(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2022-0058707
(43) 공개일자 2022년05월10일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C22C 38/02 (2006.01) *B22F 9/08* (2006.01)
C22C 38/12 (2006.01) *H01F 3/00* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C22C 38/02 (2013.01)
B22F 9/082 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2020-0142374
(22) 출원일자 2020년10월29일
심사청구일자 2020년10월29일

(71) 출원인
한국재료연구원
경상남도 창원시 성산구 창원대로 797 (상남동)
(72) 발명자
정재원
경남 창원시 성산구 상남동 61~80
김용진
경남 창원시 성산구 성주동
양상선
경상남도 창원시 성산구 대암로 253, 103동 2004호(성주프리빌리지아파트)
(74) 대리인
특허법인 피씨알

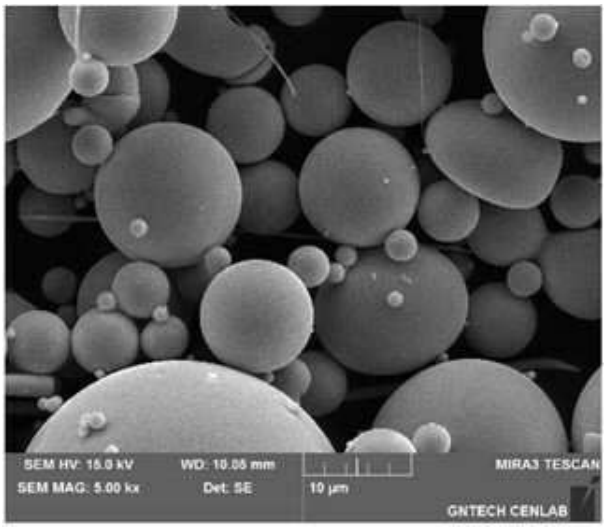
전체 청구항 수 : 총 11 항

(54) 발명의 명칭 **비정질 형성능이 우수한 합금, 이로부터 제조된 분말 및 코어**

(57) 요 약

본 발명은 비정질 형성능이 우수한 합금, 이로부터 제조된 분말 및 코어를 제공한다.

대 표 도 - 도6



(52) CPC특허분류
C22C 38/12 (2013.01)
H01F 1/153 (2013.01)
H01F 3/00 (2013.01)
B22F 2009/0848 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 1711120188
과제번호 PNK7040
부처명 과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명 재료연구소
연구사업명 재료연구소연구운영비지원(R&D)(주요사업비)
연구과제명 금속 3D 프린팅용 분말소재 및 부품제조 공정 기반 기술개발(5/5)
기 여 율 4/10
과제수행기관명 한국기계연구원 부설 재료연구소
연구기간 2020.01.01 ~ 2020.12.31
이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 1415165920
과제번호 18-CM-MA-15-MKE
부처명 산업통상자원부
과제관리(전문)기관명 국방과학연구소
연구사업명 민군기술협력(R&D)(산업부)
연구과제명 구형 비정질 연자성 분말을 이용한 300 kHz급 인덕터 개발
기 여 율 3/10
과제수행기관명 재료연구소
연구기간 2019.01.01 ~ 2019.12.31
이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 1711120560
과제번호 2020M3H4A3105634
부처명 과학기술정보통신부
과제관리(전문)기관명 한국연구재단
연구사업명 소재혁신선도 프로젝트
연구과제명 극미세 조직제어형 영구자석/SMC(soft magnetic composite) 소재 및 모터용 회전자/고정자 부품화 기술 개발
기 여 율 3/10
과제수행기관명 한국기계연구원부설 재료연구소
연구기간 2020.08.24 ~ 2021.01.24

명 세 서

청구범위

청구항 1

$Fe_{100-a-b-c-d-x}Si_aB_bP_cC_dMo_x$의 조성을 갖는 합금으로서,

상기 조성에 있어 $0<a\leq10$, $0<b\leq10$, $0<c\leq5$, $0<d\leq5$, $1<x<4$를 만족하는 것인 합금.

청구항 2

제1항에 있어서,

하기 식 1 및 식 2를 만족하는 것인 합금:

[식 1]

GFA_{energy} (%) = 100 * B/A

[식 2]

$40 < GFA_{energy} < 100$

상기 식 1 및 식 2에서,

GFA_{energy} 는 결정화 에너지 유지율이고,

B는 상기 합금을 두께 120 μm, 가로 2 mm, 세로 2 mm 의 리본으로 제조하여 DSC (Differential Scanning Calorimetery) 기기로 상온에서 800 ℃까지 승온 속도 40 K/s로 승온하며 측정한 결정화 에너지이고,

A는 상기 합금을 두께 70 μm, 가로 2 mm, 세로 2 mm 의 리본으로 제조하여 DSC (Differential Scanning Calorimetery) 기기로 상온에서 800 ℃까지 승온 속도 40 K/s로 승온하며 측정한 결정화 에너지이다.

청구항 3

제2항에 있어서,

하기 식 3을 만족하는 것인 합금:

[식 3]

$90 < GFA_{energy} < 100$.

청구항 4

제1항에 있어서,

하기 식 4 및 식 5를 만족하는 것인 합금:

[식 4]

$GFA_{coercivity}$ (Oe) = C^2/D

[식 5]

$0 < GFA_{coercivity} < 150$

상기 식 4 및 식 5에서,

$GFA_{coercivity}$ 는 상대 보자력이고,

C는 상기 합금을 두께 120 μm, 가로 2 mm, 세로 2 mm 의 리본으로 제조하여 VSM (Vibrating Sample Magnetometer, Lakeshore) 기기로 인가자장 -15 kOe 내지 15 kOe 조건에서 측정한 보자력이고,

D는 상기 합금을 두께 70 μm, 가로 2 mm, 세로 2 mm 의 리본으로 제조하여 VSM (Vibrating Sample Magnetometer) 기기로 인가자장 -15 kOe 내지 15 kOe 조건에서 측정한 보자력이다.

청구항 5

제4항에 있어서,

하기 식 6을 만족하는 것인 합금:

[식 6]

$0 < GFA_{coercivity} < 20$.

청구항 6

제1항에 있어서,

$2 \leq x \leq 3$을 만족하는 것인 합금.

청구항 7

제1항에 있어서,

$5 \leq a \leq 9$, $7 \leq b \leq 10$, $3 \leq c \leq 7$ 및 $1 \leq d \leq 4$를 만족하는 것인 합금.

청구항 8

제1항에 있어서,

$Fe_{73}Si_aB_bP_5C_3Mo_x$의 조성을 갖는 합금으로서,

$5 \leq a \leq 9$, $7 \leq b \leq 10$, $2 \leq x \leq 3$을 만족하는 것인 합금.

청구항 9

제1항의 합금을 용탕 온도 1000 ℃ 내지 1500 ℃로 유도 가열하고 완전히 용해시킨 후 50 bar 내지 100 bar의 압력으로 가스를 분사하는 가스 분사법으로 처리하여 제조된 분말로서, 포화자화도가 1.2 T 이상인 비정질 분말.

청구항 10

제9항의 비정질 분말을 45 μm 이하의 입도로 분급한 후, 상온에서 1000 Mpa의 조건에서 가압하여 제조된 자성 코어로서, 투자율이 30 μa 이상인 자성 코어.

청구항 11

제10항에 있어,

100 kHz 및 Bm=0.1 T 조건에서의 철손이 660 mW/cc 이하인 자성 코어.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 비정질 형성능이 우수한 합금, 이로부터 제조된 분말 및 코어에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0003] 최근, 전자·정보·통신 기기 등에 있어서 저소비 전력화 및 고효율화가 요구되고 있다. 그리고, 저소비 전력화 및 고효율화의 실현을 위해서, 양호한 연자기 특성(낮은 보자력 및 높은 포화 자속밀도)을 가지는 연자성 합금이 요구되고 있다.

