

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 579 963**

51 Int. Cl.:

B01J 12/00 (2006.01)

C01B 33/107 (2006.01)

B01J 19/02 (2006.01)

F24H 3/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.06.2012 E 12170852 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.04.2016 EP 2537579**

54 Título: **Dispositivo y procedimiento para el tratamiento de temperatura de gases corrosivos**

30 Prioridad:

22.06.2011 DE 102011077970

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

17.08.2016

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**ELLINGER, NORBERT;
WIESBAUER, JOSEF y
RING, ROBERT**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 579 963 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

Dispositivo y procedimiento para el tratamiento de temperatura de gases corrosivos

Objeto de la invención es un procedimiento así como un dispositivo para el tratamiento de temperatura de gases corrosivos.

5 En particular, la invención se refiere a reactores químicos, que comprenden una cámara de reactor, en la que los gases de reacción son calentados por medio de elementos calefactores o grupos de elementos calefactores a una temperatura de reacción, en el que los elementos calefactores son calentados por medio de paso directo de la corriente.

10 A tal fin, los elementos calefactores están fabricados de un material conductor de electricidad y están conectados en un suministro de corriente.

15 El documento DE 3024320 A1 publica un dispositivo para el tratamiento a alta temperatura de compuestos de silicio en la fase de vapor, que está constituido por una carcasa aislada térmicamente con orificios de entrada y salida de gas así como calentadores de resistencia inertes dispuestos entre estos orificios y calentados a través de paso directo de la corriente. El calentamiento de los cuerpos de resistencia conductores de electricidad se realiza con preferencia a través de circuito de estrella en un sistema de corriente alterna simétrico multifases. En este caso, los grupos de calentadores individuales se regulan de manera diferente entre sí, es decir, que calientan de manera diferencia a través del paso de corriente eléctrica.

20 La conversión de tetracloruro de silicio con hidrógeno en triclorosilano tiene lugar normalmente en un reactor a altas temperaturas, al menos a 300°C, de manera ideal al menos a 850°C así como a una presión de 0,50 barü de manera ideal a 14-21 barü.

Como se representa en el documento DE 3024320 A1, estos reactores son calentados a menudo a través de elementos calefactores eléctricos de grafito, CPC, carburo de silicio o materiales similares.

25 Con esta finalidad se conduce corriente eléctrica directamente a través de los elementos calefactores conductores de electricidad y se convierte la energía eléctrica en el elemento calefactor a través de la resistencia eléctrica en calor.

Según el documento DE 3024320 A1 se emplean también intercambiadores de calor dentro de la envolvente de presión del reactor. La unidad de intercambio de calor puede estar constituida, por ejemplo, por un conjunto de tubos de grafito no calentados eléctricamente, que sirven como desviación del gas, que son rodeados por la corriente de gas fresco en el exterior en el principio a contracorriente.

30 En el documento DE 10 2005 005 044 A1 se describe un procedimiento para la conversión de tetracloruro de silicio en triclorosilano, en el que se controla la velocidad de refrigeración del gas de proceso en el intercambiador de calor. Para los intercambiadores de calor se utilizan con preferencia materiales como carburo de silicio, nitruro de silicio, cristal de cuarzo, grafito o grafito cubierto con carburo de silicio. Por lo demás, pueden estar presentes también otros elementos de conducción del gas, por ejemplo instalaciones cilíndricas de desviación, dentro del reactor.

35 Estas piezas de montaje del reactor están constituidas debido a la resistencia química la mayoría de las veces de materiales que contienen carbono, como grafito, carburo de silicio, CFC y todos los otros materiales de alta temperatura y materiales compuestos que contienen carbono.

40 En el documento DE 10 2010 029 496 A1 se publica un procedimiento para el suministro de energía a una carga en un proceso de separación, en el que al menos una primera y una segunda variables eléctricas son acondicionadas por medio de n primero y un segundo medios de conmutación eléctrica controlables, en el que las variables eléctricas se distinguen en sus importes y de manera alternativa la primera o la segunda variables eléctricas es conmutable a la carga, caracterizado por que el suministro de energía se realiza en ciclos con una duración de tiempo T0 predeterminada, de manera que cada ciclo comprende un número n establecido de oscilaciones totales de la frecuencia básica f de las tensiones de alimentación, por que para un primer número parcial n1 se conmuta la primera variable eléctrica y para un segundo número parcial n2 se conmuta la segunda variable eléctrica para el suministro de energía a la carga.

La figura 1 muestra un dispositivo convencional para el suministro de corriente de los elementos calefactores, como se describe también, por ejemplo, el R. Jäger "Leistungselektronik Grundlagen und Anwendungen (VDE-Verlag GmbH, Berlín 2ª edición, 1980, ISBN: 3-8007-1114-1).

50 Lista de los signos de referencia utilizados en la figura 1

1 Red de suministro / arrollamiento primario

ES 2 579 963 T3

- 2 Núcleo de hierro del transformador con arrollamientos separados galvánicamente
- 3 Arrollamiento secundario
- 4 Control del corte de fases
- 5 Aparato de control
- 5 6 Elementos calefactores de resistencia eléctrica
- 7 Electrodo para la conexión con los elementos calefactores
- 8 Puente externo para el circuito en serie de varios elementos calefactores
- 9 Puente interno para el circuito en serie entre dos elementos calefactores
- 10 Pared de depósito
- 10 11 Grupo de elementos calefactores

A través de la red de suministro / arrollamiento primario 1 se separa galvánicamente energía eléctrica en tres fases a través de un núcleo de hierro 2 y se induce sobre el arrollamiento secundario de un transformador.

- 15 Cada fase del arrollamiento secundario se puede regular se forma separada unas de las otras a través de un control de corte de fases 4 y 5. Las fases respectivas están conectadas con los grupos de calefactores de las fases respectivas.

Los elementos calefactores individuales 6 son realizados la mayoría de las veces como barra, listón, tubo, tubo de borde o como elemento calefactor con sección transversal del calentador en forma de estrella. La facilidad de procesamiento especialmente de materiales de carbono puro permite aquí casi todas las formas concebibles. También son concebibles placas en forma de meandro o segmentos cilíndricos.

- 20 Para ajustar lo más grande posible la superficie del calentador (superficie de transmisión de calor o bien superficie de radiación) y para ajustar lo más pequeña posible la potencia térmica / unidad de superficie específica, se realiza el reactor la mayoría de las veces con tres elementos calefactores o tres grupos de elementos calefactores 11, para cargar lo más simétricamente posible la red de suministro eléctrico.

- 25 Los elementos calefactores rectos 6, barra, listón, tubo, etc. son conectados 9 en este caso sobre un lado a un elemento calefactor vecino eléctricamente con un puente, con lo que resultan elementos calefactores en forma de U.

