(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0109081
(43) 공개일자 2017년09월27일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C30B 29/20 (2006.01) *C30B 11/00* (2006.01)
C30B 7/10 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C30B 29/20 (2013.01)
C30B 11/00 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2017-7026254(분할)
(22) 출원일자(국제) 2010년09월01일
심사청구일자 2017년09월18일
(62) 원출원 특허 10-2012-7006660
원출원일자(국제) 2010년09월01일
심사청구일자 2015년08월20일
(85) 번역문제출일자 2017년09월18일
(86) 국제출원번호 PCT/US2010/047506
(87) 국제공개번호 WO 2011/028787
국제공개일자 2011년03월10일
(30) 우선권주장
61/239,228 2009년09월02일 미국(US)
12/873,388 2010년09월01일 미국(US)

(71) 출원인
지티에이티 코포레이션
미국 뉴햄프셔 03054 메리맥 데니얼 웹스터 하이웨이 243
(72) 발명자
쉬미드 프레더릭
미국 매사추세츠주 마블헤드 길버트 하이츠 5
조이스 데이비드 비.
미국 매사추세츠주 마블헤드 호바트 로드 2
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
김명신, 김민철, 박지하, 박장규

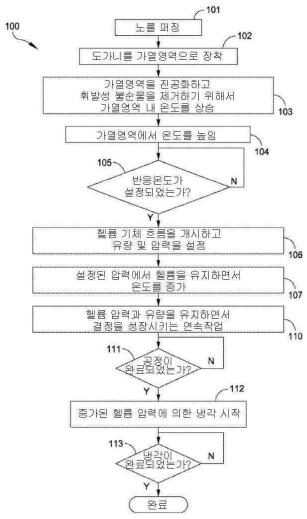
전체 청구항 수 : 총 21 항

(54) 발명의 명칭 **조절된 압력하에서 헬륨을 사용하는 고온 처리 방법**

(57) 요 약

결정 성장과 같이 물질을 처리하는데 사용되는 진공 노에서 원치 않는 보조 반응을 최소화하는 방법으로서, 가열 영역에서 열 안정성을 달성하고 열 흐름 변화를 최소화하며 가열 영역에서 온도 그라디언트를 최소화하기 위해 선정된 압력과 불순물을 제거하기 위한 유량으로, 헬륨을 노 챔버로 넣는 노 챔버 환경에서 공정이 실시된다. 냉각하는 동안 헬륨 압력은 냉각율을 증가시키기 위해서 열 그라디언트를 감소시키기 위해 사용된다.

대 표 도 - 도3



(52) CPC특허분류
C30B 7/10 (2013.01)
(72) 발명자
브로우일렛 존
미국 뉴햄프셔주 허드슨 글렌 드라이브 29
베티 다니엘 피.
미국 매사추세츠주 앤도버 뉴만 힐 드라이브 8
필포트 리안
미국 매사추세츠주 앤도버 프레몬트 레인 8

명 세 서

청구범위

청구항 1

사파이어 결정성 물질을 제조하는 방법으로서,

(a) 용융 원료(melt stock)를 갖는 도가니를 넣는 단계;

(b) 방향성 응고로의 가열 영역을 작동 압력값으로 진공화하는 단계;

(c) 상기 용융 원료를 적어도 일부 용융시키기 위해 상기 노의 가열 영역을 가열하는 단계;

(d) 상기 용융 원료를 완전히 용융시키기 위해 상기 노의 가열 영역을 최대 온도로 추가로 가열하는 단계;

(e) 상기 가열 영역을 냉각시킴으로써, 완전히 용융된 용융 원료로부터 사파이어 결정성 물질을 성장시키는 단계; 및

(f) 상기 노로부터 사파이어 결정성 물질을 제거하는 단계를 포함하며,

상기 단계 (b) 이후 및 단계 (e) 이전에, 상기 노의 가열 영역으로 들어가는 적어도 하나의 비반응성 기체의 유량을 설정하고, 이어서 상기 노의 가열 영역내에서 상기 적어도 하나의 비반응성 기체의 반응 압력을 상기 작동 압력값 이상으로 설정하는 단계를 추가로 포함하고,

상기 반응 압력은 사파이어 결정 성장 동안 부차 반응에 대한 반응 증기 압력에 종속하는, 사파이어 결정성 물질의 제조 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 적어도 하나의 비반응성 기체의 반응 압력과 유량을 설정하는 단계는 단계 (c) 이전에 실시되는, 사파이어 결정성 물질의 제조 방법.

청구항 3

제 2 항에 있어서,

(A) 용융 원료를 갖는 도가니를 노의 가열 영역에 넣는 단계;

(B) 노의 가열 영역을 작동 압력값으로 진공화하는 단계;

(C) 상기 용융 원료를 적어도 일부 용융시키기 위해서, 상기 노의 가열 영역을 가열하는 단계;

(D) 온도 증가 없이, 상기 노의 가열 영역으로 들어가는 적어도 하나의 비반응성 기체의 유량을 설정하는 단계;

(E) 상기 노의 가열 영역내에서 적어도 하나의 비반응성 기체의 반응 압력을, 상기 작동 압력 이상으로 설정하는 단계;

(F) 비반응성 기체 유량 및 반응 압력을 제어하면서 상기 용융 원료를 완전히 용융시키기 위해서, 노의 가열 영역을 최대 온도로 추가로 가열하는 단계;

(G) 비반응성 기체 유량 및 반응 압력을 제어하면서 상기 가열 영역을 냉각시킴으로써, 완전히 용융된 용융 원료로부터 사파이어 결정성 물질을 성장시키는 단계; 및

(H) 상기 노로부터 사파이어 결정성 물질을 제거하는 단계를 포함하는, 사파이어 결정성 물질의 제조 방법.

청구항 4

제 3 항에 있어서,

단계 (D)와 단계 (E)가 동시에 실시되는, 사파이어 결정성 물질의 제조 방법.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

단계 (a)에서, 상기 도가니는 상기 노의 가열 영역 내에 시드 결정을 포함하고, 상기 시드 결정은 단계 (d)에서 부분적으로 용융되는, 사파이어 결정성 물질의 제조 방법.

청구항 6

제 1 항에 있어서,

단계 (f) 이전에, 설정된 비반응성 유량과 반응 압력을 유지하면서 상기 노의 가열 영역내에서 사파이어 결정성 물질을 어닐링하는 단계를 추가로 포함하는, 사파이어 결정성 물질의 제조 방법.

청구항 7

제 1 항에 있어서,

단계 (f) 이전에, 상기 가열 영역을 기체로 다시 채우는(backfilling) 단계를 추가로 포함하는, 결정성 물질의 제조 방법.

청구항 8

제 7 항에 있어서,

상기 기체는 비반응성 기체인, 결정성 물질의 제조 방법.

청구항 9

제 1 항에 있어서,

상기 비반응성 기체는 헬륨, 아르곤, 수소 또는 질소인, 결정성 물질의 제조 방법.

청구항 10

제 1 항에 있어서,

상기 비반응성 기체는 헬륨인, 결정성 물질의 제조 방법.

청구항 11

제 1 항에 있어서,

상기 적어도 하나의 비반응성 기체의 설정된 유량은 1.0 SCFH 이하인, 결정성 물질의 제조 방법.

청구항 12

제 10 항에 있어서,

상기 적어도 하나의 비반응성 기체의 설정된 유량은 0.1 SCFH 내지 0.5 SCFH인, 결정성 물질의 제조 방법.

청구항 13

제 1 항에 있어서,

상기 적어도 하나의 비반응성 기체의 설정된 압력은 5 Torr 내지 250 Torr인, 결정성 물질의 제조 방법.

청구항 14

제 1 항에 있어서,

상기 노는, 노의 가열 영역내 도가니 아래의 중심부에 위치하며 냉각 기체를 통과하여 흐르게 함으로써 작동되는 열교환기를 포함하며,

상기 방법은, 단계 (c) 이전에, 상기 냉각 기체의 흐름을 개시함으로써 상기 열교환기의 동작을 개시하는 단계

를 추가로 포함하는, 결정성 물질의 제조 방법.

청구항 15

제 14 항에 있어서,

상기 냉각 기체는 헬륨인, 결정성 물질의 제조 방법.

청구항 16

제 14 항에 있어서,

단계 (c)에서, 상기 용융 원료는 완전히 용융되는, 결정성 물질의 제조 방법.

