



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2008-0098679  
(43) 공개일자 2008년11월11일

(51) Int. Cl.

B02C 4/30 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2008-7023773

(22) 출원일자 2008년09월29일

심사청구일자 2008년09월29일

번역문제출일자 2008년09월29일

(86) 국제출원번호 PCT/EP2007/052408

국제출원일자 2007년03월14일

(87) 국제공개번호 WO 2007/113087

국제공개일자 2007년10월11일

(30) 우선권주장

10 2006 014 874.6 2006년03월30일 독일(DE)

(71) 출원인

와커 헤미 아게

독일연방공화국 81737 뮌헨 한스-사이델-플라츠 4

(72) 발명자

그뤼블 피터

독일 84371 트리프텐 원터파이커트샵 5

홀즐빔머 라이너

독일 84524 뇌팅 레흐러-바우어-스트라세 35

(74) 대리인

유미특허법인

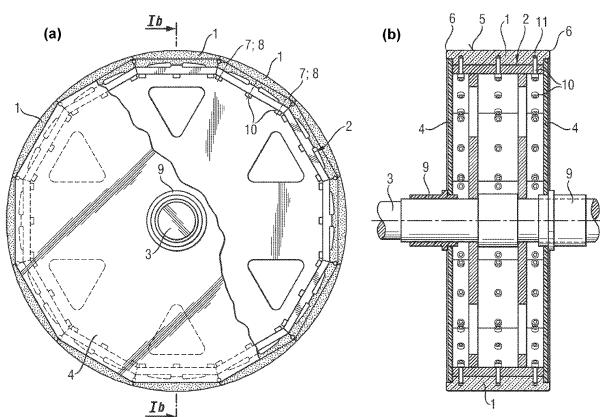
전체 청구항 수 : 총 14 항

(54) 조대한 다결정 실리콘 파쇄 장치 및 방법

### (57) 요 약

본 발명은 축(3)과 함께 회전하는 를을 포함하는 를 크러셔에 있어서, 상기 를은 강으로 된 캐리어 를(2)과 복수의 초경합금 세그먼트(1)를 포함하고, 상기 초경합금 세그먼트(1)는 텅스텐 카바이드가 혼합된 코발트 매트릭스로 이루어지고, 또한 상기 초경합금 세그먼트(1)는 상기 캐리어 를(2)에 형상 맞춤으로 분리 가능하게 결합되는 것을 특징으로 하는 를 크러셔에 관한 것이다.

### 대 표 도



## 특허청구의 범위

### 청구항 1

축(3)과 함께 회전하는 를을 포함하는 를 크러셔에 있어서,

상기 를은 강으로 된 캐리어 률(2)과 복수의 초경합금 세그먼트(1)를 포함하고,

상기 초경합금 세그먼트(1)는 텅스텐 카바이드가 혼합된 코발트 매트릭스로 이루어지고,

또한 상기 초경합금 세그먼트(1)는 상기 캐리어 률(2)에 형상 맞춤으로 분리 가능하게 결합되는 것을 특징으로 하는 를 크러셔.

### 청구항 2

제1항에 있어서,

상기 를은 강으로 된 캐리어 률과, 8-16개의 초경합금 세그먼트, 바람직하게는 12개의 초경합금 세그먼트를 포함하는 것을 특징으로 하는 를 크러셔.

### 청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 초경합금 세그먼트는 상기 코발트 매트릭스에 혼합된 중량 80% 초과의, 바람직하게는 중량 90% 초과의, 더 바람직하게는 중량 91.5%의 텅스텐 카바이드로 이루어진 것을 특징으로 하는 를 크러셔.

### 청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 초경합금 세그먼트는 면 가공으로 상기 률의 원주면의 일부를 형성하는 표면에 설치된 것을 특징으로 하는 를 크러셔.

### 청구항 5

제4항에 있어서,

상기 각 초경합금 세그먼트는 3-12개의 면, 바람직하게는 4-7개의 면, 더 바람직하게는 5개의 면을 갖는 것을 특징으로 하는 를 크러셔.

