

Даний винахід стосується способу безперервного одержання силану SiH_4 через каталітичне диспропорціонування від трихлорсилану SiHCl_3 до SiH_4 та тетрахлориду кремнію SiCl_4 . Предметом винаходу є також установка для здійснення цього способу.

SiH_4 є виключно придатним вихідним матеріалом, з якого за певних умов після подальшого очищення через термічний розклад може бути виділений високоочищений кремній напівпровідникової якості. Потреба у чистому кремнії швидко зростає, а разом з нею - і потреба у чистому силані, відмінна придатність якого для виробництва чистого кремнію дедалі більше визнається і використовується.

Серед описаних у літературі способів одержання силану перевагу віддають одержанню з трихлорсилану через диспропорціонування. Відомо, що аміни, зокрема, третинні аміни та їхні гідрохлориди та четвертинні хлориди амонію як у рідкій (DE 3500318A1), так і у твердій формі, наприклад, зв'язані з твердим носієм, сприятливим для промислового виробництва чином прискорюють диспропорціонування трихлорсилану як каталізatori. Застосування зв'язаних із твердим носієм амінів (US-A-4701430, US-A-5026533, DE 3500318A1, DE3311650C2, DE-OS-2507864) є вигідним завдяки тому, що при цьому можна уникнути занесення забруднених амінів у реакційну газово-рідинну силано-хлорсиланову фазу.

Описані в деяких способах рідкі каталізatori мають той недолік, що вони з часом повільно виводяться з реакційної частини, оскільки ніколи повністю не відокремлюються від продуктів реакції. Залишкова кількість каталізatori на наступних етапах, а у системі циркуляції - і на додаткових етапах - призводить до виникнення проблем, оскільки вони можуть накопичуватися у певних місцях системи і там можуть каталізувати, наприклад, небажані реакції. За наявності рідкого каталізатора також не вдається рівномірно розподілити його у колоні, і він, через його питомий тиск пари концентрується у локальних осередках. Ця проблема шляхом запропонованого у DE 3500318A1 застосування двох каталізatori з різними точками кипіння хоча й не вирішується, але в усякому разі зменшується.

Як правило, диспропорціонування трихлорсилану здійснюють у кілька етапів, наприклад, у два етапи. Причому вже робилися спроби здійснення окремих етапів диспропорціонування за принципом дистиляції реактивів. Дистиляція реактивів відрізняється комбінацією реакції та дистиляційного відокремлення в одному пристрої, зокрема, у колоні. Через безперервне дистиляційне видалення компонентів з нижчою температурою кипіння у кожному елементі простору завжди підтримується оптимальний градієнт між станом рівноваги та дійсним вмістом компонентів з нижчою температурою кипіння або компонентів з найнижчою температурою кипіння, в результаті чого досягається максимальна швидкість реакції. У JP 01317114 вказується, наприклад, на дистиляцію реактивів для етапу диспропорціонування від дихлорсилану до силану та суміші трихлорсилан/тетрахлорид кремнію. У DE-OS-2162537 також вказано на дистиляцію реактивів для цього етапу диспропорціонування. Крім того, у DE-OS-2162537 також вказується на дистиляцію реактивів для етапу диспропорціонування від трихлорсилану до дихлорсилану та тетрахлориду кремнію.

З DE-OS-2507864 відомий спосіб одержання силану, який відрізняється тим, що у шар нерозчинної у реакційному середовищі аніонообмінної смоли, що містить третинні аміно- або четвертинні амонієві групи на атомі вуглецю, вводять трихлорсилан і підтримують таку температуру шару смоли, що трихлорсилан диспропорціонується з одного боку до продуктів, які збираються у шарі, а з другого боку - до тетрахлориду кремнію, який конденсується і опускається у нижню частину колоні, і тим, що температуру у верхній частині шару підтримують вище точки кипіння силану і нижче точки кипіння монохлорсилану, і з цього шару одержують силан, практично вільний від хлорсиланів.

