



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2023년09월20일

(11) 등록번호 10-2581526

(24) 등록일자 2023년09월18일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C01B 32/956 (2017.01)

(52) CPC특허분류

C01B 32/956 (2021.01)

C30B 23/00 (2020.05)

(21) 출원번호 10-2022-0104819

(22) 출원일자 2022년08월22일

심사청구일자 2022년08월22일

(56) 선행기술조사문헌

JP2018104216 A*

(뒷면에 계속)

(73) 특허권자

주식회사 세닉

충청남도 천안시 서북구 직산읍 4산단7로 17-15

(72) 발명자

박중휘

경기도 수원시 장안구 금당로39번길 33, 107동 604호

견명옥

경기도 수원시 장안구 천천로74번길 35, 812동 1102호

(74) 대리인

김규훈

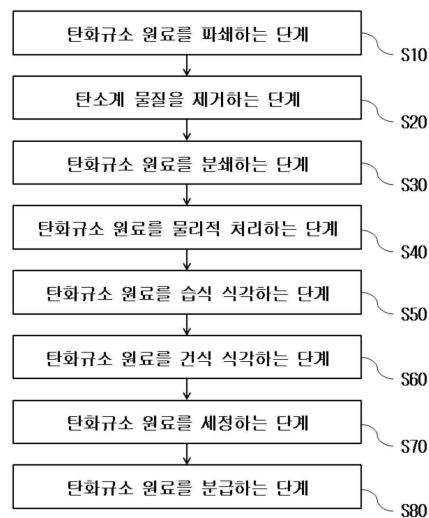
전체 청구항 수 : 총 9 항

심사관 : 김수미

(54) 발명의 명칭 탄화규소 분말, 이의 제조방법 및 이를 이용하여 탄화규소 잉곳을 제조하는 방법

(57) 요약

탄소 및 규소를 포함하는 탄화규소 입자를 포함하고, 초음파 처리 후 입경 50 μ m 미만의 질량 비율이 10wt% 이하인 탄화규소 분말을 제공하고자 한다.

대표도 - 도1

(52) CPC특허분류

C30B 29/36 (2013.01)

H01L 21/02002 (2013.01)

C01P 2004/61 (2013.01)

C01P 2006/11 (2013.01)

(56) 선행기술조사문헌

KR102407043 B1*

KR102210029 B1

KR1020170086982 A

KR1020130072067 A

KR102068933 B1

KR1020100135080 A

KR101627371 B1

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

명세서

청구범위

청구항 1

탄소 및 규소를 포함하는 탄화규소 입자를 포함하고,

초음파 처리 후 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율이 10wt% 이하이고,

상기 초음파 처리 전의 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 탄화규소 입자의 질량 비율과 상기 초음파 처리 후의 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 탄화규소 입자의 질량 비율의 차이는 0.5wt% 미만이고,

2차원 이미지 분석을 통하여 측정되는 입자 원형도가 0.4 내지 0.9이고,

상기 2차원 이미지 분석을 통하여 측정되는 입자 굴곡도가 0.8 내지 0.99이고,

상기 초음파 처리의 조건은 하기와 같은 탄화규소 분말.

[초음파 처리 조건]

1) 10ℓ의 탈이온수에 약 1:1의 부피비로 상기 탄화규소 분말이 투입된다.

2) 40kHz의 주파수 및 1200W의 출력을 가지는 초음파가 상기 탄화규소 분말에 5분 동안 인가된다.

청구항 2

제 1 항에 있어서, 초음파 처리 후 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율이 3wt% 이하인 탄화규소 분말.

청구항 3

제 2 항에 있어서, 초음파 처리 후 입경 $5\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율이 2wt% 이하인 탄화규소 분말.

청구항 4

제 2 항에 있어서, 평균 입경(D50)이 $100\mu\text{m}$ 내지 $5000\mu\text{m}$ 인 탄화규소 분말.

청구항 5

삭제

청구항 6

삭제

청구항 7

제 1 항에 있어서, 안식각이 30° 내지 45° 인 탄화규소 분말.

청구항 8

제 1 항에 있어서, 탭 밀도가 1000 kg/m^3 내지 2000 kg/m^3 인 탄화규소 분말.

청구항 9

탄화규소를 포함하는 원료를 제공하는 단계;

상기 원료를 분말화하는 단계; 및

상기 분말화된 원료를 물리적으로 처리하는 단계를 포함하고,

초음파 처리 후 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율이 10wt% 이하인 탄화규소 분말의 제조방법.

청구항 10

제 9 항에 있어서, 상기 분말화된 원료를 물리적으로 처리하는 단계는 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 탄화 규소 입자를 탈리시키는 단계를 포함하는 탄화규소 분말의 제조방법.

청구항 11

탄소 및 규소를 포함하는 탄화규소 입자를 포함하고, 초음파 처리 후 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율이 10wt% 이하인 탄화규소 분말을 준비하는 단계;

상기 탄화규소 분말을 사용하여 탄화규소 잉곳을 성장시키는 단계; 및

상기 탄화규소 잉곳을 가공하는 단계를 포함하는 탄화규소 웨이퍼의 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 실시예는 탄화규소 분말, 이의 제조방법 및 탄화규소 잉곳의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 탄화규소(silicon carbide, SiC)는 내열성과 기계적 강도가 우수하고 방사선에 강한 성질을 지니며, 대구경의 기관으로도 생산 가능한 장점이 있다. 또한, 탄화규소는 물리적 강도 및 내화학성이 우수하고, 에너지 밴드갭(energy band gap)이 크며, 전자의 포화 드리프트 속도 및 내압도 크다. 따라서, 고전력, 고효율화, 고내압화 및 대용량화가 요구되는 반도체 디바이스는 물론, 연마재, 베어링, 내화관 등에도 광범위하게 사용된다.

[0003] 탄화규소는 탄화규소 폐기물 등의 탄소원료를 열처리하거나 통전하는 등의 다양한 방법을 통해 제조된다. 종래 방법으로는 애치슨법, 반응 소결법, 상압 소결법, 또는 CVD(chemical vapor deposition) 공법 등이 있다. 그러나, 이러한 방법들은 탄소원료가 잔류한다는 문제점이 있고, 이러한 잔류물이 불순물로 작용해 탄화규소의 열적, 전기적 및 기계적 특성을 저하시킬 수 있다는 단점이 있다.

[0004] 일례로, 일본 공개특허 제2002-326876호에서는 규소원과 탄소원을 중합 또는 가교(cross-link)시키기 위하여, 열처리 공정을 거친 탄화규소 전구체를 아르곤(Ar) 등과 같은 불활성 기체 조건에서 고온으로 반응시켜 제조하는 방법을 개시하고 있다. 그러나, 이와 같은 공정은 진공 또는 불활성 기체 조건 하에서 $1,800^{\circ}\text{C}$ 내지 $2,100^{\circ}\text{C}$ 의 고온 열처리되기 때문에 제조 단가가 높고, 분말의 크기가 균일하지 못하다는 문제점이 있다.

[0005] 더욱이, 태양 전지 및 반도체 산업에서 사용되는 웨이퍼는 그라파이트 등으로 이루어진 도가니 내의 실리콘 잉곳으로부터 성장시켜 제조되는데, 제조 과정에서 탄화규소를 함유한 폐 슬러리 뿐만 아니라, 도가니 내벽에 흡착된 탄화규소 폐기물이 상당량 발생한다. 그러나, 지금까지는 이와 같은 폐기물을 매립 처리하여 환경 문제를 야기해 왔고, 많은 폐기 비용을 발생시켰다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 실시예는 탄화규소 잉곳의 성장율을 향상시키고, 탄화규소 웨이퍼의 결함을 낮추는 탄화규소 분말, 이의 제조방법 및 이를 이용하여 탄화규소 웨이퍼를 제조하는 방법을 제공하고자 한다.

과제의 해결 수단

[0007] 실시예에 따른 탄화규소 분말은 탄소 및 규소를 포함하는 탄화규소 입자를 포함하고, 초음파 처리 후 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율이 10wt% 이하이다.

[0008] 일 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 초음파 처리 후 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율이 3wt% 이하일 수 있다.

[0009] 일 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 초음파 처리 후 입경 $5\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율이 2wt% 이하일 수 있다.

[0010] 일 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 평균 입경(D50)이 $100\mu\text{m}$ 내지 $5000\mu\text{m}$ 일 수 있다.

[0011] 일 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 2차원 이미지 분석을 통하여 측정되는 입자 원형도가 0.4 내지 0.9일 수

있다.

- [0012] 일 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 상기 2차원 이미지 분석을 통하여 측정되는 입자 굴곡도가 0.8 내지 0.99 일 수 있다.
- [0013] 일 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 안식각이 30° 내지 45° 일 수 있다.
- [0014] 일 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 탭 밀도가 1000 kg/m³ 내지 2000kg/m³ 일 수 있다.
- [0015] 일 실시예에 따른 탄화규소 분말을 제조하는 방법은 탄화규소를 포함하는 원료를 제공하는 단계; 상기 원료를 분말화하는 단계; 및 상기 분말화된 원료를 물리적으로 처리하는 단계를 포함하고, 초음파 처리 후 입경 50 μ m 미만의 질량 비율이 10wt% 이하이다.
- [0016] 일 실시예에 있어서, 상기 분말화된 원료를 물리적으로 처리하는 단계는 입경 50 μ m 미만의 탄화 규소 입자를 탈리시키는 단계를 포함할 수 있다.
- [0017] 일 실시예에 따른 탄화규소 웨이퍼의 제조방법은 탄소 및 규소를 포함하는 탄화규소 입자를 포함하고, 초음파 처리 후 입경 50 μ m 미만의 질량 비율이 10wt% 이하인 탄화규소 분말을 준비하는 단계; 상기 탄화규소 분말을 사용하여 탄화규소 잉곳을 성장시키는 단계; 및 상기 탄화규소 잉곳을 가공하는 단계를 포함한다.

발명의 효과

- [0018] 실시예에 따른 탄화규소 분말은 초음파 처리 후 입경 50 μ m 미만의 질량 비율이 10wt% 이하인 특징을 가진다. 또한, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 초음파 처리 후 입경 10 μ m미만의 질량 비율이 약 3wt%이하인 특징을 가질 수 있다. 또한, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 초음파 처리 후 입경 5 μ m 미만의 질량 비율이 2wt% 이하인 특징을 가질 수 있다.
- [0019] 이에 따라서, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 탄화규소 잉곳 및 탄화규소 웨이퍼를 제조하기 위해서 도가니에 용이하게 채워질 수 있다. 또한, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 상기와 같이, 적절한 초음파 처리 후 입경 분포를 가지기 때문에, 상기 도가니에 채워질 때, 적절한 기공도를 가질 수 있다.
- [0020] 또한, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 상기와 같이, 적절한 초음파 처리 후 입경 분포를 가지기 때문에, 실시예에 따른 탄화규소 잉곳이 성장될 때, 미분이 종자정에 부착되는 것을 방지할 수 있다. 이에 따라서, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 상기 탄화규소 잉곳에서 결함이 발생하는 것을 방지할 수 있다.
- [0021] 즉, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 미세 크랙을 거의 포함하지 않기 때문에, 상기 탄화규소 잉곳이 성장될 때, 성장 온도가 상승하더라도, 상기 탄화규소 분말로부터 미세 분말이 발생되지 않는다. 이에 따라서, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 실시예에 따른 탄화규소 웨이퍼에서 미세 분말에 의한 결함을 방지할 수 있다.
- [0022] 즉, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 잠재 미세 분말을 거의 포함하지 않기 때문에, 성장 공정에서 미세 분말에 의한 결함을 방지할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0023] 도 1은 일 실시예에 따른 탄화규소 분말의 제조 과정을 도시한 순서도이다.
- 도 2는 일 실시예에 따른 탄화규소 분말의 제조 과정을 도시한 순서도이다.
- 도 3은 일 실시예에 따른 탄화규소 분말의 제조 과정을 도시한 순서도이다.
- 도 4는 일 실시예에 따른 탄화규소 분말의 제조 과정을 도시한 순서도이다.
- 도 5는 일 실시예에 따른 탄화규소 분말의 제조 과정을 도시한 순서도이다.
- 도 6은 일 실시예에 따른 탄화규소 분말의 제조 과정을 도시한 순서도이다.
- 도 7은 탄화규소 잉곳을 성장시키는 과정으로 도시한 단면도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0024] 이하, 구현예를 통해 발명을 상세하게 설명한다. 구현예는 이하에서 개시된 내용에 한정되는 것이 아니라 발명의 요지가 변경되지 않는 한, 다양한 형태로 변형될 수 있다.

- [0025] 본 명세서에 있어서, 어떤 부분이 어떤 구성요소를 "포함" 한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한, 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성 요소를 더 포함할 수 있는 것을 의미한다.
- [0026] 본 명세서에 기재된 구성성분의 양, 반응 조건 등을 나타내는 모든 숫자 및 표현은 특별한 기재가 없는 한 모든 경우에 “약”이라는 용어으로써 수식되는 것으로 이해하여야 한다.
- [0027] 먼저, 실시예에 따른 탄화규소 분말을 제조하기 위한 방법은 탄화규소 원료를 준비하는 단계를 포함한다.
- [0028] 상기 탄화규소 원료는 탄화규소를 포함한다. 상기 탄화규소 원료는 α 상 탄화규소 및/또는 β 상 탄화규소를 포함할 수 있다. 또한, 상기 탄화규소 원료는 탄화규소 단결정 및/또는 탄화규소 다결정을 포함할 수 있다.
- [0029] 또한, 상기 탄화규소 원료는 탄화규소 이외에 원하지 않는 불순물을 더 포함할 수 있다.
- [0030] 상기 탄화규소 원료는 흑연 등과 같은 탄소계 물질을 불순물로 더 포함할 수 있다. 상기 탄소계 물질은 흑연 도가니 등으로부터 유래될 수 있다. 상기 탄소계 물질은 약 5중량% 내지 약 50중량%의 함량으로 상기 탄화규소 원료에 포함될 수 있다. 상기 탄소계 물질은 약 50 중량% 이하의 함량으로 상기 탄화규소 원료에 포함될 수 있다. 상기 탄소계 물질은 약 45중량% 이하의 함량으로 상기 탄화규소 원료에 포함될 수 있다. 상기 탄소계 물질은 약 40중량% 이하의 함량으로 상기 탄화규소 원료에 포함될 수 있다. 상기 탄소계 물질은 약 1 중량% 내지 약 50중량%의 함량으로 상기 탄화규소 원료에 포함될 수 있다. 상기 탄소계 물질은 약 5 중량% 내지 약 45 중량%의 함량으로 상기 탄화규소 원료에 포함될 수 있다. 상기 탄소계 물질은 약 10 중량% 내지 약 40 중량%의 함량으로 상기 탄화규소 원료에 포함될 수 있다. 상기 탄소계 물질은 약 10 중량% 내지 약 35 중량%의 함량으로 상기 탄화규소 원료에 포함될 수 있다. 상기 탄소계 물질은 약 10 중량% 내지 약 30 중량%의 함량으로 상기 탄화규소 원료에 포함될 수 있다. 상기 탄소계 물질은 약 10 중량% 내지 약 20 중량%의 함량으로 상기 탄화규소 원료에 포함될 수 있다.
- [0031] 상기 탄화규소 원료는 상기 불순물로 자유 실리콘(free silicon)을 더 포함할 수 있다. 상기 자유 실리콘은 실리콘 기판 및/또는 실리콘 부품 등으로부터 유래될 수 있다. 상기 실리콘 부품은 포커스 링 등과 같은 반도체 장비에 사용되는 부품일 수 있다. 상기 자유 실리콘은 약 0.01중량% 내지 약 10중량%의 함량으로 상기 탄화규소 원료에 포함될 수 있다.
- [0032] 상기 탄화규소 원료는 금속 불순물을 더 포함할 수 있다. 상기 금속 불순물은 리튬, 붕소, 나트륨, 알루미늄, 인, 칼륨, 칼슘, 티타늄, 바나듐, 크롬, 망간, 철, 니켈, 구리, 아연, 스트론튬, 지르코늄, 몰리부덴, 주석, 바륨, 텅스텐 또는 납으로 구성되는 그룹으로부터 적어도 하나 이상 선택될 수 있다.
- [0033] 상기 금속 불순물의 함량은 약 0.1 ppm 내지 13 ppm일 수 있다. 상기 금속 불순물의 함량은 약 0.3 ppm 내지 12 ppm일 수 있다. 상기 금속 불순물의 함량은 약 0.5 ppm 내지 8 ppm일 수 있다. 상기 금속 불순물의 함량은 약 0.8 ppm 내지 10 ppm일 수 있다. 상기 금속 불순물의 함량은 약 1 ppm 내지 6 ppm일 수 있다. 상기 금속 불순물의 함량은 약 0.1 ppm 내지 5 ppm일 수 있다. 상기 금속 불순물의 함량은 약 0.5 ppm 내지 3 ppm일 수 있다. 상기 금속 불순물의 함량은 약 0.5 ppm 내지 2 ppm일 수 있다. 상기 탄화규소 원료는 금속 불순물을 더 포함할 수 있다.
- [0034] 상기 탄화규소 원료는 비금속 불순물을 더 포함할 수 있다. 상기 비금속 불순물은 불소, 질소, 염소 또는 인으로 구성되는 그룹으로부터 선택될 수 있다.
- [0035] 상기 비금속 불순물의 함량은 약 0.01 ppm 내지 30 ppm일 수 있다. 상기 비금속 불순물의 함량은 약 0.3 ppm 내지 20 ppm일 수 있다. 상기 비금속 불순물의 함량은 약 0.5 ppm 내지 15 ppm일 수 있다. 상기 비금속 불순물의 함량은 약 1 ppm 내지 15 ppm일 수 있다. 상기 비금속 불순물의 함량은 약 3 ppm 내지 13 ppm일 수 있다. 상기 비금속 불순물의 함량은 약 1 ppm 내지 10 ppm일 수 있다. 상기 비금속 불순물의 함량은 약 5 ppm 내지 15 ppm일 수 있다. 상기 비금속 불순물의 함량은 약 5 ppm 내지 12 ppm일 수 있다.
- [0036] 상기 탄화규소 원료는 덩어리 형상을 가질 수 있다. 상기 탄화규소 원료는 판 형상을 가질 수 있다.
- [0037] 상기 탄화규소 원료는 약 1mm 이상의 입경을 가지는 입자를 약 30중량% 이상 포함한다. 상기 탄화규소 원료는 약 1mm 이상의 입경을 가지는 입자를 약 50중량% 이상 포함할 수 있다. 상기 탄화규소 원료는 약 1mm 이상의 입경을 가지는 입자를 약 70중량% 이상 포함할 수 있다.
- [0038] 상기 탄화규소 원료는 약 10mm 이상의 입경을 가지는 입자를 약 30중량% 이상 포함한다. 상기 탄화규소 원료는 약 10mm 이상의 입경을 가지는 입자를 약 50중량% 이상 포함할 수 있다. 상기 탄화규소 원료는 약 10mm 이상의

입경을 가지는 입자를 약 70중량% 이상 포함할 수 있다.

