

## 인산염 피막처리 분말을 사용한 Fe-6.0 wt%Si 합금 압분자심의 자기적 특성

장대호 · 노태환\*

안동대학교 공과대학 신소재공학부, 경북 안동시 송천동 388, 760-749

김광윤

한국과학기술연구원 신금속재료연구센터, 서울 성북구 하월곡동 39-1, 136-791

최광보

(주)창성 중앙연구소, 인천 남동구 남촌동 남동공단 11B-9L, 405-100

(2005년 8월 13일 받음, 2005년 9월 3일 최종수정본 받음)

가스분무법으로 제조한 35~180  $\mu\text{m}$  크기의 Fe-6.0 wt%Si 합금분말에 대하여 인산염계 절연물질을 피막처리하고 600~900°C에서 1시간 동안 열처리한 후 압축성형한 압분자심(분말코어)의 자기적 성질 및 기계적 특성을 조사하였다. 대체적으로 열처리온도가 증가할수록 압축강도가 감소하였으며, 자심손실 또한 낮아졌다. 800°C에서 열처리한 경우 압축성형강도가 15 kgf, 100 kHz에서 실효투자율은 74, 품질계수는 26, 50 Oe의 직류자장 하에서 퍼센트투자율은 78 정도의 값을 나타내었으며, 50 kHz-0.1 T에서 자심손실은 750 mW/cm<sup>3</sup>였다. 그리고 투자율-주파수 곡선 상에서의 cut-off 주파수는 거의 200 kHz 이상에 이르는 것으로 나타났다. Fe-6.0 wt%Si 합금 압분자심의 이러한 제반 특성은 인산염 피막의 양호한 전기절연효과와, 고규소농도에 따른 합금의 결정자이방성 및 포화자기변형의 감소, 전기비저항의 증대 등 기초 물성의 변화에 기인하는 것으로 사료되었다.

**주제어** : 압분자심, Fe-6.0 wt%Si 합금, 인산염 피막처리, 자심손실, 직류바이어스 특성

### I. 서 론

압분자심(dust cores, compressed powder cores)은 순철, Ni-Fe계 퍼멀로이, Fe-Si-Al계 샌더스트 등의 연자성 금속분말에 수지, 세라믹 물질 등 전기절연체를 혼합한 뒤 압축성형한 것으로 현재 노이즈 필터, 리액터 등의 전원부품에 주로 사용되고 있다[1].

그런데 최근 이러한 압분자심은 자성체 부위에 따라 두께를 임의로 변화시킬 수 있고, 또 자기적으로 등방성이어서 자기회로를 고려한 코어형상의 설계 자유도가 높아 모터의 stator나 rotor로 사용하고자 하는 움직임이 활발해져 가고 있다[2]. 특히 미래의 에너지 문제에 대처하기 위한 고효율 자동차의 개발에 즈음하여 적층자심보다 소형화 및 경량화가 보다 효율적으로 가능해 이를 이용한 모터 개발이 적극적으로 추진되고 있다[3].

기본적으로 압분자심에는 높은 투자율, 우수한 주파수 의존성과 직류중첩특성, 낮은 자심손실 등의 성질이 필요하나, 향후 회전용 부품소재 및 보다 기능성이 향상된 전원부품으로 발전해 나가기 위해서는 기계적 강도의 증대 및 고포화자속 밀도, 고전기저항 등이 더욱 적극적으로 요구된다.

최근 압분자심의 특성 향상을 위해 전 세계에서 이루어지고 있는 여러 기술개발활동 중 주목할 만한 것으로, 기존 분말코어의 자성소재보다 고주파 특성이 우수한 신소재의 사용이나 절연처리 및 압축성형방식의 개량 등을 들 수 있을 것이다.

이 중 전자의 경우는 특히 철계 비정질합금이나 나노결정 합금 분말을 이용하여 초크코일 등 각종 전원부품으로 사용하고자 하는 연구가 유럽, 일본을 중심으로 대단히 활발히 진행되고 있으며[4-7], 후자의 경우 금형윤활 성형공정(die wall lubrication process)에 의한 고밀도 압분자심 제조법[8, 9]과 방전플라즈마 소결법(spark plasma sintering)[7, 10, 11] 등을 통하여 압분자심의 강도향상과 자성특성 개선을 함께 달성하고자 하는 성형기술과 함께 전기절연성 및 내열성을 동시에 구현하는 인산염계 등 무기물질 피막의 형성기술[12, 13] 등이 지속적으로 개발되고 있다.

