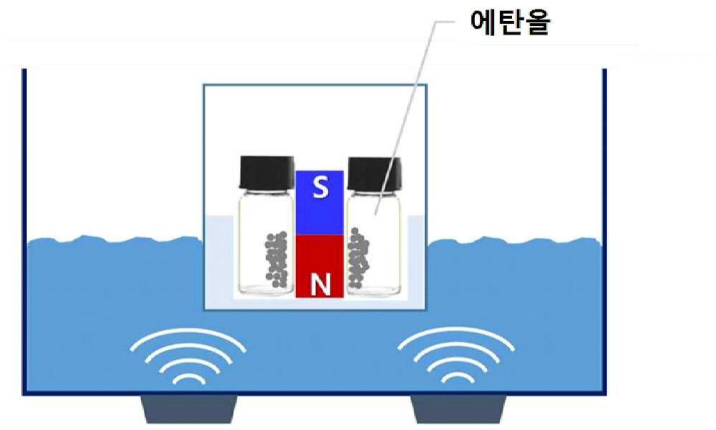
[0112] 본 발명은 도면에 도시된 일 실시예를 참고로 설명되었으나 이는 예시적인 것에 불과하며, 본 기술 분야의 통상의 지식을 가진 자라면 이로부터 다양한 변형 및 균등한 타 실시예가 가능하다는 점을 이해할 것이다.

