(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2015-0010198
(43) 공개일자 2015년01월28일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B82B 3/00 (2006.01) *C01B 35/02* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2013-0084852
(22) 출원일자 2013년07월18일
심사청구일자 2013년07월18일

(71) 출원인
충남대학교산학협력단
대전광역시 유성구 대학로 99 (궁동, 충남대학교)
(72) 발명자
신원규
대전광역시 서구 월평동로 45 진달래아파트 102-106
(74) 대리인
특허법인 웰-엘엔케이

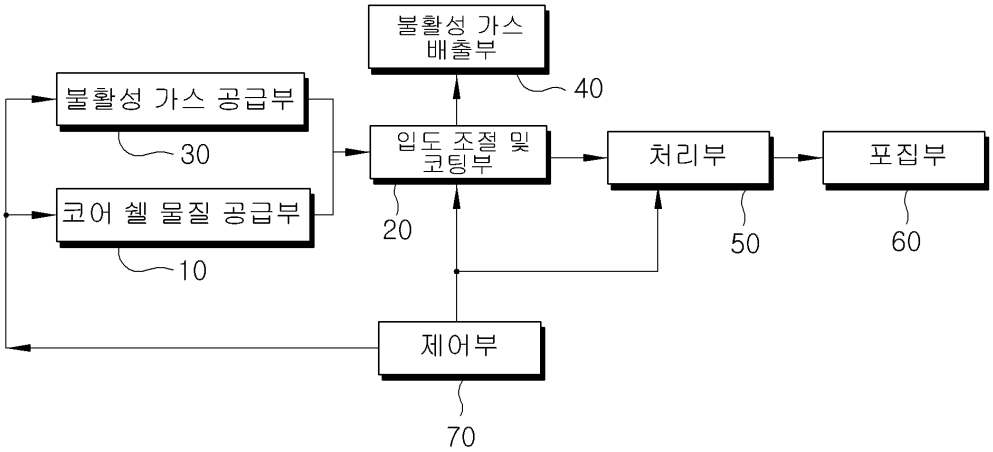
전체 청구항 수 : 총 9 항

(54) 발명의 명칭 **코어 쉘 나노입자 형성 장치 및 형성 방법**

(57) 요 약

코어 쉘 나노입자 형성 장치 및 코팅방법에 관한 것으로, 보론 입자, 용매 및 탄소 입자를 공급하는 코어 쉘 물질 공급부, 상기 코어 쉘 물질 공급부에서 공급된 보론 입자에 대해 습식 밀링으로 입자 코팅을 실행하는 입도 조절 및 코팅부, 상기 습식 밀링에 의하여 코팅된 입자의 잔여물들을 처리하는 처리부를 포함하고, 상기 용매는 올레산(oleic acid) 또는 헥산(hexane)이고, 코어는 보론 입자이고, 코팅된 입자는 탄소 입자인 구성을 마련하여, 비교적 손쉽게 코팅된 입자를 생성할 수 있다.

대 표 도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

보론 입자, 용매 및 탄소 입자를 공급하는 코어 쉘 물질 공급부,

상기 코어 쉘 물질 공급부에서 공급된 보론 입자에 대해 습식 밀링으로 입자 코팅을 실행하는 입도 조절 및 코팅부,

상기 습식 밀링에 의하여 코팅된 입자의 잔여물들을 처리하는 처리부를 포함하고,

상기 용매는 올레산(oleic acid) 또는 헥산(hexane)이고,

코어는 보론 입자이고, 코팅된 입자는 탄소 입자인 것을 특징으로 하는 코어 쉘 나노입자 형성 장치.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 습식 밀링은 텀블러 볼 밀(tumbler ball mill), 진동 밀(vibratory mill), 유성형 볼 밀(Planetary Micro Mill), 아트리토 밀(attritor mill), 로드 밀(Rod mill), 쉐이커 밀(shaker mill) 중의 어느 하나에 의해 실행되는 것을 특징으로 하는 코어 쉘 나노입자 형성 장치.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 입도 조절 및 코팅부에 불활성 기체를 공급하는 불활성 가스 공급부 및

상기 코어 쉘 물질 공급부, 입도 조절 및 코팅부, 불활성 가스 공급부와 처리부를 제어하는 제어부를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 코어 쉘 나노입자 형성 장치.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 처리부는 상기 입도 조절 및 코팅부에서 코팅된 입자를 세척하는 초음파세척기, 상기 입도 조절 및 코팅부에서 코팅된 입자의 잔여물을 제거하는 원심분리기 및 초음파세척기에 의해 세척된 코팅된 입자를 건조시키는 건조기를 포함하는 것을 특징으로 하는 코어 쉘 나노입자 형성 장치.

