



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년06월16일  
(11) 등록번호 10-1408238  
(24) 등록일자 2014년06월10일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
B22F 9/14 (2006.01) H05H 1/24 (2006.01)  
(21) 출원번호 10-2012-0136004  
(22) 출원일자 2012년11월28일  
심사청구일자 2012년11월28일  
(65) 공개번호 10-2013-0061634  
(43) 공개일자 2013년06월11일  
(30) 우선권주장  
JP-P-2011-263165 2011년12월01일 일본(JP)  
(56) 선행기술조사문헌  
KR1020130001129 A  
KR100594562 A  
US20060096417 A1  
US4482134 A

(73) 특허권자  
소에이 가가쿠 고교 가부시키키가이샤  
일본국 도쿄도 신주쿠구 니시신주쿠 2초메 1반 1  
고  
(72) 발명자  
시저 체릭  
캐나다 H9E 1B1 퀘벡 릴-비자르 슈만 몬크 501  
프랭크 콥지  
캐나다 H4R 2C1 퀘벡 생 로랑 류 에시비 3494 캐  
나디언 일렉트로닉 파우더즈 코포레이션내  
(뒷면에 계속)  
(74) 대리인  
특허법인다래

전체 청구항 수 : 총 4 항

심사관 : 신귀임

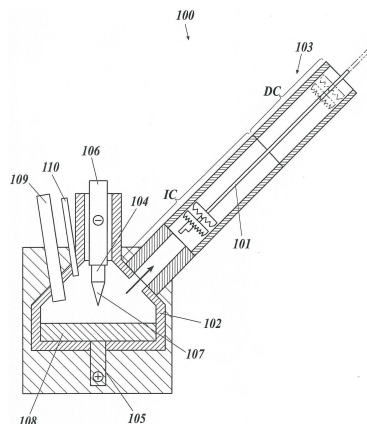
(54) 발명의 명칭 금속분말 제조용 플라즈마 장치

(57) 요약

본 발명은 입도 분포가 좁은 금속분말을 얻을 수 있고, 보다 생산 효율이 좋은 금속분말 제조용 플라즈마 장치를 제공하는 것으로서,

금속원료가 공급되는 반응용기(102)와, 반응용기(102) 내의 금속원료와의 사이에서 플라즈마를 생성하고, 금속원료를 증발시켜 금속증기를 생성하는 플라즈마 토치(104)와, 금속증기를 반송하기 위한 캐리어 가스를 반응용기(102) 내에 공급하는 캐리어 가스 공급부(110)와, 캐리어 가스에 의해 반응용기(102)로부터 이송되는 금속증기를 냉각하여 금속분말을 생성하는 냉각관(103)을 구비하는 금속분말 제조용 플라즈마 장치(100)로서, 냉각관(103)이 반응용기(102)로부터 캐리어 가스에 의해 이송되는 금속증기 또는 금속분말의 1종 이상을 간접적으로 냉각하는 간접 냉각 구획(IC)과, 간접 냉각 구획(IC)에 이어져서 금속증기 또는 금속분말의 1종 이상을 직접적으로 냉각하는 직접 냉각 구획(DC)을 구비하고, 간접 냉각 구획(IC)이 내경이 다른 2 이상의 구획으로 구성되어 있다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

**마에카와 마사유키**

일본국 사가켄 841-0048 도스시 후지노키마치 아자  
와카자쿠라 5-3 소에이 가가쿠 고교 가부시키키가이  
샤 도스사업소내

**시미즈 후미유키**

일본국 사가켄 841-0048 도스시 후지노키마치 아자  
와카자쿠라 5-3 소에이 가가쿠 고교 가부시키키가이  
샤 도스사업소내

**아가시 케말 카키르**

터키 이스탄불 바키르코이 아타코이 아타코이4 키  
심 0-131 블록 No. 9

**브누아 데자르댕**

캐나다 H4J 2K9 퀘벡 몬트리올 류 랑제 12 023

## 특허청구의 범위

### 청구항 1

금속원료가 공급되는 반응용기와,

상기 반응용기 내의 금속원료와의 사이에서 플라즈마를 생성하고, 상기 금속원료를 증발시켜서 금속증기를 생성하는 플라즈마 토치와,

상기 금속증기를 반송하기 위한 캐리어 가스를 상기 반응용기 내에 공급하는 캐리어 가스 공급부와,

상기 캐리어 가스에 의해 상기 반응용기로부터 이송되는 상기 금속증기를 냉각하여 금속분말을 생성하는 냉각관을 구비하는 금속분말 제조용 플라즈마 장치에 있어서,

상기 냉각관이, 상기 반응용기로부터 상기 캐리어 가스에 의해 이송되는 상기 금속증기 또는 금속분말의 1종 이상을 간접적으로 냉각하는 간접 냉각 구획과, 상기 간접 냉각 구획에 이어져서 상기 금속증기 또는 금속분말의 1종 이상을 직접적으로 냉각하는 직접 냉각 구획을 구비하며,

상기 간접 냉각 구획이, 내경이 다른 2 이상의 구획으로 구성되어 있는 것을 특징으로 하는 금속분말 제조용 플라즈마 장치.

### 청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 간접 냉각 구획이, 적어도 상기 반응용기로부터 상기 금속증기가 이송되는 제 1 간접 냉각 구획과, 그 제 1 간접 냉각 구획과 상기 직접 냉각 구획의 사이에 배치되는 제 2 간접 냉각 구획을 구비하고,

상기 제 1 간접 냉각 구획의 내경이 상기 제 2 간접 냉각 구획의 내경보다 작은 것을 특징으로 하는 금속분말 제조용 플라즈마 장치.

