



# OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11) Número de publicación: 2 543 305

51 Int. Cl.:

C01B 33/107 (2006.01) B01J 12/00 (2006.01) C01B 33/04 (2006.01)

12 TRADUCCIÓN DE

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 16.01.2012 E 12700965 (2)

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 13.05.2015 EP 2665682

(54) Título: Procedimiento y dispositivo para la conversión química del tetracloruro de silicio en el triclorosilano

(30) Prioridad:

17.01.2011 DE 102011002749

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 18.08.2015

(73) Titular/es:

WACKER CHEMIE AG (100.0%) Hanns-Seidel-Platz 4 81737 München, DE

(72) Inventor/es:

RING, ROBERT; BANOS, NOEMI y PÄTZOLD, UWE

(74) Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel** 

# **DESCRIPCIÓN**

Procedimiento y dispositivo para la conversión química del tetracloruro de silicio en el triclorosilano

Son objeto del invento un procedimiento así como un dispositivo para la conversión química del tetracloruro de silicio en el triclorosilano.

5 El triclorosilano se utiliza para la producción de un silicio policristalino.

20

25

50

La preparación del triclorosilano se efectúa usualmente según un procedimiento de lecho turbulento fluidizado a partir de un silicio metalúrgico y del cloruro de hidrógeno. Con el fin de producir un triclorosilano muy puro, se efectúa a continuación de ello una destilación. En tal caso resulta como producto secundario también el tetracloruro de silicio.

La cantidad más grande del tetracloruro de silicio resulta al efectuar la deposición de un silicio policristalino. Un silicio policristalino se produce por ejemplo mediante el proceso de Siemens. En este caso, el silicio se deposita en un reactor junto a unas delgadas barras calentadas. Como gas de proceso se utiliza, en calidad del componente que contiene silicio, un halógeno-silano tal como el triclorosilano, en presencia de hidrógeno. En el caso de la conversión química del triclorosilano (por desproporcionamiento) en un silicio depositado resultan grandes cantidades del tetracloruro de silicio.

A partir del tetracloruro de silicio se puede producir, por ejemplo, por medio de una reacción con hidrógeno y oxígeno a unas altas temperaturas dentro de unas cámaras de combustión, un ácido silícico altamente disperso.

La utilización, que resulta la más interesante económicamente, del tetracloruro de silicio, es, sin embargo, la conversión química en triclorosilano. Ésta se efectúa por medio de una reacción del tetracloruro de silicio con hidrógeno para formar el triclorosilano y el cloruro de hidrógeno. De esta manera se hace posible producir el triclorosilano a partir del producto secundario tetracloruro de silicio que resulta al realizar la deposición, y aportar ese tetraclorosilano de nuevo al proceso de deposición, con el fin de producir el silicio elemental.

La conversión química con hidrógeno del tetracloruro de silicio en el triclorosilano tiene lugar usualmente en un reactor a unas altas temperaturas, a por lo menos 600°C, de manera ideal a por lo menos 850°C. (= Conversión química a alta temperatura).

Por motivos de ahorro de energía, los eductos (productos de partida) de la reacción (el tetracloruro de silicio y el hidrógeno) se calientan usualmente con ayuda de los gases de salida calientes del reactor (productos y restos de los eductos, por lo tanto esencialmente el triclorosilano, el cloruro de hidrógeno, el tetracloruro de silicio y el hidrógeno).

En el documento de patente alemana DE 30 24 320 C2 se reivindica un correspondiente dispositivo para la conversión química del tetracloruro de silicio en el triclorosilano mediando utilización de una unidad de intercambio de calor. La unidad de intercambio de calor puede estar compuesta, por ejemplo, a base de un conjunto de tubos de grafito no calentados eléctricamente, que sirven como una conducción para la evacuación de gas, los cuales son recorridos en su exterior por una corriente de gas fresco (de nueva aportación) según el principio de contracorriente.

Unos reactores para la hidrogenación del tetracloruro de silicio con hidrógeno deben de poder soportar unas altas temperaturas y la naturaleza corrosiva de unos materiales, tales como unos clorosilanos y el cloruro de hidrógeno gaseoso, que se forma durante el proceso de hidrogenación. Por lo tanto, se utilizan dentro del reactor típicamente unos materiales que están constituidos sobre la base de carbono, inclusive carbono, grafito, materiales compuestos con fibras de carbono y otros similares.

El documento de solicitud de patente alemana DE 195 02 550 A1 divulga un procedimiento para la hidrogenación del tetracloruro de silicio, comprendiendo el procedimiento el recurso de que se ponen en contacto el hidrógeno gaseoso y el tetracloruro de silicio a una temperatura de más que 600°C dentro de un reactor, que comprende una envoltura que se ha de poner bajo presión, dentro de la que está dispuesto un recipiente de reacción, que forma una cámara interior esencialmente cerrada, con el fin de poner en contacto el hidrógeno gaseoso con el tetracloruro de silicio, caracterizado por que una cámara exterior está dispuesta entre la envoltura que se ha de poner bajo presión y el recipiente de reacción, estando dispuesta, en la cámara exterior y en situación contigua a la envoltura, una capa aislante de carbono o grafito y estando dispuesto(s) entre la capa aislante y el recipiente de reacción uno o varios elementos de calentamiento, aportándose a la cámara exterior un gas o una mezcla gaseosa con una relación molar de cloro a silicio de más que 3,5.

El gas aportado a la cámara exterior puede ser el tetracloruro de silicio o una mezcla del tetracloruro de silicio con el triclorosilano, el diclorosilano o el clorosilano. La mezcla gaseosa aportada a la cámara exterior puede comprender

también cloro, cloruro de hidrógeno o una mezcla de ellos y uno o varios silanos, que se escogen entre el conjunto formado por tetracloruro de silicio, triclorosilano, diclorosilano y clorosilano.

A unas altas temperaturas, el grafito reacciona con hidrógeno para formar metano (= metanización). Esto conduce a unos defectos estructurales del reactor y finalmente a fallos y deficiencias del reactor y a una reducción del período de tiempo de servicio. Puesto que las partes y piezas defectuosas deben de ser intercambiadas y se tienen que montar unas nuevas partes y piezas, esto está vinculado también con un gasto financiero considerable.

