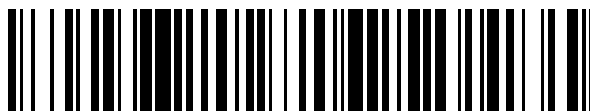


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 639 184**

51 Int. Cl.:

C01B 33/03 (2006.01)

C01B 33/107 (2006.01)

B01J 19/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.03.2014** **PCT/EP2014/054127**

87 Fecha y número de publicación internacional: **30.10.2014** **WO14173574**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.03.2014** **E 14709592 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.07.2017** **EP 2989051**

54 Título: **Procedimiento y dispositivo para la producción de octaclorosilano**

30 Prioridad:

24.04.2013 DE 102013207447

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

25.10.2017

73 Titular/es:

EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)
Rellinghauser Strasse 1-11
45128 Essen, DE

72 Inventor/es:

LANG, JÜRGEN ERWIN;
RAULEDER, HARTWIG;
MÜH, EKKEHARD y
MOUSSALLEM, IMAD

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 639 184 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

Procedimiento y dispositivo para la producción de octaclorosilano

La invención se refiere a un procedimiento para la producción de octaclorosilano de pureza elevada y máxima a partir de clorosilanos, exponiéndose clorosilano monómero a un plasma térmico.

- 5 Por el estado de la técnica son conocidos procedimientos para la producción de policlorosilanos. De este modo, el documento DE 10 2006 034061 da a conocer una reacción de tetracloruro de silicio con hidrógeno para la producción de polisilanos. Debido a la reacción en presencia de hidrógeno, los polisilanos producidos de este modo están hidratados. Para poder mantener la instalación en funcionamiento continuo se añade tetraclorosilano en exceso respecto al hidrógeno. Además, la instalación dada a conocer tiene una estructura compleja, y permite únicamente la producción de mezclas de polisilano. Se puede obtener un peso molecular elevado de polisilanos solo mediante conexión en serie de varios reactores y generadores de alta frecuencia. Tras el respectivo paso de los reactores de plasma conectados en serie, el peso molecular de los polisilanos aumenta tras cada reactor de plasma. El procedimiento descrito se limita a la producción de compuestos transformables en fase gaseosa sin descomposición.

- 15 El documento EP 1 264 798 A1 da a conocer un procedimiento para la elaboración de productos secundarios que contienen hexaclorosilano en la producción de silicio policristalino.

- También los documentos US 4,542,002 y WO 2009/143823 A2 dan a conocer procedimientos químicos de plasma para la producción de policlorosilanos partiendo de tetracloruro de silicio e hidrógeno, debido a la producción se obtienen policlorosilanos que contienen hidrógeno. Según el documento WO 2009/143823 A2 se obtienen mezclas de policlorosilanos que contienen hidrógeno de peso molecular elevado. El tetracloruro de silicio contenido en los policlorosilanos se debe eliminar por destilación en vacío de manera costosa antes de una reutilización. En el estado de la técnica es especialmente desfavorable la necesidad de producción de policlorosilanos en presencia de hidrógeno gaseoso. De este modo se plantean medidas de seguridad muy elevadas en los materiales y en la seguridad de la instalación.

- 25 La solicitud de patente japonesa JP 60247917 A da a conocer un dispositivo para la generación de una película de silicio delgada amorfa sobre un sustrato de monocristales de silicio. En el dispositivo se alimenta SiCl_4 y a temperatura elevada, en una descarga de incandescencia, se llega a una reacción de transformación en cuyo desarrollo se produce, entre otros silanos, octaclorotrisilano.

- 30 La solicitud de patente sin examinar DE 102010043646 A1 propone un procedimiento para la producción de triclorosilano. En este caso se hacen reaccionar SiCl_4 y silicio en un tubo de carburo de silicio a temperaturas entre 800 °C y 1450 °C umgesetzt, pudiéndose producir octaclorosilano.

- Es tarea de la presente invención poner a disposición un procedimiento económico para la producción de octaclorosilano, en especial de octaclorotrisilano de pureza elevada a máxima, que ya no se tiene que purificar, preferentemente antes de una elaboración ulterior, como la precipitación de capas de silicio en calidad de semiconductor. Además, el procedimiento se debe distinguir por un rendimiento elevado y una pureza especialmente elevada del producto de procedimiento. Otra tarea consiste en poder prescindir del empleo de hidrógeno. Del mismo modo, el octaclorotrisilano no se debía transformar en la fase gaseosa en su producción directa para reducir la formación de productos de descomposición. Otra demanda consistía en producir octaclorotrisilano sensiblemente exento de clorosilanos monómeros directamente en su obtención. Por lo demás, se da a conocer una instalación económica, construida fácilmente y sencilla de manejar para la obtención de octaclorotrisilano. Un punto de atención especial se situaba en la minimización de las superficies internas, que pueden contribuir a la contaminación de clorosilanos. La instalación debía requerir además poco lugar verticalmente.

Las tareas planteadas se solucionan mediante un procedimiento según la reivindicación 1.

- 45 Sorprendentemente se descubrió que los clorosilanos monómeros, en caso dado en mezcla con hexaclorodisilano, en plasma térmico, es decir, un plasma que se encuentra en equilibrio térmico, se pueden transformar en buen rendimiento en octaclorotrisilano, según la invención en octaclorotrisilano de pureza elevada a máxima. En este caso, el producto de procedimiento inmediato puede contener octaclorotrisilano en una cantidad mayor o igual a un 85 % en peso, que se presenta en mezcla con policlorosilanos con al menos dos átomos de silicio hasta un 100 % en peso. Como policlorosilanos entran en consideración en especial hexaclorodisilano, decaclorotetrasilano, dodecacloropentasilano y/o sus estructuras isómeras. Era especialmente sorprendente que una producción de octaclorosilano a partir de clorosilanos monómeros, como por ejemplo tetraclorosilano, o mezclas que comprenden tetraclorosilano (STC) y triclorosilano (TCS), o mezclas de TCS, STC y/o diclorosilano, se consiguiera sensiblemente

sin presencia de hidrógeno gaseoso en plasma térmico. La ventaja económica especial del procedimiento según la invención se consigue en especial mediante el dispositivo, con un reactor de descarga de gases, que está dispuesto entre dos columnas. Según el procedimiento, también se puede producir generalmente octaclorotrisilano de baja calidad en una instalación con un reactor de descarga de gases y una columna dispuesta aguas abajo.

El dispositivo comprende un reactor de plasma, es decir, un reactor de descarga de gases con dos columnas de destilación reactivas asignadas. A una de las columnas tras el reactor de descarga de gases se asigna un distribuidor de gases con una recirculación para el nuevo paso de clorosilanos no transformados, monómeros, de la fórmula general I mediante el reactor de descarga de gases, como se representa en la figura 3. El octaclorotrisilano producido según la invención está exento de átomos de hidrógeno y/o clorosilanos y/o policlorosilanos monómeros que contienen átomos de hidrógeno, preferentemente dentro del límite de identificación técnico habitual.

Se considera exento de hidrógeno el octaclorotrisilano si su contenido en átomos de hidrógeno se sitúa por debajo de 1×10^{-3} % en peso, en especial por debajo de 1×10^{-4} % en peso, de modo más preferente por debajo de 1×10^{-6} % en peso hasta el límite de identificación, actualmente en 1×10^{-10} % en peso. También es objeto de la invención un octaclorotrisilano con un contenido en átomos de hidrógeno de menos de 1×10^{-3} % en peso, preferentemente por debajo de 1×10^{-6} % en peso hasta el límite de identificación citado anteriormente. El método preferente para la determinación del contenido en átomos de hidrógeno es la espectroscopía de $^1\text{H-NMR}$, en análisis por CHN, preferentemente en combinación con ICP-MS, para la determinación del perfil de impurificación total con los elementos citados a continuación.

Una ventaja especialmente importante del procedimiento según la invención es la empleabilidad inmediata de octaclorotrisilano producido, es decir, sin purificación ulterior, para la precipitación de capas de silicio altamente puras con calidad de silicio solar, o también calidad de semiconductor.

