(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년11월28일
(11) 등록번호 10-1679725
(24) 등록일자 2016년11월21일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B22F 9/04 (2006.01) *B22F 1/02* (2006.01)
C23C 14/34 (2006.01)
(52) CPC특허분류
B22F 9/04 (2013.01)
B22F 1/02 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2015-0087330
(22) 출원일자 2015년06월19일
심사청구일자 2015년06월19일
(56) 선행기술조사문헌
KR101525957 B1*
KR1020090045412 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) 303동 204호
김태희
경기도 부천시 중동로 64 109동 301호 (송내동, 중동역푸르지오아파트)
박시택
인천광역시 부평구 안남로 260 (산곡동, 현대5차아파트) 506동 615호
(74) 대리인
이원희

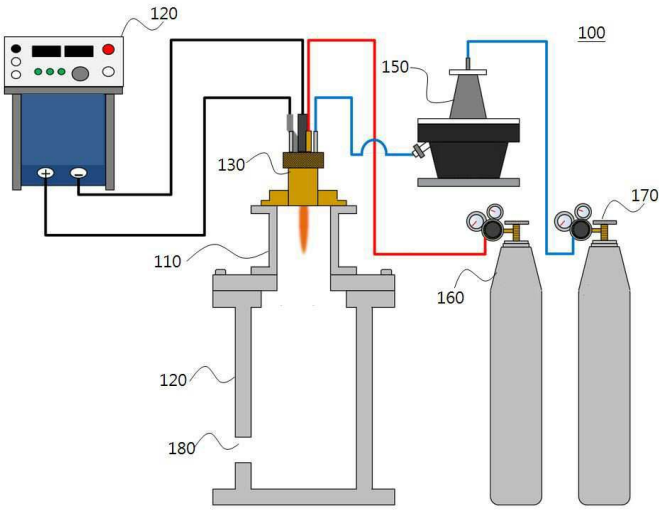
전체 청구항 수 : 총 6 항 심사관 : 김동훈

(54) 발명의 명칭 **비이송식 열플라즈마 방법을 이용하여 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자의 제조 방법**

(57) 요 약

본 발명은 비이송식 열플라즈마 방법을 이용하여 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자의 제조 방법에 관한 것으로, 반응관, 상기 반응관과 연결된 반응기, 상기 반응관 내부에 플라즈마 제트를 발생시키는 플라즈마 토치, 상기 플라즈마 토치에 전원을 공급하는 DC 전원 공급장치, 상기 반응관 내부에 분말을 공급하는 원료 공급 장치를 포함하는 비이송식 열플라즈마 장치를 준비하는 단계, 상기 원료 공급 장치 내에 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 넣는 단계, 상기 원료 공급 장치로부터 상기 반응관 내부로 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 공급하는 단계, 상기 DC 전원 공급 장치가 전원을 공급하여 상기 플라즈마 토치가 플라즈마 제트를 발생시키는 단계 및 상기 반응관 내에서 니켈(Ni) 분말의 표면에 은(Ag)이 코팅되는 단계를 포함한다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
C23C 14/3471 (2013.01)
B22F 2202/13 (2013.01)
B22F 2301/255 (2013.01)
B22F 2301/40 (2013.01)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 10043264
부처명 산업통상자원부
연구관리전문기관 한국산업기술진흥원
연구사업명 World Class 300 프로젝트(WC-300)
연구과제명 고효율(21%), 저비용 걸정질 실리콘 태양전지 전극소재 개발
기 여 율 1/1
주관기관 (주)대주전자재료
연구기간 2014.08.01 ~ 2015.07.31
공지예외적용 : 있음

명 세 서

청구범위

청구항 1

반응관, 상기 반응관과 연결된 반응기, 상기 반응관 내부에 플라즈마 제트를 발생시키는 플라즈마 토치, 상기 플라즈마 토치에 전원을 공급하는 DC 전원 공급장치, 상기 반응관 내부에 분말을 공급하는 원료 공급 장치를 포함하는 비이송식 열플라즈마 장치를 준비하는 단계;

상기 원료 공급 장치 내에 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 넣는 단계;

상기 원료 공급 장치로부터 상기 반응관 내부로 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 공급하는 단계;

상기 DC 전원 공급 장치가 전원을 공급하여 상기 플라즈마 토치가 플라즈마 제트를 발생시키는 단계;

상기 반응관 내에서 상기 니켈(Ni) 분말이 용융되어 구형을 형성하는 단계; 및

상기 용융된 니켈 분말의 표면에 상기 은(Ag) 분말이 기화되어 코팅되는 단계;를 포함하는 비이송식 열플라즈마 방법을 이용하여 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자의 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 원료 공급 장치 내에 넣는 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말의 질량비는 10:1 내지 5:1인 것을 특징으로 하는 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자의 제조 방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 반응관 내에서 니켈(Ni) 분말의 표면에 은(Ag)이 코팅되는 단계는, 플라즈마 제트(Plasma Jet)에 의해 은(Ag) 분말이 기화되어 상기 니켈(Ni) 분말의 표면에 코팅이 되는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 비이송식 열플라즈마 방법을 이용하여 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자의 제조 방법.

청구항 4

삭제

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 원료 공급 장치로부터 상기 반응관 내부로 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 공급하는 단계는, 상기 원료 공급 장치 내부로 캐리어 가스를 공급하는 단계를 포함하고, 상기 캐리어 가스는 아르곤인 것을 특징으로 하는 비이송식 열플라즈마 방법을 이용하여 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자의 제조 방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 DC 전원 공급 장치에서 공급되는 전원은 전류 300 A 및 전압 30 V인 것을 특징으로 하는 비이송식 열플라즈마 방법을 이용하여 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자의 제조 방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 DC 전원 공급 장치가 전원을 공급하여 상기 플라즈마 토치가 플라즈마 제트를 발생시키는 단계는, 상기 반응관 내로 플라즈마 작동 가스를 공급하는 단계를 더 포함하고, 상기 플라즈마 작동 가스는 아르곤인 것을 특징으로 하는 비이송식 열플라즈마 방법을 이용하여 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자의 제조 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 비이송식 열플라즈마 방법을 이용하여 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자의 제조 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 일반적으로 은(Ag)은 매우 높은 열전도도 (429 $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$)와 높은 전기전도도 ($62.1 \times 10^6$ S/m)를 가지고 있어, 전극물질로 활용이 될 수 있다. 이러한 은(Ag) 분말은 전도성 잉크, 페이스트 등 전자 분야 등 다양한 산업에서 다양한 용도로 활용될 수 있으며, 그 용도가 확대되어 가고 있다.

