(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2012-0127164
(43) 공개일자 2012년11월21일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
*B82B 3/00* (2006.01) *B82Y 40/00* (2011.01)
(21) 출원번호 10-2011-0093812
(22) 출원일자 2011년09월19일
심사청구일자 2011년09월19일
(30) 우선권주장
1020110044316 2011년05월12일 대한민국(KR)

(71) 출원인
**한국기계연구원**
대전광역시 유성구 가정북로 156 (장동)
(72) 발명자
**윤중열**
경상남도 창원시 성산구 외리로34번길 13, 한림푸르지오아파트 101동 102호 (성주동)
**양상선**
경상남도 창원시 성산구 원이대로878번길 7, KIM M아파트 401 (가음동)
*(뒷면에 계속)*
(74) 대리인
**안승태**

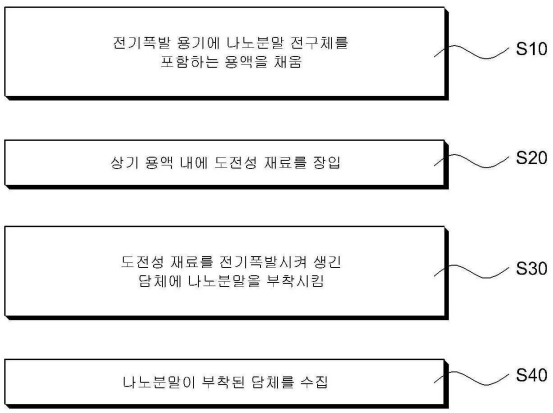
전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 발명의 명칭 **전구체를 이용한 나노분말의 부착방법 및 그 나노분말이 부착된 담체**

## (57) 요 약

나노분말의 사용량을 줄이고 균일하게 분포시키며 입자간의 소결을 방지하며 간단한 방법으로 전구체를 이용한 나노분말의 부착방법 및 그 나노분말이 부착된 담체를 제시한다. 그 방법 및 담체는 나노분말 전구체를 포함하는 용액을 전기폭발 장치의 용기에 장입된 도전성 재료를 전기폭발시켜 도전성 나노분말 형태의 담체를 만들면서 동시에 전기폭발에 의한 에너지에 의해 나노분말 전구체를 분해시켜 생성된 나노분말을 담체에 부착시켜 제조한다.

*대 표 도* - 도1



(72) 발명자

**구혜영**

경상남도 창원시 마산회원구 석전 1동 264-5

**이혜문**

경상남도 창원시 성산구 반림동 10 노블파크아파트 120-506

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

| | |
|---|---|
| 과제고유번호 | 100373221-55590 |
| 부처명 | 지식경제부 |
| 연구사업명 | 소재원천기술개발사업 |
| 연구과제명 | 하이브리드 나노 촉매 직접 코팅 소재 기술 |
| 주관기관 | 한국기계연구원 부설 재료연구소 |
| 연구기간 | 2010.06.01 ~ 2011.05.31 |

## 특허청구의 범위

### 청구항 1

나노분말 전구체를 포함하는 용액을 전기폭발 장치의 용기에 채우는 단계;

상기 용액 내에 도전성 재료를 장입시키는 단계;

상기 도전성 재료를 전기폭발시켜 도전성 나노분말 형태의 담체를 만들면서, 동시에 상기 전기폭발에 의한 에너지에 의해 상기 나노분말 전구체를 분해시켜 생성된 나노분말을 상기 담체에 부착시키는 단계; 및

상기 나노분말이 부착된 담체를 수집하는 단계를 포함하는 전구체를 이용한 나노분말의 부착방법.

### 청구항 2

제1항에 있어서, 상기 도전성 재료는 단일 원소로 이루어진 단일금속 또는 상기 단일금속을 포함하는 합금인 것을 특징으로 하는 전구체를 이용한 나노분말의 부착방법.

### 청구항 3

제1항에 있어서, 상기 도전성 재료는 철(Fe)계, 니켈(Ni)계, 알미늄(Al)계, 티타늄(Ti)계, 구리(Cu)계, 은(Ag), 금(Au), 백금(Pt), 팔라듐(Pd)을 포함하는 귀금속족 단일금속 또는 상기 단일금속을 포함하는 합금 중에 선택된 적어도 어느 하나인 것을 특징으로 하는 전구체를 이용한 나노분말의 부착방법.

