



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0073678  
(43) 공개일자 2020년06월24일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
B22F 9/14 (2006.01) B22F 1/00 (2006.01)  
B22F 9/22 (2006.01)  
(52) CPC특허분류  
B22F 9/14 (2013.01)  
B22F 1/0044 (2013.01)  
(21) 출원번호 10-2018-0162115  
(22) 출원일자 2018년12월14일  
심사청구일자 2018년12월14일

(71) 출원인  
재단법인 포항산업과학연구원  
경북 포항시 남구 청암로 67 (효자동)  
(72) 발명자  
이목영  
경상북도 포항시 남구 지곡로 155, 5동 1302(지곡동, 교수아파트)  
이경환  
인천광역시 연수구 신송로118번길 6송도풍림아이원 110동 2101호  
이도엽  
경상북도 안동시 은행나무로 106-6 (옥동, 옥동3주공아파트)304동 1503호  
(74) 대리인  
특허법인씨엔에스

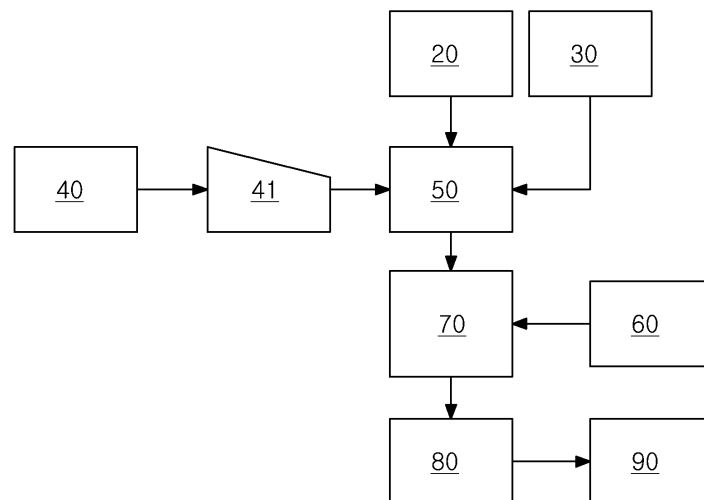
전체 청구항 수 : 총 20 항

(54) 발명의 명칭 입상금속 제조 방법 및 제조 장치

(57) 요약

본 발명은 플라스마 가스 및 H<sub>2</sub> 가스를 반응기 내로 공급하는 가스 공급부; 원료를 반응기 내로 공급하는 원료 공급부; 마이크로웨이브를 생성하는 마이크로웨이브 발생유닛; 상기 마이크로웨이브 발생유닛에서 생성된 마이크로웨이브를 전송 공급하는 마이크로웨이브 전송부; 상기 마이크로웨이브와 플라스마 가스에 의해 플라스마가 형성되고, 상기 원료가 고상의 분말로 환원이 수행되는 반응기; 상기 반응기 내부의 분말에 열원을 공급하는 가열부재; 상기 반응기로부터 배출되는 금속 분말을 분리하여 회수하는 분말수집부; 및 분말이 분리된 폐가스를 처리하는 스크리버;를 포함하는 입상 금속 제조장치에 관한 것이다. 본 발명에 따르면, 염화물로부터 입상 물질의 생성, 성장, 회수 및 연속생산이 용이한 입상 물질의 제조장치 및 방법이 제공된다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

**B22F 9/22** (2013.01)

**B22F 2202/13** (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 G01201801010174

부처명 산업부

연구관리전문기관 한국산업기술평가관리원

연구사업명 산업핵심기술개발사업

연구과제명 Ti 입상금속 연속제조 기술개발 3/5

기 여 율 1/1

주관기관 한국산업기술평가관리원

연구기간 2018.01.01 ~ 2018.12.31

---

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

플라즈마 가스 및  $H_2$  가스를 반응기 내로 공급하는 가스 공급부;

원료를 반응기 내로 공급하는 원료 공급부; 마이크로웨이브를 생성하는 마이크로웨이브 발생유닛; 상기 마이크로웨이브 발생유닛에서 생성된 마이크로웨이브를 전송 공급하는 마이크로웨이브 전송부;

상기 마이크로웨이브와 플라즈마 가스에 의해 플라즈마가 형성되고, 상기 원료가 고상의 분말로 환원이 수행되는 반응기;

상기 반응기 내부의 분말에 열원을 공급하는 가열부재;

상기 반응기로부터 배출되는 금속 분말을 분리하여 회수하는 분말수집부; 및

분말이 분리된 폐가스를 처리하는 스크리버;를 포함하는 입상 금속 제조장치.

#### 청구항 2

제1항에 있어서,

상기 원료가 티타늄 염화물, 알루미늄 염화물, 니켈 염화물, 철염화물, 바나듐 염화물, 마그네슘 염화물, 코발트 염화물, 몰리브덴 염화물, 텅스텐 염화물, 지르코늄 염화물, 실리콘 염화물, 크롬 염화물, 아연 염화물, 구리 염화물, 주석 염화물, 탄탈륨 염화물, 탄소염화물, 우라늄 염화물 및 리튬 염화물 중에서 선택된 1종 이상인 것을 특징으로 하는 입상 물질 제조장치.

#### 청구항 3

제1항에 있어서,

상기 플라즈마 가스가 Ar,  $N_2$ ,  $O_2$  및  $H_2$  중에서 선택된 1종 이상인 것을 특징으로 하는 입상 물질 제조장치.

#### 청구항 4

제1항에 있어서,

상기 마이크로웨이브 발생유닛은 주파수 1 내지 5GHz의 마이크로웨이브를 발생시키는 것을 특징으로 하는 입상 물질 제조장치.

