



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0069907
(43) 공개일자 2020년06월17일

- | | |
|--|---|
| <p>(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H01F 1/11 (2006.01) B22F 1/00 (2006.01)
H01F 41/02 (2006.01)</p> <p>(52) CPC특허분류
H01F 1/11 (2013.01)
B22F 1/0059 (2013.01)</p> <p>(21) 출원번호 10-2018-0157479</p> <p>(22) 출원일자 2018년12월07일
심사청구일자 2018년12월07일</p> | <p>(71) 출원인
울산과학기술원
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50</p> <p>(72) 발명자
이기석
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50</p> <p>장민선
울산광역시 울주군 언양읍 유니스트길 50</p> <p>(74) 대리인
리엔목특허법인</p> |
|--|---|

전체 청구항 수 : 총 9 항

(54) 발명의 명칭 색상 조절이 가능한 페리 자성 분말

(57) 요약

본 발명은 이트륨 전구체 및 철 전구체를 포함하는 제1색상의 혼합물 분말을 250℃ 내지 1400℃의 온도에서 열처리하여 제조된 제2색상을 갖는 자성 분말에 관한 것이다.

대표도 - 도2



(52) CPC특허분류

B22F 1/0085 (2013.01)

H01F 41/0206 (2013.01)

B22F 2201/03 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

이트륨 전구체 및 철 전구체를 포함하는 제1색상의 혼합물 분말을 250℃ 내지 1400℃의 온도에서 열처리하여 제조된 제2색상을 갖는 자성 분말.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 열처리는 단일 열처리인, 자성 분말.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 열처리는 산소 분위기 하에서 수행되는, 자성 분말.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 열처리는 상기 혼합물 분말의 미립자 단체를, 열처리를 위한 용기 전체 부피에 대하여 30 부피% 이하를 차지하는 양으로 용기 내에 배치한 후 열처리를 수행하는, 자성 분말.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 제1색상 및 제2색상은 유채색인, 자성 분말.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 제2색상은 제1색상과 상이한 유채색인, 자성 분말.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 자성 분말은 α -Fe₂O₃ 상, β -Fe₂O₃ 상, γ -Fe₂O₃ 상 및 ϵ -Fe₂O₃ 상에서 1종 이상의 상을 포함하는, 자성 분말.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 열처리는 혼합물을 250℃, 450℃, 650℃, 750℃, 850℃, 950℃ 또는 1400℃에서 소성하는 것을 포함하는, 자성 분말.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 자성 분말은 염료를 포함하지 않는, 자성 분말.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 색상 조절이 가능한 페리 자성 분말 및 이의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 자성체는 자성 인쇄, 무선 통신과 같은 기술 분야에서 사용될 뿐만 아니라 완구, 가구 등에 사용하는 자석과 같이 다양한 용도로써 사용되고 있다.

[0003] 현재까지 자성체에 관한 연구는 자성 특성을 향상시키기 위한 연구 및 보자력을 높이기 위한 연구가 주를 이루었으며, 자성체의 색을 조절하는 방법에 대해서는 연구되어 보고된 바가 없다.

[0004] 최근까지, 색을 갖는 자성체는 기존의 자성체 또는 자성체 분말을 특정 색을 보이는 염료로 코팅하는 방법으로 제조하였습니다. 하지만, 이러한 방법으로 제조된 유색 자성체는 시간이 지남에 따라 코팅층이 수분, 충격, 스크래치 등과 같은 외부 자극에 의하여 떨어져 나가게 되어, 자성체가 외부로 노출되는 한계점이 있습니다.

[0005] 또한, 다양한 유색 자성체가 필요한 경우, 별도의 염료 코팅 공정을 반드시 거치므로 공정상의 비용 상승은 불가피하다.

[0006] 한편, 자성체가 그 자체로 유색(유채색)을 띄게 된다면, 자성체 또는 자성분말에 염료 코팅 공정을 생략할 수 있고, 외부자극에 대한 내구성도 향상될 수 있을 것이다.

[0007] 따라서, 염료의 코팅 없이 제조된 그 자체가 유색을 띄는 유색 자성체에 대한 요구가 여전히 존재하는 실정이다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 일 측면에 따라 염료의 코팅 없이 그 자체가 유색을 띄는 유색 자성체를 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0009] 일 측면에 따라, 이트륨 전구체 및 철 전구체를 포함하는 제1색상의 혼합물 분말을 250℃ 내지 1400℃의 온도에서 열처리하여 제조된 제2색상을 갖는 자성 분말이 제공된다.

[0010] 일 구현예에 따르면, 상기 열처리는 단일 열처리이다.

