



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) UA

(11) 86790

(13) U

(51) МПК

C01B 33/107 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2013 08839**

(22) Дата подання заявки: **15.07.2013**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **10.01.2014**

(46) Публікація відомостей **10.01.2014, Бюл.№ 1**
про видачу патенту:

(72) Винахідник(и):

**Меркер Рольф Курт (DE),
Шварцман Леонід Якович (UA)**

(73) Власник(и):

**Меркер Рольф Курт,
Am Eiselfeld, 4, D-85567, Grafing b. Munchen,
Deutschland (DE),
Шварцман Леонід Якович,
бульвар Центральний, 3, кв. 13, м.
Запоріжжя, 69000 (UA)**

(74) Представник:

Чудновська Ірина Ісаївна, реєстр. №107

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ТРИХЛОРСИЛАНУ

(57) Реферат:

Спосіб одержання трихлорсилану включає взаємодію здрібненого кремнію з тетрахлоридом кремнію, воднем і хлористим воднем у реакторі з псевдозрідженим шаром з одержанням парогазової суміші, що містить трихлорсилан, тетрахлорид кремнію, водень і хлористий водень, і наступне виділення трихлорсилану з парогазової суміші конденсацією хлорсиланів з наступною ректифікацією конденсату хлорсиланів. При запуску реактора реагенти вводять у реактор поетапно, на першому етапі в реактор із завантаженим у нього здрібненим кремнієм подають хлористий водень, поступово підвищуючи швидкість його подачі до максимальної і довантажуючи здрібнений кремній, при цьому процес ведуть при тиску 2-5 атм і температурі 290-350 °С, на другому етапі підвищують температуру в реакторі до 400-550 °С і подають у нижню частину реактора перший потік тетрахлориду кремнію і водень, відповідно знижуючи швидкість подачі хлористого водню і підвищуючи швидкість подачі тетрахлориду кремнію до встановлення стаціонарного режиму при температурі 400-550 °С і тиску в реакторі 6-20 атм, на третьому етапі після встановлення стаціонарного режиму в псевдозріджений шар реактора на рівні не вище його третини подають другий потік тетрахлориду кремнію з підвищенням швидкості його подачі і відповідним зниженням швидкості подачі першого потоку тетрахлориду кремнію.

UA 86790 U

Корисна модель належить до технології напівпровідникових матеріалів і може бути використана у виробництві напівпровідникового кремнію для одержання трихлорсилану, що є вихідною сировиною для одержання напівпровідникового кремнію.

Відомий спосіб одержання трихлорсилану (РФ № 2280010, опубл. 20.07.2006 р., МПК C01B 33/107), який включає взаємодію здрібненого кремнію із хлористим воднем у реакторі з псевдозрідженим шаром з одержанням парогазової суміші, що містить трихлорсилан, тетрахлорид кремнію, водень і хлористий водень, і наступне виділення трихлорсилану з парогазової суміші конденсацією хлорсиланів з наступною ректифікацією конденсату хлорсиланів.

У відомому способі синтез трихлорсилану проводять при тиску 3,0-5,0 атм, у псевдозрідженому шарі гідрохлоруванням кремнію крупністю 100-1000 мкм при лінійній швидкості утвореної парогазової суміші в середній частині реакційної зони реактора 0,10-0,30 м/с і висоті псевдозрідженого шару 3,5-5,5 м.

Конденсацію одержаної парогазової суміші ведуть із роздільним одержанням водню, хлористого водню і конденсату хлорсиланів. Водень подають на синтез хлористого водню, а хлористий водень - на синтез трихлорсилану.

Одержаний після ректифікаційного розділення конденсату хлорсиланів тетрахлорид кремнію піддають очищенню від висококиплячих домішок ректифікацією і направляють на конверсію воднем до трихлорсилану.

Реакція взаємодії хлористого водню зі здрібненим кремнієм протікає з виділенням тепла, тоді як реакція взаємодії тетрахлориду кремнію, виділеного з парогазової суміші конденсацією хлорсиланів з наступним ректифікаційним очищенням від висококиплячих домішок, з воднем протікає з поглинанням тепла і вимагає високих енерговитрат. При цьому реакцію гідрохлорування проводять в одному реакторі, а реакцію гідрування тетрахлориду кремнію - в іншому реакторі. Це обумовлює підвищені енерговитрати, а також високі металоємність і трудовитрати, що призводить до високої собівартості одержаного трихлорсилану.