5

10

25

35

40

La metanización aparece en particular en los elementos de calefacción que entran en contacto directamente con el hidrógeno y el tetracloruro de silicio. Junto a esto, también pueden ser dañados los intercambiadores de calor en contracorriente en particular en la región de altas temperaturas, particularmente en la región de los gases de escape, mediante la reacción entre el hidrógeno y el grafito para formar metano. Especialmente los elementos de calefacción que se fabrican a partir de grafito muestran la máxima susceptibilidad a la corrosión, puesto que en ese caso el hidrógeno (mezclado con el tetracloruro de silicio) incide sobre unas superficies muy calientes. Unos daños en los elementos de calefacción conducen con una alta probabilidad a un fallo del reactor de conversión química, puesto que los elementos de calefacción se ejecutan como un sistema de calefacción por resistencia eléctrica.

Puesto que el grafito, a causa de su porosidad, es permeable para el hidrógeno y el tetracloruro de silicio, el hidrógeno y el tetracloruro de silicio pueden difundirse en el intercambiador de calor desde el lado de los eductos hasta el lado de los productos. Esto reduce la selectividad del proceso global, puesto que no todos los eductos son conducidos completamente a través del convertidor.

La corriente de eductos que se difunde hasta el lado de los productos no alcanza a la zona de reacción, lo cual conduce a que no tenga lugar ninguna conversión química del tetracloruro de silicio en el triclorosilano. Adicionalmente, la corriente de productos, que procede de la zona de reacción, es diluida, lo cual resulta desventajoso.

En el caso de que se proceda conforme al documento de solicitud de patente alemana DE 195 02 550 A1, los elementos de calefacción no están en contacto con el hidrógeno caliente. Por lo tanto, en esta zona no puede llegarse a ninguna corrosión. Se pueden disminuir los efectos dañinos del hidrógeno gaseoso por el exterior de la zona de reacción.

No obstante, los tubos, que forman la zona interior, y también definen la zona exterior, pueden ser corroídos por el hidrógeno entrante, lo cual, a largo plazo, conduce a fallos y deficiencias del reactor.

Además de esto, se ha puesto de manifiesto que, en presencia del diclorosilano, se llega a una deposición de silicio junto a los dos tubos. Esto conduce a un empeoramiento de la transmisión de calor. Con el fin de compensar este defecto, se tendría que aumentar aún más la potencia de calefacción, lo cual repercutiría negativamente sobre el balance de energía.

En el documento de solicitud de patente europea EP 2 008 969 A1 se describe un reactor para la conversión química del tetracloruro de silicio, en el cual un gas protector se utiliza con el fin de impedir las fugas de gases de proceso que eventualmente aparecen. En tal caso, se conduce argón dentro de un recipiente exterior, mientras que en el recipiente de reacción no se encuentra nada de argón. De esta manera, los elementos de calefacción son protegidos con respecto del hidrógeno y de otros gases de proceso.

También en el documento EP 2 000 434 A2 se propone un dispositivo para la conversión química del tetracloruro de silicio, en cuyo caso los elementos de calefacción están dispuestos por separado con respecto del recinto de reacción. El espacio existente entre la zona de reacción y el recipiente exterior es abastecido con argón bajo una presión elevada, con el fin de impedir fugas hacia fuera. También en el presente caso, los elementos de calefacción no están ciertamente en contacto directo con el hidrógeno caliente. Por consiguiente, se evita una corrosión de los elementos de calefacción. No obstante, los intercambiadores de calor están sometidos al hidrógeno sin ninguna protección.

La desventaja de estos métodos consiste en que por medio de la más alta distancia de los elementos de calefacción con respecto a la corriente de productos, se necesita una temperatura esencialmente más alta de estos elementos de calefacción. Esta temperatura más alta tiene como consecuencia unos daños en la conducción de la electricidad a través del sistema. Además de esto, ellos condicionan un gasto más grande para el aislamiento del recinto de calefacción hacia el exterior con respecto a la envoltura que soporta presión. Por lo demás, este aislamiento, que es adicionalmente necesario, aumenta la magnitud del diámetro de la instalación. El recinto de calefacción debe de ser provisto, además de esto, de un costoso sistema de regulación de la presión, que procura que la presión en el recinto de calefacción sea siempre algo más grande que en el recinto para el producto, con el fin de que, sobre todo, el hidrógeno no pueda penetrar en el recinto de calefacción.

Sin embargo, la presión en el recinto de calefacción tampoco debe de ser demasiado grande, puesto que, de lo contrario, la cámara para los productos que, a causa de los elementos de calefacción, está sometida a unas temperaturas extremas, es cargada adicionalmente todavía con una sobrepresión y por lo tanto puede ser dañada. Además de ello, por medio de los elementos de calefacción ausentes en el recinto de reacción se pierden superficies de intercambio de calor, que tienen que ser incorporadas adicionalmente, lo cual hace que el reactor se tenga que hacer todavía más grande.

5

10

15

30

45

50

Si la envoltura que delimita el recinto de calefacción es dañada con facilidad, p.ej. por un ataque químico, el gas circula en el recinto de calefacción de un modo condicionado por la depresión que reina en el recinto para los productos. Esto significa, por un lado, una correspondiente pérdida gaseosa para el gas que se encuentra dentro del recinto de calefacción. Por otro lado, los productos gaseosos son impurificados por el gas entrante, lo cual puede repercutir desventajosamente en particular para los subsiguientes procesos.

En principio, también es posible incorporar la potencia, no por radiación sino por inducción, en el recinto para los productos. Las desventajas de esta variante son asimismo la costosa regulación de la presión y el mayor diámetro necesario de la instalación. Además de ello, debería de incorporarse un aislamiento entre el recinto para los productos y el recinto de calefacción, con el fin de proteger a la bobina de inducción existente dentro del recinto de calefacción con respecto de unas temperaturas inadmisiblemente altas. Adicionalmente, la bobina de inducción tendría que ser enfriada, lo cual conduce a unas pérdidas de calor y por consiguiente reduce el coeficiente de rendimiento del reactor.

En el documento DE 10 2006 050 329 B3 se describe un procedimiento a alta presión para realizar la conversión química del tetracloruro de silicio en el triclorosilano. La conversión química debe de efectuarse a una presión hipercrítica de los eductos gaseosos. De manera preferida, la presión del sistema de la corriente de productos es mantenida en la región infracrítica. Esto se consigue mediante una descompresión detrás de la zona de reacción. Sin embargo, también en este caso se pone de manifiesto que los elementos de calefacción y los intercambiadores de calor son corroídos por el hidrógeno.

En el estado de la técnica se emprendieron esfuerzos de revestir con unos apropiados materiales a las partes y piezas de grafito que se utilizan, con el fin de conseguir que el hidrógeno ya no pueda reaccionar con la superficie de las partes y piezas o pueda hacerlo solamente en un grado disminuido.