### 청구항 4

제1항에 있어서, 상기 나노분말 전구체는 상기 전구체를 이루는 기능성 분말이 유기화합물(organic compound)과 결합되거나 상기 기능성 분말이 염(salts)의 형태인 것을 특징으로 하는 전구체를 이용한 나노분말의 부착방법.

### 청구항 5

제4항에 있어서, 상기 기능성 분말은 탄소(C), 실리콘(Si), 철(Fe), 크롬(Cr), 니켈(Ni), 코발트(Co), 백금(Pt), 팔라듐(Pd), 금(Au) 및 은(Ag) 중에서 선택된 적어도 어느 하나 또는 그들의 혼합물인 것을 특징으로 하는 전구체를 이용한 나노분말의 부착방법.

### 청구항 6

제1항에 있어서, 상기 담체에 부착되는 상기 나노분말은 금속, 탄소(C) 또는 반도체 중에 선택된 어느 하나의 단일 원소 또는 상기 단일 원소들을 포함하는 화합물인 것을 특징으로 하는 전구체를 이용한 나노분말의 부착방법.

### 청구항 7

제1항에 있어서, 상기 용액을 이루는 용매는 $C_nH_{2n+1}OH$계, 아세톤, 톨루엔 또는 물 중에서 선택된 어느 하나인 것을 특징으로 하는 전구체를 이용한 나노분말의 부착방법.

### 청구항 8

제1항 내지 제7항 중의 어느 한 항에 의해 제조된 나노분말이 부착된 담체.

## 명 세 서

### 기 술 분 야

[0001] 본 발명은 나노분말의 부착방법 및 그 나노분말이 부착된 담체에 관한 것으로, 보다 상세하게는 나노분말 전구체(precursor)와 금속 와이어를 전기폭발에 의해 담체에 나노분말 형태로 부착하는 방법 및 상기 나노분말이 부착된 담체에 관한 것이다.

## 배 경 기 술

[0002] 극미세 나노분말은 미세화(약 100㎚ 이하)에 따른 표면적의 증가로 인하여 기존의 재료에서는 얻을 수 없는 전자기적, 기계적 및 촉매 특성을 갖는다. 이에 따라 촉매, 필터, 자성 부품, 열전 센서 및 초고강도의 부품 등에 적용할 수 있는 차세대의 기능성 소재로서 산업 전반에 걸쳐 새로운 수요를 창출할 것으로 기대된다. 나노분말은 금속, 세라믹, 반도체 등을 미세화(약 100㎚ 이하)한 것으로, 그 용도에 따라 매우 다양하게 존재한다.

[0003] 이러한 나노분말은 단독으로 사용하기 보다는 이를 지지하면서 유효 표면적을 크게 하여 활성을 증대시키는 운반체(소위, 담체)에 담지되어 사용하는 것이 일반적이다. 담체는 워시코트(washcoat) 등과 같이 유효 표면적을 넓게 하는 방식이 많이 사용되고 있다. 물론, 담체는 그 용도에 따라 상기 워시코트가 아니더라도 다양한 형태 및 물질이 사용될 수 있다.

[0004] 그런데, 담체에 나노분말을 담지하면, 담체의 내부의 깊은 곳에 나노분말이 파고 들어가 그 용도에 맞는 역할을 하지 않는 것이 다량으로 존재하게 된다. 또한, 나노분말을 담지할 때 나노분말이 불균일하게 분포하게 되고 심지어 일부는 응집이 일어나기도 하며, 나노분말을 사용하는 중에 나노분말 간에 소결로 인하여 나노분말이 커져서 실제 활성화되는 면적이 감소한다. 나아가, 나노분말이 담체에 담지되는 과정이 복잡하며, 담지되는 과정에서 다량의 나노분말을 불가피하게 사용하게 되어 비용이 증가되는 문제가 있다.

