



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2013년02월13일  
(11) 등록번호 10-1232969  
(24) 등록일자 2013년02월06일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C04B 35/628 (2006.01) C04B 35/52 (2006.01)  
C04B 35/58 (2006.01) B03B 5/32 (2006.01)  
(21) 출원번호 10-2011-0064366  
(22) 출원일자 2011년06월30일  
심사청구일자 2011년06월30일  
(65) 공개번호 10-2012-0134987  
(43) 공개일자 2012년12월12일  
(30) 우선권주장  
1020110054180 2011년06월03일 대한민국(KR)  
(56) 선행기술조사문헌  
JP2011510742 A  
JP2008000233 A  
KR1020070104588 A  
JP03062969 B2

(73) 특허권자  
한국원자력연구원  
대전광역시 유성구 대덕대로989번길 111(덕진동)  
(72) 발명자  
이창규  
대전광역시 유성구 엑스포로 448, 109동 403호 (전민동, 엑스포아파트)  
업영량  
대전광역시 유성구 가정로 65, 106동 403호 (신성동, 대림두레아파트)  
(뒷면에 계속)  
(74) 대리인  
특허법인무한

전체 청구항 수 : 총 10 항

심사관 : 박남현

(54) 발명의 명칭 **친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 제조하는 방법 및 이를 입도 별로 분급하는 방법**

(57) 요약

본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말은 친수성 유체 내에서 분산성이 향상된 입자를 이용한 나노 유체의 제조가 가능하다. 또한, 나노 크기의 입자를 대량으로 합성할 경우 비교적 간단한 공정으로 마이크론 크기의 입자를 제거하여 구조소재에서 기계적 물성저하를 방지하며 불량제품의 수율을 낮추는 효과가 있다. 또한, 상기와 같이 친수성으로 표면 처리함으로써 세라믹 분말의 분급을 더 세밀하게 분급화하여, 입도가 균일한 상태의 세라믹 분말을 제공할 수 있다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

**박진주**

대전광역시 유성구 엑스포로 448, 203동 1504호 (전민동, 엑스포아파트)

**이정구**

대전광역시 동구 동부로 73, 주공아파트 505동 602호 (관암동)

**이경자**

대전광역시 유성구 어은로 57, 136동 406호 (어은동, 한빛아파트)

**전수형**

경상북도 상주시 왕산로 121, 나동 804호 (남성동, 황제맨션)

## 특허청구의 범위

### 청구항 1

과포화상태의 용액을 준비하여 상층액을 분리하는 단계;  
상기 과포화용액의 상층액 및 세라믹 분말을 혼합하여 제1 혼합물을 형성하는 단계; 및  
상기 제1 혼합물에 탈이온수(DI water)를 첨가하여 제2 혼합물을 형성하는 단계;  
를 포함하는 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 제조하는 방법.

### 청구항 2

제1항에 있어서,  
상기 과포화상태의 용액은, EDTA(ethylenediaminetetraacetic acid),  $\text{NaHCO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 및 NaCl로 이루어진 그룹  
으로부터 선택되는 것인, 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 제조하는 방법.

### 청구항 3

제1항에 있어서,  
상기 세라믹 분말은,  $\text{B}_4\text{C}$ , TiC,  $\text{Fe}_3\text{C}$ , SiC, BN, AlN, 및 나노 다이아몬드로 이루어진 그룹으로부터 선택되는 것  
인, 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 제조하는 방법.

### 청구항 4

제1항에 있어서,  
상기 제1 혼합물을 형성하는 단계에서, 상기 세라믹 분말 대 상기 과포화용액의 상층액은 1:5 ~ 1:20의 중량%  
비율로 혼합되는 것인, 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 제조하는 방법.

### 청구항 5

제1항에 있어서,  
상기 제2 혼합물을 형성하는 단계에서, 상기 제1 혼합물 대 상기 탈이온수는 1:1 ~ 1:3의 중량% 비율로 혼합되  
는 것인, 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 제조하는 방법.

### 청구항 6

과포화상태의 용액을 준비하여 상층액을 분리하는 단계;  
상기 과포화용액의 상층액 및 세라믹 분말을 혼합하여 제1 혼합물을 형성하는 단계;  
상기 제1 혼합물에 탈이온수(DI water)를 첨가하여 제2 혼합물을 형성하는 단계; 및  
상기 제2 혼합물을 복수 회에 걸쳐 원심분리함으로써 침전물을 분리하는 단계;  
를 포함하는 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 입도 별로 분급하는 방법.

## 청구항 7

제6항에 있어서,

상기 과포화상태의 용액은, EDTA(ethylenediaminetetraacetic acid),  $\text{NaHCO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 및  $\text{NaCl}$ 로 이루어진 그룹으로부터 선택되는 것인, 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 입도 별로 분류하는 방법.

