



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0088276

(43) 공개일자 2020년07월22일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 33/107 (2006.01) B01D 39/20 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C01B 33/1071 (2013.01)
B01D 39/20 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2020-7007626
(22) 출원일자(국제) 2018년11월16일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2020년03월16일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2018/042557
(87) 국제공개번호 WO 2019/098345
국제공개일자 2019년05월23일
(30) 우선권주장
JP-P-2017-223144 2017년11월20일 일본(JP)

(71) 출원인
가부시끼가이샤 도꾸야마
일본 야마구치켄 슈난시 미카게초 1-1
(72) 발명자
히로타 겐지
일본국 야마구치켄 슈난시 미카게초 1-1 가부시끼
가이샤 도꾸야마 내
오기하라 가즈야
일본국 야마구치켄 슈난시 미카게초 1-1 가부시끼
가이샤 도꾸야마 내
(74) 대리인
문두현

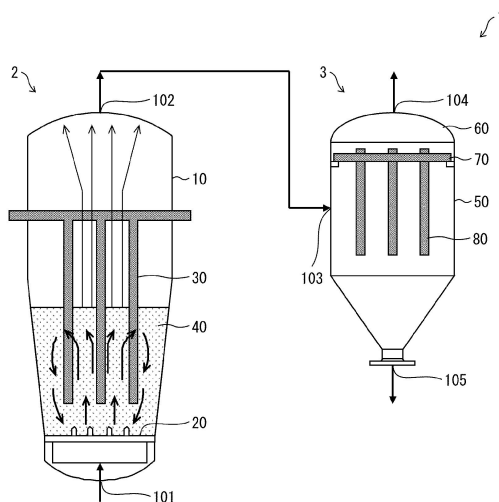
전체 청구항 수 : 총 3 항

(54) 발명의 명칭 트리클로로실란 제조 장치 및 트리클로로실란의 제조 방법

(57) 요약

필터 엘리먼트(80) 부분에 발생하는 염산에 의한, 부식 및 응력 부식 깨짐을 방지하는 것을 목적으로 한다. 트리클로로실란을 생성하는 반응 장치(2)와, 반응 잔사를 제거하는 필터 장치(3)를 구비한 트리클로로실란 제조 장치(1)로서, 상기 필터 장치(3)는, 내식성 재료로 구성된 필터 엘리먼트를 구비한다.

대표도 - 도1



명세서

청구범위

청구항 1

금속 실리콘 분체를 사용해서 트리클로로실란을 생성하는 반응 장치와,
상기 반응 장치에 의해 생성된 트리클로로실란과 반응 잔사를 포함하는 반응 생성물로부터 상기 반응 잔사를 제거하는 필터 장치
를 구비한 트리클로로실란 제조 장치로서,
상기 필터 장치는, 내식성 재료로 구성된 필터 엘리먼트를 구비하고,
상기 내식성 재료는, 몰리브덴이 1중량% 이상 포함되는 것을 특징으로 하는 트리클로로실란 제조 장치.

청구항 2

제1항에 있어서,
상기 내식성 재료는, 인코넬625 또는 하스텔로이인 것을 특징으로 하는 트리클로로실란 제조 장치.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 기재된 트리클로로실란 제조 장치를 사용해서, 트리클로로실란을 제조하는 공정을 갖는 것을 특징으로 하는 트리클로로실란의 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 트리클로로실란 제조 장치 및 트리클로로실란의 제조 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 고순도의 트리클로로실란(TCS, SiHCl_3)은, 반도체 및 태양전지의 재료로서 사용되는 다결정 실리콘의 제조에 사용된다. 트리클로로실란은, 예를 들면, 이하의 반응 경로를 거쳐 얻어진다. 우선, 금속 실리콘 분체(Si)와 염화수소(HCl)를 반응시킨다. 그 경우에, 주반응으로서, 식(1)에 나타내는 바와 같이 트리클로로실란이 생성되지만, 부반응으로서 식(2)에 나타내는 바와 같이 테트라클로로실란(STC, SiCl_4)이 발생한다. 테트라클로로실란은 회수 후 재이용되고, 식(3)에 나타내는 바와 같이 트리클로로실란으로 전화(轉化)된다. 또한, 염화수소를 사용하지 않고, 식(3)의 반응에 의해서 트리클로로실란을 제조하는 경우도 있다.

