(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2009-0017022
(43) 공개일자 2009년02월18일

(51) Int. Cl.
*B22F 9/06* (2006.01) *B22F 9/00* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2007-0081432
(22) 출원일자 2007년08월13일
심사청구일자 2007년08월13일

(71) 출원인
**울산대학교 산학협력단**
울산 남구 무거2동 산29
(72) 발명자
**김진천**
경남 창원시 성주동 유니온 빌리지 116동 203호
**김지순**
울산 남구 무거2동 선경아파트 402호
*(뒷면에 계속)*
(74) 대리인
**장한특허법인**

전체 청구항 수 : 총 4 항

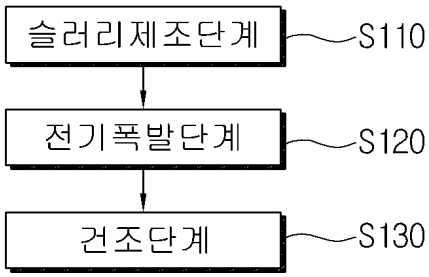
# (54) 비정질-금속 복합분말 제조방법

## (57) 요 약

본 발명에 따르면, 비정질 분말과 유체를 혼합하여 슬러리를 제조하는 슬러리제조단계; 슬러리 내에서 금속선을 전기적으로 폭발시키는 전기폭발단계; 및 슬러리에 함유된 유체를 건조시키는 건조단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 비정질-금속 복합분말 제조방법이 제공된다.

이와 같은 비정질-금속 복합분말 제조방법에 의하면, 유체 내에서 전기선 폭발법을 이용하여 금속 분말을 제조함으로써 기상법 등 기존 금속 분말의 제조공정 시 금속 분말이 산화되는 것을 근본적으로 억제할 수 있고, 금속 분말이 응집되는 것을 방지하여, 나노미터(㎚) 수준의 금속 분말을 제조할 수 있으며, 비정질 분말과 금속 분말이 보다 균일하게 복합화되도록 할 수 있고, 단상의 금속 분말 뿐만 아니라, 2성분계 이상의 합금 분말을 매우 경제적으로 제조할 수 있는 장점을 갖는다.

*대 표 도* - 도1



(72) 발명자

**권영순**

울산 울주군 범서읍 천상리 동아아파트 103동 905호

**류호진**

울산 중구 복산2동 남운럭키아파트 103동 403호

**김철희**

울산 북구 염포동 성원상떼빌 114동 104호

**금종원**

울산 남구 신정3동 314-23번지

**강은희**

울산 중구 남외동 434-6번지

**박은주**

울산 북구 화봉동 447-2번지

**강태훈**

울산 중구 태화동 157번지 양지동산맨션 112호

**구왕희**

울산 남구 무거2동 819-32번지 태화빌리지 B동 206호

## 특허청구의 범위

### 청구항 1

비정질 분말과 유체를 혼합하여 슬러리를 제조하는 슬러리제조단계;

상기 슬러리 내에서 금속선을 전기적으로 폭발시키는 전기폭발단계; 및

상기 슬러리에 함유된 유체를 건조시키는 건조단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 비정질-금속 복합분말 제조방법.

### 청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 슬러리제조단계는 PVP(polyvinylpyrrolidone), PEI(polyethylenimine), PDADMAC(polydiallydimethylammonium chloride), TWIN 80, 폴리에틸렌글리콜 축합형, 지방산 모노글리세린에스테르, 지방산 폴리글리콜에스테르 및 지방산 알칸올아미드로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나 이상의 고분자 분산제; 또는 아크릴, 스테아린산(stearic acid) 및 왁스(wax)로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나 이상의 저융점 유기화합물인 결합제를 첨가하여 슬러리를 제조하는 것을 특징으로 하는 비정질-금속 복합분말 제조방법.

