(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2025년07월09일
(11) 등록번호 10-2831763
(24) 등록일자 2025년07월04일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H01F 1/26 (2006.01) *H01F 1/147* (2006.01)
(52) CPC특허분류
H01F 1/26 (2013.01)
H01F 1/14733 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2024-0073417
(22) 출원일자 2024년06월05일
심사청구일자 2024년06월05일
(56) 선행기술조사문헌
KR1020140112882 A
KR1020130067846 A
KR1020230154510 A
JP2016222844 A

(73) 특허권자
한국재료연구원
경상남도 창원시 성산구 창원대로 797 (상남동)
(72) 발명자
이희정
경상남도 창원시 성산구 중앙대로 90
정재원
경상남도 창원시 성산구 삼정자로 79
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인 피씨알

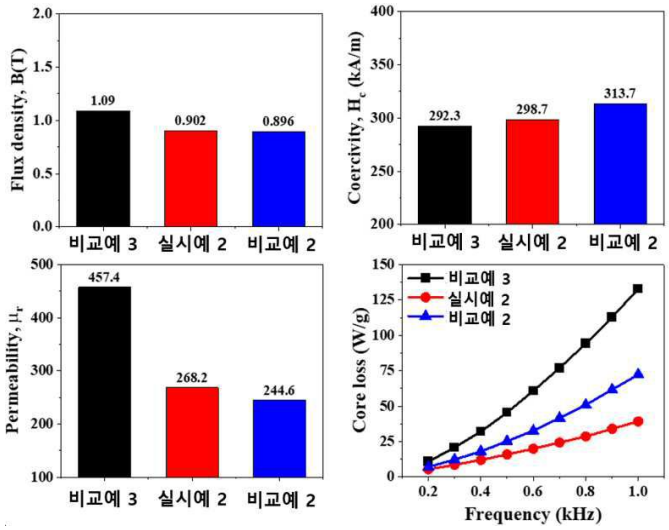
전체 청구항 수 : 총 13 항 심사관 : 정용택

(54) 발명의 명칭 **절연 코팅된 연자성 재료, 이의 제조방법, 연자성 복합체의 제조방법 및 이로부터 제조된 연자성 복합체**

(57) 요 약

본 발명은 절연 코팅된 연자성 재료, 이의 제조방법, 연자성 복합체의 제조방법 및 이로부터 제조된 연자성 복합체에 관한 것으로, 상기 연자성 복합체는 우수한 자기적 특성을 가질 수 있다.

대 표 도 - 도9



(72) 발명자

양상선

경상남도 창원시 성산구 대암로 253

이상복

경상남도 창원시 성산구 원이대로878번길 9

최재령

서울특별시 송파구 올림픽로 135

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1711185233
과제번호	2020M3H4A3081843
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	나노소재기술개발
연구과제명	초고주파 손실제어 자성소재 및 RF 필터용 복합소재 기술
과제수행기관명	한국재료연구원
연구기간	2024.01.01 ~ 2024.12.31

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1711200105
과제번호	00282305
부처명	과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	나노소재기술개발
연구과제명	고포화자화 블록 분말 기반 계면 제어 자성 소재 및착용형 로봇용 QDD 모터 모듈 개발
과제수행기관명	한국재료연구원
연구기간	2024.02.01 ~ 2025.01.31

명 세 서

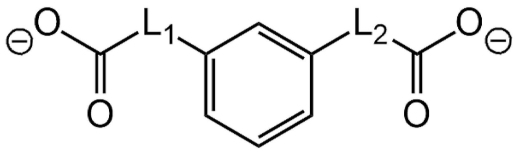
청구범위

청구항 1

자성 코어; 및

상기 자성 코어의 표면 상에, 금속 및 하기 화학식 1로 표시되는 화합물을 포함하는 금속-배위 고분자 화합물로 이루어진 코팅층;을 포함하는 절연 코팅된 연자성 재료:

[화학식 1]



상기 화학식 1에서,

L_1 및 L_2는 각각 독립적으로 아무것도 아니거나(null); 탄소수 1 내지 10의 직쇄 또는 분지쇄 알킬렌기; 탄소수 2 내지 10의 직쇄 또는 분지쇄 알케닐렌기; 또는 탄소수 6 내지 10의 아릴렌기;이다.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 자성 코어는 Fe, Ni, Co, Si, B 및 P로부터 선택되는 하나 이상을 포함하는 것인, 절연 코팅된 연자성 재료.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 자성 코어는 분말, 칩 및 막대로부터 선택되는 하나 이상의 형상인 것인, 절연 코팅된 연자성 재료.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 금속은 Y, Al, Zr, Ti, Gd 및 Er으로부터 선택되는 하나 이상인 것인, 절연 코팅된 연자성 재료.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 화학식 1로 표시되는 화합물은 이소프탈산 이온인 것인, 절연 코팅된 연자성 재료.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 코팅층은 비정질인 것인, 절연 코팅된 연자성 재료.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 코팅층의 평균 두께는 100 nm 내지 700 nm인 것인, 절연 코팅된 연자성 재료.

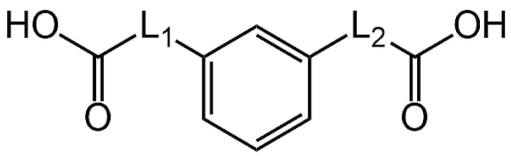
청구항 8

자성 코어 및 하기 화학식 2로 표시되는 화합물을 포함하는 혼합물을 제조하는 단계;

상기 혼합물에 금속 이온 용액을 첨가하는 단계; 및

상기 금속 이온이 첨가된 혼합물을 열처리하여 자성 코어의 표면 상에 금속-배위 고분자 화합물로 이루어진 코팅층을 형성하는 단계;를 포함하는 절연 코팅된 연자성 재료의 제조방법:

[화학식 2]



상기 화학식 2에서,

L_1 및 L_2는 각각 독립적으로 아무것도 아니거나(null); 탄소수 1 내지 10의 직쇄 또는 분지쇄 알킬렌기; 탄소수 2 내지 10의 직쇄 또는 분지쇄 알케닐렌기; 또는 탄소수 6 내지 10의 아릴렌기;이다.

청구항 9

제8항에 있어서,

상기 열처리는 120 ℃ 내지 160 ℃의 온도에서 10 분 내지 120 분 동안 수행하는 것인, 절연 코팅된 연자성 재료의 제조방법.

청구항 10

제8항에 있어서,

상기 금속 이온이 첨가된 혼합물을 열처리하여 자성 코어의 표면 상에 금속-배위 고분자 화합물로 이루어진 코팅층을 형성하는 단계 이전에, 상기 금속 이온이 첨가된 혼합물을 초음파 처리하는 단계;를 더 포함하는 것인, 절연 코팅된 연자성 재료의 제조방법.

청구항 11

제1항의 절연 코팅된 연자성 재료를 가압성형하는 단계; 및

상기 가압성형된 연자성 재료를 열처리하는 단계;를 포함하는 연자성 복합체의 제조방법.

청구항 12

제11항에 있어서,

상기 열처리는 600 ℃ 내지 900 ℃의 온도에서 10 분 내지 120 분 동안 수행하는 것인, 연자성 복합체의 제조방법.

