



(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2017-0053654  
(43) 공개일자 2017년05월16일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
B01J 8/18 (2006.01) C01B 33/027 (2006.01)
- (52) CPC특허분류  
B01J 8/1827 (2013.01)  
B01J 8/1836 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2017-7008655
- (22) 출원일자(국제) 2015년11월03일  
심사청구일자 2017년03월29일
- (85) 번역문제출일자 2017년03월29일
- (86) 국제출원번호 PCT/EP2015/075507
- (87) 국제공개번호 WO 2016/074978  
국제공개일자 2016년05월19일
- (30) 우선권주장  
10 2014 222 865.4 2014년11월10일 독일(DE)

- (71) 출원인  
와커 헤미 아게  
독일연방공화국 81737 문헨 한스-사이델-플라츠 4
- (72) 발명자  
베케셔 디어크  
독일 84561 메어링 키어마이어슈트라세 47  
포르스트포인트너 게르하르트  
독일 84556 카스텔 뢰메르슈트라세 2  
헤르트레인 헤랄드  
독일 84489 부르크하우젠 뵘레르슈트라세 34
- (74) 대리인  
유미특허법인

전체 청구항 수 : 총 9 항

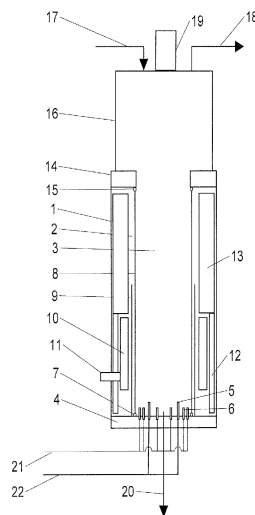
(54) 발명의 명칭 다결정질 실리콘 과립 제조용 유동층 반응기 및 그 반응기의 조립방법

**(57) 요약**

본 발명은 다결정질 실리콘 과립 제조용 유동층 반응기 및 이러한 유동층 반응기를 조립하는 방법에 관한 것이며, 이 방법은 다음 단계들을 하기 기술된 순서대로 포함한다.

기저판(4)을 설치하고, 기저판(4)을 유동화 기체와 반응 기체를 공급하기 위한 라인들과 생성물 배출 라인(20)에 연결하는 단계; 기저판(4)에 하나 이상의 유동화 노즐(6)과 하나 이상의 반응 기체 노즐(5)을 설치하는 단계; 하부 반응기 파이프 쉘(7)을 삽입하는 단계; 반응기 튜브(8) 위에 반응기 섹션(1)을 위치시키는 단계; 하부 반응기 파이프 쉘(15)에 상부 반응기 파이프 라인(14)을 장착하는 단계; 반응기 헤드(16)를 조립하는 단계; 시드 공급 기기(17)를 조립하는 단계; 및 오프-가스 파이프 라인(18)을 조립하는 단계.

**대표도** - 도1



(52) CPC특허분류

**B01J 8/1872** (2013.01)

**C01B 33/027** (2013.01)

*B01J 2208/00407* (2013.01)

*B01J 2208/00902* (2013.01)

*B01J 2219/00018* (2013.01)

---

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

다결정질 실리콘 과립 제조용 유동층 반응기를 조립하는 방법에 있어서, 상기 조립 방법은 하기 단계들을 기재된 순서대로 포함하는 방법:

기저판(4)을 설치하고 유동화 기체(21)와 반응 기체(22)를 위한 기체 공급 라인 및 생성물 배출 라인(20)을 연결하는 단계,

상기 기저판(4)에 하나 이상의 유동화 노즐(6)과 하나 이상의 반응 기체 노즐(5)을 설치하는 단계,

하부 반응기 튜브 썰(7)을 삽입하는 단계,

반응기 튜브(8)를 하부 반응기 튜브 썰(7)에 설치하는 단계,

반응기 섹션(1)에, 반응기 튜브(8)에 걸쳐 절연영역(12,13)과 가열기(10), 전극(11)을 위치시키는 단계,

상부 반응기 튜브 클램프(14)를 상부 반응기 튜브 썰(15)에 설치하는 단계,

반응기 헤드를 조립하는 단계(16), 및

시드 공급 기기(17)와 배출 가스 파이프라인(18)을 조립하는 단계.

#### 청구항 2

제1항에 있어서,

상기 반응기 튜브(8)의 설치 후, 실린더형 부재(9)를 반응기 튜브(8)주변에 설치하는 단계를 포함하며, 상기 실린더형 부재(9)는 실린더형 표면상에 개구부를 가지며, 상기 실린더형 표면의 5% 내지 95%가 개방되며,

상기 반응기 섹션(1)에 반응기 튜브(8) 및 실린더형 부재(9)에 걸쳐 가열기(10), 전극(11), 및 절연영역(12,13)을 위치시키고,

실린더형 부재(9)가 반응기 튜브(8)와 가열기(10) 사이에 위치하는, 다결정질 실리콘 과립 제조용 유동층 반응기의 조립방법.