### 청구항 3

제 1항에 있어서,

상기 금속선은 코발트(Co), 철(Fe), 구리(Cu), 아연(Zn), 리튬(Li), 알루미늄(Al), 티타늄(Ti), 바나듐(V), 크롬(Cr), 지르코늄(Zr), 네오비움(Nd), 몰리브덴(Mo), 백금(Pt), 은(Ag), 주석(Sn), 탄탈륨(Ta), 텅스텐(W), 금(Au), 납(Pb) 및 마그네슘(Mg)으로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나 이상의 금속으로 이루어진 것을 특징으로 하는 비정질-금속 복합분말 제조방법.

### 청구항 4

제 1항에 있어서,

상기 유체는 물, 과산화수소수, 에탄올, 에탄올글리콜, 글리세린, 젤라틴, 엔진오일, 증류수, 벤젠, 톨루엔, 식염수, 식용류, 석유 및 휘발류로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나 이상의 유체를 이용하는 것을 특징으로 하는 비정질-금속 복합분말 제조방법.

## 명 세 서

## 발명의 상세한 설명

### 기 술 분 야

<1> 본 발명은 비정질-금속 복합분말 제조방법에 관한 것으로서, 보다 상세하게는 금속 분말의 산화를 근본적으로 억제할 수 있고, 금속 분말이 응집되는 것을 방지하여, 나노미터(㎚) 수준의 금속 분말을 제조할 수 있도록 한 비정질-금속 복합분말 제조방법에 관한 것이다.

### 배 경 기 술

<2> 비정질 소재는 일반적으로 금속소재에 비하여 불규칙한 결정구조를 가지거나 단범위의 결정구조를 갖고 있어, 높은 강도와 내마모성, 내식성을 갖게 되어, 자동차, 전자 및 스포츠 용품의 소재로 응용이 더욱 확대되고 있는 금속소재이다. 이에 따라 다양한 금속 소재에서 비정질 소재를 개발하려는 연구들이 진행되고 있는데, 지금까지, 알루미늄(Al), 니켈(Ni), 지르코늄(Zr), 철(Fe) 등을 주성분하는 비정질 소재가 개발되고 있다.

<3> 비정질 소재는 우수한 특성을 가짐에도 불구하고, 산업적 응용이 미비한데 그 이유는 일반적인 결정질 금속재료와 달리 비정질 소재는 소성변형이 일어나지 않아 연성이 거의 없어, 가공성이 매우 나쁘기 때문이다. 또한, 비정질 분말을 제조하여 정밀부품을 제조할 경우에서 낮은 성형성을 갖게 되고, 성형 후 소결온도가 높아 결정화가 진행되어 비정질 부품으로 제조가 매우 곤란한 단점이 있다.

<4> 이러한 단점을 개선하기 위해서 비정질 분말에 결정질 재료를 복합하려는 연구들이 진행되고 있다. 즉, 비정질 분말 내부나 외부에 결정질 소재를 분산 혹은 복합하려는 연구들이 많이 진행되고 있다. 특히, 비정질 분말 외부에 금속 분말을 분산시킬 경우에는 금속 분말의 소결온도와 연성이 낮아져, 볼밀링 혹은 기계적 합금화 공정 등으로 비정질-금속 복합분말을 제조하고 있다.

<5> 그러나 비정질 분말의 변형에 의한 재결정, 나노미터(㎚) 크기의 금속 분말의 응집에 의한 균일한 혼합의 제한, 다성분 복합상의 나노분말의 복합화 불가능 등 여러 가지 점에서 제한적인 문제가 있다.

<6> 특히, 2가지 이상의 다성분 합금의 나노금속 분말이 혼합된 비정질 복합분말의 제조는 종래의 기술에 따른 전기도금법, 분무건조법 등으로는 원하는 조성의 제어가 불가능하며, 3가지 이상의 다성분인 경우에는 나노미터(㎚) 수준의 금속 분말의 제조가 불가능한 문제가 있다.