Необхідність роздільного одержання водню і хлористого водню також ускладнює спосіб і обумовлює підвищені енерговитрати, а також високі металоємність і трудовитрати.

Найближчим аналогом є спосіб одержання трихлорсилану (DE № 102009037155, заявка № 20091037155 від 04.08.2009 р, опубл. 04.11.2010 р., МПК C01B 33/107), який включає взаємодію здрібненого кремнію з тетрахлоридом кремнію, воднем і хлористим воднем у реакторі з псевдозрідженим шаром з одержанням парогазової суміші, що містить трихлорсилан, тетрахлорид кремнію, водень і хлористий водень, і наступне виділення трихлорсилану з парогазової суміші конденсацією хлорсиланів з наступною ректифікацією конденсату хлорсиланів.

У відомому способі в нижню частину першого реактора із завантаженням у нього здрібненим кремнієм подають тетрахлорид кремнію, водень і хлористий водень, а також здрібнений кремній. В результаті взаємодії зазначених реагентів утворюється парогазова суміш, що містить трихлорсилан, тетрахлорид кремнію, водень і хлористий водень.

На виході парогазової суміші з реактора встановлений сепаратор для уловлювання часток кремнію заданого розміру.

Для зниження кількості неактивних часток кремнію в реакційному об'ємі реактора передбачене періодичне або безперервне вивантаження частини кремнію з псевдозрідженого шару реактора з подачею його в додатковий реактор на взаємодію з тетрахлоридом кремнію, воднем і хлористим воднем. Температуру і/або тиск у додатковому реакторі встановлюють більш високими в порівнянні з першим реактором, а одержану в другому реакторі парогазову суміш повертають у перший реактор.

Недоліком відомого способу є високі енерговитрати на синтез трихлорсилану, а також високі металоємність і трудовитрати, обумовлені необхідністю використання двох реакторів. Крім цього відомий спосіб характеризується нерівномірною швидкістю реакції гідрування по висоті псевдозрідженого шару. Водень, необхідний для взаємодії з тетрахлоридом кремнію, подається в реактор, а також утворюється в результаті взаємодії кремнію з хлористим воднем. Оскільки тетрахлорид кремнію подається в нижню частину реактора, а концентрація водню зростає по висоті псевдозрідженого шару, у реакторі створюються нерівномірні умови для проходження реакції гідрування, що обумовлює недостатньо високий вихід трихлорсилану і погіршує умови конденсації парогазової суміші, що утворюється. Ці фактори також обумовлюють високі енерговитрати на синтез трихлорсилану, а також високі металоємність і трудовитрати і, як наслідок, високу собівартість трихлорсилану.

В основу корисної моделі поставлена задача вдосконалення способу одержання трихлорсилану, в якому за рахунок нової послідовності дій і нових умов їх здійснення

забезпечується оптимізація умов протікання хімічних реакцій у реакторі з псевдозрідженим шаром, за рахунок чого досягається зниження енерговитрат на синтез трихлорсилану, зниження металоємності і трудовитрат, і, як наслідок, зниження собівартості продукції.

Поставлена задача вирішується тим, що у відомому способі одержання трихлорсилану, який включає взаємодію здрібненого кремнію з тетрахлоридом кремнію, воднем і хлористим воднем у реакторі з псевдозрідженим шаром з одержанням парогазової суміші, що містить трихлорсилан, тетрахлорид кремнію, водень і хлористий водень, і наступне виділення трихлорсилану з парогазової суміші конденсацією хлорсиланів з наступною ректифікацією конденсату хлорсиланів, згідно з корисною моделлю, при запуску реактора реагенти вводять у реактор поетапно, на першому етапі в реактор із завантаженим у нього здрібненим кремнієм подають хлористий водень, поступово підвищуючи швидкість його подачі до максимальної і довантажуючи здрібнений кремній, при цьому процес ведуть при тиску 2-5 атм і температурі 290-350 °С, на другому етапі підвищують температуру в реакторі до 400-550 °С і подають у нижню частину реактора перший потік тетрахлориду кремнію і водень, відповідно знижуючи швидкість подачі хлористого водню і підвищуючи швидкість подачі тетрахлориду кремнію до встановлення стаціонарного режиму при температурі 400-550 °С і тиску в реакторі 6-20 атм, на третьому етапі після встановлення стаціонарного режиму в псевдозріджений шар реактора на рівні не вище його третини подають другий потік тетрахлориду кремнію з підвищенням швидкості його подачі і відповідним зниженням швидкості подачі першого потоку тетрахлориду кремнію.

