



(19) 대한민국특허청(KR)
 (12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년11월03일
 (11) 등록번호 10-1456939
 (24) 등록일자 2014년10월27일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B82B 3/00 (2006.01) *B01J 19/00* (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2013-0110862
 (22) 출원일자 2013년09월16일
 심사청구일자 2013년09월16일
 (56) 선행기술조사문현
 KR1020090106166 A
 JP2008508166 A
 JP2007533798 A

- (73) 특허권자
대진대학교 산학협력단
 경기 포천시 선단동 산 11-1
 (72) 발명자
박성호
 경기도 고양시 일산동구 석사동 블르밍아파트 5단
 지 504동 1101호
채원석
 경기 포천시 소흘읍 화합로 356-30,
한만소
 충남 서산시 해미면 양능로 289-1,
 (74) 대리인
원성수

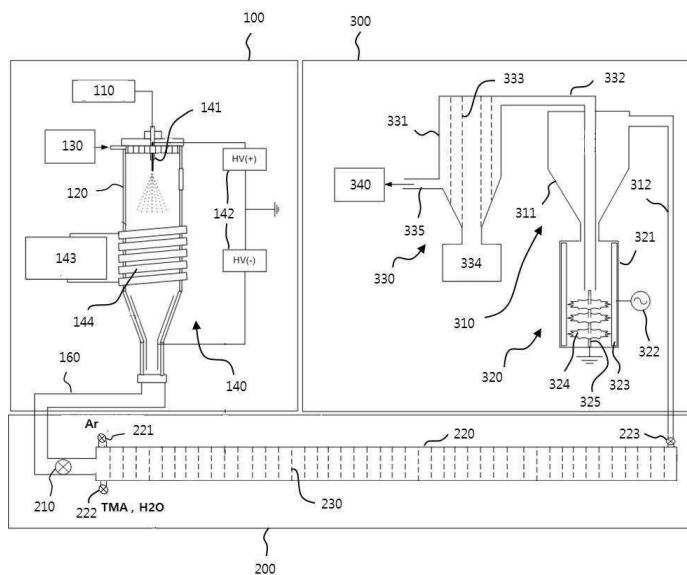
전체 청구항 수 : 총 12 항

심사관 : 정명주

(54) 발명의 명칭 코어-쉘 구조를 갖는 나노 입자의 인시튜 제조시스템 및 그 방법

(57) 요약

본 발명은 나노 입자의 생성과 코팅 및 수집 공정을 연계시켜 연속 처리하도록 나노입자 생성부와 나노입자 코팅부 및 코어-쉘 나노입자 수집부를 연결한다. 나노입자 코팅부는 다공질 물질로 구성되거나 격자형 그리드 구조로 이루어지고 코팅 캠버의 공정 통로에 설치한 속도조절부재를 이용하여 나노 입자의 이동 속도를 저하시킬 수 있고, 이에 따라 반응성 가스로서 교대로 공급되는 제1 및 제2전구체가 선행하는 나노 입자를 추월하여 나노 입자 표면에 접촉하여 쉘 물질의 박막 코팅이 이루어지게 된다. 이후 다단계의 수집 공정을 통하여 코어-쉘 나노 입자를 높은 수율로 수집한다.

대 표 도 - 도2

이) 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 2013R1A1A2010630

부처명 교육부

연구관리전문기관 교육부/자연과학단

연구사업명 이공분야기초연구사업-일반연구자지원사업-기본연구지원사업

연구과제명 균일한 코어-셀 구조를 갖는 나노입자의 in-situ 제조법 개발과 응용

기여율 1/1

주관기관 대진대학교

연구기간 2013.06.01 ~ 2014.05.31

특허청구의 범위

청구항 1

반응 챔버에서 나노 입자를 생성하는 나노입자 생성부;

상기 나노입자 생성부에 연결된 코팅 챔버의 공정 통로에 코어물질인 나노 입자를 유입 받고, 진공 펌프를 가동한 상태에서 상기 코팅 챔버의 공정 통로에 캐리어 가스와 셀 물질의 소스로서 반응성 가스를 공급하여 상기 코팅 챔버의 공정 통로에서 이동하는 나노 입자에 셀 물질을 코팅하는 나노입자 코팅부;

상기 나노입자 코팅부에서 셀 물질이 코팅된 코어-셀 구조의 나노 입자를 수집하는 코어-셀 나노입자 수집부;를 포함하고,

상기 나노입자 생성부와 상기 나노입자 코팅부 및 상기 코어-셀 나노입자 수집부에서 각각 처리하는 상기 나노 입자의 생성과 코팅 및 수집 공정을 연계시켜 연속 처리하도록 각 부를 연결하며,

상기 나노입자 코팅부는 상기 나노 입자의 이동 속도를 저하시켜 상기 반응성 가스가 선행하는 나노 입자를 추월하여 이동하도록 상기 코팅 챔버의 공정 통로에 속도조절부재를 설치한 것을 특징으로 하는 코어-셀 구조를 갖는 나노 입자의 인시튜 제조시스템.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 속도조절부재는 다공성 물질로 구성되거나 격자형 그리드 구조로 이루어진 것을 특징으로 하는 코어-셀 구조를 갖는 나노 입자의 인시튜 제조시스템.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 속도조절부재는 공정 통로의 길이 방향을 따라 복수 개가 일정 간격으로 설치되고,

상기 나노 입자가 상기 속도조절부재를 통과시 유동저항 또는 충돌에 의해 이동속도가 저하되는 것을 특징으로 하는 코어-셀 구조를 갖는 나노 입자의 인시튜 제조시스템.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 나노 입자에 코팅되는 셀 물질의 코팅 두께에 대응하여 상기 반응성 가스의 공급 주기를 설정하는 것을 특징으로 하는 코어-셀 구조를 갖는 나노 입자의 인시튜 제조시스템.

