



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2011년09월22일
 (11) 등록번호 10-1067030
 (24) 등록일자 2011년09월16일

(51) Int. Cl.
B82B 3/00 (2006.01) *B01J 20/10* (2006.01)
B01J 20/12 (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2010-0106374
 (22) 출원일자 2010년10월28일
 심사청구일자 2010년10월28일
 (56) 선행기술조사문헌
 Sarika Mishra et al. Materials Letters. 2009,
 Vol. 63, pp. 2649-2651*
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
 한국지질자원연구원
 대전 유성구 가정동 30번지
 (72) 발명자
 김병근
 대전 유성구 용산동 대덕테크노밸리 11단지 1104
 동 302호
 박종력
 대전 유성구 송강동 청솔아파트 207-911
 (뒷면에 계속)
 (74) 대리인
 권오식, 김종관, 박창희

전체 청구항 수 : 총 9 항

심사관 : 박종철

(54) 해쇄, 재분산이 가능한 나노입자 다공체의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 a) 물과 나노입자를 포함한 나노입자 슬러리에 메틸이소부틸카비놀(Methyl Isobutyl Carbinol), 프로필렌글리콜(Polypropylene glycol), 파인오일(Pine Oil)로부터 선택된 하나 또는 둘 이상의 기포제를 첨가하여 교반하고, 공기 버블링 시킨 후 필터링하여 나노입자 크립을 얻는 단계; 및 b) 상기 나노입자 크립을 건조하여 수분 제거하는 단계; 를 포함하여 해쇄, 재분산이 가능한 나노입자 다공체의 제조방법에 관한 것이다. 본 발명에 의해 제조된 나노입자 다공체는 건조후 물이 빠진 공간이 열린 기공형태로 비어있어 밀도가 작고, 압축강도가 10kgf/cm² 이하로 작아서 적은 에너지를 투입하고도 해쇄 및 재분산이 용이한 장점이 있다.

(72) 발명자

전호석

대전 서구 둔산동 한마루아파트 103동 1004호

장희동

대전광역시 유성구 전민동 엑스포아파트 507-1302

최홍일

강원도 춘천시 석사동 그랜드아파트 103-801

정수복

대전광역시 유성구 노은동 475 노은카운티스 102동 202호

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 GP2006-003

부처명 지식경제부

연구관리전문기관 산업기술연구회

연구사업명 일반사업

연구과제명 광물자원으로부터 나노소재의 원료물질 제조기술 개발

기여율 1/1

주관기관 한국지질자원연구원

연구기간 2006.01.01 ~ 2010.12.31

특허청구의 범위

청구항 1

a) 물과 평균 입경이 1 ~ 900nm인 석회석, 실리카, 점토에서 선택되는 어느 하나 이상의 나노입자를 포함한 나노입자 슬러리에 메틸이소부틸카비놀(Methyl Isobutyl Carbinol), 프로필렌글리콜(Polypropylene glycol), 파인오일(Pine Oil)로부터 선택된 하나 또는 둘 이상의 기포제를 첨가하여 교반하고, 공기 버블링 시킨 후 필터링하여 나노입자 크럼을 얻는 단계; 및

b) 상기 나노입자 크럼을 건조하여 수분 제거하는 단계;

를 포함하여 압축강도가 10kgf/cm²이하이므로 해쇄, 재분산이 가능하고, 건식상태로 저장 운송이 가능한 나노입자 다공체의 제조방법.

청구항 2

삭제

청구항 3

제 1항에 있어서,

상기 b)단계에서 건조는 상압 열풍 건조인 해쇄, 재분산이 가능한 나노입자 다공체의 제조방법.

청구항 4

제 3항에 있어서,

상기 열풍은 60 ~ 105℃의 공기인 해쇄, 재분산이 가능한 나노입자 다공체의 제조방법.

청구항 5

제 1항에 있어서,

상기 a)단계에서 공기 버블링 시 나노입자 슬러리의 나노입자 주변에 형성된 공기방울의 지름은 0.001 내지 1mm 인 해쇄, 재분산이 가능한 나노입자 다공체의 제조방법.

청구항 6

제 5항에 있어서,

상기 공기방울의 지름은 0.01 내지 0.3mm인 해쇄, 재분산이 가능한 나노입자 다공체의 제조방법.

청구항 7

제 1항에 있어서,

상기 a)단계에서 나노입자 슬러리는 나노입자 100중량부에 대하여, 물 100 내지 300중량부, 기포제 0.2 내지 10 중량부를 포함하는 해쇄, 재분산이 가능한 나노입자 다공체의 제조방법.