Згідно з корисною моделлю, підвищення швидкості подачі другого потоку тетрахлориду кремнію і відповідне зниження швидкості подачі першого потоку тетрахлориду кремнію здійснюють до досягнення їх співвідношення 1:0,8-1:1,2.

Згідно з корисною моделлю, при крупності часток кремнію 500-1200 мк у реактор додатково подають інертний відносно хлорсиланів газ.

Згідно з корисною моделлю, регулювання температури в реакторі здійснюють за допомогою плівкового водяного охолодження.

Згідно з корисною моделлю, підвищення швидкості подачі першого потоку тетрахлориду кремнію здійснюють до встановлення стаціонарного режиму, при якому співвідношення водню, хлористого водню і тетрахлориду кремнію становить (2:1:0,8)-(1,8:1:9), при цьому процес ведуть при тиску 8-12 атм і температурі 450-500 С.

Згідно з корисною моделлю, співвідношення тетрахлориду кремнію, що подають в нижню частину реактора, і водню становить 1:(0,5-2).

Згідно з корисною моделлю, одержаний після конденсації хлорсиланів з парогазової суміші абгазний водень використовують як водень, що подають в нижню частину реактора.

Згідно з корисною моделлю, тетрахлорид кремнію, одержаний після виділення трихлорсилану ректифікацією з конденсату хлорсиланів, використовують як тетрахлорид кремнію, що подають в нижню частину реактора і/або в псевдозріджений шар реактора на рівні не вище його третини.

Причинно-наслідковий зв'язок між сукупністю ознак, що заявляються, та технічним результатом полягає в наступному.

Нова послідовність дій і нові умови їх здійснення, а саме:

- поетапне введення реагентів у реактор при його запуску;

- подача на першому етапі в реактор із завантаженим у нього здрібненим кремнієм хлористого водню з поступовим підвищенням швидкості його подачі до максимальної і довантаженням здрібненого кремнію та ведення процесу при тиску 2-5 атм і температурі 290-350 °С;

- підвищення температури в реакторі до 400-550 °С на другому етапі і подача в нижню частину реактора першого потоку тетрахлориду кремнію і водню при відповідному зниженні швидкості подачі хлористого водню і підвищенні швидкості подачі тетрахлориду кремнію до встановлення стаціонарного режиму при температурі 400-550 °С і тиску в реакторі 6-20 атм;

- подача на третьому етапі після встановлення стаціонарного режиму в псевдозріджений шар реактора на рівні не вище його третини другого потоку тетрахлориду кремнію з підвищенням швидкості його подачі і відповідним зниженням швидкості подачі першого потоку тетрахлориду кремнію;

у сукупності з відомими ознаками корисної моделі забезпечують оптимізацію умов протікання хімічних реакцій у реакторі з псевдозрідженим шаром, за рахунок чого досягається зниження енерговитрат на синтез трихлорсилану, зниження металоємності і трудовитрат і, як наслідок, зниження собівартості продукції.

Поетапне введення реагентів у реактор при його запуску забезпечує оптимізацію умов протікання хімічних реакцій у реакторі, що поєднує в одному реакційному об'ємі реакції гідрохлорування, що протікають із виділенням тепла, і реакції гідрування, що протікають з поглинанням тепла, скоротивши при цьому час виходу на стаціонарний режим. Це забезпечує

5 зниження енерговитрат на синтез трихлорсилану, а також зниження металоємності і трудовитрат за рахунок використання одного реактора.

При подачі на першому етапі в реактор із завантаженим у нього здрібненим кремнієм хлористого водню за рахунок виділення тепла при реакції гідрохлорування забезпечується розігрів реактора до встановлених температур. Поступове підвищення швидкості подачі

10 хлористого водню до максимальної з довантаженням здрібненого кремнію і ведення процесу при тиску 2-5 атм і температурі 290-350 °C у реакторі забезпечують оптимальні умови для протікання реакції гідрохлорування, тобто взаємодії здрібненого кремнію із хлористим воднем з утворенням трихлорсилану, тетрахлориду кремнію, водню і хлорсиланів. При цьому в реакторі створюється стабільний псевдозріджений шар, внаслідок чого реакції взаємодії реагентів

15 протікають активніше. Крім цього знижується пиловинос із реактора дрібних часток кремнію, що знижує енерговитрати, металоємність і трудовитрати.

За рахунок тепла реакції гідрохлорування при переході до другого етапу для підйому температури в реакторі до рівня 400-550 °C не витрачається додаткова енергія, а регулювання температури здійснюється зміною режиму водоохолодження реактора, що дозволяє знизити

20 енерговитрати.

