(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2018-0120052
(43) 공개일자 2018년11월05일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C04B 35/10 (2006.01) *C04B 35/565* (2006.01)
C04B 35/626 (2006.01) *C04B 35/63* (2006.01)
C04B 35/64 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C04B 35/10 (2013.01)
C04B 35/565 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2017-0087659
(22) 출원일자 2017년07월11일
심사청구일자 2017년07월11일
(30) 우선권주장
1020170053184 2017년04월25일 대한민국(KR)

(71) 출원인
한국기계연구원
대전광역시 유성구 가정북로 156 (장동)
(72) 발명자
김하늘
경상남도 김해시 율하2로 198 1101동 802호 (율하동,율현마을율하e-편한세상아파트)
고재웅
경상남도 창원시 성산구 대암로 8(남양동,한림엘리시온아파트) 101동 601호
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
이원희

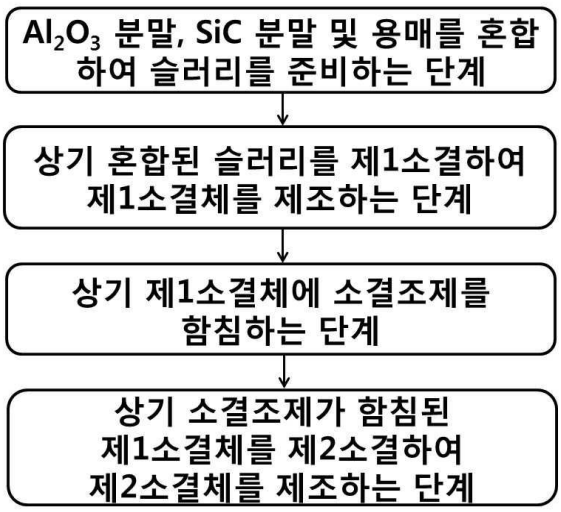
전체 청구항 수 : 총 11 항

(54) 발명의 명칭 **알루미나-실리콘카바이드 복합체의 상압 소결 방법**

(57) 요 약

본 발명은 Al_2O_3-SiC 복합체의 상압 소결 방법에 관한 것으로써, 본 발명의 실시예를 따르는 Al_2O_3-SiC 복합체의 상압 소결 방법은 Al203 분말, SiC 분말 및 용매를 혼합하여 슬러리를 준비하는 단계; 상기 슬러리를 고화하는 단계; 상기 고화된 슬러리를 성형하고, 제1 소결하여 제1 소결체를 제조하는 단계; 상기 제1 소결체에 소결조제를 액상에서 함침하는 단계; 및 상기 소결조제가 함침된 제1 소결체를 상압에서 제2 소결하는 단계;를 포함한다.

대 표 도 - 도1



(52) CPC특허분류
C04B 35/62625 (2013.01)
C04B 35/62695 (2013.01)
C04B 35/6303 (2013.01)
C04B 35/64 (2013.01)
C04B 2235/402 (2013.01)
C04B 2235/664 (2013.01)
C04B 2235/668 (2013.01)

(72) 발명자
김진명
경상남도 창원시 성산구 상남로 48 1동 203호(대우아파트)

박영조
경상남도 창원시 진해구 자은로64번길 39(자은동, 삼성아파트) 202-507

이 발명을 지원한 국가연구개발사업
과제고유번호 10053585
부처명 산업통상자원부
연구관리전문기관 한국산업기술평가관리원
연구사업명 전략적핵심소재기술개발사업
연구과제명 3D-1xnm급 반도체 공정용 내플라즈마성 10^16,10^10,10^3 ohm-cm급 세라믹 복합소재 및 온도 제어 기능성 부품 개발
기 여 율 1/1
주관기관 ㈜ 코미코
연구기간 2016.06.01 ~ 2017.05.31

명 세 서

청구범위

청구항 1

Al_2O_3 분말, SiC 분말 및 용매를 혼합하여 슬러리를 준비하는 단계;

상기 혼합된 슬러리를 제1 소결하여 제1 소결체를 제조하는 단계;

상기 제1 소결체에 소결조제를 함침하는 단계; 및

상기 소결조제가 함침된 제1 소결체를 제2 소결하여 제2 소결체를 제조하는 단계;를 포함하는 Al_2O_3-SiC 복합체의 상압 소결 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 제1 소결체에 소결조제를 함침하는 단계는 상기 소결조제가 용해된 액상 용액에 침지하여 수행되는 Al_2O_3-SiC 복합체의 상압 소결 방법.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 소결조제는 Mg, Y, Ca 또는 Ti 중 적어도 하나인 Al_2O_3-SiC 복합체의 상압 소결 방법.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 제1 소결체에 소결조제를 함침하는 단계는 30분 내지 12시간 동안 수행되는 Al_2O_3-SiC 복합체의 상압 소결 방법.

청구항 5

제2항에 있어서,

상기 소결조제가 용해된 액상 용액의 소결조제의 농도는 3000ppm 내지 6000ppm인 Al_2O_3-SiC 복합체의 상압 소결 방법.

청구항 6

제1항에 있어서,

상기 제2 소결은 0.9 atm 내지 1.1 atm의 압력에서 수행되는 Al_2O_3-SiC 복합체의 상압 소결 방법.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 Al_2O_3-SiC 복합체 전체 부피에 대한 SiC의 부피비는 10 내지 30%인 Al_2O_3-SiC 복합체의 상압 소결 방법.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 혼합된 슬러리를 제1 소결하여 제1 소결체를 제조하는 단계에서, 상기 제1 소결은 800 내지 1200℃ 온도에서 수행되는 Al_2O_3-SiC 복합체의 상압 소결 방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 소결조제가 함침된 제1 소결체를 제2 소결하여 제2 소결체를 제조하는 단계에서, 상기 제2 소결은 1500 내지 1750℃ 온도에서 수행되는 Al_2O_3-SiC 복합체의 상압 소결 방법.

