



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2021년05월11일  
(11) 등록번호 10-2250098  
(24) 등록일자 2021년05월03일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
H01F 1/26 (2006.01) B22F 1/00 (2006.01)  
C01B 33/08 (2006.01) C01B 35/06 (2006.01)  
C01D 17/00 (2006.01)  
(52) CPC특허분류  
H01F 1/26 (2013.01)  
B22F 1/0062 (2013.01)  
(21) 출원번호 10-2016-7014837  
(22) 출원일자(국제) 2014년11월04일  
심사청구일자 2019년11월04일  
(85) 번역문제출일자 2016년06월03일  
(65) 공개번호 10-2016-0083908  
(43) 공개일자 2016년07월12일  
(86) 국제출원번호 PCT/EP2014/073719  
(87) 국제공개번호 WO 2015/067608  
국제공개일자 2015년05월14일  
(30) 우선권주장  
13 191 747.8 2013년11월06일  
유럽특허청(EPO)(EP)  
(56) 선행기술조사문헌  
KR1020160083908 A

(73) 특허권자  
바스프 에스이  
독일 루트빅샤펜 67056, 칼-보슈-스트라세 38  
(72) 발명자  
파가노 산드로  
독일 68167 만하임 란게 뢰테르스트라세 49  
황 재형  
독일 68519 피른하임 로르세르스트라세 38아  
(뒷면에 계속)  
(74) 대리인  
제일특허법인(유)

전체 청구항 수 : 총 15 항

심사관 : 장영주

(54) 발명의 명칭 온도-안정성 연자성 분말

(57) 요약

본 발명은 규소계 코팅으로 코팅된 연자성 분말에 관한 것이며, 이때 상기 규소계 코팅은 하기 불소 함유 조성물 중 하나 이상을 포함한다:

(a) 하기 화학식 (I)의 불소 함유 조성물:  $\text{Si}_{1-0.25a}\text{M}_1\text{O}_{2-0.5b}\text{F}_b$  (I)

(상기 식에서, a는 0.015 내지 0.52 범위이고, b는 0.015 내지 0.52 범위이고, M1은 H, K, Rb, Cs 또는  $\text{NR}_4^+$ 이고, 이때, 각각의  $\text{R}^1$ 은 독립적으로 H, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-알킬, 페닐 및 벤질로 이루어진 군 중에서 선택된다);

(b) 하기 화학식 (II)의 불소 함유 조성물:  $\text{Si}_{1-0.75c}\text{M}_2\text{O}_{2-0.5d}\text{F}_d$  (II)

(상기 식에서, c는 0.005 내지 0.17 범위이고, d는 0.015 내지 0.52 범위이고, M2는 B 또는 Al이다);

(c) 하기 화학식 (III)의 불소 함유 조성물:  $\text{Si}_{1-1.25e}\text{P}_e\text{O}_{2-0.5f}\text{F}_f$  (III)

(상기 식에서, e는 0.003 내지 0.10 범위이고, f는 0.015 내지 0.52 범위이다).

본 발명은 또한, 연자성 분말을 코팅하는 방법, 그러한 연자성 분말의 용도, 및 그러한 연자성 분말을 포함하는 전자 컴포넌트에 관한 것이다.

(52) CPC특허분류

**C01B 33/08** (2013.01)

**C01B 35/06** (2013.01)

**C01D 17/00** (2013.01)

(72) 발명자

**립서 랄프**

독일 67308 오테르샤임 파사넨베크 8

**프레흐틀 프란크**

독일 60323 프랑크푸르트 오버린다우 59

**코흐 올리퍼**

독일 67157 바헨하임 인 덴 박크하우즈비젠 18

**바첸베르거 오토**

독일 68199 만하임 세단스트라쎄 15

**클록크 폴커**

독일 67061 루트빅샤펜 실헤르스트라쎄 4

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

규소계 코팅(silicon based)을 갖는 연자성(soft-magnetic) 분말로서,

상기 규소계 코팅은 하기 (a) 내지 (c)의 불소 함유 조성물 중 하나 이상을 포함하는, 연자성 분말:

(a) 하기 화학식 (I)의 불소 함유 조성물:



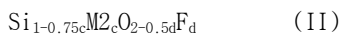
(상기 식에서,

a는 0.015 내지 0.52 범위이고,

b는 0.015 내지 0.52 범위이고,

M1은 H, K, Rb, Cs 또는  $\text{NR}_4^+$ 이고, 이때, 각각의  $\text{R}^1$ 은 독립적으로 H,  $\text{C}_1\text{-C}_6$ -알킬, 페닐 및 벤질로 이루어진 군 중에서 선택된다);

(b) 하기 화학식 (II)의 불소 함유 조성물:



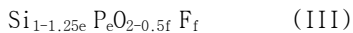
(상기 식에서,

c는 0.005 내지 0.17 범위이고,

d는 0.015 내지 0.52 범위이고,

M2는 B 또는 Al이다);

(c) 하기 화학식 (III)의 불소 함유 조성물:



(상기 식에서,

e는 0.003 내지 0.10 범위이고,

f는 0.015 내지 0.52 범위이다).

#### 청구항 2

제 1 항에 있어서,

화학식 (I)에서 M1이 H, Cs 또는  $\text{NH}_4^+$ 인 불소 함유 조성물 하나 이상, 및 화학식 (II)에서 M2가 B인 불소 함유 조성물 하나 이상을 포함하는, 연자성 분말.

#### 청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 규소계 코팅이 상기 화학식 (I), (II) 또는 (III)의 불소 함유 조성물 하나 이상을 0.1 내지 5 중량% 포함하는, 연자성 분말.

#### 청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 불소 함유 조성물의 불소 성분이,  $\text{SiO}_2$  매트릭스 내에 함입되거나,  $\text{SiO}_2$  코팅의 표면에 결합되어 있거나,

SiO<sub>2</sub> 매트릭스 내에 함입되고 SiO<sub>2</sub> 코팅의 표면에 결합되어 있는, 연자성 분말.

#### 청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 규소계 코팅이 2 내지 100 nm의 평균 두께를 갖는, 연자성 분말.

#### 청구항 6

연자성 분말의 코팅 방법으로서,

코팅이 하기 불소 함유 조성물 (a) 내지 (c) 중 하나 이상을 포함하고:

- (a) 제 1 항에 정의된 화학식 (I)의 불소 함유 조성물;
- (b) 제 1 항에 정의된 화학식 (II)의 불소 함유 조성물;
- (c) 제 1 항에 정의된 화학식 (III)의 불소 함유 조성물,

상기 연자성 분말을, 가용성(soluble) 불소화제 (F)를 함유하는 규소계 용액과 혼합하는,  
연자성 분말의 코팅 방법.

#### 청구항 7

제 6 항에 있어서,

상기 연자성 분말을 규소계 용액과 혼합하고, 상기 연자성 분말이 상기 규소계 용액으로 적어도 부분적으로 가수분해된 후에 가용성 불소화제 (F)를 첨가하는, 연자성 분말의 코팅 방법.

#### 청구항 8

제 6 항에 있어서,

상기 가용성 불소화제 (F)가

(A) 하기 화학식 (IVa) 또는 (IVb)의 염:

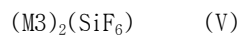


(상기 식에서,

M1은 화학식 (I)에서와 같이 정의되고,

M2는 화학식 (II)에서와 같이 정의된다);

(B) 하기 화학식 (V)의 화합물:



(상기 식에서,

M3은 H, K, Rb, Cs 또는  $NR_4^+$ 이고, 이때,  $R^1$ 은 화학식 (I)에서와 같이 정의된다);

(C) 하기 화학식 (VI)의 화합물:



(상기 식에서,

M3은 화학식 (V)에서와 같이 정의된다); 또는

(D) 루이스 산-루이스 염기 부가물

(이때 루이스 산은  $M2F_3$ 이고,  $M2$ 는 화학식 (II)에서와 같이 정의된다)

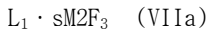
인, 연자성 분말의 코팅 방법.

### 청구항 9

제 8 항에 있어서,

상기 하나 이상의 루이스 산-루이스 염기 부가물은 하기로 이루어진 군 중에서 선택되는, 연자성 분말의 코팅 방법:

(D1) 하기 화학식 (VIIa)의 부가물:



(상기 식에서,

$M2$ 는 화학식 (II)에서와 같이 정의되고,

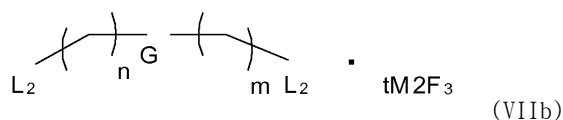
$L_1$ 은  $R^2-O-R^3$  또는  $NR^4R^5R^6$ 이고,

$s$ 는 0.5 내지 1.0 범위의 수이고,

$R^2, R^3$ 는 서로 독립적으로, H; 임의적으로 할로젠 또는 하이드록시로 치환된  $C_{1-6}$  알킬; 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된  $C_{3-8}$  사이클로알킬; 임의적으로 할로젠,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된 페닐; 및 임의적으로 할로젠,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된 벤질로 이루어진 군 중에서 선택되거나,  $R^2, R^3$ 는 이들이 결합된 산소 원자와 함께 3-8원 고리를 형성하며,

$R^4, R^5, R^6$ 는 서로 독립적으로, H; 임의적으로 할로젠 또는 하이드록실로 치환된  $C_{1-6}$  알킬; 임의적으로 할로젠,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된 페닐; 및 임의적으로 할로젠,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된 벤질로 이루어진 군 중에서 선택되거나,  $R^4, R^5, R^6$  중 둘은 이들이 결합된 질소 원자와 함께 3-8원 고리를 형성한다);

(D2) 하기 화학식 (VIIb)의 부가물:



(상기 식에서,

각각의  $M2$ 는 독립적으로 화학식 (II)에서 정의된 바와 같고,

$t$ 는 0.8 내지 2 범위의 수이고,

$G$ 는 단일 결합, 또는 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된  $C_{1-6}$  알킬; 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된  $C_{2-6}$  알케닐; 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된  $C_{3-8}$  사이클로알킬; 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된  $C_{4-8}$  사이클로알케닐; 및 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된  $C_{6-14}$  아릴로 이

루어진 군 중에서 선택된 연결 기이고;

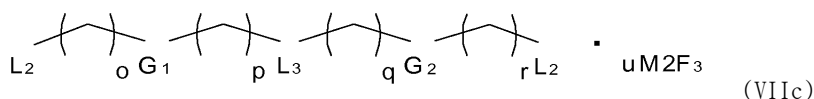
m 및 n은 서로 독립적으로, 0, 1, 2, 3, 또는 4이며, 단 G가 단일 결합인 경우,  $m + n \neq 0$ 이고;

각각의  $L_2$ 는 독립적으로  $NR^7R^8$  및  $OR^9$ 로 이루어진 군 중에서 선택되고,

이때,  $R^7$ ,  $R^8$ 은 서로 독립적으로, H; 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된  $C_{1-6}$  알킬; 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된 페닐; 및 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된 벤질로 이루어진 군 중에서 선택되거나,  $R^7$ ,  $R^8$ 은 이들이 결합된 질소 원자와 함께 3-8원 고리를 형성하고;

$R^9$ 는 서로 독립적으로, H;  $C_{1-6}$  알킬; 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된 페닐; 및 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된 벤질로 이루어진 군 중에서 선택된다);

(D3) 하기 화학식 (VIIc)의 부가물:



(상기 식에서,

각각의  $M_2$ 는 독립적으로 화학식 (II)에서 정의된 바와 같고,

각각의  $L_2$ 는 독립적으로 화학식 (VIIb)에서 정의된 바와 같고,

u는 0.8 내지 3.0 범위의 수이고,

$G_1$ ,  $G_2$ 는 서로 독립적으로, 단일 결합, 또는 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된  $C_{1-6}$  알킬; 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된  $C_{2-6}$  알케닐; 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된  $C_{3-8}$  사이클로알킬; 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된  $C_{4-8}$  사이클로알케닐; 및 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된  $C_{6-14}$  아릴로 이루어진 군 중에서 선택된 연결 기이고;

$L_3$ 은  $NR^{10}$  또는 O이고,

각각의  $R^{10}$ 은 독립적으로 H;  $C_{1-6}$  알킬; 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된 페닐; 및 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된 벤질로 이루어진 군 중에서 선택되고;

o, p, q 및 r은 서로 독립적으로, 0, 1, 2, 3, 또는 4이며, 단  $G_1$ 이 단일 결합인 경우,  $o + p \neq 0$ 이고,  $G_2$ 가 단일 결합인 경우,  $q + r \neq 0$ 이다).

