



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2017년04월07일
(11) 등록번호 10-1724359
(24) 등록일자 2017년04월03일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 33/18 (2006.01) B01J 19/08 (2015.01)
B82Y 40/00 (2017.01)
(52) CPC특허분류
C01B 33/18 (2013.01)
B01J 19/08 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2016-0044203
(22) 출원일자 2016년04월11일
심사청구일자 2016년04월11일
(56) 선행기술조사문헌
JP2002253953 A*
KR100828102 B1*
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
인하대학교 산학협력단
인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)
(72) 발명자
박동화
서울특별시 서초구 명달로1길 51 (방배동, 방배어울림) 102동 201호
안화승
서울특별시 성북구 선잠로2길 128 (성북동) 128 (뒷면에 계속)
(74) 대리인
이원희

전체 청구항 수 : 총 5 항

심사관 : 정현아

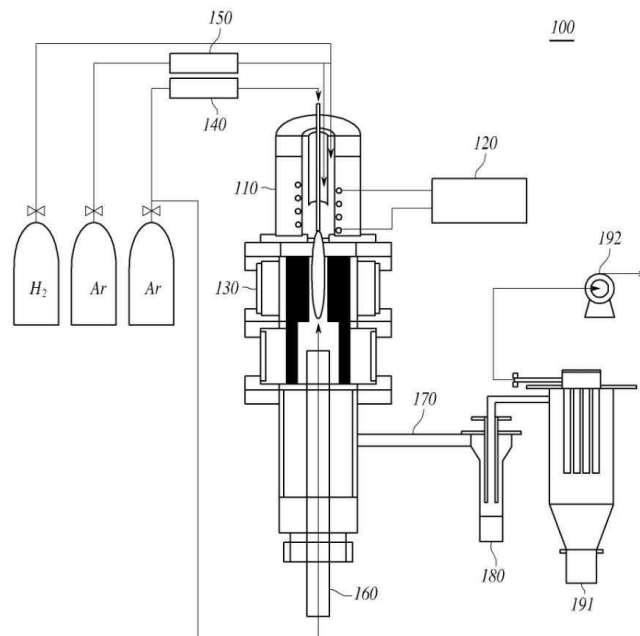
(54) 발명의 명칭 실리콘 나노 분말의 제조방법 및 실리콘 나노 분말을 제조하기 위한 RF 열플라즈마 장치

(57) 요약

본 발명은 최적의 냉각 가스 주입 위치와 유량조건에서 입자의 크기를 선택적으로 제조하는 실리콘 나노 분말의 제조방법 및 실리콘 나노 분말을 제조하기 위한 RF 열플라즈마 장치를 제공하는 것이다. 실리콘 나노 분말의 제조 방법은, RF 열플라즈마 장치에 RF 열플라즈마 발생 가스를 공급하여 RF 열플라즈마를 발생시키는 단계(단계

(뒷면에 계속)

대표도 - 도1



1); 상기 단계 1의 RF 열플라즈마 발생 가스의 공급 방향에 대하여 반대방향으로 냉각 장치를 통해 냉각 가스를 주입하는 단계(단계 2); 및 상기 단계 1에서 발생된 RF 열플라즈마에 실리콘 원료 분말을 공급하여 기화 및 냉각시키는 단계(단계 3); 를 포함한다. 또한, 실리콘 나노 분말을 제조하기 위한 RF 열플라즈마 장치는 열플라즈마를 발생시키는 토치; 상기 토치에서 발생되는 열플라즈마의 유동 방향으로 확장되는 반응기; 상기 발생된 열플라즈마에 실리콘 원료 분말을 주입하는 원료 공급 장치; 상기 플라즈마 발생 가스의 주입 방향에 대하여 반대방향으로 냉각 가스를 주입하는 냉각 장치;를 포함한다.

(52) CPC특허분류

B01J 2219/0896 (2013.01)

B82Y 40/00 (2013.01)

C01P 2004/64 (2013.01)

이승준

인천광역시 남구 매소홀로 68 (용현동, 금호2차아파트) 208동 703호

(72) 발명자

김태희

서울특별시 구로구 경인로 178-2 (오류동, 칸타빌레) 칸타빌레2차오피스텔 1605호

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호 53232-01

부처명 미래창조과학부

연구관리전문기관 한국연구재단

연구사업명 기초연구실육성사업(BRL)

연구과제명 [Ezbaro] 고기능 다공성 물질 기초연구실

기 여 율 1/1

주관기관 인하대학교 산학협력단

연구기간 2015.09.01 ~ 2020.02.29

명세서

청구범위

청구항 1

RF 열플라즈마 장치에 RF 열플라즈마 발생 가스를 공급하여 RF 열플라즈마를 발생시키는 단계(단계 1);

상기 단계 1의 RF 열플라즈마 발생 가스의 공급 방향에 대하여 반대방향으로 냉각 장치를 통해 냉각 가스를 주입하는 단계(단계 2); 및

상기 단계 1에서 발생된 RF 열플라즈마에 실리콘 원료 분말을 공급하여 기화 및 냉각시키는 단계(단계 3);를 포함하고,

상기 단계 2의 냉각 가스의 유량은 65 내지 75 L/min이고, 상기 단계 2의 냉각 장치의 노즐과 토치 출구와의 간격이 300 내지 400 mm 인 것을 특징으로 하는 실리콘 나노 분말의 제조방법.

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 단계 2의 냉각 가스는 단계 1에서 발생된 플라즈마 영역 중심부를 향하여 주입되는 것을 특징으로 하는 실리콘 나노 분말의 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 단계 1의 열플라즈마 발생 가스는 수소 및 아르곤인 것을 특징으로 하는 실리콘 나노 분말의 제조방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 단계 3의 실리콘 원료 분말은 실리콘 웨이퍼의 생산과정에서 발생된 불량품을 분쇄한 것을 특징으로 하는 실리콘 나노 분말의 제조방법.

청구항 7

제6항에 있어서,

상기 분쇄된 실리콘 원료 분말의 직경은 38 μm 이하인 것을 특징으로 하는 실리콘 나노 분말의 제조방법.

청구항 8

삭제

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 실리콘 나노 분말의 제조방법 및 실리콘 나노 분말을 제조하기 위한 RF 열플라즈마 장치에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 반도체 산업의 급격한 성장과 태양 전지의 수요 증가로 인해 실리콘 웨이퍼 산업 또한 꾸준히 성장하고 있다. 이러한 반도체나 웨이퍼 제조공정에서 실리콘 웨이퍼 폐기물이 발생되며 이는 대부분 재활용되지 못하고 매립되어 버려진다. 이렇게 버려지는 실리콘 폐기물을 회수하여 유용한 자원으로 재활용하는 방법들이 꾸준히 연구되고 있다.

[0005] 실리콘 나노 분말을 제조하는 방법으로는 고상합성법, 액상합성법, 기상합성법 등이 있다. 기상합성법은 반응속도가 높고 공정이 매우 간단하며 고순도의 입자를 얻을 수 있기 때문에 가장 선호되고 있다. 특히, RF 열플라즈마를 이용한 기상 합성공정은 단시간에 실리콘 나노 분말을 합성할 수 있고, 고온의 플라즈마를 이용함으로써 기화가 용이하고, 수율이 좋으며, 공정 조건 제어가 쉽다는 장점이 있다.

[0006]

[0007] 플라즈마는 전하를 띤 입자들과 중성 입자들로 이루어지며, 여기(activation)시키는 방법과 작동 에너지에 따라 열 플라즈마 또는 저온 플라즈마로 구분한다. 열 플라즈마는 전자, 이온, 원자와 분자로 구성된 이온화 기체로, 수천에서 수만 K에 이르는 초고온과 높은 열용량을 갖는 제4의 물질의 상태이다.

[0009] 열플라즈마(Thermal plasma)의 대표적인 발생 방법으로는 직류 또는 교류 아크(Arc) 방전을 발생하는 플라즈마와 고주파(Radio Frequency, RF) 자장에 의한 RF플라즈마가 있다. RF 열플라즈마는 대규모로 높은 순도의 나노 입자를 얻는데 가장 적합한 장치이다. RF 열플라즈마 시스템은 외부환경, 특히 산소와의 접촉을 차단함으로써 생성물의 산화를 막을 수 있다. 또한 전극이 없이 방전이 되기 때문에 높은 순도의 물질을 얻는 것이 가능하다.

