



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **13212** (13) **U**  
(51) **МПК (2006)**  
**B01J 8/02**  
**C01B 33/04 (2006.01)**

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під  
відповідальність  
власника  
патенту

### (54) УСТАНОВКА ДЛЯ СИНТЕЗУ МОНОСИЛАНУ

1

(21) u200509481

(22) 10.10.2005

(24) 15.03.2006

(46) 15.03.2006, Бюл. № 3, 2006 р.

(72) Петрик Адольф Гаврилович, Шварцман Лео-  
нід Якович, Касаткін Юрій Александровіч, RU, Жу-  
ренко Євгеній Михайлович

(73) Касаткін Юрій Александровіч, RU

(57) Установа для синтезу моносилану каталітич-  
ним диспропорціюванням трихлорсилану, яка міс-  
тить протитечійний реактор з каталізатором у реа-  
кційній зоні, з'єднаний з лінією подачі  
трихлорсилану і лінією рециркуляції конденсату  
хлорсиланів, випарник, оснащений лінією відводу

2

рідкого продукту з випарника, і з'єднані послідовно  
лініями подачі несконденсованої фази проміжний  
конденсатор, основний конденсатор і ректифіка-  
ційну колону очищення моносилану, яка **відрізня-**  
**ється** тим, що протитечійний реактор оснащений  
трубчастими елементами, заповненими каталіза-  
тором, розміщеними в реакційній зоні з утворен-  
ням міжтрубного простору, установка додатково  
містить теплообмінник, розміщений на лінії подачі  
трихлорсилану в реактор, а лінія відводу рідкого  
продукту з випарника через зазначений теплооб-  
мінник з'єднана з міжтрубним простором реактора  
з виведенням рідкого продукту з верхньої частини  
реактора.

Корисна модель відноситься до хімічної про-  
мисловості, зокрема, до апаратів для проведення  
хімічних процесів у присутності газу і твердих час-  
ток у стаціонарних шарах, а саме, до пристроїв  
для одержання моносилану диспропорціюванням  
трихлорсилану.

Найбільш близьким за технічною суттю та ре-  
зультатом, що досягається, до пристрою, що зая-  
вляється, є установка для синтезу моносилану  
каталітичним диспропорціюванням трихлорсилану  
[див. п. Німеччини №19860146, МПК<sup>6</sup> C01B33/04,  
C01B33/107, заявл. 24.12.98р., опубл.  
29.06.2000р.], яка включає протитечійний реактор  
з каталізатором у реакційній зоні, з'єднаний з лінією  
подачі трихлорсилану і лінією рециркуляції кон-  
денсату хлорсиланів, випарник, оснащений лінією  
відводу рідкого продукту з випарника, і з'єднані  
послідовно лініями подачі несконденсованої фази  
проміжний конденсатор, основний конденсатор і  
ректифікаційну колону очищення моносилану.

Проміжний конденсатор для конденсації про-  
дуктів реакції диспропорціювання в інтервалі тем-  
ператур від (-25)°C до 50°C, переважно (-5)°C -  
40°C, розміщений у протитечійному реакторі над  
реакційною зоною. Таких конденсаторів може бути  
встановлено декілька. Основний конденсатор для

конденсації продуктів реакції диспропорціювання  
при температурі нижче (-40)°C, переважно нижче  
(-60)°C, і тиску від 1 до 50атм, переважно від 1 до  
10атм, поворотною лінією зв'язаний з верхньою  
частиною реактора для рециркуляції частини кон-  
денсату, а лінією подачі конденсату і несконден-  
сованої фази з'єднаний з ректифікаційною коло-  
ною очищення моносилану. Нижня частина  
ректифікаційної колони з'єднана з реакційною зо-  
ною протитечійного реактора лінією рециркуляції  
конденсату хлорсиланів на диспропорціювання.

Відома установка працює таким чином.

