

## 기상합성법에 의한 $\beta$ -SiC 초미분말 합성 및 특성

어경훈 · 이승호 · 유용호 · 소명기

강원대학교 재료공학과  
(1998년 8월 18일 접수)

## Synthesis and Characterization of Ultrafine $\beta$ -SiC Powder by Vapor Phase Reaction

Kyoung-Hoon Er, Seoung-Ho Lee, Yong-Ho Yoo and Myoung-Gi So

Department of Material Engineering, Kangwon National University

(Received August 18, 1998)

### 요 약

기상반응법을 이용하여  $H_2$  분위기에서  $TMS[Si(CH_3)_3]_4$ 를 반응온도 1000~1400°C 및 TMS 농도 1~10% 인 조건에서 초미분의 탄화규소 분말을 합성하였다. 합성된 탄화규소 분말들의 결정상변화 및 평균입경을 알아보기 위해 XRD와 TEM 분석을 행한결과, 반응온도 1000°C 이상에서  $\beta$ -SiC가 형성되었으며 반응온도가 높아질수록 결정성이 증가하였다. 제조된  $\beta$ -SiC 입자들의 형태는 구형이었고 평균입경은 약 20 nm 정도였으며 반응온도와 TMS 농도가 증가함에 따라 입자크기에는 큰 영향을 미치지 않았다. FTIR 분석결과, 반응온도가 높아질수록 Si-C 흡수 band는 높은 wavenumber 쪽으로 이동하였다. TMS와  $H_2$ 의 총유량 1500 cc/min 이상에서는  $\beta$ -SiC와 다결정 Si 입자들이 동시에 생성됨을 알 수 있었다. 또한 총유량 1000 cc/min 이상에서 Si-O bond intensity가 증가하였는데 이는 생성된 Si 입자들의 산화에 의해 나타난 것으로 사료된다.

### ABSTRACT

Ultrafine  $\beta$ -SiC powders were synthesized by the vapor phase reaction of  $TMS[Si(CH_3)_3]_4$  in hydrogen. The reaction temperature and TMS concentration were varied from 1000 to 1400°C and from 1 to 10%, respectively. The average particle size and phase of the powders were analyzed by TEM and XRD. Ultrafine  $\beta$ -SiC powders were synthesized above 1000°C and the crystallinity of the powders increased with increasing reaction temperature. Shape of the particles were spherical and had average size of about 20 nm, which showed no difference as the reaction temperature and TMS concentration increased. From the FT-IR analysis, the absorption bands of Si-C of the powders shifted to higher wavenumber as the reaction temperature increased. Under the condition of total gas flow above 1500 cc/min,  $\beta$ -SiC and poly-Si powders were obtained simultaneously. The Si-O bond intensity was increased under the condition of total gas flow rate above 1000 cc/min, which might be due to oxidation formed on poly-Si.

**Key words :** Ultrafine,  $\beta$ -SiC powder, TMS, Vapor phase reaction.

### 1. 서 론

탄화규소는 화학적, 열적 특성이 매우 안정한 화합물로서 기계구조용 및 내화물용 소재로 많이 이용되고 있다. 그러나 탄화규소는 자기 소결성이 나쁜 것<sup>1)</sup>으로 알려져 있어 이들을 이용한 고성능 제품을 제조하기 위해서는 양질의 소결용 원료분말을 얻는 것이 중요하다. 일반적으로 원료분말의 특성이 소결성과 소결체의 미세조직, 그리고 기계적 특성에 미치는 영향은 매우 크며 대부분의 경우

소결하기에 앞서 성형을 하기 때문에 성형성 또한 좋아야 한다. 그러므로 탄화규소 소결시 우수한 소결성을 얻기 위해서는 초미분, 고순도 탄화규소 분말 제조가 필수적이다. 기존의 탄화규소 분말합성법으로는 실리카환원 탄화에 의한  $\alpha$ -SiC의 합성법, 금속규소 및 산화규소의 탄화에 의한<sup>2)</sup>  $\beta$ -SiC의 합성, 유기규소폴리머의 열분해법,<sup>3)</sup> 증발·응축법,<sup>4)</sup> 기상합성법<sup>5-9)</sup> 등이 알려져 있으나 Okabe<sup>10)</sup> 등에 의하면 초미분, 고순도의 분말을 얻기 위해서는 기상합성법이 가장 유망한 방법이라고 보고하였다. 국

