



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2017년07월19일
(11) 등록번호 10-1753665
(24) 등록일자 2017년06월28일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01G 23/047 (2006.01) B01J 19/08 (2015.01)
B82B 3/00 (2017.01)
(52) CPC특허분류
C01G 23/047 (2013.01)
B01J 19/088 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2016-0045221
(22) 출원일자 2016년04월13일
심사청구일자 2016년04월13일
(56) 선행기술조사문헌
KR1020100021870 A*
KR1020130038576 A*
KR1020110094748 A
KR1020120089073 A
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
인하대학교 산학협력단
인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)
(72) 발명자
박동화
서울특별시 서초구 잠원로 88 (잠원동, 신반포한신아파트) 303동204호
안화승
서울특별시 성북구 선잠로2길 128 (성북동) 128 (뒷면에 계속)
(74) 대리인
이원희

전체 청구항 수 : 총 11 항

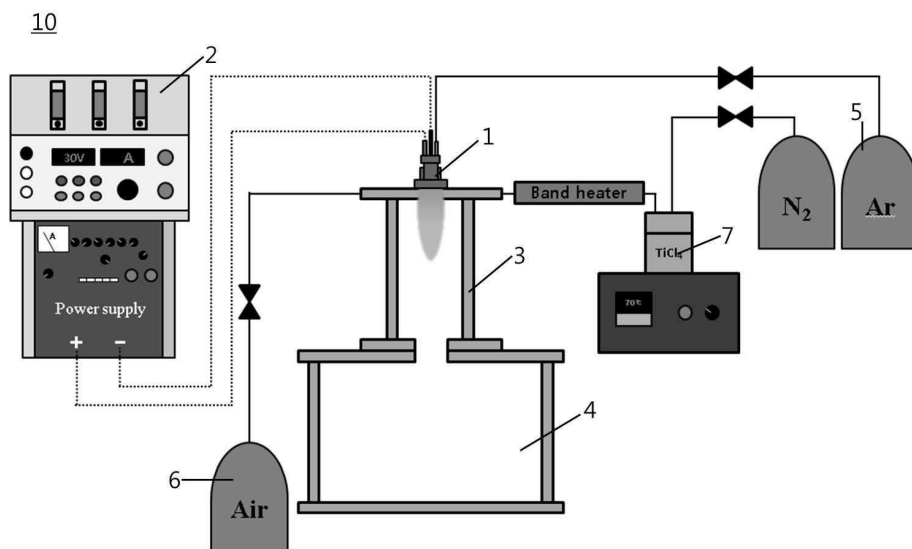
심사관 : 강민구

(54) 발명의 명칭 열플라즈마 제트를 이용한 아나타제 상과 루타일 상 이산화티탄 나노 분말의 선택적 제조방법 및 이에 따라 제조되는 이산화티탄 나노 분말

(57) 요약

본 발명은 열플라즈마를 이용한 아나타제 상과 루타일 상 이산화티탄 나노분말의 선택적 제조방법 및 이에 따라 제조되는 이산화티탄 나노 분말에 관한 것이다. 본 발명의 열플라즈마 제트를 이용한 나노 분말 제조방법은 고온, 고활성 등의 특징을 갖는 열플라즈마를 사용함으로써 후처리 과정을 고려할 필요가 없을 뿐 아니라 2차 오 (뒷면에 계속)

대표도 - 도1



염 물질의 생성 우려가 없으며, 제조 조건을 조절하여 아나타제 상 또는 루타일 상의 이산화티탄을 선택적으로 제조할 수 있다는 장점이 있다.

또한, 본 발명에 따른 제조방법으로 제조된 이산화티탄 나노 분말은 제조 조건을 조절하여 아나타제 상 또는 루타일 상으로 제조될 수 있으며, 특히 루타일 상의 이산화티탄의 경우 종래의 아나타제 상이 고온에서 상변화되어 제조된 루타일 상의 이산화티탄 나노 분말보다 작고 균일한 크기의 나노 분말로 제조되어, 루타일 상의 이산화티탄이 사용되는 안료 및 화장품 분야에 매우 유용하게 사용될 수 있다는 장점이 있다.

(52) CPC특허분류

B82B 3/0038 (2013.01)

C01P 2004/64 (2013.01)

(72) 발명자

김태희

서울특별시 구로구 경인로 178-2 (오류동, 칸타빌레) 칸타빌레2차오피스텔 1605호

정형근

인천광역시 남구 인주대로224번길 18 (용현동, 인하오피스텔) 301호

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 54053-01

부처명 산업통상자원부

연구관리전문기관 한국산업기술진흥원

연구사업명 지역혁신센터사업(RIC)

연구과제명 열플라즈마환경기술연구센터 2016년도 성과활용사업

기 여 율 1/1

주관기관 인하대학교 산학협력단

연구기간 2016.03.01 ~ 2017.02.28

명세서

청구범위

청구항 1

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

상기 열플라즈마 제트에 티타늄 원료물질 및 반응가스를 주입 후 반응시켜 기화된 이산화티탄을 제조하는 단계(단계 2); 및

상기 기화된 이산화티탄을 냉각시켜 이산화티탄 나노 분말을 제조하는 단계(단계 3);를 포함하되, 상기 티타늄 원료물질과 반응가스의 반응이 일어나는 반응관은 내벽에 단열재를 포함하는 것을 특징으로 하는 루타일 상 이산화티탄 나노 분말의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 단계 1의 플라즈마 발생가스는 아르곤, 질소 및 아르곤과 질소의 혼합가스로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상인 것을 특징으로 하는 루타일 상 이산화티탄 나노 분말의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 단계 1의 열플라즈마 제트는 9 kW 내지 15 kW의 공급전력에서 발생하는 것을 특징으로 하는 루타일 상 이산화티탄 나노 분말의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 단계 2의 티타늄 원료물질은 사염화티타늄($TiCl_4$)인 것을 특징으로 하는 루타일 상 이산화티탄 나노 분말의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 단계 2의 티타늄 원료물질은 기화 후 이송 gas와 함께 주입되는 것을 특징으로 루타일 상 이산화티탄 나노 분말의 제조방법.

청구항 6

제5항에 있어서, 상기 이송 gas는 질소가스인 것을 특징으로 하는 루타일 상 이산화티탄 나노 분말의 제조방법.

청구항 7

제1항에 있어서, 상기 단계 2의 상기 반응가스는 산소를 포함하는 가스인 것을 특징으로 하는 루타일 상 이산화티탄 나노 분말의 제조방법.

청구항 8

제7항에 있어서, 상기 산소를 포함하는 가스는 에어 가스인 것을 특징으로 하는 루타일 상 이산화티탄 나노 분말의 제조방법.

청구항 9

제1항에 있어서, 상기 단계 2의 반응가스는 1 내지 5 L/min의 유량으로 주입되는 것을 특징으로 하는 루타일 상 이산화티탄 나노 분말의 제조방법.

청구항 10

제1항에 있어서, 상기 단계 2의 티타늄 원료물질 및 반응가스의 주입은 상기 열플라즈마 제트의 발생 방향으로 주입되는 것을 특징으로 하는 루타일 상 이산화티탄 나노 분말의 제조방법.

청구항 11

제1항에 있어서, 상기 반응관은 25 내지 50 mm의 직경을 갖는 것을 특징으로 하는 루타일 상 이산화티탄 나노 분말의 제조방법.

청구항 12

삭제

청구항 13

삭제

청구항 14

삭제

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 열플라즈마를 이용한 아나타제 상과 루타일 상 이산화티탄 나노분말의 선택적 제조방법 및 이에 따라 제조되는 이산화티탄 나노 분말에 관한 것으로, 상세하게는 플라즈마 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계(단계 1); 상기 열플라즈마 제트에 티타늄 원료물질 및 반응가스를 주입 후 반응시켜 기화된 이산화티탄을 제조하는 단계(단계 2); 및 상기 기화된 이산화티탄을 냉각시켜 이산화티탄 나노 분말을 제조하는 단계(단계 3);를 포함하되, 상기 플라즈마 제트의 전력의 세기, 상기 반응가스의 유량 및 상기 티타늄 원료물질과 반응가스의 반응이 일어나는 반응관의 종류로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상을 조절하는 것을 특징으로 하는 아나타제 상과 루타일 상 이산화티탄 나노 분말의 선택적 제조방법 및 이에 따라 제조되는 이산화티탄 나노 분말에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 이산화티탄(TiO_2)은 화학적, 광화학적으로 매우 안정하며, 강한 산화력과 무해성 등으로 인해 친환경소재로 주목받고 있으며, 또한 일반적으로 환경오염물질을 제거하는 광촉매제, 안료의 원료, 플라스틱 첨가제 또는 안경의 멀티코팅제 등으로 사용되고 있다. 이외에도 이산화티탄은 넓은 화학적 안정성과 비화학적 상영역을 가지고 있어서 산소분압에 따라 다양한 전기적 특성을 보이기 때문에 습도센서 및 고온 산소센서의 구성물질로도 연구되고 있으며 그 응용분야는 점차 확대되고 있다.

