



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2024년12월02일
(11) 등록번호 10-2735535
(24) 등록일자 2024년11월25일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
G01N 23/2251 (2018.01) G01N 1/28 (2006.01)
G01N 23/2202 (2018.01) G01N 23/2206 (2018.01)
H01J 37/244 (2006.01) H01J 37/28 (2006.01)
(52) CPC특허분류
G01N 23/2251 (2013.01)
G01N 1/28 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2022-0075966
(22) 출원일자 2022년06월22일
심사청구일자 2022년06월22일
(65) 공개번호 10-2024-0000011
(43) 공개일자 2024년01월02일
(56) 선행기술조사문헌
KR1020210097749 A*
KR1020210035356 A*
KR1020130087215 A
KR1020090097118 A
*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
오씨아이 주식회사
서울특별시 중구 소공로 94 (소공동)
(72) 발명자
이승연
경기도 성남시 중원구 사기막골로62번길 61 (상대원동, OCI중앙연구소)
김태홍
경기도 성남시 중원구 사기막골로62번길 61 (상대원동, OCI중앙연구소)
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인 고려

전체 청구항 수 : 총 5 항

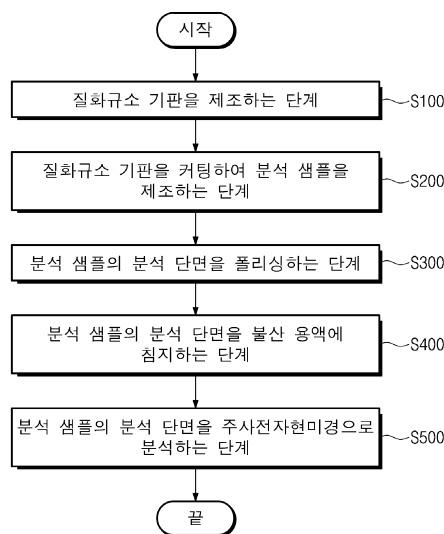
심사관 : 정치영

(54) 발명의 명칭 질화규소 기판의 분석 방법

(57) 요약

본 발명은 질화규소 기판의 분석 방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는, 질화규소 기판을 제조하는 단계; 상기 질화규소 기판을 커팅하여 분석 샘플을 제조하는 단계; 상기 분석 샘플의 분석 단면을 폴리싱하는 단계; 상기 분석 샘플의 상기 분석 단면을 불산 용액에 침지하는 단계; 및 상기 분석 샘플의 상기 분석 단면을 주사전자현미경으로 분석하는 단계를 포함한다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

G01N 23/2202 (2013.01)

G01N 23/2206 (2013.01)

H01J 37/244 (2020.05)

H01J 37/28 (2020.05)

G01N 2223/418 (2013.01)

G01N 2223/611 (2013.01)

(72) 발명자

어경복

경기도 성남시 중원구 사기막골로62번길 61 (상대원동, OCI중앙연구소)

지은옥

경기도 성남시 중원구 사기막골로62번길 61 (상대원동, OCI중앙연구소)

명세서

청구범위

청구항 1

질화규소 기판을 제조하는 단계;
상기 질화규소 기판을 커팅하여 분석 샘플을 제조하는 단계;
상기 분석 샘플을 몰드로 몰딩하고, 상기 몰드는 분석 단면을 노출시키는 단계;
상기 분석 샘플의 분석 단면을 폴리싱하는 단계;
상기 분석 샘플의 상기 분석 단면을 불산 용액에 침지하는 단계; 및
상기 분석 샘플의 상기 분석 단면을 주사전자현미경으로 분석하는 단계를 포함하고,
상기 폴리싱 단계 및 상기 불산 용액의 침지 단계는 상기 몰드 상에서 수행되며,
상기 불산 용액의 농도는 30% 내지 70%이고,
상기 침지 단계는 6시간 내지 12시간동안 수행되는,
질화규소 기판의 분석 방법.

청구항 2

삭제

청구항 3

삭제

청구항 4

제1항에 있어서,
상기 분석 샘플은 상기 분석 단면이 노출되도록 상기 몰드 내에 세워져서 매립되는, 질화규소 기판의 분석 방법.

청구항 5

제1항에 있어서,
상기 분석 단면이 상기 불산 용액에 완전히 접촉하도록 상기 몰드는 뒤집어져 상기 불산 용액 내에 침지되는, 질화규소 기판의 분석 방법.

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 주사전자현미경으로 분석하는 단계는 후방 산란 전자(Back Scattered Electron, BSE)를 이용하는, 질화규소 기판의 분석 방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 질화규소 기판을 제조하는 단계는:

질화규소 분말, 마그네슘 산화물을 함유하는 세라믹 첨가제 및 용매를 혼합하여 슬러리를 형성하는 단계;

상기 슬러리를 성형하여 시트를 형성하는 단계;

하부 플레이트 및 상부 플레이트 사이에 적어도 하나의 상기 시트를 샌드위치하여, 적층 구조체를 형성하는 단계;

상기 적층 구조체에 탈지 공정을 수행하는 단계; 및

상기 적층 구조체에 소결 공정을 수행하는 단계를 포함하는, 질화규소 기판의 분석 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 질화규소 기판의 분석 방법에 관한 것으로, 보다 구체적으로 주사전자현미경을 이용한 질화규소 기판의 분석 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0003] 높은 전기절연성 및 열전도율을 가지는 세라믹 소재는, 소자의 발생열을 빠르게 전달하는 열매체로서의 사용될 수 있다. 세라믹 소재는 수송기기용 소자의 기판, 고집적 전자회로용 기판, 레이저 발진부의 방열 부품, 반도체 제조 장치의 반응 용기 부품 및 정밀 기계 부품으로 사용되고 있다.

[0004] 특히, 고출력용 파워 소자에 사용되는 세라믹 기판은, 높은 절연성, 높은 내전압성, 높은 열 전도도, 높은 강도, 및 낮은 유전율이 요구된다. 이러한 요구에 알맞은 세라믹 기판으로는, 질화알루미늄 기판, 알루미늄 기판, 질화규소 기판 등이 있다.

[0005] 질화규소(Si_3N_4) 기판은 고강도(500 MPa 내지 800 MPa), 고인성(5 MPa·m 내지 8 MPa·m), 및 실리콘(Si)과의 열팽창계수 적합성이 우수하다. 나아가 질화규소(Si_3N_4) 기판은 높은 열전도도(70 W/mK 내지 170 W/mK)를 갖는다. 즉, 질화규소(Si_3N_4) 기판은 차세대 고출력 파워 소자의 소재로 적합하다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0007] 본 발명이 해결하고자 하는 과제는 정밀도가 향상된 질화규소 기판의 분석 방법을 제공하는데 있다.

과제의 해결 수단

[0009] 본 발명의 개념에 따른, 질화규소 기판의 분석 방법은, 질화규소 기판을 제조하는 단계; 상기 질화규소 기판을 커팅하여 분석 샘플을 제조하는 단계; 상기 분석 샘플의 분석 단면을 폴리싱하는 단계; 상기 분석 샘플의 상기 분석 단면을 불산 용액에 침지하는 단계; 및 상기 분석 샘플의 상기 분석 단면을 주사전자현미경으로 분석하는 단계를 포함할 수 있다.