이와 같은 압분자심의 연구동향에 따라, 본 연구에서는 큰 전기비저항과 포화자속밀도( $B_p \approx 18$  kG)를 가져 다방면으로 응용기술 개발이 모색되고 있던 6.0 wt% 전후의 Si를 함유하는 고규소강 재료를 분말코어로 응용하고자 하여 그 제조공정 및 특성연구를 수행하였다.

일반적으로 전기강으로 많이 사용되고 있는 Fe-3 wt%Si 합금에 비해 결정자이방성과 포화자기변형이 작고, 전기비저

\*Tel: (054) 820-5755, E-mail: thnoh@andong.ac.kr

항이 증대되어(즉  $47 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ 에서  $77 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ 로 변화) 고주파 연자기 특성이 대폭 개선되는 6 wt%Si 전후의 고주파장은 그의 우수한 특성에 비해 아직도 그리 다양한 용도가 개발되어 있지 않다. 특히 이 합금은 규소의 다량 함유로 인해 기계적으로 대단히 단단하면서 취성이 증가하는 성질이 있는바 분말형상으로 제어되어 사용되는 압분자심으로는 충분히 그 특성이 발휘될 것으로 기대된다. 그러나 지금 극히 단편적인 데이터[14]를 제외하고는 이에 관한 체계적인 연구보고가 거의 없는 실정이다.

한편 압분자심의 특성향상을 위해 성형체의 밀도와 전기저항 및 성형 후 고온 소둔시의 내열성을 동시에 증가시키는 것이 중요한데, 이를 위해 위에서 언급한 바와 같이 종래의 수지 등 유기재료 대신 내열성이 우수한 무기계 절연재료를 사용하는 경향이 대두되고 있다[13].

이에 본 연구에서도 새로운 자성분말 표면절연처리법으로 근래 개발되고 있는 전기화학반응법에 기초한 화성처리기술을 사용하여 무기물질계 인산염 피막처리를 시행한 분말코어를 제조한 후 그의 기계적, 자기적 특성 및 미세구조 분석을 통해, 향후 보다 고기능성의 압분자심을 개발하기 위한 기초 기술을 확보하고자 하였다.

## II. 실험 방법

유도용해한 Fe-6.0 wt%Si 합금을 사용하여 가스분무법으로 구형 분말을 제조하였으며, 주사전자현미경으로 관찰한 이들의 외부 형상을 Fig. 1에 나타내었다. 이 그림에서 보는 바와 같이 분말의 크기는 상당히 넓은 범위에 걸쳐 다양하게 분포하고 있으며, 모양은 대체로 구형을 이루고 있었다.

분무법으로 제조된 합금분말들은 직경 35~180  $\mu\text{m}$ 의 입도 범위로 분급된 뒤, 급냉응고로 인한 응력완화 및 미세조직 제

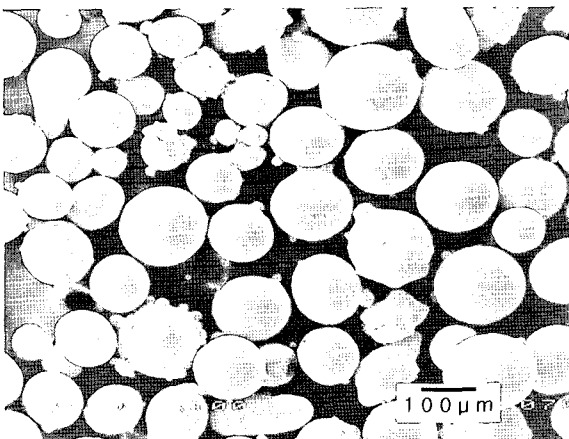


Fig. 1. Scanning electron micrograph of gas-atomized Fe-6.0 wt%Si alloy powders.

어를 위해 600~900°C의 범위에 있는 소정의 온도에서 1시간 동안 질소분위기에서 열처리를 실시하였다. 그 후 열처리된 합금분말에는 분말간 전기절연성과 압축시 성형성의 부여 등을 위하여 인산염 피막형성처리를 하였다.

