



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2007년10월17일
(11) 등록번호 10-0768148
(24) 등록일자 2007년10월11일

(51) Int. Cl.

C30B 29/06(2006.01)

(21) 출원번호 10-2006-0045707

(22) 출원일자 2006년05월22일

심사청구일자 2006년05월22일

(56) 선행기술조사문헌

JP2003119015 A

(뒷면에 계속)

(73) 특허권자

한국화학연구원

대전 유성구 장동 100번지

(72) 발명자

김희영

대전 유성구 어은동 한빛아파트 101동 203호

윤경구

대전 유성구 어은동 한빛아파트 131동 306호

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

백남훈, 이학수

전체 청구항 수 : 총 15 항

심사관 : 김준규

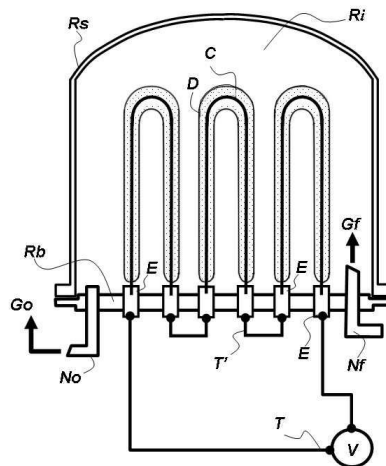
(54) 금속 코어수단을 이용한 다결정 실리콘 봉의 제조방법

(57) 요약

본 발명은 금속 코어수단을 이용한 다결정 실리콘 봉의 제조방법에 관한 것으로서, 금속 코어요소 표면에 하나 또는 다수의 분리층을 형성시켜 구성된 코어수단을 전극부와 연결하여 석출반응기 내부에 위치시키고, 전극부를 통해 전기를 공급하여 코어수단을 가열하면서 코어수단 표면에 외부방향으로 실리콘을 석출시켜 석출부를 형성시키는 금속 코어수단을 이용한 다결정 실리콘 봉의 제조방법에 관한 것이다.

이러한 본 발명의 제조방법에 의하면, 석출반응 종료 후 얻어지는 실리콘 봉으로부터 석출부와 코어수단의 분리를 용이하게 할 수 있고, 석출부가 금속 코어요소의 불순물에 의해 오염되는 것을 최소화하면서 고순도 실리콘을 제조할 수 있게 된다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

박용기

대전 유성구 어은동 한빛아파트 119동 302호

문상진

대전 유성구 어은동 한빛아파트 119동 801호

최원준

대전 유성구 전민동 엑스포아파트 210동 1202호

(56) 선행기술조사문헌

JP2004149324 A

JP2006036628 A

KR1019960007836 A

US20030150378 A1

US6503563 B1

W09106507 A1

특허청구의 범위

청구항 1

봉 형상의 다결정 실리콘을 제조하는 방법에 있어서,

상기 봉 형상의 다결정 실리콘을 제조하기 위한 석출반응기에서 금속 코어요소의 표면에 하나 또는 다수의 분리층을 형성시켜 구성되는 코어수단을 전극부에 연결한 상태가 되도록 하여 석출반응기의 내부공간에 위치시키는 단계와;

상기 전극부를 통해 전기를 공급하여 상기 코어수단을 가열하는 단계와;

상기 석출반응기의 내부공간에 반응가스를 공급하여 상기 코어수단의 표면에 외부방향으로 실리콘을 석출시킴으로써 실리콘 석출부를 형성시키는 단계;

를 포함하는 것을 특징으로 하는 금속 코어수단을 이용한 다결정 실리콘 봉의 제조방법.

청구항 2

청구항 1에 있어서,

상기 반응가스는 모노실란, 이염화실란, 삼염화실란 및 사염화실란 중에 선택된 실리콘함유성분을 포함하는 것을 특징으로 하는 금속 코어수단을 이용한 다결정 실리콘 봉의 제조방법.

청구항 3

청구항 2에 있어서, 상기 반응가스는 수소, 질소, 아르곤, 헬륨 및 염화수소 중에 선택된 가스성분을 추가로 더 포함하는 것을 특징으로 하는 금속 코어수단을 이용한 다결정 실리콘 봉의 제조방법.

청구항 4

청구항 1에 있어서, 상기 석출반응기 내부공간에서의 절대압 기준으로 1 ~ 20 bar 범위 내의 반응압력과, 상기 석출부 표면에서의 온도 기준으로 650 ~ 1,300 °C 범위 내의 반응온도에서 상기 석출부 표면에 실리콘을 석출시키는 것을 특징으로 하는 금속 코어수단을 이용한 다결정 실리콘 봉의 제조방법.

청구항 5

청구항 1에 있어서, 상기 금속 코어요소는 단면이 원, 타원 또는 다각형인 로드(rod), 와이어(wire), 필라멘트(filament), 바(bar), 스트립(strip) 및 리본(ribbon)과, 단면이 동심원, 동심타원 또는 동심다각형인 도관(conduit), 튜브(tube), 실린더(cylinder) 및 덕트(duct) 중에 선택된 형태를 가지도록 제작한 것을 사용하는 것을 특징으로 하는 금속 코어수단을 이용한 다결정 실리콘 봉의 제조방법.

청구항 6

청구항 1 또는 청구항 5에 있어서, 상기 금속 코어요소는 텅스텐(W), 레늄(Re), 오스뮴(Os), 탄탈륨(Ta), 몰리브덴(Mo), 노브(Nb), 이리듐(Ir), 루테튬(Ru), 테크네튬(Tc), 하프늄(Hf), 로듐(Rh), 바나듐(V), 크롬(Cr), 지르코늄(Zr), 백금(Pt), 토륨(Th), 란타늄(La), 티타늄(Ti), 루테튬(Lu), 이트륨(Y), 철(Fe), 니켈(Ni) 및 알루미늄(Al) 중에 선택된 금속원소를 포함하는 금속 또는 합금으로 이루어지는 것을 특징으로 하는 금속 코어수단을 이용한 다결정 실리콘 봉의 제조방법.

청구항 7

청구항 1에 있어서, 상기 분리층이 분리가능성분으로 이루어진 1가지 이상 5가지 이하 종류의 층으로 이루어지는 것을 특징으로 하는 금속 코어수단을 이용한 다결정 실리콘 봉의 제조방법.

청구항 8

청구항 7에 있어서, 상기 분리층의 각 층을 이루는 분리가능성분이 실리콘(Si)의 질화물, 산화물, 탄화물 또는 산화질화물을 포함하는 것을 특징으로 하는 금속 코어수단을 이용한 다결정 실리콘 봉의 제조방법.

청구항 9

청구항 7에 있어서, 상기 분리층의 각 층을 이루는 분리기능성분이 텅스텐(W), 레늄(Re), 오스뮴(Os), 탄탈륨(Ta), 몰리브덴(Mo), 노븀(Nb), 이리듐(Ir), 루테튬(Ru), 테크네튬(Tc), 하프늄(Hf), 로듐(Rh), 바나듐(V), 크롬(Cr), 지르코늄(Zr), 백금(Pt), 토륨(Th), 란타늄(La), 티타늄(Ti), 루테튬(Lu), 이트륨(Y), 철(Fe), 니켈(Ni) 및 알루미늄(Al) 중에 선택된 금속원소의 질화물, 산화물, 규소화물, 탄화물, 산화질화물 또는 산화규소화물을 포함하는 것을 특징으로 하는 금속 코어수단을 이용한 다결정 실리콘 봉의 제조방법.

청구항 10

청구항 7 내지 청구항 9 중 어느 한 항에 있어서, 상기 분리층 두께의 합을 10 nm ~ 20 mm의 범위 내에 포함되도록 하는 것을 특징으로 하는 금속 코어수단을 이용한 다결정 실리콘 봉의 제조방법.

청구항 11

청구항 7 내지 청구항 9 중 어느 한 항에 있어서, 상기 분리층에 실리콘을 분리기능성분으로 하는 실리콘층을 1 μm ~ 10 mm의 두께로 추가로 더 포함하여 구성하는 것을 특징으로 하는 금속 코어수단을 이용한 다결정 실리콘 봉의 제조방법.

청구항 12

청구항 11에 있어서, 상기 실리콘층은 석출반응기의 내부공간에서 금속 코어요소와 전극부를 연결한 상태로 상기 전극부를 통해 전기를 공급하여 상기 금속 코어요소를 가열하고, 상기 석출반응기의 내부공간에 원료가스로서 다결정 실리콘 봉 제조시의 실리콘 석출부 형성을 위한 반응가스를 공급하여 형성시키되, 이때의 반응조건을 실리콘 석출부 형성을 위한 반응조건과 달리하여, 실리콘 석출부와 결정구조 및 열팽창 특성 면에서 서로 차이를 가지도록 형성시키는 것을 특징으로 하는 금속 코어수단을 이용한 다결정 실리콘 봉의 제조방법.

청구항 13

청구항 1에 있어서, 상기 금속 코어요소를 상기 전극부와 연결하여 상기 석출반응기의 내부공간에 위치시킨 뒤, 상기 전극부를 통해 전기를 공급하여 상기 금속 코어요소를 가열하고, 상기 석출반응기의 내부공간에 분리층 형성용 원료가스를 공급하여 금속 코어요소의 표면에 분리층을 형성시킴으로써, 상기 코어수단을 제조하는 것을 특징으로 하는 금속 코어수단을 이용한 다결정 실리콘 봉의 제조방법.

청구항 14

청구항 1에 있어서, 상기 분리층의 일부가 형성된 예비 코어수단을 상기 전극부와 연결하여 상기 석출반응기의 내부공간에 위치시킨 뒤, 상기 전극부를 통해 전기를 공급하여 상기 예비 코어수단을 가열하고, 상기 석출반응기의 내부공간에 분리층 형성용 원료가스를 공급하여 예비 코어수단의 표면에 분리층을 추가로 형성시킴으로써, 상기 코어수단을 제조하는 것을 특징으로 하는 금속 코어수단을 이용한 다결정 실리콘 봉의 제조방법.

청구항 15

청구항 1에 있어서, 상기 분리층을 우선 제작한 뒤 상기 금속 코어요소를 에워싸도록 조립하여 코어수단을 제조하는 것을 특징으로 하는 금속 코어수단을 이용한 다결정 실리콘 봉의 제조방법.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

<19> 본 발명은 봉 형상의 다결정 실리콘을 제조할 수 있는 방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 석출반응기에 설치된 코어수단의 전기가열을 위해 필요한 복잡한 공정장치와 운전방법상의 까다로움을 최소화하면서 봉 형상의 다결정 실리콘 (polycrystalline silicon 또는 silicon polycrystal 또는 multicrystalline silicon 또는

polysilicon 또는 poly-Si)을 대량으로 생산할 수 있는 방법에 관한 것이다.

- <20> 일반적으로 고순도 다결정 실리콘은 반도체 소자나 태양전지 등에 사용될 수 있는 반도체 성질을 갖는 소재나 높은 순도가 요구되는 화학원료 또는 산업용 소재로 널리 사용되고 있고, 정밀기능 소자 또는 소형 고집적 정밀 시스템용 부품이나 소재로도 활용되고 있다.
- <21> 이러한 다결정 실리콘을 제조하기 위하여 아주 높은 순도로 정제된 실리콘함유성분을 포함하는 반응가스의 열분해 및/또는 수소환원 반응으로 실리콘 표면에 실리콘 원소를 계속적으로 석출시키는 실리콘 석출방법이 이용되고 있다.
- <22> 이와 같이 다양한 용도로 사용되는 다결정 실리콘의 상업적 대량 생산을 위하여 지금까지 종형 또는 벨자형(bell-jar type)과 튜브형 또는 챔버형의 석출반응기가 주로 사용되어오고 있다.
- <23> 상기한 반응기를 이용하여 제조된 다결정 실리콘 제품은 단면이 원 또는 타원에 가까운 형태를 지니면서 직경이 일반적으로 약 50 ~ 300 mm 범위에 포함되는 막대, 즉 봉(棒; rod) 형태를 갖는다.
- <24> 상기 석출반응기에서 실리콘 봉을 제조하기 위해서는 반응기 셀 내부에 적어도 석출반응온도에서 전기가 흐를 수 있는 코어용 재료, 즉 코어요소(core element)로 가공된 다수의 코어단위(core units)들을 포함하는 코어수단(core means)을 전극부에 제각각 연결하여 구성되는 전기가열수단을 설치한 다음, 전기가열되는 코어수단의 표면에 실리콘함유성분을 포함하는 반응가스의 석출반응에 의하여 실리콘이 계속 석출되도록 하게 되며, 이와 같이 두께방향, 즉 동심원 외부방향으로 실리콘 석출부를 형성시킴으로써 봉 형태의 다결정 실리콘을 제조할 수 있게 된다.
- <25> 불순물 농도가 아주 낮은 고순도의 다결정 실리콘 봉을 제조하기 위해서는 고순도의 실리콘으로 제조한 로드(rod) 및 와이어(wire), 필라멘트(filament) 형태, 그리고 튜브(tube) 및 덕트(duct) 형태, 그리고 스트립(strip) 및 리본(ribbon), 시트(sheet) 형태들 가운데에서 선택된 형태의 코어요소로 가공 또는 제작된 코어단위를 포함하는 코어수단을 이용하게 된다.
- <26> 상기 코어수단에 실리콘 석출부를 형성시킴으로써 최종적으로 얻어지는 다결정 실리콘 봉은, (i)큰 덩어리(chunk), 작은 덩어리(nugget 또는 lump), 조각 또는 입자(fragment, flake 또는 particle) 등의 형태로 분쇄하고; (ii)적정 크기로 선별한 다음; (iii)분쇄 및/또는 선별과정에서 실리콘 표면에 혼입된 불순물을 제거하기 위한 세정 및 건조과정을 필요에 따라 추가적으로 실시하고; 이후 (iv)실리콘 용융점 이상으로 가열되는 도가니에서 실리콘을 용융시킨 다음; (v)용도에 따라 잉고트(ingot), 블록(block), 판(sheet) 또는 필름(film) 등의 형태로 성형하게 된다.
- <27> 석출반응기 셀 내부에 설치되는 전기가열수단은 전기가열되는 코어수단과 이 코어수단을 셀 외부의 전력공급원 및/또는 다른 코어단위들과 전기적으로 연결시켜 주는 전극부로 구성되고, (i)석출반응온도의 유지에 필요한 전기가열 기능과, (ii)실리콘 석출을 위한 기재(substrate)의 역할과, (iii)실리콘의 석출이 진행됨에 따라 크기와 무게가 증가하는 구조물인 실리콘 봉을 안정적으로 떠받치는 지지체의 기능을 수행하게 된다.
- <28> 이러한 코어수단의 기능과 역할을 만족시킬 수 있도록 코어수단에 포함되는 개별 코어단위를 코어요소로 가공하거나 제작하기 위해서는, (i)고순도 실리콘을 그 자체로 또는 도핑성분과 함께 용융시킨 다음, (ii)결정성장 또는 성형의 과정을 거쳐; 이후 (iii)단면의 모양이 원, 타원, 동심원 또는 동심 다각형 형태이거나 삼각형, 사각형 또는 육각형 등의 다각형 형태이고, 단면의 직경이 약 3 ~ 30 mm 범위 내에 또는 대각선이 약 5 ~ 100 mm 범위 내에 포함되며, 베이스부를 기준으로 하여 코어요소 수직부분 높이가 약 0.5 ~ 6 m 범위 내에 포함되도록 성형 및/또는 가공하는 일련의 과정을 거쳐야 한다.
- <29> 상기 코어단위의 제작과정에 있어서, 코어요소는 한 개씩 순차적으로 제조될 수도 있고, 대형의 실리콘 단결정 잉고트를 제조한 다음 다수의 코어요소를 필요 사양으로 동일하게 가공하여 동시에 많이 제조할 수도 있는데, 짧게 제조된 복수의 코어요소 부분들을 청정한 분위기에서 서로 용융 접합하여 필요한 길이의 실리콘 코어요소를 제조하는 것도 가능하다.
- <30> 참고문헌 [W.C. O'Hara, R.B. Herring and L.P. Hunt, "Handbook of Semiconductor Silicon Technology", pp. 46-48, Noyes Publications, 1990.]에 설명된 바에 따르면, 상기 석출반응기를 이용하여 다결정 실리콘 봉을 제조함에 있어서 고순도 실리콘 재질의 가는 코어요소, 즉 직경이 작은 코어로드(core rod), 슬림로드(slim rod) 또는 시작용 필라멘트(starter filament)를 준비하는 것에는 경제적으로나 기술적으로 큰 부담이 뒤따른다.
- <31> 순도가 아주 높아 비저항값이 아주 크고 이 값이 온도에 따라 급격하게 감소하는 고순도 실리콘으로 코어요소를

제조하면, 별도의 가열수단에 의하여 코어수단을 구성하는 코어단위들을 일정 온도 이상으로 예열하여 실리콘 비저항값을 충분히 낮춘 다음에야 한 쌍의 전극부에 연결되어 고정된 각각의 코어단위를 통해 전기가 흐르기 시작하고 코어수단이 비로소 전기가 열될 수 있으므로, 미국특허 제4,179,530호(1979) 및 제5,895,594호(1999)에 예시된 바와 같이, 다결정 실리콘 봉 제조과정에 필요한 코어수단의 예열에는 별도의 예열수단과 복잡한 절차가 요구된다.

