(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0102726
(43) 공개일자 2013년09월23일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
D01F 9/12 (2006.01) *B82Y 40/00* (2011.01)
(21) 출원번호 10-2012-0023780
(22) 출원일자 2012년03월08일
심사청구일자 2012년03월08일

(71) 출원인
한국세라믹기술원
서울특별시 금천구 디지털로10길 77 (가산동)
인하대학교 산학협력단
인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)
(72) 발명자
황해진
서울특별시 광진구 아차산로70길 61, 현대5차아파트 502동 1601호 (광장동)
이경진
경기도 광명시 철산3동 주공아파트 411동 103호
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
황성택

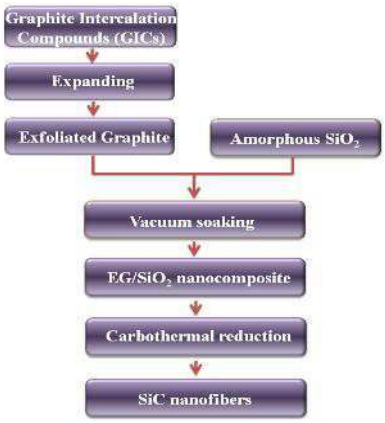
전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 발명의 명칭 **팽창흑연과 비정질 실리카를 이용한 탄화규소 나노섬유 제조방법**

(57) 요 약

본 발명은 저비용으로 고품질의 탄화규소 나노섬유를 대량으로 제조할 수 있는 방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 산처리 과정을 거친 흑연을 열처리하여 팽창흑연을 제조하는 단계(단계 1); 비정질실리카를 유기용매와 혼합하여 균일하게 분산시켜 혼합용액을 제조하는 단계(단계 2); 상기 단계 1로부터 얻어진 팽창흑연을 비정질실리카 용액에 혼합한 후 진공 데시케이터를 이용하여 팽창흑연의 층 사이에 비정질실리카 분말을 삽입하는 단계(단계 3); 및 상기 단계 3에서 얻어진 복합분말을 건조 시킨 후 환원 분위기에서 열처리하여 흑연/탄화규소 나노섬유를 합성하는 단계(단계 4); 상기 단계 4에서 얻어진 복합분말(흑연/탄화규소)을 산화 분위기에서 열처리하여 흑연을 제거하는 단계(단계 5)를 포함하는 것을 특징으로 하는 탄화규소 나노섬유의 제조방법에 관한 것이다. 본 발명에 따른 탄화규소 나노섬유는 직선적인 형태의 고품질 나노섬유로서 저비용의 팽창흑연과 비정질 실리카를 이용하여 제조공정이 간단하여 비용이 적고 대량으로 제조가 가능한 탄화규소 나노섬유를 제공한다. 따라서 복합재료 등의 다양한 분야에 응용할 수 있으며 우수한 전기적 특성으로 트랜지스터 등의 전기적 구성 요소들로도 유용하게 사용할 수 있다.

대 표 도 - 도1



(72) 발명자

최병현

경기도 광명시 철산로 57, 1301동 803호 (철산동, 주공아파트)

지미정

경기도 광명시 하안로 284, 904동 405호 (하안동, 주공아파트)

안용태

경기도 광명시 하안동 하안주공 403-906

정성헌

서울특별시 금천구 가산동 237-5 나동 303호

김은경

인천광역시 연수구 연수2동 609-8 4층

특허청구의 범위

청구항 1

산처리 과정을 거친 흑연을 열처리하여 팽창흑연을 제조하는 단계(단계 1);

비정질실리카를 유기용매와 혼합하여 균일하게 분산시켜 혼합용액을 제조하는 단계(단계 2);

상기 단계 1에서 얻어진 팽창흑연을 단계 2에서 얻어진 비정질실리카 용액에 혼합한 후 진공 데시케이터를 이용하여 팽창흑연의 층 사이에 비정질실리카 분말을 삽입하는 단계(단계 3); 상기 단계 3에서 얻어진 복합분말을 건조 시킨 후 환원 분위기에서 열처리하여 흑연/탄화규소 나노섬유를 합성하는 단계(단계 4); 상기 단계 4에서 얻어진 복합분말(흑연/탄화규소)을 산화 분위기에서 열처리하여 흑연을 제거하는 단계(단계 5); 를 포함하는 것을 특징으로 하는 탄화규소 나노섬유의 제조방법

청구항 2

제1항에 있어서, 단계 1에서 산처리흑연을 석영도가니를 사용하여 600~1000℃에서 1~10분 동안 급속 열처리하여 팽창흑연을 제조하는 것을 특징으로 하는 탄화규소 나노섬유의 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 비정질실리카의 함량은 팽창흑연과 비정질실리카의 총량에 대하여 최소 1 중량 % 이상, 최대 99 중량 % 이하가 되도록 첨가하는 것을 특징으로 하는 탄화규소 나노섬유의 제조방법.

