



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2019년02월13일
(11) 등록번호 10-1920204
(24) 등록일자 2018년11월14일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 35/02 (2006.01) C01G 23/047 (2006.01)
C23C 14/08 (2006.01) C23C 14/24 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C01B 35/023 (2013.01)
C01G 23/047 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2017-0094541
(22) 출원일자 2017년07월26일
심사청구일자 2017년07월26일
(56) 선행기술조사문헌
KR1020120054254 A*
KR1020130128870 A*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
충남대학교산학협력단
대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)
(72) 발명자
신원규
대전광역시 서구 월평동로 45, 102-106
신민상
충청남도 천안시 동남구 풍세로 578-9
성진영
충청북도 괴산군 칠성면 사곡길 16-4
(74) 대리인
추혁

전체 청구항 수 : 총 4 항

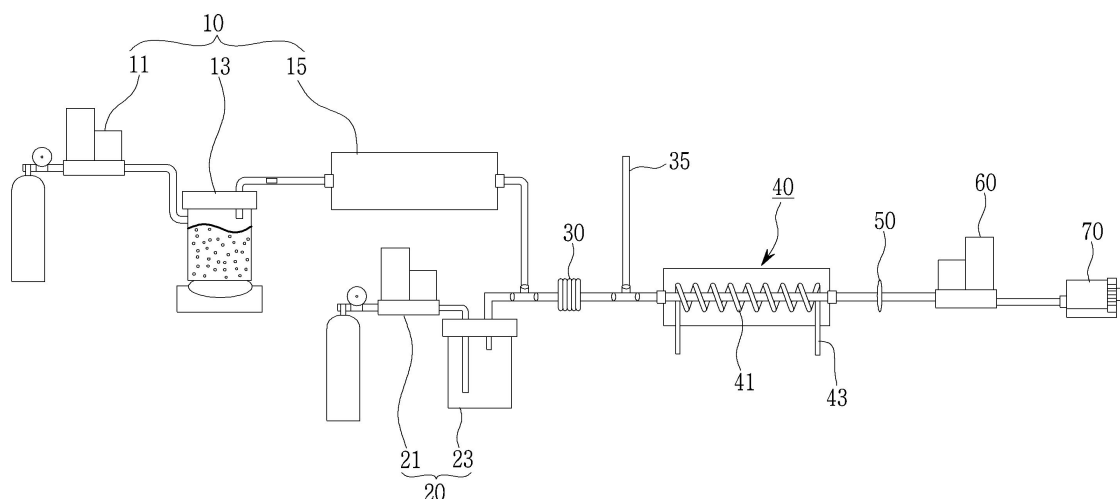
심사관 : 양정화

(54) 발명의 명칭 **붕소-산화 티타늄 코어셸 나노입자의 제조장치**

(57) 요약

붕소-산화 티타늄 코어셸 나노입자의 제조장치가 개시되어 있다. 본 발명은, 붕소입자를 생성하기 위한 붕소생성부; TTIP(titanium tetraisopropoxide) 증기를 생성하기 위한 TTIP 증기 생성부; 상기 붕소생성부로부터 생성된 붕소 나노입자와 상기 TTIP 증기 생성부로부터 생성된 TTIP 증기를 혼합시키기 위한 코어튜브; 상기 코어튜브로부터 이송된 혼합가스를 가열하여 TTIP를 분해시켜서 붕소에 증착시키기 위한 퍼니스; 생성된 붕소-산화 티타늄 코어셸 나노입자를 포집하기 위해 상기 퍼니스의 후방에 설치되는 스크린 메쉬필터; 상기 퍼니스 내부의 유량을 조절하기 위해 상기 퍼니스의 후단에 설치되는 진공유량제어기; 및 상기 진공유량제어기 내부의 진공상태를 유지하기 위한 작동펌프;를 포함하는 것을 특징으로 한다.

