

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)(11) 공개번호 10-2023-0085018
(43) 공개일자 2023년06월13일(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01G 23/08 (2006.01) C04B 35/626 (2006.01)
C04B 35/628 (2006.01)(52) CPC특허분류
C01G 23/08 (2013.01)
C04B 35/62645 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2021-0173301

(22) 출원일자 2021년12월06일

심사청구일자 2021년12월06일

(71) 출원인

창원대학교 산학협력단

경상남도 창원시 의창구 창원대로 20(퇴촌동)

(72) 발명자

이명환

경상남도 창원시 성산구 신촌로 130, 101동 301호

송대권

경상남도 창원시 성산구 대암로77번길 41

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

정현영

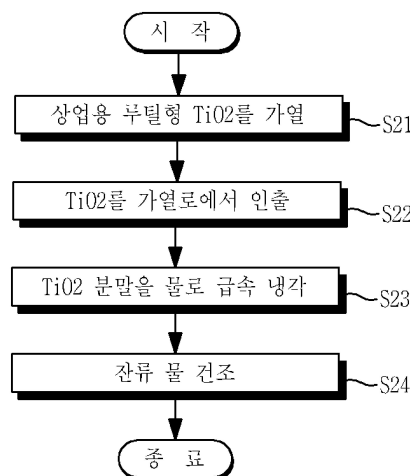
전체 청구항 수 : 총 9 항

(54) 발명의 명칭 고온상의 루틸형 이산화티탄 분말의 제조방법 및 이를 적용한 고온용 세라믹 파이버 제품의 제조방법

(57) 요약

고온상의 루틸형 이산화티탄 분말의 제조방법이 개시된다. 상기 방법에 의하면, 저온상의 아나타제형과 고온상의 루틸형이 혼재되어 있어 가격이 저렴한 상용 TiO_2 분말을 물을 이용한 급속냉각(Quenching) 공정을 통하여 고온상의 루틸형 TiO_2 분말을 제조한다.

대표도 - 도2



(52) CPC특허분류

C04B 35/62855 (2013.01)

(72) 발명자

최해인

경상남도 창원시 의창구 퇴촌로25번길 10-12, 101호

김지수

경상남도 김해시 진영읍 하계로432번길 15, D동 102호(진산하이츠빌라)

김다정

경상남도 김해시 분성로302번길 3, 403호 (마루빌라)

서광선

경상남도 창원시 진해구 웅동로121번길 30-10 (마천동)

김홍엽

경상남도 창원시 진해구 웅동로121번길 30-10 (마천동)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1345332609
과제번호	LINCPLUS-2021-54
부처명	교육부
과제관리(전문)기관명	한국연구재단
연구사업명	사회맞춤형산학협력선도대학(LINC+)육성
연구과제명	1260도 세라믹블라켓 코팅을 통한 고온용 친환경 블라켓 개발
기 여 율	1/1
과제수행기관명	창원대학교
연구기간	2021.03.01 ~ 2022.02.28

명세서

청구범위

청구항 1

소량의 저온상 아나타제형이 혼재되어 있는 상업용 루틸형 TiO_2 분말 원료를 전기로를 이용하여 1200°C 의 온도까지 가열하는 단계;

상기 TiO_2 분말 원료가 1200°C 에 도달한 후, 일정 온도에서 상기 TiO_2 분말 원료를 상기 전기로에서 인출하는 단계;

상기 인출된 TiO_2 분말 원료를 상온의 물에 넣어 상온까지 급속하게 냉각하는 단계; 및

상기 냉각된 TiO_2 분말 원료를 TiO_2 분말에 흡착되어 있는 잔여 물을 건조하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 고온상의 루틸형 TiO_2 분말의 제조방법.

청구항 2

청구항 1에서,

상기 TiO_2 분말 원료는 1분당 10°C 의 승온 온도로 가열하여 1200°C 까지 올라가도록 하는 것을 특징으로 하는 고온상의 루틸형 TiO_2 분말의 제조방법.

청구항 3

청구항 1에서,

상기 일정 온도는 1000°C 와 1200°C 를 포함하며,

상기 TiO_2 분말 원료는 상기 전기로 내부에서 자연냉각한 후 1000°C 에 도달하도록 하는 것을 특징으로 하는 고온상의 루틸형 TiO_2 분말의 제조방법.

청구항 4

청구항 1에서,

상기 건조는 150°C 의 전기로에서 24시간 동안 수행되는 것을 특징으로 하는 고온상의 루틸형 TiO_2 분말의 제조방법.

청구항 5

TiO_2 분말을 탈이온수에 혼합한 액상 혼합물을 수조에 넣는 단계;

상기 액상 혼합물에 세라믹 파이버 재료를 담가 상기 TiO_2 분말이 상기 세라믹 파이버 재료의 파이버 표면에 코팅되도록 하는 단계; 및

상기 세라믹 파이버 재료를 건조하고 열처리하는 단계를 포함하며,

상기 코팅 단계에서, 상기 액상 혼합물에 초음파 진동을 인가하여 상기 TiO_2 분말이 상기 세라믹 파이버 재료의 내부에 침투하여 내부 파이버 표면에 코팅되도록 하는 것을 특징으로 하는 세라믹 파이버 제품의 제조방법.

청구항 6

청구항 5에서,

상기 초음파 진동을 인가하는 과정에서 상기 수조의 온도는 상온 내지 40°C 온도로 유지되는 것을 특징으로 하

는 세라믹 파이버 제품의 제조방법.