청구항 4

상기 제1항에 있어서, 혼합 용매는 아세톤, 에탄올, 메탄올, 부탄올, 헥산, 벤젠 등을 포함하는 유기화합물의 액체로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 탄화규소 나노섬유의 제조방법.

청구항 5

상기 제1항에 있어서, 팽창흑연의 층 사이에 비정질실리카를 균일하게 삽입하기 위한 방법으로써 0.05 MPa이상의 진공압을 유지시키는 것을 특징으로 하는 탄화규소 나노섬유의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서, 팽창흑연과 비정질실리카로 구성된 복합분말을 1400~1500℃로 6시간 이상동안 유지시키는 것을 특징으로 하는 탄화규소 나노섬유의 제조방법.

청구항 7

제1항에 있어서 팽창흑연과 비정질실리카로 구성된 복합분말을 25% 이상의 수소/불활성가스 혼합가스 분위기에서 열처리하는 것을 특징으로 하는 탄화규소 나노섬유 제조방법.

청구항 8

제1항에 있어서, 탄화규소 나노섬유/흑연 혼합물을 700~1000℃로 1시간이상 동안 열처리함으로써 순수한 탄화규소만을 얻는 것을 특징으로 하는 탄화규소 나노섬유의 제조방법.

청구항 9

제1항에 있어서, 탄화규소 나노섬유/흑연 혼합물을 700~1000℃로 1시간이상 동안 열처리함으로써 순수한 탄화규소만을 얻는 것을 특징으로 하는 탄화규소 나노섬유의 제조방법.

청구항 10

제1항의 탄화규소 나노섬유는 직경 50-200 ㎚와 길이 50-200㎛를 가지는 직선적인 형태의 고품질 탄화규소 나노섬유.

명 세 서

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 탄화규소 나노섬유의 제조 방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 팽창흑연의 층 사이에 비정질실리카를 삽입한 다음, 팽창흑연과 실리카의 혼합 분말을 탄소열환원반응(carbothermal reduction)시켜 저비용으로 고품질 탄화규소 나노섬유를 대량으로 제조하는 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 탄화규소(Silicon carbide, SiC)는 고온에서 화학적 안정성이 뛰어나고 높은 열전도성과 낮은 열팽창계수로 인해 내열성과 열적 안정성이 좋으며 기계적 강도가 우수하여 내마모성이 높은 특성을 가지고 있다. 이러한 우수한 특성 때문에 고온 재료, 고온 반도체, 반도체용 치구, 내마모성 재료, 자동차 부품, 화학공장의 내식성 또는 내약품성 부품 또는 전자부품 등에 적용하는 연구가 활발히 진행되고 있다.

[0003] 그 중에서 탄화규소 나노섬유는 그 직경이 보통 수 내지 수십 nm 정도의 원통형이며 수십 내지 수백 ㎛ 정도의 길이를 가진 물질로서 주된 성분은 탄소와 규소가 1:1의 원자비로 결합되어 있다. 제조방법에 따라 비정질의 산화규소가 수 내지 수십 nm의 두께로 덮여 있을 수 있다. 탄화규소 나노섬유는 위에서 설명한 일반적인 탄화규소(벌크형 등)와 마찬가지로 높은 강도와 우수한 화학 안정성을 가지고 있으며 우수한 전기적 특성을 가지는 물질이다. 최근에 연구개발 되고 있는 나노재료를 이용한 전계방출소자 FET (field emission tip)에서는 작동과정 시 고온에서의 안정성이 필요하며, 이런 면에서 탄화규소 나노로드는 탄소나노튜브보다 안정된 구조적 특성을 보임으로써 차세대 전계방출소자 재료로서 주목받고 있다. 이와 같은 탄화규소 나노섬유는 다양한 방법으로 제조되고 있다. 종래에 알려진 탄화규소섬유를 제조하는 방법으로는 화학기상침착법(CVI, Chemical Vapor Infiltration), 고분자 침투 열분해법(PIP, Polymer Impregnation and Pyrolysis), 용융 실리콘 침투법(LSI, Liquid Silicon Infiltration), 고온가압 소결법 (HP, Hot Press) 등이 있다. 화학기상침착법은 기체상의 금속유기화합물을 섬유 사이로 침투시키고 열분해 하여 섬유 둘레에 탄화규소를 증착함으로써 탄화규소 기지상을 제조하는 방법이고, 고분자 침투·열분해법은 폴리카보실란(polycarbosilane) 등과 같은 유기화합물을 탄화규소 분말과 혼합하여 슬러리를 만든 후 이 슬러리를 탄화규소 섬유 프리폼에 침투시켜 열분해 함으로써 탄화규소 기지 상을 얻는 방법이다. 또한 용융 실리콘 침투법은 탄소와 탄화규소 분말을 프리폼에 채워 넣고 실리콘을 용융하여 침투시켜 탄소와 반응시킴으로써 탄화규소 기지 상을 제조하는 것이고, 고온가압 소결법은 탄화규소 분말과 소결조제가 혼합된 슬러리를 프리폼에 침투시킨 후 고온가압 하에서 소결하는 방법이다. 하지만 화학기상 침착법은 공정시간이 길고 잔류기공이 존재하며 제조단가가 비싼 단점이 있고, 고분자 침투·열 분해법은 화학정량비로 이루어진 결정상 탄화규소를 얻기 어렵고 열전도도가 낮으며, 열분해 시 부피수축으로 균열이 발생하기 때문에 여러 번의 반복 공정이 필요하다. 또한 용융 실리콘 침투법은 기공이 거의 없고 열전도도가 우수한 복합체를 제조할 수 있으나 미반응 실리콘의 잔류로 인해 내열 및 내방사선 특성이 상대적으로 좋지 않은 단점이 있고, 고온가압 소결법은 소결하기 어려워 섬유가 손상되는 단점이 있다.