[0003] 그러나 은(Ag)은 귀금속으로, 그 값이 비싸고, 가격의 변동 또한 심하기 때문에 산업적으로 이용할 때, 여러 가지 큰 부담감을 줄 수 있다. 이러한 문제점을 해결하기 위해 구리(Cu)에 은(Ag)을 코팅하는 방법 등이 연구되고 있다.

[0004] 아래의 선행기술문헌은 구리(Cu)에 은(Ag)을 코팅하는 방법으로 전해도금, 무전해도금, 스퍼터링, 기상반응법 등을 개시하고 있다. 그러나, 구리의 경우 내산화성 등이 문제가 되어 적용분야에 한계가 있다.

[0005] 한편, 열플라즈마는 전자, 양성자, 중성자 등의 활성종으로 이루어진 수천 K~수만 K의 플라즈마로서 원료 물질을 기화, 반응 시킨 후 급냉을 통해 미립자를 얻는 공정으로서 분위기의 조성을 통해 반응의 방향을 결정한다. 또한, 플라즈마의 발생 가스, 반응 가스 및 퍼지 가스의 주입을 통해 산화, 환원, 질화 분위기 등 다양한 반응 조건을 형성할 수 있는 장점이 있다.

[0006] 이러한 열플라즈마는 발생과 유지 방식에 따라 크게 RF(Radio frequency), 이송식(Transferred), 비이송식(Non-Transfered)으로 나눌 수 있다. 재료 합성에 있어서 RF방식의 열플라즈마는 일반적으로 고순도의 물질을 합성할 수 있지만, 에너지적인 측면에서 효율이 좋지 않고, 주입시키는 방전가스 등의 양이 많이 필요하기 때문에 경제적인 측면에서 불리하다. 또한, 이송식 열플라즈마의 경우 플라즈마 아크(Plasma Arc)에 의해 원료가 합성되는 바, 마이크로 크기의 반응물이 형성되기 어렵고, 반응물의 크기를 조절할 수 없는 단점이 있다.

[0007] 이에, 본 발명자들은 비이송식 열플라즈마를 이용하여 은(Ag) 코팅된 니켈(Ni) 입자를 제조하는 방법을 연구하던 중, 본 발명을 개발하고 완성하였다.

선행기술문헌

특허문헌

[0008] (특허문헌 0001) 한국 공개특허공보 제10-2014-0071991호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 본 발명의 목적은 앞서 기재된 문제점을 해결하고, 은(Ag)의 우수한 성질을 활용하면서도 은(Ag)의 사용량을 줄여 비용을 감소할 수 있는 비이송식 열플라즈마 방법을 이용하여 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자의 제조 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0010] 본 발명의 실시 예를 따르는 비이송식 열플라즈마 방법을 이용하여 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자의 제조 방법은, 반응관, 상기 반응관과 연결된 반응기, 상기 반응관 내부에 플라즈마 제트를 발생시키는 플라즈마 토치, 상기 플라즈마 토치에 전원을 공급하는 DC 전원 공급장치, 상기 반응관 내부에 분말을 공급하는 원료 공급 장치를 포함하는 비이송식 열플라즈마 장치를 준비하는 단계, 상기 원료 공급 장치 내에 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 넣는 단계, 상기 원료 공급 장치로부터 상기 반응관 내부로 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 공급하는 단계, 상기 DC 전원 공급 장치가 전원을 공급하여 상기 플라즈마 토치가 플라즈마 제트를 발생시키는 단계 및 상기 반응관 내에서 니켈(Ni) 분말의 표면에 은(Ag)이 코팅되는 단계를 포함한다.

[0011] 상기 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말의 질량비는 10:1 내지 5:1일 수 있다.

[0012] 또한, 상기 반응관 내에서 니켈(Ni) 분말의 표면에 은(Ag)이 코팅되는 단계는, 플라즈마 제트(Plasma Jet)에 의해 은(Ag) 분말이 기화되어 상기 니켈(Ni) 분말의 표면에 코팅이 되는 단계를 포함할 수 있다.

[0013] 또한, 상기 반응관 내에서 니켈(Ni) 분말의 표면에 은(Ag)이 코팅되는 단계는, 상기 니켈(Ni) 분말이 용융되어 구형을 형성하는 단계 및 상기 용융된 니켈(Ni) 분말의 표면에 상기 은(Ag) 분말이 기화되어 코팅이 되는 단계를 포함할 수 있다.

발명의 효과

[0014] 본 발명의 실시 예를 따르는 비이송식 열플라즈마 방법을 이용하여 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자의 제조 방법은 앞서 기재된 문제점을 해결하고, 은(Ag)의 우수한 성질을 활용하면서도 은(Ag)의 사용량을 줄여 비용을 감소할 수 있는 효과가 있다.

도면의 간단한 설명

[0015] 도 1은 본 발명의 실시 예를 따르는 비이송식 열플라즈마 방법을 이용하여 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자의 제조 방법에 사용되는 비이송식 열플라즈마 장치를 도시한 것이다.

도 2 (a)는 원료로 사용되는 은(Ag) 분말의 SEM(Scanning Electron Microscope) 사진이고, 도 2(b)는 원료로 사용되는 니켈(Ni) 분말의 SEM 사진이다.

도 3은 실시 예 및 비교 예의 조건에 따라 생성된 입자의 XRD(X-ray Diffraction) 분석 결과를 도시한 것이다.

도 4는 실시 예 및 비교 예의 조건에 따라 생성된 입자의 SEM 사진을 도시한 것이다.

도 5는 실시 예 및 비교 예의 조건에 따라 생성된 입자의 TEM(Transmission Electron Microscopy) 사진 및 EDS(Energy-Dispersive Spectroscopy) Mapping 분석 결과를 도시한 것이다.

