



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2022년04월18일

(11) 등록번호 10-2387005

(24) 등록일자 2022년04월12일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C03C 14/00 (2006.01) B28B 1/26 (2006.01)
C03B 19/06 (2006.01) C04B 35/14 (2006.01)
C04B 35/64 (2006.01) C09K 5/14 (2006.01)
F27B 14/10 (2006.01)

(52) CPC특허분류

C03C 14/006 (2013.01)
B28B 1/26 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2020-7004740(분할)

(22) 출원일자(국제) 2014년11월06일

심사청구일자 2020년03월03일

(85) 번역문제출일자 2020년02월18일

(65) 공개번호 10-2020-0020023

(43) 공개일자 2020년02월25일

(62) 원출원 특허 10-2016-7015370

원출원일자(국제) 2014년11월06일

심사청구일자 2019년02월27일

(86) 국제출원번호 PCT/EP2014/073906

(87) 국제공개번호 WO 2015/067688

국제공개일자 2015년05월14일

(30) 우선권주장

14/077,182 2013년11월11일 미국(US)

(56) 선행기술조사문헌

JP2001316174 A*

KR1020050062784 A*

US03301635 A1*

US04033780 A*

*는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자

헤레우스 크바르츠글라스 게엠베하 & 컴파니 케
이지

독일, 63450 하나우, 헤라우스트라쎄 12-14

헤레우스 퀴츠 아메리카 엘엘씨

미국, 텍사스 78728, 오스틴, 롱 비스타 드라이브
15705

(72) 발명자

샤이히 게릿

독일 63500 셀리겐슈타트 웨이퍼스트라쎄 10

헝크 크리스티앙

독일 55218 잉겔하임 바켄하이머 스트라쎄 24

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

김진희, 김태홍

전체 청구항 수 : 총 16 항

심사관 : 이영화

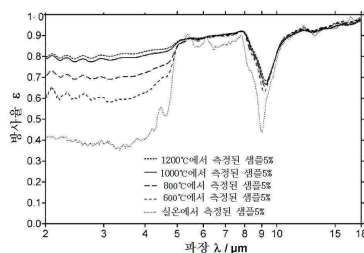
(54) 발명의 명칭 복합 재료, 열-흡수 구성요소, 및 상기 복합 재료의 제조 방법

(57) 요약

용융 실리카 매트릭스를 갖는 공지된 복합 재료에서, 내포된 규소-함유 상의 영역이 존재한다. 기체에 대한 불투과성 및 순도에 대한 까다로운 요건이 부여되는 경우에서도 열처리를 위한 고온 공정에서 사용하기 위한 구성요소를 제조하기에 적합한 복합 재료를 제공하기 위해, 본 발명에 따라 복합 재료가 기체에 대해 불투과성이고, 0.5%

(뒷면에 계속)

대표도 - 도2



미만의 밀폐 기공률 및 2.19 g/cm³ 이상의 비밀도를 갖고, 1000℃의 온도에서 2 내지 8 μm 파장에 대해 0.7 이상의 스펙트럼 방사율을 가질 것이 제안된다.

(52) CPC특허분류

C03B 19/066 (2013.01)

C03C 14/004 (2013.01)

C04B 35/14 (2013.01)

C04B 35/64 (2013.01)

C09K 5/14 (2013.01)

F27B 14/10 (2013.01)

C03C 2214/08 (2013.01)

C03C 2214/16 (2013.01)

C03C 2214/30 (2013.01)

(72) 발명자

웨슬리 프랭크

독일 64807 디부어크 암 포스트 27

취솔리츠호 나딘

독일 63457 하나우 스피젠벡 43

뉴만 크리스티안

독일 35410 형겐 암 그렌즈발 30

모리츠 스테판

독일 63755 알체나우 핀켄벡 6

미카엘 더크

독일 61130 에르브슈타트 베테라우어스트라쎄 31아

아타노스 애슈르

미국 95120 캘리포니아주 산 호세 페트로니 웨이 1087

명세서

청구범위

청구항 1

원소 규소 상의 영역이 내포된, 용융 실리카의 매트릭스를 갖는 복합 재료로서,

매트릭스가 30 중량 ppm 이하의 하이드록실기 함량을 갖는 용융 실리카로 이루어지고, 원소 규소 상의 중량 분율이 0.1 % 이상이고, 원소 형태의 규소를 포함하는 상은 평균적으로 20 μm 미만의 최대 크기를 갖는 비-구체 형태를 나타내고,

상기 복합 재료는 기체에 대해 불투과성이고, 0.5% 미만의 밀폐 기공률 및 2.19 g/cm^3 이상의 비밀도(specific density)를 갖고, 1000℃의 온도에서 2 내지 8 μm 의 파장에 대해 0.7 이상의 스펙트럼 방사율을 가지는 것을 특징으로 하는 복합 재료.

청구항 2

제1항에 있어서, 매트릭스는 10 μm 미만의 최대 기공 크기를 갖는 기공을 포함하는 것을 특징으로 하는 복합 재료.

청구항 3

삭제

청구항 4

제1항에 있어서, 원소 규소 상은 99.99% 이상의 금속 순도를 갖는 규소로 이루어지고, 매트릭스는 99.99% SiO_2 이상의 화학 순도 및 1% 이하의 크리스토팔라이트 함량을 가지는 것을 특징으로 하는 복합 재료.

청구항 5

삭제

청구항 6

제1항에 있어서, 원소 규소 상은 평균적으로 3 μm 초과 및 20 μm 미만의 최대 크기를 갖는 비-구체 형태를 나타내는 것을 특징으로 하는 복합 재료.

청구항 7

제1항, 제2항, 제4항 및 제6항 중 어느 한 항에 따른 복합 재료로부터 형성되는 하나 이상의 표면을 갖는 열-흡수 구성요소로서,

복합 재료는, 원소 규소 상의 영역이 내포되고, 30 중량 ppm 이하의 하이드록실기 함량을 갖는 용융 실리카의 매트릭스로 이루어지고,

복합 재료는 기체에 대해 불투과성이고, 0.5% 미만의 밀폐 기공률 및 2.19 g/cm^3 이상의 비밀도를 갖고, 1000℃의 온도에서 2 내지 8 μm 의 파장에 대해 0.7 이상의 스펙트럼 방사율을 가지고, 원소 규소 상의 중량 분율이 0.1 % 이상이고,

원소 형태의 규소를 포함하는 상은 평균적으로 20 μm 미만의 최대 크기를 갖는 비-구체 형태를 나타내는 것을 특징으로 하는 것인 열-흡수 구성요소.

청구항 8

제7항에 있어서, 산화 또는 열-처리 공정, 에피택시 또는 화학적 기상 증착에서 사용하기 위한 구성요소, 피팅(fitting) 또는 반응기로서 고안되는 것임을 특징으로 하는 열-흡수 구성요소.

청구항 9

제7항에 있어서, 플레이트, 고리, 플렌지, 돔, 도가니 또는 일체 실린더 또는 중공 실린더로서 고안되는 것임을 특징으로 하는 열-흡수 구성요소.

청구항 10

비정질 용융 실리카 분말 및 규소 함유 분말을 포함하는 분말 혼합물로부터 및/또는 규소 함유 상에 산재된 비정질 용융 실리카를 포함하는 혼합 분말로부터 다공성 성형체를 형성하는 단계, 및

상기 성형체를 압착하여 복합 재료를 수득하는 단계에 의한, 제1항, 제2항, 제4항 및 제6항 중 어느 한 항에 따른 복합 재료의 제조 방법으로서,

성형체의 형성 단계는 액체 중에 상기 분말 혼합물 및/또는 상기 혼합 분말을 포함하는 현탁액이 제조되는 슬립 캐스팅 공정을 포함하고, 현탁액이 액체의 제거에 의해 고화되어 생소지(green body)가 형성되고, 건조에 의해 생소지로부터 성형체가 형성되고, 그리고

성형체를 규소의 용융 온도보다 낮은 소결 온도로 가열하는 것을 특징으로 하는 복합 재료의 제조 방법.

청구항 11

제10항에 있어서, 현탁액은 용융 실리카 분말 및 Si 분말의 분말 혼합물을 포함하고, Si 분말은 99.99% 이상의 금속 순도를 갖는 규소로 이루어지고, 1 내지 20 μm 의 D_{97} 값 및 2 μm 의 D_{10} 값으로 특정되는 입자 크기 분포를 가지며, 그리고 분말 혼합물 중에서 5% 이하의 용적 분율을 가지는 것을 특징으로 하는 복합 재료의 제조 방법.

청구항 12

제11항에 있어서, 입자 크기 분포가 3 μm 초과 및 20 μm 이하의 D_{97} 값으로 특정되는 것을 특징으로 하는 복합 재료의 제조 방법.

청구항 13

제11항에 있어서, Si 분말이 용융 실리카 분말을 포함하는 액체와 혼합되는 것을 특징으로 하는 복합 재료의 제조 방법.

청구항 14

제10항에 있어서, 용융 실리카 분말은 최대 200 μm 이하의 범위에서 입자 크기를 가지는 비정질 입자를 포함하고, 1 μm 내지 60 μm 범위의 입자 크기를 가지는 SiO_2 입자는 용융 실리카 분말의 최대 용적 분율을 이루는 것을 특징으로 하는 복합 재료의 제조 방법.

