

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2010-0011495 (43) 공개일자 2010년02월03일
(51) Int. Cl. <i>C01B 33/02</i> (2006.01) (21) 출원번호 10-2008-0072733 (22) 출원일자 2008년07월25일 심사청구일자 2008년07월25일	(71) 출원인 충남대학교산학협력단 대전광역시 유성구 공동 220번지 충남대학교 (72) 발명자 원창환 대전시 유성구 장대동 월드컵훼미리 APT. 109동 301호 원형일 대전시 유성구 장대동 월드컵훼미리 APT. 109동 301호 (74) 대리인 권오식, 박창희, 김종관	

전체 청구항 수 : 총 8 항

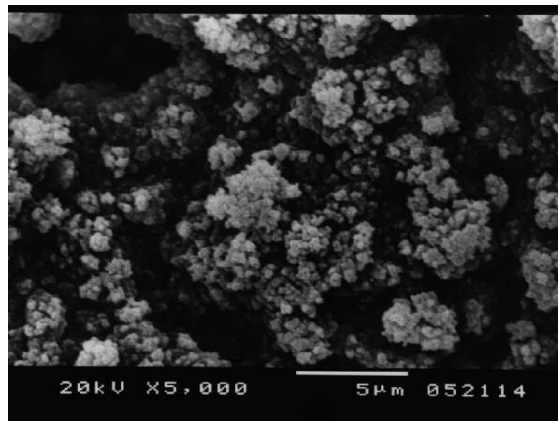
(54) 자전연소합성법에 의한 규소 분말 및 규소 주괴의 제조방법

(57) 요약

본 발명에 따른 자전연소합성법에 의한 규소분말과 주괴(ingot)의 제조방법은 규소화합물(SiO_2 , Na_2SiO_3); 금속환 원제; 염소산칼륨(KClO_3);을 함유하는 원료를 불활성 기체 분위기에서 합성하여 고순도 규소 분말 및 주괴(ingot)를 제조하는 특징이 있다.

본 발명에 따른 제조방법은 다른 결정상(phase)를 함유하지 않는 고순도의 규소를 제조할 수 있으며, 규소의 형상이 분말 또는 주괴(ingot) 형상으로 선택적으로 제조되며, 연소과 온도가 균일하게 유지 및 전과되어 단일한 공정으로 다량의 규소를 제조할 수 있으며, 규소화합물이 규소로 환원되지 않고 미반응 상태로 잔존하는 것을 방지할 수 있으며, 기존의 제조 공정과 비교하여 제조 원가를 크게 절감할 수 있는 특징이 있다. 또한, 기존의 규소 분말 또는 규소 주괴(ingot)제조 공정에 비하여 공정이 단순하고 공정시간이 매우 짧으며, 열효율이 우수하여 생산성이 우수하고 대량생산 가능한 이점을 갖는다.

대표도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

이산화규소(SiO_2), 무수 메타규산 나트륨(Sodium metasilicate anhydrous, Na_2SiO_3), 또는 이들의 혼합물인 규소화합물; 금속 환원제; 및 염소산칼륨(KClO_3);을 함유하는 원료를 자전고온 합성(SHS; Self-propagating High-temperature Synthesis)하여 규소 분말 또는 규소 주괴(ingot)를 제조하는 자전연소합성법에 의한 규소의 제조 방법.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 금속 환원제의 금속물질 및 상기 규소화합물 1몰을 기준한 상기 금속환원제 및 염소산칼륨 각각의 몰비를 조절하여, 상기 자전고온 합성 온도를 규소의 녹는점(T_m) 미만 또는 이상으로 제어하여 분말 형상 또는 주괴 형상의 규소를 선택적으로 제조하는 것을 특징으로 하는 자전연소합성법에 의한 규소의 제조방법.

청구항 3

제 1항 또는 제 2항에 있어서,

- (a) 규소화합물; 금속 환원제; 및 염소산칼륨(KClO_3);을 혼합하여 원료를 얻는 단계;
 - (b) 상기 원료를 고압반응 용기에 적재한 후, 상기 원료를 국부적으로 순간 가열·점화시켜 상기 규소화합물을 환원시키는 단계; 및
 - (c) 상기 (b) 단계의 반응 생성물을 증류수로 수세한 후, 산성 용액으로 침출(leaching)하는 단계;
- 를 포함하여 제조되는 것을 특징으로 하는 자전연소합성법에 의한 규소의 제조방법.

