



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 366 681**

51 Int. Cl.:
B01D 3/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **08701629 .1**

96 Fecha de presentación : **22.01.2008**

97 Número de publicación de la solicitud: **2136892**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **30.12.2009**

54 Título: **Tratamiento de corrientes de clorosilanos que contienen boro.**

30 Prioridad: **21.03.2007 DE 10 2007 014 107**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
24.10.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
24.10.2011

73 Titular/es: **EVONIK DEGUSSA GmbH**
Rellinghauser Strasse 1-11
45128 Essen, DE

72 Inventor/es: **Schwarz, Christoph;**
Schwarz, Dorothea;
Rauleder, Hartwig;
Pauli, Ingo;
Nelte, Andreas y
Seiler, Harald

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

ES 2 366 681 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

Tratamiento de corrientes de clorosilanos que contienen boro

Campo técnico

5 El presente invento se refiere a un procedimiento para la obtención de clorosilanos empobrecidos en boro a partir de una mezcla de clorosilanos que contiene boro mediante separación por destilación de una corriente de destilación enriquecida en boro. El invento se refiere además a un dispositivo para la obtención de clorosilanos empobrecidos en boro a partir de una mezcla de clorosilanos que contiene boro.

Antecedentes del invento

10 Es conocido que en el caso de la producción de un silicio policristalino, que encuentra utilización p.ej. en el sector fotovoltaico o en la producción de fibras de vidrio o chips, se emplean triclorosilano (SiHCl_3 , TCS) y/o tetracloruro de silicio (SiCl_4 , STC) de calidad técnica como un material en bruto. Estos productos contienen diferentes impurezas, tales como p.ej. otros silanos, ilustrativamente diclorosilano (SiH_2Cl_2 , DCS), pero también p.ej. compuestos de boro, en particular tricloruro de boro (BCl_3).

15 Los componentes que contienen boro son por regla general perjudiciales para la utilización ulterior de los TCS y STC, p.ej. en los sectores de uso arriba mencionados, y por lo tanto deben de ser eliminados o reducidos a un valor diana. Las cantidades residuales de BCl_3 en el clorosilano como material de partida empleado se oponen p.ej. a un dopaje deliberado del silicio purísimo. Unos típicos órdenes de magnitud de las impurezas están situados en 0,1 a 5 ppm (partes por millón) en peso, ocasionalmente también hasta en 10 ppm en peso, o más altos.

20 La separación de componentes trazas por una vía de destilación es conocida como difícil en muchos casos de uso. Así, los puntos de ebullición del tricloruro de boro (12,5 °C) y p.ej. del diclorosilano (8,3 °C) están tan cerca uno de otro que en el caso de una clásica ruta de tratamiento por destilación, tal como se muestra en la Figura 1, las impurezas que contienen boro deben de ser separadas de nuevo como unos denominados compuestos de bajo punto de ebullición, en común con el diclorosilano y con una alta proporción de triclorosilano a través de la corriente de cabeza de la segunda columna de destilación, que se utiliza para la separación de la corriente de cabeza de una primera columna de
25 destilación. La fracción de compuestos de bajo punto de ebullición, separada de esta manera, que contiene las impurezas con boro, en particular tricloruro de boro, es utilizada entonces o bien como un conjunto, o es sometida a un tratamiento que no es de destilación. En el caso del tratamiento que no es de destilación se utilizan p.ej. procedimientos de formación de compuestos complejos, tal como se describen en el documento de solicitud de patente internacional WO 06/054325. En el caso de esta clásica ruta de tratamiento resultan pérdidas en cuanto a los materiales valiosos
30 TCS y DCS.

35 Se establece por lo tanto la misión de tratar unas corrientes de clorosilanos que contienen boro mediante un procedimiento puramente de destilación, de tal manera que se puedan obtener unas fracciones muy puras de clorosilanos, pudiéndose obtener en particular o bien diclorosilano, triclorosilano y/o tetracloruro de silicio, empobrecidos en boro, o también mezclas de diclorosilano y triclorosilano empobrecidas en boro, y siendo disminuida en particular la pérdida de diclorosilano y triclorosilano por separación de fracciones de silanos enriquecidas en boro.

Descripción del invento

40 El problema planteado por la misión establecida se resuelve mediante un procedimiento para la obtención de clorosilanos empobrecidos en boro a partir de una mezcla de clorosilanos, que contiene boro, mediante separación por destilación de una corriente de destilación empobrecida en boro, realizándose, en el caso de una disposición de una o varias columnas de destilación, que por lo menos en el caso de una columna de destilación se deriva una corriente lateral enriquecida en boro. Esta corriente lateral retirada por destilación, se puede evacuar a vertederos o aportar a una utilización de otro tipo. Mediante la separación conforme al invento de una corriente lateral enriquecida en boro, se pueden obtener unas corrientes empobrecidas en boro a base de STC, DCS y TCS, que se pueden emplear de una manera variada, sin ningún tratamiento especial. Solamente la remanente corriente lateral que contiene boro debe de ser evacuada a través de unos sistemas de evacuación, tales como p.ej. los de lavado e hidrólisis, resultando menores
45 pérdidas de DCS y/o TCS que en el caso de la clásica ruta de tratamiento que se muestra en la Figura 1.

50 Una forma alternativa de realización del presente invento prevé, para la obtención de triclorosilano empobrecido en boro a partir de una mezcla de triclorosilanos que contiene boro, un procedimiento, realizándose en éste, en una disposición de solamente una columna de destilación, que se deriva una corriente lateral de triclorosilano empobrecida en boro. Este triclorosilano se puede aportar a la utilización ulterior o a una utilización de otro tipo. Por lo demás, en el caso de este procedimiento se deriva una corriente de cabeza o lateral enriquecida en boro, que es evacuada a vertederos o aportada a una utilización de otro tipo. De acuerdo con esta forma de realización, el clorosilano empobrecido en boro se

retira como corriente lateral, efectuándose la eliminación de los compuestos que contienen boro o bien a través de otra corriente lateral o a través de una corriente de cabeza enriquecida en boro (compárense las Figuras 4 y 5).

5 La idea común en el caso de ambos procedimientos arriba mencionados consiste en que se pueden derivar a través de una corriente lateral unas corrientes de clorosilanos empobrecidas en boranos o en boro, para llegar finalmente a unos clorosilanos empobrecidos en boro, a saber diclorosilano, triclorosilano y/o tetracloruro de silicio empobrecidos en boro, o también mezclas de diclorosilano y triclorosilano, empobrecidas en boro.

10 En una forma preferida de realización del invento, en ambos procedimientos anteriores se deriva, junto a una de las columnas de destilación o respectivamente junto a la columna de destilación más baja, una corriente de cola de tetraclorosilano, empobrecida en boro, y se aporta al tratamiento ulterior o a una utilización de otro tipo (véanse las Figuras 2, 3 y 4).