[0004] 최근 들어 종래에 알려진 상기와 같은 방법들의 단점을 개선하기 위해 많은 연구가 진행되고 있다. 구체적인 예로, 대한민국등록특허 제1103649호(2012.01.02. 등록)에서는 유기규소화합물과 폴리머 전구체 및 용매를 혼합하여 제조한 고분자 용액을 전기방사시켜 제조하는 방법을 소개하였으며 이 방법은 제조공정이 간단하고 제조한 탄화규소나노섬유는 전기전도성을 가지는 장점이 있다고 소개하였다. 또한 대한민국등록특허 제0561701호(2006.03.09 등록)에서는 금속 촉매로서 전이금속을 이용하여 탄소구조체 표면을 코팅한 다음, 코팅된 탄소구조체를 규소 및 이산화규소 혼합 분말과 반응시켜 제조하는 방법을 소개하였으며 저온에서 다량의 탄소나노섬유를 제조할 수 있는 장점이 있다고 소개하였다. 그리고 대한민국등록특허 제0769695호(2007.10.17. 등록)에서의 실리카와 카본을 혼합하고, 이를 가압 성형하여 다공성 지지체를 제조하고, 상기 다공성 지지체를 필터의 상부 또는 하부에 위치시킨 후 불활성 분위기하에서 결정화하여 단결정의 탄화규소 나노선이 필터 내부에 성장함으로써 제조하는 방법 및 대한민국등록특허 제0581005호(2006.05.10 등록)에서의 니켈, 철, 코발트, 크롬, 란탄, 티타늄, 몰리브덴, 금 또는 그들이 포함된 화합물을 분산코팅형식으로 기판 위에 코팅한 다음, 700~1000℃ 사이에서 열처리하여 표면에 미세한 크기로 응집시킨 후 규소와 탄소가 함께 포함되어 있는 HMDS, 1,3-DSB, TMS, TPS 또는 MTS 등의 단일전구체를 사용하여 열화학 증착시켜 제조하는 방법을 소개하였다. 그러나 상기와 같은 탄화규소섬유를 제조하는 공정들은 고가의 고순도 원료가 사용되며 공정 및 공정설비가 복잡하고 처리가 까다로워 제조비용이 높은 단점이 있다. 이에 본 발명자들은 기존에 사용되고 있던 나노섬유의 제조 공정상의 단점을 해결하기 위하여 고품질의 탄화규소 나노섬유를 팽창흑연과 비정질 실리카를 이용하여 공정설비가 간단하며 저비용

으로 다량 제조할 수 있는 공정을 개발하였다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0005] 본 발명의 목적은 탄소원료로 팽창흑연을 사용하고 규소원료로 비정질 실리카를 사용하여 일차원의 직선적 형태를 가지는 고품질의 탄화규소 나노섬유를 제조하는 방법을 제공하는 데 있다. 또 다른 본 발명의 목적은 저순도인 팽창흑연과 비정질 실리카를 이용하여 저비용으로 다량의 탄화규소 나노섬유를 제조하는 방법을 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

[0006] 상기 기술적 과제를 달성하기 위하여, 본 발명은 산처리 과정을 거친 흑연을 열처리하여 팽창흑연을 제조하는 단계(단계 1); 비정질실리카를 유기용매와 혼합하여 균일하게 분산시켜 혼합용액을 제조하는 단계(단계 2); 팽창흑연과 비정질실리카 용액을 혼합하여 진공 데시케이터를 이용하여 팽창흑연의 층 사이에 비정질실리카 분말을 삽입하는 단계(단계 3); 및 비정질실리카를 포함한 팽창흑연분말을 환원 분위기에서 열처리하여 탄화규소 나노섬유/흑연 혼합체를 합성하는 단계(단계 4); 상기 단계 4에서 얻어진 탄화규소/흑연 혼합체를 산화 분위기에서 열처리하여 순수한 탄화규소 나노섬유를 제조하는 단계(단계 5)를 포함하는 탄화규소 나노섬유의 제조방법을 제공한다.

