



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 358 614**

51 Int. Cl.:  
**C01B 33/107** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07712268 .7**

96 Fecha de presentación : **21.02.2007**

97 Número de publicación de la solicitud: **1991501**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **19.11.2008**

54 Título: **Reciclamiento de compuestos que hierven a altas temperaturas dentro de un conjunto de tratamiento de clorosilanos.**

30 Prioridad: **03.03.2006 DE 10 2006 009 954**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**12.05.2011**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**12.05.2011**

73 Titular/es: **WACKER CHEMIE AG.**  
**Hanns-Seidel-Platz 4**  
**81737 München, DE**

72 Inventor/es: **Fabry, Laszlo;**  
**Pätzold, Uwe y**  
**Stepp, Michael**

74 Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

ES 2 358 614 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Reciclamiento de compuestos que hierven a altas temperaturas dentro de un conjunto de tratamiento de clorosilanos.

5 El invento se refiere a un procedimiento para el reciclamiento de compuestos que hierven a altas temperaturas dentro de un conjunto de tratamiento de clorosilanos.

10 En los diferentes procesos parciales de tratamiento de un silicio policristalino resultan diversos compuestos clorosilanos, entre otros unos di- y oligo-clorosilanos que hierven a altas temperaturas (HS, acrónimo de hoch siedende). Los conceptos de "compuesto que hierve a una alta temperatura", "di- y oligo-clorosilanos que hierven a altas temperaturas" o "compuestos que hierven a altas temperaturas" designan en este contexto a un compuesto que se compone de silicio, cloro y eventualmente hidrógeno, oxígeno y carbono, y que tiene un punto de ebullición más alto que el tetraclorosilano (57°C/a 1.013 hPa). De manera preferida, se trata de unos disilanos  $H_nCl_{6-n}Si_2$  ( $n = 0 - 4$ ) y de unos oligo(cloro)silanos de más alto orden, de manera preferida con 2 a 4 átomos de Si, así como de unos disiloxanos  $H_nCl_{6-n}Si_2O$  ( $n = 0 - 4$ ) y de unos siloxanos de más alto orden, de manera preferida con 2 a 4 átomos de Si, inclusive unos oligosiloxanos cíclicos así como sus derivados con metilo. En lo sucesivo, los silanos que hierven a bajas temperaturas con un punto de ebullición de  $< 40^\circ C$  en condiciones atmosféricas (1.013 hPa) son denominados abreviadamente como NS (acrónimo de nieder siedende).

20 Tanto la síntesis del triclorosilano (TCS) a partir de un silicio metalúrgico y de HCl, así como también la deposición de un silicio policristalino (Poly) a partir de triclorosilano, se basan en unos procesos térmicos en equilibrio de clorosilanos, tal como se describen por ejemplo en las citas de E. Sirtl, K. Reuschel, Z. anorg. allg. Chem. 332, 113-216, 1964 o de L.P. Hunt, E. Sirtl, J. Electrochem. Soc. 119(12), 1741-1745, 1972. En la síntesis del triclorosilano resultan por consiguiente, junto a triclorosilano y tetracloruro de silicio (STC), también ciertos di- y mono-clorosilanos, así como unos HS, correspondientemente a un equilibrio térmico. El triclorosilano en bruto procedente de la síntesis del triclorosilano contiene 0,05 - 5 % de estos HS. Además, en el caso de la producción del triclorosilano en bruto resultan aproximadamente 20 ppm (partes por millón) de diferentes compuestos de boro, hasta 200 ppm de  $TiCl_4$ , e inclusive otros cloruros de metales, tales como p.ej.  $FeCl_2$ ,  $FeCl_3$  y  $AlCl_3$ . Éstos tienen que ser separados con respecto de los productos triclorosilano y tetracloruro de silicio.

30 Se conocen ciertos procedimientos para la separación de triclorosilano y de tetracloruro de silicio con respecto de los HS antes mencionados. Así, los documentos de patentes de los EE.UU. US 5.252.307, US 5.080.804, US 4.690.810 ó US 4.252.780 describen el aumento de la concentración de las fracciones de HS que están impurificadas con cloruros de metales, en la parte de salida de burbujas, hasta llegar a una proporción de 1 % en peso - 50 % en peso, la subsiguiente hidrólisis y la evacuación a vertederos como un residuo de la hidrólisis. Estos procedimientos causan pérdidas de silicio y de cloro así como problemas en la evacuación a vertederos del material hidrolizado y de las resultantes aguas residuales que contienen ácido clorhídrico [M.G. Kroupa en Proceedings Silicon for the Chemical Industry (Actas sobre silicio para la industria química) VI, páginas 201-207, Loen, Noruega, 17-21 Junio de 2002].

