

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2012-0139375 (43) 공개일자 2012년12월27일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) B82B 3/00 (2006.01) B82Y 30/00 (2011.01)		(71) 출원인 충남대학교산학협력단 대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)
(21) 출원번호	10-2011-0059154	(72) 발명자 신원규 대전광역시 서구 대덕대로 415, 108동 1005호 (만년동, 상아아파트)
(22) 출원일자	2011년06월17일	김진형 대전광역시 중구 태평로 15, 110동 1302호 (태평동, 버드내마을아파트)
심사청구일자	2011년06월17일	(74) 대리인 신동준

전체 청구항 수 : 총 10 항

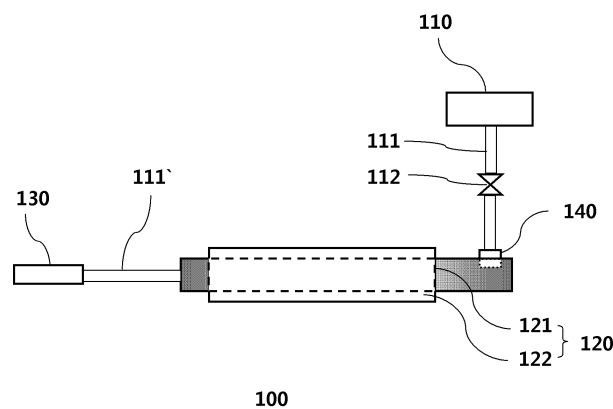
(54) 발명의 명칭 나노입자 코팅장치, 그를 이용한 코어-셸 나노입자의 제조방법 및 코팅두께 측정방법

(57) 요약

본 발명의 나노입자 코팅장치는 코어물질을 증발, 응집시켜 구상의 코어물질 입자를 발생시키는 코어입자 발생기; 상기 코어입자 발생기로부터 유입되는 코어물질 입자에 셸물질을 코팅하는 입자코팅 반응기; 및 상기 입자코팅 반응기 내의 압력을 저압으로 유지하는 수단인 진공펌프;를 포함하는 나노입자 코팅장치에 있어서, 상기 코어입자 발생기와 입자코팅 반응기 사이에 압력분리 수단을 구비한 것을 특징으로 한다.

본 발명의 나노입자 코팅장치는 코어입자 제조기와 입자코팅 반응기의 사이에 압력 분리 수단을 구비하여, 양자의 압력을 분리함으로써 서로 다른 압력 범위에서 운용할 수 있으면서, 저압 입자코팅 공정에서 코어입자에 코팅되는 코팅두께의 실시간 제어가 가능하다.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

코어물질을 증발, 응축시켜 구상의 코어물질 입자를 발생시키는 코어입자 발생기; 상기 코어입자 발생기로부터 유입되는 코어물질 입자에 쉘물질을 코팅하는 입자코팅 반응기; 및 상기 입자코팅 반응기 내의 압력을 저압으로 유지하는 수단인 진공펌프;를 포함하는 나노입자 코팅장치에 있어서,

상기 코어입자 발생기와 입자코팅 반응기 사이에 압력분리 수단을 구비한 것을 특징으로 하는 나노입자 코팅장치.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 압력분리 수단은 출구측 압력이 입구측 압력의 0.45 배보다 작은 임계 오리피스인 것을 특징으로 하는 상기 나노입자 코팅장치.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 코어입자 발생기와 압력분리 수단 사이에 입자분포 조절수단을 추가로 구비한 것을 특징으로 하는 상기 나노입자 코팅장치.

청구항 4

제3항에 있어서, 상기 입자분포 조절수단은 미분전기영동도 분석기인 것을 특징으로 하는 상기 나노입자 코팅장치.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 입자코팅 반응기의 후단에 코팅된 입자의 크기 및 분포를 측정하는 입자 크기/분포 측정장치를 더 구비하되, 상기 입자코팅 반응기와 입자 크기/분포 측정장치 사이에 저압발생 수단이 추가로 구비된 것을 특징으로 하는 상기 나노입자 코팅장치.

청구항 6

제5항에 있어서, 상기 저압발생 수단은 벤츄리 펌프인 것을 특징으로 하는 상기 나노입자 코팅장치.

청구항 7

코어입자 발생기에서 코어입자를 발생시키는 단계; 및 입자코팅 반응기에서 상기 코어입자에 쉘 물질을 코팅하는 단계를 포함하는 코어-쉘 나노입자의 제조방법에 있어서,

상기 코어입자의 발생과 쉘물질의 코팅이 분리된 압력에서 수행되는 것을 특징으로 하는 코어-쉘 나노입자의 제조방법.

청구항 8

제7항에 있어서, 상기 압력의 분리는 상기 코어입자 발생기와 입자코팅 반응기 사이에 구비된 압력분리 수단에 의하여 수행되는 것을 특징으로 하는 상기 코어-쉘 나노입자의 제조방법.

청구항 9

제7항에 있어서, 상기 코어입자의 발생은 상압에서 수행되고, 상기 쉘물질의 코팅은 500~10Torr에서 수행되는 것을 특징으로 하는 상기 코어-쉘 나노입자의 제조방법.

청구항 10

코어입자 발생기에서 발생시킨 코어입자에, 저압에서 가동되는 입자코팅 반응기를 이용하여 코팅물질을 코팅하는 코어-쉘 나노입자를 제조함에 있어서,

코어입자 발생기만을 가동하고 코어입자만의 크기/분포를 측정하는 단계; 및

코어입자 발생기와 입자코팅반응기를 동시에 가동하여 제조된 코어-셸 나노입자의 크기/분포를 측정하는 단계;
를 포함하는 것을 특징으로 하는, 코어-셸 나노입자의 코팅두께 측정방법.

명세서

기술분야

- [0001] 본 발명은 나노입자 코팅장치 및 그를 이용한 코어-셸 나노입자의 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 코어물질 제조기와 입자코팅반응기를 포함하는 나노입자 코팅장치에 있어서, 코어물질 제조기와 입자코팅반응기의 사이에 압력분리 수단을 구비하여, 양자의 압력을 분리함으로써 서로 다른 압력 범위에서 운용할 수 있으면서, 저압 입자코팅 공정에서 코어입자에 코팅되는 두께의 실시간 제어가 가능한 나노입자 코팅장치 및 그를 이용한 코어-셸 나노입자의 제조방법 및 코팅두께 측정방법에 관한 것이다.