Sobre el lado opuesto de los elementos calefactores, la conexión se realiza en el suministro de energía eléctrica a través de electrodos metálicos 7 buenos conductores de electricidad, que representan el contacto con la fuente de energía eléctrica y al mismo tiempo la conducción de la presión a través del depósito del reactor.

- 30 Fuera o también dentro del reactor se conectan en serie 8 eléctricamente varios elementos calefactores, de manera que (a) el número de los orificios de paso de la corriente es lo más reducido posible, (b) la tensión de suministro eléctrico es alta y (c) la intensidad de la corriente a alimentar es de nuevo lo más reducida posible.

Estos tres parámetros reducen normalmente el precio de adquisición para el suministro de corriente regulable necesario.

- 35 Con relación a los costes del suministro de corriente y del cableado es ideal una disposición con tres orificios de paso de la corriente y tres orificios de paso de los electrodos desde el suministro de corriente hacia el reactor.

No obstante, esto presupone la conexión en serie de todos los elementos calefactores de una fase y la conexión en estrella de estos tres circuitos en serie en el reactor.

- 40 El documento DE 29 28 456 A1 publica grupos calefactores de soporte de silicio, calentados a través de paso de corriente eléctrica, en un reactor Siemens para la separación de silicio de alta pureza, que están dispuestos al menos inicialmente en circuito paralelo, en el que se realiza la igualdad de la corriente en los grupos de cuerpos de soporte conectados en paralelo a través de la interconexión de bobinas divisoras de corriente en los circuitos de corriente en paralelo ramificados. Después del encendido de los cuerpos de soporte y de la caída de la tensión implicada con ello, se conmutan los grupos de cuerpos de soporte de circuito en paralelo a circuito en serie.

- 45 Debido a la alta tensión que resulta de ello, se genera temporalmente un circuito en paralelo, que se conmuta en el transcurso del proceso tan pronto como es posible de nuevo en circuito en serie y, por lo tanto, con la máxima tensión posible y la misma corriente a través de todos los elementos calefactores.

También los documentos DE 20 2004 014 812 U1 y DE 20 2004 004 655 U1 publican disposiciones de circuitos correspondientes.

5 Un inconveniente considerable de todas las disposiciones indicadas en el estado de la técnica consiste en que muchos elementos calefactores se conectan en serie en grandes grupos de elementos calefactores. Los elementos calefactores individuales o bien pueden fallar o dañarse debido al entorno químicamente reactivo, lo que tiene como consecuencia que falla todo el grupo correspondiente de elementos calefactores. Aunque se dañe un solo elemento calefactor y se eleve a resistencia de este elemento calefactor, esto conduce con frecuencia automáticamente a que se eleve adicionalmente la potencia en el lugar dañado y se eleve de esta manera la temperatura en el lugar dañado, lo que favorece adicionalmente otro daño. Cada daño pequeño conduce, por lo tanto, en general, sin lugar a dudas a un daño mayor y en último término a la necesidad de desconectar precozmente el reactor, lo que reduce drásticamente la rentabilidad del proceso.

15 Además, se ha mostrado que claramente los elementos calefactores están expuestos a una atmósfera muy agresiva, que a altas temperaturas, como existen naturalmente en elementos calefactores, repercute todavía más agresivamente sobre estos componentes, por lo que, por ejemplo, también la selección del material para estos dispositivos adquiere una gran importancia.

Como se ha mostrado experimentalmente, a través de desviaciones ya reducidas de la resistencia a lo largo de los elementos calefactores, que pueden estar condicionadas también por el material o la fabricación, pueden resultar desviaciones de la temperatura en el reactor, que conducen de nuevo a desviaciones todavía más fuertes de la resistencia de los elementos calefactores.

20 Este acoplamiento simultáneo conduce a medio plazo localmente a un fallo del elemento calefactor, a través de ataque químico o también a través de sobrecarga del material debido a la cesión de energía que se incrementa constantemente por unidad de superficie.

En la mayoría de los casos, esto conduce a una parada del reactor, unido con tiempos de equipamientos altos y costes considerables para nuevos elementos calefactores.

25 Otro inconveniente en esta disposición habitual es también la alta probabilidad de tomas de tierra.

A través del ataque químico de todos los componentes que contienen carbono se producen deposiciones de carbono, que son conductoras de electricidad y de esta manera conducen a tomas de tierra de la red de energía eléctrica.

30 Además, a través del ataque químico se pueden producir también fallos de los componentes de las estructuras internas, aquí se producen entonces astillamientos o fragmentaciones de piezas pequeñas, que pueden conducir de nuevo a tomas de tierra.

El problema en las tomas de tierra es el hecho de que no se pueden distinguir de datos de la conducción eléctrica y de las estanqueidades de electrodos.

35 En el caso de daños en la conducción eléctrica y también en la estanqueidad de los electrodos, deben ponerse fuera de servicio el suministro de corriente y el reactor, puesto que a través del funcionamiento sostenido se pueden producir fugas bien salida de gas de reacción, que debe impedirse en cualquier caso.

40 Los reactores para la hidrogenación de tetracloruro de silicio con hidrógeno deben poder resistir también altas temperaturas y la naturaleza corrosiva de materiales como clorosilanos y gas hidrógeno de cloro, que se forma durante el procedimiento de hidrogenación. Por lo tanto, se utilizan típicamente materiales a base de carbono, incluyendo carbono, grafito, materiales compuestos de fibras de carbón y similares, dentro del reactor. Un inconveniente de los materiales que contienen carbono es una reacción química remanente reducida del carbono con el educto hidrógeno o bien del ácido de hidrógeno de cloro también presente, que conduce a una duración de vida limitada del elemento calefactor.

45 A altas temperaturas, el grafito reacciona con hidrógeno en metano (= metanización). Esto conduce a defectos estructurales del reactor y finalmente a fallos del reactor y a una reducción del tiempo de actividad. Puesto que las piezas defectuosas deben sustituirse y montarse piezas nuevas, esto va unido también con un gasto financiero considerable.

50 La metanización aparece especialmente en los calentadores, que entran en contacto directo con hidrógeno y tetracloruro de silicio. Además, también los intercambiadores de calor a contracorriente se pueden dañar especialmente en la zona de temperaturas más altas, en particular en la zona de los gases de escape, a través de la reacción de hidrógeno y grafito en metano. Especialmente los elementos calefactores fabricados de grafito muestran la máxima tendencia a corrosión, puesto que aquí el hidrogeno (mezclado con tetracloruro de silicio) incide sobre superficies muy calientes.

En el estado de la técnica se han emprendido esfuerzos para revestir piezas de grafitos utilizados con materiales adecuados, para conseguir que el hidrógeno no pueda reaccionar ya o sólo en una medida reducida con los componentes.

5 En el documento DE 10 2005 046 703 A1 se propone, por ejemplo, recubrir la superficie de la cámara de reacción y la superficie del elemento calefactor antes de la hidrogenación del clorosilano in-situ con carburo de silicio y de esta manera reducir una metanización de estos componentes. Esta etapa del recubrimiento con carburo de silicio tiene lugar a una temperatura de al menos 1000°C.