## *발명의 내용*

### *해결 하고자하는 과제*

<7> 본 발명은 상기의 문제점을 해결하기 위하여 창출된 것으로서, 금속 분말의 산화를 근본적으로 억제할 수 있고, 금속 분말이 응집되는 것을 방지하여, 나노미터(㎚) 수준의 금속 분말을 제조할 수 있도록 한 비정질-금속 복합분말 제조방법을 제공하는데 그 목적이 있다.

### *과제 해결수단*

<8> 상기의 목적을 달성하기 위하여,

<9> 본 발명은 비정질 분말과 유체를 혼합하여 슬러리를 제조하는 슬러리제조단계; 상기 슬러리 내에서 금속선을 전기적으로 폭발시키는 전기폭발단계; 및 상기 슬러리에 함유된 유체를 건조시키는 건조단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 비정질-금속 복합분말 제조방법을 제공한다.

<10> 여기서, 상기 슬러리제조단계는 물, 과산화수소수, 에탄올, 에탄올글리콜, 글리세린, 젤라틴, 엔진오일, 증류수, 벤젠, 톨루엔, 식염수, 식용류, 석유 및 휘발류로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나 이상의 유체로 구성된 액체 내에 슬러리를 제조한다.

<11> 특히, PVP(polyvinylpyrrolidone), PEI(polyethylenimine), PDADMAC(polydiallydimethylammonium chloride), TWIN 80, 폴리에틸렌글리콜 축합형, 지방산 모노글리세린에스테르, 지방산 폴리글리콜에스테르, 지방산 알칸올아미드 등 시판되는 고분자로 이루어진 군에서 선택된 하나 이상의 고분자 분산제; 또는 아크릴, 스테아린산(stearic acid), 왁스(wax) 등 저융점 유기화합물로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나 이상의 결합제를 첨가하여 슬러리를 제조하는 것이 바람직하다.

<12> 또한, 상기 금속선은 코발트(Co), 철(Fe), 구리(Cu), 아연(Zn), 리튬(Li), 알루미늄(Al), 티타늄(Ti), 바나듐(V), 크롬(Cr), 지르코늄(Zr), 네오비움(Nd), 몰리브덴(Mo), 백금(Pt), 은(Ag), 주석(Sn), 탄탈륨(Ta), 텅스텐(W), 금(Au), 납(Pb) 및 마그네슘(Mg)으로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나 이상의 금속으로 이루어진 것이 바람직하다.

### *효 과*

<13> 상술한 바와 같이, 본 발명의 비정질-금속 복합분말 제조방법에 따르면,

<14> 첫째, 유체 내에서 전기선 폭발법을 이용하여 금속 분말을 제조함으로써 기상법 등 기존 금속 분말의 제조공정시 문제가 되는 금속 분말의 산화를 근본적으로 억제할 수 있고, 금속 분말이 응집되는 것을 방지하여, 나노미터(㎚) 수준의 금속 분말을 제조할 수 있으며, 비정질 분말과 금속 분말이 보다 균일하게 복합화되도록 할 수 있다.

<15> 둘째, 단상의 금속 분말 뿐만 아니라, 2성분계 이상의 합금 분말을 매우 경제적으로 제조할 수 있다.

<16> 셋째, 비정질 분말에 금속 분말을 복합화함으로써, 비정질 분말이 인성, 성형성 등의 성질을 갖도록 할 수 있다.

## *발명의 실시를 위한 구체적인 내용*

<17> 이하 첨부된 도면을 참조하면서 본 발명에 따른 바람직한 실시예를 상세히 설명하기로 한다. 이에 앞서, 본 명세서 및 청구범위에 사용된 용어나 단어는 통상적이거나 사전적인 의미로 한정해서 해석되어서는 아니되며, 발명자는 그 자신의 발명을 가장 최선의 방법으로 설명하기 위해 용어의 개념을 적절하게 정의할 수 있다는 원칙에 입각하여, 본 발명의 기술적 사상에 부합하는 의미와 개념으로 해석되어야만 한다.