청구항 17

제 14 항에 있어서,

상기 적어도 하나의 비반응성 기체의 설정된 압력은 5 Torr 내지 50 Torr인, 결정성 물질의 제조 방법.

청구항 18

제 14 항에 있어서,

단계 (e)에서, 상기 가열 영역은 열교환기로 들어가는 냉각 기체 흐름을 증가시킴으로써 냉각되는, 사파이어 결정성 물질의 제조 방법.

청구항 19

제 14 항에 있어서,

단계 (e)에서, 상기 가열 영역은 적어도 하나의 비반응성 기체의 설정된 반응 압력을 가변시킴으로써 냉각되는, 사파이어 결정성 물질의 제조 방법.

청구항 20

제 1 항에 있어서,

상기 적어도 하나의 비반응성 기체의 설정된 반응 압력은 10 Torr 내지 30 Torr인, 결정성 물질의 제조 방법.

청구항 21

제 1 항에 있어서,

상기 사파이어 결정성 물질을 제조하는 방법은 적어도 하나의 원치 않는 온도 및 압력 의존성 부차 반응을 거치고,

(i) 적어도 하나의 원치 않는 부차 반응 각각에 대한 반응 온도에 따라, 반응온도 값을 설정하는 단계; 및

(ii) 적어도 하나의 부차 반응 각각에 대한 반응 증기 압력에 따라, 반응 압력값을 설정하는 단계를 추가로 포함하며,

상기 단계 (c)에서, 상기 노의 가열 영역은 설정된 반응 온도값보다 높은 온도로 가열되며, 단계 (e)에서 상기 적어도 하나의 비반응성 기체의 설정된 반응 압력은 작동 압력값보다 큰, 사파이어 결정성 물질의 제조 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 발명은 고온 작동 환경에서 물질을 처리하는 방법에 관한 것이다. 특히, 본 발명은 고온 진공노(high-temperature vacuum furnaces)에서 결정성 물질의 제조 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 하기 설명은 고온 진공노에서 결정의 제조 방법에 관한 것이지만, 본 명세서에 기술된 방법 및 장치는 이에 한정되는 것은 아니고 다양한 유리, 비결정 물질, 다결정 잉곳(ingots), 예컨대 실리콘 잉곳, 및 박막(thin films)의 제조를 포함하는 다양한 제품의 제조에 사용되는 고온 작동 환경에 적용할 수 있다.

[0003] 고온 진공노와 같은 환경에서 결정을 제조하는 방법은, 최종 결정 품질에 영향을 줄 수 있는 원치않는 부차 또는 2차 반응의 3가지 일반적인 카테고리 중 어느 하나 또는 모두를 발생시킬 수 있다. 상기 카테고리로는 (1) 고온 화학 반응, (2) 불안정한 화합물의 분해 및 (3) 특정 원소의 승화 또는 기화가 있다.

[0004] 고온 화학 반응은 일반적으로 탄소 또는 내화성 금속(refractory metals), 예컨대 몰리브덴 및 텅스텐을 포함하며, 이들은 고온 노의 제조에 종종 사용된다. 상기 반응이 일어나면, 이들은 노를 열화시킬 수 있다. 흑연-함유 노를 포함하는 반응의 예로는 하기 반응식 1과 반응식 2를 포함한다:

[0005] [반응식 1]

[0006] $$C(s)+2Mo(s)\rightarrow Mo_2C$$

[0007] [반응식 2]

[0008] $$H_2O(g)+C(s)\rightarrow CO+H_2(g)$$

[0009] 일산화탄소는 그후 내화성 금속과 반응함으로써 탄화물 및 휘발성 물질을 형성할 수 있다.

[0010] 몰리브덴 도가니(crucibles)는 진공내 고온에서 Al_2O_3와 또한 반응하여 하기 반응식 3을 형성하며, 또한 유사한 반응을 통해 다른 화합물을 형성한다:

[0011] [반응식 3]

[0012] $$Al_2O_3(s)+Mo(s)\rightarrow MoO_2(g)+AlO(g)+Al(g)$$

[0013] 1412℃의 용융 온도 및 10 Torr 미만의 압력에서 작동하는 실리카 도가니내 실리콘은, 하기 반응식 4에 의해서 반응하여 기체 SiO를 형성한다:

[0014] [반응식 4]

[0015] $$SiO_2(s)+Si(s)\rightarrow 2SiO(g)$$

[0016] 약 1400℃에서 기체 SiO는 10 Torr 미만의 압력에서 탄소와 반응하여, 고반응성(highly reactive) 일산화탄소(CO)와 SiC를 생성한다. 즉 하기 반응식 5와 같다:

[0017] [반응식 5]

[0018] $$2C(s)+SiO(g)\rightarrow SiC(s)+CO(g)$$

[0019] 탄화실리콘은 용융물로부터 성장된 실리콘의 품질을 심각하게 열화(degrade)시킬 수 있다.

[0020] 또한, CO는 10 Torr 미만에서 실리콘과 반응하여, 하기 반응식 6에 따라 탄소와 일산화실리콘을 형성한다:

[0021] [반응식 6]

[0022] $$CO(s)+Si(s)\rightarrow C(s)+SiO(g)$$

[0023] 상기 반응은 노의 더 차가운 영역의 표면에, SiO 기체의 원치않는 피착을 일으킬 수 있다. 또한, 탄화실리콘은 용융물로부터 성장된 실리콘의 품질을 심각하게 열화시킬 수 있다.

[0024] 높은 작동 온도에서, 어떤 화합물은 불안정하고 분해된다. 예를 들면 하기 반응식 7과 같다:

[0025] [반응식 7]

[0026] $$2MgO(g)\rightarrow 2Mg(s)+O_2(g)$$

[0027] 이에 의해 유리 산소(free oxygen)는 노 자체에서 사용된 물질과 노에서 처리된 물질 모두와 반응하여 산화물을

형성할 수 있다.

[0028] 다른 예로서, 스피넬(spinel)은 하기 반응식 8에 따라 산화마그네슘과 산화알루미늄으로 분해된다:

[0029] [반응식 8]

[0030] $$MgAl_2O_4(s) \rightarrow MgO(g) + Al_2O_3(s)$$

[0031] 여기서, MgO는 상기에 기술된 바와 같이 반응한다.

[0032] 승화 또는 기화는 특정 원소 또는 화합물이 고온으로 올라갈 때 발생한다. 알려진 바와 같이, 모든 금속 및 일부 내화성 물질은 고온에서 기화 또는 승화하는 경향이 있다. 흑연은 고온에서 탄소 증기로 승화될 것이다. 예를 들면, 흑연은 2200 ℃ 이상에서 탄소 증기로 승화될 것이다. 탄소 증기는 도가니와 반응하여 도가니 내용물을 오염시킬 수 있다.

[0033] 결정 제조 방법에서, 부차 반응, 예컨대 상기 반응(1) 및 승화 반응은 기체 물질(gaseous species)을 생성할 수 있다. 알려진 바와 같이, 상기 기체는 처리될 물질에 포획되어, 예를 들어 개재물(inclusion) 또는 기포와 같은 결함을 결정이 가지게 하여 바람직하지 않은 광 산란(light scatter)을 일으킨다.

[0034] 고온 환경에서, 가열 요소는 가열 요소의 저항의 변화 또는 파워 소스 변화(power source variations)로 인한 "열점(hot spots)", 또는 예를 들면 누설 절연(leaky insulation)에 의해 유발된 "냉점(cold spots)"의 존재에 또한 영향을 받기 쉽다. 처리하는 중에, 열점과 냉점은 불균일하거나 비대칭적인 결정 성장을 일으킬 수 있다. 결정 성장 및 냉각 중에, 열점 및/또는 냉점은 결정에서 열 응력 그라디언트(thermal stress gradients)를 생성하여, 격자 비틀림(lattice distortion) 및/또는 크래킹(cracking)을 일으키는 전위(dislocation)를 포함하는 응력 결함(stress defect)을 일으킬 수 있다. 알려진 바와 같이, 가열 영역 내부에서 반응하는 이전 반응 생성물의 미세 입자의 존재 또는 노 제조 물질, 예컨대 흑연 펠트 또는 수분의 존재는, 노 성능을 저하시키고 심지어 뷰포트(viewports)를 통한 보기(viewing)를 불명료하게 한다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0035] 고온 환경에서 처리하는 동안, 원치 않는 부차 반응(ancillary reactions) 및 원치 않는 온도 그라디언트를 최소화하는 방법 및 제어가 필요하다.