35 Otras indeseadas fracciones de clordisiloxanos que hierven a altas temperaturas resultan en el caso de la destilación y la purificación por hidrólisis parcial de clorosilanos. Estas fracciones de compuestos que hierven a altas temperaturas se evacuan hasta ahora asimismo como residuos de hidrólisis y como aguas residuales que contienen ácido clorhídrico, tal como se describen p.ej. en los documentos US 6.344.578 B1, US 3.540.861 ó US 4.374.110.

40 Además, a la vez se ha deducido teóricamente [E. Sirtl, K. Reuschel, Z. anorg. allg. Chem. 332, 113-216, 1964; E. Sirtl y colaboradores, J. Electrochem. Soc. 121, 919-, 1974; V. F. Kochubei y colaboradores, Kinet. Katal., 19(4), 1084, 1978], así como también se ha comprobado analíticamente [V.S. Ban y colaboradores, J. Electrochem. Soc. 122, 1.382-, 1975], que resultan HS (hexa-, penta-, tetra- y tri-clordisilanos) también en el caso de la deposición de un silicio policristalino a partir de triclorosilano. Éstos HS muy puros en lo que respecta a las compuestos dopantes y a los metales, se encuentran en la fracción de salida de burbujas de la destilación del material policondensado, la cual se puede convertir con tetracloruro de silicio a 600 - 1.200°C [documento de solicitud de patente internacional WO02/100776 A1].

45 Los HS se pueden disociar también en un proceso de conversión a baja temperatura en el reactor de capa fluidizada en presencia de hidrógeno [documento de solicitud de patente japonesa JPHeil-188414 de Osaka Titanium 1988].

50 Los policlorosilanos ( $Si_nCl_{2n+2}$ ;  $4 \geq n \geq 2$ ), en particular el  $Si_2Cl_6$  (HCDS), se descomponen a  $\geq 700^\circ C$  en presencia de núcleos de cristalización (gérmenes) de cristales de silicio o respectivamente junto a un alma de silicio calentada (documento de patente europea EP282037 de Mitsubishi 1988). Además, es conocido que a partir de los gases de escape de la disposición de deposición de un silicio policristalino se puede aislar un HCDS muy puro [documento WO2002012122 de Mitsubishi, 2002]. Con HCl, la disociación de policlorosilanos en presencia de carbón activo ya puede tener lugar a unas temperaturas comprendidas entre 30 y 150°C [documento JP09-263405 de Tokuyama 1996]. La reacción de esta fracción de HS en común con tetracloruro de silicio e hidrógeno se puede efectuar en un reactor de alta temperatura [Dow Corning 2001 [documento de solicitud de patente de los EE.UU. US2002/0187096]]. Los disilanos procedentes de la síntesis directa de compuestos orgánicos de silicio se pueden convertir a 300°C asimismo en triclorosilano y/o tetracloruro de silicio [documento US 6.344.578 B1 de Wacker

2000]. La disociación a bajas temperaturas se efectúa en presencia de catalizadores nucleófilos [F. Hoefler y colaboradores, Z. anorg. allg. Chem. 428, 75-82, 1977; documento de patente alemana DE3503262 de Wacker 1985; G. Laroze y colaboradores, Proceedings Silicon for the Chemical Industry III, páginas 297-307, Trondheim, Noruega, 1996; W.-W. du Mont y colaboradores, Organosilicon Chemistry V (Química de compuestos orgánicos de silicio V), septiembre de 2001, Chem. Abst., 142:155991; G. Roewer y colaboradores, Silicon carbide - a survey in Structure and Bonding (Carburo de silicio - una recopilación en estructura y unión) 101, páginas 69-71, Springer 2002]. Ciertos ácidos de Lewis tales como el  $\text{AlCl}_3$  pueden catalizar asimismo la disociación del enlace Si-Si [A. Gupper y colaboradores, Eur. J. Inorg. Chem, 8, 2.007-2.011, 2001].

