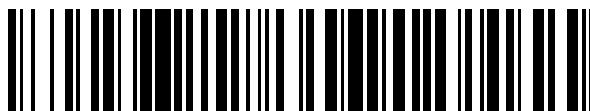


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 763 431**

51 Int. Cl.:

C07F 7/02	(2006.01)
B01J 19/24	(2006.01)
B01J 19/14	(2006.01)
C01B 33/107	(2006.01)
B01F 3/04	(2006.01)
B01J 8/18	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.10.2011 PCT/US2011/058073**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.05.2012 WO12058417**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.10.2011 E 11837081 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.10.2019 EP 2632928**

54 Título: **Calentador de hidrocloración y métodos relacionados de los mismos**

30 Prioridad:

27.10.2010 US 913227

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

28.05.2020

73 Titular/es:

**GTAT CORPORATION (100.0%)
5 Wentworth Drive, Unit 1
Hudson, NH 03051, US**

72 Inventor/es:

HAZELTINE, BRUCE

74 Agente/Representante:

SÁEZ MAESO, Ana

ES 2 763 431 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

Calentador de hidrocloración y métodos relacionados de los mismos

5 Antecedentes de la invención

1. Campo de la invención

10 La presente invención se refiere a sistemas y métodos de producción de triclorosilano y, en particular, a sistemas y métodos que utilizan técnicas de vaporización para reducir el consumo de energía de y mejorar la disponibilidad de sistemas de reacción de triclorosilano.

2. Discusión de la técnica relacionada

15 Coleman, en la Patente de los Estados Unidos No.4,340,574, divulgó un proceso para la producción de silano de ultra alta pureza con reciclaje de columnas de separación.

20 Breneman, en la Patente de Estados Unidos No. 4,676,967, divulgó un procedimiento para la producción de silano y silicio de alta pureza.

Burgie et al., en la Patente de Estados Unidos No. 5,118,486, divulgó la separación por atomización de una corriente de subproductos en partículas de silicio y silanos.

25 Oda, en la Patente de Estados Unidos No. 6,060,021, divulgó un método de almacenamiento de triclorosilano y tetracloruro de silicio bajo un gas hidrógeno como gas de sellado.

Klein et al., en la Patente de los Estados Unidos No. 6,843,972 B2, divulgaron un método para purificar triclorosilano por contacto con bases sólidas.

30 Block et al., en la Patente de Estados Unidos No.6,852,301 B2, divulgó un método de producción de silano por reacción de silicio metalúrgico con tetracloruro de silicio, SiCl_4 , y de hidrógeno, para formar una corriente de gas bruto de triclorosilano, SiHCl_3 , y tetracloruro de silicio; eliminar impurezas de la corriente de gas crudo mediante lavado con clorosilanos condensados; condensar y separar la corriente de gas crudo purificado por destilación; devolver la corriente parcial de tetracloruro de silicio a la reacción de silicio metalúrgico con tetracloruro de silicio e hidrógeno; desproporcionar la corriente parcial para formar tetracloruro de silicio y silano; y devolver el silano formado por desproporción a la reacción de silicio de grado metalúrgico con tetracloruro de silicio e hidrógeno.

40 Block et al., en la Patente de Estados Unidos No. 6,905,576 B1, divulgó un método y un sistema para la producción de silano por desproporción catalítica de triclorosilano en un lecho de catalizador.

Bulan et al., en la Patente de Estados Unidos No. 7,056,484 B2, divulgó un método para la producción de triclorosilano mediante reacción de silicio con hidrógeno, tetracloruro de silicio, con el silicio en forma triturada mezclada con un catalizador. Un método para producir trihalosilano se divulgó en el documento US2010/0111804.

45 Kajimoto et al., en la Publicación de la Solicitud de Patente de Estados Unidos No. 2007/0231236 A1, divulgó un método de producción de halosilano y un método de purificación de una fracción sólida.

