

기계적 밀링공정에 의한 은 플레이크 분말 제조

정해영 · 이길근*

부경대학교 신소재시스템공학과

Fabrication of Silver Flake Powder by the Mechanical Milling Process

Hae-Young Jeong and Gil-Geun Lee*

Department of Materials System Engineering, Pukyong National University

365 Sinseon-ro, Nam-gu, Busan 608-739, Korea

(Received February 3, 2016; Revised February 12, 2016; Accepted February 16, 2016)

Abstract This study focuses on fabricating silver flake powder by a mechanical milling process and investigating the formation of flake-shaped particles during milling. The silver flake powder is fabricated by varying the mechanical milling parameters such as the amount of powder, ball size, impeller rotation speed, and milling time of the attrition ball-mill. The particle size of the silver flake powder decreases with increasing amount of powder; however, it increases with increasing impeller rotation speed. The change in the particle size of the silver flake powder is analyzed based on elastic collision between the balls, taking energy loss of the balls due to the powder into consideration. The change in the particle size of the silver flake powder with mechanical milling parameters is consistent with the change in the diameter of the elastic deformation contact area of the ball, due to the collision between the balls, with milling parameters. The flake-shaped silver particles are formed at the elastic deformation contact area of the ball due to the collision.

Keywords: Flake powder, Milling, Ball collision, Elastic deformation

1. 서 론

플레이크 형상의 분말은 다른 형상(구형, 다각형 등)의 분말에 비하여 비표면적과 반응성이 크고 다른 물질에의 부착성이 우수하여, 전도성 재료, 기폭제, 표면처리제 등 다양한 용도로 사용되고 있다[1-4]. 특히 은 플레이크 분말은 전극용 페이스트의 도전용 접착제 및 전자파 차폐제 등 전기, 전자 분야에 다양한 용도로 사용되고 있다. 은 플레이크 분말은 사용하는 용도에 따라 요구되는 입자특성(입자크기, 비표면적 등)이 다르며, 현재 다양한 입자크기(수백 nm~수십 μm)를 가지는 은 플레이크 분말이 상용화되고 있다[3-6].

플레이크 형상의 분말은 일반적으로 기계적 밀링공정으로 제조되고 있다[7]. 기계적 밀링공정에서는 밀 용기 내에서 운동하는 볼의 충돌작용에 의해 분말 입자가 소성변형, 분쇄, 응집되어 플레이크 형상의 분말이 제조되는 것

으로 알려져 있다. 밀 용기 내에서 운동하는 볼의 충돌작용은 밀링 공정변수(밀링 형식, 볼 크기 등)에 따라 다르다. 따라서 기계적 밀링공정으로 목적으로 하는 입자특성을 가진 플레이크 분말을 효율적으로 제조하기 위해서는, 밀링 공정변수와 볼 충돌작용과의 상관관계에 대한 충분한 이해를 필요로 한다. 이를 위해서는 밀링 공정변수에 따른 밀 용기 내의 볼 운동에 대한 예측이 선행되어야 한다. 이를 위해 밀 용기 내의 볼 운동을 시뮬레이션한 결과가 일부 보고[8, 9]되고 있으나, 이들 시뮬레이션 결과를 플레이크 분말 제조현장에서 실제 사용하는 밀링기의 공정조건에 바로 적용할 수 없어, 시뮬레이션 기법이 플레이크 형상 분말 제조에 충분히 활용되지 못하고 있다. 또한 밀 용기내의 볼 운동에 기초하여 플레이크 분말의 형성에 대하여 해석한 결과가 일부 보고되고 있으나, 플레이크 분말의 입자크기와 밀링공정 변수간의 상관관계는 명확히 설명하지 못하고 있다[10, 11].

*Corresponding Author: Gil-Geun Lee, TEL: +82-51-629-6381, FAX: +82-51-629-6373, E-mail: gglee@pknu.ac.kr

최근 저자들은 수직형 교반식 밀링기를 사용하여 은 플레이크 분말의 효율적인 제조조건을 확립하기 위하여, 기계적 밀링공정변수를 변화시켜 플레이크 형상의 은 분말을 제조하고, 공정변수 중에서 볼크기와 교반속도에 따른 은 플레이크 분말의 입자크기의 변화를 밀 용기내의 볼 충돌작용에 기초하여 고찰한 결과를 보고하였다[12]. 그러나 기보고한 볼 충돌작용 고찰에는 밀 용기내에 장입된 원료 분말의 영향은 배제되어 있다. 따라서 기보고된 고찰 방법으로는 실제 제조된 은 플레이크 분말의 크기와 이론적으로 예측된 크기 간에는 큰 차이를 나타내었을 뿐만 아니라, 실제 은 플레이크 분말 제조 현장에서 중요한 공정변수 중의 하나로 취급되는 분말 장입량의 영향을 검토할 수 없는 단점이 있다. 기계적 밀링공정에서 분말 장입량은 제품의 생산성을 직접적으로 결정하는 중요한 공정변수로, 기계적 밀링공정으로 은 플레이크 분말을 생산성 좋게 효율적으로 제조하기 위해서는 반드시 검토되어야 하는 공정변수이다.

