



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2012-0089073
 (43) 공개일자 2012년08월09일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
 CO1B 33/113 (2006.01) H01M 4/48 (2010.01)
 B01J 19/08 (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2011-0010201
 (22) 출원일자 2011년02월01일
 심사청구일자 2011년02월01일

(71) 출원인
인하대학교 산학협력단
 인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)
 (72) 발명자
박동화
 서울특별시 서초구 잠원동 65-32 신반포7차아파트 303동 204호
정찬욱
 경상남도 양산시 대평들5길 16, 신원아침도시 106동 2102호 (주남동)
 (74) 대리인
이원희

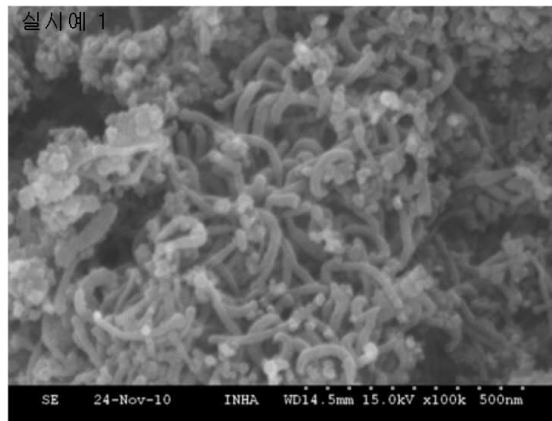
전체 청구항 수 : 총 8 항

(54) 발명의 명칭 **열플라즈마를 이용한 산화규소분말의 제조방법 및 이에 의하여 제조되는 산화규소분말**

(57) 요약

본 발명은 열플라즈마를 이용한 산화규소분말의 제조방법으로, 상세하게는 열플라즈마 제트를 이용하여 규소와 이산화규소 혼합 분말 또는 이산화규소 분말로 이루어진 펠렛을 용융 및 기화시키는 단계(단계 1); 열플라즈마 장치 내로 반응가스를 주입하여 기화된 가스 중 이산화규소를 산화규소(SiO_x)(단, 0.5<x<1.5))로 환원시키는 단계(단계 2); 및 상기 단계 2에서 환원된 산화규소를 산화규소(SiO_x) 분말로 포집하는 단계(단계 3)를 포함하는 산화규소(SiO_x) 분말의 제조방법을 제공한다. 본 발명에 따른 열플라즈마를 이용한 산화규소(SiO_x)분말 제조방법은 열플라즈마 제트를 이용하여 단시간 안에 나노 크기의 산화규소 분말을 합성할 수 있으며, 고온의 플라즈마를 이용함으로써 기화가 용이하고, 공정효율이 좋으며, 공정조건의 제어가 쉬운 특징이 있다. 또한, 제조된 산화규소 분말을 리튬 이차전지의 음극활물질로 이용할 수 있다.

대표도 - 도4



이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 40904-02

부처명 지식경제부

연구사업명 지역혁신센터(RIC) 사업 - 인하대학교 열플라즈마환경기술연구센터

연구과제명 열플라즈마를 이용한 환경오염물질 처리공정

주관기관 인하대학교 산학협력단

연구기간 2010.03.01 ~ 2011.02.28

특허청구의 범위

청구항 1

열플라즈마 제트를 이용하여 규소와 이산화규소 혼합 분말 또는 이산화규소 분말로 이루어진 펠렛을 용융 및 기화시키는 단계(단계 1);

열플라즈마 장치 내로 반응가스를 주입하여 기화된 가스 중 이산화규소를 산화규소(SiO_x)(단, $0.5 < x < 1.5$)로 환원시키는 단계(단계 2); 및

상기 단계 2에서 환원된 산화규소를 산화규소(SiO_x) 분말로 포집하는 단계(단계 3)를 포함하는 산화규소(SiO_x) 분말의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 단계 1의 열플라즈마 제트를 발생시키기 위한 열플라즈마 발생가스는 아르곤, 질소 및 아르곤과 질소의 혼합가스로 이루어진 균으로부터 선택되는 어느 하나인 것을 특징으로 하는 산화규소 분말의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 단계 1의 펠렛이 규소와 이산화규소의 혼합분말로 이루어진 펠렛인 경우, 규소와 이산화규소의 몰비는 0.5:1 ~ 4:1인 것을 특징으로 하는 산화규소 분말의 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 단계 2의 반응가스는 수소 또는 일산화탄소 가스인 것을 특징으로 하는 산화규소 분말의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서, 상기 단계 3의 포집은 15 내지 25℃의 냉각수로 급냉시키는 수냉법을 이용하여 수행되는 것을 특징으로 하는 산화규소 분말의 제조방법.

청구항 6

제1항의 방법으로 제조되되, 입자형태와 와이어형태가 혼합되어 존재되는 것을 특징으로 하는 산화규소 분말.

청구항 7

제6항에 있어서, 상기 산화규소 분말 중 입자형태의 입경은 25 내지 45 nm이고 와이어 형태의 입경은 150 내지 350 nm인 것을 특징으로 하는 산화규소 분말.

청구항 8

리튬 이차전지의 음극활물질로 사용되는 것을 특징으로 하는 제6항에 따른 산화규소분말.

명세서

기술분야

[0001] 본 발명은 열플라즈마를 이용하여 산화규소(SiO_x)분말을 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 최근 휴대용의 전자기기 및 통신기기의 현저한 발전으로 인하여 경제성, 기기의 소형화 및 경량화의 관점에서부터 고에너지 밀도를 갖는 2차전지가 요구되고 있다. 현재 리튬 2차 전지의 음극을 구성하는 전극활물질로는 탄소질 재료가 주로 사용되고 있으며, 양극활물질로는 코발트산 리튬이 이용되고 있다. 하지만 이와 같이 구성된 리튬이온 2차전지의 전지 용량은 이론 용량에 가까워지고 있으며, 앞으로 개량으로 고용량화하는데 한계가 있다.

