



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2007년09월07일
(11) 등록번호 10-0756310
(24) 등록일자 2007년08월31일

(51) Int. Cl.

H01L 21/02(2006.01)

(21) 출원번호 10-2006-0011493
(22) 출원일자 2006년02월07일
심사청구일자 2006년02월07일
(65) 공개번호 10-2007-0080306
공개일자 2007년08월10일
(56) 선행기술조사문헌
JP05178688 A
(뒷면에 계속)

(73) 특허권자

한국화학연구원

대전 유성구 장동 100번지

(72) 발명자

김희영

대전 유성구 어은동 한빛아파트 101동 203호

윤경구

대전 유성구 어은동 한빛아파트 131동 306호

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

백남훈, 이학수

전체 청구항 수 : 총 25 항

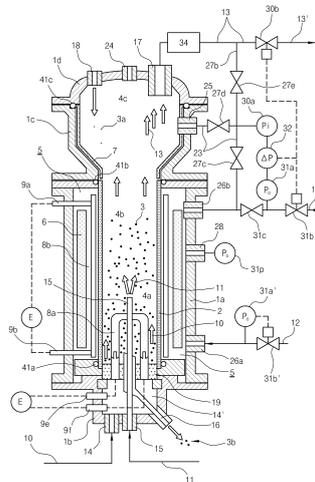
심사관 : 김교홍

(54) 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기

(57) 요약

본 발명은 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기에 관한 것으로서, 반응관을 기준으로 하여 내부영역과 외부영역으로 구획되는 바, 상기 내부영역에서는 실리콘입자 층이 형성되고, 실리콘 석출반응이 진행되며, 외부영역에서는 반응관과 반응기 셀 사이의 공간으로 이루어지며, 불활성가스 분위기로 유지되어 그 내부영역과 외부영역 사이의 압력 차이가 1 bar 이내에서 낮게 유지될 수 있도록 함으로써, 높은 압력에서의 실리콘 석출 반응에서도 반응관의 물리적 안정성을 유지하면서 입자형태의 다결정실리콘을 안정적으로 제조할 수 있는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기에 관한 것이다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

박용기

대전 유성구 어은동 한빛아파트 119동 302호

최원춘

대전 유성구 전민동 엑스포아파트 210동 1202호

(56) 선행기술조사문헌

JP06120150 A

JP06224183 A

JP2001214271 A

KR1020020059172 A

특허청구의 범위

청구항 1

입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기에 있어서,

반응관과;

상기 반응관을 에워싸는 반응기 셀과;

상기 반응기 셀 내부 공간에서 반응관을 통해 각각 구획되어지되, 실리콘입자 층이 형성되고 실리콘 석출반응이 일어나는 내부영역 및, 상기 실리콘입자 층이 형성되지 않고 실리콘 석출반응이 일어나지 않는 외부영역과;

상기 실리콘입자 층에 특정 가스를 공급하는 가스주입수단과;

상기 내부영역에서 제조된 다결정실리콘 입자를 배출하며, 상기 실리콘입자 층을 통과하는 배출가스를 배출하는 생성물배출수단과;

상기 외부영역을 불활성가스 분위기로 유지할 수 있게 하기 위한 불활성가스 연결부와;

상기 내부영역 및 외부영역에서의 압력을 각각 측정 또는 조절 또는 측정 및 조절을 하기 위한 압력제어수단과;

상기 외부영역에서의 압력(Po)과 상기 내부영역에서의 압력(Pi)의 차이가 $0 \text{ bar} \leq |P_o - P_i| \leq 1 \text{ bar}$ 범위 내에서 유지될 수 있도록 하는 압력차조절수단을 포함하여 구성된 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 2

청구항 1에 있어서,

상기 가스주입수단은 상기 실리콘입자 층에 유동가스를 공급하는 유동가스 주입부와, 상기 실리콘입자 층에 실리콘원소가 함유된 반응가스를 공급하는 반응가스 주입부를 포함하는 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 3

청구항 1에 있어서,

상기 생성물배출수단은 상기 내부영역에서 제조된 다결정실리콘 입자를 상기 내부영역으로부터 상기 유동층반응기 외부로 배출하는 입자배출부와, 상기 실리콘입자 층을 통과하는 유동가스, 미반응 반응가스, 반응 생성물 가스를 포함하는 배출가스를 상기 반응기 외부로 배출하는 배출가스 연결부를 포함하는 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 4

청구항 1에 있어서,

상기 압력제어수단은 상기 내부영역에 공간상으로 노출되는 내부영역 연결부, 상기 유동가스 주입부, 반응가스 주입부, 상기 입자배출부, 또는 상기 배출가스 연결부 중에서 한가지 이상 선택하여 상기 내부영역과 공간상으로 연결되는 내부압력 제어부를 포함하는 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 5

청구항 1에 있어서,

상기 압력제어수단은 상기 외부영역에 공간상으로 노출되는 반응기 셀에 설치된 외부영역 연결부, 또는 상기 불활성가스 연결부 중에서 한가지 이상 선택하여 상기 외부영역과 공간상으로 연결되는 외부압력 제어부를 포함하는 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 6

청구항 1에 있어서,

상기 불활성가스는 수소, 질소, 아르곤, 헬륨 중에서 선택된 하나 이상을 사용하는 것임을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 7

청구항 1에 있어서,

상기 반응관은 그 재질을 구성하는 성분이 석영, 실리카, 질화규소, 질화보론, 탄화규소, 흑연, 실리콘, 유리질 탄소 중에서 선택된 하나 이상을 포함하는 것임을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 8

청구항 7에 있어서,

상기 반응관은 그 벽면의 두께 방향으로 상기 반응관의 재질을 구성하는 성분층이 단층 또는 복층으로 이루어진 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 9

청구항 1에 있어서,

상기 내부영역 또는 외부영역 또는 내부영역 및 외부영역에 단수 또는 복수의 가열기를 설치하는 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 10

청구항 9에 있어서,

상기 가열기는 상기 반응기 셀에 설치된 전기에너지 공급부와 전기적으로 연결되는 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 11

청구항 1 또는 청구항 10에 있어서,

상기 가열기는 상기 실리콘입자 층 내부에 설치되는 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 12

청구항 11에 있어서,

상기 가열기는 상기 실리콘입자 층 내부로 투입되는 상기 반응가스 주입부의 출구보다 낮게 위치되도록 설치되는 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 13

청구항 1에 있어서,

상기 압력제어수단은 상기 압력차조절수단을 포함하는 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 14

청구항 1 또는 청구항 13에 있어서,

상기 외부영역에서의 압력(Po)과 내부영역에서의 압력(Pi)은 1 ~ 15 bar 범위 내에 포함되는 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 15

청구항 14에 있어서,

상기 외부영역에서의 압력(Po)은 상기 내부영역에서 측정될 수 있는 최대의 압력값과 최저의 압력값 사이에서 유지 가능한 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 16

청구항 1에 있어서,

상기 압력제어수단은 공간상의 연결에 필요한 연결관 또는 피팅(fitting)류와;

수동식, 반자동식 또는 자동식의 밸브류와;

디지털 또는 아날로그 방식의 압력계 또는 차압계와;

압력지시기 또는 기록기와;

신호전환기 또는 연산기능을 갖춘 제어기의 구성 요소들 중에서 한 가지 이상 선택하여 구성된 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 17

청구항 1 또는 청구항 16에 있어서

상기 압력제어수단은 기계적으로 또는 시그널회로적으로 상호 연결하여 구성된 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 18

청구항 17에 있어서

상기 압력제어수단은 중앙제어시스템, 분산제어시스템, 국부적 제어시스템과 같은 제어수단과 부분적 또는 복합적으로 연결하여 구성된 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 19

청구항 17에 있어서,

상기 압력제어수단은 유량, 온도, 가스성분, 입자농도 중에서 선택된 변수의 측정과 제어에 필요한 수단을 부분적 또는 복합적으로 연결하여 구성한 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 20

청구항 17에 있어서,

상기 압력제어수단은 입자 분리용 필터, 스크리버, 압력 완충용 용기 중에서 선택된 하나를 포함하여 구성된 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 21

청구항 1에 있어서,

상기 압력차조절수단은 연결관, 수동밸브, 자동밸브, 압력계, 압력지시기, 신호전환기, 연산기능을 갖춘 제어기, 입자 분리용 필터 중에서 선택된 하나 이상을 포함하는 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 22

청구항 1 또는 청구항 13에 있어서,

상기 내부압력(Pi)과 상기 외부압력(Po)은 $0 \text{ bar} \leq |Po^* - Pi^*| \leq 1 \text{ bar}$ 인 조건을 만족하는 값인 Pi* 및 Po* 로 각각 제어될 수 있도록 상기 내부압력 제어부와 상기 외부압력 제어부가 압력차조절수단을 각각 포함하여 구성한 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 23

청구항 1 또는 청구항 13에 있어서,

상기 내부압력 제어부 및 상기 외부압력 제어부는 상호 연결되어 상기 내부압력과 상기 외부압력의 압력차 값 $\Delta P = |P_o - P_i|$ 가 측정되어지되, 상기 압력차조절수단은 상기 압력차 값이 1 bar 이내 범위에서 유지 가능하도록 상기 내부압력 제어부 및 상기 외부압력 제어부를 수동, 반자동 또는 자동으로 조절하여 구성하는 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 24

청구항 1 또는 청구항 21에 있어서,

상기 압력차조절수단은 상기 내부압력 제어부에 포함되는 연결관과 상기 외부압력 제어부에 포함되는 연결관을 공간상으로 상호 연결시키는 평형관을 포함하는 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

청구항 25

청구항 24에 있어서,

상기 평형관은 체크밸브, 압력균등화 밸브, 3-way 밸브, 입자분리용 필터, 댐핑 용기, 충전층, 피스톤, 제3의 유체, 분리막을 이용하는 압력보상장치 중에서 선택된 하나 이상으로 이루어진 것을 특징으로 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

- <22> 본 발명은 입자형 다결정실리콘 제조용 고압유동층반응기에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 높은 압력에서 안정적으로 장기간 운전될 수 있도록 하여 입자형태의 다결정실리콘(polycrystalline silicon)의 대량 생산을 도모할 수 있는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기에 관한 것이다.
- <23> 일반적으로, 고순도 다결정실리콘은 반도체 소자나 태양전지 등에 사용되는 반도체 소재와 높은 순도가 요구되는 화학공정용 소재의 원료로 사용된다.
- <24> 다결정실리콘을 제조하기 위하여 아주 높은 순도로 정제된 실리콘원소 함유 반응가스의 열분해 및/또는 수소환원 반응으로 실리콘 표면에 실리콘원소를 계속적으로 석출시키는 실리콘 석출 방법이 사용된다.
- <25> 이와 같이 다양한 용도로 사용되는 다결정실리콘의 상업적 대량생산을 위하여, 지금까지 종형(bell-jar type)의 반응기가 주로 사용되어오고 있으며, 이 반응기를 사용하여 제조된 다결정실리콘 제품은 직경이 약 50 ~ 300 mm 인 봉(棒; rod)형태를 갖는다.
- <26> 전기저항가열이 핵심인 상기 종형 반응기는 실리콘 석출로 증가하는 봉의 직경에 한계가 있으므로 제품을 연속적으로 생산할 수 없는 기본적인 한계를 지니고 있다.
- <27> 이 반응기는 실리콘 석출에 필요한 실리콘 표면적이 제한적이어서 석출반응 효율이 나쁘고, 과다한 열 손실에 기인하여 제품 단위무게 당 전력소모량이 아주 큰 단점을 가지고 있다.
- <28> 상기한 바와 같은 문제점들을 해결하기 위해, 최근에는 크기가 약 0.5 ~ 3 mm정도인 입자(粒子)형태로 다결정실리콘을 생산할 수 있게 하는 유동층반응기를 응용한 실리콘 석출공정이 개발되었다.
- <29> 이 방법에 따르면, 반응기 하부에서 상부 방향으로 공급되는 가스에 의해 실리콘 입자들이 유동되는 유동층(fluidized bed)이 형성되고, 고온으로 가열되는 유동층에 투입된 실리콘원소 함유 반응가스로부터의 실리콘원

소의 석출로 실리콘입자들의 크기가 증가하게 된다.

- <30> 종래의 중형 반응기에서와 같이, 유동층반응기에 사용되는 실리콘원소 함유 반응가스로는 모노실란(SiH_4), 이염화실란(SiH_2Cl_2), 삼염화실란(SiHCl_3), 사염화실란(SiCl_4)과 같은 Si-H-Cl계 실란화합물이 단독 또는 서로 혼합되어 사용되는데, 이 반응가스에는 수소, 질소, 아르곤, 헬륨 등에 포함되는 한 가지 또는 그 이상의 가스성분이 추가로 포함되는 것이 보통이다.
- <31> 다결정실리콘의 제조에 필요한 실리콘 석출을 위해서 반응온도, 즉 실리콘입자의 온도가 높게 유지되어야 하며, 반응온도가 약 600 ~ 850°C 정도인 모노실란과는 달리, 상업적으로 가장 많이 사용되어오고 있는 삼염화실란의 경우에 반응온도가 약 900 ~ 1,100°C 정도로 아주 높다.
- <32> 실리콘원소 함유 반응가스의 열분해 및/또는 수소환원 반응으로 실리콘이 석출되는 과정에는 다양한 요소반응들이 포함되고, 실리콘 원소가 입자형태로 성장되어 가는 경로도 반응가스의 종류에 따라 복잡하게 이루어진다.
- <33> 요소반응의 종류와 입자성장의 경로가 어떠한 유동층반응기의 운전에 의하면 입자형태의 다결정실리콘이 제품으로 생산된다.
- <34> 이때, 크기가 작은 실리콘 종입자(種粒子, seed crystal)는 실리콘원소의 지속적인 석출이나 실리콘 미립자의 결합으로 크기가 점차 증가함에 따라 유동성이 줄어들게 되어 유동층 하부로 점차 가라앉게 된다.
- <35> 이러한 종입자는 상기 유동층반응기 내부에서 직접 생성되도록 하거나 유동층반응기 외부에서 제조한 다음 유동층 내부로 연속적으로, 주기적으로 또는 간헐적으로 공급할 수 있다.
- <36> 즉, 석출반응으로 크기가 증가된 실리콘입자, 즉 다결정실리콘 제품은 반응기 하부로부터 연속적으로, 주기적으로 또는 간헐적으로 빼낼 수 있다.
- <37> 상기 유동층반응기에서는 석출반응이 일어날 수 있는 실리콘 입자들의 표면적이 아주 넓어, 같은 반응조건에서의 반응수율이 중형 반응기의 경우보다 훨씬 더 높은 장점이 있다.
- <38> 그리고, 제품이 입자형태이므로 막대형 제품과는 달리 단결정 성장, 결정블록 제조, 표면처리 및 개질, 반응 및 분리용 화학소재 제조, 실리콘입자의 성형 및 분쇄 등과 같은 후속공정에 곧바로 사용될 수 있다.
- <39> 이러한 후속공정들은 그동안 회분식(batch 방식)으로 운전되었지만, 최근 입자형태 다결정실리콘의 활용이 가능해짐에 따라 후속공정의 (반)연속화도 이루어질 수 있게 되었다.
- <40> 이러한 입자형태 다결정실리콘을 값싸게 제조하기 위해서는 유동층반응기의 생산성을 향상시키는 것이 기본적으로 요구되는 바, 높은 반응 압력에서의 연속 운전이 주어진 유동층반응기의 단위시간당 실리콘 석출량과 에너지 소모량을 향상시키는 가장 효과적인 방법이다.
- <41> 상기 유동층 방식의 실리콘 석출방법의 최대 장점이라 할 수 있는 반응기의 연속 운전을 위해서는 반응기 구성 요소들의 물리적 안정성이 반드시 확보되어야 하지만, 화학공정에서 사용되는 전형적인 유동층반응기와는 달리, 다결정실리콘 제조용 유동층반응기의 경우에는 반응기 구성요소의 재료 선택에 많은 제약이 뒤따른다.
- <42> 특히, 반응기 내부에서의 불순물 오염이 최소화되어야 하는 고순도의 다결정실리콘 제조를 위해서 실리콘입자들의 유동층을 이루는 반응기 벽으로 사용되는 재료의 선택에는 제약요건이 더욱 많다.
- <43> 다결정실리콘 제조용 유동층반응기의 핵심요소인 반응기 벽을 이루는 재료의 경우에는 높은 온도에서 유동하는 실리콘입자들과 끊임없이 접촉해야 하고, 실리콘입자들의 유동층에 의한 불규칙한 진동과 심한 응력에 종속되어야 하므로 물리적 안정성이 가장 취약하다.
- <44> 높은 반응온도와 반응가스의 특성상 금속 성분의 재료를 사용하지 못하고 불순물 오염을 배제할 수 있는 고순도의 비금속계 무기재료 가운데 높은 압력에 견딜 수 있는 안전한 재료를 선택하는 것은 현실적으로 아주 어렵다.
- <45> 이 때문에 다결정실리콘 제조용 유동층반응기의 구조가 아주 복잡해질 수밖에 없는데, 이러한 다결정실리콘 제조용 유동층반응기는 실리콘입자 유동층을 형성시킬 수 있는 석영재질의 반응관(reactor tube)을 전기저항 가열기 내부에 설치하여 실리콘입자들을 가열할 수 있게 하고, 이 반응관 및 가열기를 금속재질의 반응기 셀로 에워싸는 것이다.
- <46> 상기 반응기로부터의 열손실을 줄이기 위하여 가열기와 반응기 셀 사이 또는 반응기 셀 외부에 단열재를 설치하는 것도 바람직하다.

