



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2007년10월23일  
(11) 등록번호 10-0769695  
(24) 등록일자 2007년10월17일

(51) Int. Cl.

B01D 39/00(2006.01)

(21) 출원번호 10-2006-0075496  
(22) 출원일자 2006년08월10일  
심사청구일자 2006년08월10일  
(56) 선행기술조사문헌  
JP2001233697 A

(73) 특허권자

한양대학교 산학협력단  
서울 성동구 행당동 17번지

(72) 발명자

최성철  
서울 영등포구 여의도동 삼익아파트 D동 405호  
이상훈  
서울 강남구 삼성동 89 현대빌라 나동 303호  
(뒷면에 계속)

(74) 대리인

현종철

전체 청구항 수 : 총 13 항

심사관 : 홍정표

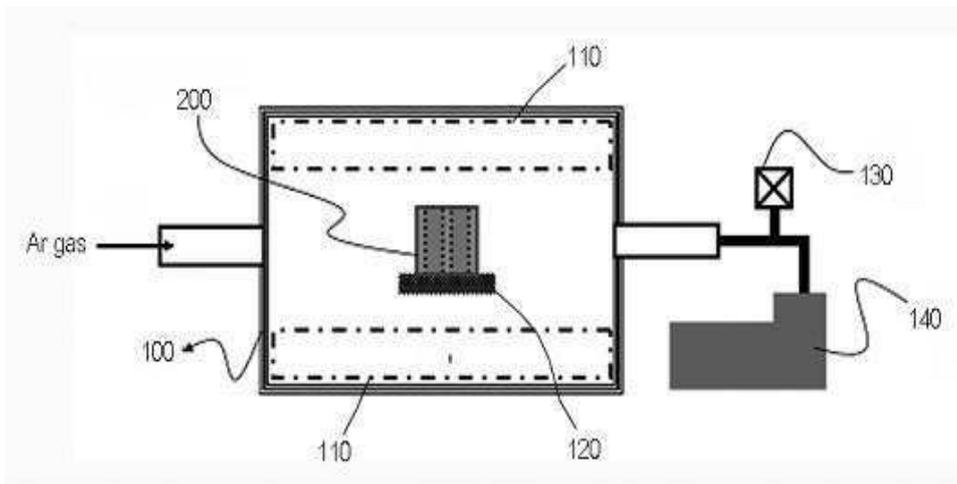
(54) 단결정 탄화규소 나노선, 이의 제조방법 및 이를 포함하는필터

(57) 요약

본 발명은 단결정 탄화규소 나노선, 이의 제조방법 및 이를 포함하는 필터에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 실리콘 카와 카본을 혼합하고, 이를 가압 성형하여 다공성 지지체를 제조하고, 불활성 분위기하에서 결정화하여 단결정 탄화규소를 제조하고, 상기 단결정 탄화규소가 나노선 형태로 성장된 필터에 관한 것이다.

상기 단결정 탄화규소 나노선은 중형비가 매우 크며 각종 표시장치 및 분석장비에 사용되는 전자총용 에미터(emitter) 또는 멤스(MEMS)의 탐침자(probe tip)와 같은 나노 전자 소자에 적용가능하고, 이를 포함하는 필터는 자동차 배기 여과 필터 등에 용이하게 적용하여 필터능 및 수명을 증가시킨다.

대표도 - 도3



(72) 발명자  
**이진석**  
서울 성동구 성수1가2동 670-133

**변윤기**  
서울 성북구 상월곡동 29-38번지 201호

---

**특허청구의 범위**

**청구항 1**

삭제

**청구항 2**

삭제

**청구항 3**

실리카와 카본을 혼합하고,  
이를 가압 성형하여 다공성 지지체를 제조하고,  
불활성 분위기하에서 기상반응에 의해 결정화하여 제조되는 단결정 탄화규소 나노선의 제조방법.

**청구항 4**

제3항에 있어서,  
상기 실리카와 카본은 6:1 내지 0.5:1의 중량비로 혼합되는 것인 단결정 탄화규소 나노선의 제조방법.

**청구항 5**

제3항에 있어서,  
상기 실리카와 카본은 4:1 내지 1:1의 중량비로 혼합되는 것인 단결정 탄화규소 나노선의 제조방법.

**청구항 6**

제3항에 있어서,  
상기 실리카는 순도가 97% 이상인 저급 실리카인 것인 단결정 탄화규소 나노선의 제조방법.

**청구항 7**

제3항에 있어서,  
상기 카본은 카본 블랙, 케첸블랙, 아세틸렌 블랙, 덴카블랙, 도카블랙 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택된 1종인 것인 단결정 탄화규소 나노선의 제조방법.

**청구항 8**

제3항에 있어서,  
상기 가압 성형은 일축 가압 성형 또는 정수압 가압 성형인 것인 단결정 탄화규소 나노선의 제조방법.

**청구항 9**

제3항에 있어서,  
상기 다공성 지지체는 기공도가 30 내지 70%이고, 기공 크기가 1 내지 10  $\mu\text{m}$ 인 것인 단결정 탄화규소 나노선의 제조방법.

**청구항 10**

제3항에 있어서,  
상기 불활성 분위기는 아르곤 가스, 10%의 수소가 함유된 아르곤 가스 및 이들의 혼합가스를 인가하여 수행하는 것인 단결정 탄화규소 나노선의 제조방법.

**청구항 11**

제3항에 있어서,

상기 결정화는 1300 내지 1600 °C에서  $1 \times 10^{-2}$  내지  $1 \times 10^{-3}$  torr의 압력 하에 수행하는 것인 단결정 탄화규소 나노선의 제조방법.

**청구항 12**

제3항에 의해 제조된 단결정 탄화규소 나노선을 포함하는 필터.

**청구항 13**

제12항에 있어서,

상기 단결정 탄화규소 나노선은 필터의 표면 또는 기공 내 성장된 것인 필터.

**청구항 14**

제12항에 있어서,

상기 필터는 자동차 배기 여과 필터인 것인 필터.

**청구항 15**

실리카와 카본을 혼합하고,

이를 가압 성형하여 다공성 지지체를 제조하고,

상기 다공성 지지체를 필터의 상부 또는 하부에 위치시키고,

불활성 분위기하에서 기상반응에 의해 결정화하여 탄화규소 나노선을 성장시켜 제조하는

제12항의 필터 제조방법.