[0003] $\text{Si} + 3\text{HCl} \rightarrow \text{SiHCl}_3 + \text{H}_2$ (1)

[0004] $\text{Si} + 4\text{HCl} \rightarrow \text{SiCl}_4 + 2\text{H}_2$ (2)

[0005] $3\text{SiCl}_4 + 2\text{H}_2 + \text{Si} \rightarrow 4\text{SiHCl}_3$ (3)

[0006] 상기 반응이 행해지는 반응 장치로부터 회수된 반응 생성물에는, 트리클로로실란, 저비점 실란, 및 테트라클로로실란 등을 포함하는 클로로실란 화합물이 포함되어 있기 때문에, 고순도의 트리클로로실란 가스를 얻기 위해서는 반응 생성물의 정제를 행할 필요가 있다. 그러나, 반응 생성물에는 미반응의 금속 실리콘 분체도 포함된다. 그 때문에, 반응 장치로부터, 그 하류의 정제 장치에, 반응 생성물을 그대로 공급했을 경우, 정제 장치에 있어서 금속 실리콘 분체에 의한 이로운 및 폐색이 발생한다. 이 미반응의 금속 실리콘 분체는, 반응 장치와 정제 장치와의 사이에 필터 장치를 마련함에 의해, 제거할 수 있다.

[0007] 여기에서, 금속 실리콘 분체는 극히 딱딱한 물질이기 때문에, 필터 장치의 마모가 문제시되어 있었다. 특허문헌 1에는, 내마모성 재료인 금속제의 소결 필터 엘리먼트를 마련한 고기(固氣) 분리 장치를 구비하는 트리클로

로실란의 제조 장치에 대하여 개시되어 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0008] (특허문헌 0001) 중국 실용신안공고 제201643908호 명세서

발명의 내용

해결하려는 과제

[0009] 그러나, 필터 장치의 손상을 방지하기 위해서는, 상술의 종래 기술에 개선의 여지가 있는 것을 본 발명자는 독자적으로 알아냈다.

[0010] 본 발명의 일 양태는, 상기한 문제점에 감안해서 이루어진 것이며, 그 목적은 트리클로로실란 제조 장치에 있어서, 부식 및 응력에 의한 부식 깨짐(이후, 「응력 부식 깨짐」이라 한다)을 방지하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

[0011] 상술의 과제를 해결하기 위하여, 본 발명자가 예의 연구를 행한 결과, 필터 엘리먼트에 내식성 재료를 사용함에 의해, 필터 엘리먼트의 부식, 및 응력 부식 깨짐의 발생을 억제할 수 있는 것을 알아냈다. 즉, 본 발명은 이하의 구성을 포함한다.

[0012] 금속 실리콘 분체를 사용해서 트리클로로실란을 생성하는 반응 장치와, 상기 반응 장치에 의해 생성된 트리클로로실란과 반응 잔사를 포함하는 반응 생성물로부터 상기 반응 잔사를 제거하는 필터 장치를 구비한 트리클로로실란 제조 장치로서, 상기 필터 장치는, 내식성 재료로 구성된 필터 엘리먼트를 구비하는 것을 특징으로 하는 트리클로로실란 제조 장치.

발명의 효과

[0013] 본 발명의 일 태양에 의하면, 필터 엘리먼트 부분에 발생하는 염산에 의한 부식 및 응력 부식 깨짐을 억제할 수 있다.