청구항 5

제4항에 있어서,

상기 반응성 가스는 제1전구체와 제2전구체를 교대로 공급하되,

상기 제1 및 제2전구체 중 어느 하나를 공급할 때마다 상기 코팅 챔버에서 생성된 반응물이나 부산물을 배출하기 위한 배출 시간을 설정하는 것을 특징으로 하는 코어-셀 구조를 갖는 나노 입자의 인시튜 제조시스템.

청구항 6

제4항에 있어서,

상기 캐리어 가스는 불활성 가스인 아르곤(Ar)이고,

상기 쉘 물질로서 산화알루미늄(Al_2O_3) 박막을 코팅하는 경우 상기 반응성 가스는 알루미늄 소스로서 TMA(trimethylaluminum)와 산소 소스로서 H_2O 를 사용하는 것을 특징으로 하는 코어-쉘 구조를 갖는 나노 입자의 인시튜 제조시스템.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 나노입자 생성부는 나노 입자의 분무 시료인 액상의 전구체를 공급하는 유체공급펌프와, 캐리어 가스와 반응성 가스를 공급하는 가스 공급원과, 고주파 유도 결합 플라즈마(ICP) 방식에 따른 저온 플라즈마를 발생하는 저온 플라즈마 발생기를 포함하는 것을 특징으로 하는 코어-쉘 구조를 갖는 나노 입자의 인시튜 제조시스템.

청구항 8

제7항에 있어서,

상기 저온 플라즈마 발생기는 직류 고전압 공급부와 전기방사 노즐, 및 고주파를 이용하여 반응 챔버의 임피던스를 매칭하는 RF 매칭박스를 포함하는 것을 특징으로 하는 코어-쉘 구조를 갖는 나노 입자의 인시튜 제조시스템.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 코어-쉘 나노입자 수집부는 사이클론 수집기와 정전식 수집기와 입자 수집기 중 적어도 하나를 포함하는 것을 특징으로 하는 코어-쉘 구조를 갖는 나노 입자의 인시튜 제조시스템.

청구항 10

제9항에 있어서,

상기 정전식 수집기는 수집 용기에 설치된 고압 전극과 접지 전극의 전극부재와, 상기 고압 전극에 교류 고전압을 공급하는 교류 고전압 공급부를 포함하고,

상기 접지 전극은 지지부의 축방향을 따라 복수개 설치된 원판 형상의 도전판을 구비하되, 상기 도전판은 테두리를 뾰족한 톱니 형상으로 형성한 것을 특징으로 하는 코어-쉘 구조를 갖는 나노 입자의 인시튜 제조시스템.

청구항 11

제9항에 있어서,

상기 입자 수집기는 상기 정전식 수집기에 연결된 분리 용기와, 상기 분리 용기에 연통가능하게 설치되고 코어-쉘 나노입자를 최종적으로 모아 저장하는 보관 용기와, 상기 코어-쉘 구조의 나노입자를 상기 보관 용기로 안내하도록 상기 분리 용기에 복수개 설치한 격자형 그리드를 포함하는 것을 특징으로 하는 코어-쉘 구조를 갖는 나노 입자의 인시튜 제조시스템.

청구항 12

반응 챔버에 저압 플라즈마를 발생시키고 나노 입자의 분무 시료를 상기 반응 챔버 내부에 전기방사함과 아울러 캐리어 가스와 반응성 가스를 공급하여 나노 입자를 생성하는 단계;

코팅 챔버의 공정 통로에 나노 입자와 캐리어 가스 및 쉘 물질의 소스인 반응성 가스를 공급하는 단계;

상기 코팅 챔버의 공정 통로에 공급된 나노 입자는 속도조절부재에 의하여 이동 속도가 저하됨에 따라 상기 공정 통로에 공급된 캐리어 가스와 쉘 물질의 소스인 반응성 가스가 상기 나노 입자 보다 상대적으로 빠르게 이동하여 나노 입자에 쉘 물질을 코팅하는 단계; 및

상기 쉘 물질이 코팅된 코어-쉘 구조의 나노 입자를 수집하는 수집 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 코어-쉘 구조를 갖는 나노입자의 인시튜 제조방법.

명세서

기술분야

[0001]

본 발명은 코어-쉘 구조의 나노 입자 제조기술에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 코팅 챔버의 공정 통로에 쉘 물질의 소스로서 공급된 반응성 가스가 선행하는 나노 입자를 추월하여 코팅 공정을 처리한 후 쉘 물질이 코팅된 나노 입자를 다단계 수집 공정에 따라 높은 수율로 수집할 수 있고, 나노 입자의 생성과 코팅 및 수집 공정을 연계시켜 연속 처리함으로써 대량 생산에 적합하고 균일한 고순도 나노 입자를 제조할 수 있는 코어-쉘 구조를 갖는 나노 입자의 인시튜 제조시스템 및 그 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002]

나노 입자는 바이오센서, 차세대 디스플레이의 형광체, 태양전지, 나노 전자소자를 포함하는 다양한 분야의 기술이 상용화되기 위해 필요한 핵심재료이다.

