



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0089367
(43) 공개일자 2020년07월27일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
H05B 3/14 (2006.01) C04B 35/573 (2006.01)
(52) CPC특허분류
H05B 3/148 (2013.01)
C04B 35/573 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2019-0005653
(22) 출원일자 2019년01월16일
심사청구일자 없음

(71) 출원인
신라대학교 산학협력단
부산광역시 사상구 백양대로700번길 140 내 (괘법동, 신라대학교)
(72) 발명자
황광명
부산광역시 해운대구 센텀중앙로 145, 102동 500 1호(재송동, 더샵센텀파크1차아파트)
변상환
부산광역시 사상구 사상로212번길 35(괘법동)
(74) 대리인
김종석

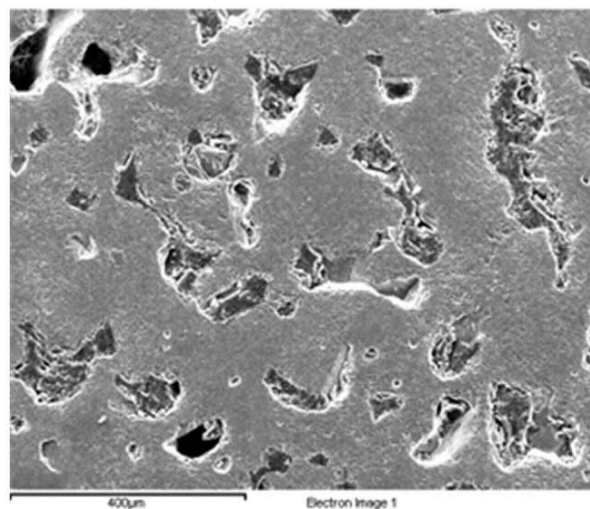
전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 발명의 명칭 고인성 SiC 발열체의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 고인성 SiC 발열체의 제조방법에 관한 것으로, 보다 구체적으로 반응 소결법(reactive sintering process)을 통해 제조되어 제품 제조 생산성을 높일 수 있으며, 구성성분으로 Al_2O_3 , SiO_2 및 Fe_2O_3 를 추가적으로 포함하여 발열체의 기공 크기를 조절할 수 있고, 입계에 액상의 분포가 증가하여 조밀한 밀도를 가지며 우수한 압축 강도를 갖는 고인성 SiC 발열체의 제조방법에 관한 것이다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C04B 2235/3217 (2013.01)
 C04B 2235/3272 (2013.01)
 C04B 2235/3418 (2013.01)
 C04B 2235/428 (2013.01)
 C04B 2235/96 (2013.01)
 H05B 2203/017 (2013.01)

김동현

부산광역시 금정구 금강로740번길 10, 403호(남산동, 석산3차아파트)

(72) 발명자

최현목

부산광역시 금정구 소정로 39, 101동 1810호(장전동, 금정산한신아파트)

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	N0000717
부처명	산업통상자원부
연구관리전문기관	한국산업기술진흥원
연구사업명	창의산업융합 특성화 인재양성사업
연구과제명	(4차년도) 창의산업융합 특성화 인재양성사업
기 여 율	1/1
주관기관	한국생산기술연구원
연구기간	2018.03.01 ~ 2019.02.28

명세서

청구범위

청구항 1

(S1) 탄소 및 SiC 혼합분말을 용융된 Si 금속과 혼합하는 단계; 및

(S2) 상기 혼합물에 Al_2O_3 , SiO_2 및 Fe_2O_3 를 첨가하는 단계;를 포함하는 것을 특징으로 하는 고인성 SiC 발열체의 제조방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 제조방법은 1400 내지 1600 °C의 온도 범위에서 반응 소결법(reactive sintering process)에 의해 수행되는 것을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 SiO_2 는 상기 고인성 SiC 발열체의 중 중량% 대비 7.5 내지 9.5 중량%로 포함되는 것을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 고인성 SiC 발열체의 파괴 계수는,

20 °C에서 90 내지 100 MPa이고, 1300 °C에서 110 내지 120 MPa이며,

20 °C에서 파괴 계수는,

290 내지 320 MPa인 것을 특징으로 하는 제조방법.