Трихлорсилан по лінії подачі трихлорсилану  
подають в реакційну зону протитечійного реактора  
в шар каталізатора. В реакційній зоні в результаті  
диспропорціювання трихлорсилану утворюється  
парогазова суміш, яка містить моносилан, проміж-  
ні хлорсилани і тетрахлорид кремнію, що конден-  
сується і стікає у випарник протитечійного потоку па-  
рів хлорсиланів, який підіймається з випарника.  
Парогазова суміш продуктів реакції диспропорцію-  
вання надходить у проміжний конденсатор, розмі-  
щений у протитечійному реакторі, на конденсацію  
в інтервалі температур від (-25)°C до 50°C, пере-  
важно (-5)°C - 40°C, для відділення газоподібної  
силанвмісної фази. Сконденсована фаза поверта-

(19) **UA** (11) **13212** (13) **U**

ється в шар каталізатора протитечією потоку парів хлорсиланів, який підіймається з випарника. У випарнику в результаті нагрівання хлорсилани переходять у пароподібний стан і надходять у протитечієний реактор на каталітичне диспропорціонування, а рідкий продукт, що представляє собою в основному тетрахлорид кремнію, виводиться з випарника по лінії відводу рідкого продукту і після додаткового очищення направляється на виробництво діоксиду кремнію.

Несконденсовані продукти реакції диспропорціонування трихлорсилану виводять з верхньої частини протитечієного реактора і конденсують в основному конденсаторі при температурі нижче ( $-40^{\circ}\text{C}$ , переважно нижче ( $-60^{\circ}\text{C}$ , і тиску від 1 до 50 атм, переважно від 1 до 10 атм. Частину одержаного конденсату по поворотній лінії повертають у верхню частину протитечієного реактора в зону, що передусь основний конденсації. Решту конденсату і несконденсовану газоподібну фазу (після попереднього стиску насосом) направляють на очищення в ректифікаційну колону. В результаті ректифікаційного очищення одержують сконденсований моносилан зі ступенем чистоти 98%, а відділені хлорсилани рециркулюють у протитечієний реактор у зону диспропорціонування.

Недоліком відомої установки синтезу моносилану є недостатньо високий ступінь вилучення кремнію в придатну продукцію, а також недостатньо високий ступінь чистоти моносилану і високі енерговитрати на виробництво одиниці готової продукції. Це пояснюється таким чином. У відомій установці на виході з протитечієного реактора одержують парогазову суміш з недостатньо високим вмістом моносилану. Повернення частини конденсату після основної конденсації у верхню частину протитечієного реактора дозволяє дещо підвищити вміст моносилану в парогазовій суміші. Однак, постійна рециркуляція частини конденсату в реактор обумовлює недостатньо високий ступінь вилучення кремнію в готовий продукт і високі енерговитрати на одержання моносилану. На подальше очищення в ректифікаційну колону надходить моносилан, який містить значні кількості хлорсиланів (не менше 10%), що обумовлює недостатньо високий ступінь чистоти моносилану і високі енерговитрати на виробництво одиниці продукції.

В основу корисної моделі поставлена задача удосконалення установки для синтезу моносилану, в якій нове виконання елементів, введення нових елементів і наявність нових зв'язків між елементами пристрою забезпечують оптимізацію температурного режиму процесу диспропорціонування та інтенсифікацію основних технологічних процесів, що дозволяє збільшити ступінь вилучення кремнію в придатну продукцію при одночасному забезпеченні високої якості одержаного моносилану з мінімальними енергетичними і матеріальними витратами.

Поставлена задача вирішується тим, що в установці для синтезу моносилану каталітичним диспропорціонуванням трихлорсилану, яка включає протитечієний реактор з каталізатором у реакційній зоні, з'єднаний з лінією подачі трихлорсилану і лінією рециркуляції конденсату хлорсиланів, випа-

рник, оснащений лінією відводу рідкого продукту з випарника, і з'єднані послідовно лініями подачі несконденсованої фази проміжний конденсатор, основний конденсатор і ректифікаційну колону очищення моносилану, згідно корисної моделі, є те, що протитечієний реактор оснащений трубчастими елементами, заповненими каталізатором, розміщеними в реакційній зоні з утворенням міжтрубного простору, установка додатково містить теплообмінник, розміщений на лінії подачі трихлорсилану в реактор, а лінія відводу рідкого продукту з випарника через зазначений теплообмінник з'єднана з міжтрубним простором реактора з виведенням рідкого продукту з верхньої частини реактора.