청구항 15

제14항에 있어서, 비정질 입자가 100 μm 이하의 범위의 입자 크기를 가지는 것을 특징으로 하는 복합 재료의 제조 방법.

청구항 16

제14항에 있어서, 용융 실리카 분말 입자는 50 μm 미만의 D_{50} 값으로 특정되는 입자 크기 분포를 갖고, 99.99 중량% 이상의 SiO_2 함량을 가지는 것을 특징으로 하는 복합 재료의 제조 방법.

청구항 17

제14항에 있어서, 용융 실리카 분말 입자는 40 μm 미만의 D_{50} 값으로 특정되는 입자 크기 분포를 가지는 것을 특징으로 하는 복합 재료의 제조 방법.

청구항 18

제10항에 있어서, 용융 실리카 분말 입자는 초기 과립 SiO_2 의 습식 분쇄에 의해 제조되는 것을 특징으로 하는 복합 재료의 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 기술 배경

[0002] 본 발명은 규소-함유 상-"Si 상"-의 영역이 내포된 용융 실리카의 매트릭스를 갖는 복합 재료에 관한 것이다.

[0003] 본 발명은 추가로 상기 복합 재료로 구성된 열-흡수 구성요소, 및, 또한 비정질 용융 실리카 분말 및 규소-함유 분말을 포함하는 분말 혼합물 -"Si 분말"-로부터 및/또는 규소-함유 상이 산재된 비정질 용융 실리카의 혼합 분말 -"Si-SiO₂ 분말"-로부터 다공성 성형체를 형성하고, 그리고 상기 성형체를 압착시켜 복합 재료를 수득하는 것에 의한 이의 제조 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0004] 선행 기술

[0005] 반도체 구성요소 및 광학 디스플레이에 대한 제조 방법은 다수의 장비 예컨대 반응기, 장치, 캐리어 트레이, 벨(bell), 도가니, 보호 쉼트, 또는, 보다 간단한 구성요소 예컨대 튜브, 로드, 플레이트, 플렌지, 링 또는 블록을 사용한다. 이는 순도, 화학적 및 열적 안정성, 및 기계적 강도와 관련하여 까다로운 요건을 충족시킬 것이 요구된다. 이는 예를 들면, 스테인레스강으로 구성될 수 있으나, 점점 용융 실리카로 제조된다. 그 이유는 특정 고순도의 이산화규소 물질은 통상 반도체 물질에 대해 비활성적으로 거동하기 때문이다. 또한, 용융 실리카는 수많은 공정 매질에 대한 높은 화학 안정성 및 변동되는 온도에 대해 높은 안정성이 주목할 만하다.

[0006] 개별적인 반도체 웨이퍼의 열처리용 장치는 DE 695 27 918 T2에 공지되어 있다. 이는 돔-형상 반응 용기 및 천장부에서 반응 용기 외부에 설치된 가열기를 포함한다. 반응 용기는 용접부 없는 일부 용융 실리카 본체로서 제조되고, 열-노출된 천장부에서는 투명한 용융 실리카로부터, 그렇지 않으면, 불투명한 용융 실리카로 제조된다.

[0007] 그러나, 용융 실리카는 파쇄되기 쉽고, 예를 들면 금속과 같이 기계적으로 작업될 수 없다. 기계적 작업은 용융 실리카 매트릭스가 규소, SiC, 규소 니트라이드, 티탄 니트라이드 또는 티탄 카바이드를 포함하는 제2 상이 개재되는, 초기에 언급된 일반 유형의 복합 재료에 의해 US 6,486,084 B2에 따라 향상된다. 규소 및 용융 실리카를 포함하는 복합 재료의 경우, 용융 실리카 상의 중량 분율은 대략 60% 내지 85%이다. Si-SiO₂ 복합 재료는 0.9 μm 의 평균 입자 크기 및 99.99%의 순도를 갖는 규소 분말을 0.6 μm 의 평균 입자 크기를 갖는 용융 실리카 분말과 혼합하고, 상기 분말 혼합물을 고온-압착하여 성형체를 형성하고, 그 다음, 1400°C에서 감압 하에 상기 성형체를 소결하여 복합 재료를 수득함으로써 제조하였다. 이는 1%의 개방 기공률(open porosity)을 가진다.

[0008] 이러한 부류의 Si-SiO₂ 복합 재료는 또한 JP 02283015 A에 기재되어 있다. 원소 규소 상 -또는 이하에서 "Si 상"으로 지칭됨-은 5 중량% 이하로 구성되고, 100 μm 이하의 입자 크기를 갖는 규소 분말에 기초하여 제공된다. 복합 재료는 심지어 습도 분위기에서 높은 온도 저항성 및 치수 안정성을 특징으로 한다.

[0009] 열흡수 블랙 용융 실리카(heat-absorbing black fused silica)를 포함하는 복합 재료는 예컨대, 예를 들면 램프-보조 RTP (급속 열처리 공정) 시스템의 경우 급속 온도 변화가 일어나는 응용분야에 이용된다. 본원에서 하나의 특정 극복과제는 처리되는 반도체 웨이퍼 상에의 균일한 온도 분포의 재현가능한 확립이다. 처리 온도에서의 불균일성은, 예컨대 예를 들면, 입자 크기 및 도펀트의 농도에서의 불균일한 물리적 특성을 야기할 수 있고, 이는 전자 회로를 파괴하고, 수율을 감소시킬 수 있다.

[0010] 블랙, 합성 용융 실리카의 제조는 EP 1 580 170 A1에 기재되어 있다. 다공성 SiO₂ 물질이 환원성, 탄소-함유 매체, 예컨대, 예로서 약 100 내지 800°C의 증가된 온도에서 일산화탄소로 처리되고, 후속하여 약 1300 내지 1900°C의 온도에서 유리화된다. 탄소 함량은 100- 10000 중량 ppm 범위이다.

[0011] 그러나, 이러한 종류의 구성요소가 산화 조건 하에 사용되는 경우, 예를 들면, 순수 SiO₂의 보호층의 형태로 산화로부터 탄소를 보호하는 것이 필요하다. 하지만, 이러한 종류의 보호층은 구성요소의 반사를 증대시킬 수 있다.

발명의 내용

[0012] 기술 목적

[0013] 세립 분말을 용이하게 케이킹할 수 있고, 공지된 복합 재료를 제조하는 경우의 하나의 난관은 세분화된 용융 실리카 분말을 세립 금속 또는 반금속 분말과 균일하게 혼합하는 것이다. 그 영향은 복합 재료 내의 상의 불균일 분포이고, 이는 용융 실리카 상의 탈유리화 경향을 촉진한다. 고온 공정으로 사용되는 경우, 상기 복합 재료를 포함하는 구성요소는 결정화 및 균열의 결과로서 불량일 수 있다.

[0014] 공지된 복합 재료는 개방 기공률을 나타내고, 따라서, 높은 온도 또는 기체에 대한 불투과성이 중요한 인자인 응용분야에 대해 적합하지 않다. 이용 과정에 걸쳐, 오염물질은 개방 기공에 수집되고, 처리되는 물질에 도달될 수 있다.

[0015] 따라서, 본 발명의 목적은 까다로운 요건이 기체에 대한 불투과성 및 순도에 대해 부여되는 경우, 열처리에 대한 고온 공정에서 사용하기 위한 구성요소의 제조에 적합한 복합 재료를 제공하는 것이다.

[0016] 본 발명의 다른 목적은 이러한 종류의 복합 재료를 재현가능하게 제조할 수 있게 하는 방법을 구체화하는 것이다.

도면의 간단한 설명

[0017] 도 1은 본 발명의 하나의 공정에 기초한, 반도체 제작에서 사용하기 위한 본 발명의 용융 실리카 성분의 일 구현예의 제조를 예시하는 흐름도를 나타내고;

도 2는 5 중량% Si 상을 갖는 샘플에 대한 상이한 온도에서의 파장의 함수로서의 평균 방사율을 갖는 도식을 나타내고;

도 3은 2 중량% Si 상을 갖는 샘플에 대한 상이한 온도에서의 파장의 함수로서의 평균 방사율의 도식을 나타내고;

도 4는 1 중량% Si 상을 갖는 샘플에 대한 상이한 온도에서의 파장의 함수로서의 평균 방사율의 도식을 나타내고;

도 5는 비교를 위해 실온에서 선행 기술로부터의 2개의 상이한 샘플의 파장의 함수로서의 평균 방사율의 도식을 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0018] 발명의 요약

[0019] 상기 재료와 관련하여, 본 목적이 초기에 구체화된 일반 유형의 복합 재료로부터 출발되어, 기체에 대해 불투과성인 복합 재료가 0.5% 미만의 밀폐 기공률(closed porosity) 및 2.19 g/cm^3 이상의 비밀도(specific density)를 갖고, 1000°C 의 온도에서, 2 내지 $8 \mu\text{m}$ 의 파장에 대한 0.7 이상의 스펙트럼 방사율을 가지는 복합 재료에 의해 본 발명에 따라 달성된다.