### 청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 간접 냉각 구획의 적어도 일부에, 전열 제어 부재가 설치되어 있는 것을 특징으로 하는 금속분말 제조용 플라즈마 장치.

### 청구항 4

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 간접 냉각 구획이, 냉각용 유체로 상기 냉각관의 주위를 냉각하고, 그 유체를 상기 금속증기 또는 금속분말의 1종 이상에 직접 접촉시키는 일 없이 상기 금속증기 또는 금속분말의 1종 이상을 냉각하는 구획이며,

상기 직접 냉각 구획이, 냉각용 유체를 상기 금속증기 또는 금속분말의 1종 이상에 직접 접촉시켜 냉각하는 구획인 것을 특징으로 하는 금속분말 제조용 플라즈마 장치.

## 명세서

### 기술분야

[0001] 본 발명은 금속분말을 제조하는 플라즈마 장치에 관한 것으로, 특히 관형상의 냉각관을 구비하고, 금속원료를 용융·증발시켜서 생기는 금속증기를 해당 냉각관에서 냉각함으로써 금속분말을 제조하는 플라즈마 장치에 관한 것이다.

### 배경기술

[0002] 전자회로나 배선기관, 저항, 콘덴서, IC 패키지 등의 전자부품의 제조에 있어서, 도체 피막이나 전극을 형성하기 위해 도전성의 금속분말이 이용되고 있다. 이와 같은 금속분말에 요구되는 특성이나 성상으로는 불순물이

적은 것, 평균 입경이 0.01~10 $\mu$ m 정도의 미세한 분말인 것, 입자형상이나 입경이 가지런한 것, 응집이 적은 것, 페이스트 속에서의 분산성이 좋은 것, 결정성이 양호한 것 등을 들 수 있다.

[0003] 근년, 전자부품이나 배선기관의 소형화에 수반하여, 도체 피막이나 전극의 박층화나 파인 피치화가 진행되고 있기 때문에 더욱 미세하고 구형상이며 또한 고결정성의 금속분말이 요망되고 있다.

[0004] 이와 같은 미세한 금속분말을 제조하는 방법의 하나로써, 플라즈마를 이용하고, 반응용기 내에 있어서 금속원료를 용융·증발시킨 후, 금속증기를 냉각하고 응결시켜 금속분말을 얻는 플라즈마 장치가 알려져 있다(특허문헌 1, 2 참조). 이러한 플라즈마 장치에서는 금속증기를 기상(氣相) 중에서 응결시키기 때문에 불순물이 적고, 미세하며 구형상이고 또한 결정성이 높은 금속입자를 제조하는 것이 가능하다.

[0005] 또 이러한 플라즈마 장치는 모두 긴 관형상의 냉각관을 구비하고, 금속증기를 포함하는 캐리어 가스에 대하여 복수 단계의 냉각을 실시하고 있다. 예를 들어 특허문헌 1에서는 상기 캐리어 가스에, 미리 가열한 핫 가스를 직접 혼합함으로써 냉각을 실시하는 제 1 냉각부와, 그 후, 상온의 냉각 가스를 직접 혼합함으로써 냉각을 실시하는 제 2 냉각부를 구비하고 있다. 또 특허문헌 2의 플라즈마 장치에서는 관 형상체의 주위에 냉각용의 유체를 순환시킴으로써 해당 유체를 상기 캐리어 가스에 직접 접촉시키는 일 없이 캐리어 가스를 냉각하는 간접 냉각 구획(제 1 냉각부)과, 그 후, 캐리어 가스에 냉각용 유체를 직접 혼합함으로써 냉각을 실시하는 직접 냉각 구획(제 2 냉각부)을 구비하고 있다.

[0006] 특히 후자는 복사(輻射)에 의한 냉각이 지배적인 간접 냉각을 채용하고 있기 때문에 전도나 대류에 의한 냉각이 지배적인 다른 플라즈마 장치에 비하여 금속 핵(이하, 단지 「핵」이라고 한다)의 생성, 성장 및 결정화를 균일하게 실시할 수 있고, 입경과 입도 분포가 제어된 금속분말을 얻을 수 있다.

## 선행기술문헌

### 특허문헌

[0007] (특허문헌 0001) 미국출원 공개 2007/0221635호

(특허문헌 0002) 미국특허 제6379419호

## 발명의 내용

### 해결하려는 과제

[0008] 도 5는 특허문헌 2에 기재되어 있는 냉각관의 구성을 나타내는 도면이다. 도 5에 나타내어지는 바와 같이, 냉각관(14)은 간접 냉각 구획(34)과 직접 냉각 구획(50)을 구비하고, 또한 간접 냉각 구획(34)은 내관(36)과 외관(38)의 이중관으로 구성되어 있다. 그리고 내관(36)의 외벽과 외관(38)의 내벽의 사이의 공간에 냉각용 유체를 순환시킴으로써 반응용기로부터의 금속증기, 그리고 해당 금속증기가 응결하여 생성한 금속분말에 대한 간접 냉각을 실시하고 있다. 이것에 이어지는 직접 냉각 구획(50)에서는 캐리어 가스에 냉각용 유체를 혼합하여 직접 냉각을 실시한다. 또 직접 냉각 구획(50)에서는 간접 냉각 구획(34)에 비하여 내경이 큰 냉각관을 채용함으로써 간접 냉각 구획(34)을 통과하여 온 캐리어 가스를 급속하게 팽창시켜 냉각 효율을 높이고 있다.

