



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2019년08월01일
(11) 등록번호 10-2006215
(24) 등록일자 2019년07월26일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01G 49/08 (2006.01) B01J 19/00 (2018.01)
B01J 19/26 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C01G 49/08 (2013.01)
B01J 19/0066 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2018-0012124
(22) 출원일자 2018년01월31일
심사청구일자 2018년01월31일
(56) 선행기술조사문헌
KR101480169 B1*
KR101556671 B1*
KR101455040 B1
KR100853832 B1
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
충남대학교산학협력단
대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)
(72) 발명자
김천중
대전광역시 유성구 노은서로210번길 32, 411동
404호(지족동, 열매마을아파트4단지)
김도진
대전광역시 유성구 상대남로 26, 917동 703호(상대동, 도안신도시9블록 트리폴시티아파트)
윤홍관
대전광역시 유성구 유성대로822번길 17, 305호(장대동)
(74) 대리인
리앤목특허법인

전체 청구항 수 : 총 10 항

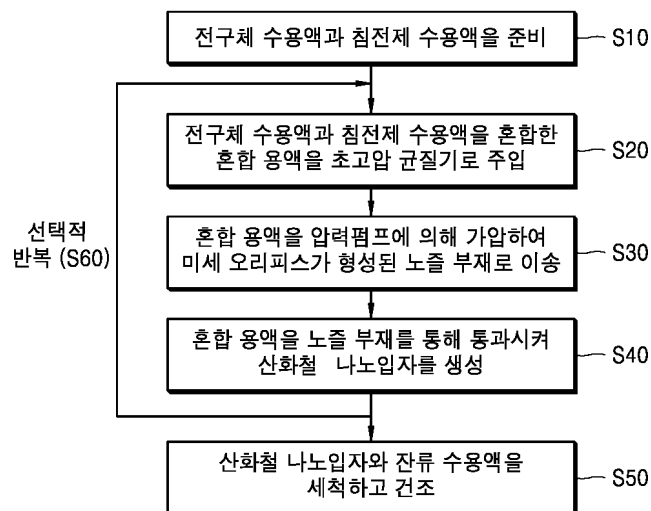
심사관 : 강민구

(54) 발명의 명칭 초고압 분산 장치를 사용한 산화철 나노입자의 제조 방법

(57) 요약

산화철 나노입자의 제조 방법은, 전구체 수용액과 침전제 수용액을 준비하는 단계; 상기 전구체 수용액과 상기 침전제 수용액을 혼합하여 혼합 용액을 생성하는 단계; 생성된 상기 혼합 용액을 초고압 균질기로 주입하는 단계; 주입된 상기 혼합 용액을 압력펌프에 의해 가압하여 미세 오리피스가 형성된 노즐 부재로 이송하는 단계; 가압된 상기 혼합 용액을 상기 노즐 부재를 통해 통과시켜 산화철 나노입자를 생성하는 단계; 및 상기 산화철 나노입자와 잔류 수용액을 배출하는 단계;를 포함하며, 상기 산화철 나노입자를 생성하는 단계 동안 상기 노즐 부재는 40℃ 내지 80℃의 범위로 가열된다.

대표도 - 도5



(52) CPC특허분류

B01J 19/26 (2013.01)

C01P 2004/64 (2013.01)

C01P 2006/42 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

전구체 수용액과 침전제 수용액을 준비하는 단계;

상기 전구체 수용액과 상기 침전제 수용액을 혼합하여 혼합 용액을 생성하는 단계;

생성된 상기 혼합 용액을 초고압 균질기로 주입하는 단계;

주입된 상기 혼합 용액을 압력펌프에 의해 가압하여 미세 오리피스가 형성된 노즐 부재로 이송하는 단계;

가압된 상기 혼합 용액을 상기 노즐 부재를 통해 통과시켜 산화철 나노입자를 생성하는 단계; 및

상기 산화철 나노입자와 잔류 수용액을 배출하는 단계;를 포함하며,

상기 노즐 부재는,

제1 미세 오리피스를 포함하는 제1 노즐 유닛과,

상기 제1 미세 오리피스보다 작은 직경을 갖는 제2 미세 오리피스를 포함하며, 상기 제1 노즐 유닛에 직렬 연결되는 제2 노즐 유닛을 포함하고,

상기 제1 미세 오리피스 및 상기 제2 미세 오리피스 주위에 가열 장치가 구비되며,

상기 산화철 나노입자를 생성하는 단계 동안 상기 제1 미세 오리피스와 상기 제2 미세 오리피스는 상기 가열 장치에 의해 40℃ 내지 80℃의 범위로 가열되고,

상기 산화철 나노입자를 생성하는 단계 동안 상기 혼합 용액은 상기 제1 노즐 유닛과 상기 제2 노즐 유닛을 순차적으로 통과하는 것을 특징으로 하는 산화철 나노입자의 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 혼합 용액을 상기 노즐 부재로 이송하는 단계에서, 상기 혼합 용액에 가해지는 압력이 200 내지 3000 bar 이고,

상기 제1 노즐 유닛을 통과하는 상기 혼합 용액에 가해지는 압력이 상기 제2 노즐 유닛을 통과하는 상기 혼합 용액에 가해지는 압력보다 더 작은 것을 특징으로 하는 산화철 나노입자의 제조 방법.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 혼합 용액을 상기 노즐 부재로 이송하는 단계에서, 상기 혼합 용액에 가해지는 압력에 의해 상기 혼합 용액에 나노입자 생성을 위한 에너지가 전달되어 상기 산화철 나노입자가 100 나노미터 이하의 평균 입자 직경을 갖도록 형성되는 것을 특징으로 하는 산화철 나노입자의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 제1 노즐 유닛은,

제1 배관과,

제2 배관과,

상기 제1 배관 및 상기 제2 배관 사이의 상기 제1 미세 오리피스를 포함하며,

상기 제2 노즐 유닛은,

제2 배관에 연결된 제3 배관과,

제4 배관과,

상기 제3 배관 및 상기 제4 배관 사이의 상기 제2 미세 오리피스를 포함하는 것을 특징으로 하는 산화철 나노입자의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 전구체 수용액은,

염화철(III)[FeCl₃], 염화철(II)[FeCl₂], 질산철(III)[Fe(NO₃)₃], 아세트산철(II)[Fe(CH₃COOH)₂], 및 황산철(II)[FeSO₄] 중 적어도 하나를 포함하는 것을 특징으로 하는 산화철 나노입자의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 침전제 수용액은,

암모니아수, 수산화나트륨, 수산화칼륨, 탄산나트륨, 탄산수소나트륨, 테트라메틸암모늄, 메탄올, 에탄올, 프로판올, 부탄올, 펜탄올 및 2-프로판올 중 적어도 하나를 포함하는 것을 특징으로 하는 산화철 나노입자의 제조방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 산화철 나노입자는 30 내지 80 나노미터의 평균 입자 직경을 가지며,

상기 산화철 나노입자는 Fe₃O₄를 포함하며, 상기 산화철 나노입자는 FeO(OH) 상을 포함하지 않는 것을 특징으로 하는 산화철 나노입자의 제조방법.

청구항 8

제7항에 있어서,

상기 산화철 나노입자는 50 내지 80의 포화 자기 모멘트를 나타내는 것을 특징으로 하는 산화철 나노입자의 제조방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

배출된 상기 산화철 나노입자와 상기 잔류 수용액을 순환 배관을 통해 상기 초고압 균질기로 주입하는 단계;

상기 산화철 나노입자와 상기 잔류 수용액을 상기 압력펌프에 의해 가압하여 상기 노즐 부재로 이송하는 단계; 및

상기 산화철 나노입자와 상기 잔류 수용액을 상기 노즐 부재를 통과시키는 단계;를 반복하여 수행하는 단계를 더 포함하는 산화철 나노입자의 제조방법.

청구항 10

제1항에 있어서,

상기 산화철 나노입자와 상기 잔류 수용액을 세척하고 건조하는 단계를 더 포함하고,

상기 산화철 나노입자와 상기 잔류 수용액을 세척하고 건조하는 단계는, 상기 산화철 나노입자와 상기 잔류 수용액을 배출하는 단계 이후에 대기로 노출되지 않는 분위기에서 수행되는 것을 특징으로 하는 산화철 나노입자

의 제조방법.