청구항 8

제 1항에 있어서,

상기 a)단계에서 필터링은 물층과 나노입자층으로 분리 된 후 수행하는 것을 특징으로 하는 해쇄, 재분산이 가능한 나노입자 다공체의 제조방법.

청구항 9

제 1항에 있어서,

상기 a) 단계에서 공기 버블링은 산기관을 통해 나노입자 슬러리 하부에서 유입하는 것을 특징으로 하는 해쇄, 재분산이 가능한 나노입자 다공체의 제조방법.

청구항 10

제 1항, 제 3항 내지 제 9항에서 선택되는 어느 한 항에 있어서,
상기 나노입자 다공체의 밀도는 0.3 ~ 0.5g/cm³인 해쇄, 재분산이 가능한 나노입자 다공체의 제조방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 나노입자의 탈수, 건조, 해쇄, 재분산이 가능한 나노입자 다공체의 제조방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 나노크기의 입자라고 하면 통상 지름이 1나노부터 수백나노인 입자를 말한다. 나노크기의 입자들은 많은 경우 습식방법으로 제조되거나 건식방법으로 제조되었다 하더라도 나노입자 상호간의 부착을 방지하기 위하여 수중에 분산, 보관한다. 이와 같이 수중에 있는 나노입자들은 저장과 운반이 용이하지 않으며 사용하는데도 건조 등 2차적인 공정이 필요하여 비용도 많이 드는 점이 있었다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0003] 본 발명은 나노입자의 이송, 운반 및 저장이 간편하도록 하기 위하여, 탈수, 건조, 해쇄, 재분산이 가능한 나노입자 다공체를 제조하는 방법을 제공하고자 한다.

과제의 해결 수단

[0004] 본 발명은 물을 포함한 나노입자 슬러리에 기포제를 첨가하여, 공기 버블링 시킨 후 밀도차이에 의한 자연 고액 분리 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 탈수 및 건조 속도가 빠르고, 건조 후 해쇄 및 재분산 기능이 우수한 나노입자 다공체의 제조방법에 관한 것이다.

[0005] 보다 구체적으로, 본 발명은

[0006] a) 물과 나노입자를 포함한 나노입자 슬러리에 기포제를 첨가하여 교반하고, 공기 버블링 시킨 후 필터링하여 나노입자 크립을 얻는 단계; 및

[0007] b) 상기 나노입자 크립을 건조하여 수분 제거하는 단계;

[0008] 를 포함하여 해쇄, 재분산이 가능한 나노입자 다공체의 제조방법에 관한 것이다.

[0009] 본 발명에서 상기 기포제로는 메틸이소부틸카비놀(Methyl Isobutyl Carbinol), 프로필렌글리콜(Polypropylene glycol), 파인오일(Pine Oil)로부터 선택된 하나 또는 둘 이상을 사용하는 것이 바람직하다.

[0010] 본 발명에 의해 제조되는 나노입자 다공체는 증발표면적이 확대되고 물이 빠진 공간이 열린기공 형태로 비어 있어 투과공기가 지나가기 쉬우므로 건조속도가 빠르다. 또한 무게가 가볍고 밀도가 작으며(0.3 ~ 0.5g/cm³), 건조 후 압축강도가 10kgf/cm²이하로 작아서 적은 에너지를 투입하고도 해쇄 및 재분산이 용이한 장점이 있다.

[0011] 보다 구체적으로 상기 b)단계에서 나노입자 크립을 건조할 때 나노입자 크립의 물 통로(water pass way) 및 공기 통로(air pass)를 따라서 수분이 증발되기 때문에 건조속도가 빠르며, 용이한 장점이 있다. 따라서 망형기체에 올려놓는 등 중력에 의한 건조만으로도 빠르게 건조할 수 있다. 그리고 나노입자 크립이 건조된 나노입자 다공체는 수분이 증발된 물 통로 및 공기 통로 때문에 적은 에너지를 투입하고도 해쇄 효율이 높다. 따라서 본 발명에 의한 나노입자의 탈수, 건조, 해쇄, 재분산 방법은 나노입자의 건식 저장 운송의 한계를 극복하였을 뿐 아니라 간단한 제조공정으로도 나노입자들을 건식상태로 용이하게 취급할 수 있다.

[0012] 이하 본 발명은 보다 상세히 설명하고자 한다.