청구항 4

제 3항에 있어서,

- (a) 단계의 상기 원료는 상기 규소화합물 1몰을 기준으로 1 내지 10몰의 상기 금속 환원제 및 0.1 내지 3몰의 염소산칼륨을 함유하는 것을 특징으로 하는 자전연소합성법에 의한 규소의 제조방법.

청구항 5

제 3항에 있어서,

- (a) 단계의 상기 금속 환원제는 마그네슘, 알루미늄, 아연, 또는 이들의 혼합물인 것을 특징으로 하는 자전연소합성법에 의한 규소의 제조방법.

청구항 6

제 3항에 있어서,

- (a) 단계의 상기 금속 환원제는 아연, 마그네슘, 또는 이들의 혼합물이며, 상기 원료는 상기 산화규소 1몰을 기준으로 1 내지 10몰의 상기 금속 환원제 및 0.1 내지 3몰의 염소산칼륨을 함유하여 규소 분말이 제조되는 것을 특징으로 하는 자전연소합성법에 의한 규소의 제조방법.

청구항 7

제 3항에 있어서,

- (a) 단계의 상기 금속 환원제는 마그네슘, 알루미늄, 또는 이들의 혼합물이며, 상기 원료는 상기 규소화합물 1몰을 기준으로 1 내지 6몰의 상기 금속 환원제 및 0.1 내지 3몰의 염소산칼륨을 함유하여 규소 주괴가 제조되는 것을 특징으로 하는 자전연소합성법에 의한 규소의 제조방법.

청구항 8

제 3항에 있어서,

상기 (b) 단계는 1 내지 100 atm의 불활성 기체 분위기에서 수행되는 것을 특징으로 하는 자전연소합성법에 의한 규소분말과 주괴(ingot)의 제조방법.

명 세 서

발명의 상세한 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 자전연소합성법을 이용하여 규소 분말 또는 규소 주괴를 선택적으로 제조할 수 있고, 미반응 원료가 잔존하지 않으며, 단일한 공정으로 대량의 규소를 생산할 수 있는 규소의 제조방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 규소는 게르마늄과 함께 대표적인 반도체 재료로 반도체 분야 이외에도 알루미늄 합금 제조, 용접봉 및 태양전지소자 등 각종 기기부품의 제조에도 사용되고 있다. 특히 다결정 및 단결정 규소는 비정질의 규소에 비해 높은 전하 이동도(mobility)를 가지기 때문에 반도체, 평판 디스플레이 소자 및 태양전지 등 다양한 전자 소자 등에 응용된다.

[0003] 규소 제조에 있어서 가장 일반적인 방법은 규석을 과쇄 및 분쇄한 후 코크스로 전기로에서 환원시켜 약 97~98%의 규소를 얻는 방법이다. 이 방법은 고온에서 장시간 반응을 하고, 코크스로 환원을 하기 때문에 화학적으로 대단히 안정한 탄화규소의 생성이 불가피 하다.

[0004] 보다 순수한 규소를 얻기 위해서는, 증류 정제한 사무수 메타규산 나트륨을 고순도의 아연으로 고온에서 환원시키는 뒤풍법에 의해서 99.97% 정도의 것을 얻을 수 있다. 그러나 사무수 메타규산 나트륨은 독성물질로 처리와 취급이 까다로우며, 57℃ 이상에서는 기체로 존재하기 때문에 대량생산에 있어서는 한계가 있다.

[0005] 자전연소합성법을 이용한 규소의 제조방법으로, 대한민국 공개특허 제1999-0075728호에는 자전연소합성법을 이용하여 산화규소 분말로부터 규소 분말을 제조하는 방법이 제안된 바 있으며, 산화규소를 환원시키기 위해 마그네슘을 사용하고, 반응후 잔류하는 산화마그네슘을 산 용액으로 침출 제거하여 고순도의 규소 분말을 제조하는 방법이 기재되어 있으나, 산화규소와 마그네슘의 자체 발열만을 이용하여 자전 연소과가 생성 및 진행되므로, 대용량의 시료를 자전연소합성할 경우, 균질한 반응 생성물을 얻을 수 없고, 미반응 산화규소가 잔류할 수 있으며, 자전 연소 합성 온도를 제어할 수 없으며, 반응 생성물의 형상을 제어 할 수 없으며, 자전연소반응이 원료의 입도분포, 혼합정도, 기공도등 물리적 조건(원료의 전처리 단계)에 의해 민감하게 변화하여 결과적으로 대량의 원료를 단일한 반응으로 처리할 수 없는 단점이 있다.