- <32> 고순도 실리콘 코어요소를 별도의 예열수단으로 예열하는 것을 대신하여, 적절히 구성된 전력공급계통 및 시스템을 활용하여 코어수단을 실온에서부터 곧바로 전기가열을 실시하는 기술도 미국특허 제3,941,900호(1976) 및 제4,215,154호(1990)에서 보고된 바 있으나, 전력공급회로 및 시스템의 구성이 복잡하고 비용이 많이 들며 조작 및 제어방법도 까다롭다는 문제점이 있다.
- <33> 이와 같이 별도의 가열수단으로 코어수단을 예열하거나 예열과정 없이 전기가열을 실온에서 곧바로 실시하기 위한 전력공급수단을 활용하는 방법과는 달리, n-형 또는 p-형 도핑불순물을 많이 주입하여 비저항값이 낮아진 실리콘 재료로 코어요소를 제조한 다음, 높은 전압의 전기를 공급하여 코어수단을 실온에서 곧바로 가열하면서 사전에 정해진 온도 이상부터는 낮은 전압과 높은 전류의 전기로 코어수단을 필요한 대로 가열할 수도 있는데, 이 방법도 아주 넓은 범위에 걸친 전압과 전류의 변화를 커버할 수 있는 복잡한 전력공급수단과 까다로운 조작을 필요로 하는 문제점이 있다.
- <34> 한편, 실리콘에 비하여 비저항값이 아주 낮은 금속 또는 탄소계 재료와 같은 저항성 재료로 코어요소를 제작하면, 이 코어요소로 구성되는 코어단위별로 석출되는 실리콘이 비실리콘계 코어요소의 사용에 따른 불순물 오염 위험성이 뒤따르지만, 비교적 낮은 전압의 전기를 코어수단에 공급함으로써 별도의 예열과정 없이 실온에서 석출반응온도까지의 전기가열이 수월하게 이루어질 수 있는 장점이 있다.
- <35> 예를 들어, 미국특허 제5,277,934호(1994) 및 제5,284,640호(1994)에서는 텅스텐 또는 탄탈륨을, 미국특허 제5,327,454호(1994)에서는 몰리브덴, 텅스텐 또는 지르코늄이 실리콘을 대신하여 코어요소로 사용될 수 있음을 설명하고 있다.
- <36> 이와 같이 저항성 재료로 비실리콘계 코어수단을 구성하는 것은 아주 편리하고 경제적으로도 유익한 측면이 있지만, 상업적인 생산에는 활용되기 어려운데, 이는 반도체급 다결정 실리콘의 순도와 관련된 요구조건이 점차 까다로워지고 있음에도 불구하고 비실리콘계 코어수단을 구성하는 코어단위들의 코어요소에 포함된 불순물 성분이 실리콘 석출부를 오염시킬 가능성이 있기 때문이다.
- <37> 이러한 문제는 O'Hara 등의 상기 참고문헌(1990)에 설명된 바와 같이 선행기술에 의해서도 밝혀진 바 있는데, 실리콘 코어수단을 대신하여 금속 와이어(wire)형 코어단위들을 코어수단으로 사용하는 경우에는 실리콘 봉을 손쉽게 얻을 수 있는 장점이 있지만, 얻어지는 실리콘 봉에서 실리콘 석출부와 코어수단을 분리해야 하는 문제점과 함께, 코어요소인 금속 와이어의 불순물 성분이 고온에서 형성되는 실리콘 석출부를 오염시킬 수 있는 문제점이 단점으로 지적된 바 있다.
- <38> 그럼에도 불구하고, 실리콘 석출반응기에서 고순도의 다결정 실리콘을 값싸게 제조하기 위하여 저항성 재료의 코어수단을 활용함에 있어서 장애요인이 되는 실리콘 봉과 코어수단의 분리문제나, 특히 코어요소의 금속 불순물 성분에 의한 다결정 실리콘 봉의 오염문제를 해결해 줄 수 있는 효과적인 방안이 아직 제시되지 못하고 있는 실정이다.
- <39> 이상에서 설명한 바와 같이, 봉 형상의 다결정 실리콘 제조공정을 상업적으로 구성하고 활용함에 있어서, 코어수단의 예열이 석출반응기, 전력공급 및 제어 시스템, 코어수단 제조 및 가공 장치 등에 소요되는 투자비, 반응기 조작 및 제어, 반응기 생산성, 그리고 제조원가 등의 측면에서 크게 영향을 미치는 문제임에도 불구하고, 종래의 문제점에 대한 마땅한 해결방안이 아직까지 제시되고 있지 못하고 있다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

- <40> 따라서, 본 발명은 봉 형상의 다결정 실리콘을 제조할 수 있는 석출반응기에서 실리콘 석출에 필요한 전기가열을 시작할 수 있게 하고 석출부를 구조적으로 지지하는 골격이 될 수 있게 금속 코어요소를 이용하여 코어수단을 구성함에 있어서 발생하는 문제점을 해결하기 위하여 발명한 것으로서, 금속 코어요소의 표면과 석출부 사이에 분리층을 형성시켜, 고온에서의 실리콘 석출과정에 실리콘 석출부가 금속 코어요소의 불순물 성분에 의해 오염되는 것을 최소화하고, 실리콘 석출과정이 종료된 후 실리콘 봉에서 코어수단을 쉽게 분리할 수 있도록 하는데 그 목적이 있다.

<41> 아울러, 본 발명은 고순도 실리콘 재료의 코어수단을 별도의 가열수단으로 예열한 다음 코어수단을 전기가열해야 하는 종래의 석출반응기 운전과는 달리, 예열과정 없이 코어수단을 상온에서 곧바로 전기가열할 수 있도록 하며, 실리콘 재료보다 물리적 강도가 우수한 금속 코어요소를 활용함으로써 보다 간단한 석출반응기로 반도체 소자나 태양전지 등에 사용될 수 있는 고순도 다결정 실리콘 붕을 값싸게 제조할 수 있도록 하는데 또 다른 목적이 있다.

발명의 구성 및 작용

- <42> 이하, 첨부한 도면을 참조하여 본 발명을 상세히 설명하면 다음과 같다.
- <43> 상기와 같은 목적을 달성하기 위하여, 본 발명은, 붕 형상의 다결정 실리콘을 제조하는 방법에 있어서,
- <44> 상기 붕 형상의 다결정 실리콘을 제조하기 위한 석출반응기에서 금속 코어요소의 표면에 하나 또는 다수의 분리층을 형성시켜 구성되는 코어수단을 전극부에 연결한 상태가 되도록 하여 석출반응기의 내부공간에 위치시키는 단계와;
- <45> 상기 전극부를 통해 전기를 공급하여 상기 코어수단을 가열하는 단계와;
- <46> 상기 석출반응기의 내부공간에 반응가스를 공급하여 상기 코어수단의 표면에 외부방향으로 실리콘을 석출시킴으로써 실리콘 석출부를 형성시키는 단계;
- <47> 를 포함하는 것을 특징으로 하는 금속 코어수단을 이용한 다결정 실리콘 붕의 제조방법을 제공한다.
- <48> 여기서, 상기 반응가스는 모노실란, 이염화실란, 삼염화실란 및 사염화실란 중에 선택된 1종 또는 2종 이상의 실리콘함유성분을 포함하는 것을 특징으로 한다.
- <49> 여기서, 상기 반응가스는 수소, 질소, 아르곤, 헬륨 및 염화수소 중에 선택된 1종 또는 2종 이상의 가스성분을 추가로 더 포함하는 것을 특징으로 하는 금속 코어수단을 이용한 다결정 실리콘 붕의 제조방법.
- <50> 또한 상기 석출반응기 내부공간에서의 절대압 기준으로 1 ~ 20 bar 범위 내의 반응압력과, 상기 석출부 표면에서의 온도 기준으로 650 ~ 1,300 °C 범위 내의 반응온도에서 상기 석출부 표면에 실리콘을 석출시키는 것을 특징으로 한다.
- <51> 또한 상기 금속 코어요소는 단면이 원, 타원 또는 다각형인 로드(rod), 와이어(wire), 필라멘트(filament), 바(bar), 스트립(strip) 및 리본(ribbon)과, 단면이 동심원, 동심타원 또는 동심다각형인 도관(conduit), 튜브(tube), 실린더(cylinder) 및 덕트(duct) 중에 선택된 형태를 가지도록 제작한 것을 사용하는 것을 특징으로 한다.
- <52> 또한 상기 금속 코어요소는 텅스텐(W), 레늄(Re), 오스뮴(Os), 탄탈륨(Ta), 몰리브덴(Mo), 노브륨(Nb), 이리듐(Ir), 루테튬(Ru), 테크네튬(Tc), 하프늄(Hf), 로듐(Rh), 바나듐(V), 크롬(Cr), 지르코늄(Zr), 백금(Pt), 토륨(Th), 란타넘(La), 티타늄(Ti), 루테튬(Lu), 이트륨(Y), 철(Fe), 니켈(Ni) 및 알루미늄(Al) 중에 선택된 1종 또는 2종 이상의 금속원소를 포함하는 금속 또는 합금으로 이루어지는 것을 특징으로 한다.
- <53> 또한 상기 분리층이 분리기능성분으로 이루어진 1가지 이상 5가지 이하 종류의 층으로 이루어지는 것을 특징으로 한다.
- <54> 특히, 상기 분리층의 각 층을 이루는 분리기능성분이 실리콘(Si)의 질화물, 산화물, 탄화물 또는 산화질화물을 포함하는 것을 특징으로 한다.
- <55> 또한 상기 분리층의 각 층을 이루는 분리기능성분이 텅스텐(W), 레늄(Re), 오스뮴(Os), 탄탈륨(Ta), 몰리브덴(Mo), 노브륨(Nb), 이리듐(Ir), 루테튬(Ru), 테크네튬(Tc), 하프늄(Hf), 로듐(Rh), 바나듐(V), 크롬(Cr), 지르코늄(Zr), 백금(Pt), 토륨(Th), 란타넘(La), 티타늄(Ti), 루테튬(Lu), 이트륨(Y), 철(Fe), 니켈(Ni) 및 알루미늄(Al) 중에 선택된 1종 또는 2종 이상 금속원소의 질화물, 산화물, 규소화물, 탄화물, 산화질화물 또는 산화규소화물을 포함하는 것을 특징으로 한다.
- <56> 또한 상기 분리층 두께의 합을 10 nm ~ 20 mm의 범위 내에 포함되도록 하는 것을 특징으로 한다.
- <57> 또한 상기 분리층에 실리콘을 분리기능성분으로 하는 실리콘층을 1 μm ~ 10 mm의 두께로 추가로 포함하여 구성하는 것을 특징으로 한다.
- <58> 여기서, 상기 실리콘층은 석출반응기의 내부공간에서 금속 코어요소와 전극부를 연결한 상태로 상기 전극부를

통해 전기를 공급하여 상기 금속 코어요소를 가열하고, 상기 석출반응기의 내부공간에 원료가스로서 다결정 실리콘 봉 제조시의 실리콘 석출부 형성을 위한 반응가스를 공급하여 형성시키되, 이때의 반응조건을 실리콘 석출부 형성을 위한 반응조건과 달리하여, 실리콘 석출부와 결정구조 및 열팽창 특성 면에서 서로 차이를 가지도록 형성시키는 것을 특징으로 한다.

- <59> 그리고, 상기 금속 코어요소를 상기 전극부와 연결하여 상기 석출반응기의 내부공간에 위치시킨 뒤, 상기 전극부를 통해 전기를 공급하여 상기 금속 코어요소를 가열하고, 상기 석출반응기의 내부공간에 분리층 형성용 원료가스를 공급하여 금속 코어요소의 표면에 분리층을 형성시킴으로써, 상기 코어수단을 제조하는 것을 특징으로 한다.
- <60> 또한 상기 분리층의 일부가 형성된 예비 코어수단을 상기 전극부와 연결하여 상기 석출반응기의 내부공간에 위치시킨 뒤, 상기 전극부를 통해 전기를 공급하여 상기 예비 코어수단을 가열하고, 상기 석출반응기의 내부공간에 분리층 형성용 원료가스를 공급하여 예비 코어수단의 표면에 분리층을 추가로 형성시킴으로써, 상기 코어수단을 제조하는 것을 특징으로 한다.
- <61> 또한 상기 분리층을 우선 제작한 뒤 상기 금속 코어요소(Ca)를 에워싸도록 조립하여 코어수단을 제조하는 것을 특징으로 한다.
- <62> 이하, 첨부한 도면을 참조하여 본 발명에 대해 더욱 상세히 설명하면 다음과 같다.
- <63> 본 발명은 중형 또는 벨자형(bell-jar type)과 튜브형 또는 챔버형 등의 형태와 구조에 관계없이 봉 형상의 다결정 실리콘 제조를 목적으로 하는 모든 석출반응기에 적용될 수 있는데, 상업적으로는 벨자(Bell-jar)형 석출반응기 또는 지멘스(Siemens) 반응기라고도 불리는 중형 석출반응기(이하, '중형 반응기'라 함)가 가장 많이 활용되어 오고 있으므로, 본 명세서에서는 이러한 중형 반응기를 기준으로 본 발명을 설명하기로 한다.
- <64> 이 중형 반응기는 도 1a 또는 도 2에 개략적으로 예시된 바와 같이 셸(Rs)과 베이스부(Rb)에 의하여 형성된 내부공간(Ri)을 가지며, 상기 내부공간(Ri) 내부에는 다수의 코어단위로 구성된 코어수단(C)이 설치된다.
- <65> 상기 코어단위는 셸(Rs) 및 베이스부(Rb)의 외부에 설치되는 전력공급원(V)으로부터 전력전달수단(T)을 통해 전기가 공급되는 전극부(E)에 의하여 기계적으로 고정되고 전기적으로 상호 연결된다.
- <66> 소수의 코어단위만이 코어수단에 포함되어 코어단위별로 한 쌍의 전극부에 연결되어 이루어지는 소형 실험실 규모의 석출반응기와 달리, 다결정 실리콘 봉의 상업적 대량 생산의 목적으로 이용되는 재래식 석출반응기에서 코어수단(C)에는 수십 ~ 수백 개의 코어단위들이 포함되고, 이들 코어단위들은 코어요소의 재료성분이나 형태 면에서 서로 동일하다.
- <67> 본 발명에서 코어수단(core means)이라 함은 석출반응에 의한 실리콘 석출부 (이하, '석출부'라 함) 형성의 출발점이 되는 기면(substrate)을 이루는 다수의 코어단위(core units)의 집합을 나타내며, 각각의 코어단위는 저항성 재료, 즉 금속 또는 합금 재료의 코어요소(core element)를 재료로 하여 가공 또는 제작된다.
- <68> 그리고, 다수의 코어단위들은 직렬 및/또는 병렬형식으로 전기적으로 상호 연결될 수 있고, 각각의 코어단위에서는 실리콘 석출이 거의 동일하게 진행되므로, 본 발명에서는 개별 코어단위별 조작방법이나 현상 및 특성을 코어수단이라는 집합체로 대변하여 설명하기로 한다.
- <69> 상기 코어수단(C)을 실리콘 석출에 필요한 온도 이상으로 전기가열하면서 석출반응기 내부공간(Ri)에 반응가스(Gf)를 공급하면, 코어수단(C) 표면에 실리콘이 석출되기 시작하여 코어수단(C) 외부방향, 즉 두께방향으로 석출부(D)가 형성되어 봉 형상의 다결정 실리콘이 제조되는데, 각각의 코어단위는 반응기 운전으로 얻어질 한 세트의 다결정 실리콘 봉의 기본골격이 된다.
- <70> 선행기술에 따른 재래식 석출반응기에서는 고순도의 실리콘 용융체에서 단결정 또는 다결정 상태의 봉을 가늘게 인상(引上)하거나 단결정 또는 다결정 봉으로부터 일정한 크기로 가공하여 얻어지는 가는 실리콘 필라멘트, 즉 실리콘 재료의 슬림로드(slim rod) 또는 실리콘 코어로드(core rod)를 전극부(E)에 연결 설치하여 코어수단(C)으로 사용해 오고 있다.
- <71> 비저항 값이 아주 큰 고순도 실리콘 코어로드가 코어수단으로 사용되면, 금속재료의 반응기 셸(Rs) 내부에 석영재료의 중형 돔, 즉 벨자(bell-jar)를 실리콘 코어로드들을 에워싸도록 설치하고, 반응기 셸(Rs)과 석영재료의 벨자(bell-jar) 사이에 별도로 설치되는 예열수단으로 다수의 코어로드를 비저항값이 약 2 ~ 5 ohm-cm 이하로 낮아지게 되는 약 350~400 °C 이상으로 가열시킨 다음, 전극부(E)를 통해 높은 전위차에서 낮은 전위차로 여러

단계를 거쳐 전기를 공급하여 코어수단을 전기가열방식으로 가열할 수 있으므로, 석출반응기의 구조가 도 1 또는 도 2보다 복잡해질 수밖에 없다.