청구항 11

삭제

청구항 12

삭제

청구항 13

삭제

청구항 14

삭제

청구항 15

삭제

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명의 기술적 사상은 초고압 분산 장치를 사용한 산화철 나노입자의 제조 방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는, 전구체 수용액과 침전제 수용액의 혼합액으로부터 초고압 분산 장치를 사용하여 산화철 나노입자를 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 산화철 나노입자는 화장품, 촉매, 염료, 자성 저장 매체 등 다양한 응용 분야를 갖는 물질이며, 특히 수처리, 고체 로켓 추진제, 고기능 화장품, 코팅제, 전도성 폴리머, 보안 잉크 등 새로운 응용 분야로 그 용도가 더욱 확대되고 있는 물질이다. 산화철 나노입자는 자성을 나타내므로 조영제 또는 약물 전달 시스템 등에서의 사용을 위한 많은 연구가 진행되고 있다. 일반적인 산화철 나노입자의 제조 방법은 저온에서 금속-계면활성제의 열분해 방법을 이용하거나 고온에서 열분해에 의해 산화철을 합성한 후 분리 공정을 통하여 나노입자를 생산한다. 그러나 이러한 공정들은 제조 비용이 높거나, 제조 시간이 길거나, 또는 제조 원료의 유독성 등에 의해 산업적인 대량생산에 적합하지 않다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0003] 본 발명의 기술적 사상이 이루고자 하는 기술적 과제는 친환경적이고 양산성이 우수한 산화철 나노입자의 제조 방법을 제공하는 것이다.

[0004] 본 발명의 기술적 사상이 이루고자 하는 기술적 과제는 균일한 나노사이즈의 입자 분포를 갖는 한편 우수한 자성 특성을 나타내는 산화철 나노입자의 제조 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0005] 상기 기술적 과제를 달성하기 위한 본 발명의 기술적 사상에 따른 산화철 나노입자의 제조 방법은, 전구체 수용액과 침전제 수용액을 준비하는 단계; 상기 전구체 수용액과 상기 침전제 수용액을 혼합하여 혼합 용액을 생성하는 단계; 생성된 상기 혼합 용액을 초고압 균질기로 주입하는 단계; 주입된 상기 혼합 용액을 압력펌프에 의해 가압하여 미세 오리피스가 형성된 노즐 부재로 이송하는 단계; 가압된 상기 혼합 용액을 상기 노즐 부재를 통해 통과시켜 산화철 나노입자를 생성하는 단계; 및 상기 산화철 나노입자와 잔류 수용액을 배출하는 단계;를 포함하며, 상기 산화철 나노입자를 생성하는 단계 동안 상기 노즐 부재는 40℃ 내지 80℃의 범위로 가열된다.

[0006] 예시적인 실시예들에서, 상기 혼합 용액을 상기 노즐 부재로 이송하는 단계에서, 상기 혼합 용액에 가해지는 압

력이 200 내지 3000 bar일 수 있다.

- [0007] 예시적인 실시예들에서, 상기 혼합 용액을 상기 노즐 부재로 이송하는 단계에서, 상기 혼합 용액에 가해지는 압력에 의해 상기 혼합 용액에 나노입자 생성을 위한 에너지가 전달되어 상기 산화철 나노입자가 100 나노미터 이하의 평균 입자 직경을 갖도록 형성될 수 있다.
- [0008] 예시적인 실시예들에서, 상기 산화철 나노입자는 30 내지 80 나노미터의 평균 입자 직경을 가질 수 있다.
- [0009] 예시적인 실시예들에서, 상기 전구체 수용액은, 염화철(III)[FeCl₃], 염화철(II)[FeCl₂], 질산철(III)[Fe(NO₃)₃], 아세트산철(II)[Fe(CH₃COOH)₂], 및 황산철 (II)[FeSO₄] 중 적어도 하나를 포함할 수 있다.
- [0010] 예시적인 실시예들에서, 상기 침전제 수용액은, 암모니아수, 수산화나트륨, 수산화칼륨, 탄산나트륨, 탄산수소나트륨, 테트라메틸암모늄, 메탄올, 에탄올, 프로판올, 부탄올, 펜탄올 및 2-프로판올 중 적어도 하나를 포함할 수 있다.
- [0011] 예시적인 실시예들에서, 상기 산화철 나노입자는 Fe₃O₄를 포함하며, 상기 산화철 나노입자는 FeO(OH) 상을 포함하지 않을 수 있다.
- [0012] 예시적인 실시예들에서, 상기 산화철 나노입자는 50 내지 80의 포화 자기 모멘트를 나타낼 수 있다.
- [0013] 예시적인 실시예들에서, 배출된 상기 산화철 나노입자와 상기 잔류 수용액을 순환 배관을 통해 상기 초고압 균질기로 주입하는 단계; 상기 산화철 나노입자와 상기 잔류 수용액을 상기 압력펌프에 의해 가압하여 상기 노즐 부재로 이송하는 단계; 및 상기 산화철 나노입자와 상기 잔류 수용액을 상기 노즐 부재를 통과시키는 단계;를 반복하여 수행하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [0014] 예시적인 실시예들에서, 상기 산화철 나노입자와 상기 잔류 수용액을 세척하고 건조하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [0015] 상기 기술적 과제를 달성하기 위한 본 발명의 기술적 사상에 따른 산화철 나노입자의 제조 방법은, 전구체 수용액과 침전제 수용액을 준비하는 단계; 상기 전구체 수용액과 상기 침전제 수용액을 혼합탱크 내에 주입하고, 상기 혼합탱크 내에서 상기 전구체 수용액과 상기 침전제 수용액을 혼합하여 혼합 용액을 생성하는 단계; 상기 혼합 탱크 내에서 생성된 상기 혼합 용액을 초고압 균질기로 주입하는 단계; 상기 혼합 용액을 압력펌프에 의해 가압하여 미세 오리피스가 형성된 노즐 부재로 이송하는 단계; 상기 혼합 용액을 상기 노즐 부재를 통해 통과시켜 산화철 나노입자를 생성하는 단계; 상기 산화철 나노입자와 잔류 수용액을 배출하는 단계; 및 상기 산화철 나노입자와 상기 잔류 수용액을 세척하고 건조하는 단계;를 포함하며, 상기 산화철 나노입자를 생성하는 단계 동안 상기 노즐 부재는 40℃ 내지 80℃의 범위로 가열된다.
- [0016] 예시적인 실시예들에서, 상기 산화철 나노입자와 상기 잔류 수용액을 세척하고 건조하는 단계는, 상기 산화철 나노입자와 상기 잔류 수용액을 배출하는 단계 이후에 대기로 노출되지 않는 분위기에서 수행될 수 있다.
- [0017] 예시적인 실시예들에서, 상기 혼합 용액을 상기 노즐 부재를 통해 통과시켜 산화철 나노입자를 생성하는 단계는, 상기 혼합 용액을, 제1 미세 오리피스를 갖는 제1 노즐 유닛을 통해 통과시키는 단계와, 상기 제1 노즐 유닛을 통과한 상기 혼합 용액을, 제2 미세 오리피스를 갖는 제2 노즐 유닛을 통해 통과시키는 단계를 포함할 수 있다.
- [0018] 예시적인 실시예들에서, 상기 산화철 나노입자는 Fe₃O₄를 포함하며, 상기 산화철 나노입자는 FeO(OH) 상을 포함하지 않을 수 있다.
- [0019] 예시적인 실시예들에서, 상기 산화철 나노입자는 50 내지 80의 포화 자기 모멘트를 나타낼 수 있다.

발명의 효과

- [0020] 본 발명에 따른 산화철 나노입자의 제조 방법에 따르면, 전구체 수용액과 침전제 수용액을 혼합한 혼합 용액을 초고압 균질기로 주입하고, 상기 혼합 용액을 미세 오리피스가 형성된 노즐 부재를 통해 통과시켜 산화철 나노입자를 생성하며, 상기 노즐 부재는 약 40℃ 내지 80℃의 범위로 가열될 수 있다. 상기 노즐 부재를 통과시키는 과정에서 혼합 용액에 초고압이 가해짐과 동시에, 상기 노즐 부재가 고온으로 가열됨에 따라, 약 30 내지 80 나노미터의 평균 입자 직경을 갖는 균일한 분포의, Fe₃O₄의 상들이 우세하게 생성되는 산화철 나노입자가 얻어질

