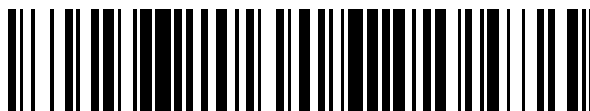


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 673 285**

51 Int. Cl.:

C01B 33/04 (2006.01)

C01B 33/107 (2006.01)

B01J 31/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.12.2011 PCT/EP2011/071621**

87 Fecha y número de publicación internacional: **21.06.2012 WO12080003**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.12.2011 E 11793405 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.05.2018 EP 2651825**

54 Título: **Procedimiento para la producción de halogenosilanos e hidrurosilanos**

30 Prioridad:

14.12.2010 DE 102010062984

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

21.06.2018

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**WIEBER, STEPHAN;
PATZ, MATTHIAS;
STÜGER, HARALD y
WALKNER, CHRISTOPH**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 673 285 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 para la producción de halogenosilanos e hidrurosilanos

La invención se refiere a un procedimiento para la producción de halogenosilanos superiores mediante desproporción de halogenosilanos inferiores. La invención se refiere además a un procedimiento para la producción de hidrurosilanos superiores a partir de los halogenosilanos superiores producidos mediante desproporción. Por lo demás, la invención se refiere a mezclas que contienen al menos un halogenosilano superior o al menos un hidrurosilano superior producido según los citados procedimientos. La invención se refiere finalmente al empleo de tal mezcla que contiene al menos un hidrurosilano superior para la producción de capas de componentes electrónicos u optoelectrónicos o para la producción de capas que contienen silicio.

Los hidrurosilanos, o bien sus mezclas, son conocidos en la literatura como posibles eductos para la generación de capas de silicio. En este caso se debe entender por hidrurosilanos compuestos que contienen únicamente átomos de silicio e hidrógeno en lo esencial. Los hidrurosilanos pueden ser gaseosos, líquidos o sólidos, y – en el caso de productos sólidos – son sensiblemente solubles en disolventes como tolueno o ciclohexano, o en silanos líquidos, como ciclopentasilano. Como ejemplos citense monosilano, disilano, trisilano, ciclopentasilano y neopentasilano. Hidrurosilanos con al menos tres, o bien cuatro átomos de silicio, pueden presentar una estructura lineal, ramificada o (en caso dado bi-/poli)cíclica con enlaces Si-H, y se pueden describir mediante las respectivas fórmulas genéricas $\text{Si}_n\text{H}_{2n+2}$ (lineal, o bien ramificado con $n \geq 2$), Si_nH_{2n} (cíclico; con $n \geq 3$) o $\text{Si}_n\text{H}_{2(n-i)}$ (bi-, o bien policíclico; $n \geq 4$; $i = \{\text{número de ciclos} - 1\}$).

Muchos procedimientos para la producción de hidrurosilanos se basan en una reacción de deshidropolimerización de hidrurosilanos inferiores, en especial SiH_4 , para dar silanos superiores bajo disociación formal de H_2 . En este caso, la reacción de deshidropolimerización se puede llevar a cabo 1) por vía térmica (US 6,027,705 A para el caso de que no se emplee un catalizador) y/o 2) mediante empleo de catalizadores, como a) metales de transición elementales (catálisis heterogénea; US 6,027,705 A para el caso de que no se empleen metales del grupo de platino, es decir, Ru, Rh, Pd, Os, Ir, Pt; US 5,700,400 A para metales de los grupos 3B - 7B y 8 -, es decir, los metales de transición/lantánidos sin grupo Cu ni Zn), b) óxidos no metálicos (catálisis heterogénea; US 6,027,705 A para el caso de que se emplee Al_2O_3 o SiO_2), c) complejos hidrúricos de ciclopentadienilo de escandio, itrio o tierras raras (catálisis homogénea; US 4,965,386 A, US 5,252,766 A), d) complejos de metales de transición (catálisis homogénea; US 5,700,400 A para complejos de metales de los grupos 3B - 7B y 8 -, es decir, los metales de transición/lantánidos sin grupo Cu ni Zn; JP 02-184513 A) o e) ciertos metales de transición inmovilizados sobre un soporte (catálisis heterogénea; US 6,027,705 A para el caso de que se empleen metales del grupo de platino sobre un soporte, como por ejemplo SiO_2 , US 5,700,400 A para rutenio, rodio, paladio o platino inmovilizado sobre carbono, SiO_2 o Al_2O_3) o complejos de metales de transición (catálisis heterogénea, US 6,027,705 A para el caso de que se empleen complejos de metales de transición sobre un soporte, como por ejemplo SiO_2). No obstante, todos estos procedimientos presentan el inconveniente de que los hidrosilanos inferiores empleados en sí mismos se deben obtener de manera costosa. Además, en estos procedimientos es desfavorable que requieran un gasto técnico elevado debido a la autoinflamabilidad de los eductos. Finalmente, hasta la fecha no se pudieron realizar rendimientos suficientemente elevados con estos procedimientos. Además es necesaria una purificación costosa de los respectivos productos objetivo.