- <72> 한편, 불순물을 다량 첨가하여 비저항값을 아주 낮은 실리콘 코어로드나 전기가열이 잘 되는 금속요소를 코어수단(C)으로 사용하면, 금속재질의 반응기 셀(Rs) 내부에 석영재질의 벨자(bell-jar)와 별도의 예열수단을 설치하지 않고도 전극부(E)를 통해 전기를 공급하여 코어수단(C)을 전기가열방식으로 직접 가열할 수 있으므로, 석출반응기의 구조가 도 1 또는 도 2와 같이 간단해질 수 있지만, 코어수단 외부방향으로 형성되는 석출부가 코어수단의 불순물 성분으로 오염될 수밖에 없어 높은 순도가 요구되는 다결정 실리콘의 제조에는 사용되기 어렵다.
- <73> 본 발명에서는 고순도 실리콘 코어로드나 불순물이 다량 첨가된 실리콘 코어로드나 전기가열이 잘 되는 금속요소를 코어수단(C)으로 사용하는 것을 대신하여, 도 5 내지 도 9에 예시한 바와 같이 금속 코어요소(Ca)의 표면에 하나 또는 다수의 분리층(Cb)을 형성시켜 코어수단(C)을 구성하는 것을 특징으로 한다.
- <74> 본 발명에 따른 코어수단(C)을 이루는 저항성 재료인 금속 코어요소(Ca)는 표면에서의 분리층(Cb) 형성과 무관하게 석출반응기 외부의 전력공급원(V)으로부터 전력전달수단(T)을 통해 전극부(E)에 공급되는 비교적 낮은 전위차의 전류에 의하여 실온에서부터 석출반응에 필요한 반응온도로 손쉽게 빨리 전기가열될 수 있다.
- <75> 따라서, 본 발명에 따르면 금속 코어요소(Ca) 표면에 하나 또는 다수의 분리층(Cb)이 형성되어 이루어진 코어수단(C)을 전극부(E)와 연결하여 석출반응기의 내부공간(Ri)에 위치시키고, 상기 전극부(E)를 통해 전기를 공급하여 코어수단(C)을 가열하면서 상기 석출반응기의 내부공간(Ri)에 반응가스(Gf)를 공급하여 코어수단(C) 표면에 외부방향으로 실리콘을 석출시켜 석출부(D)를 형성시킨다.
- <76> 본 발명에 따라 코어수단(C)을 실온에서 필요한 반응온도로 전기가열하는 과정에 있어서 석출반응기 내부공간(Ri)의 압력에 특별한 제약은 없지만, 설비 부담이 뒤따르는 고진공을 대신하여 상압 근처에서 유지되어도 좋고, 실리콘 석출운전을 대비하여 절대압 기준으로 1 ~ 20 bar 범위 내에 포함되는 압력으로 미리 유지시키는 것도 좋다.
- <77> 이러한 가열과정에 있어서, 내부공간(Ri)은 수소, 질소, 아르곤 및 헬륨 중에 선택된 1종 또는 2종 이상의 가스의 분위기로 이루어지는 것이 바람직하며, 이를 위하여 가스공급부(Nf) 또는 별도의 가스공급수단을 통해 상기의 선택된 가스를 흘리는 것도 좋다.
- <78> 반면에 코어수단(C)의 전기가열을 시작한 뒤 반응온도까지 가열되기 전이라 하더라도 가스공급부(Nf)를 통해 반응가스(Gf)를 공급하여 석출반응을 진행시키면서 코어수단(C)을 원하는 반응온도까지 전기가열하여도 무방하다.
- <79> 상기 코어수단(C)이 원하는 반응온도 범위 내의 온도로 유지되면서 하나 또는 다수의 가스공급노즐을 포함하는 가스공급부(Nf)를 통해 공급되는 반응가스(Gf)에 의하여 코어수단(C) 표면에 외부방향으로 실리콘 석출이 진행된다.
- <80> 본 발명에 사용되는 반응가스(Gf)는 모노실란(SiH₄), 이염화실란(SiH₂Cl₂), 삼염화실란(SiHCl₃) 및 사염화실란(SiCl₄) 중에 선택된 1종 또는 2종 이상의 실리콘함유성분을 포함하며, 이 실리콘함유성분의 열분해 및/또는 수소환원반응에 의하여 석출되는 실리콘 원소가 상기 석출부(D)를 형성시킨다.
- <81> 그리고, 봉 형상의 다결정 실리콘을 제조함에 있어서, 상기 반응가스(Gf)가 실리콘함유성분만 포함할 수도 있지만, 수소(H₂), 질소(N₂), 아르곤(Ar), 헬륨(He), 염화수소(HCl) 중에 선택된 1종 또는 2종 이상의 가스성분을 추가로 포함하도록 함으로써 석출반응의 특성과 배출가스(Go)의 조성을 제어할 수 있다.
- <82> 본 발명에서는 석출반응기 내부공간(Ri)에서의 절대압 기준으로 1 ~ 20 bar 범위 내의 반응압력과 석출부(D) 표면에서의 온도 기준으로 650 ~ 1,300 °C 범위 내의 반응온도에서 석출부(D) 표면에 실리콘을 석출시키는 것이 바람직하다.
- <83> 석출반응기 셀(Rs)의 내부공간(Ri)에서의 반응압력으로서 1 bar 이하에서 진행하게 되면 석출부(D)에서 실리콘이 다결정상태로 석출되는 속도가 너무 낮아 석출반응기의 생산성이 크게 떨어져 바람직하지 못하고, 반응압력이 증가할수록 석출반응기의 생산성 면에서 유리한데, 이러한 특성은 실리콘함유성분이 모노실란보다 삼염화실란인 경우에 더욱 그러하다.
- <84> 다만, 석출반응기의 생산성을 크게 향상시키기 위하여 반응압력을 20 bar 이상으로 너무 높게 유지하면, 석출반응기 셀(Rs)의 제작이 까다로워지고, 코어수단(C)의 전기가열만으로 반응온도를 유지하기 어려운 부정적인 측면이 크게 심각해진다.

- <85> 석출반응기 내부공간(Ri)에서 코어수단(C) 외부방향으로 형성되는 석출부 표면에서 실리콘 석출이 계속되어야 하는 점과, 석출부(D) 위치에 따라 온도가 다른 점과, 온도 측정의 편의성과 신뢰성을 고려하여 반응온도를 석출부(D) 표면의 온도를 기준으로 하는 것이 바람직하다.
- <86> 반응온도는 사용되는 반응가스(Gf) 성분 및 조성에 따라 다르지만, 반응온도가 650 °C보다 낮으면 석출속도가 너무 낮아 석출반응기의 생산성이 크게 떨어져 바람직하지 못하다.
- <87> 반면, 반응온도가 증가할수록 석출속도가 증가하지만, 1,300 °C보다 높은 온도에서는 배출가스(Go) 성분들 가운데 재활용이 불가능한 성분의 함량이 지나치게 높아진다.
- <88> 그리고, 코어수단(C)의 중심부, 즉 코어요소에서의 온도가 1,400 °C를 초과할 수 있어 운전 도중에 실리콘 붕괴 위험성도 크며, 석출반응기 셀(Rs) 측으로의 열손실도 지나치게 증가하므로 바람직하지 못하다.
- <89> 따라서, 본 발명에서 실리콘 석출 허용온도 범위를 대변하는 반응온도는 반응가스(Gf) 및 배출가스(Go)의 조성, 압력, 실리콘 석출속도, 에너지 효율 등과 같은 조건들을 고려하여 650 ~ 1,300 °C 범위 내에서 설정하는 것이 바람직하다.
- <90> 본 발명에 따라 회분식(batch) 방식으로 붕 형상의 다결정 실리콘을 제조함에 있어서, 반응기 운전시간이 경과함에 따라 석출부(D)의 직경 및 표면적, 코어수단(C)의 전기가열 부담, 석출반응기 셀(Rs) 측으로의 열손실 등이 증가하므로, 반응가스(Gf) 조성 및 공급속도, 반응온도, 반응압력, 전력공급 등과 같은 반응기 운전조건들을 일정하게 설정하여도 좋고, 시간에 따라 변화시켜 최적화하여도 좋다.
- <91> 실리콘 석출반응기의 생산용량은 반응조건들에 의하여 좌우되지만 석출반응기 내부공간(Ri)에 설치되는 코어수단(C)의 개수, 즉 석출부(D)의 표면적과 더불어 생산량에 따라 증가하므로, 전극부(E)를 기준으로 하는 코어수단(C)이 수십 개 또는 수백 개가 되게 석출반응기 셀(Rs)을 구성할 수 있는데, 본 발명을 실시함에 있어서 코어수단(C)의 개수에는 별다른 제약이 없다.
- <92> 본 발명에서 코어수단(C)의 중심부에 위치하면서 제조되는 실리콘 붕의 기본 골격을 이루는 금속재질의 요소, 즉 금속 코어요소(Ca)는 제조하고자 하는 실리콘 붕, 즉 석출부(D)를 떠받치는 지지체 역할을 할 수 있고 전기공급부(E)와 전기적으로 연결되게 설치되어 전기가열될 수 있다면 형태에 있어서 별다른 제약은 없다.
- <93> 하지만, 상업적인 활용가능성을 고려하여 단면이 원, 타원 또는 다각형(삼각형, 사각형, 육각형, 팔각형 등)인 로드(rod), 와이어(wire), 필라멘트(filament), 바(bar), 스트립(strip) 및 리본(ribbon)과, 단면이 동심원, 동심타원 또는 동심다각형인 도관(conduit), 튜브(tube), 실린더(cylinder) 및 덕트(duct) 중에 선택될 수 있다.
- <94> 예를 들어, 도 5, 도 6 및 도 8은 단면이 원인 로드(rod) 또는 와이어(wire) 또는 필라멘트(filament)의 형태를, 도 7은 단면이 동심사각형인 도관(conduit) 또는 튜브(tube) 또는 덕트(duct)의 형태를, 도 9는 단면이 직사각형인 스트립(strip) 또는 리본(ribbon)의 형태를 지니는 금속 코어요소(Ca)를 예시한 것이다.
- <95> 본 발명에서 코어수단(C)의 구성에 사용되는 금속 코어요소(Ca)의 재질로는 녹는점이 반응온도보다 최소 약 500 ~ 1,000 °C 이상 높으며, 비저항(resistivity) 값이 약 1 μohm-cm 이상 0.1 ohm-cm 이하의 범위에 포함되는 것이 좋은데, 텅스텐(W), 레늄(Re), 오스뮴(Os), 탄탈륨(Ta), 몰리브덴(Mo), 노뮴(Nb), 이리듐(Ir), 루테튬(Ru), 테크네튬(Tc), 하프늄(Hf), 로듐(Rh), 바나듐(V), 크롬(Cr), 지르코늄(Zr), 백금(Pt), 토륨(Th), 란타늄(La), 티타늄(Ti), 루테튬(Lu), 이트륨(Y), 철(Fe), 니켈(Ni) 및 알루미늄(Al) 중에 선택된 1종 또는 2종 이상의 금속원소를 포함하는 금속 또는 합금이 될 수 있다.
- <96> 본 발명에 있어서 금속 코어요소(Ca)의 형태는 단면이 원, 타원 또는 다각형(삼각형, 사각형, 육각형, 팔각형 등)인 로드(rod), 와이어(wire), 필라멘트(filament), 바(bar), 스트립(strip) 및 리본(ribbon)과, 단면이 동심원, 동심타원 또는 동심다각형인 도관(conduit), 튜브(tube), 실린더(cylinder) 및 덕트(duct) 중에 선택될 수 있다.
- <97> 금속 코어요소(Ca)의 크기에 관해서는 제조하고자 하는 실리콘 붕, 즉 석출부(D)를 구조적으로 지지할 수 있고 전기공급부(E)와 연결되게 설치되어 전기가열 될 수 있다면 별다른 제약 요인을 고려할 필요는 없다.
- <98> 하지만, 금속 코어요소(Ca)가 단면이 원인 로드(rod), 필라멘트(filament) 또는 와이어(wire)의 형태를 갖는 경우에는 직경이 0.1 ~ 20 mm 범위 내에, 단면이 동심사각형인 도관(conduit), 튜브(tube) 또는 덕트(duct)의 형태를 갖는 경우에는 두께가 0.1 ~ 10 mm 범위 내에, 단면이 직사각형인 스트립(strip) 또는 리본(ribbon)의 형

태를 갖는 경우에는 두께가 0.1 ~ 10 mm, 폭이 1 ~ 200 mm 범위 내에 포함되는 것이 좋다.

- <99> 본 발명에서 사용되는 코어요소의 재료로는 전기적 성질뿐만 아니라 외부방향으로 형성되는 석출부(D)의 불순물 오염을 최소화할 수 있도록 불필요한 유, 무기 불순물 성분이 가급적 적은 고순도 재료를 사용하는 것이 좋다.
- <100> 한편, 코어단위의 길이방향을 기준으로 할 때, 한 개의 코어요소를 직선-형, U-형, W-형 등으로 성형하여 양쪽 끝부분을 한 쌍의 전극부(E)에 고정하여 설치할 수 있다.
- <101> 이 가운데서 직선형 또는 스트레이트(straight)형은 튜브형 또는 챔버형 석출반응기에 손쉽게 활용할 수 있는 코어단위의 형태이다.
- <102> 그리고, 저항성 전기히터에 많이 활용되는 W-형은 한 쌍의 전극부에 설치되는 코어단위의 길이를 아주 길게 할 수 있는 장점이 있지만 석출부(D)의 크기가 증가함에 따라 증가하는 하중을 견디어낼 수 있게 설계되어야 하는 부담이 있다.
- <103> 이 외에, 도 1에 예시된 바와 같이 코어단위를 U-형(이하, '일체형'이라 함)의 형태로 제작하여 한 쌍의 해당 전극부(E1)에 잘 고정되도록 설치하는 경우도 있다.
- <104> 또한 도 2에 예시된 바와 같이 수직하게 설치되는 한 쌍의 수직 코어요소부분과 이들 양쪽의 상부 끝부분을 연결하는 다리(bridge) 역할의 수평 코어요소부분을 조립하여 전체가 전기적으로 연결되게 한 형태(이하, '조립형'이라 함)로 제작하여 한 쌍의 해당 전극부에 설치될 수도 있다.
- <105> 상기와 같이 코어수단(C)에 포함되는 코어단위는 하나의 코어요소로 직접 성형하거나 다수의 요소부분들을 접합하여 U-형이 되게 할 수 있다.
- <106> 코어단위가 조립형과 같이 다수의 코어요소부분으로 구성되는 경우에는 해당 전극부(E)에 수직하게 설치되는 2개의 수직 코어요소부분과 다리(bridge) 역할의 수평 코어요소부분이 전기적으로 연결되게 하는 것이 필요하다.
- <107> 코어요소부분들의 연결에는 (i)코어요소부분의 연결부위를 기계적으로 가공하거나, (ii)용접수단 또는 플라즈마/아크 등을 이용하여 녹여 붙이거나, (iii)연결용 피팅 또는 와이어 형태의 부품으로 연결하거나, (iv)이러한 방법을 복합적으로 응용하는 방법 등이 활용될 수 있다.
- <108> 이러한 조립형 구성방법에서는 수직 및 수평 코어요소부분에 같은 규격과 재료를 사용하여도 좋지만, 서로 다른 규격과 재료를 사용하더라도 해당 재료의 온도에 따른 전기적 성질을 고려하여 단면적, 길이 등과 같은 물리적 사양을 선정하고 코어요소부분 양쪽 끝부분이 수월하게 체결되도록 가공한다면, 본 발명을 실시하는 데에 아무런 문제가 없다.
- <109> 이 밖에도, 비록 도면으로 예시하지는 않았지만, 금속 코어요소(Ca)가 길이방향을 따라 단면 형태가 다르게 구성되어도 본 발명을 실시함에 있어서는 아무런 문제가 되지 않는다.
- <110> 전극부(E)와 전기적으로 연결되는 양쪽 끝 사이의 거리를 기준으로 하는 금속 코어요소(Ca) 개별 단위의 길이도 전기가열 기능과 실리콘 붕을 떠받치는 지지체 기능에 문제가 되지 않으면 별다른 제약요인을 고려할 필요가 없다.
- <111> 하지만, 석출반응기의 최소 생산규모, 석출반응기 내부공간(Ri) 위치에 따른 석출부(D) 형태의 불균일성, 반응기 제작비용, 반응기 석출운전을 마친 뒤 취급해야 하는 실리콘 붕의 무게 등을 고려할 때, 금속 코어요소(Ca) 개별 단위의 길이는 0.5 ~ 20 m 범위 내에 포함되는 것이 좋다.
- <112> 본 발명을 실시함에 있어서, 금속 코어요소(Ca)의 크기 및 길이를 실제적으로 설정함에 있어서는 금속 코어요소(Ca)의 길이와 단면적이 전기가열 특성, 석출반응 조건, 실리콘 붕의 형태 및 무게, 반응기의 생산성 등의 요인들을 상호 연관시켜 최적화하는 것이 보다 바람직하다.
- <113> 종래의 중형 반응기에 활용되어 온 다양한 형태의 전극부(E)가 본 발명에서도 그대로 사용될 수 있는데, 이 전극부는 다음 요소들 가운데서 전부 또는 일부를 선택하여 구성할 수 있다: (i)전기저항값이 낮아 발열이 적은 금속 도체로 구성된 전극; (ii)전력공급용 케이블(cable), 바(bar), 튜브(tube), 샤프트(shaft), 도관(conduit), 형상물(shapes) 등의 전력전달수단(T)과 전극을 상호 결합시키는 연결부 또는 결합부; (iii)개별 코어단위를 물리적으로 지지하면서 상기 전극 또는 전력전달수단(T)과 전기적으로 연결되게 해주거나 상기 전극을 지지해 줄 수 있는 탄소계 재질의 연결지지체 또는 척(chuck); (iv)상기 전극 또는 상기 연결지지체를 가스, 물 또는 오일 등의 냉매로 냉각시키기 위한 냉각수단; (v)석출반응기 셀(Rs) 이나 베이스부(Rb)를 이루는 금속재질

과의 전기적 차단을 위한 절연수단; (vi)상기와 같은 구성요소들의 연결, 셀링, 절연 및 조립을 위한 부품 및 피팅류 등.

