

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁷
H01L 21/205

(45) 공고일자 2003년12월18일
(11) 등록번호 10-0411180
(24) 등록일자 2003년12월02일

(21) 출원번호	10-2001-0000237	(65) 공개번호	특2002-0059172
(22) 출원일자	2001년01월03일	(43) 공개일자	2002년07월12일
(73) 특허권자	한국화학연구원 대한민국 305-343 대전 유성구 장동 100번지		
(72) 발명자	김희영 대한민국 305-755 대전광역시유성구어은동한빛아파트101-203 박용기 대한민국 305-755 대전광역시유성구어은동한빛아파트119-302		
(74) 대리인	백남훈 허상훈		
(77) 심사청구	심사관: 김종찬		
(54) 출원명	다결정실리콘의 제조방법과 그 장치		

요약

본 발명은 다결정실리콘(polycrystalline silicon)의 제조방법과 그 장치에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 유동층 반응기를 이용하여 입자형태의 다결정실리콘을 대량으로 생산하는데 있어 염화수소를 포함하는 에칭가스를 공급하는 노즐을 장착함으로써 반응가스 공급수단의 표면에 실리콘이 석출되어 누적되는 것을 효율적으로 방지하여 반응기를 연속적으로 운전할 수 있게 하는 다결정실리콘의 제조방법과 그 장치에 관한 것이다.

대표도

도1

색인어

다결정실리콘, 유동층 반응기, 석출, 반응가스, 에칭가스

명세서

도면의 간단한 설명

도 1은 다결정실리콘 제조에 사용하는 본 발명에 따른 유동층 반응기를 개략적으로 도시한 단면도이다.

도 2a ~ 2d는 반응가스 공급수단의 출구 쪽 표면에 실리콘 석출물이 누적되는 것을 방지하기 위하여 본 발명에 따른 에칭가스를 유동층 반응기 내부로 공급하는 방법을 보여주는 에칭가스 노즐의 선단부의 단면도이다.

도 3a ~ 3b는 본 발명에 따른 에칭가스 노즐을 장착한 경우 반응가스 공급수단의 출구 쪽 표면에 실리콘 석출물이 누적되는 것을 방지하여주는 상태를 보여주는 노즐 선단부의 단면도이다.

도 4a는 종래 반응가스 공급수단의 출구 쪽 표면에 실리콘 석출물이 누적되는 상태를 보여주는 노즐 선단부의 단면도이고, 4b는 본 발명에 따른 에칭가스 노즐을 장착한 반응기에 염화가스를 함유하지 않은 비활성가스만을 주입하여 반응가스 공급수단의 출구 쪽 표면에 실리콘 석출물이 누적되는 상태를 보여주는 노즐 선단부의 단면도이다.

[도면의 주요 부분에 대한 부호의 설명]

- 1: 유동층 반응기
- 2: 가스분산기
- 3: 반응가스 노즐
- 4: 에칭가스 노즐

- 5: 유동층 반응기 가열수단 6: 종입자 공급수단
- 7: 제품 반출수단

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 다결정실리кон(polycrystalline silicon)의 제조방법 및 장치에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 유동층 반응기를 이용하여 입자형태의 다결정실리кон을 대량으로 생산하는데 있어 염화수소를 포함하는 에칭가스를 공급하는 노즐을 장치함으로써 반응가스 공급수단의 표면에 실리кон이 석출되어 누적되는 것을 효율적으로 방지하여 반응기를 연속적으로 운전할 수 있게 하는 다결정실리кон의 제조방법 및 장치에 관한 것이다.

고순도 다결정실리кон은 반도체웨이퍼용 실리кон 단결정이나 태양전지용 실리кон 박판 소재의 원료로서 사용된다. 다결정실리кон을 제조하기 위하여 실리кон원소를 함유하는 반응가스의 열분해 또는 수소환원 반응으로 실리кон 표면에 실리кон원소를 계속적으로 석출시키는 화학증기증착(Chemical Vapor Deposition: CVD) 방식이 사용된다.

이와 같이 반도체 응용을 위해 사용되는 다결정실리кон의 상업적 대량생산을 위하여, 지금까지 종형(bell-jar type)의 반응기가 주로 사용되어오고 있으며, 이 반응기를 사용하여 제조된 다결정실리кон 제품의 직경은 약 50 ~ 300 mm인 봉(棒; rod)형태를 갖는다. 전기저항가열이 핵심인 상기 종형 반응기는 실리кон 석출로 증가하는 봉의 직경에 한계가 있으므로 제품을 연속적으로 생산할 수 없을 뿐만 아니라, 약 1,000 °C 이상의 반응온도를 실리кон 봉 표면에 유지시키기 위한 전력소모량이 아주 큰 단점을 가지고 있다.

상기한 바와 같은 단점을 해결하기 위해, 최근에는 크기가 약 0.5 ~ 5 mm정도인 입자(粒子)형태로 다결정실리кон을 생산할 수 있게 하는 유동층 반응기를 응용한 실리кон 석출공정이 개발되었다. 이 방법에 따르면, 반응기 하부에서 상부 방향으로 공급되는 반응가스에 의해 실리кон 입자들이 유동되는 유동층(fluidized bed)이 형성되고, 고온으로 가열된 이들 실리кон 입자표면에 반응가스 중의 실리кон원소가 계속 석출됨으로써 입자가 점점 커지게 되어 다결정실리кон 제품이 생산된다. 이때, 크기가 작은 실리кон 종입자(種粒子, seed crystal)는 실리кон원소의 지속적인 석출로 커짐에 따라 유동성이 줄어들게 되어 유동층 하부로 점차 가라앉게 된다. 여기서의 종입자는 유동층 내부로 연속적 또는 주기적으로 공급할 수 있으며, 석출반응으로 크기가 증가된 실리кон입자, 즉 다결정실리кон 제품은 반응기 하부로부터 연속적 또는 주기적으로 빼낼 수 있다.

