

(19)대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl.<sup>7</sup> (11) 공개번호 10-2005-0085871  
B22F 1/02 (43) 공개일자 2005년08월29일

(21) 출원번호 10-2005-7011788  
(22) 출원일자 2005년06월22일  
    번역문 제출일자 2005년06월22일  
(86) 국제출원번호 PCT/SE2003/002067 (87) 국제공개번호 WO 2004/056508  
    국제출원일자 2003년12월22일                      국제공개일자 2004년07월08일

(30) 우선권주장 0203851-1                      2002년12월23일                      스웨덴(SE)

(71) 출원인                      회가네스 아베  
                                    스웨덴 에스이-263 83 회가네스

(72) 발명자                      케이첼만, 미카일  
                                    스웨덴 에스-212 29 말피 스너베르스베겐 15  
                                    스카르만, 비외른  
                                    스웨덴 에스에-222 41 룬트 소피아파르켄 6체  
                                    스코글룬트, 파울  
                                    스웨덴 에스-263 52 회가네스 스칸스베겐 16  
                                    안데르센, 올라  
                                    스웨덴 에스-260 41 니함스래게 페르 크론베르크스 배크 16  
                                    크누트슨, 페르  
                                    스웨덴 에스-262 43 앵엘홀름 슈토레벵  
                                    비달슨, 힐마르  
                                    스웨덴 에스-263 53 회가네스 트뢰스크베겐 15

(74) 대리인                      남상선

심사청구 : 없음

(54) 절연 입자를 포함하는 연자성 분말 조성물과 유기-실란, 유기-티타네이트, 유기-알루미늄에이트 및 유기-지르코네이트로부터 선택된 윤활제, 및 이의 제조공정

요약

본 발명은 연자성 철계 코어 입자를 포함하는 신규한 강자성 분말 조성물에 관한 것이며 상기 코어 입자의 표면은 절연 코팅으로 둘러싸여 있으며, 실란, 티타네이트, 지르코네이트, 또는 이들의 혼합물로부터 구성된 그룹으로부터 선택된 화합물인 윤활제를 포함한다. 본 발명은 또한, 신규한 분말 조성물을 이용하는 연자성 복합 재료의 제조 방법에 관한 것이다.

대표도

도 1

명세서

## 기술분야

본 발명은 신규한 금속 분말 조성물에 관한 것이다. 보다 구체적으로, 본 발명은 고 주파수 및 저 주파수 모두에서 이용될 때 향상된 특성을 갖는 연자성 물질을 제조하는데 있어서 유용한 신규한 철계(iron-based) 분말에 관한 것이다. 본 발명은 또한, 신규한 철계 분말로부터 제조된 연자성 복합 물질의 제조 방법에 관한 것이다.

## 배경기술

연자성 물질은 인덕터 내의 코어 물질, 전기장치의 고정자 및 회전자, 액츄에이터, 센서 및 변압기 코어와 같은 용도에 이용된다. 통상적으로, 전기장치 내의 회전자 및 고정자와 같은 연자성 코어는 적층된 강박판(steel laminates)으로 제조된다. 연자성 복합(SMC) 물질은 일반적으로 철계의 연자성 입자들을 기초로 하며 각 입자들은 전기 절연 코팅된다. SMC 부품은, 통상적인 분말 야금학적 공정을 이용하여, 선택적인 윤활제 및/또는 결합제와 함께 절연된 입자들을 압축함으로써 제조된다. 그러한 분말 야금학적 기술을 이용함으로써, 압축 공정에 의해 3 차원적인 형상이 얻어질 수 있고 또한 SMC 물질이 3 차원적인 자속(magnetic flux)을 지원할 수 있게 됨에 따라, 강박판을 이용하는 경우 보다 SMC 부품을 디자인할 때 높은 자유도를 갖는 물질을 제조하는 것이 가능하다.

철 코어 부품의 두가지 주요 특징은 상기 코어 부품의 투자율 및 철심손(core loss) 특징이다. 물질의 투자율은 자속을 지원할 수 있는 능력 또는 자화되는 능력의 척도이다. 투자율은 자기력 또는 자기장 세기에 대한 유도 자속의 비율로 정의된다. 자성 물질이 변화하는 자기장에 노출되는 경우에, 자기이력 손실과 와류(eddy currents) 손실 때문에 에너지 손실이 발생한다. 자기 이력 손실은 철 코어 부품 내부의 잔류 자기력을 극복하는데 필요한 에너지의 소비에 의해서 발생된다. 와류 손실은 교류(AC) 상태에 의해 야기되는 전화(changing)자속 때문에 전류가 철 코어 부품 내에 생성되는 것에 의해서 발생된다. 부품의 높은 전기 저항은 뱀들이 전류를 최소화 하기에 바람직하다.

코팅된 철계 분말을 이용하는 자성 코어 부품의 분말 야금학적 제조에서의 연구는 최종 부품의 다른 특성들에 유해한 영향을 미치지 않고 특정 물리적 특성 및 자성 특성을 향상시키는 철 분말 조성물의 개발 방향으로 전개되어 왔다. 바람직한 부품 특성은 예를들면, 확장된 주파수 범위에 걸친 높은 투자율, 낮은 철심손, 높은 포화 유도, 및 높은 강도를 포함한다. 일반적으로 부품의 증가된 밀도는 충분한 전기 저항성이 유지될 수 있다는 조건하에서 이러한 모든 특성들을 향상시킨다. 바람직한 분말 특성은 압축 몰딩 기술의 적합성을 포함하는데, 이는 즉, 분말이 고밀도 부품으로 쉽게 몰딩될 수 있음을 의미하며, 또한 부품 표면 상의 손상 없이 몰딩 장치로부터 쉽게 배출될 수 있음을 의미한다.