청구항 10

제1항에 있어서,

상기 혼합된 슬러리를 제1 소결하여 제1 소결체를 제조하는 단계에서, 상기 슬러리를 제1 소결하기 전에 상기 슬러리를 고화하여 과립화하는 단계를 더 포함하는 Al_2O_3-SiC 복합체의 상압 소결 방법.

청구항 11

Al_2O_3 분말, SiC 분말 및 용매를 혼합하여 슬러리를 준비하는 단계;

상기 혼합된 슬러리를 제1 소결하여 제1 소결체를 제조하는 단계;

상기 제1 소결체에 소결조제를 함침하는 단계; 및

상기 소결조제가 함침된 제1 소결체를 제2 소결하여 제2 소결체를 제조하는 단계;를 포함하는 Al_2O_3-SiC 반도체용 부품소재의 제조방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 알루미나(Al_2O_3)-실리콘 카바이드(SiC) 복합체의 상압 소결 방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 금속이온의 형태로 액상에서 소결조제를 첨가하여 산업적으로 합리적인 온도에서 상압소결이 가능하도록 하는 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0003] Al_2O_3-SiC 세라믹 복합소재는 강성이 우수한 SiC를 첨가시킴으로써 단상 Al_2O_3 세라믹의 물성을 증진시켜 그 응용 폭을 넓히고자 하는 목적으로 30여 년 전부터 연구되어온 소재이다. 약 5vol% 소량의 SiC만을 첨가하여도 상압에서 강도가 1 GPa를 상회하게 만드는 것이 가능하며, 고온에서의 크립 저항성 또한 최대 2배가량 상향되는

것으로 알려져 있다. 이외에도 SiC가 가지는 우수한 열전도 특성과 반도체 성질을 이용하여 열전도 특성이 좋지 않고, 절연체인 Al_2O_3에 새로운 특성을 부여해 줄 수 있는 것으로 알려져 있다.

[0005] Al_2O_3 기지상에 SiC를 첨가하여 복합세라믹을 만드는 목적은 첫째, 부도체인 Al_2O_3에 반도체인 SiC 를 첨가하여 전기저항을 제어하기 위하는 것과 둘째, SiC 상을 첨가하여 강도, 경도와 같은 기계적 특성을 향상시키는 것이다. 전기 저항의 경우 percolation 이론을 따르는 것으로 알려져 있으며, 이는 SiC가 일정량 이상 첨가되어야 하는 것을 의미한다. 따라서, 최소 15vol% 이상 대량의 SiC를 첨가해야 하는데, 대량의 SiC가 첨가될 경우 소결성이 크게 저하되기 때문에 일반적인 상압소결 공정으로는 치밀화가 어려워진다.

[0007] 이를 해결하기 위해 소결 구동력을 증진시키는 공정인 열간 성형(Hot-press), 방전 플라즈마 소결(Spark plasma sintering), 열간 정수압 성형(Hot isostatic press) 등 고가의 비용이 요구되는 방법들이 사용되어 왔으며, 이 방법들은 산업적 측면에서 경제성이 다소 결여된 공정이므로 실용화에 유리하지 않다.

[0009] 다양한 공정 방법이 존재함에도 불구하고, 대부분의 소결공정은 5vol% 수준의 SiC를 첨가하는 데 그치고 있으며, SiC 첨가량을 늘리기 위해서는 더 높은 온도, 압력 등이 필요하다.

[0011] EP 0310342 B1 특허에서는 열간 성형법을 사용하여 30MPa의 압력을 통해 복합소재를 치밀화하고 있다. 20mol%의 양은 부피로 환산하면 11 vol% 수준에 불과하며, 최대 1800℃의 온도를 필요로 한다.

[0013] CN 1569733 A 특허에서는 Hot-press 법을 사용하여 5~25vol% 범위의 SiC를 함유한 복합재를 1750~1850℃, 30~35MPa 조건에서 치밀화 한 바 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0015] (특허문헌 0001) EP 0310342 B1

(특허문헌 0002) CN 1569733 A

발명의 내용

해결하려는 과제

[0016] 본 발명은 Al_2O_3-SiC 복합체를 액상에 포함된 소결조제를 함침하고, 상압소결만으로 치밀화하는 고밀도 Al_2O_3-SiC 복합체의 제조방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0018] 본 발명의 실시예를 따르는 Al_2O_3-SiC 복합체의 상압소결 방법은 Al_2O_3 분말, SiC 분말 및 용매를 혼합하여 슬러리를 준비하는 단계; 상기 혼합된 슬러리를 제1 소결하여 제1 소결체를 제조하는 단계; 상기 제1 소결체에 소결조제를 함침하는 단계; 및 상기 소결조제가 함침된 제1 소결체를 제2 소결하여 제2 소결체를 제조하는 단계;를 포함한다.

[0020] 또한, 상기 제1 소결체에 소결조제를 함침하는 단계는 상기 소결조제가 용해된 액상 용액에 침지하여 수행될 수 있다.

[0022] 또한, 상기 소결조제는 Mg, Y, Ca 또는 Ti 중 적어도 하나일 수 있다.

[0024] 또한, 상기 제1 소결체에 소결조제를 함침하는 단계는 30분 내지 12시간 동안 수행될 수 있다.

[0026] 또한, 상기 소결조제가 용해된 액상 용액의 소결조제의 농도는 3000ppm 내지 6000ppm일 수 있다.

[0028] 또한, 상기 제2 소결은 0.9 atm 내지 1.1 atm의 압력에서 수행될 수 있다.

[0030] 또한, 상기 Al_2O_3-SiC 복합체 전체 부피에 대한 SiC의 부피비는 10 내지 30%일 수 있다.