이와 같이 종형 반응기 또는 유동층 반응기를 이용하여 제조된 다결정실리кон은 반도체웨이퍼의 기본소재인 실리кон 단결정의 제조에 주로 사용된다. 실리кон 단결정은 약 1,400 °C 이상으로 가열되는 도가니 속에서 원료인 고순도 다결정실리кон을 녹이고, 용융액으로부터 단결정을 서서히 키워나가는 초크랄스키법의 성장장치로 대부분 생산된다. 실리кон 단결정을 제조할 때, 유동층 반응기로 생산된 입자형태의 다결정실리кон은 원래의 상태대로 단결정 성장용 도가니에 바로 투입될 수 있는 반면, 종래의 종형 반응기로 생산된 봉형태의 다결정실리кон은 도가니 투입을 위해 분쇄 및 적당한 크기의 선별 과정을 거쳐야 하는 번거로움을 수반한다. 또한, 상기 분쇄 및 선별 과정에서 실리кон 표면이 불순물들로 오염되기 때문에, 고순도 무기산을 이용한 에칭(etching), 초순수를 이용한 세정, 청정분위기에서의 건조 및 포장 등의 복잡한 처리과정이 추가로 뒤따라야 한다.

이와 같이 종형 반응기로 생산된 봉형태의 다결정실리кон은 추가적인 처리과정에서의 제품손실 및 오염된 불순물 제거에 따른 처리비용 발생과 같은 심각한 문제점을 지니고 있기 때문에 향후에도 유동성 반응기에 의한 입자형태의 다결정실리кон 제품이 봉형태의 제품을 계속 대체해나갈 것이다.

반면에 유동층 반응기는 석출반응이 일어날 수 있는 실리кон 입자들의 표면적이 아주 넓어, 같은 반응조건에서의 반응수율이 종형 반응기의 경우보다 훨씬 더 높은 장점이 있다.

그렇지만 실리кон 함유 가스는 약 300 ~ 400 °C의 온도(초기분해온도) 이상에서 스스로 분해하여 실리кон을 석출하기 때문에, 반응온도가 초기분해온도보다 훨씬 높은 유동층 반응기 내부의 고체표면에는 그 표면의 재질 종류에 관계없이 실리кон이 석출된다. 따라서, 유동층인 실리кон 입자들 표면에서 실리кон 석출이 일어날 뿐만 아니라, 반응온도에 가까운 높은 온도가 유지되는 반응가스 공급수단의 표면에서도 실리кон이 석출되는 문제가 유동층 반응기 내부에서 발생한다.

이와 같이 반응가스 공급수단의 표면에 실리кон이 석출물이 누적되는 문제는 반응가스가 유동층 속으로 분사되는 반응가스 공급수단의 출구 쪽 표면에서 가장 심각하게 발생한다. 반응가스 공급수단의 표면, 특히, 유동층인 고온의 실리кон 입자들과 끊임없이 접촉하게 되는 반응가스 출구 쪽 표면에 실리кон이 석출되면 그 석출물의 표면 온도도 계속 증가하게 되어 석출이 가속화되고 더불어 두께도 늘어나게 된다.

이와 같은 실리кон 석출물의 누적은 유동층 반응기의 연속 운전을 불가능하게 만드는 심각한 문제를 발생하게 한다. 실리кон 석출물의 누적은 반응가스 공급수단의 출구 쪽의 구조, 반응가스의 분사 형태, 유동층인 실리кон 입자들과의 접촉 형태에 따라 어느 정도 차이가 있기는 하나, 반응가스 공급수단의 출구 쪽 표면에 누적되는 실리кон 석출물의 양은 반응기의 운전시간에 따라 점점 커져 반응가스 출구가 구조적으로 변화하는 것은 물론이며, 심한 경우 막힘 현상이 나타날 수도 있다.

이와 같이, 반응가스 공급수단의 표면에서 발생하는 실리кон 석출물의 누적은 반응기의 성능 저하 및 운전상의 혼란을 초래할 뿐만 아니라, 그 석출물 층 또는 덩어리에 의한 물리적 또는 열적 변형과 응력을 유발하여 반응가스 공급수단 자체에도 균열이나 파손을 일으킬 수 있어 사고의 위험성 또한 아주 높다.

상기와 같은 문제를 해결하기 위해, 반응가스 공급수단 내부로 냉각수, 오일, 가스 등의 냉매를 순환시켜 그 수단의 표면 온도를 일정 온도 이하로 유지시키거나, 또는 반응기 외부에서의 반응가스 예열을 최대한 배제함으로써, 낮은 온도로 통과하는 반응가스가 반응가스 공급수단을

냉각시키도록 하게 할 수도 있다. 이 경우 약 1,000 °C에 이르는 반응기 내부에 노출되는 반응가스 공급수단의 표면, 특히, 반응가스 출구 쪽 표면의 온도를 실리콘 함유 가스의 초기분해온도 이하로 낮추기 위해서는 반응가스 공급수단 자체의 냉각이 철저하게 이루어져야 한다. 그러나, 반응기 내부에서 불순물의 오염을 방지하기 위해서는 열전도도가 낮은 고순도의 무기소재를 반응가스 공급수단을 구성하는 재료로 사용해야 하기 때문에 반응가스 공급수단의 표면을 충분히 냉각시키는 것은 현실적으로 불가능하다. 비록 그러한 냉각이 가능하다 해도, 실리콘 석출이 일어나는 실리콘 입자의 표면과 이에 접하게 되는 반응가스 공급수단의 표면사이의 온도차이가 아주 커지게 공급 수단이 냉각되면, 반응가스의 과냉각을 일으킬 수 있는 문제가 있다.