- [0039] 여기서, 상기 입자의 부피와 동일한 부피를 가지는 구를 가정하고, 상기 구의 직경이 상기 입경으로 정의된다.
- [0040] 또한, 상기 탄화규소 원료는 탄화규소를 포함하는 기관으로부터 유래될 수 있다. 상기 탄화규소 원료는 전체적으로 탄화규소를 포함하는 웨이퍼로부터 유래될 수 있다. 상기 탄화규소 원료는 실리콘 등의 기관상에 증착된 탄화규소 층으로부터 유래될 수 있다.
- [0041] 또한, 상기 탄화규소 원료는 탄화규소 단결정 잉곳으로부터 유래될 수 있다. 상기 탄화규소 단결정 잉곳은 제조 과정에서 발생하는 불량으로 인하여 폐기되는 것일 수 있다. 이와는 다르게, 상기 탄화규소 원료는 탄화규소 다결정체로부터 유래될 수 있다.
- [0042] 상기 탄화규소 원료는 탄화규소 소결체로부터 유래될 수 있다. 상기 탄화규소 소결체는 탄화규소 분말이 소결되어 형성될 수 있다. 상기 탄화규소 소결체는 반도체 제조 장비에 포함된 부품일 수 있다.
- [0043] 상기 탄화규소 원료는 탄화규소 층을 포함하는 흑연 부품으로부터 유래될 수 있다. 상기 흑연 부품은 탄화규소 잉곳을 형성하기 위한 도가니 등을 포함할 수 있다.
- [0044] 상기 탄화규소 원료는 탄화규소 층을 포함하는 반도체 장비의 부품으로부터 유래될 수 있다. 상기 탄화규소 층은 실리콘 부품 등의 표면에 화학기상증착(chemical vapor deposition;CVD) 공정에 의해서 탄화규소가 증착되어 형성될 수 있다.
- [0045] 실시예에 따른 탄화규소 분말을 제조하기 위한 방법은 상기 탄화규소 원료를 절단하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0046] 상기 탄화규소 원료가 너무 큰 경우, 상기 탄화규소 원료는 다이아몬드 지립을 포함하는 와이어 소(wire saw) 또는 바 커팅(bar cutting) 등에 의해서 절단될 수 있다. 상기 탄화규소 원료의 길이가 150mm가 되도록, 상기 탄화규소 원료는 절단될 수 있다.
- [0047] 실시예에 따른 탄화규소 분말을 제조하기 위한 방법은 탄화규소 원료를 파쇄하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0048] 상기 탄화규소 원료를 파쇄하는 단계는 상기 탄화규소 원료를 약 100mm이하의 평균 입경을 가지는 입자들로 부수는 공정일 수 있다. 상기 탄화규소 원료는 상기 파쇄 공정에 의해서, 약 80mm 이하의 평균 입경을 가지는 입자들로 쪼개질 수 있다. 상기 탄화규소 원료는 상기 파쇄 공정에 의해서, 약 60mm 이하의 평균 입경을 가지는 입자들로 쪼개질 수 있다. 상기 탄화규소 원료는 상기 파쇄 공정에 의해서, 약 50mm 이하의 평균 입경을 가지는 입자들로 쪼개질 수 있다. 상기 탄화규소 원료는 상기 파쇄 공정에 의해서, 약 0.1mm 내지 약 50mm의 평균 입경을 가지는 입자들로 쪼개질 수 있다. 상기 탄화규소 원료는 상기 파쇄 공정에 의해서, 약 1mm 내지 약 40mm의 평균 입경을 가지는 입자들로 쪼개질 수 있다.
- [0049] 상기 파쇄 공정에 조 크러셔(jaw crusher), 콘 크러셔(cone crusher) 또는 자이러토리 크러셔(gyratory crusher)가 사용될 수 있다.
- [0050] 상기 조 크러셔는 한 쌍의 압축 플레이트들을 포함하고, 상기 압축 플레이트 사이에 상기 탄화규소 원료가 삽입된다. 상기 압축 플레이트를 통하여 가해지는 압력에 의해서, 상기 탄화규소 원료가 파쇄되고, 파쇄된 탄화규소 원료는 자기 중력에 의해서 하방으로 토출될 수 있다.
- [0051] 상기 압축 플레이트는 스틸, 스테인리스 스틸, 망간 첨가 스틸, 크롬 첨가 스틸, 니켈 첨가 스틸, 몰리브덴 첨가 스틸, 질소 첨가 스틸, 또는 탄화 텅스텐 중 적어도 하나를 포함할 수 있다. 상기 압축 플레이트 중, 상기 탄화규소 원료와 직접 접촉하는 부분은 스틸, 스테인리스 스틸, 망간 첨가 스틸, 크롬 첨가 스틸, 니켈 첨가 스틸, 몰리브덴 첨가 스틸, 질소 첨가 스틸, 또는 탄화 텅스텐 중 적어도 하나로 이루어질 수 있다. 상기 압축 플레이트 중, 상기 탄화규소와 원료와 직접 접촉하는 부분은 상기 탄화 텅스텐으로 코팅될 수 있다.
- [0052] 상기 자이러토리 크러셔는 크러싱 헤드 및 크러싱 헤드를 수용하는 크러싱 보울을 포함한다. 상기 크러싱 헤드는 잘린 원뿔 형태를 가지고, 상기 크러싱 헤드가 샤프트에 장착된다. 상기 크러싱 헤드의 상단부는 유연한 베어링에 고정되고, 상기 크러싱 헤드의 하단부는 원을 그리도록 편심 구동된다. 상기 파쇄 작용은 원뿔 전체를 중심으로 이루어지며, 최대 이동이 바닥에서 이루어진다. 이에 따라서, 상기 자이러토리 크러셔의 파쇄가 계속 작동하므로, 상기 자이러토리 크러셔는 상기 조 크러셔보다 응력 변동이 적고 전력 소비가 낮다.
- [0053] 상기 조 크러셔와 마찬가지로, 상기 탄화규소 원료와 직접 접촉하는 부분인, 상기 크러싱 헤드 및 상기 크러싱 보울은 스틸, 스테인리스 스틸, 망간 첨가 스틸, 크롬 첨가 스틸, 니켈 첨가 스틸, 몰리브덴 첨가 스틸, 질소

첨가 스틸, 또는 탄화 텅스텐 중 적어도 하나를 포함할 수 있다. 상기 크러싱 헤드 및 상기 크러싱 보울에서, 상기 탄화규소 원료와 직접 접촉하는 부분은 스틸, 스테인리스 스틸, 망간 첨가 스틸, 크롬 첨가 스틸, 니켈 첨가 스틸, 몰리브덴 첨가 스틸, 질소 첨가 스틸, 또는 탄화 텅스텐 중 적어도 하나로 이루어질 수 있다. 상기 크러싱 헤드 및 상기 크러싱 보울에서, 상기 탄화규소와 원료와 직접 접촉하는 부분은 상기 탄화 텅스텐으로 코팅될 수 있다.

[0054] 상기 콘 크러셔는 충격력과 압축력으로 상기 탄화규소 원료를 파쇄하는 장치이다. 상기 콘 크러셔는 상기 자이로토리 크러셔와 비슷한 구조 및 파쇄 운동을 가진다. 다만, 상기 콘 크러셔는 좀더 짧은 콘을 가질 수 있다. 상기 콘 크러셔는 수직 방향의 중심축 위에 장착된 우산 모양의 콘 맨틀 헤드를 포함한다. 상기 콘 맨틀 헤드의 편심 운동으로 콘 케이브 보울에 상기 탄화규소 원료가 물리고, 아래로 내려가면서 상기 탄화규소 원료가 파쇄된다.

[0055] 상기 조 크러셔와 마찬가지로, 상기 탄화규소 원료와 직접 접촉하는 부분인, 상기 콘 맨틀 헤드 및 상기 콘 케이브 보울은 스틸, 스테인리스 스틸, 망간 첨가 스틸, 크롬 첨가 스틸, 니켈 첨가 스틸, 몰리브덴 첨가 스틸, 질소 첨가 스틸, 또는 탄화 텅스텐 중 적어도 하나를 포함할 수 있다. 상기 콘 맨틀 헤드 및 상기 콘 케이브 보울에서, 상기 탄화규소 원료와 직접 접촉하는 부분은 스틸, 스테인리스 스틸, 망간 첨가 스틸, 크롬 첨가 스틸, 니켈 첨가 스틸, 몰리브덴 첨가 스틸, 질소 첨가 스틸, 또는 탄화 텅스텐 중 적어도 하나로 이루어질 수 있다. 상기 콘 맨틀 헤드 및 상기 콘 케이브 보울에서, 상기 탄화규소와 원료와 직접 접촉하는 부분은 상기 탄화 텅스텐으로 코팅될 수 있다.

[0056] 실시예에 따른 탄화규소 분말을 제조하기 위한 방법은 탄화규소 원료를 분쇄하는 단계를 포함할 수 있다.

[0057] 상기 탄화규소 원료를 분쇄하는 단계는 상기 탄화규소 원료를 약 30mm 이하의 입경으로 부수는 공정을 포함할 수 있다. 상기 탄화규소 원료는 상기 분쇄 공정에 의해서, 약 20mm 이하의 평균 입경을 가지는 입자들로 쪼개질 수 있다. 상기 탄화규소 원료는 상기 분쇄 공정에 의해서, 약 15mm 이하의 평균 입경을 가지는 입자들로 쪼개질 수 있다. 상기 탄화규소 원료는 상기 분쇄 공정에 의해서, 약 10mm 이하의 평균 입경을 가지는 입자들로 쪼개질 수 있다. 상기 탄화규소 원료는 상기 분쇄 공정에 의해서, 약 0.1mm 내지 약 10mm의 평균 입경을 가지는 입자들로 쪼개질 수 있다. 상기 탄화규소 원료는 상기 분쇄 공정에 의해서, 약 0.1mm 내지 약 8mm의 평균 입경을 가지는 입자들로 쪼개질 수 있다. 상기 탄화규소 원료는 상기 분쇄 공정에 의해서, 약 0.01mm 내지 약 6mm의 평균 입경을 가지는 입자들로 쪼개질 수 있다.

[0058] 상기 분쇄 공정에 볼 밀(ball mill), 해머 크러셔(hammer crusher) 또는 제트 밀(jet mill) 등이 사용될 수 있다.

[0059] 상기 볼 밀은 금속 실린더 및 볼을 포함할 수 있다. 상기 볼 및 상기 탄화규소 원료는 상기 금속 실린더 내에 배치된다. 상기 금속 실린더가 회전할 때, 상기 볼 및 상기 탄화규소 원료의 마찰 및 상기 금속 실린더 내의 원심력에 의해서, 상기 볼 및 상기 탄화규소 원료가 회전될 수 있다. 이때, 상기 볼 및 상기 탄화규소 원료가 상기 실린더 내에서 특정 높이까지 상승한 후, 낙하하고, 상기 탄화규소 원료는 분쇄되고, 연마된다. 상기 실린더의 회전 속도, 상기 실린더의 내경, 상기 볼의 크기, 상기 볼의 재질 및 상기 분쇄 공정 시간에 따라서, 상기 탄화규소 원료는 작은 입경을 가지는 입자들로 쪼개질 수 있다.

[0060] 상기 탄화규소 원료와 직접 접촉하는 부분인, 상기 금속 실린더 및 상기 볼은 스틸, 스테인리스 스틸, 망간 첨가 스틸, 크롬 첨가 스틸, 니켈 첨가 스틸, 몰리브덴 첨가 스틸, 질소 첨가 스틸, 또는 탄화 텅스텐 중 적어도 하나를 포함할 수 있다. 상기 금속 실린더 및 상기 볼에서, 상기 탄화규소 원료와 직접 접촉하는 부분은 스틸, 스테인리스 스틸, 망간 첨가 스틸, 크롬 첨가 스틸, 니켈 첨가 스틸, 몰리브덴 첨가 스틸, 질소 첨가 스틸, 또는 탄화 텅스텐 중 적어도 하나로 이루어질 수 있다. 상기 금속 실린더 및 상기 볼에서, 상기 탄화규소와 원료와 직접 접촉하는 부분은 상기 탄화 텅스텐으로 코팅될 수 있다.

[0061] 상기 해머 크러셔는 쇠질 및 다수 개의 해머들을 포함한다. 상기 해머들은 상기 쇠질 내에 배치되는 회전체에 장착된다. 상기 해머들의 상기 쇠질 내에서 회전하고, 상기 해머들은 상기 탄화규소 원료에 충격을 가한다. 이에 따라서, 상기 탄화규소 원료는 작은 입경을 가지는 입자들로 쪼개질 수 있다.

[0062] 상기 탄화규소 원료와 직접 접촉하는 부분인, 상기 쇠질 및 상기 해머들은 스틸, 스테인리스 스틸, 망간 첨가 스틸, 크롬 첨가 스틸, 니켈 첨가 스틸, 몰리브덴 첨가 스틸, 질소 첨가 스틸, 또는 탄화 텅스텐 중 적어도 하나를 포함할 수 있다. 상기 쇠질 및 상기 해머들에서, 상기 탄화규소 원료와 직접 접촉하는 부분은 스틸, 스테인리스 스틸, 망간 첨가 스틸, 크롬 첨가 스틸, 니켈 첨가 스틸, 몰리브덴 첨가 스틸, 질소 첨가 스틸, 또는 탄

화 텅스텐 중 적어도 하나로 이루어질 수 있다. 상기 채실 및 상기 해머들에서, 상기 탄화규소와 원료와 직접 접촉하는 부분은 상기 탄화 텅스텐으로 코팅될 수 있다.

[0063] 상기 제트 밀은 채실 및 노즐을 포함한다. 상기 제트 밀은 유체의 압력에 의한 상기 노즐에서의 분사에너지로 상기 탄화규소 원료를 상호 충돌로 분쇄시킨다. 상기 탄화규소 원료는 원하는 입자의 크기가 될 때 까지, 상기 채실에서 분쇄 공정이 진행된다. 또한, 상기 분쇄 공정이 이루어진 입자는 상기 채실로부터 분급실을 거쳐 포집된다. 상기 제트 밀은 유체의 압력에 의해서, 상기 탄화규소 원료의 상호 충돌로 상기 탄화규소 원료를 분쇄하기 때문에, 다른 장치와의 직접 접촉에 의한 상기 탄화규소 원료의 오염을 최소화할 수 있다.

[0064] 상기 탄화규소 원료와 직접 접촉하는 부분인, 상기 채실은 스틸, 스테인리스 스틸, 망간 첨가 스틸, 크롬 첨가 스틸, 니켈 첨가 스틸, 몰리브덴 첨가 스틸, 질소 첨가 스틸, 또는 탄화 텅스텐 중 적어도 하나를 포함할 수 있다. 상기 채실에서, 상기 탄화규소 원료와 직접 접촉하는 부분은 스틸, 스테인리스 스틸, 망간 첨가 스틸, 크롬 첨가 스틸, 니켈 첨가 스틸, 몰리브덴 첨가 스틸, 질소 첨가 스틸, 또는 탄화 텅스텐 중 적어도 하나로 이루어질 수 있다. 상기 채실에서, 상기 탄화규소와 원료와 직접 접촉하는 부분은 상기 탄화 텅스텐으로 코팅될 수 있다.

[0065] 상기 파쇄된 입자의 평균 입경(D50)은 약 1mm 내지 약 15mm이고, 상기 분쇄된 입자의 평균 입경(D50)은 약 100 μ m 내지 약 3mm일 수 있다. 상기 파쇄된 입자의 평균 입경(D50)은 약 3mm 내지 약 10mm이고, 상기 분쇄된 입자의 평균 입경(D50)은 약 100 μ m 내지 약 1mm일 수 있다. 상기 파쇄된 입자의 평균 입경(D50)은 약 1mm 내지 약 3mm이고, 상기 분쇄된 입자의 평균 입경(D50)은 약 300 μ m 내지 약 0.8mm일 수 있다. 상기 파쇄된 입자의 평균 입경(D50)은 약 7mm 내지 약 13mm이고, 상기 분쇄된 입자의 평균 입경(D50)은 약 500 μ m 내지 약 1.5mm일 수 있다. 상기 파쇄된 입자의 평균 입경(D50)은 약 1mm 내지 약 3mm이고, 상기 분쇄된 입자의 평균 입경(D50)은 약 100 μ m 내지 약 800 μ m일 수 있다. 상기 파쇄된 입자의 평균 입경(D50)은 약 6mm 내지 약 10mm이고, 상기 분쇄된 입자의 평균 입경(D50)은 약 1mm 내지 약 3mm일 수 있다. 상기 파쇄된 입자의 평균 입경(D50)은 약 4mm 내지 약 8mm이고, 상기 분쇄된 입자의 평균 입경(D50)은 약 800 μ m 내지 약 2mm일 수 있다. 상기와 같은 범위로 평균 입경(D50)을 가지도록 파쇄 공정 및 분쇄 공정이 진행되기 때문에, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 원하는 입경 및 원하는 형상으로 제조될 수 있다.

[0066] 상기 분쇄 공정은 볼 밀 공정에 의해서 진행될 수 있다. 상기 볼 밀 공정에서, 볼의 직경은 약 5mm 내지 약 50mm일 수 있다. 상기 볼의 직경은 약 10mm 내지 약 40mm일 수 있다.

[0067] 상기 볼 밀 공정에서, 실린더의 회전 속도는 약 10rpm 내지 약 40rpm일 수 있다. 상기 볼 밀 공정에서, 상기 실린더의 회전 속도는 약 15rpm 내지 약 35rpm일 수 있다.

[0068] 상기 볼 밀 공정에서 강철 볼이 사용될 수 있다. 상기 볼 밀 공정은 약 10 분 내지 약 30분 동안 진행될 수 있다.

[0069] 실시예에 따른 탄화규소 분말의 입자 크기 및 입자 형상이 적절하게 조절되기 위해서, 상기 볼 밀 공정에서의 볼의 직경, 상기 실린더의 회전 속도 및 상기 볼 밀 공정이 시간이 적절하게 제어될 수 있다.