<18> 따라서, 본 명세서에 기재된 실시예와 도면에 도시된 구성은 본 발명의 가장 바람직한 일실시예에 불과할 뿐이고 본 발명의 기술적 사상을 모두 대변하는 것은 아니므로, 본 출원시점에 있어서 이들을 대체할 수 있는 다양한 균등물과 변형예들이 있을 수 있음을 이해하여야 한다.

<19> 이하 도 1을 참조하여 본 발명의 일실시예에 따른 비정질-금속 복합분말 제조방법을 설명하도록 한다.

<20> 도 1은 본 발명의 일실시예에 따른 비정질-금속 복합분말 제조방법을 나타낸 흐름도이다.

<21> 본 발명의 일실시예에 따른 비정질-금속 복합분말 제조방법은 슬러리제조단계(S110), 전기폭발단계(S120) 및 건조단계(S130)를 포함한다.

<22> 상기 슬러리제조단계(S110)는 비정질 분말을 유체와 혼합하여 슬러리를 제조하는 단계이다. 여기서 유체는 물, 과산화수소수, 에탄올, 에탄올글리콜, 글리세린, 젤라틴, 엔진오일, 증류수, 벤젠, 톨루엔, 식염수, 식용류, 석유, 휘발류 등으로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나 이상의 유체를 이용할 수 있다.

<23> 또한, 비정질 분말이 유체에서 잘 분산되도록 하기 위하여 분산제를 첨가할 수 있다. 여기서, 분산제로는 PVP(polyvinylpyrrolidone), PEI(polyethylenimine), PDADMAC(polydiallydimethylammonium chloride), TWIN 80, 폴리에틸렌글리콜 축합형, 지방산 모노글리세린에스테르, 지방산 폴리글리콜에스테르, 지방산 알칸올아미드 등 시판되는 고분자로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나 이상의 고분자 분산제를 이용할 수 있다.

<24> 아울러, 후술할 전기폭발단계(S120)에서 방출되는 금속 분말과 상기 비정질 분말의 결합력을 높이기 위하여 결합제를 첨가할 수 있으며, 여기서, 아크릴, 스테아린산(stearic acid), 왁스(wax) 등 저융점 유기화합물로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나 이상의 결합제를 이용할 수 있다.

<25> 본 발명의 일실시예에 따른 슬러리제조단계(S110)에서는 철, 니켈, 지르코늄 등을 포함한 비정질 분말을 이용할 수 있으며, 이러한 비정질 분말은 분쇄법, 용융스피닝법(melt spinning) 또는 가스 분사공정 등의 공정에 의하여 제조될 수 있다.

<26> 상기 전기폭발단계(S120)는 상기 슬러리내에서 금속선에 전력을 공급하여 전기폭발되도록 하는 단계이다. 금속선에 전력을 공급하면, 금속선은 저항 발열에 의하여 용융, 방전, 기화 고장을 통한 폭발이 일어나게 되고, 이에 따라 금속의 분말화가 진행된다.

<27> 본 발명의 일실시예에 따르면, 전기폭발단계(S120)는 0.5-20kV에서 의 전력을 마이크로초(㎲)-수십분 동안 공급하여 전기 폭발이 일어나도록 할 수 있다.

<28> 여기서, 사용되는 금속선은 코발트(Co), 철(Fe), 구리(Cu), 아연(Zn), 리튬(Li), 알루미늄(Al), 티타늄(Ti), 바나듐(V), 크롬(Cr), 지르코늄(Zr), 네오비움(Nd), 몰리브덴(Mo), 백금(Pt), 은(Ag), 주석(Sn), 탄탈륨(Ta), 텅스텐(W), 금(Au), 납(Pb) 및 마그네슘(Mg)으로 이루어진 군에서 선택된 어느 하나 이상의 금속으로 이루어진 것을 이용할 수 있다.

