(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0051607
(43) 공개일자 2013년05월21일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B82B 3/00 (2006.01) *B82B 1/00* (2006.01)
B82Y 40/00 (2011.01)
(21) 출원번호 10-2011-0116850
(22) 출원일자 2011년11월10일
심사청구일자 2011년11월10일

(71) 출원인
한국기계연구원
대전광역시 유성구 가정북로 156 (장동)
(72) 발명자
윤중열
경상남도 창원시 성산구 대암로 253, 107동 1103호 (성주동, 프리빌리지아파트)
양상선
경상남도 창원시 성산구 토월로 32, 한국기계연구원 아파트 401호 (가음정동)
유지훈
부산광역시 동래구 명륜동 명륜쌍용예가 101동 1804호
(74) 대리인
안승태

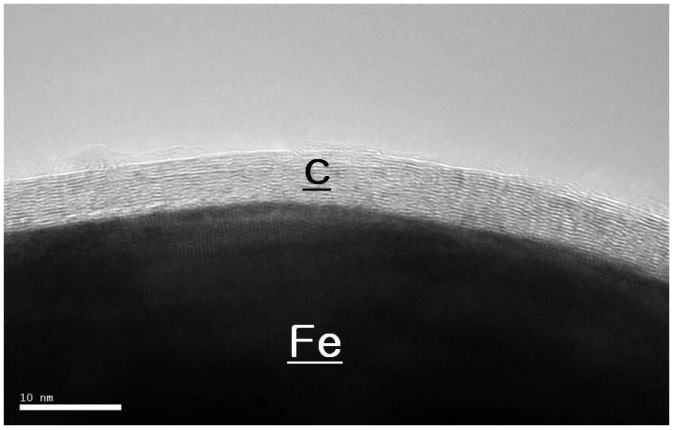
전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 발명의 명칭 **액중 전기폭발에 의한 탄소층이 도포된 나노분말의 제조방법 및 그에 의해 제조된 나노분말**

(57) 요 약

도전성 나노분말의 산화를 방지하고, 생체 안정성과 같은 특성을 향상시키며, 분산이 잘 이루어지도록 하는 액중 전기폭발에 의한 탄소층이 도포된 나노분말의 제조방법 및 그에 의해 제조된 나노분말을 제시한다. 그 방법 및 분말은 탄소가 포함된 유기용매를 전기폭발 장치의 용기에 채우고 유기용매 내에 도전성 재료를 장입시킨 도전성 재료를 전기폭발시켜 도전성 나노분말 형태의 담체를 만들면서, 동시에 전기폭발에 의해 탄소가 포함된 유기용매를 분해시켜 생성된 탄소에 의해 담체의 표면에 탄소층을 형성시켜 제조한다.

대 표 도 - 도1b



특허청구의 범위

청구항 1

탄소가 포함된 유기용매를 전기폭발 장치의 용기에 채우는 단계;

상기 유기용매 내에 도전성 재료를 장입시키는 단계;

상기 도전성 재료를 전기폭발시켜 도전성 나노분말 형태의 담체를 만들면서, 동시에 상기 전기폭발에 의해 상기 탄소가 포함된 유기용매를 분해시켜 생성된 탄소에 의해 상기 담체의 표면에 탄소층을 형성하는 단계; 및

상기 촉매가 부착된 담체를 수집하는 단계를 포함하는 액중 전기폭발에 의한 탄소층이 도포된 나노분말의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 도전성 재료는 단일 원소로 이루어진 금속 또는 상기 금속을 포함하는 합금인 것을 특징으로 하는 액중 전기폭발에 의한 탄소층이 도포된 나노분말의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 전기폭발을 일으키는 인가전압은 500V ~ 50KV인 것을 특징으로 하는 액중 전기폭발에 의한 탄소층이 도포된 나노분말의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 탄소를 포함하는 유기용매는 탄소를 포함하는 알콜류, 탄소를 포함하는 글리콜류, 아세톤, 글리세린, 트리에틴올아민 또는 염화메틸렌 중에 선택된 적어도 어느 하나인 것을 특징으로 하는 액중 전기폭발에 의한 탄소층이 도포된 나노분말의 제조방법.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중의 어느 한 항에 의해 제조된 나노분말.

