



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2019-0106487
(43) 공개일자 2019년09월18일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B22F 9/06 (2006.01) B22F 1/00 (2006.01)
(52) CPC특허분류
B22F 9/06 (2013.01)
B22F 1/0048 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2018-0028040
(22) 출원일자 2018년03월09일
심사청구일자 없음

(71) 출원인
충남대학교산학협력단
대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)
(72) 발명자
이종현
세종특별자치시 장군면 전원마을2길 64
하이크 벨셋안
대전광역시 유성구 온천북로33번길 22-8 (봉명동)
그랜드빌라 101호
이태혁
대전광역시 서구 도산로403번길 31, 205호 (탄방동)
(74) 대리인
특허법인 플러스

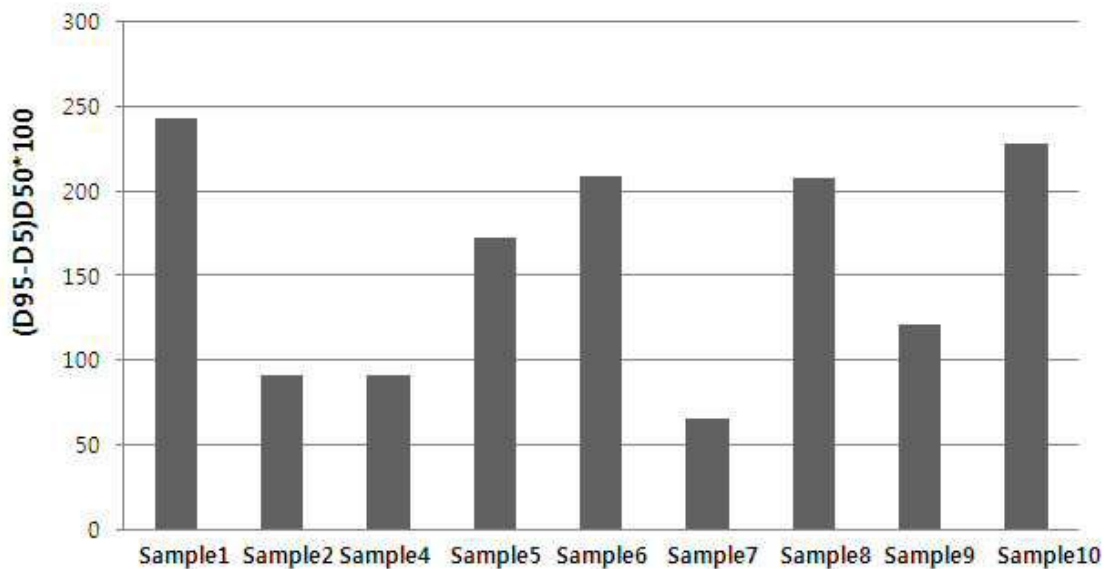
전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 발명의 명칭 구형 금속 입자의 제조방법

(57) 요약

본 발명에 따른 구형 금속 입자의 제조방법은 a) 금속 분말을 포함하는 원료 분말과 수 용해성 무기염 분말의 혼합물을 제조하는 단계; b) 상기 혼합물을 가압 불활성 분위기에서, 상기 원료 분말이 용융되며 상기 무기염은 고상을 유지하는 온도로 열처리하여 열처리된 혼합물을 수득하는 단계; 및 c) 상기 열처리된 혼합물을 수세하여 무기염을 용해 제거하고 구형의 금속 입자를 회수하는 단계;를 포함한다.

대표도 - 도4



(52) CPC특허분류
B22F 2301/052 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

- a) 금속 분말을 포함하는 원료 분말과 수 용해성 무기염 분말의 혼합물을 제조하는 단계;
 b) 상기 혼합물을 가압 불활성 분위기에서, 상기 원료 분말이 용융되며 상기 무기염은 고상을 유지하는 온도로 열처리하여 열처리된 혼합물을 수득하는 단계; 및
 c) 상기 열처리된 혼합물을 수세하여 무기염을 용해 제거하고 구형의 금속 입자를 회수하는 단계;
 를 포함하는 구형 금속 입자의 제조방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 금속 분말은 제1금속 분말의 단일 분말 또는 제1금속 분말과 제2금속 분말의 혼합 분말을 포함하되, 상기 제2금속은 제1금속과의 바이너리 상태도 상 유테틱을 형성하는 금속인 구형 금속 입자의 제조방법.

청구항 3

제 2항에 있어서,

상기 금속 분말은 혼합 분말을 포함하며, b) 단계의 열처리 온도는 하기 관계식 1 및 관계식 2를 만족하는 구형 금속 입자의 제조방법.

(관계식 1)

$$T_m < T_{proc} < T_{Sm}$$

(관계식 1에서 T_m 은 제1금속의 융점과 제2금속의 융점 중 상대적으로 낮은 융점(℃)이며, T_{Sm} 은 상기 무기염의 융점이며, T_{proc} 는 b) 단계의 열처리 온도(℃)이다)

(관계식 2)

$$1.2 \leq T_{proc}/T_{eu} \leq 1.3$$

(관계식 2에서 T_{proc} 는 b) 단계의 열처리 온도(℃)이며, T_{eu} 는 제1금속과 제2금속의 바이너리 상태도 상 유테틱 온도(℃)이다)

청구항 4

제 2항 또는 제 3항에 있어서,

상기 금속 분말의 평균 입자크기는 상기 무기염 분말의 평균 입자크기 기준 73% 이하인 구형 금속 입자의 제조방법.

청구항 5

제 4항에 있어서,

상기 제1금속 분말과 상기 제2금속 분말은 하기 관계식 3을 만족하는 구형 금속 입자의 제조방법.

(관계식 3)

$$R_2/R_1 \leq 0.4$$

(R_1 은 제1금속 분말의 평균 반경이며, R_2 는 제2금속 분말의 평균 반경이다)

청구항 6

제 4항에 있어서,

상기 금속분말 : 상기 무기염 분말의 부피비는 1 : 0.75 내지 1.5인 구형 금속 입자의 제조방법.

청구항 7

제 2항에 있어서,

상기 제1금속은 알루미늄이며, 상기 제2금속은 실리콘, 구리, 마그네슘, 아연 및 니켈에서 하나 또는 둘 이상 선택되는 구형 금속 입자의 제조방법.

