

# 페슬러지 실리콘을 이용한 마이크론 크기의 이산화 실리콘 구형입자 제조

한길진, 김영철, 장영철\*, 김나랑\*\*, 주지선\*\*

한국기술교육대학교 신소재공학과, \*메카트로닉스공학부

\*\*고등기술연구원 Plant Engineering 센터 대체에너지개발팀

## 초록

페슬러지 실리콘과 흑연의 혼합물에 물을 주입하고 열처리하여, 마이크론 크기의 이산화 실리콘 구형입자를 제조하였다. 제조된 이산화 실리콘의 직경은 균일하고 약 1.7 $\mu\text{m}$ 이다. 탄화 실리콘이 이산화 실리콘 구형입자와 함께 존재하였으며, 그 모양은 휘스커와 다면체였다. 페슬러지 실리콘과 탄소의 혼합물을 고온에서 열처리하면 일산화 실리콘 기체가 생성된다. 물이 산소의 공급원으로 주입되면 일산화 실리콘 기체는 산소와 반응하여 이산화 실리콘 고체가 형성될 수 있다. 실리콘 공급원으로 일산화 실리콘이 반응기 내에 균일하게 분포하고 물을 주입하여 이산화 실리콘이 형성되는 메커니즘은 액상에서 수산화 실리콘 구형입자를 형성하는 메커니즘과 유사하다.

## 1. 서론

이산화 실리콘은 세라믹산업이나 고분자산업, 전자산업에 기본이 되는 재료이다. 특히, 이산화 실리콘 구형입자는 매우 작은 직경을 갖고 있어서 틱소트로피용 물질이나, 단열재, 복합 필러등 여러 가지 용도로 응용 가능하다 [1].

최근까지, 이산화 실리콘 구형입자는 기상반응, 졸겔법, 열분해법 등의 다양한 방법을 통하여 제조되어 왔다 [2,3]. 그러나 높은 제조비용 때문에 이산화 실리콘 구형입자를 대량생산하는 것은 어려운 상황이다. 또 기존의 제조방법으로는 직경 1 $\mu\text{m}$  이상인 구형입자를 제조하지 못하고 있다 [4].

실리콘 웨이퍼 제조 시 발생하는 페슬러지 실리콘은 최근까지 토양에 매립되어 처리되고 있다. 토양오염 등의 환경적인 문제점을 해결하기 위하여 이를 재활용하는 방법에 대한 연구가 활발히 진행되고 있다. 본 실험에서는 페슬러지 실리콘을 이용하여 마이크론 크기의 이산화 실리콘 구형입자를 제조하였다. 고체 실리콘 분말을 이용하여 구형 이산화 실리콘을 처음으로 제조하였으며, 제조 공정이 간단하여 저가적으로 구형 이산화 실리콘 입자를 양산할 수 있다고 판단된다.

## 2. 실험 방법

이산화 실리콘 제조에 사용한 실리콘은 실리콘 웨이퍼 제조 시 발생하는 페슬러지에서 탄화 실리콘 연마재와 절삭유를 분리하고 남은 페슬러지 실리콘이다. 이 페슬러지 실리콘을 탄소 분말에

혼합하였다. 혼합하기 전에 탄소 분말은 입자를 고르게 하기 위해 마노유발에서 분쇄되었다. 탄소 분말은 실리콘 분말 기준 몰 비로 10% 과량 칭량하여 실리콘 분말과 혼합하였으며, 용매로 아세톤을 사용하였다. 지르코니아 불이 들어있는 폴리프로필렌 용기에서 4시간 동안 습식 혼합하고, 건조·분쇄과정을 거쳐 혼합 분말을 제조하였다.