## 청구항 10

제 6 항에 있어서,

상기 가용성 불소화제(F)가 CsF, NH<sub>4</sub>F, H<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub>, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SiF<sub>6</sub>, BF<sub>3</sub>-이소포론 다이아민, BF<sub>3</sub>-이소프로필아민, BF<sub>3</sub>-에틸아민 및 BF<sub>3</sub>-벤질아민으로 이루어진 군 중에서 선택되는, 연자성 분말의 코팅 방법.

#### 청구항 11

제 6 항에 있어서,

상기 가용성 불소화제가, 규소계 용액에 의한 가수분해 중에 또는 규소계 용액에 의한 가수분해 직후에 첨가되는, 연자성 분말의 코팅 방법.

#### 청구항 12

제 6 항에 있어서,

상기 가용성 불소화제를 통해 상기 규소계 용액에 0.05 내지 3 몰%의 불소가 첨가되는, 연자성 분말의 코팅 방법.

#### 청구항 13

제 6 항에 있어서,

상기 규소계 용액이, 반응 혼합물에 한꺼번에 또는 단계적으로(stepwise) 첨가되는 규소 알콕시화물을 함유하는, 연자성 분말의 코팅 방법.

#### 청구항 14

제 1 항 내지 제 5 항 중 어느 한 항에 따르는 연자성 분말 또는 제 6 항 내지 제 13 항 중 어느 한 항의 연자성 분말의 코팅 방법으로부터 수득된 연자성 분말을 사용하여 전자 컴포넌트를 제조하는 방법.

#### 청구항 15

제 1 항 내지 제 5 항 중 어느 한 항에 따르는 연자성 분말 또는 제 6 항 내지 제 13 항 중 어느 한 항의 연자성 분말의 코팅 방법으로부터 수득된 연자성 분말을 포함하는 전자 컴포넌트.

### 발명의 설명

### 기술 분야

[0001] 본 발명은 연자성(soft-magnetic) 분말 및 상기 연자성 분말을 코팅하는 방법에 관한 것이다. 본 발명은 추가적으로 상기 연자성 분말의 용도 및 상기 연자성 분말을 포함하는 전자 컴포넌트에 관한 것이다.

### 배경 기술

[0002] 연자성 분말의 주된 용도는 자성 코어(core) 컴포넌트를 포함하고, 이는 전기, 전자기계 및 자기 장치, 예컨대 전자석, 변압기, 전기 모터, 인덕터(inductor) 및 자기 어셈블리(assembly)에서 자기장을 제한하고 유도하는데 사용되는 높은 투자율(permeability)을 갖는 자성 물질의 조각으로서 작용한다. 이러한 컴포넌트는 보통 고압하의 다이(die)에서 연자성 분말을 몰당하여 다양한 형태 및 크기로 제조된다.

[0003] 전자적 용도에서, 특히 교류 전류(AC) 적용에서, 자성 코어 컴포넌트의 2가지 주요 특성은 투자율 및 코어 손실 특성이다. 이와 관련하여, 물질의 투자율은 이의 자성화되는 능력 또는 자속(magnetic flux)을 운반하는 능력의 척도를 제공한다. 투자율은 유도된 자속 대 자성화 힘 또는 자기 강도의 비로 정의된다. 자성 물질이 빠르게 변화하는 자기장에 노출되는 경우, 코어의 총 에너지는 히스테리시스(hysteresis) 손실 및/또는 에디(eddy) 전류 손실 발생에 의해 감소한다. 상기 히스테리시스 손실은, 코어 컴포넌트 내에 보유된 자기력을 극복하는데 필요한 에너지의 소비로 인해 야기된다. 에디 전류 손실은, AC 조건에 의해 야기된 변화하는 자속 때문에 코어 컴포넌트 내에 전류가 발생하는 것으로 인해 야기되고, 기본적으로 저항 손실을 초래한다.

[0004] 일반적으로, 고주파 적용을 위한 장치는 코어 손실에 민감하여, 에디 전류로 인한 손실을 감소시키기 위해서는, 개선된 절연 특성이 바람직하다. 이를 달성하기 위한 가장 간단한 방법은 각각의 입자의 절연층을 두껍게 하는 것이다. 그러나, 절연층이 두꺼울수록, 연자성 입자의 코어 밀도가 더 낮아지고, 자속 밀도가 감소한다. 따라

서, 최적 주요 특성을 가진 연자성 분말 코어를 제조하기 위해서는, 코어의 저항률 및 밀도를 동시에 증가시키는 것이 필요하다.

- [0005] 절연의 또하나의 양태는 절연층의 온도 성능 및 내구성에 관련된다. 특히 높은 온도는, 에디 전류 손실을 촉진시키는 크랙을 발달시킴으로써 절연층의 열화를 야기할 수 있다. 온도 안정성은, 최적의 특성을 가진 연자성 분말 코어를 제조하는 추가의 요건이다. 이상적으로는, 입자가 얇은 절연층으로 피복되어, 안정한 온도 성능과 함께 높은 저항률 및 높은 밀도를 제공한다.
- [0006] 온도 효과로 인한 절연층의 열화를 피하기 위해 다양한 시도가 존재한다. JP 2010 251 437 A는 코팅된 자성 분말을 개시하며, 여기서, 코팅은 불화 마그네슘(MgF<sub>2</sub>)을 포함한다. 특히, 철 분말은, 불화 마그네슘 및 윤활제를 함유하는 필름으로 코팅되며, 이때 불화 마그네슘 층들 사이에 윤활제가 삽입된다.
- [0007] US 2008/0117008 A1는 자성 분말을 포함하는 자석에 관한 것이다. 상기 자성 분말은 산화물 결합제 및 절연 필름으로 코팅되며, 이때 절연 필름이 상기 자성 분말과 산화물 결합제 사이에 존재한다. 상기 산화물 결합제는 유리질 산화물, 예를 들면 이산화 규소를 포함한다. 상기 절연 필름은 희토류의 불화물을 포함한다.
- [0008] WO 98/005454 A1는, 향상된 유동성 및 압착성 특성을 가진 분말 야금용 철계 분말 조성물에 관한 것이다. 상기 철계 분말을 처리하는 방법은, 유기알콕시 규소 및 유기규소와 같은 분말을 윤활제 합금 및 규소 오일과 혼합하는 것을 포함한다. 상기 혼합물은 표면 가공제로서의 불소 시스템으로 코팅된다.
- [0009] 하나의 접근법은 불소 및 탄소 함유 조성물을 사용하여 반발 특성을 증가시킨다. JP 2001 192 842 A는 금속 알콕사이드 함유 용액으로 구성된 금속용 처리제로 처리된 금속 물질을 기술한다. 철 분말의 코팅 필름은, 반발 특성을 증가시키기 위해, SiO<sub>2</sub>, 및 불화된 화합물을 포함하는 탄소 성분(예를 들면 플루오로알킬 탄소)을 함유한다.
- [0010] 자성 입자 상에 절연 층을 형성하는 공지의 방법은 전형적으로 주요 특성(즉, 밀도 또는 저항률) 중 하나를 방해한다. 그러나, 절연층으로 코팅된 입자가 120℃ 초과, 바람직하게는 150℃ 초과의 온도로 2시간 동안 있게 되면 절연층에 크랙이 발생할 수 있으며, 이는 더 높은 에디 전류 및 더 낮은 저항률 값을 초래한다. 따라서, 연자성 분말로부터 제조된 자성 코어 컴포넌트에 대해 최적의 결과를 얻기 위해서는 연자성 분말의 절연층을 더 개선하는 것이 당업계에 필요하다.

### 발명의 내용

- [0011] 따라서, 본 발명의 목적은, 자성 코어 컴포넌트에 활용되는 경우, 우수한 온도 안정성, 높은 저항률 및 높은 투자율을 도달하는 것을 촉진하는 코팅된 연자성 분말 및 상응하는 연자성 분말의 코팅 방법을 제공하는 것이다. 또한, 본 발명의 목적은, 상기 언급된 목적을 간단하고 비용경제적이고 복잡하지 않은 방법으로 도달하게 하는 방법을 제공하는 것이다. 본 발명의 또 다른 목적은, 우수한 온도 안정성, 높은 저항률 및 높은 투자율을 가진 연자성 분말을 포함하는 전자 컴포넌트를 제공하는 것이다.
- [0012] 이러한 목적은, 규소계 코팅으로 코팅된 연자성 분말에 의해 달성되고, 이때 상기 규소계 코팅은 하기 불소 함유 조성물 중 하나 이상을 포함한다:
- [0013] (a) 하기 화학식 (I)의 불소 함유 조성물:
- [0014] 
$$\text{Si}_{1-0.25a}\text{M1}_a\text{O}_{2-0.5b}\text{F}_b \quad (\text{I})$$
- [0015] (상기 식에서,
- [0016] a는 0.015 내지 0.52 범위이고,
- [0017] b는 0.015 내지 0.52 범위이고,
- [0018] M1은 H, K, Rb, Cs 또는 NR<sub>4</sub><sup>1</sup>이고, 이때, 각각의 R<sup>1</sup>은 독립적으로 H, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-알킬, 페닐 및 벤질로 이루어진 군 중에서 선택된다);
- [0019] (b) 하기 화학식 (II)의 불소 함유 조성물:
- [0020] 
$$\text{Si}_{1-0.75c}\text{M2}_c\text{O}_{2-0.5d}\text{F}_d \quad (\text{II})$$



