

연자성 금속 분말의 분산에 분산제와 실란이 미치는 영향

이창현^{1,2}, 신호순¹ , 여동훈¹, 남 산²

¹ 한국세라믹기술원 나노융합소재센터

² 고려대학교 신소재공학과

Effect of Dispersant and Silane on Dispersion of Magnetic Powder Paste

Chang Hyun Lee^{1,2}, Hyo Soon Shin¹, Dong Hun Yeo¹, and Sahn Nahm²

¹ Electronic Convergence Materials Division, Korea Institute of Ceramic Engineering and Technology, Jinju 52851, Korea

² Department of Materials Science and Engineering, Korea University, Seoul 02841, Korea

(Received August 7, 2018; Revised September 7, 2018; Accepted September 28, 2018)

Abstract: Various process technologies for manufacturing power inductors are under development. The core goal is to increase the mixing ratio of the soft magnetic powder in the epoxy, and to uniformly disperse it in a molding-type power inductor, manufactured by the injection molding method. In this study, we investigated the effect of dispersant and silane on the dispersion of soft magnetic metal powders in epoxy. We added 0.6 wt% of dispersant and 2.0 wt% of silane, and an excellent dispersibility resulted. Under the conditions of 0.3 wt% of dispersant and 0.5 wt% of silane, we added both dispersant and silane together to observe the effect of their interaction on dispersibility. Similarly, the addition of 0.3 wt% of dispersant and 0.1 wt% of silane resulted in a sharp increase in viscosity, considered to be due to the interaction of the dispersant and silane. The addition of 0.1 wt% of dispersant with 0.5 wt% of silane resulted in a sharp rise in viscosity, and sedimentation-height decreased sharply due to the dispersion optimization.

Keywords: Inductor, Magnetic powder, Epoxy, Silane, Dispersion

1. 서론

최근 전자기기에서 프로세서의 동작속도가 빨라지고 배터리 소모량도 역시 증가하고 있는 추세이므로 파워 인덕터의 필요성이 더욱 높아지고 있다 [1]. 파워인덕터는 고전류화 및 낮은 직류저항 등의 특성이 요구되며 [2,3], 권선형, 적층형, 몰딩형 등 다양한 자성소재와 공정기술이 개발되고 있다 [4-7]. 이 중 자동차 산업에 적용되는 몰딩형 파워인덕터는 세라믹 절연층이

코팅된 ferrite 금속 분말과 epoxy resin을 혼합하여 코일이 삽입된 몰드에 주입하고 가열 경화 과정을 통하여 제조되는 인덕터이다. 몰딩형 인덕터는 코일의 형성과 장입 공정, 금속 연자성 분말의 자성특성 향상, 자성분말 표면의 절연막 코팅 및 분말을 에폭시 resin에 잘 분산하는 공정 등의 기술을 필요로 한다. 이러한 요소 중 연자성 분말을 에폭시 resin에 균일하게 분산하여 높은 packing density를 얻는 공정이 인덕터의 특성을 좌우하는 핵심기술이다 [8]. 하지만 밀도가 높고 입자크기가 균일하지 않은 금속 연자성 분말의 균일한 분산 및 혼합에 관한 연구는 많이 이루어지지 않았다. 따라서 본 연구에서는 입도가 다른 3가지 종류의 연자성 금속 파우더를 bimodal 형태로 epoxy resin에 혼합하여 packing density를 높이고자 하였으며, 이때 실란 및 분산제의 첨가량에 따른 점도 및

✉ Hyo Soon Shin; hshin@kicet.re.kr

침강높이를 측정하여 이들이 epoxy resin 내에서 금속 연자성 분말의 분산에 미치는 영향을 관찰하고자 하였다.

