

(19)대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl.  
*C09K 3/14* (2006.01)  
*C09G 1/02* (2006.01)  
*B01J 19/12* (2006.01)

(45) 공고일자 2006년07월10일  
(11) 등록번호 10-0597580  
(24) 등록일자 2006년06월29일

(21) 출원번호 10-2006-7001791(분할) (65) 공개번호 10-2006-0017566  
(22) 출원일자 2006년01월25일 (43) 공개일자 2006년02월23일  
(62) 원출원 특허10-2000-7004632  
원출원일자 : 2000년04월28일 심사청구일자 2003년10월29일  
번역문 제출일자 2006년01월25일  
(86) 국제출원번호 PCT/US1998/023021 (87) 국제공개번호 WO 1999/23189  
국제출원일자 1998년10월29일 국제공개일자 1999년05월14일

(81) 지정국 국내특허 : 중국, 일본, 대한민국, 싱가포르,  
EP 유럽특허 : 오스트리아, 벨기에, 스위스, 독일, 덴마크, 스페인, 프랑스, 영국, 그리스, 아일랜드, 이탈리아, 룩셈부르크, 모나코, 네덜란드, 포르투갈, 스웨덴, 핀란드, 사이프러스,

(30) 우선권주장 08/961,735 1997년10월31일 미국(US)

(73) 특허권자 나노그램 코포레이션  
미국 캘리포니아주 94538 프레몬트 레이크 뷰 불바드 46774

(72) 발명자 캄브 노부유키  
미국 캘리포니아주 94025 멘로 파크 호마트 스트리트 840

비 시양신  
미국 캘리포니아주 94583 산 라몬 그레이린 드라이브 677

(74) 대리인 김진환  
신정건

심사관 : 오세주

(54) SiO<sub>2</sub> 입자 제조 방법

요약

본 발명에 따른 연마 조성물은 매우 낮은 공차로 정밀한 연마를 하는데 적합하다. 상기 연마 조성물은 직경 분포가 매우 좁고 작은 직경을 갖는 입자를 포함하고, 실제적으로 평균 직경보다 몇 배 이상의 직경을 갖는 입자는 없다. 또한, 상기 입자는 일반적으로 단결정상을 갖는다는 점에서 균일도가 매우 높다. 바람직한 입자는 약 200 nm이하의 직경을 갖는다. 레이저 열분해 가공은 금속 산화물, 금속 탄화물, 금속 황화물, SiO<sub>2</sub> 및 SiC를 포함하는 적합한 입자들을 제조한다.

대표도

도 1

명세서

도면의 간단한 설명

도 1은 레이저 방사선 경로의 중앙을 절단하여 취한 레이저 열분해 장치의 일실시예의 개략적인 단면도로서, 상측의 삽입부는 주입 노즐의 저면도이고, 하측의 삽입부는 수집 노즐의 평면도이며,

도 2는 레이저 열분해 장치의 변형예의 반응실의 개략적인 사시도로서, 상기 열분해 장치의 내부를 보여주기 위해 반응실의 재료가 투명하게 도시되어있는 도면이고,

도 3은 도 2의 선 3-3선을 따라 취한 반응실의 단면도이며,

도 4는 수정관의 중심을 통과하는 단면을 취한 산화바나듐 입자 가열용 오븐의 개략적인 단면도이다.

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 표면 연마, 특히 기계 화학적 연마에 유용한 연마 조성물과, 그 연마 입자의 제조 방법에 관한 것이다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

과학 기술의 진보로 인해 가공 조건에서 정확한 공차로 재료 가공하는 것의 개선에 대한 요구가 커져왔다. 특히, 전자 공학, 공구 생산 및 그 밖의 많은 산업 분야의 다양한 용례에서 평탄한 표면을 필요로 한다. 연마대상 기재는 세라믹, 유리 및 금속 등과 같은 경질 재료를 포함할 수 있다. 소형화가 더 지속될 수록, 더 정확한 연마가 요구된다. 현재의 서브미크론 기술은 나노미터 규모의 연마 정확성을 요구한다. 정확한 연마 기술로 기계 화학적 연마가 이용되는데, 이러한 기계 화학적 연마는 연마제(polishing agents)와 기재의 화학적 상호 반응에 의해 작용하는 연마 조성물과, 표면의 기계적 평활화에 효과적인 연마제를 필요로 한다.

발명의 구성 및 작용

개량된 연마 조성물은 매우 낮은 공차로 표면을 평활화하기 위한 것으로 기술된다. 상기 연마 조성물은 아주 좁은 입자 직경 분포를 나타내는 작은 입자들로 만들어지는데, 이는 연마 가공 동안 더 나은 제어를 제공하기 위한 것이다. 또한, 바람직한 입자의 집합에는 사실상 현저히 큰 직경을 갖는 입자가 없다. 또한, 상기 바람직한 입자는 단결정상(single crystalline phase)에 관한 순도 레벨이 높다. 바람직한 입자는 레이저 열분해를 통해 제조된다. 레이저 열분해에 의해, 연마 용례에 바람직한 특성을 갖는 입자를 제조할 수 있고, 이들 입자의 제조를 효과적으로 제어할 수 있다. 상기 특징을 통해 개량된 연마 조성물을 효과적인 비용으로 상업화할 수 있다.

제1 양태에서, 본 발명은 입자의 분산물을 포함하는 조성물로서, 상기 입자는 금속 화합물을 포함하고, 평균 입자 직경이 약 5 nm 내지 약 200 nm이며, 95% 이상의 입자가 상기 평균 직경의 60% 내지 140%의 직경을 갖는 직경의 분포를 나타내는 것을 특징으로 한다. 상기 입자는 수용액 또는 비수용액에서 분산된다. 상기 입자는 SiO<sub>2</sub>, SiC, TiO<sub>2</sub>, Fe<sub>3</sub>C, Fe<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, MoS<sub>2</sub>, MoO<sub>2</sub>, WC, WO<sub>3</sub> 및 WS<sub>2</sub> 로 구성되는 그룹에서 선택된 조성물을 포함하는 것이 바람직하다. 이들 입자는 약 100 nm 미만의 평균 직경을 갖는 것이 바람직하다.

다른 양태에 따르면, 본 발명은 입자의 분산물을 포함하는 조성물로서, 상기 입자는 금속 화합물을 포함하고, 평균 입자 직경이 약 5 nm 내지 약 200 nm이며, 약 90 중량% 이상의 균일도를 나타내는 단결정상을 포함하는 것을 특징으로 한다. 상기 입자는 수용액 또는 비수용액에서 분산된다. 상기 입자는 바람직하게는 약 95 중량% 이상, 더 바람직하게는 약 99 중량% 이상, 보다 바람직하게는 약 99.9 중량% 이상의 단상 균일도를 갖는다.

또 다른 양태에 따르면, 본 발명은 입자의 분산물을 포함하는 조성물로서, 상기 입자는 금속 탄화물 및 금속 황화물을 포함하고, 평균 입자 직경이 약 5 nm 내지 200 nm인 것을 특징으로 한다.

또 다른 양태에 따르면, 본 발명의 표면 평활화 방법은, 앞에 요약되어 있고 이하에 더 기술되는 바와 같은, 본 발명의 조성물로 표면을 연마하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다. 상기 연마 단계는 연마 패드를 사용하여 수행되고, 전동식 연마기를 필요로 할 수 있다.

또 다른 양태에 따르면, 본 발명은 SiO<sub>2</sub> 입자를 제조하는 방법으로서, 레이저빔으로부터 흡수되는 열에 의해 열분해가 일어나는 반응실에서 규소화합물 전구체, 산화제 및 방사선 흡수 가스를 포함하는 분자 스트림(molecular stream)을 열분해하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다. 상기 규소화합물 전구체는 CH<sub>3</sub>SiCl<sub>3</sub>로 구성된 그룹에서 선택된 화합물을 포함할 수 있다. 상기 레이저빔은 CO<sub>2</sub> 레이저에 의해 공급되는 것이 바람직하다. 상기 분자 스트림은 한쪽 치수가 큰 노즐에 의해 발생하는 것이 바람직하다.

