(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2012년10월23일
(11) 등록번호 10-1193818
(24) 등록일자 2012년10월17일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 35/02 (2006.01) *B01J 19/08* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2011-0087775
(22) 출원일자 2011년08월31일
심사청구일자 2011년08월31일
(56) 선행기술조사문헌
JP2004338993 A*
Inter. J. Inorg. Mater. Vol.3, 2001, pages 597-612 (2001.11.)*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
한국기계연구원
대전광역시 유성구 가정북로 156 (장동)
(72) 발명자
정국채
경상남도 창원시 진해구 행암로 25, 대동다숲 아파트 115동 702호 (장천동)
바베쉬 바랫 신하
경남 창원시 성산구 상남동 재료연구소
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
김기문

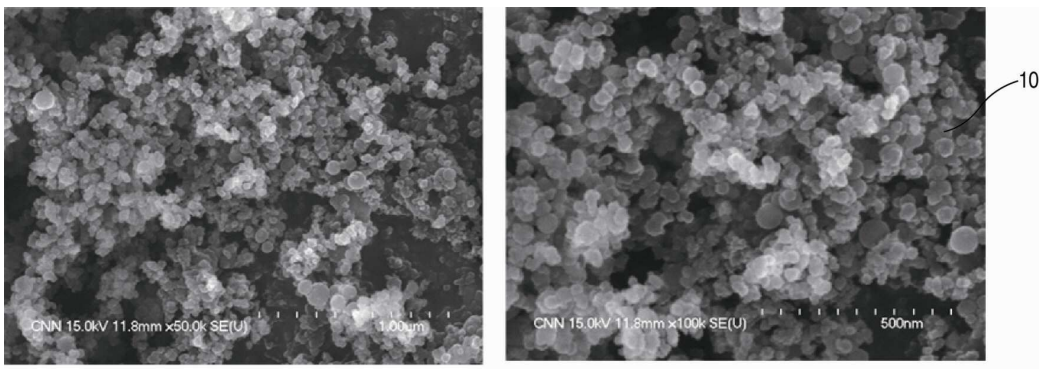
전체 청구항 수 : 총 2 항 심사관 : 임도경

(54) 발명의 명칭 **플라즈마 아크방전 공정에 의한 비정질 붕소분말의 제조방법**

(57) 요 약

본 발명에 의한 플라즈마 아크방전 공정에 의한 비정질 붕소분말은, 붕소분말성형체에 플라즈마 아크 방전을 실시하여 국부적 용융 후 증발시킴으로써 형성됨을 특징으로 한다. 본 발명에 의한 플라즈마 아크방전 공정에 의한 비정질 붕소분말의 제조방법은, 붕소분말성형체를 준비하는 재료준비단계와, 상기 붕소분말성형체를 챔버 내부에 장입하고 진공 분위기에서 플라즈마 아크를 조사하여 비정질 붕소분말을 제조하는 분말제조단계와, 상기 챔버 내부를 냉각하는 냉각단계와, 상기 챔버 내부의 진공을 파괴하는 진공파괴단계로 이루어지는 것을 특징으로 한다.

대 표 도 - 도1



(a) 50,000 배율 (b) 100,000 배율

(72) 발명자

장세훈

경상남도 창원시 성산구 상남동 재료연구소

조영상

경상남도 창원시 성산구 원이대로878번길 7, 재료연구소 아파트 507호 (가음동)

이정구

경상남도 창원시 진해구 진해대로 727, 푸르지오 아파트 112동 401호 (석동)

김태훈

경상남도 창원시 성산구 공단로 704, 고려용접봉 (성주동)

안순태

부산광역시 연제구 거제천로 233, 월드메르디앙 아파트 106동 901호 (거제동)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	PNK2542
부처명	지식경제부
연구사업명	일반사업
연구과제명	신성장동력 기반 분말소재 신기술 개발 및 보급사업
주관기관	한국기계연구원 부설 재료연구소
연구기간	2011.01.01 ~ 2011.12.31

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	K2090200174710E010011110
부처명	교육과학기술부
연구사업명	과학기술국제화사업
연구과제명	초전도 재료 및 응용을 위한 혁신적 자속고정점의 설계 및 개발
주관기관	한국기계연구원 부설 재료연구소
연구기간	2010.10.01 ~ 2011.09.30

