



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0009518
(43) 공개일자 2017년01월25일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

B22F 9/04 (2006.01)

(52) CPC특허분류

B22F 9/04 (2013.01)

B22F 2009/043 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2015-0101721

(22) 출원일자 2015년07월17일

심사청구일자 2015년07월17일

기술이전 희망 : 기술양도

(71) 출원인

창원대학교 산학협력단

경상남도 창원시 의창구 창원대학로 20(퇴촌동)

(72) 발명자

최희규

부산광역시 동래구 충렬대로107번길 54, 19동 107호 (온천동, 럭키아파트)

이재현

서울특별시 강동구 고덕로62길 76, 5동 303호 (명일동, 우성아파트)

(74) 대리인

김종선, 이형석

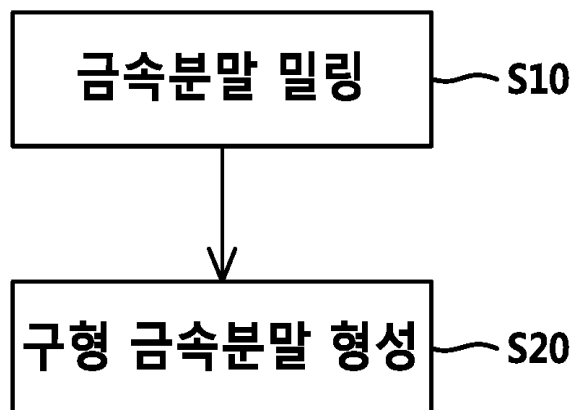
전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 발명의 명칭 **매체형 분쇄기를 이용한 구형의 금속분말 제조방법**

(57) 요약

본 발명은 매체형 분쇄기를 사용하여 금속분말의 입자 형상을 구형으로 밀링(milling)하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 구형의 금속분말을 제조하는 방법을 제공한다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류

B22F 2301/00 (2013.01)

B22F 2304/054 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 1711019125

부처명 미래창조과학부

연구관리전문기관 한국연구재단

연구사업명 기초연구사업, 선도연구센터지원사업

연구과제명 메카트로닉스 융합부품소재 연구센터

기 여 율 1/1

주관기관 창원대학교

연구기간 2011.09.01 ~ 2018.08.31

명세서

청구범위

청구항 1

매체형 분쇄기를 사용하여 금속분말의 입자 형상을 구형으로 밀링(milling)하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 구형의 금속분말 제조 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 매체형 분쇄기의 분쇄 매체(ball) 충전율은 30 %인 것을 특징으로 하는 구형의 금속분말 제조 방법.

청구항 3

제 2 항에 있어서,

상기 분쇄 매체의 직경은 1 mm인 것을 특징으로 하는 구형의 금속분말 제조 방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 밀링은 60분 동안 350 내지 700 rpm으로 수행하는 것을 특징으로 하는 구형의 금속분말 제조 방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 금속분말은 금, 은, 구리, 알루미늄, 망간, 철, 주석, 아연 및 티타늄으로 구성된 군으로부터 선택되는 어느 하나임을 특징으로 하는 구형의 금속분말 제조 방법.

청구항 6

제 1 항에 있어서,

상기 매체형 분쇄기는 유성형 볼 밀(ball mill)인 것을 특징으로 하는 구형의 금속분말 제조 방법.

청구항 7

제 1 항에 있어서,

상기 매체형 분쇄기를 이용한 상기 금속분말의 분쇄는 건식 분쇄법인 것을 특징으로 하는 구형의 금속분말 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 구형의 금속분말을 제조하는 방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는, 매체형 분쇄기(ball mill)를 이용하여 금속분말을 밀링(milling)함으로써 조밀하게 충전이 가능한 구형의 금속분말을 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 알루미늄은 주방에서 사용하는 포일(foil)에서, 일회용 식, 창문, 자동차, 항공기 및 우주선까지 생활에 다양도로 사용되고 있다. 알루미늄의 특성으로는 철의 중량의 1/3 정도로 가볍고, 다른 금속과 합금을 시킬 경우 뛰어난 강도를 갖는다. 또한 알루미늄 표면에는 화학적으로 안정한 산화막이 존재하여 수분이나 산소 등에 의해 부식이 진행되는 것이 방지되므로, 화학적으로 안정하다.

[0003] 이와 같은 이유로, 알루미늄은 자동차와 항공기 등에 사용되어 왔다. 특히, 자동차의 경우 알루미늄 휠은 기존의 철제 휠에 비하여 가벼워 자체의 하중을 줄일 수 있으며, 이것은 차체 무게의 경량화를 가져와 연비 감소에 기여할 수 있는 일거양득의 효과를 가진다. 그러나 이와 같은 알루미늄은 철에 비해 인장 강도가 약 40% 정도이기 때문에 구조용재료 사용할 경우 구조용 알루미늄관이나 판재의 두께가 매우 두꺼워지고, 이는 결국 재료가 과다하게 사용되고, 이로 인해 비용 증가의 문제로 이어진다.

[0004] 이러한 문제점을 개선하기 위하여 인장 강도가 우수한 탄소 재료와 알루미늄의 접합체 및 복합재료를 제조하기 위한 연구가 활발하지만, 이와 같은 알루미늄 복합재료를 제조하는 데에 몇 가지 문제점이 따른다.

