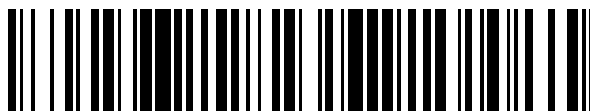


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 744 678**

51 Int. Cl.:

C01B 33/107 (2006.01)

B01J 19/02 (2006.01)

B01J 19/08 (2006.01)

C01G 17/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **03.02.2015 PCT/EP2015/052120**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.09.2015 WO15132028**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.02.2015 E 15703762 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.07.2019 EP 3114082**

54 Título: **Procedimiento para la producción de octaclorotrisilanos y decaclorotetrasilanos puros**

30 Prioridad:

03.03.2014 DE 102014203810

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

25.02.2020

73 Titular/es:

**EVONIK OPERATIONS GMBH (100.0%)
Rellinghauser Straße 1-11
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**MARINAS PÉREZ, JANAINA;
RAULEDER, HARTWIG;
LANG, JÜRGEN ERWIN;
GÖTZ, CHRISTIAN y
UEHLENBRUCK, GOSWIN**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 744 678 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 octaclorotrisilanos y decaclorotetrasilanos puros

La invención se refiere a un procedimiento y a un dispositivo para la producción de octaclorotrisilano, o bien decaclorotetrasilanos de pureza elevada y máxima, a partir de clorosilanos, exponiéndose clorosilano monomérico a un plasma no térmico y destilándose en vacío la fase resultante.

Por el estado de la técnica son conocidos procedimientos para la producción de policlorosilanos. De este modo, el documento DE 10 2006 034 061 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 contienen hidrógeno. 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 alcanzar 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 dado a conocer se limita a la producción de compuestos trasladables a la fase gaseosa sin descomponer.

El documento EP 1 264 798 A1 da a conocer un procedimiento para la elaboración de productos secundarios que contienen hexaclorodisilano 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 de manera costosa mediante destilación en vacío antes de un empleo posterior. 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 la seguridad de la instalación.

La solicitud de patente sin examinar DE 102007007874 A1 propone un procedimiento para producir compuestos de silicio triméricos Si_3X_8 o compuestos de germanio triméricos Ge_3X_8 , exponiéndose una mezcla de compuestos de silicio $\text{Si}_n(\text{R}_1 \dots \text{R}_{2n+2})$ o una mezcla de compuestos de germanio $\text{Ge}_n(\text{R}_1 \dots \text{R}_{2n+2})$ con $n = 1$ o 2 y $\text{R}_1, \dots, \text{R}_{2n+2} = \text{H}$ o Cl , Br y/o I a un plasma no térmico, y sometiendo la fase resultante al menos una vez a una rectificación en vacío.

En el documento US 2011/0284796 A1 se da a conocer la producción de polisilanos, haciéndose reaccionar silano halogenado con silicio en un reactor de lecho fijo a temperaturas elevadas. A continuación se filtra la mezcla de silanos obtenida.

Por consiguiente, en el estado de la técnica es habitual realizar reacciones de reacción en plasmas para la generación de mezclas complejas, en las que el producto deseado de hecho se produce junto con numerosos productos secundarios y/o junto con productos secundarios que son muy similares al deseado en su estructura.

Era tarea de la presente invención utilizar clorosilanos triméricos o cuaternarios, o bien compuestos de clorogermanio triméricos o cuaternarios, desde el punto de vista técnico de aplicación. También es tarea de la presente invención poner a disposición un procedimiento económico para la obtención cuidadosa de clorosilanos triméricos o cuaternarios.

Sorprendentemente se descubrió que una mezcla de compuestos de silicio de la fórmula general $\text{Si}_n(\text{R}_1 \dots \text{R}_{2n+2})$, que presenta, a modo de ejemplo, tetracloruro de silicio, o una mezcla de compuestos de germanio de la fórmula general $\text{Ge}_n(\text{R}_1 \dots \text{R}_{2n+2})$ con n al menos 2, y R_1 a R_{2n+2} hidrógeno y/o $\text{X} = \text{cloro}$, bromo y/o yodo, en un plasma no térmico para dar una mezcla de compuestos de silicio de la fórmula general Si_3X_8 o Si_4X_{10} o compuestos de germanio de la fórmula general Ge_3X_8 o Ge_4X_{10} , así como otros policompuestos de silicio o germanio.