- [0021] (상기 식에서,
- [0022] c는 0.005 내지 0.17 범위이고,
- [0023] d는 0.015 내지 0.52 범위이고,
- [0024] M2는 B 또는 Al이다);
- [0025] (c) 하기 화학식 (III)의 불소 함유 조성물:
- [0026]  $\text{Si}_{1-1.25e} \text{P}_e \text{O}_{2-0.5f} \text{F}_f$  (III)
- [0027] (상기 식에서,
- [0028] e는 0.003 내지 0.10 범위이고,
- [0029] f는 0.015 내지 0.52 범위이다).
- [0030] 본 발명은 또한, 연자성 분말을, 가용성 불소화제를 함유하는 규소계 용액과 혼합하는, 연자성 분말의 코팅 방법에 관한 것이다. 본 발명은 또한, 상기 코팅 방법에 의해 수득된 연자성 분말 또는 상기 방법에 따라 코팅된 연자성 분말에 관한 것이다. 본 발명은 또한, 상기 코팅된 연자성 분말의 전자 컴포넌트, 특히 자성 코어 컴포넌트 제조를 위한 용도, 뿐 아니라 상기 코팅된 연자성 분말을 포함하는 전자 컴포넌트, 특히 자성 코어 컴포넌트에 관한 것이다.
- [0031] 하기 설명은, 본 발명에 의해 제안된 코팅된 연자성 분말 뿐아니라 연자성 분말을 코팅하는 방법에 관한 것이다. 특히, 연자성 분말, 불소 함유 조성물 및 가용성 불소화제의 실시양태는 코팅된 연자성 분말, 상기 연자성 분말의 코팅 방법 및 상기 방법에 의해 수득된 연자성 분말 등에 적용된다.
- [0032] 본 발명은 연자성 분말의 코팅 방법, 및 전자 컴포넌트의 제조에 최적으로 적합한 상응하는 코팅된 분말을 제공한다. 특히, 본 발명에 따라 코팅된 연자성 분말은, 전자 컴포넌트, 예를 들면 자성 코어 컴포넌트의 제조에 사용시 높은 온도 안정성, 높은 저항률 및 높은 투자율을 달성할 수 있게 한다. 또한, 제안된 방법의 간단하고 복잡하지 않은 방식 덕분에, 높은 배취-대-배취 일관성이 달성될 수 있으며, 이는 또한, 전자 컴포넌트의 신뢰성있는 생산을 허용한다. 총체적으로, 본 발명에 따라 코팅된 연자성 분말은, 고유의 전자기 성능 특성 및 특히 120℃ 초과 및 바람직하게는 150℃ 초과의 온도에 대한 고온 내구성을 가진 전자 컴포넌트를 제조하는 것을 용이하게 한다.
- [0033] 본 발명에 있어서, 불소 함유 조성물의 개별 성분, 예를 들면 Si, O, F는 규소계 코팅 전체에 걸쳐 고르게 분포될 수 있다. 이 경우, 본원에 명시된 불소 함유 조성물은 균질 규소계 코팅의 조성물을 나타낸다. 다르게는, 상기 규소계 코팅은 비균질할 수도 있다. 그러한 경우, 본원에 명시된 불소 함유 조성물의 개별 성분은 코팅에 걸친 상기 규소계 코팅의 조성물의 평균을 나타낸다. 예를 들면, 상기 규소계 코팅은, 이산화 규소( $\text{SiO}_2$ )의 하나 이상의 층, 및 추가로 불소 성분을 함유하는 하나 이상의 층을 함유할 수 있다. 따라서, 본원에 명시된 불소 함유 조성물은 적층되거나 비균질한 규소계 코팅의 평균 조성물을 나타낸다.
- [0034] 본원의 문맥에서, 중량%(wt%)로 기재된 것은 달리 명시되지 않으면 연자성 분말의 총 중량의 분획을 나타낸다. 예를 들면, 연자성 분말을 코팅하기 위한 용액은, 상기 명시된 바와 같은 가용성 불소화제, 및 임의적으로 추가의 성분, 예를 들면 용매를 포함한다. 여기서 wt%는, 달리 명백히 언급되지 않으면, 용액으로 처리될 연자성 분말의 총 중량의 분획을 나타낸다. 따라서, wt%로 기재된 것은, 예를 들면 용액으로부터의 다른 성분을 배제한 연자성 분말의 총 중량을 기준으로 한 것이다.
- [0035] 본 발명의 연자성 분말은, 연자성 물질로 구성된 복수의 입자를 포함한다. 이러한 분말은 평균 크기 0.5 내지 250  $\mu\text{m}$ , 바람직하게는 2 내지 150  $\mu\text{m}$ , 더욱 바람직하게는 2 내지 10  $\mu\text{m}$ 를 갖는 입자를 포함한다. 이러한 입자는 형태가 다양할 수 있다. 형태에 있어서, 당업계에 공지된 다양한 변형이 가능하다. 분말 입자의 형태는, 예를 들어, 바늘형, 원통형, 플레이트형, 눈물방울형, 납작한 형태 또는 구형일 수 있다. 다양한 입자 형태를 갖는 연자성 입자는 상업적으로 입수가능하다. 구형 형태가 바람직한데, 그 이유는 그러한 입자는 더욱 쉽게 코팅시킬 수 있고, 이는 실제로 전류에 대해 더욱 효과적인 절연을 제공하기 때문이다.
- [0036] 연자성 물질로서 원소 금속, 합금 또는 하나 이상의 원소 금속(들)과 하나 이상의 합금(들)의 혼합물이 사용될 수 있다. 전형적인 원소 금속은 Fe, Co 및 Ni을 포함한다. 합금은 Fe계 합금, 예컨대 Fe-Si 합금, Fe-Si-Cr 합금, Fe-Si-Ni-Cr 합금, Fe-Si-B-Cr 합금, Fe-Si-B-Cr-C 합금, Fe-Al 합금, Fe-N 합금, Fe-Ni 합금, Fe-C 합

금, Fe-B 합금, Fe-Co 합금, Fe-P 합금, Fe-Ni-Co 합금, Fe-Cr 합금, Fe-Mn 합금, Fe-Al-Si 합금 및 페라이트 (ferrite), 또는 회토계 압금, 특히 회토 Fe계 합금, 예컨대 Nd-Fe-B 합금, Sn-Fe-N 합금, Sm-Co 합금, Sm-Co-Fe-Cu-Zr 합금 및 Sr-페라이트를 포함할 수 있다. 바람직한 실시태양에서, Fe 또는 Fe계 합금, 예컨대 Fe-Si-Cr, Fe-Si 또는 Fe-Al-Si가 연자성 물질로서 사용된다.

[0037] 특히 바람직한 실시태양에서는, Fe가 연자성 물질로서 사용되고 연자성 분말이 카보닐 철 분말이다. 카보닐 철은, 예를 들어 문헌 [Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5th Edition, Vol. A 14, page 599] 또는 DE 3 428 121 또는 DE 3 940 347에 기재된 바와 같이, 기상에서 철 펜타카보닐을 열분해시켜 공지된 공정 에 따라 수득할 수 있고, 특히 순수 금속 철을 포함한다.

[0038] 카보닐 철 분말은, 낮은 함량의 제2 성분을 가지고 평균 입자 직경 10  $\mu\text{m}$  이하를 갖는 구형 입자로 본질적으로 구성된 금속 철의 회색 미분 분말이다. 본원에서 바람직한 환원되지 않은 카보닐 철 분말은 (분말의 총 중량에 기초하여) 97 중량% 초과와 철 함량, 1.5 중량% 미만의 탄소 함량, 1.5 중량% 미만의 질소 함량 및 1.5 중량% 미만의 산소 함량을 가진다. 본 발명의 공정에 특히 바람직한 환원된 카보닐 철 분말은 (분말의 총 중량에 기초하여) 99.5 중량% 초과와 철 함량, 0.1 중량% 미만의 탄소 함량, 0.01 중량% 미만의 질소 함량 및 0.5 중량% 미만의 산소 함량을 가진다. 분말 입자의 평균 직경은 바람직하게 1 내지 10  $\mu\text{m}$ 이고, 이의 비(specific) 표면 적(분말 입자의 BET)은 바람직하게 0.2 내지 2.5  $\text{m}^2/\text{g}$ 이다.

[0039] 상기 규소계 코팅은 화학식 (I)로 표현되는 불소 함유 조성물, 화학식 (II)로 표현되는 불소 함유 조성물, 화학식 (III)으로 표현되는 불소 함유 조성물, 또는 이들의 혼합물을 함유할 수 있다. 따라서, 상기 규소계 코팅은 화학식 (I)로 표현되는 불소 함유 조성물 중 하나 이상, 화학식 (II)로 표현되는 불소 함유 조성물 중 하나 이상, 화학식 (III)으로 표현되는 불소 함유 조성물 중 하나 이상, 또는 이들의 혼합물을 함유할 수 있다. 예를 들어, 상기 규소계 코팅은 화학식 (I)로 표현되는 불소 함유 조성물의 혼합물, 화학식 (II)로 표현되는 불소 함유 조성물의 혼합물, 또는 화학식 (III)으로 표현되는 불소 함유 조성물의 혼합물을 함유할 수 있다.

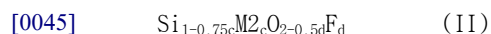
[0040] 하나의 실시양태에서, 상기 규소계 코팅은 하기 화학식 (I)의 불소 함유 조성물을 함유한다.



[0042] 상기 식에서,  $\text{M}_1$ 은 H, K, Rb, Cs 또는  $\text{NR}_4^+$ 이고, 이때, 각각의  $\text{R}^1$ 은 독립적으로 H,  $\text{C}_1\text{-C}_6$ -알킬, 페닐 및 벤질로 이루어진 군 중에서 선택되며, 바람직하게는  $\text{M}_1$ 은 H, Cs 또는  $\text{NH}_4^+$ 이고, 특히 바람직하게는 Cs 또는  $\text{NH}_4^+$ 이다.

[0043] 상기 화학식 (I)의 불소 함유 조성물에서, 지수 a는 0.015 내지 0.52 범위, 바람직하게는 0.05 내지 0.3 범위, 특히 바람직하게는 0.1 내지 0.25 범위의 수이고, 지수 b는 0.015 내지 0.52 범위, 바람직하게는 0.05 내지 0.3 범위, 특히 바람직하게는 0.1 내지 0.25 범위의 수이다.

[0044] 또 하나의 실시양태에서, 상기 규소계 코팅은 하기 화학식 (II)의 불소 함유 조성물을 함유한다:



[0046] 상기 화학식 (II)에서,  $\text{M}_2$ 는 B 또는 Al이고, 바람직하게는 B이다.

[0047] 상기 화학식 (II)의 불소 함유 조성물에서, 지수 c는 0.005 내지 0.17 범위, 바람직하게는 0.015 내지 0.1 범위, 특히 바람직하게는 0.03 내지 0.08 범위의 수이고, 지수 d는 0.015 내지 0.52 범위, 바람직하게는 0.05 내지 0.3 범위, 특히 바람직하게는 0.1 내지 0.25 범위의 수이다.

[0048] 추가의 실시양태에서, 상기 규소계 코팅은 하기 화학식 (III)의 불소 함유 조성물을 함유한다:



[0050] 상기 화학식 (III)에서, 지수 e는 0.003 내지 0.10 범위, 바람직하게는 0.01 내지 0.07 범위, 특히 바람직하게는 0.02 내지 0.06 범위의 수이고, 지수 f는 0.015 내지 0.52 범위, 바람직하게는 0.05 내지 0.3 범위, 특히 바람직하게는 0.1 내지 0.25 범위의 수이다.

[0051] 상기 규소계 코팅은 0.1 내지 5 중량%, 바람직하게는 0.3 내지 3 중량%, 특히 바람직하게는 0.5 내지 1.5 중량%의 상기 화학식 (I), (II) 또는 (III)의 하나 이상의 불소 함유 조성물을 포함할 수 있다.

[0052] 상기에서 명시된 규소계 코팅 이외에, 상기 코팅은 또한, 산화 알루미늄( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), 산화 마그네슘( $\text{MgO}$ ) 또는 산화

티탄( $\text{TiO}_2$ ,  $\text{TiO}$ ,  $\text{Ti}_2\text{O}_3$ )과 같은 금속 산화물을 기반으로 할 수 있다. 그러한 코팅은, 금속 알콕시화물의 분해에 의해 제조될 수 있다. 상기 금속 알콕시화물은 전형적으로 식  $\text{M4}(\text{Or}^1)(\text{Or}^2)(\text{Or}^n)$ 로 표현되며, 이때 M4는 금속 이고, n은 금속의 원자가이고,  $r^1$ ,  $r^2$ ,  $r^n$ 은 유기 잔기를 나타내며, 이들은 동일하거나 상이할 수 있다. 예를 들면, r은 선형 또는 분지형 알킬 또는 치환되거나 비치환된 아릴을 나타낸다. 이때 r은  $\text{C}_1$ - $\text{C}_8$  알킬, 예를 들면 메틸, 에틸, n-프로필, 이소-프로필, n-부틸, 이소-부틸, 2급-부틸 또는 3급-부틸, n-헥실, 2-에틸헥실, 또는  $\text{C}_6$ - $\text{C}_{12}$  아릴, 예를 들면 페닐, 2-, 3- 또는 4-메틸페닐, 2,4,6-트라이메틸페닐 또는 나프틸을 나타낸다. 바람직하게는 메틸, 에틸 및 이소-프로필이다. 금속 산화물, 특히  $\text{SiO}_2$ 로 연자성 분말을 코팅하는 방법과 관련된 추가의 상세내용은 이하에서 기술된다.