50 Andersen, et al., en la publicación internacional No. 2007/035108 A1, divulgaron un método para la producción de triclorosilano y para producir silicio para su uso en la producción de triclorosilano.

Resumen de la invención

Una o más realizaciones de la invención pueden ser dirigidas a un método de preparación de triclorosilano.

55 El método para preparar comprende triclorosilano:

60 calentar en una sección de calentamiento de un rehervidor, al menos una porción de una corriente gaseosa que comprende hidrógeno con vapor de agua saturado que tiene una presión en un intervalo de aproximadamente 5 bar a aproximadamente 15 bar para proporcionar una corriente gaseosa calentada que tiene suficiente calor de vaporización para saturar la corriente gaseosa calentada que comprende hidrógeno con una corriente líquida que comprende tetracloruro de silicio;

introducir la corriente líquida que comprende tetracloruro de silicio en el rehervidor para proporcionar un nivel de líquido deseado en el rehervidor;

65

vaporizar la corriente líquida que comprende tetracloruro de silicio con la corriente gaseosa calentada en una zona de vaporización del rehervidor para producir una corriente de reactivo gaseoso que comprende hidrógeno saturado con tetracloruro de silicio, la corriente de reactivo gaseoso que tiene una temperatura de entre aproximadamente 125°C a aproximadamente 350°C en una salida de la zona de vaporización;

5 introducir la corriente de reactivo gaseoso en un reactor; y

recuperar una corriente de producto que comprende triclorosilano, tetracloruro de silicio e hidrógeno del reactor.

10 Se divulga un método que puede comprender poner en contacto una primera corriente que comprende hidrógeno con una segunda corriente que comprende tetracloruro de silicio para producir una corriente de reactivo gaseoso que comprende hidrógeno saturado con tetracloruro de silicio, introducir la corriente de reactivo gaseoso en un reactor y recuperar una corriente de producto que comprende triclorosilano, tetracloruro de silicio e hidrógeno del reactor. El método de preparación de triclorosilano puede comprender además calentar al menos una porción de la primera corriente. Calentar al menos una parte de la primera corriente puede comprender calentar con vapor saturado que tiene una presión en un intervalo de aproximadamente 5 bar a aproximadamente 15 bar. El método de preparación de triclorosilano puede comprender, además, antes de introducir la corriente de reactivo gaseoso en el reactor, calentar al menos una porción de la corriente de reactivo a una temperatura en un intervalo de aproximadamente 175°C a aproximadamente 550°C. Poner en contacto la primera corriente con la segunda corriente puede comprender calentar al menos una porción de al menos una de la primera corriente y la segunda corriente. El método de preparación de triclorosilano puede comprender además recuperar al menos una porción del hidrógeno de la corriente del producto y utilizar al menos una porción del hidrógeno recuperado para producir la primera corriente.

25 Se divulga un método para proporcionar una mezcla reactiva. El método puede comprender proporcionar un primer reactivo gaseoso, proporcionar un reactivo líquido, vaporizar el reactivo líquido al proporcionar al menos un calor de vaporización a al menos una porción del reactivo líquido para producir un segundo reactivo gaseoso, recuperar la mezcla de reactivos que comprende el primer reactivo gaseoso saturado con el segundo reactivo gaseoso, e introduciendo al menos una porción de la mezcla de reactivo en un reactor. El método para proporcionar una mezcla de reactivos puede comprender además calentar la corriente de reactivo a una temperatura en un intervalo de aproximadamente 175°C a aproximadamente 550°C. El método para proporcionar una mezcla reactiva puede comprender además aumentar el calor latente del primer reactivo gaseoso con vapor saturado. El primer reactivo puede comprender, consistir esencialmente en hidrógeno o consistir en hidrógeno. El segundo reactivo puede comprender, consistir esencialmente o consistir en tetracloruro de silicio. La vaporización del reactivo líquido puede realizarse mientras se reduce el calor latente del primer reactivo gaseoso.

