

실란 및 분산제가 Epoxy와 연자성 금속 파우더 복합체의 Packing에 미치는 영향

이창현^{1,2}, 신호순^{1,a}, 여동훈¹, 남 산²

¹ 한국세라믹기술원 나노융합소재센터

² 고려대학교 신소재공학과

The Effect of Silane and Dispersant on the Packing in the Composite of Epoxy and Soft Magnetic Metal Powder

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

¹ Nano Convergence Materials Center, Korea Institute of Ceramic Engineering and Technology, Jinju 52851, Korea

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

(Received October 10, 2017; Revised October 11, 2017; Accepted October 13, 2017)

Abstract: A molding-type power inductor is an inductor that uses a hybrid material that is prepared by mixing a ferrite metal powder coated with an insulating layer and an epoxy resin, which is injected into a coil-embedded mold and heated and cured. The fabrication of molding-type inductors requires various techniques such as for coil formation and insertion, improving the magnetic properties of soft magnetic metal powder, coating an insulating film on the magnetic powder surface, and increasing the packing density by well dispersing the powder in the epoxy resin. Among these aspects, researches on additives that can disperse the metal soft magnetic powder having the greatest performance in the epoxy resin with high charge have not been reported yet. In this study, we investigated the effect of silanes, KBM-303 and KBM-403, and a commercial dispersant on the dispersion of metal soft magnetic powders in epoxy resin. The sedimentation height and viscosity were measured, and it was confirmed that the silane KBM-303 was suitable for dispersion. For this silane, the packing density was as high as about 72.49%. Moreover, when 1.2 wt% of dispersant BYK-103 was added, the packing density was about 80.5%.

Keywords: Inductor, Epoxy, Silane, Dispersion

1. 서론

최근 전자기기에서 프로세서의 동작 속도가 빨라지고 배터리 소모량도 역시 증가하고 있는 추세이므로 파워인덕터의 필요성이 더욱 높아지고 있다 [1]. 파워인덕터는

고전류화 및 낮은 직류저항 등의 특성이 요구되며 [2,3] 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 제조된 인덕터이다. 몰딩형 인덕터는 코일의 형성과 장입 공정, 금속 연자성 분말의 자성특성 향상, 자성 분말 표면의 절연막 코팅 및 분말을 에폭시 resin에 잘 분산하는 공정 등의 기술을 필요로 한다. 이러한 요소 중 연자성 분말을 에폭시 resin에 균일하게 분산하여 높은

a. Corresponding author; hshin@kicet.re.kr

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 않았으며, 이러한 분산의 효과가 packing density에 미치는 영향은 보고된 바가 없다. 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 침강 높이를 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. Epoxy resin은 SE-4125 resin (Shin-A T&C Co. Ltd., Korea)을 사용하였다. 그리고 분산제는 BYK-103 (BYK-chemie, Germany), 실란은 KBM-303, 403 (Shin-Etsu Chemical Co.)을 사용하였다.

이때, 금속 분말인 Sendust, Fe-Si계 파우더 그리고 CIP 파우더의 입도는 각각 90 μm , 10 μm 그리고 5 μm 로 이들의 혼합에 의하여 bimodal 형태를 띠며 부피 비 75 : 20 : 5의 비율로 배치하였다. 금속 분말과 epoxy resin을 6 : 4 부피 비로 paste mixer를 이용하여 1,200 RPM의 속도로 5분간 혼합하였다. 이때, 분산제 0~0.6 wt%, 실란 0~2 wt%를 첨가하여 분산성에 미치는 영향을 관찰하고자 하였다. 그 후 혼합 과정에서 생성되는 기포를 제거하기 위하여 탈포를 약 30분 진행한 후 몰드에 paste를 주입성형 한 후 175°C에서 1시간 가열 경화하여 몰딩형 인덕터를 제조하였다.

혼합된 paste의 분산성을 평가하기 위하여 점도 및 침강 높이를 측정하였으며, 이러한 방법으로 제조한 몰딩형 인덕터의 단면을 절취한 후 전자현미경 이미지 분석을 하여 packing density를 측정하였다. 제조한 paste의 점도는 점도계(RVDV2P230, Brookfield, USA)를 이용하여 측정하였으며 원료분말의 형상과 복합체의 미세구조는 각 복합체의 단면을 절취하고, 정밀하게 polishing 한 후, 단면을 전자현미경(JSM 6700F, Jeol, Japan)으로 관찰하였고, 이들 이미지를 이용하여 image analyzer (Clemex Vision PE & Lite, Lab & Part Korea Co.,

Korea) 이미지 분석기법으로 packing density를 측정하는 평가방법을 적용하였다.

