



등록특허 10-2810346



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2025년05월19일

(11) 등록번호 10-2810346

(24) 등록일자 2025년05월14일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

C08K 9/02 (2006.01) C08K 3/04 (2006.01)

C08K 3/36 (2006.01) C08K 7/06 (2006.01)

C08L 63/00 (2006.01) H01L 23/29 (2006.01)

(52) CPC특허분류

C08K 9/02 (2013.01)

C08K 3/04 (2013.01)

(21) 출원번호 10-2025-0012758

(22) 출원일자 2025년01월31일

심사청구일자 2025년01월31일

(56) 선행기술조사문헌

김지원 외, Journal of the Korea Organic Resources Recycling Association, 31(3), 5-13 쪽 (2023)

(뒷면에 계속)

전체 청구항 수 : 총 12 항

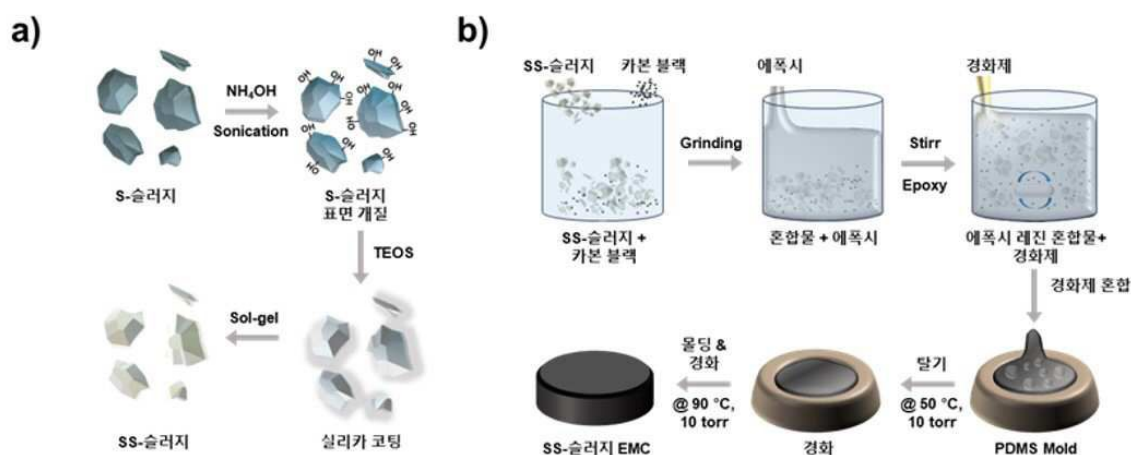
심사관 : 조호정

(54) 발명의 명칭 반도체 실리콘 슬러지의 실리카 코팅을 통한 고방열 EMC 필러 및 이의 제조 방법

(57) 요약

본 발명은 반도체 실리콘 슬러지의 실리카 코팅을 통한 고방열 EMC 필러 및 이의 제조 방법에 관한 것이다. 구체적으로, 본 발명은 에폭시 수지, 경화제, 카본블랙 및 실리콘 슬러지의 표면에 실리카(SiO_2) 코팅을 형성한 SS-슬러지(Silica coated Silicon-sludge)를 포함하는, 실리콘 슬러지 기반 EMC 필러를 제공하고자 한다.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C08K 3/36 (2013.01)
C08K 7/06 (2013.01)
C08L 63/00 (2013.01)
H01L 23/295 (2013.01)
C08K 2201/005 (2013.01)
Y02P 20/143 (2020.08)
Y02W 30/20 (2020.08)
Y02W 30/50 (2020.08)

(56) 선행기술조사문헌

KR1020240164175 A
 KR1020230093774 A
 KR1020110048613 A
 JP2607031 B2

이 발명을 지원한 국가연구개발사업

과제고유번호	1345376625
과제번호	조기취업형 계약학과2023003
부처명	교육부
과제관리(전문)기관명	한국산업기술진흥원(KIAT)
연구사업명	국립한밭대학교 조기취업형 계약학과 선도대학(원) 육성 사업
연구과제명	(202403480001)(2024년도 조기취업형 계약학과 산학R&D프로젝트)
과제수행기관명	국립한밭대학교 산학협력단 지능형나노반도체연구소
연구기간	2024.09.01 ~ 2025.06.30

공지예외적용 : 있음

명세서

청구범위

청구항 1

S-슬러지 분말(Silicon-sludge) 표면에 실리카(SiO_2) 코팅을 형성한 SS-슬러지(Silica coated Silicon-sludge) 분말; 에폭시 수지; 경화제 및 카본블랙;을 포함하며,

상기 S-슬러지 분말은 반도체 제조 공정 중 웨이퍼 절단, 연마 또는 다이싱 공정에서 발생한 폐기물을 회수한 후, 금속 불순물을 제거하여 수득한 것인, 실리콘 슬러지 기반 EMC 필터.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 S-슬러지 분말은 산처리 공정을 거쳐 금속 불순물이 제거된 것인, 실리콘 슬러지 기반 EMC 필터.

청구항 3

제1항에 있어서,

상기 실리카 코팅은 상기 미세 실리콘(Si) 표면에 하이드록실기($-\text{OH}$)를 형성한 후, 실리카 전구체를 사용하여 형성된 것을 특징으로 하는 실리콘 슬러지 기반 EMC 필터.

청구항 4

제1항에 있어서,

상기 하이드록실기는 pH 12 이하의 알칼리 수산화물 수용액을 사용하여 실리콘 슬러지를 처리함으로써 형성된 것을 특징으로 하는, 실리콘 슬러지 기반 EMC 필터.

청구항 5

제4항에 있어서,

상기 알칼리 수산화물은 수산화암모늄(NH_4OH), 수산화테트라메틸암모늄(TMAH) 및 수산화트리에틸암모늄(Triethylammonium Hydroxide) 중에서 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는 것인, 실리콘 슬러지 기반 EMC 필터.

청구항 6

제3항에 있어서,

상기 실리카 전구체는 알콕시실레인 계열 화합물, 실리콘 유기화합물, 실리콘 할라이드 계열 화합물 중에서 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는 것인, 실리콘 슬러지 기반 EMC 필터.

청구항 7

제1항에 있어서,

상기 실리카 코팅은 졸-겔법(sol-gel method)을 통해 형성되는 것인, 실리콘 슬러지 기반 EMC 필러.

청구항 8

제1항에 있어서,

상기 실리콘 슬러지 기반 EMC 필러는 SS-슬러지 100 중량부에 대해서 에폭시 수지 100 내지 300 중량부, 카본블랙 1 내지 50 중량부 및 경화제 50 내지 150 중량부를 포함하는 것인, 실리콘 슬러지 기반 EMC 필러.