15 Por el concepto de "columna de destilación más baja" se entiende, en el caso de una disposición de varias columnas de destilación, la columna que trabaja en el intervalo más alto de temperaturas de ebullición de la mezcla de clorosilanos aportada, en la que por lo tanto eventualmente se deriva tetraclorosilano como corriente de cola. Por el concepto de "columna de destilación más alta" se entiende correspondientemente la columna que trabaja en el intervalo más bajo de temperaturas de ebullición, en la que por lo tanto eventualmente como corriente de cabeza se separan gases inertes y compuestos de bajo punto de ebullición.

20 En una forma preferida de realización del invento está previsto, además de ello, que junto a una de las columnas de destilación o respectivamente en el caso de por lo menos una de las columnas de destilación, se derive una corriente lateral o de cola de triclorosilano empobrecida en boro y se aporte al tratamiento ulterior o a una utilización de otro tipo (compárense las Figuras 2 y 4).

Una forma especial de realización del invento prevé que, en el caso de varias columnas de destilación, junto a una de estas columnas de destilación, que no es la más baja, se derive una corriente de cola de triclorosilano, empobrecida en boro (compárense la Figura 2).

25 En otra forma especial de realización del invento está previsto que, en el caso de varias columnas de destilación, junto a una de estas columnas de destilación se derive una corriente lateral de triclorosilano, empobrecida en boro, y junto a otra columna de destilación, que está situada por encima de la columna de destilación antes mencionada, se derive una corriente de cola de triclorosilano, empobrecida en boro, pudiéndose reunir opcionalmente ambas corrientes de triclorosilano, empobrecidas en boro (compárense la Figura 3). Con la descripción "por encima de la columna de destilación antes mencionada" se entiende la columna de destilación en la cual se separan las fracciones de más alto punto de ebullición en comparación con la columna de destilación situada debajo de ella.

30 En el caso del procedimiento conforme al invento puede estar previsto además que junto a la columna de destilación, o respectivamente en el caso de varias columnas de destilación, junto a por lo menos una de las columnas de destilación, que no es la más baja, se derive una corriente de cabeza de diclorosilano, empobrecida en boro y, opcionalmente, se reúna con la o las corriente(s) de triclorosilano, empobrecida(s) en boro (compárense las Figuras 2, 3 o 4) o se aporte a una utilización de otro tipo.

En el caso del procedimiento conforme al invento puede estar previsto preferiblemente, además de ello, que desde la corriente de cabeza de la columna de destilación o respectivamente desde la columna de destilación más alta se separen gases inertes. Por el concepto de "gases inertes" se deben de entender en el presente caso los gases no disueltos, precipitables con agua de refrigeración o con mezclas frigoríficas usuales, p.ej. N₂, H₂ y/o HCl.

40 En el caso del procedimiento conforme al invento, la destilación o las destilaciones se lleva(n) a cabo a una presión que está situada en el intervalo entre 0,5 y 22 bares, de manera preferida entre 1 y 10 bares, de manera todavía más preferida entre 1,5 y 5 bares, realizándose, en el caso de varias columnas de destilación, que las respectivas presiones en las columnas individuales pueden ser escogidas independientemente unas de otras. Las presiones en las respectivas columnas, situadas dentro de los intervalos de presión mencionados, se ajustan también a aspectos económicos, pudiendo desempeñar un cierto cometido la elección de los medios de funcionamiento, p.ej. para la condensación, p.ej. el agua de refrigeración con la temperatura del entorno, o para la evaporación, p.ej. el vapor de un escalón inferior de presión, p.ej. de 4 bares. Las columnas de destilación están provistas de manera preferida de un sistema de condensación (condensador) para la producción del reflujo hacia la respectiva columna y de uno o varios evaporadores para el ajuste de las temperaturas de cola. Las columnas están equipadas con empaquetaduras de destilación, cuerpos de relleno, platos de destilación o similares, que determinan el rendimiento de separación y la pérdida de presión a través de la columna. Las destilaciones se llevan a cabo de manera preferida en el intervalo de temperaturas de -20 °C hasta 200 °C, de manera más preferida de 0 °C hasta 160 °C y de manera especialmente preferida de 20 °C hasta 140 °C. La temperatura en cada caso más baja se refiere a la temperatura de condensación del condensador principal, por lo tanto del condensador que condensa la mayor parte de los vapores de destilación de la columna (vapor de la columna).

55 Por regla general, éste es el primer condensador en la ruta de condensación. El rendimiento de separación de las

columnas se determina en lo esencial por el rendimiento de separación que es necesario para la separación de los componentes principales STC, TCS y DCS. Se emplean unas columnas con 10 hasta 120 etapas de separación, de manera preferida con 20 hasta 90 etapas teóricas de separación, de manera especialmente preferida con 30 hasta 80 o menos etapas teóricas de separación.

5 En una forma especial de realización del procedimiento conforme al invento, la mezcla de clorosilanos que contiene boro, que se aporta al tratamiento por destilación, contiene en cada caso de manera preferida de 2 a 98 % en peso, de manera más preferida de 40 a 95 % en peso, de manera especialmente preferida de 70 a 90 % en peso de tetraclorosilano; de 1 a 97 % en peso, de manera más preferida de 5 a 50 % en peso, de manera especialmente preferida de 10 a 30 % en peso de triclorosilano; de 0,01 a 20 % en peso, de manera más preferida de 0,05 a 5 % en peso, de manera especialmente preferida de 0,075 a 1 % en peso de diclorosilano, así como de 0,1 a 20 ppm en peso de BCl_3 , de manera más preferida de 0,5 a 5 ppm en peso. El caudal másico aportado puede ser de 1.000 a 800.000 kg/h.

15 En una forma preferida de realización del procedimiento conforme al invento, la corriente lateral enriquecida en boro, que se ha derivado y preferiblemente se ha evacuado contiene por lo menos 20 %, de manera preferida por lo menos 50 %, de manera especialmente preferida más que 80 % de la cantidad de BCl_3 que está contenida en la mezcla de clorosilanos que contiene boro (alimentación de entrada en la destilación) que se aporta al tratamiento por destilación. En tal caso, el contenido de BCl_3 en la corriente lateral enriquecida con boro, en comparación con el contenido de BCl_3 en la corriente de cabeza de la columna más alta, que por lo tanto contiene, entre otros, los gases inertes y los compuestos de bajo punto de ebullición, está enriquecido en el factor de 1,5, de manera preferida en el factor de 2,5, de manera especialmente preferida en el factor de 5 o por encima de éste. Unos típicos contenidos de BCl_3 son los de 100 ppm en peso a 2 % en peso, de manera preferida de 250 a 8.000 ppm en peso. El caudal másico derivado puede ser de 1 a 100 kg/h.

25 En otra forma preferida de realización del procedimiento conforme al invento, la corriente lateral o de cola empobrecida con boro, o respectivamente las corrientes laterales y de cola empobrecidas en boro, contiene(n) más de 90 % en peso, preferiblemente más de 99 % en peso, de manera especialmente preferida un triclorosilano muy puro, siendo la proporción de BCl_3 más baja que la proporción en la mezcla de clorosilanos, que contiene boro, que se ha aportado (alimentación de entrada en la destilación). El caudal másico retirado, o respectivamente por lo menos uno de los caudales másicos retirados, puede ser de 1.000 a 50.000 kg/h.

