(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0008803
(43) 공개일자 2013년01월23일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B01J 2/16 (2006.01) *B01J 19/08* (2006.01)
C01F 7/02 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2011-0069399
(22) 출원일자 2011년07월13일
심사청구일자 2011년07월13일

(71) 출원인
인하대학교 산학협력단
인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)
(72) 발명자
박동화
서울특별시 서초구 잠원동 65-32 신반포7차아파트 303동 204호
이원경
인천광역시 서구 가경주로 37-1 (가정동)
(74) 대리인
이원희

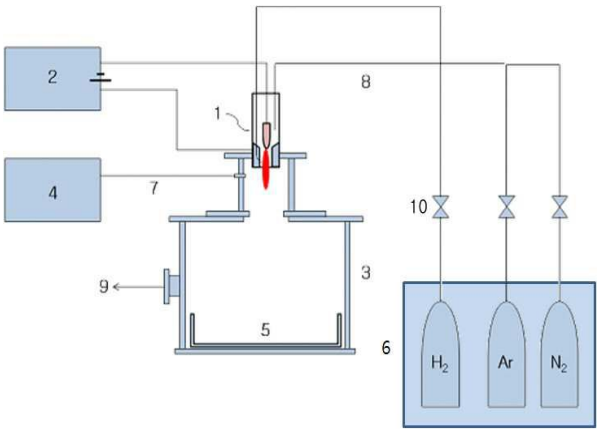
전체 청구항 수 : 총 9 항

(54) 발명의 명칭 **열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 제조방법**

(57) 요 약

본 발명은 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 제조방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 열플라즈마 제트 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계(단계 1); 상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 알루미나 분말을 공급하여 용해시키는 단계(단계 2); 및 상기 단계 2에서 용해된 알루미나 분말을 냉각시키고 포집하는 단계(단계 3)를 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 제조방법에 관한 것이다. 본 발명에 따르면, 열플라즈마 제트를 이용함으로써 짧은 시간 동안에 알루미나 분말에 열을 가하고 냉각시켜 중공의 구형 알루미나를 제조할 수 있고, 공정 시간이 상대적으로 짧으며, 공정 조건의 제어가 쉽다는 장점이 있다.

대 표 도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	43778-2
부처명	지식경제부
연구사업명	지역혁신센터(RIC)사업-인하대학교 열플라즈마환경기술연구센터
연구과제명	열플라즈마에 의한 기상오염물질 처리공정
주관기관	인하대학교 산학협력단
연구기간	2011.03.01 ~ 2012.02.29

특허청구의 범위

청구항 1

열플라즈마 제트 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계(단계 1);

상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 알루미나 분말을 공급하여 용해시키는 단계(단계 2); 및

상기 단계 2에서 용해된 알루미나 분말을 냉각시키고 포집하는 단계(단계 3)를 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 단계 1의 열플라즈마 제트는 비이송식(Non-Transfered)인 것을 특징으로 하는 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 단계 1의 열플라즈마 제트 발생가스는 아르곤 가스와, 질소, 수소, 또는 질소와 수소의 혼합가스인 것을 특징으로 하는 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 단계 1의 열플라즈마 제트의 발생은 직류전원을 사용하고, 전류는 250 - 450 A 및 전압은 20 - 40 V인 것을 특징으로 하는 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 단계 2의 알루미나 분말 공급은 상기 단계 1에서 열플라즈마 제트 발생 방향으로 공급되는 것을 특징으로 하는 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 상기 단계 3의 냉각은 이중관 급냉 시스템에 의해 수행되는 것을 특징으로 하는 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 제조방법.

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 이중관 급냉 시스템에 공급되는 냉각수 온도는 15 - 25 ℃인 것을 특징으로 하는 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 제조방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 상기 단계 3의 알루미나 분말은 열플라즈마 제트에 의해 용해된 알루미나 분말이 낙하하면서 고형화되는 것을 특징으로 하는 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 제조방법.

청구항 9

제1항에 있어서, 상기 중공의 구형 알루미나 분말의 크기는 상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 공급되는 알루미나 분말의 크기에 따라 결정되는 것을 특징으로 하는 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 제조방법.

