(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2015년06월09일
(11) 등록번호 10-1525957
(24) 등록일자 2015년05월29일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B82B 3/00 (2006.01) *B82B 1/00* (2006.01)
(21) 출원번호 10-2014-0000570
(22) 출원일자 2014년01월03일
심사청구일자 2014년01월03일
(56) 선행기술조사문헌
Materials Science and Engineering A, 2004, Vol. 381, pp. 249-258.*
Composites Science and Technology, 2001, Vol. 61, pp.1899-1912.
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
인하대학교 산학협력단
인천광역시 남구 인하로 100, 인하대학교 (용현동)
(72) 발명자
박동화
서울 서초구 잠원로 88, 303동 204호 (잠원동, 신반포아파트)
라예슬
울산 동구 방어진순환도로 995, 123동 1108호 (서부동, 현대패밀리서부아파트)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
이원희

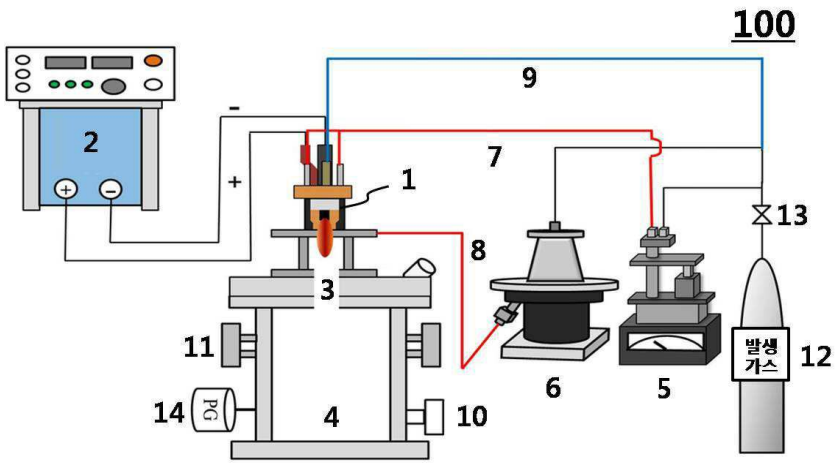
전체 청구항 수 : 총 4 항 심사관 : 정명주

(54) 발명의 명칭 **열플라즈마를 이용한 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체**

(57) 요 약

본 발명은 열플라즈마 제트 발생 가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계(단계 1); 상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 실리콘 분말을 공급하여 열플라즈마 장치의 반응관 내에서 실리콘 분말을 용융 및 기화시키는 단계(단계 2); 및 열플라즈마 장치의 반응관 내로 탄소 나노 튜브를 투입하는 단계(단계 3);를 포함하는 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 제조방법을 제공한다. 본 발명에 따른 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 제조방법은 열플라즈마 제트를 이용함으로써 짧은 시간 동안에 실리콘 분말에 열을 가하고 냉각시켜 나노 크기의 입자를 형성하여 탄소 나노 튜브에 부착시킬 수 있다. 이에 따라, 공정 시간이 상대적으로 짧으며, 공정 조건의 제어가 쉽다는 장점이 있다.

대 표 도 - 도1



(72) 발명자

최수석

인천 남구 인하로 100, 게스트하우스 906호 (용현동, 인하대학교)

김태희

경기 부천시 소사구 경인로120번길 11, 101동 213호 (송내동, 청실아파트)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	48807-2
부처명	산업통상자원부
연구관리전문기관	한국산업기술진흥원
연구사업명	지역혁신센터(RIC)
연구과제명	플라즈마를 이용한 질소계 악취오염물질 처리공정
기 여 율	1/1
주관기관	인하대학교 산학협력단
연구기간	2013.03.01 ~ 2014.02.28

명 세 서

청구범위

청구항 1

열플라즈마 제트 발생 가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계(단계 1);

상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 실리콘 분말을 공급하여 열플라즈마 장치의 반응관 내에서 실리콘 분말을 용융 및 기화시키는 단계(단계 2); 및

열플라즈마 장치의 반응관 내로 탄소 나노 튜브를 투입하되, 상기 단계 2의 실리콘 분말과 5 내지 100 : 1의 중량비(탄소 나노 튜브 : 실리콘 분말의 중량비)로 투입하여, 탄소 나노 튜브에 상기 단계 2에서 용융 및 기화된 실리콘 분말을 1 내지 500 nm 크기의 나노 입자 형태로 부착시키는 단계(단계 3);를 포함하는 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 단계 1의 발생 가스는 아르곤, 질소 및 아르곤과 질소의 혼합가스로 이루어지는 군으로부터 선택되는 1 종 이상인 것을 특징으로 하는 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 제조방법.

청구항 3

삭제

청구항 4

제1항의 제조방법으로 제조되는 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체.