En el documento DE 10 2005 046 703 A1 se propone, por ejemplo, revestir in situ con carburo de silicio a la superficie de la cámara de reacción y a la superficie del elemento de calefacción para protegerlas frente a la hidrogenación del clorosilano y de esta manera disminuir una metanización de estas piezas constructivas. Esta etapa del revestimiento con el carburo de silicio tiene lugar a una temperatura de por lo menos 1.000°C.

A pesar de todo, también en el caso de unas piezas y partes de grafito revestidas siempre son de esperar todavía una metanización y una corrosión que va acompañada de ella.

Por lo demás, también es necesario revestir a los intercambiadores de calor - en particular a las piezas y partes que están más calientes - lo cual significa un gasto financiero no insignificante, toda vez que se sigue tratando de productos de consumo. También sería concebible una producción de los intercambiadores de calor por completo a base de SiC, lo cual, sin embargo, por una parte, significa asimismo un enorme gasto financiero y, por otra parte, no es posible, o solamente lo es con muchas dificultades, una producción de grandes piezas constructivas a base de SiC o de unos materiales cerámicos comparables, tal como propiamente son necesarios en el caso de unas instalaciones de producción.

En el documento DE 10 2005 005 044 A1 se describe un procedimiento para la conversión química del tetracloruro de silicio en el triclorosilano, en cuyo caso se controla la velocidad de enfriamiento del gas de proceso en el intercambiador de calor. Para los intercambiadores de calor se utilizan de manera preferente unos materiales tales como el carburo de silicio, el nitruro de silicio, un vidrio cuarzoso, un grafito o un grafito revestido con el carburo de silicio.

No obstante, el gasto constructivo es comparativamente alto y por consiguiente la utilización de tales intercambiadores de calor es relativamente cara.

En el documento DE 11 2008 002 299 T5 se propone limpiar y purificar un diclorosilano "sucio e impuro" que contiene triclorosilano, procedente de la producción en bruto del triclorosilano, y luego hacerlo reaccionar con el tetracloruro de silicio para formar el triclorosilano.

Si se utiliza el diclorosilano en el caso de la conversión química como un componente adicional de los eductos, sin embargo se observa un revestimiento continuo adicional de las piezas y partes hechas de grafito, tales como los intercambiadores de calor. Este revestimiento que va creciendo con el tiempo modifica la transmisión de calor y por

lo tanto tiene unas repercusiones negativas sobre el consumo de energía. Además de ello, el revestimiento tiene unas repercusiones negativas sobre la integridad estructural de las piezas constructivas, en particular de los elementos de calefacción.

Mediante la reacción de deposición del diclorosilano, que tiene lugar ya antes de la entrada del diclorosilano en el recinto de reacción propiamente dicho, solamente una pequeña cantidad del diclorosilano queda remanente, para que pueda reaccionar con el tetracloruro de silicio. La elevación del rendimiento del triclorosilano es por lo tanto en la realidad manifiestamente más pequeña que la que al principio se esperaba.

5

30

35

40

45

50

55

Esta problemática de la deposición del diclorosilano se presenta en el caso de todos los procedimientos y reactores que se han conocido en el estado de la técnica, cuando está contenido el diclorosilano en la corriente de eductos.

A partir de esta problemática se estableció el planteamiento de la misión del presente invento, de poner a disposición un procedimiento y un dispositivo apropiado para la realización del procedimiento, que impidan una metanización de piezas constructivas y que en el caso del empleo del diclorosilano repriman una deposición sobre las piezas constructivas y al mismo tiempo aumenten el rendimiento del triclorosilano.

La misión del invento se resuelve por medio de un procedimiento para la hidrogenación de clorosilanos en un 15 reactor, incorporándose en una zona de reacción, por separado unas de otras, por lo menos dos corrientes gaseosas de eductos, siendo conducida la primera corriente gaseosa de eductos, que contiene tetracloruro de silicio, a través de una primera unidad de intercambio de calor, en la que ella es calentada, y luego siendo conducida a través de una unidad de calefacción, y siendo calentada en este caso a una primera temperatura antes de que la primera corriente gaseosa de eductos alcance a la zona de reacción, y siendo calentada a una segunda temperatura 20 la segunda corriente gaseosa de eductos, que contiene hidrógeno, a través de una segunda unidad de intercambio de calor, siendo la primera temperatura más grande que la segunda temperatura, y siendo incorporada luego en la zona de reacción, de manera tal que la temperatura media de los gases en la zona de reacción esté situada entre 850°C y 1.300°C, y reaccionando luego para formar unos productos gaseosos que comprenden el triclorosilano y el cloruro de hidrógeno, siendo conducidos los productos gaseosos, que se han producido al realizar la reacción, a 25 través de las mencionadas por lo menos dos unidades de intercambio de calor, y calentando previamente las corrientes gaseosas de eductos según el principio de contracorriente a la reacción, siendo atravesada por la corriente en primer lugar la primera unidad de intercambio de calor y después de esto la segunda unidad de intercambio de calor.

Asimismo, el problema planteado por esta misión se resuelve por medio de un reactor que está destinado a la hidrogenación de tetraclorosilanos, el cual comprende dos dispositivos para la entrada de gases, por medio de los cuales los eductos gaseosos pueden ser incorporados en el reactor por separado unos de otros, y por lo menos un dispositivo para la salida de gases, a través del cual se puede conducir una corriente gaseosa de productos, por lo menos dos unidades de intercambio de calor, que están unidas una con otra y que son apropiadas para calentar por separado entre sí a los eductos gaseosos mediante los productos gaseosos que se conducen a través de las unidades de intercambio de calor, así como una zona de calefacción, que está dispuesta entre una primera unidad de intercambio de calor y una zona de reacción y en la que se encuentra por lo menos un elemento de calefacción.

De manera preferida, la zona de reacción es provista de una entrada adicional para gases, la cual está dispuesta de tal manera que el gas entrante no pueda ponerse en contacto con los elementos de calefacción. De manera preferida, esta entrada para gases se encuentra en el centro de la superficie de delimitación inferior de la cámara de reacción y está provista de por lo menos una tobera.