청구항 5

(a) 코어물질이 될 보론 입자, 습식 밀링 상태를 유지해 줄 용매 및 코팅될 입자로서 탄소 입자를 공급하는 전처리 단계,

(b) 상기 전처리 공정에 의해 실행된 보론 입자에 대해 습식 밀링으로 탄소 입자 코팅을 실행하는 단계,

(c) 상기 습식 밀링에 의하여 코팅된 입자의 잔여물들을 처리하는 단계를 포함하고,

상기 용매는 올레산(oleic acid) 또는 헥산(hexane) 이고,

상기 단계 (b)에서 생성된 코어 쉘 나노입자는 보론-탄소 나노입자인 것을 특징으로 하는 코어 쉘 나노입자 형성 방법.

청구항 6

제5항에 있어서,

상기 단계 (b)는 불활성 기체 중에서 밀링하여 보론의 산화막을 제거해줌과 동시에 보론의 입도를 조절하는 것을 특징으로 하는 코어 쉘 나노입자 형성 방법.

청구항 7

제5항에 있어서,

상기 단계 (b)의 습식 밀링은 텀블러 볼 밀(tumbler ball mill), 진동 밀(vibratory mill), 유성형 볼 밀(Planetary Micro Mill), 아트리토 밀(attritor mill), 로드 밀(Rod mill), 쉐이커 밀(shaker mill) 중의 어느 하나에 의해 실행되는 것을 특징으로 하는 코어 쉘 나노입자 형성 방법.

청구항 8

제5항에 있어서,

상기 단계 (a)의 전에 아크릴산(acrylic acid) 또는 메타크릴산(methacrylic acid)을 적용하여 보론의 산화막을 제거하는 것을 특징으로 하는 코어 쉘 나노입자 형성 방법.

청구항 9

제8항에 있어서,

상기 산화막의 제거는 초음파 진동하에 실행되는 것을 특징으로 하는 코어 쉘 나노입자 형성 방법.

명 세 서

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 습식 밀링 공정을 이용하여 입자의 크기를 조절하면서 탄소 물질로 코팅하는 코어 쉘 나노입자 형성 장치 및 형성 방법에 관한 것으로, 특히 습식 공정에 있어서, 보론 입자와 습식을 유지해 줄 용매, 코팅 물질로 사용될 탄소 분말을 공급하여 불활성 기체 중에서 밀링하여 보론의 산화막을 제거해줌과 동시에 보론의 입도를 조절하며, 보론을 탄소 입자로 코팅하는 기술에 관한 것이다.

[0002]

배 경 기 술

[0003] 보론(硼素, Boron)의 경우 체적 당 반응열이 크고 보관이 용이하여 제트, 추진기관의 고성능화에 주요한 물질이고, 의학적으로나 반도체, 원자로에까지 쓰일 정도로 쓰임새가 넓다. 이러한 보론 입자를 다양한 각각의 쓰임새에 더욱 알맞은 입자로 만들어 주기 위해 기능화(코팅)나 입도를 조절하는 등의 제조방법을 개발하고, 그에 따른 데이터를 획득하여 관련 기술 발전에 기여할 필요성이 있다.

[0004] 또한, 원자로 냉각계통에는 반응도의 화학적 제어를 위해 보론을 냉각재에 첨가하고 있다. 보론은 원자력 산업에서 냉각재에서 용해되어 붕산의 특성을 가지게 되고, 약 산성을 띄며 일반적으로 고농도를 유지하므로, 핵반응 조절제, 응급 핵반응 중지제 또는 핵연료 재충전을 위한 가동 정지제로 사용된다. 특히 보론은 열중성자 흡수 단면적이 크므로, 화합물을 만들어 중성자 흡수제로 쓰이며 냉각재의 pH에 영향을 크게 줄 수 있다. pH 제어는 원자로냉각재 수질관리에서 가장 기본이 되는 항목으로서 현재 노심의 크러드 침적을 최소화하고 원자로 외부영역 방사선량 감소를 위하여 운전상태의 pH 값을 6.9에서 7.2~7.4로 상향 조절하는 방법을 채택하고 있다.