## 청구항 8

제6항에 있어서,

상기 세라믹 분말은,  $\text{B}_4\text{C}$ ,  $\text{TiC}$ ,  $\text{Fe}_3\text{C}$ ,  $\text{SiC}$ ,  $\text{BN}$ ,  $\text{AlN}$ , 및 나노 다이아몬드로 이루어진 그룹으로부터 선택되는 것인, 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 입도 별로 분류하는 방법.

## 청구항 9

제6항에 있어서,

상기 제1 혼합물을 형성하는 단계에서, 상기 세라믹 분말 대 상기 과포화용액의 상층액은 1:5 ~ 1:20의 중량% 비율로 혼합되는 것인, 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 입도 별로 분류하는 방법.

## 청구항 10

제6항에 있어서,

상기 제2 혼합물을 형성하는 단계에서, 상기 제1 혼합물 대 상기 탈이온수는 1:1 ~ 1:3의 중량% 비율로 혼합되는 것인, 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 입도 별로 분류하는 방법.

## 명세서

### 기술 분야

[0001]

친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 제조하는 방법 및 이러한 세라믹 분말을 입도 별로 분류하는 방법이 개시된다. 더욱 상세하게는, 세라믹 분말을 나노소재로 대량 합성하는 경우 나노크기가 아닌 마이크론 크기의 입자를 매우 간단한 공정으로 제거하여, 탄소강 등의 고강도 구조소재에서 기계적 물성저하를 방지할 수 있는 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 제조하는 방법 및 이러한 세라믹 분말을 입도 별로 분류하는 방법이 개시된다.

### 배경 기술

[0002]

$\text{B}_4\text{C}$ ,  $\text{TiC}$ ,  $\text{Fe}_3\text{C}$ ,  $\text{SiC}$ 등과 같은 탄소계 세라믹 분말과 다이아몬드,  $\text{BN}$  등은 탄소강 등의 고강도 구조소재로 사용되고 있다. 특히  $\text{B}_4\text{C}$ ,  $\text{BN}$ 의 경우 열중성자를 흡수하는 특성이 있어 조밀렉 등에 분산되어 사용되는 소재이다. 이런 입자들을 나노소재로 제조하는 경우, 구조재의 물성을 저하시키지 않거나 향상시키는 효과가 있다. 그러나 이들 소재를 볼 밀(ball mill) 등을 이용하여 나노크기로 대량 합성할 경우 입도 분포가 나노 크기가 아닌 마이크론 크기의 입자까지도 혼합되는 경우가 대부분이다. 이런 마이크론 크기의 입자가 구조소재에 존재할 경우 기계적 물성저하를 가져오며 불량제품의 수율이 높아진다는 문제가 있다.

### 발명의 내용

## 해결하려는 과제

- [0003] 탄소강 등의 고강도 구조소재에서 기계적 물성저하를 방지할 수 있는 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 제조하는 방법 및 이를 입도 별로 분급하는 방법이 제공된다.

## 과제의 해결 수단

- [0004] 본 발명의 일 실시예에 따른 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 제조하는 방법은, 과포화상태의 용액을 준비하여 상층액을 분리하는 단계, 상기 과포화용액의 상층액 및 세라믹 분말을 혼합하여 제1 혼합물을 형성하는 단계 및 상기 제1 혼합물에 탈이온수(DI water)를 첨가하여 제2 혼합물을 형성하는 단계를 포함한다.
- [0005] 본 발명의 일 측에 따른 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 제조하는 방법에서, 상기 과포화상태의 용액은, EDTA(ethylenediaminetetraacetic acid),  $\text{NaHCO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 및 NaCl로 이루어진 그룹으로부터 선택될 수 있다.
- [0006] 본 발명의 일 측에 따른 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 제조하는 방법에서, 상기 세라믹 분말은,  $\text{B}_4\text{C}$ , TiC,  $\text{Fe}_3\text{C}$ , SiC, BN, AlN, 및 나노 다이아몬드로 이루어진 그룹으로부터 선택될 수 있다.
- [0007] 본 발명의 일 측에 따른 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 제조하는 방법에서, 상기 제1 혼합물을 형성하는 단계에서, 상기 세라믹 분말 대 상기 과포화용액의 상층액은 1:5 ~ 1:20의 중량% 비율로 혼합될 수 있다.
- [0008] 본 발명의 일 측에 따른 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 제조하는 방법에서, 상기 제2 혼합물을 형성하는 단계에서, 상기 제1 혼합물 대 상기 탈이온수는 1:1 ~ 1:3의 중량% 비율로 혼합될 수 있다.
- [0009] 본 발명의 일 실시예에 따른 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 입도 별로 분급하는 방법은, 과포화상태의 용액을 준비하여 상층액을 분리하는 단계, 상기 과포화용액의 상층액 및 세라믹 분말을 혼합하여 제1 혼합물을 형성하는 단계, 상기 제1 혼합물에 탈이온수(DI water)를 첨가하여 제2 혼합물을 형성하는 단계, 및 상기 제2 혼합물을 복수 회에 걸쳐 원심분리함으로써 침전물을 분리하는 단계를 포함한다.
- [0010] 본 발명의 일 측에 따른 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 입도 별로 분급하는 방법에서, 상기 과포화상태의 용액은, EDTA(ethylenediaminetetraacetic acid),  $\text{NaHCO}_3$ ,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 및 NaCl로 이루어진 그룹으로부터 선택될 수 있다.
- [0011] 본 발명의 일 측에 따른 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 입도 별로 분급하는 방법에서, 상기 세라믹 분말은,  $\text{B}_4\text{C}$ , TiC,  $\text{Fe}_3\text{C}$ , SiC, BN, AlN, 및 나노 다이아몬드로 이루어진 그룹으로부터 선택될 수 있다.
- [0012] 본 발명의 일 측에 따른 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 입도 별로 분급하는 방법에서, 상기 제1 혼합물을 형성하는 단계에서, 상기 세라믹 분말 대 상기 과포화용액의 상층액은 1:5 ~ 1:20의 중량% 비율로 혼합될 수 있다.
- [0013] 본 발명의 일 측에 따른 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 입도 별로 분급하는 방법에서, 상기 제2 혼합물을 형성하는 단계에서, 상기 제1 혼합물 대 상기 탈이온수는 1:1 ~ 1:3의 중량% 비율로 혼합될 수 있다.

