



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0084887
(43) 공개일자 2020년07월13일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B22F 3/105 (2006.01) B22F 1/00 (2006.01)
B33Y 70/00 (2020.01)
(52) CPC특허분류
B22F 3/1055 (2013.01)
B22F 1/0048 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2020-7016148
(22) 출원일자(국제) 2018년11월14일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2020년06월04일
(86) 국제출원번호 PCT/CA2018/000225
(87) 국제공개번호 WO 2019/095039
국제공개일자 2019년05월23일
(30) 우선권주장
62/585,882 2017년11월14일 미국(US)

(71) 출원인
파이로제네시스 캐나다 인코퍼레이티드
캐나다 퀘벡 에이치3제이 1알4, 몬트리올 슈트
200, 루에 윌리엄 1744
(72) 발명자
도발 디온, 크리스토퍼, 알렉스
캐나다 퀘벡주 에이치4이 2알8, 몬트리올, 3125
루 알라드
샤베르디, 알리
캐나다, 퀘벡주, 에이치3이 1알3, 1107 베르둔,
30 베를리오즈 아파트
프롤렉스, 프랑수아
캐나다 퀘벡주 에이치3엑스 1브이4, 몬트리올,
5481 퀴메리 로드
(74) 대리인
김학제, 문혜정

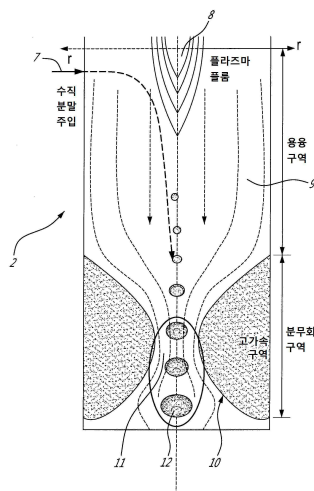
전체 청구항 수 : 총 16 항

(54) 발명의 명칭 거칠고 각진 분말 공급 재료로부터 미세 구형 분말을 제조하는 방법 및 장치

(57) 요약

거칠고 각진 분말을 미세한 구형 분말로 용융, 분무 및 구상화시킬 수 있는 고온 공정이 제공된다. 열 플라즈마를 사용하여 가열 챔버에서 입자를 용융시키고 초음속 노즐을 사용하여 스트림을 가속화하고 입자를 더 미세한 입자로 분해한다.

대표도 - 도2



(52) CPC특허분류

B33Y 70/00 (2013.01)

B22F 2003/1056 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

거친 및/또는 각진 입자들을 구형 및 미세 입자들로 구상화 및/또는 분무하는 공정.

청구항 2

제1항에 있어서,

가열 원;

가열 챔버;

조음속 노즐; 및

가스 스트림으로부터 분말을 수집하기 위한 가스-고체 분리 시스템을 포함하는, 공정.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 가열원은 플라즈마 토치를 포함하는, 공정.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 가열원은 하나 이상의 DC 또는 AC 아크 플라즈마 토치(들) 또는 이들의 조합인, 공정.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 분말 공급 원료는 임의의 분사 각도로 가열 챔버로 공급되는, 공정.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 처리된 분말은 기체-고체 분리 단계에서 연속적으로 또는 반-연속적으로 수집되는, 공정.

청구항 7

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 재료의 추가 산화를 피하기 위해 불활성 가스가 공급되는, 공정.

청구항 8

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 환원 가스가 공급되어 재료의 산화층을 감소시키는, 공정.

청구항 9

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 산화 가스가 공급되어 재료의 산화층을 추가하는, 공정.

청구항 10

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 제6항 내지 제8항에 언급된 가스의 임의의 조합은 가공된 재료의 표면 또는 화학적 조성을 개질하는데 사용되는, 공정.

청구항 11

제1항 또는 제2항에 있어서, 초음속 노즐은 수렴-발산 드-라발(convergent-divergent De Laval)이며, 스로트(throat)에서 마하수 1에 도달하도록 적응되는, 공정.

청구항 12

제10항에 있어서, 노즐은 또한 이의 단부에 디퓨저(diffuser)를 구비하여 출구 제트의 온도를 다시 증가시키고 입자가 냉각 챔버에 들어가기 전에 속도를 늦추는, 공정.

청구항 13

제1항 또는 제2항에 있어서, 초음속 노즐 설계는 드-라발 노즐 또는 에어로 스파이크(aerospike) 노즐인 공정.

청구항 14

제1항에 있어서, 유기물(그리스, 오일, 지방, 종이, 고무 및 플라스틱 등) 및/또는 습기와 같은 불순물들은 화학적 분해 및 고온에서의 증발로 인하여 분말 공급 원료로부터 제거되도록 구성되는, 공정.

청구항 15

a) 공급 원료 입자들을 가열하는 단계, b) 입자들이 초음속 노즐을 통과하게 하는 단계, 및 c) 가스 스트림으로부터 예를 들어, 가스-고체 분리 시스템을 사용하여 생성된 분말을 수집하는 단계를 포함하는, 거친 및/또는 각진 입자들을 구형 및 미세 입자들로 구상화 및/또는 분무하는 공정.

청구항 16

가열원;

공급 원료 입자들을 용융시키기 위한 가열 챔버;

초음속 노즐; 및

초음속 노즐을 빠져나가는 가스 스트림으로부터 분말을 수집하기 위한 가스-고체 분리 시스템을 포함하는, 거친 및/또는 각진 입자들을 구형 및 미세 입자들로 구상화 및/또는 분무화하는 공정 장치.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 출원은 2017년 11월 14일 출원된 미국 가출원 제62/585,882호의 우선권을 주장하며, 이는 본원에 참조로 포

함된다.

[0002] 본 발명은 사용가능하고 저렴한 거칠고 각진 원료 재료로부터 금속 사출 성형 및 3D 인쇄와 같은 적층 가공에서 까다로운 용도에 사용될 수 있는 구형 분말을 제조하는 것에 관한 것이다. 보다 구체적으로, 본 발명은 플라즈마 처리를 통해 미세한 구형 분말을 생성할 수 있는 공정에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 미세한 구형 분말에 대한 시장의 수요가 높다. 이러한 분말을 제조하는 방법은 와이어와 같은 고가의 공급 원료를 사용하거나 바람직한 범위(5-45 미크론(microns))에서 매우 낮은 수율을 갖는 경향이 있다.

[0004] 구형 분말은 주로 그 밀도가 높고 유동성이 우수하며 마모에 대한 내성이 우수하기 때문에 각진 대응 제품에 비해 많은 응용 분야에 탁월한 적합성을 나타낸다.

[0005] 106-150 미크론의 거칠고 각진 분말은 저렴한 비용으로 쉽게 생산할 수 있으며 시장에서 쉽게 구할 수 있다.