[0013] 상기 a)단계에서 상기 나노입자는 평균 입경이 1 ~ 900nm인 석회석, 실리카, 점토에서 선택되는 어느 하나 이상을 사용할 수 있다. 또한, 상기 나노입자 슬러리는 나노입자 100중량부에 대하여, 물 100 내지 300중량부, 기포제 0.2 내지 10중량부를 포함한다. 상기 나노입자 슬러리 제조 시 물의 양은 100 ~ 300 중량부로 사용하는 것이

나노 입자에 수막이 생기기에 충분하며, 기포제의 함량은 0.2 ~ 10 중량부 범위에서 나노입자 주변에 공기 방울과 기포제가 효과적으로 형성할 수 있다.

- [0014] 본 발명은 물을 포함한 나노입자 슬러리에 기포제를 첨가하여 교반 하는데 특징이 있다. 상기 물을 포함한 나노입자슬러리를 그대로 방치하면, 나노입자가 가라 앉아 나노입자층과 물층으로 분리된다. 이때 기포제를 첨가한 후, 교반 하고, 공기버블링을 하게 되면, 나노입자주변에 공기방울과 기포제가 둘러싸여 부유하게 된다.
- [0015] 상기 기포제는 메틸이소부틸카비놀(Methyl Isobutyl Carbinol), 프로필렌글리콜(Polypropylene glycol), 파인 오일(Pine Oil)로부터 선택되는 하나 또는 둘 이상의 혼합물을 사용할 수 있다. 상기 기포제들을 사용하는 경우, 나노입자의 분산성이 매우 우수하므로 바람직하다. 그 함량은 0.2 ~ 10 중량부로 사용하는 것이 바람직하며, 0.2 중량부 미만으로 사용하는 경우 충분한 기포가 발생하지 않으며, 10중량부를 초과하여 사용하여도 더 이상 많은 기포가 생성되지 않으므로 경제적인 측면에서 볼 때 상기 범위로 사용하는 것이 바람직하다.
- [0016] 상기 a) 단계에서 공기 버블링은 나노입자 슬러리 하부로부터 공기를 주입하는 것이 바람직하다. 본 발명에서 공기 버블링 시 나노 입자 주변에 공기방울이 터지지 않고 형성하는 것이 바람직하고, 이를 위해서 공기 버블링은 크게 제한 받는 것은 아니나, 바람직하게는 교반하면서 이루어지고, 교반은 블레이드를 통해서 이루어지는 것이 좋다. 교반기 하부 즉, 나노입자 슬러리하부에서 수행하는 것이 나노 입자 주변에 공기방울이 터지지 않고 형성할 수 있어 바람직하다. 또한 교반하면서, 공기 버블링 시 충분한 시간, 바람직하게는 3 ~ 5분 동안 수행하여, 나노 입자 주변에 공기방울이 충분히 형성될 수 있도록 하는 것이 좋다.
- [0017] 상기 a)단계에서 공기 버블링 시 나노입자 슬러리의 입자주변에 형성된 공기방울의 지름은 0.001 내지 1mm인 것을 특징으로 한다. 바람직하게는 공기방울의 지름이 0.01 내지 1mm인 것이 좋으며, 보다 바람직하게는 0.01 내지 0.3mm인 것이 나노 입자 주변에 기포제와 공기방울이 형성되어 용이하게 물층과 나노 입자층으로 분리되어 부유할 수 있다. 본 발명에서 공기방울의 지름은 입자 사이에 형성된 공기방울의 최소지름의 값을 측정한 것을 의미한다.
- [0018] 상기 a)단계에서 필터 방법은 제한되지 않으며, 통상의 필터를 이용할 수 있다. 상기 a)단계에서 필터링은 물층과 나노 입자층으로 자연분리 된 후 수행하는 것이 바람직하며, 상기 나노입자를 방치하는 단계를 포함하는 경우, 교반 시 발생된 기포가 안정적으로 유지될 수 있으므로 바람직하다.
- [0019] 상기 b)단계에서 건조는 상압 열풍 건조인 것을 특징으로 하며, 이때 상기 열풍은 60 ~ 105℃ 온도의 공기인 것이 바람직하다. 또한, 상기 b) 단계 후, c) 상기 건조된 나노입자 다공체를 평균 입자크기 10mm 내지 1mm로 분쇄하는 단계를 더 포함할 수 있다.
- [0020] 상기 b)단계에서 건조하여 수분을 제거 시, 본 발명은 망형기체에 올려놓기만 하여도 중력에 의하여, 제조된 나노입자들 사이의 물통로(water pass way)를 통해서 일차적으로 물이 빠져나가고, 건조하게 되면, 공기 버블링을 통해 형성된 공기방울로 인하여 공기통로(air pass way)가 형성되어 건조시간이 단축되는 장점이 있다. 즉 공기방울로 인하여 증발표면적을 확대하거나 투과공기를 지나가기 쉽게 하여 건조속도를 높이고 최종적으로 다공질의 나노입자군을 형성할 수 있다.
- [0021] 본 발명에 의한 건조된 다공질의 나노입자군은 건식과 습식 방법으로 해쇄하여 사용할 수 있으며, 해쇄는 제한 받는 것은 없으나 어트리션밀, 제트밀을 사용하는 것이 좋다. 본 발명에 의해 제조된 나노입자 다공체의 밀도는 0.3-0.5g/cm³이며, 압축강도가 10kgf/cm²이하로 작아서 적은 에너지를 투입하고도 해쇄 및 재분산이 용이한 장점이 있다.