또 다른 양태에 따르면, 본 발명은 산화철 입자를 제조하는 방법으로서, 레이저빔으로부터 흡수되는 열에 의해 열분해가 일어나는 반응실에서 철 화합물 전구체, 산화제 및 방사선 흡수 가스를 포함하는 분자 스트림을 열분해하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 한다. 상기 철 전구체는 Fe(CO)<sub>5</sub>를 포함할 수 있다.

본 발명의 다른 특징과 장점은 후술하는 상세한 설명과 청구의 범위로부터 명확히 이해될 것이다.

작은 입자 직경 분포를 갖는 나노미터 규모의 입자를 제조하기 위한 방법이 개발되어왔다. 이들 입자는 대개 단결정상을 갖고 균일도의 수준이 높다. 이들 입자는 연마재, 특히 평활성에 관련하여 엄격한 공차 요건을 갖는 경질 표면을 연마하기 위한 연마재로서 유용하다. 직경 분포의 폭이 좁고 직경이 작으면, 표면 거칠기 정도가 낮은 표면을 형성할 수 있는 연마가 가능해진다. 입자만의 연마성을 보충하는 다른 연마제를 함유한 연마 조성물에 상기 입자를 사용할 수 있다. 상기 연마 조성물은 수동 연마나 전동식 연마기를 이용한 연마에 사용될 수 있다.

전기 절연체를 필요로 하지 않음에도 불구하고, 일반적으로 적합한 연마 입자는 세라믹이며, 또한 이산화규소 화합물뿐만 아니라 다양한 금속 산화물, 금속 황화물 및 금속 탄화물을 포함한다. 바람직한 입자는 비교적 경질인 것이다. 예컨대, 상기 입자는 다음 화합물 SiO<sub>2</sub>, SiC, TiO<sub>2</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, Fe<sub>3</sub>C, Fe<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, MoS<sub>2</sub>, MoO<sub>2</sub>, WC, WO<sub>3</sub> 및 WS<sub>2</sub> 중 하나를 포함할 수 있다. 다른 화학 조성의 연마 입자의 혼합물은 연마용 포물레이션(formulation)을 형성하는데 사용될 수 있다. 연마 입자의 적합한 조성은 연마되는 기재의 구조에 따라 결정된다.

후술되는 바와 같이, 레이저 열분해는 평균 입자 직경의 분포가 좁은 적합한 세라믹 입자를 효과적으로 제조하는데 뛰어난 가공 방법이다. 적절한 작은 크기의 입자 생산을 제조하는 데 레이저 열분해를 성공적으로 적용한 예는, 전구체 화합물과, 방사선 흡수재, 그리고 탄소원, 산소원, 황원으로 작용하는 반응물을 함유하는 분자 스트림을 생성하는 것을 기본적인 특징으로 한다. 이 분자 스트림은 강력한 레이저빔에 의해 열분해된다. 분자 스트림이 레이저빔을 떠나면, 입자들은 급속히 냉각된다.

레이저 열분해는 열역학적 평형 조건하에서 형성하기 어려운 금속 화합물의 상을 형성하는 것을 가능하게 한다. 또한 레이저 열분해에 의해 제조되는 상기 입자는 입자의 성질을 변경 및/또는 향상시키는 선택적인 후후의 가공에도 적합하다.

#### A. 입자 제조

레이저 열분해는 해당 나노 규모의 이산화규소, 탄화규소, 금속 산화물, 금속 탄화물 및 금속 황화물 입자의 제조에 유용한 도구로 확인되었다. 또한, 레이저 열분해에 의해 제조되는 입자는, 바람직한 금속 화합물 입자의 제조를 위한 경로로 확대

시키는 추후 가공에 이용하기 좋은 물질이다. 따라서, 레이저 열분해를 단독으로 사용하거나 추가 공정들과 조합하여 사용함으로써, 아주 다양한 이산화규소, 탄화규소, 금속 산화물, 금속 탄화물 및 금속 황화물 입자를 제조 가능하다. 일부 경우에는, 다른 제조 경로에 의해 동등한 입자를 제조할 수 있다.

레이저 열분해에 의해 제조되는 입자의 품질은 반응 조건에 의해 결정된다. 필요한 특성을 갖는 입자를 제조하기 위해, 레이저 열분해의 반응 조건은 비교적 정확하게 제어된다. 입자를 소정의 타입으로 제조하기에 적합한 반응 조건은 일반적으로 특정 장치의 설계에 따라 결정된다. 그럼에도 불구하고, 반응 조건과 생성물 입자 사이의 관계에 있어서, 일반적인 몇몇 관찰 결과를 얻을 수 있다.

레이저의 파워를 증대시키면 반응 영역 내에서 반응 온도가 상승되고, 냉각 속도가 더 빨라진다. 냉각 속도가 빠르면 고 에너지상이 생성되기가 쉽다. 마찬가지로, 반응실의 압력을 증대시켜도 고 에너지상이 생성되기가 쉽다. 또한, 반응물 스트림 내에서 산소원, 탄소원, 황원으로 작용하는 반응물의 농도를 증대시키면 산소, 탄소, 황의 양이 증가된 금속 산화물, 금속 탄화물 또는 금속 황화물이 생성되기가 쉽다.

반응물 가스의 유량 및 반응물 가스 스트림의 속도는 입자의 크기와 반비례하므로, 반응물 가스의 유량 또는 속도를 크게 하면 입자의 크기가 작아지는 경향이 있다. 또한, 입자의 성장 동역학 특성은 생성물 입자의 크기에 상당한 영향을 미친다. 다시 말해, 생성 화합물의 결정 형태가 상이하면 비교적 유사한 조건 하에서도 다른 결정 형태와 상이한 크기의 입자를 형성하는 경향이 있다. 또한, 레이저의 파워도 입자의 크기에 영향을 미치는데, 레이저의 파워가 증대되면 용융점이 낮은 물질의 경우에는 큰 입자가 형성되고, 용융점이 높은 물질의 경우에는 작은 입자가 형성된다.

일반적으로, 적절한 전구체 화합물은 적당한 증기압, 즉 반응물 스트림내에 바람직한 양의 전구체 증기를 얻기에 충분한 증기압을 갖는 금속 또는 규소화합물을 포함한다. 필요하다면, 전구체 화합물을 수용하는 용기는 금속(규소) 화합물 전구체의 증기압을 증대시키기 위해 가열된다. 예컨대, 바람직한 규소 전구체는  $\text{CH}_3\text{SiCl}_3$ 를 포함한다. 예컨대, 바람직한 철 전구체는  $\text{Fe}(\text{CO})_5$ 를 포함한다.

예컨대, 산소원으로서 작용하는 바람직한 반응물은  $\text{O}_2$ ,  $\text{CO}$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{O}_3$  및 이들의 혼합물을 포함한다. 예컨대, 탄소원으로서 작용하는 바람직한 반응물은  $\text{C}_2\text{H}_4$  및  $\text{C}_6\text{H}_6$ 을 포함한다. 예컨대, 황원으로서 작용하는 바람직한 반응물은  $\text{H}_2\text{S}$ 를 포함한다. 산소원, 탄소원 또는 황원으로부터 생성되는 반응물 화합물은 대개 큰 입자로 형성되므로, 반응 영역으로 들어가기 전에는 금속 화합물의 전구체와 충분히 반응하지 않는다.

레이저 열분해는 다양한 광레이저 주파수를 사용하여 수행된다. 바람직한 레이저는 전자기 스펙트럼의 적외선 부분에서 작동한다. 특히,  $\text{CO}_2$  레이저는 바람직한 레이저 광원이다. 예컨대, 분자 스트림내 함유되는 적외선 흡수체는  $\text{C}_2\text{H}_4$ ,  $\text{NH}_3$ ,  $\text{SF}_6$ ,  $\text{SiH}_4$  및  $\text{O}_3$ 를 포함한다.  $\text{O}_3$ 는 적외선 흡수체로 작용하기도 하고 산소원으로 작용하기도 한다. 마찬가지로,  $\text{C}_2\text{H}_4$ 는 적외선 흡수체로 작용하기도 하고 탄소원으로 작용하기도 한다. 적외선 흡수체와 같은 방사선 흡수체는 방사선 빔으로부터의 에너지를 흡수하고, 그 에너지를 다른 반응물에 분배하여 열분해를 일으킨다.