Estos policompuestos presentan al menos dos átomos de silicio, o bien germanio. Como tales entran en consideración en especial dodecacloropentasilano y sus isómeros estructurales, o bien compuestos de germanio. Era igualmente sorprendente que tal producción se efectúa esencialmente sin presencia de gas de hidrógeno en plasma no térmico.

Además se descubrió sorprendentemente que se puede obtener un compuesto de silicio o germanio trimérico o cuaternario obtenido en un plasma no térmico, que es de esperar habitualmente junto con muchos otros compuestos debido a los procesos en un plasma, tras al menos una rectificación en vacío de la fase resultante.

5 Por lo tanto, es objeto de la invención un procedimiento para la producción de compuestos de silicio triméricos y cuaternarios de la fórmula general Si_3X_8 y Si_4X_{10} o de compuestos de germanio triméricos y cuaternarios de la fórmula general Ge_3X_8 y Ge_4X_{10} ,

a) exponiéndose a un plasma no térmico una mezcla de compuestos de silicio de la fórmula general $\text{Si}_n(\text{R}_1 \dots \text{R}_{2n+2})$

10 o una mezcla de compuestos de germanio de la fórmula general $\text{Ge}_n(\text{R}_1 \dots \text{R}_{2n+2})$

con $n \geq 2$, y R_1 a R_{2n+2} hidrógeno y/o correspondiendo X
y X = halógeno, y seleccionándose el halógeno a partir de cloro, bromo y/o yodo, y

b) sometiéndose la fase resultante al menos una vez a una rectificación en vacío y filtración,

15 obteniéndose compuestos de silicio de la fórmula general Si_3X_8 y Si_4X_{10} o compuestos de germanio de la fórmula general Ge_3X_8 y Ge_4X_{10} .

20 En el ámbito de la invención, la expresión "compuestos de silicio de la fórmula general Si_3X_8 y Si_4X_{10} o compuestos de germanio de la fórmula general Ge_3X_8 y Ge_4X_{10} " se abrevia con "producto", y la mezcla de compuestos de silicio de la fórmula general $\text{Si}_n(\text{R}_1 \dots \text{R}_{2n+2})$ o de compuestos de germanio de la fórmula general $\text{Ge}_n(\text{R}_1 \dots \text{R}_{2n+2})$ se abrevia con "educto".

25 La ventaja económica del procedimiento según la invención se obtiene en especial mediante el dispositivo con un reactor de descarga de gas según la invención, que está dispuesto entre dos columnas. El producto obtenido está preferentemente exento de hidrógeno. En el ámbito de la invención, se considera exento de hidrógeno un contenido en átomos de hidrógeno por debajo de $1 \times 10^{-3} \%$ en peso, preferentemente por debajo de $1 \times 10^{-4} \%$ en peso, de modo más preferente por debajo de $1 \times 10^{-6} \%$ en peso hasta el límite de identificación en $1 \times 10^{-10} \%$ en peso actualmente.

El método preferente para la determinación del contenido en átomos de hidrógeno es la espectroscopía de ^1H -NMR. Para la determinación del perfil de impurificación total con elementos citados más abajo se emplea ICP-MS.

30 Una ventaja especialmente importante del procedimiento según la invención es la utilizabilidad inmediata del producto obtenido sin purificación adicional para la precipitación de capas de silicio, o bien germanio, altamente puras con tecnología solar de calidad elevada o calidad de semiconductor.

El producto elaborado según la invención se puede emplear para la producción de nitruro de silicio, oxinitruro de silicio, carburo de silicio, oxicarburo de silicio u óxido de silicio, o nitruro de germanio, oxinitruro de germanio, carburo de germanio, oxicarburo de germanio u óxido de germanio.

35 El procedimiento según la invención se explica más detalladamente a continuación.

En el paso a del procedimiento, la reacción se efectúa en un plasma no térmico. Puede ser ventajoso emplear un reactor de descarga de gas y una columna dispuesta aguas abajo.

En el procedimiento según la invención se puede emplear preferentemente educto con $n \geq 3$.