No obstante, también en piezas de grafito recubiertas es previsible siempre todavía una metanización y una corrosión implicada con ello.

10 Los documentos US 2010/041215 A1 y US 2010/040803 A1 publican dispositivos y procedimientos para la separación de silicio policristalino sobre barras finas con un núcleo metálico y capas de separación (de compuestos de silicio) en la superficie del núcleo. Las capas de separación están presentes para impedir una contaminación del silicio separado. No es necesario un calentamiento previo de las barras finas como en el estado de la técnica en barras finas de silicio, puesto que el núcleo metálico de las barras finas se puede calentar eléctricamente desde
15 temperatura ambiente hasta la temperatura deseada, a la que se separa el silicio. Los elementos calefactores o bien barras finas son regulables por separado.

A partir de esta problemática ha resultado el planteamiento del cometido de la presente invención.

20 El cometido se soluciona por medio de un dispositivo para el tratamiento de temperatura de gases corrosivos en un reactor para la conversión de tetracloruro de silicio con hidrógeno en triclorosilano, que comprende una cámara para el calentamiento de gases, en el que se encuentran al menos cuatro elementos calefactores o cuatro grupos de elementos calefactores de un material conductor de electricidad, en el que cada elemento calefactor o cada grupo de elementos calefactores están conectados en un sistema parcial regulable y/o controlable por separado de una red de energía eléctrica y en el que se puede calentar a través de paso directo de la corriente, en el que cada elemento calefactor regulable y/o controlable por separado o cada grupo de elementos calefactores regulable y/o controlable
25 por separado es controlable o regulable al menos a un valor o bien igual o diferente de un parámetro del grupo que consta de temperatura, potencia calefactora, corriente, tensión, resistencia del elemento calefactor, en el que al menos cuatro sistemas parciales regulables y/o controlables están aislados galvánicamente hacia tierra y galvánicamente entre sí, en el que cada sistema parcial regulable y/o controlable separado galvánicamente de la red de energía eléctrica, está conectado, respectivamente, con un sistema separado para la supervisión de la toma de
30 tierra.

De la misma manera, el cometido se soluciona por medio de un procedimiento para el tratamiento de temperatura de gases corrosivos en un reactor para la conversión de tetracloruro de silicio con hidrógeno en triclorosilano, en el que los gases que se encuentran en una cámara son calentados a través de al menos cuatro elementos calefactores o cuatro grupos de elementos calefactores de un material conductor de electricidad, en el que cada elemento calefactor o cada grupo de elementos calefactores están conectados en un sistema parcial regulable y/o controlable por separado de una red de energía eléctrica, en el que cada elemento calefactor o cada grupo de elementos calefactores son regulables y/o controlables por separado, y en el que se calienta a través de paso directo de la corriente, en el que cada elemento calefactor regulable y/o controlable por separado o cada grupo de elementos calefactores regulable y/o controlable por separado es controlado o regulado al menos a un valor o bien igual o
40 diferente de un parámetro del grupo que consta de temperatura, potencia calefactora, corriente, tensión, resistencia del elemento calefactor, en el que al menos cuatro sistemas parciales regulables y/o controlables están aislados galvánicamente hacia tierra y galvánicamente entre sí, en el que todos los sistemas parciales regulables y/o controlables separados galvánicamente de la red de energía eléctrica son supervisados por separado con respecto a eventuales tomas de tierra.

45 Los grupos individuales de elementos calefactores con sus conexiones de corriente o bien de electrodos respectivas representan sistemas parciales separados galvánicamente de la disposición general con suministro de corriente separado, respectivamente.

Con preferencia, la red de energía eléctrica está aislada también frente a otras redes de suministro que colaboran con el reactor.

50 Los electrodos del suministro de corriente presentan normalmente una junta de estanqueidad. Con preferencia se mantiene la tensión de funcionamiento de los elementos calefactores, respectivamente, lo más bajos posible para mantener lo más reducida posible la probabilidad de que las corrientes dañen la junta de estanqueidad.

Con preferencia, los elementos calefactores son protegidos o reparados a través de recubrimiento desfasado en el tiempo con SiC, Si o C durante el funcionamiento sin interrupción de la producción con potencia constante del reactor. Esto se realiza con preferencia con potencia calefactora constante del reactor y/o sin elevación de la
55

temperatura general del reactor, de manera que no tiene lugar ningún ataque químico en otras zonas del reactor.

Con preferencia, se varía constantemente la temperatura de los elementos calefactores.

5 Con preferencia, se protegen los elementos calefactores de tal manera que se evitan a ser posible las temperaturas del calentador, que son críticas con respecto a la corrosión del calentador, que dependen también todavía de los restantes parámetros del proceso.

A tal fin puede estar previsto, por ejemplo, reducir o elevar las temperaturas de una parte de los elementos calefactores. De esta manera es posible evitar la zona del ataque químico máximo.

Con preferencia, a través de los elementos calefactores regulados por separado se realizan diferentes zonas de temperatura en la cámara de tratamiento o se compensan también diferentes temperaturas no deseadas.

10 Con preferencia, la disposición de circuito está realizada en disposición de corriente alterna.

De esta manera, se mantiene el contenido de armónicos superiores de la corriente lo más reducido posible (todos a través de tres armónicos superiores divisibles).

Con preferencia, los sistemas parciales se encuentran sobre dos sistemas de corriente trifásica desfasados 30° para reducir las repercusiones de la red a través de armónicos superiores de la corriente (5°, 7°).

15 Con preferencia, se utilizan para la regulación de la tensión o bien de la corriente aparatos reguladores de la tensión / de la corriente de venta en el comercio y transformadores trifásicos respectivos, como por ejemplo reguladores de la corriente alterna, convertidores de la tensión, transformadores trifásicos, transductores, etc.

20 Con preferencia, los diferentes sistemas parciales son accionados en el corte de fases con calentadores de diferentes resistencias para obtener con la misma potencia calefactora por elemento calefactor diferentes ángulos de control de tiristor y de esta manera reducir las repercusiones de la red de alta frecuencia (> 13.te).

Con preferencia, la disposición de circuito es accionada con una instalación de compensación del armónico fundamental o de una instalación de compensación del armónico superior, para optimizar el factor de potencia.

Con preferencia, los sistemas parciales individuales son accionados en el control de paquetes de ondas o control de corte de fases.

25 Se prefiere especialmente el funcionamiento con reguladores en el control de paquetes de ondas, que están adaptados en el tiempo entre sí.

Se prefiere también el funcionamiento de los sistemas parciales individuales con reguladores de la tensión sinusoidal, que reciben también corriente sinusoidal en el lado primario sin armónicos superiores de la corriente.

30 Con preferencia, todos los reguladores de la tensión / corriente están dispuestos de tal forma que se pueden sustituir durante el funcionamiento del sistema restante.

