



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2015-0029835
(43) 공개일자 2015년03월19일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C23C 18/28 (2006.01) C23F 1/00 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2013-0108518
(22) 출원일자 2013년09월10일
심사청구일자 2013년09월10일

(71) 출원인
한국기계연구원
대전광역시 유성구 가정북로 156 (장동)
(72) 발명자
백연경
경상남도 창원시 성산구 가음정동 재료연구소 아파트
이정구
경남 창원시 성산구 원이대로 774, 307동 404호 (상남동, 성원아파트)
김경태
부산 북구 화명신도시로 70, 106동 1501호 (화명동, 코오롱하늘채아파트)
(74) 대리인
특허법인가산

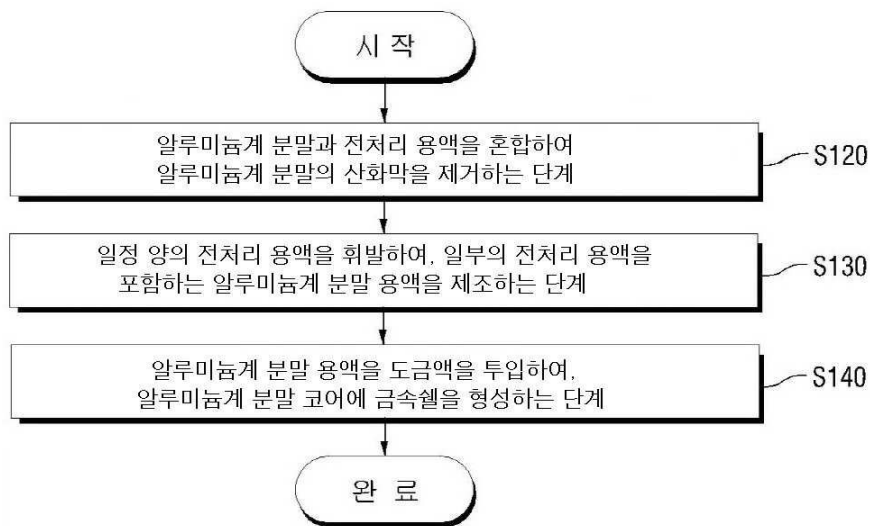
전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 발명의 명칭 고반응성 금속분말의 산화막 제어방법

(57) 요약

본 발명은 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법에 있어서, 상기 고반응성 금속 분말에 전처리 용액을 혼합하여, 상기 고반응성 금속분말의 산화막을 제거하고, 일정 양의 상기 전처리 용액을 휘발하여, 일부의 전처리 용액을 포함하는 고반응성 금속 분말 용액을 제조하여, 상기 고반응성 금속 분말의 산화막을 제어하는 것을 특징으로 하는 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법에 관한 것으로, 고반응성 금속 분말의 산화막을 제거하기 위한 전처리 용액을 일부 잔존시켜, 금속 분말의 표면에 산화막이 재생성되는 것을 방지할 수 있다.

대표도 - 도1a



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 10041134

부처명 지식경제부

연구관리전문기관 한국산업기술평가관리원

연구사업명 소재원천기술개발사업

연구과제명 석 소재 개발(2/4) 단자구 크기 수준의 입도제어를 통한 차세대 모터용 70(MGOe+kOe)급 Dy-free Nd계 영구자

기여율 1/1

주관기관 한국기계연구원 부설 재료연구소

연구기간 2012.12.01 ~ 2013.11.30

특허청구의 범위

청구항 1

고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법에 있어서,

상기 고반응성 금속 분말에 전처리 용액을 혼합하여, 상기 고반응성 금속분말의 산화막을 제거하고, 일정 양의 상기 전처리 용액을 휘발하여, 일부의 전처리 용액을 포함하는 고반응성 금속 분말 용액을 제조하여, 상기 고반응성 금속 분말의 산화막을 제어하는 것을 특징으로 하는 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 고반응성 금속 분말은 알루미늄계 금속 분말인 것을 특징으로 하는 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 일부의 전처리 용액을 포함하는 고반응성 분말 용액에서의 상기 일부의 전처리 용액의 양은 상기 고반응성 금속 분말 100wt% 대비 5 내지 20wt%인 것을 특징으로 하는 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

상기 일정 양의 상기 전처리 용액을 휘발하여, 일부의 전처리 용액을 포함하는 고반응성 분말 용액을 제조한 이후에,

상기 고반응성 금속 분말 용액을 무전해 도금액에 투입하여, 상기 고반응성 금속 분말 코어에 금속 셸을 형성하는 것을 특징으로 하는 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

상기 고반응성 금속분말의 산화막을 제거하는 것은,

상기 고반응성 금속 분말 표면의 산화막이 제거된 후, $H_2PO_4^-$ 가 상기 고반응성 금속 분말 코어 상에 흡착되는 것인 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 고반응성 금속분말의 산화막 제어방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 분말 상태의 알루미늄 또는 알루미늄의 합금에 효과적으로 금속 물질을 코팅할 수 있는 고반응성 분말의 산화막 제어방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 연료기화폭탄, 열압력(thermobaric)탄 및 해수반응 추진제 등에 적용되는 고에너지 금속분말로써, 있는 알루미늄 분말 또는 알루미늄 합금 분말(이하, “알루미늄계 분말”이라 함)의 금속분말을 주로 사용하고 있다.