청구항 5

제4항에 있어서,

상기 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체에서 실리콘 입자의 크기는 1 내지 500 nm인 것을 특징으로 하는 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 열플라즈마를 이용한 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 전기 자동차(Electric vehicles)나 하이브리드 전기 자동차(Hybrid electric vehicle)와 같은 대형 배터리의 수요가 증가하고 있다. 대형 배터리로는 충전이 가능한 이차 전지가 많이 이용되며, 이차 전지 배터리의 양극(Anode)으로 쓰이는 물질로 리튬(Li), 실리콘(Si), 그라파이트(Graphite), 금속 간 화합물 등이 있지만 이 중에

서 실리콘이 큰 비용량(Specific capacity, 약 4,200 mAh/g)을 가지고 있어 널리 쓰이고 있다. 하지만, 배터리가 충·방전되는 동안 거대한 부피 변화로 인한 빠른 용량 감소로 인해 실리콘 단독으로 쓰이기 어렵다는 단점을 가진다.

[0003] 이러한 단점을 보완하기 위하여 탄소(Carbon) 물질과 함께 복합체를 만들어 사용할 수 있다. 탄소 물질과 실리콘을 복합체로 만들어 배터리로 이용하게 되면 탄소 물질의 작은 용량(약 400 mAh/g)을 실리콘이 보완하며, 실리콘의 큰 부피 변화를 탄소 물질이 막아주어 빠른 용량 감소를 막아 안정한 배터리를 만들 수 있다.

[0004] 실리콘-탄소 물질 복합체는 다양한 형태가 존재할 수 있으며, 이들을 만드는 방법으로 CVD(Chemical vapor deposition), 습식법, 졸-겔(Sol-gel) 법 등이 알려져 있다. 이러한 일례들로써, 실리콘 입자의 표면에 비흑연성 탄소계로 구성되는 피복층을 코팅하는 방법(일본특허공개 제2004-259475호), 흑연입자와 실리콘 입자 또는 리튬 분말을 혼합하여 음극을 제조하는 방법(미국특허 제5,888,430호), 범용 실리콘 금속분말을 질소 분위기에서 미분화하여 실리콘 미립자와 흑연을 혼합하는 방법(Yoshio, M. et al., J. of Power Sources, 136(2004)108), 미립자 실리콘과 탄소를 혼합한 후, 열분해 기상 성장법으로 탄소를 피복하는 방법(M. Yamada et al., Hitachi Maxell Ltd., Japan), 졸-겔(Sol-Gel)방법으로 비정질 Si-C-O 음극소재를 제조하는 방법 (T. Morita, Power Supply & Devices Lab., Toshiba Co., Japan), 실리콘(Silicone), 흑연(Graphite), 금속(Metal, Ag,Ni,Cu)로 구성된 음극소재를 기계적 합금 방법으로 제조하는 기술(S. Kugino et al., Dept. of Applied Chem. Saga Univ., Japan), 범용 실리콘 입자 표면에 무전해 구리도금 방법(J.W. Kim et al., Seoul National Univ., Korea), n-형(n-type) 실리콘에 크롬(Cr)을 도핑하여 전도성 및 싸이클 안정성을 향상시키는 방법(Dept. of Applied Chem., Oita Univ., Japan) 등이 있다.

[0005] 한편, 열플라즈마는 전자, 양성자, 중성자 등의 활성종으로 이루어진 수천 K~수만 K의 플라즈마로서 원료 물질을 기화, 반응 시킨 후 급냉을 통해 미립자를 얻는 공정으로서 분위기의 조성을 통해 반응의 방향을 결정한다. 또한, 플라즈마의 발생 가스, 반응 가스 및 퍼지 가스의 주입을 통해 산화, 환원, 질화 분위기 등 다양한 반응 조건을 형성할 수 있는 장점이 있다.

[0006] 이러한 열플라즈마는 발생과 유지 방식에 따라 크게 RF(Radio frequency), 이송식(Transferred), 비이송식(Non-Transfered)으로 나눌 수 있다. 재료 합성에 있어서 RF방식의 열플라즈마는 일반적으로 고순도의 물질을 합성할 수 있지만, 에너지적인 측면에서 효율이 좋지 않고, 주입시키는 방전가스 등의 양이 많이 필요하기 때문에 경제적인 측면에서 불리하다.

[0007] 이에, 본 발명자들은 열플라즈마를 이용하여 실리콘-탄소 물질 복합체를 제조하는 방법을 연구하던 중, 열플라즈마를 이용하여 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체를 제조하는 방법을 개발하고, 본 발명을 완성하였다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 본 발명의 목적은 열플라즈마를 이용한 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 제조방법 및 이에 따라 제조되는 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체를 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

[0009] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은

[0010] 열플라즈마 제트 발생 가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계(단계 1);

[0011] 상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 실리콘 분말을 공급하여 열플라즈마 장치의 반응관 내에서 실리콘 분말을 용융 및 기화시키는 단계(단계 2); 및

[0012] 열플라즈마 장치의 반응관 내로 탄소 나노 튜브를 투입하는 단계(단계 3);를 포함하는 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 제조방법을 제공한다.

[0013] 또한, 본 발명은

[0014] 상기의 제조방법으로 제조되는 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체를 제공한다.