[0003] 한편, 규소나 주석 등을 음극활물질로서 사용할 경우 전지의 고용량화가 가능하지만 충전 및 방전에 수반되는 팽창 및 수축 정도가 크기 때문에, 충전·방전에 수반하는 팽창수축에 의하여 활물질이 미분화하거나 음극 집전체로부터 분리되어 특성이 저하되는 문제가 있다. 이러한 문제들을 해결하기 위하여 대체재료로서 산화규소가 주목받고 있다.

[0004] 산화규소는 통상적으로 진공응집법을 통하여 제조되고 있으며, 진공응집법이란 반응실 내에서 전기로를 이용하여 규소와 이산화규소를 혼합하여 가열하고, 증발된 기체를 응집실 내벽에 석출하여 산화규소를 제조하는 방법이다. 하지만, 진공응집법은 원료를 오랜 시간 동안 가열해야 하는 문제가 있고, 진공분위기에서 공정이 수행됨에 따라 연속공정이 어려운 문제로 인하여 제조효율이 낮다.

[0005] 또한, 예를 들어 대한민국 공개특허 특2003-0055091에서는 일반식 SiO_x (1≤x<1.6)인 산화규소의 입자들을 유기물 가스 또는 증기 분위기에서, 500 내지 1200 °C의 온도로 열처리하여 도전성 산화규소 분말을 제조하는 방법과 이를 통하여 제조되는 도전성 산화규소 분말이 개시되어 있다.

[0006] 대한민국 공개특허 특2003-0021123에서는 SiO 가스를 발생할 수 있는 원료 분말과 금속 리튬 또는 리튬 화합물을 혼합한 혼합물을 비활성 가스 분위기 또는 진공에서 800 내지 1300 °C의 온도에서 가열하고 반응시켜 리튬을 포함하는 산화규소 분말을 제조하는 방법이 개시되어 있다.

[0007] 대한민국 공개특허 10-2007-0104848에서는 이산화규소 분말과 금속 규소 분말을 혼합한 원료 분말을 불활성 가스 또는 감압하의 1100 내지 1450 °C의 온도로 가열하여 일산화규소 가스를 발생시키고, 상기 일산화규소 가스를 석출시켜 산화규소 분말을 제조하는 방법이 개시되어 있다.

[0008] 미국특허 US 6,759,160 B2에서는 상압 비활성가스 분위기 또는 진공 분위기에서 1100 내지 1600 °C의 온도로 적어도 이산화규소 분말을 포함하는 원료분말을 가열하여 가스화시키고, 산소가스를 연속적 또는 간헐적으로 주입하며, 가스 혼합물을 기관 표면으로 냉각시켜 석출하는 방법으로 산화규소 분말을 제조하는 방법이 개시되어 있다. 하지만 상기 특허들에서는 단순 고온가열로 원료분말을 기화시킴으로써, 공정이 오랜시간 수행되어야 하는 문제가 있다.

[0009] 열플라즈마는 전자, 양성자, 중성자 등의 활성종으로 이루어진 수천K~수만K의 온도로 인하여 원료물질을 기화, 반응시킨 후 급냉을 통해 미립자를 얻는 공정에 이용되고 있으며, 분위기가스의 조성에 따라 반응의 방향이 결정된다. 또한 플라즈마의 발생가스, 반응가스 및 피지가스의 주입을 통해 산화, 환원, 질화 분위기 등 다양한 반응조건을 형성할 수 있는 장점이 있다. 이와 같은 장점에 의하여 열플라즈마는 소재 생산 및 공정 분야와 폐기물 처리 환경 분야 등에 다양하게 이용된다.

[0010] 이에 본 발명자들은 산화규소 분말을 빠르고 간단하게 제조할 수 있는 방법을 연구하던 중, 열플라즈마 제트를 이용하여 이산화규소를 용융 및 기화시키고 이를 산화규소로 환원시킴으로써 산화규소를 빠르게 제조할 수 있는 방법을 개발하고, 본 발명을 완성하였다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0011] 본 발명의 목적은 열플라즈마를 이용한 산화규소(SiO_x)분말의 제조방법을 제공하는 데 있다.
- [0012] 본 발명의 다른 목적은 열플라즈마를 이용하여 제조되는 산화규소(SiO_x)분말을 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

- [0013] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 열플라즈마 제트를 이용하여 규소와 이산화규소 혼합 분말 또는 이산화규소 분말로 이루어진 펠렛을 용융 및 기화시키는 단계(단계 1); 열플라즈마 장치 내로 반응가스를 주입하여 기화된 가스 중 이산화규소를 산화규소(SiO_x)(단, 0.5<x<1.5)로 환원시키는 단계(단계 2); 및 상기 단계 2에서 환원된 산화규소를 산화규소(SiO_x) 분말로 포집하는 단계(단계 3)를 포함하는 산화규소(SiO_x) 분말의 제조방법을 제공한다.
- [0014] 또한, 본 발명은 상기 방법으로 제조되며, 입자형태와 와이어형태가 혼합되어 존재되는 것을 특징으로 하는 산화규소 분말을 제공한다.