3. 결과 및 고찰

그림 1은 실란 KBM-303, 403의 첨가가 epoxy resin 내에서 연자성 금속 분말의 분산에 미치는 영향을 관찰하고자 침강 높이를 측정한 결과이다.

그림 1의 (a)는 파우더와 epoxy를 6 : 4의 부피 비로 혼합한 paste에 대하여 실란 KBM-303, 403을 각각 2 wt% 추가 첨가한 후 측정된 침강 높이를 그래프이다. 그림에서 보는 바와 같이 실란을 첨가하지 않는 paste의 침강 높이는 70시간 후 약 9.4 cm를 나타냈으며 이는 초기 paste 높이의 약 6%가 침강한 것이다. 실란 KBM-303의 경우 2 wt%를 첨가한 결과 70시간 후 침강 높이가 약 7.7 cm를 나타냈으며 약 23% 침강했다. 실란 KBM-403을 2 wt% 첨가한 결과 70시간 후 침강 높이가 약 7.2 cm로 28% 침강했다. 침강

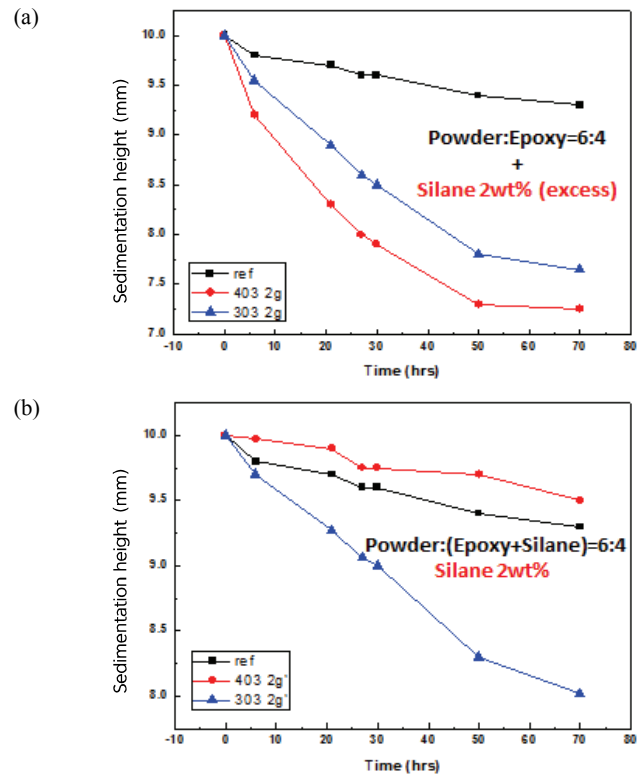


Fig. 1. Sedimentation height with the variation of silane and adding method. (a) silane 2 wt% (excess) and (b) silane 2 wt%.