[0005] 첫 번째는 반데르 발스(Van Der Waals)힘에 의한 입자(particle)들의 상호 작용 때문에 알루미늄의 균일한 분산이 힘들다는 것이고, 두 번째는 서로 다른 표면장력으로 인해 두 물질이 잘 섞이지 않는다는 점이다.

[0006] 그러므로 상기 문제를 해결하기 위해서는 밀착성이 우수하여 균일하고 조밀한 충전이 가능한 알루미늄 분말을 제조해야 하는데, 분체의 유동성, 충전성, 침강성 및 투과 현상 등 기본 성질을 고려할 때 알루미늄 분말의 형상이 중요한 역할을 한다.

[0007] 그러므로 다양한 형상을 가지는 금속분말의 제조법이나 기계적인 성질에 따른 다양한 기술들이 공지되어 있으나, 대부분의 기술이 공정이 복잡하고 장시간의 공정을 요구하므로, 생산성이 떨어지는 문제점이 있다.

[0008] 또한, 상기 종래의 기술들로 제조된 알루미늄 분말은 불규칙한 형상을 띄고 있으므로 상대적으로 충전 특성이 떨어지는 문제점이 있다.

[0009] 따라서, 상기의 문제점들을 해결할 수 있는 기술이 절실히 요구되고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0010] (특허문헌 0001) 한국등록특허공보 제10-1334156호

(특허문헌 0002) 일본등록특허공보 제4355231호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0011] 본 발명은 상기와 같은 문제점을 해결하기 위해 도출된 것으로, 매체형 분쇄기를 이용하여 금속분말을 특정 분쇄 매체(ball) 크기, 특정 밀링시간 및 회전속도하에서 밀링을 수행함으로써, 밀착성이 우수한 구형의 금속분말을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0012] 이러한 목적을 달성하기 위한 구형의 금속분말을 제조하는 방법은, 매체형 분쇄기를 사용하여 금속분말의 입자 형상을 구형으로 밀링(milling)하는 단계;를 포함할 수 있다.

[0013] 상기 매체형 분쇄기의 분쇄 매체(ball) 충전율은 30 %일 수 있다.

- [0014] 또한, 상기 분쇄 매체의 직경은 1 mm 일 수 있다.
- [0015] 또한, 상기 밀링은 60분 동안 350 내지 700 rpm으로 수행할 수 있다.
- [0016] 상기 금속분말은 금, 은, 구리, 알루미늄, 망간, 철, 주석, 아연 및 티타늄으로 구성된 군으로부터 선택될 수 있다.
- [0017] 상기 매체형 분쇄기는 유성형 볼 밀(ball mill)일 수 있다.
- [0018] 또한, 상기 매체형 분쇄기를 이용한 상기 금속분말의 분쇄는 건식 분쇄법일 수 있다.

발명의 효과

- [0019] 이상 설명한 바와 같이, 본 발명에 따른 금속분말을 매체형 분쇄기를 이용하여 분쇄 매체의 특정 크기, 특정 밀링시간 및 회전속도 하에서 밀링하는 단계를 수행함으로써, 최종제품의 기계적인 물성을 높이는 데 용이한 구형의 금속분말을 제조할 수 있다.
- [0020] 또한, 본 발명에 따라 형성된 구형의 금속분말은 불규칙적으로 다른 형상을 가지는 금속분말보다 밀착성이 우수하여 조밀한 충전이 가능하므로 충전 특성이 매우 우수하다.
- [0021] 더욱이, 제조 공정이 간단하여 제조비용 절감을 도모할 수 있고, 양산을 향상시킬 수 있는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

- [0022] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 순서도이다;
- 도 2a는 알루미늄 분말의 원(Raw) 시료를 보여주는 SEM(scanning electron microscope) 사진이다;
- 도 2b는 본 발명의 일 실시예에 따른 밀링을 수행한 구형의 알루미늄 분말 SEM 사진이다;
- 도 3a는 구리 분말의 원(Raw) 시료를 보여주는 SEM 사진이다;
- 도 3b는 본 발명의 일 실시예에 따른 밀링을 수행한 구형의 구리 분말 SEM 사진이다;
- 도 4는 본 발명의 일 실시예에서 사용하는 유성형 매체 분쇄기를 나타낸 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0023] 이하에서는 실시예 등을 참조하여 본 발명을 더욱 상술하지만, 하기 실시예는 본 발명의 바람직한 일 실시예를 예시하기 위한 것이며, 본 발명의 범주가 그것에 의해 한정되는 것은 아니다.
- [0024] 본 발명은 매체형 분쇄기를 사용하여 구형의 금속분말을 제조하는 방법을 제공한다.
- [0025] 바람직한 일 실시예에서, 매체형 분쇄기를 사용하여 금속분말의 입자 형상을 구형으로 밀링하는 단계를 포함하는 방법으로 구형의 금속분말을 제조할 수 있다.
- [0026] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 순서도이다.
- [0027] 도 1을 참조하면, 본 발명은 금속분말을 매체형 분쇄기를 사용하여 밀링하는 단계(S 10)에 의해 구형의 금속분말이 형성(S 20)될 수 있다.
- [0028] 앞서 설명한 바와 같이, 본 발명에 따른 구형의 금속분말은 시간의 흐름에 따라 최종제품의 기계적인 물성을 높이는 데 용이한 구형의 금속분말을 제조할 수 있다. 또한, 본 발명에 따라 형성된 구형의 금속분말은 불규칙적으로 다른 형상을 가지는 금속분말보다 밀착성이 우수하여 조밀한 충전이 가능하므로 충전 특성이 매우 우수하다. 그리고 제조 공정이 간단하여 제조비용 절감을 도모할 수 있고, 양산을 향상시킬 수 있는 효과가 있다.
- [0029] 본 발명을 수행하기 위해서는, 우선, 금속분말에 물리적인 충격을 밀링하는 단계가 필요할 수 있다.
- [0030] 구체적으로, 본 발명자들이 실험한 바로는, 통상의 볼 밀(ball mill)을 사용할 경우에 본 발명이 소망하는 구형의 금속분말을 생성할 수 없으며, 앞서 설명한 바와 같은 효과를 기대하기 어려운 것으로 확인되었다.
- [0031] 따라서, 본 발명이 소망하는 구형의 금속분말을 형성하기 위해서는, 유성형 매체 분쇄기(planetary ball mill)를 사용하여 밀링하는 것이 바람직하다.

