



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2015-0034469

(43) 공개일자 2015년04월03일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

G21F 1/00 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2013-0114588

(22) 출원일자 2013년09월26일

심사청구일자 없음

(71) 출원인

충남대학교산학협력단

대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)

(72) 발명자

이종현

대전광역시 유성구 엑스포로123번길 46-15 스마트 시티주상복합아파트 202동 703호

김대영

세종특별자치시 조치원읍 도장말길 45 506호, 삼정하이츠

(74) 대리인

특허법인 플러스

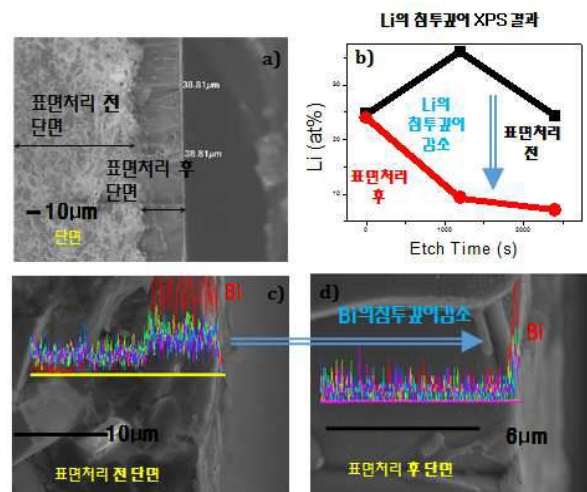
전체 청구항 수 : 총 12 항

(54) 발명의 명칭 파이로프로세싱 공정의 액체 금속 담지용 도가니 및 이의 표면처리 방법

(57) 요약

본 발명은 파이로프로세싱 공정의 액체 금속 담지용 도가니의 표면처리 방법으로, 본 발명에 따른 도가니의 표면처리 방법은 내화물의 도가니 본체에 에너지를 인가하여, 도가니 본체의 표면층을 용융시키는 단계;를 포함한다.

대표도 - 도4



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2011-0031846

부처명 미래창조과학부

연구관리전문기관 한국연구재단

연구사업명 원자력연구개발사업

연구과제명 파이로 반응 용기 재료 신뢰성 연구

기 여 율 1/1

주관기관 서울대학교

연구기간 2012.12.01 ~ 2013.11.30

명세서

청구범위

청구항 1

내화물의 도가니 본체에 에너지를 인가하여, 도가니 본체의 표면층을 용융시키는 단계;를 포함하는 파이로프로세싱 공정의 액체 금속 담지용 도가니의 표면처리 방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,

용융된 상기 표면층의 냉각에 의해 비정질상의 코팅층이 형성되는 도가니의 표면처리 방법.

청구항 3

제 2항에 있어서, 상기 에너지의 인가는 레이저의 조사인 도가니의 표면처리 방법.

청구항 4

제 3항에 있어서,

상기 에너지는 도가니 본체의 내벽 일부 내지 전 영역에 인가되는 도가니의 표면처리 방법.

청구항 5

제 3항에 있어서,

상기 레이저는 면, 선 또는 점 조사되며, 코팅층을 형성하고자 하는 본체의 내벽 영역에 일정 속도로 이동 조사(scan)되는 도가니의 표면처리 방법.

청구항 6

제 3항에 있어서,

상기 레이저는 적외선 레이저(infrared ray laser)인 도가니의 표면처리 방법.

청구항 7

제 6항에 있어서,

상기 레이저의 파워는 20 내지 60W이며, 상기 레이저는 0.1 μ m/s 내지 1mm/s의 속도로 이동 조사되는 도가니의 표면처리 방법.

청구항 8

제 1항에 있어서,

상기 내화물은 알루미나, 질화알루미늄, 지르코니아 또는 베리아인 도가니의 표면처리 방법.

청구항 9

제 1항 내지 제 8항에서 선택되는 어느 한 항의 제조방법으로 제조되는 파이로프로세싱 공정의 액체 금속 담지용 도가니.

청구항 10

내벽에 도가니 본체와 동일한 내화물의 비정질 코팅층이 형성된 파이로프로세싱 공정의 액체 금속 담지용 도가니.

청구항 11

제 10항에 있어서,

상기 비정질 코팅층은 도가니 본체의 부분용융에 의해 형성된 파이로프로세싱 공정의 액체 금속 담지용 도가니.