[0032] 또한, 상기 Al_2O_3 분말의 크기는 0.5㎛ 내지 5㎛일 수 있다.

[0034] 또한, 상기 SiC 분말의 크기는 0.5㎛ 내지 5㎛일 수 있다.

[0036] 또한, 상기 혼합된 슬러리를 제1 소결하여 제1 소결체를 제조하는 단계에서, 상기 제1 소결은 800 내지 1200℃ 온도에서 수행될 수 있다.

[0038] 또한, 상기 소결조제가 함침된 제1 소결체를 제2 소결하여 제2 소결체를 제조하는 단계에서, 상기 제2 소결은 1500 내지 1750℃ 온도에서 수행될 수 있다.

[0040] 또한, 상기 혼합된 슬러리를 제1 소결하여 제1 소결체를 제조하는 단계에서, 상기 슬러리를 제1 소결하기 전에 상기 슬러리를 고화하여 과립화하는 단계를 더 포함할 수 있다.

[0042] 본 발명의 다른 실시예를 따르는 Al_2O_3-SiC 반도체용 부품소재의 제조방법은 Al_2O_3 분말, SiC 분말 및 용매를 혼합하여 슬러리를 준비하는 단계; 상기 혼합된 슬러리를 제1 소결하여 제1 소결체를 제조하는 단계; 상기 제1 소결체에 소결조제를 함침하는 단계; 및 상기 소결조제가 함침된 제1 소결체를 제2 소결하여 제2 소결체를 제조하는 단계;를 포함한다.

발명의 효과

[0044] 본 발명의 실시예를 Al_2O_3-SiC 복합체의 상압 소결 방법은 소결조제인 Mg, Y를 균일하게 첨가함으로써 상압소결 온도를 100℃ 이상 낮출 수 있고, 소결성을 극대화 할 수 있다. 또한, Al_2O_3-SiC 복합체의 상압 소결 방법에 의해 제조된 Al_2O_3-SiC 복합체는 낮은 소결온도에서도 우수한 기계적 물성을 나타낼 수 있었다.

도면의 간단한 설명

[0046] 도 1은 본 발명의 실시예를 Al_2O_3-SiC 복합체의 상압 소결 방법의 순서도이다.

도 2는 실시예 1에 의해 제조된 Al_2O_3-SiC 복합체의 소결 온도에 따른 상대 밀도를 도시한 것이다.

도 3은 비교예 1에 의해 제조된 Al_2O_3-SiC 복합체의 소결 온도에 따른 상대 밀도를 도시한 것이다.

도 4는 비교예 2에 의해 제조된 Al_2O_3-SiC 복합체의 소결 온도에 따른 상대 밀도를 도시한 것이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0047] 이하, 첨부된 도면을 참조하여 본 발명의 바람직한 실시 형태들을 다음과 같이 설명한다. 그러나, 본 발명의 실시 형태는 여러 가지 다른 형태로 변형될 수 있으며, 본 발명의 범위가 이하 설명하는 실시 형태로 한정되는 것은 아니다. 또한, 본 발명의 실시 형태는 당해 기술분야에서 평균적인 지식을 가진 자에게 본 발명을 더욱 완전하게 설명하기 위해서 제공되는 것이다. 따라서, 도면에서의 요소들의 형상 및 크기 등은 보다 명확한 설명을 위해 과장될 수 있으며, 도면 상의 동일한 부호로 표시되는 요소는 동일한 요소이다. 또한, 유사한 기능 및 작용을 하는 부분에 대해서는 도면 전체에 걸쳐 동일한 부호를 사용한다. 덧붙여, 명세서 전체에서 어떤 구성요소를 "포함"한다는 것은 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성요소를 더 포함할 수 있다는 것을 의미한다.

[0049] **Al_2O_3-SiC 복합체의 상압 소결 방법**

[0050] 이하 본 발명의 실시 예를 따르는 Al_2O_3-SiC 복합체의 상압 소결 방법에 대하여 설명한다.

[0051] 도 1은 본 발명의 실시 예를 따르는 Al_2O_3-SiC 복합체의 상압 소결 방법의 순서도이다.

[0052] 도 1에 도시된 바와 같이, 본 발명의 실시예를 따르는 Al_2O_3-SiC 복합체의 상압소결 방법은 Al_2O_3 분말, SiC 분말 및 용매를 혼합하여 슬러리를 준비하는 단계; 상기 혼합된 슬러리를 제1 소결하여 제1 소결체를 제조하는 단계; 상기 제1 소결체에 소결조제를 함침하는 단계; 및 상기 소결조제가 함침된 제1 소결체를 제2 소결하여 제2 소결체를 제조하는 단계;를 포함한다.

[0054] 상기 제1 소결체에 소결조제를 함침하는 단계는 상기 소결조제가 용해된 액상 용액에 침지하여 수행될 수 있다.

[0055] 상기 액상 용액은 특별히 제한되지 않고, 상기 Y, Mg 등의 소결조제를 용해할 수 있으면 제한되지 않고 사용될 수 있다.

[0056] 예를 들어, 상기 액상 용액은 질산염, 황산염, 물, 물을 포함하는 유기용매, 예를 들면 알코올, 케톤, 탄화수소, N,N'-디메틸포름아미드(DMF), N,N-디에틸포름아미드(DEF), N,N-디메틸아세트아미드(DMAc), 아세토니트릴, 디옥산, 클로로벤젠, 피리딘, N-메틸 피롤리돈(NMP), 설포란, 테트라하이드로퓨란(THF), 감마-부티로락톤, C_1-C_{12} 알킬아민을 언급할 수 있으며, 이들로 한정되지 않는다. 알코올로는 탄소수 1 ~ 10의 모노 또는 폴리알코올, 예를들면 메탄올, 에탄올, 프로판올, 에틸렌 글리콜, 글리세롤과 같은 알킬렌 폴리올, 시클로헥산올과 같은 지환족 알코올이 예시될 수 있으며; 케톤으로는 탄소수 2 ~ 10 인 케톤, 예컨대 아세톤, 메틸에틸케톤, 아세틸아세톤 등이 예시될 수 있으며; 탄화수소로는 탄소수 4 ~ 20 인 탄화수소 (예. 탄소수 4 ~ 10 의 선형 및 환형 알칸, 예를 들어 헥산, 헵탄, 옥탄, 톨루엔 등이 예시될 수 있다.

