



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2015년12월07일

(11) 등록번호 10-1575348

(24) 등록일자 2015년12월01일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C01B 31/30 (2006.01) *C01B 31/36* (2006.01)
B82Y 30/00 (2011.01)

(21) 출원번호 10-2008-0130718

(22) 출원일자 2008년12월19일

심사청구일자 2013년11월11일

(65) 공개번호 10-2010-0071863

(43) 공개일자 2010년06월29일

(56) 선행기술조사문헌

JP60054910 A*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

엘지이노텍 주식회사

서울특별시 중구 한강대로 416 (남대문로5가, 서울스퀘어)

(72) 발명자

김병숙

경기도 안산시 상록구 한양대학로 55, LG소재부품 연구소 LG마이크론 (사동)

(74) 대리인

김기문

전체 청구항 수 : 총 3 항

심사관 : 이진홍

(54) 발명의 명칭 실리콘 카바이드 파우더의 제조방법

(57) 요약

실리콘 카바이드 파우더를 제조하는 방법이 개시된다. 실리콘 카바이드 파우더를 제조하는 방법은 실리콘을 포함하는 실리콘 소오스, 탄소를 포함하는 탄소 소오스 및 유기화합물을 혼합하여, 혼합물을 형성하는 단계; 및 혼합물을 반응시키는 단계를 포함한다. 실리콘 카바이드 파우더의 입자 분포는 용이하게 조절될 수 있고, 실리콘 카바이드는 낮은 온도에서 형성될 수 있다.

명세서

청구범위

청구항 1

실리콘을 포함하는 실리콘 소오스, 탄소를 포함하는 탄소 소오스 및 유기화합물을 혼합하여, 혼합물을 형성하는 단계; 및

상기 혼합물을 1300℃ 내지 1900℃의 온도로 반응시키는 단계를 포함하며,

상기 실리콘 소오스는 실리카졸, 이산화 실리콘, 미세 실리카 및 석영 분말로 구성되는 그룹으로부터 선택되고,

상기 탄소 소오스는 카본 블랙, 카본 나노 튜브 및 풀러렌으로 구성되는 그룹으로부터 선택되고,

상기 유기화합물은 페놀 수지, 프랑 수지, 크실렌 수지, 폴리 이미드, 폴리우레탄, 폴리아크릴로니트릴, 폴리비닐 알콜, 셀룰로오스, 타르 및 당류로 구성되는 그룹으로부터 선택되고,

상기 탄소 소오스의 하기 식으로 표현되는 스펜은 0.7 내지 0.9이고,

실리콘 카바이드 파우더의 스펜은 0.7 내지 0.9인

실리콘 카바이드 파우더를 제조하는 방법.

식

스펜=(D90-D10)/D50

상기 식에서, D50은 평균 입경이고, D90은 입도 분포에서, 입도의 상위 10%의 입경이고, D10은 입도 분포에서 하위 10%의 입경이다.

청구항 2

삭제

청구항 3

제 1 항에 있어서, 상기 탄소 소오스는 파우더 형태를 가지는 실리콘 카바이드 파우더를 제조하는 방법.

청구항 4

삭제

청구항 5

제 1 항에 있어서, 상기 혼합물을 반응시키는 단계는,

상기 유기화합물을 700℃ 내지 1200℃의 온도에서 탄화시키는 단계; 및

상기 탄화된 유기화합물과 상기 실리콘 소오스를 반응시키는 단계를 포함하는 실리콘 카바이드 파우더를 제조하는 방법.

발명의 설명

발명의 상세한 설명

기술 분야

실시예는 실리콘 카바이드 파우더의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

실리콘 카바이드는 최근에 다양한 전자 소자 및 목적을 위한 반도체 재료로서 사용되고 있다. 실리콘 카바이드

[0001]

[0002]

는 특히 물리적 강도 및 화학적 공격에 대한 높은 내성으로 인해 유용하다. 실리콘 카바이드는 또한 방사 경도 (radiation hardness), 높은 붕괴 파일드(breakdown filed), 비교적 넓은 밴드갭, 높은 포화 전자 드리프트 속도(saturated electron drift velocity), 높은 조작 온도, 및 스펙트럼의 청색(blue), 보라(violet), 및 자외 (ultraviolet) 영역에서의 높은 에너지 양자의 흡수 및 방출을 포함하는 우수한 전자적 성질을 가진다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

[0003] 실시예는 원하는 입도 분포, 특히 작은 입경 편차를 가지는 실리콘 카바이드 파우더를 낮은 온도에서 합성하는 제조방법을 제공하고자 한다.

