



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0068181
(43) 공개일자 2013년06월26일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

B82B 3/00 (2006.01) B82Y 40/00 (2011.01)

(21) 출원번호 10-2011-0134671

(22) 출원일자 2011년12월14일

심사청구일자 2011년12월14일

(71) 출원인

충남대학교산학협력단

대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)

(72) 발명자

신원규

대전광역시 서구 대덕대로 415, 108동 1005호 (만년동, 상아아파트)

김진형

대전광역시 중구 태평로 15, 110동 1302호 (태평동, 버드내마을아파트)

(74) 대리인

특허법인 웰-엘엔케이

전체 청구항 수 : 총 64 항

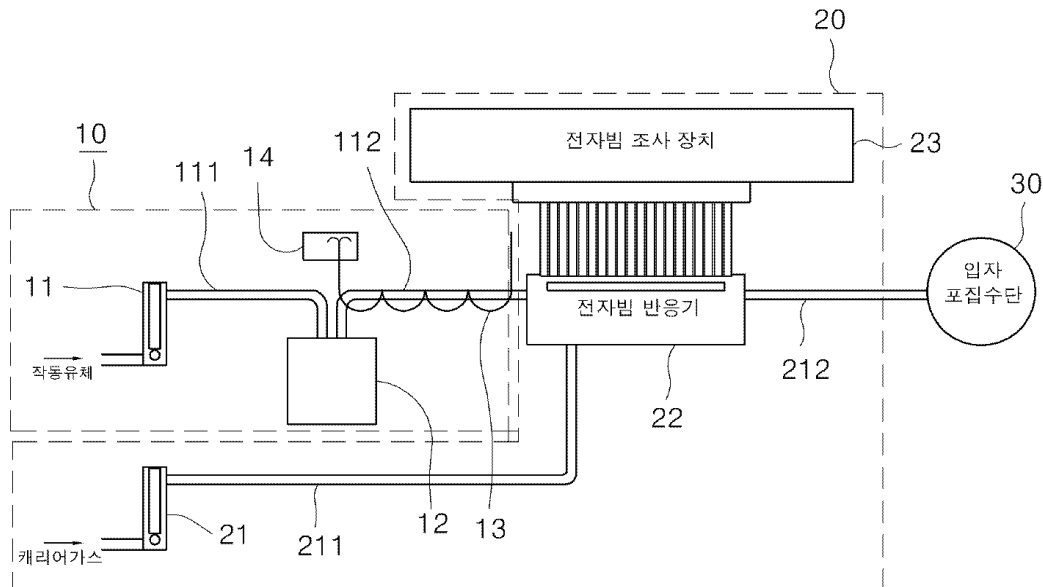
(54) 발명의 명칭 전자빔 조사를 이용한 기체상 나노입자의 제조장치 및 제조방법

(57) 요약

전구체 발생장치와 전자빔 반응장치를 구비하여 상온 상압에서 전자빔 조사를 이용한 기체상 나노입자의 제조장치 및 제조방법에 관한 것으로, 작동 유체에 의해 전구체를 발생시키는 전구체 발생부 및 상기 전구체 발생부에 결합되고, 상기 전구체 발생부로부터 유입된 전구체 증기를 분해하여 나노입자를 형성하는 전자빔 처리부를 포함하는 구성을 마련한다.

상기와 같은 전자빔 조사를 이용한 기체상 나노입자의 제조장치 및 제조방법을 이용하는 것에 의해, 모든 장치가 상온 상압에서 운용하면서 작동 유체에 의해 전구체 발생기에서 전구체 증기를 발생시키며 전구체 발생기로부터 유입되는 전구체 증기가 전자빔 반응기에서 나노입자를 형성할 수 있다.

대표도



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2011-0019007

부처명 교육과학기술부

연구사업명 원자력연구개발사업-원자력연구기반확충사업

연구과제명 전자빔조사를 이용한 기체상 나노입자 코팅에 관한 연구

주관기관 충남대학교

연구기간 2011.05.01 ~ 2012.04.30

특허청구의 범위

청구항 1

작동 유체에 의해 전구체를 발생시키는 전구체 발생부 및

상기 전구체 발생부에 결합되고, 상기 전구체 발생부로부터 유입된 전구체 증기를 분해하여 나노입자를 형성하는 전자빔 처리부를 포함하는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 전구체 발생부는 작동 유체의 유량을 조절하는 제1 유량 조절기 및 상기 제1 유량 조절기에서 공급된 작동 유체에서 전구체를 생성하는 전구체 발생기를 포함하고,

상기 전자빔 처리부는 캐리어 가스의 유량을 조절하는 제2 유량 조절기, 상기 제2 유량 조절기에서 공급된 상기 캐리어 가스와 상기 전구체 발생기에서 공급된 전구체를 반응시키는 전자빔 반응기 및 상기 전자빔 반응기에 전자빔을 조사하는 전자빔 조사장치를 포함하는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 제1 유량 조절기와 상기 전구체 발생기를 연결하는 제1 공급관,

상기 전구체 발생기와 상기 전자빔 반응기를 연결하는 제2 공급관,

상기 제2 유량 조절기와 상기 전자빔 반응기를 연결하는 제3 공급관 및

상기 전자빔 반응기에서 생성된 나노 입자를 배출하는 배출관을 더 포함하는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 4

제3항에 있어서,

상기 전구체 발생기는 기포발생기(Bubbler) 또는 증발기(Evaporator)인 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 5

제3항에 있어서,

SiO_2 제조를 위한 상기 전구체의 물질은 TEOS(Tetraethylorthosilicate), TMOS(Tetramethyl orthosilicate), TMS(tetramethyl-silane) 중의 어느 하나인 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 6

제3항에 있어서,

상기 전구체의 물질은 티타늄 테트라이소프로폭사이드(titanium tetraisopropoxide)이고, 상기 나노입자는 TiO_2 인 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 7

제3항에 있어서,

상기 전구체의 물질은 알루미늄 알콕사이드(aluminum alcokside)이고, 상기 나노입자는 Al_2O_3 인 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 8

제3항에 있어서,

상기 전구체의 물질은 지르코늄 테트라이소프로폭사이드(zirconium tetraisopropoxide)이고, 상기 나노입자는 ZrO_2 인 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 9

제3항에 있어서,

상기 제1 유량 조절기 및 상기 제2 유량 조절기는 작동 유체 또는 캐리어 가스의 공급을 제어하는 질량 유량계(Mass flow controller) 또는 로터메터(Rotameter)인 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 10

제9항에 있어서,

상기 캐리어 가스는 상온에서 존재하는 화학 물질인 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 11

제10항에 있어서,

상기 작동 유체는 상압보다 높은 압력으로 상기 전구체 발생기에 공급되는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 12

제3항에 있어서,

상기 전자빔 반응기는 상기 전자빔 조사장치에서 조사되는 전자빔을 통과시키고, 외부 대기의 투입을 방지하는 전자빔 윈도우 및 상기 전자빔 윈도우의 둘레 부분을 밀봉하는 오링을 구비한 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 13

제12항에 있어서,

상기 전자빔의 투과율은 상기 전자빔 윈도우의 두께 또는 윈도우의 재질에 의해 조절되는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 14

제13항에 있어서,

상기 전자빔 윈도우는 두께별 캡톤 필름과 두께별 알루미늄 호일을 구비하는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 15

제13항에 있어서,

상기 전자빔 윈도우는 다각형상 또는 원형인 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 16

제3항에 있어서,

상기 전자빔 반응기 내 유동의 주 방향이 상기 전자빔 조사장치에서 조사된 전자빔과 수직인 방향으로 이루어진 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 17

제3항에 있어서,

상기 전자빔 반응기 내 유동의 주 방향이 상기 전자빔 조사장치에서 조사된 전자빔과 수평인 방향으로 이루어진 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 18

제17항에 있어서,

상기 전자빔 반응기의 내부는 직육면체 형상, 깔때기 형상 또는 원통형으로 이루어진 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 19

제3항에 있어서,

상기 제2 공급관은 상기 제3 공급관과 연결된 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 20

제3항에 있어서,

상기 제2 공급관에는 상기 전구체 발생기에서 발생된 전구체 증기의 응축을 방지하기 가열 수단이 마련된 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 21

제20항에 있어서,

상기 가열 수단은 열선(Heating Tape) 또는 전기로(Furnace)인 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 22

제21항에 있어서,

상기 가열 수단은 상기 제1 공급관의 온도보다 20~25℃ 높게 설정하는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 23

제22항에 있어서,

상기 가열 수단에 의한 가열 온도를 제어하고 모니터링하는 가열 제어부를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 24

제3항에 있어서,

상기 배출관에서 배출되는 나노입자를 포집하기 위한 입자 포집 수단을 더 포함하는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 25

제24항에 있어서,

상기 입자 포집 수단은 입자 포집백, 트랩, 사이클론, 필터 중의 어느 하나인 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 26

제24항에 있어서,

상기 배출관에는 나노입자의 구형화를 위한 가열 수단이 마련된 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 27

