



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2015년11월09일
(11) 등록번호 10-1566942
(24) 등록일자 2015년11월02일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C01G 15/00 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2014-0145144

(22) 출원일자 2014년10월24일

심사청구일자 2014년10월24일

(56) 선행기술조사문헌

KR1020130131619 A*

KR1020130140372 A

KR1020100021870 A

KR1020130112203 A

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

인하대학교 산학협력단

인천광역시 남구 인화로 100, 인하대학교 (용현동)

(72) 발명자

박동화

서울특별시 서초구 잠원로 88 (잠원동, 신반포한신아파트) 303동204호

김태희

경기 부천시 소사구 중동로 64, 109동 3호 (송내동, 중동역푸르지오아파트)

(74) 대리인

이원희

전체 청구항 수 : 총 6 항

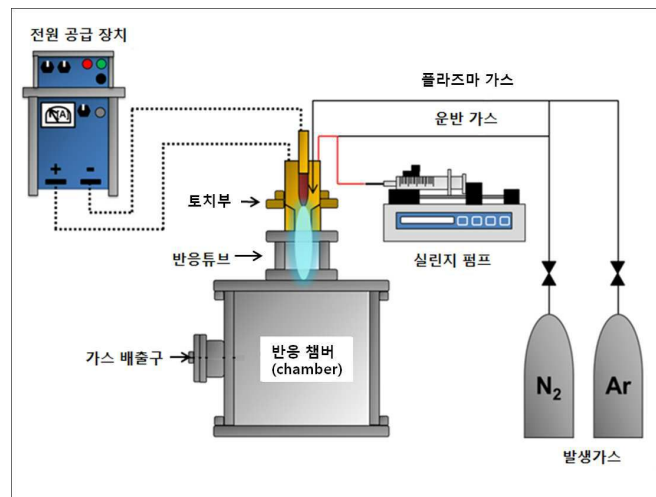
심사관 : 이영완

(54) 발명의 명칭 열플라즈마를 이용한 산화갈륨 분말의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 산화갈륨

(57) 요약

본 발명은 열플라즈마 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계(단계 1); 상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 갈륨 질산염 수화물(Gallium nitrate hydrate, $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)을 포함하는 원료 용액을 공급하여 기화시키는 단계(단계 2); 및 상기 단계 2에서 기화된 증기를 냉각시키고 포집하는 단계(단계 3);를 포함하는 산화갈륨분말의 제조방법을 제공한다. 또한 본 발명에 따른 열플라즈마를 이용한 산화갈륨 분말의 제조방법은 열플라즈마 제트를 이용하여 단시간 안에 나노 크기의 산화갈륨 분말을 합성할 수 있다.

대표도 - 도1



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 50113-1

부처명 산업통상자원부

연구관리전문기관 한국산업기술진흥원

연구사업명 지역혁신센터(RIC)

연구과제명 질소산화물과 황산화물 동시제거를 위한 플라즈마 공정 개발

기 여 율 1/1

주관기관 인하대학교 산학협력단

연구기간 2014.03.01 ~ 2015.02.28

명세서

청구범위

청구항 1

열플라즈마 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계(단계 1);

상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 갈륨 질산염 수화물(Gallium nitrate hydrate, $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)을 포함하는 원료 용액을 공급하여 기화시키는 단계(단계 2); 및

상기 단계 2에서 기화된 증기를 냉각시키고 포집하는 단계(단계 3);를 포함하는 산화갈륨(Ga_2O_3) 분말의 제조방법.

청구항 2

제 1항에 있어서, 상기 단계 1의 열플라즈마 발생가스는 아르곤 및 질소의 혼합가스인 것을 특징으로 하는 산화갈륨 분말의 제조방법.

청구항 3

제 2항에 있어서, 상기 혼합가스 중 질소에 대한 아르곤의 부피비는 3 내지 15인 것을 특징으로 하는 산화갈륨 분말의 제조방법.

청구항 4

제 1항에 있어서, 상기 단계 2의 원료 용액은 물(H_2O) 또는 메틸알코올(CH_3OH)을 포함하는 것을 특징으로 하는 산화갈륨 분말의 제조방법.

청구항 5

제 1항에 있어서, 상기 단계 3의 포집은 반응챔버 또는 반응튜브에서 수행되는 것을 특징으로 하는 산화갈륨 분말의 제조방법.

청구항 6

제 5항에 있어서, 상기 반응챔버에서는 비정질의 산화갈륨 분말이 포집되고, 상기 반응튜브에서는 결정질의 산화갈륨 분말이 포집되는 것을 특징으로 하는 산화갈륨 분말의 제조방법.