청구항 9

(a) 실리콘 슬러지를 산 용액으로 처리하여 금속 불순물을 제거하고 건조하여 S-슬러지 분말을 수득하는 단계;

(b) S-슬러지 분말을 pH 12 이하의 알칼리 수산화물 수용액에 분산시켜 상기 분말 표면을 하이드록실기로 개질하는 단계;

(c) 상기 표면 개질된 S-슬러지 분말에 증류수 및 실리카 전구체를 투입한 후 졸-겔 공정을 수행하여 S-슬러지 분말 표면에 실리카 코팅층이 형성된 SS-슬러지 분말을 수득하는 단계;

(d) 수득된 SS-슬러지 분말을 에폭시 수지, 카본블랙과 혼합한 후 균일하게 분산시키고, 이후 경화제를 첨가하여 혼합물을 형성하는 단계; 및

(e) 형성된 혼합물을 진공오븐에서 디개싱(Degassing) 공정을 수행하여 잔류 용매를 제거한 후, 경화하여 에폭시 몰딩 컴파운드(EMC)를 제조하는 단계;를 포함하는, 실리콘 슬러지 기반 EMC 필러 제조방법.

청구항 10

제9항에 있어서,

상기 알칼리 수산화물은 수산화암모늄(NH_4OH), 수산화테트라메틸암모늄(TMAH) 및 수산화트리에틸암모늄(Triethylammonium Hydroxide) 중에서 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는 것인, 실리콘 슬러지 기반 EMC 필러 제조방법.

청구항 11

제9항에 있어서,

상기 실리카 전구체는 알콕시실레인 계열 화합물, 실리콘 유기화합물, 실리콘 할라이드 계열 화합물 중에서 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는 것인, 실리콘 슬러지 기반 EMC 필러 제조방법.

청구항 12

제9항에 있어서,

상기 실리콘 슬러지 기반 EMC 필러는 SS-슬러지 100 중량부에 대해서 에폭시 수지 100 내지 300 중량부, 카본블랙 1 내지 50 중량부 및 경화제 50 내지 150 중량부를 포함하는 것인, 실리콘 슬러지 기반 EMC 필러 제조방법.

발명의 설명

기술 분야

본 발명은 반도체 실리콘 슬러지의 실리카 코팅을 통한 고방열 EMC 필러 및 이의 제조 방법에 관한 것이다.

[0001]

배경 기술

- [0002] 4차 산업의 발전으로 인공지능(AI), 사물인터넷(IoT), 자율주행 등 첨단 기술이 확산되며, 이를 구현하는 반도체의 생산량과 고성능 반도체(NPU, HBM) 수요가 급증하고 있다. 기존의 선폭 미세화 기술은 한계에 도달했으며, 이를 보완하기 위해 반도체 패키징 공정을 통한 성능 개선이 주목받고 있다.
- [0003] 반도체 패키징은 패턴 웨이퍼를 개별화해 전기 배선을 연결하고 몰딩으로 보호하는 과정으로, 데이터 입출력 속도 향상과 소형화를 가능하게 한다. 그러나 어드밴스드 패키징 공정은 포토, 식각 등 기존 공정과 유사하며, 막대한 폐기물이 발생하는 문제가 있다.
- [0004] 웨이퍼 가공 공정에서 발생하는 실리콘 슬러지(Silicon-sludge, 이하 S-슬러지)는 웨이퍼 절단(다이싱)과 연마(백랩) 공정 중 블레이드와 연마 패드에 의해 생성되는 대표적인 폐기물이다. S-슬러지는 실리콘 파편과 기타 불순물이 포함된 형태로, 매년 약 30,000톤 이상 발생하며 반도체 생산량 증가와 함께 그 양도 꾸준히 늘어나고 있다. 현재 S-슬러지는 주로 매립되거나 시멘트 원료로 재활용되지만, 이러한 활용 방식은 저부가가치에 머물러 있어 환경 문제와 자원 재활용 측면에서 한계가 있다.
- [0005] EMC(Epoxy Molding Compound)는 반도체 패키징에서 칩을 보호하고 발열 문제를 해결하기 위해 필수적으로 사용되는 소재로, 무기물 필러, 에폭시 고분자, 경화제로 구성된다. 이 중 필러는 전체 구성의 70% 이상을 차지하며, 주로 실리카(SiO_2)가 사용되어 충격 흡수와 열 방출에 기여한다. 하지만 실리카는 낮은 열전도도(1.4 W/mK)로 인해 고집적화된 반도체 칩의 발열 문제를 효과적으로 해결하지 못하는 한계가 있다.
- [0006] 이를 개선하기 위해 높은 열전도도를 가진 금속 필러가 연구되고 있으며, 특히 실리콘(Si)은 실리카보다 훨씬 높은 열전도도(150 W/mK)를 가지며, 공정 비용이 낮아 EMC의 방열 성능을 효과적으로 향상시킬 수 있는 대안으로 주목받고 있다.
- [0007] 본 발명은 반도체 제조 공정에서 발생하는 S-슬러지를 재활용하여 실리카(SiO_2) 코팅을 적용함으로써 고방열 특성을 지닌 EMC 필러로 활용하는 방법을 제시한다. 이를 통해 S-슬러지 폐기물을 고부가가치 소재로 전환하여 환경 문제를 해결하고 자원 순환에 기여함과 동시에, 반도체 패키징 기술의 열 관리 성능을 획기적으로 개선하고자 한다.

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0008] 본 발명은 이러한 한계를 극복하기 위해 반도체 제조 공정에서 발생하는 S-슬러지를 재활용하여 실리카(SiO_2) 코팅을 적용한 고방열 EMC 필러를 제안한다.
- [0009] 구체적으로, 본 발명은 S-슬러지 표면에 졸-겔(sol-gel) 공정을 통해 실리카층을 형성하고, 이를 EMC의 필러로 활용하여 방열 성능과 접착력을 동시에 개선하는 기술을 제공한다.

과제의 해결 수단

- [0010] 본 발명은 S-슬러지 분말(Silicon-sludge) 표면에 실리카(SiO_2) 코팅을 형성한 SS-슬러지(Silica coated Silicon-sludge) 분말; 에폭시 수지; 경화제 및 카본블랙;을 포함하며, 상기 S-슬러지 분말은 반도체 제조 공정 중 웨이퍼 절단, 연마 또는 다이싱 공정에서 발생한 폐기물을 회수한 후, 금속 불순물을 제거하여 수득한 것인, 실리콘 슬러지 기반 EMC 필러를 제공한다.
- [0011] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 S-슬러지 분말은 산처리 공정을 거쳐 금속 불순물이 제거된 것일 수 있다.
- [0012] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 실리카 코팅은 상기 미세 실리콘(Si) 표면에 하이드록실기(-OH)를 형성한 후, 실리카 전구체를 사용하여 형성된 것을 특징으로 하는 것일 수 있다.
- [0013] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 하이드록실기는 pH 12 이하의 하이드록실기는 pH 12 이하의 알칼리 수산화물 수용액을 사용하여 실리콘 슬러지를 처리함으로써 형성된 것을 특징으로 하는 것일 수 있다.
- [0014] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 약염기는 수산화암모늄(NH_4OH), 수산화테트라메틸암모늄(TMAH) 및 수산화트리에틸암모늄(Triethylammonium Hydroxide) 중에서 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는 것일 수 있다.