## 발명의 효과

- [0014] 본 발명의 일 실시예에 따라 제조된 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말은 친수성 유체 내에서 분산성이 향상된 입자를 이용한 나노 유체의 제조가 가능하다. 또한, 나노 크기의 입자를 대량으로 합성할 경우 비교적 간단한 공정으로 마이크론 크기의 입자를 제거하여 구조소재에서 기계적 물성저하를 방지하며 불량제품의 수율을 낮추는 효과가 있다. 또한, 상기와 같이 친수성으로 표면 처리함으로써 세라믹 분말의 분급을 더 세밀하게 분급하여, 입도가 균일한 상태의 세라믹 분말을 제공할 수 있다.

## 도면의 간단한 설명

- [0015] 도 1은 본 발명의 일 실시예로 세라믹 분말 중  $\text{B}_4\text{C}$  표면을 EDTA 및  $\text{NaHCO}_3$ 로 표면 처리한 후 원심분리하는 과정

을 나타낸 도면이다.

도 2a 및 도 2b는 도 1의 과정에 의해 제조된 세라믹 분말의 입도 분포를 측정한 결과이다.

도 3은 도 1에서 EDTA로 표면처리된 B<sub>4</sub>C 세라믹 분말의 입도별 SEM을 측정한 결과이다.

도 4는 본 발명의 다른 실시예로 세라믹 분말 중 BN 표면을 NaCl로 표면 처리한 후 원심분리하여 입자 분석기로 BN입자의 입도 분포를 측정한 결과 및 제타 전위를 측정한 결과이다.

도 5는 본 발명의 일 실시예로 세라믹 분말 중 나노 다이아몬드 표면을 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 및 NaHCO<sub>3</sub>로 표면 처리한 후 원심 분리하여 입자 분석기로 나노 다이아몬드 입자의 입도 분포 및 제타 전위를 측정한 결과이다.

### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0016] 이하에서는 도면을 참조하여 본 발명의 일 실시예를 상세하게 설명하기로 한다.
- [0017] 본 발명의 일 실시예에 따른 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 제조하는 방법은, 과포화상태의 용액을 준비하여 상층액을 분리하는 단계, 상기 과포화용액의 상층액 및 세라믹 분말을 혼합하여 제1 혼합물을 형성하는 단계 및 상기 제1 혼합물에 탈이온수(DI water)를 첨가하여 제2 혼합물을 형성하는 단계를 포함한다.
- [0018] 먼저, 세라믹 분말을 친수성으로 표면 처리하기 위해 과포화상태의 용액을 준비한다. 본 발명의 일 측면에서는 용액의 입자가 불순물로 포함되지 않기 위해 과포화상태의 용액을 이용하며, 이 중에서 과포화상태의 용액 중 상층액을 이용한다. 이때, 과포화상태의 용액은, EDTA(ethylenediaminetetraacetic acid), NaHCO<sub>3</sub>, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 및 NaCl로 이루어진 그룹으로부터 선택될 수 있다.
- [0019] 본 발명의 일 측면에서, 세라믹 분말은 B<sub>4</sub>C, TiC, Fe<sub>3</sub>C, 및 SiC로 이루어진 그룹에서 선택되는 탄소계 세라믹 분말일 수 있다. 또한, 세라믹 분말은 BN 및 AlN으로 이루어진 그룹에서 선택되는 질화계 세라믹 분말일 수 있으며, 나노 다이아몬드 분말일 수 있다.
- [0020] 이후, 과포화상태의 용액 중 상층액 및 세라믹 분말을 소정의 비율로 혼합하여 제1 혼합물을 형성한다. 이때, 상기 세라믹 분말 대 상기 과포화용액의 상층액은 1:5 ~ 1:20의 중량% 비율로 혼합될 수 있다. 상기 세라믹 분말은 상기 과포화용액의 상층액에 완전히 분산되고, 상기 세라믹 분말의 표면에 과포화용액의 상층액이 골고루 코팅되어 있을 정도로, 상기 세라믹 분말과 상기 과포화용액의 상층액이 적절한 중량% 비율로 혼합될 수 있다.
- [0021] 이후, 제1 혼합물에 소정 비율의 탈이온수(deionized water, DI)를 첨가하여 제2 혼합물을 형성한다. 상기 탈이온수는 세라믹 분말의 표면처리 후 남은 혼합 용액을 희석하여 제거하기 위해 첨가될 수 있다. 이때, 상기 제1 혼합물 대 상기 탈이온수는 1:1 ~ 1:3의 중량% 비율로 혼합될 수 있다.
- [0022] 또한, 하기의 실시예에서와 같은 전처리로 인해, 세라믹 분말에 완전한 포화용액 코팅막이 형성된 후 상기 포화용액이 잔류하여 경화되는 등의 이유로 세라믹 분말의 분급 및 분산에 영향을 줄 수 있으므로 이를 제거할 수 있다.
- [0023] 결국, 본 발명의 일 실시예에서는 상기의 과포화상태의 용액을 이용하여 세라믹 분말을 친수성으로 표면 처리함으로써 친수성 유체 내에서 분산성이 향상된 입자를 이용한 나노 유체의 제조가 가능하다. 또한, 세라믹 분말을 친수성으로 표면 처리함으로써 나노 크기의 입자를 대량으로 합성할 경우 비교적 간단한 공정으로 마이크론 크기의 입자를 제거하여 구조소재에서 기계적 물성저하를 방지하며 불량제품의 수율을 낮출 수 있다.