[0011] 일 구현예에 따르면, 상기 열처리는 산소 분위기 하에서 수행된다.

[0012] 일 구현예에 따르면, 상기 열처리는 상기 혼합물 분말을 열처리를 위한 용기 전체 부피에 대하여 30 부피% 이하를 차지하는 양으로 용기 내에 배치한 후 열처리를 수행된다.

[0013] 일 구현예에 따르면, 상기 제1색상 및 제2색상은 유채색이다.

[0014] 일 구현예에 따르면, 상기 제2색상은 제1색상과 상이한 유채색이다.

[0015] 일 구현예에 따르면, 상기 자성체는 α -Fe₂O₃ 상, β -Fe₂O₃ 상, γ -Fe₂O₃ 상 및 ϵ -Fe₂O₃ 상에서 1종 이상의 상을 포함한다.

[0016] 일 구현예에 따르면, 상기 열처리는 혼합물을 250℃, 450℃, 650℃, 750℃, 850℃, 950℃ 또는 1400℃에서 소성하는 것을 포함한다.

[0017] 일 구현예에 따르면, 상기 자성 분말은 염료를 포함하지 않는다.

발명의 효과

[0018] 일 측면에 따라 이트륨 전구체 및 철 전구체를 포함하는 제1색상의 혼합물 분말을 250℃ 내지 1400℃의 온도에서 열처리하여 제조된 제2색상으로 색변환된 자성 분말이 얻어진다. 상기 자성 분말은 그 자체가 유채색을 나타냄으로써, 유색 자성체의 제조를 위하여 염료 코팅 공정을 생략할 수 있으므로, 공정 비용이 절감되고, 자성 분말 자체가 색을 나타냄으로써, 외부자극에 의해 염료 코팅층이 떨어지는 문제점을 원천적으로 해결하였다.

도면의 간단한 설명

- [0019] 도 1은 실시예 1 내지 6 및 실시예 8, 및 비교예 1의 자성 분말에 대한 히스테리시스 곡선이다.
 도 2는 실시예 1, 4, 5, 7, 및 8, 및 비교예 2에서 얻은 자성 분말의 색상을 보여주는 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

