(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0140955
(43) 공개일자 2024년09월24일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 32/956 (2017.01) *C01B 32/97* (2017.01)
F27B 1/00 (2006.01) *F27B 1/10* (2006.01)
F27B 1/20 (2006.01) *F27D 3/00* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C01B 32/956 (2021.01)
C01B 32/97 (2021.01)
(21) 출원번호 10-2024-7028884
(22) 출원일자(국제) 2023년01월27일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2024년08월28일
(86) 국제출원번호 PCT/EP2023/052089
(87) 국제공개번호 WO 2023/148108
국제공개일자 2023년08월10일
(30) 우선권주장
10 2022 102 320.6 2022년02월01일 독일(DE)

(71) 출원인
더 엘로우 에스아이씨 홀딩 게엠베하
독일 12489 베를린 슈바르츠쉴트슈트라쎄 1 (테히놀로기파르크 아들러스호프/베를린 게보이데 19.53)
(72) 발명자
그로일리히-베버 지그문트
독일 12489 베를린 슈바르츠쉴트슈트라쎄 1 (테히놀로기파르크 아들러스호프/베를린 게보이데 19.53) 더 엘로우 에스아이씨 홀딩 게엠베하 내
(74) 대리인
양영준, 류현경

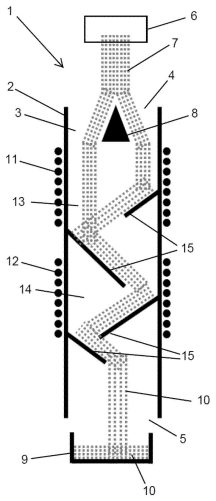
전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 발명의 명칭 **탄화규소의 제조를 위한 장치 및 방법**

(57) 요 약

본 발명은 탄화규소의 제조를 위한 장치에 관한 것이며, 상기 장치는 상부 측에 전구체(7)를 연속 공급하기 위한 공급 개구부(4), 반응기(1)에서 전구체로부터 형성된 탄화규소(10)를 연속 배출하기 위한 하부 측의 출구 개구부(5), 및 공급 개구부(4)와 출구 개구부(5) 사이에 내부 공간(1)을 포함하고, 이들은 전구체 및 탄화규소가 각각 내부 공간(1)을 채우고 탄화규소가 공급 개구부(4)로부터 출구 개구부(5)로 낙하하면서 내부 공간(1)을 통과할 수 있게 하는 방식으로 배치된 것인 가열가능한 반응기(1)를 포함한다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
F27B 1/005 (2013.01)
F27B 1/10 (2013.01)
F27B 1/20 (2013.01)
F27D 3/0033 (2013.01)

명 세 서

청구범위

청구항 1

탄화규소의 제조를 위한 장치이며,

상부 측에 전구체(7)를 연속 공급하기 위한 공급 개구부(4), 하부 측에 반응기(1) 내의 전구체로부터 형성된 탄화규소(10)를 연속 배출하기 위한 출구 개구부(5), 및 공급 개구부(4)와 출구 개구부(5) 사이에 가열가능한 내부 공간(3)을 갖는 반응기(1)로서, 상기 공급 개구부, 출구 개구부 및 내부 공간은 전구체 및 탄화규소가 각각 공급 개구부(4)로부터 출구 개구부(5)로 낙하하면서 내부 공간(3)을 통과할 수 있도록 배치된 것인 반응기(1)

를 포함하는 장치.

청구항 2

제1항에 있어서, 내부 공간(3)을 가열하기 위한 가열 디바이스(11, 12)를 갖는 장치.

청구항 3

제2항에 있어서, 가열 디바이스가 내부 공간(3)의 제1 가열 구역(13)을 제1 온도로 가열하기 위한 제1 가열 디바이스(11) 및 내부 공간(3)의 제2 가열 구역(14)을 제2 온도로 가열하기 위한 제2 가열 디바이스(12)를 포함하고, 제2 가열 구역이 제1 가열 구역(13) 아래에 위치하고 제2 온도가 제1 온도보다 낮은 것인 장치.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 전구체(7)를 공급 개구부(4)로 연속적으로 공급하기 위한 공급 디바이스(6) 및 공급 개구부(4)를 통해 공급된 전구체의 유동을 내부 공간(3)으로 분배하기 위한 분할기(8)를 포함하는 장치.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 내부 공간에서의 체류 시간을 제어하기 위해, 내부 공간을 통해 낙하하는 전구체(7) 또는 탄화규소(10)의 유동으로 돌출된 경사진 배플 플레이트(15)를 갖는 장치.

