

## 온간성형법으로 제조된 Fe 분말 코어의 자성특성

김세훈 · 조태선 · 박민서 · 김영도\*  
한양대학교 신소재공학과

### Magnetic Properties of Fe Powder Core Fabricated by Warm Compaction

Se Hoon Kim, Tae Sun Jo, Min Suh Park and Young Do Kim\*

Division of Materials Science and Engineering, Hanyang University, Seoul 133-791, Korea  
(Received September 19, 2007; Accepted October 10, 2007)

**Abstract** In recent years, a rapid increase in demands for the soft magnetic composite parts has been created and it has been tried to improve their properties by various processing methods, alloying elements and compaction parameters. Warm compaction method has been used for the reduction of residual stress, the improvement of magnetic properties and the higher densities. In this work, the effects of warm compaction and polymer binder on magnetic properties of Fe powder core were investigated. The sintering powder, Fe oxide, was ball-milled for 30 hours. And then ball-milled Fe oxide powder was reduced through hydrogen reduction process. The hydrogen reduced Fe powder and polymer binder were mixed by 3-D turbular mixer. And then the mixed powder was warm-compacted. The magnetic properties such as core loss and permeability were measured by B-H curve analyzer.

**Keywords** : Warm compaction, Magnetic property, Nanostructured Fe powder, Polymer binder

#### 1. 서 론

나노구조 재료는 결정립의 크기가 나노미터 크기로 작아짐에 따라 입계나 상 경계 부위에서의 체적 분율이 커지게 된다. 이에 따라 수많은 결함으로 인한 비정질 혹은 결정질구조로 인해 기존의 재료와는 매우 다른 기계적, 물리적 및 화학적 특성을 보여주는 것으로 알려져 있다<sup>1-4)</sup>.

또한 나노결정립을 가지는 자성체에 대한 연구가 진행됨에 따라 점차 나노결정립 연자성재료가 기존의 퍼멀로이나 페라이트의 상당 부분을 대체하고 있으며 특히 철계 나노 결정립 연자성 재료는 Co 계 비정질 재료에 비하여 가격이 저렴하며, 투자율이 높고, 포화자속밀도가 약 4~5배 정도 높아 연자성체의 크기를 줄일 수 있는 장점으로 많은 주목을 받고 있으며 자성코어 등에 응용되고 있다<sup>1,2)</sup>.

이러한 자성 코어 제작 시 요구되는 가장 중요한 특성은 동작 조건에서 낮은 코어 손실이다. 전력변환기에서 코어손실은 동선손실과 함께 열을 발생시켜 코어의 동작온도를 높이고 포화자속밀도를 감소시킨다. 따라서 동작온도에서 코어손실을 최소화 하는 것이 무엇보다 중요하다<sup>5,6)</sup>.

자성체의 자기손실은 자기이력손실, 잔류손실, 와전류손실로 구분되는데, 자기이력손실은 자화, 탈자화 되는 과정에서 자벽이 계재물이나 결함과의 상호작용에 의해 비가역적 변화를 함으로써 발생하는 손실이다. 이 손실을 감소시키기 위해서는 자기이방성, 자기응력을 최소화 시켜야 하며 각종 결함이나 응력을 없애는 것이 중요하다. 잔류손실은 주파수에 따른 자기완화와 자기공명에 의한 손실을 말한다.

와전류 손실은 코어에 교류자장이 인가될 때 반대 방향의 유기전압에 의해 발생하는 와전류에 의한 손

\*Corresponding Author : [Tel : +82-2-2220-0408; E-mail : ydkim1@hanyang.ac.kr]

실이다. 와전류 손실은 주파수의 제곱에 비례하고 전기저항에 반비례하기 때문에 동작주파수가 상향 추세에 있는 자성코어에서 가장 중요시 되는 손실기구라고 할 수 있다.