[0057] 또한, 물과 혼합할 수 있는 수혼화성 용매 또는 물과 용해될 수 있는 수용해성 용매가 유기용매로서 바람직하게 사용될 수 있다.

[0059] Al_2O_3 분말, SiC 분말 및 용매를 혼합하여 슬러리를 준비하는 단계에서, 상기 슬러리는 바인더(binder), 윤활제(lubricant), 가소제(plasticizer), 분산제(dispersant) 및 해교제(deflocculant) 등의 첨가제를 더 포함할 수 있다.

[0061] 상기 고화된 슬러리를 성형하고, 제1 소결하여 제1 소결체를 제조하는 단계에서, 제1 소결의 실시 전에 고분자 성분을 제거하는 탈지(debinding) 단계를 더 포함할 수 있다.

[0063] 상기 탈지 단계는 고분자 성분을 제거하기 위해 적어도 500℃의 온도에서 수행될 수 있으나, 특별히 이에 제한되는 것은 아니다.

[0065] 상기 탈지 단계는 고화된 슬러리를 성형하는 단계에서 열 성형을 통해 수행될 수 있다.

[0067] 상기 열 성형은 일축 성형, 정수압 성형 또는 온간 성형 중 적어도 하나의 공정에 의해 수행될 수 있고, 일정한 형태의 금형에 분말을 장입하고 일정한 압력을 가할 수 있다.

[0069] 상기 열 성형 공정은 적어도 400℃ 온도 이상에서 수행될 수 있다.

[0070] 상기 성형체에 함유된 바인더(binder), 윤활제(lubricant), 가소제(plasticizer), 분산제(dispersant), 해교제(deflocculant) 등의 고분자 물질들은 400℃ 온도 이상에서 분해될 수 있고, 상기 건식 성형 공정의 수행 온도가 400℃ 미만이면 고분자가 열분해 되지 않아서 후속 소결 공정에서 성형체가 파괴될 수 있다.

[0072] 상기 혼합된 슬러리를 제1 소결하여 제1 소결체를 제조하는 단계에서, 상기 제1 소결체는 다공성 Al_2O_3-SiC 소결체일 수 있다. 상기 다공성 Al_2O_3-SiC 소결체는 액상에 함침되어 Mg^{2+} 또는 Y^{3+} 의 이온형태로 다공성 Al_2O_3-SiC 소결체 내부로 고르게 함침될 수 있다.

[0074] 상기 제1 소결체의 밀도는 적어도 60%이하일 수 있다.

[0075] 상기 제1 소결체의 밀도가 60%를 초과하면 Al_2O_3 기지상 간 소결로 인해 불균일한 내부구조가 발생할 수 있다.

[0077] 상기 소결조제는 Y, Mg, Ca 또는 Ti 중 적어도 하나일 수 있다.

[0079] 상기 제1 소결체에 소결조제를 함침하는 단계는 30분 내지 12시간 동안 수행될 수 있다.

[0080] 상기 함침 시간이 30분 미만이면 치밀화가 충분하지 않아 소결체의 표면, 내부의 밀도차이가 발생할 수 있다.

[0081] 상기 함침 단계가 30분 미만으로 수행될 경우 Mg, Y 이온이 제1 소결체에 충분히 흡착되지 않아 소결이 균일하게 이루어지지 않을 수 있다. 상기 함침 단계는 30분 내지 12시간 동안 수행될 수 있고, 바람직하게는 적어도 6시간 이상 수행될 수 있다.

[0083] 상기 소결조제가 용해된 액상 용액의 소결조제의 농도는 3000ppm 내지 6000ppm일 수 있다.

[0084] 상기 액상에서의 소결조제가 3000ppm 미만이면 충분하지 않은 소결조제 양으로 인해 완전한 치밀화도 이루어지지 않을 수 있고, 소결조제의 효과가 감소하거나 소결 후 내부 불균일에 의한 복합체의 파단이 발생할 수 있다. 상기 액상에서의 소결조제가 6000ppm을 초과하면, Al_2O_3-Y_2O_3 기지 내에 액상이 다량발생할 가능성이 높고, 액상 발생시 결정립의 성장으로 인해 기계적 강도 저하가 일어날 수 있다.

[0086] 상기 제2 소결은 0.9 atm 내지 1.1 atm의 압력에서 수행될 수 있다.

[0087] 본 발명의 실시예를 따르는 Al_2O_3-SiC 복합체의 상압소결 방법은 0.9 atm 내지 1.1 atm의 상압에서 제2 소결을 하여, 90% 이상의 밀도를 갖는 치밀화된 Al_2O_3-SiC 복합체를 제조할 수 있다.

[0089] 상기 Al_2O_3-SiC 복합체 전체 부피에 대한 SiC의 부피비는 10 내지 30%일 수 있다.

[0091] 상기 Al_2O_3 분말의 크기는 0.5 내지 5㎛ 일 수 있다.

[0092] 상기 분말의 크기기 0.5㎛ 미만이면, 소결성이 향상되지만 분말의 가격이 높아 제조방법의 비용이 상승하는 단점이 있고, 상기 분말의 크기가 5 ㎛를 초과하면 소결성이 떨어져 고밀도의 Al_2O_3-SiC 복합체를 제조하기 어려운 단점이 있다.