바람직하게는, 방사선 빔으로부터 흡수된 에너지는 아주 격렬한 속도로 온도를 상승시키는데, 이러한 온도 상승 속도는 대개 제어된 조건하에서 강력한 발열 반응에 의해 에너지가 균일하게 생성되는 속도의 몇배이다. 일반적으로 상기 공정은 비평형 조건을 수반하지만, 온도는 흡수 영역내에서의 상기 에너지에 기초하여 대략 설명될 수 있다. 상기 레이저 열분해 공정은 에너지원이 반응을 일으키는 연소 반응기내의 과정과 질적으로 다르지만, 상기 반응은 발열반응에서 발생된 에너지에 의해 일어난다.

불활성 차폐가스는 반응실 구성요소와 접촉하는 반응물 및 생성물 분자의 양을 감소시키는데 사용될 수 있다. 예컨대, 적합한 차폐가스는 Ar, He 및  $\text{N}_2$ 를 포함한다.

레이저 열분해에 의한 탄화철의 생산은 본 출원에 참조되어 있는 비(Bi) 등의 " $\text{CO}_2$  레이저 열분해에 의해 제조되는 나노 규모 결정  $\alpha\text{-Fe}$ ,  $\text{Fe}_3\text{C}$  및  $\text{Fe}_7\text{C}_3$ "[J. Mater. Res. 8 : 1666-1674(1993)]에 기재되어 있다.

적절한 레이저 열분해 장치는 대개 주변환경에서 격리되어 있는 반응실을 포함한다. 반응물 공급 시스템에 연결된 반응물 유입구는 반응실을 통과하는 분자 스트림을 발생시킨다. 레이저빔 경로는 반응 영역에서 분자 스트림과 교차한다. 분자 스트림은 반응 영역을 지나서 유출구까지 이어지고, 상기 유출구에서 분자 스트림은 반응실을 빠져나가고 콜렉션 시스템내로 들어간다. 레이저는 대개 반응실 외부에 배치되고, 레이저빔은 적절한 창을 통해 반응실로 들어간다.

도 1을 참조하면, 열분해 장치(100)의 특정 실시예는 반응물 공급 시스템(102), 반응실(104), 콜렉션 시스템(106), 레이저(108)를 포함한다. 반응물 공급 시스템(102)은 전구체 화합물의 공급원(120)을 포함한다. 액체 전구체인 경우, 캐리어 가스 공급원(122)으로부터의 캐리어 가스가 전구체 이송을 촉진하기 위해 액체 전구체를 수용하는 전구체 공급원(120)으로 유입된다. 캐리어 가스 공급원(122)으로부터의 캐리어 가스는 적외선 흡수재 또는 불활성 가스 중 어느 것이라도 바람직하고, 액체 전구체 화합물을 통과하면서 거품이 생기는 것이 바람직하다. 반응 영역에서 전구체 증기의 양은 대략 캐리어 가스의 유량에 비례한다.

별법으로서, 캐리어 가스는 적외선 흡수재 공급원(124) 또는 불활성 가스 공급원(126)으로부터 적절하게 직접 공급될 수 있다. 산소, 탄소 또는 황을 공급하는 반응물은 공급원(128)으로부터 공급되는데, 이 공급원은 가스 실린더 또는 그 밖의 적절한 용기이다. 상기 전구체 공급원(120)으로부터의 가스는 반응물 공급원(128), 적외선 흡수재 공급원(124) 및 불활성 가스 공급원(126)으로부터의 가스와 배관(130)의 단관부에서 연합함으로써 혼합된다. 이들 가스는 반응실(104)에서 충분한 거리를 두고 연합되어, 반응실(104)내로 들어가기 전에 더 잘 혼합된다. 관(130)에서 혼합된 가스는 덕트(132)를 통과하여 장방향 채널(134)로 들어가고, 이 채널은 반응물을 반응실내로 안내하기 위한 주입 노즐의 일부를 형성한다.

공급원(122, 124, 126 및 128)으로부터 흐름은 질량 유량 제어기(136)에 의해 독립적으로 제어되는 것이 바람직하다. 질량 유량 제어기(136)에 의해 각 공급원으로부터의 유량이 제어되는 것이 바람직하다. 적절한 질량 유량 제어기로는, 예컨대 매사추세츠주 윌밍턴에 소재한 Edwards High Vacuum International의 에드워드 질량 유량 제어기, Model 825 series가 있다.

불활성 가스 공급원(138)은 불활성 가스 덕트(140)에 연결되어, 불활성 가스가 환형 채널(142)로 유입된다. 질량 유량 제어기(144)는 불활성 가스 덕트(140)내로 유입되는 불활성 가스의 흐름을 조절한다. 필요하다면, 불활성 가스 공급원(126)도 덕트(140)용 불활성 가스 공급원의 기능을 한다.

반응실(104)은 메인 챔버(200)를 포함한다. 반응물 공급 시스템(102)은 주입 노즐(202)에서 메인 챔버(200)에 연결된다. 주입 노즐(202)의 단부는 불활성 차폐가스의 통로 용도로 환형 개구(204)를 포함하고, 반응물 가스의 통로 용도로 장방향 슬릿(206)을 포함하여 반응실내에서 분자 스트림을 형성한다. 예를 들어, 환형 개구(204)는 직경이 약 1.5 인치이고, 반경 방향 폭이 약 1/16 인치이다. 환형 개구(204)를 통과하는 차폐가스의 흐름은 반응실(104) 전체에 걸쳐 반응물 가스와 생성물 입자가 분산되는 것을 방지하도록 도와준다.

관형 부분(208, 210)은 주입 노즐(202)의 양측면부에 배치된다. 관형 부분(208, 210)은 ZnSe 창(212, 214)을 각각 포함한다. 창(212, 214)은 직경이 대략 1 인치이다. 창(212, 214)은 주입 노즐 개구의 중앙부 바로 아래 지점에 레이저빔의 초점을 맞추기 위하여, 렌즈 표면과 반응실의 중심사이의 거리와 동일한 초점거리를 갖는 평면초점렌즈인 것이 바람직하다. 창(212, 214)은 반사방지 코팅이 되어 있는 것이 바람직하다. 적절한 ZnSe 렌즈는 미국 버몬트주 타운센드에 소재한 Janos Technology로부터 입수 가능하다. 창(212, 214)은 관형 부분(208, 210)을 통해 메인 챔버(200)로부터 이격되어 있어, 상기 창(212, 214)이 반응물 또는 생성물에 의해 쉽게 오염되지 않는다. 예컨대, 창(212, 214)은 메인 챔버(200)의 예지로부터 약 3cm 떨어져 있다.

창(212, 214)은 반응실(104)내로 주위 공기가 흘러 들어오는 것을 방지하기 위하여 관형 부분(208, 210)에 O형 고무링을 사용하여 밀봉된다. 관형 유입구(216, 218)는 관형 부분(208, 210)내로 차폐 가스가 유입되도록 하여, 창(212, 214)의 오염을 감소시킨다. 관형 유입구(216, 218)는 불활성 가스 공급원(138) 또는 별도의 불활성 가스 공급원에 연결된다. 어느 경우에도, 관형 유입구(216, 218)로의 흐름은 질량 유량 제어기(220)에 의해 제어되는 것이 바람직하다.