[0020] 본 발명의 복합 재료의 매트릭스는 불투명하거나, 바람직하게는 반투명하거나 투명하다. 매트릭스는 원소 형태의 규소(Si)를 포함하고 본원에 "Si 상"으로 지칭되는 상의 영역으로 매우 세분화되어 삽입된다. Si 상은 Si계 합금, 도핑된 규소 또는 미도핑된 규소로 이루어진다. 간략하게는, 이는 단결정성 또는 비정질일 수 있으나, 이는 다결정성이다.

[0021] Si 상의 세분된 영역은 광학적 결합 부위로서 우선 매트릭스 내에서 작용하고, - 층 두께에 따라 - 실온에서, 검정 또는 검회색의 시각적 외관을 복합 재료에 부여한다. 두 번째로는, 결합 부위는 또한 복합 재료 전체에 의한 열의 흡수에 대해 영향을 미친다. 이는 본질적으로 반도체성 원소 규소의 특성에 기인하고, 이에 의해 한편으로 원자가 밴드 및 전도 밴드 (밴드-갭 에너지) 사이의 에너지가 온도와 함께 감소되고, 다른 한편으로 충분히 높은 활성 에너지가 주어지는 경우, 전자는 원자가 밴드로부터 전도 밴드로의, 흡수 계수에 있어서의 유의미한 상승과 관련되는 과정을 촉진한다. 전도 밴드의 열 활성화 선점(thermally activated occupation)은 반도체성 규소(하기 또한 "원소 규소"로 지칭됨)는 실온에서 특정 파장(예컨대 약 1000 nm 초과)에 대해 어느 정도 투명하여야 하고, 고온에서 불투명한 것을 의미한다. 이러한 효과는 규소의 구조(비정질/결정성) 및 도핑을 포함

하는 인자에 좌우되고, 약 600℃ 초과에서 현저하고, 약 1000℃ 초과에서 포화에 도달된다.

[0022] 키르히호프(Kirchhoff) 방사 법칙에 따라, 열 평형에서의 실물(real body)의 스펙트럼 흡수성 α_λ 및 스펙트럼 방사율 ε_λ 은 서로 대응된다.

[0023]
$$\alpha_\lambda = \varepsilon_\lambda \quad (1)$$

[0024] 지향성 반원 스펙트럼 반사율(directional hemispherical spectral reflectance) R_{dh} 및 투과율(transmittance) T_{dh} 의 정보를 고려하여 스펙트럼 방사율(spectral emissivity) ε_λ 은 하기와 같이 계산될 수 있다:

[0025]
$$\varepsilon_\lambda = 1 - R_{dh} - T_{dh} \quad (2)$$

[0026] 본 발명의 복합 재료의 경우에서, 방사율은 적어도 0.7이고, 바람직하게는, 사실상 0.75 초과이다. 따라서, 무시할 정도의 작은 투과율을 가정하는 경우, 1000℃ 초과 온도에서의 2 내지 8 μm 의 파장에 대한 반사율은 0.3 이하이다. 본 발명의 복합 재료는 600℃ 초과, 더 상세하게는 800℃ 초과, 매우 바람직하게는 1000℃ 이상의 고온에서 열처리에 가하기 위한 열방사 흡수제 및 확산제로서 예정된다.

[0027] 이는 처음에 놀라운 것을 나타낸다. 사실상, 이의 낮은 열전도도로 인해, 용융 실리카로 제조된 불투명한 구성 요소는 대개 열 절연체, 예를 들면, - 열차폐재로서 이용된다. 열차폐재의 기능은 열 공급원으로부터 이의 뒤에 배치된 부품을 보호하는 것이다. 따라서, 열차폐재는 이것이 가능한 적은 열 방사를 흡수하고/하거나 후면으로 이를 가능한 많이 방사시키기 위해 적합하여야 하고, 이는 낮은 방사 용량 및 높은 반사 용량을 나타낸다.

[0028] 그에 반해서, 본 발명의 복합 재료는 2 μm 내지 8 μm , 환원하면 적외선 방사의 파장 범위에서의 열 방사에 대해 높은 흡수 용량 및 방사 용량을 나타낸다. 열방사에 대한 높은 흡수 용량은 복합 재료의 표면에서 이의 반사를 감소시킨다. 이와 같은 방식으로, 반사된 열방사의 결과로서의 국부적인, 비재현가능성 가열의 경우는 회피되고, 균일한 온도 분포가 복합 재료의 환경에서 얻어진다.

[0029] 본원에 지칭되는 "스펙트럼 방사율"은 "평균 스펙트럼 방사율"이다. 이의 양은 제목 "Black-Body Boundary Conditions" (BBC) 하에 공지되어 있고, 문헌 ["DETERMINING THE TRANSMITTANCE AND EMITTANCE OF TRANSPARENT AND SEMITRANSPARENT MATERIALS AT ELEVATED TEMPERATURES"; J. Manara, M. Keller, D. Kraus, M. Arduini-Schuster; 5th European Thermal-Sciences Conference, The Netherlands (2008)]에 공개된 측정 원리에 기초하여 결정된다.

[0030] Si 상은 용융 실리카 매트릭스 내에 매우 미세하고 균일하게 분포된다. 이것이 표면에 함유될지라도, 산화로부터 보호하는 코팅에 대한 필요성이 없다. 그렇지 않으면 코팅은 복합 재료의 계면에서 원치않는 추가의 반사를 야기할 것이다.

[0031] 종래의 불투명한 용융 실리카와 비교하여, 더욱이, 본 발명의 복합 재료는 놀라운 구조적 특성을 나타낸다. 이는 기체에 대한 불투과성이고- 즉, 개방 기공을 가지지 않고- 0.5% 미만의 복합 재료 내의 밀폐된 기공의 부피 분율은 상대적으로 낮다. 이는 또한 놀랍게도 2.19 g/cm³ 이상의 놀라운 고밀도에 대한 이유이다. 투명하고, 미 도핑된 용융 실리카 및 원소 규소의 비밀도(specific density)가 유사하고, 대략 2.2 g/cm³ 또는 2.33 g/cm³ (규소)에 놓여 있다.

[0032] 복합 재료 내의 대기공은 원치 않는 확산 반사의 원인이 될 수 있다. 복합 재료의 낮은 다공성은 사전에 이러한 효과를 제한한다. 또한, 매트릭스는 바람직하게는 10 μm 미만의 최대 기공 치수를 갖는 작은 기공을 포함한다. 기공은 주로 소결된 SiO₂ 입자들 사이에 형성되고, 일반적으로 비원형 형태를 가진다.

[0033] 낮은 다공성 및 작은 기공 크기로 인해, 넓은 파장 범위에 걸쳐 매트릭스의 용융 실리카는 매우 불투명하지 않고 대신 보다 반투명하거나 심지어 투명한 것으로 나타난다. 그 결과, 열방사는 물질 속으로 깊숙이 침투될 수 있고, 이와 같은 방식으로 Si 상으로 구성된 영역의 형태의 낮게-위치된 흡수 중심에 도달된다. 따라서, 이는 보다 많은 열 흡수에 기여한다.

[0034] 표준 분광기의 공간 해상도는 산재된 Si 상에 의한 영향 없이 매트릭스의 투과율을 측정할 수 없다. 그러나, 매트릭스의 투명도 또는 반투명도는 현미경 하에 가시적인 기포의 부재로부터 자명한 것이다. 기포-무함유 용융 실리카에 대해, 600 nm 내지 2650 nm의 파장 범위에서의 1 mm의 경로 길이에서 직접적인 분광 투과율은 0.3 이

상이다.