배경기술

- [0002] 코어-셸 구조의 나노입자는 여러 물질의 기능을 하나의 입자에 결합시킬 수 있다는 특성 때문에 촉매, 항암 치료제, 태양전지 등의 다양한 분야에서 활용되고 있다. 이에 따라 상기 코어-셸 구조의 나노입자를 제조하는 기술에 대해서도 진전이 계속되고 있다.
- [0003] 예를 들어, 비특허문헌 1에서는 은 나노입자 표면을 광유도 화학 증착을 이용하여 SiO_2 를 코팅시켜 코어-셸 구조를 만들어 Au-SiO_2 복합 나노입자를 제조하고, 상압에서 광유도 입자 코팅 반응기 전후에 한 쌍의 미분전기영동도 분석기 (Differential Mobility Analyzer)를 배치하고 후단에 응핵입자 계수기 (Condensation particle counter)를 연결하여 구성된 주사 입자 크기분포 측정 시스템을 이용하여 코팅 입자의 두께를 측정하였다.
- [0004] 비특허문헌 2에는 저압 상태에 있는 고온플라즈마 반응기로부터 제조된 나노입자의 크기 분포 측정을 위해 저압 발생기를 이용하여 저압에서 나노입자가 포함된 기체를 반응기 외부로 상압 상태에서 뽑아내고, 미분전기영동도 분석기 (Differential Mobility Analyzer)와 응핵입자계수기 (Condensation particle counter)로 이루어진 주사입자크기분포측정시스템을 이용하여 나노입자 크기 분포를 측정하는 방법이 개시되어 있다.
- [0005] 비특허문헌 3에는 미분전기영동도 분석기를 저압 상태에서 운용하여 나노입자의 미끄럼 보정계수를 측정하였다.
- [0006] 기체상 나노입자 코팅 반응기는 다양한 방법으로 구성될 수 있다. 나노입자 코팅 물질 또는 코어 물질이 누설될 경우 환경 및 산업보건적으로 위험한 경우가 많이 있기 때문에 저압 상태에서 운용되어질 필요가 있다. 이러한 기체상 코팅 방법은 금속-금속, 금속-세라믹, 금속-유기물, 유기물-유기물 구조를 비롯한 다양한 조합에 의한 코어-셸 구조의 나노입자를 제조할 수 있으나 이에 관한 장치는 특별히 시도된 바가 없어 이를 개발할 필요성이 대두되고 있다.

선행기술문헌

비특허문헌

- [0007] (비특허문헌 0001) Adam M Boies 등, Nanotechnology, 20, 295604 (2009).
(비특허문헌 0002) Xiaoliang Wang 등, Plasma Chemistry and Plasma Processing, 25(5), 439-453 (2005).
(비특허문헌 0003) Kim 등, J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol. 110, 31 (2006).

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0008] 본 발명의 목적은 코어물질 제조기와 입자코팅반응기의 압력을 분리하여 다른 범위에서 운용할 수 있으면서, 저압 입자코팅 공정의 실시간 제어가 가능한 나노입자 코팅장치를 제공하는 것이다.
- [0009] 본 발명의 다른 목적은 상기 코팅장치를 이용하여 코어입자의 발생과 셸물질의 코팅이 분리된 압력에서 수행되

는 것을 특징으로 하는 코어-셸 나노입자의 제조방법을 제공하는 것이다.

[0010] 본 발명의 또 다른 목적은 상기 나노입자 코팅장치를 이용하여 제조되는 코어-셸 나노입자의 실시간 코팅두께 측정방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0011] 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명의 나노입자 코팅장치는 코어물질을 증발, 응집시켜 구상의 코어물질 입자를 발생시키는 코어입자 발생기; 상기 코어물질 제조기로부터 유입되는 코어물질 입자에 셸물질을 코팅하는 입자코팅 반응기; 및 상기 입자코팅 반응기 내의 압력을 저압으로 유지하는 수단인 진공펌프;를 포함하는 나노입자 코팅장치에 있어서, 상기 코어물질 제조기와 입자코팅 반응기 사이에 압력분리 수단을 구비한 것을 특징으로 한다.

[0012] 상기 압력분리 수단은 임계 오리피스인 것이 바람직하다.

[0013] 상기 코어물질 제조기와 압력분리 수단 사이에 입자분포 조절수단을 추가로 구비할 수 있다.

[0014] 상기 입자분포 조절수단은 미분전기영동도 분석기인 것이 바람직하다.

[0015] 상기 입자코팅 반응기의 후단에 코팅된 입자의 크기 및 분포를 측정하는 입자 크기/분포 측정장치를 더 구비하되, 상기 입자코팅 반응기와 입자 크기/분포 측정장치 사이에 저압발생 수단이 추가로 구비될 수 있다.

[0016] 상기 저압발생 수단은 벤츄리 펌프인 것이 바람직하다.

[0017] 본 발명의 코어-셸 나노입자의 제조방법은 코어입자 발생기에서 코어입자를 발생시키는 단계 및 입자코팅 반응기에서 상기 코어 입자에 셸 물질을 코팅하는 단계를 포함하는 코어-셸 나노입자의 제조방법에 있어서, 상기 코어입자의 발생과 셸물질의 코팅이 분리된 압력에서 수행되는 것을 특징으로 한다.

[0018] 상기 압력의 분리는 상기 코어입자 발생기와 입자코팅 반응기 사이에 구비된 압력분리 수단에 의하여 수행된다.

[0019] 상기 코어입자의 발생은 상압에서 수행되고, 상기 셸물질의 코팅은 500~10Torr에서 수행되는 것이 바람직하다.

[0020] 본 발명의 코어-셸 나노입자의 코팅두께 측정방법은, 코어입자 발생기에서 발생시킨 코어입자에, 저압에서 가동되는 입자코팅 반응기를 이용하여 코팅물질을 코팅하는 코어-셸 나노입자를 제조함에 있어서, 코어입자 발생기만을 가동하고 코어입자만의 크기/분포를 측정하는 단계; 및 코어입자 발생기와 입자코팅반응기를 동시에 가동하여 제조된 코어-셸 나노입자의 크기/분포를 측정하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0021] 본 발명의 나노입자 코팅장치는 입자코팅 반응기를 저압에서 운용하면서 코어입자 발생기를 상압 또는 고압에서 독립적으로 운용하기 위해서 임계 오리피스를 이용할 수 있다. 임계 오리피스는 코팅 반응기로 들어가는 코어입자가 포함된 이송 기체의 체적유량을 제어하면서 임계오리피스의 입구와 출구의 압력이 다른 범위에 있도록 한다.

[0022] 또한, 코팅 반응기에 보내지는 코어 입자는 복잡분산입자 또는 단순분산입자의 형태를 가질 수 있는 바, 코어입자 발생기 후단에 입자분포 조절수단을 배치하여 복잡분산입자를 단순분산입자로 분류할 수 있다.