본 연구에서는 수직형 교반기를 사용하여 기계적 밀링 공정변수를 변화시켜 은 플레이크 분말을 제조하고, 은 플레이크 분말의 입자크기에 미치는 기계적 밀링 공정변수의 영향을 밀 용기내에 장입된 분말의 영향을 고려한 볼 충돌작용에 기초하여 고찰하고자 하였다.

2. 실험방법

평균입자크기 약 2 μm를 가지는 구형의 은 분말을 원료로 하여 원통형 용기(내경: 110×10⁻³ m, 높이: 130×10⁻³ m)를 가지는 수직형 교반식 밀링기를 이용하여 에탄올 분위기에서 기계적 밀링하여 플레이크 형상의 은 분말을 제조하였다. 기계적 밀링 공정 변수가 플레이크 형상 분말의 입자크기에 미치는 영향을 검토하기 위하여, 볼 크기를 2~3×10⁻³ m, 교반속도를 200~400 rpm, 분말 장입량을 용기 내 볼 충전층의 공극대비 30~100 vol.%로 변화시켜 최대 6시간 동안 밀링하였다. 이때 용기, 교반기 및 볼은 모두 YSZ(ZrO₂-3 wt.%Y₂O₃) 재질을 사용하였으며, 볼은 밀 용기 체적의 약 40%를 장입하였다. 소정의 조건에서 기계적 밀링 후 전자현미경(Scanning electron microscopy; SEM, S-2700, Hitachi)과 입도분석기(Particle size analyzer; PSA, LS-13320, Beckman Coulter)를 이용하여 제조된 분말의 형상과 입자크기를 분석하였다.

한편 밀 용기와 같은 크기를 가지는 투명 아크릴제 용기를 사용하여, 기계적 밀링 공정변수에 따른 밀 용기내의 볼 운동과 에탄올의 움직임을 관찰하였다[12]. 또한 기계적 밀링 중에 볼들 간의 충돌시 분말의 영향을 간접적으로 관찰하기 위하여, 볼 재질과 동일한 재질의 판 위에 원

료 은 분말을 두께를 변화시켜 쌓은 후 볼을 일정한 높이(100×10⁻³ m, 150×10⁻³ m)에서 자유낙하시켜 은 분말의 두께에 따른 볼의 충돌 후 재상승 거동을 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

그림 1에 분말을 볼 공극 체적의 60 vol.% 장입하고 3×10⁻³ m 볼로 200 rpm에서 기계적 밀링시 밀링 시간에 따른 은 플레이크 분말의 입자크기 변화를 나타내었다. 은 플레이크 분말의 입자크기는 밀링시간이 증가함에 따라 증가하여 밀링시간 4시간 이후에는 입자크기가 크게 변화하지 않는 거동을 나타내었다. 이러한 거동은 본 실험 범위의 분말장입량, 볼 크기, 교반기의 회전수 범위에서는 밀링 공정변수의 변화에 무관하게 동일하게 나타났다[12]. 이러한 현상은 기계적 밀링시 분말입자의 응집과 분쇄가 밀링 4시간 이후에는 어느 정도 균형을 이루고 있음을 나타낸다. 또한 볼의 충돌작용에 의해 플레이크 형상의 입자가 형성되는 기계적 밀링 공정에 있어서 밀링 공정변수가 은 플레이크 분말입자의 크기에 미치는 영향을 검토하기 위해서는, 밀링 4시간 이후의 공정변수에 따른 입자크기의 변화에 주목할 필요가 있음을 의미한다[12]. 본 연구에서는 밀링 6시간의 분말을 대상으로 하여 검토하였다.

그림 2에 3×10⁻³ m 볼로 200 rpm에서 6시간 밀링시 분말장입량에 따른 은 플레이크 분말의 SEM 사진을 나타내었다. 분말입자가 응집, 소성변형되어 플레이크 형상의 입자가 형성되어 있으며, 분말장입량이 증가할수록 제조되는 플레이크 입자의 크기가 감소하였다.