발명의 효과

- [0015] 본 발명에 따른 열플라즈마를 이용한 산화규소(SiO_x)분말의 제조방법은 열플라즈마 제트를 이용하여 단시간 안에 나노 크기의 산화규소 분말을 합성할 수 있으며, 고온의 플라즈마를 이용함으로써 기화가 용이하고, 공정효율이 좋으며, 공정조건의 제어가 쉬운 특징이 있으며, 상압조건에서 공정이 수행됨에 따라 연속공정이 가능한 효과가 있다. 또한, 제조된 산화규소 분말을 리튬 이차전지의 음극활물질로 이용할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0016] 도 1은 열플라즈마 제트 발생장치를 나타낸 개략도이고;
- 도 2는 본 발명에 따른 산화규소 분말을 X-선 회절 분석한 그래프이고;
- 도 3은 본 발명에 따른 산화규소 분말의 투과전자현미경 사진이고;
- 도 4는 본 발명에 따른 산화규소 분말의 주사전자현미경 사진이고;
- 도 5는 본 발명에 따른 산화규소 분말의 제한시야 회절 분석 사진이고;
- 도 6은 본 발명에 따른 산화규소 분말을 에너지 분산 분광 분석한 그래프이고;
- 도 7은 본 발명에 따른 산화규소 분말을 X-선 광전자 분광 분석한 그래프이고;
- 도 8은 이산화규소가 수소 또는 일산화탄소와 반응하여 산화규소가 생성되는 반응을 열역학적 평형조성 프로그램을 통해 분석한 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0017] 본 발명은 열플라즈마 제트를 이용하여 규소와 이산화규소 혼합 분말 또는 이산화규소 분말로 이루어진 펠렛을 용융 및 기화시키는 단계(단계 1);
- [0018] 열플라즈마 장치 내로 반응가스를 주입하여 기화된 가스 중 이산화규소를 산화규소(SiO_x)(단, 0.5<x<1.5))로 환

원시키는 단계(단계 2); 및

- [0019] 상기 단계 2에서 환원된 산화규소를 산화규소(SiO_x) 분말로 포집하는 단계(단계 3)를 포함하는 산화규소(SiO_x) 분말의 제조방법을 제공한다.
- [0020] 이하, 본 발명을 단계별로 상세히 설명한다.
- [0021] 본 발명에 따른 산화규소 분말 제조방법에 있어서, 단계 1은 열플라즈마 제트를 이용하여 규소와 이산화규소 혼합 분말 또는 이산화규소 분말로 이루어진 펠렛을 용융 및 기화시키는 단계로, 반응가스로 인한 환원 반응을 위하여 펠렛을 우선 용융 및 기화시키는 단계이다.
- [0022] 상기 열플라즈마(thermal plasma)는 직류 아크나 고주파 유도결합 방전을 이용하는 플라즈마 토치에서 발생시킨 전자, 이온, 원자 및 분자로 구성된 이온화 기체로, 수천에서 수만 K에 이르는 초고온인 고속 제트이다. 본 발명의 일 실시형태에 있어서, 상기 열플라즈마 제트는 도 1에 나타낸 바와 같이, 규소와 이산화규소 혼합분말 또는 이산화규소 분말로 이루어진 펠렛을 용융 및 기화시키기 위한 열원을 공급하는 토치부(1); 상기 토치부(1)로 전원을 공급하는 전원공급장치(2); 펠렛을 고정시키기 위한 도가니(3); 상기 도가니(3)를 고정시키되 이중관으로 수냉이 가능한 구리지지대(4); 배출가스 처리를 위한 블로워(5); 미량의 반응가스를 정확하게 주입하기 위한 유량조절기(mass flow controller, 6); 상기 토치부(1)로 플라즈마 발생가스를 공급하는 발생가스라인(7); 반응가스를 공급하는 반응가스라인(8); 및 반응분위기를 가압 분위기로 조성하기 위해 가스를 공급하는 퍼지가스라인(9)으로 구성되는 열플라즈마 장치를 이용하여 발생될 수 있다. 상기 토치부(1)는 텅스텐 음극봉과 양극노즐을 사용하고, 상기 양극노즐과 음극봉 사이에 플라즈마 발생가스를 주입하여 플라즈마 제트를 발생시킨다. 또한, 토치부(1)를 고온의 열로부터 보호하기 위하여 양쪽의 전극은 수냉식으로 냉각되며, 반응이 이루어지는 반응기는 창이 부착된 스테인리스 이중관으로 되어 있어 내부를 볼 수 있다. 상기 초고온의 열플라즈마를 이용함으로써 상기 단계 1의 펠렛 용융 및 기화가 종래의 단순가열 또는 연소 방법에 비하여 단시간에 수행될 수 있다. 반응기 내부로 산소가 유입되는 것을 방지하기 위하여 퍼지가스로 아르곤 가스를 주입하여 가압분위기 하에서 플라즈마 제트를 발생시키며, 도가니(3)에 가해질 수 있는 충격을 저감시키기 위하여 펠렛이 고정된 도가니(3)는 플라즈마 제트로 서서히 접근하는 것이 바람직하다. 또한, 상기 도가니(3)는 고온의 열플라즈마 제트에 용융되지 않도록 녹는점이 높은 금속 또는 고온의 승화점을 갖는 승화성 물질로 제조된 것이 바람직하다.
- [0023] 상기 단계 1에서 열플라즈마를 발생시키기 위한 열플라즈마 발생가스로 아르곤, 질소 및 아르곤과 질소의 혼합가스 등이 이용될 수 있으며, 아르곤과 질소의 혼합가스를 이용하는 것이 바람직하다. 상기 아르곤은 8족 원소로서 비교적 적은 에너지에 의해서도 전자의 방출이 용이하고, 다른 반응가스와 반응하지 않아 부산물이 발생하지 않는 특징이 있다. 또한, 상기 질소는 이원자 분자로서 가스화반응($2\text{N} \rightarrow \text{N}_2$)에 의한 재결합 과정에서 발생하는 반응열로 규소와 이산화규소 혼합분말 펠렛의 증발에 필요한 열을 제공할 수 있다. 이에 따라, 아르곤과 질소의 혼합가스는 부산물을 발생시키지 않으면서, 더욱 고온의 플라즈마를 얻을 수 있다.
- [0024] 상기 단계 1의 펠렛이 규소와 이산화규소의 혼합분말로 이루어진 경우, 상기 규소와 이산화규소는 0.5:1 ~ 4:1의 몰비로 혼합된다. 규소와 이산화규소가 고상에서 반응하여 일산화규소가 되는 과정은 끓는점이 낮아지면서 급격한 반응이 일어나게 된다. 규소와 이산화규소의 단일 반응인 경우에는, 더욱 높은 끓는점으로 인하여 반응이 쉽게 일어나지 않는다. 따라서 상기 규소와 이산화규소의 혼합이 상기 몰비를 벗어나는 비율로 수행되는 경우, 반응 중 규소 또는 이산화규소 중 한가지 성분만이 남게 되어 반응이 거의 일어나지 않게 되고, 이에 따라 규소와 이산화규소의 몰비에 관계없이 반응 결과물이 유사하게 생성되는 문제가 있다.
- [0025] 본 발명에 따른 산화규소 분말 제조방법에 있어서, 단계 2는 열플라즈마 장치 내로 반응가스를 주입하여 기화된 가스 중 이산화규소를 산화규소로 환원시키는 단계이다. 이때, 상기 단계 2의 반응가스는 수소 또는 일산화탄소가 이용될 수 있으며, 이산화규소와 상기 반응가스와의 반응에 의하여 이산화규소가 산화규소로 환원된다. 이때, 환원된 산화규소(SiO_x)에서 x는 $0.5 < x < 1.5$ 의 범위이며, 수소나 일산화탄소의 유량조절을 통해 상기 x값을 조절할 수 있다.