청구항 7

청구항 5에서,

상기 세라믹 파이버 재료의 건조와 열처리하는 각각 120℃ 전후에서 24시간 및 400℃ 전후에서 2시간 이상 수행되어 상기 세라믹 파이버 재료의 내부에 남아있는 수분과 불순물을 제거하는 것을 특징으로 하는 세라믹 파이버 제품의 제조방법.

청구항 8

청구항 5에서,

상기 코팅 단계에서, 상기 세라믹 파이버 재료는 반복하여 뒤집히거나 상기 수조에 배치된 위치와 방향이 변경되는 것을 특징으로 하는 세라믹 파이버 제품의 제조방법.

청구항 9

TiO₂ 분말을 탈이온수에 혼합한 액상 혼합물에 세라믹 파이버 재료를 담가 상기 TiO₂ 분말이 상기 세라믹 파이버 재료의 파이버 표면에 코팅되도록 한 후 상기 세라믹 파이버 재료를 건조하고 열처리하여 제조한 세라믹 파이버 제품이며,

상기 코팅시 상기 액상 혼합물에 초음파 진동을 인가하여 상기 TiO₂ 분말이 상기 세라믹 파이버 재료의 내부에 침투하여 내부 파이버 표면에 코팅되도록 한 것을 특징으로 하는 세라믹 파이버 제품.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 고온상의 루틸형 이산화티탄 분말의 제조방법에 관한 것으로, 특히 저온상의 아나타제형과 고온상의 루틸형이 혼재되어 있어 가격이 저렴한 상용 TiO₂ 분말을 물을 이용한 급속냉각(Quenching) 공정을 통하여 고온상의 루틸형 TiO₂ 분말을 제조하는 기술에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 세라믹 파이버는 세라믹을 이용하여 내화·단열·보온을 위해 고온 장치를 덮어 에너지를 절약하는 재료로서 공업용으로는 전기로, 가열로 등의 각종 공업로의 단열 설비, 발전 설비 등의 충전 및 실링 재료로 사용되며, 세라믹 파이버 재료로 만들어진 세라믹 파이버 제품으로는 형태와 물성에 따라서 벌크(bulk fiber), 보온판(board), 및 블랭킷(blanket)으로 분류된다.

[0003] 벌크는 단열 충전재로 내화물용 파이버 및 내열 보강재로 사용되고, 보온판은 일반 고온용 단열재로로의 천정이나 벽체, 보일러, 히터, 열교환기 등의 내화 단열에 사용되며, 블랭킷은 일반 고온용 단열재로 각종 공업용로의 단열 설비, 로 내부 충전 및 실링재로 사용된다.

[0004] 통상, 세라믹 파이버 제품은 경량, 유연성, 편리한 시공성을 가지고 있어 다양한 산업에 널리 이용되고 있다.

[0005] 세라믹 파이버 제품의 주요 조성은 SiO₂가 50% 이상, Al₂O₃가 40% 이상, 그리고 그외 첨가물로 구성되어 있으며, 1100℃ - 1500℃의 온도 영역까지 사용되고 있다.

[0006] 특히, 1400℃급 세라믹 파이버 제품은 낮은 열전도율, 선수축율 등의 우수한 물성을 가지고 있어 단열재 시장에서 가장 주력으로 사용되고 있다.

[0007] 그러나 1200℃급 세라믹 파이버 제품과 비교하여 조성물이 5% 이내의 작은 차이를 가지고 있지만 약 55% 이상의 높은 제조단가를 가지고 있어 세라믹 단열재의 열전도율을 낮추기 위하여 고가의 희토류 혹은 비교적 저렴하지만 인체 및 환경에 유해한 Cr(크롬)과 같은 첨가물을 사용해야 하는 문제가 있다.

[0008] 따라서, 가장 범용적으로 사용되는 1200℃급 세라믹 파이버 재료를 모재로 사용하고 TiO₂ 분말을 코팅 재료로 사용하는 고온용 세라믹 파이버 제품이 사용되고 있다.

[0009] 그런데 단일 특성의 향상을 위하여 코팅 물질로 사용되는 TiO_2 분말은 일반적인 습식방법으로 $TiCl_4$ 수용액과 KOH 수용액을 반응시켜 $TiCl_4$ 의 가수분해를 통해서 아나타제형 또는 루틸형 TiO_2 분말을 생성할 수 있으나 수소 이온 농도(pH)를 섬세하게 조절해야 고순도의 TiO_2 분말을 얻을 수 있고, 공정이 상대적으로 복잡하고 부산물로 생성되는 화학물질의 후처리와 같은 추가적인 비용이 발생하는 문제가 있다.

[0010] 도 1은 상업용 루틸형 TiO_2 분말과 나노 크기의 입자를 가지는 상업용 루틸형 TiO_2 분말을 각각 상온에서 측정한 XRD 패턴을 나타낸다.

[0011] 상업용 루틸형 TiO_2 분말의 경우 소량의 저온상 아나타제형이 혼재되어 있는 문제가 있고, 나노 크기의 입자를 갖는 단일 고온상의 루틸형 TiO_2 분말은 아나타제형이 존재하지는 않지만 높은 단가로 제조원가가 증가한다는 문제가 있다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0012] 따라서, 본 발명의 목적은 저온상의 아나타제(Anatase)형이 제거된 고온상의 루틸(Rutile)형 TiO_2 분말의 제조 방법을 제공하는 것이다.