[0006] 구형화할 수 있는 공정은 이미 존재하지만, 현재의 공정은 첨가 제조(예를 들어, 5-20, 15-45 및 20-53 미크론)시 바람직한 범위 내로 입자들을 분무(atomize) 및 구상화시킬 수 없다. "분무화(atomization)"라는 용어는, 용융 입자를 2개 이상의 액적으로 기계적으로 분해하는 것을 포함하는 입자 크기 감소를 의미한다. 이 용어는 폼 팩터(form factor)만의 변화(예를 들어, 다공성이고 각진 입자로부터 밀도가 높고 구형인 입자로 통과, 여기서 "구형화"로 지칭됨) 또는 기화 단계를 거친 후 재응고 단계를 거친 입자의 합성으로 인한 크기 감소를 배제한다.

[0007] 나노 입자 합성의 경우와 같이, 분말을 기화시키고 이를 고형 미세 분말로 다시 응축시킴으로써 입자 크기를 감소시키는 공정이 존재하지만 상당한 단점들이 존재한다. 첫째, 생성된 분말은 일반적으로 나노 미터 범위에 있으며, 이는 일반적으로 적층 공정에서 최신 기술에 비해 너무 미세하다. 둘째, 분말 기화는 체류 시간과 전력 부하가 높기 때문에 생산 속도가 낮고 공정 비용이 높다. 마지막으로, 기화 방법은 기화 전에 분해되지 않는 순수한 화합물에만 적용할 수 있으며, 이는 매우 제한적인 고려 사항이다.

[0008] 이는 혼합물에 존재하는 원소들이 다른 속도로 증발하고 응축하기 때문에 이 경로를 사용하여 합금을 안정적으로 생산할 수 없음을 의미한다. 또한 일부 화합물들은 끓는점에 도달하기 전에 온도로 인해 분해되기 때문에 처리될 수 있는 화합물들이 제한된다.

[0009] 각진 분말을 구형 분말로 처리하는 공정도 존재한다. 구상화는 입자 또는 적어도 표면을 녹여 가장자리를 부드럽게하여 구형인 가장 안정적이고 컴팩트한 폼 팩터에 도달한다. 그러나, 이 방법은 분말 공급 원료가 크게 각지고 다공성이 아닌 한 분말의 입자 크기를 크게 변화시키지 않는다. 이 공정에서는 입자가 분해되지 않는다. 이는 최종 생성물로서 미세 분말을 목표로 하는 경우, 구상화 공정으로 들어가는 분말 공급 원료는 이미 원하는 입자 크기 분포를 충족해야 한다는 것을 의미한다. 이것은 산화물 세라믹과 같은 화학적으로 매우 안정적인 화합물에 효과적 일 수 있지만, 금속과 같은 다른 재료의 경우, 이는 일반적으로 원하는 적용에 건널 수 있는 것보다 높은 산소 함량을 갖는 분말을 생성할 것이다. 그 이유는 각진 분말이 일반적으로 기계적 크기 감소 과정을 거쳐 목표 입자 크기 분포에 도달하는데, 이는 높은 수준의 마찰을 의미하므로 온도가 크게 상승하기 때문이다. 제어된 분위기 하에서도 매우 미세한 입자 크기로 밀링된 경우, 금속 분말은 공정에서 상당한 양의 산소를 흡수할 수 있다. 구상화 공정은 또한 산소 픽업을 야기하는데, 이는 총 픽업된 산소량이 표준에 의해 지정된 최대 허용 오차를 초과할 수 있음을 의미한다.

[0010] 더욱이, 종래의 구상화 방법은 주로 고주파 유도 전력 공급을 필요로 하는 유도 결합 플라즈마 소스의 사용을 포함하는데, 이는 매우 특별하고 상업적으로 거의 이용 가능하지 않다.

[0011] 플라즈마 분무화는 현재 시중에서 구할 수 있는 가장 구형의 고밀도 분말을 생산하는 공정으로 여겨진다는 점도 흥미롭다. 이 기술은 또한 더 미세한 범위에서 좁은 입자 크기를 생성하며, 이는 적층 공정 분야에 매우 바람직하다. 이 기술의 주요 제한 사항 중 하나는 일반적으로 공급 원료로 와이어(wire)만 처리할 수 있다는 것이다. 이는 기계적 특성으로 인해 티타늄 알루미늄이드(Titanium Aluminide, TiAl), 탄화물 및 세라믹과 같은 가치있는 주문형 재료들이 분말 형태로 쉽게 구할 수 있다는 점을 고려할 때 중요한 제한 사항이다. 공급 원료로서 분말을 사용하는 플라즈마 분무 공정은 현재 존재하지 않는 것으로 여겨진다.

[0012] 가스 분무화는 일반적으로 분무화를 위해 용융 잉곳(ingots)을 사용한다. 그러나 이 기술에는 몇 가지 제한 사항이 있다. 첫째, 가스 포집으로 인해 다공성을 포함하는 입자가 생성된다. 둘째, 가장 중요한 것은 입자 크기

분포가 일반적으로 넓다는 것이다. 가스 분무법은 현재의 거친 분말을 재처리하는 데 사용될 수 없다는 점이 중요하다.

- [0013] 구형이든 아니든 거친 분말(예: 106 마이크론 이상)은 대부분의 분무화 기술의 전형적인 부산물이며 미세 절단에 비해 시장에서 매우 낮은 가치를 갖는다. 이 분말을 더 미세한 입자로 재-분무화(re-atomize)하여 가치를 증가시킬 수 있는 공정에서, 이 분말 공급원을 공급 원료로서 사용하는 것이 경제적으로 유리할 수 있다. 또한, 이 분말 공급원이 각진 것이거나 매우 다공성인 경우, 동일한 공정에서 구상화의 추가된 이익은 실제로 그 가치를 더 증가시킬 것이다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0014] 따라서, 기계적으로 제조된 각진 거친 분말 공급 원료로부터 구형의 고밀도 미세 분말을 생성하는 공정을 제공하는 것이 바람직하다.
- [0015] 또한, 주문형의 고주파 유도 전원 공급 장치 및 ICP 토치보다 광범위하게 이용 가능하고 신뢰할 수 있는 상용 DC 플라즈마 절단 전원 공급 장치 및 DC 플라즈마 토치를 사용하는 저비용 공정이 바람직하다.