## 발명의 상세한 설명

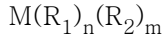
본 발명은 고밀도 복합 부품으로의 압축에 적합한 신규한 강자성 분말 조성물에 관한 것이다. 보다 구체적으로 본 발명은 연자성 철 또는 철계 코어 입자를 포함하는 분말 조성물에 관한 것이며, 여기서 상기 입자의 표면은 전기 절연 무기질 코팅에 의해 둘러싸여 있으며, 그리고 상기 조성물은 실란, 티타네이트, 알루미늄네이트, 또는 지르코네이트로부터 선택되는 윤활제를 포함한다.

본 발명은 상기 조성물로부터 고밀도의 선택적으로 열처리될 수 있는 성형체(compact)의 제조 방법을 포함한다. 이러한 방법은 조성물을 제공하는 단계, 선택적으로 흐름-향상제(flow enhancing agent) 뿐만 아니라 결합제 및 통상적인 윤활제(즉, 특정 윤활제)와 같은 첨가제와 상기 조성물을 선택적으로 혼합하는 단계 및 이후에 열처리될 수 있는 상기 성형체를 고압하의 다이 내에서 일축방향으로 압축하고 배출하는 단계를 포함한다.

본 발명에서 이용된 강자성 분말은 철 또는 철 함유 합금으로 제조되며, 선택적으로 알루미늄, 실리콘, 크롬, 니오븀, 몰리브덴, 니켈 및 코발트로 구성된 그룹으로부터 선택된 20 중량 % 까지 하나 이상의 원소들을 합금 원소로서 함유한다. 바람직하게, 본 발명의 신규한 분말은 본질적으로 순수 철로 구성된 기본 분말을 기초로 한다. 상기 분말은 해면(sponge) 철 분말과 같은 예를들면 상업적으로 이용 가능한 물-분무(water-atomised) 또는 가스-분무 철 분말 또는 환원된 철 분말일 수 있다. 상기 분말 입자의 형태는 둥근 형태, 불규칙한 형태 또는 납작한 형태일 수 있다.

본 발명에 따라서 이용될 수 있는 바람직한 전기 절연 코팅은 본원에 참조된 미국 특허 제 6,348,265 호에 기재된 형태의 얇은 인 함유 코팅이다. 또한 다른 코팅, 바람직하게는 무기 코팅이 이용될 수 있으며, 예를들면 Cr, Mg, Mo, Zn, Ni, 또는 Co 를 기초로한 코팅이다.

본 발명에 따라서 이용되는 윤활제는 유기-실란, 유기-티타네이트, 유기-알루미늄네이트 또는 유기-지르코네이트의 형태이다. 이러한 종류의 물질은 연결된 그룹의 화학적 기능성에 따라서 표면 변형제, 커플링제(coupling agent), 또는 가교제(cross-linking agent)로서 종종 언급된다. 유기-금속의 화합물로서 언급될 수 있으며 본 발명에 따라서 이용되는 특수한 형태의 유기-실란, 유기-티타네이트, 유기-알루미늄네이트 또는 유기 지르코네이트는 하나 이상의 가수분해성 그룹 및 하나 이상의 윤활성 유기 부분의 존재 여부에 의해 구분된다. 이러한 형태의 화합물은 다음의 일반적인 식:



으로 정의될 수 있으며, 여기서 M 은 Si, Ti, Al, 및 Zr 로부터 선택되는 중심 원자이며;  $R_1$  은 가수분해성 그룹이며;  $R_2$  는 윤활성 유기 부분으로 구성된 그룹이며; 상기  $m+n$  의 합은 중심 원자의 배위수와 동일해야만 하며 상기  $n$  은 1 보다 크거나 같은 정수이며  $m$  은 1 보다 크거나 같은 정수 이어야만 한다.

특히  $R_1$  은 12 개 미만의 탄소 원자를 갖는 알콕시 그룹이다. 6 개 미만의 탄소 원자를 갖는 알콕시 그룹이 바람직하며, 1 내지 3 개의 탄소 원자를 갖는 알콕시기 그룹이 가장 바람직하다.  $R_1$  은 하이드록시아세트산 ( $-OC(O)-CH_2O-$ ) 의 잔여물 또는 에틸렌 글리콜 ( $-OCH_2CH_2O-$ ) 의 잔여물과 같은 킬레이트 그룹일 수도 있다.

$R_2$  는 6 내지 30 개의 탄소 원자, 바람직하게는 10 내지 24 개의 탄소 원자를 포함하며, 선택적으로 N, O, S 및 P 로 구성된 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 헤테로 원자를 포함하는 유기 그룹이다.  $R_2$  는 유기 부분으로 구성된 그룹이며, 이는 쉽게 가수분해되지 않으며 종종 친유성이며 알킬, 에테르, 에스테르, 포스포-알킬(phospho-alkyl), 포스포-알킬, 포스포-리피드(phospho-lipid), 또는 포스포-아민의 사슬일 수 있다. 상기 포스포로우스(phosphorous)는 포스파토(phosphato), 피로포스파토(pyrophosphato) 또는 포스피토(phosphito) 그룹으로서 존재할 수 있다. 게다가  $R_2$  는 선형, 가지형, 고리형, 또는 방향족일 수도 있다.

본 발명에 따르는 바람직한 윤활제 실란 그룹은 알킬-알콕시 실란 및 폴리에테르-알콕시 실란이다. 게다가 약속된 결과는 헥사데실-트리메톡시 실란, 이소프로필-트리(디옥틸)포스파토 티타네이트, 이소프로필-트리(디옥틸)포스파토 지르코네이트, 네오펜틸(디알틸)옥시-트리(디옥틸)포스파토 지르코네이트, 네오펜틸(디알틸)옥시-트리네오데카노일 지르코네이트, 및 디이소부틸-아세트아세틸 알루미늄네이트에 의해 획득되어 왔다.