[0005] 이러한 이산화티탄(TiO_2)은 아나타제 상과 루타일 상의 두 가지 결정상을 갖는 물질로 알려져 있으며, 상의 종류에 따라 산업에서 다른 목적으로 다양하게 사용되고 있다. 그 중 아나타제 상의 이산화티탄은 넓은 표면적과 넓

은 밴드갭 (3.2eV)을 가지고 있어 아세톤, 페놀 및 트리클로로에틸렌 등을 광분해 시키거나 일산화질소 또는 이산화질소와 같은 질소산화물을 산화시키는 시스템과 태양에너지 변환시스템 등에서 광촉매로서 사용되고 있으며, 루타일 상의 이산화티탄은 자외선을 차단하는 산란효과가 우수하여 백색 안료용 재료로서 널리 사용되며, 다른 재료에 비해 유전상수와 굴절률이 높고, 기름의 흡착 및 착색력이 우수할 뿐만 아니라 강산성이나 강염기성에서도 화학적으로 안정하여 광학용 코팅, 빔 스플리터, 비반사 코팅막 등에 사용되고 있다.

[0007] 이러한 이산화티탄(TiO_2)을 제조하기 위한 방법으로 종래의 기술을 살펴보면, 기상법인 클로라이드 공정(chloride process)과 액상법인 설페이트 공정(sulfate process)이 알려져 있다. 클로라이드 공정은 1956년 미국의 듀폰(Du Pont)이 공업화한 방법으로, 공기 중의 수분과 반응하여 심한 가수분해 반응을 일으키는 사염화티타늄(TiCl_4)을 출발원료로 하여 1,000 °C 이상의 높은 온도에서의 반응이 이루어지며, 얻어진 이산화티탄 입자가 미세하지만 거칠고, 반응 중에 발생하는 부식성가스(HCl , Cl_2)로 인한 부대 보호장치 설비가 필요하여 제품의 생산 단가가 높다는 문제가 있다.

[0008] 한편 설페이트 공정은 1916년 노르웨이의 티탄사(Titan Co.)가 공업화한 티타늄설페이트(TiSO_4)를 출발원료로 하는 방법으로, 가수분해 후 얻어진 비정질 수산화물을 다시 하소한 후 분쇄과정을 거쳐 이산화티탄 분말을 얻기 때문에 이 과정에서 많은 불순물들의 혼입으로 최종제품의 품질이 크게 떨어지는 문제가 있다.

[0010] 이에 최근에 소개된 새로운 액상법의 하나로써 러시아 특허 SU-1398321호에 예서는 적당량의 아나타제상 침전시드(titaniferous seed)를 사염화티타늄(TiCl_4) 용액에 첨가한 상태에서 가열방법으로 가수분해시켜 수화된 이산화티탄을 침전시키고, 다시 고온 열처리의 후처리 공정을 거쳐 이산화티탄을 제조하는방법을 개시한 바 있다. 하지만, 상기 제조방법은 제조공정이 비교적 단순한 반면, 아나타제 상의 이산화티탄을 얻기 위해서는 600 내지 650 °C에서의 추가적인 고온 열처리가 필요하며, 루타일 상의 이산화티탄을 얻기 위해서는 더 높은 온도의 열처리가 필요하여, 루타일 상 형성시 응집이 일어나 나노크기의 균일한 입자를 형성하기 어렵다는 문제점이 있다.

[0012] 또한, 일본 특허 출원 평9-124320호에서는 부탄올 등의 알코올에 녹아 있는 사염화티타늄 용액에 알칼리 금속 또는 알칼리 토금속이 포함된 여러 가지 종류의 아세테이트, 카보네이트, 옥살레이트, 시트레이트들 중의 하나의 물질을 물과 함께 첨가하여 겔을 만든 후, 고온 열처리 공정을 거쳐 이산화티탄을 제조하는 방법을 개시하였는데, 이 방법에 의하면 물성이 양호한 초미립상 이산화티탄이 생성되지만 가격이 비싼 유기산과 같은 제 3의 첨가제들을 사용해야 하고, 겔 제조 후 첨가된 유기산들을 제거하기 위한 고온 열처리 공정이 다시 필요하다는 문제점이 있다.

[0014] 상기 서술한 방법 외에도 졸-겔(sol-gel)법, 수열합성법 등으로 입자의 형상, 입자의 크기 및 입자 크기 분포 등의 이산화티탄의 원료 분말의 특성을 조절하는 연구가 활발하게 진행되고 있다. 균일한 크기를 갖는 구형의 이산화티탄 분말을 제조하기 위해서는 금속 알콕사이드를 이용하는 방법이 주로 이용되고 있는데, 이러한 졸-겔 방법은 1.0 μm 이하의 미세한 구형의 균일한 크기를 갖는 분말을 형성하지만, 출발원료인 알콕사이드 자체가 공기 중에서도 격렬한 가수분해 반응을 일으키므로 반응조건을 엄격히 조절해야 하며, 알콕사이드가 비싸기 때문에 현재 상업화되지 못하고 실험실 규모 정도로 진행되고 있는 수준이다. 또한, 수열합성법은 주로 고온, 고압 조건이 유지되는 반응용기(autoclave)를 이용해야 하기 때문에 연속공정이 불가능하다는 문제점이 있다.

[0016] 이에, 본 발명자들은 종래의 이산화티탄 제조방법이 갖는 문제점을 해결하기 위하여 열플라즈마 제트를 이용하여 매우 경제적인 방법으로 균일한 크기의 이산화티탄의 나노분말을 제조하고, 또한 아나타제 상과 루타일 상의 이산화티탄을 선택적으로 제조할 수 있는 방법을 개발하고, 본 발명을 완성하였다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0018] (특허문헌 0001) 러시아 특허 SU-1398321호
(특허문헌 0002) 일본 특허 출원 평9-124320호

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0019] 본 발명의 목적은
- [0020] 열플라즈마 제트를 이용한 아나타제 상과 루타일 상 이산화티탄 나노 분말의 선택적 제조방법 및 이에 따라 제조되는 이산화티탄 나노 분말을 제공하는데 있다.

과제의 해결 수단

- [0022] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은
- [0023] 플라즈마 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계(단계 1);
- [0024] 상기 열플라즈마 제트에 티타늄 원료물질 및 반응가스를 주입 후 반응시켜 기화된 이산화티탄을 제조하는 단계(단계 2); 및
- [0025] 상기 기화된 이산화티탄을 냉각시켜 이산화티탄 나노 분말을 제조하는 단계(단계 3);를 포함하되, 상기 플라즈마 제트의 전력의 세기, 상기 반응가스의 유량 및 상기 티타늄 원료물질과 반응가스의 반응이 일어나는 반응관의 종류로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상을 조절하는 것을 특징으로 하는 아나타제 상과 루타일 상 이산화티탄 나노 분말의 선택적 제조방법을 제공한다.
- [0027] 또한, 본 발명은
- [0028] 상기 제조방법으로 제조되며, 아나타제 상 또는 루타일 상을 갖는 것을 특징으로 하는 이산화티탄 나노 분말을 제공한다.