도면의 간단한 설명

[0014] 도 1은 본 발명의 일 실시형태에 따른 트리클로로실란 제조 장치의 모식도.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0015] 본 발명의 실시형태에 대하여, 이하에 상세히 설명한다. 또, 본 명세서에 있어서 특기(特記)하지 않는 한, 수치 범위를 나타내는 「A~B」는, 「A 이상(A를 포함하며 또한 A보다 크다) B 이하(B를 포함하며 또한 B보다 작다)」를 의미한다.

[0016] [1. 본 발명의 개요 설명]

[0017] 본 발명자가 예의 검토했더니, 상술한 종래 기술에는 이하의 문제점이 있는 것을 알 수 있었다. 특허문헌 1에 개시된 금속 소결 필터 엘리먼트를 구비한 트리클로로실란 제조 장치에 있어서, 필터 장치의 필터 엘리먼트 부분에 있어서 금속 실리콘 분체의 접촉에 의한 마모 이외에, 다음의 (i)로부터 (iii)의 문제가 발생하는 것을 새롭게 알아냈다. (i) 정기 검사 등에 있어서 필터 장치를 개방했을 때에 필터 엘리먼트 근방에 공기 중의 수분에 의한 염산 환경이 발생하는 것. (ii) 발생한 염산 환경에 의해 필터 엘리먼트 부분에 있어서 부식이 진행함과 함께, 필터 장치의 사용을 계속하면 부식한 개소에 응력이 가해지고, 균열한다는 문제가 일어나는 것. (iii) 특히 필터 엘리먼트는, 촘촘한 구조이기 때문에 트리클로로실란 및 테트라클로로실란이 잔류하기 쉽고, 정기 검사 등의 때의 개방 시에 상기 (i) 및 (ii)의 문제가 현재화(顯在化)하는 것.

[0018] 이때까지, 당업자에게 있어서, 필터 엘리먼트 부분의 열화(劣化)에 대해서는, 상기 금속 실리콘 분체와 접촉함에 의한 마모를 특히 우려할 것이지만, 개방 시의 부식에 기인해서, 응력 부식 깨짐의 문제가 발생하는 것은 상

정 외였다. 본 발명자는, 놀랍게도, 필터 엘리먼트 부분의 내식성이 중요한 것을 독자적으로 알아냈다.

[0019] 그래서, 본 발명의 일 실시형태에 따른 트리클로로실란 제조 장치는, 상술한 종래 기술의 문제점을 해결하는 것이고, 필터 엘리먼트에 내식성을 구비한다. 이하, 상세히 설명한다.

[0020] [2. 트리클로로실란 제조 장치 및 트리클로로실란의 제조 방법]

[0021] 본 발명의 일 실시형태에 따른 트리클로로실란 제조 장치는, 금속 실리콘 분체를 사용해서 트리클로로실란을 생성하는 반응 장치와, 상기 반응 장치에 의해 생성된 트리클로로실란과 반응 잔사를 포함하는 반응 생성물로부터 상기 반응 잔사를 제거하는 필터 장치를 구비한 트리클로로실란 제조 장치로서, 상기 필터 장치는, 내식성 재료로 구성된 필터 엘리먼트를 구비한다. 또한, 본 발명의 일 실시형태에 따른 트리클로로실란의 제조 방법은, 상기 제조 장치를 사용해서, 트리클로로실란을 제조하는 공정을 갖는 것을 특징으로 한다.

[0022] <2-1. 반응 장치>

[0023] 본 발명의 일 실시형태에 사용하는 반응 장치는, 금속 실리콘 분체를 사용해서 트리클로로실란을 포함하는 반응 생성물을 합성하는 장치이면 하등 제한되지 않으며, 공지된 것이어도 된다. 반응 장치로서, 예를 들면, 유동상(流動床) 방식 반응 장치를 들 수 있다. 유동상 방식 반응 장치를 사용함에 의해, 연속적으로 금속 실리콘 분체, 및 염화수소를 공급해서, 연속적으로 트리클로로실란을 합성하는 것이 가능하다. 또, 이하에서는, 유동상 방식 반응 장치의 일례로서 도 1에 금속 실리콘 분체와 염화수소 가스를 반응시켜서 트리클로로실란을 합성하는 장치를 들어서 설명하지만, 그 외에 금속 실리콘 분체와 테트라클로로실란을 반응시켜서 트리클로로실란을 합성하는 장치를 사용해도 된다.