[0026] 본 발명에 따른 산화규소 분말 제조방법에 있어서, 단계 3은 상기 단계 2에서 환원된 산화규소를 산화규소 (SiO₂) 분말로 포집하는 단계이다. 상기 단계 3의 산화규소 분말 포집은 고온 기상상태인 산화규소를 냉각함으로써 수행되며, 15 내지 25 °C의 냉각수로 급냉시키는 수냉법을 이용하여 산화규소를 냉각하고 산화규소 분말로 포집한다. 상기 온도의 냉각수로 기상상태인 산화규소를 냉각함으로써, 산화규소의 온도를 급감시킬 수 있으며, 이에 따라 산화규소 입자의 성장을 방지하여 나노크기의 산화규소 분말을 포집할 수 있다.

[0027] 또한, 본 발명은 상기 제조방법으로 제조되며, 입자형태와 와이어 형태가 혼합되어 존재하는 산화규소 분말을 제공한다.

[0028] 이때, 상기 산화규소 분말 중 입자형태의 입경은 25 내지 45nm이고, 와이어형태의 입경은 150 내지 350 nm이다.

[0029] 본 발명에 따른 산화규소 분말은 리튬이차전지의 음극활물질로 사용될 수 있으며, 상기 산화규소 분말을 음극활물질로 사용할 경우 전지의 고용량화를 달성함과 동시에 종래의 충전 및 방전에 수반되는 팽창 및 수축 문제, 활물질의 미분화 및 활물질이 음극 집전체로부터 분리되는 문제점을 해소하여 특성이 우수한 이차전지를 제조할 수 있다.

[0030] 이하, 본 발명을 실시예를 통해 보다 구체적으로 설명한다. 그러나, 하기 실시예는 본 발명을 설명하기 위한 것일 뿐, 하기 실시예에 의하여 본 발명의 권리범위가 한정되는 것은 아니다.

[0031] <실시예 1> 열플라즈마를 이용한 산화규소 분말의 제조

[0032] 도 1에 나타난 직류 열플라즈마 제트 장치를 이용하여 산화규소 분말을 합성하였다. 직류 열플라즈마 장치의 전원은 11.7 kW의 조건에서 작동하였으며, 15 L/min의 아르곤 가스와 3 L/min의 질소가스가 혼합되어 토치의 플라즈마 가스 주입부로 들어간 후 방전되어서 플라즈마 제트가 발생하였다. 자세한 운전 조건을 하기 표 1에 나타내었다.

표 1

[0033]		운전조건
	플라즈마 전력	300 A, 39 V (11.7 kW)
	플라즈마 발생가스	아르곤 15L/min, 질소 3L/min
	반응가스	수소 0.5 L/min
	퍼지가스	아르곤 20L/min
	펠렛 조성	규소:이산화규소=2:1

[0034] 규소와 이산화규소 분말이 상기 표 1의 조성으로 혼합되어 제조된 펠렛을 텅스텐 재질의 도가니에 담은 후 구리 지지대에 올려놓았다. 상기 구리 지지대는 상하로 높이 조절이 가능하며 이를 이용하여 상기 발생된 플라즈마 제트에 펠렛이 담긴 도가니를 접근시켰다. 도가니의 열충격을 막으면서 펠렛이 완전 용융된 후 기화시키기 위하여 토치에서 약 80 mm 떨어진 곳에서 약 5분간 도가니를 예열시켰으며, 그 후 도가니의 위치를 토치로부터 약 40 mm 떨어진 곳까지 올려주면 펠렛의 급격한 기화가 시작된다. 이와 동시에 0.5 L/min의 유량으로 수소를 반응기 안으로 공급하여 기상상태인 이산화규소와 반응을 일으켜 산화규소로의 환원을 수행하였고, 환원된 산화규소는 이중관 반응기를 냉각시킴으로써 반응기 벽을 통해 포집되었다.

[0035] <실험예 1> X-선 회절 분석

[0036] 산화규소 분말의 결정성을 알아보기 위하여 실시예 1의 산화규소 분말을 X-선 회절 분석하였고, 그 결과를 도 2에 나타내었다.