발명의 효과

- [0030] 본 발명의 열플라즈마 제트를 이용한 나노 분말 제조방법은 고온, 고효율 등의 특징을 갖는 열플라즈마를 사용함으로써 후처리 과정을 고려할 필요가 없을 뿐 아니라 2차 오염 물질의 생성 우려가 없으며, 제조 조건을 조절하여 아나타제 상 또는 루타일 상의 이산화티탄을 선택적으로 제조할 수 있다는 장점이 있다.
- [0031] 또한, 본 발명에 따른 제조방법으로 제조된 이산화티탄 나노 분말은 제조 조건을 조절하여 아나타제 상 또는 루타일 상으로 제조될 수 있으며, 특히 루타일 상의 이산화티탄의 경우 종래의 아나타제 상이 고온에서 상변화되어 제조된 루타일 상의 이산화티탄 나노 분말보다 작고 균일한 크기의 나노 분말로 제조되어, 루타일 상의 이산화티탄이 사용되는 안료 및 화장품 분야에 매우 유용하게 사용될 수 있다는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

- [0033] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 이산화티탄 나노 분말을 제조하는데 사용되는 열플라즈마 제트 발생장치를 나타낸 모식도이고,
- 도 2는 본 발명의 실시예에 따라 제조되는 이산화티탄 나노 분말을 제조하기 위해 사용되는 열플라즈마 장치 내 반응관의 종류를 나타낸 모식도이고,
- 도 3 내지 5은 본 발명의 실시예에 따라 제조된 이산화티탄 나노 분말의 X-선 회절 분석 그래프이고,
- 도 6 내지 8은 본 발명의 실시예에 따라 제조된 이산화티탄 나노 분말의 주사현미경(SEM) 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0034] 이하, 본 발명을 도면을 참조하여 보다 상세히 설명한다.
- [0035] 본 발명은
- [0036] 플라즈마 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계(단계 1);
- [0037] 상기 열플라즈마 제트에 티타늄 원료물질 및 반응가스를 주입 후 반응시켜 기화된 이산화티탄을 제조하는 단계(단계 2); 및
- [0038] 상기 기화된 이산화티탄을 냉각시켜 이산화티탄 나노 분말을 제조하는 단계(단계 3);를 포함하되, 상기 플라즈마 제트의 전력의 세기, 상기 반응가스의 유량 및 상기 티타늄 원료물질과 반응가스의 반응이 일어나는 반응관

의 종류로 이루어진 군으로부터 선택되는 1종 이상을 조절하는 것을 특징으로 하는 아나타제 상과 루타일 상 이산화티탄 나노 분말의 선택적 제조방법을 제공한다.

- [0040] 이하, 본 발명의 아나타제 상과 루타일 상 이산화티탄 나노 분말의 선택적 제조방법을 단계별로 상세히 설명한다.
- [0042] 본 발명의 아나타제 상과 루타일 상 이산화티탄 나노 분말의 선택적 제조방법에 있어서 상기 단계 1은 플라즈마 발생가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계이다.
- [0044] 열플라즈마(thermal plasma)는 직류 아크나 고주파 유도결합 방전을 이용하는 플라즈마 토치에서 발생시킨 전자, 이온, 원자와 분자로 구성된 이온화 기체로, 수천에서 수만 켈빈에 이르는 초고온과 높은 열용량을 가진 고속 제트 불꽃 형태를 띠고있어서 고체, 액체, 기체와는 전혀 다른 극한적인 물리화학적 특성을 갖는 제 4의 물질의 상태이다.
- [0046] 상기 열플라즈마 제트는 도 1에 나타난 바와 같이 열플라즈마 장치를 통해 발생될 수 있다.
- [0047] 도 1에 나타난 바와 같이 상기 열플라즈마 장치는 플라즈마를 발생시키는 플라즈마 토치(Plasma torch)(1); 상기 플라즈마 토치의 일측으로 구비되어 장치로 전원을 공급하는 직류 전원 공급 장치(DC Power supply)(2); 티타늄 원료물질과 반응가스가 주입되어 반응하는 반응관(3) 및 반응 챔버(4); 상기 플라즈마 토치 일측에 구비되어 열플라즈마 제트를 발생시키기 위한 플라즈마 발생가스를 플라즈마 토치로 공급하는 플라즈마 발생가스 공급 장치(5); 상기 플라즈마 토치 일측에 구비되어 상기 반응관 내로 반응가스를 공급하기 위한 반응가스 공급 장치(6);상기 플라즈마 토치 일측에 구비되어 상기 반응관 내로 티타늄 원료물질을 공급하기 위한 티타늄 원료물질 공급 장치(7)를 포함하여 구성될 수 있다.
- [0048] 구체적으로, 상기 플라즈마 토치(Plasma torch)(1)는 음극봉과 양극 노즐을 포함할 수 있으며, 상기 음극봉과 양극 노즐 사이에 플라즈마 발생가스가 공급되어 열플라즈마 제트가 발생될 수 있다. 즉, 상기 열플라즈마 제트는 음극봉과 양극 노즐 사이에 직류 아크 방전을 생성시키고, 후방으로부터 플라즈마 발생가스를 선회류로서 흘러보내어 플라즈마 발생가스가 아크에 의해 가열되어 고온으로 승온되며, 이에 따라 양극 노즐에서 발생된다.
- [0049] 본 발명의 제조방법에서 사용하는 열플라즈마(thermal plasma) 제트는 직류 아크나 고주파 유도결합 방전을 이용하여 토치부에서 발생하는 전자, 이온, 원자와 분자로 구성된 이온화 기체를 의미하는 것으로써, 수천에서 수만 켈빈(K)에 이르는 초고온과 높은 활성을 가진 고속 제트이다.
- [0051] 이때, 상기 플라즈마를 발생가스는 아르곤, 질소 및 아르곤과 질소의 혼합가스로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1종 이상의 것이 사용될 수 있다. 특히 아르곤은 8족 원소로써 비교적 적은 에너지에 의해서도 전자의 방출이 용이하며 비활성 기체로 화학반응에 거의 영향이 없으므로 열플라즈마의 발생에 가장 널리 사용되는 가스물질이다. 상기 아르곤이 발생가스로 사용될 경우, 아르곤은 다른 반응가스와 반응하지 않아 부산물을 배출하지 않으며, 약 10,000K의 초고온 플라즈마 제트류를 발생시킬 수 있다. 또한, 질소(N_2)가 발생가스로 사용될 경우, 상기 질소와 같은 이원자 분자는 해리, 재결합, 탈리의 과정에 의해 재결합 과정에서 원료분말의 기화를 위한 열을 발생시킬 수 있다.
- [0053] 한편, 상기 티타늄 원료물질 및 상기 반응가스의 반응으로 제조되는 이산화티탄의 상은 상기 공급되는 전력의 세기에 따라 달라질 수 있다. 즉, 상기 공급전력의 세기가 세질수록 루타일 상의 이산화티탄이 보다 잘 형성될 수 있다.
- [0054] 이는 상기 공급전력이 높을수록 열플라즈마 제트의 고온 영역이 넓어져 이에 따라 이산화티탄 고온 안정상인 루타일 상이 형성되기 쉽기 때문이다.
- [0056] 이때, 상기 열플라즈마 제트는 9 kW 내지 15 kW의 공급전력에서 발생되는 것이 바람직하다. 만약 상기 공급전력이 9 kW미만인 경우에는 상기 플라즈마 제트의 속도가 느려지기 때문에 입자들의 체류시간이 길어져서 반응관 내부 온도가 낮음에도 불구하고 루타일 상이 많이 발생하는 문제가 발생할 수 있고, 15kW를 초과하는 경우에는 고온의 플라즈마 제트에 의한 복사 효과가 매우 강하게 나타나기 때문에 입자들이 응집이 잘 되어 균일하지 못하게 그리고 크게 성장하는 문제가 발생할 수 있다.
- [0058] 본 발명의 아나타제 상과 루타일 상 이산화티탄 나노 분말의 선택적 제조방법에 있어서 상기 단계 2는 상기 열플라즈마 제트에 티타늄 원료물질 및 반응가스를 주입 후 반응시켜 기화된 이산화티탄 분말을 제조하는 단계이다.