[0003] 이러한 고에너지 금속분말은 폭발위력과 추진제의 성능 극대화를 위해, 분말의 점화 및 연소효율을 높이는 것이 중요하다.

[0004] 하지만, 상기 알루미늄계의 금속입자는 제조와 동시에 표면에 산화막이 형성되며, 이러한 산화막을 적절하게 제

어하지 못할 경우, 접화 및 연소효율이 저조해지게 된다.

- [0005] 따라서, 금속분말의 효율을 증대시키기 위해서는 산화막의 제어 및 산화막의 억제를 통한, 금속 분말의 반응성을 높이는 것이 필수적이다.
- [0006] 또한, 알루미늄계 분말의 경우, 금속 피막을 생성시키는 것은 매우 어려운 공정에 해당한다.
- [0007] 이 때문에 촉매 부여 처리에 앞서 아연산염 처리가 행해지고 있는 실정이다.
- [0008] 하지만, 아연산염 처리는 전처리 공정이 길고 복잡할 뿐만이 아니라, 숙련된 작업을 필요로 하는 처리법에 해당하며, 또한, 합금의 종류에 따라서는 적용할 수 없는 것도 있다.
- [0009] 또한, 알루미늄계 분말은 공기중의 산소와의 접촉성이 크기 때문에, 아연산염 처리를 포함한 종래의 어떠한 전처리 공정을 진행하더라도, 밀착성이 뛰어난 금속 피막을 공업적 규모로 석출하는 것이 매우 어려웠다.
- [0010] 한편, 그 대상이 입자 크기가 작은 분말, 즉, 수십 나노 내지 수 마이크로의 크기의 분말 상태인 경우에는 비표면적이 크기 때문에, 공기 중의 산소와의 접촉성이 더욱 크게 되고, 따라서, 분말의 표면에 쉽게 산화막이 생성되어, 이후 공정에서 알루미늄계 분말의 표면에 다른 금속 물질을 코팅하는 것은 매우 어려운 공정에 해당한다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0011] (특허문헌 0001) 일본 특개소 60-59070호 공보
- (특허문헌 0002) 일본 특개소 61-64882호 공보

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0012] 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 상술된 종래 기술의 문제를 해결하기 위한 것으로서, 고반응성 금속 분말에 형성되는 산화막을 적절하게 제어하여, 접화 및 연소효율을 증대시킬 수 있는 금속 분말의 산화막 제어방법을 제공하는데 있다.
- [0013] 본 발명의 목적들은 이상에서 언급한 목적으로 제한되지 않으며, 언급되지 않은 또 다른 목적들은 아래의 기재로부터 당업자에게 명확하게 이해될 수 있을 것이다.

과제의 해결 수단

- [0014] 상기 지적된 문제점을 해결하기 위하여, 본 발명은 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법에 있어서, 상기 고반응성 금속 분말에 전처리 용액을 혼합하여, 상기 고반응성 금속분말의 산화막을 제거하고, 일정 양의 상기 전처리 용액을 휘발하여, 일부의 전처리 용액을 포함하는 고반응성 금속 분말 용액을 제조하여, 상기 고반응성 금속 분말의 산화막을 제어하는 것을 특징으로 하는 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법을 제공한다.
- [0015] 또한 본 발명은 상기 고반응성 금속 분말은 알루미늄계 금속 분말인 것을 특징으로 하는 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법을 제공한다.
- [0016] 또한, 본 발명은 상기 일부의 전처리 용액을 포함하는 고반응성 분말 용액에서의 상기 일부의 전처리 용액의 양은 상기 고반응성 금속 분말 100wt% 대비 5 내지 20wt%인 것을 특징으로 하는 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법을 제공한다.
- [0017] 또한, 본 발명은 상기 일정 양의 상기 전처리 용액을 휘발하여, 일부의 전처리 용액을 포함하는 고반응성 분말 용액을 제조한 이후에, 상기 고반응성 금속 분말 용액을 무전해 도금액에 투입하여, 상기 고반응성 금속 분말 코어에 금속 셸을 형성하는 것을 특징으로 하는 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법을 제공한다.
- [0018] 또한, 본 발명은 상기 고반응성 금속분말의 산화막을 제거하는 것은, 상기 고반응성 금속 분말 표면의 산화막이 제거된 후, $H_2PO_2^-$ 가 상기 고반응성 금속 분말 코어 상에 흡착되는 것인 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법

을 제공한다.

발명의 효과

[0019] 상기한 바와 같은 본 발명은 고반응성 금속 분말의 산화막을 제거하기 위한 전처리 용액을 일부 잔존시켜, 금속 분말의 표면에 산화막이 재생성되는 것을 방지함으로써, 고반응성 금속 분말의 산화막을 제어할 수 있다.

[0020] 또한, 본 발명은 종래의 강산 또는 강알칼리에 의한 표면침식 공정에 비해 알루미늄 침식 정도가 낮고, 차아인 산업의 흡착으로 인해 산화막의 재발생을 방지할 수 있어, 비교적 크기가 작은 알루미늄 분말 또는 알루미늄 합금 분말에 보다 효과적이다.

도면의 간단한 설명

[0021] 도 1a 및 도 1b는 본 발명에 따른 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법 및 이를 이용한 금속 분말을 제조하는 방법을 도시한 흐름도이다.