- [0015] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 실리카 전구체는 알콕시실레인 계열 화합물, 실리콘 유기화합물, 실리콘 할라이드 계열 화합물 중에서 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는 것일 수 있다.
- [0016] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 실리카 코팅은 졸-겔법(sol-gel method)을 통해 형성되는 것일 수 있다.
- [0017] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 실리콘 슬러지 기반 EMC 필터는 SS-슬러지 100 중량부에 대해서 에폭시 수지 100 내지 300 중량부, 카본블랙 1 내지 50 중량부 및 경화제 50 내지 150 중량부를 포함하는 것일 수 있다.
- [0018] 본 발명은 (a) 실리콘 슬러지를 산 용액으로 처리하여 금속 불순물을 제거하고 건조하여 S-슬러지 분말을 수득하는 단계; (b) S-슬러지 분말을 pH 12 이하의 알칼리 수산화물 수용액에 분산시켜 상기 분말 표면을 하이드록실기로 개질하는 단계; (c) 상기 표면 개질된 S-슬러지 분말에 증류수 및 실리카 전구체를 투입한 후 졸-겔 공정을 수행하여 S-슬러지 분말 표면에 실리카 코팅층이 형성된 SS-슬러지 분말을 수득하는 단계; (d) 수득된 SS-슬러지 분말을 에폭시 수지, 카본블랙과 혼합한 후 균일하게 분산시키고, 이후 경화제를 첨가하여 혼합물을 형성하는 단계; 및 (e) 형성된 혼합물을 진공오븐에서 디게싱(Degassing) 공정을 수행하여 잔류 용매를 제거한 후, 경화하여 에폭시 몰딩 컴파운드(EMC)를 제조하는 단계;를 포함하는, 실리콘 슬러지 기반 EMC 필터 제조방법을 제공한다.
- [0019] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 알칼리 수산화물은 수산화암모늄(NH_4OH), 수산화테트라메틸암모늄(TMAH) 및 수산화트리에틸암모늄 (Triethylammonium Hydroxide) 중에서 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는 것일 수 있다.
- [0020] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 실리카 전구체는 알콕시실레인 계열 화합물, 실리콘 유기화합물, 실리콘 할라이드 계열 화합물 중에서 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는 것일 수 있다.
- [0021] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 실리콘 슬러지 기반 EMC 필터는 SS-슬러지 100 중량부에 대해서 에폭시 수지 100 내지 300 중량부, 카본블랙 1 내지 50 중량부 및 경화제 50 내지 150 중량부를 포함하는 것일 수 있다.

발명의 효과

- [0022] 본 발명의 실리카 코팅 기술을 통해 S-슬러지 표면에 균일한 실리카층을 형성하여 EMC 필터로 활용함으로써, 방열 성능을 기존 SiO_2 기반 EMC 대비 약 5°C 이상 높이는 효과가 있다.
- [0023] 또한, 본 발명에 따라 제조된 EMC는 필터와 에폭시 고분자 간의 접착력이 향상되어 내부 공극 형성이 억제되었으며, 이는 기계적 안정성과 내구성을 동시에 확보할 수 있다.
- [0024] 특히, 본 발명의 기술로 제조된 EMC는 기존 SiO_2 기반 EMC와 비교해 열 관리 성능이 현저히 개선되었으며, 이를 통해 고집적화된 반도체 패키징 공정에서 발생하는 발열 문제를 효과적으로 해결할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0025] 도 1은 수산화암모늄(NH_4OH) 처리와 졸-겔법(sol-gel method)을 이용하여 S-슬러지를 SS-슬러지로 제조하는 공정(도 1의 (a))과, SS-슬러지를 필터로 활용하여 디게싱(degassing) 및 경화(curing) 과정을 통해 EMC를 제조하는 공정(도 1의 (b))을 나타낸 모식도이다.
- 도 2는 S-슬러지와 SS-슬러지의 형상 및 구조를 나타낸 이미지로, (a)는 S-슬러지의 OM 이미지, (b)는 SS-슬러지의 OM 이미지, (c)는 S-슬러지의 FE-SEM 이미지를, (d)는 SS-슬러지의 FE-SEM 이미지이다.
- 도 3은 S-슬러지, SS-슬러지 및 고순도 SiO_2 의 FT-IR 스펙트럼 이미지이다.
- 도 4는 SiO_2 기반 EMC, S-슬러지 기반 EMC 및 SS-슬러지 기반 EMC의 단면 FE-SEM 이미지이다.
- 도 5는 SiO_2 기반 EMC와 SS-슬러지 기반 EMC의 가열 시간에 따른 온도 변화에 관한 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0026] 이하 첨부된 도면들을 포함한 구체에 또는 실시예를 통해 본 발명을 더욱 상세히 설명한다. 다만 하기 구체에 또는 실시예는 본 발명을 상세히 설명하기 위한 하나의 참조일 뿐 본 발명이 이에 한정되는 것은 아니며, 여러 형태로 구현될 수 있다.
- [0027] 또한 달리 정의되지 않는 한, 모든 기술적 용어 및 과학적 용어는 본 발명이 속하는 당업자 중 하나에 의해 일

반적으로 이해되는 의미와 동일한 의미를 갖는다. 본 발명에서 설명에 사용되는 용어는 단지 특정 구체예를 효과적으로 기술하기 위함이고 본 발명을 제한하는 것으로 의도되지 않는다.