Цей спосіб від інших відомих способів відрізняється тим, що

(1) з точки зору установки є одноступінчастим, а отже, дозволяє видобувати силан та тетрахлорид кремнію як потрібні збагачені продукти з різних місць однієї установки, що дозволяє обходитися порівняно низькими витратами на обладнання і зменшує витрату енергії; тим, що

(2) продукти силан (у концентрації від 96 до 98% SiH_4) та тетрахлорид кремнію (у концентрації, наприклад, від 70 до 80% SiCl_4) можуть бути одержані у порівняно високій концентрації без необхідності у додаткових допоміжних агрегатів; тим, що

(3) завдяки твердому нерозчинному каталізатору (далі - "каталітично активна тверда речовина"), відбувається лише незначне забруднення реакційної суміші каталізатором і, порівняно з рідкими розчинними каталізаторами, вимагається значно менше витрат на відокремлення каталізatori, а також забезпечується уникнення накопичення легких рідких каталізatori у певних частинах колоні; і тим, що

4) через принцип ректифікації реактивів зменшуються енергетичні витрати на відокремлення утворених на окремих етапах врівноваження диспропорціонування силанів або хлорсиланів.

Щоправда, значний недолік цього описаного у DE-OS-2507864 способу полягає в тому, що кількість енергії, яка витрачається на відокремлення силанів або хлорсиланів, повністю йде на забезпечення дуже низького рівня температури, який відповідає температурі конденсації. У головній частині колоні, згідно з DE-OS-2507864, має бути встановлена температура, нижча за температуру конденсації монохлорсилану SiH_2Cl , а у ділянці подачі трихлорсилану SiHCl_3 - температура, яка дозволяє випаровування трихлорсиланів. Таким чином, енергія, необхідна для випаровування різних хлорсиланів та силану в окремих відділах колоні зрештою відводиться при температурі, нижчій за температуру конденсації монохлорсилану, тобто, у межах від -50°C до -120°C , залежно від тиску. Зрозуміло, що тепловідведення до низького рівня температури є дорогим і пов'язаним з додатковими витратами енергії, які зростають зі зниженням установленої температури охолоджувального середовища.

Задача винаходу полягає в забезпеченні безперервного способу, а також установки для одержання силану через каталітичне диспропорціонування трихлорсилану до силану та тетрахлориду кремнію, у який диспропорціонування реактивно/дистиляційно відбувається на каталітично активних твердих речовинах з одержанням силану та тетрахлориду кремнію в порівняно високій концентрації, причому витрати, які вимагаються для відокремлення диспропорціонованих продуктів та їх конденсації, є зведеними до мінімуму. Тепловідведення по суті відбувається при температурному рівні, за якого охолоджувач подається з температурою, яка досягається без великих витрат, для зниження витрати на обладнання та енергію для вироблення холоду на тепловідведення для конденсації продуктів.

Згідно з винаходом, розроблено безперервний спосіб одержання SiH_4 через каталітичне

диспропорціонування трихлорсилану SiHCl_3 до силану SiH_4 та тетрахлориду кремнію SiCl_4 , який відрізняється тим, що диспропорціонування здійснюють у принаймні 2 реактивних/дистиляційних реакційних ділянках, які містять каталітично активну тверду речовину в умовах тиску у межах від 500 мбар до 50 бар, при якому зазнає проміжної конденсації у діапазоні температур від -40°C до 50°C утворена в першій реакційній ділянці низькокипляча суміш продуктів, яка містить SiH_4 , не конденсована при цьому збагачена легколеткими хлорсиланами, зокрема, дихлорсиланом SiH_2Cl_2 , монохлорсиланом SiH_3Cl та силаном SiH_4 суміш продуктів спрямовується у принаймні ще одну реактивну/дистиляційну реакційну ділянку, і конденсована у проміжному конденсаторі збагачена малолеткими хлорсиланами суміш, яка має особливо високий вміст трихлорсилану SiHCl_3 та тетрахлориду кремнію SiCl_4 , повертається до першої реакційної ділянки.

Вигідним є те, що одержана суміш продуктів, яка містить низькокиплячий SiH_4 , частково або повністю конденсується у верхньому конденсаторі.

В оптимальному варіанті диспропорціонування здійснюють у 2-10, краще - у 2-5, найкраще - у 2 реактивних/дистиляційних реакційних ділянках.