통상 인산염처리에는 철강 또는 비철금속에 대한 대표적인 표면화성처리 기법의 하나로서 소지금속 표면에 고착성이 높은 인산염의 불용성 부식생성물 피막을 물리화학적 반응을 이용하여 형성시키는 방법이다.

이 방식으로 코팅된 합금분말을 15~16 ton/cm<sup>2</sup>의 압력으로 상온 압축하여, 외경 26.9 mm, 내경 14.7 mm, 높이 11.1 mm의 토로이드 형상으로 성형하였는데 이 때 성형을 용이하게 하기 위해 약 0.2 wt%의 윤활제를 첨가하였다.

그 후 모든 압분성형체는 무유도 관상로를 사용하여 700°C, 질소분위기 중에서 1시간 동안 어닐링 하였으며, 최종적으로 이들 성형체를 습기 및 대기로부터 보호하기 위해 표면을 에폭시수지로 코팅처리 하였다.

압분자심의 자기적 특성의 평가를 위하여, 각각 직경 0.5 mm의 동선으로 36회를 권선한 후 임피던스 분석기(Agilent 4295A)를 이용하여 인덕턴스  $L(\mu\text{H})$ 과 품질계수  $Q$  값을 측정하였고, 이로부터 다음 식을 이용하여 교류실효투자율  $\mu_{ac}$ 를 계산하였다.

$$\mu_{ac} = \frac{Ll}{4\pi AN^2}$$

여기서  $A$ 는 자심의 유효단면적(cm<sup>2</sup>),  $l$ 은 평균자로의 길이(cm),  $N$ 은 코일의 권선수이다. 또 직류바이어스 특성으로서, 50 Oe의 직류자장이 인가된 가운데 100 kHz의 주파수에서 투자율을 측정하는 다음 이의 저주파 투자율에 대한 백분비로 나타내는 퍼센트투자율을 구하였고,  $B-H$  분석기(Twatsu SY-8216)를 사용하여 50 kHz의 주파수 및 0.1 T의 자기유도 조건에서 자심손실을 측정하였다.

마지막으로 압분성형체의 기계적 성질로서, 해당 시험기를 이용하여 압분자심의 측면방향(토로이드의 반지름 방향)으로 시료가 파괴될 때까지 인가된 힘으로 주어지는 압축강도를 측정하였다.

## III. 결과 및 고찰

먼저 압분 성형체를 만들기 전 인산염 피막처리된 분말의 형상을 주사전자현미경으로 관찰하여 Fig. 2에 나타내었는데, 여기서 보는 것처럼 Fe-6.0 wt%Si 합금분말의 표면에는 두께 1  $\mu\text{m}$  내외로 보이는 침상형 물질이 형성되어 치밀하게 코팅되어 있었다.

이와 같이 인산염피막 형성처리가 되어 있는 Fe-Si 합금분

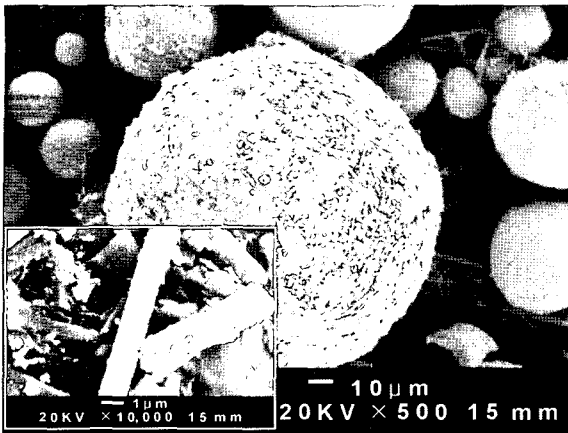


Fig. 2. Scanning electron micrograph of Fe-6.0 wt%Si alloy powders after iron-phosphate coating.

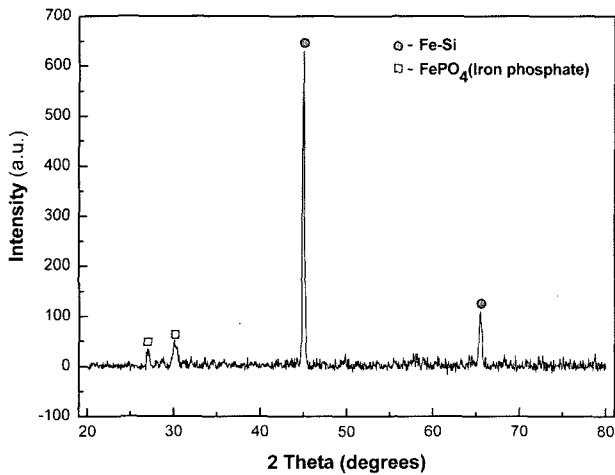


Fig. 3. X-ray diffraction curve of Fe-6.0 wt%Si alloy powders subjected to phosphate coating treatment.