#### 청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,

유동층 반응기의 조립 후, 상기 유동층 반응기에서 다결정질 실리콘 과립이 제조되고,

상기 가열기(10)에 의해 가열된 유동층에서의 기체 흐름에 의해 실리콘 시드 입자들이 유동화되고,

실리콘-함유 반응 기체가 첨가됨으로써 다결정질 실리콘이 고온의 실리콘 시드 입자 표면상에 증착되어 다결정질 실리콘 과립을 형성하는, 다결정질 실리콘 과립 제조용 유동층 반응기의 조립방법.

#### 청구항 4

제3항에 있어서,

상기 실리콘-함유 반응 기체로서 트리클로로실란이 사용되고, 유동층이 850-1400° C의 온도로 가열되는, 다결정질 실리콘 과립 제조용 유동층 반응기의 조립방법.

#### 청구항 5

제3항에 있어서,

상기 실리콘-함유 반응 기체로서 모노실란이 사용되고, 유동층이 550-850° C의 온도로 가열되는, 다결정질 실리콘

콘 과립 제조용 유동층 반응기의 조립방법.

**청구항 6**

제3항에 있어서,

상기 실리콘-함유 반응 기체로서 다이클로로실란이 사용되고, 유동층이 600-1000° C의 온도로 가열되는, 다결정질 실리콘 과립 제조용 유동층 반응기의 조립방법.

**청구항 7**

제1항의 방법에 따라 조립된, 다결정질 실리콘 과립 제조용 유동층 반응기로서,

상기 유동층 반응기는,

반응기 구역(1), 반응기 헤드(16), 반응기 튜브(8), 및 반응기 섹션(1) 내에 기저판(4)을 포함하고, 상기 반응기 튜브(8)의 외벽과 반응기 구역(1)의 내벽 사이에 중간 셸(2)이 위치하고,

상기 유동층 반응기는, 중간 셸(2) 내에 전극(11)과 연결되는 하나 이상의 가열기(10), 유동화 기체를 공급하기 위한 하나 이상의 유동화 노즐(6), 및 반응 기체를 공급하기 위한 하나 이상의 반응 기체 노즐(5), 실리콘 시드 입자를 공급하기 위한 시드 공급 기기(17), 다결정질 실리콘 과립입자들을 위한 생성물 배출 라인(20), 및 반응기 배출가스를 제거하기 위한 오프-가스 파이프 라인(18)을 더 포함하며,

상기 반응기 튜브(8)는 반응기 튜브(8)가 기밀상태가 되도록 씰(7,15)에 의해 기저판(4)에 대하여 밀봉되고, 상부 반응기 튜브 클램프(14)에 대하여도 밀봉되며,

상기 유동층 반응기는, 추가적으로 상기 중간 셸(2)의 가열 영역과 비가열 영역에 절연 구역(12,13)을 더 포함하는, 다결정질 실리콘 과립 제조용 유동층 반응기.

**청구항 8**

제7항에 있어서,

바람직하게는, 제2항에서의 방법에 따라 조립된 것으로서,

상기 반응기는, 추가적으로, 반응기 튜브(8)와 가열기(10) 사이에 위치하는 실린더형 부재(9)를 더 포함하며, 상기 실린더형 부재(9)는 실린더형 표면상에 개구부를 가지며, 상기 실린더형 표면의 5% 내지 95%까지 개방되는, 다결정질 실리콘 과립 제조용 유동층 반응기.

**청구항 9**

제7항 또는 제8항에 있어서,

상기 반응기는, 추가적으로, 반응기 헤드(16) 상에 장착되는 측정 장치(19)를 더 포함하는, 다결정질 실리콘 과립 제조용 유동층 반응기.

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 발명은 다결정질 실리콘 과립을 제조하기 위한 유동층 반응기와 이러한 유동층 반응기를 조립하는 방법에 관한 것이다.

**배경 기술**

[0002] 다결정질 실리콘 과립은 유동층 또는 유동층 반응기 내에서 제조된다. 이것은 유동층에서의 기체흐름에 의하여 수행되는데, 여기서 유동층은 가열장치에 의해 고온으로 가열된다. 실리콘-함유 반응 기체(silicon-containing reaction gas)가 첨가되어, 증착 반응(deposition reaction)이 고온의 입자 표면상에서 진행된다. 이 경우, 원소 실리콘이 실리콘 입자상에 증착되고, 각각의 입자들이 직경 방향으로 성장한다. 성장한 입자의 규칙적인 제거 및 더 작은 실리콘 시드 입자들의 부가로 인하여, 상기 공정은 이와 관련되는 모든 이점들을 가지고 연속적으로 작동될 수 있다. 상기 실리콘-함유 반응 기체로는, 실리콘-할로젠 화합물(예, 클로로실란(chlorosilanes)

또는 브로모실란(bromosilanes)), 모노실란(monosilane) 및 이들 기체와 수소의 혼합물 등이 있다.

