(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2023-0020046
(43) 공개일자 2023년02월10일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
*C01B 33/023* (2006.01) *C01B 33/037* (2006.01)
(52) CPC특허분류
*C01B 33/023* (2013.01)
*C01B 33/037* (2013.01)
(21) 출원번호 10-2021-0101318
(22) 출원일자 2021년08월02일
심사청구일자 2021년08월02일

(71) 출원인
**한국재료연구원**
경상남도 창원시 성산구 창원대로 797 (상남동)
(72) 발명자
**이동원**
경상남도 창원시 성산구 성주동 일신대동프리빌리지아파트 (101~111동)
**고재웅**
경상남도 창원시 성산구 대암로 8 (남양동, 한림엘리시온아파트)
**김하늘**
경상남도 창원시 성산구 원이대로878번길 9 (가음동, 창원가음한화꿈에그린)
(74) 대리인
**이원희**

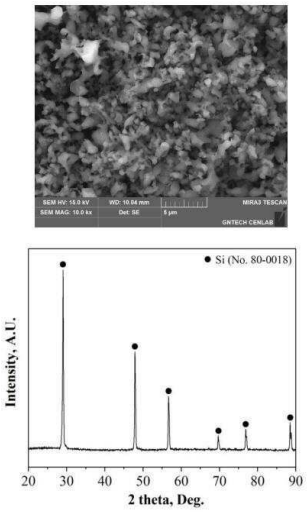
전체 청구항 수 : 총 12 항

(54) 발명의 명칭 **실리콘 분말의 제조방법 및 이에 의하여 제조되는 실리콘 분말**

## (57) 요 약

본 발명의 목적은 실리콘 분말의 제조방법을 제공하는데 있다. 또한, 본 발명의 다른 목적은 상기 방법으로 제조된 실리콘 분말을 제공하는데 있다. 이를 위하여 본 발명은 $SiO_2$ 분말과 $Mg_3N_2$ 환원제를 혼합하여 혼합분말을 형성하는 단계; 및 혼합분말을 1100 ℃ 내지 1300 ℃의 온도에서 가열하는 단계;를 포함하는 실리콘 분말의 제조방법을 제공한다. 또한, 본 발명은 상기의 방법으로 제조되는 실리콘 분말을 제공한다. 본 발명에 따르면, 단시간에 대용량으로 실리콘 분말을 제조할 수 있으며, 공정 비용을 크게 줄일 수 있는 장점이 있다.

*대 표 도* - 도5



# 명 세 서

## 청구범위

### 청구항 1

$SiO_2$ 분말과 $Mg_3N_2$ 환원제를 혼합하여 혼합분말을 형성하는 단계; 및

혼합분말을 1100 ℃ 내지 1300 ℃의 온도에서 가열하는 단계;

를 포함하는 실리콘 분말의 제조방법.

### 청구항 2

제1항에 있어서, 상기 환원제의 양은 $SiO_2$ 분말 중량 대비 100 내지 130 중량%의 범위인 것을 특징으로 하는 실리콘 분말의 제조방법.

### 청구항 3

제1항에 있어서, 상기 환원제의 양은 $SiO_2$ 분말 중량 대비 110 내지 120 중량%의 범위인 것을 특징으로 하는 실리콘 분말의 제조방법.

### 청구항 4

제1항에 있어서, 상기 혼합분말을 형성하는 단계는 V 콘 블렌더에 의하여 수행되는 것을 특징으로 하는 실리콘 분말의 제조방법.

### 청구항 5

제1항에 있어서, 상기 가열하는 단계는 1100 ℃ 내지 1200 ℃의 온도에서 수행되는 것을 특징으로 하는 실리콘 분말의 제조방법.

### 청구항 6

제1항에 있어서, 상기 가열하는 단계는 1 시간 내지 3 시간동안 수행되는 것을 특징으로 하는 실리콘 분말의 제조방법.

### 청구항 7

제1항에 있어서, $Mg_3N_2$ 환원제는 가열중에 Mg와 $N_2$ 가스로 분해되는 것을 특징으로 하는 실리콘 분말의 제조방법.

### 청구항 8

제7항에 있어서, 상기 분해되어 발생한 $N_2$ 가스는 실리콘 분말을 질화시키지 않는 것을 특징으로 하는 실리콘 분말의 제조방법.

**청구항 9**

제1항에 있어서, 상기 제조방법은 가열 단계 후, 세정하는 단계를 더 포함하는 것을 특징으로 하는 실리콘 분말의 제조방법.

**청구항 10**

제9항에 있어서, 상기 세정하는 단계는 산에 의한 세정으로 수행되는 것을 특징으로 하는 실리콘 분말의 제조방법.

**청구항 11**

제10항에 있어서, 상기 세정하는 단계는 염산 수용액에 의하여 수행되는 것을 특징으로 하는 실리콘 분말의 제조방법.

**청구항 12**

제1항의 방법으로 제조되는 것을 특징으로 하는 실리콘 분말.