2. 실험 방법

본 연구에 사용되는 원료는 연자성 합금 분말인 Sendust (Changsung Co. Ltd., Korea), Fe-Si계 파우더(Changsung Co. Ltd., Korea) 그리고 CIP 파우더(Changsung Co. Ltd., Korea) 3종을 사용하였다. Solvent는 MEK (Daejung Chemicals & Metals Co. LTD., Korea)를 사용하였다. Epoxy resin은 SE-4125 resin (Shin-A T&C Co. Ltd., Korea)을 사용하였다. 그리고 분산제는 BYK-103 (BYK-chemie, Germany), 실란은 KBM-303 (Shin-Etsu Chemical Co.)을 사용하였다.

표 1은 본 연구에서 사용되는 물질들의 혼합 비율표이다. 이때, Sendust, Fe-Si계 파우더 그리고 CIP 파우더의 입도는 각각 90 μm , 10 μm 그리고 5 μm 로 이들의 혼합에 의하여 bimodal 형태를 띠며 표 1에서 보는 바와 같이 연자성 분말은 부피 비 75:20:5의 비율로 혼합하였다. Epoxy resin과 연자성 분말의 부피 비는 약 1:30으로 연자성 분말의 함량이 매우 높아 점도가 증가하여 주입성형이 불가능하다. 이에 따라 solvent를 추가 첨가하여 주입성형이 가능한 점도대역인 solid loading 70 vol%로 실험을 진행하였다. 분산제는 0~0.6 wt% 첨가하였으며, 실란은 0~2 wt%까지 첨가하였다.

본 연구의 전체적인 실험 공정을 그림 1에 나타내었다. Sendust 분말을 제외한 비교적 입도가 작은 Fe-Si, CIP 분말을 solvent, 분산제, 실란, epoxy와 함께 paste mixer를 이용하여 1,200 RPM으로 1분 1차 혼합하였다. 이는 상대적으로 분산되기 어려운 작은 입자들은 먼저 혼합시켜 줌으로써 분산성을 향상시키고자 함이다. 그 후 입자가 큰 sendust를 첨가하여 paste mixer를 이용하여 1,200 RPM으로 5분 2차 혼합하였다. 위의 방법으로 제조된 paste의 viscosity는 점도계(TVDV2P230, Brookfield, USA)를 이용하여 측정하였으며, 12 ml 실린더를 이용하여 시간에 따른 sedimentation height를 측정하였다. 제조한 몰딩형 인덕터의 미세구조를 관찰하기 위하여 복합체의 단면을 절취하고, 정밀하게 polishing한 후, 단면을 전자현미경(JSM 6700K, Jeol, Japan)으로 관찰하였고, 이들 이미지

Table 1. Mixing ratios of contents.

	No.1	No.2	No.3	No.4
Sendust	75 g	75 g	75 g	75 g
Fe-Si	20.84 g	20.84 g	20.84 g	20.84 g
CIP	4.16 g	4.16 g	4.16 g	4.16 g
Epoxy (SE-4125)	0.41 g	0.41 g	0.41 g	0.41 g
Solvent (MEK)	7.35 g	7.35 g	7.35 g	7.35 g
Dispersant (BYK-103)	0~0.6 wt%		0~0.6 wt%	0.3 wt%
Silane (KBM-303)		0~2 wt%	0.5 wt%	0~2 wt%

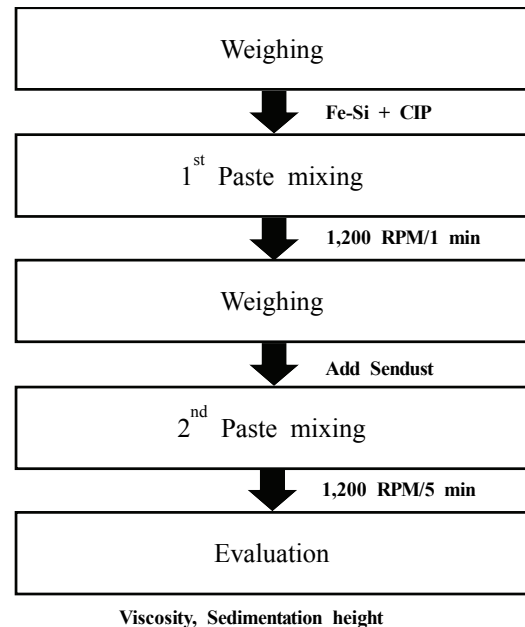


Fig. 1. Experimental flow chart.