### 청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 초경합금 세그먼트의 모서리 각각은 반경을 갖도록 구성된 것을 특징으로 하는 를 크러셔.

### 청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 초경합금 세그먼트는 상기 초경합금 세그먼트들 사이의 그루브로 삽입된 매우 순수한 플라스틱으로 서로 실링된 것을 특징으로 하는 를 크러셔.

### 청구항 8

제7항에 있어서,

상기 를은 그 단부 면에서 매우 순수한 플라스틱의 플레이트로 피복된 것을 특징으로 하는 를 크러셔.

### 청구항 9

제7항 또는 제8항에 있어서,

상기 축은 매우 순수한 플라스틱의 몰드부로 피복된 것을 특징으로 하는 롤 크러셔.

### 청구항 10

제7항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 매우 순수한 플라스틱은 폴리에틸렌, 폴리프로필렌, 폴리테트라플루오로에틸렌, 폴리우레탄, 에틸렌 테트라플루오로에틸렌 코폴리머, 폐르플루오로알콕시 코폴리머 및 Halar®를 포함하는 그룹에서 선택된 것을 특징으로 하는 롤 크러셔.

### 청구항 11

제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 초경합금 세그먼트는 나사에 의해 상기 캐리어 롤에 결합되고, 상기 나사와 결합되는 암나사는 초경합금 세그먼트 내에 소결된 것을 특징으로 하는 롤 크러셔.

### 청구항 12

제1항 내지 제11항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 롤은 1,000-2,000mm의 직경을 갖는 것을 특징으로 하는 롤 크러셔.

### 청구항 13

조대한 폴리실리콘 파쇄 방법에 있어서,

상기 조대한 폴리실리콘은 제1항 내지 제12항 중 어느 한 항에 따른 롤 크러셔에 의해 파쇄된 것을 특징으로 하는 조대한 폴리실리콘 파쇄 방법.

### 청구항 14

제13항에 있어서,

80-250mm의 평균 입자 크기를 갖는 파쇄된 폴리실리콘 원료가 제1항 내지 제12항 중 어느 한 항에 따른 롤 크러셔로 공급되어, 5보다 큰 파쇄비로 1회 과정에서 원하는 각각의 목표 크기로 파쇄되는 것을 특징으로 하는 방법.

## 명세서

### 기술 분야

<1> 본 발명은 광전지(photovoltaic) 분야에 직접적으로, 즉 별도의 세척 없이, 사용될 수 있는 순도로 조대한 다결정 실리콘을 파쇄하는 장치 및 방법에 관한 것이다.

### 배경 기술

<2> 다결정 실리콘(polycrystalline silicon)(폴리실리콘)은 일반적으로 Siemens 반응기에서 가스 증착에 의해 제조된다. 이것은 고순도의 실란(silane)이나 클로로실란(chlorosilane)을 뜨거운 기판(바람직하게는 실리콘) 상에 증착시키는 과정을 포함하고, 이에 의해 고체 로드(rods), 인고트(ingots) 또는 슬랩(slabs)이 얻어진다. 이러한 폴리실리콘은 결정화 공정에서 사용되기 전에 파쇄되어야 한다. 이 공정은 보통 폴리실리콘이 마모된 물질에 의해 오염되는 것을 야기하고, 결국 표면상의 오염물질을 세척방법에 의해 제거해야 한다.

<3> 결정화 공정에 별도의 세척공정을 거치지 않고 직접 사용될 수 있고 태양에너지 분야에 적합한 폴리실리콘, 즉 매우 순수한 (전체 금속 오염물질이 통상 10ppba(parts per billion atoms) 미만인) 폴리실리콘은 지금까지는 번거롭고 노동집약적인 수작업 파쇄에 의해서만 얻어졌다. 1차 과정에서, Siemens 증착 반응기에서 얻어진 바와 같은 실리콘 로드는 손 망치로 1차 파쇄된 다음, 리벳 해머를 이용한 수작업으로 요구되는 크기의 입자로 2차 파쇄된다. 이렇게 하여 만들어진 조대한 파쇄 원료는 다시 기계로 공급되어 기계적으로 파쇄된다.