## 발명의 내용

### 해결하려는 과제

[0005] 따라서 본 발명이 해결하려는 과제는 나노분말의 사용량을 줄이고 균일하게 분포시키며 입자간의 소결을 방지하며 간단한 방법으로 제조하는 나노분말 전구체를 이용한 나노분말의 부착방법 및 그 나노분말이 부착된 담체를 제공하는데 있다.

### 과제의 해결 수단

[0006] 상기 과제를 해결하기 위한 본 발명의 전구체를 이용한 나노분말의 부착방법은 먼저 나노분말 전구체를 포함하는 용액을 전기폭발 장치의 용기에 채운다. 그후, 상기 용액 내에 도전성 재료를 장입시킨다. 상기 도전성 재료를 전기폭발시켜 도전성 나노분말 형태의 담체를 만들면서, 동시에 상기 전기폭발에 의한 에너지에 의해 상기 나노분말 전구체를 분해시켜 생성된 기능성 분말을 상기 담체에 부착시킨다. 상기 나노분말이 부착된 담체를 수집한다.

[0007] 본 발명의 바람직한 부착방법에 있어서, 상기 도전성 재료는 단일 원소로 이루어진 단일금속 또는 상기 단일금속을 포함하는 합금일 수 있으며, 철(Fe)계, 니켈(Ni)계, 알미늄(Al)계, 티타늄(Ti)계, 구리(Cu)계, 귀금속(Ag, Au, Pt, Pd)족의 단일금속 또는 상기 단일금속을 포함하는 합금 중에 선택된 적어도 어느 하나일 수 있다.

[0008] 본 발명의 방법에 있어서, 상기 나노분말 전구체는 상기 전구체를 이루는 기능성 분말이 유기화합물(organic compound)과 결합되거나 상기 기능성 분말의 염(salts) 형태일 수 있다. 또한 상기 전구체의 기능성 분말은 탄소(C), 실리콘(Si), 철(Fe), 크롬(Cr), 니켈(Ni), 코발트(Co), 백금(Pt), 팔라듐(Pd), 금(Au) 및 은(Ag) 중에서 선택된 적어도 어느 하나 또는 그들의 혼합물일 수 있다.

[0009] 본 발명에 있어서, 상기 담체에 부착되는 상기 나노분말은 금속, 탄소(C) 또는 반도체 중에 선택된 어느 하나의 단일 원소 또는 상기 단일 원소들을 포함하는 화합물일 수 있다. 또한, 상기 용액을 이루는 용매는 $C_nH_{2n+1}OH$계, 아세톤, 톨루엔 또는 물 중에서 선택된 어느 하나일 수 있다.

[0010] 상기 다른 과제를 해결하기 위한 본 발명의 나노분말이 부착된 담체는 상기의 방법으로 제조된다.

### 발명의 효과

[0011] 본 발명의 전구체를 이용한 나노분말의 부착방법 및 그 나노분말이 부착된 담체에 의하면, 나노분말 전구체 용액 중에 담체로 사용되는 도전성 재료를 전기폭발시켜 나노분말이 부착된 담체를 제조함으로써, 나노분말의 사용량을 줄이고 균일하게 분포시키며 입자간의 소결을 방지할 수 있다. 또한, 단지 나노분말 전구체를 포함한 용액 중에 담체로 사용되는 도전성 재료를 전기폭발하면 나노분말이 부착된 담체가 생성되므로, 간단하게 이를 제조할 수 있다.

## 도면의 간단한 설명

[0012] 도 1은 본 발명에 의한 나노분말이 부착된 담체를 제조하는 과정을 나타내는 흐름도이다.

도 2a 및 도 2b는 본 발명에 의해 제조된 나노분말이 부착된 담체가 적용되는 사례를 설명하기 위한 도면들이다.

## 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0013] 이하 첨부된 도면을 참조하면서 본 발명의 바람직한 실시예를 상세히 설명한다. 다음에서 설명되는 실시예는 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 아래에서 상술되는 실시예에 한정되는 것은 아니다. 본 발명의 실시예는 당 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 본 발명을 보다 완전하게 설명하기 위하여 제공되는 것이다.