발명의 효과

[0011] 본 발명에 따른 질화규소 기판의 분석 방법은, 샘플의 분석 단면을 물리적 처리(예를 들어, 폴리싱)뿐만 아니라

화학적 처리(예를 들어, 불산 처리)를 통해 분석의 정밀도를 향상시킬 수 있다. 본 발명은 분석 효율을 높일 수 있는 몰드의 사용, 최적의 화학 처리 시간 및 최적의 분석 방식을 채택함으로써, 분석 단면의 SiN 결정립계를 정밀하게 관측 및 분석할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0013] 도 1은 본 발명의 실시예들에 따른 질화규소 기판의 분석 방법을 설명하기 위한 흐름도이다.
- 도 2은 본 발명의 실시예들에 따른 질화규소 기판의 제조 방법을 설명하기 위한 흐름도이다.
- 도 3는 도 2의 제1 단계를 설명하기 위한 개략도이다.
- 도 4a 내지 도 4c는 도 2의 제2 단계를 설명하기 위한 개략도이다.
- 도 5는 도 2의 제3 단계를 설명하기 위한 개략도이다.
- 도 6는 도 2의 제4 단계를 설명하기 위한 개략도이다.
- 도 7은 도 2의 제5 단계를 설명하기 위한 개략도이다.
- 도 8은 도 2의 제6 단계를 설명하기 위한 개략도이다.
- 도 9은 도 2의 제7 단계를 설명하기 위한 개략도이다.
- 도 10은 도 1의 분석 샘플을 제조하는 단계를 설명하기 위한 개략도이다.
- 도 11은 도 1의 폴리싱 단계를 설명하기 위한 개략도이다.
- 도 12는 도 1의 불산 용액에 침지하는 단계를 설명하기 위한 개략도이다.
- 도 13는 도 1의 주사전자현미경으로 분석하는 단계를 설명하기 위한 개략도이다.
- 도 14는 본 발명의 비교예에 따른 분석 단면의 SEM 이미지이다.
- 도 15는 본 발명의 실험예 1 내지 6에 따른 분석 단면의 SEM 이미지이다.
- 도 16은 본 발명의 SE 방식에 따른 분석 단면의 SEM 이미지이다.
- 도 17은 본 발명의 BSE 방식에 따른 분석 단면의 SEM 이미지이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0014] 본 발명의 구성 및 효과를 충분히 이해하기 위하여, 첨부한 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시예들을 설명한다. 그러나 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라, 여러가지 형태로 구현될 수 있고 다양한 변경을 가할 수 있다. 단지, 본 실시예들의 설명을 통해 본 발명의 개시가 완전하도록 하며, 본 발명이 속하는 기술 분야의 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려주기 위하여 제공되는 것이다.
- [0015] 본 명세서의 다양한 실시예들에서 제1, 제2, 제3 등의 용어가 다양한 구성요소들을 기술하기 위해서 사용되었지만, 이들 구성요소들이 이 같은 용어들에 의해서 한정되어서는 안 된다. 이들 용어들은 단지 어느 구성요소를 다른 구성요소와 구별시키기 위해서 사용되었을 뿐이다. 여기에 설명되고 예시되는 실시예들은 그것의 상보적인 실시예들도 포함한다.
- [0016] 본 명세서에서 사용된 용어는 실시예들을 설명하기 위한 것이며 본 발명을 제한하고자 하는 것은 아니다. 본 명세서에서, 단수형은 문구에서 특별히 언급하지 않는 한 복수형도 포함한다. 명세서에서 사용되는 '포함한다(comprises)' 및/또는 '포함하는(comprising)'은 언급된 구성요소는 하나 이상의 다른 구성요소의 존재 또는 추가를 배제하지 않는다.
- [0018] 도 1은 본 발명의 실시예들에 따른 질화규소 기판의 분석 방법을 설명하기 위한 흐름도이다.
- [0019] 도 1을 참조하면, 본 발명에 따른 질화규소 기판의 분석 방법은, 질화규소 기판을 제조하는 단계(S100), 질화규소 기판을 커팅하여 분석 샘플을 제조하는 단계(S200), 분석 샘플의 분석 단면을 폴리싱하는 단계(S300), 분석 샘플의 분석 단면을 불산 용액에 침지하는 단계(S400), 및 분석 샘플의 분석 단면을 주사전자현미경으로 분석하는 단계(S500)를 포함할 수 있다.
- [0020] 본 발명의 일 실시예로, 제조된 질화규소 기판은 99 wt% 이상의 SiN을 함유하지만, 불순물로 미량의 마그네슘

(Mg) 및 이트륨(Y)을 함유할 수 있다. 질화규소 기판의 단면을 주사전자현미경으로 분석할 때, 상기 불순물은 노이즈로 작용하여 정밀한 분석을 방해한다.

- [0021] 본 발명에 따르면, 질화규소 기판의 분석 단면을 물리적 처리(예를 들어, 폴리싱)뿐만 아니라 화학적 처리(불산 용액 처리)를 통해 분석 단면의 불순물을 모두 제거하여 정밀한 분석을 달성할 수 있다. 이하, 도 2 내지 도 9를 참조하여 질화규소 기판을 제조하는 단계(S100)에 대해 보다 상세히 설명한다.
- [0023] 도 2는 본 발명의 실시예들에 따른 질화규소 기판의 제조 방법을 설명하기 위한 흐름도이다. 도 2를 참조하면, 본 발명의 실시예들에 따른 질화규소 기판의 제조 방법은, 세라믹 첨가제를 준비하는 제1 단계(S110), 질화규소 분말, 세라믹 첨가제 및 용매를 혼합하여 슬러리를 형성하는 제2 단계(S120), 슬러리를 테이프 캐스팅 공정으로 성형하여 시트를 형성하는 제3 단계(S130), 시트를 적층하고 라미네이션 공정을 수행하여 적층 시트를 형성하는 제4 단계(S140), 하부 플레이트 및 상부 플레이트 사이에 적층 시트(SSH)를 샌드위치하여 적층 구조체를 형성하는 제5 단계(S150), 적층 구조체에 탈지 공정을 수행하는 제6 단계(S160), 및 적층 구조체에 소결 공정을 수행하는 제7 단계(S170)를 포함할 수 있다.
- [0024] 도 3는 도 2의 제1 단계를 설명하기 위한 개략도이다.
- [0025] 도 2 및 도 3를 참조하면, 제1 용기(CON1) 내에 제1 볼들(BA1) 및 제1 혼합물(MI1)이 제공될 수 있다. 제1 혼합물(MI1)은, 세라믹 분말 및 용매를 포함할 수 있다. 구체적으로, 제1 용기(CON1) 내에 제1 볼들(BA1) 및 용매를 넣을 수 있다. 용매에 세라믹 분말을 넣을 수 있다. 제1 볼들(BA1)은, 지르코니아와 같은 세라믹을 포함할 수 있다. 상기 용매는 유기 용매로서, 예를 들어, 에탄올을 포함할 수 있다. 상기 세라믹 분말은, 이트륨 산화물(Y_2O_3) 및 마그네슘 산화물(MgO)을 포함할 수 있다.
- [0026] 제1 혼합물(MI1)을 혼합 장치로 혼합하여, 제1 혼합물(MI1) 내에서 상기 세라믹 분말이 균일하게 혼합될 수 있다. 제1 볼들(BA1)은 물리적으로 상기 세라믹 분말이 균일하게 혼합되는 것을 도울 수 있다. 구체적으로, 제1 혼합물(MI1) 내에서 이트륨 산화물 분말 및 마그네슘 산화물 분말이 균일하게 혼합될 수 있다.
- [0027] 혼합이 완료된 후, 제1 볼들(BA1)을 제거할 수 있다. 제1 혼합물(MI1)을 건조하여, 용매를 모두 증발시킬 수 있다. 결과적으로, 분말 형태의 세라믹 첨가제(SA)를 얻을 수 있다(S110). 세라믹 첨가제(SA)는 이트륨 산화물(Y_2O_3) 및, 마그네슘 산화물(MgO)을 포함할 수 있다.
- [0028] 본 발명의 일 실시예로, 세라믹 첨가제(SA)는 이트륨 산화물(Y_2O_3) 및 마그네슘 산화물(MgO)만으로 구성될 수 있다. 본 발명의 다른 실시예로, 세라믹 첨가제(SA)는 이트륨 산화물(Y_2O_3) 및 마그네슘 산화물(MgO)뿐만 아니라, 추가적인 산화물(예를 들어, 지르코늄 산화물)을 더 포함할 수도 있다.
- [0029] 세라믹 첨가제(SA)에 대한 상기 이트륨 산화물(Y_2O_3)의 질량 비는 0.3 내지 0.5일 수 있다. 세라믹 첨가제(SA)에 대한 상기 마그네슘 산화물(MgO)의 질량 비는 0.5 내지 0.7일 수 있다. 세라믹 첨가제(SA) 내에서 이트륨(Y)에 대한 마그네슘(Mg)의 원자비는 3 내지 5일 수 있다. 다시 말하면, 세라믹 첨가제(SA) 내의 마그네슘 원자들의 개수는 이트륨 원자들의 개수의 3배 내지 5배일 수 있다.
- [0030] 도 4a 내지 도 4c는 도 2의 제2 단계를 설명하기 위한 개략도이다.
- [0031] 도 2 및 도 4a를 참조하면, 제2 용기(CON2) 내에 용매(SV) 및 제2 볼들(BA2)이 제공될 수 있다. 용매(SV)는 유기 용매로서, 예를 들어, 이소프로필알콜 및 톨루엔을 포함할 수 있다. 이소프로필알콜 및 톨루엔은 4:6의 부피 비로 혼합될 수 있다. 제2 볼들(BA2)은 질화규소를 포함할 수 있다.
- [0032] 제2 용기(CON2)의 용매(SV)에, 질화규소(Si_3N_4) 분말(SNP), 세라믹 첨가제(SA), 및 분산제(DIS)를 넣어 제2 혼합물(MI2)이 준비될 수 있다. 세라믹 첨가제(SA)는 앞서 제1 단계(S110)를 통해 준비된 것일 수 있다. 분산제(DIS)는 시중에 판매되는 분산제(DIS)를 사용할 수 있으며, 예를 들어, BYK-111을 사용할 수 있다.
- [0033] 용매(SV)는, 제2 혼합물(MI2)의 전체 부피에 대해 40 Vol% 내지 60 Vol%를 가질 수 있다. 질화규소 분말(SNP)은, 제2 혼합물(MI2)의 전체 부피에 대해 15 Vol% 내지 25 Vol%를 가질 수 있다. 세라믹 첨가제(SA)는, 제2 혼합물(MI2)의 질량에 대해 5 wt% 내지 10 wt%를 가질 수 있다. 보다 구체적으로, 세라믹 첨가제(SA)는, 제2 혼합물(MI2)의 질량에 대해 5 wt% 내지 7 wt%를 가질 수 있다.
- [0034] 제2 혼합물(MI2) 내의 세라믹 첨가제(SA)의 함량이 10 wt%를 넘을 경우, 제조되는 질화규소 기판의 물성(예를 들어, 열전도도)이 크게 저하될 수 있다. 또한 질화규소 기판의 순도가 감소할 수 있다. 따라서 세라믹 첨가제

(SA)의 투입량은 5 wt% 내지 10 wt%, 보다 바람직하기로 5 wt% 내지 7 wt%로 엄격히 제한될 수 있다.