Por consiguiente, es objeto de la invención un procedimiento para la producción de octaclorotrisilano, así como octaclorotrisilano obtenible según este procedimiento, en especial con un contenido mayor o igual a un 80 % en peso de octaclorotrisilano y un contenido en titanio menor o igual a 1 ppm en peso, preferentemente menor o igual a 100 ppb en peso, exponiéndose a un plasma térmico clorosilanos que comprenden al menos un clorosilano monómero de la fórmula general 1



con x, independientemente entre sí, seleccionado a partir de 0, 1, 2 o 3, x es preferentemente igual a 0, 1 o 2, con x preferentemente igual a 0 o 1, de modo especialmente preferente x igual a 0, o una mezcla que comprende al menos dos clorosilanos monómeros de la fórmula I, en especial seleccionada a partir de tetraclorotrisilano, triclorosilano y diclorosilano, preferentemente tetraclorotrisilano puro o tetraclorotrisilano puro con un contenido en triclorosilano menor o igual a un 20 % en peso en la mezcla total, en especial menor o igual a un 10 % en peso, preferentemente menor o igual a un 7,5 % en peso, así como, en caso dado, clorosilanos monómeros en mezcla con un contenido en hexaclorodisilano, y haciéndose reaccionar para dar octaclorotrisilano, siendo el plasma térmico un plasma de arco voltaico, en el que los electrones poseen aproximadamente la misma temperatura, que está caracterizado por que el procedimiento se lleva a cabo en un dispositivo (0) que comprende un reactor de descarga de gases (1) con dos columnas (2a, 2b), y estando prevista

- una primera columna (2a) con una entrada de columna (3a) para la separación de octaclorotrisilano aguas arriba antes del reactor de descarga de gases (1),

- y una segunda columna (2b) con una entrada de columna (4a) para la separación de productos de bajo punto de ebullición aguas abajo tras el reactor de descarga de gases (1), y

- estando asignado a la salida de la columna (4b) de la columna (2b) un distribuidor de gases (5), y

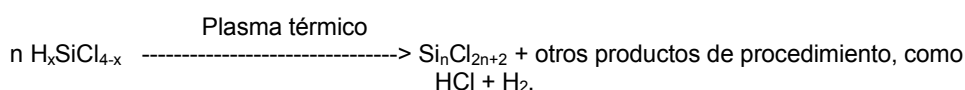
- estando asignada al distribuidor de gases (5) una recirculación (6), que alimenta los productos de bajo punto de ebullición a la primera columna (2a) o al reactor de descarga de gases (1) como reflujo, y dominando en el reactor de descarga de presión una presión de 300 a 800 mbar_{abs}.

La ventaja del procedimiento consiste en que no se debe emplear gas portador de hidrógeno ni tampoco catalizador adicional. Por consiguiente, en el procedimiento se pueden transformar clorosilanos monómeros de la fórmula general I, o mezclas de clorosilanos monómeros de la fórmula I, con o sin hexaclorodisilano en el plasma térmico, en octaclorotrisilano, no debiéndose añadir compuestos adicionales que contienen hidrógeno, en especial hidrógeno.

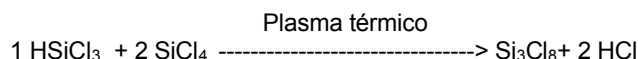
La producción de octaclorotrisilano, preferentemente de pureza elevada a máxima, se efectúa por medio de reacción de clorosilanos monómeros de la fórmula general I en un plasma térmico. Preferentemente se ajusta una proporción de reflujo de clorosilanos monómeros de la fórmula general I y hexaclorodisilano, que se consideran productos de bajo punto de ebullición, en un distribuidor de gases. Los productos de bajo punto de ebullición recirculados se condensan a continuación, preferentemente en un condensador, y se devuelven a la primera columna o al reactor de descarga de gases. La parte remanente de productos de bajo punto de ebullición se puede condensar y recircular o excluir igualmente. Preferentemente, el monoclorosilano obtenido, HCl y/o monosilano, no se condensa, y se excluye del sistema tras el condensador.

La citada separación es posible fácilmente con ayuda de un correspondiente temperado del condensador. En un control de procedimiento alternativo, en el caso de tetraclorosilano como educto, en caso dado con un cierto contenido en triclorosilano y/o diclorosilano, el hexaclorodisilano formado se condensa en el condensador tras el distribuidor de gases, mientras que los demás clorosilanos se alimentan de nuevo al reactor de descarga de gases en forma gaseosa.

Las posibles reacciones en plasma térmico se pueden representar como sigue de manera idealizada:



con $x = 0, 1, 2$ o 3 , preferentemente para x igual a 1 o 0 , de modo independiente preferentemente $n = 3$ y $n = 2$ como producto intermedio.



Mediante el control de procedimiento, en especial en el dispositivo de las figuras 3 a 6 según la invención, se puede producir selectivamente y aislar octaclorotrisilano, sin que se deba transformar previamente en la fase gaseosa, para separarlo de eductos monómeros o productos secundarios.

Como clorosilanos de la fórmula general I se emplean preferentemente tetraclorosilano, triclorosilano, diclorosilano o mezclas de los mismos. Una ventaja especial del procedimiento es la posibilidad de producción de octaclorosilano en calidad de semiconductor, partiendo de tetraclorosilano de pureza máxima (STC_{eg}), preferentemente en mezcla con un contenido en triclorosilano de pureza máxima (TCS_{eg}).

Alternativamente, a partir de STC, en presencia de diclorosilano de pureza máxima (DCS_{eg}), así como de una mezcla de los clorosilanos citados anteriormente. Una mezcla preferente, correspondientemente de pureza máxima, comprende tetraclorosilano con un contenido en triclorosilano y/o diclorosilano. En el ámbito de la invención, "clorosilano de pureza máxima" es la denominación de "clorosilano de grado electrónico", abreviado "eg".

Para la producción de octaclorotrisilano según la invención se emplea un clorosilano monómero de la fórmula general I de pureza elevada a máxima, o una mezcla de clorosilanos monómeros de la fórmula I, como tetraclorosilano de pureza máxima, triclorosilano de pureza máxima y/o diclorosilano de pureza máxima, preferentemente con un contenido en clorosilanos monómeros de un 90 a un 99,9999999 % en peso con hasta un 100 % en peso, en caso dado, de hexaclorodisilano, octaclorotrisilano, y en caso dado policlorosilanos con al menos dos átomos de silicio, definiendo la impurificación total con elementos citados a continuación, menor o igual a 100 ppm en peso hasta 0,001 ppt en peso, un clorosilano altamente puro. Una impurificación total con los siguiente elementos menor o igual a 50 ppm en peso hasta 0,001 ppt en peso define un clorosilano de pureza máxima, es preferente una cantidad menor o igual a 40 ppm en peso hasta 0,001 ppt en peso de impureza total. El contenido en clorosilanos monómeros asciende a un 98 % en peso a un 99,9999999 % en peso, con una cantidad menor o igual a 100 ppm en peso hasta 0,001 ppt en peso de impurezas totales en un clorosilano de pureza elevada, preferentemente menor o igual a 50 ppm en peso hasta 0,001 ppt en peso en un clorosilano de pureza máxima, y en caso dado hasta un 100 % en peso de hexaclorodisilano y/u octaclorotrisilano, siendo el perfil de impurezas de los clorosilanos monómeros de la fórmula general I como sigue:

a. aluminio de 15 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, y/o

b. boro menor o igual a 5 hasta 0,0001 ppt en peso, preferentemente en el intervalo de 3 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, y/o

c. calcio menor o igual a 2 ppm en peso, preferentemente de 2 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, y/o