도면

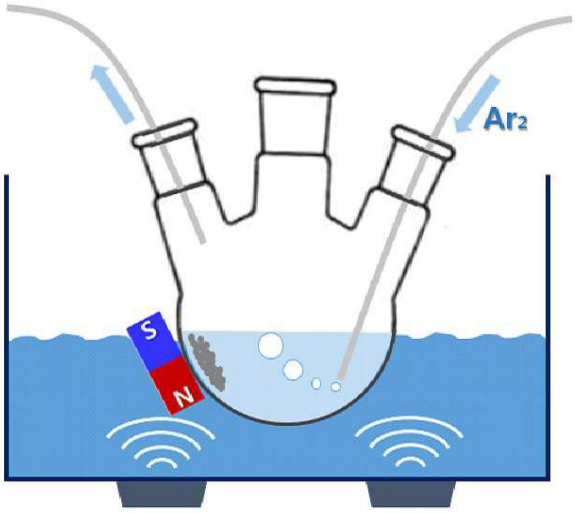
도면1



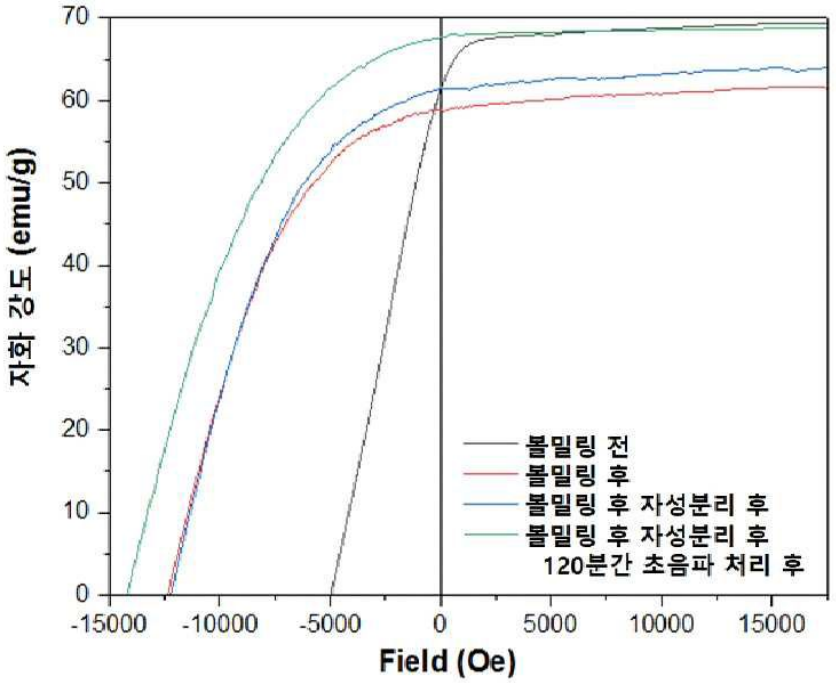
도면2a



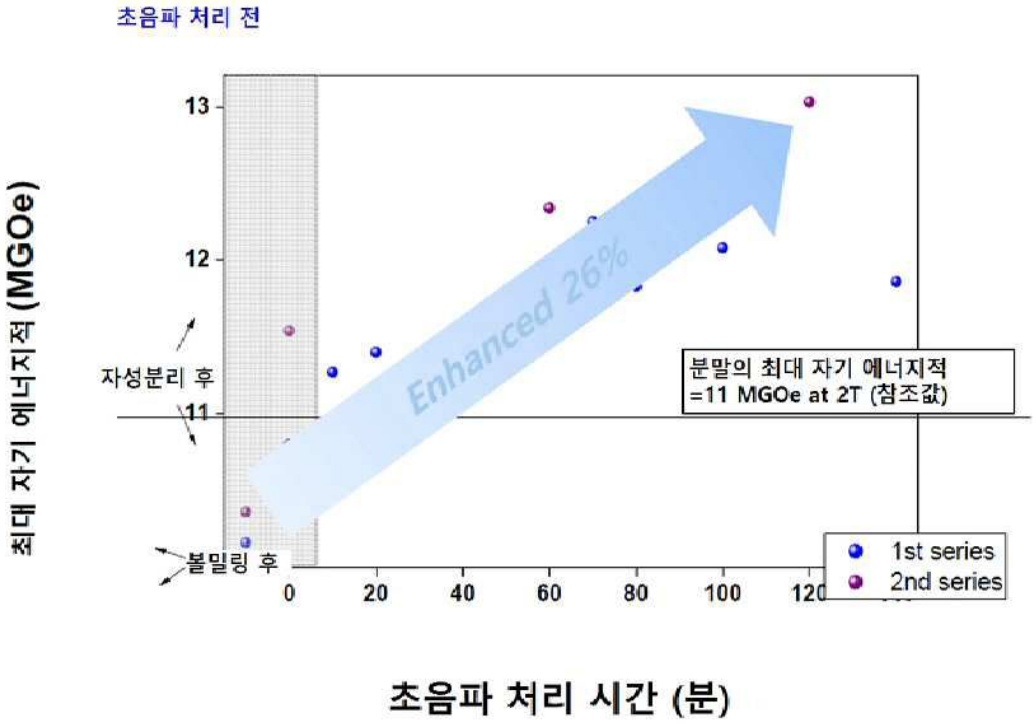
도면2b



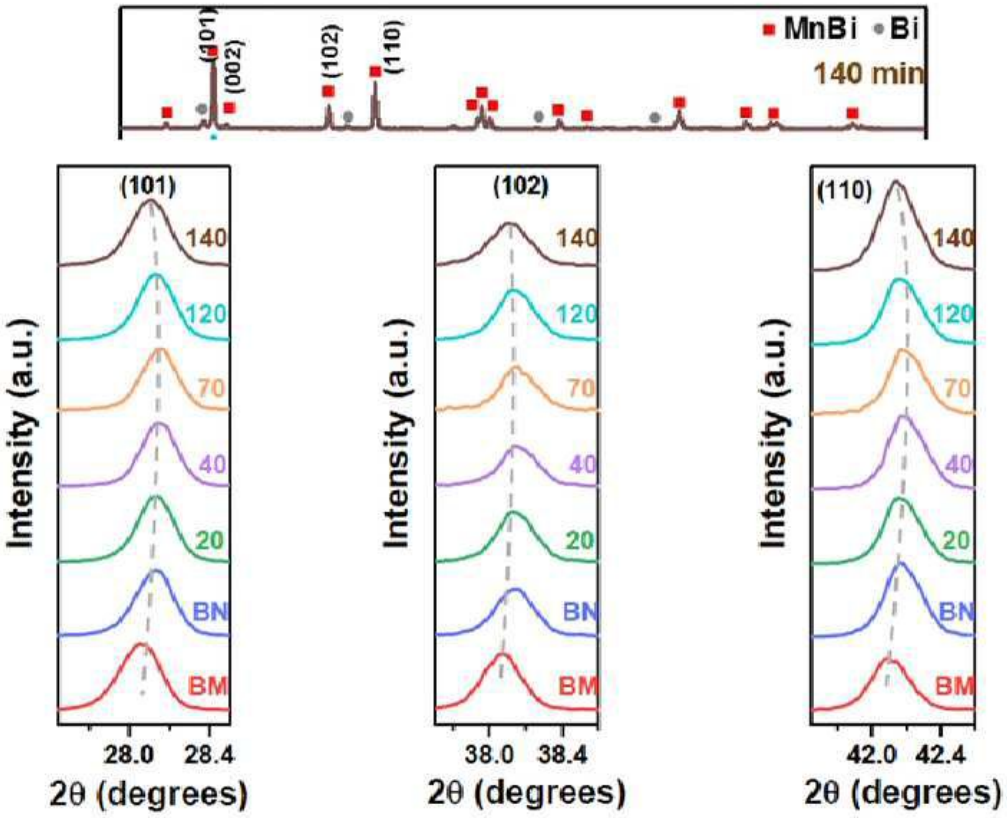
도면3


자화 강도 (emu/g)
Field (Oe)
볼밀링 전
볼밀링 후
볼밀링 후 자성분리 후
볼밀링 후 자성분리 후
120분간 초음파 처리 후

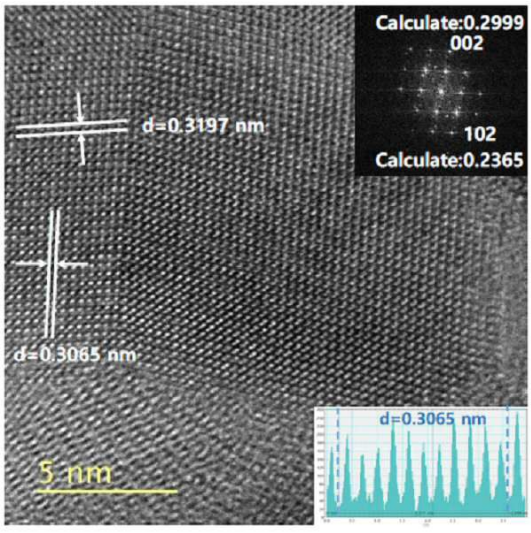
도면4


초음파 처리 전
최대 자기 에너지적 (MGOe)
자성분리 후
볼밀링 후
Enhanced 26%
분말의 최대 자기 에너지적