[0006] 본 발명은 규소화합물을 이용하여 규소 분말 또는 규소 주괴를 선택적으로 제조할 수 있으며, 자전 연소과의 온도를 제어하고 미반응 규소화합물의 잔존을 방지할 수 있으며, 자전연소반응이 원료의 전처리 단계에 의해 크게 변화되지 않아 대량 처리가 가능하며, 자전연소반응이 안정적으로 유지되는 방법을 제공하고자 본 발명을 출원하기에 이르렀다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

[0007] 상술한 문제점들을 해결하기 위한 본 발명의 목적은 열효율이 높고 반응시간이 짧으며, 공정이 단순하고, 경제적으로 우수하며, 대량생산 가능하고, 균질한 반응 생성물을 얻을 수 있으며, 대량의 원료를 단일한 반응으로 처리 가능하며, 반응 생성물의 형상을 분말 또는 주괴(ingot)로 선택적으로 제조가능하며, 순도가 높은 규소를 제조하는 방법을 제공하는 것이다.

과제 해결수단

[0008] 자전고온합성법이란, 두 개 이상의 혼합 원료를 반응 가능한 온도로 가열하여 초기 합성반응을 유도하고, 국부적으로 발생한 초기 합성 반응에서 발생한 반응 생성열에 의해 그 합성 반응이 원료 전체로 스스로 전파되는 반응이 진행, 완료되는 방법으로서, 외부로부터 열을 가하지 않아도 반응이 지속되는 합성반응을 의미한다. 초기

반응을 일으키기 위해 외부로부터 열을 가하여 점화온도까지 도달하게 되면, 합성반응에 의해 시료는 반응 연소 온도에까지 이르게 된다. 이후, 반응이 종료되면 반응열이 인접부위로 전달되어 온도가 하강하게 된다.