- [0028] 또한 명세서 및 첨부된 특허청구범위에서 사용되는 단수 형태는 문맥에서 특별한 지시가 없는 한 복수 형태도 포함하는 것으로 의도할 수 있다.
- [0029] 또한 어떤 부분이 어떤 구성요소를 "포함"한다고 할 때, 이는 특별히 반대되는 기재가 없는 한 다른 구성요소를 제외하는 것이 아니라 다른 구성요소를 더 포함할 수 있는 것을 의미한다.
- [0030] 반도체 제조 공정에서 웨이퍼의 절단, 연마, 다이싱 과정 중 생성되는 실리콘 슬러지(Silicon Sludge, 이하 S-슬러지)는 주로 산업 폐기물로 처리되고 있다. 그러나 본 발명은 이러한 S-슬러지를 고부가가치 소재로 전환하여, 반도체 패키징 공정에서 중요한 에폭시 몰딩 컴파운드(EMC)의 구성 요소로 활용하고자 한다.
- [0031] 본 발명은 S-슬러지(Silicon-sludge) 분말 표면에 실리카(SiO_2) 코팅을 형성한 SS-슬러지(Silica coated Silicon-sludge) 분말; 에폭시 수지; 경화제; 및 카본블랙;을 포함하며, 상기 S-슬러지 분말은 반도체 제조 공정 중 웨이퍼 절단, 연마 또는 다이싱 공정에서 발생한 폐기물을 회수한 후, 금속 불순물을 제거한 후 사용하는 것인, 실리콘 슬러지 기반 EMC 필러를 제공한다.
- [0032] 본 명세서에서 S-슬러지는 반도체 제조 및 패키징 공정에서 웨이퍼 절단(다이싱), 후면 연마(백랩) 등 실리콘 웨이퍼의 가공 과정에서 발생하는 미세한 실리콘 입자와 부유물로 이루어진 고체-액체 혼합물을 의미한다.
- [0033] 일반적으로 페수 내 침전된 형태로 존재하며, 주요 성분으로 미세 실리콘(Si) 입자를 포함하며, 연마 페드나 블레이드에서 유래한 미량의 금속 및 유기 불순물을 포함할 수 있다. 상기 미세 실리콘(Si) 입자 크기는 $1\mu\text{m}$ 내지 $10\mu\text{m}$ 범위로 비정형적이고 불규칙한 형상을 가지며, 수분을 포함한 반고체 또는 미세 분말 형태로 존재한다.
- [0034] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 S-슬러지는 금속 불순물 제거를 위해 산처리(Acid Treatment) 공정을 거칠 수 있다.
- [0035] 구체적으로, S-슬러지에는 반도체 제조 공정에서 유래된 철(Fe), 구리(Cu), 알루미늄(Al) 등 미량의 금속 불순물이 포함될 수 있으며, 이러한 불순물은 소재의 절연 특성 저하를 유발할 수 있다. 따라서, 본 발명에서는 산처리 공정을 통해 이러한 금속 불순물을 효과적으로 제거할 수 있다.
- [0036] 본 발명의 일 양태에서, 산처리는 염산(HCl), 황산(H_2SO_4) 및 질산(HNO_3) 중에서 선택된 어느 하나 이상의 산 용액을 사용하여 수행될 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0037] 일 예로, 농축 염산(HCl, 35%)을 사용하여 금속 불순물을 염화물(Chloride) 형태로 용출시키는 방식이 적용될 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0038] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 실리카 코팅은 S-슬러지 분말 표면에 하이드록실기(-OH)를 형성한 후, 실리카 전구체를 사용하여 형성된 것을 특징으로 하는 것일 수 있다.
- [0039] 상기 S-슬러지 분말의 표면은 일반적으로 반응성이 낮은 Si로 이루어져 있다. 이러한 표면에 하이드록실기를 도입하면, 졸-겔 공정에서 사용되는 실리카 전구체와 화학적 결합을 형성할 수 있는 반응 사이트가 제공될 수 있다.
- [0040] 상기 하이드록실기는 실리카 전구체와의 가수분해 및 축합 반응을 촉진하며, 결과적으로 표면에 Si-O-Si 결합으로 이루어진 균일한 실리카(SiO_2) 코팅층을 형성할 수 있다.
- [0041] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 하이드록실기는 pH 12 미만의 알칼리 수산화물로 처리함으로써 형성된 것을 특징으로 하는 것일 수 있다.
- [0042] pH 12 이상에서 처리하게 되면 S-슬러지 분말의 내구성이 저하되는 문제점이 발생할 수 있다. 상기 강한 알칼리 환경에서 실리콘 입자의 구조적 변형 및 표면 손상이 유발될 수 있다.
- [0043] 이에 따라, 실리콘 슬러지의 표면 개질 과정에서 pH 12 미만의 알칼리 수산화물을 사용함으로써, 실리콘 입자의 표면에 하이드록실기(-OH)가 도입되며, 이는 이후 실리카 전구체와의 가수분해 및 축합 반응을 촉진할 수 있다.
- [0044] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 알칼리 수산화물은 수산화암모늄(NH_4OH), 수산화테트라메틸암모늄(TMAH) 및 수산화트리에틸암모늄 (Triethylammonium Hydroxide) 중에서 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는 것일 수

있다.