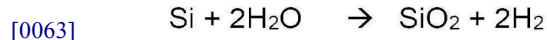
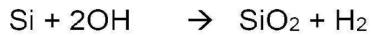
- [0035] 본 발명의 복합 재료는 임의의 개방 기공물을 가지지 않기 때문에, 간단한 밀도 측정은 아르키메데스의 원리에 따라 가능하다. 기공물은 복합 재료의 특정 조성 및 용융 실리카 매트릭스 및 Si 상의 비밀도를 고려하여 밀도 측정으로부터 결정된다.
- [0036] 복합 재료에 의한 열의 흡수는 Si 상의 비율에 좌우된다. 이 상의 비율이 클수록, 흡수 용량 및 방사 용량은 더 높아진다. 따라서, Si 상의 중량 분율은 바람직하게는 0.1% 이상이어야 한다. 다른 한편, Si 상의 높은 용적 분율은 복합 재료의 생산을 방해할 수 있다. 이러한 면에서, Si 상의 중량 분율은 바람직하게는 5% 이하이다.
- [0037] 본 발명의 복합 재료의 매트릭스는 바람직하게는 30 중량 ppm 이하의 하이드록실기 함량을 갖는 용융 실리카로 이루어진다.
- [0038] 하이드록실기의 영향은 용융 실리카의 점도를 낮추는 것이다. 따라서, 하이드록실기는 열 부하 하에 높은 치수 안정성과 관련하여 바람직하지 않다.
- [0039] 투명한 용융 실리카의 하이드록실기 함량은 종래에는 적외선 투과도 측정으로부터 결정된다. 그러나, 열-흡수 복합 재료에 대해, 본 측정 방법은 용이하게 적합하지 않다. 이러한 이유로, 복합 재료의 하이드록실기 함량은 공지된 하이드록실기 함량의 표준과 비교하여, (2.72 μm 에서) 용융 실리카에서의 하이드록실기의 흡수 파장의 범위에서의 방사율 측정에 기초하여 결정된다.
- [0040] 매트릭스는 미도핑된 또는 도핑된 용융 실리카로 이루어진다. 본 발명의 의미에서 도핑된 용융 실리카는 SiO_2 이외 최대 20 중량%까지의 양으로 다른 산소, 질소 또는 탄소 성분을 포함할 수 있다. Si 상은 규소뿐 아니라 또한 최대 50 중량% 이하, 더 바람직하게는 20 중량% 이하로 다른 반금속 또는 금속을 포함할 수 있다. 바람직한 구현예의 경우, 복합 재료로부터 유래되는 오염의 위험성을 회피하기 위해, Si 상에 대해 99.99% 이상의 금속 순도를 갖는 규소로 구성되고, 매트릭스에 대해 99.99% SiO_2 이상의 화학 순도 및 1% 이하의 크리스토팔라이트 함량을 가져야 하는 단서가 이루어진다.
- [0041] 복합 재료의 제조 과정에서, Si 상에서의 규소는 산소, 질소 또는 탄소를 취할 수 있다. 금속 순도는 임의의 비금속 성분, 예컨대 옥사이드, 니트라이드, 카바이드, 옥시니트라이드 등을 제외하고 상의 금속 및/또는 반금속 성분의 화학적 순도만을 의미한다.
- [0042] 1% 이하의 매트릭스 내의 낮은 크리스토팔라이트 함량은 낮은 탈유리화 경향 및 그에 따른 작업시 균열의 낮은 위험도를 보장한다.
- [0043] 특히 높은 방사율은, Si 상이 또한 평균적으로 20 μm 미만, 그러나 바람직하게는 3 μm 초과와 최대 크기를 갖는 비구체 형태를 나타내는 경우 달성될 수 있다.
- [0044] 또한, Si 상의 비구체 형태는 높은 기계적 강도 및 복합 재료의 부품에 대한 균열의 낮은 경향에 기여한다. "최대 크기"는 하부 구간에서 보여질 수 있는 Si 상의 분리된 영역의 가장 긴 범위와 관련된다. 하부-구간 이미지에서의 가장 긴 범위의 모든 중앙값은 상기에 특정된 평균값을 형성한다.
- [0045] 복합 재료를 포함하는 열-흡수 구성요소와 관련하여, 상기 언급된 목적은 규소-함유 상 -"Si 상"-의 영역이 내포되어 있고, 기체에 대해 불투과성이고, 0.5% 미만의 밀폐 기공물 및 2.19 g/cm^3 이상의 비밀도를 갖고, 1000 $^{\circ}\text{C}$ 의 온도에서 2 내지 8 μm 의 파장에 대해 0.7 이상의 스펙트럼 방사율을 가지는, 용융 실리카의 매트릭스로 구성되는 복합 재료의 형성된 하나 이상의 표면을 갖는 구성요소에 의해 본 발명에 따라 달성된다.
- [0046] 본 발명의 구성요소는 전체적으로 또는 부분적으로 본 발명에 따른 복합 재료로 이루어진다. 상기 구성요소가 단지 부분적으로만 복합 재료로 이루어지는 경우, 상기 재료는 표면의 적어도 일부를 형성한다. 이의 화학 조성으로 인해, 복합 재료를 포함하는 코팅은 용융 실리카에 대한 응용분야, 환언하면 용융 실리카/복합 재료 조립체의 제조에 특히 적합하다. 상기 구성요소, 또는 상기 구성요소의 적어도 표면은 특히 0.7 이상 - 바람직하게는 0.75 이상-의 높은 방사율 및 1000 $^{\circ}\text{C}$ 의 온도에서 2 내지 10 μm 의 파장에 대해 0.3 이하의 낮은 반사율과 관련하여, 본 발명의 복합 재료에 대해 상기에서 설명된 광학적 및 구조적 특성을 가진다.
- [0047] 따라서, 적어도 영역에서, 구성요소는 낮은 기공 함량 및 세분되거나 캡슐화된 형태로 이에 혼입된 원소 Si 상을 갖는 용융 실리카 매트릭스를 가진다. - 약 1 mm 초과 -의 박층의 경우에서도, 상기 구성요소는 가시광선 파장 범위에서 불투명하나, 그렇지 않으면, 대개 용융 실리카의 통상적인 화학적 및 기계적 특성을 가진다.

- [0048] 따라서, 높은 열 흡수 및 균일한 온도 분포 요건을 수반하는 응용분야에 대한 이의 용도 이외에도, 상기 구성요소는 높은 열적 및 화학적 안정성 및 부식성 기체 및 액체에 대한 높은 내성이 중요한 인자인 것인 응용분야에 대해 특히 적합하다. 이러한 요건은 대개 반도체 제조, 광학, 및 화학 엔지니어링에 있어서의 구성요소에 대해 존재한다. 또한, 상기 구성요소는 시각적으로도 매력적이어서, 예술 또는 미적 관점으로부터의 이러한 용도가 또한 고려된다.
- [0049] 그러나, 복합 재료의 높은 방사율은 재현가능하고 균질한 온도 분포가 중요한 인자인, 열 처리의 맥락에서의 용도에 대해 특히 상기 구성요소를 예정하게 한다.
- [0050] 집적회로의 제조에 사용하기 위한 대다수의 이러한 구성요소는 문헌 ["Technology of integrated circuits" by D. Widmann, H. Mader, H. Friedrich, Springer Verlag (2000), ISBN-10: 3-540-66199-9], 및 특히 이의 3 챕터, "Film Technology"에 개시되어 있다.
- [0051] 반도체 부재의 중요 구성성분은 대개 규소이다. 이와 같은 반도체 부재의 열 처리 과정에서, 본 발명의 구성요소를 사용하는 경우, 발생하는 특정 특징은 대개 구성요소의 방사 특성이 반도체 부재의 것에 따르거나, 또는 이에 상응하는 것이다. 이에 대한 이유는 복합 재료의 방사 거동이 본질적으로 혼입되는 Si 상에 의해 결정되기 때문이다.
- [0052] 본 발명의 구성요소는 예를 들면 산화 또는 열처리 공정, 에피택시 또는 화학 기상 증착에 사용하기 위한 반응기, 핏팅 또는 웨이퍼 홀더로서 설계된다.
- [0053] 상기 구성요소는 예를 들면 팽창되거나 곡선형의 형태의 고형체, 중공체로서의 용기, 디시, 엔클로저의 형태를 취한다. 간단한 경우에 있어서, 이는 플레이트, 고리, 플랜지, 돔, 도가니 또는 일체 실린더 또는 중공 실린더로서 구성된다. 복합 재료는 고형체 또는 층의 형태로 제공될 수 있다. 후자의 경우에 있어서, 예를 들면, 중공 실린더로서의 용융 실리카/복합 재료 조립체의 형태에서, 중공 실린더는 이의 하나는 복합 재료로 구성되는 복수개의 동축 층으로 구성되는 중공 실린더 벽을 가진다.
- [0054] 복합 재료를 제조하기 위한 본 발명의 방법과 관련하여, 초기에 구체화되는 일반 유형의 방법으로부터 시작하여, 성형체의 형성 단계가 분말 혼합물 및/또는 액체 중의 혼합 분말을 포함하는 현탁액이 제조되고, 상기 현탁액은 액체의 제거에 의해 고화되어 생소지(green body)를 형성하고, 건조에 의해 생소지로부터 성형체를 형성하는 슬립캐스팅 공정(slipcasting process)을 포함하는 본 발명에 따라 상기 명시된 목적이 달성된다.
- [0055] 일반 유형의 방법에 있어서, 성형체는 분말 혼합물의 고온-압착에 의해 형성된다. 이와 대조적으로, 본 발명의 방법은 성형체에 앞서, 중간체가 생소지의 형태로 제조되는 슬립캐스팅 공정을 포함한다. 슬립캐스팅 공정 그 자체 및 생소지에서의 중간체 상태 둘 모두는 최종 복합 재료로부터의 결과를 갖는 특성의 설정 및 변경에 대해 측정을 가능하게 한다.
- [0056] 예를 들면, 현탁액 중의 초기 분말의 가공은 서로 간의 긴밀한 혼합 및 생소지에서의 균질 분포의 확립을 용이하게 한다. 또한, 액체는 고체 성분 사이에서 결합제 또는 활성화제의 기능을 가진다. 장기 지속된 균질화 작업 과정에서, 액체는 분말 입자의 표면을 개조하고, 특히 이들 간의 상호작용을 일으킬 수 있고, 차후의 소결시의 임의의 것이 보다 불투과성이고 보다 안정적인 결합에 기여할 수 있다.
- [0057] 현탁액은 유기 용매, 바람직하게는, 알코올계 또는 더 바람직하게는 수계에 기초할 수 있다. 수성상의 극성 특징은 용융 실리카 입자의 서로간 및 Si 분말 입자와의 상술한 상호작용에 유리할 수 있고, 이에 의해 생소지의 건조 및 소결을 용이하게 한다.
- [0058] 생소지 상태에서, 용융 실리카 상 및 Si 상의 조립체는 다공성이고, 기상을 통해 개질될 수 있고, 특히 도핑 및 반응성 건조가 언급될 수 있다.
- [0059] 생소지는 일반적으로 사전에 제조되는 구성요소의 최종 윤곽에 근접한 형성을 가진다. 논의 중의 형상은 예를 들면, 고형체, 중공체, 또는 기체 본체 상의 층이다. 생소지는 주형 내로 현탁액을 캐스팅함으로써 수득될 수 있다. 그러나, 현탁액에 대한 다른 공정 방법은 흡입 하에서의 주형 내로의 도입, 또는 디핑, 스프레이, 브러싱, 트라웰링(trowelling), 전사, 증착, 나이프코팅(knifecoating) 등이 적합하다.
- [0060] 생소지는 건조되고, 거의 수분-무함유 성형체가 이로부터 얻어진다. 그러나, 이의 제조의 불가피한 결과로서, 생소지는 많은 양의 하이드록실기를 함유한다. 이는 소결되어, 복합 재료를 포함하는 기체-불투과성이고, 기계적으로 안정한 구성요소를 형성한다. 소결 온도는 Si 상이 용융되지 않으나, 소결된 복합 재료에 대해 달성되는 밀도가 가능한 높도록 선택된다. 소결에 적합한 파라미터 (소결 온도, 소결 시간, 분위기)는 간단한 실험에 기