[0009] 그런데 상기 간접 냉각 구획(34)에 있어서는 고온인 채로 냉각관 내에 이송된 캐리어 가스 속의 금속증기에 대해, 복사 냉각이 실시되기 때문에 균일하고 안정적인 핵의 생성, 성장, 결정화가 진행된다. 그러나 특허문헌 2에 기재되어 있는 장치에서 금속분말을 제조하는 경우, 본 발명자 등의 연구에 따르면 종래의 플라즈마 장치에 비하면 얻어지는 금속분말의 입도 분포는 개선되어 있지만, 더욱 샤프한 입도 분포를 얻고자 해도 한계가 있었다.

[0010] 본 발명자 등은 그 원인에 대해 연구를 진행한 바, 간접 냉각 구획에 있어서, 냉각관의 내벽에 가까운 영역과 중앙(축)에 가까운 영역에서는 캐리어 가스의 유속이나 온도, 금속증기의 농도 등에 차이가 생기고 있는 것을 발견하였다. 따라서 확실하지는 않지만, 해당 차이에 의해 냉각관 내의 내벽에 가까운 영역과 중앙에 가까운 영역에서는 핵의 생성 타이밍이 다르고, 빠른 타이밍으로 석출한 핵은 입성장, 특히 합일에 의해 커지는 것에 대해 늦게 석출한 핵은 합일하기 전에 직접 냉각 구획에 도달하여 급냉되고, 입도 분포에 영향을 미치고 있을 가능성을 생각할 수 있다. 또한 상술한 차이는 냉각관의 내경이 작으면 작을수록 현저하게 된다.

[0011] 그래서 본 발명자 등은 도 5의 간접 냉각 구획(34)의 내관(36)의 내경을, 직접 냉각 구획(50)과 동일 정도로까지 넓혀본 바, 생산효율이 현저하게 저하되었다. 이것은 간접 냉각 구획(34)에서의 캐리어 가스 속에 포함되는 금속증기의 농도(밀도)가 떨어졌기 때문에, 핵이 충분히 생성되지 않게 되었기 때문으로 생각된다. 게다가 캐리어 가스의 유속이 늦어지기 때문에 석출한지 얼마 안 되는 핵이 내관(36)의 내벽에 부착하기 쉬워진다는 새로운 문제도 생기는 것을 알았다.

[0012] 본 발명은 이러한 문제를 해결하고, 입도 분포가 좁은 금속분말을 얻을 수 있고, 보다 생산효율이 좋은 금속분말 제조용 플라즈마 장치를 제공하는 것을 목적으로 한다.

### 과제의 해결 수단

[0013] 청구항 1의 발명에 따르면 금속원료가 공급되는 반응용기와,

[0014] 상기 반응용기 내의 금속원료와의 사이에서 플라즈마를 생성하고, 상기 금속원료를 증발시켜 금속증기를 생성하는 플라즈마 토치와,

[0015] 상기 금속증기를 반송하기 위한 캐리어 가스를 상기 반응용기 내에 공급하는 캐리어 가스 공급부와,

[0016] 상기 캐리어 가스에 의해 상기 반응용기로부터 이송되는 상기 금속증기를 냉각하여 금속분말을 생성하는 냉각관을 구비하는 금속분말 제조용 플라즈마 장치에 있어서,

[0017] 상기 냉각관이 상기 반응용기로부터 상기 캐리어 가스에 의해 이송되는 상기 금속증기 또는 금속분말의 1종 이상을 간접적으로 냉각하는 간접 냉각 구획과, 상기 간접 냉각 구획에 이어져서 상기 금속증기 또는 금속분말의 1종 이상을 직접적으로 냉각하는 직접 냉각 구획을 구비하고,

[0018] 상기 간접 냉각 구획이 내경이 다른 2 이상의 구획으로 구성되어 있는 것을 특징으로 하는 금속분말 제조용 플라즈마 장치가 제공된다.

[0019] 청구항 2의 발명에 따르면, 청구항 1에 있어서, 상기 간접 냉각 구획이 적어도 상기 반응용기로부터 상기 금속증기가 이송되는 제 1 간접 냉각 구획과, 해당 제 1 간접 냉각 구획과 상기 직접 냉각 구획의 사이에 배치되는 제 2 간접 냉각 구획을 구비하고,

[0020] 상기 제 1 간접 냉각 구획의 내경이 상기 제 2 간접 냉각 구획의 내경보다 작은 것을 특징으로 하는 금속분말 제조용 플라즈마 장치가 제공된다.

[0021] 청구항 3의 발명에 따르면, 청구항 1에 있어서, 상기 간접 냉각 구획의 적어도 일부에, 전열 제어 부재가 설치되어 있는 것을 특징으로 하는 금속분말 제조용 플라즈마 장치가 제공된다.

[0022] 청구항 4의 발명에 따르면, 청구항 1 내지 청구항 3 중 어느 한 항에 있어서, 상기 간접 냉각 구획이 냉각용 유체로 상기 냉각관의 주위를 냉각하고, 해당 유체를 상기 금속증기 또는 금속분말의 1종 이상에 직접 접촉시키는 일 없이 상기 금속증기 또는 금속분말의 1종 이상을 냉각하는 구획이며,

[0023] 상기 직접 냉각 구획이 냉각용 유체를 상기 금속증기 또는 금속분말의 1종 이상에 직접 접촉시켜 냉각하는 구획인 것을 특징으로 하는 금속분말 제조용 플라즈마 장치가 제공된다.