특허청구의 범위

청구항 1

삭제

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

삭제

청구항 6

삭제

청구항 7

붕소분말을 일축 가압성형하여 제조된 알갱이 형태의 붕소분말성형체를 다수 준비하는 재료준비단계와,

상기 다수 붕소분말성형체를 챔버 내부에 장입하고 10^{-3} Torr 이하의 진공도를 갖는 진공 분위기에서 챔버 내부에 아르곤(Ar)가스를 0.06㎫의 압력까지 충진한 후 플라즈마 아크를 조사하여 붕소분말성형체를 국부적으로 용융 및 증발시켜 비정질 붕소분말을 제조하는 분말제조단계와,

상기 챔버 내부를 냉각하는 냉각단계와,

상기 챔버 내부에 아르곤(Ar)가스를 주입하여 진공을 파괴하는 진공파괴단계로 이루어지는 것을 특징으로 하는 플라즈마 아크방전 공정에 의한 비정질 붕소분말의 제조방법.

청구항 8

제 7 항에 있어서, 상기 분말제조단계에서,

상기 비정질 붕소분말은 100㎚ 이하의 입경 크기를 갖는 것을 특징으로 하는 플라즈마 아크방전 공정에 의한 비정질 붕소분말의 제조방법.

청구항 9

삭제

청구항 10

삭제

명 세 서

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 붕소분말을 일축 가압 성형하여 제조된 성형체에 플라즈마 아크 방전을 일으켜 ㎚크기의 입도를 가지는 비정질 붕소분말을 제조할 수 있도록 한 플라즈마 아크방전법을 이용한 비정질 붕소분말의 제조방법에 관

한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 일반적으로 상용되는 비정질 붕소분말은 입도크기가 수 마이크론 또는 그 이상으로 알려져 있다. 이러한 비정질 붕소분말을 제조하기 위한 종래 기술로서 대한민국 공개특허 제2000-0063362호에는 비정질 붕소 분말의 제조 방법이 개시되어 있다.

[0003] 상기 종래 기술은 B_2O_3분말과 마그네슘(Mg)분말을 혼합한 후 진공 또는 불활성 분위기에서 1000℃이상의 고온에서 열처리하여 비정질 붕소분말을 제조할 수 있도록 한 것이다.

[0004] 그러나, 높은 온도의 열처리로 인하여 환원된 붕소분말이 산화되어 B_2O_3로 변하거나, 환원제인 마그네슘(Mg)분말과 반응하여 MgB_2 등의 화합물이 생성되기도 한다.

[0005] 그리고 산화성이 매우 높은 마그네슘(Mg)이 내부 잔류산소와 반응하여 MgO를 형성하기도 하고, 반응 후에도 마그네슘(Mg)이 잔존하는 것이 관찰되고 있다.

[0006] 이처럼 반응 중 생성된 불순물들로 인하여 고순도의 순수 붕소(B)분말을 제조하기는 매우 어렵게 된다. 따라서 붕소분말의 순도를 높이기 위해서는 별도로 분리 및 정제과정이 반복적으로 필요하게 되어 공정이 복잡해지고 제조비용이 증가하게 된다. 또한 고온에서 장시간의 환원열처리과정이 필요한 관계로 결정질 붕소가 일부 생성되기도 하여 완전하고 순수한 비정질 상태의 분말만을 얻기가 어렵다.

[0007] 이에 따라 미국의 Specialty Materials Inc.에서는 나노크기의 B분말을 제조하기 위해 gas phase plasma 합성방법을 사용하였다. 초기원료로 BCl_3가스를 사용하여 약 45kW의 RF plasma에 직접 주입함으로써 환원된 약 50nm 크기의 나노급 B분말을 고순도로 얻고 있다.