30 En todavía otra forma de realización preferida del procedimiento conforme al invento, la corriente de cabeza empobrecida en boro contiene compuestos de bajo punto de ebullición, principalmente diclorosilano, y gases inertes y como máximo 60 %, de manera preferida como máximo 50 %, de manera especialmente preferida como máximo 30 % del BCl_3 , que estaba contenido en la mezcla de clorosilanos, que contiene boro, aportada (alimentación de entrada en la destilación). El caudal másico retirado de esta manera puede ser de 10 a 1.000 kg/h.

35 En una forma especial de realización del procedimiento conforme al invento, la corriente reunida de triclorosilano y diclorosilano, empobrecida en boro, contiene principalmente triclorosilano y diclorosilano, siendo la proporción de BCl_3 más baja que la proporción en la mezcla de clorosilanos que contiene boro que se ha aportado (alimentación de entrada en la destilación). El caudal másico reunido y separado puede ser de 1.000 a 50.000 kg/h.

Un objeto adicional del presente invento es un dispositivo para la obtención de clorosilanos empobrecidos en boro a partir de una mezcla de clorosilanos que contiene boro, el cual comprende

- 40 a) una o varias columnas de destilación, que son apropiadas para la destilación de mezclas de clorosilanos que contienen boro,
- b) unos medios para la aportación de una mezcla de clorosilanos que contiene boro, estando dispuestos los medios junto a la columna de destilación o junto a la columna de destilación más baja, y siendo apropiados para la aportación de un caudal másico, preferiblemente de 1.000 a 800.000 kg/h,
- 45 c) unos medios para la separación de una corriente de cola de tetraclorosilano, empobrecida en boro, estando dispuestos los medios junto a la columna de destilación o respectivamente junto a la columna de destilación más baja, y siendo apropiados para la retirada de un caudal másico, preferiblemente de 500 a 750.000 kg/h,
- d) unos medios para la separación de una corriente lateral o de cola de triclorosilano, empobrecida en boro, estando dispuestos los medios junto a por lo menos una de las columnas de destilación y siendo apropiados para la retirada de un caudal másico, preferiblemente de 1.000 a 50.000 kg/h,
- 50 e) unos medios para la separación de una corriente de cabeza empobrecida en boro de compuestos de bajo punto de ebullición, principalmente de diclorosilano, estando dispuestos los medios junto a por lo menos una de estas columnas de destilación, que no es la más baja, y siendo apropiados para la retirada de un caudal másico, preferiblemente de 10 a 1.000 kg/h,
- 55 f) unos medios para la separación de gases inertes desde la corriente de cabeza de la columna de destilación, o respectivamente en el caso de varias columnas de destilación, de la columna de destilación más alta, y
- g) opcionalmente, unos medios para la reunión de los compuestos de bajo punto de ebullición, principalmente diclorosilano, empobrecidos en boro, procedentes de la corriente de cabeza, con la o las corrientes de triclorosilano empobrecidas en boro, que han sido separadas previamente, así como unos medios para la

5 retirada de las corrientes reunidas de clorosilanos, siendo apropiados estos últimos para la retirada de un caudal másico, preferiblemente de 1.000 a 50.000 kg/h, estando dispuestos, por lo menos en el caso de una de las columnas de destilación, unos medios para la separación de una corriente lateral enriquecida en boro y siendo apropiados estos medios para la retirada de un caudal másico, preferiblemente de 1 a 100 kg/h. Ejemplos de diferentes formas de realización del dispositivo descrito con anterioridad se representan en las Figuras 2 hasta 4.

En el caso de una forma de realización alternativa del invento, está previsto un dispositivo para la obtención de clorosilanos empobrecidos en boro a partir de una mezcla de clorosilanos, que contiene boro, el cual comprende

- 10 a) una columna de destilación que es apropiada para la destilación de mezclas de clorosilanos que contienen boro,
- b) unos medios dispuestos junto a la columna de destilación para la aportación de una mezcla de clorosilanos, que contiene boro, siendo apropiados estos medios para la aportación de un caudal másico, preferiblemente de 1.000 a 800.000 kg/h,
- 15 c) unos medios dispuestos junto a la columna de destilación para la separación de una corriente de cola de tetraclorosilano, empobrecida en boro, siendo apropiados estos medios para la retirada de un caudal másico, preferiblemente de 500 a 750.000 kg/h,
- d) unos medios dispuestos junto a la columna de destilación para la separación de una corriente lateral de triclorosilano, empobrecida en boro, siendo apropiados estos medios para la retirada de un caudal másico, preferiblemente de 1.000 a 50.000 kg/h, y
- 20 e) unos medios para la separación de gases inertes desde la corriente de cabeza de la columna de destilación, estando dispuestos para la separación del boro junto a la columna de destilación unos medios para la separación de una corriente de cabeza o lateral enriquecida en boro, y siendo apropiados estos medios para la retirada de un caudal másico, preferiblemente de 1 a 100 kg/h. Dos ejemplos de realización del dispositivo alternativo antes mencionado de acuerdo con el presente invento se muestran en las Figuras 4 y 5.

25 En todos los sitios donde se retira una corriente lateral de acuerdo con el invento, esto puede efectuarse, en vez de en una sencilla columna sin pared de separación, también en una columna con pared de separación. Con ello se pueden conseguir una pureza más alta y unas mejores posibilidades de ahorro de energía. Para la corriente lateral de TCS se pueden alcanzar de esta manera p.ej. unos contenidos de BCl_3 situados en el intervalo desde mediano hasta bajo de ppb (partes por mil millones).

30

Ejemplos

Ejemplo comparativo 1

Circuito clásico

5 La Figura 1 muestra una disposición clásica de destilación, que se compone de una primera columna de destilación 1 inclusive un evaporador 1a y un condensador 1b, de una segunda columna de destilación 2, inclusive un evaporador 2a y un condensador 2b, unos medios 3 para la aportación de una mezcla de clorosilanos que contiene boro, unos medios 4 para la separación de una corriente de cola de tetraclorosilano empobrecida en boro, unos medios 5 para la transferencia de una corriente de cabeza de compuestos de bajo punto de ebullición desde la primera columna de destilación 1 hasta la segunda columna de destilación 2, unos medios 6 para la separación de una corriente de cola de trichlorosilano, empobrecida en boro, desde la segunda columna de destilación 2, unos medios 7 para la retirada de una corriente de cabeza desde la segunda columna de destilación, que es separada en una corriente de gases inertes 8 y en una fracción de compuestos de bajo punto de ebullición 9, que contiene BCl₃, DCS y TCS, los cuales son desechados o respectivamente aportados al tratamiento ulterior.