[0094] 상기 SiC 분말의 크기는 0.5 내지 5 ㎛일 수 있다.

[0096] 상기 분말의 크기기 0.5㎛ 미만이면, 소결성이 향상되지만 분말의 가격이 높아 제조방법의 비용이 상승하는 단점이 있고, 상기 분말의 크기가 5㎛를 초과하면 복합소재 내부에서 SiC 끼리의 연결성이 낮아지기 때문에 전기저항 제어를 위해서는 더 많은 양을 첨가해야하는 문제점이 있을 수 있다.

[0098] 상기 혼합된 슬러리를 제1 소결하여 제1 소결체를 제조하는 단계에서, 상기 제1 소결은 800 내지 1200℃ 온도에서 수행될 수 있다.

[0099] 상기 제1 소결의 온도가 800℃ 미만이면, 이후 액상 소결조제 함침 공정에서 소결체가 파괴될 우려가 있으며, 1200℃를 초과하면 상대적으로 양이 많은 Al_2O_3 기지상 간 소결로 인해 원치 않은 입성장이 발생할 수 있다.

[0101] 상기 제1 소결 열처리 중의 대기 분위기는 진공, Ar, N_2 중 적어도 하나를 포함하는 불활성 분위기일 수 있으나 특별히 제한되지 않는다.

[0103] 상기 소결조제가 함침된 제1 소결체를 제2 소결하여 제2 소결체를 제조하는 단계에서, 상기 제2 소결은 1500 내지 1750℃ 온도에서 수행될 수 있다.

[0104] 상기 제2 소결의 온도가 1500℃ 미만이면 충분한 치밀화가 이루어지지 않을 수 있고, 1750℃를 초과하면 입성장에 의해 강도가 감소될 수 있다.

[0106] 상기 제2 소결 열처리 중의 대기 분위기는 진공, Ar, N_2 중 적어도 하나를 포함하는 불활성 분위기일 수 있으나 특별히 제한되지 않는다.

[0108] 상기 혼합된 슬러리를 제1 소결하여 제1 소결체를 제조하는 단계에서, 상기 슬러리를 제1 소결하기 전에 상기 슬러리를 고화하여 과립화하는 단계를 더 포함할 수 있다.

[0110] 상기 슬러리를 고화하는 단계에서, 상기 고화는 상기 준비된 슬러리의 균일하게 분산된 상태를 유지하기 위해 급속 동결될 수 있고, 건조 과정을 거친 후 고화될 수 있다.

[0111] 상기 슬러리를 고화하는 단계에서, 빠른 속도로 고화하기 위해 용매의 어는 점 이하로 급속 냉각을 할 수 있다.

[0113] 상기 제1 소결체에 소결조제를 액상에서 함침하는 단계에서, 액상 함침 후 건조하는 단계를 더 포함할 수 있다.

[0115] **Al_2O_3-SiC 반도체용 부품소재의 제조방법**

[0116] 본 발명의 다른 실시예를 따르는 Al_2O_3-SiC 반도체용 부품소재의 제조방법은 Al_2O_3 분말, SiC 분말 및 용매를 혼합하여 슬러리를 준비하는 단계; 상기 혼합된 슬러리를 제1 소결하여 제1 소결체를 제조하는 단계; 상기 제1 소결체에 소결조제를 함침하는 단계; 및 상기 소결조제가 함침된 제1 소결체를 제2 소결하여 제2 소결체를 제조하는 단계;를 포함한다.

[0118] 상기 Al_2O_3-SiC 반도체용 부품소재의 제조방법은 상술한 Al_2O_3-SiC 복합체의 상압소결 방법에 기재된 내용을 모두 포함하며, 중복 기재를 피하기 위해 생략한다.

[0120] 이하, 실시예를 통해 본 발명에 의한 Al_2O_3-SiC 복합체의 상압 소결 방법에 대하여 상세히 설명한다. 단 하기의 실시예는 본 발명을 예시하는 것일 뿐, 본 발명의 내용이 하기의 실시예에 의하여 한정되는 것은 아니다.

[0122] **실시예 1**

[0123] Al_2O_3 분말(Showa Denko 사, A1160SG3)은 입자 크기의 중간값 D_{50}이 0.67 um 수준인 소결체 제조용 분말을 사용하였고, SiC 분말(ESK-SiC GmbH, E-SINSIC15)은 D_{50}이 0.78um 수준인 분말을 사용하였다.

[0125] 상기 원료분말을 3차 증류수(18.5MΩ)에 혼합하였다. 안정적인 슬러리를 얻기 위하여 계면활성제(NH4PAA, 분자량 3500, DARVAN 821-A, R.T. Vanderbilt, CT, USA)를 1.5 wt% 첨가해 주었다. 상기 혼합된 슬러리는 교반기를 이용하여 입자를 균일하게 분산시켜 주었다.

[0127] 상기 준비된 슬러리를 균일하게 분산된 상태를 유지하기 위해 급속 동결-동결 건조 과정을 거친 후 체거름 방식을 이용하여 과립화시켜 주었다. 과립화된 복합세라믹 원료를 200MPa 압력하에서 등방정수압성형(CIP) 하여 성형체를 제조하였고, 계면활성제 제거를 위해 480℃에서 5시간 탈지 열처리하고, N2 분위기 1200℃에서 1시간 제1 소결하였다.

[0129] 상기 제1 소결된 Al_2O_3-SiC 제1 소결체를 Mg, Y 성분을 각각 4500ppm 함유한 질산염 수용액에 6시간 동안 진공 함침하였다.

[0131] 상기 진공 함침 단계 수행 후 1500 내지 1750℃ 온도에서 3시간 제2 소결을 실시하였다.

