



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2016년11월07일
 (11) 등록번호 10-1672796
 (24) 등록일자 2016년10월31일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
 C01B 33/08 (2006.01) C01B 33/039 (2006.01)
 (21) 출원번호 10-2009-0108288
 (22) 출원일자 2009년11월10일
 심사청구일자 2014년02월26일
 (65) 공개번호 10-2011-0051624
 (43) 공개일자 2011년05월18일
 (56) 선행기술조사문헌
 KR1020090113018 A*
 US20040028593 A1
 US20040047797 A1*
 KR1020080008323 A
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌

(73) 특허권자
 주식회사 케이씨씨
 서울특별시 서초구 사평대로 344 (서초동)
 (72) 발명자
 고태호
 경기도 용인시 수지구 문인로 59, 삼익아파트 10
 4동 1110호 (풍덕천동)
 강경훈
 경기도 수원시 영통구 봉영로1744번길 16 (영
 통동, 쌍용아파트)
 (뒷면에 계속)
 (74) 대리인
 특허법인한성, 이은선

전체 청구항 수 : 총 4 항

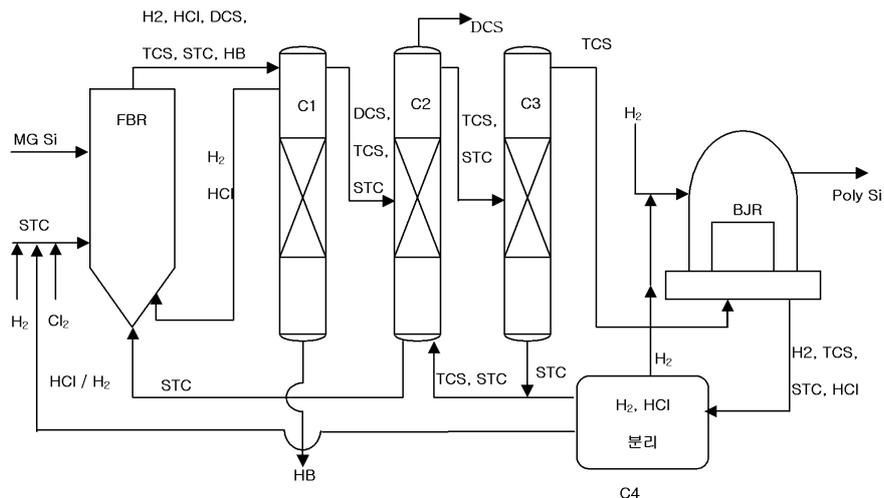
심사관 : 정현아

(54) 발명의 명칭 **염소가스 혹은 염화수소를 이용하여 다결정실리콘 제조원료인 고순도의 삼염화실란을 제조하는 방법**

(57) 요약

본 발명은 고순도 삼염화실란(TCS, SiHCl₃)의 제조방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 유동층 반응기 또는 고정층 반응기와 같은 반응기 내에서 바람직하게는 구리계 촉매의 존재 하에 사염화규소(STC, SiCl₄), 금속성 실리콘(MG Si), 수소(H₂) 및 염소(Cl₂) 혹은 염화수소(HCl)를 반응시켜 삼염화실란을 제조하는 방법에 관한 것이다. 본 발명의 삼염화실란 제조 방법은 실리콘 석출과정에서 발생하는 부산물인 사염화규소 및 수소를 활용할 수 있고, 추가적으로 첨가되는 염소 등에 의해 일어나는 클로린화 반응(chlorination) 효과를 함께 얻을 수 있어 하이드로클로린 반응이 단독으로 일어나는 것보다 삼염화실란의 전환율을 증가시키는 효과가 더 높다. 본 발명에 따르면 다결정실리콘 원료인 고순도의 삼염화실란을 경제적이고 효과적으로 제조할 수 있다.