높이가 낮을수록 분산성이 높다는 것을 의미한다 [9]. 위의 결과로 판단하였을 때 실란 KBM-403을 2 wt% 첨가하였을 시 연자성 금속 분말의 분산에 가장 큰 영향을 미친다고 할 수 있다. 하지만 실란 KBM-303, 403은 액상의 형태로 첨가되기 때문에 점도의 저하 효과가 생기므로 순수하게 실란 첨가가 분산에 미치는 영향을 파악하는 데 문제가 있다. 그러므로 그림 1의 (b)는 액상인 실란 KBM-303, 403을 추가 첨가하는 양을 고려하여 상대적으로 epoxy resin의 양을 줄여 고상 파우더 부피에 대비하여 액상 epoxy resin과 silane의 합을 일정하게 유지하면서 측정한 침강 높이이다. 그림에서 보는 바와 같이 그림 (a)와는 달리 실란 KBM-403의 경우 실란을 첨가하지 않은 침강 높이보다 높은 9.6 cm로 약 4%밖에 침강하지 않았다. 하지만 KBM-303은 70시간 후 약 8.0 cm로 20% 침강하였다. 실란 KBM-303은 [2-(3,4-Epoxy-cyclohexyl)ethyl] trimethoxy-silane, 실란 KBM-403은 3-glycidoxy propyl trimethoxy silane으로 각각의 반응기가 다르기 때문에 연자성 금속 분말의 분산성에 미치는 영향이 다를 것이라 판단하였다. 특히, 실란 KBM-303은 epoxy기를 포함하고 있어서 epoxy resin과의 상용성이 더 좋을 것이라는 추정이 가능하다 [10]. 한편, 실란 KBM-403은 연자성 금속 분말과 epoxy resin 사이에서 surfactant로서 충분히 역할을 하지 못하고 단지 용매 증가 효과가 크게 나타난다는 것을 실험 결과로 확인할 수 있다. 위의 결과로 보아 실란 KBM-303은 epoxy resin 내에서 연자성 금속 파우더를 분산하는 데 실질적인 효과가 있음이 실험적으로 확인되었다.

그림 2는 실란 KBM-303의 첨가량에 따른 epoxy resin과 연자성 금속 분말을 혼합한 paste를 경화 후 단면을 관찰한 미세구조 사진이다. 그림 2의 (a)는 분말과 epoxy resin을 6 : 4의 부피 비로 혼합 후 실란 KBM-303을 추가로 2 wt% 첨가하였고, (b)는 실란 KBM-303의 액상량을 고려하여 epoxy resin의 추가량을 계산하여 epoxy resin을 줄여준 시편의 단면이다. 두 조건 모두 입자 크기가 다른 금속 파우더가 비교적 잘 분산되어 비슷한 수준으로 packing된 것을 확인할 수 있다. 그러나 이 두 조건에 대하여 image analyzer를 이용하여 packing density를 측정한 결과 (a)는 약 68.65%, (b)는 약 72.49%로 그림 (b)의 packing density가 약간 더 높은 것을 확인할 수 있었다.

그림 3은 연자성 금속분말과 epoxy resin에 실란 KBM-303을 2 wt% 첨가 후 분산제 BYK-103의 첨가량 변화에 따른 침강 높이 및 점도를 측정한 결과이다.

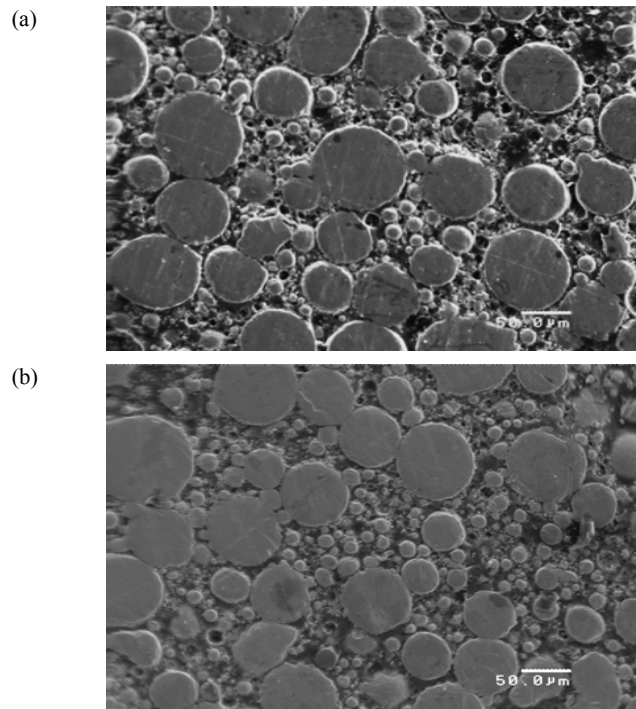


Fig. 2. Microstructures with the variation of silane and adding method. (a) silane 2 wt% (excess) and (b) silane 2 wt%.