를 image analyzer (Clemex Vision PE & Lite, Lab & Part Korea Co., Korea)를 이용하여 area percent를 측정하였다.

3. 결과 및 고찰

그림 2는 분산제 첨가량에 따른 paste의 점도 및 침강높이를 측정한 결과이다. 그림 2(a)에서 보이는 바와 같이 10 RPM을 기준으로 점도를 관찰한 결과 분산제 첨가량이 0.3 wt%까지 증가함에 따라 점도는 감소하여 약 16,000 cps로 비교적 낮은 점도를 나타냈다. 하

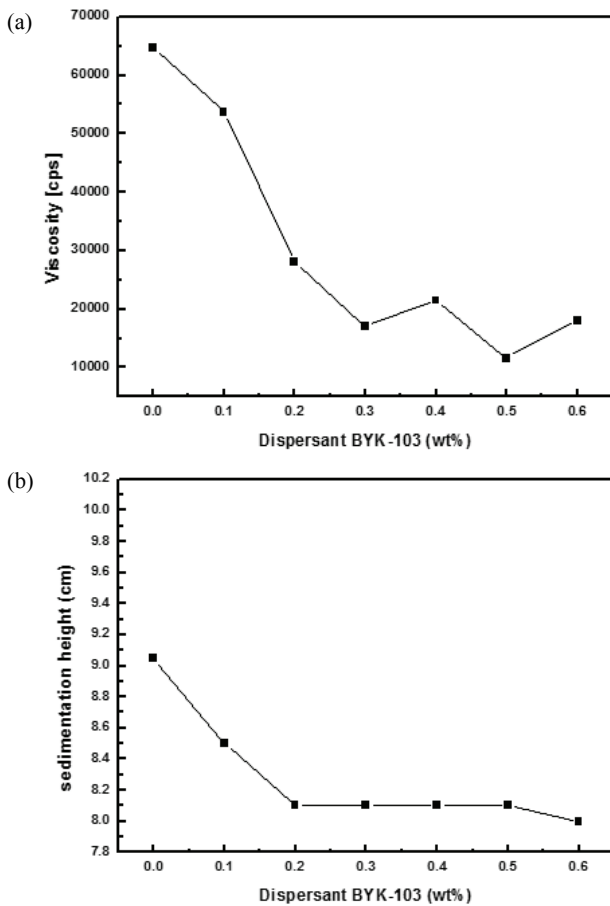


Fig. 2. Viscosity and sedimentation height with addition of dispersant; (a) viscosity and (b) sedimentation height.

지만 그 이상 분산제를 첨가할 경우 점도는 0.3 wt% 첨가한 것보다 오히려 증가하거나 비슷한 현상을 관찰할 수 있다. 그림 2(b)에서 보이는 바와 같이 분산제 첨가량에 따른 침강높이를 측정된 결과 최종 침강높이는 그림 2(a)와 동일하게 0.3 wt%까지 감소하는 경향을 나타냈다. 또한 그 이상 분산제를 첨가할 경우 침강높이는 0.3 wt% 첨가한 것과 큰 차이를 나타내지 않는다. 이는 단일 분산제를 사용하는 경우 분산제를 0.3 wt% 이상 첨가하는 것은 분산성에 큰 영향을 주지 않는다고 판단된다.