내에서는 가수분해법<sup>11)</sup>과 SHS 화학로법<sup>12)</sup>에 의한 탄화규소분말 제조에 관한 연구가 보고되었으나 기상합성법에 의한 탄화규소분말 제조는 거의 전무한 상태이다. 기상합성법으로 탄화규소분말을 제조한 Kato<sup>13)</sup> 등에 의하면 미세 탄화규소분말을 얻기 위해서는 높은 과포화도가 요구되며 과포화도는 출발물질의 평형상수값과 비례한다고 하였으며, 반응온도와 반응가스의 입력비 그리고 총유량의 변화에 따라 탄화규소분말 입자 크기에 차이가 나타남을 보고하였다. 또한  $\beta$ -SiC 미분말을 얻기 위해 출발물질로  $\text{SiH}_4$ - $\text{CH}_4$  계와  $\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{Cl}_2$ 를 사용할 경우 1400°C 이상의 고온공정이 요구되며, 특히  $\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{Cl}_2$  사용시 1500°C 이하에서는 탄화규소분말을 얻기 어려운 단점이 있다. 한편 TMS를 사용하여  $\beta$ -SiC 미분말 제조시 다른 출발원료에 비해 1000°C 정도에서 높은 평형상수 값을 가지므로 1400°C 이하의 공정에서  $\beta$ -SiC 미분말 제조가 가능하며, 1000°C 부근에서 0.1  $\mu\text{m}$  이하의 입자크기를 얻을 수 있다. 이와 같은 TMS에 의한 기상반응을 이용할 때  $\text{H}_2$ 가 첨가되는데 Avigal 등에<sup>14)</sup> 의하면 TMS를 사용하여 SiC 박막 증착시  $\text{H}_2$ 가 첨가되면 Si가 우선적으로 증착된다고 하였으나,  $\text{H}_2$  분위기에서 TMS를 사용하여 탄화규소 분말을 얻은 Hojo 등은<sup>10)</sup> 얻어진 분말 또는 반응관 내에 Si 분말이나 증착층은 존재하지 않았다고 하였다. 결국 이들 결과의 차이 즉, Si 형성의 유·무는 기상반응시  $\text{H}_2$  유량차이에 기인될 것으로 추정할 수 있다. 따라서 본 연구에서는 저온공정과 미분체 제조에 적합한 TMS를 사용하여 온도, 입력비 그리고 총유량 등을 변화시켜 기상합성법으로 탄화규소 분말을 제조하고자 하며 탄화규소 분말의 결정상변화 및 입자크기 변화 등을 살펴보고자 한다. 또한  $\text{H}_2$  분위기에서 TMS를 사용하여 탄화규소 분말 제조시 탄화규소 분말 내에 Si 분말이 생성되는  $\text{H}_2$  유량 조건을 알아봄으로서 순수한 탄화규소 분말을 얻을 수 있는  $\text{H}_2$  유량 조건 범위를 알아 보고자 한다.

2. 실험방법

본 실험에서는 TMS와  $\text{H}_2$  가스를 출발물질로하여 기상합성장치를 이용해서 탄화규소분말을 합성하였으며, Fig. 1에 장치의 개략도를 나타내었다. 본 실험에서 사용된 기상합성장치는 크게 나누어 가스 유량조절부, 반응물질인 TMS의 bubbling 부, 반응실부, 분말포집부 등으로 구성되어 있다. 반응 가스의 유량조절을 위해서 유량계를 사용하였고 반응물질인 액체의 TMS를 담기 위해 유리관(pyrex)을 이용하였으며 반응관내의 온도측정은 R-type 열전대를 이용하여 온도를 측정하였다. 또한 합성된 탄화규소분말을 포집하기 위해 4개의 유리관을 일렬로 연결하였으며 밖으로 빠져 나가는 분

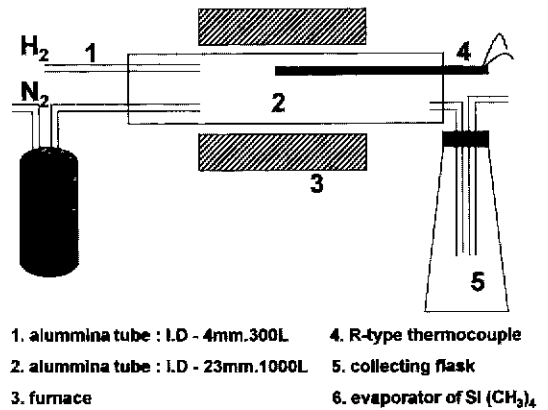


Fig. 1. Schematic diagram of vapor synthesis reactor.

말의 양을 최소화 하였다. 출발원료인 TMS(제조사: Acros Organics, 순도: 99.9%)는 휘발성 및 인화성이 강하므로 얼음을 이용하여 항상 0°C를 유지시켜 주었으며, 반응시 고순도질소(99.99%)를 이용하여 bubbling시켜 반응관내로 유입하였다. 기상합성장치를 이용한 탄화규소분말의 합성방법은 다음과 같다. 먼저 반응관내의 불순물을 제거하기 위해 질소를 이용하여 반응관은 계속 puring 하면서 원하는 반응온도까지 승온시킨 후 반응온도로 유지되었을 때 반응물질인 TMS와 수소가스를 반응관내로 유입시켜 탄화규소분말을 합성하였으며, Table 1에 실험조건을 자세히 나타내었다. 모든 탄화규소분말은 2시간 동안 합성한 후 반응을 종료시켰으며 반응관의 온도가 상온까지 냉각된 상태에서 얻어진 분말을 포집하였다. 포집된 탄화규소 분말은 건조실에서 충분히 건조시킨 후 건조된 분말을 가지고 특성평가를 행하였다. 합성된 탄화규소분말의 상변화 및 결정성을 확인하기 위하여 XRD 분석을 행하였으며 이 때 2 $\theta$  범위는  $\beta$ -SiC의 (111), (220), (311) 면이 측정되는 20~75°로 하였다. 합성된 탄화규소분말의 원자결합 상태를 알아보기 위하여 FTIR(fourier transform-infrared spectrophotometry)를 이용하여 분석하였다. FTIR 분석을 위한 시편은 KBr과 제조된 탄화규소분말을 섞어 지름 13 mm, 두께 1 mm 크기의 환형태로 제작하였으며 scan range는 400~4000  $\text{cm}^{-1}$ 의 wave number 범위에