상기 화합물의 양은 바람직하게, 상기 조성물의 0.05 내지 0.5 중량 %, 바람직하게는 0.07 내지 0.45 중량 %, 그리고 보다 바람직하게는 0.08 내지 0.4 중량 % 와 같은 0.05 중량 % 이상의 상당한양으로 바람직하게 존재한다. 너무 적은 양의 윤활제는 고밀도를 초래할 수 있지만 열악한 배출성을 초래할 수 있으며, 따라서 공구 및/또는 SMC 부품의 열악한 표면 상태를 초래할 수도 있다. 그러나 너무 많은 양의 윤활제는 양호한 배출성을 초래할 수도 있지만 부품의 저밀도를 초래할 수 있다. 또한 상기 화합물은 절연 입자들 상에서 윤활층으로서 존재하는 것이 바람직하다. 그러나, 재료 뿐만 아니라 부품의 형상 및 공구의 질은 배출 후의 SMC 부품 표면 상태에 커다란 영향을 준다는 점을 주목해야 한다.

화합물 유기-실란, 유기-티타네이트, 또는 유기-알루미늄네이트의 용도는 미국 특허 제 4,820,338 및 6,537,389 호에 공지 되어있다. 미국 특허 제 4,820,338 호에 따라서 실란, 티타네이트 또는 알루미늄네이트는 자성 분말 입자와 전기 절연 유기 결합제 폴리머 사이의 결합을 촉진시키도록 이용된다. 상기 분말 입자들은 무기 코팅을 구비하지 않는다.

미국 특허 제 6,537,389 호에는 연자성 분말 상에 전기 절연 세라믹을 제조하기 위한 분자 전구체로서의 광범위한 실리콘 함유, 알루미늄 함유, 또는 붕소 함유 화합물이 기재되어있다. 전구체 화합물은 열처리에 의해 세라믹, 금속, 금속간 최종 생성물로 변환되어서 온도에 대한 저항 및 내용제성(solvent resistance)을 향상시킨다. 미국 특허 제 6,537,389 호는 즉, 유기-금속 화합물이 고밀도 부품의 제조를 손쉽게 하는 주요 성분으로서가 아니라, 화학적 및 열적 저항성 코팅을 제조하기 위한 전구체로서 이용된다는 점에서 본 발명과 구분된다. 게다가 미국 특허 제 6,537,389 호의 실시예에 기재된 전구체 화합물은 윤활성 부분을 포함하지 않는다.

본 발명에 따라서 이용된 윤활성 화합물은 적합한 용매, 예를들면 아세톤 또는 에탄올과 같은 유기 용매에 용해되거나 분산되는 그러한 방법으로 이용될 수 있다. 상기 얻어진 용액 또는 분산물이 혼합 및 선택적인 열처리 중 철계 분말에 계속해서 첨가된다. 상기 용매는 선택적으로 진공하에서 최종적으로 증발한다.

본 발명의 일 실시예에 따라서 이용된 분말은 거친 입자를 가진다. 즉, 다시말해 상기 분말은 본질적으로 미세한 입자를 갖지 않는다. "본질적으로 미세한 입자를 갖지 않는다" 이라는 용어는 SS-EN 24 497 에 기재된 방법에 의해 측정된 대로 약 5 % 미만의 철 분말 또는 철계 분말 입자가 45  $\mu\text{m}$  이하의 크기를 갖는 것을 의미한다. 지금까지 가장 흥미로운 결과는 약 106  $\mu\text{m}$  이상, 특히 약 212  $\mu\text{m}$  이상의 입자들로 본질적으로 구성된 분말에 의해 달성되었다. "본질적으로 구성된" 이라는 용어는 약 40 % 이상, 바람직하게는 약 60 % 이상의 입자들이 각각, 106 및 212  $\mu\text{m}$  이상의 입자 크기를 갖는 것을 의미한다. 지금까지 최상의 결과는 평균 입자 크기가 약 250  $\mu\text{m}$  이고 단지 3 % 미만의 입자가 106  $\mu\text{m}$  이하의 입자 크기를 갖는 분말에 의해 달성되었다. 최대 입자 크기는 약 5 mm 일 수도 있다. 피엠 메뉴팩처링(PM manufacturing)에서 이용되는 철계 분말에 있어서 입자 크기의 분포는 범위의 평균 입자 직경이 30 내지 100  $\mu\text{m}$  이고 10 내지 30 % 가 45  $\mu\text{m}$  미만인 가우시안 분포로 일반적으로 분포된다. 본질적으로 미세한 입자가 없는 철계 분말은 바람직한 입자 크기 분포를 갖는 분말을 제조하거나 보다 미세한 분말의 분말을 제거함으로써 얻어질 수도 있는 미세한 입자들이 없다.

분말 야금학에서 일반적인 관행과는 반대로, 통상적인 PM 유탄체가 철 분말 혼합물에 사용되거나 유탄체가 결합제 및/또는 표면 처리제와 조합되어 사용되는 본 발명의 바람직한 실시예에 따라서, 철분말 또는 철계 분말은 다이로 옮겨지기 전에 별도의(특정) 유탄체와 혼합되어서는 안된다. 압축이 수행 되기 전에 다이의 벽에 유탄체가 제공되는 외부 유탄(다이 벽 유탄)을 이용할 필요가 전혀 없다. 그러나, 본 발명은 통상적인 내부 유탄(0.5 중량 % 까지의 양으로), 외부 유탄 또는 이들의 조합을 이용하는 가능성도 배제하지 않는다. 압축될 분말은 결합제, 유탄체, 및 흐름-향상제로 구성된 그룹으로부터 선택된 첨가제를 또한 포함할 수도 있다. 유기 PM 유탄체로도 이용될 수도 있는 무기 유탄체의 실시예에는 헥사고날 보론 니트라이드, 및  $\text{MoS}_2$  가 있다.