[0004] 그 중에서도, 전자 기기에 이용되는 부품의 재료 등의 용도인 비정질 연자성 합금은 금속분말 형태로 널리 이용되고 있다.

[0005] 이러한 금속분말을 제조하는 일반적인 방법으로는 고체금속을 분쇄하는 분쇄법, 석출과 같은 화학적 방법을 통한 습식법, 및 금속 소재를 용융시킨 뒤 분사노즐을 이용하여 분사하는 분사법 등이 사용되고 있다. 이 중, 순수한 금속이 아닌 합금분말을 제조할 때에는 주로 분사법을 사용하고 있으며, 이러한 분사법은 사용하는 냉각매체에 따라 물과 같은 액체를 사용하는 수분사법과, 가스를 사용하는 가스분사법으로 구분할 수 있다.

[0006] 수분사법은 물을 냉각매체로 사용하기 때문에 높은 냉각속도를 가지며 이에 따라 비정질도가 높은 분말을 제조할 수 있다. 그러나, 수분사 중, 물과 용탕과의 반응에 의해 분말 표면에 산화물이 생성되기 때문에 환원공정을 거쳐야하고, 공정특성상 불규칙한 형상의 분말이 제조된다.

[0007] 한편, 가스분사법(Gas Atomization)에 의한 금속분말제조 방법은 일반적으로 용융금속을 분사노즐을 통하여 흘려주면서 상온의 아르곤 또는 질소와 같은 불활성 가스를 분사하여 금속분말을 제조한다. 가스분사법에 의해 제조된 분말은 수분사법에 의해 제조된 분말과는 달리 불활성 가스를 분사매체로 사용함으로서 매우 청정한 분말을 만들 수 있고, 분말의 형상도 진구형을 나타낸다. 그러나, 냉각매체가 가스이기 때문에 통상적인 냉각속도가 수분사법보다 비교적 느리고, 이에 따라 제조되는 분말은 천천히 냉각되어 결정질이 형성되는 문제가 있다.

[0008] 이에, 가스분사법으로도 비정질도가 높고 구 형상이며 청정한 비정질 금속 분말을 제조하기 위한 합금이 필요한 실정이다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0010] 본 발명이 이루고자 하는 기술적 과제는 비정질 형성능이 우수한 합금, 이로부터 제조된 분말 및 코어를 제공하는 것이다.

[0011] 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

[0013] 본 발명의 일 측면에 따르면, $Fe_{100-a-b-c-d-x}Si_aB_bP_cC_dMo_x$의 조성을 갖는 합금으로서, 상기 조성에 있어 $0<a\leq10$,

$0<b\leq10$, $0<c\leq5$, $0<d\leq5$, $1<x<4$를 만족하는 것인 합금이 제공된다.

[0014] 본 발명의 다른 측면에 따르면, 상기 합금을 용탕 온도 1000 ℃ 내지 1500 ℃로 유도 가열하고 완전히 용해시킨 후 50 bar 내지 100 bar의 압력으로 가스를 분사하는 가스 분사법으로 처리하여 제조된 분말로서, 포화자화도가 1.2 T 이상인 비정질 분말이 제공된다.

[0015] 본 발명의 또 다른 측면에 따르면, 상기 비정질 분말을 45 μm 이하의 입도로 분급한 후, 상온에서 1000 Mpa의 조건에서 가압하여 제조된 자성 코어로서, 투자율이 30 μa 이상인 것인 자성 코어가 제공된다.

발명의 효과

[0017] 본 발명의 일 구현예에 따른 합금은 비정질 형성능이 우수하여, 가스 분사법으로 직경이 큰 분말을 제조하더라도 비정질도가 높은 분말을 제조할 수 있는 효과가 있다.

[0018] 본 발명의 다른 구현예에 따른 분말은 비정질도가 높아 자성 특성이 우수할 수 있다.

[0019] 본 발명의 또 다른 구현예에 따른 자성 코어는 비정질도가 높아 자성 특성이 우수할 수 있다.

[0020] 본 발명의 효과는 상술한 효과로 한정되는 것은 아니며, 언급되지 아니한 효과들은 본원 명세서 및 첨부된 도면으로부터 당업자에게 명확히 이해될 수 있을 것이다.

도면의 간단한 설명

[0022] 도 1은 실시예 2,3 및 비교예 1의 합금 리본의 DSC 곡선 그래프이다.

도 2는 실시예 1 내지 3 및 비교예 1 내지 2의 결정화 에너지 유지율의 그래프이다.

도 3은 실시예 1 내지 2 및 비교예 1 내지 3의 합금의 비정질 형성능의 그래프이다.

도 4는 실시예 2 및 비교예 2 내지 3의 합금의 자기이력곡선이다.

도 5는 실시예 2 및 비교예 2 내지 3의 합금 리본의 XRD 패턴이다.

도 6은 실시예 3에서 제조한 분말의 주사전자현미경(SEM) 이미지이다.

도 7은 실시예 3에서 제조한 분말의 입경 별 차지하는 부피의 그래프이다.

도 8은 실시예 3에서 제조한 분말의 XRD 패턴이다.

도 9는 실시예 3 및 참조예 1 의 분말의 자기이력곡선 그래프이다.

도 10은 실시예 4 및 참조예 2에서 제조한 코어의 주파수에 대한 투자율 그래프이다.

도 11은 실시예 4 및 참조예 2에서 제조한 코어의 Bm=0.1 T 조건에서 주파수에 따른 철손의 로그 지수 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0023] 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.

[0024] 이하, 본 발명에 대하여 더욱 상세하게 설명한다.

[0025] 본 발명의 일 구현예에 따르면, $Fe_{100-a-b-c-d-x}Si_aB_bP_cC_dMo_x$의 조성을 갖는 합금으로서, 상기 조성에 있어 $0<a\leq10$, $0<b\leq10$, $0<c\leq5$, $0<d\leq5$, $1<x<4$를 만족하는 것인 합금이 제공된다.

[0026] 상기 합금의 조성식에서, 아래첨자로 표현된 문자는 각 원소의 합금 내 at% 단위의 함량을 의미하는 것일 수 있다. 즉, Fe 는 (100-a-b-c-d-x) at%, Si는 a at%, B는 b at%, P는 c at%, C는 d at%, Mo는 x at%의 함량으로 합금에 포함되는 것일 수 있다.

[0027] 즉, Si는 10 at % 이하, B는 10 at % 이하, P는 5 at % 이하, C는 5 at % 이하, Mo는 1 at % 초과 4 at % 미만

의 함량으로 본 발명의 일 구현예에 따른 합금에 포함되는 것일 수 있다.

[0028] 본 발명의 일 구현예에 따른 합금은 상기 조성에서 $2 \leq x \leq 3$을 만족하는 것일 수 있다. 즉, 본 발명의 일 구현예에 따른 합금은 Mo를 2 at % 내지 3 at % 의 양으로 포함하는 것일 수 있다. 상기 범위 내의 함량으로 Mo를 포함하는 경우, 합금은 비정질 형성능이 우수할 수 있다. 구체적으로, 후술하는 결정화 에너지 유지율이 90 % 초과이고, 후술하는 상대 보자력이 20 미만으로 비정질 형성능이 우수할 수 있다.