도 6(a)는 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 동일한 원료 공급 장치를 사용하여 반응관에 공급하여 제조한 은(Ag) 코팅된 니켈(Ni) 입자의 SEM 사진이고, 도 6(b)는 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 각각 별개의 원료 공급 장치를 사용하여 반응관에 공급하여 제조한 입자의 SEM이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0016] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시 형태들을 다음과 같이 설명한다. 그러나, 본 발명의 실시 형태는 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 이하 설명하는 실시 형태로 한정되는 것은 아니다. 또한, 본 발명의 실시 형태는 당해 기술분야에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 발명을 더욱 완전하게 설명하기 위해서 제공되는 것이다. 따라서, 도면에서의 요소들의 형상 및 크기 등은 보다 명확한 설명을 위해 과장될 수 있으며, 도면 상의 동일한 부호로 표시되는 요소는 동일한 요소이다. 또한, 유사한 기능 및 작용을 하는 부분에 대해서는 도면 전체에 걸쳐 동일한 부호를 사용한다. 덧붙여, 명세서 전체에서 어떤 구성요소를 "포함"한다는 것은 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성요소를 더 포함할 수 있다는 것을 의미한다.

[0017] 본 발명의 실시 예를 따르는 비이송식 열플라즈마 방법을 이용하여 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자의 제조 방법은, 반응관(110), 상기 반응관(110)과 연결된 반응기(120), 상기 반응관(110) 내부에 플라즈마 제트를 발생시키는 플라즈마 토치(130), 상기 플라즈마 토치(130)에 전원을 공급하는 DC 전원 공급 장치(140), 상기 반응관(110) 내부에 분말을 공급하는 원료 공급 장치(150)를 포함하는 비이송식 열플라즈마 장치(100)를 준비하는 단계, 상기 원료 공급 장치(150) 내에 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 넣는 단계, 상기 원료 공급 장치(150)로부터 상기 반응관(110) 내부로 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 공급하는 단계, 상기 DC 전원 공급 장치(140)가 전원을 공급하여 상기 플라즈마 토치(130)가 플라즈마 제트를 발생시키는 단계 및 상기 반응관(110) 내에서 니켈(Ni) 분말의 표면에 은(Ag)이 코팅되는 단계를 포함한다.

[0018] 상기 비이송식 열플라즈마 장치(100)를 준비하는 단계에 대하여 도 1을 참조하여 보다 상세히 설명한다.

[0019] 도 1은 본 발명의 실시 예를 따르는 비이송식 열플라즈마 방법을 이용하여 은(Ag) 코팅된 니켈(Ni) 입자의 제조 방법에 사용되는 비이송식 열플라즈마 장치(100)를 도시한 것이다.

[0020] 열플라즈마 방법에는 이송식(Transferable) 및 비이송식(Nontransferable)이 있다. 이송식 열플라즈마 방법의 경우 플라즈마 토치에서 발생되는 플라즈마 아크(Plasma Arc)에 의해 원료가 기화된 상태에서 반응이 발생하게 된다. 이 경우, 은(Ag) 분말은 물론 니켈(Ni) 분말까지 기화되어 코팅 반응이 이루어진다. 이와 같이 은(Ag) 분말 및 니켈(Ni) 분말이 기화됨에 따라 상기 은(Ag) 분말 및 니켈(Ni) 분말은 나노 크기의 입자가 되어 서로 반응한다.

[0021] 이러한 공정을 통해 제조된 은(Ag)이 코팅된 니켈(Ni) 입자는 나노 사이즈의 입자가 되기 때문에, 본 발명에서 목적으로 하는 은(Ag)이 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자를 생성할 수 없다. 또한, 니켈(Ni) 입자가 구형을 이루고 성장하기 위해 충분한 반응시간이 주어지지 않기 때문에 구형의 니켈(Ni) 입자를 얻을 수 없으며, 니켈(Ni) 입자의 크기를 조절할 수 없다.

[0022] 비이송식 열플라즈마 방법의 경우 플라즈마 토치(130)에서 발생되는 플라즈마 제트(Plasma Jet)를 이용한다. 은(Ag) 분말 및 니켈(Ni) 분말은 기화점이 서로 다르다. 따라서, 상기 플라즈마 제트에 의해 은(Ag) 분말은 기화되어 나노 크기가 되고, 니켈(Ni) 분말은 기화되지 않고 용융된 상태로 있을 수 있다. 이 후, 상기 용융된 니켈

(Ni) 분말의 표면에 기화된 은(Ag)이 흡착하는 코팅 반응이 이루어진다. 이러한 공정을 통해 제조된 은(Ag) 이 코팅된 니켈(Ni) 입자는 마이크로 크기를 갖는다.

[0023] 또한, 비이송식 열플라즈마 방법을 사용하는 경우, 이송식 열플라즈마 방법에 비하여 니켈(Ni) 분말이 반응관(110) 내부 머무르는 시간이 길어 충분한 코팅이 이루어질 수 있으며, 상기 반응관(110) 내부에서 플라즈마 제트에 의해 용융된 니켈(Ni) 분말은 구형을 이룰 수 있고, 시간에 따라 성장할 수 있다.

[0024] 이와 같이, 상기 비이송식 열플라즈마 방법을 사용하고 그 공정 조건을 조절함으로써 은(Ag)이 코팅된 니켈(Ni) 입자의 크기를 조절할 수 있으며, 마이크로 크기의 입자를 제조할 수 있다.

[0025] 도 1을 참조하면, 상기 비이송식 열플라즈마 장치(100)는 반응관(110), 상기 반응관(110)과 연결된 반응기(120), 상기 반응관(110) 내부에 플라즈마 제트를 발생시키는 플라즈마 토치(130), 상기 플라즈마 토치(130)에 전원을 공급하는 DC 전원 공급 장치(140), 상기 반응관(110) 내부에 분말을 공급하는 원료 공급 장치(150)를 포함한다.

[0026] 상기 반응관(110)은 은(Ag) 분말 및 니켈(Ni) 분말이 서로 반응하여 용융된 니켈(Ni) 분말의 표면에 기화된 은(Ag)이 코팅되는 장소이다. 상기 반응관(110)은 내부 직경이 45 mm, 길이가 160 mm일 수 있다. 또한, 스테인리스로 이루어진 이중관 형상일 수 있다. 상기 반응기(120)는 상기 반응관(110)과 연결되어 배치될 수 있다.

[0027] 상기 반응관(110) 내에서 플라즈마 제트에 의해 기화된 은(Ag) 분말이 용융된 니켈(Ni) 분말의 표면에 붙어 성장이 진행되고 냉각이 진행된다. 이 후 상기 반응관(110) 내에서 은(Ag) 코팅된 니켈(Ni) 입자가 형성되며, 상기 반응기(120)에서는 상기 반응관(110) 내에서 니켈(Ni) 분말의 표면에 붙지 못한 은(Ag) 분말이 존재할 수 있다. 또한, 상기 반응관(110)의 내벽에서는 은(Ag) 코팅된 니켈(Ni) 입자가 관찰될 수 있다.

