



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2017년06월22일  
(11) 등록번호 10-1749941  
(24) 등록일자 2017년06월16일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
B22F 7/04 (2006.01) B22F 3/10 (2006.01)  
(21) 출원번호 10-2012-0010639  
(22) 출원일자 2012년02월02일  
심사청구일자 2016년11월01일  
(65) 공개번호 10-2012-0089594  
(43) 공개일자 2012년08월13일  
(30) 우선권주장  
61/439,176 2011년02월03일 미국(US)  
(56) 선행기술조사문헌  
JP2010506722 A\*  
KR1020090087869 A\*  
\*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자  
모트 코포레이션  
미국 코네티컷주 06032-3159 파밍톤 스프링 레인 84  
(72) 발명자  
스틸 제임스 케이  
미국 코네티컷 06481 락폴 메인 스트리트 91  
화이트 웨인 에프.  
미국 코네티컷 06035 그랜비 러시포드 미드 38  
(74) 대리인  
장훈

전체 청구항 수 : 총 14 항

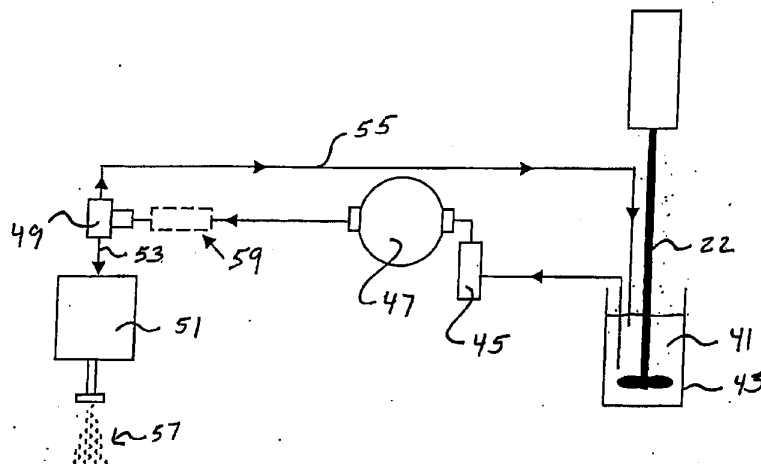
심사관 : 김동훈

(54) 발명의 명칭 소결 결합된 다공성 금속 코팅

(57) 요약

복합 구조물은 제 1 평균 기공 사이즈의 기공들을 갖는 기관과 이 기관의 하나 이상의 표면 상의 코팅을 포함한다. 이 코팅은 제 2 평균 기공 사이즈의 기공들을 갖고 여기서 제 1 평균 기공 사이즈는 상기 제 2 평균 기공 사이즈 이상이다. 코팅의 기공 사이즈가 0.2 미크론 이상의 미립자를 포집하기에 효과적일 때, 복합물은 유체 매질로부터 미생물들을 제거하는데 효과적인 필터로 형성될 수 있다. 기관 상에 다공성 코팅을 형성하는 하나의 방법은 (1) 캐리어 유체에서 소결 가능한 입자들의 현탁액(41)을 형성하고 저장소(43)에 현탁액(41)을 담고; (2) 저장소(43)에서 교반하여 현탁액(41)을 유지하고; (3) 현탁액(41)을 초음파 노즐(51)에 전달하고; (4) 현탁액(41)의 제 1 코팅을 기관에 도포하고; (5) 소결가능한 입자들을 기관에 소결시켜 코팅된 기관을 형성하는 단계들을 포함한다.

대표도 - 도3



(72) 발명자

로마노 알프레드 엠.

미국 코네티컷 06065 하틀랜드 리버턴 로드 441

러보우 케네스 엘.

미국 코네티컷 06001 에이본 크로스로드스 레인 12

---

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

기관 상에 다공성 코팅을 형성하기 위한 방법으로서,

- (a) 캐리어 유체에서 소결가능한 입자들의 현탁액(41)을 형성하고 저장소(43)에 상기 현탁액(41)을 포함하는 단계;
- (b) 상기 저장소(43)에서 교반에 의해 상기 현탁액(41)을 유지하는 단계;
- (c) 상기 현탁액(41)을 초음파 분무 노즐(51)에 전달하는 단계;
- (d) 상기 현탁액(41)을 상기 기관에 도포하는 단계(57);
- (e) 상기 소결가능한 입자들을 상기 기관에 소결하여(36) 코팅된 기관을 형성하는 단계;를 포함하는 상기 기관 상에 다공성 코팅을 형성하기 위한 방법에 있어서,

상기 초음파 분무 노즐(51)과 상기 저장소(43) 사이에 제 1 초음파 인라인 교반기(45)를 개재하는 단계;를 특징으로 하는, 다공성 코팅 형성 방법.

#### 청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 기관과 상기 초음파 분무 노즐(51)의 오리피스 사이의 공간을 25.4mm 내지 76.2mm로 조정하는 단계를 포함하는, 다공성 코팅 형성 방법.

#### 청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 초음파 분무 노즐(51)과 상기 제 1 초음파 인라인 교반기(45) 사이에 샤프트 회전당 정확한 체적의 유체를 분배하는데 효과적인 펌프(47)를 개재하는 단계를 포함하는, 다공성 코팅 형성 방법.

#### 청구항 4

제 3 항에 있어서,

상기 초음파 분무 노즐(51)과 상기 펌프(47) 사이에 제 2 초음파 인라인 교반기(59)를 개재하는 단계를 포함하는, 다공성 코팅 형성 방법.

#### 청구항 5

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 소결가능한 입자들은 50nm 내지 200nm의 평균 입자 사이즈를 갖도록 선택되는, 다공성 코팅 형성 방법.

#### 청구항 6

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 현탁액(41)은 캐리어 유체 중의 소결가능한 입자들의 10g/L 내지 50g/L로 형성되는, 다공성 코팅 형성 방법.

#### 청구항 7

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 소결가능한 입자들은 스테인리스 강으로 선택되는, 다공성 코팅 형성 방법.

#### 청구항 8

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 코팅된 기관은 유체 매체로부터 미생물들을 제거하는데 효과적인, 다공성 코팅 형성 방법.

#### 청구항 9

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 도포 단계 전에 상기 기관을 가열하는 단계를 포함하는, 다공성 코팅 형성 방법.

#### 청구항 10

제 9 항에 있어서,

상기 도포 단계 직전에 48.9℃ 내지 104.4℃의 온도로 상기 기관을 가열하는 단계를 포함하는, 다공성 코팅 형성 방법.

#### 청구항 11

제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 도포 단계 중에 상기 기관을 가열하는 단계를 포함하는, 다공성 코팅 형성 방법.

#### 청구항 12

제 11 항에 있어서,

상기 도포 단계 중에 37.8℃ 내지 93.3℃ 사이의 온도로 상기 기관을 유지하는 단계를 포함하는, 다공성 코팅 형성 방법.

#### 청구항 13

제 9 항에 있어서,

열원이 상기 기관의 제 1 측면에 인접하고 상기 현탁액(41)은 상기 기관의 반대쪽 제 2 측면에 도포되는, 다공성 코팅 형성 방법.

#### 청구항 14

복합 구조물을 형성하기 위한 방법으로서,

(a) 제 1 평균 기공 사이즈를 갖는 기공들을 갖는 기관을 제공하는 단계; 및

(b) 상기 기관의 하나 이상의 표면 상의 코팅을 형성하는 단계;를 포함하고, 상기 코팅은 제 2 평균 기공 사이즈를 갖는 기공들을 갖고 상기 제 1 평균 기공 사이즈는 상기 제 2 평균 기공 사이즈 이상인, 상기 복합 구조물 형성 방법에 있어서,

상기 코팅은 제 1 항 내지 제 4 항 중 어느 한 항에 따른 방법에 의해 형성되는 것을 특징으로 하는, 복합 구조물 형성 방법.

#### 청구항 15

삭제

### 발명의 설명

### 기술 분야

본원에는 기관 상에 다공성 금속 코팅을 형성하는 방법이 공개되어 있다. 보다 상세하게는, 캐리어 유체 내의 나노사이즈 입자들의 현탁액이 기관 상에 증착되고 가열되어 캐리어 유체를 증발시키면서 입자들을 기관에 소결시킨다.

[0001]

## 배경 기술

- [0002] 여과와 가스 또는 액체 유동 제어를 포함하는 다공성 개방 셀 구조물을 필요로 하는 많은 응용예들이 있다. 이러한 구조물들은 전형적으로 성형체(green compact)를 형성하도록 금속 또는 세라믹 입자들을 압축시킨 다음에, 고유한 다공성 구조를 형성하도록 소결하여 형성된다. 입자 크기, 압축력, 소결 시간 및 소결 온도 모두가 기공(pore) 크기 및 구조 강도에 영향을 미친다. 기공 크기가 마이크로 사이즈(1 미크론( $\mu\text{m}$ ) 이상의 평균 직경을 갖는)와 같이 비교적 클 때, 기공 크기에 대한 구조물 두께는 산업 응용예에서 취급 및 이용되는데 충분한 강도를 위해 적당하다. 기공 크기가 나노 사이즈(1 미크론 미만의 평균 직경을 갖는)와 같이 비교적 작을 때, 구조물 두께는 산업 응용예에서 취급 및 이용되는데 충분한 강도를 위한 기공 사이즈보다 훨씬 크다. 그 결과, 구조물은 긴 길이, 작은 직경의 기공들을 통해 가스 또는 액체를 통과시키는데 큰 저항을 갖고 필터에 걸쳐 높은 압력 강하가 있다. 이 응용예에 대해, 입자의 일 측면으로부터 다른 측면까지 지나가고 또한 입자 중심을 지나가는 가장 긴 축을 따라서 직경이 측정되어야 함을 주의해야 한다.
- [0003] 다수의 특허들이 기관 상에 다공성 코팅을 증착하기 위한 방법들을 공개한다. 미국 특허 제 6,544,472호는 정형 외과적 이식물 상에 다공성 표면을 증착하기 위한 방법을 공개한다. 금속 입자들이 캐리어 유체 중에 떠있다. 캐리어 유체는 물, 젤라틴(결합제(binder)로서) 및 선택적으로 글리세린(점도 향상제로서)을 포함할 수 있다. 수분이 증발하면 금속 입자가 젤라틴 결합제 중에 현탁된다. 가열하면 젤라틴을 탄소로 변환시키고, 금속 입자들을 기관에 소결시킨다.
- [0004] 미국 특허 제 6,652,804호는 얇은 개방 다공성(openly porous) 금속 박막의 제조를 위한 방법을 공개한다. 1 미크론 내지 50 미크론의 평균 입자 직경을 갖는 금속 입자들이 주요 성분으로서 에탄올 또는 이소프로판올과 같은 알콜과, 결합제를 가지는 캐리어 유체에서 현탁된다. 이러한 현탁액이 기관에 도포되고 알콜 성분을 증발시키도록 가열된다. 그 다음에 결합제 중에 현탁된 마이크로 입자들의 그린 필름(green film)이 기관으로부터 제거되고 결합제를 분해하고 금속 입자들을 소결시키는데 효과적인 온도로 가열된다.
- [0005] 미국 특허 제 6,702,622호는 금속 또는 세라믹 입자들의 나노 사이즈로의 기계적 마모(attrition) 후에 이 나노 사이즈의 입자들을 폴리에틸렌과 파라핀 왁스의 혼합물과 같은 결합제와 조합하여 그린 파트(green part)를 형성하여 형성되는 다공성 구조물을 공개한다. 그 다음에 그린 파트는 결합제를 분해하고 입자들을 소결하는데 효과적인 온도로 가열된다.
- [0006] 상술한 두께 제한에 부가하여, 결합제와 선택적인 점도 향상제를 포함하면 구조물에 걸친 압력 강하를 추가로 증가시킬 수 있다. 소결 중에, 결합제와 점도 향상제는 전형적으로 탄소로 분해된다. 이러한 탄소질(carbonatious) 잔류물은 적절한 흐름을 지원하기 위해 구조물에 걸쳐 높은 압력 강하를 필요로 하는 상당한 개수의 기공들을 전체적으로 또는 부분적으로 막을 수 있다.
- [0007] 그러므로, 종래기술의 단점들을 겪지 않는 기관 상에 얇은 나노 분말층을 증착하는 방법에 대한 필요성이 잔존한다.