Con preferencia, los reguladores de la tensión / corriente están realizados a prueba de cortocircuito y a prueba de marcha en vacío.

Con preferencia, los reguladores de la tensión / corriente están provistos con una limitación de la corriente.

35 Para la elevación de la duración de vida del elemento calefactor se dividen los elementos calefactores con preferencia en el mayor número posible de unidades controlables y/o regulables de forma separada o también desconectables.

La figura 2 muestra una disposición de circuito correspondiente para un dispositivo de acuerdo con la invención.

Los sistemas parciales no sólo son desconectables, controlables y/o regulables por separado, sino que están dispuestos adicionalmente separados en el potencial eléctrico 5.

40 El número 8 de los elementos calefactores se puede dividir idealmente por seis, es decir, por ejemplo 6, 12, 18, 24, 36.

Pero también es concebible un número diferente de él de elementos calefactores.

45 A través de la distribución de los elementos calefactores sobre muchos aparatos de regulación o control de la energía eléctrica 4 es posible predeterminar por separado la energía calefactora para cada elemento calefactor y de esta manera adaptarla a los datos del material de los elementos individuales y a los datos de la temperatura de las

posiciones de los elementos calefactores individuales dentro del reactor.

En los aparatos de regulación de energía o de control de energía 4 se trata, como ya se ha mencionado anteriormente, con preferencia de reguladores de la potencia eléctrica, convertidores de tensión o transformadores de regulación.

- 5 En el caso de que se produzca una rotura del calentador, esto no conduce en el calentador según la invención a un fallo completo del reactor, sino solamente a la pérdida de una parte pequeña de la energía calefactora. Ésta se puede compensar a través de la elevación insignificante de la potencia de los elementos calefactores que permanecen todavía o grupos de elementos calefactores.

- 10 Se pueden conectar también adicionalmente elementos calefactores de reserva para la prolongación de la duración del funcionamiento del reactor.

Además, a través de un cálculo continuo de la resistencia del elemento calefactor es posible también una reacción continua a modificaciones de la resistencia a través de corrosión o bien metanización de los elementos calefactores.

Los elementos calefactores demasiado calientes se pueden refrigerar a través de la reducción de la tensión de alimentación efectiva, los demasiado fríos se puede calentar a través de la elevación de esta tensión.

- 15 Las diferencias de temperatura en el reactor como consecuencia de velocidades desiguales del gas en el reactor, resistencias desiguales de los elementos calefactores o provocadas por la geometría del reactor se pueden compensar de esta manera.

Una ventaja especial de esta disposición limitada muchas veces en el potencial consiste en que es posible instalar para cada sistema parcial eléctrico 5 ó 6 un circuito de reconocimiento de toma de tierra 9 propio.

- 20 Esto conduce a que en el caso de una toma de tierra, sólo deba desconectarse el sistema parcial respectivo.

Por lo tanto, las tomas de tierra no conducen ya como en el estado de la técnica a una desconexión completa del reactor, sino sólo de una parte reducida, a saber, de un elemento calefactor 6 con transformador de separación 5 correspondiente y miembro de ajuste o bien regulación 4).

- 25 Otra ventaja es la posibilidad de emplear en gran medida componentes de venta en el comercio como reguladores de potencia 4 y transformadores de separación 5 para la instalación de suministro de corriente.

- 30 A través de la separación múltiple según la invención en muchos sistemas parciales pequeños, se reduce la tensión necesaria de sistemas parciales individuales en comparación con un circuito en serie grande. De esta manera se reduce la probabilidad de que se produzcan daños en el reactor condicionados por suciedad en la junta de estanqueidad de electrodo o en el aislamiento de los electrodos provocados a través de corriente eléctrica desde el electrodo hacia la pared del reactor.

En el caso de un resultado de este tipo se podrían producir, en el caso de fallo del reconocimiento de cortocircuito arcos voltaicos contra la pared del reactor, que pueden dañar el electrodo, la junta de estanqueidad o la pared.

Un fallo de la envolvente de la presión y una salida de gas peligrosa serían la consecuencia.

- 35 También a través de la separación múltiple del potencial, de reduce la probabilidad de que se produzcan en el reactor corrientes eléctricas que dañan la estanqueidad del electrodo o el aislamiento del electrodo desde el electrodo hacia la pared del reactor.

En el caso de una toma de tierra sencilla no fluye ya ninguna corriente hacia tierra, porque el circuito de corriente no está cerrado.

- 40 A través de los muchos sistemas parciales separados galvánicamente no se produce ya un cortocircuito rico en energía entre todos los electrodos de una fase hacia todos los electrodos de otra fase, sino sólo todavía entre dos electrodos de un sistema parcial.

A través de la distribución de toda la energía de suministro de corriente en muchos sistemas pequeños de suministro de corriente se divide de manera correspondiente también la energía posible en caso de fallo (arco voltaico), lo que distribuye la medida del fallo en el caso de doble fallo de acuerdo con el número de sistemas parciales.

- 45 La corriente de cortocircuito en el caso de fallo se reduce claramente.

La distribución en muchos sistemas parciales eléctricos aporta todavía otras ventajas técnicas.

Normalmente se utilizan como miembro de ajuste para la regulación de la energía eléctrica divisores de potencia 4

de venta en el comercio con dos derivadores de tiristores dispuestos antiparalelos.

Estos reguladores de potencia pueden ser accionados normalmente en dos modos de funcionamiento diferentes.

El modo A es el control de corte de fases. El modo B es el control de paquetes de ondas.

En ambos modos son posibles disposiciones para la reducción de las repercusiones de la red eléctrica.

- 5 En el control de corte de fases se pueden dividir los muchos sistemas parciales en dos (3 y 10 en la figura 2) sistemas de corriente alterna desfasados 30° de un transformador primario.

De esta manera se extinguen puramente por cálculo sobre el lado primario del transformador de alimentación 1, 2, 3 de la figura 1 los armónicos de corriente de máxima amplitud, se frecuencia más alta (oscilación básica grande), que aparecen en lugares en el modo de corte de fases.

- 10 A través de la disposición de 3 arrollamientos de corriente alterna del transformador primario se pueden eliminar en gran medida de esta manera los 3°, 5° y 7° armónicos superiores de la corriente.

En el modo de control del paquete de ondas se pueden adaptar los paquetes de ondas temporalmente entre sí, de tal manera que en el modo de pulsos no se producen choques habituales de la carga sobre la red, sino que la potencia eléctrica total del reactor es absorbida distribuida de manera uniforme en el tiempo.

- 15 A través de la distribución de la energía sobre los diferentes sistemas parciales se eleva, en efecto, en virtud del número elevado, la probabilidad de que un error de un regulador de potencia conduzca a un fallo.

Pero éste repercute sólo sobre un sistema parcial y no sobre toda la calefacción como en el estado de la técnica.

Por lo tanto, se impide una parada completa de la instalación.