- [0045] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 실리카 전구체는 알콕시실레인 계열 화합물, 실리콘 유기화합물 및 실리콘 할라이드 계열 화합물 중에서 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는 것일 수 있다.
- [0046] 상기 알콕시실레인 계열 화합물은 테트라에톡시실란(Tetraethoxysilane, TEOS), 테트라메톡시실란(Tetramethoxysilane, TMOS), 메틸트리에톡시실란(Methyltriethoxysilane, MTES), 페닐트리에톡시실란(Phenyltriethoxysilane, PTES), 비닐트리에톡시실란(Vinyltriethoxysilane, VTES) 및 아이소프로폭시실란(Isopropoxysilane) 중에서 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는 것일 수 있다.
- [0047] 상기 실리콘 유기화합물은 헥사메틸디실라잔 (Hexamethyldisilazane, HMDS), 디메틸디에톡시실란(Dimethyldiethoxysilane, DMDES) 및 폴리디메틸실록산 (Polydimethylsiloxane, PDMS) 중에서 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는 것일 수 있다.
- [0048] 상기 실리콘 할라이드 화합물은 실리콘 테트라클로라이드 (Silicon Tetrachloride), 트리클로로실란(Trichlorosilane), 디클로로디메틸실란 (Dichlorodimethylsilane), 디클로로디페닐실란(Dichlorodiphenylsilane) 및 모노클로로트리메틸실란 (Monochlorotrimethylsilane) 중에서 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는 것일 수 있다.
- [0049] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 실리카 코팅은 졸-겔법(sol-gel method)을 통해 형성되는 것일 수 있다.
- [0050] 상기 졸-겔법을 통해 S-슬러지 분말에 균일한 두께의 코팅층을 형성할 수 있을 뿐만 아니라, 낮은 온도에서 공정이 가능하다는 장점을 가진다. 또한, 이 공정은 다양한 실리카 전구체를 활용하여 원하는 물성을 조절할 수 있을 뿐만 아니라, S-슬러지 분말 표면의 하이드록실기(-OH)와 화학적으로 결합하여 강한 접착력을 제공한다. 이러한 특징은 실리카 코팅층의 안정성과 내구성을 향상시키며, 에폭시 몰딩 컴파운드(EMC) 필러로 사용될 때 공극 형성을 억제하고 방열 성능과 기계적 강도를 극대화하는 데 기여할 수 있다.
- [0051] 상기 실리콘 슬러지 기반 EMC 필러는 SS-슬러지 분말 100 중량부에 대해서 에폭시 수지 100 내지 300 중량부, 카본블랙 1 내지 50 중량부 및 경화제 50 내지 150 중량부를 포함하는 것일 수 있으며, 종계는 SS-슬러지 분말 100 중량부에 대해서 에폭시 수지 100 내지 250 중량부, 카본블랙 1 내지 20 중량부 및 경화제 70 내지 130 중량부를 포함하는 것일 수 있으며, 종계는 SS-슬러지 100 분말 중량부에 대해서 에폭시 수지 150 내지 250 중량부, 카본블랙 5 내지 15 중량부 및 경화제 80 내지 120 중량부를 포함하는 것일 수 있으나, 이에 제한되는 것은 아니다.
- [0052] 상기 실리콘 슬러지 기반 EMC 필러는 경화된 것일 수 있다. 상기 경화는 진공오븐에 가열하여 경화시킬 수 있으며, 이에 따라 에폭시 수지와 SS-슬러지 분말 간의 접착이 강화될 수 있으며, 이에 따라 방열특성이 더욱 우수해질 수 있다.
- [0053] 이제 에폭시 몰딩 컴파운드(EMC) 필러의 제조방법에 대해 구체적으로 설명한다.
- [0054] 본 발명은 (a) 실리콘 슬러지를 산 용액으로 처리하여 금속 불순물을 제거하고 건조하여 S-슬러지 분말을 수득하는 단계; (b) S-슬러지 분말을 pH 12 이하의 알칼리 수산화물 수용액에 분산시켜 상기 분말 표면을 하이드록실기로 개질하는 단계; (c) 상기 표면 개질된 S-슬러지 분말에 증류수 및 실리카 전구체를 투입한 후 졸-겔 공정을 수행하여 S-슬러지 분말 표면에 실리카 코팅층이 형성된 SS-슬러지 분말을 수득하는 단계; (d) 수득된 SS-슬러지 분말을 에폭시 수지, 카본블랙과 혼합한 후 균일하게 분산시키고, 이후 경화제를 첨가하여 혼합물을 형성하는 단계; 및 (e) 형성된 혼합물을 진공오븐에서 디개싱(Degassing) 공정을 수행하여 잔류 용매를 제거한 후, 경화하여 에폭시 몰딩 컴파운드(EMC)를 제조하는 단계;를 포함하는, 실리콘 슬러지 기반 EMC 필러 제조방법을 제공할 수 있다.
- [0055] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 실리콘 슬러지 기반 EMC 필러 제조방법은 (a) 실리콘 슬러지를 산 용액으로 처리하여 금속 불순물을 제거하고 건조하여 S-슬러지 분말을 수득하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0056] 상기 산처리를 통해 S-슬러지에 포함된 철(Fe), 구리(Cu), 알루미늄(Al) 등 금속 불순물을 제거할 수 있다. 구체적으로 염산(HCl, 35%) 용액에 S-슬러지를 분산하고, 100 내지 600 rpm에서 3시간 내지 10 시간동안 교반하여 금속 불순물을 이온화하여 용출시킬 수 있다.
- [0057] 상기 교반이 완료된후 원심분리기에서 5,000 내지 12,000 rpm으로 원심분리를 수행하여 금속 불순물이 포함된 산 용액을 분리할 수 있다. 이후, DI Water(초순수) 및 에탄올(99.9%)로 반복 세척하여 잔류 산을 제거할 수 있

으나, 세척방식이 상기 방식으로 제한되는 것은 아니다.

- [0058] 이후 상기 S-슬러지를 진공오븐에서 건조하여 수분을 제거하고 이후 금속 불순물이 제거된 고순도 S-슬러지 분말을 수득할 수 있다.
- [0059] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 실리콘 슬러지 기반 EMC 필터 제조방법은 (b) S-슬러지 분말을 pH 12 이하의 수용액에 분산시켜 상기 분말 표면을 하이드록실기로 개질하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0060] 상기 (a) 단계에서 수득된 S-슬러지 분말을 pH 12 이하의 알칼리 수산화물 수용액에 분산시키고 초음파 분산기를 통하여 균일한 분산 및 표면 개질을 촉진할 수 있다.
- [0061] 이후 상기 표면 개질된 S-슬러지를 원심분리하여 회수한 후 DI Water로 세척하고, 진공 오븐에서 건조하여 표면 개질된 S-슬러지 분말을 수득할 수 있다.
- [0062] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 실리콘 슬러지 기반 EMC 필터 제조방법은 (c) 상기 표면 개질된 S-슬러지 분말에 증류수 및 실리카 전구체를 투입한 후 졸-겔 공정을 수행하여 S-슬러지 분말 표면에 실리카 코팅층이 형성된 SS-슬러지 분말을 수득하는 단계를 포함할 수 있다.
- [0063] 상기 표면 개질된 S-슬러지 분말을 증류수에 분산시킨 후, 실리카 전구체를 첨가하여 실리카 코팅층을 형성할 수 있다.
- [0064] 상기 실리카 전구체 및 S-슬러지 분말을 증류수에 분산시키고 이를 4 내지 10 °C의 저온 조건에서 300 내지 500 rpm 조건에서 교반하여 실리카 코팅층 형성할 수 있다.
- [0065] 상기 반응이 완료된 후, 에탄올 및 DI Water로 원심분리하여 잔류 반응물을 제거한 후, 진공 오븐에서 건조하여 실리카(SiO_2) 코팅이 완료된 SS-슬러지 분말을 수득할 수 있다.
- [0066] 먼저 에폭시 고분자와 아세톤을 혼합한 용액에 SS-슬러지 및 카본블랙을 혼합하여 이를 균일하게 분산시킬 수 있다. 이후 경화제를 투입하고 혼합하여 혼합물을 제공할 수 있다.
- [0067] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 실리콘 슬러지 기반 EMC 필터 제조방법은 (e) 형성된 혼합물을 진공오븐에서 디개싱(Degassing) 공정을 수행하여 잔류 용매를 제거한 후, 경화하여 에폭시 몰딩 컴파운드(EMC)를 제조하는 단계;를 포함할 수 있다.
- [0068] 상기 형성된 혼합물을 진공 오븐에서 감압하여 잔류 용매 및 공기 기포를 제거하는 디개싱 공정을 수행할 수 있다. 상기 잔류 용매 및 공기 기포를 제거함으로써, 균일한 필터-수지 혼합물을 형성할 수 있다.
- [0069] 상기 디개싱이 완료된 혼합물을 100 내지 200 °C, 5 내지 30 torr 조건의 진공오븐에 투입하고 경화시켜 실리콘 슬러지 기반 EMC 필터를 제공할 수 있다.
- [0070] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 알칼리 수산화물은 수산화암모늄(NH_4OH), 수산화테트라메틸암모늄(TMAH) 및 수산화트리에틸암모늄 (Triethylammonium Hydroxide) 중에서 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는 것일 수 있으나, 이와 관련하여 앞서 자세히 설명하였으므로 여기서는 생략한다.
- [0071] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 실리카 전구체는 알콕시실레인 계열 화합물, 실리콘 유기화합물, 실리콘 할라이드 계열 화합물 중에서 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는 것일 수 있으나, 이와 관련하여 앞서 자세히 설명하였으므로 여기서는 생략한다.
- [0072] 본 발명의 일 양태에 따라, 상기 실리콘 슬러지 기반 EMC 필터는 SS-슬러지 100 중량부에 대해서 에폭시 수지 100 내지 300 중량부, 카본블랙 1 내지 50 중량부 및 경화제 50 내지 150 중량부를 포함하는 것일 수 있으나, 이와 관련하여 앞서 자세히 설명하였으므로 여기서는 생략한다.
- [0074] 이하 실시예 및 비교예를 바탕으로 본 발명을 더욱 상세히 설명한다. 다만 하기 실시예 및 비교예는 본 발명을 더욱 상세히 설명하기 위한 하나의 예시일 뿐, 본 발명이 하기 실시예 및 비교예에 의해 제한되는 것은 아니다.
- [0076] [EMC의 방열 특성 검증]
- [0077] 제조된 SS-슬러지 기반 EMC와 SiO_2 기반 EMC를 비교하여 방열 성능을 평가하였다. EMC 샘플을 70° C로 설정된 핫 플레이트 위에 위치시키고, 적외선 카메라를 이용해 표면 온도의 변화를 측정하였다.
- [0079] [제조예 1]