수 있다. 또한, 상기 제조 방법을 통해 얻어진 산화철 나노입자는 우수한 자성 특성을 나타낼 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0021] 도 1은 예시적인 실시예들에 따른 초고압 분산 장치(1)를 나타내는 개략도이다.
- 도 2는 도 1의 초고압 균질기(40) 중 노즐 부재(46)의 상세도이다.
- 도 3은 예시적인 실시예들에 따른 초고압 분산 장치(1A)를 나타내는 개략도이다.
- 도 4는 도 3의 초고압 균질기(40) 중 노즐 부재(46A)의 상세도이다.
- 도 5는 예시적인 실시예들에 따른 산화철 나노입자의 제조 방법을 나타내는 플로우 차트이다.
- 도 6은 예시적인 실시예들에 따라 제조된 산화철 나노입자의 X선 회절 분석 그래프이다.
- 도 7은 예시적인 실시예들에 따라 제조된 산화철 나노입자의 주사 전자 현미경(SEM) 이미지들이다.
- 도 8은 예시적인 실시예들에 따라 제조된 산화철 나노입자의 입자 분포도를 나타내는 그래프들이다.
- 도 9a 내지 도 9d는 예시적인 실시예들에 따라 제조된 산화철 나노입자의 포화 자기 모멘트를 나타내는 그래프들이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0022] 본 발명의 구성 및 효과를 충분히 이해하기 위하여, 첨부한 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시예들을 설명한다. 그러나 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라, 여러 가지 형태로 구현될 수 있고 다양한 변경을 가할 수 있다. 단지, 본 실시예들에 대한 설명은 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 본 발명이 속하는 기술 분야의 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위하여 제공되는 것이다. 첨부된 도면에서 구성 요소들은 설명의 편의를 위하여 그 크기를 실제보다 확대하여 도시한 것이며, 각 구성 요소의 비율은 과장되거나 축소될 수 있다.
- [0023] 어떤 구성 요소가 다른 구성 요소에 "연결되어" 있다거나 "접하여" 있다고 기재된 경우, 다른 구성 요소와 직접 연결될 수도 있으나, 중간에 또 다른 구성 요소가 존재할 수 있다고 이해되어야 할 것이다. 반면, 어떤 구성 요소가 다른 구성 요소의 "직접 연결되어" 있다거나 "직접 접하여" 있다고 기재된 경우에는, 중간에 또 다른 구성 요소가 존재하지 않는 것으로 이해될 수 있다. 구성 요소들 간의 관계를 설명하는 다른 표현들, 예를 들면, "~사이에"와 "직접 ~사이에" 등도 마찬가지로 해석될 수 있다.
- [0024] 제1, 제2 등의 용어는 다양한 구성요소들을 설명하는데 사용될 수 있지만, 상기 구성요소들은 상기 용어들에 의해 한정되어서는 안된다. 상기 용어들은 하나의 구성요소를 다른 구성요소로부터 구별하는 목적으로만 사용될 수 있다. 예를 들어, 본 발명의 권리 범위를 벗어나지 않으면서 제1 구성요소는 제2 구성요소로 명명될 수 있고, 유사하게 제2 구성요소도 제1 구성요소로 명명될 수 있다.
- [0025] 단수의 표현은 문맥상 명백하게 다르게 표현하지 않는 한, 복수의 표현을 포함한다. "포함한다" 또는 "가진다" 등의 용어는 명세서 상에 기재된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부분품 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하기 위한 것으로, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부분품 또는 이들을 조합한 것들이 부가될 수 있는 것으로 해석될 수 있다.
- [0026] 본 발명의 실시예들에서 사용되는 용어들은 다르게 정의되지 않는 한, 해당 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 통상적으로 알려진 의미로 해석될 수 있다.
- [0027] 이하, 첨부한 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시예를 설명함으로써 본 발명을 상세히 설명한다.
- [0028] 도 1은 예시적인 실시예들에 따른 초고압 분산 장치(1)를 나타내는 개략도이다. 도 2는 도 1의 초고압 균질기(40) 중 노즐 부재(46)의 상세도이다.
- [0029] 도 1을 참조하면, 초고압 분산 장치(1)는 전구체 공급 장치(10), 침전제 공급 장치(20), 혼합 탱크(30), 및 초고압 균질기(40)를 포함할 수 있다.
- [0030] 전구체 공급 장치(10)는 산화철 나노입자 형성을 위한 전구체 물질들이 수용될 수 있는 공급 탱크일 수 있다. 예를 들어, 전구체 공급 장치(10)에는 액상, 고상, 또는 기상의 전구체 물질들이 수용될 수 있다. 전구체 공급 장치(10)에서 산화철 나노입자 형성을 위한 전구체 물질들이 수용액 상태로 준비될 수 있다. 전구체 공급 장치

(10)로부터 제1 공급 라인(12)을 통해 혼합 탱크(30)까지 수용액 상태의 전구체 물질들, 즉 전구체 수용액이 전달될 수 있다. 도시되지는 않았지만, 전구체 공급 장치(10)와 혼합 탱크(30) 사이에 이송 펌프(도시 생략) 및 밸브(도시 생략)가 더 설치될 수 있다.

[0031] 침전제 공급 장치(20)는 산화철 나노입자 형성을 위한 침전제 물질들이 수용될 수 있는 공급 탱크일 수 있다. 예를 들어, 침전제 공급 장치(20)에는 액상, 고상, 또는 기상의 침전제 물질들이 수용될 수 있다. 침전제 공급 장치(20)에서 산화철 나노입자 형성을 위한 침전제 물질들이 수용액 상태로 준비될 수 있다. 예를 들어, 침전제 물질들은 전구체 공급 장치(10) 내에 수용되는 전구체 수용액과 반응하여 산화철 나노입자를 형성할 수 있는 촉매 또는 반응물로 기능할 수 있다. 침전제 공급 장치(20)로부터 제2 공급 라인(22)을 통해 혼합 탱크(30)까지 수용액 상태의 침전제 물질들, 즉 침전제 수용액이 전달될 수 있다. 도시되지는 않았지만, 침전제 공급 장치(20)와 혼합 탱크(30) 사이에 이송 펌프(도시 생략) 및 밸브(도시 생략)가 더 설치될 수 있다.

[0032] 도 1에는 하나의 전구체 공급 장치(10)와 하나의 침전제 공급 장치(20)가 설치된 것이 예시적으로 도시되었으나, 이와는 달리 전구체 공급 장치(10) 및 침전제 공급 장치(20)는 복수 개로 형성될 수 있다. 예를 들어, 산화철 나노입자를 형성하기 위한 전구체를 두 개 이상의 종류로 사용하거나 침전제를 두 개 이상의 종류로 사용하기 위하여, 두 개 이상의 전구체 공급 장치(10) 또는 두 개 이상의 침전제 공급 장치(20)가 두 개 이상의 제1 공급 라인(12) 및 두 개 이상의 제2 공급 라인(22)을 통해 혼합 탱크(30)에 연결될 수 있다.

[0033] 혼합 탱크(30)는 전구체 공급 장치(10)와 침전제 공급 장치(20)에 각각 제1 공급 라인(12) 및 제2 공급 라인(22)을 통해 연결될 수 있다. 혼합 탱크(30)는 전구체 공급 장치(10)와 침전제 공급 장치(20)로부터 각각 전구체 수용액과 침전제 수용액을 공급받을 수 있고, 전구체 수용액과 침전제 수용액이 혼합 탱크(30) 내에서 혼합되어 혼합 용액이 형성될 수 있다. 혼합 용액은 전구체 수용액과 침전제 수용액의 반응에 의해 형성된 침전물을 포함할 수 있다. 예를 들어, 전구체 수용액이 $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 이고, 침전제 수용액이 NaOH 일 수 있고, 혼합 탱크(30) 내에서 전구체 수용액과 침전제 수용액이 혼합되어 수산화제일철($\text{Fe}(\text{OH})_2$) 침전물을 포함하는 혼합 용액이 형성될 수 있다.

[0034] 혼합 탱크(30)는 전구체 수용액과 침전제 수용액이 균일하게 혼합되고 충분히 반응하여 침전물을 형성하도록 수분 내지 수 시간동안 교반되도록 구성될 수 있다. 한편, 혼합 탱크(30) 내에서 침전물이 형성되는 과정에서, 혼합 용액의 pH가 일정한 값으로 유지될 수 있다. 예를 들어, 혼합 탱크(30) 내에서 혼합 용액의 pH는 9 내지 12의 값으로 유지될 수 있으나, 전구체 수용액 및 침전제 수용액의 종류에 따라 혼합 용액의 pH 값은 다르게 유지될 수도 있다.

[0035] 초고압 균질기(40)는 혼합 탱크(30)로부터 제3 공급 라인(32)을 통해 혼합 용액을 공급받을 수 있다. 초고압 균질기(40)는 혼합 탱크(30)로부터 공급받은 혼합 용액에 초고압을 가하여 산화철 나노입자의 생성을 위한 에너지를 제공하도록 구성될 수 있다.

[0036] 도 1에 예시적으로 도시된 바와 같이, 초고압 균질기(40)는 유입 유닛(42), 압력 펌프(44), 노즐 부재(46), 배출 유닛(48), 가열 장치(50)를 포함할 수 있다. 압력 펌프(44)와 노즐 부재(46) 사이에는 압력 게이지(52)가 더 설치될 수 있고, 노즐 부재(46)와 배출 유닛(48) 사이에는 제4 공급 라인(54)을 통해 열교환 유닛(56)이 더 연결될 수 있으며, 열교환 유닛(56)으로부터 압력 펌프(44)까지 순환 라인(58)이 더 연결될 수 있다.

[0037] 유입 유닛(42)은 제3 공급 라인(32)을 통해 공급된 혼합 용액이 수용될 수 있다. 도시되지는 않았지만, 유입 유닛(42)에는 교반 장치(도시 생략)가 더 연결되어 혼합 용액 내부의 침전물이 혼합 용액 내에서 균일하게 혼합될 수 있다. 이와는 달리, 유입 유닛(42)에는 교반 장치가 연결되지 않을 수도 있다.