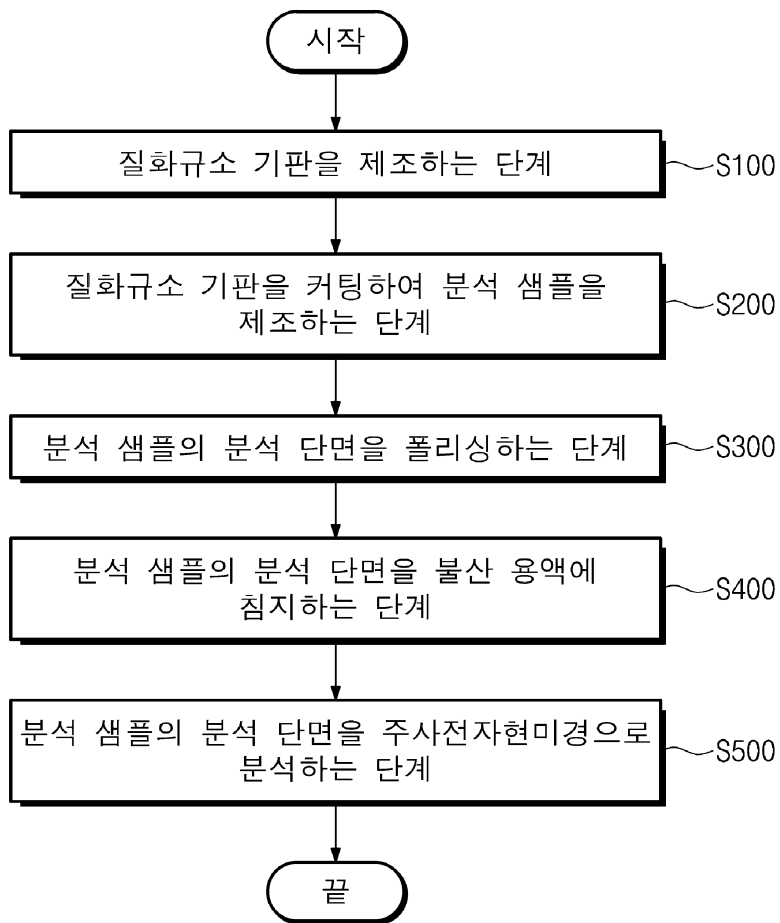
- [0035] 제2 혼합물(MI2)에 대해 제1 볼 밀링(ball milling) 공정을 수행하여, 제2 혼합물(MI2)을 균일하게 혼합할 수 있다. 제2 볼들은 물리적으로 제2 혼합물(MI2)이 균일하게 혼합되는 것을 도울 수 있다.
- [0036] 구체적으로 제1 볼 밀링 공정은, 제2 혼합물(MI2)이 담긴 제2 용기를 볼 밀링기(ball milling machine)를 이용하여 일정 속도로 회전시키는 것을 포함할 수 있다. 제2 용기가 회전하면서, 제2 용기 내 제2 볼들에 의해 기계적 분쇄 및 균일 혼합이 수행될 수 있다. 볼 밀링기의 회전속도는 100 rpm 내지 500 rpm일 수 있다.
- [0037] 도 2 및 도 4b를 참조하면, 제1 볼 밀링 공정 후, 제2 혼합물(MI2)에 바인더(BI) 및 가소제(PL)를 첨가하여 제3 혼합물(MI3)이 준비될 수 있다. 바인더(BI)는 에틸 셀룰로오스, 메틸 셀룰로오스, 니트로 셀룰로오스, 카르복시 셀룰로오스와 같은 셀룰로오스 유도체, 폴리비닐알콜, 아크릴산에스테르, 메타크릴산에스테르, 폴리비닐부티랄과 같은 수지, 및 상기 유도체와 상기 수지의 혼합물 중 적어도 하나를 포함할 수 있다. 예를 들어, 바인더(BI)는 폴리비닐 부티랄(polyvinyl butyral, PVB)을 포함할 수 있다. 가소제(PL)는 디부틸 프탈레이트(Dibutyl phthalate) 또는 디옥틸 프탈레이트(Deoctyl phthalate)를 포함할 수 있다. 첨가되는 가소제(PL)의 질량은, 첨가되는 바인더(BI)의 질량의 약 50%일 수 있다. 추가적으로, 제2 혼합물(MI2)에 용매를 더 첨가할 수 있다.
- [0038] 제3 혼합물(MI3)에 대해 제2 볼 밀링 공정을 수행하여, 제3 혼합물(MI3)을 균일하게 혼합할 수 있다. 제2 볼 밀링 공정을 통해 제3 혼합물(MI3)이 균일하게 혼합됨으로써, 슬러리(SL)가 형성될 수 있다(S120). 제2 볼 밀링 공정은 앞서 설명한 제1 볼 밀링 공정과 실질적으로 동일하거나 유사할 수 있다. 이후 제2 볼들은 제거될 수 있다.
- [0039] 도 2 및 도 4c를 참조하면, 제2 볼 밀링 공정으로 형성된 슬러리(SL)를 에이징하여, 슬러리(SL)로부터 휘발성 기체를 제거할 수 있다. 슬러리(SL)를 에이징하는 동안, 교반기(SIT)를 이용해 슬러리(SL)를 교반시킬 수 있다. 에이징은 약 24시간 동안 수행될 수 있다.
- [0040] 도 5는 도 2의 제3 단계를 설명하기 위한 개략도이다.
- [0041] 도 2 및 도 5를 참조하면, 제2 단계(S120)에서 준비된 슬러리(SL)를 테이프 캐스팅 공정으로 성형하여, 시트(SH)를 형성할 수 있다(S130). 구체적으로 테이프 캐스팅 공정은, 일정한 댐 높이로 셋팅된 블레이드에 슬러리(SL)를 붓고, 움직이는 기관 필름 상에 슬러리(SL)가 도포되게 할 수 있다. 기관 필름 상에 도포된 슬러리(SL)로부터 용매를 휘발시키고 이를 떼어내어 시트(SH) 성형체를 얻을 수 있다. 상기 기관 필름은 스테인레스 스틸 테이프, 기름 종이 테이프, 또는 폴리에스테르와 같은 고분자 테이프가 사용될 수 있다. 예를 들어, 약 0.3mm의 댐 높이로 셋팅된 닥터블레이드에 슬러리(SL)를 붓고, 소정 속도(예컨대, 0.1 m/min 내지 1 m/min)로 이동하는 기관 필름을 상에 슬러리(SL)가 도포될 수 있다. 이후 건조 공정과 기관 필름을 떼어내는 공정을 수행하여 시트(SH)를 얻을 수 있다.
- [0042] 테이프 캐스팅 공정은 30℃ 내지 80℃에서 수행될 수 있다. 테이프 캐스팅 공정으로 형성된 시트(SH)를 적절한 사이즈로 커팅할 수 있다. 시트(SH)의 두께는 0.1mm 내지 0.16mm일 수 있다.
- [0043] 시트(SH)는 M X N의 사이즈를 가질 수 있다. 상기 M 및 N 각각은 40 mm 내지 200 mm일 수 있으나 특별히 제한되는 것은 아니다. 즉 목적하는 기관의 사이즈에 따라 M 및 N 각각은 변경될 수 있다.
- [0044] 도 6는 도 2의 제4 단계를 설명하기 위한 개략도이다.
- [0045] 도 2 및 도 6를 참조하면, 제3 단계(S130)에서 준비된 복수개의 시트들(SH)을 적층할 수 있다. 적층된 시트들(SH) 상에 라미네이션 공정을 수행하여, 적층 시트(SSH)가 형성될 수 있다(S140). 일 예로, 3개 내지 5개의 시트들(SH)이 적층되어, 적층 시트(SSH)를 구성할 수 있다. 라미네이션 공정은 약 10 MPa의 압력 및 약 60℃의 온도에서 수행될 수 있다.
- [0046] 적층 시트(SSH)를 가압할 수 있다. 상기 가압 공정은, 온간정수압프레스(Warm Isostatic Press, WIP)를 이용할 수 있다. 상기 가압 공정은 약 30 MPa의 압력 및 약 70℃의 온도에서 수행될 수 있다. 최종적으로, 적층 시트(SSH)의 두께(TH)는 0.3mm 내지 4mm일 수 있다.
- [0047] 적층 시트(SSH)는 시트들(SH)이 중첩된 것으로, 적층 시트(SSH)의 사이즈 역시 시트(SH)의 사이즈와 실질적으로 동일할 수 있다. 다시 말하면, 적층 시트(SSH)는 M X N의 사이즈를 가질 수 있다. 상기 M 및 N 각각은 40 mm 내지 200 mm일 수 있다.
- [0048] 도 7은 도 2의 제5 단계를 설명하기 위한 개략도이다.