[0007] 또한 본 발명은 직경 50~200 ㎚와 길이 50~200 ㎛를 가지는 일차원의 직선적인 고품질 탄화규소 나노섬유를 저비용으로 대량 제조할 수 있는 방법을 제공한다.

발명의 효과

[0008] 본 발명에 따른 일차원의 직선적인 고품질 탄화규소 나노섬유는 저비용의 원료를 사용하고 제조공정이 간단하여 대량으로 제조가 가능하기 때문에 복합재료 등의 다양한 분야에 응용할 수 있으며 우수한 전기적 특성으로 트랜지스터 등의 전기적 구성 요소들로도 유용하게 사용할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0009] 도 1은 본 발명에 따른 탄화규소 나노섬유의 제조공정 흐름도이고;

도 2은 본 발명에 따른 팽창흑연과 비정질 실리카의 복합화 후의 5000배율의 주사전자현미경 사진이고;

도 3는 본 발명에 따른 실시예 1의 탄화규소 나노섬유의 5000배율의 주사전자현미경 사진이고;

도 4은 본 발명에 따른 실시예 2의 탄화규소 나노섬유의 5000배율의 주사전자현미경 사진이고;

도 5는 본 발명에 따른 비교예 1의 탄화규소 나노섬유의 5000배율의 주사전자현미경 사진이고;

도 6는 본 발명에 따른 비교예 2의 탄화규소 나노섬유의 5000배율의 주사전자현미경 사진이고;

도 7는 본 발명에 따른 (b) 실시예 2 과 (a) 비교예 1의 탄화규소 나노섬유의 X선 회절특성 분석 결과이고;

도 는 본 발명에 따른 실시예 2의 탄화규소 나노섬유의 투과전자현미경 사진이다.;

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0010] 본 발명은 산처리 과정을 거친 흑연을 열처리하여 팽창흑연을 제조하는 단계(단계 1); 비정질실리카를 유기용매와 혼합하여 균일하게 분산시켜 혼합용액을 제조하는 단계(단계 2); 팽창흑연을 비정질실리카 용액에 혼합한 후 진공 데시케이터를 이용하여 팽창흑연의 층 사이에 비정질실리카 분말을 삽입하는 단계(단계 3); 및 비정질실리카를 포함한 팽창흑연분말을 환원 분위기에서 열처리하여 흑연/탄화규소 나노섬유 혼합체를 합성하는 단계(단계 4); 흑연/탄화규소 혼합분말을 산화 분위기에서 열처리하여 순수한 탄화규소 나노섬유를 제조하는 단계(단계 5)를 포함하는 탄화규소 나노섬유의 제조방법을 제공한다.

[0011] 이하, 본 발명에 따른 상기 탄화규소 나노섬유의 제조방법을 단계별로 더욱 상세히 설명한다.

[0012] 단계 1은 산처리 과정을 거친 흑연을 열처리하여 팽창흑연을 제조하는 단계이다.

[0013] 50 80 mesh 크기의 천연흑연 분말을 150℃정도에서 24시간동안 산화 처리하여 층간삽입(intercalation)시킨 후 세척하여 건조한다. 층간삽입(intercalation)은 흑연(탄소)층과 층 사이에 삽입물질이 끼어 들어가는 현상을 말한다.

[0014] 흑연 층간 삽입에서는 과산화수소(H_2O_2), 과망간산칼륨($KMnO_4$), 질산(HNO_3) 등의 산화제를 사용하게 되면 탄소층의 산화가 일어난다. 층간삽입 된 흑연은 160℃이상에서는 팽창을 시작하는데 600-1,000℃의 온도로 급속 열처리하면 흑연의 입자는 흑연 입자의 결정면에 수직인 방향으로 80-350배 이상 팽창하게 된다.

[0015] 다음으로, 단계 2는 비정질실리카를 유기용매와 혼합하여 균일하게 분산시켜 혼합용액을 제조하는 단계이다.

[0016] 상기 단계 2에서 혼합하는 용매의 함량은 특별히 제한되지 않으며 혼합하는 비정질 실리카의 함량은 팽창흑연과 실리카의 총량을 기준으로 40 50중량%가 되도록 첨가하는 것이 바람직하며 이보다 더 적거나 너무 많을 경우 최종 물질이 직선적인 형태가 아닌 구불구불하거나 불규칙한 형태이거나 반응하지 못한 잔류 이산화규소(SiO_2)로 인해 순도가 낮아지게 되는 문제점이 있다.

[0017] 또한, 상기 용매는 팽창흑연의 유기용매를 흡수하는 성질과 공정 시 분산효과를 증대시키기 위하여 끓는점이 낮은 아세톤계열의 유기용매를 사용하는 것이 바람직하다.

