



УКРАЇНА

(19) UA (11) 78941 (13) C2

(51) МПК (2006)

C01B 33/04 (2007.01)

C01B 33/107 (2007.01)

B01J 8/02

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(54) УСТАНОВКА ДЛЯ ОДЕРЖАННЯ МОНОСИЛАНУ КАТАЛІТИЧНИМ ДИСПРОПОРЦІЮВАННЯМ ТРИХЛОРСИЛАНУ

1

(21) а200600633

(22) 23.01.2006

(24) 25.04.2007

(46) 25.04.2007, Бюл. № 5, 2007 р.

(72) Петрик Адольф Гаврилович, Шварцман Леонід Якович, Касаткін Юрій Александрович, RU

(73) Касаткін Юрій Александрович, RU

(56) UA, 72597, C2, 15.03.2005

SU, 1754655, A1, 15.08.1992

RU, 2164218, C1, 20.03.2001

DE, 19860146, A1, 29.06.2000

EP, 0337322, A2, 18.10.1989

WO, 9526927, A1, 12.10.1995

WO, 941283, A1, 09.06.1994

(57) 1. Установка для одержання моносилану каталітичним диспропорціюванням трихлорсилану, яка включає протитечійний каталітичний реактор з реакційною і ректифікаційною зонами, випарник, з'єднаний з ректифікаційною зоною реактора і оснащений лінією відводу рідкого продукту з випарника, і з'єднані послідовно з реакційною зоною реактора лініями подачі несконденсованої фази конденсатори, при цьому реакційна зона оснащена лінією подачі трихлорсилану і лінією рециркуляції конденсату хлорсиланів, яка відрізняється тим, що в ректифікаційній зоні реактора установлені вертикальні трубчасті елементи, якими з'єднано внутрішню порожнину реакційної зони реактора з випарником, і охолоджувані холодоагентом, а міжтрубний простір ректифікаційної зони оснащений лінією циркуляції холодоагенту з встановленим у ній конденсатором, при цьому як холодоагент у міжтрубному просторі використана рідина з температурою кипіння на 10-30°C нижче температури

2

кипіння парогазової суміші в трубчастих елементах ректифікаційної зони.

2. Установка за п. 1, яка відрізняється тим, що ректифікаційна зона реактора додатково містить послідовно розташовані по ходу суміші парів з випарника зміцнювальну і вичерпну частини, при цьому реакційна зона реактора з'єднана лінією подачі зворотного потоку сконденсованої фази зі зміцнювальною частиною ректифікаційної зони.

3. Установка за п. 1, яка відрізняється тим, що як рідина-холодоагент в міжтрубному просторі ректифікаційної зони реактора використана вода при підтримці тиску в міжтрубному просторі на 5,5-6,0 атм нижче, ніж у трубчастих елементах ректифікаційної зони.

4. Установка за п. 1, яка відрізняється тим, що як рідина-холодоагент в міжтрубному просторі ректифікаційної зони реактора використаний трихлорсилан при підтримці тиску в міжтрубному просторі на 0,5-3,0 атм нижче, ніж у трубчастих елементах ректифікаційної зони.

5. Установка за п. 1, яка відрізняється тим, що як рідина-холодоагент в міжтрубному просторі ректифікаційної зони реактора використаний тетрагелорид кремнію при підтримці тиску в міжтрубному просторі на 3,8-4,5 атм нижче, ніж у трубчастих елементах ректифікаційної зони.

6. Установка за п. 1, яка відрізняється тим, що як рідина-холодоагент в міжтрубному просторі ректифікаційної зони реактора використаний кубовий продукт з випарника при підтримці тиску в міжтрубному просторі на 3,0-4,3 атм нижче, ніж у трубчастих елементах ректифікаційної зони.

Винахід відноситься до хімічних технологій, а саме до одержання моносилану, який використовують у виробництві «сонячного» кремнію.