대표도 - 도1



(72) 발명자
오단비
경기도 용인시 수지구 죽전로144번길 10 (죽전동)

안정호
경기도 수원시 팔달구 화서동 대우아파트

명세서

청구범위

청구항 1

유동층 반응기 내에서, 반응물 총 중량의 1~2.5중량%에 해당하는 CuCl 촉매의 존재하에 사염화규소, 금속성 실리콘, 수소, 및 염소를, 사염화규소 1몰당 수소 2몰 및 염소 0.025~0.075몰의 비로 사용하여, 3~30초간 반응시키는 것을 특징으로 하는 삼염화실란의 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 반응은 400~700℃의 온도 조건 하에서 수행되는 것을 특징으로 하는 삼염화실란의 제조 방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 반응은 1 ~ 40 bar 압력 조건 하에서 수행되는 것을 특징으로 하는 삼염화실란의 제조 방법.

청구항 4

삭제

청구항 5

제1항에 있어서, 사염화규소 및 수소로는 하이드로클로린 공정과 다결정실리콘 제조 공정에서 부산물로서 발생하여 재순환된 것이 사용되는 것을 특징으로 하는 삼염화실란의 제조 방법.

청구항 6

삭제

청구항 7

삭제

발명의 설명

발명의 상세한 설명

기술분야

[0001] 본 발명은 삼염화실란(TCS, SiHCl₃)의 제조방법에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 유동층 반응기 또는 고정층 반응기와 같은 반응기 내에서 바람직하게는 구리계 촉매의 존재 하에 사염화규소(STC, SiCl₄), 금속성 실리콘(MG Si), 수소(H₂), 그리고 염소(Cl₂) 혹은 염화수소(HCl)를 반응시켜 삼염화실란을 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0002] 고순도의 삼염화실란(TCS)은 태양광 산업에 사용되는 다결정 실리콘의 제조 원료나 반도체 산업의 에픽텍셀 공정에 사용된다. 삼염화실란을 이용한 태양전지용 다결정 실리콘의 제조에는 삼염화실란 가스를 수소가스로 환원시키거나 열분해로 실리콘을 석출시키는 방법이 주로 사용된다.

[0003] 실리콘 석출방법에는 종형(Bell jar) 반응기 또는 유동층 반응기가 대표적으로 사용된다. 종형 반응기를 이용하는 방법에는 삼염화실란과 수소 가스를 종형 반응기에 넣고 전기를 이용하여 실리콘 막대를 고온으로 가열하여 실리콘을 석출시킨다. 유동층 반응기를 이용하는 방법에는 반응가스를 이용하여 크기가 작은 실리콘 입자를 반응기에 투입하여 유동화시키면서 가열하고, 여기에 실리콘 시드(Silicon seed) 입자를 연속 공급하는 것에 의해 실리콘이 실리콘시드 입자 표면에서 석출되어 크기가 커진 다결정 실리콘을 얻게 된다. 상기 두 가지 방법 모두, 미 반응된 삼염화실란 및 부산물로 염화수소와 사염화규소가 생성되어 배출되며, 배출된 삼염화실란은 분

리하여 다시 다결정 실리콘 제조원료로 사용된다.