청구항 7

삭제

청구항 8

삭제

청구항 9

삭제

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 열플라즈마를 이용한 산화갈륨 분말의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 산화갈륨에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 산화 갈륨(Ga_2O_3)은 4.8 eV의 넓은 밴드갭을 가지고 있다. 이는 광검출기 (Photodetector), 발광인광제 (luminescent phosphors), 투명전극 태양전지(transparent electrode solar cell), 고온 화학 가스센서(high-temperature chemical gas sensors)에 적용될 수 있다. 또한 산화갈륨은 유전체 게이트, 인광체, 투명 전도성 전극 등으로 사용될 뿐만 아니라, 가스센서에 있어서도 높은 온도에서 사용된다.

[0003] 일반적으로 산화갈륨 분말을 합성하기 위한 방법으로, 대부분 침전법을 사용하고 있다. 침전법을 이용하여 산화갈륨 분말을 합성하는 경우, 제조 시 소성온도가 낮아 제조하기 쉬우며 한번에 대량생산이 가능하여 산업적으로 이용가치가 높지만, 만들어진 산화갈륨 분말의 입자 크기는 수 내지 수십 마이크로미터(μm) 단위의 침상형 구조를 가지며, 따라서 수십 나노미터(nm)급의 분말 제조에는 적합하지 않다.

[0004] 또 다른 산화갈륨 분말의 합성방법으로서, 기존의 전기로를 이용한 합성방법은 일반적으로 촉매를 전기로의 중앙에 위치시키고 분위기를 조절한 후, 합성하고자 하는 온도까지 승온하여 합성한 다음 불활성 분위기 하에서 상온까지 전기로의 온도를 내린 후 합성물질인 산화갈륨을 수거하는 과정이다.

[0005] 이와 같은 경우 합성하고자 하는 온도에 도달하기 전 승온 과정에서 이미 촉매가 실제 합성하고자 하는 온도와 다른 온도에 노출되는 것이기 때문에 어떤 특정 온도에서의 정확한 나노물질의 합성거동이나 결과를 얻고 평가하는 것은 쉽지 않다.

[0006] 또한 대한민국 공개특허 제 10-2013-0131619호에서는 갈륨산화물 분말의 제조방법을 개시한 바 있으며, 상세하게는 용매와 킬레이트제를 혼합하는 단계와, 상기 용매와 상기 킬레이트제가 혼합된 결과물을 가열하면서 교반하여 상기 킬레이트제를 용해시키는 단계와, 상기 킬레이트제가 용해되어 있는 결과물에 갈륨(Ga) 성분을 포함하는 금속이온물질을 첨가하고 교반하여 투명 용액을 얻는 단계와, 상기 투명 용액의 pH를 조절하는 단계와, pH가 조절된 투명 용액을 제1 온도로 가열하여 폴리에스테르화를 진행시켜 고분자착체를 형성하는 단계와, 상기 고분자착체를 분쇄하는 단계 및 분쇄된 고분자착체를 상기 제1 온도보다 높은 제2 온도로 열처리하여 산화갈륨 분말을 형성하는 단계를 포함하는 갈륨산화물 분말의 제조방법을 제공하였다.

[0007] 본 발명에서는 상기 문제점을 해결하기 위한 안정한 결합 구조인 산화 갈륨을 제조하기 위해 연구하던 중, 열플라즈마 제트를 이용하여 산화갈륨 분말을 제조하는 법을 개발하고, 본 발명을 완성하였다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명의 목적은 열플라즈마를 이용한 산화갈륨 분말의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 산화갈륨을 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

- [0009] 상기 목적을 달성하기 위하여,
- [0010] 본 발명은
- [0011] 열플라즈마 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계(단계 1);
- [0012] 상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 갈륨 질산염 수화물(Gallium nitrate hydrate, $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)을 포함하는 원료 용액을 공급하여 기화시키는 단계(단계 2); 및
- [0013] 상기 단계 2에서 기화된 증기를 냉각시키고 포집하는 단계(단계 3);를 포함하는 산화갈륨분말의 제조방법을 제공한다.
- [0014] 또한 본 발명은,
- [0015] 상기 방법을 통해 제조되는 산화갈륨 분말을 제공한다.