과제의 해결 수단

[0036] 본 발명의 하나의 측면에 따르면, 하기 단계를 포함하는 결정성 물질을 제조하는 방법이 개시된다: (a) 용융 원료(melt stock) 및 선택적 시드 결정(seed crystal)을 갖는 도가니를 노의 가열 영역에 넣는 단계; (b) 상기 노의 가열 영역을 작동 압력값으로 진공화하는(evacuating) 단계; (c) 상기 용융 원료를 적어도 일부 용융시키기 위해 상기 노의 가열 영역을 가열하는 단계; (d) 상기 용융 원료를 완전히 용융시키고, 선택적으로 상기 시드 결정을 일부 용융시키기 위해 상기 노의 가열 영역을 최대 온도로 추가로 가열하는 단계; (e) 상기 가열 영역을 냉각시킴으로써, 완전히 용융된 용융 원료 및 선택적으로 일부 용융된 시드 결정으로부터 결정성 물질을 성장시키는(growing) 단계; 및 (f) 상기 노로부터 결정성 물질을 제거하는 단계. 상기 방법은 노의 가열 영역으로 들어가는 적어도 하나의 비반응성 기체의 유량을 설정하고, 이어서 노의 가열 영역내에서 상기 적어도 하나의 비반응성 기체의 압력을 상기 작동 압력 이상으로 설정하는 단계를 추가로 포함하며, 상기 단계는 결정성 물질의 성장 단계 이전에 실시한다.

[0037] 본 발명의 다른 측면에 따르면, 결정성 물질을 제조하는 노가 개시된다: 상기 노는 가열 영역(heat zone); 상기 가열 영역 내에서 진공을 유지하고 노에 연결된 진공 펌프 어셈블리(vacuum pump assembly); 상기 가열 영역에 열을 제공하고 가열 영역을 둘러싸는 적어도 하나의 히터(heater); 적어도 하나의 비반응성 기체를 상기 가열 영역으로 공급하고 상기 노에 연결된 비반응성 기체 시스템(non-reactive gas system); 및 상기 가열 영역내에서 비반응성 기체의 유량과 압력을 설정하고 유지하며 상기 진공 펌프 어셈블리와 노에 연결되는 비반응성 기체 조절 시스템(non-reactive gas regulating system)을 포함한다. 상기 노는 열교환기(heat exchanger)를 추가로 포함할 수 있다.

[0038] 본 발명의 다른 측면에 따르면, 온도 및 압력에 의존하는 적어도 하나의 원치 않는 부차 반응을 거치는 결정 또

는 잉곳을 제조하기 위한 고온 진공 노에서 환경을 안정화하는 방법이 개시되며, 상기 방법은 (A) 적어도 하나의 부차 반응들 각각에 대한 반응 증기 압력에 따라서 반응 압력값을 설정하는 단계; (B) 가열 영역 환경에서 비반응성이고 작은 분자 크기, 높은 비열(specific heat) 및 높은 열전도성(heat conductivity)을 특징으로 하는 기체를 가열 영역을 통과하도록 하는 단계; 및 (C) 가열 영역내에서 설정된 반응 압력값으로 비반응성 기체의 압력을 조절하는 단계를 포함한다.

도면의 간단한 설명

[0039] 첨부된 청구범위는 본 발명의 주제를 특별히 나타내고 명확하게 청구한다. 본 발명의 다양한 목적, 이점 및 신규한 특징은 첨부된 도면과 함께 하기 상세한 설명을 해석함으로써 더욱 완전히 명백해질 것이다.

도 1은 본 발명을 제1 타입의 노에 적용하는 것을 나타내는 블록도(block diagram)이다.

도 2는 본 발명을 제2 타입의 노에 적용하는 것을 나타내는 블록도이다.

도 3은 상기 도 1 및 도 2를 포함하는 다양한 노에 적용할 수 있는, 본 발명의 따른 공정 제어 방법을 약술하는 기본 흐름도이다.

도 4는 제1 비교 공정을 사용하는 결정의 품질 분석을 나타낸다.

도 5는 제2 비교 공정을 사용하는 결정의 품질 분석을 나타낸다.

도 6은 사파이어 결정을 제조하기 위해 본 발명을 구현하는 공정 제어 방법에 대한 기본 흐름도이다.

도 7은 본 발명을 사용함으로써 달성되는 사파이어 결정의 품질 분석을 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0040] 2개의 특정 노, 즉 도 1의 물질 처리 노와 도 2의 열교환법(HEM) 노가 상세하게 기술된다. 그러나 본 발명은 브리즈만(Bridgman), 스톡바거 (Stockbarger), 서멀 그라디언트 동결(Thermal Gradient Freeze), 탑시드 키로폴로스(Top Seeded Kyropolous), 서멀 그라디언트 기술(Thermal Gradient Technique) 및 기타 용광로에서의 결정을 성장시키거나 또는 방향성 응고(directional solidification)에 의해 잉곳을 성장시키는데 적용될 수 있으며, 여기서 온도 안정성, 균일성 및 제어가 중요하다.

[0041] 물질 처리 노(Material Processing Furnace)

[0042] 도 1에 나타낸 본 발명에 따른 물질을 처리하는데 적합한 노 시스템(furnace system, 10)은 진공 밀봉 노 챔버(vacuum tight furnace chamber, 11)를 포함한다. 진공 펌프 어셈블리(vacuum pump assembly, 12)는 노 챔버(11)의 내부를 진공화하고, 진공 펌프(12P), 진공 컨트롤러 측정을 제공하기 위한 메인 진공 게이지(12G) 및 진공 밸브(12V)를 포함하는 것이 도시되어 있다. 상기 진공 시스템이 당분야에 알려져 있다.

[0043] 본 실시양태에서, 노 챔버(11)에서 절연체(15)는 절연된 가열 영역(16)을 형성한다. 절연체(15)는 흑연계 물질, 예컨대 흑연 펠트 또는 다른 내화성 물질을 포함할 수 있다. 다수의 공지된 수단 또는 구조에 의해서 형성될 수 있는 가열 영역(16)이 다양한 노 디자인에 사용된다.

[0044] 도 1에서 가열 영역(16)은 노 제어 캐비넷(21)내 파워 공급원으로 연장되는 리드(20)를 구비한 흑연 저항 히터(17)를 포함한다. 적어도 하나의 고온계(pyrometer, 22)는 공정 제어를 위한 온도 입력 시그날을 제공하기 위해서, 윈도우와 포트, 예컨대 윈도우(23A) 및 포트(23B)를 통해서 공정 온도를 측정한다. 본 실시양태에서, 가열 영역(16)내에 위치하는 적절하게 조건화된 도가니(25)는 용융 원료를 구성하는 물질 혼합물을 포함한다. 저항 히터(17)는 도가니(25)를 둘러싼다. 상기 히터 및 제어가 당분야에 알려져 있다.

[0045] 본 실시양태에서, 노 시스템(10)은 비반응성 기체 시스템(30)을 구현하도록 구성된다. 기체 시스템(30)은 가열 영역(16)을 포함하는 노 챔버(11)에 의해서 한정되는 공간(volume)으로 비반응성 기체를 공급한다. 기체 시스템(30)은 공급 탱크(31) 또는 다른 공급원을 포함한다. 플로우 컨트롤러(32)는 플로우 모니터(33)를 포함하며, 노 챔버(11)로 기체 유량(flow rate)을 조절한다. 종래의 플로우 조절 시스템은 상기 기능을 실시하도록 구성될 수 있다.

[0046] 상기 기체 시스템(30)은 비반응성 기체를 가열 영역(16)으로, 바람직하게는 진공 밸브(42)가 닫혀진 상태에서 노 챔버(11)의 베이스에서 포트(40)를 통해서 공급한다. 압력 조절기(pressure regulator, 41)는 제어된 방식으로 진공 라인(43)을 통해서 진공 펌프 어셈블리로 기체를 흘림으로써, 노 챔버(11)에서 기체 압력을 조절한다.