청구항 5

제1항에 있어서,

상기 고인성 SiC 발열체의 경도(hardness)는 1800 내지 2000 kg/mm^2 인 것을 특징으로 하는 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 고인성 SiC 발열체의 제조방법에 관한 것으로, 보다 구체적으로 반응 소결법(reactive sintering process)을 통해 제조되어 제품 제조 생산성을 높일 수 있으며, 구성성분으로 Al_2O_3 , SiO_2 및 Fe_2O_3 를 추가적으로 포함하여 발열체의 기공 크기를 조절할 수 있고, 입계에 액상의 분포가 증가하여 조밀한 밀도를 가지며 우수한 압축 강도를 갖는 고인성 SiC 발열체의 제조방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 탄화규소(실리콘 카바이드, SiC)는 LP-CVD 공정에 이용되는 기존의 실리콘이나 석영소재에 비해 열전도성과 내식성, 내화학성이 좋고 열팽창률이 낮아, 장기간 사용 시에도 파손의 우려가 적어 고온 영역에서 사용되는 재료로 주목받고 있다.

- [0003] 특히, 고순도 탄화규소 접합체(특히, 지그류)는 1,200℃이상의 고온조건에서도 안정하기 때문에 반도체 확산 공정 및 상압 CVD, LP-CVD공정에서 품질 및 효율향상 등에 크게 기여하고 있다. 이에 대한 구체적인 예로는 반도체 공정용 웨이퍼 보트, 특히 확산공정용 보트를 들 수 있다.
- [0004] 이와 같은 탄화규소 접합체 제조는 통상 반응 소결법에 의하여 제조되고 있으며, 이에 의하여 제조된 탄화규소 소결체를 RBSC(Reaction bonded silicon carbide)라고 한다. 통상적인 RBSC 제조를 위한 반응 소결법에 따른 탄화규소 소결체의 제조방법은 대한민국 공개특허 제10-2004-111393호에 게시된 바와 같으며, 이와 같이 제조된 탄화규소 소결체는 미탄화된 잔류 Si를 항상 일정 정도는 가지게 되므로 Si-SiC로 표기되기도 한다.
- [0005] 그런데 이와 같은 탄화규소 소결체 접합체의 제조방법으로 대한민국 공개특허 제10-2004-111393호의 도면에 도시된 바와 같은 접합체(웨이퍼 보트)를 제작하는 경우에는 통상, 전체 접합체(지그)를 이루는 단품(부품)들을 각각 1500 ~ 2000 ℃에서 가소결하여 단품 가소결체를 만들고, 이를 필요한 형상으로 가공하고, 가공된 단품을 전체 접합체(지그)의 형상에 따라 접합한 후 1500 ~ 2000 ℃에서 다시 가소결하여 조립 가소결체를 만들고, 이를 1450 ~ 1700 ℃의 용융실리콘에 침지하여, 용융실리콘이 가소결체의 기공으로 침투한 후 가소결체 내의 유리 탄소와 반응하여 탄화규소를 형성함으로써 기공을 탄화규소와 미반응 실리콘으로 충전(함침공정)하고, 소결체의 표면에 SiC 농후층을 형성하기 위하여 표면에 Si를 코팅하고 이를 다시 1450 ~ 1700 ℃로 가열하는 과정을 거치게 된다.
- [0006] 그러나 실제 제작을 이용하 산업화에 있어서, 상기 과정은 과도하게 높은 온도를 요하기 때문에 소량 산업 시장에는 적용되기 어려우며, 인성(toughness)이 낮아 파손될 수 있는 탄화규소 소결체 접합체만이 제조 될 뿐이다.
- [0007] 따라서, 기술한 문제점을 보완하기 위해 본 발명가들은 고인성 SiC 발열체의 제조방법의 개발이 시급하다 인식하여, 본 발명을 완성하였다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0008] (특허문헌 0001) 대한민국 공개특허공보 제10-2004-111393호
(특허문헌 0002) 대한민국 등록특허공보 제10-1054863호
(특허문헌 0003) 대한민국 등록특허공보 제10-0291068호

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0009] 본 발명의 목적은 반응 소결법(reactive sintering process)을 통해 제조되어 제품 제조 생산성을 높일 수 있으며, 구성성분으로 Al_2O_3 , SiO_2 및 Fe_2O_3 를 추가적으로 포함하여 발열체의 기공 크기를 조절할 수 있고, 입계에 액상의 분포가 증가하여 조밀한 밀도를 가지며 우수한 압축 강도를 갖는 고인성 SiC 발열체의 제조방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