청구항 8

제 2항에 있어서,

상기 무기염은 알칼리금속 할로겐화물인 구형 금속 입자의 제조방법.

청구항 9

제 1항에 있어서,

상기 가압 불활성 분위기의 압력은 0.11 내지 0.15 MPa인 구형 금속 입자의 제조방법.

청구항 10

제 1항 내지 제 9항 중 어느 한 항에 따른 제조방법으로 제조된 구형 금속 입자.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 구형 금속 입자의 제조방법에 관한 것으로, 상세하게, 균일한 크기를 갖는 구형 금속 입자를 단순하고 용이한 방법으로 대량 생산할 수 있는 구형 금속 입자의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 금속 분말은 자동차, 금형공구 및 전자산업등 주요 산업에서 원료 소재로 사용되고 있다. 구체적으로, 철계 분말은 자동차용 소결 부품으로 주로 사용되고 있으며, 은 분말, 니켈 분말 등은 의료기기와 전자기기 분야에 사용되고 있고, 구리(구리 합금) 분말은 전기적 특성과 기계적 특성이 동시에 요구되는 자동차, 전자, 산업기계 및 사무기기 등의 부품 원료 소재로 사용되고 있으며, 알루미늄(알루미늄 합금) 분말은 중량 감소가 가능하고, 내식성 및 기계 가공성이 좋고, 전기 및 열전도성 및 기계적 성질이 우수하여 업무용 기계, 자동차 및 항공 우주 부품, 가전제품, 온도 조절기 제어 장치, 방열판, 구조용 스페이서등에 사용되고 있다.

[0003] 종래 금속 분말의 제조 방법은 크게 압축 분쇄나 밀링등을 이용한 기계적 분쇄법, 가스나 열 분해, 기상 또는 액상 석출법과 같은 화학적 제조법, 금속 용탕을 가스나 물과 같은 냉매를 이용하여 분사하는 분사법등이 알려져 있다.

[0004] 기계적 분쇄법의 경우 대량의 에너지가 소모될 뿐만 아니라 입자의 형태를 구형으로 제어하기 어려운 문제가 있으며, 화학적 제조의 경우 극미세 금속 분말의 제조에 유리하나 고가의 원료를 이용하여 고도의 제어된 조건에서 제조되어야 함에 따라 대량생산에는 그 한계가 있으며, 다량의 유독 폐수가 발생하는 문제점 또한 있다. 또한, 분사법의 경우 대량생산에 유리한 가장 상업적인 방법이나 용융물의 주입속도, 냉매 분사압이나 노즐 회전 속도등과 같은 공정변수에 따라 입자의 크기나 형태가 매우 민감하게 변화하여, 공정 조건 확립이 매우 까다로우며, 냉매에 의한 산화나 질화등의 표면 반응을 완전히 억제하기 어려워 분말의 열화가 발생하기 쉬운 문제점이 있다(대한민국 공개특허 제2017-0122253호)

[0005] 특히, 3D 프린팅과 같은 새로운 분야로 금속 분말의 적용 범위가 확대되는 만큼, 크기 분포가 매우 좁고 불순물로부터 자유로운 구형 금속 입자를 저가의 간단한 비용으로 대량생산할 수 있는 기술 개발이 요구되고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0006] (특허문헌 0001) 대한민국 공개특허 제2017-0122253호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명의 목적은 저가의 간단한 공정으로 구형의 금속 입자를 대량 생산할 수 있으며, 제조과정에서 금속 입자가 불순물로부터 자유로워, 고순도의 금속 입자의 제조가 가능한 구형 금속 입자의 제조방법을 제공하는 것이다.

[0008] 본 발명의 다른 목적은 3D 프린팅과 같이 매우 좁은 입도 분포를 요구하는 분야에 활용 가능한, 균일한 크기를 가지며 수 내지 수십 마이크로미터 오더의 크기를 갖는 구형 금속 입자의 제조방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0009] 본 발명에 따른 구형 금속 입자의 제조방법은 a) 금속 분말을 포함하는 원료 분말과 수 용해성 무기염 분말의 혼합물을 제조하는 단계; b) 상기 혼합물을 가압 불활성 분위기에서, 상기 원료 분말이 용융되며 상기 무기염은 고상을 유지하는 온도로 열처리하여 열처리된 혼합물을 수득하는 단계; 및 c) 상기 열처리된 혼합물을 수세하여 무기염을 용해 제거하고 구형의 금속 입자를 회수하는 단계;를 포함한다.

[0010] 본 발명의 일 실시예에 따른 구형 금속 입자의 제조방법에 있어, 상기 금속 분말은 제1금속 분말의 단일 분말 또는 제1금속 분말과 제2금속 분말의 혼합 분말을 포함하되, 상기 제2금속은 제1금속과의 바이너리 상태도 상 유테틱을 형성하는 금속일 수 있다.

[0011] 본 발명의 일 실시예에 따른 구형 금속 입자의 제조방법에 있어, 상기 금속 분말은 혼합 분말을 포함하며, b) 단계의 열처리 온도는 하기 관계식 1 및 관계식 2를 만족할 수 있다.

[0012] (관계식 1)

[0013] $T_m < T_{proc} < T_{Sm}$

[0014] 관계식 1에서 T_m 은 제1금속의 융점과 제2금속의 융점 중 상대적으로 낮은 융점(°C)이며, T_{Sm} 은 상기 무기염의 융점이며, T_{proc} 는 b) 단계의 열처리 온도(°C)이다.

[0015] (관계식 2)

[0016] $1.2 \leq T_{proc}/T_{eu} \leq 1.3$

[0017] 관계식 2에서 T_{proc} 는 b) 단계의 열처리 온도(°C)이며, T_{eu} 는 제1금속과 제2금속의 바이너리 상태도 상 유테틱 온도(°C)이다.

[0018] 본 발명의 일 실시예에 따른 구형 금속 입자의 제조방법에 있어, 상기 금속 분말의 평균 입자크기는 상기 무기염 분말의 평균 입자크기 기준 73% 이하일 수 있다.

[0019] 본 발명의 일 실시예에 따른 구형 금속 입자의 제조방법에 있어, 상기 제1금속 분말과 상기 제2금속 분말은 하기 관계식 3을 만족할 수 있다.

