



(19)대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) 。 Int. Cl. H01F 41/02 (2006.01) H01F 3/08 (2006.01)		(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2007년07월12일 10-0737826 2007년07월04일
(21) 출원번호 (22) 출원일자 심사청구일자	10-2005-0132644 2005년12월28일 2005년12월28일	(65) 공개번호 (43) 공개일자	10-2007-0069948 2007년07월03일

(73) 특허권자	한국과학기술연구원 서울 성북구 하월곡2동 39-1
(72) 발명자	김윤배 서울특별시 서초구 서초동 무지개아파트 9동 1006호 김광운 서울특별시 노원구 중계동 360-2 청구3차아파트 109동 601호 정승진 서울 강북구 미아2동 791-438 초원빌라4차 203호 이육재 서울 동대문구 답십리2동 53-16
(74) 대리인	박장원
(56) 선행기술조사문헌	JP62022402 A KR1020010030093 A JP2004273582 A

심사관 : 진상범

전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 비정질분말 코어 및 그 제조방법

(57) 요약

본 발명은 고주파특성 및 성형성이 우수한 비정질분말 코어 및 그 제조방법에 관한 것이다. 본 발명에 따른 제조방법은 Fe-Si-B계 비정질분말을 제조하는 단계, 무전해 도금에 의해 Fe-Si-B계 비정질분말표면에 구리를 균일하게 코팅하는 단계, 구리가 코팅된 Fe-Si-B계 비정질분말을 산화시켜 표면에 구리 산화물을 형성시키는 단계, 구리 산화물이 표면에 형성된 Fe-Si-B계 비정질분말을 성형하여 코어를 제조하는 단계를 포함한다. 본 발명에 따른 구리 산화물이 표면에 형성된 Fe-Si-B계 비정질분말은 분말 표면을 거칠게 함으로써 분말 상호간의 결합을 증가시켜 소성변형을 하지 않아 성형이 불가능한 비정질분말을 성형이 가능하게 하며, 표면에 형성된 구리 산화물에 의해 비정질분말 간의 전기적 절연을 향상시켜 고주파대역에서 투자율의 변화가 작고, 자심손실이 작은 비정질분말 코어를 제조할 수 있다.

대표도

도 3

특허청구의 범위

청구항 1.

급속 응고에 의하여 비정질분말을 제조하고,

상기 비정질분말 표면에 구리를 코팅하되, 구리의 코팅은 무전해 도금법으로 최대 1 μm 두께의 구리층을 제조하고,

구리가 코팅된 상기 비정질분말을 산화시켜 표면에 구리 산화물을 형성시키고,

구리 산화물이 표면에 형성된 상기 비정질분말을 성형하여 비정질분말 코어를 얻는 것을 특징으로 하는

비정질분말 코어 제조방법.

청구항 2.

제1항에 있어서, 상기 비정질 분말이 비정질 분말의 구성 성분으로 이루어진 합금의 용융물을 가스 분무, 원심 분무, 수 분무 또는 멜트 스피닝 후 분쇄하는 방법으로 급속 응고시켜 제조되는 것인 비정질분말 코어 제조 방법.

청구항 3.

삭제

청구항 4.

제1항에 있어서, 구리가 코팅된 상기 비정질분말의 산화는 대기중, 400 $^{\circ}\text{C}$ 의 온도에서 60분 이하로 하는 것을 특징으로 하는 비정질분말 코어 제조 방법.

청구항 5.

제1항에 있어서, 상기 비정질분말의 성형은 압축성형을 특징으로 하는 비정질분말 코어 제조 방법.

청구항 6.

제1항에 있어서, 상기 비정질분말은 Fe-Si-B계 비정질합금인 것을 특징으로 하는 비정질분말 코어 제조 방법.

청구항 7.

제1항에 있어서, 상기 비정질분말은 Fe계 및 Co계 비정질 또는 나노결정구조 합금인 것을 특징으로 하는 비정질분말 코어 제조 방법.

청구항 8.

제1항에 있어서, 상기 구리 산화물은 CuO 또는 Cu_2O 인 것을 특징으로 하는 비정질분말 코어 제조 방법.

청구항 9.

삭제

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 고주파특성 및 성형성을 향상시킨 비정질분말 코어 및 그 제조방법에 관한 것으로 Fe-Si-B계 비정질분말표면에 구리를 균일하게 코팅한 후 산화시켜 표면에 절연체인 구리 산화물을 형성시킴으로써 종래의 비정질분말 코어의 성형성 및 고주파특성을 동시에 향상시켰다.