명 세 서

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 액중 전기폭발에 의한 나노분말의 제조방법 및 그에 의해 제조된 나노분말에 관한 것으로, 보다 상세하게는 액중 전기폭발에 의하여 탄소층이 그 표면에 도포된 나노분말을 제조하는 방법 및 그 방법에 의해 제조된 나노분말에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 첨단산업의 발전에 따라 부품 및 시스템의 고성능화 및 소형화가 진행되고 있으며, 나노기술은 기존 기술의 한계성을 극복할 수 있는 것이다. 나노 분말은 이러한 나노기술의 중요성을 이루어갈 수 있는 대안으로 제시되어, 현재 이에 대한 연구가 활발하게 진행되고 있다. 극미세 분말인 나노분말은 미세화(약 100㎚ 이하)에 따른 표면적의 증가로 인하여 기존의 재료에서는 얻을 수 없는 전자기적, 기계적 및 촉매 특성을 나타낼 수 있으므로, 초고강도 부품, 자성 부품, 열전 센서, 필터, 전지, 촉매 등에 적용되는 차세대 기능성 소재로서 산업 전반에 걸쳐 새로운 수요를 창출할 것으로 기대된다.

[0003] 나노분말을 제조하는 방법은 다양한 관점에서 알려져 있지만, 그 중에서 펄스파워를 이용한 전기 폭발법에 의한 도전성 나노분말을 제조하는 기술이 활발하게 연구되고 있다. 전기 폭발법에 의한 도전성 나노분말 제조방법은 산업적인 응용 측면에서 매우 중요한 의의를 갖고 있고, 경제적으로 다른 방법에 비해 유리하다. 종래의 펄스파워를 이용한 전기폭발법은 기중 전기폭발법과 액중 전기폭발법으로 발전되어 왔다.

[0004] 그런데 액중 전기폭발법에 의해 제조된 도전성 나노분말은 액중에 용해된 용존 산소에 의해 상기 나노분말이 산화되기 쉽다. 또한, 제조된 도전성 나노분말의 독성이 제어하기 어려워 이를 활용하는 과정이 상기 독성이 치명

적인 해를 가져올 수 있다. 예를 들어, 인체조직의 생화학적 특성에 관한 정보를 얻을 수 있는 자기공명영상(Magnetic Resonance Imaging; MRI)에서 인체에 해를 가져와 생체의 안정성이 떨어질 수 있다. 나아가, 액중 전기폭발법에 의해 제조된 도전성 나노분말은 응집이 일어나므로, 분산제 등을 사용하여 분산시키는 별도의 공정이 더 필요하다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 도전성 나노분말의 산화를 방지하고, 생체 안정성과 같은 특성을 향상시키며, 분산이 잘 이루어지도록 하는 액중 전기폭발에 의한 탄소층이 도포된 나노분말의 제조방법 및 그에 의해 제조된 나노분말을 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

[0006] 상기 과제를 해결하기 위한 본 발명의 액중 전기폭발에 의한 탄소층이 도포된 나노분말의 제조방법은 먼저 탄소가 포함된 유기용매를 전기폭발 장치의 용기에 채우고, 상기 유기용매 내에 도전성 재료를 장입시킨다. 그후, 상기 도전성 재료를 전기폭발시켜 도전성 나노분말 형태의 담체를 만들면서, 동시에 상기 전기폭발에 의해 상기 탄소가 포함된 유기용매를 분해시켜 생성된 탄소에 의해 상기 담체의 표면에 탄소층을 형성시킨다. 이어서, 상기 촉매가 부착된 담체를 수집한다.

[0007] 본 발명의 바람직한 방법에 있어서, 상기 도전성 재료는 단일 원소로 이루어진 금속 또는 상기 금속을 포함하는 합금일 수 있다. 또한, 상기 전기폭발을 일으키는 인가 전압은 500V ~ 50KV일 수 있다. 나아가, 상기 탄소를 포함하는 유기용매는 탄소를 포함하는 알콜류, 탄소를 포함하는 글리콜류, 아세톤, 글리세린, 트리에틴올아민 또는 염화메틸렌 중에 선택된 적어도 어느 하나일 수 있다.

[0008] 상기 다른 과제를 해결하기 위한 본 발명의 액중 전기폭발에 의한 탄소층이 도포된 나노분말은 상기의 방법으로 제조된다.