청구항 6

제5항에 있어서, 배플 플레이트(15)의 경사각이 조절가능한 것인 장치.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 따른 장치를 사용하여 탄화규소를 제조하는 방법이며, 여기서

반응기(1)에 공급 개구부(4)를 통해 전구체(7)가 연속적으로 공급되고,

전구체(7)가 가열된 내부 공간(3)을 통해 출구 개구부(5)로 낙하하고 이로써 탄화규소(10)로 변환되고,

출구 개구부(5)로부터 연속적으로 방출되는 탄화규소(10)가 수집되는 것인

방법.

청구항 8

제7항에 있어서, 전구체(7)가 분말 형태로 공급되는 것인 방법.

청구항 9

제7항 또는 제8항에 있어서, 제조된 탄화규소(10)가 분말 형태인 방법.

청구항 10

제7항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 전구체(7) 및 탄화규소(10)가, 가열된 내부 공간(3)을 실질적으로 자유 낙하로 통과하는 것인 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 탄화규소의 제조, 특히 탄화규소 분말의 제조를 위한 장치 및 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 탄화규소는 그의 높은 경도, 그의 열 전도도 및 그의 특별한 반도체 특성으로 인해 많은 용도에 매력적인 물질이다. 그러나, 이러한 특성 중 다수는 불순물에 의해 손상된다. 고순도의 탄화규소는 특히 반도체 산업에서 가공하는 데 필요하다.

[0003] 탄화규소는 일반적으로 고온에서 반응기 (퍼니스)에서 열탄소(carbothermal) 반응을 통해 Si 및 C를 함유하는 전구체로부터 제조된다. 전구체의 예는 SiO_2 및 탄소-함유 성분의 분말 또는 과립이다.

[0004] 잘-알려진 탄화규소의 제조 방법은 애치슨(Acheson) 공정이며, 여기서 탄화규소는 석영 모래 형태의 이산화규소로부터 그리고 코크스 형태의 탄소로부터 2000 ℃ 초과의 온도에서 전기 저항로에서 배치로 얻어진다.

[0005] EP 0476422 A1에서는 1200 내지 2000℃의 온도에서 한 시간의 기간 동안 아르곤 하에 도가니 또는 로터리 킬른에서 이산화규소 분말 및 카본 블랙으로부터 탄화규소를 제조하는 방법을 개시한다.

[0006] 이러한 방법은 SiC가 반응기에 미리 로딩된 양의 전구체로부터 배치로 제조되는 배치 공정이다. 그러나, 배치 공정은 배치의 양이 제한되기 때문에 SiC의 산업적 제조에 만족스럽지 않다. 전구체의 재로딩은 시간-소모적이고 반응기의 냉각 및 재가열로 인한 에너지 손실을 수반하며 전체 제조 시간에 걸쳐 공정 파라미터를 정확하게 제어하기 어렵게 만든다.

[0007] 또한, 공지된 방식으로 제조된 탄화규소는 많은 용도에 있어서, 예를 들어 전자장치 또는 반도체의 제조에 충분히 순수하지 않으며, 추가로 가공되기 전에 막대한 비용으로 세정해야 한다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0008] 따라서, 본 발명의 목적은 선행 기술보다 효율적인 탄화규소의 제조를 위한 장치 및 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0009] 이 목적은 첨부된 청구범위에 명시된 바와 같은 탄화규소의 제조를 위한 장치 및 방법에 의해 해결된다.

[0010] 본 발명은 반응기에서 탄화규소의 연속 제조를 가능하게 하며 여기서 전구체는 반응기를 통해 낙하하면서 탄화규소로 변환된다. 전구체 및 탄화규소는 반응기 벽과 거의 접촉하지 않는다. 그 결과, 실질적으로, 반응기에서 제조된 탄화규소의 오염이 없다. 전구체 및 제조된 탄화규소에 의한 이물질의 흡수는 반응기를 통해 낙하하는 동안 비교적 짧은 통과 또는 체류 시간에 의해 제한된다. 본 발명은 고순도의 탄화규소의 효율적인 제조에 이상적으로 적합하다.

[0011] 반응기를 통해 낙하하는 동안 통과 또는 체류 시간은 나노- 또는 마이크로스케일 전구체를 나노- 또는 마이크로결정질 탄화규소 분말로 변환시키는 데 매우 적합하다. 나노스케일 또는 마이크로스케일은 여기서 전구체의 일차 입자의 크기, 즉 5 내지 1000 nm, 일반적으로 약 20 내지 200 또는 최대 1000 nm 범위의 입자 크기, 또는 1 내지 1000 ㎛, 일반적으로 약 1 또는 20 내지 200 ㎛ 범위의 입자 크기를 지칭한다.