- [0004] 이때, 부산물인 사염화규소를 이용해서 다결정 실리콘 제조원료인 삼염화실란을 제조할 수 있어야만 실리콘 생산효율을 증대시킬 수 있고, 그 결과 다결정실리콘을 경제적으로 제조할 수 있게 되어 경쟁력을 갖출 수 있게 된다.
- [0005] 따라서, 현재 삼염화실란 제조공정시 사염화실란(STC)으로부터 하이드로클로린 반응에 의해 삼염화실란을 제조하는 연구가 많이 이루어지고 있다.
- [0006] 미국 특허 제3,565,590호는 반도체급 실리콘의 석출공정 후 생성된 부산물 중 하나인 염화수소와 금속성 실리콘을 반응시켜 삼염화실란을 제조하고, 다른 부산물인 사염화실란은 버너로 가열하여 흠드(fumed) 실리카를 제조하는 방법을 개시하고 있다.
- [0007] 그러나, 이 방법은 75% 이상의 높은 TCS 선택성과, 부산물인 사염화규소를 재활용하여 폐기물의 양을 줄일 수 있다는 장점에도 불구하고, 부산물인 사염화규소를 흠드 실리카 제조에 사용하기 때문에 다결정 실리콘의 원료인 삼염화실란의 제조에 사용하는 것에 비하여 실리콘 원료의 이용효율이 떨어진다는 단점이 있고, 나아가 부산물인 사염화규소의 처리를 위하여 별도의 흠드 실리카 제조 공정이 필요하다는 단점이 있다.
- [0008] 미국특허 제4,117,094호는 약 1300℃ 고온에서 금속성 실리콘과 사염화규소를 반응시켜 이염화실란을 형성시킨 다음, 형성된 이염화실란에 염화수소를 약 1:1의 비율로 투입한 후 온도를 약 800℃로 냉각시키는 2단계의 반응을 통해 삼염화실란을 합성하는 방법을 개시하고 있다.
- [0009] 그러나, 이 방법은 2단계의 반응을 필요로 하기 때문에 삼염화실란 제조공정이 복잡해지고, 또한 금속성 실리콘을 고온에서 녹여야 하기 때문에 에너지가 많이 소모된다는 단점이 있다.
- [0010] 미국특허 제4,165,363호는 활성탄소 촉매 하에 사염화규소와 수소를 600~1200℃의 고온에서 반응시켜 사염화규소를 삼염화실란으로 전환하는 방법을 개시하고 있다. 그러나 이 방법 역시 반응온도가 높다는 단점이 있다.
- [0011] 상기한 종래 기술들과 같이 반응온도가 높으면, 에너지 소비가 많으므로 경제적으로 불리하다는 단점 이외에도, 삼염화실란 이외에 이염화실란(DCS, SiH₂Cl₂), 사염화규소, 고비점 물질 등 원치 않는 부산물이 생겨 삼염화실란으로의 전환율이 낮아지는 문제점도 있다.
- [0012] 미국 특허 제 2,595,620호는 구리 촉매 하에 사염화규소와 금속성 실리콘 및 수소 가스를 400℃에서 반응시켜 사염화규소를 삼염화실란으로 전환하는 방법을 개시하고 있다. 이 방법은 반응온도가 400 ~ 600℃로 낮아 에너지 소모는 적지만 사염화규소의 삼염화실란으로의 전환율이 낮고, 또한 구리 촉매를 10중량% 정도로 많이 사용해야 하는 단점이 있다.

발명의 내용

해결 하고자하는 과제

- [0013] 본 발명은 상기한 바와 같은 종래 기술의 문제점을 해결하고자 한 것으로, 다결정실리콘 석출과정에서 발생하는 부산물인 사염화규소 및 수소를 활용할 수 있고, 염소 혹은 염화수소와 금속의 실리콘이 반응하여 삼염화실란을 생성시키는 클로린화 반응을 함께 진행시킬 수 있어 하이드로클로린 반응과 비교하여 높은 삼염화실란의 전환율을 얻을 수 있으며, 또한 클로린화 반응시 발생하는 열에너지를 이용할 수 있으므로, 상대적으로 저온에서 하이드로클로린화 반응을 수행할 수 있어 다결정 실리콘의 원료인 고순도 삼염화실란의 경제적이고 효과적인 제조방법을 제공하는 것을 그 기술적 과제로 한다.

과제 해결수단

- [0014] 본 발명에 따르면, 촉매의 존재 하에 사염화규소(SiCl₄), 금속성 실리콘(metallurgical silicon, MG Si), 수소(H₂), 및 염소(Cl₂) 혹은 염화수소(HCl)를 반응시키는 것을 특징으로 하는 삼염화실란(TCS)의 제조방법이 제공된다.
- [0015] 사염화규소와 수소를 금속성 실리콘과 반응시켜 사염화규소를 삼염화실란으로 전환시키는 반응은 3~6 Kcal/mol의 열에너지를 필요로 하는 흡열반응이다. 반면, 염소 혹은 염화수소의 존재하에 수소를 금속성 실리콘과 반응시켜 삼염화실란을 생성하는 반응은 50 Kcal/mol의 열에너지를 방출하면서 진행되는 발열반응이다. 따라서, 본 발명에서는 금속성 실리콘, 사염화규소 및 수소를 이용하는 하이드로클로린화 반응에 염소 혹은 염화수소를 투

입함으로써 클로린화 반응에 의한 발열반응에서 발생하는 열을 즉시 흡열반응에 제공할 수 있으므로, 그 결과 우수한 열효율로 삼염화실란을 제조할 수 있다.