한편 저자들은 은 분말의 기계적 밀링에 있어서 플레이크 형상의 입자형성이 밀링시 볼의 탄성충돌작용에 의한 가능성을 제시하였다[12]. 즉 그림 3(a)의 Model I과 같이

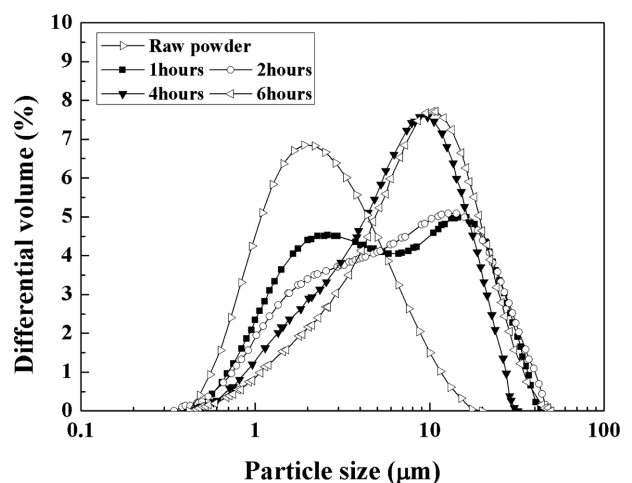


Fig. 1. Change of particle size distribution of the silver powder with milling time for powder charge ratio of 60 vol.%, ball size of 3×10⁻³ m and impeller rotation speed of 200 rpm.

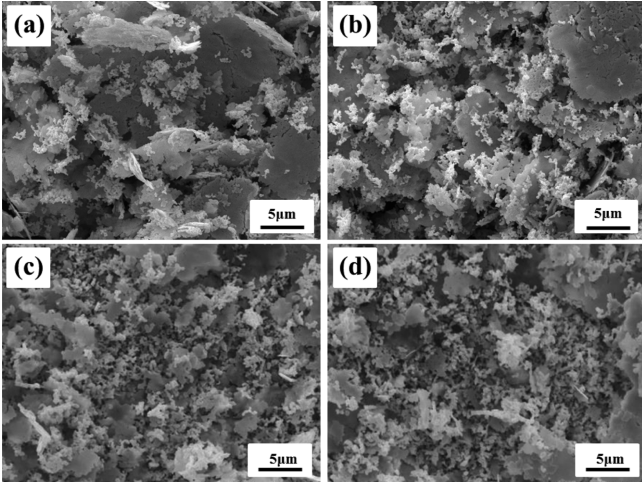
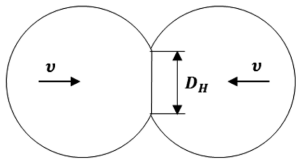


Fig. 2. SEM micrographs of the silver flake powder with powder charge ratio of (a) 30 vol.%, (b) 60 vol.%, (c) 80 vol.% and (d) 100 vol.%.

밀 용기 내부에서 속도 v 로 충돌하는 직경 d 의 두 볼이 탄성변형되어 형성되는 접촉부 (D_H 부)에서 플레이크 형상의 입자가 형성되는 가능성을 보였다. 그러나 저자들이 이미 보고한 그림 3(a)와 같은 볼의 탄성충돌모델에서는 볼의 탄성변형 접촉부에 존재하는 분말의 영향은 배제되어 있어, 그림 2와 같이 분말장입량의 변화에 따른 플레이크 분말의 입자크기 변화를 해석할 수 없는 단점이 있다. 본 연구에서는 그림 3(b)의 Model II와 같이 볼의 탄성변형 접촉부에 분말이 존재하는 경우의 볼의 탄성충돌을 해석하여, 탄성변형 접촉부의 직경(D_H)과 제조된 플레이크 분말의 입자크기를 상호 비교하여, 기계적 밀링 공정변수에 따른 플레이크 분말의 입자크기 변화를 고찰하고자 하였다.

그림 3(a)의 Model I에 있어서의 충돌하는 볼의 탄성변형 접촉부의 직경(D_H)과 충격에너지 밀도(I_d)는 각각 식

(a) Model I



(b) Model II

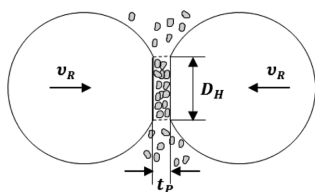


Fig. 3. Schematic diagrams of the collision model between balls considering (a) no energy loss and (b) energy loss due to powder.

(1), 식 (2)로 표시된다[12-14].

$$D_H = \left\{ \frac{15m \cdot (1-\nu^2)}{8E} \cdot d^2 \cdot v^2 \right\}^{\frac{1}{5}} \quad (1)$$

$$I_d = \frac{1}{2\pi} \left[(5m)^3 \cdot \left\{ \frac{\sqrt{2E}}{3(1-\nu^2)} \right\}^2 \cdot d^4 \cdot v^6 \right]^{\frac{1}{5}} \quad (2)$$

여기서, d 는 볼의 직경, m 은 볼의 질량, E 는 볼의 탄성 계수(2.06×10^{11} Pa), ν 는 볼의 포아송 비(0.3), v 는 볼 사이에 분말이 없는 경우의 볼의 충돌속도이다. 그림 3(b)의 Model II와 같이 충돌하는 볼 사이에 분말이 존재하면, 분말에 의해 볼의 운동에너지 손실이 발생할 것으로 생각된다. 볼 사이에 분말이 존재하여 에너지 손실이 발생한 볼의 운동에너지와 에너지 손실이 발생하기 전의 볼의 운동에너지의 관계는 식 (3)으로 표시된다.