명 세 서

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 제조방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 열플라즈마는 전자, 양성자, 중성자 등의 활성종으로 이루어진 수천K~수만K의 플라즈마로서 원료물질을 기화, 반응 시킨후 급냉을 통해 미립자를 얻는 공정으로서 분위기의 조성을 통해 반응의 방향을 결정한다. 또한 플라즈마의 발생가스, 반응가스 및 퍼지가스의 주입을 통해 산화, 환원, 질화 분위기 등 다양한 반응조건을 형성할 수 있는 장점이 있다.

[0003] 기존의 중공의 구형 알루미나를 제조하는 방법은 크게 분무 건조(Spray dry)법, 분무열분해(Spray pyrolysis), 졸-겔 공정(Sol-gel process), 플라즈마(Plasma)를 이용한 방법 등이 있다. 이중 플라즈마를 이용한 방법은 방전 플라즈마 소결법을 이용하여 다공성 알루미나 세라믹스를 제조(Jounal of the Korean Ceramic Society, Vol. 39, No. 12, pp. 1183-1189, 2002)하는 방법이 있고, Al 분말의 수화 반응과 스파크 플라즈마 열처리법으로 알루미나 성형체를 제조(Jounal of Korean Powder Metallurgy Institute, Vol. 12, No. 6, 2005)하는 방법이 있고, 제조시간이 짧고 상대적으로 많은 양을 만들 수 있다는 장점이 있다.

[0004] 열플라즈마는 발생과 유지 방식에 따라 크게 RF(Radio frequency), 이송식(Transferred), 비이송식(Non-Transfered)으로 나눌 수 있다. 재료 합성에 있어서 RF방식의 열플라즈마는 일반적으로 고순도의 물질을 합성할 수 있지만, 에너지적인 측면에서 효율이 좋지 않고, 주입시키는 방전가스 등의 양이 많이 필요하기 때문에 경제적인 측면에서 불리하다.

[0005] 이에, 본 발명자들은 열플라즈마를 이용하여 알루미나 성형체를 제조하는 방법을 연구하던 중 비이송식 열플라즈마를 이용하여 중공의 구형 알루미나 분말을 제조하는 방법을 개발하고, 본 발명을 완성하였다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명의 목적은 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 제조방법을 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

[0007] 상기 목적을 달성하기 위해, 본 발명은 열플라즈마 제트 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계(단계 1); 상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 알루미나 분말을 공급하여 용해시키는 단계(단계 2); 및 상기 단계 2에서 용해된 알루미나 분말을 냉각시키고 포집하는 단계(단계 3)를 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 제조방법을 제공한다.

발명의 효과

[0008] 본 발명에 따르면, 열플라즈마 제트를 이용함으로써 짧은 시간 동안에 알루미나 분말에 열을 가하고 냉각시켜

중공의 구형 알루미나를 제조할 수 있고, 공정 시간이 상대적으로 짧으며, 공정 조건의 제어가 쉽다는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

[0009] 도 1은 열플라즈마 제트 발생장치의 모식도이고;

도 2는 본 발명에 따른 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 제조방법으로 제조된 알루미나 분말의 X선 회절분석 결과이고;

도 3은 본 발명에 따른 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말(실시예 1)의 주사전자현미경(SEM) 사진이고;

도 4는 본 발명에 따른 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말(실시예 2)의 주사전자현미경(SEM) 사진이고; 및

도 5는 본 발명에 따른 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말(실시예 3)의 주사전자현미경(SEM) 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0010] 본 발명은 열플라즈마 제트 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계(단계 1);

[0011] 상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 알루미나 분말을 공급하여 용해시키는 단계(단계 2); 및

[0012] 상기 단계 2에서 용해된 알루미나 분말을 냉각시키고 포집하는 단계(단계 3)를 포함하는 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 제조방법을 제공한다.

[0013] 이하, 본 발명에 따른 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 제조방법에 대해 단계별로 상세히 설명한다.

[0014] 본 발명에 따른 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 제조방법에 있어서, 단계 1은 열플라즈마 제트 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계이다.

[0015] 상기 단계 1의 열플라즈마 제트의 발생은 비이송식(Non-Transfered)인 것이 바람직하다.

[0016] 본 발명에서는 먼저 텅스텐 봉으로 된 음극과 동으로 된 노즐 내면의 양극 사이에 직류 아크방전을 생성시키고, 후방으로부터 작동가스를 선회류로서 흘려보내어 열플라즈마 제트 발생가스가 아크에 의해 가열되어 고온으로 되며, 양극 노즐에서 격렬한 열플라즈마 제트류가 분출되는 비이송식 열플라즈마 제트 발생으로 중공의 구형 알루미나를 제조할 수 있다.