청구항 13

제11항의 제조방법으로 제조되는 연자성 복합체로서,

상기 연자성 복합체의 철손은 40 W/g 이하인 것인, 연자성 복합체.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 절연 코팅된 연자성 재료, 이의 제조방법, 연자성 복합체의 제조방법 및 이로부터 제조된 연자성 복합체에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0003] 전기전자·통신 산업은 물론 전기자동차 및 신재생에너지 산업에 필수적으로 사용되고 있는 전력변환장치인 인버터, 컨버터 등의 대용량화에 따라 인덕터의 소형/경량화 기술이 요구되고 있다. 전력변환장치의 전력 밀도를 높이고 소형/경량화를 달성하기 위해서는 장치에서 인덕터, 커페시터와 같은 수동부품의 크기를 줄이는 기술이 필요하다.

[0004] 인덕터는 전기회로를 구성하는 3대 수동부품의 하나로, 연자성 분말 소재를 성형하여 만들어진 코어에 전도성 코일(전선)이 감겨 있는 형태로 구성된다. 인덕터는 코일 속에 자기장의 형태로 에너지를 일시적으로 저장하여 통과하는 전류의 변화를 방해하는 작용을 하며 그 크기는 전류변화에 대한 기전력의 비율인 인덕턴스로 결정된다. 인덕터의 사이즈를 줄이기 위해서는 스위칭 주파수를 높이는 것이 일반적이며, 필요한 인덕턴스는 스위칭 주파수와 반비례한다. 따라서, 회로의 동작 주파수를 증가시키면 인덕터의 소형화가 가능하다.

[0005] 또한, 투자율(μ)이 높을 때에는 연자성 자석에 감기는 코일의 권선수를 줄일 수 있고, 투입 원재료를 줄일 수 있게 되어 인덕터 생산 효율을 향상시킬 수 있다. 나아가 연자성 자석의 보자력(Coercivity)이 낮을 경우, 철손(Core loss)이 낮을 수 있고, 연자성 자석의 철손이 낮을 경우, 인덕터의 효율을 증대시킬 수 있다.

[0006] 이러한 자기적 특성을 보다 증강하기 위해, 연자성 복합체(Soft Magnetic Composite; SMC)에 대한 연구가 널리 진행되고 있다. 연자성 복합체의 경우, 절연 코팅된 철계 연자성 금속 분말을 압축 성형하여 고밀도의 성형체로서 제조될 수 있다. 상기 연자성 복합체는, 분말 표면에 코팅되어 있던 절연층이 형성하는 연속적인 절연층 매트릭스를 내부에 포함하고 있어 와전류 발생을 최소화할 수 있고, 이에 따라 철손을 낮추면서도 높은 포화자화도를 달성할 수 있는 특징이 있다. 또한, 분말 형태의 연자성 재료를 사용함으로써 복잡한 형태의 3차원 구조 부품도 구현이 가능한 특징이 있다.

[0007] 이에, 연자성 복합체의 자기적 특성 및 효율은 향상시키기 위한 연자성 재료가 필요한 실정이다.

[0008] 삭제

선행기술문헌

특허문헌

(특허문헌 0001) 대한민국 공개특허공보 제10-2014-0112882호

발명의 내용

해결하려는 과제

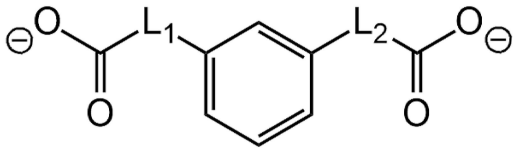
[0009] 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 연자성 복합체의 자기적 특성 및 효율은 향상시키기 위한 절연 코팅된 연자성 재료, 이의 제조방법, 연자성 복합체의 제조방법 및 이로부터 제조된 연자성 복합체를 제공하는 것이다.

[0010] 다만, 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 상기 언급한 과제로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 과제들은 하기의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

[0012] 본 발명의 일 측면에 따르면, 자성 코어; 및 상기 자성 코어의 표면 상에, 금속 및 하기 화학식 1로 표시되는 화합물을 포함하는 금속-배위 고분자 화합물로 이루어진 코팅층;을 포함하는 절연 코팅된 연자성 재료를 제공한다:

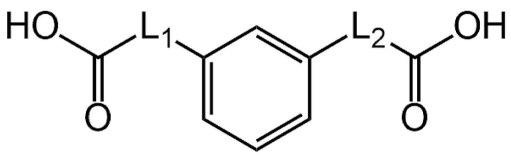
[0013] [화학식 1]

[0014] 

[0015] 상기 화학식 1에서, L_1 및 L_2는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 10의 직쇄 또는 분지쇄 알킬렌기, 탄소수 2 내지 10의 직쇄 또는 분지쇄 알케닐렌기 또는 탄소수 6 내지 10의 아릴렌기이다.

[0016] 본 발명의 다른 일 측면에 따르면, 자성 코어 및 하기 화학식 2로 표시되는 화합물을 포함하는 혼합물을 제조하는 단계; 상기 혼합물에 금속 이온 용액을 첨가하는 단계; 및 상기 금속 이온이 첨가된 혼합물을 열처리하여 자성 코어의 표면 상에 금속-배위 고분자 화합물로 이루어진 코팅층을 형성하는 단계;를 포함하는 절연 코팅된 연자성 재료의 제조방법을 제공한다:

[0017] [화학식 2]

[0018] 

[0019] 상기 화학식 2에서, L_1 및 L_2는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 10의 직쇄 또는 분지쇄 알킬렌기, 탄소수 2 내지 10의 직쇄 또는 분지쇄 알케닐렌기 또는 탄소수 6 내지 10의 아릴렌기이다.

[0020] 본 발명의 또 다른 일 측면에 따르면, 상기 절연 코팅된 연자성 재료를 가압성형하는 단계; 및 상기 가압성형된 연자성 재료를 열처리하는 단계;를 포함하는 연자성 복합체의 제조방법을 제공한다.

[0021] 본 발명의 또 다른 일 측면에 따르면, 상기 제조방법으로 제조되는 연자성 복합체로서, 상기 연자성 복합체의 철손은 40 W/g 이하인 것인, 연자성 복합체를 제공한다.

발명의 효과

[0023] 본 발명의 일 실시상태에 따른 절연 코팅된 연자성 재료는 연자성 복합체의 원료로서, 자속밀도 및 투자율은 높으며, 보자력 및 철손이 낮은 연자성 복합체를 제공할 수 있다.

[0024] 본 발명의 일 실시상태에 따른 절연 코팅된 연자성 재료의 제조방법은 자성 코어 표면에 금속-배위 고분자 화합물로 이루어진 코팅층을 균일하게 형성할 수 있다.

[0025] 본 발명의 효과는 상술한 효과로 한정되는 것은 아니며, 언급되지 아니한 효과들은 본원 명세서로부터 당업자에게 명확히 이해될 수 있을 것이다.

도면의 간단한 설명

[0027] 도 1은 순철 분말, 실시예 1 및 비교예 1의 SEM 이미지를 나타낸 것이다.

도 2는 실시예 1의 EDS 원소 맵핑 이미지를 나타낸 것이다.