레이저(108)는 창(212)으로 들어가서 창(214)으로 나가는 레이저빔(222)을 발생시키도록 정렬되어 있다. 창(212, 214)은 메인 챔버(200)를 통과하는 레이저광의 경로를 반응 영역(224)에서 반응물의 흐름과 교차하도록 형성한다. 창(214)을 빠져나간 후, 레이저빔(222)은 빔 덤프(beam dump)로도 작용하는 파워 측정기(226)에 부딪힌다. 적절한 파워 측정기는 미국 캘리포니아주 산타 클라라에 소재한 Coherent Inc.로부터 입수 가능하다. 레이저(108)는 아크 램프와 같은 종래의

강력한 광원과 교체될 수 있다. 레이저(108)는 적외선 레이저인 것이 바람직하고, 특히 미국 뉴저지주 랜딩에 소재한 PRC Corporation의 최대 출력이 1800와트인 레이저 또는 미국 캘리포니아주 산타 클라라에 소재한 Coherent Inc.의 최대 출력이 375와트인 Coherent(등록상표) 모델 525 등과 같은 CW CO<sub>2</sub> 레이저인 것이 특히 더 바람직하다.

주입 노즐(202)에 있는 슬릿(206)을 통과하는 반응물은 분자 스트림을 일으킨다. 상기 분자 스트림은 반응 영역(224)을 통과하며, 이곳에서 전구체 화합물을 함유하게 되는 반응이 일어난다. 반응 영역(224)에서 가스의 가열은 상당히 신속하게 이루어지는데, 특정 조건에서는 대략 10<sup>5</sup>°C/sec 정도로 매우 신속하게 가열된다. 반응은 반응 영역(224)을 벗어나면 급격히 냉각되고, 입자(228)는 분자 스트림에 형성된다. 상기 공정의 비평형 특성을 통해, 상당히 고른 크기 분포 및 구조적 균질성을 갖는 입자를 제조할 수 있게 된다.

분자 스트림의 경로는 컬렉션 노즐(230)까지 이어진다. 컬렉션 노즐(230)은 주입 노즐(202)로부터 대략 2 cm 정도의 간격을 두고 배치된다. 컬렉션 노즐(230)과 주입 노즐(202) 사이에 작은 간격을 둠으로써, 반응물과 생성물로 인해 반응실(104)이 오염되는 것을 줄이도록 돕는다. 컬렉션 노즐(230)은 환형 개구(232)를 구비한다. 환형 개구(232)로부터 컬렉션 시스템(106)내로 급송된다.

반응실의 압력은 메인 챔버에 부착된 압력 게이지에 의해 모니터링된다. 필요한 산화물, 황화물 및 탄화물 제조에 바람직한 반응실의 압력은 일반적으로 약 80 Torr 내지 약 500 Torr의 범위에 있다.

반응실(104)은 2개의 추가 관형 부분(도시 생략)을 구비한다. 제1 추가 관형 부분은 도 1의 단면도의 안쪽 방향으로 돌출되고, 제2 추가 관형 부분은 도 1의 단면도의 바깥쪽 방향으로 돌출된다. 위에서 보면, 4개의 관형 부분이 반응실을 중심으로 대략 대칭 분포된다. 상기 추가 관형 부분은 반응실 내부 관찰용 창을 구비한다. 상기 장치의 이러한 구성에서, 2개의 추가 관형 부분은 입자의 생성을 촉진하는데 사용되지는 않는다.

컬렉션 시스템(106)은 컬렉션 노즐(230)로부터 이어지는 곡선형 채널(250)을 포함한다. 입자의 크기가 작기 때문에, 생성물 입자는 곡선부 주위에서 가스의 흐름을 따라간다. 컬렉션 시스템(106)은 가스 흐름 내에서 생성물 입자를 수집하는 필터(252)를 포함한다. 테프론, 유리 섬유 등과 같은 다양한 물질은 불활성이고 입자를 포획할 정도로 충분히 세밀한 그물망을 가지는 한 필터로 사용될 수 있다. 예컨대, 필터용으로 바람직한 재료로는 미국 뉴저지주 바인랜드에 소재한 ACE Glass Inc.로부터 입수 가능한 유리 섬유 필터가 있다.

펌프(254)는 선택된 압력으로 컬렉션 시스템(106)을 유지하는데 사용될 수 있다. 다양한 펌프들이 사용되어진다. 예컨대, 펌프(254)로 사용하기에 적절한 펌프로는 미국 버지니아주 버지니아 비치에 소재한 Busch Inc.로부터 입수 가능한 펌핑 용량이 대략 25 cfm(cubic feet per minute)인 Busch Model B0024 펌프와, 미국 펜실베이니아주 엑스포에 소재한 Leybold Vacuum Products로부터 입수 가능한 펌핑 용량이 대략 195 cfm인 Leybold Model SV300 펌프가 있다. 펌프의 배기가스는 대기 중에 배출되기 전에 남아있는 반응성 화학물을 제거하기 위해서 스크리버(256)를 통과하여 흐르는 것이 바람직하다. 전체적인 열분해 장치(100)는 환기를 목적으로 또한 안전을 고려하여서 흡 후드(fume hood) 내에 배치된다. 일반적으로, 레이저는 크기 때문에 흡 후드의 외측에 남아있다.

열분해 장치는 컴퓨터에 의해 제어된다. 일반적으로, 컴퓨터는 레이저를 제어하고 반응실 내의 압력을 모니터링한다. 상기 컴퓨터는 반응물 및/또는 차폐가스의 흐름을 제어하는데 사용될 수 있다. 펌핑율은 펌프(254)와 필터(252)사이의 삽입되는 수동 니들 밸브 또는 자동 스톱 밸브 중 어느 것에 의해서라도 제어된다. 필터(252)에 입자가 축적됨으로 인해 반응실 압력이 증대될 때, 수동 밸브 또는 스톱 밸브는 펌핑율과 이에 상응하는 반응실 압력을 유지하도록 조절될 수 있다.

반응은 펌프가 필터(252)를 통한 저항에 대항하여 반응실(104)내의 필요한 압력을 더 이상 유지할 수 없도록 필터(252)에 충분한 양의 입자가 수집될 때까지 계속될 수 있다. 반응실(104) 내부의 압력이 필요한 값으로 더 이상 유지될 수 없는 경우, 상기 반응은 정지되고, 필터(252)는 제거된다. 이 실시예의 경우, 반응실 압력이 더 이상 유지될 수 없기 전에는, 한번의 운행으로 약 3 내지 75 그램의 입자들이 수집된다. 일반적으로, 생성되는 입자의 타입과 특정 입자 필터에 따라서 한번의 운행은 대략 10분 내지 3시간 지속될 수 있다. 따라서, 육안으로 보이는 입자의 양, 즉 나안으로 볼 수 있는 양을 생산하기는 쉽다.

반응 조건은 비교적 정확하게 제어된다. 질량 유량 제어기는 매우 정확하다. 일반적으로, 레이저는 약 0.5%의 파워 안정성을 갖는다. 수동 제어기 또는 스톱 밸브의 경우, 반응실 압력은 약 1% 범위 내에서 제어될 수 있다.

반응물 공급 시스템(102)과 콜렉션 시스템(106)의 구성은 역전될 수 있다. 상기 변형 구성에서는, 반응물이 반응실의 하부에서 공급되고, 생성물 입자는 반응실의 상부에서 수집된다. 이러한 변형 구성에 의하면, 주위 가스보다 부양성 있는 입자를 제조할 때, 약간 더 많이 수집할 수 있다. 이러한 구성에서, 콜렉션 필터가 반응실 바로 위에 설치되지 않도록 콜렉션 시스템내에 곡선부를 마련하는 것이 바람직하다.

레이저 열분해의 실시예(100)와 유사한 장치가 여러 산화 조건에서 다양한 산화바나듐 나노 규모 입자를 제조하는데 사용되었다. 이러한 것은 본원에 참조로 인용되어 있고, 본 출원과 공통으로 양도되었으며, 1997년 7월 21일 출원된, 미국 특허 출원 제08/897,778호에 기재되어 있다.

레이저 열분해 장치의 변형 설계가 기재되어 있다. 본원에 참조로 인용되어 있고, 본 출원과 공통으로 양도된 "Efficient Production of Particles by Chemical Reaction"이란 명칭의 미국 특허 출원 제08/808,850호를 참조하라. 상기 변형 설계는 레이저 열분해에 의해 상업적 규모의 양으로 입자를 제조하는 것을 조장하도록 되어있다. 반응실 내로 반응물 물질을 주입하기 위한 각종 구성이 기술되어 있다.