발명의 효과

[0012] 본 발명으로부터의 특성은 선행 기술에서와 같은 수평 로터리 킬른으로는 달성할 수 없다. 로터리 킬른은 다른 물질이 생성물에 도입되는 것을 피하고 고품질 탄화규소의 제조에 필요한 순도를 제공하기 위해 고순도 탄화규

소로 제조되어야 할 것이다. 이것은 비용이 많이 들고 기술적으로 실현하기에 거의 불가능할 것이다. 또한, 고순도의 탄화규소를 제조하기 위해 퍼니스 챔버는 불활성 가스로 채워지고 외부 대기로부터 밀봉되어야 한다. 그러나, 로터리 킬른에서는 대략 1800℃ 내지 2000℃의 온도에서도 가동부를 밀봉하는 것이 어렵다. 전구체가 여전히 공급 및 배출될 수 있도록 가동부를 밀봉하는 것은 기술적으로 거의 불가능할 것이다. 또한, 탄화규소 제조를 위한 종래의 로터리 킬른을 통한 전구체의 통과 시간은 너무 길다. 이러한 문제 중 어떤 것도 본 발명에서는 발생하지 않는다.

도면의 간단한 설명

[0013] 본 발명의 바람직한 실시양태가 하기에 도면을 참조하여 설명되어 있으며, 여기서:

도 1은 실시양태에 따른 탄화규소의 제조를 위한 장치를 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0014] 이하에서, "상부" 및 "하부"와 같은 방향 및 배향에 대한 언급은 탄화규소의 제조 방법에서 의도한 대로 사용될 때 장치의 배향을 지칭한다.

[0015] 탄화규소의 제조를 위한 도 1에 도시된 장치는 가열가능한 반응기(1)인 퍼니스를 포함한다. 반응기(1)는 내부 공간(3)을 둘러싸고 있는 재킷(2)을 포함하고 반응기(1)의 상부 측 또는 상단 상의 내부 공간(3)의 상부 단부에 공급 개구부(4) 그리고 반응기(1)의 하부 측 또는 하단 상의 내부 공간(3)의 하부 단부에 출구 개구부(5)를 갖는다. 이러한 실시양태에서, 재킷(2)은 본질적으로 수직 튜브로서 형성된다. 공급 개구부(4) 및 출구 개구부(5)는 본질적으로 수직으로 서로 위에 놓여 있다. 내부 공간(3)은 바람직하게는 불활성 가스, 예를 들어 아르곤으로 채워져 있다.

[0016] 공급 개구부(4)를 통해 내부 공간(3)으로 전구체(7)를 공급하기 위한 공급 디바이스(6)는 공급 개구부(4) 위에 배치된다. 이러한 배열에서, 전구체는 중력으로 인해 공급 개구부(4)를 통해 내부 공간(3)으로 흘러내린다. 공급 개구부(4)에는 공급된 전구체(7)의 유동을 여러 개의 평행한 유동으로 분할하여 내부 공간(3)의 단면적의 대부분에 걸쳐 이를 분배하기 위한 것이지만, 전구체(7)를 재킷(2)에 대해 불필요하게 향하게 하지 않는 분할기(8)가 제공된다.

[0017] 전구체(7)는 Si 및 C를 함유하고 일반적으로 분말 또는 과립, 예를 들어 흑연 또는 카본 블랙과 같은 탄소-함유 성분을 갖는 SiO_2 분말으로서 제공된다. 나노스케일 또는 마이크로스케일 전구체, 즉 5 내지 1000 ㎚, 일반적으로 약 20 내지 200 또는 최대 1000 ㎚ 범위의 일차 입자 크기의 나노스케일 입자, 또는 1 내지 1000 ㎛, 일반적으로 약 1 또는 20 내지 200 ㎛ 범위의 일차 입자 크기의 마이크로스케일 입자를 갖는 전구체가 적합하다. 전구체는 제조될 탄화규소의 요구되는 순도에 상응하는 순도를 가져야 한다.

[0018] 출구 개구부(5) 아래에는, 반응기(1)에서 전구체(7)로부터 제조되고 중력으로 인해 내부 공간(3)으로부터 출구 개구부(5)를 통해 빠져나가거나 또는 방출되는 탄화규소(10)를 위해 배치된 수집 디바이스(9)가 있다. 수집 디바이스(9)는 탄화규소(10)를 위한 램프 또는 컨베이어 벨트로서 설계된 용기 또는 배출 디바이스일 수 있다.

[0019] 반응기(1)는 정적이므로, 예를 들어 공급 개구부(4)와 공급 디바이스(6) 사이의 시일 및 출구 개구부(5)와 수집 디바이스(9) 사이의 시일에 의해 또는 반응기(1) 주위의 케이싱 (미도시)에 의해 외부 대기가 불활성 가스로 채워진 내부 공간(3)으로 유입되지 않도록 간단한 방법으로 밀봉될 수 있다.