Table 1. Experimental Conditions of Synthesis of SiC Powder

Parameter	Condition
Reaction gas	TMS [ $\text{Si}(\text{CH}_3)_2$ ], $\text{H}_2$
Temperature	1000~1400°C
TMS concentration	1~10%
Total gas flow rate	1000~2000 cc/min

서 분석을 행하였다. 합성된 탄화규소 분말의 결정상, 입자의 모양 및 크기 등을 관찰하기 위하여 TEM 분석을 행하였다. TEM 시편은 미량의 분말을 에탄올과 혼합하여 초음파세척을 5분간 행하여 분산된 탄화규소 분말을 탄소 코팅된 구리 그리드 위에 떨어 뜨린후 건조시켜 준비하였으며 가속전압 200 kv인 조건에서 명시야상 분석을 하였다. 또한 입자의 평균입도는 TEM 사진을 Image analyzer(Image pro plus)를 통하여 분석하였다.

### 3. 실험결과 및 고찰

#### 3.1. 반응온도 변화에 따른 탄화규소 분말의 특성

기상합성장치를 이용하여 TMS 농도 2%, 총유량 1000 cc/min인 조건에서 반응온도 변화에 따라 합성된 탄화규소분말의 상변화를 알아보기 위해 XRD 분석을 행하였으며, 그 결과를 Fig. 2에 나타내었다. 반응온도 1000°C에서 미세한  $\beta$ -SiC (111) peak이 나타났으며 그 이상에서 반응온도가 높아짐에 따라 (111) peak intensity 증가와 함께  $\beta$ -SiC (220), (311) peak 들이 나타남을 알 수 있다. 이와 같은 결과로 보아 1000°C 이상에서  $\beta$ -SiC 분말을 얻을 수 있었으며 반응온도가 높아짐에 따라 결정성이 증가함을 알 수 있었다. TMS 농도 2%, 총유량 1000 cc/min 인 조건에서 반응온도 변화에 따라 제조된 탄화규소분말의 입자크기 및 입자의 형태를 알아보기 위해 TEM 분석을 행하였으며 회절패턴 및 명시야상 결과를 Fig. 3에 나타내었다. 먼저 회절패턴 결과를 보면 반응온도 증가에 따라 여러개의 회절패턴이 나타남을 알 수 있는데 1200°C 1400°C에서 나타난 각 회절패턴들로부터 원점에서 가장 가까운 세개의 회절링은  $\beta$ -SiC (111), (220), (311) 회절링임을 거리 제

산으로 확인할 수 있었으며 이러한 결과는 반응온도 증가에 따른 XRD 결과와 잘 일치하고 있음을 알 수 있다. 또한 탄화규소분말의 TEM 명시야상 결과를 보면 각각의 온도에서 얻어진 탄화규소분말은 전체적으로 구형의 입자로 이루어 졌음을 알 수 있다. Avigal<sup>14)</sup> 등에 의하면 TMS는 700°C 이상에서 액체 또는 고체유기규소 입자들로 증합되며 이러한 입자들은 900°C 이상에서 탄화규소로 분해하기 시작한다고 하였다. 그러므로 TMS를 사용하여 얻어진 탄화규소분말은 기공이 거의 없는 구형의 분말형태를 얻을 수 있다고 하였는데 이러한 원인은 TMS의 열분해 공정동안 유기규소중합체가 조밀하게 채워지기 때문이라고 하였다. 따라서 본 실험결과에서도 이와같은 이유로 인해 구형의 탄화규소분말을 얻을 수 있었던 것으로 사료된다. Fig. 4에 반응온도 변화에 따라 제조된 탄화규소분말의 평균입경 측정 결과를 나타내었다. 반응온도 변화에 따라 얻어진 탄화규소분말들의 크기는 전 반응온도 범위에서 20 nm 이하의 크기를 얻을 수 있었으며 입자크기의 증·감 현상이 두드러지게 나타나지 않았다. TMS 농도 2%, 총유량 1000 cc/min인 조건에서 반응온도 변화에 따라 제조된 탄화규소분말의 원자결합상태를 알아보기 위해 FTIR 분석을 행하였으며 그 결과를 Fig. 5에 나타내었다. 반응온도 변화에 따라 얻어진 탄화규소분말의 IR 흡수 spectrum 결과를 보면, 전체적으로 810  $\text{cm}^{-1}$  부근에서 Si-C bond spectrum과 1100  $\text{cm}^{-1}$  부근에서 Si-O bond spectrum 들이 관찰됨을 알 수 있다. 그림에서 보는 바와 같이 반응온도 1000°C 에서는 약간 broad 한 Si-C bond spectrum이 나타났으나 온도가 높아짐에 따라 Si-C bond spectrum이 sharp 해졌으며 순수한 Si-C bond wavenumber 쪽으로 이동함을 알 수 있다. 이와같이 반응온도 증가에 따라 순수한 Si-C bond wavenumber 쪽으로 이동한 것은 다음과 같이 설명할 수 있다.