상기 변형 장치는 입자로 인해 반응실 벽이 오염되는 것을 최소화하고, 제조 용량을 증대시키며, 그리고 자원을 효과적으로 사용하도록 설계된 반응실을 포함한다. 진술한 목적들을 달성하기 위해, 상기 반응실은 대개 긴 반응물 유입구 형태에 맞추어져, 분자 스트림 외측의 무용부피를 감소시킨다. 가스는 무용부피에 축적되어, 비반응 분자에 의한 흡수 또는 분산을 통하여 허비되는 방사선의 양을 증대시킬 수 있다. 또한, 무용부피 내에서 가스의 유량이 감소되므로, 입자는 무용부피 내에 축적될 수 있고, 이는 반응실 오염의 원인이 된다.

개량된 반응실(300)의 설계는 도 2와 도 3에 개략적으로 도시되어 있다. 반응물 가스 채널(302)이 블록(304)에 배치된다. 블록(304)의 면(306)은 도관(308)의 일부를 형성한다. 도관(308)의 다른 부분은 예지(310)에서 메인 챔버(312)의 내측 표면과 만난다. 도관(308)은 차폐가스 유입구(314)에서 종결된다. 반응 및 필요 조건에 따라, 긴 반응물 유입구(316)와 차폐가스 유입구(314) 사이의 관계에 변화를 주기 위하여 블록(304)은 재배치되거나 대체된다. 차폐가스 유입구(314)로부터의 차폐가스는 반응물 유입구(316)로부터 시작되는 분자 스트림 주위에 블랭킷(blankets)을 형성한다.

긴 반응물 유입구(316)의 치수는 입자 생성 효율을 높이도록 설계되는 것이 바람직하다. 1800와트 CO<sub>2</sub> 레이저와 같이 사용하는 경우, 관련 산화물, 황화물 및 탄화물 입자를 생성하기 위한 반응물 유입구는 대략 5 mm 내지 1 미터인 것이 이상적이다.

일반적으로, 메인 챔버(312)는 긴 반응물 유입구(316)의 형태에 맞추어진다. 분자 스트림을 따라 미립자 생성물, 임의의 미반응 가스 및 불활성 가스를 제거하는 유출구(318)가 메인 챔버(312)에 마련된다. 관형 부분(320, 322)은 메인 챔버(312)로부터 연장된다. 관형 부분(320, 322)은 반응실(300)을 통과하는 레이저빔의 경로(328)를 형성하도록 창(324, 326)을 유지한다. 관형 부분(320, 322)내로 차폐 가스를 도입하기 위한 차폐가스 유입구(330, 332)가 관형 부분(320, 322)에 마련될 수 있다.

상기 개량된 장치는 분자 스트림으로부터 입자를 제거하는 콜렉션 시스템을 포함한다. 상기 콜렉션 시스템은 생산을 멈추지 않고 수집하도록 또는 바람직하게는 콜렉션 시스템 내에 있는 상이한 입자 수집기를 전환시켜 연속 제조 방식으로 운행하도록 설계될 수 있다. 상기 콜렉션 시스템은 도 1에 도시된 콜렉션 시스템의 곡선부와 유사한 흐름 경로 내에 곡선형 부품을 포함한다. 반응물 주입 부품 및 콜렉션 시스템의 구성은 입자가 장치의 상부에서 수집되도록 역전될 수 있다.

진술한 바와 같이, 생성물 입자의 성질은 추가 가공에 의해 개질될 수 있다. 예컨대, 나노 규모의 산화물 입자는 산소 함유량 및/또는 금속 산화물의 결정 구조를 변경하도록, 산화 환경 또는 불활성 환경의 오븐에서 가열될 수 있다. 나노 규모의 금속 산화물 입자를 오븐에서 가공하는 것은, 본원에 참조로 인용되어 있고 본 출원과 공통으로 양도되었으며, 1997. 7. 21일자로 출원된, "Processing of Vanadium Oxide Particles With Heat"란 명칭의 미국 특허 출원 제08/897,903호에 보다 상세히 개시되어 있다.

또한, 가열 공정은 입자의 품질을 높이도록 입자에 흡수된 화합물을 제거하는데 사용될 수 있다. 온화한 조건, 즉 입자의 녹는점보다 충분히 낮은 온도를 사용하면, 상기 입자를 더 큰 입자로 크게 소결하지 않고, 금속 산화물의 화학양론적 구조 또는 결정 구조의 변화가 일어나는 것으로 확인되었다.

다양한 장치가 가열 공정을 수행하는데 사용될 수 있다. 가열 공정을 수행하는 장치(100)의 예가 도 4에 도시되어 있다. 장치(400)는 입자가 배치되는 관(402)을 포함한다. 관(402)은 반응물 가스 공급원(404) 및 불활성 가스 공급원(406)에 연결된다. 필요한 대기를 생성하는 반응물 가스, 불활성 가스 또는 이들의 화합물이 관(402)내에 배치된다.

필요한 가스는 관(402)을 통하여 흐르는 것이 바람직하다. 예컨대, 산화 환경을 생성하는 데 적합한 반응물 가스는  $O_2$ ,  $O_3$ , CO,  $CO_2$  및 이들의 화합물을 포함한다. 반응물 가스는 Ar, He 및  $N_2$  등의 불활성 가스에 의해 희석될 수 있다. 불활성 대기가 필요한 경우, 관(402)내의 가스는 오로지 불활성 가스일 수 있다. 반응물 가스는 가열되는 입자의 화학양론을 변화시키지 못한다.

관(402)은 오븐 또는 노(408)내에 배치된다. 필요하다면 처리 단계를 통하여 온도를 체계적으로 변경할 수 있지만, 오븐(408)은 관의 관련 부분을 비교적 일정한 온도로 유지한다. 일반적으로 오븐(408)내의 온도는 열전쌍(100)으로 측정된다. 산화규소, 탄화규소, 금속 산화물, 금속 황화물 또는 금속 탄화물 입자는 관(402)에서 바이알(vial; 412)내에 배치될 수 있다. 바이알(412)은 가스 흐름으로 인한 입자의 손실을 막아준다. 일반적으로, 바이알(412)은 개방 단부가 가스 흐름의 공급원 방향을 향하도록 배향된다.

산화 가스의 타입, 산화 가스의 농도, 가스의 압력 또는 유량, 온도 및 가공 시간을 비롯한 정확한 조건은 바람직한 타입의 생성 물질을 생산하기 위하여 선택될 수 있다. 일반적으로 온도는 온화, 즉 물질의 녹는점보다 상당히 아래이다. 온화한 조건을 사용하면 큰 입자크기를 초래하는 입자간 소결이 회피된다. 입자의 어느 정도 제어된 소결이 오븐(408)에서 다소 높은 온도로 수행되어 평균 입자 직경이 약간 큰 입자를 생성할 수 있다.

예컨대, 이산화티타늄을 가공하기 위해서는, 온도는 약  $50^\circ\text{C}$  내지  $1000^\circ\text{C}$ 인 것이 바람직하고, 약  $50^\circ\text{C}$  내지  $500^\circ\text{C}$ 인 것이 더 바람직하며, 약  $50^\circ\text{C}$  내지  $200^\circ\text{C}$ 인 것이 보다 바람직하다. 입자는 약 1시간 내지 100시간 동안 가열되는 것이 바람직하다. 필요한 물질을 생산하기에 적합한 조건을 만드는데는 몇몇 경험적인 조정이 필요할 수 있다.

## B. 입자의 특성

일반적으로, 중요한 입자의 집합은 평균 직경이 1미크론 이하이고, 약 5 nm 내지 500 nm인 것이 바람직하며, 약 5 nm 내지 100 nm인 것이 더 바람직하고, 약 5 nm 내지 50 nm인 것이 보다 바람직하다. 상기 입자는 보통 전체적으로 거의 구형 형상을 갖는다. 더 정밀하게 관찰해보면, 일반적으로 상기 입자는 기본적인 결정격자에 상응하는 면을 갖는다. 그럼에도 불구하고, 상기 입자는 3개의 물리적 차원에서 거의 동일한 성장을 나타내어 전체적으로 구형 형상을 갖는 경향이 있다. 비대칭 입자에 대한 직경의 측정값은 입자의 주축을 따라 측정된 평균길이를 바탕으로 하였다. 주축을 따라 측정된 값은 바람직하게는 대략 95% 이상의 입자에서, 더 바람직하게는 대략 98% 이상의 입자에서 각각 약 1 미크론 이하이다.