대표도



(52) CPC특허분류

C23C 14/083 (2013.01)

C23C 14/243 (2013.01)

C01P 2004/64 (2013.01)

C01P 2004/80 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

붕소입자를 생성하기 위한 붕소생성부;

TTIP(titanium tetraisopropoxide) 증기를 생성하기 위한 TTIP 증기 생성부;

상기 붕소생성부로부터 생성된 붕소 나노입자와 상기 TTIP 증기 생성부로부터 생성된 TTIP 증기를 혼합시키기 위해, 상기 붕소생성부로부터 생성된 붕소입자를 공급하기 위한 공급도관과 버블러로부터 TTIP 증기를 공급하는 공급 도관이 합체되도록 입구측을 구성한 코어튜브;

상기 코어튜브로부터 이송된 혼합가스를 가열하여 TTIP를 분해시켜서 붕소에 증착시키기 위한 퍼니스;

생성된 붕소-산화 티타늄 코어셸 나노입자를 포집하기 위해 상기 퍼니스의 후방에 설치되는 스크린 메쉬필터;

상기 퍼니스 내부의 유량을 조절하기 위해 상기 퍼니스의 후단에 설치되는 진공유량제어기; 및

상기 진공유량제어기 내부의 진공상태를 유지하기 위한 작동펌프;를 포함하고,

상기 TTIP 증기생성부는,

불활성가스인 이송가스의 공급을 제어하기 위한 제 2유량제어기; 및

상기 제 2유량제어기의 후단에 설치되고, 소스물질인 TTIP(titanium tetraisopropoxide)가 충전되어 있는 버블러;를 포함하며,

버블러는 그 후방으로 코어튜브에 연결되고, 버블러와 상기 코어튜브를 연결하는 도관의 외부에는 히팅테이프가 설치되는 것을 특징으로 하는 붕소-산화 티타늄 코어셸 나노입자의 제조장치.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 붕소생성부는,

불활성가스인 이송가스의 공급을 제어하기 위한 제 1유량제어기;

상기 제 1유량제어기의 후방에 설치되며 붕소 입자를 생성하는 애토마이저; 및

상기 애토마이저에서 생성된 붕소입자를 건조시키기 위한 활성탄 드라이어를 포함하는 것을 특징으로 하는 붕소-산화 티타늄 코어셸 나노입자의 제조장치.

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

삭제

청구항 6

제 1항에 있어서,

상기 퍼니스는,

상기 퍼니스의 내부를 관통하여 지나가도록 설치되는 세라믹튜브; 및

상기 세라믹튜브의 외주면에 설치되는 히팅시스템;을 포함하여

상기 코어튜브에서 혼합된 붕소 입자와 TTIP 증기가 상기 세라믹튜브로 투입되어, TTIP 증기를 열로 분해하여 발생된 산화티타늄 가스를 상기 붕소 입자에 증착시키는 것을 특징으로 하는 붕소-산화 티타늄 코어셀 나노입자의 제조장치.

청구항 7

제 1항에 있어서,

상기 붕소 입자와 TTIP 증기의 혼합물질이 상기 버블러로 역류하는 것을 방지하기 위하여, 상기 퍼니스의 전단에 바이패스 라인을 더 포함하는 것을 특징으로 하는 붕소-산화 티타늄 코어셀 나노입자의 제조장치.

발명의 설명

기술 분야

- [0001] 본 발명은 나노 붕소 입자에 나노 스케일의 산화 티타늄을 코팅하여 붕소-산화 티타늄 코어셀 입자의 제조방법에 관한 것으로, 보다 구체적으로는 산화 티타늄의 전구 물질을 열분해하여 반응기 안에서 기체상으로 코팅할 수 있으면서, 반응기 안에서의 유속과 전구물질의 양을 조절하여 코팅 두께를 조절할 수 있는 붕소 입자를 제조할 수 있도록 한 붕소-산화 티타늄 코어셀 나노입자의 제조장치에 관한 것이다.