[0005] 예를 들어 하기 특허문헌 1에는 방사선 차폐물질을 기계적 활성화시켜 나노 크기의 입자로 제조하기 위해. 방사선 차폐물질로서 감마선 차폐물질 또는 중성자 차폐물질을 사용하며, 기계적 활성화는 500~1100 rpm으로 5분 내지 30분 동안 볼 밀링을 수행하는 기술에 대해 개시되어 있다. 즉 하기 특허문헌 1에는 상용화된 200 ~ 300㎛ 크기의 산화 보론(B_2O_3, 고순도화학, 일본)을 1000rpm으로 약 10분 동안 볼 밀링을 수행하여 100 ~ 1000㎚ 크기의 보론 화합물 나노입자를 제조하는 기술에 대해 개시되어 있다.

[0006] 또 하기 비특허 문헌 1에서는 보론 입자의 건식 밀링과 습식 밀링에 따른 입자의 사이즈를 비교하고, 보론 입자의 습식 밀링의 경우 건식 밀링에 비해 매우 빠른 입도 분포의 감소를 나타내며, 습식 밀링을 유지해 줄 용매, 코팅할 입자를 함께 넣고 습식 밀링하여 코팅된 상층액에 대하여 코팅 유무를 분석하는 기술에 대해 개시되어 있다.

[0007] 또 하기 특허문헌 2에는 내부에 장입된 가스의 누설을 차단하여 안전성이 확보되고 분말의 품질이 향상되도록 한 볼 밀링 용기에 관해 개시되어 있다.

[0008] 또한, 비특허 문헌 2에서는 TiO_2 분말, 산화 보론(boric oxide) 그리고 흑연 분말(graphite powder)을 함께 밀링하면서 일어나는 탄소용융 감소(Carbothermic reduction) 반응을 이용하여 입자를 중합하고, 밀링 시간을 조절하는 방법으로 다양한 성분비를 가지는 Ti_xB_y 형태로 중합하고 분석한 기술에 대해 개시되어 있다.

[0009] 하기 특허문헌 3 및 4에는 공기에 안정적인 코팅 입자를 형성하는 방법으로서, 산화가능 입자를 분쇄하는 단계, 중간 입자를 형성하도록 제1 유기 리간드와 분쇄 산화 미립자를 접촉하는 단계, 중간 입자와 제2 유기 리간드를 접촉하는 단계를 포함하고, 중간입자는 공기 안정 코팅 입자를 형성하기 위해 제1 유기 리간드와 제2 유기 리간드의 적어도 하나로 형성된 리간드 코팅에 의해 실질적으로 코팅된 입자 산화 코어를 형성하도록 충분히 분쇄되고, 리간드 코팅은 산화 코어 상의 산화 층의 형성을 실행하며, 상기 코어는 보론, 알루미늄, 마그네슘, 실리콘, 티타늄, 게르마늄 중의 어느 하나인 기술에 대해 개시되어 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0010] (특허문헌 0001) 대한민국 공개특허공보 제2010-0047510호(2010.05.10 공개)

(특허문헌 0002) 대한민국 공개특허공보 제2011-0072034호(2011.06.29 공개)

(특허문헌 0003) 미국 공개특허공보 US 2013/0118064 A1(2013.05.16 공개)

(특허문헌 0004) 미국 공개특허공보 US 2012/0270050 A1(2011.10.25 공개)

비특허문헌

[0011] (비특허문헌 0001) Brian Van Devener 외 Oxide-Free, Catalyst-Coated, Fuel-Soluble, Air-Stable Boron Nanopowder as Combined Combustion Catalyst and High Energy Density Fuel. Energy Fuels 2009, 23, 6111-6120.

(비특허문헌 0002) N.J. Welham, Mechanical enhancement of the carbothermic formation of TiB2, Metall. Mat. Trans., vol. 31A, pp.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0012] 그러나 상술한 바와 같은 종래의 기술에서는 습식 밀링과 전구체를 사용한 보론 입자의 코팅 방법으로서 다양한 전구체에 의해 가능해 질 수 있고, 밀링 과정 중에 발생하는 에너지와 밀링에 의해 부서진 보론 입자의 높은 반응성과 전구체 물질에 의해서 원하는 물질의 코팅을 실행하는 기술에 대해서는 전혀 개시되어 있지 않았다.