Por ejemplo el documento EP 673 960 A1 describe otro procedimiento para la producción de hidrurosilanos, en el que se hacen reaccionar dihalosilanos, en caso dado junto con trihalosilanos y/o tetrahalosilanos, por vía electroquímica. No obstante, también este procedimiento tiene el inconveniente de que requiere un gasto técnico elevado y además densidades de energía elevadas debido al control de reacción electroquímico. Finalmente, también en este caso se deben obtener previamente los respectivos di-, o bien trihalosilanos, de manera costosa.

Alternativamente, también se pueden obtener hidrurosilanos mediante deshalogenación y policondensación de halosilanos con metales alcalinos (GB 2 077 710 A). No obstante, tampoco este procedimiento conduce a rendimientos suficientemente elevados.

El documento JP 1122915 A da a conocer la desproporción de monohalogenosilanos de la fórmula $\text{SiH}_n\text{X}_{(4-n)}$ con X = halógeno y $n = 1$ a 3 para dar monosilano SiH_4 , empleándose compuestos del grupo principal V de los elementos, como por ejemplo trifenilfosfano.

El documento WO 2008/051328 A1, para la generación de composiciones que contienen neopentasilano, enseña la reacción de un hexahalodisilano de la fórmula X_3SiSiX_3 con un catalizador de amina terciaria, bajo formación de una primera mezcla que comprende tetraquis(trihalosilil)silano ($\text{Si}(\text{SiX}_3)_4$) y tetrahalosilano. Ambos componentes principales tetraquis(trihalosilil)silano y tetrahalosilano se pueden separar entre sí. El tetraquis(trihalosilil)silano obtenido se puede transformar en neopentasilano ($\text{Si}(\text{SiH}_3)_4$) mediante hidrogenación con hidruro de diisobutilaluminio. Sin embargo, este procedimiento muestra el inconveniente de que solo es accesible neopentasilano.

El documento DE 102005024041 A1 describe que se pueden formar polihalogenosilanos bajo generación de una descarga de plasma de halogenosilanos de la forma $H_nSiX_{(4-n)}$ ($X = F, Cl, Br, I; n = 0-3$). Este proceso transcurre bajo vacío y en rendimientos moderados.

5 El documento DE 102008042934 A1 enseña que la producción de neopentasilanos de la forma $Si(SiR_3)_4$ ($R = H, Cl, Br, I$) a partir de $R_3Si-(Si)_x-SiR_3$ ($x = 1-5$) se puede llevar a cabo en presencia de un compuesto tipo éter. Según este procedimiento solo son accesibles neopentasilanos.

10 La tarea de la presente invención es ahora evitar los inconvenientes del estado de la técnica y poner a disposición un procedimiento con el que se puedan producir halogenosilanos superiores o mezclas de halogenosilanos superiores, que se pueden transformar a continuación en los correspondientes hidrurosilanos superiores o mezclas de hidrurosilanos superiores sin gran gasto de aislamiento y/o purificación.

15 Esta tarea se soluciona mediante un procedimiento para la producción de un halogenosilano superior, empleándose al menos un halogenosilano de la fórmula genérica Si_nX_{2n+2} con $n \geq 2$ y $X = F, Cl, Br$ y/o I , y mediante desproporción para dar una mezcla de productos que contiene al menos un halogenosilano superior de la fórmula genérica Si_mX_{2m+2} con $m > n$ y $X = F, Cl, Br$ y/o I , y al menos un halogenosilano inferior de la fórmula genérica Si_aX_{2a+2} con $a = 1-2$ y $X = F, Cl, Br$ y/o I , caracterizado por que la reacción se cataliza mediante al menos un fosfano terciario, seleccionado a partir del grupo que comprende alquifosfanos terciarios, por ejemplo trimetilfosfano, trietilfosfano, arilfosfanos terciarios, por ejemplo trifenilfosfano, fosfanos terciarios bidentados, o mezclas de los mismos.