초하여 결정될 수 있다.

[0061] 생소지의 열적 건조에도 불구하고, 형성체는 여전히 생산 공정의 불가피한 결과로서 하이드록실기를 함유한다. 그럼에도 불구하고, 하이드록실기 함량이 소결 과정에서 유의미하게 예상외로 동일한 제조 파라미터를 사용하여 Si 상이 없는 성형체의 소결 이후에 통상적으로 존재하는 하이드록실기 함량 미만으로 감소시키는 것이 나타났다. 따라서, 하이드록실기 함량에 있어서의 이러한 감소는 성형체에서의 Si 상의 존재에 기인한다.

[0062] 고온에서, Si 상은 예로써 하기 반응식에 따라 현존하는 하이드록실기 및/또는 물과 간단하게 반응할 수 있다:



[0064] 성형체의 소결 과정에서의 상기 반응은 본 발명의 복합 재료의 하기 특성에 대한 근간으로서 선택될 수 있다:

[0065] • 소결시, 존재하는 물 및 하이드록실기는 사용되어 SiO₂로 전환된다. 슬립캐스팅 공정을 통한 제조 기술의 경우, 소결된 성분의 하이드록실기 함량은 놀랍게도 낮고, 바람직하게는 30 중량 ppm 미만이다. 이의 결과는 복합 재료의 일부에 대해 상대적으로 높은 점도인 것이다.

[0066] • 기공 용적은 감소된다. 임의의 수분-함유 기공은 밀폐될 수 있다. Si가 SiO₂로의 전환의 결과로서, 고체상의 용적에 있어서의 증가가 존재하고, 이는 SiO₂의 단위 격자가 Si 단위 격자의 대략 두배의 용적을 가지기 때문이다. 고체 용적에서의 증가는 기공 용적이 늘어나는 경우 일어난다. 그 결과, 용융 실리카 매트릭스는 바람직하게는 10 μm 미만의 최대 기공 크기 및 0.5% 미만의 밀폐 기공률을 갖는 단지 몇몇의 소기공을 함유한다. 상기 기공은 용융 실리카 매트릭스에서의 특정 광학적 투명성을 생성하고, 이는 600 nm 내지 2650 nm의 파장 범위에서의 이의 직접적인 스펙트럼 투과율이 바람직하게는 0.3 이상이라는 사실로부터 분명한 것이다. 복합 재료는 놀랍게도 전반적으로 2.19 g/cm³ 이상의 고밀도가 얻어진다.

[0067] • 혼입된 Si 상은 간단하게 반응하여 SiO₂를 형성하고, 이는 매트릭스 물질과 화학적으로 동일한 반응 생성물이다. Si 상은 SiO₂의 불투과성 셀에 의해 둘러싸여 있고, 잔여 다공성 매트릭스 물질에 의해 캡슐화된 채로 유지된다. 이는 용융 실리카 매트릭스 내에 Si 상 영역의 고정을 개선하고, 복합 재료의 일부에 대한 고강도 및 불투과성에 기여한다. 또한, Si 상은 열 흡수에 대해 적합하고, 고온에서의 이와 같은 복합 재료는 1000℃에서 2 내지 8 μm의 파장에 대해 0.7 이상의 값이 달성되는 높은 스펙트럼 방사율을 나타낸다.

[0068] 따라서, 이런 방식으로 수득되는 재료는, 세분되나 캡슐화된 형태로 그 안에 혼입된 Si 원소 상을 갖는, 낮은 기공 함량의 용융 실리카 매트릭스를 가진다. 상기 재료를 포함하는 구성요소는 복합 재료로 부분적으로 또는 전체적으로 이루어지는 고형체 또는 중공체의 형태를 취한다.

[0069] 바람직하게는, 현탁액은 용융 실리카 분말 및 Si 분말의 분말 혼합물을 포함하고, 상기 규소로 이루어진 Si 분말은 1 내지 20 μm, 바람직하게는 3 μm 초과와 D₉₇ 및 2 μm의 D₁₀으로 특징되는 입자 크기 분포를 갖는 99.99% 이상의 금속 순도, 및 5% 이하의 분말 혼합물에서의 용적 분율을 가진다.

[0070] 이 경우에서 입자 크기 분포의 "D₉₇"은 스크리닝된 분획이 1 내지 20 μm, 바람직하게는 3 μm 초과와 크기를 갖는 97% 이상의 Si 입자를 함유하는 것을 의미한다. 2 μm의 D₁₀은 10% 이하의 입자가 2 μm 미만의 입자 크기를 갖는 미세 분획으로 할당될 수 있는 것을 의미한다. 특히 세분된 Si 분말은 브라운 색상을 야기할 수 있고, 이는 일부 응용분야에 대해 바람직하지 않다. 따라서, 세분된 분획은 유리하게는 10% 미만의 분말 입자로 제한되고, D₉₇은 바람직하게는 3 μm 이상이다 (3 μm 내지 20 μm와 같음). 이러한 제한은 Si-SiO₂ 혼합 분말 내의 세분된 임의의 Si 상에 동등하게 적용된다.

[0071] 1 내지 20 μm의 입자 크기는 한편으로는 열 흡수제 기능의 관점에서 특히 바람직한 것으로 입증되고, 그리고 다른 한편으로는, 생소지 및 복합 재료에서의 이들이 생성하는 응력은 매우 작아 이들은 광학 특성 및 강도에 거의 무시할만한 영향을 준다. 맥락에서, 혼합 분말에서의 규소 분말의 용적 분율이 5% 이하인 것이 특히 바람직한 것임이 발견된다.

[0072] Si 분말은 건조 혼합에 의해, 예를 들면, 현탁액이 제조되기 이전에 용융 실리카 분말과 혼합될 수 있다. 그러

나, Si 분말이 비정질 용융 실리카 분말을 포함하는 액체로 혼합되는 경우에 특히 바람직하다는 것이 입증되었다.

[0073] 그 경우, 용융 실리카 분말 입자의 현탁액은 Si 분말이 부가되는 경우 적어도 부분적으로 균질화된다. Si 분말은 액체가 제거되지 전에 혼합된다. 현탁액에서, 균질한 혼합은 특히 달성하기 간단하고, Si 분말이 혼합되어진 이후, 현탁액은 8 내지 96 시간의 기간에 걸쳐 연속적으로 움직이게 유지함으로써 안정화된다.

[0074] 순도 요건이 엄격한 경우, 용융 실리카 분말 입자의 SiO₂ 함량은 99.99 중량% 이상이다.

[0075] 용융 실리카의 고형분, 입자 크기 및 입자 크기 분포는 건조시 생소지의 수축에 영향을 준다. 이러한 건조시 수축은 상대적으로 굵은 SiO₂ 입자를 사용하여 감소될 수 있다. 본 맥락에서, 확립된 용융 실리카 분말은 비정질 용융 실리카 입자가 최대 200 μm까지, 더 바람직하게는 최대 100 μm까지의 범위의 입자 크기를 가지는 것이고, 용융 실리카 입자는 용융 실리카 분말의 최대 용적 분율을 이루는 1 μm 내지 60 μm 범위에서의 입자 크기를 가진다.

[0076] 현탁액의 일부에 대한 높은 고형분과 함께, 상기 크기 범위에서의 용융 실리카 입자는 유리한 소결 특성 및 건조시 비교적 낮은 수축을 나타내고, 이에 따라 생소지의 무균열 건조를 용이하게 한다. 이는 SiO₂ 입자 서로 간의 상호작용에 기인한 것일 수 있다.

[0077] 이와 관련하여, 50 μm 미만, 바람직하게는 40 μm 미만의 D₅₀으로 특징되는 입자 크기 분포를 갖는 용융 실리카 입자가 특히 유리한 것으로 입증된다.