[0038] 유입 유닛(42)으로부터 압력 펌프(44)가 혼합 용액을 전달받고, 이를 가압한 상태로 노즐 부재(46)로 전달할 수 있다. 예를 들어, 압력 펌프(44)는 압력이 가해진 상태의 혼합 용액이 노즐 부재(46)를 통과하면서 더욱 높은 압력이 가해져, 혼합 용액 내의 침전물로부터 산화철 나노입자가 생성되기에 충분히 높은 에너지가 제공되도록 구성될 수 있다. 예를 들어, 압력 펌프(44)는 혼합 용액에 약 500 내지 3000 bar의 압력이 가해지도록 상기 혼합 용액을 노즐 부재(46)로 이송하도록 구성될 수 있다.

[0039] 도 2에 예시적으로 도시된 바와 같이, 노즐 부재(46)는 제1 배관(46_X1)과 제2 배관(46_X2), 및 이들 사이의 미세 오리피스(46_0)를 구비할 수 있다. 제1 배관(46_X1)과 제2 배관(46_X2)의 직경이 미세 오리피스(46_0)의 직경보다 클 수 있다. 따라서, 제1 배관(46_X1)으로부터 전달되는 혼합 용액이 미세 오리피스(46_0)를 통과하면서 더욱 높은 압력이 가해질 수 있다. 혼합 용액이 미세 오리피스(46_0)를 통과하는 과정에서, 혼합 용액 내에 포

함된 침전물에 높은 압력에 의한 에너지가 가해질 수 있다.

- [0040] 구체적으로, 제1 배관(46_X1)과 제2 배관(46_X2), 및 이들 사이의 미세 오리피스(46_0)가 서로에 대하여 수직 방향으로 배치됨에 따라, 노즐 부재(46) 내부로 빠른 속도 및 높은 압력으로 전달되는 혼합 용액 내부에 충돌에 의한 전단력이 발생하거나, 국부적인 압력 차이에 의한 기포가 형성될 수 있고, 미세 오리피스(46_0)를 통과하는 시점에서 제2 배관(46_X2)의 직경이 더 커지기 때문에 더 많은 기포가 발생할 수 있다. 따라서 노즐 부재(46)를 통과한 혼합 용액 내부의 압력은 더욱 증가될 수 있고, 예를 들어 500 내지 3000 bar의 초고압에 의해 혼합 용액 내의 침전물이 산화철 나노입자로 변환되기 위한 충분한 에너지가 제공될 수 있다.
- [0041] 예시적인 실시예들에서, 미세 오리피스(46_0)의 적어도 일부분에는 가열 장치(50)로부터 열이 가해질 수 있고, 이에 따라 혼합 용액이 미세 오리피스(46_0)를 통과하는 과정에서, 혼합 용액 내에 포함된 침전물에 높은 압력 및 열에 의한 에너지가 가해질 수 있다. 미세 오리피스(46_0) 부분은 가열 장치(50)에 의해 약 40℃ 내지 약 80℃의 온도로 유지될 수 있다. 도 2에서는 가열 장치(50)가 미세 오리피스(46_0) 주위에 설치된 것이 예시적으로 도시되었으나, 본 발명의 기술적 사상이 이에 한정되는 것은 아니다. 도 2에서 도시된 것과는 달리, 가열 장치(50)는 미세 오리피스(46_0)와 함께 제1 배관(46_X1)과 제2 배관(46_X2) 중 일부분을 더 둘러싸도록 배치될 수도 있다.
- [0042] 미세 오리피스(46_0) 부분을 약 40℃ 내지 약 80℃의 온도로 유지하여 혼합 용액을 통과시킬 때, 제조된 산화철 나노입자는 Fe_3O_4 물질의 더욱 균일한 분포를 나타낼 수 있음이 확인되었다. 구체적으로, X선 회절 분석 데이터로부터 원치 않는 $FeO(OH)$ 물질의 비율이 감소되고 원하는 Fe_3O_4 물질이 우세하게 생성되었음이 확인되었으며, 주로 Fe_3O_4 물질로 생성된 산화철 나노입자들은 더욱 우수한 포화 자기 모멘트를 나타냄이 확인되었다. 가열 장치(50)에 의해 가열하여 제조된 산화철 나노입자의 미세구조 및 자기적 특성들은 이후에 도 6 내지 도 9d를 참조로 다시 설명하도록 한다.
- [0043] 노즐 부재(46)를 통과한 혼합 용액은 제4 공급 라인(54)을 통해 열교환 유닛(56)으로 전달될 수 있다. 열교환 유닛(56)은 혼합 용액의 상승된 온도를 하강시키도록 구성될 수 있다. 예를 들어, 혼합 용액이 노즐 부재(46)를 통과하면서 가열 장치(50)에 의해 유지되는 온도 이상으로 국부적인 온도 상승이 발생할 수 있고, 이러한 경우에 생성되는 산화철 나노입자의 사이즈, 미세구조, 물성 등의 편차가 발생할 수 있다. 따라서, 열교환 유닛(56)은 혼합 용액의 온도를 하강시킬 수 있다. 열교환 유닛(56)은 예를 들어 냉매 등으로 구성될 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0044] 열교환 유닛(56)으로부터 압력 펌프(44)의 전단까지 순환 라인(58)이 더 연결될 수 있다. 이에 따라 노즐 부재(46)를 통과하여 산화철 나노입자의 생성을 위한 에너지를 제공받은 혼합 용액이, 순환 라인(58)을 통해 압력 펌프(44)로 다시 전달될 수 있고, 노즐 부재(46)를 다시 통과할 수 있다. 이러한 방식으로 노즐 부재(46)를 통과하는 단계가 수회 반복될 수 있다. 노즐 부재(46)를 통과하는 단계의 반복 횟수는 전구체 수용액 및 침전제 수용액의 종류, 원하는 산화철 나노입자의 사이즈, 혼합 용액에 가해지는 압력 범위 등에 따라 적절히 결정될 수 있다.
- [0045] 열교환 유닛(56)을 통과한 혼합 용액은 배출 유닛(48)으로 배출될 수 있다. 도시되지는 않았지만, 배출 유닛(48)에는 건조 장치(도시 생략)가 더 연결될 수 있고, 배출 유닛(48)과 건조 장치 사이에 대기로의 노출이 없이 혼합 용액이 건조되도록 구성될 수도 있다.
- [0046] 일반적으로, 고온에서 열분해에 의해 산화철을 합성한 후 분리 공정을 통하여 나노입자를 생산하는 종래의 제조 방법에서는 적어도 300℃의 고온에서 전구체 물질들을 열분해할 필요가 있다. 그러나, 본 발명에 따른 초고압 분산 장치(1)에서는 압력 펌프(44)에 의해 침전물에 에너지를 제공함에 의해, 종래의 고온 공정에 비하여 현저히 낮은 온도에서 균일한 사이즈의 산화철 나노입자를 제조할 수 있는 장점을 갖는다. 또한 본 발명에 따른 초고압 분산 장치(1)에서는 압력 펌프(44)에 의해 침전물에 에너지를 제공함과 동시에 40 내지 80℃의 온도에서 산화철 나노입자 생성을 위한 에너지를 제공함에 의해, 자성 특성이 우수할 뿐만 아니라 균일한 나노사이즈 입자 분포를 갖는 산화철 나노입자를 제조할 수 있는 장점을 갖는다.
- [0047] 도 3은 예시적인 실시예들에 따른 초고압 분산 장치(1A)를 나타내는 개략도이다.
- [0048] 도 4는 도 3의 초고압 균질기(40) 중 노즐 부재(46A)의 상세도이다.
- [0049] 도 3 및 도 4를 참조하면, 노즐 부재(46A)는 제1 노즐 유닛(46X) 및 제2 노즐 유닛(46Y)을 포함할 수 있다. 제1 노즐 유닛(46X) 및 제2 노즐 유닛(46Y)은 직렬로 연결될 수 있다. 제1 노즐 유닛(46X)을 통과하는 혼합 용액에

가해지는 압력은 제2 노즐 유닛(46Y)을 통과하는 혼합 용액에 가해지는 압력보다 더 작을 수 있다. 예를 들어, 제1 노즐 유닛(46X)은 제1 배관(46_X1)과 제2 배관(46_X2), 및 이들 사이의 미세 오리피스(46_01)가 서로에 대하여 수직 방향으로 배치될 수 있고, 제2 노즐 유닛(46Y)은 제3 배관(46_Y1)과 제4 배관(46_Y2), 및 이들 사이의 미세 오리피스(46_02)가 서로에 대하여 수직 방향으로 배치될 수 있으며, 제2 노즐 유닛(46Y)의 미세 오리피스(46_02)의 직경(DY)이 제1 노즐 유닛(46X)의 미세 오리피스(46_01)의 직경(DX)보다 작을 수 있다.

[0050] 예시적인 실시예들에 따르면, 노즐 부재(46A)는 직렬로 연결된 제1 노즐 유닛(46X) 및 제2 노즐 유닛(46Y)을 포함함에 따라, 혼합 용액에 가해지는 압력을 순차적으로 증가시킬 수 있다. 따라서, 노즐 부재(46A) 양단에 급격한 압력 차이가 발생하여 노즐 부재(46A) 부품의 내구성이 저하되는 것이 방지되거나, 또는 노즐 부재(46A) 양단에 발생하는 급격한 압력 차이에 의해 혼합 용액에 원치 않는 역방향 흐름이 유발되는 것이 방지될 수 있다.