[0003] US 4900411 A는 실란(silane), 다이클로로실란(dichlorosilane), 트리클로로실란(trichlorosilane), 또는 트리브로모실란(tribromosilane)과 같은 실리콘-함유 반응 기체로부터 실리콘을 고순도의 실리콘 입자상에 증착시킴으로써 고순도의 다결정질 실리콘을 수득하는 방법을 개시하고 있으며, 이 방법에서, 반응 기체 및 실리콘 시드 입자들이 공급튜브를 통해 유동층을 가진 반응기 내로 도입되며, 유동화된 입자들을 가열하기 위해 마이크로파(microwaves)가 공급된다. 이와 같은 방식으로 폴리실리콘(polysilicon)이 고순도의 실리콘 입자상에 증착된다.

[0004] US 7029632 B2는 압력-지지 케이싱(pressure-bearing casing), 열 복사를 전달하는 내부 반응기 튜브, 실리콘 입자의 흡입구, 유동층을 가열 구역 및 상기 가열 구역 위에 위치하는 반응 구역으로 나누고 반응 기체를 공급하기 위한 관형 흡입구, 유동화 기체를 상기 가열 구역 내로 공급하기 위한 기체 분배 장치, 불완전하게 반응된 반응기체, 유동화 기체 및 기체상태 또는 증기상태인 생성물의 유출구, 생성물 유출구, 가열 장치, 그리고 상기 가열 장치를 위한 에너지 공급장치를 가진 유동층 반응기에 대하여 개시하며, 여기서, 가열장치는 내부 반응기 튜브 바깥쪽에서 내부 반응기 튜브와는 직접 접촉되지 않고 가열 구역 주위에 링 형상(ring shape)으로 배치되는 열 복사를 위한 방사선원으로서, 열 복사에 의하여 상기 가열 구역 내 실리콘 입자들을 소정의 온도로 가열하여 상기 반응 구역 내에서 반응온도가 설정되도록 구성된다. 상기 가열 구역과 반응 구역은 수직 방향으로 나누어져 있다. 이로 인해 유동층은 마이크로파 이외의 다른 방법에 의해서도 가열될 수 있는데, 이는 가열 구역 내에는 실리콘-함유 반응 기체가 존재하지 않아 벽-무증착(no wall deposition)이 가능하기 때문이다. 평평한 가열기 요소들(flat heater elements)을 이용하는 복사 가열은 유동층의 열을 전체에 걸쳐 균일하게 유지하도록 국소적으로 정의된 방식에 의해 열을 유입시킨다. 그러한 상기 가열 장치로는, 도핑된(doped) 실리콘 또는 그래파이트(graphite) 또는 실리콘 카바이드(silicon carbide)로 만들어진 가열 요소들 또는 석영 튜브 방열기, 세라믹(ceramic) 방열기 또는 금속 와이어 방열기를 예로 들 수 있다. 특히 바람직하게는, 상기 가열 장치는, 반응기에 직립으로(standing) 배치되거나, 전극 커넥션(electrode connection)으로부터 매달려 있으며, 표면이 SiC로 코팅된 그래파이트로 만들어진, 구불불한 모양의 슬롯형 튜브(slotted tube)이다.

[0005] US 4786477 A는 이러한 방법을 수행하는 장치에 대해서 개시하는데, 이 장치는 하단부에 반응 기체 혼합물용 기체 주입 튜브, 상단부에 기체 배출 튜브, 및 실리콘 시드 입자들을 공급하기 위한 튜브를 가진 반응기를 포함하고, 석영으로 이루어진 상기 반응기는 열 발생기의 중앙라인 상에 수직 직립 방향으로 위치하고, 상기 열 발생기는 그 중앙부분에 마이크로파 스크리닝 쉴드(microwave screening shield)가 설치되어 있으며, 마이크로파 공급 튜브를 통해 마이크로파 발생기에 연결되어 있고, 기체 분배 플레이트(gas distribution plate)는 반응기 아래에 배치되고, 기체 장벽 멤브레인(gas barrier membrane)은 각각의 마이크로파 공급 튜브에 배치되며, 냉각 채널(cooling channel)들은 열 발생기의 벽과 반응기의 외벽 사이 및 기체 분배판에 제공된다.