반응온도 900°C 이상에서 TMS 열분해에 의해 탄화규소가 생성될 수 있는 반응은 식(1)과 같이 나타낼 수 있으며 여기서 hydrocarbon계의  $\text{CH}_4$  탈착 가능성에 의해 얻어진 탄화규소분말의 C/Si 조성비에서 excess carbon의 비와  $\text{Si-CH}_x$  결합비를 줄일 수 있다. 따라서 반응온도 증가에 따라 TMS 내에서  $\text{CH}_4$ 가 탈착될 수 있는 가능성과 첨가된  $\text{H}_2$  분해 활성화에 의해  $\text{Si-CH}_x$ 에 H가 흡착되어  $\text{CH}_4$ 로 탈착될 수 있는 가능성 증가에 의해 위와같은 결과가 나타난 것으로 사료된다. 또한 1100  $\text{cm}^{-1}$  부근에서 Si-O bond spectrum 들이 나타난 것은 제조된 탄화규소분말을 공기중에 노출시 입자 표면에 쉽게 산화막이 형성되는데<sup>15)</sup> 이로 인해 나타난 결과로 사료된다.

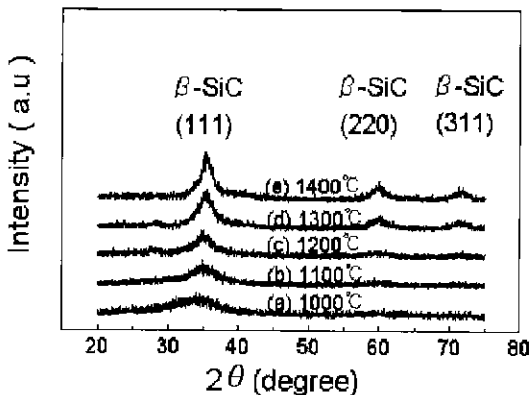


Fig. 2. X-ray diffraction patterns of SiC powder as a function of reaction temperatures. (TMS concentration : 2%, total flow rate : 1000 cc/min)