10 El documento de solicitud de patente europea EP 1.262.483 A divulga un procedimiento para la preparación de silanos a partir de cloruro de hidrógeno gaseoso y de unos partícipes en la reacción, que se escogen entre silicio metálico y di- y oligo-silanos, por lo tanto, entre compuestos que hierven a altas temperaturas (página 2, columna 1, línea 1 hasta columna 2, línea 53).

15 El documento EP 1.249.453 A1 describe un procedimiento continuo para la síntesis directa de silanos de la fórmula general (1)  $\text{R}_a\text{SiCl}_{4-a}$  mediante reacción de silicio metálico en forma de partículas finas con un R-Cl en una capa fluidizada (siendo  $a = 0, 1, 2, 3$  ó  $4$  y  $\text{R} =$  hidrógeno, metilo o etilo).

Todos estos procedimientos destinados a la eliminación de HS indeseados desde unos procesos destinados a la obtención de un silicio policristalino implican un alto esfuerzo técnico para las etapas de evacuación a vertederos, separación y purificación. Además, no se pueden evitar unas pérdidas de cloro y de silicio.

20 La descomposición térmica de los HS en presencia de tetracloruro de silicio e hidrógeno es conocida a partir del documento JPHei1-188414 de la entidad Osaka-Titanium.

El presente invento se refiere a un procedimiento para la preparación de triclorosilano mediante reacción de un silicio metalúrgico y HCl en un reactor de capa fluidizada a una temperatura de  $290^\circ\text{C}$  hasta  $400^\circ\text{C}$ , el cual está caracterizado porque un compuesto que hierve a una alta temperatura se alimenta al reactor de capa fluidizada.

25 Los HS proceden de manera preferida de los gases de escape, que resultan en el caso de la preparación de un silicio policristalino o en el caso de la preparación de triclorosilano. El procedimiento conforme al invento hace posible, por consiguiente, una elevación del rendimiento de triclorosilano en el caso de la preparación en un reactor de capa fluidizada y de un barato reciclamiento de los HS. Él minimiza las pérdidas de silicio y descarga al medio ambiente mediante una reducción del consumo de espacio de vertederos y de productos hidrolizados más ácidos.

30 La Fig. 1 muestra a modo de ejemplo un conjunto de tratamiento de clorosilanos que comprende una forma de realización del proceso de devolución conforme al invento (4/10) de los HS desde los gases de escape, que resultan en el caso de la preparación de triclorosilano en un reactor de capa fluidizada (3) o en el caso de la preparación de un silicio policristalino (disposición de deposición 2).

35 Los gases de escape (7) procedentes del reactor de capa fluidizada (3) se introducen en este caso a través de un sistema de separación de polvo, que es por lo general un filtro de polvo (13) y un sistema de condensación (14), en una columna de separación (1a y 1b), en donde se separan el triclorosilano y los NS con respecto del tetracloruro de silicio y de los HS. El tetracloruro de silicio y los HS son introducidos en una columna para compuestos que hierven a altas temperaturas (1c), en donde el tetracloruro de silicio se separa en parte con respecto de los HS. En una forma de realización del procedimiento conforme al invento, la mezcla que contiene los HS, que tiene un punto de ebullición atmosférico de  $80 - 155^\circ\text{C}$ , se devuelve (4) seguidamente a un reactor de capa fluidizada (3) para la preparación de triclorosilano dentro del conjunto de tratamiento de clorosilanos.

40 En otra forma de realización del procedimiento conforme al invento, el gas de escape, que procede de la disposición de deposición (2) para la preparación de un silicio policristalino, se devuelve a un reactor de capa fluidizada (3) para la preparación de triclorosilano dentro del conjunto de tratamiento de clorosilanos. El gas de escape procedente de la disposición de deposición se conduce de manera preferida a través de un sistema de condensación (15) dentro de una columna (8) para materiales policondensados, en la que el tetracloruro de silicio y los HS son separados con respecto del triclorosilano y de los NS. El tetracloruro de silicio y los HS se introducen por su parte en una columna (9) de enriquecimiento de los HS, en la que el tetracloruro de silicio es separado en parte con respecto de los HS. La mezcla de HS, que resulta en este caso, se devuelve (10) conforme al invento al reactor de capa fluidizada (3) para la preparación de triclorosilano. Asimismo, es posible devolver una mezcla de gases de escape de ambas formas de realización del procedimiento conforme al invento al reactor de capa fluidizada para la preparación de triclorosilano. Sorprendentemente, se mostró que las mezclas que contienen HS, reaccionan en un reactor de capa fluidizada (3) con silicio metálico para formar triclorosilano.