[0051] 도 5는 예시적인 실시예들에 따른 산화철 나노입자의 제조 방법을 나타내는 플로우 차트이다.

[0052] 도 5를 참조하면, 전구체 수용액과 침전제 수용액을 준비할 수 있다(S10 단계).

[0053] 예시적인 실시예들에서, 전구체 수용액은 산화철 나노입자 형성을 위한 전구체 물질들의 수용액일 수 있다. 예를 들어, 전구체 수용액은 염화철(III)[FeCl₃], 염화철(II)[FeCl₂], 질산철(III)[Fe(NO₃)₃], 아세트산철(II)[Fe(CH₃COOH)₂], 및 황산철(II)[FeSO₄] 중 적어도 하나를 포함할 수 있다. 침전제 수용액은 산화철 나노입자 형성을 위한 침전제 물질들의 수용액일 수 있다. 예를 들어, 침전제 수용액은 암모니아수, 수산화나트륨, 수산화칼륨, 탄산나트륨, 탄산수소나트륨, 테트라메틸암모늄, 메탄올, 에탄올, 프로판올, 부탄올, 펜탄올 및 2-프로판올 중 적어도 하나를 포함할 수 있다.

[0054] 이후, 전구체 수용액과 침전제 수용액을 혼합한 혼합 용액을 초고압 균질기에 주입할 수 있다(S20 단계).

[0055] 예시적인 실시예들에서, 전구체 수용액과 침전제 수용액은 혼합 탱크(30)(도 1 참조)에서 혼합되어 혼합 용액을 형성할 수 있다. 혼합 용액은 전구체 수용액과 침전제 수용액의 반응에 의해 형성된 침전물을 포함할 수 있다. 예를 들어, 전구체 수용액이 FeCl₂ · 4H₂O이고, 침전제 수용액이 NaOH일 수 있고, 혼합 탱크(30) 내에서 전구체 수용액과 침전제 수용액이 혼합되어 수산화제일철(Fe(OH)₂) 침전물을 포함하는 혼합 용액이 형성될 수 있다. 침전물을 포함하는 혼합 용액은 초고압 균질기(40)(도 1 참조)에 주입될 수 있다.

[0056] 이후, 혼합 용액을 압력 펌프에 의해 가압하여 미세 오리피스가 형성된 노즐 부재로 이송할 수 있다(S30 단계).

[0057] 예시적인 실시예들에서, 침전물을 포함하는 혼합 용액은 압력 펌프(44)(도 1 참조)에 의해 약 500 내지 3000 bar의 압력으로 가압되어 노즐 부재(46)(도 1 참조)로 전달될 수 있다. 이 때, 노즐 부재(46)의 미세 오리피스(46_0)(도 2 참조) 부분은 가열 장치(50)에 의해 가열될 수 있고, 이에 따라 노즐 부재(46)는 약 40℃ 내지 약 80℃의 온도로 유지될 수 있다.

[0058] 이후, 혼합 용액을 노즐 부재를 통해 통과시켜 산화철 나노입자를 생성할 수 있다(S40 단계).

[0059] 혼합 용액 내의 침전물은 노즐 부재(46)의 제1 배관(46_X1)으로부터 제1 배관(46_X1)에 연결되며 작은 직경을 갖는 미세 오리피스(46_0)를 통과하며 더욱 높은 압력이 가해질 수 있다. 또한 미세 오리피스(46_0)를 통과할 때 발생된 기포들이 더 큰 직경을 갖는 제2 배관(46_X2)으로 흐름에 따라 혼합 용액 내에 더 많은 기포가 발생할 수 있고, 이에 의해 혼합 용액에 더 큰 압력이 가해질 수 있다. 이러한 초고압에 의해 혼합 용액 내의 침전물, 예를 들어, Fe(OH)₂의 침전물이 Fe₃O₄의 산화철 나노입자로 변환되기 위한 충분한 에너지가 제공될 수 있다. 더욱이 미세 오리피스(46_0) 부분을 약 40℃ 내지 약 80℃의 온도로 유지하여 혼합 용액을 통과시키는 방법에 의해, 제조된 산화철 나노입자는 Fe₃O₄ 상이 우세하게 형성되며, 나노사이즈의 더욱 균일한 분포를 나타낼 수 있다.

[0060] 이후, 산화철 나노입자와 잔류 수용액을 세척하고 건조할 수 있다(S50 단계).

[0061] 예시적인 실시예들에서, 노즐 부재(46)를 통과한 혼합 용액은, 생성된 산화철 나노입자와, 이러한 산화철 나노입자가 분산되어 존재하는 잔류 수용액을 포함할 수 있다. 산화철 나노입자는 100 나노미터 이하의 입자 사이즈, 예를 들어 약 30 내지 약 80 나노미터의 평균 입자 사이즈 분포를 갖는 균일한 분포로 잔류 수용액 내에 분산되어 존재할 수 있다. 예를 들어, 노즐 부재(46)를 통과하여 얻어진 산화철 나노입자를 포함하는 잔류 수용액은 초순수를 사용하여 수회 세척할 수 있다. 세척한 이후에 50℃ 내지 80℃의 오븐에서 건조시켜 산화철 나노입자를 얻을 수 있다.

[0062] 다른 실시예들에서, 산화철 나노입자를 생성하는 단계(S40 단계)와 산화철 나노입자와 잔류 수용액을 세척하고 건조하는 단계(S50 단계)는 대기로의 노출이 없이 연속적으로 수행될 수 있다. 이러한 경우에, 산화철 나노입자의 세척 및 건조 단계에서 습기 또는 산소로의 노출에 의해 산화철 나노입자가 다시 응집되는 현상이 방지될 수 있다.

[0063] 선택적으로, 산화철 나노입자와 잔류 수용액을 세척하고 건조하는 단계를 수행하기 전에, 노즐 부재를 통과한 혼합 용액에 대하여 S20 단계 내지 S40 단계를 반복적으로 수행할 수 있다(S60 단계). 예를 들어, 노즐 부재를 통과한 혼합 용액을 초고압 균질기로 주입하고(S20 단계), 혼합 용액을 압력펌프에 의해 가압하여 노즐 부재로 이송하며(S30 단계), 혼합 용액을 노즐 부재를 통해 통과시켜 산화철 나노입자를 생성한다(S40 단계). 즉, 노즐 부재(46)의 통과 단계를 2회 내지 수 회 반복할 수 있다. 잔류 수용액 내에 미반응된 침전물이 존재하는 경우, 노즐 부재(46)를 통과시키는 단계를 반복 수행함에 따라 산화철 나노입자로 생성될 수 있다. 또한, 1회의 통과 시 생성된 산화철 나노입자들이 노즐 부재(46)를 다시 통과함에 따라 제공되는 에너지에 의해 산화철 나노입자들이 더욱 균일한 나노사이즈로 미세화될 수도 있다.

[0064] 예시적인 실시예들에 따른 제조 방법에 따르면, 수산화철 용액을 초고압 균질기에 통과시킴에 따라 산화철 나노입자의 분리 과정이 필요하지 않고, 이에 따라 공정이 단순화되고 공정 시간이 단축될 수 있다. 또한 상기 제조 방법에 따르면, 고가이며 유독성을 나타내는 별도의 산화제, 계면 활성제, 라디칼 제거제의 첨가가 불필요하며, 이에 따라 상기 제조 방법은 친환경적일 수 있고 또한 경제적일 수 있다. 또한 상기 제조 방법에 따르면, 균일한 사이즈 분포를 갖는 산화철 나노입자들이 대량 생산될 수 있고, 이들은 우수한 자성 특성을 나타낼 수 있다.

[0065] 아래에서는 도 6 내지 도 9d를 참조하여 예시적인 실시예들에 따른 산화철 나노입자의 제조 방법에 의해 제조된 산화철 나노입자들의 미세 구조 및 자기적 특성에 대하여 상세히 논의하도록 한다.