제26항에 있어서,

상기 가열 수단은 열선(Heating Tape) 또는 전기로(Furnace)인 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 28

제3항 또는 제24항에 있어서,

상기 배출관에서 배출되는 나노입자의 크기 분포를 측정하는 입자 크기/분포 측정 장치를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 29

제24항에 있어서,

상기 입자 포집은 여과기, 전기장 또는 온도 구배에 의한 트랩, 사이클론, 또는 필터에 의해 실행되는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 30

제24항에 있어서,

상기 입자 포집 수단은 대용량으로 입자를 포집하기 위한 백필터(Bag Filter)를 구비하는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 31

제24항에 있어서,

상기 입자 포집 수단에는 입자의 현미경 관찰을 위해 투과전자현미경 그리드(Transmission Electron Microscope, TEM grid) 또는 입자 샘플러가 마련되는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 32

제3항에 있어서,

상기 캐리어 가스는 불활성 기체인 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 33

제32항에 있어서,

상기 불활성 기체는 질소, 헬륨, 아르곤 중의 어느 하나인 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 34

제3항에 있어서,

상기 전자빔 처리부는 화학반응물 및 촉매제 역할 또는 체류시간 조절을 수행하는 물질의 공급을 조절하는 제3 유량 조절기를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 35

제3항에 있어서,

상기 배출관 사이에 진공펌프가 마련되어 상기 전자빔 반응기는 진공상태로 운영되는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 36

제3항에 있어서,

상기 배출관 사이에 진공펌프와 임계 오리피스가 마련되어 상기 오리피스의 전단인 전자빔 반응기의 부분은 상

압으로 운영되고, 상기 오리피스 후단은 진공상태로 운영되는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조장치.

청구항 37

- (a) 전구체 발생부에서 작동 유체에 의해 전구체 증기를 발생시키는 단계 및
- (b) 전자빔 처리부에서 상기 전구체 발생부로부터 유입된 전구체를 분리하는 단계를 포함하고,
상기 (b) 단계에서의 전구체 분리는 전자빔에 의해 실행되는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 38

제37항에 있어서,
상기 나노입자는 상기 전자빔 처리부에서 상기 전구체 증기가 분해된 후 응핵, 응축 및 성장을 통해 형성되는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 39

제38항에 있어서,
상기 전구체 증기의 발생과 전구체의 분리 및 나노입자의 형성은 작동 유체에 의해 상온 상압에서 실행되는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 40

제38항에 있어서,
상기 전구체 증기의 발생과 전구체의 분리 및 나노입자의 형성은 작동 유체에 의해 저압에서 실행되는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 41

제38항에 있어서,
상기 전구체 증기의 발생은 상온 상압에서 실행되는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 42

제38항에 있어서,
상기 전구체의 분리 및 나노입자의 형성은 상온 상압에서 실행되는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 43

제38항에 있어서,
상기 나노입자의 크기 및 농도의 조절은 전구체 발생기로 유입되는 작동 유체의 유량을 조절하여 전구체 증기의 발생량을 조절, 유량 조절기를 통해 공급된 캐리어 가스 유량을 조절하여 전구체 증기의 농도 및 체류시간 조절, 전자빔의 조사 강도를 조절 또는 전자빔 윈도우의 투과율을 조절하여 전구체 증기의 분해량을 증가시키는 것에 의해 실행되는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 44

제43항에 있어서,
상기 (b) 단계에서 상기 전자빔 처리부에 캐리어 가스가 공급되고,
상기 캐리어 가스는 상기 전구체 증기의 농도 및 체류시간 조절을 위해 사용되는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 45

제43항에 있어서,

SiO₂ 제조를 위한 상기 전구체의 물질은 TEOS(Tetraethylorthosilicate), TMOS(Tetramethyl orthosilicate), TMS(tetramethyl-silane) 중의 어느 하나인 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 46

제43항에 있어서,

상기 전구체의 물질은 티타늄 테트라이소프로폭사이드(titanium tetraisopropoxide)이고, 상기 나노입자는 TiO₂인 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 47

제43항에 있어서,

상기 전구체의 물질은 알루미늄 알콕사이드(aluminum alcoxide)이고, 상기 나노입자는 Al₂O₃인 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 48

제43항에 있어서,

상기 전구체의 물질은 지르코늄 테트라이소프로폭사이드(zirconium tetraisopropoxide)이고, 상기 나노입자는 ZrO₂인 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 49

제43항에 있어서,

상기 작동 유체 또는 캐리어 가스의 공급은 질량 유량계(Mass flow controller) 또는 로터메터(Rotameter)에 의해 제어되는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 50

제43항에 있어서,

상기 (a) 단계는 전구체 증기의 응축을 방지하기 가열하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 51

제50항에 있어서,

상기 가열하는 단계는 상기 전구체 증기의 발생의 온도보다 20~25℃ 높게 설정하는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 52

제51항에 있어서,

상기 (a) 단계는 상기 가열하는 단계에서의 온도를 모니터링하고, 제어하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 53

제43항에 있어서,

(c) 상기 (b) 단계에서 생성된 나노입자를 포집하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 54

제53항에 있어서,

상기 (c) 단계는 나노입자의 구형화를 위해 가열하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 55

제53항에 있어서,

상기 (c) 단계는 여과, 전기장 또는 온도 구배에 의한 트랩, 사이클론 또는 필터에 의해 실행되는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 56

제38항 또는 제53항에 있어서,

(d) 상기 (b) 단계에서 생성된 나노입자의 크기 분포를 측정하는 입자 크기/분포 측정 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 57

제56항에 있어서,

상기 (d) 단계는 투과전자현미경 그리드(Transmission Electron Microscope, TEM grid) 또는 입자 샘플러에 의해 실행되는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 58

제44항에 있어서,

상기 캐리어 가스는 질소, 헬륨 또는 아르곤 중의 어느 하나인 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 59

제43항에 있어서,

상기 전자빔 윈도우의 투과율의 조절은 상기 전자빔 윈도우의 두께 또는 윈도우의 재질에 의해 조절되는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 60

제44항에 있어서,

상기 작동 유체는 상기 캐리어 가스와 혼합되어 상기 전자빔 처리부에 공급되는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 61

제38항에 있어서,

상기 전자빔 처리부 내 유동의 주 방향이 조사된 전자빔과 수직인 방향으로 이루어진 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 62

제38항에 있어서,

상기 전자빔 처리부 내 유동의 주 방향이 조사된 전자빔과 수평인 방향으로 이루어진 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 63

제38항에 있어서,

진공펌프가 마련되어 상기 전자빔 처리부는 진공상태로 운영되는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

청구항 64

제38항에 있어서,

상기 진공펌프와 임계 오리피스가 마련되어 상기 오리피스의 전단인 전자빔 처리부의 부분은 상압으로 운영되고, 상기 오리피스의 후단은 진공상태로 운영되는 것을 특징으로 하는 나노입자의 제조방법.

명세서

기술분야

- [0001] 본 발명은 상온 상압에서의 전자빔 조사를 이용하여 기체상(gas-phase)에서 나노입자를 제조하는 장치 및 방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 전구체 발생장치와 전자빔 반응장치를 구비하여 상온 상압에서 전자빔 조사를 이용한 기체상 나노입자의 제조장치 및 제조방법에 관한 것이다.
- [0002] 특히, 본 발명은 전구체 발생장치에서 작동유체를 사용하여 전구체 증기를 발생시키고, 전자빔 반응장치에서 전자빔 조사 에너지를 이용하여, 상온 상압에서 운용할 수 있으면서도, 작동 유체의 유량 조절로 나노입자의 개수 농도 및 크기를 조절 할 수 있으며, 전자빔 반응 장치에서 나노입자를 발생시키는 기술에 관한 것이다.