그림 3은 실란 첨가량에 따른 paste의 점도 및 침강높이를 측정된 결과이다. 그림 3(a)에서 보이는 바와 같이 10 RPM을 기준으로 점도를 관찰한 결과 실란 첨가량이 증가함에 따라 점도 역시 감소하여 실란 2.0 wt% 첨가 시 약 9,000 cps로 가장 낮은 점도를 나타냈다. 위 결과로 보아 점도가 가장 낮은 실란 2.0 wt%

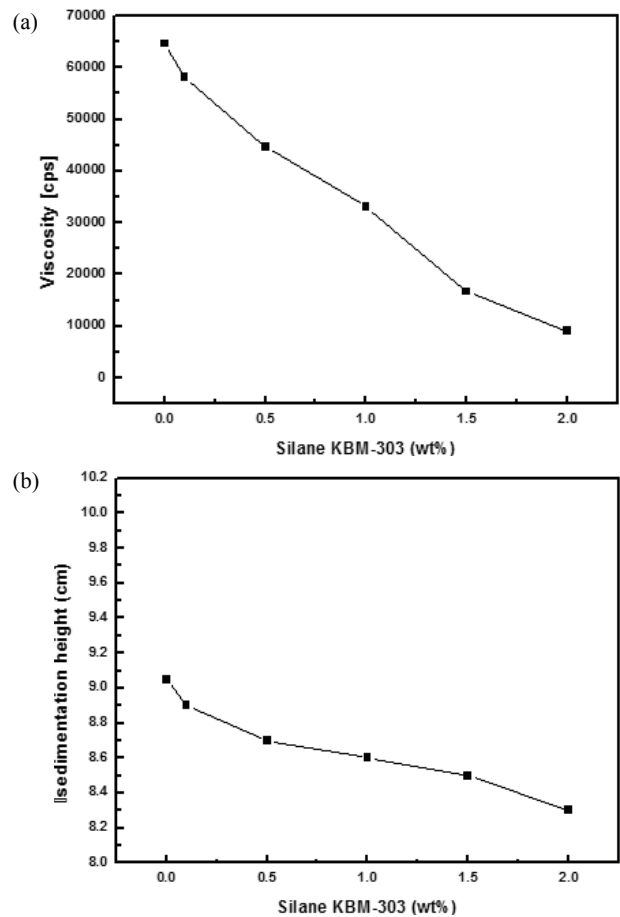


Fig. 3. Viscosity and sedimentation height with addition of silane; (a) viscosity and (b) sedimentation height.

첨가조건이 가장 높은 분산성을 갖는다고 판단할 수 있으나, 액상인 실란의 첨가로 인하여 epoxy기를 갖는 surfactant로서 역할뿐만 아니라 용매 증가로 인한 solid loading의 영향을 미쳐 점도 감소의 요인이 될 수 있다고 판단하였다. 따라서 점도의 기울기가 감소하기 시작하는 0.5 wt% 첨가조건을 분산 최적 포인트라 판단하였다 [9]. 또한 그림 3(b) 역시 실란 첨가에 따라 침강높이가 감소하는 경향을 나타낸다. 위의 그림 3(a)의 결과와 마찬가지로 실란 0.5 wt% 첨가조건에서 침강높이 변화폭이 가장 큰 것을 관찰할 수 있다.

그림 4는 위의 그림 2의 결과에서 가장 우수한 분산성을 나타낸 분산제 0.3 wt% 첨가조건에서 실란의 첨가량에 따른 점도 및 침강높이를 측정된 결과이다.

그림 4(a)에서 보이는 바와 같이 실란 0.1 wt% 첨가 시 점도가 급격하게 증가하는 것을 관찰할 수 있다. 이는 정량적으로 분석하기에는 어려우나, 분산제