En una forma de realización, el reactor comprende un recipiente, que contiene una superficie de envoltura, un plato inferior así como un plato superior que está situado enfrente del plato inferior, así como por lo menos un dispositivo de entrada para una corriente gaseosa de eductos y por lo menos un dispositivo de salida para una corriente gaseosa de productos, por lo menos un elemento de calefacción en forma de círculo o varios elementos de calefacción dispuestos en forma de círculo, por lo menos cuatro disposiciones cilíndricas de cambio de dirección para el gas, que están dispuestas concéntricamente en el recipiente, que son apropiadas para cambiar la dirección del gas que circula junto al plato superior o junto al plato inferior del reactor, siendo más grande el radio de una primera disposición cilíndrica de cambio de dirección, y más pequeño el radio de las por lo menos otras tres disposiciones de cambio de dirección, que el radio del elemento de calefacción en forma de círculo o más pequeño que el radio del círculo, sobre el que están dispuestos los elementos de calefacción, por lo menos otro dispositivo de entrada para unos eductos gaseosos, que comprende unas toberas que están colocadas en forma de círculo junto al plato inferior del recipiente, siendo más grande el radio del círculo, sobre el que están dispuestas las toberas, que el radio de una de las disposiciones de cambio de dirección y más pequeño que el radio de una disposición de cambio de dirección que está contigua a esa disposición de cambio de dirección.

Mediante el procedimiento conforme al invento es posible separar entre sí al hidrógeno y al tetracloruro de silicio en la afluencia de la corriente por el lado de los eductos. El tetracloruro de silicio puede ser calentado adicionalmente, sin la presencia de hidrógeno en una zona de calefacción, con ayuda de un elemento de calefacción que es

calentado por electricidad a una temperatura de por encima de 1.300°C, sin que sea corroído el elemento de calefacción. En la zona de calefacción no tienen lugar reacciones químicas de ningún tipo, puesto que solamente se aportan unos gases que son inertes para el intervalo de temperaturas. Tan solo en la zona de reacción se mezclan ambas corrientes de eductos, se ajusta la deseada temperatura de mezcladura y reaccionan las corrientes de eductos para formar los deseados productos, sin que se efectúe una calefacción adicional.

De manera especialmente preferida, la presión de la corriente gaseosa de eductos en la primera unidad de intercambio de calor es ajustada a un valor más alto en 10 hasta 1.000 mbar que la presión de la corriente gaseosa de productos al circular a través de la primera unidad de intercambio de calor.

Esta diferencia de presiones produce un caudal volumétrico de difusión entre el lado de los eductos y el lado de los productos del intercambiador, y puede ser ajustada mediante un estrangulador (16).

En el caso de un reactor habitual, los eductos (el H<sub>2</sub> y el tetracloruro de silicio) son llevados en común dentro de un recipiente aislado a través de un orificio a los intercambiadores de calor. El gas de salida caliente de la reacción (el triclorosilano, el tetracloruro de silicio, el HCl y el H<sub>2</sub>) calienta a los eductos según el procedimiento de contracorriente en cruz casi hasta la deseada temperatura final. En el recinto de reacción, los eductos son conducidos adicionalmente a lo largo de los elementos de calefacción, para adquirir de esta manera la temperatura que es necesaria para la reacción.

Una ecuación de reacción simplificada se expresa de la siguiente manera:

5

15

30

50

$$SiCl_4 + H_2 \rightarrow SiHCl_3 + HCl$$

Por un orificio, el producto gaseoso obtenido de esta manera, que comprende SiHCl<sub>3</sub> + HCl, circula a través del o de los intercambiador(es) de calor que están constituidos a base de grafito, y abandona el reactor a través de otro orificio más.

En tal caso se ponen de manifiesto no obstante las desventajas que se han descrito con anterioridad (metanización, corrosión, gasto, costos).

Con el fin de conseguir una separación de los eductos (que en lo esencial son el hidrógeno y el tetracloruro de silicio), conforme al invento se emplean por lo menos dos unidades de intercambio de calor, que están separadas una de otra, produciéndose de manera especialmente preferida una o varias de ellas a base de grafito y por lo menos una de ellas a base de acero.

La corriente caliente de productos calienta de manera preferida en primer lugar a los intercambiadores de calor que se han producido a base de grafito y a continuación a los intercambiadores de calor que se han producido de manera preferida a base de acero.

La Fig. 1 muestra esquemáticamente al dispositivo conforme al invento.

En el intercambiador de calor "más caliente" WT1, que sigue directamente a la zona de reacción 13, la corriente gaseosa de eductos 12, que contiene tetracloruro de silicio, es calentada por medio del gas de salida de la zona de reacción (RZ).

El intercambiador de calor WT1 se compone a base de un grafito, a base de carburo de silicio o a base de un grafito que está revestido con carburo de silicio. Un estrangulador 16 opcional, pero especialmente preferido, que puede estar compuesto por ejemplo a base de un estrechamiento de una conducción tubular, de la incorporación de una apropiada grifería o del dimensionamiento más pequeño del diámetro de las conducciones tubulares que se utilizan, procura una definida diferencia de presiones entre la salida del intercambiador de calor WT1 y la zona de calefacción HZ. En la zona de calefacción la corriente gaseosa de eductos 12 es conducida a lo largo de unos elementos de calefacción, de manera tal que se aumenta la temperatura. Los elementos de calefacción pueden estar construidos en tal caso de manera preferida tal como se ha descrito en el documento DE 10 2005 046 703 A1. La temperatura alcanzada debe ser en este caso más alta que la que se necesita para la reacción. Esta corriente gaseosa de eductos 12 que ha sido calentada y reducida de presión de esta manera, es incorporada en la zona de reacción del reactor.

El educto gaseoso hidrógeno no es conforme al invento una parte componente de la corriente gaseosa de eductos 12, lo cual tiene como consecuencia el hecho de que, por el lado de los eductos, está excluida una corrosión del grafito causada por una metanización. En una pequeña proporción, no obstante, el hidrógeno puede ser una parte componente de la corriente de eductos 12, cuando está asegurado que la concentración sea más pequeña que la que precisamente es todavía tolerable para la metanización del grafito.

La corriente gaseosa de eductos 11 es calentada mediante la unidad de intercambio de calor "más fría" WT2, que de manera preferida se compone a base de un acero o acero inoxidable, a la que le sigue la unidad de intercambio de calor WT1 y que está sometida al producto gaseoso, que ya está algo más frío. La corriente gaseosa de eductos 11 es llevada, después del calentamiento en la unidad de intercambio de calor WT2 a través de una o varias toberas 17 a la zona de reacción. La temperatura de la corriente gaseosa de eductos 11, después de un calentamiento en la unidad de intercambio de calor WT2, es en este caso más pequeña que la temperatura que se necesita para la reacción.