발명의 효과

- [0016] 본 발명에 따른 열플라즈마를 이용한 산화갈륨 분말의 제조방법을 통해 단시간 안에 나노 크기의 산화갈륨 분말을 합성할 수 있고, 고온의 플라즈마를 이용함으로써 기화가 용이하고 높은 공정효율 및 공정조건의 제어가 쉬운 특징이 있으며, 상압조건에서 공정이 수행됨에 따라 연속공정이 가능한 효과가 있다.
- [0017]

도면의 간단한 설명

- [0018] 도 1은 본 발명에 따른 산화갈륨 분말의 합성을 위한 플라즈마 장치의 개략도이고;
- 도 2는 실시예 1 내지 4에서 제조된 산화갈륨 분말의 X-선 회절 분석(X-ray diffraction, XRD)결과를 나타낸 그래프이고;
- 도 3은 실시예 3 및 4에서 제조된 산화갈륨을 투과전자현미경 및 에너지분산 분광분석(Transmission Electron Microscopy - Energy Dispersive Spectroscopy, TEM-EDS)한 결과를 나타낸 사진 및 그래프이고;
- 도 4는 실시예 1 내지 4에서 제조된 산화갈륨의 투과전자현미경을 통해 관찰한 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0019] 이하 본 발명에 대하여 상세히 설명한다.
- [0020] 본 발명은
- [0021] 열플라즈마 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계(단계 1);
- [0022] 상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 갈륨 질산염 수화물(Gallium nitrate hydrate, $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)을 포함하는 원료 용액을 공급하여 기화시키는 단계(단계 2); 및
- [0023] 상기 단계 2에서 기화된 증기를 냉각시키고 포집하는 단계(단계 3);를 포함하는 산화갈륨분말의 제조방법을 제공한다.
- [0024] 이하, 본 발명에 따른 산화갈륨 분말의 제조방법을 각 단계별로 상세히 설명한다.
- [0025] 본 발명에 따른 산화갈륨 분말의 제조방법에 있어서, 상기 단계 1은 열플라즈마 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계이다. 이때, 상기 단계 1의 열플라즈마는 도 1에 도시한 바와 같은 열플라즈마 장치

를 통해 발생될 수 있다.

- [0026] 상기 도 1은 산화갈륨 분말의 합성을 위한 플라즈마 장치의 개략도를 나타낸 것으로, 플라즈마 장치는 크게 전 원, 플라즈마 발생장치인 토치, 반응튜브, 반응챔버와 원료 주입을 위한 실린지 펌프를 이용하여 수행될 수 있다.
- [0027] 상기 열플라즈마는 주로 아크 방전에 의해 발생시킨 전자, 이온, 중성입자로 구성된 기체로 구성입자가 1,000 - 20,000 ℃와 100 - 2,000 m/s 를 갖는 고속의 제트 불꽃 형태를 이루고 있다. 이러한 고열용량, 고속 및 다량의 활성입자를 갖는 열플라즈마의 특성을 이용하여, 산화갈륨 나노분말을 제조할 수 있다.
- [0028] 이때, 상기 단계 1의 열플라즈마 발생가스는 아르곤 및 질소의 혼합가스를 사용할 수 있다. 상기 혼합가스 중 질소에 대한 아르곤의 부피비는 3 내지 15인 것이 바람직하다. 만약 아르곤 및 질소의 유량이 상기 범위를 벗어 나는 경우에는 고출력의 열플라즈마를 생성시킬 수 없는 문제가 있다.
- [0029] 그 다음으로, 상기 단계 2는 상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 갈륨 질산염 수화물(Gallium nitrate hydrate, $\text{Ga}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)이 포함된 원료용액을 공급하여 기화시키는 단계이다.
- [0030] 본 발명에 따른 산화갈륨 분말을 제조하기 위한 원료로 사용되는 갈륨 질산염 수화물은 다량의 갈륨을 함유하고 있는 화합물로서, 산화갈륨 합성을 위하여 갈륨과 산소소스 모두를 제공한다. 또한 종래의 기술에서 산화갈륨을 합성하기 위하여 수산화 갈륨이나 질화갈륨을 사용한 것과 비교하여 매우 값싼 원료로 경제적인 모재라고 할 수 있다. 이러한 모재는 용액에 희석하여 액상으로 플라즈마 장치내로 주입할 수 있다. 이때, 상기 용액으로는 물 (H_2O) 또는 메틸알코올(CH_3OH)이 바람직하다.
- [0031] 또한 상기 질산염 수화물이 포함된 원료용액을 공급하기 위해 질소가스가 운반 가스로 사용될 수 있으며, 예를 들어, 상기 원료용액과 약 1 내지 5 L/min의 유량의 질소가스를 실린지 펌프를 이용하여 일정한 주입속도로 플라즈마 토치 내 양극을 관통하는 노즐로 주입되어 플라즈마 제트의 고온부로 쉽게 침투될 수 있다.
- [0032] 또한 본 발명에 따른 산화갈륨 분말의 제조방법에 있어서, 상기 단계 3은 상기 단계 2에서 기화된 증기를 냉각 시키고 포집하는 단계로서, 상기 포집은 반응챔버 또는 반응튜브에서 수행될 수 있다.
- [0033] 상기 도 1에 나타난 바와 같이, 주입된 갈륨 질산염 수화물은 토치 내부의 고온영역에서 기화 및 분해되어 산화 갈륨으로 합성되고, 합성된 산화갈륨 증기는 반응튜브의 내부 차가운 표면에 응축하여 나노분말이 되거나, 반응 튜브를 통과하여 반응챔버로 진입한 산화갈륨 증기는 반응챔버의 차가운 뚜껑에 응축하여 나노분말이 된다.
- [0034] 도 1에 도시하였듯이, 큰 반응챔버 위에 좁고 작은 반응튜브를 위치시켰으며, 합성된 산화갈륨 분말을 포집할 때에 반응튜브의 내부 표면 및 반응챔버의 윗 뚜껑에서 포집하였다. 이때, 상기 반응챔버에서 포집한 분말의 경우, 비결정질의 산화갈륨 분말이 포집되고, 상기 반응튜브에서는 결정질의 산화갈륨 분말이 포집될 수 있다.
- [0035] 또한 상기 단계 2에서의 원료용액이 물을 포함할 경우에는, 나노입자가 포집될 수 있고, 메틸알코올을 포함할 경우에는 나노와이어가 포집될 수 있다.
- [0036] 한편, 메틸알코올을 포함한 원료용액으로부터 합성된 산화갈륨 분말의 결정의 크기는 물을 포함한 원료용액으로부터 합성된 분말의 크기에 비해 대략 2배 정도 큰 것을 특징으로 한다.
- [0037] 이는 10,000℃ 이상인 고온의 플라즈마 제트에서 주입된 원료가 기화 및 분해할 때, 물과 메틸알코올에서 각각 다른 가스 및 이온들이 발생하고 이들이 산화갈륨의 합성에 영향을 미치기 때문이다.
- [0038] 물의 경우, 1800 K 이상에서부터 산소가스(O_2), 수소가스(H_2), 수산화 이온(OH)가 발생하고, 2500 K 이상에서부터는 산소(O)와 수소(H) 라디칼이 발생한다
- [0039] 이에 반해, 메틸알코올의 경우, 500 K 미만에서부터 쉽게 물(H_2O)과 수소(H_2)로 분해되고, 500 K 이상에서부터는