Найбільш близьким з технічною суттю і технічним результатом, що досягається, до установки, що заявляється, є установка для одержан-

ня моносилану каталітичним диспропорціюванням трихлорсилану (див. п. Німеччини №19860146, МПК⁶ C01B33/04, C01B33/107, заявл. 24.12.98 р., опубл. 29.06.2000 р.), яка включає протитечійний каталітичний реактор з реакційною і ректифікаційною зонами, випарник, з'єднаний з рек-

(13) C2

(11) 78941

(19) UA

тифікаційною зоною реактора і споряджений лінією відводу рідкого продукту з випарника, і з'єднані послідовно з реакційною зоною реактора лініями подачі несконденсованої фази конденсатори, при цьому реакційна зона споряджена лінією подачі трихлорсилану і лінією рециркуляції конденсату хлорсиланів.

Недоліком відомої установки для одержання моносилану каталітичним диспропорціюванням трихлорсилану 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 для одержання моносилану ректифікацію здійснюють традиційно, пропускаючи парогазову суміш з випарника протічечією конденсату, що утворюється, і конденсату, що надходить з реакційної зони. В результаті багаторазового промивання парів конденсатом на виході з ректифікаційної зони в реакційну одержують парогазову суміш, збагачену низькокиплячим компонентом - трихлорсиланом, а у випарник надходить конденсат, збагачений висококиплячим компонентом - тетрахлоридом кремнію. Для ефективного розподілу парогазової суміші на роздільно киплячі компоненти використовують ректифікаційні колони, які характеризуються високим енергоспоживанням і великими розмірами (30-50 м і більше). Однак, навіть у цьому випадку у випарник надходить значна кількість трихлорсилану, а в реакційну зону - парів тетрахлориду кремнію. Це погіршує умови диспропорціювання трихлорсилану в реакційній зоні і, отже, обумовлює недостатньо високий ступінь вилучення кремнію в придатну продукцію при високих енерговитратах.

В основу винаходу поставлена задача удосконалення установки для одержання моносилану каталітичним диспропорціюванням трихлорсилану, в якій шляхом введення нових конструктивних елементів і використання нового середовища, що виконує функцію елемента, забезпечують оптимізацію тепломасообмінних процесів ректифікації за рахунок термостабілізації масообмінної розділової поверхні, що дозволяє інтенсифікувати основні технологічні процеси диспропорціювання трихлорсилану і, тим самим, 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 у відомій установці для одержання моносилану каталітичним диспропорціюванням трихлорсилану, яка включає протічечий каталітичний реактор з реакційною і ректифікаційною зонами, випарник, з'єднаний з ректифікаційною зоною реактора і споряджений лінією відводу рідкого продукту з випарника, і з'єднані послідовно з реакційною зоною реактора лініями подачі несконденсованої фази конденсатори, при цьому реакційна зона споряджена лінією подачі трихлорсилану і лінією рециркуляції конденсату хлорсиланів, новим, відповідно до технічного рішення, що заявляється, є те, що в ректифікаційній зоні реактора установ-

лені вертикальні трубчасті елементи, які з'єднують внутрішньою порожниною реакційну зону реактора з випарником, і охолоджуваним холодоагентом, а міжтрубний простір ректифікаційної зони споряджений лінією циркуляції холодоагенту з встановленим у ній конденсатором, при цьому як холодоагент у міжтрубному просторі використовують рідину з температурою кипіння на 10-30°C нижче температури кипіння парогазової суміші в трубчастих елементах ректифікаційної зони.

Новим також є те, що ректифікаційна зона реактора містить послідовно розташовані по ходу суміші парів з випарника зміцнювальну і вичерпну частини, при цьому реакційна зона реактора з'єднана лінією подачі зворотного потоку сконденсованої фази зі зміцнювальною частиною ректифікаційної зони.

Новим також є те, що як рідину - холодоагент в міжтрубному просторі ректифікаційної зони реактора використовують воду при підтримці тиску в міжтрубному просторі на 5,5-6,0 атм нижче, ніж у трубчастих елементах ректифікаційної зони.