발명의 효과

[0009] 본 발명의 액중 전기폭발에 의한 탄소층이 도포된 나노분말의 제조방법 및 그에 의해 제조된 나노분말은 탄소가 포함된 유기용매를 사용한 액중 전기폭발에 의하여 탄소층이 그 표면에 도포된 나노분말을 제조함으로써, 나노분말의 산화를 방지하고, 생체 안정성과 같은 특성을 향상시키며, 분산이 잘 이루어지도록 할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0010] 도 1a 및 도 1b는 본 발명의 하나의 실시예에 따른 액중 전기폭발에 의한 탄소층이 도포된 나노분말을 나타내는 투과전자현미경(TEM) 사진이다.

도 2a 및 도 2b는 본 발명의 다른 실시예에 따른 액중 전기폭발에 의한 탄소층이 도포된 나노분말을 나타내는 투과전자현미경(TEM) 사진이다.

도 3은 본 발명의 또 다른 실시예에 따른 액중 전기폭발에 의한 탄소층이 도포된 나노분말을 나타내는 투과전자현미경(TEM) 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0011] 이하 첨부된 도면을 참조하면서 본 발명의 바람직한 실시예를 상세히 설명한다. 다음에서 설명되는 실시예는 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 아래에서 상술되는 실시예에 한정되는 것은 아니다. 본 발명의 실시예는 당 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 본 발명을 보다 완전하게 설명하기 위하여 제공되는 것이다.

[0012] 본 발명의 실시예는 액중 전기폭발에 의하여 탄소층이 그 표면에 도포된 나노분말을 제조함으로써, 나노분말의 산화를 방지하고, 생체 안정성과 같은 특성을 향상시키며, 분산이 잘 이루어지도록 하는 액중 전기폭발에 의한 탄소층이 도포된 나노분말의 제조방법 및 그에 의해 제조된 나노분말을 제시한다. 이를 위해, 액중 전기폭발 과정에서 생성되는 도전성 나노분말에 탄소층이 도포되는 과정을 상세하게 살펴보고, 탄소층에 의해 개선된 도전성 나노분말을 특성을 설명하기로 한다.

[0013] 본 발명에 적용되는 액중 전기폭발법은 한국등록특허 제0726713호의 "액중 전기폭발법에 의한 나노분말 제조방법 및 장치", 한국등록특허 제0977459호의 "액중 전기폭발에 의한 나노분말 대량생산 방법 및 시스템" 및 한국등록특허 제1013840호의 "분산성이 개선된 액중 전기폭발에 의한 나노분말의 제조 방법" 등에 상세하게 개시되어 있으므로, 이에 대한 상세한 설명은 생략하기로 한다.

[0014] 본 발명은 용매가 채워진 챔버 내에서 펄스파워를 이용하여 도전성 재료를 전기적으로 폭발시켜 나노분말을 제조하는 것으로, 이때 용매는 탄소를 포함하는 유기용매를 사용한다. 즉, 탄소를 포함하는 유기용매는 상기 펄스파워에 의해 공급되는 전기적인 에너지로 폭발되어 만들어지는 나노분말의 표면에 상기 유기용매 중에 포함된 탄소가 도포되어 층을 이루게 된다.

[0015] 상기 도전성 재료는 전기폭발에 의해 도전성 나노분말이 될 수 있는 것으로, 금속 와이어를 포함하여 도전성이 있는 모든 재료의 사용이 가능하며, 스트립(strip) 형태, 로드(rod) 형태, 튜브(tube) 형태 등의 다양한 형상을 가질 수 있고, 도전성 재료와 비도전성 재료가 혼합된 것도 가능하다.

[0016] 탄소를 포함하는 유기용매는 유기물을 녹이는 유기용매를 이루는 화학식에 탄소가 포함된 것으로, 메탄올(CH_3OH), 에탄올(C_2H_5OH), 프로판올($CH_3CH_2CH_2OH$), 부탄올(C_4H_9OH), 이소프로판올($(CH_3)_2CHOH$), 사이클로헥산올($C_6H_{11}OH$) 등의 알콜류와, 프로필렌글리콜($C_3H_8O_2$), 폴리에틸렌글리콜($C_6H_6O_2$)과 같은 글리콜류, 아세톤(C_3H_6O), 글리세린($C_3H_5(OH)_3$), 트리에틴올아민(C_6H15O_3N), 염화메틸렌(CH_2Cl_2) 등이 바람직하다. 더욱 바람직하게는, 상대적으로 가격이 저렴하며 환경문제를 일으키지 않는 에탄올이 유용하다.