- [0024] 본 발명의 다른 실시예에서는, 상기와 같이 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 입도 별로 분류하는 방법이 개시된다. 이러한 분류 방법은, 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 제조하는 방법에서, 상기 제2 혼합물을 복수 회에 걸쳐 원심분리함으로써 침전물을 분리하는 단계를 더 포함한다. 즉, 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 복수 회(여러 차례)에 걸쳐 원심 분리함으로써, 입자의 크기에 따라 세라믹 분말을 분류할 수 있다.
- [0025] 예를 들어, 도 1에 도시된 바와 같이 원심 분리 과정 후 입도에 따른 분말의 위치를 살펴 보면, 가장 상층은 빈 공간이며, 그 아래에는 흰색 용액(원심 분리된 입자가 가장 작음), 회색 입자(원심 분리된 입자가 흰색 용액에 있는 입자보다 조금 더 큼), 검은색 입자(원심 분리된 입자가 가장 큼)가 순차적으로 위치될 수 있다.
- [0026] 결국, 상기와 같이 친수성으로 표면 처리함으로써 세라믹 분말의 분류를 더 세밀하게 분류화하여, 입도가 균일한 상태의 세라믹 분말을 제공할 수 있다. 즉, 종래의 원심 분리로는 200 nm 이상 또는 200 nm 이하로 단순한 분류가 가능하였으나, 본 발명에 따라 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 원심 분리하여 분류하는 방법은 좀 더 세밀하게 5단계(50 nm 이하, 50 ~ 100 nm, 100 ~ 200 nm, 200 ~ 500 nm, 500 nm 이상)로의 분류가 가능하다.
- [0027] 따라서, 본 발명의 일 측에 따라 친수성으로 표면처리된 세라믹 분말을 입도 별로 분류하는 방법에 따라 나노 크기의 입자를 대량으로 합성할 경우 비교적 간단한 공정으로 마이크론 크기의 입자를 제거함으로써 구조소재에서 기계적 물성저하를 방지하며 불량제품의 수율을 낮출 수 있다.
- [0028] 이하에서는 세라믹 분말을 친수성으로 표면 처리하는 방법 및 이러한 세라믹 분말을 입도 별로 분류하는 방법을 함께 설명하기로 한다.
- [0029] 도 1은 본 발명의 일 실시예로 세라믹 분말 중  $B_4C$  표면을 EDTA 및  $NaHCO_3$ 로 표면 처리한 후 원심분리하는 과정을 나타낸 도면이다. 세라믹 분말 및 과포화용액이 변경되더라도 친수성으로의 표면처리 및 원심분리과정은 도 1 및 실시예 1과 실시예 2에서 설명된 바와 동일할 수 있다.
- [0030] (실시예 1) 먼저, EDTA 용액을 과포화상태로 만든다. 즉, EDTA가 충분히 용해되고 남아서 아래쪽에 가라앉을 만큼 투입한 후, 위쪽 용액만 떠서 사용한다. 원심 분리 튜브(centrifuge tube)에  $B_4C$ :EDTA를 1:10의 중량% 비율로 넣고 혼합하여 제1 혼합물을 제조한다. 이후, 상기 원심 분리 튜브에 탈이온수(de-ionized water, DI)를 제1 혼합물:DI를 3:7 비율로 넣고 혼합하여 제2 혼합물을 제조함으로써, 친수성으로 표면처리된  $B_4C$ 를 제조하였다.
- [0031] 이후, 친수성으로 표면처리된  $B_4C$ 를 전 처리하기 위해 6000g(g: gravity)에서 온도는  $5.2^{\circ}C$ 를 유지하며 3분 동안 원심분리를 가동한다. 원심 분리 후, 피펫으로 용액에 떠있는 탈이온수를 버리고 하부에 가라앉은 분말만을 남긴다. 탈이온수와  $B_4C$  분말 간 분리가 완벽히 되지 않은 혼탁한 것은 별도로 추출한다.
- [0032] 이후, 탈이온수를 걸러낸 원심분리 튜브에 다시 탈이온수를 넣는다. 이때, 분리가 완벽히 되지 않아 별도로 추출된 혼탁한 것을 대신하여 같은 중량의 탈이온수를 원심 분리 튜브에 넣는다. 이후, 원심분리를 6000g(g: gravity)에서 온도는  $5.2^{\circ}C$ 를 유지하며 3분간 가동한다. 탈이온수와  $B_4C$  분말 2가지로 완벽히 분리될 때까지 이와 같은 원심 분리 과정을 반복하여 전 처리를 완료한다.
- [0033] 전 처리가 완료되면 원심 분리 조건을 20000g에서 온도는  $5.2^{\circ}C$ 를 유지하며 10분간 가동하여 원심 분리 과정을 다시 한번 반복한다. 원심 분리 후, 윗부분에 떠 있는 혼탁한 색상의 용액만 별도로 추출하여 용기에 담는다. 이러한 혼탁한 색상의 용액은 원심 분리를 통해 분리된 작은 입자가 있는 용액이며, Fraction 1 용액(F1)이라 한다. 이후, 별도로 추출된 F1의 양만큼 탈이온수를 투입한 후, 원심 분리를 15000g에서 온도는  $5.2^{\circ}C$ 를 유지



하며 10분간 수행한다. 이러한 과정을 반복하여 B<sub>4</sub>C 분말과 용액이 뚜렷이 구분되면 용액을 분리하고, 분리된 용액을 Fraction 2 용액(F2)이라 한다. F2 용액은 혼탁 액의 색상이 좀 더 짙은 회색이다. 이후, 별도로 추출된 F2의 양만큼 탈이온수를 투입한 후, 원심 분리를 5000g에서 온도는 5.2℃를 유지하며 5분간 실행한다. 이를 반복한 후, 혼탁 액의 색상이 점점 더 짙어진 용액을 다시 분리하여 이를 Fraction 3 용액(F3)이라 한다. F3 용액까지 분리한 후 남은 검은색에 가까운 입자를 Fraction 4(F4)이다.

[0034] 즉, 미소 크기의 세라믹 분말들이 분산된 탈이온수 용액을 분산되어 있는 세라믹 입자들의 크기에 따라 F1, F2, F3, 및 F4 용액으로 구별할 수 있으며, F1, F2, F3, F4로 갈수록 큰 입자 및 무게가 무거운 입자가 포함된 용액이다.

[0035] (실시예 2) 과포화상태의 용액으로 NaHCO<sub>3</sub> 용액을 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 과정을 통해 친수성으로 표면처리된 B<sub>4</sub>C 분말을 입도 별로 분급한다.

[0036] 상술한 바와 같이, 실시예 1 및 실시예 2에 따라 제조된 친수성으로 표면처리된 B<sub>4</sub>C 분말의 입도를 입도 분석기 (Particle Size Analyzer, PSA)와 제타 전위 측정장치를 이용하여 입도와 제타 전위를 측정한다.

[0037] 또한, 실시예 1에 따라 제조된 친수성으로 표면처리된 B<sub>4</sub>C 분말의 주사전자현미경(Scanning Electron Microscope, SEM)을 측정한다.

[0038] 도 2a 및 도 2b는 도 1의 과정에 의해 제조된 세라믹 분말의 입도 분포를 측정한 결과이다.