[0011] RF 열플라즈마 장치는 플라즈마를 발생시키는 장치이다. 일반적으로 상기 RF플라즈마 장치는 플라즈마를 발생시키는 토치, 상기 토치 내부로 원료를 공급하는 원료 공급부, 반응 공간을 제공하는 반응 챔버 및 입자 포집부를 포함한다.

[0013] [선행기술문헌]

[0014] [특허문헌]

[0015] 한국 공개특허공보 제10-2016-0009817호 (2016.01.27)

발명의 내용

해결하려는 과제

[0017] 본 발명의 목적은 최적의 냉각 가스 주입 위치와 유량조건을 찾고 그 조건에서 입자의 크기를 선택적으로 제조하는 실리콘 나노 분말의 제조방법 및 실리콘 나노 분말을 제조하기 위한 RF 열플라즈마 장치를 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0019] 본 발명의 실시 예를 따르는 실리콘 나노 분말의 제조 방법은, RF 열플라즈마 장치에 RF 열플라즈마 발생 가스를 공급하여 RF 열플라즈마를 발생시키는 단계(단계 1); 상기 단계 1의 RF 열플라즈마 발생 가스의 공급 방향에 대하여 반대방향으로 냉각 장치를 통해 냉각 가스를 주입하는 단계(단계 2); 및 상기 단계 1에서 발생된 RF 열플라즈마에 실리콘 원료 분말을 공급하여 기화 및 냉각시키는 단계(단계 3); 를 포함한다.

[0022] 상기 단계 2의 냉각 가스의 유량은 70L/min 일 수 있다.

[0023] 상기 단계 2의 냉각 가스를 공급하는 냉각 장치의 노즐과 토치 출구와의 간격이 350 mm 일 수 있다.

- [0024] 상기 단계 2의 냉각 가스는 상기 단계 1에서 발생된 플라즈마 영역 중심부를 향하여 주입될 수 있다.
- [0025] 상기 단계 1의 열플라즈마 발생 가스는 수소 및 아르곤일 수 있다.
- [0026] 상기 단계 3의 실리콘 원료 분말은 실리콘 웨어퍼의 생산과정에서 발생된 불량품을 분쇄한 것일 수 있다.
- [0027] 상기 단계 3의 실리콘 원료 분말의 직경은 38 μ m 이하일 수 있다.
- [0028] 또한, 본 발명의 실시 예를 따르는 RF 열플라즈마 장치는 열플라즈마를 발생시키는 토치; 상기 토치에서 발생되는 열플라즈마의 유동 방향으로 확장되는 반응기; 상기 발생된 열플라즈마에 실리콘 원료 분말을 주입하는 원료 공급 장치; 상기 플라즈마 발생 가스의 주입 방향에 대하여 반대방향으로 냉각 가스를 주입하는 냉각 장치;를 포함한다.

발명의 효과

- [0030] 본 발명의 실시 예를 따르는 실리콘 나노 분말의 제조방법 및 실리콘 나노 분말을 제조하기 위한 RF 열플라즈마 장치는, 냉각 가스를 플라즈마 가스와 반대방향으로 주입하여 냉각효과와 기화율을 높이고, 냉각 가스의 유량과 주입 위치를 조절하여 작고 균일한 나노 크기의 입자를 형성할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0032] 도 1은 RF 열플라즈마 장치를 도시한 것이다.
- 도 2는 냉각 장치를 도시한 것이다.
- 도 3은 실리콘 원료 분말의 XRD 패턴을 도시한 것이다.
- 도 4는 실리콘 나노 분말의 XRD 패턴을 도시한 것이다.
- 도 5 내지 도 7은 수소 가스 및 냉각 장치의 사용 여부에 따라 제조된 실리콘 나노 분말의 SEM 사진을 도시한 것이다.
- 도 8 내지 도 12는 본 발명의 실시 예에 따라 제조된 실리콘 나노 분말의 SEM 사진을 도시한 것이다.
- 도 13 내지 도 15는 수소 가스 및 냉각 장치의 사용 여부에 따라 제조된 실리콘 나노 분말의 SEM 사진을 도시한 것이다.
- 도 16 내지 도 18은 수소 가스 및 냉각 장치의 사용 여부에 따라 제조된 실리콘 나노 분말의 입자 크기 분포를 나타낸 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0033] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시 형태들을 다음과 같이 설명한다. 그러나, 본 발명의 실시 형태는 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 이하 설명하는 실시 형태로 한정되는 것은 아니다. 또한, 본 발명의 실시 형태는 당해 기술분야에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 발명을 더욱 완전하게 설명하기 위해서 제공되는 것이다. 따라서, 도면에서의 요소들의 형상 및 크기 등은 보다 명확한 설명을 위해 과장될 수 있으며, 도면 상의 동일한 부호로 표시되는 요소는 동일한 요소이다. 또한, 유사한 기능 및 작용을 하는 부분에 대해서는 도면 전체에 걸쳐 동일한 부호를 사용한다. 덧붙여, 명세서 전체에서 어떤 구성요소를 "포함"한다는 것은 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성요소를 더 포함할 수 있다는 것을 의미한다.
- [0035] 본 발명의 실시 예를 따르는 실리콘 나노 분말의 제조방법은, RF 열플라즈마 장치에 RF 열플라즈마 발생 가스를 공급하여 RF 열플라즈마를 발생시키는 단계(단계 1); 상기 단계 1의 RF 열플라즈마 발생 가스의 공급 방향에 대하여 반대방향으로 냉각 장치를 통해 냉각 가스를 주입하는 단계(단계 2); 및 상기 단계 1에서 발생된 RF 열플라즈마에 실리콘 원료 분말을 공급하여 기화 및 냉각시키는 단계(단계 3); 를 포함한다.
- [0037] 이하, 본 발명의 실시 예를 따르는 실리콘 나노 분말의 제조방법에 대하여 각 단계별로 상세히 설명한다.
- [0039] 먼저, 본 발명의 실시 예를 따르는 실리콘 나노 분말의 제조방법에 있어서, 단계 1은 열플라즈마 장치에 열플라즈마 발생가스를 공급하여 RF 열플라즈마를 발생시키는 단계이다.
- [0041] 본 발명의 실시 예를 따르는 실리콘 나노 분말의 제조방법에 사용되는 RF 열플라즈마 장치(100)는 특별히 한정

되지 않는다. 다만, 일례로 도 1을 참조할 수 있다. 도 1을 참조하면, 공급되는 실리콘 원료 분말에 열원을 공급하는 토치(110); 상기 토치(110) 일측에 전원을 공급하는 전원 공급 장치(120); 상기 토치(110) 하부에 구비되고 열플라즈마 발생 공간을 제공하며 원료 물질들이 반응하는 공간인 반응기(130); 상기 토치(110) 일측에 구비되어 분말 공급 라인을 통해 원료 물질인 실리콘 분말을 상기 토치(110)에 공급하는 원료 공급 장치(140); 상기 토치(110) 일측에 구비되어 RF 열플라즈마 발생 가스 공급 라인을 통해 토치(110)로 열플라즈마 가스를 공급하는 발생 가스 공급 장치(150); 상기 반응기(130) 일측에 구비되어 반응기 내에 냉각 가스를 주입하는 냉각 장치(160); 상기 반응기(130)의 일측에 구비되는 사이클론(180); 상기 반응기와 사이클론을 연결하는 커넥션 튜브(170); 상기 사이클론의 일측에 구비된 백필터(191); 및 백필터의 일측에 구비된 진공 펌프(192)를 포함할 수 있다.