- <47> 예를 들어, Van Slooten 등이 발명한 미국특허 제5,165,908호는 석영재질의 반응관 내부의 실리콘입자들을 가열하기 위하여 전기저항 가열기를 반응관 둘레에 설치하고, 이 반응관과 가열기를 자켓 형태의 스텐레스 셸로 보호하는 동시에 셸 외부에 단열재를 설치하는 반응기 시스템을 설명하고 있다.
- <48> 한편, Lord 등이 발명한 미국특허 제5,810,934호는 다결정실리콘 제조용 유동층반응기에 관한 것으로서, 유동층벽을 이루는 반응관(reactor vessel)과, 상기 반응관을 에워싸는 덮개 보호관(shroud)과, 상기 덮개 보호관 외부에 설치되는 가열기 및 단열재를 에워싸는 금속재질의 외부용기(outer containment)로 나누어 반응기를 구성해야 함을 설명하고 있다.
- <49> Lord 등은 상기 특허에서 반응관이 깨지는 경우를 대비하고, 상기 반응관 내부로의 불순물오염을 차단하기 위하여 반응관과 같은 석영재질의 보호관을 반응관과 가열기 사이에 설치해야 하는 필요성을 강조하고 있다.
- <50> 또한, 다결정실리콘 제조용 유동층반응기는 가열방법에 따라 구조상의 차이를 나타낼 수도 있다.
- <51> 예를 들어, Poong 등이 발명한 미국특허 제4,786,477호에 따르면 반응관 외부에 가열기를 설치하는 대신, 석영재질의 반응관을 투과하는 마이크로파로 실리콘입자를 직접 가열하는 것이 가능하나, 이 특허는 복잡한 반응기의 구조를 요구하며 석영재질의 반응관 내부의 반응압력을 높일 수 있는 방법을 제시하지 못하는 문제점이 있다.
- <52> 이러한 문제점을 해결하기 위하여 보다 간단한 구조의 다결정실리콘 제조용 유동층반응기가 개시되어 있는 바, Kim 등이 발명한 미국특허 제5,382,412호에서는 수직 원통형 반응관이 금속재질의 반응기 셸에 고정 설치될 수 있음을 보여주고 있다.
- <53> 이와 같은 단순 구조는 재래식 전기저항 가열기를 반응관 외부에 설치하지 않는 대신, 단열재와 반응관을 투과하는 마이크로파로 유동층 내부의 실리콘입자를 가열하기 때문에 가능하다.
- <54> 그러나, Kim 등의 상기 특허 또한 유동층 내부에서의 반응압력이 대기압 수준으로 제한적이고, 반응기 셸에 마이크로파 공급수단이 결합되어야 하는 바 고압반응에서 예상되는 반응관의 기계적 취약성을 극복할만한 해결방법을 제시하지 못하는 문제점이 있다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

- <55> 따라서, 본 발명은 상기와 같은 문제점을 해결하기 위해 발명한 것으로서, 유동층반응기의 내부공간이 반응관을 기준으로 하여 내부영역과 외부영역으로 구획되는 바, 상기 내부영역에서는 실리콘입자 층이 형성되고 실리콘 석출반응이 진행되며, 외부영역에서는 반응관과 반응기 셸 사이의 공간으로 이루어지며 불활성가스 분위기로 유지되어 그 내부영역과 외부영역 사이의 압력 차이가 1 bar 이내에서 낮게 유지될 수 있도록 하는 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기를 제공하는데 그 목적이 있다.
- <56> 더불어, 불순물 오염을 최소화하면서 고순도의 실리콘입자 제조에 손쉽게 활용될 수 있도록 하는데 또 다른 목적이 있다.

발명의 구성 및 작용

- <57> 이하, 상기와 같은 목적을 달성하기 위한 본 발명의 특징에 대해 설명하면 다음과 같다.
- <58> 본 발명은, 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기에 있어서,
- <59> 반응관과;
- <60> 상기 반응관을 에워싸는 반응기 셸과;
- <61> 상기 반응기 셸 내부 공간에서 반응관을 통해 각각 구획되어지되, 실리콘입자 층이 형성되고 실리콘 석출반응이 일어나는 내부영역 및, 상기 실리콘입자 층이 형성되지 않고 실리콘 석출반응이 일어나지 않는 외부영역과;
- <62> 상기 실리콘입자 층에 특정 가스를 공급하는 가스주입수단과;
- <63> 상기 내부영역에서 제조된 다결정실리콘 입자를 배출하며, 상기 실리콘입자 층을 통과하는 배출가스를 배출하는 생성물배출수단과;
- <64> 상기 외부영역을 불활성가스 분위기로 유지할 수 있게 하기 위한 불활성가스 연결부와;

- <65> 상기 내부영역 및 외부영역에서의 압력을 각각 측정 또는 조절 또는 측정 및 조절을 하기 위한 압력제어수단과;
- <66> 상기 외부영역에서의 압력(Po)과 상기 내부영역에서의 압력(Pi)의 차이가 $0 \text{ bar} \leq |P_o - P_i| \leq 1 \text{ bar}$ 범위 내에서 유지될 수 있도록 하는 압력차조절수단을 포함하여 구성된 것을 특징으로 한다.
- <67> 이하, 첨부도면을 참조하여 본 발명의 구성에 대해 상세하게 설명하면 다음과 같다.
- <68> 첨부한 도 1 및 도 2는 입자형 다결정실리콘 제조에 있어서 본 발명에 따른 고압 유동층반응기의 다양한 구성방법을 복합적으로 나타내는 예시도이다.
- <69> 본 발명에 따른 유동층반응기에서는 반응기 내부 공간이 반응기 셀(1)을 통하여 반응기 외부의 공간으로부터 차단된다.
- <70> 이러한 반응기 셀(1)은 반응기 내부 공간에 수직하게 설치되는 반응관(2)을 에워싸는 형태를 지닌다.
- <71> 본 발명에서는, 상기 반응기 셀(1) 내부 공간이 수직하게 설치되는 반응관(2)에 의하여 실리콘입자 층이 형성되고, 실리콘 석출반응이 일어나는 내부영역(4)과 실리콘입자 층이 형성되지 않고, 실리콘 석출반응이 일어나지 않는 외부영역(5)으로 구분된다.
- <72> 상기 반응기 셀(1)은 탄소강, 스텐레스강 또는 기타 합금강과 같이 기계적 강도가 우수하며, 가공이 용이한 금속재료로 제작되는 것이 바람직하다.
- <73> 이러한 반응기 셀(1)은 장치의 제작, 조립 및 해체를 고려하여 도 1 및 도 2의 1a, 1b, 1c 및 1d 등으로 예시된 바와 같이 여러 요소들로 나뉠 수 있다.
- <74> 상기 반응기 내부를 외부 공간으로부터 철저히 차단할 수 있게 다양한 형태와 재질로 제작할 수 있는 가스켓(gasket) 또는 실링부(sealing material)를 이용하여 반응기 셀(1) 요소들을 조립하는 것이 중요하다.
- <75> 상기 반응기 셀(1)을 구성하는 각 요소는 원통형 파이프, 플랜지, 튜브 및 피팅(fitting), 판(plate), 원추, 타원 또는 이중벽 사이로 냉각매체가 흐르는 자켓 등과 같이 다양한 형태를 지닐 수 있다.
- <76> 금속재질의 각 요소는 그 내부 표면에 보호막을 코팅하거나 보호관 또는 보호벽을 추가로 설치하여도 좋다. 상기 보호막, 보호관 또는 보호벽은 금속재질로 이루어져 있으나, 유기고분자, 세라믹, 석영 등과 같은 비금속 재료가 사용될 수도 있다.
- <77> 첨부한 도 1 및 도 2의 1a, 1b, 1c 및 1d 등으로 예시된 바와 같이 반응기 셀(1)을 구성하는 요소들 중 일부는 장치 보호, 열팽창 방지, 작업자 보호, 기타 사고 방지 등의 목적으로 물, 오일, 가스, 공기 등과 같은 냉각유체로 일정 온도범위 이하로 유지되는 것이 바람직하다.
- <78> 비록, 도 1 및 도 2에 표시되지는 않았지만, 냉각이 필요한 반응기 셀(1) 요소들은 그 요소의 내부 혹은 외벽에 냉각유체의 순환이 가능하도록 설계되어 제작되는 것이 바람직하다.
- <79> 이러한 냉각 대신, 작업자 보호 및 과도한 열손실 방지를 위하여 반응기 셀(1)의 외부 표면에 단열재를 추가로 설치하는 것도 가능하다.
- <80> 본 발명에 사용되는 반응관(2)은 반응기 셀(1) 내부 공간을 내부영역(4)과 외부영역(5)으로 구획할 수 있도록 반응기 셀(1)에 의하여 고정될 수만 있다면 어떠한 형태로 이루어져도 무방하다.
- <81> 상기 반응관(2)은 도 1과 같이 단순한 튜브형태나, 도 2에 도시한 바와 같이 튜브, 원추 및 타원 부분들을 포함하는 형태를 취할 수 있으며, 반응관 끝부분이 플랜지형으로 가공되어도 무방하다.
- <82> 그리고, 상기 반응관(2)이 다수의 부분으로 나뉘어져 구성되고, 이 중, 일부는 반응기 셀(1) 내벽면에 라이너(liner)와 같은 형태로 설치될 수도 있다.
- <83> 상기 반응관(2)으로 사용될 수 있는 재질은 고온에서 쉽게 변형되지 않는 무기재료가 바람직하며, 석영, 실리카, 질화규소, 질화보론, 탄화규소, 흑연(graphite), 실리콘, 유리질탄소(glassy carbon), 또는 이러한 재료가 혼합된 복합체 등과 같은 무기재료 중에서 선택하여 사용할 수 있다.
- <84> 그런데, 탄화규소, 흑연, 유리질 탄소 등의 탄소함유 재료는 다결정실리콘 입자에 탄소불순물을 오염시킬 수 있으므로, 탄소함유 반응관 재료를 응용하고자 하는 경우에는 실리콘입자들과 접촉할 수 있는 반응관(2) 내벽면을 실리콘, 실리카, 석영, 질화규소 등과 같은 재료로 추가적인 코팅 또는 라이닝 함으로써 반응관(2) 두께 방향으

로 다수의 층이 형성되게 하여도 좋다.

- <85> 따라서, 본 발명에 사용되는 반응관(2)은 그 벽면의 두께 방향으로 한 가지 또는 복수의 재료 층으로 이루어질 수 있다.
- <86> 상기 반응관(2)을 반응기 셀(1)에 안전하게 고정하기 위해서 실링부(41a, 41b)가 설치되어 있는 바, 상기 실링부(41a, 41b)는 약 200℃ 이상의 온도에 견딜 수 있으며, 유기고분자, 흑연, 실리카, 세라믹, 금속 또는 이러한 성분들의 복합체 중에서 선택 가능하다.
- <87> 단, 본 발명에 따른 반응기의 운전 도중의 진동이나 열팽창 등을 고려할 때 실링부(41a, 41b)를 지나치게 견고하게 설치하여 조립, 운전, 해체 과정에 반응관(2)이 파손될 위험성이 커지게 할 필요는 없다.
- <88> 이와 같이, 상기 반응기 셀(1) 내부 공간을 반응관(2)으로 구획함에 따라 내부영역(4)의 실리콘입자들이 외부영역(5)으로 누출될 위험성이 없어지고, 내부영역(4)과 외부영역(5)의 기능과 공간상의 분위기를 차별화시킬 수 있다.
- <89> 한편, 높은 온도에서 진행되는 실리콘 석출반응에 필요한 실리콘입자 가열을 위하여 반응기 셀(1) 내부에 가열기(8a,8b)의 설치가 필요하다.
- <90> 상기 가열기(8a,8b)는 상기 내부영역(4) 또는 외부영역(5) 또는 내부영역(4) 및 외부영역(5)에 단일개 또는 복수개의 몸체로 다양한 방법 가운데 선택하여 설치할 수 있다.
- <91> 예를 들어, 상기 가열기(8a,8b)는 도 1에 도시된 바와 같이, 상기 내부영역(4) 및 외부영역(5)에 단일개의 몸체로 각각 설치될 수도 있고, 도 2에 도시된 바와 같이, 외부영역(5)에 복수개의 몸체로 설치될 수도 있다.
- <92> 이 밖에도, 비록 도시하지는 않았지만, 상기 가열기(8a,8b)를 상기 내부영역(4) 내부에 복수개의 몸체로 설치하고 상기 외부영역(5)에 단일개의 몸체로 설치하여도 무방하다.
- <93> 이 가열기(8a,8b)에 필요한 전기에너지는 반응기 셀(1)과 결합하여 설치되는 전기에너지 공급부(9a~9f)를 통하여 공급된다.
- <94> 상기 반응기 내부의 가열기(8a,8b)와 반응기 외부의 전력공급원(E)을 연결시켜 주는 전기에너지 공급부(9a~9f)는 케이블, 봉, 막대, 성형물, 컨센트, 결합기 등의 형태를 지니면서 전기가 잘 흐르게 하는 금속재질이나, 전력공급원(E)으로부터의 전력선과 가열기를 연결시켜주는 흑연, 탄화규소 등과 같은 세라믹, 금속재질, 또는 이러한 재질을 복합적으로 포함하는 다양한 형태의 전극이나, 가열기(8a,8b)의 일부를 연장시켜 구성할 수 있다.
- <95> 이러한 전기에너지 공급부(9a~9f)를 반응기 셀(1)과 결합하여 설치함에 있어서 가스 누출을 방지하는 기계적 실링 이외에 금속재질의 반응기 셀(1) 구성요소와의 전기적 절연도 중요하다.
- <96> 그리고, 상기 반응기의 운전 도중에 상기 가열기(8a,8b)로부터의 열전달이나 자체적인 열 발생 및 누적으로 온도가 너무 높아지지 않게 전기에너지 공급부(9)가 순환되는 물, 오일, 가스 등의 냉매로 냉각되게 하는 것이 바람직하다.
- <97> 한편, 상기 반응관(2) 내부, 즉 내부영역(4) 하부에 실리콘입자(3)가 가스의 흐름에 의하여 움직이는 유동층이 형성될 수 있게 하고, 유동하는 실리콘 입자표면에 실리콘을 석출시켜 다결정실리콘을 제조하기 위하여, 유동층 반응기에 가스주입수단이 설치되어야 한다.
- <98> 이 가스주입수단에는 실리콘입자 층.bed)에 유동가스(10)를 공급하는 유동가스 주입부(14,14')와 실리콘원소를 함유하는 반응가스(11)를 공급하는 반응가스 주입부(15)가 기본적으로 포함되고, 이 가스주입수단은 반응기 셀(1b)에 결합하여 설치된다.
- <99> 본 발명에서 유동가스(10)라 함은 실리콘입자(3)의 층.bed)을 이루는 실리콘입자(3)의 일부 또는 전부가 움직이는 유동층이 상기 내부영역(4)에 형성되도록 공급되는 가스를 대변한다.
- <100> 본 발명에서는 유동가스(10)로 수소, 질소, 아르곤, 헬륨, 염화수소(HCl), 사염화실란(SiCl₄) 중에서 한 가지를 선택하여 사용하거나 또는 두 가지 이상을 혼합하여 사용할 수 있다.
- <101> 본 발명에서 반응가스(11)라 함은 다결정실리콘 입자의 제조에 사용되는 원료가스로서 실리콘원소 함유 성분을 포함하는 실리콘 석출 소스가스를 대변한다.
- <102> 본 발명에서는 반응가스(11)로 실리콘원소를 함유하는 모노실란(SiH₄), 이염화실란(SiH₂Cl₂), 삼염화실란

(SiHCl₃), 사염화실란(SiCl₄) 중에서 한 가지를 선택하여 사용하거나 또는 두 가지 이상을 혼합하여 사용할 수 있다.