이와 같이 반응가스 공급수단의 내부를 냉각하는 것은 열 공급이 까다로운 유동층으로부터 복사, 대류 및 전도에 의한 높은 열 전달을 통해 지나치게 많은 열을 빼앗아 가게 된다. 입자형태의 다결정실리콘 생산을 위해서, 특히, 생산 속도가 커질 수록 반응기 내부 유동층의 가열이 가장 중요하고도 어려운 문제임을 고려할 때, 반응가스 공급수단의 철저한 냉각에 따른 반응기 내부로부터의 막대한 에너지 손실은 바람직하지 못하다. 더욱이, 이러한 냉각에 따라 낮은 온도로 공급되는 반응가스는 결국 유동층 내부, 즉, 실리콘 석출이 일어나는 입자들의 표면을 추가로 냉각시켜 석출반응속도를 떨어뜨리고 반응기의 효율과 생산속도를 크게 저하시키는 문제가 있다.

실란가스를 초기분해온도보다 낮게 반응기 내부로 공급하는 종래기술은 미국특허 제 4,150,168호 및 제 4,786,477호에 개시되어 있으며, 여기에서는 반응가스 공급수단을 냉각수와 같은 냉매를 이용하여 냉각시키는 방법을 사용하고 있다. 그러나, 이 방법은 유동층과 접촉하는 반응가스 공급수단을 인위적으로 냉각시켜 반응가스 공급수단의 표면에 실리콘이 석출되지 않을 정도로 낮은 온도를 유지한 상태에서 반응가스를 유동층 내부로 분사하기 때문에 석출이 일어나야 할 실리콘 입자들의 표면을 급냉시킬 수밖에 없어 반응기 내부 가열을 더욱 어렵게 만드는 문제점이 있다. 또한, 더욱 심각한 문제는 그러한 방법들을 이용하여도 반응가스 공급수단의 표면에 실리콘이 석출하여 누적되는 것을 실제로 해결해주지 못한다는 점이다.

상기한 바와 같이, 반응가스 공급수단이 반응기 내부의 유동층에 노출되어 고온의 실리콘 입자들과 접촉함에 따라, 반응가스 공급수단, 특히 반응가스 공급수단의 출구 쪽 표면에 실리콘이 불필요하게 석출되는 심각한 문제가 있음에도 불구하고 유동층 반응기의 특성상 마땅한 해결 방법이 아직까지 알려져 있지 않다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

이와 같이, 종래의 중형 반응기를 사용하여 다결정실리콘을 제조하는 방법은 제조된 다결정실리콘을 연속적으로 생산할 수 없고, 전력소모 또한 크며, 제품으로 사용시 후처리 공정을 거쳐야 하는 문제점이 있고, 이를 대체하기 위해 사용된 유동층 반응기는 상기 문제점은 어느 정도 해결하나 반응가스 공급수단의 표면에 실리콘이 석출되어 누적되어 반응기를 연속적으로 가동할 수 없는 문제를 지니고 있는 바, 반응가스 공급수단의 표면에 실리콘이 석출되어 누적되는 것을 방지하여 반응기를 연속적으로 가동할 수 있는 장치 및 제조방법의 개발이 절실히 요구되고 있는 실정이다.

따라서, 본 발명은 종래의 상기와 같은 문제점을 개선하기 위해, 유동층 반응기의 반응가스 공급노즐 표면에 염화수소를 포함하는 에칭가스를 주입하는 방법으로 반응가스 공급수단의 표면에 실리콘이 석출되어 누적되는 것을 방지함으로써 반응기를 연속적으로 가동할 수 있도록 하는 개량된 제조방법과 그 장치를 제공하는데 그 목적이 있다.

발명의 구성 및 작용

본 발명은 유동층 반응기에서 반응가스를 공급하면서 실리콘 입자를 유동시켜서 다결정실리콘을 제조하는 방법에 있어서, 유동층 반응기의 반응가스 공급수단의 표면에 염화수소를 포함하는 에칭가스를 주입하여 실리콘 석출을 방지하면서 연속적으로 다결정실리콘을 제조하는 방법을 그 특징으로 한다.

또한, 본 발명은 가스분산기를 가지는 유동가스 공급수단, 반응가스 노즐을 가지는 반응가스 공급수단이 구비된 유동층 반응기를 포함하는 다결정실리콘의 제조 장치에 있어서, 상기 반응가스 공급수단인 반응가스 노즐과 표면에 에칭가스공급을 위한 에칭가스 노즐이 동축의 2중관 형태로 장착되어 있는 것을 또 다른 특징으로 한다.

이와 같은 본 발명을 더욱 상세하게 설명하면 다음과 같다.

본 발명은 유동층 반응기에서 반응가스를 공급하면서 실리콘 입자를 유동시켜서 다결정실리콘을 제조하는데 있어서, 염화수소를 함유하는 에칭가스를 공급하는 에칭노즐을 장착함으로써 반응가스 공급수단의 표면에 실리콘이 석출되어 누적되는 것을 효율적으로 방지하여 반응기를 연속적으로 운전할 수 있게 하는 다결정실리콘의 제조방법과 그 장치에 관한 것이다.

본 발명에 사용되는 에칭가스는 염화수소를 함유하며, 추가적으로 염화수소와 반응성이 없는 수소, 질소, 아르곤, 또는 헬륨 등과 같은 비활성가스를 혼합하여 사용할 수 있다.