- [0043] 상기 토치(110)는 최상단에 수직방향으로 구비되어, 원료 공급 장치(140)로부터 실리콘 원료 분말을 플라즈마 영역에 공급시키기 위한 캐리어 가스 투입구와; 상기 캐리어 가스 투입구 하단에 연결되어 플라즈마 토치 내부로 캐리어 가스를 주입시키는 노즐과; 상기 노즐이 내부로 삽입되어, 상하 중앙부 근처에 노즐의 끝단부를 위치시키는 가동관과; 플라즈마 발생가스 공급 장치(150)로부터 가동관과 음극통 사이에 분사되도록 형성되는 쉬스(Sheath) 가스 투입구와; 상기 가동관과 이격되게 설치되어 가동관 내부에 유도과열에 의한 플라즈마를 생성시키는 유도코일을 포함한다.
- [0045] 상기 가동관에는 중심 가스가 도입되며, 상기 가동관과 유도코일 사이에 분말의 흡착을 방지하는 쉬스 가스가 도입된다.
- [0047] 상기 쉬스 가스는 아르곤 가스와 수소 가스의 혼합물이 이용되고 아르곤 가스의 유량은 50 L/min, 수소 가스의 유량은 10 L/min 일 수 있다. 상기 중심 가스는 아르곤 가스가 이용될 수 있고 유량은 20L/min 일 수 있다.
- [0049] 토치 출구의 직경은 상기 토치의 노즐 직경보다 큰 것이 바람직하며, 이는 실리콘 원료 분말이 기화될 수 있도록 플라즈마 속도를 조절하기 위함이다.
- [0051] 본 발명의 실시 예에 따른 RF 열플라즈마 장치(100)의 전원 공급 장치(120)는 직류 전원이 사용되며, 전압은 9 psi, 입력전력은 25 kW 로 공급될 수 있다.
- [0053] 또한, 본 발명에 따른 RF 열플라즈마는 상기 유도코일에 흐르는 전류에 의해 형성된 자기장이 생기고 자기장 주변으로 형성되는 전기장이 전자를 가속시키고 가속된 원자들의 연속적 충돌로 인해 이온화되어 형성될 수 있다.
- [0055] 다음으로, 본 발명에 따른 실리콘 나노 분말의 제조방법에 있어서, 단계 2는 상기 단계 1의 RF 열플라즈마 발생 가스의 공급 방향에 대하여 반대방향으로 냉각 장치를 통해 냉각 가스를 주입하는 단계이다.
- [0057] 본 발명의 실시 예에 따른 냉각 장치(160)는 특별히 한정되지 않는다. 다만, 일례로 도 2를 참조할 수 있다. 도 2를 참조하면, 냉각 가스 주입구(163)와; 상기 냉각 가스 주입구(163)에서 공급된 냉각 가스가 열플라즈마 배출 방향의 역방향으로 분사되도록 수직으로 구비된 원통형 튜브인 이동관(161)과; 상기 이동관(161)을 고정시키고 상기 반응기(130) 바닥의 구멍을 막음으로써 반응기를 밀폐시킬 수 있는 홀더(162)와; 상기 이동관(161)을 통과한 냉각 가스를 반응기 내부로 배출시키는 배출구(164)와; 상기 이동관을 냉각시키는 냉각수가 주입되는 냉각수 주입구(165)와; 상기 냉각수 주입구(165)를 통해 주입된 냉각수가 배출되는 냉각수 배출구(166)를 포함한다.
- [0059] 상기 단계 2의 냉각 가스는 상기 단계 1에서 발생된 플라즈마 영역 중심부를 향하여 열플라즈마 발생 가스와 반대방향으로 주입된다. 냉각 가스는 아르곤 가스와 같은 불활성 기체일 수 있다. 작고 균일한 실리콘 나노 분말 입자를 제조하기 위해 냉각 가스의 유량, 냉각 장치의 노즐과 토치 출구와의 간격을 조절할 수 있다. 상기 냉각 가스의 유량은 30 내지 75 L/min 일 수 있다. 바람직하게는 65 내지 75 L/min 유량에서 작고 균일한 실리콘 나노 분말 입자가 제조될 수 있다. 상기 냉각 장치는 상하로 이동이 가능하여 토치 출구와의 간격을 조절함으로써 작고 균일한 실리콘 나노 분말을 제조할 수 있다. 상기 조절 가능한 간격은 토치 출구로부터 홀더가 이동관을 고정시킬 수 있는 높이까지이다. 냉각 장치의 노즐과 토치 출구와의 간격은 150 내지 400 mm일 수 있다. 상기 간격이 150 mm보다 가까워지면 토치 바로 밑에서 쏘아 올리는 냉각 가스에 의해서 안정적인 플라즈마 상태를 기대하기 힘들어지고, 400 mm 보다 멀어지면 냉각 가스를 사용하는 효과가 급격히 떨어진다. 바람직하게는 300 내지 400 mm 의 간격일 수 있다. 상기 간격에서 작고 균일한 실리콘 나노 분말 입자가 제조될 수 있다.
- [0061] 다음으로, 본 발명에 따른 실리콘 나노 분말의 제조방법에 있어서, 단계 3은 상기 단계 1에서 발생된 RF 열플라즈마에 실리콘 원료 분말을 공급하여 기화 및 냉각시키는 단계이다.
- [0063] 구체적으로, 상기 단계 3의 실리콘 원료 분말 공급은 상기 단계 1에서 열플라즈마 발생 방향으로 공급되는 것이

바람직하며, 비열이 높은 실리콘 원료 분말을 효과적으로 기화시킬 수 있다. 상기 실리콘 원료 분말을 열플라즈마 발생 방향으로 공급하게 되면, 주입된 원료 분말이 고온 플라즈마의 흐름을 따라 고온영역에서 비교적 오랫동안 머무르게 되어 완전한 기화가 일어날 수 있다. 이 때 상기 실리콘 원료 분말을 공급하기 위해 아르곤 가스와 같은 불활성 기체가 캐리어 가스로 사용될 수 있다.

- [0065] 상기 원료 공급 장치에서 캐리어 가스 투입구를 통해 주입되는 실리콘 원료 분말은 실리콘 웨이퍼의 생산과정에서 발생된 불량품을 분쇄한 것으로, 직경이 25 내지 50 μm , 바람직하게는 38 μm 일 수 있고 주입속도는 0.5 내지 2 g/min, 바람직하게는 1 g/min 일 수 있다. 상기 주입된 실리콘 원료 분말은 상기 반응기에서 형성된 고온의 열플라즈마 영역을 통과하면서 기화됨과 동시에 주입되고 있는 냉각 가스에 의해 급격히 냉각된다.
- [0067] 본 발명의 실시 예에 따른 RF 열플라즈마 장치(100)의 반응기(130)는 상기 토치(110)의 하부에 수직방향으로 구비된 중공의 원통으로서, 내벽을 둘러싸는 단열 튜브와; 상기 단열 튜브 내에 위치하며 열플라즈마가 분출되는 토치(110) 출구를 포함한다.
- [0069] 상기 반응기 내 공기의 유입으로 인한 실리콘의 산화를 막기 위해 밀폐된 상태에서 반응을 수행하는 것이 바람직하다. 상기 냉각 장치의 홀더(162)는 반응기 바닥의 구멍을 막음으로써 반응기를 밀폐시키는 역할을 한다. 도 3 및 도 4를 참조하면, 실리콘의 피크 외에 다른 물질의 피크는 나타나지 않은 것을 확인하였다. 이는 실리콘 원료 분말이 공정 과정에서 산화되거나 다른 물질로 전환되지 않았음을 나타낸다.
- [0071] 열플라즈마에 의해 기화된 실리콘 원료 분말이 상기 냉각 가스에 의해 커넥션 튜브(170)와 반응기(130) 내부 벽에서 급냉(quenching)되어 과포화, 핵 생성 및 입자성장의 과정을 거쳐 구형화된 실리콘 나노 분말이 최종적으로 얻어진다.
- [0073] 또한, 상기 냉각 장치를 통해 열플라즈마 발생 가스와 반대방향으로 주입된 냉각가스는 플라즈마 흐름에 난류를 형성시켜 실리콘 원료 분말이 재순환되어 고온의 플라즈마 영역에서 체류하는 시간을 더 길게 만들어서 기화율을 높이는 역할을 한다.
- [0075] 생성된 실리콘 나노 분말은 사이클론(180)이나 백필터(191)를 통해 포집될 수 있다.
- [0077] 이로써, 본 발명에 따른 실리콘 나노 분말을 제조할 수 있다.
- [0079] 본 발명의 실시 예를 따르는 RF 열플라즈마 장치를 설명한다.
- [0081] 본 발명의 실시 예를 따르는 실리콘 나노 분말을 제조하기 위한 RF 열플라즈마 장치는 RF 열플라즈마를 발생시키는 토치; 상기 토치에서 발생하는 열플라즈마의 유동 방향으로 확장되는 반응기; 상기 발생된 열플라즈마에 실리콘 원료 분말을 주입하는 원료 공급 장치; 및 상기 플라즈마 발생 가스의 주입 방향에 대하여 반대방향으로 냉각 가스를 주입하는 냉각 장치;를 포함한다.
- [0083] 상기 냉각 장치에서 주입되는 냉각 가스의 유량은 70 L/min 일 수 있다.
- [0085] 상기 냉각 장치의 노즐과 토치 출구와의 간격은 350 mm 일 수 있다.
- [0087] 상기 냉각 장치는 냉각 가스를 열플라즈마 영역 중심부를 향하여 주입할 수 있다.
- [0089] 상기 RF 열플라즈마 장치의 토치에 주입되는 열플라즈마 발생 가스는 수소 및 아르곤일 수 있다.
- [0091] 상기 원료 공급 장치에 주입하는 실리콘 원료 분말은 실리콘 웨이퍼의 생산과정에서 발생된 불량품을 분쇄한 것일 수 있다.
- [0093] 상기 원료 공급 장치에 주입하는 실리콘 원료 분말의 직경은 38 μm 이하일 수 있다.
- [0095] 도 1은 실리콘 나노 분말 제조를 위한 RF 열플라즈마 장치를 도시한다.
- [0097] 도 1을 참조하면, RF 열플라즈마 발생 장치(100)는 공급되는 실리콘 분말에 열원을 공급하는 토치(110); 상기 토치(110) 일측에 전원을 공급하는 전원 공급 장치(120); 상기 토치(110) 하부에 구비되고 열플라즈마 발생 공간을 제공하며 원료 물질들이 반응하는 공간인 반응기(130); 상기 토치(110) 일측에 구비되어 분말 공급 라인을 통해 원료 물질인 실리콘 분말을 상기 토치(110)에 공급하는 원료 공급 장치(140); 상기 토치(110) 일측에 구비되어 RF 열플라즈마 발생 가스 공급 라인을 통해 토치(110)로 열플라즈마 가스를 공급하는 발생 가스 공급 장치(150); 상기 반응기(130) 일측에 구비되어 반응기 내에 냉각 가스를 주입하는 냉각 장치(160); 상기 반응기(130)의 일측에 구비되는 사이클론(180); 상기 반응기와 사이클론을 연결하는 커넥션 튜브(170); 상기 사이클론