[0003]

이 중 코어-쉘 나노 입자는 중심에 존재하는 코어물질을 쉘을 형성하는 물질이 둘러싼 구조로 이루어져 있고, 비특허문헌 1에는 코어-쉘 나노 입자의 특성과 개발 동향을 소개하고 있다. 예를 들어 코어-쉘 구조의 나노 입자는 2가지 이상의 물질이 단순히 혼합되어 있는 경우나 합금으로 존재하는 경우와 구분되며, 각각의 코어와 쉘에 어떤 특성을 갖는 물질을 사용하는가에 따라서 적어도 2가지 이상의 특성을 나타내는 복합 기능의 나노소재를 제공할 수 있어, 금속-금속, 금속-세라믹, 금속-유기물, 유기물-유기물 구조를 비롯한 다양한 조합에 의한 코어-쉘 구조의 나노 입자에 대한 연구개발이 이루어지고 있다. 코어-쉘 구조의 나노 입자들은 자성, 형광 특성, 내산성, 내마모성 등의 특성들이 조합된 복합 기능으로 인하여 다양한 분야에 대한 응용 가능성이 높은 것으로 나타나고 있다.

[0004]

한편 코어-쉘 구조의 나노 입자를 제조하기 위한 다양한 방법이 제안되고 있으며, 예를 들어 특허문헌 1에서는 코어물질 제조기와 입자코팅반응기의 사이에 압력분리 수단을 구비하여 서로 다른 압력 범위에서 운용하고, 저압 입자코팅 공정에서 코어입자에 코팅되는 두께의 실시간 제어가 가능한 기술을 개시하고 있다.

[0005]

그러나 선행문헌을 포함한 종래 기술은 코어-쉘 구조의 나노 입자를 아직 실험실 수준에서 개발하는 실정이어서 생성된 나노 입자의 크기가 균일하지 않고 생성된 나노 입자 표면에서의 반응이 완전히 종결되지 않은 상태로 시간이 지남에 따라 입자 크기가 커지고 불균일해지게 되는 문제점이 있다.

[0006]

이에 따라 입자간 편차를 줄여 높은 균일성의 고순도 나노 입자를 제조하고 대량 생산에 적합하도록 높은 수율로 수집하여 생산성을 향상할 수 있는 공정 장비와 제조법이 절실하게 요구되고 있다.

[0007]

또한 나노 입자에 코팅되는 쉘 물질의 두께 조절이 쉽고 간단하게 이루어져 공정 장비의 구현에 따른 경제적 비용 부담을 줄이고 제조 공정의 안정성을 도모할 필요성이 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0008] (특허문현 0001) [특허문현 1] 한국등록특허 제10-1247968호(2013년 4월 3일 공고)

비특허문현

[0009] (비특허문현 0001) [비특허문현 1] 학술논문 '나노기술 개발동향 : 코어-쉘 나노입자' 한국공업화학회지 12권 3호 23p-37p. 2009

발명의 내용

해결하려는 과제

[0010] 본 발명의 목적은 입자간 편차가 적은 고순도 나노 입자를 대량 생산할 수 있는 코어-쉘 구조를 갖는 나노 입자의 인슈트 제조시스템 및 그 방법을 제공하는 것이다.

[0011] 본 발명의 다른 목적은 나노 입자에 코팅하는 쉘 물질의 두께 조절을 용이한 코어-쉘 구조를 갖는 나노 입자의 인슈트 제조시스템 및 그 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0012] 상기와 같은 본 발명에 따른 코어-쉘 구조를 갖는 나노 입자의 인시튜 제조시스템은, 반응 챔버에서 나노 입자를 생성하는 나노입자 생성부; 상기 나노입자 생성부에 연결된 코팅 챔버의 공정 통로에 코어물질인 나노 입자를 유입 받고, 진공 펌프를 가동한 상태에서 상기 코팅 챔버의 공정 통로에 캐리어 가스와 쉘 물질의 소스로서 반응성 가스를 공급하여 상기 코팅 챔버의 공정 통로에서 이동하는 나노 입자에 쉘 물질을 코팅하는 나노입자 코팅부; 상기 나노입자 코팅부에서 쉘 물질이 코팅된 코어-쉘 구조의 나노 입자를 수집하는 코어-쉘 나노입자 수집부;를 포함하고, 상기 나노입자 생성부와 상기 나노입자 코팅부 및 상기 코어-쉘 나노입자 수집부에서 각각 처리하는 상기 나노 입자의 생성과 코팅 및 수집 공정을 연계시켜 연속 처리하도록 각 부를 연결하며, 상기 나노입자 코팅부는 상기 나노 입자의 이동 속도를 저하시켜 상기 반응성 가스가 선행하는 나노 입자를 추월하여 이동하도록 상기 코팅 챔버의 공정 통로에 속도조절부재를 설치한 것을 특징으로 한다.

[0013] 또한, 상기 속도조절부재는 다공성 물질로 구성되거나 격자형 그리드 구조로 이루어진 것을 특징으로 한다.

[0014] 또한, 상기 속도조절부재는 공정 통로의 길이 방향을 따라 복수 개가 일정 간격으로 설치되고, 상기 나노 입자가 상기 속도조절부재를 통과시 유동저항 또는 충돌에 의해 이동속도가 저하되는 것을 특징으로 한다.

[0015] 또한, 상기 나노 입자에 코팅되는 쉘 물질의 코팅 두께에 대응하여 상기 반응성 가스의 공급 주기를 설정하는 것을 특징으로 한다.

[0016] 또한, 상기 반응성 가스는 제1전구체와 제2전구체를 교대로 공급하되, 상기 제1 및 제2전구체 중 어느 하나를 공급할 때마다 상기 코팅 챔버에서 생성된 반응물이나 부산물을 배출하기 위한 배출 시간을 설정하는 것을 특징으로 한다.