La corriente gaseosa de eductos 11 contiene el hidrógeno, que es necesario para la reacción en RZ.

5

25

45

La utilización de un acero o acero inoxidable para la unidad de intercambio de calor WT2 en vez de, como es habitual, un grafito o grafito revestido, es ventajosa, puesto que el hidrógeno, mediante la junta de estanqueidad existente en el intercambiador de calor hecho de acero, no entra en contacto con el grafito y por consiguiente no puede aparecer ninguna corrosión. Esto es debido en particular en particular al hecho de que no tiene lugar ninguna difusión de hidrógeno a través del acero que es estanco a los gases. Por consiguiente está excluido que el hidrógeno delante de la cámara de reacción pudiera llegar a unas piezas o partes hechas de grafito. Finalmente, se impiden también unas eventuales pérdidas de rendimiento por difusión del hidrógeno.

Puesto que la corriente de productos en la unidad de intercambio de calor WT1 ya había sido suficientemente enfriada, el empleo de un acero para la unidad de intercambio de calor WT2 es inocuo en lo que se refiere a la técnica de procesos.

Por motivos del rendimiento de espacio y tiempo, el reactor de conversión química se hace funcionar en la región de las sobrepresiones.

Las corrientes de eductos individuales así como también la corriente de productos tienen, por lo tanto, también una sobrepresión.

Por lo tanto, es ventajoso que los intercambiadores de calor, en particular el intercambiador de calor de acero (inoxidable) sean dispuestos en la envoltura del reactor 15 que soporta presión, puesto que los intercambiadores de calor entonces deben de tener solamente una pequeña resistencia mecánica, y un sitio, que posiblemente sea ligeramente permeable, situado junto a los intercambiadores de calor, no pueda significar ninguna salida de productos o incluso un riesgo para la seguridad.

La Fig. 2 muestra una vista en alzado detallada de principio de las zonas de calefacción y de reacción.

La corriente de eductos 22 que contiene tetracloruro de silicio, es conducida a lo largo de la pared interior del alojamiento 25 estable y resistente a la presión, después de haber pasado por un primer elemento cilíndrico de cambio de dirección 29 a la zona de calefacción, dentro de la que se encuentra por lo menos un elemento de calefacción 28 que está siendo calentado activamente. Por ejemplo, este elemento de calefacción se puede ejecutar como un sistema de calefacción por resistencia eléctrica, pero también se pueden concebir unos métodos de calefacción por inducción.

- Los elementos de calefacción pueden encontrarse distribuidos individualmente a lo largo del radio o se pueden componer también a base de una banda de calefacción en forma de meandro, que forma un anillo total, o se pueden componer a base de varios anillos parciales de calefacción en forma de meandros. Una descripción más detallada de un elemento de calefacción en forma de meandro es reproducida en el documento de solicitud de patente internacional WO 03/073794 A1.
- 40 Un elemento cilíndrico de cambio de dirección se puede componer, sin limitarse a ello, por ejemplo a base de un sencillo cilindro hueco que está constituido a base de grafito. Un elemento de cambio de dirección provoca una modificación en 180º de la dirección de flujo principal del gas.

La mencionada corriente de eductos es conducida a través de los mencionados elementos de calefacción y de esta manera es calentada a una temperatura más alta. Después de ello la corriente de eductos pasa por un segundo elemento cilíndrico 29 de cambio de dirección. Tan solo después haber pasado por un tercer elemento 29 de cambio de dirección, a la corriente de eductos que contiene tetracloruro de silicio se le añade otra corriente gaseosa de eductos 21 que contiene hidrógeno, a través de un círculo 26 de toberas. Aquí comienza la zona de reacción del dispositivo, en la que las dos corrientes de eductos se mezclan y reaccionan para formar el deseado producto.

Después de haber pasado por otros dos elementos cilíndricos 29 de cambio de dirección, a esta corriente gaseosa se le puede añadir otra corriente gaseosa de eductos 23 que contiene diclorosilano, pasando por una tobera 27 que está colocada centralmente en la zona de reacción. Todos los componentes de las corrientes gaseosas de eductos

pueden realizar aquí unos con otros las deseadas reacciones, antes de que ellos abandonen en forma de una corriente de productos 24 a la zona de reacción en dirección a la primera unidad de intercambio de calor.

Lista de los signos de referencia que se utilizan en la Fig. 2

- 21 Corriente de eductos que contiene hidrógeno
- 22 Corriente de eductos que contiene tetracloruro de silicio
  - 23 Corriente de eductos que contiene diclorosilano
  - 24 Corriente de productos que contiene triclorosilano y HCI
  - 25 Pared interior del alojamiento estable a la presión, que contiene el plato inferior y la superficie de envoltura
  - 26 Círculo de toberas para la corriente de eductos que contiene hidrógeno
- 10 27 Tobera para la corriente de eductos que contiene diclorosilano
  - 28 Elemento de calefacción

5

29 Elementos cilíndricos de cambio de dirección de los gases.

La temperatura en la zona de reacción (RZ), en cuyo caso se ajusta el equilibrio químico de la reacción, se establece a partir de la temperatura mixta de la suma de las corrientes de eductos que contienen el tetracloruro de silicio y el hidrógeno de la que se resta la energía endotérmica, que se necesita para la reacción del tetracloruro de silicio y del hidrógeno para formar el triclorosilano y el HCI.

En el caso de una temperatura mixta T dada en la zona de reacción, la temperatura de la corriente gaseosa de eductos que contiene tetracloruro de silicio, que se ha de ajustar con la potencia de calefacción de los elementos de calefacción, se puede determinar en una aproximación suficiente de acuerdo con la siguiente ecuación.

20 
$$\sum m_{educto} c_{educto} T_{educto} + \Delta H_R = T \sum m_{producto} c_{producto}$$

En este caso son válidas las siguientes abreviaturas:

Т	Temperatura [ºK]
m <sub>Educto</sub>	Masa molar de la porción de la corriente de eductos (tetracloruro de silicio, hidrógeno)
C <sub>Educto</sub>	Capacidad térmica específica de la porción de los eductos (tetracloruro de silicio, hidrógeno)
T <sub>Educto</sub>	Temperatura de la porción de la corriente de eductos (tetracloruro de silicio, hidrógeno) [ºK]
m <sub>Producto</sub>	Masa molar de la porción de la corriente de productos (triclorosilano, HCI, tetraclorosilano, hidrógeno)
C <sub>Producto</sub>	Capacidad térmica específica de la porción de la corriente de productos (triclorosilano, HCl, tetraclorosilano, hidrógeno)
$\Delta H_R$	Calor de reacción

El calor de reacción  $\Delta H_R$  se determina a partir de la diferencia entre las entalpias de los eductos y las de los productos, de la siguiente manera:

$$\Delta H_R = [H(SiHCl_3) + H(HCl)] - [H(SiCl_4) + H(H_2)]$$

25 La temperatura en la zona de reacción debería estar situada aproximadamente entre 850°C y 1.300°C.

La ventaja de esta medida técnica reside en el hecho de que tampoco los elementos de calefacción entran en contacto con el hidrógeno caliente, por lo que se ha de excluir una corrosión de los mismos.