탄소 함유가스 (메탄(CH_4), 이산화탄소(CO_2), 일산화탄소(CO))를 발생한다. 탄소를 함유하는 가스는 수소나 산소 가스에 비하여 열전도도가 높은 가스로서, 산화를 위한 화학반응에서 열전달 효과를 상승시키는 영향을 끼친다.

[0040] 따라서 본 발명에 따른 산화갈륨 분말의 제조방법에 있어서, 공급되는 원료 물질을 혼합한 용액의 종류와 포집 위치를 달리함에 따라, 선택적으로 결정질과 비정질의 산화갈륨 나노입자 및 나노와이어를 합성할 수 있다.

[0041] 또한 본 발명은

[0042] 상기 방법을 통해 제조되는 산화갈륨 분말을 제공한다.

[0043] 본 발명에 따라 제조되는 상기 산화갈륨 분말은 나노입자 또는 나노와이어 형태인 것을 특징으로 한다.

[0044] 또한 포집하는 위치에 따라, 상기 산화갈륨 분말은 결정질(β -산화갈륨) 또는 비정질 형태일 수 있다.

[0045] 이하, 본 발명을 하기의 실시예에 의해 더욱 상세히 설명한다. 단, 하기의 실시예는 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기 실시예에 의해 제한되는 것은 아니다.

[0046] <실시예 1> 열플라즈마를 이용한 산화갈륨 분말의 제조 1

[0047] 단계 1 : 산화갈륨 분말을 제조하기 위해, 플라즈마 장치는 도 1에 나타난 그림과 같이, 크게 전원, 플라즈마 발생장치인 토치, 반응튜브, 반응챔버와 원료 주입을 위한 실린지 펌프를 이용하였으며 실험조건은 표 1에 나타내었다.

[0048] 플라즈마 제트의 발생조건은 13 L/min의 아르곤과 2L/min의 질소가스를 이용하여 플라즈마 제트를 발생시켰고, 이때 주입된 전력은 10.8 kW (300A, 36V)로 고정시켰다.