- [0049] 도 2 및 도 7을 참조하면, 적층 구조체(SS)가 준비될 수 있다. 적층 구조체(SS)는, 하부 플레이트(PLT1), 상부 플레이트(PLT2) 및 이들 사이에 개재된 적층 시트(SSH)를 포함할 수 있다. 적층 구조체(SS)를 준비하는 것은, 하부 플레이트(PLT1) 및 상부 플레이트(PLT2) 사이에 제4 단계(S140)에서 준비된 적층 시트(SSH)를 샌드위치하는 것을 포함할 수 있다(S150). 도 7에서는 하부 플레이트(PLT1) 및 상부 플레이트(PLT2) 사이에 하나의 적층 시트(SSH)가 개재되는 것을 예시하였지만, 본 발명은 여기에 제한되지 않는다. 예를 들어, 하부 플레이트(PLT1) 및 상부 플레이트(PLT2) 사이에 두 개 이상의 적층 시트들(SSH)이 개재될 수도 있다.
- [0050] 적층 구조체(SS)를 준비하기 전에, 보론 질화물(BN)을 적층 시트(SSH)에 고르게 도포할 수 있다. 하부 플레이트(PLT1) 및 상부 플레이트(PLT2)는 보론 질화물을 포함할 수 있다.
- [0051] 도 8은 도 2의 제6 단계를 설명하기 위한 개략도이다.
- [0052] 도 2 및 도 8을 참조하면, 제5 단계(S150)에서 준비된 적층 구조체(SS) 상에 탈지 공정(Binder Burn Out, B.B.O.)이 수행될 수 있다(S160). 이로써, 적층 시트(SSH) 내의 바인더, 분산제 및 가소제와 같은 유기물들이 모두 소각되어 제거될 수 있다. 탈지 공정은 대기로(atmospheric furnace, AF) 내에서 약 600°C의 온도에서 약 12시간 동안 수행될 수 있다. 즉, 탈지 공정은 대기(공기) 하에서 수행될 수 있다.
- [0053] 도 9은 도 2의 제7 단계를 설명하기 위한 개략도이다.
- [0054] 도 2 및 도 9을 참조하면, 제6 단계(S160) 이후, 도가니(CRU) 내에 적층 구조체(SS)가 제공될 수 있다. 도가니(CRU) 내에 베딩 분말(BNP)을 넣어, 적층 구조체(SS)가 베딩 분말(BNP) 내에 묻힐 수 있다. 베딩 분말(BNP)은 보론 질화물 분말, 질화규소 분말, 또는 이들의 혼합물을 포함할 수 있다. 베딩 분말(BNP)이 보론 질화물 분말과 질화규소 분말의 혼합물을 포함할 경우, 보론 질화물 분말과 질화규소 분말은 1:1로 혼합될 수 있다.
- [0055] 도가니(CRU)를 가열하여, 적층 구조체(SS)에 소결 공정이 수행될 수 있다(S170). 이로써 적층 시트(SSH)가 소결되어, 질화규소 기관이 형성될 수 있다. 상기 소결 공정은 1700°C 내지 2100°C의 온도에서 수행될 수 있다. 예를 들어, 상기 소결 공정은 약 1900°C의 온도에서 약 6시간 동안 수행될 수 있다. 상기 소결 공정은 질소 분위기에서 수행될 수 있다. 소결이 완료된 적층 시트(SSH)를 질화규소 기관으로서 수득할 수 있다.
- [0057] 도 10은 도 1의 분석 샘플을 제조하는 단계를 설명하기 위한 개략도이다. 도 1 및 도 10을 참조하면, 소결이 완료됨으로써 준비된 질화규소 기관(SNS)을 커팅하여 분석 샘플(ANS)을 제조할 수 있다(S200). 분석 샘플(ANS)은 분석에 적합한 사이즈로 커팅될 수 있다. 예를 들어, 분석 샘플(ANS)은 10mm X 10mm 또는 이보다 큰 크기를 가질 수 있다. 한편 분석 샘플(ANS)의 두께는 질화규소 기관(SNS)의 두께와 실질적으로 동일할 수 있다.
- [0058] 도 11은 도 1의 폴리싱 단계를 설명하기 위한 개략도이다. 도 1 및 도 11을 참조하면, 먼저 분석 샘플(ANS)의 분석 단면(ASF)을 고정할 수 있는 몰드(MLD)가 준비될 수 있다. 몰드(MLD)는 고분자 몰드이며, 분석 샘플(ANS)이 몰드(MLD) 내에 매립(embedded)될 수 있다. 분석 샘플(ANS)은 분석 단면(ASF)이 노출되도록 세워진 상태로 몰드(MLD) 내에 매립될 수 있다. 다시 말하면, 몰드(MLD)의 상면을 통해 분석 샘플(ANS)의 분석 단면(ASF)이 노출될 수 있다. 분석 샘플(ANS)의 나머지 면들은 몰드(MLD)에 의해 덮일 수 있다.
- [0059] 몰드(MLD)에 의해 고정된 분석 샘플(ANS) 상에 폴리싱 공정이 수행될 수 있다(S300). 보다 구체적으로, 몰드(MLD)의 상면 및 분석 단면(ASF) 상에 폴리싱 공정(PLS)이 수행될 수 있다. 폴리싱 공정(PLS)은 물리적 연마로서, 연마제(예를 들어, SiC 및/또는 다이아몬드) 및 초음파 클리닝(water sonic)을 이용할 수 있다.
- [0060] 폴리싱 공정(PLS)을 통해 분석 단면(ASF)이 매끈하게 연마될 수 있다. 폴리싱 공정(PLS) 이후, 광학 현미경(예를 들어, 150배 광학 현미경)을 통해 분석 단면(ASF)을 관측하여 폴리싱 공정(PLS)이 잘 수행되었는지 여부를 확인할 수 있다. 만약 광학 현미경을 통해 분석 단면(ASF)에 선이나 얼룩이 존재함이 확인된다면, 폴리싱 공정(PLS)이 다시 수행될 수 있다.
- [0061] 도 12는 도 1의 불산 용액에 침지하는 단계를 설명하기 위한 개략도이다. 도 1 및 도 12를 참조하면, 분석 샘플(ANS)이 매립된 몰드(MLD)를 불산 용액(HFS) 내에 침지할 수 있다(S400). 분석 샘플(ANS)의 분석 단면(ASF)이 불산 용액(HFS)에 완전히 접촉하도록, 몰드(MLD)를 뒤집어서 불산 용액(HFS) 내에 완전히 잠기도록 침지시킬 수 있다.
- [0062] 불산 용액(HFS)의 불산의 농도는 30% 내지 70%일 수 있다. 분석 샘플(ANS)을 불산 용액(HFS)에 침지하는 것은 1시간 내지 24시간 동안 수행될 수 있다. 보다 바람직하기로, 분석 샘플(ANS)을 불산 용액(HFS)에 침지하는 것은 6시간 내지 12시간 동안 수행될 수 있다.