- d. hierro de 5 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, preferentemente de 0,6 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, y/o
- e. níquel de 5 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, preferentemente de 0,5 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, y/o
- 5 f. fósforo de 5 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, preferentemente de 3 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, y/o
- g. titanio menor o igual a 10 ppm en peso, menor o igual a 2 ppm en peso, preferentemente de 1 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso,
- 10 de modo más preferente de 0,6 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, de modo más preferente de 0,1 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, y/o
- h. cinc menor o igual a 3 ppm en peso, preferentemente de 1 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, de modo más preferente de 0,3 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, y/o
- 15 i. carbono,
- pretendiéndose la concentración de carbono en un límite de identificación habitual en el ámbito del procedimiento de medida conocido por el especialista. La determinación de la impurificación total con los elementos citados anteriormente se efectúa preferentemente por medio de ICP-MS. El proceso se puede controlar en total continuamente por medio de analítica online. La pureza requerida se puede verificar por medio de GC, IR, NMR,
- 20 ICP-MS o mediante medida de resistencia, o bien GD-MS tras precipitación de Si.
- Una ventaja especial del procedimiento según la invención consiste en que la producción de octaclorotrisilano se puede controlar selectivamente a través de la proporción de reflujo ajustada, el contenido molar en hexaclorodisilano, así como la proporción molar de clorosilanos monómeros de la fórmula general I en el reactor de descarga de gases.
- 25 Es igualmente ventajoso que se pueda prescindir de la adición de gases nobles costosos, inertes. Alternativamente se puede alimentar un gas de arrastre, preferentemente un gas inerte sometido a presión, como nitrógeno, argón, otro gas noble, o mezclas de los mismos.
- Otra ventaja del procedimiento es la producción selectiva de octaclorotrisilano de pureza máxima, que presenta, en caso dado, un bajo contenido en hexaclorodisilano de pureza máxima, decaclorotetrasilanos de pureza máxima y/o
- 30 dodecacloropentasilano, y corresponde extraordinariamente a los requisitos de la industria de semiconductores.
- De este modo, según una variante de procedimiento especialmente preferente se aísla octaclorotrisilano de pureza máxima con un contenido en octaclorotrisilano de más de un 95,9999 % en peso a un 99,999999 % en peso, comprendiendo el contenido remanente hasta un 99,999999 % en peso de hexaclorodisilano, decaclorotetrasilano y/o dodecacloropentasilano respectivamente. Según la invención, el octaclorotrisilano se puede descargar a través
- 35 de la primera columna en el depósito de reserva, y aislar en el mismo continuamente o por cargas.
- Según una alternativa, como producto de bajo punto de ebullición, preferentemente tras el distribuidor de gas y tras condensación, se puede aislar adicionalmente hexaclorodisilano de pureza máxima con un contenido en hexaclorodisilano de más de un 95,9999 % en peso a un 99,999999 % en peso, comprendiendo el contenido remanente hasta un 99,999999 % en peso de clorosilanos monómeros de la fórmula general I en cada caso. De
- 40 modo preferente se puede aislar hexaclorodisilano tras el condensador 11 correspondientemente a las figuras 5 y 6.
- Según una variante de procedimiento especialmente preferente, como producto de procedimiento inmediato se aísla un octaclorotrisilano de pureza máxima con un contenido en titanio de menos de 10 ppm en peso, preferentemente de menos de 8 ppm en peso, de modo especialmente preferente por debajo de 5 ppm en peso, de modo más preferente menor que 1 ppm en peso (medido por medio de (ICP-MS).
- 45 Se considera octaclorosilano altamente puro un octaclorotrisilano con un contenido en octaclorotrisilano entre un 80 y un 99,999999 % en peso, con hasta un 100 % en peso de policlorosilanos, como hexaclorodisilano, decaclorotetrasilano, dodecacloropentasilano y/o isómeros estructurales, ascendiendo la impurificación total con los siguientes elementos a una cantidad menor o igual a 100 ppm en peso, siendo la impurificación total en

- octaclorotrisilano de pureza máxima menor o igual a 50 ppm en peso. El contenido en octaclorotrisilano en octaclorotrisilano de pureza elevada o máxima se sitúa preferentemente entre un 85 y un 99,999999 % en peso, preferentemente entre un 90 y un 99,999999 % en peso, de modo especialmente preferente entre un 99,99 y un 99,999999 % en peso, de modo más preferente entre un 99,9999 y un 99,999999 % en peso, siendo la
- 5 impurificación total menor o igual a 100 ppm en peso en octaclorotrisilano de pureza elevada, y menor o igual a 50 pp en peso en octaclorotrisilano de pureza máxima, en especial con impurificaciones de uno, varios, o todos los elementos seleccionados a partir de boro, fósforo, carbono y metales ajenos, así como hidrógeno, preferentemente seleccionados a partir de boro, fósforo, carbono, aluminio, calcio, hierro, níquel, titanio y cinc y/o hidrógeno.
- 10 En este caso, el octaclorotrisilano citado anteriormente presenta el siguiente perfil de impurificación de uno, varios o todos los elementos, y se considera octaclorotrisilano de pureza máxima:
- a. aluminio menor o igual a 5 ppm en peso o de 5 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, preferentemente de 3 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso,
- b. boro de 10 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, preferentemente en el intervalo de 5 a 0,0001 ppt en peso, de modo más preferente en el intervalo de 3 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, y/o
- 15 c. calcio menor o igual a 2 ppm en peso, preferentemente de 2 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, y/o
- d. hierro menor o igual a 20 ppm en peso, preferentemente de 10 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, de modo más preferente de 0,6 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, y/o
- e. níquel menor o igual a 10 ppm en peso, preferentemente de 5 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, de modo más preferente de 0,5 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, y/o
- 20 f. fósforo menos de 10 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, preferentemente de 5 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, de modo más preferente de 3 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, y/o
- g. titanio menor o igual a 10 ppm en peso, menor o igual a 2 ppm en peso, preferentemente de 1 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, de modo más preferente de 0,6 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso,
- 25 de modo más preferente de 0,1 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, y/o
- h. cinc menor o igual a 3 ppm en peso, preferentemente de 1 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, de modo más preferente de 0,3 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, y/o
- 30 i. carbono, y
- j. hidrógeno,
- pretendiéndose el contenido en hidrógeno y carbono respectivamente en una concentración en el intervalo del límite de identificación de los procedimientos de medida conocidos por el especialista.
- 35 Como se ha indicado, la impurificación total de octaclorotrisilano con los elementos, o bien impurezas, indicados anteriormente, de 100 ppm en peso a 0,001 ppt en peso en octaclorotrisilano de pureza elevada, preferentemente de 50 ppm en peso a 0,001 ppt en peso en octaclorotrisilano de pureza máxima de modo más preferente de 10 ppm en peso a 0,001 ppt en peso, de modo especialmente preferente de 5 ppm en peso a 0,001 ppt en peso en suma. El octaclorotrisilano obtenible según la invención presenta una concentración de hidrógeno en el intervalo del límite de identificación de procedimientos de medida conocidos por el especialista.
- 40 De modo especialmente preferente se obtiene octaclorotrisilano, en especial que comprende hexaclorodisilano, decaclorotetrasilano y/o dodecacloropentasilano, pudiendo presentar el octaclorotrisilano un contenido en octaclorotrisilano de un 60 a un 99,999999 % en peso, preferentemente en mezcla con otros policlorosilanos con 2, 3 y/o 5 átomos de silicio. Es preferente un contenido en octaclorotrisilano de un 91 a un 99,999999 % en peso, además preferentemente con un contenido de un 99,99 a un 99,9999999 % en peso.

Según una variante de procedimiento más preferente, el procedimiento según la invención se emplea para la producción de octaclorotrisilano, exponiéndose clorosilano monómero de la fórmula general I, en especial tetraclorosilano en mezcla con triclorosilano, o una mezcla de clorosilanos monómeros de la fórmula I, a un plasma térmico en presencia de hexaclorodisilano en un dispositivo que comprende un reactor de descarga de gases con dos columnas.

Además es preferente que el clorosilano monómero de la fórmula I se alimente a una columna para la separación de octaclorotrisilano, que está dispuesta aguas arriba antes del reactor de descarga de gases, o se introduzca directamente en el reactor de descarga de gases. El octaclorotrisilano separado se considera producto de punto de ebullición elevado. La proporción de la formación de octaclorotrisilano y hexaclorodisilano se puede controlar en el procedimiento según la invención a través de la proporción molar de clorosilanos monómeros de la fórmula I, los tiempos de contacto en el reactor de descargas de gases, así como a través de la velocidad de flujo, medida en sccm/s.

El procedimiento según la invención se lleva a cabo en un dispositivo que presenta una primera columna con una entrada de columna para la separación de octaclorotrisilano aguas arriba antes del reactor de descarga de gases, en especial por debajo del reactor de descarga de gases, y una segunda columna con una entrada de columna para la separación de productos de bajo punto de ebullición, en especial de clorosilanos monómeros y de hexaclorodisilano aguas abajo, tras, en especial por encima del reactor de descarga de gases. La salida de columna de la segunda columna es un distribuidor de gases, y preferentemente al distribuidor de gases se asigna al menos un condensador para la condensación de productos de bajo punto de ebullición recirculados y/o separados. El dispositivo puede estar configurado también como dispositivo de destilación reactiva de plasma, estando dispuesto el reactor de plasma entre dos columnas de destilación reactivas.

En el procedimiento, el clorosilano de la fórmula I o el clorosilano de la fórmula I se introduce en el reactor de descarga de gases en mezcla con hexaclorodisilano, o se alimenta a la primera columna, en especial en el tercio superior.

Es igualmente objeto de la invención un procedimiento para la producción de octaclorotrisilano en un dispositivo como se representa en las figuras 3 a 6, que comprende una primera columna 2a con una entrada de columna 3a para la separación de octaclorotrisilano aguas arriba antes del reactor de descarga de gases 1, en especial por debajo del reactor de descarga de gases 1, y con una segunda columna 2b con una entrada de columna 4a para la separación de productos de bajo punto de ebullición, en especial de clorosilanos monómeros y/o dímeros, en especial de clorosilanos monómeros formados, eductos no transformados y compuestos de clorosilano dímeros, como hexaclorodisilano, aguas abajo tras el reactor de descarga de gases 1, en especial por encima del reactor de descarga de gases 1 correspondientemente a las figuras 3 y 5, y, estando asignado a la salida de columna 4b de la columna 2b un distribuidor de gases 5, el distribuidor de gases 5 presenta en especial un órgano de bloqueo o regulación, al distribuidor de gases 5 está asignada una recirculación 6, que alimenta los productos de bajo punto de ebullición con reflujo a la primera columna 2a o al reactor de descarga de gases 1. Según una forma de realización especialmente preferente, el distribuidor de gases 5 presenta un órgano de bloqueo o regulación, preferentemente una válvula, de modo especialmente preferente una válvula electromagnética. La válvula electromagnética puede estar configurada como válvula de platos.