기술되는 바와 같이, 본 발명에 따른 작동 중에 어떤 지점에서 메인 진공 밸브(12V)를 닫고, 밸브(42)를 열어서 진공 챔버(11)로부터 진공 펌프(12)로의 압력 조절된 배기 경로를 제공한다. 결과적으로, 가열 영역(16)에서의 압력이 증가되도록 하고, 그 후 소정 압력에서 유지되도록 한다. 가변 유량 및 소정 압력에서 기체를 제공하기 위한 시스템이 당분야에 알려져 있다.

[0047] 열교환법(Heat Exchanger Method, HEM) 노

[0048] 도 2는 HEM(열교환법) 노(50)를 도시하였다. 상기 노의 변형은 미국 특허 제3,653,432호, 제3,898,052호, 제4,256,530호, 제4,840,699호 및 제7,344,596호에 개시되어 있다. 도 2에서, 노 시스템(50)은 진공 밀봉 노 챔버(51)를 포함한다. 진공 펌프 어셈블리(52)는 노 챔버(51)의 내부를 진공화하고, 당분야에 알려진 바와 같이 진공 펌프(52P), 진공 컨트롤러 측정을 제공하기 위한 진공 게이지(52G) 및 메인 진공 밸브(52V)를 포함하는 것이 도시되어 있다. 노 챔버(51)에서 절연체(55)는 다양한 변형에 따라 제조될 수 있는 가열 영역(56)을 한정한다.

[0049] 가열 영역(56)은 노 제어 캐비넷(61)과 일반적으로 결합된 파워 공급원으로 연장되는 리드(60)를 갖춘 흑연 저항 히터(57)에 의해서 구속된다. 적어도 하나의 고온계(62)는 공정 제어를 위한 온도 입력 시그날을 제공하기 위해서, 윈도우와 포트, 예컨대 윈도우(63A) 및 포트(63B)를 통해서 공정 온도를 측정한다. 열교환기(64)는 도가니의 바닥 중심으로부터 열을 빼내기 위해서, 제어된 속도로 냉각 기체, 특히 헬륨을 주입하기 위한 내부 튜브를 구비한 폐쇄형 내화성 금속 튜브를 포함할 수 있다. 상기 열교환기(64)는 저항 히터(57)에 의해서 둘러싸인 적당하게 조건화된(conditioned) 도가니(65)를 지지한다. 도가니(65)는 최종 결정을 생성하게 되는 용융 원료 물질 혼합물을 포함한다.

[0050] 도 2에서, 열교환기(64)는 헬륨 공급 탱크(71) 또는 다른 공급원을 구비하는 헬륨 냉각 시스템(70)을 연결함으로써 선택적 냉각을 제공한다. 헬륨 재순환 펌프(recirculation pump, 72)는 열교환기(64)로 들어가는 기체 유량을 제어하는 질량 흐름 컨트롤러(mass flow controller, 73) 또는 밸브로 헬륨 기체를 펌프한다. 열교환기(64)로의 가변성 헬륨 흐름 조절 및 히터(57)의 가변성 온도 조절의 조합은, 양호한 방향성 응고 또는 결정 성장을 위해, 도가니의 바닥에서 시드와 용융물로부터 열을 방향성 있게 뽑아낼 수 있다. 즉, 열교환기(64)는 목적하는 고체-액체 계면 형상 및 성장율을 생성하기 위해, 제어된 방식으로 헬륨 흐름을 증가시켜 열교환기 온도를 감소시킴으로써, 단일 결정 성장을 위한 시드 결정에서 도가니의 바닥 중심에서 온도를 발생한다. 이로 인해 단일 결정 성장은 고체-액체 계면이 진행될 때 액체로 불순물을 효과적으로 분리하는 높게 제어된 액체 및 고체 온도 그라디언트하에서 발생한다. 결정 성장이 도가니의 내부에서 일어나는 잉곳-성장법과, 브리즈만(Bridgman), 스톡바거(Stockbarger) 및 기타 결정-성장법과 같이 도가니의 바닥으로부터 결정이 성장되는 결정 성장법은, 노의 형태 및/또는 처리될 물질 각각에 대해서 최선의 공정 조건을 달성하기 위해서 조절된 헬륨 흐름을 갖춘 열교환기(64) 또는 다른 균등한 장치를 사용함으로써 유익할 것이다.

[0051] 본 실시양태에서, 노 시스템(50)은 헬륨 기체 또는 다른 비반응성 기체를 시스템(80)으로 혼입하는데 적합할 수 있다. 상기 기체 시스템(80)은 공급 탱크(81) 또는 다른 공급원을 포함한다. 질량 흐름 컨트롤러(82) 및 플로우 모니터(83)는 기체가 도관(84)을 통해서 노 챔버(51), 바람직하게는 바닥으로 흐르도록 허용되는 유량을 제어한다.

[0052] 도 1의 장치에서와 같이, 노 시스템(50)은 진공 펌프 시스템(52)이 진공 밸브(52V)를 통해서 가열 영역(56)을 진공화할 때 초기 설정된 진공하에 작동한다. 제2 진공화 경로(evacuation path)가 밸브(86)를 통해서 진공 펌프 시스템(52)으로 배출하는 압력 조절기(85) 및 컨트롤 밸브(84)를 통해서 제공된다. 본 발명에 따른 작동 중에 어떤 지점에서, 메인 진공 밸브(52V)를 닫고 밸브(84)를 열어서 가열 영역(56)내에서 제어가능한 기체 압력을 제공한다.

[0053] 공정 제어

[0054] 본 발명의 하나의 측면에 따르면, 결정성 물질을 제조하는 방법이 개시되며, 상기 방법은 용융 원료를 구비한 도가니를 노의 가열 영역으로 제공하는 단계 및 노의 가열 영역을 작동 압력값(일반적으로 1 Torr 미만임)으로 진공화하는 단계를 포함한다. 선택적으로, 상기 도가니는 또한 시드 결정을 포함할 수 있다. 상기 방법에서, 노의 가열 영역이 가열되어 상기 용융 원료를 적어도 일부 용융시킨 후에, 최대 온도로 추가로 가열하여 융융 원료를 완전히 용융시키고, 시드 결정이 사용되는 경우 선택적으로 시드 결정을 일부 용융시킨다. 상기 방법은 가열 영역을 냉각시킴으로써, 완전히 용융된 용융 원료 및 선택적으로 일부 용융된 시드 결정으로부터 결정성 물질을 성장시키는 단계를 추가로 포함한다. 상기 결정성 물질은 그후 노로부터 제거될 수 있다.

[0055] 본 발명의 방법은 노의 가열 영역으로 들어가는 적어도 하나의 비반응성 기체의 유량을 설정하고, 이어서 노의 가열 영역에서 적어도 하나의 비반응성 기체의 압력을 작동 압력 이상으로 설정하는 단계를 추가로 포함하고, 상기 단계는 결정성 물질을 성장시키는 단계(용융 원료를 용융시키는 단계 포함) 이전에 실시된다. 본 발명에 따라 상기에 기술된 바와 같이, 공정 제어는 노 환경에서 비반응성이고, 작은 분자 크기, 높은 비열 및 높은 열전도성을 갖는 다른 기체 또는 헬륨을 사용함으로써 달성된다. 본 발명에 따라 사용하기 위한 후보물질인 비반응성 기체는 아르곤, 헬륨 및 질소를 포함하며, 산소-불포함 환경에서는 수소를 포함한다.

[0056] 바람직한 실시양태에서, 헬륨이 상당한 이점을 갖기 때문에 선택된다. 헬륨은 고온에서 반응하지 않는다. 아르곤과 질소보다 더 양호한 열전도성 및 더 높은 비열을 가지므로, 더 양호한 온도 안정성을 제공한다. 아르곤보다는 작은 분자 크기 및 양호한 흐름 특성을 갖는다. 이것은 대류성 열을 양호하게 전달할 수 있고 진공에서 물질 밖으로 기체를 더 양호하게 확산시킨다. 수소는 헬륨보다 양호한 열전도성 및 더 작은 분자 크기를 갖고 있지만, 수소는 환원 기체이며, 특히 높은 작동 온도 및 상기 공정 조건에서 산소와 접촉할 때 폭발하므로 대부분의 물질을 처리하는데 사용될 수 없다. 그러므로 하기 공정 제어는 헬륨 기체 사용의 관점에서 나타내었다. 그러나 명백해지는 바와 같이 열 흐름 및/또는 온도 균일성이 중요하지 않아 헬륨과 비교하여 유사한 효과를 제공하는 일부 공정에서는, 아르곤 또는 질소가 사용될 수 있다.