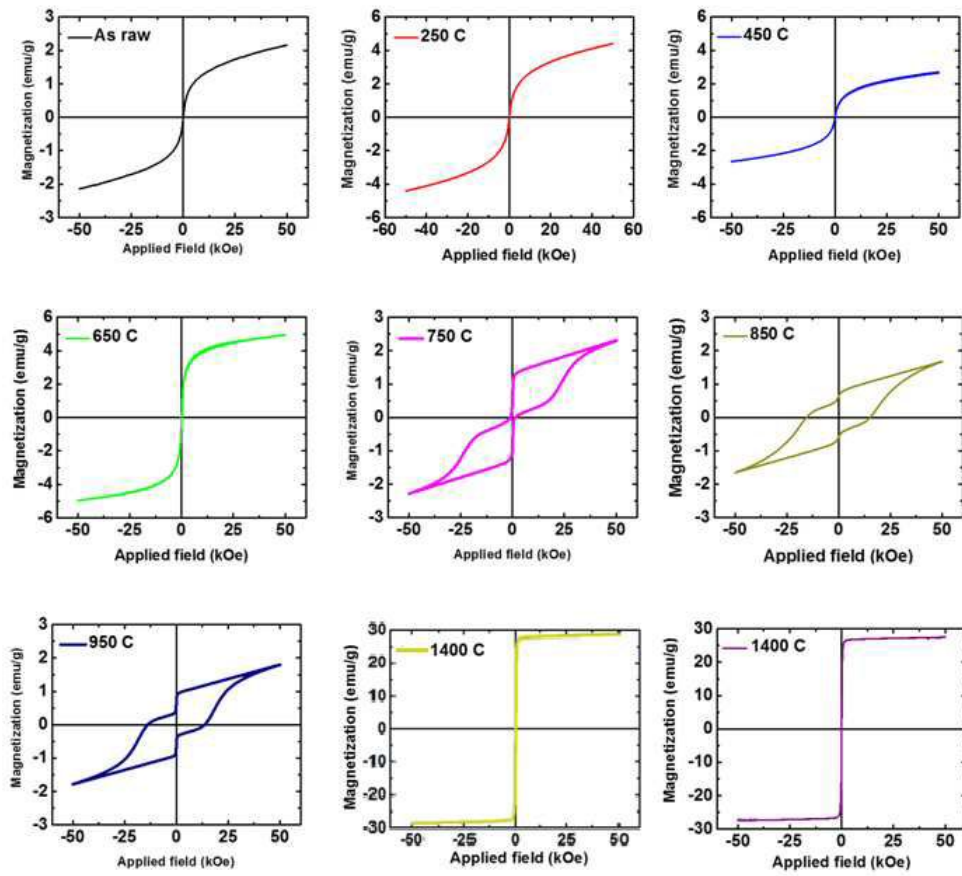
- [0020] 이하에서 설명되는 본 창의적 사상(present inventive concept)은 다양한 변환을 가할 수 있고 여러 가지 실시예를 가질 수 있는 바, 특정 실시예들을 도면에 예시하고, 상세한 설명에 상세하게 설명한다. 그러나, 이는 본 창의적 사상을 특정한 실시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 본 창의적 사상의 기술 범위에 포함되는 모든 변환, 균등물 또는 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다.
- [0021] 이하에서 사용되는 용어는 단지 특정한 실시예를 설명하기 위해 사용된 것으로, 본 창의적 사상을 한정하려는 의도가 아니다. 단수의 표현은 문맥상 명백하게 다르게 뜻하지 않는 한, 복수의 표현을 포함한다. 이하에서, "포함한다" 또는 "가지다" 등의 용어는 명세서상에 기재된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성 요소, 부품, 성분, 재료 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 나타내려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나, 숫자, 단계, 동작, 구성 요소, 부품, 성분, 재료 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다. 이하에서 사용되는 "/"는 상황에 따라 "및"으로 해석될 수도 있고 "또는"으로 해석될 수도 있다.
- [0022] 명세서 전체에서 제1, 제2 등의 용어는 다양한 구성 요소들을 설명하는데 사용될 수 있지만, 구성 요소들은 용어들에 의하여 한정되어서는 안 된다. 용어들은 하나의 구성 요소를 다른 구성 요소로부터 구별하는 목적으로만 사용된다. 도면에서 구성요소의 일부가 생략될 수 있으나, 이는 발명의 특징에 대한 이해를 돕기 위한 것으로서 생략된 구성요소를 배제하려는 의도가 아니다.
- [0023] "유채색"의 용어는 색상, 명도, 채도를 가진 색으로서, 흰색, 회색, 검정을 제외한 모든 색으로, 예를 들어, 적색, 청색, 녹색, 갈색 등을 포함한다.
- [0024] 일 측면에 따라, 이트륨 전구체 및 철 전구체를 포함하는 제1색상의 혼합물 분말을 250℃ 내지 1400℃의 온도에서 열처리하여 제조된 제2색상을 갖는 자성 분말이 제공된다.
- [0025] 자성체 또는 자성 분말에 관한 연구는 주로 자성체 또는 자성 분말의 자성 특성을 향상시키거나, 보자력을 향상시키는 것에 주안점을 두고 진행되어 왔다. 또한, 유색의 자성체는 기존의 자성체 또는 자성분말에 염료 코팅을 적용하는 것에 의하여 얻는 실정이고, 자성체 자체가 유채색을 띠는 유색 자성체에 관해서는 보고된 바가 없다.
- [0026] 이와 관련하여, 본 발명의 발명자는 이트륨 매트릭스 기반의 자성 분말을 제조하는 과정에서, 이트륨 전구체 및 철 전구체를 포함하는 제1색상의 혼합물 분말을 250℃ 내지 1400℃의 온도에서 단일 열처리하는 경우에 제2색상의 자성 분말이 얻어진다는 견지에서 본 발명을 완성하였다.
- [0027] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 혼합물 분말을 다양한 온도에서 열처리하는 경우에, 온도에 따라 형성되는 Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , Y_2O_3 , $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ 의 결정 상의 비율이 다르게 결정되고, 결정상의 비율에 따라 다양한 색의 자성 분말이 얻어지는 것이다.
- [0028] 상기 열처리하는 혼합물을 250℃, 450℃, 650℃, 750℃, 850℃, 950℃ 또는 1400℃에서 소성하는 것을 포함한다.
- [0029] 상기 열처리하는 산소 분위기 하에서, 실온, 예를 들어 20℃로부터 7 내지 8 °C/분의 속도로 250℃, 450℃, 650℃, 750℃, 850℃, 950℃ 또는 1400℃의 열처리 온도까지 승온하고, 열처리 온도에서 120분 동안 유지하고, -7 내지 -8 °C/분의 속도로 20℃까지 감온하는 방법에 의해 수행된다. 온화한 승온 및 감온 속도는 결정의 급격한 성장을 억제하여 안정적인 결정 성장을 유도한다.
- [0030] 상기 자성 분말은 α - Fe_2O_3 상, β - Fe_2O_3 상, γ - Fe_2O_3 상 및 ϵ - Fe_2O_3 상에서 1종 이상의 상을 포함한다.
- [0031] 일 구현예에 따르면, 상기 자성 분말은 열처리 온도에 따라 α - Fe_2O_3 상, β - Fe_2O_3 상, γ - Fe_2O_3 상 및 ϵ - Fe_2O_3 상에서 2종 이상의 상이 다양한 비율로 존재할 수 있다.
- [0032] 예를 들어, 250℃ 내지 650℃ 및 1000℃ 내지 1400℃ 온도에서의 열처리된 자성 분말은 ϵ - Fe_2O_3 을 포함하지 않을 수 있다. 예를 들어, 750℃ 내지 950℃의 온도에서 열처리된 자성 분말은 ϵ - Fe_2O_3 을 포함할 수 있다.