[0006] US 4786477 A에 따른 장치의 구현예에서는, 기체 배출구는 바깥쪽으로 돌출되어 느슨한 형태로 부착되고, 그래파이트 씰(seal)은 상기 석영 반응기와 함께 연결부분에 위치하게 된다. 상기 그래파이트 씰은 기체 출구 측에 있는 홀더(holder)에 의해 지지되고, 스프링에 의해 축방향으로 장력을 받는다. 따라서 그 연결상태는 상기 반응기가 다소 움직이더라도, 홀더를 통해 상기 석영 반응기에 가해지는 스프링 압력을 이용하여 밀봉 방식으로 유지된다. 기체 배출 튜브가 바깥쪽으로 돌출되어 나온 열 발생기의 상부는 PTFE 씰과 홀더에 의해 기밀방식(gas-tightness)으로 밀봉되어 있다. 상기 기체 도입 튜브는 열 발생기의 하단부에 연결되어 있고, 기체 분배판은 기체 흡입 튜브와 석영 반응기의 하단부 사이에 도입되어 있다. 냉각 경로는 기체 분배판에 형성되어 있다. 입자들을 위한 배출용 튜브는 석영 반응기의 바닥 부분에 연결되어 있고 실리콘 수집 용기까지 연장되어 있다. 상기 그래파이트 씰은 석영 반응기와 열 발생기 사이 부분에서 반응 기체가 빠져나가는 것을 방지한다.

[0007] 상기 장치의 또 다른 구현예에서는, 석영 반응기의 상단부가 기체 배출 튜브에 직접 연결되어 있다. 하단부는 반응 기체가 열 발생기로부터 빠져나가는 것을 방지하는 기체 씰을 가지는데, 다시 말해, 그래파이트로 만들어진 O-링(o-ring)은 열 발생기의 플랜지(flange)와 석영 반응기의 플랜지 그리고 기체 분배판 사이에 도입되어 있다.

[0008] 유동층 반응기의 개별적 컴포넌트를 조립하는 순서에 따라서 그 기능에 상당한 영향을 줄 수 있다는 것이 밝혀졌다. 이 경우의 중요한 문제는 반응 공간의 기밀성이다. 게다가, 조립하는 동안 반응기 튜브에 손상이 일어날 수 있다.

[0009] 전술한 문제들로부터, 본 발명이 해결하고자 하는 과제에 도달했다.

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

- [0010] 전술한 과제는 다결정질 실리콘 과립을 생산하는 유동층 반응기를 조립하는 방법에 의해 해결되며, 이 방법은 다음과 같은 단계들을 하기 기술된 순서대로 포함한다:
- [0011] - 기저판(4)을 설치하고, 기저판(4)을 유동화 기체 공급 라인(21)들 및 반응 기체(22) 및 생성물 배출 라인(20)과 연결하고,
- [0012] - 기저판(4)에 하나 이상의 유동 기체 노즐(nozzle)(6) 및 하나 이상의 반응 기체 노즐(5)을 설치하고,
- [0013] - 하부 반응기 튜브 씰(seal)(7)을 삽입하고,
- [0014] - 하부 반응기 튜브 씰(7)에 반응기 튜브(tube)(8)를 설치하고,
- [0015] - 반응기 섹션(1)에 가열기(10), 전극(11), 그리고 반응기 튜브(8)를 덮는 절연구역들(12,13)을 위치시키고,
- [0016] - 상부 반응기 튜브 씰(15)에 상부 반응기 튜브 클램프(clamp)(14)를 설치하고,
- [0017] - 반응기 헤드(head)(16)를 조립하고,
- [0018] - 시드(seed) 공급 기기(17)와 오프-가스(off-gas) 파이프 라인(18)을 조립한다.