또한, 분말코어는 약 100 kHz 이상까지의 고주파용으로 사용되는데, 이 주파수에서 벌크 금속재료는 손실이 크지만 미세분말로 금속을 파쇄하면 손실을 일으키는 와전류가 제거된다. 그러나 분말 자체가 고투자율을 가지더라도 이 과정에서 투자율은 크게 감소가 되는데 이는 절연체의 공극(air gap)에 의해 내부의 자기소거 자장이 커지기 때문으로 알려져 있다. 또한 와전류 손실의 감소시키는 방법으로 전기저항을 높이기 위해서 각종 첨가제를 사용하는데 대표적인 첨가제는  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{V}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ,  $\text{MoO}_3$  등이 알려져 있다<sup>5,7)</sup>.

본 연구에서는 Fe 분말을 고에너지 볼밀링법을 이용하여 나노구조 Fe 분말을 제조하고 고유저항이 작은 Fe 분말의 전기저항을 증가시킬 목적과 성형밀도 증가를 통한 공극 감소를 목적으로 고분자 바인더 첨가와 함께 성형밀도의 향상을 위해 온간성형을 실시하였다<sup>8,9)</sup>. 또한 바인더 첨가량에 따른 Fe 분말코어의 와전류손실과 투자율에 대해 고찰하였다.

용 분말(Kojundo chemetals, Japan)을 원료분말로 사용하였다. 이때 분말의 평균 입자 크기는 약 15  $\mu\text{m}$  정도였다. 원료 분말은 아르곤 분위기에서 용기에 밀봉되어, 수평식 볼밀링기인 Simoloyer(Zoz GmbH, Germany)에서 400 rpm의 회전속도로 30시간 동안 볼밀링 과정을 수행하였다. 이때 볼 대 분말의 장입비는 15:1이었으며, 밀링 매체는 지름 5.5 mm의 스테인리스 스틸 볼을 사용하였다. 볼밀링된 분말은 수소분위기에서 승온속도 10°C/min으로 550°C의 온도에서 1시간 동안 유지하여 충분히 환원을 실시하였으며, 이때 얻어진 Fe 분말은 폴리비닐계 고분자를 첨가하여 3차원 혼합기(3D Tubular)에서 1시간 동안 혼합하였다. 혼합된 분말은 240°C의 다이 온도에서 최대 700 MPa의 압력으로 온간성형을 실시하였다.

제조된 분말의 형태, 입자크기, 결정 구조 같은 미세구조적 특성을 관찰하기 위하여 주사전자현미경(SEM)과 투과전자현미경(TEM)분석을 실시하였으며, 분말의 입도분포를 입도분석기(LPA)를 통해 분석하였다. 또한 혼합된 고분자의 열분해 온도를 시차주사열량계(DSC)를 사용하여 측정하였다. 성형체의 코어 자성특성을 측정하기 위하여 B-H 분석기를 이용하였다.