## 발명의 내용

### 해결하려는 과제

- [0008] 본 발명의 실시예에 따라서, 기관 상에 다공성 코팅을 형성하는 방법이 제공된다. 이러한 방법은 (a) 캐리어 유체에 소결 가능한 입자들의 현탁액을 형성하는 단계; (b) 상기 캐리어 유체를 교반하여 상기 현탁액을 유지하는 단계; (c) 기관에 상기 현탁액의 제 1 코팅을 도포하는 단계; 및 (d) 기관 상에 소결 가능한 입자들을 소결시키는 단계를 포함한다. 나노 분말 재료의 얇은 코팅이 마이크로 기공들을 갖는 기관 상에 증착될 수 있는 것이 본 발명의 특정 실시예들의 특징이다. 이러한 특징의 제 1 장점은 마이크로 다공성 기관이 강도와 구조적 지지력을 제공하고 나노 분말 층은 매우 얇을 수 있다는 것이다. 그 결과, 취급 및 산업 공정들에 대해 충분한 강도를 갖는 나노 다공성 재료가 제공된다. 나노 분말층이 얇기 때문에, 층에 걸친 압력 강하는 실질적으로 종래의 두꺼운 나노 분말 구조들보다 작다.

### 과제의 해결 수단

- [0009] 본 발명의 하나 이상의 실시예들의 세부사항이 첨부된 도면들 및 아래의 설명에 제시된다. 본 발명의 다른 특징, 목적 및 장점들은 상세한 설명, 도면 및 특허청구범위로부터 명백해진다.

## 발명의 효과

[0010] 본 발명은 종래기술의 단점들을 겪지 않는 기관 상에 얇은 나노 분말층을 증착하는 방법에 대한 필요성을 충족시킨다.

## 도면의 간단한 설명

- [0011] 도 1은 본 발명의 일 실시예에 따라 다공성 코팅을 증착시키는 방법을 보이는 순서도.
- 도 2는 본 발명의 일 실시예에 따라 형성되는 다공성 코팅을 증착하기 위한 시스템을 개략적으로 예시하는 도면.
- 도 3은 본 발명의 제 2 실시예에 따라 형성된 다공성 코팅을 증착하기 위한 시스템을 개략적으로 예시하는 도면.
- 도 4는 본 발명의 일 실시예에 따라 관 상에 다공성 코팅을 증착시키기 위한 시스템을 개략적으로 예시하는 도면.
- 도 5는 본 발명의 제 2 실시예에 따라 관 상에 다공성 코팅을 증착시키기 위한 시스템을 개략적으로 예시하는 도면.
- 도 6은 본 발명의 일 실시예에 따라 다공성 코팅을 갖는 가스 유동 조절 또는 여과에 적합한 다공성 관의 예시도.
- 도 7은 본 발명의 일 실시예에 따라 형성된 다공성 코팅의 표면의 주사형(走査型) 전자 현미경 사진(scanning electron micrograph).
- 도 8은 도 4의 다공성 코팅의 단면의 주사형 전자 현미경 사진.
- 도 9는 가스 유속(flux) 상의 도 4의 다공성 코팅의 연속적인 층들의 효과를 도표로 예시하는 도면.
- 도 10은 본 발명의 일 실시예에 따라 다공성 코팅을 갖는 연료 전지 구성요소의 예시도.
- 도 11은 본 발명의 일 실시예에 따라 다공성 코팅을 갖는 액체 크로마토그래피 컬럼(liquid chromatography column)에 사용하기 위한 프릿(frit)의 예시도.
- 도 12은 본 발명의 일 실시예에 따른 다공성 코팅을 갖는 산업용 촉매 변환기에 적합한 촉매 표면의 예시도.
- 도 13은 본 발명의 실시예에 따라 접착성을 개선하는데 효과적인 다공성 코팅을 갖는 접착으로 결합된 복합물(composite)의 예시도.
- 도 14는 예 8에 따라 47mm 원판 조립체들을 지나는 이소프로필 알콜(IPA) 액체 유동을 그래프로 예시하는 도면.
- 도 15는 예 8에 따라 47mm 원판 조립체들을 지나는 질소 유동을 그래프로 예시하는 도면.
- 도 16a 및 도 16b는 도 3의 공정에 의해 스테인리스 강 나노 입자들로 코팅된 미디어 그레이드(Media Grade) 2 기관의 현미경 사진들.
- 도 17a 및 도 17b는 도 4의 공정에 의해 스테인리스 강 나노 입자들로 코팅된 관형 미디어 그레이드 2 기관의 현미경 사진들.
- 도 18은 예 11에 따라 0.5in OD 코팅된 관들을 지나는 질소 유동을 그래프로 예시하는 도면.
- 도 19는 예 11에 따라 0.5in OD 코팅된 관들을 지나는 IPA 액체 유동을 그래프로 예시하는 도면.
- 도 20은 예 12에 따른 생물-약제학적(bio-pharmaceutical) 통기 필터의 사진.
- 도 21은 예 13에 따른 그레이드 여과를 살균시키기 위한 작은 부분들의 사진.

## 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0012] 다양한 도면들에서 유사한 도면 부호들 및 기호표시(designation)는 유사한 요소들을 지시한다.

[0013] 본 출원의 목적을 위하여, "결합제"는 증발에 의한 것과 같이, 캐리어 유체가 액체로부터 변환된 후에 남아 있는 캐리어 유체 성분이다. "점도 향상제"는 캐리어 유체에 추가될 때 캐리어 유체의 주요 성분 이상으로 캐리어

유체의 점도를 증가시키는 액체이다. "현탁액"은 용매 중의 분말의 혼합물이다. "기관"은 본 발명의 다공성 금속 코팅이 도포되는 장치 또는 장치의 일부이다. 기관은 전형적으로 다공성이지만, 특정 실시예들에서 중실(solid)일 수 있다. "나노 분말 코팅"은 10 마이크로 미만의 평균 입자 크기를 가지는 분말로부터 기관에 도포되는 다공성 코팅이다.

[0014] 도 1의 순서도 표현에 예시된 바와 같이, 본 발명에 따른 다공성 코팅을 형성하는데 사용되는 소결 가능한 입자들은 캐리어 유체에서 현탁된다(10). 소결 가능한 입자들의 농도는 캐리어 유체에서 10g/L 내지 50g/L이고 바람직한 농도는 약 25g/L이다. 소결 가능한 입자들은 전형적으로 나노 사이즈이고, 결합제 또는 점도 향상제를 추가할 필요없이 교반에 의해 캐리어 유체에서 용액으로 유지되기에 충분하게 작은 최대 평균 직경을 갖는다. 소결 가능한 입자들은 바람직하게 10nm 내지 10 마이크로 미만의 최대 평균 직경을 갖고, 보다 바람직하게는 10nm 내지 1 마이크로 미만의 최대 평균 직경을 갖는다. 소결 가능한 입자들은 바람직하게는 금속 또는 금속 합금 분말이지만, 또한 이러한 분말이 서로에 대해 및/또는 기관에 대해 소결 결합할 수 있는 한 금속 산화물과 세라믹과 같은 다른 물질들일 수 있다. 소결 가능한 입자들에 대해 바람직한 물질들에는 스테인리스 강, 니켈, 코발트, 철, 구리, 알루미늄, 팔라듐, 티타늄, 백금, 은, 금 및 그 합금들과 산화물들이 포함된다. 하나의 특히 적합한 합금은 15.5wt%의 크롬, 2.5wt%의 코발트, 16.0wt%의 몰리브덴, 3.7wt%의 텅스텐, 15.0wt%의 철, 1.0wt%의 망간, 1.0wt%의 실리콘, 0.03wt%의 탄소, 2.0wt%의 구리 및 나머지는 니켈인 공칭 조성(nominal composition)을 갖는 Hastelloy C276이다.

[0015] 소결 가능한 입자들은 물질들의 혼합물일 수 있다. 예를 들어, 백금 분말은 낮은 온도에서 코팅의 보다 양호한 접착을 촉진하도록 316L 스테인리스 강, 아연, 은 및 주석 분말들과 혼합될 수 있다. 보다 낮은 온도는 소결 공정 동안 나노 구조를 보다 양호하게 유지한다. 혼합된 코팅들은 분말들의 혼합물을 포함하는 현탁액으로부터 증착될 수 있는 동시에, 기관 상에 증착될 수 있다. 물질들의 혼합물을 도포하는 다른 장점에는 코팅을 기계적으로 합금하는 것, 희석 및 분리된(isolated) 입자 분포들, 저온에서 기관에 대한 향상된 결합 및 제어된 열팽창 계수(TCE)가 포함된다. 혼합 법칙(rule of mixtures) 하에서, 성분 A의 50%와 성분 B의 50%가 결합되어 소결될 때, 코팅은 A 및 B의 각각의 TCE의 평균인 TCE를 갖는다. 2개 이상의 성분들과 성분들의 다른 비율도 사용될 수 있고, 혼합물의 TCE가 계산될 수 있다. 예 8에 후술되는 것과 같은 필터 응용예들에 대해, 코팅 두께는 20마이크론 내지 250마이크론이고 바람직하게는 30마이크론 내지 75마이크론이다. 코팅들을 구성하는 입자들은 바람직하게는 50nm 내지 200nm의 평균 입자 크기를 갖고 가장 바람직하게는 60nm 내지 100nm이다.

[0016] 캐리어 유체는 소결 가능한 입자들에서 분산되어 남아 있는 잔류물 없이 실질적으로 완전하게 증발하는 액체이다. 이와 같이, 캐리어 유체는 결합제와 점도 향상제가 실질적으로 없다. "실질적으로 없다"라는 것은 소결 없이 컴팩트를 형성하는데 불충분한 결합제가 있고 공칭적으로 0.05체적% 미만인 것을 의미한다. 바람직한 캐리어 유체는 알콜이다. 캐리어 유체를 위한 가장 바람직한 알콜은 이소프로판올이다(또한, 이소프로필 알콜로도 불린다).

[0017] 현탁액은 나노 사이즈의 금속 입자들이 때때로 자연 발화성이며 공기에 노출될 때 자발적으로 점화하기 때문에 입자들의 산화를 방지하도록 불활성 분위기에서 형성된다. 코팅은 상이한 분말들의 혼합물일 수 있으며, 이러한 경우에, 이러한 분말들은 먼저 아르곤과 같은 불활성 분위기에서 혼합된다. 분말들이 혼합되면, 캐리어 유체가 현탁액을 형성하도록 추가된다. 공칭적으로, 동일한 체적의 캐리어 유체와 소결 가능한 입자들이 사용된다. 그러나, 주로 증착의 방법에 의존하여, 다른 체적 비율(volume fraction)들이 사용될 수 있다. 브라운 운동(Brownian motion)이 나노 사이즈의 소결 가능한 입자들로 하여금 오랜 시간 동안 현탁액으로 유지되게 하는 동안, 교반(12)은 현탁액 농도의 기간을 연장하는데 사용된다. 교반(12)은 임펠러(impeller) 또는 초음파 진동과 같은 캐리어 유체 운동을 유지하는데 효과적인 임의의 수단일 수 있다.