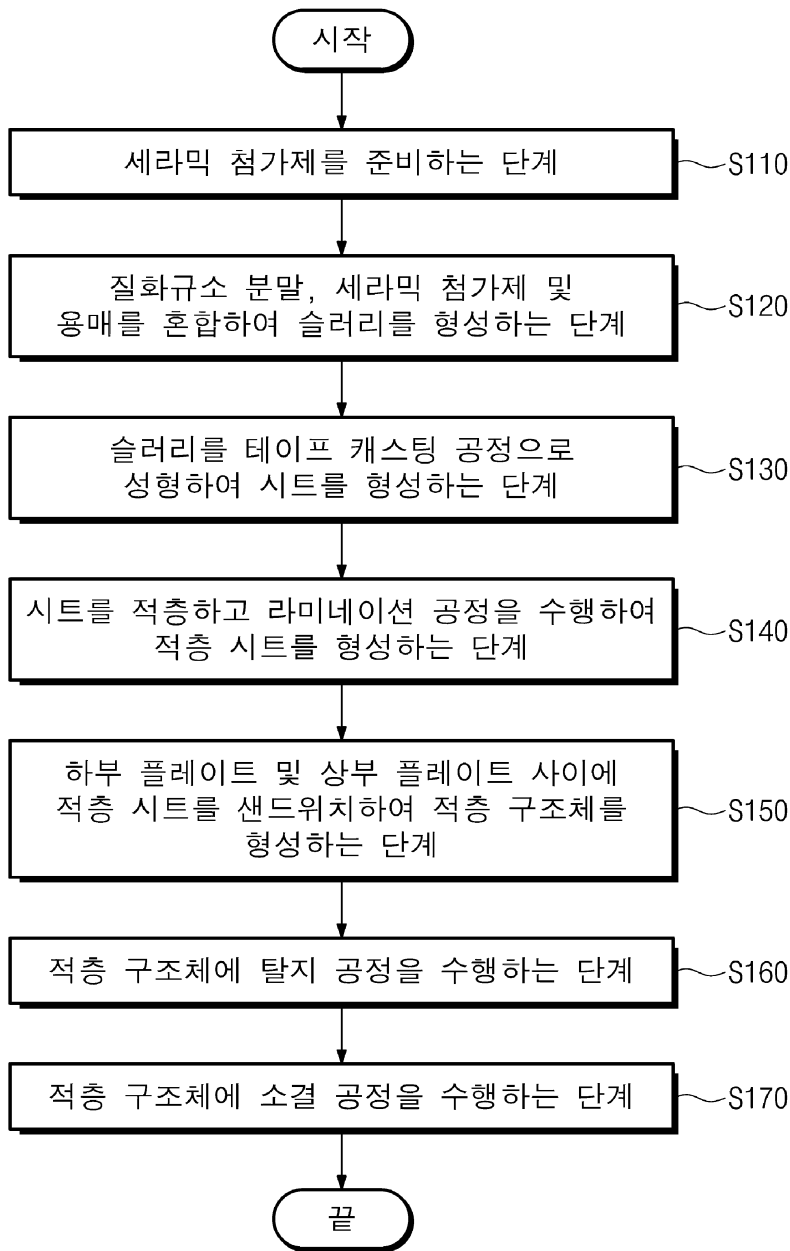
- [0063] 불산 용액(HFS)은, 노출된 분석 단면(ASF) 내의 불순물(예를 들어, 마그네슘 및 이트륨)을 제거할 수 있다. 만약 침지 시간이 6시간 보다 작을 경우, 분석 단면(ASF) 내의 불순물이 충분히 제거되지 못할 수 있다. 만약 침지 시간이 12시간 보다 클 경우, 분석 단면(ASF)에 불산 용액(HFS)에 녹아든 불순물이 재흡착될 수 있다. 따라서 불순물 제거에 있어서 침지 시간은 6시간 내지 12시간이 가장 효과적일 수 있다.
- [0064] 도 13는 도 1의 주사전자현미경으로 분석하는 단계를 설명하기 위한 개략도이다. 도 1 및 도 13을 참조하면, 분석 샘플(ANS)의 분석 단면(ASF)을 주사전자현미경(SEM)을 통해 분석할 수 있다(S500). 구체적으로, 분석 단면(ASF)에 전자 빔(ELB)이 조사되고, 이때 방출된 전자(ELT)를 검출기(DET)로 검출하여 분석 단면(ASF)을 분석할 수 있다.
- [0065] 본 발명의 일 실시예로, 방출된 전자(ELT)는 후방 산란 전자(Back Scattered Electron, BSE)일 수 있다. 즉, 본 발명은 BSE 방식의 SEM 분석 방법을 이용함이 바람직할 수 있다. 본 발명의 다른 실시예로, 방출된 전자(ELT)는 이차 전자(Secondary Electron, SE)일 수도 있다. 즉 본 발명은 SE 방식의 SEM 분석 방법을 이용할 수도 있다.
- [0066] 분석 단면(ASF)을 주사전자현미경(SEM)을 통해 분석함으로써, 분석 단면(ASF)의 SiN의 결정립들(grains) 및 이들 사이의 결정립계(grain boundary)를 측정할 수 있다.
- [0068] **실험예**
- [0069] 본 발명의 도 2 내지 도 9에서 설명한 제조 방법을 통해 질화규소 기판을 제조하였다. 질화규소 기판을 커팅하여 분석 샘플을 제조하였다. 제조된 분석 샘플을 몰드로 몰딩하고, 분석 단면에 폴리싱 공정만을 수행하여 주사전자현미경으로 분석 단면을 분석하였다 (비교예). 그 결과를 도 14에 나타내었다. 도 14에 나타난 비교예에 따른 SEM 이미지는, SiN의 결정립들 및 이들 사이의 결정립계를 관측할 수 없었다.
- [0070] 분석 단면에 폴리싱 공정뿐만 아니라 본 발명에 따른 불산 용액 처리를 추가로 수행하였다. 50% 불산 용액에 침지 시간을 1시간, 2시간, 3시간, 6시간, 12시간 및 24시간으로 변화시켜 각각 실험예 1, 2, 3, 4, 5 및 6의 분석 단면을 준비하였다. 실험예 1, 2, 3, 4, 5 및 6의 분석 단면을 주사전자현미경으로 분석하여 그 결과를 도 15에 나타내었다.
- [0071] 도 15를 참조하면, 불산 용액의 침지 시간이 6시간에 미치지 못하는 실험예 1, 2, 및 3의 경우 SiN의 결정립계가 관측되지 명확하게 나타나진 않았다. 또한 불산 용액의 침지 시간이 12시간을 초과하는 실험예 6의 경우에도 SiN의 결정립계가 관측되지 명확하게 나타나진 않았다. 반면 불산 용액의 침지 시간이 6시간 내지 12시간인 실험예 4 및 5의 경우, SiN의 결정립계가 매우 명확하게 잘 관측됨을 확인하였다.
- [0072] 실험예 5의 분석 단면에 대해 SE 방식으로 SEM 이미지를 측정하여 도 16에 나타내었다. 실험예 5의 분석 단면에 대해 BSE 방식으로 SEM 이미지를 측정하여 도 17에 나타내었다.
- [0073] 도 16 및 도 17을 참조하면, 동일한 분석 단면이라 할지라도 SE 방식(도 16)보다 BSE 방식(도 17)이 SiN의 결정립계가 더욱 명확하고 선명하게 관측됨을 확인할 수 있다. 즉, 질화규소 기판의 단면 분석의 경우 SE 방식보다는 BSE 방식이 더 바람직함을 확인하였다.
- [0075] 이상, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 실시예를 설명하였지만, 본 발명이 속하는 기술분야에서 통상의 지식을 가진 자는 본 발명이 그 기술적 사상이나 필수적인 특징을 변경하지 않고서 다른 구체적인 형태로 실시될 수 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다. 그러므로 이상에서 기술한 실시예에는 모든 면에서 예시적인 것이며 한정적이 아닌 것으로 이해해야만 한다.