## 2. 실험방법

본 연구에서는 99.9%의 순도를 가지는  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  상

## 3. 실험결과 및 고찰

그림 1은 원료분말인  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  분말을 30시간 동안

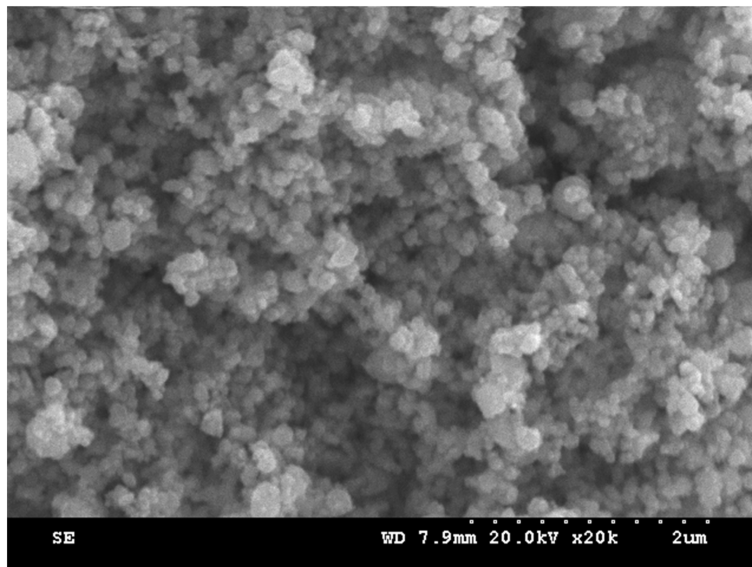


Fig. 1. SEM micrograph of ball-milled  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  powder.

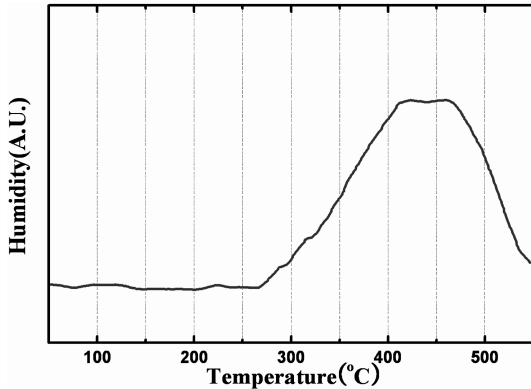


Fig. 2. Humidity curve during hydrogen reduction of ball-milled  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  powder.

불밀링한 분말의 주사전자현미경 관찰결과이다. 약 200 nm 크기의  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  분말이 매우 고르게 분포하고 있는 것을 확인할 수 있다. 선행 연구에서 원료분말과 30시간 불밀링한  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  분말의 X선 회절분석 결과에서 원료분말의 경우  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  상으로 존재하는 것을 확인할 수 있으며, 30시간 불밀링한 분말의 경우  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  상으로 상변화가 일어나  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  상과 혼재되어 있는 것으로 확인되었으며, 결정립 크기를 계산한 결과 불밀링한 분말은 평균 32 nm의 결정립 크기를 가지는 것으로 나타났다<sup>2)</sup>.

30시간 불밀링한  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  분말을 수소분위기에서  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 의 승온속도로  $550^\circ\text{C}$ 에서 1시간 동안 유지하여 수소환원을 진행하며 환원과정 중 나오는  $\text{H}_2\text{O}$ 의 양을 측정하여 그림 2에 나타내었다. 결과에서 볼 수 있듯 약  $300^\circ\text{C}$ 와  $430^\circ\text{C}$  근처에서 피크가 관찰되었으며, 이는 각각  $\text{Fe}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Fe}_3\text{O}_4$  과정과  $\text{Fe}_3\text{O}_4 \rightarrow \text{FeO} \rightarrow \text{Fe}$ 의 과정으로 판단되며, 이 피크는 약  $550^\circ\text{C}$ 까지 환원이 진행되고 있음을 나타낸다. 따라서  $550^\circ\text{C}$ 에서 충분한 시간 동안 유지해 줌으로써 순수한 Fe 분말을 얻고자 하였다.

이렇게 얻어진 Fe 분말은 입도분석기를 통해 그 입도분포를 조사하였으며 그 결과를 그림 3에 도시하였다. 분말 입도는 전형적인 Bimodal 형태이며, 작은 입도는 평균 40 nm를 나타내었으며 큰 입도의 경우 약 300~500 nm 정도의 크기로 나타났다. 그러나 그림 1의 결과에서 볼 수 있듯 불밀링 후  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  분말은 거의 일정한 크기로 나타난 반면 환원 후 분말 크기는 약 40 nm 분말과 400 nm 정도 크기의 분말

