

실험계획법을 이용한 진공유리 Pillar 재료의 혼합비율 최적화

김재경¹, 전의식^{1*}
¹공주대학교 기계공학과

Optimization of Ingredients for Vacuum Glazing Pillar Using DOE

Jae-Kyung Kim¹ and Euy-Sik Jeon^{1*}

¹Graduate School of Mechanical Engineering, Kongju National University

요 약 Pillar의 제조 방법은 진공유리 및 반도체 디스플레이 분야에서 사용되는 핵심공정 중 하나이다. Pillar는 스크린 인쇄 방식을 통하여 배치할 수 있으나 시료의 성분에 따라 메탈마스크의 패턴을 전부 통과하지 못하거나 점도에 따라 통과된 혼합물이 본래의 형상을 유지 못하는 경우가 발생한다. 본 연구에서는 알루미나와 실리카 기반의 무기화합물을 이용하여 스크린 인쇄를 통해 pillar를 배치하였다. 실험계획법의 하나인 혼합물 설계를 이용함으로써 실험횟수를 줄이고 진공유리 pillar의 조성을 설계할 수 있는 방법을 제시하고자 한다.

Abstract The manufacturing method of the pillar is one of the main process where it is used in vacuum glazing and semi-conductor display field. Pillar can be arranged by screen printing method. However it may unable to spread all pattern of metal mask according to the ingredient of the mixture. In addition, spreaded mixture doesn't maintain the original shape according to the viscosity. In this research, the pillar tried to be arranged through the screen printing by using the inorganic compound of the alumina and silica base. This study suggested a method in which it can decrease the test frequency and design the composition of the vacuum glass pillar by using the mixture design.

Key Words : Vacuum glazing, Pillar, Design of experiment, Mixture design

1. 서론

일반적으로 건물에서 발생하는 에너지손실은 건물의 벽체나 지붕, 그리고 창 등을 통하여 이루어진다. 열적으로 취약한 창의 단열성을 향상시키기 위해 선진국들을 중심으로 진공유리와 같은 단열 성능이 높은 유리창을 개발하기 위하여 많은 노력을 기울이고 있다.[1] 진공유리는 두 장의 유리 사이를 진공상태로 유지해 전도, 대류에 의한 열손실을 최소화한 제품으로 단열성능이 벽과 유사한 고 기능성 유리를 말한다. 진공유리를 구성하는 핵심요소 중 pillar는 유리에서 발생하는 대기압과 내부 진공과의 압력차를 극복할 수 있는 간극을 유지함과 동

시에 진공력에 의한 쓸림현상을 해소하며 불균형에 따른 유리자체의 스트레스 예방으로 크랙발생을 방지한다.[2]

기존에 개발된 pillar는 실린더 혹은 구슬 모양의 스텐레스 스틸이나 알루미나 세라믹으로 된 별도의 주형에 의해 제작 되었으며 이러한 pillar는 디스펜싱 방식이나 일일이 수작업에 의하여 유리에 부착해야하는 번거로움이 있다.[3-4] 또한 이런 방식의 배치는 pillar의 높이나 본래 형상을 유지하는데 어려움이 있거나 부분적인 손실이 발생하는 단점이 있다.

이러한 문제점을 해결하기위해 스크린 인쇄 기법을 이용하여 pillar를 배치하는 연구가 진행 중에 있다. 스크린 인쇄 기법은 공정이 단순하고 잉크와 기판에 영향을 받

본 논문은 한국산업기술재단의 지역혁신인력양성사업과 한국산업단지공단의 생산기술사업화 지원 사업의 지원을 받아 수행되었음

*교신저자 : Euy-Sik Jeon

Tel: +82-10-4910-9164 e-mail: osjun@kongju.ac.kr

접수일 12년 02월 09일

수정일 (1차 12년 02월 21일, 2차 12년 03월 07일)

게재확정일 12년 03월 08일

지 않는 장점이 있으며 기존의 섬유나 종이 등의 일반적인 인쇄의 영역을 벗어나 점차 고정밀 미세 패턴으로 기술이 발전되고 있다.[5] 그러나 사용되는 시료의 성분에 따라 메탈마스크 제판의 패턴을 전부 통과하지 못하는 경우가 발생하고 점도가 너무 낮을 경우 통과된 시료가 본래의 형상을 유지 못하는 경우가 발생하며 너무 높을 경우 스크린 인쇄 방식의 스퀴지부분에서 롤링 현상이 제대로 일어나지 않아 손실되는 부분이 발생한다.