청구항 12

제 10항에 있어서,

상기 내화물은 알루미늄, 질화알루미늄, 지르코니아 또는 베리아인 파이로프로세싱 공정의 액체 금속 담지용 도가니.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 사용후핵연료의 파이로프로세싱 공정에서 액체 금속을 담지하는 도가니 및 이의 표면처리 방법에 관한 것으로, 상세하게, 파이로프로세싱 공정 중 액체 금속(음극)을 이용한 전해제련 공정시 액체 금속을 담지하는 도가니 및 이의 표면처리 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 미국, 프랑스, 일본, 러시아와 같은 나라들은 원자력 발전소에서 사용한 사용후핵연료를 습식법인 질산과 용매 추출법을 이용해 재활용하고 있다. 순수한 플루토늄을 추출할수 있는 습식법의 대체방법인 파이로프로세싱은 물질의 전기화학성질을 이용한 세계적으로 이미 잘 알려진 핵확산 저항성을 가진 방법이다.

[0003] 대한민국 공개특허 제2013-0078196호와 같이, 파이로프로세싱 공정중에서 전해제련공정은 액체금속음극을 사용하여 사용후핵연료 원소중의 초우라늄 및 희토류물질을 회수하는 방법이다. 액체금속음극을 사용하여 초우라늄 물질을 회수하기 때문에 도가니 재료는 전기적으로 절연되어야 한다. 또한 용융염과의 화학적 안정성은 물론 환원추출시 금속 Li의 영향도 고려해야 한다. 환원추출 공정은 환원제를 이용하여 용융염 내에 존재하는 두가지 이상의 원소 그룹 중 한가지 그룹 원소들을 선택적으로 환원시켜 분리하는 공정이다.

[0004] 전기적으로 절연된 세라믹 용기는 초우라늄, 희토류 물질을 포함하고 있는 액체금속음극을 담고 있다. 세라믹 용기에 담겨져 있는 액체금속음극 물질은 도가니 재료와 화학적으로 반응성이 크다. 도가니 표면에 존재하는 기공은 액체금속음극 물질이 도가니 내부로 침투하여 화학적 반응을 가속시킨다. 내부로 침투된 물질은 도가니와 반응하여 파괴시키게 되어 연속공정에 문제를 줄 뿐만 아니라 공정 마다 핵폐기물을 발생시킨다.

[0005] 이에, 본 출원인은 상기에 언급한 기술의 단점을 보완코자 액체금속음극과 반응성을 억제하는 세라믹 도가니 소재 및 표면처리 기술을 제공하고자 한다.

선행기술문헌

특허문헌

[0006] (특허문헌 0001) 대한민국 공개특허 제2013-0078196호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명은 도가니의 표면에 열린 기공이 최소화됨으로써, 액체 금속과의 반응을 방지하고, 액체 금속에 의해 도가니가 파손되는 것을 방지할 수 있으며, 파이로프로세싱 공정에 의해 발생되는 2차 방사성 폐기물의 양을 최소화할 수 있는 도가니 및 이의 표면처리 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0008] 본 발명에 따른 도가니의 표면처리 방법은 파이로프로세싱 공정의 액체 금속 담지용 도가니의 표면처리 방법이며, 내화물을 함유하는 도가니 본체에 에너지를 인가하여, 도가니 본체의 표면층을 용융시키는 단계;를 포함한다.
- [0009] 본 발명의 일 실시예에 따른 도가니의 표면처리 방법에 있어, 용융된 상기 표면층의 냉각에 의해 비정질상의 코팅층이 형성될 수 있다.
- [0010] 본 발명의 일 실시예에 따른 도가니의 표면처리 방법에 있어, 상기 에너지의 인가는 레이저의 조사일 수 있다.
- [0011] 본 발명의 일 실시예에 따른 도가니의 표면처리 방법에 있어, 상기 에너지는 도가니 본체의 내벽 일부 내지 전 영역에 인가될 수 있다.
- [0012] 본 발명의 일 실시예에 따른 도가니의 표면처리 방법에 있어, 상기 레이저는 면, 선 또는 점 조사될 수 있으며, 코팅층을 형성하고자 하는 본체의 내벽 영역에 일정 속도로 이동 조사(scan)될 수 있다.
- [0013] 본 발명의 일 실시예에 따른 도가니의 표면처리 방법에 있어, 상기 레이저는 적외선 레이저(infrared ray laser)일 수 있다.
- [0014] 본 발명의 일 실시예에 따른 도가니의 표면처리 방법에 있어, 상기 레이저의 파워는 20 내지 60W일 수 있으며, 레이저는 0.1 μ m/s 내지 1mm/s의 속도로 이동 조사될 수 있다.
- [0015] 본 발명의 일 실시예에 따른 도가니의 표면처리 방법에 있어, 상기 내화물은 알루미늄, 질화알루미늄, 지르코니아 또는 베리아일 수 있다.
- [0016] 본 발명은 상술한 제조방법으로 제조되는 파이로프로세싱 공정의 액체 금속 담지용 도가니를 포함한다.
- [0017] 본 발명에 따른 도가니는, 파이로프로세싱 공정의 액체 금속 담지용 도가니이며, 내벽에 도가니 본체와 동일한 내화물의 비정질 코팅층이 형성된 도가니일 수 있다.
- [0018] 본 발명의 일 실시예에 따른 도가니에 있어, 상기 비정질 코팅층은 도가니 본체의 부분용융에 의해 형성된 것일 수 있다.
- [0019] 본 발명의 일 실시예에 따른 도가니에 있어, 상기 내화물은 알루미늄, 질화알루미늄, 지르코니아 또는 베리아일 수 있다.
- [0020] 본 발명은 상술한 도가니를 이용한 파이로프로세싱 공정을 포함한다.