Придатні каталітично активні тверді речовини є відомими і описаними, наприклад, у DE-OS-2507864. Придатними є, наприклад, такі тверді речовини, які на каркасі з полістиролу, зшитому з дивінілбензолом, має аміно- або алкіленаміногрупи. Серед аміно- або алкіленаміногруп можна назвати, наприклад, диметиламіно-, діетиламіно-, етилметиламіно-, ди-п-пропіламіно-, діізопропіламіно-, ди-2-хлоретиламіно-, ди-2-хлорпропіламіногрупи та їх гідрохлориди або утворені з них шляхом метилування, етилування, пропілування, бутилування, гідроксietiлування або бензилування триалкіламонієві групи з хлоридом як протиіоном. Зрозуміло, що у разі четвертинних амонієвих солей або протонованих амонієвих солей спосіб винаходу, крім інших, допускає також введення каталітично активних твердих речовин з іншими аніонами, наприклад, гідроксид, сульфатом, гідросульфатом, бікарбонатом, але перетворення на хлоридну форму за реакційних умов з часом стає неминучим, що стосується також органічних гідроксигруп. Отже, перевагу віддають амонієвим солям, які містять хлорид як протиіон.

Як каталітично активні тверді речовини, придатними є, наприклад, тверді речовини, які складаються з поліакриловокислотного каркасу, зокрема поліакриламідного каркасу, які, наприклад, через алкільну групу зв'язуються з триалкілбензиламонієм.

Іншою придатною для здійснення способу даного винаходу групою каталітично активних твердих речовин є, наприклад, такі, що на полістироловому каркасі, зшитому з дивінілбензолом, мають приєднані сульфонатні групи, яким як катіони протистоять третинні або четвертинні амонієві групи.

Як правило, макропористі або мезопористі іонообмінні смоли є більш придатними ніж гелеві смоли. Іншими придатними каталітично активними твердими речовинами є, наприклад такі, що на твердому неорганічному каркасі, такому, як кремнекислота або цеоліт, мають приєднані органічні аміногрупи вищезгаданого типу, наприклад, з 3-силоксипропілдиметиламіногрупу (US-A-4701430). Придатні каталітично активні тверді речовини зазвичай застосовують у формі гранул.

Деякі придатні каталітично активні тверді речовини виробляються серійно.

Різні способи активації та попередньої обробки для цих каталізаторів є відомими спеціалістам.

В оптимальному варіанті втілення способу згідно з винаходом суміш продуктів, що містить SiH_4 , для підвищення концентрації SiH_4 ще перед конденсацією кінцевого продукту SiH_4 відокремлюють від висококиплячих хлорсиланів, що містяться в суміші. Відокремлення відбувається або при незмінному тиску, або, краще - при підвищеному відносно проміжної конденсації тиску, таким чином, щоб досягалася концентрація SiH_4 при підвищеному рівні температури, а отже, при вищій концентрації SiH_4 конденсувалася менша кількість продукту. При відокремленні одержаний хлорсилан повертається до однієї з реактивних/дистиляційних ділянок.

Різні варіанти втілення винаходу далі докладніше пояснюються за допомогою фігур та відповідних прикладів виконання. На фігурах показано:

Фігура 1. Установка для одержання силану з двома реактивними/дистиляційними реакційними ділянками, з проміжним конденсатором та інтегрованою підсилювачем і розташованим послідовно за підсилювачем зовнішнім головним конденсатором для конденсації силану;

Фігура 2. Установка для одержання силану з двома реактивними/дистиляційними реакційними ділянками, з проміжним конденсатором, інтегрованим підсилювачем та інтегрованим головним конденсатором для конденсації силану;

Фігура 3. Установка для одержання силану з двома реактивними/дистиляційними реакційними ділянками, з двома проміжними конденсаторами та інтегрованим підсилювачем і розташованим послідовно за підсилювачем зовнішнім головним конденсатором для конденсації силану;

Фігура 4. Установка для одержання силану з двома реактивними/дистиляційними реакційними ділянками, з проміжним конденсатором та інтегрованим підсилювачем, розташованим послідовно за підсилювачем зовнішнім конденсатором, розташованою за ним роздільною колоною та розташованим за роздільною колоною головним конденсатором для конденсації силану.

Фігура 5. Варіант з розташованими ззовні реакторами.