[그림 1] Pillar 배치를 위한 스크린 인쇄 장치
[Fig. 1] Screen printing system for pillar arrangements

본 연구의 목적은 진공유리 pillar 배치공정을 무기혼합재료를 이용하여 페이스트 상태의 재료를 스크린 인쇄 방식을 통해 유리위에 배치하는데 있다.

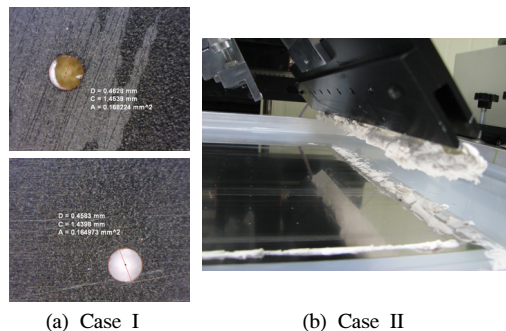
여러 가지 복합적인 시료들로 구성된 혼합물에 사용되는 혼합물 실험계획법을 이용하여 실험계획을 수립하고 수립된 실험 순서에 따라 시료를 혼합 및 pillar 배치 시험을 수행하였다. 혼합에 사용된 시료는 pillar의 열전도와 강도를 고려해 무기재료를 사용하였다. 혼합물의 점도와 유리 위에 배치된 양을 측정하고 반응 최적화 도구를 이용하여 무기화합물로 구성된 혼합물의 최적 조성 비율을 도출하고자 한다.

Fig. 1은 본 논문에서 사용한 스크린 인쇄 장치를 나타낸다. Fig. 2(a)는 혼합 시료가 메탈마스크의 개구부를 전부 통과하지 못한 부분을 나타내며, (b)는 시료의 점도가 너무 높아 롤링 현상이 일어나지 않고 1회 인쇄를 실시한 이후 혼합시료가 스퀴지 바에 붙어 연속 인쇄가 원활하지 않은 문제점을 나타낸다.

2. 혼합물 설계

대부분의 실험계획은 하나 또는 두 개 이상의 인자(x)가 어떤 관심 있는 반응치(y)에 유의한 영향을 미치는가

를 발견하거나 나아가 반응치를 최대 또는 최소화 시키는 인자들의 최적 조건을 찾는 데 그 목적을 둔다.[6] 잉크, 페인트, 케이크 등과 같이 여러 개의 성분으로 구성되어 질 때 각 성분의 혼합 비율이 문제가 되는 경우가 있으며, 이때 어떤 성분이 반응변수에 유의한 영향을 미치며 반응변수를 만족시키는 최적의 혼합 비율이 무엇인지에 대한 해결책으로 혼합물 실험계획법이 사용된다.[7]



(a) Case I (b) Case II
[그림 2] Pillar 혼합비율에 따른 문제점
[Fig. 2] Problems according to ingredients of pillar

2.1 재료혼합

일반적으로 진공유리 pillar에 사용되는 재료는 열전도가 낮고 유리와의 접착성을 필요로 한다. 또한 진공간극을 유지하기 위해 높은 압축 강도의 물성이 필요하며 이와 같은 조건을 충족시키기 위해 본 논문에서는 알루미늄과 실리카 기반의 무기단열재료를 사용하였다. 무기 지지체, 무기 바인더, 지연제 등으로 기초배합을 설정한 후 제작된 화합물의 점도 및 스크린 인쇄 방식을 통한 도포량을 높이기 위하여 혼합설계를 하게 된다.

2.2 실험계획의 수립

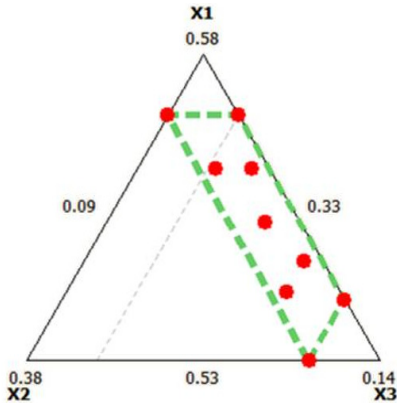
실험계획의 수립과 분석은 통계소프트웨어인 미니탭(MINITAB ver.14)을 사용하였다. 본 연구의 혼합물 설계에서 고려한 무기 화합물은 무기 바인더, 무기지지체, 지연제로 이루어져 있고 기초 실험을 통하여 각 성분의 상한과 하한의 제약 조건을 설정하였다. 이와 같이 제약 조건을 갖는 시료의 성분비에 따라 혼합물 설계(Mixture Design)중 극단 꼭지점 설계(Extreme Vertices Design)를 사용하였고, 전체 설계의 설정 반복은 1회로 한정하였다. 혼합물 총량을 1로 두었을 때 각 성분 별 한계를 다음 식 (1)과 같이 제약하였다.

$$X1 + X2 + X3 = 1 \quad (1)$$

$$\begin{aligned}
 & \text{여기서, } 0.53 \leq X1 \leq 0.57 \\
 & \quad \quad 0.33 \leq X2 \leq 0.34 \\
 & \quad \quad 0.09 \leq X3 \leq 0.13
 \end{aligned}$$

식 (1)에서 X1은 무기바인더를, X2는 무기지지체를, X3는 지연제를 각각 나타낸다.