[0017] 또한, 상기 캐리어 가스는 불활성 가스인 아르곤(Ar)이고, 상기 쉘 물질로서 산화알루미늄(Al_2O_3) 박막을 코팅하는 경우 상기 반응성 가스는 알루미늄 소스로서 TMA(trimethylaluminum)와 산소 소스로서 H_2O 를 사용하는 것을 특징으로 한다.

[0018] 또한, 상기 나노입자 생성부는 나노 입자의 분무 시료인 액상의 전구체를 공급하는 유체공급펌프와, 캐리어 가스와 반응성 가스를 공급하는 가스 공급원과, 고주파 유도 결합 플라즈마(ICP) 방식에 따른 저온 플라즈마를 발생하는 저온 플라즈마 발생기를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0019] 또한, 상기 저온 플라즈마 발생기는 직류 고전압 공급부와 전기방사 노즐, 및 고주파를 이용하여 반응 챔버의 임피던스를 매칭하는 RF 매칭박스를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0020] 또한, 상기 코어-쉘 나노입자 수집부는 사이클론 수집기와 정전식 수집기와 입자 수집기 중 적어도 하나를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0021] 또한, 상기 정전식 수집기는 수집 용기에 설치된 고압 전극과 접지 전극의 전극부재와, 상기 고압 전극에 교류

고전압을 공급하는 교류 고전압 공급부를 포함하고, 상기 접지 전극은 지지부의 축방향을 따라 복수개 설치된 원판 형상의 도전판을 구비하되, 상기 도전판은 테두리를 뾰족한 톱니 형상으로 형성한 것을 특징으로 한다.

[0022] 또한, 상기 입자 수집기는 상기 정전식 수집기에 연결된 분리 용기와, 상기 분리 용기에 연통가능하게 설치되고 코어-쉘 나노입자를 최종적으로 모아 저장하는 보관 용기와, 상기 코어-쉘 구조의 나노입자를 상기 보관 용기로 안내하도록 상기 분리 용기에 복수개 설치한 격자형 그리드를 포함하는 것을 특징으로 한다.

[0023] 상기와 같은 본 발명에 따른 코어-쉘 구조를 갖는 나노 입자의 인시튜 제조방법은, 반응 챔버에 저압 플라즈마를 발생시키고 나노 입자의 분무 시료를 상기 반응 챔버 내부에 전기방사함과 아울러 캐리어 가스와 반응성 가스를 공급하여 나노 입자를 생성하는 단계; 코팅 챔버의 공정 통로에 나노 입자와 캐리어 가스 및 쉘 물질의 소스인 반응성 가스를 공급하는 단계; 상기 코팅 챔버의 공정 통로에 공급된 나노 입자는 속도조절부재에 의하여 이동 속도가 저하됨에 따라 상기 공정 통로에 공급된 캐리어 가스와 쉘 물질의 소스인 반응성 가스가 상기 나노 입자 보다 상대적으로 빠르게 이동하여 나노 입자에 쉘 물질을 코팅하는 단계; 및 상기 쉘 물질이 코팅된 코어-쉘 구조의 나노 입자를 수집하는 수집 단계;를 포함하는 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0024] 이상과 같이 본 발명에 따른 코어-쉘 구조를 갖는 나노 입자의 인시튜 제조시스템 및 그 방법은 나노 입자의 제조와 코팅, 및 수집 공정을 연계시켜 연속 처리함으로써 균일성이 높은 고순도 나노 입자를 제조하고 대량 생산에 적합한 생산 방식을 도출하여 생산성을 높일 수 있다.

[0025] 본 발명은 코팅 챔버에 공급된 나노 입자와 쉘 물질의 소스인 반응성 가스의 이동 속도를 조절함으로써 나노 입자의 전체 표면에 쉘 물질을 균일하게 코팅함과 아울러 반응성 가스의 공급 주기를 제어하여 쉘 물질의 두께 조절이 용이하게 이루어질 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0026] 도 1은 본 발명의 실시예에 따른 코어-쉘 구조를 갖는 나노 입자의 인시튜 제조시스템의 블록도이다.

도 2는 본 발명의 실시예에 따른 코어-쉘 구조를 갖는 나노 입자의 인시튜 제조시스템의 구성도이다.

도 3은 본 발명의 코팅 챔버에 제1전구체와 제2전구체를 설정 주기에 따라 공급하는 동작을 설명하기 위한 도면이다.

도 4는 본 발명의 실시예에 따른 코어-쉘 구조를 갖는 나노 입자의 인시튜 제조방법을 설명하기 위한 흐름도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0027] 이하에서는 본 발명의 실시예를 첨부 도면을 참조하여 상세히 설명하기로 한다.

[0028] 도 1에 도시한 바와 같이, 본 발명의 실시예에 따른 코어-쉘 구조를 갖는 나노 입자의 인시튜 시스템(1)은 저압 플라즈마를 이용하여 반응 챔버에서 나노 입자를 생성하는 나노입자 생성부(100)와, 코팅 챔버에서 나노 입자와 쉘 물질의 소스인 반응성 가스를 공급하여 나노 입자 표면에 쉘 물질을 코팅하는 나노입자 코팅부(200), 및 쉘 물질이 코팅된 코어-쉘 구조의 나노 입자를 수집하는 코어-쉘 나노입자 수집부(300)를 포함하여 구성한다.

[0029] 나노입자 생성부(100)와 나노입자 코팅부(200), 및 코어-쉘 나노입자 수집부(300)는 각 공정을 연계시켜 연속적으로 처리할 수 있도록 연결된다. 실시예에서는 나노입자 생성부(100)가 고주파 유도결합 플라즈마(ICP) 방식을 적용하여 나노 입자를 생성하는 방식을 예시적으로 나타내고 있으나, 나노 입자의 생성이 특정한 방식으로 제한될 필요는 없다.