[0029] 본 발명의 일 구현예에 따른 합금은 $5 \leq a \leq 9$, $7 \leq b \leq 10$, $3 \leq c \leq 7$ 및 $1 \leq d \leq 4$를 만족하는 것일 수 있다. 즉, 본 발명의 일 구현예에 따른 합금은 Si를 5 at % 내지 9 at %의 양으로 포함하고, B를 7 at % 내지 10 at %의 양으로 포함하고, P를 3 at % 내지 7 at %의 양으로 포함하고, C를 1 at % 내지 4 at %의 양으로 포함하는 것일 수 있다. 상기 범위 내의 함량으로 Si, B, P 및 C를 포함하는 경우, 고냉각 조건에서 비정질 상을 형성할 수 있는 효과가 있을 수 있다.

[0030] 본 발명의 일 구현예에 따른 합금은 Fe를 70 내지 90 at%로 포함하는 것일 수 있다. 상기 범위 내의 함량으로 Fe를 포함하는 경우, 합금의 기본 물성을 달성할 수 있고, 특히 자성체로 합금을 이용하는 경우 자성 특성을 확보할 수 있다.

[0031] 본 발명의 일 구현예에 따른 합금은, $Fe_{73}Si_aB_bP_5C_3Mo_x$의 조성을 갖는 합금으로서, $5 \leq a \leq 9$, $7 \leq b \leq 10$ 및 $2 \leq x \leq 3$를 만족할 수 있다. 즉, Si를 5 at % 내지 9 at %의 양으로 포함하고, B를 7 at % 내지 10 at %의 양으로 포함하고, Mo를 2 at % 내지 3 at % 의 양으로 포함할 수 있다.

[0032] 상기 범위 내의 함량으로 Si, B, 및 Mo를 포함하는 경우, 합금의 비정질 형성능이 높아지는 효과가 있을 수 있으며, 이는 비정질 형성에 필요한 필요 냉각속도가 낮아지는 효과가 있다.

[0033] 본 발명의 일 구현예에 따른 합금은 비정질 형성능이 우수하여, 가스 분사법으로 직경이 큰 분말을 제조하더라도 비정질도가 높은 분말을 제조할 수 있는 효과가 있다.

[0034] 본 명세서에서 사용하는 용어인 “비정질 형성능”은, 합금이 얼마나 비정질도가 높은 합금을 잘 형성할 수 있는가를 의미하는 용어로서, 동일 조건에서도 비교적 비정질도가 높은 합금을 형성할 수 있는 경우 비정질 형성능이 우수하다고 할 수 있다.

[0035] 한편, 합금 리본은 일반적으로 두께가 두꺼워질수록 비정질도가 낮아지는 경향이 있다. 두께가 두꺼움에 따라 냉각 속도가 느려지게 되고, 이에 따라 비정질도가 낮아지게 된다. 따라서, 비정질 형성능이 우수한 합금이라면 두께가 얇은 리본 형상에서뿐만 아니라 두께가 두꺼운 리본 형상에서도 비정질도가 높을 수 있다.

[0036] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 비정질 형성능은 다양한 측정값을 통해 평가될 수 있다. 비정질도에 따라 달라지는 물성의 측정치를 포함하는 파라미터들의 고저를 비교하여 비정질 형성능을 비교할 수 있으며, 다음에서 설명하는 예시와 같은 파라미터를 사용할 수 있다. 다만, 아래 열거하는 예시로 제한되지는 않는다.

[0037] 비정질도에 따라 달라지는 물성으로, 예를 들어 결정화 에너지를 채용할 수 있다. 결정화 에너지는 비정질 합금 리본이 결정화됨에 따라 발생하는 발열 에너지로서, 결정화 에너지가 높다는 것은 비정질 합금 리본이 더 많이 결정화되어야 함을 의미하는 바, 합금 리본의 비정질 분율이 높을 수 있다. 예를 들어, 비정질 분율이 높은 합금의 결정화 에너지는 약 70 J/g 이상일 수 있다. 반면에, 결정화 에너지가 낮다는 것은 비정질 합금 리본이 약간만 결정화되어도 결정화가 완료될 수 있음을 의미하는 바, 합금 리본의 비정질 분율이 낮을 수 있다.

[0038] 그러므로, 비정질 형성능이 우수한 합금의 경우 비교적 두께가 두꺼운 리본 형상에서도 결정화 에너지가 높을 수 있다.

[0039] 이러한 사항을 종합할 때, 비교적 얇은 두께의 리본 형상의 합금 및 비교적 두꺼운 두께의 리본 형상의 합금 각각의 결정화 에너지를 비교함으로써 비정질 형성능을 평가할 수 있고, 구체적으로 하기 식 1로 표현되는 결정화 에너지 유지율로 비정질 형성능을 평가할 수 있다.

[0040] [식 1]

[0041] GFA_{energy} (%) = 100 * B/A

[0042] 상기 식 1에서, GFA_{energy} 는 결정화 에너지 유지율이고, B는 상기 합금을 두께 120 μm, 가로 2 mm, 세로 2 mm의 리본으로 제조하여 DSC (Differential Scanning Calorimetery) 기기로 상온에서 800 ℃까지 승온 속도 40 K/s로 승온하며 측정한 결정화 에너지이고, A는 상기 합금을 두께 70 μm, 가로 2 mm, 세로 2 mm 의 리본으로

제조하여 DSC (Differential Scanning Calorimetery) 기기로 상온에서 800 ℃까지 승온 속도 40 K/s로 승온하며 측정한 결정화 에너지이다.

[0043] 상기 식 1로 표현되는 결정화 에너지 유지율은 100 %에 가까울수록 두께가 두꺼워지더라도 비정질도가 높은 합금 리본을 형성할 수 있는 것으로서, 본 발명의 일 구현예에 따른 합금은 하기 식 2를 만족하는 것일 수 있다.

[0044] [식 2]

[0045] $40 < GFA_{energy} < 100$

[0046] 또한, 본 발명의 일 구현예에 따른 합금은 하기 식 3을 만족하는 것일 수 있다.

[0047] [식 3]

[0048] $90 < GFA_{energy} < 100$

[0049] 상기 식 2 및 식 3에서, GFA_{energy} 는 결정화 에너지 유지율이다.

[0050] 즉, 본 발명의 일 구현예에 따른 합금의 결정화 에너지 유지율이 40 % 초과, 또는 90 %를 초과하여, 합금 리본의 두께가 70 μm에서 120 μm로 두꺼워지더라도 결정화 에너지가 크게 감소하지 않고 비정질도가 유지되는 것으로서, 비정질 형성능이 매우 우수할 수 있다.

[0051] 본 발명의 일 구현예에 따른 합금의 비정질 형성능을 평가하기 위한 비정질도에 따라 달라지는 물성으로, 예를 들어 보자력을 채용할 수도 있다. 합금의 경우, 일반적으로 비정질도가 높을수록 보자력이 낮은 경향이 있다. 즉, 보자력이 낮은 합금일수록 합금의 비정질 분율이 높을 수 있고, 예를 들어 비정질 분율이 높은 합금의 보자력은 약 10 Oe 이하일 수 있다. 반면, 보자력이 높은 합금일수록 합금의 비정질 분율이 낮을 수 있다.

[0052] 그러므로, 비정질 형성능이 우수한 합금의 경우 비교적 두께가 두꺼운 리본 형상에서도 보자력이 낮을 수 있다.

[0053] 이러한 사항을 종합할 때, 비교적 얇은 두께의 리본 형상의 합금 및 비교적 두꺼운 두께의 리본 형상의 합금 각각의 보자력을 비교함으로써 비정질 형성능을 평가할 수 있고, 구체적으로 하기 식 4로 표현되는 상대 보자력으로 비정질 형성능을 평가할 수 있다.