입자의 크기가 작기 때문에, 근접 입자간의 반 데르 발스력 및 그 밖의 전자기력으로 인하여 입자는 산만한 응괴를 형성하려는 경향이 있다. 그럼에도 불구하고, 입자의 전자 현미경 사진 전송 내용에서 나노 규모의 입자(즉, 주입자)를 명확히 관찰할 수 있다. 결정 입자의 경우, 입자의 크기는 일반적으로 결정의 크기에 상응한다. 일반적으로, 상기 입자는 현미경 사진에서 관찰되는 나노미터 스케일의 입자에 상응하는 표면 면적을 갖는다. 또한, 물질의 중량당 표면적이 크고 크기가 작기 때문에, 상기 입자는 독특한 특성을 명백히 나타낸다. 예컨대, 본원에 참조로 인용되어 있고, 본 출원과 공통으로 양도되었으며, 동시에 출원된 "Ultraviolet Light Block and Photocatalytic Materials"란 명칭의 미국 특허 출원에서  $TiO_2$  나노 규모 입자는 대개 작은 크기에 의거한 변화된 흡수 성질을 나타낸다.

제조된 입자는 크기가 상당히 균일한 것이 바람직하다. 전자 현미경 사진 전송내용을 검토하여 결정되는 바와 같이, 상기 입자는 일반적으로 대략 95% 이상의 입자가 평균 직경의 약 40% 내지 약 160%의 직경을 갖도록 크기의 분포를 나타낸다. 상기 입자는 대략 95% 이상의 입자가 약 평균 직경의 60% 내지 140%의 직경을 갖도록 직경 분포를 나타내는 것이 바람직하다.

또한, 대략 평균 직경의 5배 이상되는 평균 직경을 갖는 입자는 실질적으로 없다. 다시 말해서, 상기 입자의 크기 분포에서는 상당히 큰 크기를 갖는 소수의 입자가 실질적으로 나타나지 않는다. 이는 작은 반응 영역 및 그에 상응하는 입자의 빠른 냉각의 결과이다.  $10^6$ 개의 입자중에 약 1개 이하의 입자가 평균 직경보다 대략 5배 이상 큰 직경을 갖는 것이 바람직하다. 좁은 규모의 분포 및 분포에서 후미부분의 기여는 후술되는 바와 같이 다양한 분야에서 활용될 수 있다.



또한, 상기 입자는 대개 단결정상을 나타내고, 이 결정상내에서 화학양론이 상응한다는 점과 관련하여 매우 높은 균일도를 갖는다. 또한, 전술한 방법에 의해 제조되는 산화규소, 탄화규소, 금속 산화물, 금속 황화물 및 금속 탄화물 입자는, 결정 형성 과정에서 오염물질이 격자로부터 축출되는 경향이 있기 때문에 일반적으로 반응물 가스보다 순도가 큰 것으로 확인되었다. 또한, 레이저 열분해에 의해 제조된 입자는 일반적으로 높은 결정화도를 갖는 것으로 확인되었다. 높은 결정화도는 보다 경질인 입자 및/또는 내마모성이 더 큰 입자로 귀결될 수 있으며, 이는 일부 용례에서 바람직하다. 이러한 특성, 특히 작은 입자의 크기, 크기의 균일도, 결정상 및 순도 등 모든 특징을 고려해 보면, 본원에 기술된 입자는 연마 용례에 특히 적합하다.

특정 조건하에서 혼합상 물질이 형성될 수 있지만, 레이저 열분해는 일반적으로 높은 균일도를 갖는 단상 결정입자를 제조하는데 효과적이다. 일반적으로 주입자는 물질의 단결정으로 구성된다. 상기 입자의 단상, 단결정 특성은 좁은 규모의 분포 및 균일도와 함께 유용하게 사용될 수 있다. 특정조건하에서, 비결정 입자는 레이저 열분해에 의해 형성된다. 상기 비결정 입자는 특정 용례에서 유용하고, 비결정 입자는 대개 결정입자를 형성하도록 온화한 조건하에서 가열된다.

일부 화합물의 매우 중요한 특성을 기술한다. 철은 다양한 산화 상태로 존재하는 것으로 알려져 있다. 예컨대, 산화철은  $Fe_2O_3$ ,  $Fe_3O_4$  및  $FeO$  의 화학양론으로 공지되어 있다.  $FeO$ 는  $NaCl$ 과 유사한 입방정계 결정 구조를 갖고,  $Fe_3O_4$ 는 입방정계, 역 스피넬 결정 구조를 갖는다.  $600^{\circ}C$ 보다 높으면  $\alpha-Fe_2O_3$ 로 변형되는  $\gamma-Fe_2O_3$ 는 입방정계, 스피넬 결정 구조를 갖는 반면에,  $\alpha-Fe_2O_3$ 는 삼방정계 결정 구조를 갖는다. 유사하게 탄화철은  $Fe_3C$ (세멘타이트 사방정계),  $Fe_7C_3$ (삼사정계 및 육방정계, 유사 육방정계 또는 사방정계),  $Fe_5C_2$ [해그 카바이드(Hagg Carbide)-단사정계],  $Fe_2C$ (세멘타이트, 사방정계),  $Fe_{20}C_9$ ,  $Fe_4C$  및  $\epsilon$ -탄화물( $Fe_xC$ ,  $2 < x < 3$ , 육방정계)의 화학양론으로 관찰되었다. 일반적으로, 필요한 철화합물의 형태를 선택하면 레이저 열분해에 사용되는 조건이 변경될 수 있다.  $Fe_3C$  및  $Fe_7C_3$ 을 선택적으로 제조하기 위한 특정 장치에서의 조건은 상기 비 등의 J. Material Res. 논문에 기재되어 있다.

\*산화규소는  $SiO$ (비결정) 및  $SiO_2$ 의 화학양론을 가질 수 있다. 이산화규소는 육방정계(수정), 삼방정계, 단사정계[코오사이트(coesite)], 비결정 및 이들의 조합 등과 같은 다양한 결정구조를 가질 수 있다. 유사하게 탄화규소도 다양한 결정구조를 가질 수 있다.

또한, 몰리브덴 및 텅스텐도 복수 개의 산화 상태를 나타낸다. 예컨대, 산화몰리브덴은  $MoO_2$ (단사정계, 기형금홍석),  $MoO_3$ (삼사정계),  $Mo_3O_8$  및  $Mo_8O_{23}$ 의 화학양론을 가질 수 있다. 유사하게, 황화몰리브덴도 예를 들면  $Mo_2S_3$ ,  $MoS_2$ ,  $MoS_3$  및  $Mo_2S_5$ 의 화학양론을 가질 수 있다. 예컨대, 산화텅스텐은  $WO_2$ (정방정계, 기형금홍석),  $WO_3$ (사방정계),  $W_{18}O_{49}$  및  $W_{20}O_{58}$ 의 화학양론을 가질 수 있다. 탄화텅스텐은  $W_2C$ (육방정계) 및  $WC$ ( $\alpha$ -정방정계 및  $\beta$ -입방정계)의 화학양론으로 공지되어 있다.

### C. 연마 조성물

다양한 연마 조성물은 전술한 연마 입자들을 유용하게 포함할 수 있다. 연마 조성물의 가장 간단한 형태에서, 연마 조성물은 단지 전술한 대로 생산되는 연마 입자만을 포함할 수 있다. 상기 연마 입자는 수용액 또는 비수용액에서 분산되는 것이 더 바람직하다. 상기 용액은 대개 물, 알코올, 아세톤 등과 같은 용제를 포함한다. 상기 연마 입자는 용제내에서 대부분 용해되지 않는 것이 중요하다. 일반적으로, 연마 조성물은 약 0.05 중량% 내지 50 중량% 연마 입자를 포함하고, 약 0.1 중량% 내지 10 중량% 연마 입자를 포함하면 바람직하다.