Причинно-наслідковий зв'язок між сукупністю суттєвих ознак корисної моделі, що заявляється, і технічним результатом, що досягається, полягає в тому, що заявлене конструктивне виконання установки для синтезу моносилану каталітичним диспропорціонуванням трихлорсилану, а саме:

- оснащення протитечієного реактора трубчастими елементами, заповненими каталізатором, розміщеними в реакційній зоні з утворенням міжтрубного простору;

- введення в установку теплообмінника, розміщеного на лінії подачі трихлорсилану в реактор;

- з'єднання лінії відводу рідкого продукту з випарника через зазначений теплообмінник з міжтрубним простором реактора з виведенням рідкого продукту з верхньої частини реактора,

у сукупності з відомими ознаками корисної моделі забезпечують оптимізацію температурного режиму процесу диспропорціонування та інтенсифікацію основних технологічних процесів, що дозволяє збільшити ступінь вилучення кремнію в придатну продукцію при одночасному забезпеченні високої якості одержаного моносилану з мінімальними енергетичними і матеріальними витратами.

Постачання протитечієного реактора трубчастими елементами, заповненими каталізатором, розміщеними в реакційній зоні з утворенням міжтрубного простору, і з'єднання лінії відводу рідкого продукту з випарника з міжтрубним простором реактора дозволяють здійснити нагрівання каталізатора до температур, необхідних і оптимальних для здійснення реакції диспропорціонування трихлорсилану, використовуючи для цього тепло рідкого продукту, що відбирається з випарника. Цей рідкий продукт являє собою в основному тетрахлорид кремнію, отриманий у результаті диспропорціонування трихлорсилану. Виведення його з реактора здійснюють у верхній частині реактора і потім направляють після додаткового очищення на виробництво діоксиду кремнію.

Введення в установку теплообмінника, установленого на лінії подачі трихлорсилану в реактор, через який лінію відводу рідкого продукту з випарника з'єднують з міжтрубним простором реактора, дозволяє здійснити попереднє нагрівання трихлорсилану, який подають в реактор на диспропорціонування, також використовуючи для цього тепло рідкого продукту, що відбирається з випарника.

Це дозволяє оптимізувати температурний режим процесу диспропорціонування та утилізувати тепло рідкого продукту, що обумовлює підвищення ступеня вилучення кремнію в придатну продукцію і

зниження енерговитрат на одержання моносилану. Проведення реакції диспропорціювання при оптимальному температурному режимі обумовлює інтенсифікацію основних технологічних процесів, дозволяє більш ефективно провести подальші ступені конденсації і одержати перед енергоємним ректифікаційним очищенням збагачений за вмістом моносилану продукт. Це, в свою чергу, обумовлює одержання моносилану високої якості з низькими енергетичними і матеріальними витратами.

Суть корисної моделі, що заявляється, пояснюється кресленнями, на якому наведена схема установки, що заявляється.

Установка для синтезу моносилану каталітичним диспропорціюванням трихлорсилану містить протитечійний реактор 1 з каталізатором 2, розміщеним у трубчастих елементах 3, встановлених в реакційній зоні реактора 1 з утворенням міжтрубного простору 4, з'єднані з реактором 1 у верхній частині проміжний конденсатор 5 для конденсації висококиплячих хлорсиланів і тетрахлориду кремнію і в нижній частині - випарник 6 для нагрівання хлорсиланів, теплообмінник 7 для нагрівання трихлорсилану, основний конденсатор 8 для конденсації низькокиплячих хлорсиланів, ректифікаційну колону 9 для очищення моносилану від слідів хлорсиланів. Теплообмінник 7 установлений на лінії 10 подачі трихлорсилану в шар каталізатора 2. Випарник 6 оснащений лінією 11 відводу рідкого продукту з випарника 6, яка через теплообмінник 7 з'єднана з міжтрубним простором 4 реактора 1. Виведення рідкого продукту з міжтрубного простору 4 реактора 1 здійснюють по лінії 12 з верхньої частини реактора 1. Проміжний конденсатор 5, основний конденсатор 8 і ректифікаційна колона 9 з'єднані послідовно лінією 13 подачі несконденсованої фази. Основний конденсатор 8 оснащений лінією 14 рециркуляції конденсату хлорсиланів у реакційну зону реактора 1.