При подачі на другому етапі в нижню частину реактора першого потоку тетрахлориду кремнію і водню відбувається взаємодія тетрахлориду кремнію з воднем і кремнієм (реакція гідрування) з утворенням трихлорсилану, хлористого водню і хлорсиланів. При цьому на ендотермічну реакцію гідрування витрачається тепло, яке виділяється при протіканні

25 екзотермічної реакції гідрохлорування, що дозволяє знизити енерговитрати на синтез трихлорсилану.

На другому етапі швидкість подачі хлористого водню знижують, а швидкість подачі тетрахлориду кремнію відповідно підвищують, що дозволяє зберегти стабільний псевдозріджений шар у реакторі для більш повного протікання реакцій взаємодії реагентів.

30 Швидкість подачі тетрахлориду кремнію підвищують до встановлення стаціонарного режиму при температурі 400-550 °C і тиску в реакторі 6-20 атм. Фактом установлення стаціонарного режиму в реакторі є рівноважний стан між теплом, що виділяється при реакції гідрохлорування, і теплом, що поглинається при реакції гідрування, про що свідчить відключення водоохолодження реактора.

35 Заявлені режими проведення реакцій синтезу трихлорсилану (температура і тиск) є оптимальними і установлені експериментально.

Проведення процесу при температурі нижче 400 °C и тиску нижче 6 атм обумовлює зниження продуктивності процесу.

40 Проведення процесу при тиску вище 20 атм і температурі вище 550 °C недоцільно, тому що не забезпечує підвищення продуктивності, а призводить до підвищення енерговитрат і металоємності.

Найкращими умовами проведення процесу синтезу трихлорсилану є температура 450-500 °C и тиск 8-12 атм. При цих умовах стаціонарному режиму відповідає співвідношення водню, хлористого водню і тетрахлориду кремнію, яке дорівнює (2:1:0,8)-(1,8:1:9).

45 Зниження частки тетрахлориду кремнію в зазначеному співвідношенні нижче заявленої призводить до зменшення швидкості реакції гідрування та погіршення умов конденсації, що обумовлює підвищення енерговитрат.

Підвищення частки тетрахлориду кремнію в зазначеному співвідношенні вище заявленої також знижує швидкість реакції гідрування та обумовлює підвищення енерговитрат.

50 На третьому етапі після встановлення стаціонарного режиму подача в псевдозріджений шар реактора на рівні не вище його третини другого потоку тетрахлориду кремнію також забезпечує створення оптимальних умов для протікання реакцій взаємодії в реакторі. Для проходження реакції гідрування в нижню частину реактора подається водень для взаємодії з тетрахлоридом кремнію. Крім цього водень виділяється в реакційному об'ємі в результаті реакції

55 гідрохлорування, тому по висоті реактора відбувається підвищення концентрації водню і введення другого потоку тетрахлориду кремнію в псевдозріджений шар реактора на рівні не вище його третини інтенсифікує реакції гідрування, що забезпечує оптимізацію умов протікання хімічних реакцій по всій висоті псевдозрідженого шару.

60 Підвищення швидкості подачі другого потоку тетрахлориду кремнію і відповідне зниження швидкості подачі першого потоку тетрахлориду кремнію також дозволяє зберегти стабільний

псевдозріджений шар у реакторі для більш повного протікання реакцій взаємодії реагентів і зниження пиловитрату та, як наслідок, зниження енерговитрат.

Підвищення швидкості подачі другого потоку тетрахлориду кремнію і відповідне зниження швидкості подачі першого потоку тетрахлориду кремнію здійснюють до досягнення їх співвідношення 1:0,8-1:1,2.

Заявлене співвідношення швидкостей подачі потоків тетрахлориду кремнію є оптимальним і встановлено експериментально. Саме при такому співвідношенні швидкостей по всій висоті псевдозрідженого шару в реакторі забезпечується створення оптимальних умов для протікання реакцій взаємодії реагентів.

У реактор додатково може подаватися інертний відносно хлорсиланів газ при крупності часток кремнію 500-1200 мк. Як такий газ можуть бути використані, наприклад, азот, аргон, гелій.

Додаткова подача в реактор інертного відносно хлорсиланів газу при використанні більш крупних часток кремнію дозволяє підвищити швидкість газів у реакторі для підтримки стабільного псевдозрідженого шару, а також дозволяє знизити витрати, пов'язані з тонким здрібнюванням кремнію і підвищенням внаслідок цього пиловитрату.