**명세서**

**발명의 상세한 설명**

**발명의 목적**

**발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술**

- <14> 본 발명은 단결정 탄화규소 나노선, 이의 제조방법 및 이를 포함하는 필터에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 나노 전자 소자에 적용될 수 있는 단결정 탄화규소 나노선 및 이의 제조방법과, 이를 포함하여 자동차 배기 여과 필터에 적용 가능한 필터에 관한 것이다.
- <15> 탄화규소는 화학적, 기계적 특성 및 전계 방출특성이 우수하여 전세계에서 많은 연구자들의 관심의 대상이 되어 왔다. 일례로 상기 탄화규소는 디젤자동차 배기여과 필터의 모재로 쓰이고 있으며, 고강도 고인성 구조재료의 대표적인 소재로 사용되고 있다. 이 때문에 관련제품별 생산되는 금액은 매년 증가하고 있어 이런 재료에 대해서 많은 연구적, 상업적 가치를 인정받고 있다.
- <16> 종래 탄화규소는 벌크, 또는 박막 형태로 제조 및 이용되고 있다.
- <17> 그러나, 나노 수준의 탄화규소는 벌크에서 가질 수 없는 높은 비표면적과 단위면적당 강도를 가질 수 있으며, 전자 소자에서는 높은 전계방출효과, 양자구속효과와 같은 나노선만이 가질 수 있는 우수한 특성을 구현시킬 수 있다.
- <18> 나노선에 대한 연구는 1991년 일본의 이지마(Iijima) 그룹에서 카본나노튜브 구조에 대한 보고(S.Iijima, *Nature*, 1991)가 있는 후로 1차원 나노구조체에 대한 연구가 전세계적으로 진행되어오고 있다.
- <19> 탄화규소 나노 구조체에 대한 최초의 보고는 1995년 하버드 C.M.Lieber 그룹에서 보고(C.M.Lieber, *Nature*, 1995)된 카본나노튜브를 이용한 탄화규소 나노선의 합성에 대한 방법들이 보고가 되었다.
- <20> 이후부터 최근까지 탄화규소 나노선 합성에 대한 많은 연구 및 기술이 개발 되어왔다[K.B.Tang, and Y.T.Qian,

et al., *J.Phys.Chem. B* **104**, (2000) 5251, Wen Yang, Hiroshi Araki, Akira Kohyama, Somsri Thaveethavorn, Hiroshi Suzuki, Tetsuji Noda, *Materials Letters*, **58** (2004) 3145, T.H.Yang, C.H.Chen, A. chatterjee, H.Y.Li, J.T.Lo, C.T.Wu, K.H.Chen, L.C.Chen, *Chemical Physics Letters*, **379** (2003) 155, Wen Yang, Hiroshi Araki, Quanli Hu, Nobuhiro Ishikawa, Hiroshi Suzuki, Tetsuji Noda, *Journal of Crystal Growth*, **264** (2004) 278, Yunho Baek, YongHwan Ryu and Kijung Yong, *Materials Science and Engineering C* **26** (2006) 805, Ya-Juan Hao, Guo-Qiang Jin, Xiao-Dong Han, Xiang-Yun Guo, *Materials Letters* **60** (2006) 1334].

- <21> 대한민국 특허출원 제2004-70373호는 니켈 나이트라이드 헥사하이드라이드를 알코올에 녹인 촉매 용액을 실리콘 기판 상에 도포시킨 후, 촉매가 도포된 실리콘 기판과 텅스텐 옥사이드 분말과 탄소 분말의 혼합물을 동시에 사파이어 보트에 담아 불활성 가스를 주입시키면서 가열 및 실온에서 냉각시켜 고순도 고밀도의 탄소가 코팅된 탄화규소 나노선의 제조를 제안하고 있다.
- <22> 그러나 상기 방법에서 제조된 탄화규소 나노선은 표면에 비정질막, 산화막 또는 입자가 흡착되어 있고, 촉매로 사용된 금속이 잔류하여 물성이 저하되는 문제가 있다.
- <23> 이와 같이 탄화규소 나노선에 대한 합성 및 관련 기술이 보고되어 왔지만, 실제 탄화규소 나노선을 응용하여 만든 소자는 극히 일부이며, 현재까지 연구수준의 단계이다.
- <24> 뿐만 아니라 이는 대부분 반도체 소자용으로 응용하기 위한 기술이기 때문에, 실제 성장온도가 높아 반도체 연속공정에서는 응용되기 어려우며, 성장 장비가 모두 고가이기 때문에 상업적 접근이 어렵다.
- <25> 더욱이 원료로 사용되는 실리카의 경우 순도가 99.9%이상의 고가의 것을 사용하고 있을 뿐만 아니라, 결정화 공정시 별도의 촉매를 사용함에 따라 공정이 복잡해지고 생산비가 크게 상승한다.
- <26> 따라서 탄화규소 나노선은 우수한 물성을 가지는 재료임에도 불구하고 많은 부분에서 아직 실용화 단계를 이루지 못하고 있다.

**발명이 이루고자 하는 기술적 과제**

- <27> 이에 본 발명의 목적은 불순물이 없는 높은 종횡비(aspect ratio)를 가지는 단결정 탄화규소 나노선 및 이의 대량 제조방법을 제공하는 것이다.
- <28> 또한 본 발명은 상기 단결정 탄화규소가 성장된 필터 및 이의 제조방법을 제공하는 것이다.

**발명의 구성 및 작용**

- <29> 상기 목적을 달성하기 위해, 본 발명은 실리카와 카본을 혼합하고, 이를 가압 성형하여 다공성 지지체를 제조하고, 불활성 분위기하에서 결정화하여 단결정 탄화규소 나노선을 제조하는 방법을 제공한다.
- <30> 상기 탄화규소 나노선은 나노선 외부에 비정질막이나 산화물막이 존재하지 않는 고품위 단결정 나노선이며, 종횡비(aspect ratio)가 0.0005:1 내지 0.05: 1이다.
- <31> 또한 본 발명은 상기 단결정의 탄화규소 나노선을 포함하는 필터를 포함한다.
- <32> 이때 상기 필터는 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 제조한다.
- <33> 이하 본 발명을 더욱 상세히 설명한다.
- <34> 본 발명에 따라 값싼 저급원료를 출발 물질로 하여 고품위의 단결정의 탄화규소 나노선의 제조가 가능해 진다. 이러한 단결정의 탄화규소 나노선은 각종 표시장치 및 분석용 전자총용 에미터(emitter) 또는 멤스(MEMS)의 탐침자(probe tip)와 같은 나노 전자 소자에 적용가능하다. 또한 상기 방법을 통해 각종 필터에 단결정의 탄화규소 나노선을 성장시켜 자동차 배기 여과 필터 등에 용이하게 적용한다.
- <35> 상기 단결정의 탄화규소 나노선은
- <36> 실리카와 카본을 혼합하고,
- <37> 이를 가압 성형하여 다공성 지지체를 제조하고,