[0023] 또한, 저압에 있는 입자 코팅반응기 후단에 미분전기영동도분석기 (Differential Mobility Analyzer)와 응축입자계수기(Condensation particle counter)로 구성된 주사입자크기분포측정시스템(Scanning Mobility Particle Sizer)을 이용하여 입자코팅 반응기를 작동하기 전에 코어입자의 입자크기 분포를 측정하고, 입자 코팅 반응기를 작동시켜서 입자가 코팅되었을 때의 입자크기 분포를 측정하여 비교하면 코어입자의 코팅 두께를 측정할 수 있다. 저압발생기를 이용하여 코팅입자가 포함된 기체를 저압 반응기로부터 상압상태로 뽑아내어 반응기 후단에 있는 주사입자크기분포측정시스템을 이용하여 크기 분포를 측정한다. 각각 입자 코팅 공정 전후로 측정된 입자 크기의 분포를 비교분석 하여 통해 코팅두께를 나노미터 수준에서 측정할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0024] 도1은 본 발명의 일 실시태양에 따르는 나노입자 코팅장치(100)의 모식도이다.

도2는 본 발명의 나노입자 코팅장치(100)에서 압력분리 수단(140)으로 사용하는 일예인 임계 오리피스(140')의

단면도이다.

도3은 본 발명의 다른 실시태양에 따르는 나노입자 코팅장치(200)의 모식도이다.

도4는 본 발명의 다른 실시태양에 따르는 나노입자 코팅장치(200)에 추가되는 입자분포 조절수단(260)의 일례로 사용되는 미분전기영동도 분석기(260')의 모식도이다.

도5는 본 발명의 또 다른 실시태양에 따르는 나노입자 코팅장치(300)의 모식도이다.

도6은 본 발명 또 다른 실시태양에 따르는 나노입자 코팅장치(300)에서 저압발생 수단(370)으로 사용되는 벤츄리 펌프(370') 모식적 단면도이다.

도7은 상기 벤츄리 펌프(370')의 작동 원리를 설명하는 모식도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0025] 이하 첨부되는 도면을 참조하여 본 발명의 나노입자 코팅장치(100)를 상세하게 설명한다.
- [0026] 도1은 본 발명의 일 실시태양에 따르는 나노입자 코팅장치(100)의 모식도이다. 도1을 참조하면, 본 발명의 나노입자 코팅장치(100)는 코어입자 발생기(110); 입자코팅 반응기(120); 및 상기 입자코팅 반응기(120) 내의 압력을 저압으로 유지하는 수단인 진공펌프(130);를 포함하는 나노입자 코팅장치(100)에 있어서, 상기 코어입자 발생기(110)와 입자코팅 반응기(120) 사이에 압력분리 수단(140)을 구비한 것을 특징으로 한다.
- [0027] 상기에서, 코어입자 발생기(110)는 코어-셸 구조를 갖는 나노입자에 있어서 코어물질로 사용되는 물질을 증발, 응축시켜 구상의 코어물질 입자를 발생시키는 기능을 하는 장치일 수 있다. 코어물질로 사용되기 위해 증발되는 물질은 처음에 분말상이나 액체상으로 존재할 수 있다. 또한 상기 코어입자 발생기(110)는 용매 안에 고체 입자의 형태로 존재하는 콜로이드상의 코어입자를 기체상으로 발생시키는 장치일 수 있다. 또한, 상기 코어입자 발생기는 분무장치를 이용하여 코어입자가 포함된 콜로이드 용액으로부터 코어입자를 발생시키고 건조시켜서 고상의 코어입자를 코팅반응기로 보내는 장치일 수도 있다.
- [0028] 상기 입자코팅 반응기(120)는, 상기 코어입자 발생기(110)로부터 가스의 흐름과 같은 유동화 상태로 유입되는 코어물질 입자에 쉘물질을 코팅하는 기능을 한다. 상기 입자코팅 반응기(120)와 상기 코어입자 발생기(110)는 밸브(112)를 구비한 도관(111)으로 연결될 수 있다. 상기 밸브(112)는 필요에 따라 생략될 수도 있다. 이때, 상기 입자코팅 반응기(120)는 코어물질 입자에 쉘물질의 코팅이 실질적으로 수행되는 코팅 챔버(121) 및 상기 코팅 챔버(121)를 가열하여 코팅 챔버(121)의 온도를 적절하게 유지하는 챔버 퍼니스(122)로 구성된다. 상기 입자코팅 반응기(120)의 형태는 코어물질 입자 및 그에 코팅되는 쉘 물질에 따라 다양하게 변형될 수 있으며, 그에 따라 코어입자 표면에 다른 물질이 증착되어 코어-셸 구조를 갖는 복합 나노입자가 만들어질 수 있다. 상기 코어입자 발생기(110)와 입자코팅 반응기(120)만으로 구성된 장치의 예로서는 비특히문헌 1에 예시된 바 있다.
- [0029] 한편, 쉘에 해당하는 물질은 입자코팅 반응기(120)의 적절한 위치(미도시)에서 공급되는 쉘물질에 의하여 코팅 챔버(121) 내에서 미리 계산된 두께로 코팅될 수 있다. 코팅 두께의 조절은 조절하기 위해서 전구체 코팅 물질의 유량 또는 코어 입자를 포함하는 기체의 유량 등을 조절하는 방법으로 수행될 수 있다.
- [0030] 통상의 화학적 기상증착(Chemical Vapor Deposition, CVD) 또는 물리적 기상증착(Physical Vapor Deposition, PVD)방법에 의하여 제조되는 코어-셸 형태의 나노입자의 제조에 있어서 통상적으로 코어물질로 사용되는 것이면 어느 것이나 제한 없이 상기 코어입자 발생기(110)에 의하여 증발, 응축되어 코어물질 전환된 다음, 입자코팅 반응기(120)에 의하여 코팅되어 코어-셸 입자로 전환될 수 있다. 본 발명의 나노입자 코팅장치(100)에 의하여 코팅될 수 있는 입자로는 예를 들어, TiO_2-SiO_2 , SnO_2 (코어)- SiO_2 (셸), TiO_2 (코어)- SnO_2 (셸), TiO_2 (코어)- SnO_2+SiO_2 (셸) 복합입자 (참조: Lee et al., J. Mater. Sci., 2003), $Fe_2O_3-SiO_2$, $Ag-SiO_2$ (참조: Boies et al., Nanotechnology, 20, 295604, 2009), $Au-SiO_2$, $Al-C_2H_4$ Al_2O_3/SiO_2 , Al_2O_3/ZrO_2 , 또는 SiO_2/ZrO_2 등이 있다.
- [0031] 상기 입자코팅 반응기(120)와 도관(111')으로 연결된 진공펌프(130)는 입자코팅 반응기(120) 내의 압력을 저압으로 유지하는 수단으로서, 그 위치에는 특별히 제한이 없어서, 도1에 예시된 실시 태양에서는 코팅물질의 흐름에 따라 입자코팅 반응기(120)의 후단에 구비되어 있으나 꼭 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0032] 본 발명에서 저압이라 함은 500~10Torr의 압력을 말한다.
- [0033] 기체상 나노입자 코팅 반응기는 다양한 방법으로 구성될 수 있다. 나노입자 코팅 물질 또는 코어 물질이 누설될

경우 환경 및 산업보건적으로 위험한 경우가 많이 있기 때문에 저압 상태에서 운용되어질 필요가 있다.