일반적으로 비정질합금은 결정질합금 보다 탄성계수가 높고 소성변형을 하지 않아 과냉액상구역(supercooled liquid region)이 넓은 비정질합금을 제외하고는 상온은 물론 고온에서도 성형이 용이하지 않다. 따라서 성형시 분말간의 접합을 위해 유리, 세라믹 또는 고분자 등의 결합재를 첨가하여 성형과 함께 분말을 전기적 절연하는 방법이 사용된다.

그러나, 제조된 비정질 합금은 성형성이 여전히 좋지 못하며, 특히 고주파 특성이 우수하지 못하여 응용에 많은 제약이 따르고 있다.

따라서, 보다 경제적인 방법으로 우수한 물성을 확보할 수 있는 비정질합금의 제조 방법이 요구되고 있다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명의 목적은 위와 같은 종래기술의 문제점을 해결하기 위한 것으로서, 성형성 및 고주파 특성을 향상시킬 수 있는 새로운 비정질분말을 제공하는 것이다.

또한, 본 발명의 다른 목적은 보다 경제적이고 양산성이 우수한 비정질분말 제조방법을 제공하는 것이다.

발명의 구성

본 발명은 표면에 무전해 도금을 통해 구리를 균일하게 코팅한 후 산화시켜 표면에 절연체인 구리 산화물이 형성된 성형성과 고주파특성이 우수한 Fe-Si-B계 비정질분말 코어를 제공한다.

또한, 본 발명의 따른 성형성과 고주파특성이 동시에 향상된 Fe-Si-B계 비정질분말 코어 제조방법은

- (1) Fe-Si-B계 비정질분말을 급속응고에 의해 제조하는 단계,
- (2) 무전해 도금에 의해 Fe-Si-B계 비정질분말표면에 구리를 균일하게 코팅하는 단계,
- (3) 구리가 코팅된 Fe-Si-B계 비정질분말을 산화시켜 표면에 구리 산화물을 형성시키는 단계,
- (4) 구리 산화물이 표면에 형성된 Fe-Si-B계 비정질분말을 성형하여 토로이달 형상의 코어를 제조하는 단계를 포함한다.

이하에서는 상술한 것과 같은 본 발명에 따른 성형성과 고주파특성이 동시에 향상된 Fe-Si-B계 비정질분말 코어 제조방법에 관하여 설명한다.

상기 단계 (1)에 있어서, 진공 유도 용해법(vacuum induction melting)에 따라 Fe-Si-B계 합금을 제조하고, 이를 급속 응고시켜 비정질분말로 전환시키는 것을 포함한다.

급속 응고에는 가스 분무 (gas atomization), 원심 분무(centrifugal atomization) 또는 멜트 스피닝 (melt spinning) 등의 방법을 이용할 수 있다. 이들 방법 중 가스 분무에 의하는 경우에는 아르곤, 질소 또는 헬륨 가스를 사용할 수 있으며, 그 압력은 30-50 bar인 것이 바람직하다.

상기 단계 (2)에 있어서, 구리 무전해 도금에는 황산구리, 수산화나트륨, EDTA 및 포름알데히드로 구성된 pH 12 무전해 도금액을 사용한다. 도금액의 성분 중, 착화제로는 EDTA 대신 로젤(Rochelle)염을 사용할 수 있고, 환원제로는 포름알데히드 대신 히드라진 수화물, 소듐 시오나이트(sodium thionite) 또는 포타슘 보로하이드라이드(potassium borohydride) 등을 사용할 수 있다. 도금액의 온도는 45-50℃가 바람직하며, 도금 시간을 길게 하면 Fe-Si-B계 비정질분말에 도금된 구리층의 두께를 증가시킬 수 있으나 코어의 연자기 특성을 저하시키기 때문에 10-20분인 것이 바람직하다. 이 때 Fe-Si-B계 비정질분말의 표면에 코팅되는 구리 코팅층의 두께는 약 1 μm 이하, 바람직하게는 0.1~0.2 μm 정도이다.

상기 단계 (3)에 있어서, 구리가 코팅된 Fe-Si-B계 비정질분말을 로(Furnace)에 넣고 20℃/min 로 400℃까지 승온시킨 후 대기중에서 60분까지 산화시킨다.