[0049] 단계 2: 8 ml의 물(H_2O)에 원료물질인 2g의 갈륨 질산염 수화물을 희석하였으며, 액상으로 3L/min의 질소가스와 함께, 실린지 펌프를 이용하여 0.4 ml/min의 주입속도로 일정하게 주입되었다.

[0050] 상기 액상 원료는 플라즈마 토치 내 양극을 관통하는 2 mm의 노즐로 주입되어 플라즈마 제트의 고온부로 침투되어 기화되었다.

[0051] 단계 3 : 상기 단계 2에서 기화된 증기를 급냉시켜 산화갈륨 분말을 합성하였으며, 반응튜브의 내부표면에서 포집하였다. 상기 반응튜브의 내부 직경과 길이가 각각 45mm, 160mm이다.

표 1

[0052]	플라즈마 발생 가스 [l/min]	아르곤 (13) + 질소 (2)
	반응 가스 [l/min]	암모니아(NH_3):3
	이송 기체 [l/min]	질소(N_2): 3
	플라즈마 제트의 출력[kW]	10.8 kW
	액상원료 주입 속도 [mL/min]	0.4

[0053] <실시예 2> 열플라즈마를 이용한 산화갈륨 분말의 제조 2

[0054] 상기 실시예 1에 있어서, 단계 3에서 산화갈륨 분말을 반응챔버에서 포집한 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일하게 수행하여 산화갈륨 분말을 제조하였다. 상기 반응챔버의 내부 직경과 길이는 각각 300mm, 300mm이다.

- [0055] <실시예 3> 열플라즈마를 이용한 산화갈륨 분말의 제조 3
- [0056] 상기 실시예 1에 있어서, 단계 2에서 8 ml의 메틸알코올(CH_3OH)에 원료물질인 2g의 갈륨 질산염 수화물을 희석하여 주입한 것을 제외하고는, 실시예 1과 동일하게 수행하여 산화갈륨 분말을 제조하였다.
- [0057] <실시예 4> 열플라즈마를 이용한 산화갈륨 분말의 제조 4
- [0058] 상기 실시예 3에 있어서, 산화갈륨 분말을 반응챔버에서 포집한 것을 제외하고는, 실시예 3과 동일하게 수행하여 산화갈륨 분말을 제조하였다.
- [0059] <실험예 1> 산화갈륨 분말의 X-선 회절 분석
- [0060] 상기 실시예 1 내지 4에서 제조된 산화갈륨 분말의 결정분석을 위해 X-선 회절 분석(X-ray diffraction, XRD)을 하였으며, 그 결과를 도 2에 나타내었다.
- [0061] 도 2는 두 가지 용액 (물, 메틸알코올)에 의하여 합성된 생성물의 XRD 피크를 각 포집위치(반응튜브, 반응챔버)에 대하여 나타낸 것으로서, 도 2(a)는 반응튜브에서 포집된 실시예 1 및 3에서 제조된 산화갈륨 분말, 도 2(b)는 반응챔버에서 포집된 실시예 2 및 4에서 제조된 산화갈륨 분말의 XRD 패턴을 나타낸 것이다.
- [0062] 상기 도 2(a)에 나타낸 바와 같이 반응튜브에서 포집한 분말의 경우, 물과 메틸알코올 두 가지 용액에서 모두 β 결정상의 산화갈륨이 합성되었다.
- [0063] 반면, 도 2(b)에 나타낸 바와 같이, 반응챔버에서 포집한 분말인 경우, 두 용액(물, 메틸알코올)에서 모두 특정한 결정 피크를 갖지 않는 비결정질의 물질이 합성된것을 확인할 수 있다.
- [0064] <실험예 2> 산화갈륨 분말의 투과전자현미경 및 에너지 분산 분광 분석
- [0065] 메틸알코올에 희석된 갈륨 질산염 수화물로부터 합성된 산화갈륨의 성분을 확인하기 위하여, 실시예 3 및 4에서 제조된 산화갈륨을 투과전자현미경 및 에너지분산 분광분석(Transmission Electron Microscopy - Energy Dispersive Spectroscopy, TEM-EDS)을 하였으며, 그 결과를 도 3에 나타내었다.
- [0066] 도 3(a)는 반응튜브에서 포집된 실시예 3의 산화갈륨을 나타낸 것이고, 도 3(b)는 반응챔버에서 포집된 실시예 4의 산화갈륨의 TEM-EDS 결과이다.
- [0067] 상기 도 3에서 알 수 있듯이, 반응 튜브와 반응챔버에서 포집된 분말 모두 갈륨과 산소와의 원소는 가지고 있지 않은 것을 확인할 수 있다. 따라서 실험예 1의 XRD 결과와 함께, 반응튜브에서는 결정질의 산화갈륨이 합성되었고, 반응챔버에서는 비정질의 산화갈륨이 합성되었음을 확인하였다.
- [0068] <실험예 3> 산화갈륨 분말의 결정크기 분석
- [0069] 물과 메틸알코올 두 가지 용액으로 합성한 산화갈륨분말의 결정크기를 알아보고자, 반응튜브에서 포집된 실시예 1 및 3에서 제조된 산화갈륨을 도 2에 나타낸 XRD피크를 통해 계산하였으며, 그 결과를 표 2에 나타내었다.