과제의 해결 수단

- [0016] 본 명세서에 기술된 실시예는 일 양상에서 거칠고/거칠거나 각진 입자를 구형 및 미세 입자로 구상화 및/또는 분무화하는 방법을 제공하고 다음을 포함한다: 가열원, 가열 챔버, 초음속 노즐 및 기체 스트림으로부터 분말을 수집하기 위한 기체-고체 분리 시스템.
- [0017] 또한, 본원에 기술된 실시예는 다른 양상에서 거칠고/거칠거나 각진 입자를 구형 및 미세 입자로 구상화 및/또는 분무화하기 위한 장치를 제공하고 다음을 포함한다: 가열원, 가열 챔버, 초음속 노즐 및 기체 스트림으로부터 분말을 수집하기 위한 기체-고체 분리 시스템.
- [0018] 또한, 본원에 기술된 실시예는 다른 양상에서, 거칠고/거칠거나 각진 입자를 구형 및 미세 입자로 구상화 및/또는 분무화하기 위한 방법을 제공하고 다음을 포함한다: a) 공급 원료 입자를 가열하는 단계, b) 입자가 초음속 노즐을 통과하게 하는 단계, c) 가스 스트림으로부터 예를 들어, 고체 분리 시스템을 사용하여 생성된 분말을 수집하는 단계.

도면의 간단한 설명

- [0019] 본 명세서에 기술된 실시예들에 대한 이해를 높이고 이들이 어떻게 수행될 수 있는지 보다 명확하게 나타내기 위하여 적어도 하나의 예시적인 실시예를 도시하고 첨부 도면을 참조로 할 것이다.
- 도 1은 예시적인 실시예에 따른 거칠고 각진 분말 공급 재료로부터 미세한 구형 분말을 제조하기 위한 장치의 개략적인 정면도이다.
- 도 2는 예시적인 실시예에 따른 도 1의 장치의 용융 구역 및 분무화 구역의 개략도이다.
- 도 3은 예시적인 실시예에 따른 도 1의 장치의 수렴-발산 노즐(예를 들어, 드-라발(De-Laval) 노즐)의 예를 도시하는 개략적인 단면도이다.
- 도 4a 및 4b는 예시적인 실시예에 따른 도 1에 도시된 장치에 의한 처리 전후 각각의 분말에 대한 주사 전자 현미경(SEM) 사진이다.
- 도 5는 도 4b에 도시된 동일한 분말 샘플의 다른 SEM 사진을 도시한 것으로, 더 큰 확대도이다.
- 도 6a 및 6b는 예시적인 실시예에 따른 처리 전후 각각의 동일한 샘플에 대한 레이저 회절 입자 크기 분포(PSD)를 도시하며, 도 4a 및 4b에 도시된 동일한 샘플에 동일한 순서로 대응된다.
- 도 7a 및 7b는 예시적인 실시예에 따른 드-라발 노즐을 구비한 가열 챔버의 변형예들을 도시한다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0020] 본 발명의 주제는 거칠고 각진 분말을 미세한 구형 분말로 용융, 분무화 및 구상화시킬 수 있는 고온 공정(및

장치)에 관한 것이다.

- [0021] 이는 분말 공급 원료를 사용하는 플라즈마 분무 공정 또는 입자 분해 특징을 포함하는 분말 구형화 기술로 설명될 수 있다.
- [0022] 이러한 주제는 분무 및 구상화를 통해 입자의 크기 감소를 달성할 수 있지만 기화를 포함하지 않는다(또는 적어도 크기 감소에 중요한 기여자로 간주되지 않음).
- [0023] 가스 분무기 사용자는 이 기술로 생성된 거친 분말을 첨가제 제조에 적합한 미세 분말로 변환하는 분말 재-분무 기술의 이점을 누릴 수 있다.
- [0024] 본원에서, 거칠고 각진 분말은 플라즈마 반응기로 공급되며, 반응기는 용점에 도달하고 적어도 부분적으로 용융될 수 있을 정도로 오랫동안 플라즈마 제트(plasma jet)와 접촉된다. 챔버 길이는 따라서 원하는 공급 속도 및 선택된 재료의 함수이다. 용융된 액체 입자는 드-라발 노즐로 도입되며, 플라즈마 또는 고온 가스는 매우 짧은 거리(1 인치의 크기)에서 초음속으로 가속된다.
- [0025] 용융된 액적과 플라즈마 또는 고온 가스 스트림 사이의 엄청난 속도 차이로 인하여 액적은 그 분해점에 도달할 때까지 전단(sheared)된다. 이 시점에서, 액적은 둘 이상의 더 미세한 입자로 분해된다. 액적이 드-라발 노즐에서 냉각 챔버로 방출됨에 따라, 액적은 구체인 표면 에너지를 최소화하는 폼 팩터에 도달할 수 있으며 다시 고체로 동결된다.
- [0026] 드-라발 노즐 이전의 핫 존(hot zone)은 입자를 용점으로 만들 뿐 아니라 용융시킬 수 있는 충분한 온도와 체류 시간을 제공하도록 설계된다.
- [0027] 드-라발 노즐은 가스 흐름 및 토치 동력과 같은 특정 공정 매개 변수 세트에 대해 스로트(throat)에서 및 노즐에서 나오는 제트(jet)에 적합한 온도 및 속도 조합에 도달하도록 신중하게 설계되어야 한다. 노즐은 열 에너지를 운동 에너지로 변환하는데 사용된다. 분무화된 재료의 녹는점 이상으로 온도를 유지하면서 입자가 분해되기 위하여 가속이 충분하도록 설계되어야 한다.
- [0028] 드-라발 노즐의 출구는 드-라발 노즐과 본질적으로 반대되는 디퓨저를 포함할 수 있고, 가스와 입자가 급격히 느려지면서 드-라발 노즐 이전의 온도에 가깝게 온도가 다시 급격하게 높아진다. 디퓨저는 또한 입자 온도를 상승시키는 효과가 있는데, 이는 전술한 가속 후에 액적을 용점 이상으로 유지시켜 노즐 출구에 종유석(stalactites)의 형성을 피하는 데 도움을 줄 수 있다.
- [0029] 드-라발 노즐 및 디퓨저의 설계는 생성된 분말의 크기 및 분포뿐만 아니라 처리될 수 있는 최대 입자 로딩에 영향을 미친다.
- [0030] 노즐 후, 냉각 구역에서 냉각되는 동안, 분무된 액적은 응고 온도에 도달하기 전에 이상적인 형태(구)에 도달해야 한다. 이상적인 폼 팩터에 도달하면 입자가 고체 상태로 동결될 수 있다. 이 단계는 예를 들어, 수냉식 재킷을 구비한 더 큰 직경의 실린더로 구성될 수 있는 냉각탑에서 수행될 수 있다.
- [0031] 냉각탑은 체류 시간을 충분히 확보하여 입자들은 공정의 후속 단계 동안 다른 고체 재료와 접촉하기 전에 형태가 변하는 것을 방지하기 위해 적어도 충분히 두꺼운 응고 셸(완전히 응고되지 않은 경우)을 갖는다. 냉각탑의 치수는 선택된 공급 원료, 원하는 공급량 및 플라즈마 토치 유량과 같은 공정의 요구 사항에 의해 결정된다. 이러한 고체 재료는 반응기 및 배관 벽 또는 다른 입자들일 수 있다.
- [0032] 이 단계에서, 입자는 장치의 바닥에서 수집되거나, 사이클론, 필터 또는 침전 챔버와 같은(이에 제한되지는 않음) 종래의 분말 수집 장치로 공압식으로 이송될 수 있다. 바람직하게 입자는 대기와 접촉하기 전에 산화를 감소시키기에 충분히 차갑게 수집되어야 한다. 일단 분말이 가스 스트림으로부터 수집되고 분리되면, 가스 스트림은 더 여과되어 분말이 배기 가스로 보내지지 않도록 할 수 있다.
- [0033] 이제 첨부된 도면을 참조하면, 도 1은 본 발명의 일 실시예에 의한 장치(A)의 개략도를 도시한다. 장치(A)는 플라즈마 토치(1), 드-라발 노즐을 구비한 가열 챔버(2), 냉각 챔버(3), 분말이 침전 챔버(5)로 공압식으로 이송되는 이송 튜브(4) 및 최종적으로 다공성 금속 필터(6)를 포함한다. 이것은 다양한 가능한 실시예들의 예일 뿐이다.
- [0034] 도 2는 본 발명의 핵심 요소(2)가 어떻게 작동하는지 개념적으로 도시한다. 이 섹션은 도 1의 드-라발 노즐을 개념적으로 나타낸 것이다. 이 실시예에서, 분말 공급 원료는 플라즈마 제트(8)에 수직으로 도면 부호 7에서 공급된다(단, 병류(co-current), 역류 또는 각저서 공급될 수 있음). 입자가 가열 구역(9)으로 운반됨에 따라, 입