[0013] 본 발명의 목적은 상술한 바와 같은 문제점을 해결하기 위해 이루어진 것으로서, 보론 입자의 입도를 조절함과 동시에 보론 입자를 탄소 입자로 코팅하여 다양한 기능성을 부여하고, 다양한 사용처를 제공하는 코어 쉘 나노입자 형성 장치 및 형성 방법을 제공하는 것이다.

[0014] 본 발명의 다른 목적은 보론의 반응성을 저해하는 산화막이 제거된 코어 쉘 나노입자 형성 장치 및 형성 방법을 제공하는 것이다.

[0015] 본 발명의 또 다른 목적은 탄소 입자로 코팅된 코어 쉘을 대량생산 하도록 하는 코어 쉘 나노입자 형성 장치 및 형성 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0016] 상기 목적을 달성하기 위해 본 발명에 따른 코어 쉘 나노입자 형성 장치는 보론 입자, 용매 및 탄소 입자를 공급하는 코어 쉘 물질 공급부, 상기 코어 쉘 물질 공급부에서 공급된 보론 입자에 대해 습식 밀링으로 입자 코팅을 실행하는 입도 조절 및 코팅부, 상기 습식 밀링에 의하여 코팅된 입자의 잔여물들을 처리하는 처리부를 포함하고, 상기 용매는 올레산(oleic acid) 또는 헥산(hexane)이고, 코어는 보론 입자이고, 코팅된 입자는 탄소 입자인 것을 특징으로 한다.

[0017] 또 본 발명에 따른 코어 쉘 나노입자 형성 장치에 있어서, 상기 습식 밀링은 텀블러 볼 밀(tumbler ball mill), 진동 밀(vibratory mill), 유성형 볼 밀(Planetary Micro Mill), 아트리토 밀(attritor mill), 로드 밀(Rod mill), 쉐이커 밀(shaker mill) 중의 어느 하나에 의해 실행되는 것을 특징으로 한다.

[0018] 또 본 발명에 따른 코어 쉘 나노입자 형성 장치에 있어서, 상기 입도 조절 및 코팅부에 불활성 기체를 공급하는 불활성 가스 공급부 및 상기 코어 쉘 물질 공급부, 입도 조절 및 코팅부, 불활성 가스 공급부와 처리부를 제어하는 제어부를 더 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0019] 또 본 발명에 따른 코어 쉘 나노입자 형성 장치에 있어서, 상기 처리부는 상기 입도 조절 및 코팅부에서 코팅된 입자를 세척하는 초음파세척기, 상기 입도 조절 및 코팅부에서 코팅된 입자의 잔여물을 제거하는 원심분리기 및 초음파세척기에 의해 세척된 코팅된 입자를 건조시키는 건조기를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0020] 또한 상기 목적을 달성하기 위해 본 발명에 따른 코어 쉘 나노입자 형성 방법은 (a) 코어물질이 될 보론 입자, 습식 밀링 상태를 유지해 줄 용매 및 코팅될 입자로서 탄소 입자를 공급하는 전처리 단계, (b) 상기 전처리 공정에 의해 실행된 보론 입자에 대해 습식 밀링으로 탄소 입자 코팅을 실행하는 단계, (c) 상기 습식 밀링에 의하여 코팅된 입자의 잔여물들을 처리하는 단계를 포함하고, 상기 용매는 올레산(oleic acid) 또는 헥산(hexane)이고, 상기 단계 (b)에서 생성된 코어 쉘 나노입자는 보론-탄소 나노입자인 것을 특징으로 한다.

[0021] 또 본 발명에 따른 코어 쉘 나노입자 형성 방법에 있어서, 상기 단계 (b)는 불활성 기체 중에서 밀링하여 보론의 산화막을 제거해줌과 동시에 보론의 입도를 조절하는 것을 특징으로 한다.