На Фігурі 1 представлено технологічну схему установки для безперервного одержання силану SiH_4 , яка має реакційну колону 1 з реактивними/дистиляційними реакційними ділянками 2 та 7 для каталітичного диспропорціонування трихлорсилану SiHCl_3 . Диспропорціонування у реакційних ділянках 2 та 7 відбувається у шарах каталізатора, які складаються з шару сипкого твердого каталітично активного матеріалу, який подають для продуктів диспропорціонування. Замість шару сипкого матеріалу у реакційній ділянці може бути передбачений також ущільнений каталізуючий матеріал.

SiHCl_3 подають у реакційну колону 1 через впускний трубопровід 3, розташований у відповідному місці колони. Наприклад, впуск може розташовуватись у відгінній частині 4, між реактивною/дистиляційною реакційною частиною 2 та відгінною частиною 4, у реактивно-дистиляційній реакційній зоні 2, у проміжному конденсаторі 6 та/або у реактивній/дистиляційній реакційній ділянці 7. У реакційних ділянках 2 та 7 через диспропорціонування SiHCl_3 утворюються пароподібна суміш продуктів, яка містить SiH_4 і піднімається у реакційній ділянці та рідка суміш, яка містить SiCl_4 і стікає у реакційну ділянку.

Рідина, яка виходить із реакційної ділянки і містить SiCl_4 , у реакційній колоні 1 надходить у розташовану в межах реактивних/дистиляційних реакційних ділянок 2 та 7 відгінну частину 4, під якою розташовано випарник відстою 5, з якого тетрахлорид кремнію SiCl_4 як відстійний продукт стікає через стік 14. Через теплообмінник 5 відбувається необхідна подача теплоти до реакційної колони для диспропорціонування SiHCl_3 .

Для суміші продуктів з вмістом SiH_4 , яка накопичується у реакційній ділянці 2, у межах реакційних ділянок 2 та 7 передбачено проміжний конденсатор 6, у якому через часткову конденсацію висококиплячих компонентів при температурі від -40°C до 50°C , краще — від -5°C до 40°C , підвищується концентрація SiH_4 , SiH_3Cl та SiH_2Cl_2 у суміші продуктів. Конденсаційна теплота відводиться охолоджувальним середовищем, яке проходить через проміжний конденсатор 6. Частка низькокиплячого продукту, яка не конденсується у проміжному конденсаторі 6, для подальшого підвищення концентрації надходить у розташовану за проміжним конденсатором у напрямку протікання цієї частки продукту другу реактивну/дистиляційну реакційну ділянку 7 і відразу після неї - у підсилювач 8. У прикладі втілення за Фігурою 1 підсилювач 8 розташовано над реактивною/дистиляційною реакційною ділянкою 7 і є інтегрованим з реакційною колоною 1. Але підсилювач може розташовуватися й за межами реакційної колони. Суміш продуктів, яка виводиться з підсилювача 8 зрештою з верхньої частини реакційної колони через витяжну трубу 9 виводиться у головний конденсатор 10, там осаджується і як така, що містить кінцевий продукт SiH_4 виводиться потоком через продуктопровід SiH_4 11. Частина одержаного SiH_4 через відгалуження 12 повертається у верхню частину реакційної колони 1. Відгалуження 12 входить у колону над підсилювачем 8.

Частка інертного газу, яка при конденсації SiH_4 утворюється у верхньому конденсаторі 10 як залишок, відводиться з верхнього конденсатора через трубу для виведення інертного газу 13.

Згідно з винаходом, у конструктивній формі за Фігурою 1 після конденсації відведеного у головній частині реакційної колони 1 продукту у верхньому конденсаторі 10 одержують силан у концентрації $>70\%$, краще — $>90\%$, ще краще — $>98\%$. При цьому згідно з винаходом після диспропорціонування SiHCl_3 у реактивній/дистиляційній реакційній ділянці 2 відбувається проміжна конденсація низькокиплячого продукту, що містить SiH_4 і спрямовується з реакційної ділянки у верхню частину реакційної колони 1. Проміжний конденсатор 6 працює при температурах, за яких відведення конденсаційної теплоти охолоджувальним середовищем є можливим ще при -40°C – 50°C , краще -5°C – 40°C , таким чином, щоб пропорційно значно менша неконденсована частина суміші продуктів, що містить SiH_4 , SiH_3Cl та SiH_2Cl_2 , спрямовувалася у передбачену винаходом другу реактивну/дистиляційну реакційну ділянку 7 та оснащений необхідними для дистиляції компонентами, наприклад, основою та прокладкою, підсилювач 8. Зрештою у верхньому конденсаторі 10 при дуже низьких температурах конденсується лише потік газу, який виходить із підсилювача.