[0028] 상기 반응기(120)의 일부에는 배출구(180)가 배치되어 상기 배출구(180)를 통해 상기 반응에 의해 발생한 가스를 배출할 수 있다.

[0029] 상기 플라즈마 토치(130)는 플라즈마 제트(Plasma Jet)를 생성하는 역할을 하며, 상기 반응관(110)과 연결되어 배치될 수 있다. 상기 플라즈마 토치(130)에서 발생시킨 전자, 이온, 원자와 분자로 구성된 이온화 기체를 플라즈마라고 하며, 수천 내지 수만 K에 이르는 초고온 및 고 열용량을 가진 고속의 제트 불꽃 형태를 띠고 있다. 상기 플라즈마 토치(130)는 양극 및 음극을 포함하고 있으며, 상기 양극 및 음극은 텅스텐 등의 도전성 물질로 이루어질 수 있으며, 특별히 제한되지는 않는다.

[0030] 본 발명의 실시 예를 따르는 비이송식 열플라즈마 장치(100)는 반응관(110) 내부로 플라즈마 작동 가스를 공급하는 플라즈마 작동 가스 공급 장치(160)를 더 포함할 수 있으며, 상기 플라즈마 작동 가스로는 아르곤을 사용할 수 있다. 아르곤은 8족 원소로서 비교적 적은 에너지에 의해서도 전자의 방출이 용이하며 비활성 기체로 화학반응에 거의 영향이 없기 때문에 플라즈마를 발생하는 데 사용하기 적당하다. 또한, 아르곤은 고온에서도 불활성을 유지하고 분자량이 작고 열 확산이 용이하므로 아크의 전류밀도를 높여 고온의 플라즈마를 얻는 데 용이하다.

[0031] 상기 DC 전원 공급 장치(140)는 상기 플라즈마 토치(130)에 전원을 공급하는 역할을 하며, 특별히 제한되지 않는다.

[0032] 상기 원료 공급 장치(150)는 은(Ag) 분말 및 니켈(Ni) 분말을 반응관(110) 내부로 공급하는 역할을 한다. 은(Ag) 분말 및 니켈(Ni) 분말을 반응관(110) 내부로 공급하기 위해 캐리어 가스 공급 장치(170)를 더 포함할 수 있다. 상기 캐리어 가스는 아르곤 가스일 수 있다. 아르곤 가스는 비활성 기체로 화학반응에 거의 영향이 없기 때문에 캐리어 가스로서 적당하다.

[0033] 본 발명의 실시 예를 따르는 비이송식 열플라즈마 방법을 이용하여 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자의 제조 방법은, 원료 공급 장치(150) 내에 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 넣는 단계를 포함한다.

[0034] 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 하나의 원료 공급 장치(150)에 넣어 반응관(110)에 함께 공급함으로써 니켈(Ni) 분말의 표면에 은(Ag)을 고르게 코팅할 수 있다. 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 별개의 원료 공급 장치에 넣고 반응관에 각각 독립적으로 공급하는 경우에는 니켈(Ni) 분말이 충분히 용융되지 않아 구형을 이루지 않고 상기 니켈(Ni) 분말의 표면에 은(Ag)이 충분히 코팅되지 않을 수 있다. 이에 대하여는 도 6과 관련하여 아래에서 보다 상세하게 기재한다.

[0035] 도 2 (a)는 원료로 사용되는 은(Ag) 분말의 SEM(Scanning Electron Microscope) 사진이고, 도 2(b)는 원료로 사용되는 니켈(Ni) 분말의 SEM 사진이다. 상기 니켈(Ni) 분말은 마이크로 크기의 분말을 사용할 수 있으며, 바람직하게는 직경이 1 내지 50 ㎛ 인 분말을 사용할 수 있다. 은(Ag) 분말은 직경이 5~8 ㎛ 일 수 있다. 다만, 상기 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말의 크기는 특별히 제한되지 않는다.

[0036]

[0037] 본 발명의 실시 예를 따르는 비이송식 열플라즈마 방법을 이용하여 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자의 제조 방법은, 상기 원료 공급 장치(150)로부터 반응관(110) 내부로 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 공급하는 단계를 포함한다.

[0038] 상기 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말은 캐리어 가스 공급 장치(170)에 의해 공급되는 캐리어 가스에 의해 반응관(110) 내부로 공급될 수 있다.

[0039] 본 발명의 실시 예를 따르는 비이송식 열플라즈마 방법을 이용하여 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자의 제조 방법은, DC 전원 공급 장치(140)가 전원을 공급하여 상기 플라즈마 토치(130)가 플라즈마 제트를 발생시키는 단계 및 상기 반응관(110) 내에서 니켈(Ni) 분말의 표면에 은(Ag)이 코팅되는 단계를 포함한다.

[0040] 상기 DC 전원 공급 장치(140)에서 공급되는 전원은 전류 300 A 및 전압 30 V 일 수 있다. 플라즈마 토치(130)에 전원이 공급되면 플라즈마 아크 및 플라즈마 제트가 형성되며, 상기 플라즈마 제트에 의해 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말이 서로 반응하게 된다.

[0041] 은(Ag)은 니켈(Ni)에 비하여 열전도도가 높고 기화점이 낮다. 따라서, 상기 플라즈마 제트에 의해 은(Ag) 분말은 기화되고 니켈(Ni) 분말은 용융될 수 있다. 이와 같이 은(Ag) 분말은 기화되어 나노 입자를 형성할 수 있으며, 니켈(Ni) 분말은 용융되어 마이크로 크기의 구형 입자를 형성할 수 있다. 결과적으로 상기 용융된 니켈(Ni) 분말의 표면에 기화된 나노 크기의 은(Ag)이 코팅될 수 있다.

[0042] 은(Ag)이 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자는 반응관(110) 내부벽에서 급냉하여 형성될 수 있다.

[0043] 앞서 기재한 제조 방법에 의하여 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자를 제조함으로써 은(Ag)의 특징

을 유지하면서도 은(Ag)의 함량을 줄이고 니켈(Ni)을 포함하기 때문에 제조 비용을 낮출 수 있다.

[0044] **실시 예 및 비교 예**

[0045] 앞서 설명한 방법에 따라 은(Ag) 코팅된 니켈(Ni) 입자를 제조하였다.