[0078] 또한, 상기 용융 실리카 입자가 초기 과립 SiO₂의 습식 분쇄에 의해 제조되는 과정이 이에 기여한다.

[0079] 이와 관련하여, 원하는 입자 크기 분포는 분쇄 시간 및 비정질 초기 과립의 부가의 함수로서 현탁액을 균질화하는 공정에서 설정된다. 습식 분쇄의 과정에서, 모든 크기의 비정질 용융 실리카 입자가 현탁액 내에 형성되고, 이는 서로 간의 상호작용의 결과로서 현탁액 그 자체 내에서 상기 기술된 상호작용 및 결합이 진행된 입자를 포함한다.

[0080] 비정질 용융 실리카 입자의 SiO₂ 함량은 바람직하게는 99.99 중량% 이상이다. 이와 같은 입자를 사용하여 제조된 현탁액의 고형물 분획은 99.99 중량% 이상의 양으로 SiO₂로 이루어진다. 이러한 종류의 결합제 또는 보조제가 제공되지 않는다. 불순물의 수준은 바람직하게는 1 중량 ppm 미만이다. 이 출발 물질은 오염 또는 결정화의 임의의 위험성을 가지지 않는다. 건조된 생소지에서의 크리스토팔라이트 분획은 0.1 중량% 이하이어야 하고, 이는 그렇지 않으면 소결 단계가 결정화 및 그에 따른 성분의 거부를 수반할 수 있기 때문이다.

[0081] 성형체의 소결 과정에서 Si 상의 용융을 회피하기 위해서, 성형체는 반금속의 용융 온도 미만의 소결 온도로 가열된다. 이에서 성형체는 소결 온도로 적어도 30분의 기간 동안 유지된다.

[0082] 실시예

[0083] 본 발명은 실시예 및 도면에 의해 더 상세하게 하기에 설명된다. 단일 도면으로서,

[0084] 도 1은 본 발명의 하나의 공정에 기초한, 반도체 제작에서 사용하기 위한 본 발명의 용융 실리카 성분의 일 구현예의 제조를 예시하는 흐름도를 나타내고;

[0085] 도 2는 5 중량% Si 상을 갖는 샘플에 대한 상이한 온도에서의 파장의 함수로서의 평균 방사율의 도식을 나타내고;

[0086] 도 3은 2 중량% Si 상을 갖는 샘플에 대한 상이한 온도에서의 파장의 함수로서의 평균 방사율의 도식을 나타내고;

[0087] 도 4는 1 중량% Si 상을 갖는 샘플에 대한 상이한 온도에서의 파장의 함수로서의 평균 방사율의 도식을 나타내고;

[0088] 도 5는 비교를 위해 실온에서 선행 기술로부터의 2개의 상이한 샘플의 파장의 함수로서의 평균 방사율의 도식을 나타낸다.

[0089] 본 발명의 방법은 이하에서 도 1을 참조하여 웨이퍼의 처리용 RTR 반응기를 위한 용융 실리카로 제조된 열 절연

고리(heat insulation ring)의 제조공정을 사용하는 실시예에 의해 설명된다.

[0090] 샘플 1

[0091] 10 kg의 베이스 슬립(base slip)(1)(SiO_2 /워터 슬립(water slip))의 배치에 대해, 용융 실리카 라이닝 및 대략 20 리터의 용량을 갖는 드럼 밀(drum mill)에서, 천연 원료 실리카 물질을 용융시켜 수득되고, 250 μm 내지 650 μm 범위의 입자 크기를 갖는 8.2 kg의 비정질 과립 용융 실리카(2)는 3 μS 미만의 전도도를 갖는 1.8 kg의 탈이온수(3)와 혼합된다. 과립 용융 실리카(2)는 고온 염소화 공정에서 미리 정제되고; 이는 크리스토팔라이트 함량을 1 중량% 미만하도록 보장한다.

[0092] 베이스 슬립(1)이 균질화되고 78%의 고형분을 가질 때까지, 상기 혼합물은 용융 실리카 분쇄 볼을 사용하여 3일의 기간 동안 23 rpm에서 롤러 베드(roller bed) 상에서 분쇄된다. 분쇄 공정의 과정에서, 용액을 통과시킨 SiO_2 의 결과로서, 대략 4로 pH가 낮아진다.

[0093] 분쇄 볼은 차후 생성된 베이스 슬립(1)로부터 제거되고, 혼합물은 83 중량%의 고형분을 나타낼 수 있는 양으로 99.99%의 금속 순도를 갖는 규소 분말(4)의 형태로 제조된다.

[0094] 규소 분말(4)은 D_{97} 이 대략 10 μm 이고, 2 μm 미만인 입자 크기를 갖는 미세 분획이 미리 제거된 것인 좁은 입자 크기 분포를 갖는 비구체 분말 입자로 실질적으로 이루어진다. 규소 분말(4)는 연속 혼합에 의해 베이스 슬립(1)에서 균일하게 분산된다.

[0095] 규소 분말(4)이 충전된 슬립은 추가의 12 시간 동안 균질화된다. 이러한 방식으로 수득된 균질한 슬립(5)은 83%의 고형분을 가진다. 전체 고형분의 비율로서의 규소 분말의 중량 비율은 5%이고, SiO_2 및 Si의 유사한 비밀도로 인해 용적 비율은 마찬가지로 5% - 보다 정확하게 4.88%이다. 완전하게 균질화된 슬립(5)에서의 SiO_2 입자(2)는 약 8 μm 의 D_{50} 및 약 40 μm 의 D_{90} 으로 특징되는 입자 크기 분포를 나타낸다.

[0096] 슬립(5)는 시판되는 가압 캐스팅 기계 내의 가압 캐스트 주형으로 캐스팅되고, 다공성 중합체막을 통해 탈수되어 다공성 생소지(6)를 형성한다. 생소지(6)는 웨이퍼 처리용 RTP 반응기를 위한 고리의 형상을 가진다.

[0097] 흡착수(bound water)의 제거의 목적을 위해, 생소지(6)는 약 90°C에서 5일 동안 환기된 오븐 내에서 건조되고, 냉각 후, 생성된 다공성 블랭크(7)는 제조되는 용융 실리카 고리(8)의 거의 최종 치수로 기계적으로 작업된다.

[0098] 블랭크(7)의 소결을 위해, 이는 공기 하에서 소결 오븐에서 한 시간의 과정에 걸쳐 1390°C의 가열 온도로 가열되고, 이 온도에서 5 시간 동안 유지된다. 1000°C의 오븐 온도로 1°C/min의 냉각 램프로, 그 후에 조절 없이 밀폐된 오븐을 사용하여 냉각시킨다.

[0099] 생성된 용융 실리카 고리(8)는 간단하게 마모시켜 대략 1 μm 의 평균 표면 조도 R_a 를 얻어진다. 이는 2.1958 g/cm^3 의 밀도를 갖는 기체-불투과성 복합 재료로 이루어지고, 이에서 불투명한 용융 실리카의 매트릭스에서 서로 분리되는 원소 Si 상의 비-구체 영역은 균질하게 분산되고, 이러한 Si 상 영역의 크기 및 형태는 이용되는 Si 분말의 것들과 대개 상응한다. 최대 치수는 약 1 내지 10 μm 범위에서의 평균적인 (중앙값)이다. 복합 재료는 최대 약 1200°C의 온도에 대해 공기 중에서 안정하다.

[0100] 시각적 면에서, 매트릭스는 반투명 내지 투명하다. 현미경 하에 관찰되는 경우, 이는 개방 기공을 나타내지 않고 평균적으로 거의 10 μm 미만의 최대 치수를 갖는 밀폐 기공을 나타내고; 2.2 g/cm^3 의 이론적 매트릭스 밀도 및 2.33 g/cm^3 의 이론적 Si 상 밀도를 가정하는 경우, 밀도에 기초하여 계산된 바와 같은 기공률은 0.37%이다.

[0101] 혼합된 Si 상은 불투명성에 기여하고, 또한 복합 재료 전체의 열적 특성에 대해 영향을 준다. 이러한 복합 재료는 고온에서 열 방사의 높은 흡수를 나타낸다. 이는 이러한 재료의 방사율의 스펙트럼 프로파일이 있는 도 2의 도식에 의해 나타난다.

[0102] 실온에서의 방사율은 울브리히트 구체(Ulbricht sphere)를 사용하는 종래의 방식으로 측정된다. 이는 평균 스펙트럼 방사율이 계산되게 하는 지향성 반원 스펙트럼 투과율 T_{dh} 및 지향성 반원 스펙트럼 반사율 R_{dh} 의 측정을 가능하게 한다.