Підсилювач 8 разом з його головним конденсатором 10 також може бути розташований за межами реакційної колони 1.

При звичайному тиску від 500 мбар до 50 бар, краще — від 1 до 10 бар, та потрібному очищенню силанового продукту головний конденсатор 10 приводиться в дію при температурах, нижчих за температуру конденсації $< -40^\circ\text{C}$, і навіть $< -60^\circ\text{C}$. Через установлення суто дистиляційного відокремлювального відділу перед конденсацією силанового кінцевого продукту та розташування дистиляційної відгінної частини 4 над випарником відстою 5 внесена енергія використовується неодноразово, а саме (1) для очищення та концентрування силану у підсилювачі 8, (2) для постійного дистиляційного видалення більш низькокиплячих відносно відповідних місцевих апаратних співвідношень проміжних продуктів або продуктів, а отже, для підвищення швидкості реакції у реактивних/дистиляційних реакційних ділянках 2 та 7, і (3) для очищення SiCl_4 у нижній частині реакційної колони. Завдяки дистиляційній відгінній частині 4 та можливості очищення з її допомогою взятого з відстою SiCl_4 з'являється ще одна перевага порівняно з відомим із DE-OS-2507864 способом, оскільки на наступну колону може припадати очищення SiCl_4 , а отже, є можливість заощадження необхідної для цього етапу енергії.

На Фігурі 2 показано другу конструктивну форму винаходу. Реакційна колона 1 за конструкцією по суті відповідає конструкції з Фігури 1. Усі деталі, які є аналогічними деталям з Фігури 1, позначено тими самими номерами. На відміну від раніше розглянутої конструкції, у конструктивній формі за Фігурою 2 головний конденсатор 10 є не зовнішнім, розташованим за межами колони, а навпаки, є інтегрованим з реакційною колоною 1. Об'єднання верхнього конденсатора 10 з реакційною колоною 1 є з одного боку компактним, а з другого боку забезпечує перевагу з точки зору безпеки, оскільки в установці зменшується затримка, що містить силан.

На Фігурі 3 як ще один приклад показано третю конструктивну форму. Ця конструктивна форма також в цілому відповідає варіанту з Фігури 1. Усі деталі, які є аналогічними деталям з Фігури 1, позначено тими самими номерами. Реакційна колона 1 у конструктивній формі згідно з Фігурою 3 є оснащеною не одним окремим, а двома проміжними конденсаторами 6 та 6'. Застосування двох або кількох проміжних конденсаторів дає можливість ексергічно вигідного відведення теплоти проміжної конденсації на різних рівнях температури з незначною різницею температур.

В оптимальному варіанті згідно з винаходом може бути передбачено від 1 до 5 проміжних конденсаторів, ще краще - від 1 до 3, найкраще - від 1 до 2.

Ще один приклад втілення згідно з винаходом представлено на Фігурі 4. Цей приклад показує застосування додатково підключеної до реакційної колони 1 з прикладу втілення 1 роздільної колони 15 для подальшого концентрування або очищення силановмісних сумішей продуктів. Усі деталі пристрою, які є аналогічними деталям з Фігури 1, позначено тими самими номерами. Роздільна колона 15 у прикладі втілення за Фігурою 4 є підключеною за конденсатором 10, який є розташованим між підсилювачем 8 та роздільною колоною 15. У конденсаторі 10 неконденсована суміш продуктів, що містить SiH_4 і витікає з підсилювача 8 через витяжну трубу 9, перед надходженням до роздільної колони 15 принаймні частково конденсується таким чином, щоб до роздільної колони 15 надходила суміш продуктів з більш високою концентрацією SiH_4 . Наприклад, конденсується принаймні 30% неконденсованої суміші продуктів, що містить SiH_4 і витікає з підсилювача 8 через витяжну трубу 9. Із утвореного в конденсаторі 10 конденсату частина повертається як флегма через відгалуження 12 у реакційну колону 1 над її підсилювачем 8. Інша

частина конденсату стискається рідинним насосом 16 і через напірний трубопровід 17 спрямовується до відокремлювальної колони 15. Коли у конденсаторі 10 конденсується лише частина суміші з підсилювача 8, решта через витяжну трубу 13 за допомогою компресора 18 відсмоктується і у стиснутому вигляді через напірний трубопровід 17' спрямовується у роздільну колону 15. В альтернативному варіанті потік 13 може спрямовуватися на переробку.