도면

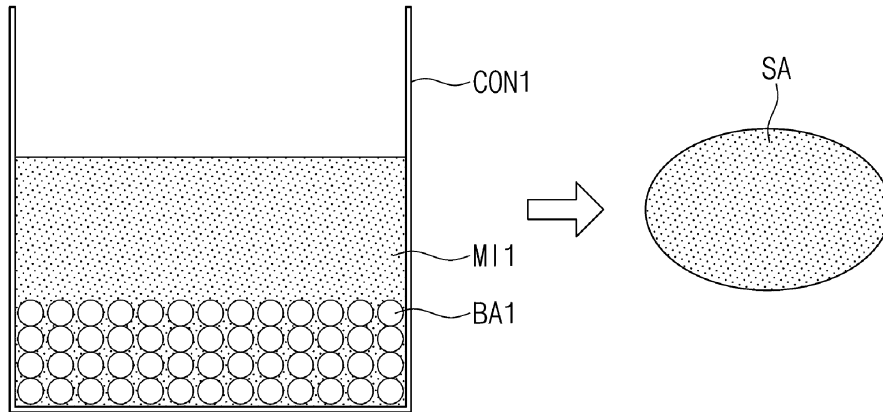
도면1



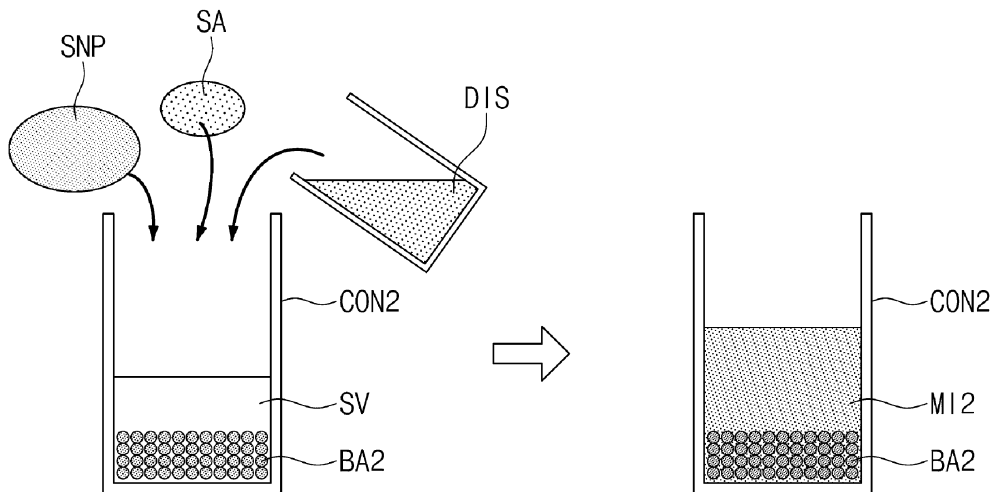
도면2



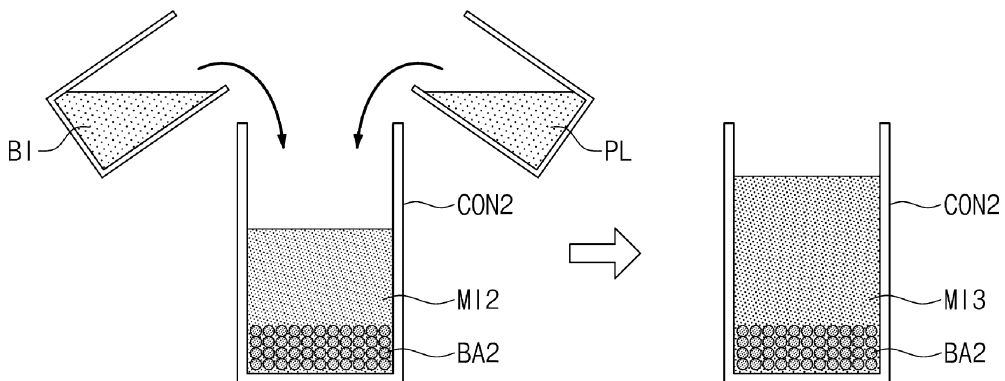
도면3



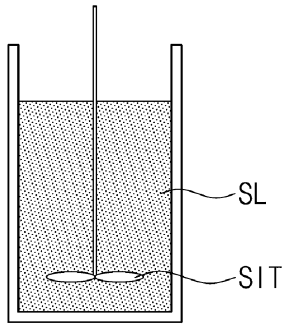
도면4a



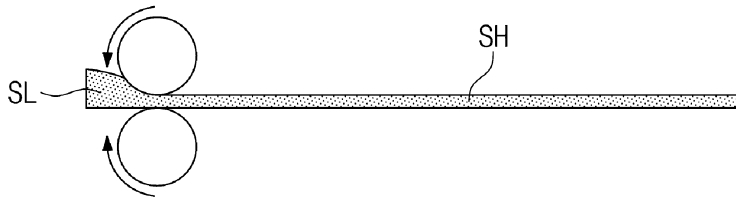
도면4b



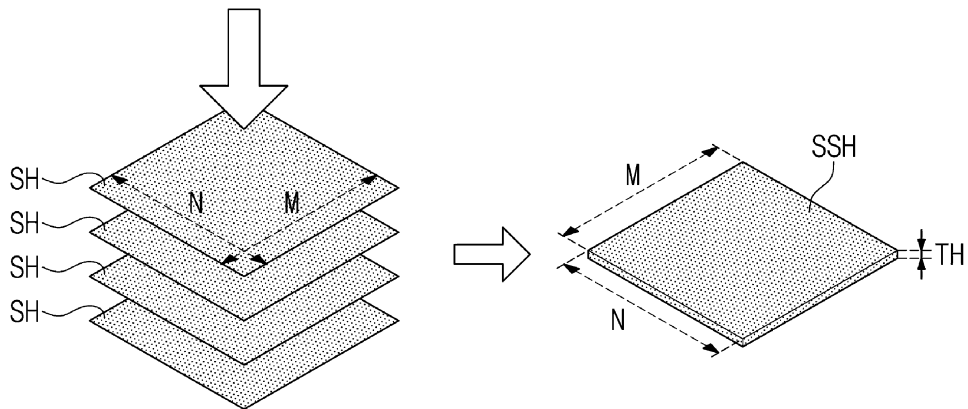
도면4c



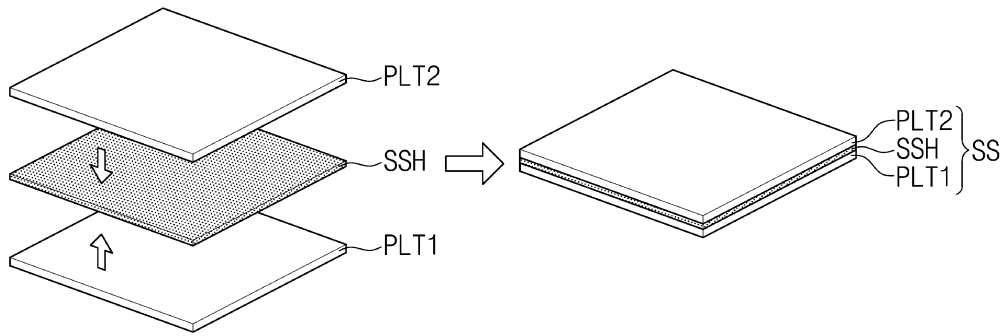
도면5



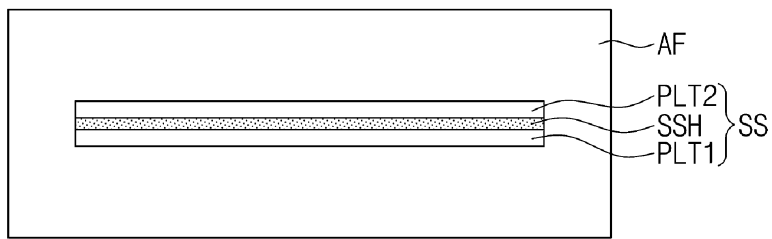
도면6



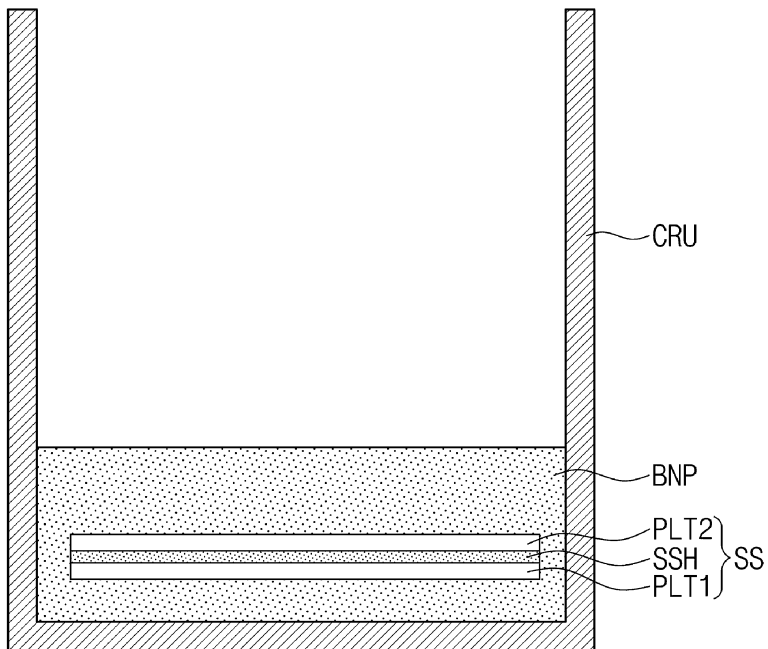
도면7



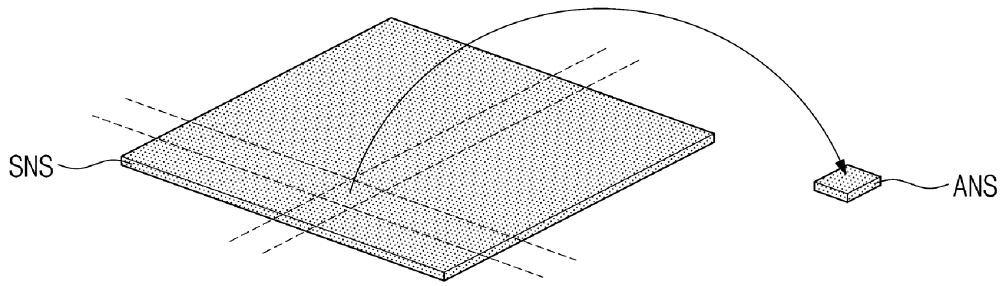
도면8



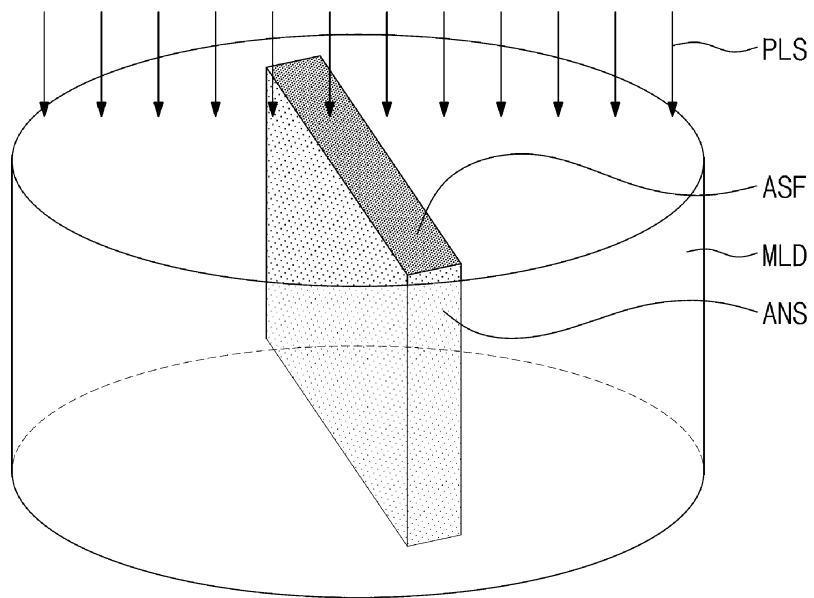