[0054] [식 4]

[0055] $GFA_{coercivity}\ (Oe) = C^2/D$

[0056] 상기 식 4에서, $GFA_{coercivity}$ 는 상대 보자력이고, C는 상기 합금을 두께 120 μm, 가로 2 mm, 세로 2 mm 의 리본으로 제조하여 VSM (Vibrating Sample Magnetometer, Lakeshore) 기기로 인가자장 -15 kOe 내지 15 kOe 조건에서 측정한 보자력이고, D는 상기 합금을 두께 70 μm, 가로 2 mm, 세로 2 mm 의 리본으로 제조하여 VSM (Vibrating Sample Magnetometer) 기기로 인가자장 -15 kOe 내지 15 kOe 조건에서 측정한 보자력이다.

[0057] 상기 식 4로 표현되는 상대 보자력은 낮을수록 두께가 두꺼워지더라도 비정질도가 높은 합금 리본을 형성할 수 있는 것으로서, 리본의 두께가 두꺼워지더라도 보자력 자체가 낮아질 필요도 있으므로, 상기 식 1과 달리 120 μm 두께의 리본 형상일 때의 보자력의 제곱으로 상기 상대 보자력을 계산함으로써 비정질 형성능을 평가할 수 있다.

[0058] 본 발명의 일 구현예에 따른 합금은 하기 식 5를 만족하는 것일 수 있다.

[0059] [식 5]

[0060] $0 < GFA_{coercivity} < 150$

[0061] 또한, 본 발명의 일 구현예에 따른 합금은 하기 식 6을 만족하는 것일 수 있다.

[0062] [식 6]

[0063] $0 < GFA_{coercivity} < 20$

[0064] 상기 식 5 및 식 6에서, $GFA_{coercivity}$ 는 상대 보자력이다.

[0065] 즉, 본 발명의 일 구현예에 따른 합금의 상대 보자력이 150 Oe 미만, 또는 20 Oe 미만의 값을 가짐에 따라, 합

금 리본의 두께가 70 ㎛에서 120 ㎛로 두꺼워지더라도 보자력이 크게 증가하지 않고 비정질도가 유지되는 것으로서, 비정질 형성능이 매우 우수할 수 있다.

[0067] 본 발명의 다른 구현예에 따르면, 상기 합금을 용탕 온도 1000 ℃ 내지 1500 ℃로 유도 가열하고 완전히 용해시킨 후 50 bar 내지 100 bar의 압력으로 가스를 분사하는 가스 분사법으로 처리하여 제조된 분말로서, 포화자화도가 1.2 T 이상인 비정질 분말이 제공된다.

[0068] 상기 비정질 분말은 가스 분사법으로 제조되더라도, 상기 합금을 원료로 하여 제조됨으로써 비정질도가 높을 수 있고, 이에 따라 분말의 구상화도가 높으며 동시에 비정질도가 높은 효과가 있을 수 있다.

[0069] 상기 비정질 분말은 합금을 유도 가열하고 완전히 용해시켜 제조한 용탕을 가스 분사법으로 처리하여 제조되는 것일 수 있다. 상기 가스 분사법은 종래 가스 분사법에 사용되는 장비를 이용하여 수행되는 것일 수 있으며, 다음 예시와 같은 구체적인 방법으로 가스 분사법을 이용하여 비정질 분말을 제조할 수 있다.

[0070] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 합금을 도가니 내에 투입하여 용탕을 형성하는 단계; 상기 용탕을 튜브를 통해 도가니 내로부터 출탕시키는 단계; 상기 출탕된 용탕을 기체를 이용하여 분사하여 액적을 형성하는 단계; 상기 액적을 급냉하여 비정질 분말을 제조하는 단계;를 포함하는 방법으로 상기 비정질 분말을 제조할 수 있다.

[0071] 이하, 각 단계를 순서대로 상세히 설명한다.

[0072] 우선, 본 발명의 일 구현예에 따른 합금을 도가니 내에 투입하여 용탕을 형성한다. 상기 합금을 용융시키기 위하여, 상기 가열 도가니의 온도는 합금조성의 용융점 이상으로 가열되는 것일 수 있다. 이때, 상기 용탕 형성을 위한 가열 도가니는 일반적인 용탕 도가니를 사용할 수 있으며, 합금의 용융점 이상인 온도에서 사용할 수 있다면, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0073] 또한, 상기 용탕은 합금을 약 1000 ℃ 내지 1500 ℃ 또는 1000 ℃ 내지 1100 ℃의 온도로 가열하여 형성되는 것일 수 있다.

[0074] 다음으로, 상기 용탕을 튜브를 통해 도가니 내로부터 출탕시킨다. 이때, 상기 튜브는 150 내지 1600 ℃의 온도로 가열되는 것이 바람직하다. 이는 상기 튜브를 통해 용탕을 출탕시킴에 있어, 용탕이 급속하게 냉각되는 것을 방지하기 위한 것이다. 또한, 상기 튜브의 직경은 0.5 내지 5 ㎜인 것이 바람직하다.

[0075] 그 다음, 상기 출탕된 용탕을 기체를 이용하여 분사하여 액적을 형성한다. 구체적으로, 상기 출탕된 용탕을 고압 기체를 이용하여 제트노즐(jet nozzle)을 통해 초음속의 속도로 분사함으로써 액적을 형성시키는 단계이다. 상기 고압 기체로는 비활성 기체와 같은 반응성이 적은 기체를 사용할 수 있으며, 헬륨, 아르곤, 질소 등을 사용할 수 있다.

[0076] 또한, 상기 고압 기체의 압력은 20 내지 300 bar 또는 50 내지 100 bar, 예를 들어 80 bar일 수 있다. 상기 압력범위의 고압가스를 노즐을 통해 초음속의 속도로 분사함으로써 용탕의 냉각속도를 극대화할 수 있다. 이에 따라 비정질 분말의 제조가 가능하며, 또한 제조수율을 향상시킬 수 있다.

[0077] 또한, 상기 고압 기체는 노즐을 통해 분사되는 용탕의 부피의 2 배 내지 4 배의 유량으로 공급되는 것이 바람직하다.

[0078] 다음으로, 상기 액적을 급냉하여 비정질 분말을 제조할 수 있다. 이 때, 상기 액적은 100 ℃/초 이상의 속도로 급냉될 수 있고, 이를 통해 분말 내부에 결정이 생성되는 것을 방지할 수 있고 비정질 분말을 제조할 수 있다. 또한, 상기 냉각은 종래의 가스분사법에 사용되는 냉각장비를 이용할 수 있으며, 이에 제한되는 것은 아니다.

[0079] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 비정질 분말은 구상화도가 1.5 이하일 수 있다. 구상화도란, 입자의 장축과 단축의 비를 나타낸 것으로서 1에 가까울수록 진구형에 가까울 수 있다. 구상화도가 1.5 이하임에 따라, 분말로 코어 등의 부품 제조시 충진율이 높을 수 있고, 이에 따라 철손이 적을 수 있고 자성 특성이 우수할 수 있다.

[0080] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 비정질 분말은 입도가 35 ㎛ 이하일 수 있다. 상기 범위 내의 입도를 가짐으로써, 코어 제조 시 와전류 손실 (eddy current loss)가 저감되는 한 효과가 있을 수 있다.

[0081] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 비정질 분말은 포화자화도가 1.2 T 이상일 수 있다. 상기 비정질 분말은 보다 저렴한 공정인 가스 분사법으로 제조되면서도 포화자화도가 저하되지 않을 수 있다.