20 Qué halogenosilano de la fórmula genérica Si_nX_{2n+2} con $n \geq 2$ y $X = F, Cl, Br$ y/o I , o el hecho de emplear una mezcla de silanos diferentes, pero sustituidos respectivamente con los mismos halógenos, tiene poca repercusión sobre la composición de la mezcla de productos que contiene el halogenosilano superior, al menos uno, y el halogenosilano inferior, al menos uno. De este modo, por ejemplo a partir de Si_2Cl_6 y/o Si_3Cl_8 y/o Si_nCl_m siempre se producen generalmente Si_5Cl_{12} , $SiCl_4$, silanos superiores, así como, en caso dado con conversión incompleta, Si_2Cl_6 como producto intermedio.

Los tiempos de reacción se sitúan en el intervalo de los correspondientes procedimientos catalizados con amina.

25 La ventaja del procedimiento según la invención frente a, por ejemplo, procedimientos catalizados con amina, consiste en que también se pueden producir halogenosilanos superiores o mezcla de halogenosilanos superiores. Como procedimientos catalizados con amina solo es accesible Si_5Cl_{12} .

En el caso del catalizador empleable según la invención se trata de un catalizador de la clase de fosfanos terciarios. Esta clase de catalizadores es novedosa para las reacciones de transposición de halogenosilanos.

30 Son muy especialmente preferentes alquifosfanos terciarios.

De los alquifosfanos terciarios es especialmente preferente en particular trimetilfosfano, ya que la proporción de silanos superiores Si_mX_{2m+2} con $m > n$ y $X = F, Cl, Br$ y/o I además de SiX_4 , Si_2X_6 y Si_5X_{12} , siendo preferentemente $X = Cl$, es especialmente elevada con trimetilfosfano como catalizador.

35 La proporción de catalizador, al menos uno, referido a la cantidad de halogenosilano empleada, se sitúa preferentemente entre un 0,001 y un 5 % en peso en el procedimiento según la invención.

40 La reacción de desproporción se puede efectuar en presencia o ausencia de un disolvente. El catalizador se puede emplear como sustancia pura en el caso de presencia o ausencia de un disolvente, o como suspensión en un disolvente, como por ejemplo dietiléter, en el caso de presencia de un disolvente. en el caso de empleo como suspensión, la proporción de catalizador se sitúa preferentemente entre un 1 y un 25 % en peso, referido a la masa total de suspensión.

En el caso de los halogenosilanos empleados en el procedimiento según la invención se trata de compuestos que están constituidos esencialmente solo por átomos de silicio y átomos de halógeno (halógeno = flúor, cloro, bromo, yodo), y que presentan al menos dos átomos de silicio.

45 Los halogenosilanos de la fórmula genérica Si_nX_{2n+2} con al menos tres, o bien cuatro átomos de silicio, pueden presentar una estructura lineal o ramificada.

Para el procedimiento según la invención son especialmente empleables halogenosilanos lineales de la fórmula genérica Si_nX_{2n+2} .

El halogenosilano de la fórmula genérica $\text{Si}_n\text{X}_{2n+2}$, al menos uno, es un compuesto seleccionado a partir del grupo de disilanos hexahalogenados, trisilanos octahalogenados o tetrasilanos decahalogenados, es decir, un compuesto seleccionado a partir de Si_2X_6 , Si_3X_8 , Si_4X_{10} , respectivamente con $\text{X} = \text{F}, \text{Cl}, \text{Br}$ y/o I . También se puede emplear una mezcla de uno o varios de estos compuestos.

- 5 Son muy especialmente preferentes trisilanos octahalogenados. De estos compuestos son especialmente preferentes a su vez octafluortrisilano, octaclorotrisilano, octabromotrisilano y octayodotrisilano, es decir, los compuestos de la fórmula genérica Si_3X_8 con $\text{X} = \text{F}, \text{Cl}, \text{Br}$ o I . Para el procedimiento según la invención se emplea octaclorotrisilano de modo especialmente preferente.