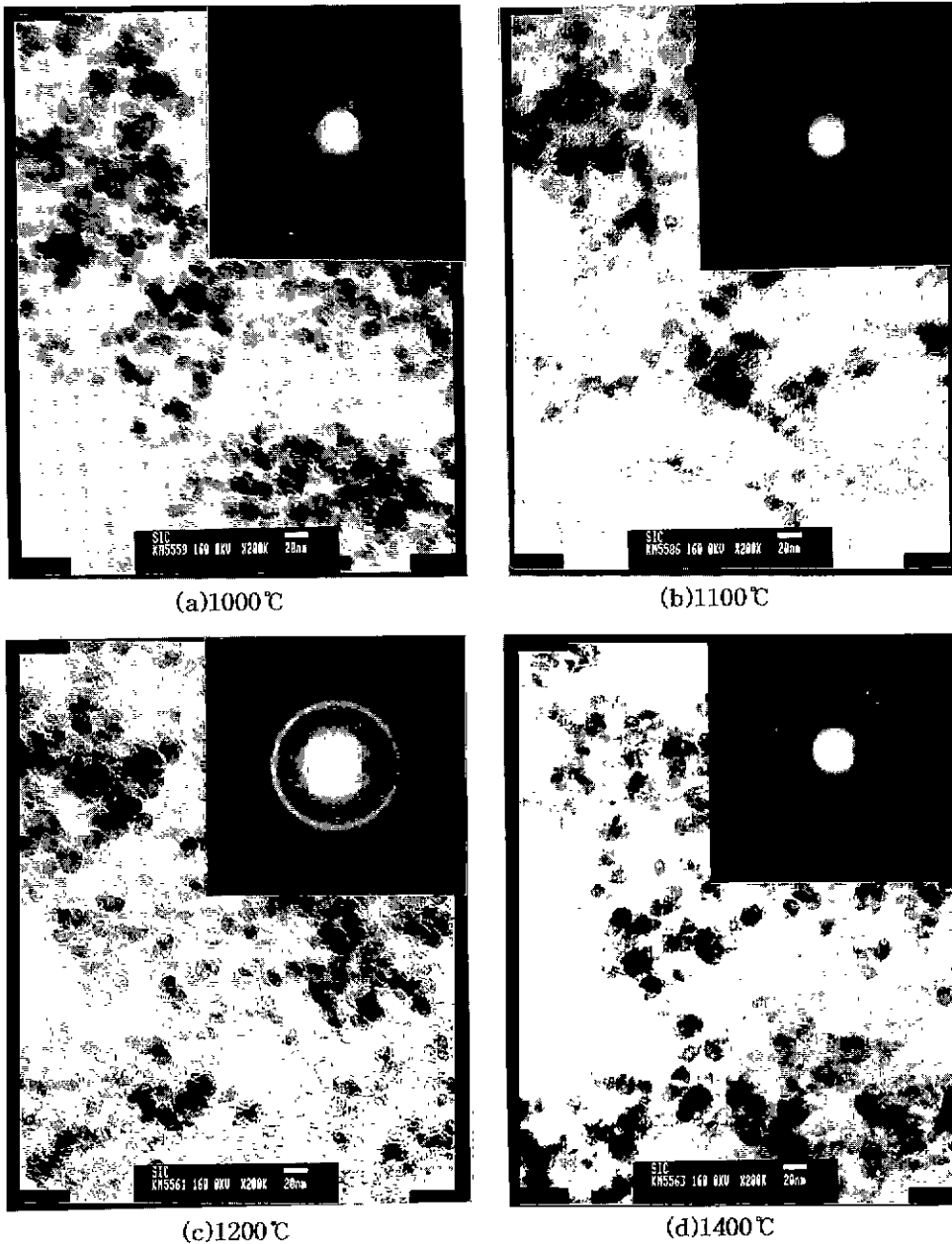


Fig. 3. Transmission electron micrographs of SiC powders synthesized at various temperature. (TMS concentration : 2%. Total flow rate : 1000 cc/min)

### 3.2. TMS 농도 및 총유량 변화에 따른 탄화규소 분말의 특성

반응온도 1100°C, 총유량 1000 cc/min 인 조건에서 TMS 농도 변화에 따라 얻어진 탄화규소분말의 평균입자 크기를 알아보기 위해 TEM 분석을 행하였으며 그 결과를 Fig. 6에 나타내었다. TEM 분석결과 TMS 농도 변화에 따라 제조된 탄화규소분말의 형태는 전체적으로

구형의 입자가 형성되었음을 확인하였고, 그림에서 보듯이 입자크기는 TMS 농도 1% 일 때 10 nm 정도로 가장 작았으며 그 이상의 TMS 농도에서는 입자크기가 유사하게 나타남을 알 수 있다. 이와같이 생성된 탄화규소 입자의 크기는 반응물의 농도에 영향을 받는 것으로 알려져 있으며 결국 반응시 핵생성속도와 성장속도에 의해 입자크기가 결정된다. 즉, 기상에서 입자생성시 핵생

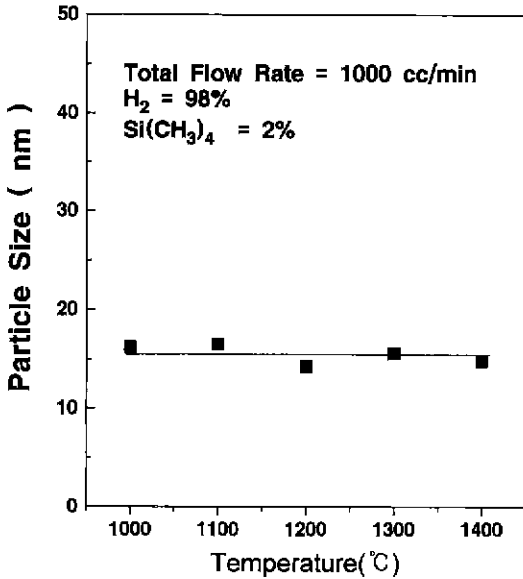


Fig. 4. Particle size of SiC powders synthesized at various temperatures.

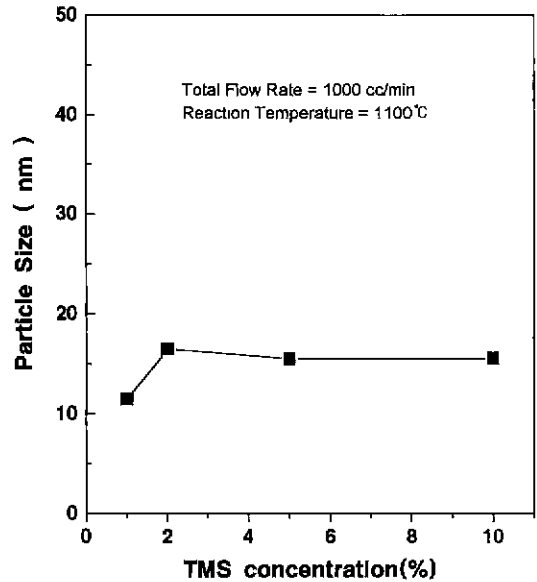


Fig. 6. Particle size of SiC powder synthesized at various TMS concentration.

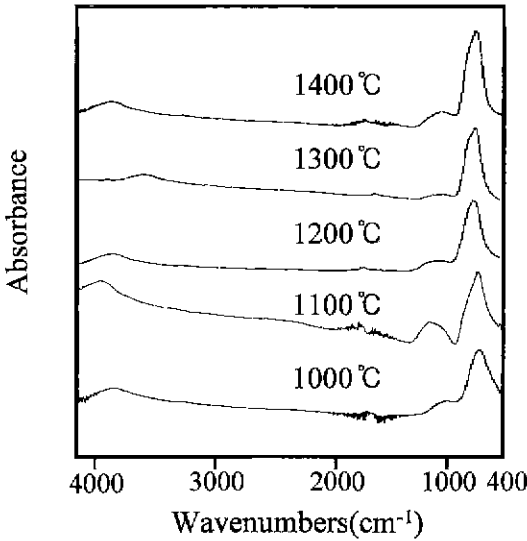


Fig. 5. FTIR spectra of SiC powders synthesized at various temperatures.