[0020] 반응기(1)는 가열되고 재킷(2)은 이 목적을 위해 하나 이상의 가열 디바이스(11, 12)를 갖는다. 바람직하게는, 상부 제1 가열 디바이스(11)는 내부 공간(3)의 상부 제1 가열 구역(13)을 제1 온도로 가열하기 위해 제공되고, 하부 제2 가열 디바이스(12)는 내부 공간(3)의 하부 제2 가열 구역(14)을 제2 온도로 가열하기 위해 제공된다. 작동 시, 제1 온도는 약 1600 내지 1900℃ 범위, 바람직하게는 약 1800℃이고, 제2 온도는 제1 온도보다 낮고 바람직하게는 약 1500 내지 1700℃ 범위이다.

[0021] 따라서, 공급 개구부(4)로부터 내부 공간을 통해 침강하는 전구체는 먼저 제1 가열 구역(13)에서 제1 온도에 노출되고, 이로써 열 탄소 반응이 시작되고 중간체 생성물이 형성되며, 이는 제2 가열 구역(14)에서 제2 온도에서 반응하여 탄화규소(10)를 형성하며, 이는 출구 개구부(5)로부터 방출된다. 따라서 전구체(7)의 입자는 탄화규소(10)의 나노- 또는 마이크로결정질 입자로 변환된다. 탄화규소(10)는 수집 디바이스(9)에 의해 분말로서 수집된다.

[0022] 공급 개구부(4)로부터 내부 공간(3)을 통한 출구 개구부(5)로의 전구체(7) 및 탄화규소(10)의 입자의 이송은 본질적으로 중력 하의 자유 낙하로 이루어진다. 전구체의 입자 크기 및 수직 방향의 제1 구역(13)과 제2 구역(14)의 길이는 입자의 침강 속도가 제1 가열 구역(13)에서 약 100 내지 200 ms, 바람직하게는 약 150 ms의 체류 시간, 즉 가열 지속시간 및 두 가열 구역(13, 14) 또는 전체 내부 공간(3)에서 약 300 내지 1000 ms, 바람직하게는 약 400 ms의 총 체류 시간을 초래하도록 선택된다.

[0023] 임의적으로, 도시된 실시양태에서와 같이, 재킷(2)으로부터 내부 공간(3)의 제1 및/또는 제2 가열 구역(13, 14)으로 하향 돌출되고 전구체(7) 및/또는 탄화규소(10)의 입자의 낙하를 방해하여, 연속 자유 낙하에 비해 구역(13, 14)에서의 입자의 체류 시간을 연장시키는 배플 플레이트(15)가 제공될 수 있다. 배플 플레이트(15)의 경사각은 체류 시간을 조절하기 위해 조절가능할 수 있다. 체류 시간은 또한 내부 공간(3) 내의 불활성 가스를 상향으로 흐르게 하여 체류 시간을 연장하거나 또는 하향으로 흐르게 하여 체류 시간을 단축시킴으로써, 예를 들어 내부 공간(3)을 통과하고 반응기(1) 외부에서 공급 및 출구 개구부(4, 5)와 상호연결하는 복귀 라인 (미도시)을 통과하는 불활성 가스를 폐쇄 회로에서 순환시킴으로써 조절될 수 있다.

[0024] 가열 구역(13, 14) 내에서, 전구체(7) 및 탄화규소(10)는 제공된 임의의 배플 플레이트(15)와의 접촉을 제외하고, 대체로 재킷(2)과의 접촉 없이, 따라서 대체로 어떠한 접촉 없이 자유 낙하로 이송된다. 따라서, 전구체(7) 및 탄화규소(10)는 어떠한 불순물도 흡수하지 않고, 제조된 탄화규소(10)는 사용된 전구체의 순도에 상응하여 고순도일 수 있다. 재킷(2) 및 제공된 임의의 배플 플레이트(15)는 바람직하게는 탄화규소로 제조되거나 또는 제조된 탄화규소(10)로 어떠한 이물질도 유입되지 않도록 내부 공간(3)을 향하여 탄화규소로 코팅된다.

[0025] 장치는 임의의 가동부를 거의 갖지 않기 때문에 매우 견고하다.

[0026] 작동 시, 장치는 탄화규소(10)의 효율적인 연속 제조 방법을 가능하게 한다. 이 방법에서, 전구체(7)는 공급 디바이스(6)에 의해 공급 개구부(4)를 통해 계속해서 또는 연속적으로 공급된다. 전구체는 가열된 내부 공간(3)을 통해, 즉 구체적으로는 상기 기술된 바와 같이 제1 및 제2 가열 구역(13, 14)을 통해 낙하하고, 탄화규소(10)로 변환된다. 탄화규소는 출구 개구부(5) 밖으로 낙하하고, 또한 연속적으로 수집 디바이스(9)에 의해 수집된다.

도면

도면1