배경 기술

- [0002] 원자로 냉각계의 원자로 냉각재는 원전연료의 핵분열과정에서 발생한 열을 증기 발생기를 통하여 2차 계통에 전달하는 기능 외에도 원자로 정지 후 연료의 잔열제거, 가용성 중성자 흡수물질인 붕소의 운반체, 중성자의 감속제와 반사체 등의 역할을 한다. 하지만 원자로 1차 계통 냉각수에 붕소입자를 사용하면 냉각수의 운전 조건에서 붕산(boron acid)가 생성되어 1차 계통의 부식을 초래하게 된다. 따라서 냉각계의 수질관리(pH제어)가 필요하게 된다. 현재는 부식 생성물들을 제어하기 위하여 강알칼리성 물질인 Li^7OH 를 사용하지만, 이 물질은 상당히 고가이며, 이것을 사용할 리튬 농도의 증가로 인해 배관에 손상을 증가시킬 수 있다. 따라서, 붕소입자가 냉각수와 반응하지 않도록 입자표면을 화학적으로 보호할 필요가 있다.
- [0003] 예를 들어 하기 특허문헌 1에는 방사선 차폐물질을 기계적 활성화시켜 나노 크기의 입자로 제조하기 위해, 방사선 차폐물질로서 감마선 차폐물질 또는 중성자 차폐물질을 사용하며, 기계적 활성화는 500~1100 rpm으로 5분 내지 30분 동안 볼 밀링을 수행하는 기술에 대해 개시되어 있다. 즉 하기 특허문헌 1에는 상용화된 200 ~ 300 μm 크기의 산화 붕소(B_2O_3 , 고순도화학, 일본)을 1000rpm으로 약 10분 동안 볼 밀링을 수행하여 100 ~ 1000nm 크기의 붕소 화합물 나노입자를 제조하는 기술에 대해 개시되어 있다.
- [0004] 또 하기 비특허 문헌 1에서는 Boron 입자의 건식 밀링과 습식 밀링에 따른 입자의 사이즈를 비교하고, 붕소 입자의 습식 밀링의 경우 건식 밀링에 비해 매우 빠른 입도 분포의 감소를 나타내며, 습식 밀링을 유지해 줄 용매, 코팅할 입자를 함께 넣고 습식 밀링하여 코팅된 상층액에 대하여 코팅 유무를 분석하는 기술에 대해 개시되어 있다.
- [0005] 또한, 비특허 문헌 2에서는 TiO_2 분말, 산화 붕소(boric oxide) 그리고 흑연 분말(graphite powder)을 함께 밀링하면서 일어나는 탄소용융 감소(Carbothermic reduction) 반응을 이용하여 입자를 중합하고, 밀링 시간을 조절하는 방법으로 다양한 성분비를 가지는 Ti_xBy 형태로 중합하고 분석한 기술에 대해 개시되어 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0006] (특허문헌 0001) 대한민국 공개특허공보 제2010-0047510호([0007] 2010.05.10 공개)

비특허문헌

- [0007] (비특허문헌 0001) Brian Van Devener 외 Oxide-Free, Catalyst-Coated, Fuel-Soluble, Air-Stable Boron Nanopowder as Combined Combustion Catalyst and High Energy Density Fuel. Energy Fuels 2009, 23, 6111-6120.
- (비특허문헌 0002) N.J. Welham, Mechanical enhancement of the carbothermic formation of TiB₂, Metall. Mat. Trans., vol. 31A, pp.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0008] 본 발명의 목적은 코어 물질인 붕소와 셸 물질인 TiO₂를 혼합시켜 붕소-TiO₂의 코어-셸 물질을 기체상으로 제조할 수 있도록 한 붕소-산화 티타늄 코어셸 나노입자의 제조장치를 제공하는 데 있다.
- [0009] 본 발명의 다른 목적은 붕소-TiO₂의 코어-셸 물질에서 셸 물질인 TiO₂의 두께를 선택적으로 조절할 수 있도록 한 붕소-산화 티타늄 코어셸 나노입자의 제조장치를 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