35 Uno o más aspectos de la invención pueden dirigirse a un sistema de reactor.

El sistema de reactor para su uso en el método de preparación de triclorosilano de la invención comprende:

40 un contactor que tiene un primer reactivo de entrada conectado de forma fluida a una fuente de un primer reactivo gaseoso, una segunda entrada conectada de forma fluida a una fuente de un segundo reactivo líquido, una salida de mezcla reactante y una región de vaporización;

45 una fuente de vapor saturado conectado fluidamente al contactor;

un reactor que tiene una entrada del reactor conectada fluidamente aguas abajo de la salida de la mezcla de reactivos, y una salida del producto del reactor;

50 y un sistema de control (LC) configurado para regular la temperatura de la mezcla de reactivo a introducir en la entrada de reactivo del reactor para estar en un rango de aproximadamente 500°C a aproximadamente 600°C.

55 Se divulga un sistema de reactor que puede comprender un contactor que tiene un primer reactivo de entrada conectado de forma fluida a una fuente de un primer reactivo gaseoso, una segunda entrada conectada de forma fluida a una fuente de un segundo reactivo líquido, una salida de mezcla de reactivos, y una región de vaporización; y un reactor que tiene una entrada del reactor conectada fluidamente aguas abajo de la salida de la mezcla de reactivos, y una salida del producto del reactor. El sistema del reactor puede comprender además un intercambiador de calor que tiene un primer lado térmico que conecta de manera fluida la salida de la mezcla de reactivos y la entrada del reactor, y un segundo lado térmico conectado de manera fluida aguas abajo de la salida del producto del reactor. El sistema del reactor puede comprender además un calentador que conecta de manera fluida la salida de la mezcla de reactivos y la entrada del reactor. El sistema del reactor puede comprender además un sistema de control configurado para regular la temperatura de la mezcla de reactivos a introducir en la entrada de reactivos del reactor para estar en un rango de aproximadamente 500°C a aproximadamente 600°C.

65 Breve descripción de los dibujos

Los dibujos adjuntos no están dibujados a escala. En los dibujos, cada componente idéntico o casi idéntico que se ilustra en las diversas figuras está representado por un número similar. Para fines de claridad, no todos los componentes pueden etiquetarse en cada dibujo.

5 En los dibujos:

La figura 1 es una ilustración esquemática de un sistema de reactor de acuerdo con una o más realizaciones de la invención;

10 La figura 2 es una ilustración esquemática de una porción de un sistema de reactor sobre el cual se pueden practicar una o más realizaciones de la invención; y

La figura 3 es una ilustración esquemática de una parte de un sistema de contacto que puede usarse con el sistema de reactor de acuerdo con una o más realizaciones de la invención.

15 Descripción detallada

Los reactores de hidrocloración operan típicamente a altas presiones y temperaturas, en un rango de aproximadamente 20 bar a aproximadamente 40 bar y de aproximadamente 550 °C a aproximadamente 580°C. Uno o más aspectos de la invención facilitan proporcionar una corriente de alimentación o una corriente de reactivo al reactor en aproximadamente las condiciones de reacción. Así, por ejemplo, el sistema de reactor de la presente invención puede comprender al menos un sistema de pretratamiento o acondicionamiento dispuesto para recibir uno o más reactivos y producir uno o más reactivos en condiciones que promuevan la hidrocloración.

25 Algunos aspectos de la presente invención facilitan o promueven hidrocloración proporcionando corrientes de alimentación con las condiciones de reacción adecuadas. Otros aspectos de la invención implican proporcionar sistemas de hidrocloración económicamente favorables. Una o más realizaciones particulares de la invención implican sistemas y técnicas de hidrocloración que comprenden sistemas y componentes de acondicionamiento de corriente reactante fiables y energéticamente eficientes. Otros aspectos de la invención pueden proporcionar corrientes reactivas de hidrocloración que son menos corrosivas que los sistemas de pretratamiento convencionales, lo que puede reducir ventajosamente los costes de capital y operación debido a que el uso de materiales altamente resistentes a la corrosión puede reducirse o evitarse. Otros aspectos adicionales de la invención pueden proporcionar sistemas y técnicas de hidrocloración con riesgos de seguridad reducidos.