<4> 조대한 다결정 실리콘 파쇄에 적합한 상술한 기계적 파쇄 방법, 예컨대 종래의 조 크러셔(jaw crusher)나 롤 크러셔(roll crusher)는 어느 것이나 과도한 금속 표면 오염을 야기하여(조 크러셔는 약 500-1,000ppba, 롤 크러

서는 약 200-500ppba) 이후의 번거로운 세척을 필요로 하고, 매우 복잡한 기계구성이나 번거로운 방법으로 인해 (예컨대 충격과 파쇄 또는 열 파쇄) 비경제적이다.

<5> 롤 크러셔가 사용될 때, 공급 원료의 적절한 크기는 납(nip)의 각도에 의존하고, 결국 크러셔의 치수에 의존한다. 롤의 형상으로 인해, 롤 크러셔는 지금까지 최대 길이 110mm 미만의 원료에만 사용되었다. 더욱이, 미세한 입자 제조를 위해서는 수 회의 파쇄 공정이 필요했다. 기술적인 이유로, 지금까지는 초경합금(hard-metal) 파쇄 공구를 가진 롤 크러셔가 450mm 이하의 롤 직경으로 사용되었다. 또한, 롤의 유지 보수도 추가적인 비용요인이다. 초경합금 롤의 기술적 구성으로 인해, 롤의 교환이나 대체에는 시간과 비용이 많이 듈다.

### 발명의 상세한 설명

<6> 본 발명의 목적은 낮은 비용과 적은 오염으로 조대한 다결정 실리콘을 파쇄할 수 있는 롤 크러셔를 제공하는 것이다.

<7> 상기 목적은 축(3)과 함께 회전하는 롤을 포함하는 롤 크러셔에 있어서, 롤은 강으로 된 캐리어 롤(2)과 복수의 초경합금 세그먼트(1)를 포함하고, 초경합금 세그먼트(1)는 텅스텐 카바이드가 혼합된 코발트 매트릭스로 이루어지고, 또한 초경합금 세그먼트(1)는 상기 캐리어 롤(2)에 형상 맞춤으로 분리 가능하게 결합되는 것을 특징으로 하는 롤 크러셔에 의해 달성된다.

### 실시예

<11> 복수의 초경합금 세그먼트(1)를 포함하는 세그먼트 구성은, 초경합금 세그먼트가 롤을 분해하지 않고도 개별적으로 제거되고 교체될 수 있기 때문에 롤 및 롤을 포함하는 롤 크러셔를 유지 보수하기가 매우 쉽다. 바람직하게는 8-16개, 더 바람직하게는 12개의 초경합금 세그먼트가 사용된다.

<12> 초경합금 세그먼트(1)는 코발트 매트릭스에 혼합된, 바람직하게는 중량 80% 초과의, 더 바람직하게는 중량 90% 초과의, 가장 바람직하게는 중량 91.5%인 텅스텐 카바이드로 이루어진다. 바람직하게는, 면 가공으로 롤의 원주면 일부를 형성하는 초경합금 세그먼트는 롤 표면에 마련된다. 초경합금 세그먼트의 면(5)들은 롤의 원주면에서 공급안내 띠(feed-in fillets)처럼 작용하여, 파쇄되는 원료의 공급 효율을 향상시킨다. 각 초경합금 세그먼트는 바람직하게는 3-12개의 면(5), 더 바람직하게는 4-7개의 면, 가장 바람직하게는 5개의 면을 갖는다(도 2 참조). 초경합금 세그먼트의 각 가장자리는 균열을 막기 위하여 반경(6)을 갖도록 구성되는 것이 바람직하다. 반경(6)은 2-5mm로 선정되는 것이 바람직하다.

<13> 초경합금 세그먼트는 세그먼트들(1) 사이의 그루브(8)로 삽입된 매우 순수한 플라스틱(7)으로 서로 실링되는 것이 바람직하다. 전체 롤은 그 단부 면에서 매우 순수한 플라스틱으로 된 플레이트(4)로 피복되는 것이 바람직하다. 롤과 함께 회전하는 축(3)은 매우 순수한 플라스틱으로 된 몰드부(9)로 피복되는 것이 바람직하다. 축(3)의 피복, 캐리어 롤의 단부 면 실링 및 초경합금 세그먼트 사이의 실링은 금속 오염물에 의해 파쇄 중인 원료가 오염되는 것을 방지한다. 특히 바람직하게, 플레이트(4)는, 파쇄 중인 원료에 의해 플라스틱이 마모되는 것을 방지하기 위하여, 초경합금 세그먼트(1)의 단부 면에 대해 적어도 2mm만큼 이격되도록 끼워 맞춰진다(도 1의 (b) 참조).