성과 성장은 동시에 일어나므로 반응시 많은 수의 핵이 생성된 후 생성된 핵의 성장을 억제시키면 미세한 입자를 얻을 수 있는데 이와같은 핵의 성장은 반응물의 농도에 의해 조절되어진다. 따라서 TMS 농도 1%에서 입자 크기가 작게 나타난 것은 탄화규소입자가 핵생성후에 반응물의 농도가 작아 생성된 핵이 계속 성장하지 못해 입자크기가 작게 나타난 것으로 사료된다. 한편 동일한 TMS 농도 조건에서 실험한 Hojo<sup>10)</sup> 등의 결과에서는

TMS 농도 증가에 따라 탄화규소입자 크기가 증가하는 경향을 보이고 있는데, 이는 본 연구결과와 차이가 있다. 이러한 경향의 차이는 총유량의 차이에서 기인된다고 사료되며, 증가된 총유량 하에서 연구한 본 실험에서는 첨가된 수소의 양이 상대적으로 많아졌음을 의미하며 기존의 실험결과에서도 총유량 변화에 따라 입자크기가 감소하였다고 보고하고 있다. 이와같이 수소의 양이 증가되면 기상반응시 분해된 수소들이 CH<sub>x</sub> 종들을 CH<sub>4</sub>로 방출시킬수 있는 가능성 증가로 인해 반응물들의 소모를 증가시키므로 생성된 핵의 성장을 억제시킨다. 그러므로 TMS 농도 증가에도 불구하고 탄화규소입자 크기가 증가하지 않은 것은 상대적인 수소양 증가에 의해 반응물들의 소모를 증가시키므로 생성된 핵의 성장을 억제시켜 나타난 결과로 사료된다. 그러나 TMS 농도 증가에 따라 생성된 탄화규소분말의 양은 증가하였다. 이와같은 결과를 볼 때 TMS와 수소를 출발물질로 탄화규소분말 제조시 수소의 양이 탄화규소입자 생성반응에 중요한 영향을 미치는 것으로 생각되므로 총유량의 변화가 탄화규소입자 생성 및 특성변화에 미치는 영향에 대해서 살펴보고자 한다. 반응온도 1100°C, TMS 농도 2%인 조건에서 총유량 변화에 따라 제조된 탄화규소분말의 결정성을 알아보기 위해 XRD 분석을 행하였으며 그 결과를 Fig. 7에 나타내었다. 그림에서 보는 바와 같이 총유량 증가에 따라 β-SiC의 결정성이 약간씩 좋아짐을 알 수 있으며 총유량 1000 cc/min 이상인 조건에서는 Fig. 7(c), (d)의 β-SiC 회절 peak 외에 다른

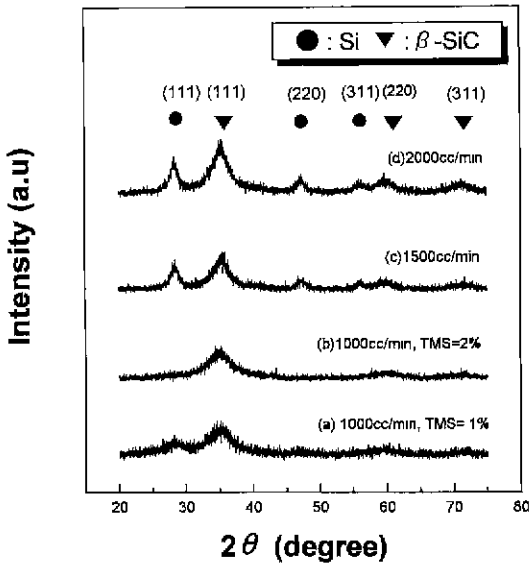


Fig. 7. X-ray diffraction patterns of SiC powder as a function of total gas flow rate. (temperature : 1100°C, TMS : 2%)

회절 peak이 존재함을 알 수 있는데 분석결과, 다결정 Si (111), (220), (311) 면돌임을 확인할 수 있었다. 또한 TMS 농도 1%인 조건에서도 β-SiC 회절 peak 이외에 Si (111) peak이 나타남을 알 수 있었다. XRD 분석으로부터 총유량 1000 cc/min 이상에서 나타난 다결정 Si의 존재를 정확히 확인해 보기 위해 TEM 회절패턴 분석을 행하였으며 그 결과를 Fig. 8에 나타내었다. 총유량 1000 cc/min 일 때는 β-SiC의 (111), (220), (311) 패턴만 존재하였으나 총유량 2000 cc/min에서는 β-SiC 패턴 이외에 다른 회절패턴이 여러개 존재하는 것을 알 수 있는데 거리와 격자상수 등을 계산해 본 결과 다결정 Si (111), (220), (311) 패턴임을 확인할 수 있었으며, TMS 농도 1%인 조건에서도 Si (111) 패턴이 존재함을 알 수 있었다. 따라서 XRD와 TEM 회절분석으로부터 총유량 1000 cc/min 이상에서는 탄화규소입자 생성시 β-SiC 입자 이외에 Si 입자가 동시에 생성됨을 알 수 있었다. 이와같이 총유량 1000 cc/min 이상에서 탄화규소 입자 이외에 Si 입자가 생성될 수 있는 원인에 대해 고찰해 보면 다음과 같다. TMS에 수소가 첨가될 경우 수소의 영향에 의해 탄화규소입자 생성시 여러가지 변화가 생길 수 있다. 즉 식(1)에 나타낸 바와 같이 TMS에서 free carbon을 만들 수 있는 CH<sub>3</sub>가 분해되어 carbon을 생성시키기 전에 첨가된 수소가 분해하여 CH<sub>3</sub>에 흡착되어 CH<sub>3</sub>를 CH<sub>4</sub>로 만들어 버림으로 carbon source의 양이 감소하여 탄화규소형성을 방해할 수 있다. Avigal<sup>14)</sup> 등에 의하면 SiC 막막 증착시 TMS에 수