- [0009] 본 발명에 따른 규소의 제조방법은 이산화규소(SiO_2), 무수 메타규산 나트륨(Sodium metasilicate anhydrous, Na_2SiO_3), 또는 이들의 혼합물인 규소화합물; 금속 환원제; 및 염소산칼륨(KClO_3);을 함유하는 원료를 자전고온 합성(SHS; Self-propagating High-temperature Synthesis)하여 규소 분말 또는 규소 주괴(ingot)를 제조하는 특징이 있다.
- [0010] 본 발명에 따른 제조방법은 별도의 열을 외부로부터 공급하지 않고, 자체의 합성반응열에 의해 상기 환원반응이 원료 전체로 전파되어 반응이 스스로 완료됨으로써, 생산효율이 우수하고 화학적 순도가 높은 규소 분말 및 주괴(ingot)가 제조되는 장점을 갖는다.
- [0011] 규소 분말 또는 규소 주괴를 선택적으로 제조하기 위해, 상기 금속 환원제의 금속물질, 상기 규소화합물 1몰을 기준한 상기 금속 환원제 및 염소산칼륨 각각의 몰비를 조절하여, 상기 자전고온 합성 온도를 규소의 녹는점(T_m) 미만 또는 이상으로 제어하여 분말 형상 또는 주괴 형상의 규소를 선택적으로 한다. 이때, 자전고온 합성 온도를 규소의 녹는점 이상으로 제어하여 주괴 형상의 반응 생성물을 제조하며, 자전고온 합성 온도를 규소의 녹는점 미만으로 제어하여 분말 형상의 반응 생성물을 제조한다.
- [0012] 상세하게, 본 발명에 따른 규소의 제조방법은 (a) 규소화합물; 금속 환원제; 및 염소산칼륨(KClO_3);을 혼합하여 원료를 얻는 단계; (b) 상기 원료를 고압반응 용기에 적재한 후, 상기 원료를 국부적으로 순간 가열·점화시켜 상기 규소화합물을 환원시키는 단계; 및 (c) 상기 (b) 단계의 반응 생성물을 증류수로 수세한 후, 산성 용액으로 침출(leaching)하는 단계;를 포함하여 수행되는 특징이 있다.
- [0013] (a) 단계의 상기 금속 환원제는 마그네슘, 알루미늄, 아연, 또는 이들의 혼합물인 것이 바람직하다. 상기 원료에 함유된 환원제는 상기 (b)단계에서 규소화합물(SiO_2 , Na_2SiO_3)을 환원시키는 역할을 하고, 이러한 금속 환원제에 의해 자전 연소 반응이 종료된 후 규소 이외의 금속산화물 및 금속염이 부차적으로 생성되는데, 이러한 산화물 및 금속염은 상기 (c) 단계의 산성 용액을 이용한 수세 및 침출 과정에서 제거된다.
- [0014] (a) 단계의 상기 염소산칼륨은 금속 환원제로 사용된 금속의 종류와 관계없이 자전연소반응의 온도를 제어하고, 자전연소과의 진행을 원활히 하며, 자전연소반응의 온도를 원료(자전연소반응전 시료) 전반에 걸쳐 균일하게 유지시키는 역할을 한다. 자전 연소반응이 종료된 후, 염소산칼륨은 염화칼륨(KCl)로 반응생성물에 잔류하게 되고, 이러한 염화칼륨은 상기 (c) 단계의 증류수를 이용한 수세 과정에서 제거된다.
- [0015] 자전연소반응시 미반응 규소화합물이 잔존하는 것을 방지하고, 연소과 불균일에 따른 불안정한 연소반응을 억제하기 위해, (a) 단계의 상기 원료는 상기 규소화합물 1몰을 기준으로 1 내지 10몰의 상기 금속 환원제 및 0.1 내지 3몰의 염소산칼륨을 함유하는 것이 바람직하다.
- [0016] 더욱 바람직하게, 규소화합물이 산화규소인 경우, 산화규소와 염소산칼륨의 산소 당량을 기준으로 동일한 당량의 금속 환원제를 함유한다. 이때, 산화규소와 염소산칼륨의 산소 당량과 동일한 당량의 금속 환원제가 첨가되는 경우, 자전연소반응 온도의 제어는 상기 염소산칼륨의 첨가량에 의해 제어되게 된다.
- [0017] 일 예로, 산화규소 1몰과 염소산칼륨 0.1의 산소당량은 4.6이며, 환원제인 금속의 이온가와 첨가되는 금속 몰의 곱이 4.6당량이 되도록 금속을 첨가한다.
- [0018] 상기 염소산칼륨은 자전연소반응 시 연소 온도를 제어하고, 균일한 연소 온도를 유지하며, 원료와는 다른 규소화합물의 이상(phase)의 생성을 억제하고, 안정적인 연소과를 용이하게 전파시키기 위해 첨가되는 것으로, 연소 반응 중 잉여의 금속환원제(규소화합물을 환원시키는데 필요한 금속환원제의 양을 제외한 양)와 반응하여 추가적인 열을 생성하는데 이 때 생성된 열이 반응생성물 중 이상(phase)의 생성을 억제하고 연소반응 중 혼합물의 외부의 부족한 열량을 보충하여 연소과를 용이하게 전파하게 한다. 반응이 완료된 후, 염화칼륨과 금속산화물로 잔류하게 된다. 상술한 바와 같이 상기 염화칼륨은 상기 (c) 단계의 증류수를 이용한 수세에 의해 제거된다.
- [0019] 자전연소반응 후 생성되는 생성물의 형상을 분말 또는 주괴형으로 선택적으로 제조하기 위해, 첨가되는 금속 환원제 물질의 종류, 금속 환원제의 첨가량, 염소산칼륨의 첨가량을 제어하여 자전연소반응의 연소과의 온도를 제어할 필요가 있다.
- [0020] 상세하게, 균일하고 안정적인 연소 반응, 미반응물의 억제, 이상(phase) 생성의 억제, 서브 마이크로미터 내지

수 마이크로미터 크기의 분말형상의 규소를 제조하기 위해, 금속 환원제로 아연(Zn), 마그네슘(Mg), 또는 이들의 혼합물을 사용하는 것이 바람직하며, 상기 원료는 상기 규소화합물 1몰을 기준으로 1 내지 10몰의 상기 금속 환원제 및 0.1 내지 3몰의 염소산칼륨을 함유하는 것이 바람직하다. 또한, 생성물의 형상을 분말로 제조하기 위해, 상기 규소화합물로 산화규소(SiO_2)를 사용하는 것이 바람직하다.