의 일측에 구비된 백필터(191); 및 백필터의 일측에 구비된 진공 펌프(192)를 포함한다.

- [0099] 도 1을 참조하면, 상기 토치(110)는 최상단에 수직방향으로 구비되어, 원료 공급 장치(140)로부터 실리콘 원료 분말을 플라즈마 영역에 공급시키기 위한 캐리어 가스 투입구와; 상기 캐리어 가스 투입구 하단에 연결되어 플라즈마 토치 내부로 캐리어 가스를 주입시키는 노즐과; 상기 노즐이 내부로 삽입되어, 상하 중앙부 근처에 노즐의 끝단부를 위치시키는 가동관과; 플라즈마 발생가스 공급 장치(150)로부터 가동관과 음극통 사이에 분사되도록 형성되는 쉬스(Sheath) 가스 투입구와; 상기 가동관과 이격되게 설치되어 가동관 내부에 유도가열에 의한 플라즈마를 생성시키는 유도코일을 포함한다.
- [0101] 도 1을 참조하면, 상기 RF 열플라즈마 장치(100)의 반응기(130)는 상기 토치(110)의 하부에 수직방향으로 구비된 중공의 원통으로서, 내벽을 둘러싸는 단열 튜브와; 상기 단열 튜브 내에 위치하며 열플라즈마가 분출되는 토치(110) 출구를 포함한다.
- [0103] 상기 토치(110) 및 반응기(130)는 냉각수로 냉각되도록 냉각수 출입구를 더 포함할 수 있다.
- [0105] 상기 반응기(130)의 단열 튜브는 흑연으로 이루어지고 2 이상의 종류일 수 있다. 상기 2 이상의 단열 튜브는 형상 및 직경이 서로 다를 수 있다.
- [0107] 도 2는 도 1의 냉각 장치(160)를 확대하여 나타낸 것이다.
- [0109] 도 2를 참조하면, 상기 냉각 장치(160)는 냉각 가스 주입구(163)와; 상기 냉각 가스 주입구(163)에서 공급된 냉각 가스가 열플라즈마 배출 방향의 역방향으로 분사되도록 수직으로 구비된 원통형 튜브인 이동관(161)과; 상기 이동관(161)을 고정시키고 상기 반응기(130) 바닥의 구멍을 막음으로써 반응기를 밀폐시킬 수 있는 홀더(162)와; 상기 이동관(161)을 통과한 냉각 가스를 반응기 내부로 배출시키는 배출구(164)와; 상기 이동관을 냉각시키는 냉각수가 주입되는 냉각수 주입구(165)와; 상기 냉각수 주입구(165)를 통해 주입된 냉각수가 배출되는 냉각수 배출구(166)를 포함한다. 상기 이동관(161)은 스테인리스 재질의 원통형 튜브로서 내부에 3중관을 포함할 수 있다. 상기 3중관의 외부로 냉각수가 흐르고 내부로 냉각 가스가 흐를 수 있다.
- [0111] 본 발명은 상기 냉각 장치(160)의 노즐과 토치 출구와의 간격을 상하로 조절함에 따라 실리콘 나노 분말의 크기를 제어하는 것을 특징으로 한다.
- [0113] 이하, 본 발명을 하기의 실시 예 및 실험 예에 의해 보다 상세하게 설명한다.
- [0114] 단, 하기 실시 예 및 실험 예는 본 발명의 내용을 예시하는 것일 뿐 발명의 범위가 실시 예 및 실험 예에 의해 한정되는 것은 아니다.
- [0116] 본 실험에서 4 MHz, 30 kW의 RF 열플라즈마 장치(PL-35, TEKNA Plasma Systems)가 고온의 열플라즈마를 생성하는데 사용되었다.
- [0118] <실시 예 1> 실리콘 나노 분말의 제조 1
- [0119] 단계 1 : RF 열플라즈마를 발생시키는 단계
- [0120] 도 1에 나타난 RF 열플라즈마 장치의 토치에 RF 열플라즈마 발생 가스로 아르곤(Ar)을 공급하였으며, 하기 표 1의 운전조건으로 열플라즈마를 발생시켰다.
- [0122] 단계 2 : 냉각 가스 주입 단계
- [0123] 상기 단계 1의 RF 열플라즈마 발생 가스의 공급 방향에 대하여 반대방향으로 냉각 장치를 통해 냉각 가스를 주입하였다. 냉각 가스의 유량은 45 L/min 였다. 이 때, 토치 출구와 냉각 장치 노즐 사이 간격은 150 mm 였다.
- [0125] 단계 3 : 실리콘 원료 분말을 공급하여 기화 및 냉각시키는 단계
- [0126] 상기 단계 1의 열플라즈마 장치의 토치의 일측에 구비된 원료 공급 장치를 통해 실리콘 원료 분말을 공급하여 실리콘 원료 분말을 기화 및 냉각시켰다. 캐리어 가스의 유량은 5 L/min 였다.

표 1

구분	운전조건
플라즈마 전력	25 kW
플라즈마 가스	아르곤 : 20 L/min
실리콘 원료 분말 공급량	1 g/min

토치 출구와 냉각 장치 노즐 사이 간격	150 mm
쉬스(sheath) 가스	아르곤 : 60 L/min
냉각 가스	45 L/min
캐리어 가스	아르곤 : 5 L/min

[0130] <실시 예 2> 실리콘 나노 분말의 제조 2

[0131] 상기 실시 예 1의 단계 1에서 하기 표 2와 같은 운전 조건으로 RF 열플라즈마 발생 가스가 아르곤 및 수소의 혼합 가스인 것을 제외하고는 상기 실시 예 1과 동일하게 수행하여 실리콘 나노 분말을 제조하였다.

표 2

구분	운전조건
플라즈마 전력	25 kW
플라즈마 가스	아르곤 : 20 L/min
실리콘 원료 분말 공급량	1 g/min
토치 출구와 냉각 장치 노즐 사이 간격	150 mm
쉬스(sheath) 가스	아르곤 : 50 L/min 수소 : 10 L/min
냉각 가스	45 L/min
캐리어 가스	아르곤 : 5 L/min

[0135] <실시 예 3> 실리콘 나노 분말의 제조 3

[0136] 상기 실시 예 2의 단계 2에서 하기 표 3과 같은 운전 조건으로 냉각 가스의 유량이 30 L/min, 토치 출구와 냉각 장치 노즐 사이의 간격이 350 mm 인 것을 제외하고는 상기 실시 예 2와 동일하게 수행하여 실리콘 나노 분말을 제조하였다.