[0070] 실시예에 따른 탄화규소 분말의 제조방법은 자력에 의해서 철을 제거하는 단계를 더 포함할 수 있다.

[0071] 상기 철 성분 제거 단계는 상기 파쇄 및 분쇄 단계에서, 탄화규소 원료에 흡착되는 철을 제거하는 단계일 수 있다.

[0072] 상기 철 성분 제거 단계에서, 회전 금속 검출기(Rotary Metal Detector)가 사용되어, 상기 철이 제거될 수 있다.

[0073] 상기 회전 금속 검출기의 회전수는 약 100 rpm 내지 약 800 rpm이며, 상기 회전 금속 검출기에 포함된 전자석의 출력은 약 0.5 kW 내지 약 3kW 일 수 있다. 또한, 상기 회전 금속 검출기의 회전수는 약 800 rpm 내지 약 1700 rpm이며, 상기 회전 금속 검출기에 포함된 전자석의 출력은 약 3 kW 내지 약 5kW 일 수 있다.

[0074] 상기 철 성분이 제거된 탄화규소 원료에 포함된 철 성분의 함량은 약 1 ppm 이하일 수 있다. 상기 철 성분이 제거된 탄화규소 원료에 포함된 철 성분의 함량은 약 0.5 ppm 이하일 수 있다. 상기 철 성분이 제거된 탄화규소 원료에 포함된 철 성분의 함량은 약 0.3 ppm 이하일 수 있다. 상기 철 성분이 제거된 탄화규소 원료에 포함된 철 성분의 함량은 약 0.1 ppm 이하일 수 있다.

[0075] 실시예에 따른 탄화규소 분말을 제조하기 위한 방법은 상기 탄소계 물질을 제거하는 단계를 포함한다.

- [0076] 상기 탄소계 물질을 제거하는 단계는 상기 탄소계 물질을 물리적으로 제거하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0077] 상기 탄소계 물질을 물리적으로 제거하는 단계는 스틸 컷 와이어 쇼트(steel wire shot) 공정을 포함할 수 있다. 상기 스틸 컷 와이어 쇼트에 사용되는 와이어는 탄소강(carbon steel), 스테인리스 스틸(stainless steel), 알루미늄, 아연, 니켈, 구리, 또는 이들의 합금 등으로 만들어진 것일 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다. 또한, 상기 와이어의 직경은 약 0.2 mm 내지 약 0.8 mm일 수 있다. 상기 와이어 소의 직경은 약 0.4 mm 내지 약 0.6 mm일 수 있다.
- [0078] 상기 와이어의 회전수는 약 1000 rpm 내지 약 5000 rpm일 수 있다.
- [0079] 또한, 상기 탄소계 물질을 물리적으로 제거하는 단계는 샌드 블라스팅 또는 쇼트 블라스팅(short blasting) 등과 같은 블라스트 공정을 포함할 수 있다. 상기 블라스트 공정은 상기 흑연 등과 같은 탄소계 물질에 미세 입자를 분사하여, 상기 탄소계 물질을 제거하는 공정일 수 있다. 즉, 상기 탄소계 물질은 상기 탄화규소에 비하여 낮은 경도를 가지기 때문에, 적절한 압력으로 분사된 미세 입자에 의해서, 용이하게 제거될 수 있다.
- [0080] 또한, 상기 탄소계 물질을 물리적으로 제거하는 단계는 원심 분리 등과 같은 밀도차에 의한 분리 공정을 포함할 수 있다. 상기 파쇄 및/또는 분쇄된 탄화규소 원료는 상기 탄소계 물질과 상기 탄화규소의 밀도차이에 의해서 분리될 수 있다. 즉, 탄화규소의 밀도가 흑연의 밀도보다 더 크기 때문에, 밀도 기울기 원심분리 등에 의해서, 상기 탄소계 물질이 용이하게 제거될 수 있다.
- [0081] 상기 탄소계 물질을 물리적으로 제거하는 단계 이후, 상기 원료 물질에 포함되는 탄소계 물질의 함량은 약 5 중량% 이하일 수 있다. 상기 상기 탄소계 물질을 제거하는 단계 이후, 상기 원료 물질에 포함되는 탄소계 물질의 함량은 약 3 중량% 이하일 수 있다. 상기 탄소계 물질을 제거하는 단계 이후, 상기 원료 물질에 포함되는 탄소계 물질의 함량은 약 1 중량% 이하일 수 있다.
- [0082] 또한, 상기 탄소계 물질을 제거하는 단계는 상기 탄소계 물질을 화학적으로 제거하는 단계를 포함한다.
- [0083] 상기 탄소계 물질을 화학적으로 제거하는 단계는 상기 탄소계 물질을 산화시키는 단계를 포함한다.
- [0084] 상기 원료 물질에 포함된 탄소계 물질이 충분히 제거된 후, 상기 원료 물질은 산소 또는 대기 분위기에서 열처리된다. 이때, 상기 산화 열처리 온도는 약 1000℃ 내지 약 1200℃일 수 있다. 상기 열처리 시간은 약 12시간 내지 약 48시간일 수 있다.
- [0085] 상기와 같은 시간 및 온도 범위로, 상기 원료 물질이 열처리되기 때문에, 상기 원료 물질에 포함된 탄소계 물질이 효과적으로 제거될 수 있다. 또한, 상기 상기와 같은 시간 및 온도 범위로, 상기 원료 물질이 열처리되기 때문에, 상기 원료 물질에 실리콘 옥사이드 등과 같은 부산물의 생성을 최소화할 수 있다.
- [0086] 실시예에 따른 탄화규소 분말을 제조하기 위한 방법은 상기 탄화규소 원료를 분급하는 단계를 포함한다. 상기 분급하는 단계는 상기 파쇄 공정 및 상기 분쇄 공정을 거쳐서 입자화된 탄화규소 원료를 분급할 수 있다.
- [0087] 상기 입자화된 탄화규소 원료는 원하는 사이즈의 메시(mesh)에 의해서 분급될 수 있다.
- [0088] 상기 분급 단계는 진동식 분급 장치인 트위스트 스크린(Twist Screen)을 이용하여 수행될 수 있다.
- [0089] 상기 트위스트 스크린은 10 mm 내지 80 mm, 15 mm 내지 70 mm 또는 20 mm 내지 60 mm의 직경을 갖는 실리콘 재질을 탭핑볼을 사용할 수 있다. 상기 트위스트 스크린은 약 1000 회/분 내지 3000 회/분의 진동 조건에서, 약 10분 내지 약 100분 동안 수행될 수 있다.
- [0090] 상기 입자화된 탄화규소 원료는 상기 트위스트 스크린에 일정한 속도로 투입될 수 있다.
- [0091] 상기 입자화된 탄화규소 원료의 입경(D50)은 약 10 μ m 내지 약 10000 μ m일 수 있다. 상기 입자화된 탄화규소 원료의 입경(D50)은 약 100 μ m 내지 약 6000 μ m일 수 있다. 상기 입자화된 탄화규소 원료의 입경(D50)은 약 60 μ m 내지 약 5000 μ m일 수 있다. 상기 입자화된 탄화규소 원료의 입경(D50)은 약 100 μ m 내지 약 4000 μ m일 수 있다. 상기 입자화된 탄화규소 원료의 입경(D50)은 약 150 μ m 내지 약 400 μ m일 수 있다. 상기 입자화된 탄화규소 원료의 입경(D50)은 약 300 μ m 내지 약 800 μ m일 수 있다. 상기 입자화된 탄화규소 원료의 입경(D50)은 약 500 μ m 내지 약 1000 μ m일 수 있다. 상기 입자화된 탄화규소 원료의 입경(D50)은 약 700 μ m 내지 약 2000 μ m일 수 있다. 상기 입자화된 탄화규소 원료의 입경(D50)은 약 1000 μ m 내지 약 3000 μ m일 수 있다.
- [0092] 실시예에 따른 탄화규소 분말을 제조하기 위한 방법은 상기 탄화규소 원료를 습식 식각하는 단계를 포함할 수 있다.

- [0093] 상기 습식 식각 단계는 식각액에 의해서 진행된다. 상기 파쇄 및 분쇄 공정을 거친 탄화규소 원료는 상기 습식 식각 단계를 거칠 수 있다.
- [0094] 상기 식각액은 물 및 산을 포함할 수 있다. 상기 산은 불산, 질산, 염산 및 황산으로 구성되는 그룹으로부터 적어도 하나 이상 선택될 수 있다.
- [0095] 상기 식각액은 탈 이온수, 불산 및 질산을 포함할 수 있다.
- [0096] 상기 불산은 상기 탈 이온수 100 중량부를 기준으로, 약 10 중량부 내지 약 50 중량부의 함량으로 상기 식각액에 포함될 수 있다. 상기 불산은 상기 탈 이온수 100 중량부를 기준으로 약 15 중량부 내지 약 45 중량부의 함량으로 상기 식각액에 포함될 수 있다. 상기 불산은 상기 탈 이온수 100 중량부를 기준으로 약 20 중량부 내지 약 40 중량부의 함량으로 상기 식각액에 포함될 수 있다.
- [0097] 상기 질산은 상기 탈 이온수 100 중량부를 기준으로, 약 10 중량부 내지 약 50 중량부의 함량으로 상기 식각액에 포함될 수 있다. 상기 질산은 상기 탈 이온수 100 중량부를 기준으로 약 15 중량부 내지 약 45 중량부의 함량으로 상기 식각액에 포함될 수 있다. 상기 질산은 상기 탈 이온수 100 중량부를 기준으로 약 20 중량부 내지 약 40 중량부의 함량으로 상기 식각액에 포함될 수 있다.
- [0098] 상기 식각액은 식각 용기에 채워질 수 있다. 이때, 상기 식각액은 상기 식각 용기 전체 부피를 기준으로, 약 10vol% 내지 약 20vol%로 상기 식각 용기에 채워질 수 있다. 상기 식각액은 상기 식각 용기 전체 부피를 기준으로, 약 12vol% 내지 약 18vol%로 상기 식각 용기에 채워질 수 있다. 또한, 상기 탄화규소 원료는 상기 식각 용기 전체 부피를 기준으로, 약 10vol% 내지 약 30vol%로 상기 식각 용기에 채워질 수 있다. 상기 탄화규소 원료는 상기 식각 용기 전체 부피를 기준으로, 약 15vol% 내지 약 25vol%로 상기 식각 용기에 채워질 수 있다.
- [0099] 상기 탄화규소 원료는 상기 식각액에 의해서 습식 식각될 수 있다. 즉, 상기 탄화규소 원료의 표면은 상기 식각액에 의해서 식각되고, 상기 탄화규소 원료의 표면에 잔유하는 불순물은 상기 식각액에 의해서 제거될 수 있다.
- [0100] 상기 습식 식각 단계는 다음과 같은 과정에 의해서 진행될 수 있다.
- [0101] 먼저, 상기 식각 용기 및 상기 탄화규소 원료가 건조될 수 있다. 상기 식각 용기 및 상기 탄화규소 원료는 약 50℃ 내지 약 150℃의 열풍으로 약 10분 내지 약 1시간 동안 건조될 수 있다.
- [0102] 이후, 상기 식각 용기에 상기 탄화규소 원료가 배치된다.
- [0103] 이후, 상기 탄화규소 원료가 배치된 식각 용기에 상기 식각액이 투입된다.
- [0104] 상기 식각액이 투입되는 과정은 다음과 같을 수 있다.
- [0105] 먼저, 상기 탄화규소 원료가 배치된 식각 용기에 탈 이온수가 투입된다.
- [0106] 이후, 상기 탈 이온수가 투입된 식각 용기에 불산이 투입된다.
- [0107] 이후, 상기 불산이 투입된 식각 용기에 질산이 투입된다.
- [0108] 이후, 상기 식각액이 투입된 식각 용기는 뚜껑에 의해서 밀폐되고, 상기 식각 용기의 내부에 배치되는 탄화규소 원료 및 식각액은 약 50rpm 내지 약 500rpm의 속도로 교반된다. 상기 교반 시간은 약 30분 내지 약 2시간 일 수 있다.
- [0109] 이후, 상기 식각액은 배수되고, 상기 습식 식각 공정을 거친 탄화규소 원료는 탈 이온수에 수차례 침전되어, 중화된다. 이때, 침전 후, 배수되는 폐수에 포함된 불산의 함량 및/또는 pH를 기준으로 상기 습식 식각 공정을 거친 탄화규소 원료의 중화 공정이 마무리될 수 있다. 상기 폐수의 pH가 6.8 내지 7.2 일때, 상기 중화 공정은 마무리될 수 있다.
- [0110] 실시예에 따른 탄화규소 분말을 제조하기 위한 방법은 상기 탄화규소 원료를 건식 식각하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0111] 상기 건식 식각 공정은 상기 탄화규소 원료에 식각 기체가 분사되어 진행될 수 있다.
- [0112] 상기 식각 기체는 염소 기체를 포함할 수 있다. 상기 식각 기체는 캐리어 기체로 아르곤 등과 같은 불활성 기체를 더 포함할 수 있다.
- [0113] 상기 건식 식각 공정은 다음과 같이 진행될 수 있다.

- [0114] 먼저, 건식 식각 로가 준비된다. 상기 건식 식각 로는 흑연으로 이루어질 수 있으며, 약 2000℃ 이상의 온도로 가열될 수 있다. 상기 건식 식각 로는 외부로부터 밀봉되어, 상기 건식 식각 로의 내부는 약 5 torr 이하까지 감압될 수 있다.
- [0115] 상기 건식 식각 로 내에 상기 탄화규소 원료가 배치된다.
- [0116] 이후, 상기 건식 식각 로는 약 1800℃ 내지 약 2200℃의 온도까지 가열된다.
- [0117] 이후, 상기 건식 식각 로의 내부는 약 1 torr 내지 약 30 torr의 압력으로 감압된다. 상기 건식 식각 로의 내부는 약 1 torr 내지 약 10 torr의 압력으로 감압된다. 상기 건식 식각 로의 내부는 약 1 torr 내지 약 8 torr의 압력으로 감압된다.
- [0118] 이후, 상기 식각 기체가 상기 건식 식각로에 투입된다. 상기 식각 기체는 상기 건식 식각 로의 하부 및 상부의 온도차에 의해서 상기 건식 식각 로 내에서 대류할 수 있다. 즉, 상기 건식 식각 로의 하부의 온도가 상기 건식 식각 로의 상부의 온도보다 약 50℃ 내지 약 100℃ 더 높아서, 상기 건식 식각 로의 하부의 식각 기체가 상기 건식 식각 로의 상부로 이동하면서, 상기 탄화규소 원료의 표면을 건식 식각할 수 있다. 상기 식각 기체가 상기 건식 식각 로에서 체류하는 시간은 약 24시간 내지 약 96시간일 수 있다.
- [0119] 이후, 상기 식각 기체는 습식 스크러버에 의해서 제거되고, 상기 건식 식각 로의 내부는 약 600 torr 내지 약 780torr로 승압될 수 있다.
- [0120] 상기 건식 식각 공정은 열처리 공정 및 산화막 제거 공정을 추가적으로 포함할 수 있다.
- [0121] 상기 건식 식각된 탄화규소 입자는 상기 건식 식각 로 내에서, 산소를 포함하는 분위기에서, 약 700℃ 내지 약 1300℃의 온도로 열처리될 수 있다. 상기 건식 식각된 탄화규소 입자는 상기 건식 식각 로 내에서, 산소를 포함하는 분위기에서, 약 800℃ 내지 약 1200℃의 온도로 열처리될 수 있다. 상기 건식 식각된 탄화규소 입자는 상기 건식 식각 로 내에서, 산소를 포함하는 분위기에서, 약 900℃ 내지 약 1100℃의 온도로 열처리될 수 있다. 상기 열처리 시간은 약 10분 내지 약 2시간일 수 있다. 상기 열처리 시간은 약 20분 내지 약 1시간 일 수 있다.
- [0122] 상기 열처리에 의해서, 상기 건식 식각된 탄화규소 입자의 표면에 잔유하는 염소가 용이하게 제거될 수 있다.
- [0123] 상기 산화막 제거 공정은 습식 식각 공정에 의해서 진행될 수 있다.
- [0124] 식각 용기에 상기 열처리된 탄화규소 원료가 투입되고, 상기 식각 용기에 탈 이온수 및 불산이 추가로 투입된다.
- [0125] 이후, 상기 식각 용기 내의 탄화규소 원료 및 식각액이 교반되고, 상기 탄화규소 원료의 표면에 형성된 산화막이 제거될 수 있다.
- [0126] 상기 산화막이 제거된 탄화규소 원료는 탈 이온수에 의해서 중화된다.
- [0127] 실시예에 따른 탄화규소 분말을 제조하기 위한 방법은 상기 탄화규소 원료를 세정하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0128] 상기 세정 공정은 불산, 증류수 또는 초 순수 등으로 구성되는 그룹으로부터 적어도 하나 이상 선택하여 포함하는 세정액에 의해서 진행될 수 있다.
- [0129] 상기 세정 공정은 1차 세척 단계, 1차 불산 처리 단계, 2차 세척 단계, 2차 불산 처리 단계 및 3차 세척 단계를 포함할 수 있다.
- [0130] 상기 1차 세척 단계는 증류수, 초순수 또는 순수를 사용하여 1분 내지 300분 동안 수행될 수 있다. 예를 들어, 상기 1차 세척 단계는 약 1분 내지 약 250분, 약 1분 내지 약 200분, 약 3분 내지 약 150분, 약 10분 내지 약 100분, 약 15분 내지 약 80분, 약 20분 내지 약 60분 또는 약 20분 내지 약 40분 동안 수행될 수 있다.
- [0131] 이후, 상기 1차 불산 처리 단계는 불산을 포함하는 세정액을 사용하여, 상기 탄화규소 원료를 세정하는 단계이다. 상기 탄화규소 원료는 상기 세정액 내에서, 약 1분 내지 약 300분, 약 1분 내지 약 250분, 약 1분 내지 약 200분, 약 3분 내지 약 150분, 약 10분 내지 약 100분, 약 15분 내지 약 80분, 약 20분 내지 약 60분 또는 약 20분 내지 약 40분 동안 교반될 수 있다. 이후, 상기 탄화규소 원료는 상기 세정액 내에서, 침전될 수 있다. 상기 탄화규소 원료는 상기 세정액 내에서, 약 1분 내지 약 300분, 약 1분 내지 약 250분, 약 1분 내지 약 200분, 약 3분 내지 약 150분, 약 10분 내지 약 100분, 약 15분 내지 약 80분, 약 20분 내지 약 60분, 약 20분 내지 약 40분 동안 침전될 수 있다.