자는 용점에 도달하여 용융되기 시작한다. 용융되면, 고온 가스 또는 플라즈마가 가속됨에 따라, 입자는 얇은 디스크 형상을 갖도록 변형되기 시작한다. 또한, 입자가 드-라발 노즐(10)의 스로트(11)에 도달함에 따라, 입자는 다수의 보다 미세한 입자로 분해된다. 배출 스트림(12)은 고온 가스와 미립자의 혼합물이며, 냉각 챔버(3)로 유입된다.

[0035] 도 3은 노즐에 대한 실용적인 설계의 일 실시예를 도시한다. 이 실시예에서, 노즐(13)은 유체가 가속되는 수렴 섹션(14), 유체가 음속에 도달하는 스로트(15)(마하 수(Mach number) = 1), 유체가 음속을 초과하는 발산 섹션(16)(마하 수 > 1) 및 마지막으로, 운동 에너지가 열 에너지로 재-변환되어 배출 이전에 온도를 증가시키는 디퓨저(17)(마하 수 < 1)를 위에서 아래로 포함한다. 보다 단순한 실시예는 본 발명에 대한 대부분의 실험에 사용된 전형적인 수렴-발산 드-라발(Convergent-Divergent De-Laval) 노즐이다.

[0036] 도 4a 및 4b는 각각 도 1에 도시된 실시예에 의한 처리 전후의 분말의 주사 전자 현미경(SEM) 사진이다. 도 4a에서, 분말이 독점적으로 각지고 다공성인 분말로 제조된다는 것을 알 수 있다. 도 4b에서, 가공 후 모든 분말은 아니지만, 상당량의 분말은 구형이다. 두 사진 모두 동일한 줌(X 100)으로 촬영되었으므로 비교 목적으로 사용할 수 있다. 훈련된 눈으로 보면, 입자는 도 4a 보다 도 4b에서 일반적으로 더 작다는 것을 시각적으로 알 수 있다.

[0037] 도 5는 도 4b와 동일하지만 더 큰 줌(X 500)에서 동일한 분말 샘플의 다른 SEM 사진을 도시한다. 이 특징으로부터 본 발명이 속하는 분야의 통상의 지식을 가진 당업자는 다음을 평가할 수 있다: 1) 구상화시킨 분말은 매우 높은 구형도를 갖는다; 2) 위성(더 큰 입자에 용접된 초미립자) 함량이 매우 낮다; 및 구상화되지 않은 분말은 적어도 약간 연화된 가장자리를 갖지만, 그럼에도 불구하고 유동성에 도움이 될 수 있다.

[0038] 도 6a 및 6b는 처리 전후 각각의 동일한 샘플에 대한 레이저 회절 입자 크기 분포(PSD)를 나타내고, 도 4a 및 4b에 도시된 동일한 샘플과 동일한 순서로 대응된다. 더 미세한 측을 향한 상당한 입자 크기 이동은 도 6a 및 6b 사이에서 현저하다. 중간 입자 크기(D50)는 도 6a 보다 도 6b에서 12 미크론 더 낮으며, 이는 분말의 일부만이 용융된 것을 고려하면 상당히 중요하다. 문헌에서 알 수 있는 것과 비교할 때, 이러한 입자 이동은 구상화에만 기인한다고 하기에는 너무 중요한데, 이는 실제로 입자 분해가 적어도 부분적으로 발생했음을 나타낸다.

[0039] 도 7a, 7b 및 7c는 도 1의 항목 2에 대응하는 드-라발 노즐을 구비한 가열 챔버에서 실험적으로 시도된 일부 변형을 도시한다. 도 7a에는 전구 형태의 흑연 챔버를 나타내는 드-라발 노즐(2')을 구비한 가열 챔버가 도시되어 있으며, 여기서 분말은 45도의 각도로 역류로 공급된다. 도 7b에 드-라발 노즐(2'')을 구비한 가열 챔버가 도시되는데, 챔버는 연장되고 분말은 플라즈마 제트에 수직으로 공급된다. 벽 온도를 증가시키고 열 손실을 감소시키기 위해 도 7b에 도시된 구성에 유도 코일(18)을 포함하는 드-라발 노즐(2''')을 구비한 가열 챔버가 도 7c에 도시된다. 3 개의 구성 모두가 어느 정도 작동했지만, 본원에 제시된 결과는 도 7a에 도시된 구성으로 설명된다.

[0040] 따라서 본원발명은 공정에 다음 요소를 포함한다: 플라즈마 소스와 같은 열원, 가열 챔버, 가속(예를 들어 초음속) 노즐, 냉각 챔버 및 분말 수집 시스템. 이들 모든 요소들은 이하에 추가로 설명된다.

[0041] 플라즈마 소스는 역 극성(reversed polarity) 또는 직선 극성(straight polarity)의 DC 아크 플라즈마 토치임을 주목해야 한다. 그러나 AC 아크 또는 유도 결합 RF를 포함한 다른 모든 열 플라즈마 소스가 작동할 수 있다. 본원에 보고된 실험 결과는 높은 엔탈피 플라즈마 플룸(plasma plume)으로 인하여 선택된 역 극성 플라즈마 토치를 사용하여 얻은 것이지만, 다른 플라즈마 토치 모델로 대체될 수 있다. 직선 극성 DC 아크 플라즈마 토치도 시도되었고 유사한 결과를 제공했다. 플라즈마 토치는 높은 플룸 온도 및 비 반응성 가스 플룸 때문에 이 용도에 적합하다. 낮은 녹는점 재료 및 화학적 오염이 문제되지 않는 재료의 경우 일반적인 가스 버너와 같이 보다 저렴한 가열 수단을 사용할 수 있다.

