



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2012년04월18일
(11) 등록번호 10-1122219
(24) 등록일자 2012년02월23일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B01J 2/18 (2006.01) B01J 2/00 (2006.01)
B01J 2/04 (2006.01) B01J 2/02 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2006-7004237
(22) 출원일자(국제) 2004년08월19일
심사청구일자 2009년03월02일
(85) 번역문제출일자 2006년02월28일
(65) 공개번호 10-2006-0121855
(43) 공개일자 2006년11월29일
(86) 국제출원번호 PCT/CA2004/001525
(87) 국제공개번호 WO 2005/021148
국제공개일자 2005년03월10일
(30) 우선권주장
60/498,276 2003년08월28일 미국(US)
(56) 선행기술조사문헌
JP01225704 A*
JP62207804 A*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
테크나 플라즈마 시스템 인코포레이티드
캐나다 제이1엘 2티9, ? 백 셀브루크, 2935 인더스트리얼 보울바르드
(72) 발명자
블로 마허 아이
캐나다 퀘벡 J1L 1H2 셀브룩 몽마니 505
네심 크리스틴
캐나다 퀘벡 J1L 2B8 셀브룩 아파트 208 리차드 스트리트 3135
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인 신성

전체 청구항 수 : 총 29 항

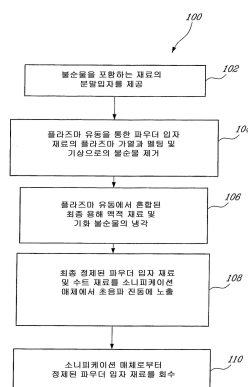
심사관 : 김장강

(54) 발명의 명칭 파우더재료의 합성, 분리 및 정제를 위한 프로세스

(57) 요약

본 발명은, 플라즈마 처리의 화학작용 및 플라즈마 처리된 파우더의 초음파 처리를 통해 파우더의 구상화, 고밀도화 및 정제를 위한 프로세스에 관한 것이다. 초음파처리는 플라즈마 용해되고 부분적으로 기화된 파우더로부터 수트로 명명되는 나노사이즈화 응결 파우더를 분리하도록 한다. 또한 상기 프로세스는 나노파우더의 미세한 에어로졸의 형성을 발생시키는 증기운의 신속한 응축에 의하여 뒤이어, 공급 재료의 부분적 기화를 통해 나노파우더의 합성에 이용될 수 있다. 후자의 경우, 상기 초음파처리 단계는 형성된 나노파우더를 부분적으로 기화된 공급재료로부터 분리하는데 제공된다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

노르망 크리스티앙

캐나다 퀘벡 J0B 2P0 생-드니 드 브롬프톤 데 아르
티장 스트리트605

주레워 저지

캐나다 퀘벡 J1J 4B3 쉐브룩 고티에 2395

특허청구의 범위

청구항 1

불순물을 포함하는 재료의 파우더 입자를 제공하고;

플라즈마 유동을 통해 기상으로 상기 불순물을 배출하여 상기 플라즈마 유동에 혼합된 재료의 용해 입자방울과 기화된 불순물을 생성하도록 상기 재료의 파우더 입자에 플라즈마 가열하여 용해하고;

상기 재료의 정제된 파우더입자와 수트의 혼합물을 생성하도록 상기 플라즈마 유동에 혼합된 용해 입자방울을 상기 기화된 불순물과 냉각하며;

상기 정제된 파우더 입자의 표면으로부터 수트 재료를 이탈시켜 소니피케이션 매체에서 상기 재료의 정제된 파우더입자와 수트를 분리시키도록 상기 재료의 정제된 파우더입자와 수트 재료의 혼합물을 소니피케이션 매체에서 초음파 진동에 노출하며;

상기 소니피케이션 매체 및 상기 수트로부터 상기 재료의 정제된 파우더입자를 회수하는

재료의 정제 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 소니피케이션 매체는

물, 아세톤, 알콜 또는 공기로 이루어지는 그룹으로부터 선택되는

재료의 정제 방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 소니피케이션 매체 및 상기 수트로부터 상기 재료의 정제된 파우더입자를 회수하는 단계는

통상 중력하에서의 차동 침강작용의 습식체질 또는 강력한 원심분리법에 의하여 상기 재료의 정제된 파우더입자를 분리하는

재료의 정제 방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 소니피케이션 매체로부터 상기 재료의 정제된 파우더입자를 회수하는 단계는

상기 소니피케이션 매체를 여과하는

재료의 정제 방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 플라즈마 유동을 통해 상기 재료의 파우더입자의 플라즈마 가열 및 용해는

운반가스를 사용하는 유도결합 무선주파수 플라즈마 유동에서 상기 파우더입자를 주입함으로써 이루어지는

재료의 정제 방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 플라즈마 유동을 통해 상기 재료의 파우더입자의 플라즈마 가열 및 용해는

대기압, 저압 연진공 또는 대기압 이상의 압력으로 이루어지는 그룹으로부터 선택되는 압력하에서 실행되는 재료의 정제 방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 플라즈마 유동은

비활성환경, 산화환경 또는 환원환경으로 이루어지는 그룹으로부터 선택되는 상태하에서 이루어지는 재료의 정제 방법.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 재료의 파우더입자는 비가공 형태로 제공되는

재료의 정제 방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 초음파 진동은

약 100W 내지 약 10kW의 범위에서의 세기를 갖는 것을 특징으로 하는 초음파 발생기를 이용하여 발생하는 재료의 정제 방법.

청구항 10

제1항에 있어서,

상기 플라즈마 유동에 혼합된 상기 재료의 용해 입자방울의 냉각은

상기 플라즈마 유동에 혼합된 상기 재료의 용해 입자방울의 신속한 쿨칭에 의하여 이루어지는 재료의 정제 방법.

청구항 11

제10항에 있어서,

상기 신속한 쿨칭은

냉각가스유동, 분무액유동의 주입 또는 냉각면과의 접촉을 통해 이루어지는

재료의 정제 방법.

청구항 12

제1항에 있어서,

상기는 재료는

세라믹, 순수금속, 합금, 또는 합성물로 이루어지는 그룹으로부터 선택되는

재료의 정제 방법.

청구항 13

제12항에 있어서,

상기 금속은 실리콘, 크롬, 몰리브덴, 텅스텐, 탄탈 또는 루테튬으로 구성되는 그룹으로부터 선택되는

재료의 정제 방법.

청구항 14

제1항에 있어서,

상기 재료의 정제된 파우더 입자가 향상된 유동 특성을 가지는 재료의 정제된 파우더 입자의 제조를 위한 재료의 정제 방법.

청구항 15

제1항에 있어서,

상기 재료의 정제된 파우더 입자가 산소 함유량을 감소시키는 상기 재료의 정제된 파우더 입자의 제조를 위한 재료의 정제 방법.