**과제의 해결 수단**

- [0019] 본 발명가들은 발명에 따른 조립 순서를 벗어나면 반응 튜브가 손상되고, 반응기가 반응 공간에서 기밀상태로 유지될 수 없다는 것을 인식해왔다.
- [0020] 게다가, 외부 케이스(outer casing)가 이미 설치되어 있을 때는 가열기와 절연 부분을 조립하는 것이 불가능하다. 조립 순서가 성공적인 때란, 반응기 튜브가 손상되지 않고, 그 반응기가 기밀상태이며 가열기와 단열 부분이 모두 올바르게 제 기능을 하도록 배치되어 있을 때를 의미한다. 나아가, 전류-전달 컴포넌트(current-carrying components)와 절연 구간들 사이의 충분한 공간에 의해, 그에 상응하는 충분한 절연 저항이 확보되는 것을 의미한다.
- [0021] 먼저, 기저판이 설치되고, 상기 기저판이 유동 기체(예를 들어, 수소)와 반응 기체(예를 들어, 트리클로로실란)를 위한 기체 공급 라인에 연결된다.
- [0022] 또한, 상기 기저판은 다결정질 실리콘 과립을 반응기로부터 제거할 수 있는 생성물 배출 라인에 연결된다.
- [0023] 그런 다음, 상기 기저판에 그에 대응하는 노즐이 설치되는데, 이러한 노즐은 각 경우에 따라 하나 이상의 유동화 기체 노즐 및 하나 이상의 반응 기체 노즐이다.
- [0024] 그런 다음, 하부 반응기 튜브 씰이 기저판에 삽입되고, 반응기 튜브는 그 위에 설치된다.
- [0025] 그런 다음, 가열기, 전극, 그리고 절연 구역이 조립된 반응기 섹션(reactor section)이 반응기 튜브 위에 배치된다.
- [0026] 그런 다음, 상부 반응기 튜브 클램프와 상부 반응기 튜브 씰이 함께 설치된다.
- [0027] 상부 반응기 튜브 씰을 가진 상부 반응기 튜브 클램프 상에 반응기 헤드가 장착된다.
- [0028] 마지막으로, 시드 공급 장치와 오프-가스 파이프 라인이 장착된다.
- [0029] 바람직하게는, 측정장치가 반응기 헤드 상에 장착된다. 측정 장치를 사용하여, 바람직하게는, 반응기 오버헤드 압력을 측정하고, 관측 유리를 통해 고온 온도계를 사용하여 유동층의 온도를 측정한다. 이러한 구현예에서는, 카메라 기록이 관측 유리를 통해 이루어진다.
- [0030] 일 구현예에서는, 실린더형 부재(cylindrical components)가 상기 반응기 섹션이 배치되기 이전에 설치된 반응기 튜브 주위로 설치된다. 이러한 경우에는, 상기 반응기 섹션은 상기 실린더형 부재 위에 위치하게 되며, 그 내부에 가열기, 전극, 및 절연 구역이 조립된다.
- [0031] 조립된 상태에서, 상기 실린더형 부재는 반응기 튜브와 가열기 사이에 위치하게 된다.
- [0032] 상기 실린더형 부재는 실린더형 표면에 개구(opening)를 가지고 있고, 실린더형 표면의 5% 내지 95%가 개방되어 있다. 상기 실린더형 표면이 5% 내지 95%가 개방되었다는 특징은, 상기 실린더형 부재의 총 표면에 대한 자유

표면(열린 표면의 총합)의 비율이 5-95% 임을 의미한다.