배경 기술

- [0003] 나노기술이란 나노미터 정도로 아주 작은 크기의 소자를 만들고 제어하는 기술로서 분자와 원자를 다루는 초미세 기술이어서 높은 기술 집약도가 필요한 분야이다. 최근 나노기술을 활용한 소비재와 산업용품 이용이 급증하고 있다. 이처럼 나노기술은 의약품, 화장품, 반도체 등 다양한 형태로 우리의 일상생활에 침투해 오고 있다. 나노소재는 기존물질보다 훨씬 강도가 높거나 독특한 전기적 특성을 지녀 활용가치가 크고 그 응용범위가 매우 광범위하여 그에 따른 여러 분야에 걸쳐 연구의 필요성이 있다.
- [0004] 예를 들어, 하기 특허문헌 1에는 금속전구체와 계면활성제를 용매 안에 첨가한 후 교반하여 혼합물이나 착화합물로 만든 후 용액 상태에서 바로 전자빔을 조사하여 금속 나노입자를 제조하는 방법에 대해 개시되어 있다.
- [0005] 또 하기 비특허문헌 1에서는 상압화학적증기증착법(APCVD: atmospheric chemical vapor deposition)을 적용하여 TEOS(Tetraethylorthosilicate) 증기와 O_3 기체를 이용하여 SiO_2 나노입자를 제조하고, TEOS 농도 및 체류시간 조절과 O_3 유입량을 조절하여 생성되는 SiO_2 입자의 특성을 파악하였다.
- [0006] 또 비특허문헌 2에서는 또한 상압화학적증기증착법(APCVD)을 적용하여 TEOS 증기와 O_2 기체로 SiO_2 나노입자와 SiO_2 필름을 제조하였고, 산소 유입량이 SiO_2 나노입자와 SiO_2 필름에 미치는 영향에 대해서 조사하였다.
- [0007] 기체상 나노입자 제조 장치는 다양한 방법으로 구성될 수 있고, 본 발명의 전자빔 조사를 이용하여 전구체 물질을 분해시켜서 화학증기를 나노입자로 얻는 과정에서 전자빔의 고에너지가 전구체 물질의 화학적 결합을 끊기에 충분하여 전구체 물질의 선택 폭이 다양해 지며, 전자빔과 관련한 나노입자 제조에 관한 장치는 특별히 시도된 바가 없어 이를 개발할 필요성이 대두되고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0008] (특허문헌 0001) 대한민국 공개특허공보 제2011-0038430호(2011.04.14 공개)

비특허문헌

- [0009] (비특허문헌 0001) Kikuo Okuyama 외 Gas-Phase Nucleation in the Tetraethyl- orthosilicate (TEOS)/ O_3 , APCVD Process Ceramics Processing 1997 Vol. 43, No. 11A

(비특허문헌 0002) ADACHI 외 PARTICLE GENERATION AND FILM FORMATION IN AN ATMOSPHERIC-PRESSURE CHEMICAL-VAPOR-DEPOSITION PROCESS USING

(비특허문헌 0003) TETRAETHYLORTHOSILICATE JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE Volume:30 Issue:4 Pages: 932-937

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0010] 본 발명의 목적은 상술한 바와 같은 문제점을 해결하기 위해 이루어진 것으로서, 전구체 발생장치에서 작동 유체에 의해 전구체 증기를 발생시키고, 발생된 전구체 증기가 전자빔 반응장치에서 전자빔 조사 에너지에 의해 전구체 증기를 분해(분리)시킨 후, 증기의 기체상 응축, 응축 및 성장 과정을 통해 나노 입자를 형성하는 장치 및 방법을 제공하는 것이다.
- [0011] 본 발명의 또 다른 목적은 상온 상압에서 전자빔 조사 에너지에 의해 나노 입자를 형성하는 장치 및 방법을 제공하는 것이다.
- [0012] 본 발명의 또 다른 목적은 생성된 나노입자의 크기 및 농도를 조절하는 장치 및 방법을 제공하는 것이다.
- [0013] 본 발명의 또 다른 목적은 전자빔 에너지가 고에너지이므로, 거의 모든 물질의 분해가 가능하여 전구체 물질의 선택 폭이 넓기 때문에 다양한 종류의 나노 입자를 형성하는 장치 및 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0014] 상기 목적을 달성하기 위해 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치는 작동 유체에 의해 전구체를 발생시키는 전구체 발생부 및 상기 전구체 발생부에 결합되고, 상기 전구체 발생부로부터 유입된 전구체 증기를 분해하여 나노 입자를 형성하는 전자빔 처리부를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0015] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 전구체 발생부는 작동 유체의 유량을 조절하는 제1 유량 조절기 및 상기 제1 유량 조절기에서 공급된 작동 유체에서 전구체를 생성하는 전구체 발생기를 포함하고, 상기 전자빔 처리부는 캐리어 가스의 유량을 조절하는 제2 유량 조절기, 상기 제2 유량 조절기에서 공급된 상기 캐리어 가스와 상기 전구체 발생기에서 공급된 전구체를 반응시키는 전자빔 반응기 및 상기 전자빔 반응기에 전자빔을 조사하는 전자빔 조사장치를 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0016] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 제1 유량 조절기와 상기 전구체 발생기를 연결하는 제1 공급관, 상기 전구체 발생기와 상기 전자빔 반응기를 연결하는 제2 공급관, 상기 제2 유량 조절기와 상기 전자빔 반응기를 연결하는 제3 공급관 및 상기 전자빔 반응기에서 생성된 나노 입자를 배출하는 배출관을 더 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0017] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 전구체 발생기는 기포발생기(Bubbler) 또는 증발기(Evaporator)인 것을 특징으로 한다.
- [0018] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, SiO_2 제조를 위한 상기 전구체의 물질은 TEOS(Tetraethylorthosilicate), TMOS(Tetramethyl orthosilicate), TMS(tetramethyl-silane) 중의 어느 하나인 것을 특징으로 한다.
- [0019] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 전구체의 물질은 티타늄 테트라이소프로폭사이드(titanium tetraisopropoxide)이고, 상기 나노입자는 TiO_2 인 것을 특징으로 한다.
- [0020] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 전구체의 물질은 알루미늄 알콕사이드(aluminum alcocide)이고, 상기 나노입자는 Al_2O_3 인 것을 특징으로 한다.
- [0021] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 전구체의 물질은 지르코늄 테트라이소프로폭사이드(zirconium tetraisopropoxide)이고, 상기 나노입자는 ZrO_2 인 것을 특징으로 한다.

- [0022] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 제1 유량 조절기 및 상기 제2 유량 조절기는 작동 유체 또는 캐리어 가스의 공급을 제어하는 질량 유량계(Mass flow controller) 또는 로터메터(Rotameter)인 것을 특징으로 한다.
- [0023] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 캐리어 가스는 상온에서 존재하는 화학 물질인 것을 특징으로 한다.
- [0024] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 작동 유체는 상압보다 높은 압력으로 상기 전구체 발생기에 공급되는 것을 특징으로 한다.
- [0025] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 전자빔 반응기는 상기 전자빔 조사장치에서 조사되는 전자빔을 통과시키고, 외부 대기의 투입을 방지하는 전자빔 윈도우 및 상기 전자빔 윈도우의 둘레 부분을 밀봉하는 오링을 구비한 것을 특징으로 한다.
- [0026] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 전자빔의 투과율은 상기 전자빔 윈도우의 두께 또는 윈도우의 재질에 의해 조절되는 것을 특징으로 한다.
- [0027] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 전자빔 윈도우는 두께별 캡톤 필름과 두께별 알루미늄 호일을 구비하는 것을 특징으로 한다.
- [0028] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 전자빔 윈도우는 다각형상 또는 원형인 것을 특징으로 한다.
- [0029] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 전자빔 반응기 내 유동의 주 방향이 상기 전자빔 조사장치에서 조사된 전자빔과 수직인 방향으로 이루어진 것을 특징으로 한다.
- [0030] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 전자빔 반응기 내 유동의 주 방향이 상기 전자빔 조사장치에서 조사된 전자빔과 수평인 방향으로 이루어진 것을 특징으로 한다.
- [0031] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 전자빔 반응기의 내부는 직육면체 형상, 깔때기 형상 또는 원통형으로 이루어진 것을 특징으로 한다.
- [0032] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 제2 공급관은 상기 제3 공급관과 연결된 것을 특징으로 한다.
- [0033] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 제2 공급관에는 상기 전구체 발생기에서 발생된 전구체 증기의 응축을 방지하기 가열 수단이 마련된 것을 특징으로 한다.
- [0034] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 가열 수단은 열선(Heating Tape) 또는 전기로(Furnace)인 것을 특징으로 한다.
- [0035] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 가열 수단은 상기 제1 공급관의 온도보다 20~25℃ 높게 설정하는 것을 특징으로 한다.
- [0036] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 가열 수단에 의한 가열 온도를 제어하고 모니터링하는 가열 제어부를 더 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0037] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 배출관에서 배출되는 나노입자를 포집하기 위한 입자 포집 수단을 더 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0038] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 입자 포집 수단은 입자 포집백, 트랩, 사이클론, 필터 중의 어느 하나인 것을 특징으로 한다.
- [0039] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 배출관에는 나노입자의 구형화를 위한 가열 수단이 마련된 것을 특징으로 한다.
- [0040] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 가열 수단은 열선(Heating Tape) 또는 전기로(Furnace)인 것을 특징으로 한다.
- [0041] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 배출관에서 배출되는 나노입자의 크기 분포를 측정하는 입자 크기/분포 측정 장치를 더 포함하는 것을 특징으로 한다.