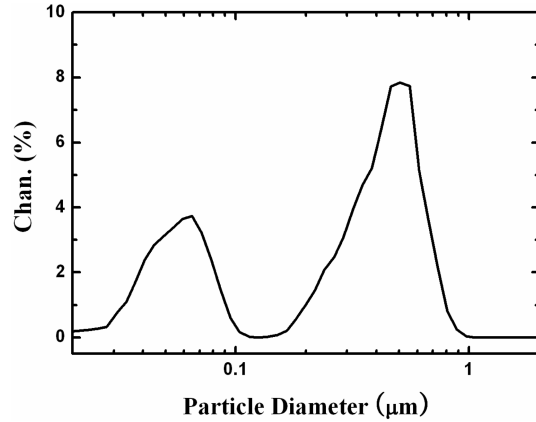


Fig. 3. Particle size distribution of ball-milled  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  powder.

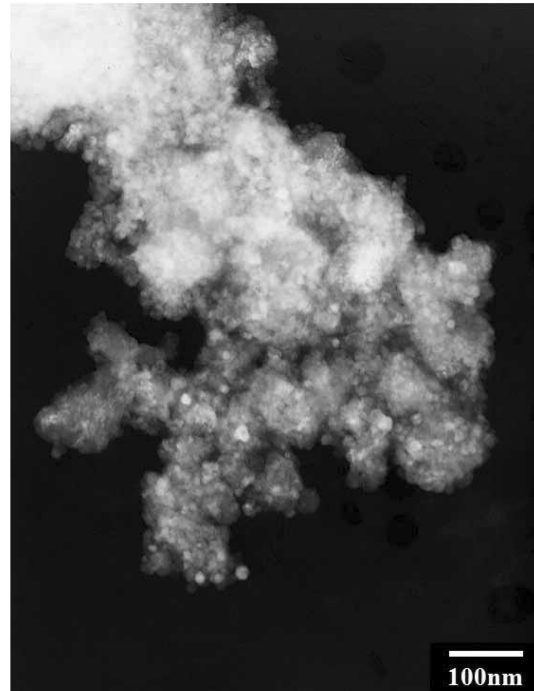


Fig. 4. TEM micrograph of Fe powder after hydrogen reduction.

로 나누어져 나타났다. 이러한 결과를 확인하기 위하여 환원 후 Fe 분말을 투과전자 현미경을 통하여 분말의 미세구조를 분석하였다.

그림 4는 환원한 Fe 분말을 투과전자 현미경으로 관찰한 결과이다. 입도분석 결과와는 달리 약 10~20 nm 정도의 작은 입자들이 수백 nm 크기로 응집되어 있음을 확인할 수 있다. 이와 같은 형태의 Fe 분말

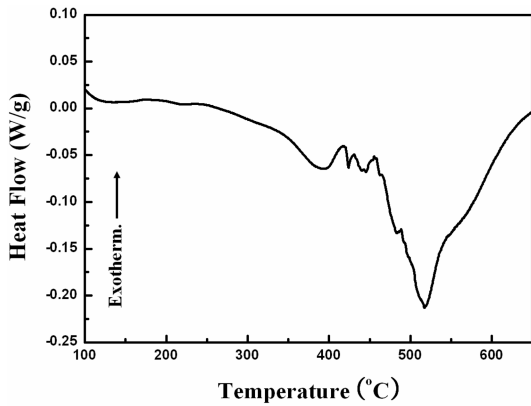


Fig. 5. DSC curve of polymer binder.

을 온간성형하기 앞서 아세톤과 함께 0.2~1.4 wt.% 함량의 폴리비닐계 고분자 바인더와 섞어 3차원 혼합기에서 혼합한 후 건조기에서 50°C의 온도를 유지하며 충분히 건조시켰다.

고분자 바인더에 의한 분말의 전기절연 효과를 유지하기 위하여 온간성형 중 바인더가 열분해되지 않아야 하므로 시차주사열량계를 사용하여 일반 대기 분위기에서 바인더로 사용된 폴리비닐계 고분자의 열분해 온도를 측정하여 그림 5에 나타내었다. 결과에서 알 수 있듯 고분자 바인더는 350°C까지는 거의 아무런 변화를 보이지 않았으며, 450°C 이후 급격히 열분해 되는 것을 확인 할 수 있었다. 이 결과로부터 본 연구에서 실시된 최대 온간성형 온도인 240°C에서도 고분자 바인더가 열분해 되지 않고 남아있음을 알 수 있다.