#### 청구항 5

제1항에 있어서,

상기 마이크로웨이브 전송부는 상기 전송부의 단부로부터 마이크로웨이브 파장의 1/4 내지 3/4배 지점에 중심이 위치한 개구부가 형성되어 있는 것을 특징으로 하는 입상 물질 제조장치.

#### 청구항 6

제1항에 있어서,

상기 마이크로웨이브 발생유닛 및 마이크로웨이브 전송부가 2개 이상인 것을 특징으로 하는 입상 물질 제조장치.

#### 청구항 7

제1항에 있어서,

상기 반응기 내부에 도전성 코일이 장착되어 있는 것을 특징으로 하는 입상 물질 제조장치.

#### 청구항 8

제1항에 있어서,

상기 반응기는 원료가 입상의 물질로 환원되는 제1 영역 및 상기 입상 물질의 입자 크기가 성장하는 제2 영역을 포함하는 것을 특징으로 하는 입상 물질 제조장치.

#### 청구항 9

제1항에 있어서,

상기 가열부재가 RF 유도가열기, 전기발열체 및 마이크로웨이브 발생유닛 중에서 선택된 어느 하나인 것을 특징으로 하는 입상 물질 제조장치.

#### 청구항 10

제9항에 있어서,

상기 가열부재가 상기 제2 영역으로 열원을 공급하는 것을 특징으로 하는 입상 물질 제조장치.

#### 청구항 11

제1항에 있어서,

상기 반응기가 유리, 석영 혹은 세라믹 중에서 선택된 1종 이상으로 이루어진 것을 특징으로 하는 입상 물질 제조장치.

#### 청구항 12

제1항에 있어서,

상기 반응기로부터 배출되는 입상의 물질을 냉각하는 냉각부를 추가로 포함하는 것을 특징으로 하는 입상 물질 제조장치.

#### 청구항 13

마이크로웨이브를 생성하여 반응기로 공급하는 단계;

플라즈마 가스 및  $H_2$  가스를 반응기 내로 공급하여 플라즈마를 생성하는 단계;

상기 플라즈마가 생성된 반응기로 원료를 공급하는 단계;

상기 반응기에 전류를 공급하여 가열하는 단계; 및

상기 반응기에서 환원된 입상 금속을 회수하는 단계를 포함하는 입상 물질 제조방법.

#### 청구항 14

제13항에 있어서,

상기 원료가 티타늄 염화물, 알루미늄 염화물, 니켈 염화물, 철염화물, 바나듐 염화물, 마그네슘 염화물, 코발트 염화물, 몰리브덴 염화물, 텅스텐 염화물, 지르코늄 염화물, 실리콘 염화물, 크롬 염화물, 아연 염화물, 구리 염화물, 주석 염화물, 탄탈륨 염화물, 탄소염화물, 우라늄 염화물 및 리튬 염화물 중에서 선택된 1종 이상인 것을 특징으로 하는 입상 물질 제조방법.

#### 청구항 15

제13항에 있어서,

상기 반응기의 제1 영역에서 원료가 입상의 물질로 환원되고, 상기 반응기의 제2 영역에서 상기 환원된 입상 물질의 입자 크기의 성장이 수행되는 것을 특징으로 하는 입상 물질 제조방법.

#### 청구항 16

제13항에 있어서,

상기 반응기의 제2 영역으로 전류를 공급하여 가열하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 입상 물질 제조방법.

#### 청구항 17

제13항에 있어서,

상기 반응기에 전류를 공급하여 가열하는 단계가 RF 유도가열기, 전기발열체 및 마이크로웨이브 발생유닛 중에서 선택된 어느 하나를 이용하여 수행되는 것을 특징으로 하는 입상 물질 제조방법.

#### 청구항 18

제13항에 있어서,

상기 환원된 입상 금속을 냉각하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 입상 물질 제조방법.

#### 청구항 19

제13항 내지 제18항 중 어느 한 항에 따른 방법으로 제조된 입상 물질.

#### 청구항 20

제19항에 있어서,

상기 입상 물질의 평균 직경이 10 내지 100,000nm인 것을 특징으로 하는 입상 물질.

## 발명의 설명

### 기술 분야

[0001] 본 발명은 입상금속 제조 방법 및 제조 장치에 관한 것으로, 보다 상세하게는 금속염화물 플라즈마 분위기에 공급하여 입상의 금속을 제조하는 방법 및 장치에 관한 것이다.

### 배경 기술

[0002] 3D 프린팅은 입상의 금속을 연속적으로 적층하여 구조물을 제조하는 방법으로서 자동차, 항공기 등의 부품제조에 사용이 증가하는 추세이다. 티타늄(Ti) 분말 등의 입상 금속을 제조하기 위해 일반적으로 사용되는 방법은 산화물 광석에서 고순도의 염화물을 제조하고, 마그네슘과의 치환 반응에 의해 스폰지 형태의 티타늄 분말을 얻는 방법(kroll법)이 있다.

[0003] 보다 상세하게는, 먼저 티타늄 광석을 코크스 및 염소와 1,000~1,100℃의 고온에서 반응시키고 사염화티타늄을 얻은 후, 순도가 높은 사염화티타늄을 수득하기 위해, 이를 증류탑에서 연속 증류하는 과정을 거치게 된다. 이러한 방법은 많은 공정이 필요하고 배치 프로세스이며, 생산성이 낮을 뿐만 아니라, 환원용 Mg의 전해공정이 별도 프로세스로 가해지는 등, 전력 소비량도 많아 고비용이 되지 않을 수 없다.