- [0042] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 입자 포집은 여과기, 전기장 또는 온도 구배에 의한 트랩, 사이클론, 또는 필터에 의해 실행되는 것을 특징으로 한다.
- [0043] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 입자 포집 수단은 대용량으로 입자를 포집하기 위한 백 필터(Bag Filter)를 구비하는 것을 특징으로 한다.
- [0044] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 입자 포집 수단에는 입자의 현미경 관찰을 위해 투과전 자현미경 그리드(Transmission Electron Microscope, TEM grid) 또는 입자 샘플러가 마련되는 것을 특징으로 한다.
- [0045] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 캐리어 가스는 불활성 기체인 것을 특징으로 한다.
- [0046] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 불활성 기체는 질소, 헬륨, 아르곤 중의 어느 하나인 것을 특징으로 한다.
- [0047] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 전자빔 처리부는 화학반응물 및 촉매제 역할 또는 체류 시간 조절을 수행하는 물질의 공급을 조절하는 제3 유량 조절기를 더 포함하는 것을 특징으로 한다.
- [0048] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 배출관 사이에 진공펌프가 마련되어 상기 전자빔 반응기는 진공상태로 운영되는 것을 특징으로 한다.
- [0049] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치에 있어서, 상기 배출관 사이에 진공펌프와 임계 오리피스가 마련되어 상기 오리피스의 전단인 전자빔 반응기의 부분은 상압으로 운영되고, 상기 오리피스의 후단은 진공상태로 운영되는 것을 특징으로 한다.
- [0050] 또한 상기 목적을 달성하기 위해 본 발명에 따른 나노입자의 제조방법은 (a) 전구체 발생부에서 작동 유체에 의해 전구체 증기를 발생시키는 단계 및 (b) 전자빔 처리부에서 상기 전구체 발생부로부터 유입된 전구체를 분리하는 단계를 포함하고, 상기 (b) 단계에서의 전구체 분리는 전자빔에 의해 실행되는 것을 특징으로 한다.
- [0051] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 나노입자는 상기 전자빔 처리부에서 상기 전구체 증기가 분해된 후 응핵, 응축 및 성장을 통해 형성되는 것을 특징으로 한다.
- [0052] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 전구체 증기의 발생과 전구체의 분리 및 나노입자의 형성은 작동 유체에 의해 상온 상압에서 실행되는 것을 특징으로 한다.
- [0053] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 전구체 증기의 발생과 전구체의 분리 및 나노입자의 형성은 작동 유체에 의해 저압에서 실행되는 것을 특징으로 한다.
- [0054] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 전구체 증기의 발생은 상온 상압에서 실행되는 것을 특징으로 한다.
- [0055] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 전구체의 분리 및 나노입자의 형성은 상온 상압에서 실행되는 것을 특징으로 한다.
- [0056] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 나노입자의 크기 및 농도의 조절은 상기 전구체 발생기로 유입되는 작동 유체의 유량을 조절하여 전구체 증기의 발생량을 조절, 유량 조절기를 통해 공급된 캐리어 가스 유량을 조절하여 전구체 증기의 농도 및 체류시간 조절, 전자빔의 조사 강도를 조절 또는 전자빔 윈도우의 투과율을 조절하여 전구체 증기의 분해량을 증가시키는 것에 의해 실행되는 것을 특징으로 한다.
- [0057] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 (b) 단계에서 상기 전자빔 반응기에 캐리어 가스가 공급되고, 상기 캐리어 가스는 상기 전구체 증기의 농도 및 체류시간 조절을 위해 사용되는 것을 특징으로 한다.
- [0058] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 전구체의 물질은 TEOS(Tetraethylorthosilicate), TMOS(Tetramethyl orthosilicate), TMS(tetramethyl-silane) 중의 어느 하나인 것을 특징으로 한다.
- [0059] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 전구체의 물질은 티타늄 테트라이소프로폭사이드(titanium tetraisopropoxide)이고, 상기 나노입자는 TiO_2 인 것을 특징으로 한다.
- [0060] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 전구체의 물질은 알루미늄 알콕사이드(aluminum alcocide)

이고, 상기 나노입자는 Al_2O_3 인 것을 특징으로 한다.

[0061] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 전구체의 물질은 지르코늄 테트라이소프로폭사이드(zirconium tetraisopropoxide)이고, 상기 나노입자는 ZrO_2 인 것을 특징으로 한다.

[0062] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 작동 유체 또는 캐리어 가스의 공급은 질량 유량계(Mass flow controller) 또는 로터메터(Rotameter)에 의해 제어되는 것을 특징으로 한다.

[0063] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 (a) 단계는 전구체 증기의 응축을 방지하기 가열하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0064] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 가열하는 단계는 상기 전구체 증기의 발생의 온도보다 $20\sim 25^\circ\text{C}$ 높게 설정하는 것을 특징으로 한다.

[0065] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 (a) 단계는 상기 가열하는 단계에서의 온도를 모니터링하고, 제어하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0066] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, (c) 상기 (b) 단계에서 생성된 나노입자를 포집하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0067] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 (c) 단계는 나노입자의 구형화를 위해 가열하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0068] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 (c) 단계는 여과, 전기장 또는 온도 구배에 의한 트랩, 사이클론 또는 필터에 의해 실행되는 것을 특징으로 한다.

[0069] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, (d) 상기 (b) 단계에서 생성된 나노입자의 크기 분포를 측정하는 입자 크기/분포 측정 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0070] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 (d) 단계는 투과전자현미경 그리드(Transmission Electron Microscope, TEM grid) 또는 입자 샘플러에 의해 실행되는 것을 특징으로 한다.

[0071] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 캐리어 가스는 질소, 헬륨 또는 아르곤 중의 어느 하나인 것을 특징으로 한다.

[0072] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 전자빔 윈도우의 통과율의 조절은 상기 전자빔 윈도우의 두께 또는 윈도우의 재질에 의해 조절되는 것을 특징으로 한다.

[0073] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 작동 유체는 상기 캐리어 가스와 혼합되어 상기 전자빔 처리부에 공급되는 것을 특징으로 한다.

[0074] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 전자빔 처리부 내 유동의 주 방향이 조사된 전자빔과 수직인 방향으로 이루어진 것을 특징으로 한다.

[0075] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 전자빔 처리부 내 유동의 주 방향이 조사된 전자빔과 수평인 방향으로 이루어진 것을 특징으로 한다.

[0076] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 진공펌프가 마련되어 상기 전자빔 처리부는 진공상태로 운영되는 것을 특징으로 한다.

[0077] 또 본 발명에 따른 나노입자의 방법에 있어서, 상기 진공펌프와 임계 오리피스가 마련되어 상기 오리피스의 전단인 전자빔 처리부의 부분은 상압으로 운영되고, 상기 오리피스의 후단은 진공상태로 운영되는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0078] 상술한 바와 같이, 본 발명에 따른 상온 상압에서의 전자빔 조사를 이용한 기체상 나노입자의 제조장치 및 방법은 모든 장치가 상온 상압에서 운용하면서 작동 유체에 의해 전구체 발생기에서 전구체 증기를 발생시키며 전구체 발생기로부터 유입되는 전구체 증기가 분해된 후 응핵, 응축 및 성장을 통해 전자빔 반응기에서 나노입자를

형성할 수 있다.

[0079] 또한 전구체 발생기와 전자빔 반응기 사이에 온도 모니터링 및 제어 가능한 열선을 장착하여 전구체 증기의 응축을 방지하고, 전자빔 반응기 후단에 전기로를 설치하여 나노입자를 구형화시킬 수 있으며, 전자빔 반응기 후단에 입자 크기/분포 측정 장치를 구비하여 나노입자의 크기/분포를 측정할 수 있다.

[0080] 또한 전구체 발생기로 유입되는 작동 유체의 유량을 조절하여 전구체 증기의 양을 조절하여 나노입자의 농도 및 크기를 조절할 수 있고, 전자빔의 조사강도를 조절하여 나노입자의 농도 및 크기를 조절할 수 있으며, 전자빔 윈도우 교체를 통해서도 나노입자의 농도 및 크기를 조절할 수 있다.

[0081] 또한 전자빔 반응기에 전자빔 조사로 분해된 화학 물질이 원하는 물질로 바꾸기 위해 추가적으로 필요한 물질을 투입하기 위한 포트를 설치하여 나노입자가 원활히 생성될 수 있는 효과를 얻을 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0082] 도 1은 본 발명의 제1 실시 예에 따르는 상온 상압에서의 전자빔 조사를 이용한 기체상(gas-phase) 나노입자의 제조 장치의 모식도,

도 2는 상온 상압에서의 전자빔 조사를 이용한 기체상 나노입자의 제조 장치의 전자빔 반응기의 단면도 및 측면도,

도 3은 도 2의 전자빔 반응기의 전자빔 윈도우의 모식도,

도 4는 도 2의 전자빔 반응기의 오링의 모식도,

도 5는 상온 상압에서의 전자빔 조사를 이용한 기체상 나노입자의 제조 장치의 전구체 발생기의 모식도,

도 6은 본 발명의 제2 실시 예에 따르는 상온 상압에서의 전자빔 조사를 이용한 기체상 나노입자의 제조 장치의 모식도,

도 7은 본 발명의 제3 실시 예에 따르는 상온 상압에서의 전자빔 조사를 이용한 기체상 나노입자의 제조 장치의 모식도,

도 8은 본 발명의 제4 실시 예에 따르는 상온 상압에서의 전자빔 조사를 이용한 기체상 나노입자의 제조 장치의 모식도,

도 9 및 도 10은 상온 상압에서의 전자빔 조사를 이용한 기체상 나노입자의 제조 장치의 유동의 방향이 전자빔 조사 방향과 같은 방향으로 이루어진 전자빔 반응기의 실시 예의 단면도 및 측면도,

도 11은 진공상태에서 전자빔 조사를 이용한 기체상 나노입자의 제조 장치의 모식도,

도 12는 진공펌프와 오리피스를 이용하여 전자빔 반응기를 상압에서 운용하며 전자빔 반응기 내의 기체 유량을 제어하는 전자빔 조사를 이용한 기체상 나노입자의 제조장치의 모식도.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0083] 본 발명의 상기 및 그 밖의 목적과 새로운 특징은 본 명세서의 기술 및 첨부 도면에 의해 더욱 명확하게 될 것이다.