[0008] 그러나 BCl_3 가스는 자극성 강한 냄새를 가진 유해가스로서 신체와 접촉시 건강에 치명적인 손상을 일으킬 수 있어 사용 및 배출에 특별한 주의를 요구되고 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 본 발명의 목적은 상기와 같은 종래 기술의 문제점을 해결하기 위한 것으로, 붕소분말을 일축 가압 성형하여 제조된 성형체에 플라즈마 아크 방전을 일으켜 nm크기의 입도를 가지는 비정질 붕소분말을 제조할 수 있도록 한 플라즈마 아크방전법을 이용한 비정질 붕소분말의 제조방법 및 이의 제조방법에 따라 제조된 비정질 붕소분말을 제공하는 데 목적이 있다.

과제의 해결 수단

[0010] 상기한 바와 같은 목적을 달성하기 위한 본 발명의 특징에 따르면, 본 발명에 의한 플라즈마 아크방전 공정에 의한 비정질 붕소분말은, 붕소분말성형체에 플라즈마 아크 방전을 실시하여 국부적 용융 후 증발시킴으로써 형성됨을 특징으로 한다.

[0011] 상기 붕소분말성형체는 붕소분말을 일축 가압성형하여 제조된 성형체임을 특징으로 한다.

[0012] 상기 비정질 붕소분말은 100㎚ 이하의 입경 크기를 갖는 것을 특징으로 한다.

[0013] 본 발명에 의한 플라즈마 아크방전 공정에 의한 비정질 붕소분말의 제조방법은, 붕소분말성형체를 준비하는 재료준비단계와, 상기 붕소분말성형체를 챔버 내부에 장입하고 진공 분위기에서 플라즈마 아크를 조사하여 비정질 붕소분말을 제조하는 분말제조단계와, 상기 챔버 내부를 냉각하는 냉각단계와, 상기 챔버 내부의 진공을 파괴하는 진공파괴단계로 이루어지는 것을 특징으로 한다.

[0014] 상기 재료준비단계에서, 상기 붕소분말성형체는 붕소분말을 일축 가압성형하여 제조된 것임을 특징으로 한다.

[0015] 상기 분말제조단계는, 상기 붕소분말성형체를 국부적으로 용융하여 증발시켜 비정질 붕소분말을 만드는 과정임을 특징으로 한다.

[0016] 상기 분말제조단계에서, 상기 붕소분말성형체는 비정질 상태인 것을 특징으로 한다.

[0017] 상기 분말제조단계에서, 상기 비정질 붕소분말은 100㎚ 이하의 입경 크기를 갖는 것을 특징으로 한다.

[0018] 상기 분말제조단계는, 알곤, 질소, 수소, 탄소 중 하나 이상의 가스를 포함하는 분위기에서 실시됨을 특징으로 한다.

[0019] 상기 진공파괴단계는, 상기 챔버 내부에 불활성 가스를 주입하여 진공을 파괴하는 과정임을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0020] 본 발명에서는 붕소분말을 일축 가압 성형하여 제조된 붕소분말성형체에 플라즈마 아크 방전을 일으켜 ㎚크기의 입도를 가지는 비정질 붕소분말을 제조하였다.

[0021] 따라서 미세한 고른 입도를 가지는 붕소분말의 제조가 가능한 이점이 있다.

[0022] 또한, 초기원료로 사용되는 붕소분말성형체의 순도를 그대로 유지할 수 있게 되므로 별도의 분리 및 정제과정이 불필요하여 전체 공정이 단순화되고 제조 원가가 절감되는 효과가 있다.

[0023] 그리고, 높은 순도의 붕소분말을 얻을 수 있으며, 안전성 향상 및 인체 유해성 저감 효과가 기대된다.

[0024] 뿐만 아니라, 본 발명에 따른 붕소분말은 다른 원소와의 합금화 및 도핑 등에 있어서도 간편하고 유리한 이점이 있다.

도면의 간단한 설명

[0025] 도 1 은 본 발명에 바람직한 실시예에 따른 플라즈마 아크방전 공정에 의한 비정질 붕소분말의 미세 구조 사진.

도 2 는 본 발명에 의한 플라즈마 아크방전 공정에 의한 비정질 붕소분말을 제조하는데 사용되는 플라즈마 아크 방전장치의 내부 구성을 보인 개요도.

도 3 은 본 발명에 의한 플라즈마 아크방전 공정에 의한 비정질 붕소분말의 제조방법을 나타낸 공정 순서도.