표 3

구분	운전조건
플라즈마 전력	25 kW
플라즈마 가스	아르곤 : 20 L/min
실리콘 원료 분말 공급량	1 g/min
토치 출구와 냉각 장치 노즐 사이 간격	350 mm
쉬스(sheath) 가스	아르곤 : 50 L/min 수소 : 10 L/min
냉각 가스	30 L/min
캐리어 가스	아르곤 : 5 L/min

[0140] <실시 예 4> 실리콘 나노 분말의 제조 4

[0141] 상기 실시 예 2의 단계 2에서 하기 표 4와 같은 운전 조건으로 냉각 가스의 유량이 50 L/min, 토치 출구와 냉각 장치 노즐 사이의 간격이 350 mm 인 것을 제외하고는 상기 실시 예 2와 동일하게 수행하여 실리콘 나노 분말을 제조하였다.

표 4

구분	운전조건
플라즈마 전력	25 kW
플라즈마 가스	아르곤 : 20 L/min
실리콘 원료 분말 공급량	1 g/min
토치 출구와 냉각 장치 노즐 사이 간격	350 mm
쉬스(sheath) 가스	아르곤 : 50 L/min 수소 : 10 L/min
냉각 가스	50 L/min
캐리어 가스	아르곤 : 5 L/min

[0145] <실시 예 5> 실리콘 나노 분말의 제조 5

[0146] 상기 실시 예 2 의 단계 2에서 하기 표 5와 같은 운전 조건으로 냉각 가스의 유량이 70 L/min, 토치 출구와 냉각 장치 노즐 사이의 간격이 350 mm 인 것을 제외하고는 상기 실시 예 2와 동일하게 수행하여 실리콘 나노 분말을 제조하였다.

표 5

[0148]

구분	운전조건
플라즈마 전력	25 kW
플라즈마 가스	아르곤 : 20 L/min
실리콘 원료 분말 공급량	1 g/min
토치 출구와 냉각 장치 노즐 사이 간격	350 mm
쉬스(sheath) 가스	아르곤 : 50 L/min 수소 : 10 L/min
냉각 가스	70 L/min
캐리어 가스	아르곤 : 5 L/min

[0150] <실시 예 6> 실리콘 나노 분말의 제조 6

[0151] 상기 실시 예 2 의 단계 2에서 하기 표 6와 같은 운전 조건으로 냉각 가스의 유량이 70 L/min, 토치 출구와 냉각 장치 노즐의 간격이 250 mm 인 것을 제외하고는 상기 실시 예 2과 동일하게 수행하여 실리콘 나노 분말을 제조하였다.

표 6

[0153]

구분	운전조건
플라즈마 전력	25 kW
플라즈마 가스	아르곤 : 20 L/min
실리콘 원료 분말 공급량	1 g/min
토치 출구와 냉각 장치 노즐 사이 간격	250 mm
쉬스(sheath) 가스	아르곤 : 50 L/min 수소 : 10 L/min
냉각 가스	70 L/min
캐리어 가스	아르곤 : 5 L/min

[0155] <실시 예 7> 실리콘 나노 분말의 제조 7

[0156] 상기 실시 예 2 의 단계 2에서 하기 표 7와 같은 운전 조건으로 냉각 가스의 유량이 70 L/min, 토치 출구와 냉각 장치 노즐의 간격이 150 mm 인 것을 제외하고는 상기 실시 예 2과 동일하게 수행하여 실리콘 나노 분말을 제조하였다.

표 7

[0158]

구분	운전조건
플라즈마 전력	25 kW
플라즈마 가스	아르곤 : 20 L/min
실리콘 원료 분말 공급량	1 g/min
토치 출구와 냉각 장치 노즐 사이 간격	150 mm
쉬스(sheath) 가스	아르곤 : 50 L/min 수소 : 10 L/min
냉각 가스	70 L/min
캐리어 가스	아르곤 : 5 L/min

[0160] <비교 예 1>

- [0161] 단계 1 : RF 열플라즈마를 발생시키는 단계
- [0162] 도 1에 나타난 열플라즈마 장치의 토치에 RF 열플라즈마 발생 가스로 아르곤을 공 및 수소를 공급하였으며, 하기 표 8의 운전조건으로 열플라즈마를 발생시켰다.
- [0164] 단계 2 : 실리콘 분말 공급 및 기화 단계
- [0165] 상기 단계 1의 열플라즈마 장치의 토치의 일측에 구비된 원료 공급 장치를 통해 실리콘 원료 분말을 공급하여 실리콘 원료 분말을 기화시켰다.
- [0167] 단계 3 : 상기 단계 2에서 기화된 실리콘 원료 분말은 열플라즈마의 급격한 온도 구배에 의해서 자연 냉각되었다.

표 8

구분	운전조건
플라즈마 전력	25 kW
플라즈마 가스	아르곤 : 20 L/min
실리콘 원료 분말 공급량	1 g/min
토치 출구와 냉각 장치 노즐 사이 간격	-
쉬스(sheath) 가스	아르곤 : 50 L/min 수소 : 10 L/min
냉각 가스	-
캐리어 가스	아르곤 : 5 L/min

- [0171] <실험 예 1> SEM 분석
- [0172] 상기 실시 예 1 내지 3에서 제조된 실리콘 나노 분말을 SEM으로 관찰하였으며 그 결과를 도 5 내지 도 7에 나타내었다.
- [0173] 도 5 및 도 7에서의 입자를 보면 수소 가스와 냉각 장치를 같이 사용한 도 6와는 달리 기화가 되지 않은 큰 입자가 비교적 많이 남아있음을 확인할 수 있었다.
- [0175] <실험 예 2> 표면적 분석
- [0176] 상기 실시 예 1, 2 및 비교 예 1에서 제조된 실리콘 나노 분말의 표면적과 환산 입경을 표 9에 나타내었다.
- [0177] 표 9에서 환산입경(D_{eq})은 화학식 1을 통해 얻을 수 있다.
- [0179] [수학식 1]

$$D_{eq} = \frac{6}{SSA \times \rho}$$

- [0180]
- [0181] 상기 화학식 1에서 SSA는 분말 입자의 표면적이며 ρ 는 실리콘의 밀도를 의미한다.
- [0183] 수소가스와 냉각 장치를 함께 사용한 실시 예 2에서 입자의 표면적이 가장 크게 분석되었으며 환산 입경도 마찬가지로 가장 작게 나온 것을 확인할 수 있었다. 분석 결과로부터 기화율이 떨어져 비교적 큰 입자들이 높은 비율로 존재할 때, 표면적이 작아지고 환산입경이 증가하는 것을 확인할 수 있었다.

표 9

	SSA (m^2/g)	D_{eq} (nm)
실시 예 1	28.83	89.32
실시 예 2	83.10	30.99
비교 예 1	14.36	179.32

- [0187] <실험 예 3> SEM 분석
- [0188] 상기 실시 예 3 내지 7에서 제조된 실리콘 나노 분말을 SEM으로 관찰하였으며 도 8 내지 도 12에 나타내었다.
- [0189]
- [0190] 도 8 내지 도 10으로 갈수록 더 많은 입자가 기화되어 도 10에서 큰 입자가 현저하게 줄어든 것을 확인할 수 있었다. 도 11과 도 12는 도 10에 비해 각지고 큰 입자가 많이 확인되며 이는 기화율이 떨어졌음을 알 수 있었다. 실시 예 5에서 기화가 가장 잘 일어나 나노 입자 형성이 가장 뛰어났음을 확인할 수 있었다.
- [0192] <실험 예 4>
- [0193] 실시 예 3 내지 7에서 제조된 실리콘 나노 분말을 SEM 으로 관찰하여 고배율(x100,000)로 확대하였으며 그 결과를 도 13 내지 도 15에 도시하였다.
- [0194]
- [0195] 같은 간격에서 냉각 가스의 유량이 많아지면서 실리콘 나노 입자의 크기가 작아지는 것을 SEM 사진을 통해 확인할 수 있었다.
- [0197] <실험 예 5>
- [0198] 실시 예 4 내지 6에서 제조된 실리콘 나노 분말의 입자 크기 분포를 도 16 내지 도 18에 나타내었다.
- [0199] 냉각 가스의 유량이 많아질수록 입자의 크기 분포가 균일해짐을 확인할 수 있었다.
- [0201] <실험 예 6>
- [0202] 실시 예 4 내지 6에서 제조된 실리콘 나노 분말의 평균 입자 크기를 표 10에 나타내었다.
- [0203] 실시 예 5에서 가장 작고 사이즈 분포가 좁은 균일한 크기를 갖는 입자가 제조됨을 확인할 수 있었다.