40 En el procedimiento según la invención se emplea preferentemente educto que presenta una impurificación total con los elementos citados a continuación menor o igual a 100 ppm en peso hasta 0,001 ppt en peso. Una impurificación total con los siguientes elementos menor o igual a 50 ppm en peso hasta 0,001 ppt en peso define un educto de pureza máxima, siendo preferente una cantidad menor o igual a 40 ppm en peso hasta 0,001 ppt en peso de impurificación total. Además, el contenido en impurificaciones totales es preferentemente menor a 100 ppm en peso hasta 0,001 ppt en peso, de modo especialmente preferente menor o igual a 50 ppm en peso hasta 0,001 ppt en peso, siendo el perfil de impurificación del educto el siguiente:

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

- b. boro menor o igual a 5 a 0,0001 ppt en peso, preferentemente en el intervalo de 3 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, y/o
- c. calcio menor o igual a 2 ppm en peso, preferentemente de 2 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, y/o
- d. hierro de 5 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, preferentemente de 0,6 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, y/o
- 5 e. níquel de 5 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, preferentemente de 0,5 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, y/o
- f. fósforo de 5 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, preferentemente de 3 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, y/o
- g. titanio menor o igual a 10 ppm en peso, menor o igual 2 ppm en peso, preferentemente de 1 ppm en peso bis 0,0001 ppt en peso, de modo más preferente de 0,6 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, de modo más preferente de 0,1 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, y/o
- 10 h. cinc menor o igual a 3 ppm en peso, preferentemente de 1 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, de modo más preferente de 0,3 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, y/o
- i. carbono,
- deseándose la concentración de carbono en un límite de identificación habitual en el ámbito del procedimiento de medición conocido por el especialista.
- 15 La determinación de la impurificación total con los elementos citados anteriormente se efectúa de modo preferente por medio de ICP-MS. En total, el proceso se puede controlar continuamente por medio de analítica on line. La pureza requerida se puede verificar por medio de GC, IR, NMR, ICP-MS o mediante medición de la resistencia, o bien GD-MS, tras precipitación de Si.
- 20 Es igualmente ventajoso que se pueda prescindir de la adición de gases nobles costosos, inertes. Alternativamente se puede añadir un gas de arrastre, preferentemente un gas inerte sometido a presión, como nitrógeno, argón, otro gas, o mezclas de éstos.
- Otra ventaja del procedimiento es la producción selectiva de octaclorotrisilano de pureza máxima, que corresponde, en caso dado, a un bajo contenido en hexaclorodisilano de pureza máxima, decaclorotetrasilanos y/o dodecacloropentasilano de pureza máxima, y corresponde óptimamente a los requisitos de la industria de semiconductores.
- 25 En el procedimiento según la invención, el producto se puede obtener en una pureza en el intervalo de ppb.
- Según el procedimiento, además de octaclorotrisilano y decaclorotetrasilano se puede obtener adicionalmente hexaclorodisilano, dodecacloropentasilano, o una mezcla que comprende al menos dos de los citados policlorosilanos.
- 30 En el procedimiento según la invención se puede obtener producto *"de pureza elevada"*, o bien *"de pureza máxima"*, que se define como sigue.
- El producto de pureza elevada presenta un contenido en impurificación total menor o igual a 100 ppm en peso, y el producto de pureza máxima menor o igual a 50 ppm en peso de impurificación total.
- 35 La impurificación total es la suma de impurificaciones con 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, cinc y/o hidrógeno.
- El perfil de esta impurificación de producto de pureza máxima es el siguiente:
- a. aluminio menor o igual a 5 ppm en peso o

de 5 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso,

preferentemente de 3 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, y/o

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

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

d. hierro menor o igual a 20 ppm en peso, preferentemente de 10 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, de modo más preferente de 0,6 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, y/o

e. níquel menor o igual a 10 ppm en peso, preferentemente de 5 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, de modo más preferente de 0,5 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, y/o

10 f. fósforo menor que 10 ppm en peso hasta 0,0001 ppt en peso, preferentemente de 5 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, de modo más preferente de 3 ppm en peso a 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 a 0,0001 ppt en peso, de modo más preferente de 0,6 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, de modo más preferente de 0,1 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, y/o

15 h. cinc menor o igual a 3 ppm en peso, preferentemente de 1 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, de modo más preferente de 0,3 ppm en peso a 0,0001 ppt en peso, y/o

i. carbono, y

j. hidrógeno,

20 deseándose el contenido en hidrógeno y carbono respectivamente en una concentración en el intervalo del límite de identificación de los procedimientos de medición conocidos por el especialista.