[0057] 상기에서 상세하게 토의된 바와 같이, 고온 진공 노에서 결정을 제조하는 방법은 최종 결정 품질에 영향을 줄 수 있는 다양한 원치 않는 부차 또는 2차 반응을 발생할 수 있다. 각 원치 않는 부차 반응은 2가지 특성, 즉 (1) 반응 온도 및 (2) 반응 증기 생성물(기체 또는 고체일 수 있음)을 갖는다. 상기 반응 온도는 원치 않는 부차 반응이 발생할 때의 최소 온도이다. 반응 생성물이 기체이면, 반응 증기 압력 또는 반응 압력은 부차 반응이 억제되는 압력 이상이다. 반응 온도 및 증기 압력에 대한 특정 값은 상기에서 확인된 시스템 및 다른 노 시스템에서 발생하는 상이한 반응에 대해 알려져 있다.

[0058] 분해 반응은 분해 생성물의 전체 증기 압력보다 크거나 또는 동일한 압력으로 비활성 기체 압력을 부과함으로써 종종 억제될 수 있다. 예를 들면, 카보네이트 분해 반응은 CO_2의 분해 증기 압력이 전체 압력보다 클 때만, 심지어 CO_2의 부분 압력이 평형보다 작을 때 상당한 속도로 진행된다. 유사하게, Si_3N_4의 증기 압력보다 전체 압력이 더 크게 유지되면, Si_3N_4의 분해가 억제될 수 있다.

[0059] 오직 하나의 원치 않는 부차 반응과 관련된다면, 반응 역치는 상기 원치 않는 부차 반응에 대한 반응 온도 및 증기 압력에 대해서 설정될 수 있다. 다수의 원치 않는 부차 반응이 포함되고 작동 온도가 역치 반응 온도보다 더 높은 경우, 압력은 각 포함된 부차 반응의 증기 압력보다 더 높아야 한다. Schmid의 *Origin of SiC Impurities in Silicon Crystals Grown from the Melt in Vacuum*, J. Electrochem. Soc. 126 (1), 935 (1979)를 참조한다.

[0060] 증기 압력 역치는 반응 증기 압력의 최대값보다 더 크게 선택되며, 최소 헬륨 유량은 불순물과 오염물을 배출하도록 설정된다. 당분야의 통상의 지식을 가진 사람에게 명백한 바와 같이, 반응 온도 및 압력 역치는 키네틱스(kinetics)를 포함하며, 특정 반응에 대한 열화학적 산출, 경험 및 실험에 의해서 결정된다. 하기 토의에서, 가능한 원치않는 부차 반응의 분석으로, 공정에 대한 임계값으로 사용되는 설정된 반응 압력값과 설정된 반응 온도값을 생성할 것이다.

[0061] 도 3에서, 본 발명의 공정(100)은 당분야에 알려져 있는 일반적인 일련의 예비 단계들 101 내지 104로 시작한다. 본 특정 실시양태에서, 단계 101은 깨끗하게 하기 위해 노를 퍼징(purging)하는 공정을 나타낸다. 단계 102의 마지막에, 도가니는 노의 가열 영역내에 있고 처리될 물질을 포함한다. 단계 103은 가열 영역의 진공화(evacuation)와 휘발성 불순물을 제거하기 위한 소성 온도를 나타낸다. 단계 104에서 조건화한 이후에, 가열 영역내 온도는 도가니내에 내용물을 처리하기 위한 램프업(ramp up)을 시작한다.

[0062] 단계 105에서 온도가 설정된 반응 온도까지 증가되었는지를 측정하고, 단계 106에서 기체 발생을 최소화하기 위해서 가열 영역내 압력을 설정된 유량 및 반응 압력이 되도록 헬륨 기체 흐름을 개시한다. 상기 헬륨 기체 유량은 정확하게 제어된 압력을 유지하고, 가열 영역을 오염시킬 수 있는 오염 물질 및 가열 영역내 처리될 물질을 제거(flush out)하기에 충분해야 한다. 일반적으로, 진공 노는 처리될 물질에 따라서, 헬륨 기체의 5 Torr 내지 250 Torr의 범위에서 작동된다. 상기 범위에서 압력을 유지하는 것은, 노 챔버로 헬륨 흐름이 들어가고 나가는 종래 시스템으로 용이하게 이루어질 수 있다.

[0063] 헬륨이 노 챔버의 바닥으로부터 가열 영역으로 들어갈 때, 헬륨이 충분히 가열되도록 유량이 보증되어야 한다.

알려진 바와 같이, 뜨거운 영역에서 차가운 영역으로 가열 영역에서의 열 전달의 증가는 온도 그라디언트를 최소화하기 위해 더욱 증가되어, 가열 영역에서 큰 온도 균일성을 달성할 것이다. 노 챔버의 가열 영역으로부터 차가운 부분으로의 전체 열전달이 또한 증가할 것이다. 명백한 바와 같이, 이러한 열전달의 증가는 파워를 더 공급하기 위해서 히터 제어를 요구할 것이다. 양호한 열전도성 및 양호한 흐름 특성을 갖는 헬륨은, 가열 영역에서 열 전달을 향상시키고 챔버의 내부 벽으로 절연체를 통해 열 흐름을 증가시킨다. 즉, 차례로 더 높은 파워를 요구한다. 열 흐름은 압력의 증가 또는 감소에 따라 증가되거나 또는 감소될 수 있다. 주어진 공정에 있어서, 최소 압력은 가열 영역에서 양호한 열 균일성을 제공하나, 파워 요구량을 최소화하며 유량이 가열 영역으로부터 불순물을 제거하기에 충분하도록 선택되어야 한다. 양호한 흐름 특성은 가열 영역의 내부에서 외부로 개구부를 통해서 헬륨이 흐르도록 한다. 개구부는 굴뚝(chimneys)으로서 작용하고, 요구되는 파워를 증가시키며 온도 변화를 일으키기 때문에, 가열 영역 밖에 개구부는 최소화하는 것이 중요하다. 이상적으로, 개구부는 가열 영역에서 최소화되고 대칭이어야 한다.

[0064] 일단 기체 흐름이 단계 107에서 이의 설정된 파라미터(parameters)에 도달하면, 가열 영역 온도가 증가되고 진공 시스템으로의 헬륨 흐름을 조절하는 조절기에 의해서 헬륨 압력을 조절한다.

[0065] 단계 110은 헬륨 압력과 유량을 유지하면서 결정을 성장시키는 연속 작동을 나타낸다. 도 1 및 도 2에서, 압력 조절기(41 및 85) 및/또는 관련 제어에 의한 압력 변환기(pressure transducer)는, 필수의 압력 제어를 제공한다.

[0066] 예로서 단계 110 동안, 흑연 저항 노 챔버에는 강한 환원 전위가 존재한다. 산소 누출이 있다면, 탄소 증기는 산소와 반응하여 일산화탄소를 형성할 수 있다. 그후 일산화탄소가 도가니에서 처리될 내용물과 반응하여 이를 환원시킨다.

[0067] 산화알루미늄을 포함하는 특정 공정에서, 도가니는 몰리브덴으로 구성될 수 있다. 상기는 산화알루미늄을 아산화물(suboxides)로 환원시키고 산화몰리브덴을 형성할 것이다. 본 발명에 따라 적용된 헬륨 압력은 산화알루미늄의 환원을 최소화시키고, 수득된 결정에서 광 산란을 감소시킨다.

[0068] 헬륨 분위기는 고온에서 금속, 내화성 물질, 흑연 또는 탄소의 기화를 억제하는 것으로 사료된다. 상기 증기는 반응하여 노 성분들을 열화시키고, 오염시키고 및/또는 처리될 물질을 환원시킨다. 헬륨 압력을 유지하는 것은, 전위 및 격자 뒤틀림의 원인인 온도 그라디언트 및 변동(fluctuation)을 최소화함으로써 가열 영역 온도를 안정화하는 것이 나타난다.