- [0034] 본 발명의 본 발명의 나노입자 코팅장치(100)는 상기 코어입자 발생기(110), 입자코팅 반응기(120), 진공펌프(130)의 구성에 상기 코어입자 발생기(110)와 입자코팅 반응기(120) 사이에 압력분리 수단(140)을 구비한 것을 특징으로 한다.
- [0035] 상기 압력분리 수단(140)은 코어입자 발생기(110)와 입자코팅 반응기(120) 내의 압력을 서로 다르게 하여 분리하는 기능을 한다. 상기 압력분리 수단(140)에 의하여 나노입자 코팅장치(100)를 작동시키면서 코어입자 발생기(110)에서 수행되는 코어물질 제조는 상대적으로 고압에서, 입자코팅 반응기(120)의 코팅챔버(121) 내에서 수행되는 코팅반응은 상대적으로 저압에서, 즉, 코어물질 입자의 생성과 쉘물질의 코팅을 각각 다른 압력에서 수행하면서도 양자의 과정을 별도로 분리하지 않고서 하나의 프로세스 내에서 수행할 수 있게 된다.
- [0036] 본 발명의 일 실시태양에서 상기 압력분리 수단(140)은 임계 오리피스(140')일 수 있다. 본 발명에서 임계 오리피스라 함은 오리피스를 통과하는 입구와 출구측 유체의 압력비가 임계압력비 이하로 내려갈 경우 출구측의 유속이 음속이 되는 오리피스를 말한다.
- [0037] 도2는 본 발명에서 압력분리 수단(140)으로 사용하는 임계 오리피스(140')의 단면도이다. 도2에서 상기 임계 오리피스(140')는 임계 오리피스 몸체(141), 상기 몸체 내에 형성되어 유체가 흐르는 통로가 되는 공간이 순차적으로 임계 오리피스 입구(142), 상기 통로의 특정 위치에 형성되어, 유체의 흐름 및 유속을 조절하는 오리피스(143) 및 오리피스를 통과한 유체가 나가는 오리피스 출구(144)를 포함하는 구성이다. 상기 통로 및 오리피스는 도2에서는 원형의 공간을 예시한 것이나 반드시 이에 한정되는 것은 아니어서 다른 형태, 예를 들어 납작한 튜브형태 또는 정사각형, 직사각형 등의 형태일 수도 있다. 또한 한편, 도2에 예시적으로 도시된 임계 오리피스(140')는 제작상의 편의로 두 개로 분리된 세트를 하나로 조립한 것이나 이를 일체형으로 제작하여도 본 발명의 취지를 벗어나는 것이 아님은 물론이다.
- [0038] 임계 오리피스(140')는 입구(142)로부터 기체를 유입하여 작은 오리피스(143)를 통과시키면서 기체의 유량을 제어하는 역할을 한다. 임계 오리피스(140')에서 출구측 압력이 입구측 압력의 0.45 배보다 작으면 초킹 현상이 발생하고 이때 오리피스(143)를 통과하는 기체의 속도는 음속을 갖게 된다. 이러한 임계 오리피스를 이용하면 코팅 반응기를 저압에서 운용하고 코팅 반응기 입구의 앞부분을 상압 또는 고압에서 운용할 수 있게 된다. 또한 임계 오리피스(140')는 입자코팅 반응기(120)로 유입되는 코어입자가 포함된 기체의 유량을 제어하는 추가적 역할을 할 수 있다. 즉, 임계 오리피스(140')를 이용하면 압력분리와 동시에 유량의 제어가 가능하다.
- [0039] 한편, 도1에는 도시되어 있지는 않으나 상기 입자코팅 반응기(120)의 특정 위치, 바람직하게는, 코팅물질의 흐름에 따라 입자코팅 반응기(120)의 전단에 코팅되는 쉘 물질이 유동화 상태로 코팅챔버(121) 내로 유입될 수 있도록 하는 장치(예를 들어, 버블러)가 구비될 수 있다.
- [0040] 도1에서 입자코팅 반응기(120)를 빠져나온 코어-쉘 입자는 일부 유량이 샘플링 프로브를 통해 입자측정장치로 보내지고 (미도시) 나머지는 펌프(130)를 거쳐 통상적으로 펌프 안에 장착되어 있는 여과기를 통해 밖으로 배기된다.
- [0041] 또한, 본 발명의 나노입자 코팅장치(100)가 광유도 화학적 증착(Photo-induced CVD)에 사용되는 경우에는 도1에는 도시되어 있지 않으나 상기 코팅챔버(121)에 광을 도입하는 수단, 예를 들어 VUV(Vacuum Ultra Violet), 엑시머 레이저(Excimer Laser) 등의 발생장치가 추가로 구비될 수 있음은 물론이다.
- [0042] 추가적으로, 상기 코팅챔버(121) 내에서의 코팅이 N_2 , Ar, Ne 등을 포함하는 불활성 가스가 공급되어야 하는 경우에는 이를 공급할 수 있는 장치가, 역시 도1에는 도시되어 있지 않으나 더 구비될 수 있다.
- [0043] 도3은 본 발명의 다른 실시태양에 따르는 나노입자 코팅장치(200)의 모식도이다. 본 발명의 다른 실시 태양에서는 상기 나노입자 코팅장치(200)에는 상기 코어입자 발생기(210)와 압력분리 수단(240) 사이에 입자분포 조절수단(260)이 추가로 구비될 수 있다. 통상 코어입자 발생기에서 발생하는 코어물질 입자는 복합분산 에어로졸(Poly-disperse Aerosol) 형태이므로 경우에 따라 상기 복합분산 에어로졸을 단분산 에어로졸(Mono-disperse Aerosol) 형태로 전환시킨 다음 입자코팅 반응기에 투입할 필요가 있을 수 있으며, 이 목적으로 상기 입자분포 조절수단(260)이 사용될 수 있다. 단분산 에어로졸 입자를 얻기 위해서 상기 입자분포 조절수단(260)은 입자 하

전기(Charger)(250)와 결합되어 사용되는 것이 보통이다. 도3에서 복합분산 입자를 그대로 코팅하고자 한다면 상기 입자분포 조절수단(260)을 거치지 않고, 코어입자 발생기(210)과 입자코팅 반응기를 연결하는 별도의 도관(211)을 통하여 압력분리 수단(240) 및 입자코팅반응기(220)의 순서대로 직렬로 연결될 수 있음은 물론이다. 한편, 도3에서, 밸브(212, 212'), 입자코팅 반응기, 진공펌프(230), 도관(211')등의 기능 및 작용에 관해서는 본 발명의 첫 번째 실시태양에서와 동일하다.