La función del distribuidor de gases 5 consiste en dividir los productos de procedimiento gaseosos, así como eductos gaseosos no transformados, en dos corrientes gaseosas, y precisamente en una primera corriente gaseosa, que se alimenta a través de la recirculación 6 como reflujo de nuevo al reactor de descarga de gases 1 o a la primera columna 2a, en especial en la mitad superior, preferentemente en el tercio superior. La segunda corriente gaseosa se puede condensar, a modo de ejemplo, en la disposición 11 según las figuras 5 y 6, y separar a través del conducto 12, o alimentar de modo definido a la recirculación 6 a través del órgano de bloqueo y regulación 14. Alternativamente, los compuestos condensados de la segunda corriente gaseosa también se pueden alimentar directamente al reactor de descarga de gases. Las corrientes gaseosas separadas se pueden condensar al menos parcialmente, de modo independiente entre sí, tras el distribuidor de gases en condensadores separados. El octaclorotrisilano formado se descarga en la primera columna 2a en el depósito de reserva o en la extracción de cola.

Para la determinación de proporciones de reflujo preferentes, una técnica de análisis de proceso online, por ejemplo un aparato de análisis IR y/o un cromatógrafo de gases de proceso, puede determinar antes del distribuidor de gases la composición molar de la composición gaseosa, a partir de la cual se puede calcular a continuación la proporción de reflujo deseada bajo consideración de las corrientes de eductos. De este modo se puede controlar selectivamente la composición molar de los eductos, en especial en el proceso continuo, para poder ajustar en el reactor de descargar de gases una proporción molar definida entre los clorosilanos de la fórmula general I y, en caso dado, hexaclorodisilano. De modo especialmente preferente, la proporción de reflujo se ajusta a un valor que permita devolver completamente el hexaclorodisilano formado en el plasma térmico dentro de inexactitudes de medición

- habituales técnicamente, y ajustar preferentemente en el reflujo de manera simultánea una proporción molar de triclorosilano respecto a tetraclorosilano de aproximadamente 1 a 20. Según una variante de procedimiento especialmente preferente, en la segunda corriente gaseosa se condensa el hexaclorodisilano, en especial en la disposición 11 con condensador 13 y órgano de regulación 14, como se representa en la figura 6, y de este modo se separa de los clorosilanos monómeros gaseosos. El hexaclorodisilano se puede alimentar a continuación de modo controlado a la recirculación 6 a través del órgano de regulación 14. El hexaclorodisilano se puede dosificar alternativamente a través de una recirculación ulterior asignada al reactor de descarga de gases o a la primera columna. Del mismo modo existe la posibilidad de añadir el hexaclorodisilano condensado a partir de la segunda corriente gaseosa directamente a la corriente de eductos. El octaclorotrisilano formado en el plasma térmico se puede descargar a partir del reactor de descarga de gases a través de la primera columna en la extracción de cola. La temperatura del evaporador de cola se ajusta de modo que el octaclorotrisilano deseado no pase a la fase gaseosa. Como evaporador de cola se pueden emplear preferentemente evaporadores de recirculación para el calentamiento cuidadoso de polisilanos. Alternativamente, también se puede descargar producto de cola continuamente para minimizar la carga térmica.
- Por consiguiente, es objeto de la invención un procedimiento en el que (i) los clorosilanos de la fórmula I que abandonan el reactor de descarga de gases a través de la segunda columna (2b), en mezcla con o sin hexaclorodisilano, se dividen en el dispositivo (0) en el distribuidor de gases (5), y (ii) una parte de la corriente gaseosa, también llamada primera corriente gaseosa, se devuelve a través de la recirculación (6) como reflujo en la primera columna (2a), (iii) esta parte de clorosilano de la fórmula general I, en mezcla con hexaclorodisilano y, en caso dado, hexaclorodisilano de la segunda corriente gaseosa, se puede considerar alternativamente reflujo, y se conduce de nuevo a través del reactor de descarga de gases (1), y (iv) se obtiene octaclorotrisilano, en especial octaclorotrisilano de pureza elevada, de modo especialmente preferente octaclorotrisilano de pureza máxima, en la salida de la columna (3b) de la primera columna (2a).
- Los clorosilanos de la fórmula I se pueden condensar en mezcla con hexaclorodisilano tras el distribuidor de gases, al menos parcialmente antes de la recirculación. Se considera reflujo la corriente parcial recirculada en total, la segunda corriente gaseosa recirculada a la primera corriente gaseosa, al menos parcialmente, en especial el hexaclorodisilano condensado. En este caso es especialmente preferente que la proporción molar de triclorosilano respecto a tetraclorosilano en la primera corriente gaseosa, de modo más preferente en el reflujo, ascienda a 0,1 : 20 hasta 2 : 20, la proporción molar de triclorosilano respecto a tetraclorosilano se ajusta aproximadamente a 1 : 20. La tolerancia se sitúa en aproximadamente +/- 0,5, preferentemente +/- 0,25.
- El octaclorotrisilano obtenido se puede purificar ulteriormente, por ejemplo destilar o purificar mediante cromatografía en caso necesario. No obstante, por regla general no es necesaria una purificación ulterior para octaclorotrisilano producido según la invención. En caso necesario, el octaclorotrisilano obtenido se puede alimentar a una destilación en vacío, en especial a una destilación fina en vacío, en especial para aumentar el contenido en octaclorotrisilano, separándose los policlorosilanos de peso molecular elevado, siempre y cuando se obtengan mezclas de policlorosilanos. De modo alternativo o adicional, también puede seguir una elaboración cromatográfica para separar impurezas, o también para ajustar el contenido en octaclorotrisilano.
- De modo adicional o alternativo a una de las características citadas anteriormente se obtiene preferentemente octaclorotrisilano con un contenido en policlorosilanos, que presenta al menos un 1 % en moles de policlorosilanos ramificados en la composición total, como terc-decaclorotetrasilano, iso-decaclorotetrasilano y/o dodecacloropentasilanos ramificados, la fracción se sitúa preferentemente en una cantidad mayor o igual a un 1,5 % en moles.
- Además es preferente un procedimiento en el que se introduce clorosilano de la fórmula general I o una mezcla de clorosilanos de la fórmula I, así como, en caso dado, clorosilano, en mezcla con hexaclorodisilano, en el reactor de descarga de gases, o se alimenta a la primera columna, preferentemente se alimenta el clorosilano o una mezcla gaseosa al reactor de descarga de gases o a la primera columna. En este caso es preferente además evaporar el clorosilano en la primera alimentación, en una recirculación como producto de bajo punto de ebullición se evapora el clorosilano en la primera columna, mientras que el octaclorosilano formado no se evapora y se puede descargar en el depósito de reserva en la cola, y se recoge.
- Los clorosilanos monómeros y dímeros, como hexaclorodisilano, se consideran productos de bajo punto de ebullición, considerándose octaclorosilano y policlorosilanos con al menos tres átomos de silicio productos de punto de ebullición elevado. En el procedimiento según la invención se excluyen del proceso hidrógeno formado, cloro, monosilano, monoclorosilano y/o cloruro de hidrógeno como gases de proceso, y a continuación éstos se pueden separar, condensar fuera de este dispositivo, o alimentar a otro proceso.

Los clorosilanos de la fórmula I que abandonan el reactor de descarga de gases, en especial el plasmatrón, a través de la segunda columna, en especial tetraclorosilano, triclorosilano y/o diclorosilano, corresponden a clorosilanos no transformados en el procedimiento, que se alimentan de nuevo al reactor de descarga de gases para la reacción. La ventaja especial del procedimiento y su rentabilidad resultan de la recirculación o circulación en circuito de clorosilanos no transformados en el reactor de descarga de gases.

Mediante la recirculación de edutos de clorosilano no transformados según la invención y el esclusado simultáneo de octaclorosilano a través de la primera columna como productos de cola, con el dispositivo, o bien la instalación según la invención, de construcción sencilla, se puede poner a disposición un procedimiento especialmente económico con superficies internas extremadamente reducidas de las piezas de instalación. Procedimientos e instalaciones conocidos contribuyen considerablemente a la contaminación de los productos o a los costes de las piezas de instalación. Tanto los costes, como también la contaminación, se pudieron reducir claramente con el procedimiento según la invención y el dispositivo según la invención. Por consiguiente, la construcción de la instalación según la invención, en combinación con el procedimiento según la invención, permite un control de procedimiento especialmente económico con influencias de contaminación claramente reducidas.