25 La impurificación total del producto con los elementos, o bien impurificaciones, citados anteriormente, se sitúa en el intervalo de 100 ppm en peso a 0,001 ppt en peso en producto de pureza elevada, y preferentemente de 50 ppm en peso hasta 0,001 ppt en peso en el producto de pureza máxima en suma. El producto obtenido según la invención presenta una concentración de hidrógeno en el intervalo del límite de identificación de los procedimientos de medición conocidos por el especialista.

30 En el procedimiento se puede emplear un reactor de descarga de gas con dos columnas para la generación de un plasma no térmico. Según el procedimiento, como plasma no térmico se emplea un plasma generado eléctricamente. Éste se genera en un reactor de plasma en el que se induce una transformación de sustancia eléctrica en plasma, y que se basa en plasmas anisotérmicos. Para estos plasmas es característica una temperatura de electrones elevada $T_e \geq 10^4$ K y temperatura de gas relativamente reducida $T_g \leq 10^3$ K. La energía de activación necesaria para los procesos químicos se efectúa predominantemente a través de bombardeo electrónico (transformación de sustancia eléctrica en plasma). Se pueden generar plasmas no térmicos típicos, a modo de ejemplo, mediante descarga luminiscente, descarga HF, descarga de cátodo hueco o descarga corona. La presión de trabajo a la que se lleva a cabo el tratamiento de plasma según la invención se sitúa preferentemente en 1 a 1000 mbar_{abs}, de modo especialmente preferente en 100 a 500 mbar_{abs}, en especial en 200 a 500 mbar_{abs}, ajustándose la fase a tratar preferentemente a una temperatura de -40 °C a 200 °C, de modo especialmente preferente a 20 hasta 80 °C, de modo muy especialmente preferente a 30 hasta 70 °C. En el caso de compuestos de germanio, la temperatura correspondiente puede diferir – así como situarse por encima o por debajo. Para la definición de plasma no térmico se remite a la literatura de patentes pertinente, como por ejemplo a "Plasmatechnik: Grundlagen und Anwendungen - Eine Einführung; Autorenkollektiv", editorial Carl Hanser, Munich/Viena; 1984, ISBN 3-446-13627-4.

45 La ley de Paschen demuestra que la tensión de encendido para la descarga de plasma es esencialmente una función del producto, p.d, de la presión de gas, p, y de la distancia entre electrodos, d. Para el procedimiento según la invención, este producto se sitúa en el intervalo de 0,001 a 300 mm·bar, preferentemente de 0,01 a 100 mm·bar, de modo especialmente preferente en 0,05 a 10 mm·bar, en especial en 0,07 a 2 mm·bar. La descarga se puede activar por medio de diferentes tensiones alternas y/o tensiones pulsadas de 1 a 1000 kV. De modo conocido por el

especialista, la altura de tensión depende, además del valor p.d de la disposición de carga, también del propio gas de proceso. Tales tensiones pulsadas son especialmente elevadas para posibilitar las elevadas pendientes de flanco y una formación simultánea de descarga en el espacio de descarga total del reactor.

5 El curso temporal de la tensión alterna y/o de los impulsos electromagnéticos acoplados puede ser rectangular, trapezoidal, pulsado o por partes constituido por cursos temporales individuales. Tensión alterna e impulsos electromagnéticos acoplados pueden estar combinados en cualquiera de estas formas de curso temporal.

10 La frecuencia f de tensión alterna en el procedimiento según la invención se puede situar en un intervalo de 1 Hz a 100 GHz, preferentemente de 1 Hz a 100 MHz. La tasa de repetición g de los impulsos electromagnéticos superpuestos a esta frecuencia básica se puede seleccionar en un intervalo de 0,1 kHz a 50 MHz, preferentemente de 50 kHz a 50 MHz. La amplitud de estos impulsos se puede seleccionar de 1 a 15 kV_{pp} (kV pico a pico), preferentemente de 1 a 10 kV_{pp}, de modo especialmente preferente de 1 a 8 kV_{pp}.