$$\frac{1}{2}mv_R^2 = (1-\lambda)\frac{1}{2}mv^2 \quad (3)$$

여기서, m 은 볼의 질량, v_R 는 에너지 손실이 발생한 후의 볼의 속도(볼 사이에 분말이 있는 경우의 볼의 충돌 속도), v 는 에너지 손실이 발생하기 전의 볼의 속도(볼 사이에 분말이 없는 경우의 볼의 충돌속도), λ 는 에너지 손실계수이다. 에너지 손실계수는 1보다 작은 값을 가지며, 1인 경우에는 볼의 모든 에너지가 분말에 의해 손실되어 볼의 탄성변형이 일어나지 않음을 의미한다. 따라서 그림 3(b)의 Model II와 같이 충돌하는 볼 사이에 분말이 존재하는 경우의 볼의 충돌작용에 의한 탄성변형부의 직경(D_H)과 충격에너지 밀도(I_d)는 식 (1), (2), (3)에 의해 각각 식 (4), 식 (5)로 표시된다.

$$D_H = \left\{ \frac{15m \cdot (1-\nu^2)}{8E} \cdot d^2 \cdot (v \cdot \sqrt{1-\lambda})^2 \right\}^{\frac{1}{5}} \quad (4)$$

$$I_d = \frac{1}{2\pi} \left[(5m)^3 \cdot \left\{ \frac{\sqrt{2E}}{3(1-\nu^2)} \right\}^2 \cdot d^4 \cdot (v \cdot \sqrt{1-\lambda})^6 \right]^{\frac{1}{5}} \quad (5)$$

여기서, d 는 볼의 지름, m 은 볼의 질량, E 는 볼의 탄성 계수, ν 는 볼의 포아송 비, v 는 에너지 손실이 발생하기 전의 볼의 속도(볼 사이에 분말이 없는 경우의 볼의 충돌 속도)이다.

그림 4에 충돌하는 볼 사이에 존재하는 분말에 의한 에너지 손실을 간접적으로 관찰하기 위하여 실시한 볼의 자유낙하 실험 결과를 나타내었다. 그림 4의 가로축은 분말이 탭밀도로 쌓였을때의 분말층의 두께, 세로축은 에너지 손실계수를 나타낸다. 에너지 손실계수(λ)는 식 (6)으로 표시된다.

$$\lambda = \frac{h_i - h_r}{h_i} \quad (6)$$

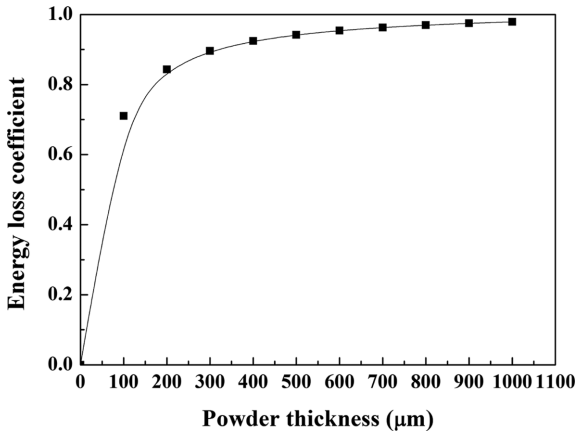


Fig. 4. Change of the energy loss coefficient with powder thickness between ball and plate in the free falling of the ball.

여기서 h_i 는 볼의 자유낙하 높이, h_r 은 볼이 충돌 후 재상승하는 최고 높이이다. 볼 충돌시 분말에 의한 순수한 에너지 손실만을 고려하기 위하여, 분말층이 없는 경우의 결과로 보정한 결과를 나타내었다. 자유낙하 실험 결과, 에너지 손실계수는 분말층의 두께가 증가함에 따라 증가하여, 에너지 손실계수는 밀 용기내에서 볼 충돌시 충돌하는 볼 사이에 존재하는 분말의 양이 많을수록 증가할 것으로 예측된다. 즉 그림 3(b)의 Model II에서 충돌하는 볼의 에너지 손실은 볼 사이에 존재하는 분말층의 두께에 의존하고, 분말층의 두께가 증가할수록 볼의 에너지 손실이 증가할 것으로 판단된다.

한편 장입된 분말입자는 밀 용기 내에서 운동하는 볼이 형성하는 볼 충전층내의 공극에 무질서하게 균일 분포하게 된다. 공극에 존재하는 분말입자 중에서 충돌하는 볼 사이에 갇히게 되는 분말입자들 만이 볼의 충돌작용에 영향을 미치게 된다. 이들 갇히게 되는 분말입자들은 충돌하는 볼들 간의 거리가 감소함에 따라 분말입자들 간의 거리가 감소하여 탭밀도 상태가 될 때 비로소 볼의 충돌작용에 영향을 미치게 된다. 따라서 기계적 밀링 중에 충돌하는 볼 사이에 탭밀도로 존재하는 분말의 두께를 알면 그림 4에 의해 충돌하는 볼 사이에 존재하는 분말에 의한 에너지 손실을 추산할 수 있다.