과제 해결수단

[0004] 일 실시예에 따른 실리콘 카바이드 파우더를 제조하는 방법은 실리콘을 포함하는 실리콘 소오스, 탄소를 포함하는 탄소 소오스 및 유기화합물을 혼합하여, 혼합물을 형성하는 단계; 및 상기 혼합물을 반응시키는 단계를 포함한다.

[0005] 일 실시예에서는, 탄소 소오스는 파우더 형태를 가진다.

[0006] 일 실시예에서는, 실리콘 소오스는 실리카졸, 이산화 실리콘, 미세 실리카 및 석영 분말로 구성되는 그룹으로부터 선택된다.

[0007] 일 실시예에서는, 탄소 소오스는 카본 블랙, 카본 나노 튜브 및 풀러렌으로 구성되는 그룹으로부터 선택된다.

[0008] 일 실시예에서는, 유기화합물은 페놀 수지, 프랑 수지, 크실렌 수지, 폴리 이미드, 폴리우레탄, 폴리아크릴로니트릴, 폴리비닐 알콜, 셀룰로오스, 피치, 타르 및 당류로 구성되는 그룹으로부터 선택된다.

[0009] 일 실시예에서는, 유기화합물은 탄화되고, 탄화된 유기화합물은 실리콘 소오스와 반응하여, 일산화 실리콘을 형성한다.

[0010] 일 실시예에서는, 일산화 실리콘과 탄소 소오스가 반응하여 실리콘 카바이드 파우더를 형성한다.

효 파

[0011] 실시예에 따른 실리콘 카바이드 파우더를 제조하는 방법은 탄소 소오스를 사용하여, 실리콘 파우더를 형성한다. 이때, 탄소 소오스는 파우더 형태를 가질 수 있고, 실리콘 카바이드 파우더의 입도 분포는 탄소 소오스의 입도 분포에 의해서 좌우된다.

[0012] 따라서, 실시예에 따른 실리콘 카바이드 파우더를 제조하는 방법은 탄소 소오스의 입도분포를 제어하여, 실리콘 카바이드 파우더의 입도 분포를 제어할 수 있다.

[0013] 따라서, 실시예에 따른 제조방법은 탄소 소오스의 입도분포를 제어하여, 입경 편차가 작은 실리콘 카바이드 파우더를 제조할 수 있다.

[0014] 또한, 실시예에 따른 실리콘 카바이드 파우더를 제조하는 방법은 유기화합물을 탄화시키고, 탄화된 유기화합물과 실리콘 소오스를 반응시켜서, 일산화 실리콘을 형성한다. 이때, 형성된 일산화 실리콘을 사용하여, 실리콘 카바이드를 형성하기 때문에, 낮은 온도에서 실리콘 카바이드가 형성될 수 있다.

[0015] 따라서, 실시예는 낮은 온도에서 용이하게 실리콘 카바이드 파우더를 제조할 수 있다.

[0016] 즉, 실시예는 낮은 공정조건을 가지면서도, 입도 분포를 용이하게 제어할 수 있는 실리콘 카바이드 파우더의 제조방법을 제공한다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

[0017] 일 실시예에서, 실리콘 카바이드 파우더를 제조하는 방법은 실리콘을 포함하는 실리콘 소오스, 탄소를 포함하는 탄소 소오스 및 유기화합물을 혼합하여, 혼합물을 형성하는 단계; 및 상기 혼합물을 반응시키는 단계를 포함한다.

[0018] 상기 실리콘 소오스는 약 내지 의 질량비율로 혼합된다. 예를 들어, 상기 실리콘 소오스 및 상기 탄소 소오스의

질량비는 약 4:1 내지 1:1 이다. 상기 실리콘 소오스는 실리카졸(silica sol), 이산화 실리콘, 미세 실리카 및 석영 분말로 구성되는 그룹으로부터 선택된다.

[0019] 더 자세하게, 상기 실리콘 소오스는 SiO_2 의 화학식을 가진다.

[0020] 상기 탄소 소오스는 약 내지 의 질량비율로 혼합된다. 상기 탄소 소오스 및 상기 유기화합물의 질량비는 약 2:1 내지 1:2 일 수 있다. 또한, 상기 탄소 소오스는 파우더 형태로 혼합된다. 예를 들어, 상기 탄소 소오스의 평균 입경은 약 15 내지 $30\mu\text{m}$ 일 수 있다. 또한, 상기 탄소 소오스의 평균 입경은 약 100 내지 $300\mu\text{m}$ 일 수 있다. 또한, 상기 탄소 소오스의 평균 입경은 약 900 내지 $1100\mu\text{m}$ 일 수 있다.