- [0033] 바람직하게는, 그 비율은 40-70%이고, 특히 더 바람직하게는 45-60%이다.
- [0034] 상기 개구는 슬롯(slots), 컷아웃(cutouts), 메쉬(meshes), 관통공(bore holes) 등이 될 수 있다.
- [0035] 상기 실린더형 부재는, 예를 들어, 원통형의 격자 모양을 가질 수 있다.
- [0036] 상기 실린더형 부재는, 바람직하게는, 상부 또는 하부 또는 상,하부 모두 개방될 수 있다(실린더의 바닥면 및 덮는 면). 이로 인해 반응기의 해체가 용이해진다.
- [0037] 상기 가열 장치는 구불구불한 모양(serpentine-shaped)의 가열기 또는 복수개의 가열요소 또는 가열막대가 될 수도 있다.
- [0038] 바람직하게는, 상기 가열 장치는 내부 반응기 튜브 주위로 동심원상으로 배치된 가열요소로 이루어진다. 이 경우, 바람직하게는, 가열요소들과 안쪽의 반응기 튜브 사이에, 마찬가지로 상기 실린더형 부재가 내부 반응기 튜브에 대해 동심원상으로 배치된다.
- [0039] 바람직하게는, 상기 실린더형 부재는 열이 쉽게 전도되는 재료로 이루어진다. 가열 에너지는 열 복사 및 열 전도 방식에 의해 상기 실린더형 부재로 전달되어 상기 가열요소가 고온발광 상태로 된다.
- [0040] 또한 가열 장치의 방사선 에너지가 투과할 수 있는 재료로 만들어진 실린더형 부재를 사용하는 것이 바람직하다.
- [0041] 바람직하게는, 상기 가열요소는 상기 실린더형 부재의 실린더형 표면의 개구부에 위치한다. 이 개구부는 가열막대들이 위치하는 컷아웃일 수 있다.
- [0042] 바람직하게는, 상기 실린더형 부재는 그래파이트, CFC, 실리콘, SiC, 및 석영유리로 이루어진 그룹에서 선택된 재료를 포함한다. 상기 실린더형 부재는 상기 제시된 재료 중 하나 또는 그 이상의 재료로 구성될 수 있다. 이처럼, 상기 실린더형 부재는 상기 제시된 재료 중 하나 또는 그 이상의 재료로 코팅될 수 있다.
- [0043] 놀랍게도, 가열 장치와 반응기 튜브 사이에 있는, 전술한 상기 실린더형 부재를 사용하면 온도의 균일화(harmonization of the temperature)뿐만 아니라, 상기 반응기가 이동될 때의 가열 장치 보호에도 적합한 것으로 밝혀졌다.
- [0044] 선행기술에 의하면, 반응기 튜브가 파손되면, 가열요소에도 손상이 발생한다. 이것은 본 발명으로 회피할 수 있다. 상기 실린더형 부재는 반응기의 균열 부분에 대해 민감하지 않고 재사용이 가능하다.
- [0045] 게다가, 선행기술과 대비하여 볼 때, 방사선 쉴드(radiation shield)가 없고, 상기 실린더형 부재가 개구를 가지고 있기 때문에 유동층으로의 에너지 유입이 경제적인 방식으로 진행될 수 있다.
- [0046] 본 발명은 또한 다결정질 실리콘 과립을 제조하는 유동층 반응기에 관한 것인데, 이 반응기는 반응기 섹션(1), 반응기 헤드(16), 반응기 튜브(8) 및 반응기 섹션(1)내에 기저판(4)을 포함하고, 중간 셸(shell)(2)이 반응기 튜브(8)의 외벽과 반응 구역(1)의 내벽 사이에 위치하고, 상기 반응기는, 중간 셸(2)내에 위치하여 전극(11)과 연결되는 하나 이상의 가열기(10), 유동 기체를 공급하기 위한 하나 이상의 유동화 노즐(6), 반응 기체를 공급하기 위한 하나 이상의 반응 기체 노즐(5), 실리콘 시드 입자들을 공급하기 위한 시드 공급 기기(17), 다결정질 실리콘 과립들을 배출하기 위한 생성물 배출 라인(20), 및 반응기의 배출가스를 제거하기 위한 오프-가스 파이프 라인(18)을 더 포함하며, 상기 반응기 튜브(8)는 쉴(7,15)에 의해 반응기 튜브가 기밀 상태가 되도록 기저판(4)에 대하여 밀봉되어 있고 또한 상부 반응기 튜브 클램프(14)에 대하여서도 밀봉되어 있으며, 상기 반응기는, 추가적으로 중간 셸(2)의 가열 영역과 비가열 영역에 절연 구역(12,13)을 더 포함한다.
- [0047] 유동층 반응기의 조립은 발명에 따라 전술한 방법으로 진행되어야 하는데, 이는 상기 정의된 조립 순서가, 조립이 오류 없이 진행되도록 하고, 반응기의 손상이 없도록 하며, 유동층 반응기가 기밀상태로 유지되는 것을 보장해 주기 때문이다.
- [0048] 바람직하게는, 상기 유동층 반응기는 상기 기술한 바와 같이 반응기 튜브(8)와 가열기(10)사이에 위치하는 실린더형 부재(9)를 포함하고, 상기 실린더형 부재(9)는 실린더형 표면에 개구부를 가지며, 상기 실린더형 표면의 5% 내지 95%가 개방되어 있다.
- [0049] 바람직하게는, 상기 유동층 반응기는 추가적으로 반응기 헤드 상에 장착되는 측정 장치(19)를 포함한다. 측정 장치를 사용하여, 바람직하게는, 반응기 오버헤드 압력을 측정하고, 관측 유리를 통해 고온 온도계를 사용하여

유동층의 온도를 측정한다. 이러한 구현예에서는, 카메라 기록이 관측 유리를 통해 이루어진다.