[0083] 본 발명의 또 다른 구현예에 따르면, 상기 비정질 분말을 45 μm 이하의 입도로 분급한 후, 상온에서 1000 Mpa의 조건에서 가압하여 제조된 자성 코어로서, 투자율이 30 μa 이상인 자성 코어를 제공한다.

[0084] 상기 자성 코어는 상기 분말을 원료로 하여 제조됨으로써, 비정질도가 높을 수 있고, 이에 따라 고주파에서도 철손이 낮고 질류중첩특성이 우수한 효과가 있을 수 있다.

[0085] 본 발명의 일 구현예에 따르면, 상기 자성 코어는 100 kHz, 0.1T 조건에서 철손이 660 mW/cc 이하로 저철손 특성이 우수할 수 있다.

[0087] 이하, 본 발명을 구체적으로 설명하기 위해 구현예를 들어 상세하게 설명하기로 한다. 그러나, 본 발명에 따른 구현예들은 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 아래에서 기술하는 구현예들에 한정되는 것으로 해석되지 않는다. 본 명세서의 구현예들은 당업계에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 발명을 보다 완전하게 설명하기 위해 제공되는 것이다.

[0089] **실시예 1**

[0090] $Fe_{73}Si_7B_{10}P_5C_3Mo_2$ 의 조성을 갖는 모합금(한국진공야금)을 준비한 후, 챔버 내부를 Ar, N_2 또는 He와 같은 반응성이 낮은 가스로 치환한 후, 유도 가열을 통해 합금을 용해시키고 가스를 주입하여 출탕시키며, 이 때 휠 속도를 각각 1000 rpm 또는 300 rpm으로 하여 70 μm 또는 120 μm 두께를 갖는 합금 리본으로 제조하였다.

[0092] **실시예 2 및 비교예 1 내지 3**

[0093] 하기 표 1에 따른 조성을 갖는 모합금을 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 실시예 2 및 비교예 1 내지 3의 합금 리본을 제조하였다.

표 1

[0095]

	조성
비교예 1	$Fe_{73}Si_8B_{10}P_5C_3Mo_1$
실시예 1	$Fe_{73}Si_7B_{10}P_5C_3Mo_2$
실시예 2	$Fe_{73}Si_6B_{10}P_5C_3Mo_3$
비교예 2	$Fe_{73}Si_5B_{10}P_5C_3Mo_4$
비교예 3	$Fe_{73}Si_9B_{10}P_5C_3$

[0097] **실험예 1: 결정화 에너지 파라미터를 통한 비정질 형성능 평가**

[0098] 실시예 1 내지 2 및 비교예 1 내지 3에서 제조한 70 μm 또는 120 μm의 두께를 갖는 합금 리본 0.1g을 시차주사열량계(DSC)의 시료 접시에 적재하고, 25 내지 800 °C 의 온도 범위에서 0.3 ℃/sec 의 승온 속도로 1200 초 동안 승온하며 상기 구간에서 2회 실험을 진행하여 DSC 곡선 그래프를 기록하였다.

[0099] 얻어진 DSC 곡선 그래프에서, 가장 높은 피크 지점의 높이로부터 결정화 에너지를 도출하고 표 2에 나타내었다.

[0100] 또한, 70 μm 또는 120 μm의 두께를 갖는 합금 리본의 결정화 에너지 및 하기 식 1에 따라 결정화 에너지 유지율을 계산하였다.

[0101] [식 1]

[0102] GFA_{energy} (%) = 100 * B/A

[0103] 상기 식 2에서, GFA_{energy} 는 결정화 에너지 유지율이고, B는 실시예 또는 비교예에서 제조한 합금을 두께 120 μm, 가로 2 mm, 세로 2 mm 의 리본으로 제조하여 DSC (Differential Scanning Calorimetery) 기기로 상온에서 800 ℃까지 승온 속도 40 K/s로 승온하며 측정한 결정화 에너지이고, A는 실시예 또는 비교예에서 제조한 합금을 두께 70 μm, 가로 2 mm, 세로 2 mm 의 리본으로 제조하여 DSC (Differential Scanning Calorimetery) 기기로 상온에서 800 ℃까지 승온 속도 40 K/s로 승온하며 측정한 결정화 에너지이다.

[0104] 도 1에는 실시예 2 및 비교예 2 내지 3의 합금 리본의 DSC 곡선 그래프를 나타내었다.

[0105] 도 2에는 실시예 1 내지 2 및 비교예 1 내지 3의 결정화 에너지 유지율의 그래프를 나타내었다.

표 2

[0107]

	70 μm 결정화 에너지(J/g)	120 μm 결정화 에너지(J/g)	결정화 에너지 유지율(%)
비교예 1	55.02	0.04	0.07
실시예 1	65.32	18.11	27.72
실시예 2	87.46	85.96	98.28
비교예 2	51.5	2.2	4.27
비교예 3	76.08	0.08	0.1

[0109] 상기 도 2 및 표 2를 참조하면, 실시예 1 및 2는 Mo를 1 at% 초과 4 at% 미만의 함량으로 포함함으로써 비정질 형성능이 매우 높은 것을 확인할 수 있다.

[0110] 반면, 비교예 1 내지 3의 경우 Mo를 포함하지 않거나, 너무 적게 포함하거나 너무 많이 포함하여 리본 두께가 조금만 두꺼워지더라도 합금 리본이 결정질화 되는 것으로서, 비정질 형성능이 매우 낮은 것을 확인할 수 있다.

[0112] **실험예 2: 보자력 파라미터를 통한 비정질 형성능 평가**

[0113] 실시예 1 내지 2 및 비교예 1 내지 3에서 제조한 70 μm 또는 120 μm의 두께를 갖는 합금 리본을 2 mm * 2 mm 크기로 재단하여 진동형 시료 자력계(VSM, Lakeshore)에 장착하고, -15 kOe 내지 15 kOe의 범위 내에서 합금 리본에 40 Hz의 진동수로 진동을 걸어 주었을 때, 홀센서로 측정되는 인가자장에 따른 자기모멘트를 측정하여 합금 리본의 자기이력곡선 그래프를 수득하였다.

[0114] 얻어진 자기이력곡선 그래프에서, 곡선의 기울기가 급변하는 지점 간의 거리로부터 얻은 보자력 데이터를 표 3에 나타내었다.

[0115] 또한, 70 μm 또는 120 μm의 두께를 갖는 합금 리본의 보자력 및 하기 식 3에 따라 상대 보자력을 계산하였다.

[0116] [식 4]

[0117] $GFA_{coercivity}$ (Oe) = C^2/D

[0118] 상기 식 4에서, $GFA_{coercivity}$ 는 상대 보자력이고, C는 실시예 또는 비교예에서 제조한 120 μm 두께의 합금 리본의 보자력이고, D는 실시예 또는 비교예에서 제조한 70 μm 두께의 합금 리본의 보자력이다.

[0119] 도 3에는 실시예 1 내지 2 및 비교예 1 내지 3의 합금의 비정질 형성능의 그래프를 나타내었다.

[0120] 도 4에는 실시예 2 및 비교예 2 내지 3의 합금의 자기이력곡선을 나타내었다.

표 3

[0122]

	70㎛ 보자력(Oe)	120㎛ 보자력(Oe)	상대 보자력(Oe)
비교예 1	9.91	227.04	5201
실시예 1	7.67	10.84	15.32
실시예 2	6.69	6.70	6.71
비교예 2	97.81	100.95	104.19
비교예 3	8.17	193.83	4598

[0123] 상기 표 3, 도 3 및 도 4를 참조하면, 실시예 1 내지 2에 따른 비정질 형성능은 20 Oe 미만의 값으로서, 리본의 두께가 두꺼워지더라도 보자력이 낮아 비정질 형성능이 높은 것을 확인할 수 있다.