발명의 효과

- [0021] 종래에 사용되는 내화물 도가니, 특히 알루미늄 도가니는 액체금속과의 반응성이 크기 때문에 연속적인 사용이 어려우며, 이에 따른 2차 핵폐기물을 야기시킨다. 본 발명은 도가니 본체에 에너지를 인가하여 도가니 표면층을 부분적으로 용융시켜 비정질 코팅층을 형성시킴에 따라, 도가니 표면에 존재하는 기공을 최소화할 수 있으며, 이에 의해, 도가니와 액체금속과의 반응성을 줄일 수 있는 장점이 있고, 연속적인 전해제련공정이 가능해 지며 2차 핵폐기물 생성을 억제 할 수 있는 장점이 있다. 또한, 본 발명에 따른 도가니는 액체금속의 이송장치로 사용 가능하며, 표면 기공이 치유되어 매끈한 표면을 가짐에 따라, 종래의 내화물(알루미늄) 대비 액체금속의 성분인 초우라늄 물질의 손실을 줄일 수 있는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

- [0022] 도 1은 레이저 표면처리 전, 후 알루미늄 시편과 액체비스무스음극 간 시간에 따른 접촉각 변화를 도시한 모식도이며
- 도 2는 레이저 표면처리 된 후 유리질 상으로 변한 알루미늄 표면을 관찰한 사진으로, (a)는 레이저 파워 30W, (b)는 레이저 파워 40W, (c)는 레이저 파워 50W인 경우 제조된 샘플의 결과이며,