## *발명의 설명*

### *기 술 분 야*

[0001] 본 발명은 실리콘 분말의 제조방법 및 이에 의하여 제조되는 실리콘 분말에 관한 것이다.

### *배 경 기 술*

[0003] 금속공업, 화학공업, 및 전자공업 등의 발달과 더불어 고기능성 및 고부가가치의 실리콘(Si), 탄화규소(SiC) 및 질화규소($Si_3N_4$)의 수요가 요구되고 있으며, 실리콘(Si)의 용도는 알루미늄 합금의 첨가제, 반도체 정류기, IC 및 LSI에 이용되며, 탄화규소(SiC) 및 질화규소($Si_3N_4$)등의 모원료로서 이용된다.

[0005] 그 중, 질화규소($Si_3N_4$)는 상온 및 고온에서 강도, 파괴인성, 열충격 저항성 및 내산화성 등이 우수하여 구조세라믹스 분야에서 많이 쓰이는 중요한 재료 중 하나이지만 이러한 질화규소($Si_3N_4$)의 유용성이 최근에야 알려짐에 따라, 탄화규소 등과 같은 다른 세라믹 재료에 비해 연구가 많이 되지 못한 상황이다.

[0007] 질화규소($Si_3N_4$)는 높은 공유결합 안정성을 바탕으로 하여 1950년에 내화재료로의 초기 응용이 시도되었으며, 특히 용융 금속에 대한 우수한 안정성을 바탕으로 하여 열전대의 보호관으로 적용되었다. 1960년대에는 고온 구조재료로의 적용에 대한 시도들이 이루어져 왔으며, 열 충격 저항성이 요구되는 가스터빈이나 피스톤 등의 엔진 부품에 적용하려는 연구가 활발하게 이어지며, 질화규소에 대한 전반적인 이해도가 급격하게 높아지는 시기가 되었다. 특히 1961년도에는 산화마그네슘(MgO)을 첨가하고 Hot-press 공정을 통해 치밀한 질화규소 세라믹을 제조하는데 성공하였으며, 이는 질화규소 분야에 있어서 매우 큰 진전으로 여겨진다. 또한, 1970년대에는 미국 국방성이 포드사와 웨스팅하우스사와 합작을 통해 가스터빈 엔진에 질화규소를 적용하려는 시도를 하였으며, 그 이후에는 다양한 분야로의 적용에 대한 연구가 현재까지도 수행되고 있다.

[0009] 이러한 질화규소($Si_3N_4$)를 제조하는 대표적인 방법으로는 실리콘(Si) 분말을 질소와 반응시켜 제조하는 직접 질화법, 이산화규소($SiO_2$)를 탄소 및 질소 분위기에서 열처리하여 제조하는 환원 질화법, 사염화규소($SiCl_4$)를 암모니아(NH3)를 기상 또는 액상반응시켜 비정질의 질화규소를 제조한 후, 가열 결정화하여 제조하는 기상 반응법 및 이미드 열분해법이 있다.

[0011] 상기 방법 중, 사염화규소($SiCl_4$)를 암모니아($NH_3$)와 반응시켜 제조하는 기상 반응법 및 이미드 열분해법은 독성물질인 사염화규소($SiCl_4$)를 사용함에 따른 위험성이 존재하며, 이산화규소($SiO_2$)를 탄소 및 질소 분위기에서 열처리하여 제조하는 환원 질화법은 저가의 이산화규소($SiO_2$)를 출발물질로 사용하는 점에서 장점이 있지만, 반응온도가 1500℃로 비교적 높고, SiC성분 등의 불순물이 다량 생성되어 이를 제거해야 하는 어려움이 따른다.

[0013] 한편, 상기 방법 중 직접질화법은 실리콘을 직접 질소와 반응시키는 것으로, 생산 공정이 간단하고 작업 설비의 조작이 용이한 장점이 있는 반면, 고순도의 실리콘을 제조하는 방법들은 비용이 많이 들고, 공정이 복잡할 뿐만 아니라, 오염이 크고, 많은 유독물질이 발생될 수 있어, 이의 제조가 어려운 단점이 있다. 이에, 이러한 고순도의 실리콘을 제조하기 위한 공정을 개선하고 저비용으로 제조하기 위한 다양한 방법이 연구되고 있다.

[0015] 이와 관련된 종래의 기술로, 하기 화학식에 의해 예시되어 있는 바와 같이 마그네슘에 의한 이산화규소의 열환원법으로 실리콘을 제조하는 방법이 있다.

[0016] $SiO_2 + 2\ Mg \rightarrow 2\ MgO + Si$

[0017] 하지만, 상기의 마그네슘 열환원으로 직접 실리콘을 제조할 경우, 마그네슘 실리케이트 또는 마이네슘 실리사이드 등의 상당한 양의 부산물이 생성되어 제조되는 실리콘의 수율이 낮은 단점이 있다.