15 La Tabla 1 muestra las proporciones en masa de los componentes individuales en las respectivas corrientes parciales en la disposición de acuerdo con el Ejemplo comparativo 1 e indica además los respectivos caudales máxicos. En tal caso, los valores indicados representan solamente un ejemplo concreto de las proporciones en masa de los componentes individuales en un "circuito clásico" de acuerdo con el Ejemplo comparativo 1:

Caudal máxico en la conducción	3	6	9
Proporción en masa			
DCS	0,001	0,001	0,596
BCl ₃ en ppm	1	1	496
TCS	0,177	0,999	0,404
SiCl ₄	0,819	0	0
Otros compuestos	0,004	0	0
Caudal máxico kg/h	50.000	8789	74

Ejemplo 2

20 Descarga de boro en la corriente lateral de una columna para compuestos de bajo punto de ebullición

La Figura 2 muestra una forma preferida de realización de una disposición de destilación conforme al invento, que comprende una primera columna de destilación 11 inclusive un evaporador 11a y un condensador 11b, una segunda columna de destilación 12 inclusive un evaporador 12a y un condensador 12b, unos medios 13 para la aportación de una mezcla de clorosilanos que contiene boro, unos medios 14 para la separación de una corriente de cola de tetraclorosilano empobrecida en boro, unos medios 15 para la transferencia de una corriente de cabeza de compuestos de bajo punto de ebullición desde la primera columna de destilación 11 hasta la segunda columna de destilación 12, unos medios 16 para la separación de una corriente de cola de trichlorosilano empobrecida en boro, unos medios 17 para la separación de una corriente de cabeza de compuestos de bajo punto de ebullición, empobrecida en boro, desde la cual se separan gases inertes 18 y una fracción de diclorosilano 19, así como unos medios 20 para la separación de una corriente lateral enriquecida en boro desde la segunda columna de destilación 12, sirviendo la corriente lateral 20 derivada para la descarga de boro: Además la Figura 2 muestra unos medios 21 para la retirada de las corrientes reunidas de diclorosilano 19 y de trichlorosilano 16.

30 La Tabla muestra con ayuda de un ejemplo concreto las proporciones en masa de los componentes individuales en las respectivas corrientes parciales en la disposición según el Ejemplo 2 e indica los respectivos caudales máxicos:

35

Caudal másico en la conducción	13	16	19	20	21
Proporción en masa					
DCS	0,001	0	1	0,894	0,005
BCl ₃ en ppm	1	1	247	5.200	2
TCS	0,177	1	0	0,1	0,995
SiCl ₄	0,819	0	0	0	0
Otros compuestos	0,004	0	0	0	0
Caudal másico kg/h	50.000	8.808	48	7	8.856

Ejemplo 3

5 Preparación de TCS como corriente lateral con una descarga más eficiente de boro en la corriente lateral de una columna para compuestos de bajo punto de ebullición.

10 La Figura 3 muestra otra forma preferida de realización de una disposición de destilación conforme al invento, que comprende una primera columna de destilación 31 inclusive un evaporador 31a y un condensador 31b, una segunda columna de destilación 32 inclusive un evaporador 32a y un condensador 32b unos medios 33 para la aportación de una mezcla de clorosilanos que contiene boro, unos medios 34 para la separación de una corriente de cola de tetraclorosilano, empobrecida en boro, unos medios 35 para la transferencia de una corriente de cabeza de compuestos de bajo punto de ebullición desde la primera columna de destilación 31 hasta la segunda columna de destilación 32, unos medios 36 para la separación de una corriente de cola de triclorosilano, empobrecida en boro, desde la segunda columna de destilación 32, unos medios 42 para la separación de una corriente lateral de triclorosilano, empobrecida en boro, desde la primera columna de destilación 31, unos medios 37 para la separación de una corriente de cabeza de compuestos de bajo punto de ebullición, empobrecida en boro, desde la que se separan gases inertes 38 y una fracción de diclorosilano 39, así como unos medios 40 para la separación de una corriente lateral enriquecida en boro desde la segunda columna de destilación 32, sirviendo la corriente lateral 40 derivada para la descarga de boro. Además, la Figura 3 muestra unos medios 41 para la retirada de las corrientes reunidas de diclorosilano 39 y de triclorosilano 36 y 42.

20 La Tabla 3 muestra con ayuda de un ejemplo concreto las proporciones en masa de los componentes individuales en las respectivas corrientes parciales en la disposición según el Ejemplo 3 e indica los respectivos caudales másicos.

Caudal másico en la conducción	33	42	36	39	40	41
Proporción en masa						
DCS	0,001	0,001	0	1	0,822	0,005
BCl ₃ en ppm	1	1	5	62	5.800	1
TCS	0,177	0,999	1	0	0,172	0,995
SiCl ₄	0,819	0	0	0	0	0
Otros compuestos	0,004	0	0	0	0	0
Caudal másico kg/h	50.000	8.526	288	42	7	8.856

Ejemplo 4

25 Preparación de TCS como corriente lateral, recuperación de DCS a través de la corriente de cabeza y descarga de boro en la corriente lateral.

30 La Figura 4 muestra una forma alternativa de realización de una disposición de destilación conforme al invento, que comprende una columna de destilación 51 inclusive un evaporador 51a y un condensador 51b, unos medios 53 para la aportación de una mezcla de clorosilanos que contiene boro, unos medios 54 para la separación de una corriente de cola de tetraclorosilano empobrecida en boro, unos medios 56 para la separación de una corriente lateral de triclorosilano empobrecida en boro, unos medios 57 para la separación de una corriente de cabeza de bajo punto de ebullición, empobrecida en boro, desde la que se separan gases inertes 58 y una fracción de diclorosilano 59, así como unos medios 60 para la separación de una corriente lateral enriquecida en boro desde la columna de destilación 51, sirviendo la corriente lateral 60 derivada para la descarga de boro. Además, la Figura 4 muestra unos medios 61 para la retirada de las corrientes reunidas de diclorosilano 59 y de triclorosilano 56.