[0017] 경우에 따라, 상기 유기용매는 하나 이상을 혼합하여 사용할 수 있다. 이는 도전성 재료에 의해 형성되는 담체에 부착되는 특성 및 경제성을 고려하여 결정할 수 있다. 예컨대, 담체에 도포되는 탄소층의 두께가 얇은 경우에 탄소층의 형성이 용이하나 가격이 비싼 용매와 가격이 저렴한 용매를 혼합하여 사용할 수 있다.

[0018] 이때, 가해진 인가전압은 상기 탄소를 포함하는 유기용매 및 도전성 재료의 종류 및 형태에 따라 달라질 수 있으며, 500V ~ 50KV가 바람직하다. 인가전압이 500V보다 작으면 탄소를 포함하는 유기용매의 분해가 제대로 이루어지지 않아서 탄소층의 원하는 두께로 형성되지 않으며, 50KV 보다 크면 이론상으로는 탄소층의 제조가 가능하나 제조공정상의 안전 문제가 야기될 수 있다.

[0019] (실시예 1)

[0020] 0.1mm 직경의 철(Fe) 와이어를 에탄올 용매가 채워진 전기폭발 용기에 채운 다음, 2KV의 인가전압으로 100회의 전기폭발을 실시하였다. 도 1a 및 도 1b는 본 발명의 실시예 1에 의한 액중 전기폭발에 의한 탄소층이 도포된 나노분말을 나타내는 투과전자현미경(TEM) 사진이다. 이때, 도 1a는 철(Fe) 나노분말에 카본(C)층이 도포된 것을 상태를 나타낸 것이고, 도 1b는 도 1a를 부분적으로 확대한 것이다. 도 1a 및 도 1b에 의하면, 카본(C)층이 철(Fe) 나노분말의 표면에 거의 균일한 두께로 형성되었다. 또한, 탄소층으로 덮인 철 나노분말은 서로 응집되지 않고 분산이 잘 이루어지고 있음을 알 수 있었다. 이와 같이 분산성이 개선되면, 상기 나노분말을 추후에 정전분무법 등에 의해 피착체에 부착할 때에 별도의 분산제가 요구되지 않는다. 구체적으로, 상기 탄소층이 도포된 철 나노분말의 콜로이드를 콘젯 형태의 정전분무장치에 투입한 후, 소정의 전압을 인가하여, 폴리우레탄 폼과 같은 피착체에 부착할 때, 콜로이드의 분산이 잘 이루어질 수 있다.

[0021] 또한, 철 나노분말에 탄소층이 도포됨으로써, 전기폭발 용기에 용존되어 있는 산소에 의해 상기 철 나노분말이 산화되는 것을 방지할 수 있다. 나아가, 탄소층에 의해 철의 독성이 외부로 방출되는 것을 억제할 수 있어서 생체 안정성이 크게 증가한다.

[0022] 자기공명영상을 예를 들면, 자기공명영상(MRI)이란 자장을 발생하는 커다란 자석통 속에 인체를 들어가게 한 후 고주파를 발생시켜 신체부위에 있는 수소원자핵을 공명시켜 각 조직에서 나오는 신호의 차이를 측정하여 컴퓨터를 통해 재구성하여 영상화하는 기술이다. 자석으로 구성된 장치에서 인체에 고주파를 쏘아 인체에 투입된 자석에서 메아리와 같은 신호가 발산되면 이를 되받아서 디지털 정보로 변환하여 영상화하는 것을 말한다. 이때, 철과 같은 자석의 독성이 탄소층에 의해 차단되어 인체에 무해한 자기공명영상을 실현할 수 있다.

[0023] (실시예 2)

[0024] 0.1mm 직경의 철 합금(70%Fe-(19-21%)Cr-(4-6%)Al 와이어를 아세톤 용매가 채워진 전기폭발 용기에 채운 다음, 2KV의 인가전압으로 100회의 전기폭발을 실시하였다. 도 2a 및 도 2b는 본 발명의 실시예 2에 의한 액중 전기폭발에 의한 탄소층이 도포된 나노분말을 나타내는 투과전자현미경(TEM) 사진이다. 이때, 도 2a는 철 합금(Fe-

Cr-Al) 나노분말에 카본(C)층이 도포된 것을 나타낸 것이고, 도 2b는 도 2a를 부분적으로 확대한 것이다.