- [0080] S-슬러지에 존재하는 금속 불순물을 제거하기 위해 염산(35.0%, HCl)을 사용하였다. S-슬러지(1.0g)를 염산 용액(30.0mL)에 분산시키고, pH를 4.0으로 조절한 후 400rpm에서 6시간 동안 교반하였다. 교반이 완료된 후, 증류수 및 에탄올을 이용해 원심분리(9,500rpm, 15분)로 세척한 뒤, 오븐에서 70° C로 12시간 동안 건조하여 금속 불순물이 제거되어 정제된 S-슬러지를 얻었다. 정제된 S-슬러지를 기반으로 균일한 실리카(SiO₂) 코팅층을 형성하기 위해 졸-겔법을 사용하였다. 정제된 S-슬러지(0.5g)를 증류수에 분산시킨 뒤 침전을 통해 균일한 크기의 입자를 회수하였다. 회수된 S-슬러지를 암모니아수(1.0M, 30.0mL pH 11.63)에 분산하고, 소니케이터를 사용하여 표면에 하이드록실기(-OH)를 형성하였다.
- [0081] 이후, 4° C의 저온환경에서 실리카 전구체인 TEOS(2.0mL)를 첨가한 뒤, 400rpm에서 6시간 동안 교반하여 S-슬러지 표면에 균일한 실리카층을 형성하였다. 교반이 완료된 혼합물은 에탄올 및 증류수를 이용한 원심분리(9,500rpm, 20분)로 세척하여 유기물을 제거하였고, 70° C로 12시간 동안 오븐에서 건조하여 최종적으로 SS-슬러지를 제조하였다.
- [0083] [제조예 2]
- [0084] 제조예 1에서 암모니아수(1.0M, 30.0mL, pH 11.63) 대신에 수산화나트륨(1.0M, 30.0mL, pH 14)을 사용하여 회수된 S-슬러지를 처리한 것을 제외하고는 동일하게 실시하였다.
- [0086] [제조예 3]
- [0087] S-슬러지에 존재하는 금속 불순물을 제거하기 위해 염산(35.0%, HCl)을 사용하였다. S-슬러지(1.0g)를 염산 용액(30.0mL)에 분산시키고, pH를 4.0으로 조절한 후 400rpm에서 6시간 동안 교반하였다. 교반이 완료된 후, 증류수 및 에탄올을 이용해 원심분리(9,500rpm, 15분)로 세척한 뒤, 오븐에서 70° C로 12시간 동안 건조하여 금속 불순물이 제거되어 정제된 S-슬러지를 얻었다. 정제된 S-슬러지(0.5g)를 증류수에 분산시킨 뒤 침전을 통해 균일한 크기의 입자를 회수하였다.
- [0089] [실시예 1]
- [0090] 제조예 1의 SS-슬러지를 필러로 활용하여 EMC를 제조하였다. YD-128 에폭시 고분자(13,000cPs, 2.0g)와 아세톤(2.5mL)을 혼합한 용액에 SS-슬러지(1.0g)를 첨가하였으며, 카본블랙(0.1g)을 추가하여 고르게 분산시켰다. 이어, 에폭시 경화제(H-4065, 1.0g)를 첨가하고 진공 오븐(40° C, 10torr)에서 1시간 동안 디개싱(degassing) 처리하였다. 혼합물을 100° C에서 1시간 동안 경화하여 SS-슬러지 기반 EMC를 제조하였다.
- [0092] [실시예 2]
- [0093] 실시예 1에서 제조예 1의 SS-슬러지 대신 제조예 2의 SS-슬러지를 사용하여 EMC를 제조한 것을 제외하고는 동일하게 실시하였다.
- [0095] [비교예 1]
- [0096] 실시예 1에서 제조예 1의 SS-슬러지 대신에 실리카 입자(5μm)를 필러를 사용한 것을 제외하고는 동일하게 실시하였다.
- [0098] [비교예 2]
- [0099] 실시예 1에서 제조예 1의 SS-슬러지 대신에 제조예 3의 S-슬러지를 사용한 것을 제외하고는 동일하게 실시하였다.
- [0101] 도 2에서와 같이, 실리카 도입에 따른 S-슬러지 및 SS-슬러지의 형상 변화를 확인하기 위해 광학 현미경(OM) 분석을 진행하였다.
- [0102] S-슬러지는 실리콘 웨이퍼 가공 과정에서 생성된 파편 형상의 날카로운 입자들이 흑색 분말 형태로 관찰되었다. 반면, SS-슬러지는 실리카 코팅 후 흑색 분말이 회백색으로 변화하였으며, 둥근 형상의 입자들이 확인되었다.
- [0103] 또한, 입자의 형상과 크기를 보다 정밀하게 분석하기 위해 FE-SEM 분석을 수행하였다.
- [0104] S-슬러지는 약 5μm 크기의 매끈한 표면을 가진 파편형 입자와 1μm 이하의 작은 입자들이 혼재된 형태였다. 이러한 특성은 반도체 제조 공정에서 웨이퍼 가공 시 발생하는 불규칙한 입자 형태 때문으로 판단된다. 반면, SS-슬러지는 평균 약 6μm 크기로 관찰되었으며, 증류수 침전법을 이용해 사이즈별 침강 속도 차이를 활용하여 미세한 입자를 분리하였기 때문에 1μm 이하의 입자는 보이지 않았다. 또한, 실리카 코팅으로 인해 입자 표면이

둥글고 거친 형태로 변화하였다. 이는 졸-겔법을 통해 기존 S-슬러지의 날카롭고 매끈한 표면에 실리카가 성공적으로 코팅되었음을 의미한다.

