



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 887463

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 150280 (21) 2882690/23-26

(51) М. Кл.³

с присоединением заявки № -

С 01 В 33/18

(23) Приоритет -

Опубликовано 071281 Бюллетень № 45

(53) УДК 661.183.
.7(088.8)

Дата опубликования описания 07.12.81

(72) Авторы
изобретения

В.Ф. Кочубей, А.П. Гаврилов, О.Г. Мамаев, Ю.А. Паздерский,
Д.П. Чурик, М.М. Ластовецкий, А.Д. Зорин и В.С. Хотимченко

(71) Заявитель

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ДВУОКИСИ КРЕМНИЯ

1

Изобретение относится к процессам получения высокодисперсной двуокиси кремния особой чистоты и может использоваться для получения оптических стекол с высокой светопрозрачностью, кварцевого стекла особой чистоты и волоконной оптики.

Известен способ получения двуокиси кремния, согласно которому пары трихлорсилана взаимодействуют с водяным паром, который образуется при сгорании водорода, при температуре 1100-1200°С. В качестве газа-носителя паров трихлорсилана используется азот. Полученная двуокись кремния имеет поверхность 380-650 м²/г [1].

Согласно другому способу, высокодисперсную двуокись кремния получают путем окисления моносилаана кислородом, с разбавлением исходной смеси инертным газом при температуре 1050°С. В качестве исходных продуктов могут использоваться также ди-хлорсилан и трихлорсилан [2].

К недостаткам этих двух способов следует отнести то, что при гидролизе трихлорсилана в водородном пламени [1,2] образуется хлористый водород, который обладает коррозион-

2

ными свойствами, и процесс происходит при высокой температуре. Для нейтрализации хлористого водорода приходится расходовать значительные средства.

Наиболее близким к предложенному способу по технической сущности и достигаемому результату является метод получения высокодисперсной двуокиси кремния из четыреххлористого кремния в кислородном пламени в присутствии водорода при температуре не ниже 1200°С. Четыреххлористый кремний подается в горелку вместе или раздельно с водородом и кислородом. Соотношение водорода и кислорода должно быть такое, чтобы обеспечить полное сгорание водорода и полный гидролиз четыреххлористого кремния. Температура пламени регулируется подачей избытка кислорода или инертного газа.

Образовавшийся хлористый водород абсорбирует водой и получают 35%-ную соляную кислоту. Удельная поверхность двуокиси кремния - 200 м²/г [3].

К недостаткам данного способа следует отнести то, что двуокись кремния получают в водородном пламени при довольно высокой температу-

30

ре. Наличие такого агрессивного вещества, как хлористый водород, усложняет аппаратное оформление процесса. Кроме того, данным способом трудно получить двуокись кремния особой чистоты, так как при парофазном гидролизе четыреххлористого кремния двуокись кремния содержит гидроксильные группы и другие примеси, которые значительно ухудшают качество изделий, изготавливаемых из двуокиси кремния.

Целью изобретения является упрощение способа, повышение степени чистоты и удельной поверхности целевого продукта.

Цель достигается тем, что в качестве хлорида кремния используется гексахлордисилан.

Гексахлордисилан и кислород в соотношении 1:2,1 поступают в испаритель, в котором поддерживается температура 250°C. Пары гексахлордисилана поступают в реактор с горелкой при температуре 250-1000°C. В горелке происходит воспламенение смеси паров гексахлордисилана с кислородом и образование двуокиси кремния. Двуокись кремния собирается в сборнике, а образовавшийся хлор конденсируется в ловушках, охлаждаемых смесью ацетона с сухим льдом. Полученная таким способом двуокись кремния имеет удельную поверхность 300-800 м²/г, а содержание примесей не превышает 1 · 10⁻⁵ мас.%,

Высокодисперсная двуокись кремния, полученная данным способом, не содержит гидроксильных групп, что особенно важно при использовании ее для получения оптического кварцевого стекла.

Процесс окисления гексахлордисилана проходит по уравнению $\text{SiCl}_2\text{SiCl}_6 + 2 \text{CO}_2 = 2 \text{SiO}_2 + 3 \text{Cl}_2$.

Пример 1. Жидкий гексахлордисилан поступает в испаритель, со скоростью 40 мл/час, в котором поддерживается температура 250°C с помощью электрообогрева. Пары гексахлордисилана и подогретого кислорода поступают в реактор с горелкой, изготовленные из кварцевого стекла, температура которых с помощью электрообогрева поддерживается равной 250°C. При поступлении паро-газовой смеси в горелку происходит воспламенение смеси и окисление гексахлордисилана до двуокиси кремния и свободного хлора. Хлор конденсируется в ловушке, охлаждаемой смесью ацетона с сухим льдом, а двуокись кремния собирается в специальной емкости, где освобождается от адсорбированного хлора продувкой сухим воздухом или инертным газом при температуре 150-200°C.