Por el contrario, a cambio de esto, la temperatura del tetracloruro de silicio y, por consiguiente, también la de los elementos de calefacción, deben de ser más altas que en el caso del reactor que hasta ahora se utilizaba.

La más alta temperatura de los elementos de calefacción está situada sin embargo todavía ampliamente por debajo de su temperatura máxima de uso y no plantea ningún problema, siempre y cuando los elementos de calefacción sean barridos solamente con el tetracloruro de silicio. En particular, la solicitación térmica de las piezas constructivas que rodean a los elementos de calefacción es pequeña debido al enfriamiento inherente por medio de la corriente de eductos que contiene tetracloruro de silicio.

Tal como es sabido, el hidrógeno a más altas temperaturas es responsable de un gran número de mecanismos de corrosión.

Mediante el recurso de mantener al hidrógeno alejado de los elementos de calefacción, es también posible en principio utilizar para los elementos de calefacción otros materiales distintos, tales como p.ej. el disiliciuro de molibdeno, el silicio, el carburo de silicio, el nitruro de silicio o una combinación de estos materiales.

5

10

25

Asimismo es posible y preferida la utilización de unos elementos de calefacción que están hechos a base de un material de CFC (CFC = acrónimo de Carbon Fiber reinforced carbon = carbono reforzado con fibras de carbono).

La aportación de hidrógeno a la zona de reacción se efectúa a través de una tobera o de varias toberas, que es o son apropiada(s) para esto, con la finalidad de mezclar homogéneamente con rapidez el hidrógeno y el tetracloruro de silicio en el recinto de reacción.

Una forma de realización especialmente preferida del procedimiento consiste en que, adicionalmente a las corrientes gaseosas 11 y 12 de eductos calentadas, una tercera corriente gaseosa 13 de eductos se incorpora directamente en la zona de reacción sin tener que calentar previamente a ésta de antemano

Esta tercera corriente gaseosa de eductos contiene de manera especialmente preferida el diclorosilano.

La ventaja de este método reside en que la tercera corriente gaseosa de eductos no entra en contacto con otras piezas constructivas calientes, tales como unos intercambiadores de calor y/o unos elementos de calefacción. Especialmente en el caso de la utilización del diclorosilano, esto conduce a una deposición de silicio junto a las piezas constructivas mencionadas.

La aportación de la tercera corriente gaseosa de eductos en la zona de reacción se efectúa asimismo a través de una tobera o de varias toberas, que es o son apropiada(s) para esto, en una disposición especial, con la finalidad de efectuar una rápida mezcladura a fondo homogénea de todas las corrientes gaseosas de eductos.

Puesto que en la zona de reacción se incorpora adicionalmente una corriente gaseosa de eductos, cuya temperatura es más pequeña que la que se desea en la zona de reacción, la temperatura del tetracloruro de silicio se debe de escoger más alta, con el fin de obtener la deseada temperatura del gas en la zona de reacción. Sí la cantidad de la tercera corriente gaseosa de educto es esencialmente más pequeña que la suma de las otras dos corrientes gaseosas de eductos, también se puede prescindir de una renovada corrección de la corriente gaseosa de eductos que contiene tetracloruro de silicio, puesto que se puede esperar que no disminuya esencialmente la temperatura en la zona de reacción.

El diclorosilano podría ser alimentado tanto al hidrógeno como también al tetracloruro de silicio ya antes de la incorporación en el reactor.

Puesto que, sin embargo, al calentar la mezcla del diclorosilano y del tetracloruro de silicio o respectivamente la del diclorosilano y del hidrógeno en los intercambiadores de calor, se puede llegar a unas reacciones, tal como p.ej. a una deposición de silicio, es ventajosa la alimentación directa del diclorosilano gaseoso dentro del recinto de reacción.

Junto con la ventaja que supone aportar de nuevo al circuito cerrado de materiales el diclorosilano que resulta como producto secundario por medio de la alimentación en el interior del reactor de conversión química, se encontró que, por medio de la alimentación del diclorosilano en el interior del reactor de conversión química, se aumenta esencialmente la selectividad de la reacción de conversión química.

Por medio de los procedimientos y de los dispositivos que hasta ahora se han descrito, es también posible evitar la corrosión por el lado de los eductos del intercambiador de calor que está hecho de grafito y en la zona de los elementos de calefacción.

No obstante, mediante la alimentación de hidrógeno en el recinto de reacción se puede concebir la metanización por el lado de los productos de los intercambiadores de calor que están hechos de grafito.

En efecto, por regla general, el hidrógeno no es convertido químicamente por completo en el recinto de reacción y en la mayor parte de los casos es aportado también a la reacción en un exceso, de manera tal que el hidrógeno está contenido en la corriente de productos.

El hidrógeno caliente, detrás del recinto de reacción, se puede introducir por difusión dentro de las paredes hechas de grafito de los intercambiadores de calor.

Allí se puede llegar a una corrosión que, junto a los problemas estructurales de los intercambiadores de calor, causa principalmente la formación de metano, que debe de ser eliminado posteriormente de nuevo de una manera costosa partir de la corriente gaseosa de salida. Además, la corrosión puede provocar unos daños estructurales, que hagan necesario un prematuro recambio de los intercambiadores de calor.

5 Se ha puesto de manifiesto que el revestimiento, que había sido propuesto en el estado de la técnica, de las correspondientes superficies con un material que no reaccione o que reaccione sólo parcialmente con el hidrógeno caliente, tal como por ejemplo el carburo de silicio, resulta demasiado costoso y antieconómico.

Unos tipos de grafito consolidados posteriormente se han manifestado como inapropiados, puesto que ellos también son atacados por el hidrógeno.

10 Unos tipos de grafito impregnados son ciertamente estancos a los gases, pero solamente se pueden emplear a unas temperaturas hasta de 200°C y por consiguiente son asimismo inapropiados.