- 20 Además, los aparatos se pueden disponer de tal forma que se pueden reparar o sustituir durante el funcionamiento de los otros sistemas.

Un regulador de temperatura del reactor de orden superior se ocupa de que en el caso de un fallo de un sistema parcial todos los otros sistemas, se eleve la potencia de todos los otros sistemas de manera correspondiente.

De esto no resulta ningún perjuicio para el estado de funcionamiento.

- 25 Cuando el sistema parcial se conecta de nuevo después de la reparación, el regulador de orden superior regula la potencia para los restantes elementos calefactores automáticamente de nuevo hacia abajo.

Además, en conexión con la distribución de la energía calefactora sobre muchos elementos calefactores, se prefiere prever otra protección de los elementos calefactores.

Es especialmente preferida una protección de los elementos calefactores a través de capas resistentes químicamente, como por ejemplo Si o SiC.

- 30 A través de la potencia regulable o bien controlable de forma separada entre sí de los elementos calefactores individuales se puede elevar la temperatura del elemento calefactor individual, mientras que se mantiene constante la temperatura del reactor, siendo retornados los restantes elementos calefactores a su potencia. SiC, Si o bien C se separa con preferencia en superficies calientes, es decir, con preferencia sobre el calentador más caliente. Puesto que la temperatura del reactor se puede mantener, en general, constante, se evita el ataque a través de la metanización de otros componentes como desviaciones o intercambiadores de calor. De la misma manera se evita también una separación arbitraria sobre otros componentes.

- 35 A través del revestimiento bien reparación de los elementos calefactores durante el funcionamiento del reactor se puede prolongar la duración de vida de los calentadores. En virtud de la duración de vida más larga de los calentadores se eleva la disponibilidad del reactor y con la disponibilidad también la cantidad de producción anual de triclorosilano.

- 40 La aplicación de capas de Si o bien de SiC antes o durante el funcionamiento es posible a través de la adición de gases que contienen silicio, como por ejemplo diclorosilano o monosilano, pero también ya a través del gas de proceso, como triclorosilano que está presente de todos modos durante la vonversión de tetracloruro de silicio.

- 45 En los gases de educto de la conversión no está contenido carbono. Se forma Sic en el caso de elementos calefactores de grafito a partir del carbono de los propios elementos calefactores. En las superficie de los elementos calefactores tiene lugar una conversión del material correspondiente.

A través de la separación de Si o bien SiC se puede ralentizar drásticamente el otro ataque químico.

A través de la separación de silicio se puede influir sobre la resistencia eléctrica del elemento calefactor de manera ventajosa si se desea, puesto que Si es conductor a temperaturas habituales altas.

5 Según la invención, este procedimiento se puede realizar ahora en elementos calefactores individuales, sin modificar la entrada total de energía en el reactor o bien sin modificar, en general, la temperatura del reactor, puesto que, respectivamente, con el elemento a recubrir se puede aplicar la temperatura necesaria y se pueden ajustar los restantes elementos calefactores de tal manera que se modifica la energía total, que mantiene, por lo tanto, constante la temperatura total del reactor.

10 De esta manera se puede proteger el elemento calefactor individual, sin abandonar el punto teórico de funcionamiento para el reactor restante. Éste se puede predeterminar de orden superior.

De esta manera se pueden recubrir los elementos calefactores individuales sucesivamente, sin abandonar el punto de funcionamiento objetivo para la reacción propiamente dicha.

15 La modificación de la temperatura del elemento calefactor en el caso de modificación de los parámetros del proceso se puede derivar entonces a partir de la modificación de la resistencia (calculada a partir de una medición continua de la corriente y de la tensión por cada elemento calefactor).

A tal fin se utiliza el efecto físico de que se modifica la resistencia específica de resistencias óhmicas en función de la temperatura.

Otra posibilidad para la protección o bien el saneamiento de elementos calefactores que contienen carbono ya dañados, es la separación activa de carbono.

20 Esto se realiza con preferencia a través de la introducción selectiva de una fuente de carbono, designada a continuación cuerpo de sacrificial de carbono.

25 A través de la introducción de un cuerpo sacrificial de carbono en lugares más fríos de la cámara del reactor se convierte el carbono allí bajo atmósfera de hidrógeno (como existe durante la conversión) en metano y se separa de nuevo en los lugares calientes (con preferencia por encima de 1.000°C), por ejemplo en un elemento calefactor individual.

También este proceso se puede realizar según la invención durante el funcionamiento sucesivamente (o también sólo en calentadores dañados) para cada elemento calentador de manera independiente.

Lo mismo se aplica en el caso de utilización de estructuras internas del reactor como fuente de carbono, en el caso de que éstas contengan carbono.

30 Como fuente de carbono pueden funcionar también gases que contienen carbono, que son alimentados selectivamente adicionalmente en el reactor, como por ejemplo metano u otros hidrocarburos.

35 El empleo con éxito de un cuerpo sacrificial de carbono, de estructuras internas del reactor como fuente de carbono o bien de gas metano con esta finalidad se basa en que de acuerdo con el equilibrio termodinámico a temperaturas crecientes se reduce la presión parcial del metano en una atmósfera de hidrógeno. Por este motivo, se separa carbono en superficies calientes.

A través de la combinación de gases que contienen Si y una fuente de carbono adicional, como por ejemplo gas metano, es posible también una separación de una capa de SiC sobre un elemento calefactor individual, cuando éste es correspondientemente alto con respecto a su temperatura (con preferencia mayor que 1.200°C, de manera especialmente preferida mayor que 1.500°C).

40 Otra forma de realización prevé una variación constante de la temperatura del elemento calefactor a temperatura constante del reactor.

45 Puesto que el ataque químico sobre los elementos calefactores que contienen carbono tiene lugar en zonas muy específicas de la temperatura (entre 700 – 1700°C) y en función de la presión (0-30 barü) y la composición del gas de reacción (monosilano, disilano, triclorosilano, tetracloruro de silicio, hidrógeno, cloro, ácido clorhídrico, metano, etc.), es bueno evitar ciertas zonas de temperatura, en las que el ataque es máximo, o pasarlas rápidamente.

Si esto no es posible de otra manera, esto se puede conseguir a través de modificación constante de la temperatura del elemento calefactor, sin modificar la temperatura para el reactor restante.

Los ejemplos siguientes explican en detalle el procedimiento de acuerdo con la invención y el dispositivo según la invención, sin limitar estos ejemplos.

Ejemplo 1 (Ejemplo según el estado de la técnica)

Se utilizó un reactor convencional, como se describe, por ejemplo, en el documento DE 3024320 A1, con una cámara de reacción y con un orificio de entrada de gas y con un orificio de salida de gas. Para la simplificación de la estructura no se utilizaron unidades de intercambio de calor dentro de la envolvente del reactor. En un intercambiador de calor externo se evaporó tetracloruro de silicio con una corriente de masas de 30 kg/min y se mezcló con hidrógeno ya precalentado aproximadamente a 80°C con una corriente de masas de 0,712 kg/min, en una mezcladora estática. A continuación se alimentó la mezcla de gas que está constituida por tetracloruro de silicio de hidrógeno con una temperatura de 132°C sobre el orificio de entrada de gas del reactor en la cámara de reacción. La presión de funcionamiento del reactor estaba en 20 barü.