도 3은 비교예 1의 EDS 원소 맵핑 이미지를 나타낸 것이다.

도 4는 금속-배위 고분자 화합물의 XRD 측정 결과를 나타낸 것이다.

도 5는 실시예 1의 절연 코팅된 연자성 재료를 가압 성형 후(열처리 전)에 측정한 SEM 이미지 및 EDS 원소 맵핑 이미지를 나타낸 것이다.

도 6은 비교예 1의 절연 코팅된 연자성 재료를 가압 성형 후(열처리 전)에 측정한 SEM 이미지 및 EDS 원소 맵핑 이미지를 나타낸 것이다.

도 7은 실시예 2의 SEM 이미지 및 EDS 원소 맵핑 이미지를 나타낸 것이다.

도 8은 비교예 2의 SEM 이미지를 나타낸 것이다.

도 9는 실시예 2, 비교예 2 및 비교예 3의 자속밀도, 보자력, 투자율 및 철손 측정 결과를 나타낸 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0028] 본 명세서에서 어떤 부분이 어떤 구성요소를 "포함" 한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성 요소를 더 포함할 수 있는 것을 의미한다.

[0029] 본원 명세서 전체에서, 어떤 부재가 다른 부재 "상에" 위치하고 있다고 할 때, 이는 어떤 부재가 다른 부재에 접해 있는 경우뿐 아니라 두 부재 사이에 또 다른 부재가 존재하는 경우도 포함한다.

[0030] 본원 명세서 전체에서, "제1"및 "제2"와 같이 서수를 포함하는 용어는 하나의 구성요소를 다른 구성요소로부터 구별하는 목적으로 사용되며, 상기 서수에 의해 한정되지 않는다. 예를 들어, 발명의 권리 범위 내에서 제1 구성요소는 제2 구성요소로도 명명될 수 있고, 유사하게 제2 구성요소는 제1 구성요소로 명명될 수 있다.

[0031] 본 명세서에서, “알킬기”는 한 개의 결합에 의해 분자의 나머지에 결합된 직쇄 또는 분지쇄인 포화 탄화수소기를 포함하는 기를 의미할 수 있다.

[0032] 본 명세서 전체에서, “알케닐기”는 한 개의 결합에 의해 분자의 나머지에 결합된 불포화 탄화수소기로서 탄소-탄소 이중결합을 하나 이상 포함하는 기를 의미할 수 있다.

[0033] 본 명세서 전체에서, “아릴기”는 아렌(arene)으로부터 유래한 1가의 작용기로, 단환식 아릴기 또는 다환식 아릴기일 수 있다.

[0034] 본 명세서 전체에 있어서, “알킬렌기”는 알킬기에 결합 위치가 두개 있는 것 즉 2 가기를 의미할 수 있다.

[0035] 본 명세서 전체에 있어서, “알케닐렌기”는 알케닐기에 결합 위치가 두 개 있는 것 즉 2 가기를 의미할 수 있다.

[0036] 본 명세서 전체에 있어서, “아릴렌기”는 단환식 또는 다환식인 것일 수 있으며, 아릴기에 결합 위치가 두 개 있는 것, 즉 2 가기를 의미할 수 있다.

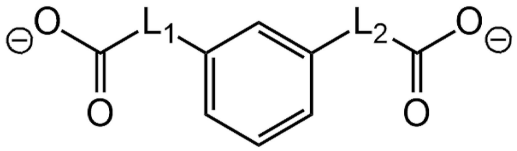
[0037] 본원 명세서 전체에서, "A 및/또는 B"는 "A 및 B, 또는 A 또는 B"를 의미한다.

[0038] 본원 명세서 전체에서, 단위 “중량부”는 각 성분간의 중량의 비율을 의미한다.

[0040] 이하, 본 발명에 대하여 더욱 상세하게 설명한다.

[0041] 본 발명의 일 실시상태는 자성 코어; 및 상기 자성 코어의 표면 상에, 금속 및 하기 화학식 1로 표시되는 화합물을 포함하는 금속-배위 고분자 화합물로 이루어진 코팅층;을 포함하는 절연 코팅된 연자성 재료를 제공한다:

[0042] [화학식 1]



[0043]

[0044] 상기 화학식 1에서, L_1 및 L_2는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 10의 직쇄 또는 분지쇄 알킬렌기, 탄소수 2 내지 10의 직쇄 또는 분지쇄 알케닐렌기 또는 탄소수 6 내지 10의 아릴렌기이다. 구체적으로, 상기 L_1은 탄소수 1 내지 6의 직쇄 또는 분지쇄 알킬렌기, 탄소수 2 내지 6의 직쇄 또는 분지쇄 알케닐렌기 또는 탄소수 6의 아릴렌기일 수 있다. 또한, 상기 알킬렌기, 알케닐렌기 및 아릴렌기는 비치환이거나 탄소수 1 내지 6의 직쇄 또는 분지쇄 알킬기, 탄소수 1 내지 6의 직쇄 또는 분지쇄 알케닐기 및 탄소수 6 내지 10의 아릴기로부터 선택되는 하나 이상으로 치환될 수 있다.

[0045] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 "연자성 재료"는 연자성을 제조할 때 재료로 사용될 수 있는 것으로, 상기 절연 코팅된 연자성 재료는 절연 코팅된 자성 코어 또는 절연 코팅된 자석일 수 있다.

[0046] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 절연 코팅된 연자성 재료는 코어-쉘 구조일 수 있다. 구체적으로, 상기 코어는 자성 코어일 수 있고, 상기 쉘은 금속 및 하기 화학식 1로 표시되는 화합물을 포함하는 금속-배위 고분자 화합물로 이루어진 코팅층일 수 있고, 이로 인하여 상기 절연 코팅된 연자성 재료로 제조되는 연자성 복합체의 자속밀도 및 투자율이 높으며, 보자력 및 철손이 낮을 수 있다.

[0047] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 자성 코어는 Fe, Ni, Co, Si, B 및 P로부터 선택되는 하나 이상을 포함하는 것일 수 있다. 바람직하게 상기 자성 코어는 Fe를 포함하는 것일 수 있고, 더욱 바람직하게 상기 자성 코어는 순철계 코어일 수 있다. 전술한 자성 코어를 본 발명에 따른 금속-배위 고분자 화합물로 코팅함으로써, 상기 절연 코팅된 연자성 재료로 제조되는 연자성 복합체의 자속밀도 및 투자율이 높으며, 보자력 및 철손이 낮을 수 있다.

[0048] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 자성 코어는 분말, 칩 및 막대로부터 선택되는 하나 이상의 형상인 것일 수 있다. 또한, 상기 자성 코어의 형상에 따라 본 발명에 따른 절연 코팅된 연자성 재료도 분말, 칩 및 막대로부터 선택되는 하나 이상의 형상인 것일 수 있다. 바람직하게 상기 자성 코어 및 절연 코팅된 연자성 재료는 분말 형상일 수 있다. 상기 연자성 재료가 분말 형상을 가짐으로써, 기존의 연자성 복합체를 제조하는 탑-다운(top-down) 공정과 달리 바텀-업(bottom-up) 공정으로 연자성 복합체의 형상을 자유롭게 조절할 수 있고, 상기 연자성 재료의 손실을 최소화할 수 있으며, 재활용도 용이할 수 있다.