도 2는 가스아토마이징법에 의해 형성된 알루미늄 분말을 도시하는 실사진이다.

도 3은 도금시간에 따른 알루미늄 코어 입자 표면의 Ni 셸의 형성을 도시하는 SEM사진이다.

도 4a는 전처리 용액을 완전 건조시킨 후 도금공정을 수행한 실사진이며, 도 4b는 일부 전처리 용액을 잔존시킨 후 도금공정을 수행한 실사진이다.

도 5a는 전처리 용액에 계면활성제를 포함하지 않은 경우의 알루미늄 코어 입자 표면의 Ni 셸의 형성을 도시하는 SEM사진이고, 도 5b는 전처리 용액에 계면활성제를 포함한 경우의 알루미늄 코어 입자 표면의 Ni 셸의 형성을 도시하는 SEM사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0022] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 첨부되는 도면과 함께 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해질 것이다. 그러나 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 것이며, 단지 본 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다.

[0023] 아래 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 실시를 위한 구체적인 내용을 상세히 설명한다. 도면에 관계없이 동일한 부재번호는 동일한 구성요소를 지칭하며, "및/또는"은 언급된 아이템들의 각각 및 하나 이상의 모든 조합을 포함한다.

[0024] 비록 제1, 제2 등이 다양한 구성요소들을 서술하기 위해서 사용되나, 이들 구성요소들은 이들 용어에 의해 제한되지 않음은 물론이다. 이들 용어들은 단지 하나의 구성요소를 다른 구성요소와 구별하기 위하여 사용하는 것이다. 따라서, 이하에서 언급되는 제1 구성요소는 본 발명의 기술적 사상 내에서 제2 구성요소일 수도 있음은 물론이다.

[0025] 본 명세서에서 사용된 용어는 실시예들을 설명하기 위한 것이며 본 발명을 제한하고자 하는 것은 아니다. 본 명세서에서, 단수형은 문구에서 특별히 언급하지 않는 한 복수형도 포함한다. 명세서에서 사용되는 "포함한다(comprises)" 및/또는 "포함하는(comprising)"은 언급된 구성요소 외에 하나 이상의 다른 구성요소의 존재 또는 추가를 배제하지 않는다.

[0026] 다른 정의가 없다면, 본 명세서에서 사용되는 모든 용어(기술 및 과학적 용어를 포함)는 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 공통적으로 이해될 수 있는 의미로 사용될 수 있을 것이다. 또 일반적으로 사용되는 사전에 정의되어 있는 용어들은 명백하게 특별히 정의되어 있지 않는 한 이상적으로 또는 과도하게 해석되지 않는다.

[0027] 공간적으로 상대적인 용어인 "아래(below)", "아래(beneath)", "하부(lower)", "위(above)", "상부(upper)" 등은 도면에 도시되어 있는 바와 같이 하나의 구성 요소와 다른 구성 요소들과의 상관관계를 용이하게 기술하기 위해 사용될 수 있다. 공간적으로 상대적인 용어는 도면에 도시되어 있는 방향에 더하여 사용시 또는 동작시 구성요소들의 서로 다른 방향을 포함하는 용어로 이해되어야 한다. 예를 들면, 도면에 도시되어 있는 구성요소를 뒤집을 경우, 다른 구성요소의 "아래(below)"또는 "아래(beneath)"로 기술된 구성요소는 다른 구성요소의 "위

(above)"에 놓여질 수 있다. 따라서, 예시적인 용어인 "아래"는 아래와 위의 방향을 모두 포함할 수 있다. 구성 요소는 다른 방향으로도 배향될 수 있고, 이에 따라 공간적으로 상대적인 용어들은 배향에 따라 해석될 수 있다.