[0017] 또한, 본 발명에 따른 열플라즈마 제트 발생장치는 공급되는 알루미나 분말에 열원을 공급하는 토치부(1); 상기 토치부(1) 일측에 전원을 공급하는 전원공급장치(2); 상기 토치부(1) 하부에 구비되고 열플라즈마 제트 발생 공간을 제공하며 일측에 이중관 급냉 시스템을 구비하는 반응기(3); 상기 토치부(1) 일측에 구비되어 분말공급라인(7)을 통해 원료물질인 알루미나 분말을 상기 반응기(3)에 공급하는 분말공급장치(파우더 피더(powder feeder), 4); 상기 반응기(3)에서 제조된 알루미나 분말을 포집하는 용기(5); 상기 토치부(1) 일측에 구비되어 열플라즈마 제트 발생가스 공급라인(8)을 통해 토치부(1)로 열플라즈마 가스를 공급하는 발생가스 공급장치(6); 및 상기 반응기(3) 일측에 구비되어 열플라즈마 제트 발생가스를 외부로 배출하는 가스 배출구(9) 및 상기 열플라즈마 제트 발생가스 공급라인(8)에 구비되어 열플라즈마 제트 발생가스의 유량을 조절하는 발생가스 유량조절기(10);를 포함하여 구성된다(도 1 참조).

[0018] 본 발명에 따른 열플라즈마 제트 발생장치에서 열플라즈마 제트를 발생시키기 위해 직류 전원이 사용되며, 전류는 250 - 450 A, 전압은 20 - 40 V으로 공급된다. 상기 토치부(1)는 텅스텐 음극봉과 양극 노즐을 사용하며, 상기 양극 노즐과 음극봉 사이에 아르곤과, 질소, 수소, 또는 질소와 수소의 혼합가스를 공급하여 열플라즈마 제

트를 발생시킬 수 있다. 또한, 상기 토치부(1)를 열로부터 보호하기 위해 양쪽의 전극은 수냉시킬 수 있고, 상기 반응기(3)는 창이 부착된 스테인리스 이중관을 사용할 수 있다.

[0019] 본 발명에 따른 열플라즈마(thermal plasma) 제트는 직류 아크나 고주파 유도결합 방전을 이용하여 토치부에서 발생하는 전자, 이온, 원자와 분자로 구성된 이온화 기체로, 수천에서 수만 K에 이르는 초고온과 높은 활성을 가진 고속제트이다. 열플라즈마 제트에 의하여 발생된 온도는 열처리 방식이나 연소 방식에 의해 발생되는 온도보다 훨씬 높은 장점이 있다.

[0020] 본 발명에 따른 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 제조방법에서, 열플라즈마 제트를 발생시키는 아르곤은 8족 원소이기 때문에 비교적 적은 에너지에 의해서도 전자의 방출이 용이하며, 다른 가스와 반응하지 않아 부산물을 생성시키지 않는다. 그리고, 질소와 수소와 같은 이원자 분자는 해리, 재결합, 탈리의 과정에 의해 재결합 과정에서 알루미나 분말의 형태 변화에 필요한 열을 발생시킨다. 이때, 아르곤만 사용하여 플라즈마를 발생시킬 수 있으나, 알루미나를 충분히 용해시키기 위해서는 아르곤에 이원자 가스(질소, 산소 또는 질소 및 산소)를 첨가해 플라즈마를 발생시킬 수 있다.

[0021] 본 발명에 따른 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 제조방법에 있어서, 단계 2는 상기 단계 1에서 형성된 열플라즈마 제트에 알루미나 분말을 공급하여 용해시키는 단계이다.

[0022] 제1항에 있어서, 상기 단계 2의 알루미나 분말 공급은 상기 단계 1에서 열플라즈마 제트 발생 방향으로 공급되는 것이 바람직하며, 이때 상기 알루미나 분말을 공급하기 위해 아르곤 가스가 분말 운반 가스로 사용될 수 있다.

[0023] 본 발명에 따른 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 제조방법에 있어서, 단계 3은 상기 단계 2에서 용해된 알루미나 분말을 냉각시키고 포집하는 단계이다.