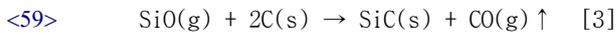
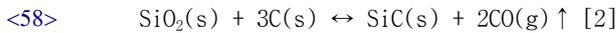
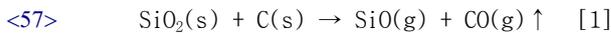
- <38> 불활성 분위기하에서 결정화하여 제조된다.
- <39> 먼저, 단결정의 탄화규소 나노선을 제조하기 위해선, 실리카와 카본을 6:1 내지 0.5:1, 바람직하기로 4:1 내지 1:1의 중량비로 혼합기를 이용하여 혼합한다.
- <40> 이때 상기 실리카와 카본의 혼합비는 실리카와 카본의 화학당량비(stoichiometry)를 고려한다. 만약 실리카의 함량이 과량이면 실리카와 카본의 반응을 통해 탄화규소(SiC)로 전환될 때 카본이 부족하고 반응에 관여하지 않은 실리카(Si)가 기공 내에 남기 때문에 충분한 도전성을 얻기가 어렵다. 이와 반대로 상기 카본의 함량이 과량이면 잔류하는 카본에 의해 성형성이 저하된다.
- <41> 상기 실리카는 비교적 가격이 저렴한 순도가 97% 이상의 저급 실리카를 사용한다. 상기 저급 실리카는 Fe와 같은 불순물을 수 ppm 수준으로 포함하고 있는데, 이러한 불순물로 인해 후속 공정에서 탄화규소 결정이 성장할 때 촉매 역할을 하게 된다. 그 결과 종래와 같이 탄화규소의 결정화를 위해 별도의 촉매를 사용할 필요가 없어 공정이 단순화되고 비용이 크게 저감된다. 더욱이 이러한 불순물은 결정화 공정의 높은 온도에 의해 휘발되어 최종 얻어진 탄화규소 나노선에는 존재하지 않는 잇점이 있다.
- <42> 또한 카본은 카본 블랙, 케첸블랙, 아세틸렌 블랙, 덴카블랙, 도카블랙 및 이들의 조합으로 이루어진 군에서 선택된 1종이 가능하다.
- <43> 이때 상기 실리카 및 카본은 분말 상태인 것이 바람직하며, 이때 각각의 입경은 기공조절의 관점에서 이중입경(bi-normal distribution) 것이 바람직하다. 즉, 상기 실리카 및 카본을 사용하여 다공성 지지체를 제조하고, 상기 다공성 지지체 내 기공을 통해 탄화규소 나노선이 성장된다. 이때 상기 각 원료의 입자 크기에 따라 다공성 지지체의 기공 크기가 조절될 수 있어, 최종적으로 바람직한 물성을 가지는 탄화규소 나노선의 제조가 가능해 진다.
- <44> 구체적으로 상기 실리카 및 카본은 0.01 그리고 10  $\mu\text{m}$ 의 입경을 가지는 분말이 사용되며, 더욱 바람직하기로는 0.05 그리고 5  $\mu\text{m}$ 의 입경을 가지는 것을 사용한다. 만약 상기 실리카 및 카본의 입경이 0.01  $\mu\text{m}$ 미만이면, 계량, 혼합 등의 처리공정에 있어서의 취급이 곤란해지기 쉽고, 결정화 되면서 고밀도화가 이루어져서 성형체 내부의 기공을 막는 경우가 생기며, 10  $\mu\text{m}$ 를 초과하면 비표면적이 작아 결정화온도에서 반응되어 생성되는 반응 가스분압이 낮아져서 탄화규소 나노선 제조가 어렵기 때문에 바람직하지 않다.
- <45> 이러한 실리카 및 카본은 막대형, 판상형, 침상형 또는 구형과 같은 형상이 가능하며, 본 발명에서 특별히 한정하지는 않는다.
- <46> 상기 혼합은 건식 또는 습식 혼합방법으로 통상적인 혼합기를 이용하여 5 내지 48시간, 바람직하기로 16 내지 24 시간 동안 수행한다.
- <47> 다음으로, 상기에서 얻어진 혼합 분말을 가압 성형하여 다공성 지지체를 제조한다.
- <48> 이때 가압 성형은 통상적인 성형방법이 가능하고, 일예로 100 내지 500  $\text{kg}/\text{cm}^2$ 의 압력으로 일축 가압 성형을 하거나, 1,000 내지 4,000  $\text{kg}/\text{cm}^2$ 의 압력으로 정수압 성형 공정을 거쳐 판상 형태로 제조한다.
- <49> 상기 성형 공정을 통해 저급 실리카 및 카본 블랙 내 존재하는 가스가 외부로 배출되어 기공을 형성함에 따라 다공성 지지체가 제조된다. 상기 다공성 지지체는 성형 조건에 따라 30 내지 70%, 바람직하기로 35 내지 50%의 기공율을 갖고, 이때 기공은 1 내지 10  $\mu\text{m}$ 의 크기를 갖는다.
- <50> 다음으로, 상기 제조된 다공성 지지체를 불활성 분위기 하에서 결정화하여 본 발명에 따른 단결정 탄화규소 나노선을 제조한다.
- <51> 도 1은 본 발명에 따라 다공성 지지체 내부에서 반응하여 단결정 탄화규소가 나노선 형태로 성장함을 보여주는 도면이다.
- <52> 도 1을 참조하면, (a)에 나타난 저급 실리카(21)와 카본(22)이 혼합된 다공성 지지체(20)는 결정화 공정을 통해 가열 및 가압함에 따라 (b)에서와 같이 다공성 지지체(20)가 탄화규소(30)로 전환함과 동시에 상기 다공성 지지체(20)의 표면에 나노선 형태로 결정이 성장한다.
- <53> 이와 같이 탄화규소 나노선이 다공성 지지체의 표면에 형성됨에 따라 탄화규소 나노선의 회수가 매우 용이해져 대량 생산에 적합함에 따라 상용화를 가능케 한다.

<54> 이때 결정화는 결정화 입자의 성장과 경제성을 고려하여 1300 내지 1600 °C에서 10 내지 120분 동안,  $1 \times 10^{-2}$  내지  $1 \times 10^{-3}$  torr 범위의 압력의 공정 조건하에서 수행한다. 만약 상기 결정화 공정을 1300 °C 이하에서 수행하였을 때는 탄화규소 나노선의 표면에 비정질막이 생성될 뿐만 아니라 Fe와 같은 불순물이 잔류하게 된다. 또한 그 시간에 있어서도 10분 이내에는 탄화규소 나노선이 형성되지 않으며,  $1 \times 10^{-2}$  torr 이상의 고압에서는 많은 불순물이 포함된 다결정 2차상이 형성될 수 있다.

<55> 상기 불활성 분위기는 불활성 분위기는 아르곤 가스, 10%의 수소가 함유된 아르곤 가스 및 이들의 혼합가스를 반응기 내로 투입하여 이루어진다. 바람직하기로 4 N 이상의 고순도의 아르곤 가스 및 10%의 수소가 함유된 아르곤 가스로 이루어진 균에서 선택된 1종 이상의 가스를 0.5 내지 2 SLM(Standard Liter per Minute)의 유량으로 주입하여 수행한다.