[0084] 이하, 본 발명의 각각의 실시 예를 도면에 따라 설명한다.

[0085] < 제1 실시 예 >

[0086] 본 발명의 제1 실시 예를 도 1 내지 도 5에 따라 설명한다.

[0087] 도 1은 본 발명의 제1 실시 예에 따르는 상온 상압에서의 전자빔 조사를 이용한 기체상(gas-phase) 나노입자의 제조 장치의 모식도이고, 도 2는 상온 상압에서의 전자빔 조사를 이용한 기체상 나노입자의 제조 장치의 전자빔 반응기의 단면도 및 측면도이며, 도 3은 도 2의 전자빔 반응기의 전자빔 윈도우의 모식도이고, 도 4는 도 2의 전자빔 반응기의 오링의 모식도이며, 도 5는 상온 상압에서의 전자빔 조사를 이용한 기체상 나노입자의 제조 장

치의 전구체 발생기의 모식도이다.

- [0088] 도 1에 도시된 바와 같이, 본 발명의 제1 실시 예에 따른 나노입자의 제조장치는 작동 유체에 의해 전구체를 발생시키는 전구체 발생부(10) 및 상기 전구체 발생부(10)에 결합되고, 상기 전구체 발생부(10)로부터 유입된 전구체 증기를 분해하여 나노입자를 형성하는 전자빔 처리부(20)를 구비한다.
- [0089] 또 상기 전구체 발생부(10)는 작동 유체의 유량을 조절하는 제1 유량 조절기(11) 및 상기 제1 유량 조절기(11)에서 공급된 작동 유체에서 전구체를 생성하는 전구체 발생기(12)를 구비한다.
- [0090] 또한 상기 전자빔 처리부(20)는 상온에서 존재하는 화학 물질로서의 캐리어 가스의 유량을 조절하는 제2 유량 조절기(21), 상기 제2 유량 조절기(21)에서 공급된 상기 캐리어 가스와 상기 전구체 발생기(12)에서 공급된 전구체를 반응시키는 전자빔 반응기(22) 및 상기 전자빔 반응기(22)에 전자빔을 조사하는 전자빔 조사장치(23)를 구비한다.
- [0091] 한편, 상기 제1 유량 조절기(11)와 상기 전구체 발생기(12)는 제1 공급관(111)에 의해 연결되고, 상기 전구체 발생기(12)와 상기 전자빔 반응기(22)는 제2 공급관(112)에 의해 연결되며, 상기 제2 유량 조절기(21)와 상기 전자빔 반응기(22) 제3 공급관(211)에 의해 연결된다. 또 상기 전자빔 반응기(22)에서 생성된 나노 입자는 배출관(212)을 통해 배출된다. 상기 제1 공급관(111) 내지 제3 공급관(211) 및 배출관(212)은 유체의 상태를 확인하기 위해 투명 관을 사용하며, 예를 들어 글라스 관, 투명 플라스틱 관, 금속관 등을 사용하는 것이 바람직하지만 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0092] 이 제1 실시 예에서는 도 2에 도시된 바와 같이 제2 공급관(112)이 전자빔 반응기(22)의 상부에 결합되고, 제3 공급관(211)이 전자빔 반응기(22)의 하부에 결합된 상태를 나타내었지만, 이에 한정되는 것은 아니고, 작동 유체의 종류와 캐리어 가스의 종류에 따라 그 결합 상태는 변경 가능하다.
- [0093] 한편, 도 2에 도시된 구조에서는 제3 공급관(211)이 3개 마련된 구조를 도시하였지만, 이러한 구조도 캐리어 가스의 종류, 공급 조건(공급 속도 또는 유량 등)에 따라 하나 이상 마련하면 된다.
- [0094] 또 상기 제1 유량 조절기(11) 또는 제2 유량 조절기(21)는 작동 유체 또는 기체의 공급을 제어하는 질량 유량계(Mass flow controller) 또는 로터미터(Rotameter)를 사용한다.
- [0095] 또한 상기 전구체 발생기는 예를 들어 도 5에 도시된 바와 같이, 기포발생기(Bubbler) 또는 증발기(Evaporator)를 사용하며, SiO₂ 제조를 위한 전구체의 물질은 TEOS(Tetraethylorthosilicate), TMOS(Tetramethylorthosilicate), TMS(tetramethyl-silane) 중의 어느 하나를 사용한다.
- [0096] 상기 전구체의 물질로 티타늄 테트라이소프로폭사이드(titanium tetraisopropoxide)를 사용하는 경우, 나노입자로서 TiO₂의 제조가 가능하다. 또 상기 전구체 물질로 알루미늄 알콕사이드(aluminum alcocide)를 사용할 경우 Al₂O₃ 제조가 가능하며, 상기 전구체 물질로 지르코늄 테트라이소프로폭사이드(zirconium tetraisopropoxide)를 사용할 경우 ZrO₂ 제조가 가능하다.
- [0097] 한편, 도 1에 도시된 바와 같이, 상기 제2 공급관(112)에는 상기 전구체 발생기(12)에서 발생된 전구체 증기의 응축을 방지하기 위해 가열 수단(13)이 장착되며, 상기 가열 수단(13)은 예를 들어 열선(Heating Tape) 또는 전기로(Furnace)를 사용하지만, 이에 한정되는 것은 아니고, 제2 공급관(112)을 일정 온도 이상으로 가열할 수 있는 구성이면 좋다.
- [0098] 또한 상기 가열 수단(13)에 의한 가열 온도를 제어하고 모니터링하기 위해 가열 제어부(14)가 마련되며, 상기 가열 제어부(14)는 가열 수단(13)이 제1 공급관(111) 및 전구체 발생기(12)의 온도보다 20~25℃ 높게 설정하도록 제어한다.
- [0099] 또한 본 발명에 따른 나노입자의 제조장치는 도 1에 도시된 바와 같이, 배출관(212)에서 배출되는 나노입자를 포집하기 위한 입자 포집 수단(30)을 구비한다. 상기 입자 포집 수단(30)은 입자 포집백, 트랩, 사이클론 또는 필터를 사용하지만, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0100] 이 입자 포집 수단(30)에서의 입자 포집은 여과기, 전기장 또는 온도 구배에 의한 트랩, 사이클론, 또는 필터에 의해 실행된다. 또 상기 입자 포집 수단(30)은 대용량으로 입자를 포집하기 위한 백필터(Bag Filter)를 구비한다.
- [0101] 한편 전자빔 반응기(22)는 도 2 내지 도 4에 도시된 바와 같이, 상기 전자빔 조사장치(23)에서 조사되는 전자빔

을 통과시키고, 외부 대기의 투입을 방지하는 전자빔 윈도우(221) 및 상기 전자빔 윈도우(211)의 둘레 부분을 밀봉하는 오링(222)을 구비한다. 이러한 전자빔 반응기(22)는 사용되는 전자빔 윈도우(221)의 형태와 크기에 맞춰 제작되며, 전자빔 반응기(22)의 제작 시 유동의 재순환이 발생하지 않도록 설계하는 것이 바람직하다.

[0102] 따라서, 전자빔 조사장치(23)에서 조사되는 전자빔의 투과율은 전자빔 윈도우(221)의 두께 또는 윈도우(221)의 재질에 의해 조절되며, 예를 들어 전자빔 윈도우(221)는 도 3에 도시된 바와 같이, 대략 사각형상으로 이루어지고, 두께별 캡톤 필름과 두께별 알루미늄 호일을 마련하여 원하는 나노입자의 제조에 따라 선택적으로 사용하면 된다.

[0103] 다음에 상술한 바와 같은 나노입자의 제조장치에 의해 나노 입자를 생성하는 방법에 대해 설명한다.

[0104] 먼저 제1 유량 조절기(11)에서 조절되고, 제1 공급관(111)를 통해 공급된 작동 유체에 대해 도 5에 도시된 바와 같은 전구체 발생기(12)에서 전구체 증기를 발생시킨다. 이러한 작동 유체의 공급은 질량 유량계(Mass flow controller) 또는 로터미터(Rotameter)에 의해 제어되고, 전구체 증기의 발생은 상온 상압에서 실행된다. 한편 상기 작동 유체는 상압보다 높은 압력으로 상기 전구체 발생기에 공급되어도 된다.