본 발명에 사용되는 반응가스는 다결정실리콘 제조에 통상적으로 사용되는 사염화실란(SiCl_4), 삼염화실란(SiHCl_3), 이염화실란(SiH_2Cl_2) 또는 모노실란(SiH_4) 등과 같은 실리콘 원소를 함유하는 가스(실란가스)성분을 1종 이상 함유하며, 추가적으로 수소를 포함할 수 있다.

본 발명에 사용되는 반응가스에 추가하여 가스분산기를 통해 공급되는 유동가스로는 실리콘 성분을 함유하지 않는 질소, 수소, 아르곤, 헬륨 등의 가스를 사용할 수 있다. 또한, 이러한 유동가스의 성분은 반응가스에 포함될 수도 있다.

본 발명에 사용되는 에칭가스가 실리콘 석출물을 제거할 수 있음은 화학적으로 잘 알려진 사실으로서, 문헌(Process Economics Program Report No. 160 "Silicones", pp. 65-70, SRI International, June, 1983)에 설명된 바와 같이, 실리콘 금속은 약 300 °C 이상의 온도에서 염화수소와 비가역적인 가스화 반응을 통해 삼염화실란 및 사염화실란 등과 같은 염화실란을 생성한다. 이 가스화 반응은 약 300 °C에서도 매우 빠른 속도로 진행되며, 본 발명에서 사용되는 실리콘 석출용 유동층 반응기의 반응온도, 삼염화실란 반응가스의 경우 약 1,000 °C 부근에서는 가스화 반응이 더욱 빨라져 순간적으로 일어나게 된다. 그러므로, 본 발명에 따른 에칭가스 노즐(4)을 통해 공급되는

에칭가스가 반응가스 노즐(3)의 출구 쪽 표면에 생성되는 실리콘 석출물과 그 노즐(4)의 출구 부근에서 접촉하면서 실리콘 석출물을 아주 빠른 속도로 가스화시켜 없애지게 하는 화학반응에 기인하여 반응가스 공급수단의 표면에 실리콘 석출물이 누적되는 문제를 해결한다. 그리고, 염화수소와 실리콘사이의 비가역적 가스화반응의 성질을 고려할 때 실리콘입자들 표면에 석출되는 실리콘의 생성량이 두드러지게 감소할 정도로 과량의 염화수소를 공급할 필요가 없다.

본 발명에 따른 에칭가스의 조성 및 공급 방법은 다양하게 적용될 수 있다.

먼저, 에칭가스의 핵심 성분인 염화수소는 비활성가스와 혼합됨이 없이 그 자체로 공급될 수도 있다. 그러나, 상기 유동층 반응기의 운전 목적이 유동중인 실리콘 입자들의 표면에 실란가스의 열분해 또는 수소환원반응에 의해 실리콘원소를 석출시키는 것이므로 유동층 반응기 내부로 염화수소를 높은 농도로 많이 공급할 필요는 없다.

또한 에칭가스의 공급형태 및 공급속도에 있어 제한이 없다. 에칭가스를 연속적으로 공급할 수도 있지만 간헐적으로 공급하여도 본 발명의 목적을 달성하는 데에 문제가 없다. 예컨대, 에칭가스 노즐(4)을 통해 비활성가스인 수소, 질소, 아르곤 또는 이들의 혼합가스를 지속적으로 공급하면서 반응가스 노즐의 입구에서 측정되는 반응가스 압력(Pr)과 반응기 내부 압력(Pv)과의 차이($\Delta P = Pr - Pv$) 또는 에칭가스 노즐의 입구에서 측정되는 에칭가스 압력(Pe)과 반응기 내부 압력(Pr)과의 차이($\Delta P = Pe - Pv$)의 증가를 측정하여 상기 반응가스 노즐의 출구 쪽 표면에 생성된 실리콘 석출물의 정도를 파악하고, ΔP 값이 사전에 정해놓은 기준치를 초과하면 염화수소를 비활성가스에 섞어 에칭가스로 석출물을 제거하여 ΔP 값이 다시 감소되면 에칭가스 속의 염화수소 농도를 줄이거나 0이 되게 함으로써 염화수소의 공급량을 절감할 수도 있다.

염화수소는 유동중인 실리콘 입자 표면에서 강력한 발열반응인 가스화반응으로 유동층 내부 온도를 상승시켜 석출반응 속도를 증가시키는 간접적인 효과도 있으므로 염화수소의 공급량이나 농도를 심각하게 제어할 필요는 없으나, 에칭가스에 포함되는 단위시간당 염화수소의 공급량이 반응가스에 포함되는 실란가스의 공급량보다 몰(mole)수 기준 40% 이하가 되게 하는 것이 바람직하다. 만일, 에칭가스에 포함되는 단위시간당 염화수소의 공급량이 실란가스의 공급량보다 몰(mole)수 기준 약 40% 이상이 되면 실리콘 입자 표면에서의 석출 효율이 오히려 감소하기 때문에 바람직하지 못하다. 또한, 에칭가스 노즐을 통해 비활성가스 공급을 지속적으로 유지한다면 에칭가스에 포함되는 염화수소 농도를 주기적으로 변화시켜도 본 발명의 목적을 달성하는 데 문제가 되지 않는다.

따라서, 본 발명을 유동층 반응기에 적용함에 있어 반응기 특성과 운전 상황을 고려하여 다양한 설계 및 운전 조건을 임의대로 설정하여 실시할 수 있다.

그리고, 본 발명에 따른 에칭가스 노즐이 장착된 유동층 반응기를 통과한 반응가스 및 유동가스의 혼합물은 폐가스로서 반응기 상부를 통해 배출된다. 폐가스를 구성하는 미반응 실란가스 및 수소와 반응부산물인 염화수소 및 실란부산물들은 회수되어 정제 후 반응기에 다시 공급될 수 있다.