[0046] 본 실험에서 반응관, 상기 반응관과 연결된 반응기, 상기 반응관 내부에 플라즈마 제트를 발생시키는 플라즈마 토치, 상기 플라즈마 토치에 전원을 공급하는 DC 전원 공급장치, 상기 반응관 내부에 분말을 공급하는 원료 공급 장치를 포함하는 비이송식 열플라즈마 장치를 사용하였다.

[0047] 상기 반응관은 내부 직경이 45 ㎜, 길이가 160 ㎜ 인 것을 사용하였고, 반응기는 내부 직경이 300 ㎜, 길이가 300 ㎜ 인 것을 사용하였다. 플라즈마 토치, 반응관과 반응기 주변으로는 모두 냉각수를 흘려주었다. 플라즈마 작동 가스는 아르곤 기체를 15 L/min 조건으로 사용하였으며, DC 전원 공급 장치를 이용하여 전류 300 A, 전압 30.1 V, 전력 9 kW 조건에서 플라즈마를 발생시켰다.

[0048] 본 실험에서 사용된 니켈(Ni) 분말은 크기가 50 ㎛ 이하, 은(Ag) 분말은 크기가 5~8 ㎛인 것을 사용하였다. 상기 분말을 원료 공급 장치에 넣고, 캐리어 가스로 아르곤 가스를 이용하여 반응관 내부로 공급하였다. 상기 캐리어 가스는 5L/min 조건으로 사용하였으며, 상기 은(Ag) 분말 및 니켈(Ni) 분말이 반응관 내부로 주입되는 속도는 1.5 g/min으로 설정하였다. 본 실험에서 제조된 니켈(Ni) 입자는 반응관 내에서 포집하였다.

[0049] 본 실험에서 R1, R2, R3 및 R4는 하나의 원료 공급 장치에 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 넣어 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 반응관 내부로 동시에 공급한 것이다. 이 때, 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말의 질량 비를 다르게 하여 생성 입자를 제조하였다. R5는 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 각각 별개의 원료 공급 장치에 넣고 상기 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 각각의 원료 공급 장치를 통해 독립적으로 반응관 내부로 공급하여 생성 입자를 제조하였다. R1 내지 R5에서 사용된 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말의 질량 비 및 은(Ag)의 함량은 아래의 표 1과 같다.

표 1

[0050]

	R1	R2	R3	R4	R5
니켈 분말의 질량:은 분말의 질량	10:1	5:1	1:1	1:5	1:2
은의 함량 (at %)	5.2	9.8	35.2	73.1	47.9

[0051] 도 3은 상기 R1 내지 R5 조건에 따라 생성된 입자의 XRD(X-ray Diffraction) 분석 결과를 도시한 것이다.

[0052] 도 3을 참조하면, R1 내지 R5는 모두 니켈(Ni) 및 은(Ag) 피크만이 도시되어 있는 바, 산화물이 생성되지 않았고, 니켈(Ni) 및 은(Ag) 은 모두 결정화되었음을 알 수 있다.

[0053] 도 4는 R1 내지 R4 조건에 따라 생성된 입자의 SEM(Scanning Electron Microscope) 사진을 도시한 것이다.

[0054] 구체적으로, (a)는 R1 조건(니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말의 질량 비가 10:1)으로 제조된 니켈(Ni) 입자, (b)는

R2 조건(니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말의 질량 비가 5:1)으로 제조된 니켈(Ni) 입자, (c)는 R3 조건(니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말의 질량 비가 1:1)으로 제조된 니켈(Ni) 입자, (d)는 R4 조건(니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말의 질량 비가 1:5)으로 제조된 니켈(Ni) 입자의 SEM 사진을 도시한 것이다.

[0055] 도 4에서, (a) 및 (b)에서 니켈(Ni) 입자의 표면에 나노 크기의 은(Ag) 입자가 고르게 코팅되어 있음을 관찰할 수 있다. 반면, (c)의 경우 니켈(Ni) 입자의 표면에 은(Ag)이 코팅되지 않고 니켈(Ni) 부분이 그대로 드러난 부분이 많으며 은(Ag)이 니켈(Ni) 입자의 일부분에 집중하여 덮여 있음을 관찰할 수 있다. (d)의 경우 사진의 우측에 위치한 작은 니켈(Ni)입자가 관찰되며 상기 작은 니켈(Ni) 입자의 표면에 은(Ag)이 고르게 코팅되지 않았고, 사진의 중앙부에 위치한 은(Ag) 분말이 뭉쳐져 생성된 거대한 은(Ag) 분말이 관찰된다.

[0056] 상기 도 4를 참조하면, 니켈(Ni) 분말:은(Ag) 분말의 질량비가 10:1 및 5:1인 R1 및 R2 조건에서 양호한 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자가 형성됨을 알 수 있다. 니켈(Ni) 분말:은(Ag) 분말의 질량비가 1:1인 R3 조건에서는 니켈(Ni) 입자의 표면에 은(Ag) 코팅이 고르지 않게 형성됨을 알 수 있다. 또한, 니켈(Ni) 분말:은(Ag) 분말의 질량비가 1:5인 R4 조건에서는 마이크로 크기의 은(Ag) 분말이 잔존함을 알 수 있다.

[0057] R3 조건의 경우 니켈(Ni) 분말에 대한 은(Ag) 분말의 함량이 지나치게 높아 기화된 은(Ag)이 용융된 니켈(Ni) 분말의 표면에 고르게 코팅되지 못하고 기화된 은(Ag) 분말끼리 뭉쳐지는 현상이 발생한 것으로 판단할 수 있다.

[0058] R4 조건의 경우 니켈(Ni) 분말에 대한 은(Ag) 분말의 함량이 지나치게 높아 은(Ag) 분말이 반응관 내에서 충분히 기화하지 못하여 마이크로 크기의 분말 형태로 남아있게 되고, 일부 기화된 은(Ag)이 상기 마이크로 크기의 은(Ag) 분말에 달라붙는 것으로 판단할 수 있다. 또한, 은(Ag) 분말의 함량이 높아짐으로 인하여 반응관 내에서 니켈(Ni) 분말의 기화점이 하강하는 현상이 발생하고 니켈(Ni) 분말이 일부 기화하는 현상이 발생하여 소형의 니켈(Ni) 입자가 발견된 것으로 판단할 수 있다.

[0059] 결과적으로, 니켈(Ni) 분말:은(Ag) 분말의 질량비를 10:1 내지 5:1로 조절함으로써 보다 안정적으로 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자를 제조할 수 있음을 알 수 있다.