[0019] 이에 대한민국 공개특허 제10-2018-0116373호에서는 이산화규소의 마그네슘 열환원법을 이용하여 실리콘을 제조하되, BET 표면적 ≤40 $m^2/g$을 갖는 산화 마그네슘과 혼합함으로써, 마그네슘 실리케이트의 형성을 감소시켜 실리콘의 수율을 높이는 방법을 개시한 바 있다. 하지만, 상기 개시된 방법 또한 부산물로서 여전히 실리케이트($Mg_2SiO_4$)를 포함하며, 고순도의 실리콘 분말을 제조하기 위한 추가적인 연구가 요구된다.

[0021] 또한, 중국 공개특허 제105347346호에서는 이산화규소($SiO_2$)로부터 마그네슘실리사이드를 제조하고, 상기 마그네슘 실리사이드를 산소와 반응하여 다공성 실리콘을 제조하는 방법을 개시한 바 있다.

[0023] 한편, 고순도의 질화규소($Si_3N_4$)를 제조하는데 사용되기 위해서는, 실리콘에 포함된 산소농도가 2 중량% 미만이어야 하지만, 종래의 방법으로 제조된 실리콘은 대기에 노출될 경우 표면에 산화막이 형성되어 보다 많은 산소를 함유하게 되는 문제가 있어 이를 해결하기 위한 방안이 필요하다.

[0025] 이에 본 발명의 발명자는 상대적으로 저렴한 이산화규소를 출발물질로 하여, 단시간에 대용량으로 실리콘 분말을 제조하는 방법을 연구하여 본 발명을 완성하게 되었다.

## *발명의 내용*

### 해결하려는 과제

[0027] 본 발명의 목적은 실리콘 분말의 제조방법을 제공하는데 있다.

[0029] 또한, 본 발명의 다른 목적은 상기 방법으로 제조된 실리콘 분말을 제공하는데 있다.

### 과제의 해결 수단

[0031] 이를 위하여 본 발명은

[0032] $SiO_2$ 분말과 $Mg_3N_2$ 환원제를 혼합하여 혼합분말을 형성하는 단계; 및

[0033] 혼합분말을 1100 ℃ 내지 1300 ℃의 온도에서 가열하는 단계;

[0034] 를 포함하는 실리콘 분말의 제조방법을 제공한다.

[0036] 또한, 본 발명은

[0037] 상기의 방법으로 제조되는 실리콘 분말을 제공한다.

### 발명의 효과

[0039] 본 발명에 따르면, 단시간에 대용량으로 실리콘 분말을 제조할 수 있으며, 공정 비용을 크게 줄일 수 있는 장점이 있다.

### 도면의 간단한 설명

[0041] 도 1은 본 발명의 제조방법에서 출발물질로 사용되는 이산화규소의 SEM 사진이고,

도 2는 본 발명의 실시예들에 의하여 제조된 실리콘 분말들의 XRD 그래프이고,

도 3은 본 발명의 다른 실시예들에 의하여 제조된 실리콘 분말들의 XRD 그래프이고,

도 4는 본 발명의 또 다른 실시예들에 의하여 제조된 실리콘 분말들의 XRD 그래프이고, 및

도 5는 본 발명의 일 실시예에 의하여 제조된 실리콘 분말의 SEM 사진 및 XRD 그래프이다.

### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0042] 본 발명은 실리콘 분말의 제조방법을 제공한다. 보다 구체적으로 본 발명은 상대적으로 저렴한 출발물질인 이산화규소를 원료로 하여 실리콘 분말을 제조하는 방법을 제공한다. 본 발명의 실리콘 분말의 제조방법은 구체적으로 다음과 같다.

[0044] 본 발명은

[0045] $SiO_2$ 분말과 $Mg_3N_2$ 환원제를 혼합하여 혼합분말을 형성하는 단계; 및

[0046] 혼합분말을 1100 ℃ 내지 1300 ℃의 온도에서 가열하는 단계;

[0047] 를 포함하는 실리콘 분말의 제조방법을 제공한다.

[0049] 이하 본 발명의 제조방법을 각 단계별로 상세히 설명한다.

[0051] 본 발명의 제조방법은 $SiO_2$ 분말과 $Mg_3N_2$ 환원제를 혼합하여 혼합분말을 형성하는 단계를 포함한다. $Mg_3N_2$ 환원제는 고온 환경에서 마그네슘 가스와 질소 가스로 분해되고, 이때 마그네슘 가스가 함께 혼합되어 있는 $SiO_2$ 분말을 환원시켜 실리콘 분말을 제조하게 되고, 분해되어 형성된 질소 가스는 외부로 방출된다.