<14> 폴리에틸렌(polyethylene), 폴리프로필렌(polypropylene), 폴리테트라플루오로에틸렌(polytetrafluoroethylene), 폴리우레탄(polyurethane), 에틸렌 테트라플루오로에틸렌 코폴리머(ethylene tetrafluoroethylene copolymer), 페르플루오로알콕시 코폴리머(perfluoroalkoxy copolymer) 또는 Halar®가 상기 매우 순수한 플라스틱으로 사용되는 것이 바람직하고, 폴리우레탄이 특히 바람직하다.

<15> 초경합금 세그먼트(1)는 나사(10)에 의해 캐리어 롤(2)에 결합되는 것이 바람직하다. 여기서, 초경합금 세그먼트(1)의 소결된 암나사(11)가 결합 역할을 한다. 특히 이 암나사는 파쇄된 원료가 강(steel)에 의해 오염되는 것을 방지하기 위하여 폐쇄구멍(blind-hole) 나사로 구성되는 것이 바람직하다. 이러한 롤의 구성은 수리시에 파손된 나사결합 초경합금 세그먼트만 교체하는 것을 가능케 한다.

<16> 롤 크러셔는 두 개의 롤을 갖는 것이 바람직하다. 바람직하게는, 롤은 1,000-2,000mm의 직경을 갖는다.

<17> 두개의 롤은 롤 크러셔 내에서 파쇄각( $\alpha$ )이 40-45° 가 되도록 상대적으로 배치된다. 본 발명에서 '파쇄각'은 파쇄동작의 초기에 파쇄되는 원료가 초경합금 세그먼트들에 접촉하는 지점에서의 접선 사이의 각도를 의미한다(도 3 참조).

<18> 100-250mm의 최대 길이를 갖는 공급 원료에 대해, 롤은 1,000-2,000mm의 직경을 갖는 것이 바람직하고, 특히

180 내지 220mm의 최대 길이를 갖는 원료에 대해 1,300 내지 1,700mm의 직경을 갖는 것이 바람직하다. 이러한 률 치수는 폴리실리콘 입자의 공급에 도움이 된다. 이러한 률 치수 및 구성은 파쇄 중에 작은 힘이 발생하는 효과를 갖고, 이에 의해 도입되는 에너지가 더욱 효과적으로 원료로 전달될 수 있다. 따라서 이러한 률 치수로 인해, 본 발명에 따른 률 크러셔는 높은 파쇄비를 갖게 되고, 이에 의해 파쇄 중인 원료가 파쇄를 위해 통과해야 하는 회수가 감소하고, 결과적으로 다결정 실리콘의 저오염 파쇄를 쉽게 한다. 여기서 파쇄비는 제품의 최대 길이에 대한 원료의 최대 길이의 비로 정의된다.