- [0010] 상기 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은 고인성 SiC 발열체의 제조방법을 제공한다.
- [0011] 이하, 본 명세서에 대하여 더욱 상세하게 설명한다.
- [0012] 본 발명의 하기의 단계를 포함하는 고인성 SiC 발열체의 제조방법을 제공한다.
- [0013] (S1) 탄소 및 SiC 혼합분말을 용융된 Si 금속과 혼합하는 단계; 및
- [0014] (S2) 상기 혼합물에 Al_2O_3 , SiO_2 및 Fe_2O_3 를 첨가하는 단계.
- [0015] 본 발명에 있어서, 상기 제조방법은 1400 내지 1600 ℃의 온도 범위에서 반응 소결법(reactive sintering process)에 의해 수행되는 것을 특징으로 한다.

[0016] 본 발명에 있어서, 상기 SiO_2 는 상기 고인성 SiC 발열체의 중 중량% 대비 7.5 내지 9.5 중량%로 포함되는 것을 특징으로 한다.

[0017] 본 발명에 있어서, 상기 제조방법으로 제조된 고인성 SiC 발열체의 파괴 계수는 20 °C에서 90 내지 100 MPa이고, 1300 °C에서 110 내지 120 MPa인 것을 특징으로 한다.

[0018] 본 발명에 있어서, 상기 제조방법으로 제조된 고인성 SiC 발열체의 파괴 계수는 20 °C에서 290 내지 320 MPa인 것을 특징으로 한다.

[0019] 본 발명에 있어서, 상기 제조방법으로 제조된 고인성 SiC 발열체의 경도(hardness)는 1800 내지 2000 kg/mm^2 인 것을 특징으로 한다.

발명의 효과

[0020] 본 발명의 고인성 SiC 발열체의 제조방법은 반응 소결법(reactive sintering process)을 통해 제조되어 제품 제조 생산성을 높일 수 있으며, 구성성분으로 Al_2O_3 , SiO_2 및 Fe_2O_3 를 추가적으로 포함하여 발열체의 기공 크기를 조절할 수 있고, 입계에 액상의 분포가 증가하여 조밀한 밀도를 가지며 우수한 압축 강도를 갖는 고인성 SiC 발열체를 제조할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0021] 도 1은 본 발명의 제조방법으로 제조된 SiC 발열체의 SEM 이미지이다.

도 2는 본 발명의 제조방법으로 제조된 SiC 발열체에 Al_2O_3 의 첨가에 따른 밀도 변화 그래프이다.

도 3은 본 발명의 제조방법으로 제조된 SiC 발열체에 Fe_2O_3 의 첨가에 따른 밀도 변화 그래프이다.

도 4는 실시예 1에 의해 제조된 고인성 SiC 발열체의 파단면을 관찰하여 굽힘 실험에 대한 그래프이다.

도 5는 실시예 1에 의해 제조된 고인성 SiC 발열체의 열 충격 강도를 확인한 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0022] 본 발명의 고인성 SiC 발열체의 제조방법을 제공한다.

[0023] 이하, 본 명세서에 대하여 더욱 상세하게 설명한다.

고인성 SiC 발열체의 제조방법

[0025] 본 발명의 하기의 단계를 포함하는 고인성 SiC 발열체의 제조방법을 제공한다.

[0026] (S1) 탄소 및 SiC 혼합분말을 용융된 Si 금속과 혼합하는 단계; 및

[0027] (S2) 상기 혼합물에 Al_2O_3 , SiO_2 및 Fe_2O_3 를 첨가하는 단계.

[0028] 본 발명에 있어서, 상기 (S1) 단계는 탄소 및 SiC 혼합분말을 용융된 Si 금속과 혼합하는 단계일 수 있다.

[0029] 본 발명에 있어서, 상기 (S1) 단계는 탄소 및 SiC 혼합분말로 구성된 성형체에 용융된 Si 금속을 함침(impregnation)시키면 $\text{Si} + \text{C} \rightarrow \text{SiC}$ 반응에 의하여 상기 성형체 내부의 탄소가 Si와 반응하여 SiC를 형성하게 되며, 상기 함침이 완결된 성형체는 SiC와 소량의 잔류 Si로 구성된 치밀한 SiC 발열체를 제조할 수 있게 된다.