[0020] (관계식 3)

[0021] $R_2/R_1 \leq 0.4$

[0022] R_1 은 제1금속 분말의 평균 반경이며, R_2 는 제2금속 분말의 평균 반경이다.

[0023] 본 발명의 일 실시예에 따른 구형 금속 입자의 제조방법에 있어, 상기 금속분말 : 상기 무기염 분말의 부피비는

1 : 0.75 내지 1.5일 수 있다.

- [0024] 본 발명의 일 실시예에 따른 구형 금속 입자의 제조방법에 있어, 상기 제1금속은 알루미늄이며, 상기 제2금속은 실리콘, 구리, 마그네슘, 아연 및 니켈에서 하나 또는 둘 이상 선택될 수 있다.
- [0025] 본 발명의 일 실시예에 따른 구형 금속 입자의 제조방법에 있어, 상기 무기염은 알칼리금속 할로겐화물일 수 있다.
- [0026] 본 발명의 일 실시예에 따른 구형 금속 입자의 제조방법에 있어, 가압 불활성 분위기의 압력은 0.11 내지 0.15 MPa일 수 있다.
- [0027] 본 발명은 상술한 제조방법으로 제조된 구형 금속 입자(구형 금속 분말)를 포함한다.

발명의 효과

- [0028] 본 발명에 따른 제조방법은 분말의 혼합, 가압 불활성 분위기 하 열처리 및 수세라는 극히 단순한 3단계 공정으로 수십 마이크로미터 오더의 구형 금속 입자를 제조할 수 있으며, 나아가, 단일 금속 입자 뿐만 아니라, 2종 이상의 금속을 포함하는 구형 알로이 입자 또한 용이 제조할 수 있으며, 매우 균일한 조성을 갖는 알로이 입자를 제조할 수 있는 장점이 있다.
- [0029] 또한, 본 발명에 따른 제조방법은 금속의 산화가 효과적으로 방지되며 단순 수세로 입자화의 틀을 제공하는 무기염이 모두 제거됨에 따라 불순물의 혼입(잔류)가 방지되어 고순도의 구형 금속 입자를 제조할 수 있는 장점이 있다.
- [0030] 또한, 본 발명에 따른 제조방법은 열처리 온도, 금속 분말과 무기염 분말간의 크기 조건 및 혼합 부피비를 제어함으로써, 극히 좁은 입도 분포를 갖는 균일한 크기의 구형 금속 입자를 제조할 수 있는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

- [0031] 도 1은 샘플 1로 제조된 구형 Al-Si 알로이 입자를 관찰한 주사전자현미경 사진 및 Al-Si 알로이 입자의 입도 분포를 측정 도시한 도면이며,
- 도 2는 샘플 2로 제조된 구형 Al-Si 알로이 입자를 관찰한 주사전자현미경 사진 및 Al-Si 알로이 입자의 입도 분포를 측정 도시한 도면이며,
- 도 3은 샘플 3으로 제조된 Al-Si 알로이 입자를 관찰한 광학 사진이며,
- 도 4는 샘플 1 내지 10으로 제조된 구형 Al-Si 알로이 입자의 크기 균일성을 도시한 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0032] 이하 첨부한 도면들을 참조하여 본 발명의 구형 금속 입자의 제조방법을 상세히 설명한다. 다음에 소개되는 도면들은 당업자에게 본 발명의 사상이 충분히 전달될 수 있도록 하기 위해 예로서 제공되는 것이다. 따라서, 본 발명은 이하 제시되는 도면들에 한정되지 않고 다른 형태로 구체화될 수도 있으며, 이하 제시되는 도면들은 본 발명의 사상을 명확히 하기 위해 과장되어 도시될 수 있다. 이때, 사용되는 기술 용어 및 과학 용어에 있어서 다른 정의가 없다면, 이 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자가 통상적으로 이해하고 있는 의미를 가지며, 하기의 설명 및 첨부 도면에서 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있는 공지 기능 및 구성에 대한 설명은 생략한다.
- [0033] 본 발명을 상술함에 있어, 원료로 사용되는 금속 분말과, 구형의 제어된 형태 및 제어된 크기와 분포를 갖는 제조물인 금속 분말을 명확히 구분하기 위해, 제조물인 금속 분말을 금속 입자로 지칭한다. 이에 특별히 한정하여 서술하지 않는 한 금속 분말은 원료를 의미하며 금속 입자는 본 발명의 제조방법으로 제조된 금속 분말을 의미하다.
- [0034] 본 발명은 구형의 금속 입자(분말)의 제조방법에 관한 것으로, 본 발명에 따른 구형 금속 입자의 제조방법은 a) 금속 분말을 포함하는 원료 분말과 수 용해성 무기염 분말의 혼합물을 제조하는 단계; b) 상기 혼합물을 가압 불활성 분위기에서, 상기 원료 분말이 용융되며 상기 무기염은 고상을 유지하는 온도로 열처리하여 열처리된 혼합물을 수득하는 단계; 및 c) 상기 열처리된 혼합물을 수세하여 무기염을 용해 제거하고 구형의 금속 입자를 회수하는 단계;를 포함한다.