- [0032] 도 4는 본 발명의 일 실시예에 사용되는 유성형 매체 분쇄기를 나타낸 사진이다.
- [0033] 도 4를 참조하면, 유성형 매체 분쇄기는 분쇄가 행해지는 분쇄 포트(pot) 자체가 자전과 공전을 동시에 하는 유성형태의 움직임을 가지는 분쇄기로서, 통상의 볼 밀과 교반형 볼 밀에 비해서 매우 큰 에너지가 작용하게 된다. 따라서, 회전으로 인한 분쇄 매체 상호간의 충돌, 분쇄 매체와 분쇄 포트 내벽의 충돌 등에 의해 빠른 분쇄가 가능하므로, 유성형 매체 분쇄기를 사용하는 것이 바람직하다.
- [0034] 경우에 따라서는, 본 발명에 따른 밀링 단계는 금속분말의 산화를 막기 위해 산소와 수분이 충분히 제거된 불활성 가스 환경 하에서 수행할 수 있다. 상기 불활성 가스는 반응성이 낮은 기체이면 제한 없이 사용가능하지만, 바람직한 예로는 아르곤 가스, 질소가스, 아르곤 가스와 질소 가스의 혼합가스 등을 들 수 있다.
- [0035] 상기 매체형 분쇄기의 분쇄 매체(ball) 충전율은 30 %일 수 있으나, 상기 충전율이 30 %인 것이 가장 바람직하다.
- [0036] 또한, 상기 분쇄 매체의 직경은 1 mm 일 수 있다. 상기 분쇄 매체의 직경이 1 mm 미만일 경우, 충분한 에너지를 공급하지 못하므로 구형의 금속분말을 형성할 수 없고, 반대로, 분쇄 매체의 직경이 1 mm를 초과하는 경우 금속분말과 탄소나노튜브의 지나친 충돌에 의해 물성이 저하될 수 있는 문제점이 발생할 수 있다.
- [0037] 상기 밀링 단계를 수행하는데 있어서, 밀링은 60분 동안 350 내지 700 rpm으로 수행하는 것이 바람직하다.
- [0038] 구체적으로, 금속분말을 60분 미만으로 밀링을 수행할 경우, 분쇄 매체에 의한 에너지 공급 시간이 충분하지 않으므로 본 발명이 소망하는 구형의 금속분말이 형성되지 않을 수 있다. 반대로, 60분을 초과하는 경우에는, 분말입자들의 2차 분쇄가 발생하여 본 발명이 소망하는 구형의 금속분말을 형성할 수 없다.
- [0039] 또한, 회전속도가 350 rpm 미만일 경우, 본 발명이 소망하는 구형의 금속분말을 형성하기 어려우며, 700 rpm 초과한 경우, 금속분말 내의 충돌에 의한 고온 반응으로 물성이 저하되는 문제가 초래할 수 있다.
- [0040] 따라서, 분쇄 매체의 크기, 회전속도 및 밀링시간의 모든 수치 조건을 만족해야 본 발명이 소망하는 효과를 달성할 수 있다.
- [0041] 상기 금속분말은 금, 은, 구리, 알루미늄, 망간, 철, 주석, 아연 및 티타늄으로 구성된 군으로부터 선택되는 어느 하나를 사용할 수 있으며, 바람직하게는 알루미늄 또는 구리일 수 있다.
- [0042] {실시예}
- [0043] [실시예 1]
- [0044] 알루미늄 분말은 50 μm 의 크기를 준비하였고, 초고속 유성형 매체 분쇄기에 넣고 분쇄 매체 30 %를 충전하고, 350 rpm의 회전속도로 60분 동안 밀링을 수행하였다. 분쇄된 입자들의 형상을 파악하기 위해 SEM 사진 촬영을 하였다.
- [0045] 그 결과, 구형의 알루미늄 분말이 형성된 것을 확인할 수 있었다.
- [0046] 상기 밀링 과정 중, 알루미늄의 산화를 막기 위해 분쇄 포트 내부에 불활성 가스인 Ar을 주입하여, 산소와 수분이 충분히 제거된 포트를 안전하게 밀봉한 후 밀링하였다. 상기 밀링 과정에서 사용된 상기 분쇄 매체는 지르코니아 볼 1 mm이다.
- [0047] 도 2a는 알루미늄 분말의 원(Raw) 시료를 보여주는 SEM(scanning electron microscope) 사진이고, 도 2b는 본 발명의 실시예 1에 따른 밀링을 수행한 구형의 알루미늄 분말 SEM 사진이다.
- [0048] 도 2a 를 참조하면, 전형적인 불규칙한 형상의 덩어리 형태의 알루미늄 분말 원료로서 일반적인 알루미늄 분말의 형태를 보이고, 통상적으로 30 내지 50 μm 의 크기를 갖는다.
- [0049] 그리고 도 2b를 참조하면, 상기 유성형 매체 분쇄기를 사용하여 회전속도 350 rpm, 분쇄 매체의 크기 1 mm, 분쇄 매체의 충전율 30 %에서 밀링 시간 60분까지 실험한 결과를 보인다. 피상 형태의 알루미늄 분말이 구형의 알루미늄 분말로 변화한 것을 관찰할 수 있다.
- [0050] [실시예 2]
- [0051] 구리 분말은 70 μm 의 크기를 준비하였고, 초고속 유성형 매체 분쇄기에 넣고 분쇄 매체 30 %를 충전하고, 700 rpm의 회전속도로 60분 동안 밀링을 수행하였다. 분쇄된 입자들의 형상을 파악하기 위해 SEM 사진 촬영을 하였