- [0037] 도 2에 나타낸 바와 같이, 실시예 1의 산화규소 분말은 결정질의 규소와 비정질의 SiO_x 인 것을 확인할 수 있었고, 회절선의 폭을 측정하여 결정크기를 알 수 있는 c.s 계산값은 7 nm인 것을 알 수 있다.
- [0038] <실험예 2> 미세구조 분석
- [0039] (1)투과전자현미경 분석
- [0040] 산화규소분말의 미세구조를 분석하기 위하여 실시예 1의 산화규소 분말을 투과전자현미경으로 관찰하였고, 그 결과를 도 3에 나타내었다.
- [0041] 도 3에 나타낸 바와 같이, 실시예 1의 산화규소 분말 입자를 투과전자현미경으로 관찰하였을 때, 하나의 입자 내에서는 결정질과 비정질이 혼합되어 존재하는 것을 알 수 있다. 또한, 산화규소 분말 전체를 관찰하였을 때, 입자형태와 나노와이어 형태가 혼합되어 존재하는 것을 알 수 있다. 이를 통하여, 본 발명에 따른 산화규소 분말이 결정질의 규소와 비정질의 SiO_x 가 혼합된 형태로 제조된 것을 알 수 있으며, 제조된 나노 분말은 입자형태 및 나노와이어 형태가 혼합된 것을 확인하였다.
- [0042] (2)주사전자현미경 분석
- [0043] 산화규소분말의 미세구조를 분석하기 위하여 실시예 1의 산화규소 분말을 주사전자현미경으로 관찰하였고, 그 결과를 도 4에 나타내었다.
- [0044] 도 4에 나타낸 바와 같이, 실시예 1의 산화규소 분말은 입자형태와 나노와이어 형태가 혼합되어 존재하는 것을 알 수 있으며, 상기 입자형태의 입경은 수십 nm이고, 와이어 형태의 입경은 수백 nm인 것을 알 수 있다. 이를 통하여, 본 발명에 따른 산화규소 분말이 수십 nm 크기의 입자형태 및 수백 nm 크기의 나노와이어 형태가 혼합되어 제조되는 것을 확인하였다.
- [0045] <실험예 3> 제한시야 회절 분석(Selected area (electron) diffraction)
- [0046] 산화규소 분말의 결정성을 분석하기 위하여 실시예 1의 산화규소 분말을 제한시야 회절 분석하였고, 그 결과를 도 5에 나타내었다.
- [0047] 도 5에 나타낸 바와 같이, 실시예 1의 산화규소 분말 전체를 관찰하였을 때, 규소의 결정면이 관찰되었다. 또한, 산화규소 분말의 나노와이어 부분만을 따로 관찰하였을 때, 결정면이 관찰되지 않아 나노와이어 부분은 비정질인 것을 알 수 있다. 이를 통하여, 본 발명에 따른 산화규소 분말의 입자형태 부분은 결정형 규소이며, 와이어형태 부분은 비정질 SiO_x 인 것을 확인하였다.
- [0048] <실험예 4> 에너지 분산 분광 분석
- [0049] 산화규소 분말의 조성 분석을 위하여 실시예 1의 산화규소 분말을 에너지 분산 분광 분석하였고, 그 결과를 도 6에 나타내었다.
- [0050] 도 6에 나타낸 바와 같이, 실시예 1의 산화규소 분말은 규소(Si)와 산소(O) 원자로 구성되어 있는 것을 알 수 있다. 이를 통하여, 본 발명에 따른 산화규소 분말은 다른 불순물을 포함하지 않고 고순도 나노분말로 제조된 것을 확인하였다.
- [0051] <실험예 5> X-선 광전자 분광 분석 (X-Ray Photoelectron Spectroscopy, XPS)
- [0052] 산화규소 분말의 성분비를 확인하기 위하여 실시예 1의 산화규소 분말을 X-선 광전자 분광 분석을 하였고, 그 결과를 도 7에 나타내었다.
- [0053] X-선 광전자 분광 분석은 원자 내에서의 전자의 결합에너지가 계산하며, 상기 결합에너지는 원자에 따라 고유한 값을 갖는다. 따라서, X-선 광전자 분광 분석을 통하여 광전자의 스펙트럼을 관측함으로써 화학적 결합 상태 및

구성원소를 정량 분석할 수 있다. 이를 바탕으로 분석한 결과 도 7에 나타낸 바와 같이, 실시예 1의 산화규소 분말은 $SiO_{1.33}$ 인 것을 알 수 있으며, 본 발명에 따른 산화규소 분말은 산화규소 분말은 규소와 이산화규소가 반응하거나, 이산화규소로부터 산화규소로 환원되어 제조된 것을 확인하였다.

[0054]

<실험예 6> 열역학적 평형조성 분석

[0055]

이산화규소가 수소 또는 일산화탄소와 반응하여 산화규소가 생성되는 반응을 열역학적 평형조성 프로그램 (factsage)을 이용하여 분석하였으며, 그 결과를 도8에 나타내었다.

[0056]

도 8에 나타낸 바와 같이, 이산화규소가 수소 또는 일산화탄소와 반응하여 산화규소(SiO_x)가 생성되는 것을 알 수 있다. 이때, 약 2000 °C의 온도에서 이산화규소의 분율이 낮아짐과 동시에 산화규소가 생성되는 것을 알 수 있다. 이를 통하여, 본 발명의 제조방법에 따라 산화규소가 생성되는 것을 확인하였다.