[0013] 본 발명의 다른 목적은 저온상의 아나타제형과 고온상의 루틸형이 혼재되어 있어 가격이 저렴한 상용 TiO_2 분말을 물을 이용한 급속냉각(Quenching) 공정을 통하여 고온상의 루틸형 TiO_2 분말의 제조방법을 제공하는 것이다.

[0014] 본 발명의 또 다른 목적은 가장 범용적으로 사용되는 $1200^{\circ}C$ 급 세라믹 파이버 재료를 모재로 사용하고 TiO_2 분말을 코팅 재료로 사용하여 보다 우수한 열전도 특성과 저렴한 단가를 가지는 고온용 세라믹 파이버 제품의 제조방법을 제공하는 것이다.

[0015] 본 발명의 다른 목적은 유해물질을 전혀 사용하지 않고 낮은 열전도 특성을 갖는 고온용 세라믹 파이버 제품의 제조방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0016] 본 발명의 일 측면에 의하면, 소량의 저온상 아나타제형이 혼재되어 있는 상업용 루틸형 TiO_2 분말 원료를 전기로를 이용하여 $1200^{\circ}C$ 의 온도까지 가열하는 단계; 상기 TiO_2 분말 원료가 $1200^{\circ}C$ 에 도달한 후, 일정 온도에서 상기 TiO_2 분말 원료를 상기 전기로에서 인출하는 단계; 상기 인출된 TiO_2 분말 원료를 상온의 물에 넣어 상온까지 급속하게 냉각하는 단계; 및 상기 냉각된 TiO_2 분말 원료를 TiO_2 분말에 흡착되어 있는 잔여 물을 건조하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 고온상의 루틸형 TiO_2 분말의 제조방법이 제공된다.

[0017] 바람직하게, 상기 TiO_2 분말 원료는 1분당 $10^{\circ}C$ 의 승온 온도로 가열하여 $1200^{\circ}C$ 까지 올라가도록 할 수 있다.

[0018] 바람직하게, 상기 일정 온도는 $1000^{\circ}C$ 와 $1200^{\circ}C$ 를 포함하며, 상기 TiO_2 분말 원료는 상기 전기로 내부에서 자연 냉각한 후 $1000^{\circ}C$ 에 도달하도록 할 수 있다.

[0019] 바람직하게, 상기 건조는 $150^{\circ}C$ 의 전기로에서 24시간 동안 수행될 수 있다.

[0020] 본 발명의 다른 측면에 의하면, TiO_2 분말을 탈이온수에 혼합한 액상 혼합물을 수조에 넣는 단계; 상기 액상 혼합물에 세라믹 파이버 재료를 담가 상기 TiO_2 분말이 상기 세라믹 파이버 재료의 파이버 표면에 코팅되도록 하는 단계; 및 상기 세라믹 파이버 재료를 건조하고 열처리하는 단계를 포함하며, 상기 코팅 단계에서, 상기 액상 혼합물에 초음파 진동을 인가하여 상기 TiO_2 분말이 상기 세라믹 파이버 재료의 내부에 침투하여 내부 파이버 표면에 코팅되도록 하는 것을 특징으로 하는 세라믹 파이버 제품의 제조방법이 제공된다.

[0021] 바람직하게, 상기 초음파 진동을 인가하는 과정에서 상기 수조의 온도는 상온 내지 $40^{\circ}C$ 온도로 유지될 수 있다.

- [0022] 바람직하게, 상기 세라믹 파이버 재료의 건조와 열처리는 각각 120℃ 전후에서 24시간 및 400℃ 전후에서 2시간 이상 수행되어 상기 세라믹 파이버 재료의 내부에 남아있는 수분과 불순물을 제거할 수 있다.
- [0023] 바람직하게, 상기 코팅 단계에서, 상기 세라믹 파이버 재료는 반복하여 뒤집히거나 상기 수조에 배치된 위치와 방향이 변경될 수 있다.
- [0024] 본 발명의 또 다른 측면에 의하면, TiO_2 분말을 탈이온수에 혼합한 액상 혼합물에 세라믹 파이버 재료를 담가 상기 TiO_2 분말이 상기 세라믹 파이버 재료의 파이버 표면에 코팅되도록 한 후 상기 세라믹 파이버 재료를 건조하고 열처리하여 제조한 세라믹 파이버 제품이며, 상기 코팅시 상기 액상 혼합물에 초음파 진동을 인가하여 상기 TiO_2 분말이 상기 세라믹 파이버 재료의 내부에 침투하여 내부 파이버 표면에 코팅되도록 한 것을 특징으로 하는 세라믹 파이버 제품이 제공된다.