- <114> 이러한 전극부(E)의 형태 및 규격의 설정에 있어서는 제조하고자 하는 실리콘 봉의 직경, 해당 코어단위들의 개수와 공간적 배치, 전극부(E)나 전력전달수단(T)에 허용될 수 있는 공간, 자체적인 저항 가열을 줄일 수 있는 단면적 등을 고려하는 것이 필요하다.
- <115> 전극부는 석출반응기 셀(Rs)이나 베이스부(Rb) 어느 곳에 설치되어도 무방한데, 석출반응 시간이 지남에 코어수단(C) 및 전극부(E)에 가해지는 실리콘 봉 하중이 계속 증가하므로, 도 1 또는 도 2에 예시된 바와 같은 단순한 형태의 코어단위에 대해서는 베이스부(Rb)에 설치되는 것이 구조적 측면에서 유리하다.
- <116> 만일, 실리콘 봉 하중을 견딜 수 있게 코어단위의 형태와 구조가 설계된다면 전극부(E)를 냉각수단이 갖춰진 셀(Rs) 및/또는 베이스부(Rb)에 함께 또는 나누어 설치하여도 좋다.
- <117> 본 발명에 있어서 전극부(E)는 전력공급계통과 코어수단(C) 사이를 전기적으로 연결하는 수단으로서, 코어단위별 한 쌍의 전극부는 코어단위의 입력단자와 출력단자의 기능을 담당하며, 전극부의 상호연결 또는 전기회로적 구성은 코어수단(C)의 공간적 배치와 사전에 정해진 전력공급원의 설정기준에 의해 정해진다.
- <118> 전극부(E)는 서로 떨어져 설치되고 별도의 전력전달수단(T)으로 따로 연결될 수도 있지만, 전기적으로 연결되어야 할 다수의 전극부(E)와 이 전극부(E) 사이를 연결하는 전력전달수단(T') 또는 전기적 연결부를 단일 몸체로 필요한 형태로 제작하여 설치하여도 좋다.
- <119> 전극부(E)의 연결지지체 또는 전기적 연결부는 일반적으로 가공이 용이한 고순도의 흑연재료로 제작되는데, 석출부의 탄소불순물 오염 방지를 위하여 표면에 실리콘카바이드(SiC) 등의 기능성 세라믹층을 형성시키는 경우가 많으며, 반응기에 설치할 때에 셀(Rs) 및/또는 베이스부(Rb)의 금속재질과 절연되게 하는 것이 필요하다.
- <120> 전극부(E)의 일부는 반응온도가 높은 내부공간(Ri)에 노출되고 전기절연 또는 셀링용 재료의 보호가 필요하므로, 베이스부(Rb), 금속재질의 전극, 절연부품 등의 전체 또는 일부를 순환되는 냉각유체로 냉각하면 좋다.
- <121> 본 발명에 따른 실리콘 석출반응기 내부공간(Ri)에는 수십 ~ 수백 세트의 코어단위가 설치되기 때문에, 모든 코어단위들을 직렬 또는 병렬방식으로 전기를 공급하는 것은 바람직하지 않으므로, 약 100 ~ 200 Volt 이하의 전위차와 약 1,000 Ampere 이하의 전류로 전기가열이 실시될 수 있게, 코어수단(C)에 연결되는 전극부(E)를 하나 또는 다수의 전극부 그룹으로 구분한 뒤 전극부 그룹별로 전기가 독립적으로 공급되게 구성하고, 이에 준하여 코어수단(C)을 구성하는 다수의 코어단위들도 전극부 그룹의 분류에 준하여 다수의 코어그룹으로 구분하는 것이 바람직하다.
- <122> 본 발명에 있어서 코어수단을 구성하는 다수의 코어그룹은, 개별 코어단위의 경우와 마찬가지로, 도 3 또는 도 4에 예시된 바와 같이, 전기회로 상으로 직렬 또는 병렬형식으로 서로 연결될 수 있는데, 이러한 연결형식에 따라 전력공급원(V)과 전극부(E) 사이 또는 다수의 전극부(E) 사이를 전기적으로 연결시켜 주는 전력전달수단(T)이 석출반응기 장치와 전력공급계통에 설치되거나 조립된다.
- <123> 실리콘 석출이 일어나지 않게 냉각되는 반응기 셀(Rs)의 직경이 아주 큰 석출반응기에 있어서는 코어단위의 수가 아주 많아, 전극부 위치나 전기회로 구성 및 조작 방법에 따라 코어단위 별로 온도차가 크게 발생할 가능성이 있고, 이 문제는 실리콘 석출운전으로 석출부(D)의 직경이 커질수록 더욱 심각해진다.
- <124> 따라서, 실리콘 석출이 일어나지 않게 냉각될 수밖에 없는 반응기 셀(Rs) 표면으로부터 가까운 위치에 설치되는 코어그룹 또는 해당 전극부 그룹에서는 설치위치에 따른 석출부(D)에서의 추가적인 열손실을 보충해줄 수 있게 석출반응기의 코어단위 및 코어그룹의 배치, 전력공급계통의 설계 및 운전을 고려할 필요가 있다.
- <125> 본 발명에서 전력공급원(V)과 전극부(E) 사이를 전기적으로 연결해 주는 전력전달수단(T)은 석출반응기 셀(Rs)과 베이스부(Rb) 외부에 설치되고, 연결되어야 할 다수의 전극부(E) 사이를 서로 연결해 주는 전력전달수단(T) 또는 전기적 연결부는 반응기의 금속재질과 절연만 될 수 있으면 석출반응기 내부나 외부 어디에 설치되어도 무방하다.
- <126> 전력전달수단(T)은 석출반응기 외부에 설치되는 경우 케이블, 바 또는 성형품과 같이 전력손실이 적은 금속도체와 상업적으로 활용 가능한 연결수단을 포함하는데, 연결되어야 할 다수의 전극부(E) 사이의 전기적 연결을 목적으로 석출반응기 내부, 특히 베이스(Rb) 상부에서 절연되어 설치되는 경우에는 금속재료 대신에 흑연재료로

필요한 형태로 제작된 성형품이 사용될 수도 있다.

- <127> 이 흑연재료 성형품 표면에는 물리적 또는 화학적으로 처리된 층이나 실리콘카바이드(SiC) 같은 기능성 세라믹 층을 형성시켜 불순물 또는 미세분말 발생을 방지하는 것이 바람직하다.
- <128> 전극부 사이를 연결하는데 사용되는 전력전달수단(T) 또는 전기적 연결부는 그 자체로서 확장된 전극부라 할 수 있는데, 모두 단면적이 커서 두드러진 저항 가열 없이 전기가 통한다는 공통점을 지니고 있으므로, 다수의 전극부(E) 뿐만 아니라 전극부 간 전력전달수단(T') 또는 전기적 연결부를 모두 합쳐 단일 몸체의 성형품 또는 단일 몸체로 조립될 수 있는 성형품 단위로 제작하여 설치할 수도 있다.
- <129> 이와 같이 다수의 전극부(E) 역할을 갖는 성형품 또는 성형품 단위는 베이스부(Rb)의 상부 또는 하부에 설치되는 수많은 전극부(E)에 필요한 전력전달수단(T)의 설치에 필요한 공간을 대폭 축소시켜 주고, 전극부(E)와 전력전달수단(T) 사이의 접합부에서 발생하는 전기저항 요인을 배제시켜 주며, 반응기의 설치와 해체를 용이하게 해주는 것은 물론, 안전성 측면에서도 유리해지는 장점을 제공한다.
- <130> 코어수단(C)에 포함되는 전극부 그룹의 전기적 연결방식은 앞에서 설명된 해당 코어그룹의 전기회로 상의 구성형식을 결정하는 수단이 된다.
- <131> 본 발명에 있어서 전극부 그룹별로 전기가 독립적으로 공급될 수 있으면, 코어그룹별 전기가열 시작시점을 해당 코어그룹별로 달리 설정할 수 있으며, 필요한 경우 코어그룹별로 전위차 또는 전류를 다르게 제어하면서 전기를 공급할 수도 있다.
- <132> 각 전극부 그룹별로 전기가 독립적으로 공급되게 하는 전력공급계통은 코어단위별 소요 전력 및 공간적 배치, 전극부 사이의 연결방법, 전력공급원의 사양 등을 고려하여 전기회로 상으로 직렬 및/또는 병렬형식으로 서로 연결되게 전력공급계통을 구성할 수 있다.
- <133> 전력공급원(V)은 고전압-저전류 특성의 입력전기를 저전압-고전류의 출력전기로 변환시키는 전력변환시스템을 포함하는데, 본 발명에서 전력공급원(V)은 종합된 단일 전력변환시스템으로 구성될 수도 있고, 다수의 전력변환시스템이 코어그룹별, 즉 전극부 그룹별로 따로 구성될 수도 있다.
- <134> 실리콘 석출이 진행되는 동안 코어단위별 전기가열에 있어서, 코어단위 및 석출부에 흐르는 전류와 전기저항 그리고 해당 두 전극부 사이에 부가되는 전위차는 상호 연관되어 정해지므로, 본 발명에 사용될 수 있는 전력공급원(V)으로 코어그룹별 또는 코어단위별로 전압과 전류 가운데에서 한 가지를 선택하여 시간에 따라 전기가열 속도를 제어할 수 있다.
- <135> 본 발명에 사용될 수 있는 전력공급원(V)은 하나의 석출반응기에만 할당되게 할 수도 있지만 다수의 석출반응기에 함께 사용할 수 있게 구성할 수 있으므로, 하나 또는 다수의 석출반응기에 포함되는 코어수단(C)이 하나의 전력공급원(V)에 의하여 전기적으로 상호 연결되거나, 다수의 석출반응기에 설치되는 코어수단(C)별, 코어그룹별 또는 전극단위별로 직렬 및/또는 병렬형식으로 상호 연결되도록 전력공급계통을 구성하여도 좋다.
- <136> 종형 반응기의 기본 속성장 운전시간에 따라 석출부(D) 단면의 크기, 즉 $d(t)$ 값이 증가하고, 코어단위의 설치 위치에 따라 석출부의 온도 및 물리적 형상에 차이가 생길 수 있으므로, 코어그룹별 또는 코어단위별로 전기적 성질이 위치와 시간에 따라 서로 달라질 수 있음을, 전력공급계통을 구축하고 운전함에 있어서 고려하는 것이 필요하다.
- <137> 본 발명을 효과적으로 실시할 수 있도록 석출반응기를 새롭게 설계한다면 실리콘 석출과정에서 코어수단 및 코어단위 별 석출부(D) 상호 간에 발생할 수 있는 온도차 및 온도분포까지도 줄일 수 있게 하는 것이 기본적으로 요구된다.
- <138> 이를 위해서는 석출반응기 셀(Rs) 및 베이스부(Rb)와 이에 포함되는 가스공급부(Gf), 가스배출부(No), 온도측정수단 및 온도제어시스템 등의 사양 및 특성을 고려하고, 반응기 내부공간(Ri)에서의 석출시간에 따른 석출부의 공간상의 변화, 가스흐름 및 셀(Rs)의 냉각과 같은 인자들의 영향도 고려하여 각 코어수단에 포함되는 코어그룹과 코어단위를 배치하는 것이 바람직하다.
- <139> 그리고, 코어그룹 또는 코어단위별로 필요한 전력을 제대로 제어하면서 공급하기 위해서는 제어대상 전기회로의 전위차-전류 특성변화를 활용하는 것도 중요하지만, 전력공급체계의 제어함에 있어서 측정되는 온도를 활용하는 것도 중요하기 때문에, 파이로미터(pyrometer), 온도분포측정기 등과 같이 상업적으로 활용될 수 있는 비접촉식 온도측정수단을 셀(Rs) 및/또는 베이스부(Rb)의 적정 위치에 다수 설치하고 활용할 수 있게 석출반응기를 설계

하는 것이 필요하다.

- <140> 그리고, 석출반응기의 운전과정에서도 설치위치에 따른 코어단위 상호 간의 온도차 값이 허용 반응온도 범위 내에서 최소로 유지될 수 있게 전력공급 제어변수 및 제어방법을 각각 설정하고, 이에 준하여 제어된 전력을 코어그룹 또는 코어단위별로 독립적으로 공급하는 것이 바람직하다.
- <141> 본 발명에 따르면, 전력전달수단(T)을 통해 코어수단(C)에 소요되는 전력을 각각 공급하는 전력공급원(V)을 코어그룹별로 별도의 시스템으로 구성할 수도 있지만, 코어그룹별 전력공급원(V) 기능을 모두 포함하는 단일 전력공급시스템으로 구성하여 코어그룹별로 필요한 전기를 독립적으로 나누어 별도의 전력전달수단(T)을 통해 각각 공급할 수도 있다.
- <142> 본 발명에 있어서 독립적인 전기공급이라 함은 전력공급원(V)이 다수의 설비로 또는 결합된 단일 설비로 구성되느냐 여부에 관계없이 코어그룹 또는 코어단위별로 전위차 또는 전류를 다르게 제어하면서 공급할 수 있음을 의미한다.
- <143> 종래의 실리콘 봉 제조방법과 같이 실리콘 코어로드 또는 금속요소로 이루어진 코어수단(C)을 사용하는 것과는 달리, 본 발명에 따르면, 도 5부터 도 9에 걸쳐 예시된 바와 같이, 금속 코어요소(Ca)의 표면에 분리층을 형성시킨 것을 코어수단(C)으로 사용하여, 전기적으로 가열되는 코어수단(C)의 외부방향으로 석출부(D)를 형성시켜, 봉 형상의 고순도 다결정 실리콘을 제조할 수도 있다.
- <144> 따라서, 본 발명에 있어서, 석출반응기 셀(Rs)의 내부공간(Ri)에 설치되는 코어수단(C)은 코어수단(C)의 골격을 이루는 금속 코어요소(Ca)의 양쪽 끝이 전극 기능을 담당하는 전극부(E)와 전기적으로 또는 물리적으로 접촉되도록 설치되고, 석출부(D) 표면에서의 석출반응 온도 유지에 필요한 전기가열이 이루어진다.
- <145> 그리고, 금속 코어요소(Ca) 표면에 형성시킨 분리층(Cb)은 석출부(D)의 형성이 시작되는 기면(基面 ; substrate)의 역할을 담당하고, 실리콘의 석출이 진행됨에 따라 크기와 무게가 증가하는 석출부(D), 즉 실리콘 봉 구조물을 안정적으로 떠받치는 지지체의 기능을 발휘하게 된다.
- <146> 뿐만 아니라, 금속 코어요소(Ca)의 표면을 구성하고 있는 분리층(Cb)은 1 ~ 20 bar 범위 내의 반응압력과 650 ~ 1,300 °C 범위 내의 반응온도에서 석출부(D)의 표면에 실리콘이 석출되는 과정에서 금속 코어요소(Ca)로부터 석출부(D)로 불순물 성분이 이동하는 것을 막아주는 역할을 담당한다.
- <147> 또한 분리층(Cb)이 석출부(D)에서 형성되는 다결정 실리콘과는 물질의 종류, 구조 또는 물성 면에서 차이를 지니고 있으므로, 분리층(Cb)과 석출부(D)는 서로 쉽게 분리될 수 있다.
- <148> 본 발명에 있어서, 금속 코어요소(Ca) 표면에 형성되어 코어수단(C)을 구성하는 분리층(Cb)은 한 가지의 층으로 이루어질 수도 있고, 다수의 층으로 이루어질 수도 있는데, 분리층(Cb)을 5가지보다 많은 종류의 층을 이루게 하면, 분리층(Cb)의 형성에 시간, 인력 및 비용이 많이 소모되어, 본 발명에 따른 경제적인 장점이 훼손될 위험성이 있으므로, 분리층(Cb)이 1가지 이상 5가지 이하 종류의 층으로 이루어지게 하는 것이 바람직하다.
- <149> 본 발명에 따른 분리층(Cb)은 두 금속 영역 사이에 특정 성분이나 원소의 확산을 방지하는 확산방지막(diffusion barrier)의 기능을 포함하는데, 분리층(Cb)을 이루는 각각의 층을 구성하는 분리기능성분은, (i)실리콘(Si)의 질화물, 산화물, 탄화물 또는 산화질화물을 포함하거나, (ii)금속 코어요소를 구성하는 금속, 즉 텅스텐(W), 레늄(Re), 오스뎀(Os), 탄탈륨(Ta), 몰리브덴(Mo), 노브륨(Nb), 이리듐(Ir), 루테튬(Ru), 테크네튬(Tc), 하프늄(Hf), 로듐(Rh), 바나듐(V), 크롬(Cr), 지르코늄(Zr), 백금(Pt), 토륨(Th), 란타넘(La), 티타늄(Ti), 루테튬(Lu), 이트륨(Y), 철(Fe), 니켈(Ni) 및 알루미늄(Al) 중에 선택된 1종 또는 2종 이상 금속원소의 질화물, 산화물, 규소화물, 탄화물, 산화질화물 또는 산화규소화물을 포함할 수 있다.
- <150> 본 발명에 따라 분리층(Cb)을 이루는 분리기능성분으로는 실리콘 또는 금속 코어요소(Ca)를 구성하는 금속 가운데 선택된 원소의 질화물(nitride)로 이루어진 물질이 포함될 수 있는데, 이러한 질화물에는 Si-N, W-N, Os-N, Ta-N, Mo-N, Nb-N, Ir-N, Ru-N, Tc-N, Hf-N, Rh-N, V-N, Cr-N, Zr-N, Pt-N, Th-N, Ti-N, Lu-N, Y-N 등과 같은 단일성분 질화물과, W-V-N, Ti-Si-N, Ti-C-N, Hf-Ta-Mo-N 등과 같은 혼합금속 질화물이 포함될 수 있다.
- <151> 이러한 질화물계 성분들은 녹는점이 대부분 2,000 °C 이상이고 기타 물리적 성질이 금속 코어요소(Ca)나 석출부(D)와 차이가 있으며 금속 코어요소로부터의 금속 불순물 성분과 결합할 수 있으므로 분리층(Cb)에 사용될 수 있는데, 고온의 반응온도에서 질화물계 분리층의 질소성분이 석출부를 오염시킬 위험성도 크지 않으므로 단일 또는 다수의 분리층에 사용될 수 있고, 산화물계, 산화질화물계, 탄화물계, 규소화물계 또는 산화규소화물계 분