이하, 첨부한 도면을 참조하여, 본 발명을 더욱 상세하게 설명하면 다음과 같다. 도면부호는 상기한 도면의 간단한 설명에 나타난 바와 같다.

도 1은 다결정실리콘 생산에 사용하는 본 발명에 따른 유동층 반응기를 개략적으로 도시한 단면도이다.

일반적으로 유동층 반응기(1)는 가스분산기(2) 위에 실리콘 입자들을 채우고 반응가스와 유동가스를 반응가스 노즐(3)과 가스분산기(2)를 통해 각각 공급함으로써 실리콘 입자들을 유동시킨다. 따라서, 유동층 반응기(1)의 반응가스 공급수단은 유동가스 공급용 가스분산기(2)와 이와 연계되는 반응가스 공급노즐(3)로 구성된다.

본 발명은 상기의 유동층 반응기에 염화수소에 비활성가스를 첨가한 에칭가스를 공급하는 에칭가스 노즐(4)을 장착하여 에칭가스를 공급함으로써 반응가스 공급수단에 실리콘 석출물이 누적되는 것을 방지하는 것을 포함한다.

본 발명에 따른 에칭가스 노즐(4)을 장착함에 있어, 반응가스 노즐(3) 둘레에 에칭가스 노즐을 서로 동축(co-axial)이 되게 이중관(double pipe) 형태로 장착하는 것이 바람직하다. 또한, 반응가스 노즐과 에칭가스 노즐의 출구의 높이가 약 10 ~ 30 mm 범위에 서로 동일높이 또는 다른 높이에 위치하도록 장착하는 것이 바람직하며, 반응가스 노즐과 에칭가스 노즐의 출구의 높이가 가스분산기 보다 높게 장착하여 유동층 반응기 내부에 위치하도록 하는 것이 바람직하다.

반응가스 노즐(3), 에칭가스 노즐(4), 가스분산기(2)의 재질로는 실리콘 입자들의 불순물 오염 방지를 위해 석영 및 산화규소(SiO_2), 질화규소(Si_3N_4), 실리콘(Si) 등의 소재나 상기성분이 코팅된 탄화규소(SiC)나 탄소(C) 등과 같은 고순도의 무기소재를 사용하는 것이 바람직하다.

또한, 유동층 반응기에 사용되는 가스분산기(2)와 반응가스 노즐(3)은 단일 몸체로 이루어지거나, 제품입자의 배출수단(7)을 포함하여 각 부분이 조립형태로 결합되어 사용될 수도 있다.

가스분산기(2)에는 평판형 또는 원추(cone)형 등 유동가스를 필요한 형태로 분산시킬 수 있는 제반 형태가 포함될 수 있다.

또한 반응가스의 공급 방법은 가스분산기(2)를 통해 공급할 수 있지만, 고온의 실리콘 입자들과 접촉하는 가스분산기의 출구 쪽 표면에 실리콘 석출이 급속히 일어나는 문제가 있으므로 일반적으로, 반응가스 공급수단으로는 유동가스의 가스분산기(2)와 결합되는 반응가스 노즐(3)을 사용한다.

한편, 반응가스 노즐(3)을 통해 공급하는 반응가스만으로는 실리콘 입자들을 전체적으로 유동시키기 어려우므로, 원하는 패턴의 유동층은 별도의 유동가스를 가스분산기(2)를 통해 분사시킴으로서 형성된다.

도 2a ~ 2d는 본 발명에 따른 에칭가스 노즐을 장착하여 에칭가스를 반응기 내부로 공급하는 방법을 보여주는 노즐 선단부의 단면도이다.

도 2a에 나타난 방법은 반응가스 노즐 및 에칭가스 노즐이 출구가 상호 접합되어 있고, 그 접합면에 제공되는 다수의 작은 구멍들을 통해 에칭가스가 분산되어 그 노즐들의 상부 표면에 실리콘 석출물의 생성을 방지하거나 생성된 석출물을 제거해 준다.

도 2b에 나타난 방법은 에칭가스가 이중관 형태의 두 가지 노즐 사이의 간격뿐만 아니라 반응가스 노즐(3) 상부에 제공되는 다수의 작은

구멍을 통해 반응가스 노즐(3) 상부의 내벽면도 거쳐갈 수 있게 함으로써, 반응가스 노즐(3) 상부의 내벽면에서 실리콘 석출물의 생성을 방지하거나 생성된 석출물을 제거해 준다.

도 2a과 도 2b에 나타난 방법을 결합한 도 2c는 반응가스 노즐(3) 및 에칭가스 노즐(4)의 출구에서의 접합면에 제공되는 다수의 작은 구멍과 함께 반응가스 노즐(3) 상부에 제공되는 다수의 작은 구멍을 통해 상기 두 노즐 출구 쪽의 내, 외벽 표면 전체에 걸쳐 에칭가스를 분산시킬 수 있게 함으로써 그 어느 표면에서도 실리콘 석출물의 생성을 방지하거나 생성된 석출물을 제거해 준다.

한편, 노즐간 간격이나 상기 구멍을 통해 실리콘 입자들이 상기 두 노즐간의 공간에 불필요하게 출입하거나 충전되어 에칭가스의 원활한 흐름을 방해할 가능성도 있다. 따라서, 상기 두 노즐간의 공간에 도 2d에 나타난 바와 같이 에칭가스 노즐(4)과 유사한 재질인 석영, 실리카, 질화규소, 표면이 산화 처리된 실리콘, 또는 이러한 성분이 코팅된 탄소나 탄화규소 등과 같은 무기입자 충전제로 채운 후 에칭가스를 공급할 수도 있다.