35 En algunas configuraciones de la invención, el reactor es un reactor de lecho fluido (FBR), que se presuriza y se calienta a las condiciones de funcionamiento del reactor que promueven hidrocloración.

Algunos aspectos de la invención pueden implicar sistemas y técnicas que económica y eficientemente vaporizan un reactivo líquido, tales como, pero no limitado a, tetracloruro de silicio. Otros aspectos de la invención pueden proporcionar sistemas y técnicas que vaporizan líquidos de alto punto de ebullición con sistemas de vapor saturado comúnmente presentes en plantas químicas. Se divulga vaporizar al menos una porción de un reactivo líquido con vapor saturado a una presión de menos de aproximadamente 20 bares; en algunos casos, con vapor saturado a una presión de menos de aproximadamente 15 bar. La invención implica vaporizar al menos una porción de un reactivo líquido con vapor saturado a una presión en un intervalo de aproximadamente 5 bares a aproximadamente 15 bares.

45 Algunos aspectos de la invención evitan así las limitaciones o complicaciones asociadas con la utilización de tetracloruro de silicio en condiciones de presión elevada evitando su presión crítica y temperatura de 233°C y 35,8 bar.

Algunos aspectos de la invención implican la utilización de calor de una o más corrientes de producto de uno o más reactores a por lo menos calentar parcialmente uno o más reactivos corrientes en su interior. Otros aspectos adicionales de la invención pueden implicar la utilización de calor de la una o más corrientes de producto de uno o más reactores para vaporizar, y en algunos casos, sobrecalentar, una o más corrientes de alimentación del reactor. Por ejemplo, una o más realizaciones de la invención pueden implicar procesos de intercambio de calor que elevan la temperatura de una o más corrientes reactivas enfriando una o más corrientes de producto desde el reactor. Aún otros aspectos de la invención pueden implicar utilizar solo una porción de calor de una o más corrientes de producto desde un reactor para calentar una o más corrientes de reactivo en el reactor. Algunos aspectos de la invención pueden implicar transferencia de calor entre una o más corrientes de producto y una o más corrientes reactivas sin condensación o deposición de componentes de cualquiera de las una o más corrientes de producto. Algunas realizaciones de la invención pueden implicar elevar la temperatura de una o más corrientes de reactivo mientras se enfría una o más corrientes de producto de escape sin depósito o desublimación de sales metálicas en el mismo.

60 Uno o más aspectos de la invención pueden involucrar el calentamiento de uno o más corrientes reactivas en un reactor en una pluralidad de etapas de calentamiento. Las realizaciones particulares de la invención pueden implicar una primera etapa de calentamiento para elevar la temperatura de un primer reactivo, un segundo reactivo, tal como una segunda corriente de reactivo, o ambos. En realizaciones particulares adicionales de la invención, el calor latente de la primera corriente de reactivo puede utilizarse para elevar la temperatura de la segunda corriente de reactivo o para efectuar un cambio de fase de al menos una porción de la segunda corriente de reactivo. Todavía otras

realizaciones particulares de la invención pueden implicar opcionalmente una segunda etapa de calentamiento para elevar la temperatura de uno o más del primer reactivo, el segundo reactivo, o ambos, después de calentar cualquiera de tales corrientes en la primera etapa de calentamiento. Aún otras realizaciones particulares de la invención pueden implicar calentar, en una tercera o última etapa, cualquiera de las corrientes de reactivo que se introducirán en uno o más reactores para reaccionar en condiciones favorables. Otros aspectos de la invención pueden implicar saturar una o más corrientes reactivas con una o más corrientes reactivas durante cualquiera de las etapas de calentamiento. Todavía otros aspectos de la invención implican proporcionar una porción de la energía calorífica total a una mezcla reactiva para ser introducida en un reactor utilizando vapor saturado, y proporcionar otra porción de la energía calorífica total con energía calorífica de una corriente de producto del reactor. Otros aspectos adicionales de la invención pueden implicar sistemas y técnicas que no utilizan un calentador entre un intercambiador, que utiliza calor de una corriente de producto del reactor, y la entrada de mezcla de reactivo del reactor.