### 발명의 효과

[0024] 본 발명의 금속분말 제조용 플라즈마 장치에 따르면 금속증기의 농도가 높은 상태에서 간접 냉각을 실시한 후, 금속증기의 농도를 떨어뜨린 상태에서 계속해서 간접 냉각을 실시하고, 그 후, 직접 냉각을 실시할 수 있도록 했다. 이에 따라 핵을 충분히 석출시킨 후, 핵의 생성 그리고 합일에 의한 성장을 제어할 수 있게 되고, 보다 균일한 분위기 중에서 금속분말의 성장, 결정화를 실시할 수 있게 되었다. 그 때문에 본 발명에 의해 얻어지는 금속분말은 종래의 것에 비하여 입도 분포가 좁고, 또한 생산효율도 양호하다.

### 도면의 간단한 설명

[0025] 도 1은 본 발명의 금속분말 제조용 플라즈마 장치의 전체의 구성을 나타내는 도면이다.

도 2는 본 발명의 냉각관의 일례를 나타내는 도면이다.

도 3은 본 발명의 냉각관의 다른 일례를 나타내는 도면이다.

도 4는 본 발명의 냉각관의 다른 일례를 나타내는 도면이다.

도 5는 종래 예 (특허문헌 2)의 냉각관을 나타내는 도면이다.

### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0026] 이하, 구체적인 실시형태에 의거하면서 본 발명을 설명하지만, 본 발명은 이들에 한정되는 것은 아니다.
- [0027] 도 1은 상기 특허문헌 2와 마찬가지로의 이행형 아크 플라즈마 장치에 본 발명을 적용한 금속분말 제조용 플라즈마 장치(100)(이하, 단지 ‘플라즈마 장치’ 라고 한다)의 일례를 나타내고 있고, 반응용기(102)의 내부에서 금속원료를 용융·증발시키고, 생성된 금속증기를 냉각관(103) 내에서 냉각하여 응결시킴으로써 금속입자를 생성한다.
- [0028] 또한 본 발명에 있어서 금속원료로는 목적으로 하는 금속분말의 금속 성분을 함유하는 도전성의 물질이면 특별히 제한은 없고, 순금속 외, 2종 이상의 금속 성분을 포함하는 합금이나 복합물, 혼합물, 화합물 등을 사용할 수 있다. 금속 성분의 일례로는 은, 금, 카드뮴, 코발트, 동, 철, 니켈, 팔라듐, 백금, 로튬, 루테튬, 탄탈, 티탄, 텅스텐, 지르코늄, 몰리브덴, 니오브 등을 들 수 있다. 특별히 제한은 없지만, 취급 용이성에서, 금속원료로는 수 mm~수십 mm 정도 크기의 입자 형상(粒狀)이나 덩어리 형상(塊狀)의 금속재료 또는 합금재료를 사용하는 것이 바람직하다.
- [0029] 이하에서는 이해를 용이하게 하기 위해, 금속분말로서 니켈 분말을 제조하고, 금속원료로서 금속니켈을 이용하는 예로 설명하지만, 본 발명은 이것에 한정되는 것은 아니다.
- [0030] 금속 니켈은 미리 장치의 가동을 개시하기 전에 반응용기(102) 내에 소정량을 준비해 두고, 장치의 가동 개시 후에는 금속증기가 되어 반응용기(102) 내에서 감소한 양에 따라 수시로 피드포트(109)로부터 반응용기(102) 내로 보충된다. 그 때문에 본 발명의 플라즈마 장치는 장시간 연속하여 금속분말을 제조하는 것이 가능하다.
- [0031] 반응용기(102)의 위쪽에는 플라즈마 토치(104)가 배치되고, 도시하지 않은 공급관을 통하여 플라즈마 토치(104)에 플라즈마 생성 가스가 공급된다. 플라즈마 토치(104)는 캐소드(106)를 음극, 플라즈마 토치(104)의 내부에 설치된 도시하지 않은 애노드를 양극으로서 플라즈마(107)를 발생시킨 후, 양극을 애노드(105)로 이행함으로써 캐소드(106)와 애노드(105)의 사이에서 플라즈마(107)를 생성하고, 해당 플라즈마(107)의 열에 의해 반응용기(102) 내의 금속 니켈의 적어도 일부를 용융시키고, 니켈의 용탕(溶湯)(108)을 생성한다. 또한 플라즈마 토치(104)는 플라즈마(107)의 열에 의해 용탕(108)의 일부를 증발시켜, 니켈 증기(본 발명의 금속증기에 상당한다)를 발생시킨다.
- [0032] 캐리어 가스 공급부(110)는 니켈 증기를 반송하기 위한 캐리어 가스를 반응 용기(102) 내에 공급한다. 캐리어 가스로는 제조하는 금속분말이 귀금속인 경우는 특별히 제한은 없고, 공기, 산소, 수증기 등의 산화성 가스나 질소, 아르곤 등의 불활성 가스, 이들의 혼합 가스 등을 사용할 수 있으며, 산화하기 쉬운 니켈, 동 등의 비(卑)금속을 제조하는 경우는 불활성 가스를 이용하는 것이 바람직하다. 특별히 거절하지 않는 한 이하의 설명에 있어서는 캐리어 가스로서 질소가스를 사용한다.
- [0033] 또한 캐리어 가스에는 필요에 따라 수소, 일산화탄소, 메탄, 암모니아 가스 등의 환원성 가스나, 알코올류, 카르보산류 등의 유기 화합물을 혼합해도 좋고, 그 외, 금속분말의 성상이나 특성을 개선·조정하기 위해 산소나, 그 외, 인이나 유황 등의 성분을 함유시켜도 좋다. 또한 플라즈마의 생성에 사용된 플라즈마 생성 가스도 캐리어 가스의 일부로 기능한다.
- [0034] 반응용기(102) 내에서 발생한 니켈 증기를 포함하는 캐리어 가스는 냉각관(103)에 이송된다.
- [0035] 냉각관(103)은 캐리어 가스에 포함되는 니켈 증기 또는 니켈 분말의 1종 이상을 간접적으로 냉각하는 간접 냉각 구획(IC)과, 캐리어 가스에 포함되는 니켈 증기 또는 니켈 분말의 1종 이상을 직접적으로 냉각하는 직접 냉각 구획(DC)을 구비한다.
- [0036] 간접 냉각 구획(IC)에서는 냉각용 유체나 외부 히터 등을 이용하여 냉각관(내관)(103)의 주위를 냉각 또는 가열하여, 간접 냉각 구획(IC)의 온도를 제어함으로써 냉각을 실시한다. 냉각용 유체로는 전술한 캐리어 가스나 그 외의 유체를 이용할 수 있고, 또 물, 온수, 메탄올, 에탄올 혹은 이들의 혼합물 등의 액체를 이용할 수도 있다. 단, 냉각 효율이나 코스트적인 관점에서는 냉각용 유체에는 물 또는 온수를 이용하고, 이것을 냉각관(103)의 주위를 순환시켜 냉각관(103)을 냉각하는 것이 바람직하다.