용제는 오염물 농도가 낮은 것이 바람직하다. 특히, 용제로 사용되는 물은 탈이온 및/또는 증류되어야 한다. 임의의 용제는 순도가 약 99% 이상이어야 하고, 대략 순도가 약 99.9% 이상이면 더 바람직하다. 상기 연마 조성물은 오염물질이 없는 것이 바람직하다. 즉, 연마 과정을 일으키는 용도에 포함되지 않은 모든 조성물이 없는 것이 바람직하다. 특히, 연마 조성물은 용제내에서 녹지 않는 미립자 오염물질이 없어야 한다.

연마 조성물은 연마 공정을 보조하는 다른 조성물을 포함할 수 있다. 예컨대, 연마 조성물은 콜로이드상 실리카 슬러리를 포함한다. 경질 기재 연마에 콜로이드상 실리카를 사용하는 것은 본원에 참조로 인용되어 있는 미국 특허 출원 제 5,228,886호에 기술되어 있다. 콜로이드상 실리카는 특정 표면에서 화학적으로 반응하는 것으로 제시되었다. 레이저 열분

해에 의해 제조되는 실리카 입자는 전술한 모든 특성들 때문에 콜로이드상 실리카를 생성하는데 완벽하게 적합하다. 콜로이드상 실리카를 전술한 입자 등과 같은 추가 연마 입자와 함께 사용할 경우에는, 상기 연마 조성물은 약 0.05 중량% 내지 5 중량% 연마 입자를 포함하는 것이 바람직하고, 약 0.1 중량% 내지 2 중량% 연마 입자를 포함하는 것이 더 바람직하다.

연마 조성물은 연마 특성을 향상시키기 위하여 산성일 수도 있고 염기성일 수도 있다. 금속을 연마하는 경우에는 산성 pH가, 예를 들면 약 3.0 내지 3.5 정도가 일반적으로 바람직하다. 예를 들어 빙초산 같은 다양한 산이 사용될 수 있다. 산화물의 표면을 연마하는 경우에는, 예를 들어 약 10.5 내지 11 정도의 pH를 갖는 염기성 연마 조성물이 사용될 수 있다.

바람직한 연마 입자는 평균직경이 약 100 nm 이하, 바람직하게는 5 nm 내지 50 nm 인 산화규소, 탄화규소, 금속 산화물, 금속 황화물 및 금속 탄화물을 포함한다. 바람직한 연마 입자는  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{SiC}$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{C}$ ,  $\text{Fe}_7\text{C}_3$ ,  $\text{MoS}_2$ ,  $\text{MoO}_2$ ,  $\text{WC}$ ,  $\text{WO}_3$  및  $\text{WS}_2$  등과 같은 화합물을 포함한다. 또한, 바람직한 화합물은 직경 분포가 비교적 좁고, 전술한 바와 같은 평균 직경보다 몇배 이상 큰 입자 직경은 효과적으로 배제한다. 연마 입자의 특정한 조성은 입자가 연마될 표면에 적합한 강도를 가져야 될 뿐 아니라 필요한 평활도를 효과적으로 얻게 하는 적절한 직경 분포를 갖도록 선택된다. 너무 무른 입자는 연마성이 적절하지 못한 반면에 너무 단단한 연마 입자는 표면에 바람직하지 못한 상처를 낸다.

또한, 연마 입자의 조성은 연마가 완료된 후 연마 조성물이 제거되도록 제공된다. 연마된 표면을 세정하는 한 가지 기법은 연마된 표면을 손상시키지 않는 세정 용액으로 연마 입자를 용해하는 것을 포함한다.

상기 연마 조성물은 수동으로 또는 전동식 연마기를 이용하여 수행되는 기계적 또는 기계 화학적 연마에 사용될 수 있다. 어느 경우에도, 연마 조성물은 일반적으로 연마를 수행하기 위해 연마 패드 또는 천에 사용된다. 다양한 기계 연마기 중 임의의 것을, 예컨대 전동식 연마기 및 회전식 연마기를 사용할 수 있다.

연마 조성물은 집적 회로 생산용 기재 표면을 연마하는데 특히 유용하다. 단일 표면 상의 집적 회로의 밀도가 증가할수록, 상응하는 기재의 평활도의 공차도 점차 엄격해진다. 따라서, 연마 공정은 기재상에 회로 패턴을 도포하기 전에 표면의 작은 불연속면들을 제거할 수 있는 것이 중요하다. 본원에 기술된 크기가 작고 균일도를 갖는 연마 입자는 특히 상기 분야용 연마 조성물로 적합하다. 이산화규소 입자는 규소를 주성분으로 하는 반도체 기재의 연마에 적합하다. 유사하게, 절연층 및 전도층의 패턴화된 부분을 포함하는 층상 구조는, 본원에서 참조로 인용되어 있는 미국 특허 출원 제4,956,313호에 기술된 바와 같이 동시에 평탄화된다.

전술한 본 발명의 실시 형태는 대표적인 예이며, 제한하려는 의도는 없다. 본 발명의 추가 실시형태는 청구항의 범주에 속한다. 후술하는 청구의 범위에 의해서만 한정되는 본 발명의 범위 및 정신으로부터 벗어나지 않고 기재된 본 발명의 방법 및 장치에서 여러가지 변형이 당업자들에 의해 만들어질 수 있다는 것을, 당업자라면 이해할 수 있을 것이다.

### 발명의 효과

본 발명의  $\text{SiO}_2$  입자 제조 방법에 따르면, 매우 낮은 공차로 표면을 평활화하는 데 사용될 수 있는  $\text{SiO}_2$  입자를 제조할 수 있게 된다.

### (57) 청구의 범위

#### 청구항 1.

규소 화합물 전구체와, 이 규소 화합물 전구체와는 별개인 산소 공급원, 그리고 방사선 흡수 가스를 포함하는 분자 스트림을 반응실에서 반응시키는 단계를 포함하고, 상기 반응은 방사선 빔으로부터 흡수된 열에 의해 일어나는 것인  $\text{SiO}_2$  입자 제조 방법.

#### 청구항 2.

제1항에 있어서, 상기 방사선 빔은  $\text{CO}_2$  레이저에 의해 공급되는 것인  $\text{SiO}_2$  입자 제조 방법.

**청구항 3.**

제1항에 있어서, 상기 분자 스트림은 한쪽 치수가 큰 노즐에 의해 발생하는 것인 SiO<sub>2</sub> 입자 제조 방법.

**청구항 4.**

제1항에 있어서, 상기 방사선 빔은 레이저에 의해 공급되는 것인 SiO<sub>2</sub> 입자 제조 방법.

**청구항 5.**

제1항에 있어서, 상기 산소 공급원은 O<sub>2</sub>를 포함하는 것인 SiO<sub>2</sub> 입자 제조 방법.

**청구항 6.**

제1항에 있어서, 상기 방사선 흡수 가스는 C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>를 포함하는 것인 SiO<sub>2</sub> 입자 제조 방법.

**청구항 7.**

제1항에 있어서, 상기 SiO<sub>2</sub> 입자는 평균 직경이 500 nm 미만인 것인 SiO<sub>2</sub> 입자 제조 방법.

**청구항 8.**

제1항에 있어서, 상기 SiO<sub>2</sub> 입자는 평균 직경이 5 nm 내지 200 nm인 것인 SiO<sub>2</sub> 입자 제조 방법.