- <103> 상기 반응가스(11)는 실리콘원소 함유 성분으로만 구성될 수도 있지만 수소, 질소, 아르곤, 헬륨, 염화수소(HCl)중에서 선택된 하나 이상의 가스 성분을 추가로 포함하는 경우도 많다.
- <104> 또한, 상기 반응가스(11)는 실리콘 석출 소스의 제공뿐만 아니라, 유동가스(10)와 함께 실리콘입자(3)의 유동에도 기여한다.
- <105> 상기 유동가스 주입부(14, 14')와 반응가스 주입부(15)는 각각 튜브나 노즐, 챔버, 플랜지, 피팅(fitting) 및 개스킷 등의 요소들로 구성될 수 있는 바, 이 구성요소들 중에서 반응기 셀(1) 내부, 특히 내부영역(4) 하부에서 실리콘입자(3)와 접촉할 가능성이 있는 부분은 상기 반응관(2)으로 사용될 수 있는 무기재질로 이루어지는 튜브, 라이너 또는 성형품을 사용하여 구성하는 것이 바람직하다.
- <106> 또한, 상기 반응기 내부영역(4)의 실리콘입자 유동층(4a) 하부에는 유동가스(10)의 분산기능을 갖는 가스분산부(19)를 유동가스 주입부(14, 14') 및 반응가스 주입부(15)와 함께 설치될 수 있게 하는 것이 바람직한 바, 다공성 분산판, 충전물, 노즐, 또는 이러한 요소들의 복합적인 분산수단 등과 같이 형태와 구조에 제한받지 아니한다.
- <107> 상기 가스분산부(19)의 상부 표면에 실리콘이 석출되는 것을 방지하기 위하여 상기 반응가스 주입부(15)에서 반응가스(11)가 유동층 내부로 분사되는 반응가스 출구를 가스분산부(19) 상부보다 높게 위치시키는 것이 좋다.
- <108> 상기 반응기 내부영역(4)에서 실리콘입자 유동층(4a)을 형성시키기 위하여 필요한 유동가스(10)는 유동가스 주입부(14, 14')의 구성에 따라 다양하게 공급될 수 있다.
- <109> 예를 들자면, 상기 유동가스 주입부(14, 14')를 도 1에 도시된 바와 같이, 분산판 형태의 가스분산부(19) 하부에 가스챔버가 형성되도록 반응기 셀(1)과 결합, 설치하여 유동가스(10)를 공급할 수 있다.
- <110> 또 다른 예로서, 도 2에 도시된 바와 같이, 상기 유동가스 주입부(14')를 실리콘입자 이외의 충전물로 이루어진 가스분산부(19) 중간에 1개 또는 다수의 유동가스 노즐의 출구가 위치되도록 유동가스 주입부(14)를 반응기 셀(1)과 결합, 설치하여 유동가스(10)를 공급할 수도 있다.
- <111> 한편, 상기 두 가지 예를 종합하여 분산판과 충전물을 동시에 이용하여 가스분산부(19)와 유동가스 주입부(14, 14')를 구성할 수도 있는 것이다.
- <112> 본 발명에 따른 반응기에 설치된 가열기(8a, 8b)로 가열되는 실리콘입자(3) 표면에 반응가스 주입부(15)를 통해 공급되는 반응가스(11)로부터 실리콘이 석출되어 다결정실리콘 입자가 반응기의 내부영역(4)에서 제조된다.
- <113> 이와 같이 제조된 실리콘 입자를 내부영역(4)으로부터 유동층반응기 외부로 배출하기 위하여 생성물배출수단인 입자배출부(16)를 반응기 셀(1)과 결합하여 설치하는 것이 필요하다.
- <114> 상기 입자배출부(16)를 구성하는 배출관은 도 1에 도시된 바와 같이, 반응가스 주입부(15)와 함께 조립되거나, 도 2에 도시된 바와 같이, 상기 반응가스 주입부(15)와는 독립적으로 설치되어 유동층(4a)으로부터 실리콘입자(3b)가 연속적으로, 주기적으로 또는 간헐적으로 필요한 시점에 배출되도록 할 수 있다.
- <115> 이 밖에도 도 1에 도시된 바와 같은 유동가스 주입부(14') 공간의 일부 또는 하부에 실리콘입자(3b)가 냉각되면서 체류한 다음, 반응기 외부로 배출되게 별도의 공간을 반응기 셀(1)과 결합하여 설치하는 것도 좋다.
- <116> 본 발명에 따라 상기 내부영역(4)으로부터 배출되는 실리콘입자(3), 즉 실리콘 제품입자(3b)는 반응기와 직접 연결된 다결정실리콘 제품 저장부 또는 운반부로 이송될 수 있다.
- <117> 한편, 유동층반응기의 특성상 본 발명에서 제조되는 실리콘 제품입자(3b)도 입자분포를 지닐 수밖에 없으므로 여기에 포함된 작은 입자들은 종입자(3a)로 손쉽게 활용될 수도 있다.
- <118> 따라서, 상기 내부영역(4)으로부터 배출되는 실리콘 제품입자(3b)들을 크기에 따라 분리할 수 있는 분급부로 이송하여 사전에 정해진 기준에 따라 입자들을 분리한 다음 큰 입자들을 다결정실리콘 제품 저장부 또는 운반부로 이송하고 작은 입자들을 종입자(3a)로 활용하는 것도 가능하다.
- <119> 한편, 실리콘입자 유동층(4a)의 높은 온도를 고려할 때, 실리콘입자(3b)가 입자배출부(16)를 거쳐 배출되는 동안 냉각되는 것이 바람직하다.

- <120> 따라서 수소, 질소, 아르곤, 헬륨 등과 같은 가스를 입자배출부(16)를 통해 흐르도록 하거나 입자배출부(16) 벽면에 불, 오일, 가스 등의 냉매를 순환시켜 뜨거운 입자들을 냉각시켜도 좋다.
- <121> 이 밖에도, 비록 도식화하여 표시하지는 않았지만, 유동층(4a)으로부터 실리кон입자(3b)가 일정 시간동안 체류하면서 냉각된 다음 유동층반응기 외부로 배출될 수 있게 반응기 셀(1) 내부(예를 들어 도 1의 14') 또는 반응기 셀 하부(도 1 또는 도 2의 1b)와 결합하여 별도의 충분한 공간을 차지할 수 있게 입자배출부(16)가 설치되어 있다.
- <122> 상기 입자배출부(16)를 거치면서 반응기를 빠져나오는 과정에 실리кон 제품입자(3b)가 불순물로 오염되는 것을 방지하는 것이 필요하다.
- <123> 따라서, 상기 입자배출부(16)를 구성하면서 고온의 실리кон 제품입자(3b)와 접촉하게 되는 요소를 상기 반응관(2)에 사용될 수 있는 무기재질로 이루어지는 튜브, 라이너 또는 성형품으로 구성하는 것이 바람직하다.
- <124> 이러한 입자배출부(16)의 구성요소는 금속재질의 반응기 셀(1) 및/또는 보호관과 결합하여 고정하는 것이 필요하다.
- <125> 무기재질의 상기 요소를 대신하여, 상당히 냉각된 제품입자들과 접촉하거나 벽면이 냉각이 될 수 있는 입자배출부(16) 구성 요소는 내벽면이 불소 함유 고분자물질로 코팅 또는 라이닝된 금속재질의 튜브, 라이너 또는 성형품으로 이루어져도 무방하다.
- <126> 앞에서 설명한 바와 같이, 실리кон 제품입자(3b)는 반응기 내부영역(4)으로부터 입자배출부(16)를 통해 다결정실리кон 제품 저장부 또는 운반부로 연속적, 반연속적 또는 주기적으로 배출될 수 있다.
- <127> 한편, 반응기와 제품 저장부 사이에 분급부를 설치하여 실리кон 제품입자(3b)를 크기에 따라 분리하여 작은 입자들을 종입자(3a)로 활용하는 것도 가능하다.
- <128> 본 발명에 따라 사용될 수 있는 분급부로는 산업적으로 많이 활용되는 다양한 입자 분리장치들이 응용될 수 있다.
- <129> 단, 입자 분리과정에 불순물 오염이 발생되지 않도록 실리кон 제품입자(3b)와 접촉하는 분급부 구성 요소를 입자배출부(16)에 사용되는 재료나 첨가제나 충전제를 포함하지 않는 순수 고분자 재료로 구성하는 것이 바람직하다.
- <130> 유동층반응기의 연속적인 운전을 위해 유동층(4a)을 통과하는 유동가스, 미반응 반응가스, 반응 생성물 가스를 포함하는 배출가스(13)를, 내부영역 상부(4c)를 거쳐 유동층반응기 외부로 배출시키기 위한 생성물배출수단인 배출가스 연결부(17)를 상기 반응기 셀(1d)과 결합하여 설치하는 것이 필요하다.
- <131> 배출가스(13)에 실려 나오는 실리кон 미립자 또는 고분자량의 반응부산물은 별도의 배출가스 처리부(34)에서 분리될 수 있다.
- <132> 사이클론, 필터, 충전탑, 스크라버, 원심분리기 등의 장치로 구성될 수 있는 배출가스 처리부(34)는 도 1 및 도 2에 도시된 바와 같이, 반응기 셀(1) 외부에 설치되며, 상기 반응기 셀(1) 내부영역의 상부 공간(4c)에 설치되어도 무방하다.
- <133> 이러한 배출가스 처리부(34)에서 분리된 실리кон 미립자는 다른 용도로도 활용할 수도 있고, 반응기 내부영역의 유동층(4a)으로 재순환시켜 실리кон입자 제조를 위한 종입자(3a)로 사용하여도 좋다.
- <134> 본 발명을 이용하여 실리кон입자를 연속적으로 제조하고자 할 때에는 유동층(4a)을 이루는 실리кон입자의 개수 및 평균입경이 일정 범위 내에서 유지되도록 하는 것이 필요하므로 제품으로 배출되는 실리кон 제품입자(3b)의 개수에 대략적으로 상응하는 개수의 종입자를 유동층(4a)에 보충하는 것이 바람직하다.
- <135> 앞에서 설명한 바와 같이, 상기 배출가스 처리부(34)에서 분리된 실리кон 미립자 또는 분말이 종입자로 재활용된다 하더라도 그 양이 제한적이고 크기도 너무 작으므로 실리кон입자의 연속 생산을 위해서는 실리кон 종입자의 추가적인 준비 또는 제조가 불가피하다.
- <136> 이와 관련하여, 상기 실리кон 제품입자(3b) 중에서, 크기가 작은 실리кон입자를 별도로 분리하여 종입자(3a)로 활용하는 것도 고려될 수 있다.
- <137> 그러나, 상기 유동층반응기 외부에서 제품입자(3b)로부터 종입자(3a)를 분리해내는 별도의 과정은 불순물 오염

의 위험성이 높고, 작업이 번거로운 단점이 있다.