[0039] 도 2a 및 도 2b를 참조하면, 상기의 실시예에 의해 제조된 세라믹 분말은 F1 ~ F4로 갈수록 입도가 점차적으로 커짐을 알 수 있다. 즉, 입자가 무거울수록 원심분리시 먼저 가라앉으며, 이후 침전되지 않은 용액을 수거하면 점점 크고 무거운 입자 순으로 남게 되어 F4로 갈수록 입도가 더 커지게 된다. 또한, F1 ~ F4로 갈수록 입자의 색깔이 진해진다.

[0040] 도 3은 도 1에서 EDTA로 표면처리된 B<sub>4</sub>C 세라믹 분말의 입도별 SEM을 측정한 결과이다.

[0041] 도 3을 참조하면, EDTA로 표면처리된 B<sub>4</sub>C 세라믹 분말에서 F2 용액 및 F4 용액에서의 실제 입자 크기는 F2 용액의 경우보다 F4 용액의 경우에 입자 크기가 더 크다는 것을 알 수 있다. 즉, 상기와 같이 원심분리시 무거운 입자가 먼저 가라앉기 때문에, F4 용액의 경우가 F2 용액의 경우보다 입자가 더 크고, 색깔이 진하게 된다.

[0042] (실시예 3) 과포화상태의 용액으로 NaCl 용액을 사용하고, 세라믹 분말로 BN 분말을 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 과정을 통해 친수성으로 표면처리된 BN 분말을 입도 별로 분급한다.

[0043] 실시예 3에 따라 제조된 친수성으로 표면처리된 BN 분말의 입도를 입도 분석기와 제타 전위 측정장치를 이용하여 입도와 제타 전위를 측정한다.

[0044] 도 4는 본 발명의 다른 실시예로 세라믹 분말 중 BN 표면을 NaCl로 표면 처리한 후 원심분리하여 입자 분석기로 BN입자의 입도 분포를 측정한 결과 및 제타 전위를 측정한 결과이다.

[0045] 제타 전위는 계면에 고정되는 이온층과 용액 내부의 전위차를 말하며, 입자 사이의 반발력이나 인력의 크기에 대한 단위이다. 이러한 제타 전위를 측정하는 것은 분산 메커니즘을 자세히 이해할 수 있도록 해주며, 제타 전위는 정전기 분산을 제어하는 데에 있어서 중요한 요소이다. 즉, 제타 전위 값이 크다면 입자들 사이의 반발력이 큰 것을 의미하고, 제타 전위 값이 작으면 입자들 사이의 응집력이 큰 것을 의미한다. 제타 전위는 물질과 특정 용액 사이에서 나타나는 고유한 값으로 표면 처리된 나노 다이아몬드는 같은 용액에서 일정한 값을 가질



수 있다. 결국, 제타 전위의 절대값이 크다면 이것은 안정하다고 할 수 있다.