[0004] 한편, 입상의 금속을 제조하는 또 다른 방법으로는 와이어 혹은 봉 형태의 금속을 용융시켜 가는 입자로 분사하고, 액체 혹은 기체로 급냉하는 수분사 혹은 가스분사법으로 제조하는 방법이 제시되어 있다. 그러나 상기 방법은 금속입자 직경의 분포가 넓고, 진원도가 낮고, 비용이 높은 문제점이 있다. 특히, 티타늄과 같이 용점이 높고 안정한 산화물형태로 존재하는 원소는, 금속으로 정련하기 어렵고 입상으로 제조하는 과정에서 산화하기 쉬우므로 가격이 매우 높다.

[0005] 이러한 문제점을 해결하기 위하여, 미국특허 US 8,911,529에서는 고상의 금속분말을 플라즈마 토치에 공급하고 불활성가스를 분사하여 구형화하는 방법을 제안하였다. 상기의 방법은 금속분말을 구형화하는 것으로 기존의 분말제조방법에 비하여 특별한 장점이 없다. 미국특허 US 8,465,809에서는 할로겐화 금속을 플라즈마 분위기의 유동로에 공급하여 금속으로 환원하는 방법을 제안하였다. 상기의 방법은 금속 분말화 과정을 거치지 않고 원료에서 직접 금속분말을 제조하는 장점을 지닌 반면, 분말의 회수, 분말성장 및 연속생산이 어려운 문제점이 있다.

### 선행기술문헌

#### 특허문헌

[0006] (특허문헌 0001) 미국 등록특허 제 8,911,529호  
(특허문헌 0002) 미국 등록특허 제 8,465,809호

## 발명의 내용

### 해결하려는 과제

[0007] 본 발명은 상기와 같은 실정을 감안하여 안출된 것으로, 염화물로부터 입상 물질의 생성, 성장, 회수 및 연속생산이 용이한 입상 물질의 제조장치 및 방법을 제공하고자 한다.

### 과제의 해결 수단

[0008] 본 발명의 일 측면에 따르면, 플라즈마 가스 및 H<sub>2</sub> 가스를 반응기 내로 공급하는 가스 공급부; 원료를 반응기 내로 공급하는 원료 공급부; 마이크로웨이브를 생성하는 마이크로웨이브 발생유닛; 상기 마이크로웨이브 발생유닛에서 생성된 마이크로웨이브를 전송 공급하는 마이크로웨이브 전송부; 상기 마이크로웨이브와 플라즈마 가스에 의해 플라즈마가 형성되고, 상기 원료가 고상의 분말로 환원이 수행되는 반응기; 상기 반응기 내부의 분말에 열원을 공급하는 가열부재; 상기 반응기로부터 배출되는 금속 분말을 분리하여 회수하는 분말수집부; 및 분말이 분리된 폐가스를 처리하는 스크러버;를 포함하는 입상 금속 제조장치가 제공된다.

[0009] 상기 원료가 티타늄 염화물, 알루미늄 염화물, 니켈 염화물, 철염화물, 바나듐 염화물, 마그네슘 염화물, 코발

트 염화물, 몰리브덴 염화물, 텅스텐 염화물, 지르코늄 염화물, 실리콘 염화물, 크롬 염화물, 아연 염화물, 구리 염화물, 주석 염화물, 탄탈륨 염화물, 탄소염화물, 우라늄 염화물 및 리튬 염화물 중에서 선택된 1종 이상일 수 있다.

- [0010] 상기 플라즈마 가스가 Ar, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub> 및 H<sub>2</sub> 중에서 선택된 1종 이상일 수 있다.
- [0011] 상기 마이크로웨이브 발생유닛은 주파수 1 내지 5GHz의 마이크로웨이브를 발생시키는 것일 수 있다.
- [0012] 상기 마이크로웨이브 전송부는 상기 전송부의 단부로부터 마이크로웨이브 파장의 1/4 내지 3/4배 지점에 중심이 위치한 개구부가 형성되어 있을 수 있다.
- [0013] 상기 마이크로웨이브 발생유닛 및 마이크로웨이브 전송부가 2개 이상일 수 있다.
- [0014] 상기 반응기 내부에 도전성 코일이 장착되어 있을 수 있다.
- [0015] 상기 반응기는 원료가 입상의 물질로 환원되는 제1 영역 및 상기 입상 물질의 입자 크기가 성장하는 제2 영역을 포함할 수 있다.
- [0016] 상기 가열부재가 RF 유도가열기, 전기발열체 및 마이크로웨이브 발생유닛 중에서 선택된 어느 하나일 수 있다.
- [0017] 상기 가열부재가 상기 제2 영역으로 열원을 공급하는 것일 수 있다.
- [0018] 상기 반응기가 유리, 석영 혹은 세라믹 중에서 선택된 1종 이상으로 이루어진 것일 수 있다.
- [0019] 상기 반응기로부터 배출되는 입상의 물질을 냉각하는 냉각부를 추가로 포함할 수 있다.
- [0020] 본 발명의 다른 측면에 따르면, 마이크로웨이브를 생성하여 반응기로 공급하는 단계; 플라즈마 가스 및 H<sub>2</sub> 가스를 반응기 내로 공급하여 플라즈마를 생성하는 단계; 상기 플라즈마가 생성된 반응기로 원료를 공급하는 단계; 상기 반응기에 전류를 공급하여 가열하는 단계; 및 상기 반응기에서 환원된 입상 금속을 회수하는 단계를 포함하는 입상 물질 제조방법이 제공된다.
- [0021] 상기 원료가 티타늄 염화물, 알루미늄 염화물, 니켈 염화물, 철염화물, 바나듐 염화물, 마그네슘 염화물, 코발트 염화물, 몰리브덴 염화물, 텅스텐 염화물, 지르코늄 염화물, 실리콘 염화물, 크롬 염화물, 아연 염화물, 구리 염화물, 주석 염화물, 탄탈륨 염화물, 탄소염화물, 우라늄 염화물 및 리튬 염화물 중에서 선택된 1종 이상일 수 있다.
- [0022] 상기 반응기의 제1 영역에서 원료가 입상의 물질로 환원되고, 상기 반응기의 제2 영역에서 상기 환원된 입상 물질의 입자 크기의 성장이 수행될 수 있다.
- [0023] 상기 반응기의 제2 영역으로 전류를 공급하여 가열하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0024] 상기 반응기에 전류를 공급하여 가열하는 단계가 RF 유도가열기, 전기발열체 및 마이크로웨이브 발생유닛 중에서 선택된 어느 하나를 이용하여 수행될 수 있다.
- [0025] 상기 환원된 입상 금속을 냉각하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [0026] 본 발명의 다른 또 하나의 측면에 따르면, 상기 방법으로 제조된 입상 물질이 제공된다.
- [0027] 상기 입상 물질의 평균 직경이 10 내지 100,000nm일 수 있다.