[0021] 상세하게, 균일하고 안정적인 연소 반응, 미반응물의 억제, 이상(phase) 생성의 억제, 주괴형상의 규소를 제조하기 위해 금속 환원제로 마그네슘(Mg), 알루미늄(Al), 또는 이들의 혼합물을 사용하는 것이 바람직하며, 상기 원료는 상기 규소화합물 1몰을 기준으로 1 내지 6몰의 상기 금속 환원제 및 0.1 내지 3몰의 염소산칼륨을 함유하는 것이 바람직하다. 또한, 생성물의 형상을 주괴로 제조하기 위해, 상기 규소화합물로 산화규소(SiO_2) 또는 무수 메타규산 나트륨(Sodium metasilicate anhydrous, Na_2SiO_3)을 사용하는 것이 바람직하다.

[0022] 상술한 조건에 의해 분말형상으로 얻어진 생성물은 상기 (c) 단계의 수세 및 침출에 의해 순도 99.9% 이상의 규소 분말을 얻을 수 있으며, 상기 주괴형상으로 얻어진 생성물은 반응 중 불순물들(금속산화물, 염화칼륨, 금속 염)은 순수한 규소와 밀도차에 의해 규소는 주괴형태로 내부에 불순물들은 외부로 분리되어 반응이 종료된 후 물리적으로 분리하여 순도 99.9%이상의 주괴형상의 규소를 얻을 수 있다.

[0023] (a) 단계에서 상기 원료는 균일한 혼합 및 원료에 함유된 물질들의 입자크기를 조절하기 위해 볼밀 또는 진동밀 등의 밀링이 수행될 수 있으며, 이때, 상기 밀링은 밀링 속도, 볼/원료의 무게 비율, 볼의 크기, 밀링 시간, 분위기등의 공정 변수들을 변화시켜 적정조건으로 수행된다.

[0024] 이때, 본 발명의 제조방법은 원료에 규소화합물과 환원제 이외에 염소산칼륨을 첨가함으로써, 원료의 혼합 정도 및 물질들의 입자크기에 덜 민감하게 자전연소반응이 수행되는 장점이 있다.

[0025] 이후, 상기 원료를 고압반응 용기에 적재하고, 상기 원료를 국부적으로 순간 가열·점화시켜 상기 규소화합물을 환원 반응시키는 단계, 즉, 상기 원료를 자전고온반응 시키는 단계가 수행된다.

[0026] 자전고온 합성법은 높은 반응 온도와 빠른 반응 속도로 공정제어에 어려움이 있으나, 반응물의 성형밀도, 반응시 압력, 기타 첨가물질등 공정 변수를 조절하여 요구되는 생성물을 얻을 수 있다.

[0027] (a) 단계의 상기 원료는 분말과 ingot의 경우에 상관없이 동일하게 0.1~100Mpa의 성형 압력을 가하여 압축시키는 것이 바람직하다. 0.1Mpa이하의 성형 압력을 가하게 되면 압력이 낮아서 성형체가 쉽게 깨질 수 있고, 100Mpa 이상의 성형 압력을 가하게 되면 성형체가 잘 점화되지 않기 때문에 상기범위의 압력으로 성형되어 고압반응 용기에 적재되는 것이 바람직하며, 상기 고압반응 용기는 불활성 기체로 용기 내부를 퍼진한 후, 반응 중 생성되는 미량의 기화된 금속환원제가 성형체 외부로 나오는 것을 방지하기위해 1 내지 100 atm의 불활성 기체 분위기, 바람직하게는 1 내지 50 atm의 불활성 기체 분위기에서 상기 자전 고온 합성 반응이 수행된다.

