



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2019년10월21일

(11) 등록번호 10-2017689

(24) 등록일자 2019년08월28일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 31/36 (2006.01) **C04B 35/565** (2006.01)
C04B 35/626 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2012-0115737

(22) 출원일자 2012년10월18일

심사청구일자 2017년10월18일

(65) 공개번호 10-2014-0049664

(43) 공개일자 2014년04월28일

(56) 선행기술조사문헌

KR1020070001269 A*

WO2012046897 A1*

JP2000351614 A

JP4700835 B2*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

엘지이노텍 주식회사

서울특별시 중구 후암로 98 (남대문로5가)

성균관대학교산학협력단

경기도 수원시 장안구 서부로 2066 (천천동, 성균관대학교내)

(72) 발명자

한정은

서울 중구 한강대로 416, 20층 엘지이노텍(주) (남대문로5가, 서울스퀘어)

신동근

서울 중구 한강대로 416, 20층 엘지이노텍(주) (남대문로5가, 서울스퀘어)

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

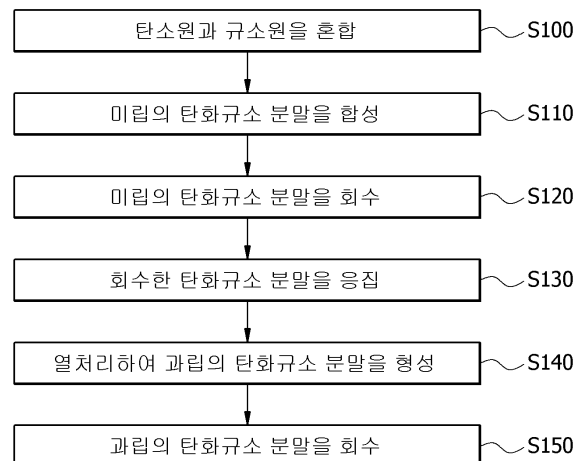
특허법인다나

전체 청구항 수 : 총 6 항

심사관 : 장기완

(54) 발명의 명칭 **탄화규소 분말의 제조 방법****(57) 요약**

본 발명의 한 실시예에 따른 탄화규소 분말 제조 방법은 탄소원과 규소원을 혼합하여 혼합 분말을 회수하는 단계, 상기 혼합 분말을 가열하여 제1 탄화규소 분말을 합성하는 단계, 상기 제1 탄화규소 분말을 응집하여 응집 분말을 형성하는 단계, 그리고 상기 응집 분말을 가열하여 상기 제1 탄화규소 분말보다 입자의 크기가 큰 제2 탄화규소 분말을 형성하는 단계를 포함한다.

대표도 - 도1

(72) 발명자

김병숙

서울 중구 한강대로 416, 20층 엘지이노텍(주) (남
대문로5가, 서울스퀘어)

민경석

서울 중구 한강대로 416, 20층 엘지이노텍(주) (남
대문로5가, 서울스퀘어)

명세서

청구범위

청구항 1

탄소원과 규소원을 혼합하여 혼합 분말을 회수하는 단계,
 상기 혼합 분말을 가열하여 제1 탄화규소 분말을 합성하는 단계,
 상기 제1 탄화규소 분말을 응집하여 응집 분말을 형성하는 단계, 그리고
 상기 응집 분말을 가열하여 상기 제1 탄화규소 분말보다 입자의 크기가 큰 제2 탄화규소 분말을 형성하는 단계를 포함하고,
 상기 응집 분말을 형성하는 단계는,
 챔버 내의 임펠터를 회전시키는 단계;
 상기 제1 탄화규소 분말에 물 또는 휘발성 유기 용제를 분무하는 단계; 및
 상기 제1 탄화규소 분말과 상기 물 또는 휘발성 유기 용제가 서로 혼합되어 응집 분말이 형성되는 단계를 포함하고,
 상기 제1 탄화규소 분말은 β 상이고, 상기 제2 탄화규소 분말은 α 상인 탄화규소 분말 제조 방법.

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

삭제

청구항 5

제1항에 있어서,
 상기 제1 탄화규소 분말을 합성하는 단계는,
 600℃ 내지 1000℃의 조건에서 행해지는 탄화(carbonization) 공정 및 1300℃ 내지 1700℃의 조건에서 행해지는 합성(synthesis) 공정을 포함하는 탄화규소 분말 제조 방법.