[0105] 도 3은 SS-슬러지의 화학적 특성을 확인하기 위해 FT-IR 분석을 수행한 것이다. 실리카 도입에 따른 화학적 특성 변화를 비교하기 위해 S-슬러지(비교예 2)와 졸-겔법을 이용해 제조한 고순도 실리카 나노입자(High purity SiO₂) (비교예 1)를 함께 분석하였다. FT-IR 분석 결과, S-슬러지(비교예 2)의 경우 주요 구성 성분이 Si이므로 피크가 검출되지 않았다. 이는 FT-IR 분석 원리에 따라 극성 분자 간의 진동이 흡수하는 에너지를 측정하는 과정에서 Si-Si 결합은 진동이 발생하지 않기 때문에 피크가 나타나지 않은 것으로 해석된다.

[0106] 반면, High purity SiO₂ (비교예 1) 및 SS-슬러지(실시예 1)에서는 Si-O-Si 비대칭 신축 진동(1,050 cm⁻¹), Si-OH 굽힘 진동(950 cm⁻¹), 그리고 Si-O-Si 대칭 신축 진동(790 cm⁻¹)과 같은 주요 피크가 동일하게 검출되었다. 이를 통해 졸-겔법을 통해 연속적인 가수화 및 탈수 반응이 일어나면서 S-슬러지 표면에 실리카가 성공적으로 도입되었음을 확인할 수 있었다.

[0108] SS-슬러지를 EMC의 필러로 응용하기 위해 상용화된 에폭시 고분자, 경화제, 그리고 카본블랙과 혼합하여 SS-슬러지 EMC를 제조하였다. 또한, SS-슬러지 기반 EMC의 특성을 비교하기 위해 실리카 입자와 S-슬러지를 각각 필러로 적용하여 SiO₂ 기반 EMC 및 S-슬러지 기반 EMC를 함께 제조하였다.

[0109] 도 4에서 EMC가 성공적으로 제조되었는지 확인하기 위해 FE-SEM 분석을 진행한 결과, SiO₂ 기반 EMC(비교예 1) 및 SS-슬러지 기반 EMC(실시예 1)에서는 내부에 공극이 거의 존재하지 않은 반면, S-슬러지 기반 EMC(비교예 2)의 경우 다수의 공극이 관찰되었다. 이러한 차이는 S-슬러지의 주요 성분인 Si(Silicon)이 소수성(hydrophobic) 성질을 가지기 때문에, 에폭시 고분자의 에폭사이드(C-O-C) 그룹과 원활하게 반응하지 못해 필러의 분산성이 저하되었기 때문으로 예상된다.

[0110] 반면, SiO₂ 기반 EMC(비교예 1) 및 SS-슬러지 기반 EMC(실시예 1)에서는 SiO₂가 에폭시 고분자의 에폭사이드(C-O-C) 내 산소와 쉽게 결합하여 가교 반응을 촉진함으로써 공극 발생이 억제되었다. 공극은 EMC의 방열 특성을 저하시킬 수 있는 주요 요인 중 하나이므로, S-슬러지는 EMC의 필러로 적합하지 않음을 확인하였다.

[0112] SS-슬러지 기반 EMC(실시예 1)의 방열 특성을 검증하기 위해 SiO₂ 기반 EMC(비교예 1)를 비교군으로 설정하고, 실험을 진행하였다. 반도체 칩이 발열로 인해 도달할 수 있는 온도인 70° C로 설정된 핫 플레이트 위에 SiO₂ 기반 EMC(비교예 1)와 SS-슬러지 기반 EMC(실시예 1)를 배치하여 방열 특성을 비교하였다.

[0113] 실험은 10분 동안 50초 간격으로 적외선 카메라(IR Camera)를 사용하여 온도 변화를 측정하였다. 적외선 카메라 분석 결과, SiO₂ 기반 EMC(비교예 1)의 표면 온도는 약 53.5° C로 확인된 반면, SS-슬러지 기반 EMC(실시예 1)의 표면 온도는 약 58.5° C로 측정되었다. 이를 온도 변화 그래프를 통해 비교한 결과, SS-슬러지 기반 EMC(실시예 1)의 온도가 더 빠르게 상승하는 경향을 보였다.

[0115] 또한, 적외선 이미지를 통해 SS-슬러지 기반 EMC(실시예 1)가 SiO₂ 기반 EMC(비교예 1)보다 색상이 더 빠르게 변화하는 것을 확인하였다. 이러한 차이는 SS-슬러지의 기반 물질인 실리콘이 실리카 필러(1.4 W/mK)보다 훨씬 높은 열전도도(150 W/mK)를 가지기 때문이다. 즉, SS-슬러지 기반 EMC는 기존 SiO₂ 기반 EMC보다 열을 더 효과적으로 방출하여 방열 특성이 향상됨을 의미한다. 이를 바탕으로, SS-슬러지는 EMC의 방열 특성을 개선할 수 있는 필러로 적용될 수 있음을 확인하였다. 즉, 상기 SS-슬러지는 140 내지 160 W/mK의 높은 열전도도를 가지고 있어, 기존 SiO₂ 기반 EMC보다 열을 더 효과적으로 방출할 수 있다.

[0116] 또한, 표 1에서는 실시예 2의 열전도도도 측정하였는데, 실시예 1보다 낮게 측정되었다. 이는 S-슬러지 분말이 강염기 처리함에 따라 상기 분말의 내구성이 저하될 뿐만 아니라 실리카 전구체와의 결합도 약해지는 것을 예상할 수 있다.