[0042] 가열 챔버는 흑연 또는 기타 고온 재료로 제조되며 도 7a와 같이 원통형 또는 전구 모양이다. 흑연은 매우 높은 온도를 유지할 수 있는 저렴하고 일반적으로 사용 가능한 재료이다. 흑연은 기존의 방법과 장비를 사용하여 쉽게 가공할 수 있어 고온 공정에 적합한 소재이다. 고품질 재료의 산업 생산과 같은 보다 견고하고 영구적인 설치의 경우 탄화물 및 내화 재료와 같은 단단하고 높은 녹는점 재료가 이 적용에 더 적합하다. 고온 구역 및 드-라발 노즐의 벽은 항상 처리된 재료의 용융 온도보다 높아야 한다.

[0043] 가열 챔버의 바닥에는 가속 노즐이 제공된다. 예시된 실시예에서, 이 노즐은 전형적인 수렴-발산 드-라발 노즐(10) 또는 도 3에 도시된 바와 같이 보다 복잡한 노즐 설계(13)이다. 그러나, 에어로 스파이크(aerospike) 구성과 같은 다른 노즐 설계를 통해 초음속으로의 가속이 달성될 수 있다. 초음속 노즐은 유체의 온도를 가공된 재

료의 녹는점 이상으로 유지하면서 매우 짧은 거리에서 열 에너지를 운동 에너지로 변환하도록 설계된다. 플라스마 가스의 갑작스런 가속으로 입자와의 고속 차이가 발생하여 입자가 파손된다. 드-라발 노즐이 열을 속도로 변환함에 따라, 공정은 가스를 냉각시키므로 노즐의 출구에 열원을 추가해야할 수도 있다. 액적과 플라스마 스트림 사이의 필요한 속도 차이는 웨버 수(Weber number)를 사용하여 평가할 수 있다. 14보다 큰 웨버 수의 경우, 액적은 더 미세한 액적으로 분무될 가능성이 높다. 입자와 플라스마 사이의 속도 차이는 계산 유체 역학 모델링 기술을 사용하여 추정할 수 있다.

[0044] 냉각 챔버는 전형적으로 수냉식의 단순한 이중 재킷 반응기이다; 그러나 다른 많은 구성도 잘 작동한다. 냉각원은 입자가 단단한 벽에 영향을 미치기 전에 입자가 어느점 이하로 냉각하기에 충분히 효과적이라면 크게 중요하지 않다. 냉각 챔버의 필요한 길이는 입자 과열, 이의 융합열 및 입자 부하의 함수이다. 챔버의 직경은 스트림의 속도 및 열교환 품질에 영향을 미치며, 따라서 냉각 챔버의 필요한 길이에도 영향을 미친다.

[0045] 분말 수집 시스템은 실제로 여러 방식으로 적용될 수 있다. 주된 목적은 연속적으로 또는 반-연속적으로 분말을 수집하는 동안 가스 스트림으로부터 분말을 분리하는 한편 가스는 연속적으로 방출되는 것이다. 실험적으로 시험된 실시예에서, 침전 챔버 및 다공성 금속 필터를 사용하여 분말을 수집하고 가스 스트림을 세정한다. 보다 일반적인 방법과 입증된 방법은 고효율 사이클론과 HEPA 필터 또는 습식 세정기를 제공하는 것이다. 분말 수집은 현재 내용에서는 크게 중요하지 않지만, 분말 수집이 필요하다. 예를 들어, 도 1에는 여과 매체가 배출 스트림의 온도를 유지할 수 있는 한, 다공질 세라믹, 다공질 금속 또는 종래의 HEPA 필터로 제조 될 수 있는 여과 요소로서 다공질 금속 필터(6)가 제공된다.

[0046] 도 1에는 도시되어 있지 않지만, 분말 공급 원료는 분말 공급기를 사용하여 장치에 공급된다. 분말 공급기는 전형적으로 용사 산업(thermal spray industry)에서 사용되는 상업적인 것이다. 여러 유형이 존재하며 각각의 장점, 단점 및 제한 사항이 있다.

[0047] 방법들의 가능한 변형

[0048] 입자들은 역류 또는 임의의 각도로 공급될 수 있다. 역류 분말 공급은 달성하기는 어렵지만 열전달 속도를 증가시키는 이점을 가지며, 이어서 입자를 용융시키는데 필요한 체류 시간을 상당히 감소시킨다. 이는 필요한 최소 핫 존 길이를 줄인 결과이다. 본 발명은 거친 분말 및 각진 분말을 타겟으로 하지만, 거칠고 각지지 않은(구형) 분말을 미세한 구형 입자로 분해하는데 사용될 수도 있다. 본 실시예는 플라스마를 열원으로서 사용하지만, 열원은 충분한 화력이 제공되는 한 마이크로파, 인덕션 등과 같은 다른 유형의 가열로 대체될 수 있다.

[0049] 본 실시예는 먼저 티타늄 합금 분말로 개발되었다; 그러나, 이는 가열 수단에 의해 도달할 수 있는 용점을 갖는 임의의 재료에 적용될 수 있다.

[0050] 본 실시예는 또한 나노 입자를 생성하는데 사용될 수 있다. 그렇게 하려면 더 높은 가속이 필요할 수 있다. 이는 나노 입자의 합금이 그러한 방식으로 제조 될 수 있는 반면, 나노 입자의 생성은 기화 방법으로는 불가능하기 때문에 유리하다.

[0051] 원래 의도된 것은 아니지만, 본 실시예는 또한 플라스마의 고온이 대부분의 바람직하지 않은 유기 화합물을 분해할 것이기 때문에 유기 오염물의 분말을 정제하는데 사용될 수 있다.

[0052] 플라스마 가스에 수소와 같은 환원제를 첨가함으로써, 최소 산소 픽업(pick-up)으로 재료를 처리할 뿐만 아니라 처리된 재료의 산소 수준을 잠재적으로 낮추는 것도 가능하다. 예를 들어, 철과 같은 일부 재료는 다른 재료보다 이 효과의 이점이 더 높다.

[0053] 의도된 사용의 일 실시예

[0054] 본 실시예에서, 도 1에 도시된 실시예는 4 인치 길이의 도 7a에 도시된 가열 구역 구성을 사용하여 테스트 되었다. 사용된 분말 공급기는 상용 Mark XV 분말 공급기이며, 이는 회전 공급 스크류 및 캐리어 가스를 사용하여 분말을 장치 내로 공급한다. 분말은 0.65 kg/h의 각진 Ti-6Al-4V 합금의 속도로 공급되었지만, 다른 실험에서는 1 kg/h의 높은 공급 속도가 비교적 유사한 결과로 수행되었다.