청구항 6

제1항에 있어서,
 상기 제2 탄화규소 분말을 형성하는 단계는,
 2000℃ 내지 2200℃의 조건에서 행해지는 탄화규소 분말 제조 방법.

청구항 7

제1항에 있어서,
 상기 제2 탄화규소 분말은 입도 분포가 100 μ m 내지 10mm이고, 산포(D90/D10)가 1 내지 10이며, 질소가 500ppm 이하이고, 산소가 1000ppm 이하인 알파상의 파립 탄화규소 분체를 포함하는 탄화규소 분말 제조방법.

청구항 8

제7항에 있어서,

상기 제2 탄화규소 분말은 상기 입도 분포가 100 μm 내지 5mm이고, 상기 산포(D90/D10)가 1 내지 5이며, 상기 산소가 500ppm이하인 탄화규소 분말 제조방법.

청구항 9

제7항에 있어서,

상기 제2 탄화규소 분말은 상기 입도 분포가 100 μm 내지 1mm이고, 상기 산포(D90/D10)가 1 내지 3이며, 상기 산소가 500ppm이하인 탄화규소 분말 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 탄화규소 분말의 제조 방법에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 미립의 탄화규소 분말을 이용하여 과립의 탄화규소 분말을 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 탄화규소(SiC)는 고온강도가 높고, 내마모성, 내산화성, 내식성, 크립저항성 등이 우수하다. 탄화규소는 입방정(cubic) 결정 구조를 갖는 β 상과 육방정(hexagonal) 결정구조를 갖는 α 상이 존재한다. β 상은 1400-1800℃의 온도 범위에서 안정하고, α 상은 2000℃ 이상에서 형성된다.

[0003] 탄화규소는 산업체 구조용 재료로 널리 이용되고 있으며, 최근에는 반도체 산업에도 적용되고 있다. 이를 위하여, 고순도의 탄화규소 분말이 요구되고 있다.

[0004] 탄화규소 분말은, 예를 들면 에치슨(Acheson) 공법, 탄소열 환원법, CVD(Chemical Vapor Deposition) 공법 등에 의하여 제조될 수 있다. 이에 따라 제조된 탄화규소 분말은 순도가 낮아 별도의 고순도화 처리가 요구된다.

[0005] 고순도의 탄화규소 분말은 정제된 원료를 2000℃ 이상의 고온에서 열처리함으로써 얻어질 수 있으나, 입도 분포가 불균일하다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 발명이 이루고자 하는 기술적 과제는 고순도의 균일한 입도 분포를 가지는 탄화규소 분말의 제조 방법을 제공하는 데 있다.

과제의 해결 수단

[0007] 본 발명이 일 양태에 따른 탄화규소 분말 제조 방법은 탄소원과 규소원을 혼합하여 혼합 분말을 회수하는 단계, 상기 혼합 분말을 가열하여 제1 탄화규소 분말을 합성하는 단계, 상기 제1 탄화규소 분말을 응집하여 응집 분말을 형성하는 단계, 그리고 상기 응집 분말을 가열하여 상기 제1 탄화규소 분말보다 입자의 크기가 큰 제2 탄화규소 분말을 형성하는 단계를 포함한다.

[0008] 상기 제1 탄화규소 분말은 β 상이고, 상기 제2 탄화규소 분말은 α 상일 수 있다.

[0009] 상기 응집 분말은 물 또는 휘발성 유기 용제를 이용하여 형성될 수 있다.

[0010] 상기 응집 분말은 임펠러가 설치된 챔버 내에서 상기 제1 탄화규소 분말을 물 또는 휘발성 유기 용제와 혼합하여 형성될 수 있다.

[0011] 상기 제1 탄화규소 분말을 합성하는 단계는, 600℃ 내지 1000℃의 조건에서 행해지는 탄화(carbonization) 공정 및 1300℃ 내지 1700℃의 조건에서 행해지는 합성(synthesis) 공정을 포함할 수 있다.

[0012] 상기 제2 탄화규소 분말을 형성하는 단계는, 2000℃ 내지 2200℃의 조건에서 행해질 수 있다.