- [0033] 상기 자성 분말은 그 자체가 유채색을 띄는 것에 의하여, 유색 자석의 제조를 위하여 염료 코팅층을 필요로 하지 않는다. 따라서, 단일 재료로 형성된 유색 자성 분말은 코팅층을 포함하는 기존의 유색 자성 분말에 비하여 가공성이 우수하고, 사용시에 내구성도 뛰어나다.
- [0034] 상기 이트륨 전구체는 이트륨의 질화물, 산화물, 탄화물, 염소화물, 황화물, 또는 수산화물 중에서 선택될 수 있다. 예를 들어, 상기 이트륨 전구체는 질산이트륨이다.
- [0035] 상기 철 전구체는 철의 질화물, 산화물, 탄화물, 염소화물, 황화물, 또는 수산화물 중에서 선택될 수 있다. 예를 들어, 상기 철 전구체는 질산철이다.
- [0036] 상기 이트륨 전구체 및 철 전구체의 혼합물 분말은 산성 용액 중에 혼합된 혼합물 수용액으로부터 건조하여 제조될 수 있다. 상기 산성 용액은 pH 1의 수용액이다. 상기 산성 용액은 시트르산 수용액일 수 있다.
- [0037] 상기 이트륨 전구체 및 철 전구체의 혼합물 분말은 상기 혼합물 수용액을 100℃ 이상의 온도에서 가열하고 건조하여 얻을 수 있다. 가열 및 건조는 수용액 자체를 가열하거나, 또는 오븐 내에서 수행될 수 있다.
- [0038] 상기 혼합물 분말의 열처리 이전에 혼합물 분말을 미립자 분말로 분쇄하는 단계를 더 거칠 수 있다. 상기 분쇄하는 과정은 기계적 분쇄법에 의하여 수행될 수 있다. 예를 들어, 상기 분쇄하는 과정은 볼밀링 또는 마노 유탕에 의해 수행될 수 있다. 상기 기계적 분쇄법은 하기 아르키메데스법에 의해 계산된 미립자 분말의 밀도가 95% 이상이 될 때까지 진행된다.
- [0039] 또한, 상기와 같이 분쇄된 혼합물 미립자 분말은 열처리 이전에 소분하는 단계를 더 거칠 수 있다. 상기 혼합물 미립자 분말을 소분하여 열처리하는 것에 의하여, 미립자 분말에 균일한 열이 전달되어, 결정의 안정적인 성장을 유도할 수 있다. 그 결과, 열처리된 분말이 온도에 따라 일정한 색상을 가질 수 있다. 상기 소분은 열처리에 사용되는 용기, 예를 들어 도가니의 바닥에 미립자 단체가 도가니 전체 부피의 30 부피% 이하의 양으로 소분되어 배치될 수 있다.
- [0040] 예를 들어, 50 mm 높이의 도가니를 기준으로 15 mm 이하의 높이를 갖도록 배치되는 양으로 소분될 수 있으며, 예를 들어 3.7g 내지 4.0g일 수 있다.
- [0041] 일 측면에 따라, 이트륨 전구체 및 철 전구체를 졸-겔 법에 의하여 혼합한 후, 건조하여 제1색상의 혼합물 분말을 얻는 단계; 및 상기 혼합물 분말을 기계적으로 분쇄하여 혼합물 미세 분말을 얻는 단계; 상기 미세 분말을 소분하는 단계; 및 소분한 미세 분말을 250℃ 내지 1400℃의 온도에서 열처리하여 제2색상의 자성 분말을 얻는 단계를 포함하는 자성 분말의 제조방법이 제공된다.
- [0042] 여기서, 상기 자성 분말의 제조방법에 관한 내용 중 동일한 구성은 전술한 내용들을 모두 참조한다.
- [0043] 이하의 실시예 및 비교예를 통하여 본 발명이 더욱 상세하게 설명된다. 단, 실시예는 본 발명을 예시하기 위한 것으로서 이들만으로 본 발명의 범위가 한정되는 것이 아니다.
- [0044] 실시예 1
- [0045] (시트르산의 제조)
- [0046] 시트르산($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$) (Sigma-Aldrich 에서 구입) 9.222g을 증류수(D.I.water) 200ml 중에 첨가하고, 300K 온도에서 300 rpm의 교반속도로 20시간 교반하여 시트르산 수용액을 제조하였다. 얻어진 시트르산 수용액의 pH는 1 이었다.
- [0047] (자성 분말의 제조)
- [0048] 앞서 제조한 시트르산 수용액 200 ml에 Yttrium(III)nitratehexahydrate (Sigma-Aldrich 제품번호 237957-500G) 6.950g 및 Iron(III)nitratennonahydrate (Sigma-Aldrich 제품번호 216828-100G) 12.120g을 첨가하고 80℃에서 24 시간 교반하여 0.48몰 농도를 갖는 혼합 용액을 제조하였다.
- [0049] 상기에서 제조한 혼합 용액을 100℃ 이상의 온도에서 가열하여 용매 및 수분이 제거된 혼합물 분말을 얻었다.
- [0050] 상기 혼합물 분말을 마노유탕과 메쉬를 이용하여 기계적 분쇄 작업을 진행하였다. 상기 기계적 분쇄 작업은 아르키메데스법에 의한 계산에 의할 때 분쇄된 혼합물 분말의 밀도가 95% 이상이 될 때까지 진행하였다.
- [0051] 상기 분쇄된 혼합물 중 3.7004g을 소분하여, 도가니 내에 위치시켰다.