[0018] 다음으로, 본 발명에 따른 상기 단계 3은 상기 단계 1에서 얻어지는 팽창흑연과 상기단계 2에서 얻어지는 비정질실리카 용액을 혼합한 후 진공 데시케이터를 이용하여 팽창흑연의 층 사이에 비정질실리카 분말을 삽입하는 단계이다.

[0019] 상기 단계 3은 상기 팽창흑연과 비정질실리카 혼합용액을 진공데시케이터 안에 넣은 후 가해주는 진공압을 내부의 용매가 끓을 때까지 일정시간 유지시켜 주는 것이 바람직하다. 용매가 끓게 되면 혼합한 용매내부의 입자들이 공진운동을 하여 팽창흑연 층 사이에 비정질 실리카 분말이 삽입되는 과정에서 높은 분산 효과를 얻을 수 있다.

[0020] 다음으로, 본 발명에 따른 상기 단계 4는 상기 단계 3에서 얻어진 혼합분말을 건조시킨 후 환원 분위기에서 열처리하여 흑연/탄화규소 나노섬유를 합성하는 단계이다.

[0021] 열처리조건은 환원분위기에서 14001500℃에서 5시간 이상 유지하는 것이 바람직하다. 열처리 온도가 이보다 낮거나 시간이 짧아질 경우 상기 단계 2에서와 마찬가지로 최종 물질이 직선적인 형태가 아닌 구불구불하거나 불규칙한 형태이거나 반응하지 못한 잔류 이산화규소(SiO_2)로 인해 순도가 낮아지게 되는 문제점이 있다.

[0022] 다음으로 발명에 따른 상기 단계 5는 상기 단계 4에서 얻어진 복합분말(흑연/탄화규소)을 산화 분위기에서 열처리하여 흑연을 제거하는 단계이다.

[0023] 상기 단계 5에서는 산화 분위기에서 800-1000℃에서 1시간정도 열처리하는 것이 바람직하며 열처리 시간이 너무 짧거나 길면 잔류흑연이 남거나 탄화규소 나노섬유의 표면 SiO_2 산화막층이 두꺼워져 특성을 저해시키는 문제가 있다.

[0024] 또한 본 발명은 평균직경 100~200㎚와 길이 50~100㎛를 가지는 일차원의 직선적인 고품질 탄화규소 나노섬유를 저비용으로 대량 제조할 수 있는 방법을 제공한다.

[0025] 따라서 본 발명에 따른 탄화규소 나노섬유는 복합재료 등의 다양한 분야에 응용할 수 있으며 우수한 전기적 특성으로 트랜지스터 등의 전기적 구성 요소들로도 유용하게 사용할 수 있다.

[0026] 이하, 본 발명의 실시예를 통해 더욱 상세히 설명한다. 단, 하기 실시예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기 실시예에 의해 제한되는 것은 아니다.

[0027] (실시 예1)

[0028] 본 발명에서 사용한 천연흑연의 경우 50~80mesh의 입자크기를 가지는 천연흑연을 실험에 사용하였다. 천연흑연을 층간삽입물질로 황산(H_2SO_4)을 사용하고 산화제로 질산(HNO_3)을 사용하여 인터칼레이션(intercalation) 공정을 통해 산화처리 한 후 900℃에서 1분간 석영도가니에서 급속열처리 하여 200-500 ml/g의 높은 팽창 부피를 갖는 팽창흑연을 제조하였다. 또한 수십㎚~5㎛이하의 크기를 갖는 비정질 실리카(SiO_2)는 팽창흑연과 비정질실리카 혼합 총량을 기준으로 50중량%을 유기용매인 아세톤(500ml)에 혼합한 후 초음파 장비를 이용하여 10분 동안 분산시켜 분산액을 제조하였다. 상기 분산액은 상기 제조한 팽창흑연과 혼합하여 진공 데시게이터 안에 넣은 후

진공압을 가하여 10분간 유지한 후에 상온에서 건조하였다. 상기 건조한 혼합분말은 환원분위기(25%H_2/75%He)에서 5℃/min의 속도로 승온시켜 최종적으로 1425℃에서 6시간 동안 열처리하였다. 상기 열처리 한 분말은 산화분위기에서 5℃/min의 속도로 승온시켜 최종적으로 900℃에서 1시간 동안 열처리하여 탄화규소 나노섬유를 얻을 수 있었다.