[0105] 상기 전구체 발생기(12)에서 생성되어 제2 공급관(112)를 통해 공급되는 전구체 증기는 가열 수단(13)에 의해 전구체 증기의 발생의 온도보다 20~25℃ 높게 가열된다. 이와 같은 가열 온도의 설정은 가열 제어부(14)에 의해 실행된다.

[0106] 가열 수단(13)에 의해 가열된 전구체 증기는 전자빔 반응기(22)에 공급됨과 동시에 제2 유량 조절기(21)를 통해 공급된 캐리어 가스도 전자빔 반응기(22)에 공급된다. 상기 캐리어 가스는 상기 전구체 증기의 농도 및 체류시간 조절을 위해 사용된다.

[0107] 전자빔 반응기(22)에 작동 유체와 캐리어 가스가 공급되면, 전자빔 처리부의 제어 수단(미도시)에 의해 전자빔 조사장치가 작동되어 전자빔을 조사하고, 이 전자빔에 의해 전구체 발생기(12)로부터 유입된 전구체가 상온 상압에서 분리된다.

[0108] 상술한 바와 같이, 본 발명에 따른 나노입자의 제조 방법에서 상기 전구체 증기의 발생과 전구체의 분리 및 나노입자의 형성은 작동 유체에 의해 상온 상압에서 실행되거나, 또는 상기 전구체 증기의 발생과 전구체의 분리 및 나노입자의 형성은 작동 유체에 의해 저압에서 실행되어도 좋다.

[0109] 상술한 바와 같은 과정에서 생성된 나노입자는 입자 포집 수단(30)에 의해 포집된다.

[0110] 또 본 발명에 따른 나노입자의 제조 방법에서 생성되는 나노입자의 크기 및 농도의 조절은 상기 전구체 발생기(12)로 유입되는 작동 유체의 유량을 조절하여 전구체 증기의 발생량을 조절, 제2 유량 조절기(21)를 통해 공급된 캐리어 가스 유량을 조절하여 전구체 증기의 농도 및 체류시간 조절, 전자빔의 조사 강도를 조절 또는 전자빔 윈도우(221)의 투과율을 조절하여 전구체 증기의 분해량을 증가시키는 것에 의해 실행된다.

[0111] < 제2 실시 예 >

[0112] 다음에, 본 발명의 제2 실시 예를 도 6에 따라 설명한다.

[0113] 도 6은 본 발명의 제2 실시 예에 따르는 상온 상압에서의 전자빔 조사를 이용한 기체상 나노입자의 제조 장치의 모식도이다.

[0114] 이 제2 실시 예에서 제1 실시 예와 동일 부분에 대해서는 동일 부호를 부여하고 반복적인 설명은 생략한다.

[0115] 이 제2 실시 예는 화학반응물 및 촉매제 역할 또는 체류시간 조절을 수행하는 물질의 공급을 조절하는 제3 유량 조절기(25), 상기 제3 유량 조절기(25)와 전자빔 반응기(22)를 연결하는 제 4 공급관(251) 및 상기 배출관(212)에 나노입자의 구형화를 위한 가열 수단(40)이 마련된 것을 특징으로 한다.

[0116] 상기 가열 수단(40)은 일 예로서 열선(Heating Tape) 또는 전기로(Furnace)를 사용하지만, 이에 한정되는 것은 아니고, 배출관(212)을 일정 온도 이상으로 가열할 수 있는 구성이면 좋다.

[0117] 이 제2 실시 예에 의하면 제1 실시 예 효과에 부가하여, 가열 수단(40)을 마련하는 것에 의해 생성되는 나노 입자의 구형화를 달성할 수 있다는 효과도 얻어진다.

- [0118]
- [0119] < 제3 실시 예 >
- [0120] 다음에, 본 발명의 제3 실시 예를 도 7에 따라 설명한다.
- [0121] 도 7은 본 발명의 제3 실시 예에 따르는 상온 상압에서의 전자빔 조사를 이용한 기체상 나노입자의 제조 장치의 모식도이다.
- [0122] 이 제3 실시 예에서 제2 실시 예와 동일 부분에 대해서는 동일 부호를 부여하고 반복적인 설명은 생략한다.
- [0123] 이 제3 실시 예는 배출관(212)에서 배출되는 나노입자가 가열 수단(40)에 의해 가열되며, 나노입자의 크기 분포를 측정하는 입자 크기/분포 측정 장치(50)를 마련한 것이다.
- [0124] 또 이러한 입자 크기/분포 측정 장치(50)는 주사식 이동도 입자 크기 측정장치(Scanning Mobility Particle Sizer) 또는 광학식 에어로졸 입자 측정장치일 수 있으며, 추가적으로 입자의 현미경 관찰을 위해 투과전자현미경 그리드(Transmission Electron Microscope, TEM grid) 또는 입자 샘플러를 구비할 수 있다.
- [0125] 이 제3 실시 예에 의하면 제2 실시 예 효과에 부가하여, 전자빔 반응기(22)에서 생성되는 나노 입자의 크기 등을 확인할 수 있으므로, 원하는 조건으로 작동 유체의 유량 조절, 캐리어 가스의 유량 조절, 전자빔의 강도 조절 등을 준실시간적으로 용이하게 실현할 수 있다는 효과도 얻어진다.
- [0126] 또 제3 실시 예에서는 입자 크기/분포 측정 장치(50)가 가열 수단(40)과 입자 포획수단(30) 사이에 마련된 구조에 대해 설명하였지만, 이에 한정되는 것은 아니고, 도 1에 도시된 구조에서 입자 포획수단(30) 대신에 입자 크기/분포 측정 장치(50)를 마련하여도 좋다.
- [0127] < 제4 실시 예 >
- [0128] 다음에, 본 발명의 제4 실시 예를 도 8에 따라 설명한다.
- [0129] 도 8은 본 발명의 제4 실시 예에 따르는 상온 상압에서의 전자빔 조사를 이용한 기체상 나노입자의 제조 장치의 모식도이다.
- [0130] 이 제4 실시 예에서 제1 실시 예와 동일 부분에 대해서는 동일 부호를 부여하고 반복적인 설명은 생략한다.
- [0131] 이 제4 실시 예는 전구체 발생기(12)에서 생성된 전구체와 캐리어 가스를 혼합하여 전자빔 반응기(22)로 공급하는 것이다.
- [0132] 즉, 도 8에 도시된 바와 같이, 제2 공급관(112)가 TEE관(113)에 의해 제3 공급관(211)과 연결되어 전구체와 캐리어 가스를 혼합하여 전자빔 반응기(22)로 공급하는 것이다.
- [0133] 이 제4 실시 예에 의하면, 공급관이 단일화되어 전자빔 반응기(22)의 내부 상태의 제어가 용이하다는 장점이 얻어진다.
- [0134]
- [0135] < 제5 실시 예 >
- [0136] 다음에 본 발명의 제5 실시 예를 도 9 및 도 10에 따라 설명한다.
- [0137] 도 9 및 도 10은 상온 상압에서의 전자빔 조사를 이용한 기체상 나노입자의 제조장치에서 전자빔 반응기 내 유동의 주 방향이 전자빔 조사 방향과 같은 방향으로 이루어진 전자빔 반응기 실시 예의 단면도 및 측면도이다.
- [0138] 즉, 상기 제1 내지 제4 실시 예에 있어서는 도 1 등에 도시된 바와 같이, 전자빔 반응기(22) 내 유동의 주 방향이 전자빔 조사장치(23)에서 조사된 전자빔과 대략 수직인 방향으로 이루어진 구성에 대해 기술하였다.
- [0139] 일반적으로 전자빔이 조사되는 부분과 가까운 면은 조사되는 부분과 먼 곳에 비해 온도가 높다.
- [0140] 따라서 이전 실시 예들에서는 전자빔이 전자빔 반응기(22)의 상부에서 조사되어 유동의 주 방향과 직교하는 구조로 되어 있어서, 열영동에 의해 입자가 전자빔 반응기(22) 내벽에 침착될 수 있는 가능성이 있다.
- [0141] 도 9 및 도 10과 같은 실시 예에서는 이러한 문제를 해결하기 위해, 전자빔 반응기(22) 내에서 입자가 생성된

후 전자빔 조사 방향과 유동의 주 방향이 일치하도록 전자빔 조사장치(23)의 위치를 변경하였다.

[0142] 즉, 도 9에 도시된 바와 같이, 본 발명의 제5 실시 예에 따른 나노입자의 제조장치는 각각의 공급관(112,211)이 상면 또는 하면에 마련되고, 측면에 전자빔 조사장치(23)가 마련되며, 이 전자빔 조사장치(23)에 대항하는 측면에 배출관(212)을 마련한 구조이다.