- [0132] 상기 2차 세척 단계는 증류수, 초순수 또는 순수를 사용하여 1분 내지 300분 동안 수행될 수 있다. 예를 들어, 상기 2차 세척 단계는 약 1분 내지 약 250분, 약 1분 내지 약 200분, 약 3분 내지 약 150분, 약 10분 내지 약 100분, 약 15분 내지 약 80분, 약 20분 내지 약 60분 또는 약 20분 내지 약 40분 동안 수행될 수 있다.
- [0133] 이후, 상기 2차 불산 처리 단계는 불산을 포함하는 세정액을 사용하여, 상기 탄화규소 원료를 세정하는 단계이다. 상기 탄화규소 원료는 상기 세정액 내에서, 약 1분 내지 약 300분, 약 1분 내지 약 250분, 약 1분 내지 약 200분, 약 3분 내지 약 150분, 약 10분 내지 약 100분, 약 15분 내지 약 80분, 약 20분 내지 약 60분 또는 약 20분 내지 약 40분 동안 교반될 수 있다. 이후, 상기 탄화규소 원료는 상기 세정액 내에서, 침전될 수 있다. 상기 탄화규소 원료는 상기 세정액 내에서, 약 1분 내지 약 300분, 약 1분 내지 약 250분, 약 1분 내지 약 200분, 약 3분 내지 약 150분, 약 10분 내지 약 100분, 약 15분 내지 약 80분, 약 20분 내지 약 60분, 약 20분 내지 약 40분 동안 침전될 수 있다.
- [0134] 상기 3차 세척 단계는 증류수, 초순수 또는 순수를 사용하여 1분 내지 300분 동안 수행될 수 있다. 예를 들어, 상기 3차 세척 단계는 약 1분 내지 약 250분, 약 1분 내지 약 200분, 약 3분 내지 약 150분, 약 10분 내지 약 100분, 약 15분 내지 약 80분, 약 20분 내지 약 60분 또는 약 20분 내지 약 40분 동안 수행될 수 있다.
- [0135] 실시예에 따른 탄화규소 분말을 제조하는 방법은 분말화된 탄화규소 원료를 물리적으로 처리하는 단계를 포함한다.
- [0136] 상기 탄화규소 원료를 물리적으로 처리하는 단계에서, 상기 파쇄 공정 및 상기 분쇄 공정을 거친 탄화규소 분말이 물리적으로 처리된다. 상기 탄화규소 원료를 물리적으로 처리하는 단계는 상기 탄화규소 원료가 적절한 평균 입경을 가지는 분말로 분쇄된 후, 상기 분급 공정을 거치기 전에 진행될 수 있다.
- [0137] 상기 탄화규소 원료를 물리적으로 처리하는 단계는 상기 분말화된 탄화규소 원료에 물리적인 충격을 가하는 단계를 포함할 수 있다. 상기 물리적으로 처리하는 단계에서, 상기 탄화규소 원료에 가해지는 물리적인 충격은 상기 파쇄 공정 및 상기 분쇄 공정에서 가해지는 물리적인 충격보다 약하다.
- [0138] 이에 따라서, 상기 분말화된 탄화규소 원료에 탈리 가능하도록 부착된 미분이 용이하게 제거될 수 있다.
- [0139] 상기 탄화규소 원료에 물리적인 충격을 가하는 단계는 상기 탄화규소 원료에 초음파 처리하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0140] 상기 초음파 처리하는 단계에서, 상기 분말화된 탄화규소 원료에 초음파 충격파가 전달될 수 있다.
- [0141] 상기 초음파 처리하는 단계는 다음과 같이 진행될 수 있다.
- [0142] 먼저, 상기 분말화된 탄화규소 원료가 물에 침지된다. 이때, 상기 물 및 상기 분말화된 탄화규소의 부피비는 약 1:0.5 내지 약 1:2일 수 있다.
- [0143] 상기 탄화규소 원료가 침지되는 물의 양은 약 100 ℓ 내지 약 1000 ℓ 일 수 있다.
- [0144] 이후, 상기 분말화된 탄화규소 원료에 초음파가 인가된다. 상기 초음파는 약 10kHz 내지 약 50kHz의 진동수를 가질 수 있다. 또한, 상기 초음파의 출력은 약 1000W 내지 약 20000W일 수 있다.
- [0145] 또한, 상기 초음파 인가 시간은 약 1분 내지 약 20분일 수 있다.
- [0146] 상기 탄화규소 원료에 물리적인 충격을 가하는 단계는 상기 탄화규소 원료를 고속 교반하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0147] 상기 고속 교반 단계는 다음과 같이 진행될 수 있다.
- [0148] 먼저, 상기 분말화된 탄화규소 원료가 물에 침지된다. 이때, 상기 물 및 상기 분말화된 탄화규소의 부피비는 약 1:0.5 내지 약 1:2일 수 있다.
- [0149] 상기 탄화규소 원료가 침지되는 물의 양은 약 100 ℓ 내지 약 1000 ℓ 일 수 있다.
- [0150] 이후, 상기 탄화규소 원료는 고속으로 교반된다. 상기 탄화규소 원료는 약 0.5m/s 내지 약 5m/s의 유속으로 교반될 수 있다. 상기 탄화규소 원료는 약 30rpm 내지 약 300rpm의 속도로 교반될 수 있다.
- [0151] 상기 물리적인 처리 공정에 의해서, 상기 탄화규소 분말에 적절한 물리적인 충격이 가해질 수 있다.
- [0152] 이에 따라서, 상기 탄화규소 분말로부터 용이하게 이탈될 수 있는 미분이 용이하게 탈리될 수 있다. 특히, 상기

파쇄 공정 및 상기 분쇄 공정에서, 상기 탄화규소 분말에 미세 크랙이 발생될 수 있다. 상기 미세 크랙에 의해서, 상기 탄화규소 분말에는 상기 용이하게 이탈될 수 있는 미분이 발생될 수 있다.

- [0153] 이때, 상기 탄화규소 분말에 초음파 등의 물리적인 충격이 가해지고, 상기 미세 크랙 등에 의해서 발생하는 미분이 상기 탄화규소 분말로부터 용이하게 탈리될 수 있다.
- [0154] 이후, 상기 탈리된 미분은 원심 분리 공정 및/또는 필터링 공정에 의해서 제거된다. 즉, 상기 미분이 탈리된 탄화규소 분말은 상기 원심 분리 공정 및/또는 상기 필터링 공정에 의해서 정제될 수 있다.
- [0155] 상기 분말화된 탄화규소 원료를 물리적으로 처리하는 단계는 상기 습식 예칭 공정 중 및/또는 후에 진행될 수 있다.
- [0156] 즉, 상기 식각액에 상기 탄화규소 원료가 침지된 상태에서, 상기 초음파 처리 또는 상기 고속 교반 공정이 진행될 수 있다. 또한, 상기 습식 예칭 공정이 종료되고, 원심 분리 공정 및/또는 필터링 공정에 의해서, 상기 탈리된 미분이 제거될 수 있다.
- [0157] 상기 분말화된 탄화규소 원료를 물리적으로 처리하는 단계는 상기 세정 공정 중 및/또는 후에 진행될 수 있다.
- [0158] 즉, 상기 세정액에 상기 탄화규소 원료가 침지되고, 상기 초음파 처리 또는 상기 고속 교반 공정이 진행될 수 있다.
- [0159] 즉, 상기 세정액에 상기 탄화규소 원료가 침지된 상태에서, 상기 초음파 처리 또는 상기 고속 교반 공정이 진행될 수 있다. 또한, 상기 세정 공정이 종료되고, 원심 분리 공정 및/또는 필터링 공정에 의해서, 상기 탈리된 미분이 제거될 수 있다.
- [0160] 상기 흑연 제거 공정, 상기 철 성분 제거 공정, 상기 습식 예칭 공정, 상기 건식 예칭 공정, 상기 세정 공정에 의해서, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 매우 높은 순도를 가질 수 있다.
- [0161] 도 1을 참조하면, 일 실시예에 따른 탄화규소 분말은 다음과 같은 과정에 의해서 제조될 수 있다.
- [0162] 먼저, 상기 탄화규소 원료는 상기 파쇄 공정에 파쇄된다(S10).
- [0163] 이후, 상기 탄소계 물질 제거 공정에 의해서, 상기 탄화규소 원료에 포함된 흑연 등의 탄소계 물질이 제거된다(S20).
- [0164] 이후, 상기 탄소계 물질이 제거된 탄화규소 원료는 상기 분쇄 공정에 의해서, 분쇄된다(S30).
- [0165] 이후, 상기 분쇄된 탄화규소 원료는 물리적으로 처리된다(S40). 이에 따라서, 상기 분쇄된 탄화규소 원료에 부착된 미분이 용이하게 제거될 수 있다.
- [0166] 이후, 상기 분쇄된 탄화규소 원료는 습식 식각 공정에 의해서 식각된다(S50). 이에 따라서, 상기 분쇄된 탄화규소 원료의 표면에 부착된 불순물이 효율적으로 제거될 수 있다. 특히, 상기 분쇄된 탄화규소 원료에 잔유하는 탄소계 물질은 상기 식각액에 부유하게 되고, 상기 식각액에 포함된 불산 등과 반응할 수 있다. 이에 따라서, 상기 습식 식각 공정에서, 금속 불순물 뿐만 아니라, 상기 탄소계 물질도 효율적으로 제거될 수 있다.
- [0167] 이후, 상기 습식 식각된 탄화규소 원료는 건식 식각 공정에 의해서 식각된다(S60).
- [0168] 이후, 상기 건식 식각된 탄화규소 원료는 세정 공정을 거친다(S70).
- [0169] 이후, 상기 세정된 탄화규소 원료는 원하는 입자 크기로 분급될 수 있다(S80).
- [0170] 도 2를 참조하면, 일 실시예에 따른 탄화규소 분말은 다음과 같은 과정에 의해서 제조될 수 있다.
- [0171] 본 실시예에 있어서, 상기 도 1의 과정과 실질적으로 동일하나, 상기 파쇄 공정 전에 탄소계 물질 제거 공정이 진행될 수 있다.(S1)
- [0172] 상기 탄화규소 원료가 불순물로 탄소를 많이 포함되는 경우, 상기 탄소계 물질 제거 공정이 선행될 수 있다. 예를 들어, 상기 탄화규소 원료가 탄화규소가 코팅된 흑연 부품 등과 같이 높은 비율로 흑연 성분을 포함하는 경우, 상기 탄소계 물질 제거 공정이 먼저 진행될 수 있다.
- [0173] 상기 탄소계 물질이 먼저 제거되고(S1), 상기 파쇄 공정(S10)을 거치므로, 상기 탄화규소 원료에 포함된 탄소계 물질은 효율적으로 제거될 수 있다.
- [0174] 따라서, 본 실시예에 따른 탄화규소 분말의 제조방법은 높음 함량으로 탄소계 물질을 포함하는 탄화규소 원료를

사용하여, 높은 순도의 탄화규소 분말을 제공할 수 있다.

- [0175] 또한, 탄화규소 원료를 물리적으로 처리하는 공정(S51)은 습식 식각 공정(S50) 이후에 진행될 수 있다. 즉, 상기 탄화규소 원료가 식각액에 침지되고, 습식 식각이 진행된 후, 초음파 처리 또는 고속 교반 공정이 진행되어, 상기 탄화규소 원료 내의 미분이 용이하게 제거될 수 있다.
- [0176] 도 3을 참조하면, 일 실시예에 따른 탄화규소 분말의 제조방법은 다음과 같은 과정에 의해서 제조될 수 있다.
- [0177] 본 실시예에 있어서, 상기 도 1의 과정과 실질적으로 동일하나, 상기 탄소계 물질 제거 공정이 생략될 수 있다.
- [0178] 상기 탄화규소 원료가 상기 흑연 등과 같은 탄소계 물질을 포함하지 않거나, 매우 낮은 함량으로 포함하는 경우, 상기 탄소계 물질 제거 공정은 생략될 수 있다. 예를 들어, 상기 탄화규소 원료는 단결정 탄화규소 잉곳, 다결정 탄화규소 또는 탄화규소 소결체 등과 같이, 약 95중량% 이상으로 탄화규소를 포함할 수 있다. 이와 같은 경우, 상기 습식 식각 공정 등에서, 소량의 탄소계 물질이 제거되어, 별도의 추가 공정 없이도, 높은 순도의 탄화규소 분말이 얻어질 수 있다.
- [0179] 또한, 탄화규소 원료를 물리적으로 처리하는 공정(S71)은 세정 공정(S70) 이후에 진행될 수 있다. 즉, 상기 탄화규소 원료가 세정액에 침지되고, 세정 공정이 진행된 후, 초음파 처리 또는 고속 교반 공정이 진행되어, 상기 탄화규소 원료 내의 미분이 용이하게 제거될 수 있다.
- [0180] 도 4 내지 도 6을 참조하면, 일 실시예에 따른 탄화규소 분말은 다음과 같은 과정에 의해서 제조될 수 있다.
- [0181] 본 실시예에 있어서, 상기 도 1, 도 2 또는 도 3의 과정과 실질적으로 동일하나, 상기 분쇄 공정(S30) 이후, 분쇄된 탄화규소 분말을 물리적으로 처리하는 공정(S31)이 진행될 수 있다. 상기 물리적인 처리 공정(S31) 이후, 상기 분급 공정(S32)이 진행될 수 있다. 즉, 상기 분쇄된 탄화규소 원료는 상기 분쇄 공정 이후, 바로 상기 분급 공정을 통하여, 원하는 입자 크기로 분급될 수 있다. 상기 분급된 탄화규소 원료는 상기 습식 식각 공정, 상기 건식 식각 공정 및 상기 세정 공정을 거칠 수 있다.
- [0182] 본 실시예에서, 상기 탄화규소 원료는 균일한 입경으로 분급된 이후에 상기 습식 식각 공정 및 상기 건식 식각 공정을 거치기 때문에, 상기 탄화규소 원료의 표면은 전체적으로 균일하게 식각될 수 있다. 특히, 상기 탄화규소 원료는 균일한 입경으로 분급되기 때문에, 상기 탄화규소 원료의 입자 사이의 공간도 균일하게 형성될 수 있다. 이에 따라, 상기 식각 기체는 상기 탄화규소 원료 사이의 공간에 균일하게 스며들 수 있고, 상기 건식 식각 공정은 상기 탄화규소 원료를 전체적으로 균일하게 식각할 수 있다.
- [0183] 이에 따라서, 본 실시예에 따른 탄화규소 분말의 제조방법은 표면에 포함된 탄소, 규소 및 산소의 함량을 전체적으로 균일하게 조절할 수 있다.
- [0184] 실시예에 따른 탄화규소 분말의 순도는 약 99.99% 이상일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말의 순도는 약 99.999% 이상일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말의 순도는 약 99.9999% 이상일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말의 순도는 약 99.99999% 이상일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말의 순도는 약 99.999999% 이상일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말의 순도는 약 99.9999999% 이상일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말의 순도는 약 99.99999999% 이상일 수 있다.
- [0185] 실시예에 따른 탄화규소 분말은 리튬, 나트륨, 마그네슘, 알루미늄, 칼륨, 칼슘, 티타늄, 바나듐, 크롬, 망간, 철, 코발트, 니켈, 구리, 아연 또는 폴리브덴으로 구성되는 그룹으로부터 적어도 하나 이상 선택되는 불순물을 약 1 ppm 이하, 약 0.8 ppm 이하, 약 0.7 ppm 이하, 약 0.1 내지 약 0.7 ppm 또는 약 0.1 내지 약 0.6 ppm으로 포함할 수 있다.
- [0186] 또한, 실시예에 따른 탄화규소 분말의 입경(D50)은 약 10 μ m 내지 약 10000 μ m일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말의 입경(D50)은 약 100 μ m 내지 약 6000 μ m일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말의 입경(D50)은 약 60 μ m 내지 약 5000 μ m일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말의 입경(D50)은 약 100 μ m 내지 약 4000 μ m일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말의 입경(D50)은 약 150 μ m 내지 약 400 μ m일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말의 입경(D50)은 약 300 μ m 내지 약 800 μ m일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말의 입경(D50)은 약 500 μ m 내지 약 1000 μ m일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말의 입경(D50)은 약 700 μ m 내지 약 2000 μ m일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말의 입경(D50)은 약 1000 μ m 내지 약 3000 μ m일 수 있다.
- [0187] 실시예에 따른 탄화규소 분말은 표면에서 적절한 함량비로 탄소 및 산소를 포함한다. 이에 따라서, 실시예에 따른 탄화규소 분말로 탄화규소 잉곳 및 탄화규소 웨이퍼가 제조될 때, 상기 산소의 함량이 적절하기 때문에, 상

기 탄화규소 잉곳 및 상기 탄화규소 웨이퍼의 결함을 감소시킬 수 있다.