El calentamiento de la primera etapa puede implicar proporcionar directa o indirectamente al menos una porción de calor de vaporización de uno o más reactivos. Una primera corriente de reactivo gaseoso puede calentarse mediante una o más fuentes de calor, y la primera corriente de gas calentada puede transferir calor a una segunda corriente de reactivo líquido. Una segunda corriente reactiva líquida puede calentarse opcionalmente directamente por una o más fuentes de calor. La corriente de reactivo gaseoso calentado puede contactar o mezclarse con una segunda corriente de reactivo líquido para proporcionar calor de vaporización a la misma y vaporizar al menos una parte del segundo reactivo. Otras variantes de una o más realizaciones de la invención pueden implicar calentar el primer reactivo que está en contacto o mezclado con el segundo reactivo. El calentamiento de la primera etapa puede implicar calentar cualquiera de las corrientes reactivas, o una mezcla de las mismas, con vapor saturado. Otras variantes de las realizaciones de calentamiento de la primera etapa pueden implicar calentar una primera corriente de reactivo gaseoso mientras está en contacto con uno o más de otros reactivos para producir una corriente de mezcla de reactivo gaseoso con el primer reactivo que está saturado con uno o más de otros reactivos. El calor para el calentamiento de la primera etapa, tal como, pero no limitado a, el calor de vaporización de un reactivo líquido puede proporcionarse mediante fluidos de calentamiento disponibles convencionalmente. El vapor saturado se puede utilizar para proporcionar el calor suficiente de vaporización para saturar un primer reactivo gaseoso con un segundo reactivo líquido. El vapor saturado puede ser inferior a aproximadamente 20 bar, en algunos casos, inferior a aproximadamente 15 bar, en otros casos, en un rango de aproximadamente 5 bar a aproximadamente 20 bar, y en otros casos, en un rango de aproximadamente 5 bar a unos 15 bar. En la invención, el vapor saturado está en un intervalo de aproximadamente 5 bares a aproximadamente 15 bares.

La segunda etapa de calentamiento opcional puede implicar el aumento de la temperatura de la corriente de reactivo gaseoso a al menos una temperatura objetivo intermedio mediante la utilización de uno o más sistemas de calefacción para elevar la temperatura de la una o más corrientes de reactivos a la temperatura objetivo intermedio. Por ejemplo, la corriente de reactivo se puede calentar utilizando una fuente de calentamiento eléctrica. En otros casos, el calentamiento de la segunda etapa puede utilizar cualquiera de vapor saturado y vapor sobrecalentado para elevar la temperatura de la corriente de reactivo a la temperatura objetivo intermedia. Los sistemas de calentamiento a base de aceite se pueden usar alternativamente para elevar la temperatura de una o más corrientes de reactivo precalentado a la temperatura objetivo intermedia.

De acuerdo con uno o más aspectos, formas de realización ventajosas de la invención pueden ser dirigidos a elevar la temperatura de la corriente de reactivos saturado o gas de alimentación a una temperatura que reduce la probabilidad de deposición de un componente de una corriente de calentamiento aguas abajo. La temperatura objetivo de la corriente de reactivo justo antes del calentamiento en la etapa de calentamiento final puede ser una temperatura que está por encima de la condición de deposición o condensación, por ejemplo, la temperatura y la presión, de cualquier componente de una o más corrientes de producto del reactor. En los sistemas de reacción de hidrocloración, por ejemplo, la temperatura objetivo puede considerarse una temperatura objetivo intermedia que puede ser, dependiendo de las sales metálicas depositables presentes en la corriente del producto, al menos aproximadamente 175°C, y en algunos casos puede estar en un rango de aproximadamente 175°C a aproximadamente 500°C, en un intervalo de aproximadamente 175°C a aproximadamente 400°C, en un intervalo de aproximadamente 175°C a aproximadamente 350°C, o incluso en un intervalo de aproximadamente 200°C a aproximadamente 375°C.