Новим також є те, що як рідину - холодоагент в міжтрубному просторі ректифікаційної зони реактора використовують трихлорсилан при підтримці тиску в міжтрубному просторі на 0,5-3,0 атм нижче, ніж у трубчастих елементах ректифікаційної зони.

Новим також є те, що як рідину - холодоагент в міжтрубному просторі ректифікаційної зони реактора використовують тетрахлорид кремнію при підтримці тиску в міжтрубному просторі на 3,8-4,5 атм нижче, ніж у трубчастих елементах ректифікаційної зони.

Новим також є те, що як рідину - холодоагент в міжтрубному просторі ректифікаційної зони реактора використовують кубовий продукт з випарника при підтримці тиску в міжтрубному просторі на 3,0-4,3 атм нижче, ніж у трубчастих елементах ректифікаційної зони.

Причинно-наслідковий зв'язок між сукупністю суттєвих ознак винаходу, що заявляється, і технічним результатом, що досягається, полягає в наступному.

Введення нових конструктивних елементів, а саме:

розміщення в ректифікаційній зоні реактора вертикальних трубчастих елементів, які з'єднують внутрішньою порожниною реакційну зону реактора з випарником, і охолоджуваним холодоагентом;

спорядження міжтрубного простору ректифікаційної зони лінією циркуляції холодоагенту з встановленим у ній конденсатором,

а також використання як холодоагент - середовища, що виконує функцію елемента у міжтрубному просторі ректифікаційної зони реактора, рідини з температурою кипіння на 10-30°C нижче температури кипіння парогазової суміші в трубчастих елементах ректифікаційної зони в сукупності з відомими ознаками винаходу забезпечують оптимізацію тепломасообмінних процесів ректифікації за рахунок термостабілізації масообмінної розділової поверхні, що дозволяє інтенсифікувати основні технологічні процеси диспропорціювання трихлорсилану і, тим самим, збільшити ступінь вилучення кремнію в придатну

продукцію при одночасному забезпеченні високої якості одержаного моносилану з мінімальними енергетичними і матеріальними витратами.

Розміщення в ректифікаційній зоні реактора вертикальних трубчастих елементів, які з'єднують внутрішньою порожниною реакційну зону з випарником, і охолоджуваних заявленим середовищем, що виконує функцію елемента, і спорядження міжтрубного простору ректифікаційної зони лінією циркуляції холодоагенту з встановленим у ній конденсатором забезпечують оптимальні умови для процесів тепло- і масообміну при ректифікації, сприяє більш повному поділу парогазової суміші, що виходить з випарника.

Тепломасообмін здійснюють на внутрішній і зовнішній поверхнях трубчастих елементів ректифікаційної зони, причому конденсацію парогазової суміші з випарника проводять на внутрішній поверхні трубчастих елементів, а відвід тепла з зовнішньої поверхні трубчастих елементів забезпечують випарюванням холодоагенту, який омиває цю поверхню в міжтрубному просторі ректифікаційної зони реактора.

Використання як холодоагент - середовище, що виконує функцію елемента в міжтрубному просторі ректифікаційної зони реактора, рідини з температурою кипіння на 10-30°C нижче температури кипіння парогазової суміші в трубчастих елементах ректифікаційної зони реактора забезпечує проведення тепломасообміну в ректифікаційній зоні при температурі, близькій до температури кипіння трихлорсилану. Рідина з температурою кипіння, що заявляється, яку використовують як холодоагент у міжтрубному просторі ректифікаційної зони, випаровується, відбираючи тепло, яке виділяється при конденсації суміші парів, що виходять з випарника, на внутрішній поверхні трубчастих елементів ректифікаційної зони реактора. Пари холодоагенту по лінії циркуляції холодоагенту відводять з міжтрубного простору ректифікаційної зони реактора, конденсують у конденсаторі і знову направляють у міжтрубний простір ректифікаційної зони, забезпечуючи таким чином термостабілізацію масообмінної розділової поверхні ректифікаційної зони і регулюючи процес масообміну в трубчастих елементах.