발명의 효과

- [0025] 본 발명에 의하면, 저온상의 아나타제형과 고온상의 루틸형이 혼재되어 있어 가격이 저렴한 상용 TiO_2 분말을 원료로 사용하여 간단한 공정을 통하여 고온상의 루틸형 TiO_2 분말을 제조할 수 있다.
- [0026] 또한, 원료인 상용 TiO_2 분말의 가격이 저렴하기 때문에 제공되는 고온상의 루틸형 TiO_2 분말도 저렴하여 궁극적으로 고온용 세라믹 파이버 제품의 제조원가를 줄일 수 있다.
- [0027] 또한, 가장 범용적으로 사용되는 1200℃급 세라믹 파이버 재료를 이용하여 보다 우수한 단열 특성과 저렴한 단가를 가지는 고온용 세라믹 파이버 제품을 제공할 수 있다.
- [0028] 또한, 유해물질을 전혀 사용하지 않고 낮은 열전도 특성을 갖는 고온용 세라믹 파이버 제품을 낮은 제조원가로 제조할 수 있다.
- [0029] 또한, 침전 코팅 과정에서 초음파 진동을 인가함으로써, 액상 혼합물에 포함된 TiO_2 분말이 액상 혼합물 내에서 균일하게 분산되고 TiO_2 분말의 흡착 성능이 좋아지고, TiO_2 분말이 세라믹 파이버 재료의 내부에 침투하여 내부에 영킨 파이버의 표면에 코팅되도록 할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0030] 도 1은 상업용 루틸형 TiO_2 분말과 나노 크기의 입자를 가지는 상업용 루틸형 TiO_2 분말을 각각 상온에서 측정한 XRD 패턴을 나타낸다.
- 도 2는 본 발명에 따른 고온상의 루틸형 TiO_2 분말의 제조방법을 보여주는 플로 차트이다.
- 도 3은 도 2의 제조방법을 공정 그래프로 나타낸다.
- 도 4는 상업용 루틸형 TiO_2 분말을 각각 400℃, 600℃, 800℃, 1000℃, 1200℃의 온도에서 물을 이용한 급속냉각 공정을 통해 제조한 TiO_2 분말의 XRD 패턴을 나타낸다.
- 도 5는 본 발명에 따른 고온용 세라믹 파이버 제품의 제조 방법을 보여주는 플로 차트이다.
- 도 6은 루틸형 TiO_2 분말, TiO_2 나노 분말, 및 이 실시 예의 급속냉각(quenched)된 TiO_2 분말의 XRD 패턴을 나타내는 그래프이다.
- 도 7(a)과 7(b)은 초음파 진동 수조와 수조의 TiO_2 분말의 액상 혼합물에 침지된 세라믹 파이버 재료를 보여준다.
- 도 8(a)은 침전 코팅을 실시하지 않은 세라믹 파이버 재료로 구성된 세라믹 블랭킷의 SEM 사진을 보여주고, 도 8(b)은 본 발명에 따라 침전 코팅을 실시한 세라믹 파이버 재료로 구성된 세라믹 블랭킷의 SEM 사진을 보여준다.
- 도 9는 코팅 부분을 확대하여 보여준다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0031] 본 발명에서 사용되는 기술적 용어는 단지 특정한 실시 예를 설명하기 위해 사용된 것으로, 본 발명을 한정하려는 의도가 아님을 유의해야 한다. 또한, 본 발명에서 사용되는 기술적 용어는 본 발명에서 특별히 다른 의미로 정의되지 않는 한, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 일반적으로 이해되는 의미로 해석되어야 하며, 과도하게 포괄적인 의미로 해석되거나 과도하게 축소된 의미로 해석되지 않아야 한다.
- [0032] 또한, 본 발명에서 사용되는 기술적인 용어가 본 발명의 사상을 정확하게 표현하지 못하는 잘못된 기술적 용어 일 때에는, 당업자가 올바르게 이해할 수 있는 기술적 용어로 대체되어 이해되어야 할 것이다. 또한, 본 발명에서 사용되는 일반적인 용어는 사전에 정의되어 있는 바에 따라, 또는 전후 문맥상에 따라 해석되어야 하며, 과도하게 축소된 의미로 해석되지 않아야 한다.
- [0033] 이하, 첨부한 도면을 참조하여 본 발명을 상세하게 설명한다.
- [0034] 본 발명에서, 가장 범용적으로 사용되는 1200℃급 고온용 세라믹 파이버 제품을 이용하여 보다 우수한 단열 특성과 저렴한 단가를 가지는 조성물의 개발을 목표로 하고 있어 다양한 원소를 첨가물로 이용하여 물성의 탐색을 하였고, 그 결과 이산화티탄(타이타니아)(TiO₂)와 지르코니아(ZrO₂)과 같은 낮은 열전도를 보이는 세라믹 분말을 첨가물로 사용하여 단열성을 확보할 수 있었다.
- [0035] 이 중에서 본 발명은 TiO₂ 분말을 세라믹 파이버 재료의 파이버 표면에 코팅한 세라믹 파이버 제품을 그 대상으로 한다.
- [0036] 본 발명에서, 세라믹 파이버 재료의 파이버 표면에 코팅하는 TiO₂ 분말은 1200℃ 이상의 고온에서 사용하는 세라믹 파이버의 특성상 고온상을 가지는 루틸형 TiO₂ 분말을 물을 이용한 급속냉각 공정을 통해 제작할 수 있었다.
- [0037] 이하의 설명에서 '세라믹 파이버 재료'는 세라믹 파이버로 구성된 대상물을 말하며, 가령 분말 형태의 벌크(bulk), 판상의 보드(board), 또는 블랭킷(blanket)의 형태를 구비할 수 있고, '세라믹 파이버 제품'은 세라믹 파이버 재료를 구성하는 세라믹 파이버의 표면에 TiO₂ 분말이 코팅된 것을 의미한다.
- [0038] 궁극적으로, '세라믹 파이버 제품'도 벌크, 보드, 또는 블랭킷 중 어느 하나의 형태를 구비한다.
- [0039] 도 2는 본 발명에 따른 고온상의 루틸형 TiO₂ 분말의 제조방법을 보여주는 플로 차트이고, 도 3은 도 2의 제조방법을 공정 그래프로 나타낸다.
- [0040] 먼저, 상업용 루틸형 TiO₂ 분말 원료를 전기로를 이용하여 1200℃의 온도까지 가열한다(단계 S21).
- [0041] 상기한 것처럼, 나노 사이즈의 루틸형 TiO₂ 분말은 아나타제상을 갖지 않는 대신 고가라는 단점이 있기 때문에, 이 실시 예에서는 소량의 저온상 아나타제형이 혼재되어 있지만 비교적 저렴한 단가를 갖는 상업용 루틸형 TiO₂ 분말을 원료로 사용한다.
- [0042] 바람직하게, TiO₂ 분말 원료를 1분당 10℃의 승온 온도로 가열하여 1200℃까지 올라가도록 할 수 있다.
- [0043] 다음, 1200℃에 도달한 후, 1200℃를 기준으로 그 이하의 다양한 온도에서 TiO₂ 분말 원료를 전기로에서 인출한다(단계 S22).
- [0044] 다시 말해, 도 3을 참조하면, TiO₂ 분말 원료가 1200℃에 도달하면 해당 온도에서 곧바로 전기로에서 빼내거나, 가령 1000℃, 800℃, 600℃, 400℃의 온도까지 전기로 내부에서 자연냉각한 후 전기로에서 TiO₂ 분말 원료를 빼낼 수 있다.
- [0045] 이어, 각각의 온도에서 인출된 TiO₂ 분말 원료는 곧바로 상온의 온도를 가지는 탈이온수에 넣어 상온까지 급속하게 냉각한다(단계 S23).
- [0046] 최종적으로, 냉각된 TiO₂ 분말을, 가령 150℃의 전기로에서 24시간 건조하여 TiO₂ 분말에 흡착되어 있는 잔여 탈이온수를 충분히 건조한다(단계 S24).