<29> 전기폭발단계(S120)에서는 슬러리제조단계(S110)에서 제조된 슬러리 내에 금속선이 위치되도록 하고, 금속선에 전력을 공급하면, 금속선으로부터 유체내로 금속 분말이 방출된다. 예를 들어, 코발트로 이루어진 금속선을 사용한 경우, 코발트 금속 분말이 유체 내로 방출되며, 코발트 및 철을 포함하는 합금선의 금속선을 사용한 경우, 코발트 금속 분말과 철 금속 분말이 슬러리 내로 방출되어, 비정질 분말과 결합하게 된다.

<30> 본 발명에 따르면, 상기와 같이 유체 내에서 전기폭발이 일어나도록 함으로써, 금속 분말이 성장하거나 산화되는 것을 방지할 수 있어, 금속선으로부터 나노미터(㎚) 크기의 금속 분말이 방출되도록 할 수 있는 것이다.

<31> 상기 건조단계(S130)는 슬러리제조단계(S110)에서 사용된 유체를 건조시키는 단계이다. 이러한 건조단계(S130)에서는 상기 유체가 모두 기화하도록 유체의 증발온도 이상에서 가열하여 건조시키는 것이 가능하지만, 이에 한정된 것은 아니고 사용된 유체를 건조시키는 어떠한 방법도 가능하다.

<32> **실시예 1. 비정질-금속 복합분말 제조**

<33> 철(Fe)계 주괴(ingot)을 용해하여 가스분사를 통해 비정질 분말을 제조하였다. 제조된 분말은 성분 분석 결과

철(Fe) 68.2 at.%, 탄소(C) 5.9 at.%, 규소 3.5 at.%, 붕소(B) 6.7 at.%, 인(P) 9.6 at.%, 크롬(Cr) 2.1 at.%, 몰리브덴(Mo) 2.0 at.% 및 알루미늄(Al) 2.0 at.%로 나타났다. 본 발명의 실시예 1에서 사용된 비정질 분말은 도 2 및 도 3에 나타내었다.

<34> 도 2는 본 발명의 일실시예에 따른 비정질-금속 복합분말 제조방법에서 사용된 비정질 분말을 나타낸 사진, 도 3은 본 발명의 일실시예에 따른 비정질-금속 복합분말 제조방법에서 사용된 비정질 분말의 X-선 회절 분석 결과를 나타낸 그래프이다.

<35> 도 2 및 도 3을 참조하면, 본 발명의 실시예 1에서 사용된 비정질 분말의 크기는 100㎛ 이하이며, 결정질 피크가 없는 비정질 분말인 것을 알 수 있다.

<36> 상기와 같이 준비된 비정질 분말을 유체와 혼합하였는데, 본 발명의 실시예 1에서는 유체로 에탄올 용액을 사용하였다. 여기서, 비정질 분말은 100g, 에탄올 용액은 8리터 첨가하고, 교반기를 이용하여 15,000rpm의 속도로 교반하여, 비정질 분말과 에탄올 용액이 혼합되도록 하였다.

<37> 상기와 같이 제조된 슬러리는 전기폭발장치에서 전기폭발단계가 일어나도록 하였는데, 본 발명의 실시예 1에서 사용된 전기폭발장치는 도 4에 나타내었다. 도 4는 본 발명의 일실시예에 따른 비정질-금속 복합분말 제조방법에서 사용된 장치를 나타낸 사진이다.

<38> 도 4와 같은 전기폭발장치에서 슬러리를 지속적으로 교반하면서 슬러리 내에서 금속선을 폭발하였으며, 상기와 같은 전기폭발단계는 도 5에 나타내었다. 도 5는 본 발명의 일실시예에 따른 비정질-금속 복합분말 제조방법에서 전기폭발단계를 나타낸 개념도이다.

<39> 도 5에는 비정질 분말(110)과 에탄올 용액(130)이 섞여 있는 슬러리 내에 구리선(120)을 침지시킨 다음, 구리선(120)에 전력을 공급하여 전기폭발시키는 상태를 나타내었다. 상기와 같이 구리선(120)에 전력을 공급하면, 구리선(120)은 저항발열에 의해, 용융, 방전, 기화고장을 통한 폭발을 통해 금속의 분말화가 일어나게 되고, 금속분말(121)이 교반되는 에탄올 용액 내에서 비정질 분말과 균일하게 혼합되거나 비정질 분말 위에 코팅되도록 한다.