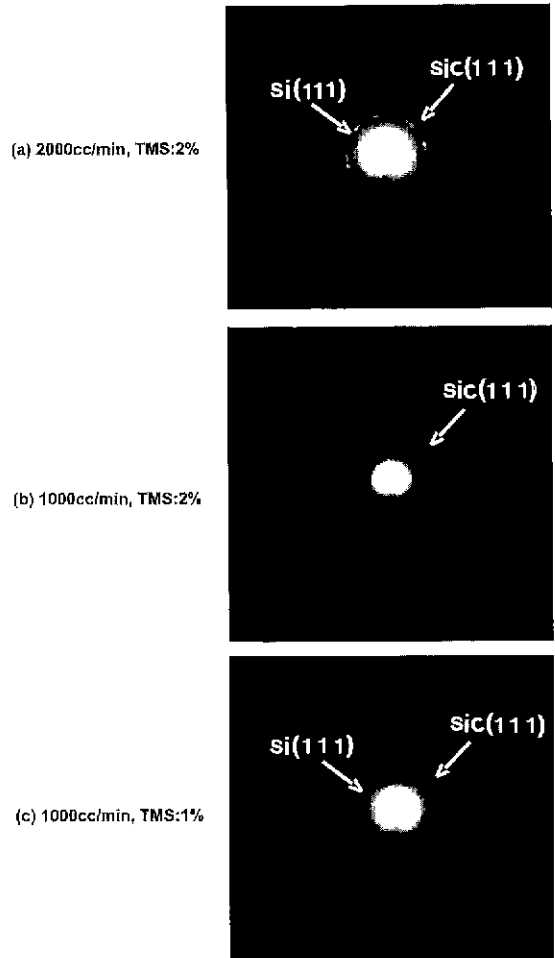


Fig. 8. TEM diffraction patterns of powder synthesized.

소가 첨가되면 이 반응에서는 Si이 우선적으로 증착된다고 하였으며 그 반응식은 다음과 같다.



따라서 본 결과에 나타난 총유량 1000 cc/min 이상에서의 Si 입자 생성은 수소의 양이 과잉으로 존재하여 TMS 내에서 CH<sub>4</sub> 탈착을 증가시키므로 carbon source의 양이 감소하여 나타난 결과로 사료되며, 일정 유량에서 TMS 농도가 1%로 감소하였을 때 Si 입자 생성은 TMS 농도 2%에 비해 상대적으로 수소양이 증가하였기 때문에 위와같은 현상에 의해 나타난 것으로 생각된다. 그러므로 순수한 탄화규소분말을 얻기 위해서는 TMS-H<sub>2</sub> 계에서 적정의 수소양이 필요함을 알 수 있었으며 이에 관해서는 계속 연구 중에 있다. 총유량 1000, 2000 cc/min 그리고 TMS 농도 1%, 2%인 조건에서 얻어진 탄화규소분말들의 원자결합상태를 분석 하였으며 그 결과

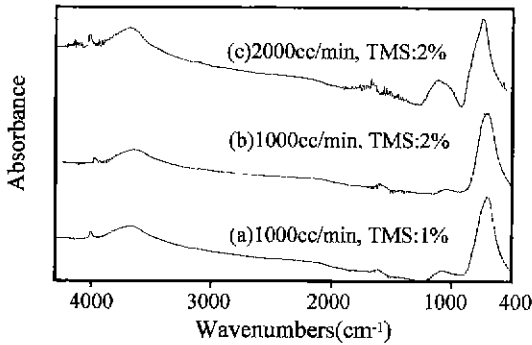


Fig. 9. FTIR spectra of SiC powders synthesized.

를 Fig. 9에 나타내었다. IR 흡수 spectrum 분석결과,  $820\text{ cm}^{-1}$  부근에서 Si-C bond가 나타났으며  $1100\text{ cm}^{-1}$  부근에서 Si-O bond 들이 관찰됨을 알 수 있다. 그림에서 보듯이 Si-C bond는 큰 차이가 없었으나 총유량 1000 cc/min에 비해 2000 cc/min에서 Si-O bond intensity가 상당히 증가했음을 알 수 있으며, 일정 유량에서 TMS 농도 1% 일 때가 2%에 비해 Si-O bond intensity가 약간 더 증가했음을 알 수 있다. 이는 생성된 탄화규소분말을 공기중에 노출시 입자 표면에 산화막이 생성되는데 총유량 1000 cc/min인 조건에서는 탄화규소 입자들만 산화되지만, Fig. 7, 8에서 나타난 바와 같이 총유량 2000 cc/min과 TMS 1%에서는 탄화규소와 동시에 Si 입자가 생성되므로 탄화규소 외에 Si 표면에 생성되는 산소에 의해 나타난 것으로 사료되며, 총유량 2000 cc/min에서 Si-O peak 증가는 생성된 Si의 양 증가에 의한 것으로 생각된다.