- [0037] 간접 냉각 구획(IC)에서는 고온인 채로 냉각관(103) 내로 이송되는 캐리어 가스 중의 니켈 증기는 복사에 의해 비교적 느리게 냉각되고, 안정적 또한 균일적으로 온도 제어된 분위기 중에서 핵의 생성, 성장, 결정화가 진행됨으로써 캐리어 가스 속에 입경이 가지런한 니켈 분말이 생성된다.
- [0038] 직접 냉각 구획(DC)에서는 간접 냉각 구획(IC)으로부터 이송되어 온 니켈 증기 또는 니켈 분말의 1종 이상에 대해, 도시하지 않은 냉각 유체 공급부로부터 공급되는 냉각용 유체를 분출 또는 혼합하여 직접 냉각을 실시한다. 또한 직접 냉각 구획(DC)에서 사용하는 냉각용 유체는 간접 냉각 구획(IC)에서 사용한 냉각용 유체와 같은 것이어도 다른 것이어도 좋지만, 취급의 용이함이나 코스트적인 관점에서 상기 캐리어 가스와 같은 기체(이하의 실시형태에 있어서는 질소 가스)를 사용하는 것이 바람직하다. 기체를 사용하는 경우, 전술한 캐리어 가스와 마찬가지로, 필요에 따라서 환원성 가스나 유기 화합물, 산소, 인, 유황 등의 성분을 혼합하여 이용해도 좋다. 또 냉각용 유체가 액체를 포함하는 경우는 해당 액체는 분무된 상태에서 냉각관(103) 내로 도입된다.
- [0039] 또한 본 명세서의 도면에 있어서, 간접 냉각 구획(IC) 및 직접 냉각 구획(DC)의 구체적인 냉각기구는 생략되고 있지만, 본 발명의 작용효과를 저해하지 않는 한, 공지의 것을 사용할 수 있고 예를 들면 상기 특허문헌 2에 기재된 것도 적절히 사용할 수도 있다.
- [0040] 간접 냉각 구획(IC) 내의 캐리어 가스 속에는 니켈 증기와 니켈 분말이 혼재하고 있지만, 그 상류측에 비하여 하류측의 니켈 증기의 비율은 낮아진다. 또 장치에 따라서는 직접 냉각 구획(DC) 내의 캐리어 가스 속에 있어서도 니켈 증기와 니켈 분말은 혼재할 수 있다. 단, 상술한 바와 같이, 핵의 생성, 성장, 결정화는 간접 냉각 구획(IC) 내에서 진행하여, 완료되어 있는 것이 바람직하며, 따라서 직접 냉각 구획(DC) 내의 캐리어 가스 속에는 니켈 증기가 포함되지 않는 것이 바람직하다.
- [0041] 금속분말을 포함하는 캐리어 가스는 냉각관(103)으로부터 더욱 하류를 향하여 반송되고, 도시하지 않은 포집기에 있어서 금속분말과 캐리어 가스로 분리되며, 금속분말이 회수된다. 또한 포집기에서 분리된 캐리어 가스는 캐리어 가스 공급부(110)에서 재이용하도록 구성해도 좋다.
- [0042] 또 플라즈마 장치(100)의 가동 중, 냉각관(103) 내에 있어서 캐리어 가스 속의 니켈 분말의 일부나 니켈 증기로부터의 석출물이 서서히 냉각관(103)의 내벽에 부착하고, 경우에 따라서는 산화물이나 그 외의 화합물이 되어 퇴적하는 경우가 있다. 그러므로 냉각관(103) 내에 부착한 부착물을 제거하기 위해 냉각관(103) 내에, 수동 혹은 자동으로 왕복 운동 그리고 축 주위방향으로 회전 운동되는 스크레이퍼(101)를 배치하는 것이 바람직하다. 스크레이퍼(101)에 의해 부착물에 대해 물리적인 힘이 가해짐으로써 부착물을 효과적으로 긁어 떨어뜨릴 수 있다.
- [0043] 냉각관(103)은 도 2에 나타내는 바와 같이, 간접 냉각 구획(IC)이 제 1 간접 냉각 구획(130)과 제 2 간접 냉각 구획(140)의 2구획으로 나누어져 있다. 제 1 간접 냉각 구획(130)의 내관(120)의 내경은 직접 냉각 구획(DC)의 내관(160)의 내경보다 작다.
- [0044] 본 발명은 제 1 간접 냉각 구획(130)과 직접 냉각 구획(DC)의 사이에, 제 2 간접 냉각 구획(140)을 구비하는 것을 특징으로 한다. 제 2 간접 냉각 구획(140)의 내관(121)의 내경은 제 1 간접 냉각 구획(130)의 내관(120)의 내경보다 크다. 또 제 2 간접 냉각 구획(140)의 내관(121)의 내경은 직접 냉각 구획(DC)의 내관(160)의 내경과 대략 같게 되어 있다. 제 1 간접 냉각 구획(130)의 내관(120)과 제 2 간접 냉각 구획(140)의 내관(121)의 내경의 비가 0.05 : 1~0.95 : 1인 것이 바람직하다.
- [0045] 본 발명은 상기의 특징을 구비함으로써 생산 효율이 좋고, 입도 분포가 좁은 금속분말이 얻어진 것이다. 해당 특징에 의해 그와 같은 우수한 작용 효과가 얻어지는 이유는 확실하지 않지만, 다음과 같은 것이 아닌가 하고 생각된다.
- [0046] 본 발명에 있어서, 캐리어 가스 속의 금속증기는 제 1 간접 냉각 구획(130)에 유도된 시점에서는 농도도 높고, 온도도 수천 K(예를 들면 3000K)이지만, 간접 냉각(복사 냉각)됨으로써 해당 온도는 금속의 비점 가까이까지 강하하고, 거의 동시에 많은 핵이 석출되기 시작하며 입성장이 시작된다. 입성장에는 크게 나누어 핵의 주위에 있는 금속증기가 핵의 표면 상에 석출하면서 진행되어 가는 입성장파, 서로 인접하는 복수의 핵이 합일하면서 진행되어 가는 입성장이 있지만, 입도 분포의 광협에 대한 영향으로는 후자가 지배적이라고 생각된다. 본 발명에 있어서는 제 1 간접 냉각 구획(130)에 비하여 내경이 큰 제 2 간접 냉각 구획(140)을 구비하고 있기 때문에 제 1 간접 냉각 구획(130)에 있어서 핵의 생성이 충분히 실시된 후, 핵을 포함하는 금속증기는 제 2 간접 냉각 구획(140)에서 계속해서 간접 냉각(복사 냉각)이 실시된다. 제 2 간접 냉각 구획(140)에 있어서는 캐리어 가스 속의 금속 농도(금속증기와 핵을 포함하는 농도)가 떨어지고 합일에 의한 입성장이 억제되는 한편, 캐리어 가스