도 3은 레이저 표면처리 전, 후의 알루미늄 표면을 관찰한 주사전자현미경 사진이며,

도 4는 레이저 표면처리 전, 후의 단면 사진과 액체금속음극 성분의 침투깊이를 XPS 및 EDS로 측정한 결과로, a)는 레이저 표면처리 전, 후의 단면 모습이며 b)는 XPS를 이용한 레이저 표면처리 전, 후의 액체비스무스음극 성분인 Li의 침투깊이를 분석한 결과이며 c), d)는 레이저 표면처리 전, 후의 액체비스무스음극 성분인 Bi의 침투깊이를 분석한 결과이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0023] 이하 첨부한 도면들을 참조하여 본 발명의 도가니 및 이의 표면처리 방법을 상세히 설명한다. 다음에 소개되는 도면들은 당업자에게 본 발명의 사상이 충분히 전달될 수 있도록 하기 위해 예로서 제공되는 것이다. 따라서, 본 발명은 이하 제시되는 도면들에 한정되지 않고 다른 형태로 구체화될 수도 있으며, 이하 제시되는 도면들은 본 발명의 사상을 명확히 하기 위해 과장되어 도시될 수 있다. 이때, 사용되는 기술 용어 및 과학 용어에 있어서 다른 정의가 없다면, 이 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 통상적으로 이해하고 있는 의미를 가지며, 하기의 설명 및 첨부 도면에서 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있는 공지 기능 및 구성에 대한 설명은 생략한다.
- [0024] 본 발명에 따른 도가니의 표면처리 방법은 파이로프로세싱 공정의 액체 금속 담지용 도가니의 표면처리 방법이며, 내화물을 함유하는 도가니 본체에 에너지를 인가하여, 도가니 본체의 표면층을 용융시키는 단계(부분용융단계);를 포함한다.
- [0025] 구체적으로, 본 발명에 따른 도가니의 표면처리 방법은 사용후핵연료의 파이로프로세싱 공정 중, 액체 금속(음극)을 이용한 전해제련 공정시 액체 금속을 담지하는 도가니의 표면처리 방법일 수 있다.
- [0026] 도가니 본체는 액체 금속이 수용되는 내부공간이 마련된 본체일 수 있으며, 도가니 본체는 내화물로 이루어질 수 있다. 도가니 본체를 이루는 내화물은 알루미늄, 질화알루미늄, 지르코니아 또는 베리아일 수 있으며, 종게는 알루미늄일 수 있다.
- [0027] 부분용융단계는 도가니 본체에 에너지를 인가하여, 도가니 본체의 표면층을 선택적(부분적)으로 용융시키는 단계일 수 있다. 이때, 표면을 부분적으로 용융시키기 위한 에너지는 도가니 본체의 내벽 일부 내지 전 영역에 인가될 수 있다. 즉, 에너지는 액체 금속이 수용되는 도가니 본체의 내벽에 인가될 수 있으며, 적어도 액체 금속과 접하는 도가니 본체의 내벽 영역 내지 도가니 본체 내벽 전 영역에 에너지가 인가될 수 있다.
- [0028] 부분용융단계에서, 에너지의 인가에 의해 도가니 본체의 표면층, 구체적으로 내벽의 표면층이 용융되게 되는데, 용융된 표면층이 냉각되며 용융된 표면층에 의해 비정질상의 코팅층이 형성될 수 있다.
- [0029] 액체 금속과 접하는 도가니는 그 표면 거칠기가 크거나 기공들이 존재할 때, 액체 금속이 도가니 내부로 침투하거나 도가니와 빠르게 반응하여 도가니의 수명을 단축시키게 된다.
- [0030] 상술한 바와 같이, 본 발명에 따른 도가니의 표면처리 방법은 내화물의 재질적 특성상, 매우 거칠고 다량의 기공이 존재하는 도가니 표면에 에너지를 인가하여 표면을 부분적으로 용융시키고 이를 냉각시켜 비정질의 코팅층을 형성함에 따라, 도가니의 표면 거칠기를 현저하게 감소시킬 수 있으며 표면 기공을 효과적으로 제거할 수 있다. 이에 따라, 도가니의 내구성, 내부식성 및 안정성을 현저하게 향상되어 도가니의 수명을 향상시킬 수 있으며, 파이로프로세싱 공정에서 발생하는 2차 방사성 폐기물의 양을 줄일 수 있고, 연속적으로 전해제련 공정을 수행할 수 있는 장점이 있다.
- [0031] 상술한 바와 같이, 도가니에 인가되는 에너지에 의해 도가니 표면이 용융되고, 용융된 표면층이 냉각되며, 비정질상의 내화물 코팅층이 형성될 수 있다.
- [0032] 도가니 본체를 부분적으로 용융시켜, 즉, 그 표면만을 용융시켜 코팅층을 형성함에 따라, 도가니 본체와 코팅층은 물질상 동일한 내화물일 수 있다. 코팅층 또한 본체와 동일한 내화물임에 따라, 비정질상의 형성이 극히 용이하여, 단지 용융된 표면층의 자연적인 공냉에 의해서도 비정질상의 코팅층이 형성될 수 있다. 그러나, 냉각 내지 가온된 공기를 도가니에 불어넣어 용융된 표면층의 냉각 속도가 제어될 수 있음은 물론이다.
- [0033] 본 발명의 일 실시예에 따른 도가니의 표면처리 방법에 있어, 상기 에너지의 인가는 레이저의 조사인 것이 좋다. 레이저는 도가니의 내부는 용융시키지 않고 표면만을 선택적으로 용융시킬 수 있고, 도가니의 표면을 순간적으로 용융시킬 수 있으며, 조사되는 레이저의 파워를 조절하여 용융되는 표면층의 두께를 용이하고 재현성 있게 제어할 수 있는 장점이 있다.