표 10

[0205]	실시 예 3	실시 예 4	실시 예 5
평균 입자 크기 (nm)	53.17	41.72	31.73

- [0207] 본 발명은 상술한 실시 형태 및 첨부된 도면에 의해 한정되는 것이 아니며 첨부된 청구범위에 의해 한정하고자 한다. 따라서, 청구범위에 기재된 본 발명의 기술적 사상을 벗어나지 않는 범위 내에서 당 기술분야의 통상의 지식을 가진 자에 의해 다양한 형태의 치환, 변형 및 변경이 가능할 것이며, 이 또한 본 발명의 범위에 속한다고 할 것이다.

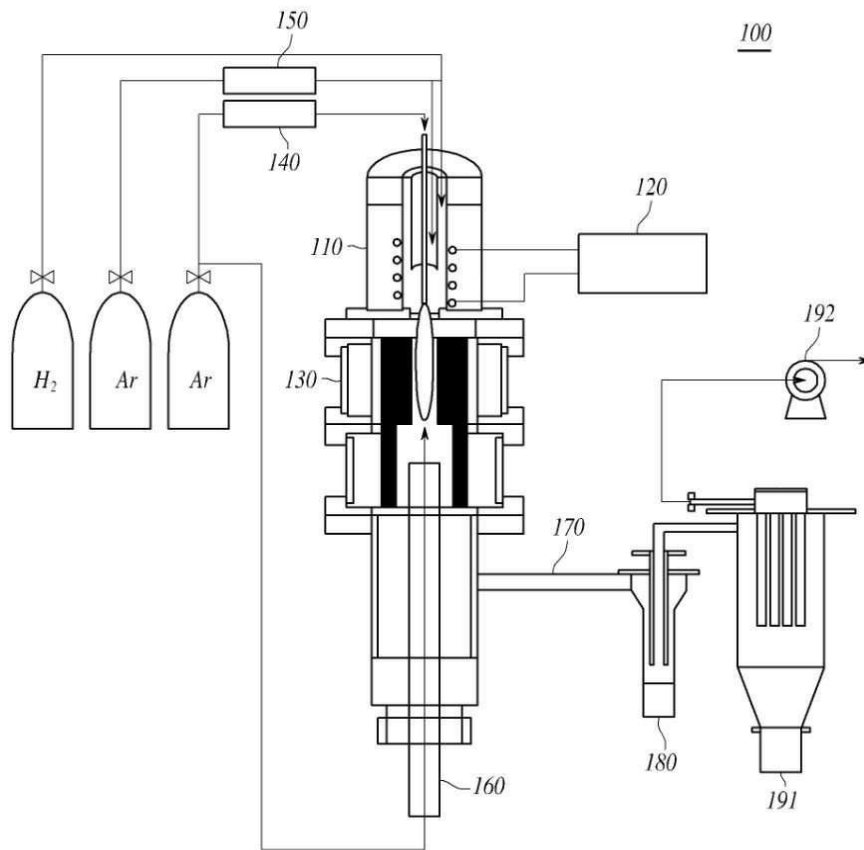
부호의 설명

- [0209] 100 : RF 열플라즈마 장치
- 110 : 토치
- 120 : 전원 공급 장치
- 130 : 반응기
- 140 : 원료 공급 장치
- 150 : 플라즈마 발생가스 공급 장치
- 160 : 냉각 장치
- 161 : 이동관
- 162 : 홀더

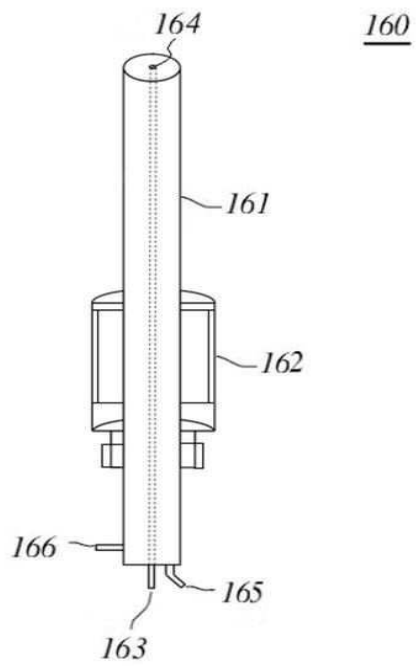
- 163 : 냉각 가스 주입구
- 164 : 냉각 가스 배출구
- 165 : 냉각수 주입구
- 166 : 냉각수 배출구
- 170 : 커넥션 튜브
- 180 : 사이클론
- 191 : 백필터
- 192 : 진공 펌프