- [0035] 상술한 바와 같이, 본 발명에 따른 구형 금속 입자의 제조방법은 금속 분말과 수 용해성 무기염 분말을 혼합하는 혼합 단계, 가압 불활성 분위기 하 무기염 분말은 고상을 유지하며 금속 분말은 용융되는 온도에서 제조된 혼합물을 열처리하는 열처리단계, 및 물을 이용하여 열처리된 혼합물로부터 무기염을 제거하는 수세 단계라는, 혼합, 열처리 및 수세의 극히 단순한 3단계 공정으로 수십 마이크로미터 오더의 구형 금속 입자를 제조할 수 있는 장점이 있다.
- [0036] 또한, 입자로 제조하고자 하는 금속의 용융물을 직접적으로 냉매와 분사하는 것이 아닌, 무기염 분말에 의해 제공되는 틀 내에서 금속 분말이 용융되고 입자화됨에 따라 단지 열처리시의 분위기를 불활성 가스 분위기로 조절하는 것만으로도 금속의 산화를 효과적으로 방지할 수 있는 장점이 있으며, 단순 수세로 틀을 제공하는 무기염이 모두 제거됨에 따라 불순물의 혼입(잔류)가 방지되어 고순도의 구형 금속 입자를 제조할 수 있는 장점이 있다.
- [0037] 본 발명의 제조방법으로 제조되는 구형 금속 입자는 순수한 금속 입자 또는 둘 이상의 금속의 알로이 입자일 수 있다. 구체적으로, 원료 분말로 1종의 금속 분말(제1금속 분말)을 사용하는 경우, 순수한 구형 금속 입자를 제조할 수 있으며, 원료 분말로 2종 이상의 금속 분말(제1금속 분말 및 제2금속 분말)을 사용하는 경우 둘 이상의 금속의 구형 알로이 입자를 제조할 수 있다. 구체적이며 실질적인 일 예로, 제1금속 분말은 알루미늄을 포함할 수 있으며, 알루미늄계 알로이 입자를 제조하고자 하는 경우, 제2금속(제2원소) 분말은 실리콘, 구리, 마그네슘, 아연, 및 니켈 등에서 하나 또는 둘 이상 선택되는 금속(원소)의 분말을 포함할 수 있다.
- [0038] 열처리시의 불활성 가스 분위기는 아르곤, 질소, 헬륨 또는 이들의 혼합 가스 분위기를 포함할 수 있다. 이러한 불활성 가스 분위기와 함께, b) 단계의 열처리는 분위기 가스에 의해 가압된 상태, 즉, 가압 불활성 분위기에서 수행되는 것이 유리하다. 상세하게, 분위기 가스에 의한 가압은 금속 분말의 용융시 발생하는 부피 변화 및 금속 용융물의 재 배치가 이루어지는 중에도 비 용융되는 무기염 분말(입자)들이 지속적으로 안정적인 패킹(packing) 구조, 구체적으로 최밀 충전구조를 유지할 수 있게 만드는 물리적 힘을 제공할 수 있다. 그러나, 분위기 가스(불활성 가스)에 의한 가압이 과도하게 높은 경우 입자상의 금속이 아닌 다공성 벌크 형태의 금속이 제조될 위험이 있다. 이에 따라 무기염의 패킹 구조를 안정적으로 유지하게 하며, 입자상의 금속이 제조되기 위해 불활성 가스 분위기의 가스압은 0.11 내지 0.15 MPa인 것이 좋다.
- [0039] 수 용해성 무기염 분말은 열처리시 금속 용융물이 균일한 크기로 입자화되는 빈 공간을 제공하는 틀의 역할을 수행하며, 단순 수세에 의해 제조된 구형 금속 입자를 오염시키는 잔류물 없이 용이 제거되어, 고순도의 금속 입자의 제조를 가능하게 한다.
- [0040] 수 용해성 무기염 분말은 구형 분말일 수 있으며, 물에 용해 제거되고 금속 용융물과의 젖음성이 낮은 무기염인 것이 좋다. 금속 용융물과 무기염간의 젖음성이 좋은 경우 금속 용융물이 무기염간의 빈 공간을 채우며 서로 연속적으로 연결된 망상 구조를 이뤄, 입자상이 아닌 다공성 금속 벌크가 제조될 위험이 있다.
- [0041] 제조하고자 하는 금속 입자의 구체 물질을 고려하여, 해당 금속 용융물과 낮은 젖음성(90° 이상, 유리하게는 120° 이상의 젖음각)을 갖는 수 용해성 무기염이 선별될 수 있다. 젖음성을 고려한 구체적이며 실질적인 일 예로, 제조하고자 하는 금속 입자가 알루미늄 또는 알루미늄 알로이인 경우 수 용해성 무기염은 알칼리금속 할로겐화물인 것이 좋다. 이때, 알칼리금속 할로겐화물은 Na, K 및 Li에서 하나 또는 둘 이상 선택되는 금속의 염화물, 브롬화물, 불화물 또는 요오드화물일 수 있다. 다만, 순수한 알루미늄의 용점이 660.3°C 임에 따라, 수 용해성 무기염은 알루미늄(또는 알루미늄 알로이) 용융물에 대해 낮은 젖음성을 가지면서도 알루미늄의 용점보다 높은 용점을 가지며 넓은 열처리 온도 범위(window)를 제공할 수 있는 소듐염화물, 소듐불화물, 칼륨염화물, 칼륨불화물 및 리튬불화물에서 하나 또는 둘 이상 선택되는 것이 좋고, 저비용으로 대량의 원료 수급이 가능하며 수세에서 발생하는 폐액의 처리시 별도의 화학적 또는 생화학적 처리가 요구되지 않아 친환경적인 공정을 가능하게 하는 소듐염화물인 것이 가장 유리하다.
- [0042] b) 단계의 열처리시 수 용해성 무기염이 안정적으로 고상을 유지하며 원료로 함유된 금속 분말이 용융되며 무기염 분말(입자들) 간의 빈 공간에서 구형 입자 형태로 재 형상화됨에 따라, 수 용해성 무기염보다 용점이 낮은 금속라면 어떠한 금속이든 구형의 입자상으로 제조될 수 있다. 이때, 금속은 단일 금속 뿐만 아니라, 바이너리 이상의 알로이 또한 포함할 수 있다. 이에 따라, 원료로 사용되는 금속 분말은 제1금속 분말의 단일 분말 또는 제1금속 분말과 제2금속 분말의 혼합 분말을 포함할 수 있다. 원료로 단일한 제1금속 분말을 사용함으로써 순수한 제1금속의 구형 금속 입자가 제조될 수 있으며, 원료로 제1금속 분말과 제2금속 분말의 혼합 분말을 사용하는 단순 변경만으로 제1금속과 제2금속의 알로이 형태의 구형 금속 입자가 제조될 수 있다. 다만, 제2금속은 제1금속과의 바이너리 상태도 상 유태를 형성하는 금속인 것이 유리하다. 즉, 금속 분말은 제1금속 분말과 제2

금속 분말의 혼합 분말을 포함하되, 제2금속은 제1금속과의 바이너리 상태도 상 유테틱을 형성하는 금속인 것이 유리하다. 열역학에 따라, 유테틱 온도는 유테틱을 형성하는 두 금속 각각의 융점보다 낮은 온도에서 형성된다. 이에, 제2금속이 제1금속과 유테틱을 형성하는 경우, 제2금속의 융점과 무관하게 b) 단계의 열처리 온도가 주 금속인 제1금속의 융점 이상 및 무기염의 융점 미만의 온도 조건을 만족하는 경우, 안정적으로 알로이(제1금속과 제2금속간의 알로이)의 용융물이 생성되며 안정적으로 목적하는 알로이의 구형 금속 입자가 제조될 수 있다. 이를 달리 표현하면, 금속 분말이 제1금속 분말의 단일 분말 또는 제1금속 분말과 제2금속 분말의 혼합 분말을 포함하는 경우, b) 단계의 열처리 온도는 하기 관계식 1을 만족할 수 있다.