Проведення тепломасообміну при температурі, близькій до температури кипіння трихлорсилану, сприяє одержанню на виході з ректифікаційної зони в реакційну зону реактора чистого пару трихлорсилану і утворенню конденсату суміші хлорсиланів у ректифікаційній зоні, який разом зі зворотним потоком конденсату хлорсиланів з реакційної зони стікає у випарник і омивається висхідним потоком суміші парів з випарника. При цьому частина тепла, що виділяється при конденсації суміші парів, витрачається на перевипар трихлорсилану з конденсату, що збільшує його вихід у реакційну зону.

В установці, що заявляється, при проведенні ректифікації реалізується процес внутрішнього флегмоутворення з утворенням визначеної кількості флегми визначеного складу в кожному елементі ректифікаційного об'єму. Оптимізація процесу флегмоутворення обумовлює зниження

витрат на випарювання суміші і зниження гідравлічного опору в ректифікаційній зоні, що дозволяє знизити її висоту в порівнянні з тарілчастими і насадочними ректифікаційними колонами в декілька разів при одночасному забезпеченні високоефективного розподілу парогазової суміші з випарника. В результаті проведення ректифікації в установці, що заявляється, тетрахлорид кремнію в рідкому виді збирається і концентрується у випарнику, і не надходить у реакційну зону реактора, а трихлорсилан і проміжні хлорсилани залишаються в пароподібному стані і надходять у реакційну зону реактора на каталітичне диспропорціювання з утворенням моносилану. Це поліпшує протікання реакції диспропорціювання трихлорсилану, дозволяє збільшити ступінь вилучення кремнію в придатну продукцію при одночасному забезпеченні високої якості одержуваного моносилану з мінімальними енергетичними і матеріальними витратами.

Використання як холодоагент - середовище, що виконує функцію елемента у міжтрубному просторі ректифікаційної зони реактора, рідини, температура кипіння якої виходить за заявлені межі, не забезпечує оптимальні умови для тепломасообмінних процесів ректифікації. В цих випадках процес масообміну в трубчастих елементах йде не регульовано, що призводить до розбалансування каталітичного диспропорціювання трихлорсилану, внаслідок чого знижується ступінь вилучення кремнію в придатну продукцію і зростають витрати на одержання моносилану.

Як рідина - холодоагент в міжтрубному просторі ректифікаційної зони реактора може бути використана вода або трихлорсилан, або тетрахлорид кремнію, або кубовий продукт з випарника, який представляє собою в сталому режимі тетрахлорид кремнію з вмістом трихлорсилану до 2%. При використанні як рідина - холодоагент води в міжтрубному просторі підтримують тиск на 5,5-6,0атм нижче, ніж у трубчастих елементах ректифікаційної зони реактора. При використанні як рідина - холодоагент трихлорсилану в міжтрубному просторі підтримують тиск на 0,5-3,0атм нижче, ніж у трубчастих елементах ректифікаційної зони реактора. При використанні як рідина - холодоагент тетрахлориду кремнію в міжтрубному просторі підтримують тиск на 3,8-4,5атм нижче, ніж у трубчастих елементах ректифікаційної зони реактора. При використанні як рідина - холодоагент кубового продукту з випарника в міжтрубному просторі підтримують тиск на 3,0-4,3атм нижче, ніж у трубчастих елементах ректифікаційної зони реактора. При зазначених тисках рідина, використовувана як холодоагент у міжтрубному просторі ректифікаційної зони реактора, має температуру кипіння на 10-30°C нижче температури кипіння парогазової суміші в трубчастих елементах ректифікаційної зони, що забезпечує термостабілізацію масообмінної розділової поверхні шляхом контрольованого відбору тепла, яке виділяється при конденсації суміші парів, що виходять з випарника, на внутрішній поверхні трубчастих елементів ректифікаційної зони реактора, випарюванням рідини - холодоагенту в

міжтрубному просторі ректифікаційної зони реактора.