발명의 효과

[0015] 본 발명에 따른 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 제조방법은 열플라즈마 제트를 이용함으로써 짧은 시간 동안에 실리콘 분말에 열을 가하고 냉각시켜 나노 크기의 입자를 형성하여 탄소 나노 튜브에 부착시킬 수 있다. 이에 따라, 공정 시간이 상대적으로 짧으며, 공정 조건의 제어가 쉽다는 장점이 있다.

도면의 간단한 설명

[0016] 도 1은 열플라즈마 제트 발생장치의 모식도이고;

도 2는 원료 물질로 사용된 실리콘 분말의 X선 회절 분석(XRD) 결과이고;

도 3은 원료 물질로 사용된 탄소 나노 튜브의 X선 회절 분석(XRD) 결과이고;

도 4는 본 발명에 따른 실시예 1 내지 3에서 제조된 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 X선 회절 분석(XRD) 결과이고;

도 5는 원료 물질로 사용된 실리콘 분말을 주사 전자 현미경(SEM)으로 관찰한 사진이고;

도 6은 원료 물질로 사용된 탄소 나노 튜브를 주사 전자 현미경(SEM)으로 관찰한 사진이고;

도 7 내지 9는 본 발명에 따른 실시예 1 내지 3에서 제조된 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체를 주사 전자 현미경(SEM)으로 관찰한 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0017] 본 발명은

[0018] 열플라즈마 제트 발생 가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계(단계 1);

[0019] 상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 실리콘 분말을 공급하여 열플라즈마 장치의 반응관 내에서 실리콘 분말을 용융 및 기화시키는 단계(단계 2); 및

[0020] 열플라즈마 장치의 반응관 내로 탄소 나노 튜브를 투입하는 단계(단계 3);를 포함하는 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 제조방법을 제공한다.

[0021] 이하, 본 발명에 따른 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 제조방법에 대하여 각 단계별로 상세히 설명한다.

[0022] 먼저, 본 발명에 따른 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 제조방법에 있어서, 단계 1은 열플라즈마 제트 발생 가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계이다.

[0023] 상기 단계 1의 열플라즈마 제트의 발생은 비이송식(Non-Transfered)인 것이 바람직하다. 본 발명에서는 먼저 텅스텐 봉으로 된 음극과 동으로 된 노즐 내면의 양극 사이에 직류 아크 방전을 생성시키고, 후방으로부터 작동가

스를 선회류로서 흘려보내어 열플라즈마 제트 발생가스가 아크에 의해 가열되어 고온으로 되며, 양극 노즐에서 격렬한 열플라즈마 제트류가 분출되는 비이송식 열플라즈마 제트 발생으로 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체를 제조할 수 있다.

[0024] 또한, 본 발명에 따른 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 제조방법에 사용되는 열플라즈마 제트 발생 장치(100)는 공급되는 실리콘 분말에 열원을 공급하는 토치부(1); 상기 토치부(1) 일측에 전원을 공급하는 전원 공급 장치(2); 상기 토치부(1) 하부에 구비되고 열플라즈마 제트 발생 공간을 제공하며 원료 물질들이 반응하는 공간인 반응관(3); 상기 반응관(3) 하부에 구비되고 열플라즈마 제트 발생에 의해 형성되는 물질들이 축적되는 공간으로써, 양측에 이중관 급냉 시스템(11)이 구비되어 있는 반응기(4); 일측에 구비되어 제 1 분말 공급 라인(7)을 통해 원료 물질인 실리콘 분말을 상기 토치부(1)에 공급하는 제 1 분말 공급 장치(Power feeder, 5); 일측에 구비되어 제 2 분말 공급 라인(8)을 통해 원료 물질인 탄소 나노 튜브 분말을 상기 토치부(1)에 공급하는 제 2 분말 공급 장치(6); 상기 토치부(1) 일측에 구비되어 열플라즈마 제트 발생 가스 공급 라인(9)을 통해 토치부(1)로 열플라즈마 가스를 공급하는 발생 가스 공급 장치(12); 상기 반응기(4) 일측에 구비되어 열플라즈마 제트 발생 가스를 외부로 배출하는 가스 배출구(10); 상기 열플라즈마 제트 발생 가스 공급 라인(9)에 구비되어 열플라즈마 제트 발생 가스의 유량을 조절하는 발생 가스 유량조절기(13); 및 상기 반응기(4) 일측에 구성되며, 반응기(4) 내부의 압력을 측정하는 압력 측정기(14);를 포함하여 구성된다(도 1 참조).

[0025] 본 발명에 따른 열플라즈마 제트 발생장치에서 열플라즈마 제트를 발생시키기 위해 직류 전원이 사용되며, 전류는 200 내지 750 A, 전압은 10 내지 50 V로 공급될 수 있다. 상기 토치부(1)는 텅스텐 음극봉과 양극 노즐을 사용하며, 상기 양극 노즐과 음극봉 사이에 아르곤과, 질소 또는 아르곤과 질소의 혼합가스를 공급하여 열플라즈마 제트를 발생시킬 수 있다. 또한, 상기 토치부(1)를 열로부터 보호하기 위해 양쪽의 전극은 수냉시킬 수 있고, 상기 반응기(4)는 창이 부착된 스테인리스 이중관을 사용할 수 있다.