- [0060] 이때, 상기 티타늄 원료물질은 사염화티타늄(TiCl_4)이 사용하는 것이 보다 바람직하다. 상기 사염화티타늄(TiCl_4)은 이산화티탄의 원료 물질로 사용되는 다른 물질들보다 값이 저렴하여 쉽게 사용할 수 있다.
- [0061] 또한, 상기 사염화티타늄(TiCl_4)을 티타늄 원료물질로 사용할 경우, 상기 사염화티타늄(TiCl_4)은 상온에서 액체 상태로 존재하기 때문에 열플라즈마 제트에 주입시키기 전 기화시켜 주입될 수 있다. 이때 상기 기화는 열플라즈마 장치와 연결된 기화기 내에서 상기 액체 상태의 사염화티타늄(TiCl_4)을 약 70의 온도에서 가열하는 방법으로 수행될 수 있다. 하지만 상기 티타늄 원료물질이 이에 제한된 것은 아니며, 티타늄을 포함하고 있는 적절한 다른 티타늄 화합물을 기화시켜 사용할 수 있다.
- [0062] 또한, 상기 티타늄 원료물질은 기화 후 이송 gas와 함께 일정량으로 주입될 수 있다. 예를 들어, 상기 기화기에서 기화된 사염화티타늄(TiCl_4)을 질소gas와 함께 일정량으로 열플라즈마 제트에 주입할 수 있다. 하지만 상기 열플라즈마 제트에 티타늄 원료물질을 주입하는 방법이 이에 제한된 것은 아니며, 상기 물질은 주입시키기 위한 적절한 다른 방법이 적용될 수 있다.
- [0064] 한편, 상기 반응gas는 산소를 포함하는 gas가 사용되는 것이 바람직하다.
- [0065] 상기 반응gas는 기화된 티타늄 원료물질에 산화반응을 수행하기 위한 반응gas이다. 상기 반응gas 및 티타늄 원료물질은 열플라즈마 제트에 의해 이온화되고 상기 반응gas에 포함된 산소가 이온화되고 티타늄 원료물질에 포함된 티타늄이 이온화된 후 반응하여 이산화티탄을 형성할 수 있다. 이에 상기 반응gas는 산소를 포함하는 gas가 사용되는 것이 바람직하다.
- [0066] 예를 들어, 상기 반응 gas로 에어 gas가 사용될 수 있다.
- [0068] 상기 티타늄 원료물질 및 상기 반응gas의 반응으로 제조되는 이산화티탄의 상은 공급되는 반응gas의 유량에 따라 달라질 수 있다. 즉, 상기 반응gas의 유량이 커짐에 따라 아나타제 상의 이산화티탄이 보다 잘 형성될 수 있다.
- [0069] 이는 산소의 열전도도가 플라즈마 발생gas의 열전도도보다 크기 때문에 상기 반응 gas 안의 산소가 냉각 gas처럼 작용할 수 있는데, 상기 반응 gas의 유량이 클수록 반응 온도가 낮아서, 고온 안정상인 루타일이 제조되기에 온도가 충분하지 못하기 때문이다.
- [0071] 이때, 상기 반응 gas의 유량은 1 내지 5 L/min인 것이 바람직하다. 만약 상기 반응gas의 유량이 1 L/min미만인 경우에는 반응 gas가 TiCl_4 를 완전히 산화시키지 못)하는 문제가 발생할 수 있고, 5 L/min를 초과하는 경우에는 과량의 반응gas가 플라즈마 제트를 필요 이상으로 냉각하는 문제가 발생할 수 있다.
- [0073] 한편, 상기 티타늄 원료물질 및 반응gas의 주입은 상기 플라즈마 제트의 발생 방향으로 주입되 것이 바람직하다. 이는 플라즈마 제트의 온도구배 중 상기 플라즈마 제트의 발생방향이 플라즈마 제트의 고온부에 해당하며, 고온의 플라즈마 영역에서 상기 티타늄 원료물질이 보다 효과적으로 분해될 수 있어 반응 gas와 원활하게 반응할 수 있기 때문이다.
- [0075] 한편, 상기 티타늄 원료물질 및 상기 반응gas의 반응은 도 1에 나타나있는 열플라즈마 제트 장치의 반응관 내에서 수행될 수 있다. 이때, 티타늄 원료물질 및 상기 반응gas의 반응으로 제조되는 이산화티탄의 상은 상기 반응관의 크기 및 종류에 따라 달라질 수 있다. 즉, 상기 반응관의 직경이 작을수록 루타일 상의 이산화티탄이 보다 잘 형성될 수 있다. 이는 초고온의 플라즈마에 의한 복사열에 의한 것으로, 상기 반응관의 직경이 작을 경우, 복사에 의한 효과가 크게 나타나기 때문에 고온의 환경이 만들어질 수 있다.
- [0076] 이때, 상기 반응관의 직경은 25 내지 50 mm의 크기를 갖는 것이 바람직하다. 만약 상기 반응관의 직경이 25 mm 미만인 경우에는 강한 플라즈마 제트의 복사 효과에 의한 입자들이 너무 많이 응집되는 문제가 발생할 수 있고, 50 mm를 초과하는 경우에는 플라즈마 제트가 반응관에서 속도가 느려져 와류에 의해 상비율을 조절하기 힘들다는 문제가 발생할 수 있다.
- [0078] 또한, 상기 반응관은 내벽에 단열재를 더 포함하여, 루타일 상의 이산화티탄을 제조할 수 있다. 이는 동일한 직경일 때에도 단열재를 사용할 경우 열을 가두는 효과가 있기 때문에 플라즈마 제트의 온도 구배가 작아져 고온 영역이 넓어지기 때문이다.
- [0080] 본 발명의 아나타제 상과 루타일 상 이산화티탄 나노 분말의 선택적 제조방법에 있어서 상기 단계 3은 상기 기

화된 이산화티탄 분말을 냉각시켜 이산화티탄 나노 분말을 제조하는 단계이다.

- [0082] 상기 기화된 이산화티탄 분말은 열플라즈마 제트의 급격한 온도 구배에 의해 빠르게 냉각되어 이산화티탄 나노 분말로 미세화될 수 있다. 상기 냉각 속도는 제조되는 이산화티탄의 분말 크기를 결정하게 되는데 만약 상기 이산화티탄 분말을 서서히 냉각시킬 경우에는 이산화티탄의 분말 크기가 나노 크기 이상으로 증가하게 된다. 따라서, 본 발명에서는 열플라즈마 제트의 급격한 온도 구배에 의해 기상의 이산화티탄 분말을 빠르게 냉각시키는 과정을 통해 나노 크기의 분말을 제조할 수 있다.
- [0084] 또한, 본 발명은
- [0085] 상기 제조방법으로 제조되며, 아나타제 상 또는 루타일 상을 갖는 것을 특징으로 하는 이산화티탄 나노 분말을 제공한다.
- [0087] 상기 이산화티탄 나노 분말은 열플라즈마 제트를 통해 티타늄 원료물질로부터 나노사이즈의 이산화티탄이 제조되는 것으로, 비교적 경제적인 원료물질인 사염화티타늄($TiCl_4$)로부터 제조될 수 있어 경제적으로 제조될 수 있다.
- [0088] 이때, 상기 이산화티탄 나노 분말은 평균 입경이 50 내지 120 nm의 작고 균일한 크기를 갖을 수 있다.
- [0090] 또한, 상기 이산화티탄 나노 분말은 열플라즈마 제트의 전력의 세기, 상기 반응가스의 유량 및 상기 티타늄 원료물질과 반응가스의 반응이 일어나는 반응관의 종류에 따라 아나타제 상 또는 루타일 상이 선택적으로 제조될 수 있으며, 특히 루타일 상의 이산화티탄의 경우 종래의 아나타제 상이 고온에서 상변화되어 제조된 루타일 상의 이산화티탄 나노 분말보다 작고 균일한 크기의 나노 분말로 제조되어, 루타일 상의 이산화티탄이 사용되는 안료 및 화장품 분야에 매우 유용하게 사용될 수 있다는 장점이 있다.
- [0092] 이하, 본 발명을 하기의 실시예 및 실험예에 의해 보다 상세하게 설명한다.
- [0094] 단, 하기 실시예 및 실험예는 본 발명의 내용을 예시하는 것일 뿐 발명의 범위가 실시예 및 실험예에 의해 한정되는 것은 아니다.
- [0096] <실시예 1> 이산화티탄 나노 분말의 제조(1)
- [0097] 본 발명에 따른 이산화티탄 나노 분말을 선택적으로 제조하기 위하여, 다음과 같은 단계를 통해 이산화티탄 나노 분말을 제조하였다.
- [0098] 단계 1: 도 1에 나타난 열플라즈마 제트 장치에 플라즈마 발생가스로 아르곤 가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시켰다.
- [0099] 이때, 상기 아르곤은 15 L/min의 유량으로 공급되었으며, 발생된 열플라즈마 제트의 출력은 9 kW(전압: 30 V, 전류: 300 A)를 나타내었다.
- [0101] 단계 2: 상기 열플라즈마 제트에 티타늄 원료분말로서 액상의 사염화티타늄($TiCl_4$) 3 ml를 열플라즈마 제트 장치 일측에 연결된 기화기에 주입하여 70 °C의 온도로 가열하여 기화시킨 후 0.5 g/min의 일정량을 5 L/min의 질소 이송가스와 함께 열플라즈마 제트로 주입하였다. 또한, 반응가스로서 에어 가스를 1 L/min의 유량으로 열플라즈마 제트 내로 주입 후 상기 사염화티타늄($TiCl_4$)과 반응시켜 기화된 이산화티탄 분말을 제조하였다.
- [0102] 이때, 상기 열플라즈마 제트는 반응관 내에서 발생시켰으며, 이때 사용된 반응관은 길이 400mm 및 직경 25 mm를 갖는 도 2의 반응관 a를 사용하였다. 또한, 상기 사염화티타늄($TiCl_4$) 및 에어 가스의 주입은 상기 열플라즈마 제트의 발생방향으로 주입하였다.
- [0104] 단계 3: 상기 기화된 이산화티탄 분말을 급랭시켜 이산화티탄 나노 분말을 제조하였다.
- [0107] <실시예 2> 이산화티탄 나노분말의 제조(2)
- [0108] 본 발명에 따른 이산화티탄 나노 분말을 제조하기 위하여, 상기 실시예 1에서 단계 2의 에어 가스를 3 L/min의 유량으로 주입하는 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 수행하여 이산화티탄 나노 분말을 제조하였다.
- [0110] <실시예 3> 이산화티탄 나노분말의 제조(3)
- [0111] 본 발명에 따른 이산화티탄 나노 분말을 제조하기 위하여, 상기 실시예 1에서 단계 2의 에어 가스를 5 L/min의

유량으로 주입하는 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 수행하여 이산화티탄 나노 분말을 제조하였다.