Виконання ректифікаційної зони реактора з послідовно розташованих по ходу суміші парів з випарника зміцнювальної і вичерпної частин і з'єднання реакційної зони реактора лінією подачі зворотного потоку сконденсованої фази зі зміцнювальною частиною ректифікаційної зони реактора дозволяє оптимізувати тепломасообмінні процеси ректифікації та інтенсифікувати основні технологічні процеси диспропорціювання трихлорсилану. В цьому випадку у вичерпній частині ректифікаційної зони реактора конденсат утворюється тільки за рахунок внутрішнього флегмоутворення, що поліпшує умови масообміну у вичерпній частині ректифікаційної зони реактора і обумовлює підвищення ефективності поділу парогазової суміші з випарника.

Суть технічного рішення, що заявляється, пояснюється фігурами, де на фіг. 1 приведена технологічна схема установки, що заявляється, на фіг. 2 - те ж саме з ректифікаційною зоною, яка містить зміцнювальну і вичерпну частини.

Установка, що заявляється, для одержання моносилану містить протитечійний каталітичний реактор 1 для диспропорціювання трихлорсилану з реакційною зоною 2 і ректифікаційною зоною 3, а також послідовно з'єднані з реакційною зоною 2 реактора 1 лініями 4 подачі несконденсованої фази конденсатор 5 для конденсації висококиплячих хлорсиланів і тетрахлориду кремнію і конденсатор 6 для конденсації низькокиплячих хлорсиланів. З ректифікаційною зоною 3 реактора 1 з'єднаний випарник 7 для нагрівання хлорсиланів, споряджений лінією 8 відводу рідкого продукту. Реакційна зона 2 реактора 1 споряджена лінією 9 подачі вихідного трихлорсилану і лінією 10 рециркуляції конденсату хлорсиланів з конденсатора 6. В ректифікаційній зоні 3 реактора 1 установлені вертикальні трубчасті елементи 11, які з'єднують внутрішньою порожниною реакційну зону 2 реактора 1 з випарником 7, утворюють міжтрубний простір 12, який містить холодоагент - середовище, що виконує функцію елемента (на фігурах не показаний). Міжтрубний простір 12 ректифікаційної зони 3 споряджений лінією 13 циркуляції холодоагенту 13 з встановленим у ній конденсатором 14. Як холодоагент у міжтрубному просторі 12 використовують рідину з температурою кипіння на 10-30°C нижче температури кипіння парогазової суміші в трубчастих елементах 11 ректифікаційної зони 3.

Регулювання заданого тиску в міжтрубному просторі 12 здійснюють, наприклад, за допомогою керованого клапана 15, який регулює подачу холодоагенту в конденсатор 14 і з'єднаного з датчиком 16 тиску в міжтрубному просторі 12 (див. фіг. 1).

Ректифікаційна зона 3 може містити послідовно розташовані по ходу суміші парів з випарника 7 зміцнювальну частину 17 і вичерпну частину 18, при цьому реакційна зона 2 реактора 1 з'єднана лінією 19 подачі зворотного потоку сконденсованої фази зі зміцнювальною частиною 17 ректифікаційної зони 3. Міжтрубний простір 12

зміцнювальної частини 17 і міжтрубний простір 12 вичерпної частини 18 з'єднані між собою переточними патрубками 20 і 21, відповідно, для парів рідини - холодоагенту і для сконденсованої рідини - холодоагенту (див. фіг. 2).

Заявлена установка для одержання моносилану працює таким чином.