청구항 16

제1항에 있어서,

태양전지 또는 스퍼터링 타겟의 제조를 위하여 파우더 재료의 정제를 위한 재료의 정제 방법..

청구항 17

소니피케이션 매체에서 굵은 파우더와 혼합된 나노파우더를 초음파 진동에 노출시킴으로써 굵은 파우더와 나노 파우더를 분리하기 위한

분리 방법.

청구항 18

제17항에 있어서,

상기 소니피케이션 매체는 물, 아세톤, 알콜 또는 공기로 이루어지는 그룹으로부터 선택되는 분리 방법.

청구항 19

제17항에 있어서,

상기 초음파 진동은 약 100W 내지 약 10kW의 범위에서의 세기를 갖는 것을 특징으로 하는 초음파 발생기를 이용하여 발생하는 분리 방법.

청구항 20

나노파우더 재료의 합성을 위한 방법으로서,

- i) 재료를 파우더 형태로 제공하고;
- ii) 플라스마 유동에서 부분적으로 기화된 입자와 혼합된 증기형태로 상기 재료를 생성하도록 상기 플라스마 유동을 통해 상기 재료의 파우더를 플라스마 가열, 용해 및 기화시키고;
- iii) 나노파우더와 나머지 굵은 파우더 재료의 형성 혼합물을 생성하도록 퀀칭 흐름을 통해 상기 플라스마 유동에서 부분적으로 기화된 입자와 혼합된 증기형태의 상기 재료를 유동시키며;
- iv) 상기 재료의 굵은 파우더와 상기 재료의 나노파우더를 분리하도록 상기 나노파우더와 나머지 굵은 파우더

재료의 형성 혼합물을 소니피케이션 매체에서 초음파 진동에 노출시키는
합성 방법.

청구항 21

제20항에 있어서,

v) 상기 분리된 나노파우더 입자의 재료와 나머지 굵은 파우더의 재료 중 적어도 하나를 회수하는 것을 더 포함하는

합성 방법.

청구항 22

제21항에 있어서,

상기 v) 단계는

통상 중력하에서의 차동 침강작용인 습식체질 또는 강력한 원심분리법에 의하여 상기 분리된 나노파우더입자의 재료와 나머지 굵은 파우더의 분리하는 것을 포함하는

합성 방법.

청구항 23

제21항에 있어서,

상기 v) 단계는

상기 소니피케이션 매체를 여과하는

합성 방법.

청구항 24

제20항에 있어서,

상기 소니피케이션 매체는

물, 아세톤, 알콜 또는 공기로 이루어지는 그룹으로부터 선택되는

합성 방법.

청구항 25

제20항에 있어서,

상기 소니피케이션은

약 100W 내지 약 10kW의 범위에서의 세기를 갖는 것을 특징으로 하는 초음파 진동의 제품을 포함하는

합성 방법.

청구항 26

제20항에 있어서,

상기 플라즈마 유동을 통한 상기 파우더 재료의 플라즈마 가열 및 용해는

운반가스를 이용하는 유도결합된 무선주파수 플라즈마 유동에서 상기 파우더를 주입함으로써 이루어지는

합성 방법.

청구항 27

제26항에 있어서,

상기 플라즈마 유동을 통한 상기 재료의 파우더입자의 플라즈마 가열 및 용해는

대기압, 저압 연진공 또는 대기압 이상의 기압으로 이루어지는 그룹으로부터 선택되는 압력하에서 실행되는 합성 방법.

청구항 28

제26항에 있어서,

상기 플라즈마 유동은

비활성환경, 산화환경 또는 환원환경으로 이루어지는 그룹으로부터 선택되는 상태하에서 이루어지는 합성 방법.

청구항 29

제20항에 있어서,

상기 재료는

세라믹, 순수금속, 합금 또는 합성물로 이루어지는 그룹으로부터 선택되며, 이에 한정되지 않는 합성 방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 파우더재료의 합성, 분리 및 정제를 위한 프로세스에 관한 것이다. 보다 상세하게는 본 발명은 플라즈마 상태 하에서 재료 변환을 포함하는 프로세스에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 형성된 액적(droplet)의 응결에 이어서 플라즈마 상태하에서의 개별 입자의 인-플라이트 멜팅(in-flight melting)을 통한 파우더재료의 프로세스는 이미 공지된 것이며, 파우더 형태로 고밀화(densification) 및 구상화(spheroidisation) 재료의 수단으로서 주목받고 있다. 일반적으로 파우더 구상화로서 알려진 이러한 프로세스는 파우더의 유동성을 현저히 개선하며, 취급 및 운송 동안 마모에 대한 저항성을 증가시킨다.

[0003] 또한 상기 파우더 구상화 프로세스는 파우더재료의 화학조성의 적절한 제어뿐만 아니라 새로운 재료와 복합혼합물의 합성에 대한 효과적인 수단으로서 인식되고 있다.

[0004] 상기 프로세스에 대한 열원으로서 유도결합 무선주파수(r.f.) 무전기 방전을 통해, 용융 액적으로부터 단순한 기화단계의 결과로서 또는 불순물의 반응기화 결과로서, 몇몇 불순물의 입자 손실을 통하여 처리되는 파우더의 상당한 정제에 대하여 이용될 수 있음을 알 수 있었다.

[0005] 전자의 경우에서, 입자 모재의 비등점에 비교되는 낮은 비등점의 불순물은 먼저 기화되며, 가스 불순물은 입자 모재로부터 배출될 수 있다. 후자의 경우, 불순물은 형성된 합성물의 기화에 의하여 뒤따르는 프로세스 환경과의 접촉을 통해 용융 액적의 표면에서 화학적으로 변환된다. 이에 포함되는 화학적 반응은 예를 들면 플라즈마 유동에서 산소와의 접촉을 통해 불순물의 산화로 이루어질 수 있으며, 이에 한정되는 것은 아니다. 상기 프로세스는 불순물 레벨의 순수한 환원을 가져오며, 실질적으로는 불순물의 정제를 이루게 된다.

[0006] 그러나 이러한 환경에서는 다음과 같은 문제점이 있다. 원소형태이거나 혼합물로 형성된 증기운(vapor cloud)은 정제된 파우더를 운송하는 플라즈마 가스와 혼합되어 잔존한다. 이러한 파우더 내용물을 갖는 전체적인 플라즈마 유동이 냉각됨에 따라, 상기 불순물 또한 처리되고 정제된 파우더의 표면을 포함하는 반응기에서의 모든 표면에 집적된 다음, 처음에 배출된 동일 불순물로 다시 오염되는 아주 미세한 수트(soot) 형태로 응축된다. 금속 파우더의 경우, 상기 수트는 매우 미세한 금속 입자로 구성된다. 이러한 미세한 입자는 이들과 반응하는 주위의

공기와 접촉하게 될 경우 산화작용에 매우 민감하여, 결국 파우더의 산소 함유량을 현저히 증가시킨다.