[0022] 또 본 발명에 따른 코어 쉘 나노입자 형성 방법에 있어서, 상기 단계 (b)의 습식 밀링은 텀블러 볼 밀(tumbler ball mill), 진동 밀(vibratory mill), 유성형 볼 밀(Planetary Micro Mill), 아트리토 밀(attritor mill), 로드 밀(Rod mill), 쉐이커 밀(shaker mill) 중의 어느 하나에 의해 실행되는 것을 특징으로 한다.

[0023] 또 본 발명에 따른 코어 쉘 나노입자 형성 방법에 있어서, 상기 단계 (a)의 전에 아크릴산(acrylic acid) 또는 메타크릴산(methacrylic acid)을 적용하여 보론의 산화막을 제거하는 것을 특징으로 한다.

[0024] 또 본 발명에 따른 코어 쉘 나노입자 형성 방법에 있어서, 상기 산화막의 제거는 초음파 진동하에 실행되는 것을 특징으로 한다.

[0025]

발명의 효과

[0026] 상술한 바와 같이, 본 발명에 따른 코어 쉘 나노입자 형성 장치 및 형성 방법에 의하면, 기존의 방법과는 달리 입자를 분쇄하면서 보론 입자의 입도가 줄어들고, 또한 산화막이 제거된 보론 입자의 거친 표면의 높은 반응성과, 밀링 작동 중 발생하는 높은 에너지에 의해 탄소 입자와 결합하면서 코팅할 수 있다는 효과가 얻어진다.

[0027] 또, 본 발명에 따른 코어 쉘 나노입자 형성 장치 및 형성 방법에 의하면, 기존에 코팅 방법들에 비해 비교적 손쉽게 코팅된 입자를 생성할 수 있어, 대량생산 또한 가능하게 한다. 입도 조절과 다양한 코팅을 위한 용매의 선택이 가능하여 다양한 용도에 맞게 입자를 생성할 수 있다는 효과도 얻어진다.

도면의 간단한 설명

[0028] 도 1은 본 발명에 따른 코어 쉘 나노입자 형성 장치의 구성 블록도,

도 2는 본 발명에 따른 코어 쉘 나노입자 형성 방법을 설명하기 위한 공정도.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0029] 본 발명의 상기 및 그 밖의 목적과 새로운 특징은 본 명세서의 기술 및 첨부 도면에 의해 더욱 명확하게 될 것이다.

[0030] 본 발명의 설명에서 "코어 쉘 나노입자"는 코어로서 보론을 적용하고, 상기 보론 입자의 주변에 탄소 입자가 코팅되는 나노입자의 구조로 정의하여 사용한다.

[0031] 이하, 본 발명의 구성을 도면에 따라서 설명한다.

[0032] 도 1은 본 발명에 따른 코어 쉘 나노입자 형성 장치의 구성 블록도 이다.

[0033] 도 1에 도시된 바와 같이, 본 발명에 따른 코어 쉘 나노입자 형성 장치는 보론 입자, 용매 및 탄소 입자를 공급하는 코어 쉘 물질 공급부(10), 상기 코어 쉘 물질 공급부(10)에서 공급된 보론 입자에 대해 습식 밀링으로 입자 코팅을 실행하는 입도 조절 및 코팅부(20), 상기 입도 조절 및 코팅부(20)에 불활성 기체를 공급하는 불활성 가스 공급부(30), 상기 입도 조절 및 코팅부(20)에서 불활성 기체를 배출하는 불활성 가스 배출부(40), 상기 습식 밀링에 의하여 코팅된 입자의 잔여물들을 처리하는 처리부(50)를 포함한다.

[0034] 또한, 본 발명에 따른 코어 쉘 나노입자 형성 장치는 상기 처리부(50)에서 처리된 코팅된 보론 입자인 코어 쉘 나노입자를 포집하는 입자 포집기(60) 및 코어 쉘 물질 공급부(10), 입도 조절 및 코팅부(20), 불활성 가스 공급부(30), 처리부(50)를 제어하는 제어부(70)를 더 포함하여도 좋다.

[0035] 상기 코어 쉘 물질 공급부(10)는 코어 물질로 사용되는 보론 입자, 습식 밀링 공정을 유지하기 위한 용매 그리고 코팅을 위한 탄소 입자를 입도 조절 및 코팅부(20)로 공급하는 것으로서, 생성할 코어 쉘 나노입자의 크기 및 양에 의해 혼합비율이 확정되며, 특별한 조건을 요구하는 것은 아니다.