주어진 기계적 밀링 공정조건에서는 장입된 분말 양과 밀 용기 내에서 운동하는 볼 충전층내의 공극 체적은 밀링 중에는 변하지 않는다. 즉 식 (7)의 관계가 성립되고, 식 (7)의 값은 주어진 기계적 밀링 공정조건에서는 항상 일정하게 된다.

$$C_p = \frac{V_p}{V_b} = \frac{M/\rho_p}{V_b} = \frac{M}{\rho_p V_b} \quad (7)$$

여기서, C_p 는 각 밀링 조건에서의 체적비 상수, V_b 는 밀링시 볼 충전층내의 공극 체적, V_p 는 장입된 전체 분말이 탭

밀도일 때 차지하는 체적, M 는 전체 분말의 장입 질량(무게), ρ_p 는 분말의 탭 밀도이다. C_p 는 볼 충전층내 3차원 공극에서는 대상으로 하는 임의의 공간의 크기와 위치에는 무관하게 항상 동일한 값을 가진다. 볼들 간의 평균거리가 d_b 인 볼충진층 내의 공극에서, 높이가 d_b 이고, 단면적이 A 인 실린더 형상의 임의의 공간을 생각하면, 실린더 형상의 공간에서의 C_p 는 식 (8)과 같이 표시된다.

$$C_p = \frac{t_p A}{d_b A} \quad (8)$$

여기서 t_p 는 두 볼 사이의 임의의 공간에 존재하는 분말이 탭밀도일때의 두께이다. 따라서 기계적 밀링 중에 충돌하는 볼 사이의 임의의 공간내의 모든 분말이 탭밀도로 존재할때 분말의 두께는 식 (7)과 식 (8)로부터 식 (9)로 표시된다.

$$t_p = \frac{M}{\rho_p V_b} d_b \quad (9)$$

밀링 중에 볼의 운동에 의해 형성되는 3차원의 볼충진층을 각각의 볼들이 1개의 정14면체 정 중앙에 존재하고 이들 정14면체가 빈 공간 없이 3차원적으로 충전되어 형성되었다고 가정하면, t_p 는 식 (10)으로 표시된다.

$$t_p = \left(\frac{M}{\rho_p M_b} \right) (1.163 \sqrt{(V_b/n) + V_b} - d) \quad (10)$$

여기서 M 는 전체 분말의 장입 질량(무게), ρ_p 는 분말의 탭 밀도(본 실험의 경우: $1.53 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$), V_b 는 밀링시 볼충진층내의 공극 체적, V_b 는 볼 1개의 체적, n 은 볼의 갯수, d 는 볼의 직경이다. 정14면체로 가정한 것은 구형의 형상을 가지는 분말입자들을 충전하여 압력을 가하면 구형의 입자들이 이론적으로 14면체로 변형되어 입자간 공극이 없는 최조밀상태로 변화하기 때문이다[15, 16].

표 1에 본 실험의 기계적 밀링 공정조건에서 분말의 장입 없이 밀 용기내의 볼과 에탄올의 운동을 직접 관찰한 결과로부터 산출한 볼의 운동속도와 볼충진층의 공극체적을 나타내었다. 볼의 속도는 교반기의 회전운동에너지[12]와 에탄올 유체의 회전관찰법[17]으로 산출하였으며, 기계적 밀링 중의 볼의 충돌속도는 이들 값의 산술 평균으로 하였다. 충돌하는 볼 사이에 갇히지는 분말층의 두께(t_p)는 식 (10)을 이용하여 산출하였다. 그림 2의 밀링조건인 볼 크기 $3 \times 10^{-3} \text{ m}$, 회전수 200 rpm에서 분말 장입량 30 vol.%, 60 vol.%, 80 vol.%, 100 vol.%의 경우에 충돌하는 볼 사이의 분말층 두께(t_p)는 각각 108 μm, 215 μm, 287 μm, 359 μm로 추산되었다. 따라서 그림 2의 분말 충전량 30 vol.%, 60 vol.%, 80 vol.%, 100 vol.%의 경우에 볼 충돌시 분말에 의한 에너지 손실계수(λ)는, 그림 4의 결과를 비선형 로그 함수로 외삽한 곡선으로 부터 각각 0.727, 0.854, 0.891, 0.915로 추산되었다.