### 발명의 효과

- [0028] 본 발명에 따르면, 염화물로부터 입상 물질의 생성, 성장, 회수 및 연속생산이 용이한 입상 물질의 제조장치 및 방법이 제공된다.

### 도면의 간단한 설명

- [0029] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따른 입상물질 제조장치의 블록다이어그램을 개략적으로 나타낸 것이다.
- 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따른 입상물질 제조장치를 개략적으로 나타낸 것이다.
- 도 3은 본 발명의 다른 실시예에 따른 입상물질 제조장치를 개략적으로 나타낸 것이다.
- 도 4는 마이크로웨이브 발생유닛에서 생성된 마이크로 웨이브를 반응기로 전송되는 태양을 개략적으로 나타낸

것이다.

도 5는 반응기 내부에 플라즈마를 발생시키기 위한 점화수단의 일례를 나타낸 것이다.

도 6은 본 발명의 실시예에 따라 제조된 Ti 분말을 나타낸 것이다.

도 7은 본 발명의 실시예에 따라 제조된 Ti 분말의 형상을 투과전자현미경(transmission electron microscope, TEM)으로 관찰한 사진을 나타낸 것이다.

도 8은 본 발명의 실시예에 따라 제조된 Ti 분말을 X선 회절분석기로 정성분석한 결과를 나타낸 것이다.

### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0030] 이하, 다양한 실시예를 참조하여 본 발명의 바람직한 실시 형태를 설명한다. 그러나, 본 발명의 실시 형태는 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 이하 설명하는 실시 형태로 한정되는 것은 아니다.
- [0031] 본 발명은 입상금속 제조 방법 및 제조 장치에 관한 것으로, 보다 상세하게는 기상의 금속화합물을 플라즈마 분위기에 공급하여 입상의 금속을 제조하는 방법 및 장치에 관한 것이다.
- [0032] 본 발명의 일 측면에 따르면, 플라즈마 가스 및 H<sub>2</sub> 가스를 반응기(10) 내로 공급하는 가스 공급부(20); 원료를 반응기 내로 공급하는 원료 공급부(30); 마이크로웨이브를 생성하는 마이크로웨이브 발생유닛(40); 상기 마이크로웨이브 발생유닛에서 생성된 마이크로웨이브를 전송 공급하는 마이크로웨이브 전송부(41); 상기 마이크로웨이브와 플라즈마 가스에 의해 플라즈마(51)가 형성되고, 상기 원료가 고상의 분말로 환원이 수행되는 반응기(10); 상기 반응기 내부의 분말(52)에 열원을 공급하는 가열부재(60); 상기 반응기로부터 배출되는 금속 분말을 분리하여 회수하는 분말수집부(80); 및 분말이 분리된 폐가스를 처리하는 스크러버(90);를 포함하는 입상 금속 제조 장치가 제공된다.
- [0033] 본 발명에 있어서, 가스 공급부(20)는 플라즈마 가스 및 H<sub>2</sub> 가스를 반응기(10) 내로 공급하기 위해 구비되며, 원료공급부(30)는 입상 금속을 제조하기 위한 원료물질들을 반응기 내부로 공급하기 위해 구비된다. 보다 상세하게 상기 원료공급부(30)는 원료를 비등점이상으로 가열하여 증기압으로 반응기로 공급하거나, 상기 증발된 원료를 캐리어 가스(carrier gas)를 이용하여 반응기로 공급하거나 또는 고상의 미분을 캐리어 가스를 이용하여 반응기로 공급시키는 것일 수 있으며, 이에 한정하는 것은 아니다.
- [0034] 상기 원료는 입상 금속을 제조하기 위한 원료물질로 사용되는 것으로서 티타늄 염화물, 알루미늄 염화물, 니켈 염화물, 철염화물, 바나듐 염화물, 마그네슘 염화물, 코발트 염화물, 몰리브덴 염화물, 텅스텐 염화물, 지르코늄 염화물, 실리콘 염화물, 크롬 염화물, 아연 염화물, 구리 염화물, 주석 염화물, 탄탈륨 염화물, 탄소염화물, 우라늄 염화물 및 리튬 염화물 중에서 선택된 1종 이상일 수 있고, 예를 들어, TiCl<sub>4</sub>, AlCl<sub>3</sub>, NiCl<sub>2</sub>, FeCl<sub>3</sub>, VCl<sub>4</sub>, MgCl<sub>2</sub>, CoCl<sub>2</sub>, MoCl<sub>4</sub>, WCl<sub>4</sub>, ZrCl<sub>4</sub>, SiCl<sub>4</sub>, CrCl<sub>3</sub>, ZnCl<sub>2</sub>, CuCl<sub>2</sub>, SnCl<sub>2</sub>, TaCl<sub>5</sub>, LiCl, CCl<sub>4</sub> 및 UCl<sub>4</sub> 중에서 선택된 1종 이상일 수 있다. 편의상 이하에서는 원료로서 TiCl<sub>4</sub>를 사용한 것을 예를 들어 설명하기로 한다.
- [0035] 플라즈마 가스는 후술하는 바와 같이, 마이크로웨이브에 의해 플라즈마를 형성하기 위해 투입되는 가스로서, 예를 들어, Ar, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub> 및 H<sub>2</sub> 중에서 선택된 1종 이상을 사용할 수 있고, Ar과 H<sub>2</sub>을 혼합하여 사용하는 것이 바람직하다.
- [0036] 가스 공급부(20)에서 반응기(10) 내부로 투입되는 H<sub>2</sub> 가스는 마이크로웨이브 및 마이크로웨이브에 의해 형성된 Ar 플라즈마에 의해 수소 이온과 전자로 해리되고, 원료물질인 염화물은 마이크로웨이브 및 마이크로웨이브에 의해 형성된 Ar 및/또는 수소 플라즈마에 의해 Cl<sup>-</sup> 이온과 금속이온으로 해리되며, 상기 Cl<sup>-</sup> 이온은 수소 이온과 결합하고 상기 금속이온은 수소이온 및/또는 전자와 결합하여 환원이 수행된다. 예를 들어, 기상의 TiCl<sub>4</sub> 및 H<sub>2</sub> 가스는 플라즈마에 의해 해리 및 환원이 발생하여, Ti 혹은 TiH 분말 및 HCl을 형성하게 된다.
- [0037] 본 발명은 마이크로웨이브를 생성하는 마이크로웨이브 발생유닛(40) 및 상기 마이크로웨이브 발생유닛(40)에서 생성된 마이크로웨이브를 반응기(10)로 전송하여 공급하는 마이크로웨이브 전송부(41)를 포함한다.
- [0038] 상기 마이크로웨이브 발생유닛(40)은 마이크로웨이브를 발생하는 마그네트론(Magnetron)을 포함하고, 마그네트론의 작동에 의하여 발생하는 마이크로웨이브는 마이크로웨이브 전송부(41)를 통하여, 반응기(10)로 마이크로웨이브를 전송하여 공급할 수 있다. 이 때, 상기 마이크로웨이브 발생유닛(40)은 주파수 1 내지 5GHz의 마이크로