[0113] <실시예 4> 이산화티탄 나노분말의 제조(4)

[0114] 본 발명에 따른 이산화티탄 나노 분말을 제조하기 위하여, 상기 실시예 1에서 단계 1의 열플라즈마 제트의 출력을 12 kW로 달리하는 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 수행하여 이산화티탄 나노 분말을 제조하였다.

[0116] <실시예 5> 이산화티탄 나노분말 제조방법(5)

[0117] 본 발명에 따른 이산화티탄 나노 분말을 제조하기 위하여, 상기 실시예 1에서 단계 1의 열플라즈마 제트의 출력을 15 kW로 달리하는 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 수행하여 이산화티탄 나노 분말을 제조하였다.

[0119] <실시예 6> 이산화티탄 나노분말의 제조(6)

[0120] 본 발명에 따른 이산화티탄 나노 분말을 제조하기 위하여, 상기 실시예 4에서 단계 2의 상기 티타늄 원료물질과 반응가스의 반응이 일어나는 반응관으로 길이 400mm 및 직경 50 mm를 갖는 도 2의 반응관 b를 사용하는 것을 제외하고는 실시예 4와 동일한 방법으로 수행하여 이산화티탄 나노 분말을 제조하였다.

[0122] <실시예 7> 이산화티탄 나노분말 제조방법(7)

[0123] 본 발명에 따른 이산화티탄 나노 분말을 제조하기 위하여, 상기 실시예 4에서 단계 2의 상기 티타늄 원료물질과 반응가스의 반응이 일어나는 반응관으로 길이 400mm 및 직경 25 mm를 가지며, 상기 반응관 내벽에 단열제를 설치한 도 2의 반응관 C를 사용하는 것을 제외하고는 실시예 4와 동일한 방법으로 수행하여 이산화티탄 나노 분말을 제조하였다.

[0125] <실험예 1> 반응가스의 유량에 따라 제조되는 이산화티탄의 상분석

[0126] 본 발명에 따라 제조된 이산화티탄 나노 분말에 대하여 반응가스의 유량에 따라 제조되는 이산화티탄 나노 분말의 상을 확인하기 위하여 실시예 1 내지 3에 의하여 제조된 이산화티탄 나노 분말에 대하여, 이하와 같은 실험을 수행하였다.

[0127] 실시예 1 내지 3에 의하여 제조된 이산화티탄 나노 분말을 X-선회절(XRD) 분석법을 이용하여 결정상 분석을 하였으며, 그 결과를 도 3에 나타내었으며, 상기 X-선회절(XRD) 결과로부터 하기 식 1의 방법으로 계산된 이산화티탄의 상분율을 하기 표 1에 나타내었다.

[0129] < 식 1>

$$f_R = 1 - \frac{1}{1 + 1.26 \frac{I_R}{I_A}}$$

[0130]

$$f_A = \frac{1}{1 + 1.26 \frac{I_R}{I_A}}$$

[0131]

[0132] f_R : 루타일 상의 상분율

[0133] f_A : 아나타제 상의 상분율

[0134] I_A : XRD 그래프에서 아나타제 상(110) 피크의 강도

[0135] I_R : XRD 그래프에서 루타일 상(101) 피크의 강도

표 1

	실시예 1	실시예 2	실시예 3	실시예 4	실시예 5	실시예 6	실시예 7
아나타제 상(%)	18	24	35	13	11	94	4
루타일 상(%)	82	76	65	87	89	6	96

[0139] 도 3에 나타난 바와 같이, 상기 제조된 이산화티탄 나노 분말은 에어 가스의 유량이 적은 실시예 1에서 루타일 상을 나타내는 피크의 세기가 센 반면, 에어 가스의 유량이 많은 실시예 3에서는 루타일 상의 피크의 세기가 감소함을 확인하였다. 또한, 상기 표 1에 나타난 바와 같이, 상기 제조된 이산화티탄 나노 분말은 에어 가스의 유량이 적은 실시예 1에서는 전체 제조된 이산화티탄 중 루타일이 차지하는 비율이 82%를 차지하는 반면, 에어 가스의 유량이 많은 실시예 3에서는 이보다 감소된 76%를 차지하고 있음을 알 수 있다.

[0140] 이를 통해, 상기 제조되는 이산화티탄은 반응가스의 유량이 작을수록 루타일 상이 보다 잘 형성될 수 있음을 확인할 수 있었다. 이는 산소의 열전도도가 플라즈마 발생가스의 열전도도보다 크기 때문에 상기 반응 가스 안의 산소가스가 냉각 가스처럼 작용할 수 있는데, 상기 반응 가스의 유량이 클수록 반응 온도가 낮아서, 고온 안정 상인 루타일이 제조되기에 온도가 충분하지 못하기 때문인 것으로 예상된다.

[0142] <실험예 2> 열플라즈마 제트 공급전력에 따라 제조되는 이산화티탄의 상분석

[0143] 본 발명에 따라 제조된 이산화티탄 나노 분말에 대하여 열플라즈마 제트를 발생하는 공급전력의 세기에 따라 제조되는 이산화티탄 나노 분말의 상을 확인하기 위하여 실시예 1, 실시예 4 및 5에 의하여 제조된 이산화티탄 나노 분말에 대하여, 이하와 같은 실험을 수행하였다.

[0144] 실시예 1, 실시예 4 및 5에 의하여 제조된 이산화티탄 나노 분말을 X-선회절(XRD) 분석법을 이용하여 결정상 분석을 하였으며, 그 결과를 도 4에 나타내었으며, 상기 X-선회절(XRD) 결과로부터 상기 식 1의 방법으로 계산된 이산화티탄의 상분율을 상기 표 1에 나타내었다.

[0146] 도 4에 나타난 바와 같이, 상기 제조된 이산화티탄 나노 분말은 공급전력의 세기가 작은 실시예 1에서 루타일 상을 나타내는 피크의 세기가 약한 반면, 공급전력의 세기가 센 실시예 5에서 루타일 상의 피크의 세기가 증가함을 확인할 수 있다. 또한, 상기 표 1에 나타난 바와 같이, 상기 제조된 이산화티탄 나노 분말은 공급전력의 세기가 작은 실시예 1에서는 전체 제조된 이산화티탄 중 루타일이 차지하는 비율이 82%를 차지하는 반면, 공급전력의 세기가 센 실시예 5에서는 이보다 증가된 89%를 차지하고 있음을 확인하였다.

[0147] 이를 통해, 상기 제조되는 이산화티탄은 공급전력의 세기가 세질수록 루타일 상의 이산화티탄이 보다 잘 형성될 수 있음을 알 수 있다. 이는 상기 공급전력이 높을수록 열플라즈마 제트의 고온 영역이 넓어져 이에 따라 이산화티탄 고온 안정상인 루타일 상이 형성되기 쉽기 때문인 것으로 예상된다.

[0149] <실험예 3> 열플라즈마 제트 반응관의 종류에 따라 제조되는 이산화티탄의 상분석

[0150] 본 발명에 따라 제조된 이산화티탄 나노 분말에 대하여 열플라즈마 제트 반응관의 종류에 따라 제조되는 이산화티탄 나노 분말의 상을 확인하기 위하여 실시예 4, 실시예 6 및 실시예 7에 의하여 제조된 이산화티탄 나노 분말에 대하여, 이하와 같은 실험을 수행하였다.