[0055] 플라스마 소스는 DC 아크 플라스마 토치였으며, 더 높은 전압에 대한 반대 극성으로, 50kW에서 작동했다. 플라스마 가스는 230 slpm로 아르곤 공급되었다.

[0056] 분말 공급 원료의 외형은 도 4a에 도시되고 입자 크기 분포는 도 6a에 도시된다.

[0057] 분말 후 처리의 외형은 도 4b 및 도 5에 도시되고, 입자 크기 분포는 도 6b에 도시된다.

[0058] 다른 실시예에서, 모두 도 1의 일반적인 실시예를 사용하지만 상이한 가열 구역 구성을 갖는 산소 픽업이 연구되었다.

[0059] 표 1은 3 가지 다른 시험에 대한 처리 전후의 분말의 산소 함량을 나타낸다. 반드시 관련성이 있는 것은 아니지만, T-09는 도 7b에 도시된 구성을 사용하여 수행되었고, 다른 것들은 도 7c에 도시된 구성을 사용하여 수행되었다. 결과로부터, 300ppm 미만의 산소 픽업으로 분말을 처리하는 것이 기술적으로 가능하다고 결론 지을 수 있었다.

표 1

시험	O ₂ 픽업 (ppm)
T-09	279
T-12	288
T-15	233

[0060]

[0061] 3 가지 테스트에 대한 처리 중 산소 픽업

[0062] 상기 설명은 예시적인 실시예들을 제공하지만, 설명된 실시예들의 일부 특징들 및/또는 기능들은 설명된 실시예들의 동작 원리 및 원리를 벗어나지 않고 수정될 수 있다. 따라서, 상술된 내용은 실시예들은 예시적이고 비-제한적인 것으로 의도되었고, 당업자라면 본원에 첨부된 청구 범위에 정의된 바와 같은 실시예들의 범위를 벗어나지 않고 다른 변형 및 수정이 이루어질 수 있음을 이해할 것이다.

[0063] 참조문헌

[0064] [1] Peter G. Tsantrizos, Francois Allaire 및 Majid Entezarian, "Method of Production of Metal and Ceramic Powders by Plasma Atomization", 미국등록특허제5,707,419호, 1998년 1월 13일.

[0065] [2] Christopher Alex Dorval Dion, William Kreklewetz 및 Pierre Carabin, "Plasma Apparatus for the Production of High Quality Spherical Powders at High Capacity", 국제공개특허 제W02016/191854A1호, 2016년 12월 8일.

[0066] [3] "Method for Cost-Effective Production of Ultrafine Spherical Powders at Large Scale Using Plasma-Thrust Pulverization", 미공개.

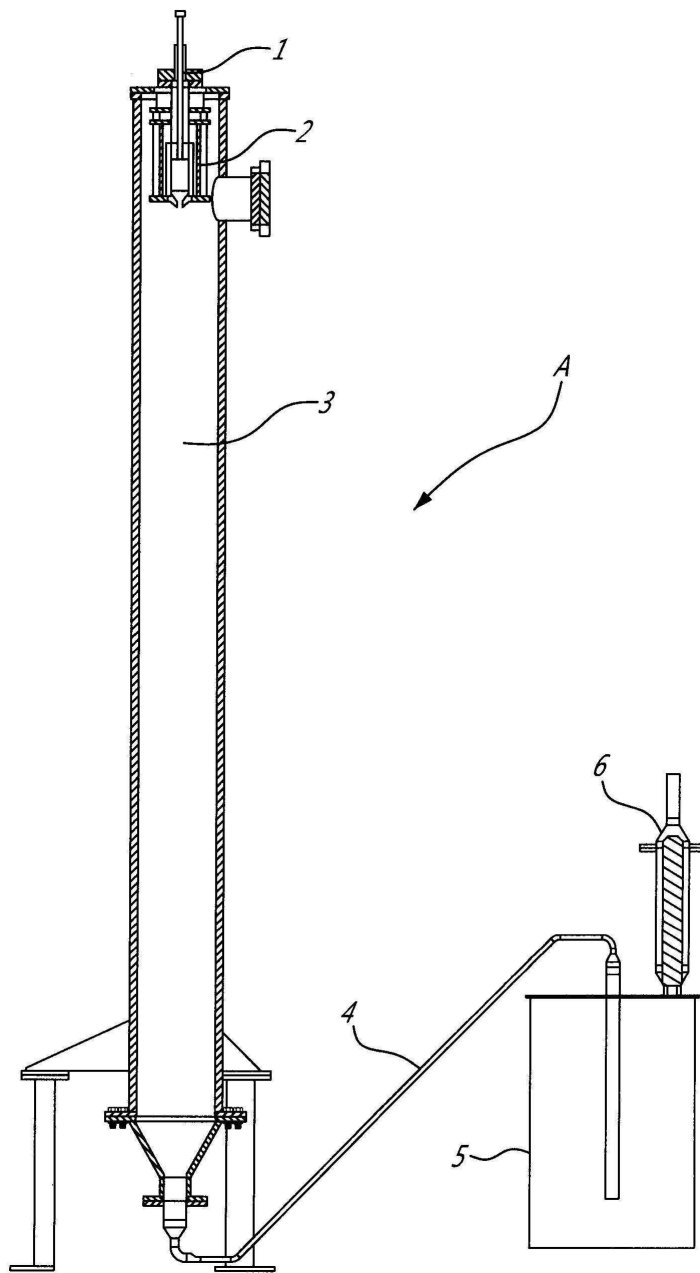
[0067] [4] Maher I. Boulos, Jerzy W. Jurewicz 및 Alexandre Auger, "Process and Apparatus for Producing Powder Particles by Atomization of a Feed Material in the Form of an Elongated Member", 미국등록특허 제 9,718,131B2호, 2017년 8월 1일.

[0068] [5] Maher I. Boulos, Jerzy Jurewicz, JiayinGuo, Xiaobao Fan 및 Nicolas Dignard, "Plasma Synthesis of Nanopowders" 미국공개특허 제US2007/0221635A1호, 2007년 9월 27일.