- [0028] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시예를 상세히 설명하기로 한다.
- [0029] 도 1a 및 도 1b는 본 발명에 따른 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법 및 이를 이용한 금속 분말을 제조하는 방법을 도시한 흐름도이다.
- [0030] 먼저, 도 1a를 참조하면, 본 발명에 따른 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법 및 이를 이용한 금속 분말을 제조하는 방법은 금속 분말과 전처리 용액을 혼합하여 금속 분말의 산화막을 제거하는 단계를 포함한다(S120).
- [0031] 이때, 본 발명에서 상기 고반응성 금속 분말은 알루미늄계 분말일 수 있으며, 상기 알루미늄계 분말은 알루미늄 분말 또는 알루미늄 합금 분말일 수 있다.
- [0032] 이하에서는 설명의 편의를 위하여, 상기 고반응성 금속 분말은 알루미늄계 분말인 것으로 하여 설명하기로 한다.
- [0033] 즉, 후술하는 도 1b의 S111 단계에서 제조된 알루미늄계 분말과 도 1b의 S112 단계에서 제조된 차아인산계 물질을 포함하는 전처리 용액을 혼합하여, 상기 고반응성 금속 분말, 즉, 알루미늄계 분말 표면의 산화막을 제거할 수 있다.
- [0034] 상기 알루미늄계 분말 표면의 산화막의 제거는 상술한 전처리 용액에 포함된 산을 통해 이루어 질 수 있으며, 이때, 상술한 전처리 용액에 포함된 차아인산염은, 알루미늄계 분말 표면의 산화막이 제거된 후, $H_2PO_2^-$ 가 상기 알루미늄계 분말 코어 상에 흡착되어, 산화막의 재생성을 방지하고, 후속 공정인 무전해 도금 공정에서 금속이온의 흡착 및 환원에 도움을 줄 수 있다.
- [0035] 계속해서 도 1a를 참조하면, 본 발명에 따른 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법 및 이를 이용한 금속 분말을 제조하는 방법은 일정 양의 전처리 용액을 휘발하여, 일부의 전처리 용액을 포함하는 알루미늄계 분말 용액을 제조하는 단계를 포함한다(S130).
- [0036] 상기 전처리 용액을 전부 휘발시키는 경우, 알루미늄계의 공기중의 산소와의 강한 접촉성으로 인하여, 알루미늄계 분말의 표면에 산화막이 재생성되게 된다.
- [0037] 즉, 상술한 S120 단계를 통하여, 알루미늄계 분말의 산화막을 제거하고, 또한, $H_2PO_2^-$ 가 상기 알루미늄계 분말 코어 상에 흡착되어 있기는 하나, 알루미늄계 분말의 경우, 산소와의 반응성이 매우 크기 때문에, 알루미늄으로의 산화가 쉽게 일어나게 된다.
- [0038] 따라서, 본 발명에서는 상기 전처리 용액, 즉, 알루미늄계 분말의 산화막을 제거하기 위한 전처리 용액을 일부 잔존시키고, 전처리 용액이 일부 잔존한 상태에서 후속 공정인 도금공정을 수행함으로써, 알루미늄계 분말의 공기 접촉을 방지하여, 알루미늄계 분말의 표면에 산화막이 재생성되는 것을 방지할 수 있다.
- [0039] 또한, 이와 같은 방법, 즉, 알루미늄계 분말과 전처리 용액을 혼합하여 알루미늄계 분말의 산화막을 제거하고, 일정 양의 전처리 용액을 휘발하여, 일부의 전처리 용액을 포함하는 알루미늄계 분말 용액을 제조하는 방법에 따라, 알루미늄계 분말의 표면에 생성되는 산화막을 제어함으로써, 고에너지 금속분말로써의 점화 및 연소효율을 높일 수 있다.
- [0040] 이때, 상기 일부의 전처리 용액을 포함하는 알루미늄계 분말 용액에서의 일부의 전처리 용액의 양은 상기 알루미늄계 분말 100wt% 대비 5 내지 20wt%인 것이 바람직하다.
- [0041] 상기 일부의 전처리 용액의 양이 5wt% 미만인 경우는 알루미늄계 분말의 표면에 산화막이 재생성되는 문제점이 있으며, 상기 일부의 전처리 용액의 양이 20wt%를 초과하는 경우, 후속공정인 도금용액에 영향을 주어 도금특성이 저하될 수 있으므로, 따라서, 일부의 전처리 용액의 양은 상기 알루미늄계 분말 100wt% 대비 5 내지 20wt%인 것이 바람직하다.
- [0042] 계속해서 도 1a를 참조하면, 본 발명에 따른 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법 및 이를 이용한 금속 분말을 제조하는 방법은 알루미늄계 분말 용액을 도금액에 투입하여, 알루미늄계 분말 코어에 금속 셸을 형성하는 단계를 포함한다(S140).