[0066] 실험예들

[0067] 전구체 수용액으로서 0.1 몰의 $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 을 100mL 준비하고, 침전제 수용액으로서 0.85 몰의 NaOH을 30 mL 준비하였다. 전구체 수용액과 침전제 수용액을 혼합하고 5분간 교반하여 수산화제일철($\text{Fe}(\text{OH})_2$) 침전물을 포함하는 혼합 용액을 준비하였다. 혼합 단계에서 혼합 용액의 pH는 11로 유지되었다. 얻어진 혼합 용액은, 500 내지 1500 bar의 압력을 사용하여 노즐 부재를 상온 내지 80℃의 온도로 가열 또는 유지한 상태로 초고압 균질기를 1회 내지 5회 통과하였다. 아래의 표 1에는 실험예들과 비교예들의 주요 실험 조건을 기재하였다. No.1 내지 No.14의 실험예들 중, 각각 노즐 부재의 온도를 40, 60, 80℃로 유지한 채 초고압 균질기를 1500 bar의 압력으로 1회 통과시킨 산화철 나노입자 샘플들을 실험예 1 내지 3(EX1, EX2, EX3)으로 표시하며, 노즐 부재의 온도를 80℃로 유지하고 초고압 균질기를 5회 통과시킨 산화철 나노입자 샘플을 실험예 4(EX4)로 표시한다. 초고압 균질기를 통과시키지 않고 상온에서 1시간 동안 교반시킨 샘플은 비교예 1(C01)로, 노즐 부재의 온도를 상온으로 유지한 채 초고압 균질기를 1회 통과시킨 샘플은 비교예 2(C02)로 표시한다.

표 1

일련번호	초고압 균질기 압력(bar)	가열 온도(℃)	반복 횟수	비고
No.1	초고압 균질기 미통과, 상온 교반	상온	-	비교예 1(C01)
No.2	500	상온	1	
No.3	1000	상온	1	
No.4	1500	상온	1	비교예 2(C02)
No.5	500	40	1	
No.6	1000	40	1	
No.7	1500	40	1	실험예 1(EX1)
No.8	500	60	1	
No.9	1000	60	1	
No.10	1500	60	1	실험예 2(EX2)
No.11	500	80	1	
No.12	1000	80	1	
No.13	1500	80	1	실험예 3(EX3)
No.14	1500	80	5	실험예 4(EX4)

[0069] 도 6은 예시적인 실시예들에 따라 제조된 산화철 나노입자의 X선 회절 분석 그래프이다.

- [0070] 도 6을 참조하면, 비교예 1 및 비교예 2(CO1, CO2)에서는 20.2도 부근과 33.1도 부근에서 FeO(OH) 상에 의한 제1 피크(◆으로 표시됨)가 발견됨을 확인할 수 있다. 반면, 실험예 1 내지 4에서는 실험 온도가 증가함에 따라 20.2도 부근과 33.1도 부근에서 FeO(OH) 상에 의한 제1 피크의 강도가 서서히 감소함을 확인할 수 있다. 실험예 3 및 실험예 4(EX3, EX4)에서는 20.2도 부근에서의 제1 피크가 거의 사라졌으며, 대부분의 회절 피크들이 Fe₃O₄ 상에 의한 피크들(■으로 표시됨)임을 확인할 수 있다. 즉, 노즐 부재를 약 40℃ 내지 약 80℃의 온도로 유지하여 혼합 용액을 통과시키는 방법에 의해, 제조된 산화철 나노입자는 원치 않는 FeO(OH) 상이 감소하며, Fe₃O₄ 상이 우세하게 형성됨을 확인할 수 있다.
- [0071] 도 7은 예시적인 실시예들에 따라 제조된 산화철 나노입자의 주사 전자 현미경(scanning electron microscopy, SEM) 이미지들이다.
- [0072] 도 7을 참조하면, 비교예 2(CO2)에 따른 산화철 나노입자는 구형의 입자뿐만 아니라 판상형의 입자, 침상형의 입자 등이 혼재해 배치되는 것을 확인할 수 있다. 이러한 판상형 또는 침상형 입자는 FeO(OH) 상인 것으로 알려져 있으며, 이는 도 6에 따른 X선 회절 분석의 결과와도 부합한다.
- [0073] 반면, 실험예 1 내지 3(EX1, EX2, EX3)에 따른 산화철 나노입자는 대체로 구형의 입자들이 균일한 사이즈 분포로 배치되어 있는 것을 확인할 수 있다. 이러한 구형 입자는 Fe₃O₄ 상인 것으로 알려져 있으며, 이는 도 6에 따른 X선 회절 분석 결과와도 부합한다.
- [0074] 도 8은 예시적인 실시예들에 따라 제조된 산화철 나노입자의 입자 분포도를 나타내는 그래프들이다.
- [0075] 도 8을 참조하면, 비교예 1(CO1)은 평균 59 nm의 입자 사이즈를 가지며, 다소 브로드한 입자 분포를 가짐을 확인할 수 있다. 반면, 실험예 1(EX1)은 평균 56 nm의 입자 사이즈를 가지며, 실험예 4(EX4)는 평균 41 nm의 입자 사이즈를 가지며 균일한 분포(예를 들어 더 작은 산포)를 보임을 확인할 수 있다. 즉, 노즐 부재에 40℃ 내지 80℃의 온도를 가하여 초고압 균질기를 통과시킨 방법에 의해 원치 않는 불순물, 즉 FeO(OH) 상의 생성이 억제될 수 있다. 또한, 상기 방법에 의해 얻어진 Fe₃O₄ 나노입자들은 더욱 작은 나노사이즈의 균일한 분포를 가질 수 있다.
- [0076] 도 9a 내지 도 9d는 예시적인 실시예들에 따라 제조된 산화철 나노입자의 포화 자기 모멘트를 나타내는 그래프들이다.
- [0077] 도 9a 내지 도 9d를 참조하면, 비교예 2(CO2)는 약 40 emu/g의 포화 자기 모멘트를 나타냈으나, 실험예 1(EX1)은 약 60 emu/g, 실험예 3(EX3)은 약 70 emu/g의 포화 자기 모멘트를 나타냈다. 또한 도 9a 내지 도 9d에 도시되지는 않았으나, 실험예 4(EX4) 역시 약 70 emu/g의 포화 자기 모멘트를 나타냈다. 즉, 비교예 2(CO2)에 비하여 실험예 3(EX3)에서 현저히 우수한 자기 특성을 나타냄을 확인할 수 있다. 이는 비교예 2(CO2)가 원치 않는 불순물, 즉 FeO(OH) 상을 상당량 함유하고 있는 반면, 실험예 3(EX3)은 원치 않는 불순물 FeO(OH) 상의 생성이 억제되고 우수한 자성 특성을 나타내는 Fe₃O₄ 상이 우세하게 형성되었기 때문으로 추측할 수 있다. 또한 실험예 3(EX3) 또는 실험예 4(EX4)에서 평균 입자 사이즈가 더 작고 균일한 분포를 갖는 Fe₃O₄ 상의 나노입자들이 얻어지기 때문에, 더욱 우수한 자성 특성이 나타나는 것으로 생각될 수 있다.
- [0078] 이상, 본 발명을 바람직한 실시예를 들어 상세하게 설명하였으나, 본 발명은 상기 실시예에 한정되지 않고, 본 발명의 기술적 사상 및 범위 내에서 당 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의하여 여러가지 변형 및 변경이 가능하다.
- [0079] **** 과제 관련 정보 ****
- [0080] 본 과제(결과물)는 교육부와 한국연구재단의 재원으로 지원을 받아 수행된 사회맞춤형 산학협력 선도대학(LINC+) 육성사업의 연구결과입니다.

부호의 설명

- [0081]
- | | |
|--------------|---------------|
| 1: 초고압 분산 장치 | 10: 전구체 공급 장치 |
| 12: 제1 공급 라인 | 20: 침전제 공급 장치 |
| 22: 제2 공급 라인 | 30: 혼합 탱크 |