본 발명에 따라서 약 7.45  $\text{g}/\text{cm}^3$  이상의 밀도를 갖는 연자성 복합 재료는 신규한 분말 조성을 높은 압축 압력하의 다이 내에서 다이 벽 유탄 없이 일방향으로 압축함으로써 제조될 수 있다. 성형체가 압축 공구로부터 배출되었을 때 성형체는 약 700  $^{\circ}\text{C}$  의 온도까지에서 열처리될 수 있다.

"높은 압축 압력" 이라는 용어는 약 800 MPa 이상의 압력을 의미한다. 보다 흥미로운 결과는 900 MPa 이상의 압력, 보다 바람직하게는 1000 MPa 이상의 압력, 그리고 가장 바람직하게는 1100 MPa 과 같은 높은 압력에서 달성된다. 통상적으로 보다 미세한 입자를 포함하는 입자에 대한, 높은 압력 즉, 약 800 MPa 이상의 압력에서의 통상적인 압축은 다이로부터 성형체를 배출하기 위해서 요구되는 강한 힘, 그에 따른 다이의 높은 마모성, 및 부품의 표면이 덜 윤이 나거나 변질되는 경향이 있다는 사실 때문에 적합하지 않은 것으로 여겨진다. 고밀도를 성취하기 위해 고 압축력을 사용할지라도 높은 전기 저항성이 달성될 수 있다. 본 발명에 따른 분말을 이용함으로써 배출력이 약 1000 MPa 의 높은 압력에서 감소된다는 것과 수용할 수 있거나 심지어 완벽한 표면을 갖는 부품이 제조될 수 있다는 것이 예상외로 발견되었다.

상기 압축은 값 비싼 투자비 없이 신규한 방법을 수행할 수 있음을 의미하는 표준 장비로 수행될 수 있다. 압축은 일축으로 수행되며 바람직하게는 주위 온도 또는 주위보다 높은 온도에서 단일 단계로 수행된다. 대안적으로, 상기 압축은 특허 공보 WO 02/38315 에 기재된 바와 같이 진동 기계(percussion machine) [하이드로 펄서(Hydropulsor로부터의 모델 HYP 35-4)]의 도움으로 수행될 수도 있다.

열처리는 여러가지 형태의 대기 또는 감소된 압력 및 선택적으로 증기가 있는 상태에서 일반적으로 이용되는 온도 예를 들면 약 700  $^{\circ}\text{C}$  까지의 온도에서 수행된다. 열처리 이전에 압축된 부품은 선택적으로 그린(green) 가공 및/또는 그린 세정될 수도 있다.

본 발명의 주요 목적은 고밀도 제품을 성취하는 것이며 이를 위해서, 전술된 바와 같이 거친 분말을 이용하는 것이 바람직하다. 그러나 이러한 유탄 효과는 보다 많은 양의 미세 입자를 포함하는 예를 들면 통상적으로 오늘날 PM 산업에서 이용되는 형태의 분말의 조합으로도 제조될 수도 있는 것이 발견되었다. 이후의 실시예 3 및 5 는 통상적인 분말 및 거친 분말에 대한 본 발명에 따른 유기-금속의 화합물의 유탄 효과를 설명한다. 관찰될 수 있는 것처럼 고밀도는 보다 많은 양의 미세 입자를 포함하는 통상적인 분말을 가지고 얻어질 수 있다. 본 발명에 따른 유탄체 및 일반적으로 오늘날 이용되는 입자 크기 분포를 갖는 철 분말 또는 철계 분말을 포함하는 조성물은 특정 용도에 특히 적합하며 따라서 이도 본 발명의 범위 내에 있다.

"고밀도" 라는 용어는 약 7.45  $\text{g}/\text{cm}^3$  이상의 밀도를 갖는 성형체를 의미한다. "고밀도" 는 절대적인 값이 아니다. 단일 열처리되고 단일 압축된 부품에 있어서 종래 분야에 따른 전형적으로 성취될 수 있는 밀도는 약 7.2  $\text{g}/\text{cm}^3$  이다. 온간 압축

(warm compaction)을 이용함으로써 0.2 g/cm<sup>3</sup>의 증가된 밀도에 도달될 수도 있다. 본 명세서에 있어서 "고밀도"라는 용어는 이용되는 첨가제의 양과 형태 및 이용되는 철계 분말의 형태에 따라서 약 7.45 내지 7.65 g/cm<sup>3</sup>의 밀도를 갖는 성형체를 의미한다. 보다 낮은 밀도를 갖는 부품이 또한 제조될 수도 있지만 장점이 적다고 믿어진다.

간단히 말해서, 본 발명에 따른 방법 및 분말을 이용함으로써 얻어지는 이점은 고밀도 SMC 부품이 비용면에서 효율적으로 제조될 수 있다는 것이다. 낮은 철손과 함께 현저하게 높은 자성 유도 수준을 갖는 SMC 부품이 얻어질 수 있다. 다른 이점은 열처리 후에 기계적인 강도가 증가된다는 점이며, 높은 밀도에도 불구하고, 다이 벽의 마감특성(finish) 및/또는 SMC 부품의 표면 상에 부정적인 영향이 없이 높은 전기 저항성을 갖는 압축된 부품이 다이로부터 성공적으로 배출될 수 있다는 것이다. 따라서 우수한 표면 마감특성을 갖는 부품을 얻는 것이 가능하다. 이러한 결과는 단일 압축 단계로 얻어질 수 있다. 신규한 분말 성형체에 특히 이점이 있는 제품의 예는 인덕터, 기계용 고정자 및 회전자, 액츄에이터, 센서, 및 변압기 코어가 있다.

본 발명은 다음의 실시예에 의해 더욱 더 설명된다. 그러나, 본 발명은 그러한 다음의 실시예에 제한되지 않는다고 이해해야 한다.