다.

- [0052] 그 결과, 구형의 구리 분말이 형성되었다.
- [0053] 상기 밀링 과정 중, 알루미늄의 산화를 막기 위해 분쇄 포트 내부에 불활성 가스인 Ar을 주입하여, 산소와 수분이 충분히 제거된 포트를 안전하게 밀봉한 후 밀링하였다. 상기 밀링에서 사용된 상기 분쇄 매체는 지르코니아 볼 1 mm이다.
- [0054] 도 3a는 구리 분말의 원 시료를 보여주는 SEM 사진이고, 도 3b는 본 발명의 실시예 2에 따른 밀링을 수행한 구형의 구리 분말 SEM 사진이다.
- [0055] 도 3a를 참조하면, 전형적인 불규칙한 형상의 덩어리 형태의 구리 분말 원료로서 일반적인 구리 분말의 형태를 보이고, 통상적으로 40 내지 80 μm 의 크기를 갖는다.
- [0056] 그리고 도 3b를 참조하면, 상기 유성형 매체 분쇄기를 사용하여 회전속도 700 rpm, 분쇄 매체의 크기 1 mm, 분쇄 매체의 충전을 30 %에서 밀링 시간 60분까지 실험한 결과를 보인다. 괴상 형태의 구리 분말이 매끈한 구형의 구리 분말로 변화한 것을 관찰할 수 있다.
- [0057] [실시예 3]
- [0058] 상기 실시예 1에서, 분쇄 매체의 직경이 3 mm인 것을 사용하고, 유성형 매체 분쇄기의 회전속도를 300 rpm으로 한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법을 사용하여 구형의 알루미늄 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.
- [0059] [실시예 4]
- [0060] 상기 실시예 1에서, 분쇄 매체의 직경이 5 mm인 것을 사용하고, 유성형 매체 분쇄기의 회전속도를 250 rpm으로 한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법을 사용하여 구형의 알루미늄 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.
- [0061] [실시예 5]
- [0062] 상기 실시예 2에서, 분쇄 매체의 직경이 3 mm인 것을 사용하고, 유성형 매체 분쇄기의 회전속도를 600 rpm으로 한 것을 제외하고는 실시예 2와 동일한 방법을 사용하여 구형의 구리 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.
- [0063] [실시예 6]
- [0064] 상기 실시예 2에서, 분쇄 매체의 직경이 5 mm인 것을 사용하고, 유성형 매체 분쇄기의 회전속도를 500 rpm으로 한 것을 제외하고는 실시예 2와 동일한 방법을 사용하여 구형의 구리 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.
- [0065]
- [0066] [비교예 1]
- [0067] 상기 실시예 1에 있어서, 유성형 매체 분쇄기의 밀링시간을 7.5분으로 한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법을 사용하여 구형의 알루미늄 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.
- [0068] [비교예 2]
- [0069] 상기 실시예 1에 있어서, 유성형 매체 분쇄기의 밀링시간을 15분으로 한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법을 사용하여 구형의 알루미늄 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.
- [0070] [비교예 3]
- [0071] 상기 실시예 1에 있어서, 유성형 매체 분쇄기의 밀링시간을 30분으로 한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법을 사용하여 구형의 알루미늄 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.
- [0072] [비교예 4]
- [0073] 상기 실시예 1에 있어서, 유성형 매체 분쇄기의 회전속도를 400 rpm으로 한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법을 사용하여 구형의 알루미늄 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.
- [0074] [비교예 5]
- [0075] 상기 실시예 1에 있어서, 유성형 매체 분쇄기의 회전속도를 300 rpm으로 한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법을 사용하여 구형의 알루미늄 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.