- 32: 제3 공급 라인

40: 초고압 균질기
- 42: 유입 유닛

44: 압력 펌프
- 46, 46A: 노즐 부재

46_0, 46_01, 46_02: 미세 오리피스
- 46X: 제1 노즐 유닛

46Y: 제2 노즐 유닛
- 46_X1: 제1 배관

46_X2: 제2 배관
- 46_Y1: 제3 배관

46_Y2: 제4 배관
- 48: 배출 유닛

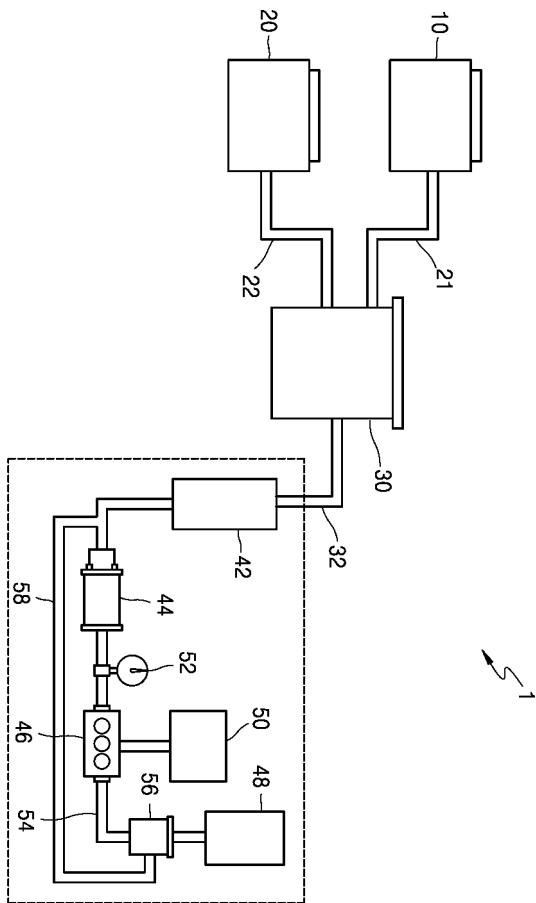
50: 가열 장치
- 52: 압력 게이지

54: 제4 공급 라인
- 56: 열교환 유닛

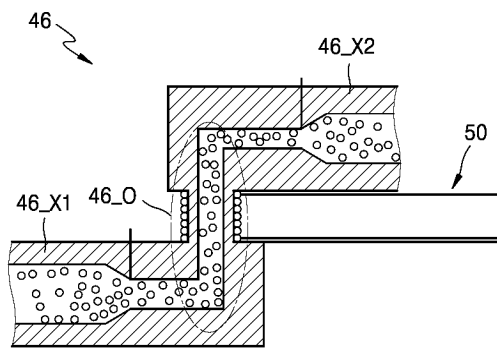
58: 순환 라인

도면

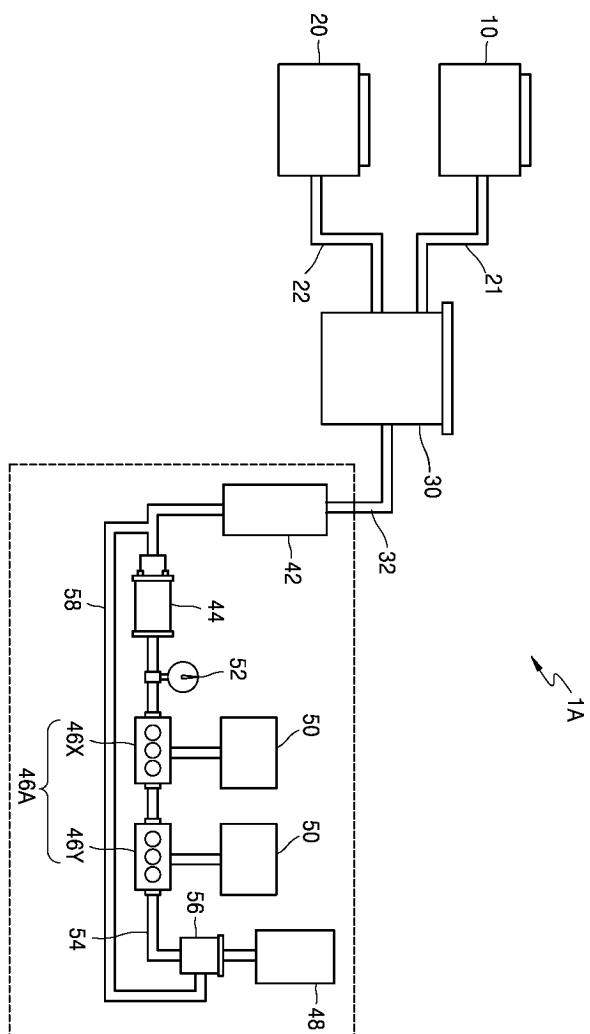
도면1



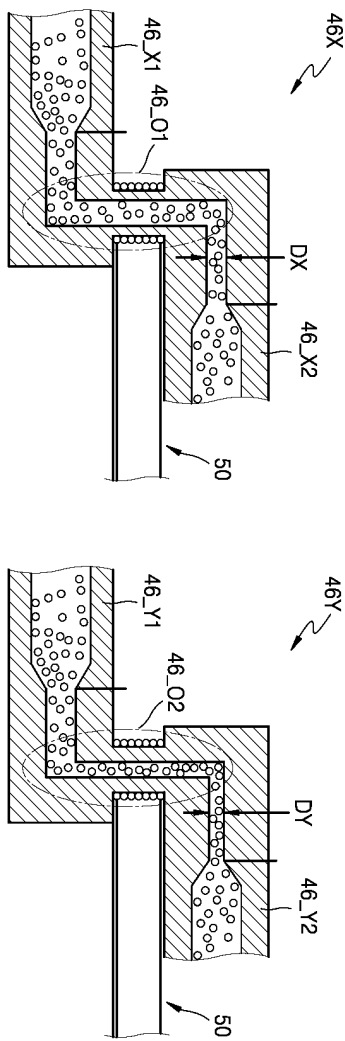
도면2