- [0034] 본 발명의 일 실시예에 따른 도가니의 표면처리 방법에 있어, 상기 레이저는 도가니에 면, 선 또는 점 형태로 조사될 수 있으며, 코팅층을 형성하고자 하는 본체의 내벽 영역에 일정 속도로 이동 조사(scan)될 수 있다. 상세하게, 도가니 본체에 점(spot), 선(line) 또는 면(area)으로 레이저가 조사될 수 있으며, 도가니 본체의 코팅층을 형성하고자 하는 모든 표면 영역에 레이저가 조사되도록 일정 속도로 이동 조사될 수 있다. 이때, 코팅층을 형성하고자 하는 모든 표면 영역에 레이저가 순차적으로 이동 조사되도록, 레이저 발생 장치 자체가 이동할 수 있으며, 레이저 발생 장치가 고정된 상태에서, 도가니가 이동할 수 있으며, 레이저 발생 장치 및 도가니 모두가 이동할 수 있다. 구체적이며, 비 한정적인 일 예로, 도가니 내벽에 코팅층을 형성하기 위해, x,z,R축의 3축 스테이지를 이용하여 도가니를 회전 및 이동시키며 코팅층을 형성하고자 하는 모든 표면 영역에 레이저가 이동 조사되도록 할 수 있으나, 본 발명이 레이저의 이동 조사 방법 내지 이동 조사 장치에 의해 한정될 수 없음은 물론이다.
- [0035] 본 발명의 일 실시예에 따른 도가니의 표면처리 방법에 있어, 상기 레이저는 적외선 레이저(infrared ray laser)일 수 있다. 상세하게, 적외선 레이저는 0.8 내지 1,100 μm 범위의 파장을 가질 수 있으며, 구체적으로, 적외선 레이저는 갈륨-비소 반도체 레이저, 유리레이저, YAG 레이저, 헬륨-네온 레이저, 이산화탄소 레이저 또는 시안레이저에 의해 발생하는 적외선 광일 수 있으며, 종게는 이산화탄소 레이저에 의해 발생하는 적외선 광일 수 있다.
- [0036] 본 발명의 일 실시예에 따른 도가니의 표면처리 방법에 있어, 상기 레이저의 파워는 20 내지 60W일 수 있으며, 레이저는 0.1 $\mu\text{m/s}$ 내지 1mm/s의 속도(scan rate)로 이동 조사될 수 있다. 레이저의 파워가 20W 미만으로 너무 낮거나 레이저의 이동 조사 속도가 1mm/s를 초과하여 너무 빠른 경우, 도가니 표면이 용융되지 못하거나, 극히 얇은 두께로 용융되어 코팅층의 물리적 안정성이 떨어질 위험이 있고, 대면적의 도가니에 균일하게 코팅층이 형성되지 않을 위험이 있다. 레이저의 파워가 60W를 초과하여 너무 높거나 레이저의 이동 조사 속도가 0.1 $\mu\text{m/s}$ 미만으로 너무 느린 경우, 표면층의 부분 용융에 의한 표면 거칠기 감소 및 표면 기공의 치유 효과 증대는 미미한 반면, 과도한 에너지 인가에 의해 매우 두꺼운 비정질 코팅층이 형성되어, 본체와의 열응력 차이에 의해 물리적으로 취약해질 위험이 있다.
- [0037] 본 발명은 상술한 제조방법으로 제조되는 파이로프로세싱 공정의 액체 금속 담지용 도가니를 포함한다.
- [0038] 본 발명은 파이로프로세싱 공정의 액체 금속 담지용 도가니를 포함한다. 상세하게, 본 발명에 따른 도가니는, 파이로프로세싱 공정, 구체적으로 사용후핵연료의 파이로프로세싱 공정 중 액체 금속(음극)을 이용한 전해제련 공정시 액체 금속을 담지하는 액체 금속 담지용 도가니이며, 내벽에 도가니 본체와 동일한 내화물의 비정질 코팅층이 형성된 도가니일 수 있다.
- [0039] 도가니 본체는 액체 금속이 수용되는 내부공간이 마련된 본체일 수 있으며, 도가니 본체는 내화물로 이루어질 수 있다. 도가니 본체를 이루는 내화물은 알루미늄, 질화알루미늄, 지르코니아 또는 베리아일 수 있으며, 종게는 알루미늄일 수 있다.
- [0040] 도가니 본체와 동일한 내화물의 비정질상 코팅층은 적어도 도가니에 담지되는 액체 금속과 접하는 도가니 내벽 영역에 위치할 수 있으며, 도가니 내벽 전 영역에 위치할 수 있다.
- [0041] 비정질상 코팅층은 도가니 본체의 부분용융에 의해 형성된 것일 수 있다. 구체적으로, 비정질상 코팅층은 도가니 본체에서 코팅층을 형성하고자 하는 도가니 본체 표면 영역(적어도 액체 금속과 접하는 영역을 포함함)에 인가되는 에너지에 의해 용융된 도가니 본체의 표면 영역이 냉각되어 형성된 것일 수 있다.
- [0042] 즉, 비정질상 코팅층의 비정질상은 도가니 본체로부터 형성된 것일 수 있으며, 도가니 본체의 표면이 부분적으로 용융 및 냉각되어 형성된 것일 수 있다.
- [0043] 이에 따라, 알루미늄, 질화알루미늄, 지르코니아 또는 베리아와 같은 내화물자체의 물성에 의해, 거칠고 다량의 기공이 존재하는 도가니의 표면이 에너지 인가에 의해 용융되고 냉각됨으로써, 표면 기공이 치유된 매우 매끈한 표면을 가질 수 있다. 또한, 비정질 코팅층은 도가니와 액체 금속간의 화학적 반응을 방지하여, 파이로프로세싱 공정, 구체적으로, 파이로프로세싱 공정 중 전해제련 공정 온도에서 도가니의 젖음 특성 열화를 방지하여, 160 °에 이르는 높은 접촉각(비정질 코팅층이 형성된 도가니와 액체 금속간의 접촉각)이 안정적으로 장시간동안 유지될 수 있다.
- [0044] 이때, 앞서 상술한 표면 처리 방법에서 상술한 바와 같이, 도가니 본체의 표면 처리를 위해 인가되는 에너지는 레이저, 종게는 적외선 레이저일 수 있다. 이러한 레이저 조사에 의해 도가니 본체의 표면만을 선택적으로 가열