상기 단계 (4)에 있어서, 성형은 압축, 압출, 압연, 분말단조, ECAP(Equal Channel Angular Pressing) 등 어떠한 성형 공정을 사용하여도 무방하다. 압축에 의하여 분말을 성형하는 경우에는 분말을 금형에 넣고 진공 핫 프레스(vacuum hot press)에 장입 후 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 로 승온하면서 탈기(degassing)한 다음, 금형의 온도가 Fe-Si-B계 비정질합금의 결정화 온도 이하의 온도에서 진공, 질소 또는 아르곤과 같은 불활성 가스 분위기 하에서 100-600 MPa의 압력으로 약 10분 동안 가압하여 성형하고 노냉한다. 성형된 토로이달 형상의 코어의 외경은 12.6 mm, 내경은 4.5 mm 그리고 두께는 3 mm이다.

비정질분말은 바인더 없이 상온에서 성형은 불가능하며, 바인더를 사용할 경우에는 15 ton/cm² 이상 되어야 성형이 가능하다. 과냉액상영역(supercooled liquid region)을 갖는 Bulk Metallic Glass(BMG)의 경우 과냉액상영역 내의 온도 범위에서 낮은 압력에서 성형이 가능하나, Fe-Si-B계 비정질은 과냉액상영역이 없어 고온에서도 성형이 되지 않기 때문에 성형성을 개선하는 것이 매우 중요하다.

성형된 코어를 Impedance analyzer를 사용하여 실효투자율(Effective Permeability)의 주파수 의존성과, B-H analyzer를 사용하여 자심손실(Core Loss)를 측정하였다.

상기 비정질 분말은 철(Fe)을 주성분으로 함유하고, 규소(Si) 및 붕소(B)를 포함하는 것으로 Fe-Si-B계 비정질분말의 경우, 그 조성은 Fe:76 at.%, Si:14 at.%, B: 10 at.%이다. 그러나 본 발명에 있어서 상기 비정질 분말은 위와 같은 조성을 갖는 것에 국한되는 것은 아니며, Fe 및 Co를 주원소로 하는 가능한 모든 종류의 비정질 또는 나노결정분말을 포함할 수 있다. 예를 들어, Fe-Si-B, Fe-Si-B-Nb, Fe-Si-B-Nb-Cu, Fe-(Al-Ga)-(P-C-B)-Si, (Fe,Co,Ni)-Zr-B, , Fe-Al-B, Fe-Al-B-Nb, Fe-Al-B-Nb-Cu, Fe-Co-Ga-P-C-B, Fe-Cr-B-Si-C, Fe-(Al,Ga)-(P,C,B), Fe-(Nb,Cr,Mo)-(Al,Ga)-(P,C,B), Fe-Ga-(P,C,B), Fe-(Cr,Mo,Co)-Ga-(P,C,B), Fe-(Zr,Hf-Nb)-B, Fe-Si-B-(Nb,Zr), Fe-Ga-(P,C,B,Si), Co-Fe-Nb-B, Co-Fe-B, Co-Fe-Si-B, Co-Fe-Nb-Ta, Co-Fe-Si-B-(Nb) 등이 포함될 수 있다.

이하에서는 실시 예를 통하여 본 발명을 보다 상세히 설명한다.

실시예 1

Fe, Si 및 B 사이의 at.% 비가 76 : 14 : 10 인 합금을 진공 유도 용해법으로 제조하였다. 제조된 합금을 다시 용융시키고, 40 bar의 아르곤 가스를 사용하여 가스 분무법으로 비정질분말로 전환시켜 Fe₇₆-Si₁₄-B₁₀의 조성을 갖는 비정질분말을 얻었다. 도 1은 이와 같은 방법으로 제조한 Fe-Si-B계 비정질분말의 주사전자현미경(scanning electron microscope) 사진으로서, Gas 분무에 의해 제조한 Fe₇₆-Si₁₄-B₁₀ 비정질분말의 입경이 75 μm 이하라는 것을 알 수 있다.

무전해도금법에 의해 Fe₇₆-Si₁₄-B₁₀ 비정질분말 표면에 구리를 도금하기 위해 전처리를 한다. 전처리 공정은 다음과 같다. 먼저 Fe₇₆-Si₁₄-B₁₀ 비정질분말을 초음파 세척하고 염화제일주석(SnCl₂)으로 민감화(sensitizing)처리를 한 후 염화

팔라듐(PdCl₂)으로 활성화(activating)처리 하였다. 그 다음 비정질분말의 표면에 황산구리, 수산화나트륨, EDTA 및 포름알데히드로 이루어진 pH 12의 도금액을 사용하여 45℃에서 20분 동안 구리를 도금하였다. 도 2는 20분간 구리를 도금한 Fe₇₆-Si₁₄-B₁₀ 비정질분말의 주사현미경사진으로 Fe₇₆-Si₁₄-B₁₀ 비정질분말 표면에 구리입자가 코팅되어 있음을 보여준다.