[0143] 또 이와 같이, 전자빔 조사 방향과 유동의 주 방향이 일치하도록 마련한 구조는 도 9의 단면도에 도시된 바와 같이, 전자빔 반응기(22)의 내부가 배출관(212)을 향해 대략 깔때기 형상으로 이루어진다. 따라서, 전자빔 반응기(22)에서 배출관(212)으로의 나노입자 배출이 더욱 집약될 수 있다. 즉, 전자빔 조사에 의한 열영동 효과는 생성된 입자들이 캐리어 가스와 함께 전자빔 반응기 밖으로 용이하게 배출되도록 기여할 수 있다.

[0144] 그 밖의 구성 요소, 즉 전자빔 조사장치(23)에 대항하는 측면에 배출관(212)을 마련한 구조 이외에 제1 실시 예 내지 제4 실시 예의 각각의 구성을 제 5 실시 예에도 적용할 수 있다.

[0145] 도 10은 이전 실시 예와는 달리 원도우(221)를 대략 원형으로 형성하고, 이에 따라 전자빔 반응기(22)의 내부가 배출관(212)을 향해 원통형으로 이루어진 구조를 도시한 것이다. 도 10에 도시된 바와 같은 구조를 채택하는 것에 의해서도 도 9에 도시된 바와 같이, 전자빔 조사에 의한 열영동 효과가 달성되어, 생성된 입자들이 캐리어 가스와 함께 전자빔 반응기(22) 밖으로 용이하게 배출되도록 기여할 수 있다.

[0146] < 제6 실시 예 >

[0147] 다음에 본 발명의 제6 실시 예를 도 11 및 도 12에 따라 설명한다.

[0148] 도 11은 진공상태에서 전자빔 조사를 이용한 기체상 나노입자의 제조 장치의 모식도이고, 도 12는 진공펌프와 오리피스를 이용하여 전자빔 반응기를 상압에서 운용하며 전자빔 반응기 내의 기체 유량을 제어하는 전자빔 조사를 이용한 기체상 나노입자의 제조장치의 모식도이다.

[0149] 즉 상기 제1 내지 제5 실시 예에서는 상온 상압에서 나노입자를 제조하는 과정에 대해 설명하였지만, 제6 실시 예에서는 진공상태에서 나노입자를 제조는 것에 대해 설명한다.

[0150] 이 제6 실시 예에서는 챔버인 전자빔 반응기(22) 자체를 진공상태에서 운영하기 위해 도 11에 도시된 바와 같이, 진공펌프(60)를 마련한 것이다. 즉 상술한 제1 내지 제5 실시 예와 동일한 구조에서 배출관(211) 사이에 진공펌프(60)를 마련한 것이다.

[0151] 이와 같이, 진공펌프(60)를 마련하여 전자빔 반응기(22)를 진공상태로 운영하는 경우, 원도우가 진공에 견디는 재질로 대체하고, 증발기 (기포발생기) 등도 이에 맞게 적용하면 된다.

[0152] 또 다른 예로서 도 12에 도시된 바와 같이, 배출관(211) 사이에 진공펌프(60)와 임계 오리피스(61)를 마련한다. 즉 임계 오리피스(61)를 마련하는 것에 의해 전자빔 반응기(22)의 부분인 오리피스(61) 앞단은 상압으로 운용하고, 오리피스(61)의 후단에 진공 상태를 만들면 오리피스(61)가 초킹 상태가 되어, 전자빔 반응기(22) 내로 흐르는 질량유량을 제어할 수 있다.

[0153] 이상 본 발명자에 의해서 이루어진 발명을 상기 실시 예에 따라 구체적으로 설명하였지만, 본 발명은 상기 실시 예에 한정되는 것은 아니고 그 요지를 이탈하지 않는 범위에서 여러 가지로 변경 가능한 것은 물론이다.

산업상 이용가능성

[0154] 본 발명에 따른 전자빔 조사를 이용한 기체상 나노입자의 제조장치 및 제조방법은 나노입자를 제조하는 기술에 적용된다.

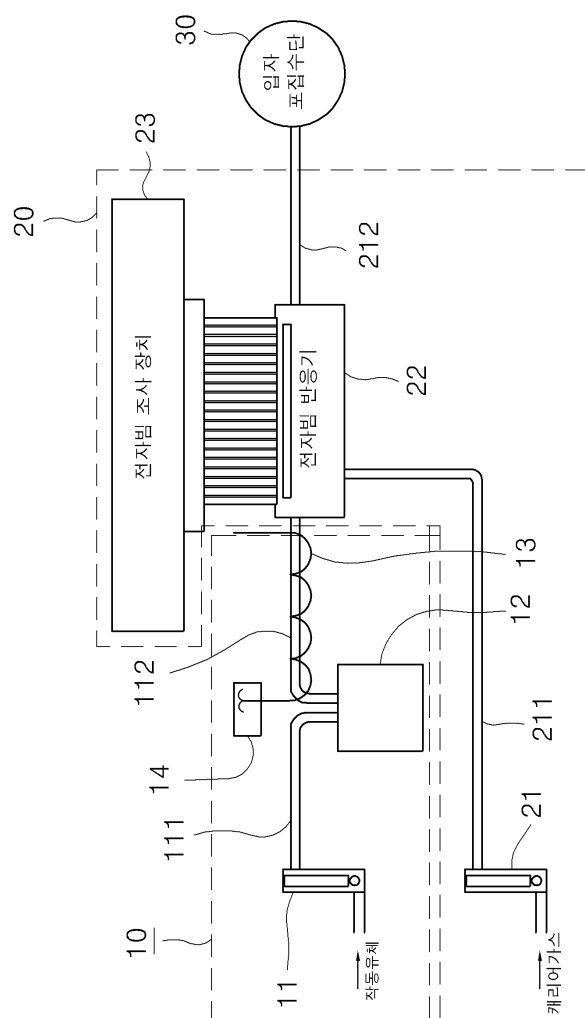
부호의 설명

[0155] 10 : 전구체 발생부

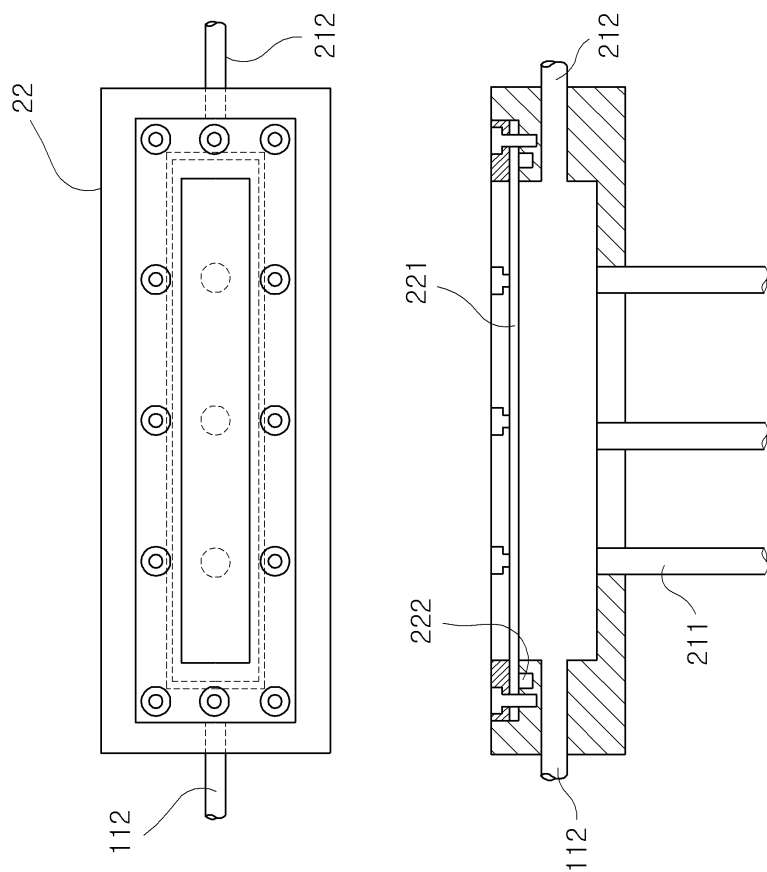
- 11 : 제1 유량 조절기
12 : 전구체 발생기
20 : 전자빔 처리부
21 : 제2 유량 조절기
22 : 전자빔 반응기
23 : 전자빔 조사장치