[0018] 그 다음에 기관은 분무, 압연, 침지, 닥터 블레이드(doctor blade)의 사용, 또는 약 5 마이크로 미만의 얇고 균일한 코팅 두께를 증착할 수 있는 다른 방법과 같은 임의의 적절한 수단에 의해 현탁액으로 코팅된다(14). 후술하는 바와 같이, 일련의 코팅 및 소결은 원하는 전체 코팅 두께를 달성하도록 여러 회 반복될 수 있다. 기관은 다공성 또는 비다공성일 수 있으며, 거칠거나 또는 매끄러운 표면 마무리를 가질 수 있다. 기관은 소결 가능한 입자가 소결 결합될 수 있는 물질로 형성된다.

[0019] 하나의 바람직한 기관은 2.54mm(0.1인치) 정도의 두께와 5 $\mu$ m 정도의 평균 직경을 갖는 기공들을 가지는 다공성 금속이다. 이러한 기관은 취급되기에 충분하고 산업적 처리의 혹독함(rigor)을 견디고 취급되는데 충분한 강도를 가진다. 기관의 적어도 하나의 측면은 표면을 연속적으로 코팅하는데 효과적인 두께로 본 발명의 방법에 의해 나노 다공성 입자들로 코팅된다. 이러한 복합 구조물은 나노 규모의 가스 또는 액체 유동 제어 및 여과에 대



해 효과적인 한편 훨씬 거친(coarser) 구조물의 강도 및 내구성을 갖는다.

- [0020] 다공성 코팅들을 증착하는 하나의 방법은 도 2에 개략적으로 예시된 스프레이 시스템(16)을 사용한다. 캐리어 유체에서의 소결 가능한 입자들의 현탁액(18)은 압력 컵(20; pressure cup)과 같은 저장소(20) 내에 보유된다. 모터(24) 또는 다른 수단에 의해 구동되는 임펠러(22)는 교반에 의해 현탁액(18)을 유지한다. 재순환 펌프(26)는 저장소(20)로부터 스프레이 헤드(28)로 현탁액(18)을 흡인하고 일반적으로 화살표(30)로 지시된 방향으로 증착되지 않은 현탁액을 다시 저장소(20)로 복귀시킨다. 시스템(16)은 275.8kPa(40 psi)로 압축된 공기와 같은 외부 고압력원(32)으로부터 가압된다. 약 6.89kPa(1 psi)의 양(+)의 압력이 저장소(20)에서 유지된다. 압박 트리거(34; depressing trigger)는 기관 상에 현탁액의 미세 분무를 증착한다(도시되지 않음).
- [0021] 샵 에어(shop air)는 허용가능한 외부 고압원으로서 입증되었다. 질소와 같은, 다른, 보다 불활성인 가스들이 스프레이 헤드를 가압하는데 사용될 수 있다. 질소를 사용하면 분무할 때 나노 분물들의 산화가 적게 되어야 하고 종래의 플랜트 샵 에어와 비교할 때 일관된 압력들 및 건조기 가스에 관해 보다 균일한 가스 전달을 제공한다. 현재까지 본 발명자들은 특정 응용예에서, 두 가압 시스템들 간의 차이를 관찰하지 못했지만, 보다 불활성인 가스를 사용하는 것은 좋은 것일 것이다.
- [0022] 도 2는 자동차 등을 도장하는데 사용되는 것과 같은 수정되었지만 종래인, 공기 분무 기화기를 사용하여 나노 축적 입자들의 분무 코팅 증착을 위한 시스템을 예시한다. 이 기술에 대한 제약들은 나노 축적 입자들을 증착할 때 발생된다. 이러한 제약들에는 고속 공기 흐름에 의한 부품들의 상당한 과다 분무 및 충돌(impingement)이 포함된다. 과다분무는 분무 영역의 제어가 어렵게 하고 분말이 다량으로 낭비되게 한다. 고속 공기는 부품들이 공기 유동하에 움직이기 때문에 작은 부품들에 분무하기 어렵게 한다.
- [0023] 도 3을 참조하면, 초음파 분무 기화기로 전환하면 공기 분무 기화기에 대해 상술한 제약들을 회피한다. 공기 분무 기화기에서와 같이, 몇 인치 직경의 분무 기둥(plume)을 갖는 대신에, 초음파 분무 노즐은 일반적으로 6.35mm(0.25인치)미만의 매우 작은 분무 기둥을 생성하여, 코팅들이 도포되는 곳에 걸쳐 훨씬 좋은 제어가 이루어진다. 부가적으로, 초음파 분무 노즐은 종래의 공기 분무 시스템들에 대한 약 206.8kPa(30psi) 이상의 압력에 대해 약 127 내지 1524mm(1.24 내지 14.96kPa)(5 내지 60 인치 H<sub>2</sub>O(0.18 내지 2.17psi))의 공기 압력 범위에서 작동하는 훨씬 낮은 공기 유동을 사용한다. 254mm(10인치) H<sub>2</sub>O의 값은 대부분의 코팅 응용예들에 대해 잘 작동하고 작은 부품들을 주변으로 밀지 않는 부품들 상의 완전한 공기 유동을 생성한다. 보다 큰 분무 패턴들을 원하면, 부품 대 스프레이 헤드 거리가 증가되고, 선택적으로, 보다 큰 거리들에서 분무 패턴을 보다 잘 형성하기 위해, 예시적으로 508 내지 762mm(20 내지 30인치) H<sub>2</sub>O로 공기 압력이 증가된다. 시스템에 대해 127 내지 1524mm(5 내지 60인치) H<sub>2</sub>O의 완전한 범위는 선택된 스프레이 헤드 타입, 스프레이 헤드로부터 부품으로의 거리와 유체 전달율에 의존하여 사용되기 쉬울 수 있다.
- [0024] 예시적인 작동 변수들은 스프레이 헤드로부터 코팅되는 부품들까지의 거리에 대해 50.8mm(2인치)이다. 이는 부품들 상의 약 9.5mm(0.375인치)의 분무 기둥 직경이 되게 한다. 스프레이 헤드를 더 가깝게 이동하면 분무 기둥의 직경의 사이즈를 감소시키고 스프레이 헤드를 더 멀리 떨어지게 움직이면 분무 기둥 패턴 사이즈를 증가시킨다. 도 3에 예시된 시스템에 대해, 부품 대 스프레이 헤드 거리는 약 12.7mm(0.5인치) 내지 약 304.8mm(12인치)로 수정될 수 있다. 초음파 스프레이 헤드의 동력 레벨은 0.6 내지 10W(와트)로 수정될 수 있다. 이 값이 높을수록, 더 많은 에너지가 스프레이 슬러리(slurry)에 부여되고 더 큰 레벨의 기화가 달성된다. 6W의 설정이 스프레이 헤드에서 너무 많은 열을 생성하지 않고 잘 작동함이 밝혀졌다.
- [0025] 스프레이 슬러리의 초음파 기화의 부가적인 이점은 초음파를 사용하는 것이 나노 입자들의 더 매끄럽고, 치밀하고, 보다 균일한 코팅을 제공하는 것을 돕는 것이다. 이는 매끄러운 표면을 원하는 경우에 여과 응용예들 또는 표면 처리들에 대해 매우 바람직하다.
- [0026] 캐리어 유체에서 나노 입자들의 현탁액(41)이 기계적 임펠러(22)로 연속적으로 혼합되는 저장소(43) 내에 배치된다. 유체 현탁액(41)은 이 저장소(43)의 바닥 근처로부터 흡인되고 초음파 인라인(inline) 교반기(45)에 공급된다. 초음파 인라인 교반기(45)의 생산물이 기어 펌프(47)의 입구로 공급된다. 그 다음에 현탁액(41)은 3-웨이 선택 밸브(49)의 입력부로 가압공급(pumped)된다. 3-웨이 선택 밸브(49)의 방향성은 작동 모드에 의존한다.
- [0027] 모드 1 - 현탁액(41) 유동이 코팅할 때 원하는 코팅 유량(일반적으로 3ml/min)으로 초음파 분무 노즐(51)에 보내진다. 유체 라인(53)은 3-웨이 선택 밸브(49)가 작동될 때 시스템이 안정화되는 시간을 감소시키고 침전(settling)을 최소화하기 위해 매우 짧게(25.4 내지 50.8mm(1 또는 2인치)보다 작게) 유지된다.



- [0028] 모드 2 - 현탁액(41) 유동이 복귀 라인(55)으로 보내지고 유체 저장소(43)로 보내진다. 유체 속도는 시스템 내의 모든 기포들을 제거하고 유체 경로에 걸쳐 유체의 침전을 최소화하기 위해 코팅하지 않을 때 약 10ml/min로 증가된다.
- [0029] 초음파 인라인 교반기(45)는 응집물들을 파괴하여 보다 균질한 코팅 슬러리가 되도록 현탁액에 매우 집중된 초음파 에너지를 부여하도록 현탁액(41)의 유체 경로에 배치된다. 이는 상술한 초음파 스프레이 헤드(51)에서 현탁액을 기화하는데 사용된 것과 같은 기술을 사용한다. 초음파 인라인 교반기(45)를 사용하면 두가지 중요한 문제들을 해결하는데 도움이 된다. 첫째, 코팅들에서 나노 분말 응집을 추가로 감소시켜 보다 치밀하고 균일한 코팅들이 된다. 둘째, 입력부에서 기어 펌프(47)에 초음파 인라인 교반기(51)를 배치하면 기어 펌프(47)에서 유체 막힘을 크게 감소시키고 보다 균일한 슬러리 공급율을 제공한다. 본 발명자들이 사용한 전형적인 동력 설정은 4W이다. 이 레벨에서, 미립화(deagglomeration)는 장치에서 형성되는 최소의 압력(head)로 적절한 것으로 보인다. 동력 레벨을 너무 높게 설정하면(> 6W) 현탁액에 공동 현상을 일으켜 기포들을 생성하여 유체 라인(54)에 에어 포켓(air pocket)이 발생하는 것으로 보인다. 이는 이러한 에어 포켓들이 부품들을 코팅할 때 분무 패턴에 불안정성을 일으키기 때문에 바람직하지 않다. 부가적으로, 공동 현상이 존재하면, 이들은 초음파 교반기의 수명을 크게 감소시킨다.
- [0030] 하나의 적합한 초음파 인라인 교반기(45)는 미국 뉴욕 밀튼(Milton) 소재의 Sono-Tek Corporation이 제조한 Sono-Tek Ultrasonic Inline Agitator이다. 제 2 초음파 인라인 교반기(59)는 선택적으로 기어 펌프(47)와 3-웨이 선택 밸브(49) 사이에 배치되어 유체 현탁액 중의 임의의 응집물들을 추가로 파괴한다.
- [0031] 적절한 기어 펌프(47)는 미국 노스캐롤라이나 몬로(Monroe) 소재의 Zenith Pumps가 제조한 Zenith C9000 Precision Gear Pump이다. 이 펌프는 샤프트 회전당 정확한 유체 체적을 분배한다. 예시적으로 0.3ml/회전이다. 스테퍼 모터(도시않음)가 기어 펌프를 구동하고 기어 펌프(47) 속도 및 방향을 프로그래밍 및 제어하기 위해 RS232/485 통신 및/또는 4 디지털 I/O 라인(등)을 사용한다. 3.175mm(0.125인치) 압축 배관이 펌프의 입구 및 출구에서 내부 공동들의 체적을 감소시키기 위해 제조되었다. 부가적으로, 중합체 삽입물(insert)이 펌프들 입력부/구동 샤프트의 내부 체적을 감소시키고, 펌프의 내부 공동들을 또한 감소시키기 위해, 설치되었다.
- [0032] 적절한 3-웨이 선택 밸브(49)는 미국 오하이오 클리브랜드(Cleveland) 소재의 Swagelok Company가 제조한 공압으로 작동되는 밸브이다.
- [0033] 코팅할 때 예시적인 작동 단계들은: (1) 코팅할 때 원하는 유량으로 현탁액(41) 유량을 감소시키고; (2) 초음파 분무 노즐(51)을 켜고; (3) 현탁액 유동을 3-웨이 밸브(49)를 통해 초음파 분무 노즐로 이 두개의 보내고; (4) 분무가 안정되도록 사전설정된 시간동안 대기하고(일반적으로 10초 미만); (5) 부품들에 분무하고; (6) 현탁액이 유체 저장소(43)로 복귀하도록 보내게 3-웨이 밸브를 전환하고; (7) 초음파 분무 노즐(51)을 끄고; (8) 코팅하지 않을 때 현탁액 유체 속도를 10ml/min 또는 다른 사전설정된 값으로 증가시키는 것이다.
- [0034] 예시적인 청소 절차는: (1) 유체 저장소(43)로부터 복귀 라인(55)을 당기고 현탁액(41) 유체를 라인들로부터 펌핑하고; (2) 저장소(43) 내의 유체를 깨끗한 이소프로필 알콜(IPA)로 대체하고; (3) IPA를 200ml/min에서 수분간 시스템에 걸쳐 순환시키고; (4) 유체를 깨끗한 IPA로 교환하고 4회 이상 매번(every other time) 방향을 바꿔 반복한다. 다음 작동이 상이한 합금 현탁액이 되면, 그 다음에는 오염을 감소시키기 위해 모든 구성요소들이 분해 및 청소될 필요가 있다.
- [0035] 도 1을 다시 참조하여, 코팅(14)에 이어서, 코팅된 기관은 캐리어 유체를 증발시키는데 효과적인 시간 및 온도로 가열되고(36), 기관에 소결 가능한 입자를 소결한다(36). 산화를 방지하도록, 전형적으로 부분적인 진공 하에서 또는 중성 또는 환원성(reducing) 분위기에서 소결한다. 소결 온도는 기관 및 소결 가능한 입자의 조성에 의존하지만, 철 합금 또는 니켈 합금 성분들에 대하여, 약 45분 내지 4시간, 바람직하게는 약 1시간 내지 2시간 동안 약 649℃ 내지 약 982℃(약 1,200°F 내지 약 1,800°F), 바람직하게는 약 760℃ 내지 약 871℃(약 1,400°F 내지 약 1,600°F)이다.
- [0036] 소결 공정 동안의 수축은 코팅 단계(14)가 약 10 미크론 이상의 현탁액 층을 증착하면 검출될 수 있다. 바람직하게는, 하나의 코팅 사이클 동안 증착된 최대 코팅 두께는 5 미크론 정도이다. 5 내지 10 미크론보다 두꺼운 코팅을 원하면, 코팅 및 소결 단계들을 반복하여(38) 다중 코팅 사이클들이 사용될 수 있다. 매끄러운 기관에 대하여, 단일의 코팅 및 소결 사이클로 완전한 피복률(coverage)이 일반적으로 달성될 수 있다. 기관이 거칠고 및/또는 다공성일 때, 완전한 피복률을 달성하기 위해 여러 번의 코팅 사이클들이 전형적으로 요구된다. 미디어 그레이드 2 다공성 기관을 코팅할 때, 전형적으로 3번의 코팅 사이클들이 완전한 피복율을 달성하는데