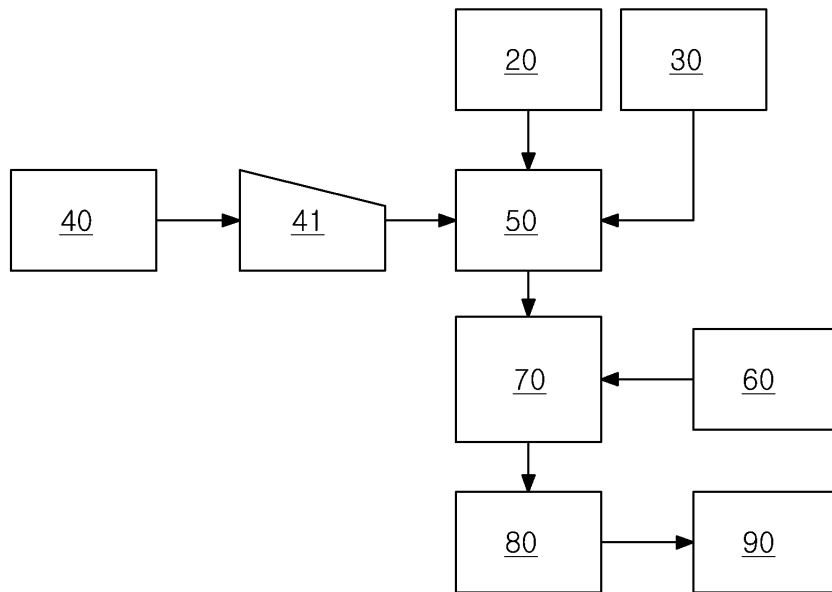
웨이브를 발생시키는 것이 바람직하며, 2.45GHz의 마이크로웨이브를 발생시키는 것이 보다 바람직하다. 마이크로웨이브 반응기의 직경은 파장의 1/4이 적당한데, 마이크로웨이브의 주파수가 1GHz 보다 짧은 경우는 적절한 반응기 직경이 75mm 가량으로 과대하여 미 반응영역이 많기 때문이며, 주파수가 5GHz 보다 긴 경우는 적절한 반응기 직경이 15mm 가량으로 작아 반응기 손상이 심하기 때문이다.