<56> 이때 아르곤 가스는 하기 반응식 1을 거쳐 탄화규소(SiC)로 전환된다:

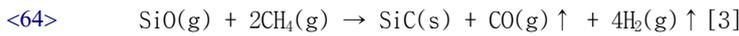
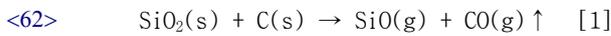
**반응식 1**



<60> 상기 반응식 1을 참조하면, [1]에서 출발물질로 사용한 실리카( $SiO_2$ )와 카본(C)이 반응하여 가스 상의 일산화규소( $SiO$ )가 발생하고, 결정화를 통해 실리카와 카본이 반응하여 탄화규소( $SiC$ )로 전환되고[2], 상기 [1]에서 발생한 일산화규소가 카본과 반응하여 결정상의 탄화규소로 전환된다[3]. 이때 상기 반응식 1의 [1] 및 [2]는 첨가되는 카본의 함량 및 온도에 의해 변화한다.

<61> 또한 수소를 포함하는 아르곤 가스를 주입하는 경우 하기 반응식 2를 거쳐 탄화규소로 전환된다:

**반응식 2**



<65> 상기 반응식 2를 참조하면, 실리카가 카본과 반응하여 일산화규소로 전환되고[1], 아르곤 가스 내 함유된 수소는 메탄 가스로 전환되며[2], 상기 [1]의 일산화규소와 [2]의 메탄 가스가 반응하여 결정화를 통해 탄화규소로 전환된다[3].

<66> 이와 같은 단계를 거쳐 제조된 탄화규소 나노선은 단결정을 가지며, 고순도 및 고밀도 특성을 가진다. 더욱이 종래 공지된 탄화규소 나노선과 비교하여 나노선의 외부 및 내부에 불순물 입자나 비정질막 또는 산화막이 존재하지 않는 고품위의 나노선임을 알 수 있다.

<67> 상기 탄화규소 나노선은 직경이 나노미터 수준이고, 길이가 마이크로 수준을 가져 0.0005:1 내지 0.05: 1의 높은 종횡비(aspect ratio)를 갖는다. 이러한 높은 종횡비는 탄화규소 나노선의 응용과 직접적인 연관이 있으며, 구체적으로 본 발명에 따른 단결정의 탄화규소 나노선은 직경이 5 내지 50 nm이고 길이가 1 내지 10  $\mu m$ 를 갖는다.

<68> 특히 본 발명에 따른 상기 단결정의 탄화규소 나노선의 제조는 별도의 촉매를 사용하지 않고 가격이 저렴한 저급 실리카를 사용하여 Fe와 같은 불순물이 자연 촉매로서 작용함에 따라 대량 생산에 바람직하게 적용할 수 있다. 이는 종래 고가의 고순도의 실리카를 촉매를 사용한 것과 비교하면 공정 및 비용면에서 큰 잇점이 있다.

<69> 이러한 단결정의 탄화규소 나노선은 FED와 같은 표시장치 및 각종 분석장치에 사용되는 전자총의 에미터(emitter)와 MEMS의 탐침자(Probe tip)와 같은 나노 소자로 효과적으로 활용한다.

<70> 본 발명에 따른 단결정 탄화규소 나노선의 제조는 상기 방법에 의해 통상적인 장치를 적절히 변화시켜 수행할

수 있다.

- <71> 상기 단결정의 탄화규소 나노선의 성장 방법은 상기와 같이 나노선 형태로 탄화규소를 제조할 수 있을 뿐만 아니라 각종 제품의 표면에 결정을 성장시켜 표면 처리를 하거나, 제품의 내부에 결정을 성장시킬 수 있다.
- <72> 대표적으로, 상기 단결정의 탄화규소 나노선을 구조를 가지는 필터의 셀 내부에서 성장시켜 다양하게 응용될 수 있다.
- <73> 일례로, 단결정의 탄화규소 나노선이 성장된 필터는
- <74> 실리카와 카본을 혼합하고,
- <75> 이를 가압 성형하여 다공성 지지체를 제조하고,
- <76> 상기 다공성 지지체를 허니컴 구조체의 상부 또는 하부에 위치시키고,
- <77> 불활성 분위기하에서 결정화하여
- <78> 필터의 셀 내부에 단결정의 탄화규소 나노선을 성장시켜 제조된다.
- <79> 이때 각 공정에서의 조건은 상기에서 언급한 바를 따른다.
- <80> 다만 상기 필터는 높은 기공율을 가지며, 기공 크기가 단결정 탄화규소가 성장할 수 있을 정도의 크기를 갖는 것이 바람직하며, 다양한 형태의 것이 가능하다.
- <81> 도 2는 본 발명에 따라 다공성 지지체가 필터 내부에서 단결정 탄화규소로 성장되는 모습을 보여주는 도면이다. 이때 이해를 돕기 위해 상기 필터는 허니컴 구조를 갖는 필터를 도시하였으며, 상기 구조는 이 분야의 통상의 지식을 가진 자에 의해 다양하게 변형할 수 있으며 본 발명이 이러한 구조에 한정되는 것은 아니다.
- <82> 도 2를 참조하면, (a)에서는 저급 실리카와 카본이 혼합된 다공성 지지체(40)를 허니컴 필터(50)의 하부에 위치시키고, 결정화 공정을 통해 가열 및 가압함에 따라 (b)에서와 같이 최종 얻어진 필터(70)는 허니컴 필터(50)의 셀 내부에 탄화규소(60) 결정이 나노선 형태로 성장한다.
- <83> 이와 같이 단결정 탄화규소 나노선이 성장된 필터는 다양한 분야에 적용될 수 있으며, 일례로 자동차 배기 여과 필터와 같은 필터로서 사용되어 필터능 및 수명을 증가시킨다.
- <84> 이하, 본 발명의 이해를 돕기 위하여 바람직한 실시예를 제시한다. 그러나 하기의 실시예는 본 발명을 보다 쉽게 이해하기 위하여 제공되는 것일 뿐, 실시예에 의해 본 발명의 내용이 한정되는 것은 아니다.
- <85> [실시예]
- <86> **실시예 1: 단결정의 탄화규소 나노선의 제조**
- <87> 불밀 장치에 실리카 분말(순도:97%, 입경 0.1  $\mu\text{m}$ )과 카본블랙(0.5  $\mu\text{m}$ )을 3:1의 중량비로 주입하여 24시간 동안 혼합하여 혼합 분말을 제조하였다.
- <88> 상기 혼합 분말을 250  $\text{kg}/\text{cm}^2$ 의 압력으로 일축 가압 성형을 하여 판상 형태로 성형하여 다공성 지지체를 제조하였다. 이때 다공성 지지체는 기공도가 35%이고, 기공의 크기 5 내지 7  $\mu\text{m}$ 의 범위를 나타내었다.
- <89> 상기 다공성 지지체를 결정화를 수행하여 단결정의 탄화규소 나노선(직경 50 nm, 길이 100  $\mu\text{m}$ )을 제조하였다.
- <90> 이때 결정화는 도 3에 도시된 바의 장치를 사용하여 수행하였다.
- <91> 먼저, 카본 발열체(110)가 상하부에 구비되고, 온도 및 압력 게이지(130)와 펌프(140)가 구비된 진공 챔버(100)의 중앙에 위치한 트레이(120)에 혼합 분말(200)을 주입한다.
- <92> 이때 온도를 가하면서 아르곤 가스를 1 SML의 속도로 진공 챔버(110)에 주입한 후, 1400  $^{\circ}\text{C}$ 에서 60분 동안,  $4 \times 10^{-2}$  torr의 압력을 인가하여 결정화를 수행하여 단결정의 탄화규소 나노선을 제조하였다.
- <93> **실험예 1: 형태 분석(SEM-EDS)**
- <94> 상기 실시예 1에서 제조된 단결정 탄화규소 나노선을 SEM(Scanning Electron Micoscopy) 분석 장치를 이용하여 분석하였으며, 얻어진 결과를 하기 도 4에 나타내었다.
- <95> 도 4의 (a) 및 (b)는 상기 단결정 탄화규소 나노선의 주사전자현미경 사진으로, 이때 (a)는 해상도가 500 배율

인 경우, (b)는 5k 배율인 경우의 사진이다.