- [0016] 이하에서 본 발명을 보다 상세하게 설명한다.
- [0017] 본 발명의 삼염화실란 제조 방법은 유동층 반응기 또는 고정층 반응기와 같은 통상의 반응기 내에서 수행되며, 유동층 반응기 내에서 수행되는 것이 보다 바람직하다.
- [0018] 본 발명의 삼염화실란 제조 방법에 있어서, 반응은 바람직하게는 400 ~ 700 °C, 보다 바람직하게는 450~650 °C 의 온도 조건 하에서 수행된다. 반응온도가 400 °C 미만이면 반응이 원활하게 진행되지 않아 사염화규소(STC)가 삼염화실란(TCS)으로 전환되는 비율이 낮고, 700 °C 를 초과하면 많은 에너지가 소모되고 고비점 화합물 같은 부산물이 많이 생기므로 비경제적이다.
- [0019] 또한 본 발명의 삼염화실란 제조 방법에 있어서, 반응은 바람직하게는 1 ~ 40 bar, 보다 바람직하게는 5 ~ 15 bar 의 압력 조건 하에서 수행된다. 이 압력 조건이 1 bar 미만이면 원활한 반응이 진행되기 어렵고, 투입되는 STC의 TCS로의 전환이 매우 낮다. 또한 압력이 30 bar를 초과하기 위해서는 아주 특별한 반응기가 필요하며, 특수재질로 반응기를 제작해야 하기 때문에 고비용이 든다.
- [0020] 또한 본 발명의 삼염화실란 제조 방법에 있어서, 반응기 내에서 반응물의 체류시간은 3 ~ 30 초이며, 바람직한 반응시간은 5 ~ 15초 이다.
- [0021] 본 발명의 삼염화실란 제조 방법에서 사용되는 촉매로는 사염화규소를 삼염화실란으로 전환시키는 반응에 사용 가능한 촉매가 특별한 제한 없이 사용될 수 있으며, 삼염화실란으로의 전환율 및 선택성 측면에서 바람직하게는 구리계 촉매, 그 중에서도 더욱 바람직하게는 구리(Cu) 금속, 또는 염화구리(I)(CuCl) 또는 염화구리(II)(CuCl₂)와 같은 할로젠화 구리가 사용된다. 촉매의 사용량에는 특별한 제한이 없으나, 반응 및 전체 공정 효율의 측면에서 바람직하게는 반응물 총량의 0.5 ~ 5중량 %, 보다 바람직하게는 1 ~ 3중량 %가 사용된다.
- [0022] 본 발명의 삼염화실란 제조 방법에 있어서, 반응의 출발물질로서 사용되는 금속성 실리콘(Si(MG))은 이산화규소(SiO₂) 원광을 탄소 등의 환원제와 반응시켜 제조된 순도 약 98 ~ 99%의 실리콘으로서, 입자 크기가 바람직하게는 20 ~ 500 μ m, 보다 바람직하게는 50 ~ 250 μ m인 것이 사용된다. 금속성 실리콘 입자의 크기가 20 μ m 미만이면 반응기내의 유동화로 인해 금속실리콘이 반응에 참여하지 않은 상태로 반응기 밖으로 이탈되기 쉽다. 또한 500 μ m을 초과하면 효과적인 유동화가 이루어지지 않기 때문에 염소(Cl₂) 투입에 의해 생성되는 반응열을 효과적으로 분산시키기 어렵다.
- [0023] 본 발명에 있어서는, 유동화 반응기 내에 금속성 실리콘을 채워 놓고 상기 원료 가스들(사염화규소, 수소, 염소 등)을 반응기 하부에서 투입하여 반응기내에서 금속성 실리콘 입자를 유동화시키면서 반응시키므로, 금속성 실리콘은 반응기 내에서 정량 반응 대비 과량으로 존재하도록 하면 된다.
- [0024] 또한, 본 발명의 삼염화실란 제조 방법에 있어서, 반응의 출발물질로서 사용되는 수소(H₂)의 양은 사염화규소 1 몰 당 바람직하게는 1 ~ 10몰, 보다 바람직하게는 2 ~ 4몰이다. 사염화규소 1몰 당 사용되는 수소의 양이 1몰 미만이면 STC가 TCS로 전환되는 효율이 떨어지는 문제가 있고, 10몰을 초과하면 과량의 수소를 가열하기 위해 너무 많은 에너지를 사용하여 바람직하지 않다.
- [0025] 또한, 본 발명의 삼염화실란 제조 방법에 있어서, 반응의 출발물질로서 사용되는 염소(Cl₂) 또는 염화수소(HCl)의 양은 사염화규소 1몰 당 바람직하게는 0.025 ~ 2몰, 보다 바람직하게는 0.05 ~ 1몰이다.
- [0026] 본 발명의 삼염화실란 제조 방법에 있어서, 반응의 출발물질인 사염화규소, 수소, 및 경우에 따라 염화수소는 외부에서 별도로 공급되는 것을 사용할 수도 있고, 다결정실리콘 제조 공정에서 부산물로서 발생하는 것을 재순환시켜 사용할 수도 있으며, 외부에서 공급되는 것과 재순환되는 것을 혼합하여 사용할 수도 있다. 그러나 염소는 반응공정 자체에서 생성되는 것이 아니라 외부에서 공급 받아 사용된다.
- [0027] 상기한 바와 같이 다결정실리콘 제조 공정에서 부산물로서 발생하는 사염화규소, 수소, 및 경우에 따라 염화수소를 재순환시켜 삼염화실란의 제조에 사용하면, 다결정실리콘 제조시 배출되는 폐기가스의 처리공정을 간소화할 수 있고, 실리콘 공급원을 최대한 활용할 수 있으므로, 경제적으로 커다란 이점이 있다.
- [0028] 이하에서 도 1을 참고하여 본 발명을 보다 상세히 설명한다.
- [0029] 도 1은, 본 발명에 따른 삼염화실란의 제조공정을 포함하는 다결정 실리콘의 제조공정의 일 구체예에 대한 개략