- [0046] 도 4를 참조하면, F1 ~ F4로 갈수록 입도가 점차적으로 커짐을 알 수 있으며, F1 ~ F4에 대한 제타 전위 값을 통해 측정된 용액에서의 세라믹 분말의 분산성이 우수함을 알 수 있다.
- [0047] (실시예 4) 과포화상태의 용액으로  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  용액을 사용하고, 세라믹 분말로 벨라루스의 신타사(G1)와 러시아 바이오 물리연구소(R1)에서 제조한 나노 다이아몬드 분말을 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 과정을 통해 친수성으로 표면처리된 나노 다이아몬드 분말을 입도 별로 분급한다.
- [0048] (실시예 5) 과포화상태의 용액으로  $\text{NaHCO}_3$  용액을 사용하고, 세라믹 분말로 벨라루스의 신타사(G2)와 러시아 바이오 물리연구소(R2)에서 제조한 나노 다이아몬드 분말을 사용한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 과정을 통해 친수성으로 표면처리된 나노 다이아몬드 분말을 입도 별로 분급한다.
- [0049] 실시예 4 및 실시예 5에 따라 제조된 친수성으로 표면처리된 나노 다이아몬드 분말의 입도를 입도 분석기와 제타 전위 측정장치를 이용하여 입도와 제타 전위를 측정한다.
- [0050] 도 5는 본 발명의 일 실시예로 세라믹 분말 중 나노 다이아몬드 표면을  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  및  $\text{NaHCO}_3$ 로 표면 처리한 후 원심 분리하여 입자 분석기로 나노 다이아몬드 입자의 입도 분포 및 제타 전위를 측정한 결과이다.
- [0051] 도 5에서, R1은 과포화상태의 용액으로  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  용액을 사용하고, 세라믹 분말로 러시아 바이오 물리연구소에서 제조한 나노 다이아몬드 분말을 사용하여 제조 및 분급된 친수성으로 표면처리된 나노 다이아몬드 분말을 의미한다.
- [0052] 도 5에서, R2는 과포화상태의 용액으로  $\text{NaHCO}_3$  용액을 사용하고, 세라믹 분말로 러시아 바이오 물리연구소에서 제조한 나노 다이아몬드 분말을 사용하여 제조 및 분급된 친수성으로 표면처리된 나노 다이아몬드 분말을 의미한다.
- [0053] 도 5에서, G1은 과포화상태의 용액으로  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  용액을 사용하고, 세라믹 분말로 벨라루스의 신타사에서 제조한 나노 다이아몬드 분말을 사용하여 제조 및 분급된 친수성으로 표면처리된 나노 다이아몬드 분말을 의미한다.
- [0054] 도 5에서, G2는 과포화상태의 용액으로  $\text{NaHCO}_3$  용액을 사용하고, 세라믹 분말로 벨라루스의 신타사에서 제조한 나노 다이아몬드 분말을 사용하여 제조 및 분급된 친수성으로 표면처리된 나노 다이아몬드 분말을 의미한다.
- [0055] 도 5를 참조하면, F1 ~ F4로 갈수록 입도가 점차적으로 커짐을 알 수 있다. 다만, F1 ~ F4에 대한 제타 전위 값은 입도의 크기에 따라 일정하지 않으나, F2 및 F3에서 제타 전위 값이 큰 것으로 보아 이러한 용액에서는 세라믹 분말의 분산성이 우수함을 알 수 있다.
- [0056] 결국, 본 발명의 일 측에서는, 세라믹 분말을 친수성으로 표면 처리하여 친수성 유체 내에서 분산성이 향상된 세라믹 입자를 이용한 나노 유체의 제조가 가능하다. 또한, 나노 크기의 입자를 대량으로 합성할 경우 상기와 같이 세라믹 분말의 표면을 친수성으로 표면 처리함으로써 비교적 간단한 공정으로 마이크론 크기의 입자를 제거하여 구조소재에서 기계적 물성저하를 방지하며 불량제품의 수율을 낮출 수 있다. 나아가, 상기와 같이 친수성으로 표면 처리함으로써 세라믹 분말의 분급을 더 세밀하게 분급화하여, 입도가 균일한 상태의 세라믹 분말을 제공할 수 있다.

[0057]

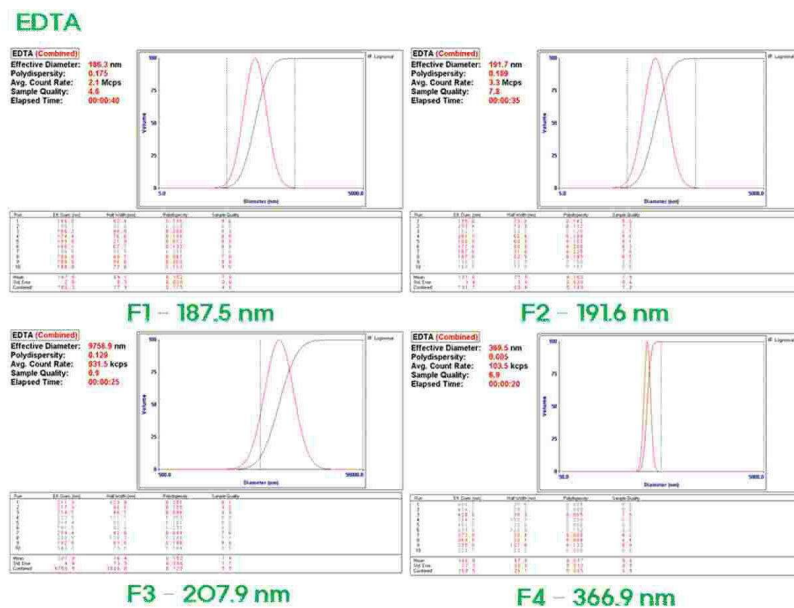
이상에서 실시예를 중심으로 설명하였으나 이는 단지 예시일 뿐 본 발명을 한정하는 것이 아니며, 본 발명이 속하는 분야의 통상의 지식을 가진 자라면 본 실시예의 본질적인 특성을 벗어나지 않는 범위에서 이상에 예시되지 않은 여러 가지의 변형과 응용이 가능함을 알 수 있을 것이다. 예를 들어, 실시예에 구체적으로 나타난 각 구성요소는 변형하여 실시할 수 있는 것이다. 그리고 이러한 변형과 응용에 관계된 차이점들은 첨부된 청구 범위에서 규정하는 본 발명의 범위에 포함되는 것으로 해석되어야 할 것이다.