[0053] 본 발명의 제조방법은 상기 혼합분말을 1100 ℃ 내지 1300 ℃의 온도에서 가열하는 단계를 포함한다. 상기한 바와 같이, 본 발명의 제조방법에서 사용되는 $Mg_3N_2$ 환원제는 고온의 환경에서 마그네슘 가스와 질소 가스로 분해되고, 이때 마그네슘 가스가 $SiO_2$를 환원시켜 실리콘 분말을 제조하고, 질소 가스는 외부로 방출되는데, 이때, 가열온도가 1100 ℃ 미만인 경우에는 $Mg_3N_2$ 환원제의 분해가 원활하게 이루어지지 않아 결과적으로, $SiO_2$의 환원이 충분히 수행되지 않게 되고, 가열온도가 1300 ℃를 초과하는 경우에는 실리콘 분말이 생성된 질소 가스와 반응하여 질화될 수 있는 문제점이 있다. 또는, 1300 ℃ 초과의 온도에서는 원하지 않는 반응, 예를 들어 출발물질인 $SiO_2$와 반응물질인 MgO가 반응하여 원치 않는 상이 발생할 수 있는 문제점이 있다.

[0055] 또한, 상기 가열은 1100 ℃ 내지 1200 ℃의 온도범위에서 수행되는 것이 실리콘 분말의 질화를 방지한다는 점에서 보다 더 바람직하다.

[0057] 본 발명의 제조방법에서, $Mg_3N_2$ 환원제의 양은 $SiO_2$ 분말의 중량 대비 100 내지 130 중량%로 포함되는 것이 바람직하다. $Mg_3N_2$는 $SiO_2$를 환원시키는 환원제이며, 다음의 화학양론적 반응식에 의하여 SiO2를 환원시켜 실리콘 분말을 제조한다.

[0059] <반응식>

[0060] $1.5SiO_2 + Mg_3N_2 = 1.5Si + 3MgO + N_2(g)$

[0062] 상기 반응식에 따르면, $SiO_2$와 $Mg_3N_2$의 화학양론적 중량비는 $SiO_2$ 90 g 대비 $Mg_3N_2$ 100 g이다. 이를 바탕으로, 본 환원반응에서 바람직한 환원제의 양은 $SiO_2$ 분말 중량 대비 100 내지 130 중량%의 범위인 것이 바람직하고, 110 내지 120 중량%의 범위인 것이 더욱 바람직하다. 만약 환원제의 함량이 상기 범위 미만인 경우에는 환원이 충분히 일어나지 않아, 실리콘 분말의 수율이 현저히 떨어지는 문제점이 있고, 그 함량이 상기 범위를 초과하는 경우에는 제거가 곤란한 원치 않는 상이 발생하여 순수한 실리콘 분말을 수득하기가 어려워지는 문제점이 있다.

[0064] 한편, 상기 $SiO_2$ 분말과 $Mg_3N_2$ 환원제를 혼합하여 혼합분말을 형성하는 단계는 혼합분말의 환원이 균일하게 잘 이루어지도록 하기 위하여, 각종 분말 혼합에 범용적으로 사용되어지는 V 콘 블렌더 의 방법으로 수행되는 것이 바람직하다.

[0066] 또한, 본 발명의 실리콘 분말의 제조방법 중 혼합분말을 가열하는 단계는 1 내지 3 시간의 시간동안 수행되는 것이 바람직하다. 만약 가열하는 시간이 1 시간 미만인 경우에는 $Mg_3N_2$의 분해가 충분하지 못하여, 결과적으로 $SiO_2$ 분말의 환원이 충분히 진행되지 못하는 문제점이 있고, 가열하는 시간이 3 시간을 초과하는 경우에는 불필요하게 공정 시간이 지연되고, 또한 원치 않는 상이 발생될 가능성이 있어, 순수한 실리콘 분말을 수득하기가

어려워지는 문제점이 있다.

[0068] 본 발명의 제조방법은 출발물질인 $SiO_2$를 환원하여 실리콘 분말을 제조하는 방법으로, 구체적으로는 Mg 환원 방법을 사용하고 있고, 이때, 환원을 위한 마그네슘 가스를 $Mg_3N_2$의 열분해를 통하여 공급한다. 구체적으로 본 발명의 제조방법에서 환원제로 사용되는 $Mg_3N_2$는 가열중에 Mg와 $N_2$ 가스로 분해되고, 분해에 의하여 생성된 Mg 가스가 $SiO_2$를 환원시켜 실리콘 분말을 얻게 된다.

[0070] 또한, 본 발명에서 가열중 $Mg_3N_2$ 가 분해되면서 발생되는 $N_2$ 가스는 가열시의 온도범위가 1100 ℃ 내지 1300 ℃의 범위이기 때문에, 실리콘 분말을 질화시키지 않는다. 왜냐하면, 실리콘의 질화는 일반적으로 1300 ℃를 초과하는 온도에서 진행되기 때문이다.

[0072] 한편, 본 발명의 제조방법은 상기 가열 단계 이후에, 세정하는 단계를 더 포함하는 것이 바람직하다. 본 발명의 제조방법은 상기 <화학식>에 기재되어 있는 반응을 통하여 $SiO_2$가 실리콘 분말로 환원되는 것인데, 이때, 환원 반응 후에 실리콘 분말과 함께, MgO가 발생하게 된다. 따라서, 순수한 실리콘 분말으 수득하기 위해서는 반응 결과물을 세정하여 MgO를 제거하는 것이 바람직하다.