- [0050] 상기 반응기 튜브는, 바람직하게는, 고순도 및 고온-저항성을 가진 재료, 특히, 석영유리, SiN 또는 SiC로 이루어져 있는데, 또한 반응기 튜브는 적어도 반응과 마주하는 면은 CVD로 코팅될 수 있다.
- [0051] 본 발명에 따른 조립 방법은 중간 셀에 대하여 반응 영역의 충분한 기밀성과 주변 환경에 대하여 압력-지지 케 이싱(반응구역)의 충분한 기밀성을 보장한다. 조립하는 과정의 일반적인 조건 하에서는, 상기 반응기 튜브는 손 상을 입지 않는 것이 확실하다. 절연 컴포넌트, 전극 및 가열기는 올바르게 고정될 수 있다. 충분히 높은 절연 저항이 보장될 수 있다.
- [0052] 상기 유동층 반응기의 조립 후, 다결정질 실리콘 과립들은 가열 장치에 의해 가열되는 유동층에서의 기체 흐름 에 의해 유동화된 실리콘 시드 입자들을 유동시킴으로써 유동층 반응기에 의해 제조될 수 있는데, 실리콘-함유 반응 기체를 부가하여 다결정질 실리콘이 고온의 실리콘 시드 입자상에 증착되고, 그 결과 다결정질 실리콘 과 립들이 형성된다.
- [0053] 바람직하게는, 그 결과물인 다결정질 실리콘 과립들은 유동층 반응기로부터 제거된다.
- [0054] 바람직하게는, 상기 방법은 증착에 의해 직경 방향으로 성장한 입자들을 반응기로부터 제거하고, 새로운 실리콘 시드 입자들을 부가하여 연속적으로 수행된다.
- [0055] 바람직하게는, 트리클로로실란이 실리콘-함유 반응 기체로서 사용된다. 이 경우에는, 반응 영역의 유동층의 온 도는 850-1400° C 이다.
- [0056] 마찬가지로, 모노실란이 실리콘-함유 반응 기체로서 사용되는 것이 바람직하다. 이 경우, 반응 영역의 유동층의 온도는 바람직하게는 550-850° C 이다.
- [0057] 실리콘-함유 반응 기체로서 다이클로로실란을 사용하는 것이 더욱 바람직하다. 이 경우, 반응 영역의 유동층의 온도는 바람직하게는 600-1000° C 이다.
- [0058] 유동화 기체는 바람직하게는 수소이다.
- [0059] 상기 반응 기체는 하나 또는 그 이상의 노즐을 통하여 유동층으로 주입된다. 노즐들의 출구에서의 국소 기체 속 도(local gas velocity)는 바람직하게는 0.5 내지 200 m/s 이다.
- [0060] 유동층을 통한 기체 흐름의 총량을 기초로 하는 실리콘-함유 반응 기체의 농도는, 바람직하게는 5mol% 내지 50mol% 이고, 특히 바람직하게는 15mol% 내지 40mol% 이다.
- [0061] 유동층을 통한 기체 흐름의 총량을 기초로 하는 실리콘-함유 반응 기체의 농도는, 바람직하게는 20mol% 내지 80mol% 이고, 특히 바람직하게는 30mol% 내지 60mol%이다. 트리클로로실란이 실리콘-함유 반응 기체로서 사용된 다.
- [0062] 상기 반응기의 압력은 0 내지 7.0 바(bar, 압력단위)이고, 바람직하게는 0.5 내지 4.5 바(bar)이다.
- [0063] 예를 들어, 400mm의 직경을 가지는 반응기에서는, 실리콘-함유 반응 기체의 질량 흐름 속도(mass flow rate)는 바람직하게는 200 내지 600 kg/h 이다. 수소의 부피 흐름 속도(volumetric flow rate)는 바람직하게는 100 내 지 300 Nm<sup>3</sup>/h 이다. 더 큰 반응기의 경우, 실리콘-함유 반응 기체와 수소는 더 많은 양으로 사용되는 것이 바 람직하다.
- [0064] 반응기의 크기에 따라 이상적인 몇 가지 공정 파라미터들을 이상적으로 선택하는 것은 당해 기술분야의 당업자 에게는 명백한 것이다. 그러므로, 이하에서는, 본 발명에 따른 방법에서 바람직하게 적용되는 반응기의 횡단면 의 면적에 대해 표준화된 작동 데이터들을 설명한다.
- [0065] 실리콘-함유 반응 기체의 비유량(specific flow rate)은 바람직하게는 1600-6500 kg/(h\*m<sup>2</sup>)이다.
- [0066] 수소의 비 부피 유량(specific hydrogen volumetric flow rate)은 바람직하게는 800-4000 Nm<sup>3</sup>/(h\*m<sup>2</sup>)이다.
- [0067] 층의 비 중량(specific bed weight)은 바람직하게는 700-2000 kg/m<sup>2</sup> 이다.
- [0068] 실리콘 시드 입자의 비 미터링 속도(specific silicon seed particle metering rate)는 바람직하게는 7-25 kg/(h\*m<sup>2</sup>)이다.

- [0069] 비 반응기 가열 전력(specific reactor heating power)은 바람직하게는  $800\text{--}3000 \text{ kW/m}^2$ 이다.
- [0070] 유동층에서 반응 기체의 체류 시간은 바람직하게는 0.1 내지 10초이고, 특히 바람직하게는, 0.2 내지 5초이다.
- [0071] 본 발명의 방법에 따른 전술한 구현예에서 기술된 특징들은 본 발명에 따른 장치에 대해서도 상응하여 적용될 수 있다. 역으로, 기술된 본 발명의 장치의 구현장치에 대해 전술한 구현예에 대해 기술된 특징들은 본 발명에 따른 방법에 대해서도 상응하여 적용될 수 있다. 본 발명에 따른 구현예의 이러한 특징 및 다른 특징들은 도면의 설명 및 청구항에 기재되어 있다. 개별 특징들은 본 발명의 구현예로서 개별적으로 또는 조합하여 구현될 수 있다. 게다가, 상기 특징들은 독립적으로 특히 가능한 유익한 구현예들을 기술할 수 있다.