도로서, 이 구체예에서 다결정 실리콘의 제조과정 중에 회수된 수소(H₂)와 염화수소(HCl), 사염화규소는 삼염화실란의 제조과정으로 재순환된다.

[0030] 도 1에 따르면, 사염화규소를 삼염화실란으로 전환하는 반응은 유동층 반응기(FBR) 내에서 수행되며, 반응의 출발물질 중 금속성 실리콘(MG Si)과 염화구리(I)와 같은 구리계 촉매의 혼합물은 외부에서 유동층 반응기(FBR) 내로 투입되고, 사염화규소(STC)와 수소(H₂) 혹은 염화수소(HCl)는 다결정실리콘 제조과정에서 발생하는 배출가스로서 반응 공정 내에서 순환되어 삼염화실란제조 반응기 내로 투입된다. 염소(Cl₂)는 다결정 실리콘 제조공정의 외부에서 유동층 반응기 내로 투입된다.

[0031] 유동층 반응기 내의 온도는 400 ~ 700℃로, 압력은 1 ~ 40 bar로 유지하며, 반응물을 반응기내에서 3 ~ 30초 동안 반응시켜 삼염화실란(TCS)을 제조한다. 반응이 완료된 후 혼합물 내에는 반응 생성물인 삼염화실란 이외에도 미 반응된 수소, 염소 및 사염화규소, 부산물인 이염화실란(DCS) 및 헥사클로로디실록산, 헥사클로로디실란 등과 같은 고비점 물질(HB)이 존재하는데, 이러한 삼염화실란 이외의 물질들은 추가적인 분리 컬럼(C1 내지 C3)을 통과함으로써 제거되고, 최종적으로 다결정실리콘 제조에 사용 가능한 고순도의 삼염화실란이 얻어진다. 분리 컬럼 C1에서 회수된 수소와 분리 컬럼 C2에서 회수된 사염화규소는 유동층 반응기로 재순환되고, 분리 컬럼 C3에서 회수된 사염화규소는 분리 컬럼 C2로 재 투입된다. 이렇게 얻어진 고순도의 삼염화실란은 중형 반응기에 투입되고, 여기에서 수소와 반응하여 다결정실리콘이 제조된다. 중형 반응기에서 배출되는 가스에는 사염화규소, 삼염화실란, 염화수소 및 수소가 함유되어 있으며, 이 배출 가스는 분리 컬럼 C4에서 각각의 구성 성분들로 분리되어 사염화규소 및 삼염화실란은 분리 컬럼 C2로 재 투입되고, 수소는 중형 반응기로 재순환되며, 염화수소는 고순도로 가스로서 분리하여 판매하거나, 다른 목적으로 사용된다.