[0151] 실시예 4, 실시예 6 및 실시예 7에 의하여 제조된 이산화티탄 나노 분말을 X-선회절(XRD) 분석법을 이용하여 결정상 분석을 하였으며, 그 결과를 도 5에 나타내었으며, 상기 X-선회절(XRD) 결과로부터 상기 식 1의 방법으로 계산된 이산화티탄의 상분율을 상기 표 1에 나타내었다.

[0153] 도 5에 나타난 바와 같이, 상기 제조된 이산화티탄 나노 분말은 반응관의 직경이 작은 실시예 4가 반응관의 직경이 큰 실시예 5보다 루타일 상을 나타내는 피크의 세기가 센 것을 알 수 있다. 또한, 동일한 직경을 갖는 반응관을 사용한 실시예 4 및 실시예 7을 비교하였을 때, 상기 반응관 내부에 단열재를 사용한 실시예 7에서 루타일 상이 더욱 많이 형성됨을 알 수 있다. 또한, 상기 표 1에 나타난 바와 같이, 상기 제조된 이산화티탄 나노 분말은 반응관의 직경이 작은 실시예 4에서는 전체 제조된 이산화티탄 중 루타일이 차지하는 비율이 87%를 차지

하는 반면, 이보다 직경이 큰 실시예 6에서는 이보다 감소된 6 %를 차지하고 있음을 확인하였다.

- [0154] 이를 통해 상기 제조되는 이산화티탄은 반응관의 직경이 작을수록, 단열이 잘되는 반응관을 사용할 수록 루타일 상의 이산화티탄이 더욱 잘 형성될 수 있음을 알 수 있다. 이는 초고온의 플라즈마에 의한 복사열에 의한 것으로, 상기 반응관의 직경이 작거나 단열이 잘될 경우, 복사에 의한 효과가 크게 나타나기 때문에 고온의 환경이 만들어질 수 있기 때문인 것으로 예상된다.
- [0156] <실험예 4> 반응가스의 유량에 따라 제조되는 이산화티탄의 형태분석
- [0157] 본 발명에 따라 제조된 이산화티탄 나노 분말에 대하여 반응가스의 유량에 따라 제조되는 이산화티탄 나노 분말의 형태를 확인하기 위하여 실시예 1 내지 3에 의하여 제조된 이산화티탄 나노 분말에 대하여, 이하와 같은 실험을 수행하였다.
- [0158] 실시예 1 내지 3에 의하여 제조된 이산화티탄 나노 분말을 주사전자현미경(SEM)을 이용하여 형상 분석을 하였으며, 그 결과를 도 6에 나타내었다.
- [0160] 도 6에 나타난 바와 같이, 상기 제조된 이산화티탄 나노 분말의 크기는 실시예 1 내지 3에서 각각 68, 62 및 53 nm의 크기로 에어 가스의 유량이 적은 실시예 1 보다 에어 가스의 유량이 많은 실시예 3에서는 더 작은 나노 분말이 제조되었음을 확인할 수 있다.
- [0161] 이를 통해, 반응 가스의 유량이 증가함에 따라 상기 이산화티탄 나노 분말의 크기가 작아지는 것을 알 수 있다. 이는 반응 가스인 에어 가스 속의 산소가 플라즈마의 열전도도를 증가시켜 핵생성과 입자의 성장이 일어나는 곳의 냉각 속도를 증가시켜 입자가 성장할 수 있는 시간을 억제하기 때문인 것으로 예상된다.
- [0162] 한편, 상기 실시예 1 내지 3에서 비교적 구형의 균일한 크기를 갖는 이산화티탄이 합성되었음을 확인하였다.
- [0164] <실험예 5> 열플라즈마 제트 공급전력에 따라 제조되는 이산화티탄의 형태분석
- [0165] 본 발명에 따라 제조된 이산화티탄 나노 분말에 대하여 열플라즈마 제트 공급전력에 따라 제조되는 이산화티탄 나노 분말의 형태를 확인하기 위하여 실시예 1, 실시예 4 및 5에 의하여 제조된 이산화티탄 나노 분말에 대하여, 이하와 같은 실험을 수행하였다.
- [0166] 실시예 1, 실시예 4 및 5에 의하여 제조된 이산화티탄 나노 분말을 주사전자현미경(SEM)을 이용하여 형상 분석을 하였으며, 그 결과를 도 7에 나타내었다.
- [0168] 도 7에 나타난 바와 같이, 상기 제조된 이산화티탄 나노 분말의 크기는 실시예 1, 실시예 4 및 5에서 각각 68, 57 및 77 nm의 크기로, 상기 공급전력이 작은 실시예 1보다 상기 공급전력이 센 실시예 5에서 더 큰 나노 분말이 제조되었음을 확인할 수 있다. 이를 통해, 상기 제조된 이산화티탄 나노 분말의 크기는 공급전력의 세기가 증가함에 따라 상기 이산화티탄 나노 분말의 크기가 커진 것을 알 수 있다. 한편, 상기 공급전력이 작은 실시예 1보다 상기 공급전력이 센 실시예 4에서 더 작은 나노 분말이 제조되었음을 확인할 수 있는데, 이는 상기 공급전력이 커진만큼 승온속도도 높아져, 상기 이산화티탄 나노 분말이 결정성장을 이루지 못해 나타난 결과로 예상해 볼 수 있다.
- [0169] 한편, 상기 실시예 1, 실시예 4 및 5에서 비교적 구형의 균일한 크기를 갖는 이산화티탄이 합성되었음을 확인하였다.
- [0171] <실험예 6> 열플라즈마 제트 반응관의 종류에 따라 제조되는 이산화티탄의 형태분석
- [0172] 본 발명에 따라 제조된 이산화티탄 나노 분말에 대하여 열플라즈마 제트 반응관의 종류에 따라 제조되는 이산화티탄 나노 분말의 형태를 확인하기 위하여 실시예 4, 실시예 6 및 실시예 7에 의하여 제조된 이산화티탄 나노 분말에 대하여, 이하와 같은 실험을 수행하였다.
- [0173] 실시예 4, 실시예 6 및 실시예 7에 의하여 제조된 이산화티탄 나노 분말을 주사전자현미경(SEM)을 이용하여 형상 분석을 하였으며, 그 결과를 도 8에 나타내었다.
- [0175] 도 8에 나타난 바와 같이, 상기 제조된 이산화티탄 나노 분말의 크기는 실시예 4, 실시예 6 및 실시예 7에서 각각 57, 44 및 121 nm의 크기로, 상기 반응관이 직경이 작은 실시예 4보다 상기 반응관의 직경이 큰 실시예 6에서 더 작은 나노 분말이 제조되었음을 확인할 수 있었으며, 단열재를 사용하지 않은 경우에 더 작은나노 분말이 제조되었음을 확인할 수 있다.
- [0177] 이를 통해, 상기 반응관이 직경이 작거나, 단열재를 사용한 경우, 상기 이산화티탄 나노 분말의 크기가 커진 것

을 알 수 있다. 이는, 반응관의 직경이 큰 경우 플라즈마 제트의 복사에 의한 효과가 작아져 반응관 내부의 온도가 낮기 때문에 응집이 적게 일어나 합성된 입자들의 크기가 작고, 탄소 단열재를 사용하였을 때는 열을 가두는 효과가 있기 때문에 합성된 이산화티탄 나노 분말이 플라즈마 제트를 빠져나오며 급격하게 냉각되는 현상이 억제되어 합성된 입자들이 열처리가 되고 입자들이 응집되어 크기가 커지는 현상 때문인 것으로 예상된다.

[0178] 한편, 상기 실시예 4, 실시예 6 및 실시예 7에서 비교적 구형의 균일한 크기를 갖는 이산화티탄이 합성되었음을 확인하였다.