요구된다. 미디어 그레이드 1 기관에 대해, 2번의 코팅 사이클들이 통상 충분한 반면, 2이상의 미디어 그레이드에 대해, 몇 번의 코팅 사이클들이 완전한 피복물에 대해 요구될 수 있다. 미디어 그레이드 1 기관은 1 $\mu$ m의 공칭 평균 유동공(flow pore) 사이즈를 특징으로 하고 미디어 그레이드 2 기관은 2 $\mu$ m의 공칭 평균 유동공 사이즈를 특징으로 한다. 대부분의 응용예들은 미디어 그레이드 0.5 내지 미디어 그레이드 5 기관을 사용한다. 그러나, 미디어 그레이드 40 또는 미디어 그레이드 100과 같은 보다 큰 기공 사이즈 기관들은 본원에 설명하는 코팅들로도 코팅될 수 있다.

[0037] 일단 원하는 두께의 코팅이 1회 또는 여러 번의 사이클들로 도포 및 소결되었으면, 코팅된 표면은 코팅의 외부 부분이 기계적으로 변형되도록 2차 작업들에 의해 다듬질된다(40). 2차 작업들은 원하는 표면 다듬질 및/또는 더 미세한 기공 사이즈 제어를 달성하도록 프레싱, 압연, 또는 버니싱(burnishing)을 포함한다.

[0038] 기관들을 가열하면 원하는 여과 효율을 달성하는데 필요한 코팅/소결 사이클들의 회수를 크게 감소시킨다. 다공성 기관이 가열되고 코팅이 도포될 때, 이소프로필 알콜(분무 용액에 대한 캐리어 유체)의 개선된 모세관현상(wicking) 작용과 증발이 보다 치밀하고 균일한 코팅을 생성한다고 생각된다. 가열된 기관들을 사용하면 원래의 기공 구조물을 코팅하는데 필요한 사이클들의 회수를 감소시키고 그 결과 보다 얇은 나노 축적 코팅들로 보다 높은 여과 효율들이 이루어진다. 부가적으로, 코팅들이 가열된 기관들에 도포될 때, 코팅이 부품의 표면 상에 액체로 남아 있는 시간이 크게 감소되어, 나노 입자들이 코팅들 상에서/코팅들에서 다시 응집하는데 필요한 시간을 감소시킨다. 이는 보다 균일한 나노 축적 코팅들을 만드는데도 도움을 준다고 생각된다. 가열된 기관들에 대해 적절한 온도 범위는 37.8 $^{\circ}$ C 내지 93.3 $^{\circ}$ C(100 $^{\circ}$ F 내지 200 $^{\circ}$ F)이고 공칭값은 약 65.6 $^{\circ}$ C(150 $^{\circ}$ F)이다.

[0039] 관들의 외면을 코팅할 때, 관들은 원하는 온도에서 오븐 내에 배치된 다음에 코팅을 분무하기 전에 코팅 시스템에 전달된다. 이 실시예에서, 코팅 과정 중에 관들에 열이 가해지지 않는다. 관들이 오븐으로부터 분무 시스템으로 전달될 때 및 코팅할 때 냉각될 수 있기 때문에, 코팅 공정 중에 일어나는 이러한 냉각을 보상하기 위해 약 11 $^{\circ}$ C(20 $^{\circ}$ F) 높게 오븐을 일반적으로 설정한다. 하나의 대안은 코팅을 분무할 때 관들/필터들의 일정한 온도를 유지하는 것을 돕도록 방폭(explosion proof) IR 스트립 히터(strip heater)들을 사용하여 코팅할 때 관들에 적외선(IR) 가열을 적용하는 것이다.

[0040] 원관 또는 시트(sheet)와 같은 편평한 구성요소들을 코팅할 때, 부품들이 핫 플레이트(hot plate) 등을 통해 가열되는 다공성 스테인리스 강 판 상에 배치될 수 있다. 부품들을 지지하기 위해 다공성 판을 사용하는 것은 몇 가지 기능들을 한다. 첫째, 판의 구성이 오염 위험을 줄이기 위해 코팅된 부품들의 합금과 일치하게 수정될 수 있고 비교적 청소하고 재사용하기 쉽다. 부가적으로 지지판의 다공성 성질은 분무에 대해 접촉식 즉시 건조되게 하고, 결과적으로, 코팅될 부품들의 뒷면에 코팅 용액의 모세관현상이 없어 보다 깨끗한 구성요소들이 된다. 또한, 다공성 금속 지지판의 전도성 성질은 코팅 중에 부품들에 열을 전달하고 상승된 온도를 유지하는 것을 돕는다. 작은 부품들은 핫 플레이트 상에 직접 배치되고 그 온도는 원하는 온도로 빠르게 상승한다. 보다 큰 부품들은 바람직하게는 예열 오븐에 배치된 다음에 코팅 중에 온도를 유지하기 위해 뜨거운 스테이지(hot stage)로 전달된다.

[0041] 부품들의 온도는 원하는 온도가 획득되어 있고 부품들의 온도가 균일함을 보장하기 위해 비-접촉식 IR 온도계를 사용하여 모니터링된다.

[0042] 도 4는 관(61)을 회전시키고 코팅(63)을 분무하면서 진공을 흡인하기 위한 시스템을 개략적으로 예시한다. 이 기술은 관들을 가열하는 것과 유사한 효과를 갖는 것으로 보인다. 코팅들은 IPA를 기관 기공들로 흡인하기 때문에 매우 빠르게 건조되고 그 결과 보다 치밀한 코팅들이 된다. 이 시스템에 의해 코팅된 관들의 단면 분석은 관들의 근처 표면 내부 기공들로 나노 입자들이 인입되는 몇 개의 증거를 보인다. 관들에 인입되는 진공 레벨은 기계적 진공 펌프(67)의 용량과 코팅되는 관의 표면적에 의해 변한다. 이 레벨들이 대형 관들에 대한 254mm(10인치)와 소형 관들에 대한 635mm(25인치) 사이에서 변함이 관측되었다. 이 두께의 나노 코팅들이 관들 상에 형성되므로, 진공 레벨의 인식가능한 증가가 관찰되어 기관 재료들의 보다 거친 표면 기공들이 증착되는 나노 코팅으로 메워져, 코팅 공정 후에 관들을 지나는 공기 유동을 감소시킴을 암시한다.

[0043] 예시적인 공정은: (1) 기계적 펌프(67)는 진공 게이지(69)에 의해 측정될 때 원하는 음(-)의 압력으로 진공을 흡인하고; (2) 액체 트랩(71; trap)이 액체가 진공 펌프(67)에 들어가 손상을 일으키는 것을 방지하도록 코팅될 부품(61)과 진공 펌프(67) 사이에 설치되고; (3) 회전식 공기/진공 배관(65)이 진공 라인(73)에 및 코팅될 부품 또는 관(61)의 제 1 단부(75)에 부착되는 것이다. 관(61)의 반대쪽 제 2 단부(77)는 관(61)의 다공성 표면을 통해 공기가 흡인되도록 메워지고(79); (4) 관의 종방향 축 둘레에서의 관 회전(81) 및 원하면 관의 가열을 시작하고; (5) 분무 시스템이 사용가능하게 되고 스프레이 헤드(83)가 그 외면을 코팅하기 위해 관(61)의 길이만큼

왕복운동하고(85); (6) 표면 기공들이 미세 코팅으로 메워지기 시작할 때, 시스템의 진공 레벨의 상승이 진공 게이지(69)를 통해 관찰될 때, 관(61)을 제거하고 도포된 코팅을 소결 결합시키고; (8)원하는 총 코팅 두께가 도달될 때까지 반복하고, 전형적으로 3회의 코팅/소결 사이클들이 요구된다.

[0044] 도 5는 관 또는 다른 구조물을 진공 코팅하는 다른 시스템을 개략적으로 예시한다. 다공성 관(61)에 진공이 흡인되고 그 다음에 관(61)의 표면 상에 나노 분말 덩어리를 형성하도록 희석된 IPA 나노 분말 현탁액(41)에 관이 침지된다. 그 다음에 덩어리가 기관에 소결 결합되고 원하는 총 두께가 달성될 때까지 반복된다. 316L 스테인리스 강과 티타늄 코팅에 대해 전형적인 총 두께는 멸균 등급(sterilizing grade) 효과들을 달성하기 25 내지 100 마이크로미터이다. 이 기술의 장점은 코팅이 다공성 기관 표면들 상에만 형성된다는 것이다. 용접부들 또는 부착된 하드웨어에는 코팅이 도포되지 않았다. 이는 부품들이 훨씬 좋게 보이고 낭비가 없기 때문에 장점이다. 금속분석 횡단면(metallographic cross section)들이 이런 식으로 코팅된 관들 상에서 수행되었고 도 4를 참조하여 상술한 진공 흡인으로 분무 코팅된 관들과는 다르게, 나노 분말의 침투(penetration)가 이 방법에 의해 기관들의 내부 기공들에서 관찰되지 않았다.