표 2

산화갈륨분말	용액	결정 크기(nm)
실시예 1	물	13.29
실시예 3	메틸알코올	31.10

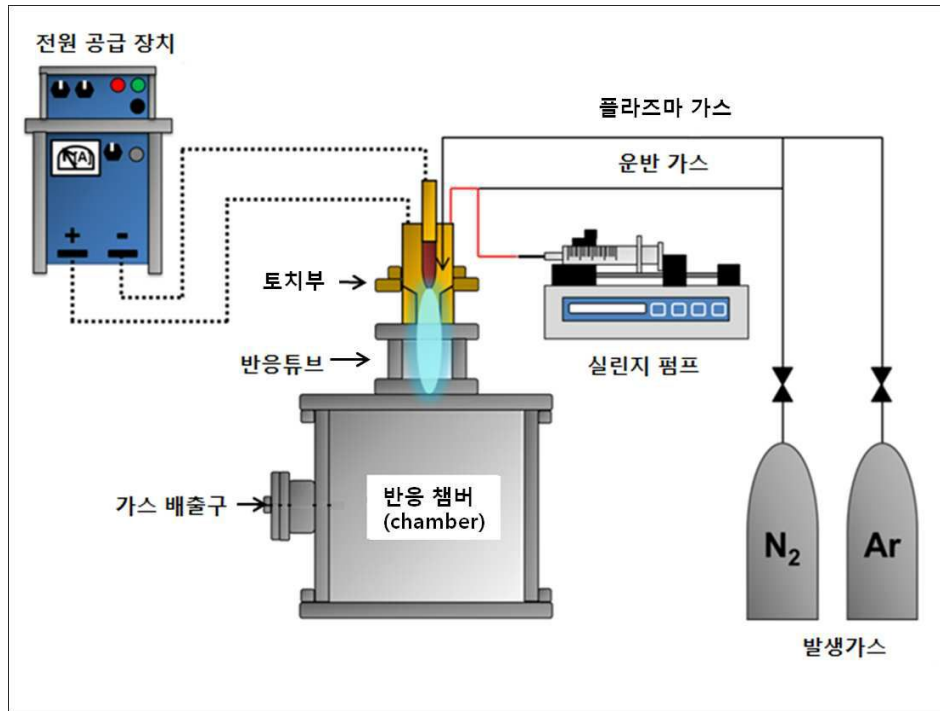
- [0071] 상기 표 2에 나타낸 바와 같이, 메틸알코올 회석되어 합성된 산화갈륨 분말의 결정의 크기가 물에 회석되어 합성된 산화갈륨 분말에 대하여 약 2.3배 큰 것을 확인하였다.
- [0072] 이는 10,000℃ 이상인 고온의 플라즈마 제트에서 주입된 원료가 기화 및 분해할 때, 물과 메틸알코올에서 각각 다른 가스 및 이온들이 발생하고 이들이 산화갈륨의 합성에 미치는 영향을 생각해 볼 수 있다.
- [0073] 물의 경우, 1800 K 이상에서부터 산소가스(O_2), 수소가스(H_2), 수산화 이온(OH)가 발생하고, 2500 K 이상에서부터는 산소(O)와 수소(H) 라디칼이 발생한다.
- [0074] 이에 반해, 메틸알코올의 경우, 500 K 미만에서부터 쉽게 물(H_2O)과 수소(H_2)로 분해되고, 500 K 이상에서부터는 탄소 함유가스 (메탄(CH_4), 이산화탄소(CO_2), 일산화탄소(CO))를 발생한다. 탄소를 함유하는 가스는 수소나 산소가스에 비하여 열전도도가 높은 가스로서, 산화를 위한 화학반응에서 열전달 효과를 상승시키는 영향을 끼치기 때문이다.
- [0075] <실험예 4> 산화갈륨 분말의 투과전자현미경분석
- [0076] 상기 실시예 1 내지 4에서 얻어진 산화갈륨의 투과전자현미경을 통해 관찰한 사진을 도 4에 나타내었다.
- [0077] 도 4의 (a)는 실시예 1의 산화갈륨, (b)는 실시예 2의 산화갈륨, (c)는 실시예 3의 산화갈륨, (d)는 실시예 4의 산화갈륨의 투과전자현미경을 통해 관찰한 사진이다.
- [0078] 본 발명에 따른 열플라즈마를 이용한 산화갈륨 분말의 제조방법에 있어서, 주입된 갈륨 질산염 수화물은 토치 내부의 고온영역에서 기화 및 분해되어 산화갈륨으로 합성되고, 이 합성된 산화갈륨 증기는 반응튜브의 내부 차가운 표면에 응축하여 나노분말이 되거나, 반응튜브를 통과하여 반응챔버로 진입한 산화갈륨 증기는 반응챔버의 차가운 뚜껑에 응축하여 나노분말이 된다.