말에 대하여 X-선 회절시험을 시행한 결과, Fig. 3에 나타난 바와 같이 표면에 형성된 물질은 소지금속의 Fe과 피막처리액 간의 반응으로 생성된 결정질의 철인산염( $FePO_4$ )이라는 것이 확인되었다.

또 표면절연 처리된 합금분말을 가압 성형하여 만든 압분성형체의 단면을 주사전자현미경으로 관찰하여 Fig. 4에 나타내었다(최종 열처리 후의 사진임). 이 그림에서, 압축성형체에는 가압으로 인한 분말모재 및 공극의 변형 등이 존재하면서 분말코어의 최종 열처리 후에도 절연물질인 철인산염의 층이 외견상 큰 변화 없이 잘 유지되고 있음을 알 수 있다.

Fig. 5는 600~900°C의 여러 온도에서 열처리된 분말을 사용하여 만들어진 압축성형체의 성형강도를 나타내고 있다. 이 그림으로부터 압축성형 및 최종 열처리 이전의 분말에 대한 열처리가 코어의 물리적 특성에 큰 영향을 미치고 있어, 최초 분말의 상태 조절이 코아특성 제어에 대단히 중요함을 보

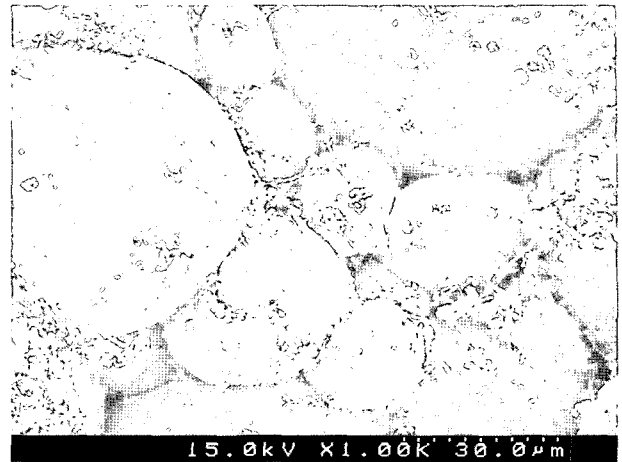


Fig. 4. Scanning electron micrograph of Fe-6.0 wt%Si alloy powder core.

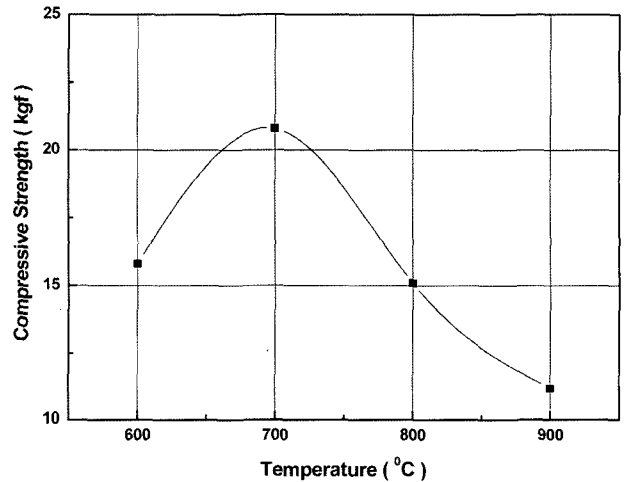


Fig. 5. Compressive strength as a function of annealing temperature in Fe-6.0 wt%Si alloy powder cores.

여주고 있다.