[0030] 본 발명에 있어서, 상기 (S1) 단계에서 SiC 분말을 첨가는 탄소와 용융된 Si 금속의 반응은 발열 반응으로 급격히 진행되기 때문에 상기 Si의 침투를 제어하고 반응 속도를 조절하기 위한 것이다. 보다 구체적으로, 상기 용융된 Si 금속은 모세관력에 의하여 상기 탄소 및 SiC 혼합분말로 구성된 성형체 내의 개기공 속으로 침투하여 들어가기 때문에 상기 성형체의 기공율 및 기공크기 분포의 조절이 가능하다.

[0031] 본 발명에 있어서, 상기 (S2) 단계는 상기 혼합물에 Al_2O_3 , SiO_2 및 Fe_2O_3 를 첨가하는 단계일 수 있다.

[0032] 본 발명에 있어서, 상기 Al_2O_3 를 상기 제조 공정에 일정량 첨가시킴에 따라 본 발명의 SiC 발열체의 기공이 현저히 감소될 수 있다. 보다 구체적으로, 상기 고인성 SiC 발열체의 총 중량% 대비 상기 Al_2O_3 를 2 내지 16 중량%를

첨가할 경우 입계에 액상의 분포가 증가하게 되어 상기 고인성 SiC 발열체의 밀도가 증가하게 되며, 이로 인해 상기 SiC 발열체의 기공이 현저히 감소할 수 있다.

[0033] 본 발명에 있어서, 상기 SiO₂를 상기 제조 공정에 일정량 첨가시킴에 따라 본 발명의 SiC 발열체의 밀도가 현저히 감소될 수 있다. 보다 구체적으로, 상기 고인성 SiC 발열체 총 중량% 대비 상기 SiO₂를 8.5 중량%로 첨가한 발열체는 상기 SiO₂를 첨가하지 않은 발열체와 비교하여 현저히 높은 밀도 분포를 나타내었다. 상기과 같은 결과는, 상기 SiO₂에 의한 효과는 상기 SiC 표면에 존재하는 SiO₂ 층과 상기 Al₂O₃ 사이의 반응을 통한 액상 소결 때문이다.

[0034] 본 발명에 있어서, 상기 Fe₂O₃를 상기 제조 공정에 일정량 첨가시킴에 따라 압축강도가 상승될 수 있다. 보다 구체적으로, 상기 고인성 SiC 발열체 총 중량% 대비 상기 Fe₂O₃를 1 내지 6 중량%를 첨가할 경우 입계에 액상의 분포가 증가하게 되므로 상기 고인성 SiC 발열체의 압축강도가 현저히 증가한다.

[0035] 본 발명에 있어서, 상기 제조방법은 1400 내지 1600 °C의 온도 범위에서 반응 소결법(reactive sintering process)에 의해 수행될 수 있다.

[0036] 본 발명에 사용된 용어, 상기 “소결”이란 금속이나 비금속 분체를 가열해서 소성하여 굳히는 과정을 의미하며, 보다 구체적으로 분말간의 용적확산 및 점성유동으로 입자 간에 결합이 있으며 더욱이 증기압이 높은 상태에서 증발 및 응고 상태를 의미한다.

[0037] 본 발명에 있어서, 상기 고인성 SiC 발열체의 파괴 계수는 20 °C에서 90 내지 100 MPa이고, 1300 °C에서 110 내지 120 MPa이다.

[0038] 본 발명에 있어서, 상기 고인성 SiC 발열체의 파괴 계수는 20 °C에서 290 내지 320 MPa이다.

[0039] 본 발명에 있어서, 상기 고인성 SiC 발열체의 경도(hardness)는 1800 내지 2000 kg/mm²이다.

[0041] 본 발명의 이점 및 특징, 그리고 그것들을 달성하는 방법은 상세하게 후술되어 있는 실시예들을 참조하면 명확해 질 것이다. 그러나, 본 발명은 이하에서 개시되는 실시예들에 한정되는 것이 아니라 서로 다른 다양한 형태로 구현될 수 있으며, 단지 실시예들은 본 발명의 개시가 완전하도록 하고, 본 발명이 속하는 기술 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 발명의 범주를 완전하게 알려 주기 위해 제공되는 것이며, 본 발명은 청구항의 범주에 의해 정의될 뿐이다.