- <138> 이와 같은 별도의 제품입자(3b) 분리과정을 대신하여 입자배출부(16)의 입자 배출 경로의 도중에 추가적인 분급부를 포함시켜 상부방향으로 흐르는 가스를 이용하여 제품입자(3b)의 냉각과 동시에, 크기가 작은 실리콘입자들이 유동층(4a) 내부로 되돌아갈 수 있도록 함으로써, 종입자 공급의 부담을 경감시키면서 제품입자(3b)의 평균 입경을 증대시키는 동시에 입경분포를 줄이는 것도 가능하다.
- <139> 상기 실리콘 종입자 제조방법으로는 입자배출부(16)를 거쳐 배출되는 실리콘 제품입자(3b)의 일부를 별도의 분쇄설비에서 종입자로 분쇄하여 얻는 것이 일반적이다.
- <140> 이와 같이 제조된 종입자(3a)는 도 1에 도시된 바와 같이, 반응기 셀(1d)에 결합되어 설치된 실리콘 종입자 주입부(18)를 통해 반응기 내부영역(4)으로 연속적으로, 주기적으로 또는 간헐적으로 필요한 시점에 투입될 수 있다.
- <141> 이 방법은 종입자(3a)의 크기 및 공급량을 요구되어지는대로 제어할 수 있는 장점이 있지만 별도의 분쇄설비를 필요로 하는 단점도 있다.
- <142> 이와는 달리, 상기 반응기 셀(1)과 결합하여 설치되는 반응가스 주입부(15)의 출구노즐이나 별도로 설치된 입자 분쇄용 가스노즐을 통해 고속의 가스가 유동층 내부에 생성되도록 하여 유동층(4a) 내부에서 실리콘입자를 종입자로 분쇄할 수도 있다.
- <143> 이러한 방법은 별도의 분쇄설비가 필요하지 않아 경제적이더라도, 제조되는 반응기 내의 종입자의 크기 및 공급량을 필요한 범위 이내로 제어하기 어려운 단점도 있다.
- <144> 본 발명에 있어서 내부영역(4)은 실리콘입자 층(4a)이 형성되고, 이 실리콘입자 층(4a)에 유동가스(10) 및 반응가스(11)가 투입되며, 실리콘 석출반응이 일어나며, 유동가스, 미반응 반응가스, 반응 생성물 가스를 포함하는 배출가스(13)가 흘러나가는 데에 있어서 필요한 제반 공간을 포함한다.
- <145> 따라서, 상기 내부영역(4)은 실리콘입자(3)의 유동층에서 실리콘이 석출되어 다결정실리콘 입자 제품을 제조할 수 있게 하는 기본적인 역할을 담당한다.
- <146> 이와는 달리, 상기 외부영역(5)은 실리콘입자(3)의 층이 형성되지 않고, 반응가스가 흐르지 않아 실리콘 석출반응이 일어나지 않으며, 그 반응관(2)의 외벽과 반응기 셀(1) 사이에서 내부영역(4)과는 달리, 독립적으로 형성될 수 있는 공간이다.
- <147> 본 발명에 따르면, 상기 외부영역(5)도 여러 가지 중요한 역할을 담당하는 바, 첫째, 외부영역(5)은 반응관(2)을 보호할 수 있게 하는 공간을 제공하는데, 이는 내부영역(4)과 외부영역(5) 사이의 압력 차이가 제한된 범위 내에서 유지되도록 함으로써 가능하다.
- <148> 둘째, 상기 외부영역(5)은 반응기로부터의 열손실을 차단하거나 줄여줄 수 있는 단열재(6)를 설치할 수 있는 공간을 제공한다.
- <149> 셋째, 상기 외부영역(5)은 필요 시 반응기의 가열에 필요한 가열기를 반응관(2) 둘레에 설치할 수 있게 하는 공간을 제공해 준다.
- <150> 넷째, 상기 외부영역(5)은 반응관(2) 외부에 불활성가스 분위기로 유지할 수 있도록 하여 내부영역(4)에 산소를 포함하는 위험한 가스 성분과, 불순물 성분이 혼입되는 것을 방지하고, 반응관(2)을 반응기 셀(1) 내부에 안전하게 설치하고 유지시킬 수 있는 공간을 제공해 준다.
- <151> 다섯째, 상기 외부영역(5)은 외부영역 연결부(28)를 통하여 내부영역(4)에서 존재할 수 있는 가스 성분의 존재 또는 농도, 온도 등을 측정할 수 있게 하여 반응관(2)의 이상 유무를 필요할 때에 실시간으로 측정할 수 있게 해준다.
- <152> 여섯째, 상기 외부영역(5)은 반응관(2) 내벽면에 석출되어 누적되는 실리콘 층을 화학적으로 제거할 때 필요한 실리콘 층 가열용 가열기(8b)를 도 2에 도시된 바와 같이 설치할 수 있는 공간을 제공해준다.
- <153> 일곱째, 상기 외부영역(5)은 반응관(2)과 내부영역(4)을 효율적으로 조립하고 해체할 수 있게 하는 역할도 담당한다.
- <154> 이와 같이 본 발명에 따르면 상기 외부영역(5)이 여러 가지의 역할을 담당하기 때문에 한 개 이상의 튜브, 판,

성형물, 피팅 등의 분할요소로 이 외부영역 공간을 상하로 및/또는 원주방향으로 분할하여도 무방하다.

- <155> 단, 본 발명에 따라 상기 외부영역(5)을 추가로 분할하는 경우에는 분할된 공간들이 가스분위기와 압력이 동일하게 공간상으로 상호 연결되게 하는 것이 바람직하다.
- <156> 이러한 외부영역(5)에 설치될 수 있는 단열재(6)로는 복사와 전도에 의한 열전달을 억제함으로써 산업적으로 많이 활용되는 실린더, 블록, 천(fabric), 담요 또는 펠트(felt), 발포체 또는 충전층 등의 형태를 지니는 무기재질 단열재를 선택하여 사용할 수 있다.
- <157> 상기 유동층반응기의 반응온도 유지를 위하여 반응기 셀(1)과 결합하여 설치된 전기에너지 공급부(9)와 연결되어 반응기를 가열하는 가열기(8a,8b)는 외부영역(5)에 설치할 수도 있고 내부영역(4), 특히, 실리콘입자 층(4a) 내부에 단독으로 설치하여도 좋으며 필요에 따라서는 도 1에 도시된 바와 같이, 상기 내부영역(4)과 외부영역(5)에 동시에 설치하여도 무방하다.
- <158> 이 밖에도 도 2에 도시된 바와 같이, 상기 가열기(8a,8b)를 외부영역(5)에 설치하여도 무방하다.
- <159> 상기 유동층 반응기에 복수의 가열기(8a,8b)를 설치하는 경우에는 하나의 전력공급원(E)에 대하여 전기적으로 직렬 또는 병렬이 되게 구성하거나, 도 1 및 도 2에 도시된 바와 같이 전력공급원(E)과, 전기에너지 공급부(9a~9f)를 독립적으로 구성하는 것도 가능하다.
- <160> 첨부한 도 1에 도시된 바와 같이, 상기 가열기(8a)가 실리콘입자 층(4a) 내부에 설치되는 경우에는 실리콘입자들을 유동층 내부에서 직접 가열할 수 있는 장점을 지닌다.
- <161> 이 경우에는 상기 가열기(8a) 표면에 실리콘이 석출되어 누적되는 문제를 방지하기 위하여 그 가열기(8a)는 반응가스 주입부(15)의 반응가스 출구보다 낮게 위치되도록 설치되는 것이 바람직하다.
- <162> 본 발명에서는 불활성가스 연결부(26a,26b)를 반응기 셀(1)에 설치하여 외부영역(5)을 내부영역(4)과는 달리 실리콘 석출반응과 무관하게 불활성가스 분위기로 유지하게 된다.
- <163> 상기 불활성가스(12)로는 수소, 질소, 아르곤, 헬륨 중에서 선택된 하나 이상을 사용할 수 있다.
- <164> 상기 반응기 셀(1)에 설치되어 외부영역(5)과 공간상으로 연결되는 불활성가스 연결부(26a,26b)는 불활성가스(12)의 공급이나 배출을 위해 필요한 배관 연결기능을 갖는 것으로서, 튜브, 노즐, 플랜지, 밸브나 피팅 등과 같은 다양한 요소 중에서 선택되거나 조합되어 설치될 수 있다.
- <165> 한편, 상기 불활성가스 연결부(26a,26b)와는 별도로 외부영역(5)에 공간상으로 직,간접적으로 노출되는 반응기 셀(1)에 외부영역 연결부(28)를 설치하여 온도, 압력, 가스성분의 측정 및 제어에 활용하는 것도 가능하다.
- <166> 상기 불활성가스 연결부(26a,26b)는 1개만 있어도 외부영역(5)에서의 불활성가스 분위기 유지에 문제가 없으며, 이중관 또는 다수의 불활성가스 연결부(26a,26b)를 이용하여 불활성가스의 투입과 배출을 독립적으로 실시할 수 있다.
- <167> 또한, 상기 불활성가스 연결부(26a,26b)는 외부영역(5)에서의 독립적인 불활성가스 분위기 유지뿐만 아니라 외부영역 연결부(28)를 활용하여 실시할 수 있는 유량, 온도, 압력, 가스성분의 측정 및 제어에도 동시에 활용될 수 있다.
- <168> 첨부한 도 1 및 도 2에서는 상기 불활성가스 연결부(26a,26b) 또는 외부영역 연결부(28)를 이용하여 외부영역(5)에서의 압력(Po)을 측정하거나 제어하는 다양한 경우들을 예시하고 있다.
- <169> 상기 불활성가스 연결부(26a,26b)와 별도로 설치될 수 있는 외부영역 연결부(28)는 외부영역(5)이 유지되는 상태의 측정 및 제어를 위하여 설치된다.
- <170> 상기 외부영역 연결부(28)도 배관 연결기능을 갖는 것으로서 튜브, 노즐, 플랜지, 밸브나 피팅 등과 같은 다양한 요소 중에서 선택되거나 조합되어 설치될 수 있다.
- <171> 만일, 상기 불활성가스 연결부(26a,26b)가 설치되지 않는다면 외부영역 연결부(28)가 온도, 압력, 가스성분의 측정 및 제어에 추가하여 불활성가스(12)의 공급이나 배출에도 활용될 수도 있다.
- <172> 그러므로, 상기 불활성가스 연결부(26a,26b)와 외부영역 연결부(28)는 형태나 기능 면에서 반드시 구분될 필요는 없다.
- <173> 위치와 시간에 따라 압력이 거의 일정하게 유지될 수 있는 외부영역(5)과 달리, 내부영역(4)에서는 실리콘입자

(3)의 유동층(4a)이 존재하고, 그 유동층(4a) 높이에 따라 압력차이가 불가피하게 발생하므로 상기 내부영역(4)에서의 압력(Pi)은 내부영역(4) 위치에 따라 차이가 있다.

- <174> 고체입자 유동층에 의한 압력손실은 유동층의 높이에 의하여 좌우되지만, 유동층의 높이가 지나치게 높지 않은 경우 유동층에 의한 압력손실은 약 0.5 ~ 1 bar 이하가 되게 하는 것이 보통이다.
- <175> 또한, 고체입자 유동층의 특성상 시간에 따라 압력의 불규칙적인 변화도 불가피하게 발생하게 된다.
- <176> 그러므로, 내부영역(4)에서는 위치와 시간에 따라 압력값이 변화될 수 있다.
- <177> 이와 같은 특성을 고려하여 내부영역(4)에서의 압력(Pi)을 직, 간접적으로 측정하거나 조절하기 위한 내부압력 제어부(30)를 여러 위치 중에서 선택하여 내부영역(4)과 공간상으로 연결, 설치하게 된다.
- <178> 본 발명에 따른 압력제어수단인 내부압력 제어부(30)와 외부압력 제어부(31)를 반응기의 특성과 제어하고자 하는 조업변수의 선택에 의하여 다양한 위치에 연결, 설치된다.
- <179> 상기 내부압력 제어부(30)는 내부영역(4)에 공간상으로 직, 간접적으로 노출되는 내부영역 연결부(24, 25), 유동가스 주입부(14), 반응가스 주입부(15), 입자배출부(16), 또는 배출가스 연결부(17)를 통해 내부영역(4)과 공간상으로 연결, 설치된다.
- <180> 한편, 상기 외부압력 제어부(31)는 외부영역(5)에 공간상으로 직, 간접적으로 노출되는 반응기 셀(1)에 설치된 외부영역 연결부(28) 또는 불활성가스 연결부(26a, 26b) 등을 통해 외부영역(5)과 공간상으로 연결, 설치된다.
- <181> 본 발명의 바람직한 구현예에 있어서, 상기 내부압력 제어부(30) 및 외부압력 제어부(31)는 압력을 직, 간접적으로 측정하여 조절함에 있어서 필요한 요소들을 포함하게 된다.
- <182> 상기 내부압력 제어부(30) 및 외부압력 제어부(31)는 공간상의 연결에 필요한 연결관 또는 피팅(fitting)류와; 수동식, 반자동식 또는 자동식의 밸브류와; 디지털 또는 아날로그 방식의 압력계 또는 차압계와; 압력지시기 또는 기록기와; 신호전환기 또는 연산기능을 갖춘 제어기 등과 같은 요소들 중에서 한 가지 이상 선택하여 구성할 수 있다.
- <183> 상기 내부압력 제어부(30) 및 외부압력 제어부(31)는 기계적으로 또는 신호 회로적으로 상호 연결하여 구성할 수 있고, 중앙제어시스템, 분산제어시스템, 국부적 제어시스템과 같은 제어수단과 부분적 또는 복합적으로 연결하여 구성할 수 있다.
- <184> 그리고, 상기 내부압력 제어부(30) 및 외부압력 제어부(31)는 압력과 관련하여 독립적으로 구성할 수도 있지만, 압력이외의 조업변수인 유량, 온도, 가스성분, 입자농도 등의 변수의 측정과 제어에 필요한 수단을 부분적 또는 복합적으로 연결하여 구성할 수 있다.
- <185> 한편, 상기 내부압력 제어부(30) 및/또는 외부압력 제어부(31)의 구성 요소가 불순물 성분이나 고체 입자 등으로 오염되는 것을 방지하거나 압력의 완충을 위하여, 이들 제어부(30, 31)를 입자 분리용 필터나 스크리버 등과 같은 분리수단이나 압력 완충용 용기(pot)를 추가하여 구성할 수도 있다.
- <186> 상기 내부압력 제어부(30)가 연결되어 설치될 수 있는 곳으로는 내부영역(4)에 공간상으로 직, 간접적으로 노출되는 반응기 셀(1)에 압력, 온도, 가스성분의 측정, 내부관찰 등의 목적으로 활용될 수 있게 설치된 내부영역 연결부(24, 25)와 연결되는 곳을 예로 들 수 있다.
- <187> 이러한 연결부(24, 25)와 연결하여 내부압력 제어부(30)를 설치하면 실리콘입자 유동층에 의한 압력의 시간에 따른 변화를 파악하기는 어렵지만 내부영역 상부 공간(4c)에서의 압력을 안정적으로 측정, 조절할 수 있다.
- <188> 만일 유동층에 의한 압력의 시간에 따른 변화를 파악하기 위하여 내부영역 연결부를 유동층 내부와 공간상으로 연결되게 설치하여도 무방하다.
- <189> 이 밖에도 반응기 셀(1)과 결합, 설치되어 내부영역(4)과 공간상으로 연결될 수 있는 위치, 즉 유동가스 주입부(14) 또는 반응가스 주입부(15) 또는 입자배출부(16) 또는 배출가스 연결부(17) 등과 연결되는 위치에 내부압력 제어부(30)를 설치할 수 있다.
- <190> 또한, 상기 내부영역 연결부(24, 25) 및 내부영역(4)과 공간상으로 연결될 수 있는 위치를 필요한대로 설치하여 내부압력 제어부(30)를 두 군데 이상 설치하여도 무방하다.
- <191> 이와 같이 내부압력 제어부(30)가 설치되는 위치에 따라 실리콘입자의 존재에 의하여 측정되는 Pi 값에 차이를

나타내는데, 본 발명자들의 실험에 의하면 유동층의 유동 특성과 유동가스 주입부(14) 또는 반응가스 주입부(15) 또는 입자배출부(16) 또는 배출가스 연결부(17)의 구조에 따라 차이가 있지만, 압력측정 위치에 따른 Pi값의 차이는 실제적으로 1 bar 이내가 된다.