및 용융시킬 수 있으며, 용융되는 표면층의 두께가 균일하고 정밀하게 조절될 수 있다.

[0045] 도가니 본체 표면의 부분 용융에 의해 형성되는 비정질 코팅층의 두께는 $5\mu\text{m}$ 내지 $50\mu\text{m}$, 종계는 $5\mu\text{m}$ 내지 $30\mu\text{m}$ 일 수 있다. 이러한 비정질 코팅층의 두께는 도가니 본체 표면에 기 존재하던 기공 및 거칠기를 효과적으로 치유하면서도, 에너지 인가, 특히 레이저 조사에 의해 안정적으로 균일하게 코팅층이 형성될 수 있는 두께이며, 열응력에 의한 물리적 열화를 최소화할 수 있는 두께이다.

[0046] 본 발명은 상술한 도가니를 이용한 파이로프로세싱 공정을 포함한다. 상세하게, 본 발명은 상술한 도가니를 이용한 사용후핵연료의 전해제련 공정을 포함한다. 전해제련 공정은 액체금속을 음극으로 사용하여 사용후핵연료 원소중의 초우라늄 및 희토류물질을 회수하는데 사용되는 통상적인 전해제련 공정을 모두 포함하며, 액체 금속은 사용후핵연료의 전해제련 공정에 음극으로 통상적으로 사용되는 모든 액체 금속을 포함한다. 비한정적이며 구체적인 일 예로, 액체금속 음극은 액체비스무스 음극을 포함할 수 있으며, 액체비스무스 음극은 Ce, La, Nd, Pr 및 Li에서 하나 또는 둘 이상 선택되는 원소를 더 함유할 수 있다.

[0047] 본 발명은 상술한 도가니를 이용한 연속적인 전해제련 공정을 포함한다. 전해제련 공정 후, 전해제련 공정에 사용된 액체금속을 회수하는 과정에서, 상술한 도가니(전해제련 공정에 사용된 액체금속이 담긴 본 발명에 따른 도가니)는 전해제련 공정과 동일 내지 유사한 온도로 유지되는 열자켓에 싸여 이동될 수 있다. 도가니는 사용후 액체금속 보관용기 상부로 이동되고, 사용후 액체금속 보관용기에 기 사용된 액체금속을 투입한 후, 다시 전해제련 공정에 사용될 수 있다. 이때, 도가니의 이동시 도가니는 항상 열자켓에 의해 보호될 수 있음은 물론이다. 열자켓은 도가니의 온도를 전해제련 공정과 동일 내지 유사한 온도로 유지할 수 있는 어떠한 가열 수단이라도 가능하다. 구체적인 일 예로, 열자켓은 도가니를 내부에 담지하거나 감쌀 수 있는 단열체이거나, 줄열을 발생시키는 히팅 수단이 구비된 단열체일 수 있다. 구체적이며, 비 한정적인 일 예로, 열자켓은 상술한 도가니 자체를 담지할 수 있는 보온용 도가니일 수 있다. 상술한 열자켓은 도가니의 냉각에 의해 발생할 수 있는 열응력에 의해 도가니가 파손되는 것을 방지하기 위한 것임에 따라, 열자켓에 의해 도가니의 온도가 전해제련 공정과 동일 내지 유사한 온도로 유지되는 정도이면 무방하다. 구체적인 일 예로, 열자켓에 의해 도가니의 온도는 전해제련 공정이 수행되는 온도(T_1)를 기준으로 0.7 내지 1배의 온도($0.7T_1 \sim T_1$)로 유지될 수 있다.