효과

[0032] 본 발명에 따르면 실리콘 석출과정에서 발생하는 부산물인 사염화규소와 수소를 활용할 수 있고, 상대적으로 저온에서 반응을 수행할 수 있으며, 또한 염소의 추가 투입으로 인해 클로린반응에 의해 발생하는 열을 효과적으로 이용할 수 있으므로, 다결정 실리콘의 원료인 고순도의 삼염화실란을 경제적이고 효과적으로 제조할 수 있다.

발명의 실시를 위한 구체적인 내용

[0033] 이하, 본 발명을 실시예에 의거 보다 상세히 설명하나, 본 발명이 이들 실시예에 의해 한정되는 것은 아니다.

[0034] 실시예 1~6

[0035] 촉매로서 염화구리(I)(CuCl) 0.25 ~ 2.5g(반응물 총 중량의 0.5 ~ 5중량%) 및 반응물질로서 입자 크기가 53 ~ 212 μ m인 금속성 실리콘 50g을 길이 23cm의 SUS 316 반응기에 넣고, 질소 가스를 흘려 금속성 실리콘과 반응기 내의 수분을 제거하였다. 다음으로, 반응기 온도를 하기 표 1에 나타난 바와 같이 유지하며 사염화규소, 수소 및 염소를 하기 표 1에 나타난 바와 같은 몰비로 투입하고, 반응기내에서 3 ~ 30초 동안 반응시켰다. 반응기 내의 압력은 약 10 bar를 유지하였다. 사염화규소, 수소 및 염소는 450℃로 유지된 예열기로 예열한 후에 반응기로 투입함으로써 투입시 반응기 온도가 급격히 떨어지는 것을 방지하였으며, 사염화규소의 투입에는 정량펌프를 이용하였고, 수소와 염소의 투입에는 질량유량 조절장치(Mass Flow Controller, MFC)를 이용하였다.

[0036] 반응 완료 후 결과 혼합물은 반응기와 온라인(On-line)으로 연결된 기체크로마토그래피(Gas Chromatography)를 통해서 분석하였으며, 그 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

표 1

실시예	STC / H ₂ / Cl ₂ (몰비)	온도 (°C)	반응 결과 혼합물 조성 (몰%)			
			DCS	TCS	STC	고비점 물질
1	1 / 2 / 0.025	500	0.4	12.2	87.3	0.1
2	1 / 2 / 0.05	500	0.3	14.4	85.1	0.2
3	1 / 2 / 0.075	500	0.3	17.3	82.0	0.4
4	1 / 2 / 0.025	650	0.3	10.4	89.0	0.3
5	1 / 2 / 0.05	650	0.3	10.2	89.1	0.4
6	1 / 2 / 0.075	650	0.3	9.8	89.4	0.5

주) DCS: 이염화실란 (SiH₂Cl₂), TCS: 삼염화실란 (SiHCl₃), STC: 사염화규소 (SiCl₄)

고비점 물질: 헥사클로로디실록산, 헥사클로로디실란

[0037]

[0038]

실시예 7~14

[0039]

촉매로서 염화구리(I)(CuCl)을 하기 표 2에 나타난 바와 같이 사용하고, 반응기 온도를 하기 표 2에 나타난 바와 같이 유지하며 사염화규소, 수소 및 염소를 하기 표 2에 나타난 바와 같은 몰비로 투입한 것을 제외하고는, 실시예 1과 같은 방법으로 반응을 수행하여 삼염화실란을 제조하였다.

[0040]

그 결과를 하기 표 2에 나타내었다.