- 10 La proporción de un halogenosilano, al menos uno, en la mezcla de reacción empelada en el procedimiento, asciende preferentemente al menos a un 60, de modo preferente al menos un 80 % en peso, referido a la masa total de mezcla de reacción. De modo muy especialmente preferente, la mezcla de reacción contiene solo el catalizador, al menos uno, y el halogenosilano, o bien los halogenosilanos.

- 15 En el procedimiento según la invención se puede emplear un halogenosilano o varios halogenosilanos. Preferentemente se emplea solo un halogenosilano. Si se emplean varios halogenosilanos, preferentemente al menos un halogenosilano se presenta como trisilano octahalogenado en una proporción de al menos un 20, de modo preferente al menos un 80 % en peso, referido a la mezcla de halogenosilanos.

- 20 Tras la formación de la mezcla de productos que contiene al menos un halogenosilano superior de la fórmula genérica $\text{Si}_m\text{X}_{2m+2}$ con $m > n$ y $\text{X} = \text{F}, \text{Cl}, \text{Br}$ y/o I , y al menos un halogenosilano inferior de la fórmula genérica $\text{Si}_a\text{X}_{2a+2}$ con $a = 1-2$ y $\text{X} = \text{F}, \text{Cl}, \text{Br}$ y/o I , esta mezcla se puede hidrogenar bajo formación de un hidrurosilano de la fórmula genérica $\text{Si}_m\text{H}_{2m+2}$ a temperaturas de -78 a 300 °C y presiones de 500 mbar a 5 bar, mediante adición de al menos un agente de hidrogenación seleccionado a partir del grupo de hidruros metálicos de un metal del grupo principal 1 a 3 o del grupo de compuestos hidrúricos, constituido por LiAlH_4 , NaBH_4 , $i\text{Bu}_2\text{AlH}$, en un exceso molar de 2 a 30 veces, referido al halogenosilano empleado. La hidrogenación se puede efectuar sin purificación o aislamiento ulterior de los halogenosilanos superiores.

- 25 A partir de la mezcla de productos se debían separar SiCl_4 y/o Si_2Cl_6 si se tiene que llevar a cabo una hidrogenación subsiguiente, ya que, en caso contrario, se producen SiH_4 y/o Si_2H_6 , que representan un riesgo para la seguridad considerable. El silano tetrahalogenado y/o el disilano hexahalogenado producido se separa preferentemente del halogenosilano superior producido de la fórmula genérica $\text{Si}_m\text{X}_{2m+2}$ antes de la hidrogenación. De modo más preferente, esto se efectúa mediante destilación o extracción a temperaturas de -30 a $+100$ °C, preferentemente de -30 a $+57$ °C, y presiones de 0,01 a 1013 mbar, de modo preferente 0,02 a 0,2 mbar, a partir de la mezcla de productos. En caso necesario, también se puede sublimar $\text{Si}_5\text{Cl}_{12}$, lo que no es necesario, no obstante, para una hidrogenación subsiguiente, al menos por motivos de seguridad.

El catalizador empleado se añade generalmente en cantidades muy reducidas, de modo que no haya que realizar una eliminación de la mezcla en general.

- 35 También se debe entender por hidrurosilanos obtenibles conforme al procedimiento según la invención compuestos que solo contienen esencialmente átomos de silicio e hidrógeno. Estos hidrurosilanos pueden ser gaseosos, líquidos o sólidos, y – en el caso de productos sólidos – sensiblemente solubles en disolventes, como tolueno o ciclohexano, o en silanos líquidos, como ciclopentasilano. Como ejemplos cítense disilano, trisilano, ciclopentasilano y neopentasilano. También estos hidrurosilanos pueden presentar una estructura lineal o ramificada con enlaces Si-H.
- 40 El procedimiento según la invención es apropiado de modo especialmente conveniente para la producción de hidrurosilanos ramificados. En particular es especialmente apropiado para la producción de neopentasilano, o bien hidrurosilanos oligoméricos superiores, según catalizador empleado.

En la hidrogenación, el agente de hidrogenación se presenta preferentemente en un exceso molar de 10 a 15 veces, referido al halogenosilano empleado.