Регулювання температури в реакторі може бути здійснене за допомогою плівкового водяного охолодження.

Плівкове водяне охолодження - це менш інерційний процес у порівнянні з прямим охолодженням рідиною, тому здійснення регулювання температури в реакторі за допомогою плівкового водяного охолодження дозволяє оптимізувати умови протікання хімічних реакцій у реакторі, точно встановлюючи досягнення стаціонарного режиму в ньому, що також забезпечує зниження енерговитрат на синтез трихлорсилану.

Оптимальне співвідношення тетрахлориду кремнію, що подають в нижню частину реактора, і водню становить 1: (0,5-2).

При такому співвідношенні тетрахлориду кремнію, що подають в нижню частину реактора, і водню забезпечується оптимізація умов протікання хімічних реакцій по всій висоті псевдозрідженого шару реактора, оскільки для взаємодії з воднем, що утворюється в результаті реакції гідрохлорування, вводиться другий потік тетрахлориду кремнію в псевдозріджений шар реактора на рівні не вище його третини.

Одержаний після конденсації хлорсиланів з парогазової суміші абгазний водень може бути використаний як водень, що подають в нижню частину реактора. У цьому випадку забезпечується зниження енерговитрат, пов'язаних з одержанням частини водню і розподілом абгазного водню на хлористий водень і водень, внаслідок того, що заявлений спосіб передбачає введення в один реакційний об'єм і водню і хлористого водню. Цим же обумовлюється зниження металоємності і трудовитрат.

Одержаний після ректифікаційного виділення трихлорсилану з конденсату хлорсиланів тетрахлорид кремнію може бути використаний як тетрахлорид кремнію, що подають в нижню частину реактора і/або в псевдозріджений шар реактора на рівні не вище його третини. У цьому випадку також знижуються енерговитрати, знижується металоємність і трудовитрати, оскільки не потрібне додаткове очищення тетрахлориду кремнію від домішок.

Таким чином, заявлений спосіб забезпечує оптимізацію умов протікання хімічних реакцій у реакторі з псевдозрідженим шаром, за рахунок чого досягається зниження енерговитрат на синтез трихлорсилану, зниження металоємності і трудовитрат і, як наслідок, зниження собівартості продукції.

Заявлений спосіб здійснюють таким чином.

У реактор завантажують здрібнений кремній і подають у нього реагенти поетапно. На першому етапі в реактор подають хлористий водень з поступовим підвищенням швидкості його подачі до максимальної і довантаженням здрібненого кремнію, при цьому процес гідрохлорування ведуть при тиску 2-5 атм і температурі 290-350 °С.

При крупності часток кремнію 500-1200 мк у реактор додатково можуть подавати інертний відносно хлорсиланів газ, наприклад, азот, аргон, гелій.

Регулювання температури в реакторі може здійснюватися за допомогою плівкового водяного охолодження.

На другому етапі підвищують температуру в реакторі до 400-550 °С, при цьому для підвищення температури в реакторі не витрачається енергія ззовні, а використовується тепло, що виділяється в результаті екзотермічної реакції гідрохлорування. Потім у нижню частину реактора подають перший потік тетрахлориду кремнію і водень при відповідному зниженні швидкості подачі хлористого водню і підвищенні швидкості подачі тетрахлориду кремнію до встановлення стаціонарного режиму при температурі 400-550 °С і тиску в реакторі 6-20 атм.

Найкращими умовами проведення процесу синтезу трихлорсилану є температура 450-500 °C и тиск 8-12 атм, при яких стаціонарному режиму відповідає співвідношення водню, хлористого водню і тетрахлориду кремнію, що дорівнює (2:1:0,8)-(1,8:1:9).

Оптимальне співвідношення тетрахлориду кремнію, що подають в нижню частину реактора, і водню становить 1:(0,5-2).

Фактом встановлення стаціонарного режиму в реакторі є рівноважний стан між теплом, що виділяється при реакції гідрохлорування, і теплом, що поглинається при реакції гідрування, про що свідчить відключення водоохолодження реактора.

На третьому етапі після встановлення стаціонарного режиму в псевдозріджений шар реактора на рівні не вище його третини подають другий потік тетрахлориду кремнію з підвищенням швидкості його подачі і відповідним зниженням швидкості подачі першого потоку тетрахлориду кремнію.

Оптимальним співвідношенням швидкостей подачі потоків тетрахлориду кремнію є 1:0,8-1:1,2.