[0048] (실시예)

[0049] 알루미늄 시편 ($20\text{mm} \times 20\text{mm} \times 2\text{t}$, 순도99.6%)에 레이저를 조사하여 비정질 코팅층을 형성하였다. $10.64\mu\text{m}$ 파장을 갖는 이산화탄소 레이저를 이용하였으며, 레이저 파워는 30W, 초점 크기는 1mm, 공정속도는 0.5mm/s의 조건으로 레이저 표면처리를 실시하였다. 표면처리 된 시편은 레이저에 의해 국부적으로 용융되었다. 레이저가 이동 조사됨에 따라, 레이저가 기 조사되던 영역은 공냉되었으며, 투명한 비정질의 코팅층이 형성되는 것을 확인하였다.

[0050] 표면처리 된 알루미늄 시편은 Scanning Electron Microscope(SEM)로 표면을 관찰하였고, 액체금속음극 성분의 알루미늄 도가니 침투 깊이를 측정하기 위해 X-ray Photoelectron Spectroscopy(XPS)와 Energy Dispersive Spectrometer (EDS)를 이용하여 분석하였다. 레이저 표면처리 전, 후 의 표면 반응성 측정을 하기 위해 액체금속음극을 이용하여 알루미늄과 액체금속음극간의 접촉각을 측정하였다. 접촉각 실험에 사용된 액체금속음극인 액체비스무스음극은 La족 원소의 용해도를 고려하여 0.5wt% Li과 50wt%Ce, 29wt% La, 15wt% Nd, 5wt% Pr의 조성을 가지는 0.4wt%Misch-Metal를 첨가하였다. 접촉각 측정은 전해제련 공정온도인 500°C 에서 측정되었으며, 공정 시간(0~60min)에 따른 접촉각 변화를 측정하여, 아래의 표 1에 도시하였으며, 표 1의 결과를 바탕으로 한 개념도를 도 1에 도시하였다.

[0051] (표 1)

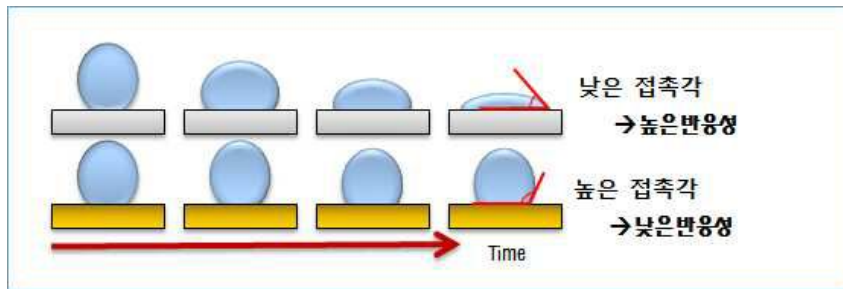
Laser power(W)	0min	5min	10min	20min	30min	60min	120min
As received	145°	144°	142°	138°	135°	131°	130°
30	160°	160°	160°	160°	160°	160°	160°
40	160°	160°	160°	160°	160°	160°	160°
50	160°	160°	160°	160°	160°	160°	160°

[0052]