<96> 도 4의 (a) 및 (b)를 참조하면, 실시예 1에서 제조된 단결정 탄화규소는 선형으로 성장됨을 알 수 있다.

<97> **실험예 2: 성분 분석(EDS)**

<98> 상기 실시예 1에서 제조된 단결정 탄화규소 나노선을 EDS(Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) 분석 장치를 이용하여 분석하였으며, 얻어진 결과를 하기 도 5에 나타내었다.

<99> 도 5는 X-선 미량 분석기를 통한 성분분석 결과를 보여주는 그래프로, 상기 실시예 1에서 제조된 단결정 탄화규소는 카본과 실리카로만 구성됨을 알 수 있다.

<100> **실험예 3: 결정 구조 분석(XRD)**

<101> 상기 실시예 1에서 제조된 단결정 탄화규소 나노선을 XRD(X-ray diffraction Spectroscopy) 분석 장치를 이용하여 분석하였으며, 얻어진 결과를 하기 도 6에 나타내었다.

<102> 도 6을 참조하면, X-선 회절 분석(XRD) 분석 결과, 실시예 1에서 제조된 단결정 탄화규소는 실리카와 카본으로 구성되어 있으며, SiC-3C( $\beta$ -SiC) 결정구조의 성분이 나타나 고밀도로 단결정으로 성장되었음을 알 수 있다.

<103> **실험예 4: 불순물 분석(HRTEM)**

<104> 상기 실시예 1에서 제조된 단결정 탄화규소 나노선을 고분해능 투과전자현미경(HRTEM) 분석 장치를 이용하여 분석하였으며, 얻어진 결과를 하기 도 7에 나타내었다.

<105> 도 7은 실시예 1에서 제조된 단결정 탄화규소 나노선의 고분해능 투과전자현미경 사진(해상도 X 500k)이다.

<106> 도 7을 참조하면, 본 발명에 따른 실시예 1에서 제조된 단결정 탄화규소 나노선은 적층결함(stacking fault)이 형성되지 않으며, 나노선 표면에 비정질 실리콘옥사이드와 같은 불순물을 함유하지 않아 고순도로 성장되었음을 알 수 있다.

<107> **실험예 5: 단결정 구조 분석(SAD)**

<108> 상기 실시예 1에서 제조된 단결정 탄화규소 나노선을 제한시야 회절(SAD, Selective Area Diffraction) 분석장치를 이용하여 분석하였으며, 얻어진 결과를 하기 도 8에 나타내었다.

<109> 도 8은 실시예 1에서 제조된 단결정 탄화규소 나노선의 zone axis (011)에서 측정된 제한시야 회절분석 패턴이다. 상기 도 8을 참조하면, 상기 단결정 탄화규소 나노선은 (111)방향으로 성장된 단결정임을 알 수 있다.

<110> **실험예 6: 자연 촉매 확인(TEM/EDS)**

<111> 상기 실시예 1에서 제조된 탄화규소 나노선에 자연 촉매 역할이 되는 Fe 금속촉매의 존재 여부와 촉매층의 형상을 알아보기 위해 투과전자현미경 사진과, EDS 분석장비를 이용하여 측정하였다.

<112> 도 9a는 단결정 탄화규소 나노선 팁(tip) 부분의 투과전자현미경 사진(해상도 X 100k 배율)이고, 도 9b는 상기 도 9a의 팁 부분의 에너지 분산 X-선 분광 분석(EDS) 분석 그래프이다.

<113> 상기 도 9a를 참조하면, 화살표로 표시한 바와 같이 단결정 탄화규소 나노선의 끝부분이 구형모양의 금속촉매가 형성됨을 알 수 있다. 이 부분을 EDS로 성분 분석한 결과, 도 9b에 나타낸 바와 같이 Fe 금속이 분석되었다.

<114> 도 10a는 실시예 1에서 제조된 단결정 탄화규소 나노선의 코어(core) 부분의 투과전자현미경 사진(해상도 X 100k 배율)이고, 도 10b는 상기 도 10a의 코어 부분의 에너지 분산 X-선 분광 분석(EDS) 분석 그래프이다.

<115> 상기 도 10a를 참조하면, 본 발명에 따른 단결정 탄화규소 나노선은 도 9a에서 보이던 Fe가 없어짐을 알 수 있으며, 도 10b에 나타낸 바와 같이 순수한 탄화규소만으로 이루어져 있음을 알 수 있었다. 이로 미루어보아 저급 실리카 내 포함된 Fe 불순물이 자연 촉매로 작용하여 단결정 탄화규소 나노선 성장을 도와주는 역할을 수행함을 알 수 있다.

<116> **실시예 2: 탄화규소 나노선이 성장된 허니컴 필터의 제조**

<117> 불필 장치에 실리카 분말(순도:97%, 입경 0.1  $\mu$ m)과 카본블랙(0.5  $\mu$ m)을 3:1의 중량비로 주입하여 24시간 동안 혼합하여 혼합 분말을 제조하였다.

<118> 상기 혼합 분말을 250 kg/cm<sup>2</sup>의 압력으로 일축 가압 성형을 하여 판상 형태로 성형하여 다공성 지지체를 제조하

였다. 이때 다공성 지지체는 기공도가 35%이고, 기공의 크기 5 내지 7  $\mu\text{m}$ 의 범위를 나타내었다.

- <119> 진공 챔버에 다공성 지지체를 위치시키고, 그 상부로 허니컴 필터를 적층하였다. 이때 상기 허니컴 필터는 기공도가 50% 이고, 기공의 크기가 20  $\mu\text{m}$ 인 것을 사용하였다.
- <120> 상기 진공 챔버에 10%의 수소가 함유된 아르곤 가스를 2 SML의 속도로 주입하면서 1400  $^{\circ}\text{C}$ 에서 60분 동안,  $4 \times 10^{-2}$  torr의 압력을 인가하여 결정화를 수행하여 허니컴 필터의 셀에 단결정의 탄화규소 나노선(직경 8 nm, 길이 4  $\mu\text{m}$ )을 성장시켰다.
- <121> **실험예 7: 구조 확인(SEM)**
- <122> 상기 실시예 2에서 단결정의 탄화규소 나노선이 허니컴 필터 내에 성장되었는지 알아보기 위해 주사전사현미경(SEM)을 이용하여 관찰하였다.
- <123> 도 11은 상기 주사전사현미경 사진으로, (a)는 해상도가 30배율이고, (b)는 2k 배율, (c)는 500배율, (d)는 1k 배율이다.
- <124> 도 11의 (a) 내지 (d)를 참조하면, 상기 실시예 2에서 제조된 허니컴 필터의 셀 내부에 탄화규소가 나노선 형태로 성장됨을 확인하였다.