Table 1. Estimated ball velocities and space volumes of ball bed with various milling parameters

Milling parameter		Ball velocity (m/s)		Space of ball bed (10^{-4} m ³)	
Ball diameter (10^{-3} m)	Impeller rotation speed (rpm)	Impeller rotation kinetic energy	Fluid rotation observation	Before milling	During milling
2	200	0.116	0.163	1.80	2.54
	300	0.173	0.255	1.80	2.64
	400	0.231	0.316	1.80	2.97
3	200	0.116	0.171	1.75	2.53
	300	0.173	0.257	1.75	2.96
	400	0.231	0.321	1.75	3.30

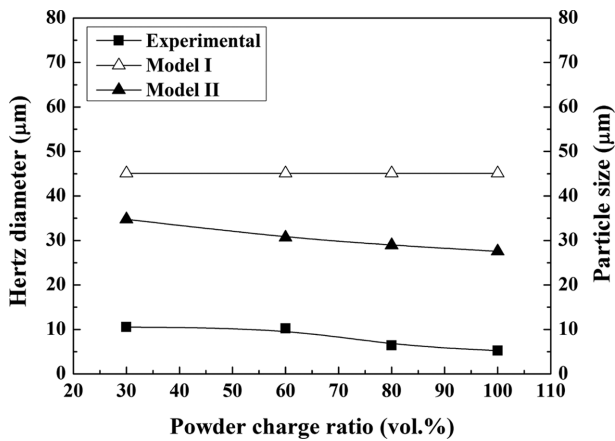


Fig. 5. Change of the hertz diameter (diameter of the elastic deformation contact area) of collision models and average particle size of silver flake powder with powder charge ratio, in the case of ball size of 3×10^{-3} m, impeller rotation speed of 200 rpm and milling time of 6 hours.

그림 5에 3×10^{-3} m 볼로 200 rpm에서 6시간 밀링시 분말 장입량에 따른 은 플레이크 분말의 평균 입자크기와 식 (1)과 식 (4)를 이용하여 계산된 충돌하는 볼의 탄성변형 접촉부의 직경(D_H ; Hertz diameter)의 변화를 나타내었다. 그림에서 Model I은 분말에 의한 에너지 손실을 고려하지 않은 식 (1)의 계산 결과이며, Model II는 분말에 의한 에너지 손실을 고려한 식 (4)의 계산 결과이다. 분말 장입량이 증가함에 따라 은 플레이크의 평균 입자크기는 감소하고 있다(그림 2 참조). 에너지 손실을 고려하지 않은 Model I의 경우에는 분말 장입량에 무관하게 충돌하는 볼의 탄성변형 접촉부의 직경(D_H)은 일정한 값을 나타낸다. 그러나 에너지 손실을 고려한 Model II의 경우에는 실험결과의 경향과 동일하게 분말 장입량이 증가함에 따라 감소하고 있다. 또한 추산된 충돌하는 볼의 탄성변형 접촉부의 직경(D_H)은 Model II의 경우가 Model I의 경우보다 작은 값을 나타내며, 그 값 또한 실제 제조된 은 플레이크 분말의 평균 입자크기에 근접한 값을 나타내고 있다.

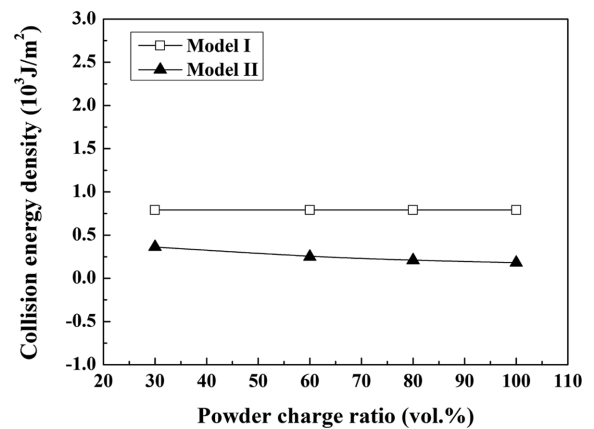


Fig. 6. Changes in the collision energy density of collision models with powder charge ratio for ball size of 3×10^{-3} m, impeller rotation speed of 200 rpm.

그림 6에 3×10^{-3} m 볼로 200 rpm에서 밀링시 분말 장입량에 따른 식 (2)와 식 (5)를 이용하여 계산된 볼의 탄성변형 접촉부의 충돌에너지 밀도의 변화를 나타내었다. 식 (2)에 의해 계산된 Model I의 경우에는 충돌에너지 밀도가 분말 장입량에 무관하게 일정한 값을 나타낸다. 식 (5)에 의해 계산된 Model II의 경우에는 충돌에너지 밀도가 분말 장입량이 증가함에 따라 감소하고 있다. 충돌에너지 밀도가 클수록 입자크기가 큰 플레이크 입자가 형성된다[12]. 따라서 Model II로 추산된 충돌에너지 밀도의 변화가 그림 2와 그림 5의 실제 플레이크 분말의 입자크기 변화 경향과 일치하는 것을 알 수 있다.