**실시예**

**예 1**

철계 물 분무 분말(스웨덴의 회가네스 아베사로부터 이용가능하게 제조된, 소마로이(Somaloy) 550<sup>TM</sup>)이 원료 물질(starting material)로서 이용되었다. 상기 분말은 212 μm 내지 425 μm의 평균 입자 크기를 가지며 입자들의 5% 미만이 45 μm 이하의 입자 크기를 갖는다. 분말의 입자들이 얇은 인 함유 얇은 베리어에 의해 전기 절연된 순수 철 분말인, 상기 분말은 윤활제로서 0.2 중량%의 헥사데실-트리메톡시 실란으로 처리된다. 윤활제의 첨가는 다음과 같이 수행되었다: 헥사데실-트리메톡시 실란은 20 중량%의 에탄올 용액 내에서 희석되며 상기 용액은 60분 동안 교반되었다. 0.2 중량%에 상응하는 양의 상기 용액은 이전에 75 °C로 열처리된 철분말을 혼합기 내에서 혼합하는 중에 첨가되었다. 집중(intensive) 혼합은 용매를 증발시키기 위한 진공화 동안, 그리고 30분 동안 저속으로 혼합하는 단계 이후의 3분 동안에 동일한 혼합기 내에서 수행되었다. 통상적인 윤활제와 혼합된 상응하는 분말이 비교대상으로서 이용되었다. 상기 분말이 압축 전에 케놀루브<sup>TM</sup>(Kenuolube<sup>TM</sup>)와 혼합되었다. 이용되는 윤활제의 양은 상기 조성물의 0.5%였으며, 일반적으로 이는 높은 압력에서 압축된 부품에 있어서 적은 양의 윤활제로 여겨진다.

47 mm의 내경, 55 mm의 외경 및 4 mm의 높이를 갖는 링이 상이한 압축 압력인 800, 1000 및 1200 MPa에서 단일 단계로 하나의 축 방향으로 압축되었다. 적은 양의 유기-금속 윤활제 및 높은 압축 압력에도 불구하고, 부품의 표면은 어떠한 열화의 흔적도 보이지 않았다.

압축 후에 부품은 대기 중에서 30분 동안 500 °C에서 열처리되었다. 상기 열처리된 링은 25번의 탐지(25 sense)와 112번의 구동 회전(112 drive turn)을 하였다. 자기 성질은 LDJ 3500 Hysteresigraph에 판정되었다. 표 1은 DC 상태에서 측정된 각각 1500 A/m 및 6900 A/m에서의 최대 상대 투자율 및 자기 유도를 요약한 것이다. 철손/사이클은 1 T 및 50 Hz와 1 T 및 400 Hz 각각에서 또한 측정되어왔다.

다음의 표 1은 얻어진 결과를 나타낸다:

**표 1.**

샘플	압축 압력 MPa	밀도 g/cm <sup>3</sup>	μ <sub>max</sub>	B <sub>1500</sub> (T)	B <sub>6900</sub> (T)	철손손/사이클 1T 및 50 Hz (J/Kg)	철손손/사이클 1T 및 400 Hz (J/Kg)
본 발명의 샘플	800	7.45	720	1.08	1.53	0.134	0.178
	1000	7.59	790	1.15	1.59	0.126	0.163
	1200	7.64	820	1.18	1.62	0.124	0.165
비교 실시예의 샘플	800	7.39	620	0.95	1.46	0.142	0.200
	1000	7.47	590	0.95	1.49	0.140	0.198
	1200	7.49	550	0.92	1.48	0.140	0.193

표 1로부터 알 수 있는 바와 같이, 본 발명에 따른 분말에 있어서 그린 밀도는 상당히 높으며, 자기 성질도 비교 실시예에서 이용된 물질에 비해 향상되었다. 압축 압력을 1000 MPa 및 1200 MPa 로 증가시킴으로써 자기성질이 약간 또는 거의 향상되지 않음을 비교 실시예로부터 알 수 있다.

얻어진 고밀도 샘플에도 불구하고, 철손은 전기 절연층이 유지됨을 나타내는, 낮은 레벨, 심지어 400 Hz에서도 유지되었다.

실시예 1 에 따라서 제조된 샘플은 대기중 500 °C 에서 30분 동안 열처리된 후에 항절력(transverse rupture strength)(TRS)에 대해서 테스트되었다. 상기 항절력은 ISO 3995 에 따라서 테스트되었다. 도 1 은 상이한 밀도 레벨에서 항절력을 나타낸다. 본 발명에 따른 재료에 있어서, 동일하게 압축된 밀도에서 조차도 강도가 예상밖으로 높다는 것을 주목해야 한다.

**예 2**

초 고순도 물 분무 철계 분말, 이 분말의 입자는 얇은 절연 코팅을 갖추고 있으며 이는 평균 입자 크기가 212 μm 이상이며 실시예 1 의 절차에 따라서 각각 0.1 % 및 0.2 % 의 헥사데실-트리메톡시실란으로 처리되었다. 윤활제 없이 동일한 철계 분말이 참조로 이용되었다.

25 mm 의 직경 및 4 mm 의 높이를 갖는 원통형의 샘플은 1000 MPa 의 압축 압력에서 일축 프레스 이동으로 압축되었다.

표 2는 부품을 배출하는데 필요한 배출 에너지 및 얻어진 그린 밀도를 나타낸다. 배출 에너지는 윤활제가 없는 샘플에 있어서 배출 에너지의 퍼센트로서 표현된다.

**표 2.**

실란의 양	그린 밀도 (g/cm <sup>3</sup> )	비교 배출 에너지 %	표면 마감 특성
0 %	7.66	100	고착
0.1 %	7.67	58	양호
0.2 %	7.66	48	양호

표 2로부터, 본 발명에 따라서 표면 마감특성은 적은양의 유기-금속의 윤활제 첨가에 의해 향상되며 배출하는데 필요한 에너지는 상당히 감소됨이 보여질 수 있다. 0.1 중량 % 에서 0.2 중량 % 까지의 윤활제의 증가는 배출 에너지에 긍정적인 영향을 준다는 점이 또한 관찰될 수 있다.