[0028] 상기 원료를 국부적으로 순간 가열·점화시켜 자전 연소반응을 트리거링(triggering)시키기 위해, 코일형태의 발열체에 전압을 인가하여 점화시킬 수 있다. 원료에서 발열체에 의해 국부적으로 점화된 부분은 반응에 의한 반응열을 발생하며, 반응 연소온도는 분말의 경우 1100℃이상 1400℃미만으로 유지되고, 주괴의 경우 2000℃ 이상으로 올라가게 된다. 이때, 가열된 부분에서 합성 고온 반응이 일어나게 되고, 반응에 의해 생성된 열은 인접한 다른 원료부분으로 전달되어 그곳의 온도를 점화 온도에 까지 이르게 한다. 반응이 종료된 부분은 더 이상 자체 반응열의 생성이 없고, 외부로부터도 열 공급이 없게 되어 자연스럽게 빠른 속도로 냉각됨으로써 별도의 냉각시간이 불필요하여 반응이 단시간에 완료되게 된다.

[0029] 규소 분말을 제조하는 경우, (b) 단계의 반응에 의해 생성된 분말들은 서로 뭉쳐져 있는 상태이므로 이를 물리적으로 분쇄하는 단계가 수행될 수 있으며, 이는 통상의 볼밀, 롤밀등을 사용할 수 있다.

[0030] 또한, 상술한 바와 같이 (b) 단계의 반응 생성물은 원료에 첨가된 염소산칼륨, 환원제 등에 의해 규소 이외의 생성물을 함유하게 되는데, 이를 제거하기 위한 수세 및 침출 단계가 수행되게 된다.

[0031] 상기 수세는 증류수와 (b) 단계의 반응 생성물(분쇄 전 또는 후의 반응 생성물을 의미함)을 혼합, 교반한 후, 여과등을 이용한 고액분리를 통해 고상을 분리 회수하는 방식으로 수행되며, 이러한 수세 단계는 한회이상 반복되어 수행될 수 있다.

[0032] 침출 단계는 pH 1 내지 3의 산 용액과 상기 수세된 분말을 혼합, 교반한 후, 분말을 분리 회수하는 방식으로 수행되며, 수세 단계와 마찬가지로 한회이상 반복되어 수행될 수 있다. 상기 산 용액은 염산, 황산 또는 이들의 혼합산의 용액이다. 또한, 상기 침출이 수행된 후, 표면 흡착된 산을 제거하기 위해 다시 수세가 수행될 수 있다.

음은 물론이다.

효 과

- [0033] 본 발명의 제조방법은 고순도의 규소를 제조할 수 있으며, 규소의 형상이 분말 또는 주괴(ingot) 형상으로 선택적으로 제조되며, 연소과 온도가 균일하게 유지 및 전과되어 단일한 공정으로 다량의 규소를 제조할 수 있으며, 규소화합물이 규소로 환원되지 않고 미반응 상태로 잔존하는 것을 방지할 수 있으며, 다른 결정상(phase)의 규소화합물의 생성이 억제되며, 기존의 제조 공정과 비교하여 제조 원가를 크게 절감할 수 있는 특징이 있다. 또한, 기존의 규소 분말 또는 규소 주괴(ingot)제조 공정에 비하여 공정이 단순하고 공정시간이 매우 짧으며, 열효율이 우수하여 생산성이 우수하고 대량생산 가능한 이점을 갖는다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