З верхньої частини роздільної колони 15 витяжна труба 19 веде до верхнього конденсатора 20, з якого одержаний конденсований і концентрований або очищений силан відводиться у трубопровід для SiH_4 продукту 21. Частина рідкого силану у відгалуження 22 спрямовується назад у роздільну колону 15. Утворена у верхньому конденсаторі як залишок частка інертного газу стікає через трубу для виведення інертного газу 23.

З відстою 24 роздільної колони 15 відстійний продукт роздільної колони відводиться через витяжну трубу для відстою 25. Частина відстійного продукту у разі потреби може через відгалуження 26 повертатися до реакційної колони 1, інша частина шляхом рециркуляції 27 після випаровування у теплообміннику 28 повертається у відстійну ділянку роздільної колони 15, ще одна частина для видалення забруднювачів шляхом вишлюзовування повністю виводиться з установки (29).

У прикладі втілення за Фігурою 4 для підвищення температури конденсації у конденсаторі 10 та для подальшого зниження енергії конденсації, що відводиться при дуже низькій температурі, через зниження повернутої кількості порівняно з прикладом втілення з Фігури 1 та повну або часткову конденсацію у конденсаторі 10 одержують рідкий або газоподібний головний продукт з низьким очищенням силану від 25% до 90%. Цей головний продукт після цього для подальшого очищення розділяють у розташованій далі роздільній колоні 15, причому встановлюють такий самий, а краще - більш високий, ніж у реакційній колоні 1 тиск, в оптимальному варіанті - від 15 до 100 бар, таким чином щоб роздільна колона 15 внаслідок цього працювала у тій самій композиції при більш високій температурі ніж реакційна колона 1. І в цьому варіанті відстійний продукт окремо розташованої роздільної колони 15, залежно від вибраних робочих умов, може містити частки трихлорсилану, дихлорсилану та монохлорсилану. Відстійний продукт через відгалуження 26 витяжної труби 25 повністю або частково повертається до реакційної колони 1.

Кількість матеріалу або матеріалів, подана до реакційної колони через впускні трубопроводи 3 та за певних умов 26, разом або окремо, за певних умов - після попередньої реакції у попередньому реакторі, залежно від тієї чи іншої композиції у відгінній частині 4, спрямовується між реактивною/дистиляційною реакційною ділянкою 2 та відгінною частиною 4, у реактивно-дистиляційну реакційну зону 2, у проміжний конденсатор 6 та/або у реактивну/дистиляційну реакційну ділянку 7.

Спосіб згідно з винаходом застосовують в умовах тиску від 500мбар до 50бар, в оптимальному варіанті - від 1бар до 10бар, найкраще - від 2бар та 5бар, у реактивній/дистиляційній реакційній ділянці з каталітично активними твердими речовинами. Через тиск регулюють температуру в системі. Температура у відділах реактивних/дистиляційних реакційних ділянок, у яких відбувається диспропорціонування, становить від -10°C до 180°C , краще - від 20°C до 110°C . Визначальну температуру регулюють залежно від діапазону стабільності застосовуваних каталітично активних твердих речовин.

Недоліком описаного вище способу дистиляційного відокремлення чистого силану шляхом накладання реакції є велика кількість теплоти, яка має відводитись при температурі конденсації силану за даного тиску, тобто, наприклад, від -50°C до -120° . Конденсація при цій температурі, як уже пояснювалося, з економічної точки зору є дуже невигідною. Кількість теплоти, яка відводиться при роботі без проміжного конденсатора належить до такого самого порядку величин, що й кількість теплоти, яка подається у відстої реакційної колони, і витрати на тепловідведення, таким чином, в цілому мають значно перевищувати витрати на внесення теплоти. Цього значною мірою можна уникнути завдяки проміжній конденсації згідно з винаходом. Наприклад, уже при застосуванні охолоджувального середовища для проміжної конденсації з температурою 25°C для охолодження газового потоку, який виходить над проміжним конденсатором або проміжними конденсаторами, до 40°C , залежно від системного тиску вдається відвести від 60% до 97% теплоти конденсації, яка має відводитись при проміжній конденсації, і таким чином, має відводитись лише від 3% до 40% теплоти конденсації при температурі конденсації силану. Однак уже над проміжним конденсатором у змонтованій на верхній реакційній ділянці 7 та/або і окремо встановленій роздільній колоні вдається досягти очищення силану до показника понад 90% SiH_4 , ще краще - понад 98% SiH_4 , причому придатний для конденсації силану конденсатор діє у головній частині роздільної колони з температурою охолоджувального середовища, яка не перевищує температуру конденсації силану.