Una forma preferida de realización del procedimiento prevé ajustar una corriente volumétrica de difusión que está constituida a base de tetracloruro de silicio desde el lado de los eductos hasta el lado de los productos.

De esta manera, el grafito poroso es atravesado completamente por el tetracloruro de silicio, lo cual impide que el hidrógeno situado por el lado de los productos pueda penetrar en el grafito y atacar a éste por medio de una metanización.

El caudal volumétrico de difusión se debe de ajustar de tal manera que ella sea suficiente como para mantener al hidrógeno alejado con respecto del grafito.

Sin embargo, ella tampoco debe de ser demasiado grande, puesto que, de lo contrario, circularía demasiada cantidad de tetracloruro de silicio desde el lado de los eductos hasta el lado de los productos y de esta manera se reduciría la selectividad de la reacción de conversión química.

El caudal volumétrico de difusión se puede ajustar, sobre la base de una determinada geometría de los intercambiadores de calor, por medio de la diferencia de las presiones que reinan entre el lado de los eductos y el lado de los productos y por medio de la elección de un tipo de grafito con una cierta porosidad.

De manera preferida, el caudal volumétrico de difusión se escoge tan grande que por el lado de los productos se constituya una mínima capa límite a base de tetracloruro de silicio, que mantiene al hidrógeno, existente en la corriente de productos, alejado incluso de la superficie de grafito.

Un grafito revestido con el carburo de silicio puede constituir una desventaja, puesto que mediante la capa de carburo de silicio el grafito es estanqueizado de tal manera que ningún caudal de difusión de tetracloruro de silicio protector pueda atravesar el grafito. Por lo tanto, en esta forma de realización no son preferidos unos revestimientos de carburo de silicio.

## **Ejemplos**

30

35

45

#### Ejemplo comparativo 1 (estado de la técnica)

Como Ejemplo comparativo se utilizó un reactor habitual sin adicionales intercambiadores de calor hechos de acero, de modo correspondiente al documento DE 30 243 20 A1.

Se utilizó en la corriente de eductos una mezcla gaseosa que se componía de 33 % en moles del tetracloruro de silicio y de 67 % en moles del hidrógeno. La temperatura de entrada de la corriente gaseosa de eductos fue de aproximadamente 175°C.

La presión fue ajustada en 6 bares y la temperatura del gas en el recinto de reacción fue ajustada en 1.000°C.

40 El producto gaseoso fue investigado en cuanto a la reacción en un cromatógrafo de gases, siendo determinadas las proporciones del triclorosilano y del tetracloruro de silicio. La temperatura de la corriente gaseosa saliente de productos fue de aproximadamente 350°C.

La selectividad relativa es establecida por la proporción molar del triclorosilano al tetracloruro de silicio.

Por motivos de sencillez, la selectividad relativa que se había alcanzado en el Ejemplo comparativo se define como 100 %.

#### Ejemplo comparativo 2 (estado de la técnica)

En el Ejemplo comparativo 2 se usa el dispositivo conocido a partir del anterior Ejemplo comparativo 1 y adicionalmente en la corriente de eductos se mezcla el diclorosilano en una relación molar de 3 % del diclorosilano por 97 % del tetracloruro de silicio.

La selectividad relativa es de 115 %, es decir un 15 % más alta que en el Ejemplo comparativo anterior. Esto muestra que la adición de diclorosilano proporciona un efecto positivo en lo referente a la selectividad alcanzada. En el caso de un aumento de la relación molar del diclorosilano a 20 % por 80 % del tetracloruro de silicio, la selectividad relativa fue aumentada solo escasamente.

# Ejemplo 3a

15

30

40

45

10 En este Ejemplo se utilizó un reactor según la Fig. 1.

Para la unidad de intercambio de calor WT1 se empleó un grafito prensado isostáticamente.

El proceso fue realizado de una manera análoga a la del Ejemplo comparativo 1, siendo, conforme al invento, calentados por separado el hidrógeno y el tetracloruro de silicio.

El hidrógeno fue llevado en el segundo intercambiador de calor a una temperatura de 500 °C y aportado directamente a la zona de reacción, y el tetracloruro de silicio fue calentado previamente a alrededor de 920 °C en el primer intercambiador de calor y a continuación, con ayuda de los elementos de calefacción eléctricos, fue calentado a 1.350 °C, antes de que los dos gases fueran mezclados en la zona de reacción. La temperatura media en la zona de reacción fue en tal caso de aproximadamente 1.000°C.

La selectividad relativa del reactor se elevó hasta 145 %.

Además de ello, se pudo comprobar que los elementos de calefacción, después de haberse parado el reactor seguían estando todavía en un estado irreprochable. No se pudieron comprobar en ellos repercusiones de ningún tipo de la metanización.

# Ejemplo 3b

El Ejemplo 3b se llevó a cabo de una manera análoga a la del Ejemplo 3a, pero la diferencia de presiones entre el lado de los eductos y el lado de los productos de la unidad de intercambio de calor WT1 se hizo variar en el intervalo comprendido entre 10 mbar y 1.000 mbar mediante el montaje en ella de diferentes estranguladores.

Se ha mostrado que los mejores resultados se consiguieron en el caso de una diferencia de presiones comprendida entre 50 mbar y 200 mbar con un espesor de la pared de grafito al mismo tiempo mínimo, que está situado en el intervalo de 4 - 30 mm entre el lado de los eductos y el lado de los productos de la unidad de intercambio de calor WT1. Sin embargo, los mejores valores se consiguieron en el caso de un espesor mínimo de pared que está comprendido entre 10 mm y 20 mm.

Los autores del invento han reconocido que, evidentemente, resulta óptima la utilización de un grafito prensado isostáticamente para la unidad de intercambio de calor WT1 en combinación con una definida diferencia de presiones.

Evidentemente, la pequeña porosidad del material permite constituir un caudal volumétrico de difusión para la protección del grafito, pero a pesar de todo ajustar suficientemente pequeño el caudal volumétrico con el fin de no reducir de esta manera la selectividad del reactor de conversión química.

Se comprobó que se había generado una metanización manifiestamente reducida de la unidad de intercambio de calor WT1. Se pudo comprobar que la superficie interior de los tubos intercambiadores de calor por el lado de los productos era esencialmente más lisa que en el Ejemplo 3a.

## Ejemplo 4

De una manera adicional al Ejemplo 3b, en otra tobera central, que había sido colocada en el fondo o plato de la zona de reacción, se inyectó el diclorosilano como una tercera corriente de eductos 13 en una relación molar de 3 % del diclorosilano por 97 % del tetracloruro de silicio. Un correspondiente dispositivo con una tobera central adicional está representado esquemáticamente en la Fig. 1.