Результаты спектрального анализа двуокиси кремния особой чистоты приведены в табл. 1.

Таблица 1

Содержание примесей в двуокиси кремния особой чистоты

Примеси	Al	Cu	Ni	Bi	Ga	In	Fe	Cr	Ca	Mg	Tl	Zn	Mn	Pb
Содержание, мас.%	5 · 10 ⁻⁷	2 · 10 ⁻⁶	7 · 10 ⁻⁷	3 · 10 ⁻⁷	1 · 10 ⁻⁷	4 · 10 ⁻⁷	5 · 10 ⁻⁷	8 · 10 ⁻⁷	9 · 10 ⁻⁷	8 · 10 ⁻⁷	2 · 10 ⁻⁶	1 · 10 ⁻⁶	3 · 10 ⁻⁷	3 · 10 ⁻⁶

Удельная поверхность двуокиси кремния особой чистоты составляет 300 м²/г.

Пример 2. Жидкий гексахлордисилан подает со скоростью 40 мл/ч в испаритель, в котором поддерживается температура 250°C с помощью электрообогрева. В испаритель также подает кислород в количестве 11,2 л/час. Из испарителя смесь паров гексахлордисилана и кислорода поступает в реактор, в котором размещена горелка. Реактор и горелка изготовлены из кварцевого стекла. В реакторе поддерживается температу-

ра 1000°C. При поступлении паро-газовой смеси в горелку происходит воспламенение смеси и окисление гексахлордисилана до двуокиси кремния и свободного хлора. Хлор конденсируется в ловушке, охлаждаемой смесью ацетона с сухим льдом, а двуокись кремния собирается в специальной емкости, где освобождается от адсорбированного хлора продувкой сухим воздухом или инертным газом при температуре 150-200°C.

Результаты анализа двуокиси кремния приведены в табл. 2.

Т а б л и ц а 2

Содержание примесей в двуокиси кремния особой чистоты

Примеси	Al	Cu	Ni	Bi	Ga	In	Fe	Cr	Ca	Mg	Ti	Zn	Mn	Pb
Содержание, мас. %	$4 \cdot 10^{-7}$	$3 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-7}$	$3 \cdot 10^{-7}$	$1 \cdot 10^{-7}$	$1 \cdot 10^{-7}$	$2 \cdot 10^{-6}$	$6 \cdot 10^{-7}$	$5 \cdot 10^{-7}$	$9 \cdot 10^{-7}$	$3 \cdot 10^{-6}$	$1 \cdot 10^{-6}$	$2 \cdot 10^{-7}$	$6 \cdot 10^{-8}$

Удельная поверхность полученной двуокиси кремния особой чистоты составляет $820 \text{ м}^2/\text{г}$.

При применении гексахлордисилана в качестве исходного сырья для получения двуокиси кремния отпадает необходимость проводить окисление или гидролиз исходного продукта выше 1200°C , тем самым упрощается процесс за счет понижения температуры.

Кроме того, получаемая двуокись кремния имеет значительно более высокую удельную поверхность ($300-820 \text{ м}^2/\text{г}$ в данном изобретении против $200 \text{ м}^2/\text{г}$ - в известном) и высокую степень чистоты (см. табл. 1 и 2).

Хлор, который получается в данном процессе, как побочный продукт, является товарным продуктом и может использоваться вновь для получения гексахлордисилана путем хлорирования кремниевых сплавов.

Данный процесс прост в аппаратурном оформлении и легко осуществим.

Формула изобретения

1. Способ получения двуокиси кремния путем окисления в газовой фазе хлорида кремния в кислородном пламени, отличающийся тем, что, с целью упрощения процесса, а также повышения степени чистоты и удельной поверхности целевого продукта, в качестве хлорида кремния используют гексахлордисилан.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что процесс ведут при температуре $250-1000^\circ\text{C}$.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Патент Великобритании № 1394116, кл. С 1 А, 1975.
2. Патент США № 4038370, кл. 423-335, 1977.
3. Патент Великобритании № 1472472, кл. С 1 А, 1978 (прототип).

Составитель Г. Винокурова

Редактор Т. Кузнецова

Техред А. Ач

Корректор Г. Решетник

Заказ 10675/3

Тираж 508

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4