[0049] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 금속은 Y, Al, Zr, Ti, Gd 및 Er으로부터 선택되는 하나 이상인 것일 수 있다. 전술한 종류의 금속을 사용함으로써, 금속-배위 고분자 화합물을 용이하게 형성하고, 균일한 코팅층을 형성할 수 있다.

[0050] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 화학식 1로 표시되는 화합물은 이소프탈산 이온인 것일 수 있다. 상기 화학식 1로 표시되는 화합물은 상기 금속-배위 고분자 화합물의 배위 고분자 화합물(유기 리간드)일 수 있다. 따라서, 전술한 종류의 이온 화합물을 사용함으로써, 금속-배위 고분자 화합물을 용이하게 형성하고, 균일한 코팅층을 형성할 수 있다.

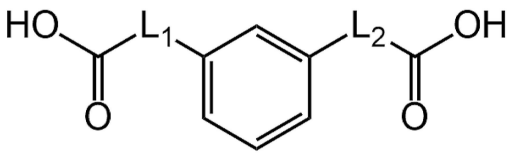
[0051] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 코팅층은 비정질인 것일 수 있다. 구체적으로, 상기 금속-배위 고분자 화합물은 메타(meta, 1-3 구조)의 유기리간드를 포함함으로써, 비정질의 코팅층을 형성할 수 있다. 따라서, 결정성을 이루는 코팅층은 균일하게 코팅이 어렵지만, 본 발명의 따른 코팅층은 비정질이므로 균일하게 코팅층을 형성할 수 있다.

[0052] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 코팅층의 평균 두께는 100 nm 내지 700 nm인 것일 수 있다. 구체적으로, 상기 코팅층의 평균 두께는 100 nm 내지 700 nm, 100 nm 내지 600 nm, 100 nm 내지 500 nm, 250 nm 내지 700 nm, 250 nm 내지 600 nm, 250 nm 내지 500 nm, 400 nm 내지 700 nm, 400 nm 내지 600 nm, 400 nm 내지 500 nm 또는 450 nm 내지 550 nm일 수 있다. 상기 코팅층의 평균 두께가 전술한 범위인 경우, 상기 절연 코팅된 연자성 재료로 제조되는 연자성 복합체의 자기적 특성이 우수할 수 있다.

[0053] 본 발명의 일 실시상태는 자성 코어 및 하기 화학식 2로 표시되는 화합물을 포함하는 혼합물을 제조하는 단계;

상기 혼합물에 금속 이온 용액을 첨가하는 단계; 및 상기 금속 이온이 첨가된 혼합물을 열처리하여 자성 코어의 표면 상에 금속-배위 고분자 화합물로 이루어진 코팅층을 형성하는 단계;를 포함하는 절연 코팅된 연자성 재료의 제조방법을 제공한다:

[0054] [화학식 2]

[0055] 

[0056] 상기 화학식 2에서, L_1 및 L_2는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 10의 직쇄 또는 분지쇄 알킬렌기, 탄소수 2 내지 10의 직쇄 또는 분지쇄 알케닐렌기 또는 탄소수 6 내지 10의 아릴렌기이다. 구체적으로, 상기 L_1은 탄소수 1 내지 6의 직쇄 또는 분지쇄 알킬렌기, 탄소수 2 내지 6의 직쇄 또는 분지쇄 알케닐렌기 또는 탄소수 6의 아릴렌기일 수 있다. 또한, 상기 알킬렌기, 알케닐렌기 및 아릴렌기는 비치환이거나 탄소수 1 내지 6의 직쇄 또는 분지쇄 알킬기, 탄소수 1 내지 6의 직쇄 또는 분지쇄 알케닐기 및 탄소수 6 내지 10의 아릴기로부터 선택되는 하나 이상으로 치환될 수 있다.

[0057] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 금속 이온은 이트륨(Y), 알루미늄(Al), 지르코늄(Zr), 티타늄(Ti), 가돌리늄(Gd) 및 어븀(Er)으로부터 선택되는 하나 이상의 이온인 것일 수 있다. 전술한 종류의 금속 이온을 사용함으로써, 금속-배위 고분자 화합물을 용이하게 형성하고, 균일한 코팅층을 형성할 수 있다.

[0058] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 화학식 2로 표시되는 화합물은 이소프탈산인 것일 수 있다. 상기 화학식 2로 표시되는 화합물은 이온화되어 상기 금속-배위 고분자 화합물의 배위 고분자 화합물(유기 리간드)가 될 수 있다. 따라서, 전술한 종류의 화합물을 사용함으로써, 금속-배위 고분자 화합물을 용이하게 형성하고, 균일한 코팅층을 형성할 수 있다.

[0059] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 열처리는 120 ℃ 내지 160 ℃의 온도에서 10 분 내지 120 분 동안 수행하는 것일 수 있다. 구체적으로, 상기 열처리 온도는 120 ℃ 내지 160 ℃, 120 ℃ 내지 150 ℃, 120 ℃ 내지 145 ℃, 130 ℃ 내지 160 ℃, 130 ℃ 내지 150 ℃, 130 ℃ 내지 145 ℃, 135 ℃ 내지 160 ℃, 135 ℃ 내지 150 ℃ 또는 135 ℃ 내지 145 ℃일 수 있고, 상기 열처리 시간은 10 분 내지 120 분, 10 분 내지 90 분, 10 분 내지 60 분, 30 분 내지 120 분, 30 분 내지 90 분 또는 30 분 내지 60 분일 수 있다. 상기 열처리 온도 및 시간이 전술한 범위인 경우, 금속-배위 고분자 화합물을 용이하게 형성하여 코팅층을 균일하게 형성할 수 있다.

[0060] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 금속 이온이 첨가된 혼합물을 열처리하여 자성 코어의 표면 상에 금속-배위 고분자 화합물로 이루어진 코팅층을 형성하는 단계 이전에, 상기 금속 이온이 첨가된 혼합물을 초음파 처리하는 단계;를 더 포함하는 것일 수 있다. 상기 초음파 처리를 수행함으로써, 상기 코팅층을 균일하게 형성할 수 있다.

[0061] 본 발명의 일 실시상태는 절연 코팅된 연자성 재료를 가압성형하는 단계; 및 상기 가압성형된 연자성 재료를 열처리하는 단계;를 포함하는 연자성 복합체의 제조방법을 제공한다.

[0062] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 가압성형된 연자성 재료를 열처리함으로써 코팅층의 금속-배위 고분자 화합물은 금속 산화물로 전환될 수 있다. 따라서, 상기 금속-배위 고분자 화합물로 이루어진 코팅층(절연층)은 금속 산화물로 이루어진 코팅층(절연층)이 될 수 있다.

[0063] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 연자성 복합체의 코팅층(절연층)은 50 nm 내지 500 nm, 50 nm 내지 350 nm, 50 nm 내지 200 nm, 100 nm 내지 500 nm, 100 nm 내지 400 nm 또는 100 nm 내지 200 nm일 수 있고, 상기 연자성 복합체의 코팅층(절연층)은 균일하므로 연자성 복합체의 자기적 특성이 우수할 수 있다.