[0036] 상기 입도 조절 및 코팅부(20)는 비활성(불활성) 기체 즉, 불활성 가스 공급부(30)에서 공급된 N_2 가스로 충전된 글로브 박스 및 상기 글로브 박스 내에 마련된 밀링 기구를 구비하며, 글로브 박스 안에서 상기 코어 쉘 물질 공급부(10)로부터 공급된 코어 물질로 사용되는 보론 입자, 습식 밀링 공정을 유지하기 위한 용매 그리고 코팅을 위한 탄소 입자가 채워진 상태에서 밀링 기구에 의해 보론에 대한 입도 조절 및 코팅을 실행한다.

[0037] 이와 같은 습식 밀링은 텀블러 볼 밀(tumbler ball mill), 진동 밀(vibratory mill), 유성형 볼 밀(Planetary Micro Mill), 아트리토 밀(attritor mill), 로드 밀(Rod mill), 쉐이커 밀(shaker mill) 중의 어느 하나에 의해 실행된다. 즉 이와 같은 밀링 기구는 원하는 코어 쉘 나노입자의 크기(입도)에 따라 적절히 선택할 수 있다.

[0038] 또한, 밀링 기구의 회전 속도 및 시간도 원하는 코어 쉘 나노입자의 크기(입도) 및 양에 따라 적절히 선택가능하므로 특정 값에 한정되는 것은 아니다. 상술한 바와 같은 습식 밀링 공정은 밀링 공정에서 생기는 에너지와 분쇄에 의해 표면 산화막이 깨어진 보론 입자 표면의 높은 반응성으로 용매에 의한 빠른 코팅을 유도한다. 즉, 상기 습식 밀링 방법은 기존에 코팅 방법들에 비해 비교적 손쉽게 코팅된 입자를 생성할 수 있어, 대량생산 또한 가능하게 한다.

[0039] 또 상기 용매로서는 올레산(oleic acid), 헥산(hexane), 말레산(maleic acid) 중의 어느 하나를 사용한다. 상기 습식 밀링 방법은 습식 밀링 시 사용하는 용매 또는 전구체의 종류에 따라 코팅 물질이 변환 가능하여 다양한 용도에 맞게 입자를 생성할 수 있다.

[0040] 상기와 같은 용매를 사용하므로, 코어 물질인 보론 입자가 용매 또는 전구체 용액과 더 잘 접근할 수 있어 탄소 입자의 코팅이 매우 용이하게 실현된다.

[0041] 또한, 상기 불활성 가스 공급부(30)에서는 질소를 예로서 설명하였지만, 이에 한정되는 것은 아니고, 예를 들어, 상온 상압의 헬륨 또는 아르곤 중의 어느 하나를 사용하여도 좋다.

[0042] 본 발명에 따른 입도 조절 및 코팅부(20)는 불활성 가스로 충전되어 있으므로, 비활성 기체 분위기 중에서 밀링에 의해 보론 표면의 산화막이 제거되더라도 공기와 반응할 수 없도록 하여, 산화막이 생성되지 않게 된다.

[0043] 상기 처리부(50)는 상기 입도 조절 및 코팅부(20)에서 코팅된 입자를 세척하는 초음파세척기, 상기 입도 조절 및 코팅부(20)에서 코팅된 입자의 잔여물을 제거하는 원심분리기 및 초음파세척기에 의해 세척된 코팅된 입자를

건조시키는 건조기를 포함할 수 있다.

[0044] 또한, 상기 포집부(60)는 입자 포집백, 필터입자 포집백을 사용하지만, 이에 한정되는 것은 아니다.

[0045] 한편 상기 제어부(70)는 연속적이며, 탄소 입자가 코팅된 보론 나노입자를 대량으로 생산하도록, 입도 조절 및 코팅부(20)로 공급되는 코어 쉘 물질의 공급상태 및 입도 조절 및 코팅부(20)에서 코팅된 보론 나노입자의 배출 상태를 제어한다.