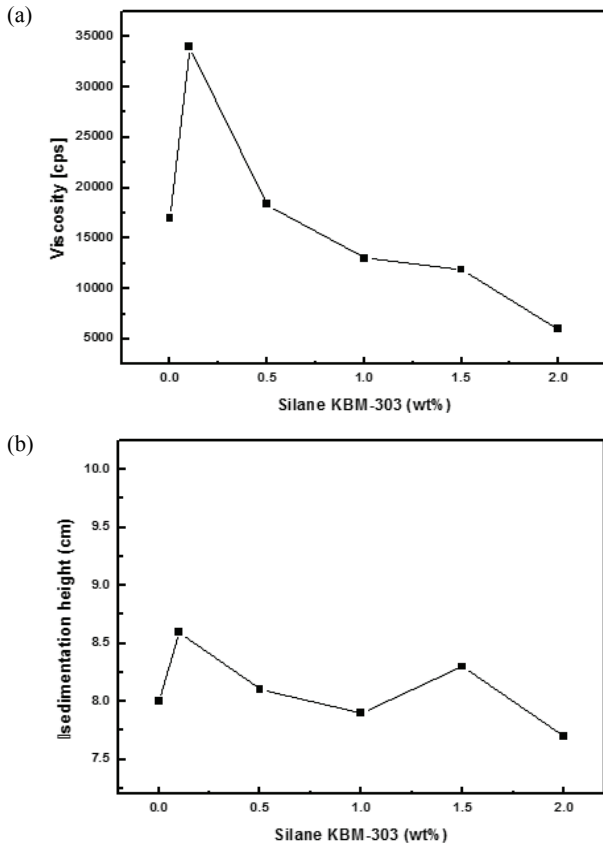


Fig. 4. Viscosity and sedimentation height with addition of silane after addition of 0.3 wt% dispersant; (a) viscosity and (b) sedimentation height.

BYK-103과 실란 KBM-303의 Methoxypropylacetate기 와 [2-(3,4-Epoxycyclohexyl)ethyl] trimethoxy-silane 기 간의 상호 작용으로 인하여 분산성을 저하시키는 요인으로 작용했다고 판단된다. 그 후 첨가량이 증가함에 따라 점도가 감소하는 경향을 나타내며, 이는 액상인 실란의 첨가로 인한 점도 감소라고 판단된다. 마찬가지로 그림 4(b) 역시 비슷한 결과로 실란의 추가 첨가로 인한 분산의 효과는 확인되지 않았다.

그림 5는 위의 그림 3의 결과에서 가장 우수한 분산성을 나타낸 실란 0.5 wt% 첨가조건에서 분산제 첨가량에 따른 점도 및 침강높이를 측정된 결과이다. 그림 5(a)에서 보이는 바와 같이 분산제 첨가량이 증가함에 따라 점도 역시 감소하는 경향을 나타낸다. 특히 분산제 0.1 wt% 첨가 시 점도가 26,000 cps까지 급격하게 감소하였다. 이는 실란 0.5 wt% 첨가조건에서 추가로 분산제 0.1 wt% 첨가 시 분산 최적화가 이루어졌으며, 그 후 점도가 감소하는 이유는 액상인 분산제 첨가로