그 다음, 구리가 도금된 비정질분말을 로(Furnace)에 장입 후 20 ℃/min로 400℃까지 승온시킨 후 40분간 대기중에 가열하여 산화하였다. 도 3은 산화 후 Fe₇₆-Si₁₄-B₁₀ 비정질분말의 주사현미경을 사진으로 이 분말의 XRD pattern을 조사한 결과 도 4에서 보듯이 산화후 Fe₇₆-Si₁₄-B₁₀ 비정질분말 표면에 CuO 및 CuO₂가 생성되었다.

그 다음, 위에서 얻어진 구리 산화물이 형성된 비정질분말을 금형에 넣고 핫 프레스에 장입하고, 20 ℃/min로 승온하면서 탈기하고, 금형의 온도가 Fe₇₆-Si₁₄-B₁₀ 비정질분말의 결정화온도 이하인 470 ℃에 도달하였을 때 진공분위기(약 3×10⁻³ torr)하에서 150 MPa의 압력으로 10분 동안 가압성형하여 외경 12.6 mm, 내경 4.5 mm 그리고 두께는 3 mm인 토로이달 형상의 코어를 제조한다. 성형된 코어는 노냉하였다.

제조된 코어의 밀도, 여러 주파수에서 실효투자율(Effective Permeability), 투자율비($\mu_{10\text{ MHz}}/\mu_{0.1\text{ MHz}}$) 및 자심손실(Core Loss)를 표 1에 나타내었다.

[표 1]

조건 번호	산화조건	실효투자율 ($\mu_{\text{eff.}}$)			투자율비 ($\mu_{10\text{ MHz}} / \mu_{0.1\text{ MHz}}$)	자심손실 ($B_m=0.1\text{ T}$, 50 kHz)	코어밀도 (g/cm ³)
		0.1MHz	1MHz	10MHz			
실시예 1	400℃, 40분	22.9	22.5	21.3	0.93	145 mW/cm ³	5.8
실시예 2	400℃, 60분	16.5	16.2	15.7	0.95	138 mW/cm ³	5.7

표 1을 보면 10 MHz의 주파수 대역까지 투자율의 변화가 거의 없고, 이것을 10 MHz 및 0.1 MHz 주파수 대역에서의 투자율비($\mu_{10\text{ MHz}}/\mu_{0.1\text{ MHz}}$)로 나타내면 0.93 이상으로 주파수 의존성이 거의 없음을 보여주며 이것은 10 MHz의 고주파 대역까지 이용할 수 있음을 의미한다. 또한 자심손실은 50 kHz에서 145 mW/cm³로 낮은 값을 나타내었다.

실시예 2

구리가 코팅된 Fe₇₆-Si₁₄-B₁₀ 비정질분말의 산화를 400 ℃에서 60분 동안 수행하는 것을 제외하고는 실시예 1과 동일하게 실시하였다.

표 1을 보면 10 MHz의 주파수 대역까지 투자율의 변화가 거의 없고, 10 MHz 및 0.1 MHz 주파수 대역에서의 투자율비($\mu_{10\text{ MHz}}/\mu_{0.1\text{ MHz}}$)가 0.95 이상으로 주파수 의존성이 거의 없어 우수한 고주파특성을 나타내었다. 또한 자심손실은 50 kHz에서 138 mW/cm³의 낮은 값을 나타내었다.

이상과 본 발명의 바람직한 실시예를 예시적으로 설명하였으나, 본 발명은 이에 국한되지 아니하고 후술하는 특허청구범위의 기술적 사상의 범위 내에서 당업자에게 다양한 변형 및 개량이 가능할 것이다.

발명의 효과

본 발명에 따라 성형성과 고주파특성이 동시에 향상된 Fe-Si-B계 비정질분말 코어 제조방법이 제공되었다. 본 발명의 성형성과 고주파특성이 동시에 향상된 Fe-Si-B계 비정질분말 코어 제조방법은 비정질분말의 표면에 무전해 도금법으로 구리를 코팅하고, 이를 산화하여 성형하므로 CuO 또는 Cu₂O가 Fe-Si-B계 비정질분말 표면에 균일하게 분포되도록 할 수 있다는 장점을 갖는다. 구리 산화물이 표면에 형성된 Fe-Si-B계 비정질분말은 분말표면을 거칠게 함으로 분말 상호간의 결합을 증가시켜 소성변형을 하지 않아 성형이 불가능한 비정질분말을 낮은 압력에서 성형이 가능하게 한다.