[0013] 본 발명의 다른 양태에 따른 탄화규소 분말은 입도 분포가 100 μm 내지 10mm이고, 산포(D90/D10)가 1 내지 10이

며, 질소가 500ppm 이하이고, 산소가 1000ppm 이하인 알파상의 과립 탄화규소 분체를 포함한다.

[0014] 상기 알파상의 과립 탄화규소 분체는 상기 입도 분포가 100 μm 내지 5mm이고, 상기 산포(D90/D10)가 1 내지 5이며, 상기 산소가 500ppm이하일 수 있다.

[0015] 상기 알파상의 과립 탄화규소 분체는 상기 입도 분포가 100 μm 내지 1mm이고, 상기 산포(D90/D10)가 1 내지 3이며, 상기 산소가 500ppm이하일 수 있다.

발명의 효과

[0016] 본 발명의 실시예에 따르면, 고순도의 균일한 입도 분포를 가지는 탄화규소 분말을 얻을 수 있다. 또한, 균일한 입도 분포를 가지는 탄화규소 분말을 단결정 성장에 이용할 수 있으므로, 단결정 성장 시의 온도 조절 및 승화 조절이 용이하며, 고품질의 단결정을 얻을 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0017] 도 1은 본 발명의 한 실시예에 따른 탄화규소 제조 방법의 순서도이다.

도 2는 비교예에 따라 제작된 과립의 탄화규소 분말을 나타낸다.

도 3은 실시예에 따라 제작된 과립의 탄화규소 분말을 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0018] 본 발명은 다양한 변경을 가할 수 있고 여러 가지 실시예를 가질 수 있는 바, 특정 실시예들을 도면에 예시하고 설명하고자 한다. 그러나, 이는 본 발명을 특정한 실시 형태에 대해 한정하려는 것이 아니며, 본 발명의 사상 및 기술 범위에 포함되는 모든 변경, 균등물 내지 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다.

[0019] 제2, 제1 등과 같이 서수를 포함하는 용어는 다양한 구성요소들을 설명하는데 사용될 수 있지만, 상기 구성요소들은 상기 용어들에 의해 한정되지는 않는다. 상기 용어들은 하나의 구성요소를 다른 구성요소로부터 구별하는 목적으로만 사용된다. 예를 들어, 본 발명의 권리 범위를 벗어나지 않으면서 제2 구성요소는 제1 구성요소로 명명될 수 있고, 유사하게 제1 구성요소도 제2 구성요소로 명명될 수 있다. 및/또는 이라는 용어는 복수의 관련된 기재된 항목들의 조합 또는 복수의 관련된 기재된 항목들 중의 어느 항목을 포함한다.

[0020] 본 출원에서 사용한 용어는 단지 특정한 실시예를 설명하기 위해 사용된 것으로, 본 발명을 한정하려는 의도가 아니다. 단수의 표현은 문맥상 명백하게 다르게 뜻하지 않는 한, 복수의 표현을 포함한다. 본 출원에서, "포함하다" 또는 "가지다" 등의 용어는 명세서상에 기재된 특징, 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것이 존재함을 지정하려는 것이지, 하나 또는 그 이상의 다른 특징들이나 숫자, 단계, 동작, 구성요소, 부품 또는 이들을 조합한 것들의 존재 또는 부가 가능성을 미리 배제하지 않는 것으로 이해되어야 한다.

[0021] 다르게 정의되지 않는 한, 기술적이거나 과학적인 용어를 포함해서 여기서 사용되는 모든 용어들은 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에 의해 일반적으로 이해되는 것과 동일한 의미를 가지고 있다. 일반적으로 사용되는 사전에 정의되어 있는 것과 같은 용어들은 관련 기술의 문맥 상 가지는 의미와 일치하는 의미를 가지는 것으로 해석되어야 하며, 본 출원에서 명백하게 정의하지 않는 한, 이상적이거나 과도하게 형식적인 의미로 해석되지 않는다.

[0022] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 실시예를 상세히 설명하되, 도면 부호에 관계없이 동일하거나 대응하는 구성 요소는 동일한 참조 번호를 부여하고 이에 대한 중복되는 설명은 생략하기로 한다.

[0023] 도 1은 본 발명의 한 실시예에 따른 탄화규소 제조 방법의 순서도이다.