- [0047] 도 4는 상업용 루틸형 TiO_2 분말 원료를 각각 400°C , 600°C , 800°C , 1000°C , 1200°C 의 온도에서 물(탈이온수)을 이용한 급속냉각 공정을 통해 제조한 TiO_2 분말의 XRD 패턴을 나타낸다.
- [0048] 도시된 것처럼, 400°C , 600°C , 및 800°C 의 온도에서 전기로에서 빼내어 급속냉각 공정을 수행한 TiO_2 분말은 저온상의 아나타제형이 완전히 제거되지 않고 소량 존재하였다. 반면, 1200°C 와 1000°C 의 온도에서 전기로에서 빼내어 급속냉각 공정을 수행한 TiO_2 분말에서는 아나타제상이 완벽히 제거된 루틸형 TiO_2 분말이 제작된 것을 확인할 수 있다.
- [0049] 이상에서 설명한 것처럼, 이 실시 예의 방법에 따라 제조된 TiO_2 분말은 아나타제상이 완벽히 제거되었을 뿐만 아니라 비교적 저가의 상업용 루틸형 TiO_2 분말을 원료로 사용하고 있어 제조원가가 저렴하다.
- [0050] 도 5는 본 발명에 따른 고온용 세라믹 파이버 제품의 제조 방법을 보여주는 플로 차트이다.
- [0051] 고온용 세라믹 파이버 제품의 제조 방법은, TiO_2 분말을 탈이온수에 혼합한 액상 혼합물을 수조에 넣는 단계(단계 S51), 액상 혼합물에 세라믹 파이버 재료를 담가 TiO_2 분말이 세라믹 파이버 재료의 파이버 표면에 코팅되도록 하는 단계(단계 S52), 및 세라믹 파이버 재료를 건조하고 열처리하는 단계(단계 S53)으로 구성된다.
- [0052] 이하, 각 단계별 공정을 상세하게 설명한다.
- [0053] TiO_2 분말을 탈이온수에 혼합하여 액상 혼합물을 만드는데, TiO_2 분말은 탈이온수에 용해되지 않고 단순히 TiO_2 분말이 분산된 액상을 이룬다.
- [0054] 단일 특성을 위하여 코팅 물질로 사용되는 TiO_2 분말은 일반적인 습식방법으로 TiCl_4 수용액과 KOH 수용액을 반응시켜 TiCl_4 의 가수분해를 통해서 아나타제형 또는 루틸형 TiO_2 를 생성할 수 있다.
- [0055] 바람직하게, TiO_2 분말은 도 2의 방법에 따라 1200°C 의 온도에서 급속냉각하여 아나타제상을 제거하여 1000°C 이상의 고온의 환경에 사용되는 고온상을 가지는 단일 루틸상으로 제공한다.
- [0056] 다음, TiO_2 분말의 액상 혼합물에 세라믹 파이버 재료를 담가 TiO_2 분말이 세라믹 파이버 재료의 파이버 표면에 코팅되도록 한다.
- [0057] 여기서, '파이버 표면'은 세라믹 파이버 재료의 외면으로 노출되는 파이버의 표면(이하, 외부 파이버 표면이라 함)뿐만 아니라 세라믹 파이버 재료의 내부에 노출되는 파이버의 표면(이하, 내부 파이버 표면이라 함)도 포함한다.
- [0058] 일반적인 침전에 의할 경우, TiO_2 분말의 액상 혼합물이 세라믹 파이버 재료의 외부 파이버 표면에 접촉하면서 TiO_2 분말이 외부 파이버 표면에 흡착되거나 코팅되는 반면, 세라믹 파이버 재료의 내부에 격자상으로 영긴 섬유상 파이버 사이의 공극으로 TiO_2 분말의 액상 혼합물이 잘 침투되지 않아 내부 파이버 표면에는 TiO_2 분말이 흡착되거나 코팅되지 않는다.
- [0059] 본 발명에 의하면, 바람직하게, 코팅 단계에서 TiO_2 분말의 액상 혼합물에, 가령 28kHz 정도의 초음파 진동을 인가하여 TiO_2 분말이 세라믹 파이버 재료의 내부에 침투하여 내부 파이버 표면에 코팅되도록 한다.
- [0060] 또한, 초음파 진동에 의해, 액상 혼합물에 포함된 TiO_2 분말이 액상 혼합물 내에서 균일하게 분산되고 TiO_2 분말의 흡착 성능이 좋아지는 이점도 있다.
- [0061] 바람직하게, 초음파 진동을 인가하는 과정에서 수조의 온도는 상온 내지 40°C 온도로 유지될 수 있다.
- [0062] 또한, 코팅 단계에서, 세라믹 파이버 재료는 반복하여 뒤집히거나 수조에 배치된 위치와 방향이 변경되어 세라믹 파이버 재료의 내부와 외부에 걸쳐 TiO_2 분말이 파이버 표면에 치밀하게 코팅되도록 할 수 있다.
- [0063] 코팅이 종료되면, 세라믹 파이버 재료를 건조하여 수분을 제거하고 열처리를 통하여 코팅 단계에서 발생하는 불순물을 제거한다.
- [0064] 세라믹 파이버 재료의 건조는, 가령 120°C 전후에서 24시간 유지하고, 열처리는 가령 400°C 전후에서 2시간 이