[0064] 본 발명의 일 실시상태에 따르면, 상기 열처리는 600 ℃ 내지 900 ℃의 온도에서 10 분 내지 120 분 동안 수행하는 것일 수 있다. 구체적으로, 상기 열처리 온도는 600 ℃ 내지 900 ℃, 600 ℃ 내지 850 ℃, 600 ℃ 내지 800 ℃, 600 ℃ 내지 750 ℃, 600 ℃ 내지 700 ℃ 또는 600 ℃ 내지 650 ℃일 수 있고, 상기 열처리 시간은 10 분 내지 120 분, 10 분 내지 90 분, 10 분 내지 60 분, 30 분 내지 120 분, 30 분 내지 90 분, 30 분 내지 60 분, 45 분 내지 120 분, 45 분 내지 90 분 또는 45 분 내지 75 분일 수 있다. 상기 열처리 온도 및 시간이 전술한 범위인 경우, 연자성 복합체를 용이하게 제조할 수 있고, 제조되는 연자성 복합체의 자기적 특성을 향상시킬

수 있다.

[0065] 본 발명의 일 실시상태는 상기 제조방법으로 제조되는 연자성 복합체로서, 상기 연자성 복합체의 철손은 40 W/g 이하인 것일 수 있다. 구체적으로, 상기 연자성 복합체의 철손은 40 W/g 이하, 0 W/g 초과 40 W/g 이하, 0.1 W/g 이상 40 W/g 이하, 1 W/g 이상 40 W/g 이하, 3 W/g 이상 40 W/g 이하 또는 5 W/g 이상 40 W/g 이하일 수 있다. 상기 철손은 0.3 T의 자기장 및 0.2 kHz 내지 1 kHz의 주파수 조건에서 측정된 것일 수 있다.

[0066] 본 발명의 절연 코팅된 연자성 재료, 절연 코팅된 연자성 재료의 제조방법, 연자성 복합체의 제조방법 및 연자성 복합체에서 언급된 사항은 서로 모순되지 않는 한 동일하게 적용된다.

[0068] 이하, 본 발명을 구체적으로 설명하기 위해 실시예, 실험예를 들어 상세하게 설명하기로 한다. 그러나, 본 발명에 따른 실시예, 실험예들은 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 아래에서 기술하는 실시예, 실험예들에 한정되는 것으로 해석되지 않는다. 본 명세서의 실시예, 실험예들은 당업계에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 발명을 보다 완전하게 설명하기 위해 제공되는 것이다.

[0070] **실시예 1. 습식 공정을 이용한 절연 코팅된 연자성 재료의 제조**

[0071] 순철 분말 20 g 및 이소프탈산(Isophthalic acid) 1 g을 0.23 L의 DMF에 첨가한 다음, 상온에서 10 분 동안 초음파 처리하여 혼합물을 제조하였다.

[0072] 질산이트륨 6수화물(Yttrium(Ⅲ) Nitrate Hexahydrate) 2.5 g을 0.1 L의 DMF에 녹여 금속 이온 용액을 제조하였다.

[0073] 상기 혼합물을 120 ℃가 될 때까지 가열한 다음, 상기 혼합물에 상기 금속이온 용액과 0.17 L의 THF를 첨가한 다음, 200 rpm으로 교반하면서 140 ℃에서 45 분 동안 열처리하였다. 상기 열처리로 제조된 분말을 DMF 및 에탄올로 5 번 세척한 다음, 진공 건조하여 금속-배위 고분자 화합물로 절연 코팅된 연자성 재료를 수득하였다. 여기서, 금속-배위 고분자 화합물의 금속 이온은 이트륨 이온이고, 배위 고분자 화합물은 이소프탈산 이온이다.

[0075] **비교예 1. 건식 공정을 이용한 절연 코팅된 연자성 재료의 제조**

[0076] 상기 실시예 1의 금속-배위 고분자 화합물과 동일한 양의 금속-배위 고분자 화합물 분말을 볼 밀링 공정으로 순철 분말 20 g에 건식 코팅하였고, 금속-배위 고분자 화합물로 절연 코팅된 연자성 재료를 수득하였다. 여기서, 금속-배위 고분자 화합물의 금속 이온은 이트륨 이온이고, 배위 고분자 화합물은 이소프탈산 이온이다.

[0078] **실험예 1. SEM 이미지 및 EDS 원소맵핑 이미지 측정**

[0079] 순철 분말, 상기 실시예 1 및 비교예 1의 절연 코팅된 연자성 재료를 SEM(scanning electron microscope)으로 측정하였고, 그 결과를 도 1에 나타내었다.

[0080] 또한, 에너지분산형 분광분석법(EDS)을 통해 EDS 원소 맵핑 이미지를 측정하였고, 그 결과를 도 2 및 도 3에 나타내었다.

[0081] 도 1을 보면, 습식 공정으로 절연 코팅된 실시예 1의 SEM 이미지는 표면이 깨끗한 것을 확인하였다. 반면, 건식 공정으로 절연 코팅된 비교예 1의 SEM 이미지는 표면이 거칠고, 순철 분말 틈 사이에 잔여 금속-배위 고분자 화합물 분말이 남아 있는 확인하였다. 이로부터, 습식 공정으로 절연 코팅을 함으로써, 금속-배위 고분자 화합물을 균일하게 코팅할 수 있는 것을 알 수 있다.

[0082] 도 2 및 도 3을 보면, 실시예 1 및 비교예 1의 연자성 재료 표면에서 이트륨 원소를 확인하였다. 따라서, 습식 공정 또는 건식 공정으로 절연 코팅된 연자성 재료 모두 표면에 금속-배위 고분자 화합물이 잘 생성된 것을 알 수 있다.

[0084] **실험예 2. 금속-배위 고분자 화합물의 XRD 측정**

[0085] 이소프탈산(Isophthalic acid) 1 g을 0.23 L의 DMF에 첨가하여 이소프탈산 용액을 제조하였다.

[0086] 질산이트륨 6수화물(Yttrium(Ⅲ) Nitrate Hexahydrate) 2.5 g을 0.1 L의 DMF에 녹여 금속 이온 용액을 첨가하였다.

[0087] 상기 금속 이온 용액은 상기 이소프탈산 용액에 첨가한 다음, 200 rpm으로 교반하면서 140 ℃에서 45 분 동안 열처리하여 금속-배위 고분자 화합물을 제조하였다. 여기서, 금속-배위 고분자 화합물의 금속 이온은 이트륨 이온이고, 배위 고분자 화합물은 이소프탈산 이온이다.

[0088] 상기 제조된 금속-배위 고분자 화합물을 XRD(X-ray Diffraction) 측정 기기(Rigaku D/Max-2500VL/PC)를 이용하여 2Θ는 5° 내지 50° 조건에서 XRD 패턴을 분석하였고, 그 결과를 도 4에 나타내었다.

[0089] 도 4를 보면, 금속-배위 고분자 화합물은 XRD 측정 결과 별도의 피크가 검출되지 않았으므로 비정질인 것을 알 수 있다.

[0091] **실시예 2. 연자성 복합체의 제조**

[0092] 상기 실시예 1의 절연 코팅된 연자성 재료를 500 MPa의 압력으로 가압 성형한 다음 600 ℃의 온도로 1 시간 동안 열처리하여 연자성 복합체를 제조하였다.