- [0076] [비교예 6]
- [0077] 상기 실시예 1에 있어서, 유성형 매체 분쇄기의 회전속도를 250 rpm으로 한 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일한 방법을 사용하여 구형의 알루미늄 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.
- [0078] [비교예 7]
- [0079] 상기 실시예 3에 있어서, 유성형 매체 분쇄기의 회전속도를 250 rpm으로 한 것을 제외하고는 상기 실시예 3과 동일한 방법을 사용하여 구형의 알루미늄 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.
- [0080] [비교예 8]
- [0081] 상기 실시예 3에 있어서, 유성형 매체 분쇄기의 회전속도를 350 rpm으로 한 것을 제외하고는 상기 실시예 3과 동일한 방법을 사용하여 구형의 알루미늄 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.
- [0082] [비교예 9]
- [0083] 상기 실시예 4에 있어서, 유성형 매체 분쇄기의 회전속도를 300 rpm으로 한 것을 제외하고는 상기 실시예 4와 동일한 방법을 사용하여 구형의 알루미늄 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.
- [0084] [비교예 10]
- [0085] 상기 실시예 4에 있어서, 유성형 매체 분쇄기의 회전속도를 350 rpm으로 한 것을 제외하고는 상기 실시예 4와 동일한 방법을 사용하여 구형의 알루미늄 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.
- [0086] [비교예 11]
- [0087] 상기 실시예 2에 있어서, 유성형 매체 분쇄기의 밀링시간을 7.5분으로 한 것을 제외하고는 상기 실시예 2와 동일한 방법을 사용하여 구형의 구리 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.
- [0088] [비교예 12]
- [0089] 상기 실시예 2에 있어서, 유성형 매체 분쇄기의 밀링시간을 15분으로 한 것을 제외하고는 상기 실시예 2와 동일한 방법을 사용하여 구형의 구리 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.
- [0090] [비교예 13]
- [0091] 상기 실시예 2에 있어서, 유성형 매체 분쇄기의 밀링시간을 30분으로 한 것을 제외하고는 상기 실시예 2와 동일한 방법을 사용하여 구형의 구리 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.
- [0092] [비교예 14]
- [0093] 상기 실시예 2에 있어서, 유성형 매체 분쇄기의 회전속도를 400 rpm으로 한 것을 제외하고는 상기 실시예 2와 동일한 방법을 사용하여 구형의 구리 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.
- [0094] [비교예 15]
- [0095] 상기 실시예 2에 있어서, 유성형 매체 분쇄기의 회전속도를 500 rpm으로 한 것을 제외하고는 상기 실시예 2와 동일한 방법을 사용하여 구형의 구리 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.
- [0096] [비교예 16]
- [0097] 상기 실시예 2에 있어서, 유성형 매체 분쇄기의 회전속도를 600 rpm으로 한 것을 제외하고는 상기 실시예 2와 동일한 방법을 사용하여 구형의 구리 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.
- [0098] [비교예 17]
- [0099] 상기 실시예 5에 있어서, 유성형 매체 분쇄기의 회전속도를 500 rpm으로 한 것을 제외하고는 상기 실시예 5와 동일한 방법을 사용하여 구형의 구리 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.
- [0100] [비교예 18]
- [0101] 상기 실시예 5에 있어서, 유성형 매체 분쇄기의 회전속도를 700 rpm으로 한 것을 제외하고는 상기 실시예 5와 동일한 방법을 사용하여 구형의 구리 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.

[0102] [비교예 19]

[0103] 상기 실시예 6에 있어서, 유성형 매체 분쇄기의 회전속도를 600 rpm으로 한 것을 제외하고는 상기 실시예 6과 동일한 방법을 사용하여 구형의 구리 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.

[0104] [비교예 20]

[0105] 상기 실시예 6에 있어서, 유성형 매체 분쇄기의 회전속도를 700 rpm으로 한 것을 제외하고는 상기 실시예 6과 동일한 방법을 사용하여 구형의 구리 분말을 형성하는 실험을 수행하였다.

[0106] {평가}

[0107] [실험예 1]

[0108] 상기 실시예 1과 비교예 1 내지 3에서 각각 형성된 알루미늄 분말의 표면을 SEM을 통해 관찰하였다. 상기 알루미늄 분말의 표면이 밀링시간이 경과함에 따라 괴상 형상에서 구형으로의 입자형상이 변화하는 정도를 평가하였으며, 그 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

표 1

	실시예 1	비교예 1	비교예 2	비교예 3
분쇄 매체(mm)	1	1	1	1
회전속도(rpm)	350	350	350	350
밀링시간(분)	60	7.5	15	30
입자형상 변화평가	○	×	×	×

[0110] 상기 표 1에서 알 수 있듯이, 실시예 1에서만 구형의 알루미늄 분말로의 형상변화가 발생한 것을 확인할 수 있다.

[0111] 도 2a 내지 2b를 참조하면, 밀링을 수행한 입자들의 형상을 확인할 수 있다. 밀링 초기에는 원료의 상태를 그대로 유지하면서 입자 크기가 조금씩 작아지는 경향(미도시)을 보이다가 밀링 시간이 60분이 되었을 때, 구형으로 알루미늄 분말이 변화한 것을 관찰할 수 있다.