[0045] 1L의 이소프로필 알콜 중 100g의 분말의 전형적인 분무 코팅 슬러리 농도를 사용하여 이런 식으로 코팅들을 도포하면, 코팅들이 매우 두꺼워지고(>50마이크론) 소결 공정 중에 수축 균열들을 형성하게 된다. 바람직하게는, 슬러리 농도는 관(61) 상의 코팅 두께를 보다 잘 제어하기 위해 1리터의 알콜 중 약 10g의 분말로 희석된다. 분무 기술의 경우와 같이, 약 10 내지 25마이크론의 원하는 코팅 두께가 소결 공정 중에 수축 균열들을 방지하는데 바람직하다. 두께를 제어하기 위해, 관 내의 진공 레벨이 진공 게이지(69)를 통해 모니터링되고 진공 레벨이 증가될 때(기공 메워짐) 또는 관의 표면이 상당히 어두워질 때 코팅이 중단된다. 그 다음에 관/필터 코팅은 소결되고 원하는 코팅 두께가 멸균 등급 성능에 도달하기 충분하게 클 때까지 동일한 공정을 사용하여 반복된다.

[0046] 관들/필터들을 코팅하는 이러한 기술은 슬러리의 초음파 사용이 없고 나노 입자 응집 가능성이 존재한다. 응집은 부품 침지 전에 또는 침지 중에 현탁액(41)에 초음파 에너지를 가하여 감소 또는 제거될 수 있다.

[0047] 예시적인 공정은: (1) 진공을 흡인하기 위한 진공 펌프(67); (2) 액체 트랩(71)이 액체들이 진공 펌프에 들어가 손상을 일으키는 것을 방지하기 위해 코팅될 부품(61)과 진공 펌프(67) 사이에 설치되고; (3) 진공 배관(87)이 코팅될 부품 또는 관의 제 1 단부(75)에 부착된다. 관(61)의 반대쪽 제 2 단부(77)가 관 내경을 향해 관(61)의 다공성 표면을 통해 유체 유동을 보내도록 막혀 있고(79); (4) 진공 압력 하의 관(61)이 이소프로필 알콜 중의 현탁액(41)에 나노 입자들을 담고 있는 컨테이너(89) 내에 잠겨 있고; (5) 표면 기공들이 미세 코팅으로 막히기 시작할 때, 시스템의 진공 레벨의 상승이 진공 게이지(69)에서 관측되고; (6) 진공 펌프(67)를 중지시키고, 관(61)을 제거하고 도포된 코팅을 소결 결합시키고; (7)원하는 총 코팅 두께가 도달할 때까지 반복하고, 전형적으로 3회의 코팅/소결 사이클들이 요구된다.

[0048] 의학 및 생물-약학적 시장들에 대해, 액체 또는 가스 매체로부터 박테리아와 바이러스와 같은 미생물들을 제거하는데 유용한, 멸균 필터가 0.2마이크론 이하의 기공 사이즈를 요구한다. 멸균 등급 필터들에 대한 전형적인 응용예들에는 다양한 이식가능한 장치들, 카테터들(IV 필터들)의 막힘을 방지하기 위한 필터들, 주사기 필터들, 수동 및 자동 약 전달 장치들, 의료 기기 장치, 세포 배양 처리를 위한 살포 장치들, 응급(life-critical) 시스템들에서 가스 전달을 위한 가스 유동 제한 장치들, 및 생물-약학 통기 필터들이 포함된다.

[0049] 본 발명의 방법이 실질적으로 결합제가 없는 캐리어 유체를 갖는 현탁액으로부터 나노 분말 코팅을 증착하였지만, 나노 분말 코팅을 증착한 다음에 소결 전에 도포된 코팅 상의 상부 코팅(top coat)으로서 결합제를 도포하는 것은 본 발명의 범위 내에 있다.

[0050] 본원에 공개된 개념들을 요약하면:

[0051] 복합 구조물은 제 1 평균 기공 사이즈를 갖는 기공들을 갖는 기관과 상기 기관의 하나 이상의 표면 상의 코팅을 포함한다. 이 코팅은 제 2 평균 기공 사이즈를 갖는 기공들을 갖고 여기서 상기 제 1 평균 기공 사이즈는 상기 제 2 평균 기공 사이즈 이상이다.

[0052] 앞 절의 복합 구조물에서 기관은 0.5 내지 5의 미디어 그레이드를 갖는 재료들로부터 선택된다.

[0053] 앞 절의 복합 구조물에서 제 2 평균 기공 사이즈는 0.5 마이크로미터 미만이다.

[0054] 앞 절의 복합 구조물에서 기공들을 코팅하는 것은 0.2 마이크로미터 이상의 미립자를 포집하는데 효과적이다.

[0055] 앞 절의 복합 구조물에서 코팅은 20 마이크로미터 내지 250 마이크로미터의 두께를 갖는다.

- [0056] 앞 절의 복합 구조물에서 코팅은 30 미크론 내지 75 미크론의 두께를 갖는다.
- [0057] 상술한 복합 구조물에서 코팅은 50nm 내지 200nm의 평균 입자 사이즈를 갖는 입자들의 덩어리(mass)이다.
- [0058] 앞 절의 복합 구조물에서 코팅은 60nm 내지 100nm의 평균 입자 사이즈를 갖는 입자들의 덩어리이고, 기관과 입자들의 덩어리는 모두 주로 스테인리스 강이고, 기관과 입자들의 덩어리는 둘다 주로 티타늄이거나 또는 기관과 입자들의 덩어리가 소결된다.
- [0059] 앞 절의 복합 구조물에서 입자들의 덩어리가 소결되고 유체 매체로부터 미생물들을 제거하는데 효과적인 필터로 형성된다.
- [0060] 앞 절의 복합 구조물에서 편평한 원판으로 또는 관으로 형성되고, 관이면, 코팅은 상기 관의 바깥쪽을 향하는 표면 상에 있을 수 있다.
- [0061] 기관 상에 다공성 코팅을 형성하는 방법은:
- [0062] (a) 캐리어 유체 중의 소결가능한 입자들의 현탁액을 형성하고 현탁액을 저장소에 담고;
- [0063] (b) 저장소에서 교반에 의해 현탁액을 유지하고;
- [0064] (c) 초음파 분무 노즐에 현탁액을 전달하고;
- [0065] (d) 기관에 현탁액의 제 1 코팅을 도포하고;
- [0066] (e) 기관에 소결가능한 입자들을 소결시켜 코팅된 기관을 형성하는 단계들을 포함한다.
- [0067] 앞 절의 방법은 상기 저장소와 상기 초음파 분무 노즐 사이에 제 1 초음파 인라인 교반기를 개재시키는 것을 포함한다.
- [0068] 앞 절의 방법은 기관과 초음파 분무 노즐의 오리피스 사이의 공간을 1인치 내지 3인치로 수정하는 것을 포함하거나 또는 상기 초음파 분무 노즐과 상기 제 1 초음파 인라인 교반기 사이에 샤프트 회전당 정확한 체적의 유체를 분배하는데 효과적인 펌프를 개재시키는 것을 포함한다.
- [0069] 앞 절의 방법은 펌프와 초음파 분무 노즐 사이에 제 2 초음파 인라인 교반기를 개재하는 것을 포함한다.
- [0070] 앞 절의 방법에서 소결가능한 입자들이 50nm 내지 200nm의 평균 입자 사이즈를 갖도록 선택된다.
- [0071] 앞 절의 방법에서 현탁액이 캐리어 유체 중 소결가능한 입자들의 10g/L 내지 50g/L로 형성되거나 또는 소결가능한 입자들이 스테인리스 강으로 선택된다.
- [0072] 앞 절의 방법에서 코팅된 기관은 유체 매체로부터 미생물들을 제거하는데 효과적이다.
- [0073] 상기 방법 단계(d)를 참조하면, 이 방법은 상기 도포 단계 전에 상기 기관을 가열하는 것을 포함할 수 있고 여기서 온도는 상기 도포 단계 직전에 120°F 내지 220°F일 수 있다.
- [0074] 상기 방법 단계(d)를 참조하면, 이 방법은 상기 도포 단계 전에 상기 기관을 가열하는 것을 포함할 수 있고 온도는 상기 도포 단계 중에 100°F 내지 200°F일 수 있다.
- [0075] 앞 절의 방법에서 열원이 기관의 제 1 측면에 인접하고 제 1 코팅은 상기 기관의 반대쪽 제 2 측면에 도포된다.
- [0076] 기관 상에 다공성 코팅을 형성하는 방법은:
- [0077] (a) 캐리어 유체 중의 소결가능한 입자들의 현탁액을 형성하고 상기 현탁액을 저장소에 담고;
- [0078] (b) 상기 저장소에서 교반에 의해 상기 현탁액을 유지하고;
- [0079] (c) 분무 노즐에 상기 현탁액을 전달하고;
- [0080] (c) 상기 현탁액의 제 1 코팅을 상기 기관에 도포하고;
- [0081] (d) 상기 기관에 상기 소결가능한 입자들을 소결시켜 코팅된 기관을 형성하는 단계들을 포함한다.
- [0082] 앞 절의 방법은 내부 구멍을 갖는 관으로서 기관을 형성하고 도포 단계 중에 상기 내부 구멍에 진공을 인가하는 것을 포함한다.
- [0083] 앞 절의 방법은 상기 도포 단계 중에 그 종방향 축 둘레에서 상기 관을 회전시키고, 상기 도포 단계 중에 상기



관의 종방향 축을 따라 스프레이 헤드를 왕복운동시키거나, 또는 상기 분무 노즐과 상기 저장소 사이에 초음파 인라인 교반기를 개재시키는 것을 포함한다.

[0084] 기관 상에 다공성 코팅을 형성하는 방법은:

[0085] (a) 캐리어 유체 중의 소결가능한 입자들의 현탁액을 형성하고 상기 현탁액을 저장소에 담고;

[0086] (b) 상기 저장소에서 교반에 의해 상기 현탁액을 유지하고;

[0087] (c) 상기 저장소에 상기 기관을 침지시키고;

[0088] (c) 상기 기관에 상기 현탁액의 제 1 코팅을 도포하고;

[0089] (d) 도포된 제 1 코팅을 갖는 상기 기관을 상기 저장소로부터 제거하고;

[0090] (d) 상기 기관에 상기 소결가능한 입자들을 소결시켜 코팅된 기관을 형성하는 단계들을 포함한다.

[0091] 앞 절의 방법은 내부 구멍을 갖는 관으로서 기관을 형성하고 상기 도포 단계 중에 상기 내부 구멍에 진공을 인가하는 것을 포함한다.

[0092] 앞 절의 방법은 상기 현탁액에 초음파 에너지를 인가하는 것을 포함한다.

[0093] 본원에서 설명하는 본 발명은 하기의 예들에 의해 더 잘 이해될 수 있다.