[0026] 본 발명에 따른 열플라즈마(Thermal plasma) 제트는 직류 아크나 고주파 유도결합 방전을 이용하여 토치부에서 발생하는 전자, 이온, 원자와 분자로 구성된 이온화 기체로, 수천에서 수만 K에 이르는 초고온과 높은 활성을 가진 고속 제트이다. 열플라즈마 제트에 의하여 발생된 온도는 열처리 방식이나 연소 방식에 의해 발생되는 온도보다 훨씬 높은 장점이 있다.

[0027] 본 발명에 따른 열플라즈마 제트를 이용한 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 제조방법에서, 상기 단계 1의 열플라즈마 제트를 발생시키는 발생 가스의 일례로, 아르곤은 8 족 원소이기 때문에 비교적 적은 에너지에 의해서도 전자의 방출이 용이하며, 다른 가스와 반응하지 않아 부산물을 생성시키지 않는다. 그리고, 질소와 같은 이원자 분자는 해리, 재결합, 탈리의 과정에 의해 재결합 과정에서 실리콘 분말의 형태 변화에 필요한 열을 발생시킨다. 이때, 아르곤만 사용하여 플라즈마를 발생시킬 수 있으며, 아르곤에 이원자 가스(질소)를 첨가해 플라즈마를 발생시킬 수 있다.

[0028] 다음으로, 본 발명에 따른 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 제조방법에 있어서, 단계 2는 상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트에 실리콘 분말을 공급하여 열플라즈마 장치의 반응관 내에서 실리콘 분말을 용융 및 기화시키는 단계이다.

[0029] 상기 단계 2에서는 상기 단계 1에서 발생된 열플라즈마 제트를 이용하여 실리콘 분말을 실리콘 나노 입자를 형성할 수 있도록 열플라즈마 장치의 반응관 내에서 용융 및 기화시킨다.

[0030] 구체적으로, 상기 단계 2의 실리콘 분말 공급은 상기 단계 1에서 열플라즈마 제트 발생 방향으로 공급되는 것이 바람직하며, 이때 상기 실리콘 분말을 공급하기 위해 아르곤 가스가 분말 운반 가스로 사용될 수 있다.

[0031] 또한, 상기 단계 2의 실리콘 분말과 상기 단계 3의 탄소 나노 튜브의 중량비는 1 : 5 내지 100인 것이 바람직하다. 만약, 상기 단계 2의 실리콘 분말과 상기 단계 3의 탄소 나노 튜브의 중량비가 상기 범위를 벗어나는 경우에는 실리콘 나노입자가 탄소 나노 튜브 표면에 부착되지 않고 따로 떨어진 형태이거나 탄소 나노 튜브와 실리콘 분말이 화학적 결합을 한 탄화실리콘(SiC)의 형태가 생성되는 문제가 있다.

[0032] 다음으로, 본 발명에 따른 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 제조방법에 있어서, 단계 3은 열플라즈마 장치의 반응관 내로 탄소 나노 튜브를 투입하는 단계이다.

[0033] 상기 단계 3에서는 상기 단계 2에서 용융 및 기화된 실리콘 분말이 형성된 반응관 내로 탄소 나노 튜브를 투입하여 탄소 나노 튜브에 용융 및 기화된 실리콘 분말이 부착되게 되며, 반응기로 이동함으로써 냉각되어 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체를 형성할 수 있다.

[0034] 이때, 상기 냉각은 상기 열플라즈마 제트 발생 장치의 반응기 일측에 구비되는 이중관 급냉 시스템에 의해 수행될 수 있으며, 고형의 실리콘 분말이 열플라즈마 제트에 의해 용해된 후 투입되는 탄소 나노 튜브에 부착되고, 냉각에 의해 나노 입자의 형태로 변형되어 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체를 형성할 수 있다. 이때, 이중관 급냉 시스템에 공급되는 냉각수의 온도는 15 내지 25 ℃를 유지하여 반응기의 내부 온도를 유지시킬 수 있다.

[0035] 또한, 본 발명은

[0036] 상기의 제조방법으로 제조되는 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체를 제공한다.

[0037] 본 발명에 따른 제조방법으로 제조되는 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체는 열플라즈마 제트를 이용함으로써 짧은 시간 동안에 실리콘 분말에 열을 가하고 냉각시켜 나노 크기의 입자를 형성하여 탄소 나노 튜브에 부착시킬 수 있기 때문에 공정 시간이 상대적으로 짧으며, 공정 조건의 제어가 쉽다는 장점이 있다.

[0038] 본 발명에 따른 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체에 있어서, 상기 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체에서 실리콘 입자의 크기는 1 내지 500 nm일 수 있다. 상기 실리콘 입자의 크기는 실리콘 분말의 첨가량, 열플라즈마의 전압 또는 전류의 세기 등으로 조절하여 형성할 수 있다.

[0039] 나아가, 본 발명은

[0040] 상기의 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체를 포함하는 양극; 음극; 및

[0041] 상기 양극 및 음극 사이에 배치되는 분리막;을 포함하는 리튬 이차 전지를 제공한다.