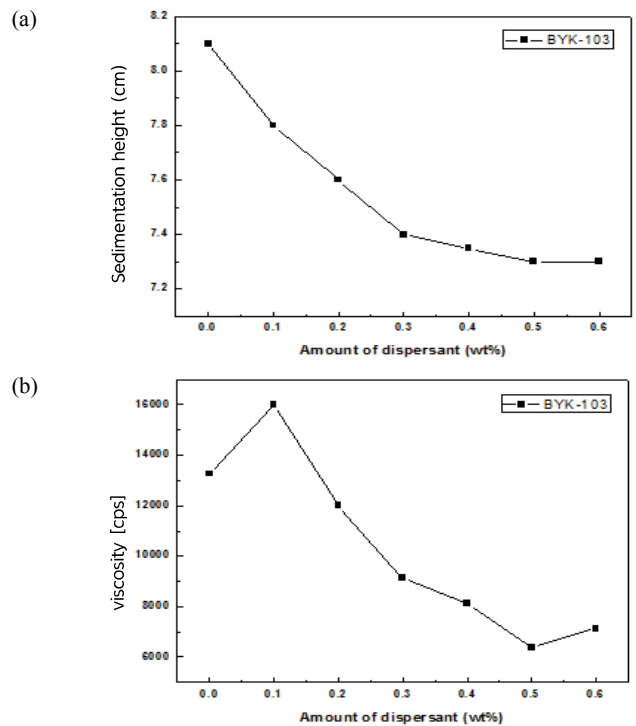


Fig. 3. (a) Sedimentation height and (b) viscosity with the amount of BYK-103 in the condition of KBM-303 2 wt%.

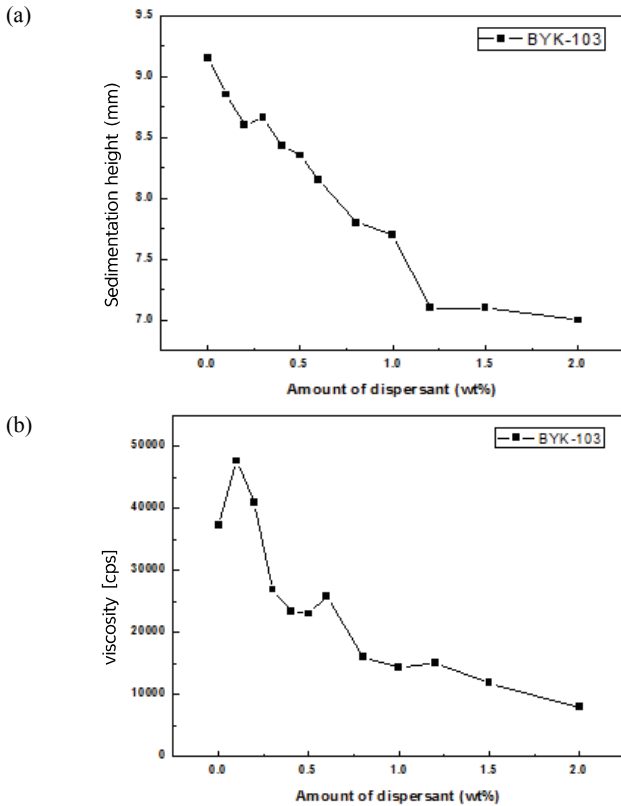


Fig. 4. (a) Sedimentation height and (b) viscosity with the amount of BYK-103.

그림 (a)에서 보는 바와 같이 분산제를 0.6 wt%까지 첨가한 결과 침강 높이가 약 8.1 cm에서 7.3 cm까지 낮아진 것을 관찰할 수 있다. 그리고 0.5 wt% 이상에서는 더 이상 침강 높이가 낮아지지 않고 있다. 이는 분산제 0.5 wt%를 첨가한 경우 이 시스템에서는 분산이 충분히 최적화되어 더 이상의 packing density의 증가는 일어나지 않는 것으로 판단된다. 또한, 그림 (b)에서 볼 수 있듯이 분산제를 0.5 wt% 첨가한 결과 약 7,000 cps 이하의 가장 낮은 점도를 나타내었다. 이는 실란 KBM-303을 2 wt% 첨가 조건에서 분산제 0.5 wt% 첨가 조건이 가장 우수한 분산 효과를 나타낸다고 판단할 수 있다 [11].