- 45 También se puede efectuar la hidrogenación en presencia o ausencia de un disolvente. La hidrogenación se lleva a cabo preferentemente sin disolvente. No obstante, si se hidrogena en presencia de un disolvente, los disolventes empleables preferentemente se pueden seleccionar a partir del grupo constituido por hidrocarburos lineales, ramificados o cíclicos, insaturados o aromáticos, con uno a 12 átomos de carbono, y éteres. Son especialmente preferentes n-pentano, n-hexano, n-heptano, n-octano, n-decano, dodecano, ciclohexano, ciclooctano, ciclodecano, díciclopentano, tolueno, m-xileno, p-xileno, mesitileno, tetrahidronaftalina, decahidronaftalina, dietiléter, dipropiléter, etilenglicoldimetiléter, etilenglicoldietiléter, etilenglicolmetiléter, dietilenglicoldimetiléter, dietilenglicoldietiléter, dietilenglicolmetiléter, tetrahidrofurano, p-dioxano, acetonitrilo. Disolventes empleables de modo especialmente conveniente son los hidrocarburos n-pentano, n-hexano, n-hexano, n-octano, n-decano, dodecano, ciclohexano, ciclooctano, ciclodecano, benceno, tolueno, m-xileno, p-xileno, mesitileno. Otros disolventes pueden ser halogenuros

de alquilaluminio de la forma AlR_2Hal (Hal = F, Cl, Br, I; R = alquilo, arilo), debiendo ser el punto de fusión $< 100\text{ }^\circ\text{C}$. El disolvente puede constituir un 0,01 a un 90 % en peso de la masa total.

La hidrogenación del halogenosilano de la fórmula genérica $\text{Si}_m\text{X}_{2m+2}$ se efectúa de modo especialmente preferente a -10 hasta $30\text{ }^\circ\text{C}$ y a 900 hasta 1100 mbar.

- 5 Los halogenosilanos hidrogenados producidos se pueden purificar, por ejemplo, mediante una condensación y/o destilación. Una purificación ulterior puede constituir preferentemente una purificación con agua no alcalina, desgasificada – es decir, exenta de O_2 –. Tales métodos de purificación son conocidos generalmente por el especialista.
- 10 Según el procedimiento descrito anteriormente son accesibles halogenosilanos, o bien mezclas que contienen al menos un halogenosilano superior, así como los hidrurosilanos producidos a partir de los mismos, o bien mezclas que contienen al menos un hidrurosilano superior.
- Mediante el empleo de una mezcla que contiene al menos un hidrurosilano superior son accesibles capas de componente electrónicas u optoelectrónicas o capas que contienen silicio, preferentemente capas de silicio elementales, produciéndose la mezcla según el procedimiento descrito anteriormente.
- 15 Finalmente, también es objeto de la invención el empleo de fosfanos terciarios, preferentemente seleccionados a partir del grupo que comprende alquifosfanos terciarios, arilfosfanos terciarios, fosfanos terciarios bidentados o mezclas de los mismos, en la producción de halogenosilanos superiores. Es especialmente preferente el empleo de estos fosfanos, por ejemplo trimetilfosfano, trietilfosfano, trifenilfosfano o mezclas de los mismos, como catalizador para la desproporción de halogenosilanos de la fórmula genérica $\text{Si}_n\text{X}_{2n+2}$ con $n \geq 2$ y $\text{X} = \text{F}, \text{Cl}, \text{Br}$ y/o I en la
- 20 producción de halogenosilanos superiores de la fórmula genérica $\text{Si}_m\text{X}_{2m+2}$ con $m > n$ y $\text{X} = \text{F}, \text{Cl}, \text{Br}$ y/o I .