[0069] 단계 111에서 성장이 완료된 것이 측정되고, 냉각은 단계 112에서 시작된다. 본 발명에 따르면, 상기 냉각은 증가된 헬륨 압력에서 일반적으로 단계 110 중에 사용된 압력(예컨대, 설정된 반응 압력값) 이상으로 헬륨 압력을 증가시킴으로써 실시된다. 압력을 증가시키는 것은 열점 및 냉점을 최소화함으로써 가열 영역에서 온도를 안정화시킨다. 또한, 헬륨 또는 기타 기체의 압력을 증가시키는 것은 노의 수냉 챔버에 대한 열 손실을 증가시키는 것이 또한 발견되었다. 상기는 가열 영역에서 그라디언트를 감소시킴으로써 단계 113의 냉각 시간을 감소시키고, 성공적인 어닐링(annealing)의 가능성을 증가시키고 전체 사이클 시간을 감소시킬 수 있다.

[0070] 상기에 기술된 본 발명의 방법의 이해와 함께, 본 발명의 이점 없이 사파이어 결정을 성장시키는 방법의 2개의 특정 예를 기술한 후 본 발명을 포함하는 공정의 특별 예와 이와 같이 제조된 결정을 기술함으로써, 본 발명의 이점을 기술하는데 도움을 줄 것이다.

[0071] 알려진 바와 같이, 사파이어 결정은 발광 다이오드의 제조에 기재 (substrate)로서 유용하다. 또한, 알려진 바와 같이, 상기 목적을 위해 사용된 사파이어 결정은, 선정된 수준 이하인 높은 변위 밀도 및 광 산란 부위 밀도에 기인된 격자 뒤틀림을 분명히 가질 것이다.

[0072] 도 4는 비반응성 기체의 흐름 없이 도 2에서 나타낸 타입의 종래 진공 노에서 제조된 사파이어 불(sapphire boule)의 비교 실시예이다. 상기는 불의 C축을 따른 단면에 기초하는, 도 4에 나타낸 바와 같은 사파이어 불을 수득한다. 도 4의 크로스-해치된 부분(cross-hatched portion)은 발광 다이오드 적용을 위한 격자 뒤틀림 및 산란 부위 요건을 만족하는 상기 불의 작은 부분을 나타낸다.

[0073] 도 5는 도 4의 불을 제조하는 방법이 압력 제어 없이 헬륨을 노로 첨가함으로써 변형되는 실험에 의해서 제조된 사파이어 불의 다른 비교 실시예이다. 크로스-해치된 영역은 격자 뒤틀림 및 산란 부위 상세를 만족하므로 발광 다이오드의 제조에 사용될 수 있는 불의 일부를 나타낸다. 정밀 검사에 의해서, 이는 전체 불 부피의 작은 분율(percentage)이다. 또한, 상기 불의 제조를 위한 공정 사이클이, 도 4의 불에 대한 공정 사이클보다 긴 것을 발

견하였다.

[0074] 도 6은 본 발명에 따른 알루미나로부터 사파이어 결정을 제조하는 방법의 흐름도이다. 단계 201은 (i) 제자리에 남아 있도록 시드를 도가니내 중심에 모우고, (ii) 도가니를 노 내에 넣고, (iii) 알루미나 용융 원료가 도가니로 첨가되는 물리적 요건을 나타낸다.

[0075] 단계 202는 임의의 주요 불순물이 진공에 의해서 제거될 수 있도록, 노를 진공화 및 초기 가열하는 것을 포함하는 초기 단계이다. 동시에, 냉각 기체, 예컨대 헬륨이 열교환기, 예컨대 도 2에서 열교환기(64)를 통해서 흐르기 시작한다. 다음에, 단계 203에서 가열 영역에서 온도가 계속 상승하여 용융이 관찰된다. 상기 상승(ramp)은 다수의 공지된 방법에 의해서 측정되고 제어될 수 있다.

[0076] 본 특정 실시예에서, 상기 측정은 도가니의 상부로부터 방사율(emissivity)을 모니터함으로써 만들어진다. 용융이 발생될 때, 방사율이 변경된다. 방사율 변경 검출 장치는 당분야에 알려져 있으며, 상기는 다양한 종류가 있고, 상기는 용융의 개시를 다양한 방법으로 알려준다. 상기가 발생될 때, 공정은 용융 단계로 바뀐다.

[0077] 용융 단계에서 단계 205에서, 노를 통한 헬륨 기체 흐름은 특정 속도에서 시작하고, 메인 진공 밸브, 예컨대 도 2에서의 메인 진공 밸브(52V)가 개방되어 가열 영역을 정화(purge)하거나 불순물 제거(flush)를 한다. 상기는 불순물의 제거를 완료하기 위해서 충분한 시간동안 계속한다.

[0078] 단계 205의 작동이 완료되면, 단계 206에서 메인 진공 밸브는 닫힌다. 그리고 가열 영역으로 흐르는 헬륨은, 가열 영역에서 압력을 제어하는 진공 비례제어 밸브(vacuum proportional valve)를 통해서 제거된다. 압력은 5-50 Torr, 바람직하게는 10-30 Torr의 범위내에 있고, 유량은 1.0 SCFH, 예컨대 0.1-0.5 SCFH를 포함하는 0.05-1.0 SCFH 보다 크지 않다. 본 발명에 따른 단계 207에 개시된 바와 같이, 상기 헬륨 압력 및 흐름은 나머지 사이클을 통해서 제어된다. 상기 압력과 유량을 제어함으로써, 원치 않는 부차 반응이 억제되고 상기 불순물이 가열 영역으로부터 제거된다고 여겨진다.

[0079] 단계 206에서, 용융된 알루미나가 시드로 침투하는 최대값(예컨대, "시딩 온도(seeding temperature)")으로 온도가 증가된다. 온도 증가율 및 상기 최대 온도값에서 공정 지속 기간은, 다수의 요인 및 경험에 좌우된다.

[0080] 단계 211에서, 성장 단계는 제어된 방식으로 온도를 감소시킴으로써, 시작된다. 특히, 열교환기(도 2에서 64)를 통한 헬륨 흐름이 증가됨으로써, 도가니 및 이의 용융된 내용물로부터 열을 제거한다. 열교환기에서 헬륨 흐름의 변경의 최적율은 실험적으로 결정되지만, 일단 결정되면 주어진 노에 대해서 본질적으로 재현가능하게 유지된다. 상기 열 배출은 방향성 응고를 발생시킬 수 있어서, 최종 결정을 생성하게 하고 가열 영역에서 온도가 어닐링점 온도에 도달할 때까지 계속된다. 어닐링 온도가 단계 212에서 도달되어질 때, 결정이 어닐링된다. 단계 213에서, 노는 분리되고 헬륨은 가열 영역을 다시 채우기 위해서 흐름이 계속된다. 그후에 수득된 결정이 제거될 수 있다.

[0081] 실시예

[0082] 도 7은 도 6의 공정을 사용하여 제조된 불의 C축을 따른 단면도이다. 빗금 영역은 최소 격자 뒤틀림 및 산란 부위 상세를 만족하여 발광 다이오드의 제조에 사용될 수 있는 불의 일부를 나타낸다. 도 4 및 도 5에 나타낸 것보다 유용한 부피가 상당히 증가한다. 더욱이, 상기 불에서 유용한 부피는 격자 뒤틀림 및 산란 부위 요건 모두를 초과한다. 상기 개선된 제품에 대한 사이클 시간은, 도 4에서 공정 실행에 대한 사이클 시간과 거의 동일하다.

[0083] 경험으로부터, 다른 노는 상이한 특성을 가질 수 있다고 알려져 있다. 어떤 특성은 성장 단계 중에 변경을 일으켜서 최종 결정의 품질에 부정적인 영향을 줄 수 있다. 상기 조건이 존재하고 상기 조건이 성장 단계 동안 열 전달의 일정한 특성을 변경함으로써 극복될 수 있을 때, 파워 공급 설정을 변경하지 않고도 온도 보정이 만들어질 수 있다. 특히, 가열 영역에서 헬륨 압력을 변경하는 것은 매우 양호한 제어에 의해 가열 영역에서의 온도를 변경하는데 효과를 갖는 것을 발견하였다. 그러므로 통상 설정된 헬륨 압력은 일정할 수 있으나, 상기 압력은 상기 변경에 영향을 미치도록 요구되는 것과 같이 의도적으로 변경될 수 있고, 본 발명의 이점이 특히 성장 단계 중에 이루어질 수 있다.

