



УКРАЇНА

(19) UA (11) 42972 (13) A

(51) 7 C01B33/04

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ  
НА ВИНАХІДвидається під  
відповідальність  
власника  
патенту

## (54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ СИЛАНУ

(21) 2000095436

(22) 22.09.2000

(24) 15.11.2001

(33) UA

(46) 15.11.2001, Бюл. № 10, 2001 р.

(72) Касаткін Юрій Александрович, RU, Петрик  
Адольф Гаврилович, Свіріденко Дмитрій Івано-  
віч, RU, Шварцман Леонід Якович(73) Ц.Е.С. А.С., SK, ПЕТРИК АДОЛЬФ ГАВРИЛО-  
ВИЧ, UA

(57) Спосіб одержання силану, який включає взаємодію дрібнодисперсної кремнієвмісної реакційної маси з розбавленою соляною кислотою при температурі 40-100°C та подальше очищення силану, який **відрізняється** тим, що указану взаємодію здійснюють у псевдозрідженому шарі реакційної маси при уведенні в шар газоподібного хлористого водню та водяної пари.

Винахід відноситься до металургії, а саме до способів одержання силану, який використовують у напівпровідниковій промисловості.

Найбільш близьким за технічною суттю та результатом, що досягається, до винаходу, є спосіб одержання силану (див. з. Франції № 2556708 від 19.12.1983, опубл. 21.06.1985, М. кл.<sup>5</sup> C01B33/04), який включає взаємодію дрібнодисперсної кремнієвмісної реакційної маси з розбавленою соляною кислотою при температурі 40-100°C та подальше очищення силану.

Відомий спосіб передбачає завантаження дрібнодисперсної кремнієвмісної реакційної маси у розчин розбавленої соляної кислоти.

Вихід силану, згідно з прикладом, наведеним в описі, складає 12%, а сумарний вихід гідрідів кремнію не перевищує 20% від стехіометричного.

Недоліком відомого способу є низький вихід силану і низька продуктивність способу, що обумовлено умовами здійснення взаємодії кремнію з соляною кислотою. При завантаженні дрібнодисперсної реакційної маси у розчин кислоти починається інтенсивна взаємодія кремнію з соляною кислотою. Проте далі реакція взаємодії сповільнюється, що пов'язано із зниженням концентрації соляної кислоти і, головним чином, із зменшенням площі реакційної поверхні. Це, в свою чергу, обумовлено утворенням на поверхні частинок реакційної маси пасивувальної плівки, яка перешкоджає взаємодії кремнію з кислотою.

Таким чином, відомі умови взаємодії реакційної маси з кислотою обумовлюють низький вихід силану і низьку продуктивність способу в цілому.

В основу винаходу поставлено задачу удосконалення способу одержання силану, в якому шляхом виконання нових операцій і нових умов здійс-

нення відомих операцій забезпечують оптимізацію умов взаємодії кремнію з кислотою і за рахунок цього досягається підвищення виходу силану при одночасному підвищенні продуктивності способу.

Поставлена задача вирішується тим, що у відомому способі одержання силану, який включає взаємодію дрібнодисперсної кремнієвмісної реакційної маси з розбавленою соляною кислотою при температурі 40-100°C та подальше очищення силану, новим, згідно з винаходом, є те, що указану взаємодію здійснюють у псевдозрідженому шарі реакційної маси при уведенні в шар газоподібного хлористого водню та водяної пари.

Між сукупністю суттєвих ознак винаходу, та технічним результатом, що досягається, є такий причинно-наслідковий зв'язок.

При уведенні у псевдозріджений шар дрібнодисперсної кремнієвмісної реакційної маси водяної пари та газоподібного хлористого водню при температурі 40-100°C відбуваються такі процеси. Водяна пара конденсується на поверхні частинок реакційної маси у вигляді плівки води. Хлористий водень розчинюється в ній з утворенням розбавленої соляної кислоти, яка взаємодіє з кремнієм реакційної маси з утворенням газоподібного силану. За рахунок безперервного розчинення хлористого водню в плівці води в реакційній зоні постійно забезпечуються оптимальні умови для інтенсивної взаємодії кремнію з кислотою.