표 1

[0118]	실시예 1	실시예 2	비교예 1
열전도도(W/mK)	150	100	1.4

[0120] 이상과 같이 본 발명에서는 특정된 사항들과 한정된 실시예 및 도면에 의해 설명되었으나 이는 본 발명의 보다 전반적인 이해를 돕기 위해서 제공된 것일 뿐, 본 발명은 상기의 실시예에 한정되는 것은 아니며, 본 발명이 속

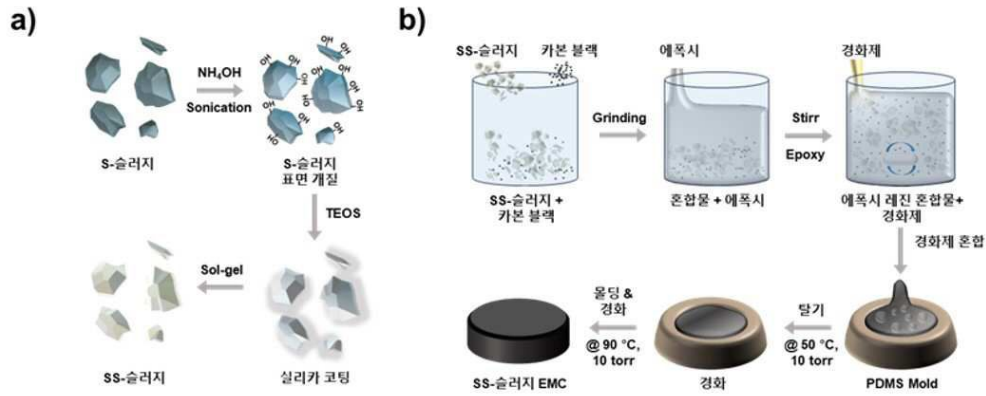
하는 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 이러한 기재로부터 다양한 수정 및 변형이 가능하다.

[0121]

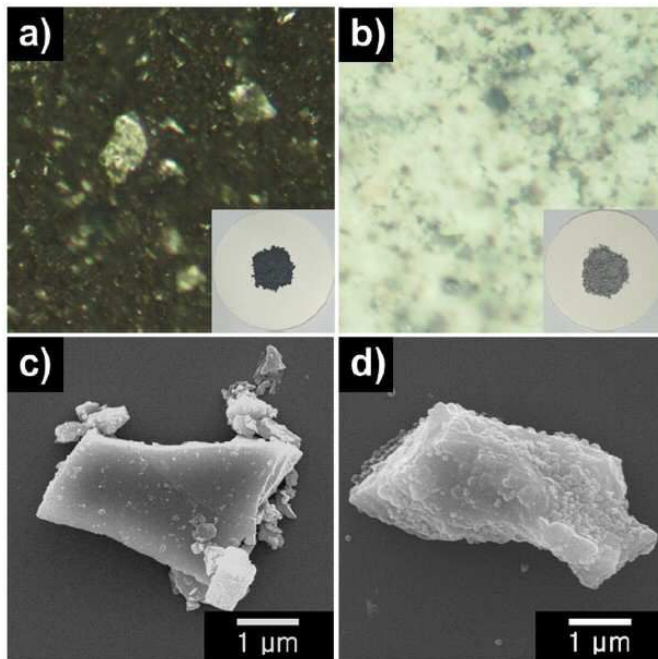
따라서, 본 발명의 사상은 설명된 실시예에 국한되어 정해져서는 아니되며, 후술하는 특허청구범위뿐 아니라 이 특허청구범위와 균등하거나 등가적 변형이 있는 모든 것들은 본 발명 사상의 범주에 속한다고 할 것이다.

도면

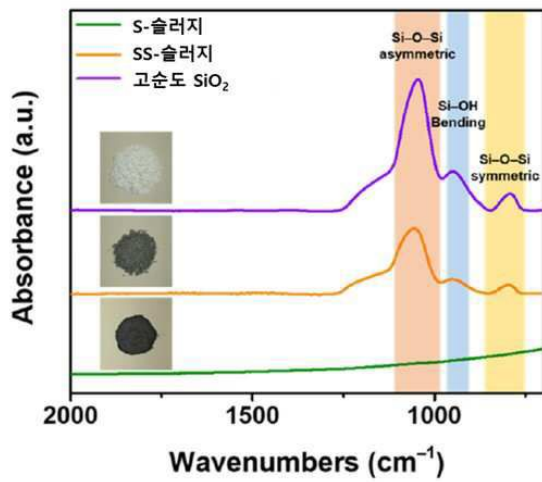
도면1



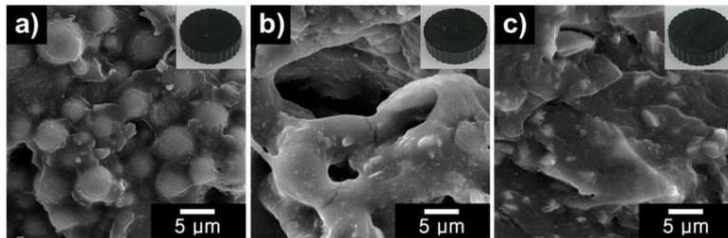
도면2



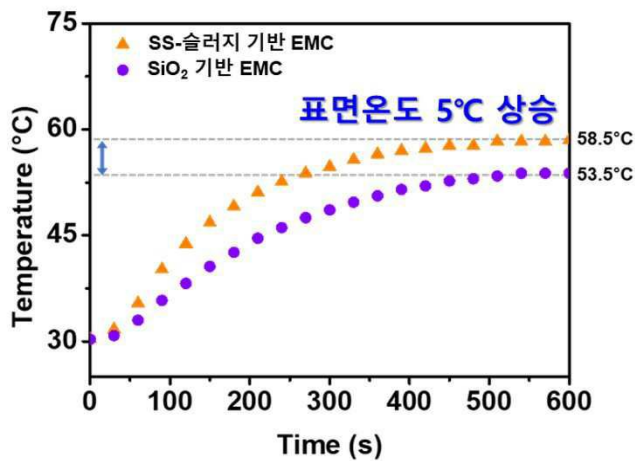
도면3



도면4



도면5



【심사관 직권보정사항】

【직권보정 1】

【보정항목】 청구범위

【보정세부항목】 청구항 5

【변경전】

제4항에 있어서,

상기 알칼리 수산화물은 수산화암모늄(NH₄ OH), 수산화테트라메틸암모늄(TMAH) 및 수산화트리에틸암모늄(Triethylammonium Hydroxide) 중에서 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는 것인, 실리콘 슬러지 기반 EMC

필러.

【변경후】

제4항에 있어서,

상기 알칼리 수산화물은 수산화암모늄(NH_4OH), 수산화테트라메틸암모늄(TMAH) 및 수산화트리에틸암모늄(Triethylammonium Hydroxide) 중에서 선택되는 어느 하나 이상을 포함하는 것인, 실리콘 슬러지 기반 EMC 필러.