#### 4. 결 론

본 연구에서는 TMS와  $\text{H}_2$ 를 이용하여, 반응변수(반응 온도, TMS 농도, 총유량)를 변화시켜 기상반응법으로 탄화규소분말을 합성하였으며 합성된 분말의 결정상, 입자크기 및 형태, 원자결합상태 등을 관찰한 결과 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

1. 반응온도가 증가함에 따라 결정성이 증가된  $\beta$ -SiC가 형성 되었고, 20 nm 이하의 입자 크기를 가졌으며, IR 분석 결과, Si-C bond wavenumber가 높은 쪽으로 이동하였다.

2. TMS 농도 1%에서는 입자크기가 10 nm로 다른 농도 조건보다 미세한 입자가 생성되었다.

3. 총유량 1500 cc/min 이상에서는  $\beta$ -SiC와 다결정 Si 입자들이 동시에 생성됨을 알 수 있었으며, IR 분석 결과, 총유량 1000 cc/min 이상에서 Si-O bond intensity가 증가함을 알 수 있었다.

#### 감사의 글

본 연구는 한양대학교 세라믹공정연구센터를 통한 한국과학재단 우수연구센터 지원금에 의한 것입니다.

#### REFERENCES

1. T. Yoshida, Y. Tamou, K. Eguchi and K. Akashi, "The Preparation of Ultrafine  $\text{Si}_3\text{N}_4$  and SiC Powders in a Hybrid Plasma," *Proc. 8th-ICVM, Linz, Austria*, 437-451 (1985).
2. E. Maeda, T. Funahasi and R. Uchimura, "Growth Mechanism of SiC Whisker Synthesized from Silica and Carbon," *J. Jpn. Ceram. Soc.*, **97**(12), 1505-1510 (1989).
3. N. Setaka and Z. Inoue, "Beta Silicon Carbide Whiskers Prepared on a Molybdenum Substrate, Discussion and Notes," *J. Am. Ceram. Soc.*, **52**(11), 624 (1969).
4. J. G. Lee and I. B. Cutler, "Formation of Silicon Carbide from Rice Hulls," *Ceram. Bull.*, **54**(2), 195-198 (1975).
5. A. I. Kingon, L. J. Lutz, P. Liaw and R. F. Davis, "The particles by Vapor Phase Reaction and Its Applications," *J. Am. Ceram. Soc.*, **66**(8), 558-562 (1983).
6. Y. Suyama and A. Kato, "TiO<sub>2</sub> Produced by Vapor Phase Oxygenolysis of TiCl<sub>4</sub>," *J. Am. Ceram. Soc.*, **59**(34), 146-149 (1976).
7. Y. Suyama and A. Kato, "Effect of Additives on the Promotion of TiO<sub>2</sub> Particles by Vapor Phase Reaction," *Communication of the Am. Ceram. Soc.*, June-c, 154-156 (1985).
8. I. Kimra *et al.*, "Synthesis of Fine AlN Powder by Vapor Phase Reaction of AlCl<sub>3</sub> and NH<sub>3</sub>," *Jpn. J. Ceram. Soc.*, **96**, 206-210 (1988).
9. J. Kirkbir and H. Komiya. "Continuous Production of Fine TiO<sub>2</sub> Powder by Vapor-Phase Hydrolysis of Titanium Tetraisopropoxide," *Advanced Ceram. Mat.*, **3**(5), 511-515 (1988)
10. Y. Okabe, J. Hojo and A. Kato, "Formation of Fine Silicon Carbide Powders by a Vapor Phase Method," *Journal of the Less-Common Metals*, **68**, 29-41 (1979).
11. 최용식, 박금철, "Ethyl Silicate를 이용한 고순도  $\beta$ -SiC 미분말 합성에 관한 연구 (III)," *요업학회지*, **26**(3), 416-422 (1989).
12. 김도경, 박 성, 조 건, 이형복, "SHS 화학로에 의한 SiC의 합성," *요업학회지*, **31**(11), 1283-1292 (1994).
13. A. Kato, J. Hojo and Y. Okabe, "Formation of Ultrafine Powders of Refractory Nitrides and Carbides by Vapor Phase Reaction," *Memoirs of the Faculty of Engineering, Kyushu University*, **41**(4), 319-334 (1981).
14. Y. Avigal and M. Schieber, "Characteristics of SiC film Prepared from TMS," *J. Cryst. Growth*, **9**, 127-131 (1971).
15. M.I. Barafkon, S. Besnainou, L. Merhari, "FT-IR Characterization and Abinitio Study of the Surface Species of a Nanosized SiC Powder." *Materials Research Society*, **351**, 381-386 (1994)