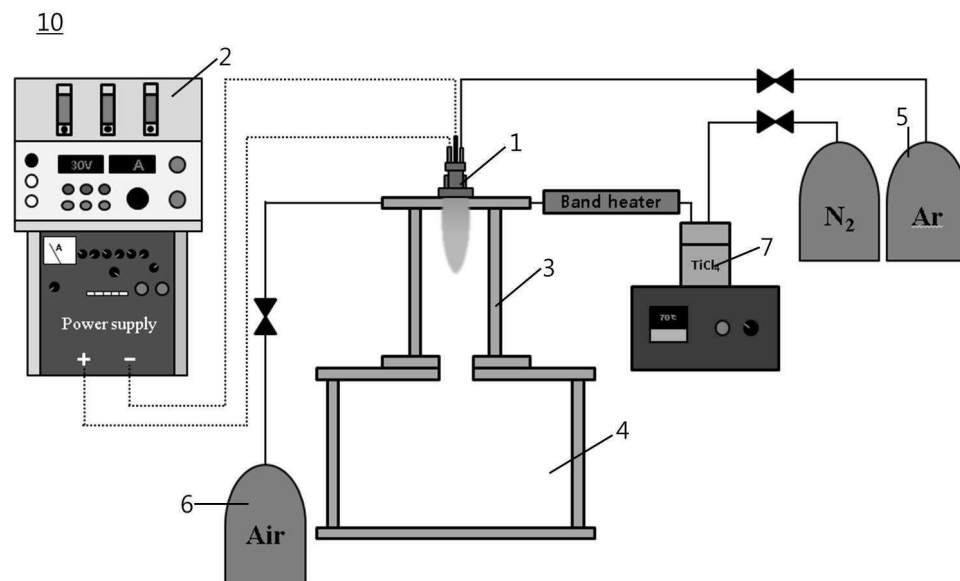
부호의 설명

[0180]

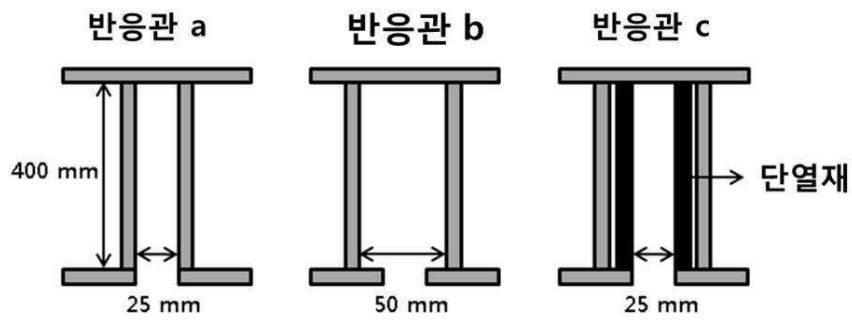
- 1: 플라즈마 토치(Plasma torch)
- 2: 직류 전원 공급 장치(DC Power supply)
- 3: 반응관
- 4: 반응 챔버
- 5: 플라즈마 발생가스 공급 장치
- 6: 반응가스 공급 장치
- 7: 티타늄 원료물질 공급 장치
- 10: 열플라즈마 장치