- <19> 상술한 형상 및 종래기술에 비해 효과적인 낵 각(angle of nip)으로 인하여, 제조될 수 있는 입자의 크기는 더 큰 범위에 걸쳐 설정될 수 있다. 또한 입자의 크기 분포가 재현 가능하다.
- <20> 본 발명에 따른 률 크러셔는 250mm의 길이를 갖는 폴리실리콘 원료를 파쇄할 수 있다. 바람직하게는, 원료는 80 내지 200mm의 길이 크기를 갖는 태양에너지 분야에 적합하다. 이러한 크기의 입자가 원료로서 사용될 수 있다는 사실은 수작업 1차 파쇄가 일회의 과정으로 감소되고 이후의 수작업 파쇄 과정이 생략될 수 있다는 것을 뜻한다.
- <21> 본 발명에 따른 률 크러셔에서, 제품의 평균 입자 크기는 10 내지 150mm의 범위에 걸쳐 자유롭게 선정될 수 있다. 이 경우, 제품의 입자 크기는 률들 사이의 파쇄 낵의 크기에 의해 한정된다. 60 내지 110mm의 입자 크기에 대해, 파쇄 낵은 45 내지 55mm의 크기를 갖는 것이 바람직하다. 재현 가능한 입자 크기 분포는 모든 낵 셋팅에 대해 확보된다. 이는 수작업 파쇄로는 불가능한 것이다.
- <22> 시험 결과, 1,000mm의 률 직경에 대해 률 크러셔의 낵이 50mm, 원료의 최대 길이가 150mm일 때 기존의 수작업에 의한 파쇄 방법의 경우와 유사한 길이 분포 및 무게 분포를 얻었다. 그러나 이 과정도 재현 가능하다.
- <23> 본 발명은 또한 본 발명에 따른 크러셔에 의해 조대한 폴리실리콘을 파쇄하는 방법에 관한 것이다.
- <24> 이 방법은 80 내지 250mm의 평균 크기를 갖는 폴리실리콘 원료가 본 발명에 따른 크러셔로 공급되어 5보다 큰 파쇄비로 한 번 공정에 원하는 각각의 크기로 파쇄되는 것을 특징으로 한다.
- <25> Siemens 공정에 의해 얻어진 폴리실리콘 로드를 15mm의 길이를 갖는 원료로 파쇄하는 종래의 방법은 초기에 수작업에 의한 두 번의 파쇄 과정(약 120-150mm의 최대 입자 크기로 수작업 1차 파쇄 후, 약 80-110mm의 최대 입자 크기로 수작업 2차 파쇄)을 포함하고, 종래의 크러셔에 의해 3-4회의 추가 파쇄를 포함하여, 결국 5-6회의 파쇄 과정을 포함하게 된다. 이에 비해, 본 발명에 따른 률 크러셔는 동일한 결과를 2-3회의 파쇄 과정(약 200-250mm의 입자 크기로 수작업 1차 파쇄 후, 본 발명에 따른 률 크러셔에서 1-2회 파쇄)에 의해 달성할 수 있는 방법을 가능케 한다.
- <26> 원하는 목표 크기는 65-100mm인 것이 바람직하다.
- <27> 제조된 파쇄 실리콘 원료의 입자 크기 분포는 수작업에 의해 제조된 파쇄 원료의 입자 크기 분포와 동등한 수준이지만, 본 발명의 방법에서의 입자 크기 분포는 재현이 가능하다. 률들 사이의 낵을 변화시킴으로써 최종 폴리실리콘 원료의 평균 입자 크기가 특정하게 설정되는 것이 가능하다. 이는 모든 낵 설정에 대해 재현 가능하다.
- <28> 본 발명은 결국 재현 가능한 파쇄비를 유지하는 것을 가능케 한다.
- <29> 본 발명에 따른 방법의 처리량은 반복적인 수작업 파쇄와 비교할 때 약 5배 증가한다. 본 발명에 따른 크러셔의 처리량은 상술한 원료에 대해서 약 10t/h이다.
- <30> 수작업 2차 파쇄와 대비할 때, 본 발명에 따른 방법에서는 실리콘의 수작업으로 준비될 필요가 없다. 결과적으로, 파쇄 중인 원료에 더 이상 나트륨, 철, 알루미늄 및 PU가 유입되지 않는다.
- <31> 본 발명에 따른 기계적 파쇄에 의한 제품의 오염과 종래의 수작업 파쇄를 거친 제품의 오염을 비교하면, 본 발명에 따른 방법의 장점이 다음과 같이 분명하게 드러난다:
- <32> 나트륨에 의한 오염은 50배 만큼, 텅스텐에 의한 오염은 2배 만큼, 코발트에 의한 오염은 3-4배 만큼, 철에 의한 오염은 7-8배 만큼 각각 감소한다. 폴리실리콘 내로 오염물질이 유입되는 것이 감소하는 것과 별개로, 오염도의 가능한 최소한의 변화가 재현 가능한 공정을 위해 바람직한데, 이는 오염도의 변화가 제조된 실리콘의 품질에 지대한 영향을 미치기 때문이다. 본 발명에 따른 방법에서는, 상술한 원료의 변화가 종래의 방법에 비해 4-6배 만큼 감소한다. 나트륨의 경우, 이 변화는 심지어 20배 만큼이나 감소한다. 따라서 후속 세척 공정이 필요하지 않다.