- [0010] 상기 목적을 해결하기 위하여, 본 발명에 따른 붕소-산화 티타늄 코어셸 나노입자의 제조장치는,
- [0011] 붕소입자를 생성하기 위한 붕소생성부; TTIP(titanium tetraisopropoxide) 증기를 생성하기 위한 TTIP 증기 생성부; 상기 붕소생성부로부터 생성된 붕소 나노입자와 상기 TTIP 증기 생성부로부터 생성된 TTIP 증기를 혼합시키기 위한 코어튜브; 상기 코어튜브로부터 이송된 혼합가스를 가열하여 TTIP를 분해시켜서 붕소에 증착시키기 위한 퍼니스; 생성된 붕소-산화 티타늄 코어셸 나노입자를 포집하기 위해 상기 퍼니스의 후방에 설치되는 스크린 메쉬필터; 상기 퍼니스 내부의 유량을 조절하기 위해 상기 퍼니스의 후단에 설치되는 진공유량제어기; 및 상기 진공유량제어기 내부의 진공상태를 유지하기 위한 작동펌프;를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0013] 상기 붕소생성부는, 불활성가스인 이송가스의 공급을 제어하기 위한 제 1유량제어기; 상기 제 1유량제어기의 후방에 설치되며 붕소 입자를 생성하는 애토마이저; 및 상기 애토마이저에서 생성된 붕소입자를 건조시키기 위한 활성탄 드라이어를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0015] 상기 TTIP 증기생성부는, 불활성가스인 이송가스의 공급을 제어하기 위한 제 2유량제어기; 및 상기 제 2유량제어기의 후단에 설치되고, 소스물질인 TTIP(titanium tetraisopropoxide)가 충전되어 있는 버블러;를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0017] 상기 버블러는 그 후방으로 코어튜브에 연결되고, 상기 버블러와 상기 코어튜브를 연결하는 도관의 외부에는 히팅테이프가 설치되는 것을 특징으로 한다.
- [0019] 상기 코어튜브의 입구측은 상기 붕소생성부로부터 생성된 붕소입자를 공급하기 위한 공급도관과, 상기 버블러로부터 TTIP 증기를 공급하는 공급 도관이 합체되도록 구성되는 것을 특징으로 한다.
- [0021] 상기 퍼니스는, 상기 퍼니스의 내부를 관통하여 지나가도록 설치되는 세라믹튜브; 및 상기 세라믹튜브의 외주면에 설치되는 히팅시스템;을 포함하여,
- [0022] 상기 코어튜브에서 혼합된 붕소 입자와 TTIP 증기가 상기 세라믹튜브로 투입되어, TTIP 증기를 열로 분해하여 발생된 산화티타늄 가스를 상기 붕소 입자에 증착시키는 것을 특징으로 한다.
- [0024] 상기 붕소 입자와 TTIP 증기의 혼합물질이 상기 버블러로 역류하는 것을 방지하기 위하여, 상기 퍼니스의 전단에 바이패스 라인을 더 포함하는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

- [0025] 상기에 상술한 바와 같이, 본 발명에서 제조된 붕소-TiO₂의 코어-셸 나노 입자는 원전 냉각계통에서 붕산의 생성을 방지하여 금속의 부식을 방지한다. 이는 원전의 운전성을 향상시키고 수명을 늘리는 효과가 있다.
- [0026] 본 발명은 코어입자와 셸물질의 발생과 코팅이 연속적으로 이루어지기 때문에 코어-셸 나노입자를 빠르게 제조

할 수 있다는 효과가 있다.

[0027] 본 발명에서 작동유체를 질량유량제어기(MFC)로 조절하여 코어-셸 나노입자의 코팅두께를 선택적으로 조절할 수 있다는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0028] 도 1은 본 발명에 따른 붕소-TiO₂ 코어셸 나노입자의 제조장치를 도시한 개략도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0029] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명에 따른 붕소-산화 티타늄 코어셸 나노입자의 제조장치에 대하여 상세히 설명한다.

[0031] 도 1은 본 발명에 따른 붕소-TiO₂ 코어셸 나노입자의 제조장치를 도시한 개략도이다.

[0032] 도 1에 도시된 바와 같이, 본 발명에 따른 붕소-산화 티타늄 코어셸 나노입자의 제조장치는, 크게 붕소생성부(10), TTIP(titanium tetraisopropoxide) 증기 생성부(20), 상기 붕소생성부(10)로부터 생성된 붕소 나노입자와 상기 TTIP 증기 생성부(20)로부터 생성된 TTIP 증기를 혼합시키기 위한 코어튜브(30), 상기 코어튜브(30)로부터 이송된 혼합가스를 가열하여 TTIP를 분해시켜서 붕소에 증착시키기 위한 퍼니스(40), 생성된 붕소-산화 티타늄 코어셸 나노입자를 포집하기 위해 상기 퍼니스(40)의 후방에 설치되는 스크린 메쉬필터(50), 상기 퍼니스(40) 내부의 유량을 조절하기 위해 상기 퍼니스(40)의 후단에 설치되는 진공유량제어기(60) 및 상기 진공유량제어기(60) 내부의 진공상태를 유지하기 위한 작동펌프(70)를 포함한다.