[0060] 도 5는 R1 내지 R4 조건에 따라 생성된 입자의 TEM(Transmission Electron Microscopy) 사진 및 EDS(Energy-Dispersive Spectroscopy) Mapping 분석 결과를 도시한 것이다.

[0061] 구체적으로, (a)는 R1 조건(니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말의 질량 비가 10:1)으로 니켈(Ni) 입자를 제조한 것, (b)는 R2 조건(니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말의 질량 비가 5:1)으로 니켈(Ni) 입자를 제조한 것, (c)는 R3 조건(니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말의 질량 비가 1:1)으로 니켈(Ni) 입자를 제조한 것, (d)는 R4 조건(니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말의 질량 비가 1:5)으로 니켈(Ni) 입자를 제조한 것의 니켈(Ni) 입자의 TEM 사진(좌측 사진) 및 EDS Mapping 분석 결과(중간 및 우측 사진)를 도시한 것이다. 도 5를 상기 도 4의 SEM 사진과 비교하여 보면, 도 4의 니켈(Ni) 입자와 나노 크기의 분말의 성분을 알 수 있다.

[0062] 도 4 및 도 5를 참조하면, (a), (b) 및 (c)에서 중앙부에 위치한 마이크로 크기의 구형 입자는 니켈(Ni) 성분을 포함한 입자임을 알 수 있고, 상기 니켈(Ni) 입자를 둘러싸는 나노 크기의 분말은 은(Ag)임을 알 수 있다. (d)의 경우 은(Ag) 성분이 뭉쳐있음을 알 수 있다.

[0063] 도 4 및 도 5로부터 니켈(Ni) 분말:은(Ag) 분말의 질량비를 10:1 내지 5:1로 조절함으로써 안정적이고 고르게

은(Ag)이 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자를 제조할 수 있음을 알 수 있다.

[0064] 아래의 표 2는 R1 내지 R4 조건으로 제조된 입자를 XPS 분석을 하여 표면에 배치된 은(Ag)의 함량을 구한 것이다. Al Kα radiation (방사선)을 사용하였고, 분석기로는 미국 Thermo Scientific 사의 K-Alpha를 사용하였다.

표 2

[0065]

	성분	Start Binding Energy	Peak Binding Energy	End Binding Energy	Height CPS	FWHM (eV)	Area (P) CPS (eV)	Area (N) KE^0.6	은(Ag) 함량 (at %)
R1	Ag 3d	376.88	368.1	365.78	51524.73	0.9	94432.63	77.57	9.18
R2		377.08	368.09	365.48	161321.79	0.89	293629.54	241.19	19.95
R3		377.58	368.11	364.98	318019.04	0.88	580727.21	477.02	31.85
R4		376.38	368.12	365.18	415971.08	0.87	748323.32	614.69	46.77

[0066] 상기 표 1의 은(Ag) 함량 및 표 2의 은(Ag) 함량을 비교하면, R1의 경우 반응 전 5.2 at%에서 반응 후 9.18 at%로 은(Ag) 함량이 증가하였고, R2의 경우 반응 전 9.8 at%에서 반응 후 19.95 at%로 은(Ag) 함량이 증가하였다. 반면, R3의 경우 반응 전 35.2 at%에서 반응 후 31.85 at%로 감소하였고, R4 역시 반응 전 73.1 at%에서 반응 후 46.77 at%로 감소하였다.

[0067] 결론적으로, 니켈(Ni) 분말:은(Ag) 분말의 질량비가 10:1 내지 5:1인 조건으로 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자를 제조함으로써 니켈(Ni) 입자의 표면에 은(Ag)을 안정적이고 고르게 코팅할 수 있으며, 사용하는 은(Ag)을 최대한 니켈(Ni) 입자의 표면에 배치시킬 수 있기 때문에 은(Ag)의 소비를 최소화할 수 있다.

[0068] 도 6(a)는 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 동일한 원료 공급 장치를 사용하여 반응관에 공급하여 제조한 은(Ag) 코팅된 니켈(Ni) 입자의 SEM 사진이고, 도 6(b)는 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 각각 별개의 원료 공급 장치를 사용하여 반응관에 공급하여 제조한 입자의 SEM이다.

[0069] 도 6(a)에서는 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자의 표면에 나노 크기의 은(Ag)이 고르게 코팅되어 있음을 관찰할 수 있다. 반면, 도 6(b)에서는 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자가 관찰되지 않고, 원료 공급 장치에 넣었던 니켈(Ni) 분말 형태가 관찰되며, 상기 니켈(Ni) 분말의 표면 일부에 나노 크기의 은(Ag)이 소량 배치된 것이 관찰된다.

[0070] 도 6(b)는 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 반응관에 각각 별개의 원료 공급 장치를 사용하여 반응관에 공급하여 제조한 것인바, 니켈(Ni) 분말은 충분히 용융되지 않아 분말 형태로 남아 있으며, 니켈(Ni) 분말이 용융되지 않았기 때문에 니켈(Ni) 분말의 표면에 기화된 은(Ag)이 코팅되지 않은 것으로 판단할 수 있다.

[0071] 니켈(Ni) 분말이 주입되는 위치와 은(Ag) 분말이 주입되는 위치에 따라 플라즈마 제트의 영향을 받는 정도가 달라질 수 있다. 즉, 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말이 서로 다른 원료 공급 장치에 의해 공급됨으로써 플라즈마 제트로부터 받는 영향이 상이하여 은(Ag) 분말이 충분히 기화되지 않거나, 니켈(Ni) 분말이 충분히 용융되지 않을 수 있으며, 경우에 따라서는 니켈(Ni) 분말이 기화될 수도 있다. 즉, 플라즈마 제트에 의해 은(Ag) 분말은 기화되고 니켈(Ni) 분말은 용융되는 조건을 맞추기 위해서 상기 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말이 동일한 위치에서 공급될 필요가 있다. 따라서, 상기 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말이 동일한 원료 공급 장치에 의해 반응관 내부로 공급됨으로써 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자를 얻을 수 있다.

[0072] 따라서, 니켈(Ni) 분말 및 은(Ag) 분말을 동일한 원료 공급 장치를 사용하여 반응관에 공급하여 제조함으로써 은(Ag) 코팅된 마이크로 크기의 니켈(Ni) 입자를 안정적으로 제조할 수 있음을 알 수 있다.