Вихідний трихлорсилан по лінії 9 подають у реакційну зону 2 протитечійного каталітичного реактора 1 на диспропорціювання. При каталітичному диспропорціюванні трихлорсилану утворюється парогазова суміш, яка містить моносилан, проміжні хлорсилани і тетрахлорид кремнію, що конденсується і стікає у випарник 7 протитечійною висхідною потоку суміші парів з випарника 7, проходячи при цьому через ректифікаційну зону 3 реактора 1. Парогазова суміш по лінії 4 надходить у конденсатор 5, в якому підтримують температуру (-15)°C, де конденсуються тетрахлорид кремнію і висококиплячі хлорсилани. Одержаний конденсат пропускають через реакційну зону 2 і ректифікаційну зону 3 у випарник 7 протитечійною парам парогазової суміші з випарника 7. У випарнику 7 конденсат нагрівають. Хлорсилани при цьому переходять у пароподібний стан і надходять у трубчасті елементи ректифікаційної зони 3. Міжтрубний простір 12 ректифікаційної зони 3 містить холодоагент, у якості якого використовують рідину з температурою кипіння на 10-30°C нижче температури кипіння парогазової суміші в трубчастих елементах 11 ректифікаційної зони 3 реактора 1.

Як рідина - холодоагент в міжтрубному просторі 12 ректифікаційної зони 3 можуть бути використані вода або трихлорсилан, або тетрахлорид кремнію, або кубовий продукт з випарника 7, який представляє собою в сталому режимі тетрахлорид кремнію з вмістом трихлорсилану до 2%. Для забезпечення заявленої температури кипіння рідини - холодоагенту при використанні в її якості води в міжтрубному просторі 12 підтримують тиск, на 5,5-6,0атм нижче, ніж у трубчастих елементах 11 ректифікаційної зони 3. При використанні як рідина - холодоагент трихлорсилану в міжтрубному просторі 12 підтримують тиск на 0,5-3,0атм нижче, ніж у трубчастих елементах 11 ректифікаційної зони 3. При використанні як рідина-холодоагент тетрахлориду кремнію в міжтрубному просторі 12 підтримують тиск на 3,8-4,5атм нижче, ніж у трубчастих елементах 11 ректифікаційної зони 3. При використанні як рідина - холодоагент кубового продукту з випарника 7 у міжтрубному просторі 12 підтримують тиск, на 3,0-4,3атм нижче, ніж у трубчастих елементах 11 ректифікаційної зони 3.

В міжтрубному просторі 12 ректифікаційної зони 3 рідина - холодоагент стікає у виді плівки по зовнішній поверхні трубчастих елементів 11 і випаровується, відбираючи при цьому тепло, яке виділяється при конденсації суміші парів, що виходять з випарника 7, на внутрішній поверхні трубчастих елементів 11. Пари рідини - холодоагенту по лінії 13 виводять з міжтрубного простору 12 ректифікаційної зони 3 і направляють на конденсацію в конденсатор 14, подачу холодоагенту в який регулюють за допомогою керованого клапана

15 в залежності від показань датчика тиску 16, забезпечуючи таким чином заявлений тиск у міжтрубному просторі 12.

Сконденсовану в конденсаторі 14 рідину - холодоагент знову подають у міжтрубний простір 12 ректифікаційної зони 3.

Тепломасообмін у ректифікаційній зоні 3 здійснюють при температурі, близькій до температури кипіння трихлорсилану. Це сприяє одержанню на виході з ректифікаційної зони 3 у реакційну зону 2 реактора 1 парів чистого трихлорсилану і утворенню в трубчастих елементах 11 конденсату суміші хлорсиланів, який разом зі зворотним потоком конденсату хлорсиланів з реакційної зони 2 стікає у випарник 7 і омивається висхідним потоком суміші парів з випарника 7. При цьому частина тепла, що виділяється при конденсації суміші парів, витрачається на перевипар трихлорсилану з конденсату, що збільшує його вихід у реакційну зону 2. В результаті тетрахлорид кремнію в рідкому виді збирається і концентрується у випарнику 7, і не надходить у реакційну зону 2 реактора 1, а трихлорсилан і проміжні хлорсилани залишаються в пароподібному стані і не надходять у випарник 7, а повертаються в реакційну зону 2 реактора 1 на каталітичне диспропорціювання з утворенням моносилану.