[0053] 추가로, 상기 불소 함유 조성물의 불소 성분은  $\text{SiO}_2$  매트릭스 내에 함입되고/되거나  $\text{SiO}_2$  코팅의 표면에 결합될 수 있다. 상기 불소 함유 조성물의 불소 성분은  $\text{SiO}_2$  매트릭스 내에 균질하게 또는 비균질하게 분포될 수 있다. 예를 들면, 규소계 코팅은 하나 이상의  $\text{SiO}_2$  코팅 층 및 하나 이상의 불소 함유  $\text{SiO}_2$  코팅 층을 포함할 수 있다. 대안적으로 또는 추가적으로, 상기 불소 함유 조성물의 불소 성분은 연자성 분말 입자를 둘러싸는  $\text{SiO}_2$  코팅의 표면에 결합될 수 있으며, 이때 상기  $\text{SiO}_2$  코팅은 상기 불소 함유 조성물의 불소 성분을 또한 함유할 수 있다.

[0054] 추가의 실시양태에서, 상기 규소계 코팅은 2 내지 100 nm, 바람직하게는 5 내지 70 nm, 특히 바람직하게는 10 내지 50 nm의 평균 두께를 갖는다. 또한, 상기 연자성 분말에 대한 규소계 코팅의 비는 0.1 이하, 바람직하게는 0.02 이하이다. 따라서, 상기 연자성 분말을 몰딩함으로써 수득된 자성 코어의 자속 밀도의 상당한 감소가 방지될 수 있다.

[0055] 상기 연자성 분말의 코팅 방법에 사용되는 가용성 불소화제는, 20°C에서 10 g/l 초과, 바람직하게는 50 g/l 초과, 특히 바람직하게는 100 g/l 초과, 에탄올 중 용해도를 갖는 불소화제이다. 상기 불소화제는 달리, 20°C에서 100 g/l 초과, 바람직하게는 200 g/l 초과, 특히 바람직하게는 500 g/l 초과, 매우 높은 수중 용해도를 갖는 것일 수 있다.

[0056] 바람직하게는 하나 이상의 불소화제(F)는 하기 (A) 내지 (D)이다:

[0057] (A) 하기 화학식 (IVa) 또는 (IVb)의 염:

[0058]  $\text{M1F}$  (IVa)

[0059]  $\text{M2F}_3$  (IVb)

[0060] (상기 식에서,

[0061] M1은 H, K, Rb, Cs 또는  $\text{NR}_4^1$ 이고, 이때, 각각의  $R^1$ 은 독립적으로 H,  $\text{C}_1$ - $\text{C}_6$ -알킬, 페닐 및 벤질로 이루어진 군 중에서 선택되며, 바람직하게는 M1은 H, Cs 또는  $\text{NH}_4$ 이고, 특히 바람직하게는 Cs이고 또한 특히 바람직하게는  $\text{NH}_4$ 이고,

[0062] M2는 B 또는 Al, 바람직하게는 B이다);

[0063] (B) 하기 화학식 (V)의 화합물:

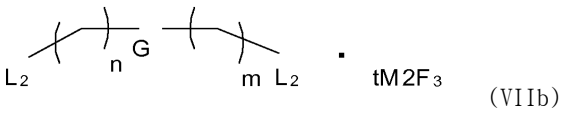
[0064]  $(\text{M3})_2(\text{SiF}_6)$  (V)

[0065] (상기 식에서,

[0066] M3은 H, K, Rb, Cs 또는  $\text{NR}_4^1$ 이고, 이때, 각각의  $R^1$ 은 독립적으로 H,  $\text{C}_1$ - $\text{C}_6$ -알킬, 페닐 및 벤질로 이루어진 군 중에서 선택되며, 바람직하게는 H 또는  $\text{NH}_4$ 이다);

[0067] (C) 하기 화학식 (VI)의 화합물:

[0068]  $\text{M3PF}_6$  (VI)

- [0069] (상기 식에서,
- [0070] M3은 H, K, Rb, Cs 또는  $NR_4^1$ 이고, 이때, 각각의  $R^1$ 은 독립적으로 H, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-알킬, 페닐 및 벤질로 이루어진 군 중에서 선택되며, 바람직하게는 H 또는 NH<sub>4</sub>이다);
- [0071] (D) 루이스 산-루이스 염기 부가물(이때 루이스 산은 M2F<sub>3</sub>이고, M2는 B 또는 Al, 바람직하게는 B이다). 바람직하게는, 하나 이상의 루이스 산-루이스 염기 부가물(D)은 하기 (D1) 내지 (D3)로 이루어진 군 중에서 선택된다:
- [0072] (D1) 하기 화학식 (VIIa)의 부가물:
- [0073]  $L_1 \cdot sM2F_3$  (VIIa)
- [0074] (상기 식에서,
- [0075] M2는 B 또는 Al, 바람직하게는 B이고,
- [0076] L<sub>1</sub>은 R<sup>2</sup>-O-R<sup>3</sup> 또는 NR<sup>4</sup>R<sup>5</sup>R<sup>6</sup>이고,
- [0077] s는 0.5 내지 1.0, 바람직하게는 0.75 내지 1.0, 특히 바람직하게는 0.8 내지 1.0, 매우 특히 바람직하게는 0.9 내지 1.0 범위의 수이고,
- [0078] R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup>는 서로 독립적으로, H; 임의적으로 할로젠 또는 하이드록시로 치환된 C<sub>1-6</sub> 알킬; 임의적으로 할로젠, 하이드록시, C<sub>1-6</sub> 알킬, C<sub>1-6</sub> 할로알킬, C<sub>1-6</sub> 하이드록시알킬, C<sub>2-6</sub> 알케닐, C<sub>1-6</sub> 알콕시 또는 C<sub>2-6</sub> 알켄옥시로 치환된 C<sub>3-8</sub> 사이클로알킬; 임의적으로 할로젠, C<sub>1-6</sub> 알킬, C<sub>1-6</sub> 할로알킬, C<sub>1-6</sub> 하이드록시알킬, C<sub>2-6</sub> 알케닐, C<sub>1-6</sub> 알콕시 또는 C<sub>2-6</sub> 알켄옥시로 치환된 페닐; 및 임의적으로 할로젠, C<sub>1-6</sub> 알킬, C<sub>1-6</sub> 할로알킬, C<sub>1-6</sub> 하이드록시알킬, C<sub>2-6</sub> 알케닐, C<sub>1-6</sub> 알콕시 또는 C<sub>2-6</sub> 알켄옥시로 치환된 벤질로 이루어진 군 중에서 선택되거나, R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup>는 이들이 결합된 산소 원자와 함께 3-8원 고리를 형성하며,
- [0079] R<sup>4</sup>, R<sup>5</sup>, R<sup>6</sup>는 서로 독립적으로, H; 임의적으로 할로젠 또는 하이드록시로 치환된 C<sub>1-6</sub> 알킬; 임의적으로 할로젠, C<sub>1-6</sub> 알킬, C<sub>1-6</sub> 할로알킬, C<sub>1-6</sub> 하이드록시알킬, C<sub>2-6</sub> 알케닐, C<sub>1-6</sub> 알콕시 또는 C<sub>2-6</sub> 알켄옥시로 치환된 페닐; 및 임의적으로 할로젠, C<sub>1-6</sub> 알킬, C<sub>1-6</sub> 할로알킬, C<sub>1-6</sub> 하이드록시알킬, C<sub>2-6</sub> 알케닐, C<sub>1-6</sub> 알콕시 또는 C<sub>2-6</sub> 알켄옥시로 치환된 벤질로 이루어진 군 중에서 선택되거나, R<sup>4</sup>, R<sup>5</sup>, R<sup>6</sup> 중 둘은 이들이 결합된 질소 원자와 함께 3-8원 고리를 형성한다);
- [0080] (D2) 하기 화학식 (VIIb)의 부가물:
- [0081]  (VIIb)
- [0082] (상기 식에서,
- [0083] 각각의 M2는 독립적으로 B 또는 Al, 바람직하게는 B이고,
- [0084] t는 0.8 내지 2, 바람직하게는 1.0 내지 2.0, 특히 바람직하게는 1.5 내지 2.0 범위의 수이고,
- [0085] G는 단일 결합, 또는 임의적으로 할로젠, 하이드록시, C<sub>1-6</sub> 알콕시 또는 C<sub>2-6</sub> 알켄옥시로 치환된 C<sub>1-6</sub> 알킬; 임의적으로 할로젠, 하이드록시, C<sub>2-6</sub> 알케닐, C<sub>1-6</sub> 알콕시 또는 C<sub>2-6</sub> 알켄옥시로 치환된 C<sub>2-6</sub> 알케닐; 임의적으로 할로젠, 하이드록시, C<sub>1-6</sub> 알킬, C<sub>1-6</sub> 할로알킬, C<sub>1-6</sub> 하이드록시알킬, C<sub>2-6</sub> 알케닐, C<sub>1-6</sub> 알콕시 또는 C<sub>2-6</sub> 알켄옥시로 치환된 C<sub>3-8</sub> 사이클로알킬; 임의적으로 할로젠, 하이드록시, C<sub>1-6</sub> 알킬, C<sub>1-6</sub> 할로알킬, C<sub>1-6</sub> 하이드록시알킬, C<sub>2-6</sub> 알케닐, C<sub>1-6</sub> 알콕시 또는 C<sub>2-6</sub> 알켄옥시로 치환된 C<sub>4-8</sub> 사이클로알케닐; 및 임의적으로 할로젠, 하이드록시, C<sub>1-6</sub> 알킬, C<sub>1-6</sub> 할로알킬, C<sub>1-6</sub> 하이드록시알킬, C<sub>2-6</sub> 알케닐, C<sub>1-6</sub> 알콕시 또는 C<sub>2-6</sub> 알켄옥시로 치환된 C<sub>6-14</sub> 아릴로 이

루어진 군 중에서 선택된 연결 기이고;

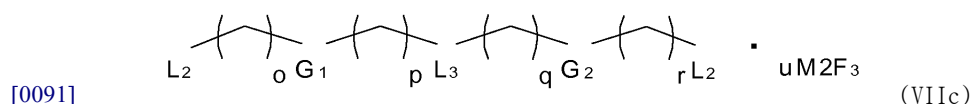
[0086] m 및 n은 서로 독립적으로, 0, 1, 2, 3, 또는 4이며, 단 G가 단일 결합인 경우,  $m + n \neq 0$ 이고;

[0087] 각각의  $L_2$ 는 독립적으로  $NR^7R^8$  및  $OR^9$ 로 이루어진 군 중에서 선택되고,

[0088] 이때,  $R^7$ ,  $R^8$ 은 서로 독립적으로, H; 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된  $C_{1-6}$  알킬; 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된 페닐; 및 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된 벤질로 이루어진 군 중에서 선택되거나,  $R^7$ ,  $R^8$ 은 이들이 결합된 질소 원자와 함께 3-8원 고리를 형성하고;

[0089]  $R^9$ 는 서로 독립적으로, H;  $C_{1-6}$  알킬; 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된 페닐; 및 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된 벤질로 이루어진 군 중에서 선택된다);

[0090] (D3) 하기 화학식 (VIIc)의 부가물:



[0092] (상기 식에서,

[0093] 각각의  $M_2$ 는 독립적으로 B 또는 Al, 바람직하게는 B이고,

[0094] 각각의  $L_2$ 는 독립적으로 식 (VIIb)에서 정의된 바와 같고,

[0095] u는 0.8 내지 3.0 범위, 바람직하게는 1.5 내지 3.0, 특히 바람직하게는 2.0 내지 2.5 범위의 수이고,

[0096]  $G_1$ ,  $G_2$ 는 서로 독립적으로, 단일 결합, 또는 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된  $C_{1-6}$  알킬; 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된  $C_{2-6}$  알케닐; 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된  $C_{3-8}$  사이클로알킬; 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된  $C_{4-8}$  사이클로알케닐; 및 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된  $C_{6-14}$  아릴로 이루어진 군 중에서 선택된 연결 기이고;

[0097]  $L_3$ 은  $NR^{10}$  또는 O이고,

[0098] 각각의  $R^{10}$ 은 독립적으로 H;  $C_{1-6}$  알킬; 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된 페닐; 및 임의적으로 할로젠, 하이드록시,  $C_{1-6}$  알킬,  $C_{1-6}$  할로알킬,  $C_{1-6}$  하이드록시알킬,  $C_{2-6}$  알케닐,  $C_{1-6}$  알콕시 또는  $C_{2-6}$  알켄옥시로 치환된 벤질로 이루어진 군 중에서 선택되고;

[0099] o, p, q 및 r은 서로 독립적으로, 0, 1, 2, 3, 또는 4이며, 단  $G_1$ 이 단일 결합인 경우,  $o + p \neq 0$ 이고,  $G_2$ 가 단일 결합인 경우,  $q + r \neq 0$ 이다).