[0112] [실험예 2]

[0113] 실시예 1과 비교예 8 및 10에 따라 제조된 구형의 알루미늄 분말의 입자형상을 비교하였다. 또한, 표 2는 분쇄 매체의 밀링시간을 60분으로 고정하고, 회전속도를 350 rpm으로 고정한 상태에서, 분쇄 매체의 크기를 각기 다르게 한 것을 나타낸 것이다.

표 2

	실시예 1	비교예 8	비교예 10
분쇄 매체(mm)	1	3	5
밀링시간(분)	60	60	60
회전속도(rpm)	350	350	350
입자형상 변화평가	○	×	×

[0115] 상기 표 2에서 보이는 바와 같이, 분쇄 매체의 밀링시간을 60분, 분쇄 매체의 회전속도를 350 rpm으로 고정한 상태에서, 분쇄 매체의 직경을 1 mm, 3 mm, 5 mm으로 수행하였을 경우, 분쇄 매체의 직경이 1 mm인 경우에 구형의 알루미늄 분말을 형성하였으나, 분쇄 매체의 직경이 3 mm, 5 mm인 경우에는 구형의 알루미늄 분말이 형성되지 않았다. 따라서, 분쇄 매체의 밀링시간이 60분이고, 회전속도 350 rpm인 경우, 분쇄 매체의 직경이 3 mm, 5 mm인 조건은 구형의 알루미늄 분말을 형성함에 있어 적합하지 않은 조건임을 확인할 수 있다.

[0116] [실험예 3]

[0117] 실시예 1과 비교예 4 내지 6에 따라 제조된 구형의 알루미늄 분말의 입자형상을 비교하였다. 또한, 표 3은 분쇄 매체 충전율을 30 %로 고정하고, 분쇄 매체의 직경은 1 mm, 밀링시간을 60분으로 고정한 상태에서, 회전속도를 각기 다르게 한 것을 나타낸 것이다.

표 3

	실시예 1	비교예 4	비교예 5	비교예 6
분쇄 매체(mm)	1	1	1	1
밀링시간(분)	60	60	60	60
회전속도 (rpm)	250	400	300	250
입자형상 변화평가	○	×	×	×

상기 표 3에서 보이는 바와 같이, 분쇄 매체의 밀링시간을 60분, 분쇄 매체의 직경을 1 mm으로 고정한 상태에서, 분쇄 매체의 회전속도를 250 rpm, 300 rpm, 350 rpm, 400 rpm으로 수행하였을 경우, 분쇄 매체의 회전속도가 350 rpm인 경우에 구형의 알루미늄 분말을 형성하였으나, 분쇄 매체의 회전속도가 250 rpm, 300 rpm, 400 rpm인 경우에는 구형의 알루미늄 분말이 형성되지 않았다. 따라서, 분쇄 매체의 밀링시간이 60분이고, 분쇄 매체의 직경이 350 1 mm인 경우, 분쇄 매체의 회전속도가 250 rpm, 300 rpm, 400 rpm인 조건은 구형의 알루미늄 분말을 형성함에 있어 적합하지 않은 조건임을 확인할 수 있다.

[실험예 4]

실시예 3 및 4와 비교예 7 내지 10에 따라 제조된 구형의 알루미늄 분말의 입자형상을 비교하였다. 또한, 표 4는 분쇄 매체 충전율을 30 %로 고정하고, 밀링시간을 60분으로 고정한 상태에서, 회전속도 및 분쇄 매체의 직경을 각기 다르게 한 것을 나타낸 것이다.

표 4

	실시예 3	비교예 7	비교예 8	실시예 4	비교예 9	비교예 10
분쇄 매체(mm)	3	3	3	5	5	5
회전속도	300	250	350	250	300	350
밀링시간(분)	60	60	60	60	60	60
입자형상 변화평가	×	×	×	×	×	×

상기 표 4에서 보이는 바와 같이, 분쇄 매체의 직경을 3 mm로 고정한 상태에서, 분쇄 매체의 회전속도를 250, 300, 350 rpm으로 수행하였을 경우, 구형의 알루미늄 분말이 형성되지 않았다. 또한, 분쇄 매체의 직경을 5 mm로 고정한 상태에서, 분쇄 매체의 회전속도를 250, 300, 350 rpm으로 수행하였을 경우, 구형의 알루미늄 분말이 형성되지 않았다.

따라서, 분쇄 매체의 직경이 3, 5 mm인 조건은 분쇄 매체의 회전속도를 다르게 하여도 구형의 알루미늄 분말을 형성함에 있어 적합하지 않은 조건임을 확인할 수 있다.

따라서, 상기 표 1 내지 표 4를 참조하면, 알루미늄(A1) 분말은 유성형 매체 분쇄기를 사용하여 회전속도를 350 rpm으로 하였을 경우, 분쇄 매체의 충전율 30 %, 분쇄 매체의 직경 1 mm일 때, 60분 후에 구형의 알루미늄 분말로 변화하는 것을 확인할 수 있었다.

[실험예 5]

상기 실시예 2와 비교예 11 내지 13에서 각각 형성된 구리 분말의 표면을 SEM을 통해 관찰하였다. 상기 구리 분말의 표면이 밀링시간이 경과함에 따라 괴상 형상에서 구형으로의 입자형상이 변화하는 정도를 평가하였으며, 그 결과를 하기 표 5에 나타내었다.