[0014] 본 발명의 실시예에서는 나노분말 전구체를 포함한 용액 중에 담체로 사용되는 도전성 재료를 전기폭발시킴으로써, 나노분말의 사용량을 줄이고 균일하게 분포시키며 입자간의 소결을 방지할 수 있는 나노분말의 부착방법 및 그 나노분말이 부착된 담체를 제시한다. 이를 위해, 먼저 전기폭발법에 의해 생성된 담체에 나노분말이 부착되는 과정을 설명하고, 상기 과정에서 제조된 나노분말이 부착된 담체에 대하여 상세하게 살펴보기로 한다. 여기서, 나노분말은 일반적으로 평균입경이 약 100㎚ 이하인 분말을 지칭한다.

[0015] 본 발명에 적용되는 액중 전기폭발법은 한국등록특허 제0726713호의 "액중 전기폭발법에 의한 나노분말 제조방법 및 장치", 한국등록특허 제0977459호의 "액중 전기폭발에 의한 나노분말 대량생산 방법 및 시스템" 및 한국등록특허 제1013840호의 "분산성이 개선된 액중 전기폭발에 의한 나노분말의 제조 방법" 등에 상세하게 개시되어 있으므로, 이에 대한 상세한 설명은 생략하기로 한다.

[0016] 도 1은 본 발명의 실시예에 의한 나노분말이 부착된 담체를 제조하는 과정을 나타내는 흐름도이다.

[0017] 도 1에 의하면, 먼저 나노분말 전구체와 용매를 혼합한 용액을 전기폭발 장치의 용기에 채운다(S10). 그후, 상기 용액 내에 도전성 재료를 장입시킨다(S20). 여기서, 상기 도전성 재료는 전기폭발에 의해 도전성 나노분말이 될 수 있는 것으로, 금속 와이어를 포함하여 도전성이 있는 모든 재료의 사용이 가능하며, 스트립(strip) 형태, 로드(rod) 형태, 튜브(tube) 형태 등의 다양한 형상을 가질 수 있고, 도전성 재료와 비도전성 재료가 혼합된 것도 가능하다. 이때, 생성된 상기 도전성 나노분말을 담체라고 한다.

[0018] 상기 담체는 전기폭발에 의해 도전성 나노분말이 될 수 있는 모든 형태의 금속이 바람직하며, 단일 원소로 이루어진 단일금속 또는 상기 단일금속을 포함하는 합금일 수 있다. 또한 상기 담체는 철(Fe)계, 니켈(Ni)계, 알루미늄(Al)계, 티타늄(Ti)계, 구리(Cu)계, 귀금속(Ag, Au, Pt, Pd)족 단일금속 또는 상기 단일금속을 포함하는 합금 중에 선택된 적어도 어느 하나가 바람직하며, 상기 철계 또는 니켈계 금속의 조성은 순철, 철-크롬계, 철-니켈계, 순니켈, 니켈-크롬계 중에 선택된 어느 하나를 주성분으로 할 수 있다.

[0019] 나노분말 전구체는 상기 전기폭발에 의해 상기 전구체 중의 나노분말이 상기 담체에 부착될 수 있도록 하는 것이다. 다시 말해, 도전성 재료에 의해 형성된 도전성 나노분말은 앞에서와 같이 담체라고 하고, 나노분말 전구체를 이루는 나노분말을 기능성 분말이라고 한다.

[0020] 본 발명의 실시예에 적용되는 전구체는 최종 생산물의 이전단계에 해당하는 물질로서, 기능성 분말이 유기화합물(organic compound)과 결합되거나 기능성 분말이 염(salts)의 형태로 존재하는 것이다. 상기 나노분말 전구체는 전기폭발이 일어나기 전에는 용매와 혼합된 용액 중에 존재한다.

[0021] 본 발명의 실시예에 적용되는 나노분말 전구체를 이루는 기능성 분말은 금속, 세라믹 또는 반도체 중에 선택된 어느 하나의 단일 원소 또는 그들의 혼합물일 수 있다. 예를 들어, 상기 기능성 분말은 탄소(C), 실리콘(Si), 철(Fe), 크롬(Cr), 니켈(Ni), 코발트(Co), 백금(Pt), 팔라듐(Pd), 금(Au), 은(Ag) 중에서 선택된 적어도 어느 하나 또는 그들의 혼합물일 수 있다. 상기 기능성 분말은 전기폭발이 일어나기 전에는 나노분말 전구체의 형태로 용매와 혼합된 용액 중에 존재한다.