리층과 함께 코어수단(C)을 형성할 수도 있다.

- <152> 본 발명에 따라 분리층(Cb)을 이루는 분리기능성분으로 실리콘 또는 금속 코어요소(Ca)를 구성하는 금속 가운데 선택된 원소의 산화질화물(oxynitride)로 이루어진 물질이 포함될 수 있는데, 이러한 산화질화물에는 Si-O-N, W-O-N, Os-O-N, Ta-O-N, Mo-O-N, Nb-O-N, Ir-O-N, Ru-O-N, Tc-O-N, Hf-O-N, Rh-O-N, V-O-N, Cr-O-N, Zr-O-N, Pt-O-N, Th-O-N, Ti-O-N, Lu-O-N, Y-O-N 등과 같은 단일성분 산화질화물과, Si-Al-O-N, Hf-Zr-O-N, Mo-W-O-N, V-Mo-W-O-N 등과 같은 혼합금속 산화질화물이 포함될 수 있다.
- <153> 이러한 산화질화물계 성분들은 녹는점이 대부분 2,000 °C 이상이고 기타 물리적 성질이 금속 코어요소(Ca)나 석출부(D)와 차이가 있으며 금속 코어요소로부터의 금속 불순물 성분과 결합할 수 있으므로 분리층(Cb)에 사용될 수 있는데, 고온의 반응온도에서 산화질화물계 분리층의 질소성분이 석출부를 오염시킬 위험성도 크지 않으므로 단일 또는 다수의 분리층에 사용될 수 있고, 질화물계, 산화물계, 탄화물계, 규소화물계 또는 산화규소화물계 분리층과 함께 코어수단(C)을 형성할 수도 있다.
- <154> 본 발명에 따라 분리층(Cb)을 이루는 분리기능성분으로 실리콘 또는 금속 코어요소(Ca)를 구성하는 금속 가운데 선택된 원소의 산화물(oxide)로 이루어진 물질이 포함될 수 있는데, 이러한 산화물에는 Si-O, W-O, Ta-O, Nb-O, Hf-O, Zr-O, Ti-O 등과 같은 단일성분 산화물과, W-V-O, Ti-Si-O, Sr-Ti-O, Sr-Ti-Nb-O, Sr-La-Al-O, La-Mn-O, Sr-Hf-O, Nb-Ta-O, Ba-Zr-O, Ba-Mo-O, Ba-Ce-O, Ba-Ti-O, Ca-Ti-O, Sr-Zr-O, Sr-Mn-O, Hf-Ta-Mo-O, Y-Zr-O 등과 같은 혼합금속 산화물이 포함될 수 있다.
- <155> 이러한 산화물계 성분들은 녹는점이 대부분 1420 °C 이상이며 기타 물리적 성질이 금속 코어요소(Ca)나 석출부(D)와 차이가 있으며 금속 코어요소로부터의 금속 불순물 성분과 결합할 수 있으므로 분리층(Cb)에 사용될 수 있는데, 고온의 반응온도에서 산화물계 분리층의 산소성분이 석출부를 오염시킬 위험성도 크지 않으므로 단일 또는 다수의 분리층에 사용될 수 있고, 질화물계, 산화질화물계, 탄화물계, 규소화물계 또는 산화규소화물계 분리층과 함께 코어수단(C)을 형성할 수도 있다.
- <156> 본 발명에 따라 분리층(Cb)을 이루는 분리기능성분으로 실리콘 또는 금속 코어요소(Ca)를 구성하는 금속 가운데 선택된 원소의 탄화물(카바이드; carbide)로 이루어진 물질이 포함될 수 있는데, 이러한 탄화물에는 Si-C, W-C, Os-C, Ta-C, Mo-C, Nb-C, Ir-C, Ru-C, Tc-C, Hf-C, Rh-C, V-C, Cr-C, Zr-C, Pt-C, Th-C, Ti-C, Lu-C, Y-C 등과 같은 단일성분 탄화물과, Si-W-C, Ta-Hf-C, Si-Ti-C 등과 같은 혼합금속 탄화물과, W-C-N, Ta-C-N, Zr-C-N, Ti-C-N 같은 전이금속 산화질화물(carbon nitride) 등이 포함될 수 있다.
- <157> 이러한 탄화물계 성분들은 녹는점이 대부분 2,000 °C 이상이며 기타 물리적 성질이 금속 코어요소(Ca)나 석출부(D)와 차이가 있으며 금속 코어요소로부터의 금속 불순물 성분과 결합할 수 있으므로 분리층(Cb)에 사용될 수 있는데, 고온의 반응온도에서 탄화물계 분리층의 탄소성분이 석출부를 오히려 오염시킬 위험성도 있으므로 단일 분리층으로 보다는 질화물계, 산화질화물계, 규소화물계 또는 산화규소화물계 분리층에 의하여 석출부와 차단되게 하여도 좋다.
- <158> 본 발명에 따라 분리층(Cb)을 이루는 분리기능성분으로 실리콘 또는 금속 코어요소(Ca)를 구성하는 금속 가운데 선택된 원소의 규소화물(silicide)로 이루어진 물질이 포함될 수 있는데, 이러한 규소화물에는 W-Si, Os-Si, Ta-Si, Mo-Si, Nb-Si, Ir-Si, Ru-Si, Tc-Si, Hf-Si, Rh-Si, V-Si, Cr-Si, Zr-Si, Pt-Si, Th-Si, Ti-Si, Lu-Si, Y-Si 등과 같은 단일성분 규소화물과, W-V-Si, W-Ti-Si-N, Ti-Zr-Si-C, Hf-Ta-Si-N 등과 같은 혼합금속 규소화물이 포함될 수 있으며, 이와 같은 규소화물에 산소원소가 추가된 산화규소화물도 규소화물계 성분에 포함될 수 있다.
- <159> 이러한 규소화물계 또는 산화규소화물계 성분들도 녹는점이 1,420 °C 이상이 되게 구성원소의 함량을 조절할 수 있고 물리적 성질이 금속 코어요소(Ca)나 석출부(D)와 차이가 있으며 금속 코어요소로부터의 금속 불순물 성분과 결합할 수 있으므로 단일 또는 다수의 분리층(Cb)에 사용될 수 있고, 질화물계, 산화물계, 산화질화물계 또는 탄화물계 분리층과 함께 코어수단(C)을 형성할 수도 있다.
- <160> 그리고, 분리층(Cb)을 이루는 분리기능성분에는 붕소(boron)의 질화물, 산화물, 탄화물 또는 산화질화물 등과 같이 뛰어난 물성을 갖는 붕소 함유 성분도 포함될 수 있는데, 고온의 반응온도에서 붕소계 분리층의 붕소성분이 석출부(D)를 오히려 오염시킬 위험성도 있으므로, 단일 분리층으로 보다는 질화물계, 산화질화물계, 규소화물계 또는 산화규소화물계 분리층에 의하여 석출부와는 철저히 차단되게 해야 하는 부담이 뒤따른다.
- <161> 본 발명에 따라 금속 코어요소(Ca)의 표면에 분리층(Cb)을 형성시켜 코어수단(C)을 구성하는 것은 다양한 방법

으로 실시될 수 있다.

- <162> 예를 들어, 앞에서 설명한 바와 같은 분리기능성분으로 이루어진 분리층 구성단위로 본 발명에서 사용되는 코어요소(Ca)의 표면을 에워싸도록 하여 분리층(Cb)을 형성시켜 코어수단(C)을 구성할 수 있다.
- <163> 이와 같은 분리층 구성단위의 조립방식을 사용하여 분리층(Cb)을 형성시키는 경우에는 선택된 분리기능성분 각각에 대하여 사전에 정해진 크기, 형태 및 개수로 분리층 구성단위를 먼저 코팅하거나 제조한 다음, 코어요소(Ca)를 층별로 에워싸도록 조립하거나 성형하여 분리층(Cb)을 완성함으로써, 코어수단(C)을 구성할 수 있는 것이다.
- <164> 이 방법은 다수의 코어요소부분을 조립하여 코어단위를 조립형 방식으로 구성하는 경우에 적합한데, 분리층 구성단위는 두께방향으로 분리기능성분을 지니는 하나 또는 다수의 분리층으로 이루어지고 단면이 원, 다각형, 동심원 또는 동심다각형 형상을 지니게 따로 제작되어 별도로 준비된 코어요소부분의 표면을 에워싸게 조립할 수 있는 단위를 포함한다.
- <165> 이 방법에 따르면, 코어요소(Ca) 표면과 분리층 사이, 분리층과 분리층 사이 또는 분리층 구성단위 사이에 미세한 공간이 존재할 수 있지만, 본 발명에 따라 코어요소 외부방향으로 석출부가 형성되는 데에 장애요인이 되지 않는 못한다.
- <166> 이와는 달리, 선택된 분리기능성분 각각에 대하여 사전에 정해진 두께로 상기 코어요소(Ca)의 표면에 직접 코팅하면서 상기 분리층(Cb)을 형성하여도 좋은데, 이와 같은 분리층의 직접 코팅방식을 응용하면, 다수의 층으로 이루어지는 분리층(Cb)을 동일한 코팅장치에서 순차적으로 형성시킬 수도 있고, 별도의 코팅장치를 이용하여 형성시킬 수도 있다.
- <167> 이 방법에 따르면, 코어요소(Ca) 표면과 분리층 사이 또는 분리층과 분리층의 사이에 미세한 공간이 없이 필요한 분리층을 치밀하게 형성시킬 수 있어서 본 발명에 따라 코어요소 외부방향으로 석출부가 형성되는 데에 장애요인이 되지 않는 못한다.
- <168> 한편, 앞에서 설명한 바와 같은 분리층 구성단위의 조립방식과 분리층의 직접 코팅방식을 함께 이용하여 표면에 분리층이 형성된 코어수단(C)을 구성하는 것도 가능하다.
- <169> 그리고, 본 발명에 따라 코어요소(Ca) 표면에 분리층(Cb) 전체 또는 일부를 형성하는 것을 별도의 반응기나 코팅장치에서 실시하여도 좋지만, 본 발명에서 사용되는 석출반응기 또는 이용 가능한 재래식 석출반응기의 내부공간(Ri)에서 실시할 수도 있다.
- <170> 이때, 코어요소(Ca)를 석출반응기의 전극부에 설치하고, 이 전극부에 전기를 공급하여 코어요소(Ca)를 가열하며, 석출반응기 내부에 분리층 형성용 원료가스를 공급함으로써, 코어요소(Ca)의 표면에 분리층(Cb)을 형성시켜, 코어수단(C)을 제조할 수 있다.
- <171> 또한 코어요소(Ca)의 표면에 분리층(Cb)의 일부를 별도의 장치에서 형성시켜 미완성 코어요소를 준비한 다음에 본 발명에서 사용되는 석출반응기 또는 재래식 석출반응기의 내부에서 나머지 분리층(Cb)을 추가로 형성시킬 수도 있다.
- <172> 이 경우, 하나 또는 다수의 미완성 코어요소를 전극부(E)와 연결하여 석출반응기 내부에 위치시키고, 전극부(E)를 통해 전기를 공급하여 미완성 코어요소를 가열하며, 석출반응기 내부에 분리층 형성용 원료가스를 공급함으로써, 미완성 코어요소 표면에 분리층(Cb)을 추가로 형성시켜, 본 발명에서 사용될 수 있는 코어요소를 제조할 수 있다.
- <173> 그리고, 본 발명에 따라 단일 또는 다수의 층으로 이루어지는 분리층(Cb)을 형성함에 있어서, 사용될 수 있는 분리층 형성방법으로는, (i)물리적 기상증착법(Physical Vapor Deposition; PVD)(스퍼터링 증착법(sputtering deposition), 펄스 레이저 증착법(Pulsed Laser Deposition), 이온주입법, 이온 플레이팅 등 포함); (ii)화학적 기상증착법(Chemical Vapor Deposition; CVD)(상압 CVD, 유기 금속 CVD(Metallic Organic CVD), Plasma-Enhanced CVD(PECVD) 등 포함); (iii)각종 스프레이(spray)법과 에어로졸 증착법(aerosol deposition)을 포함하는 용융체 분무법(Melt Spray Coating); (iv)열반응석출확산법(Thermo-Reactive Deposition and Diffusion; 용융염법 및 분말법); 그리고 (v)졸-젤법 및 용액법 등과 같은 다양한 코팅기술들 가운데에서 선택되어 활용될 수 있다.
- <174> 본 발명에 따라 코어수단(C)을 형성하기 위하여 코어요소(Ca) 표면에 형성되는 개별 분리층(Cb)의 두께는 코어

요소(Ca)의 종류 및 불순물의 특성, 분리층을 이루는 분리기능성분, 분리층 형성방법 등의 요인에 의해 좌우되는데, 일반적으로 수 nm부터 수 mm 범위 내에 포함될 수 있다.