도 4 는 본 발명에 의한 플라즈마 아크방전 공정에 의한 비정질 붕소분말의 제조방법에서 일단계인 재료준비단계의 붕소분말성형체를 형성하게 될 상용붕소분말의 XRD패턴.

도 5 는 도 4 는 본 발명에 의한 플라즈마 아크방전 공정에 의한 비정질 붕소분말의 제조방법에서 일단계인 재료준비단계의 붕소분말성형체를 형성하게 될 상용붕소분말의 미세구조 사진.

도 6 은 본 발명에 의한 플라즈마 아크방전 공정에 의한 비정질 붕소분말의 XRD패턴.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0026] 이하 첨부된 도면을 참조하여 본 발명에 의한 플라즈마 아크방전에 의한 비정질 붕소분말에 대하여 설명한다.

[0027] 도 1에는 본 발명에 바람직한 실시예에 따른 플라즈마 아크방전 공정에 의한 비정질 붕소분말의 미세 구조 사진이 도시되어 있다.

[0028] 이에 앞서 본 명세서 및 청구범위에 사용된 용어나 단어는 통상적이고 사전적인 의미로 해석되어서는 아니되며, 발명자는 그 자신의 발명을 가장 최선의 방법으로 설명하기 위해 용어의 개념을 적절하게 정의할 수 있다는 원칙에 입각하여 본 발명의 기술적 사상에 부합하는 의미와 개념으로 해석되어야만 한다.

[0029] 따라서 본 명세서에 기재된 실시 예와 도면에 도시된 구성은 본 발명의 바람직한 일 실시예에 불과할 뿐이고, 본 발명의 기술적 사상을 모두 대변하는 것은 아니므로, 본 출원시점에 있어서 이들을 대체할 수 있는 다양한 균등물과 변형예들이 있을 수 있음을 이해하여야 한다.

[0030] 첨부된 도 1과 같이, 본 발명에 따라 제조된 비정질 붕소분말(10)은 붕소분말성형체에 플라즈마 아크 방전을 실시하여 국부적으로 용융 후 증발시킴으로써 형성되는 것으로, 50㎚이하의 입경 크기를 가지며, 고른 입도 분포를 가진다.

[0031] 상기 붕소분말성형체는 붕소분말을 일축 가압성형하여 제조된 성형체로서, 수 마이크로미터 크기의 붕소분말에 플라즈마 아크 방전을 실시하는 경우 비산되어 효과적인 방전이 실시되지 않고, 덩어리 형태를 챔버 내부에 장입하여 실시하는 경우에는 방전이 일어나지 않게 된다.

[0032] 따라서, 상기 붕소분말성형체는 방전시 비산되지 않고, 방전이 발생할 수 있는 범위 내에서 소정의

크기(알갱이)로 적용됨이 바람직하다.

[0033] 이하 첨부된 도 2 및 도 3을 참조하여 상기 비정질 붕소분말을 제조하는 방법을 설명한다.

[0034] 도 2에는 본 발명에 의한 플라즈마 아크방전 공정에 의한 비정질 붕소분말을 제조하는데 사용되는 플라즈마 아크방전장치의 내부 구성을 보인 개요도가 도시되어 있고, 도 3에는 본 발명에 의한 플라즈마 아크방전 공정에 의한 비정질 붕소분말의 제조방법을 나타낸 공정 순서도가 도시되어 있다.

[0035] 먼저 도 3과 같이 상기 플라즈마 아크방전 공정에 의한 비정질 붕소분말을 제조하는 방법은, 붕소분말성형체를 준비하는 재료준비단계(S100)와, 상기 붕소분말성형체를 챔버 내부에 장입하고 진공 분위기에서 플라즈마 아크를 조사하여 비정질 붕소분말을 제조하는 분말제조단계(S200)와, 상기 챔버 내부를 냉각하는 냉각단계(S300)와, 상기 챔버 내부의 진공을 파괴하는 진공파괴단계(S400)로 이루어진다.

[0036] 상기 재료준비단계(S100)는, 붕소분말을 일축 가압성형하여 제조된 붕소분말성형체를 준비하는 과정으로, 상용 붕소분말을 구입하여 재료를 준비하였다.