[0024] 도 1에 나타내는 트리클로로실란 제조 장치(1) 중 반응 장치(2)는 반응 용기(10), 분산판(20), 및 열매관(30)을 구비하고 있다. 반응 장치(2)에서는, 반응 용기(10)의 내부에 금속 실리콘 분체가 공급되고, 반응 용기(10)의 저부에 형성된 가스 공급구(101)로부터, 금속 실리콘 분체와 반응하는 염화수소 가스가 반응 용기(10)의 내부에 공급된다. 분산판(20)은, 반응 용기(10)의 가스 공급구(101)의 위에 마련되어 있고, 반응 용기(10)의 내부에 공급된 염화수소 가스를 분산시킨다.

[0025] 반응 장치(2)는, 반응 용기(10)의 내부의 금속 실리콘 분체를 염화수소 가스에 의해서 유동시키면서 반응시킨다(당해 반응이 발생하고 있는 개소를, 이후, 유동층(40)이라 한다). 금속 실리콘 분체와 염화수소 가스와의 반응에 의해 합성된 트리클로로실란과 반응 잔사를 포함하는 반응 생성물을, 반응 용기(10)의 반응 생성물 출구(102)로부터 취출한다. 또한, 반응 용기(10)의 내부에는, 열매체를 유통시키는 열매관(30)이 상하 방향(중력에 평행한 방향)을 따라 마련되어 있다. 열매관(30)에 열매체를 유통시킴에 의해, 금속 실리콘 분체와 염화수소 가스와의 반응에 의한 반응열을 제거한다.

[0026] 반응 용기(10)가 갖는 형상(환언하면, 반응 용기(10)가 갖는 측벽의 형상)에 대해서는 특히 한정되지 않는다. 예를 들면, 반응 용기(10) 중 유동층(40)을 둘러싸는 측벽은, 반응 용기(10)의 높이 방향에 직교하는 절단면의 단면적이, 일정한 형상(도시하지 않음)이어도 되고, 위쪽을 향해서 커지는 테이퍼 형상(도 1)이어도 된다. 예를 들면, 가스 공급구로부터 유동층의 상면까지의 높이의 적어도 80% 이상의 범위에서, 측벽은, 반응 용기의 높이 방향에 직교하는 절단면의 단면적이, 위쪽을 향해서 커지는 테이퍼 형상이어도 된다. 이로전의 리스크를 저감할 수 있음과 함께, 국소적인 온도 상승을 방지할 수 있다는 관점에서, 반응 용기(10)가 갖는 형상은, 테이퍼 형상인 것이 바람직하다.

[0027] 또, 반응 장치(2)에 도달할 때까지의 금속 실리콘 분체 및 염화수소의 흐름에 대해서는, 예를 들면, 일본국 공개특허공보 「특개2011-184242호 공보」에 기재되어 있기 때문에, 기재를 생략한다. 또한, 사용 원료에 대해서는 공지의 것을 특히 제한 없이 사용할 수 있고, 합성 조건도 공지의 조건이면 특히 제한 없이 사용할 수 있다.

[0028] 본 명세서에 있어서, 「금속 실리콘 분체」란, 야금제 금속 실리콘, 규소철, 혹은 폴리실리콘 등의 금속 상태의 규소 원소를 포함하는 고체 물질을 의도하고, 공지의 것이 하등 제한 없이 사용된다. 또한, 이들 금속 실리콘 분체에는 철 화합물 등의 불순물이 포함되어 있어도 되고, 그 성분 및 함유량에 있어서 특히 제한은 없다. 이러한 금속 실리콘 분체는, 통상적으로, 평균 입경이 150~350 μ m 정도인 미세한 분말의 형태로 사용된다.