[0030] 도 2를 참고하여, 나노입자 생성부(100)는 유체공급펌프(110), 반응 챔버(120), 가스 공급원(130), 및 저압 플라즈마 발생기(140)를 포함한다.

[0031] 유체공급펌프(110)는 나노 입자의 분무 시료인 액상의 전구체를 공급한다. 여기서 액상의 전구체는 코어 물질인 나노 입자의 종류에 따라 적절하게 선택될 수 있다. 유체공급펌프(110)가 액상의 전구체를 반응 챔버(120) 일측

에 설치된 전기방사 노즐(141)에 공급하여 전기방사(electrospray) 공정을 수행할 수 있다.

[0032] 전기방사 노즐(141)이 액상의 전구체를 반응 챔버(120) 내부에 분사하고, 이와 함께 가스 공급원(130)은 캐리어 가스와 반응성 가스를 반응 챔버(120) 내부에 공급한다. 여기서 캐리어 가스는 Ar을 사용할 수 있고, 반응성 가스는 O₂, NH₃, H₂O 등을 사용할 수 있다.

[0033] 저압 플라즈마 발생기(140)는 반응 챔버(120)에 저압 플라즈마를 발생하기 위하여, 전기방사 노즐(141)과 반응 챔버(120) 하단 사이에 직류 고전압을 공급하는 직류 고전압 공급부(142)와, 반응 챔버(120)를 감싸는 유도코일(144)에서 발생하는 고주파를 이용하여 반응 챔버(120)의 임피던스를 매칭시키는 RF 매칭박스(143)를 포함한다.

[0034] 반응 챔버(120)에 걸어준 고전압에 의해 액상 용매에 녹아 있는 전구체가 나노 드롭(nano drop)을 형성하여 반응 챔버(120) 내부에 분사된다. 이때 반응 챔버(120)에는 저압 플라즈마 발생기(140)에 의해 저압 플라즈마(cold plasma)를 발생함에 따라 가스 공급원(130)에서 공급된 캐리어 가스(Ar)와 반응성 가스(O₂, NH₃, H₂O 등)가 활성화되어 반응라디칼을 생성하고, 이 반응라디칼과 나노 드롭이 반응하여 나노 입자를 생성한다. 나노 입자는 금속 산화물(metal oxide)이나 금속 질화물(metal nitride) 등이 될 수 있다. 이때 나노 드롭의 매질인 용매는 플라즈마에 의해 기화되어 반응 챔버(120)를 먼저 빠져나간다. 여기서 반응 챔버(120)에 저압 플라즈마를 발생시키는 이유는 저온에서도 충분한 반응에너지를 나노 드롭에 공급할 수 있고, 불활성 가스나 진공 상태에서 나노 입자의 대량 생산이 용이하기 때문이다.

[0035] 생성된 나노 입자는 연결관(160)을 매개로 나노입자 코팅부(200)에 전달되는데, 연결관(160)에 설치한 밸브(210)를 통하여 코팅 챔버(220) 내부에 공급된다.

[0036] 나노입자 코팅부(200)는 원자층 증착기술(Atomic layer deposition)을 적용하여 셀 물질을 코팅할 수 있다. 원자층 증착기술은 3차원 구조의 나노 입자의 표면에 뛰어난 균일도를 가지는 나노 두께의 박막 증착이 가능하다. 박막 증착에 필요한 셀 물질의 소스로서 복수의 반응성 가스를 교대로 공급할 수 있다.

[0037] 나노입자 코팅부(200)는 나노 입자의 실질적인 코팅 공정이 이루어지는 코팅 챔버(220)와, 캐리어 가스를 공급하는 제1가스 공급밸브(221)와, 셀 물질의 소스인 반응성 가스를 공급하는 제2가스 공급밸브(222)와, 코팅 챔버(220) 일측에 설치된 진공펌프(223), 및 코팅 챔버(220) 내부에 설치된 속도조절부재(230)를 포함한다.

[0038] 제1가스 공급밸브(221)를 통해 공급하는 캐리어 가스는 불활성 가스이고, 제2가스 공급밸브(222)를 통해 공급하는 반응성 가스는 박막의 셀 물질을 형성하기 위한 제1전구체와 제2전구체이다. 제2가스 공급밸브(222)는 제1전구체와 제2전구체를 공급하는 전구체 공급원(미도시)에 연결되어 어느 한 전구체를 공급하기 위한 제1유로를 열고 다른 하나의 전구체를 공급하기 위한 제2유로를 닫아서 두 전구체 중 제1전구체만을 선택적으로 공급하고 이와 달리 제1유로를 닫고 제2유로를 열어 제2전구체만을 선택적으로 공급함으로써 제1 및 제2전구체를 교대로 공급할 수 있다. 여기서 캐리어 가스는 불활성 가스인 Ar으로서 제1가스 공급밸브(221)에서 공급하고, 셀 물질로서 산화알루미늄(Al₂O₃) 박막을 코팅하는 경우 알루미늄 소스인 제1전구체로서 TMA(trimethylaluminum)와 산소 소스인 제2전구체로서 H₂O가 제2가스 공급밸브(222)에서 교대로 공급할 수 있다.

[0039] 밸브(210)를 열고 진공 펌프(223)를 가동하는 경우, 생성된 나노 입자가 코팅 챔버(120)에 유입되어 공정 통로를 따라 일측 방향으로 이동하며, 이때 캐리어 가스와 반응성 가스를 코팅 챔버(120)에 공급할 수 있다.