Fig. 3은 상기 제약 조건을 적용한 심플렉스 디자인이며 Table. 1은 미니 탭으로 만들어진 실험계획표를 나타낸다.



[그림 3] 혼합물 설계에 의한 심플렉스 설계
[Fig. 3] Simplex design plot by mixture design

[표 1] 혼합물 설계에 의한 설계 테이블
[Table 1] Design table by the mixture design

Std order	Run order	Pt type	Block	X1	X2	X3
1	5	1	1	0.53000	0.34000	0.13
2	8	1	1	0.53100	0.33900	0.13
3	7	1	1	0.57100	0.33900	0.09
4	9	1	1	0.57000	0.34000	0.09
5	4	0	1	0.55050	0.33950	0.11
6	1	-1	1	0.54025	0.33975	0.12
7	2	-1	1	0.54075	0.33925	0.12
8	6	-1	1	0.56075	0.33925	0.10
9	3	-1	1	0.56025	0.33975	0.10

3. 실험 및 결과 분석

3.1 Pillar 배치시험 및 측정

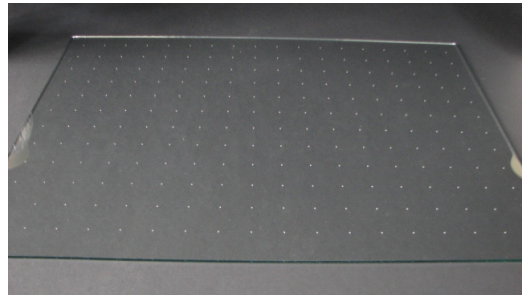
3.1.1 Pillar 배치시험

Pillar 배치 장치의 공정 조건은 스크린 인쇄 시 많이

적용되는 임의의 조건을 적용하였으며 그 조건은 메탈 마스크와 유리와의 간격 2mm, 스퀴지 각도 40°, 스퀴지 이송 속도 25mm/sec 이다. 유리는 소다라임유리 350 × 500 × 3 [mm]를 사용하였으며 각 조건별로 인쇄 실험을 실시하였다. Fig. 4는 스크린 인쇄 장치를 통해 배치된 pillar를 나타낸다.

3.1.2 점도 및 도포량 측정

제작된 혼합물의 점도와 pillar 배치 장치를 통해 배치된 pillar의 도포량은 Fig. 5와 같이 점도계(SV-100)와 정밀전자저울(SBA51)을 이용하였다. Table 2는 측정된 시료의 점도와 유리위에 배치된 도포량의 결과를 나타낸다.



[그림 4] 스크린 인쇄 장치에 의한 Pillar 배치
[Fig. 4] Pillar arrangement by screen printing machine



(a) viscosimeter



(b) precision electronic scale

[그림 5] 도포량과 점도 측정장치
[Fig. 5] Measuring instrument for spread and viscosity

[표 2] 도포량 및 점도 측정 결과

[Table 2] Measuring results of spread and viscosity

Std order	Run order	Pt type	Block	Y1_Spread (g)	Y2_Viscosity (Pa·s)
1	5	1	1	0.035	19.1
2	8	1	1	0.005	18.3
3	7	1	1	0.001	10.9
4	9	1	1	0.017	13.4
5	4	0	1	0.004	20.1
6	1	-1	1	0.011	19.7
7	2	-1	1	0.019	26.3
8	6	-1	1	0.008	17.5
9	3	-1	1	0.008	18.1

3.2 혼합물 설계 분석

3.2.1 도포량(Spread)

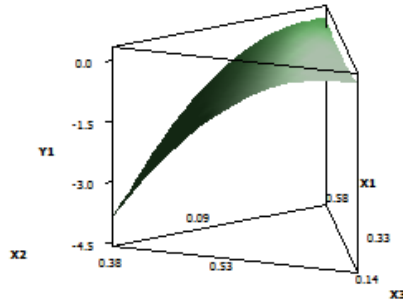
미니렘의 혼합물 설계 분석을 이용하여 실험 결과에 대한 분석을 실시하였다. 무기화합물의 도포량에 대한 혼합물 분석 결과와 표면도를 Fig. 6과 Fig.7에 나타내었다. 추정된 회귀계수에서 X1과 X3가 X2의 계수에 비해 상대적으로 크므로 메탈 마스크에서 통과량을 높이기 위해서는 X1과 X3의 함량을 늘려야 함을 알 수 있다. 무기화합물 도포량에 대한 혼합물 회귀 결과는 R-제곱 = 93.99% 로써 데이터가 선형 모형에 다소 유의하며 회귀 분석 결과 P = 0.047와 선형계수도 P = 0.070으로 비교적 유의한 수준을 보인다.