=11 MGOe at 2T (참조값)
1st series
2nd series
초음파 처리 시간 (분)

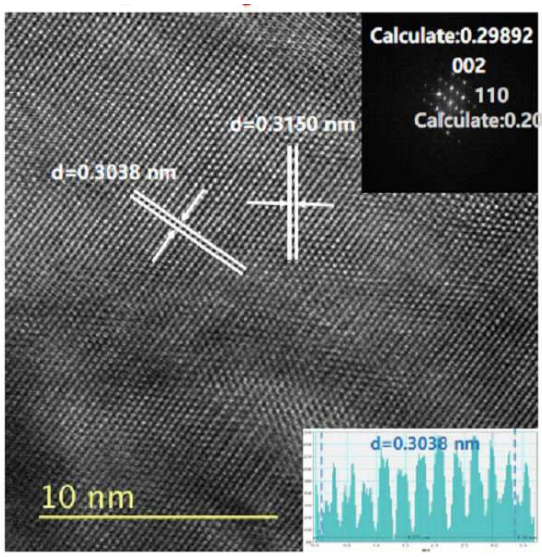
도면5


(101)
(002)
(102)
(110)
MnBi
Bi
140 min
(101)
(102)
(110)
140
120
70
40
20
BN
BM
Intensity (a.u.)
28.0
28.4
38.0
38.4
42.0
42.4
2θ (degrees)

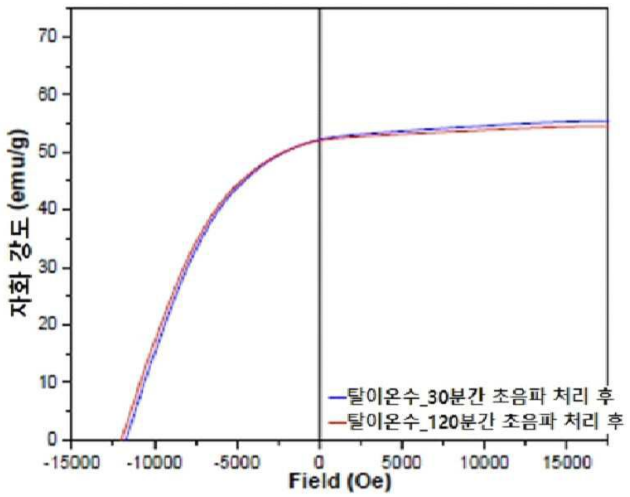
도면6a


Calculate:0.2999
002
102
Calculate:0.2365
d=0.3197 nm
d=0.3065 nm
d=0.3065 nm
5 nm