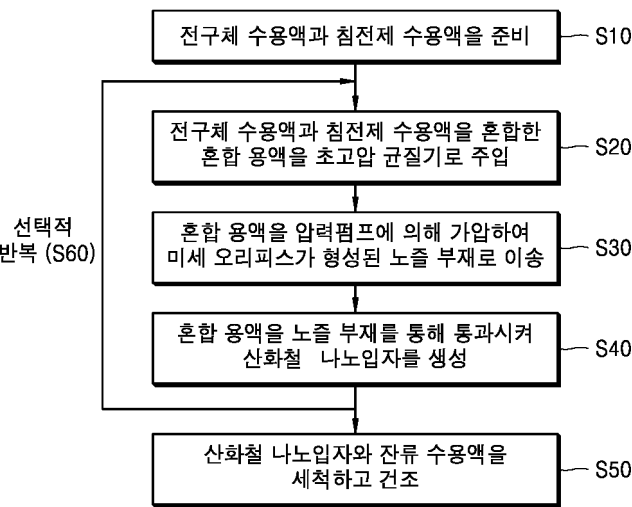
도면3



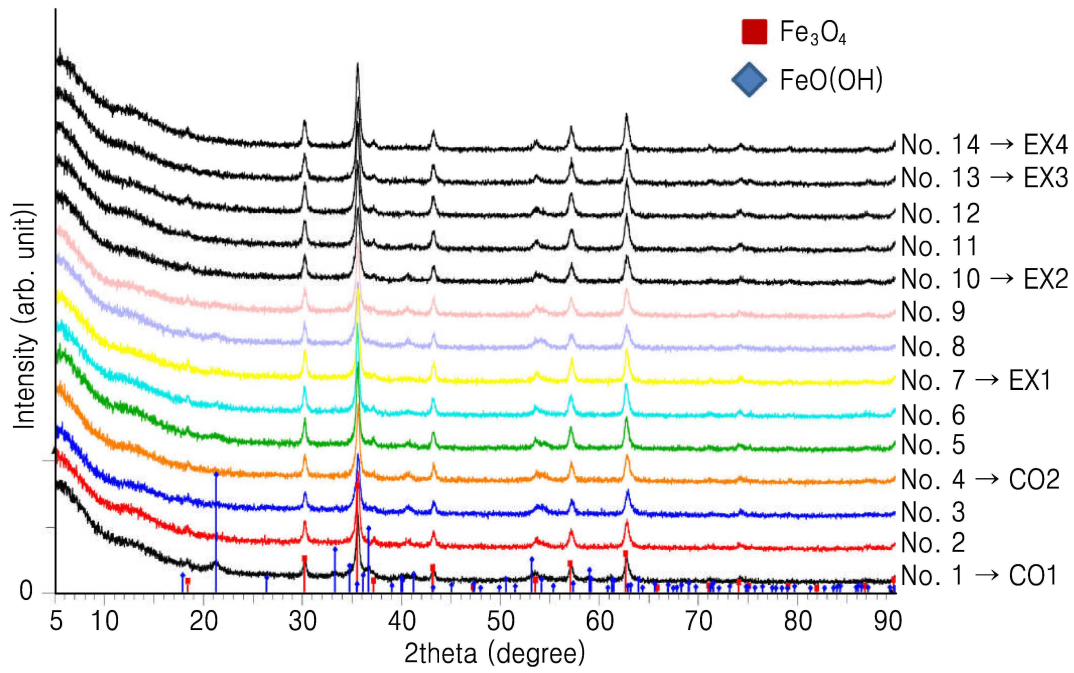
도면4



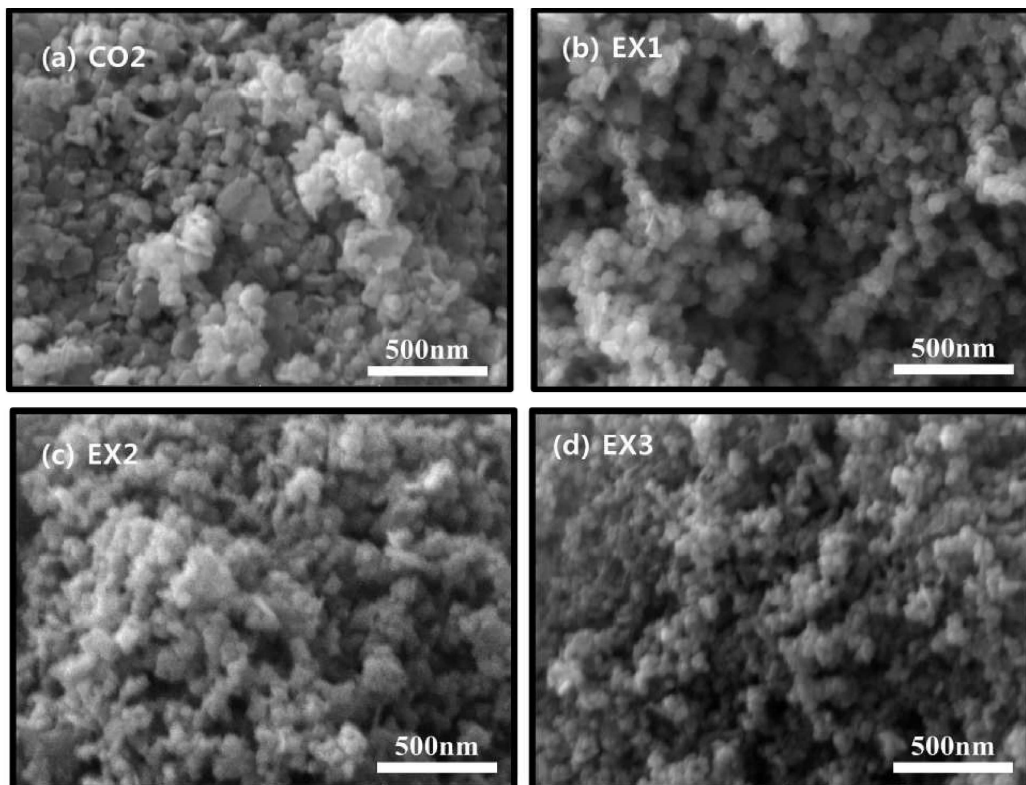
도면5



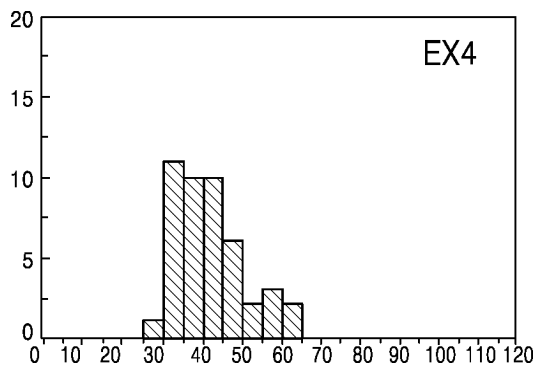
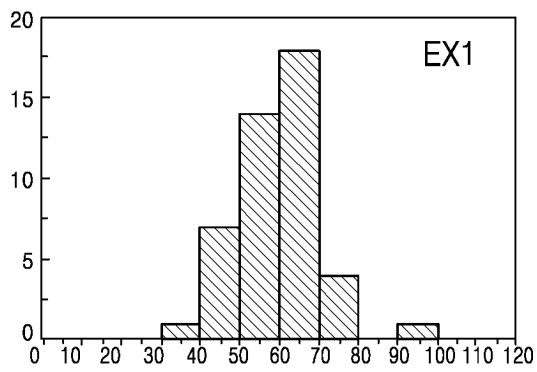
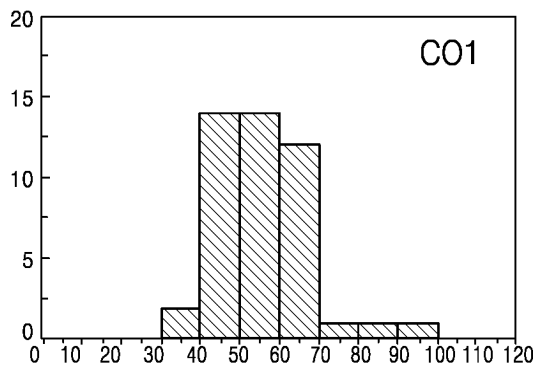
도면6



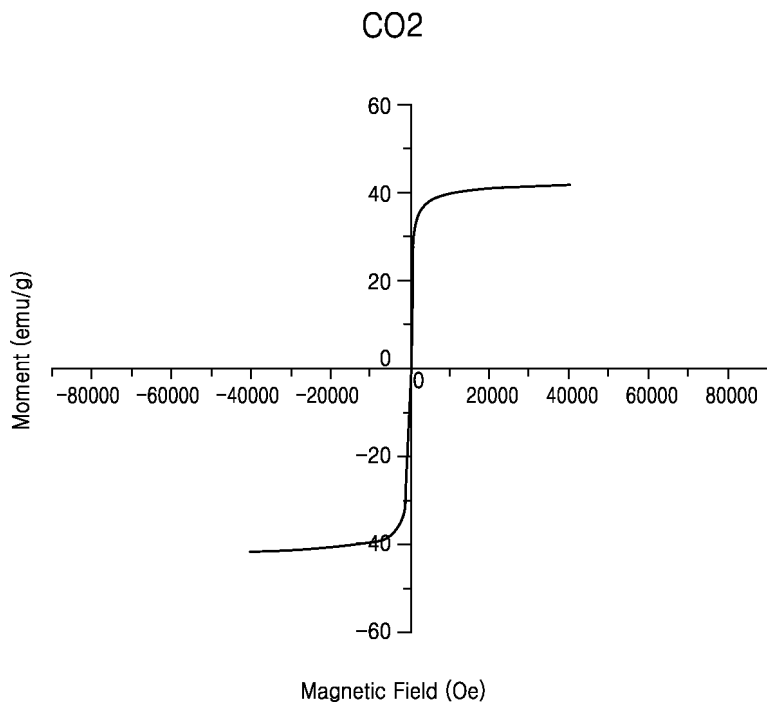
도면7



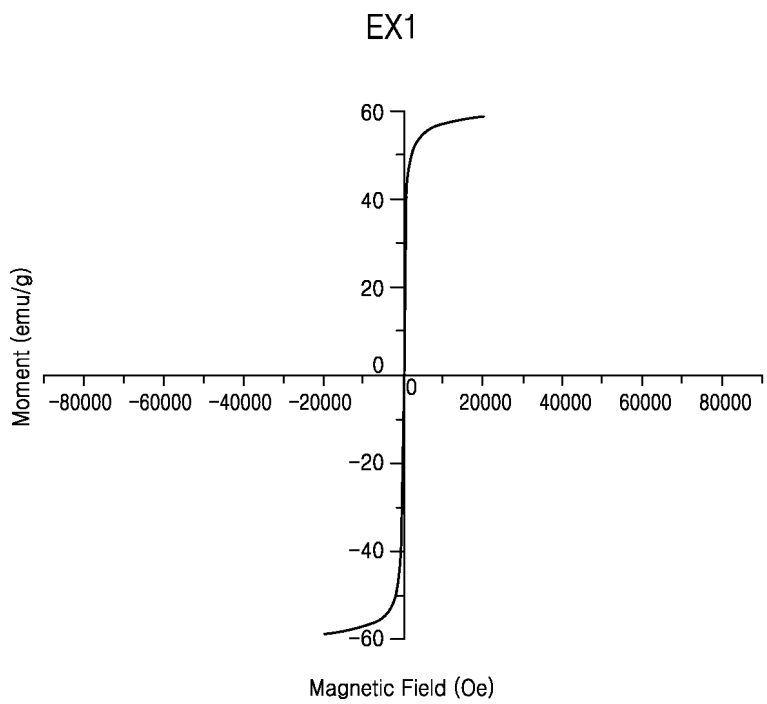
도면8



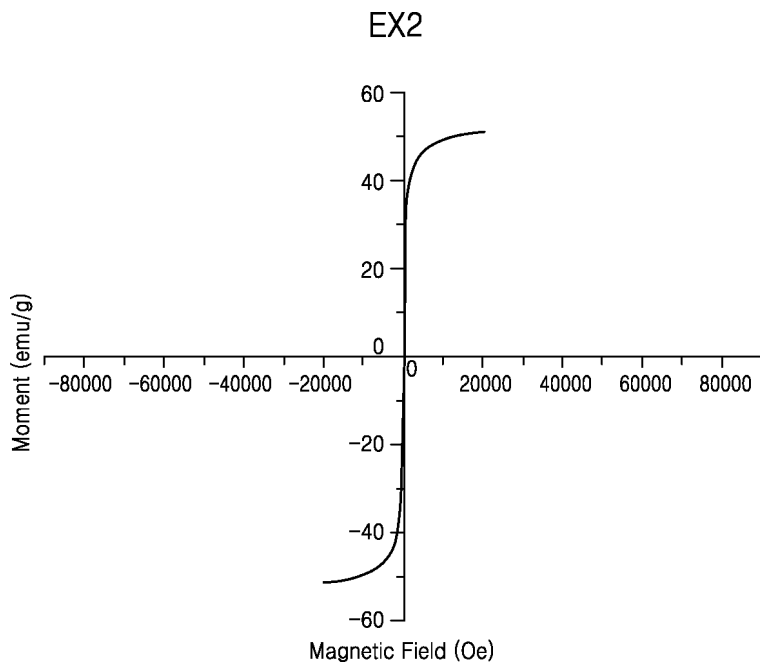
도면9a



도면9b



도면9c



도면9d