El calentamiento del reactor se realizó según DIN 3024320 A1. Para este ejemplo se utilizaron 6 elementos calefactores. 2 elementos calefactores formaban, respectivamente, un grupo. Los elementos calefactores estaban constituidos se grafito y tenían una sección transversal en forma de estrella. La sección transversal y la longitud del elemento calefactor estaban adaptados con el suministro de corriente y el reactor presente. La geometría del calentador se seleccionó, además, para que el calentador alcanzara en el funcionamiento una temperatura de aproximadamente 1200°C. Esta temperatura es tan alta que tiene lugar la formación de SiC en la superficie del calentador a velocidad suficiente para la protección del calentador, pero no representa ningún problema para el paso de los electrodos.

Para obtener un conversión considerable de tetracloruro de silicio en triclorosilano, los calentadores deberían calentar la mezcla de gas 1.000°C. A través de una temperatura más elevada del reactor, las desviaciones y los aislamientos térmicos, que están constituidos de un material basado en carbono, son atacados demasiado fuertes a través de metanización.

Se han ajustado las temperaturas de los calentadores indicadas a continuación, debiendo indicarse que los grupos de elementos calentadores son cargados aproximadamente igual. Esto es posible por que según el estado de la técnica las fases son regulables individualmente.

La Tabla 1 muestra las temperaturas de los elementos calefactores

Tabla 1

Fase 1	Elemento calefactor A	1120 °C
	Elemento calefactor B	1270 °C
Fase 2	Elemento calefactor A	1207 °C
	Elemento calefactor B	1220 °C
Fase 3	Elemento calefactor A	1205 °C
	Elemento calefactor B	1220 °C

En este caso, se muestra también el problema de esta regulación: el elemento calefactor A de la fase 1 tiene una temperatura de 1120°C. A esta temperatura el calentador está sometido a un ataque químico fuerte a través de metanización. La separación de SiC solamente tuvo lugar extraordinariamente lento en virtud de la temperatura reducida. Los otros elementos calefactores son protegidos a través de la formación de una capa de SiC, que se forma sobre 1200°C con una velocidad suficientemente alta.

El tiempo de marcha del reactor se limitó a través del tiempo de marcha de este elemento calefactor. Para la simplificación se indica el tiempo de marcha alcanzado con 100 %.

Las diferentes temperaturas de los elementos calefactores fueron provocadas a través de oscilaciones naturales en la resistencia de los elementos calefactores. Sus causas son tolerancias de medición, contacto de diferente calidad de los elementos calefactores y material inhomogéneo.

El tiempo de marcha de este reactor con esta disposición descrita fue normalizada también 100 %.

Ejemplo 2 (Ejemplo según el estado de la técnica)

Una mejora esencial se ha con seguido a través de la utilización del dispositivo de acuerdo con la invención: a través de la regulación separada de todos los 6 elementos calefactores se ha podido ajustar la temperatura de todos los elementos calefactores a 1.209°C, de manera que se pudo realizar también rápidamente la conversión de silanos y

carbono en SiC en todos los calentadores. Por lo tanto, no existía ningún calentador, que se dañase precozmente y por este motivo fallase todo el reactor. El tiempo de marcha del reactor se pudo elevar de esta manera a 137 %.

5 Se ha constatado especialmente ventajosa la siguiente modificación: en virtud de la regulación separada de los elementos calefactores, ahora era posible emplear solamente todavía 5 elementos calefactores en el reactor. La potencia, que fue cedida desde los 5 elementos calefactores, debía corresponder a la potencia de los ejemplos precedentes, puesto que no se ha modificado nada en las condiciones marginales del funcionamiento, es decir, la presión, temperatura, caudal. La temperatura de los elementos calefactores regulables individualmente era 1.240°C. Por lo tanto, se aceleró todavía más la formación de SiC, lo que elevó el tiempo de marcha del reactor al 149 %.

10 Una reducción adicional del número de elementos calefactores condujo a una carga todavía más fuerte de los elementos calefactores restante, lo que condujo a un fallo precoz del reactor en virtud de fallos de la junta de estanqueidad de los electrodos.

Ejemplo 3 (Ejemplo según la invención)

15 Se utilizó una variación temporal de la temperatura de los elementos calefactores, que se representa en la figura 3. El eje-X representa el eje de tiempo en días. El eje-Y indica la temperatura en grados Celsius. Aquí se accionó un sistema calefactor con seis elementos calefactores controlables por separado a una temperatura media del elemento calefactor 4 de 1000°C. a través de las temperatura del elemento calefactor 3 controladas de forma sinusoidal desplazadas en el tiempo resulta una temperatura constante del reactor de 850°C, aunque las temperaturas de los elementos calefactores individuales varían constantemente.

20 De esta manera se ha evitado claramente el punto de temperatura especialmente nocivo de 1000°C para los calentadores, pero al mismo tiempo el reactor general es accionado a la temperatura deseada de 850°C y no se producen puntos locales de daños o bien se elevó claramente la duración de vida útil de los elementos calefactores.

Se ha revelado como especialmente ventajoso seleccionar la duración de los periodos entre 10h y 10000h. El efecto máximo se puede observar con una duración de los periodos entre 100h y 2000h.

25 El mismo efecto se puede conseguir con otras funciones periódicas en función del tiempo como, por ejemplo, coseno, rectángulo, triángulo, trapecio, diente de sierra.

Ejemplo 4 (Ejemplo según la invención)

30 A diferencia del Ejemplo 3 se utilizó una función no periódica (subida y caída constantes de la energía de elementos calefactores individuales con potencia total constante). Sorprendentemente, también aquí se observó una acción que prolonga la duración de vida sobre los elementos calefactores.