서론에서도 언급한 바와 같이 향후 압분자심의 용도를 다양하게 확대시켜 나가고자 할 경우 기계적 강도가 여러 측면에서 중요하게 되는데, 본 연구의 경우 600 및 700°C에서 열처리된 분말을 사용하면 16 kgf 이상 21 kgf에 이르는 상당히 큰 강도를 보여주나 800°C가 되면 15 kgf 정도로 강도가 저하되며 900°C에서는 11 kgf로 대폭 낮아진다. 이와 같이 온도가 높아지면서 성형강도가 현저히 낮아지는 이유는 대략 자성분말의 내부응력 및 결정결함의 감소에 있는 것으로 보여지며 각종 불균질 미세조직의 균질화에도 그 영향이 있을 것으로 추측된다. 단 이 그림의 700°C에서 성형강도가 최대치를 보이는 현상에 대해서는 분말과 코아의 내부 미세조직 등을 관찰해 보았으나 그 이유를 잘 알 수 없었으며 앞으로 더 많은 검토가 있어야 할 것으로 사료된다.

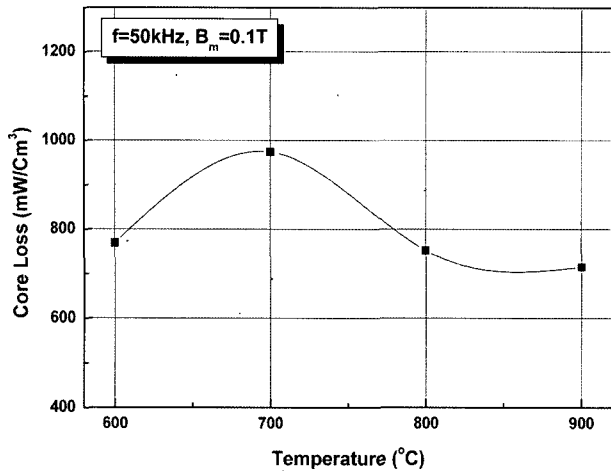


Fig. 6. Core loss as a function of annealing temperature in Fe-6.0 wt%Si alloy powder cores.

Fig. 6은 압분자심의 가장 중요한 특성인 자심손실의 분말 열처리온도에 따른 변화를 측정된 결과로서, 600°C의 결과를 제외한다면 열처리온도의 증가에 따라 자심손실이 상당히 낮아지고 있음을 볼 수 있다. 즉 700°C에서는 970 mW/cm<sup>3</sup>, 800°C에서는 750 mW/cm<sup>3</sup>로 그리고 900°C에서는 700 mW/cm<sup>3</sup> 정도까지 감소하고 있다. 기본적으로 합금의 전기비저항은 조성비에 의존하는 것으로서 열처리온도에 따라서는 크게 변화하지 않는 바, 이 그림에서 열처리온도 증가에 따른 자심손실의 감소는 내부응력 및 결정결함 농도의 저하 등에 기인하는 자기이력손실의 감소에 주로 의존하는 것으로 생각된다.

한편 Horie 등[14]은 순철 등과 비교하여 Fe-Si 합금 분말 코어의 철손이 성형압에 크게 의존함을 보고하였으며, 특히 기계적으로 단단한 분말일수록 압력에 의한 특성변화가 클 것임을 지적한 바가 있다. 본 연구에서의 자심손실도 현재는 장치상의 제한 때문에 시도해 보지 못하였으나 보다 광범위한 압력조건 하에서 실험을 해 보면 더 개선된 값을 얻을 수 있을 것으로 믿어진다.

Fig. 5와 6에 나타난 기계적 및 자기적 성질을 종합해 보면, 열처리온도가 600°C에서 700°C로 증가될 때 현재 그 원인은 불분명하나 기계적 강도의 증가가 일어나면서 자기적 특성의 열화가 발생되고, 그 이상의 열처리온도에서는 단조롭게 성형강도가 감소하면서 코어특성이 향상되는 현상이 나타나고 있음을 알 수 있다. 이에 따라 적절한 기계적 및 자기적 성질을 가진 분말코어 특성은 800°C 정도의 열처리에서 얻어지고 있는 것으로 판단된다.