[0007] 한편 파우더의 유도 플라즈마 처리과정은 증기운의 균일한 응축을 통하여 나노파우더의 미세한 에어로졸(aerosol)을 형성하기 위하여 형성된 증기운의 신속한 쿨링에 의하여 이어지는 공급 선구체(feed precursor)의 인-플라이트 가열, 펄핑 및 기화를 통한 금속 및 세라믹 나노파우더(nanopowder)의 합성에 의해 바람직하게 이용된다. 그러나 이와 같이 형성된 상기 나노파우더의 에어로졸은 부분적으로만 기화되는 공급 재료의 잔여 부분(fraction)과 혼합되고, 이에 따라 혼합된 파우더는 큰 입자사이즈 분포를 갖게 된다. 동작 조건에 따라, 상기 수집된 파우더는 두 가지 형태의 입자사이즈 분포를 가질 수 있고, 이는 대부분 나노파우더 응용에 대한 이러한 파우더의 적용에 주요한 제한을 가지게 된다.

발명의 상세한 설명

[0008] 따라서 본 발명은 파우더 재료의 합성에 대한 개선된 프로세스를 제공하는데 그 목적이 있다.

[0009] 또한 본 발명은 파우더재료의 분리 및/또는 정제에 대한 개선된 프로세스를 제공하는데 다른 목적이 있다.

[0010] 본 발명은 플라즈마 처리의 화학작용 및 플라즈마 처리된 파우더의 초음파 처리를 통해 파우더의 구상화, 고밀도화 및 정제를 위한 프로세스에 관한 것이다. 상기 초음파처리는 플라즈마 용해되고 부분적으로 기화된 파우더로부터 수트로 명명되는 나노사이즈화 된 응축 파우더를 분리하도록 한다. 또한 상기 프로세스는 미세한 에어로졸 나노파우더를 형성하는 증기운의 신속한 응축으로 이어지는, 공급 재료의 부분적 기화를 통해 나노파우더의 합성에 이용될 수 있다. 후자의 경우, 상기 초음파처리 단계는 형성된 나노파우더를 부분적으로 기화된 공급재료로부터 분리하는데 이용된다.

[0011] 보다 구체적으로 본 발명의 제1관점에 따르면, 불순물을 포함하는 재료의 파우더 입자를 제공하고; 상기 재료의 파우더 입자에 플라즈마 가열하여 용해하고, 플라즈마 유동을 통해 기상으로 상기 불순물을 방출하며, 상기 플라즈마 유동 및 기화된 불순물에 혼합된 상기 재료의 용해 입자방울을 생성하고; 상기 플라즈마 유동에서 상기 기화 불순물과 혼합된 용해 입자방울을 냉각하여, 상기 재료의 정제된 파우더입자와 수트의 혼합물을 생성하고; 상기 정제된 파우더입자의 재료와 수트재료의 혼합물을 소니피케이션 매체에서 초음파 진동에 노출하여, 상기 소니피케이션 매체에서 상기 정제된 파우더입자와 수트를 분리시키며; 상기 소니피케이션 매체 및 상기 수트로부터 상기 정제된 파우더입자를 회수하는 재료의 정제를 위한 프로세스를 제공한다.

[0012] 본 발명의 제2관점에 따르면, 소니피케이션 매체에서 굵은 파우더와 혼합된 나노파우더를 초음파 진동에 노출시킴으로써 굵은 파우더와 나노파우더를 분리하는 분리 프로세스를 제공한다.

[0013] 본 발명의 제3관점에 따르면, 나노파우더 재료의 합성을 위한 프로세스로서, i) 재료를 파우더 형태로 제조하고; ii) 플라즈마 흐름을 통해 상기 파우더의 재료를 플라즈마 가열, 용해 및 기화시켜, 상기 플라즈마 유동에서 부분적으로 기화된 입자와 혼합된 증기형태로 상기 재료를 생성하고; iii) 쿨링 흐름을 통해 상기 플라즈마 유동에서 부분적으로 기화된 입자와 혼합된 증기형태의 상기 재료를 유동시켜, 나노파우더와 나머지 굵은 파우더 재료로 형성된 혼합물을 생성하며; iv) 상기 나노파우더와 나머지 굵은 파우더 재료의 형성 혼합물을 소니피케이션 매체에서 초음파 진동에 노출시켜, 상기 굵은 파우더로부터 나노파우더 입자의 재료를 분리하는 프로세스를 제공한다.

[0014] 본 발명에 따른 재료의 합성 또는 정제를 위한 프로세스는 예를 들면 태양전지 및 스퍼터링 타겟과 같은 높은 순도의 재료를 제조하기 위한 파우더 재료를 정제할 수 있다.

[0015] 본 발명에 따른 나노파우더의 합성을 위한 프로세스는 소니피케이션 프로세스로서 본 발명에서 정의하는 강력한 초음파 작용을 통해 나머지 부분적인 기화 선구체 재료로부터 합성된 나노파우더를 분리할 수 있다.

[0016] 본 발명에 따른 프로세스는 실리콘, 크롬, 몰리브덴, 텅스텐, 탄탈 및 루테튬을 포함하는 세라믹, 합금, 합성물 및 순수금속을 포함하고, 이에 한정되지 않는 광범위한 재료를 정제, 합성 및 분리할 수 있도록 한다.

[0017] 본 발명의 추가적인 목적들, 특징들 및 장점들은 다음의 상세한 설명의 바람직한 실시 예 및 첨부도면으로부터 보다 명료하게 이해될 수 있다.