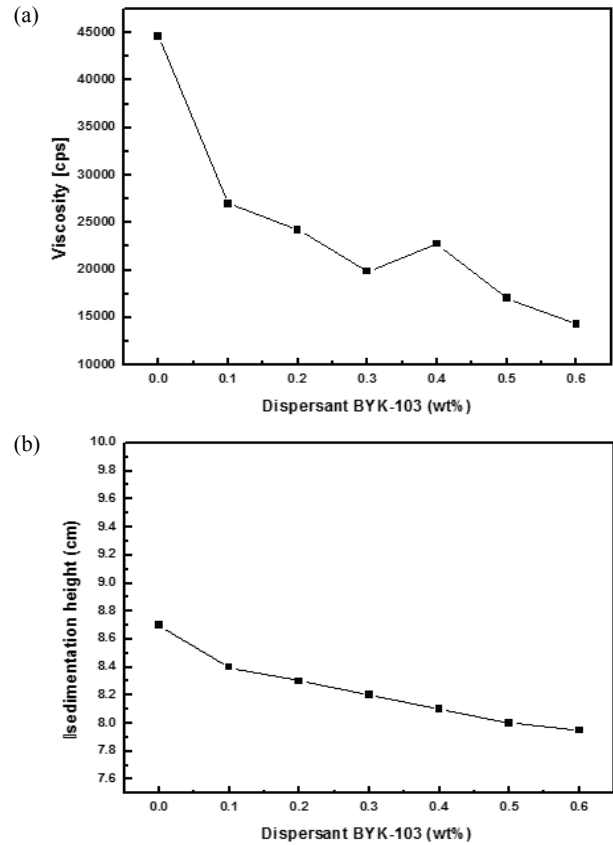


Fig. 5. Viscosity and sedimentation height with addition of dispersant after addition of 0.8 wt% silane; (a) viscosity and (b) sedimentation height.

인한 점도 감소라고 판단된다. 그림 5(b) 역시 분산제 첨가에 따라 침강높이가 감소하는 경향을 나타낸다. 위의 그림 5(a)의 결과와 마찬가지로 분산제 0.1 wt% 첨가조건에서 침강높이 변화폭이 가장 큰 것을 관찰할 수 있었으며, 그 후 분산제 첨가량에 따라 침강높이 변화폭이 일정한 것을 확인하였다. 따라서 분산제 0.1 wt% 첨가조건에서 분산 최적화가 이루어졌다고 판단하였다 [10].

그림 6은 위의 분산제 및 실란 첨가에 따른 각각의 분산조건에서 분산성이 가장 우수하다고 판단되는 조건으로 몰딩형 인덕터를 제조 후 단면 미세구조를 관찰한 결과이다. 이때, 각각의 미세구조를 image analyzer를 이용하여 연자성 분말의 area percent를 측정된 결과 (a) 69.75%, (b) 62.15%, (c) 56.38 그리고 (d) 67.18%로 나타났다. 이는 위의 점도 및 침강높이 결과에서 나타났듯이 분산 최적화가 입자의 packing density를 향상시킬 수 있다는 것을 의미한다.

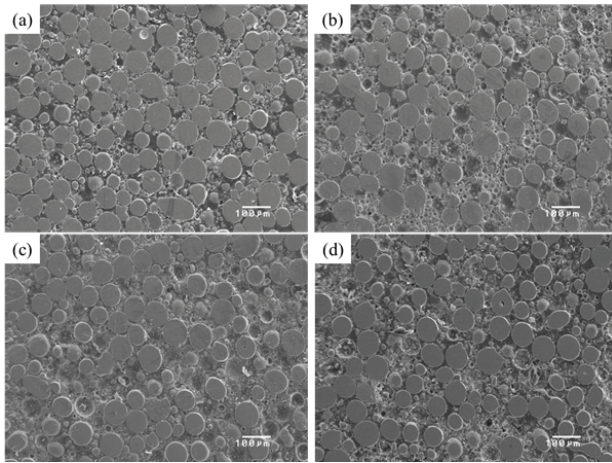


Fig. 6. Microstructure according to addition amount of dispersant and silane; (a) dispersant 0.3 wt%, (b) silane 0.5 wt%, (c) dispersant 0.3 wt%, silane 0.1 wt%, and (d) silane 0.5 wt%, dispersant 0.1 wt%.

4. 결론

Epoxy 내에 연자성 분말의 분산성을 향상시키기 위하여 분산제, 실란을 단독적 혹은 복합적으로 첨가하여 점도 및 침강높이를 측정하였다. 이때 연자성 분말의 solid loading을 최대화하기 위하여 solvent인 MEK를 첨가하여 주입성형이 가능한 paste의 점도를 확보하였다.

분산제를 단독으로 0.6 wt%까지 첨가한 결과, 분산제 0.3 wt% 조건에서 분산 최적화가 이루어지는 것을 확인하였다. 실란을 단독으로 2 wt%까지 첨가한 결과, 실란의 경우 액상이기 때문에 첨가량에 따라 점도 및 침강높이가 감소하는 경향을 보이지만 변화폭이 가장 큰 지점을 분산 최적화 포인트라 판단하였다. 따라서 실란 0.5 wt% 조건에서 분산 최적화가 이루어지는 것을 확인하였다.