- [0188] 특히, 상기 탄화규소 분말은 표면에서 적절한 함량비로 탄소 및 산소를 포함하기 때문에, 초기 열처리 단계에서, 상기 산소가 상기 탄소와 반응하여 용이하게 제거될 수 있다. 이에 따라서, 상기 탄화규소 분말의 표면의 산소가 초반 열처리 과정에서 제거되고, 상기 탄화규소 잉곳이 성장하는 과정에서의 결함이 최소화될 수 있다.
- [0189] 또한, 상기 산소는 상기 탄소와 반응하여 이산화 탄소 등으로 제거되는데, 상기 산소가 제거되는 과정에서 상기 탄소의 소모량이 감소될 수 있다. 이에 따라서, 상기 산소가 상기 탄소와 함께 제거된 후에도, 상기 실리콘 및 상기 탄소의 비율이 상기 탄화규소 분말 전체적으로 적절할 수 있다. 이에 따라서, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 상기 탄소와 상기 실리콘의 함량 불균일에 의해서 발생될 수 있는 결함을 최소화할 수 있다.
- [0190] 또한, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 표면에서 적절한 함량비로 규소 및 산소를 포함한다. 이에 따라서, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 외부의 불순물로부터 효과적으로 보호될 수 있다. 즉, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 표면에 산소를 포함하는 보호막을 포함하고, 외부의 화학적 충격으로부터 효과적으로 보호될 수 있다.
- [0191] 또한, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 제조 과정에서의 부산물로 상기 불소 성분을 포함할 수 있다. 이때, 실시예에 따른 탄화규소 분말을 제조하는 방법은 상기 습식 식각 공정, 상기 건식 식각 공정 및 상기 세정 공정을 포함하기 때문에, 상기 불소 성분의 함량은 낮다. 또한, 실시예에 따른 탄화규소 잉곳을 제조하는 공정은 실시예에 따른 탄화규소 분말을 초기 열처리 공정을 포함하기 때문에, 상기 불소 성분은 효율적으로 제거될 수 있다. 즉, 상기 불소 성분은 초기 열처리 공정에서, 기화되어 용이하게 제거될 수 있다.
- [0192] 실시예에 따른 탄화규소 분말은 매우 높은 순도를 가지고, 향상된 성능의 탄화규소 웨이퍼를 제조할 수 있다.
- [0193] 실시예에 따른 탄화규소 분말은 2차원 이미지 분석을 통하여 입자의 형상이 분석될 수 있다.
- [0194] 실시예에 따른 탄화규소 분말은 적절하게 샘플링되어, 상기 2차원 이미지 분석이 진행될 수 있다. 예를 들어, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 1회에 약 0.1g 내지 약 10g으로, 약 5회 내지 약 100회 만큼 샘플링되고, 각각의 샘플링에 대해서 상기 2차원 이미지 분석이 진행될 수 있다. 이때, 상기 2차원 이미지 분석을 통하여 도출된 측정값들이 얻어지고, 실시예에 따른 탄화규소 분말의 특성은 상기 측정값들의 평균치로 규정될 수 있다.
- [0195] 상기 샘플링된 탄화규소 분말은 배경에 뿌려진다. 상기 배경은 상기 탄화규소 분말과 시각적으로 확실히 구분되는 색상을 가질 수 있다. 상기 뿌려진 탄화규소 입자 각각은 서로 이격되고, 서로 겹치지 않도록 배치된다.
- [0196] 실시예에 따른 탄화규소 분말에 포함된 입자는 광학 현미경에 의해서 촬영되고, 상기 입자의 2차원 이미지가 얻어진다.
- [0197] 이후, 실시예에 따른 탄화규소 분말의 2차원 이미지는 이미지 분석 소프트웨어에 의해서, 분석될 수 있다. 상기 이미지 분석 소프트웨어의 예로서는 IMT(Image & Microscope Technology)사의 아이솔루션(iSolution) 시리즈 등을 들 수 있다.
- [0198] 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 상기 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 면적은 약 5만 μm^2 내지 500만 μm^2 일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 상기 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 면적은 약 5만 μm^2 내지 10만 μm^2 일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 상기 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 면적은 약 15만 μm^2 내지 25만 μm^2 일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 상기 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 면적은 약 100만 μm^2 내지 200만 μm^2 일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 상기 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 면적은 약 250만 μm^2 내지 350만 μm^2 일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 상기 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 면적은 약 350만 μm^2 내지 500만 μm^2 일 수 있다.
- [0199] 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 상기 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 둘레 길이는 약 500 μm 내지 약 10mm 일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 상기 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 둘레 길이는 약 500 μm 내지 약 1.5mm 일

분말에 포함된 입자의 평균 입자 원형도는 0.45 내지 0.75일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 실시예에 따른 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 입자 원형도는 0.5 내지 0.7일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 실시예에 따른 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 입자 원형도는 0.55 내지 0.7일 수 있다.

[0209] 상기 입자 원형도는 하기의 식에 의해서 계산될 수 있다.

[0210] [식 1]

[0211] 입자 원형도 = $4 \times \pi \times \text{입자 면적} / (\text{둘레 길이})^2$

[0212] 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 실시예에 따른 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 입자 타원형도는 0.85 내지 1일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 실시예에 따른 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 입자 타원형도는 0.90 내지 1일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 실시예에 따른 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 입자 타원형도는 0.91 내지 1일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 실시예에 따른 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 입자 타원형도는 0.93 내지 1일 수 있다. 일 실시예에서, 상기 2차원 이미지 분석을 통하여 측정되는 입자 타원형도가 0.92 이상일 수 있다.

[0213] 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 실시예에 따른 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 입자 굴곡도는 약 0.83 내지 약 0.99일 수 있다.

[0214] 상기 입자 굴곡도는 하기의 식 2로 계산될 수 있다.

[0215] [식 2]

[0216] 입자 굴곡도 = 컨벡스 헐 / 둘레 길이

[0217] 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 실시예에 따른 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 입자 굴곡도는 약 0.83 내지 약 0.99일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 실시예에 따른 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 입자 굴곡도는 약 0.84 내지 약 0.98일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 실시예에 따른 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 입자 굴곡도는 약 0.85 내지 약 0.95일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 실시예에 따른 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 입자 굴곡도는 약 0.86 내지 약 0.94일 수 있다. 일 실시예에서, 상기 2차원 이미지 분석을 통하여 측정되는 입자 굴곡도가 0.9 내지 0.99일 수 있다.

[0218] 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 실시예에 따른 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 입자 연신도는 약 0.8 내지 약 0.95일 수 있다.

[0219] 상기 입자 연신도는 하기의 식 3으로 계산될 수 있다.

[0220] [식 3]

[0221] 입자 연신도 = 동등 원 직경 / 최대 길이

[0222] 상기 입자 연신도가 1에 가까울수록, 상기 입자의 2차원 이미지는 모아지는 형상에 가깝고, 상기 입자 연신도가 0에 가까울수록, 상기 입자의 2차원 이미지는 늘어지는 형상에 가깝다.

[0223] 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 실시예에 따른 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 입자 연신도는 약 0.81 내지 약 0.95일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 실시예에 따른 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 입자 연신도는 약 0.82 내지 약 0.94일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 실시예에 따른 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 입자 연신도는 약 0.83 내지 약 0.93일 수 있다.

[0224] 실시예에 따른 탄화규소 분말이 상기 2차원 이미지 분석에 의해서 분석될 때, 실시예에 따른 탄화규소 분말에 포함된 입자의 평균 충전 공간 연신도는 0.65 내지 0.85일 수 있다.

[0225] 실시예에 따른 탄화규소 분말은 안식각을 가질 수 있다.

- [0226] 실시예에 따른 탄화규소 분말의 안식각은 약 20° 내지 약 45° 일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말의 안식각은 약 25° 내지 약 45° 일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말의 안식각은 약 25° 내지 약 40° 일 수 있다.
- [0227] 상기 안식각은 다음과 같은 방법에 의해서 측정될 수 있다.
- [0228] 실시예에 따른 탄화규소 분말이 약 100mm의 직경을 가지는 원형 플레이트에 부어지고, 원뿔 형태로 실시예에 따른 탄화규소 분말이 퇴적되어, 퇴적층이 형성된다. 상기 안식각은 상기 수평 면과 상기 퇴적층의 경사 사이의 각도일 수 있다.
- [0229] 실시예에 따른 탄화규소 분말은 탭 밀도를 가질 수 있다.
- [0230] 실시예에 따른 탄화규소 분말의 탭 밀도는 약 $1.3\text{g}/\text{cm}^3$ 내지 약 $2.5\text{g}/\text{cm}^3$ 일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말의 탭 밀도는 약 $1.5\text{g}/\text{cm}^3$ 내지 약 $2.0\text{g}/\text{cm}^3$ 일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말의 탭 밀도는 약 $1.5\text{g}/\text{cm}^3$ 내지 약 $1.8\text{g}/\text{cm}^3$ 일 수 있다.
- [0231] 상기 탭 밀도는 하기와 같은 방법에 의해서 측정될 수 있다.
- [0232] 상기 탭 밀도는 탭 밀도 측정 장비에 의해서 측정될 수 있다.
- [0233] 실시예에 따른 탄화규소 분말 약 100g이 250ml 실린더에 채워진다. 이후, 실시예에 따른 탄화규소 분말의 부피가 약 2% 감소될 때까지, 상기 실린더가 탭핑된다. 이때의 실시예에 따른 탄화규소 분말의 겉보기 밀도가 상기 탭 밀도일 수 있다.
- [0234] 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율이 10wt% 미만일 수 있다. 상기 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율(WR50)은 하기의 식 4에 의해서 계산될 수 있다.
- [0235] [식 4]
- [0236]
$$\text{WR50} = (\text{입경 } 50\mu\text{m} \text{ 미만의 탄화규소 입자 질량}) / (\text{전체 탄화규소 입자 질량})$$
- [0237] 상기 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 9wt% 미만일 수 있다. 상기 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 8wt% 미만일 수 있다. 상기 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 7wt% 미만일 수 있다. 상기 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 6wt% 미만일 수 있다. 상기 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 5wt% 미만일 수 있다. 상기 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율의 최소값은 0.01wt% 일 수 있다.
- [0238] 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율이 3wt% 미만일 수 있다. 상기 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율(WR10)은 하기의 식 5에 의해서 계산될 수 있다.
- [0239] [식 5]
- [0240]
$$\text{WR10} = (\text{입경 } 10\mu\text{m} \text{ 미만의 탄화규소 입자 질량}) / (\text{전체 탄화규소 입자 질량})$$
- [0241] 상기 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 3wt% 미만일 수 있다. 상기 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 2.5wt% 미만일 수 있다. 상기 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 2wt% 미만일 수 있다. 상기 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 1.5wt% 미만일 수 있다. 상기 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 1wt% 미만일 수 있다. 상기 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율의 최소값은 0.005wt% 일 수 있다.
- [0242] 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 입경 $5\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율이 2wt% 미만일 수 있다. 상기 입경 $5\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율(WR5)은 하기의 식 6에 의해서 계산될 수 있다.
- [0243] [식 6]
- [0244]
$$\text{WR50} = (\text{입경 } 5\mu\text{m} \text{ 미만의 탄화규소 입자 질량}) / (\text{전체 탄화규소 입자 질량})$$
- [0245] 상기 입경 $5\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 2wt% 미만일 수 있다. 상기 입경 $5\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 1.5wt% 미만일 수 있다. 상기 입경 $5\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 1wt% 미만일 수 있다. 상기 입경 $5\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율의 최소값은 0.001wt% 일 수 있다.
- [0246] 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 초음파 처리 후, 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율이 10wt% 미만일 수 있다. 상기 초음파 처리 후 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율(SWR50)은 하기의 식 7에 의해서 계산될 수 있다.
- [0247] [식 7]

- [0248] $SWR5 = (\text{초음파 처리 후, 입경 } 50\mu\text{m 미만의 탄화규소 입자 질량})/(\text{전체 탄화규소 입자 질량})$
- [0249] 상기 초음파 처리 후 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 9wt% 미만일 수 있다. 상기 초음파 처리 후 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 8wt% 미만일 수 있다. 상기 초음파 처리 후 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 7wt% 미만일 수 있다. 상기 초음파 처리 후 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 6wt% 미만일 수 있다. 상기 초음파 처리 후 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 5wt% 미만일 수 있다. 상기 초음파 처리 후 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율의 최소값은 0.01wt% 일 수 있다.
- [0250] 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 초음파 처리 후, 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율이 3wt% 미만일 수 있다. 상기 초음파 처리 후 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율(SWR10)은 하기의 식 8에 의해서 계산될 수 있다.
- [0251] [식 8]
- [0252] $SWR10 = (\text{초음파 처리 후 입경 } 10\mu\text{m 미만의 탄화규소 입자 질량})/(\text{전체 탄화규소 입자 질량})$
- [0253] 상기 초음파 처리 후 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 3wt% 미만일 수 있다. 상기 초음파 처리 후 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 2.5wt% 미만일 수 있다. 상기 초음파 처리 후 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 2wt% 미만일 수 있다. 상기 초음파 처리 후 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 1.5wt% 미만일 수 있다. 상기 초음파 처리 후 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 1wt% 미만일 수 있다. 상기 초음파 처리 후 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율의 최소값은 0.005wt% 일 수 있다.
- [0254] 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 초음파 처리 후, 입경 $5\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율이 2wt% 미만일 수 있다. 상기 초음파 처리 후 입경 $5\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율(SWR5)은 하기의 식 9에 의해서 계산될 수 있다.
- [0255] [식 9]
- [0256] $SWR5 = (\text{초음파 처리 후 입경 } 5\mu\text{m 미만의 탄화규소 입자 질량})/(\text{전체 탄화규소 입자 질량})$
- [0257] 상기 초음파 처리 후 입경 $5\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 2wt% 미만일 수 있다. 상기 초음파 처리 후 입경 $5\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 1.5wt% 미만일 수 있다. 상기 초음파 처리 후 입경 $5\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율은 1wt% 미만일 수 있다. 상기 초음파 처리 후 입경 $5\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율의 최소값은 0.001wt% 일 수 있다.
- [0258] 또한, 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 초음파 처리 전 및 후의 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율 차이는 약 1wt% 미만이다. 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 초음파 처리 전 및 후의 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율 차이는 약 0.5wt% 미만일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 초음파 처리 전 및 후의 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율 차이는 약 0.4wt% 미만일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 초음파 처리 전 및 후의 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율 차이는 약 0.3wt% 미만일 수 있다. 상기 초음파 처리 전 및 후의 입경 $50\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율 차이는 하기의 식 10으로 계산될 수 있다.
- [0259] [식 10]
- [0260] $\Delta WR50 = |WR50 - SWR50|$
- [0261] 또한, 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 초음파 처리 전 및 후의 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율 차이는 약 0.5wt% 미만이다. 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 초음파 처리 전 및 후의 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율 차이는 약 0.3wt% 미만일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 초음파 처리 전 및 후의 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율 차이는 약 0.2wt% 미만일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 초음파 처리 전 및 후의 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율 차이는 약 0.1wt% 미만일 수 있다. 상기 초음파 처리 전 및 후의 입경 $10\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율 차이는 하기의 식 11으로 계산될 수 있다.
- [0262] [식 11]
- [0263] $\Delta WR10 = |WR10 - SWR10|$
- [0264] 또한, 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 초음파 처리 전 및 후의 입경 $5\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율 차이는 약 0.3wt% 미만이다. 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 초음파 처리 전 및 후의 입경 $5\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율 차이는 약 0.2wt% 미만일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 초음파 처리 전 및 후의 입경 $5\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율 차이는 약 0.1wt% 미만일 수 있다. 실시예에 따른 탄화규소 분말에서, 초음파 처리 전 및 후의 입경 $5\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율 차이는 약 0.05wt% 미만일 수 있다. 상기 초음파 처리 전 및 후의 입경 $5\mu\text{m}$ 미만의 질량 비율 차이는 하기의 식 12로 계산될 수 있다.

- [0265] [식 12]
- [0266] $\Delta WR5 = |WR5 - SWR5|$
- [0267] 상기 초음파 처리는 다음과 같이, 진행될 수 있다.
- [0268] 약 10ℓ의 탈이온수에 약 1:1의 부피비로 상기 탄화규소 분말이 투입된다. 이후, 약 40kHz의 주파수 및 약 1200W의 출력을 가지는 초음파가 상기 탄화규소 분말에 약 5분동안 인가된다.
- [0269] 상기 탄화규소 입자의 입경은 다음과 같은 방법에 의해서 측정될 수 있다.
- [0270] 실시예에 따른 탄화규소 분말이 100 μ m 메쉬에 의해서 분급되고, 상기 메쉬를 통과한 입자들은 초순수에 분산되고, 입도 측정기(mastersizer 3000, Malvern사)에 의해서, 입도 및 함량이 측정되었다. 이에 따라서, 입경에 따른 함량이 도출된다.
- [0271] 도 7을 참조하면, 실시예에 따른 탄화규소 웨이퍼는 하기와 같이 제조될 수 있다.
- [0272] 먼저, 탄화규소 잉곳이 제조될 수 있다. 상기 탄화규소 잉곳은 대면적이면서 결함이 적도록, 물리적 기상 수송법(PVT)이 적용되어, 제조된다.
- [0273] 일 실시예에 따른 탄화규소 잉곳(12)의 제조방법은, 준비단계, 탄화규소 분말 장입 단계 및 성장단계를 포함할 수 있다.
- [0274] 상기 준비단계는 내부공간을 갖는 도가니 본체(20) 및 상기 도가니 본체를 덮는 도가니 덮개(21)를 포함하는 도가니 조립체를 준비하는 단계이다.
- [0275] 상기 탄화규소 분말 장입 단계는 상기 도가니 조립체 내에 탄화규소 분말(30)을 장입하고 상기 원료 상에는 종자정을 상기 원료와 일정한 간격을 두고 배치되도록 하는 단계이다.
- [0276] 상기 도가니 본체(20)는 예를 들어 윗면이 개방된 개구부를 갖는 원통형으로, 그 내부에 탄화규소 원료를 장입할 수 있는 구조를 갖는 것이 적용될 수 있다. 상기 도가니 본체(20)는 그 밀도가 1.70 g/cm³ 내지 1.90 g/cm³ 인 것이 적용될 수 있다. 상기 도가니 본체(20)의 재료에는 그라파이트가 포함될 수 있다.
- [0277] 상기 도가니 덮개(21)는 그 밀도가 1.70 g/cm³ 내지 1.90 g/cm³ 인 것이 적용될 수 있다. 상기 도가니 덮개(21)의 재료에는 그라파이트가 포함될 수 있다. 상기 도가니 덮개(21)는 상기 도가니 본체(20)의 개구부의 전부를 덮는 형태를 갖는 것이 적용될 수 있다.
- [0278] 상기 도가니 덮개(21)는 상기 도가니 본체(20) 개구부의 일부를 덮거나 관통홀(미도시)을 포함하는 상기 도가니 덮개(21)가 적용될 수 있다. 이러한 경우, 이후 설명하는 결정성장분위기에서 증기 이송의 속도를 조절할 수 있다.
- [0279] 또한, 상기 도가니 덮개(21)에는 종자정 홀더(22)가 배치된다. 상기 종자정 홀더(22)는 상기 도가니 덮개(21)에 결합될 수 있다. 상기 종자정 홀더(22)는 상기 도가니 덮개(21)에 부착될 수 있다. 상기 종자정 홀더(22)는 상기 도가니 덮개(21)와 일체로 형성될 수 있다.
- [0280] 상기 도가니 덮개(21)의 두께는 약 10mm 내지 약 50mm일 수 있다. 또한, 상기 종자정 홀더(22)의 두께는 약 1mm 내지 약 10mm일 수 있다.
- [0281] 상기 탄화규소 잉곳이 제조되기 위해서, 종자정이 준비된다. 상기 종자정은 (0001)면에 대해 0 내지 8도의 범위에서 선택된 각도인 오프각을 적용한 웨이퍼들 중 어느 하나일 수 있다.
- [0282] 상기 종자정은 결함이나 다형 혼입이 최소화된 실질적으로 단결정인 4H SiC 잉곳일 수 있다. 상기 탄화규소 종자정은 실질적으로 4H SiC로 이루어진 것일 수 있다.
- [0283] 상기 종자정은 4인치 이상, 5인치 이상, 나아가 6인치 이상의 구경을 가질 수 있다. 더 구체적으로 상기 종자정은 4 내지 12 인치, 4 내지 10 인치, 또는 6 내지 8 인치의 직경을 가질 수 있다.
- [0284] 상기 종자정은 종자정 홀더에 접촉된다. 상기 종자정 홀더는 흑연을 포함한다. 상기 종자정 홀더는 흑연으로 이루어질 수 있다. 상기 종자정 홀더는 이방성 흑연을 포함할 수 있다. 더 자세하게, 상기 종자정 홀더는 이방성 흑연으로 이루어질 수 있다.
- [0285] 또한, 상기 종자정 및 상기 종자정 홀더는 접착층에 의해서 서로 접촉된다. 상기 접착층은 흑연 필러 및 페놀

수지 등의 탄화물을 포함한다. 상기 접착층은 낮은 기공율을 가질 수 있다.