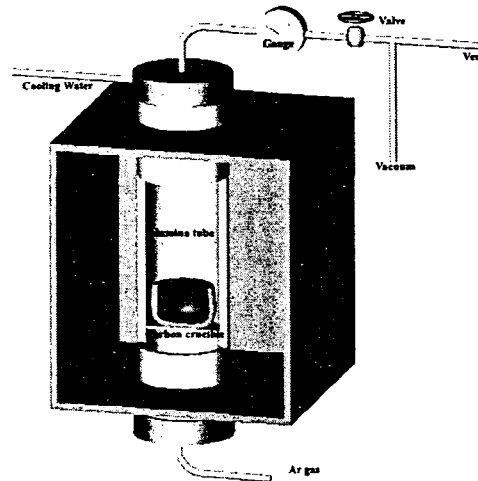


그림 1. 이산화 실리콘 구형입자 제조에 사용된 소결 장치

이산화 실리콘 기체를 만들기 위해 그림 1의 진공 수직 로에 실리콘과 탄소 분말의 혼합물을 넣고 온도 1400℃에서 1시간 동안 열처리하였다. 로 내는 진공상태에서 밀폐되었으며 산소를 제공하기 위해 증류수를 주입하였다. 로 내의 압력이 1기압 이상이 되면 체크 밸브를 통하여 배기되도록 하여 로 내 압력을 일정하게 유지하였다. 혼합 분말의 도가니는 흑연으로 제작되었다. 온도를 내린 후에는 이산화 실리콘 합성 중에 발생된 CO와 CO<sub>2</sub> 기체를 제거하기 위해 아르곤 기체를 수직로 내에 1시간 정도 흘려주었다.

결과를 분석하기 위해 XRD (Cu-Kα)와 전자 주사 현미경(SEM)을 사용하였다.

### 3. 실험 결과 및 고찰

소결된 분말의 성분을 알아보기 위하여 XRD 분석을 하였다. 그림 2는 소결된 분말의 XRD 분석 결과를 보여주고 있으며, 탄화 실리콘과 이산화 실리콘이 함께 존재하는 것을 알 수 있다.

그림 3은 1400℃에서의 실리콘-탄소-산소 3 성분계 상안정도로 실리콘, 탄화 실리콘, 탄소, 이산화 실리콘의 안정 영역을 보여 준다 [5]. 그림 3의 A 점은 증류수가 로 내에 주입되기 전 상태이다. 탄화 실리콘을 형성하고 남은 탄소는 산소와 결합하여 일산화탄소나 이산화탄소로 배기되기 때문에 로 내에는 산소량이 부족하고, 이에 따라 실리콘은 열역학적으로 안정한 이산화 실리

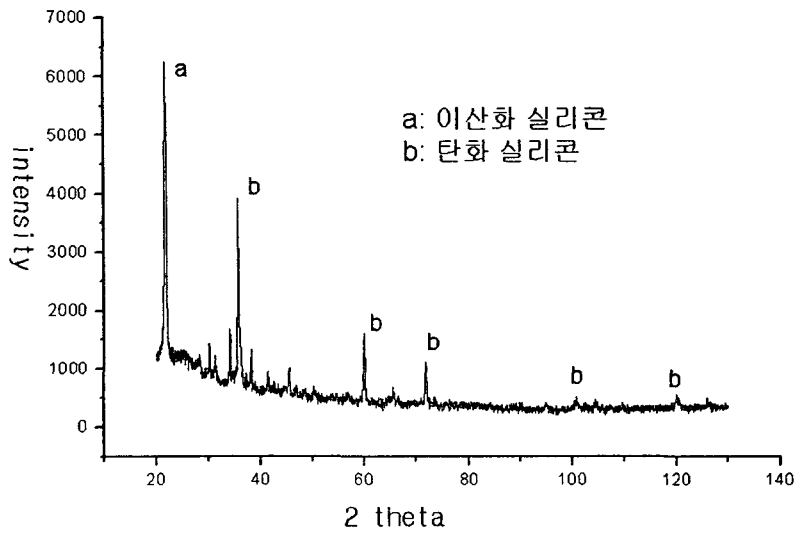


그림 2 열처리 후 분말의 XRD 패턴

콘 고체가 되지 못하고, 일산화 실리콘 기체상태로 존재한다. 증류수 주입에 의해 산소가 로 내에 공급되면 일산화 실리콘의 분압이 증가하여, 그림 3의 A에 있던 분위기 상태는 B 상태로 이동하게 된다. 즉 과포화 상태가 된 불완전한 일산화 실리콘은 산소와 짧은 시간에 결합하게 된다. 이산화 실리콘 핵의 성장은 매우 균일하게 일어나고, 에너지 최소화 조건을 만족하는 구형으로 생성되었다고 판단된다.