**예 3**

이러한 실시예는 높은 압력으로 압축된 후에 배출될 때 윤활 특성 상에서 유기-금속의 화합물 가수분해성 그룹 또는 그룹 R<sub>2</sub> 의 사슬 길이의 효과를 나타낸다. 본 실시예에서 다양한 형태 및 양의 알킬-알콕시 실란(중심 원자 Si)은 윤활제로서 이용된다. 두 종류의 고 순도 물 분무 철계 분말은 얇은 절연 코팅을 갖추고 있으며 두가지의 다른 입자 크기 분포는 입자 크기의 영향을 보여주기 위해서 이용되었다. S-분말은 입자의 약 14 % 가 45 μm 미만이며 약 100 μm 의 중량 평균 입자 크기를 갖는다. C-분말은 약 250 μm 의 중량 평균 크기를 가지며 3 % 미만이 106 μm 이하의 크기를 갖는 상당히 거친 입자 크기 분포를 갖는다.

다섯 종류의 유기-실란이(A-E) 이용되었다:

A 메틸-트리메톡시 실란

B 프로필-트리메톡시 실란

C 옥틸-트리메톡시 실란

D 헥사데실-트리메톡시 실란

E 10 개의 에틸렌 에테르 그룹을 갖는 폴리에틸렌-트리메톡시 실란

0.05 중량 % 내지 3.0 중량 % 범위 내에서 다섯 종류의 알킬-알콕시 실란이 절연 절개 분말에 첨가되었으며 얻어진 혼합물은 25 mm 의 직경 및 12 mm 의 높이를 갖춘 슬러그 내부로 일축 프레스 이동으로 1100 MPa 로 압축되었다. 표 3 에 아래에서 보여지는 바와 같이 배출 중에 단위 슬라이드 면적당 동적 배출력이 측정되었으며 배출 후에 그린 표면 마감특성이 평가되었으며 밀도가 측정되었다.

표 3.

	분말 C	분말 C	분말 C	분말 S	분말 C	분말 S	분말 C	분말 C
실란	0.05 %	0.1 %	0.2 %	0.2 %	0.4 %	0.4 %	1.0 %	3.0 %
A								고착
B							고착	
C			고착		58 N/mm <sup>2</sup> 열악 7.60 g/cm <sup>3</sup>			
D	89 N/mm <sup>2</sup> 열악 7.70 g/cm <sup>3</sup>	69 N/mm <sup>2</sup> OK 7.70 g/cm <sup>3</sup>	38 N/mm <sup>2</sup> OK 7.68 g/cm <sup>3</sup>	63 N/mm <sup>2</sup> 열악 7.65 g/cm <sup>3</sup>	47 N/mm <sup>2</sup> OK 7.57 g/cm <sup>3</sup>	54 N/mm <sup>2</sup> OK 7.54 g/cm <sup>3</sup>		
E		80 N/mm <sup>2</sup> 열악 7.70 g/cm <sup>3</sup>	35 N/mm <sup>2</sup> OK 7.69 g/cm <sup>3</sup>	75 N/mm <sup>2</sup> 열악 7.64 g/cm <sup>3</sup>	32 N/mm <sup>2</sup> OK 7.59 g/cm <sup>3</sup>	49 N/mm <sup>2</sup> OK 7.60 g/cm <sup>3</sup>		

표 3 에서 보여줄 수 있는 바와 같이 첨가제의 양이 많았음에도 불구하고 알킬 사슬에 8 개 이하의 탄소 원자의 사슬 길이는 만족스럽지 못한 결과를 주었다. 그러므로, 약 8 개 이상의 원자는 운할(알킬, 또는 폴리에틸렌에테르) 사슬 그룹 또는 그룹에서 부품을 성공적으로 배출하기 위해서 필요하다. 그린 부품의 밀도는 부정적인 영향을 미치게 될 것이기 때문에 0.5 % 이상의 첨가된 양은 덜 이득이 될 것이라고 믿어진다. 상기 표는 유기-실란 함량이 0.05 % 미만일때 부품 및 다이의 표면 손상이 없는 배출이, 운할 알킬 그룹에 16 개의 원자를 포함하는 실란 "D" 의 경우에 불가능하다는 것을 나타낸다. 그러나 장치의 품질 뿐만 아니라 부품의 조합(geometry)은 배출 후 부품의 표면 상태에 큰 영향을 미친다. 따라서 통상적으로 이용되는 즉 다시말해 특정 운할제와 선택적으로 혼합된, 0.05 % 보다 적은 양의 운할제는 몇몇 용도에 있어서 이득이 될 수 있다.

표 3 으로부터 극도로 높은 밀도가 얻어질 수 있다고 또한 결론 내릴 수 있다. 거친 입자는 표준 분말에 비해 우수한 배출성을 보여준다. 표준 입자 크기 분포를 갖는 분말 조차도 (약 7.60 g/cm<sup>3</sup> 이상의) 높은 밀도에서 압축될 수 있다. 전술된 바와 같이, 배출성은 부품 조합 및 장치 재료 및 품질에 따라서도 크게 좌우된다. 따라서, 표준 입자 분포를 갖는 분말은 몇몇의 용도에서 이득이 될 수 있다.

예 4

본 실시예는 다른 중심 원자를 갖는 유기-금속의 화합물의 운할 효과를 설명한다. 본 실시예에서 네 가지의 다른 운할제의 운할 효과는 각각, 중심 원자로서 Si, Ti, Zr 및 Al 을 갖는 즉 다시말해 실란, 티타네이트, 지르코네이트 및 알루미늄네이트가 시험되었다. 다양한 중심 원자는 상이한 배위수 및 화학적 특성을 갖는다. 그러나 헥사데실-트리메톡시 실란 (D)을 갖고 얻어진 것들과 비교될 수 있는 비교 특성을 보여줄 운할성 그룹 또는 그룹 R<sub>2</sub> 의 사슬 길이 때문에 유기-금속의 화합물의 화학적 구조가 선택되었다.