REIVINDICACIONES

- 1.- Dispositivo para el tratamiento de temperatura de gases corrosivos en un reactor para la conversión de tetracloruro de silicio con hidrógeno en triclorosilano, que comprende una cámara para el calentamiento de gases, en el que se encuentran al menos cuatro elementos calefactores o cuatro grupos de elementos calefactores de un material conductor de electricidad, en el que cada elemento calefactor o cada grupo de elementos calefactores están conectados en un sistema parcial regulable y/o controlable por separado de una red de energía eléctrica y en el que se puede calentar a través de paso directo de la corriente, en el que cada elemento calefactor regulable y/o controlable por separado o cada grupo de elementos calefactores regulable y/o controlable por separado es controlable o regulable al menos a un valor o bien igual o diferente de un parámetro del grupo que consta de temperatura, potencia calefactora, corriente, tensión, resistencia del elemento calefactor, en el que al menos cuatro sistemas parciales regulables y/o controlables están aislados galvánicamente hacia tierra y galvánicamente entre sí, en el que cada sistema parcial regulable y/o controlable separado galvánicamente de la red de energía eléctrica, está conectado, respectivamente, con un sistema separado para la supervisión de la toma de tierra.
- 2.- Dispositivo de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la red de energía eléctrica está realizada en disposición de corriente trifásica.
- 3.- Dispositivo de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 ó 2, en el que cada sistema parcial regulable y/o controlable de la red de energía eléctrica está conectado con reguladores de corriente o de tensión, seleccionados del grupo que consta de reguladores de corriente alterna, convertidores de tensión, transformadores trifásicos y transductores.
- 4.- Dispositivo de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la red de energía eléctrica comprende una instalación de compensación de oscilación fundamental o una instalación de compensación de armónicos superiores.
- 5.- Procedimiento para el tratamiento de temperatura de gases corrosivos en un reactor para la conversión de tetracloruro de silicio con hidrógeno en triclorosilano, en el que los gases que se encuentran en una cámara son calentados a través de al menos cuatro elementos calefactores o cuatro grupos de elementos calefactores de un material conductor de electricidad, en el que cada elemento calefactor o cada grupo de elementos calefactores están conectados en un sistema parcial regulable y/o controlable por separado de una red de energía eléctrica, en el que cada elemento calefactor o cada grupo de elementos calefactores son regulables y/o controlables por separado y en el que se calienta a través de paso directo de la corriente, en el que cada elemento calefactor regulable y/o controlable por separado o cada grupo de elementos calefactores regulable y/o controlable por separado es controlado o regulado al menos a un valor o bien igual o diferente de un parámetro del grupo que consta de temperatura, potencia calefactora, corriente, tensión, resistencia del elemento calefactor, en el que al menos cuatro sistemas parciales regulables y/o controlables están aislados galvánicamente hacia tierra y galvánicamente entre sí, en el que todos los sistemas parciales regulables y/o controlables separados galvánicamente de la red de energía eléctrica son supervisados por separado con respecto a eventuales tomas de tierra.
- 6.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, en el que cada sistema parcial regulable y/o controlable de la red de energía eléctrica está conectado con reguladores de corriente o de tensión, con preferencia seleccionados del grupo que consta de reguladores de corriente alterna, convertidores de tensión, transformadores trifásicos y transductores.
- 7.- Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 5 ó 6, en el que los elementos calefactores son recubiertos sucesivamente con una potencia constante del reactor in-situ con un material del grupo que consta de SiC, Si y C.
- 8.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, en el que durante el recubrimiento no se realiza ninguna elevación de la temperatura general del reactor.
- 9.- Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 5 a 8, en el que los sistemas parciales regulables y/o controlables de la red de energía eléctrica son alimentados, respectivamente, desde dos sistemas de corriente alterna desfasados 30° de un transformador primario.
- 10.- Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 5 a 9, en el que los sistemas parciales regulables y/o controlables de la red de energía eléctrica son accionados en el corte de fases con elementos calefactores, que presentan diferentes resistencias eléctricas.
- 11.- Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 5 a 10, en el que los sistemas parciales regulables y/o controlables de la red de energía eléctrica son accionados, respectivamente, en el control de paquete de ondas y/o control de corte de fases.
- 12.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, en el que el funcionamiento se realiza con reguladores en el

control del paquete de ondas, que están adaptados en el tiempo entre sí.

5 13.- Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 5 a 12, caracterizado por que un desarrollo temporal de la temperatura de los elementos calefactores selecciona una temperatura mínima y una función de la temperatura a partir del grupo que consta de función rectangular, función triangular, función de diente de sierra, función sinusoidal, función coseno, función trapezoidal.

14.- Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 5 a 13, caracterizado por que un desarrollo temporal de la temperatura de los elementos calefactores contiene tanto una temperatura mínima como también un componente que no se modifica periódicamente.