표 5

	실시예 2	비교예 11	비교예 12	비교예 13
분쇄 매체(mm)	1	1	1	1
회전속도(rpm)	700	700	700	700
밀링시간(분)	60	7.5	15	30
입자형상 변화평가	○	×	×	×

상기 표 5에서 알 수 있듯이, 실시예 2에서만 구형의 구리 분말로의 형상변화가 발생한 것을 확인할 수 있다.

[0130] 도 3a 내지 3b를 참조하면, 밀링을 수행한 입자들의 형상을 확인할 수 있다. 밀링 초기에는 원료의 상태를 그대로 유지하면서 입자 크기가 조금씩 작아지는 경향(미도시)을 보이다가 밀링 시간이 60분이 되었을 때, 구형으로 구리 분말이 변화한 것을 관찰할 수 있다.

[0131] [실험예 6]

[0132] 실시예 2와 비교예 18 및 20에 따라 제조된 구형의 구리 분말의 입자형상을 비교하였다. 또한, 표 6은 분쇄 매체의 밀링시간을 60분으로 고정하고, 회전속도를 700 rpm으로 고정한 상태에서, 분쇄 매체의 크기를 각기 다르게 한 것을 나타낸 것이다.

표 6

[0133]

	실시예 2	비교예 18	비교예 20
분쇄 매체(mm)	1	3	5
밀링시간(분)	60	60	60
회전속도(rpm)	700	700	700
입자형상 변화평가	○	×	×

[0134] 상기 표 6에서 보이는 바와 같이, 분쇄 매체의 밀링시간을 60분, 분쇄 매체의 회전속도를 700 rpm으로 고정한 상태에서, 분쇄 매체의 직경을 1 mm, 3 mm, 5 mm으로 수행하였을 경우, 분쇄 매체의 직경이 1 mm인 경우에 구형의 구리 분말을 형성하였으나, 분쇄 매체의 직경이 3 mm, 5 mm인 경우에는 구형의 구리 분말이 형성되지 않았다. 따라서, 분쇄 매체의 밀링시간이 60분이고, 회전속도 700 rpm인 경우, 분쇄 매체의 직경이 3 mm, 5 mm인 조건은 구형의 구리 분말을 형성함에 있어 적합하지 않은 조건임을 확인할 수 있다.

[0135] [실험예 7]

[0136] 실시예 2와 비교예 14 내지 16에 따라 제조된 구형의 구리 분말의 입자형상을 비교하였다. 또한, 표 7은 분쇄 매체 충전율을 30 %로 고정하고, 분쇄 매체의 직경은 1 mm, 밀링시간을 60분으로 고정한 상태에서, 회전속도를 각기 다르게 한 것을 나타낸 것이다.

표 7

[0137]

	실시예 2	비교예 14	비교예 15	비교예 16
분쇄 매체(mm)	1	1	1	1
밀링시간(분)	60	60	60	60
회전속도 (rpm)	700	400	500	600
입자형상 변화평가	○	×	×	×

[0138] 상기 표 7에서 보이는 바와 같이, 분쇄 매체의 밀링시간을 60분, 분쇄 매체의 직경을 1 mm으로 고정한 상태에서, 분쇄 매체의 회전속도를 400 rpm, 500 rpm, 600 rpm, 700 rpm으로 수행하였을 경우, 분쇄 매체의 회전속도가 700 rpm인 경우에 구형의 구리 분말을 형성하였으나, 분쇄 매체의 회전속도가 400 rpm, 500 rpm, 600 rpm인 경우에는 구형의 구리 분말이 형성되지 않았다. 따라서, 분쇄 매체의 밀링시간이 60분이고, 분쇄 매체의 직경이 1 mm인 경우, 분쇄 매체의 회전속도가 400 rpm, 500 rpm, 600 rpm인 조건은 구형의 구리 분말을 형성함에 있어 적합하지 않은 조건임을 확인할 수 있다.

[0139] [실험예 8]

[0140] 실시예 5 및 6과 비교예 17 내지 20에 따라 제조된 구형의 구리 분말의 입자형상을 비교하였다. 또한, 표 8은 분쇄 매체 충전율을 30 %로 고정하고, 밀링시간을 60분으로 고정한 상태에서, 회전속도 및 분쇄 매체의 직경을 각기 다르게 한 것을 나타낸 것이다.

표 8

[0141]

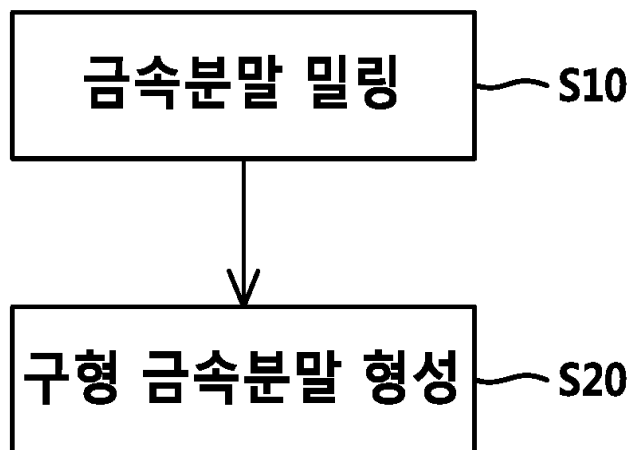
	실시예 5	비교예 17	비교예 18	실시예 6	비교예 19	비교예 20
분쇄 매체(mm)	3	3	3	5	5	5
회전속도	600	500	700	500	600	700
밀링시간(분)	60	60	60	60	60	60