La corriente inyectada de diclorosilano tenía una temperatura comprendida entre 250°C y 350°C.

No era necesaria una corrección de la temperatura de la corriente previamente calentada de tetracloruro de silicio en la zona de calefacción.

Una tobera central es utilizada para la entrada de la corriente de diclorosilano.

5 La tobera central destinada a la incorporación del diclorosilano tenía un diámetro de 15 mm.

La selectividad relativa se aumentó adicionalmente hasta 165 % sin que fuesen observables en este caso repercusiones negativas en lo que se refería a problemas estructurales.

#### **REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento para la hidrogenación de clorosilanos en un reactor, incorporándose en una zona de reacción, por separado unas de otras, por lo menos dos corrientes gaseosas de eductos, siendo conducida la primera corriente gaseosa de eductos, que contiene tetracloruro de silicio, a través de una primera unidad de intercambio de calor, en la que ella es calentada, y luego siendo conducida a través de una unidad de calefacción, y siendo calentada en este caso a una primera temperatura antes de que la primera corriente gaseosa de eductos alcance a la zona de reacción, y siendo calentada a una segunda temperatura la segunda corriente gaseosa de eductos, que contiene hidrógeno, a través de una segunda unidad de intercambio de calor, siendo la primera temperatura más grande que la segunda temperatura, y siendo incorporada luego en la zona de reacción, de manera tal que la temperatura media de los gases en la zona de reacción esté situada entre 850°C y 1.300°C, y reaccionando luego para formar unos productos gaseosos que comprenden el triclorosilano y el cloruro de hidrógeno, siendo conducidos los productos gaseosos, que se han producido al realizar la reacción, a través de las mencionadas por lo menos dos unidades de intercambio de calor, y calentando previamente las corrientes gaseosas de eductos según el principio de contracorriente a la reacción, siendo atravesada por la corriente en primer lugar la primera unidad de intercambio de calor y después de esto la segunda unidad de intercambio de calor.

10

15

20

25

30

45

50

- 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizada por que en el recinto de reacción se incorpora adicionalmente el diclorosilano con una relación molar de 0,5 % a 20 % referida al tetracloruro de silicio.
- 3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 ó 2, estando hecha la primera unidad de intercambio de calor a base de un grafito o de carburo de silicio, o a base de un grafito que está revestido con carburo de silicio, o a base de nitruro de silicio, o a base de un material de CFC, o a base de un material de CFC que está revestido con carburo de silicio y estando hecha la segunda unidad de intercambio de calor a base de un acero o base de un acero inoxidable.
- 4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 3, caracterizado por que la presión de la corriente gaseosa de eductos en la primera unidad de intercambio de calor es más alta en 10 hasta 1.000 mbar que la presión de la corriente gaseosa de productos, al circular a través de la primera unidad de intercambio de calor.
- 5. Un reactor para la hidrogenación de tetraclorosilanos, que comprende dos dispositivos para la entrada de gases, a través de los cuales los eductos gaseosos pueden ser incorporados por separado entre ellos en el reactor, y por lo menos un dispositivo para la salida de gases, a través de los cuales puede ser conducida una corriente gaseosa de productos, por lo menos dos unidades de intercambio de calor, que están unidas una con otra y que son apropiadas, para calentar por separado entre sí a los productos gaseosos que se conducen a través de las unidades de intercambio de calor, así como una zona de calefacción que está dispuesta entre una primera unidad de intercambio de calor y una zona de reacción, y en la que se encuentra por lo menos un elemento de calefacción.
- 6. Un reactor de acuerdo con la reivindicación 5, caracterizado por al menos un dispositivo adicional para la entrada de gases, que está colocado en el centro de un plato del reactor.
- 35 7. Un reactor de acuerdo con las reivindicaciones 5 ó 6, caracterizado por que entre la primera unidad de intercambio de calor y la zona de calefacción está montado un estrangulador, de manera tal que durante el funcionamiento pueda formarse en la mencionada unidad de intercambio de calor una diferencia de presiones entre la corriente gaseosa de productos y la corriente gaseosa de eductos.
- 8. Un reactor de acuerdo con las reivindicaciones 5 hasta 7, caracterizado por que la segunda unidad de intercambio de calor se fabrica a base de un acero o acero inoxidable.
  - 9. Un reactor de acuerdo con una de las reivindicaciones 5 hasta 8, que comprende un recipiente, que contiene una superficie de envoltura, un plato inferior así como un plato superior que está situado en frente del plato inferior, así como por lo menos un dispositivo de entrada para una corriente gaseosa de eductos y por lo menos un dispositivo de salida para una corriente gaseosa de productos, por lo menos un elemento de calefacción en forma de círculo o varios elementos de calefacción que están dispuestos en forma de un círculo, por lo menos cuatro disposiciones cilíndricas de cambio de dirección para el gas, las cuales están dispuestas concéntricamente dentro del recipiente, que son apropiadas, para cambiar la dirección del gas que circula por el plato superior o por el plato inferior del reactor, siendo más grande el radio de una primera disposición cilíndrica de cambio de dirección y siendo más pequeño el radio de las por lo menos otras tres disposiciones de cambio de dirección, que el radio del elemento de calefacción en forma de círculo, o más pequeño que el radio del círculo sobre el que están dispuestos los elementos de calefacción, por lo menos otro dispositivo de entrada para un gas de eductos, que comprende unas toberas colocadas en forma de círculo junto al plato inferior del recipiente, siendo el radio del círculo sobre el que están dispuestas las toberas, más grande que el radio de una de las disposiciones de cambio de dirección y más pequeño que el radio de una disposición de cambio de dirección que está contigua a esa disposición de cambio de dirección.

Fig. 1

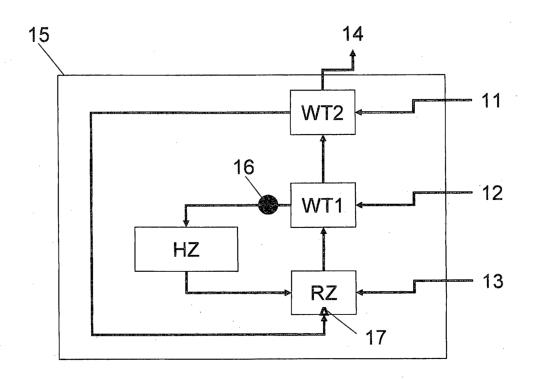


Fig. 2