[0124] 반면, 비교예 2의 경우 Mo를 과량으로 포함하여 리본 두께가 두꺼워지는 경우 합금 리본이 결정질화 되어 보자력이 증가하는 것으로서, 비정질 형성능이 낮은 것을 확인할 수 있다. 특히, 비교예 1 및 3의 경우 Mo를 포함하지 않거나 너무 적게 포함하여 리본 두께가 조금만 두꺼워지더라도 합금 리본이 결정질화 되어 보자력이 크게 증가하는 것으로서, 비정질 형성능이 매우 낮은 것을 확인할 수 있다.

[0126] **실험예 3: XRD 패턴의 분석을 통한 결정화도 분석**

[0127] 실시예 2 및 비교예 2 내지 3의 합금 리본을 X-ray diffractometer 기기 (Rigaku D/Max-2500VL/PC) 를 이용하여 2Θ= 30 ~ 70° 조건에서 XRD 패턴을 도출하였다.

[0128] 도 5에는 실시예 2 및 비교예 2 내지 3의 합금 리본의 XRD 패턴을 나타내었다.

[0129] 도 5를 참조하면, Mo을 포함하는 실시예 2 및 비교예 2의 합금 리본은 70 ㎛ 및 120 ㎛의 두께 모두 결정상에 해당하는 피크가 나타나지 않고, 전형적인 비정질 상의 XRD 패턴인 40 내지 50° 부근에서 넓은 할로(halo) 패턴을 나타내고 있으나, 비교예 3의 합금 리본은 두께가 두꺼워질수록 Fe_xB 및 Fe(Si)에 해당 하는 결정상 피크들이 명확하게 나타나는 것을 확인할 수 있다. 해당 피크들이 높게 관찰될수록 결정화도가 높은 것으로 볼 수 있다. 즉, 비교예 3의 합금 리본은 두께가 두꺼운 120 ㎛ 조건에서 결정화된 내부 구조를 갖는다는 점을 확인할 수 있고, Mo을 포함하는 실시예 2의 조성이 리본이 두꺼지고 냉각속도가 낮아지는 조건에서도 비정질 상을 유지하며, 비정질 형성능이 높은 조성임을 알 수 있다.

[0131] **실시예 3: 분말의 제조**

[0132] 실시예 2에서 제조한 합금 조성을 기본으로 하여 유도용해법으로 모합금을 25 kg을 준비하여 이를 배치에 투입하고, 배치 하단의 용탕은 1000 내지 1100 ℃의 온도로 유지하면서 분사구 지름은 2.5 ㎜로 하여 80 bar의 압력으로 아르곤 가스를 분사함으로써 비정질 분말을 제조하였다.

[0134] **참조예 1**

[0135] 시판 분말로서, Epson Atmix 사의 Kuamet6B2 모델의 분말(입도 <45 ㎛, 포화자화 1.22T)을 준비하였다.

[0137] **실험예 4: 분말의 특성 평가**

[0138] 분말의 SEM 이미지 확인

[0139] Field Emission Scanning Electron Microscopy (FE-SEM, Tescan MIRA3 LM) 기기를 이용하여 인가 전압 15 kV 조건 하에서 실시예 3에서 제조한 분말의 주사전자현미경(SEM) 이미지를 5000 배율로 촬영하여 도 6에 나타내었다.

[0140] 도 6을 참조하면, 형성된 분말의 입자는 구형인 것을 확인할 수 있다.

[0142] 분말의 입도 분석

[0143] 레이저 회절 입도 분석기를 이용하여 실시예 3에서 제조한 분말의 입경 분포를 분석하여 도 7에 나타내었다.

[0144] 구체적으로, 도 7에는 실시예 3에서 제조한 분말의 입경 별 차지하는 부피의 그래프를 나타내었다.

[0145] 또한 SEM 이미지 분석을 통해, 분말의 장축 길이를 단축 길이로 나눈 값인 분말의 구상화도를 계산하였다.

[0146] 도 7을 참조하면, 실시예 3에서 제조한 분말의 약 80%는 약 10 μm 내지 50 μm의 입경을 가지며, 평균 입경(D50)은 약 27.49 μm인 것을 확인할 수 있다.

[0148] 분말의 XRD 분석

[0149] X-ray diffractometer 기기 (Rigaku D/Max-2500VL/PC) 를 이용하여 2Θ= 30 ~ 70° 조건에서 실시예 3에서 제조한 분말의 XRD 패턴을 도출하였다.

[0150] 도 8에는 실시예 3에서 제조한 분말의 XRD 패턴을 나타내었다.

[0151] 도 8을 참조하면, 실시예 3에서 제조한 분말은 넓은 할로(Halo) 패턴을 나타내며, 결정에 해당하는 피크를 나타내지 않아 전형적인 비정질 결정상인 것을 확인할 수 있다.

[0153] 분말의 자성 특성 평가

[0154] 실시예 3 및 참조예 1 의 분말을 0.1g을 진동형 시료 자력계(VSM, Lakeshore)에 장착하고, -15 kOe 내지 15 kOe의 범위 내에서 합금 리본에 40 Hz의 진동수로 진동을 걸어 주었을 때, 홀센서로 측정되는 인가자장에 따른 자기모멘트를 측정하여 합금 분말의 자기이력곡선 그래프를 수득하였다.

[0155] 도 9에 실시예 3 및 참조예 1 의 분말의 자기이력곡선 그래프를 나타내었다.

[0156] 또한, 자기이력곡선 그래프로부터 보자력, 포화자기모멘트 및 포화자화도의 데이터를 수득하여 표 4에 나타내었다.

표 4

[0157]

	보자력 (Oe)	포화자기모멘트 (emu/g)	포화자화도 (T)
실시예 3	7.669	128.15	1.21
참조예 1	7.383	139.01	1.22

[0158] 상기 표 4 및 도 9를 참조하면, 실시예 3의 분말이 시판 분말인 참조예 1의 분말과 유사한 수준의 포화자화도를 나타내면서도 일반 가스 분사 공정을 적용하여 분말의 가격이 저렴할 수 있다는 장점이 있다.

[0160] **실시예 4: 코어의 제조**

[0161] 실시예 3에서 제조한 분말을 45 μm 이하로 체분급하고, 1~2wt%의 유기 바인더와 혼합한 후, 일축 프레스 기기로 상온 조건에서 80t 의 압력으로 가압하고, 150 ℃ 조건에서 경화처리하여 코어를 제조하였다.

[0163] **참조예 2**

[0164] 시판 분말을 45 μm이하로 체분급하고, 1~2wt%의 유기 바인더와 혼합한 후, 일축 프레스 기기로 상온 조건에서 80t 의 압력으로 가압하고, 150 ℃ 조건에서 경화처리하여 코어를 제조하였다.

[0166] **실험예 5: 코어의 특성 평가**

[0167] 코어의 투자율 평가

[0168] 제조된 코어에 1차 권선만을 적용하여 LCR meter (웨인커일렉트로닉스, 3265B) 기기를 이용하여 주파수 100 Hz ~ 1MHz 조건 하에서 실시예 4에서 제조한 코어 및 참조예 2의 코어의 투자율을 평가하였다.

[0169] 도 10에 실시예 4 및 참조예 2에서 제조한 코어의 주파수에 대한 투자율 그래프를 나타내었다.

[0170] 도 10을 참조하면, 실시예 4에서 제조한 코어가 참조예 2에서 제조한 코어보다 더 높은 투자율을 나타내며, 이는 SWAP(Spinning water atomization) 법으로 제조된 분말은 완전한 구형을 이루지 못하는 반면 가스 분사법으로 제조된 분말은 구형에 가까워, 동일한 성형 조건에서 충진율이 더 높게 나타나기 때문이다.