**발명의 효과**

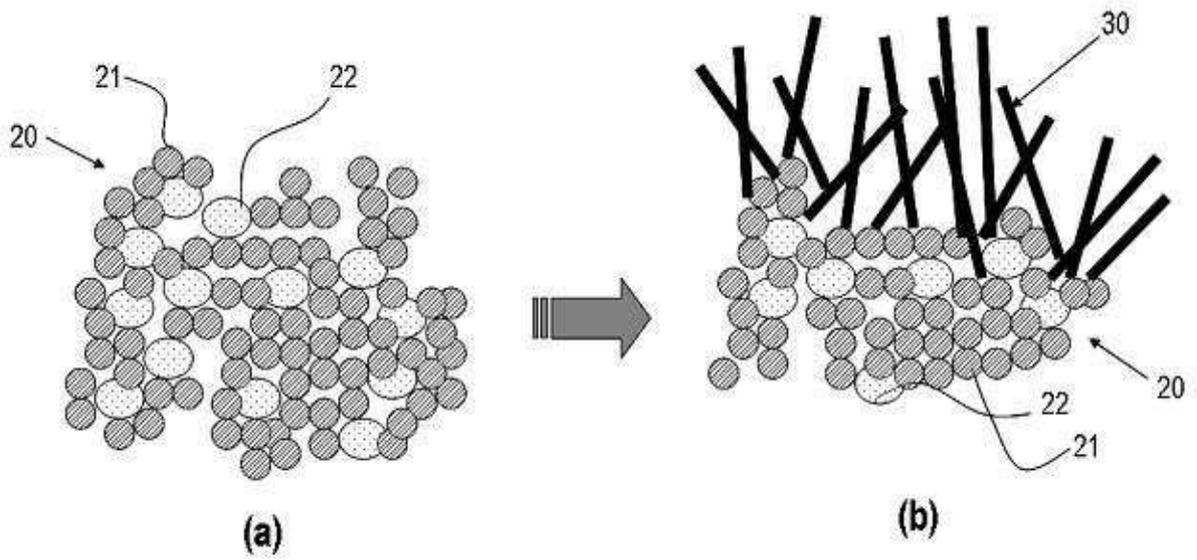
- <125> 저술한 바와 같이, 본 발명은 저급원료를 사용하여 고부가 가치를 가지는 단결정의 탄화규소를 나노선 형태로 제조하였으며, 이를 포함하는 필터를 제조하였다. 이러한 단결정의 탄화규소 나노선은 표시장치 및 분석장치에 사용되는 전자총의 에미터(emitter) 또는 멤스(MEMS)의 탐침자(probe tip)와 같은 나노 전자 소자에 적용가능하며, 상기 필터는 자동차 배기 여과 필터 등에 적용하여 필터능 및 수명을 증가시킨다.

**도면의 간단한 설명**

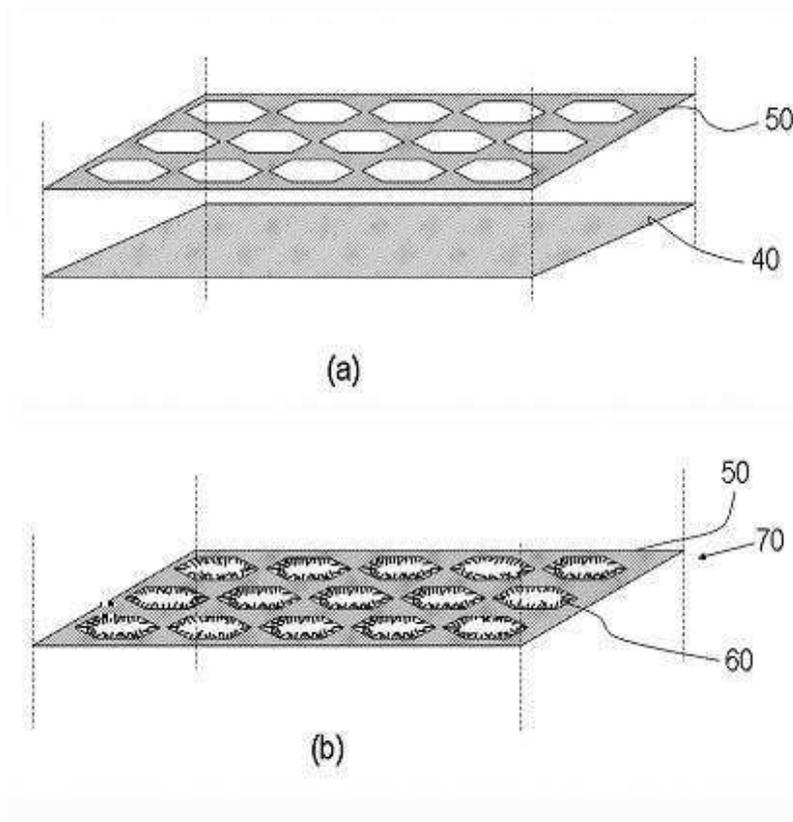
- <1> 도 1은 본 발명에 따라 다공성 지지체 내부에서 반응하여 단결정 탄화규소가 나노선 형태로 성장함을 보여주는 도면이다.
- <2> 도 2는 본 발명에 따라 다공성 지지체가 허니컴 필터 내부에서 단결정 탄화규소로 성장되는 모습을 보여주는 도면이다.
- <3> 도 3은 실시예 1에서 결정화 공정에서 사용된 장치의 모식도이다.
- <4> 도 4는 실시예 1에서 제조된 단결정 탄화규소 나노선의 주사전사현미경 사진: (a) 해상도 X 500, (b) 해상도 X 5k이다.
- <5> 도 5는 실시예 1에서 제조된 단결정 탄화규소 나노선의 X-선 미량 분석 그래프.
- <6> 도 6은 실시예 1에서 제조된 단결정 탄화규소 나노선의 X-선 회절 분석 그래프.
- <7> 도 7은 실시예 1에서 제조된 단결정 탄화규소 나노선의 고분해능 투과전자현미경 사진(해상도 X 500k)
- <8> 도 8은 실시예 1에서 제조된 단결정 탄화규소 나노선의 zone axis (011)에서 측정된 제한시야 회절분석(SAD) 패턴.
- <9> 도 9a는 단결정 탄화규소 나노선 팁(tip) 부분의 투과전자현미경 사진(해상도 X 100k 배율).
- <10> 도 9b는 상기 도 9a의 팁 부분의 에너지 분산 X-선 분광 분석(EDS) 분석 그래프.
- <11> 도 10a는 실시예 1에서 제조된 단결정 탄화규소 나노선의 코어(core) 부분의 투과전자현미경 사진(해상도 X 100k 배율).
- <12> 도 10b는 상기 도 10a의 코어 부분의 에너지 분산 X-선 분광 분석(EDS) 분석 그래프.
- <13> 도 11은 실시예 2에서 제조된 허니컴 구조를 가지는 필터의 주사전사현미경 사진: (a)해상도 X 30, (b) 해상도 X 2k, (c) 해상도 X 500, (d) 해상도 X 1k이다.