[0043] (관계식 1)

[0044] $T_m < T_{proc} < T_{Sm}$

[0045] 관계식 1에서 T_m 은 제1금속의 융점과 제2금속의 융점 중 상대적으로 낮은 융점(℃)이며, T_{Sm} 은 상기 무기염의 융점이며, T_{proc} 는 b) 단계의 열처리 온도(℃)이다.

[0046] 다만, 금속 분말이 제1금속 분말과 제2금속 분말을 포함하는 경우, 유테틱 반응에 의해 혼합물 전체적으로 일정한 조성을 갖는 알로이 용융액이 균일하게 생성될 수 있도록, 발생할 수 있도록 제1금속 분말과 상기 제2금속 분말은 하기 관계식 3을 만족하는 것이 좋다.

[0047] (관계식 3)

[0048] $R_2/R_1 \leq 0.4$

[0049] R_1 은 제1금속 분말의 평균 반경이며, R_2 는 제2금속 분말의 평균 반경이다.

[0050] 관계식 3은, 제1금속 분말의 입자간 공간에 제2금속 분말이 위치할 수 있는 조건이다. 제1금속 분말과 제2금속 분말이 관계식 3을 만족하는 경우, 혼합물의 열처리시 균일한 알로이 조성을 갖는 알로이 용융액이 균일하게 형성될 수 있어 좋다.

[0051] 나아가, 제1금속 분말과 제2금속 분말을 포함하는 금속 분말이 순간적으로 균일하게 단일한 알로이 조성의 용융액으로 용융될 수 있도록, 금속 분말은 제1금속과 제2금속의 바이너리 상태도에서 유테틱 조성(eutectic composition)을 만족하도록 제1금속과 제2금속을 함유할 수 있다. 이때, 유테틱 조성을 만족한 금속 분말이 제1금속과 제2금속간의 유테틱 조성(중량% 또는 atomic%)을 기준으로 $\pm 5\%$ 이내의 범위 내의 조성에 속하는 의미일 수 있다.

[0052] 이와 함께, 제조되는 구형 금속 입자가 매우 균일한 크기(좁은 입도 분포)를 갖기 위해서는, 열처리 온도, 사용되는 원료 및 무기염의 초기 크기 조건, 및 금속 분말과 무기염 분말의 혼합비가 제어되어야 한다.

[0053] 구체적으로, 관계식 3을 만족하는 온도 범위라 할지라도 열처리 온도가 높아 용융물의 흐름이 과도하게 원활하게 이루어지는 경우 금속 입자들이 서로 연결된 덩어리 형태나 조대한 구형 금속 입자와 미세한 구형 금속 입자가 공존하는 바이모달 분포의 금속 입자가 제조될 위험이 있다.

[0054] 이에 따라, 균일한 크기의 구형 금속 입자를 수득하기 위해서, b) 단계의 열처리 온도는 금속 분말이 단일한 금속(제1금속)을 함유하는 경우 하기 관계식 2-1을 만족하는 유리하며, 금속 분말이 제1금속 분말과 제2금속 분말을 모두 함유하는 경우 하기 관계식 2-2를 만족하는 것이 유리하다.

[0055] (관계식 2-1)

[0056] $1.05T(1)_m < T_{proc} < 1.15T(1)_m$

[0057] 관계식 2-1에서 $T(1)_m$ 은 제1금속의 융점(℃)이며, T_{proc} 는 b) 단계의 열처리 온도(℃)이다.

[0058] (관계식 2-2)

[0059] $1.2 \leq T_{proc}/T_{eu} \leq 1.3$

[0060] 관계식 2-2에서 T_{proc} 는 b) 단계의 열처리 온도(℃)이며, T_{eu} 는 제1금속과 제2금속의 바이너리 상태도 상 유테틱 온도(℃)이다.