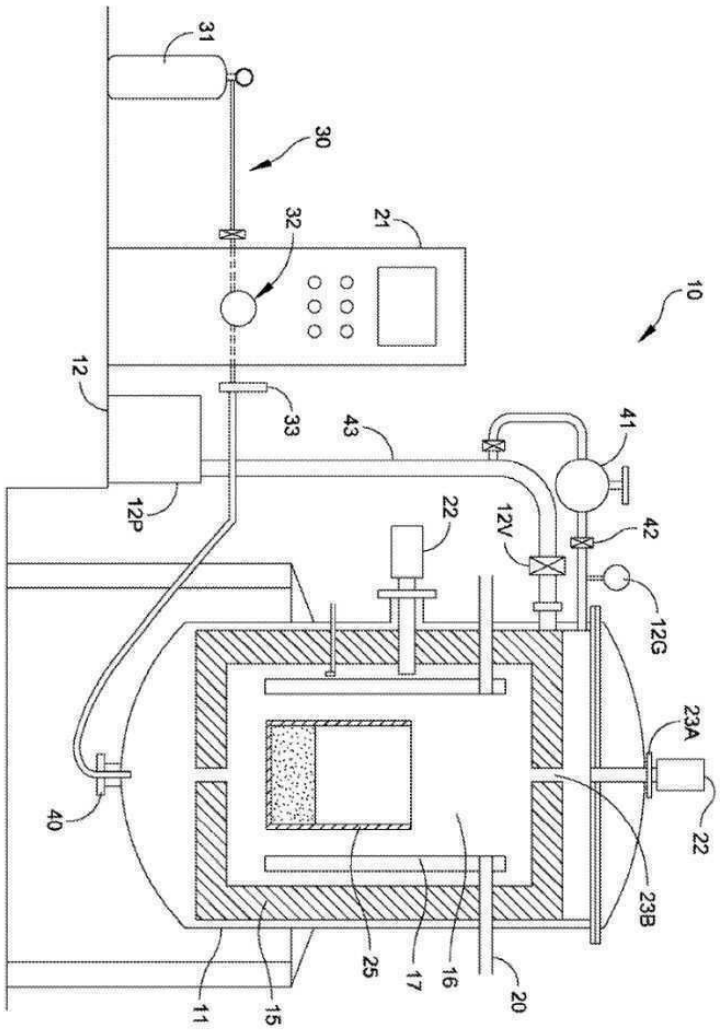
[0084] 명백해지는 바와 같이, 본 발명은 진공 노에서 결정, 예컨대 사파이어 결정을 제조할 수 있음으로써 많은 이점을 제공하며, 이로 인해 성장된 결정의 상당한 부분은 결정에서 격자 뒤틀림 및 산란에 대한 요건을 만족하거나 또는 능가할 수 있다. 본 발명에 따른 노는 원치 않는 반응, 분해, 승화 및 기화와 같은 고온 환경에서 일반적으로 겪게 되는 원치 않는 반응들을 최소화하는 비활성 환경을 제공한다. 본 발명을 사용함으로써, 상기 가열

영역에서 더 균일한 온도로 더 높은 온도에서 고온 공정을 작동하게 할 수 있다. 비반응성 기체의 압력이 높아지면 노에서 열점과 냉점에 의해서 야기되는 온도 그라디언트를 최소화함으로써, 빠르게 냉각시키고 결정을 어닐링하는데 더 양호한 열 전달을 제공한다. 열점을 최소화하는 것은, 열 흐름을 향상시키기 위해 상기 영역 내에서 헬륨 압력을 증가시킴으로써 달성될 수 있다. 비반응성 유량을 유지하는 것도, 또한 가열 영역내에 잔류하는 반응 생성물을 최소로 한다.

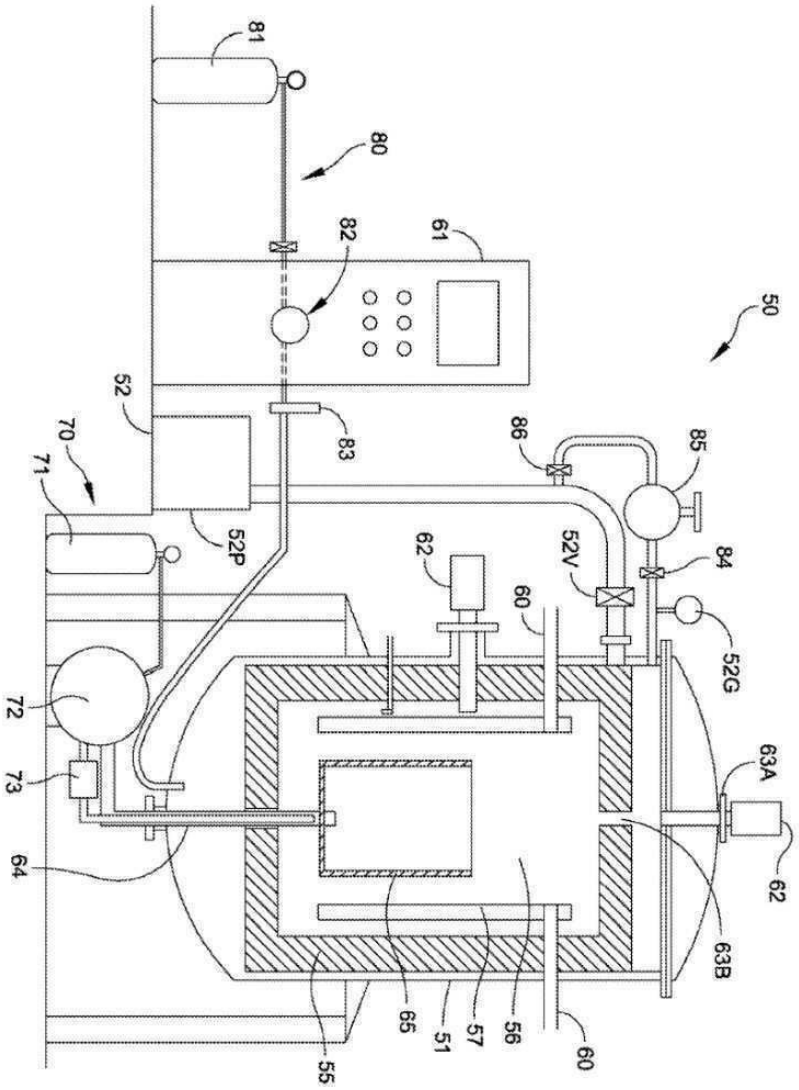
[0085] 본 발명은 특정 실시양태에 관하여 개시되었다. 본 발명은 본 발명의 범위를 벗어나지 않고 기술된 장치 및 공정 단계에서 많은 변형이 만들어질 수 있다는 것이 명백하다. 그러므로, 첨부된 청구 범위는 본 발명의 진실한 사상과 범위안에서 나오는 모든 변형 및 변경을 포함하는 것이다.