Según un control de procedimiento alternativo, los productos de bajo punto de ebullición se pueden alimentar al evaporador de la alimentación de eductos o al evaporador en el reactor de descarga de gases, de modo que se evaporan los clorosilanos y hexaclorodisilano, y el octaclorotrisilano no evaporado se puede descargar en la primera columna.

De modo adicional o alternativo a una de las características de procedimiento citadas anteriormente es preferente emplear mezclas molares de clorosilanos monómeros de la fórmula general I en el procedimiento, o bien ajustar proporciones molares en el plasma térmico. Proporciones molares preferentes de tetraclorosilano y triclorosilano se sitúan preferentemente en 1 : 30 a 10 : 1, en especial de 1 : 25 a 5 : 1, de modo más preferente de 1 : 20 a 1 : 10. Alternativamente, para la producción de octaclorosilano se puede emplear preferentemente una mezcla de clorosilanos de la fórmula general I, que comprende tetraclorosilano y diclorosilano, en especial en proporción molar de 1 : 10 a 10 : 1, en especial de 1 : 5 a 5 : 1, preferentemente de 1 : 2 a 2 : 1. De este modo, conforme al procedimiento según la invención, y en especial bajo empleo del dispositivo, se puede obtener un octaclorotrisilano de pureza elevada, en especial un octaclorotrisilano de pureza máxima, respectivamente con menos de 1 ppm en peso de titanio.

Según el procedimiento, como plasma térmico es preferente un plasma de equilibrio generado eléctricamente. Como plasmas térmicos son válidos plasmas que se accionan a presión elevada y conducen a un equilibrio. En el plasma térmico, los electrones T_E y los iones T_i poseen aproximadamente la misma temperatura, ya que la longitud de vía libre de las partículas y la frecuencia de choque es elevada, de modo que se ajusta una temperatura gaseosa T_G unitaria, con T_E aproximadamente igual a T_i aproximadamente igual a T_G . Por consiguiente, un plasma térmico presenta altas densidades energéticas, así como temperaturas de proceso elevadas. El plasma es un plasma de arco voltaico, y presenta, según tensión aplicada, un flujo de corriente entre pocos miliamperios y algunos kiloamperios. El procedimiento se realiza preferentemente en la zona de descarga independiente, trabajándose en la zona de descarga luminosa (70 a 1000 V, 1 a 1000 mA), de modo especialmente preferente en la zona de descarga de arco (10 a 50 V, mayor que 1 A). La generación de plasma de arco voltaico, o bien de plasma térmico, se efectúa con ayuda de un plasmatrón. Generalmente son apropiados plasmatrónes indirectos, así como de corriente continua o de corriente alterna, para la puesta en práctica del procedimiento según la invención. Para generar un plasma térmico homogéneo preferente se utiliza un plasmatrón de corriente continua indirecto.

En el caso de plasmatrón indirecto, el clorosilano monómero de la fórmula general I circula y pasa por el arco voltaico entre cátodo y ánodo dentro del plasmatrón, y se disocia e ioniza en caso dado. Para generar un arco voltaico estable se trabaja preferentemente con un plasmatrón de corriente continua.

Para la puesta en práctica del procedimiento según la invención, en el reactor de descarga de gases domina una presión de 300 a 800 mbar_{abs.}.

El dispositivo 0 para la puesta en práctica del procedimiento según la invención presenta un reactor de descarga de gases 1, al que están asignadas dos columnas 2a, 2b, y el reactor de descarga de gases es preferentemente un plasmatrón (corriente continua o alterna), de modo especialmente preferente un plasmatrón indirecto. El dispositivo presenta adicionalmente al reactor de descarga de gases una primera columna 2a con una entrada de columna 3a para la separación de octaclorotrisilano aguas arriba antes del reactor de descarga de gases 1, y una segunda columna 2b con una entrada de columna 4a para la separación de productos de bajo punto de ebullición y hexaclorodisilano, que se alimenta en circuito, aguas abajo tras el reactor de descarga de gases 1. Además, la salida de columna 4b de la columna 2b es un distribuidor de gases 5 para el ajuste de corrientes definidas de productos de bajo punto de ebullición. Para la alimentación de clorosilanos en el reactor de descarga de gases, al

reactor se asigna una alimentación de eductos 9, figura 4, o bien 5, que presenta, en una alternativa, un evaporador 10, figura 4, o bien 5, para la evaporación y/o el temperado de los eductos. Alternativamente, el evaporador se puede encontrar también en el reactor de descarga de gases 1. En una forma de realización especialmente preferente, el distribuidor de gases 5 es un órgano de bloqueo o regulación, en especial una válvula, de modo especialmente preferente el distribuidor de gases 5 es una válvula electromagnética, y está asignado a una recirculación 6, que alimenta los productos de bajo punto de ebullición a la primera columna 2a, o al reactor de descarga de gases 1, a un evaporador en el reactor de descarga de gases o un evaporador asignado a la alimentación de eductos. A la salida de columna inferior 3b de la primera columna 2a se asigna un depósito de reserva 7 en la extracción de cola o en el evaporador de cola 8. Según la invención, como primera y/o como segunda columna se emplean las denominadas columnas de empaquetadura o columnas reactivas, que pueden presentar anillos Raschig o platos de burbujas. El octaclorotrisilano producido se aísla en un depósito de reserva 7 asignado a la salida de columna 3b de la primera columna, o a un evaporador de cola 8 asignado a la salida de columna 3b, en pureza elevada o en pureza máxima. Al distribuidor de gases 5 está asignada una disposición 11, que presenta un condensador 13 para la condensación de al menos una parte de la segunda corriente gaseosa, en especial de hexaclorodisilano. Del mismo modo, la recirculación 6 está asignada al distribuidor de gases 5 y a la disposición 11. En suma, los productos de bajo punto de ebullición de la segunda columna se pueden dividir en el distribuidor de gases 5, en una primera corriente gaseosa, que se conduce a la recirculación 6, y en una segunda corriente gaseosa, que se puede hacer pasar por la disposición 11 en el condensador 13. A continuación, la segunda corriente gaseosa se puede conducir de la disposición 11 a la recirculación 6 a través del órgano de regulación 14, o escluser a través del conducto 12.

Del mismo modo se da a conocer un octaclorotrisilano obtenible conforme al procedimiento según la invención, que presenta un contenido en octaclorotrisilano de un 90,0 a un 99,999999 % en peso, preferentemente con hasta un 100 % en peso de policlorosilanos con al menos tres átomos de silicio, de modo especialmente preferente con hasta un 100 % en peso de hexaclorodisilano, n-decaclorotetrasilano, iso-decaclorotetrasilano, terc-decaclorotetrasilano y/o dodecacloropentasilano, así como sus isómeros estructurales, y con un contenido en titanio menor o igual a 1 ppm en peso. El octaclorotrisilano obtenido puede presentar de modo adicional o alternativamente un contenido en policlorosilanos ramificados con al menos cuatro átomos de silicio mayor o igual a un 1 % en moles en la composición total.

El octaclorotrisilano producido según el procedimiento, con un contenido en titanio menor o igual a 1 ppm en peso, es extraordinariamente apropiado para la precipitación de silicio de pureza elevada a máxima, preferentemente de capas que contienen silicio. Mediante el empleo de octaclorotrisilano puro producido según la invención se pueden reducir claramente la carga con cloro durante la precipitación, como también las temperaturas durante la precipitación. Del mismo modo, el octaclorotrisilano es apropiado en medida elevada para la producción de nitruro de silicio, oxinitruro de silicio, carburo de silicio, oxicarburo de silicio u óxido de silicio, en especial para la producción de capas de estos materiales, así como para la producción de capas epitácticas, preferentemente mediante epitaxia a baja temperatura. Estas capas se pueden producir, a modo de ejemplo, a través de Chemical Vapor Deposition (CVD). Además, el octaclorotrisilano de pureza elevada o máxima producido es apropiado como sustancia de partida para la producción de disilano (Si_2H_6) o trisilano (Si_3H_8) de pureza elevada.

A continuación se explica la invención más detalladamente por medio de las figuras.

Figura 1: mezcla que contiene octaclorotrisilano y hexaclorodisilano producida conforme al procedimiento según la invención, 99,34 MHz- ^{29}Si -NMR en DMSO.