- [0039] 마이크로웨이브의 주파수가 2.45GHz인 경우, 적절한 반응기의 직경은 30mm 가량으로 환원반응 및 반응기 수명이 적정하며, 상기 주파수의 응용분야가 많아 장비 가격이 저렴하고 성능이 우수한 장점이 있다.
- [0040] 한편, 상기 마이크로웨이브 전송부(41)는 마이크로웨이브 발생 유닛(40)과 그 일단이 연결되어 있으며 마이크로웨이브 발생유닛(40)으로부터 발생하는 마이크로웨이브를 직접 전달하도록 구성된다. 상기 마이크로웨이브 전송부(41)는 예를 들어 스테인리스강, 구리 등으로 제조된 도파관일 수 있다.
- [0041] 상기 마이크로웨이브 전송부(41)는 마이크로웨이브 발생 유닛(40)과 연결된 단부로부터 마이크로웨이브 파장의 1/4 내지 3/4배 지점에 중심이 위치하는 개구부(52)가 형성되어 있는 것이 바람직하다. 1/4 및 3/4배 지점에서 마이크로웨이브의 강도가 최대이기 때문이다.
- [0042] 이와 같이, 마이크로웨이브 전송부(41)로부터 전달된 마이크로웨이브 및 가스공급부(20)로부터 공급된 플라즈마 가스는 점화장치에 의해 반응기에서 플라즈마를 발생시키며, 가스공급부로부터 주입된  $H_2$  가스 및 기상의  $TiCl_4$  는 플라즈마 및 마이크로웨이브에 의해 해리 및 환원을 거쳐 Ti 분말 및 HCl을 형성하게 된다.
- [0043] 상기 점화장치에서 점화수단은 특별하게 한정하는 것은 아니며, 예를 들어, 반응기 내부에 도전성 막대를 삽입하고 플라즈마가 점화되면 제거하는 방식으로 수행될 수 있다. 또한 도 4에 나타난 것과 같이 반응기의 유리관 내부의 표면에 도전성 코일(53)을 장착하여 자체 점화하는 것일 수 있다. 상기 도전성 코일의 재질은 텅스텐 등 용융온도가 높은 것이 바람직하며, 원료분말과 동일한 재질을 사용하면 오염을 방지할 수 있다. 도전성 코일에 사용된 와이어의 직경은 0.2 내지 2.0mm가 적정하며, 직경이 0.2mm 미만인 경우 수명이 짧고 가열에 의하여 형상이 변화되어 특정한 지점에 유지하기가 어렵고, 반대로 직경이 2.0mm를 초과하는 경우 스월(swirl) 가스의 흐름을 방해하고 마이크로웨이브의 효율을 저하시키기 때문이다.
- [0044] 본 발명에 있어서, 상기 마이크로웨이브 발생유닛(40) 및 마이크로웨이브 전송부(41)가 2개 이상으로 구비될 수 있다. 플라즈마 수소환원에서는 수소 구성비가 높은 것이 바람직하지만, 수소 및 염화물은 플라즈마를 불안정하게 하는 요인이다. 따라서, 마이크로웨이브 발생유닛 및 마이크로웨이브 전송부를 2개 이상을 연속하여 사용하는 경우, 플라즈마가 보다 안정되고 수소 및 원료물질의 공급량을 증대시키는 것이 가능하고, 플라즈마 영역의 길이를 확장하여 환원반응 효율 증대 및 생성 분말의 성장이 확대되어 생성분말의 크기 증가가 가능하다. 도 3은 마이크로웨이브 발생유닛(40) 및 마이크로웨이브 전송부(41)가 2개 이상 구비된 본 발명의 또 다른 태양을 예시적으로 나타낸 것이다.
- [0045] 본 발명은 상기 환원되어 생성된 반응기 내부의 분말(52)에 열원을 공급하는 가열부재(60)를 포함한다. 상기 가열부재(60)는 RF(Radio-Frequency) 유도가열기, 전기발열체 및 마이크로웨이브 발생유닛 중에서 선택된 어느 하나일 수 있다. 상기 가열부재(60)가 RF 유도가열기인 경우를 예를 들어 설명하면, RF 유도가열을 위한 무선주파수 발생 유닛을 포함할 수 있으며, 상기 RF(Radio-Frequency) 유도가열 유닛은 RF코일(induction coil)일 수 있다. RF 유도가열은 코일내부에 형성된 전자기장에 존재하는 도전성 입자에 전류가 유도되어 주열발열이 생기고 이에 의해 입자들이 자체 가열된다. RF 유도가열은 마이크로웨이브에 비하여 에너지는 낮지만 코일내부에 걸쳐 균일하게 가열되는 특징이 있기 때문에 반응기(10) 내부의 분위기 온도를 균일하게 유지하는 것이 가능하다. 상기 RF 유도가열에 의한 반응기(10)의 온도는 생성 분말의 융점 이상 및 증발온도 미만으로 유지하는 것이 바람직하다. 상기 RF 유도가열기는 반응기 후단에 공급되며, 마이크로웨이브 플라즈마에 의해 형성된 입상 금속 분말의 입자 크기를 마이크로 사이즈로 성장시키는 역할을 수행할 수 있다.
- [0046] 이와 같이, 상기 반응기(10) 내부에서는 마이크로웨이브 플라즈마에 의한 염화물 및  $H_2$  가스의 반응을 통한 입상 금속 입자의 생성 및 RF 유도가열기에 의한 상기 입상 물질 입자 크기의 성장이 이루어지게 된다.
- [0047] 본 발명에서는 상기 입상 금속입자의 생성이 이루어지는 반응기(10) 내부의 영역을 제1 영역으로 정의하며, 상기 입상 금속 입자 크기의 성장이 이루어지는 반응기 내부의 영역을 제2 영역으로 정의하며, 상기 제2 영역은 제조 분말의 직경에 따라 그 길이가 유동적일 수 있다.
- [0048] 상기 반응기(10)는 유리, 석영 혹은 세라믹 등 전자기파의 투과가 용이한 유전성 물질이 바람직하며, 전자기파가 통과하는 도파관 영역을 제외하고는 스테인리스강, 동 등 금속을 외부 구조로 하는 것이 바람직하다.