Подальший процес одержання трихлорсилану ведуть у сталому стаціонарному режимі, який характеризується рівноважним станом між теплом, що виділяється при реакції гідрохлорування, і теплом, що поглинається при реакції гідрування. Одержану парогазову суміш, що містить трихлорсилан, тетрахлорид кремнію, водень і хлористий водень, направляють на конденсацію, в результаті якої одержують конденсат хлорсиланів і абгазний водень, що містить водень і хлористий водень. Трихлорсилан виділяють із конденсату хлорсиланів ректифікацією.

Як водень, що подають в нижню частину реактора, може бути використаний абгазний водень, одержаний після конденсації хлорсиланів з парогазової суміші.

Як тетрахлорид кремнію, що подають в нижню частину реактора і/або в псевдозріджений шар реактора не вище його третини, може бути використаний тетрахлорид кремнію, одержаний після виділення трихлорсилану з конденсату хлорсиланів ректифікацією.

Спосіб, що заявляється, був випробуваний на дослідній установці на фірмі Verfahrensntchnik Schwedt/Oder GmbH, (Німеччина).

В процесі випробувань були експериментально встановлені оптимальні співвідношення реагентів, оптимальні режими проведення процесу одержання трихлорсилану при суміщенні реакцій гідрохлорування і гідрування в одному реакційному об'ємі і заявленій послідовності дій при запуску реактора.

Таким чином, що заявлений спосіб забезпечує оптимізацію умов протікання хімічних реакцій у реакторі з псевдозрідженим шаром, за рахунок чого досягається зниження енерговитрат на синтез трихлорсилану, зниження металоємності і трудовитрат і, як наслідок, зниження собівартості продукції.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

1. Спосіб одержання трихлорсилану, який включає взаємодію здрібненого кремнію з тетрахлоридом кремнію, воднем і хлористим воднем у реакторі з псевдозрідженим шаром з одержанням парогазової суміші, що містить трихлорсилан, тетрахлорид кремнію, водень і хлористий водень, і наступне виділення трихлорсилану з парогазової суміші конденсацією хлорсиланів з наступною ректифікацією конденсату хлорсиланів, який **відрізняється** тим, що при запуску реактора реагенти вводять у реактор поетапно, на першому етапі в реактор із завантаженим у нього здрібненим кремнієм подають хлористий водень, поступово підвищуючи швидкість його подачі до максимальної і довантажуючи здрібнений кремній, при цьому процес ведуть при тиску 2-5 атм і температурі 290-350 °C, на другому етапі підвищують температуру в реакторі до 400-550 °C і подають у нижню частину реактора перший потік тетрахлориду кремнію і водень, відповідно знижуючи швидкість подачі хлористого водню і підвищуючи швидкість подачі тетрахлориду кремнію до встановлення стаціонарного режиму при температурі 400-550 °C і тиску в реакторі 6-20 атм, на третьому етапі після встановлення стаціонарного режиму в псевдозріджений шар реактора на рівні не вище його третини подають другий потік тетрахлориду кремнію з підвищенням швидкості його подачі і відповідним зниженням швидкості подачі першого потоку тетрахлориду кремнію.
2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що підвищення швидкості подачі другого потоку тетрахлориду кремнію і відповідне зниження швидкості подачі першого потоку тетрахлориду кремнію здійснюють до досягнення їх співвідношення 1:0,8-1:1,2.
3. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що при крупності часток кремнію 500-1200 мк у реактор додатково подають інертний відносно хлорсиланів газ.

4. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що регулювання температури в реакторі здійснюють за допомогою плівкового водяного охолодження.
5. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що підвищення швидкості подачі першого потоку тетрахлориду кремнію здійснюють до встановлення стаціонарного режиму, при якому співвідношення водню, хлористого водню і тетрахлориду кремнію становить (2:1:0,8) - (1,8:1:9), при цьому процес ведуть при тиску 8-12 атм і температурі 450-500 °С.
6. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що співвідношення тетрахлориду кремнію, що подають в нижню частину реактора, і водню становить 1: (0,5-2).
7. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що отриманий після конденсації хлорсиланів з парогазової суміші абгазний водень використовують як водень, що подають в нижню частину реактора.
8. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що тетрахлорид кремнію, отриманий після виділення трихлорсилану ректифікацією з конденсату хлорсиланів, використовують як тетрахлорид кремнію, що подають в нижню частину реактора і/або в псевдозріджений шар реактора на рівні не вище його третини.

Комп'ютерна верстка А. Крулевський

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601