[0033] 상기 모든 구성요소들은 도관으로 연결되어 있으며, 상기 도관 내부를 붕소 입자와 TTIP 증기가 이송가스와 함께 유동하게 되는 것이다.

[0035] 상기 붕소생성부(10)는 불활성가스인 이송가스의 공급을 제어하기 위한 제 1유량제어기(11), 상기 제 1유량제어기(11)의 후방에 설치되며 붕소 입자를 생성하는 애토마이저(13) 및 상기 애토마이저(13)에서 생성된 붕소입자를 건조시키기 위한 활성탄 드라이어(15)를 포함한다.

[0036] 상기 애토마이저(13)에서 생성된 붕소입자는 에탄올 액적 상태로 발생하기 때문에 액적을 제거하기 위해 상기 활성탄 드라이어(15)를 통과하게 된다.

[0038] 상기 TTIP 증기생성부(20)는 불활성가스인 이송가스의 공급을 제어하기 위한 제 2유량제어기(21)과, 상기 제 2유량제어기(21)의 후단에는 버블러(23)가 설치되어 있다. 상기 버블러(23)에는 소스물질인 TTIP(titanium tetraisopropoxide)가 충전되어 있다. 따라서, 상기 제 2유량제어기(21)에서 제어된 이송가스가 상기 버블러(23)에 공급되면, TTIP 전구물질에서 TTIP 증기가 발생하게 된다.

[0040] 상기 버블러(23)는 그 후방으로 코어튜브(30)에 연결되고, 상기 버블러(23)와 상기 코어튜브(30)를 연결하는 도관의 외부에는 히팅테이프가 설치되어 있다.

[0041] 상기 히팅테이프는 상기 TTIP가 이송가스와 함께 이송될 때, 응축되는 것을 방지하기 위한 것이다. 이때, 상기 히팅테이프의 온도는 약 60℃인 것이 바람직하다.

[0043] 또한, 상기 코어튜브(30)의 입구측에는 상기 붕소 생성부(10)로부터 공급되는 붕소입자를 공급하기 위한 공급도관과, 상기 버블러(23)로부터 TTIP 증기를 공급하는 공급 도관이 합체되도록 구성되어 있어서, 상기 붕소입자와 TTIP 증기가 상기 코어튜브(30)에서 함께 혼합될 수 있도록 한다.

[0045] 상기 코어튜브(30)에서 혼합된 붕소 입자와 TTIP 증기는 퍼니스(40)의 세라믹튜브(41)로 공급되어, 고온으로 가열되어서 TTIP 증기가 열분해되면서 산화티타늄 가스를 생성하게 된다. 이렇게 생성된 산화티타늄 가스가 붕소 입자에 증착되어서 최종적으로 붕소-산화티타늄 코어셸 나노입자가 제조되는 것이다.

[0046] 상기 퍼니스(40)는 그 내부를 세라믹튜브(41)가 관통하여 지나가도록 설치되고, 상기 세라믹튜브(41)의 외주면에는 히팅시스템(43)이 설치될 수 있다.

[0048] 또한, 상기 붕소 입자와 TTIP 증기의 혼합물질이 상기 버블러(23)로 역류하는 것을 방지하기 위하여 상기 퍼니스(40)의 전단에 바이패스 라인(35)을 설치할 수 있다.

[0050] 최종적으로 제조된 붕소-산화티타늄 코어셸 나노입자는 상기 스크린 메쉬 필터(50)를 통과하면서 이물질을 제거

하여 순수한 붕소-산화티타늄 코어셸 나노입자를 만들게 되는 것이다.

[0052] 이때, 퍼니스(40) 안에서의 유량을 조절하기 위해 두 가지 방법을 사용할 수 있다.