- [0079] 이때, 반응튜브에서 합성된 산화갈륨보다 반응챔버에서 합성된 산화갈륨이 더 긴 체류시간을 가졌고, 그에 따라서 더 긴 성장시간을 거쳤음을 알 수 있다. 그러므로, 용액의 종류와 관계없이 반응튜브에서 포집한 분말에 비하여 반응챔버에서 포집한 분말의 크기가 더 큰 것은 동일하다. 하지만 그 분말의 모양이 다르게 나타났다.
- [0080] 상기 도 4에 나타낸 바와 같이, 물에 회석한 (a) 및 (b)를 살펴보면, 반응튜브에서 포집한 (a)의 경우 약 10nm의 나노입자가 합성되었고, 반응챔버에서 포집한 (b)의 경우, 약 50nm의 더욱 큰 나노입자가 합성되었다.
- [0081] 한편, 메틸알코올에 회석한 (c)와 (d)를 살펴보면, 반응튜브에서 포집한 (c)의 경우 약 30nm의 나노입자가 합성되었으나, 반응챔버에서 포집한 (d)의 경우 약 직경 30nm의 나노 와이어가 합성된 것을 알 수 있다.
- [0082] 상기 도 4의 (a) 및 (c)에 나타낸 바와 같이, 반응튜브에서 포집한 분말의 경우, 용액의 종류에 관계없이 나노입자가 합성된 것을 알 수 있다.
- [0083] 이때, 메틸알코올을 포함한 용액을 사용한 도 4(c)의 경우, 분해되어 높은 열전도성의 카본 함유 가스를 생성하는 특징이 있어, 합성된 분말은 물을 포함한 용액을 사용한 도 4(a)보다 더욱 큰 크기를 가진 것을 확인할 수 있다.
- [0084] 한편, 상기 도 4의 (b) 및 (d)에 나타낸 바와 같이, 반응챔버에서 포집한 분말은 용액의 종류에 따라 다른 모양을 가졌다. 물에 회석한 원료인 (b)의 경우, 반응튜브를 거쳐 더욱 긴 성장시간을 견디며 대체로 구형의 모양을 유지하며 크기가 증가하였다. 하지만, 메틸알코올에 회석한 원료인 (d)의 경우, 반응튜브를 거쳐 성장할 때에 구형의 나노입자가 아닌 나노와이어의 형태로 성장하였다.
- [0085] 결과적으로는 원료를 물에 회석한 경우 반응튜브와 반응챔버에서 모두 나노입자가 합성되었으나, 원료를 메틸알코올에 회석한 경우 반응튜브에서는 나노입자가 합성되었고 반응챔버에서는 나노와이어가 합성되었다.

[0086]