[0100] 상기 화학식 (VIIa), (VIIb) 및 (VIIc)에서 s, t 및 u의 정의가 각각 특정 불소화제의 모든 분자에 대한 평균 값임이 당업자들에게는 명백하다.



- [0101] 바람직하게는, 상기 식(VIIa)의 부가물(D1)은 루이스산  $\text{BF}_3$ 의 부가물이고, L1은 바람직하게는  $\text{H}_2\text{O}$ , 테트라하이드로푸란(THF), 테트라하이드로피란(THP),  $\text{R}^2\text{-O-R}^3$ (여기서,  $\text{R}^2$  및  $\text{R}^3$ 은 독립적으로 메틸, 에틸, n-프로필, 이소-프로필 및 벤질로 이루어진 군 중에서 선택된다),  $\text{H-O-R}^3$ (여기서,  $\text{R}^3$ 은 독립적으로 메틸, 에틸, n-프로필, 이소-프로필, 페닐 및 벤질로 이루어진 군 중에서 선택된다), 암모니아, 피롤리딘, 피페리딘,  $\text{NHR}^5$ (여기서,  $\text{R}^5$  및  $\text{R}^6$ 은 독립적으로 메틸, 에틸, n-프로필, 이소-프로필 및 벤질로 이루어진 군 중에서 선택된다),  $\text{NH}_2\text{R}^6$ (여기서,  $\text{R}^6$ 은 메틸, 에틸, n-프로필, 이소-프로필 및 벤질로 이루어진 군 중에서 선택된다)로부터 선택되며, 더 바람직하게는,  $\text{H}_2\text{O}$ , THF, THP, 다이에틸 에터, 암모니아, 에틸아민, 이소프로필아민 및 벤질아민이다. 본 발명의 특허 바람직한 실시양태에서, L1은 에틸아민, 이소프로필아민 및 벤질아민이다.
- [0102] 식 (VIIa)의 루이스 산-루이스 염기 부가물(D1)에서  $\text{M}_2\text{F}_3$  분자의 평균 수는 0.5 내지 1.0 범위, 바람직하게는 0.75 내지 1.0 범위, 특히 바람직하게는 0.8 내지 1.0 범위, 매우 특히 바람직하게는 0.9 내지 1.0 범위이다. 즉, 식 (VIIa)의 불소화제는 유리 루이스 염기, 및 하나의 분자  $\text{M}_2\text{F}_3$ 를 포함하는 루이스 산-루이스 염기 부가물의 혼합물을 포함할 수 있다.
- [0103] 바람직하게는, 식 (VIIb)의 부가물은 루이스 산  $\text{BF}_3$  및 에틸렌 다이아민, 1,2-사이클로헥센다이아민, 다이아미노 사이클로헥산, o-페닐렌다이아민, p-페닐렌다이아민, m-페닐렌다이아민, 및 이소포론 다이아민(IPDA)으로 이루어진 군 중에서 선택된 루이스 염기의 부가물이다.
- [0104] 식 (VIIb)의 루이스 산-루이스 염기 부가물(D2)에서  $\text{M}_2\text{F}_3$  분자의 평균 수는 0.8 내지 2 범위, 바람직하게는 1.0 내지 2.0 범위, 특히 바람직하게는 1.5 내지 2.0 범위이다. 즉, 식 (VIIb)의 불소화제는 유리 루이스 염기, 하나의 분자  $\text{M}_2\text{F}_3$ 를 포함하는 루이스 산-루이스 염기 부가물, 및 두 개의 분자  $\text{M}_2\text{F}_3$ 를 포함하는 루이스 산-루이스 염기 부가물의 혼합물을 포함할 수 있다.
- [0105] 바람직하게는, 식 (VIIc)의 부가물은  $\text{BF}_3$  및 다이에틸렌 트리아민의 부가물이다.
- [0106] 식 (VIIc)의 루이스 산-루이스 염기 부가물(D3)에서  $\text{M}_2\text{F}_3$  분자의 평균 수는 0.8 내지 3.0 범위, 바람직하게는 1.5 내지 3.0 범위, 특히 바람직하게는 2.0 내지 2.5 범위이다. 즉, 식 (VIIc)의 불소화제는 유리 루이스 염기, 하나의 분자  $\text{M}_2\text{F}_3$ 를 포함하는 루이스 산-루이스 염기 부가물, 두 개의 분자  $\text{M}_2\text{F}_3$ 를 포함하는 루이스 산-루이스 염기 부가물, 및 세 개의 분자  $\text{M}_2\text{F}_3$ 를 포함하는 루이스 산-루이스 염기 부가물의 혼합물을 포함할 수 있다.
- [0107] 식 (VIIa), (VIIb) 및 (VIIc)의 부가물의 제조 공정, 특히 사용된 출발 물질의 물비에 따라, 생성 루이스 산-루이스 염기 부가물 중의  $\text{M}_2\text{F}_3$  분자의 평균 수가 영향을 받을 수 있다.
- [0108] 특히 바람직하게는, 가용성 불소화제(F)는  $\text{CsF}$ ,  $\text{NH}_4\text{F}$ ,  $\text{H}_2\text{SiF}_6$ ,  $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ ,  $\text{BF}_3$ -이소포론 다이아민,  $\text{BF}_3$ -이소프로필아민,  $\text{BF}_3$ -에틸아민 및  $\text{BF}_3$ -벤질아민으로 이루어진 군 중에서 선택된다.
- [0109] 상기 연자성 분말을 이산화 규소( $\text{SiO}_2$ )로 코팅하기 위해, 상기 규소계 용액은 바람직하게는 규소 알콕시화물을 함유하며, 이는 하나 이상의 단계로 상기 규소계 용액에 첨가된다. 적합한 규소 알콕시화물은, 예를 들면, 테트라메틸옥소실리케이트(TMOS), 테트라에틸옥소실리케이트(TEOS), 테트라프로필옥소실리케이트, 및 테트라이소프로필옥소실리케이트 또는 이들의 혼합물이다. 그러한 규소 알콕시화물은, 임의의 물 또는 하이드록시 기 없이 규소의 가용성 형태를 제공한다. 따라서, 제어된 가수분해된 규소 생성물이 달성될 수 있다. 규소 알콕시화물로서 바람직한 것은 TEOS이다. 또한, 두개 또는 세개의 O-r 기를 가진 실란이 적합하며, 이때 r은 상기에 주어진 바와 같은 잔기이고, 각각 실란에 직접 결합되는 두개 또는 하나의 X1 기(들)이며, 이때 X1은 H, 메틸, 에틸,  $\text{C}_3$  내지  $\text{C}_{18}$  또는 프로필아민과 같은 잔기이거나 심지어는 더 복잡한 예, 예를 들면 (3-글리시딜옥시프로필)트라이옥시실란 뿐만 아니라 이들의 혼합물이며, 이들은 추가로, 상기 언급한 규소 알콕시화물들 중 어느 것과 혼합될 수도 있다.
- [0110] 바람직하게는, 상기 연자성 분말이 규소계 용액과 혼합되고, 상기 연자성 분말이 상기 규소계 용액으로 적어도 부분적으로 처리된 후에, 가용성 불소화제가 첨가된다. 예를 들면, 상기 가용성 불소화제는 상기 규소계 용액

처리 중에 및/또는 상기 규소계 용액 처리 직후에 첨가된다. 본원에서 "규소계 용액 처리 직후"는 상기 규소계 용액으로 처리하는 마지막 단계 직후의 단계를 지칭한다. 상기 규소계 용액으로 처리하는 마지막 단계는 전형적으로, 코팅된 연자성 분말을 증류 및 건조하여 건조한 코팅된 연자성 분말을 제공하는 것을 포함하거나 이로 이루어진다. 상기 규소계 용액 처리 직후의 단계에서, 상기 불소화제를 포함하는 용매를 상기 코팅된 연자성 분말에 첨가하여, 본원에 명시된 바와 같은 불소 함유 조성물 중 하나를 포함하는 규소계 코팅로 코팅된 연자성 분말을 제공할 수 있다.

[0111] 원칙적으로, 상기 용액은 또한, 다른 금속을 기반으로 할 수도 있으며, 상기 연자성 분말을 금속 산화물로 코팅하기 위해 상응하는 금속 알콕시화물을 함유한다. 예를 들면, 상기 용액은, 산화 알루미늄( $Al_2O_3$ ), 산화 마그네슘(MgO) 또는 산화 티탄( $TiO_2$ ,  $TiO$ ,  $Ti_2O_3$ ) 코팅을 생성하기 위한 티탄, 마그네슘(Mg) 또는 알루미늄을 기반으로 할 수 있다. 또한, 상기 용액은, 금속, 예를 들면 Si, Al, Mg 또는 Ti의 혼합물을 기반으로 할 수 있으며, 혼합된 코팅을 달성하기 위해 금속 알콕시화물의 상응 혼합물을 함유한다. 바람직하게는, 상기 금속 알콕시화물의 분해는 가수분해에 의해 수행된다. 가수분해를 위해, 상기 금속계 용액은 추가로 불활성 현탁제, 물 및 잠정적으로는 촉매를 함유한다.

[0112] 상기 연자성 분말, 금속계 용액 및 임의적으로는 불소화제를 포함하는 반응 혼합물은 하나 이상의 단계로 단계적으로 또는 점진적으로 제조될 수 있다. 바람직하게는, 상기 반응 혼합물은 단계적으로 제조된다. 이와 관련하여, "단계적으로"는, 반응 혼합물의 하나 이상의 성분을 가수분해 중에 하나 이상의 단계로 가하는 것을 지칭하며, 단계적 첨가는 또한 명시된 시간 범위에 걸쳐 소정의 속도로 첨가하는 것을 포함할 수 있다. 따라서, 성분들은 하나의 단계로 한꺼번에 첨가될 수도 있다. 달리, 성분들은 둘 이상의 단계로 불규칙한 간격으로 첨가될 수 있다. "점진적으로"라는 것은, 가수분해 중에 성분들을 고정된 속도로 또는 규칙적인 간격으로, 예를 들면 매분 또는 매초로 첨가함을 의미한다. 바람직하게는, 금속 알콕시화물 및/또는 불소화제는 단계적으로 첨가된다.