Estos impulsos pueden presentar todas las formas conocidas por el especialista, por ejemplo seno, rectángulo, triángulo o una combinación de los mismos. Las formas especialmente preferentes son rectángulo o triángulo.

15 Esto aumenta ya considerablemente el rendimiento en producto de pureza elevada o de pureza máxima referido al tiempo frente al procedimiento del estado de la técnica sin impulso electromagnético acoplado y un curso sinusoidal de la tensión alterna que genera el plasma.

20 Se puede obtener un aumento de rendimiento adicional si, en el procedimiento según la invención, al impulso electromagnético acoplado en el plasma se superpone al menos otro impulso electromagnético con la misma tasa de repetición, o ambos, o al menos dos impulsos, están en una proporción de pulsación de 1 a 1000. Ambos impulsos se seleccionan preferentemente con forma rectangular, respectivamente con una proporción de pulsación de 10 y la mayor pendiente de flanco. Cuanto mayor es la pendiente de flanco, tanto más elevado es el rendimiento. La amplitud de estos impulsos se puede seleccionar de 1 a 15 kV_{pp}, preferentemente de 1 a 10 kV_{pp}.

25 El rendimiento aumenta con la tasa de repetición. A modo de ejemplo, en tasas de repetición con la frecuencia básica múltiple, por ejemplo la frecuencia básica de 10 veces, se puede hallar un efecto de saturación en el que ya no se produce un aumento de rendimiento. Este efecto de saturación puede depender de la composición de gas, del valor p.d de la disposición de ensayo, pero también del ajuste eléctrico del reactor de plasma en el balastro electrónico.

30 En el procedimiento según la invención, el impulso o los impulsos electromagnéticos se pueden acoplar mediante un balastro de impulso con impresión de corriente o tensión. Si se imprime corriente al impulso, se obtiene una mayor pendiente de flanco.

En otra expresión del procedimiento según la invención, el impulso se puede acoplar también de manera asincrónica transitoriamente en lugar de periódicamente, de modo conocido por el especialista.

La fase resultante obtenida tras el paso a del procedimiento según la invención se somete al menos una vez, preferentemente una vez, a una rectificación en vacío y a una filtración en el paso b.

35 En el paso b se puede realizar preferentemente una destilación fina en vacío, que separa los policlorosilanos o compuestos de germanio de peso molecular más elevado. De manera alternativa o adicional, también puede seguir una elaboración cromatográfica para separar impurezas, o también para ajustar el contenido en compuestos de silicio de la fórmula general Si_3X_8 y Si_4X_{10} o compuestos de germanio de la fórmula general Ge_3X_8 y Ge_4X_{10} .

Además puede ser ventajoso realizar continuamente los pasos de procedimiento a y/o b.

40 Es igualmente objeto de la invención un dispositivo para la realización continua del procedimiento según la invención, que está caracterizado por que presenta un reactor para la generación de plasma no térmico y al menos una columna de rectificación en vacío, y al menos un dispositivo de filtración y/o dispositivo de adsorción.

45 El dispositivo según la invención puede presentar un ozonizador como reactor. El reactor puede estar equipado preferentemente de tubos de vidrio, en especial de tubos de vidrio de cuarzo. Los tubos de vidrio del dispositivo pueden estar distanciados mediante espaciadores de material inerte. Tales espaciadores pueden ser ventajosamente de vidrio o teflón.

El producto obtenido según la invención se puede emplear para la producción de capas de nitruro de silicio, oxinitruro de silicio, carburo de silicio, oxicarburo de silicio u óxido de silicio, o capas de nitruro de germanio, oxinitruro de germanio, carburo de germanio, oxicarburo de germanio u óxido de germanio.

El procedimiento según la invención se explica más detalladamente a continuación por medio de ejemplos.

5 **Ejemplo 1 (obtención de octaclorotrisilano)**

En una instalación de rectificación se dispusieron 1212 g de mezcla de silanos, que contenía tri- y oligosilanos, en la burbuja de rectificación bajo atmósfera de nitrógeno como gas de protección. Después se evacuó la instalación hasta a 8 mbar y se calentó a 157°C. Se obtuvieron 269 g de octaclorotrisilano.