실시예

- [0029] 이하 도1을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시 예에 따른 재료의 정제를 위한 프로세스를 설명한다.
- [0030] 단계 102에서는, 미가공 파우더형태의 재료가 제공된다. 그런 다음 상기 파우더입자는 유도결합 무선주파수 플라즈마 유도 중심으로 축방향으로 삽입된다.
- [0031] 그런 다음 단계 104에서 상기 재료의 파우더입자는 도2에 나타난 유도결합 무선주파수(r.f.) 플라즈마 반응기 (1)의 중심으로 주입되어 가열 및 용해된다.
- [0032] 실질적으로 상기 각 파우더입자는 플라즈마 유동과 접촉하게 됨에 따라, 상대적으로 짧은 시간, 밀리세컨드에 속하는 시간에서 가열되고 용해되어, 상기 플라즈마 유동에서 혼합된 재료의 용해 입자방울을 생성한다. 또한 재료 입자의 용해에 부가되어, 단계 102에서는 입자 재료 자체 및/또는 그 입자 재료 내의 어떤 불순물을 부분 적 기화시킨다. 또한 상기 입자에서 캡슐화된 불순물은 용해단계 동안 표면장력 효과의 영향하에서 그 입자의 표면 속으로 들어갈 수 있다.
- [0033] 상기 플라즈마 반응기 동작과 관련하여, 플라즈마 가스 조성은 처리되는 재료의 화학적 성질 및 존재하는 불순 물에 의하여 좌우되는 비활성, 산화 또는 환원성 환경이다.
- [0034] 동작압력은 대기압, 저압 '연진공(soft vacuum)' 또는 대기압 이상 압력이다. 상기 기화는 입자 재료의 단순한 기화에 따른 결과 또는 어떠한 화학적 변환을 포함하지 않는 기상(vapor phase)에서 입자로부터 분리의 결과로 이루어질 수 있다. 또한 입자 재료 또는 존재하는 불순물의 화학적 변환을 포함하는 반응기화는 형성된 화학 조 성물의 증발에 의하여 뒤따르는 플라즈마 가스와의 상호작용으로 통해 가능하다.
- [0035] 이러한 무선주파수 플라즈마 반응기는 해당 기술분야에서 공지된 것이기 때문에, 이에 대한 상세한 설명은 생략 한다. 또한 직류(d.c.) 플라즈마 제트 또는 용량결합 무선주파수 플라즈마 또는 마이크로파 플라즈마 등의 다른 방식의 플라즈마 반응기가 파우더 입자를 가열 및 용해하도록 사용될 수 있다.
- [0036] 이후 단계 106에서, 상기 플라즈마 유동에서 혼합된 재료의 최종 용해 입자방울은 냉각되고, 그 결과 정제된 재 료의 용해 입자방울의 응결 및 구상화(spheroidisation)가 이루어지고, 플라즈마 반응기(10)의 가능한 모든 표 면 및 운반되어 응결된 입자방울의 표면에 위치되는 운반 증기의 응축이 나노사이즈의 에어로졸 형태로 이루어 진다. 그 결과 후자의 경우는 정제된 파우더와 혼합되는 수트 형 재료로 이루어지게 된다.
- [0037] 도3a 및 도3b는 프로세스(100)의 단계 102 내지 106을 수행하는 실리콘 및 루테튬 응결 입자방울에서 각각 응축 된 응집 나노파우더 수트(soot)의 두 가지 예시를 나타낸 것이다.
- [0038] 도3a 및 도3b에 나타난 바와 같이, 단계 106은 플라즈마 단계 동안에 달성되는 정제 작용의 손실(loss)에서의 결과이다.
- [0039] 응결된 입자방울로부터 수트형 나노사이즈 입자를 분리하고, 이에 따라 그의 정제를 달성하기 위하여, 상기 파 우더 입자 재료와 수트 재료의 최종 혼합물은 소니피케이션(sonification) 매체에서 강력한 초음파 진동에 노출 된다(단계 108). 상기 소니피케이션 매체의 용량 및 파우더의 작업량에 따라, 소니피케이션의 요구되는 세기는 수백 와트로 낮아질 수 있고, 수 킬로와트로 높아질 수 있다. 상기 분리는 강력한 간섭 진동에 응답하여 스탠딩 웨이브 셋업(standing wave setup)으로 구성되는 패러데이(Faraday) 웨이브 패턴을 통해 이루어진다. 상기 패러 데이 웨이브 원리는 해당 분야에서 공지되어 있기 때문에 이에 대한 상세한 설명은 생략한다.
- [0040] 단계 108을 실행하도록 사용될 수 있는 초음파 조립체(20)의 일 예를 도4에 나타내었다. 상기 초음파 조립체 (20)는 물, 아세톤 또는 알콜(이에 한정되지 않으며, 도4에서 도면부호 24로 표시함)과 같은 적절한 소니피케이 션 액체에서 단계 102 내지 106의 결과로 제공되는 파우더 재료와 수트 재료의 혼합물이 서스펜션(suspension) 상태로 채워진 수냉식 소형 유리비커(22)를 포함한다.
- [0041] 또한 상기 초음파 조립체(20)는 초음파발생 탐침(probe)(26)을 포함한다. 상기 초음파발생 탐침(26)의 선단부 (28)는 서스펜션(24)에 담가지고, 파우더를 강력한 진동으로 노출시키도록 전류가 흐르며, 많이 정제되거나 부 분적으로 기화된 파우더 입자의 표면으로부터 나노사이즈의 "수트"입자를 배출하게 된다.
- [0042] 단계 108은 소니피케이션 액체에서 실행되는 것으로 나타내고 있지만, 공기와 같은 다른 소니피케이션 매체에서 실행될 수도 있다.
- [0043] 물론 상기 서스펜션(24)을 구비하도록 다른 형태의 컨테이너가 사용될 수 있다. 상기 소니피케이션 매체는 플라

즈마 반응기(10)의 플라즈마 처리 수집챔버 내에 미리 제공될 수 있다(도2 참조). 또한 상기 초음파 조립체(20)는 수트형 나노사이즈 입자 및 응결된 입자방울의 혼합물을 초음파에 노출시킬 수 있는 다른 많은 형태로 구비될 수 있다.

[0044] 초음파 침침은 해당 기술분야에서 공지된 것이기 때문에, 이에 대한 상세한 설명은 생략한다.

[0045] 다음 단계 110은 재료의 정제된 파우더입자를 소니피케이션 매체로부터 회수하는 것이다.

[0046] 단계 110은 먼저 예를 들면 통상 중력하에서 습식체질(습식사별법(wet sieving))이나 다른 침강에 의하여, 또는 다중 값의 중력하에서 강렬한 원심분리법에 의하여 두 입자 부분의 분리(파우더 및 나노사이즈 수트의 분리)를 포함한다. 그런 다음 분리된 파우더 및/또는 나노사이즈 수트는 단계 108이 액체 매체, 필요 시 진공패킹에서 실행되는 경우에 최종 증발/건조 단계에 의하여 뒤따르는 여과법으로 소니피케이션 매체로부터 회수된다.

[0047] 정제 파우더 재료 회수의 다른 프로세스가 이용될 수 있다.

[0048] 상기 파우더 처리 프로세스(100)는 파우더의 유동성을 향상시키도록 한다. 실제로 상기 프로세스(100)를 실행한 구상화 파우더 입자에 홀(Hall) 테스트를 실시하였다. 예를 들면, 도5a에 나타난 미가공 WC(텅스텐 카바이드) 파우더는 54.3s/20cm³의 홀 유동값을 갖는 반면에, 상기 프로세스(100)를 실행한 도5b 및 도5c에 나타난 구상화된 WC 파우더는 각각 32.5s/20cm³ 및 34.3s/20cm³의 홀 유동값을 나타내는 것으로 측정되었다.