Regression for Mixtures: Y1 versus X1, X2, X3						
Estimated Regression Coefficients for Y1 (component proportions)						
Term	Coef	SE Coef	T	P	VIF	
X1	-102.9	151.2	*	*	3162276410	
X2	-474.3	628.6	*	*	20097677278	
X3	-101.0	101.7	*	*	60098303	
X1*X2	1027.1	1402.9	0.73	0.517	30569650277	
X1*X3	-120.0	113.9	-1.05	0.369	22790727	
X2*X3	1179.3	1402.9	0.84	0.462	1283824421	

S = 0.00445663 PRESS = 0.00177427
R-Sq = 93.99% R-Sq(pred) = 0.00% R-Sq(adj) = 83.98%

Analysis of Variance for Y1 (component proportions)						
Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Regression	5	0.000932	0.000932	0.000186	9.39	0.047
Linear	2	0.000075	0.000292	0.000146	7.36	0.070
Quadratic	3	0.000857	0.000857	0.000286	14.39	0.028
Residual Error	3	0.000060	0.000060	0.000020		
Total	8	0.000992				

[그림 6] 도포량에 대한 회귀 및 분산분석 결과
[Fig. 6] Analysis result of the regression and variance for spread



[그림 7] 도포량 결과에 대한 3차원 표면도
[Fig. 7] 3D surface plot for spread result

3.2.2 점도(Viscosity)

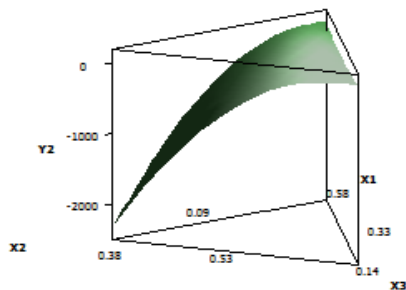
점도에 대한 분석 결과와 표면도를 Fig. 8과 Fig. 9에 나타내었다. 회귀 분석 결과를 보면 선형모형의 데이터 적합도가 R-제곱 = 99.69%로써 높은 신뢰성을 보이며, 전체 회귀식과 선형 계수가 p = 0.001로 유의함을 알 수 있다. 추정된 회귀 계수를 보면 X1과 X3의 값이 상대적으로 크므로 무기 지지체(X2)가 혼합물의 점도에 대해 많은 영향을 미치는 것을 알 수 있다.

Regression for Mixtures: Y2 versus X1, X2, X3						
Estimated Regression Coefficients for Y2 (component proportions)						
Term	Coef	SE Coef	T	P	VIF	
X1	-16184	9858	*	*	3162276410	
X2	-72180	40996	*	*	20097677278	
X3	-28975	6630	*	*	60098303	
X1*X2	156901	91492	1.71	0.185	30569650277	
X1*X3	571	7427	0.08	0.944	22790727	
X2*X3	194382	91492	2.12	0.124	1283824421	

S = 0.290641 PRESS = 6.50493
R-Sq = 99.69% R-Sq(pred) = 92.00% R-Sq(adj) = 99.17%

Analysis of Variance for Y2 (component proportions)						
Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Regression	5	81.0088	81.0088	16.2018	191.80	0.001
Linear	2	7.1546	71.6647	35.8323	424.19	0.000
Quadratic	3	73.8542	73.8542	24.6181	291.43	0.000
Residual Error	3	0.2534	0.2534	0.0845		
Total	8	81.2622				

[그림 8] 점도에 대한 회귀 및 분산분석 결과
[Fig. 8] Analysis result of the regression and variance for viscosity



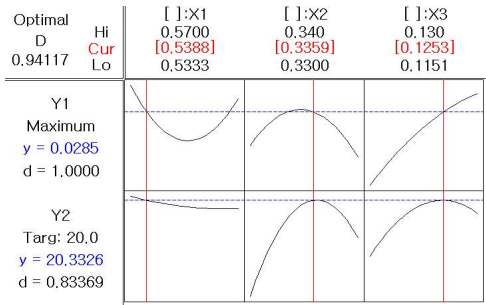
[그림 9] 점도 결과에 대한 3차원 표면도
[Fig. 9] 3D surface plot for viscosity result

4. 혼합물 최적화

실험계획법의 목적 중 하나는 독립인자들의 최적 수준을 찾아내는 것이다. 혼합물 설계에서 최적화 기법(Optimization Technique)은 매 단계에서 실험점에 대한 반응변수 값을 구한 후 점점 최적화되는 방향으로 이동하면서 인자들의 최적 수준을 찾는 방법이다.