[0113] 제1 공정 단계에서, 상기 연자성 분말은 불활성 현탁제, 예를 들면 물 및/또는 유기 용매와 혼합될 수 있다. 적합한 유기 용매는 양성자성(protic) 용매, 바람직하게는 1가 또는 2가 알콜, 예를 들면 메탄올, 에탄올, 이소프로판올, 글리콜, 다이에틸렌 글리콜 또는 트라이에틸렌 글리콜, 또는 비양성자성 용매, 바람직하게는 케톤, 예를 들면 아세톤, 다이케톤, 에터, 예를 들면 다이에틸 에터, 다이-n-부틸 에터, 글리콜의 다이메틸 에터, 다이에틸렌 글리콜 또는 트라이에틸렌 글리콜, 또는 질소 함유 용매, 예를 들면 피리딘, 피페리딘, n-메틸피롤리딘 또는 아미노 에탄올이다. 바람직하게는, 상기 유기 용매는 수산화성이다. 상기 현탁제는 유기 용매 또는 물과 혼합된 유기 용매일 수 있다. 바람직한 유기 용매는 아세톤, 이소프로판올 및 에탄올이다. 특히 바람직한 것은 에탄올이다. 상기 금속계 용액 중의 불활성 현탁제의 함량은 70 중량% 이하일 수 있다. 바람직하게는, 불활성 현탁제의 함량은 10 내지 50 중량% 범위이다.

[0114] 상기 연자성 분말과 현탁제의 혼합물은, 혼합성 용액이 수득되도록 선택된다. 부피 및 시간 당 수율을 증가시키기 위해서는 고 고체 분획이 바람직하다. 최적의 고체 분획은, 반응 혼합물에 대한 최적의 분획을 찾는, 일반적으로 수행되는 실험을 통해 용이하게 수득가능하다. 또한, 고체 분획을 증가시키기 위해 기계적 교반기 또는 펌프/노즐-장치가 사용될 수 있다.

[0115] 제2 공정 단계에서, 상기 금속 알콕시화물이 상기 혼합물에 첨가될 수 있다. 상기 금속 알콕시화물은 상기 혼합물에 그대로 첨가되거나 유기용매에 용해되어 첨가될 수 있다. 유기 용매가 사용되는 경우, 상기 유기 용매는 10 내지 90 중량%, 바람직하게는 50 내지 80 중량%의 금속 알콕시화물을 함유한다. 상기 금속 알콕시화물은 단계적으로 또는 점진적으로 첨가될 수 있다. 바람직한 것은 1 단계 초과로, 바람직하게는 2 단계로 금속 알콕시화물을 단계적으로 첨가하는 것이다. 예를 들면, 가수분해에 필요한 금속 알콕시화물의 총량의 90% 이하, 50% 이하, 또는 20% 이하를 먼저 상기 반응 혼합물에 첨가하고, 나머지를 상기 공정의 더 나중 단계에서 첨가한다.

[0116] 상기 금속계 용액에 첨가된 금속 알콕시화물의 총량은 원하는 코팅 두께에 의존한다. 입자 크기 분포, 입자의 프로파일(침상 또는 구형) 및 분말 입자의 첨가량에 따라, 총 비표면적(specific surface area)이 쉽게 결정될 수 있다. 달리, BET-법과 같은 공지의 방법이 상기 비표면적을 결정하는데 사용될 수 있다. 코팅의 원하는 두께 및 상기 금속 산화물의 밀도로부터, 금속 산화물의 필요량을 산출할 수 있다. 이어서, 상기 반응의 화학양론을 통해 금속 알콕시화물의 필요한 총량을 결정할 수 있다.

[0117] 금속 알콕시화물의 첨가 후에, 제3 단계에서 반응 혼합물에 물을 가하자마자 자동적으로 가수분해가 일어난다.

바람직하게는, 물의 총량은, 금속 알콕시화물의 가수분해에 필요한 화학양론적 양의 2배 이상, 바람직하게는 5배 이상의 양에 상응한다. 일반적으로, 물의 총량은, 필요한 화학양론적 양의 100배 이하, 바람직하게는 20배 이하이다. 제3 단계에서, 물량의 분획을 가하며, 이는 제2 공정 단계에서 반응 혼합물에 첨가된 금속 알콕시화물의 분획에 상응한다.

[0118] 가수분해를 더 촉진시키기 위해, 상기 반응 혼합물에 알칼리성 또는 산성 촉매와 같은 촉매를 가할 수 있다. 첨가되는 촉매의 양은 또한, 제2 공정 단계에서 반응 혼합물에 첨가된 금속 알콕시화물의 분획에 대해 조정될 수도 있다. 적합한 산성 촉매는 예를 들면 희석된 무기 산, 예를 들면 황산, 염산, 질산이고, 적합한 알칼리성 촉매는 예를 들면 희석된 알칼리 라이(lye), 예를 들면 가성 소다이다. 바람직한 것은 희석된 수성 암모니아 용액의 사용이며, 따라서 촉매 및 물이 동시에 한 단계로 첨가된다.

[0119] 금속 알콕시화물, 바람직하게는 규소 알콕시화물의 분해는, 제조된 반응 혼합물을 제4 공정 단계에서 열적으로 가열함으로써 더욱 촉진될 수 있다. 반응 혼합물은 반응 혼합물의 비점 바로 아래의 온도 또는 반응 혼합물의 환류 온도 이하의 온도로 가열될 수 있다. 예를 들면 에탄올의 경우, 온도는 80℃ 미만, 예를 들면 대략 60℃로 유지된다. 상기 반응 혼합물은 승온에서 환류 하에 수 시간 동안, 예를 들면 3 시간 동안 유지될 수 있다. 전형적으로 반응 혼합물은 기계적 교반기에 의해 분산된다. 반응 혼합물에 추가의 분산제, 예를 들면 음이온성 또는 이온성 계면활성제(tenside), 아크릴 수지, 안료 분산제 또는 더 고급 알콜, 예를 들면 헥산올, 옥탄올, 노난올 또는 도데칸올이 첨가될 수 있다.

[0120] 금속 알콕시화물이 하나 초과된 단계로 단계적으로 첨가되면, 금속 알콕시화물, 물 및 촉매의 나머지 분획이 하나 이상의 단계로 첨가되면서 반응 혼합물이 승온으로 유지된다. 바람직한 것은, 금속 알콕시화물의 2 단계 첨가이며, 이때 금속 알콕시화물, 물 및 촉매의 나머지 분획은 1 단계로 첨가되면서 반응 혼합물이 승온으로 유지된다.

[0121] 가수분해 후, 제5 및 제6 공정 단계에서 상기 반응 혼합물은 증류 및 건조된다. 가수분해가 종결되는 시점은, 환류 시의 물 함량의 감소를 검출함으로써 검출될 수 있다. 물 함량이 충분이 낮으면, 상기 혼합물을 증류 및 건조하여 SiO<sub>2</sub>로 코팅된 연자성 분말을 남길 수 있다. 이와 관련하여, 물 함량의 수준은 통상의 실험을 통해 용이하게 결정될 수 있다.

[0122] 상기 공정의 실시양태에서, 상기 가용성 불소화제는 규소계 용액 처리 도중에 첨가된다. 따라서, 상기 가용성 불소화제는 규소계 용액 처리가 종결되기 전에, 즉 반응 혼합물이 증류 및 건조되기 전에 첨가된다.

[0123] 추가의 실시양태에서, 가용성 불소화제를 통해, 0.05 내지 3.00 몰%의 불소, 바람직하게는 0.10 내지 1.00 몰%의 불소, 특히 바람직하게는 0.1 내지 0.5 몰%의 불소를 상기 규소계 용액에 첨가한다. 여기서, 몰% 불소는 철과 관련하여 주어지며, 철의 몰 당의 불소의 몰을 나타낸다. 불소화제는 고체로서 또는 용액으로 첨가될 수 있다. 전형적으로, 용매는 물, 에탄올, 또는 상기 언급한 불활성 현탁제이다. 예를 들면, 철 분말 상에 1 내지 2 중량%의 SiO<sub>2</sub>를 형성하는데 필요한 100%의 규소 알콕시화물 중에서 25%, 50% 또는 75%를 불소화제와 함께 첨가한다. 가용성 불소화제 중의 규소 알콕시화물 및 불소화제의 바람직한 몰비는 0.01 내지 10이고, 특히 바람직하게는 0.5 내지 3이며, 상기 몰비는 전체 코팅에 걸친 비를 나타낸다. 상기 몰비는 예를 들면 1:5.8일 수 있다. 이 비의 경우, 코팅이, 코팅의 두께 및 우수한 온도 안정성으로 인해 높은 투자율을 제공하는데 적합할 수 있다.

[0124] 또한, 상기 가용성 불소화제는 규소계 용액 처리 중에 하나 이상의 단계로 단계적으로 첨가될 수 있다. 바람직하게는, 상기 가용성 불소화제는 하나의 단계로 첨가한다. 상기 가용성 불소화제가 첨가되는 시점은, 제2 공정 단계 후, 즉 금속 알콕시화물 첨가 후, 제5 공정 단계 전, 즉 증류 및 건조 전의 어느 시점으로 선택될 수 있다. 바람직하게는, 상기 가용성 불소화제가 첨가되면서 상기 반응 혼합물은 승온으로 유지된다. 따라서, 가용성 불소화제는, 가수분해를 위한 반응물, 예를 들면 금속 알콕시화물의 20% 이상, 바람직하게는 50% 이상, 및 특히 바람직하게는 90% 이상이 첨가된 후에 첨가될 수 있다.

[0125] 상술한 공정은 바람직한 실시양태이다. 그러나, 공정 단계들의 순서는 변할 수 있다. 예를 들면, 상기 금속 알콕시화물은, 연자성 분말, 불활성 현탁제, 물 및 촉매를 동시에 포함하는 반응 혼합물에 첨가되거나, 또는 물 및 금속 알콕시화물이 동시에 첨가될 수 있다. 그러나, 그러한 실시양태에서, 하나 초과된 단계로 금속 알콕시화물을 단계적으로 첨가하는 것이 바람직하며, 이때 가용성 불소화제는 상술한 바와 같이 한꺼번에 첨가된다.

[0126] 대안적으로 또는 추가적으로, 규소계 용액 처리 직후에 가용성 불소화제가 첨가된다. 상기 가용성 불소화제가



규소계 용액 처리 직후에 첨가되면, 연자성 분말은, 가용성 불소화제를 포함하거나 배제시킨 규소계 용액로 처리된다. 코팅된 연자성 분말을, 알콕시화물 코팅 공정 후의 공정 단계에서, 에탄올과 같은 용매 및 가용성 불소화제와 혼합할 수 있다.

[0127] 상술한 공정에 따라 코팅된 연자성 분말 및 상기 명시된 바와 같은 코팅된 연자성 분말은 전자 컴포넌트의 제조에 특히 적합하다. 자성 코어와 같은 전자 컴포넌트는, 예를 들면 상기 코팅된 연자성 분말을 압축 몰딩하거나 사출 몰딩함으로써 수득될 수 있다. 그러한 전자 컴포넌트를 제조하기 위해, 상기 코팅된 연자성 분말은 전형적으로 하나 이상의 유형의 수지, 예를 들면 에폭시 수지, 우레탄 수지, 폴리우레탄 수지, 페놀계 수지, 아미노 수지, 규소 수지, 폴리아미드 수지, 폴리이미드 수지, 아크릴계 수지, 폴리에스터 수지, 폴리카보네이트 수지, 노보넨 수지, 스티렌 수지, 폴리에터 설펜 수지, 규소 수지, 폴리실록산 수지, 불소 수지, 폴리부타디엔 수지, 비닐 에터 수지, 폴리비닐 클로라이드 수지 또는 비닐 에스터 수지에 혼입된다. 이들 성분을 혼합하는 방법은 제한되지 않으며, 상기 혼합은 혼합기, 예컨대 리본 블렌더, 텀블러, 나우타(Nauta) 혼합기, 헨셸(Henschel) 혼합기 또는 슈퍼(super)혼합기 또는 니딩 장비, 예컨대 반버리(Banbury) 혼합기, 니더, 롤, 니더-루더(ruder), 패들 혼합기, 유성형 혼합기 또는 일축 또는 이축 압출기에 의해 수행될 수 있다.