도면

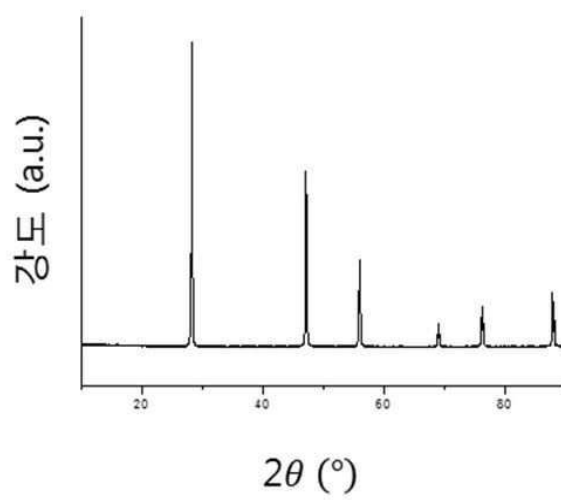
도면1



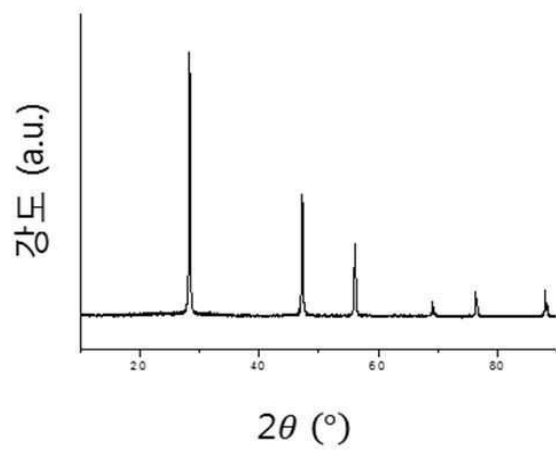
도면2



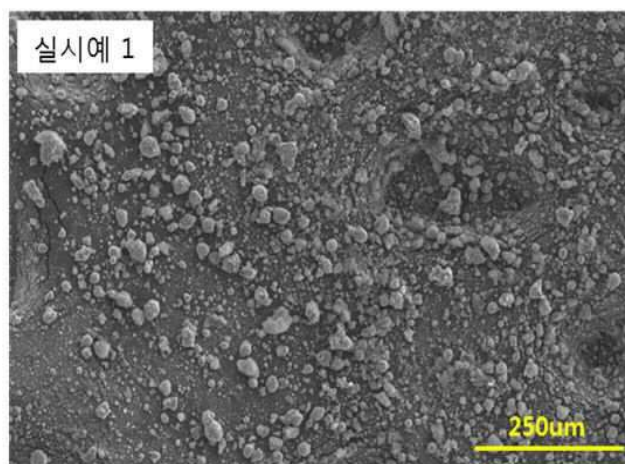
도면3



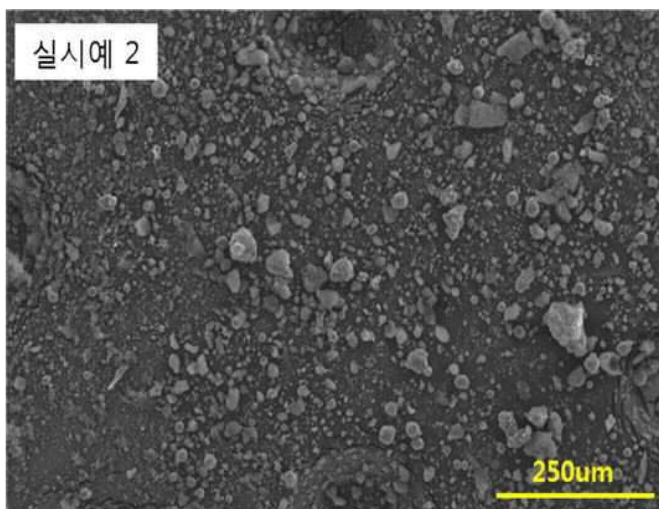
도면4



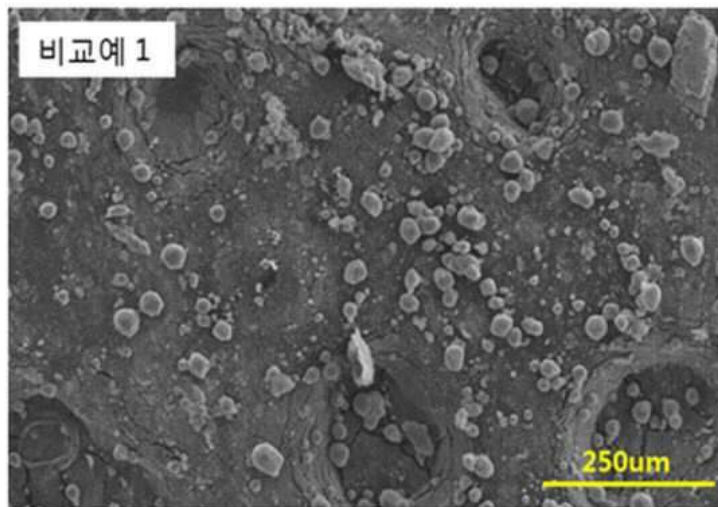
도면5



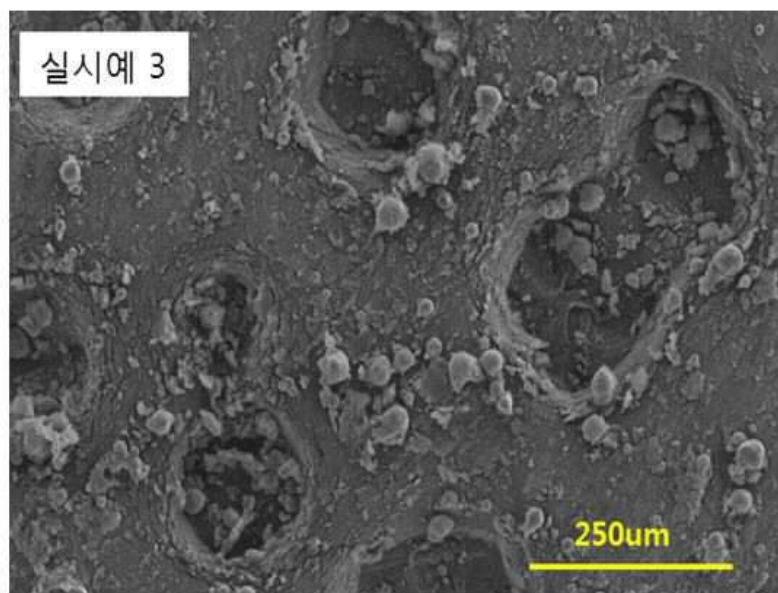
도면6



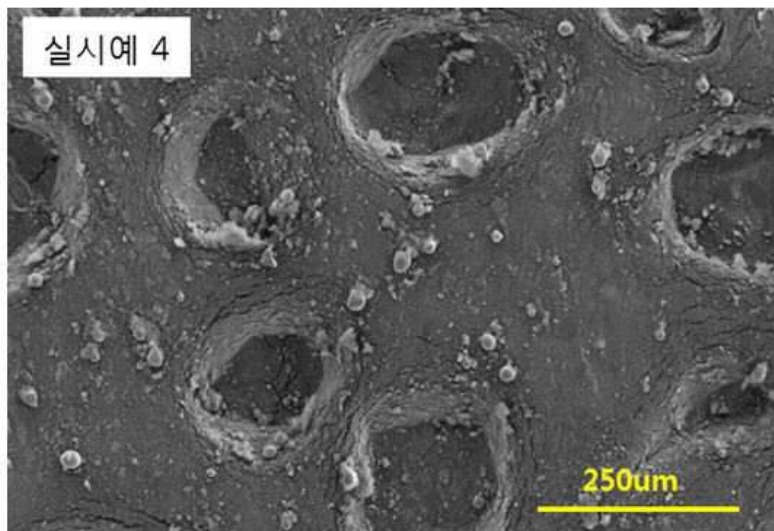
도면7



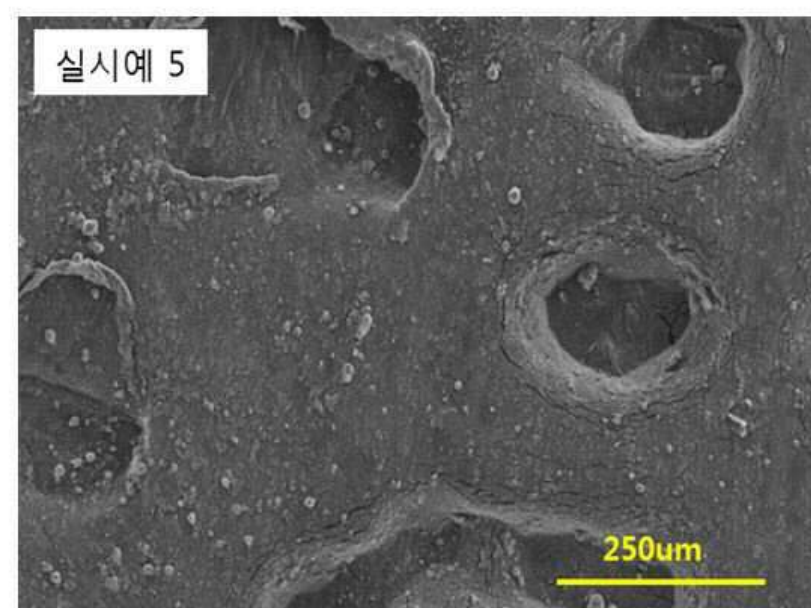