[0029] 상기 반응에 사용되는 염화수소로서는, 공업적으로 입수할 수 있는 각종 염화수소를 사용할 수 있다.

[0030] 금속 실리콘 분체 및 염화수소의 공급량은, 유동층이 형성 가능한 유량으로 되는 속도로 금속 실리콘 분체 및 염화수소를 공급할 수 있으면, 특히 제한되지 않는다.

- [0031] 상기 반응에 있어서의 반응 온도는, 반응 장치의 재질 및 능력, 그리고 사용하는 촉매 등을 감안해서 적의(適宜) 결정되지만, 일반적으로, 200~500℃, 특히 250~400℃의 범위로 설정된다.
- [0032] <2-2. 필터 장치>
- [0033] 필터 장치는 트리클로로실란과 반응 잔사를 포함하는 반응 생성물로부터 미반응의 금속 실리콘 분체를 포함하는 반응 잔사를 제거하기 위한 장치이다. 필터 장치는 세공이 형성된 필터 엘리먼트를 구비한다. 이것에 의해, 필터 장치는, 반응 생성물을, 상기 세공을 통과할 수 있는 성분과, 상기 세공을 통과할 수 없는 성분(반응 잔사)으로 분리한다.
- [0034] 필터 장치의 일례로서, 도 1에 나타내는 필터 장치(3)를 예로 들어 상세히 설명한다. 필터 장치(3)는 하부 필터 용기(50), 상부 필터 용기(60), 칸막이판(70), 및, 필터 엘리먼트(80)를 구비하고 있다.
- [0035] 하부 필터 용기(50)는, 저부가 테이퍼상이고, 동부(胴部)가 원통상을 하고 있고 필터 장치 입구(103) 및 잔사 회수구(105)를 구비한다. 상부 필터 용기(60)는, 필터 장치 출구(104)를 구비한다. 필터 장치(3)에서는, 필터 장치 입구(103)로부터, 반응 장치(2)에 있어서 합성된 반응 생성물이 순차 공급된다. 공급된 반응 생성물은 필터 엘리먼트(80)에 의해 분리되고, 필터 장치 출구(104) 및 잔사 회수구(105)로부터 배출된다. 하부 필터 용기(50)와 상부 필터 용기(60)는, 개폐 가능하게 설치된다.
- [0036] 칸막이판(70)은 필터 장치(3)의 내부를, 필터 장치 입구(103)가 설치되어 있는 측(이후, 필터 장치 입구측이라 한다)의 공간과 필터 장치 출구(104)가 설치되어 있는 측(이후, 필터 장치 출구측이라 한다)의 공간으로 2분할한다. 예를 들면, 칸막이판(70)은, 하부 필터 용기(50)와 상부 필터 용기(60)의 경계에 설치될 수 있다. 또한, 칸막이판(70)에는 필터 엘리먼트(80)를 유지하기 위한 구멍이 뚫려 있고, 그 구멍의 형상, 크기, 수, 및, 위치에 제한은 없다.
- [0037] 필터 엘리먼트(80)는 미세한 세공이 형성된 원주형을 하고 있다. 필터 엘리먼트(80)는, 칸막이판(70)의 구멍에 유지되도록 필터 장치(3)에 설치된다. 필터 엘리먼트(80)는, 세공을 통해서, 필터 장치 입구측의 공간과, 필터 장치 출구측의 공간을 기체가 유통할 수 있도록 연결하고 있다. 필터 장치 입구(103)로부터 공급된 반응 생성물 중, 필터 엘리먼트(80)의 세공을 통과할 수 있는 성분(이후, 기체 성분이라 한다)은, 필터 장치 출구(104)로부터 배출된다. 필터 장치(3)에 반응 생성물이 순차 공급되기 때문에, 필터 장치 입구측은 양압, 필터 장치 출구측은 입구보다 낮은 압력으로 되어 기체 성분은 자동적으로 배출된다.