[0128] 몰딩을 제조하기 위해서는, 연자성 분말을 하나 이상의 유형의 수지와 혼합하여 몰드 분말 또는 예비 압축 분말을 제공할 수 있다. 몰드 분말의 경우, 코팅된 연자성 분말 및 수지의 혼합물을 가열하고 수지, 바람직하게는 열가소성 수지 성분의 녹는점에서 용융시키고, 이어서 전자 컴포넌트, 예컨대 바람직한 형태의 자성 코어로 성형한다. 바람직하게는, 상기 혼합물을 몰드 내에서 압축시켜 자성 또는 자화가능한 몰딩을 제공한다. 상기 압축은 높은 강도 및 우수한 온도 안정성을 갖는 몰딩을 생성한다.

[0129] 몰딩을 제조하는 또 다른 방법은, 압축가능한(ready to press) 분말을 포함하며, 이는 수지로 추가로 코팅된, 코팅된 연자성 분말을 함유한다. 그러한 압축가능한 분말을 몰드 내에서, 가열하거나 또는 가열하지 않으면서, 1000 MPa 이하, 바람직하게 500 MPa 이하의 압력에서 압축할 수 있다. 압축 후, 몰딩을 경화되게 한다. 연자성 분말을 수지로 코팅하는 방법은, 예를 들면 수지, 예를 들면 에폭시 수지를 용매에 용해시키는 단계, 상기 혼합물에 연자성 분말을 첨가하는 단계, 상기 혼합물로부터 용매를 제거하여 건조한 생성물을 제공하는 단계, 및 상기 건조한 생성물을 분쇄하여 분말을 제공하는 단계를 포함한다. 압축가능한 분말을 사용하여 자성 또는 자화가능한 몰딩을 생성한다.

[0130] 분말 사출 몰딩은 복합 금속 부품을 비용 효과적이고 효율적으로 제조할 수 있도록 한다. 분말 사출 몰딩은 전형적으로, 연자성 분말을 접착제로서의 중합체와 함께 원하는 형태로 압축하는 단계를 포함하고, 이어서 상기 접착제가 제거되고, 상기 분말은 소결 단계에서 고체 금속 부분으로 압축된다. 이는, 구형 철 입자가 매우 촘촘하게 함께 패킹될 수 있기 때문에, 특히 카보닐-철 분말로 잘 수행된다.

[0131] 상술한 공정에 따라 처리된 연자성 분말 또는 상술한 바와 같은 불소 함유 조성물을 가진 규소계 코팅을 함유하는 연자성 분말은 전자 컴포넌트에 사용될 수 있다. 특히, 이러한 유형의 몰딩은, 전기 엔지니어링에 사용되는 바와 같은, 코일 코어 또는 코일틀(former)이다. 상응하는 코일 코어 또는 코일틀을 가진 코일은 예를 들어, 전자석으로서, 발전기, 변압기, 인덕터, 노트북 컴퓨터, 넷북, 휴대전화, 전기 모터, AC 인버터, 자동차 산업에서의 전자 컴포넌트, 장난감 및 자기장 집중장치에서 사용된다. 전자 컴포넌트는 특히, 전기, 전기기계 및 자기 장치에 사용되는 바와 같은 자성 코어 컴포넌트, 예를 들면 전자석, 변압기, 전기 모터, 인덕터 및 자성 어셈블리이다. 코팅된 연자성 분말의 추가의 용도는, 전자기 복사선을 반사 또는 차폐하기 위한 전파 식별(RFID) 태그 및 소자의 제조를 포함한다. 자동 대상 코팅화 또는 식별을 위해 쌀알 크기의 라벨인 RFID 태그의 제조시에, 연자성 분말은 RFID 구조를 프린팅하는데 사용될 수 있다. 마지막으로, 연자성 분말로 제조된 전자 컴포넌트는 전자 장치를 차폐하는데 사용될 수 있다. 이러한 용도에서, 복사선의 자기장을 변화시키는 것은 분말 입자를 계속해서 스스로 재정렬시킨다. 생성된 마찰로 인해, 상기 분말 입자는 전자기파 에너지를 열 에너지로 변환시킨다.

## 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0132] 실시예

[0133] 금속 분말의 코팅

[0134] 실시예 V1

[0135] 기계적 교반기가 구비된 환저 플라스크에, 예를 들면 BASF로부터 입수가 가능한 것과 같은, 100 g 당 철 함량 99.5

g의 순도 및 4.5 내지 5  $\mu\text{m}$  범위의 크기 d50을 가진 카보닐 철 분말 1 kg을 가한다. 상기 플라스크를 오일 베쓰에 위치시키고, 응축기를 장착하고  $\text{N}_2$  또는 Ar로 플러쉬시켜 불활성 대기를 수득한다. 100 내지 1000 rpm으로 교반하면서, 1 내지 2%의 톨루엔 또는 메틸에틸케톤을 함유하는 에탄올 900 mL를 가한다. 이어서, 6 g의 TEOS를 가한 후 160 g의 2.5%  $\text{NH}_3$  용액을 가한다. 이제, 교반하면서 온도를 60°C로 올린다. 상기 온도를 유지하면서, 두개의 자동화 펌프로, 1시간 동안 첨가할 수 있는 일정한 유속으로, 32 g의 TEOS 및 16 g의 2.5%  $\text{NH}_3$  용액을 가한다. 반응 혼합물을 60°C에서 3시간 더 교반한다. 상기 혼합물을, 승온에서 용매를 증류시킴으로써 건조한다. 대안적으로, 상기 혼합물을 여과할 수 있으며, 여과 케익을 60°C에서 진공하에 건조한다.

[0136] 실시예 V2 및 V3

[0137] 실시예 V1으로부터 2회의 TEOS의 양을 둘다 절반으로 하거나 2배로 한다.

[0138] 실시예 V4, V5, 1 내지 6

[0139] 본 실시예들은 실시예 V1에서 언급한 바와 같이 수행한다. 건조한  $\text{SiO}_2$  코팅된 분말을 수득한 후, 불소화제를 함유하는, 에탄올, 물 또는 아세톤과 같은 용매 20 g과 혼합한다. V4 및 V5의 경우, 불소화제가 가용성이 아니며, 혼합물이 용액이 아니라 현탁액이다. 혼합물을 40°C에서 진공하에 건조하여 코팅된 카보닐 철 분말을 회색 분말로서 수득한다.

[0140] 실시예 V6, 7 내지 15

[0141] 본 실시예들은 실시예 V1에서 언급한 바와 같이 수행한 다음, 반응 혼합물을 60°C에서 3시간 더 교반한다. 3시간 후, 불소화제를 반응 혼합물에 바로 첨가한다. 응축기를 떼어내고, 생성물을 추가의 1시간 동안 교반한다. 이 동안 불활성 기체 스트림을 600 l/h로 증가시켜 일부의 용매를 미리 제거한다. 1시간 후, 온도를 70°C로 올리고, 생성물을, 증가된 불활성 기체 스트림 하에서 건조될 때까지 교반한다. 코팅된 카보닐 철 분말을 회색 분말로서 수득한다.

[0142] 실시예 16

[0143] 기계적 교반기가 구비된 환저 플라스크에, 예를 들면 BASF로부터 입수가능한 것과 같은, 100 g 당 철 함량 99.5 g의 순도 및 4.5 내지 5  $\mu\text{m}$  범위의 크기 d50을 가진 카보닐 철 분말 1 kg을 가한다. 상기 플라스크를 오일 베쓰에 위치시키고, 응축기를 장착하고  $\text{N}_2$  또는 Ar로 플러쉬시켜 불활성 대기를 수득한다. (100 내지 1000 rpm으로) 교반하면서 에탄올 900 mL를 가한다. 이어서, 6 g의 TEOS를 가한 후 160 g의 2.5%  $\text{NH}_3$  용액을 가한다. 이제, 교반하면서 온도를 60°C로 올린다. 상기 온도를 유지하면서, 두개의 자동화 펌프로, 1시간 동안 첨가할 수 있는 일정한 유속으로, 13 g의 TEOS 및 8 g의 2.5%  $\text{NH}_3$  용액을 가한다. 이제, 불소화제를 반응 혼합물에 바로 첨가한다. 상기 온도를 유지하면서, 두개의 자동화 펌프로, 1시간 동안 첨가할 수 있는 일정한 유속으로, 19 g의 TEOS 및 8 g의 2.5%  $\text{NH}_3$  용액을 가한다. 혼합물을 1시간 더 교반한다. 응축기를 떼어내고, 생성물을 추가의 1시간 동안 교반한다. 이 동안 불활성 기체 스트림을 600 l/h로 증가시켜 일부의 용매를 미리 제거한다. 1시간 후, 온도를 70°C로 올리고, 생성물을, 증가된 불활성 기체 스트림 하에서 건조될 때까지 교반한다. 코팅된 카보닐 철 분말을 회색 분말로서 수득한다.

[0144] 실시예 17, 18

[0145] 본 실시예들은 실시예 V1에서 언급한 바와 같이 수행하되, 에탄올을 첨가하기 전에 상기 CIP 분말에 바로 불소화제를 가한다.

[0146] 실시예 V7, 19

[0147] 실시예 V7 및 19에서는, 카보닐 철 분말 대신에 Fe-Si-Cr 합금(4% Si, 4% Cr, d50 15 내지 25  $\mu\text{m}$ )이 사용된다.

[0148] 실시예 V7은 비코팅된 합금에 관한 것이고, 실시예 19는 실시예 16과 유사한 절차로 코팅된 합금에 관한 것이다. 그러나, 이때 가수분해용 반응물의 75%를 가하고, 가수분해 중에 가수분해용 반응물의 나머지 25%와 함께 하나의 단계로 불소화제를 가한다.

[0149] 에폭시 수지와와의 혼합

[0150] 코팅된 카보닐 철 분말(CIP) 100 g을 에폭시 수지(에피코트(Epikote) 1004(모멘티브(Momentive))로부터

입수가능)와 혼합하였으며, 이는 에폭시 수지 2.8 g을 용매(메틸에틸케톤 또는 아세톤) 20 mL에 용해시키고, 경화제로서 다이시안다이아미드(예를 들면, 알즈켄(Alzchem)으로부터 입수가능한 다이하드(Dyhard) 100SH) 0.14 g을 첨가함으로써 수행하였다. 유리 비커에서, 코팅된 CIP를, 용해기 혼합기를 1000 R/분으로 사용하여, 에폭시 제형과 함께 교반하였다. 혼합 후, 슬러리를 알루미늄 플레이트에 붓고, 이어서 이를 후드(fume hood)에 8 시간 동안 두었다. 생성된 건조한 CIP 에폭시 플레이트를 나이프 밀(knife mill)로 10 초 동안 밀링시켜 압축가능한 분말을 수득하였다.

[0151] 링 코어의 몰딩 및 와이어링(wiring)

[0152] 압축가능한 분말 6.8 g ( $\pm 0.1$  g)을, 고리 유형이고 외부 직경 20.1 mm, 내부 직경 12.5 mm, 생성된 높이 약 5 내지 6 mm인 강철 몰드에 넣었다. 상기 압축가능한 분말을 2 초 동안 440 MPa에서 성형하였다. 고리의 정확한 질량 및 높이로부터 링 코어의 밀도를 계산하였다. 투자율 및 저항률을 결정하기 위해, 단리된 0.85 mm의 구리 와이어(이소드라트(Isodraht)로부터 입수가능한 물토간(Multogan) 2000MH 62)로 링 코어를 와이어링하였다(20회 권선).