[0024] 상기 단계 3의 냉각은 상기 열플라즈마 제트 발생장치의 반응기 일측에 구비되는 이중관 급냉 시스템에 의해 수행될 수 있으며, 고형의 알루미나 분말이 열플라즈마 제트에 의해 용해된 후 냉각에 의해 분말의 형태로 변형된다. 이때, 이중관 급냉 시스템에 공급되는 냉각수의 온도는 15 - 25 ℃를 유지하여 반응기의 내부 온도를 유지시킬 수 있다.

[0025] 또한, 본 발명에 따른 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말의 크기는 상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 공급되는 알루미나 분말의 크기에 비례하며, 공급되는 알루미나 분말의 크기에 따라 제조되는 중공의 구형 알루미나 분말의 크기가 결정된다. 즉, 열플라즈마 제트에 공급되는 알루미나 분말의 크기가 작을수록 크기가 작은 중공의 구형 알루미나 분말이 제조되고, 열플라즈마 제트에 공급되는 알루미나 분말의 크기가 클수록 크기가 큰 중공의 구형 알루미나 분말이 제조된다.

[0026] 이하, 본 발명을 하기의 실시예에 의해 더욱 상세히 설명한다. 단, 하기의 실시예는 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기 실시예에 의해 제한되는 것은 아니다.

[0027] <실시예 1> 중공의 구형 알루미나 분말의 제조 1

[0028] 단계 1: 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계

[0029] 도 1에 나타낸 열플라즈마 제트 장치의 토치부에 열플라즈마 제트 발생가스로 아르곤, 질소 및 수소를 공급하였으며, 하기 표 1의 운전조건으로 열플라즈마 제트를 발생시켰다.

[0030] 단계 2: 알루미나 분말 공급 및 용해 단계

[0031] 상기 단계 1의 열플라즈마 제트 장치의 토치부 일측에 구비된 파우더 피더를 통해 무정형의 알루미나 분말을 공급하여 알루미나 분말을 용해시켰다.

[0032] 단계 3: 알루미나 분말 냉각 및 포집 단계

[0033] 상기 단계 2에서 용해된 알루미나 분말은 이중관 급냉 시스템에 의해 냉각되고 낙하하면서 고형화된 알루미나

분말을 반응기 하단에 구비된 분말포집용기에서 포집하였다. 이때, 상기 이중관 급냉 시스템에 공급되는 냉각수의 온도는 15 - 25 ℃였다.

표 1

[0034]

구분	운전조건
플라즈마 전력	300 A, 36 V(10.8 kW)
플라즈마 가스	아르곤: 13 L/min 질소: 2 L/min 수소: 1 L/min
원료물질	Al_2O_3

[0035] <실시예 2> 중공의 구형 알루미나 분말의 제조 2

[0036] 플라즈마 가스로 수소가스를 공급하지 않은 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 중공의 구형 알루미나 분말을 제조하였으며, 운전조건은 하기 표 2와 같다.

표 2

[0037]

구분	운전조건
플라즈마 전력	300 A, 35 V(10.5 kW)
플라즈마 가스	아르곤: 13 L/min 질소: 2 L/min
원료물질	Al_2O_3

[0038] <실시예 3> 중공의 구형 알루미나 분말의 제조 3

[0039] 아르곤과 수소를 플라즈마 가스로 공급하고 수소가스를 공급하지 않은 것을 제외하고는, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 중공의 구형 알루미나 분말을 제조하였으며, 운전조건은 하기 표 3과 같다.

표 3

[0040]

구분	운전조건
플라즈마 전력	300 A, 33 V(9.9 kW)
플라즈마 가스	아르곤: 14 L/min 수소: 1 L/min
원료물질	Al_2O_3

[0041] <실험예 1> 중공의 구형 알루미나 분말의 상 분석

[0042] 본 발명에 따른 열플라즈마 제트를 이용한 중공의 구형 알루미나 분말(실시예 1, 2 및 3)의 상을 분석하기 위해 X선 회절 분석(X-ray diffractometer) 및 주사전자현미경(SEM)으로 분석하고, 그 결과를 도 2, 3, 4 및 도 5에 나타내었다.

[0043] 도 2는 X선 회절 분석 결과로서, 상기 실시예 2에서 제조된 알루미나 분말은 α상의 알루미나가 생성된 것을 확인할 수 있었다.

[0044] 또한, 도 3에 나타난 바와 같이, 상기 실시예 1에서 제조된 알루미나 분말은 중공(Hollow)의 구형(Spherical) 형상으로 제조된 것을 확인하였고, 원료물질의 분말 크기에 의해 생성되는 알루미나 분말의 크기가 결정되는 것을 알 수 있다. 본 발명에서는 크기가 수십 마이크로미터의 원료분말을 사용했기 때문에 수십 마이크로미터의 중공의 구형 알루미나 분말이 생성되었다.