[0040] 원자층 증착기술을 이용하여 셀 물질을 박막 코팅하려면 반응성 가스인 제1전구체와 제2전구체가 선행하는 나노 입자를 추월하여 이동시킬 필요가 있는데, 이는 제1 및 제2전구체의 반응에 의하여 셀 물질이 충충이 증착되어 점진적으로 두꺼워지므로 일정한 코팅 두께를 확보하려면 나노 입자의 이동 속도를 저하시키되, 반응성 가스는 상대적으로 빠르게 이동시키는 것이 필요하다. 즉, 공정 통로에 유입된 나노 입자보다 제1전구체가 빠르게 이동하여 3차원 나노 입자 표면에 접촉하고 이후 공급되는 제2전구체가 나노 입자보다 빠르게 이동하여 3차원 나노 입자 표면에 접촉하게 되면 제1전구체와 제2전구체의 반응에 의한 셀 물질의 박막 코팅이 이루어질 수 있다.

[0041] 이와 같이 나노 입자와 반응성 가스의 이동 속도를 조절하기 위해 코팅 챔버(220)의 공정 통로에 속도조절부재(230)를 설치한다.

[0042] 속도조절부재(230)는 공정 통로의 길이 방향을 따라 복수 개가 일정 간격으로 설치되며, 다공질 물질로 구성되거나 격자형 그리드 구조로 이루어질 수 있다. 속도조절부재(230)는 일정 부피의 나노 입자가 통과할 수 있는 미세 구멍이 형성되는데, 미세 구멍은 나노 크기로 설정하여 유동하는 나노 입자가 속도조절부재(230)를 지나가면서 유동 저항이나 충돌에 의하여 이동속도가 저하될 수 있도록 한다.

- [0043] 캐리어 가스나 반응성 가스는 상대적으로 작은 부피를 갖기 때문에 속도조절부재(230)에서 저항을 덜 받으면서 이동하게 되며, 이에 따라 나노 입자의 이동 속도 보다 캐리어 가스에 의해 운반되는 반응성 가스인 제1전구체와 제2전구체의 이동 속도가 월등히 빠르게 된다.
- [0044] 나노 입자에 코팅되는 웰 물질의 코팅 두께에 대응하여 반응성 가스의 공급 주기를 설정하는데, 도 3에 예시한 바와 같이, 알루미늄 소스인 제1전구체로서 TMA(trimethylaluminum)와 산소 소스인 제2전구체로서 H₂O를 교대로 공급하되, 어느 하나의 전구체를 공급할 때마다 두 전구체의 공급을 중단하여 생성된 반응물이나 부산물을 코팅 챔버(220) 밖으로 배출할 수 있다. 이는 나노 입자가 특정 위치에 고정되어 있지 않고 유동하고 있을 뿐만 아니라 반응물이나 부산물에 의한 불균일한 증착을 배제시키기 위함이다.
- [0045] 제1 및 제2전구체를 교대로 공급하는 1회 반응 사이클의 코팅 공정마다 3차원 나노 입자에 0.5~1Å의 웰 물질을 균일하게 코팅할 수 있고, 이렇게 나노입자 코팅부(200)에서 웰 물질이 코팅된 코어-웰 구조의 나노 입자는 코어-웰 나노입자 수집부(300)에 전달된다.
- [0046] 코어-웰 나노입자 수집부(300)는 사이클론 수집기(310)와 정전식 수집기(320)와 입자 수집기(330)를 포함한다. 실시예에서는 코어-웰 나노입자 수집부(300)에서의 수집 효율을 극대화하기 위하여 다단계의 수집 공정을 통하여 코어-웰 구조의 나노 입자를 수집하는 방식을 적용하였으나, 이에 한정하는 것은 아니며 설치 환경이나 공정 조건에 적합한 수집기를 선택적으로 적용할 수도 있다.
- [0047] 사이클론 수집기(310)는 상단에 연통 가능하게 설치된 연결관(312)을 매개로 진공 펌프(223)에 연결된 원통 탱크(311)를 포함한다. 코어-웰 나노 입자는 캐리어 가스보다 큰 질량을 가짐에 따라 연결관(312)을 거쳐 원통 탱크(311) 상단에 유입되고 원심력에 의하여 분류되어 일차적으로 수집된다.
- [0048] 사이클론 수집기(310) 하단에 정전기력을 이용하여 수집하는 정전식 수집기(320)를 연결한다.
- [0049] 정전식 수집기(320)는 원통 탱크(311) 하단에 연통가능하게 연결된 이온화 반응챔버(321)와, 이온화 반응챔버(321)에 설치된 고압 전극(323)과 접지 전극(324)로 이루어진 전극부재와, 고압 전극(323)에 교류 고전압을 공급하는 교류 고전압 공급부(322)를 포함한다.
- [0050] 정전식 수집기(320)는 원통 탱크(311) 하단으로부터 이온화 반응챔버(321)에 유입되는 코어-웰 나노 입자에 고전압을 가하여 음이온 또는 양이온으로 이온화시켜 수집할 수 있다. 여기서 접지 전극(324)은 지지부(325)의 축 방향을 따라 복수개 설치된 원판 형상의 도전판을 구비한다. 도전판 테두리는 뾰족한 톱니 형상으로 형성하는데, 이는 고전압에 의한 이온화 효율을 증대시키기 위함이다.
- [0051] 입자 수집기(330)는 정전식 수집기(320)에 의해 수집된 코어-웰 나노 입자를 전달받아 최종적으로 수집하여 보관할 수 있다.
- [0052] 입자 수집기(330)는 안내관(332), 분리 용기(331), 그리드(333), 보관 용기(334), 및 배출관(335)을 포함하여 구성한다. 배출펌프(340)는 배출관(335)을 통하여 분리 용기(331)에 연결된다.
- [0053] 안내관(332) 일측은 원통 탱크(311)를 관통하여 이온화 반응챔버(321) 내부에 연장되고 타측은 분리 용기(331) 상단에 연결된다. 분리 용기(331) 내부에 수직 방향으로 격자형 그리드(333)가 설치되고, 이 격자형 그리드(333)가 일정 간격으로 나란하게 복수 개가 겹겹이 설치되어 있다. 격자형 그리드(333)는 나노 크기의 미세 구멍이 뚫려 있어 연결관(312)을 통해 이온화 반응챔버(320)로 유입된 캐리어 가스와 반응성 가스가 배출관(335)으로 빠져나갈 수 있다.
- [0054] 분리 용기(331) 중앙 하단에는 내부와 연통된 보관 용기(334)가 설치되고, 복수 격자형 그리드(333)를 통과하는 과정에서 이동속도가 저하된 코어-웰 나노 입자가 보관 용기(334)에 모여져 최종 수집된다. 이때 일부 코어-웰 나노 입자는 배출관(335)으로 유출되어 이탈될 우려가 있기 때문에 안내관(332)측 격자형 그리드(333) 보다 배출관(335)측 격자형 그리드(333)에는 미세 구멍의 크기를 작게 형성할 필요가 있다. 즉, 안내관(332)측 격자형 그리드(333)에는 부피가 큰 코어-웰 나노 입자가 쉽게 빠져나갈 수 있는 크기의 미세 구멍을 형성하고, 배출관(335)에 인접한 격자형 그리드(333)에 형성된 미세 구멍이 너무 작으면 캐리어 가스와 반응성 가스의 배출 동작에 악영향을 줄 수 있기 때문에 코어-웰 나노 입자보다 부피가 작은 캐리어 가스와 반응성 가스가 빠져나가기에 적합한 크기의 미세 구멍을 형성함이 바람직하다.
- [0055] 이에 따라 배출펌프(340)에 의해 이온화 반응챔버(321)에서 이온화되어 수집된 코어-웰 나노 입자와 캐리어 가스는 안내관(332)을 통해 분리 용기(331)에 유입되고, 캐리어 가스는 배출관(335)을 통해 배출되는 한편, 코어-