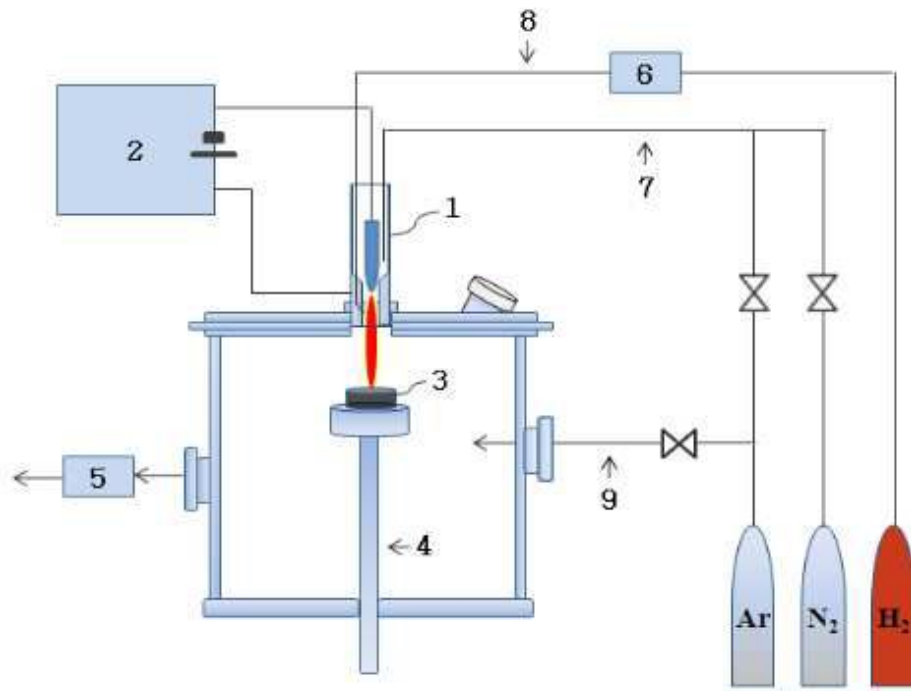
부호의 설명

[0057]

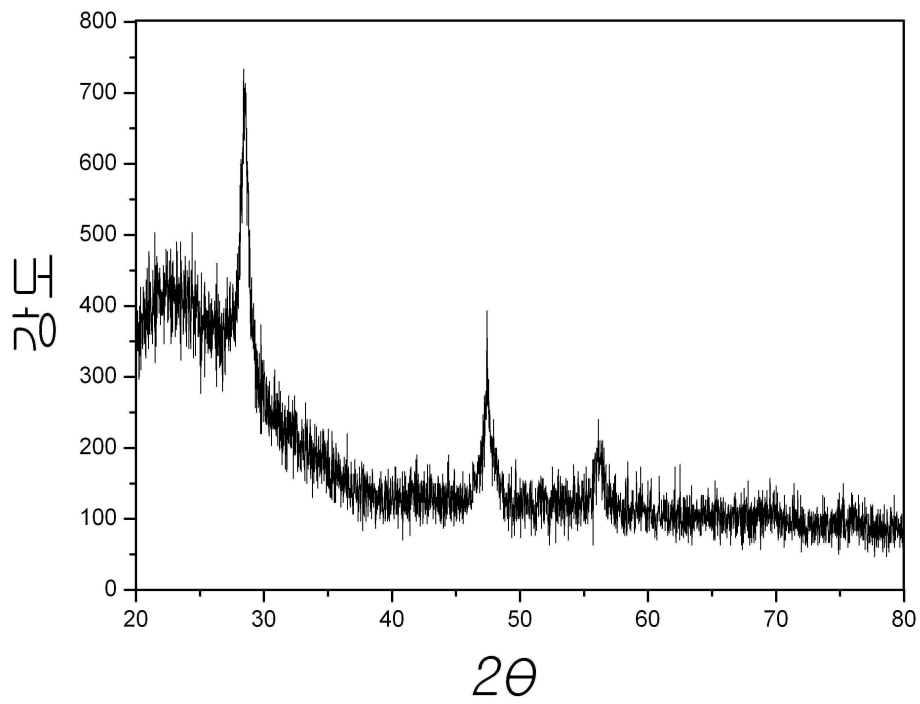
- 1 : 토치부
- 2 : 전원공급장치
- 3 : 도가니
- 4 : 구리지지대
- 5 : 블로워
- 6 : 유량조절기
- 7 : 발생가스라인
- 8 : 반응가스라인
- 9 : 퍼지가스라인

도면

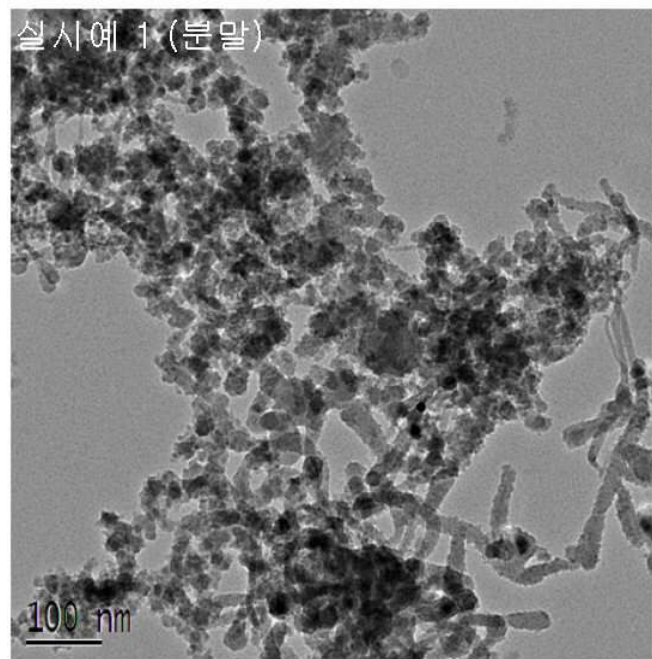
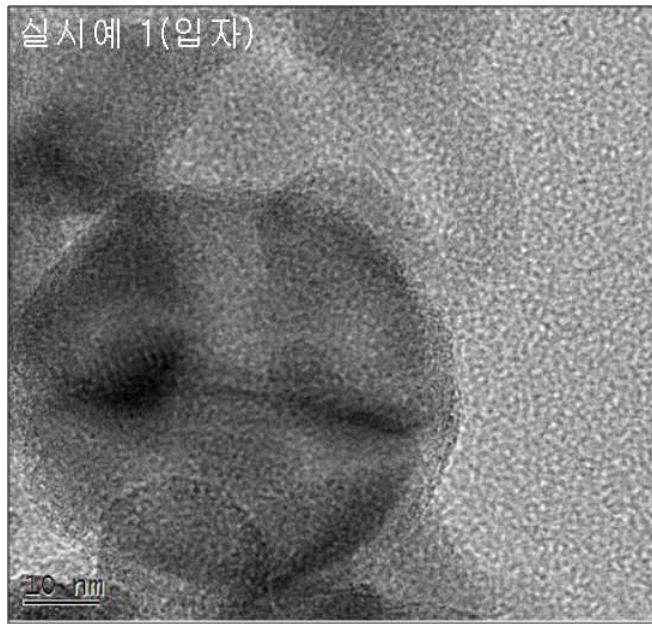
도면1