- [0034] (실시예 1)
- [0035] 규소 분말의 제조
- [0036] 산화규소(SiO_2 , Junsei Chemicals Co. Ltd., S0166), 마그네슘(Mg, 대정화금, 5516-4405), 염소산칼륨(KClO_3 , Junsei Chemicals Co., Ltd., P1973) 분말을 1:3.5:0.5의 몰비로 칭량한 후, 지르코니아 불을 원료의 1/2 무게 비로 혼합하여 불밀기로 24시간 동안 혼합하였다. 총 혼합물의 중량은 10kg 이었으며, 혼합물을 고순도 알루미늄 내화물 용기에 넣어 5Mpa로 가압하여 적충한 후, 반응기에 넣고, 아르곤 가스를 충전-진공배출하는 퍼징과정을 3회 이상 반복한 후, 반응기 내부를 50 atm의 아르곤 가스로 충전 유지시켰다. 적충된 원료의 일부분을 열선을 이용하여 점화시켜 자전 반응이 일어나도록 하여 분말을 합성하였다. 합성된 분말을 2 내지 3회 수세한 후, pH 1의 HCl 용액과 혼합하여 2시간 동안 교반한 후, 분말을 분리 회수하여 워싱하였다. 이후, 회수된 분말을 100℃에서 2시간 동안 건조하여 규소 분말을 제조하였다.
- [0037] (실시예 2)
- [0038] 규소 주괴의 제조
- [0039] 염화규소(Na_2SiO_3 , 삼전화학, S0963), 알루미늄(Al, Kojundo Chemical laboratory Co. Ltd., ALE04PB) 염소산칼륨 분말을 1:1.5:0.5로 칭량하여 실시예 1과 동일한 방법으로 가압 적충하고 자전 반응시켜 규소 주괴를 제조하였다. 이때, 총 혼합물의 중량은 10kg 이었다. 이후, 반응물 내부의 규소 주괴와 외부의 불순물로 분리하여 규소주괴를 제조하였다.
- [0040] 도 1은 본 발명의 실시예 1에서 제조된 규소 분말의 주사전자현미경사진이며, 평균적으로 0.5 내지 1 μm 크기의 분말이 제조됨을 알 수 있다.
- [0041] 2는 본 발명의 실시예 2에서 제조된 규소 주괴의 사진이며, 자전 연소 반응시 연소 영역의 규소가 녹은 후, 연소과가 전과됨에 따라 냉각되어 다결정체 규소로 이루어진 주괴형상이 얻어짐을 알 수 있다.
- [0042] 도 3은 실시예 1에서 제조된 규소의 X-선 회절 결과를 도시한 도면이다. 도 3에서 알 수 있듯이 다른 이상(phase)을 함유하지 않는 결정질의 규소가 제조됨을 알 수 있으며, 실시예 2 또한 실시예 1과 유사한 X-선 회절 결과를 얻을 수 있었다.
- [0043] 유도결합플라즈마 분광분석기(Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometer)를 이용하여 제조된 규소의 순도를 분석한 결과 실시예 1 및 실시예 2에서 제조된 규소가 99.9%이상의 순도를 가짐을 알 수 있었다.
- [0044] 이상과 같이 본 발명에서는 한정된 실시예에 의해 설명되었으나 이는 본 발명의 보다 전반적인 이해를 돕기 위해서 제공된 것일 뿐, 본 발명은 상기의 실시예에 한정되는 것은 아니며, 본 발명이 속하는 분야에서 통상의 지식을 가진 자라면 이러한 기재로부터 다양한 수정 및 변형이 가능하다.
- [0045] 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.

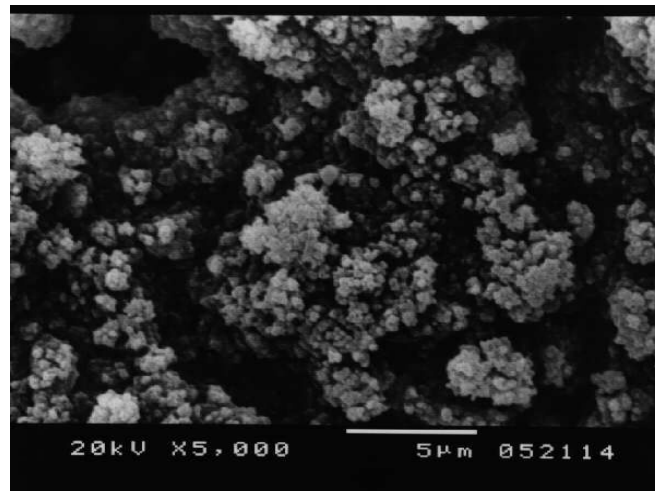
도면의 간단한 설명

- [0046] 도 1은 본 발명에 따른 실시예 1에서 제조된 규소 분말의 주사전자현미경 사진이며,

- [0047] 도 2는 본 발명에 따른 실시예 2에서 제조된 규소 주괴의 주사전자현미경 사진이며,
[0048] 도 3은 본 발명에 따른 실시예 1에서 제조된 규소 분말의 X-선 회절결과를 도시한 것이다.

도면

도면1



도면2



도면3