## [0094] 예들

### [0095] 예 1

[0096] 여과는 일반적으로 직교류(cross flow) 또는 한쪽이-막힌 방법(dead-ended method)을 사용하여 수행된다. 직교류 응용예들에서, 여과물의 일부분만이 각각의 통과시에 여과되고, 한쪽이-막힌 응용예들에서, 여과되는 유체의 100%가 필터 매체를 통과한다. 도 6에 예시된 처리 관(42)은 가스 또는 액체 유동의 직교류형 여과 및 제어에 유용하다. 처리 관(42)은 5 $\mu$ m 정도의 비교적 큰 기공들을 갖는 다공성 관형 기관(44)을 갖는다. 약 25 미크론의 총 코팅 두께와 50nm의 직경 정도의 기공들을 갖는 다공성 코팅(46)이 관형 기관(44)을 덮는다. 처리 가스 또는 액체(48)는 처리 관(42)으로 흐른다. 여과된 매체(50)는 다공성 코팅(46)의 마이크로 기공들을 통과하기에 충분히 작고, 폐기물 흐름(52)이 처리 관의 출구측으로부터 나갈 때 처리 관(42)의 벽을 통해 나간다. 도 3에 도시된 처리 관(42)은 관의 출구 단부(53)를 막아 한쪽이-막힌 여과에 대해서도 사용될 수 있어, 모든 유체가 관형 다공성 기관(44)과 도포된 다공성 코팅(46)을 통과하게 한다.

[0097] 처리 관(42)은 316L SS(16 내지 18wt%의 크롬, 10 내지 14wt%의 니켈, 2.0 내지 3.0wt%의 몰리브덴, 0.03wt% 미만의 탄소, 및 나머지 철인 공칭 조성을 갖는 스테인리스 강이고, 탄소 함량을 제한하는 제약이 없는 동일한 조성인 316 SS도 동일하게 적합하다), Inconel 625(20wt%의 크롬, 3.5wt%의 니오븀, 및 나머지 니켈인 공칭 조성을 갖는), 및 Hastelloy C276 중 각각의 하나로부터 형성된 관형 기관으로 만들어졌다. 관형 기관은 미디어 그레이드 2와 일치하는 기공 사이스를 가졌다. Hastelloy C276 나노 분말과 이소프로필 알콜의 슬러리는 약 5 내지 10 미크론의 두께로 관형 기관의 외벽에 분무되었다. 이 코팅은 진공로에서 60분 동안 802 $^{\circ}$ C(1,475 $^{\circ}$ F)로 소결하여 기관에 소결되었다. 이 공정은 약 25 미크론의 총 코팅 두께를 달성하도록 추가로 2번 반복되었다.

[0098] 도 7은 소결된 나노 입자들과 미세 기공들을 예시하는 40,000x 확대한 나노 다공성 표면의 주사형 전자 현미경 사진이다. 나노 입자들은 약 100nm의 평균 직경을 갖고, 나노 기공들은 약 50nm의 평균 기공 직경을 갖는다. 도 8은 관형 기관(44)과 다공성 코팅(46)을 단면으로 도시한 1,000x 확대한 주사형 전자 현미경 사진이다.

[0099] 처리 관(42)의 성능은 관을 통과하는 질소 가스의 유속을 판정하여 측정되었다. 이 유속은 실온(공칭적으로 22 $^{\circ}$ C)에서 측정되었고 관 벽에 걸쳐 20.7 kPa(3 psi) 압력 강하가 있었다. 유속 단위들은 SLM/ $\text{cm}^2$ 이고, 여기서, SLM은 분당 표준 리터(standard liters per minute)이고,  $\text{cm}^2$ 은 평방 센티미터이다( $\text{SLM}/\text{in}^2$  여기서, SLM은 분당 표준 리터이고,  $\text{in}^2$ 는 평방 인치이다). 표 1과 도 9는 0 내지 3개의 나노 분말 코팅층을 갖는 처리 관에 대한 유속 값들을 예시한다. 약 25 미크론의 총 코팅 두께와 약 50nm의 평균 기공 사이스를 갖는 미디어 그레이드 2 기관 상의 평균 유속은 1.04 SLM/ $\text{cm}^2$ (6.69 SLM/ $\text{in}^2$ )이었다. 이는 20.7 kPa에서 0.29 SLM/ $\text{cm}^2$ (3 psi에서 1.87 SLM/ $\text{in}^2$ )의 유속을 갖는 종래의 미디어 그레이드 0.5(0.5 $\mu$ m의 공칭 평균 유동공 사이즈) 처리 관과 매우 바람직

하게 비교된다.

표 1

SLM/in <sup>2</sup> 또는 SLM/cm <sup>2</sup> 로 표기된 바와 같이 3 psi(20.7 kPa)에서 유속														
샘플 번호														
C	1	2	3	4	5	6	평균							
L	/in <sup>2</sup>	/cm <sup>2</sup>	/in <sup>2</sup>	/cm <sup>2</sup>	/in <sup>2</sup>	/cm <sup>2</sup>	/in <sup>2</sup>	/cm <sup>2</sup>	/in <sup>2</sup>	/cm <sup>2</sup>	/in <sup>2</sup>	/cm <sup>2</sup>	/in <sup>2</sup>	/cm <sup>2</sup>
0	15.23	2.36	15.48	2.40	17.09	2.65	17.28	2.68	17.67	2.74	15.57	2.41	16.39	2.54
1	9.34	1.45	8.84	1.37	14.38	2.23	11.70	1.81	10.17	1.58	11.86	1.84	11.05	1.71
2					9.07	1.41	8.25	1.28	8.06	1.25	7.93	1.23	8.33	1.29
3									6.81	1.06	6.56	1.02	6.69	1.04

CL = 코팅 층들의 번호

[0100]

[0101]

예 2

[0102]

도 10은 연료 전지 응용예들에 대해 수소의 제조에 유용한 막(54)을 단면도로 예시한다. 마이크로 다공성 기관(56)은 팔라듐 또는 백금 또는 이들의 합금의 나노 코팅(58)으로 코팅된다. 기관 기공 사이즈는 1 내지 40 미크론, 보다 바람직하게는 1 내지 10 미크론 정도이다. 이 코팅은 50nm 내지 10 미크론의 직경을 갖는 기공들을 포함한다. 그 다음의 층들은 수소 생성을 위한 활성면을 생성하도록 도금 또는 층 증착에 의한 것과 같이 나노 코팅 상에 증착될 수 있다.

[0103]

예 3

[0104]

도 11은 알루미늄 산화물 비드(bead)들이 액체 크로마토그래피 컬럼을 통과하는 것을 차단하는데 효과적인 입자 보유 장벽(60)을 예시한다. 입자 보유 장벽(60)은 전형적으로 스테인리스강, Hastelloy 또는 티타늄 분말들로부터 형성되는 마이크로 다공성 프릿(62)을 포함한다. 프릿(62)은 2.08mm(0.082 인치, 미디어 그레이드 0.5 내지 2) 정도의 직경을 갖는다. 일반적으로 프릿과 동일한 조성의 나노 분말층(64)이 프릿(62)의 일 측면을 코팅한다. 장벽(60)은 표면 상에 나노 분말의 현탁액을 분무 또는 마이크로피펫팅(micropipetting)하고, 그 다음에 진공 소결하여 형성된다.

[0105]

예 4

[0106]

도 12는 개선된 촉매 성능을 위한 구성요소(66)를 예시한다. 백금 또는 다른 촉매 물질의 나노 분말층(68)이 산업 응용예들 및/또는 자동차 용도에 대해 촉매 변환기에서 사용하기 위해 금속 또는 세라믹 지지부(70)의 표면을 코팅한다.

[0107]

예 5

[0108]

도 13은 표면적을 증가시키고 중합체 접착제(76)에 대한 체결 기공(locking pore)을 제공하여 접착 결합의 강도를 극적으로 증가시키도록 기관(74)의 표면에 도포되는 나노 분말 코팅(72)을 예시한다.

[0109]

예 6

[0110]

코팅 중 분리된 입자들의 희석된 분포를 생성하는 일례는 스테인리스강 분말에서 백금 입자들의 1:100의 혼합물을 생성한 다음에 이 혼합물을 스테인리스강 기관 상에 증착하고 소결 결합시키는 것이다. 연료 전지 응용예들을 위한 촉매 코팅에 적용되는 이 예에서, 이는 스테인리스강 표면에서 분리된 백금 입자들이 된다. 여기서, 코팅 중의 스테인리스강 분말은 기관으로부터 구별할 수 없게 되고, 원래의 코팅으로부터의 희석된 백금 입자들이



기판의 표면 상에 분포된다.

예 7

저온에서 기판에 스테인리스강을 결합하는 일례는 주석과 같은 저온 용융 분말과 훨씬 높은 용융 온도를 가지는 스테인리스강 316 L SS 분말을 혼합하고, 이 혼합물을 기판에 코팅하고, 그 다음에 소결하는 것이다. 저온 성분(주석)은 스테인리스강보다 훨씬 낮은 온도에서 분산되어, 저온에서 소결 및 결합하게 한다.

예 8

액체 또는 가스 매체로부터 박테리아 및 바이러스와 같은 미생물들을 제거하는데 유용한, 멸균 필터는 0.2 미크론 이상의 미생물들을 포집하는데 효과적인 기공 사이즈를 필요로 한다. 필터 멸균 원판들이 상술한 초음파 분무 증착 공정에 의해 만들어졌고 박테리아를 제거하는 그 효과가 평가되었다. 그 작동 변수들은 하기와 같았다:

- 25.4mm(1인치) MG2 스테인리스 강 필터 삽입물을 갖는 47mm 직경 원판들

- 가열된 기판: 65.6°C(150°F)

- 스프레이 헤드 속도: 50mm/sec

- 스프레이 헤드 거리: 63.5mm(2.5인치)

- 유체 유량: 3ml/min

- 초음파 에너지 레벨들(분무 건 6W, 교반기 4W)

- 현탁액: 1L의 IPA 중 25g의 316L SS 분말

- 2 분무 코팅들, 소결되고, 5회 반복됨

- 소결 온도: 732°C(1350°F)

- 전형적인 IPA 기포 지점 > 508mmHg(> 20in Hg)

- 전형적인 수분 기포 지점 > 762mmHg(> 30in Hg)

- IPA 유량: 1.13 mL/min/cm<sup>2</sup> @ 68.9 kPa(10psi)

- 질소 유량: 410 mL/min/cm<sup>2</sup> @ 68.9 kPa(10psi)

- LRV 효율들: > 7 LRV(@0.2 미크론 입자 사이즈, LRV=로그 감소값)

- 미생물 보유 ASTM F838-05 또는 등가물: 통과됨

### 표 3

도 14 참조

				수정된	
압력		온도	유량	유량	유속
kPa	psi	°C	cm <sup>3</sup> /min.	표준 cm <sup>3</sup> /min	mL/min/cm <sup>3</sup>
0	0	0	0	0	0
17.2	2.5	20.82	1.27	1.30	0.26
34.5	5	20.90	2.69	2.75	0.54
68.9	10	21.16	5.65	5.71	1.13
103.4	15	21.18	8.85	8.95	1.77
137.9	20	21.13	11.76	11.90	2.35
172.4	25	21.09	14.88	15.08	2.98
344.7	50	20.89	30.23	30.84	6.09

47mm 원판 조립체들에 대한 액체 IPA 유동 데이터

표 4

압력		유량 (SLM)								유속
kPa	psi	원판 1	원판 3	원판 5	원판 6	원판 8	원판 15	평균	SLM/cm <sup>2</sup>	
0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.00	
34.5	5	0.8	0.8	0.9	0.9	0.8	0.8	0.83	0.16	
68.9	10	2.1	2	2.2	2.4	1.8	2	2.08	0.41	
103.4	15	3.6	3.4	3.7	4	3.1	3.4	3.53	0.70	
137.9	20	5.4	5.2	5.6	6.2	4.6	5.2	5.37	1.06	
172.4	25	7.7	7.3	7.9	8.8	6.5	7.3	7.58	1.50	

47mm 원판 조립체들에 대한 질소 가스 유동 데이터

[0131]

[0132]

ASTM F838-05에 따른 미생물 보유 시험에 대해, 모든 장비가 사용 전에 살균/소독되었다. 모든 시험은 층류 후드(hood)에서 수행되었다. 각각의 필터를 처리하기 전에, 시험 필터를 지나는 100mL의 최소량의 멸균 완충액을 여과하여 대조표준이 준비되었다. 100 mL의 여과물이 멸균 컨테이너에서 시험 필터의 하류측에서 무균적으로 채집되었다. 여과물은 미생물 보유 필터를 사용하여 여과되었다. 미생물 보유 필터는 플레이트 카운트 한천배지 (plate count agar) 상에 배치되었고 7일간  $30\pm 2^{\circ}\text{C}$ 에서 배양되었다. 48시간 프리-카운트(pre-count)가 각각의 필터에서 수행되었다.