[0042] 이하에서 언급된 시약 및 용매는 특별한 언급이 없는 한 Sigma Aldrich Korea 또는 Tokyo Chemical Industry (TCI)로부터 구입한 것이며, X-선 회절 스펙트럼 측정방법의 기기 조건은 다음과 같다.

[0043] 실시예 1. 고인성 SiC 발열체의 제조

[0044] 탄소 및 SiC 혼합분말을 용융된 Si 금속과 혼합하였다. 그리고 상기 혼합물에 상기 고인성 SiC 발열체 총 중량% 대비 Al₂O₃ 15 중량%, SiO₂ 8.2 중량% 및 Fe₂O₃ 5 중량%를 첨가하여 본 발명의 고인성 SiC 발열체를 제조하였다.

[0045] 실험예 1. 고인성 SiC 발열체의 굽힘 실험

[0046] 상기 실시예 1에 의해 제조된 고인성 SiC 발열체의 파단면을 관찰하여 굽힘 실험을 수행하였으며, 그 결과를 도 4에 나타내었다.

[0047] 도 4를 참조하면, 상기 고인성 SiC 발열체는 액상소결 SiC 재료의 파단면에서는 다소 균질하게 성장한 SiC 입자를 확인할 수 있다. 또한, 상기 파단면에는 SiC 입자 주위에 미세기공이 존재한다는 것을 확인할 수 있다.

[0048] 실험예 2. 고인성 SiC 발열체의 열충격 온도차에 따른 변화

[0049] 상기 실시예 1에 의해 제조된 고인성 SiC 발열체의 열 충격 강도를 확인하였다. 구체적으로, 열 충격 강도 측정으로 위한 굽힘 실험은 각 열충격 온도에서 1회의 열충격을 부하한 후 수행하였으며, 그 결과를 도 5에 나타내었다.

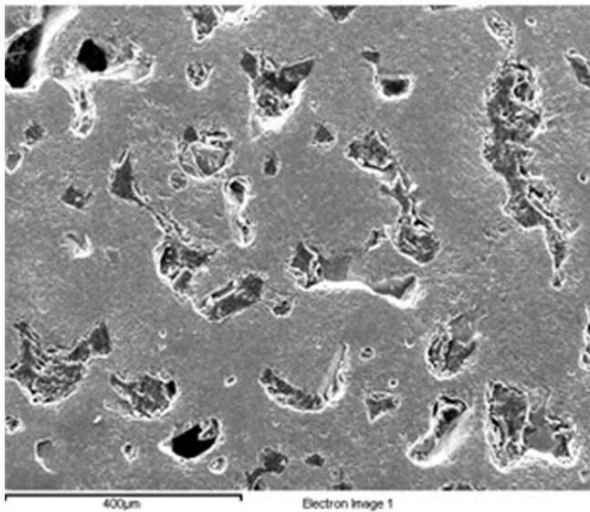
[0050] 도 5를 참조하면, 열충격을 부하하지 않은 액상소결 SiC 재료의 굽힘강도는 700 MPa인 것을 확인할 수 있다. 또한 액상소결 SiC 재료는 열 충격 온도 차가 증가함에 따라 약 700 °C의 온도 차까지만 상승 굽힘 강도를 일정하게

유지할 수 약 800 ℃의 열충격 온도 차에서 급격한 강도 감소를 나타내는 것을 확인할 수 있다. 임계 열충격 온도 차는 초기 시험편의 강도를 100%로 하였을 때 50% 되는 지점에서 급격히 하강하는 강도 곡선과 마닿는 부분이다. 800 ℃ 이상의 열충격 온도 차에서 열이력을 받은 다수의 SiC 발열체들은 켄칭 직후 많은 미세 균열이 발생하여 파단되는 것을 확인하였다.