[0074] 이때, 상기 세정하는 단계는 환원 부산물이 산에 쉽게 용해되는 MgO라는 점에서 산에 의하여 수행되는 것이 바람직하고, MgO 제거에 가장 범용적으로 사용되는 염산 수용액에 의하여 수행되는 것이 바람직하다.

[0076] 나아가, 본 발명은 상기의 방법으로 제조되는 실리콘 분말을 제공한다. 실리콘 분말은 다양한 고부가가치 창출을 위한 공정에 사용될 수 있는 물질로, 본 발명은 상대적으로 저렴한 $SiO_2$ 분말을 원료로 하여 상대적으로 짧은 시간에 대량으로 실리콘 분말을 제조할 수 있음으로 인하여 고부가가치를 창출할 수 있는 장점이 있다.

[0078] 이하 본 발명을 실시예, 비교예 및 실험예를 통하여 보다 구체적으로 설명한다. 다만, 이하의 설명은 본 발명을 구체적으로 설명하고자 하는 것일 뿐, 이하에 기재되어 있는 사항에 의하여 본 발명의 권리범위가 한정되어 해석되는 것을 의도하는 것은 아니다.

[0080] <실시예 1>

[0081] 실리콘 분말의 제조 1

[0082] $SiO_2$ 분말 90 g과 $Mg_3N_2$ 분말 100 g을(화학양론대비 100%) V 콘 블렌더 장비를 통해 혼합하였다. 분말을 V형태의 두개의 입구 중 하나에 넣고 장비를 가동하여 10~15분 가량 충분히 블렌딩 시켰다. 혼합된 분말을 1100 ℃의 온도로 2 시간동안 반응시켜 실리콘 분말을 제조하였다. 제조된 실리콘 분말은 720 g의 염산 수용액(상용 염산수용액, 36.5 %)으로 세정하였다.

[0083] <염산 세정 반응식>

[0084] 1. $MgO + HCl = MgCl_2 + H_2O$

[0085] 약 2 L의 물에 염산을 400 g 넣고 15분간 교반하는 세정을 2회 수행한 다음, 초음파 세척기에 넣어 10분간 추가 세정을 하고, 약 3L 의 물에서 염산 세정 반응 후 잔존하고 있는 $MgCl_2$을 용해시킨 후, 용액을 제거한 다음, 분말의 잔여 수분까지 제거하기 위해 60 ℃에서 5 시간동안 진공 건조하여 순수한 실리콘 분말을 수득하였다.

[0087] <실시예 2>

[0088] 실리콘 분말의 제조 2

[0089] $SiO_2$ 분말 90 g과 $Mg_3N_2$ 분말 100 g을(화학양론대비 100%) V 콘 블렌더를 사용하여 혼합하였다. 혼합된 분말을 1200 ℃의 온도로 2 시간동안 반응시켜 실리콘 분말을 제조하였다. 제조된 실리콘 분말은 720 g의 염산 수용액(상용 염산수용액, 36.5%)으로 세정하여 순수한 실리콘 분말을 수득하였다.

[0091] <실시예 3>

[0092] 실리콘 분말의 제조 3

[0093] $SiO_2$ 분말 90 g과 $Mg_3N_2$ 분말 100 g을(화학양론대비 100%) V 콘 블렌더 를 사용하여 혼합하였다. 혼합된 분말을 1300 ℃의 온도로 2 시간동안 반응시켜 실리콘 분말을 제조하였다. 제조된 실리콘 분말은 720 g의 염산 수용액(상용 염산수용액, 36.5%)으로 세정하여 순수한 실리콘 분말을 수득하였다.

[0095] <실시예 4>

[0096] 실리콘 분말의 제조 4

[0097] $SiO_2$ 분말 90 g과 $Mg_3N_2$ 분말 120 g을(화학양론대비 120%) V 콘 블렌더를 사용하여 혼합하였다. 혼합된 혼합 분말을 1100 ℃의 온도로 2 시간동안 반응시켜 실리콘 분말을 제조하였다. 제조된 실리콘 분말은 720 g의 염산 수용액(상용 염산수용액, 36.5%)으로 세정하여 순수한 실리콘 분말을 수득하였다.

[0099] <실시예 5>

[0100] 실리콘 분말의 제조 5

[0101] $SiO_2$ 분말 90 g과 $Mg_3N_2$ 분말 120 g을(화학양론대비 120%) V 콘 블렌더를 사용하여 혼합하였다. 혼합된 혼합 분말을 1200 ℃의 온도로 2 시간동안 반응시켜 실리콘 분말을 제조하였다. 제조된 실리콘 분말은 720 g의 염산 수용액(상용 염산수용액, 36.5%)으로 세정하여 순수한 실리콘 분말을 수득하였다.