**청구항 9.**

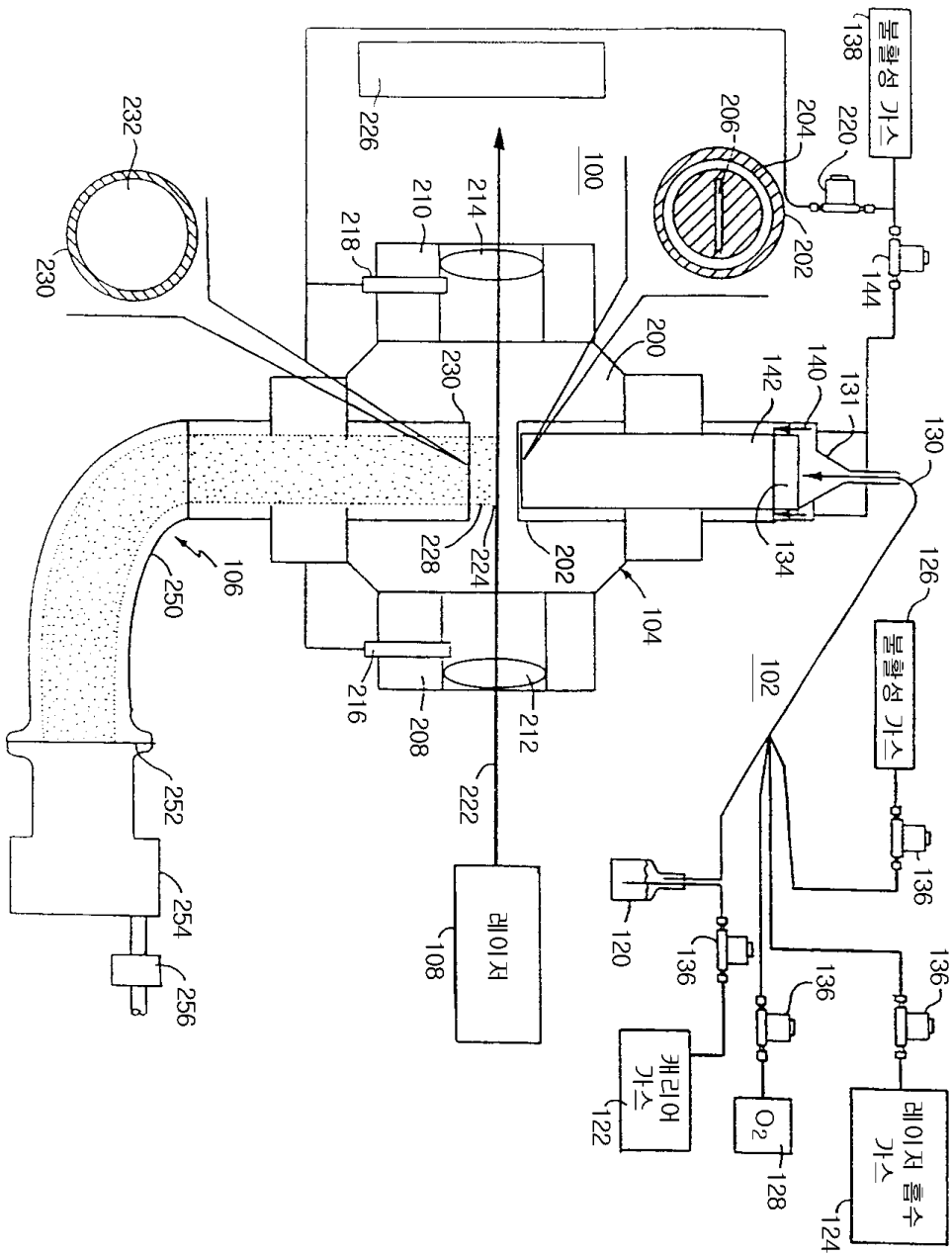
제1항에 있어서, 상기 SiO<sub>2</sub> 입자는 95% 이상의 입자가 상기 평균 직경의 40% 내지 160%의 직경을 갖는 직경의 분포를 나타내는 것인 SiO<sub>2</sub> 입자 제조 방법.

**청구항 10.**

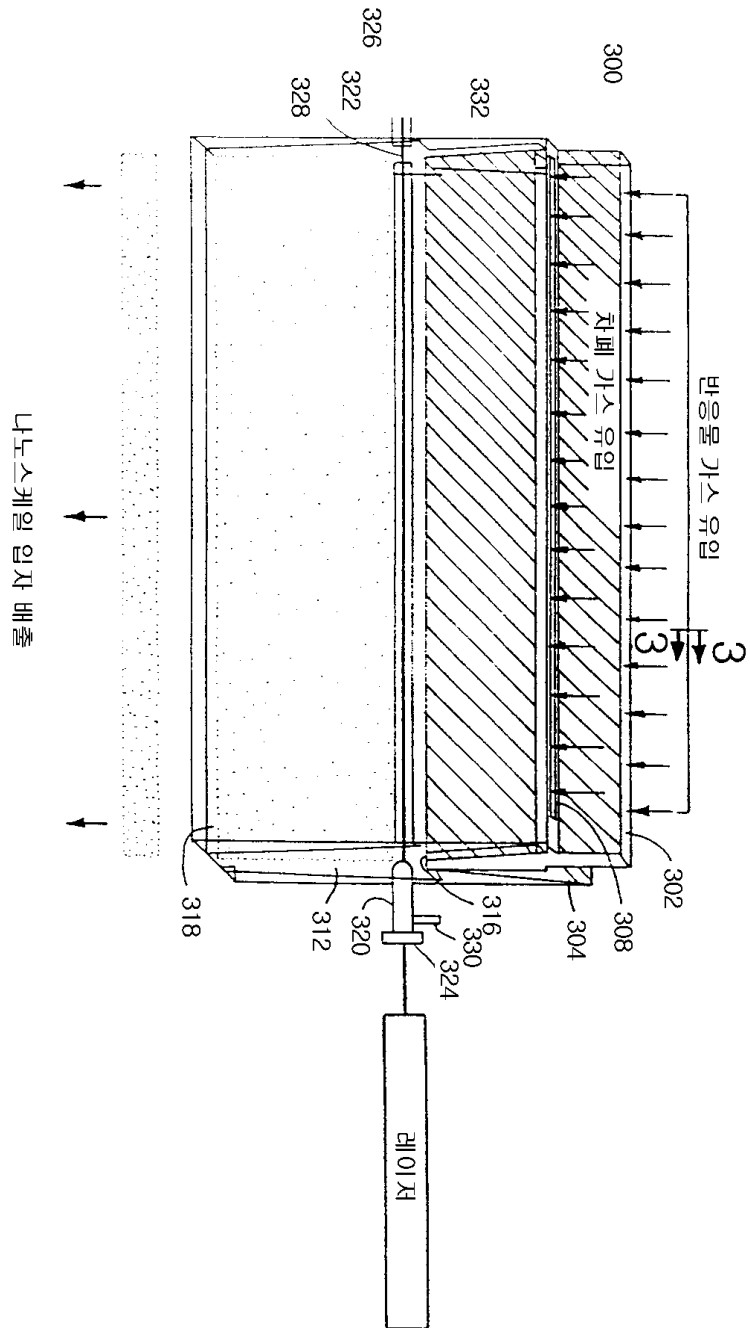
규소 화합물 전구체와, 산소 공급원, 그리고 방사선 흡수 가스를 포함하는 분자 스트림을 반응실에서 반응시키는 단계를 포함하는 SiO<sub>2</sub> 입자 제조 방법으로서, 상기 반응은 광선으로부터 흡수되는 열에 의해 일어나며, 상기 SiO<sub>2</sub> 입자는 평균 직경이 500 nm 미만인 것인 SiO<sub>2</sub> 입자 제조 방법.

도면

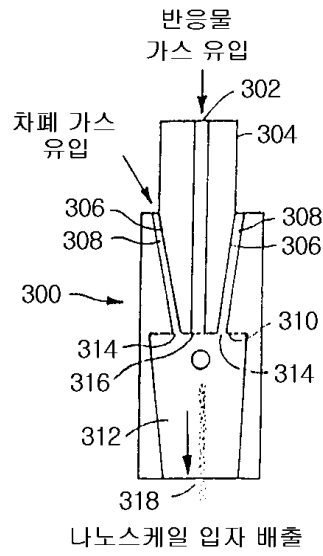
도면1



도면2



도면3



도면4