의 유속도 떨어지기 때문에 보다 느리고 안정된 균일적인 분위기 중에서 입성장이 진행되게 된다. 이상과 같은 이유에서 본 발명에 있어서는 가령 다른 타이밍에서 석출하는 핵이 있어도 그 지름에 큰 차가 생기기 어렵게 되어 있어, 그 결과, 좁은 입도 분포의 금속분말이 얻어지고 있는 것이 아닌가하고 추측된다.

[0047] 본 발명의 냉각관(103)으로는 도 3과 같은 구성이어도 좋다. 또한 도면 중, 도 2의 예와 마찬가지로의 부위에는 같은 부호를 붙이고, 설명을 할애한다.

[0048] 도 3에 있어서는 간접 냉각 구획(IC)이 각각 지름이 다른 제 1 간접 냉각 구획(230), 제 2 간접 냉각 구획(240), 제 3 간접 냉각 구획(250)으로 이루어진다. 내관(220), 내관(221), 내관(222)의 순번으로 내경이 커지고 있다. 내관(220, 221, 222, 160)의 내경을 적절하게 조합시킴으로써 캐리어 가스의 유속이나 금속 농도를 다양하게 제어할 수 있고, 원하는 종류의 금속, 평균 입경, 입도 분포에 따를 수 있다. 이와 같이 지름이 다른 간접 냉각 구획을 늘림으로써 도 2의 예에 비하여 인접하는 간접 냉각 구획과의 내경의 차를 작게 할 수 있기 때문에 냉각관(103) 내에 있어서의 캐리어 가스의 기류를 보다 안정화시킬 수 있다.

[0049] 또 본 발명의 냉각관(103)으로는 도 4와 같은 구성이어도 좋고, 이 예에서는 제 2 간접 냉각 구획(340)에 있어서의 내관(321)의 내경이 하류측을 향하여 서서히 커지는 형상으로 되어 있다. 이와 같은 형상으로 함으로써 냉각관(103) 내에 있어서의 캐리어 가스의 기류의 흐트러짐을 억제하여 보다 안정화시킬 수 있다. 또 제 1 간접 냉각 구획(330)의 내관(320) 또는 제 2 간접 냉각 구획(340)의 내관(321)의 1종 이상의 외주를 내열성의 섬유소재나 무기 접착제 등의 전열 제어 부재(360)로 피복·충전하는 것이 바람직하다. 해당 전열 제어 부재(360)의 충전량을 바꿈으로써 냉각 효율을 제어할 수 있다.

[0050] [실시예]

[0051] [실시예 1]

[0052] 도 1에 기재한 플라스마 장치(100)로 니켈 분말의 제조를 실시했다. 냉각관(103)으로는 내경 8cm의 내관(120)(제 1 간접 냉각 구획)과, 내경 18cm의 내관(121)(제 2 간접 냉각 구획)과, 내경 18cm의 내관(160)(직접 냉각 구획)을 조합한 것을 이용하였다. 또한 내관(120)의 길이를 35cm, 내관(121)의 길이를 80cm, 내관(160)의 길이를 60cm로 하였다.

[0053] 또 냉각관을 통과하는 캐리어 가스는 매분 300L로 하고, 금속 농도가  $2.1 \sim 14.5 \text{g/m}^3$ 의 범위가 되도록 제어하였다.