[0046] 즉 상기 코어 쉘 물질 공급부(10)와 불활성 가스 공급부(30)는 제1 및 제2 밸브 수단(미도시)에 의해 입도 조절 및 코팅부(20)와 연결되고, 이 제1 및 제2 밸브 수단은 각각 입도 조절 및 코팅부(20)로의 불활성 가스 및 코어 쉘 물질의 공급 및 차단을 실행하도록 공급관 및 공급용 밸브를 구비한다.

[0047] 또한 상기 입도 조절 및 코팅부(20)는 제3 밸브 수단(미도시)에 의해 처리부(50)와 연결되고, 이 제3 밸브 수단은 각각 처리부로 코팅된 보론 나노입자의 배출 및 차단을 실행하도록 배출관 및 배출용 밸브를 구비한다.

[0048] 상기 공급용 밸브, 배출용 밸브는 공급 및 차단이 미리 설정된 시간 동안에만 실행되도록, 상기 제어부(70)의 제어의 의해 작동되는 전자 밸브, 예를 들어 솔레노이드 밸브를 사용하는 것이 바람직하다.

[0049] 상술한 바와 같이, 제어부(70)는 미리 설정된 조건, 예를 들어 글로브 박스 내의 불활성 가스의 농도, 밀링 기구에서 실행될 코어 쉘 나노입자의 크기, 양, 작동 시간, 코어 쉘 물질 공급부(10)에서 공급될 코어 쉘 물질의 양, 밀링 기구에서 생성된 코어 쉘 나노입자의 입도 및 배출량의 조건에 따라, 상기 공급용 밸브 및 배출용 밸브를 순차적으로 제어하여 본 발명에 따른 보론 입자의 코팅이 연속적으로 실행된다.

[0050] 다음에 본 발명에 따른 코어 쉘 나노입자 형성 방법을 도 2에 따라 설명한다.

[0051] 도 2는 본 발명에 따른 코어 쉘 나노입자 형성 방법의 일 예를 설명하기 위한 공정도이다.

[0052] 도 2에 도시된 바와 같이 본 발명에 따른 보론 입자의 탄소 분말 코팅은 먼저 전처리 공정(S10)을 실행한다.

[0053] 이 전처리 공정은 코어 쉘 물질 공급부(10) 및 입도 조절 및 코팅부(20)에서 실행된다. 즉 불활성 가스 공급부(30)에서 공급된 비활성(불활성 기체)가 충전된 글로브 박스 내의 밀링 기구에 코어물질이 될 보론 입자, 습식 밀링 상태를 유지하면서 보론의 산화막을 제거해 줄 용매가 코어 쉘 물질 공급부(10)에서 공급되어 충전된다. 이러한 충전은 제어부(70)의 제어하에 실행되는 것이 바람직하다. 또 상기 전처리 공정은 비활성(불활성) 기체로 충전된 글로브 박스 안에서 수행되는 것이 바람직하다.

[0054] 상기 용매로서는 올레산(oleic acid), 헥산(hexane), 말레산(maleic acid) 등이 사용된다.

[0055] 상기한 바와 같은 용매를 사용하여 습식 밀링을 실행하는 것에 의해 보론의 산화막이 제거된다.

[0056] 또한 코어 쉘 물질 공급부(10)에서는 코팅을 위한 탄소 분말을 공급하고, 입도 조절 및 코팅부(20)에서 나노입자 코팅 및 입도 조절 공정(S20)을 실행한다.

[0057] 상술한 바와 같이, 텀블러 볼 밀(tumbler ball mill), 진동 밀(vibratory mill), 유성형 볼 밀(Planetary Micro Mill), 아트리토 밀(attritor mill), 로드 밀(Rod mill), 쉐이커 밀(shaker mill) 중의 어느 하나의 밀링 장비에 의해 보론 입자의 입도 조절 및 코팅을 실행한다.

[0058] 이 습식 밀링 공정 중 보론 입자가 대기중의 산소와 반응하여 산화하는 것을 방지하기 위해서 비활성(불활성) 기체, 예를 들어 N_2 가스 중에서 공정들을 진행한다.

[0059] 또한, 입도 조절 및 코팅부(20)에서 나노입자 코팅 및 입도 조절 공정에서는 진공 포장기를 이용하여 습식 밀링의 진행 중에도 비활성(불활성) 기체 대기를 유지할 수 있도록 한 후, 습식 밀링을 진행하여 보론 입자의 산화막 제거, 입도 조절과 탄소 분말의 코팅을 수행한다. 즉, 비활성 기체 대기 중에서 실행되어 밀링에 의해 보론 표면의 산화막이 제거되더라도 공기와 반응할 수 없게 한다.