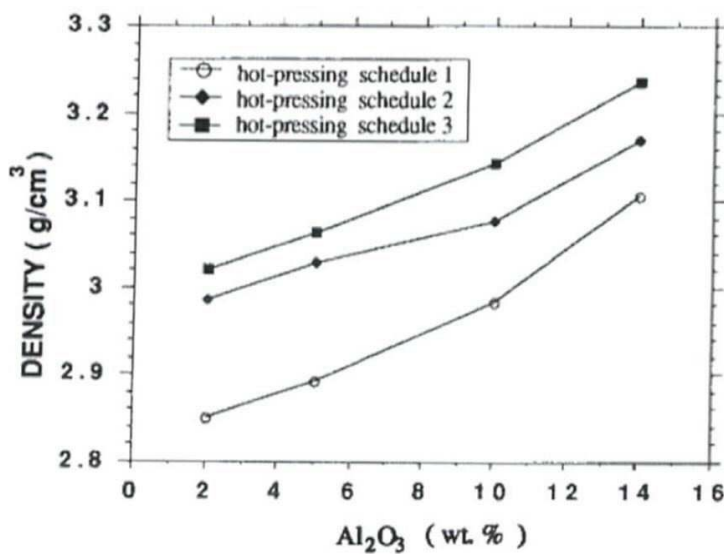
[0051] 이상, 본 발명은 전술한 실시예들에 한정되는 것이 아니고, 본 발명의 사상 및 범위를 벗어나지 않고 다양하게 수정 및 변형할 수 있음은 이 기술의 분야에서 통상의 지식을 가진 자에게 자명하다. 따라서, 그러한 수정예 또는 변형예들은 본 발명의 특허청구범위에 속한다 하여야 할 것이다.

도면

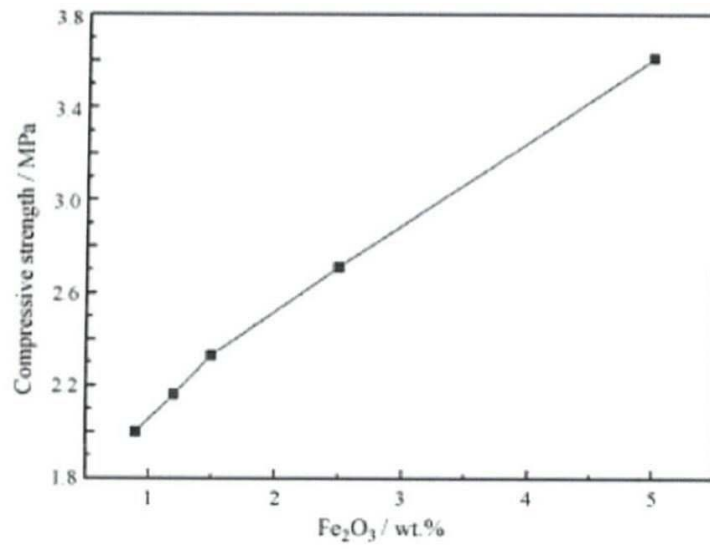
도면1



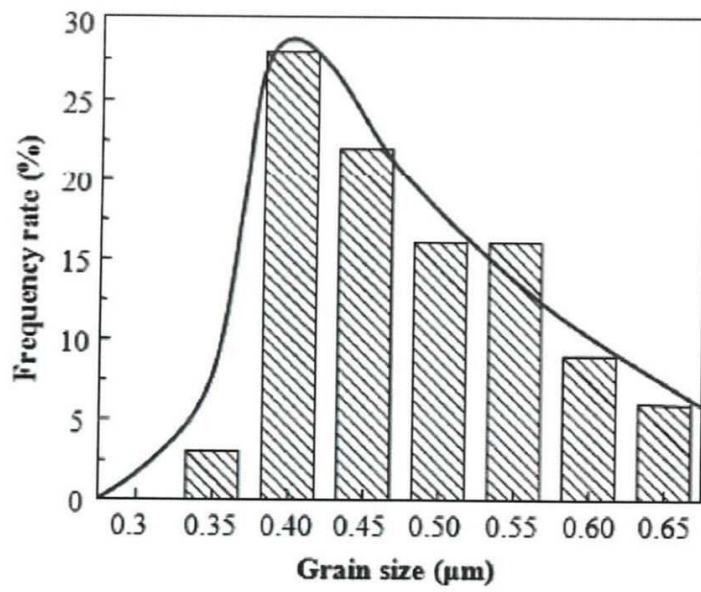
도면2



도면3



도면4



도면5