[0094] **비교예 2 및 비교예 3**

[0095] 하기 표 1과 같이 연자성 재료를 조절한 것을 제외하고, 상기 실시예 2와 동일한 방법으로 연자성 복합체를 제조하였다.

표 1

[0096]

연자성 복합체	연자성 재료
실시예 2	실시예 1
비교예 2	비교예 1
비교예 3	순철 분말

[0098] **실험예 3. SEM 이미지 및 EDS 원소맵핑 이미지 측정**

[0099] 상기 실시예 1 및 비교예 1의 절연 코팅된 연자성 재료를 각각 500 MPa의 압력으로 가압 성형한 다음(열처리 전), SEM 이미지 및 EDS 원소맵핑 이미지 측정하였고, 그 결과를 도 5 및 도 6에 나타내었다.

[0100] 또한, 상기 가압 성형한 연자성 재료를 열처리하여 제조된 실시예 2 및 비교예 2의 연자성 복합체를 SEM 이미지 및/또는 EDS 원소맵핑 이미지 측정하였고, 그 결과를 도 7 및 도 8에 나타내었다.

[0101] 도 5를 보면, 습식 공정을 이용하여 제조된 실시예 1의 절연 코팅된 연자성 재료는 가압 성형 후(열처리 전)에 절연층이 균일하게 형성된 것을 확인하였다.

[0102] 도 6을 보면, 건식 공정을 이용하여 제조된 비교예 1의 절연 코팅된 연자성 재료는 가압 성형 후(열처리 전)에 절연층이 불균일하게 형성된 것을 확인하였다. 또한, 도 6의 화살표를 보면, 배위 고분자 화합물이 뭉쳐서 큰 덩어리를 형성하는 것을 확인하였다.

[0103] 도 7을 보면, 습식 공정을 이용하여 제조된 실시예 1의 절연 코팅된 연자성 재료를 가압 성형 및 열처리하여 제조된 실시예 2의 연자성 복합체는 열처리 후에도 절연층이 균일한 것을 확인하였다.

[0104] 도 8을 보면, 건식 공정을 이용하여 제조된 비교예 1의 절연 코팅된 연자성 재료를 가압 성형 및 열처리하여 제조된 비교예 2의 연자성 복합체는 열처리 후에 절연층이 불균일하고, 부분적으로 끊어진 것을 확인하였다.

[0106] **실험예 4. 자기적 특성 평가**

[0107] **1) 자속밀도, 보자력 및 투자율 측정**

[0108] 상기 실시예 2, 비교예 2 및 비교예 3의 연자성 복합체를 5 kA/m 조건에서 자속밀도(Flux density), 보자력(Coercivity) 및 투자율(permeability)을 측정하였고, 그 결과를 도 9 및 표 2에 나타내었다.

[0109] 도 9 및 표 2를 보면, 습식 공정으로 절연 코팅된 실시예 1로 제조된 실시예 2의 연자성 복합체가 건식 공정으로 절연 코팅된 비교예 1로 제조된 비교예 2의 연자성 복합체보다 자속밀도 및 투자율이 높으며, 보자력은 낮은 것을 확인하였다. 따라서, 실시예 2의 연자성 복합체가 비교예 2의 연자성 복합체보다 우수한 자기적 특성을 가지는 것을 알 수 있다.

[0110] **2) 철손 측정**

[0111] 상기 실시예 2, 비교예 2 및 비교예 3의 연자성 복합체를 교류 전류를 가하여 0.3 T의 자기장 조건 및 0.2 내지 1 kHz의 주파수 범위에서 철손을 측정하였고, 그 결과를 도 9 및 표 2에 나타내었다.

표 2

[0112]

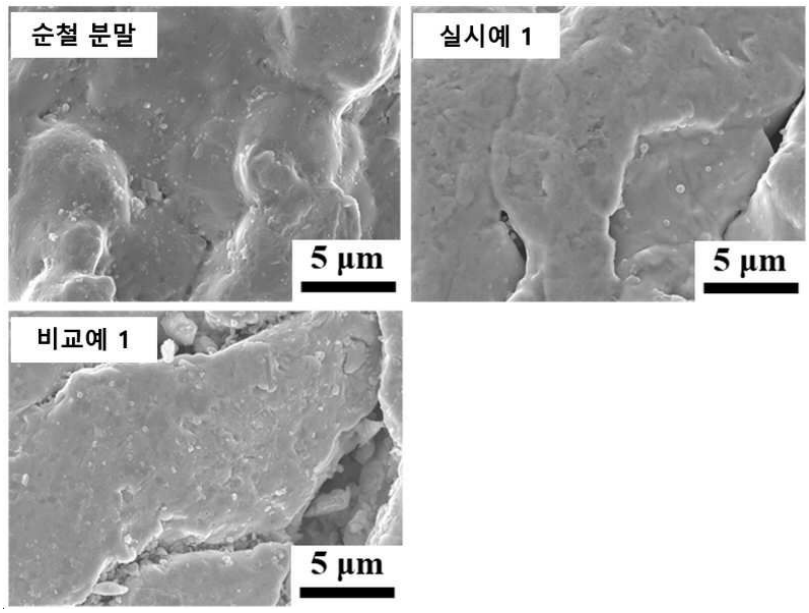
연자성 복합체	자속밀도(T)	보자력(kA/m)	투자율	철손(W/g) @1kHz
실시예 2	0.902	298.7	268.2	39
비교예 2	0.896	313.7	244.6	63
비교예 3	1.09	292.3	457.4	132

[0113] 도 9 및 표 2를 보면, 실시예 2의 연자성 복합체가 비교예 2 및 비교예 3의 연자성 복합체보다 철손이 현저히 낮으므로, 우수한 자기적 특성을 가지는 것을 알 수 있다.

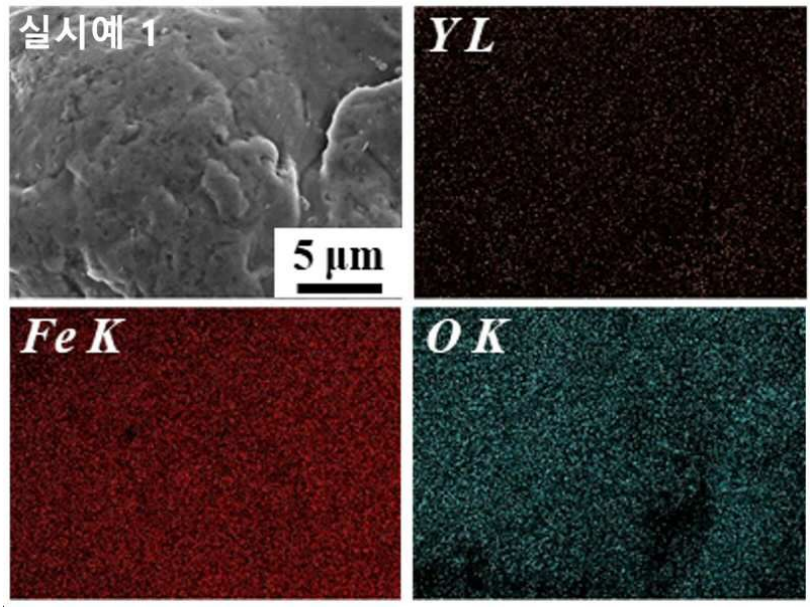
[0115] 이상에서 본 발명은 비록 한정된 실시예에 의해 설명되었으나, 본 발명은 이것에 의해 한정되지 않으며 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 본 발명의 기술사상과 아래에 기재될 특허청구범위의 균등범위 내에서 다양한 수정 및 변형이 가능함은 물론이다.