[0133] 도 2는 실시예 1에 의해 제조된 Al_2O_3-SiC 복합체의 상대 밀도를 도시한 것이다.

[0135] 도 2를 참조하면, 실시예 1에 의해 제조된 Al_2O_3-SiC 복합체는 상대적으로 적은 10vol%의 SiC가 첨가된 경우 1600℃에서 이미 98.5%를 초과하는 밀도값을 가졌으며, 20, 30vol% SiC가 첨가된 경우도 1750℃ 상압소결만으로

각각 98%, 95%를 초과하는 밀도를 나타내었다. Mg 및 Y 질산염 액상 소결조제를 함침한 경우에는 소결성이 매우 크게 증진되었음이 확인된다.

[0137] **실시예 2**

[0138] 실시예 1에서, 액상에 용해된 소결조제의 Mg, Y의 함유량을 1500ppm으로 각각 조절하여 6시간 진공 함침 수행 후에 제2 소결을 1750℃ 온도에서 3시간 실시하여 Al_2O_3-SiC 세라믹 복합체를 제조하였다.

[0140] **실시예 3**

[0141] 실시예 1에서, 액상에 용해된 소결조제의 Mg, Y의 함유량을 3000ppm으로 각각 조절하여 6시간 진공 함침 수행 후에 제2 소결을 1750℃ 온도에서 3시간 실시하여 Al_2O_3-SiC 세라믹 복합체를 제조하였다.

[0143] **실시예 4**

[0144] 실시예 1에서, 액상에 용해된 소결조제의 Mg, Y의 함유량을 3000ppm으로 각각 조절하고, 진공 함침 시간을 30분 수행하고, 제2 소결을 1750℃ 온도에서 3시간 실시하여 Al_2O_3-SiC 세라믹 복합체를 제조하였다.

[0146] **실시예 5**

[0147] 실시예 1에서, 액상에 용해된 소결조제의 Mg, Y의 함유량을 3000ppm으로 각각 조절하고, 진공 함침 시간을 1시간 수행하고, 제2 소결을 1750℃ 온도에서 3시간 실시하여 Al_2O_3-SiC 세라믹 복합체를 제조하였다.

[0149] **실시예 6**

[0150] 실시예 1에서, 액상에 용해된 소결조제의 Mg, Y의 함유량을 3000ppm으로 각각 조절하고, 진공 함침 시간을 3시간 수행하고, 제2 소결을 1750℃ 온도에서 3시간 실시하여 Al_2O_3-SiC 세라믹 복합체를 제조하였다.

[0152] **비교예 1**

[0153] 실시예 1에서 진공 함침 단계를 수행하지 않은 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 단계를 거쳐서 Al_2O_3-SiC 세라믹 복합체를 제조하였다.

[0155] 도 3은 비교예 1에 의해 제조된 Al_2O_3-SiC 세라믹 복합체의 소결 온도에 따른 상대 밀도를 나타낸 것이다.

[0156] 도 3을 참조하면, 소결조제를 첨가하지 않은 경우 상대적으로 적은 10vol%의 SiC를 첨가하였을 때에도 1750℃에서 밀도가 82% 미만에 불과하였고, 20, 30vol%의 SiC를 첨가한 경우 밀도가 오히려 감소하기도 하였다. 이는 Al_2O_3와 SiC 간의 반응으로 인한 물질 손실이나 Al_2O_3의 비정상 입성장에 의한 밀도 저하에 의한 것으로 판단된다. Al_2O_3기지상의 소결성이 상대적으로 낮기 때문에 소결조제 없이는 85% 이상의 밀도도 얻기가 어려울 수 있다.

[0158] **비교예 2**

[0159] 소결조제로 사용된 Mg 및 Y를 액상에서 함침하지 않고, 동일 함량을 MgO 및 Y_2O_3 분말로 첨가하여 슬러리를 제조한 것을 제외하고는 실시예1과 동일한 단계를 거쳐서 Al_2O_3-SiC 세라믹 복합체를 제조하였다.

[0161] 도 4는 비교예 2에 의해 제조된 Al_2O_3-SiC 세라믹 복합체의 소결 온도에 따른 상대 밀도를 나타낸 것이다.

[0162] 도 4를 참조하면, MgO-Y_2O_3 분말상의 소결조제를 첨가한 경우에는 비교예 1과 비교하여 전반적으로 소결성이 증진되었음을 알 수 있다. 하지만 여전히 95% 이상 고밀도는 도달하지 못하였다.

[0164] 실시예 1 내지 3 및 비교예 1에 의해 제조된 Al_2O_3-SiC 복합체의 시편 외관 상태, 밀도, 강도, 비저항 및 내플라즈마성에 대해 분석을 수행하였고, Mg, Y 함유량에 따른 Al_2O_3-SiC 시편의 특성을 표 1에 나타내었다.

[0166] 하기 밀도는 ASTM 792 아르키메데스 측정방법으로 측정하였고, 강도는 ISO 6872:2008E 이축강도 측정방법으로 측정하였다. 하기 비저항은 ASTM D 257 방법으로 측정하였고, 내플라즈마성은 RF powder 350W, CF4 50ccm, O2 5ccm, Ar 100ccm 조건하에서 100분간 식각 후에 시편의 면적/밀도를 고려한 무게감소를 식각률로 계산하였다.