Fig. 1

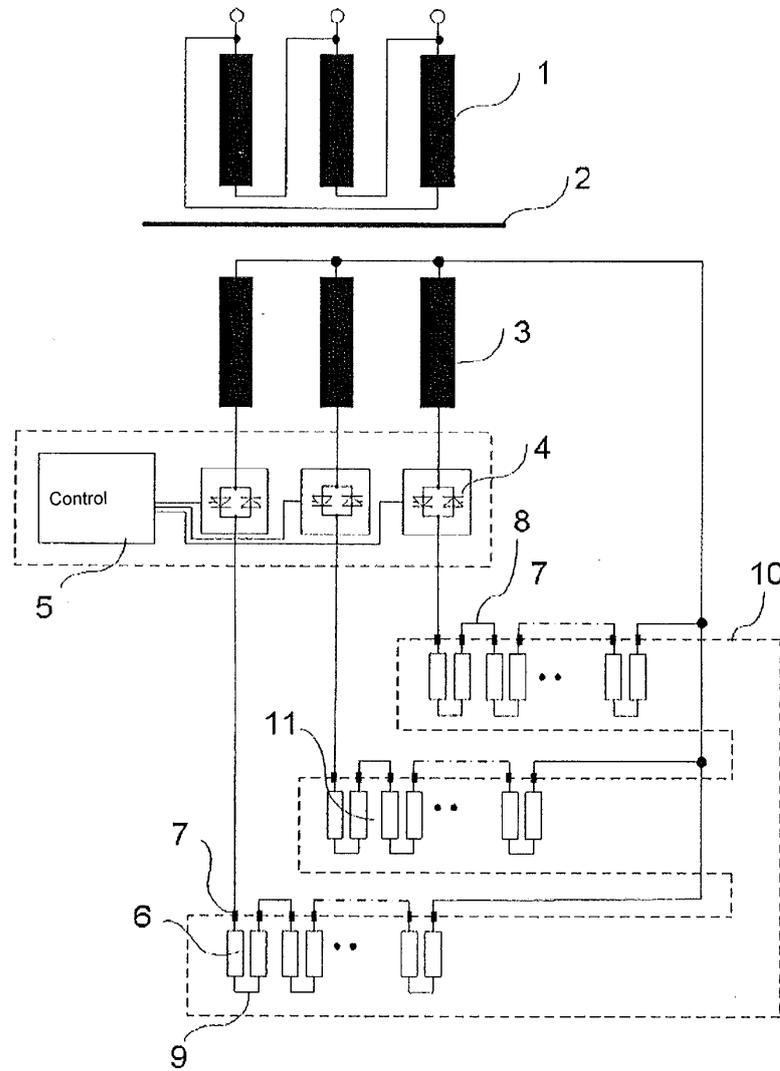
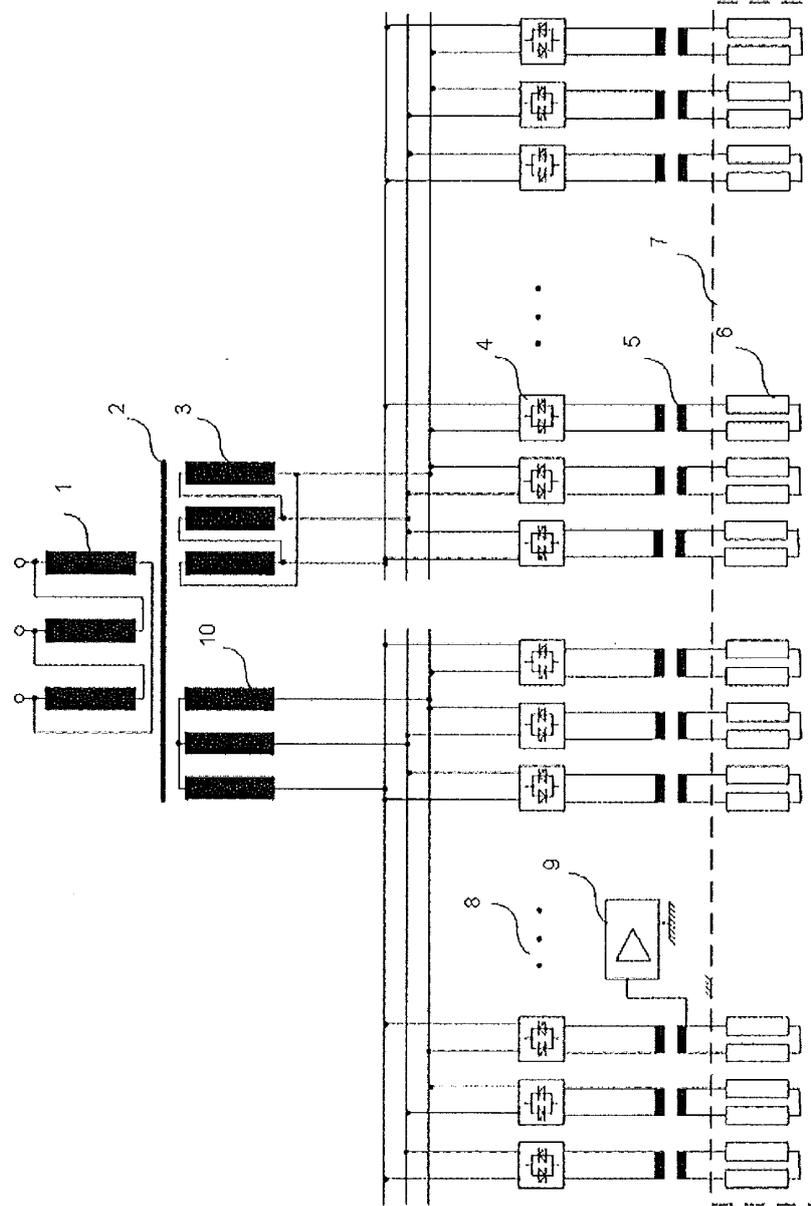


Fig. 2



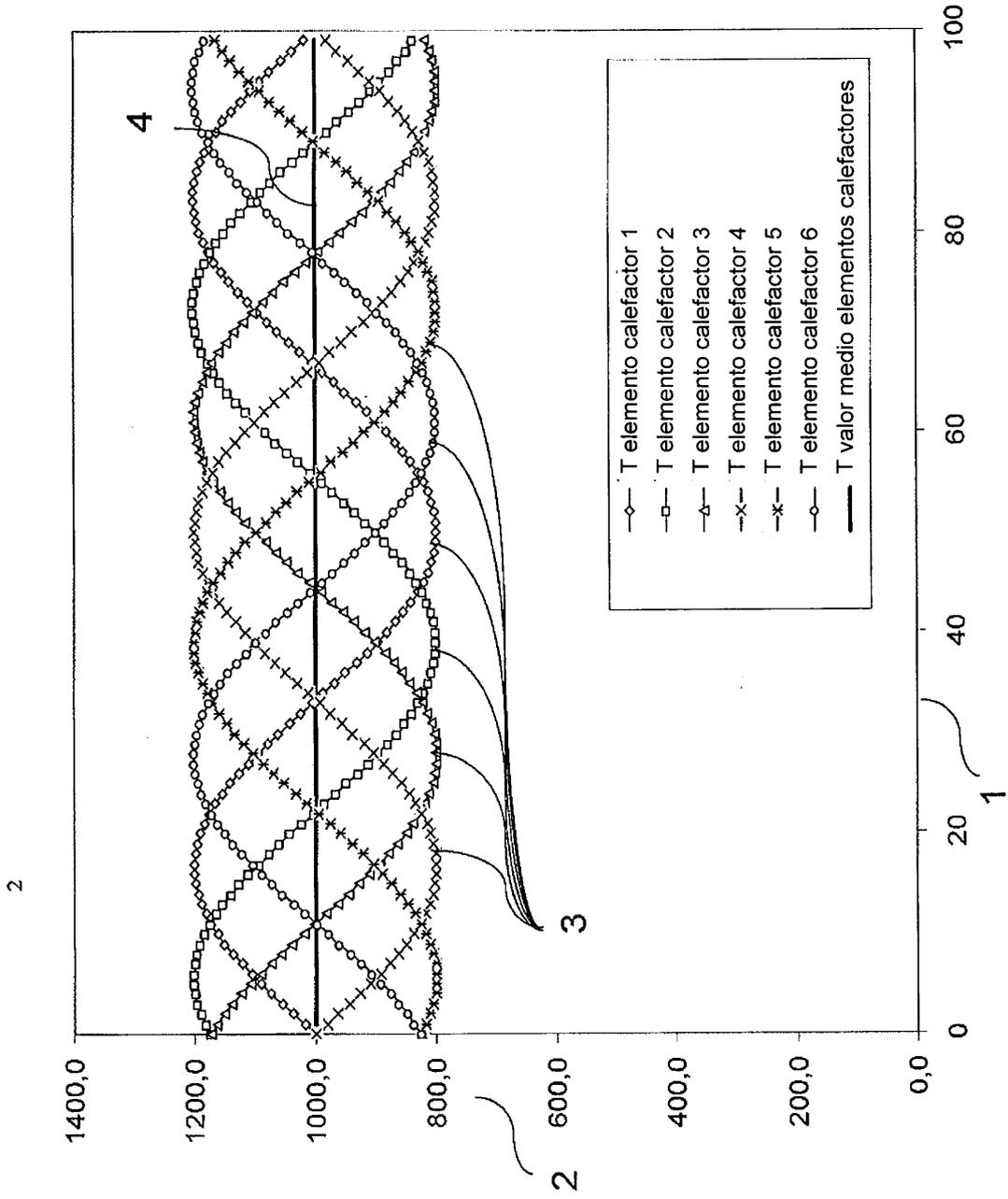


Fig. 3