45 En la variante del procedimiento citada en primer lugar, una devolución de la fracción de HS (4) se efectúa de manera preferida desde la salida lateral inferior de la destilación de los HS (1c) dentro de un reactor de capa fluidizada para la preparación de triclorosilano (3). De manera preferida, una parte (1 - 50 %) de la fracción de HS se aporta desde la salida lateral inferior de la destilación de los HS (1c) a la disposición de destrucción de los HS (5), con el fin de evitar una elevación del nivel de tetracloruro de silicio o respectivamente de  $\text{TiCl}_4$  y de  $\text{AlCl}_3$  o respectivamente de otros cloruros de metales, así como del nivel de siloxanos, en el reactor de capa fluidizada 3. De esta manera, preferiblemente un 50 - 99 % en peso de la fracción de HS, con un punto de ebullición atmosférico de

80 - 155°C, se devuelve desde la salida lateral inferior de la destilación de compuestos que hierven a altas temperaturas (1c) dentro de un reactor de capa fluidizada para la preparación de triclorosilano (3). La mezcla devuelta de HS contiene también tetracloruro de silicio (< 50 %) y los cloruros de metales antes mencionados en una concentración de < 5.000 ppm. Esta variante del procedimiento conforme al invento reduce en un 50 - 99 % en peso la cantidad de material evacuado hacia la disposición de destrucción de los HS de un modo favorable para el medio ambiente, y aumenta la producción en bruto de triclorosilano en hasta un 1 % en peso.

También en el gas de escape (16) de un reactor de deposición (2), destinado a la preparación de un silicio policristalino a partir de triclorosilano, se encuentran también ciertos HS junto a monoclorosilano, monosilano, diclorosilano, triclorosilano y tetracloruro de silicio. Después de que el triclorosilano y el tetracloruro de silicio se han separado en parte por destilación en la columna de tratamiento de materiales policondensados (8), los HS se concentran en el residuo hasta un 0,5 - 20 % en peso. Estos HS se obtienen como un producto de burbujas de la columna de tratamiento de materiales policondensados (8) en una fracción a la presión normal y a una temperatura de 80 - 155°C. Eventualmente, la mezcla de los HS se puede concentrar en una columna de enriquecimiento (9) hasta un 50 % de HS.

Se mostró entonces que también esta fracción (10) que contiene HS, se puede disociar sin problemas en triclorosilano y tetracloruro de silicio en el reactor de capa fluidizada para la preparación de triclorosilano (3). Puesto que esta fracción de HS, junto a los HS propiamente dichos, contiene también tetracloruro de silicio, pero que, en lo que respecta a las compuestos dopantes, compuestos de carbono y de metales, resulta en una pureza muy alta, tal fracción puede ser devuelta directamente al reactor de capa fluidizada (3). Después de la devolución (10) al reactor de capa fluidizada (3), no se comprobó ningún enriquecimiento en cuanto a los HS en el gas de escape (7) del horno de capa fluidizada (3). Esta variante del procedimiento conforme al invento hace posible un reciclamiento del 100 % de los HS procedentes del gas de escape (16) de la deposición de silicio policristalino y, por consiguiente, ya no es necesaria ninguna evacuación a vertederos, que contamina al medio ambiente. Además, el rendimiento en la producción en bruto de triclorosilano se aumenta por lo menos en un 2 % en peso.

En el proceso resulta tetracloruro de silicio como un producto de cabeza muy puro en la columna de enriquecimiento de HS (9), así como en la columna de HS (1c). Este tetracloruro de silicio o bien se puede convertir en un convertidor (17) con hidrógeno para formar triclorosilano (documento DE 3024319) o se puede pirolizar en una llama para formar un ácido silícico altamente disperso (HDK®, 17) (documento DE 4322804), tal como lo han descrito T: Lovreyer y K. Hesse (T. Lobreyer y colaboradores en Proceedings von Silicon for the Chemical Industry IV, en Geiranger, Noruega, 3.-5.6.1998, páginas 93-100 coordinadores de edición: H.A. Oye, H.M. Rong, L. Nygaard, G. Schüssler, J.Kr. Tuset).