[0042] 대형 배터리로 사용되는 이차 전지의 양극(Anode)으로 쓰이는 물질로 리튬(Li), 실리콘(Si), 그라파이트(Graphite), 금속 간 화합물 등이 있지만 이 중에서 실리콘이 큰 비용량(Specific capacity, 약 4200 mAh/g)을 가지고 있어 널리 쓰이고 있다. 그러나, 배터리가 충·방전 되는 동안 거대한 부피 변화로 인한 빠른 용량 감소로 인해 실리콘 단독으로 쓰이기 어렵다는 단점을 가진다.

[0043] 이러한 단점을 보완하기 위하여 탄소(Carbon) 물질과 함께 복합체를 만들어 사용하게 되면 탄소 물질의 작은 용량(약 400 mAh/g)을 실리콘이 보완하며, 실리콘의 큰 부피 변화를 탄소 물질이 막아주어 빠른 용량 감소를 막아 안정한 리튬 이온 전지를 만들 수 있다.

[0044] 이와 같이, 본 발명에 따른 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체를 양극으로 포함하는 리튬 이차 전지는 탄소 나노 튜

브로는 지지체 및 효율적인 전도성 채널(Conducting channel)로 작용할 수 있으며, 실리콘으로는 탄소 나노 튜브를 둘러싸는 쉘(Shell)로써 높은 충전 용량을 제공하는 역할을 하게 된다.

[0045] 이러한 구조는 1-D 구조의 통로로 리튬 이온 배터리에서 리튬의 탈 합금을 최소한의 손실로 이루어지게 함으로써 다른 구조보다 효율적으로 전하 이동을 증가시키고 짧은 확산거리를 제공하여, 저항과 임피던스를 낮춰 전기화학적인 특성을 향상시켜줄 수 있다.

[0046] 이하, 본 발명을 하기의 실시예 및 실험예에 의해 보다 상세하게 설명한다.

[0047] 단, 하기 실시예 및 실험예는 본 발명의 내용을 예시하는 것일 뿐 발명의 범위가 실시예 및 실험예에 의해 한정되는 것은 아니다.

[0048] <실시예 1> 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 제조 1

[0049] 단계 1: 열플라즈마 제트를 발생시키는 단계

[0050] 도 1에 나타낸 열플라즈마 제트 장치의 토치부에 열플라즈마 제트 발생가스로 아르곤을 공급하였으며, 하기 표 1의 운전조건으로 열플라즈마 제트를 발생시켰다.

[0051] 단계 2: 실리콘 분말 공급 및 용해 단계

[0052] 상기 단계 1의 열플라즈마 제트 장치의 토치부 일측에 구비된 파우더 피더를 통해 마이크로 크기를 가지는 실리콘 분말을 공급하여 실리콘 분말을 용해시켰다.

[0053] 단계 3: 탄소 나노 튜브 투입 및 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 제조 단계

[0054] 탄소 나노 튜브를 반응관 옆쪽에서 투입하여 상기 단계 2에서 용해된 실리콘 분말을 부착시키고, 반응기 내에서 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체를 형성하였다.

표 1

[0055]

구분	운전조건
플라즈마 전력	402 A, 25.3 V(10.0 kW)
플라즈마 가스	아르곤: 15 L/min
원료물질 중량비 (Si : MWCNT)	6.67 : 100

[0056] <실시예 2> 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 제조 2

[0057] 상기 실시예 1의 단계 1에서 하기 표 2와 같은 운전조건으로 열플라즈마 제트를 발생시킨 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체를 제조하였다.

표 2

[0058]

구분	운전조건
플라즈마 전력	427.5 A, 26.4 V(11.0 kW)
플라즈마 가스	아르곤: 15 L/min
원료물질 중량비 (Si : MWCNT)	6.67 : 100

[0059] <실시예 3> 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 제조 3

[0060] 상기 실시예 1의 단계 1에서 하기 표 3과 같은 운전조건으로 열플라즈마 제트를 발생시킨 것을 제외하고는 상기 실시예 1과 동일하게 수행하여 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체를 제조하였다.

표 3

[0061]

구분	운전조건
플라즈마 전력	496.1 A, 25.5 V(12.6 kW)
플라즈마 가스	아르곤: 15 L/min
원료물질 중량비 (Si : MWCNT)	6.67 : 100

[0062] <실험예 1> X선 회절 분석

[0063] 본 발명에 따른 제조방법으로 제조된 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 상을 분석하기 위하여, 상기 실시예 1 내지 3에서 제조된 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체와 원료 물질인 실리콘 및 탄소 나노 튜브를 X선 회절 분석(X-ray diffractomer)으로 분석하였으며, 그 결과를 도 2 내지 4에 나타내었다.

[0064] 도 2 및 도 3에 나타낸 바와 같이, 원료 물질인 실리콘 및 탄소 나노 튜브를 나타내는 피크(Peak)를 각각 확인할 수 있다.

[0065] 또한, 도 4에 나타낸 바와 같이, 본 발명에 따른 제조방법으로 제조된 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체인 실시예 1 내지 3의 경우에는 실리콘 및 탄소 나노 튜브의 피크를 모두 나타내는 것을 확인할 수 있었다.