[0024] 도 1을 참조하면, 먼저, 규소원(Si source)과 탄소원(C source)을 혼합한다(S100). 이때, 규소원에 포함된 규소와 탄소원에 포함된 탄소의 몰 비는 1: 1.5 내지 1:3일 수 있다. 예를 들어, 규소원에 포함된 규소와 탄소원에 포함된 탄소의 몰 비는 1:2.5일 수 있다.

[0025] 규소원은 규소 제공 물질을 의미한다. 규소원은, 예를 들면 건식 실리카(fumed silica), 실리카솔(silica sol), 실리카겔(silica gel), 미세 실리카(silica), 석영 분말 및 그들의 혼합물로 구성된 그룹에서 선택된 하나 이상일 수 있다.

[0026] 탄소원은 고체 탄소원 또는 유기 탄소 화합물일 수 있다. 고체 탄소원은, 예를 들면 흑연(graphite), 카본 블랙

(carbon black), 탄소 나노 튜브(Carbon Nano Tube, CNT), 풀러렌(fullerene) 및 그들의 혼합물로 구성된 그룹에서 선택된 하나 이상일 수 있다. 유기 탄소 화합물은 페놀(phenol) 수지, 프랑(franc) 수지, 자일렌(xylene) 수지, 폴리이미드(polyimide), 폴리우레탄(polyurethane), 폴리비닐알콜(polyvinyl alcohol), 폴리아크릴로니트릴(polyacrylonitrile), 폴리비닐아세테이트(polyvinyl acetate), 셀룰로오스(cellulose) 및 그들의 혼합물로 구성된 그룹에서 선택된 하나 이상일 수 있다.