도면8



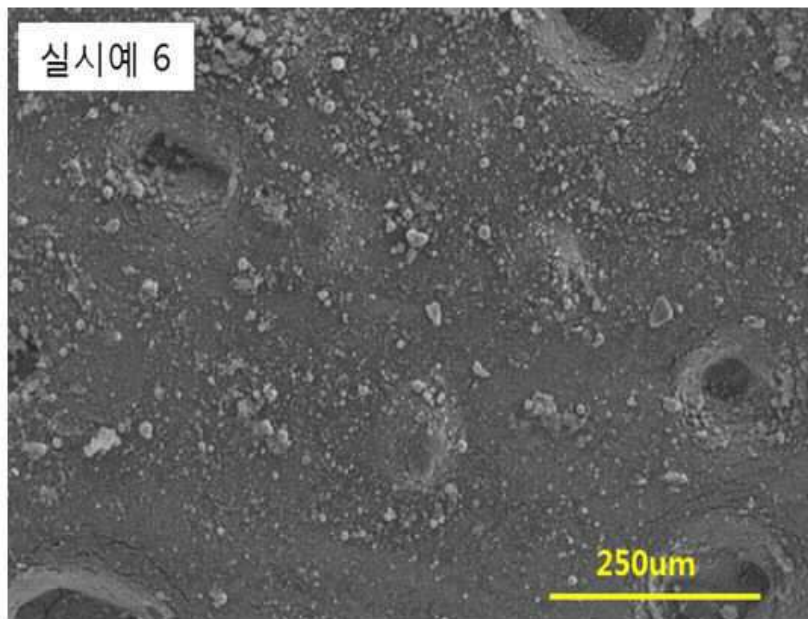
도면9



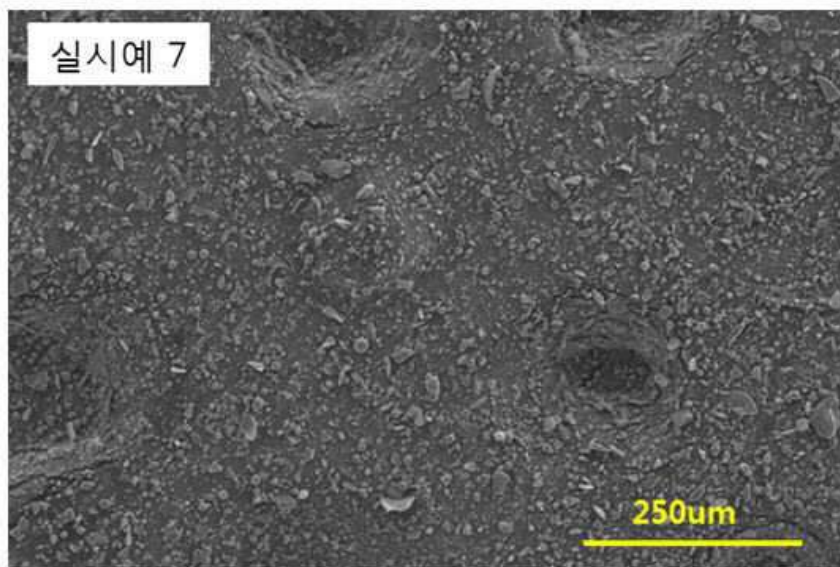
도면10



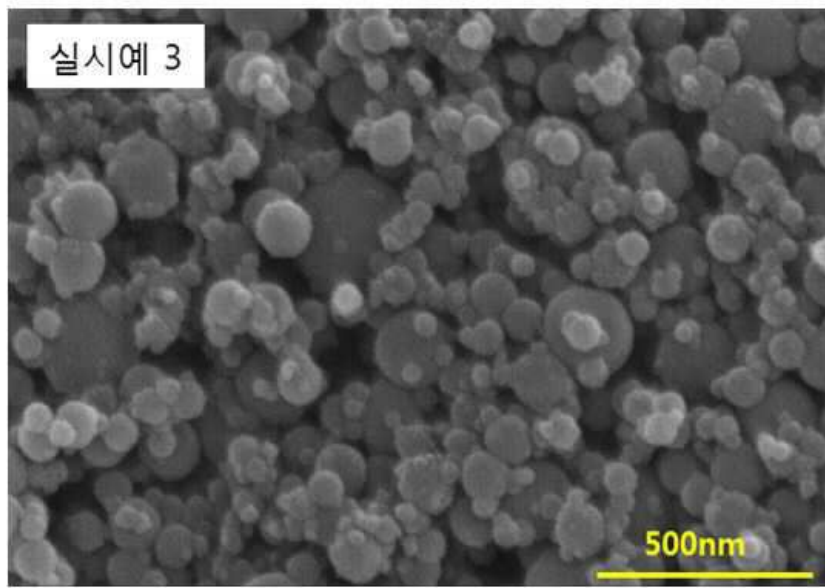
도면11



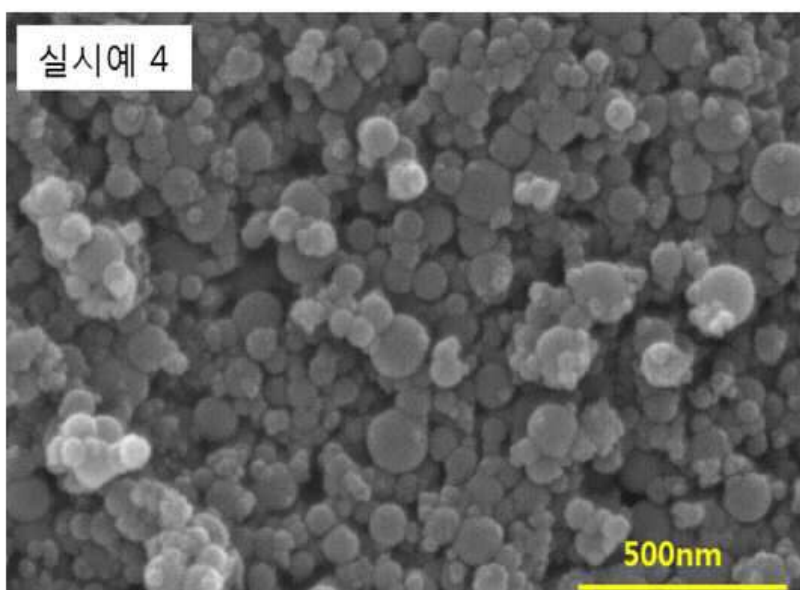
도면12



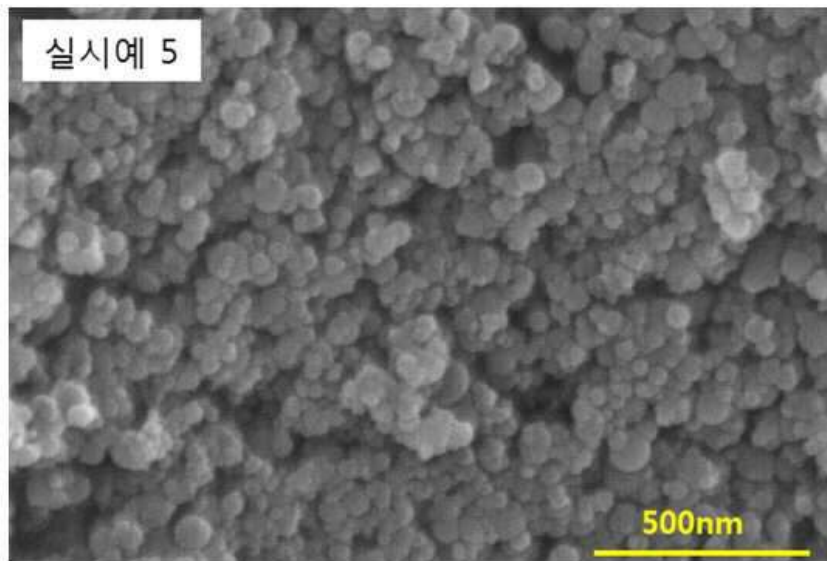
도면13



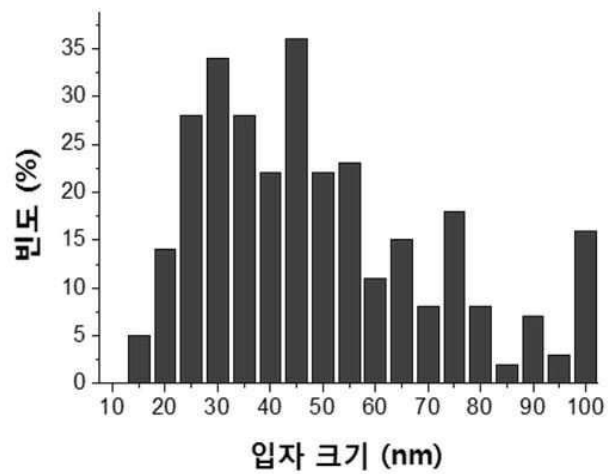
도면14



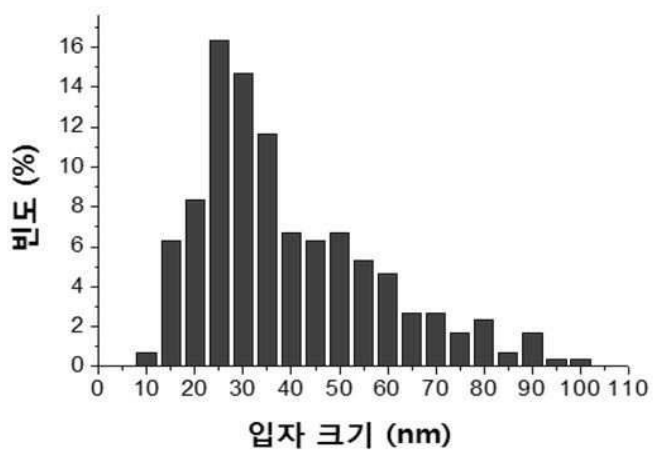
도면15



도면16



도면17



도면18