[0103] <실시예 6>

[0104] 실리콘 분말의 제조 6

[0105] $SiO_2$ 분말 90 g과 $Mg_3N_2$ 분말 200 g을(화학양론대비 200%) V 콘 블렌더를 사용하여 혼합하였다. 혼합된 분말을 1100 ℃의 온도로 2 시간동안 반응시켜 실리콘 분말을 제조하였다. 제조된 실리콘 분말은 720g의 염산 수용액(상용 염산수용액, 36.5%)으로 세정하여 순수한 실리콘 분말을 수득하였다.

[0107] <실시예 7>

[0108] 실리콘 분말의 제조 7

[0109] $SiO_2$ 분말 90 g과 $Mg_3N_2$ 분말 200 g을(화학양론대비 200%) V 콘 블렌더를 사용하여 혼합하였다. 혼합된 분말을 1200 ℃의 온도로 2 시간동안 반응시켜 실리콘 분말을 제조하였다. 제조된 실리콘 분말은 720 g의 염산 수용액(상용 염산수용액, 36.5%)으로 세정하여 순수한 실리콘 분말을 수득하였다.

[0111] <비교예 1>

[0112] 실리콘 분말의 제조 8

[0113] $SiO_2$ 분말 90 g과 $Mg_3N_2$ 분말 100 g을(화학양론대비 100%) V 콘 블렌더를 사용하여 혼합하였다. 혼합된 분말을 1000 ℃의 온도로 2 시간동안 반응시켜 실리콘 분말을 제조하였다. 제조된 실리콘 분말은 720 g의 염산 수용액(상용 염산수용액, 36.5%)으로 세정하여 순수한 실리콘 분말을 수득하였다.

[0115] <비교예 2>

[0116] 실리콘 분말의 제조 9

[0117] $SiO_2$ 분말 90 g과 $Mg_3N_2$ 분말 120 g을(화학양론대비 120%) V 콘 블렌더를 사용하여 혼합하였다. 혼합된 분말을 1000 ℃의 온도로 2 시간동안 반응시켜 실리콘 분말을 제조하였다. 제조된 실리콘 분말은 720 g의 염산 수용액(상용 염산수용액, 36.5%)으로 세정하여 순수한 실리콘 분말을 수득하였다.

[0119] <실험예 1>

[0120] 가열 온도에 따른 실리콘 분말의 수득 확인

[0121] 환원제가 화학양론대비 100 % 포함되는 경우 가열 온도에 따른 실리콘 분말의 수득 상황을 확인하기 위하여 다음과 같은 실험을 수행하였다.

[0123] 상기 실시예 1 내지 실시예 3 및 비교예 1에 의하여 제조된 실리콘 분말에 대하여 XDR 분석을 수행하였고, 그 결과를 도 2에 나타내었다.

[0125] 도 2에 따르면, 실시예 1 내지 실시예 3의 경우, 일부 미환원상이 존재하거나, 불필요한 상이 출연되기는 하나, 충분히 순수한 실리콘 분말이 형성됨에 반하여, 가열 온도가 부족한 비교예 1의 경우 환원이 부족하여 순수한 실리콘 분말을 얻기가 어렵다는 것을 확인할 수 있다.

[0127] <실험예 2>

[0128] 가열 온도에 따른 실리콘 분말의 수득 확인

[0129] 환원제가 화학양론대비 120 % 포함되는 경우 가열 온도에 따른 실리콘 분말의 수득 상황을 확인하기 위하여 다음과 같은 실험을 수행하였다.

[0131] 상기 실시예 4, 실시예 5 및 비교예 2에 의하여 제조된 실리콘 분말에 대하여 XDR 분석을 수행하였고, 그 결과를 도 3에 나타내었다.

[0133] 도 2에 따르면, 실시예 4 및 실시예5의 경우, 충분히 순수한 실리콘 분말이 형성됨에 반하여, 가열 온도가 부족한 비교예 2의 경우 환원이 부족하여 순수한 실리콘 분말을 얻기가 어렵다는 것을 확인할 수 있다.

[0135] <실험예 3>

[0136] 가열 온도에 따른 실리콘 분말의 수득 확인

[0137] 환원제가 화학양론대비 200 % 포함되는 경우 가열 온도에 따른 실리콘 분말의 수득 상황을 확인하기 위하여 다음과 같은 실험을 수행하였다.

[0139] 상기 실시예 6과 실시예 7에 의하여 제조된 실리콘 분말에 대하여 XRD 분석을 수행하였고, 그 결과를 도 4에 나

타내었다.

[0141] 도 4에 따르면, 환원이 수행되어 실리콘 분말이 수득될 수는 있으나, 환원제가 과잉으로 투입되어, 불필요한 상이 발생하고 있음을 확인할 수 있다.