[0037] 즉, 상용 붕소분말은 순도 99.9%이고 평균 입자크기 2㎛인 비정질 분말로 성적서에 나와 있었으며, 구입 후 분석 결과 첨부된 도 4 및 도 5와 같이 반치폭이 좁은 peak이 많이 관찰되며 이는 미세한 결정질이 전체 분말 내에 포함되어 있음을 확인하였다.

[0038] 또한 FE-SEM(Field Emission- Scanning Electron Microscopy)장비로 미세구조를 관찰해 보면 분말 크기는 일정하지 않으며 약 5-10㎛ 크기의 조대한 분말입자도 관찰되었다. 즉, 붕소분말의 형상도 균일하지 않고 서로 뭉쳐 있는 것을 확인할 수 있다.

[0039] 도 4는 본 발명에 의한 플라즈마 아크방전 공정에 의한 비정질 붕소분말의 제조방법에서 일단계인 재료준비단계의 붕소분말성형체를 형성하게 될 상용붕소분말의 XRD패턴이고, 도 5는 도 4 는 본 발명에 의한 플라즈마 아크방전 공정에 의한 비정질 붕소분말의 제조방법에서 일단계인 재료준비단계의 붕소분말성형체를 형성하게 될 상용붕소분말의 미세구조 사진이다.

[0040] 이런 상태의 상용 붕소분말을 첨부된 도 2와 같은 구성을 가지는 플라즈마 아크 장치(100)를 이용하여 분말제조단계(S200)를 실시하게 된다.

[0041] 상기 플라즈마 아크 장치(100)의 구성을 살펴보면, 상기 붕소분말성형체가 아크 방전되는 공간을 형성하는 챔버(110)가 구비되고, 상기 챔버(110) 내부에는 텅스텐 팁을 가지는 음극(-)전극봉(120)과 구리로 형성된 양극(+)전극봉(130)이 상/하 방향으로 마주보게 설치된다.

[0042] 그리고, 상기 양극(+)전극봉(130)의 상측에는 용기 형상의 도가니(132)가 놓여지고, 상기 도가니(132) 내부에는 붕소분말성형체가 안착된다.

[0043] 그리고, 상기 챔버(110) 내부는 펌프(140) 내부와 선택적으로 연통하여 진공 분위기 조성이 가능하며, 불활성 가스를 공급하기 위한 가스공급수단(도시되지 않음)이 더 구비된다.

[0044] 또한, 상기 챔버(110) 내부 벽면에는 냉각유로(122)가 구비되어 증발된 붕소증기를 냉각시켜 붕소분말을 형성하게 된다.

[0045] 이하 상기와 같이 구성되는 플라즈마 아크 장치(100)를 이용한 상기 분말제조단계(S200)의 바람직한 실시예를 설명한다.

[0046] 상기 재료준비단계(S100)에서 본 발명의 실시예에서는 금형 몰드에 상용 붕소분말을 장입하여 일축 가압성형을 한 10㎜ 직경에 두께 약 5㎜의 tablet 형태의 성형체를 제조하였다.

[0047] 이후 tablet 형상의 붕소분말성형체를 플라즈마 아크 장치(100) 내부에 있는 도가니(132) 상면에 약 15-20개 정도를 안치하였다.

[0048] 상기 챔버(110)는 mechanical pump로 약 10^{-3} Torr 이하까지 충분히 뽑은 뒤 진공분위기를 조성하였으며, 이후 초고순도의 아르곤(Ar)가스를 약 0.06㎫의 압력까지 채웠다.

[0049] 이때 상기 챔버(110) 내부에는 알곤, 질소, 수소, 탄소 중 하나 이상의 가스를 공급하여 진행할 수도 있다.

[0050] 텅스텐으로 이루어진 음극(-)전극봉(120)과 도가니(132) 사이에 아크 방전을 일으켜 플라즈마 상태를 유지하여 약 10분 동안 실험을 실시하였다.(분말제조단계(S200))

[0051] 이때 상기 붕소분말성형체는 국부적으로 용융되면서 증발되어 나노미터급 비정질 붕소분말(10)로 제조된다.