[0029] (실시 예2)

[0030] 본 발명에서 사용한 천연흑연의 경우 50~80mesh의 입자크기를 가지는 천연흑연을 실험에 사용하였다. 천연흑연을 층간삽입물질로 황산(H_2SO_4)을 사용하고 산화제로 질산(HNO_3)을 사용하여 인터칼레이션(intercalation) 공정을 통해 산화처리 한 후 900℃에서 1분간 석영도가니에서 급속열처리 하여 200-500 ml/g의 높은 팽창 부피를 갖는 팽창흑연을 제조하였다. 또한 수십nm~5㎛이하의 크기를 갖는 비정질 실리카(SiO_2)는 팽창흑연과 비정질실리카 혼합 총량을 기준으로 40중량%을 유기용매인 아세톤(500ml)에 혼합한 후 초음파 장비를 이용하여 10분 동안 분산시켜 분산액을 제조하였다. 상기 분산액은 상기 제조한 팽창흑연과 혼합하여 진공 데시게이터 안에 넣은 후 진공압을 가하여 10분간 유지한 후에 상온에서 건조하였다. 상기 건조한 혼합분말은 환원분위기(25%H_2/75%He)에서 5℃/min의 속도로 승온시켜 최종적으로 1425℃에서 6시간 동안 열처리하였다. 기 열처리 한 분말은 산화분위기에서 5℃/min의 속도로 승온시켜 최종적으로 900℃에서 1시간 동안 열처리하여 탄화규소 나노섬유를 얻을 수 있었다.

[0031] (비교 예1)

[0032] 상기 실시예 1에서 비정질 실리카(SiO_2)를 팽창흑연과 비정질실리카 혼합 총량을 기준으로 20중량%을 유기용매인 아세톤(500ml)에 혼합한 후 초음파 장비를 이용하여 10분 동안 분산시켜 분산액을 제조한 것을 제외하고 실시예 1과 동일한 방법으로 탄화규소 나노 섬유를 제조할 수 있었다.

[0033] (비교 예2)

[0034] 상기 실시예 1에서 비정질 실리카(SiO_2)를 팽창흑연과 비정질실리카 혼합 총량을 기준으로 10중량%을 유기용매인 아세톤(500ml)에 혼합한 후 초음파 장비를 이용하여 10분동안 분산시켜 분산액을 제조한 것을 제외하고 실시예 1과 동일한 방법으로 탄화규소 나노 섬유를 제조할 수 있었다.

[0035] (실험 예1)

[0036] 초기 실리카함량별 탄화규소 나노섬유의 형상학적 특성 분석

[0037] 본 발명에 따른 실시예 1, 2 및 비교예 1, 2의 초기원료(팽창흑연/비정질 실리카) 함량을 표 1에 나타내었으며 각각 공정에 따라 제조한 탄화규소 나노섬유를 5000배율 주사전자현미경(SEM)으로 분석하여 그 결과를 도면 3, 4, 5 에 나타내었다.

[0038] 도면 3, 4, 5 를 참조하면, 본 발명에 따른 실시예 1, 2 의 탄화규소 나노섬유는 직선적인 형상를 가지는 것을 알 수 있고 반면 초기 비정질 실리카의 함량이 적은 비교예 1의 탄화규소 나노섬유는 구불구불하거나 불규칙적인 형상을 가지는 것을 알 수 있다.

표 1

[0039]

구분	초기 원료		
	팽창흑연(중량%)	비정질실리카(중량%)	합계
실시예 1	50	50	100
실시예 2	60	40	100
비교예 1	80	20	100
비교예 2	90	10	100

[0040] (실험 예2)

[0041] 초기 실리카함량별 탄화규소 나노섬유의 X선 회절 특성 분석

[0042] 본 발명에 따른 실시예 2 와 비교예 1의 각각 공정에 따라 제조한 탄화규소 나노섬유의 X선 회절 특성을 알아보기 위하여 X선회절분석기(XRD)로 측정하여 그 결과를 도면 6에 실시예 2는 (b), 비교예 1은 (a) 로

나타내었다.

[0043] 도면 6를 참조하면 실시예 2 및 비교예 1의 X선 회절 피크 분석결과 모두 탄화규소 나노섬유의 결정상인 3C-SiC 피크를 나타내었고 구불구불한 형태를 가진 비교 예 1 보다 직선적인형태의 실시예 2의 피크가 더 큰 강도를 가지는 것을 알 수 있다.

[0044] (실험 예3)

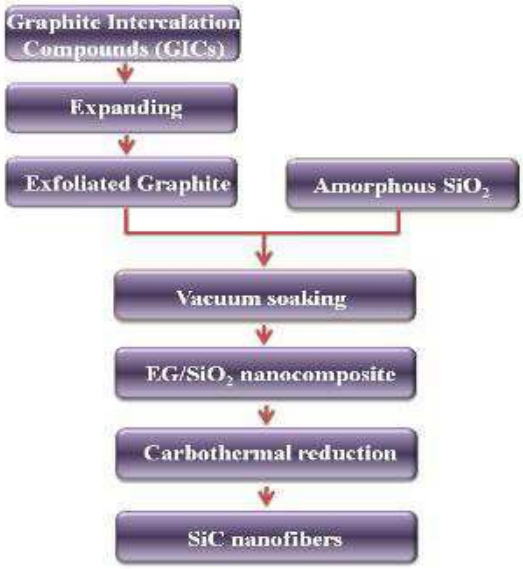
[0045] 초기 실리카함량별 탄화규소 나노섬유의 결정학 특성 분석

[0046] 본 발명에 따른 실시예 1에서 제조한 탄화규소 나노섬유의 결정학적 특성을 알아보기 위하여 투과전자현미경(TEM)과 전자회절 특성을 측정하여 그 결과를 도면 7에 나타내었다.