[0053] 첫 번째는 버블러(23)에 연결된 제 2유량제어기(21)를 조절하여 TTIP 증기의 발생량을 조절할 수도 있고, 두 번째는 퍼니스(40) 후방에 설치된 진공유량제어기(60)의 유량을 조절하여 퍼니스(40)의 세라믹튜브(41) 내부에서의 혼합가스 체류시간을 조절할 수도 있는 것이다.

[0054] 예를 들어, 세라믹튜브(41) 내부에서 혼합가스의 체류시간이 길어지게 되면 산화티타늄 코팅이 더 두껍게 나타나고, 체류시간이 짧아지게 되면 산화티타늄 코팅이 얇게 형성되는 것이다. 이를 이용하여 코팅 두께 조절이 가능한 붕소-산화티타늄 코어셸 나노 입자를 제조할 수 있다.

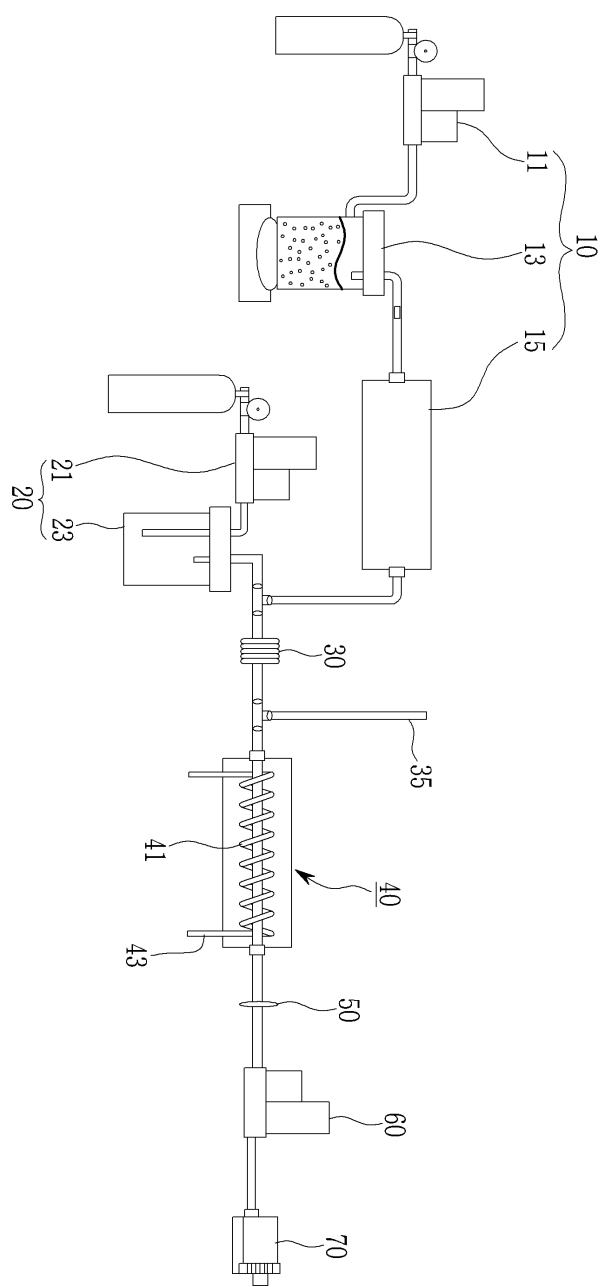
[0056] 이상에서 본 발명의 바람직한 실시예에 대하여 상세하게 설명하였지만 본 발명의 권리범위는 이에 한정되는 것은 아니고 다음의 청구범위에서 정의하고 있는 본 발명의 기본 개념을 이용한 당업자의 여러 변형 및 개량 형태 또한 본 발명의 권리범위에 속하는 것이다.

부호의 설명

[0057]	10: 붕소생성부	11: 제 1유량제어기
	13: 에토마이저	15: 활성탄 드라이어
	20: TTIP 증기생성부	21: 제 2유량제어기
	23: 버블러	30: 코어튜브
	35: 바이패스라인	40: 퍼니스
	41: 세라믹튜브	43: 히팅시스템
	50: 스크린 메쉬 필터	60: 진공유량제어기
	70: 작동펌프	

도면

도면1



【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 1 발명

【변경전】

상기 버블러

【변경후】

버블러