- [0061] 원료 분말이 단일 금속(제1금속) 분말을 함유하는 경우, 관계식 2-1을 만족하고, 제1금속 분말과 제2금속 분말을 모두 함유하는 경우, 관계식 2-2를 만족함으로써, 금속 용융물이 무기염 입자간의 미세 틈새에 의해 야기되는 캐필러리 힘(및 확산)에 의해 무기염 입자의 입자간 공간으로 이동하며, 무기염 입자의 입자간 공간에서 낮은 젖음각 및 표면 에너지 최소화 힘에 의해 구형의 금속 액적으로 위치할 수 있으며, 이러한 무기염 입자의 입자간 공간 각각에 위치하는 금속 액적이 고화되며 균일한 크기의 구형 금속 입자가 제조될 수 있다.
- [0062] 이와 함께, 원료 분말에서, 금속 분말(평균 입자 크기(평균 직경)은 무기염 분말의 평균 입자 크기(평균 직경)를 기준으로 73% 이하의 크기를 갖는 것이 유리하다. 이때, 금속 분말이 2종 이상의 금속 분말(일 예로, 제1금속 분말과 제2금속 분말)을 함유하는 경우, 2종 이상의 금속 분말 중 상대적으로 큰 금속 분말(일 예로, 제1금속 분말)의 평균 입자 크기가 무기염 분말의 평균 입자 크기(평균 직경)을 기준으로 73% 이하의 크기를 갖는 것이 유리하다.
- [0063] 상술한 관계식 2-1 또는 2-2의 온도는 금속 용융물이 무기염 입자의 입자간 공간에 위치할 수 있는 최소 유동성을 만족하는 열처리 온도일 수 있다. 이에 따라, 최초 금속 용융물이 형성되는 위치가 제조되는 구형 금속 입자의 분포에 영향을 미치게 되며, 열처리에 의해 용융되기 직전의 금속 분말(입자)이 무기염 입자와 동등한 공간을 차지하는 경우 금속 분말(입자)가 용융됨과 동시에 물리적 구조가 붕괴될 수 있다. 이러한 경우 상술한 바와 같이, 분위기 가스에 의한 가압 정도는 입자상의 금속을 제조하기 위해 지속적으로 기 구축된 물리적 지지 구조(무기염 분말들에 의한 물리적 구조)를 유지할 수 있는 정도의 압력에 불과함에 따라, 안정한 새로운 구조가 생성되기 보다는 부분적으로 발생하는 금속 용융물을 무기염 입자들이 둘러싸는 정도의 구조적 변화가 발생하게 된다. 이에 금속 분말이 무기염 입자들의 평균 크기와 유사한 평균 크기를 갖는 경우, 넓은 크기 분포를 갖는 입자가 제조될 뿐이며, 미세하고도 좁은 분포를 갖는 구형 금속 입자가 제조되지 않을 위험이 있다.
- [0064] 이에, 열처리에 의한 금속 분말의 용융시에도 구조적 변화가 발생하지 않으며, 가능한 단일한 종류의 입자간 공간에 의해 구형 금속 입자가 제조될 수 있도록, 금속 분말의 평균 입자크기(평균 직경)는 무기염 입자들에 의해 형성되는 물리적 구조에서 빈 공간에 위치할 수 있는 최대 크기인 $(3^{0.5}-1) \times D_{\text{염}}$ 이하의 크기를 갖는 것이 유리하다. 이때, $D_{\text{염}}$ 은 무기염 분말의 평균 입자크기(평균 직경)을 의미함은 물론이다. 즉, 금속 분말의 평균 입자크기는 무기염 입자들간의 빈 공간에 위치할 수 있도록 $D_{\text{염}}$ 기준 73% 이하의 크기, 보다 구체적으로는 $D_{\text{염}}$ 기준 10 내지 60%의 크기를 갖는 것이 유리하다. 또한, 제1금속과 제2금속의 알로이인 구형 금속 입자를 제조하고자 하는 경우, 제1금속 분말과 상기 제2금속 분말이 관계식 3을 만족하는 것이 유리함에 따라, 두 금속 분말 중 상대적으로 큰 제1금속 분말의 평균 입자크기가 무기염의 평균 입자크기($D_{\text{염}}$)의 73% 이하($D_{\text{염}} \times 0.73$ 이하), 보다 구체적으로는 10 내지 60%($D_{\text{염}} \times 0.1$ 내지 $D_{\text{염}} \times 0.6$)의 크기를 갖는 것이 유리하다.
- [0065] 또한, 유리하게, 혼합물에 함유된 금속 분말 : 무기염 분말의 부피비는 1 : 0.75 내지 1.5인 것이 좋다. 상술한 유리한 온도 범위 및 상술한 크기 조건을 모두 만족할 때, 금속 분말과 무기염 분말의 상대적 부피비에 의해 무기염 분말의 입자간 공간에 의해 생성되는 구형 금속 입자의 종류가 제어될 수 있다. 구체적으로, 무기염 분말의 입자간 공간은 서로 인접하는 4개의 무기염 입자(배위수=4)에 의해 형성되는 공간인 테트라헤드랄 사이트(tetrahedral site), 서로 인접하는 6개의 무기염 입자(배위수=6)에 의해 형성되는 공간인 옥타헤드랄 사이트(octahedral site) 및 서로 인접하는 8개의 무기염 입자에 의해 형성되는 공간(배위수=8)인 큐빅 사이트(cubic site)를 포함할 수 있다. 이때, 둘 이상의 입자간 공간에서 구형 금속 입자가 형성되는 경우 입자의 크기 분포가 증가하는 한계가 있다. 상술한 유리한 온도 범위 및 상술한 크기 조건을 모두 만족할 때, 금속 분말과 무기염 분말의 상대적 부피비는 구형 금속 입자가 형성되는 입자간 공간을 주로 결정하는 요인으로 작용한다. 상술한 금속 분말 : 무기염 분말이 0.75 내지 1.5 범위, 보다 좋게는 0.75 내지 1.1의 부피비를 갖는 경우, 실질적으로 단일한 종류의 입자간 공간, 구체적으로, 배위수 6의 옥타헤드랄 사이트에서 구형 금속 입자가 생성되어, 매우 좁은 입도 분포를 갖는 균일한 크기의 구형 금속 입자를 제조할 수 있다.
- [0066] 상술한 조건들을 만족하는 경우, 단지 무기염 입자의 평균 크기를 조절함으로써, 매우 좁은 입도 분포를 가지면서도 배위수=6의 무기염 입자간 공간의 크기에 상응하는 평균 입자 크기를 갖는 구형 금속 입자를 제조할 수 있다. 구체적이며 실질적인 일 예로, 무기염 입자의 평균 크기(직경)는 30 내지 400 μm 일 수 있으며, 이에 의해 평균 크기(직경)가 10 내지 120 μm 이며 균일한 크기를 갖는 구형 금속 입자를 제조할 수 있다.
- [0067] 상술한 바와 같이, 본 발명의 제조방법에 따라 구형의 금속(순수 금속 또는 알로이) 입자가 제조될 수 있으나, 보다 균일한 크기의 좁은 입도 분포를 갖는 구형 금속 입자의 제조를 위해서는, 열처리 온도, 원료와 무기염분

말의 크기 분포 관계 및 원로 분말과 무기염 분말의 상대적 혼합 부피비가 제어되는 것이 좋다.

[0068] 열처리 온도가 미치는 영향을 실험적으로 보이기 위해, 평균 직경이 80 μm 인 소듐염화물 분말과 평균 직경이 46 μm 인 알루미늄 분말 및 평균 직경이 13 μm 인 실리콘 분말을 혼합하되, 알루미늄 분말과 실리콘 분말은 유테틱 조성을 만족하도록 혼합(Al88-Si12 atomic%)하였고, 알루미늄 분말과 실리콘 분말의 원로 분말 : 소듐염화물 분말의 부피비가 1 : 0.75가 되도록 혼합하여 혼합분말을 제조한 후, 세라믹 용기에 담아 열처리 로에서 660 $^{\circ}\text{C}$ (샘플 1), 750 $^{\circ}\text{C}$ (샘플 2) 또는 810 $^{\circ}\text{C}$ (샘플 3)로 3시간 동안 열처리를 수행하였다. 열처리 로는 진공 퍼징 및 아르곤 퍼징된 후 열처리시 0.11MPa의 아르곤 가스 가압 분위기로 유지되었다. 열처리 후, 열처리된 혼합물을 수세하여 염을 제거하고 잔류하는 금속 입자들을 회수하였으며, 회수된 금속 입자들을 에탄올을 세척한 후 80 $^{\circ}\text{C}$ 에서 건조하여 금속 분말을 제조하였다.