- [0052] 상기 도가니 내에 위치된 분쇄된 혼합물 분말을 산소분위기에서, 실온(20℃)으로부터 7.5℃/분의 속도로 250℃의 목표 온도에 도달할 때까지 승온하며 열처리하였고, 이후에 목표 온도에서 120분간 열처리를 진행하였다. 그 후에, -7.5℃/분의 속도로 실온에 도달할 때까지 감온하면서 열처리를 진행하여, 자성 분말을 얻었다.
- [0053] 실시예 2 내지 8
- [0054] 열처리를 위한 목표 온도를 250℃ 대신에, 각각 450℃, 650℃, 750℃, 850℃, 950℃, 1200℃, 및 1400℃로 한 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방법으로 자성 분말을 얻었다.
- [0055] 비교예 1
- [0056] 열처리를 수행하지 않은 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방법으로 자성 분말을 얻었다.
- [0057] 비교예 2
- [0058] 열처리를 질소 분위기, 목표 온도 1400℃에서 진행한 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일한 방법으로 자성 분말을 얻었다.
- [0059] (평가예)
- [0060] 히스테리시스 곡선의 작성
- [0061] 실시예 1 내지 6 및 8, 및 비교예 1에서 얻은 물질에 대하여 외부 자기장에 대한 자기선속밀도를 측정하는 방식으로 히스테리시스 곡선을 작성하였다. 그 결과는 도 1에서 보여진다.
- [0062] 도 1을 참고하면, 실시예 4 내지 6의 경우 보자력이 0 이상의 값을 가지며, 그 밖에는 보자력이 0 또는 0에 근접한 값을 가짐을 알 수 있다.
- [0063] 자기 분말의 색 평가
- [0064] 실시예 1, 실시예 4 내지 8 및 비교예 1 및 2에서 얻은 자성 분말에 대한 색상을 육안으로 확인하였다. 자성 분말에 대한 사진은 도 2에서 보여진다.
- [0065] 도 2를 참고하면, 열처리 온도가 높아짐에 따라, 색상이 갈색으로부터 풀색을 띠는 것으로 확인되었다. 또한, 질소 분위기에서 열처리를 진행한 비교예 2의 자성 분말은 검정색을 나타내었다.
- [0066] 이상에서는 도면 및 실시예를 참조하여 본 발명에 따른 바람직한 구현예가 설명되었으나, 이는 예시적인 것에 불과하며, 당해 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 이로부터 다양한 변형 및 균등한 타 구현예가 가능하다는 점을 이해할 수 있을 것이다. 따라서, 본 발명의 보호범위는 첨부된 특허청구범위에 의해서 정해져야 할 것이다.

도면

도면1



도면2