[0044] 본 발명에 따르는 실시태양에서 상기 입자분포 조절수단(260)으로서는 미분전기영동도 분석기(Differential Mobility Analyzer)일 수 있다. 도4는 본 발명의 다른 실시태양에서 추가되는 미분전기영동도 분석기(260')의 모식도이다. 도4를 참조하면, 상기 미분전기영동도 분석기(260')는 2개의 층류유량계(261, 261'), 2개의 차압측정계(262, 262'), 압력계(263) 및 온도계(264), 필터(265, 265'), 2개의 유량조절 밸브(269, 269'), 로터미터(268), 전원공급장치(270) 등을 포함하여 구성된다.

[0045] 입자 하전기(250)는 코어입자 발생기(210)에서 발생한 에어로졸 형태의 입자를 하전시키는 기능을 하며, 미분전기영동도 분석기(260')는 내부에 전기장이 가해지면서 입자의 전기적 이동성 크기에 따라 입자를 분류할 수 있는 장치이다. 미분전기영동도 분석 장치는 중심전극(266)과 접지된 외부 실린더(267)로 구성 되어 있다. 중심전극(66)은 전원공급장치(270)에 연결되어 있다.

[0046] 분류되는 입자의 크기는 전기장의 크기를 바꾸어 가면서 크기를 변경할 수 있다. 입자의 전기적 이동성 크기는 입자의 미끄럼 보정계수, 입자 크기, 기체의 점성계수에 의해 영향을 받는다. 기체의 점성계수는 기체 온도에 영향을 받으며, 입자의 미끄럼 보정계수는 입자 크기와 기체 분자의 평균 자유행로에 영향을 받는다. 기체 분자의 평균자유행로는 기체의 압력과 온도에 의해 영향을 받는다.

[0047] 미분전기영동도 분석기 내로 들어가는 유량은 시스(Sheath) 유량과 에어로졸 유량으로 나뉘어진다. 에어로졸 유량은 미분전기영동도분석기 전단과 후단의 층류유량계(261, 261')와 차압측정계(262, 262')을 이용하여 하겐-포아술레(Hagen-Poiseuille) 법칙으로부터 정확히 측정될 수 있다. 상기 층류 유량계는 다른 형태의 유량계, 예를 들어 열적 질량 유량계(thermal mass flowmeter), 로터미터 등이 대신 사용될 수 있다. 이 때 밸브(269')를 이용하여 에어로졸 유량을 정밀하게 제어할 수 있다. 시스 유량은 고압의 불활성 기체를 필터에 통과시켜 청정한 기체로 만든 후 로터미터(268)를 이용하여 유량을 제어할 수 있다. 또한, 압력계(263)와 온도계(264)를 이용하여 미분전기영동도 분석기(260') 내부의 기체 압력과 온도를 측정하여 입자의 크기를 분류하는 데 이용할 수 있다. 도3에 도시된 미분전기영동도 분석기는 시스 유량이 비순환식 형태로 되어 있으나, 펌프를 이용하여 순환식 형태로 작동시킬 수 있다.

[0048] 측정하고자 하는 복잡분산 에어로졸 입자와 입자가 없는 불활성 시스 기체는 각각 층류유량계(261)와 로터미터(268)를 거쳐서 미분전기영동도분석기에 들어온다. 복잡분산에어로졸 유량과 시스유량은 층류유동을 유지하면서 전기극 사이에서 아래출구쪽으로 유동한다. 시스유량은 초기에 에어로졸 입자를 반대 쪽에 있는 전기극으로부터 분리하는 역할을 한다. 복잡분산에어로졸입자가 하전되어 있는 경우 두 개의 전기극 사이에서 전기장의 크기를 조절함에 따라 하전된 입자가 전기장을 따라 움직이는 정도가 달라지며, 예시적으로 점선으로 도시된 바와 같이 원하는 크기의 에어로졸 입자를 미분전기영동도 분석기 출구를 빠져나가게 함으로써 입자를 분리할 수 있다. 수치해석을 포함한 상세한 미분전기영동도 분석기의 작동 원리는 비특허문헌 3에 상세히 설명된 바와 같다.

[0049] 본 발명에 따르는 나노입자 코팅장치의 또 다른 실시태양에는 상기 입자코팅 반응기의 후단에 코팅된 입자의 크기 및 분포를 분류, 측정하는 입자 크기/분포 측정장치를 더 구비하되, 상기 입자코팅 반응기와 입자 크기/분포 측정장치 사이에 저압발생 수단이 추가로 구비될 수 있다.

[0050] 도5는 본 발명의 또 다른 실시태양에 따르는 나노입자 코팅장치(300)의 모식도이다. 도5에서, 입자 크기/분포 측정장치(390)는 입자 하전기(350'), 미분전기영동도 분석기, 입자분포(360') 및 응축입자 계수기(Condensation Particle Counter, CPC)(380)로 구성된다. 상기에서 입자 하전기(350')와 미분전기영동도 분석기(360')는 앞서 설명한 입자 하전기(250), 입자분포 조절수단(260)과 기능 및 작용이 동일하다. 다만, 응축입자 계수기(380)가 추가된 구성인 바, 이 계수기(380)에 의하여, 입자코팅 반응기에서 코어-셸 형태로 코팅된 입자가 크기별로 계수되어, 전체적으로 코어-셸 형태로 코팅된 입자의 코팅 두께가 실시간으로 측정될 수 있다. 당 업계에서는 입자 하전기(360'), 미분전기영동도 분석기(360') 및 응축입자 계수기(380)로 구성된 입자분포측정 시스템을 주사 입자크기분포 측정장치(Scanning Mobility Particle Sizer)라 부른다.

[0051] 한편, 본 발명에 따르는 나노입자 코팅장치(100, 200)는 코어물질 입자에 셸물질을 코팅하는 과정이 수행되는

입자코팅 반응기(120, 220)가 저압에서 운용되는 반면, 통상의 입자 크기/분포 측정장치는 상압에서 운전된다. 따라서 양자의 압력차에 의하여 나노입자 코팅장치에서 코팅된 나노입자의 샘플링이 어렵다는 문제점이 발생한다. 이를 해결하기 위하여 본 발명의 또 다른 실시태양에 따르는 나노입자 코팅장치(300)에서는 상기 입자코팅 반응기(320)와 입자 크기/분포 측정장치(390) 사이에 샘플링 수단으로서 저압발생 수단(370)이 추가로 구비된다. 한편, 본 발명의 또 다른 실시태양에서, 코어입자 발생기(310), 입자코팅 반응기(320), 진공펌프(330), 압력분리 수단(340), 입자 하전기(350), 입자분포 조절수단(360)의 작용과 기능은 두 번째 실시태양에서의 코어입자 발생기(210), 입자코팅 반응기(220), 진공펌프(230), 압력분리 수단(240), 입자 하전기(250), 입자분포 조절수단(260)에서와 동일하다.