[0133]

대조표준이 처리된 후, 시험 필터가 약  $3\times 10^7$  내지  $5\times 10^7$  CFU/100mL의 암모니아 산화세균(B. diminuta)과 비교되었다. 100 mL의 여과물이 멸균 컨테이너에서 시험 필터의 하류측에서 무균적으로 채집되었다. 여과물은 미생물 보유 필터를 사용하여 여과되었다. 미생물 보유 필터는 플레이트 카운트 한천배지 상에 배치되었고 7일간  $30\pm 2^{\circ}\text{C}$ 에서 배양되었다. 48시간 프리-카운트가 각각의 필터에서 수행되었다.

[0134]

표 2는 여기서 생산된 멸균 필터들의 효과를 제시한다:

표 2

샘플 설명	CFU/100mL(CFU=집락형성단위)		대향(Challenge) 유기체의 박테리아 보유
	시험	대조표준	
원판 #1	0	0	통과
원판 #3	0	0	통과
원판 #5	0	0	통과
원판 #6	0	0	통과
원판 #8	0	0	통과
원판 #15	0	0	통과

[0135]

[0136]

예 9

[0137]

가스 또는 액체 매체로부터 불순물을 제거하기 위한 고효율 필터는 침층 여과 방식(depth filtration process)을 사용한다. 이의 일례는 이러한 종류의 여과를 위해 매우 미세한 미립자/미생물을 포집하도록 침층 여과 기술을 사용하는 지지 기관 상에 200 마이크론 정도의 비교적 두꺼운 코팅을 도포하는 것이다. 이러한 두께를 형성하기 위해, 소결 공정 동안 수축 크랙을 최소화하도록 본원에 설명된 바와 같이 몇 개의 얇은 층들이 도포 및 소결된다.

[0138]

예 10

[0139]

도 16a 및 도 16b은 도 3에 예시된 방법에 따라 316L 스테인리스 강 나노 입자들로 코팅된 미디어 그레이드 2 기관의 각각 500배와 1000배의 배율인 단면 이미지들이다. 작동 변수들은 하기와 같았다:

[0140]

- 가열된 기관:  $65.6^{\circ}\text{C}$  ( $150^{\circ}\text{F}$ )

- [0141] · 스프레이 헤드 속도: 50mm/sec
- [0142] · 스프레이 헤드 거리: 63.5mm(2.5인치)
- [0143] · 유체 유량: 3ml/min
- [0144] · 초음파 에너지 레벨들(분무 건 6W, 교반기 4W)
- [0145] · 현탁액: 1L의 IPA 중 25g의 316L SS 분말
- [0146] · 2 분무 코팅들, 소결되고, 2번 추가 분무 코팅들 및 소결됨.
- [0147] · 소결 온도: 774°C(1425°F)
- [0148] · 전형적인 IPA 기포 지점 > 508mmHg(> 20in Hg)
- [0149] · 사용가능한 유동 데이터 없음
- [0150] 예 11
- [0151] 도 17a와 도 17b는 도 4에 예시된 방법에 따라 316L 스테인리스 강 나노입자들로 코팅된 미디어 그레이드 2 관형 기관의 각각 350배 및 1000배의 배율에서 단면 이미지들이다. 그 작동 변수들은 하기와 같다:
- [0152] · 12.7mm(1/2인치) OD MG2 관들 × 65.6mm(5인치) 길이
- [0153] · 합금 316L SS
- [0154] · 관들은 코팅 전에 71.1°C(160°F)로 가열됨
- [0155] · 회전 속도: 100rpm
- [0156] · 스프레이 헤드 속도: 3mm/sec
- [0157] · 스프레이 헤드 거리: 50.8mm(2.0인치)
- [0158] · 유체 유량: 3ml/min
- [0159] · 초음파 에너지 레벨들(분무 건 6W, 교반기 4W)
- [0160] · 현탁액: 1L의 IPA 중 25g의 316L SS 분말
- [0161] · 2 분무 통과된 다음에, 소결되고, 3회 더 반복됨
- [0162] · 총 코팅 두께: 30-60 미크론
- [0163] · 소결 온도: 824°C(1515°F)
- [0164] · 전형적인 IPA 기포 지점 > 508mmHg(> 20in Hg)
- [0165] · 전형적인 수분 기포 지점 > 762mmHg(> 30in Hg)
- [0166] · IPA 유량: 0.89 mL/min/cm<sup>2</sup> @ 68.9 kPa(10psi)
- [0167] · 질소 유량: 590 mL/min/cm<sup>2</sup> @ 68.9 kPa(10psi)
- [0168] · LRV 효율들: 9 내지 12 로그 @ 0.2 미크론 입자 사이즈들
- [0169] 도 18은 12.7mm(0.5 인치) 외경 코팅된 관들에 대한 질소 가스 유동을 그래프로 예시하고 도 19는 동일한 관들에 대한 IPA 액체 유동을 그래프로 예시한다.
- [0170] 예 12
- [0171] 도 20은 도 4에 예시된 방법에 따라 나노 입자들과 316L 스테인리스 강으로부터 만들어진 멸균 등급 응용예들을 위한 254mm(10인치) 생물-약학적 통기 필터의 사진이다. 그 작동 변수들은 하기와 같다:
- [0172] · 226 경계면 플랜지에 용접된 압연된 & 용접된 카트리지 또는 63.5mm(2½인치) ISO 압축 관들

- [0173] · 합금 316L SS
- [0174] · 기관 미디어 그레이드: 2
- [0175] · 관들은 코팅 전에 71.1℃(160°F)로 가열됨
- [0176] · 회전 속도: 100rpm
- [0177] · 스프레이 헤드 속도: 2mm/sec
- [0178] · 스프레이 헤드 거리: 38.1mm(1.5인치)
- [0179] · 유체 유량: 5ml/min
- [0180] · 공기 압력 10"H<sub>2</sub>O
- [0181] · 초음파 에너지 레벨들(분무 건 6W, 교반기 4W)
- [0182] · 현탁액: 1L의 IPA 중 25g의 316L SS 분말
- [0183] · 1회 분무 통과된 다음에, 71.1℃(160°F)로 재가열된 후 제 2 분무 코팅됨
- [0184] · 분무 코팅과 소결 사이클이 3회 반복됨
- [0185] · 총 코팅 두께: 30-75 마이크론
- [0186] · 소결 온도: 수소 중에서 815.6℃(1500°F)
- [0187] · 노: 152.4mm/min(6인치/min)으로 작동되는 신터라이트 벨트 노(sinterite belt furnace)
- [0188] 예 13
- [0189] 도 21은 도 3에 예시된 방법을 따라 나노 입자들과 316L 스테인리스 강으로 만들어진 의료 장치들에 사용하기 위한 멸균 등급 여과용 몇 개의 작은 부품들의 사진이다. 그 작동 변수들을 하기와 같다:
- [0190] · 부품들: 원판들 및/또는 슬리브를 갖는 제한기들
- [0191] · 기관 재료: 316L 스테인리스 강
- [0192] · 가열된 기관: 65.6℃(150°F)
- [0193] · 스프레이 헤드 속도: 50mm/sec
- [0194] · 스프레이 헤드 거리: 63.5mm(2.5인치)
- [0195] · 유체 유량: 3ml/min
- [0196] · 초음파 에너지 레벨들(분무 건 6W, 교반기 4W)
- [0197] · 현탁액: 1L의 IPA 중 25g의 316L SS 80-100nm 평균 입자 사이즈 분말
- [0198] · 2회 분무 코팅, 소결되고, 2회 추가 분무 코팅들 및 소결 사이클들.
- [0199] · 소결 온도: 773.9℃(1425°F)
- [0200] · 소결 분위기: 수소
- [0201] · 소결 시간: 60분
- [0202] 예 12와 예 13의 상기 생성물들은 티타늄을 사용하여 마찬가지로 제조될 수 있다. 재료들을 티타늄으로 바꾸고 아르곤 분위기에서 소결하는 것을 제외하고는 동일한 공정이 이어진다.

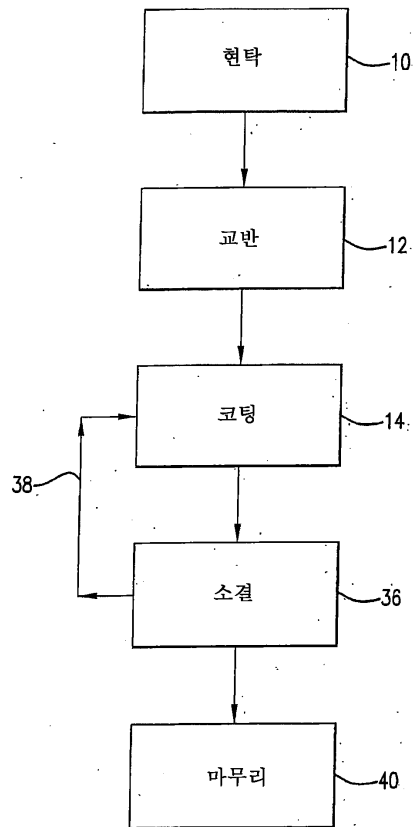
### 부호의 설명

- [0203] 10: 현탁      12: 교반
- 14: 코팅      16: 스프레이 시스템

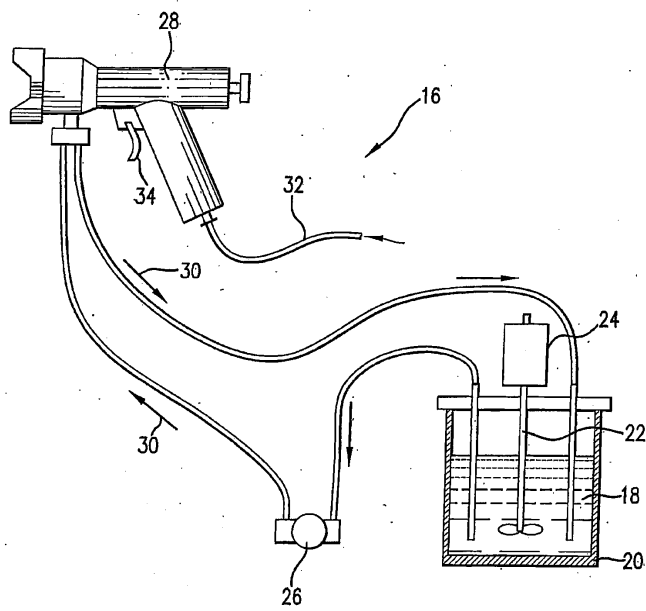
18: 현탁액    20: 저장소  
22: 임펠러    26: 재순환 펌프  
36: 소결    40: 마무리