발명의 효과

- [0022] 본 발명에 의해 제조된 나노입자 다공체는 건조 후 물이 빠진 공간이 열린 기공형태로 비어있어 밀도가 작고, 압축강도가 10kgf/cm²이하로 작아서 적은 에너지를 투입하고도 해쇄 및 재분산이 용이한 장점이 있다.
- [0023] 보다 구체적으로 건조 시 나노입자 크립의 물통로(water pass way) 및 공기 통로(air pass)를 따라서 수분이 증발되기 때문에 건조속도가 빠르며, 건조 후 이송, 운반 및 저장이 용이한 장점이 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0024] 이하는 본 발명의 구체적인 설명을 위하여 일예를 들어 설명하는 바, 본 발명이 하기 실시예에 한정되는 것은 아니다.

- [0025] [실시예1]
- [0026] 평균입도 400nm인 석회석 100g, 물150g을 혼합하여 석회석 슬러리를 제조하였다. 상기 석회석 슬러리를 그대로 두어 가라앉히고, 물과 석회석이 분리가 되어, 석회석이 침전을 하면, 기포제인 MIBC (Methyl Isobutyl Carbinol) 4g을 넣어 교반하였다. 상기 교반은 블레이드를 사용하여 수행하였다. 교반한 나노 석회석 슬러리는 공기 버블링을 하되, 디스크 형 산기관을 사용하여 석회석 슬러리 하부로부터 공기 버블링을 5분 동안 수행하였다. 공기 버블링 시 공기방울의 지름은 0.01 내지 0.3mm이었다. 버블링을 수행한 후, 그대로 두어 물층과 석회석 입자층이 자연 분리되면 0.007mm크기의 필터 페이퍼를 사용하여 석회석 입자층을 걸러 낸 후, 석회석 크립을 제조하였다. 제조한 석회석 크립을 체반에 올려 80℃에서 열풍건조를 120분 수행하여 수분을 제거하여 건조된 석회석 다공체를 제조하였다. 제조된 석회석 다공체의 겉보기 밀도를 측정한 결과, 0.4 g/cm³인 것을 확인하였다. 겉보기 밀도는 Pycnometer를 사용하여 측정하였으며, 또한 다공체를 일정한 크기로 잘라 부피를 구하고 이를 무게로 나누어 겉보기 밀도를 구하였다. 또한 압축강도가 8 kgf/cm²인 것을 확인하였다. 압축강도는 KS F 2314 (토질의 일축압축시험법)에 의해 측정하였다.
- [0027] 이를 다시 사용하기위하여 어트리션밀을 이용하여 습식방법으로 분쇄를 한 결과, 건조에 의한 응집 이전의 상태로 쉽게 해쇄되는 것을 확인하였다.
- [0028] [실시예2]
- [0029] 상기 실시예1과 동일하게 실시하되 MIBC(Methyl Isobutyl Carbinol) 대신에 Polypropylene glycol를 사용한 것에 차이가 있으며, 나머지는 상기 실시예1과 동일하게 실시하였다.
- [0030] 제조된 석회석 다공체의 겉보기 밀도를 측정한 결과, 0.5 g/cm³인 것을 확인하였다. 또한 압축강도가 7 kgf/cm²인 것을 확인하였다.
- [0031] 이를 다시 사용하기위하여 어트리션밀을 이용하여 습식방법으로 분쇄를 하면 건조에 의한 응집 이전의 상태로 쉽게 해쇄되는 것을 확인하였다.