[0052] 도6은 본 발명의 세 번째 실시태양에 따르는 나노입자 코팅장치(300)에 구비되는 저압발생 수단(370)의 일례로서 사용될 수 있는 벤츄리 펌프(370')에 대한 모식적 단면도이고, 도7은 상기 벤츄리 펌프(370')의 작동 원리를 설명하는 모식도이다. 도6 및 도7에서, 본 발명의 세 번째 실시태양에서 저압발생 수단으로 사용되는 벤츄리 펌프(370')는 입자코팅 반응기(320)에 연결된 저압기체 입구(371), 고압기체 발생기(374)에서 발생한 고압의 불활성가스가 유입되는 고압기체 입구(372)와 혼합기체가 흘러나가는 혼합기체 출구(373)를 구비한다. 저압기체 입구(371)는 입자코팅 반응기(320) 후단 또는 그에 연결된 도관의 내부 사이로 삽입된 등속 샘플링 프로브(isokinetic sampling probe)(376)를 통하여 코팅된 입자의 대표적 샘플(representative sample)을 얻을 수 있도록 장치되어 있다.

[0053] 흐르는 공기류에서의 입자 샘플링 방법에는 유동에 의한 입자의 관성력이 매우 중요하며 프로브 샘플링 속도와 흐르는 공기 속도의 상대적인 차로 인하여 입자 크기 또는 관성력에 상관없이 튜브 입구 손실이 없는 등속 샘플링(Isokinetic Sampling)과 프로브 속도와 외부 공기 속도 차로 인한 비등속 샘플링(Anisokinetic Sampling)으로 분류된다. 프로브의 입구를 유선과 평행하게 일직선으로 일치시키고 프로브로 유입되는 공기 속도와 외부 공기 속도를 일치시킬 때, 입자 크기 또는 관성력의 영향을 받지 않고 입자 손실을 없앨 수 있는데 이 최적 샘플링 방법을 등속 샘플링(Isokinetic Sampling)이라 한다. 즉, 프로브 속도와 외부 공기 속도의 상대적인 차가 없는 조건이다. 프로브 샘플링 속도가 외부 공기 속도보다 클 때, 외부 공기 유선이 프로브 입구 안쪽으로 굽어짐에 의해 유선을 따라가는 입자가 유선의 굽은 부분에서 관성력에 의하여 프로브 바깥으로 유출되어 등속 샘플링 방법보다 적은 입자가 샘플링되어 샘플링 오차가 발생한다. 반면에 외부 공기 속도가 프로브 샘플링 속도보다 클 때, 외부 공기 유선이 프로브 입구 바깥쪽으로 굽어지고 유선을 따라가는 입자가 유선의 굽은 부분에서 관성력에 의하여 계속 유선을 따라가지 못하고 프로브 안으로 유입되어 등속 샘플링 방법보다 많은 입자가 샘플링된다.

[0054] 도6 및 도7를 참조하여 본 발명의 세 번째 실시태양에 따르는 나노입자 코팅장치(300)의 샘플링 원리를 설명하면, 고압기체 입구(371)로는 고압기체 발생기(374)에서 발생한 고압의 불활성 기체가 들어오고, 상기 고압의 불활성 기체가 좁은 입구를 지나면서 팽창하게 되어 속도가 증가함에 따라 입자코팅 반응기(320)의 내부보다 압력이 매우 낮은 부분이 형성되게 된다. 이에 따라, 입자코팅 반응기(320)에 연결된 저압기체 입구(372)를 통하여 코팅 입자가 부유된 기체가 흡입되어지고, 고압기체 입구(371)로부터 들어온 고압의 불활성 기체와 혼합된 혼합기체 출구(373)로 코팅된 입자가 포함된 기체가 토출된다. 이때 입자의 계수 농도는 낮아지지만 입자의 크기 분포는 바뀌지 않는다. 코팅 입자가 포함된 토출기체는 대부분 여과기(미도시)를 통해서 배기되고, 일부분이 미분전기영동도 분석기(360')로 보내진다. 입자를 크기별로 분류하면서 동시에 응축입자 계수기(380)는 단분산 입자를 계수하여 입자의 크기 분포를 측정한다.

[0055] 본 발명의 코어-셸 나노입자의 제조방법은 코어입자 발생기)에서 코어입자를 발생시키는 단계 및 입자코팅 반응기에서 상기 코어입자에 셸 물질을 코팅하는 단계를 포함하는 코어-셸 나노입자의 제조방법에 있어서, 상기 코어입자의 발생과 셸물질의 코팅이 분리된 압력에서 수행되는 것을 특징으로 한다.

[0056] 상기 압력의 분리는 상기 코어입자 발생기와 입자코팅 반응기 사이에 구비된 압력분리 수단에 의하여 수행된다. 이때, 상기 압력분리 수단은 임계 오리피스인 것이 바람직하다. 상기 임계 오리피스에 의하여 코어입자 발생단계와 입자코팅 반응 단계에서 압력이 분리되어 수행된 상태에서 수행될 수 있음은 앞서 충분히 설명한 바와 같다.

- [0057] 상기 임계 오리피스(140')에 의하여 상기 코어입자의 발생은 상압에서 수행되고, 상기 셀물질의 코팅은 저압에서, 구체적으로 500~10Torr에서 수행될 수 있다.
- [0058] 한편 상술한 바와 같이 본 발명의 나노입자 코팅장치가 입자분포 조절수단(360)과 입자분포 측정장치(390)을 추가로 부가되어 구성되는 경우, 상기 나노입자 코팅장치에서 코어물질의 입자 크기/분포와 코팅이 완료된 코어-셀 입자의 코팅 두께/분포를 동시에 실시간으로 측정이 가능하다. 즉, 코팅 반응기를 on/off 할 때의 입자 분포를 각각 측정하면 입자 코팅의 두께를 실시간으로 측정할 수 있다. 이 분석결과를 토대로 나노입자 코팅기의 운전조건을 조절하여 입자의 코팅 두께를 실시간으로 결정할 수 있다. 본 발명에 구체적인 코팅두께 측정방법은 다음의 방법으로 이루어진다:
- [0059] 즉, 코어입자 발생기에서 발생시킨 코어입자에, 저압에서 가동되는 입자코팅 반응기를 이용하여 코팅물질을 코팅하는 코어-셀 나노입자를 제조함에 있어서, 먼저, 코어입자 발생기(310)와 입자분포 측정장치(390) 만을 가동한 상태에서 코어입자 만의 입자 크기/분포를 측정한다. 다음으로, 추가로 입자코팅 반응기(320)를 추가로 가동한 후에 코팅된 입자의 크기/분포를 측정한다. 마지막으로, 양자를 비교하면 코어-셀 형태의 나노입자에서 코팅된 두께만을 계산할 수 있다. 이와 같은 입자 크기/분포에 대한 실시간 측정은 입자분포 조절수단(360)을 가동한 상태에서 또는 가동하지 않은 상태에서 모두 가능하다.
- [0060] 입자코팅반응기와 진공펌프, 임계오리피스, 저압발생수단 사이의 각각의 연결부는 누설을 방지하기 위하여 양단에 플랜지를 만들어 플랜지 사이에 오링(또는 가스켓)을 넣고 볼트로 체결할 수 있다. 또는 필요한 경우 용접접합을 통하여 연결할 수도 있다.
- [0061] 이상에서 본 발명은 기재된 구체 예에 대해서만 상세히 설명되었으나 본 발명의 기술사상 범위 내에서 다양한 변형 및 수정이 가능한 것임과, 이러한 변형 및 수정이 첨부된 특허청구범위에 속함은 당연한 것이다.