Fig. 7은 800°C에서 1시간 동안 열처리된 자성분말을 사용한 압분자심의 주파수에 따른 실효투자율의 변화를 보여주고 있다. 저주파 대역에서의 투자율이 약 75 정도 되고 그 크기가 대략 200 kHz 이상까지 유지되고 있음을 볼 수 있다. 이

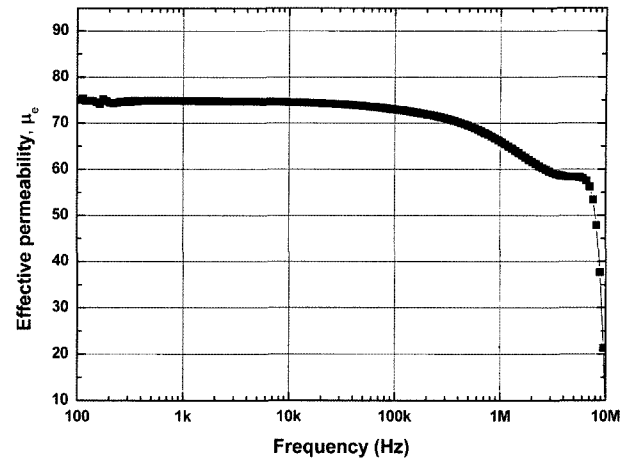


Fig. 7. Effective permeability as a function of frequency in Fe-6.0 wt%Si alloy powder core using powders annealed at 800°C.

는 Fe-6.5 wt%Si 분말코어의 실효투자율이 200 kHz까지 거의 변화가 없었다고 하는 Horie의 보고[14]와 일치하는 것이다.

한편 이와 같은 투자율 특성을 나타내는 시료의 직류중첩 특성을 100 kHz의 주파수, 50 Oe의 정자장 하에서 측정해 보면 약 78 % 정도가 얻어지는데, 이는 최근 저자 등에 의해 조사된 바 있는 유사한 투자율을 갖는 철계 나노결정합금에 비하여 상당히 높은 값에 해당되는 것이다[15].

한편 품질계수의 열처리온도 의존성을 조사해 보면 Fig. 8과 같은 결과가 얻어졌다. 이 그림에서 보는 바와 같이 600°C에서 700°C로 온도가 증가하면 Q 값이 Fig. 6의 결과를 반영하여 낮아지나, 800~900°C로 온도가 증가하면 Q 값의 증대가 일어짐을 볼 수 있으며 그 값은 대략 26~27 정도에 이르는 것을 알 수 있었다.

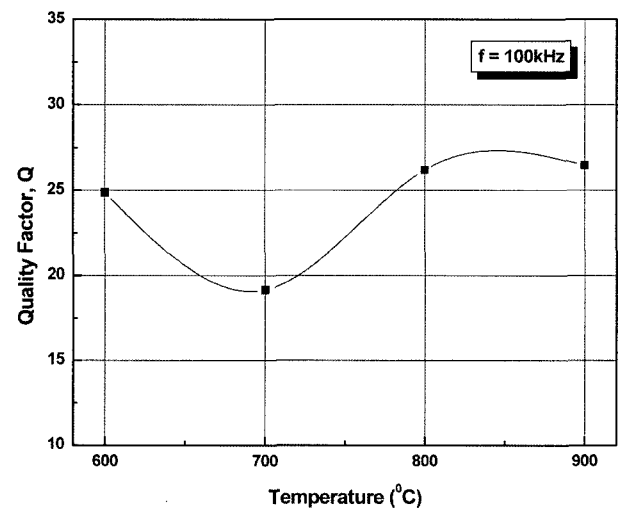


Fig. 8. Quality factor as a function of annealing temperature in Fe-6.0 wt%Si alloy powder cores.

### IV. 결 론

가스분무법으로 제조한 35~180 μm 크기의 Fe-6.0 wt%Si 고규소강 합금분말에 인산염 피막처리를 실시하고 600~900°C의 온도범위에서 1시간 동안 열처리한 다음, 상온압축에 의해 압분자심을 제조하였다.

대체적으로 분말에 대한 열처리온도가 증가할수록 압축강도와 자심손실이 낮아지고 품질계수는 증가하였는바, 이는 온도상승에 따른 내부 잔류응력의 감소, 결정결함농도의 감소 및 미세조직의 균질화에 기인하는 것으로 생각되었다.

800°C에서 열처리한 Fe-6.0 wt%Si 합금 압분자심의 경우, 압축성형강도는 15 kgf, 100 kHz에서의 실효투자율은 74, 품질계수는 26, 50 Oe 직류자장 하에서 퍼센트투자율은 78 정도의 값을 나타내었으며 투자율-주파수 곡선 상에서의 cut-off 주파수는 거의 200 kHz 이상에 이르는 것으로 조사되었다.

Fe-6.0 wt%Si 합금 압분자심의 이상과 같은 특성은 인산염 피막의 양호한 전기절연효과와 고규소 농도에 따른 결정자기 이방성 및 포화자기변형의 감소, 전기비저항의 증대 등의 기초 물성변화에 기인하는 것으로 사료되었다.