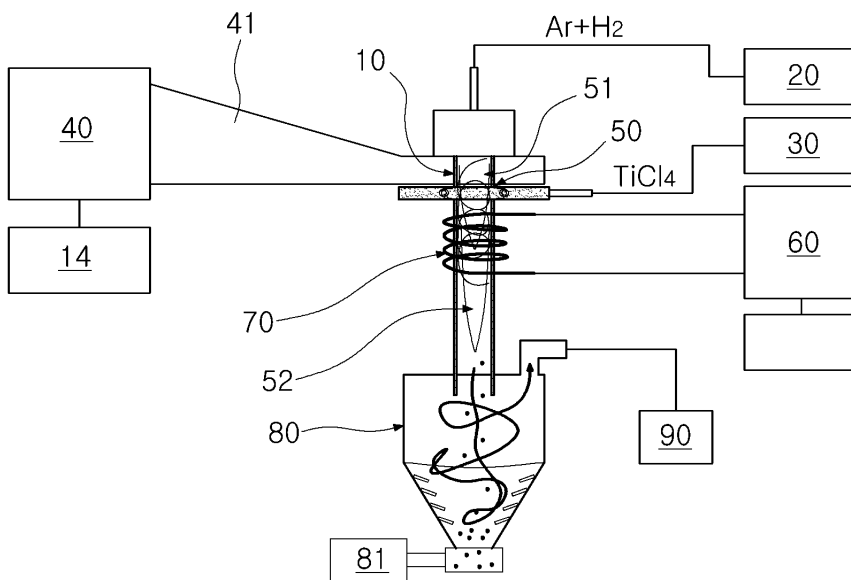
- [0049] 상기와 같이 제조된 입상 금속은 반응기(10) 후단에 구비된 분말수집부(80)를 통하여 회수될 수 있다. 구체적으로, 상기 분말수집부(80)는 사이클론으로 이루어질 수 있으며, 상기 사이클론을 통하여 입상 금속 분말은 회수되고, 스크러버(90)를 통하여 폐가스는 배출된다.
- [0050] 또한, 분말 수집부(80)를 통과하기 전 냉각부를 통해 냉각되는 과정을 더 포함할 수 있다. 이러한 냉각수단은 당 업계에서 통상적으로 사용되고 있는 어떠한 냉각수단도 사용될 수 있으므로, 여기에서는 자세한 설명은 생략하기로 한다. 평균직경이 작은 분말을 제조하는 경우, 반응기 하부에 냉각부를 구성하여 성장을 억제할 수 있다. 반면 평균직경이 큰 분말을 제조하는 경우에는 반응기 하부에 가열수단을 추가하여 입자의 크기를 성장시킬 수 있으므로, 분말 직경에 따라 성장기의 길이를 가변할 수 있다.
- [0051] 상술한 본 발명에 따른 입상금속 제조장치 및 제조방법에 따라 제조된, 입상금속은 평균직경이 10nm 내지 100,000nm일 수 있다. 상술한 바와 같이, 냉각부 및 가열장치의 부가를 통하여, 원하는 크기의 입상금속을 제조할 수 있으며, 본 발명에 따라, 제조된 분말은 기상에서 냉각되어 생성된 것으로 기존의 분말 대비 구형도가 우수하다.
- [0052] 이와 같이 본 발명에 따르면, 분말의 생성, 성장, 회수 및 연속생산이 용이한 금속 염화물로부터 입상의 분말을 제조하기 위한 장치 및 방법이 제공된다.
- [0053]
- [0054] **실시예**
- [0055] 이하, 본 발명을 실시예를 들어 보다 구체적으로 설명한다. 이하의 실시예는 본 발명을 보다 구체적으로 설명하기 위한 것으로서, 이에 의해 본 발명이 한정되는 것은 아니다.
- [0056] 본 발명에 따른 제조장치를 이용하여 입상 금속을 제조하였다. 구체적으로, 마이크로웨이브 출력 1,500W, Ar swirl 가스 유량 20slm 및 H<sub>2</sub> 가스 유량5slm의 조건에서 원료로는 TiCl<sub>4</sub>를 130℃로 가열하고 유량 1slm의 Ar 가스를 캐리어 가스로 이용하여 반응기 내부로 공급하여, Ti 분말을 제조하였다.
- [0057] 도 6은 상기 조건에서 제조한 Ti 분말의 외형을 나타낸 것이며, 도 7은 상기 Ti 분말의 형상을 TEM으로 관찰한 것이다. 도 8은 상기 제조 분말을 X선 회절분석기로 정성분석한 것으로, TiH<sub>2</sub>와 TiO가 혼재되어 있는 것으로 분석되었다. 상기의 산화물은 원료 혹은 가스에 포함된 산소 혹은 수분에 기인하는 것으로, 전처리를 통하여 원료 혹은 가스의 산소 혹은 수분 제거로 감소시킬 수 있다.
- [0058] 이상에서 본 발명의 실시예에 대하여 상세하게 설명하였지만 본 발명의 권리범위는 이에 한정되는 것은 아니고, 청구범위에 기재된 본 발명의 기술적 사상을 벗어나지 않는 범위 내에서 다양한 수정 및 변형이 가능하다는 것은 당 기술분야의 통상의 지식을 가진 자에게는 자명할 것이다.