El calentamiento final del gas de alimentación a ser introducido en uno cualquiera o más de los reactores se puede efectuar mediante intercambio de calor con uno o más canales de efluentes de una o más operaciones de la unidad del sistema, tal como cualquiera de los uno o más reactores, para proporcionar condiciones que favorezcan uno o más productos de reacción.

Por lo tanto, diversos aspectos de la invención pueden proporcionar sistemas y técnicas rentables desde el punto de vista operativo que implican etapas para acondicionar o proporcionar corrientes reactivas con una o más propiedades objetivo. Otros aspectos de la invención proporcionan sistemas y técnicas que pueden evitar el uso de sistemas de aceite caliente o sistemas de calentamiento eléctrico para vaporizar uno o más reactivos. Otros aspectos adicionales de la invención proporcionan sistemas y técnicas que pueden utilizar el calor de una unidad de operación del mismo, como una corriente caliente, para elevar la temperatura de otra corriente de proceso del sistema, como una corriente fría, en condiciones que no provocan o al menos reducir la probabilidad de deposición o condensación de cualquier componente en la corriente caliente.

Como se ilustra a modo de ejemplo en la figura 1, que muestra una parte de un sistema 100 de reacción para producir triclorosilano, los sistemas y técnicas de la presente invención pueden comprender al menos un reactor, tal como un reactor 102 de lecho fluido que funciona en condiciones de reacción que producen triclorosilano a partir de una fuente 103 de un primer reactivo y una fuente 104 de un segundo reactivo. Con fines ilustrativos, los sistemas y técnicas se describirán para los sistemas de reacción de triclorosilano. El sistema 100 de reacción también puede comprender al menos una operación de unidad de contacto de reactivo y una o más operaciones de unidad de intercambio o calentamiento de calor. Como se ilustra en la realización no limitante de la FIG. 1, la operación de la unidad de contacto puede ser un rehervidor 110 de termosifón que tiene al menos una entrada 111 de reactivo gaseoso que típicamente está conectada fluidamente aguas abajo de una fuente de un reactivo gaseoso, tal como la fuente 103 del primer reactivo que comprende, que consiste esencialmente en, o que consiste en hidrógeno. La operación de la unidad de contacto también puede tener al menos una entrada de reactivo 112 líquido que típicamente está conectada fluidamente aguas abajo de una fuente de un reactivo líquido, tal como la fuente 104 del segundo reactivo que comprende, que consiste esencialmente o que consiste en tetracloruro de silicio. La operación de la unidad de contacto tiene típicamente al menos una saturación o zona de vaporización de líquido/gas o sección 113 que promueve condiciones de equilibrio entre los componentes gaseosos y licuados. La sección 113 de vaporización puede comprender materiales de empaque que promueven la transferencia de masa, preferiblemente la saturación del gas con los componentes líquidos. Por ejemplo, el tetracloruro de silicio de la segunda corriente de reactivo puede evaporarse en la corriente de hidrógeno a condiciones de saturación en la sección 113. La operación de la unidad de contacto puede comprender además una sección de calentamiento que facilita el calentamiento de cualquiera de los reactivos. El vapor saturado de la fuente 116 de vapor, proporciona vapor saturado a una presión en un rango de aproximadamente 5 bar a aproximadamente 15 bar. Cualquier condensado del vapor saturado puede descargarse a un drenaje D o reciclarse, reutilizarse y convertirse en vapor saturado. La operación de la unidad de contacto puede comprender además una purga 118 para eliminar periódicamente cualquier componente de acumulación indeseable.