[0054] 얻어진 니켈 분말에 대해서, 레이저식 입도 분포 측정장치를 이용하여 측정한 입도 분포의 중량 기준의 적산분률 10%값, 50%값, 90%값(이하, 각각 「D10」 「D50」 「D90」이라고 한다)으로부터 입도 분포의 지표로서  $SD=(D90-D10)/D50$ 로 나타내어지는 SD값을 구했다.

[0055] 실시예 1에서 얻어진 니켈 분말은  $D50=0.46 \mu\text{m}$ ,  $SD=1.27$  이라는 입도 분포가 좁은 것이었다.

[0056] [비교예 1]

[0057] 내관(121)(제 2 간접 냉각 구획)을 구비하는 일 없이, 내경 8cm, 길이 115cm의 내관(120)(제 1 냉각 구획)에, 내관(160)(직접 냉각 구획)을 접속한 종래 예와 마찬가지로의 냉각관을 이용한 것 이외는 실시예 1과 동일 장치, 동일 조건으로 니켈 분말을 제조했다.

[0058] 비교예 1에서 얻어진 니켈 분말은  $D50=0.47 \mu\text{m}$ ,  $SD=1.36$ 이었다.

[0059] [실시예 2]

[0060] 내관(120)(제 1 간접 냉각 구획)의 내경을 10cm로 변경한 것 이외는 실시예 1과 마찬가지로 하여 니켈 분말을 제조했다.

[0061] 실시예 2에서 얻어진 니켈 분말은  $D50=0.43 \mu\text{m}$ ,  $SD=1.15$ 라는 입도 분포가 좁은 것이었다.

[0062] [실시예 3]

[0063] 내관(120)(제 1 간접 냉각 구획)의 길이를 42cm, 내관(121)(제 2 간접 냉각 구획)의 길이를 73cm로 한 것 이외는 실시예 2와 마찬가지로 하여 니켈 분말을 제조하였다.

[0064] 실시예 3에서 얻어진 니켈 분말은  $D50=0.42 \mu\text{m}$ ,  $SD=1.09$ 라는 입도 분포가 좁은 것이었다.



- [0065] [비교예 2]
- [0066] 내관(121)(제 2 간접 냉각 구획)을 구비하지 않고, 내경 10cm, 길이 115cm의 내관(120)(제 1 냉각 구획)에 내관(160)(직접 냉각 구획)을 접속한 종래 예와 마찬가지로의 냉각관을 이용한 것 이외는 실시예 3과 마찬가지로의 장치, 마찬가지로의 조건에서 니켈 분말을 제조했다.
- [0067] 비교예 2에서 얻어진 니켈 분말은  $D_{50}=0.45\mu\text{m}$ ,  $SD=1.30$ 이었다.
- [0068] 이상의 결과로부터 실시예 1~3에서 얻어진 니켈 분말은 비교예 1~2에서 얻어진 니켈 분말에 비하여 입도 분포가 좁은 것이었다.
- [0069] 또한 본 발명에 있어서, 간접 냉각 구획이나 직접 냉각 구획에 있어서의 내관의 내경이나 길이는 목적으로 하는 금속의 종류나 금속증기의 농도, 캐리어 가스의 유량, 금속증기나 캐리어 가스의 온도, 관내의 온도 분포 등등에 따라 적절히 변경, 설정되어야 하는 것이며, 상술한 예에 한정되는 것은 아니다.

### 산업상 이용가능성

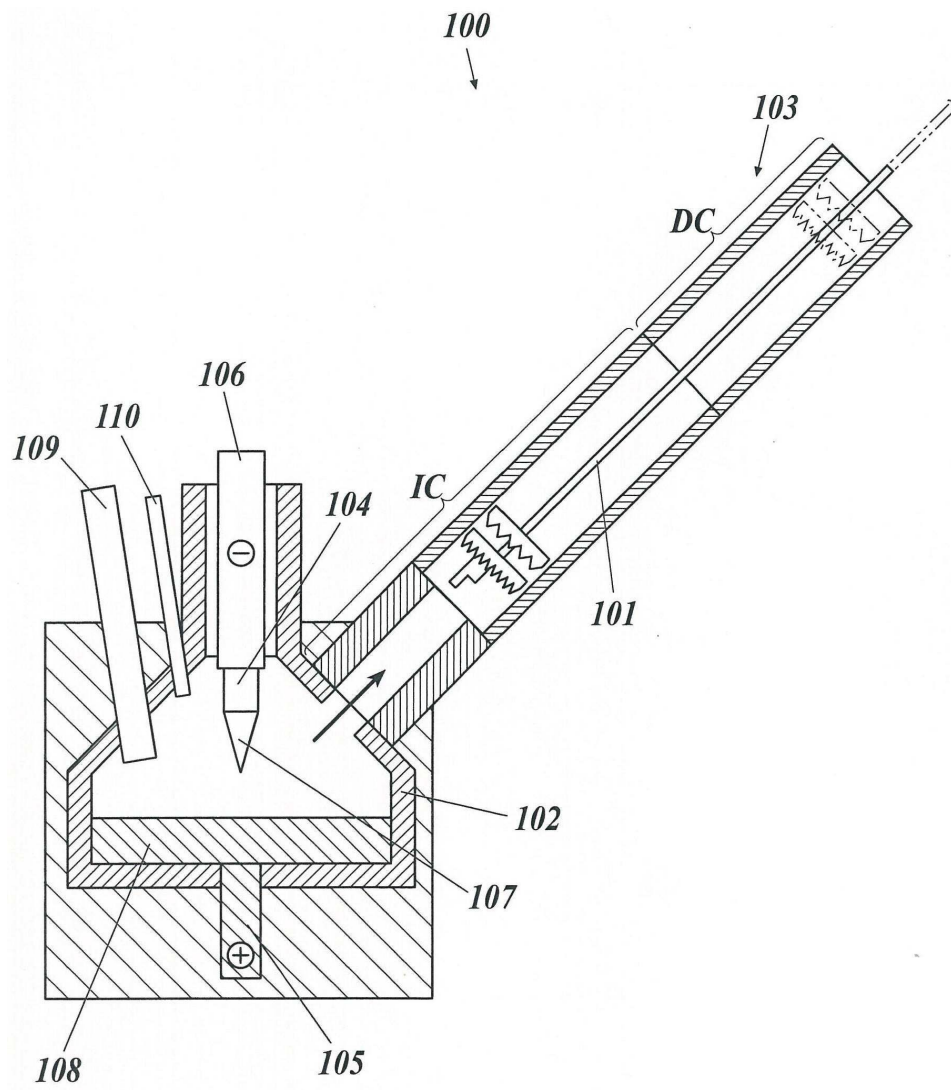
- [0070] 본 발명은 각종 전자부품이나 전자기기 등에 사용되는 금속분말을 제조하는 플라즈마 장치에 이용할 수 있다.