도면

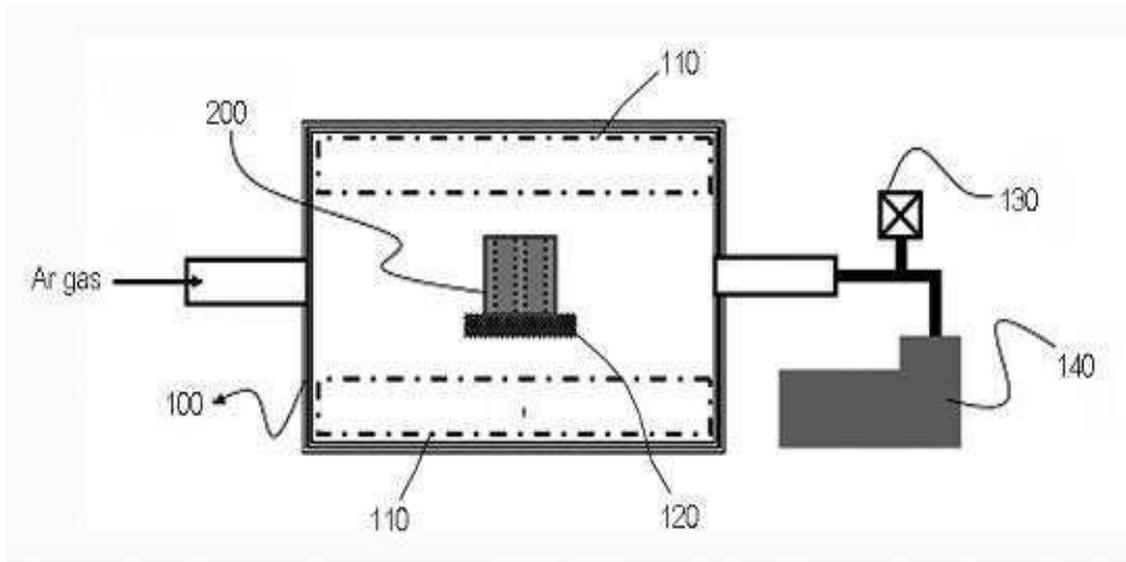
도면1



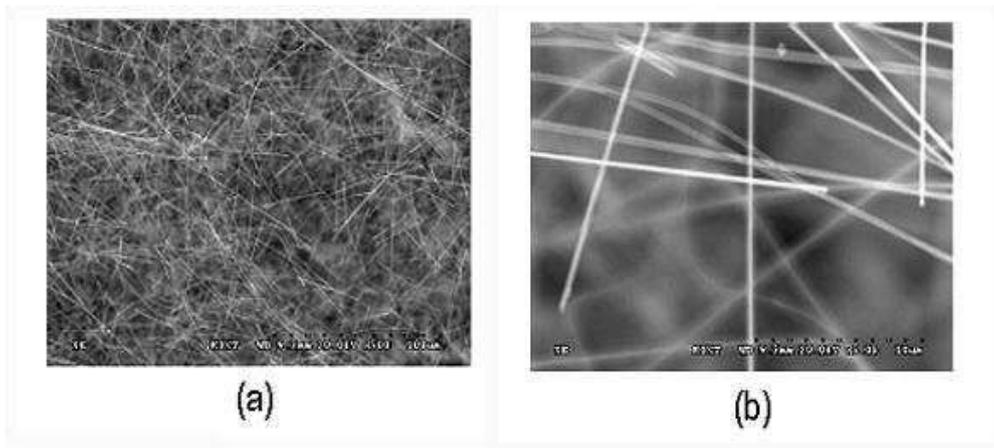
도면2



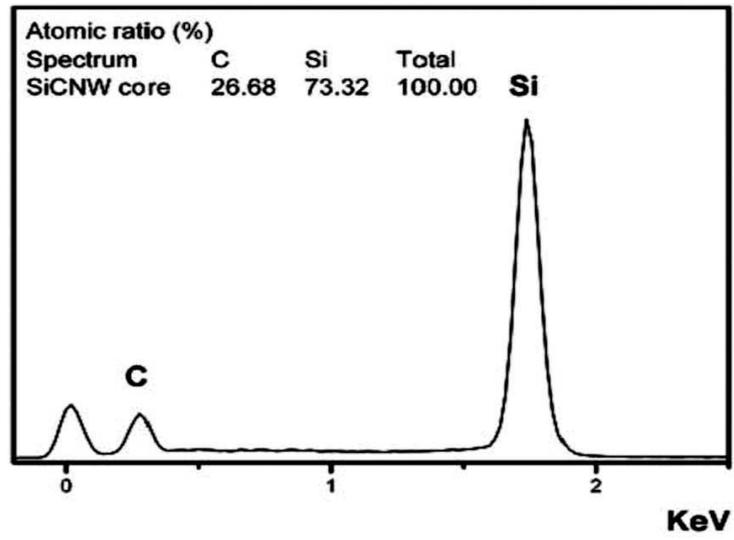
도면3



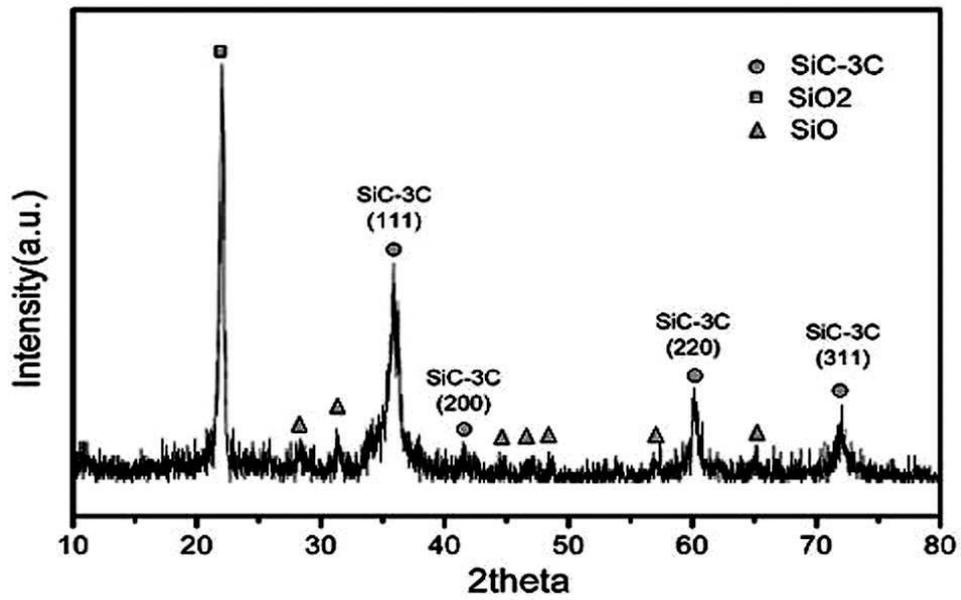
도면4



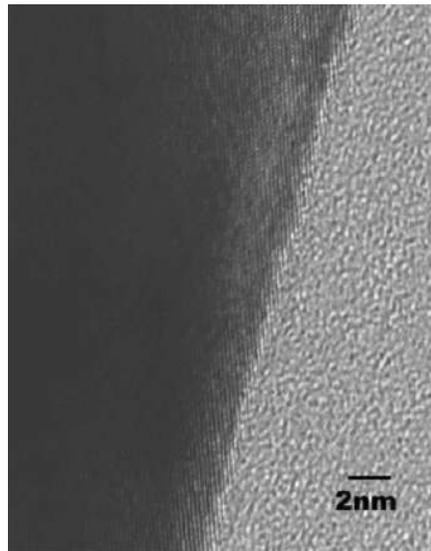