### 참고문헌

[1] K. S. Narasimhan, *Soft Magnetic Materials 96, Assessing the Business Opportunities, Markets and Technologies for Soft Magnetic Materials 96*(1996).

[2] A. Jack, *Powder Metallurgy World Congress and Exhibition,*

*Special Interest Seminar, Magnetic and Functional Materials* (1998).

[3] L. Hultsman, *Proceedings of the 2002 World Congress on Powder Metallurgy & Particulate Materials, Metal Powder Industries Federation,* pp. 14-26(2005).

[4] M. Müller, A. Novy, M. Brunner, and R. Hilzinger, *J. Magn. Magn. Mater.,* **196-197**, 357(1999).

[5] V. Léger, C. Ramiarinjaona, R. Barrué, and R. Lebourgeois, *J. Magn. Magn. Mater.,* **191**, 169(1999).

[6] D. Nuetzel, G. Rieger, J. Wecker, J. Petzold, and M. Mueller, *J. Magn. Magn. Mater.,* **196-197**, 327(1999).

[7] 濱欠裕貴, 藤井重男, *日立金屬技報,* **21**, 39(2005).

[8] S. Tajima, T. Hattori, M. Kondoh, M. Sugiyama, K. Higashiyama, H. Kishimoto, and T. Kikko, *Mater. Trans.,* **45**(6), 1891(2004).

[9] H. Mitani, H. Houjou, and K. Fujisawa, *Kobe Steel Engineering Reports,* **54**(1), 39(2004).

[10] B. Shen, H. Kimura, A. Inoue, M. Omori, and A. Okubo, *Mater. Trans.,* **43**(8), 1961(2002).

[11] S. Ishihara, W. Zhang, H. M. Kimura, M. Omori, and A. Inoue, *Mater. Trans.,* **44**(1), 1(2003).

[12] S. Tajima, T. Hattori, M. Kondoh, H. Kishimoto, M. Sugiyama, and T. Kikko, *J. Jpn. Soc. Powder & Powder Metallurgy,* **52**(3), 164(2005).

[13] H. Mitani, A. Hanaki, H. Yaguchi, and Y. Seki, *Kobe Steel Engineering Reports,* **48**(3), 25(1998).

[14] H. Horie, K. Ochiai, I. Arima, and M. Morita, *J. Jpn. Inst. Met.,* **50**(2), 127(1986).

[15] T. H. Noh, H. Y. Choi, and S. J. Ahn, *J. Kor. Mag. Soc.,* **14**(1), 7(2004).

## Magnetic Properties of Fe-6.0 wt%Si Alloy Dust Cores Prepared with Phosphate-coated Powders

**D. H. Jang and T. H. Noh\***

*School of Advanced Materials Engineering, Andong National University, Andong 760-749, Korea*

**K. Y. Kim**

*Advanced Metals Research Center, Korea Institute of Science & Technology, Seoul 136-791, Korea*

**G. B. Choi**

*Research Center, Changsung, Incheon 405-100, Korea*

(Received 13 August 2005, in final form 3 September 2005)

Dust cores (compressed powder cores) of Fe-6.0 wt%Si alloy with a size of 35~180  $\mu\text{m}$  in diameter have been prepared by phosphate coatings and annealings at 600~900°C for 1 h in nitrogen atmosphere. Further the magnetic and mechanical properties of the powder cores were investigated. As a general trends, the compressive strength and core loss decreased with the increase in annealing temperature. When annealed at 800°C, the compressive strength was 15 kgf, the permeability and quality factor were 74 and 26, respectively. Moreover the core loss at 50 kHz and 0.1 T induction was 750 mW/cm<sup>3</sup>, and the percent permeability under the static field of 50 Oe was estimated to be about 78. In addition, the cut-off frequency in the curve representing the frequency dependence of effective permeability was measured to be around 200 kHz. These properties of the Fe-6.0 wt%Si alloy dust cores could be considered to be due to the good insulation effect of iron-phosphate coats, the decrease in magnetocrystalline anisotropy and saturation magnetostriction and the increase in electric resistivity.

**Key words :** dust cores (compressed powder cores), Fe-6.0 wt%Si alloy, phosphate coating treatment, core loss, dc bias properties