En operación, el nivel de líquido en el rehervidor 110 puede ser controlado a un nivel de líquido deseado mediante la utilización de, por ejemplo, un bucle cerrado de control de nivel del sistema de LC que comprende al menos un sensor de nivel o de indicador acoplado operativamente a un regulador de flujo, tal como válvula 115 que está dispuesta entre la fuente 104 del segundo reactivo que comprende típicamente tetracloruro de silicio y la entrada 112 de líquido. El nivel de líquido deseado puede depender de una o más consideraciones operativas y de diseño de cualquiera de los rehervidores 110 y el reactor 102. Las consideraciones no limitantes incluyen, por ejemplo, la respuesta dinámica del rehervidor 110 para aumentar o disminuir el caudal de reactivo en el reactor 102, la capacidad de calentamiento de la fuente 116 de vapor saturado, la eficiencia de transferencia de calor de la sección 114 y la eficiencia de contacto de la sección 113. La temperatura de la corriente de reactivo saturado proporcionada en la salida 116 puede regularse a una temperatura de saturación deseada utilizando, por ejemplo, un sistema 117 de control temperatura de circuito cerrado que comprende al menos un sensor de temperatura tal como los sensores T1 y T2. Como se ilustra a modo de ejemplo, el sensor T1 está dispuesto para medir la temperatura de un fluido y el sensor T2 está dispuesto para medir la temperatura de un vapor en el rehervidor 110. Al igual que el nivel de líquido deseado, la temperatura de saturación deseada puede depender de una o más consideraciones de diseño y funcionamiento de cualquiera de los rehervidores 110 y el reactor 102, tales como, entre otros, el caudal másico requerido o deseado de la corriente de reactivo en el reactor 102, y la eficiencia o capacidad de conversión del reactor 102. La temperatura de saturación deseada u objetivo es de aproximadamente 125°C a aproximadamente 350°C, y típicamente en un intervalo de aproximadamente 135°C a aproximadamente 155°C.

Como se señaló, algunos aspectos de la invención implican componentes y técnicas de calentamiento de la corriente de reactivos a las condiciones que favorecen una reacción deseada. Por ejemplo, el sistema 100 puede comprender además un intercambiador 120 que facilita la transferencia de calor desde una corriente de producto y una corriente de reactivo de entrada para introducirse en el reactor 102. Como se ilustra, el intercambiador 120 típicamente tiene un primer lado térmico que conecta fluidamente una entrada de corriente de reactivo 121 con la salida 116 del rehervidor 110, y un segundo lado térmico que está en comunicación térmica con el primer lado térmico y que conecta de manera fluida una salida 122 de producto del reactor 102 a una o más operaciones de la unidad aguas abajo, como una separación de producto o un tren 130 de purificación.

Si se utiliza, el sistema 100 comprende además una etapa suplementaria o segunda etapa 140 de calentamiento con al menos una operación de unidad de calentamiento que eleva la temperatura de la corriente de reactivo saturado desde el rehervidor 110 hasta la temperatura objetivo intermedia. La energía térmica de la segunda etapa puede proporcionarse utilizando operaciones de calentamiento directo o indirecto. Por ejemplo, la etapa 140 de calentamiento puede comprender uno cualquiera o ambos de un primer calentador 142 que proporciona energía térmica del calor del aceite caliente y un segundo calentador 144 que proporciona energía térmica generada eléctricamente para proporcionar una corriente reactiva, que se calentará adicionalmente en el intercambiador 120, con la temperatura objetivo intermedia. En el sistema ejemplar, la temperatura objetivo intermedia puede ser una temperatura que está por encima de la temperatura de deposición de cualquier sal depositable en la corriente del producto desde el reactor 102. Por ejemplo, la temperatura objetivo intermedia puede estar en un rango de aproximadamente 175°C a aproximadamente 350°C. Si es ventajoso, el calentamiento de la segunda etapa puede efectuarse utilizando vapor, tal como vapor sobrecalentado.