## 도면

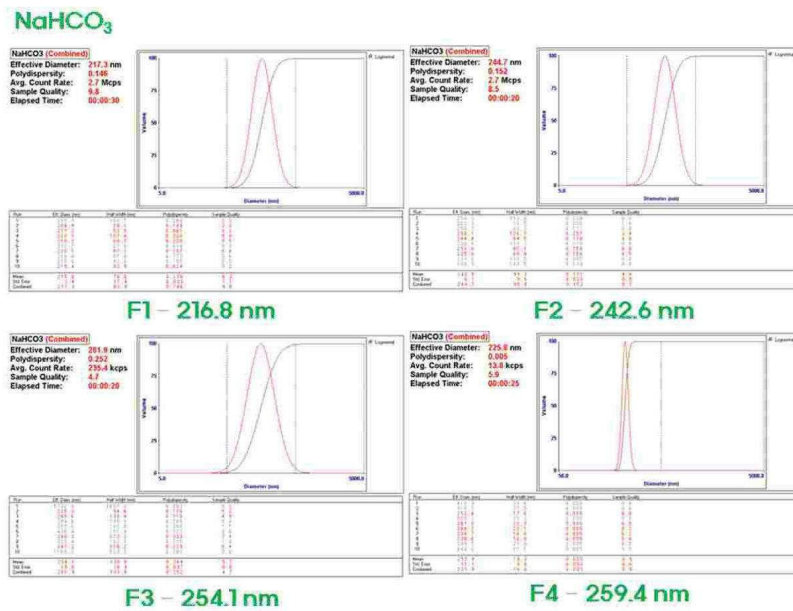
### 도면1



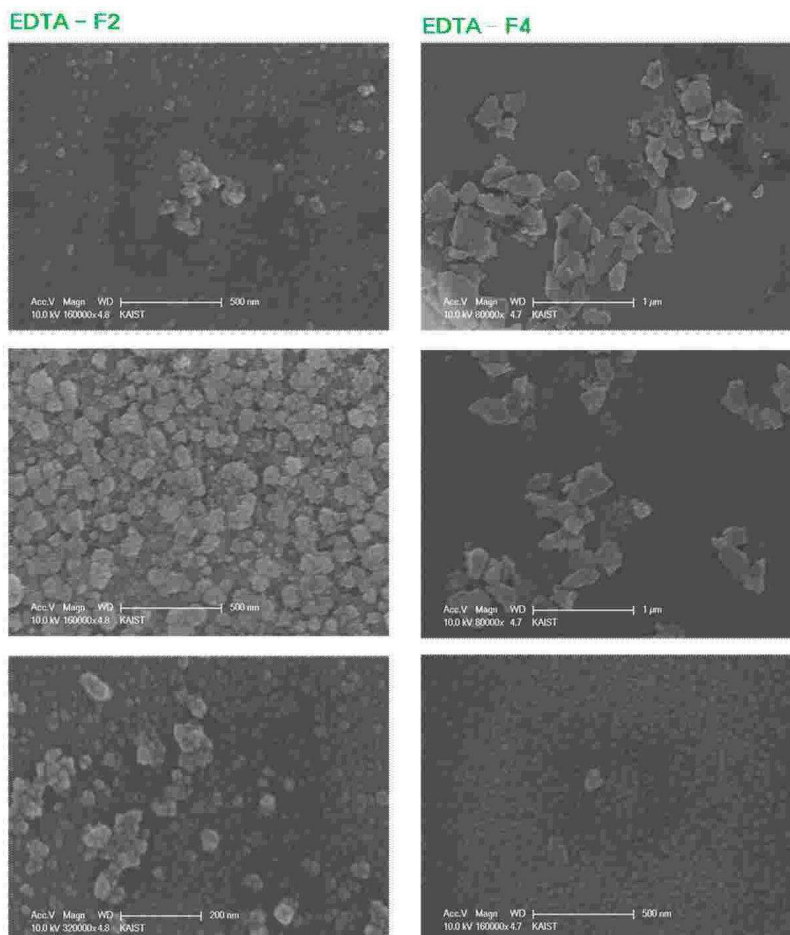
### 도면2a



도면2b



도면3



도면4

	PSA(nm)	Zeta Potential
F2	428.1	-36.59
F3	653.8	-37.35
F4	730.1	-40.89
F5	677.8	-42.00

도면5

입자크기	F1	F2	F3	F4
R1	52.9 nm	76.0 nm	121.5 nm	213.8 nm
R2	65.5 nm	94.6 nm	152.2 nm	272.0 nm
G1	51.6 nm	71.3 nm	139.7 nm	423.9 nm
G2	57.2 nm	81.7 nm	156.6 nm	411.0 nm

제타전위	F1	F2	F3	F4
R1	42.43 mV	48.11 mV	49.10 mV	33.85 mV
R2	28.60 mV	49.38 mV	49.17 mV	41.01 mV
G1	50.01 mV	55.66 mV	51.14 mV	18.96 mV
G2	47.16 mV	55.03 mV	51.17 mV	9.29 mV