상기와 같이, 에칭가스를 유동층 반응기 내부로 공급하는 방법은 에칭가스 노즐과 반응가스 노즐의 출구 부분을 도 2a ~ 2d에 나타난 바와 같이 여러 가지 형태로 변화시켜도 본 발명의 효과를 거둘 수 있다.

도 3a ~ 3b는 본 발명에 따른 에칭가스 노즐을 장착한 경우 반응가스 공급수단의 출구 쪽 표면에 실리콘 석출물이 누적되는 것을 방지하여주는 상태를 보여주는 노즐 선단부의 단면도로서, 더욱 상세하게는 도 3a는 반응가스 노즐과 에칭가스 노즐을 동축의 2중관 형태로 장착시 반응가스 노즐의 출구를 에칭가스 노즐의 출구 보다 약 10 ~ 30 mm 높게 장착하여 에칭가스를 공급함으로써, 반응가스 공급수단의 출구 쪽 표면에 실리콘 석출물이 누적되는 것을 방지하여 주는 상태를 보여주는 노즐 선단부의 단면도이며, 도 3b는 반응가스 노즐과 에칭가스 노즐을 동축의 2중관 형태로 장착시 반응가스 노즐의 출구를 에칭가스 노즐의 출구 보다 약 10 ~ 30 mm 낮게 장착하여 에칭가스를 공급함으로써, 반응가스 공급수단의 출구 쪽 표면에 실리콘 석출물이 누적되는 것을 방지하여 주는 상태를 보여주는 노즐 선단부의 단면도이다.

도 4a는 종래 반응가스 공급수단의 출구 쪽 표면에 실리콘 석출물이 누적되는 상태를 보여주는 노즐 선단부의 단면도이고, 4b는 본 발명에 따른 에칭가스 노즐을 장착한 반응기에 염화가스를 함유하지 않은 비활성가스만을 주입하여 반응가스 공급수단의 출구 쪽 표면에 실리콘 석출물이 누적되는 상태를 보여주는 노즐 선단부의 단면도이다.

한편, 다결정실리콘 제조시 반응기 내부의 유동층, 즉 실리콘 입자들의 온도를 높게 유지하여야 하므로 효율적인 가열수단(5)의 적용은 기본적으로 중요하다. 이 반응온도에서 실리콘 입자 표면에 석출이 진행되면 실리콘 입자들은 크기가 서서히 증가하여 제품 반출수단(7)을 통해 입자크기가 약 0.5 ~ 5 mm인 다결정실리콘 제품입자로 빠져나온다. 이 제품입자 가운데 일부는 고순도 분위기에서의 분쇄를 통해 입자크기가 약 0.3 ~ 0.5 mm인 종입자로 제조된 다음, 종입자 공급수단(6)을 이용하여 주기적으로 또는 연속적으로 공급된다. 이와 같이 종입자 공급과 제품입자의 반출을 반복함으로써 입자형태의 다결정실리콘의 연속 생산도 가능하다.

발명의 효과

상술한 바와 같이, 유동층 반응기를 이용하여 입자형태의 다결정실리콘을 대량으로 생산함에 있어, 반응가스의 공급수단이 유동층에 노출되어 실리콘 입자들과 접촉하게 되는 반응가스 공급수단의 반응가스 출구 쪽 표면에 실리콘이 석출하여 누적되는 것을 효율적으로 방지할 수 있는 방법과 장치를 제공하여 유동층 반응기를 연속적으로 가동시킬 수 있는 경제적인 효과를 얻을 수 있다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

가스분산기 상부에 형성되는 실리콘 입자들의 유동층에서 실리콘 원소를 함유하는 실란가스 성분을 1종 이상 함유하는 반응가스를 공급하면서 실리콘 입자를 유동시켜서 다결정실리콘을 제조함에 있어서,

상기 실란가스 성분을 포함하지 않는 에칭가스를 상기 가스분산기를 통해 공급하며,

상기 반응가스 공급을 위한 반응가스 노즐과 그 외부에서 상기 실란가스 성분을 포함하지 않으면서 염화수소를 포함하는 에칭가스의 공급을 위한 에칭가스 노즐을 동축의 2중관 형태가 되게 구성하여 이를 통해 반응가스와 에칭가스를 공급함과 동시에,

상기 반응가스 노즐의 출구와 상기 에칭가스 노즐의 출구 모두 상기 가스분산기보다 높게 위치되는 조건에서 상기 반응가스 노즐의 출구와 상기 에칭가스 노즐의 출구의 높이가 10~30mm 범위에서 서로 동일 높이 또는 다른 높이가 되게 위치시키며,

상기 반응가스 노즐과 상기 에칭가스 노즐을 통해 상기 반응가스와 상기 에칭가스를 각각 별도로 구별하여 주입하여 상기 에칭가스가 상기 반응가스 노즐의 출구의 표면에 석출되는 실리콘을 제거하는 것을 특징으로 하는 다결정 실리콘의 제조방법.

청구항 2.

제 1 항에 있어서, 상기 에칭가스는 염화수소에 추가적으로 비활성가스를 혼합하여 사용하는 것임을 특징으로 하는 다결정실리콘의 제조방법.

청구항 3.

제 2 항에 있어서, 상기 염화수소는 폐가스로부터 분리되어 회수된 것임을 특징으로 하는 다결정실리콘의 제조방법.

청구항 4.

제 2 항에 있어서, 상기 비활성가스는 수소, 질소, 아르곤, 헬륨 중에서 선택된 1 종 이상을 사용하는 것임을 특징으로 하는

다결정실리콘의 제조방법.

청구항 5.

삭제

청구항 6.

삭제

청구항 7.