Figura 2: policlorosilanos que comprenden hexaclorodisilano, octaclorotrisilano, terc-decaclorotetrasilano, n-decaclorotetrasilano y dodecacloropentasilano, producidos conforme al procedimiento según la invención, 99,34 MHz- ^{29}Si -NMR en DMSO. A = Si_2Cl_6 , B = n- Si_3Cl_8 , C = $(\text{Cl}_3\text{Si})_3\text{SiCl}$, D = n- $\text{Si}_4\text{Cl}_{10}$ y E = n- SiCl_{12} .

Figura 3: representación esquemática del dispositivo 0 que comprende un reactor de descarga de gases 1 y una primera columna 2a y una segunda columna 2b, así como un distribuidor de gases 5 y una recirculación 6.

Figura 4: representación esquemática del dispositivo 0 con evaporador de cola 8 y alimentación de eductos 9, así como evaporador 10.

Figura 5: representación esquemática del dispositivo 0 con evaporador de cola 8, alimentación de eductos 9, distribuidor de gases 5 y disposición 11 que comprende un condensador 13.

Figura 6: representación esquemática de la disposición 11 y del distribuidor de gases 5.

Ejemplo 1: producción de mezcla de octaclorotrisilano y hexaclorodisilano

Las concentraciones de impurezas en la mezcla obtenida según la invención medidas en ^{29}Si -NMR se representan en la figura 1.

Ejemplo 2: producción de mezcla de policlorosilanos

5 El contenido en metales ajenos se midió en ICP-MS. Las impurezas de la mezcla obtenida según la invención se representan en la figura 2.

Lista de signos de referencia:

- | | | |
|----|----|---|
| | 0 | Dispositivo/instalación |
| | 1 | Reactor de descarga de gases |
| | 2a | Primera columna |
| 10 | 2b | Segunda columna |
| | 3a | Salida de columna superior de la primera columna |
| | 3b | Salida de columna inferior de la primera columna |
| | 4a | Salida de columna inferior de la segunda columna |
| | 4b | Salida de columna superior de la primera columna |
| 15 | 5 | Condensador |
| | 6 | Recirculación |
| | 7 | Depósito de reserva |
| | 8 | Evaporador de cola |
| | 9 | Alimentación de eductos |
| 20 | 10 | Evaporador |
| | 11 | Disposición que comprende condensador y órgano de regulación (reflujo/separación) |
| | 12 | Conducto |
| | 13 | Condensador |
| | 14 | Órgano de bloqueo/regulación |

25

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la producción de octaclorotrisilano, exponiéndose clorosilanos, que comprenden al menos un clorosilano monómero de la fórmula general I



con x, independientemente entre sí, seleccionado a partir de 0, 1, 2 o 3, a un plasma térmico,

siendo el plasma térmico un plasma de arco voltaico, en el que los electrones y los iones poseen aproximadamente la misma temperatura,

caracterizado por que

el procedimiento se lleva a cabo en un dispositivo (0) que comprende un reactor de descarga de gases (1) con dos columnas (2a, 2b),

y

- esta prevista una primera columna (2a) con una entrada de columna (3a) para la separación de octaclorotrisilano aguas arriba antes del reactor de descarga de gases (1),

y una segunda columna (2b) con una entrada de columna (4a) para la separación de productos de bajo punto de ebullición aguas abajo tras el reactor de descarga de gases (1), y

- a la salida de la columna (4b) de la columna (2b) está asignado un distribuidor de gases (5), y

- al distribuidor de gases (5) está asignada una recirculación (6), que alimenta los productos de bajo punto de ebullición de la primera columna (2a) o al reactor de descarga de gases (1) como reflujo,

y en el reactor de descarga de gases domina una presión de 300 a 800 mbar_{abs}.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que se obtienen octaclorotrisilano y hexaclorodisilano como mezcla.

3.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado por que se aísla octaclorotrisilano de pureza máxima.

4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que se obtiene octaclorotrisilano con un contenido en titanio por debajo de 1 ppm en peso.

5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que como educto se emplea tetraclorosilano de pureza máxima, triclorosilano de pureza máxima y/o diclorosilano de pureza máxima.

6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el distribuidor de gases (5) presenta un órgano de bloqueo o regulación, en especial una válvula, preferentemente una válvula electromagnética.

7.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que se introducen en el reactor de descarga de gases (1) o se alimentan a la primera columna (2a) clorosilano de la fórmula I o clorosilano de la fórmula I en mezcla con hexaclorodisilano.

8.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que (i) los clorosilanos de la fórmula I que abandonan el reactor de descarga de gases a través de la segunda columna (2b), en mezcla con hexaclorodisilano, se dividen en el dispositivo (0) en el distribuidor de gases (5), y una parte de la mezcla se recircula como reflujo (ii) a través de la recirculación (6) en la primera columna (2a), (iii) se conduce de nuevo a través del reactor de descarga de gases (1), y (iv) se obtiene octaclorotrisilano de pureza elevada o de pureza máxima en la salida de la columna (3b) de la primera columna (2a).

9.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que una proporción molar de triclorosilano respecto a tetraclorosilano en el reflujo asciende a 0,1 : 20 hasta 2 : 20.