[0069] 750 $^{\circ}\text{C}$ 열처리로 제조된 금속 분말을 X-선 회절 분석한 결과, 유테틱 조성의 Al-Si 알로이 입자들이 제조됨을 확인하였으며, 주사전자현미경 관찰시 수행한 EDS(Energy Dispersive Spectrometer) 분석 결과, 균일하게 유테틱 조성을 갖는 Al-Si 알로이 입자들이 제조됨을 확인하였다. 도 1은 750 $^{\circ}\text{C}$ 열처리로 제조된 금속 입자들을 관찰한 주사전자현미경 사진(도 1(a)) 및 입도 크기 분포(도 1(b))를 측정 도시한 도면이며, 도 2는 660 $^{\circ}\text{C}$ 열처리로 제조된 금속 입자들을 관찰한 주사전자현미경 사진(도 2(a)) 및 입도 크기 분포(도 2(b))를 측정 도시한 도면이며, 도 3은 810 $^{\circ}\text{C}$ 열처리로 제조된 금속 입자들을 관찰한 광학 사진이고, 하기의 표 1은 열처리 온도에 따라 제조되는 구형 금속 입자의 평균 직경(D50), D5 및 D95, 입자 분포 형태를 측정 도시하여 정리한 표이다. 이때, D5 및 D95는 금속 입자의 입경 누적분포에서 5% 및 95%에 해당하는 입자크기를 의미한다.

[0070] (표 1)

열처리 온도($^{\circ}\text{C}$)	평균 직경	D5	D95	분포
660 $^{\circ}\text{C}$ (샘플 1)	35	7	92	바이모달 분포
750 $^{\circ}\text{C}$ (샘플 2)	53	33	81	유니모달 분포
810 $^{\circ}\text{C}$ (샘플 3)	-	-	-	수mm의 금속 덩어리

[0071]

[0072] 도 1 내지 3 및 표 1에서 알 수 있듯이, 열처리 온도에 따라 입자 크기 분포와 평균 크기, 나아가, 입자상 형성 여부까지 달라짐을 확인할 수 있다. 상세하게, Al과 Si의 유테틱 온도(T_{eu} , 577 $^{\circ}\text{C}$)를 기준으로, 1.2 T_{eu} 미만의 온도에서 열처리하는 경우 Al-Si 알로이 용융물의 유동성이 너무 낮아 서로 상이한 입자간 공간(일 예로, 배위수 4 및 배위수 6)에서 동시 다발적으로 입자화가 발생하며 바이모달 분포의 구형 Al-Si 알로이 입자가 제조됨을 알 수 있으며, 1.3 T_{eu} 를 초과하는 온도에서 열처리하는 경우 Al-Si 알로이 용융물의 유동성이 너무 높아 수 내지 수십 마이크로미터 오더(order)의 입자상이 아닌 수십 내지 수백 밀리미터의 덩어리가 제조됨을 알 수 있다.

[0073] 무기염의 평균 입자크기와 원료로 함유되는 금속 분말(제1금속 분말)의 평균입자크기가 미치는 영향을 실험적으로 보이기 위해, 평균 직경이 46 μm 인 알루미늄 분말 및 평균 직경이 13 μm 인 실리콘 분말을 유테틱 조성으로 혼합하여 원료인 금속 분말로 사용하고, 원료인 금속 분말 : 소듐 염화물 분말이 1 : 1의 부피비가 되도록 소듐 염화물 분말과 혼합하되, 평균 직경이 150 μm 인 소듐염화물 분말(샘플 4), 평균 직경이 50 μm 인 소듐염화물 분말(샘플 5), 또는 평균 직경이 30 μm 인 소듐염화물 분말(샘플 6)을 혼합하여, 샘플 2와 동일한 열처리 및 수세 처리를 하여 구형 금속 입자를 제조하였다. 이와 함께, 원료인 금속 분말 : 소듐 염화물 분말이 1 : 0.8의 부피비가 되도록 소듐염화물 분말과 혼합하되, 평균 직경이 350 μm 인 소듐염화물 분말(샘플 7)을 혼합하여, 샘플 2와 동일한 열처리 및 수세 처리를 하여 구형 금속 입자를 제조하였다. X-선 회절 분석, EDS 원소 분석을 통해 샘플 4 내지 샘플 7에서 모두 유테틱 조성을 갖는 Al-Si 알로이 입자가 제조됨을 확인하였으며, 주사전자현미경 관찰을 통해 모두 구형의 금속 입자가 제조됨을 확인하였다. 표 2는 샘플 4 내지 샘플 7에서 제조된 구형 Al-Si 알로이 입자의 평균 직경, D5 및 D95를 정리 도시한 것이다.

[0074] (표 2)

	열처리 온도($^{\circ}\text{C}$)	평균 직경	D5	D95
샘플 4	750	55	33	83
샘플 5	750	40	19	88
샘플 6	750	35	7	80
샘플 7	750	100	70	135

[0075]

[0076] 표 2 및 샘플 2의 결과에서 알 수 있듯이 동일 열처리 온도에서도 원료로 사용된 금속 분말의 평균 크기가 무기

염 분말의 평균 크기 기준 50% 이상인 경우, 무기염 분말(입자들)의 자리와 동등한 자리를 원료인 금속 입자가 차지하며 실질적으로 무기염 분말과 거의 유사한 크기의 알로이 입자가 제조됨을 알 수 있으며, 이와 함께 무기염의 입자간 공간에서도 동시다발적으로 알로이 입자가 제조되며 넓은 크기 분포를 갖는 알로이 입자가 제조됨을 확인할 수 있다. 반면, 표 1의 샘플 2, 표 2의 샘플 4 및 샘플 7에서 알 수 있듯이, 원료로 사용된 금속 분말의 평균 크기가 무기염 분말의 평균 크기 기준 50% 이하를 만족하는 경우, 알로이 금속 입자가 형성되는 공간이 무기염의 입자간 공간으로 한정되며 매우 좁은 입도 분포를 갖는, 균일한 크기의 알로이 금속 입자가 제조됨을 알 수 있으며, 무기염 분말의 평균 크기를 제어하는 단순 공정을 통해, 균일한 크기를 갖는 알로이 입자의 평균 크기가 용이하게 조절됨을 알 수 있다.