얇은 절연 코팅을 갖춘 고순도 물 분무 철계 분말은 윤활제로서 각각의 0.2 중량 % 의 유기-금속의 화합물로 처리되었다. 상기 얻어진 혼합물은 25 mm 의 직경 및 12 mm 의 높이를 갖는 슬러그 내부로 일축 프레스 이동으로 1100 MPa 로 압축되었다. 아래의 표 4 에서 보여주는 바와 같이 배출 중에, 단위 슬라이딩 면적당 동적 배출력이 측정되었으며 배출 후 그린 표면 마감이 평가되었으며 밀도가 측정되었다.

네 가지 다른 형태의 유기-금속의 제가 시험되었다 (A-D):

A 이소프로필-트리이소스테아로일 티타네이트

B 네오펜틸(디알릴)옥시-트리네오데카노일-지르코네이트

C 디이소부틸(오레일)-아세트-아세틸 알루미늄네이트

D 헥사데실-트리메톡시 실란

표 4.

유기-금속의 화합물	A	B	C	D
배출력 [N/mm <sup>2</sup> ]	35	44	50	39
밀도 [g/cm <sup>3</sup> ]	7.68	7.68	7.68	7.68
배출 및 부품 질	OK	OK	OK	OK

표 4 에서 보여줄 수 있는 바와 같이 모든 화합물의 윤활성은 만족스럽다. 그러므로 중심 원자의 형태는 윤활성에 단지 작은 영향을 보여준다. 본 발명에 따라서 사슬 길이 및 화학적 구조의 몇몇의 범위에서 가수분해성 그룹 또는 그룹의 사슬 길이는 윤활성을 제공하는것을 보여준다.

예 5

평균 입자 크기 및 입자 크기 분포의 영향 또한 조사되었다. 표 5 에 따라서 다른 입자 크기 분포를 갖는 세 개의 다른 고순도 철계 분말인, 얇은 인산염계 전기 절연으로 절연된 이들 모두가 제조되었다. 표 1 에 기재된 절차에 따라서 모든 샘플은 본 발명에 따라 0.2 중량 % 의 헥사데실-트리메톡시 실란으로 처리되었다.

25 mm 의 직경 및 50 g 의 중량을 갖는 원통형의 샘플은 1000 MPa 의 압축 압력에서 일축 프레스 이동으로 압축되었으며 모든 샘플에 있어서 7.6 g/cm<sup>3</sup> 이상의 그린 밀도가 얻어졌다.

표 5.

입자 크기 분포	샘플 A (%)	샘플 B (%)	샘플 C (%)
-45 μm	8.4	0.0	0.1
45-106 μm	52.7	15.5	1.0
106-212 μm	30.0	84.3	37.4
212-315 μm	0.1	0.2	51.0
+315 μm	0.1	0.0	10.5
밀도 [g/cm <sup>3</sup> ]	7.61	7.63	7.62
표면 마감특성	열악*	OK	양호



\* 보다 많은 양의 윤활제는 표면 마감특성을 향상 시킨다.

샘플 C 의 표면 마감특성이 각각의 샘플 A 및 B 의 표면 마감특성 보다 우수하다는 것이 관찰될 수 있었다.

예 6

본 실시예는 무기 절연의 중요성을 설명한다.

고순도 철분말, 얇은 인-함유 배리어에 의해 전기 절연되는 상기 분말의 입자들은 인계 무기 절연성이 없는 동일한 분말과 비교되었다. 두 형태의 분말은 이후에 본 발명에 따라서 윤활제로서 2 중량 % 의 헥사데실-트리메톡시 실란으로 처리되었다.

45 mm 의 내경 및 55 mm 의 외경 및 5 mm 의 높이를 가진 링은 1100 MPa 의 압축 압력에서 단일 단계로 일축 압축되었다, 부품의 압축 후에 대기중에서 30 분 동안 500 °C 에서 열처리되었다. 전기 저항성은 4-포인트 방법에 의해서 측정되었다.

다음의 표 6 은 절연된 입자가 없는 그리고 절연된 입자가 있는 분말의 제조된 복합 부품의 전기 저항성 및 밀도를 나타낸다.

**표 6.**

	전기 저항성 [ $\mu\text{Ohm}\cdot\text{m}$ ]	밀도 [g/cm <sup>3</sup> ]
본 발명에 따라서	150	7.68
비교 실시예	0.5	7.68

**(57) 청구의 범위**

**청구항 1.**

강자성 분말 조성물로서,

표면이 절연성 무기 코팅에 의해 둘러싸여 있는 연자성 철계 코어 입자, 및

실란, 티타네이트, 알루미늄네이트, 지르코네이트, 또는 이들의 혼합물로부터 구성된 그룹으로부터 선택된 화합물인 윤활제를 포함하는,

강자성 분말 조성물.

**청구항 2.**

제 1 항에 있어서,

상기 화합물이 하나 이상의 가수분해성 그룹 및 하나 이상의 윤활성 유기 부분을 갖는,

강자성 분말 조성물.

**청구항 3.**

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,  
 상기 화합물이 절연된 입자 상에서 윤활 층으로서 존재하는,  
 강자성 분말 조성물.

**청구항 4.**

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서,  
 상기 화합물은 다음의 일반적인 식:  
 $M(R_1)_n(R_2)_m$  을 가지며,  
 상기 M 은 Si, Ti, Al, 또는 Zr 로부터 선택되는 중심 원자이며,  
 $R_1$  은 가수분해성 그룹이며,  
 $R_2$  는 윤활성 유기 부분으로 구성된 그룹이며,  
 상기  $m+n$  의 합은 중심 원자의 배위수이며;  
 $n$  은 1 보다 크거나 같은 정수이며, 그리고  
 $m$  은 1 보다 크거나 같은 정수인,  
 강자성 분말 조성물.