그림 6은 바인더의 함량에 따른 상대밀도의 변화

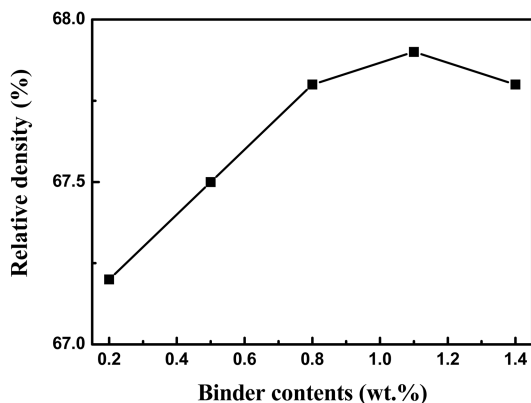


Fig. 6. Change of relative density of warm compacted Fe with various polymer binder contents.

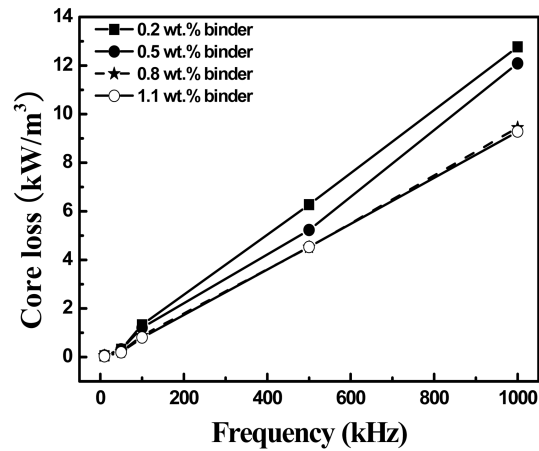


Fig. 7. Core losses of warm compacted Fe powder with various polymer binder contents.

를 표시한 것이다<sup>2)</sup>. 다이 온도는 240°C, 성형 압력은 700 MPa로 온간성형을 실시하였으며, 바인더의 함량 변화를 0.2, 0.5, 0.8, 1.1, 1.4 wt.%로 변화시켜 성형한 후 상대밀도를 측정된 결과 최대 0.7% 포인트 정도의 성형밀도 향상이 있었다. 결과에 표시한 성형밀도는 바인더의 밀도를 고려하지 않은 Fe만의 상대밀도를 나타낸 것이다. 또한 고분자 바인더의 함량이 1.1 wt.% 이상일 경우 성형 후 밀도가 오히려 감소하는 것으로 나타났고 코어 자성특성에 있어서도 성형밀도가 높은 것이 유리함으로 최적 바인더 함량은 1.1 wt.% 인 것으로 판단된다.

온간성형한 후 성형체의 코어손실을 측정하기 위해 B-H 분석을 실시하였다. 이때 자속밀도는 0.1T를 인가하였고, 주파수는 1~1,000 kHz로 변화시켜 측정된 결과를 그림 7에 도시하였다. 100 kHz 이상의 주파수에서 0.8 wt.%까지 바인더의 함량이 증가할수록 코어 손실이 낮아지는 결과를 보여주고 있으며, 이는 코어손실이 포화 자속밀도와 입자크기, 주파수의 제곱에 비례하고 전기저항에 반비례하는데, 포화 자속밀도, 입자크기, 주파수가 같은 상황에서 온간성형 시에 분말 표면을 둘러싸고 있는 바인더로 인해 성형체 전체의 전기저항을 높이고 이로 인해 생기는 결과인 것으로 판단된다. 그러나 바인더 함량이 0.8 wt.% 이상일 때는 코어 손실의 변화가 거의 없어 같은 밀도를 가지는 성형체 내에 잔존하는 바인더의 함량이 일정량 이상일 때는 거의 효과가 없는 것으로 나타났다.