- <175> 본 발명에 있어서, 분리층(Cb)의 두께의 합이 20 mm보다 두꺼우면, 코어요소(Ca)로부터 석출부(D)로 불순물 성분이 확산되는 것을 충분히 방지해줄 수 있는 장점이 있지만, 분리층(Cb)의 두께가 불필요하게 과다해져 분리층(Cb)을 형성시키는 데에 있어서 경제적 부담이 너무 커지는 것은 물론이고 분리층(Cb)에 의한 온도구배(gradient)도 불필요하게 커져서, 석출부(D) 표면에서의 온도를 유지하는데 불리해진다.
- <176> 반면, 최근에 발달된 원자층 또는 nm 두께의 박막 형성기술을 이용하면 10 nm 보다 얇은 분리층(Cb)만으로도 코어요소(Ca)로부터 석출부(D)로 불순물 성분이 확산되는 것을 방지해 줄 수 있지만, 코어요소(Ca) 및 분리층(Cb) 표면에서 생성될 수 있는 구조상의 흠집(defect) 및 계면의 불균일성을 고려할 때, 분리층(Cb)의 두께는 10 nm 이상 되는 것이 바람직하다
- <177> 따라서, 본 발명에 따라 코어수단(C)을 형성함에 있어서, 금속 코어요소(Ca) 표면에 형성되는 분리층(Cb)의 두께의 합은 10 nm ~ 20 mm 범위에 포함되게 하는 것이 바람직하다.
- <178> 앞에서 설명한 바와 같이, 본 발명에 따라 형성되는 분리층(Cb)은 전기전도성을 지니거나 전기절연성을 지닐 수 있으므로, 전기전도성이 우수한 전극부(E)와 전기적으로 연결되어야 하는 코어수단(C)의 양쪽 끝부분에 대해서는 코어수단(C) 최외각 분리층(Cb)의 전기적 특성을 잘 고려해야 한다.
- <179> 만일, 코어수단(C)을 이루는 분리층(Cb)의 전기전도성이 우수하면 금속 코어요소(Ca)가 분리층(Cb)을 통해 전극부(E)와 접촉되게 하여도 좋지만, 반면 분리층(Cb)에 전기절연성을 지니는 분리기능성분이 포함되는 경우에는 금속 코어요소(Ca)가 분리층(Cb)을 통하지 않고 전극부(E)와 직접 접촉되도록 하여 코어수단(C)의 전기가열을 저해할 수 있는 요인을 미리 배제하는 것이 좋다.
- <180> 한편, 금속 코어요소(Ca)로부터 석출부(D)로 확산되는 불순물 성분들이 실리콘 원소와 잘 반응하거나 결합할 수 있다는 성질을 추가로 이용해서 석출부(D)의 불순물 오염을 보다 안전하게 방지하기 위하여, 금속 코어요소(Ca)와 분리층(Cb)의 사이, 다수의 분리층(Cb)의 층 사이, 또는 분리층(Cb)의 맨 외부에 위치할 수 있도록, 본 발명에 따른 분리층(Cb)에 실리콘을 분리기능성분으로 하는 실리콘 분리층을 추가로 포함시켜 코어수단(C)을 구성하여도 좋다.
- <181> 이 경우에 추가되는 실리콘층의 두께는 1 μm ~ 10 mm 범위에 포함되도록 하는 것이 바람직한데, 상기 두께가 1 μm보다 작으면 불순물 오염을 차단할 수 있는 공간이 부족하게 되고, 반면에 상기 두께가 10 mm 보다 커지게 되면 불순물 오염을 차단할 수 있는 공간이 불필요하게 커져서 경제적으로나 반응기 생산성 면에서 불리해질 수 있다.
- <182> 이와 같이 실리콘을 분리기능성분으로 하는 실리콘 분리층(Cb)에 관해서, 원료가스로서 본 발명에 따른 반응가스(Gf)를 사용하여 실리콘 분리층(Cb)을 코어수단(C) 표면에 형성될 수 있는 분리층(Cb)에 포함시켜도 좋은 것이다.
- <183> 그러나, 본 발명에 따른 실리콘 분리층(Cb)의 형성조건은 석출부(D) 형성을 위한 반응조건과 달리 선택하여, 실리콘 분리층(Cb)과 석출부(D)는 결정구조와 열팽창 특성 면에서 서로 차이가 많이 생기도록 하는 것이 바람직하다.
- <184> 따라서, 코어요소(Ca)의 표면에 분리기능성분 및/또는 실리콘 성분의 분리층(Cb)의 일부 또는 전체를 본 발명에 의한 석출반응기 또는 선행기술에 의하여 제작, 설치되어 이용 가능한 재래식 석출반응기 내에서 형성하여도 좋고, 별도의 코팅 또는 박막 형성 또는 반응 설비를 이용하여 형성하여도 좋다.
- <185> 이와 같이 실리콘을 분리기능성분으로 하는 실리콘 분리층을 추가하여 코어수단(C)을 구성하는 것을 별도의 장치에서 실시하여도 좋지만, 본 발명에서 사용되는 석출반응기 내부공간(Ri)에서 실시하는 것도 편리한데, 분리층 형성용 원료가스로서 본 발명에 따른 반응가스(Gf)를 사용하여 실리콘 분리층을 상기 코어수단(C)에 형성하여도 좋은 것이다.
- <186> 본 발명에 따른 코어수단(C)을 형성하는 분리층(Cb)에 포함되는 실리콘 분리층의 형성조건은 석출부(D) 형성을 위한 반응조건과 달리 선택하여, 실리콘 분리층과 석출부(D)는 결정구조와 열팽창 특성 면에서 서로 차이가 많이 생기도록 하는 것이 바람직하다.
- <187> 그리고, 본 발명에서 사용되는 코어단위를 준비하는 과정에서나, 코어요소(Ca)의 가공 전후나 분리층 형성 전후

또는 도중, 또는 실리콘 석출온전에 사용하기 전에 400 ~ 3,000 °C 범위 내에 포함되는 온도에서 열처리하여 잔유 불순물 성분을 제거하거나 화학적으로 변환시키는 것이 좋다.

- <188> 그리고, 이러한 코어단위 또는 코어요소(의 열처리를 진공 하에서 또는 수소, 질소, 아르곤 또는 헬륨 등과 같은 가스 분위기 하에서 실시하면 좋다.
- <189> 이러한 열처리를 본 발명에 사용되는 석출반응기에서 또는 선행기술로 제작, 설치되어 이용 가능한 재래식 석출반응기에서 실시하여도 좋고, 별도의 열처리장치 또는 코팅장치에서 실시하여도 좋다.
- <190> 이상에서 설명한 바와 같이, 본 발명에 따라 코어수단이 실온에서 반응온도까지 신속하고 수월하게 전기가열된 이후 반응가스 공급을 통한 코어수단 외부방향으로의 석출부 형성과정은 재래식 석출반응기에서의 석출부 형성과정과 사실상 동일하다.
- <191> 따라서, 전극부를 이용한 전기가열만 가능하다면, 선행기술에 의해 제작, 설치되어 활용 가능한 온갖 종류의 석출반응기에서도, 실리콘 재질로 이루어진 코어수단 대신 금속 코어수단을 사용함으로써, 본 발명을 아무런 장애 없이 실시하는 것이 가능하다.
- <192> 본 발명에 따라 실리콘 석출온전이 충분히 이루어지면, 실리콘 봉의 직경 또는 대각선 거리가 최대 허용값에 이르게 되어 인근 코어단위의 석출부가 접촉할 정도로 가까워지기 전에 석출온전을 중단하고, 반응기 해체 및 제품 회수작업에 돌입하게 된다.
- <193> 본 발명에 따라 제조된 다결정 실리콘을 단결정 또는 다결정의 인고트(ingot), 블록(block), 판(sheet) 또는 필름(film) 제조용 원료로 사용하기 위해서는 형성된 실리콘 봉에서 코어요소(Ca) 및/또는 분리층(Cb)과 석출부(D)를 분리하는 것이 필요하다.
- <194> 일반적으로 코어요소(Ca), 분리층(Cb) 및 석출부(D)는 성분 또는 결정구조 또는 물리적 특성 면에서 서로 차이를 지니고 있으므로 봉 형상의 다결정 실리콘에서 석출부(D)를 분리하는 것은 그리 까다롭지 않다.
- <195> 이 분리과정에서 코어요소(Ca) 또는 분리층(Cb)이 파손되거나 훼손될 가능성도 있지만 코어요소(Ca) 및/또는 분리층(Cb)을 원래대로 회수하여 재사용하는 것도 가능하다.
- <196> 본 발명에 의해 제조된 고순도 다결정 실리콘은 반도체 소자나 태양전지 등에 사용될 수 있는 반도체 성질을 갖는 소재, 높은 순도가 요구되는 화학원료나 산업용 소재, 또는 정밀기능소자나 소형 고집적 정밀시스템용 부품 혹은 소재의 원료로 활용된다.
- <197> 본 발명에서 제조된 다결정 실리콘 제품은 요구되는 규격에 준하여 원통형 또는 육면체형으로 가공되어 포장될 수도 있으며, 큰 덩어리(chunk), 작은 덩어리(nugget 또는 lump), 조각 및 입자(fragment, flake, 또는 particle) 등의 형태로 분쇄한 뒤 필요하면 분쇄과정에서 표면에 혼입된 불순물을 제거하기 위한 세정 및 건조 과정을 거쳐 포장될 수 있다.
- <198> 원통형으로 가공된 제품은 플로우팅 존(floating zone) 방식의 단결정 성장에 사용될 수 있고, 불규칙적인 형태 및 다양한 크기로 분쇄된 제품은 도가니에서 용융시킨 다음 용도에 따라 단결정 또는 다결정의 인고트(ingot), 블록(block), 판(sheet) 또는 필름(film) 형태로 성형하는 데에 사용될 수 있다.
- <199> 이하, 본 발명을 다음의 실시예에 의거하여 더욱 상세하게 설명하겠는 바, 본 발명이 이들에 의해 한정되는 것은 아니다.
- <200> 본 발명에 따라 금속 코어요소(Ca) 표면에 분리층(Cb)이 형성된, 단면이 원인 36세트의 동일한 형태의 코어단위로 이루어진 코어수단(C)의 평면적 배치가 도 3에 예시되어 있다.
- <201> 이와 같은 석출반응기에서는 전력공급계통을 코어단위들이 모두 병렬이 되게 또는 직렬이 되게 구성할 수도 있지만, 전력공급원(V)에서 공급되는 전기의 전압이 각각 너무 낮거나 너무 높을 수 있으므로, 본 실시예에서는 코어수단(C)을 배치공간에 따라 코어그룹별로 6세트의 코어단위가 포함되게 6종류의 코어그룹(A-F)으로 구분하여 배치하였다.
- <202> 코어그룹들, 즉 해당되는 전극부(E)들은 병렬이 되게, 코어그룹별 코어단위들은 직렬이 되게 전기회로 상으로 구성되어 전력공급수단(T)을 통해 하나 또는 다수의 전력공급원(V)과 연결된다.
- <203> 이러한 전력공급계통에 있어서, 코어그룹-A를 예로 들자면, 전기의 흐름은 A1 → A2 → A3 → A4 → A5 → A6의 순서로 흐르게 되는데, 이러한 전기회로 상의 구성에 준하여 인접한 전극부(E)들이 전기적으로 상호 연결될 수

있게 전력전달수단(T') 또는 전기적 연결부가 설치되는 것이 바람직하다.

- <204> 이와 같은 코어수단 배치와 이에 준하는 전력공급계통으로 코어수단(C)을 전기가열하면서 석출반응기 내부공간(Ri)에 반응가스(Gf)를 공급하면, 코어수단(C) 외부방향으로 금속 코어요소(Ca)로부터의 불순물 오염 문제를 해소하면서 실리콘 석출부(D)가 형성되고, 결과적으로 단면이 원에 가까운 봉 형상의 다결정 실리콘이 제조된다.
- <205> 본 발명에 따라 두 가지 다른 단면을 갖는 금속 코어요소(Ca)의 표면에 분리층(Cb)이 형성된 12세트의 코어단위로 구성된 코어수단(C)의 평면적 배치가 도 4에 예시되어 있다.
- <206> 이와 같은 석출반응기의 전력공급계통을 코어단위들이 모두 병렬이 되게 또는 직렬이 되게 구성할 수도 있지만, 전력공급원(V)에서 공급되는 전기의 전압이 각각 너무 낮거나 너무 높을 수 있고, 단면이 형태나 면적이 달라 전기적 성질 면에서 차이가 있으므로, 본 실시예에서는 금속 코어요소 단면이 리본 또는 띠 모양인 8세트의 코어단위로 이루어진 코어그룹-A와, 단면이 동심사각형의 튜브 또는 도관 모양인 4 세트의 코어단위로 이루어진 코어그룹-B로 구분하여 배치하였다.
- <207> 코어그룹들, 즉, 해당되는 전극부(E)들은 병렬이 되게, 코어그룹 별 코어단위들은 직렬이 되게 전기회로 상으로 구성되어 전력공급수단(T)을 통해 하나 또는 다수의 전력공급원(V)과 연결된다.
- <208> 이러한 전력공급계통에 있어서, 코어그룹-B를 예로 들자면, 전기의 흐름은 B1 → B2 → B3 → B4의 순서로 흐르게 되는데, 이러한 전기회로 상의 구성에 준하여 인접한 전극부(E)들이 전기적으로 상호 연결될 수 있게 전력전달수단(T') 또는 전기적 연결부가 설치되는 것이 바람직하다.
- <209> 이와 같은 코어수단 배치와 이에 준하는 전력공급계통으로 코어수단(C)을 전기가열하면서 석출반응기 내부공간(Ri)에 반응가스(Gf)를 공급하면, 코어수단(C) 외부방향으로 금속 코어요소(Ca)로부터의 불순물 오염 문제를 해소하면서 실리콘 석출부(D)가 형성되고, 결과적으로 단면이 타원 또는 사각형에 가까운 봉 형상의 다결정 실리콘이 제조된다.
- <210> 본 발명으로 반도체급 및/또는 태양전지급 반도체 소재의 원료로 사용될 수 있을 정도로 순도가 아주 높은 다결정 실리콘을 제조하기 위해서는 금속 코어요소(Ca) 표면에 분리층(Cb)을 잘 형성하는 것이 필수적이다.
- <211> 예를 들어, 99% 순도의 텅스텐 로드 코어요소(Ca)의 표면에 도 8에 예시된 바와 같이 약 30 μm 두께 [= (db-da)/2]의 Ti-N 성분의 층, 약 500 μm 두께의 실리콘층, 약 10 μm 두께 Si-N 층으로 이루어진 분리층(Cb)을 형성하면, 석출부(D)에서 텅스텐과 같은 코어요소(Ca)의 성분에 기인하는 불순물 오염이 방지될 수 있는데, 이러한 효과는 유도결합플라즈마 질량분광기[Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry(ICP-MS)] 등을 이용하는 분석에 의하여 쉽게 확인될 수 있다.
- <212> 또 다른 예로서, 불순물 함량이 보다 적은 99.9% 순도의 텅스텐 로드 코어요소(Ca)의 표면에 도 6에 예시된 바와 같이 약 30 μm 두께 [= (db-da)/2]의 Ti-N 성분의 층(Cb)과 약 800 μm 두께의 W-Si층을 형성시켜, 단면이 원인 로드(rod)형 금속 코어요소(Cb)의 표면에 두 가지의 분리층(Cb)을 형성하여, 석출부(D)에서 텅스텐과 같은 코어요소(Ca)의 성분에 기인하는 불순물 오염이 방지될 수도 있다.
- <213> 이와 같이 분리층(Cb)에 실리콘층이 추가되는 경우에 필요한 원료가스로 본 발명에서 사용되는 반응가스를 공급하여 실리콘 분리층(Cb)을 코어수단(C)에 형성할 수 있다.
- <214> 실리콘 분리층 또는 다른 종류의 분리층을 금속 코어요소(Ca) 표면에 형성시키는 것을 별도의 코팅 또는 반응장치에서 실시할 수도 있지만, 본 발명에 사용될 수 있는 중형 석출반응기에서 코어요소(Ca)를 전극부(E)와 연결하여 석출반응기 내부에 위치시키고, 전극부(E)를 통해 전기를 공급하여 코어요소(Ca)를 가열하며, 이 석출반응기 내부에 분리층(Cb) 형성용 원료가스를 공급함으로써, 금속 코어요소(Ca)의 표면에 분리층(Cb)을 형성시켜, 본 발명에서 필요한 코어수단(C)을 제조할 수 있다.
- <215> 한편, 분리층의 일부(Cb')가 별도의 장치에서 이미 형성된 예비 코어수단을 전극부(E)에 연결하여 석출반응기의 내부에 위치시키고, 상기 전극부(E)를 통해 전기를 공급하여 예비 코어수단을 가열하며, 석출반응기의 내부에 분리층 형성용 원료가스를 공급함으로써, 예비 코어수단에 실리콘 또는 기타 분리기능성분의 분리층(Cb'')을 추가로 형성시켜, 본 발명에서 필요한 코어수단(C1)을 제조하여도 좋다.
- <216> 이러한 분리층(Cb) 응용 효과는 고순도의 전이금속 이외에 합금을 코어요소(Ca)로 사용하여도 얻어질 수 있는데, 예를 들면, 텅스텐(W)에 토륨(Th), 란타넘(La), 티타늄(Ti) 등의 원소가 0.2 ~ 3 wt% 범위 이내에 포함되게 한 합금을 코어요소(Ca)로 사용하여도 분리층(Cb) 응용 효과가 얻어질 수 있다.

<217> 도 5, 도 6 및 도 8에 예시된 바와 같이 단면이 원인 로드(rod) 또는 와이어(wire) 또는 필라멘트(filament) 형태의 금속 코어요소(Ca) 뿐만 아니라, 도 7에 예시된 바와 같이 단면이 동심사각형인 도관(conduit) 또는 튜브(tube) 또는 덕트(duct) 형태의 금속 코어요소(Ca), 또는 도 9에 예시된 바와 같이 단면이 직사각형인 스트립(strip) 또는 리본(ribbon) 형태의 금속 코어요소(Ca)의 표면에도 본 발명에 따라 분리층(Cb)을 형성하여, 석출부(D)에서 코어요소(Ca)의 성분에 기인하는 불순물 오염을 방지할 수 있다.