상 유지될 수 있다.

[0065] 이 실시 예에서 적용되는 세라믹 파이버 제품은, 상기한 것처럼, 분말 형태의 벌크(bulk), 판상의 보드(board), 또는 롤 형태의 블랭킷(blanket)일 수 있다.

[0067] <실시 예>

[0068] 1) 액상 혼합물의 준비

[0069] 저가의 상업용 루틸형 TiO_2 분말(99.9%)을 전기로에서 1200℃까지 가열한 후 전기로에서 빼내어 탈이온수를 이용한 급속냉각 공정을 통하여 아나타제상을 제거한 루틸형 TiO_2 분말을 만든 후, 이를 탈이온수(De-Ionized Water)와 1:100의 비율로 혼합하여 액상 혼합물을 준비한다.

[0070] 도 6은 루틸형 TiO_2 분말, TiO_2 나노 분말, 및 이 실시 예의 급속냉각(quenched)된 TiO_2 분말의 XRD 패턴을 나타내는 그래프이다.

[0072] 2) 초음파 진동을 이용한 침전 코팅

[0073] 도 7(a)과 7(b)에 나타낸 것처럼, TiO_2 분말의 액상 혼합물(300)이 담긴 수조(100)에 세라믹 파이버 재료(200)를 침지한다.

[0074] 세라믹 파이버 재료(200)는 사각형상으로, 가령 100mm(가로)×100mm(세로)×25mm(두께)의 치수를 갖고 구비하며, 섬유상의 세라믹 파이버가 격자상으로 엉켜 형성됨으로써 내부에 파이버 간에 공극이 형성되는 형상을 갖는다.

[0075] 수조(100)에는, 가령 28kHz의 주파수를 가지는 진동자가 설치되어 액상 혼합물을 초음파 진동하며, 초음파 진동이 수행되는 과정에 수조(100)는 상온 내지 40℃의 온도로 유지된다.

[0076] 초음파 진동을 수행하면서 세라믹 파이버 재료(200)는 수조(100) 내에 1시간 정도 침지되어 TiO_2 분말이 세라믹 파이버 재료(200)의 외부 파이버 표면과 내부 파이버 표면에 충분히 코팅되도록 한다.

[0077] 바람직하게, 이 과정에서, 세라믹 파이버 재료(200)는 반복하여 뒤집히거나 수조(100)에 배치된 위치와 방향이 변경되어 세라믹 파이버 재료(200)의 외부 파이버 표면과 내부 파이버 표면에 TiO_2 분말이 치밀하게 코팅되도록 할 수 있다.

[0078] 도 8(a)은 침전 코팅을 실시하지 않은 세라믹 파이버 재료인 세라믹 블랭킷의 SEM 사진을 보여주고, 도 8(b)은 본 발명에 따라 침전 코팅을 실시한 세라믹 파이버 재료인 세라믹 블랭킷의 SEM 사진을 보여주며, 도 9는 코팅 부분을 확대하여 보여준다.

[0079] 도시된 것처럼, 초음파 진동을 이용한 침전 코팅을 실시한 세라믹 파이버의 표면에 TiO_2 분말이 균일하고 밀도 높게 코팅된 것을 확인할 수 있다.

[0081] 3) 건조와 열처리

[0082] TiO_2 분말의 침전 코팅이 완료된 세라믹 파이버 재료(200)를 120℃의 온도를 갖는 전기로에 넣고 24시간 건조를 진행한다.

[0083] 이후 세라믹 파이버 재료(200)의 파이버 간의 공극에 남아있는 수분과 침전 코팅 공정에서 발생하는 불순물을 제거하기 위하여 400℃의 전기로에 2시간 이상 유지한다.