[0025] 도 2a 및 도 2b를 참조하면, 상기 실시예 1과 같이 분산성이 증대하고 산화가 방지되며, 생체 안정성을 가져올 수 있다.

[0026] (실시예 3)

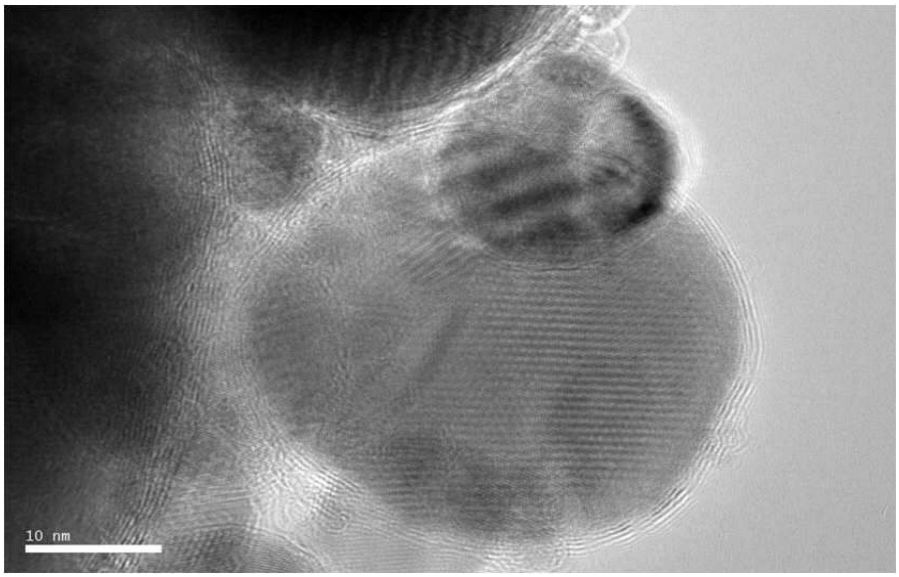
[0027] 0.1mm 직경의 니켈 합금(77%Ni-(19-21)%Cr-<1%Fe) 와이어를 에탄올 용매가 채워진 전기폭발 용기에 채운 다음, 2KV의 인가전압으로 100회의 전기폭발을 실시하였다. 도 3은 본 발명의 실시예 3에 의한 액중 전기폭발에 의한 탄소층이 도포된 나노분말을 나타내는 투과전자현미경(TEM) 사진이다.

[0028] 도 3에 의하면, 상기 실시예 1과 같이 분산성이 증대하고 산화가 방지되며, 생체 안정성을 가져올 수 있다.

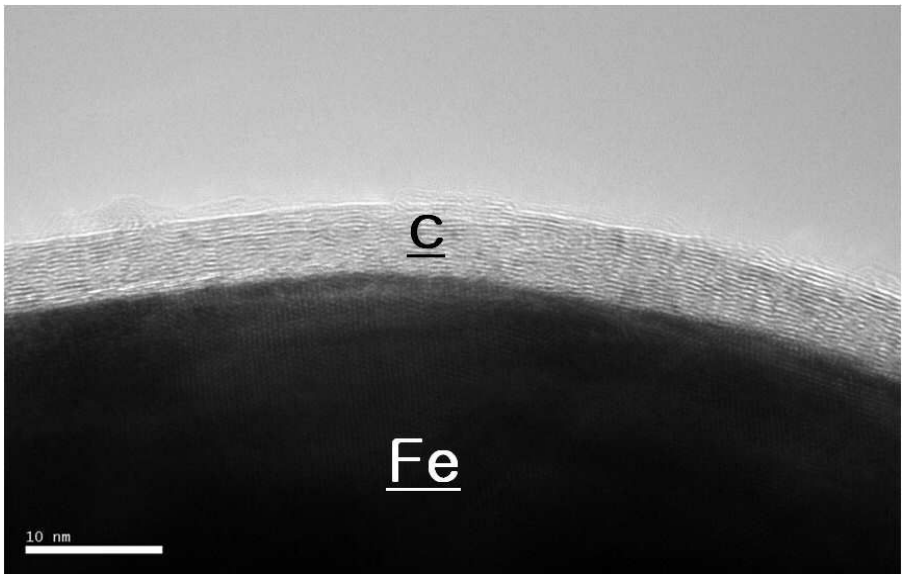
[0029] 이상, 본 발명은 바람직한 실시예를 들어 상세하게 설명하였으나, 본 발명은 상기 실시예에 한정되지 않으며, 본 발명의 기술적 사상의 범위 내에서 당 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의하여 여러 가지 변형이 가능하다.