[0021] 상기 탄소 소오스는 카본 블랙, 카본 나노 튜브 및 풀러렌으로 구성되는 그룹으로부터 선택된다. 상기 탄소 소오스는 작은 입경 편차를 가진다. 예를 들어, 상기 탄소 소오스는 약 0.7 내지 0.9의 스펀을 가진다. 여기서 스펀은 아래의 식으로 정의된다.

[0022] $\text{스판} = (\text{D90} - \text{D10}) / \text{D50}$

[0023] 여기서, D50은 평균 입경이고, D90은 입도 분포에서, 입도의 상위 10%의 입경이고, D10은 입도 분포에서 하위 10%의 입경이다.

[0024] 따라서, 상기 스펀이 작을수록 입경의 편차가 작고, 상기 스펀이 클수록 입경의 편차가 커진다.

[0025] 상기 유기화합물은 약 내지 의 질량비율로 혼합된다. 상기 유기화합물 페놀 수지, 프랑(franc) 수지, 크실렌 수지, 폴리아미드, 폴리우레탄, 폴리아크릴로니트릴, 폴리비닐 알콜, 셀룰로오스, 피치(pitch), 타르(tar) 및 당류로 구성되는 그룹으로부터 선택된다.

[0026] 상기 실리콘 소오스, 상기 탄소 소오스 및 상기 유기화합물은 균일하게 혼합되어 혼합물이 형성된다.

[0027] 상기 혼합물이 반응하여, 실리콘 카바이드 입자가 형성되는 공정은 탄화(carbonization) 공정 및 합성 공정으로 구분될 수 있다.

[0028] 상기 탄화 공정에서는 상기 유기화합물이 탄화된다. 상기 탄화 공정은 약 300°C 내지 약 1300°C 의 온도에서 진행된다. 더 자세하게, 상기 탄화 공정은 약 700°C 내지 약 1200°C 의 온도에서 진행된다. 또한, 상기 탄화 공정은 약 동안 진행된다.

[0029] 상기 유기화합물이 탄화되어 탄소가 생성되고, 생성된 탄소는 상기 실리콘 소오스의 주위에 부착된다.

[0030] 이후, 상기 합성 공정이 진행된다. 상기 합성 공정에서는 상기 실리콘 소오스가 상기 탄화 공정에서 형성된 탄소 및 상기 탄소 소오스의 탄소와 반응하여, 실리콘 카바이드를 형성한다.

[0031] 상기 합성 공정은 약 1300°C 내지 약 1900°C 의 온도에서 진행된다. 또한, 상기 합성 공정은 약 동안 진행된다. 상기 합성공정은 두 단계로 나누어 진행된다.

[0032] 먼저, 제 1 단계에서, 상기 실리콘 소오스 및 상기 탄화 공정에서 형성된 탄소가 아래와 같이 반응하여, 일산화 실리콘이 형성된다. 이 반응은 율속단계로 합성 공정의 조건을 좌우한다.

[0033] $\text{SiO}_2 + \text{C} \rightarrow \text{SiO}(\text{g}) + \text{CO}(\text{g})$

[0034] 이후, 상기 제 1 단계에서 형성된 일산화 실리콘 및 탄소 소오스에 포함된 탄소 소오스가 아래와 같이 반응하여, 실리콘 카바이드가 형성된다.

[0035] $\text{SiO}(\text{g}) + \text{C} \rightarrow \text{SiC} + \text{CO}(\text{g})$

[0036] 이때, 일산화 실리콘은 기체상을 가지며, 탄소 소오스 입자에 스며들어, 실리콘 카바이드 파우더를 형성한다.

[0037] 따라서, 본 반응에서, 실리콘 카바이드 파우더의 입도 분포는 탄소 소오스 파우더의 입도 분포와 실질적으로 동일하게 된다.

[0038] 따라서, 실시예는 탄소 소오스의 입도 분포를 조절하여, 원하는 입도 분포를 가지는 실리콘 카바이드 파우더를 제조할 수 있다.

[0039] 즉, 실시예는 탄소 소오스 파우더의 스펀을 감소시켜서, 작은 스펀을 가지는, 즉, 입경 편차가 작은 실리콘 카바이드 파우더를 제조할 수 있다.