가스분산기를 가지는 유동가스 공급수단, 반응가스 노즐을 가지는 반응가스 공급수단이 구비된 유동층 반응기를 포함하는 다결정 실리콘의 제조장치에 있어서, 상기 반응가스 공급수단인 반응가스 노즐과 상기 반응가스 노즐의 출구쪽 표면에 에칭가스 공급을 위한 에칭가스 노즐이 동축의 2중관 형태로 장착되어 있되, 상기 반응가스 노즐의 출구와 상기 에칭가스 노즐의 출구 모두 상기 가스분산기보다 높게 위치되는 조건에서 반응가스 노즐의 출구와 에칭가스 노즐의 출구의 높이가 10~30mm 범위에서 서로 동일 높이 또는 다른 높이로 구성된 것을 특징으로 하는 다결정 실리콘 제조장치.

청구항 8.

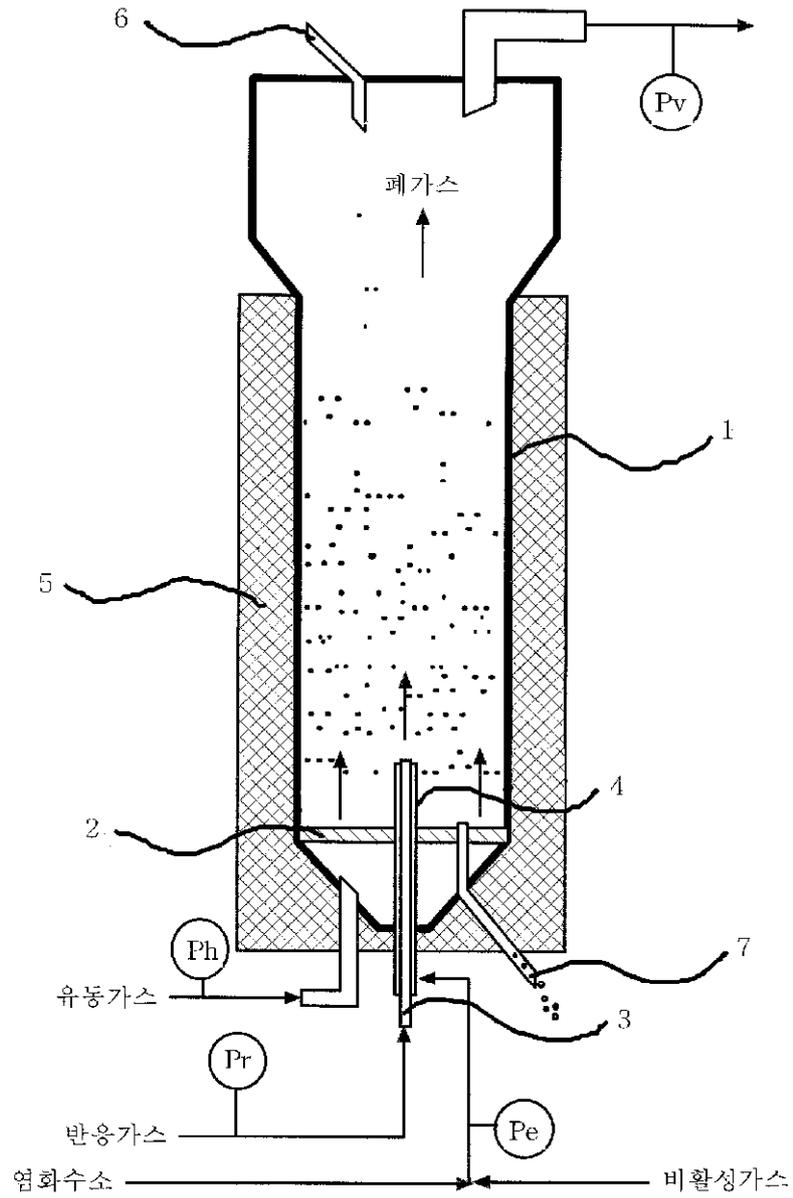
제 5 항에 있어서, 반응가스 노즐과 에칭가스 노즐의 이종관 사이의 공간을 충전제로 충전되어 있는 것임을 특징으로 하는 다결정실리콘 제조장치.

청구항 9.

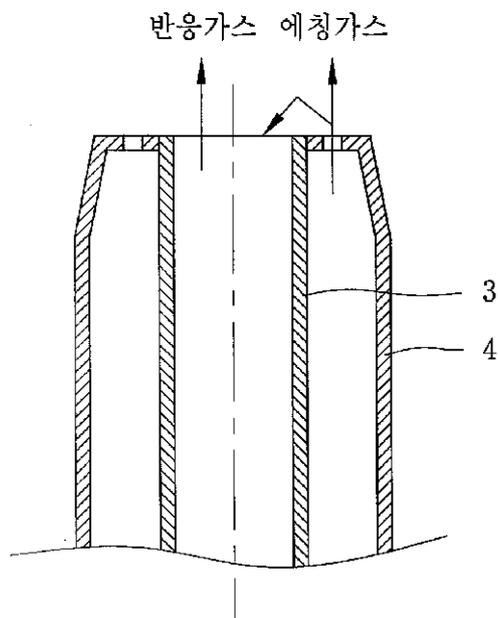
제 8 항에 있어서, 상기 충전제가 석영 및 산화규소(SiO_2), 질화규소(Si_3N_4), 표면이 산화처리된 실리콘(Si) 또는 상기 성분이 코팅된 탄화규소(SiC) 또는 탄소(C)인 것임을 특징으로 하는 다결정실리콘 제조장치.