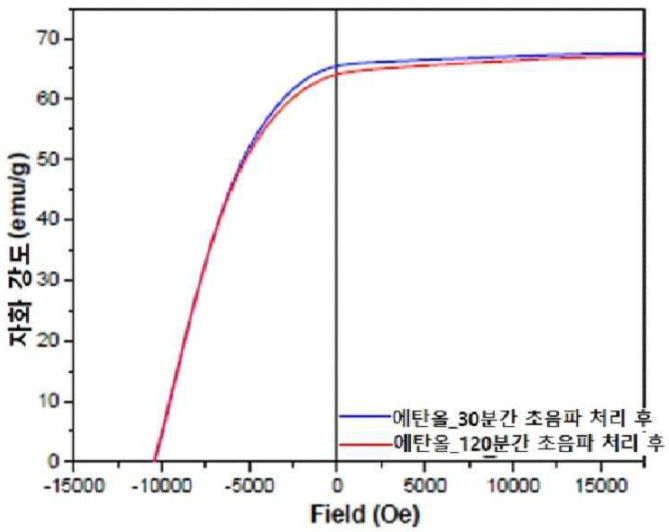
도면6b


Calculate:0.29892
002
110
d=0.3150 nm
d=0.3038 nm
10 nm
d=0.3038 nm

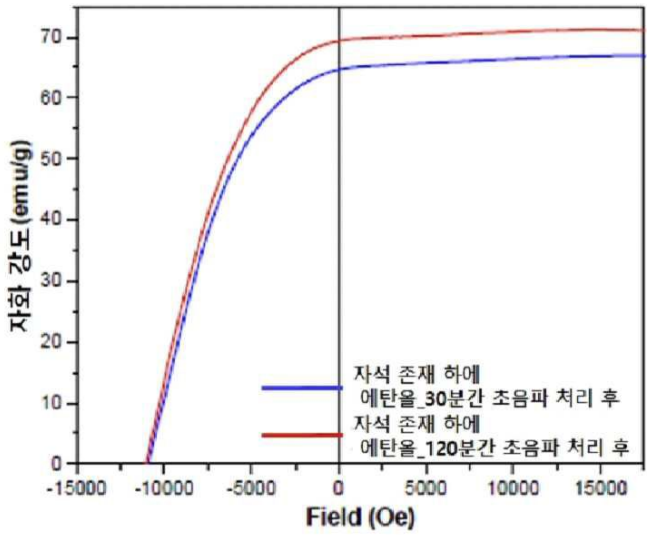
도면7


자화 강도 (emu/g)
Field (Oe)
탈이온수_30분간 초음파 처리 후
탈이온수_120분간 초음파 처리 후

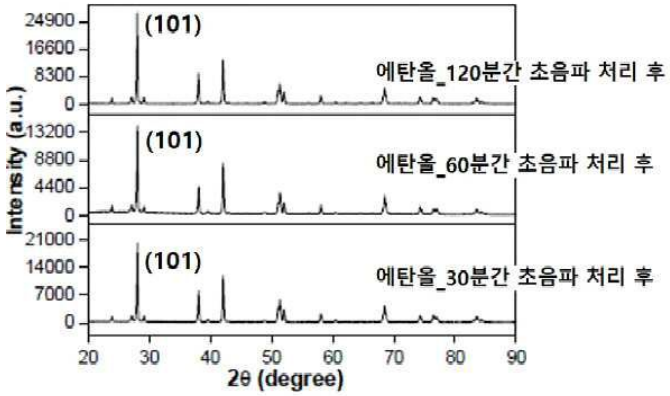
도면8

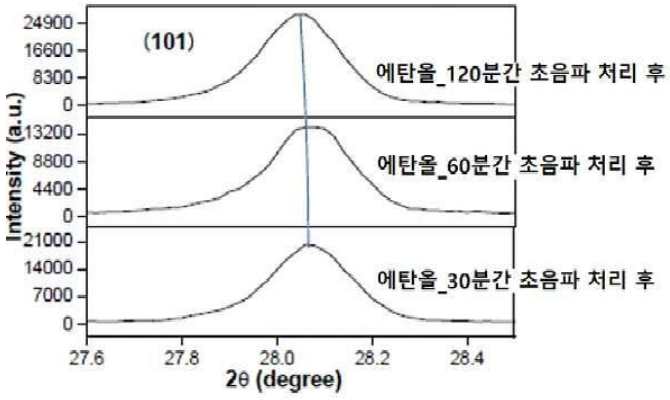

자화 강도 (emu/g)