- [0043] 즉, 상술한 S130 단계에서 제조된 알루미늄계 분말 용액(즉, 일부 전처리 용액을 포함하는 알루미늄계 분말 용액)과 후술하는 도 1b의 S113 단계에서 제조된 도금액을 혼합하여, 상기 알루미늄계 분말 코어에 금속 셀을 형성함으로써, 본 발명에 따른 코어-셀 구조의 알루미늄계 분말을 제조할 수 있다.
- [0044] 한편, 알루미늄계 분말 용액을 도금액에 투입하여, 알루미늄계 분말 코어에 금속 셀을 형성하는 것은 공지된 무전해 도금법에 의해 형성할 수 있으며, 무전해 도금법의 경우, 당업계에서 자명한 사항이므로, 이하 구체적인 설명은 생략하기로 한다.
- [0045] 이하에서는 본 발명의 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법 및 이를 이용한 금속 분말을 제조하는 방법에서 사용되는 알루미늄계 분말, 차아인산계 물질을 포함하는 전처리 용액 및 도금액에 대해 구체적으로 설명하기로 한다.
- [0046] 도 1b를 참조하면, 먼저, 본 발명에 따른 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법 및 이를 이용한 금속 분말을 제조하는 방법은 알루미늄계 분말을 제조하는 단계를 포함한다(S111).
- [0047] 상술한 바와 같이, 본 발명에서 상기 알루미늄계 분말은 알루미늄 분말 또는 알루미늄 합금 분말일 수 있으며, 공지된 알루미늄계 분말을 모두 포함하는 의미이다.
- [0048] 상기 알루미늄 분말을 제조하는 것은 공지된 가스아토타미징 법을 통하여 제조할 수 있으며, 상기 알루미늄 합금 분말은 공지된 플라즈마법 또는 가스아토타미징 법을 통하여 제조할 수 있고, 따라서, 본 발명에서 상기 알루미늄계 분말의 종류 및 이의 제조방법에 제한을 두는 것은 아니다.
- [0049] 계속해서 도 1b를 참조하면, 본 발명에 따른 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법 및 이를 이용한 금속 분말을 제조하는 방법은 차아인산계 물질을 포함하는 전처리 용액을 제조하는 단계를 포함한다(S112).
- [0050] 상기 차아인산계 물질을 포함하는 전처리 용액은, 알루미늄계 분말의 표면 상에 형성된 산화막을 제거하기 위한 것으로, 전처리 용액을 통해 알루미늄계 분말 표면의 산화막을 제거하는 전처리 단계에 해당하며, 이후 도금 공정에서, 알루미늄 코어의 표면에 금속 셀을 형성할 수 있다.
- [0051] 이때, 본 발명에서 차아인산계 물질이라 함은 차아인산 또는 차아인산염을 의미이며, 상기 차아인산염은 예를 들면, 차아인산나트륨, 차아인산칼륨, 차아인산암모늄 등을 포함할 수 있다.
- [0052] 상기 전처리 용액에 대해 상술하면 다음과 같다.
- [0053] 상술한 바와 같이, 본 발명에서는 피처리물인 알루미늄계 분말의 표면에 형성되어 있는 알루미늄 산화 피막을 제거하고, 알루미늄계 분말 코어 상에 무전해 도금법을 통하여, 금속 피막을 형성하게 된다.
- [0054] 상기 알루미늄 산화 피막을 제거하기 위한 전처리 용액은 알루미늄과 치환가능한 물질, 산 및 계면활성제를 포함할 수 있다.
- [0055] 보다 구체적으로, 본 발명에서 상기 알루미늄과 치환가능한 물질로, 차아인산 또는 차아인산염을 사용하는 것을 특징으로 하며, 상기 차아인산염은 예를 들면, 차아인산나트륨, 차아인산칼륨, 차아인산암모늄 등을 포함할 수 있음은 상술한 바와 같다.
- [0056] 상기 차아인산 또는 차아인산염은 산화막이 제거된 후, $H_2PO_2^-$ 가 상기 알루미늄계 분말 코어 상에 흡착되어, 산화막의 재생성을 방지하고, 후속 공정인 무전해 도금 공정에서 금속이온의 흡착 및 환원에 도움을 줄 수 있다.
- [0057] 또한, 상기 전처리 용액에 포함되는 산은 특별히 한정되는 것은 아니지만, 산화막을 녹이는 산인 것이 필요하며, 예를 들면 황산, 인산, 염산, 불화수소산 및 하이드록시 카르복시산 중 적어도 어느 하나일 수 있으며, 상기 하이드록시 카르복시산은 락트산, 글리콜산, 말산, 타르타르산, 구연산, 글루콘산, 글루코헵톤산 등일 수 있다.
- [0058] 또한, 상기 계면활성제는 일반적인 계면활성제인 음이온성, 양이온성, 및 비이온성 계면활성제가 사용될 수 있으며, 상기 계면활성제는 알루미늄계 분말의 응집을 방지하고, 분산성을 양호하게 할 수 있다.
- [0059] 보다 구체적으로, 양이온성 계면활성제는 CTAB(Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide)일 수 있고, 음이온성 계면활성제는 Polyacrylic acid (PAA) 또는 SDS(sodium dodecyl sulphate)이며, 비이온성 계면활성제는 Polyoxy ethylene sorbitan monooleate (Tween 80) 또는 Triton X-100 (octylphenolpoly(ethyleneglycoether)일 수 있다.