<218> 본 발명에 따라 금속 코어요소(Ca)의 표면에 분리층(Cb)을 형성시킨 코어수단(C)을 이용함에 있어서, 분리층(Cb)을 형성하는 과정이나 코어단위를 전극부에 고정하여 설치할 수 있게 필요한 형태로 가공하는 과정에서 불순물이 추가로 포함 또는 생성될 수 있으므로, 400 ~ 3,000 °C 범위 내에 포함되는 온도에서 진공 하에서 또는 수소, 질소, 아르곤 또는 헬륨 등과 같은 가스 분위기 하에서 열처리하여, 잔유 불순물 성분을 제거하거나 화학적으로 변환시키는 것이 좋다.

<219> 이상에서 설명한 바와 같이, 본 발명에 따라 준비된 코어수단(C)을 이용하여 석출반응기에서 봉 형상의 다결정 실리콘을 제조한 후에는 금속 코어요소(Ca) 또는 분리층(Cb) 또는 코어수단(C)으로부터 제품으로 사용될 실리콘 석출부(D)를 분리하는 것이 필요한데, 본 발명에 따르면 이러한 분리는 수월하게 이루어질 수 있다.

<220> 이 분리과정에서 파손된 코어수단(C)은 폐기하여도 무방하고, 파손되지 않고 분리하여 회수된 금속 코어요소(Ca) 또는 분리층(Cb) 또는 코어수단(C)을 필요시에 세정과정을 거친 뒤 반복 사용하여 실리콘 석출부(D)를 형성시키는 것도 좋다.

발명의 효과

<221> 이상에서 설명한 바와 같이, 본 발명에 따른 다결정 실리콘 봉 제조방법에 의하면, 다음과 같은 효과가 있다.

<222> 1) 고순도의 실리콘 재료로 코어수단을 준비하는 것은 성형 및 가공에 많은 비용이 들고 생산성도 낮아 경제적 부담이 크지만, 본 발명에 따라 코어수단을 준비하면 재료, 성형 및 가공에 비용이 적게 들고 생산성도 높아지므로 경제적으로 아주 유리해진다.

<223> 2) 본 발명에 따라 금속 코어요소의 표면에 형성되는 분리막은 고온에서의 실리콘 석출과정에서 금속 코어요소로부터 불순물 성분이 석출부로 확산하는 것을 억제하거나 차단시킬 수 있어, 고순도의 다결정 실리콘 봉을 제조하는데 금속 코어요소의 사용을 가능하게 한다.

<224> 3) 종래의 실리콘 코어요소로 이루어진 코어수단이 별도의 예열과정이나 값비싸고 운전이 까다로운 전력공급설비를 필요로 하는 것과는 달리, 본 발명에 따른 코어수단은 평범하고 값싼 전력공급설비로 실온에서 수월하게 반응온도로 전기가열될 수 있으므로 시설투자비나 제조원가 면에서 아주 유리하고, 코어수단의 신속한 전기가열에 의해 동일 생산량에 대해 석출반응기 운전주기를 짧게 하여 석출반응기의 생산성을 극대화할 수 있다.

<225> 4) 물리적인 강도 면에서 실리콘 재료보다 우수한 금속 코어요소를 사용함에 따라 석출되어 얻어지는 다결정 실리콘 봉의 구조적 안정성이 향상되고, 보다 더 큰 직경과 높이의 다결정 실리콘 봉을 제조하는 것이 가능해져 석출반응기 단위 생산능력이 크게 향상될 수 있다.

<226> 5) 본 발명은 실리콘 재료보다 녹는점이 훨씬 높은 금속 코어요소로 코어수단을 구성할 수 있게 하는 바, 코어수단의 전기가열에 있어서 최대 허용온도가 실리콘의 녹는점보다 높아 실리콘 봉의 최대 직경을 향상시키거나 실리콘 봉 표면의 온도를 높게 유지할 수 있어, 사용되는 실리콘 석출반응기의 생산성과 경제성이 크게 향상될 수 있다.

<227> 6) 불순물 오염을 최소화하거나 방지할 수 있는 금속 코어요소로 이루어진 코어수단의 활용을 특징으로 하는 본 발명은 중형 또는 벨자형(bell-jar type)과 튜브형 또는 챔버형 등 형태와 구조에 관계없이 봉 형상의 다결정 실리콘 제조를 목적으로 하는 모든 석출반응기에 사용될 수 있으므로, 활용 범위가 아주 넓고, 선행기술에 의해 이미 제작, 설치되어 사용되어 온 재래식 석출반응기에서도 아무런 저해요인 없이 사용되어 반응기의 생산성을 향상시킬 수 있다.

도면의 간단한 설명

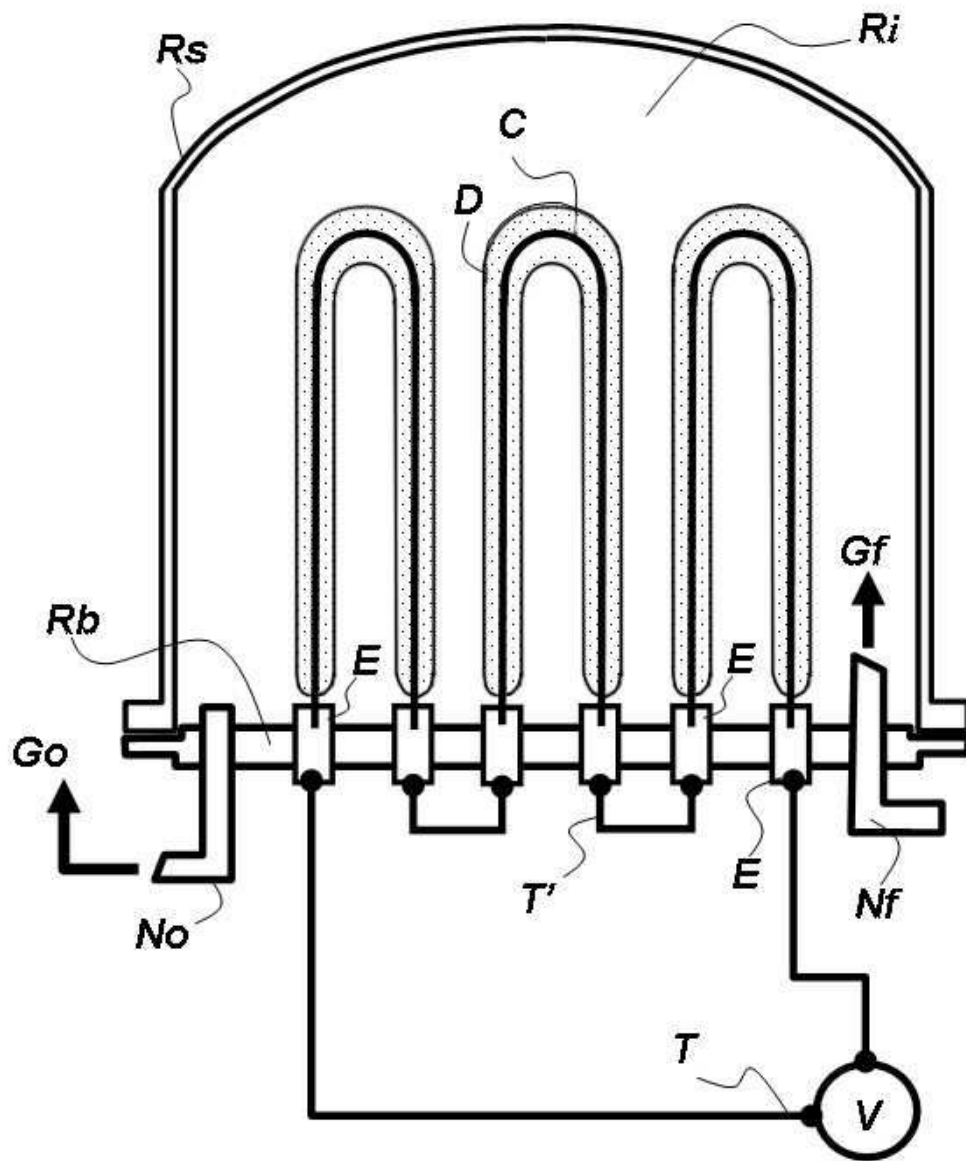
- <1> 도 1은 본 발명에 따라 다결정 실리콘 봉을 제조할 수 있는 석출반응기의 구성을 개략적으로 예시한 구성도,
- <2> 도 2는 본 발명에 따른 다결정 실리콘 봉을 제조할 수 있는 다른 형태의 석출반응기를 예시한 구성도,
- <3> 도 3은 본 발명에 따라 코어수단을 6종류의 코어그룹으로 구분하여 배치하는 실시예를 개략적으로 나타낸 평면

도,

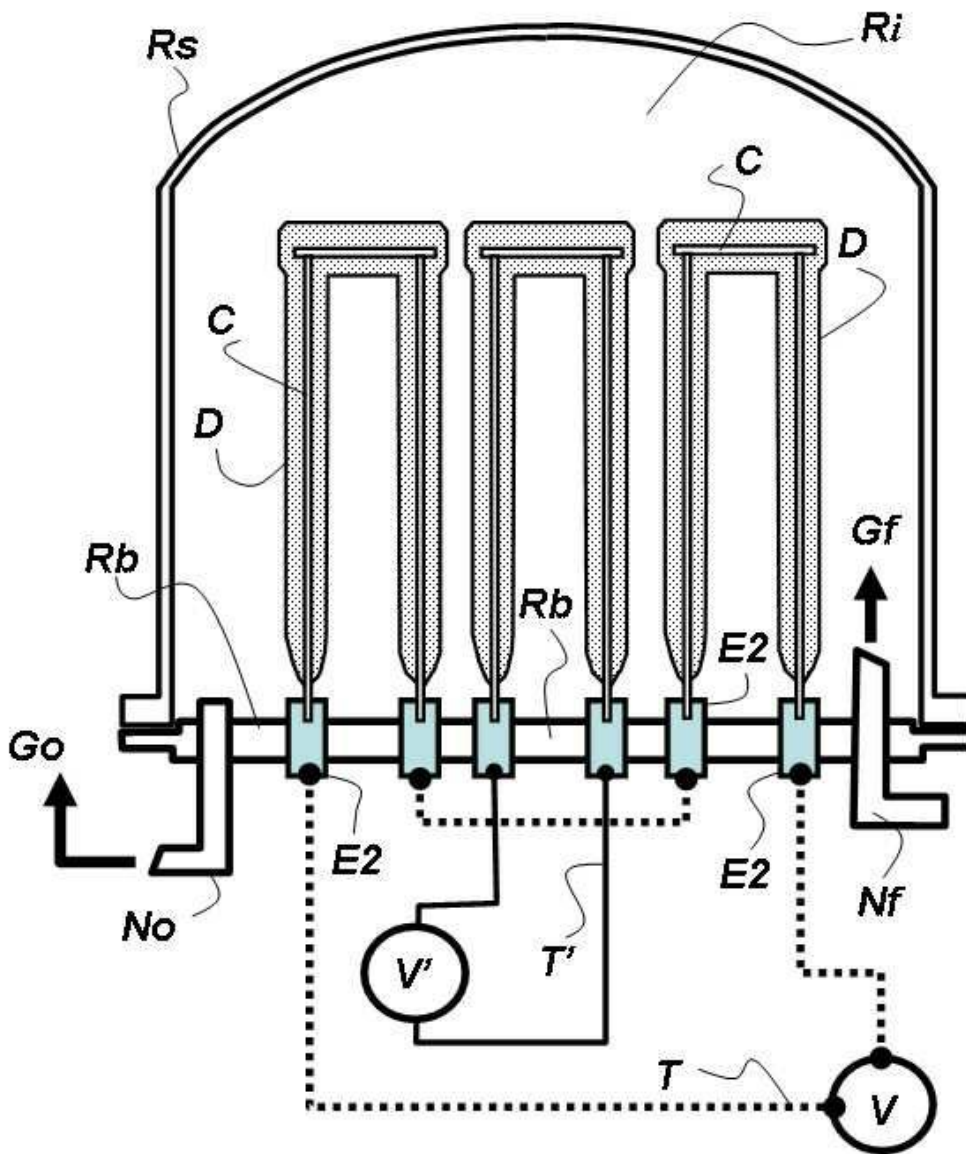
- <4> 도 4는 본 발명에 따라 두 가지 다른 단면을 갖는 코어단위로 구성된 코어수단을 두 종류의 코어그룹으로 구분하여 배치하는 실시예와 이때 형성되는 석출부의 모양을 개략적으로 나타낸 평면도,
- <5> 도 5 내지 도 9는 본 발명에 따라 코어요소 표면의 분리층을 형성시켜 이루어진 코어수단의 표면에 외부방향으로 석출부가 형성되는 과정에서 실리콘 붕의 횡단면(a) 및 종단면(b)을 개략적으로 나타낸 예시도로서,
- <6> 도 5는 단면이 원인 로드(rod)형 금속 코어요소의 표면에 한 가지의 분리층을 형성하여 이루어진 코어수단의 표면에 외부방향으로 석출부가 형성되는 과정을 도시한 예시도,
- <7> 도 6은 단면이 원인 로드(rod)형 금속 코어요소의 표면에 두 가지의 분리층을 형성하여 이루어진 코어수단의 표면에 외부방향으로 석출부가 형성되는 과정을 도시한 예시도,
- <8> 도 7은 단면이 동심사각형인 도관(conduit)형 또는 튜브형 금속 코어요소의 표면에 두 가지의 분리층을 형성하여 이루어진 코어수단의 표면에 외부방향으로 석출부가 형성되는 과정을 도시한 예시도,
- <9> 도 8은 단면이 원인 로드(rod)형 금속 코어요소의 표면에 세 가지의 분리층을 형성하여 이루어진 코어수단의 표면에 외부방향으로 석출부가 형성되는 과정을 도시한 예시도,
- <10> 도 9는 본 발명에 따라 단면이 직사각형인 판형 금속 코어요소의 표면에 두 가지의 분리층을 형성하여 이루어진 코어수단의 표면에 외부방향으로 석출부가 형성되는 과정을 도시한 예시도.
- <11> <도면의 주요 부분에 대한 부호의 설명>
- <12> C: 코어수단 Ca: 코어요소
- <13> Cb, Cb', Cb" : 분리층 D: 석출부
- <14> E: 전극부 Gf: 반응가스
- <15> Go: 배출가스 Nf: 가스공급부
- <16> No: 가스배출부 Rb: 석출반응기 베이스부
- <17> Ri: 석출반응기 내부공간 Rs: 석출반응기 셀
- <18> T: 전력전달수단 V: 전력공급원