- [0286] 상기 종자정은 C면이 하방으로 향하도록 배치될 수 있다.
- [0287] 이후, 상기 도가니 내에 상기 탄화규소 잉곳을 제조하기 위하여, 본 실시예에 따른 탄화규소 분말이 장입된다.
- [0288] 상기 탄화규소 분말(30)은 탄소원과 규소원을 포함한다. 구체적으로 상기 탄화규소 분말(30)은 탄소-규소원을 포함한다. 상기 탄화규소 분말(30)은 앞서 설명한 특징들을 가질 수 있다.
- [0289] 상기 탄화규소 분말(30)이 상기 도가니 내에 장입될 때, 상기 탄화규소 분말(30)의 벌크 밀도는 약 1400kg/m^3 내지 약 1700kg/m^3 일 수 있다. 상기 탄화규소 분말(30)이 상기 도가니 내에 장입될 때, 상기 탄화규소 분말(30)의 벌크 밀도는 약 1500kg/m^3 내지 약 1650kg/m^3 일 수 있다.
- [0290] 상기 탄화규소 분말(30)은 입자의 크기가 $75\text{ }\mu\text{m}$ 이 이하인 것이 전체 원료를 기준으로 15 중량% 이하로 포함될 수 있고, 10 중량% 이하로 포함될 수 있으며, 5 중량% 이하로 포함될 수 있다. 이렇게, 입자 크기가 작은 것의 함량이 비교적 소량인 원료를 적용하는 경우, 잉곳의 결함 발생을 줄이고 과포화도 제어에 보다 유리하며, 보다 결정 특성이 향상된 웨이퍼를 제공할 수 있는 탄화규소 잉곳을 제조할 수 있다.
- [0291] 상기 탄화규소 분말(30)은 서로 네킹되거나 네킹되지 않은 것일 수 있다. 이러한 입경을 갖는 원료를 적용하는 경우, 보다 우수한 결정 특성을 갖는 웨이퍼를 제공하는 탄화규소 잉곳을 제조할 수 있다.
- [0292] 상기 탄화규소 분말 장입 단계에서 상기 도가니 조립체는, 상기 탄화규소 분말(30)의 중량을 1로 보았을 때, 상기 도가니 조립체의 중량이 1.5 내지 2.7 (배)인 중량비율(R_w)을 가질 수 있다. 여기서, 도가니 조립체의 중량은 원료를 제외한 도가니 조립체의 중량을 의미하며, 구체적으로 상기 도가니 조립체에 시드홀더가 적용되는지 여부와 무관하게, 종자정까지 포함되어 조립된 도가니 조립체에서 투입한 원료의 무게를 제외한 값이다.
- [0293] 상기 중량비율이 1.5 미만인 경우에는 결정성장분위기에서 과포화도가 지나치게 증가하여 잉곳의 결정 품질이 오히려 떨어질 수 있고, 상기 중량비율이 2.7 초과인 경우에는 과포화도가 낮아져서 잉곳의 결정 품질이 떨어질 수 있다.
- [0294] 상기 중량비율은 1.6 내지 2.6일 수 있고, 1.7 내지 2.4일 수 있다. 이러한 중량비율을 갖는 경우 결함 특성이나 결정성 특성이 우수한 잉곳을 제조할 수 있다.
- [0295] 상기 도가니 조립체는 상기 도가니 본체(20)의 내부공간의 지름을 1로 보았을 때 상기 탄화규소 분말(30)이 위치하는 가장 아래 면에서부터 종자정(11)의 표면까지의 길이의 비율인 길이비율이 1 배 초과 25 배 이하일 수 있다.
- [0296] 상기 성장단계는 상기 도가니 본체(20)의 내부공간을 결정성장분위기로 조절하여 상기 원료가 상기 종자정에 증기 이송되어 증착되고 상기 종자정로부터 성장된 탄화규소 잉곳을 마련하는 단계이다.
- [0297] 상기 성장단계는 상기 도가니 조립체의 내부공간을 결정성장분위기로 조절하는 과정이 포함되며, 구체적으로 단열재(40)로 상기 도가니 조립체를 감싸서 상기 도가니 조립체와 이를 감싸는 상기 단열재를 포함하는 반응용기(미도시)를 마련하고, 이를 석영관 등의 반응챔버에 위치시킨 후 가열수단에 의하여 상기 도가니 등을 가열하는 방식으로 진행될 수 있다.
- [0298] 상기 반응챔버(42) 내에는 상기 반응용기가 위치하여 가열수단(50)에 의해 상기 도가니 본체(20)의 내부공간을 결정성장분위기에 적합한 온도로 유도한다. 이러한 온도는 상기 결정성장분위기에 중요한 요소 중 하나이며, 압력과 가스의 이동 등의 조건을 조절하여 보다 적합한 결정성장분위기를 형성한다. 상기 반응챔버(42)와 상기 반응용기 사이에는 단열재(40)가 위치하여 결정성장분위기의 형성과 제어를 보다 용이하게 도울 수 있다.
- [0299] 상기 단열재(40)는 성장분위기에서 상기 도가니 본체 내부 또는 상기 반응용기 내부의 온도 구배에 영향을 미칠 수 있다. 구체적으로 상기 단열재는 그라파이트 단열재를 포함할 수 있고, 더 구체적으로 상기 단열재는 레이온계 그라파이트 펠트 또는 피치계 그라파이트 펠트를 포함할 수 있다.
- [0300] 구현예는 상기 단열재로 그 밀도가 약 0.12 g/cc 내지 약 0.30 g/cc 인 것을 적용할 수 있다. 구현예는 상기 단열재로 그 밀도가 약 0.13 g/cc 에서 약 0.25g/cc 인 것을 적용할 수 있다. 구현예는 상기 단열재로 그 밀도가 약 0.14 g/cc 에서 약 0.20g/cc 인 것을 적용할 수 있다.
- [0301] 상기 단열재의 밀도가 약 0.14 g/cc 미만인 것을 적용하는 경우에는 성장한 잉곳의 형상이 오목하게 성장될 수 있고, 6H-SiC 다형이 발생하여 잉곳의 품질이 떨어질 수 있다.

- [0302] 상기 단열재의 밀도가 약 0.30 g/cc 초과인 것을 적용하는 경우에는 성장한 잉곳이 과도하게 블록하게 성장될 수 있으며, 가장자리의 성장율이 낮아져 수율이 감소하거나 잉곳의 크랙 발생이 증가할 수 있다.
- [0303] 상기 단열재는 그 밀도가 약 0.12g/cc 내지 약 0.30g/cc인 것을 적용하는 경우 보다 잉곳의 품질을 향상시킬 수 있으며, 약 0.14g/cc 내지 약 0.20g/cc인 것을 적용하는 것이 잉곳 성장과정에서 결정성장분위기를 제어하고 보다 우수한 품질의 잉곳을 성장시키는 것에 더욱 좋다.
- [0304] 상기 단열재는 기공도가 약 73 vol% 내지 약 95 vol%인 것일 수 있다. 상기 단열재는 기공도가 약 76 vol% 내지 약 93 vol%일 수 있다. 상기 단열재는 기공도가 81 vol% 내지 91 vol%일 수 있다. 이러한 기공도를 갖는 단열재를 적용하는 경우 잉곳 크랙 발생 빈도를 보다 감소시킬 수 있다.
- [0305] 상기 단열재는 압축강도가 약 0.21 Mpa 이상인 것일 수 있다. 상기 단열재는 압축강도가 약 0.49 Mpa 이상인 것일 수 있다. 상기 단열재는 압축강도가 약 0.78 MPa 이상일 수 있다. 또한, 상기 단열재는 압축강도가 약 3 MPa 이하인 것일 수 있고, 약 25 MPa 이하일 수 있다. 상기 단열재가 이러한 압축강도를 갖는 경우 열적/기계적 안정성이 우수하고, 재(ash)가 발생할 확률이 떨어져 보다 우수한 품질의 SiC 잉곳을 제조할 수 있다.
- [0306] 상기 단열재는 약 20 mm 이상의 두께로 적용될 수 있고, 약 30 mm 이상의 두께로 적용될 수 있다. 또한, 상기 단열재는 약 150 mm 이하의 두께로 적용될 수 있고 약 120 mm 이하의 두께로 적용될 수 있으며 약 80 mm이하의 두께로 적용될 수 있다. 이러한 두께 범위로 상기 단열재를 적용하는 경우 단열재의 불필요한 낭비 없이 단열효과를 충분하게 얻을 수 있다.
- [0307] 상기 단열재(40)는 밀도가 약 0.12g/cc 내지 약 0.30 g/cc인 것일 수 있다. 상기 단열재(40)는 기공도가 약 72 vol% 내지 약 90 vol%인 것일 수 있다. 이러한 단열재를 적용하는 경우 잉곳의 형상이 오목하거나 과도하게 블록하게 성장하는 것을 억제할 수 있으며, 다형 품질이 떨어지거나 잉곳에 크랙이 발생하는 현상을 감소시킬 수 있다.
- [0308] 상기 결정성장분위기는 상기 반응챔버(42) 외부의 가열수단(500)의 가열을 통해 진행될 수 있으며, 상기 가열과 동시에 또는 별도로 감압하여 공기를 제거하고, 감압분위기 및/또는 불활성 분위기(예시, Ar 분위기, N₂ 분위기 또는 이의 혼합 분위기)에서 진행될 수 있다.
- [0309] 상기 결정성장분위기는 원료를 종자정의 표면에 증기 이송되도록 하여 탄화규소 결정의 성장을 유도하여 잉곳(100)으로 성장시킨다.
- [0310] 상기 결정성장분위기는 2100℃ 내지 2450 ℃의 성장온도와 1 torr 내지 100 torr의 성장압력 조건이 적용될 수 있고, 이러한 온도와 압력을 적용하는 경우 보다 효율적으로 탄화규소 잉곳을 제조할 수 있다.
- [0311] 구체적으로, 상기 결정성장분위기는 도가니 상하부 표면 온도가 2100℃ 내지 2450 ℃의 성장온도와 1torr 내지 50 torr의 성장압력 조건이 적용될 수 있으며, 더 자세하게는 도가니 상하부 표면 온도가 2150℃ 내지 2450 ℃의 성장온도와 1 torr 내지 40 torr의 성장압력 조건이 적용될 수 있다.
- [0312] 더 구체적으로 도가니 상하부 표면 온도가 2150 내지 2350 ℃의 성장온도와 1 torr 내지 30 torr의 성장압력 조건이 적용될 수 있다.
- [0313] 위에서 설명한 결정성장분위기를 적용하면, 본 발명의 제조방법 등에 보다 고품질의 탄화규소 잉곳을 제조하는데 보다 유리하다.
- [0314] 상기 탄화규소 잉곳(12)은 4H SiC을 함유하는 것으로, 그 표면이 블록한 형태 또는 평평한 형태의 것일 수 있다.
- [0315] 상기 탄화규소 잉곳(12)의 표면이 오목한 형태로 형성되는 경우 의도하는 4H-SiC 결정 외에 6H-SiC와 같은 다른 다형이 혼입된 것일 수 있고, 이는 탄화규소 잉곳의 품질을 떨어뜨릴 수 있다. 또한, 상기 탄화규소 잉곳의 표면이 과도하게 블록한 형태로 형성되는 경우에는 잉곳 자체에 크랙이 발생하거나, 웨이퍼로 가공할 때 결정이 깨질 수 있다.
- [0316] 이때, 상기 탄화규소 잉곳(12)이 과도하게 블록한 형태의 잉곳인지 여부는 휘어짐 정도를 기준으로 판단하며, 본 명세서에서 제조되는 탄화규소 잉곳은 휘어짐이 약 20 mm 이하이다.
- [0317] 상기 휘어짐은, 탄화규소 잉곳의 성장이 완료된 샘플을 정반 위에 놓고 잉곳 후면을 기준으로 잉곳의 중심과 가장자리의 높이를 높이 게이지(Height Gauge)로 측정하여 (중심 높이 - 가장자리높이)의 값으로 평가한다. 휘어

집의 수치가 양의 값이면 볼록함을 의미하고 0의 값은 평평함, 그리고 음의값은 오목함을 의미한다.

- [0318] 구체적으로, 상기 탄화규소 잉곳(12)은 그 표면이 볼록한 형태 또는 평평한 형태의 것으로 휘어짐이 약 0 mm 내지 약 14 mm인 것일 수 있고, 약 0 mm 내지 약 11 mm일 수 있으며, 약 0 mm 내지 약 8 mm인 것일 수 있다. 이러한 휘어짐 정도를 갖는 탄화규소 잉곳은 웨이퍼 가공이 보다 용이하고 깨짐 발생을 감소시킬 수 있다.
- [0319] 상기 탄화규소 잉곳(12)은 결함이나 다형 혼입이 최소화된 실질적으로 단결정인 4H SiC 잉곳일 수 있다. 상기 탄화규소 잉곳(12)은 실질적으로 4H SiC로 이루어진 것으로, 그 표면이 볼록한 형태 또는 평평한 형태의 것일 수 있다.
- [0320] 상기 탄화규소 잉곳(12)은 탄화규소 잉곳에서 발생할 수 있는 결함을 줄인 것으로 보다 고품질의 탄화규소 웨이퍼를 제공할 수 있다.
- [0321] 본 명세서의 방법으로 제조된 상기 탄화규소 잉곳은 그 표면의 핏(pit)을 감소시키며, 구체적으로 4 인치 이상의 직경을 갖는 잉곳에서 그 표면에 포함되는 핏(pit)이 약 10k/cm² 이하일 수 있다.
- [0322] 본 명세서에서, 상기 탄화규소 잉곳의 표면 핏 측정은, 잉곳 표면에서 패킷을 제외한 중앙부분의 한 곳, 그리고 탄화규소 잉곳 엣지에서 중앙부 방향으로 약 10 mm 안쪽에 위치하는 3시, 6시, 9시, 그리고 12시 방향의 네 곳, 총 5곳을 광학현미경으로 관찰하여 각 위치에서 단위면적(1 cm²)당 핏(pit)을 측정한 후 그 평균값으로 평가한다.
- [0323] 예시적으로, 상기 탄화규소 잉곳을 외경 연삭 장비를 적용하여 잉곳의 외곽 테두리 부분을 다듬고(External Grinding), 일정한 두께로 절삭(Slicing)한 후 가장자리 연삭과 표면 연마, 폴리싱 등의 가공이 진행될 있다.
- [0324] 상기 슬라이싱단계는 탄화규소 잉곳을 일정한 오프 앵글을 갖도록 슬라이싱하여 슬라이싱된 결정을 마련하는 단계이다. 상기 오프 앵글은 4H SiC에서 (0001)면을 기준으로 한다. 상기 오프 앵글은 구체적으로 0 내지 15 도에서 선택된 각도일 수 있고, 0 내지 12 도에서 선택된 각도일 수 있으며, 0 내지 8도에서 선택된 각도일 수 있다.
- [0325] 상기 슬라이싱은 통상 웨이퍼 제조에 적용되는 슬라이싱 방법이라면 적용할 수 있고, 예시적으로 다이아몬드 와이어나 다이아몬드 슬러리를 적용한 와이어를 이용한 절삭, 다이아몬드가 일부 적용된 블레이드나 휠을 이용하는 절삭 등이 적용될 수 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.
- [0326] 상기 슬라이싱된 결정의 두께는 제조하고자 하는 웨이퍼의 두께를 고려하여 조절될 수 있고, 이후 설명하는 연마단계에서 연마된 후의 두께를 고려하여 적절한 두께로 슬라이싱될 수 있다.
- [0327] 상기 연마단계는 상기 슬라이싱된 결정을 그 두께가 300 내지 800 μm가 되도록 연마하여 탄화규소 웨이퍼를 형성하는 단계이다.
- [0328] 상기 연마단계는 통상 웨이퍼 제조에 적용되는 연마 방법이 적용될 수 있고, 예시적으로 랩핑(Lapping) 및/또는 그라인딩(Grinding) 등의 공정이 진행된 후, 폴리싱(polishing) 등이 진행되는 방식이 적용될 수 있다.
- [0329] 실시예에 따른 탄화규소 분말은 초음파 처리 후 입경 50μm 미만의 질량 비율이 10wt% 이하인 특징을 가진다. 또한, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 초음파 처리 후 입경 10μm미만의 질량 비율이 약 3wt%이하인 특징을 가질 수 있다. 또한, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 초음파 처리 후 입경 5μm 미만의 질량 비율이 2wt% 이하인 특징을 가질 수 있다.
- [0330] 이에 따라서, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 탄화규소 잉곳 및 탄화규소 웨이퍼를 제조하기 위해서 도가니에 용이하게 채워질 수 있다. 또한, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 상기와 같이, 적절한 초음파 처리 후 입경 분포를 가지기 때문에, 상기 도가니에 채워질 때, 적절한 기공도를 가질 수 있다.
- [0331] 또한, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 상기와 같이, 적절한 초음파 처리 후 입경 분포를 가지기 때문에, 실시예에 따른 탄화규소 잉곳이 성장될 때, 미분이 종자정에 부착되는 것을 방지할 수 있다. 이에 따라서, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 상기 탄화규소 잉곳에서 결함이 발생되는 것을 방지할 수 있다.
- [0332] 즉, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 미세 크랙을 거의 포함하지 않기 때문에, 상기 탄화규소 잉곳이 성장될 때, 성장 온도가 상승하더라도, 상기 탄화규소 분말로부터 미세 분말이 발생되지 않는다. 이에 따라서, 실시예에 따른 탄화규소 분말은 실시예에 따른 탄화규소 웨이퍼에서 미세 분말에 의한 결함을 방지할 수 있다.
- [0333] 이하, 구체적인 실시예를 통해 구체적으로 설명한다. 하기 실시예는 구현예에 대한 이해를 돕기 위한 예시에 불

과하며, 본 명세서가 개시하는 발명의 범위가 이에 한정되는 것은 아니다.