- [0027] 규소원과 탄소원은 습식 또는 건식으로 혼합될 수 있다. 규소원과 탄소원은, 예를 들면 슈퍼 믹서(Sumper Mixer), 볼 밀(ball mill), 어트리션 밀(attrition mill), 3롤 밀(3roll mill) 등을 이용하여 혼합될 수 있다.
- [0028] 다음으로, 혼합 분말을 가열하여 미립의 탄화규소 분말을 합성한다(S110). 혼합 분말을 가열하는 과정은 탄화(carbonization) 공정 및 합성(synthesis) 공정으로 나뉠 수 있다. 탄화 공정은 이로 제한되는 것은 아니지만 예를 들어 600℃ 내지 1000℃의 조건에서 행해지고, 합성 공정은 이로 제한되는 것은 아니지만 예를 들어 1300℃ 내지 1700℃의 조건에서 소정 시간(예, 3시간) 동안 행해질 수 있다.
- [0029] 이에 따라 형성된 미립의 탄화규소 분말은 β상이며, 불균일한 입도 분포를 가질 수 있다. 미립의 탄화규소 분말의 평균 입자 크기는 1μm~5μm일 수 있다.
- [0030] 다음으로, 미립의 탄화규소 분말을 회수하여(S120), 응집한다(S130). 미립의 탄화규소 분말을 응집하는 과정은 임펠러(impeller)가 설치된 챔버 내에서 행해질 수 있다. 임펠러는, 예를 들면 노형, 프로펠러형, 스크류형, 터빈형 등일 수 있다.
- [0031] 이를 위하여, 챔버 내 미립의 탄화규소 분말을 채운 후, 임펠러를 회전시키면서 물 또는 휘발성 유기 용제(예, 알코올류)를 분무할 수 있다. 이에 따라, 20μm 내지 80μm의 균일한 입자 크기를 가지는 응집 분말을 형성할 수 있다.
- [0032] 이후, 응집 분말을 고온에서 열처리하여 과립의 탄화규소 분말을 형성한 후(S140), 이를 회수한다(S150). 이때, 열처리는 밀폐된 도가니 또는 불활성 가스(Ar)로 충전된 도가니 내에서 행해질 수 있으며, 2000℃ 내지 2200℃의 조건에서 행해질 수 있다.
- [0033] 이에 따라 형성된 과립의 탄화규소 분말은 α상일 수 있다. 본 발명의 한 실시예에 따른 제조 방법으로 형성된 과립의 탄화규소 분말의 입도(D50)는 100μm 내지 10mm이고, 더 상세히는 100μm 내지 5mm, 더 자세히는 100μm 내지 1mm일 수 있다. 또한, 본 발명의 한 실시예에 따른 제조 방법으로 형성된 과립의 탄화규소 분말의 산포(D90/D10)는 1 내지 10이고, 더 상세히는 1 내지 5이고, 더 자세히는 1 내지 3일 수 있다. 또한, 본 발명의 한 실시예에 따른 제조 방법으로 형성된 과립의 탄화규소 분말의 순도는 N(질소) 500ppm이하이고 O(산소)500ppm 이하이다.
- [0034] 이와 같이, 미립의 탄화규소 분말을 응집하면, 균일한 입자 크기를 가지는 응집 분말을 얻을 수 있다. 그리고, 고온의 열처리 과정에서 응집 분말들은 쉽게 병합할 수 있으므로, 균일한 입도 분포를 가지는 과립의 탄화규소 분말을 얻을 수 있다.
- [0035] 도 2는 비교예에 따라 제작된 과립의 탄화규소 분말을 나타내고, 도 3은 실시예에 따라 제작된 과립의 탄화규소 분말을 나타낸다.
- [0036] 도 2를 참조하면, 규소원인 건식 실리카(Fumed Silica)와 탄소원인 페놀(phenol) 수지를 혼합한 혼합 분말을 850℃ 조건에서 탄화한 후, 1700℃ 조건에서 3시간 동안 유지하여 미립의 탄화규소 분말을 합성하였다. 평균 입자 크기가 1μm 내지 5μm인 미립의 탄화규소 분말을 불활성 가스로 충전된 도가니에서 2100℃의 조건에서 6시간 동안 유지하여 비균일한 과립의 탄화규소 분말을 얻었다.
- [0037] 도 3을 참조하면, 규소원인 건식 실리카(Fumed Silica)와 탄소원인 페놀(phenol) 수지를 혼합한 혼합 분말을 850℃ 조건에서 탄화한 후, 1700℃ 조건에서 3시간 동안 유지하여 미립의 탄화규소 분말을 합성하였다. 평균 입자 크기가 1μm 내지 5μm인 미립의 탄화규소 분말을 임펠러가 설치된 챔버에 넣고, 소량의 알코올을 분무하며 혼합하여, 입자 크기가 20μm 내지 80μm인 응집 분말을 형성하였다. 응집 분말을 불활성 가스로 충전된 도가니에서 2100℃의 조건에서 6시간 동안 유지하여 균일한 과립의 탄화규소 분말을 얻었다.
- [0038] 도 2 및 도 3에서 나타난 바와 같이, 미립의 탄화규소 분말을 고온에서 열처리하기 전, 응집하는 공정을 추가할 경우 균일한 입도 분포를 가지는 과립의 탄화규소 분말을 얻을 수 있다.
- [0039] 전술한 바와 같이, 본 발명의 한 실시예에 따른 제조 방법으로 형성된 과립의 탄화규소 분말의 산포(D90/D10),

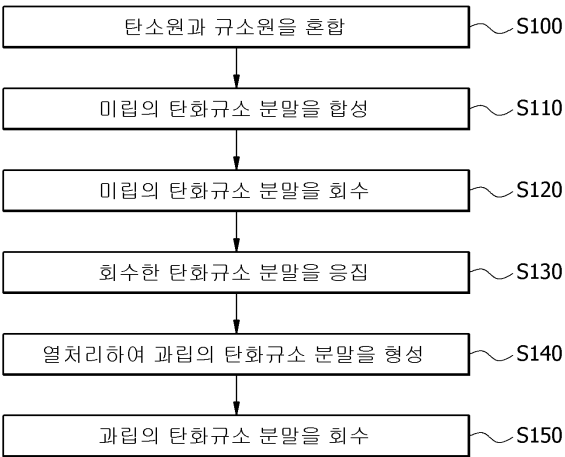
즉 입도(D10)에 대한 입도(D90)의 비는 1 내지 3이다. 이로 보아, 균일한 입도 분포를 가지는 과립의 탄화규소 분말을 얻을 수 있음을 알 수 있다.