- [0060] 다만, 본 발명에서 상기 계면활성제의 종류를 제한하는 것은 아니다.
- [0061] 계속해서 도 1b를 참조하면, 본 발명에 따른 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법 및 이를 이용한 금속 분말을 제조하는 방법은 무전해 도금액을 제조하는 단계를 포함한다(S113).
- [0062] 상기 무전해 도금액은 알루미늄계 분말 코어에 금속 셸을 형성하기 위한 금속 셸의 무전해 도금액을 의미한다.
- [0063] 상기 무전해 도금액은 금속 셸을 형성하기 위한 금속 이온원, 환원제 및 착화제를 포함하며, 본 발명에서 상기 무전해 도금액의 조성을 제한하는 것은 아니며, 따라서, 공지된 무전해 도금액을 모두 포함할 수 있고, 이는 무전해 도금법에 의하여 일정 코팅층을 형성할 수 있는 재질인 경우, 상기 무전해 도금법에 의해 형성된 금속 셸의 종류도 제한되지 않음을 의미한다.
- [0064] 다만, 본 발명에서 상기 알루미늄계 분말 코어에 형성되는 금속 셸의 종류를 제한하는 것은 아니며, 무전해 도금법에 의해 피막이 형성될 수 있는 금속은 모두 본 발명의 범주에 해당할 수 있다.
- [0065] 이하에서는, 무전해 도금법에 의해 형성되는 니켈 피막을 형성하기 위한 니켈 도금액에 대해 예를 들어 설명하기로 한다.
- [0066] 무전해 니켈 도금액은, 예를 들면, 황산니켈, 염화니켈, 아세트산 니켈 등의 수용성의 니켈염의 사용에 의해 니켈 이온이 부여되고, 상기 니켈 이온의 농도는 약 1~10 g/L일 수 있다.
- [0067] 또한, 상기 무전해 니켈 도금액은 약 20~80 g/L 의 농도 범위를 가지는 착화제를 포함할 수 있으며, 착화제의 예로서는 통상의 착화제, 예를 들면, 글리콜산, 락트산, 말산, 타르타르산, 구연산, 글루콘산, 글루코헵톤산 등의 하이드록시 카르복시산 및 그의 염, 글리신, 아미노디카르복시산, 니트릴로 트리아세트산, EDTA, 히드록시에틸에틸렌디아민 트리아세트산, 디에틸렌트리아민 펜타아세트산, 폴리아미노 폴리카르복시산 등의 아미노 카르복시산 및 그의 염, HEDP, 아미노트리메틸포스폰산, 에틸렌디아민테트라메틸포스폰산 등의 아민산계킬레이트제 및 그의 염, 에틸렌디아민, 디에틸렌트리아민, 트리에틸렌테트라민 등의 아민계 킬레이트제 및 그의 염 등을 사용할 수 있다.
- [0068] 또한, 약 20~40 g/L의 농도 범위를 가지는 차아인산 또는 차아인산나트륨 등의 차아인산염이 환원제로서 함유될 수 있다.
- [0069] 차아인산염 등을 환원제로서 함유시킴으로써, 도금액의 안정성을 높일 수 있고, 비용이 저렴한 니켈의 피막을 형성시킬 수 있다.
- [0070] 이때, 무전해 니켈 도금액은 pH가 약 3~7이 되도록 조절해서 사용할 수 있고, 또한 이 도금액을 상온~100℃의 액체 온도로 조절하고, 도금 처리액에의 알루미늄계 분말의 침지 시간으로서는, 약 15초~120분간 침지시킴으로써 도금 처리가 행하여 질 수 있다. 또한, 상기 도금 처리 시간을 변경함으로써, 도금 피막의 두께를 변경할 수 있다.
- [0071] 한편, 상술한 바와 같이, 상기 무전해 니켈 도금액의 경우, 하나의 일례를 설명한 것으로, 도금되는 금속의 종류는 Cu, Au 등의 다른 금속을 도금할 수 있고, 이는 공지된 무전해 도금액을 사용할 수 있다.
- [0072] 이상과 같은 방법에 따라, 본 발명에서는 알루미늄계 분말을 제조하고(S111), 차아인산계 물질을 포함하는 전처리 용액을 제조하며(S112), 도금액을 제조할 수 있다(S113).
- [0073] 다만, 본 발명에서 S111 단계, S112 단계 및 S113 단계는 고반응성 금속 분말의 산화막 제어방법 및 이를 이용한 금속 분말을 제조하기 위한 단계의 준비단계로서, 이들 준비단계의 순서에 제한을 두는 것은 아니다.
- [0074] 이하에서는 본 발명에 따른 실험예를 통해 본 발명을 설명하기로 하며, 다만, 하기 실험예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기 실험예에 제한되는 것은 아니다.
- [0075] [실험예]
- [0076] 먼저, 가스 아토마이저 장비(영국 PSI사)를 사용하여, 가스아토마이징법에 의하여 수 마이크로 미터 크기의 알루미늄 분말을 합성하였다.
- [0077] 도 2는 가스아토마이징법에 의해 형성된 알루미늄 분말을 도시하는 사진이다.
- [0078] 다음으로, 차아인산계 물질을 포함하는 전처리 용액을 제조하였으며, 상기 전처리 용액은 알루미늄과 치환가능한 금속염으로 차아인산나트륨(NaH_2PO_2)(5~100 g/l)을 사용하였고, 산으로 Latic acid(5~50 g/l)를 사용하였고

며, 계면활성제로 CTAB를 사용하였다. 상기 전처리 용액의 pH는 3.5~6.5로 유지하였다.