입자형상 변화평가	×	×	×	×	×	×
-----------	---	---	---	---	---	---

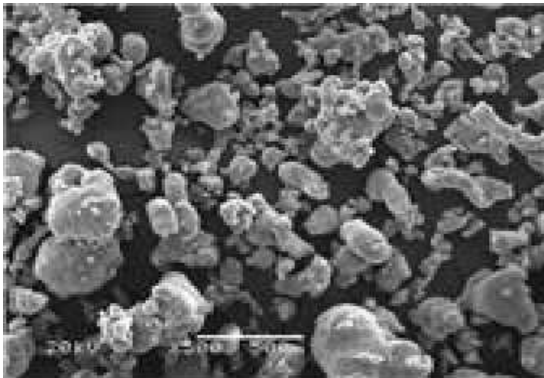
- [0142] 상기 표 8에서 보이는 바와 같이, 분쇄 매체의 직경을 3 mm로 고정한 상태에서, 분쇄 매체의 회전속도를 500, 600, 700 rpm으로 수행하였을 경우, 구형의 구리 분말이 형성되지 않았다. 또한, 분쇄 매체의 직경을 5 mm로 고정한 상태에서, 분쇄 매체의 회전속도를 500, 600, 700 rpm으로 수행하였을 경우, 구형의 구리 분말이 형성되지 않았다.
- [0143] 따라서, 분쇄 매체의 직경이 3 mm, 5 mm인 조건은 분쇄 매체의 회전속도를 다르게 하여도 구형의 구리 분말을 형성함에 있어 적합하지 않은 조건임을 확인할 수 있다.
- [0144] 따라서, 상기 표 1 내지 표 3을 참조하면, 구리(Cu) 분말은 유성형 매체 분쇄기를 사용하여 회전속도를 700 rpm으로 하였을 경우, 분쇄 매체의 충전율 30 %, 분쇄 매체의 직경 1 mm일 때, 60분 후에 구형의 구리 분말로 변화하는 것을 확인할 수 있었다.
- [0145] 또한, 상기 실험예들은 건식조건 하에서 이루어는 것 즉, 건식 분쇄법을 이용하는 것이 바람직하다.
- [0146] 상기 실험예들과 같이 분쇄 매체의 크기, 회전속도 및 밀링시간의 수치조건을 만족해야 본 발명이 소망하는 효과를 달성할 수 있다.
- [0147] 앞에서 설명되고, 도면에 도시된 본 발명의 실시예는 본 발명의 기술적 사상을 한정하는 것으로 해석되어서는 안 된다. 본 발명의 보호범위는 청구범위에 기재된 사항에 의해서만 제한되고, 본 발명의 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명의 기술적 사상을 다양한 형태로 개량 변경하는 것이 가능하다. 따라서 이러한 개량 및 변경은 통상의 지식을 가진 자에게 자명한 것인 한 본 발명의 보호범위에 속하게 될 것이다.

도면

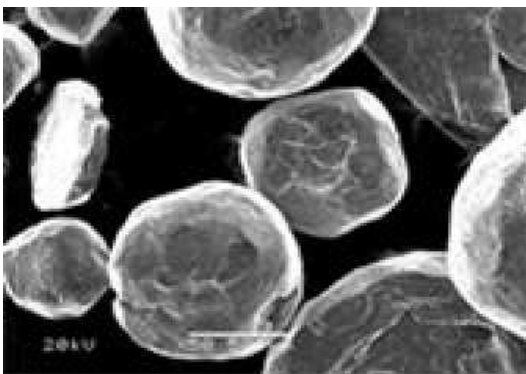
도면1



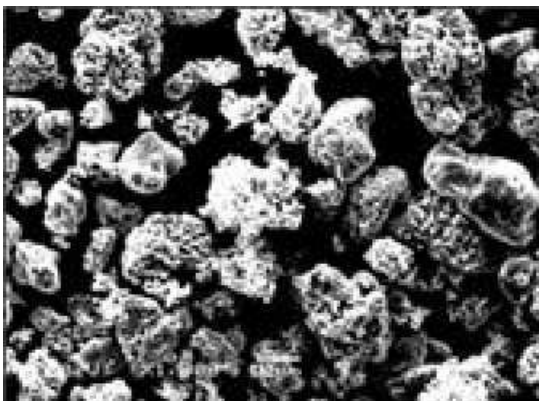
도면2a



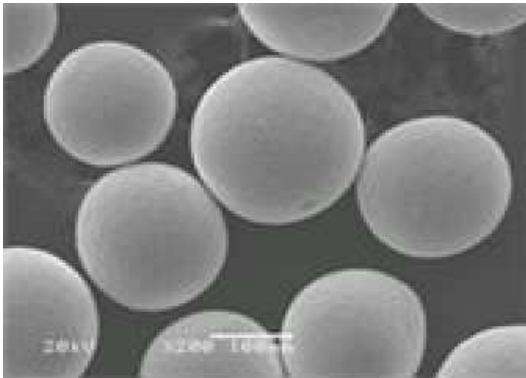
도면2b



도면3a



도면3b



도면4