산업상 이용가능성

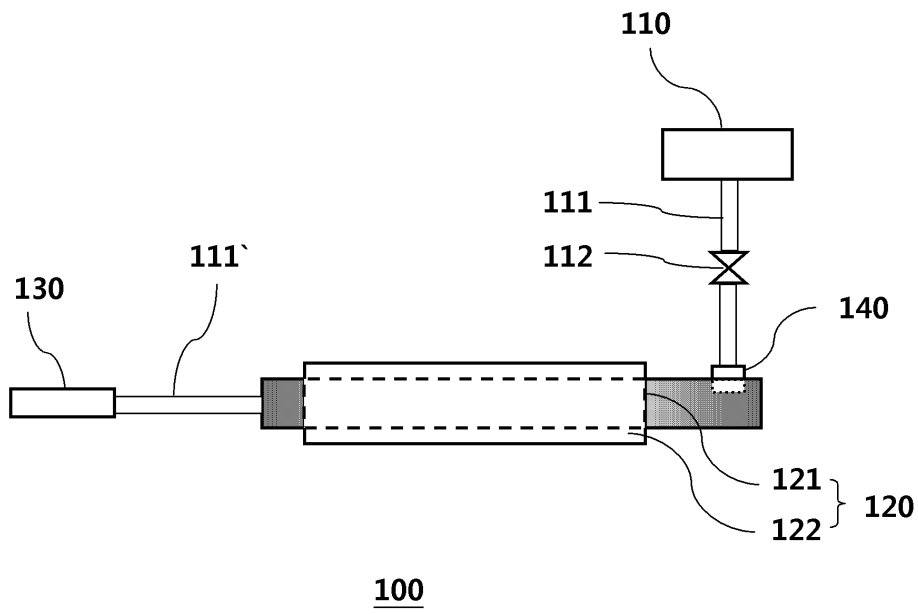
- [0062] 본 발명의 나노입자 코팅장치(100)는 코어-셀 구조를 갖는 각종 나노입자의 제조에 사용될 수 있다

부호의 설명

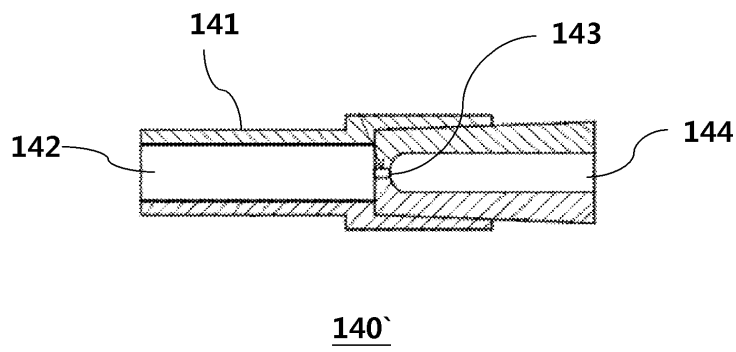
- [0063]
- | | |
|------------------------------|----------------------|
| 100, 200, 300.. 나노입자 코팅장치 | |
| 110, 210, 310.. 코어입자 발생기 | |
| 120, 220, 320.. 입자코팅 반응기 | 130, 230, 330.. 진공펌프 |
| 140, 240, 340.. 압력분리 수단 | 140'.. 임계 오리피스 |
| 150, 250, 350, 350'.. 입자 하전기 | |
| 160, 260, 360.. 입자분포 조절수단 | |
| 370.. 저압발생 수단 | 380.. 응축입자 계수기 |
| 390.. 입자분포 측정장치 | |