[0066] 이를 통해, 상기 실시예 1 내지 3에서 제조된 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체에서 탄화실리콘(SiC)와 같은 다른 합성물의 피크는 나타나지 않는 것을 확인함으로써 다른 화학적 결합은 없는 것을 확인할 수 있다.

[0067] <실험예 2> 주사 전자 현미경 관찰

[0068] 본 발명에 따른 본 발명에 따른 제조방법으로 제조된 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체의 모폴로지를 확인하기 위하여, 상기 실시예 1 내지 3에서 제조된 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체와 원료 물질인 실리콘 및 탄소 나노 튜브를 주사 전자 현미경(Scanning electron microscope, SEM)으로 관찰하였으며, 그 결과를 도 5 내지 9에 나타내었다.

[0069] 도 5에 나타낸 바와 같이, 원료 물질인 실리콘 분말은 마이크로 크기를 가지는 것을 확인할 수 있으며,

[0070] 도 6에 나타낸 바와 같이, 원료 물질인 탄소 나노 튜브는 20 내지 30 nm 너비의 크기를 가지는 것을 확인할 수 있었다.

[0071] 또한, 도 7 내지 9에 나타낸 바와 같이, 본 발명에 따른 제조방법으로 제조된 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체는 탄소 나노 튜브 표면에 실리콘 나노 입자가 부착된 것을 확인할 수 있었다.

[0072] 따라서, 비이송식 열플라즈마를 이용하여 실리콘-탄소 나노 튜브 복합체를 단일 공정으로 짧은 시간 내에 합성되는 것을 확인할 수 있다.