De manera preferida, la devolución de la mezcla de HS (4/10) o de las fracciones separadas de compuestos que hierven a altas temperaturas (4 o respectivamente 10) se efectúa en el reactor de capa fluidizada (3) a través de un dispositivo saturador (6).

En el dispositivo saturador (6), la mezcla de HS es añadida a una parte del HCl (de manera preferida de 10 a 40 % en peso) (11) y entremezclada para dar la corriente principal de HCl y de silicio metálico (12, MGSi), que se ha añadido dosificadamente, la cual es aportada al reactor de capa fluidizada para la preparación de triclorosilano. Esta mezcla es aportada al reactor de capa fluidizada (3).

El ensayo analítico de la composición de la mezcla de HS (4) o respectivamente de la composición de gases de escape (7), después de un período de tiempo de funcionamiento de varios días, ha establecido que los policlorodisiloxanos  $H_nCl_{6-n}Si_2O$  ( $n = 0 - 4$ ) se han enriquecido aproximadamente en un orden de magnitud, y no perturban al proceso. En el procedimiento conforme al invento no se pudo medir ningún enriquecimiento de cloruros de metales en un grado que perturbe al proceso.

Los siguientes Ejemplos sirven para ilustrar más detalladamente el invento:

#### **Ejemplo 1: Preparación de triclorosilano (Ejemplo comparativo)**

En un sistema de reactores, que se compone de un reactor de capa fluidizada (3), de un sistema para la separación de polvo (13) y de un sistema de condensación (14) (descrito en el documento US 4.130.632) un silicio metalúrgico con una pureza de > 98 % de silicio se hizo reaccionar con cloruro de hidrógeno gaseoso.

Después de la condensación, se obtuvo una mezcla en bruto de silanos con 70 - 90 % en peso de triclorosilano, 10 - 29,2 % en peso de tetracloruro de silicio, 0,1 - 0,5 % de NS (diclorosilano y monoclorosilano) y 0,1 - 0,3 % de HS. Además, el silano en bruto contenía ciertos cloruros de metales en unas cantidades situadas en la región de las ppm (p.ej.  $TiCl_4$  y  $AlCl_3$ ).

Se produjeron aproximadamente 2 t/h de un silano en bruto a partir de 425 kg/h de silicio y 1.750 kg/h de HCl. La composición del silano en bruto fue de 0,35 % de compuestos que hierven a bajas temperaturas (mono- y diclorosilanos), 79,3 % de triclorosilano, 20,1 % de tetracloruro de silicio así como 0,25 % de HS. La fracción de HS se componía de aproximadamente 50 % de disilanos, 47 % de disiloxanos y aproximadamente 3 % de policloro-oligosilanos y de siloxanos de más alto orden. Resultaron aproximadamente 5 kg/h de la fracción de HS.

Por consiguiente, por 1.000 kg de silano en bruto producido se tuvieron que evacuar a vertederos aproximadamente 2,5 kg de la fracción de HS mediante una hidrólisis.

**Ejemplo 2: Retroalimentación (4) de los HS procedentes del gas de escape (7) de la preparación de triclorosilano de acuerdo con el Ej. 1, a la preparación de triclorosilano en el reactor de capa fluidizada (3).**

5 El procedimiento para la preparación de los silanos en bruto se efectuó tal como se ha descrito en el Ejemplo 1. Detrás de la columna de separación (1a), los gases de escape del procedimiento se introdujeron en una columna para compuestos que hierven a altas temperaturas (1c). En este caso se enriquecieron los HS. Se separó aproximadamente un 20 % en peso (1 kg/h) de la fracción de HS y se condujo al dispositivo de destrucción de los HS (5). Los 4 kg/h restantes de la fracción de HS se transfirieron a un dispositivo saturador calentable (6) y desde allí se alimentaron al reactor de capa fluidizada (3) con ayuda de una corriente de gas portador HCl (11). La cantidad total del HCl (11+12) se dividió para ello (un 90 % se alimentó directamente (12) a la capa fluidizada (3) y un 10 % de la cantidad de HCl se utilizó como gas portador (11) para el transporte de los HS). A la temperatura de reacción preestablecida, las porciones disociables de la fracción de HS se transformaron en monómeros, mientras que las porciones no disociables se enriquecieron algo en el silano en bruto.