[0022] 금속의 나노분말 전구체를 예를 들면, 바륨의 전구체 물질로는 초산염, 질산염, 염화물 또는 수산화물에 선택된 어느 하나일 수 있고, 알루미늄 전구체 물질로는 질산염 또는 염화물일 수 있다. 세륨의 경우는 탄산세륨, 세륨나이트레이트, 세륨하이드록사이드, 세륨설페이트 및 세륨포스페이트로 이루어진 군에서 선택되는 하나일 수 있다. 티타늄은 티타늄 알콕사이드나 다른 유기 화합물에 기초한 고분자 전구체, 지르코늄은 지르코늄실리사이드

(Zirconium silicide) 등이 있을 수 있다. 페로브스카이트 구조를 형성할 수 있는 희토류 금속, 알칼리 금속 및 전이금속은 상기 금속을 포함하는 질산염, 시아나이드, 알콕시드 또는 옥사이드 등을 사용할 수 있다. 철의 경우에는 철펜타카르보닐[$Fe(CO)_5$]일 수 있다.

[0023] 반도체의 나노분말 전구체의 예로써, 실리콘 전구체는 트리스(디메틸아미도)실란, 테트라키스(디메틸아미도)실란, 테트라키스(에틸메틸아미도)실란, 비스(터셔리-부틸아미도)실란이 대표적이다. 카본의 전구체는 카본-X 전구체가 그 예로써, 여기서 X는 암모니아, 붕산, 황화탄소 및 실란클로라이드 중 어느 하나일 수 있다. 상기 나노분말 전구체는 전기폭발에 의해 담체에 부착될 수 있는 것이면 본 발명의 범주 내에서 어느 것이나 가능하다.

[0024] 본 발명의 나노분말 전구체가 전기폭발에 의해 담체에 부착되는 나노분말의 형태는 상기 기능성 분말 자체 또는 상기 기능성 분말의 혼합물 및 각각에 대한 화합물일 수 있다. 예컨대, 상기 기능성 분말의 화합물로서 산화물의 경우에는 산소($O_2$)를 반응가스로 도입하거나 용매 자체에 함유된 산소에 의하여 이를 실현할 수 있다. 상기 산소는 전기폭발이 일어날 때 분해되는 상기 나노분말 전구체의 기능성 분말을 산화시켜 상기 기능성 분말의 산화물을 형성한다. 산화물을 형성하는 것과 동일하게 질화물 등을 형성할 수 있다. 다시 말해, 본 발명의 담체에 부착되는 나노분말은 나노분말 전구체와 용매의 용해된 기체의 종류에 따라 상기 단일 원소 또는 화합물을 구현할 수 있다.

[0025] 본 발명의 실시예에 적용되는 나노분말 전구체는 담체 및 이를 담지하는 용매에 적합한 물질인 것이 바람직하다. 구체적으로, 나노분말 전구체는 전기폭발로 형성되는 나노분말이 담체에 부착이 용이하게 이루어지는 것이 바람직하며, 용매와 혼합되었을 때 물성의 변화가 없는 것이 좋다. 본 발명에서는 전기폭발 이전에 이러한 나노분말 전구체와 도전성 재료 및 용매가 적절한 조합을 이루도록 사전에 준비된다. 본 발명의 실시예에 사용되는 용매는 상기 조합에 적합한 용매라면 특별히 제한하지 않으며, 특히 $C_nH_{2n+1}OH$계, 아세톤 및 물 중에서 선택된 어느 하나가 바람직하다.

[0026] 그후, 도전성 재료를 전기폭발시켜 생긴 상기 담체에 나노분말을 부착시킨다(S30). 도전성 재료를 전기폭발시키면 나노 크기의 담체가 제조되며, 전기폭발에 의한 에너지에 의해 나노분말 전구체는 분해되는 것과 동시에 나노분말은 담체에 부착된다. 이에 따라, 상기 담체는 나노분말이 부착되는 운반체의 역할을 하며, 통상적으로 다공성을 갖지 않는다. 이어서, 나노분말이 부착된 담체를 앞에서 제시한 전기폭발장치에 관한 특허에 공지된 방법으로 수집한다(S40).