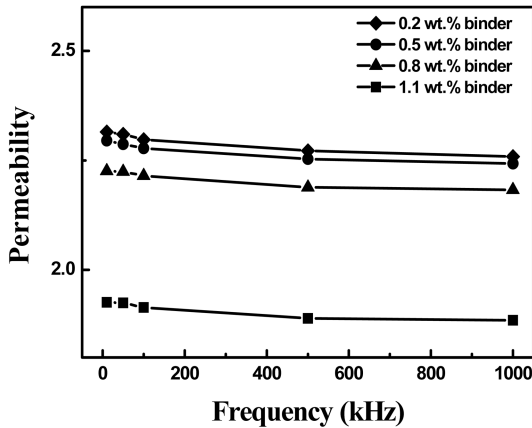


Fig. 8. Permeabilities of warm compacted Fe powder with various polymer binder contents.

그림 8은 성형체의 주파수 변화에 따른 투자율의 변화를 측정된 결과를 바인더 함량 별로 표시한 결과이다. 이 때의 측정 조건은 코어손실 측정 시와 같은 조건에서 실시하였다. 바인더의 함량이 낮을수록 투자율은 높게 나타났으며 바인더 함량이 1.1 wt.%의 경우 0.8 wt.% 이하의 경우보다 투자율이 큰 폭으로 감소되었다. 이 결과로 미루어 코어 자성특성에서 고분자 바인더의 함량이 0.8 wt.%가 코어손실과 투자율을 고려하였을 때 가장 최적인 것으로 판단된다.

#### 4. 결 론

본 연구에서 얻어진 결과로부터 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

1) 온간성형과 폴리비닐계 바인더 첨가를 통해 일

반 성형에 비해 높은 성형밀도를 가지는 Fe 성형체를 제조하였으며, 이 때의 온간성형 조건은 다이 온도 240°C, 성형 압력은 700 MPa이었다.

2) 온간성형을 통해 Fe 코어 성형체를 제조함에 있어서 고분자 바인더를 첨가함으로써 성형체의 전기저항을 높여 코어손실을 낮출 수 있으며, 이를 통해 우수한 코어특성을 가지는 성형체를 제조할 수 있는 것으로 판단된다.

3) 코어를 제조함에 있어 바인더의 첨가를 통해 코어손실을 낮출 수 있으나 일정량 이상의 고분자 바인더 첨가는 투자율을 큰 폭으로 낮추는 것으로 나타났다. 따라서 본 연구에서 제조한 Fe 코어의 경우 최적의 고분자 바인더 첨가량은 0.8 wt.% 일 때인 것으로 판단된다.

#### 참고문헌

1. R. W. Siegel and G. E. Fougere: *Nanostruct. Mater.*, **6** (1995) 205.
2. S. H. Kim, Y. J. Lee, J. S. Lee and Y. D. Kim: *J. Korean Powder Metall. Inst.*, **14** (2007) 185.
3. R. Birringer: *Mater. Sci. Eng. A*, **117** (1989) 33.
4. R. W. Siegel: *Nanostruct. Mater.*, **3** (1993) 1.
5. B. D. Cullity: *Introduction to Magnetic Materials*, Addison Wesley Publishing Company, Massachusetts (2006).
6. N. Kurti: *Selected Works of Louis Neel*, Gordon and Brek Science Publishers, New York (1988).
7. A. Goldman: *Handbook of Modern Ferromagnetic Materials*, Kluwer Academic Publishers, Massachusetts (1999).
8. Hoeganaes, *Handbook for Sintered Components*, **4** (1998).
9. F. Oyobi and F. Yakin: *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*, **42** (1995) 982.