[0049] 아래에서는 상기한 장치들(10, 20)를 이용하여 상기 프로세스(100)의 적용에 대한 특정 예시들에 대하여 설명한다. 이 특정 예시는 본 발명의 정제 프로세스의 가장 중요한 부가적인 특징 및 작용효과를 갖는다.

[0050] 솔라 그레이드(solar grade: 태양전지용) 실리콘분야 적용에 대한 실리콘 파우더의 정제

[0051] 제1예시는 솔라 그레이드 실리콘 적용에 대한 실리콘 파우더의 정제에 관한 것이다. 제1예시에 따르면, 프로세스(100)로부터 단계 102 내지 106을 실행함에 따른 중간순도 실리콘 파우더는 거의 대기압에서 동작하는 아르곤/수소 유도결합 플라즈마 방전으로의 노출을 통해 용해된다.

[0052] 수집된 파우더는 그의 표면에 응축된 응집 나노사이즈 수트 입자의 네트워크(network)와 혼합된 각각의 구형 입자로 구성된다.

[0053] 이어지는 상기 프로세스(100)의 단계 108에서, 프로세스(100)의 단계 110에 대응하는 최종 단계인 별도의 침적, 여과 및 건조에 의하여 이어지는 아세톤 증탕에서의 강력한 소니피케이션을 통해 정제된 실리콘 입자로부터 수트가 분리된다.

[0054] 강력한 소니피케이션 단계 108 이전 및 이후에서, 플라즈마 처리 이후 실리콘 입자의 전자현미경 사진을 도6a 내지 도6d 및 도7a 내지 도7d에 나타내었다. 상기 파우더의 BET(Brunauer Emmett Teller) 비표면적 분석 대응 값은 아래의 테이블1에 나타내었다.

[0055]

BET m ² /g 17 W 소니피케이션		BET m ² /g 100 W 소니피케이션		파우더(g)의 Wt 100 W 소니피케이션	
전	후	전	후	전	후
0.332	0.302	0.332	0.11	14.86	3.59

[0056] 테이블1. 17W 및 100W의 파우더 레벨에서 소니피케이션 단계 108 이전과 이후 플라즈마 처리된 파우더의 BET 비표면적 분석

[0057] 동일 노출시간 동안 두 레벨의 초음파 강도(17W 및 100W)에 대하여 얻어진 결과는 소니피케이션 단계에 대하여 적어도 최소 레벨, 보다 정확하게는 약 50 내지 100W 범위 내의 레벨을 이용함으로써 얻어진 결과가 보다 바람직한 것임을 나타내고 있다. 테이블1에 나타난 결과는 비표면적의 현저한 감소에 의해 설명된 바와 같이 파우더 입자의 표면에서의 수트 집적 정도가 눈에 띄게 감소되는 것을 나타내고 있다.

[0058] 전자분야 적용에 대한 루테튬 정제

[0059] 제2예시는 전자분야 적용에 대한 루테튬 정제에 관한 것이다. 본 예시에 따르면, 상기한 프로세스(100)의 단계

104 - 106에 따라 각각의 입자들이 가열 용해되고 구상화된 루테튬 파우더는 거의 대기압에서 아르곤/헬륨 유도 결합 플라즈마에 노출된다. 또한 단계 104 - 106은 존재하는 불순물을 입자의 표면으로부터 기화시킨다. 그런 다음 이와 같이 처리된 파우더는 단계 108에 따라 100W 혼(horn)형 초음파 발생기(26)를 이용하여 강력한 초음파 진동에 노출된다. 상기 처리된 파우더 250g에 대한 100ml의 아세톤 서스펜션에 상기 발생기(26)의 선단부(28)가 담가진다.

[0060] 맨 처음 소니피케이션 단계 108($t = 0$) 및 다음의 다른 소니피케이션 처리 시간(30, 60, 90 및 120분)에서의 플라즈마 처리된 루테튬의 전자현미경 사진을 도8a 내지 도8e에 나타내었다. 도8a 내지 도8e는 루테튬 입자의 표면으로부터 수트 입자의 배출을 통해 점자적이고 규칙적인 파우더의 정제를 나타내고 있다. 또한 이러한 정제 효과는 소니피케이션 시간(단계 108)의 함수에 따른 도9에서 주어진 파우더의 산소 레벨 분석에 의하여 확인된다. 이러한 결과는 실험에서 이용된 100W의 소니피케이션 파워레벨에 대하여 우선 처리시간 60분을 초과하는 소니피케이션 시간으로 파우더의 잔여 산소레벨에서의 현격한 감소를 명백히 나타내고 있다.

[0061] 나노사이즈 텅스텐 파우더의 합성

[0062] 제3예시는 상기한 프로세스(100)를 이용하여 나노사이즈 파우더의 합성에 관한 것이다. 본 예시에 따르면, 상기 프로세스(100)는 플라즈마 가스 및 생성된 금속성 증기의 신속한 쿨링(단계 104 - 106)에 뒤이어, 거의 대기압에서의 아르곤/수소 유도결합 플라즈마에서 미세한 텅스텐 파우더의 부분적 기화를 통해 텅스텐과 같은 내화 금속의 나노파우더를 합성하기 위하여 이용된다. 상기 플라즈마 가스 및 생성된 금속성 증기의 신속한 쿨링은 냉가스 흐름의 주입을 통해 이루어진다. 또한 이러한 신속한 쿨링은 분무액 흐름을 통해 이루어지거나 플라즈마 가스를 저온표면과 접촉시킴으로써 이루어질 수 있다.

[0063] 이와 같이 형성된 텅스텐 나노파우더와 부분적으로 기화된 잔여 텅스텐 파우더의 수집된 혼합물은 큰 텅스텐 입자로부터 나노파우더를 분리시키기 위하여 강력한 소니피케이션 단계 108를 거치게 된다. 도10a는 플라즈마 반응기의 출구 및 쿨링부(도2 참조)에 수집된 것으로 굵은 텅스텐 파우더 및 나노화된 텅스텐 파우더의 혼합물을 전자현미경 사진으로 나타낸 것이다. 소니피케이션 유체로서 아세톤으로 강력한 소니피케이션을 통해 얻어진 굵은 파우더 부분과 미세한 파우더 부분에 대응하는 전자현미경 사진을 각각 도10b 및 도10c에 나타내었다. 소니피케이션 이후 혼합된 파우더, 각각 분리된 굵은 파우더 부분과 미세한 파우더 부분의 각 대응 입자 사이즈 분포를 도11a 내지 도11c에 나타내었다.