Ejemplos

Ejemplo 1

- 25 Desproporción: se mezclaron 10,2 g (0,028 mol) de octaclorotrisilano a temperatura ambiente bajo agitación con 16,3 mg ($2,1 \times 10^{-4}$ mol; 0,75 % en moles) de trimetilfosfano PMe_3 en 0,2 ml de dietiléter. Tras agitación durante la noche a temperatura ambiente y eliminación de componentes volátiles (dietiléter, Si_2Cl_6 , SiCl_4) de la disolución clara resultante a $40\text{ }^\circ\text{C}$ en vacío (0,05 mbar), el producto permanece como líquido oleaginoso, que se pudo identificar por medio de espectroscopía ^{29}Si -NMR como una mezcla de oligoclorosilano de diferente longitud de cadena. Rendimiento: 5,3 g.
- 30 Hidrogenación: se disolvieron 5,3 g de mezcla de oligoclorosilano obtenido en 70 mL de tolueno, y se mezclaron lentamente con 30 mL de una disolución de LiAlH_4 2,1 M en dietiléter bajo refrigeración de hielo. A continuación se agitó durante la noche a temperatura ambiente. La mezcla de reacción se elaboró con 150 mL de H_2SO_4 desgasificado al 10 %, y la fase orgánica se secó con Na_2SO_4 . Tras eliminación de los componentes volátiles de la disolución clara resultante a $40\text{ }^\circ\text{C}$ en vacío (0,05 mbar), el producto permanece como líquido oleaginoso, que se
- 35 pudo identificar por medio de espectroscopía ^1H - y ^{29}Si -NMR como una mezcla de hidrurosilanos superiores de diferentes longitudes de cadena. Un análisis del producto obtenido por medio de GPC proporcionó los siguientes resultados: $M_n = 450\text{ g/mol}$; $M_w = 580\text{ g/mol}$; $M_w/M_n = 1,289$. Rendimiento: 0,8 g.

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Procedimiento para la producción de un halogenosilano superior, empleándose al menos un halogenosilano de la fórmula genérica $\text{Si}_n\text{X}_{2n+2}$ con $n \geq 2$ y $\text{X} = \text{F}, \text{Cl}, \text{Br}$ y/o I , y mediante desproporción para dar una mezcla de productos que contiene al menos un halogenosilano superior de la fórmula genérica $\text{Si}_m\text{X}_{2m+2}$ con $m > n$ y $\text{X} = \text{F}, \text{Cl}, \text{Br}$ y/o I , y al menos un halogenosilano inferior de la fórmula genérica $\text{Si}_a\text{X}_{2a+2}$ con $a = 1-2$ y $\text{X} = \text{F}, \text{Cl}, \text{Br}$ y/o I , caracterizado por que la reacción se cataliza mediante al menos un fosfano terciario, seleccionado a partir del grupo que comprende alquifosfanos terciarios, arilfosfanos terciarios, fosfanos terciarios bidentados o mezclas de los mismos.
- 10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, seleccionándose el fosfano terciario a partir del grupo de trimetilfosfano, trietilfosfano, trifenilfosfano o mezclas de los mismos.
- 3.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, siendo el halogenosilano de la fórmula genérica $\text{Si}_n\text{X}_{2n+2}$ un silano lineal.
- 15 4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, seleccionándose el halogenosilano de la fórmula genérica $\text{Si}_n\text{X}_{2n+2}$ a partir de Si_2X_6 , Si_3X_8 , Si_4X_{10} respectivamente con $\text{X} = \text{F}, \text{Cl}, \text{Br}$ y/o I , o una mezcla de uno o varios de estos compuestos.
- 20 5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, hidrogenándose el halogenosilano superior de la fórmula genérica $\text{Si}_m\text{X}_{2m+2}$, al menos uno, bajo formación de un hidrurosilano de la fórmula genérica $\text{Si}_m\text{H}_{2m+2}$ a temperaturas de -78 a 300 °C y presiones de 500 mbar a 5 bar, mediante adición de al menos un agente de hidrogenación seleccionado a partir del grupo de hidruros metálicos de un metal del grupo principal 1 a 3 o del grupo de compuestos hidrúricos, constituido por LiAlH_4 , NaBH_4 , $i\text{Bu}_2\text{AlH}$, en un exceso molar de 2 a 30 veces, referido al halogenosilano empleado.
- 6.- Procedimiento según la reivindicación 5, eliminándose el halogenosilano, al menos uno, de la mezcla de productos, preferentemente mediante destilación o extracción a temperaturas de -30 a $+100$ °C y presiones de 0,01 a 1013 mbar.
- 25 7.- Procedimiento según la reivindicación 5, presentándose el agente de hidrogenación en un exceso molar de 10 a 15 veces, referido al halogenosilano empleado.
- 8.- Empleo de fosfanos terciarios seleccionados a partir del grupo que comprende alquifosfanos terciarios, arilfosfanos terciarios, fosfanos terciarios bidentados o mezclas de los mismos, en la producción de halogenosilanos superiores.