도면9



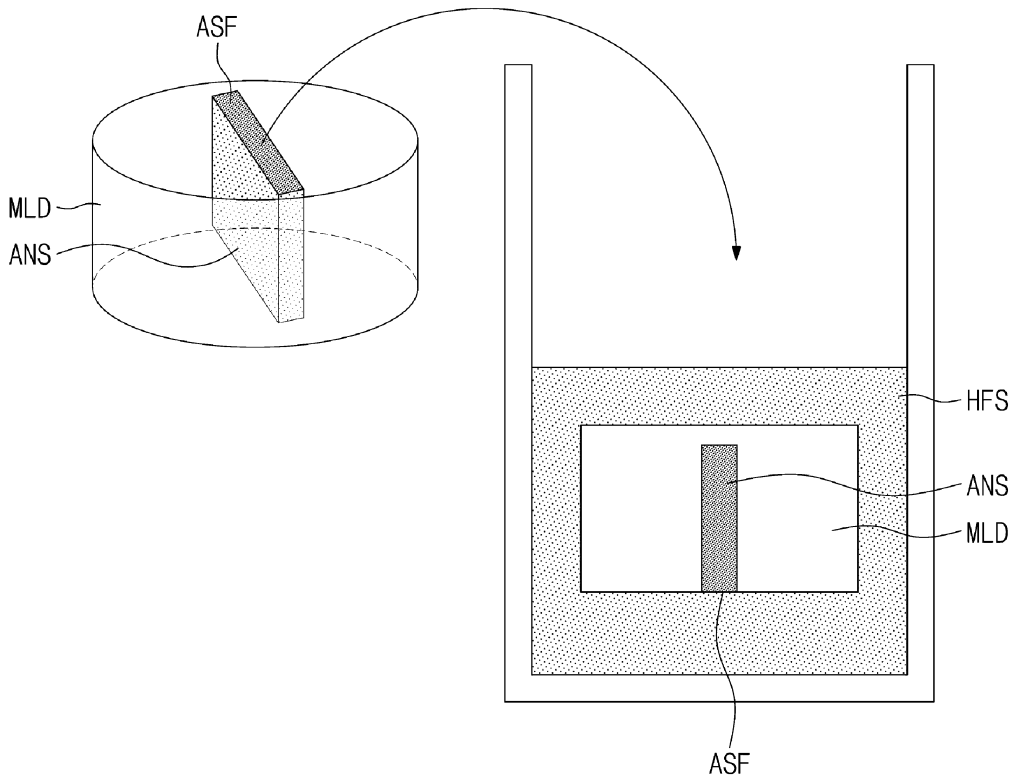
도면10



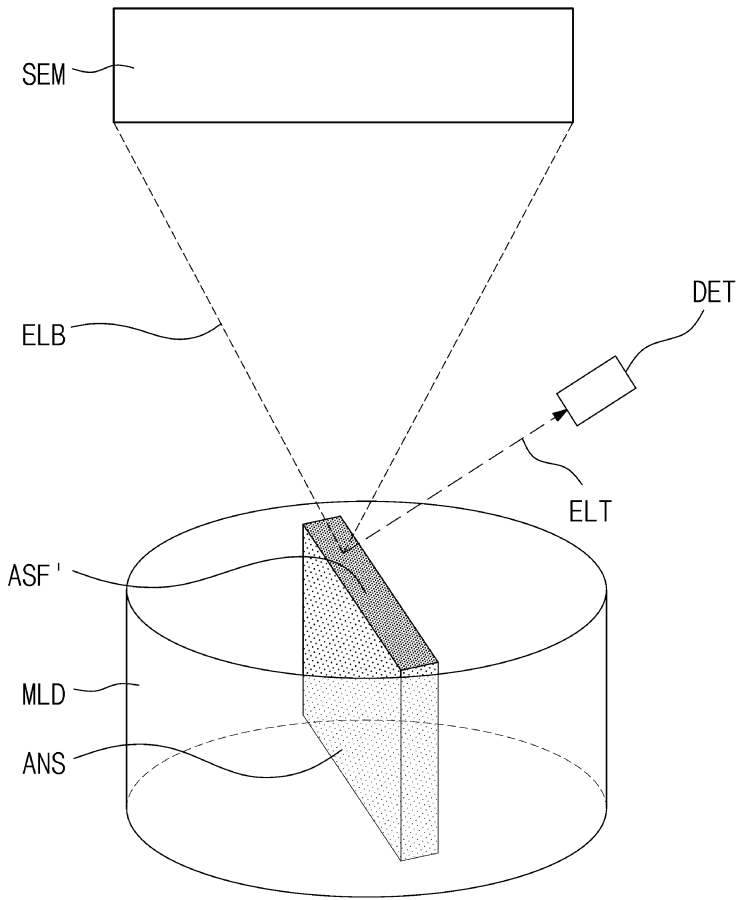
도면11



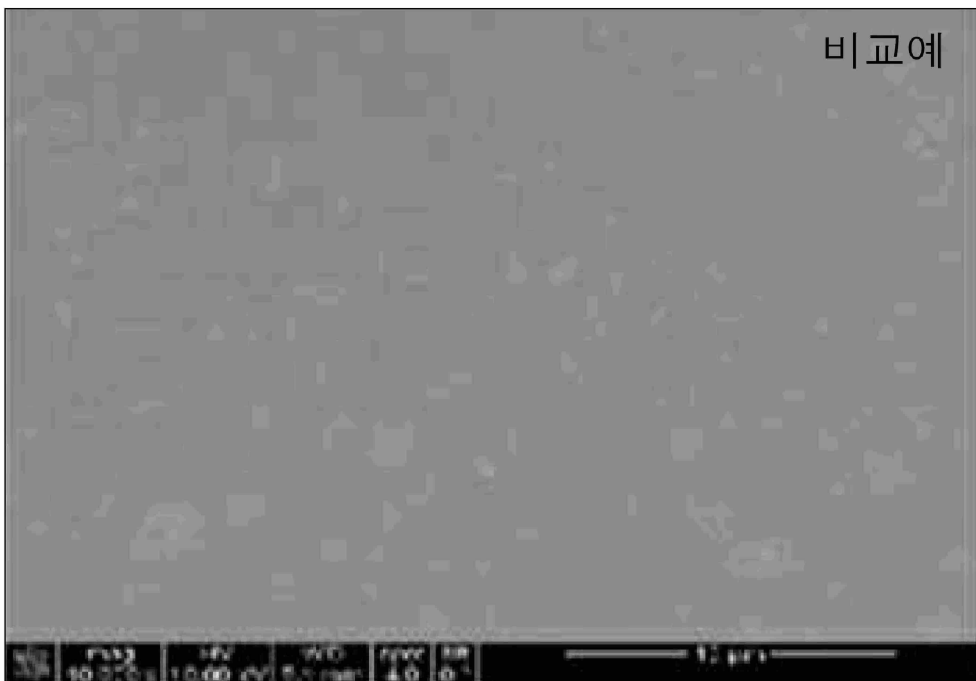
도면12



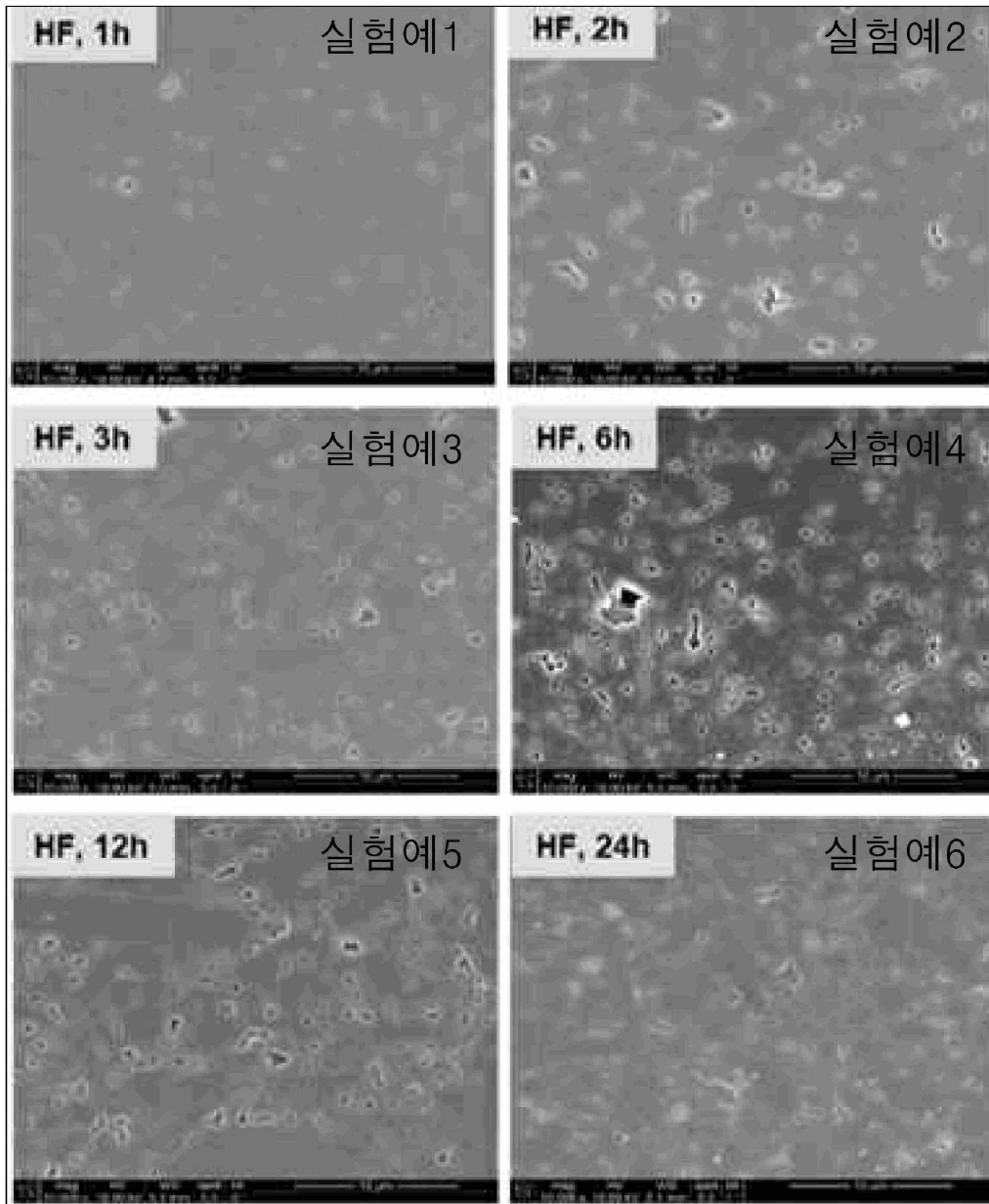
도면13



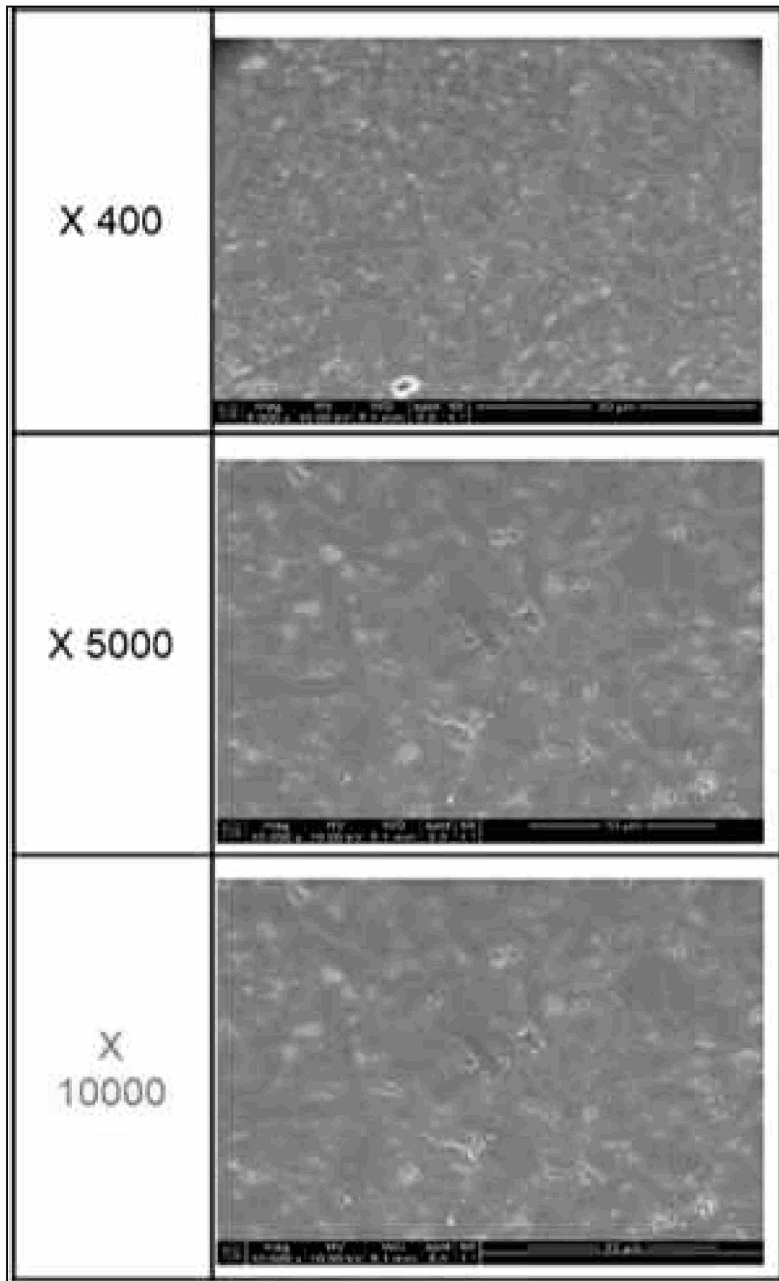
도면14



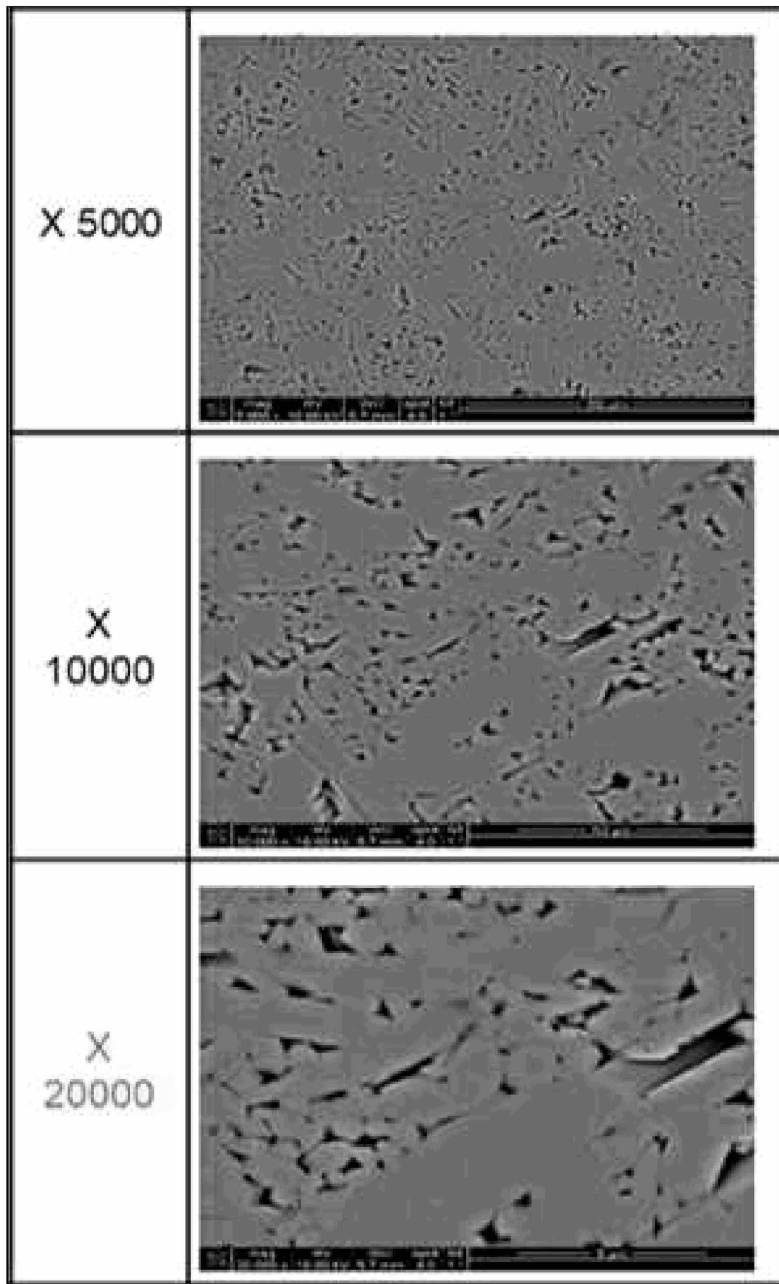
도면15



도면16



도면17



【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 1

【변경전】

질화규소 기판을 제조하는 단계;

상기 질화규소 기판을 커팅하여 분석 샘플을 제조하는 단계;

상기 분석 샘플을 몰드로 몰딩하고, 상기 몰드는 상기 분석 단면을 노출시키는 단계;

상기 분석 샘플의 분석 단면을 폴리싱하는 단계;