[0064] 이상에서 설명한 본 발명은 전술한 실시예 및 첨부된 도면에 의해 한정되는 것이 아니고, 본 발명의 기술적 사상을 벗어나지 않는 범위내에서 여러 가지 치환, 변형 및 변경이 가능함은 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 있어 명백할 것이다.

도면의 간단한 설명

[0018] 도1은 본 발명에 나타난 실시 예에 따른 파우더 재료의 정제를 위한 프로세스를 나타낸 플로우차트.

[0019] 도2은 도1에서의 프로세스의 제1부분을 실행하기 위한 플라즈마 반응기의 개략도.

[0020] 도3a 및 도3b는 도1에서의 프로세스의 단계 104 - 106을 수행하는 플라즈마 구상화 실리콘 및 루테튬 파우더입자를 각각 나타낸 전자현미경 사진으로, 파우더입자에 응축된 응집 나노파우더 수트의 웹을 나타낸 사진.

[0021] 도4는 도1에서의 프로세스의 제2부분을 실행하기 위한 소니피케이션 조립체의 개략도.

[0022] 도5a, 도5b 및 도5c는 각각 미가공 WC 파우더입자의 전자현미경 사진으로, 도1에서의 프로세스를 통해 획득한 구상화된 WC 파우더입자의 두 가지 예시를 나타낸 사진.

[0023] 도6a 내지 도6d는 도1에서의 프로세스의 소니피케이션 단계 이전, 도1에서의 프로세스의 제1단계에 따른 플라즈마 처리를 실행하는 실리콘 파우더의 전자현미경 사진.

[0024] 도7a 내지 도7d는 도1에서의 프로세스의 소니피케이션 단계 이후, 도6a 내지 도6d에 각각 대응하는 실리콘 파우더의 전자현미경 사진.

[0025] 도8a 내지 도8e는 소니피케이션 시간을 증가시킨 이후, 도1에서의 프로세스를 통해 획득한 플라즈마 처리 루테튬 파우더의 전자현미경 사진.

[0026] 도9는 도8a 내지 도8e에 나타난 루테튬 파우더의 잔여 산소농도를 나타낸 그래프.

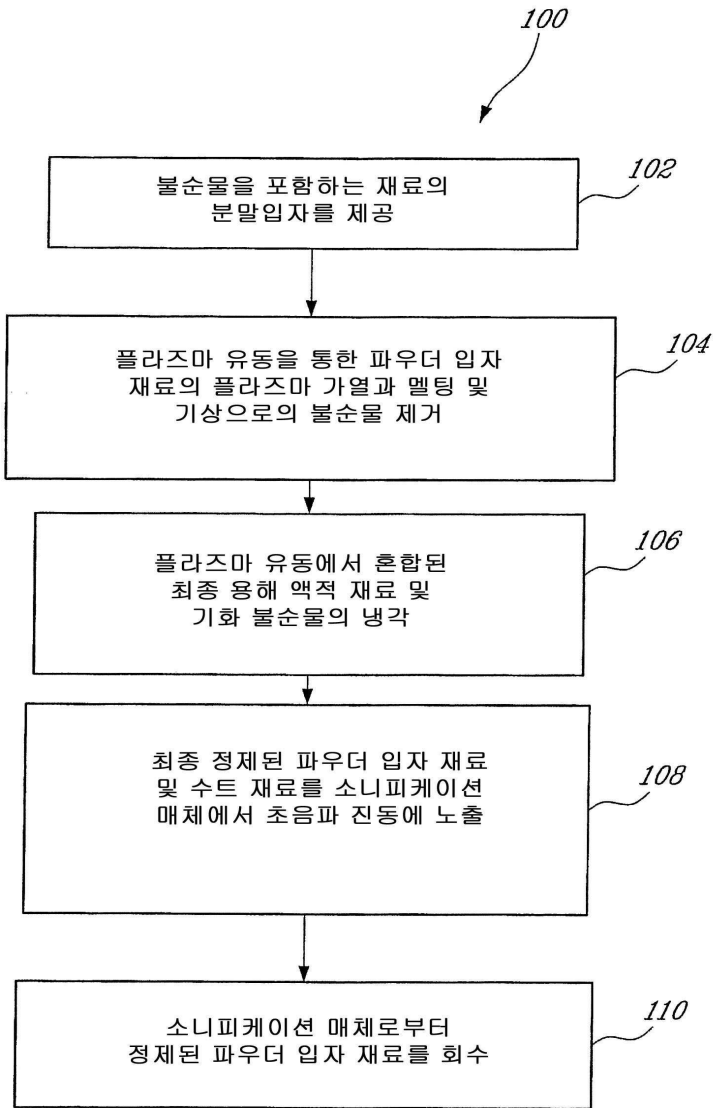
[0027] 도10a 내지 도10c는 플라즈마 처리 이후의 텅스텐 파우더의 전자현미경 사진으로, 각각 소니피케이션 이전(도

10a), 굵은 입자 부분이 있는 소니피케이션 이후(도10b) 및 미세한 입자부분이 획득된(도10c) 사진.

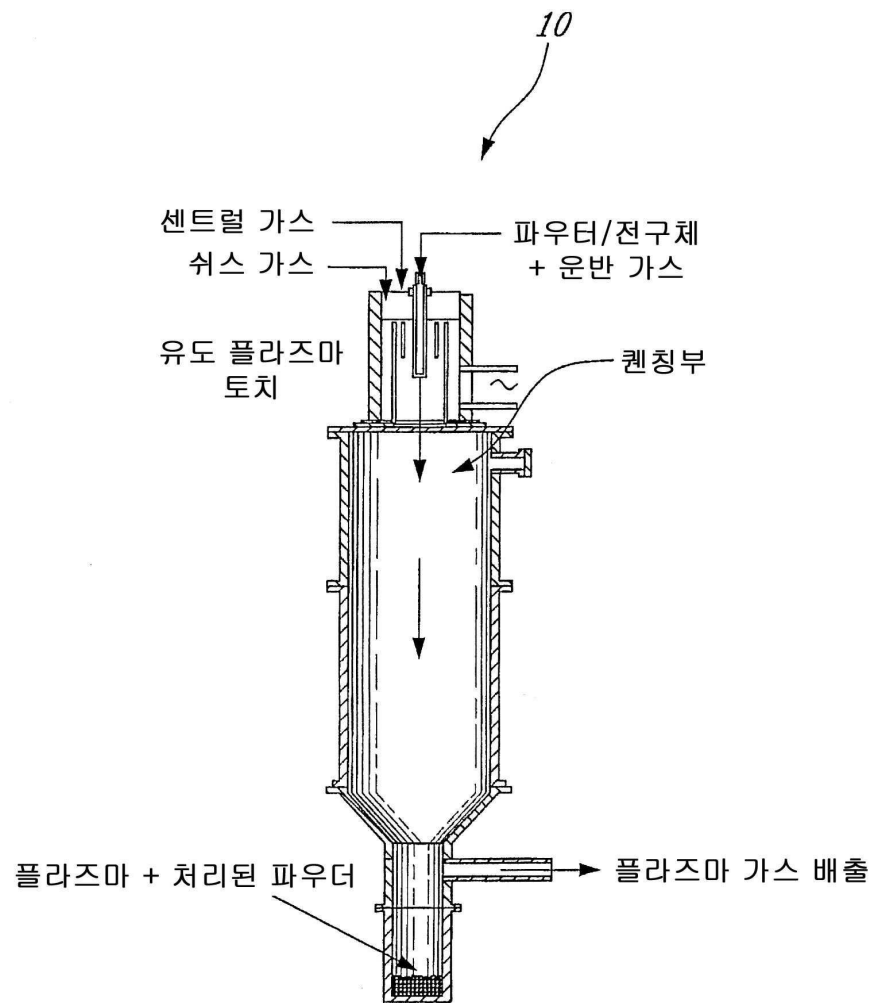
도11a 내지 도11c는 도10a 내지 도10c에 각각 나타난 텅스텐 파우더의 입자사이즈 분포를 나타낸 그래프.