35 La Tabla 4 muestra con ayuda de un ejemplo concreto las proporciones en masa de los componentes individuales en las respectivas corrientes parciales en la disposición de acuerdo con el Ejemplo 4 e indica los respectivos caudales másicos:

Caudal másico en la conducción	53	56	59	60
--------------------------------	----	----	----	----

Proporción en masa				
DCS	0,001	0,001	0,999	0,958
BCl ₃ en ppm	1	1	530	1.500
TCS	0,177	0,999	0	0,04
SiCl ₄	0,819	0	0	0
Otros compuestos	0,004	0	0	0
Caudal másico kg/h	50.000	8.815	35	13

Ejemplo 5

Preparación de TCS en la corriente lateral y descarga de boro a través de la corriente de cabeza, sin recuperación de DCS

- 5 La Figura 5 muestra otra forma alternativa de realización de una disposición de destilación conforme al invento, que comprende una columna de destilación 71 inclusive un evaporador 71a y un condensador 71b, unos medios 73 para la aportación de una mezcla de clorosilanos que contiene boro, unos medios 74 para la separación de una corriente de cola de tetraclorosilano empobrecida en boro, unos medios 76 para la separación de una corriente lateral de triclorosilano empobrecida en boro, unos medios 77 para la separación de una corriente de cabeza de compuestos de bajo punto de ebullición, enriquecida en boro, desde la que se separan gases inertes 78 y una fracción de silanos 79 enriquecida en boro, sirviendo esta corriente de silanos 79 para la descarga de boro.
- 10

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la obtención de clorosilanos empobrecidos en boro a partir de una mezcla de clorosilanos, que contiene boro, mediante separación por destilación de una corriente de destilación enriquecida en boro, realizándose, en una disposición de una o varias columnas de destilación. que por lo menos en el caso de una columna de destilación se deriva y evacúa una corriente lateral enriquecida en boro o se aporta a una utilización de otro tipo.
- 10 2. Procedimiento para la obtención de triclorosilano empobrecido en boro a partir de una mezcla de clorosilanos, que contiene boro, mediante separación por destilación de una corriente de destilación enriquecida en boro, realizándose, en una disposición de solamente una columna de destilación, que una corriente lateral de triclorosilano, empobrecida en boro, se deriva y se aporta al tratamiento ulterior o a una utilización de otro tipo, y que una corriente de cabeza o lateral enriquecida en boro se deriva y evacúa o se aporta a una utilización de otro tipo.
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, realizándose que junto a la columna de destilación o respectivamente junto a la columna de destilación más baja se deriva una corriente de cola de tetraclorosilano, empobrecida en boro, y se aporta al tratamiento ulterior o a una utilización de otro tipo.
- 15 4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, realizándose, por lo menos en el caso de una columna de destilación, que una corriente lateral o de cola de triclorosilano, empobrecida en boro, se deriva y se aporta al tratamiento ulterior o a una utilización de otro tipo.
5. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, realizándose, en el caso de varias columnas de destilación, que junto a una de estas columnas de destilación, que no es la más baja, se deriva una corriente de cola de triclorosilano, empobrecida en boro.
- 20 6. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, realizándose, en el caso de varias columnas de destilación, que junto a una de estas columnas de destilación se deriva una corriente lateral de triclorosilano, empobrecida en boro, y que junto a otra columna de destilación, que está situada por encima de la columna de destilación antes mencionada, se deriva una corriente de cola de triclorosilano, empobrecida en boro, siendo reunidas opcionalmente ambas corrientes de triclorosilano, empobrecidas en boro.
- 25 7. Procedimiento de acuerdo con una de las precedentes reivindicaciones, realizándose que, junto a la columna de destilación o, en el caso de varias columnas de destilación, junto a por lo menos una de las columnas de destilación, que no es la más baja, se deriva una corriente de cabeza de diclorosilano, empobrecida en boro y, opcionalmente, se reúne con la o las corriente(s) de triclorosilano empobrecida(s) en boro o se aporta a una utilización de otro tipo.
- 30 8. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, caracterizado porque desde la corriente de cabeza de la columna de destilación o de la columna de destilación más alta se separan gases inertes.
9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones precedentes, realizándose que la destilación se lleva a cabo a una presión que está situada en el intervalo entre 0,5 y 22 bares, preferiblemente entre 1 y 10 bares, pudiendo ser independientes entre sí las respectivas presiones en el caso de varias columnas de destilación.
- 35 10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 9, conteniendo la mezcla de clorosilanos, que contiene boro, de 2 a 98 % en peso, de manera más preferida de 40 a 95 % en peso de tetraclorosilano; de 1 a 97 % en peso, de manera más preferida de 5 a 50 % en peso de triclorosilano; de 0,01 a 20 % en peso, de manera más preferida de 0,05 a 5 % en peso de diclorosilano, así como de 0,1 a 20 ppm en peso de BCl_3 , de manera más preferida de 0,5 a 5 ppm en peso.
- 40 11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 9, conteniendo la corriente lateral enriquecida en boro por lo menos 20 %, preferiblemente por lo menos 50 % de la cantidad de BCl_3 que está contenida en la alimentación de entrada en la destilación.
- 45 12. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 9, conteniendo la corriente lateral o respectivamente de cola, empobrecida en boro, o respectivamente las corrientes laterales y de cola de triclorosilano, empobrecidas en boro, por encima de 90 % en peso, de manera más preferida 99 % en peso de triclorosilano, siendo la proporción de BCl_3 más baja que en el caso de la proporción en la alimentación de entrada en la destilación.
13. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 9, conteniendo la corriente de cabeza empobrecida en boro unos compuestos de bajo punto de ebullición, gases inertes y como máximo 60 %, preferiblemente como máximo 50 % de la cantidad de BCl_3 que está contenida en la alimentación de entrada en la destilación.

14. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, siendo la proporción de BCl_3 en las corrientes reunidas de triclorosilano y diclorosilano, empobrecidas en boro, más baja que la proporción en la alimentación de entrada en la destilación.

5 15. Dispositivo para la obtención de clorosilanos empobrecidos en boro a partir de una mezcla de clorosilanos que contiene boro, el cual comprende:

- a) una o varias columnas de destilación, que son apropiadas para la destilación de mezclas de clorosilanos que contienen boro,
- b) unos medios para la aportación de una mezcla de clorosilanos que contiene boro, estando dispuestos estos medios junto a la columna de destilación o respectivamente junto a la columna de destilación más baja y siendo apropiados preferiblemente para la aportación de un caudal másico de 1.000 a 800.000 kg/h,
- 10 c) unos medios para la separación de una corriente de cola de tetraclorosilano, empobrecida en boro, estando dispuestos los medios junto a la columna de destilación o respectivamente junto a la columna de destilación más baja y siendo apropiados preferiblemente para la retirada de un caudal másico de 500 a 750.000 kg/h,
- 15 d) unos medios para la separación de una corriente lateral o de cola de triclorosilano, empobrecida en boro, estando dispuestos estos medios junto a por lo menos una de las columnas de destilación y siendo apropiados preferiblemente para la retirada de un caudal másico de 1.000 a 50.000 kg/h,
- e) unos medios para la separación de una corriente de cabeza de compuestos de bajo punto de ebullición, principalmente de diclorosilano, empobrecida en boro, estando dispuestos estos medios junto a por lo menos una de estas columnas de destilación, que no es la más baja, y siendo apropiados preferiblemente para la
- 20 f) retirada de un caudal másico de 10 a 1.000 kg/h,
- g) unos medios para la separación de gases inertes desde la corriente de cabeza de la columna de destilación, o respectivamente, en el caso de varias columnas de destilación, de la columna de destilación más alta, y
- 25 h) opcionalmente, unos medios para la reunión de los compuestos de bajo punto de ebullición, principalmente diclorosilano, empobrecidos en boro, desde la corriente de cabeza con la o las corrientes de triclorosilano, empobrecidas en boro, separadas con anterioridad, así como unos medios para la retirada de las corrientes reunidas de clorosilanos, siendo apropiados estos últimos preferiblemente para la retirada de un caudal másico de 1.000 a 50.000 kg/h,

estando dispuestos, por lo menos en el caso de una de las columnas de destilación, unos medios para la separación de una corriente lateral enriquecida en boro y siendo apropiados estos medios preferiblemente para la retirada de un caudal másico de 1 a 100 kg/h.