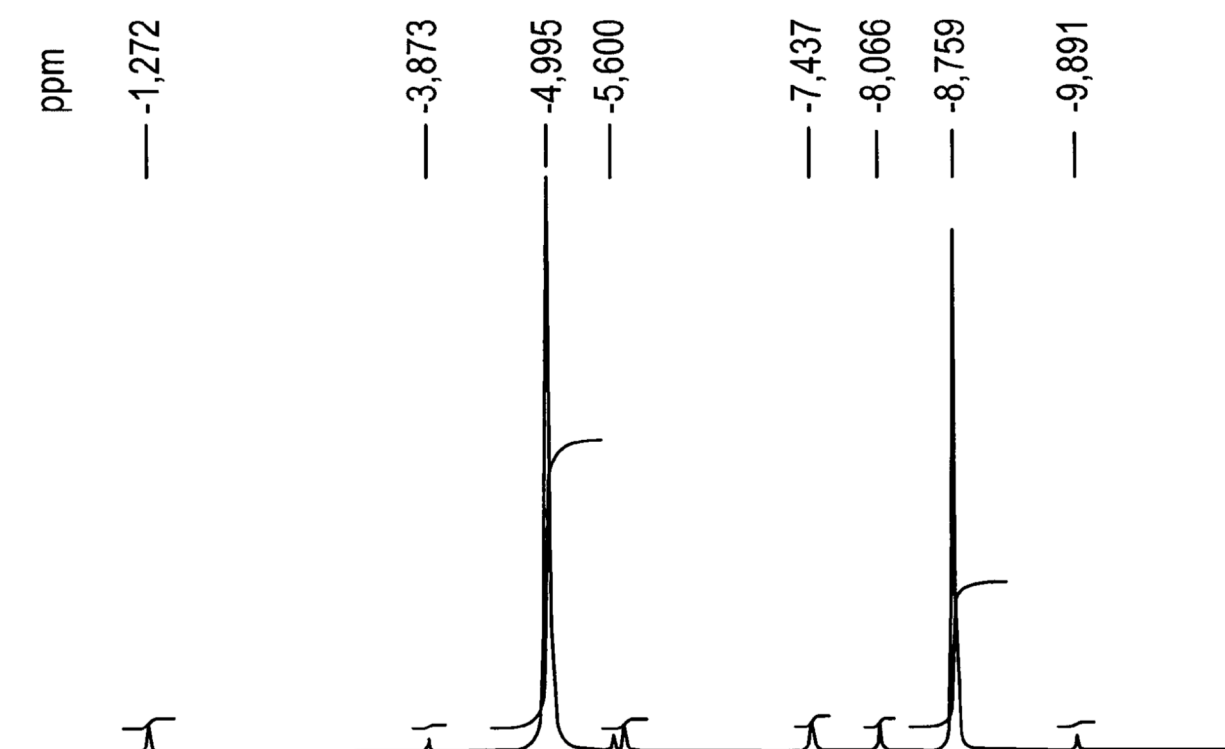


Figura 1

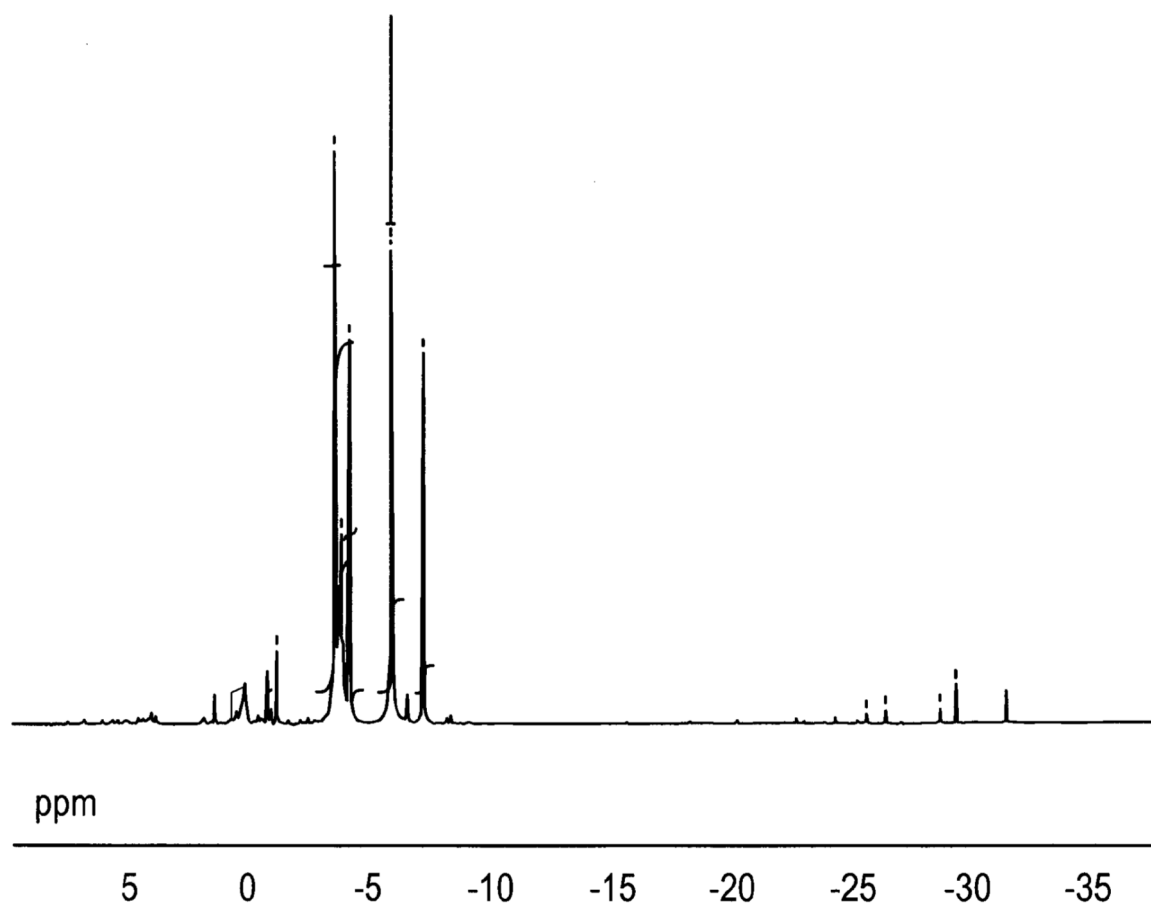


Figura 2

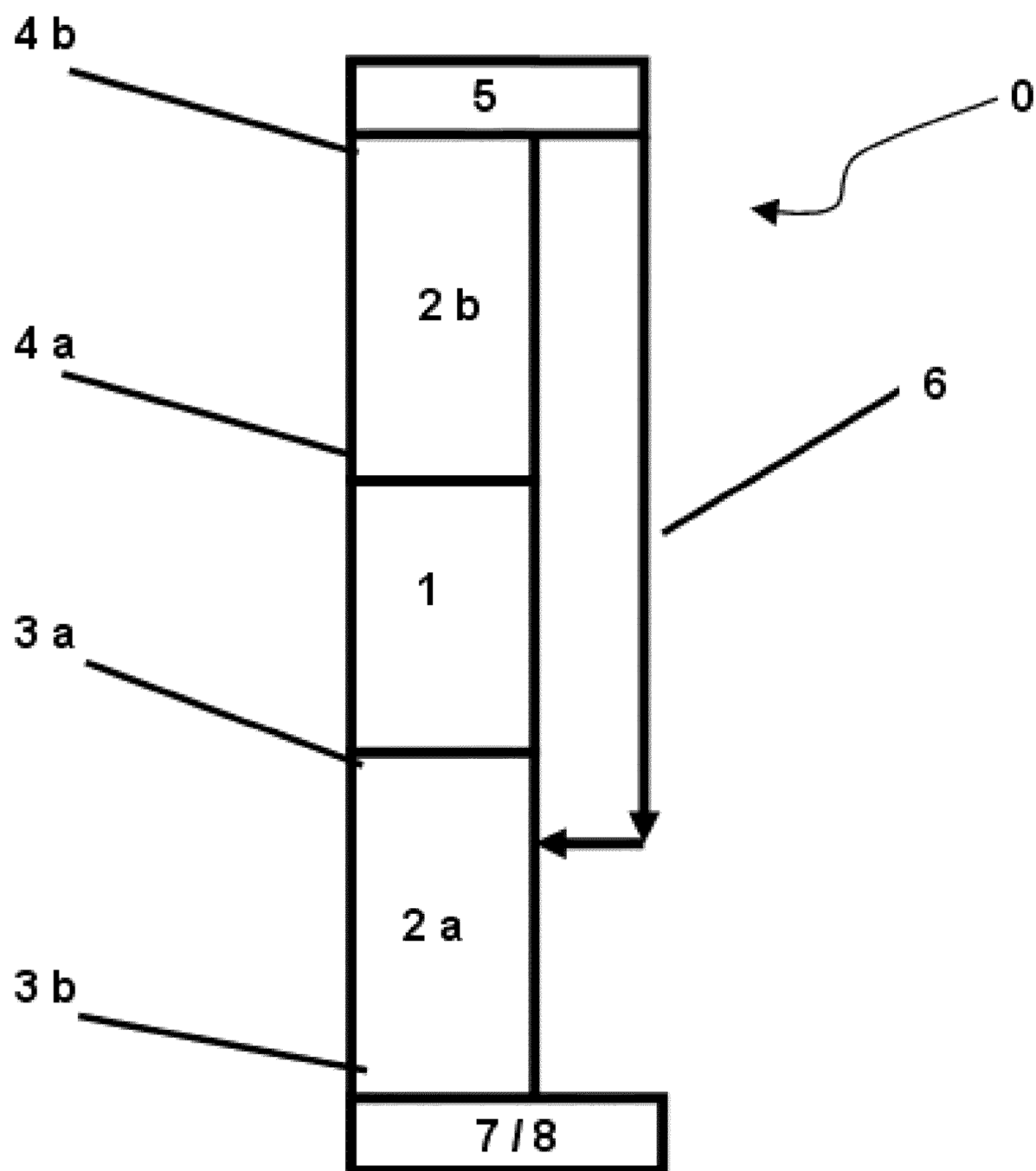


Figura 3