- [0038] 한편, 필터 엘리먼트(80)의 세공의 공경보다 큰 사이즈의 반응 생성물은 필터 엘리먼트(80)의 세공을 통과할 수 없기 때문에, 필터 장치(3)의 필터 장치 입구측에 체류한다.
- [0039] 반응 생성물로부터 반응 잔사의 제거를 계속적으로 행하면, 필터 엘리먼트(80)의 세공 내에, 반응 잔사가 부착한다. 이것에 의해 필터 엘리먼트(80)에 의한 압력 손실이 커진다. 그 때문에, 정기적으로 필터를 예비 필터로 교체하고, 필터 장치 출구측으로부터 반응 생성물에 악영향을 끼치지 않는 가스(N_2 가스, H_2 가스, 또는 Ar 가스 등을 포함한다)를 분사하고, 필터 엘리먼트(80) 세공 내에 존재하는 반응 생성물을 필터 장치 입구측으로 불어서 되돌리는, 역세정 작업을 행하는 것이 바람직하다. 또한, 필터 장치(3) 내부에 반응 잔사가 체류하고, 반응 잔사의 제거 효율이 저하하기 때문에 정기적으로 반응 잔사를 잔사 회수구(105)로부터 회수하는 것이 바람직하다. 또, 회수의 방법으로서, N_2 가스, H_2 가스 또는 Ar 가스 등으로 어느 일정한 압력까지 당해 필터 용기를 가압하고, 잔사 회수구(105)의 하류에 있는 당해 필터보다도 낮은 압력으로 유지되고 있는 다른 용기에 배출하는, 배출 작업을 행하는 것이 바람직하다. 또, 배출 작업은, 양 용기를 서로 다른 압력으로 유지한 후, 접속하고 있는 배관의 밸브를 재빠르게 열고, 양 용기의 압력차를 이용해서 배출하는 것이 바람직하다.
- [0040] 이에 더해서, 필터 엘리먼트(80)의 상태를 확인하기 위하여, 또는 필터 장치(3)의 검사를 하기 위하여, 필터 장치(3)의 하부 필터 용기(50) 및 상부 필터 용기(60)를 분리함에 의해 필터 장치(3)를 대기 개방하는 경우가 있다. 대기 개방하기 전에 상기와 같이 역세정 작업 및 배출 작업에 의해 필터 엘리먼트(80)의 세공에 체류하고 있는 반응 생성물을 떨어내고, 배출하지만, 세공은 촘촘한 구조이기 때문에 반응 생성물의 일부가 세공 내에 잔류한다. 잔류한 반응 생성물은 트리클로로실란 등이 포함되기 때문에, 대기 개방 시에 대기 중의 수분과 잔류한 반응 생성물이 반응함에 의해 필터 엘리먼트(80) 근방에서 고농도의 염산이 발생하고, 필터 엘리먼트(80)가 부식하기 쉬워진다.
- [0041] 그 때문에, 필터 엘리먼트(80)는 내식성 재료로 구성되어 있다. 본 명세서에 있어서, 「내식성 재료」란, JIS G0576 「스테인리스강의 응력 부식 개검 시험 방법」이나 JIS Z 2291 「금속 재료의 고온 가스 부식 시험 방법

」에 의해서, 스테인리스강에 비해서 응력 부식 깨짐이 우수하다고 확인된 재료, 또는 고온에 있어서의 내산화성이 극히 우수하다고 확인된 재료를 의도한다. 또한, 본 명세서에 있어서, 부재가 「내식성 재료로 구성되어 있는」 것이란, 부재에 내식성 재료가 피복되어 있는 것, 부재가 내식성 재료로부터 단조(鍛造) 또는 주조(鑄造)되어 있는 것 등을 포함한다.