При виконанні ректифікаційної зони 3 з двох послідовно розташованих по ходу суміші парів з випарника 7 частин: зміцнювальної частини 17 і вичерпної частини 18, зворотний потік сконденсованої фази з реакційної зони 2 вводять у зміцнювальну частину 17 ректифікаційної зони 3 по лінії 19, що поліпшує умови масообміну у вичерпній частині 18 ректифікаційної зони 3.

Пари рідини - холодоагенту, що утворилися в міжтрубному просторі 12 зміцнювальної частини 17, по переточному патрубку 20 надходять у міжтрубний простір 12 вичерпної частини 18, а рідина - холодоагент після конденсації в конденсаторі 14 з міжтрубного простору 12 вичерпної частини 18 надходить у міжтрубний простір 12 зміцнювальної частини 17 по переточному патрубку 21.

Одержану після відділення висококиплячих хлорсиланів у конденсаторі 5 газоподібну силанвмісну фазу, яка містить більше 60% моносилану, по лінії 4 направляють у конденсатор 6 для конденсації низькокиплячих хлорсиланів при температурі до $(-100)^{\circ}\text{C}$. Конденсат хлорсиланів, що утворюється при цьому, по лінії 10 повертають у протічній реактор 1 на диспропорціювання. На виході з конденсатора 6 одержують моносилан з вмістом трихлорсилану не більше 2об. %.

Установка, що заявляється, дозволяє інтенсифікувати основні технологічні процеси за рахунок оптимізації тепломасообмінних процесів ректифікації, 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. Були проведені чотири серії експериментів з використанням як холодоагент, що подають в міжтрубний простір ректифікаційної зони реактора, різних рідин з температурою кипіння, що заявляється: води, трихлорсилану, тетрахлориду кремнію і кубового продукту з випарника, який представляє собою тетрахлорид кремнію з вмістом трихлорсилану до 2мас. %. Процес диспропорціювання проводили при надлишковому тиску в батм, а тиск у міжтрубному просторі змінювали в межах, що заявляються, для кожної рідини - холодоагенту.

Результати дослідів оцінювали за об'ємним вмістом трихлорсилану в газоподібному моносилані і за масовим вмістом трихлорсилану в кубовому продукті. Підвищений вміст трихлорсилану в одержуваному моносилані свідчить про погіршення процесу диспропорціювання трихлорсилану внаслідок підвищеного вмісту в реакційній зоні парів тетрахлориду кремнію, що обумовлює погіршення якості одержуваного моносилану і підвищення енерговитрат. Підвищений вміст трихлорсилану в кубовому продукті призводить до зниження ступеня вилучення кремнію в придатну продукцію і також обумовлює підвищення енерговитрат.

Результати дослідів приведені в таблиці.

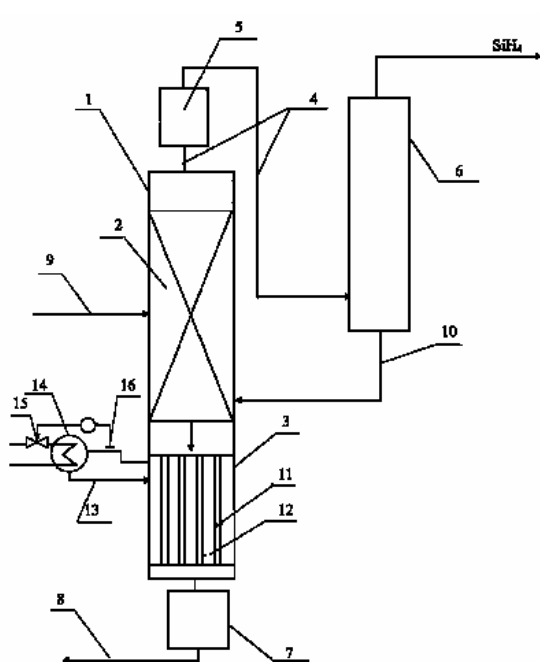
З таблиці видно, що заявлена установка забезпечує одержання моносилану, який містить не більше 2об. % трихлорсилану, з одночасним одержанням як кубовий продукт, що відбирається з випарника, практично чистого тетрахлориду кремнію (вміст трихлорсилану не перевищує 2мас. %). Ступінь вилучення кремнію в придатну продукцію при цьому склав 98,2-98,6% від стехіометрично можливого, що на 10% вище в порівнянні з прототипом.