이상과 같이 볼 충돌시 분말에 의한 에너지 손실을 고려함으로써, 분말 장입량에 따른 플레이크 분말의 입자크기 변화를 볼 충돌시 볼의 탄성변형 접촉부의 직경과 충돌에너지 밀도로 해석할 수 있었다. 그러나 추산된 볼의 탄성변형 접촉부의 직경 (D_H)이 실제 제조된 플레이크 분말의 입자크기보다 큰 값을 나타내어, 탄성변형 접촉부의 직경(D_H)과 플레이크 입자 크기의 절대값을 직접적으로 비교할 수 없었다. 충돌하는 볼 사이의 임의의 공간에 존재하는 분말입자가 탄성변형 접촉부에 빈 공간이 없이 모

두 볼 사이에 갇혀 플레이크 분말이 형성되는 경우에는, 이론적으로는 본 연구에서 추산한 탄성변형 접촉부의 직경(D_H)과 제조되는 플레이크 분말의 입자크기는 동일한 값을 가진다. 그러나 분말입자는 에탄올 유체내에 현탁되어 유체와 함께 운동하고 있어, 충돌하는 볼 사이의 입자의 공간에 존재하는 분말입자는 모두 볼 사이에 갇히지 않고 탄성변형 접촉부에는 분말입자가 채워지지 않는 부분이 존재하게 될 것으로 생각된다. 따라서 추산된 탄성변형 접촉부의 직경은 제조된 플레이크 분말의 입자크기보다 큰 값을 나타낸 것으로 판단된다. 그림 5의 실제 제조된 플레이크 분말의 평균 입자크기와 탄성변형 접촉부의 직경(D_H)을 비교해 보면, 탄성변형 접촉부의 직경(D_H)이 플레이크 분말의 입자크기보다 약 3.7배 큰 것을 알 수 있다. 탄성변형 접촉부의 직경(D_H)과 플레이크 분말의 입자크기 차이의 정도는 분말 장입량에 무관하게 거의 동일하였다. 이러한 크기 차이를 바탕으로 플레이크 분말 형성에 실제적으로 기여하는 탄성변형 접촉

부의 면적을 추론하면 전체 탄성변형 접촉부 면적의 약 7.8%에 해당한다. 따라서 추산된 탄성변형 접촉부의 직경과 실제 제조된 플레이크 분말의 입자크기의 절대값을 직접적으로 비교하기 위해서는 Model II에 의해 추산된 탄성변형 접촉부의 직경(D_H)을 보정하여야 할 것으로 판단된다.

그림 7에 분말 장입량 100 vol.%에서 2×10^{-3} m와 3×10^{-3} m 볼을 사용하여 6시간 밀링시 교반기의 회전수에 따른 제조된 은 플레이크 분말의 평균입자크기[12]와 각각의 밀링조건에서 Model I과 Model II로 추산된 볼 탄성변형 접촉부 직경(D_H) 및 Model II로 추산한 탄성변형 접촉부 직경을 보정한 직경(Model II+revision)의 변화를 나타내었다. 탄성변형 접촉부 직경의 보정은 진술한 플레이크화에 실제로 기여하는 면적(전체 탄성변형 접촉부 면적의 약 7.8%)으로 실시하였다. Model I과 Model II의 경우 모두 플레이크 분말의 입자크기 변화거동과 동일한 변화거동을 나타내고 있으나, Model I, Model II 모두 실제 플레이크 분말의 입자크기보다 큰 탄성변형 접촉부 직경(D_H)을 나타낸다. 볼 충돌시 분말에 의한 에너지 손실을 고려하여 개량한 Model II의 경우가 Model I의 경우보다 실제 제조된 플레이크 분말 입자크기에 근접하고 있으나, 아직 실제 입자크기보다 약 3~4배 정도 큰 탄성변형 접촉부 직경(D_H)을 나타낸다. 그러나 Model II를 보정한 탄성변형 접촉부 직경(D_H)은 실제 제조된 플레이크 분말의 입자크기와 거의 동일한 값을 나타낸다. 따라서 기계적 밀링공정으로 은 플레이크 분말 제조시 플레이크 분말의 형성은 볼의 충돌에 의해 형성되는 볼 탄성변형 접합부에서 형성되는 것으로 판단된다.