- [0042] 필터 엘리먼트(80)에 사용되는 내식성 재료는, 니켈을 필수 성분으로 하고, 이것과, 크롬, 철, 텅스텐, 니오븀, 탄탈륨 및 몰리브덴으로 이루어지는 군에서 선택되는 어느 1종 이상을 함유하고 있는 것이 바람직하다. 내식성 재료 100중량% 중의 니켈의 함유량은, 20~80중량%인 것이 바람직하고, 50~75중량%인 것이 보다 바람직하다. 또한, 크롬의 함유량은, 10~25중량%인 것이 바람직하고, 14~23중량%인 것이 보다 바람직하다. 철의 함유량은, 2~30중량%인 것이 바람직하고, 3~8중량%인 것이 보다 바람직하다. 텅스텐의 함유량은, 0~5중량%인 것이 바람직하고, 0~4중량%인 것이 보다 바람직하다. 니오븀의 함유량은, 0~5중량%인 것이 바람직하고, 0~4중량%인 것이 보다 바람직하다. 탄탈륨의 함유량은, 0~5중량%인 것이 바람직하고, 0~4중량%인 것이 보다 바람직하다. 몰리브덴의 함유량은 1중량% 이상인 것이 바람직하고, 5~20중량%인 것이 보다 바람직하다. 이와 같은 내식성 재료의 구체예로서는 인코넬600, 인코넬625, 인코넬825, 하스텔로이C22, 하스텔로이C276 및 NAS254N 등을 들 수 있다.
- [0043] 이 중, 필터 엘리먼트(80)로서 몰리브덴을 함유하는 내식성 재료를 사용함에 의해 부식 및 응력 부식 깨짐뿐만 아니라 입계 부식(부식이 결정 입계를 따라 진행되는 부식)을 억제할 수 있다. 그 때문에, 몰리브덴을 함유하는 내식성 재료를 사용하는 것이 보다 바람직하다. 몰리브덴을 함유하는 내식성 재료로서는, 인코넬625, 인코넬825, 하스텔로이C22, 하스텔로이C276 및 NAS254N 등을 들 수 있다.
- [0044] 본 발명은 상술한 각 실시형태로 한정되는 것은 아니며, 청구항에 나타난 범위에서 각종 변경이 가능하고, 서로 다른 실시형태에 각각 개시된 기술적 수단을 적의 조합해서 얻어지는 실시형태에 대해서도 본 발명의 기술적 범위에 포함된다.
- [0045] (실시예)
- [0046] 이하, 본 발명의 방법에 대하여 실시예를 나타내서 더 구체적으로 설명하지만, 본 발명은, 이들 실시예로 한정되는 것은 아니다.
- [0047] 도 1에 나타내는 트리클로로실란 제조 장치(1)로부터 배출된 반응 생성물을 도 1에 나타내는 필터 장치(3)를 사용해서 처리했다.
- [0048] 반응 생성물은, 온도 약 200℃에서 이하의 가스 조성과 더스트 성분을 포함하는 것이다.
- [0049] · 가스 조성 : H₂ 3중량%, TCS 17중량%, STC 80중량%, 및 미량 성분(AlCl₃, 고비점 성분 등)
- [0050] · 더스트 성분 : Si, Si와의 금속간 화합물, SiC, Al, Ca 슬래그, AlCl₃, CaCl₂, 및 FeCl₂ 등.
- [0051] 표 1은, 필터 엘리먼트(80)의 재질과, 재질의 내식성의 평가와, 실운전 후의 응력 부식 깨짐의 유무를 나타낸다. 또한, 표 2에 필터 엘리먼트(80)로서 사용한 재질의 조성을 나타낸다.
- [0052] 필터 엘리먼트(80)로서, No.1~No.5에 나타내는 재질로 이루어지고, 미세한 세공이 형성된 원주형(3mm 두께, 외경 60φ×전장 1300mm)의 필터 엘리먼트를 사용했다. 이 필터 엘리먼트를 309일간 실운용하고, 응력 부식 깨짐의 발생의 유무를 확인했다.
- [0053] 응력 부식 깨짐은, JIS G0576 및 JIS Z2291의 어느 쪽의 시험 방법에 있어서도 내식성을 나타내지 않은 SUS316L에서만 발생했다.
- [0054] 또한, 응력 부식 깨짐이 발생하지 않은 필터 엘리먼트 중, No.4 및 No.5를 사용해서 3년간 더 실운전을 행했지만, 응력 부식 깨짐은 발생하지 않았다.