[0172] 코어의 철손 평가

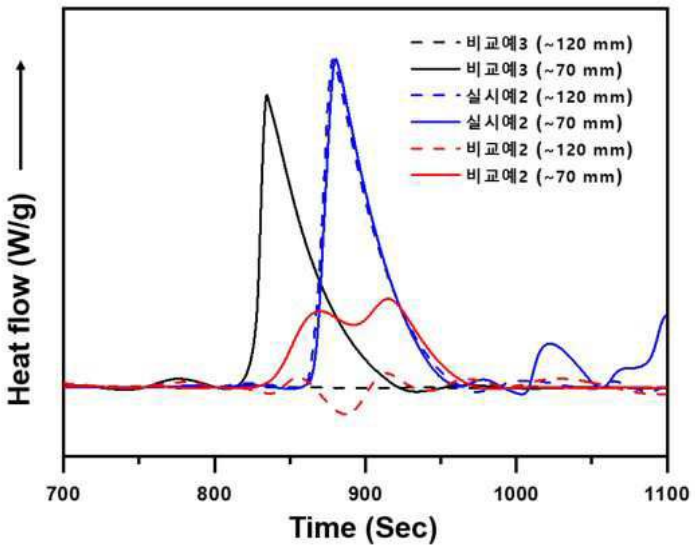
[0173] 실시예 4 및 참조예 2에서 제조한 코어에 1차 및 2차 권선을 감고 BH analyzer (IWATSU SY-8219) 기기를 이용하여 1차 권선에 전류를 인가하면서 2차 권선에 유도되는 전류를 측정하여 코어에 의한 철손을 측정하였다.

[0174] 도 11에 실시예 4 및 참조예 2에서 제조한 코어의 Bm=0.1 T 조건에서 주파수에 따른 철손을 로그 지수 그래프로 나타내었다.

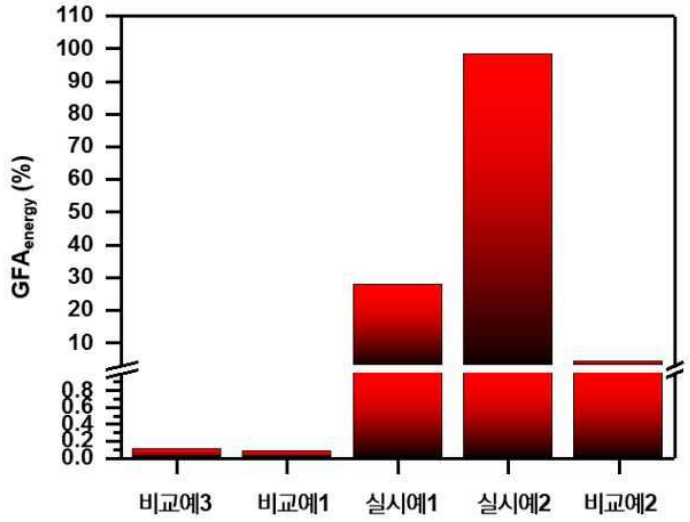
[0175] 도 11을 참조하면, 실시예 4에서 제조한 코어가 참조예 2에서 제조한 코어보다 철손이 낮은 것을 확인할 수 있다.

도면

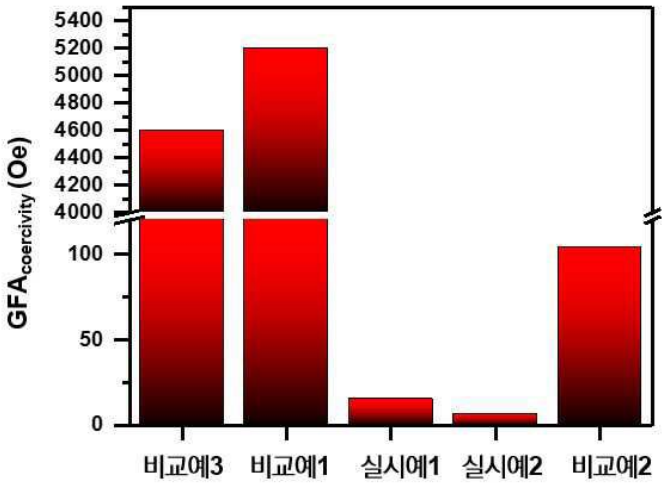
도면1



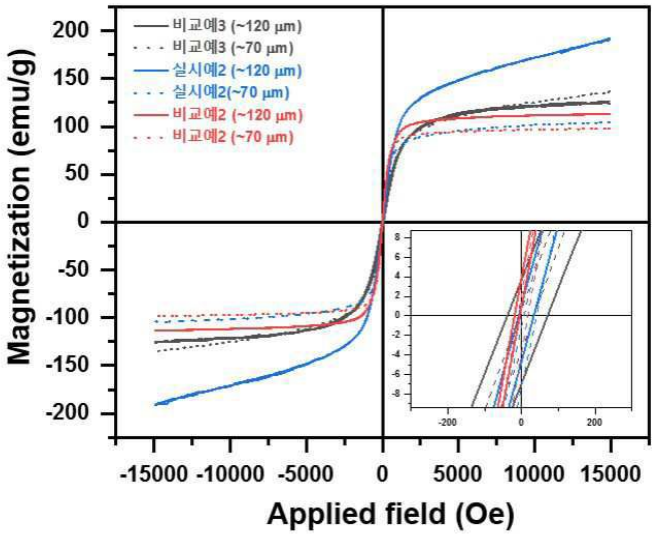
도면2


GFA energy (%)
110
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0.8
0.6
0.4
0.2
0.0
비교예3
비교예1
실시예1
실시예2
비교예2

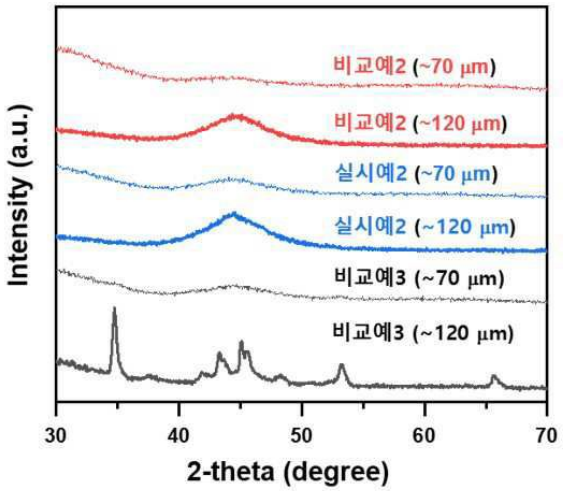
도면3


GFA coercivity (Oe)
5400
5200
5000
4800
4600
4400
4200
4000
100
50
0
비교예3
비교예1
실시예1
실시예2
비교예2