도면

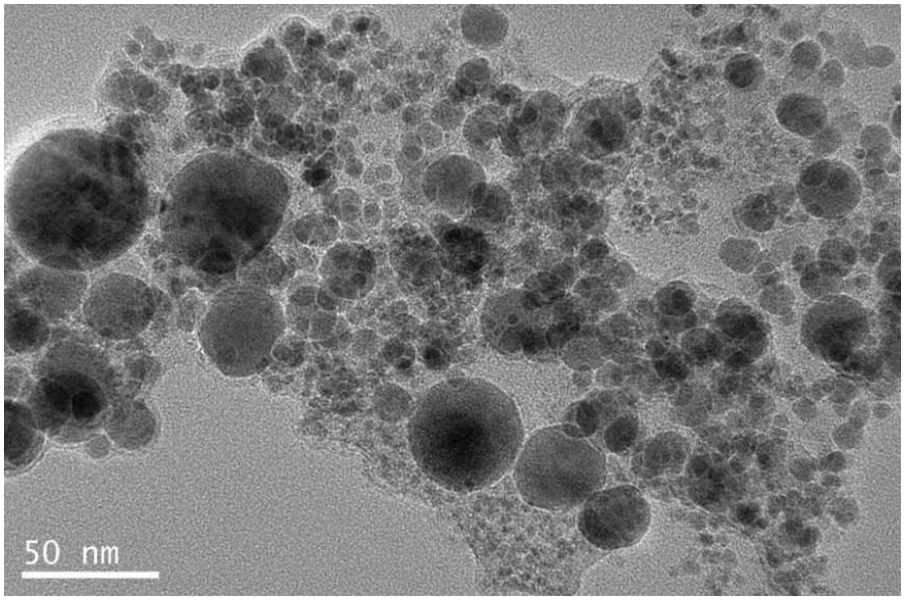
도면1a



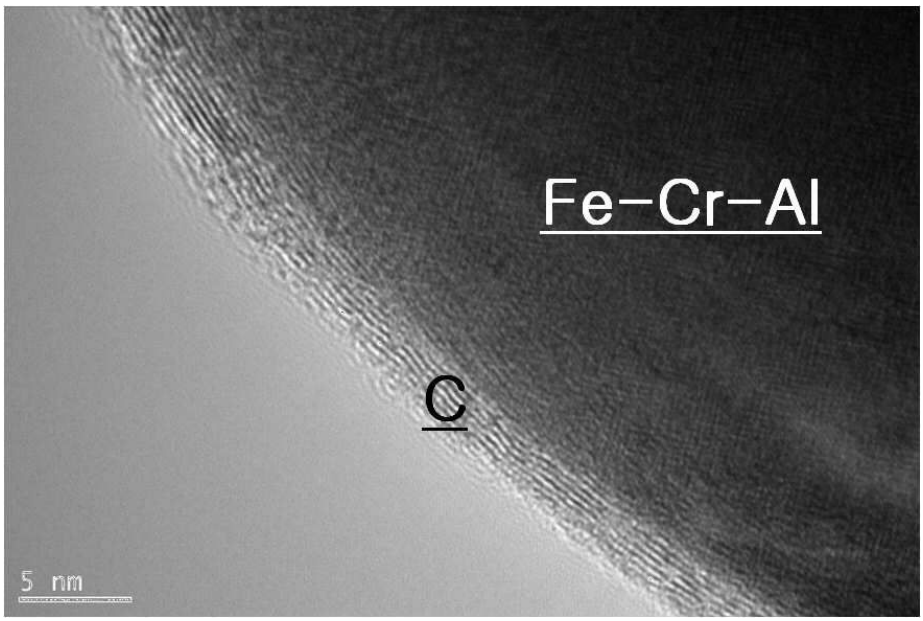
도면1b



도면2a



도면2b



도면3