[0052] 실험이 끝난 후 냉각단계(S300)가 실시된다. 상기 냉각단계(S300)는 본 발명의 실시예에서 1시간 동안 공냉 방식으로 실시하였으며, 이후 초고순도 아르곤 가스를 챔버(110) 내부에 주입하여 진공파괴단계(S400)를 실시하였다.

[0053] 상기와 같은 과정에 따라 제조된 비정질 붕소 분말은 도 6과 같이 10도에서 30도까지 넓은 shoulder 형태를 나타내고 있으며 다른 peak은 관찰되지 않는다. 즉 붕소분말의 상태는 비정질 상태임을 확인할 수 있다.

[0054] 또한, 붕소분말(10)의 미세 구조는 첨부된 도 1과 같이 입자크기가 매우 균일하게 분포하는 것을 알 수 있고, 입경 크기는 50㎚ 이하로 매우 균일한 것을 확인하였다.

[0055] 도 6은 본 발명에 의한 플라즈마 아크방전 공정에 의한 비정질 붕소분말의 XRD패턴이다.

[0056] 이러한 본 발명의 범위는 상기에서 예시한 실시예에 한정되지 않고, 상기와 같은 기술범위 안에서 당 업계의 통상의 기술자에게 있어서는 본 발명을 기초로 하는 다른 많은 변형이 가능할 것이다.