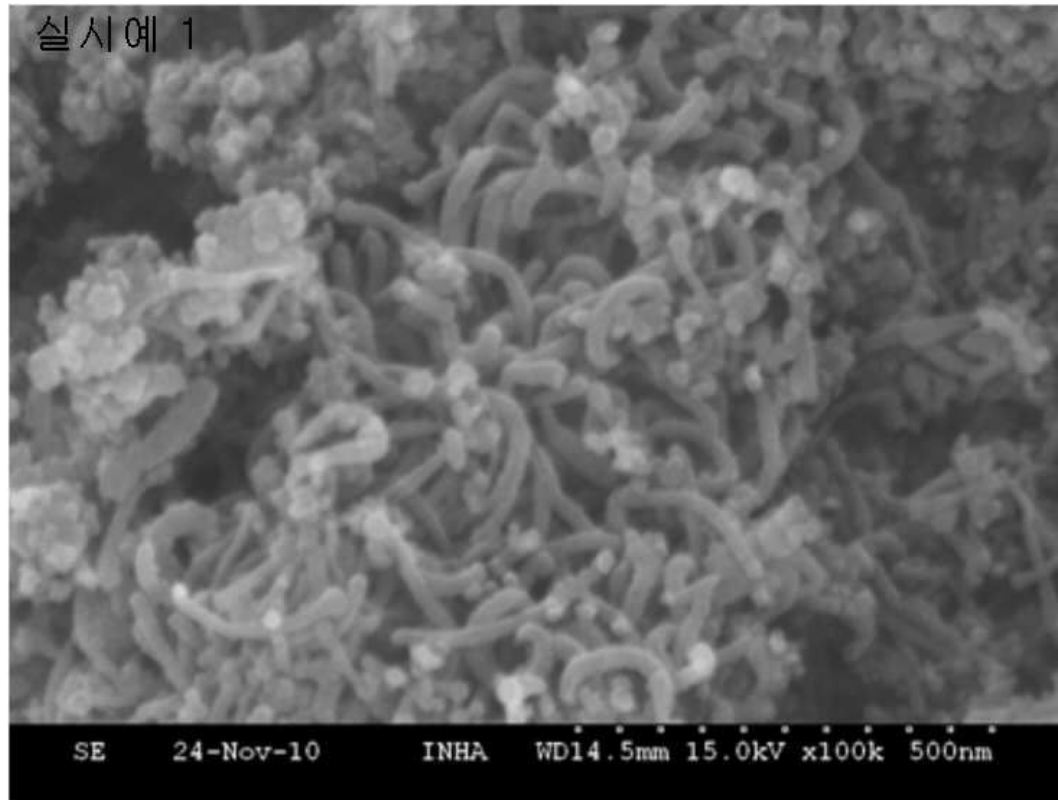
도면2



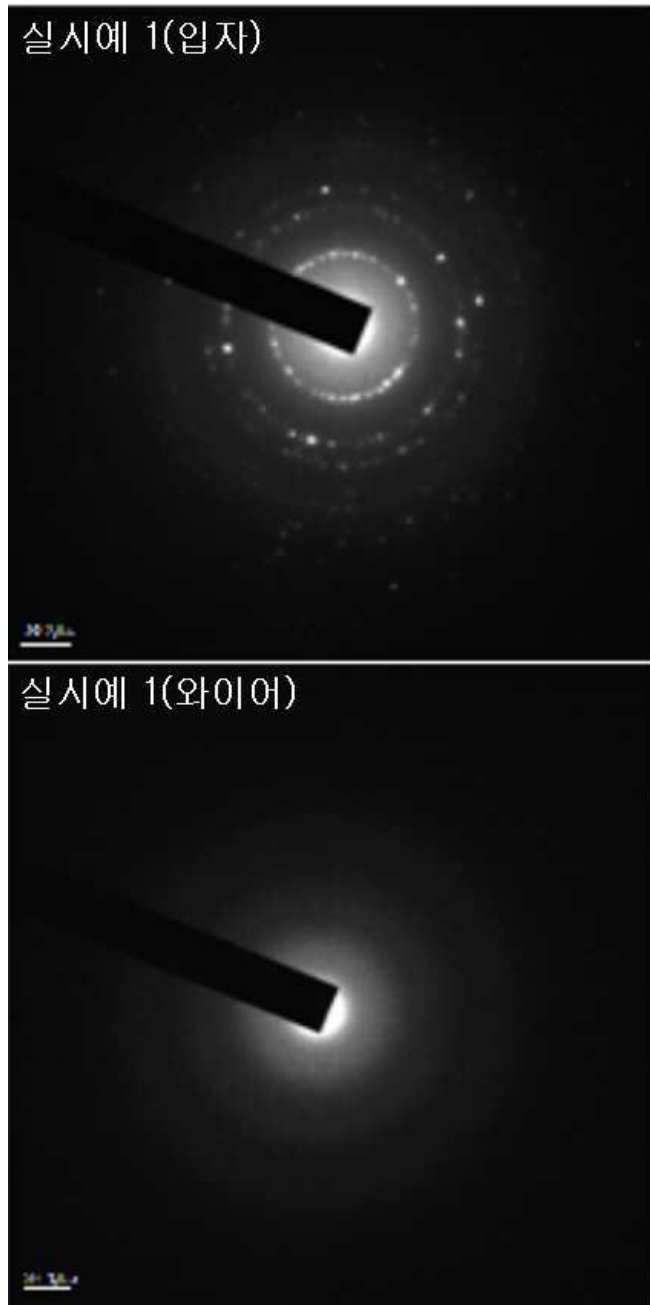
도면3