부호의 설명

[0073] 100: 열플라즈마 제트 발생 장치

1: 토치부

2: 전원 공급 장치

3: 반응관

4: 반응기

5: 제 1 분말 공급 장치

6: 제 2 분말 공급 장치

7: 제 1 분말 공급 라인

8: 제 2 분말 공급 라인

9: 발생 가스 공급 라인

10: 가스 배출구

11: 급냉 시스템

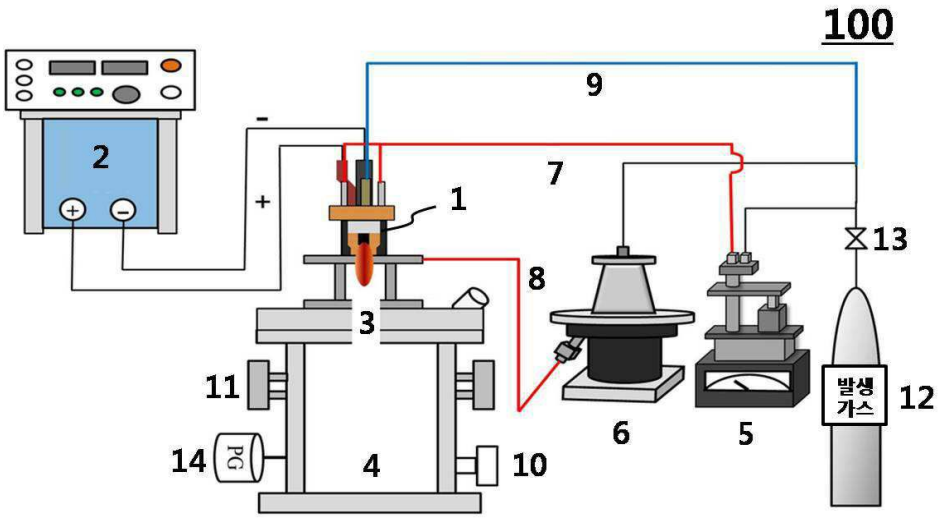
12: 발생 가스 공급 장치

13: 발생 가스 유량 조절기

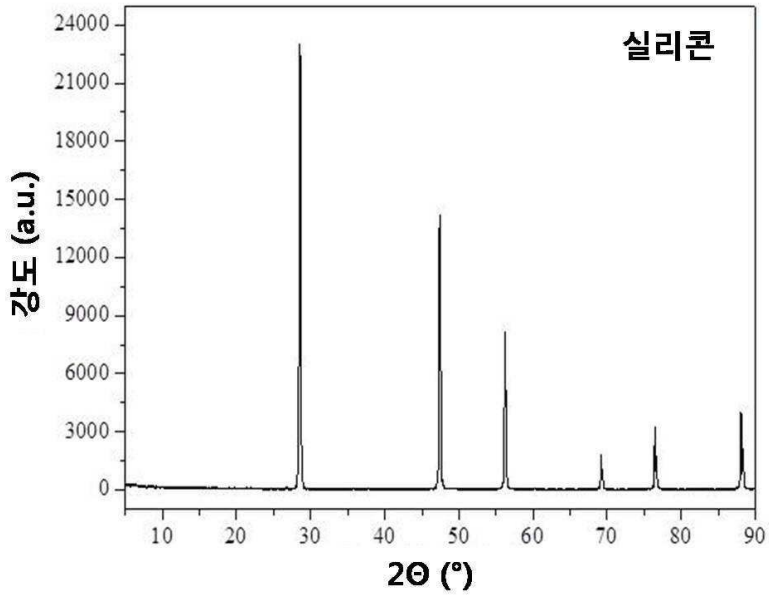
14: 반응기 내부 압력 측정기

도면

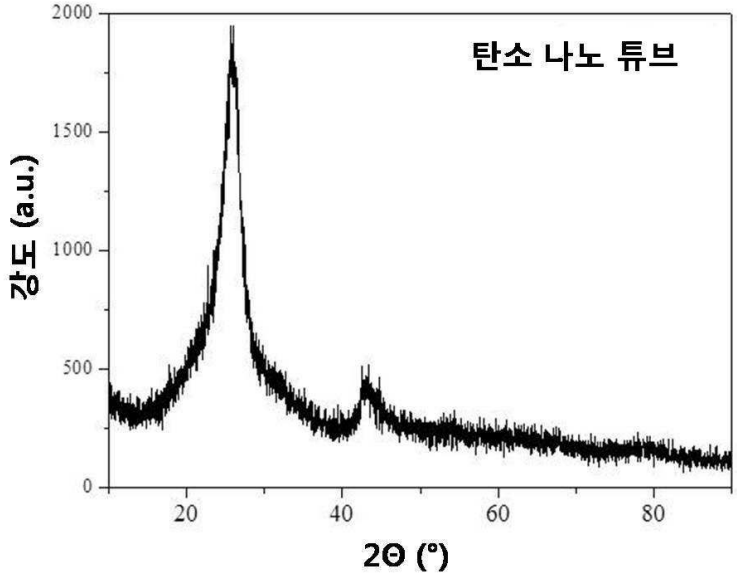
도면1



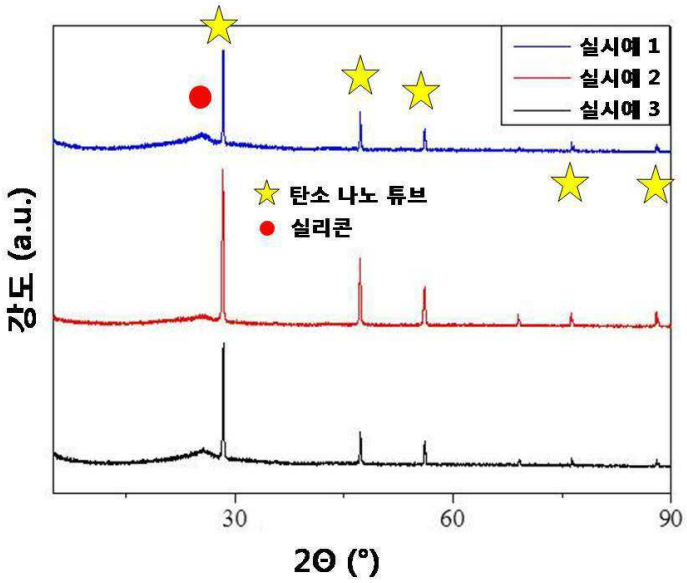
도면2


실리콘
강도 (a.u.)
2Θ (°)
24000
21000
18000
15000
12000
9000
6000
3000
0
10
20
30
40
50
60
70
80
90

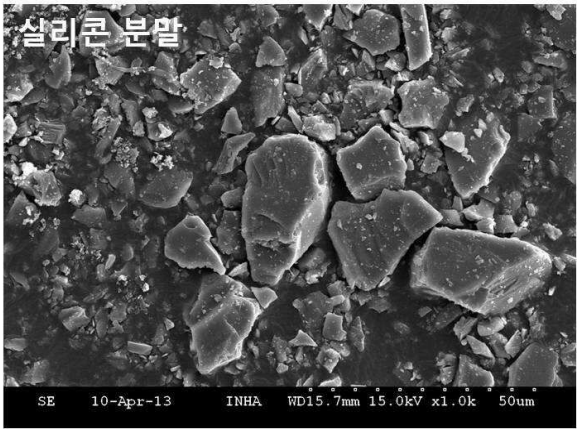
도면3


탄소 나노 튜브
강도 (a.u.)
2Θ (°)
2000
1500
1000
500
0
20
40
60
80

도면4


실시예 1
실시예 2
실시예 3
탄소 나노 튜브
실리콘
강도 (a.u.)
30
60
90
2Θ (°)