도면

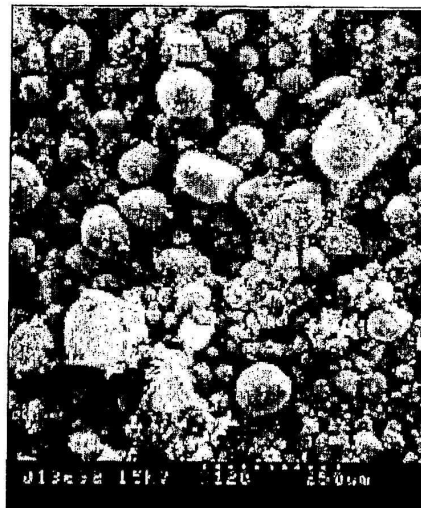
도면1



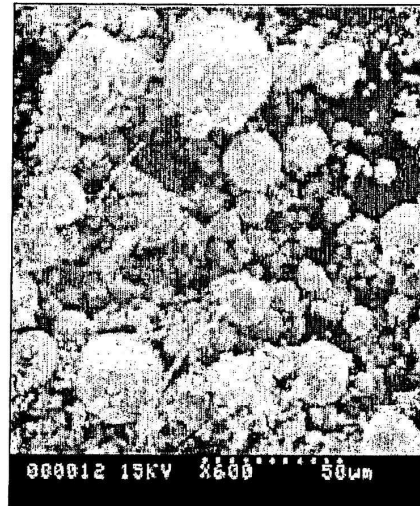
도면2



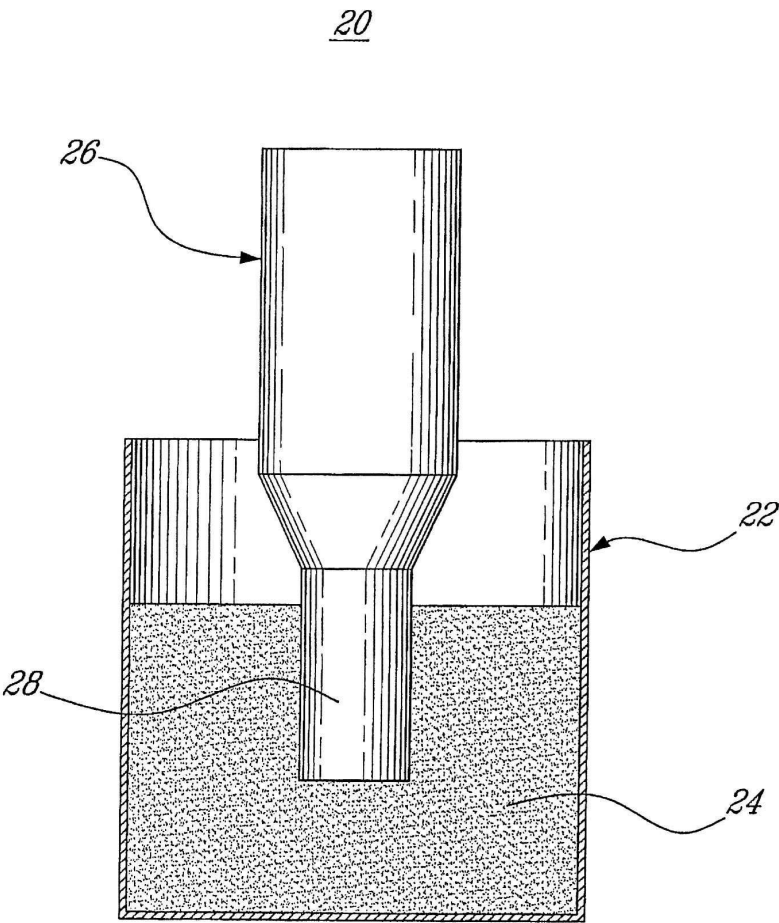
도면3a



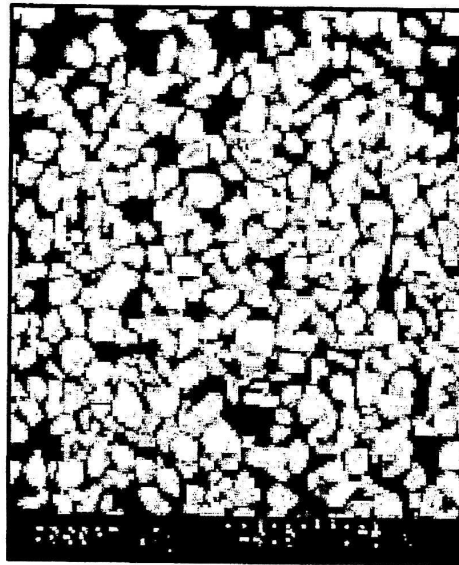
도면3b



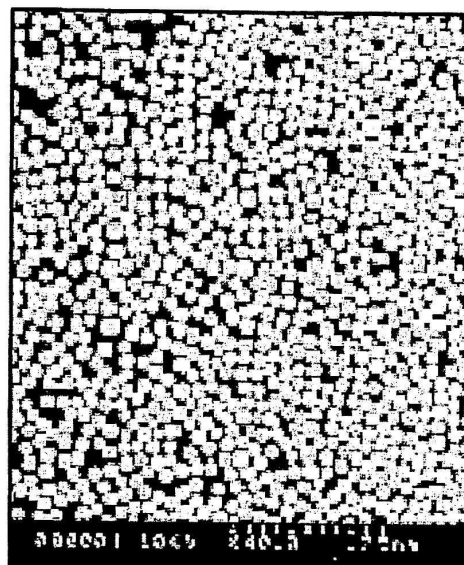
도면4



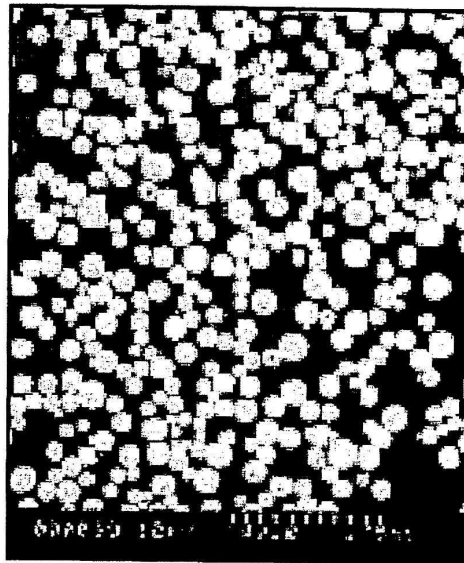
도면5a



도면5b



도면5c



도면6a



도면6b



도면6c



도면6d



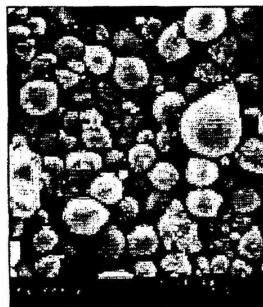
도면7a



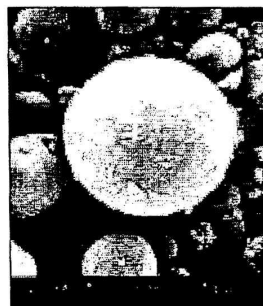
도면7b



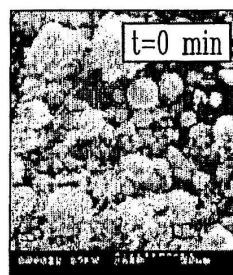