표 1

[0168]

Mg, Y 함유량	시편 상태	밀도	강도	비저항 (Ω · cm)	내플라즈마성
실시예 1 4500ppm	정상	99.27%	649 MPa	1.13×10^7	0.230 (Si 대비 식각율)
실시예 2 1500 ppm	큰 균열이 발생함	93.29%	균열로 측정 불가	균열로 측정 불가	균열로 측정 불가
실시예 3 3000ppm	정상	98.43%	617 MPa	1.94×10^7	0.230 (Si 대비 식각율)
비교예 1 0ppm	상하로 분리 파괴됨	61.55%	파괴로 측정 불가	파괴로 측정 불가	파괴로 측정 불가

[0170] 표 1을 참조하면, 소결조제 Mg 및 Y 가 액상에 각각 1500ppm 첨가된 경우에는 충분하지 않은 소결조제 양으로 인해 완전한 치밀화도 이루어지지 않았을 뿐만 아니라 시편의 내/외부 간 불균일이 발생하여 제2 소결 후에 소결체가 파괴되었다.

[0171] 반면, 소결조제 Mg 및 Y 가 액상에 각각 3000 및 4500ppm이 첨가된 경우에는 건전한 정상 소결체를 얻을 수 있었다. 또한, 실시예 1 및 실시예 3에 의해 제조된 Al_2O_3-SiC 복합체는 강도, 비저항, 내플라즈마 특성의 측정 결과 반도체용 공정부품용 소재로 충분히 사용할 수 있는 범위임을 확인하였다.

[0173] 실시예 1 및 실시예 4 내지 실시예 6에 의해 제조된 Al_2O_3-SiC 복합체의 시편 외관 상태, 밀도, 강도, 비저항 및 내플라즈마성에 대해 분석을 수행하였고, 진공함침 시간에 따른 Al_2O_3-SiC 시편의 특성을 표 2에 나타내었다.

표 2

[0174]

진공함침시간	시편 상태	밀도	강도	비저항 (Ω · cm)	내플라즈마성
실시예 4 30분	내/외부 밀도 차이남	전체 93.47%, 표면부 ~97%, 내부 ~92%	416 MPa	저밀도로 인해 측정 불가	0.382 (Si 대비 식각율)
실시예 5 1시간	정상	97.24%	543 MPa	5.30×10^7	0.278 (Si 대비 식각율)

실시예 6 3시간	정상	94.82%	570 MPa	4.22 X 10^7	0.271 (Si 대비 식각율)
실시예 1 6시간	정상	98.43%	617 MPa	1.94 X 10^7	0.273 (Si 대비 식각율)

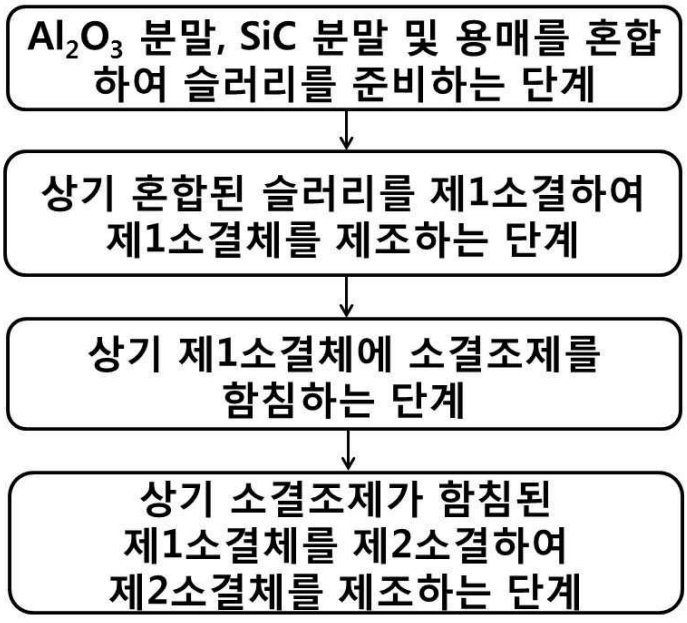
[0176] 표 2를 참조하면, 30분 동안 진공 함침한 경우에는 충분하지 않은 시간으로 인해 치밀화가 제대로 이루어지지 않았으며, 표면부 및 내부의 밀도 차이가 있는 것으로 확인되었다. 상기한 결과는 Mg, Y가 제1 소결체에 흡착이 덜 되어 표면과 내부 간의 밀도차이가 발생한 것으로 판단된다.

[0178] 또한, 1시간 이상 진공함침한 경우에는 표면부와 내부 간의 밀도차이는 없는 것으로 확인되었다. 그러나, 함침 시간이 증가함에 따라 밀도가 점진적으로 증가함이 확인되었고, 이에 따라 기계적 강도가 높아지고 비저항이 낮아지는 등 반도체용 공정부품용 소재로 충분히 사용할 수 있는 특성을 가짐을 확인하였다.

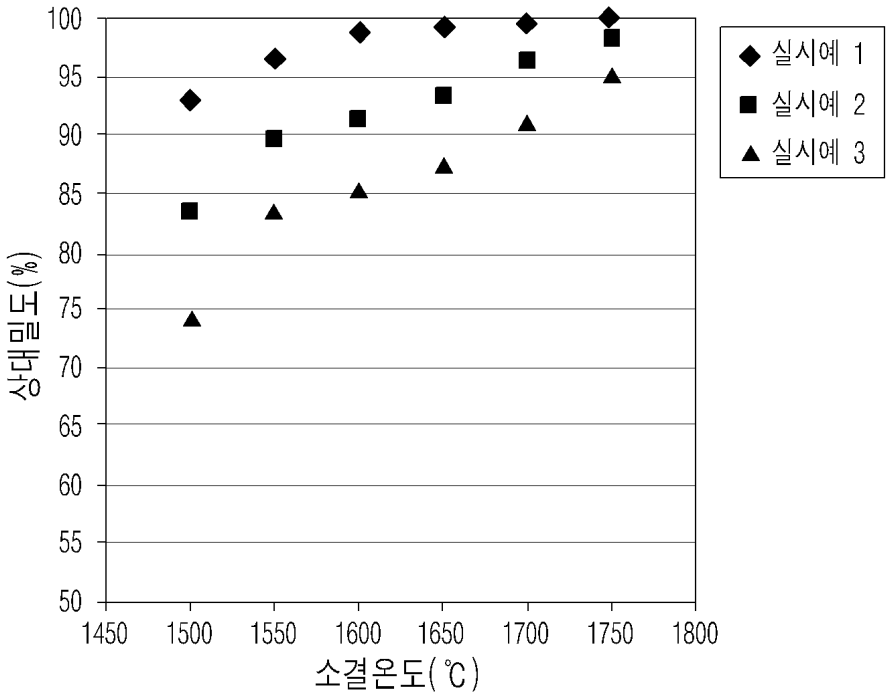
[0180] 본 발명은 상술한 실시 형태 및 첨부된 도면에 의해 한정되는 것이 아니며 첨부된 청구범위에 의해 한정하고자 한다. 따라서, 청구범위에 기재된 본 발명의 기술적 사상을 벗어나지 않는 범위 내에서 당 기술분야의 통상의 지식을 가진 자에 의해 다양한 형태의 치환, 변형 및 변경이 가능할 것이며, 이 또한 본 발명의 범위에 속한다고 할 것이다.