- [0079] 다음으로, 무전해 니켈 도금액을 제조하였으며, 상기 무전해 니켈 도금액은 금속이온원으로 황산니켈 (NiSO_4)(5~50 g/l)을 사용하였고, 환원제로 차아인산나트륨(NaH_2PO_2)(5~100 g/l)을 사용하였으며, 착화제로 Lactic acid(5~50 g/l)를 사용하였다. 한편 안정화제로 CH_2COONa (5~50 g/l)를 포함하였으며, 상기 무전해 니켈 도금액의 pH는 3.5~6.5로 유지하였다.
- [0080] 이렇게 제조된 알루미늄계 분말을 상술한 바와 같은 전처리 용액에 혼합하여 일정 온도(50~85℃)에서 일정시간(5~30분)동안 sonication 및 교반하였다. 상술한 바와 같이, 락트산은 용액을 약산성을 띄게 하여 산화막의 용해를 돕고, 차아 인산염은 산화막이 제거된 입자 표면에 이온 형태로 흡착하여 알루미늄의 재산화를 방지하였다. 또한, 포함된 계면활성제는 응집된 입자의 분산뿐 아니라, 처리 용액에 대한 입자 표면의 젖음성을 향상시켜 분말 표면에 금속 셸의 도금 효율을 높일 수 있었다.
- [0081] 알루미늄계 분말 표면의 산화막을 제거하는 공정 이후, 원심분리기를 통해 처리한 분말과 용액을 분리하는데, 이때 용액을 완전히 다 제거하지 않고 분말의 5~20 wt%의 용액을 남긴 후 바로 Ni 무전해도금 용액을 넣어 코팅 공정을 수행하였다.
- [0082] 즉, 산화막 제거 공정 후, 분말 대비 5~20 wt%의 전처리 용액이 포함된 알루미늄계 분말에 상술한 바와 같은 조성의 무전해 니켈 도금액을 바로 투입하고 (0.001~1g/10ml), 일정 온도 (50~85℃)에서 일정 시간 (5~60분) 동안 교반하여 Ni 무전해 도금 공정을 진행하였다.
- [0083] 도 3은 도금시간에 따른 알루미늄 코어 입자 표면의 Ni 셸의 형성을 도시하는 SEM사진이다.
- [0084] 도 3에 도시된 바와 같이, 도금시간이 증가함에 따라, 알루미늄 코어 입자 표면에 Ni 셸이 형성됨을 확인할 수 있다. 도 3에서는 순차적으로 20분, 30분 및 60분 동안 도금공정을 진행한 경우이다.
- [0085] 도 4a는 전처리 용액을 완전 건조시킨 후 도금공정을 수행한 실사진이며, 도 4b는 일부 전처리 용액을 잔존시킨 후 도금공정을 수행한 실사진이다. 이때, 도 4b에서는 10wt%의 전처리 용액을 잔존시켰다.
- [0086] 도 4a 및 도 4b에 도시된 바와 같이, 전처리 용액을 완전 건조시킨 경우에는 Ni 셸이 코팅되지 않거나 불균일하게 코팅되는 반면에, 본 발명에 따라, 일부 전처리 용액을 잔존시킨 후에 도금공정을 수행한 경우에는 Ni 셸이 매우 균일하게 코팅되었음을 확인할 수 있다.
- [0087] 즉, 전처리 용액을 완전 건조시킨 경우에는 알루미늄 코어 입자의 표면에 Ni 셸이 균일하게 형성되지 않았고, Free Ni 입자가 응집되어 형성된 것을 확인하였다.
- [0088] 이때, 상기 Ni 셸은 산화막 제거 공정을 통해 흡착된 차아인산 이온에 Ni^{2+} 이온이 흡착 및 환원이 되면서 Ni 입자가 형성되고 이후 지속적인 환원반응으로 Ni 입자가 성장하여 연속상을 이뤄 셸이 형성되는 메커니즘으로 형성될 수 있다.
- [0089] 도 5는 전처리 용액에 계면활성제를 포함한 경우와 포함하지 않은 경우의 Ni 셸의 코팅특성을 확인하기 위한 사진으로, 도 5a는 전처리 용액에 계면활성제를 포함하지 않은 경우의 알루미늄 코어 입자 표면의 Ni 셸의 형성을 도시하는 SEM사진이고, 도 5b는 전처리 용액에 계면활성제를 포함한 경우의 알루미늄 코어 입자 표면의 Ni 셸의 형성을 도시하는 SEM사진이다.
- [0090] 상술한 바와 같이, 전처리 용액에 포함된 계면활성제는 응집된 입자의 분산뿐 아니라, 처리 용액에 대한 입자 표면의 젖음성을 향상시켜 분말 표면에 금속 셸의 도금 효율을 높일 수 있었으며, 도 5a 및 도 5b에 도시된 바와 같이, 계면활성제를 포함한 경우가 포함하지 않은 경우보다 Ni 셸의 도금 특성이 양호함을 알 수 있다.
- [0091] 상술한 바와 같이, 알루미늄계 분말은 공기중의 산소와의 접촉성이 크기 때문에, 야연산염 처리를 포함한 종래의 어떠한 전처리 공정을 진행하더라도, 밀착성이 뛰어난 금속 피막을 공업적 규모로 석출하는 것이 매우 어려웠다.
- [0092] 한편, 그 대상이 입자 크기가 작은 분말, 즉, 수십 나노 내지 수 마이크로의 크기의 분말 상태인 경우에는 비표면적이 크기 때문에, 공기 중의 산소와의 접촉성이 더욱 크게 되고, 따라서, 분말의 표면에 쉽게 산화막이 생성되어, 이후 공정에서 알루미늄계 분말의 표면에 다른 금속 물질을 코팅하는 것은 매우 어려운 공정에 해당한다.
- [0093] 하지만, 본 발명에서는 상기 전처리 용액, 즉, 알루미늄계 분말의 산화막을 제거하기 위한 전처리 용액을 일부 잔존시켜, 알루미늄계 분말의 표면에 산화막이 재생성되는 것을 방지한 이후에 후속 공정의 도금공정을 수행함

으로써, 알루미늄계 분말에 금속 셸을 양호하게 형성할 수 있다.