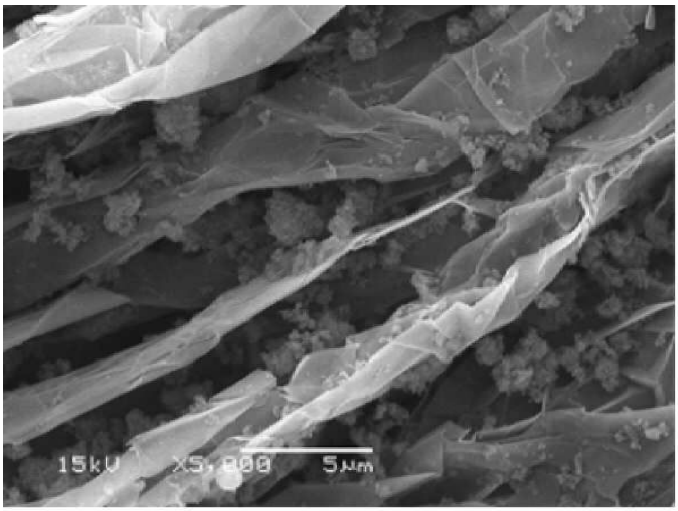
[0047] 도면 7을 참조하면 실시예 1의 탄화규소 나노섬유는 [111] 결정면 방향으로 직선적인 성장을 하는 것을 알 수 있다.