[0055] [표 1]

No.	필터 엘리먼트 재질	JIS G 0576	JIS Z 2291	응력 부식 깨짐
1	SUS316L	—	—	있음
2	NAS254N	내식성 재료	내식성 재료	없음
3	Inconel825	내식성 재료	내식성 재료	없음
4	Inconel625	내식성 재료	내식성 재료	없음
5	HastelloyC-276	내식성 재료	내식성 재료	없음

[0056]

[0057] [표 2]

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	Fe
SUS316L	0.014	0.70	1.24	0.034	0.002	12.10	17.22	2.04	—	잔류
NAS254N	0.01	0.46	0.35	0.017	0.001	24.94	22.98	5.74	0.08	잔류
Inconel825	0.04	0.26	0.46	—	0.001	42.45	22.68	2.71	1.87	28.60
Inconel625	0.01	0.11	0.07	0.008	<0.001	60.64	21.98	9.03	—	4.20
HastelloyC-276	<0.01	0.05	0.49	0.011	0.001	56.47	15.93	16.01	—	5.83

[0058]

[0059] 또, 표 2의 수치의 단위는 중량%이다.

[0060] (정리)

[0061] 필터 엘리먼트(80)로서 내식성 재료를 사용함에 의해, 필터 엘리먼트의 부식, 및 응력 부식 깨짐의 발생을 억제할 수 있는 것이 확인되었다.

[0062] 본 발명의 일 양태에 따른 트리클로로실란 제조 장치에서는, 금속 실리콘 분체를 사용해서 트리클로로실란을 생성하는 반응 장치와, 상기 반응 장치에 의해 생성된 트리클로로실란과 반응 잔사를 포함하는 반응 생성물로부터 상기 반응 잔사를 제거하는 필터 장치를 구비한 트리클로로실란 제조 장치로서, 상기 필터 장치는, 내식성 재료로 구성된 필터 엘리먼트를 구비한다.

[0063] 또한, 본 발명의 일 양태에 따른 트리클로로실란 제조 장치에서는, 상기 내식성 재료는, 몰리브덴이 1중량% 이상 포함되는 것이 바람직하다.

[0064] 또한, 본 발명의 일 양태에 따른 트리클로로실란 제조 장치에서는, 상기 내식성 재료는, 인코넬625 또는 하스텔로이인 것이 바람직하다.

[0065] 또한, 본 발명의 일 양태에 따른 트리클로로실란 제조 방법에서는, 본 발명의 일 양태에 따른 트리클로로실란 제조 장치 중 어느 하나에 기재된 트리클로로실란 제조 장치를 사용해서, 트리클로로실란을 제조하는 공정을 갖는 것이 바람직하다.

산업상 이용가능성

[0066] 본 발명은, 트리클로로실란의 제조에 이용할 수 있다.

부호의 설명

[0067] 1 : 트리클로로실란 제조 장치 2 : 반응 장치

3 : 필터 장치 10 : 반응 용기

20 : 분산관 30 : 열매관

40 : 유동층 50 : 하부 필터 용기

60 : 상부 필터 용기 70 : 칸막이관

80 : 필터 엘리먼트 101 : 가스 공급구

102 : 반응 생성물 출구 103 : 필터 장치 입구

104 : 필터 장치 출구 105 : 잔사 회수구

도면

도면1