[0027] 도 2a 및 도 2b는 본 발명의 실시예에 의해 제조된 나노분말이 부착된 담체가 적용될 수 있는 사례를 설명하기 위한 도면들이다. 이때, 도 2b는 도 2a에 표면적을 증가시키기 위해 산화물 등을 코팅한 워시코트(washcoat)를 더 포함하는 것이다.

[0028] 도 2a 및 도 2b를 참조하면, 기재(10) 또는 기재(10) 상의 워시코트(12)에 나노분말(22)이 부착된 담체(20)가 고착된다. 그런데, 본 발명의 실시예에 의한 담체(20)는 다공성을 갖지 않으므로, 담체(20)의 내부로 깊이 침투하는 나노분말이 없어서, 나노분말(22)의 사용량을 최소화할 수 있다. 또한, 나노분말(22)이 담체(20)에 부착되는 과정에서 응집이 일어나지 않고, 나노분말 전구체와 용매를 혼합한 용액 중에서 전기폭발에 의해 담체(20)에 부착되므로, 나노분말(22)은 담체(20)에 균일하게 분포된다. 또한, 나노분말(22)이 담체(22)에 강하게 부착되어 있으므로 나노분말(22)간의 소결을 방지하여, 나노분말에 의해 반응하는 면적을 최대한으로 크게 할 수 있다.

[0029] 한편, 종래의 다공성 담체를 사용하는 경우, 다공성을 확보하기 위하여 기재 상에 워시코트를 형성한 후에 나노분말을 포함한 용액을 도포한 후, 이를 건조하고 소성(calcination)하여 제조한다. 하지만, 본 발명의 실시예는 나노분말 전구체를 포함하는 용액에 담체가 되는 금속 와이어를 전기폭발함으로써, 담체에 부착된 나노분말을 종래의 방법에 비해 간단하게 제조할 수 있다. 또한, 종래와는 달리, 용액을 도포하지 않으므로, 담체에 도포되지 않고 낭비되는 나노분말의 양을 최소화할 수 있다.

[0030] <실시예 1>

[0031] 철 전구체인 철 펜타카르보닐을 알코올과 혼합한 용액을 2L의 전기폭발 용기에 채운 다음, 0.1㎜ 직경의 Fe-Cr-Al계 합금 와이어를 철 전구체가 포함된 용액 내에서 300회에 걸쳐 전기폭발하였다. 이때, 상기 철 전구체는 분해되어 철이 전기폭발에 의해 만들어진 Fe-Cr-Al계 합금 나노분말인 담체에 부착되었다. 상기 용액 중에 포함된 철이 부착된 Fe-Cr-Al계 합금 담체를 전기폭발장치에 부착된 수거장치에 의해 수집하였다.

[0032] <실시예 2>

[0033] 실리콘 전구체인 트리스(디메틸아미도)실란을 톨루엔과 혼합한 용액을 2L의 전기폭발 용기에 채운 다음, 0.1mm 직경의 Fe-Cr-Al계 합금 와이어를 실리콘 전구체가 포함된 용액 내에서 300회 만큼 전기폭발하였다. 이때, 상기 실리콘 전구체는 분해되어 실리콘이 전기폭발에 의해 만들어진 Fe-Cr-Al계 합금 나노분말인 담체에 부착되었다. 상기 용액 중에 포함된 실리콘이 부착된 Fe-Cr-Al계 합금 담체를 전기폭발장치에 부착된 수거장치에 의해 수집하였다.

[0034] <실시예 3>

[0035] 카본 전구체인 카본-실란클로라이드를 증류수와 혼합한 용액을 2L의 전기폭발 용기에 채운 다음, 0.1mm 직경의 Fe-Cr-Al계 합금 와이어를 카본 전구체가 포함된 용액 내에서 300회에 걸쳐 전기폭발하였다. 이때, 상기 카본 전구체는 분해되어 카본 중합체가 전기폭발에 의해 만들어진 Fe-Cr-Al계 합금 나노분말인 담체에 부착되었다. 상기 용액 중에 포함된 카본 중합체가 부착된 Fe-Cr-Al계 합금 담체를 전기폭발장치에 부착된 수거장치에 의해 수집하였다.