[0073] 본 발명은 상술한 실시 형태 및 첨부된 도면에 의해 한정되는 것이 아니며 첨부된 청구범위에 의해 한정하고자 한다. 따라서, 청구범위에 기재된 본 발명의 기술적 사상을 벗어나지 않는 범위 내에서 당 기술분야의 통상의 지식을 가진 자에 의해 다양한 형태의 치환, 변형 및 변경이 가능할 것이며, 이 또한 본 발명의 범위에 속한다고 할 것이다.

부호의 설명

[0074] 100: 비이송식 열플라즈마 장치

110: 반응관

120: 반응기

130: 플라즈마 토치

140: DC 전원 공급 장치

150: 원료 공급 장치

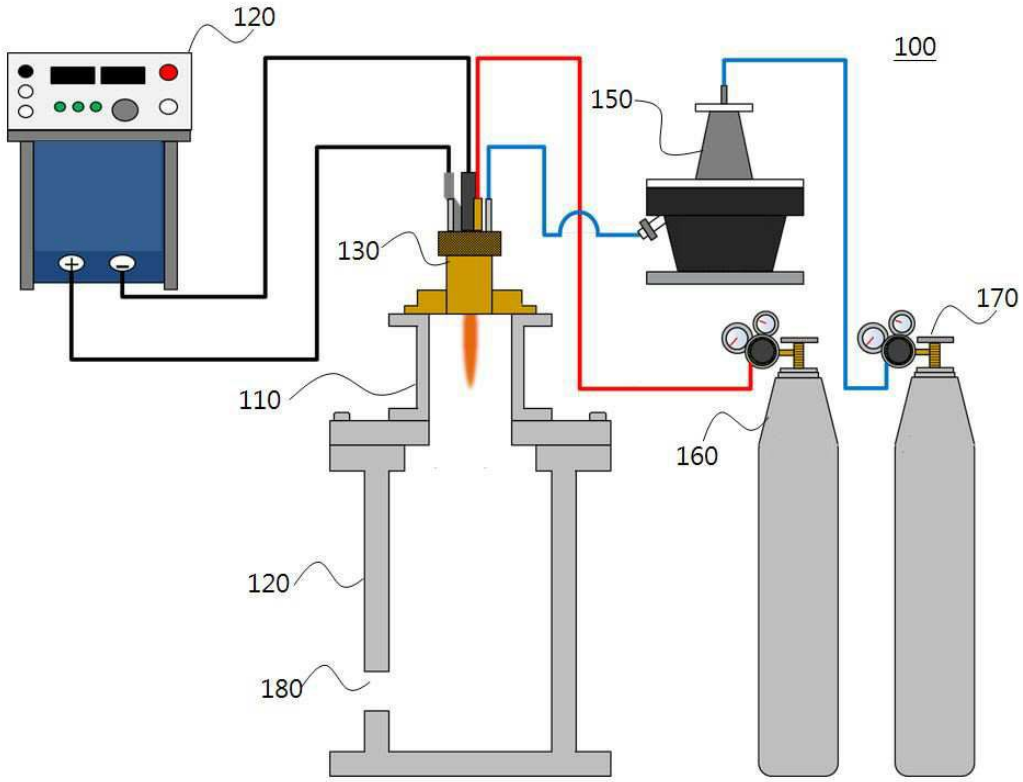
160: 플라즈마 작동 가스 공급 장치

170: 캐리어 가스 공급 장치

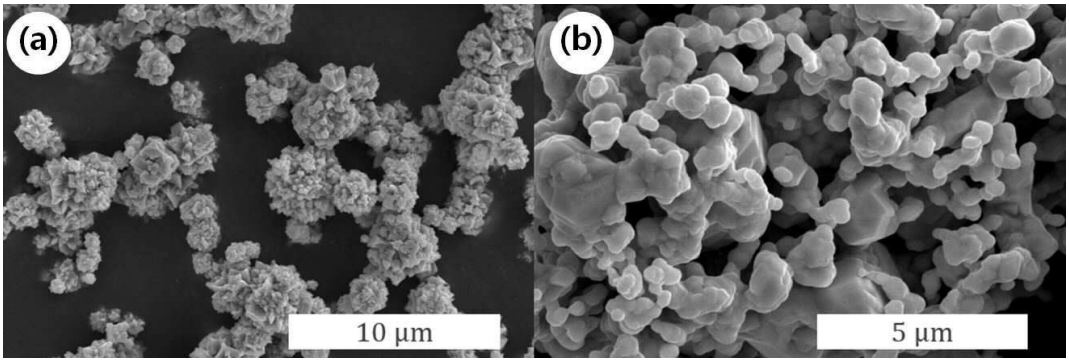
180: 배출구

도면

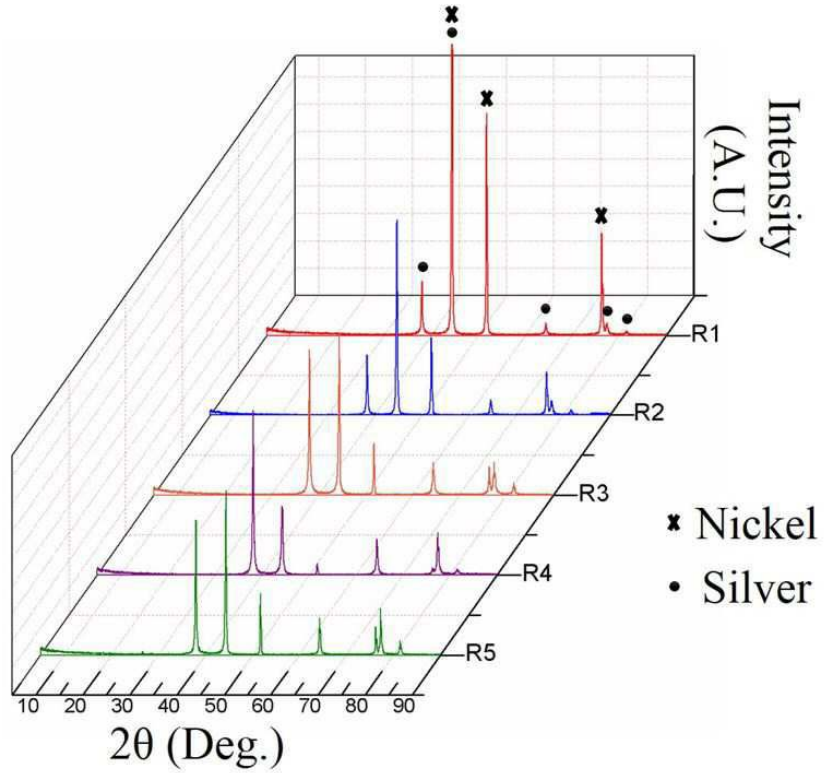