도면

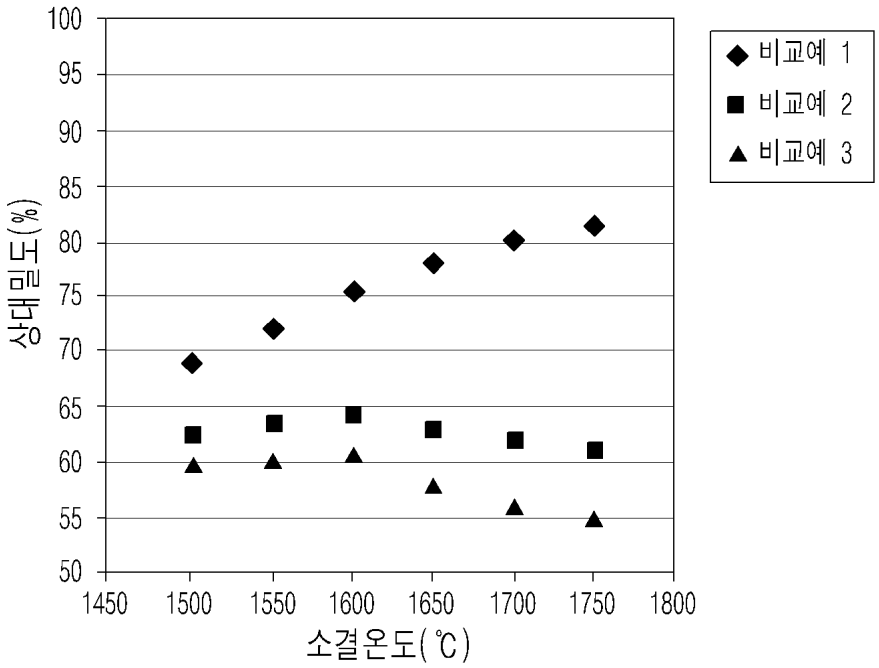
도면1



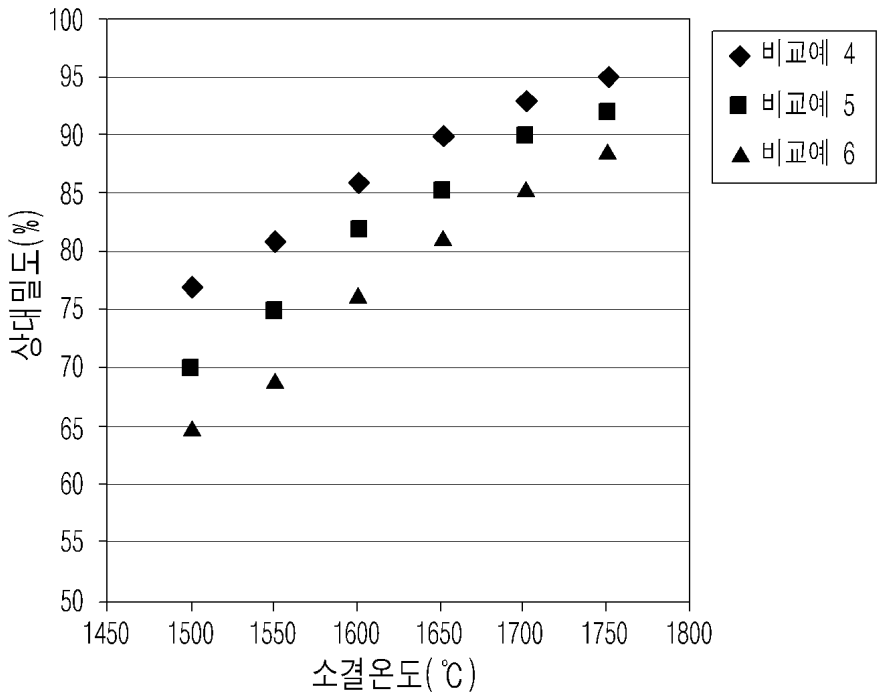
도면2


100
95
90
85
80
75
70
65
60
55
50
상대밀도(%)
1450
1500
1550
1600
1650
1700
1750
1800
소결온도(℃)
실시예 1
실시예 2
실시예 3

도면3


100
95
90
85
80
75
70
65
60
55
50
상대밀도(%)
1450
1500
1550
1600
1650
1700
1750
1800
소결온도(℃)
비교예 1
비교예 2
비교예 3

도면4


100
95
90
85
80
75
70
65
60
55
50
상대밀도(%)
1450
1500
1550
1600
1650
1700
1750
1800
소결온도(℃)
비교예 4
비교예 5
비교예 6