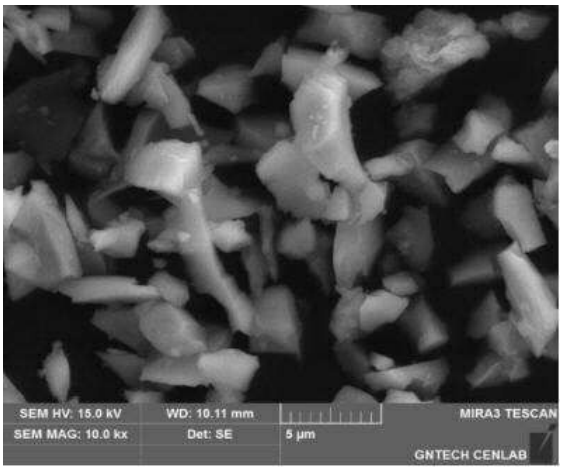
[0143] <실험예 4>

[0144] 제조된 실리콘 분말의 확인

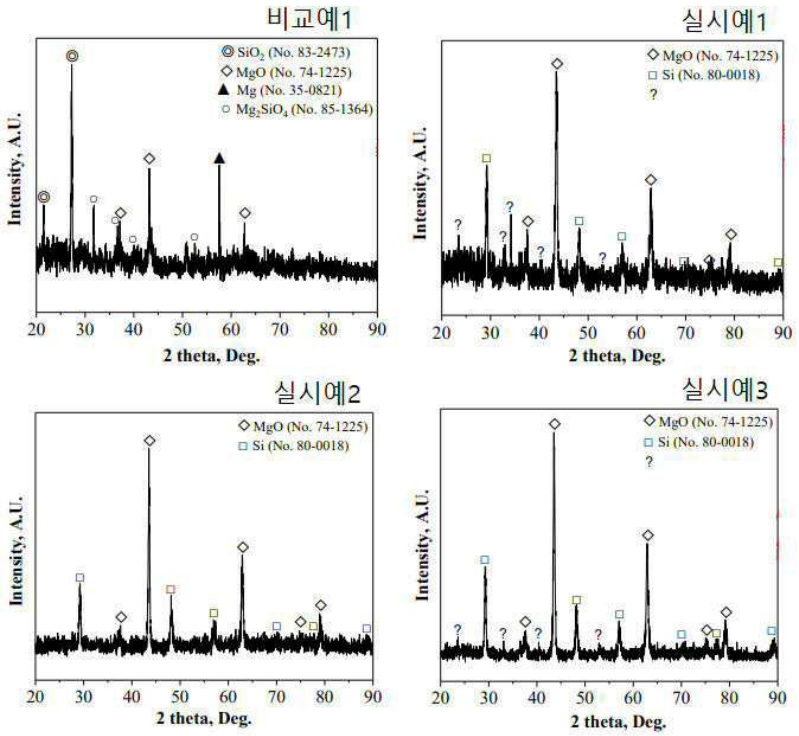
[0145] 본 발명의 실시예 4에 의하여 제조된 실리콘 분말을 SEM으로 확인하고, XRD 분석하여 그 결과를 도 5에 나타내었다. 도 5의 SEM 사진으로 통하여 $SiO_2$ 원료 분말(도 1)대비 미세해진 입자를 확인할 수 있고, XRD를 통하여 순수한 실리콘 분말을 수득할 수 있다는 것을 확인할 수 있다.