- [0040] 또한, 탄화 공정에 의해서, 유기화합물에 포함된 탄소가 용이하게, 상기 실리콘 소오스를 감쌀 수 있다. 즉, 상기 실리콘 소오스 및 상기 실리콘 소오스의 주위에 부착된 탄소는 용이하게 반응할 수 있고, 상기 합성 공정의 율속 단계는 낮은 온도에서 진행될 수 있다.
- [0041] 따라서, 상기 합성 공정은 낮은 온도에서 용이하게 진행될 수 있고, 이에 따라서, 실시예는 실리콘 카바이드 파우더를 낮은 온도에서 용이하게 제조할 수 있다.
- [0042] 따라서, 실시예는 입경 편차가 작은 실리콘 카바이드 파우더는 낮은 온도에서 용이하게 제조할 수 있다.
- [0043] 이상에서 실시예를 중심으로 설명하였으나 이는 단지 예시일 뿐 본 발명을 한정하는 것이 아니며, 본 발명이 속하는 분야의 통상의 지식을 가진 자라면 본 실시예의 본질적인 특성을 벗어나지 않는 범위에서 이상에 예시되지 않은 여러 가지의 변형과 응용이 가능함을 알 수 있을 것이다. 예를 들어, 실시예에 구체적으로 나타난 각 구성 요소는 변형하여 실시할 수 있는 것이다. 그리고 이러한 변형과 응용에 관계된 차이점들은 첨부된 청구 범위에서 규정하는 본 발명의 범위에 포함되는 것으로 해석되어야 할 것이다.
- [0044] 실험예1
- [0045] 약 40g의 폼드 실리카(fumed silica), 약 12g의 카본 블랙 및 약 10g의 페놀수지를 혼합하여, 혼합물#1이 형성되었다. 이때, 상기 폼드 실리카의 평균 입경은 약 40nm이고, 상기 카본 블랙의 평균 입경은 약 20nm였다. 또한, 상기 카본 블랙의 스펠은 약 0.8이었다.
- [0046] 이후, 상기 혼합물#1은 약 의 온도에서, 약 분동안 탄화 공정을 거쳐, 약 의 온도에서 약 분동안 합성공정을 거쳐, 실리콘 카바이드 파우더#1이 형성되었다.
- [0047] 실험예2
- [0048] 카본 블랙의 평균 입경이 약 150nm인 것만 다르고, 실험예1과 동일한 조건 및 조성의 폼드 실리카, 카본 블랙 및 페놀수지가 혼합되어 혼합물#2가 형성되었다.
- [0049] 이후, 실험예1과 동일한 조건으로 탄화 공정 및 합성 공정이 진행되어, 실리콘 카바이드 파우더#2가 형성되었다.
- [0050] 실험예3
- [0051] 카본 블랙의 평균 입경이 약 1000nm인 것만 다르고, 실험예1과 동일한 조건 및 조성의 폼드 실리카, 카본 블랙 및 페놀수지가 혼합되어 혼합물#3이 형성되었다.
- [0052] 이후, 실험예1과 동일한 조건으로 탄화 공정 및 합성 공정이 진행되어, 실리콘 카바이드 파우더#3이 형성되었다.
- [0053] 비교예
- [0054] 약 40g의 폼드 실리카, 약 18g의 카본 블랙을 혼합하여 혼합물#4가 형성되었다. 이때, 상기 폼드 실리카의 평균 입경은 약 40nm이고, 상기 카본 블랙의 평균 입경은 약 20nm였다. 또한, 상기 카본 블랙의 스펠은 약 0.8이었다.
- [0055] 이후, 상기 혼합물#4는 약 의 온도에서 약 분동안 합성공정을 거쳐, 실리콘 카바이드 파우더#4가 형성되었다.
- [0056] 표1에서 도시된 바와 같이, 실험예1, 2 및 3의 실리콘 카바이드 파우더#1, #2 및 #3의 스펠은 0.8에 거의 근접하며, 평균 입경도 사용된 카본 블랙의 평균 입경에 거의 유사함을 알 수 있다.
- [0057] 즉, 실리콘 카바이드 파우더#1, #2 및 #3의 입경 및 스펠은 사용된 카본 블랙의 입경 및 스펠에 의존한다는 것을 알 수 있다.

표 1

	평균 입경(nm)	스펠
실리콘 카바이드 파우더#1	20	0.81
실리콘 카바이드 파우더#2	151	0.78
실리콘 카바이드 파우더#3	1012	0.81
실리콘 카바이드 파우더#4	40	1.48

[0059]

또한, 비교예의 합성공정의 경우 더 높은 온도에서 진행되어야 실리콘 카바이드 파우더#4가 형성됨을 알 수 있다.