Установки згідно з винаходом у реакційних колонах в оптимальному варіанті містять вбудовані компоненти, які забезпечують інтенсивний обмін речовин між газовою та рідинною фазами і водночас дозволяють інтенсивний контакт з твердим каталізатором. Завдяки комбінації масопередачі та реакції у реактивних/дистиляційних реакційних ділянках через швидке відокремлення утворених продуктів забезпечується достатня відстань від відповідної хімічної реакційної рівноваги, і, таким чином, реакція завжди відбувається з підвищеною швидкістю. Прикладами таких внутрішніх компонентів є основа, прокладка або контактний фільтр для введення гетерогенних каталізаторів, таких як описані, наприклад, у таких публікаціях: EP 670178A2, EP 461855A2, US-A-5026459, US-A-4536373, WO 94/08681A1, WO 94/08682A1, WO 94/08679A1, EP 470655A1, WO 97/26971A1, US-A-5308451, EP 755706A1, EP 781829A1, EP 428265A1, EP 448884A1, EP 640385A1, EP 631813A1, WO 90/02603A1, WO 97/24174A1, EP 665041A1, EP 458472A1, EP 476938A1 та німецькій заявці на корисний зразок 29807007.3. Можливим також є укладання на дистиляційний ґрунт каталітично активної твердої речовини як такої або в агломерованій формі. Згідно з цим способом, тривалість обробки, об'єм каталітично активної твердої речовини та дистиляційну селективність у реакційній ділянці орієнтують на кінетику реакції та кінетику масопередачі, причому оптимальні параметри значною мірою залежать від граничних умов, наприклад, від вибраної каталітично активної твердої речовини, системи речовин та вибраних умов тиску та температури.

В альтернативному варіанті каталітично активна тверда речовина вноситься у зовнішні реактори з необов'язково рівномірною температурою причому рідинна фаза спрямовується з реакційної колони у реактор, а звідти для відокремлення речовин - назад до реакційної колони. Для роз'єднання різних температур у межах реакційної колони та у зовнішніх реакторах можливим є підтримання постійної

температури потоків речовин між реакційною колоною та реакторами.

На Фігурі 5 представлено конструктивну форму згідно з винаходом, у якій реактивні/дистиляційні реакційні ділянки 2 та 7 з Фігур 1-4 замінено розташованими ззовні реакторами. Рідка суміш, яка витікає з дистиляційної частини 30, надходить, необов'язково через етапи відтворення теплоти 31 встановлення температурного режиму 32 у реактор 33 з проходженням згори донизу або знизу вгору, а з нього у наступний дистиляційний відділ. Елементи послідовності "дистиляційний відділ - встановлення температурного режиму - реактор" можуть розташовуватися у довільному порядку.

Диспропорціонування, яке відбувається у реакційних ділянках реакційних колон згідно з винаходом доповнюється дистиляційним відокремленням та очищенням продуктів, які містять силан або тетрахлорид кремнію і вишлюзовуються у головній та відстійній частинах реакційних колон. Дистиляційне відокремлення здійснюють за допомогою традиційних внутрішніх компонентів для дистиляції, таких, як основа, прокладка або контактний фільтр. Для витікаючих важкокиплячих компонентів SiCl_4 оптимальним є вироблення через дистиляційне відокремлення під реактивною/дистиляційною реакційною ділянкою у нижній ділянці реакційної колони значно концентрованішого тетрахлориду кремнію, що містить понад 70% SiCl_4 , краще - понад 95% SiCl_4 , найкраще — понад 99% SiCl_4 , як відстійного продукту і забирання його з відстою реакційної колони.