15 Referido a 1.000 kg del silano en bruto, en este Ejemplo se tuvieron que evacuar a vertederos solamente 1,2 kg de la fracción de HS mediante una hidrólisis.

**Ejemplo 3: Retroalimentación (10) de los HS procedentes del gas de escape (16) de la preparación de un silicio policristalino (2) a la preparación de triclorosilano en el reactor de capa fluidizada (3).**

20 El procedimiento para la preparación del silano en bruto se efectuó de acuerdo con el Ejemplo 1. Adicionalmente, 10 kg/h de la fracción de HS procedente de la disposición de polideposición (2) en común con 1/10 de la cantidad total de HCl (11) se alimentaron a través del dispositivo saturador (6) al reactor de capa fluidizada (3).

Sorprendentemente, se encontró que la composición del silano en bruto, obtenido en este caso, no se diferenció de la del Ejemplo 1 (proporción de HS 0,25 %). Es decir, que los policlorodisilanos que estaban presentes en la fracción de HS, se transformaron totalmente en monómeros tales como triclorosilano o tetracloruro de silicio.

25 No resultó ningún HS adicional, que tuviese que ser evacuado a vertederos. Los HS, que resultaron en la disposición de polideposición (2), se pudieron reciclar totalmente para formar triclorosilano o tetracloruro de silicio mediante el procedimiento conforme al invento, después de una condensación (15) y una separación por destilación (8), o respectivamente un enriquecimiento (9), mediante la devolución (10) al reactor de capa fluidizada (3).

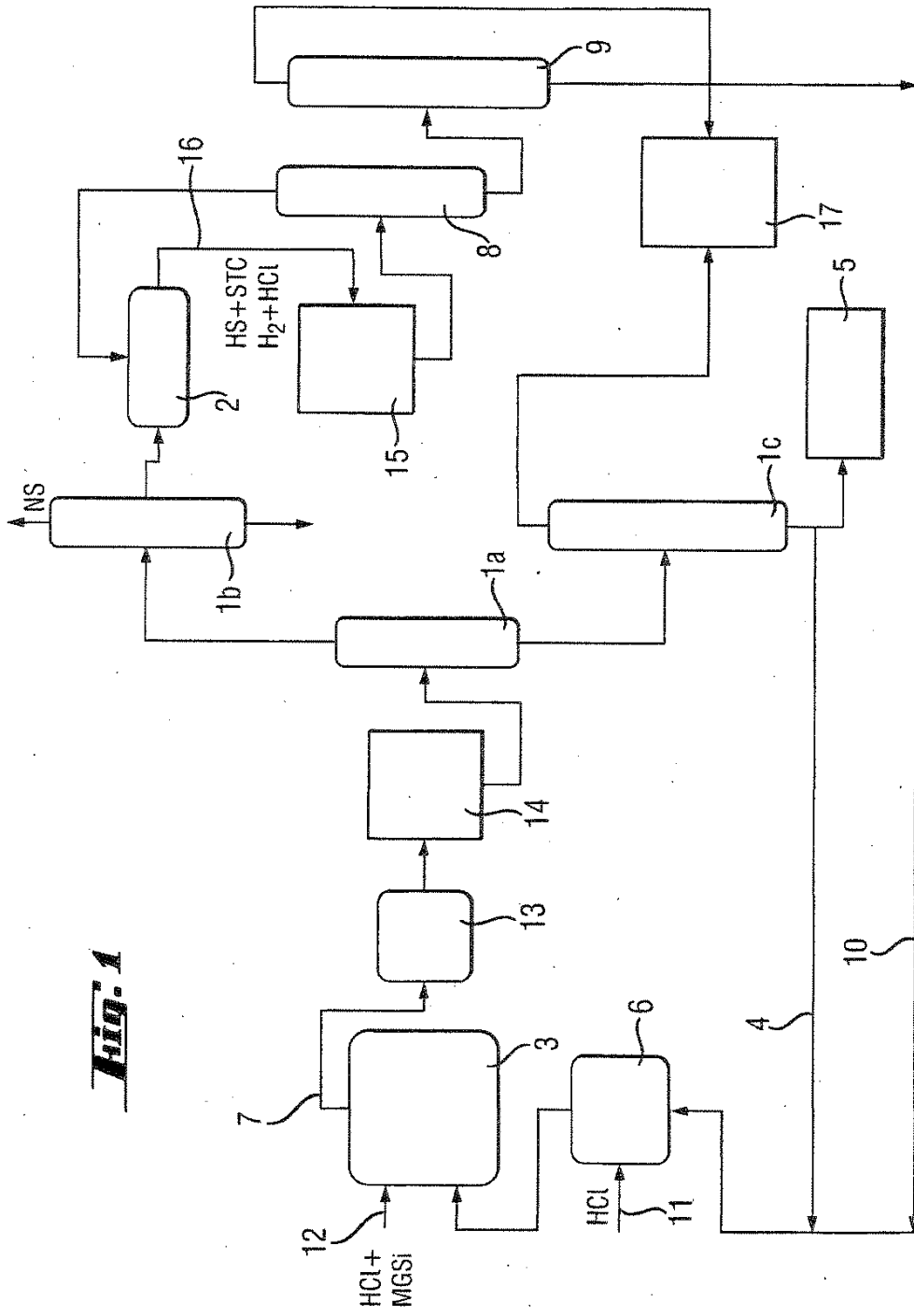
**Ejemplo 4: Retroalimentación de los HS procedentes de la mezcla de gases de escape 4 y 10**