쉘 나노 입자는 보관 용기(334)에 모여져 최종 수집된다.

[0056] 이하에서는 본 발명의 코어-쉘 구조를 갖는 나노입자의 인슈트 제조방법을 설명한다.

[0057] 도 2에 예시한 바와 같이, 나노 입자의 생성과 코팅 및 수집 공정을 연계시켜 연속 처리하도록 나노입자 생성부(100)와 나노입자 코팅부(200) 및 코어-쉘 나노입자 수집부(300)를 연결한다.

[0058] 먼저, 저압 플라즈마 발생기(140)를 이용하여 반응 챔버(120)에 저압 플라즈마를 발생시키고, 유체공급펌프(110)가 나노 입자의 분무 시료인 액상의 전구체를 전기방사 노즐(141)에 전달하고, 가스 공급원(130)이 반응 챔버(120) 내부에 캐리어 가스와 반응성 가스를 공급한다. 여기서 캐리어 가스는 Ar을 사용할 수 있고, 반응성 가스는 O₂, NH₃, H₂O 등을 사용할 수 있다.

[0059] 반응 챔버(120)에 걸어준 고전압에 의해 액상 용매에 녹아 있는 전구체가 나노 드롭(nano drop)을 형성하여 반응 챔버(120) 내부에 분사된다. 반응 챔버(120)에서는 저압 플라즈마(cold plasma)에 의해 캐리어 가스(Ar)와 반응성 가스(O₂, NH₃, H₂O 등)가 활성화되어 반응라디칼을 생성하고, 이 반응라디칼과 나노 드롭이 반응하여 나노 입자를 생성한다. 나노 입자는 금속 산화물(metal oxide)이나 금속 질화물(metal nitride) 등이 될 수 있다. 이때 나노 드롭의 매질인 용매는 플라즈마에 의해 기화되어 반응 챔버(120)를 먼저 빠져나간다(400).

[0060] 코팅 챔버(220)의 공정 통로에 나노 입자와 캐리어 가스(Ar) 및 쉘 물질의 소스인 반응성 가스를 공급한다(410).

[0061] 코팅 챔버(220)의 공정 통로에 공급된 나노 입자는 다공질 물질로 구성되거나 격자형 그리드 구조로 이루어지는 속도조절부제(230)에 의하여 이동 속도가 저하됨에 따라 공정 통로에 공급된 캐리어 가스와 쉘 물질의 소스인 반응성 가스로서 제1 및 제2전구체가 나노 입자 보다 상대적으로 빠르게 이동하여 나노 입자 표면에 쉘 물질을 코팅한다. 즉, 공정 통로에 유입된 나노 입자보다 제1전구체가 빠르게 이동하여 3차원 나노 입자 표면에 접촉하고 이후 공급되는 제2전구체가 나노 입자보다 빠르게 이동하여 3차원 나노 입자 표면에 접촉하게 되면 제1전구체와 제2전구체의 반응에 의한 쉘 물질의 박막 코팅이 이루어질 수 있다. 여기서 캐리어 가스는 불활성 가스인 Ar으로서 제1가스 공급밸브(221)에서 공급하고, 쉘 물질로서 산화알루미늄(Al₂O₃) 박막을 코팅하는 경우 알루미늄 소스인 제1전구체로서 TMA(trimethylaluminum)와 산소 소스인 제2전구체로서 H₂O가 제2가스 공급밸브(222)에서 교대로 공급할 수 있다.