도면

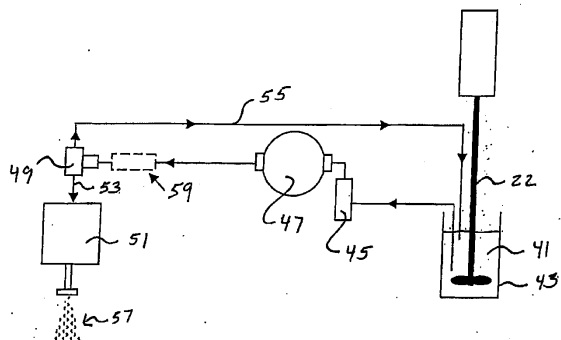
도면1



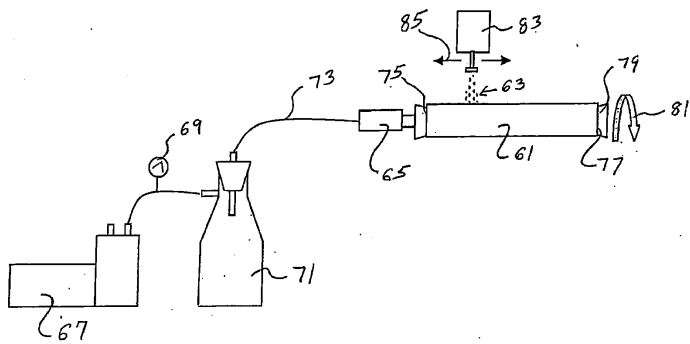
도면2



도면3

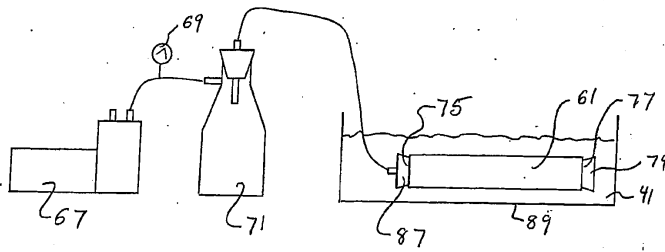


도면4

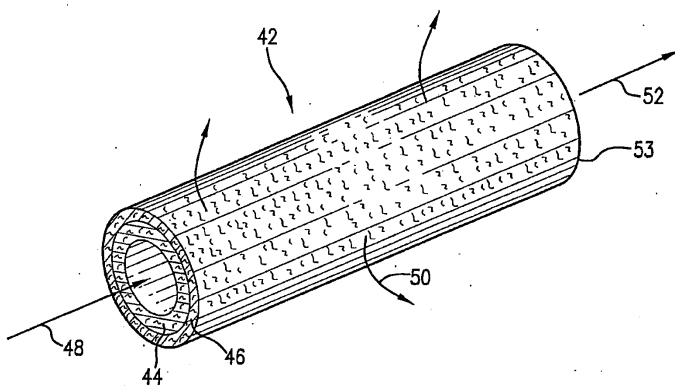




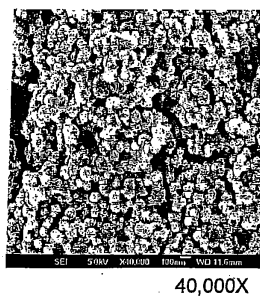
도면5



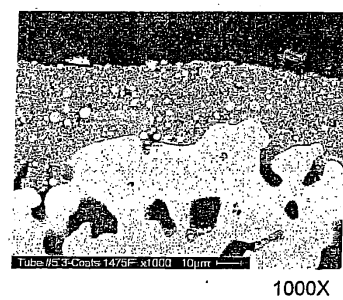
도면6



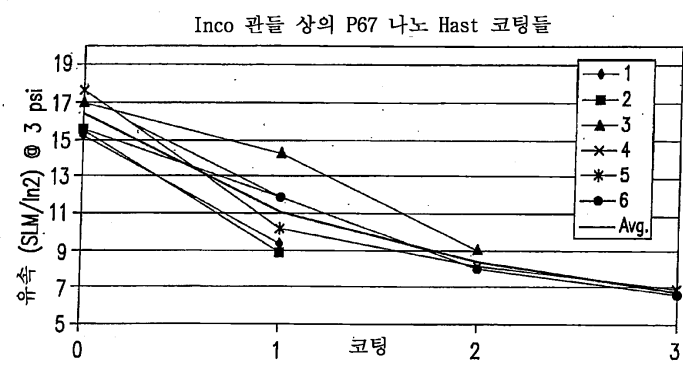
도면7



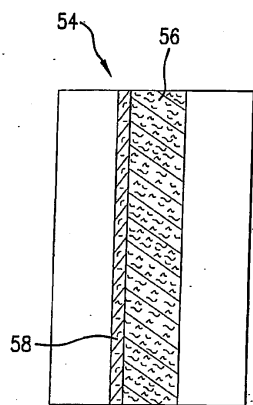
도면8



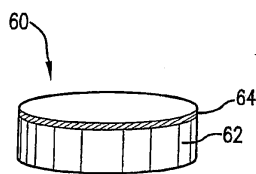
도면9



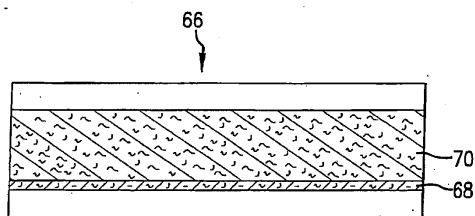
도면10



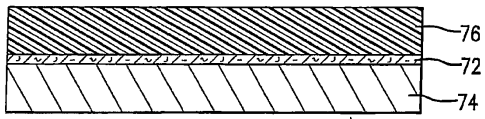
도면11



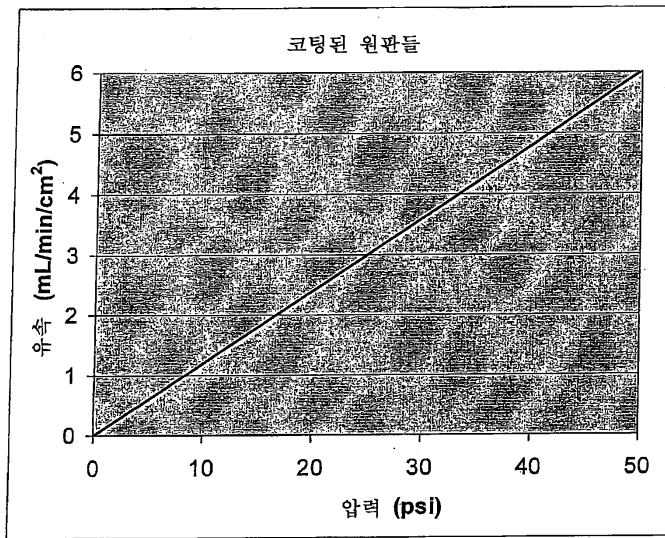
도면12



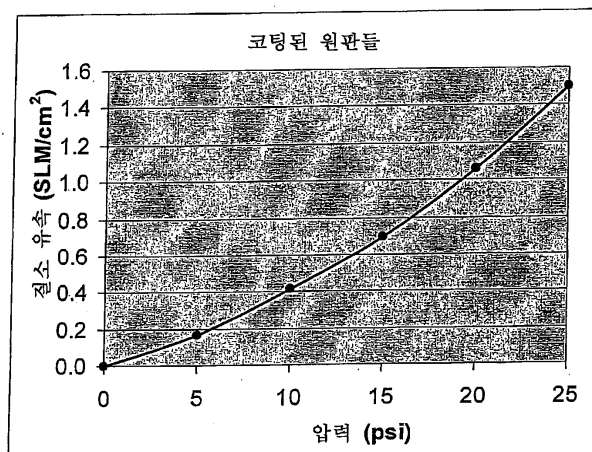
도면13



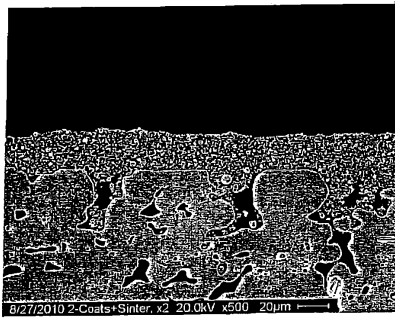
도면14



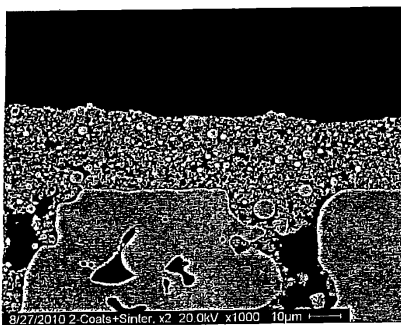
도면15



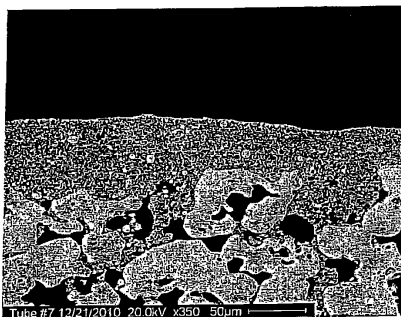
도면16a



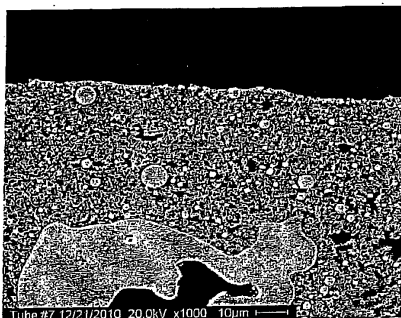
도면16b



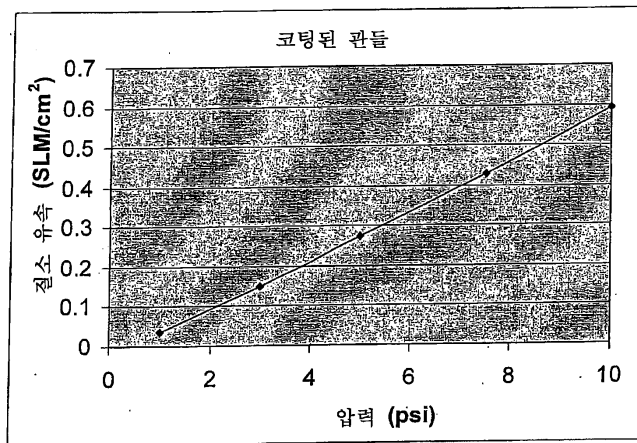
도면17a



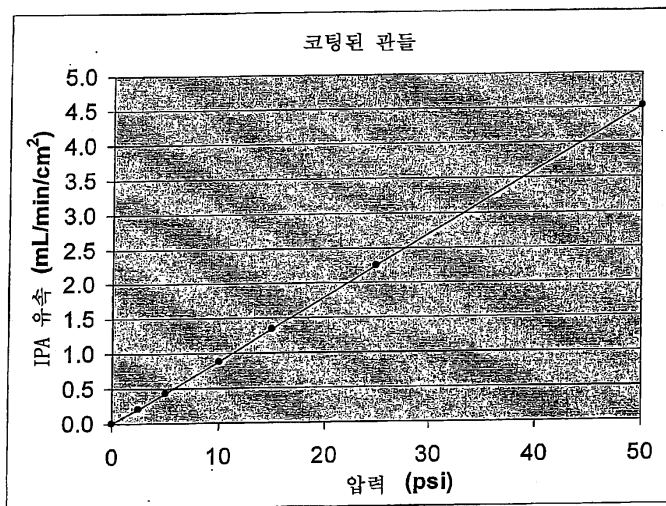
도면17b



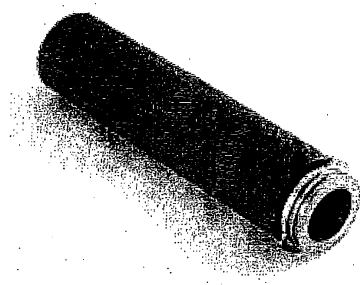
도면18



도면19



도면20



도면21