도면7c



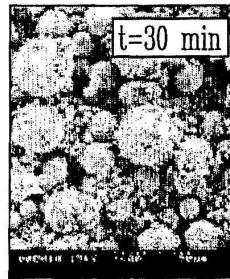
도면7d



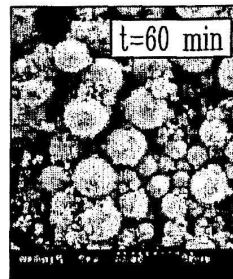
도면8a



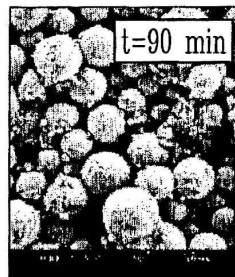
도면8b



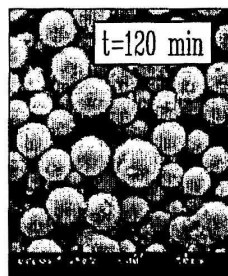
도면8c



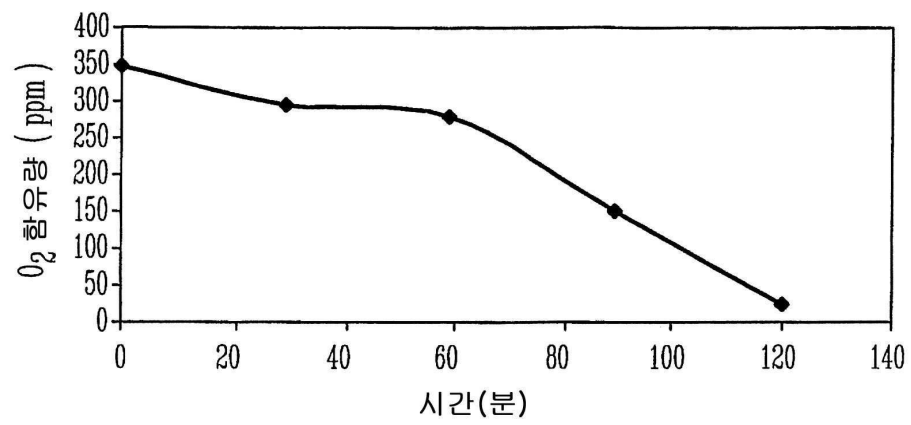
도면8d



도면8e



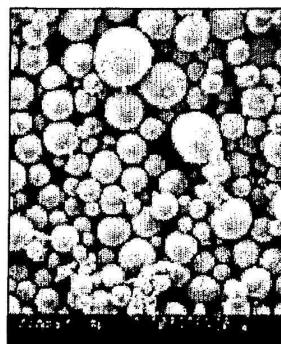
도면9



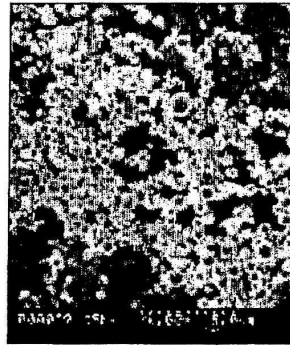
도면10a



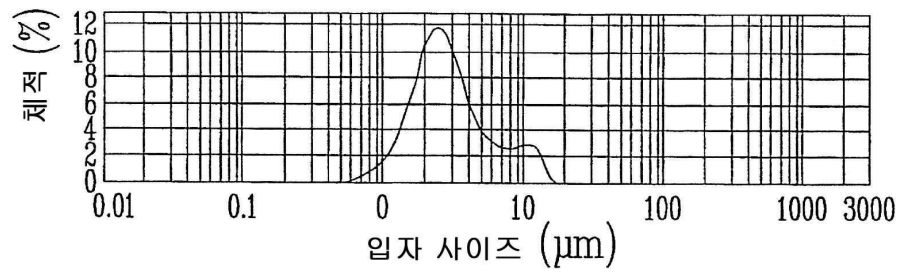
도면10b



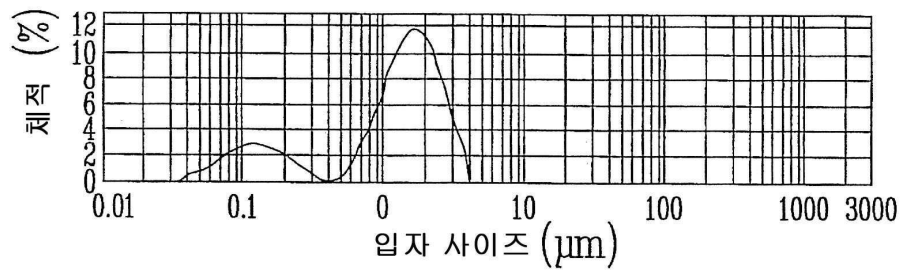
도면10c



도면11a



도면11b



도면11c