<40> 본 발명의 실시예 1에서는 금속선으로 구리선을 이용하여 실험하였는데, 본 발명의 실시예 1에서 사용된 구리선은 도 6에 나타내었다. 도 6은 본 발명의 일실시예에 따른 비정질-금속 복합분말 제조방법에서 사용된 구리선을 나타낸 사진이다. 본 발명의 실시예 1에서는 0.8㎜ 직경을 갖는 구리선을 사용하였다.

<41> 상기와 같은 구리선을 사용하여, 3kV의 전력으로 10분 동안 전기폭발단계를 수행하였으며, 상기와 같은 전기폭발단계를 150회 수행하였다.

<42> 이렇게 전기폭발단계를 거친 슬러리에는 구리 분말의 함량이 5중량%이 되었으며, 상기와 같은 전기폭발단계를 거친 유체는 도 7에 나타내었다. 도 7은 본 발명의 일실시예에 따른 비정질-금속 복합분말 제조방법에서 전기폭발단계를 거친 슬러리를 나타낸 사진이다.

<43> 본 발명의 실시예 1에서는 전기폭발단계를 거친 슬러리를 100℃에서 120분 동안 건조시켜, 에탄올 용액이 기화되도록 하였다. 에탄올 용액이 기화되고 남은 비정질-금속 복합분말을 회수한 다음, X-선 회절 분석을 수행하였으며, 그 결과는 도 8에 나타내었다. 도 8은 본 발명의 일실시예에 따른 비정질-금속 복합분말 제조방법에서 제조된 비정질-금속 복합분말의 X-선 회절 분석 결과를 나타낸 그래프이다.

<44> 도 8의 그래프를 참조하면, 순수 구리 피크(peak)만 나타나는 것을 확인할 수 있다. 이로써, 비정질-금속 복합분말을 제조하는 과정에서 비정질 분말의 결정화가 일어나지 않은 것을 알 수 있다. 또한, 본 발명에서는 유체 내에서 금속 분말이 형성되기 때문에, 금속 분말의 산화가 발생하지 않게 된다.

<45> 본 발명의 실시예 1에 따라 제조된 비정질-금속 복합분말의 주사현미경 사진은 도 9에 나타내었다. 도 9를 참조하면, 금속 분말이 비정질 분말의 표면과 비정질 분말 사이에 붙어 있는 것을 확인할 수 있다.

<46> 이상과 같이, 본 발명은 비록 한정된 실시예와 도면에 의해 설명되었으나, 본 발명은 이것에 의해 한정되지 않으며 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 본 발명의 기술 사상과 아래에 기재될 청구범위의 균등 범위 내에서 다양한 수정 및 변형이 가능함은 물론이다.

## *도면의 간단한 설명*

<47> 도 1은 본 발명의 일실시예에 따른 비정질-금속 복합분말 제조방법을 나타낸 흐름도,

<48> 도 2는 본 발명의 일실시예에 따른 비정질-금속 복합분말 제조방법에서 사용된 비정질 분말을 나타낸 사진,

<49> 도 3은 본 발명의 일실시예에 따른 비정질-금속 복합분말 제조방법에서 사용된 비정질 분말의 X-선 회절 분석 결과를 나타낸 그래프,

<50> 도 4는 본 발명의 일실시예에 따른 비정질-금속 복합분말 제조방법에서 사용된 장치를 나타낸 사진,

<51> 도 5는 본 발명의 일실시예에 따른 비정질-금속 복합분말 제조방법에서 전기폭발단계의 슬러리를 나타낸 상태도,

<52> 도 6은 본 발명의 일실시예에 따른 비정질-금속 복합분말 제조방법에서 사용된 구리선을 나타낸 사진,

<53> 도 7은 본 발명의 일실시예에 따른 비정질-금속 복합분말 제조방법에서 전기폭발단계를 거친 슬러리를 나타낸 사진,

<54> 도 8은 본 발명의 일실시예에 따른 비정질-금속 복합분말 제조방법에서 제조된 비정질-금속 복합분말의 X-선 회절 분석 결과를 나타낸 그래프,

<55> 도 9는 본 발명의 일실시예에 따른 비정질-금속 복합분말 제조방법에 따라 제조된 비정질-금속 복합분말을 나타낸 주사전자현미경 사진이다.