- [0334] 제조예 1
- [0335] 단결정 탄화규소 덩어리가 탄화규소 원료로 제공되었다. 상기 단결정 탄화규소 덩어리는 약 99.9999% 이상의 순도를 가지는 탄화규소 분말이 약 2300℃의 온도에서 승화되고, 종자정에 증착되어 형성될 수 있다.
- [0336] 상기 단결정 탄화규소 덩어리는 조 크러셔(Henan Dewo Industrial Limited Company, KER-100 × 60)에 의해서 1차 파쇄되었다. 상기 파쇄된 탄화규소 덩어리로부터 약 6mm의 평균 입경(D50)을 가지는 1차 분말이 얻어졌다.
- [0337] 이후, 상기 1차 분말은 볼밀(Ganzhou Li Ang Machinery Co., Ltd., QM400 * 600)에 의해서, 2차 분쇄되었다. 이때, 약 25.4mm의 직경을 가지는 스틸 볼이 실린더 내에 배치되고, 상기 실린더의 직경은 약 400mm이었다. 또한, 상기 실린더의 회전수는 약 20rpm이었고, 약 15분 동안 상기 2차 분쇄 공정이 진행되었다. 상기 2차 분쇄된 1차 분말은 분급기로 분급되었고, 약 500μm의 평균 입경(D50)을 가지는 2차 분말이 얻어졌다.
- [0338] 이후, 상기 2차 분말은 대기 분위기에서 약 1200℃의 온도로 약 24시간동안 열처리되어, 자유 탄소 및 자유 실리콘이 제거되었다.
- [0339] 이후, 상기 열처리된 탄화규소 분말은 약 10ℓ의 탈이온수에, 부피비 약 1:1로 투입되었다. 이후, 약 40kHz의 주파수 및 약 2000W의 출력을 가지는 초음파가 약 10분 동안 상기 침지된 탄화규소 분말에 인가되었다. 이후, 상기 초음파 처리된 탄화규소 분말은 300메쉬 필터에 의해서, 필터링되었다.
- [0340] 이후, 상기 초음파 처리된 탄화규소 분말은 습식 식각 공정에 의해서 정제되었다.
- [0341] 약 2 : 1 : 1의 부피 비율로, 탈 이온수, 불산 및 질산이 혼합되어, 식각액이 제조되었다.
- [0342] 이후, 약 5ℓ의 부피를 가지는 식각 용기에 약 1ℓ의 상기 열처리된 탄화규소 분말이 투입되고, 상기 식각액 약 0.8ℓ가 투입되었다.
- [0343] 이후, 상기 식각 용기는 뚜껑으로 밀폐되었다. 이때, 상기 뚜껑을 통하여, 상기 식각 용기 내에서 발생하는 유증기가 배출되고, 스크러버에 의해서, 상기 유증기는 회수되었다.
- [0344] 상기 식각액 및 상기 열처리된 탄화규소 분말은 약 26 rpm의 속도로 약 1시간 동안 교반되었다.
- [0345] 이후, 상기 식각액은 배수되고, 상기 습식 식각된 탄화규소 분말은 탈 이온수에 의해서 다음과 같은 공정에 의해서 중화되었다. 상기 습식 식각된 탄화규소 분말은 탈 이온수에 침지되고, 교반 후, 상기 탈 이온수는 배출되었다. 상기 배출된 탈 이온수의 pH가 7이 될 때까지, 이와 같은 침지 및 배출 과정이 반복되었다.
- [0346] 이후, 상기 중화된 탄화규소 분말은 약 80℃의 온도에서, 약 30분 동안 건조되었다.
- [0347] 이후, 상기 건조된 탄화규소 분말은 흑연 도가니 내에 배치된다.
- [0348] 이후, 상기 도가니 내부의 온도가 약 2000℃까지 상승하고, 상기 도가니 내부는 약 8torr의 압력으로 감압된다.
- [0349] 이후, 상기 도가니 내부에 아르곤 및 염소 기체가 약 10 : 1의 부피비로 혼합된 식각 기체가 투입되고, 상기 도가니 내부는 약 760 torr로 승압된다. 이때, 상기 도가니 하부의 온도가 상기 도가니 상부의 온도보다 약 50℃ 더 높도록, 상기 도가니의 온도가 설정되었다. 이와 같은 상태가 약 2일 유지되었다.
- [0350] 이후, 상기 도가니 내부의 식각 기체는 스크러버에 의해서 회수되고, 상기 건식 식각된 탄화규소 분말이 배치된 도가니 내부는 약 1000℃의 온도에서, 대기 분위기에서, 약 10 시간 동안 열처리된다.
- [0351] 이후, 상기 열처리된 탄화규소 분말은 약 0.5wt%의 농도를 가지는 불산 수용액에, 침지되고, 상기 탄화규소 분말 및 상기 불산 수용액은 약 1 시간 동안 교반되었다.
- [0352] 이후, 상기 불산 수용액에 처리된 탄화규소 분말은 초순수에 침지되고, 상기 초순수가 배수되는 과정을 반복하여 세정되었다. 이때, 상기 배수된 초순수에 포함된 불산의 농도가 약 0.0001wt% 이하로 낮아질 때까지, 상기 침지 및 배수 공정이 반복되었다.
- [0353] 제조예 2 내지 6
- [0354] 제조예 1과 실질적으로 동일하고, 하기의 표 1에서와 같이, 1차 파쇄 공정 및 2차 분쇄 공정이 진행되었다.

표 1

구분	1차 분말 평균입 경(D50, mm)	볼 직경 (mm)	실린더 회전 수(rpm)	2차 분쇄 시 간(분)	2차 분말 평균 입경(D50, μ m)
제조예1	6	25.4	20	35	150
제조예2	6	25.4	20	15	500
제조예3	6	25.4	20	10	1000
제조예4	10	37	20	10	2000
제조예5	10	25.4	20	10	3000
제조예6	8	37	25	20	450

[0355]

[0356]

하기의 표 2 내지 표 5와 같이, 상기 제조예 1 내지 6에서의 탄화규소 분말의 2차원 이미지 분석, 안식각, 탭 밀도 및 초음파 처리 전 및 후의 미분 함량이 측정되었다. 하기의 표 5에서, 제조예 1 내지 6에서 제조된 탄화규소 분말은 하기의 측정예에 기재된 방법으로 초음파 처리되고, 미분 함량이 측정되었다.

표 2

구분	안식각 ($^{\circ}$)	탭 밀도 (kg/m ³)
제조예1	29.5	1550
제조예2	33.4	1705
제조예3	35.3	1629
제조예4	36.5	1610
제조예5	35.1	1740
제조예6	34.5	1650

[0357]

표 3

구분	입자 원형 도	입자 연신 도	입자 굴 곡도
제조예1	0.670	0.862	0.939
제조예2	0.617	0.816	0.940
제조예3	0.615	0.891	0.879
제조예4	0.613	0.872	0.875
제조예5	0.657	0.905	0.891
제조예6	0.662	0.875	0.938

[0358]

표 4

구분	입경 50 μ m 미만 함량 (초음파 처리 전, wt%)	입경 10 μ m 미만 함량 (초음파 처리 전, wt%)	입경 5 μ m 미만 함량 (초음파 처리 전, wt%)
제조예1	9.5	2.5	1.5
제조예2	4.2	1.3	0.4
제조예3	3.4	1.0	0.2
제조예4	3.0	0.8	0.1
제조예5	2.5	0.8	0.1
제조예6	4.1	1.3	0.5

[0359]

표 5

구분	입경 50 μ m 미만 함량 (초음파 처리 후, wt%)	입경 10 μ m 미만 함량 (초음파 처리 후, wt%)	입경 5 μ m 미만 함량 (초음파 처리 후, wt%)
제조예1	9.5	2.5	1.6
제조예2	4.2	1.3	0.4
제조예3	3.3	1.1	0.2

[0360]

제조예4	3.0	0.8	0.1
제조예5	2.5	0.8	0.1
제조예6	4.1	1.3	0.5

[0361]

실시에

[0362]

이후, 제조예 1에서 제조된 탄화규소 분말을 그래파이트 도가니 본체 내부에 장입했다. 상기 분말의 상부에 탄화규소 종자정 및 종자정 홀더를 배치하였다. 이 때, 탄화규소 종자정(4H SiC 단결정, 6인치)의 C면 (0001)이 도가니 하부를 향하도록 통상의 방법으로 고정하였다. 또한, 도가니 덮개와 종자정 홀더가 흑연으로 일체로 제조되었형성되고, 상기 도가니 덮개 및 상기 종자정 홀더는 모두 원판 형상을 가진다. 이때, 상기 도가니 덮개의 두께는 약 20mm이고, 상기 도가니 덮개의 직경은 약 210mm이고, 상기 종자정 홀더의 두께는 약 3mm이고, 상기 종자정 홀더의 직경은 약 180mm이었다.

[0363]

상기 종자정 및 종자정 홀더가 설치된 도가니 덮개로 상기 도가니 본체를 덮고, 단열재로 에워싼 뒤, 가열수단인 가열 코일이 구비된 반응챔버 내에 넣었다.

[0364]

이 때, 단열재로는 약 0.19 g/cc 밀도, 기공도 약 85vol%, 압축강도 약 0.37 MPa인 그래파이트 펠트가 단열재로 적용되었다.

[0365]

도가니 내부를 진공 상태로 만든 뒤, 아르곤 가스를 서서히 주입하여 상기 도가니 내부가 대기압에 도달하도록 하고, 다시 상기 도가니 내부를 서서히 감압 시켰다. 이와 함께, 도가니 내부의 온도를 2000 ℃까지 약 3℃/분의 승온속도로 서서히 승온시키고, 2350℃까지 약 5℃/분의 승온속도로 서서히 승온시켰다.

[0366]

이후, 2350 ℃의 온도와 20 torr의 압력 조건 하에서 100시간 동안 탄화규소 종자정으로부터 SiC 잉곳을 성장시켰다.

[0367]

이후, 상기 탄화규소 잉곳은 다이아몬드 와이어 쏘에 의해서 절단되었고, 모따기 공정, 연삭 공정 및 연마 공정에 의해서 가공되었다. 이에 따라서, (0001)면을 기준으로 4도 오프 각도의 탄화규소 웨이퍼가 제조되었다.

[0368]

실시에 2 내지 7 및 비교예

[0369]

하기의 표 6에 도시된 바와 같이, 상기 탄화규소 분말이 변경된 것을 제외하고, 나머지 공정은 실시예 1과 동일하였다.

표 6

[0370]

구분	탄화규소 분말	벌크 밀도(kg/m ³)	기공도(vol%)
실시예 1	제조예 1	1440	48.2
실시예 2	제조예 2	1689	47.5
실시예 3	제조예 3	1518	48.8
실시예 4	제조예 4	1493	48.1
실시예 5	제조예 5	1625	47.8
실시예 6	제조예 6	1544	48.5
비교예	Washington Mills 사의 Carborex	1525	48.3

표 7

[0372]

구분	성장율(μm/hr)	결함(EPD, /cm ²)
실시예 1	280	9920
실시예 3	282	7820
실시예 4	271	9620
실시예 5	268	14340
실시예 6	275	14920
실시예 7	271	13760
비교예	250	16354

[0373]

측정예

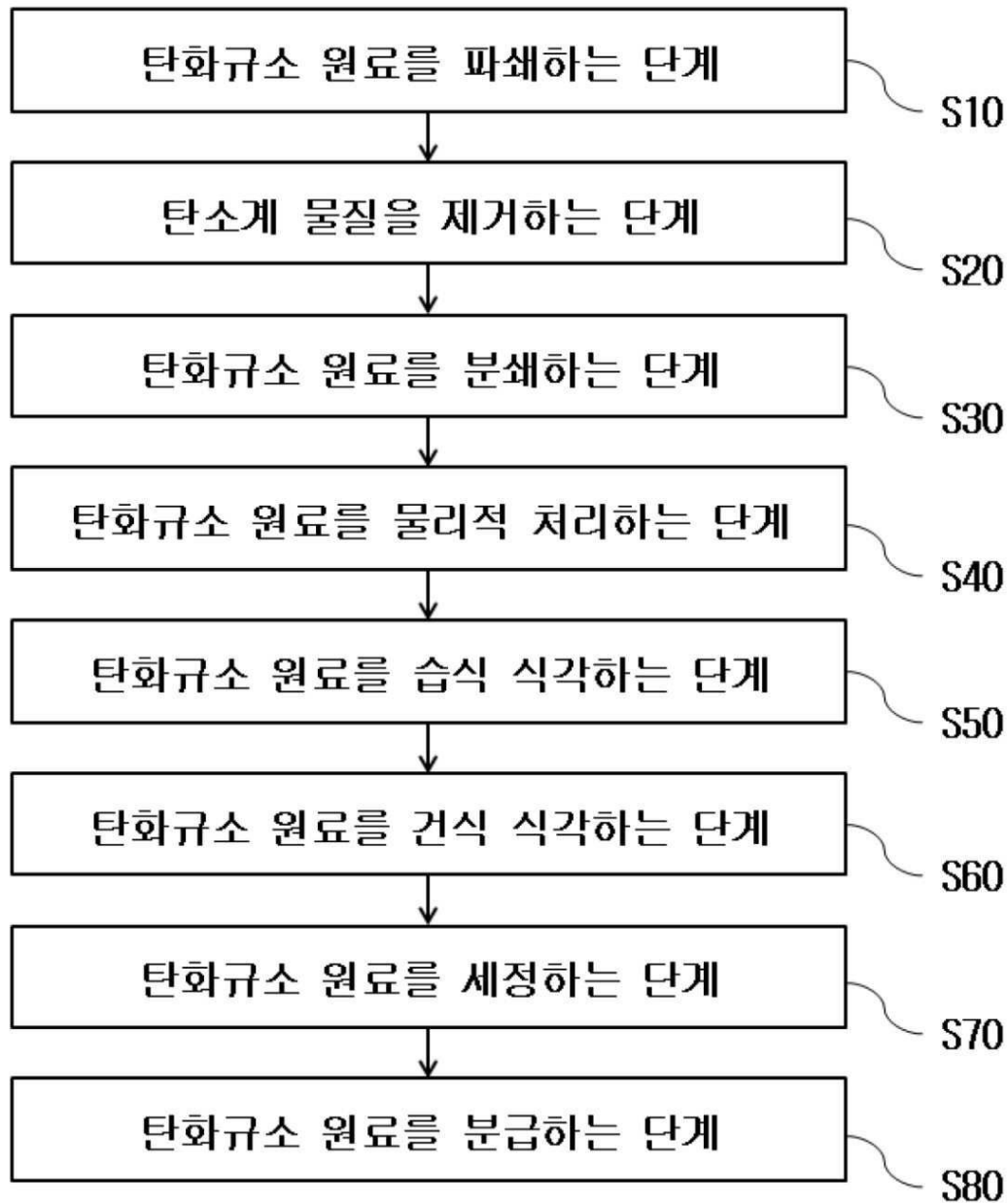
- [0374] 1. 탄화규소 분말 순도
- [0375] 제조예에 따른 탄화규소 분말의 순도는 글로우 방전 질량 분석에 의해서 측정되었다.
- [0376] 2. 탄화규소 분말 형상
- [0377] 제조예에서 제조된 탄화규소 분말이 약 1g의 중량으로 약 30번 샘플링되었다. 상기 샘플은 광학 현미경(Nikon사 Eclipse LV150 Microscope)에 의해서 촬영되고, 이미지 분석 프로그램(IMT사의 i-solution)에 의해서 분석되었다. 각각의 입자에서 면적, 둘레, 동등 원 직경, 최대 타원 직경, 최소 타원 직경, 최대 길이, 최대 틀 직경, 최소 틀 직경, 중간 틀 직경 및 컨벡스 혈이 측정되었다. 각각의 입자로부터 각각의 측정치는 평균 값으로 도출되었다.
- [0378] 3. 안식각
- [0379] 실시예에 따른 탄화규소 분말이 약 100mm의 직경을 가지는 원형 플레이트에 부어지고, 원뿔 형태로 실시예에 따른 탄화규소 분말이 퇴적되어, 퇴적층이 형성된다. 상기 안식각은 상기 수평 면과 상기 퇴적층의 경사 사이의 각도일 수 있다. 상기 안식각은 Brookfield社 Powder Flow Tester 장비를 이용하여 측정되었다.
- [0380] 4. 탭 밀도
- [0381] 실시예에 따른 탄화규소 분말 약 100g이 250ml 실린더에 채워진다. 이후, 실시예에 따른 탄화규소 분말의 부피가 약 2% 감소될 때까지, 상기 실린더가 탭핑된다. 이때의 실시예에 따른 탄화규소 분말의 겉보기 밀도가 상기 탭 밀도일 수 있다. 상기 탭 밀도는 Brookfield社 Powder Flow Tester 장비를 이용하여 측정되었다.
- [0382] 5. 초음파 처리 조건
- [0383] 초순수에 제조예에서 제조된 탄화규소 분말 약 100g이 투입되고, 약 40kHz의 주파수 및 약 1200W의 출력을 가지는 초음파가 약 5분 동안, 상기 침지된 탄화규소 분말에 인가되었다. 이후, 건조 공정에 의해서, 상기 초순수는 제거되고, 초음파 처리된 탄화규소 분말이 얻어졌다.
- [0384] 6. 탄화규소 입자 입경 및 함량
- [0385] 제조예에서 제조된 탄화규소 분말 약 100g이 100 μ m 메쉬에 의해서 분급되고, 상기 메쉬를 통과한 입자들은 초순수에 분산되고, 입도 측정기(mastersizer 3000, Malvern사)에 의해서, 입도 및 함량이 측정되었다. 이에 따라서, 입경에 따른 함량이 도출되었다.
- [0386] 표 6에 기재된 바와 같이, 실시예들에 의해서 제조된 탄화규소 분말은 적절한 범위로 입자 원형도, 입자 굴곡도, 입자 연신도, 안식각, 탭 밀도 및 미분 함량을 가지기 때문에, 높은 성장율로 적은 결함을 가지는 탄화규소 잉곳을 제조할 수 있다.