도면

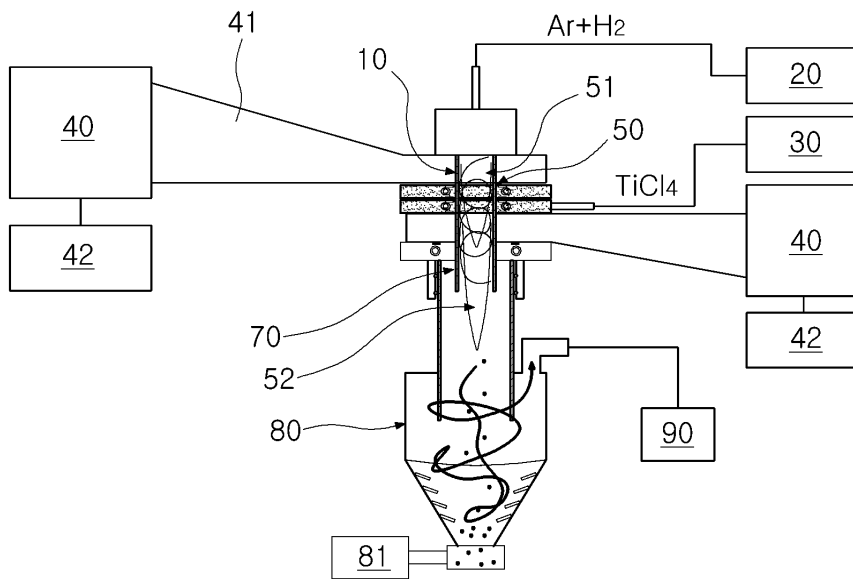
도면1



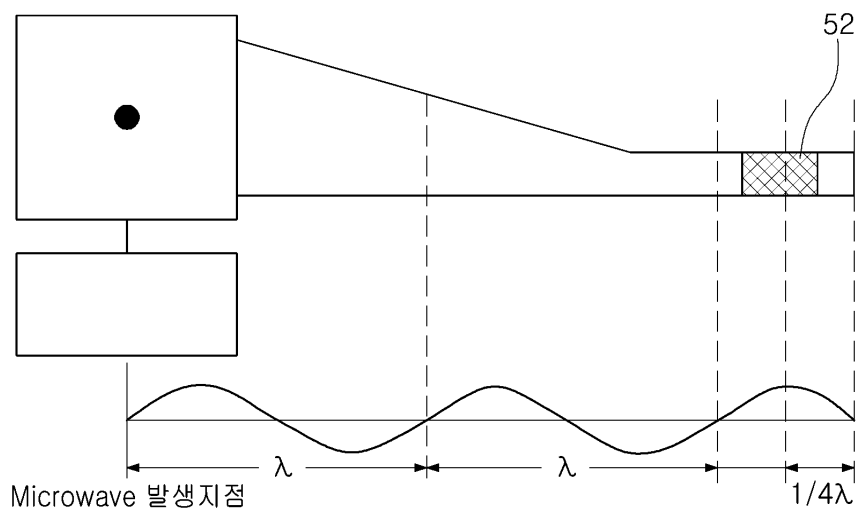
도면2



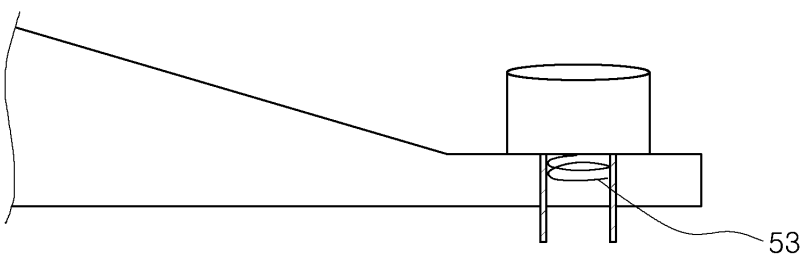
도면3



도면4



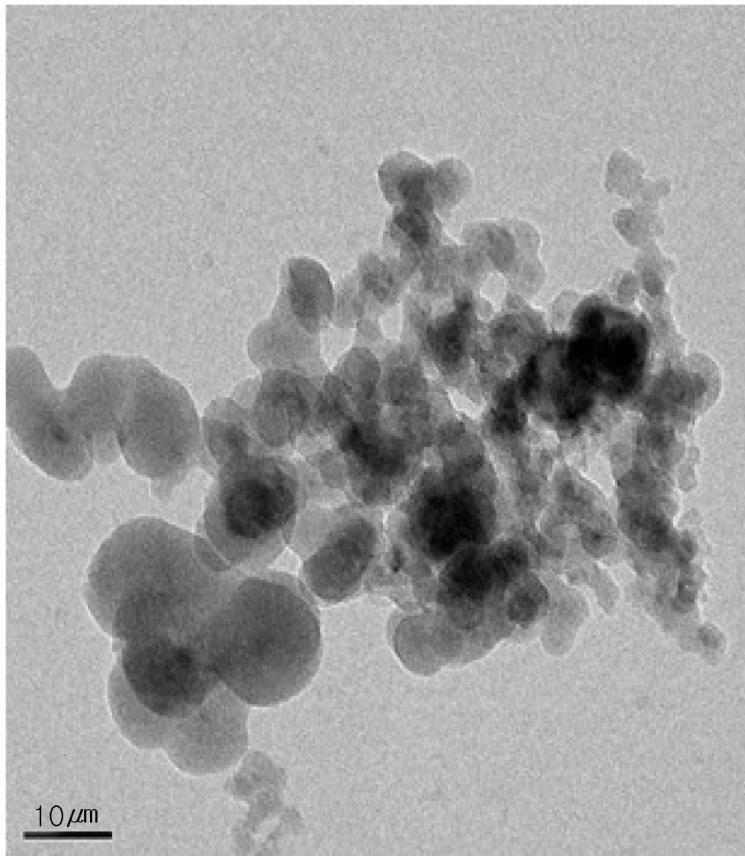
도면5



도면6



도면7



도면8