- <192> 본 발명에 따른 바람직한 구현예에서, 상기 외부영역(5)에서의 압력을 직, 간접적으로 측정, 조절하기 위한 외부 압력 제어부(31)를 여러 위치 중에서 선택하여 외부영역(5)과 공간상으로 연결되게 설치하는 것이 필요하다.
- <193> 상기 외부압력 제어부(31)가 연결되어 설치될 수 있는 곳으로는 외부영역(5)에 공간상으로 직, 간접적으로 노출되는 반응기 셀(1)에 설치되는 외부영역 연결부(28) 또는 불활성가스 연결부(26a, 26b)와 연결되는 곳을 예로 들 수 있다.
- <194> 본 발명에서 상기 외부영역(5)이 불활성가스 분위기로 유지되는 것이 바람직하므로, 외부영역(5)에 불활성가스(12)를 공급할 수 있는 불활성가스 연결부(26a)와, 상기 외부영역(5)으로부터 불활성가스(12)를 배출할 수 있는 불활성가스 연결부(26b)를, 외부영역 연결부(28)로 활용하는 것이 가능하다.
- <195> 따라서, 상기 외부영역(5)에서의 압력을 직, 간접적으로 측정, 조절하기 위한 외부압력 제어부(31)를 불활성가스 연결부(26a, 26b) 또는 외부영역 연결부(28)를 통해 외부영역(5)과 공간상으로 연결되게 설치하는 것도 가능하다.
- <196> 본 발명에 있어서, 상기 내부압력 제어부(30) 및 외부압력 제어부(31)는 내부영역(4)에서의 압력, Pi와 외부영역(5)에서의 압력, Po의 차이, 즉 $|Po - Pi|$ 값을 1 bar 이내로 유지하는 데에 활용될 수 있다.
- <197> 단, 내부압력 제어부(30)를 구성함에 있어서, 내부영역(4)의 위치에 따라 Pi 값이 변화함을 유의하여야 한다.
- <198> 유동층 내부 또는 하부와 공간상으로 연결되는 위치에 설치되는 내부영역 연결부(24, 25), 유동가스 주입부(14), 반응가스 주입부(15), 또는 입자배출부(16) 등에서 측정되는 Pi값은 내부영역 상부공간(4c)과 같이, 실리콘입자의 유동층과 접촉하지 않는 내부영역 연결부, 배출가스 연결부(17) 또는 실리콘 중입자 주입부(18) 등을 통해 측정되는 Pi값보다 크다.
- <199> 특히, 실리콘입자 유동층의 하부와 공간상으로 연결되는 내부영역 연결부, 유동가스 주입부(14) 또는 입자배출부(16)에서 측정되는 압력은 최대 내부압력값 Pi(max)을 나타내고 유동층과 접촉하지 않는 배출가스 연결부(17) 또는 내부영역 연결부(24, 25)에서 측정되는 압력은 최소 내부압력값 Pi(min)을 나타낼 수 있다.
- <200> 이는 상기 실리콘입자의 유동층(4a)에서는 높이에 따라 압력차이가 반드시 존재하고, 상기 유동층 하부에서의 Pi값이 유동층 상부에서의 Pi값보다 항상 높기 때문이다.
- <201> 이 압력차이는 유동층 높이에 따라 증가하는데 유동층 압력차이가 1 bar 이상이 되면 반응기의 높이가 지나치게 높아져 바람직하지 않으며, 또한 유동층 하부와 상부의 압력차이가 0.01 bar 이하가 되면 유동층 높이 및 부피가 작아져 반응기의 생산량이 너무 작다.
- <202> 따라서, 본 발명에서는 유동층 높이에 따른 압력차이가 0.01~1 bar 범위 이내에서 포함되게 하는 것이 바람직하다.
- <203> 즉, 상기 내부영역(4)에서 측정될 수 있는 최대의 압력값, Pi(max)와, 최저의 압력값, Pi(min)의 차이가 1 bar 이내에 포함되게 하는 것이 바람직하다.
- <204> 본 발명에 따라 반응관(2) 내부와 외부에서의 압력차이, 즉 $|Po - Pi|$ 값을 1 bar 이내로 유지함에 있어서 반응관(2) 높이에 따라 압력차이 값이 다르다는 점을 반드시 유의하여야 한다.
- <205> 상기 내부압력 제어부(30)가 내부영역 상부(4c)보다 압력이 높은 유동층 내부 또는 하부와 공간상으로 연결되는 곳인 내부영역 연결부, 유동가스 주입부(14) 또는 반응가스 주입부(15) 또는 입자배출부(16) 등을 통해 내부영역(4)과 공간상으로 연결되는 경우, $Po \leq Pi$ 이면서 $0 \text{ bar} \leq (Pi - Po) \leq 1 \text{ bar}$ 인 조건을 만족하는 것이 바람직하다.
- <206> 반면, 상기 내부압력 제어부(30)가 유동층 내부 또는 하부보다 압력이 낮은 내부영역 상부공간(4c)과 같이 실리콘입자의 유동층과 접촉하지 않는 배출가스 연결부(17), 실리콘 중입자 주입부(18), 내부영역 연결부(24, 25) 등을 통해 내부영역(4)과 공간상으로 연결되는 경우, $Pi \leq Po$ 이면서 $0 \text{ bar} \leq (Po - Pi) \leq 1 \text{ bar}$ 인 조건을 만족하는 것이 바람직하다.
- <207> 그리고, 상기 내부압력 제어부(30) 및 외부압력 제어부(31)를 구성함에 있어서 각각 한 군데 이상의 압력을 측

정하여 평균값을 활용하여도 좋다.

- <208> 특히, 상기 내부영역(4)에서는 연결되는 공간에 따라 압력값에 차이가 있을 수 있으므로 내부압력 제어부(30)는 한 개 이상의 압력계를 사용하여 측정되는 압력값들의 평균값을 계산할 수 있는 연산기능을 갖는 제어기를 포함하는 것도 가능하다.
- <209> 그러므로, 본 발명에 따라 반응관(2) 내부와 외부에서의 압력차이, 즉 $|P_o - P_i|$ 값을 1 bar 이내로 유지함에 있어서, 외부영역(5)에서의 압력(P_o)을 내부영역(4)과 공간적으로 연결하여 측정할 수 있는 최대의 압력값, $P_i(\max)$ 와, 최저의 압력값, $P_i(\min)$ 사이에서 유지되도록 하는 것이 보다 바람직하다.
- <210> 본 발명에 따른 내부압력 제어부(30) 및/또는 외부압력 제어부(31)는 $|P_o - P_i|$ 값이 1 bar 이내에서 유지되게 하는 압력차조절수단(*pressure-difference regulating means*)을 포함하는 것이 필요하다.
- <211> 상기 압력차조절수단은 내부압력 제어부(30) 또는 외부압력 제어부(31) 가운데에서 한 군데에만 포함될 수도 있고, 두 군데 모두에 제각각 포함될 수도 있으며, 두 제어부(30, 31)에 공통으로 포함될 수도 있다.
- <212> 단, 내부영역(4)의 위치에 따라 P_i 값이 변화할 수 있음을 고려하여, 내부영역(4) 공간 중에서 유동가스 주입부(14), 반응가스 주입부(15), 입자배출부(16), 내부영역 연결부 등과 같이 내부영역 상부(4c) 보다 압력이 높은 유동층 내부, 특히, 압력이 가장 높은 유동층 하부에서의 P_i 값으로 기준하는 경우에는 압력차조절수단이 $P_o \leq P_i$ 이면서 $0 \text{ bar} \leq (P_i - P_o) \leq 1 \text{ bar}$ 인 조건이 유지되도록 하는 것이 바람직하다.
- <213> 이와 같이, 상기 내부압력 제어부(30)가 유동가스 주입부(14) 또는 반응가스 주입부(15) 또는 입자배출부(16) 또는 내부영역 연결부 를 통하여 유동층 내부와 공간상으로 연결되어 압력차조절수단이 외부영역에서의 압력(P_o)과 내부영역에서의 압력(P_i)의 차이가 $0 \text{ bar} \leq (P_i - P_o) \leq 1 \text{ bar}$ 범위 내에서 유지되게 할 수 있다.
- <214> 반면, 내부영역(4) 공간 중에서 내부영역 상부(4c)에 공간상으로 연결되는 공간에서의 압력을 P_i 값으로 기준하는 경우에는 압력차조절수단이 $P_i \leq P_o$ 이면서 $0 \text{ bar} \leq (P_o - P_i) \leq 1 \text{ bar}$ 인 조건이 유지되게 하는 것이 바람직하다.
- <215> 이와 같이, 상기 내부압력 제어부(30)가 실리콘입자의 유동층과 접촉하지 않는 배출가스 연결부(17), 실리콘 종입자 주입부(18), 내부영역 연결부(24,25) 등을 통해 내부영역(4)과 공간상으로 연결되어 압력차조절수단이 외부영역에서의 압력(P_o)과 내부영역에서의 압력(P_i)의 차이가 $0 \text{ bar} \leq (P_o - P_i) \leq 1 \text{ bar}$ 범위 내에서 유지되도록 할 수 있다.
- <216> 본 발명에 있어서, 압력차조절수단은 내부압력 제어부(30) 또는 외부압력 제어부(31) 가운데에서 한 군데에만 포함되거나, 두 군데 모두에 제각각 포함되거나, 두 군데에 공통으로 포함될 수 있게 상호 연결되어 상기 $|P_o - P_i|$ 값이 1 bar 이내에서 유지되게 하는 기능을 구현할 수 있다.
- <217> 본 발명에 따라 압력차조절수단을 이용하여 외부영역(5)에서의 압력(P_o)과 상기 내부영역(4)에서의 압력(P_i)의 차이를 1 bar 범위 내에서 유지하는 경우에 반응관(2) 내, 외부에 가해지는 압력의 차이가 적어 P_i 값이나 P_o 값 모두 아주 높거나 낮아도 반응관(2)에 나쁜 영향을 미치지 않는다.
- <218> 절대압력을 기준으로 할 때, 반응압력을 진공보다 최소 1 bar 이상 유지하는 것이 생산성 면에서 바람직하다.
- <219> 단위시간 당 mole 수 또는 질량 기준으로 유동가스(10)와 반응가스(11)의 공급속도는 압력에 거의 비례하여 증가한다.
- <220> 따라서, 반응압력, 즉 P_o 또는 P_i 값이 증가할수록 상기 가스들을 유동층(4a) 내부에서 각각의 공급온도로부터 반응온도수준까지 가열해야 하는 부담이 증가하게 된다.
- <221> 상기 반응가스(11)의 경우 초기분해온도(*incipient decomposition temperature*)인 약 350~400℃ 이상 예열하여 반응기에 공급할 수 없다.
- <222> 상기 유동가스(10) 또한 유동층반응기 외부에서 반응온도 또는 그 이상까지 예열하여 공급하기에는 불순물 오염 위험성이 크고 유동가스 주입부(14)의 보온도 힘들어 반응온도보다 낮은 온도까지 예열할 수 밖에 없다.
- <223> 반응압력이 약 15 bar를 초과하는 경우에는 주어진 반응기 셀(1) 내부공간에 다수의 가열기(8a,8b)를 최대한 설치하여도 반응온도 유지에 필요한 유동층(4a)의 가열이 크게 힘들어진다.
- <224> 이러한 현실적인 제약을 고려하여, 상기 외부영역(5)에서의 압력(P_o) 또는 내부영역(4)에서의 압력(P_i)이 절대

압을 기준할 때 약 1 ~ 15 bar 범위 내에 포함되는 것이 바람직하다.

- <225> 본 발명에 따르면 내부압력 제어부(30) 및 외부압력 제어부(31)는 반응관(2) 내부와 외부의 압력 차이를 줄여 줄 수 있게 하는 압력차조절수단을 다음에 예시하는 바와 같이 다양하게 포함할 수 있다.
- <226> 상기 압력차조절수단을 활용함으로써 반응관(2)의 안전성을 훼손시키지 않고 반응압력을 높게 설정할 수 있으므로 유동층반응기의 생산성 향상과 안정성 확보를 동시에 달성할 수 있다.
- <227> 예를 들자면, 상기 내부압력 제어부(30)를 내부영역(4)의 어느 위치와 연결하여 구성하더라도, 내부영역(4)에서의 내부압력(P_i)과 외부영역(5)에서의 외부압력(P_o)이 $|P_o^* - P_i^*| \leq 1 \text{ bar}$ 인 조건을 만족하는 제어기준값인 P_i^* 및 P_o^* 로 각각 제어될 수 있게 내부압력 제어부(30)와 외부압력 제어부(31)가 별도의 압력차조절수단을 각각 포함하도록 구성하는 것이 가능하다.
- <228> 이를 위해서, 상기 내부압력 제어부(30)가 사전에 정해진 내부압력값인 P_i^* 로 유지할 수 있게 하는 압력차조절수단을 포함하도록 하고, 동시에 외부압력 제어부(31)도 반응관(2) 내, 외부에서의 압력차이가 높이에 관계없이 $|P_o^* - P_i^*| \leq 1 \text{ bar}$ 인 조건을 만족하는 외부압력값(P_o^*)이 유지되도록 하는 압력차조절수단을 포함하도록 구성할 수 있다.
- <229> 마찬가지로, 상기 외부압력 제어부(31)가 사전에 정해진 외부압력값(P_o^*)을 유지할 수 있게 하는 압력차조절수단을 포함하도록 하고, 동시에 내부압력 제어부(30)도 반응관(2) 내부와 외부에서의 압력차이가 높이에 관계없이 $|P_o^* - P_i^*| \leq 1 \text{ bar}$ 인 조건을 만족하는 내부압력값(P_i^*)이 유지되게 하는 압력차조절수단을 포함하도록 구성하여도 좋다.
- <230> 반면, 상기 내부압력 제어부(30)를 내부영역(4)의 어느 위치와 연결하여 구성하더라도 내부압력 제어부(30)가 사전에 정해진 내부압력값(P_i^*)을 유지할 수 있게 하는 압력차조절수단을 포함하도록 하고, 상기 외부압력 제어부(31)는 내부압력의 변화에 종속하여 반응관(2) 내부와 외부에서의 압력차이가 높이에 관계없이 $|P_o - P_i| \leq 1 \text{ bar}$ 인 조건을 만족하도록 외부압력(P_o)을 조절할 수 있는 압력차조절수단을 포함하도록 구성할 수 있다.
- <231> 한편, 본 발명에서 외부영역에서의 압력(P_o)과 내부영역에서의 압력(P_i)의 압력차를 1 bar 이내로 유지하기 위하여 압력차조절수단의 제어조건인 P_i^* 및 P_o^* 값을 설정함에 있어서 반응관(2)의 실링부(41a, 41b)를 통한 불순물 성분의 이동 여부를 고려할 필요성도 있다.
- <232> 본 발명에 따른 유동층반응기를 설치하여 운전함에 있어서, 반응관(2)의 실링부(41a, 41b)에서의 가스실링이 완벽하게 반응기를 조립하기 어려운 한계가 있고, 반응기 운전 도중에 반응관(2) 자체의 열팽창이나 실리콘입자(3)의 유동에 의하여 반응관(2)에 가해지는 전단력에 의해 실링부(41a, 41b)에서의 실링 정도가 약해지는 현상이 발생할 수 있다.
- <233> 본 발명에 따르면 압력차조절수단의 제어조건인 P_i^* 및 P_o^* 값을 제대로 설정하면 실링부(41a, 41b)를 통해 내부영역(4)과 외부영역(5) 사이에 불순물 성분이 이동하는 문제를 해소할 수 있다.
- <234> 본 발명에 따르면, 내부영역 및 외부영역에서의 압력을 각각 제어하기 위하여 압력차조절수단에서의 압력제어조건을 배출가스(13)의 성분이나 외부영역(5)에 존재하는 가스의 성분분석에 기초하여 설정할 수 있다.
- <235> 예를 들어, 상기 배출가스 연결부(17) 또는 배출가스 처리부(34)를 통한 배출가스(13)의 성분분석과, 외부영역 연결부(28) 또는 불활성가스 연결부(26b)를 통한 외부영역에 존재하는 가스의 성분분석에 의하면 실링부(41a, 41b)를 통해 내부영역(4)과 외부영역(5) 사이에 불순물 성분이 이동하는 특성을 파악할 수 있다.
- <236> 만일, 배출가스(13) 성분에 내부영역(4)에 공급되지 않는 불활성가스(12) 성분이 검출된다면 P_o^* 값을 보다 낮게 설정하거나, 상기 P_i^* 값을 보다 높게 설정함으로써 외부영역(5)으로부터 내부영역(4)에 불순물이 혼입되는 것을 줄이거나 방지할 수 있다.
- <237> 반면, 상기 외부영역(5)에서 배출되는 가스에 불활성가스(12)를 구성하는 성분 이외에 내부영역(4)에서의 배출가스(13)를 구성하는 성분이 검출된다면 P_o^* 값을 보다 높게 설정하거나, 상기 P_i^* 값을 보다 낮게 설정함으로써 내부영역(4)으로부터 외부영역(5)에 불순물이 혼입되는 것을 줄이거나 방지할 수 있다.
- <238> 이와 같이, 상기 압력제어수단의 제어조건을 적절히 선택한다면 유동층반응기의 설치나 운전 도중에 반응관(2)의 실링부(41a, 41b)가 완벽하게 유지되지 않아도 두 영역사이의 불순물 혼입을 최소화하거나 방지하는 것이 가능하다.