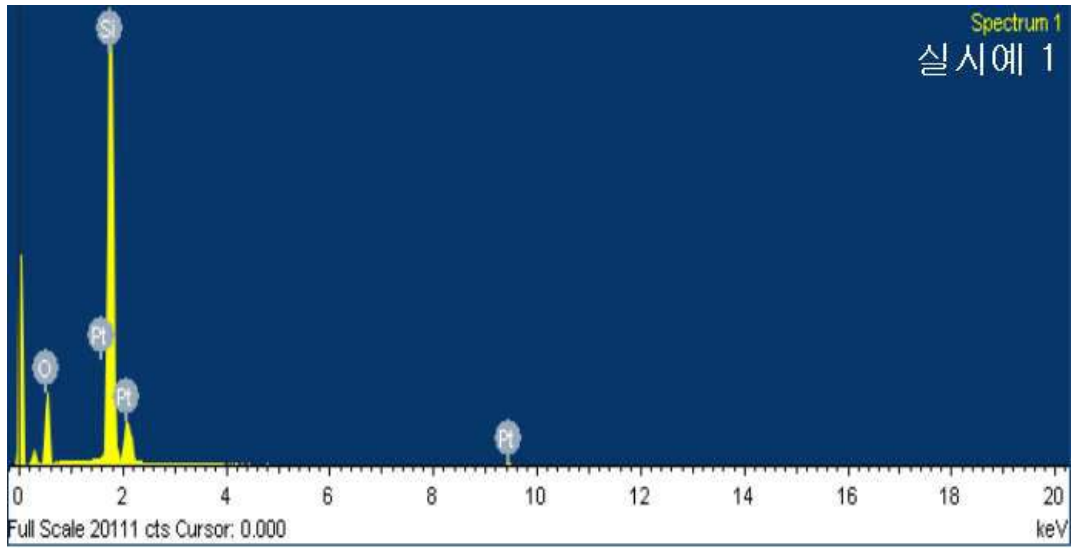
도면4



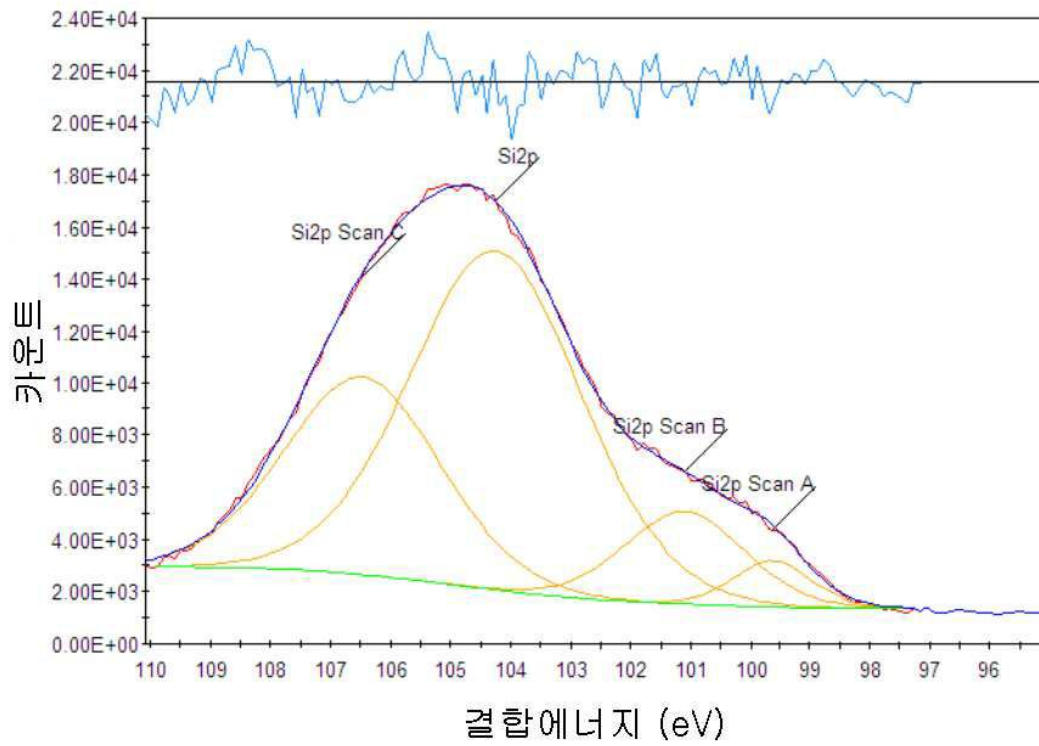
도면5



도면6



도면7



도면8