**도면의 간단한 설명**

- [0072] 도 1은 유동층 반응기의 개략적인 구조를 보여준다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0073] 이 유동층 반응기는, 유동층 반응기에 반응기 튜브(8)가 삽입되는 반응기 섹션(1)을 포함하며, 그 상단부는 반응기 헤드(16)와 경계를 이루고 있고, 그 하단부는 기저판(4)과 경계를 이루고 있다.
- [0074] 반응기 섹션(1)의 내벽과 반응기 튜브(8)의 외벽 사이에 중간 셸(2)이 위치한다. 이 중간 셸(2)은 전극(11)에 연결되는 가열기(10) 및 가열 영역에서의 절연(12)과 비가열 영역에서의 절연(13)에 사용되는 절연 재료를 포함한다.
- [0075] 상기 중간 셸(2)은 불활성 기체로 충전되어 있거나 또는 불활성 기체로 퍼징된다(furge). 상기 중간 셸(2)의 압력은 반응기 튜브(8)의 벽에 의해 한정되는 반응 공간(3)의 압력보다 높을 수 있다.
- [0076] 반응기 튜브(8) 내부에는 폴리실리콘 과립들의 유동화된 층이 위치하고 있다.
- [0077] 공급 가스로서, 유동화 기체는 유동화 노즐(6)을 통해, 그리고 반응 기체 혼합물은 반응 기체 노즐(5)을 통해 공급된다.
- [0078] 반응 기체 노즐(5)의 높이는 유동화 노즐(6)의 높이와는 다를 수 있다.
- [0079] 특정한 반응기 구조나 공정의 경우, 실린더형 부재(9)는 반응기 튜브(8) 주위로 설치되고, 이는 상기 반응기를 제거하는 동안 가열기를 보호하고, 온도를 균일하게 하기 위함이다.
- [0080] 반응기 헤드(16)는 유동층보다 더 큰 단면을 가질 수 있다.
- [0081] 반응기 헤드(16)는 상부 반응기 튜브 클램프(14)에 고정될 수 있다.
- [0082] 시드는 시드 공급 기기(17)를 통해 반응기 헤드(16)에서 반응기로 공급된다.
- [0083] 다결정질 실리콘 과립들은 기저판(4)에서 생성물 배출 라인(20)을 통해 인출(take-off)된다.
- [0084] 반응기 헤드(16)에서, 반응기의 배출가스는 오프-가스 파이프라인(18)을 통해 배출된다.
- [0085] 반응기 튜브(8)는 쉘 즉, 하부 반응기 튜브 쉘(7), 상부 반응기 튜브 쉘(15)을 이용하여 기저판(4)에 대하여 밀봉되고, 반응기 상부의 튜브 클램프(14)에 대해서도 밀봉되는데, 이러한 방법으로 반응기 튜브는 기밀성을 가지게 된다.
- [0086] 또한, 측정 장치(19)는 반응기 헤드(16)에 장착된다. 측정 장치(19)를 사용하여, 바람직하게는, 반응기 오버헤드 압력을 측정하고, 관측 유리를 통해 고온 온도계를 사용하여 유동층의 온도를 측정한다. 이러한 구현예에서는, 카메라 기록이 관측 유리를 통해 이루어진다.
- [0087] 예시적인 구현예에 대한 상기 설명은 예로서 이해되어야 한다. 관련된 개시 내용은 우선, 당업자가 본 발명 및 관련된 이점을 이해하는 것을 돕고, 둘째로, 전술한 구조 및 공정에 대해 당업자에게 명백한 변경 및 변형들을 포함한다. 따라서, 이러한 모든 변경과 변형들 및 등가물들은 청구항의 보호 범위 내에 속하는 것으로 해석되어야 한다.

**부호의 설명**

- [0088] 1반응기 섹션

- 2중간 셀
- 3반응 공간
- 4기저판
- 5반응 기체 노즐
- 6유동화 노즐
- 7하부 반응기 튜브 셀
- 8반응기 튜브
- 9실린더형 부재
- 10가열기
- 11전극
- 12가열영역의 절연
- 13비가열영역의 절연
- 14상부 반응기 튜브 클램프
- 15상부 반응기 튜브 셀
- 16반응기 헤드
- 17시드 공급 기기
- 18오프-가스 파이프 라인
- 19측정 장치
- 20생성물 배출 라인
- 21유동화 기체 공급
- 22반응 기체 공급

도면

도면1