- <239> 다만, 본 발명에 따른 압력차조절수단에서 P_i^* 값 및 P_o^* 값을 어떻게 설정하더라도 $|P_o^* - P_i^*| \leq 1 \text{ bar}$ 인 조건을 만족시키도록 하여야 한다.
- <240> 본 발명의 목적을 달성하기 위한 다른 예로서, 상기 내부압력 제어부(30)와 외부압력 제어부(31)를 상호 연결하여 내부압력과 상기 외부압력의 압력차 값, $\Delta P = |P_o - P_i|$ 을 측정하고, 본 발명에 따른 압력차조절수단이 내부영역(4)의 어느 위치에서의 압력값 P_i 에 대해서도 ΔP 값이 1 bar 이내 범위에서 유지되게 내부압력 제어부(30) 및/또는 외부압력 제어부(31)를 수동, 반자동 또는 자동으로 조절하도록 구성할 수 있다.
- <241> 본 발명의 목적을 달성하기 위한 또 다른 예로서, 본 발명에 의한 압력차조절수단이 내부압력 제어부(30)에 포함되는 연결관과 외부압력 제어부(31)에 포함되는 연결관을 공간상으로 상호 연결시키는 평형관(equalizing line)을 포함하도록 구성할 수 있다.
- <242> 본 발명에서 상기 내부압력 제어부(30)에 포함되어 평형관(23)을 구성하는 연결관은 내부영역(4)에 공간상으로 직, 간접적으로 노출되는 내부영역 연결부(24,25)와; 유동가스 주입부(14,14')와; 반응가스 주입부(15)와; 입자 배출부(16)와; 배출가스 연결부(17)와; 중입자 주입부(18) 등과 같이 내부영역(4)과 공간상으로 직, 간접적으로 연결될 수 있는 곳에서 선택하여 설치할 수 있다.
- <243> 한편, 상기 외부압력 제어부(31)에 포함되어 평형관(23)을 구성하는 연결관은 외부영역(5)에 공간상으로 직, 간접적으로 노출되는 반응기 셀(1)에 설치된 외부영역 연결부(28)와, 불활성가스 연결부(26a,26b)와 같이 외부영역(5)과 공간상으로 직, 간접적으로 연결될 수 있는 곳에서 선택하여 설치할 수 있다.
- <244> 상기 내부압력 제어부(30)와 외부압력 제어부(31)를 공간상으로 연결되게 하는 평형관(23)은 상호 연결되는 두 영역(4,5)에서의 압력차가 거의 0이 되게 항상 유지시키므로 가장 간단한 형태의 압력차조절수단이라 할 수 있다.
- <245> 이와 같은 장점에도 불구하고, 상기 평형관(23)만으로 압력차조절수단을 구성하면 상호 연결되는 두 영역(4,5)의 가스 및 불순물 성분들이 상호 혼합될 위험성이 있다. 그러면 외부영역(5)에서의 단열재 및 가열기로부터 배출되는 불순물이 내부영역(4), 특히 다결정실리콘 입자를 오염시킬 수 있거나 내부영역(4)으로부터의 실리콘 분말, 미반응 반응가스, 또는 반응부산물 성분들이 외부영역(5)을 오염시킬 가능성이 있다.
- <246> 그러므로, 상기 평형관(23)이 압력차조절수단으로 사용되는 경우에는, 상호 연결되는 두 영역(4,5)의 가스 및 불순물 성분들이 상호 혼합될 위험성을 줄이거나 방지할 수 있게 하는 압력균등화수단을 평형관(23)에 추가하여 설치하여도 좋다.
- <247> 상기 압력균등화수단은 상호 연결되는 두 영역(4,5)의 균등한 압력유지 효과를 훼손시키지 않고, 가스 및 불순물 성분들의 상호 혼합을 방지할 수 있는 체크밸브, 압력균등화 밸브, 3-way 밸브, 입자분리용 필터, 댐핑 용기, 충진층, 피스톤, 제3의 유체, 분리막을 이용하는 압력보상장치 중에서, 선택된 하나 이상으로 구성될 수 있다.
- <248> 이 밖에도, 상기 압력차조절수단에는 압력이나 유량의 조절 및 제어가 가능한 수동밸브가 포함되며, 설정된 압력 또는 압력차에 의하여 (반)자동으로 조절기능을 발휘하는 (반)자동밸브도 포함 가능하다.
- <249> 이러한 밸브들은 압력 또는 압력차 값을 나타내는 압력계와 지시계와 함께 연결관과 결합되어 설치 가능하게 된다.
- <250> 상업적으로 구할 수 있는 압력계와 지시계는 아날로그형, 디지털형, 또는 이들의 혼합형으로 구분되며 신호전환기(signal converter)나 신호처리기(signal processor)등의 데이터 처리수단과 연산기능을 갖춘 로컬 제어기, 분산제어기 또는 중앙 제어기와 연결되어 데이터 저장 및 제어가 가능한 시스템으로 구성 가능하게 된다.
- <251> 따라서, 본 발명에 따른 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기는, 반응관(2) 내부와 외부의 압력 차이를 줄여 줄 수 있게 하는 압력차조절수단의 구성에 대하여 첨부도면을 참조하여 설명하기로 한다.
- <252> 이하, 본 발명을 다음의 실시예에 의거하여 더욱 상세하게 설명하겠는 바, 본 발명이 이들에 의해 한정되는 것은 아니다.
- <253> **실시예 1**
- <254> 본 실시예는 내부압력(P_i)과 외부압력(P_o)을 사전에 정해진 P_i^* 및 P_o^* 값으로 독립적으로 각각 제어함으로써 내부압력과 외부압력의 차이를 1 bar 이내로 유지하는 예이다.

- <255> 침부한 도 1 및 도 2에 도시된 바와 같이 배출가스 연결부(17)와 실리콘미립자 제거용 배출가스 처리부(34)와 제1압력제어밸브(30b)를 연결관으로 연결하여 내부압력 제어부(30)를 구성한다.
- <256> 상기 제1압력제어밸브(30b)를 압력차조절수단으로 활용하여 내부영역(4) 상부의 압력을 사전에 정해진 P_i^* 값으로 일정하게 제어한다.
- <257> 한편, 도 1에 도시된 바와 같이, 불활성가스 연결부(26a)와 제4압력계(31a')와 제4압력제어밸브(31b')를 상호 연결시켜 외부압력 제어부(31)를 구성한다.
- <258> 이때, 상기 제4압력계(31a')와 제4압력제어밸브(31b')는 별도로 설치되어 회로상으로 연결되어 있는 바, 압력의 측정과 제어를 동시에 할 수 있는 단일 요소로 구성되어도 무방하다.
- <259> 그리고, 내부영역(4)에서의 압력 가운데 유동층 내부 또는 하부보다 압력이 낮은 내부영역 상부공간(4c)과 연결되어 내부압력 제어부(30)가 구성되는 바 $P_{o^*} \geq P_i^*$ 가 되도록 P_i^* 및 P_{o^*} 값을 설정하는 것이 좋다.
- <260> 본 실시예에서는 제4압력계(31a')와 제4압력제어밸브(31b')를 압력차조절수단으로 활용하여 외부영역에서의 압력을 $0 \text{ bar} \leq (P_{o^*} - P_i^*) \leq 1 \text{ bar}$ 인 조건을 만족하도록 사전에 정해진 P_{o^*} 값으로 일정하게 제어한다.
- <261> 그러나, 도 2에 도시된 바와 같이 설치된 가스분석부(35)에 의하여 배출가스(13)에 불활성가스(12) 구성성분이 검출되는 경우에는 $P_i^* \geq P_{o^*}$ 가 되도록 P_{o^*} 값을 낮게 설정하여도 좋다.
- <262> 이와 같이, 상기 내부압력 제어부(30)와 외부압력 제어부(31)가 별도의 압력차조절수단을 각각 포함하도록 구성하여 외부영역에서의 압력(P_o)과 내부영역(4)의 어떠한 임의의 위치에서 측정되는 내부압력(P_i)에 대해서도 $0 \text{ bar} \leq |P_o - P_i| \leq 1 \text{ bar}$ 인 조건을 만족하게 할 수 있다.
- <263>
- <264> **실시예 2**
- <265> 본 실시예는 내부압력(P_i)과 외부압력(P_o)을 사전에 정해진 P_i^* 및 P_{o^*} 값으로 독립적으로 각각 제어함으로써 내부압력과 외부압력의 차이를 1 bar 이내로 유지하는 또 다른 예이다.
- <266> 침부한 도 1 및 도 2에 도시된 바와 같이, 배출가스 연결부(17)와 실리콘미립자 제거용 배출가스 처리부(34)와 제1압력제어밸브(30b)를 연결관으로 연결하여 내부압력 제어부(30)를 구성한다.
- <267> 상기 제1압력제어밸브(30b)를 압력차조절수단으로 활용하여 내부영역(4) 상부의 압력을 사전에 정해진 P_i^* 값으로 일정하게 제어한다.
- <268> 한편, 도 1에 도시된 바와 같이 불활성가스 연결부(26b), 개폐밸브(31c)와 제3압력계(31a)와 제3압력제어밸브(31b)를 연결관으로 상호 연결시켜 외부압력 제어부(31)를 구성한다.
- <269> 이때, 상기 제3압력계(31a)와 제3압력제어밸브(31b)는 별도로 설치되어 회로상으로 연결되어 있는 바, 압력의 측정과 제어를 동시에 할 수 있는 단일 요소로 구성되어도 무방하다.
- <270> 단, 실시예 1에 예시된 바와는 달리 불활성가스 연결부(26a)에 제4압력계(31a')와 제4압력제어밸브(31b') 등의 압력차조절수단을 연결시키지 않고 불활성가스(12)의 공급을 P_o 값의 제어와 연동시켜 제3압력제어밸브(31b)로 조절하여도 무방하다.
- <271> 그리고, 내부영역(4)에서의 압력 가운데 유동층 내부 또는 하부보다 압력이 낮은 내부영역 상부공간(4c)과 연결되어 내부압력 제어부(30)가 구성되는 바 $P_{o^*} \geq P_i^*$ 가 되도록 P_i^* 및 P_{o^*} 값을 설정하는 것이 좋다.
- <272> 본 실시예에서는 상기 제3압력계(31a)와 제3압력제어밸브(31b)를 압력차조절수단으로 활용하여 외부영역에서의 압력을 $0 \text{ bar} \leq (P_{o^*} - P_i^*) \leq 1 \text{ bar}$ 인 조건을 만족하도록 사전에 정해진 P_{o^*} 값으로 일정하게 제어한다.
- <273> 그러나, 도 2에 도시된 바와 같이 설치된 가스분석부(35)에 의하여 배출가스(13)에 불활성가스(12) 구성성분이 검출되는 경우에는 $P_i^* \geq P_{o^*}$ 가 되도록 P_{o^*} 값을 낮게 설정하여도 좋다.
- <274> 이와 같이, 상기 내부압력 제어부(30)와 외부압력 제어부(31)가 별도의 압력차조절수단을 각각 포함하도록 구성하여 외부영역에서의 압력(P_o)과 내부영역(4)의 어떠한 임의의 위치에서 측정되는 내부압력(P_i)에 대해서도 $0 \text{ bar} \leq |P_o - P_i| \leq 1 \text{ bar}$ 인 조건을 만족하게 할 수 있다.
- <275> **실시예 3**

- <276> 본 실시예는 외부압력(Po) 변화에 종속하여 내부압력(Pi)를 제어함으로써 내부압력과 외부압력의 차이를 1 bar 이내로 유지하는 예이다.
- <277> 첨부한 도 1 및 도 2에 도시된 바와 같이, 배출가스 연결부(17)와 실리콘미립자 제거용 배출가스 처리부(34)와 제1압력제어밸브(30b)를 연결관으로 연결하고 이 연결관과 개폐밸브(27e) 및 차압계(32)를 연결하여 내부압력 제어부(30)를 구성한다.
- <278> 한편, 도 1에 도시된 바와 같이 불활성가스 연결부(26a)를 통해 불활성가스(12)를 주입하고 불활성가스 연결부(26b)와 차압계(32)를 연결관으로 상호 연결시켜 외부압력 제어부(31)를 구성한다.
- <279> 이때, 상기 차압계(32)는 내부압력 제어부(30)와 외부압력 제어부(31)에 공통적으로 포함된다.
- <280> 그리고, 상기 압력제어밸브(31b, 31b')는 없어도 무방하다.
- <281> 이와 같이, 상기 내부압력 제어부(30)와 외부압력 제어부(31)를 구성하여 차압계(32)와 제1압력제어밸브(30b)를 압력차조절수단으로 활용하여 외부압력(Po)의 변화에 무관하게 Po값과 내부영역 상부에서의 Pi값의 차이가 1 bar 이내에서 유지되게 할 수 있다.
- <282> 이때, 내부영역(4)에서의 압력 가운데 유동층 내부 또는 하부보다 압력이 낮은 내부영역 상부공간(4c)과 연결되어 내부압력 제어부(30)가 구성되는 바 $P_o \geq P_i$ 가 되도록 제1압력제어밸브(30b)를 조절하여도 좋다.
- <283> 그러나, 도 2에 도시된 바와 같이 설치된 가스분석부(35)에 의하여 배출가스(13)에 불활성가스(12) 구성성분이 검출되는 경우에는 $P_i \geq P_o$ 가 되도록 제1압력제어밸브(30b)를 조절하여도 무방하다.
- <284> 이와 같은 유동층반응기의 구성과 조작 방법으로 내부영역(4)의 어떠한 임의의 위치에서 측정되는 내부압력(Pi)에 대해서도 $0 \text{ bar} \leq |P_o - P_i| \leq 1 \text{ bar}$ 인 조건을 만족하게 할 수 있다.
- <285> 한편, 차압계(32)와 제1압력제어밸브(30b)는 회로상으로 연결하여 자동제어가 되게 하여도 좋고 차압계(32)에 의한 ΔP 값에 따라 제1압력제어밸브(30b)를 수동으로 조작하여도 본 발명의 목적을 달성할 수 있다.
- <286> 이 차압계(32)를 대신하여 내부압력 제어부(30)와 외부압력 제어부(31)에 제1압력계(30a) 및 제3압력계(31a)만을 각각 설치하거나 이 차압계(32)에 추가하여 내부압력 제어부(30)와 외부압력 제어부(31)에 제1압력계(30a) 및 제3압력계(31a)를 각각 설치하여 상기 압력차조절수단을 수정하거나 보완할 수도 있다.
- <287> **실시예 4**
- <288> 본 실시예는 외부압력(Po) 변화에 종속하여 내부압력(Pi)를 제어함으로써 내부압력과 외부압력의 차이를 1 bar 이내로 유지하는 또 다른 예이다.
- <289> 첨부한 도 1 및 도 2에 도시된 바와 같이 배출가스 연결부(17)와 실리콘미립자 제거용 배출가스 처리부(34)와 제1압력제어밸브(30b)를 연결관으로 연결하여 내부압력 제어부(30)를 구성한다.
- <290> 한편, 도 1에 도시된 바와 같이 불활성가스 연결부(26b)를 통해 불활성가스(12)가 배출되고 불활성가스가 주입되는 불활성가스 연결부(26a)와 제4압력계(31a')를 연결관으로 상호 연결시켜 외부압력 제어부(31)를 구성한다.
- <291> 이때, 도 1의 압력조절밸브(31b, 31b')는 없어도 무방하다.
- <292> 이와 같이 내부압력 제어부와 외부압력 제어부를 구성하여 제4압력계(31a')와 제1압력제어밸브(30b)를 압력차조절수단으로 활용하여 외부압력(Po)의 변화에 무관하게 Po값과 내부영역 상부공간(4c)에서의 Pi값의 차이가 1 bar 이내에서 유지되게 할 수 있다.
- <293> 이때, 내부영역(4)에서의 압력 가운데 유동층 내부 또는 하부보다 압력이 낮은 내부영역 상부공간(4c)과 연결되어 내부압력 제어부(30)가 구성되는 바 $P_o \geq P_i$ 가 되도록 제1압력제어밸브(30b)를 조절하여도 좋다.
- <294> 그러나, 도 2에 도시된 바와 같이 설치된 가스분석부(35)에 의하여 배출가스(13)에 불활성가스(12) 구성성분이 검출되는 경우에는 $P_i \geq P_o$ 가 되도록 제1압력제어밸브(30b)를 조절하여도 무방하다.
- <295> 이와 같은 유동층반응기의 구성과 조작 방법으로 내부영역(4)의 어떠한 임의의 위치에서 측정되는 내부압력(Pi)에 대해서도 $0 \text{ bar} \leq |P_o - P_i| \leq 1 \text{ bar}$ 인 조건을 만족하게 할 수 있다.
- <296> 한편, 제4압력계(31a')와 제1압력제어밸브(30b)는 회로상으로 연결하여 자동제어가 되게 하여도 좋고 제4압력계(31a')에 의한 압력값의 변화에 따라 제1압력제어밸브(30b)를 수동으로 조작하여도 본 발명의 목적을 달성할

수 있다.