부호의 설명

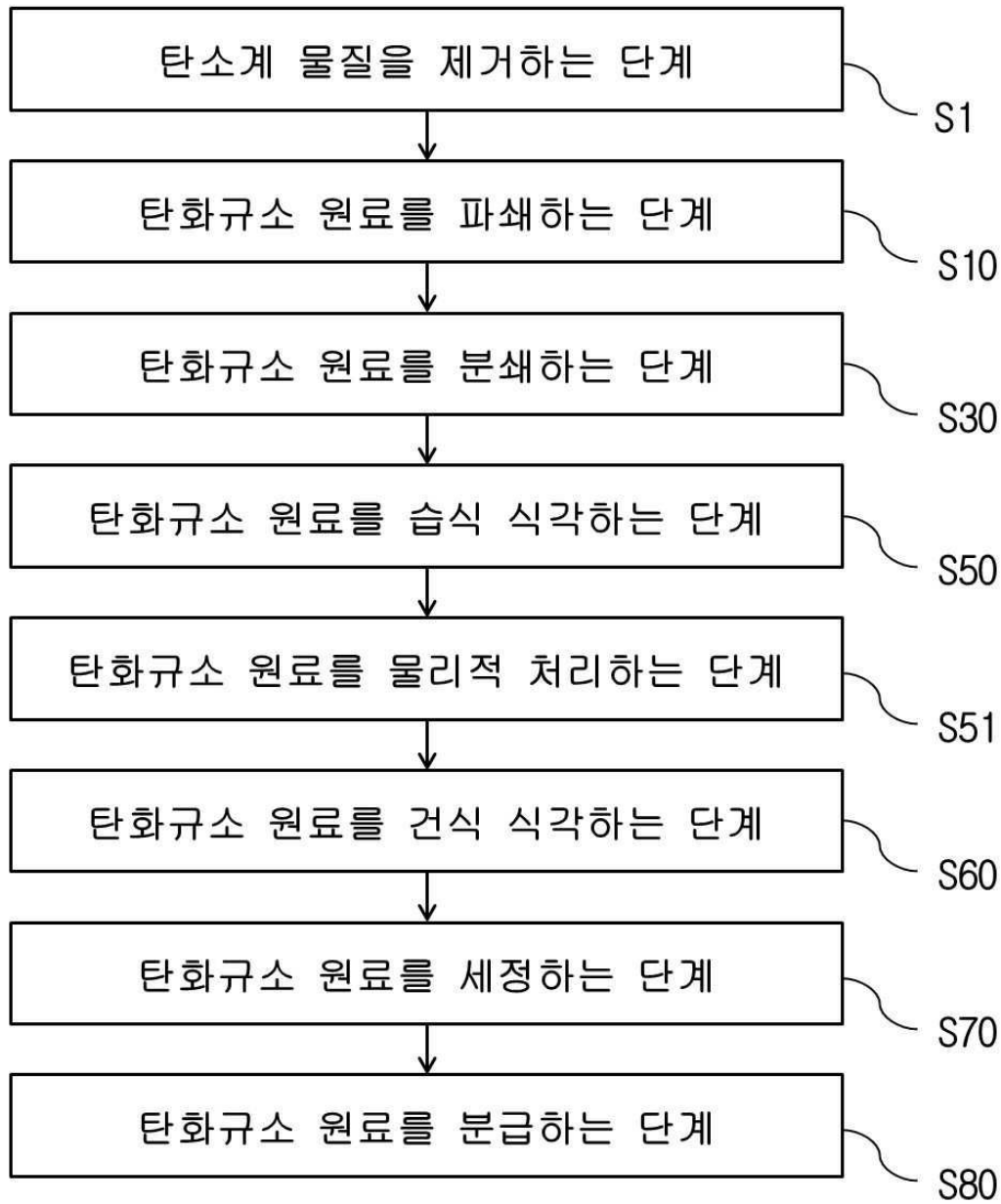
- [0387] 도가니 본체 20
- 단열재 40
- 탄화규소 잉곳 12

도면

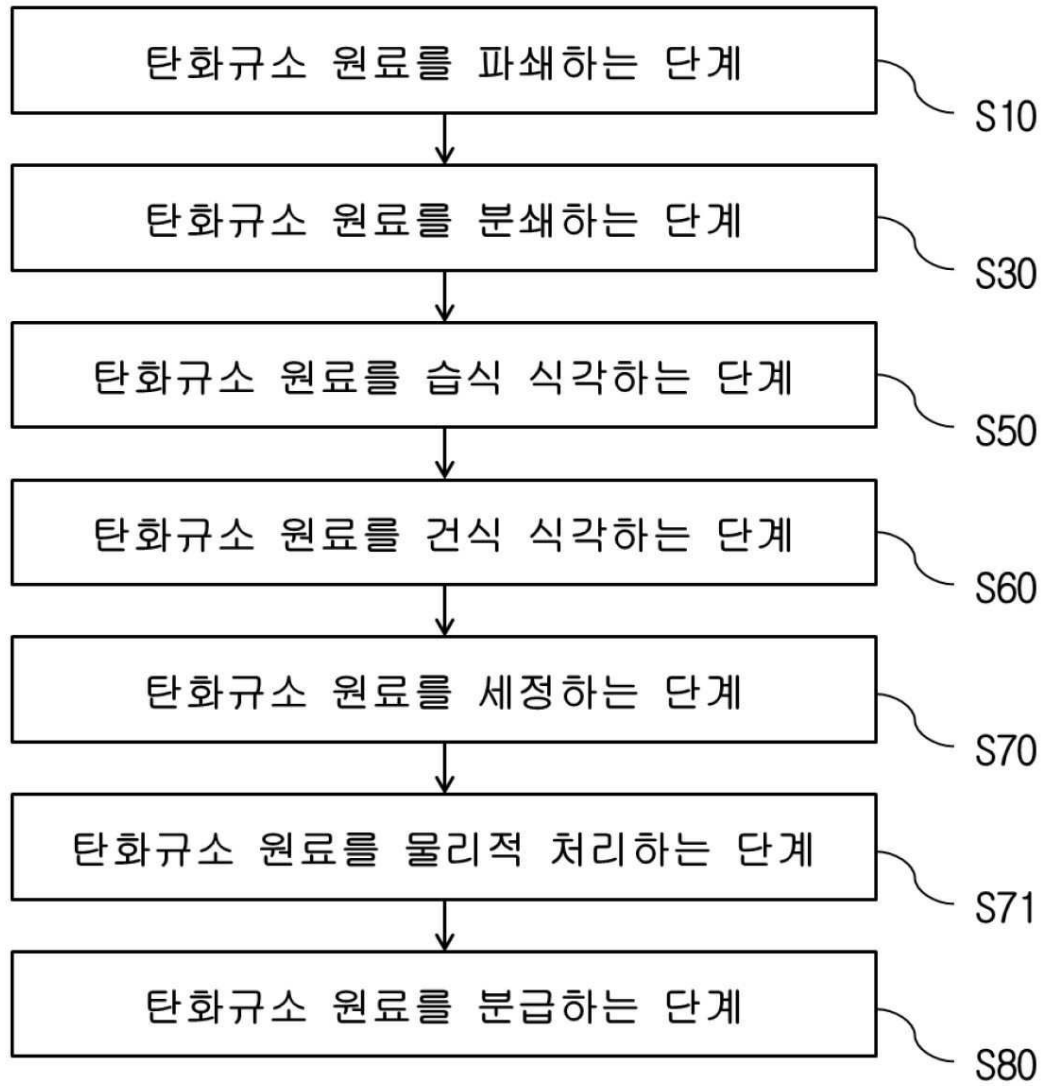
도면1



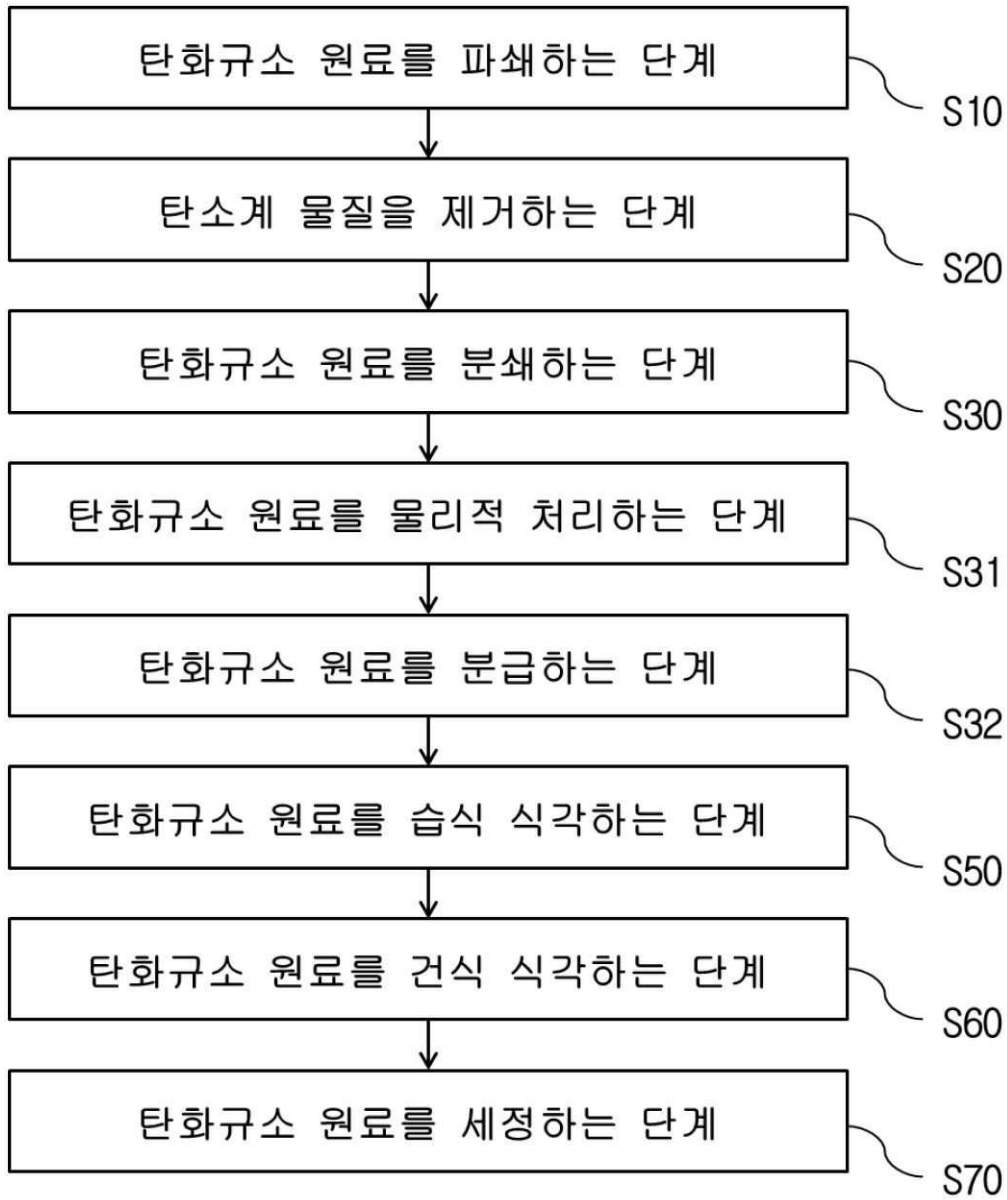
도면2



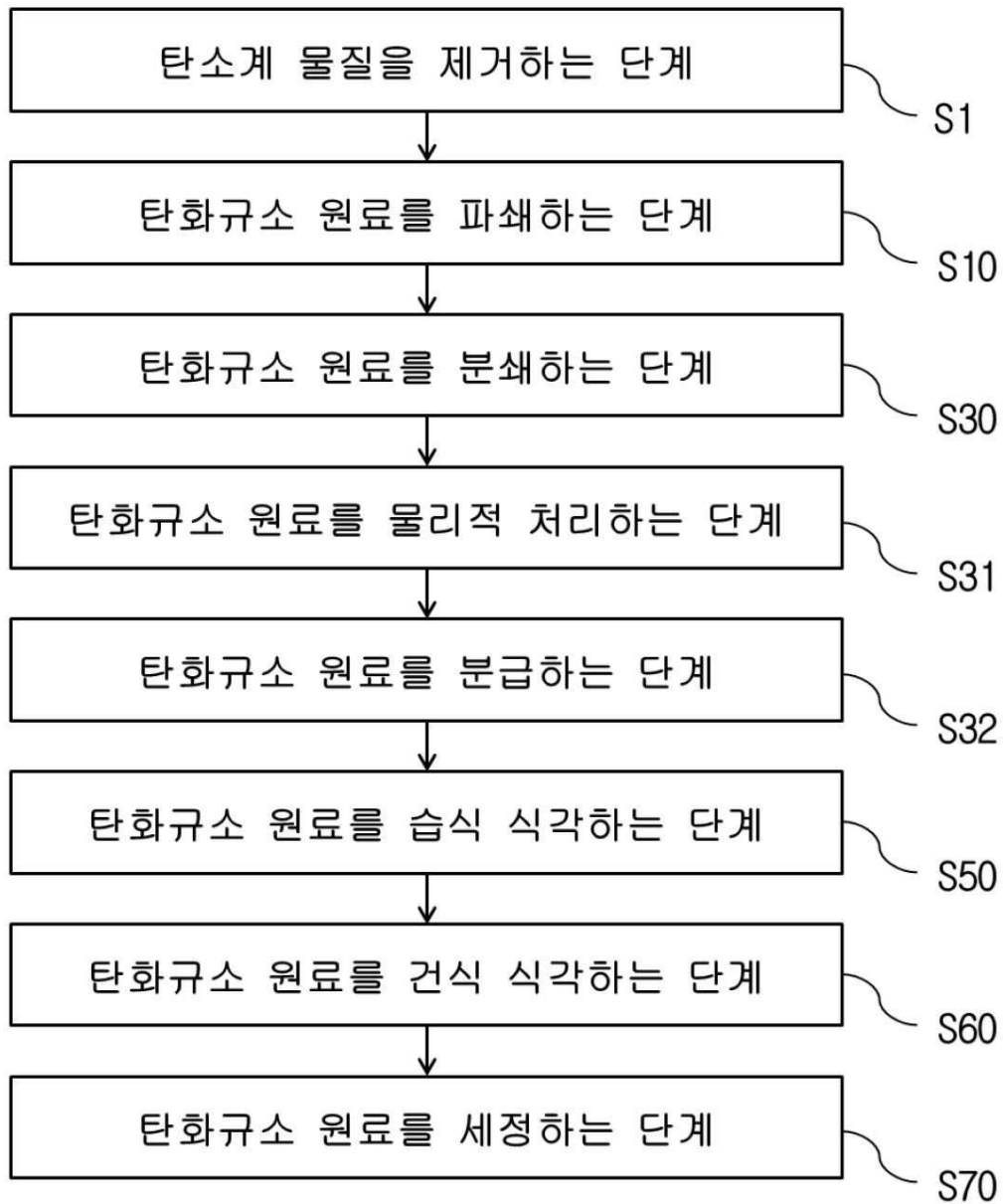
도면3



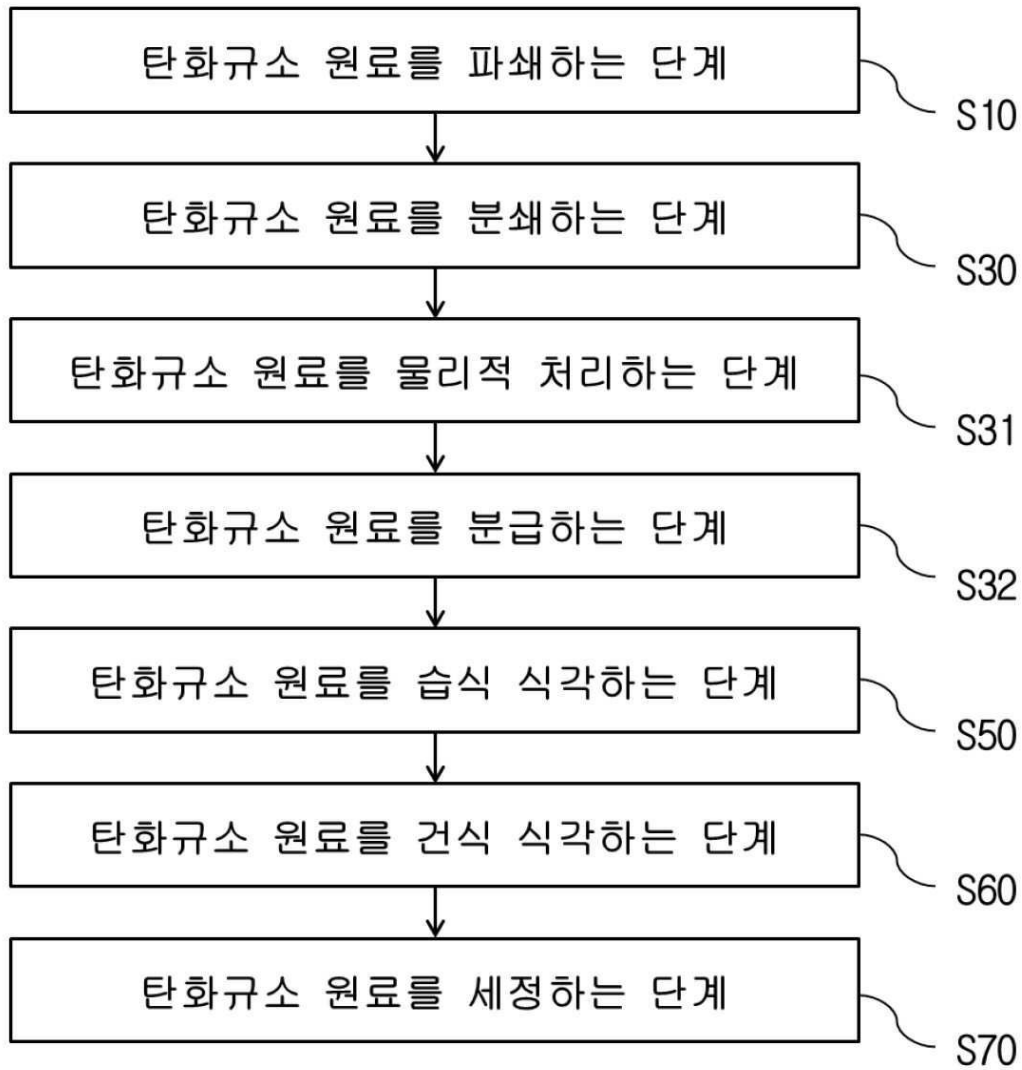
도면4



도면5



도면6



도면7