Заявлена установка для синтезу моносилану каталітичним диспропорціюванням трихлорсилану працює таким чином.

Трихлорсилан по лінії 10 надходить у теплообмінник 7, де відбувається його нагрівання рідким продуктом, який подають з випарника 6 по лінії 11, до температури 60°C. З теплообмінника 7 нагрітий Трихлорсилан подають у протитечійний реактор 1 у шар каталізатора 2, розміщений у трубчастих елементах 3, на диспропорціювання, а рідкий продукт подають у протитечійний реактор 1 у міжтрубний простір 4 для нагрівання каталізатора 2. При каталітичному диспропорціюванні трихлорсилану утворюється парогазова суміш, яка містить моносилан, проміжні хлорсилани і тетрахлорид кремнію, що конденсується і стікає у випарник 6 протитечією потоку парів хлорсиланів, який підіймається з випарника 6. Парогазова суміш надходить у проміжний конденсатор 5, у якому підтримують температуру (-15)°C, де конденсуються тетрахлорид кремнію і висококиплячі хлорсилани. Одержаний конденсат пропускають через каталізатор 2 у ви-

парник 6 протитечією парам парогазової суміші. У випарнику 6 конденсат нагрівають до температури 90°C. Хлорсилани при цьому переходять у пароподібний стан і повертаються на каталітичне диспропорціювання в протитечійний реактор 1, а рідкий продукт із випарника 6 з температурою 90°C, що представляє собою в основному тетрахлорид кремнію, по лінії 11 направляється в теплообмінник 7 для нагрівання трихлорсилану, а потім у міжтрубний простір 4 протитечійного реактора 1 для нагрівання каталізатора 2 і виводиться з верхньої частини протитечійного реактора 1 по лінії 12. Одержаний тетрахлорид кремнію після додаткового очищення направляють на виробництво діоксиду кремнію.

Газоподібну силанвмісну фазу, яка містить після відділення висококиплячих хлорсиланів у конденсаторі 5 більше 60% моносилану, направляють по лінії 13 в основний конденсатор 8 для конденсації низькокиплячих хлорсиланів при температурі до (-100)°C. Конденсат хлорсиланів, що утворюється при цьому, повертають по лінії 14 у реакційну зону протитечійного реактора 1 на диспропорціювання. Моносилан зі слідами хлорсиланів (не більше 1%) після відділення низькокиплячих хлорсиланів в основному конденсаторі 8 направляють у ректифікаційну колону 9, де моносилан очищають від слідів хлорсиланів з одержанням сконденсованого моносилану зі ступенем чистоти 99,5%, який направляють на одержання «сонячного» кремнію.

Заявлена установка для синтезу моносилану каталітичним диспропорціюванням трихлорсилану забезпечує оптимізацію температурного режиму процесу диспропорціювання та інтенсифікацію основних технологічних процесів, що дозволяє збільшити ступінь вилучення кремнію в придатну продукцію при одночасному забезпеченні високої якості одержаного моносилану з мінімальними енергетичними і матеріальними витратами.

Установка, що заявляється, була випробувана в дослідно-промислових умовах. Як вихідну сировину використовували технічний 98,8% трихлорсилан. Як каталізатор використовували аніонообмінну смолу марки АН21. В результаті дослідно-промислових іспитів установки, що заявляється, були досягнуті такі результати:

- ступінь вилучення кремнію склав 98,2 - 98,6% від стехіометричне можливого, що на 10% вище в порівнянні з найближчим аналогом;

- ступінь чистоти моносилану, одержаного на установці, що заявляється, склав 99,5%, що на 1,5% вище в порівнянні з найближчим аналогом;

- питомі витрати на виробництво одиниці готової продукції склали 15 -17 доларів за кілограм, що в 2,0 - 2,2 рази нижче, ніж за найближчим аналогом.

Корисна модель, що заявляється, може бути виготовлена на існуючому обладнанні з використанням відомих матеріалів і засобів, що підтверджує промислову придатність об'єкта.