10 El octaclorotrisilano obtenido como resultado de la destilación en columna se filtró a través de un filtro de polipropileno de 0,45 µm bajo gas de protección, y de este modo se obtuvo octaclorotrisilano altamente puro de modo cuidadoso.

Ejemplo 2 (obtención de octaclorotrisilano)

En una columna de rectificación se dispusieron 300 kg de mezcla de silanos, que contenía tri- y oligosilanos, en la burbuja de rectificación bajo condiciones de gas de protección (atmósfera de nitrógeno).

15 La unidad de rectificación, empaquetada con una empaquetadura de destilación de acero refinado, presentaba entre 80 y 120 etapas de separación teóricas. La instalación se evacuó hasta a 9,3 mbar y se calentó a 170°C. Se obtuvieron 121,6 kg de octaclorotrisilano con una pureza, medida mediante cromatografía de gases, de más de 95 %.

20 El octaclorotrisilano obtenido como resultado de la destilación en columna se filtró a continuación a través de un filtro de polipropileno de 0,45 µm bajo gas de protección. De este modo se obtuvo octaclorotrisilano altamente puro.

Ejemplo 3 (obtención de decaclorotetrasilano)

En una instalación de rectificación se dispusieron 468 g de mezcla de silanos, que contenía oligosilanos, en la burbuja de rectificación bajo atmósfera de nitrógeno como gas de protección. Después se evacuó la instalación a 2 mbar y se calentó a 157°C. Se obtuvieron 160 g de decaclorotetrasilano.

25 El decaclorotetrasilano obtenido como resultado de la destilación en columna se filtró a continuación a través de un filtro de polipropileno de 0,45 µm bajo gas de protección, y de este modo se obtuvo decaclorotetrasilano altamente puro.

Ejemplo 4 (obtención de decaclorotetrasilano)

30 En una columna de rectificación se dispusieron 300 kg de mezcla de silanos, que contenía tri- y oligosilanos, en la burbuja de rectificación bajo condiciones de gas de protección (atmósfera de nitrógeno).

La unidad de rectificación, empaquetada con una empaquetadura de destilación de acero refinado, presentaba entre 80 y 120 etapas de separación teóricas.

35 Tras la separación de octaclorotrisilano, como se describe en el Ejemplo 2, la instalación se evacuó a 3,33 mbar y se calentó a 184°C. Se obtuvieron 36,9 kg de decaclorotetrasilano con una pureza, determinada mediante cromatografía de gases, de más de 95 %.

El decaclorotetrasilano obtenido como resultado de la destilación en columna se filtró a continuación a través de un filtro de polipropileno de 0,45 µm bajo gas de protección, y de este modo se obtuvo decaclorotetrasilano altamente puro.

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la producción de compuestos de silicio triméricos y cuaternarios de la fórmula general Si_3X_8 y Si_4X_{10} o de compuestos de germanio triméricos y cuaternarios de la fórmula general Ge_3X_8 y Ge_4X_{10} ,

5 a) exponiéndose a un plasma no térmico una mezcla de compuestos de silicio de la fórmula general $\text{Si}_n(\text{R}_1 \dots \text{R}_{2n+2})$
o una mezcla de compuestos de germanio de la fórmula general $\text{Ge}_n(\text{R}_1 \dots \text{R}_{2n+2})$

10 con $n \geq 3$, y R_1 a R_{2n+2} hidrógeno y/o correspondiendo X
y X = halógeno, y seleccionándose el halógeno a partir de cloro, bromo y/o yodo, y

b) sometándose la fase resultante al menos una vez a una rectificación en vacío y filtración,

obteniéndose compuestos de silicio de la fórmula general Si_3X_8 y Si_4X_{10} o compuestos de germanio de la fórmula general Ge_3X_8 y Ge_4X_{10} .

15 2.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, sometándose la fase resultante a una adsorción a continuación del paso b o antes del paso b.

3.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que los pasos de procedimiento a) y/o b) se efectúan continuamente.

4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el tratamiento de plasma no térmico en el paso de procedimiento a) se efectúa a presiones de 1 a 1000 mbar_{abs}.