그림 4는 실란을 첨가하지 않은 조건에서 분산제 첨가량에 따른 침강 높이 및 점도를 측정된 결과이다. 분산제 BYK-103을 2.0 wt%까지 첨가한 결과 그림에서 보는 바와 같이 분산제 1.2 wt% 조건에서 침강 높이가 급격하게 낮아져 약 7.2 cm로 그림 1과 그림 3에 비하여 오히려 낮았다. 이때 점도 역시 최저점은

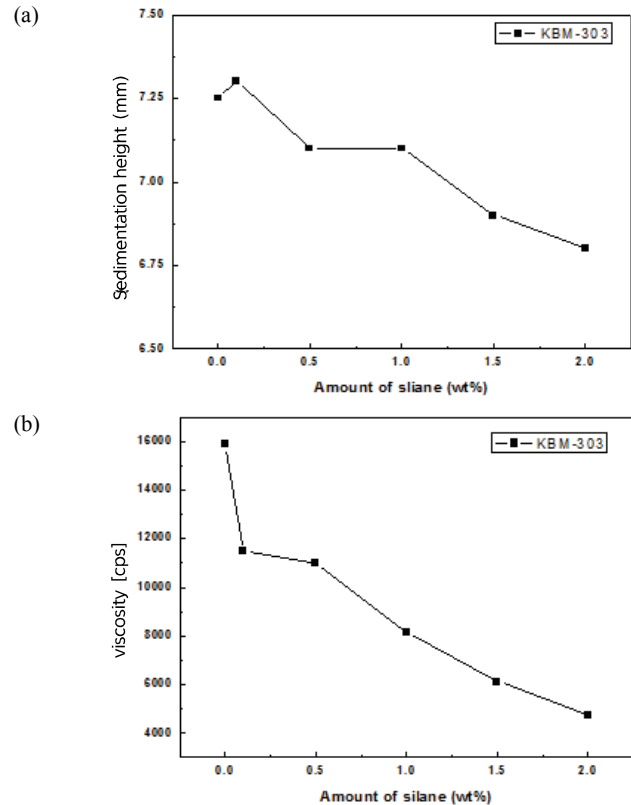


Fig. 5. (a) Sedimentation height and (b) viscosity with the amount of KBM-303 in the condition of BYK-103 1.2 wt%.

아니지만 분산제 첨가량에 따라 용매 증가 효과에 의한 점진적인 점도 저하 수준으로 낮아지고 있음이 확인된다. 이는 분산제 BYK-103 1.2 wt% 조건이 분산제만 사용할 경우 분산에 최적의 조건임을 의미한다.

그림 5는 실란과 분산제의 첨가 순서에 따른 분산의 영향을 관찰하고자 하였으며, 위의 그림 4의 결과인 분산제 BYK-103 1.2 wt% 조건에 실란 KBM-303을 추가 첨가함에 따른 분산의 영향을 관찰하고자 측정된 침강 높이와 점도 측정 결과이다. 그림에서 보는 바와 같이 침강 높이 및 점도가 실란 KBM-303을 첨가함에 따라 대체로 1차 함수적으로 감소하는 경향을 관찰할 수 있다. 이는 액상인 실란의 첨가에 따른 용매 증가 효과에 기인한 것으로 판단되므로 silane 추가 첨가가 분산에 특별한 효과를 주는 것으로 판단하기는 어려웠다.

실란을 먼저 첨가한 그림 3과 비교하였을 때 침강 높이는 최대 7.3 mm로 나타났지만 분산제 BYK-103을 먼저 첨가한 경우인 그림 5의 경우 이보다는 모두 낮고 심지어는 6.8 mm까지도 감소한다. 점도 또한,