<297> 본 실시예에 있어서 외부압력 제어부(31)를 불활성가스 연결부(26a)와 제4압력계(31a')로 구성하는 것을 대신하여 도 1의 외부영역 연결부(28)에 연결된 제5압력계(31p) 또는 도 2의 외부영역 연결부(28a)에 연결된 제5압력계(31p) 또는 도 2의 불활성가스 연결부(26b)에 연결된 제3압력계(31a) 등과 같이 다른 형태로 구성할 수도 있다.

<298> 이 경우, 압력차조절수단으로 외부압력 제어부(31)에 포함될 수 있는 다른 종류의 압력계를 활용하는 것도 가능하다.

<299> 따라서, 다양하게 구성될 수 있는 외부압력 제어수단에 포함되는 압력차조절수단에 기준하여 내부압력 제어부(30)에 포함되는 압력차조절수단인 제1압력제어밸브(30b)을 조정하여 본 발명의 목적을 달성할 수도 있다.

<300> **실시예 5**

<301> 본 실시예는 내부압력(Pi) 변화에 종속하여 외부압력(Po)을 제어함으로써 내부압력과 외부압력의 차이를 1 bar 이내로 유지하는 예이다.

<302> 첨부한 도 1에 도시된 바와 같이 배출가스 연결부(17)를 대신하여 외부영역 연결부(25)와 개폐밸브(27d) 및 차압계(32)를 연결관으로 연결하여 내부압력 제어부(30)를 구성한다.

<303> 한편, 도 1에 도시된 바와 같이 불활성가스 연결부(26b)와 제3압력제어밸브(31b) 및 차압계(32)를 연결관으로 상호 연결시켜 외부압력 제어부(31)를 구성한다.

<304> 이는 도 1에서 개폐밸브(27c, 27e)가 닫힌 경우에 해당된다.

<305> 이때, 차압계(32)는 내부압력 제어부(30)와 외부압력 제어부(31)에 공통적으로 포함된다.

<306> 이와 같이 내부압력 제어부와 외부압력 제어부를 구성하여 차압계(32)와 제3압력제어밸브(31b)를 압력차조절수단으로 활용하여 내부압력(Pi)의 변화에 무관하게 Po값과 내부영역 상부(4c)에서의 Pi값의 차이가 1 bar 이내에서 유지되게 할 수 있다.

<307> 이때, 내부영역(4)에서의 압력 가운데 유동층 내부 또는 하부보다 압력이 낮은 내부영역 상부공간(4c)과 연결되어 내부압력 제어부(30)가 구성되는 바 $P_o \geq P_i$ 가 되도록 제3압력제어밸브(31b)를 조절하여도 좋다.

<308> 그러나, 도 2에 도시된 바와 같이 설치된 가스분석부(35)에 의하여 배출가스(13)에 불활성가스(12) 구성성분이 검출되는 경우에는 $P_i \geq P_o$ 가 되도록 제3압력제어밸브(31b)를 조절하여도 무방하다.

<309> 이와 같은 유동층반응기의 구성과 조작 방법으로 내부영역(4)의 어떠한 임의의 위치에서 측정되는 내부압력(Pi)에 대해서도 $0 \text{ bar} \leq |P_o - P_i| \leq 1 \text{ bar}$ 인 조건을 만족하게 할 수 있다.

<310> 한편, 차압계(32)와 제3압력제어밸브(31b)는 회로상으로 연결하여 자동제어가 되게 하여도 좋고 차압계(32)에 의한 ΔP 값에 따라 제3압력제어밸브(31b)를 수동으로 조작하도 본 발명의 목적을 달성할 수 있다.

<311> 이 차압계(32)를 대신하여 내부압력 제어부(30)와 외부압력 제어부(31)에 제1압력계(30a) 및 제3압력계(31a)만을 각각 설치하거나, 이 차압계(32)에 추가하여 내부압력 제어부(30)와 외부압력 제어부(31)에 제1압력계(30a) 및 제3압력계(31a)를 각각 설치하여 상기 압력차조절수단을 수정하거나 보완할 수도 있다.

<312> 본 실시예의 외부압력 제어부는 다른 형태로 구성될 수도 있다.

<313> 예를 들자면, 도 1의 불활성가스 연결부(26b)와 압력제어밸브(31b) 및 차압계(32)를 대신하여 불활성가스 주입용 불활성가스 연결부(26a)와 제4압력제어밸브(31b') 및 차압계(32)를 연결관으로 연결하여 외부압력 제어부로 구성하고 압력차조절수단을 수정하거나 보완하여 본 발명의 목적을 달성할 수도 있다.

<314> **실시예 6**

<315> 본 실시예는 내부압력(Pi) 변화에 종속하여 외부압력(Po)을 제어함으로써 내부압력과 외부압력의 차이를 1 bar 이내로 유지하는 또 다른 예이다.

<316> 첨부한 도 2에 도시된 바와 같이 유동가스 주입부(14)와 제2압력계(30a') 그리고 차압계(32)를 연결관으로 공간상으로 상호연결하거나 전기회로상으로 상호연결시켜 내부압력 제어부(30)를 구성한다.

<317> 한편, 도 2에 도시된 바와 같이 불활성가스 연결부(26a)와 연결된 제2압력제어밸브(30b')와 불활성가스 연결부

(26b)와 연결된 제3압력계(31a)와 차압계(32)를 연결관으로 공간상으로 상호연결하거나 전기회로상으로 상호연결시켜 외부압력 제어부(31)를 구성한다.

- <318> 이때, 차압계(32)는 내부압력 제어부(30)와 외부압력 제어부(31)에 공통적으로 포함된다.
- <319> 상기 차압계(32)는 내부영역 제2압력계(30a')로 측정되는 Pi값과 외부영역 제3압력계(31a)로 측정되는 Po값의 차이를 물리적 또는 전기적으로 나타내어 주게 된다.
- <320> 상기 제2압력계(30a')에서 측정되는 압력값 Pi는 유동층의 유동상태에 따라 맥동(fluctuation)이 발생할 수 있으므로 도 2에 도시된 바와 같은 맥동완화부(33)를 보조적으로 포함할 수 있다.
- <321> 맥동완화부(33)는 물리적인 압력완충수단이나 짧은 주기(예, 1초)로 Pi 평균값으로 전환시켜주는 소프트웨어적인 완충수단을 포함할 수 있다.
- <322> 이 차압계(32)와 제2압력제어밸브(30b')를 압력차조절수단으로 활용하여 내부영역과 공간상으로 연결된 유동가스 주입부(14)에서의 내부압력(Pi)의 변화에 무관하게 Pi값과 Po값의 차이가 1 bar 이내에서 유지되게 할 수 있다.
- <323> 이때, 내부영역(4)에서의 압력 가운데 내부영역 상부공간(4c)보다 압력이 높은 유동층 하부 공간과 연결되어 내부압력 제어부(30)가 구성되는 바 $P_o \leq P_i$ 가 되도록 제2압력제어밸브(30b')를 조절하여도 좋다.
- <324> 그러나, 도 2에 도시된 바와 같이 설치된 가스분석부(35)에 의하여 배출되는 불활성가스(12')에 배출가스(13) 구성성분이 검출되는 경우에는 $P_o \geq P_i$ 가 되도록 제2압력제어밸브(30b')를 조절하여도 무방하다.
- <325> 이와 같은 유동층반응기의 구성과 조작 방법으로 내부영역(4)의 어떠한 임의의 위치에서 측정되는 내부압력(Pi)에 대해서도 $0 \text{ bar} \leq |P_o - P_i| \leq 1 \text{ bar}$ 인 조건을 만족하게 할 수 있다.
- <326> 한편, 차압계(32)와 제2압력제어밸브(30b')는 회로상으로 연결하여 자동제어가 되도록 하며, 차압계(32)에 의한 ΔP 값에 따라 제2압력제어밸브(30b')를 수동으로 조작하여도 본 발명의 목적을 달성할 수 있다.
- <327> 한편, 본 실시예의 외부압력 제어부(31)를 구성함에 있어서, 불활성가스 연결부(26b)와 연결된 제3압력계(31a)를 대신하여 외부영역 연결부(28a)에 연결된 제5압력계(31p) 또는 불활성가스 연결부(26a)와 연결된 제6압력계(31q) 중에서 선택되는 압력계를 차압계(32)에 연결하여도 본 실시예의 목적을 똑같이 달성할 수 있다.

실시예 7

- <328> **실시예 7**
- <329> 본 실시예는 내부영역과 외부영역의 공간을 상호연결시키는 평형관을 활용하여 내부압력(Pi)과 외부압력(Po)의 차이를 1 bar 이내로 유지하는 예이다.
- <330> 첨부한 도 1에 도시된 바와 같이 유동가스 내부영역 연결부(25)와 불활성가스 연결부(26b)를 공간상으로 연결시키는 연결관으로 평형관(23)을 구성한다.
- <331> 이 경우 내부압력 제어부(30)는 기본적으로 내부영역 연결부(25)와 연결관으로 구성될 수 있으며, 도 1에 도시된 바와 같이 개폐밸브(27d)와 제1압력계(30a) 등이 추가될 수도 있다.
- <332> 한편, 외부압력 제어부(31)는 기본적으로 불활성가스 연결부(26b) 또는 외부영역 연결부(28)에서 선택되는 연결부와 연결관으로 구성될 수 있으며, 도 1에 도시된 바와 같이 개폐밸브(31c)와 제3압력계(31a) 등이 추가될 수도 있다.
- <333> 따라서, 본 실시예에서는 내부압력 제어부(30)와 외부압력 제어부(31)를 구성하는 연결관으로 이루어지는 평형관(23)이 압력차조절수단으로 활용된다.
- <334> 이 평형관(23)은 내부영역 상부공간(4c)과 외부영역(5)을 공간상으로 연결시키므로 이 두 공간의 압력차이가 없도록 항상 유지시켜준다.
- <335> 내부공간의 유동층(4a)에서 압력이 가장 높은 유동층 바닥에서의 내부압력과 내부영역 상부공간(4c)에서의 압력 차이가 통상 1 bar 이하이므로, 상기 평형관(23)이 압력차조절수단으로 활용되면 내부영역(4)의 어떠한 임의의 위치에서 Pi값을 측정하더라도 반응관(2) 내부와 외부의 Pi값과 Po값의 차이가 1 bar 이내에서 유지되게 할 수 있다.
- <336> 본 실시예에서 내부압력 제어부(30)를 내부영역 연결부(25)를 대신하여 배출가스 연결부(17)와 연결된 공간을 선택하여 구성하여도 본 실시예의 목적을 똑같이 달성할 수 있다.

- <337> 한편, 본 실시예의 압력차조절수단인 평형관(23)에 압력균등화 기능을 갖는 밸브(27c)를 추가로 설치하여 내부 영역과 외부영역을 공간상으로 차단시키면서 평형관(23)을 활용하여 얻을 수 있는 Pi 및 Po의 균등화 효과를 달성하는 것도 가능하다.
- <338> **실시예 8**
- <339> 본 실시예는 내부영역과 외부영역의 공간을 상호연결시키는 평형관을 활용하여 내부압력(Pi)과 외부압력(Po)의 차이를 1 bar 이내로 유지하는 또 다른 예이다.
- <340> 첨부한 도 2에 도시된 바와 같이 내부영역 연결부(25)와 외부영역 연결부(28b)를 공간상으로 연결시키는 연결관으로 평형관(23)을 구성한다.
- <341> 이 경우 내부압력 제어부(30)는 기본적으로 내부영역 연결부(25)와 연결관을 포함하는 평형관(23)으로 구성될 수 있다.
- <342> 한편, 외부압력 제어부(31)는 기본적으로 외부영역 연결부(28b)와 연결관을 포함하는 평형관(23)으로 구성될 수 있다.
- <343> 따라서, 본 실시예에서는 내부압력 제어부(30)와 외부압력 제어부(31)를 구성하는 연결관으로 이루어지는 평형관(23)이 압력차조절수단으로 활용된다.
- <344> 이 평형관(23)은 내부영역 상부공간(4c)과 외부영역(5)을 공간상으로 연결시키므로 이 두 공간의 압력차이가 없도록 항상 유지시켜준다.
- <345> 내부공간의 유동층(4a)에서 압력이 가장 높은 유동층 바닥에서의 내부압력과 내부영역 상부공간(4c)에서의 압력 차이가 통상 1 bar 이하이므로, 상기 평형관(23)이 압력차조절수단으로 활용되면 내부영역(4)의 어떠한 임의의 위치에서 Pi값을 측정하더라도 반응관(2) 내부와 외부의 Pi값과 Po값의 차이가 1 bar 이내에서 유지되게 할 수 있다.
- <346> 한편, 평형관(23)을 통한 불순물 입자 및 성분들의 혼합을 방지하기 위하여 도 2에 도시된 바와 같이 불순물 분리기능을 갖는 필터(36) 및/또는 개폐밸브(27d)를 평형관(23)에 추가하여 설치하여도 좋다.
- <347> **실시예 9**
- <348> 본 실시예는 내부영역과 외부영역의 공간을 상호연결시키는 평형관을 활용하여 내부압력(Pi)과 외부압력(Po)의 차이를 1 bar 이내로 유지하는 또 다른 예이다.
- <349> 첨부한 도 2에 도시된 바와 같이 배출가스 연결부(17)와 불활성가스 연결부(26b)를 공간상으로 연결시키는 연결관으로 평형관(23)을 구성한다.
- <350> 이 경우 내부압력 제어부(30)는 기본적으로 배출가스 연결부(17), 배출가스 처리부(34)와 연결관을 포함하는 평형관(23)으로 구성될 수 있으며 도 2에 도시된 바와 같이 제1압력계(30a), 개폐밸브(31d), 필터(36) 등이 추가될 수도 있다.
- <351> 한편, 외부압력 제어부(31)는 기본적으로 불활성가스 연결부(26b) 또는 외부영역 연결부(28)에서 선택되는 연결부와 연결관을 포함하는 평형관(23)으로 구성될 수 있으며 도 2에 도시된 바와 같이 개폐밸브(31b, 31e, 31f, 31g), 가스분석부(35)와 제3압력계(31a) 등이 추가될 수도 있다.
- <352> 따라서, 본 실시예에서는 내부압력 제어부(30)와 외부압력 제어부(31)를 구성하는 연결관으로 이루어지는 평형관(23)이 압력차조절수단으로 활용된다.
- <353> 이 평형관(23)은 내부영역 상부공간(4c)과 외부영역(5)을 공간상으로 연결시키므로 이 두 공간의 압력차이가 없도록 항상 유지시켜준다.
- <354> 내부공간의 유동층(4a)에서 압력이 가장 높은 유동층 바닥에서의 내부압력과 내부영역 상부공간(4c)에서의 압력 차이가 통상 1 bar 이하이므로, 상기 평형관(23)이 압력차조절수단으로 활용되면 내부영역(4)의 어떠한 임의의 위치에서 Pi값을 측정하더라도 반응관(2) 내부와 외부의 Pi값과 Po값의 차이가 1 bar 이내에서 유지되게 할 수 있다.
- <355> 또한, 본 실시예에서 내부압력 제어부(30)를 배출가스 연결부(17)를 대신하여 반응가스 주입부(11)를 선택하여 구성하여 반응가스 주입부(11)와 외부영역(5)을 공간상으로 상호 연결함으로써 본 실시예의 목적을 똑같이 달성

할 수 있다.