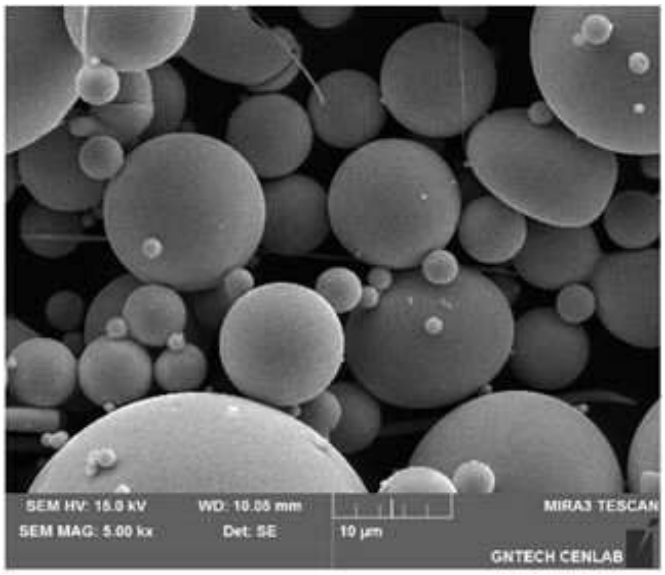
도면4


비교예3 (~120 μm)
비교예3 (~70 μm)
실시예2 (~120 μm)
실시예2(~70 μm)
비교예2 (~120 μm)
비교예2 (~70 μm)
Magnetization (emu/g)
200
150
100
50
0
-50
-100
-150
-200
-15000 -10000 -5000 0 5000 10000 15000
Applied field (Oe)

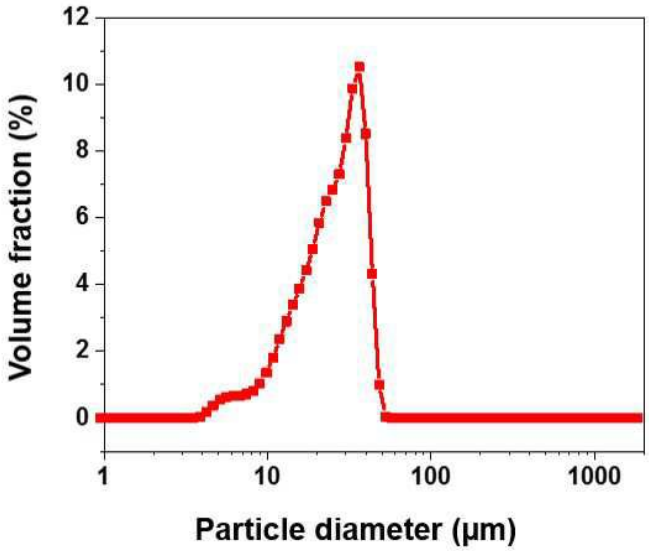
도면5


비교예2 (~70 μm)
비교예2 (~120 μm)
실시예2 (~70 μm)
실시예2 (~120 μm)
비교예3 (~70 μm)
비교예3 (~120 μm)
Intensity (a.u.)
30 40 50 60 70
2-theta (degree)

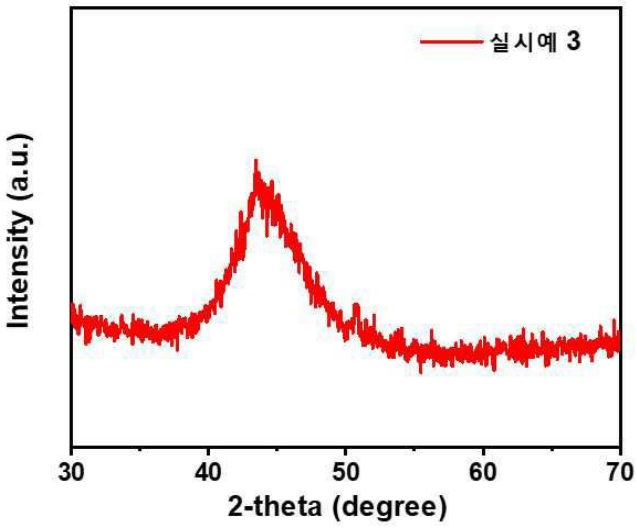
도면6


SEM HV: 15.0 kV
WD: 10.05 mm
MIRA3 TESCAN
SEM MAG: 5.00 kx
Det: SE
10 µm
GNTECH CENLAB

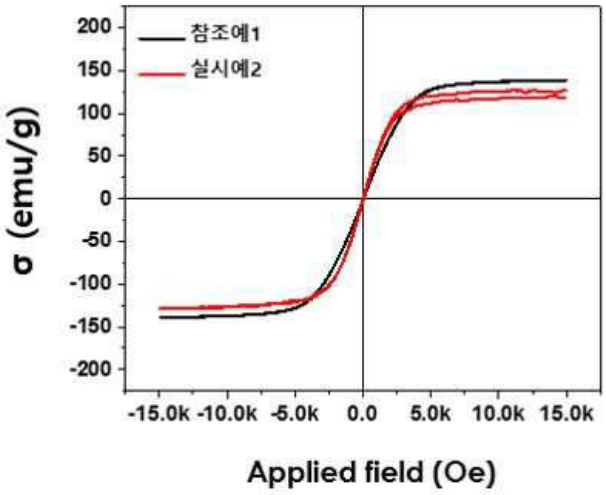
도면7


Volume fraction (%)
0
2
4
6
8
10
12
1
10
100
1000
Particle diameter (µm)

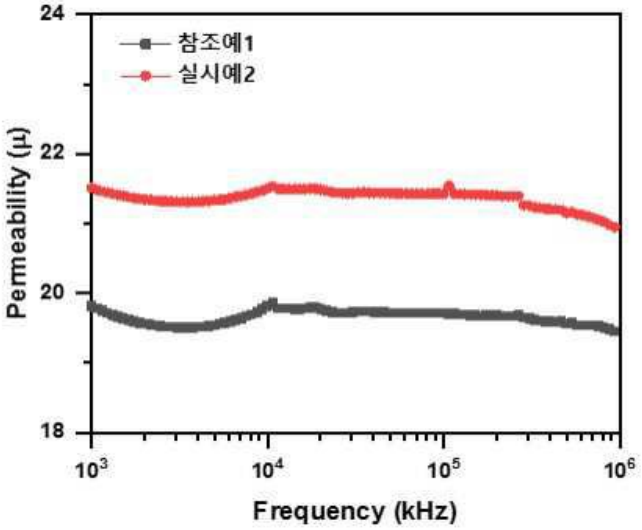
도면8


실시예 3
Intensity (a.u.)
30
40
50
60
70
2-theta (degree)

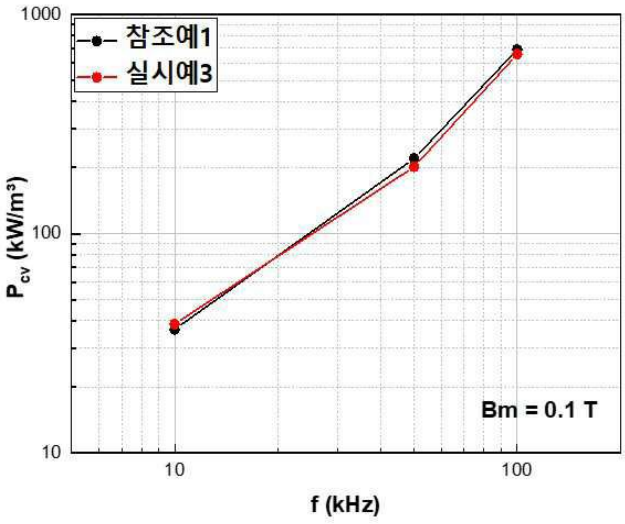
도면9


참조예1
실시예2
σ (emu/g)
200
150
100
50
0
-50
-100
-150
-200
-15.0k
-10.0k
-5.0k
0.0
5.0k
10.0k
15.0k
Applied field (Oe)

도면10


참조예1
실시예2
Permeability (μ)
24
22
20
18
10^3
10^4
10^5
10^6
Frequency (kHz)

도면11


참조예1
실시예3
P_{cv} (kW/m³)
1000
100
10
10
100
f (kHz)
Bm = 0.1 T