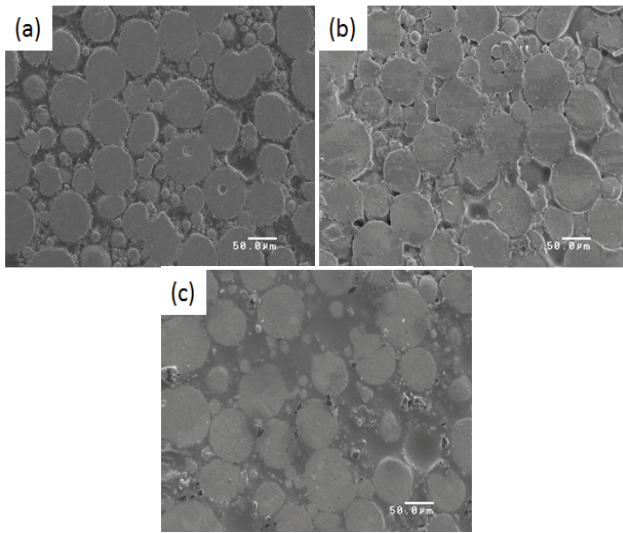


Fig. 6. Microstructures of typical dispersion condition. (a) KBM-303 2.0 wt%, BYK-103 0.5 wt%, (b) BYK-103 1.2 wt%, and (c) BYK-103 1.2 wt%, KBM-303 2.0 wt%.

그림 3과 비교할 때 최저의 점도가 그림 5가 더 낮아서 분산제를 먼저 첨가하는 것이 실란을 첨가하는 것보다 더 분산에 유리하다는 것이 확인되었고 이것은 화학적인 친화성의 상호 작용에 따라 결정되므로 정량적으로 비교 평가하기는 어렵다.

그림 6은 위의 실험 결과들을 기반으로 실란과 분산제의 첨가 순서 및 첨가량이 각각 최적의 조성이라 판단되는 조건들에 대하여 인덕터의 단면 미세구조를 비교한 사진이다. 그림 6의 세 조건의 이미지는 모두 입자가 epoxy resin 내에 잘 분산된 것을 보여준다. 이들 중 (a)와 (c)의 경우는 분산은 충분히 잘 이루어져 있으나 silane이 추가되었으므로 (b)에 비하여 금속 분말의 분율이 상대적으로 낮기 때문에 분말의 packing이 낮은 것을 확인할 수 있다. 그러나 그림 (b)의 경우는 금속 분말이 상대적으로 매우 치밀하게 분포하고 있는 형상을 관찰할 수 있었다. 분석한 미세구조를 image analyzer로 분석한 결과 packing density는 (a) 73.63% (b) 80.5%, (c) 59.27%로 측정되었다. 위 결과는 실란을 첨가하지 않고 분산제를 1.2 wt% 첨가한 경우 가장 높은 packing density를 나타냄을 미세구조로도 관찰할 수 있었고 packing density로도 확인한 것이다. 이 결과는 연자성 금속 분말의 분산에 분산제 BYK-103 단독 첨가 효과가 가장 크고, 분산이 잘 된 경우 이들의 균일하고 고밀도 packing이 일어날 수 있다는 것을 의미한다.

4. 결론

실란 KBM-303, 403을 첨가하여 침강 높이 및 점도를 측정된 결과 실란 KBM-303이 KBM-403에 비해 좀 더 낮은 침강 높이 및 점도를 나타내었고, 이는 실란 KBM-303이 분산에 더 적합하다고 판단된다. 실란 KBM-303을 2 wt% 첨가한 후 분산제를 0~0.8 wt% 추가 첨가하여 실험한 결과 분산제 BYK-103 0.5 wt%를 첨가한 경우 가장 낮은 침강 높이와 점도를 관찰할 수 있었다. 실란을 첨가하지 않고 분산제 BYK-103을 0~2.0 wt% 첨가한 결과 분산제 BYK-103 1.2 wt% 첨가한 경우 가장 낮은 침강 높이와 점도를 관찰할 수 있었다. 실란과 분산제의 첨가 순서에 따른 분산 효과를 관찰하기 위하여 분산제 BYK-103 1.2 wt% 첨가 후 실란 KBM-303을 0~2.0 wt%까지 첨가한 결과 침강 높이 및 점도는 순차적으로 감소하였지만, 이는 액상인 분산제와 실란의 첨가로 인한 영향이라고 판단된다. 위의 결과를 기반으로 최적의 분산 조건이라 판단되는 조성의 단면 미세구조를 관찰한 결과 분산제 BYK-103 1.2 wt%를 첨가한 조성에서 packing density 80.50%로 가장 치밀한 복합체의 미세구조를 관찰할 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 중소기업청/산업기술혁신사업(World 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] X. Huang, T. Iizuka, P. Jiang, Y. Ohki, and T. Tanaka, *J. Phys. Chem. C*, **116**, 13629 (2012). [DOI: <https://doi.org/10.1021/jp3026545>]
- [11] 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>]