[0036] 이상, 본 발명은 바람직한 실시예를 들어 상세하게 설명하였으나, 본 발명은 상기 실시예에 한정되지 않으며, 본 발명의 기술적 사상의 범위 내에서 당 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의하여 여러 가지 변형이 가능하다.

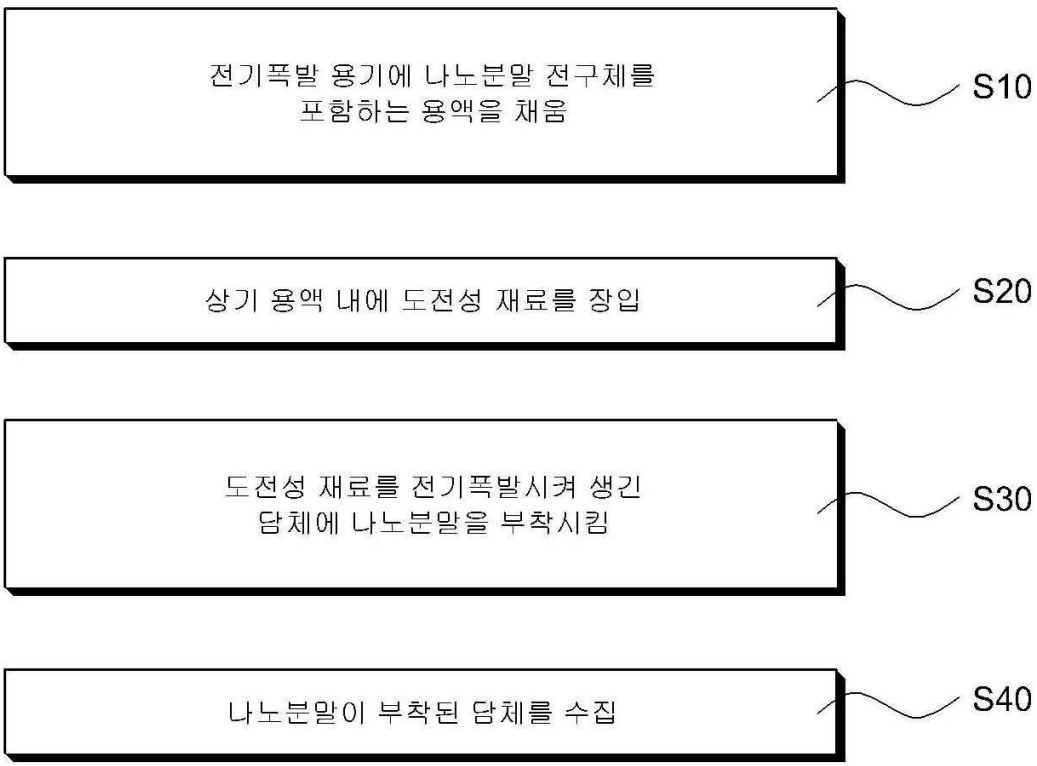
## *부호의 설명*

[0037] 10; 기재 12; 워시코트

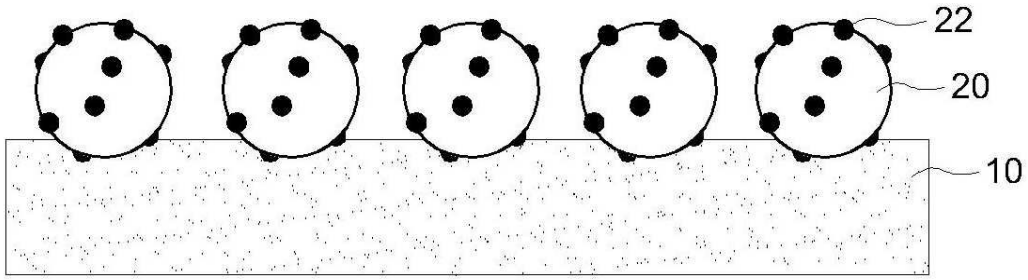
20; 담체 22; 나노분말

## *도면*

### *도면1*



도면2a




도면2b