[0084] 이상에서는 본 발명의 실시 예를 중심으로 설명하였지만, 당업자의 수준에서 다양한 변경을 가할 수 있음은 물론이다. 따라서, 본 발명의 권리범위는 상기한 실시 예에 한정되어 해석될 수 없으며, 이하에 기재되는 청구범위에 의해 해석되어야 한다.

부호의 설명

[0085]

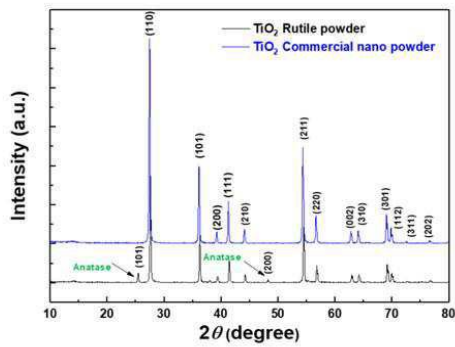
100: 수조

200: 세라믹 파이버 재료

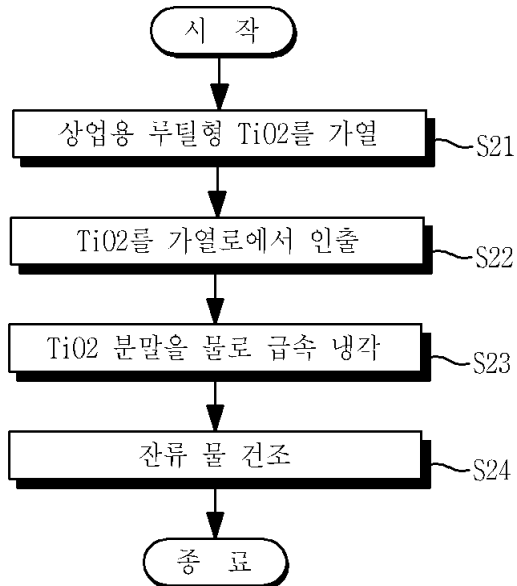
300: TiO_2 분말의 액상 혼합물

도면

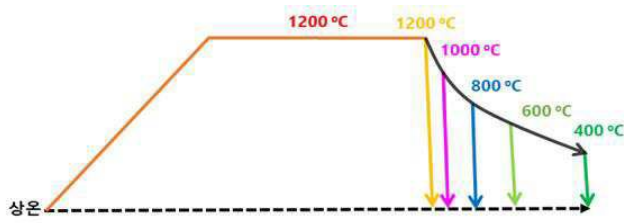