도면

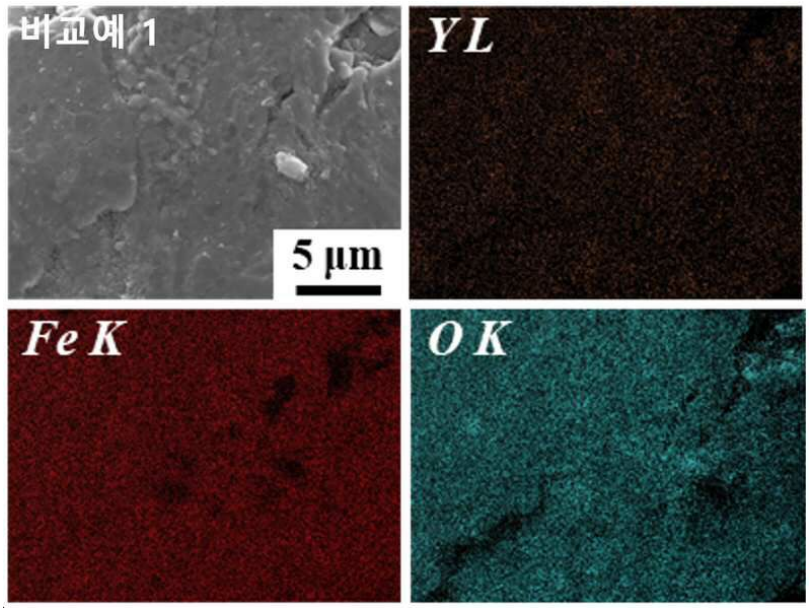
도면1



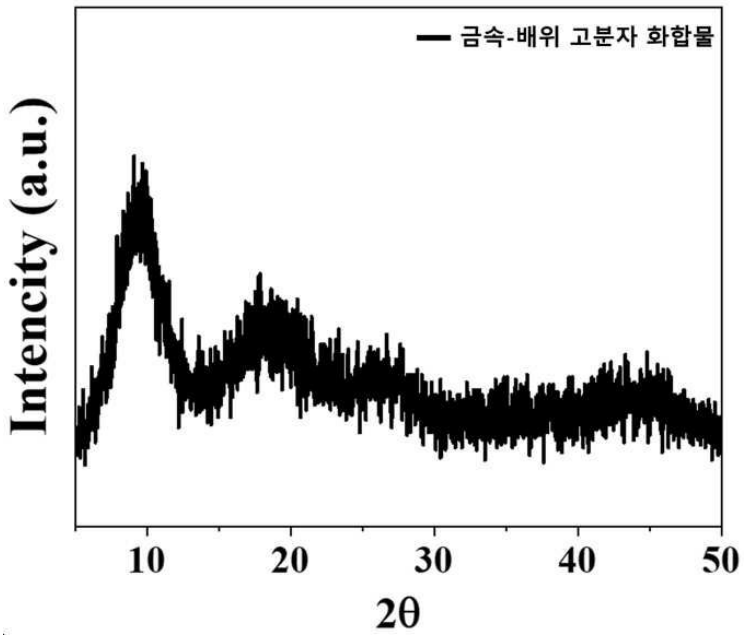
도면2



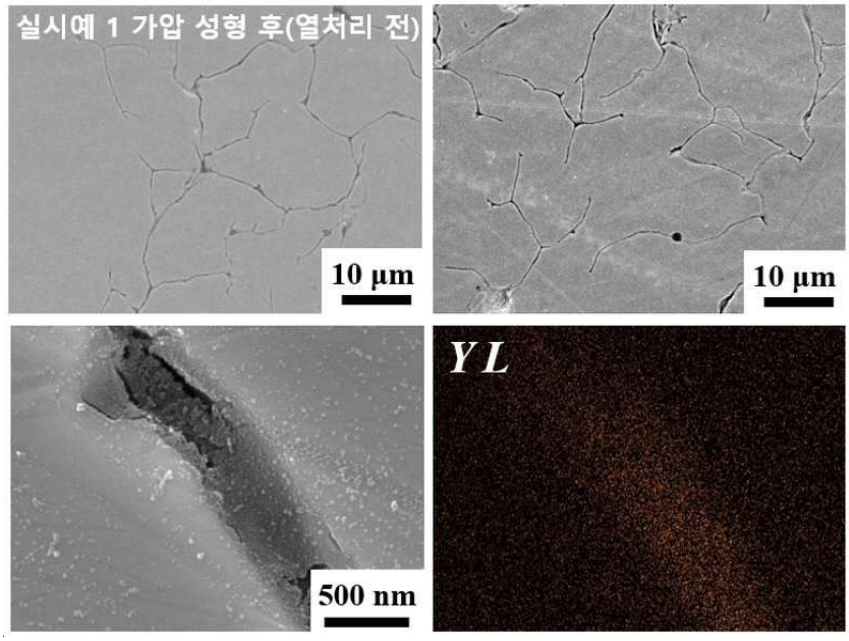
도면3



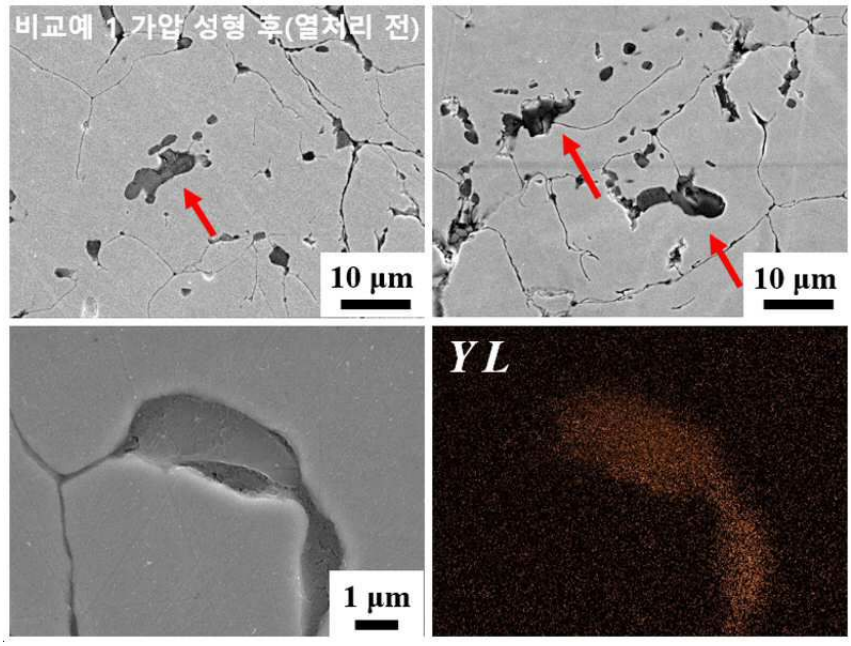
도면4


금속-배위 고분자 화합물
Intencity (a.u.)
10
20
30
40
50
2θ

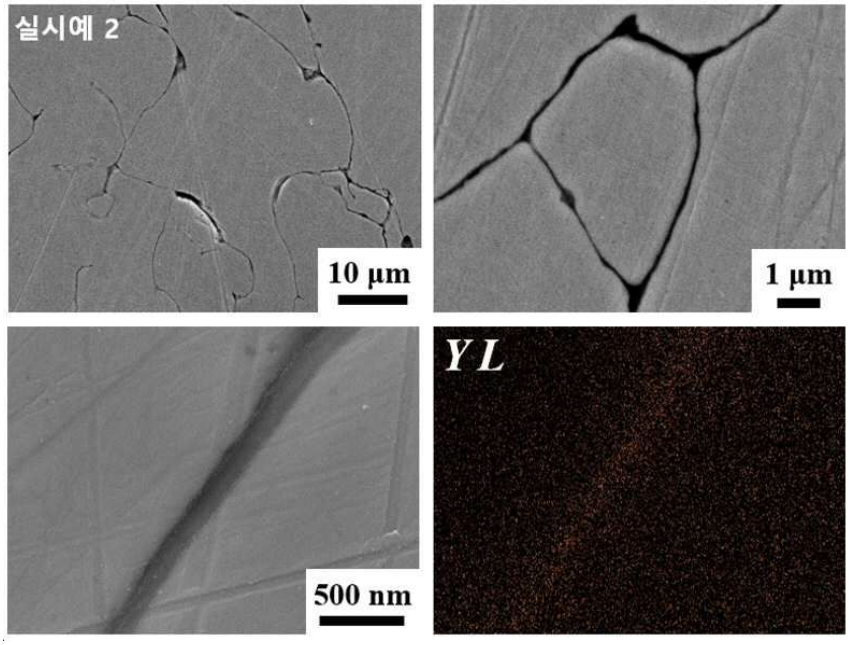
도면5


실시예 1 가압 성형 후(열처리 전)
10 μm
10 μm
500 nm
YL

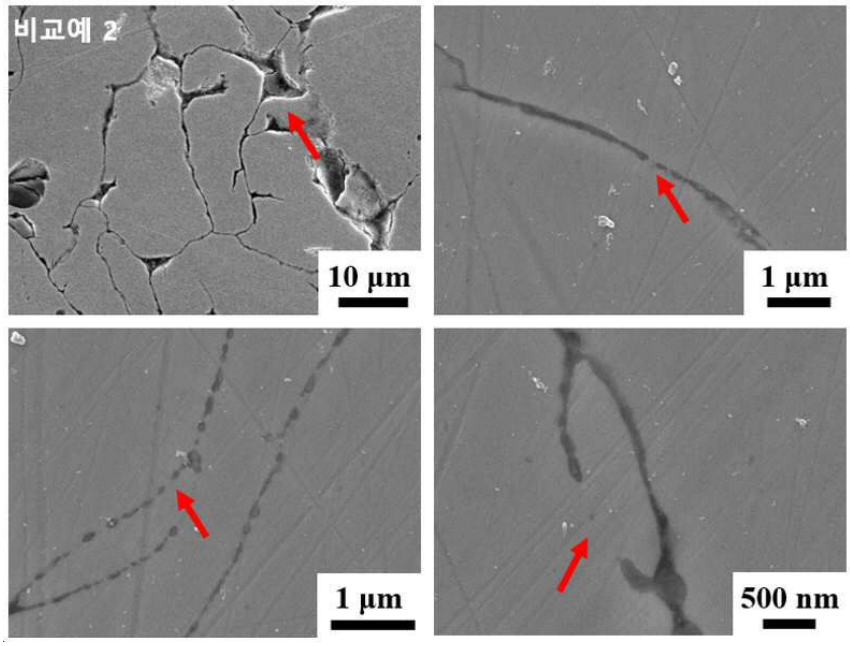
도면6