Pillar 배치 장치에서 메탈 마스크를 통과하는 도포량은 망대특성을 보이며 원기둥 형태를 유지하기 위한 pillar의 최저 점도는 기초 시험을 실시해본 결과 20~25 [Pa·s] 값을 갖는다. 따라서 반응 최적화 도구에 사용될 망대특성의 목표 값을 20[Pa·s]로 설정하였다. Pillar 페이스트의 점도는 도포량에 비하여 중요성이 떨어지므로 가중치를 0.5로 두어 목표 값에 중요성을 덜 부여 하였으며, 도포량에 대한 가중치는 1로 설정 하였다.

상기 조건을 이용하여 반응 최적화 도구를 실행한 결과, 최적 조건은 무기 바인더(X1) = 0.53과 무기 지지체(X2) = 0.33, 지연제(X3) = 0.12의 결과를 얻을 수 있었다. 이 혼합조건에서 제작된 혼합시료의 점도는 20.33 [Pa·s]일 것으로 추정되며 350 × 500[mm]의 유리위에 혼합시료를 배치할 시 예상되는 도포량은 28.5 [mg]에 도달할 것으로 추정된다. 종합 만족도는 만족 함수 D = 0.94로 높은 만족도를 보이며 반응 최적화에 의해 얻어진 결과를 Fig. 10에 나타내었다.



[그림 10] 혼합비율 최적화
[Fig. 10] Optimization results

5. 결론

실험계획법 중 혼합물 설계를 이용하여 진공유리 pillar의 혼합물 비율이 스크린 인쇄 장치를 통한 pillar배치에 미치는 영향을 분석하고 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1) 스크린 인쇄 기법을 이용해 배치되는 최대의 무기 혼합물 도포량과 형상유지를 위한 점도에 대한 최

적 혼합 조건은 반응 최적화 도구를 실행한 결과 무기 바인더(X1) = 0.53, 무기 지지체(X2) = 0.33, 지연제(X3) = 0.12 이었다.

분산 분석 결과 단일 성분으로는 무기 바인더와 지연제가 도포량과 점도에 미치는 영향이 큰 것을 확인하였다.

- 2) 혼합물 설계 중 극단 꼭지점 설계를 이용함으로써 실험횟수를 줄이고 합리적으로 진공유리 pillar의 혼합물을 설계할 수 있는 방법을 제시하였다.

References

- [1] "Development of Design and Manufacturing Technology for Vacuum Window Glazing", Korea Institute of Energy Research, 1998
- [2] R. E Collins and A. C. Fischer-Scripps, "Design of pillar arrays in' flat evacuated windows", Australian Journal of Physics 44, pp. 545-63, 1991.
- [3] Saint-Gobain Glass France, "Sealed Vacuum Double Glazing and Method for Making", PCT No. WO00/34614, 2000.
- [4] Nippon Sheet Glass, "Process for Producing Vacuum Glass Panel and Vacuum Glass Panel Produced Thereby", PCT No. PCT/JP2003/ 015112, 2003
- [5] Kim, Gwang-Yeong; Ham, Yeong-Bok; Choe, Byeong-O; Nam, SuYoung; "Current Status of screen printing equipment for the production of PDP", KIMS = State of the art report, v. 12 no. 4, pp. 46-58, 2000.
- [6] S. H Park "Design of experiments", Minyoungsa, 2008.
- [7] Cornell, J. "Experiments with Mixtures", New York, Wiley, 2002.

김 재 경(Jae-Kyung Kim)

[정회원]



- 2012년 2월 : 공주대학교 대학원 기계공학과 (공학석사)
- 2012년 3월 ~ : 공주대학교 대학원 기계공학과 (박사과정)

<관심분야>

진공유리 공정기술, 구조재료공학

전 의 식(Euy-Sik Jeon)

[정회원]



- 1995년 2월 : 한양대학교 대학원 기계공학과 (공학박사)
- 1995년 3월 ~ 현재 : 공주대학교 기계자동차공학부 교수

<관심분야>

진공유리 공정기술, 구조재료공학, 반도체·자동차공학