Здійснення указаної взаємодії в псевдозрідженому шарі реакційної маси забезпечує постійне механічне руйнування пасивувальної плівки на поверхні частинок реакційної маси, що обумовлює збільшення площі активної реакційної поверхні і, як наслідок, більш повну та інтенсивну взаємодію кремнію з соляною кислотою, яка безперервно

(19) UA (11) 42972 (13) A

утворюється на поверхні частинок реакційної маси.

Таким чином, дана сукупність нових ознак способу одержання силану, а саме:

- здійснення взаємодії дрібнодисперсної кремнієвмісної реакційної маси з розбавленою соляною кислотою в псевдозрідженому шарі реакційної маси;

- уведення в псевдозріджений шар реакційної маси газоподібного водню і водяної пари у сукупності з відомими ознаками забезпечують оптимізацію умов взаємодії кремнію з соляною кислотою і за рахунок цього досягається підвищення виходу силану при одночасному підвищенні продуктивності способу.

Спосіб, реалізується таким чином.

В герметичний реактор із стінками корпусу, які охолоджують, в потоці псевдозріджувального газу, наприклад, водню, азоту або водяної пари, подають дрібнодисперсну кремнієвмісну реакційну масу і створюють в реакторі псевдозріджений шар частинок реакційної маси. В псевдозріджений шар реакційної маси вводять газоподібний хлористий водень і водяну пару і знижують витрати псевдозріджувального газу. Температуру в реакторі підтримують у межах 40-100°C (оптимально - 90°C). При цій температурі водяна пара конденсується на поверхні частинок реакційної маси у вигляді тонкої плівки води, а газоподібний хлористий водень розчинюється в ній з утворенням розбавленої соляної кислоти. Кислота взаємодіє з кремнієм реакційної

маси з утворенням газоподібного силану. Водяну пару подають в псевдозріджений шар реакційної маси в кількості, яка відповідає рівноважній кількості води в силані, який утворюється, а газоподібний хлористий водень вводять в стехіометричній кількості. Одержаний силан очищують відомим способом і використовують в напівпровідниковій промисловості.

Спосіб, було випробувано в лабораторних умовах. В експериментах використовували реакційну масу, яка містить як основний компонент сплав кремнію такого складу: 8-20% кальцію, 1,5-3,0% магнію, 7,0-16,0% алюмінію, 52-70% кремнію та інше. Реакційну масу здрібнювали 4 до дисперсності менше 1 мм у кульовому млині і подавали у герметичний реактор в потоці псевдозріджувального газу, створюючи у реакційній масі псевдозріджений шар частинок реакційної маси. Витрати псевдозріджувального газу розраховували з урахуванням кількості реакційної маси, її дисперсності та геометричних розмірів реактора. У псевдозріджений шар вводили водяну пару і газоподібний хлористий водень. Температуру в реакторі підтримували у межах 90±10°C. Силан, який утворився у реакторі, аналізували на місткість у ньому води і хлористого водню і з урахуванням цих результатів корегували подачу хлористого водню і водяної пари у псевдозріджений шар реакційної маси. Газоподібний силан очищували відомим способом. Вихід силану склав 85-88% від стехіометричного, а продуктивність способу, - 3,0 кг/годину силану.

---

ДП "Український інститут промислової власності" (Укрпатент)  
Україна, 01133, Київ-133, бульв. Лесі Українки, 26  
(044) 295-81-42, 295-61-97

---

Підписано до друку \_\_\_\_\_ 2002 р. Формат 60х84 1/8.  
Обсяг \_\_\_\_\_ обл.-вид. арк. Тираж 50 прим. Зам. \_\_\_\_\_

---

УкрІНТЕІ, 03680, Київ-39 МСП, вул. Горького, 180.  
(044) 268-25-22

---