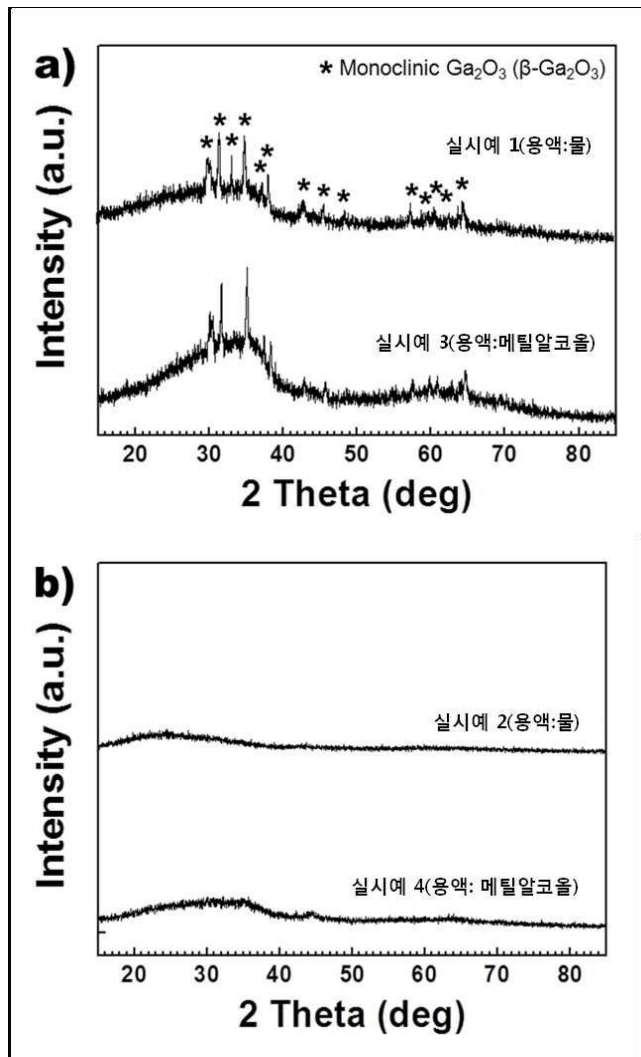
이로써, 회석 용액을 탈리함에 따라 선택적으로 결정질과 비정질 나노입자와 나노와이어를 합성할 수 있음을 확인하였다.

도면

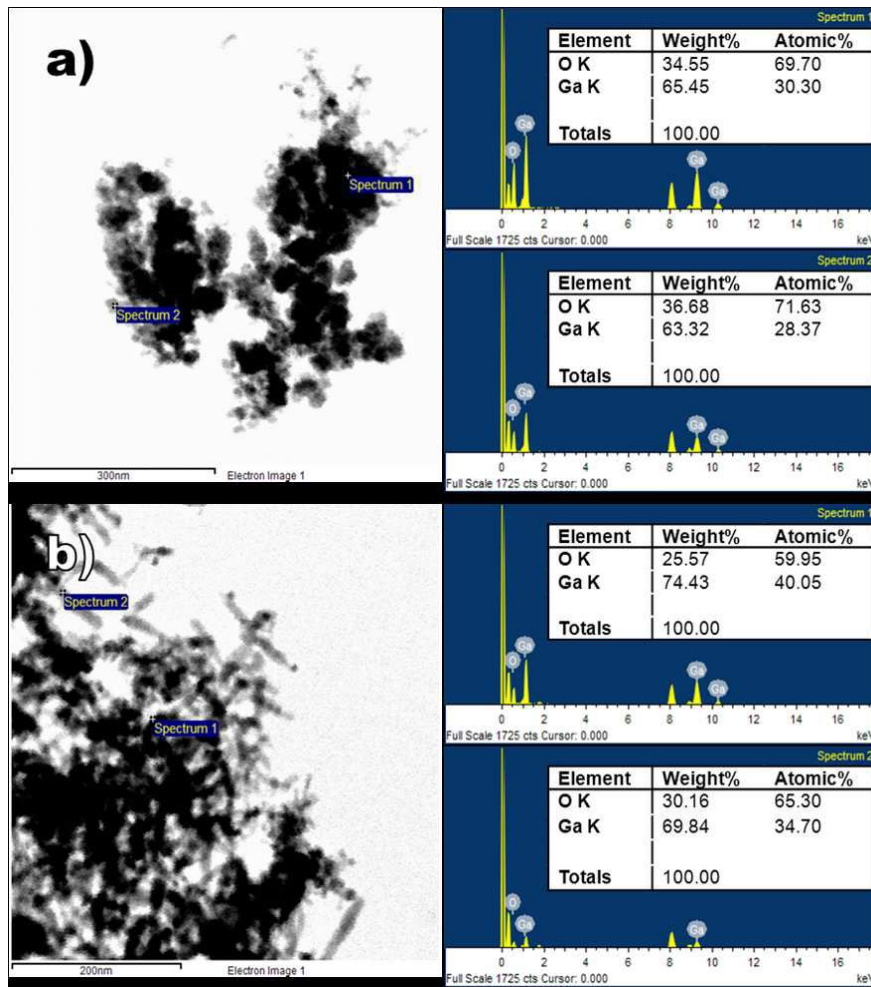
도면1



도면2



도면3



도면4