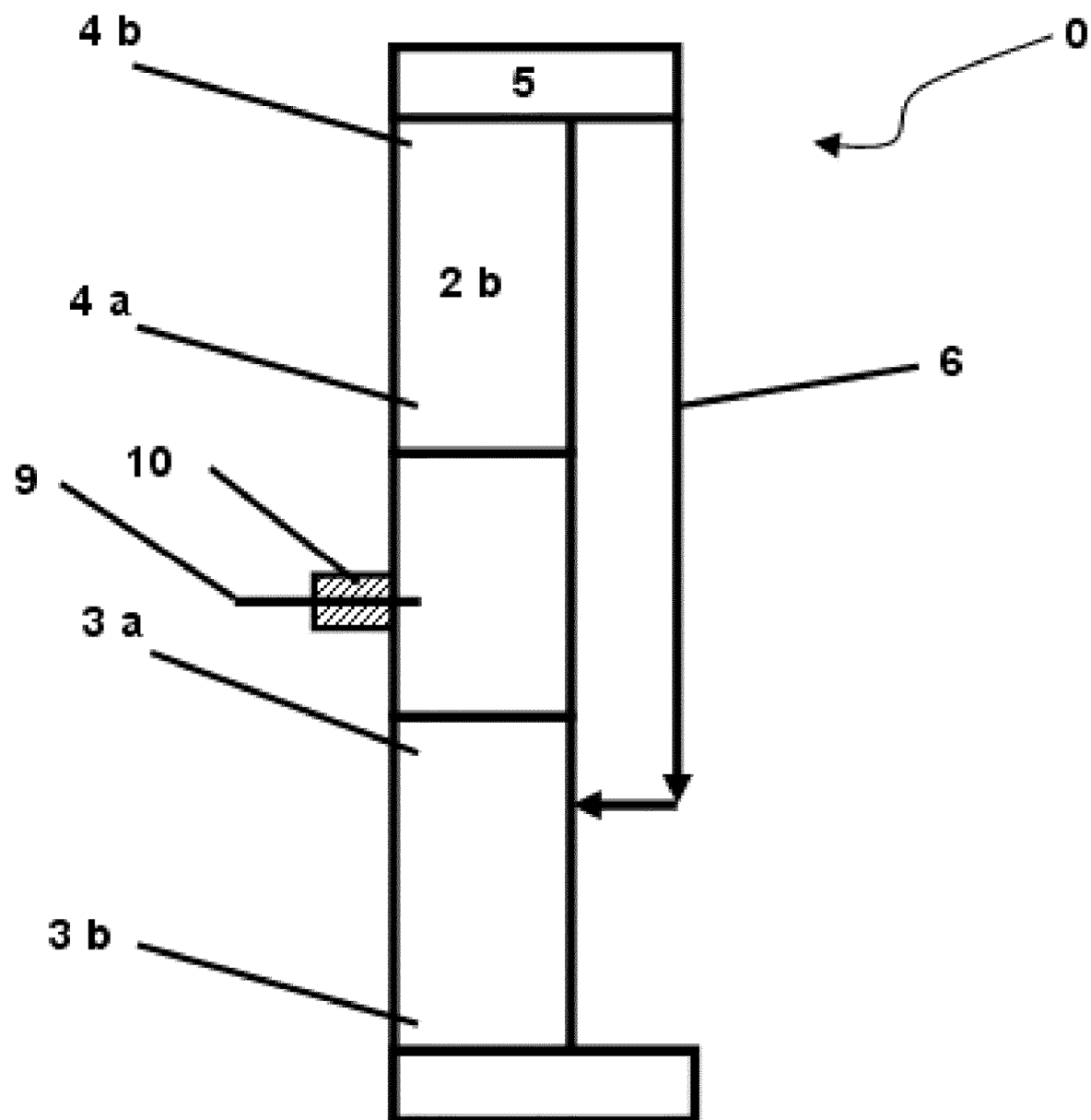


Figura 4

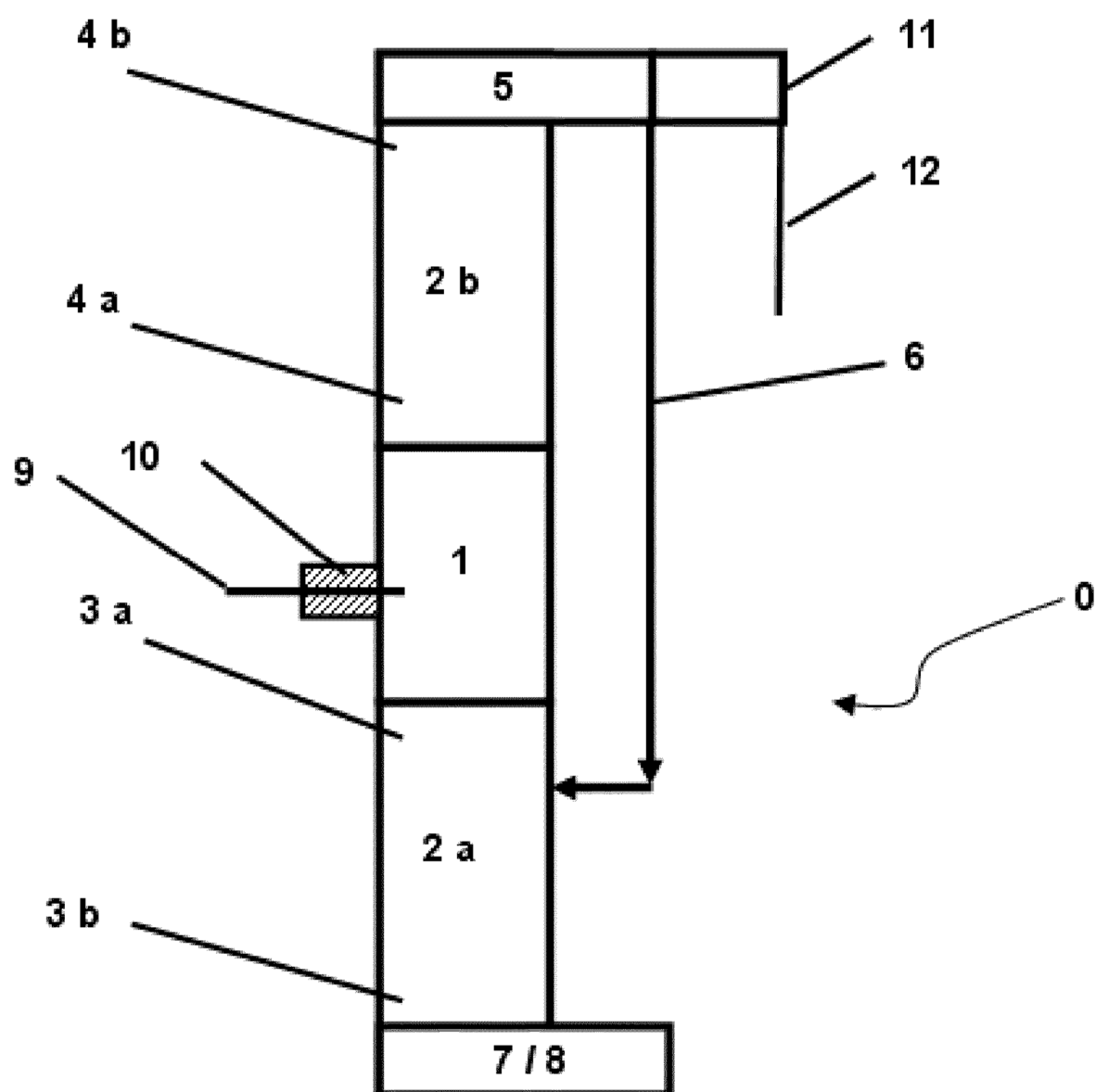


Figura 5

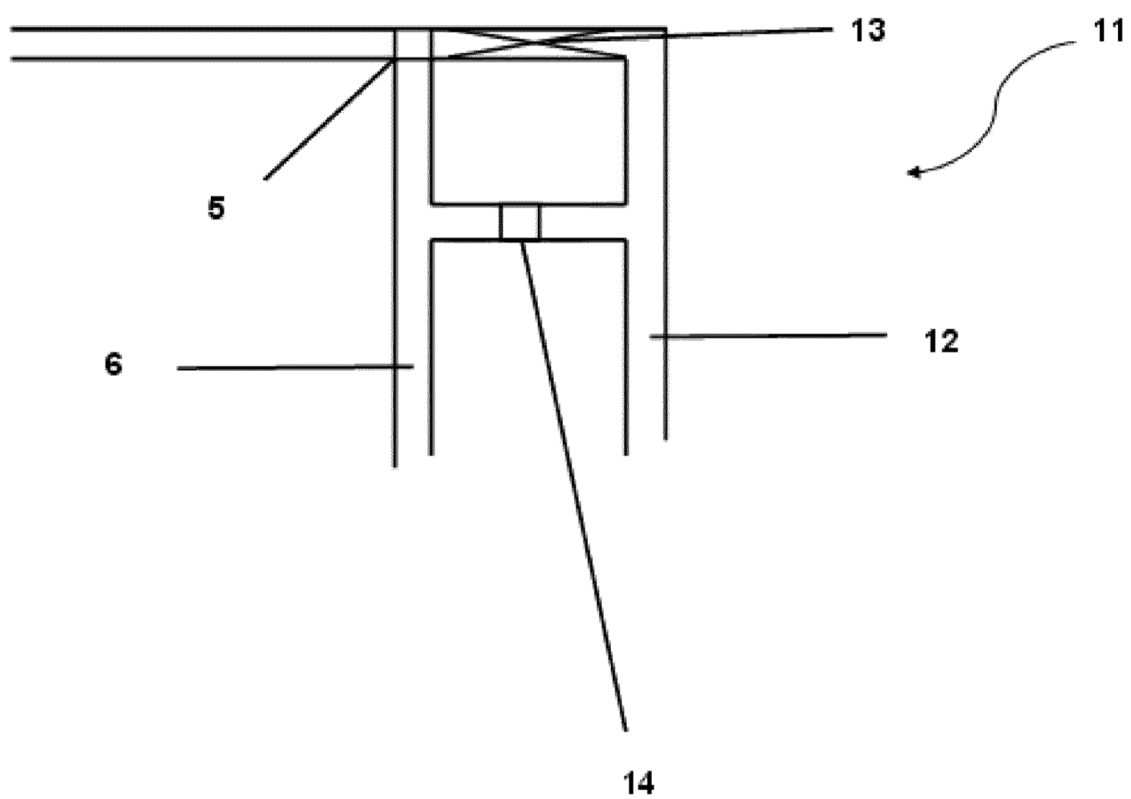


Figura 6