또한 본 발명에 따른 구리 산화물이 표면에 형성된 Fe-Si-B계 비정질분말은 표면에 형성된 구리 산화물에 의해 비정질분말간의 전기적 절연을 향상시켜 고주파대역에서 투자율의 변화가 작고, 자심손실(core loss)이 작은 비정질분말 코어를 제조할 수 있다.

도면의 간단한 설명

도 1은 가스 분무에 의하여 제조된 $\text{Fe}_{76}\text{-Si}_{14}\text{-B}_{10}(\text{at.}\%)$ 비정질분말의 주사전자현미경 사진.

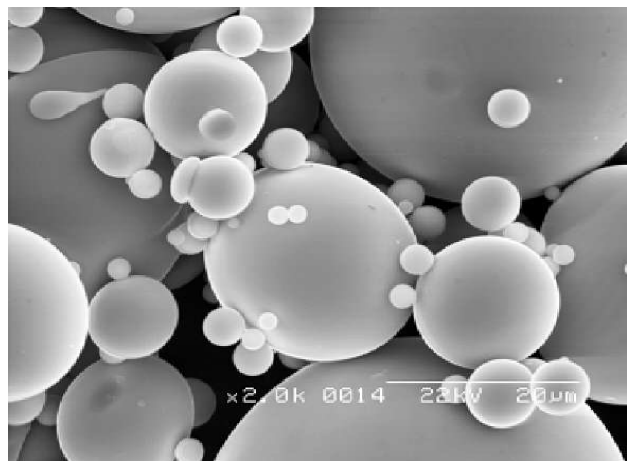
도 2는 구리가 도금된 $\text{Fe}_{76}\text{-Si}_{14}\text{-B}_{10}(\text{at.}\%)$ 비정질분말의 주사전자현미경 사진.

도 3은 구리가 도금된 $\text{Fe}_{76}\text{-Si}_{14}\text{-B}_{10}(\text{at.}\%)$ 비정질분말을 400 ℃에서 40분 동안 산화시킨 후 주사전자현미경사진.

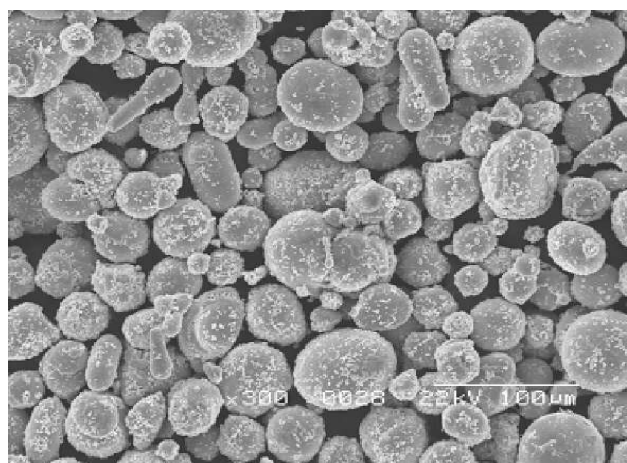
도 4는 구리가 도금된 $\text{Fe}_{76}\text{-Si}_{14}\text{-B}_{10}(\text{at.}\%)$ 비정질분말을 400 ℃에서 20 ~60분 동안 산화시킨 후 XRD 패턴.

도면

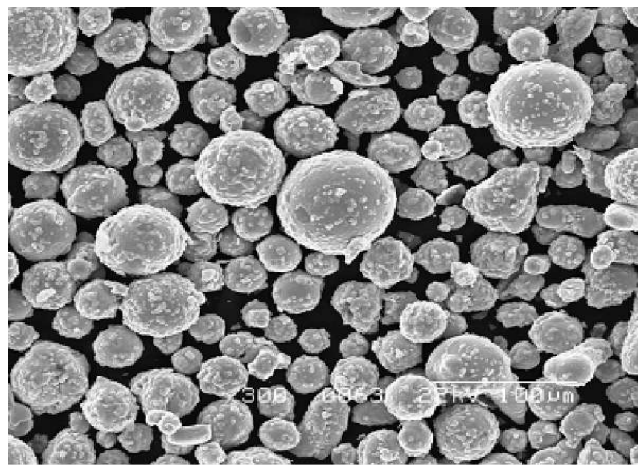
도면1



도면2



도면3



도면4