[0153] 투자율 및 저항률의 측정

[0154] LRC 측정기를 사용하여 링 코어의 투자율을 측정하였다. 모든 측정은 0V DC 바이어스로 100 kHz에서 수행하였다. 10mA의 시험 AC 전류를 링 코어에 인가하였다.

[0155] 압축된 부품의 저항률을 측정하기 위해, 전원을 전압측정기 및 샘플에 직렬 연결하였다. 직렬 연결된 멀티미터(multimeter)와 샘플에 300 볼트를 인가하였다. 멀티미터의 전압 측정값을, 하기 식을 이용하여 샘플의 저항을 추정하는데 사용하였다.

[0156]  $R_{\text{샘플}} = R_{\text{미터}} \times (V_{\text{PS}} - V_{\text{미터}})/V_{\text{미터}}$

[0157] 이때  $R_{\text{샘플}}$ 은 실린더의 저항이고,  $R_{\text{미터}}$ 는 멀티미터의 내부 저항이고,  $V_{\text{PS}}$ 는 전원으로부터 인가된 전압(= 300 V)이고,  $V_{\text{미터}}$ 는 전압측정기로부터의 측정값이다.

[0158] 온도 안정성

[0159] 온도 안정성 시험을 개시하기 전에 에폭시를 경화시켰다. 이는, 링 코어를 70°C로 설정된 오븐에 넣음으로써 수행되었다. 2시간 후, 상기 링 코어를 155°C로 설정된 제 2의 오븐에 두었다. 2시간 후에 상기 링 코어를 꺼내어 저항률을 시험하였다.

[0160] 이제, 상기 링 코어를 다시, 155°C로 설정된 오븐에 소정 시간 두었다. 155°C에서 추가의 496 시간 온도 처리한 후에, 예를 들면 500 시간 후 온도 안정성을 측정하였다. 4시간의 경화(70°C에서 2시간 및 155°C에서 2시간) 또한 온도 처리로 간주하였다. 상기 링 코어는, 500 시간 후 내부 저항률이 1 MΩ 초과인 경우, 온도 안정성인 것으로 지정되었다.

[0161] 시험 결과

[0162] 압밀된 샘플의 온도 처리 후, 투자율 및 저항률을 하기 기재한 바와 같이 측정하였다. 그 결과는 하기 표 1 내지 5에 제공되어 있다.

[0163] 표 2의 실시예 1 내지 6에서, 상이한 가용성 불소화제가 사용되며, 이들은 가수분해 직후에 1 단계로(즉, 분말을 증류 및 건조시킨 후) 첨가되었다. 표 2의 실시예 V4 및 V5에서는 상이한 비-가용성 불소화제가 사용되며, 이들은 가수분해 직후에 1단계로 첨가되었다. 상기 공정에 사용된 불소화제의 양은 철 함량과 대비하여 주어진 다. 제조 후, 투자율 및 저항률을 측정하였다.

[0164] 또한, 표 1은 비교 실시예 V1 내지 V3을 보여주며, 이 경우, CIP가 상이한 양의 SiO<sub>2</sub>로 코팅되고 불소화제가 첨가되지 않았다. 표 2의 실시예와 유사하게, 제조 후, 투자율 및 저항률을 측정하였다.

[0165] 표 1 및 표 2의 결과로부터 알 수 있듯이, 비교 실시예 V1 내지 V3에서의 투자율은 실시예 1 및 3의 투자율보다 낮다. 실시예 V4 및 V5는 비교 실시예 V1의 투자율 부근이다. 그러나, 온도 처리 후의 저항률은, 실시예 1 및 3이 비교 실시예 V1 내지 V5보다 더 높은 저항률에 의해 입증되는 바와 같이, 더 우수한 온도 안정성을 제공할 수 있다. 실시예 1 및 3의 경우, 이는, 이들 샘플 제조에 사용된 가용성 불소화제에 기인한다. 따라서, MgF<sub>2</sub> 및 NaF와 같은 비-가용성 불소화제와 대조적으로, CsF 및 BF<sub>3</sub>-벤질아민과 같은 가용성 불소화제는 우수한

온도 안정성을 제공함과 동시에 높은 투자율을 달성한다.

[0166] 표 3은, 비-가용성 불소화제에 기초한 SiO<sub>2</sub> 코팅으로 코팅된 카보닐 철 분말(V6), 및 가용성 불소화제에 기초한 불소 함유 조성물을 포함하는 규소계 코팅으로 코팅된 카보닐 철 분말의 투자율 및 저항률(7 내지 15)을 나타낸다. 이들 실시예에서, 가수분해용 반응물의 100%를 가하고 가수분해 직후 불소화제를 가한 후 분말을 증류 및 건조하였다. 표 3에 주어진 결과는 또한, 가용성 불소화제를 함유하는 코팅이 우수한 온도 안정성을 제공함과 동시에 높은 투자율을 달성함을 보여준다.

[0167] 유사한 결론이 표 4로부터 나올 수 있으며, 이는, 가수분해용 반응물의 50%를 가하고 가수분해 중에 나머지 50%와 함께 불소화제를 1 단계로 첨가한 결과를 보여준다. 표 5는 가수분해 개시시에 바로 가수분해용 반응물과 함께 불소화제를 첨가한 결과를 보여준다.

[0168] 표 6은 합금을 사용한 실시예에 관한 것이다. 이는, 비코팅된 합금에 대한 것으로, 가수분해용 반응물의 75%를 가하고 가수분해 중에 나머지 25%와 함께 불소화제를 1 단계로 첨가한 결과를 보여준다.

### 표 1

[0169] SiO<sub>2</sub>로만 코팅된 카보닐 철 분말에 대한 투자율 및 저항률(V1 내지 V3)

번호	SiO <sub>2</sub> 함량 [wt%]	수지 [wt%]	불소화제 (F)	F 함량 [Fe 함량에 대한 wt%]	F 함량 [Fe 함량에 대한 mol%]	투자율 (건조)	R [MΩ] 500h, 155℃
V1	1	2,8	-	-	-	17,6	0,3
V2	0,5	2,8	-	-	-	22,1	0,1
V3	1,5	2,8	-	-	-	15,5	0,6

### 표 2

[0170] 비-가용성 불소화제에 기초한 SiO<sub>2</sub> 코팅으로 코팅된 카보닐 철 분말(V4, V5) 및 가용성 불소화제에 기초한 불소 함유 조성물을 포함하는 규소계 코팅으로 코팅된 카보닐 철 분말(1 내지 6)에 대한 투자율 및 저항률

번호	SiO <sub>2</sub> 함량 [wt%]	수지 [wt%]	불소화제 (F)	F 함량 [Fe 함량에 대한 wt%]	F 함량 [Fe 함량에 대한 mol%]	투자율 (건조)	R [MΩ] 500h, 155℃
V4	1	2,8	NaF	0,12	0,16	17,5	0,3
V5	1	2,8	MgF <sub>2</sub>	0,12	0,22	17,4	0,3
1	1	2,8	CsF	0,44	0,16	18,6	21,5
2	1	2,8	H <sub>2</sub> SiF <sub>6</sub>	0,07	0,16	16,8	7,0
3	1	2,8	BF <sub>3</sub> -벤질아민	0,17	0,16	18	14,7
4	1	2,8	HPF <sub>6</sub>	0,07	0,16	16,5	6,9
5	1	2,8	퍼플루오로옥틸트라이에톡시실란	0,11	0,16	16,8	0,3
6	1	2,8	퍼플루오로옥탄	0,07	0,16	17,1	N.A.

### 표 3

[0171] 비-가용성 불소화제에 기초한 SiO<sub>2</sub> 코팅으로 코팅된 카보닐 철 분말(V6) 및 가용성 불소화제에 기초한 불소 함유 조성물을 포함하는 규소계 코팅으로 코팅된 카보닐 철 분말(7 내지 15)에 대한 투자율 및 저항률 (여기서는 가수분해용 반응물의 100%를 가하고 가수분해 직후 불소화제를 첨가함)

번호	SiO <sub>2</sub> 함량 [wt%]	수지 [wt%]	불소화제 (F)	F 함량 [Fe 함량에 대한 wt%]	F 함량 [Fe 함량에 대한 mol%]	투자율 (건조)	R [MΩ] 500h, 155℃
7	1	2,8	H <sub>2</sub> SiF <sub>6</sub>	0,07	0,16	16,9	3,0
V6	1	2,8	MgF <sub>2</sub>	0,12	0,22	18	0,3

8	1	2,8	BF <sub>3</sub> -IPDA	0,30	0,16	17,7	37240,0
9	1	2,8	BF <sub>3</sub> -이소프로필아민	0,12	0,16	17,7	92,8
10	1	2,8	BF <sub>3</sub> -에틸아민	0,11	0,16	17	4956,7
11	1	2,8	BF <sub>3</sub> -2H <sub>2</sub> O	0,10	0,17	16,2	2282,3
12	1	2,8	NH <sub>4</sub> F	0,11	0,16	17,2	25,1
13	1	2,8	CsF	0,17	0,06	18	0,8
14	1	2,8	CsF	0,44	0,16	18,2	1,9
15	1	2,8	BF <sub>3</sub> -벤질아민	0,17	0,16	16	1480

표 4

[0172]

가용성 불소화제에 기초한 불소 함유 조성물을 포함하는 규소계 코팅으로 코팅된 카보닐 철 분말(16)에 대한 투자율 및 저항률 (여기서는 가수분해용 반응물의 50%를 가하고 가수분해 중에 나머지 50%와 함께 불소화제를 1단계로 첨가함)

번호	SiO <sub>2</sub> 함량 [wt%]	수지 [wt%]	불소화제 (F)	F 함량 [Fe 함량에 대한 wt%]	F 함량 [Fe 함량에 대한 mol%]	투자율 (건조)	R [MΩ] 500h, 155℃
16	1	2,8	BF <sub>3</sub> -벤질아민	0,17	0,16	16,3	29,2

표 5

[0173]

가용성 불소화제에 기초한 불소 함유 조성물을 포함하는 규소계 코팅으로 코팅된 카보닐 철 분말(17 및 18)에 대한 투자율 및 저항률 (여기서는 가수분해 개시시에 불소화제를 첨가함)

번호	SiO <sub>2</sub> 함량 [wt%]	수지 [wt%]	불소화제 (F)	F 함량 [Fe 함량에 대한 wt%]	F 함량 [Fe 함량에 대한 mol%]	투자율 (건조)	R [MΩ] 500h, 155℃
17	1	2,8	CsF	0,44	0,16	19,6	0,1
18	1	2,8	BF <sub>3</sub> -벤질아민	0,17	0,16	17,5	0,8

표 6

[0174]

맨(bare) Fe-Si-Cr 합금 분말(4% Si, 4% Cr) (V7) 및 BF<sub>3</sub>-벤질아민에 기초한 불소 함유 조성물을 포함하는 규소계 코팅으로 코팅된 상기 합금 분말(19)에 대한 투자율 및 저항률 (여기서는 가수분해용 반응물의 75%를 가하고 가수분해 중에 나머지 25%와 함께 불소화제를 1 단계로 첨가함)

번호	SiO <sub>2</sub> 함량 [wt%]	수지 [wt%]	불소화제 (F)	투자율 (건조)	R [MΩ] 500h, 155℃
V7	-	2,8	-	25,1	0,6
19	1	2,8	BF <sub>3</sub> -벤질아민	19,8	> 10 <sup>5</sup> *

[0175]

\*전압은 고 저항률로 인해 검출 한계 아래였다.