**청구항 5.**

제 4 항에 있어서,  
 상기  $R_1$  은 12 개 미만, 바람직하게는 6 개 미만, 가장 바람직하게는 3 개 미만의 탄소 원자를 갖는 알콕시 그룹인,  
 강자성 분말 조성물.

**청구항 6.**

제 4 항에 있어서,  
 상기  $R_1$  이 킬레이트 그룹인,  
 강자성 분말 조성물.

**청구항 7.**

제 6 항에 있어서,

상기 킬레이트 그룹이 하이드록시아세트 산 (-O(O=C)-CH<sub>2</sub>O-) 의 잔기 또는 에틸렌 글리콜 (-OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O-) 의 잔기인,

강자성 분말 조성물.

### 청구항 8.

제 4 항 내지 제 7 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 R<sub>2</sub> 가 6 내지 30 개, 바람직하게는 10 내지 24 개의 탄소 원자를 포함하며, 그리고 N, O, S 및 P 로 구성된 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 헤테로 원자를 선택적으로 포함하는 유기 그룹인,

강자성 분말 조성물.

### 청구항 9.

제 8 항에 있어서,

상기 R<sub>2</sub> 가 선형, 가지형, 고리형, 또는 방향족인,

강자성 분말 조성물.

### 청구항 10.

제 8 항 내지 제 9 항에 있어서,

상기 R<sub>2</sub> 가 알킬, 에테르, 에스테르, 포스포-알킬, 포스포-리피드, 또는 포스포-아민으로 구성된 그룹으로부터 선택된 사슬인,

강자성 분말 조성물.

### 청구항 11.

제 10 항에 있어서,

상기 R<sub>2</sub> 가 포스파토, 피로포스파토 또는 포스피토로 구성된 그룹으로부터 선택되는,

강자성 분말 조성물.

### 청구항 12.

제 1 항 내지 제 10 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 화합물이 알킬-알콕시 실란 및 폴리에테르-알콕시 실란으로 구성된 그룹으로부터 선택되는,  
강자성 분말 조성물.

### 청구항 13.

제 1 항 내지 제 12 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 화합물이 옥틸-트리메톡시 실란, 헥사데실-트리메톡시 실란, 폴리에틸렌에테르-트리메톡시 실란, 이소프로필-트리소스테아릴 티타네이트, 이소프로필-트리(디옥틸)포스파토 티타네이트, 네오펜틸(디알릴)옥시-트리네오데카노일 지르코네이트, 네오펜틸(디알릴)옥시-트리(디옥틸)포스파토 지르코네이트, 및 디이소부틸-아세토아세틸 알루미늄네이트로 구성된 그룹으로부터 선택되는,

강자성 분말 조성물.

### 청구항 14.

제 1 항 내지 제 13 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 철계 입자의 절연 무기 코팅이 인계인,

강자성 분말 조성물.

### 청구항 15.

제 1 항 내지 제 14 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 철계 코어 입자가 본질적으로 순수 철로 구성되는,

강자성 분말 조성물.

### 청구항 16.

제 1 항 내지 제 15 항 중 어느 한 항에 있어서,

5 % 미만의 상기 철계 코어 입자가 45  $\mu\text{m}$  이하의 크기를 갖는,

강자성 분말 조성물.

### 청구항 17.

제 1 항 내지 제 16 항 중 어느 한 항에 있어서,

40 % 이상의, 바람직하게는 60 % 이상의 상기 철계 코어 입자가 약 106  $\mu\text{m}$  이상의 입자 크기를 갖는 입자로 구성되는,

강자성 분말 조성물.

### 청구항 18.

제 1 항 내지 제 17 항 중 어느 한 항에 있어서,

20 % 이상의, 바람직하게는 40 % 이상의, 그리고 가장 바람직하게는 60 % 이상의 상기 철계 분말 입자가 약 212  $\mu\text{m}$  이상의 입자 크기를 갖는 입자로 구성되는,

강자성 분말 조성물.

### 청구항 19.

제 1 항 내지 제 18 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 화합물의 양이 0.05 내지 0.5 중량 %, 바람직하게는 0.07 내지 0.45 중량 %, 그리고 보다 바람직하게는 0.08 내지 0.4 중량 %의 양으로 존재하는,

강자성 분말 조성물.

### 청구항 20.

제 1 항 내지 제 19 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 분말이 특정 윤활제, 결합제 또는 흐름-향상제와 같은 첨가제와 선택적으로 혼합되는,

강자성 분말 조성물.

### 청구항 21.

7.45  $\text{g}/\text{cm}^3$  이상의 밀도를 갖는 연자성 복합 재료의 제조 방법으로서,

제 1 항 내지 제 20 항 중 어느 한 항에 따른 철 또는 철계 분말 조성물을 제공하는 단계;

약 800 MPa 이상의 압축 압력으로 상기 연자성 분말 조성물을 다이 내에서 한 방향으로 압축하는 단계;

상기 압축 공구로부터 압축 성형체를 배출하는 단계; 및

상기 성형체를 선택적으로 열처리하는 단계를 포함하는,

연자성 복합 재료의 제조 방법.

### 청구항 22.

제 21 항에 있어서,

상기 압축이 약 900 MPa 이상의, 보다 바람직하게는 1100 MPa 이상의, 그리고 가장 바람직하게는 1100 MPa 이상의 압력에서 수행되는,

연자성 복합 재료의 제조 방법.

청구항 23.

제 21 항 또는 제 22 항에 있어서,

상기 철계 분말의 입자 크기가 제 16 항 내지 제 18 항 중 어느 한 항에 따라 정의되는,

연자성 복합 재료의 제조 방법.

도면

도면1