도면

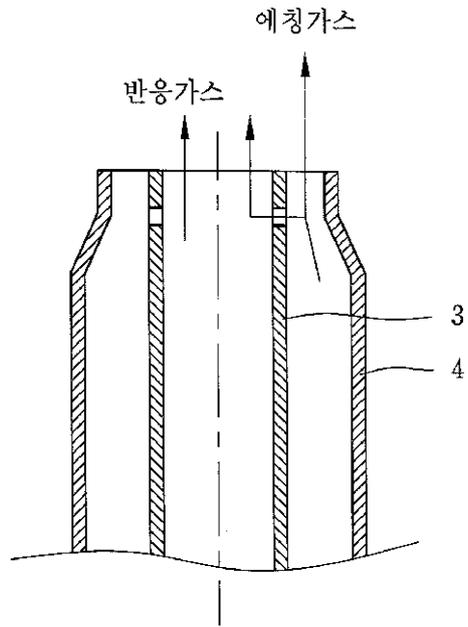
도면 1



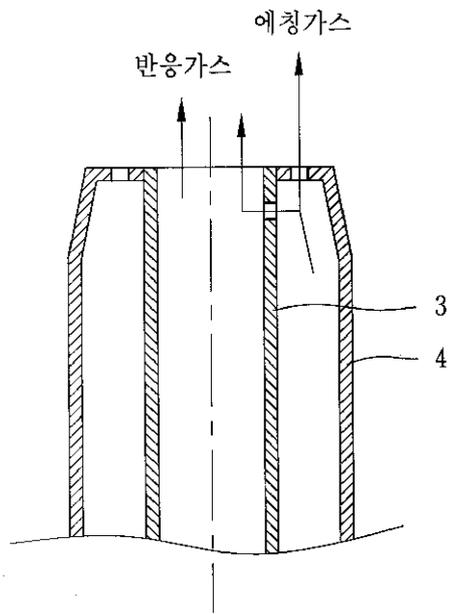
도면 2a



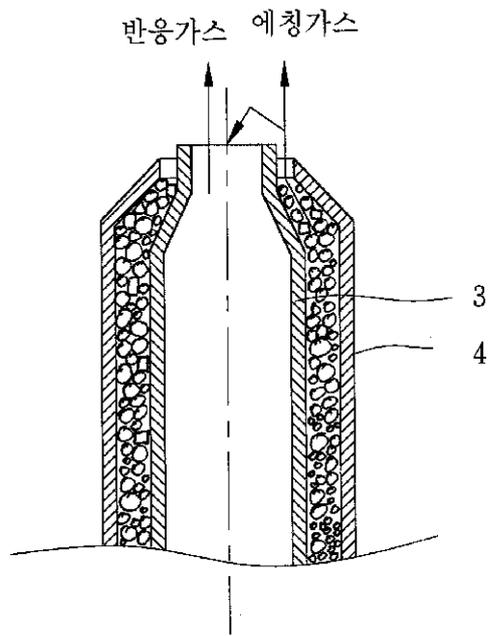
도면 2b



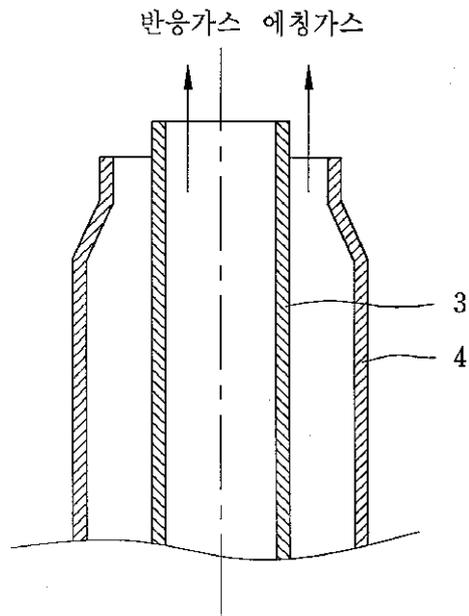
도면 2c



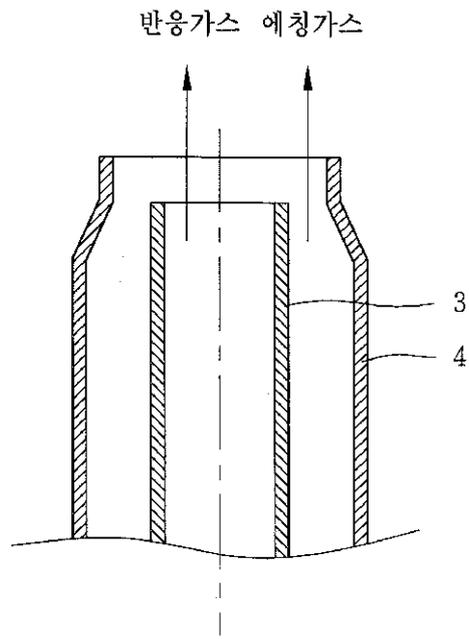
도면 2d



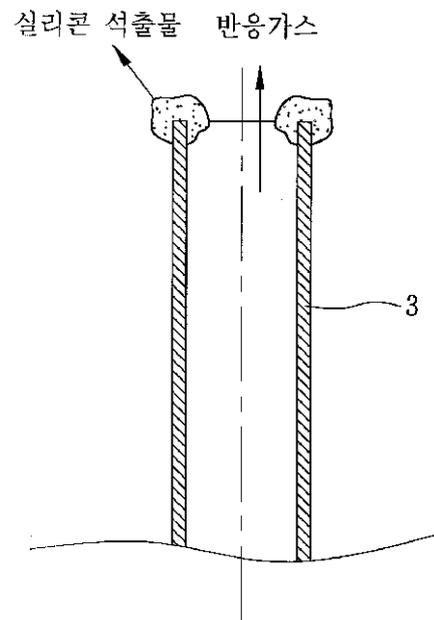
도면 3a



도면 3b



도면 4a



도면 4b