30 En la práctica se ha acreditado como conveniente elaborar en común las fracciones de HS. La síntesis se llevó a cabo tal como se ha descrito en el Ejemplo 1. Adicionalmente, 4 kg/h de la fracción de HS, que procedían de la columna para compuestos que hierven a altas temperaturas (1c), y 10 kg/h de los HS, que procedían del gas de escape (16) de la disposición de polideposición (2), se transfirieron al dispositivo saturador (6), y luego se alimentaron, en común con aproximadamente 175 kg/h de un gas portador HCl (11), al reactor de capa fluidizada (3). Igual que en el Ejemplo 2, los oligosiloxanos se enriquecieron algo en el silano en bruto.

35 Por 1.000 kg de silano en bruto se tuvieron que evacuar 1,2 kg de HS en la disposición de destrucción de HS (5) mediante una hidrólisis.

## REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la preparación de triclorosilano por reacción de un silicio metalúrgico y de HCl en un reactor de capa fluidizada a una temperatura de 290°C a 400°C, en el que un compuesto que hierve a una alta temperatura, que se compone de silicio, cloro, y eventualmente hidrógeno, oxígeno y carbono, y que tiene un punto de ebullición más alto que el tetraclorosilano, se alimenta dentro del reactor de capa fluidizada, caracterizado porque el compuesto que hierve a una alta temperatura procede de los gases de escape que resultan en el caso de la preparación de un silicio policristalino.
- 10 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el compuesto que hierve a una alta temperatura es un disilano de la fórmula  $H_nCl_{6-n}Si_2$  ( $n = 0 - 4$ ) o un oligo(cloro)silano de más alto orden, de manera preferida con 2 a 4 átomos de Si, o un disiloxano de la fórmula  $H_nCl_{6-n}Si_2O$  ( $n = 0 - 4$ ) o un siloxano de más alto orden, de manera preferida con 2 a 4 átomos de Si, inclusive los oligosiloxanos cíclicos o un derivado con metilo de los mencionados compuestos.
- 15 3. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el compuesto que hierve a una alta temperatura procede de los gases de escape, que resultan en el caso de la preparación de triclorosilano en un reactor de capa fluidizada.
- 20 4. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, caracterizado porque un 50 - 99 % en peso del compuesto que hierve a una alta temperatura se devuelve desde la destilación de los compuestos que hierven a altas temperaturas al reactor de capa fluidizada, y un 1 - 50 % en peso del compuesto que hierve a una alta temperatura se aporta desde la destilación de compuestos que hierven a altas temperaturas a la disposición de destrucción de los compuestos que hierven a altas temperaturas.
5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la alimentación del compuesto que hierve a una alta temperatura al reactor de capa fluidizada se efectúa través de un dispositivo saturador.



**Fig. 1**