[0045] 도 4에 나타난 바와 같이, 상기 실시예 2에서 제조된 알루미나 분말 또한 중공의 구형 형상으로 제조된 것을 확인하였다.

[0046] 또한, 도 5에 나타난 바와 같이, 상기 실시예 3에서 제조된 알루미나 분말 또한 중공의 구형 형상으로 제조된

것을 확인하였다. 상기 실시예 3에서는 미반응물이 실시예 1 및 2와 비교하여 상대적으로 많았는데, 이는 반응 가스로 사용된 수소의 양이 적고 인가된 전력이 낮았기 때문인 것으로 파악된다.

부호의 설명

[0047] 1: 토치부 2: 전원공급장치

3: 반응기 4: 분말공급장치

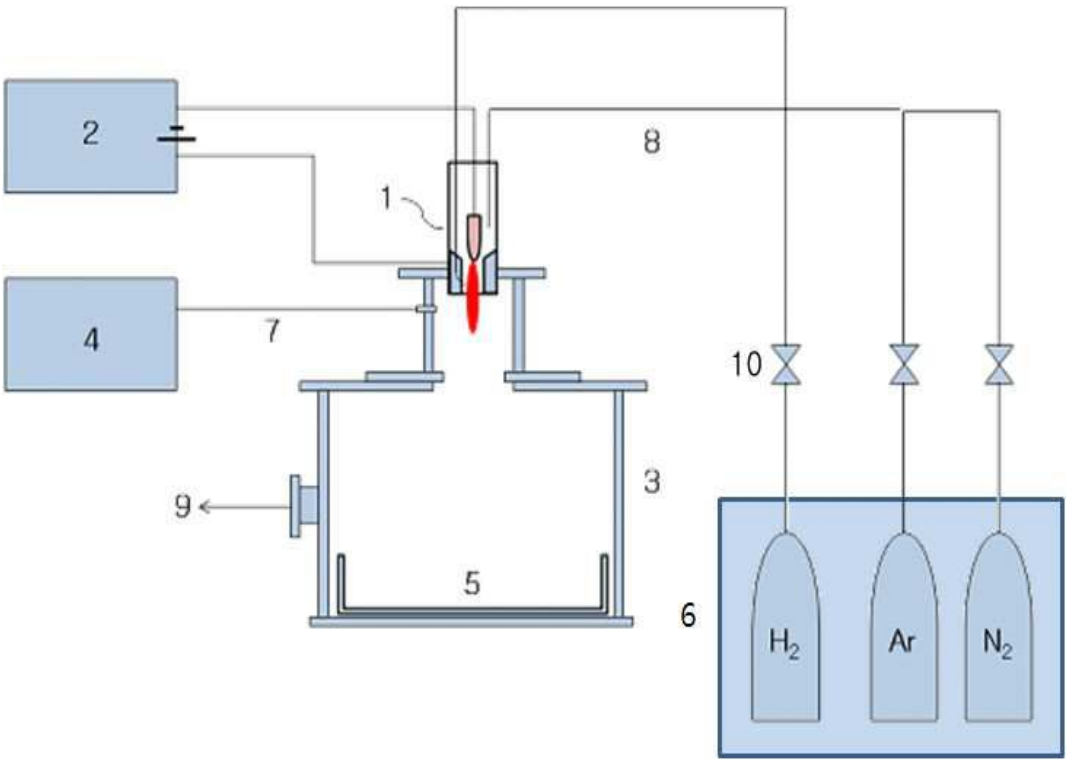
5: 분말포집용기 6: 가스공급장치

7: 분말공급라인 8: 발생가스 공급라인

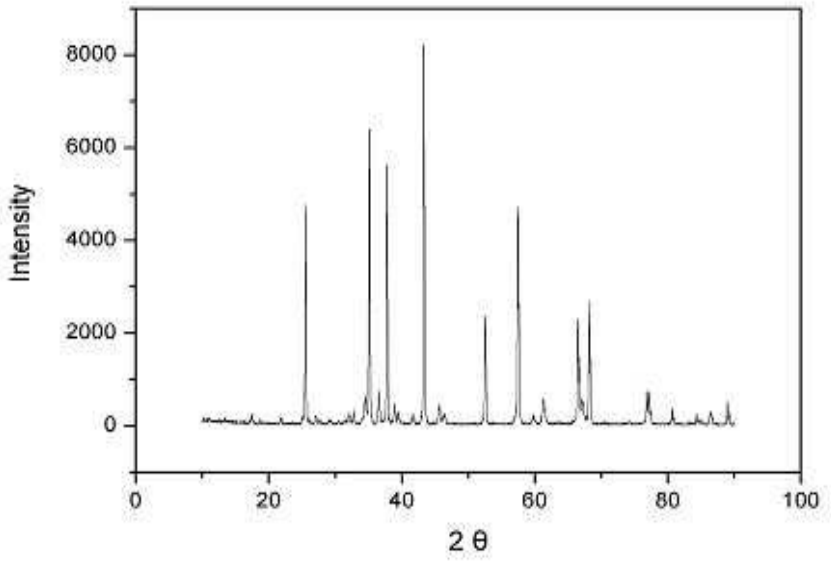
9: 가스 배출구 10:발생가스 유량조절기

도면

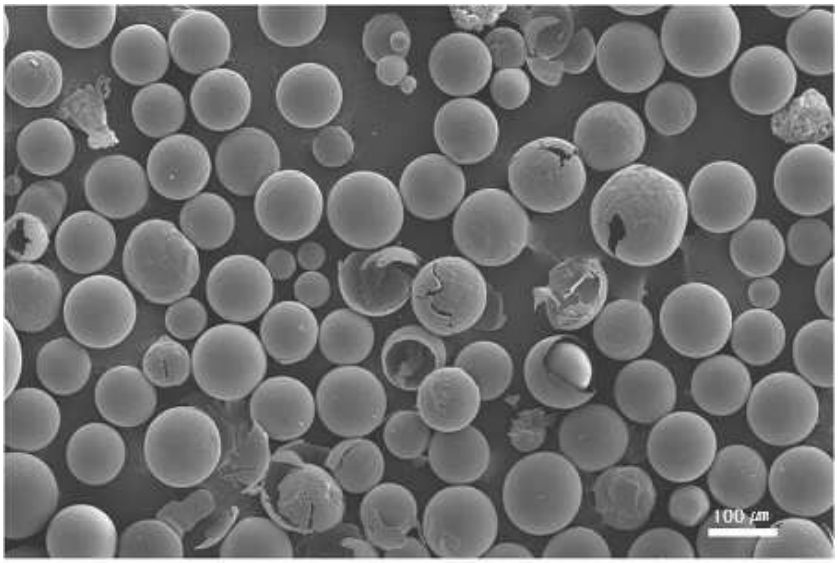
도면1



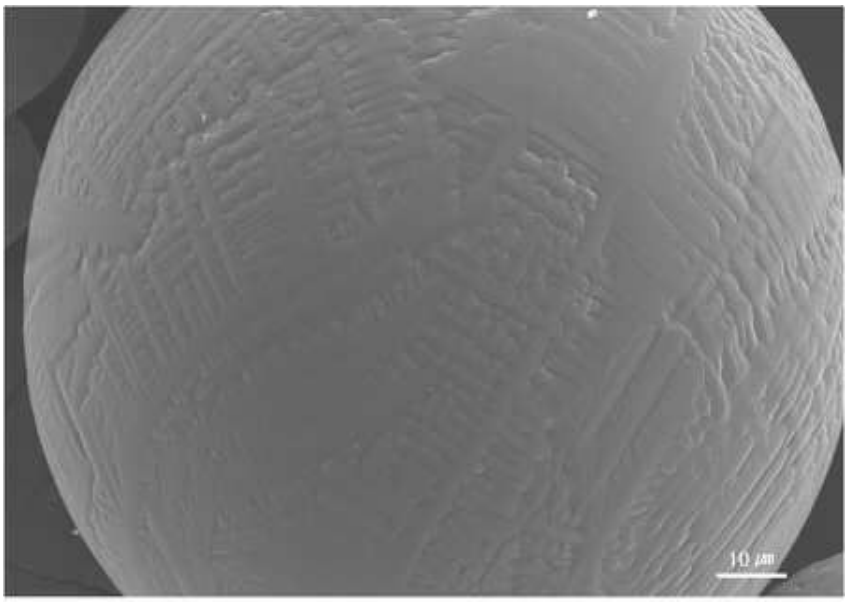
도면2



도면3



도면4



도면5