Field (Oe)
에탄올_30분간 초음파 처리 후
에탄올_120분간 초음파 처리 후

도면9

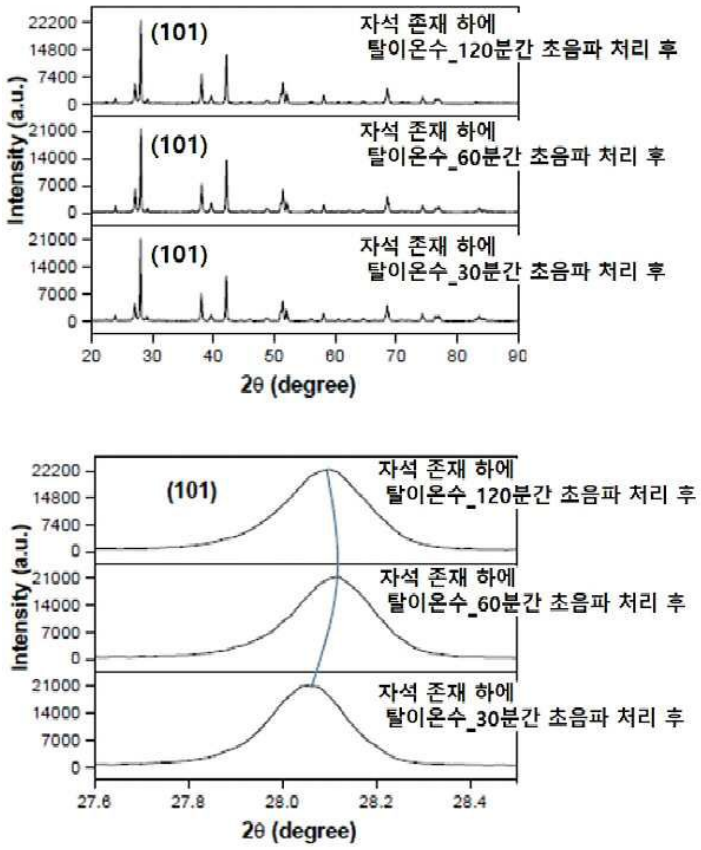

자화 강도 (emu/g)
Field (Oe)
자석 존재 하에
에탄올_30분간 초음파 처리 후
자석 존재 하에
에탄올_120분간 초음파 처리 후

도면10

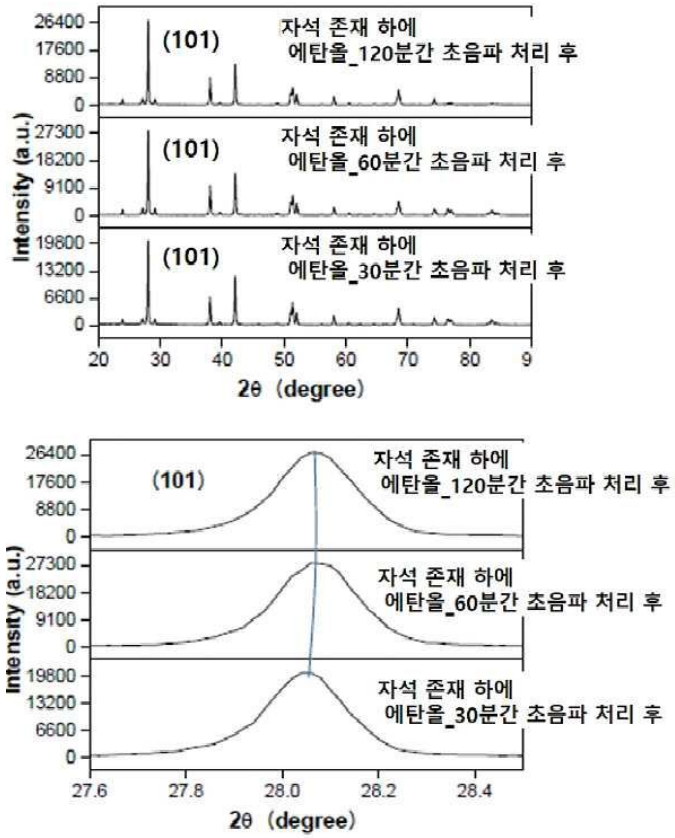

(101)
에탄올_120분간 초음파 처리 후
(101)
에탄올_60분간 초음파 처리 후
(101)
에탄올_30분간 초음파 처리 후
Intensity (a.u.)
2θ (degree)