도면

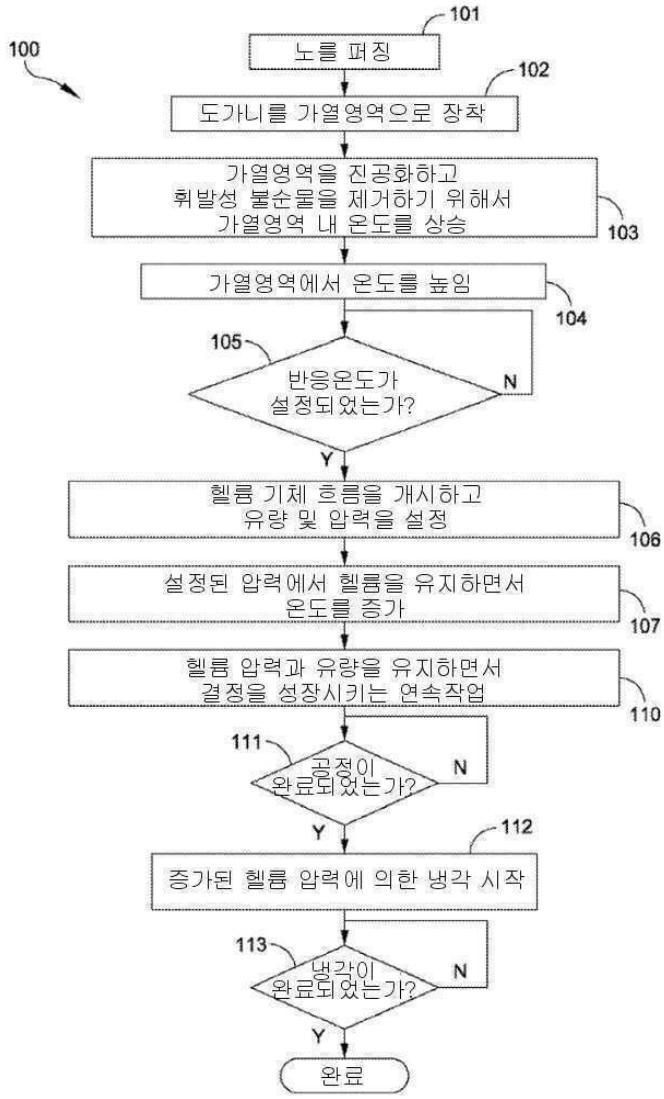
도면1



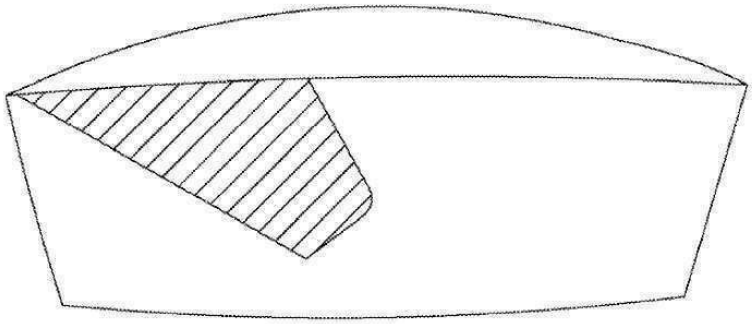
도면2


81
80
82
61
50
52
83
86
85
70
71
52P
62
52V
84
60
52G
72
63A
73
62
64
63B
65
51
57
56
60
55

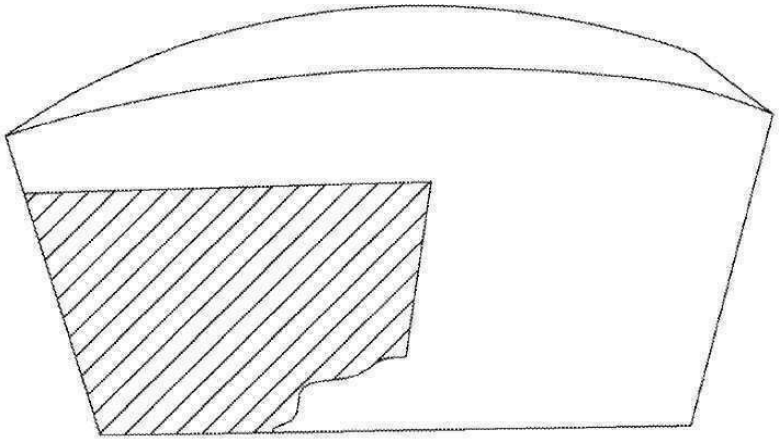
도면3


100
101
노를 퍼징
102
도가니를 가열영역으로 장착
가열영역을 진공화하고
휘발성 불순물을 제거하기 위해서
가열영역 내 온도를 상승
103
가열영역에서 온도를 높임
104
105
반응온도가
설정되었는가?
N
Y
헬륨 기체 흐름을 개시하고
유량 및 압력을 설정
106
설정된 압력에서 헬륨을 유지하면서
온도를 증가
107
헬륨 압력과 유량을 유지하면서
결정을 성장시키는 연속작업
110
111
공정이
완료되었는가?
N
Y
112
증가된 헬륨 압력에 의한 냉각 시작
113
냉각이
완료되었는가?
N
Y
완료

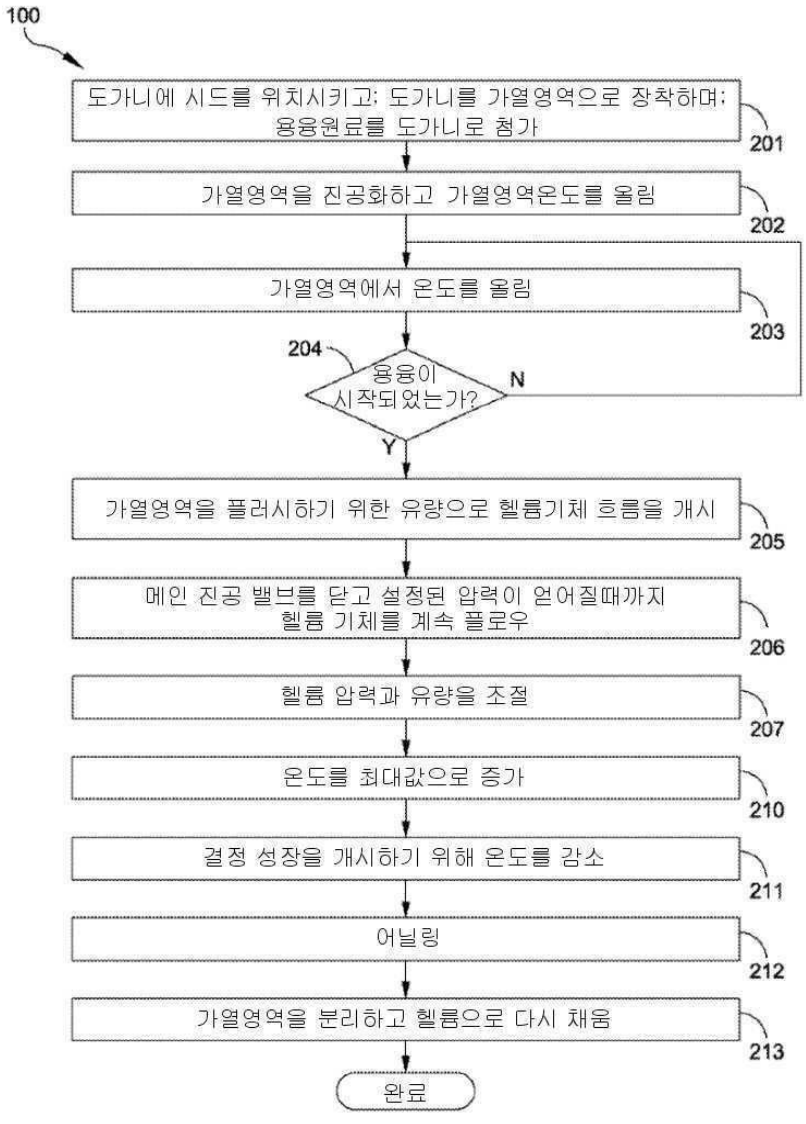
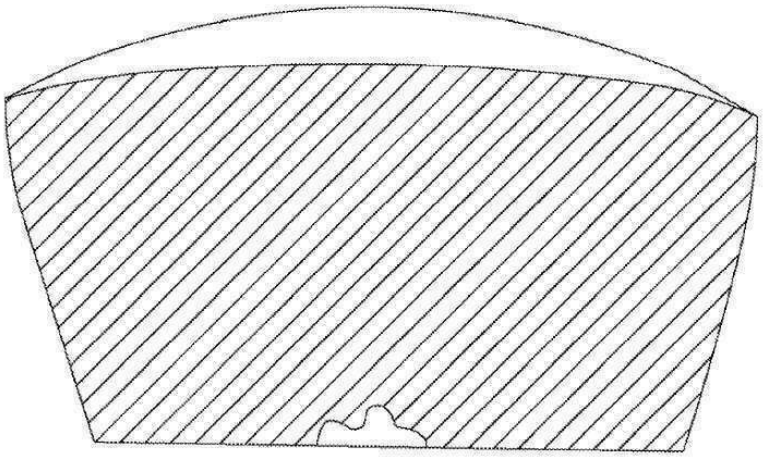
도면4



도면5



도면6


100
도가니에 시드를 위치시키고; 도가니를 가열영역으로 장착하며; 용융원료를 도가니로 첨가
201
가열영역을 진공화하고 가열영역온도를 올림
202
가열영역에서 온도를 올림
203
204
용융이 시작되었는가?
N
Y
가열영역을 플러시하기 위한 유량으로 헬륨기체 흐름을 개시
205
메인 진공 밸브를 닫고 설정된 압력이 얻어질때까지 헬륨 기체를 계속 플로우
206
헬륨 압력과 유량을 조절
207
온도를 최대값으로 증가
210
결정 성장을 개시하기 위해 온도를 감소
211
어닐링
212
가열영역을 분리하고 헬륨으로 다시 채움
213
완료

도면7