[0040] 불균일한 입도 분포, 즉 높은 산포를 가지는 탄화규소 분말을 이용하여 단결정 승화하고자 하는 경우, 불균일한 크기의 기공이 발생하여 탄화규소 분말의 온도 구배가 달라지고, 승화량 및 승화 속도를 조절하기 어렵다. 이에 반해, 균일한 입도 분포, 즉 낮은 산포를 가지는 탄화규소 분말을 이용하여 단결정 승화하는 경우, 균일한 크기의 기공으로 인하여 탄화규소 분말의 온도 구배 조절이 용이하고, 승화량 및 승화 속도를 조절하기 용이하다. 이에 따라, 높은 품질의 단결정을 얻을 수 있다.

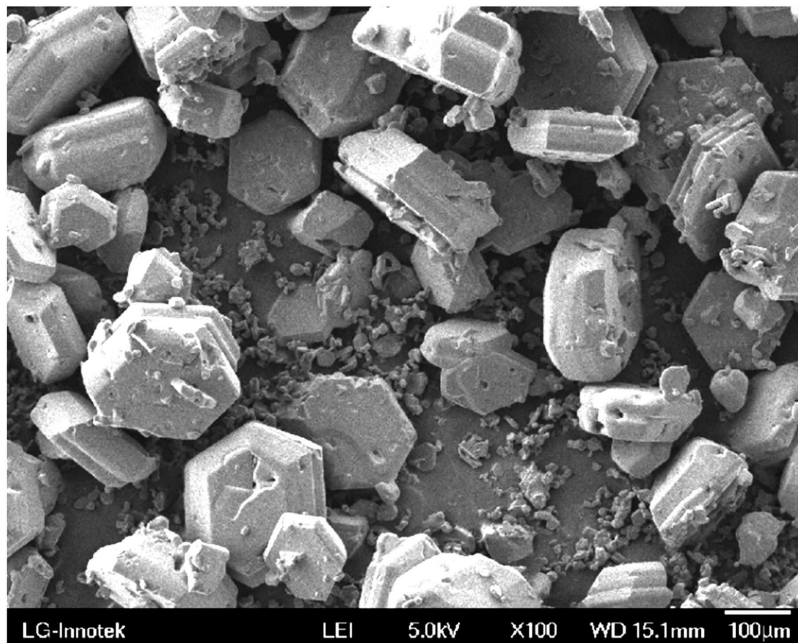
[0041] 상기에서는 본 발명의 바람직한 실시예를 참조하여 설명하였지만, 해당 기술 분야의 숙련된 당업자는 하기의 특허 청구의 범위에 기재된 본 발명의 사상 및 영역으로부터 벗어나지 않는 범위 내에서 본 발명을 다양하게 수정 및 변경시킬 수 있음을 이해할 수 있을 것이다.

도면

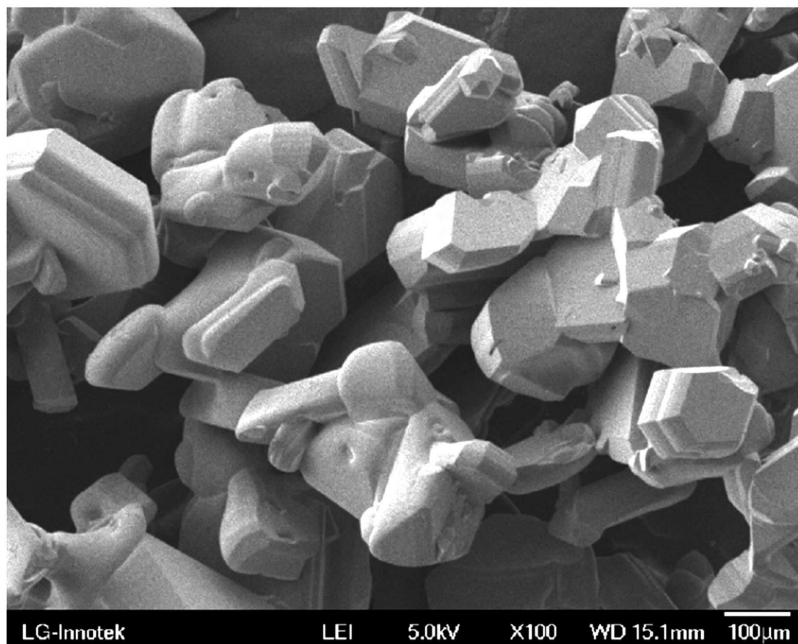
도면1



도면2



도면3



【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 7

【변경전】

분말은 상기 입도 분포가

【변경후】

분말은 입도 분포가