(101)
에탄올_120분간 초음파 처리 후
에탄올_60분간 초음파 처리 후
에탄올_30분간 초음파 처리 후
Intensity (a.u.)
2θ (degree)

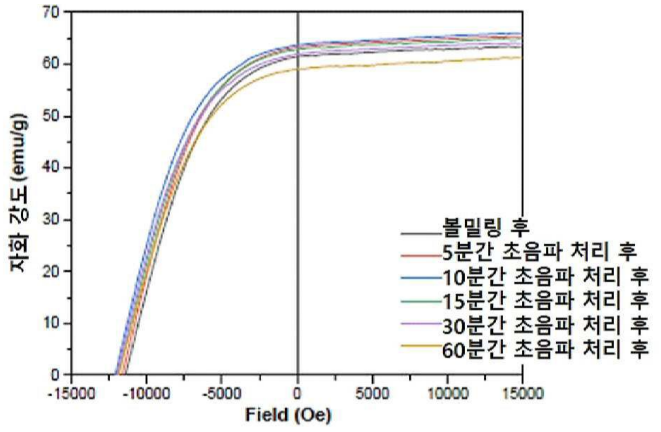
도면11


(101)
자석 존재 하에
탈이온수_120분간 초음파 처리 후
(101)
자석 존재 하에
탈이온수_60분간 초음파 처리 후
(101)
자석 존재 하에
탈이온수_30분간 초음파 처리 후
Intensity (a.u.)
2θ (degree)
(101)
자석 존재 하에
탈이온수_120분간 초음파 처리 후
자석 존재 하에
탈이온수_60분간 초음파 처리 후
자석 존재 하에
탈이온수_30분간 초음파 처리 후
Intensity (a.u.)
2θ (degree)

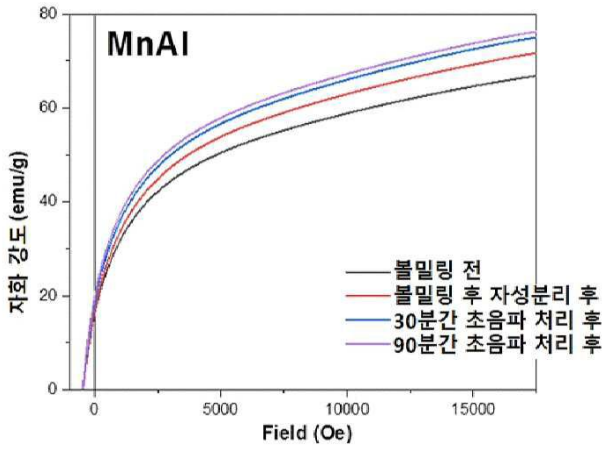
도면12


(101)
자석 존재 하에
에탄올_120분간 초음파 처리 후
(101)
자석 존재 하에
에탄올_60분간 초음파 처리 후
(101)
자석 존재 하에
에탄올_30분간 초음파 처리 후
Intensity (a.u.)
2θ (degree)
(101)
자석 존재 하에
에탄올_120분간 초음파 처리 후
자석 존재 하에
에탄올_60분간 초음파 처리 후
자석 존재 하에
에탄올_30분간 초음파 처리 후
Intensity (a.u.)
2θ (degree)

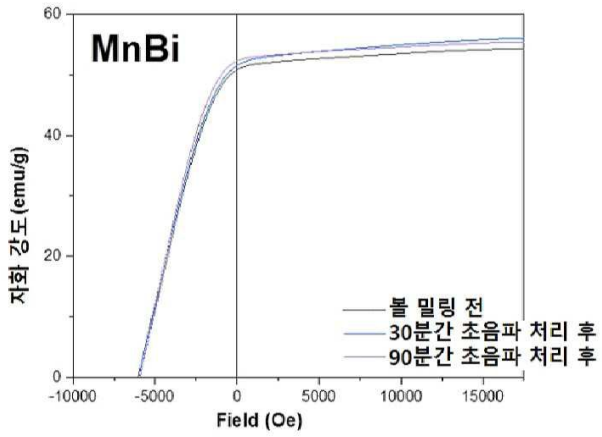
도면13


자화 강도 (emu/g)
Field (Oe)
볼밀링 후
5분간 초음파 처리 후
10분간 초음파 처리 후
15분간 초음파 처리 후
30분간 초음파 처리 후
60분간 초음파 처리 후

도면14



도면15



도면16