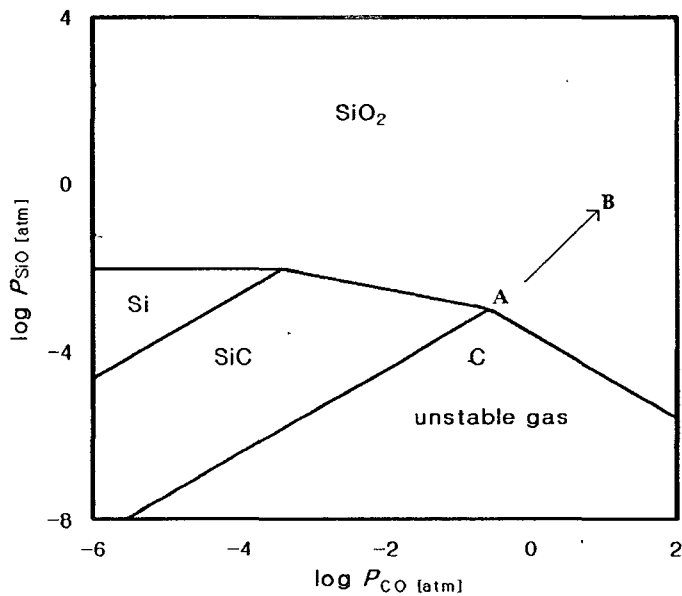


그림 3. 1400°C에서 SiO 와 CO 분압에 따른 안정상 영역

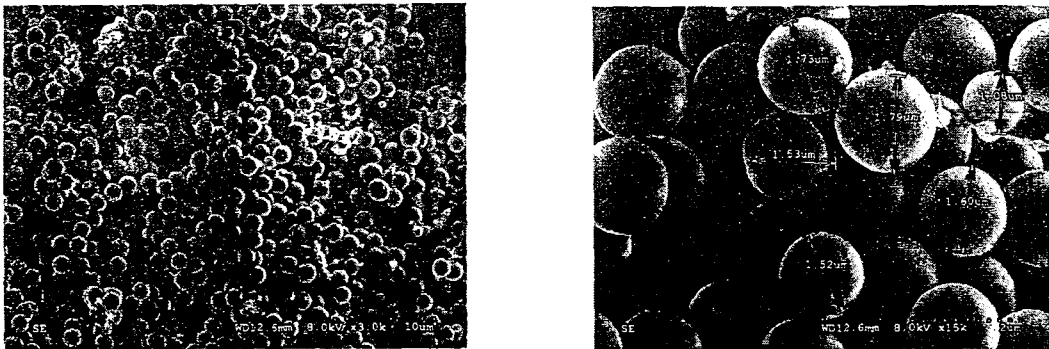


그림 4 이산화 실리콘 구형입자의 SEM 사진

그림 4는 이산화 실리콘 구형입자의 SEM 이미지를 보여준다. 이산화 실리콘의 직경은 약  $1.7\mu\text{m}$  크기이고, 고르게 분포 되어 있는 것을 볼 수 있다. 공정조건의 최적화를 통한 균일도 향상에 대한 연구가 진행되고 있다.

#### 4. 결론

폐슬러지 실리콘과 탄소의 혼합물에 증류수를 넣고 밀폐한 후,  $1400^{\circ}\text{C}$  온도에서 열처리하여  $1.7\mu\text{m}$  직경의 크기가 균일한 이산화 실리콘 구형입자를 제조하였다. 열처리된 분말에는 이산화 실리콘 미세입자뿐만 아니라 탄화 실리콘도 포함되어 있었다. 열역학적인 데이터를 이용하여 이산화 실리콘 구형입자의 생성원인을 추론하였다.

#### 참고 문헌

- [1] L. Sun, K. Gong, "Silicon-based materials from rice husks and their applications" Ind. Eng. Chem. Res. 40 (2001) 5861.
- [2] M. Tomozawa, D. L. Kim, V. Lou, "Preparation of high purity, low water content fused silica glass" J. Non-Cryst. Solid 296 (2001) 102.
- [3] G. Wu, J. Wang, J. Shen, T. Yang, G. Zhang, B. Zhou, Z. DEng, F. Bin, D. Zhou, F. Zhang, "Properties of sol-gel derived scratch-resistant nano-porous silica films by a mixed atmosphere treatment" J. Non-Cryst Solids 275 (2000) 169.
- [4] Tzong-Horng Liou, "Preparation and characterization of nano-structured silica from rice husk" Materials Science and Engineering 364 (2004) 313.
- [5] 최미령, 김영철, " 폐슬러지 실리콘 분말을 이용한 탄화규소 합성에 관한 연구" 한국기술교육대학교 신소재 공학과 석사 학위 논문 (2004).