도면

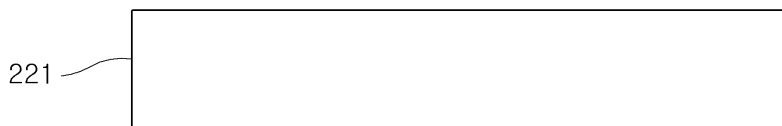
도면1



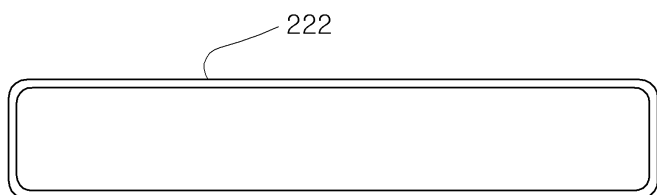
도면2



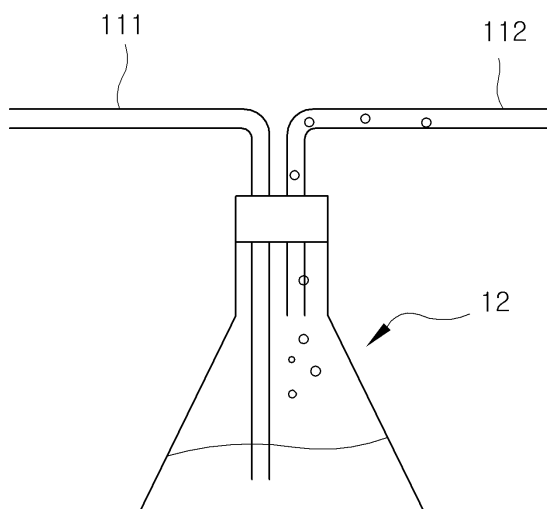
도면3



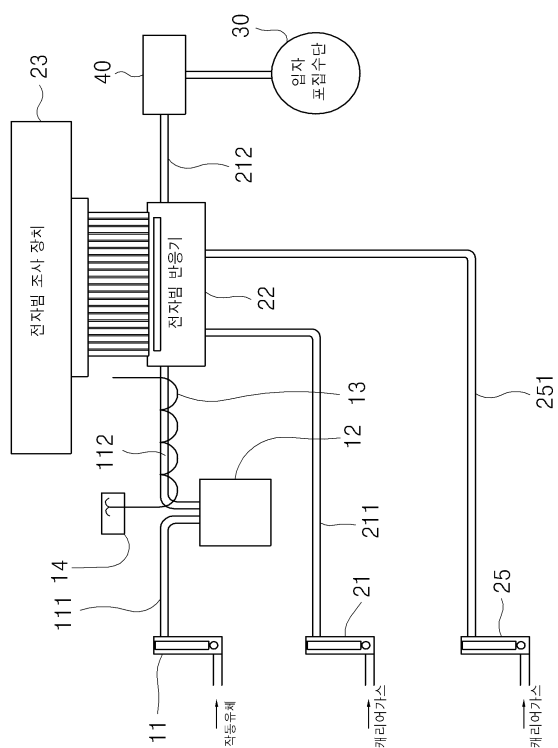
도면4



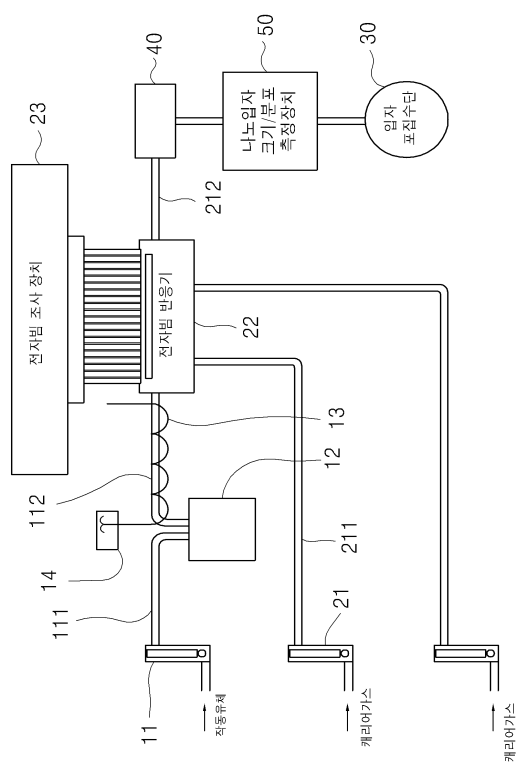
도면5



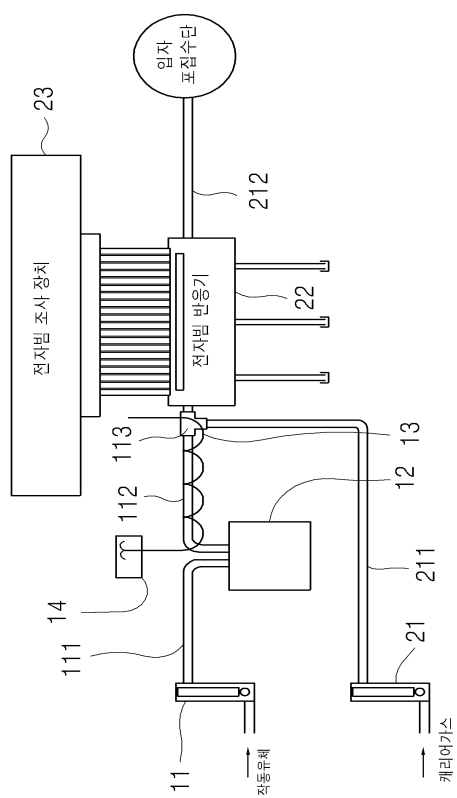
도면6



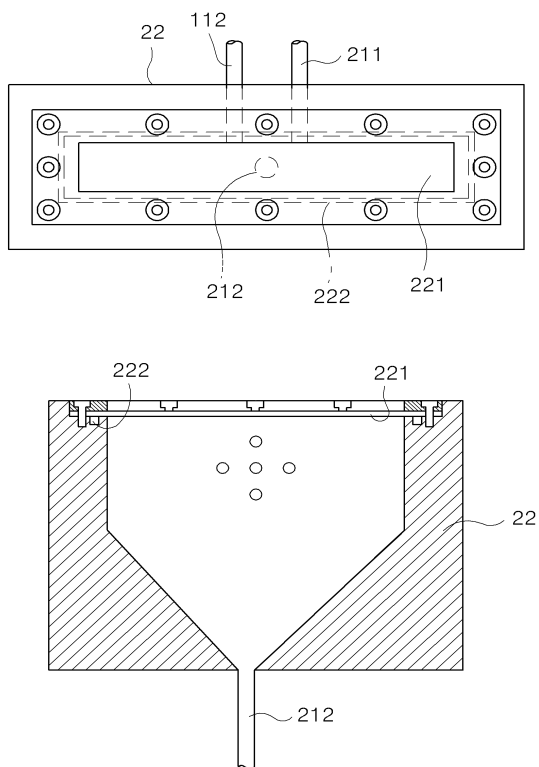
도면7



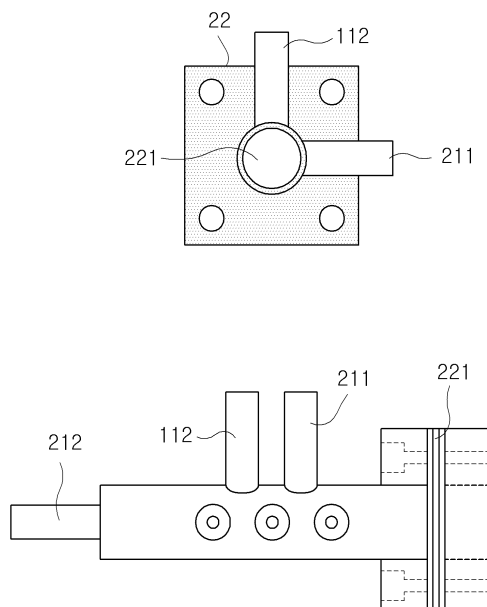
도면8



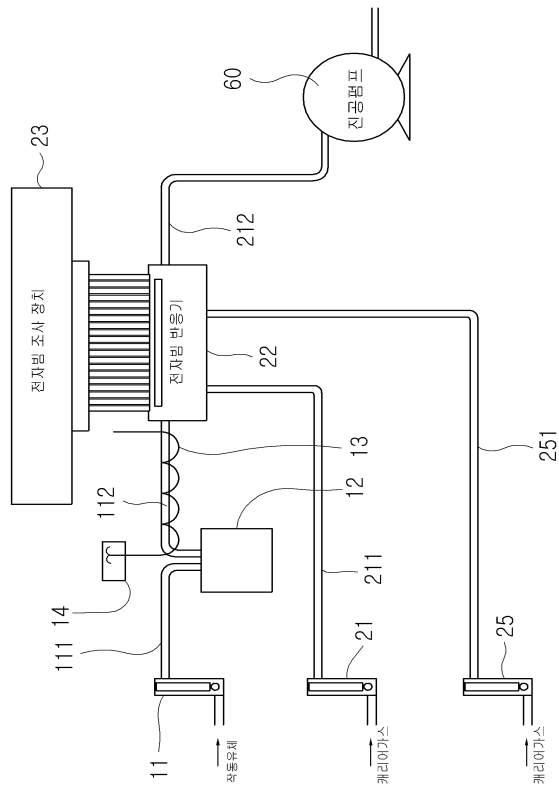
도면9



도면10



도면11



도면12