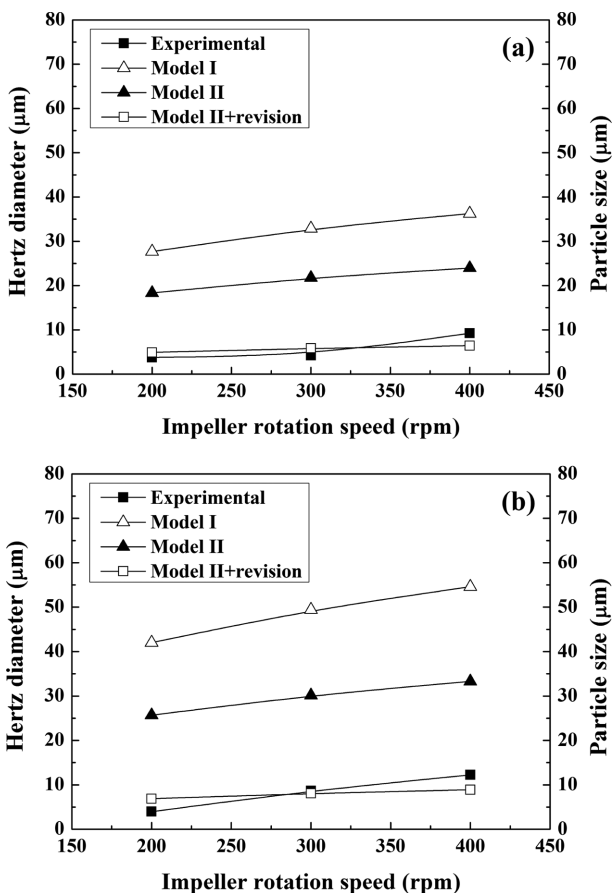


Fig. 7. Change of the hertz diameter (diameter of the elastic deformation contact area) of collision models and average particle size of silver flake powder with impeller rotation speed with ball size of (a) 2×10^{-3} m and (b) 3×10^{-3} m, in the case of powder charge ratio of 100 vol.% and milling time of 6 hours.

4. 결 론

수직형 교반식 밀링기를 이용하여 기계적 밀링 공정변수(분말 충전량, 볼크기, 교반기 회전수)를 변화시키며 플레이크 형상의 은 분말을 제조하였다. 플레이크 분말의 입자크기는 분말 충전량이 감소하고 교반기의 회전수가 증가할수록 증가하였다. 기계적 밀링 공정 변수의 변화에 따른 플레이크 분말의 입자크기 변화를 볼의 탄성충돌에 기초하여 고찰하였다. 볼의 탄성충돌 해석시 밀 용기에 장입된 분말에 의한 에너지 손실을 고려한 경우가 분말의 영향을 고려하지 않은 경우보다 플레이크 분말의 입자크기 변화를 실제 입자크기에 근접하여 설명할 수 있었다. 제조된 플레이크 분말의 입자크기는 볼 충돌시 형성되는 탄성변형 접촉부의 직경보다 작은 값을 나타내었으나, 플레이크 입자의 형성은 탄성변형 접촉부에서 이루어지는 것으로 판단된다.

감사의 글

이 논문은 부경대학교 자율창의학술연구비(2015년)에 의하여 연구되었음.

References

- [1] J. Oprosky and D. Stotka: USA, US 5,346,651 (1993).
 [2] V. Panecasio and M. P. Chasse: USA, US 6,013,203 (1998).
 [3] Yi Li, D. Lu and C. P. Wong: Electrical Conductive Adhesives with Nanotechnologies, Springer, NewYork (2010) 121.
 [4] H. W. Cui, A. Kowalczyk, D. S. Li and Q. Fan: Int. J. Adhes. Adhes., **44** (2013) 220.
 [5] E. Sancaktar and N. Dilsiz: J. Adhes. Sci. Technol., **13** (1999) 679.
 [6] E. Suhir, Y. C. Lee and C. P. Wong: Micro- and Opto- Electronic Materials and Structures: Physics, Mechanics, Design, Reliability, Packaging Vol. 1 Chapter 21, Springer, New York (2007) 571.
 [7] W. Songping: J. Mater. Sci. Mater. El., **18** (2007) 447.
 [8] P. R. Santhanam, A. Ermoline and E. L. Dreizin: Chem. Eng. Sci., **101** (2013) 366.
 [9] P. R. Santhanam and E. L. Dreizin: Powder. Technol., **221** (2012) 403.
 [10] D. W. Lee, B. K. Kim, G. G. Lee and G. H. Ha: J. Korean Powder Metall. Inst., **3** (1996) 159 (*Korean*).
 [11] G. G. Lee, D. W. Lee, G. H. Ha and B. K. Kim: J. Jpn. Soc. Powd. Met., **43** (1996) 1253.
 [12] G. G. Lee and H. Y. Jeong: J. Korean Powder Metall. Inst., **21** (2014) 307 (*Korean*).
 [13] S. P. Timoshenko and J. N. Goodier: Theory of Elasticity, 3rd Ed., McGraw-Hill, NewYork (1970) 420.
 [14] K. S. Venkataraman and K. S. Narayanan: Powder. Technol., **96** (1998) 190.
 [15] R. M. German: Powder Metallurgy and Particulate Materials Processing, The Processes, Materials, Products, Properties, and Applications, Metal Powder Industries Federation, New Jersey (2005) 186.
 [16] X. H. Yang, J. X. Bai, H. B. Yan, J. J. Kuang, T. J. Lu and T. Kim: Transp. Porous. Med., **102** (2014) 403.
 [17] D. R. Maurice and T. H. Courtney: Metall. Trans. A, **21A** (1990) 289.