상기 분석 샘플의 상기 분석 단면을 불산 용액에 침지하는 단계; 및

상기 분석 샘플의 상기 분석 단면을 주사전자현미경으로 분석하는 단계를 포함하고,
상기 폴리싱 단계 및 상기 불산 용액의 침지 단계는 상기 몰드 상에서 수행되며,
상기 불산 용액의 농도는 30% 내지 70%이고,
상기 침지 단계는 6시간 내지 12시간동안 수행되는,
질화규소 기판의 분석 방법.

【변경후】

질화규소 기판을 제조하는 단계;
상기 질화규소 기판을 커팅하여 분석 샘플을 제조하는 단계;
상기 분석 샘플을 몰드로 몰딩하고, 상기 몰드는 분석 단면을 노출시키는 단계;
상기 분석 샘플의 분석 단면을 폴리싱하는 단계;
상기 분석 샘플의 상기 분석 단면을 불산 용액에 침지하는 단계; 및
상기 분석 샘플의 상기 분석 단면을 주사전자현미경으로 분석하는 단계를 포함하고,
상기 폴리싱 단계 및 상기 불산 용액의 침지 단계는 상기 몰드 상에서 수행되며,
상기 불산 용액의 농도는 30% 내지 70%이고,
상기 침지 단계는 6시간 내지 12시간동안 수행되는,
질화규소 기판의 분석 방법.