도면

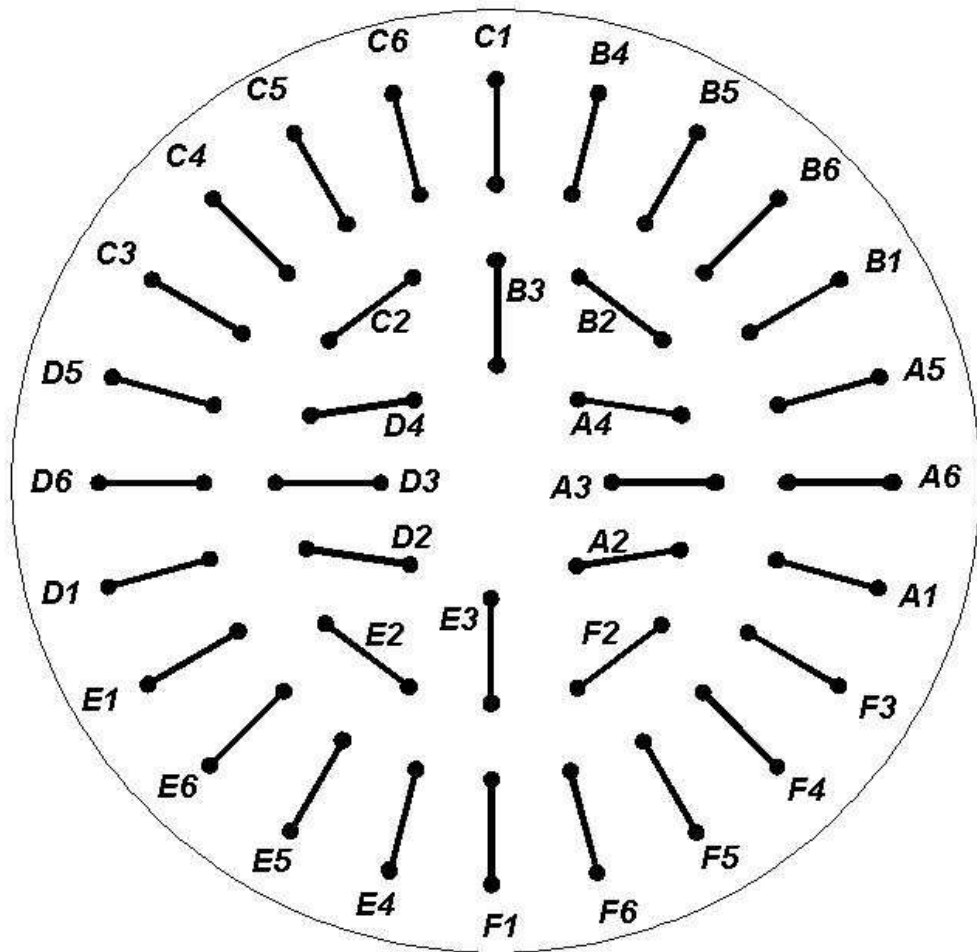
도면1



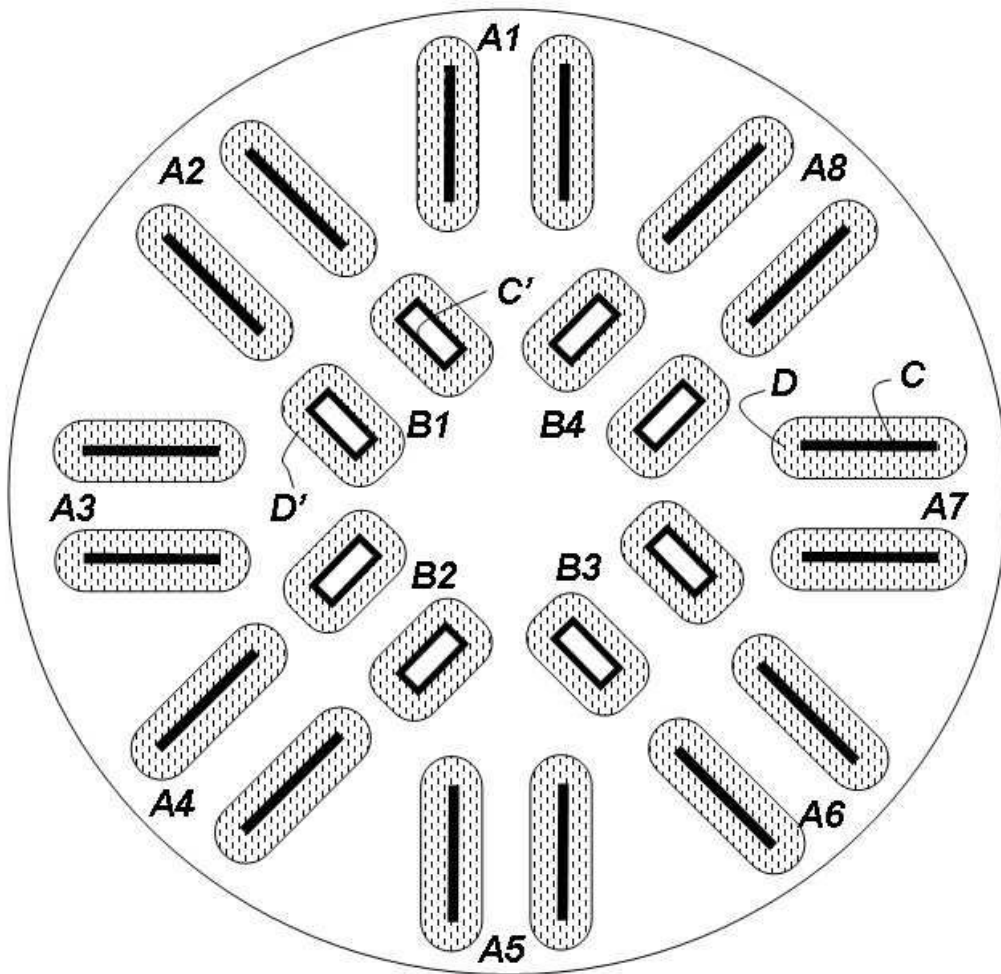
도면2



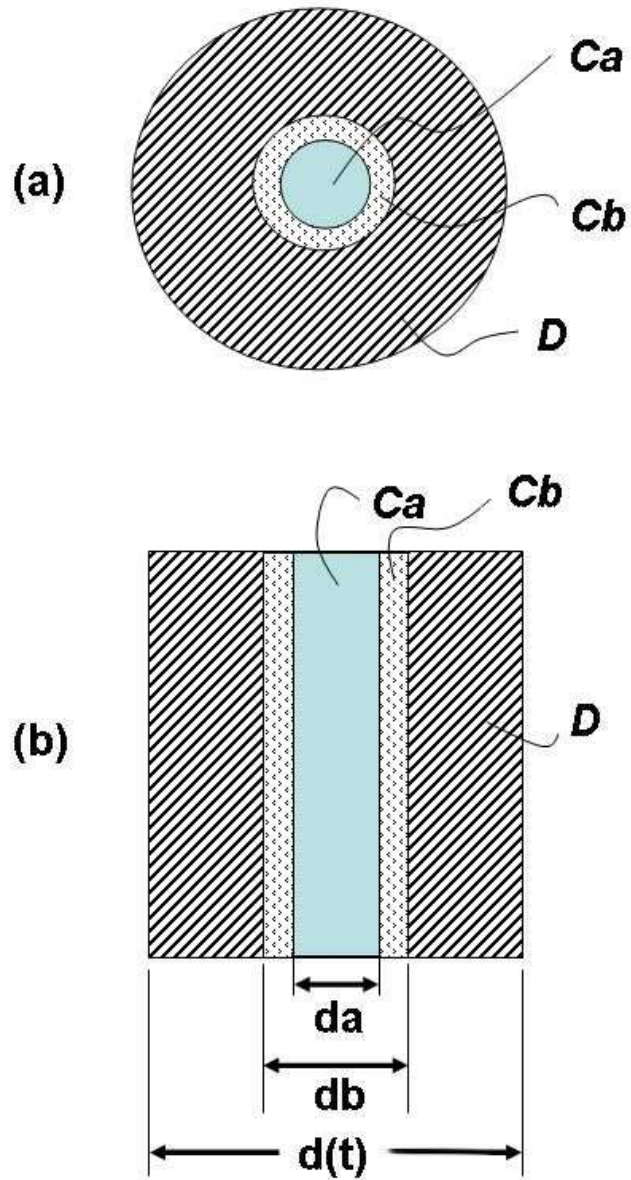
도면3



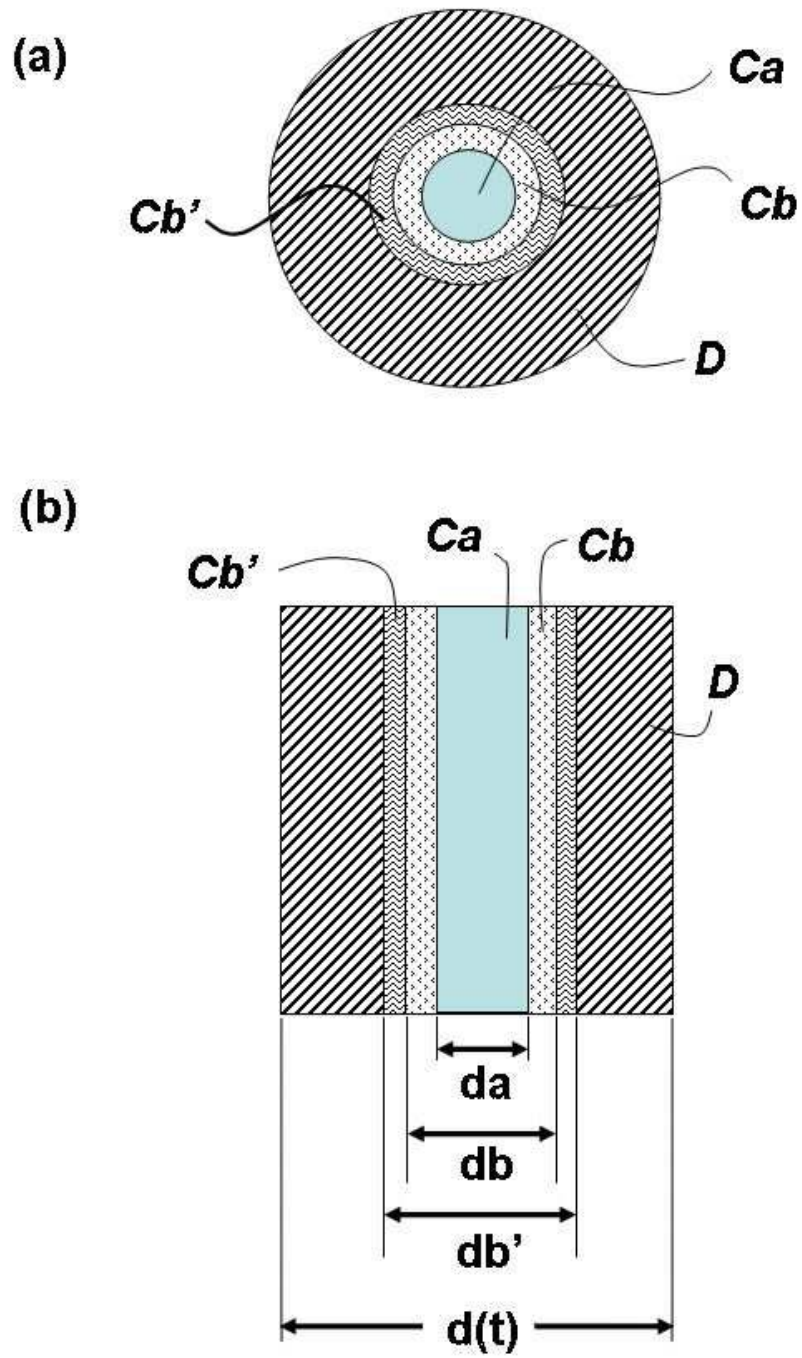
도면4



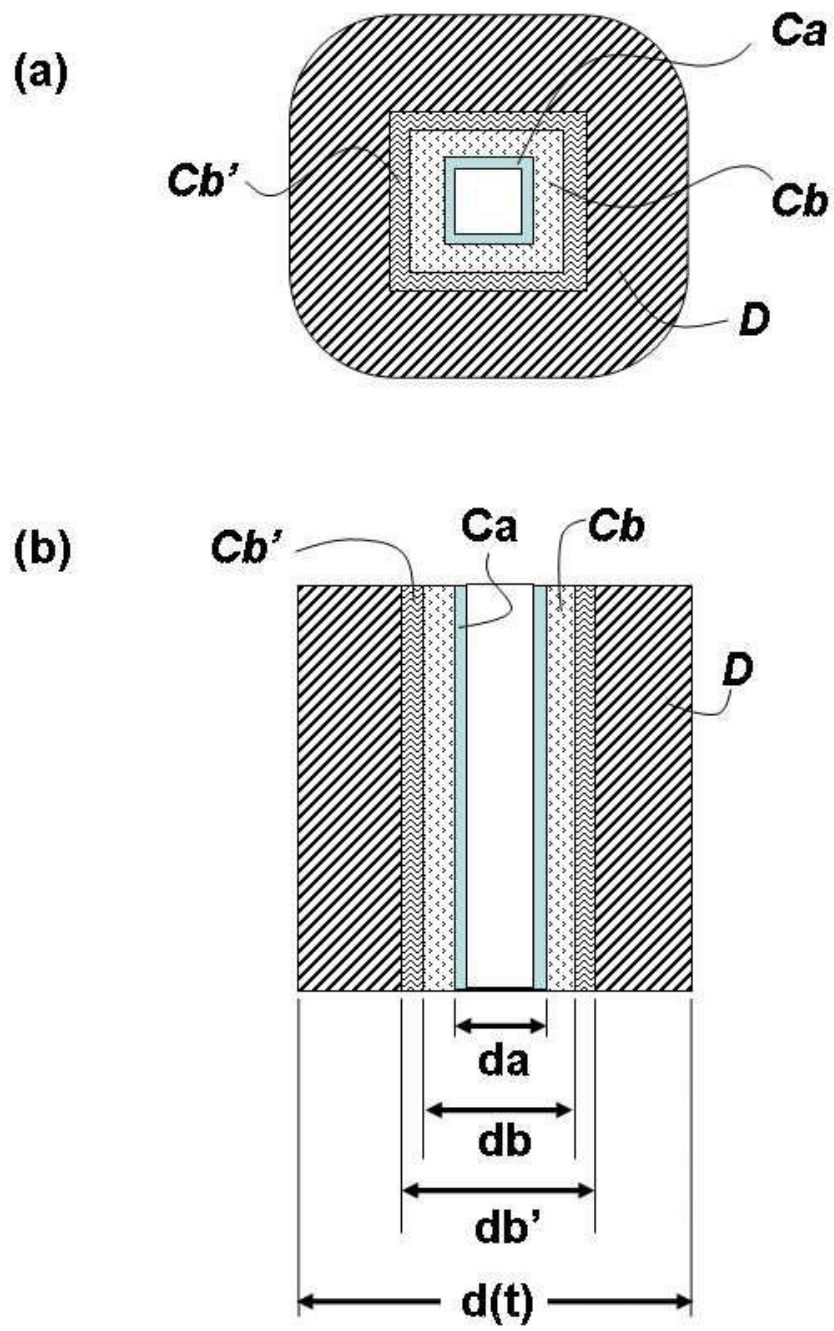
도면5



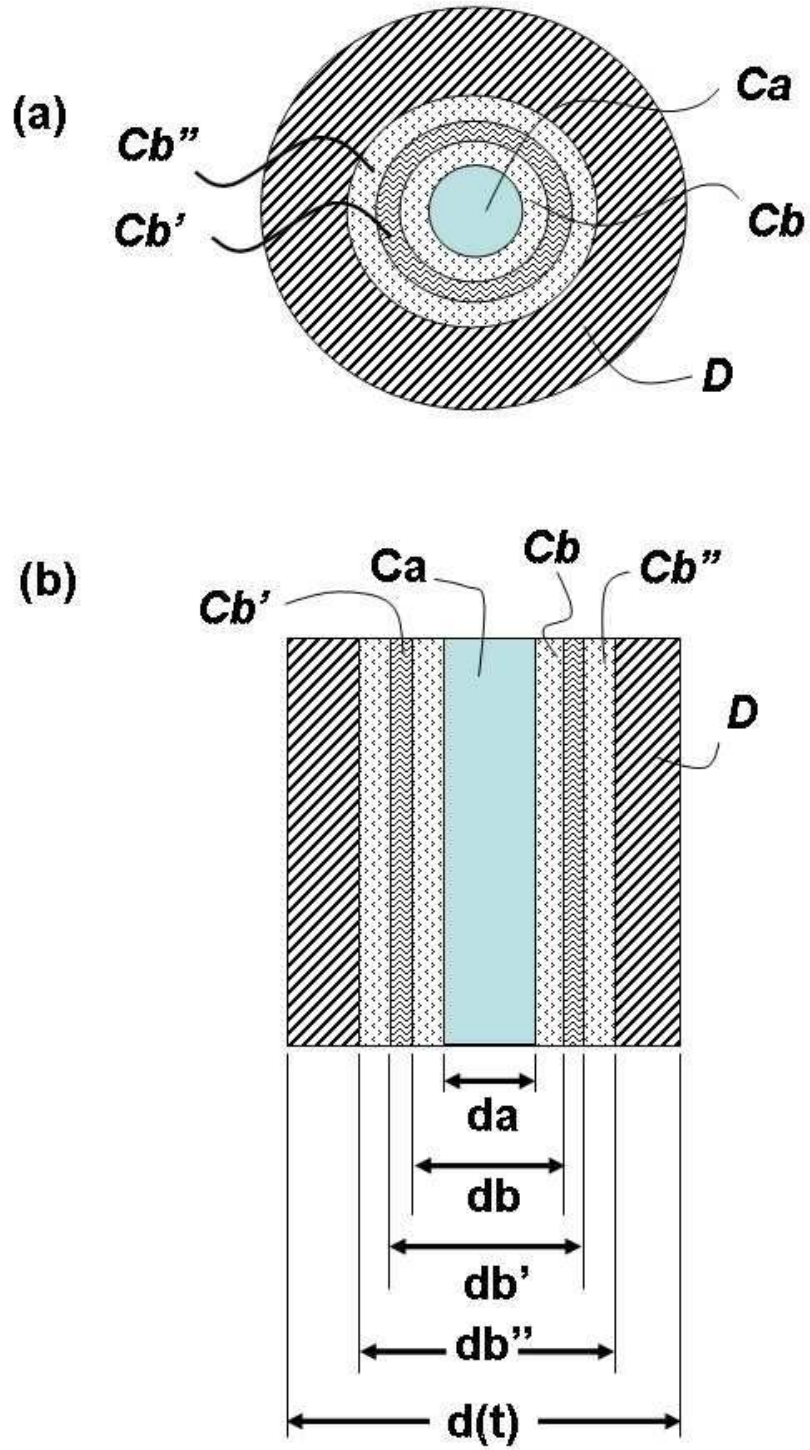
도면6



도면7



도면8



도면9