[0103] 2 내지 18 μm 의 파장 범위에서의 상승된 온도에서의 측정은 FTIR 분광기 (Bruker IFS 66v Fourier Transform Infra-red (FTIR))에 의해 실시되고, 이에 BBC 샘플 챔버가 상술된 BBC 측정 원리에 기초하여 추가의 광학 시


시스템을 통해 결합된다. 샘플 마운트(sample mount)의 정면과 후면의 하프-스페이스에서의 이러한 샘플 챔버는 온도-조절가능 흑체 서라운드 및 검출기를 갖는 빔 방출 개구(beam exit opening)를 가진다. 상기 샘플을 별개의 오븐에서 예정된 온도로 가열하고, 측정을 위해 예정된 온도로 설정된 흑체 서라운드와 함께 샘플 챔버의 빔 경로로 이동된다. 검출기에 의해 포착된 세기(intensity)는 방사 구성요소, 반사 구성요소 및 투과도 구성요소로 구성되고, - 즉 샘플 그 자체에 의해 방사된 세기, 상기 샘플에 의해 반사되고 정면 하프-스페이스로부터의 샘플에 유발되는 세기, 및 상기 샘플에 의해 투과되고 후면 하프-스페이스로부터의 샘플에 의해 유발되는 세기의 것이다. 3번의 측정이 방사율, 반사율 및 투과율의 개별적인 파라미터를 결정하기 위해 수행되어야 한다.


[0104] 도 2의 도식, 및 도 3 및 4의 추가의 도식 각각은 실온 내지 1200℃의 샘플 본체의 상이한 온도에 대해 2 내지 18 μm 의 파장 범위에 걸쳐, 측정 파장 λ (μm 단위, 대수 플롯팅)의 함수로서의 평균 방사율 ε 의 프로파일을 나타낸다.

[0105] 도 2는 2 내지 약 4 μm 의 파장 범위에서의 5 중량% Si 상을 갖는 샘플(1)의 방사율이 샘플 본체의 온도에 매우 의존적임을 나타낸다. 샘플 본체의 가열이 더 많이 될수록 상기 파장 범위에서의 방사율도 더 커지고, 1000℃ 내지 1200℃ 사이에서 실질적인 차이가 더 이상 없음이 명확하다. 1000℃ 내지 1200℃로 가열된 샘플의 경우에 있어서, 2 내지 8 μm 의 전체의 파장 범위에서의 평균 방사율은 0.75 초과이고; 3 μm 의 파장에서 이는 0.79이다.

[0106] 원칙적으로, 방사율은 파장과 함께 본질적으로 증가하나, 약 9 μm 의 방사 측정을 위해 대략적으로 확인한 최소값을 나타낸다. 최소값은 매트릭스의 용융 실리카에 의한 반사에 기인할 수 있다.

[0107] Si 상의 혼입 및 슬립캐스팅 경로를 통한 생산 기술의 효과는 특히 하기 현상으로부터 명백하다:

[0108]  샘플 본체의 온도가 올라감에 따라, 2 내지 5 μm 의 파장 범위에서의 방사율이 증가된다. 1200℃의 최대 측정 온도에서, 상기 파장 범위에서의 최대 방사율이 또한 달성된다. 1000℃의 샘플 본체 온도에서, 2 내지 8 μm 의 전체 파장 범위에서 방사율은 70% 초과이다. 따라서, 상기 파장 범위에서, 재료는 낮은 반사율 및 낮은 투과율을 나타낸다.

[0109]  용융 실리카에서의 하이드록실기의 흡수 및 방사에 대한 특징적인 약 2.72 μm 의 파장 범위에서, 현저한 효과는 없다. 이는 특히 실온에서의 샘플 측정의 스펙트럼 방사 프로파일(도 2에서의 샘플(1)에 대해 나타난 바와 같음)과 도 5에 따른 비교 샘플에 대한 스펙트럼 방사의 프로파일과 비교하는 것에 의해 명백해진다. 이하에서 더욱 상세하게 설명되는 바와 같은 - 비교 샘플 C1의 제조는 베이스 슬립이 부가된 Si를 함유하지 않은 것인 소결 조건 (표 1 참조)에서의 작은 차이 이외 주로 상이하다. 도 5의 도식은 0.25 μm 내지 약 3.5 μm 의 파장 범위에서의 비교 샘플의 재료는 상기 재료의 하이드록실기 함량에 기여할 수 있는 2.72 μm 에서의 뚜렷한 방사 밴드를 가지는 것을 나타낸다. 이러한 방사 밴드는 (또한 도 3 및 4에 의해 나타나는 바와 같이 샘플 (2 및 3)의 경우에서와 같이) 샘플(1)의 복합 재료에 대해서는 완전히 존재하지 않는다. 실온에서의 각각의 방사 측정값으로부터, 허용 오차를 고려하여, 샘플 두께에 걸쳐 평균화된 샘플 (1 내지 3)에 대한 하이드록실기 함량은 20 중량 ppm 이하이다. 낮은 하이드록실기 함량은 생소지의 비-반응성 건조(예컨대 불소 또는 염소와 같은 건조 시약을 사용하지 않음)에도 불구하고 달성된다는 사실은, 고밀도로의 복합 재료의 소결 과정에서 Si 상이 하이드록실기를 소모한다는 것을 나타낸다.

[0110] 상기 설명된 슬립캐스팅 공정을 사용하여, 실험적으로 변화되는 조성 및 개별적인 공정 파라미터를 사용하여 추가의 복합 재료를 제조하였다. 표 1에는 샘플에 대해 측정된 결과 및 이들 파라미터가 기록되어 있다.

[0111] 도 3은 샘플(2)(2 중량% Si 상을 가짐)의 방사율의 스펙트럼 프로파일을 나타내고, 도 4는 샘플(3)(1 중량% Si 상을 가짐)에 대한 프로파일을 나타낸다. 2 내지 4 μm 의 파장 범위에서의 방사율의 각 최대값의 비교는, 최소의 Si 상 함량(샘플(3), 1 중량% 가짐)을 갖는 측정 샘플이 3000 nm 및 1000℃에서 0.85로 측정된 모든 샘플 중 최고의 방사율을 나타내는 놀라운 결과를 나타내었다. 이는 낮은 Si 상 함량인 경우, 재료의 하부에 놓인 층들은 더 높은 수준의 것보다 방사율에 더 큰 기여를 한다. 따라서 1 중량% 미만의 Si 상 함량인 경우, 심지어 더 높은 방사율이 원칙적으로 예상된다.

[0112] RTP 반응기에서의 이의 의도한 사용의 과정에서, 이러한 방식으로 제조된 복합 재료의 고리는 처리되는 웨이퍼를 둘러싼다. 이러한 고리의 내부 직경은 웨이퍼의 외부 직경에 상응한다. RTP 장치의 가열 부재는 일반적으로 웨이퍼 및 고리의 조합의 상부 및/또는 하부의 평면에 위치되는 IR 에미터의 어레이로서 일반적으로 구성된다. 복합 재료의 고리는 웨이퍼 에지에서 과도한 급속 냉각의 효과를 감소시키고, 그리하여 전체 웨이퍼 표면에 걸

쳐 균일한 온도 분포에 기여한다.

- [0113] 원칙적으로, 상기 복합 재료는 높은 열 흡수 및 낮은 열 반사, 또는 특히 균일한 온도 분포가 중요한 인자인 응용분야에 대해 예정된다. 이는 다양한 기하학적 형태, 예컨대 반응기, 장치, 캐리어, 트레이, 벨, 도가니 또는 보호 쉴드의 형태, 또는 보다 간단한 구성요소 예컨대 튜브, 로드, 플레이트, 플랜지, 고리 또는 블록의 형태를 취할 수 있다. 다른 예는 하기를 포함한다:
- [0114] • 특히 단기 산화 및 열-처리 공정을 포함하는 반도체 구성요소 또는 디스플레이의 열적 컨디셔닝을 위한 열 저장 부재로서의 용도.
- [0115] • 단일 및 이중 공정 모두에 대한 고속 에피택시의 맥락에서 반응기 또는 돔으로서의 용도.
- [0116] • 특별하게는 고온에서 2 내지 8 μm 의 IR 방사에 대한 열 보호 및 클래딩 부재(cladding element)로서의 용도.
- [0117] • 예술 또는 디자인 응용분야에 대한 용도.
- [0118] 비교 실시예 1(샘플 C1)
- [0119] 본 발명의 복합 재료의 높은 밀도, 낮은 기공률 및 높은 방사율은 Si 상 내포물의 특징, 크기 및 분포에 실질적으로 기인한다.
- [0120] 이것은 Si 상의 해당하는 내포물이 없는 시판되는 불투명한 용융 실리카 고리와 비교에 의해 나타난다. 이러한 종류의 재료 및 이의 제조는 DE 44 40 104 A1에 기술되어 있다. 베이스 슬립을 제조하기 위한 Si-함유 출발 물질의 사용 및 소결 조건과 관련되는 경미한 차이와는 별개로, 이러한 재료의 제조는 실시예 1의 것에 해당한다. 이는 약 2.16 g/cm^3 의 밀도 및 2.5%의 밀폐 기공률을 가지고, 이는 주로 확산 반사기로서 작용하고, 이는 단지 1 mm의 경로 길이와 함께 190 내지 2650 nm의 파장 범위에서 10% 미만의 사실상 일정한 직접 스펙트럼 투과율(virtually constant direct spectral transmission)을 가지는 사실로부터 명확한 것이다.
- [0121] 도 5의 도식은 실온에서의 0.25 μm 내지 18 μm 파장 범위에서의 이러한 재료의 스펙트럼 방사율(2번의 측정 실시로부터의 것)을 나타낸다. 대략 2 μm 로의 가시적 파장 범위에서, 방사율은 10% 미만이고, 이는 불투명한 용융 실리카의 높은 반사율에 주로 기여할 수 있다. 약 2.7 μm 의 파장에서의 상기에서 이미 앞서 언급된 흡수 또는 방사 밴드는 명확하고, 상기 밴드는 상기 용융 실리카의 경우 300 중량 ppm의 양으로 용융 실리카의 하이드록실기에 대해 할당될 수 있는 것이다.