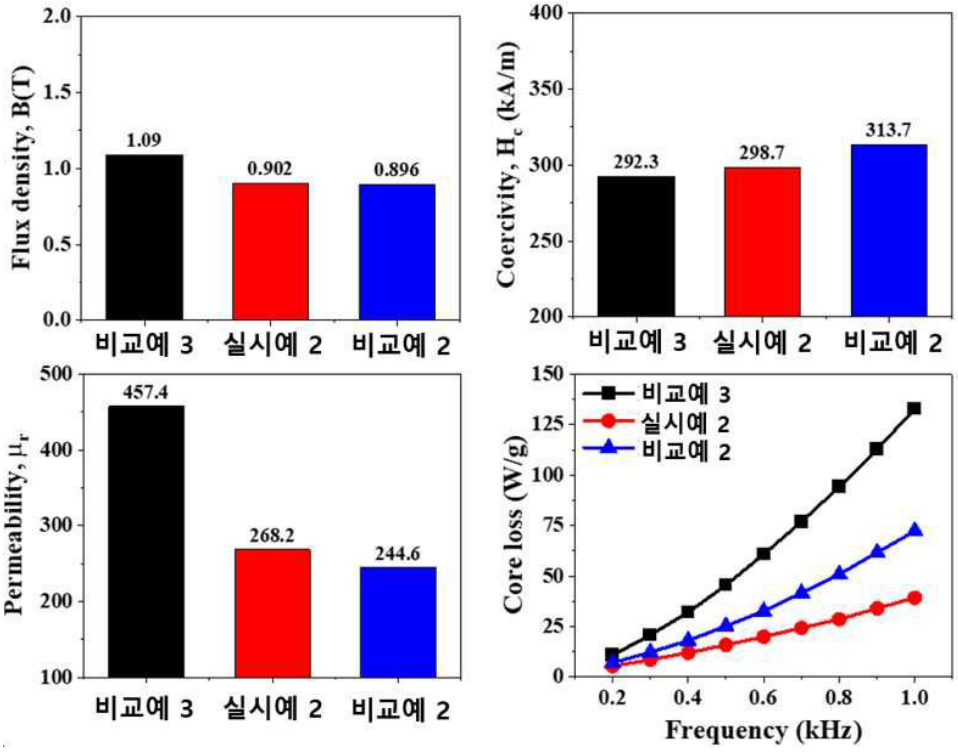
도면7



도면8


비교예 2
10 μm
1 μm
1 μm
500 nm

도면9


Flux density, B(T)
2.0
1.5
1.0
0.5
0.0
1.09
0.902
0.896
비교예 3
실시예 2
비교예 2
Coercivity, Hc (kA/m)
400
350
300
250
200
292.3
298.7
313.7
비교예 3
실시예 2
비교예 2
Permeability, μr
500
400
300
200
100
457.4
268.2
244.6
비교예 3
실시예 2
비교예 2
Core loss (W/g)
150
125
100
75
50
25
0
비교예 3
실시예 2
비교예 2
0.2
0.4
0.6
0.8
1.0
Frequency (kHz)