[0077] 원료 분말(금속 분말)과 무기염 분말의 혼합 부피비가 미치는 영향을 실험적으로 보이기 위해, 평균 직경이 46 μm 인 알루미늄 분말 및 평균 직경이 13 μm 인 실리콘 분말이 원료 분말(유테틱 조성)과 평균 직경이 80 μm 인 소듐염화물 분말을 혼합하되, 원료 분말 : 소듐염화물 분말의 부피비가 1 : 0.3(샘플 8), 1 : 1.5(샘플 9) 또는 1 : 2.5(샘플 10)이 되도록 혼합하여, 샘플 2와 동일한 열처리 및 수세 처리를 하여 구형 Al-Si 알로이 입자를 제조하였다.

[0078] 표 3은 샘플 8 내지 샘플 10에서 제조된 구형 Al-Si 알로이 입자의 평균 직경(D50), D5 및 D95를 정리 도시한 것이다.

[0079] (표 3)

	열처리 온도(°C)	원료:무기염 부피비	평균 직경	D5	D95	분포
샘플 8	750	1 : 0.3	60	37	162	유니모달 분포
샘플 9	750	1 : 1.5	38	21	67	유니모달 분포
샘플 10	750	1 : 2.5	35	8	88	바이모달 분포

[0080]

[0081] 표 3에서 알 수 있듯이, 동일 크기(및 크기 분포)의 원료 분말과 무기염 분말을 혼합함에도, 원료 분말(금속 분말)과 무기염 분말의 혼합 부피비에 따라 알로이 금속이 주로 생성되는 입자간 공간의 종류가 달라짐을 알 수 있다. 상세하게, 샘플 8의 경우 주로 배위수 8과 배위수 6의 입자간 공간에서 주로 입자가 생성되며 상대적으로 평균 크기 및 분포가 큰(크기 분포 상 테일이 매우 긴) 구형 알로이 입자가 제조됨을 알 수 있으며, 샘플 10의 경우 주로 배위수 4와 배위수 6의 입자간 공간에서 동시다발적으로 다량의 입자들이 생성되며 바이모달 분포를 갖는 알로이 입자가 제조됨을 알 수 있다. 반면, 표 1의 샘플 2, 표 2의 샘플 4 및 샘플 7과 표 3의 샘플 9에서 알 수 있듯이, 금속 분말 대비 무기염 분말의 부피비가 0.75 내지 1.5 범위, 보다 좋게는 0.75 내지 1.1 범위인 경우, 실질적으로 단일한 종류의 입자간 공간(무기염의 입자간 공간)에서 알로이 입자가 형성되며, 매우 균일한 크기의 알로이 입자가 제조됨을 알 수 있다.

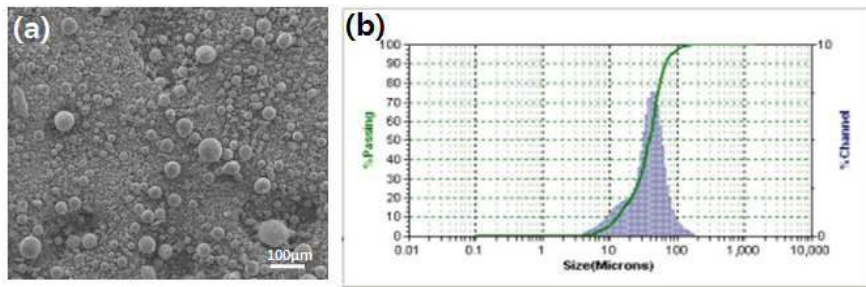
[0082] 도 4는 샘플 1 내지 10에서 제조된 Al-Si 알로이 입자의 평균 직경(D50), D5 및 D95를 기반으로, 제조된 Al-Si 알로이 입자의 크기 균일성을 나타내는 도면이다. 상세하게, 도 4는 샘플별 제조된 Al-Si 알로이 입자의 D95에서 D5를 뺀 후 이를 D50으로 나누고 100을 곱한 값으로, 제조된 알로이 입자의 평균 직경으로 노말라이즈된 크기 균일성을 나타내는 지표이다. 도 4에서 알 수 있듯이, 특정 열처리 온도, 특정 금속 분말(원료 분말)과 무기염 분말의 크기 비 및 특정 금속 분말과 무기염의 부피비를 만족하는 경우, 현저하게 우수한 크기 균일성을 갖는 구형 금속 입자들이 제조됨을 알 수 있다.

[0083] 이상과 같이 본 발명에서는 특정된 사항들과 한정된 실시예 및 도면에 의해 설명되었으나 이는 본 발명의 보다 전반적인 이해를 돕기 위해서 제공된 것일 뿐, 본 발명은 상기의 실시예에 한정되는 것은 아니며, 본 발명이 속하는 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 이러한 기재로부터 다양한 수정 및 변형이 가능하다.

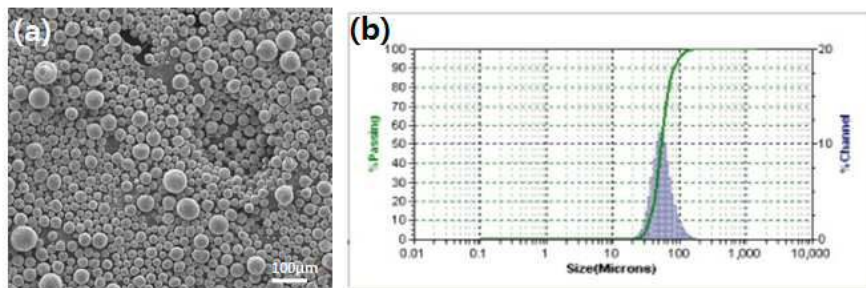
[0084] 따라서, 본 발명의 사상은 설명된 실시예에 국한되어 정해져서는 아니되며, 후술하는 특허청구범위뿐 아니라 이 특허청구범위와 균등하거나 등가적 변형이 있는 모든 것들은 본 발명 사상의 범주에 속한다고 할 것이다.

도면

도면1



도면2



도면3



도면4