Список номерів для посилання

Реакційна колона	1
Реактивна/дистиляційна реакційна ділянка	2
Подача SiHCl_3	3
Дистиляційна відгінна частина	4
Випарник відстою	5
Проміжний конденсатор	6,6'
Реактивна/дистиляційна реакційна ділянка	7
Дистиляційна роздільна зона	8
Витяжка пари	9
Головний конденсатор	10
Продуктопровід SiH_4	11
Відгалуження	12
Витяжна труба для пари	13
Стік для SiCl_4	14
Роздільна колона	15
Рідинний насос	16
Напірний трубопровід	17
Компресор	18
Витяжна труба для пари	19
Головний конденсатор	20
Трубопровід для продукту SiH_4	21
Відгалуження	22
Витяжна труба для пари	23
Відстій	24
Витяжна труба для відстою	25
Відгалуження	26
Рециркуляція	27
Випарник	28
Вишлюзовування	29
Дистиляційна частина	30
Відтворення теплоти	31
Установлення температурного режиму/теплообмін	32
Реактор	33

Fig. 1

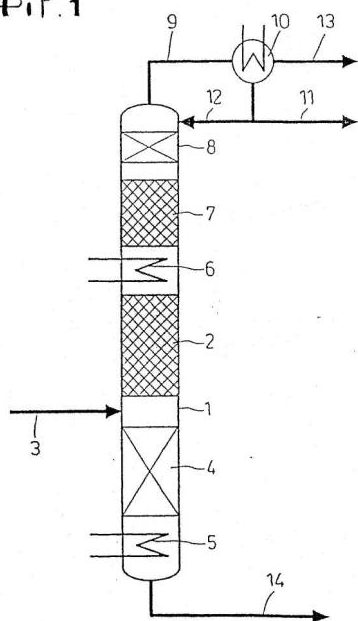


Fig. 2

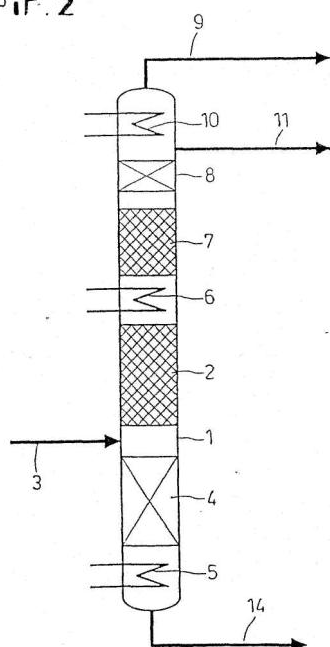


Fig. 3

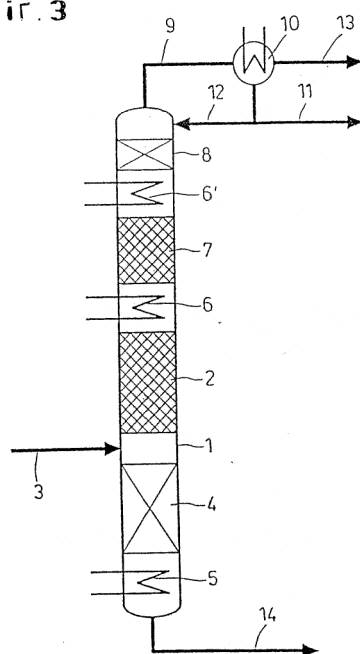


Fig. 4

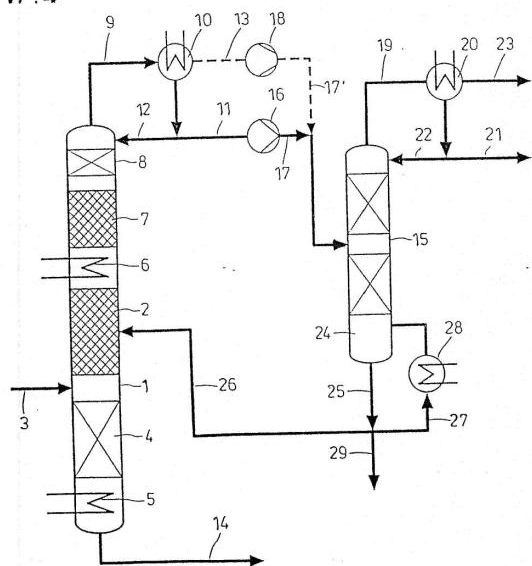


Fig. 5