16. Dispositivo para la obtención de clorosilanos empobrecidos en boro a partir de una mezcla de clorosilanos que contiene boro, el cual comprende:

- a) una columna de destilación que es apropiada para la destilación de mezclas de clorosilanos que contienen boro,
- 35 b) unos medios dispuestos junto a la columna de destilación para la aportación de una mezcla de clorosilanos que contiene boro, siendo apropiados estos medios preferiblemente para la aportación de un caudal másico de 1.000 a 800.000 kg/h,
- 40 c) unos medios dispuestos junto a la columna de destilación para la separación de una corriente de cola de tetraclorosilano, empobrecida en boro, siendo apropiados estos medios preferiblemente para la retirada de un caudal másico de 500 a 750.000 kg/h,
- d) unos medios dispuestos junto a la columna de destilación, para la separación de una corriente lateral de triclorosilano empobrecida en boro, siendo apropiados estos medios preferiblemente para la retirada de un caudal másico de 1.000 a 50.000 kg/h, y
- 45 e) unos medios para la separación de gases inertes desde la corriente de cabeza de la columna de destilación, estando dispuestos para la separación del boro junto a la columna de destilación unos medios para la separación de una corriente de cabeza o lateral enriquecida en boro, y siendo apropiados estos medios preferiblemente para la retirada de un caudal másico de 1 a 100 kg/h.

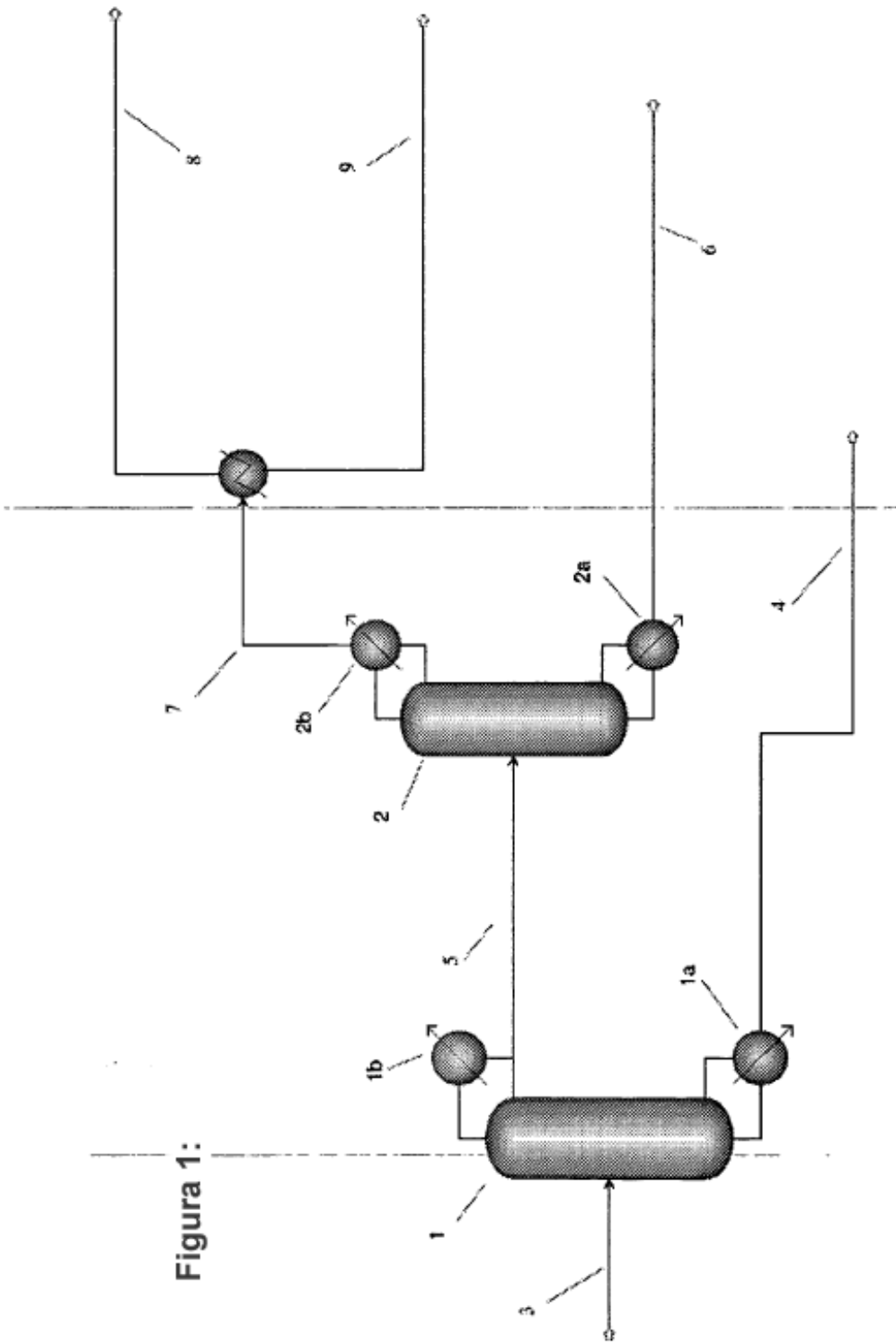


Figura 1:

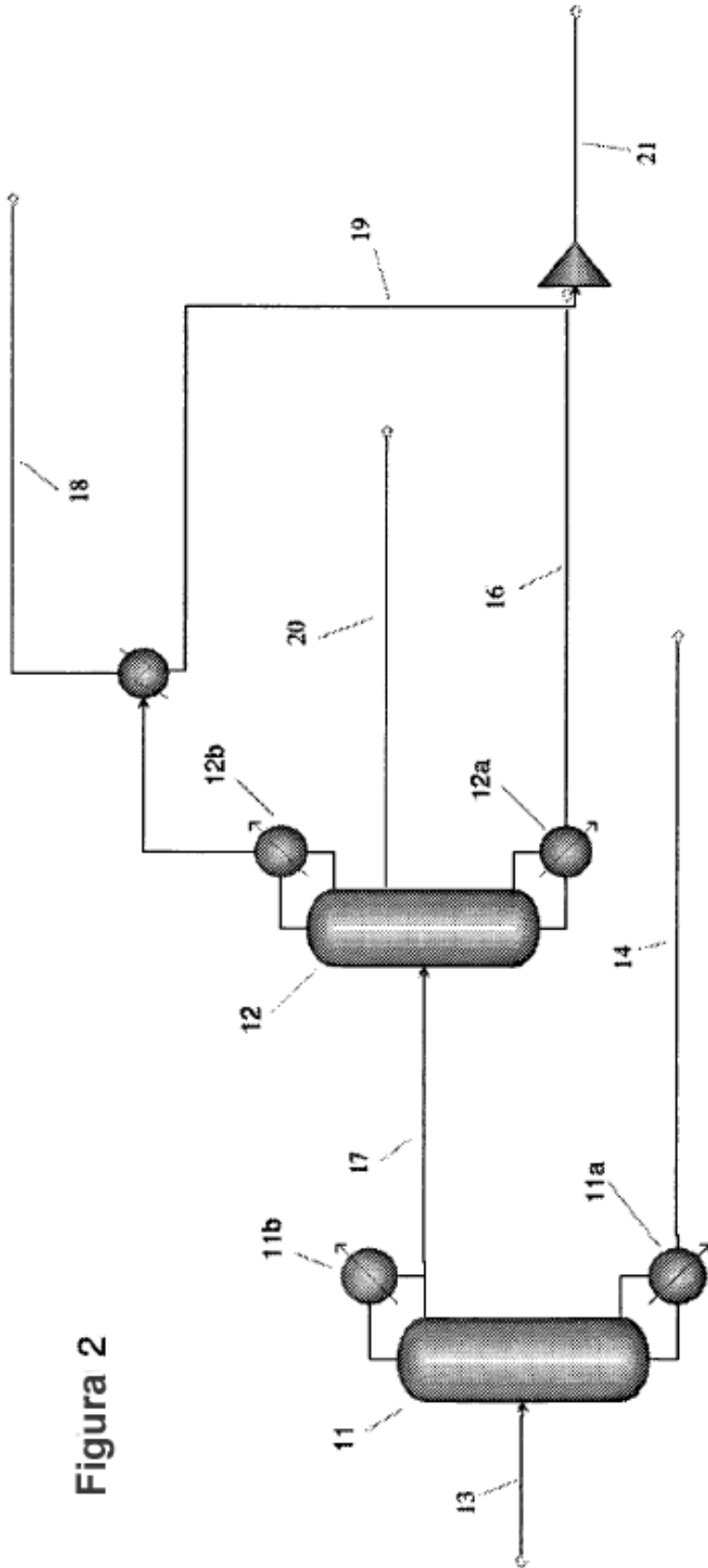


Figura 2

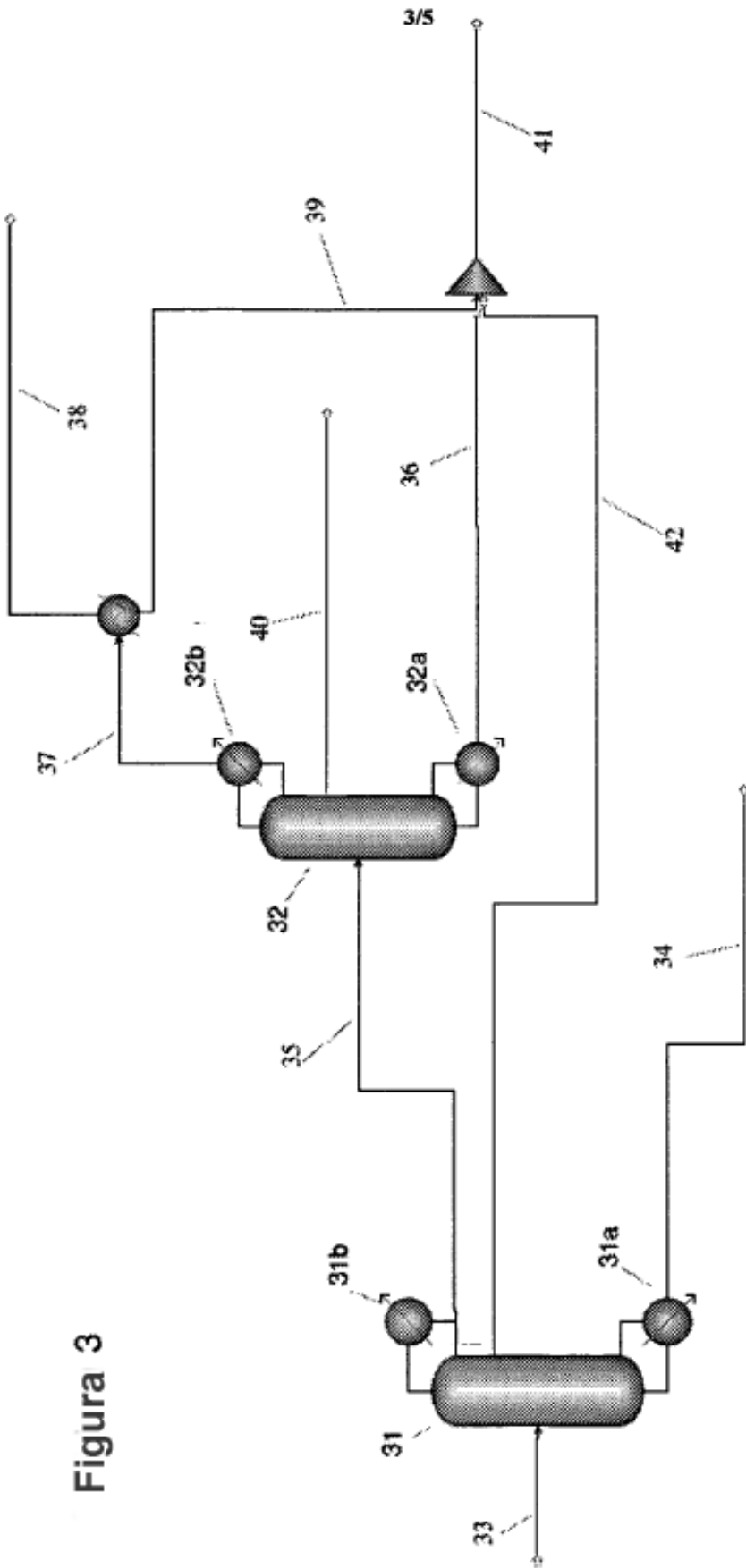


Figura 3