## 도면

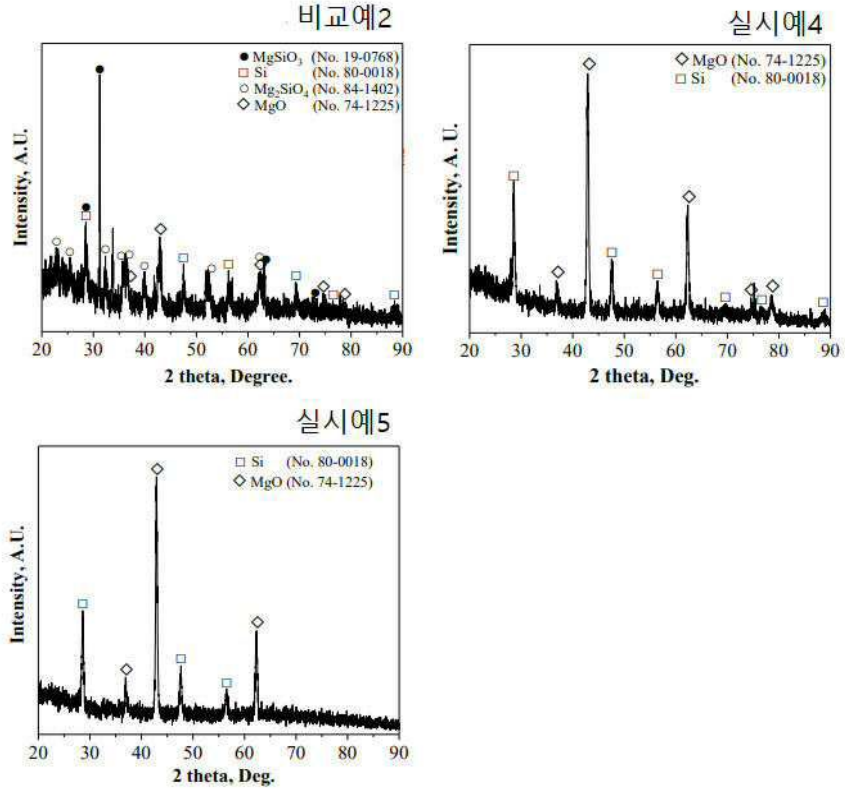
### 도면1



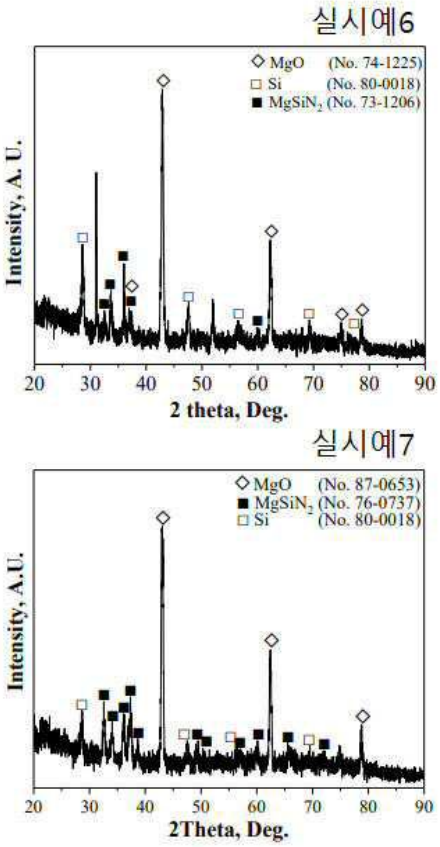
도면2


비교예1
SiO2 (No. 83-2473)
MgO (No. 74-1225)
Mg (No. 35-0821)
Mg2SiO4 (No. 85-1364)
Intensity, A.U.
2 theta, Deg.
실시예1
MgO (No. 74-1225)
Si (No. 80-0018)
Intensity, A.U.
2 theta, Deg.
실시예2
MgO (No. 74-1225)
Si (No. 80-0018)
Intensity, A.U.
2 theta, Deg.
실시예3
MgO (No. 74-1225)
Si (No. 80-0018)
Intensity, A.U.
2 theta, Deg.

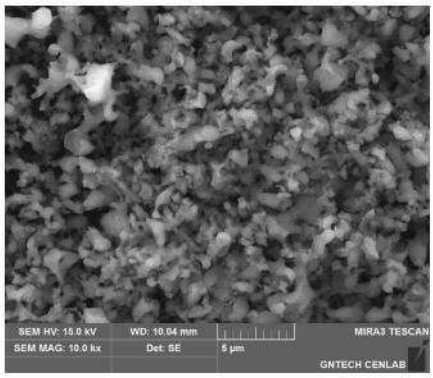
도면3

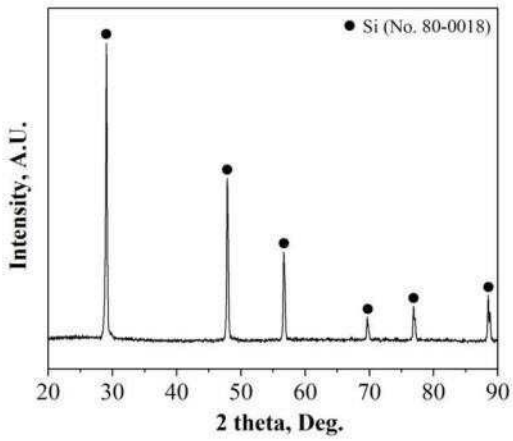

비교예2
MgSiO3 (No. 19-0768)
Si (No. 80-0018)
Mg2SiO4 (No. 84-1402)
MgO (No. 74-1225)
Intensity, A.U.
2 theta, Degree.
실시예4
MgO (No. 74-1225)
Si (No. 80-0018)
Intensity, A. U.
2 theta, Deg.
실시예5
Si (No. 80-0018)
MgO (No. 74-1225)
Intensity, A.U.
2 theta, Deg.

도면4


실시예6
MgO (No. 74-1225)
Si (No. 80-0018)
MgSiN2 (No. 73-1206)
Intensity, A. U.
20 30 40 50 60 70 80 90
2 theta, Deg.
실시예7
MgO (No. 87-0653)
MgSiN2 (No. 76-0737)
Si (No. 80-0018)
Intensity, A.U.
20 30 40 50 60 70 80 90
2Theta, Deg.

도면5


SEM HV: 15.0 kV
WD: 10.04 mm
MIRA3 TESCAN
SEM MAG: 10.0 kx
Det: SE
5 μm
GNTECH CENLAB


Si (No. 80-0018)
Intensity, A.U.
20
30
40
50
60
70
80
90
2 theta, Deg.