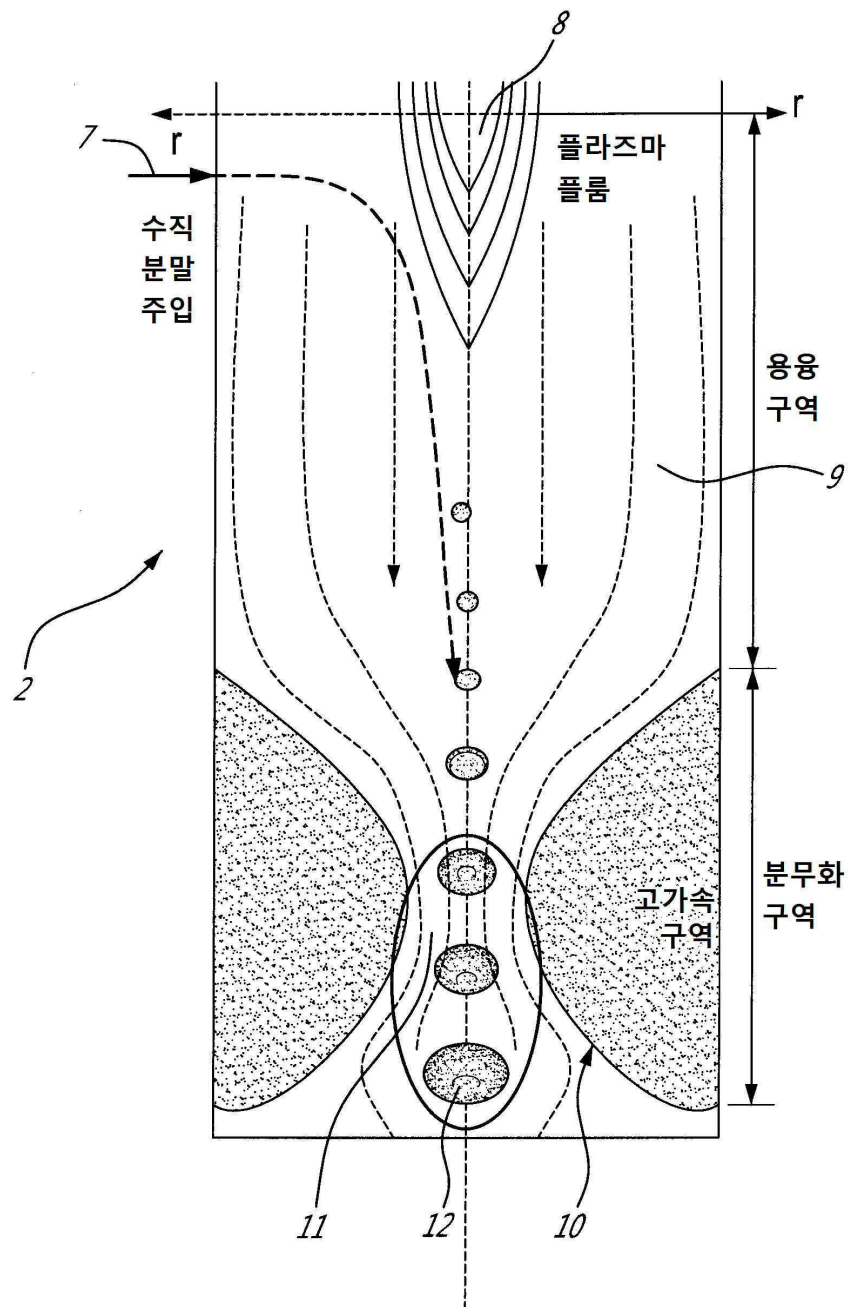
[0069] [6] Maher I. Boulos, Christine Nessim, Christian Normand and Jerzy Jurewicz, "Process for the Synthesis, Separation and Purification of Powder Materials", 미국등록특허 제7,572,315B2호, 2009년 8월 11일.