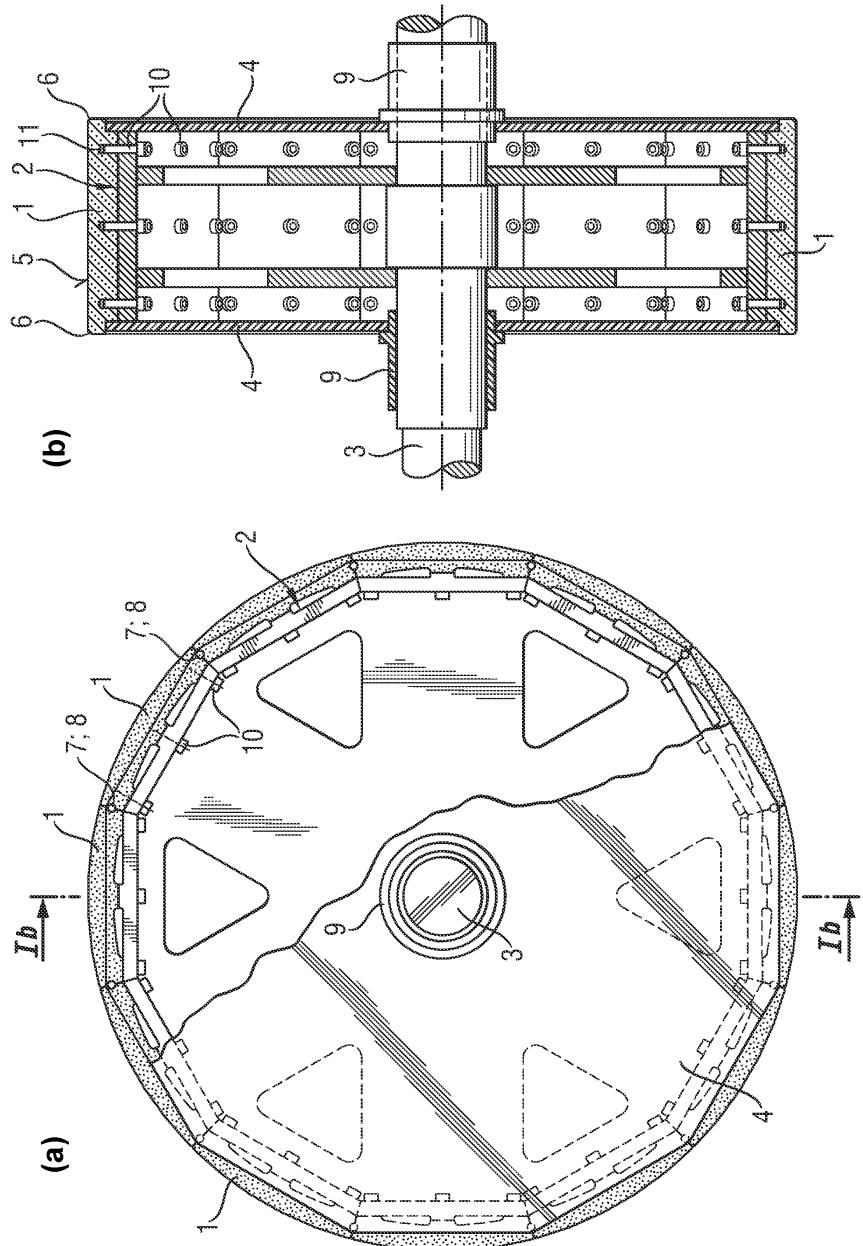
- <33> 본 발명에 따른 방법에 의하면, 매우 순수한 파쇄 폴리실리콘 원료가 수작업 방식에 비해, 좁은 오염도 변화로, 재현 가능성이 더욱 큰 제품 다양성으로, 공지된 기계적 방식에 의한 경우보다 낮은 비용으로, 제조될 수 있다.
- <34> 다음 예는 본 발명을 더 상세하게 설명하기 위한 것이다.
- <35> 예: 종래의 크러셔를 이용한 파쇄 방법과 본 발명에 따른 크러셔를 이용한 파쇄 방법의 비교.
- <36> a) 종래의 방법: 약 180mm의 직경을 갖는 실리콘 로드가 약 200mm의 크기를 갖는 입자를 형성하기 위해 수작업 1차 파쇄되었다. 이어서, 이 입자들은 110mm의 최대 길이로 수작업 2차 파쇄되었다. 다음에, 이 원료는 450mm의 를 직경을 갖는 를 크러셔에 의해 다른 납 폭으로 4회 파쇄되어 8-15mm의 길이를 갖게 되었다. 결국, 이러한 특정 제품을 얻기 위해 2회의 수작업 파쇄와 4회의 기계적 파쇄가 필요했다.
- b) 본 발명에 따른 방법: 약 180mm의 직경을 갖는 실리콘 로드가 약 200mm 최대 크기를 갖는 입자를 형성하기 위해 1차 수작업 파쇄되었다. 이 입자들은 곧바로 도 1에 도시된 바와 같은 2,000mm의 를 직경을 갖는 본 발명에 따른 를 크러셔에 원료로서 공급되었다. 1차 기계적 파쇄는 40mm의 납 폭으로 행해졌다. 다음에 2차 기계적 파쇄가 8mm의 납 폭으로 동일한 크러셔에 의해 행해졌다. 이 결과 a)에서와 동일한 제품이 얻어졌다.
- <38> 본 발명에 따른 크러셔/방법에 의하면, 동일한 원료에 대해 종래의 크러셔로 6회의 과정을 거쳐 제조된 제품이 단지 2회의 과정만으로 제조될 수 있다. 더욱이, 복수 회 반복에 있어서도, 본 발명에 따른 방법은 Fe, Na, Al, W 및 Co에 대해 낮은 오염을 나타내고 낮은 오염 변화를 나타낸다.