도면

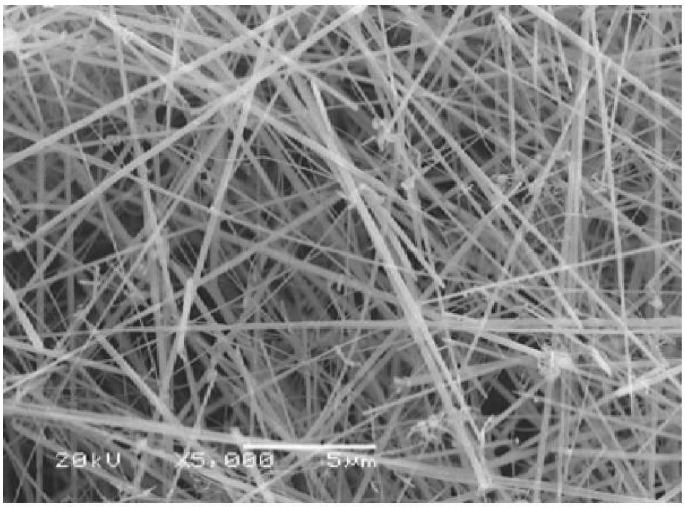
도면1



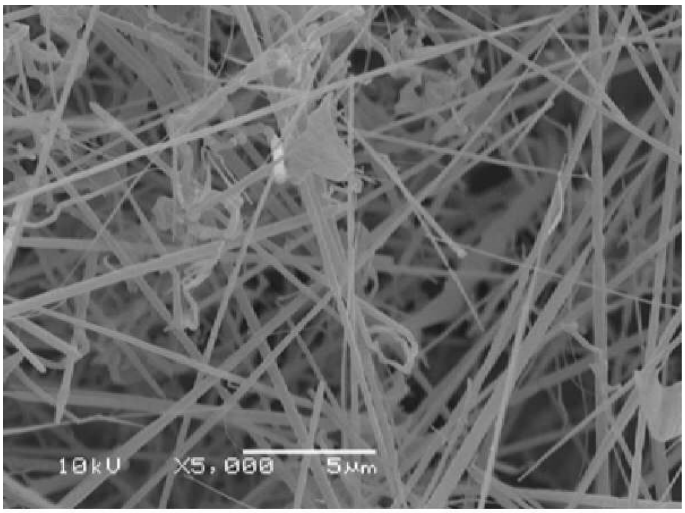
도면2



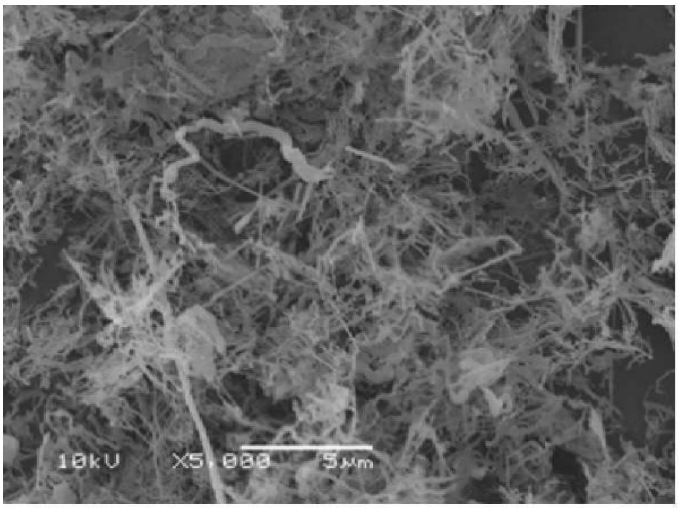
도면3



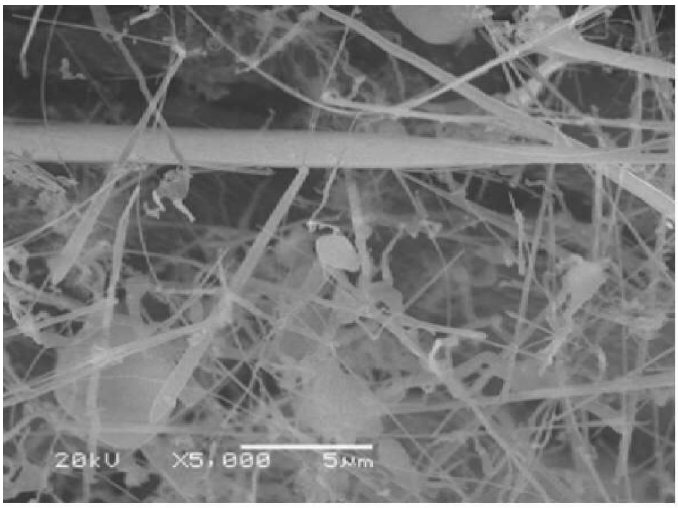
도면4



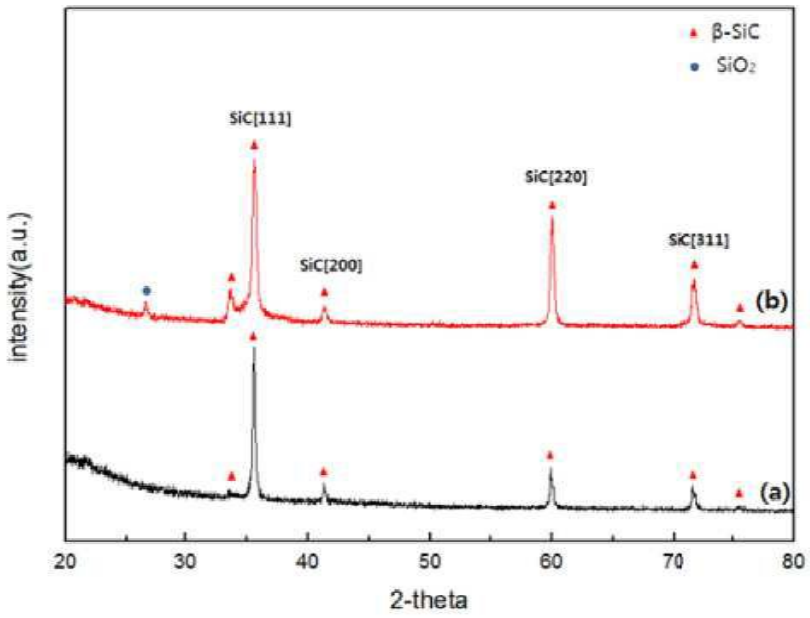
도면5



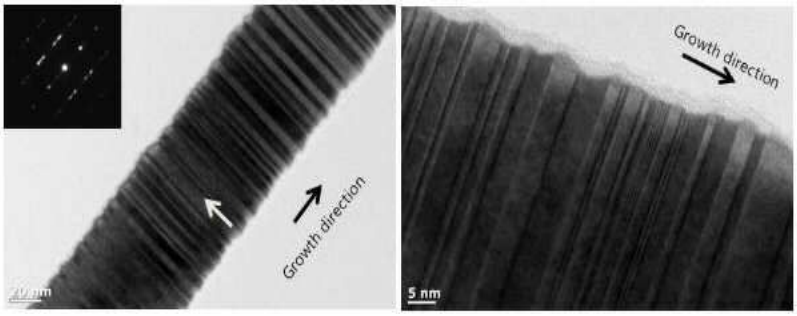
도면6



도면7


β-SiC
SiO2
SiC[111]
SiC[200]
SiC[220]
SiC[311]
(b)
(a)
intensity(a.u.)
20
30
40
50
60
70
80
2-theta

도면8


Growth direction
Growth direction
5 nm