도면

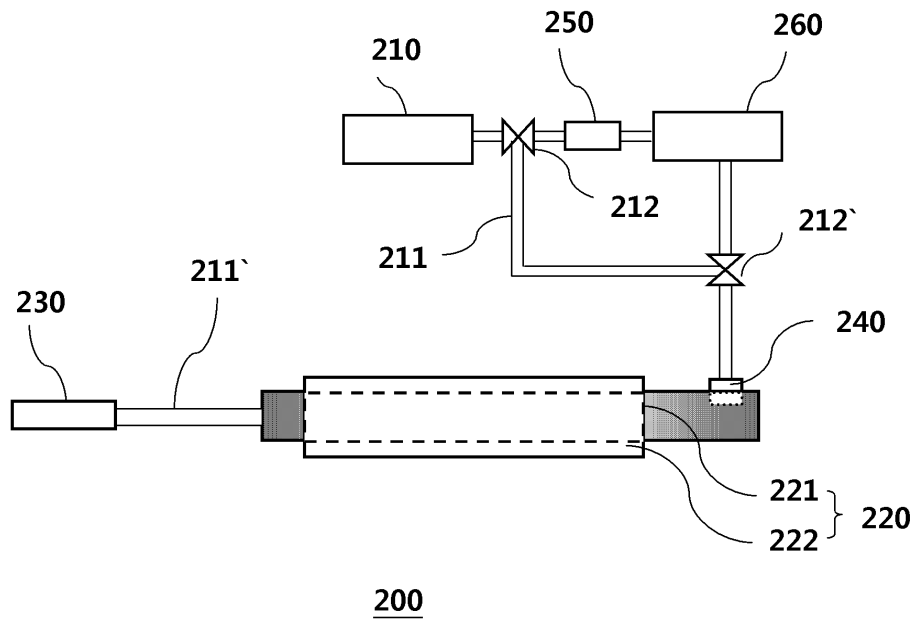
도면1



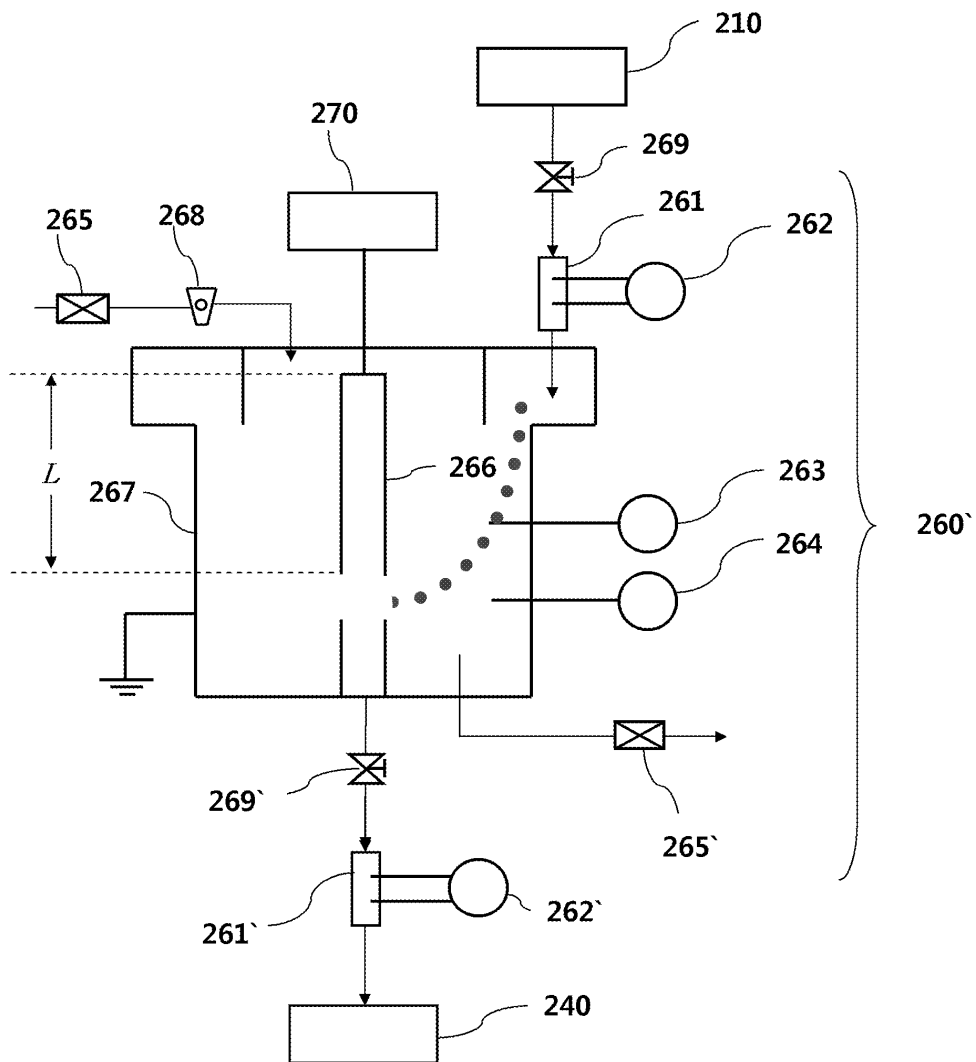
도면2



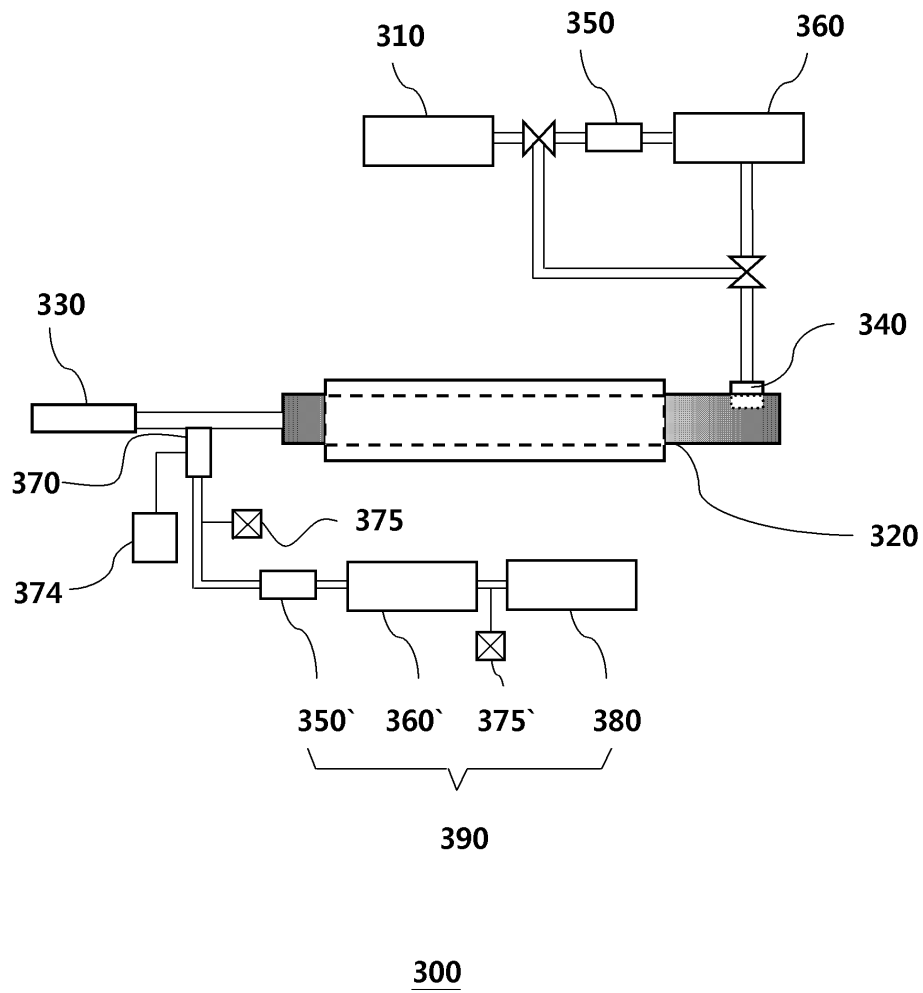
도면3



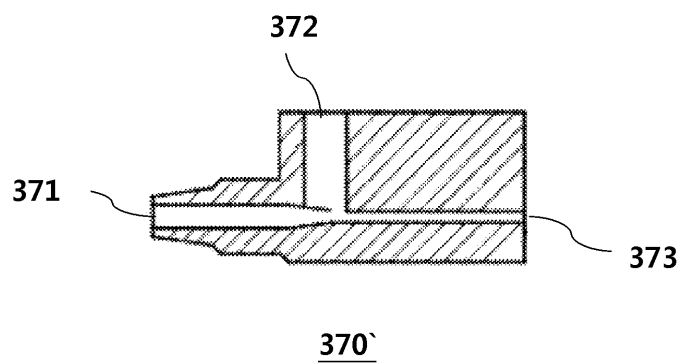
도면4



도면5



도면6



도면7