При використанні рідини - холодоагенту, температура кипіння якої виходить за заявлені межі (у тому числі при використанні заявлених рідин - холодоагентів при підтримці тиску в міжтрубному просторі, що виходить за заявлені межі), не забезпечуються оптимальні умови для тепломасообмінних процесів ректифікації. В цих випадках процес масообміну в трубчастих елементах йде не регульовано, що призводить до розбалансування каталітичного диспропорціювання трихлорсилану, внаслідок чого знижується ступінь вилучення кремнію в придатну продукцію і зростають витрати на одержання моносилану.

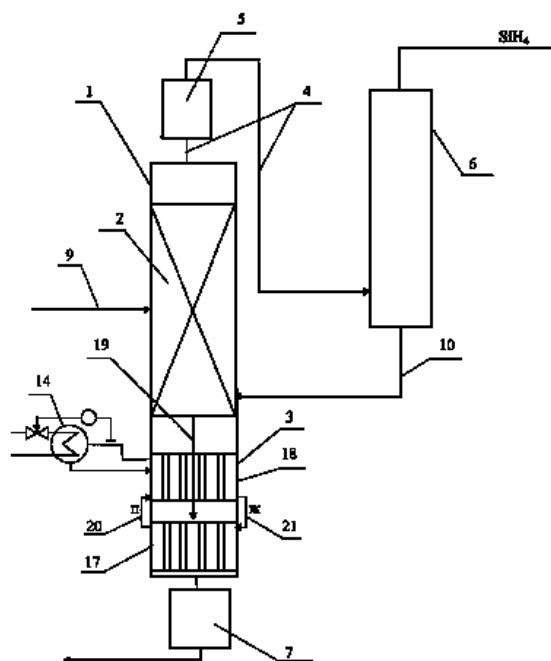
Заявлена установка для одержання моносилану каталітичним диспропорціюванням трихлорсилану може бути виготовлена на відомому устаткуванні з використанням відомих матеріалів і засобів, що підтверджує промислову придатність об'єкта.

Таблиця

| №п/п | Тиск в трубчастих елементах, надлишк. атм | Тиск в міжтрубному просторі, надлишк. атм | Різниця тисків, атм | Вміст трихлорсилану в моносилані, %об. | Вміст трихлорсилану в кубовому продукті, %мас. |
|---|---|---|---------------------|--|--|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| Холодоагент - вода | | | | | |
| 1. | 6 | 0,5 | 5,5 | 1,9 | 0,9 |
| 2. | 6 | 0,3 | 5,7 | 0,6 | 1,2 |
| 3. | 6 | 0 | 6,0 | 0,6 | 2,0 |
| Холодоагент - трихлорсилан | | | | | |
| 4. | 6 | 5,5 | 0,5 | 2,0 | 0,8 |
| 5. | 6 | 4,3 | 1,7 | 0,7 | 1,0 |
| 6. | 6 | 3,0 | 3,0 | 0,7 | 2,0 |
| Холодоагент - тетраглідрид кремнію | | | | | |
| 7. | 6 | 2,2 | 3,8 | 2,0 | 1,0 |
| 8. | 6 | 1,9 | 4,1 | 0,5 | 1,2 |
| 9. | 6 | 1,5 | 4,5 | 0,5 | 2,0 |
| Холодоагент - кубовий продукт з випарника | | | | | |
| 10. | 6 | 3,0 | 3,0 | 1,8 | 1,0 |
| 11. | 6 | 2,3 | 3,7 | 0,4 | 1,2 |
| 12. | 6 | 1,7 | 4,3 | 0,4 | 2,0 |



Фиг. 1



Фиг. 2