분산 최적화에 분산제와 실란의 상호작용을 관찰하기 위하여 복합적으로 첨가하여 점도 및 침강높이를 측정하였다. 앞의 최적 분산제 첨가조건인 0.3 wt%를 기준으로 실란을 2.0 wt%까지 첨가한 결과, 실란 0.1 wt%를 첨가하였을 시 점도 및 침강높이가 급격하게 증가하는 것을 확인하였다. 이는 분산제와 실란의 상호작용으로 인하여 응집현상을 일으킨 것으로 판단된다. 앞의 최적 실란 첨가조건인 0.5 wt%를 기준으로 분산제를 0.8 wt%까지 첨가한 결과, 분산제 0.1 wt%를 첨가하였을 시 점도 및 침강높이가 급격하게 감소하는 것을 관찰할 수 있었다. 따라서 실란 0.5 wt%와 분산제 0.1

wt%를 복합적으로 첨가하였을 시 가장 우수한 분산성을 갖는다고 판단된다.

ORCID

Hyo Soon Shin

<https://orcid.org/0000-0002-2102-5763>

감사의 글

본 연구는 중소기업청/산업기술혁신사업(Woruld Class 300 프로젝트 R&D)의 지원으로 수행되었음(과제번호: 10050459).

REFERENCES

- [1] T. Tokuoka, T. Ishimine, T. Maeda, and K. Matsunuma, *J. Jpn. Soc. Powder Powder Metall.*, **60**, 108 (2013). [DOI: <https://doi.org/10.2497/jjspm.60.108>]
- [2] J. Mürbe and J. Töpfer, *J. Electroceram.*, **15**, 215 (2005). [DOI: <https://doi.org/10.1007/s10832-005-3278-8>]
- [3] H. Su, H. Zhang, X. Tang, L. Jia, and Q. Wen, *Mater. Sci. Eng., B*, **129**, 172 (2006). [DOI: <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2006.01.008>]
- [4] S. Y. An, I. S. Kim, S. H. Son, S. Y. Song, J. W. Hahn, and K. R. Choi, *J. Korean Magn. Soc.*, **20**, 182 (2010). [DOI: <https://doi.org/10.4283/JKMS.2010.20.5.182>]
- [5] W. Y. Jeung, H. K. Kim, and J. O. Lee, *J. Korean Magn. Soc.*, **15**, 241 (2005). [DOI: <https://doi.org/10.4283/JKMS.2005.15.4.241>]
- [6] H. Shokrollahi and K. Janghorban, *J. Mater. Process. Technol.*, **189**, 1 (2007). [DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.02.034>]
- [7] L. Huang, Z. H. Yuan, B. S. Tao, C. H. Wan, P. Guo, Q. T. Zhang, L. Yin, J. F. Feng, T. Nakano, H. Naganuma, H. F. Liu, Y. Yan, and X. F. Han, *J. Appl. Phys.*, **122**, 113903 (2017). [DOI: <https://doi.org/10.1063/1.4990478>]
- [8] J. W. Han, B. K. Kim, and H. J. Je, *Korean J. Mater. Res.*, **18**, 542 (2008). [DOI: <https://doi.org/10.3740/MRSK.2008.18.10.542>]
- [9] J. Tsubaki, M. Kato, M. Miyazawa, T. Kuma, and H. Mori, *Chem. Eng. Sci.*, **56**, 3021 (2001). [DOI: [https://doi.org/10.1016/S0009-2509\(00\)00485-1](https://doi.org/10.1016/S0009-2509(00)00485-1)]
- [10] J. W. Kim, Y. H. Chun, J. H. Hwang, and S. J. Lee, *J. Korean Ceram. Soc.*, **43**, 635 (2006). [DOI: <https://doi.org/10.4191/KCERS.2006.43.10.635>]