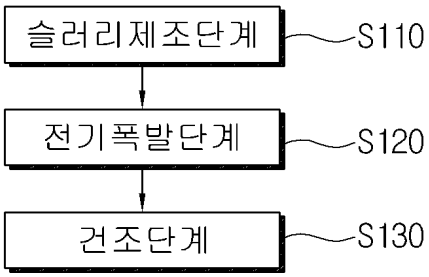
<56> <도면의 주요 부분에 대한 부호의 설명>

<57> 110 : 비정질 분말 120 : 구리선

<58> 130 : 에탄올 용액

## 도면

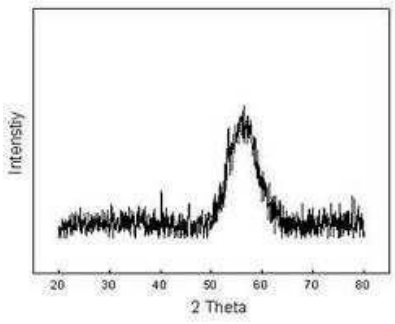
### 도면1



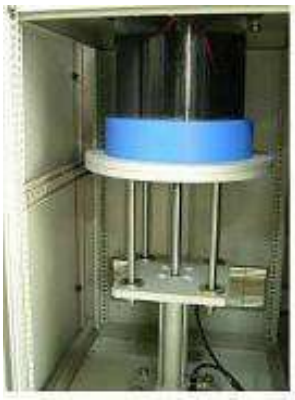

### 도면2



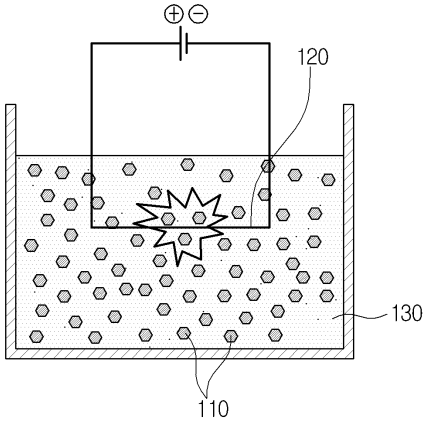
도면3



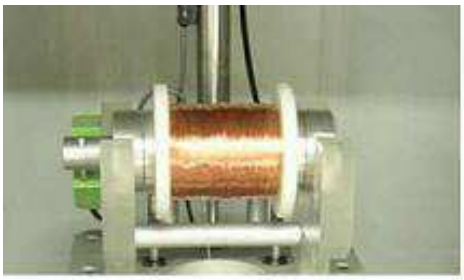

도면4



도면5



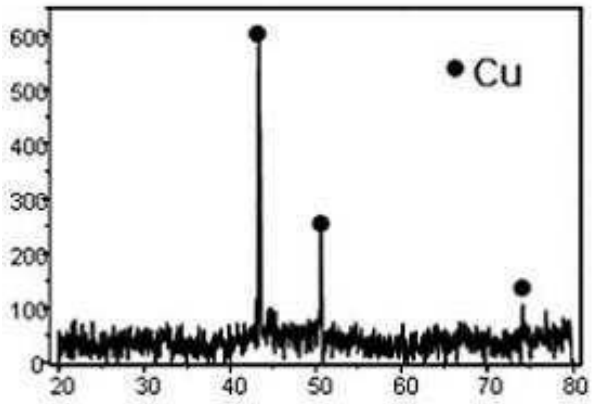
도면6



도면7



도면8



도면9