도면1



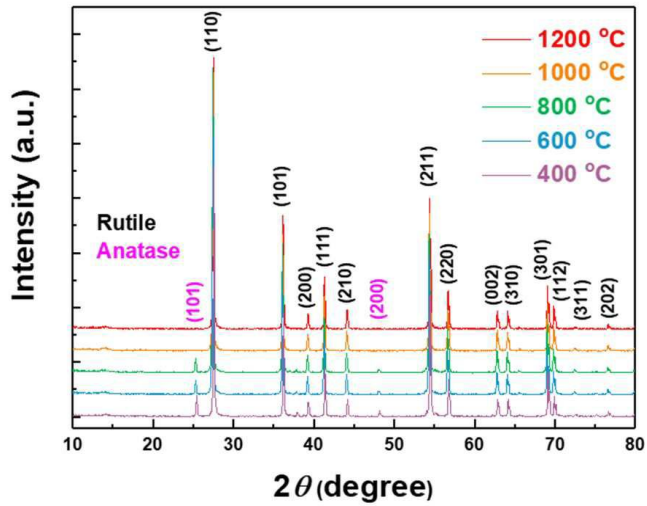
도면2



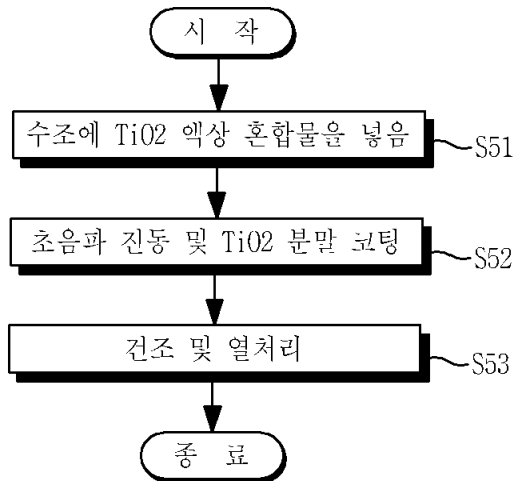
도면3



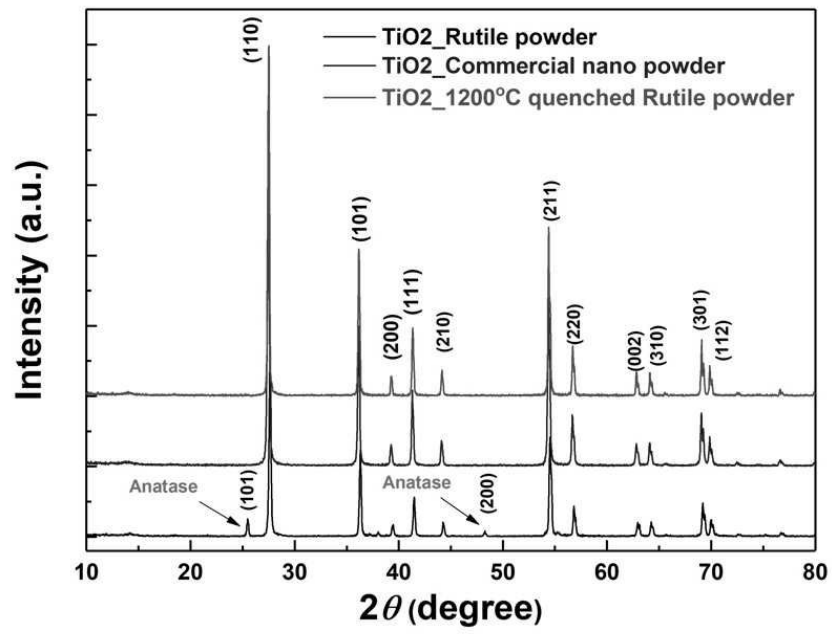
도면4



도면5



도면6



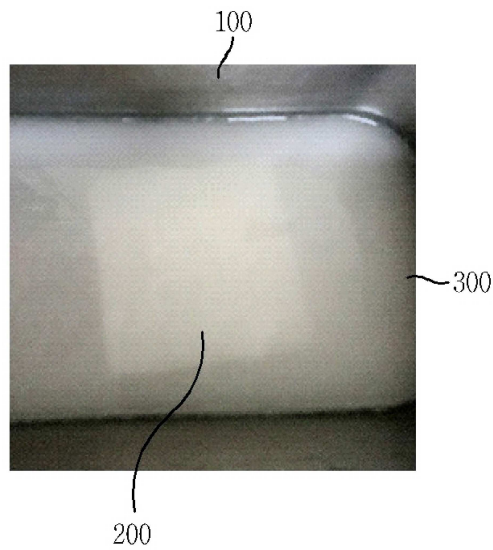
도면7

(a)

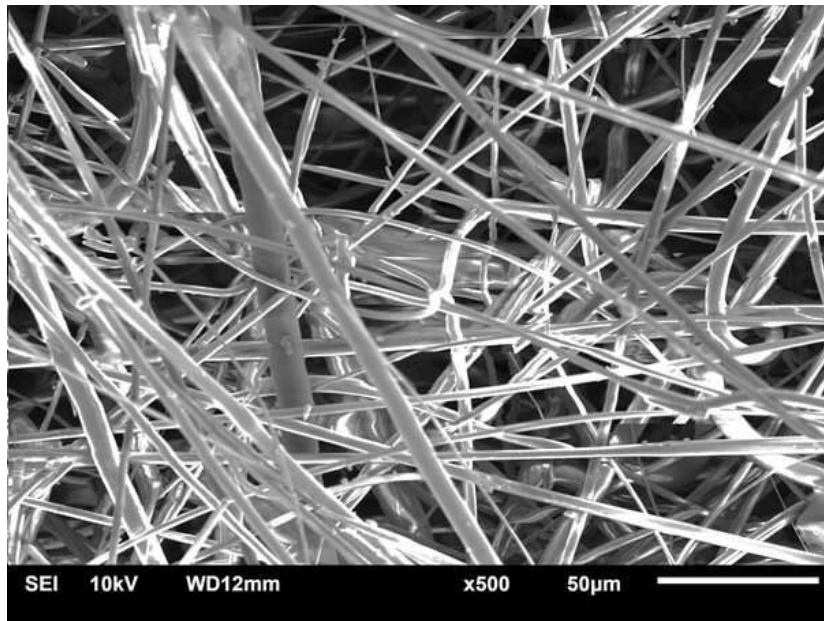


100

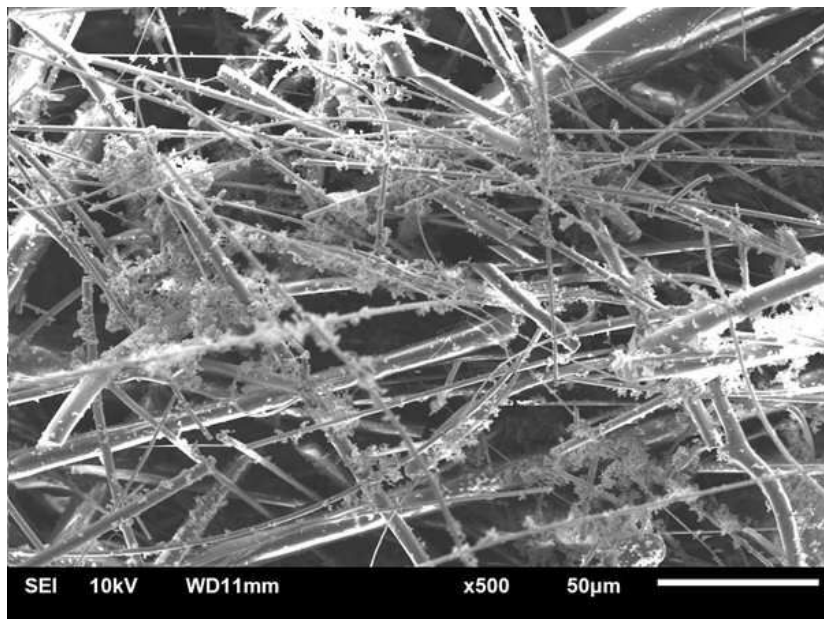
(b)



도면8a



도면8b



도면9