[0122] [표 1]

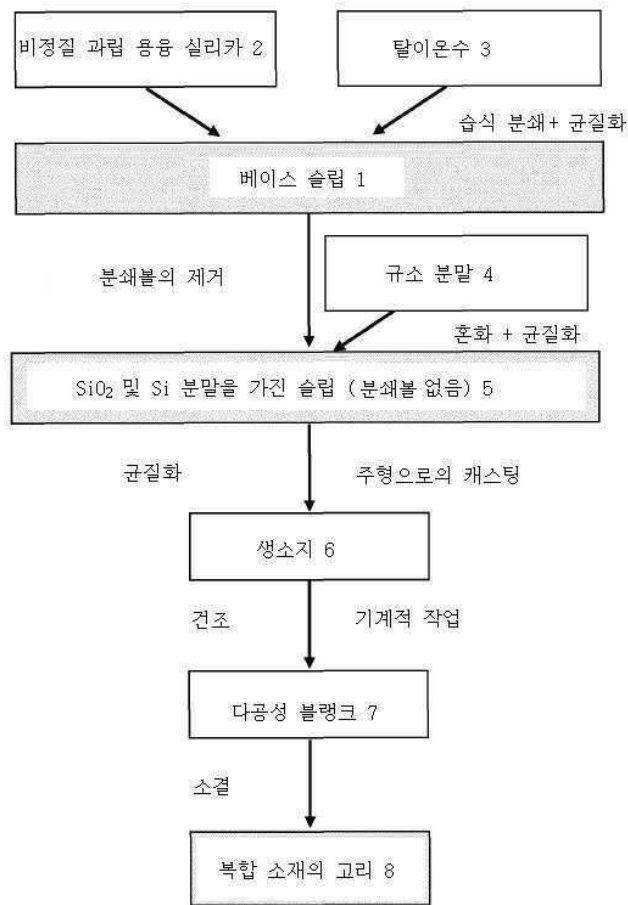
샘플	C1	1	2	3	4	5
제조공정/ 액체	슬립 / H ₂ O	슬립 / H ₂ O	슬립 / H ₂ O	슬립 / H ₂ O	슬립 / H ₂ O	슬립 / H ₂ O
소결 온도/ 시간 (°C / h)	1435 / 3	1390 / 5	1390 / 5	1390 / 5	1350 / 24	1350 / 48
Si 상 함량 (중량%)	0	5	2	1	2.5	2.5
Si 상 입자 크기: D97	---	10	10	10	10	12
하이드록실기 함량 (중량 ppm)	300	< 20	< 20	< 20	< 20	< 20
밀도 (g/cm ³)	2.16	2.1930	2.1945	2.1958	2.1966	2.1998
기공률 (%)	2.5	0.37	0.4	0.5	0.30	0.15
방사율 @ 1000°C / 3000 nm	0.21	0.79	0.79	0.85	0.75	0.81

[0123]

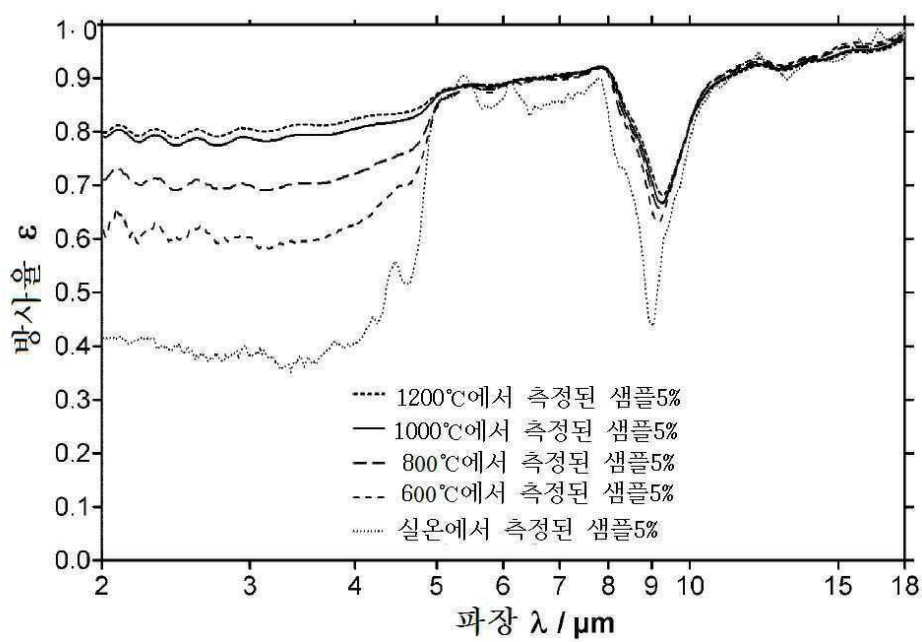
[0124] 방사율에 대한 수치는 전체적으로 복합 재료에 기초한다. 샘플(4 및 5)에 대해, 상기 값은 결정되지 않았다 (n.d.). "C1" 열에, 상기 비교 실시예에 대한 데이터가 보고되어 있다.

도면

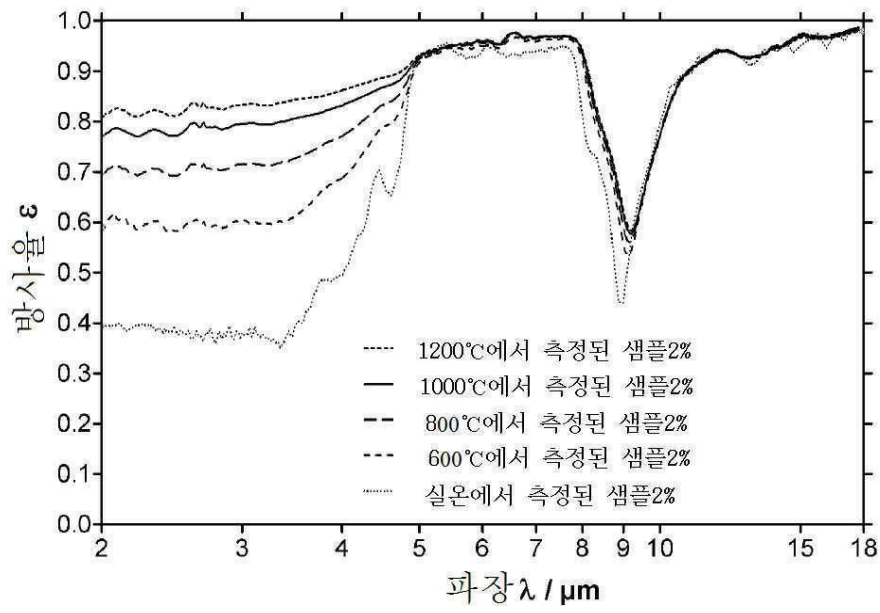
도면1



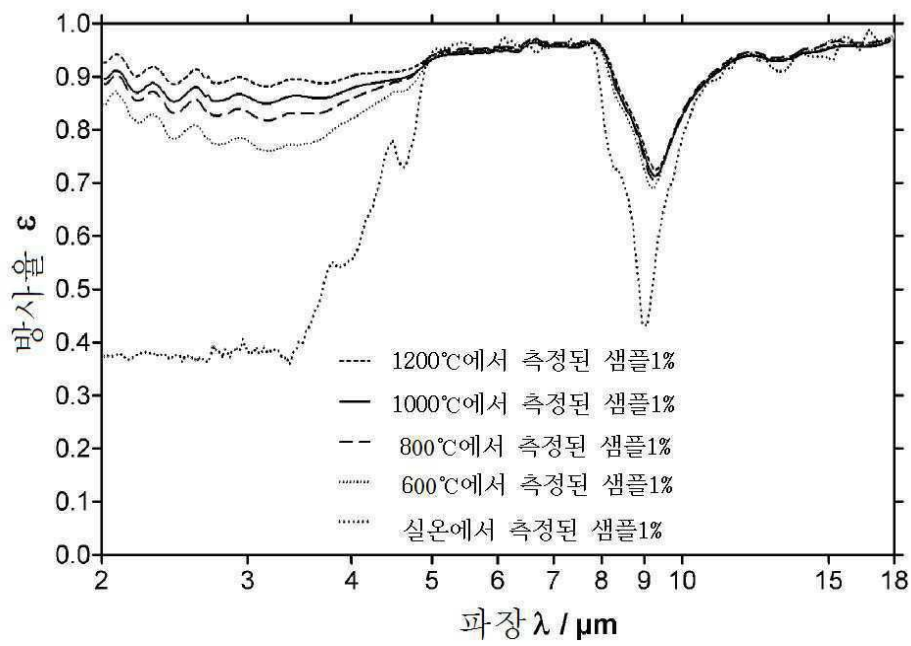
도면2



도면3



도면4



도면5