- <356> 한편, 본 실시예의 압력차조절수단인 평형관(23)에 압력균등화 기능을 갖는 개폐밸브(도 2의 27c)를 추가로 설치하여 내부영역과 외부영역을 공간상으로 차단시키면서 평형관(23)을 활용하여 얻을 수 있는 Pi 및 Po의 균등화 효과를 달성하는 것도 가능하다.
- <357> **실시예 10**
- <358> 본 실시예는 내부압력(Pi) 변화에 종속하여 외부압력(Po)을 제어함으로써 내부압력과 외부압력의 차이를 1 bar 이내로 유지하는 또 다른 예이다.
- <359> 본 실시예에서는 유동가스 주입부(14)와 배출가스 연결부(17)와 연결된 공간에서 측정되는 복수의 내부압력(Pi)으로부터 내부압력 평균값(Pi(avg))을 얻고 이 Pi(avg)값의 변화에 종속하여 Po값이 제어되도록 함으로써 내부압력과 외부압력의 차이를 1 bar 이내, 보다 바람직하기로는 0.5 bar 이내로 유지하도록 한다.
- <360> 본 실시예에서는 유동가스 주입부(14)와 연결된 제2압력계(30a') 그리고 배출가스 연결부(17)와 연결된 제1압력계(30a)를 각각 설치하고, 두 압력계(30a, 30a')에서 실시간으로 측정되는 압력값으로부터 Pi(avg)값을 구하는 연산기능을 갖는 제어기와, 상기 제어기 및 차압계(도 2의 32)를 회로상으로 연결하여 내부압력 제어부(30)를 구성한다.
- <361> 한편, 도 2에 도시된 바와 같이 불활성가스 연결부(26a)와 연결된 제2압력제어밸브(30b')와 불활성가스 연결부(26b)와 연결된 제3압력계(31a)와 차압계(32)를 회로상으로 상호연결시켜 외부압력 제어부(31)를 구성한다.
- <362> 이때, 상기 차압계(32)는 Pi(avg)와 Po의 차이를 계산하여 표시하며 압력차에 해당하는 전기적 시그널을 발생하여 제2압력제어밸브(30b')를 작동시키는 기능을 담당한다.
- <363> 따라서, 이 차압계(32)의 소프트웨어적 기능은 Pi(avg)값을 구하는 연산기능을 갖는 제어기에 함께 포함될 수 있으며 내부압력 제어부(30)와 외부압력 제어부(31)에 공통적으로 포함된다.
- <364> 상기 제2압력계(30a')에서 측정되는 압력값 Pi는 유동층의 유동상태에 따라 맥동(fluctuation)이 발생할 수 있으므로 Pi(avg)값을 구하는 연산기능을 갖는 제어기에서는 두 압력계(30a, 30a')에서 수 초 이내의 주기로 실시간으로 측정되는 압력값의 평균값을 10초 또는 1분 단위의 주기로 시간에 따른 평균값, Pi*(avg)을 추가로 계산하여 제2압력제어밸브(30b')를 작동할 수 있게 소프트웨어적인 완충수단을 포함하여도 좋다.
- <365> 이와 같이 연산 및 제어 기능을 갖는 차압계(32)와, 제2압력제어밸브(30b')를 압력차조절수단으로 활용하여 서로 다른 내부영역에서의 압력들의 평균값의 변화에 종속하여 외부압력 Po값을 Pi(avg) 또는 Pi*(avg)와 압력차가 1 bar 이내가 되게 하거나 서로 동일하게 유지하는 것이 가능하다.
- <366> 내부압력 평균값에 종속하여 외부압력 조절을 위한 제2압력제어밸브(30b')의 제어조건 설정은 배출가스 연결부(17) 또는 배출가스 처리부(34)를 통한 배출가스 성분분석 및/또는 외부영역 연결부(28) 또는 불활성가스 연결부(26b)를 통한 외부영역 가스성분분석을 통하여 설정할 수 있다.
- <367> 만일, 배출가스 성분에 내부영역에 공급되지 않는 불활성가스 성분이 많이 검출된다면 Po값을 보다 낮추어 내부영역(4)에 외부영역(5)으로부터 불순물이 혼입되는 것을 줄이는 것이 좋다.
- <368> 반면, 외부영역 가스에 불활성가스(12)이외에 배출가스(13) 구성성분이 검출되면 Po 값을 보다 높게 설정하여 외부영역(5)에 내부영역(4)으로부터 불순물이 혼입되는 것을 줄이는 것이 좋다.
- <369> 다만, 본 발명에 따르면 Po 제어조건을 어떻게 설정하더라도 $|Po - Pi*(avg)| \leq 1 \text{ bar}$ 인 조건을 만족시키도록 하여야 한다.
- <370> 만일, 이러한 불순물 혼입이 검출되지 않는다면 Po를 Pi*(avg)와 동일하게 제2압력제어밸브(30b')를 제어하는 것이 바람직하다.
- <371> 이와 같이 유동층반응기의 운전 도중에 반응관(2)의 실링(41a, 41b)가 완벽하게 유지되지 않아도 본 발명에 의하여 내부영역(4)과 외부영역(5)의 압력차 조절로 두 영역사이의 불순물 혼입을 최소화하거나 방지하는 것이 가능하다.
- <372> 본 실시예의 외부압력 제어부(31)를 구성함에 있어서, 불활성가스 연결부(26b)와 연결된 제3압력계(31a)를 대신하여 외부영역 연결부(28a)에 연결된 제5압력계(31p) 또는 불활성가스 연결부(26a)와 연결된 제6압력계(31q) 중

에서 선택되는 압력계를 차압계(32)에 연결하여도 본 실시예의 목적을 똑같이 달성할 수 있다.

- <373> 또한, 불활성가스 연결부(26a)와 연결하여 제2압력제어밸브(30b')를 설치하지 않고 불활성가스 연결부(26b)와 연결하여 제3압력제어밸브(31b)를 설치하여도 본 실시예의 목적을 똑같이 달성할 수 있다.
- <374> 한편, 본 실시예의 내부압력 제어부(30)를 구성함에 있어서, 유동가스 주입부(14)와 제2압력계(30a')를 대신하여 실리콘제품입자 배출부(16)에 공간적으로 연결되어 설치되는 압력계를 배출가스 연결부(17)와 연결된 제1압력계(30a)와 함께 Pi(avg)를 측정하여도 본 실시예의 목적을 똑같이 달성할 수 있다.
- <375> 이상의 실시예 이외에도 본 발명에 따르면 내부압력 제어부(30)와 외부압력 제어부(31)와 압력차조절수단을 다양하게 구성하여 입자형태의 다결정실리콘의 제조에 활용할 수 있다.

발명의 효과

- <376> 상술한 바와 같이, 본 발명에 따른 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기에 의하면, 다음과 같은 효과가 있다.
- <377> 1. 반응관 내, 외부의 압력차이를 낮게 유지할 수 있게 하여 높은 압력에서의 실리콘 석출 반응에서도 반응관의 물리적 안정성을 유지할 수 있어 반응관 내, 외부에서의 압력차이에 따른 반응관의 파손이 근본적으로 예방될 수 있으며, 이로 인하여 반응기 운전이 중단되어야 하는 원인이 크게 줄어들게 되어 상기 반응기의 장기간 운전이 가능하게 된다.
- <378> 2. 높은 압력에서의 실리콘 석출 반응이 가능하여 유동층반응기 단위당 다결정실리콘 생산능력이 크게 향상된다.
- <379> 3. 높은 반응압력에도 불구하고 반응관 재질 및 두께와 같은 사양 결정에 있어서 사용 압력에 따른 제약 요인이 없어서 반응관의 제조비용을 절감할 수 있다.
- <380> 4. 반응기 외부영역에 불활성가스를 연속적으로 대량 공급하지 않아도 되므로 반응관 내, 외부 압력차이를 일정 범위 이내로 유지하는데 많은 비용이 소요되지 않는 효과가 있다.
- <381> 5. 반응기 외부영역이 불활성가스 분위기로 유지되며 공급되는 불활성가스가 별도의 배출구로 배출될 수 있어 외부영역에 단열재나 필요에 따라 가열기가 설치되거나 외부영역 공간의 원주방향 또는 상하의 구획을 위한 추가적인 구획수단이 추가되는 경우에도 이러한 부가 설치물에 의해 발생하는 불순물들이 반응기 내부영역으로 혼입되어 다결정실리콘 제품의 품질을 저하시키는 위험성이 대폭 줄어들게 된다.
- <382> 6. 불활성분위기 하에서는 상기 부가 설치물의 화학적 조성 및 성질이 열화될 위험성이 적어 부가 설치물의 필요 성질들이 장기적으로 보존될 수 있다.
- <383> 7. 내부영역으로부터 유동가스, 반응가스, 배출가스 또는 실리콘 미분이 외부영역으로 침투해 들어온다고 하여도, 외부영역에 공급되는 불활성가스에 의하여 반응기 외부로 손쉽게 배출될 수 있어 외부영역의 오염에 따른 반응기 조업중단이 방지될 수 있다.

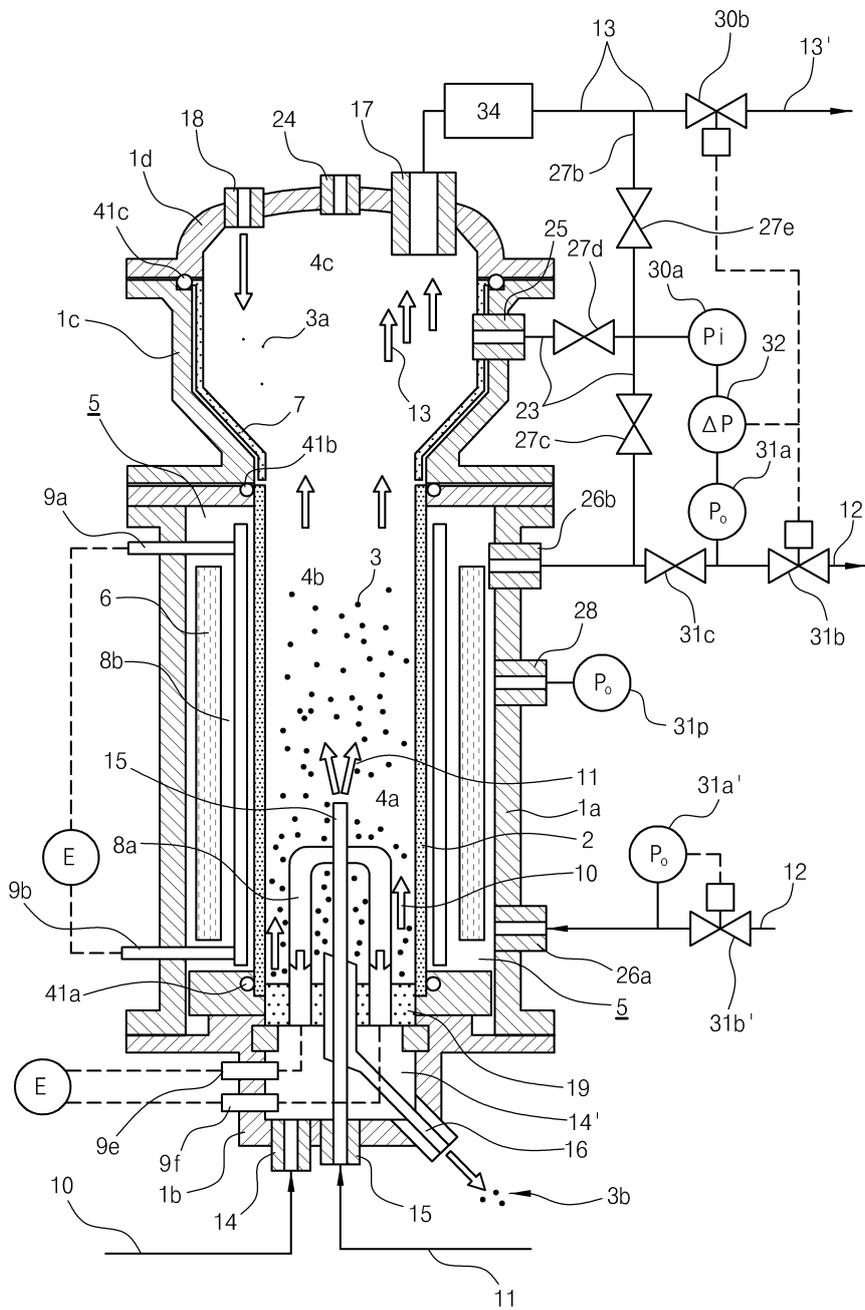
도면의 간단한 설명

- <1> 도 1은 본 발명에 따른 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기를 나타내는 구성도,
- <2> 도 2는 본 발명에 따른 입자형 다결정실리콘 제조용 고압 유동층반응기를 나타내는 다른 구현예이다.
- <3> <도면의 주요 부분에 대한 부호의 설명>
- <4> 1: 반응기 셀 2: 반응관
- <5> 3: 실리콘 입자 3a: 실리콘 종입자
- <6> 3b: 실리콘 제품입자 4: 내부영역
- <7> 5: 외부영역 6: 단열재
- <8> 7: 라이너 8: 가열기
- <9> 9: 전기에너지 공급부 10: 유동가스

- <10> 11: 반응가스 12: 불활성가스
- <11> 13: 배출가스 14: 유동가스 주입부
- <12> 15: 반응가스 주입부 16: 입자배출부
- <13> 17: 배출가스 연결부 18: 실리콘 중입자 주입부
- <14> 19: 가스분산부 23: 평형관
- <15> 24, 25: 내부영역 연결부 26: 불활성가스 연결부
- <16> 27: 개폐밸브 28: 외부영역 연결부
- <17> 30: 내부압력 제어부 31: 외부압력 제어부
- <18> 32: 차압계 33: 맥동완화부
- <19> 34: 배출가스 처리부 35: 가스분석부
- <20> 36: 필터 41: 실링부
- <21> E: 전력공급원

도면

도면1



도면2