도면

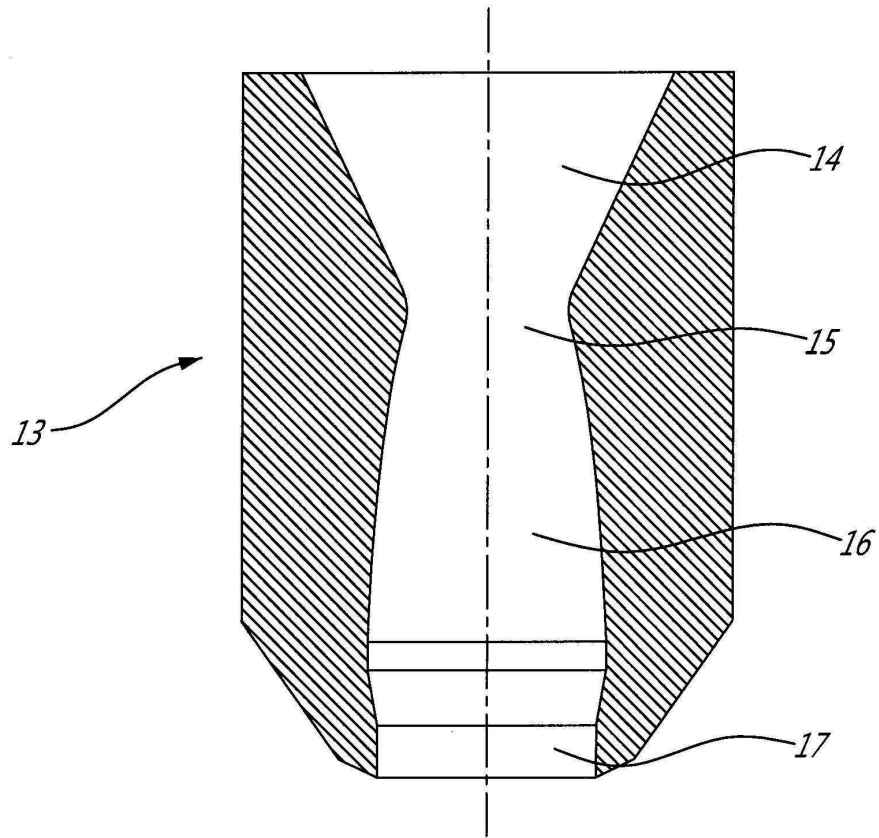
도면1



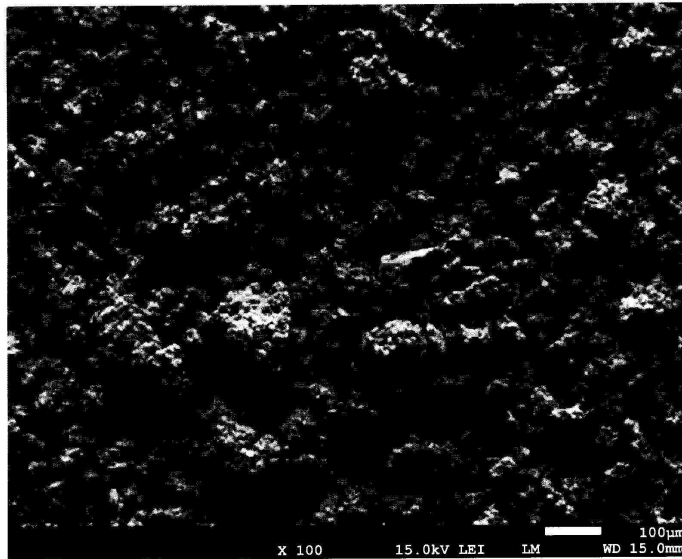
도면2



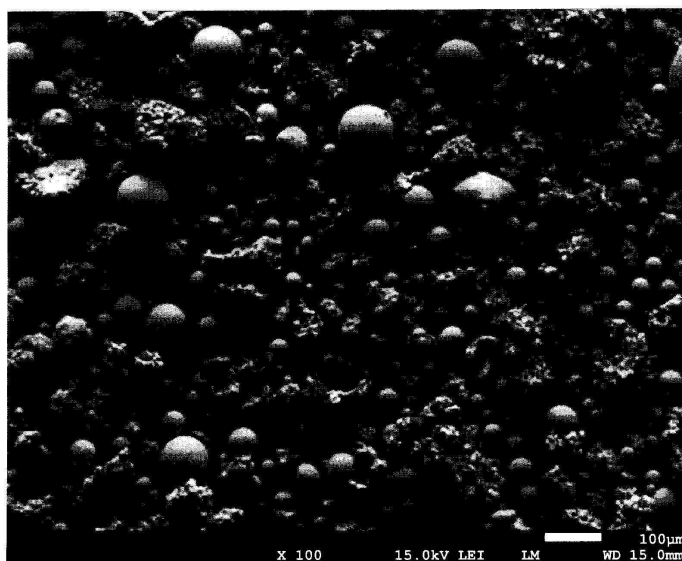
도면3



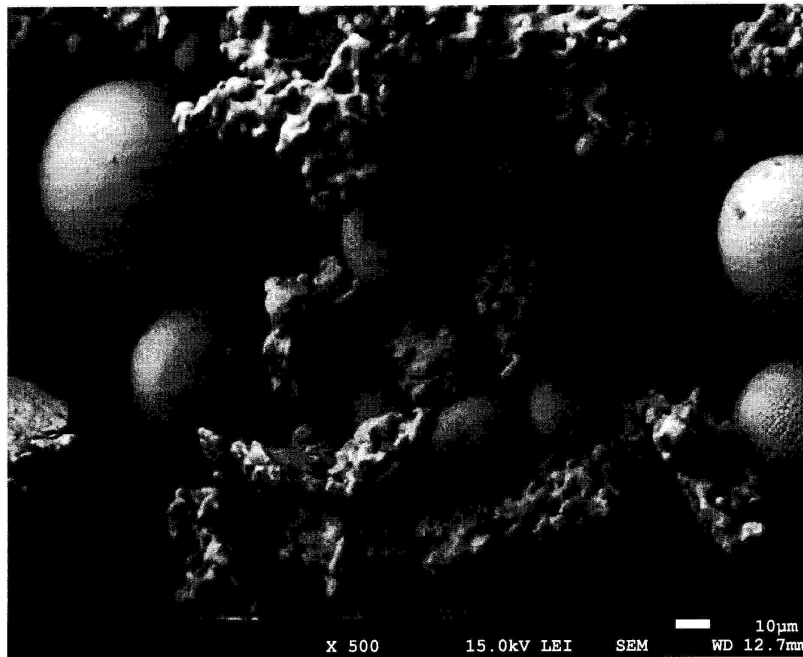
도면4a



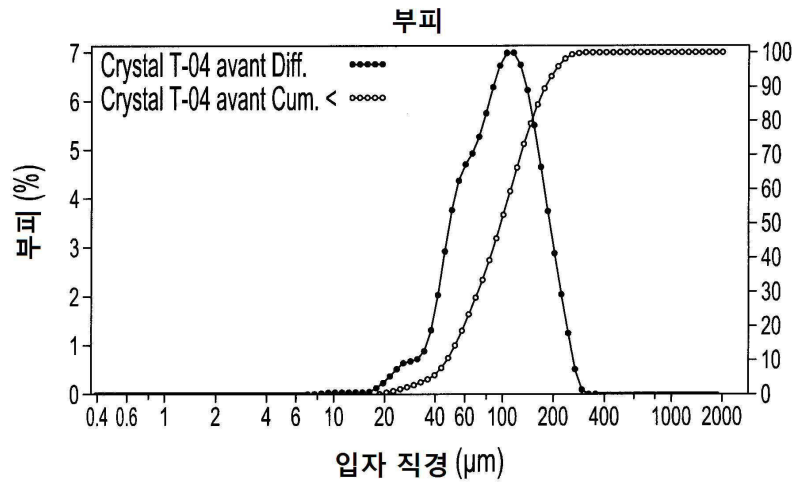
도면4b



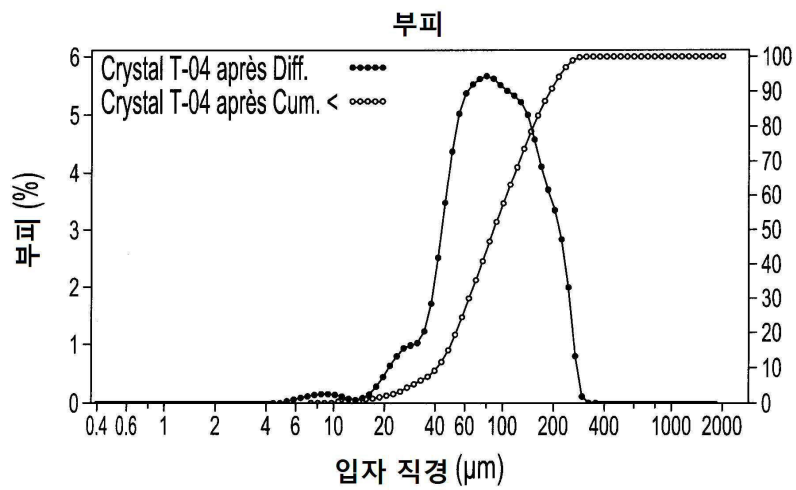
도면5



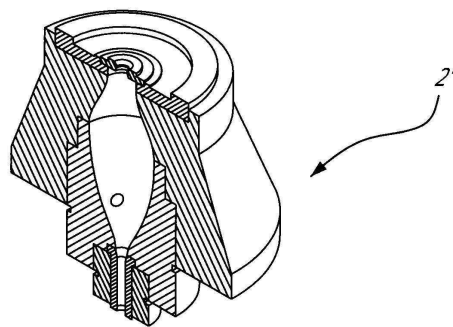
도면6a



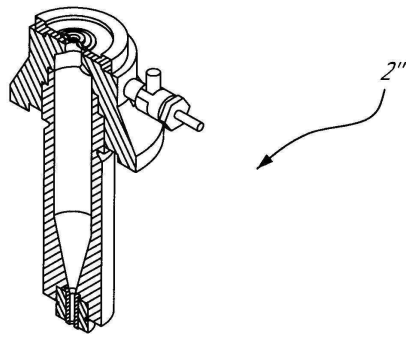
도면6b



도면7a



도면7b



도면7c