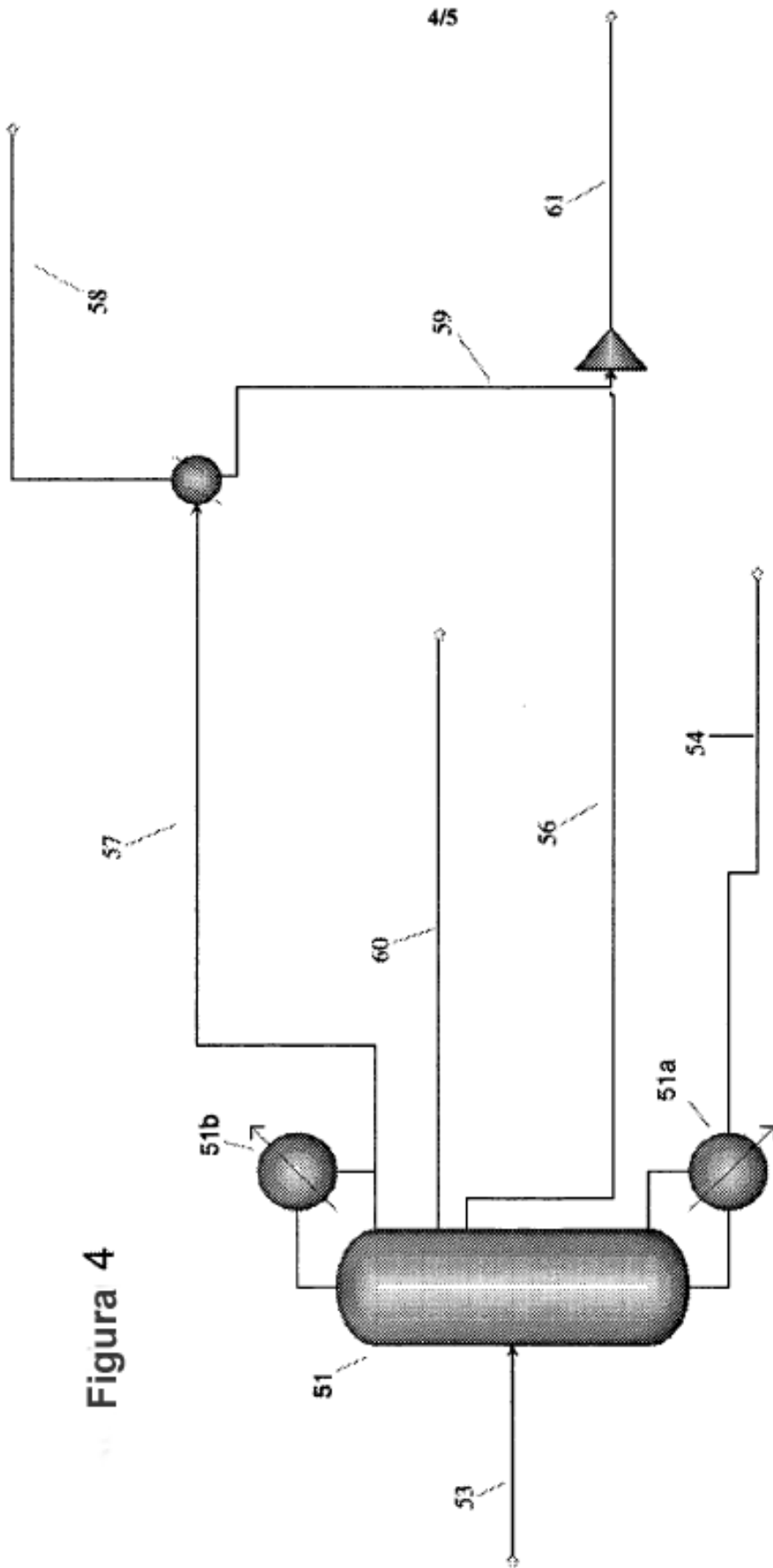


Figura 4

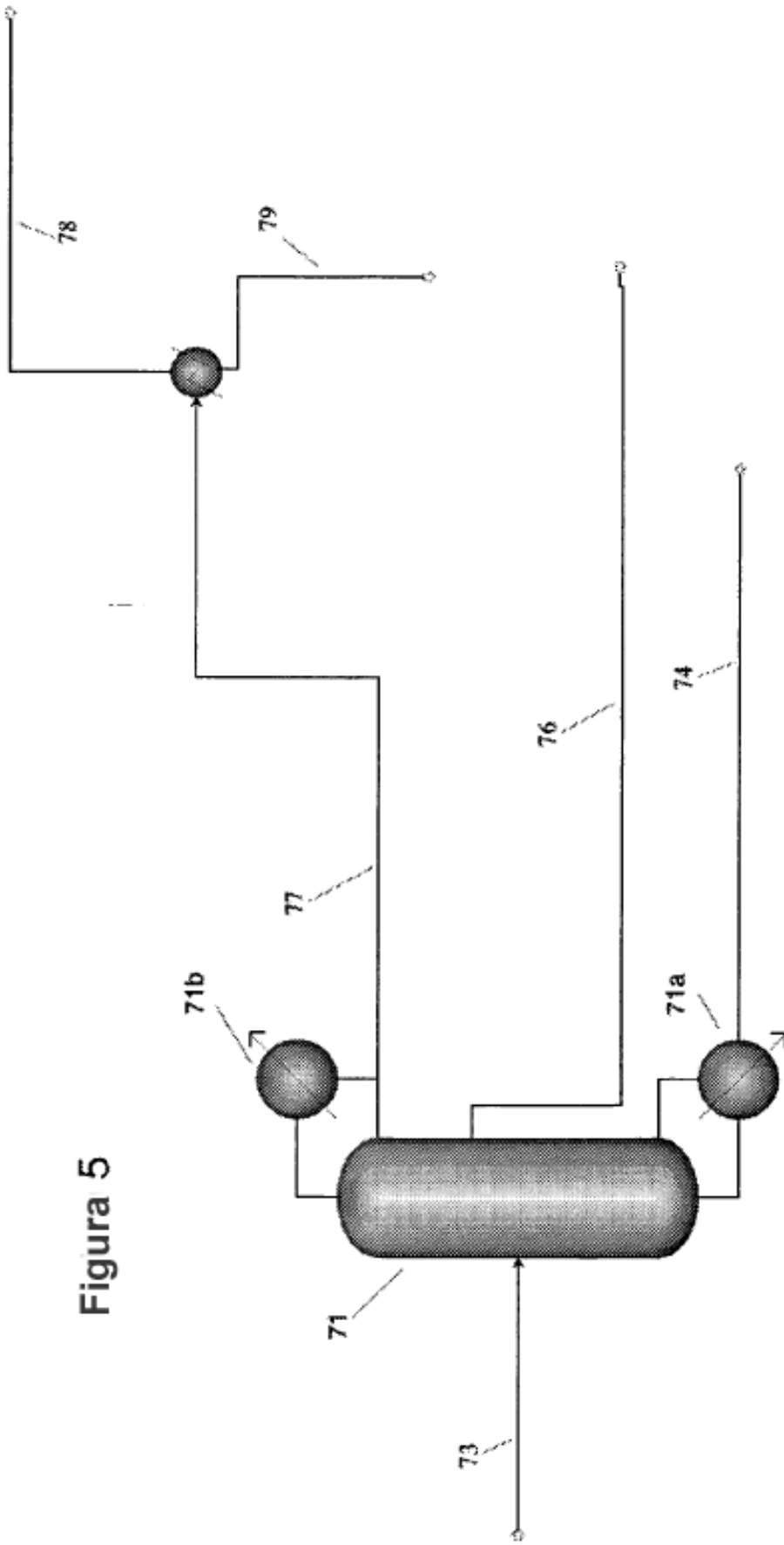


Figura 5