도면1



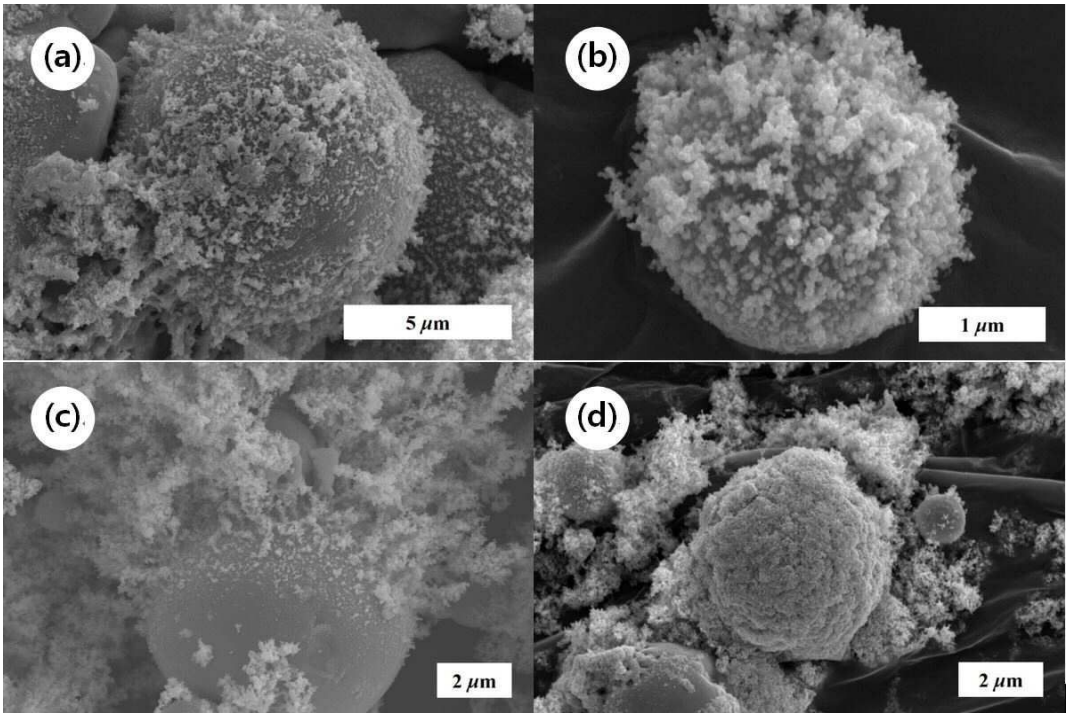
도면2



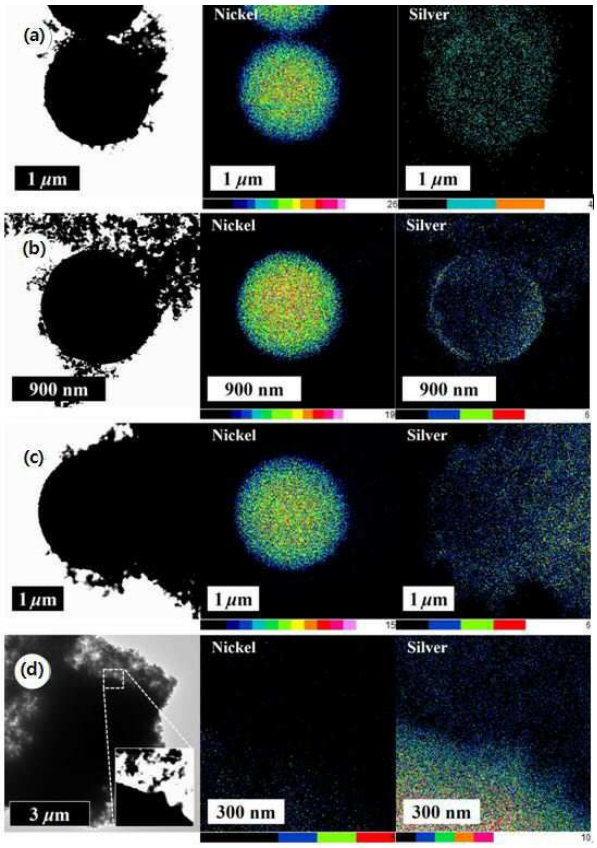
도면3


Intensity
(A.U.)
R1
R2
R3
R4
R5
Nickel
Silver
10 20 30 40 50 60 70 80 90
2θ (Deg.)

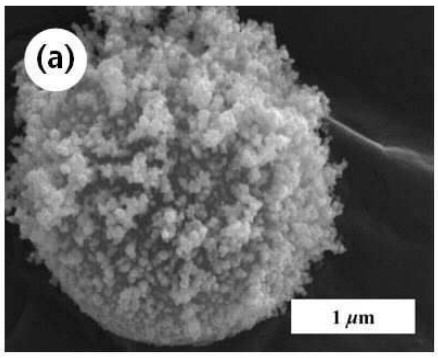
도면4

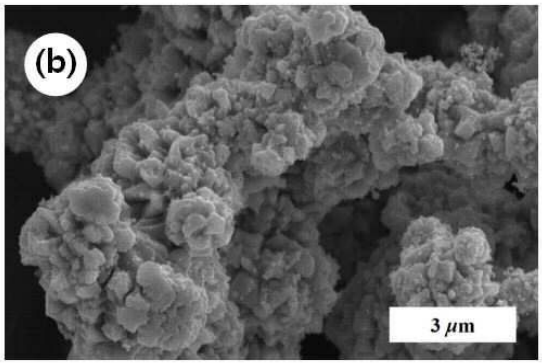

(a)
5 μm
(b)
1 μm
(c)
2 μm
(d)
2 μm

도면5


(a)
Nickel
Silver
1 μm
1 μm
1 μm
(b)
Nickel
Silver
900 nm
900 nm
900 nm
(c)
Nickel
Silver
1 μm
1 μm
1 μm
(d)
Nickel
Silver
3 μm
300 nm
300 nm

도면6


(a)
1 μm


(b)
3 μm