### 도면의 간단한 설명

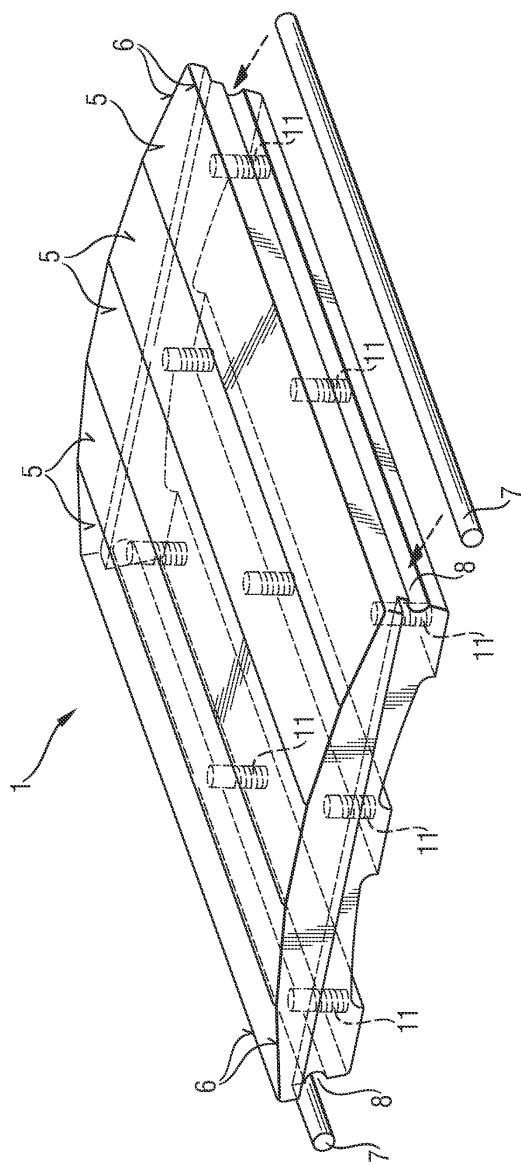
- <8> 도 1의 (a) 및 (b)는 본 발명에 따른 를 크러셔의 를의 바람직한 실시예를 도시한 개략 측면도 및 단면도.
- <9> 도 2는 본 발명에 따른 를 크러셔의 를의 초경합금 세그먼트의 사시도.
- <10> 도 3은 두 개의 를을 가지며 파쇄각( $\alpha$ )를 한정하는 를 크러셔의 개략도.

## 도면

## 도면1



도면2



도면3