표 2

실시예	STC / H ₂ / Cl ₂ (몰비)	CuCl (중량%)	온도 (°C)	반응 결과 혼합물 조성 (몰%)			
				DCS	TCS	STC	고비점 물질
7	1 / 2 / 0.025	1	500	0.3	14.5	85.0	0.2
8	1 / 2 / 0.05	1	500	0.3	15.6	83.9	0.2
9	1 / 2 / 0.025	1	650	0.3	13.3	86.0	0.4
10	1 / 2 / 0.05	1	650	0.3	14.1	85.3	0.3
11	1 / 2 / 0.025	2.5	500	0.4	15.1	84.4	0.1
12	1 / 2 / 0.05	2.5	500	0.4	16.7	82.7	0.2
13	1 / 2 / 0.025	2.5	650	0.3	14.3	85	0.4
14	1 / 2 / 0.075	2.5	650	0.4	15.2	83.9	0.5

[0041]

[0042]

비교예 1~2

[0043]

염소를 사용하지 않은 것을 제외하고는, 실시예 1과 같은 방법으로 반응을 수행하여 삼염화실란을 제조하였다. 반응기 온도는 하기 표 3에 나타난 바와 같이 유지하였다.

[0044]

그 결과를 하기 표 3에 나타내었다.

표 3

비교예	STC / H ₂ / Cl ₂ (몰비)	온도 (℃)	반응 결과 혼합물 조성 (몰%)			
			DCS	TCS	STC	고비점 물질
1	1 / 2 / 0	500	0.3	10.9	88.7	0.1
2	1 / 2 / 0	650	0.3	8.8	90.7	0.2

[0045]

[0046]

비교예 3~6

[0047]

염소를 사용하지 않은 것을 제외하고는, 실시예 2와 같은 방법으로 반응을 수행하여 삼염화실란을 제조하였다. 반응기 온도는 하기 표 4에 나타낸 바와 같이 유지하였으며, 촉매로서 염화구리(I)(CuCl)은 하기 표 4에 나타낸 바와 같이 사용하였다.

[0048]

그 결과를 하기 표 4에 나타내었다.

표 4

비교예	STC / H ₂ / Cl ₂ (몰비)	CuCl (중량%)	온도 (℃)	반응 결과 혼합물 조성 (몰%)			
				DCS	TCS	STC	고비점 물질
3	1 / 2 / 0	1	500	0.3	12.4	87.3	0.3
4	1 / 2 / 0	1	650	0.3	11.3	88.1	0.3
5	1 / 2 / 0	2.5	500	0.3	13.2	86.2	0.2
6	1 / 2 / 0	2.5	650	0.3	12.5	86.8	0.4

[0049]

[0050]

상기 표 1 내지 4에 나타난 결과로부터 알 수 있는 바와 같이, 본 발명의 실시예들의 경우 반응 결과 혼합물 중의 이염화실란과 고비점 물질의 양은 대응 비교예 1 내지 6과 비교하여 거의 차이가 없으나, 삼염화실란의 양은 유의한 수준으로 증가하였다.

도면의 간단한 설명

[0051]

도 1은 다결정실리콘 제조과정 중에 발생하는 수소(H₂) 및 염화수소(HCl)와 사염화규소를 회수하여 삼염화실란의 제조공정에 투입하고, 염소(Cl₂)를 외부에서 추가적으로 투입하여 삼염화실란의 제조 효율을 높이는 반응시스템의 구성을 보여주는 것으로, 본 발명에 따른 삼염화실란의 제조공정을 포함하는 다결정실리콘 제조공정의 일 구 체예에 대한 개략도이다.

[0052]

[도면에 나타낸 부호의 설명]

[0053]

MG Si: 금속성 실리콘(metallurgical silicon)

[0054]

STC: 사염화규소(silicon tetrachloride)

[0055]

DCS: 이염화실란(dichlorosilane)

[0056]

TCS: 삼염화실란(trichlorosilane)

[0057]

HB: 고비점 물질(High boiler)

[0058]

Poly Si: 다결정실리콘(polycrystalline silicon)

[0059]

FBR: 유동층 반응기(Fluidized Bed Reactor)

[0060]

C1 ~ C4: 분리칼럼

[0061]

BJR: 종형 반응기(Bell Jar Reactor)

도면

도면1