### 부호의 설명

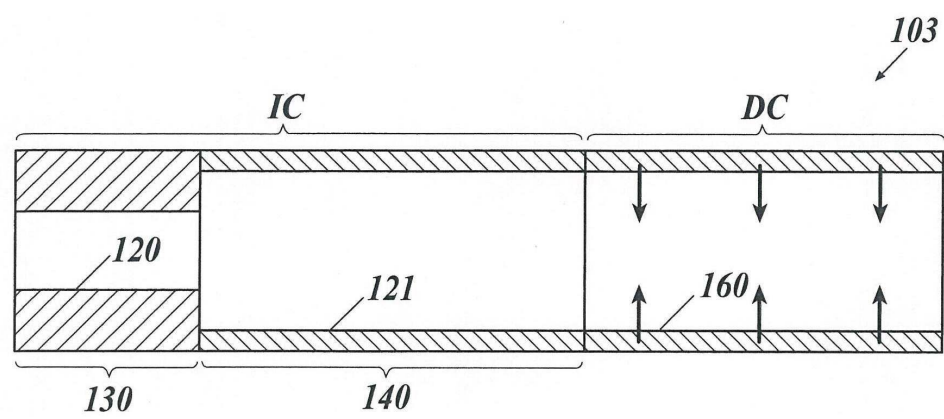
- |        |                       |                   |
|--------|-----------------------|-------------------|
| [0071] | 100: 금속분말 제조용 플라즈마 장치 | 102: 반응용기         |
|        | 103: 냉각관              | 104: 플라즈마 토치      |
|        | 107: 플라즈마             | 110: 캐리어 가스 공급부   |
|        | 130: 제 1 간접 냉각 구획     | 140: 제 2 간접 냉각 구획 |
|        | 360: 전열 제어 부재         | DC: 직접 냉각 구획      |
|        | IC: 간접 냉각 구획          |                   |

도면

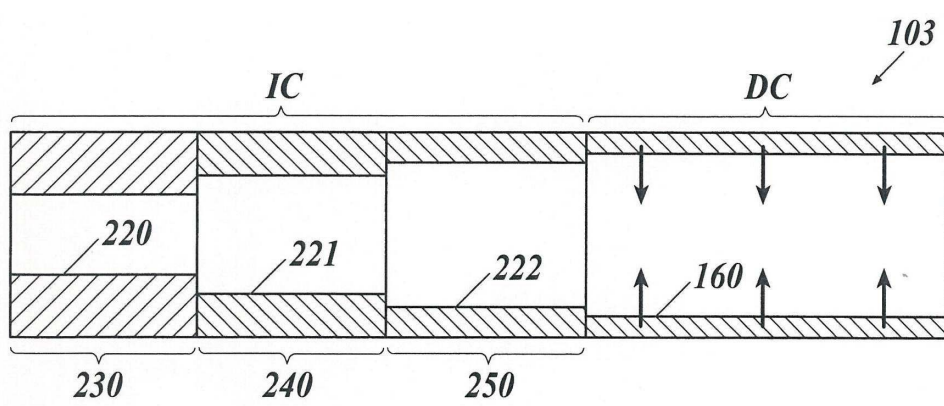
도면1



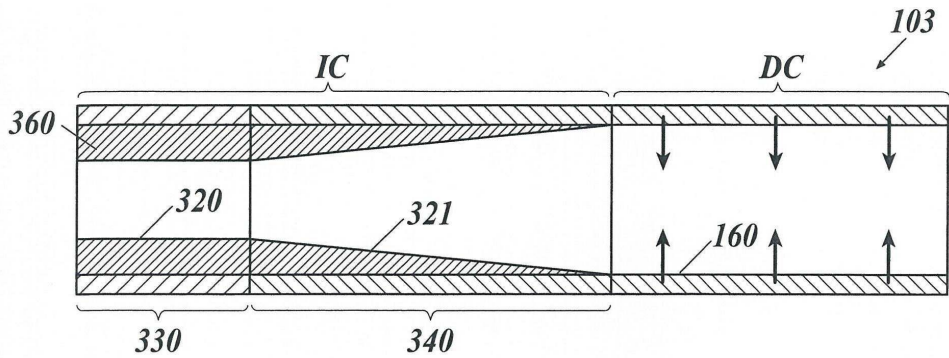
도면2



도면3



도면4



도면5