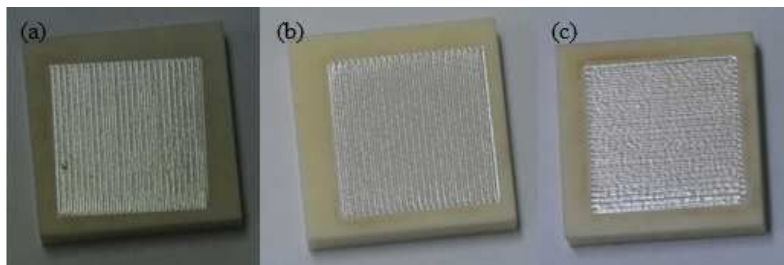
- [0053] 표 1에서 알 수 있듯이, 표면처리된 알루미늄의 경우, 표면처리 전 알루미늄 샘플(As received)보다 높은 접촉각을 가질 뿐만 아니라, 시간이 흘러도 접촉각이 변화되지 않고 초기(0min)의 접촉각이 유지되는 것을 알 수 있었다. 반면 표면처리되지 않은 알루미늄 샘플의 경우 시간이 지남에 따라 접촉각이 작아짐을 확인할 수 있었다. 이를 통해 표면처리에 의해 형성된 비정질 코팅층에 의해 액체금속과 도가니간의 반응이 현저하게 방지됨을 확인하였다.
- [0054] 도 2는 레이저 파워를 30W(도 2(a)), 40W(도 2(b)) 또는 50W(도 2(c))로 하여 앞서 상술한 바와 동일하게 표면처리된 알루미늄 샘플의 표면을 관찰한 광학사진이며, 도 3은 레이저 파워를 30W로 하여 표면처리된 알루미늄 샘플의 표면을 관찰한 광학사진(도 3(a)) 및 주사전자현미경 사진(도 3(b))이다. 도 2 및 도 3에서, 흰색 부분은 레이저 표면처리된 영역이며, 가장자리 영역은 레이저 표면처리되지 않은 알루미늄 샘플 자체이다.
- [0055] 표면처리된 알루미늄은 도2와 같이 그 표면에 유리질 상의 투명 코팅층이 형성된 것을 확인하였으며, 도 3과 같이 주사전자현미경을 이용하여 표면 상태를 관찰한 결과, 알루미늄의 레이저 표면처리 후 표면에 존재하던 기공이 제거되고 매우 매끈한 표면이 형성된 것을 확인하였다.
- [0056] 알루미늄의 레이저 표면처리 전, 후의 액체비스무스음극 성분의 침투깊이 분석
- [0057] 도 4(a)는 표면처리된 알루미늄 샘플의 단면을 관찰한 주사전자현미경 사진이며, 도4(b)는 접촉각 실험을 통해 알루미늄 내부로 침투한 Bi와 Li을 XPS로 정량 분석한 결과를 도시한 것이다. 유리질 상의 영향으로 Li의 침투깊이가 레이저 표면처리 후 크게 감소한 것을 확인하였다. 도4(c)는 표면처리 전 접촉각 실험을 통해 Bi의 침투깊이를 분석한 결과이며, 도4(d)는 표면처리 후 접촉각 실험을 통해 Bi의 침투 깊이를 분석한 결과이다. 도4의 c)에서 나타난 바와 같이 표면처리 전 시편은 Bi가 침투 하였으나, 표면처리 후에는 알루미늄의 내부로 Bi가 침투하지 못한 것을 확인하였다. 이를 통해, 비정질상의 코팅층에 의해, Li 및 Bi의 침투가 효과적으로 방지됨을 알 수 있었다.
- [0058] 3축 스테이지를 이용한 알루미늄 도가니의 표면처리
- [0059] 알루미늄 도가니 내부를 표면처리 하기 위하여 x,z,R 축을 이용하였다. 알루미늄 도가니를 45° 로 기울였으며, 기울어진 알루미늄 도가니를 R축을 이용하여 도가니 바닥을 기준으로 회전시켰다. 레이저 표면처리의 연속적인 공정을 위해 x축과 z축을 2 μ m/s 로 이동시켰다. 연속적으로 움직이는 3축 스테이지에 레이저를 조사하여 도가니 내부 벽면을 유리질 상으로 코팅하였으며, 알루미늄 도가니 내부 바닥부분은 3축 스테이지를 사용하지 않고 코팅하였다.
- [0060] 레이저 표면처리 된 알루미늄 도가니를 이용한 액체금속음극 이송
- [0061] 전해제련 공정 후 액체금속음극을 회수하기 위해, 표면처리 된 알루미늄 도가니를 보호하기 위한 보온용 도가니를 이용하여 이동시켰다. 액체금속음극을 차가운 몰드에 부은 뒤 레이저 표면처리 된 알루미늄 도가니는 다시 전해제련 공정에 사용하였다. 레이저 표면처리 된 알루미늄 도가니는 도가니 표면에 생성된 유리질 상에 의해, 액체금속음극과의 반응성이 낮고 기공이 적어 초우라늄물질의 손실을 줄일 수 있었다.
- [0062] 이상과 같이 본 발명에서는 특정된 사항들과 한정된 실시예 및 도면에 의해 설명되었으나 이는 본 발명의 보다 전반적인 이해를 돕기 위해서 제공된 것일 뿐, 본 발명은 상기의 실시예에 한정되는 것은 아니며, 본 발명이 속하는 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 이러한 기재로부터 다양한 수정 및 변형이 가능하다.
- [0063] 따라서, 본 발명의 사상은 설명된 실시예에 국한되어 정해져서는 아니되며, 후술하는 특허청구범위뿐 아니라 이 특허청구범위와 균등하거나 등가적 변형이 있는 모든 것들은 본 발명 사상의 범주에 속한다고 할 것이다.

도면

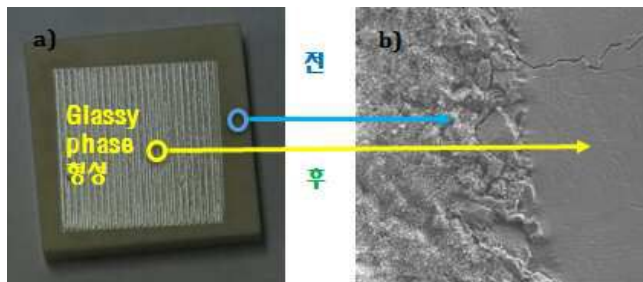
도면1



도면2



도면3



도면4