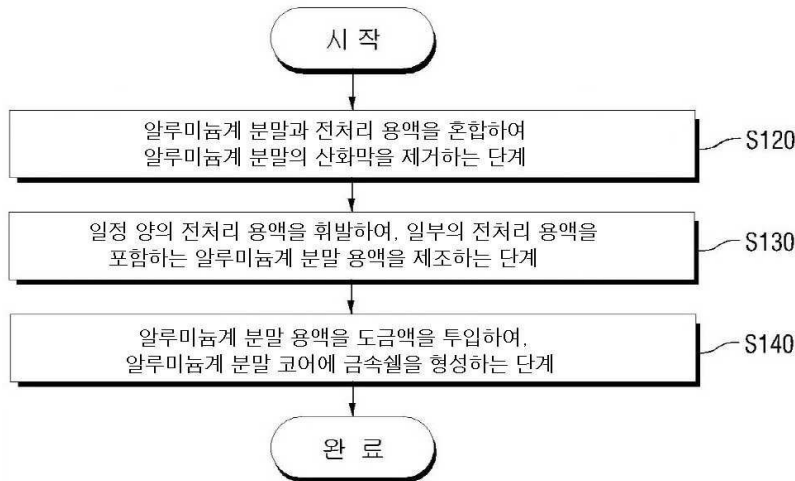
[0094] 또한, 본 발명은 종래의 강산 또는 강알칼리에 의한 표면침식 공정에 비해 알루미늄 침식 정도가 낮고, 차아인산염의 흡착으로 인해 산화막의 재발생을 방지할 수 있어, 비교적 크기가 작은 알루미늄 분말 또는 알루미늄 합금 분말에 보다 효과적인 방법이라 할 수 있다.

[0095] 한편, 이상에서는 알루미늄계 분말을 코어로 한 구조에 대해 설명하였으나, 이와 같은 공정은 산화반응이 쉽게 일어나는 모든 금속에 활용이 가능할 것으로 예상된다.

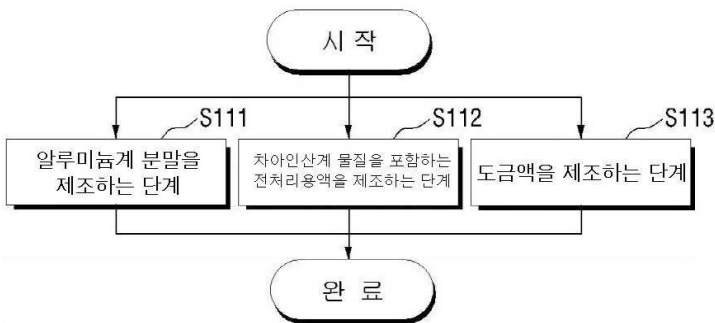
[0096] 이상과 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 실시예를 설명하였지만, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명이 그 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 실시될 수 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예들은 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다.

도면

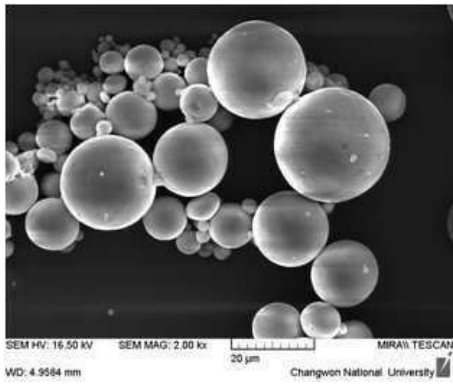
도면1a



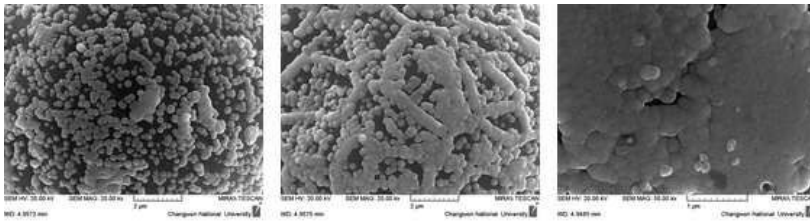
도면1b



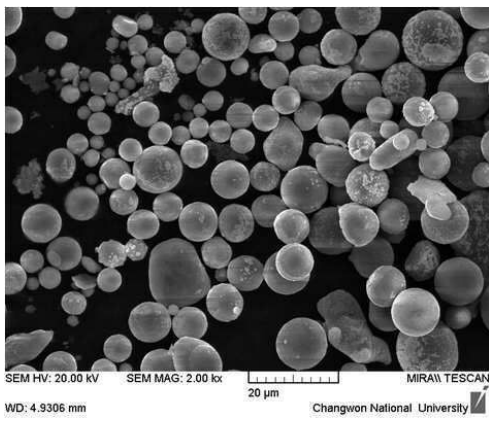
도면2



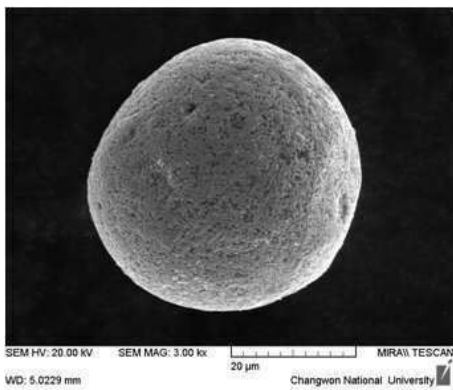
도면3



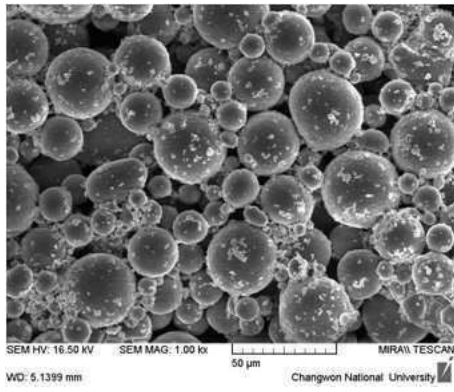
도면4a



도면4b



도면5a



도면5b