부호의 설명

[0057] 10. 비정질 붕소분말 100. 플라즈마 아크방전장치

110. 챔버 120. 음극(-)전극봉

130. 양극(+)전극봉 132. 도가니

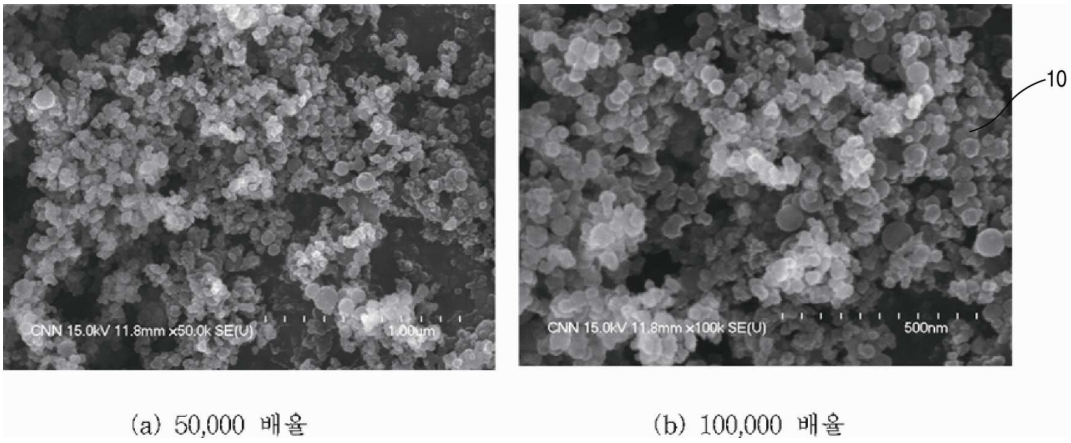
140. 펌프 S100. 재료준비단계

S200. 분말제조단계 S300. 냉각단계

S400. 진공파괴단계

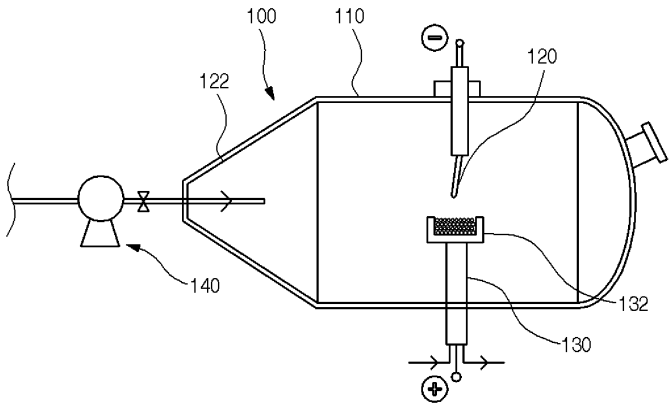
도면

도면1

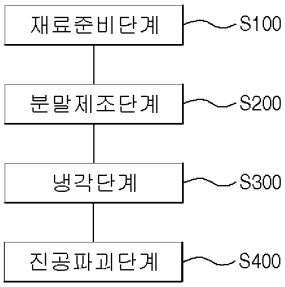


(a) 50,000 배율 (b) 100,000 배율

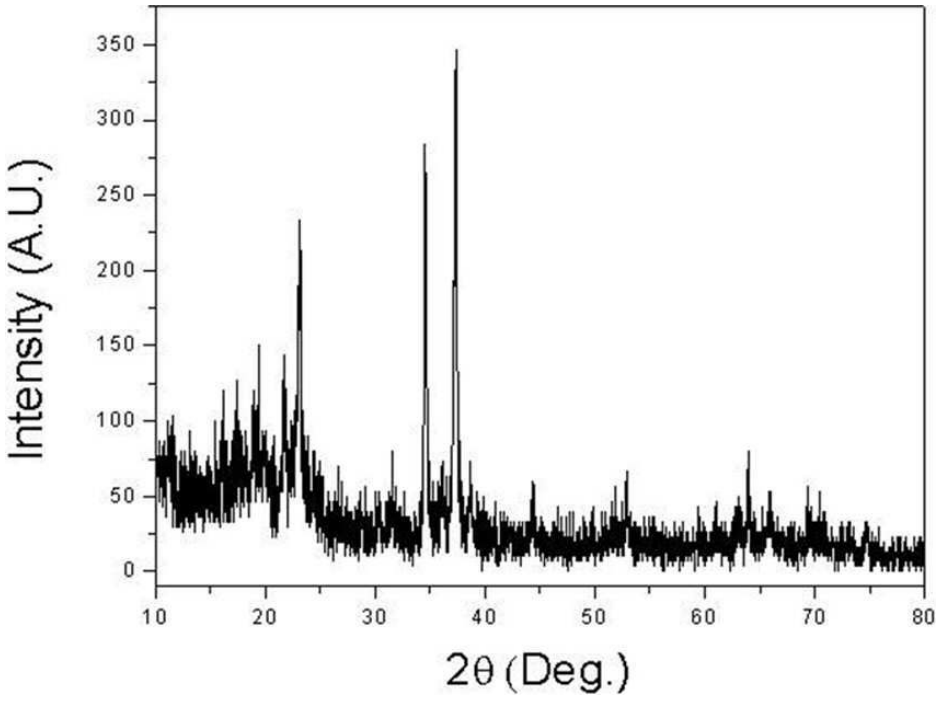
도면2


100
110
120
122
140
132
130

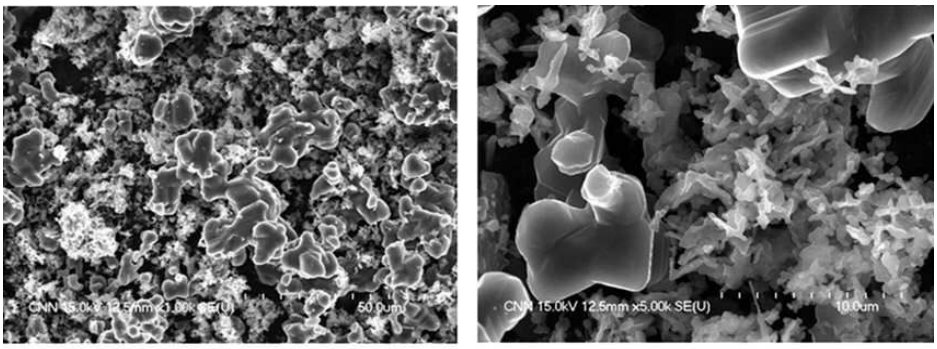
도면3


재료준비단계
S100
분말제조단계
S200
냉각단계
S300
진공파괴단계
S400

도면4


Intensity (A.U.)
2θ (Deg.)
0
50
100
150
200
250
300
350
10
20
30
40
50
60
70
80

도면5



(a) 1,000 배율 (b) 5,000 배율

도면6