[0062] 나노 입자에 코팅되는 쉘 물질의 코팅 두께에 대응하여 반응성 가스의 공급 주기를 설정하는데, 도 3에 예시한 바와 같이, 알루미늄 소스인 제1전구체로서 TMA(trimethylaluminum)와 산소 소스인 제2전구체로서 H₂O를 교대로 공급하되, 어느 하나의 전구체를 공급할 때마다 두 전구체의 공급을 중단하여 생성된 반응물이나 부산물을 코팅 챔버(220) 밖으로 배출할 수 있다.

[0063] 제1 및 제2전구체를 교대 공급하는 1회 반응 사이클의 코팅 공정마다 3차원 나노 입자에 0.5~1Å의 쉘 물질을 균일하게 코팅할 수 있고, 이렇게 나노입자 코팅부(200)에서 쉘 물질이 코팅된 코어-쉘 구조의 나노 입자는 코어-쉘 나노입자 수집부(300)에 전달된다(420).

[0064] 코어-쉘 나노입자 수집부(300)는 사이클론 수집기(310)와 정전식 수집기(320)와 입자 수집기(330)를 포함하여 다단RP의 수집 공정을 통해 수집 효율을 극대화한다.

[0065] 사이클론 수집기(310)에서는 원심력을 이용하여 원통 탱크(311) 상단에 유입되는 코어-쉘 나노 입자를 분류하여 일차적으로 수집한다. 정전식 수집기(320)는 원통 탱크(311) 하단에 연통가능하게 연결된 이온화 반응챔버(321)에 유입되는 코어-쉘 나노 입자에 고전압을 가하여 음이온 또는 양이온으로 이온화시켜 수집할 수 있다. 그런 다음 입자 수집기(330)는 정전식 수집기(320)에 의해 수집된 코어-쉘 나노 입자를 전달받아 격자형 그리드(333)를 이용하여 보관 용기(334)에 최종적으로 수집하여 보관할 수 있다. 즉, 이온화 반응챔버(321)에서 이온화되어 수집된 코어-쉘 나노 입자와 캐리어 가스는 안내관(332)을 통해 분리 용기(331)에 유입된는데, 캐리어 가스는 배출관(335)에 연결된 배출 펌프(340)로 배출되는 한편, 격자형 그리드(333)에 의해 걸러지는 코어-쉘 나노 입자는 보관 용기(334)에 모여져 최종 수집된다(430).

부호의 설명

[0066] 100 : 나노입자 생성부

110 : 유체공급펌프

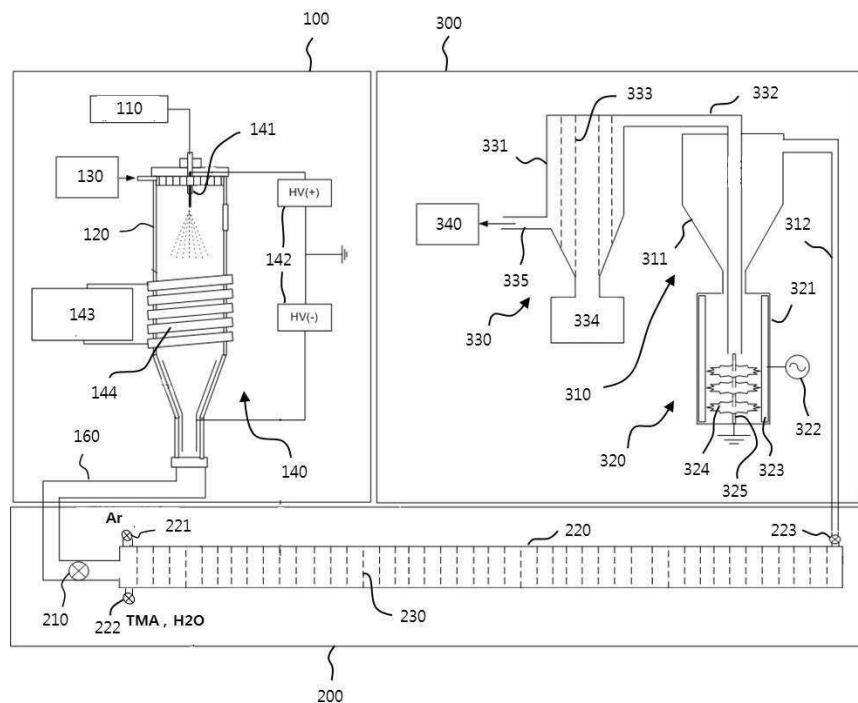
120 : 반응 챔버	200 : 나노입자 코팅부
210 : 밸브	220 : 코팅 챔버
230 : 속도조절부재	300 : 코어-쉘 나노입자 수집부
310 : 사이클론 수집기	320 : 정전식 수집기
330 : 입자 수집기	

도면

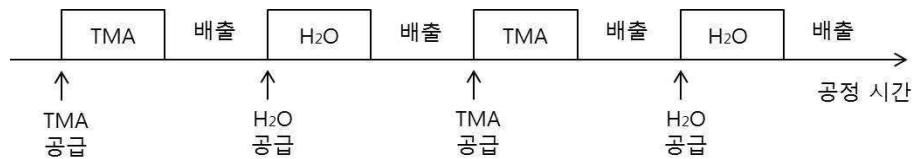
도면1



도면2



도면3



도면4