도면5



도면6



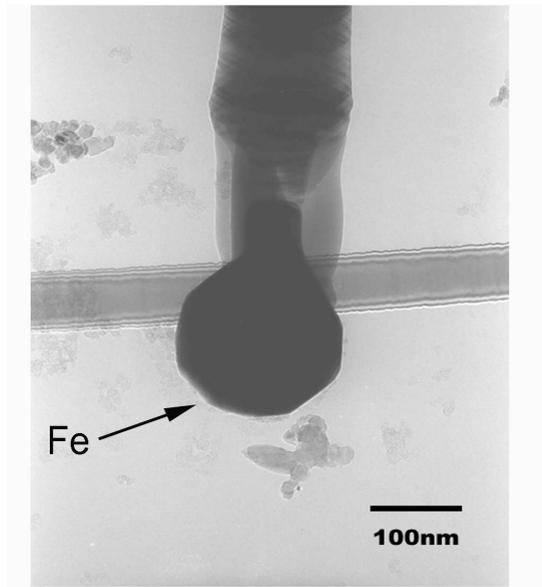
도면7



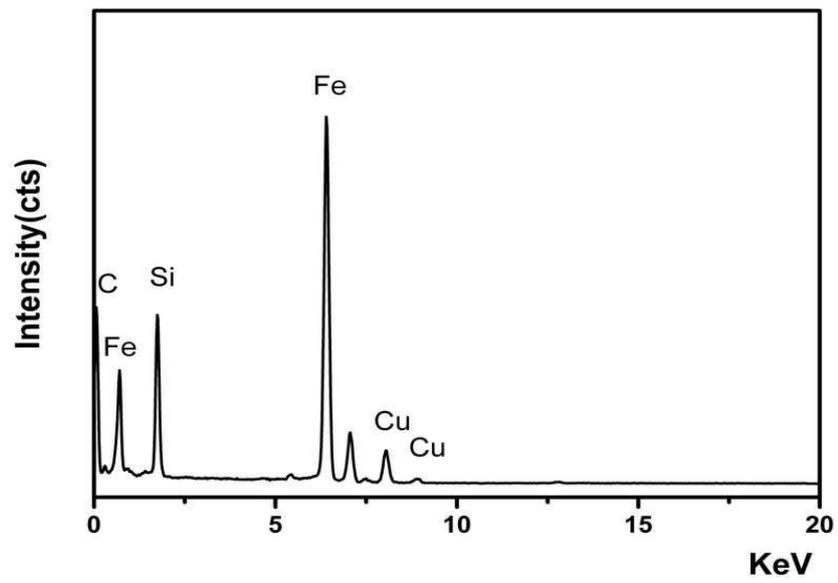
도면8



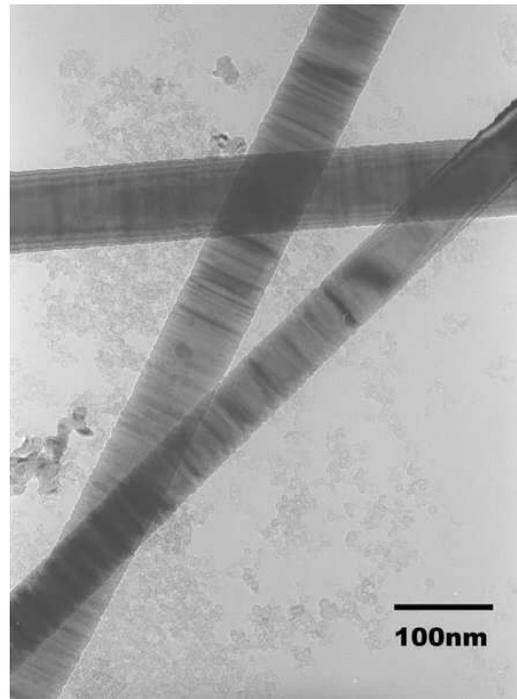
도면9a



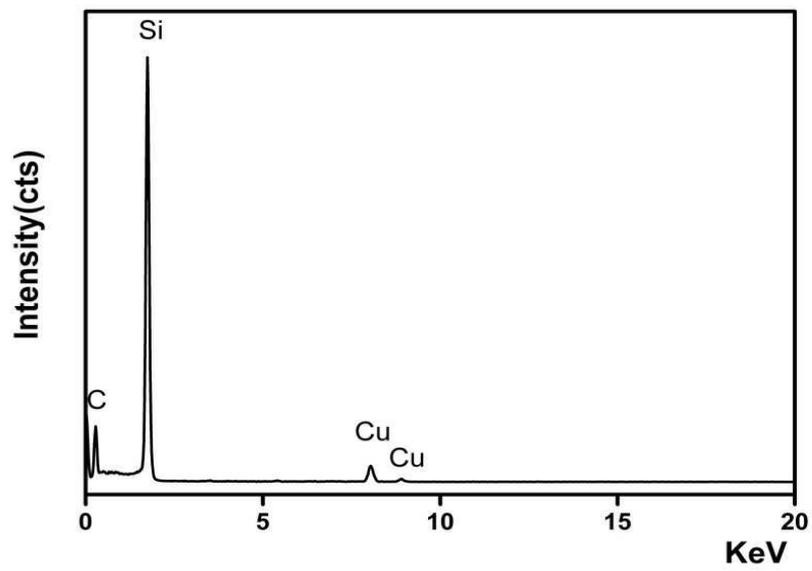
도면9b



도면10a



도면10b



도면11