도면

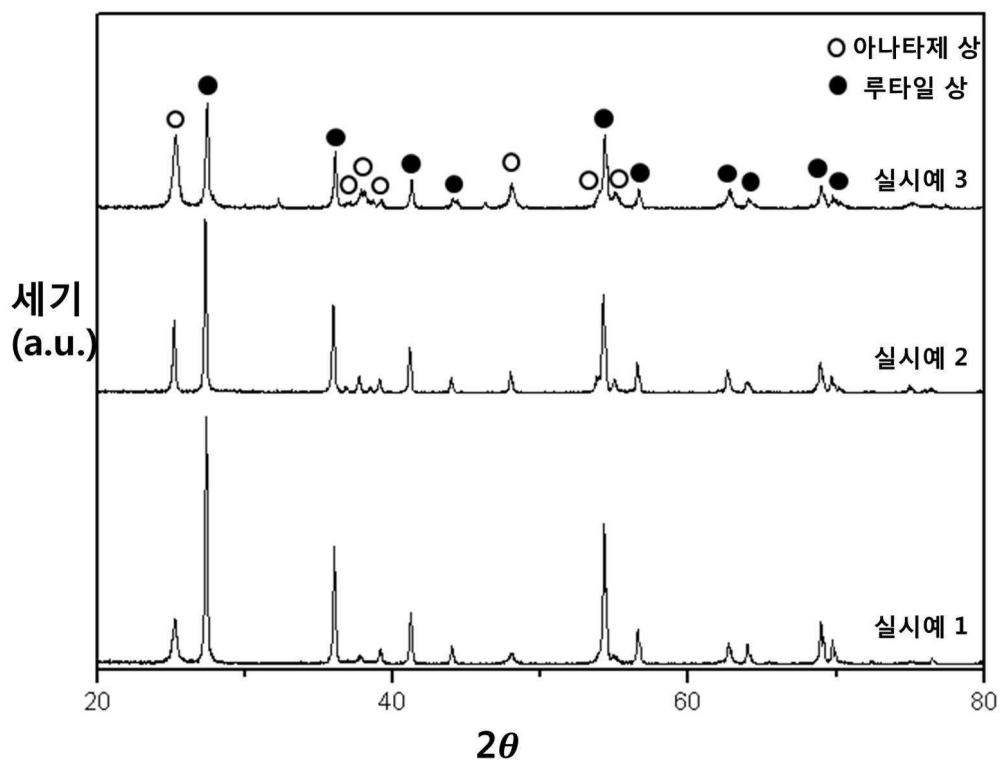
도면1



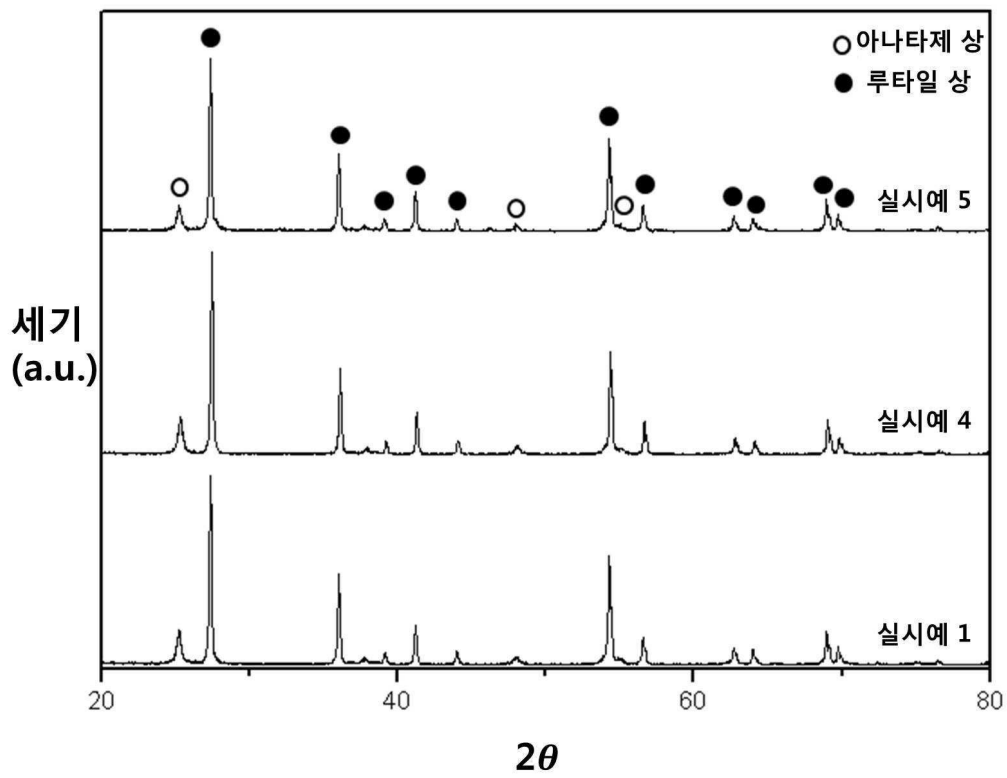
도면2



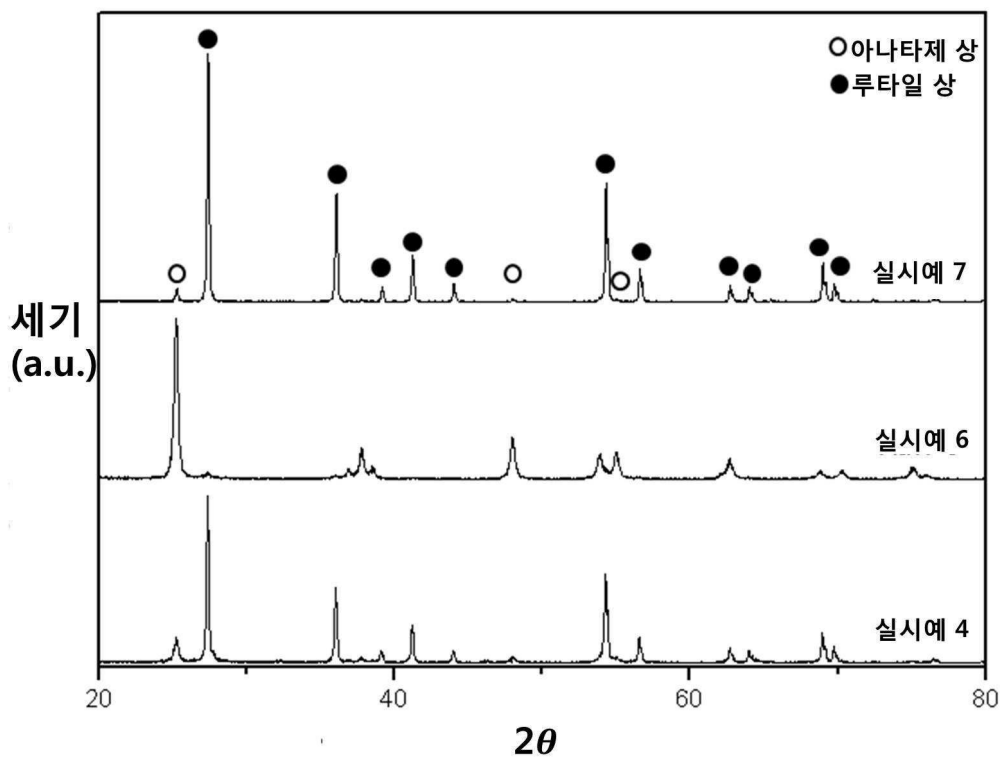
도면3



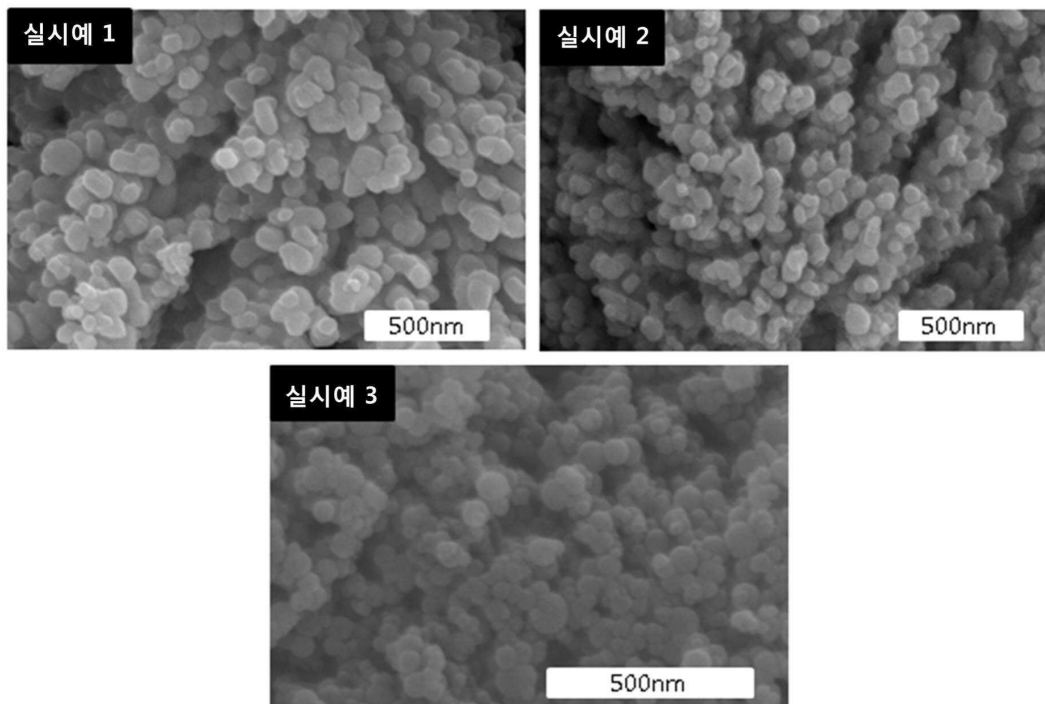
도면4



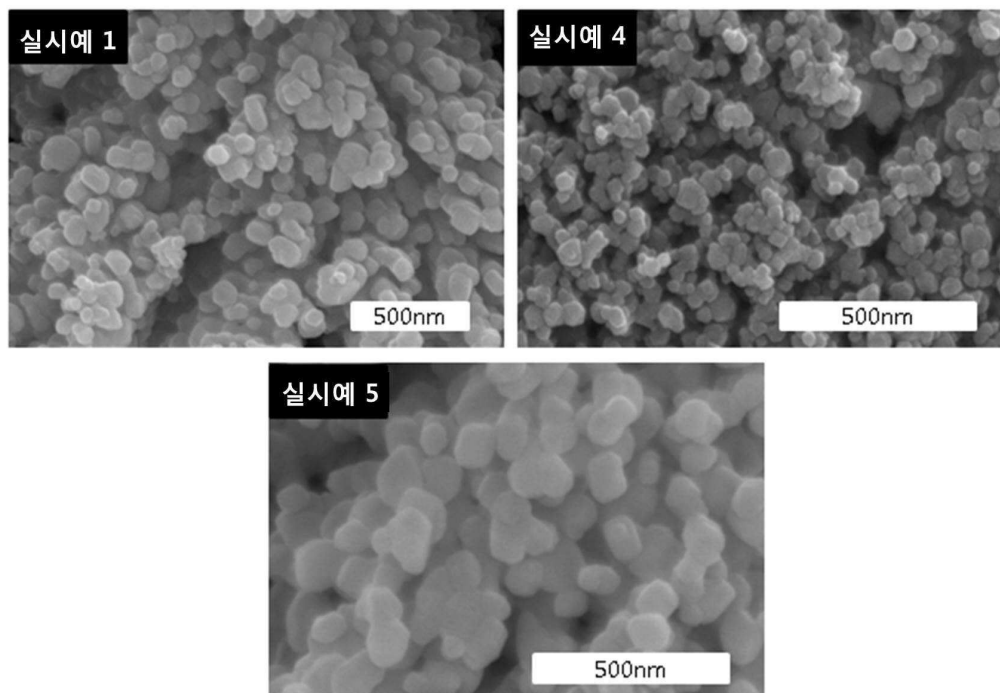
도면5



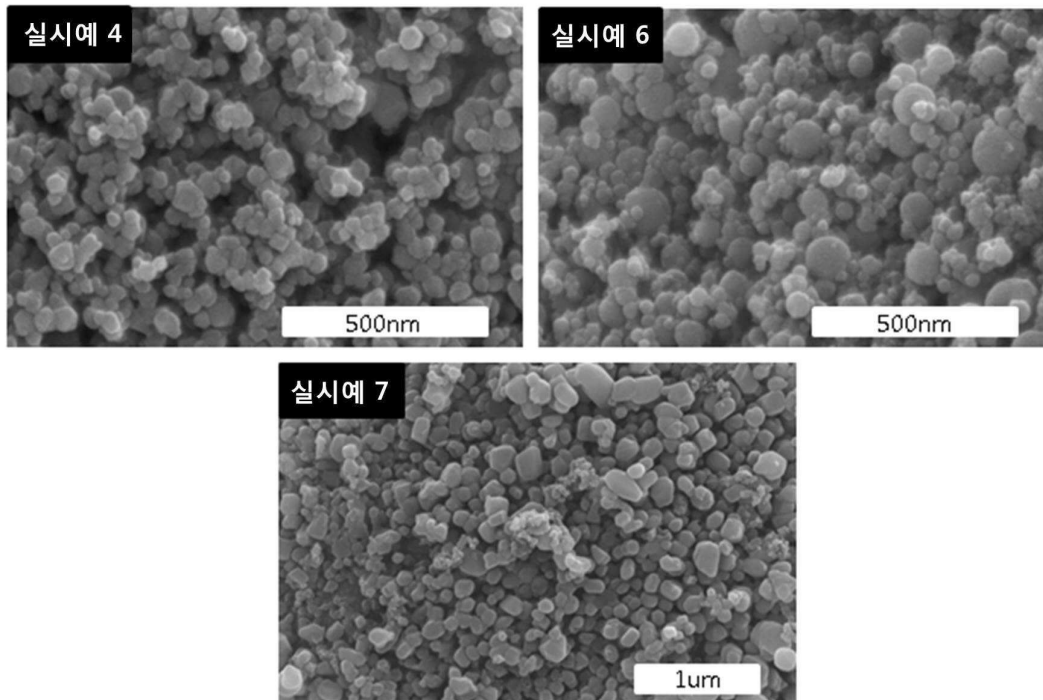
도면6



도면7



도면8



【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 1, 2줄

【변경전】

상기 열플라즈마 체트에 티타늄

【변경후】

상기 열플라즈마 체트에 티타늄