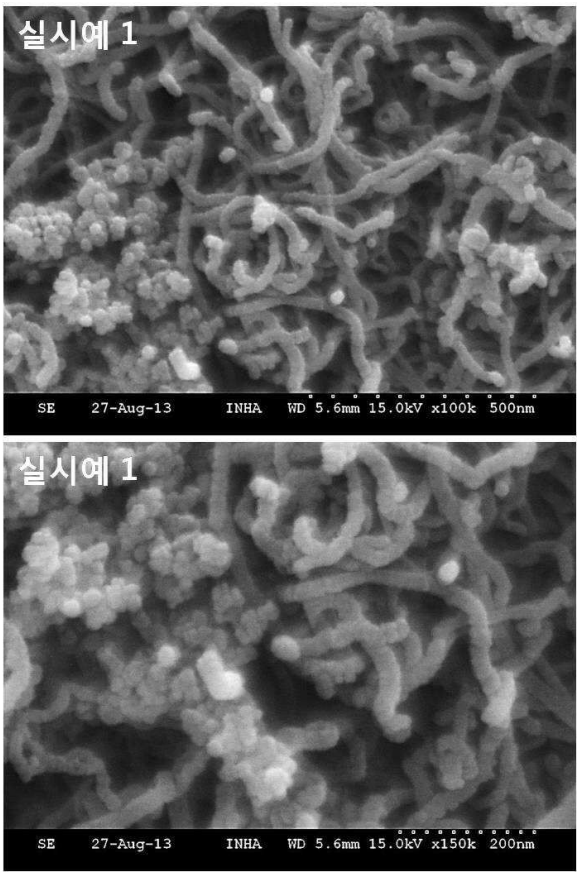
도면5


실리콘 분말
SE 10-Apr-13 INHA WD15.7mm 15.0kV x1.0k 50um

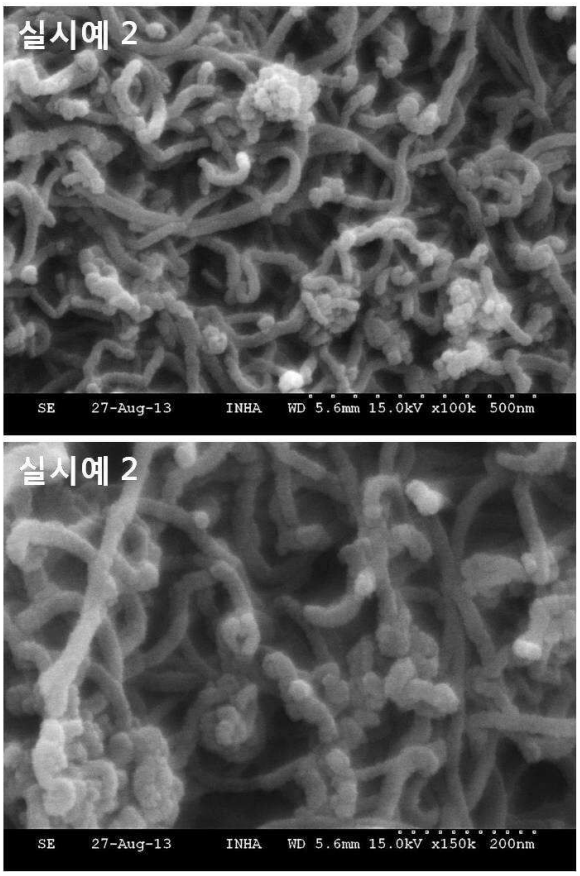
도면6

탄소 나노 튜브
SE 14-Jun-13 INHA WD14.6mm 15.0kV x100k 500nm

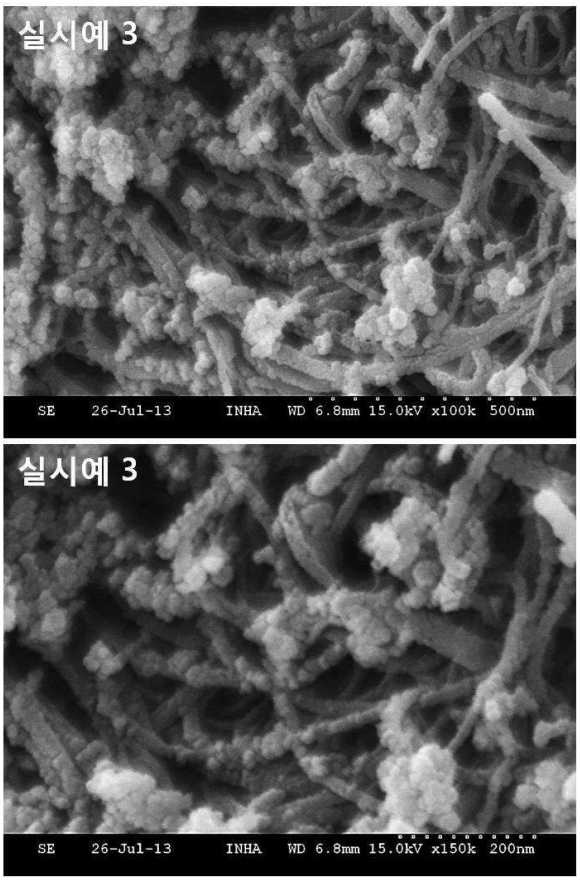
도면7


실시예 1
SE 27-Aug-13 INHA WD 5.6mm 15.0kV x100k 500nm
실시예 1
SE 27-Aug-13 INHA WD 5.6mm 15.0kV x150k 200nm

도면8


실시예 2
SE 27-Aug-13 INHA WD 5.6mm 15.0kV x100k 500nm
실시예 2
SE 27-Aug-13 INHA WD 5.6mm 15.0kV x150k 200nm

도면9


실시예 3
SE 26-Jul-13 INHA WD 6.8mm 15.0kV x100k 500nm
실시예 3
SE 26-Jul-13 INHA WD 6.8mm 15.0kV x150k 200nm