[0060] 그 후 후처리 공정(S30)을 실행한다.

[0061] 즉, 처리부(50)에서는 코팅된 보론 입자 외의 잔여물들을 세척하고 제거하여 건조하며, 포집부(60)에서는 코어(보론)-쉘(탄소) 나노입자를 포집한다.

[0062] 다음에 본 발명에 따른 코어 쉘 나노입자 형성 방법의 다른 예를 설명한다.

[0063] 상기 제1 실시 예에서는 올레산(oleic acid), 헥산(hexane), 말레산(maleic acid) 등을 용매로 사용하여 탄소 분말을 코팅하는 구조로 설명하였지만, 산화막의 제거를 더욱 확실하게 하기 위해 상술한 바와 같은 전처리 공정 전에 비교적 강산인 아크릴산(acrylic acid) 또는 메타크릴산(methacrylic acid)을 적용하여 보론의 산화막을 제거할 수도 있다.

[0064] 상술한 바와 같이 아크릴산 또는 메타크릴산을 적용하는 경우, 강산이므로 보론 입자에 부식이 발생할 수 있다. 본 발명에서는 이를 방지하기 위해 초음파 진동을 부가한다.

[0065] 이후 아크릴산 또는 메타크릴산에 의해 처리된 보론 입자를 세척하고, 상술한 바와 같은 전처리 공정(S10) 내지 후처리 공정(S30)을 실행하는 것에 의해 코어(보론)-쉘(탄소) 나노입자를 얻을 수 있다.

[0066] 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.

[0067] 또한 상기 설명에서는 코어 쉘 물질 공급부(10)에서 탄소 입자를 공급하여 코어(보론)-쉘(탄소) 나노입자를 형성하는 구성에 대해 설명하였지만, 이에 한정되는 것은 아니고, 상기 탄소 입자 대신에 탄소 전구체인 활성탄(activated carbon) 또는 활성탄 섬유(activated carbon fiber)를 적용할 수도 있다.

산업상 이용가능성

[0068] 본 발명에 따른 코어 쉘 나노입자 형성 장치 및 코팅방법을 사용하는 것에 의해 코어(보론)-쉘(탄소) 나노입자를 다양한 용도에 맞게 생성할 수 있다.

부호의 설명

[0069] 10 : 코어 쉘 물질 공급부

20 : 입도 조절 및 코팅부

30 : 가스 공급부

40 : 가스 배출부

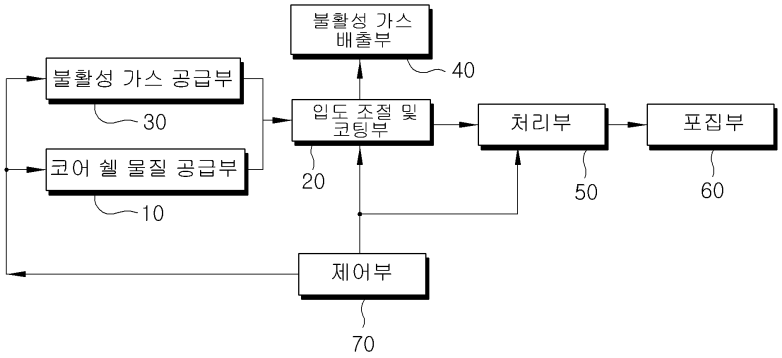
50 : 처리부

60 ; 포집기

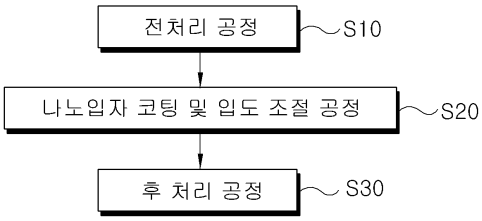
70 : 제어부

도면

도면1


불활성 가스 배출부
40
불활성 가스 공급부
30
입도 조절 및 코팅부
20
처리부
50
포집부
60
코어 쉘 물질 공급부
10
제어부
70

도면2


전처리 공정
S10
나노입자 코팅 및 입도 조절 공정
S20
후 처리 공정
S30