La figura 2 muestra a modo de ejemplo una porción de un sistema de reactor. En esta variante, la saturación de la corriente de reactivo gaseoso de la fuente 103 puede facilitarse utilizando una columna 210 de contacto con una o más secciones 213 de saturación y secciones 214 de vaporización. Cada una de las secciones 213 y 214 típicamente comprende componentes de empaque que facilitan la transferencia de líquido/gas. El sistema 100 puede comprender además uno o más calentadores 215 que tienen un primer lado térmico conectado de forma fluida a una fuente 116 de calentamiento que proporciona vapor saturado en un intervalo de aproximadamente 5 bares a aproximadamente 15 bares. Cada uno de los uno o más calentadores 215 tiene típicamente un segundo lado térmico que está en comunicación térmica con el primer lado térmico y conectado de manera fluida a una salida de líquido 216 de la columna 210 a través de una bomba de circulación de fondo 230 y con una entrada 217 de líquido calentada de la columna 210. Como el líquido calentado que típicamente comprende el segundo reactivo, como el tetracloruro de silicio, se introduce en la sección 214, al menos una porción del segundo reactivo se vaporiza en la fase gaseosa que se introduce en la sección 213. En la sección 213, la fase gaseosa se satura con el primer reactivo vaporizado antes de salir a través de la salida 218 de reactivo saturado.

Como en la primera variante, se puede utilizar una válvula 242 para descargar periódicamente los contaminantes de acumulados para descarga o purga 118.

De manera similar, una segunda etapa 240 de calentamiento opcional, que puede utilizar cualquiera de aceite caliente, vapor, y el aparato calor generado eléctricamente, pueden ser utilizados para elevar la temperatura de la corriente de reactivos saturada de la columna 210.

La temperatura de la corriente de reactivos saturado puede ser controlada mediante la utilización de un sistema de control de temperatura con uno o más sensores de temperatura T1 para accionar la cantidad de vapor de calentamiento de agua introducido en el calentador 215. El condensado de vapor desde el calentador 215 puede ser descargado para drenar D. El nivel de líquido en el sumidero o en la sección inferior de la columna 210 puede controlarse a un nivel objetivo mediante un sistema de control de líquido LC, que acciona una válvula que regula el caudal de la segunda corriente de reactivo, en base a un nivel de líquido medido por uno o más sensores. La velocidad de flujo de la segunda corriente reactiva también se puede controlar. La velocidad de flujo de la primera corriente de reactivo en la columna 210 puede controlarse a una velocidad de flujo objetivo mediante un sistema de control de flujo FC que acciona una válvula que regula una velocidad de flujo de la segunda corriente de reactivo basada en una velocidad de flujo medida por uno o más sensores de flujo.

La figura 3 muestra una parte de un sistema de contacto que puede usarse con el sistema del reactor de acuerdo con una o más realizaciones de la invención. Como se ilustra a modo de ejemplo, el sistema puede comprender un rehervidor 310 de marmita para facilitar el contacto del primer reactivo de la fuente 103 con el segundo reactivo de la fuente 104 para producir una corriente de reactivo saturado que la corriente del producto puede calentar aún más desde el reactor 102, en el intercambiador 120.

El vapor saturado de la fuente 116 se puede utilizar para calentar cualquier hidrógeno, tetracloruro de silicio o ambos en el rehervidor 310. Cualquier condensado del vapor saturado se puede transferir desde las bobinas de calentamiento a un drenaje D o se puede recalentar a vapor saturado.

El primer reactivo gaseoso desde la fuente 103 está típicamente en contacto con la primera sustancia reaccionante al burbujear el reactivo gaseoso en un tanque de la segunda sustancia reaccionante líquido dentro rehervidor 310. El burbujeo se puede efectuar mediante la utilización de un colector con una pluralidad de aberturas, sumergido por debajo del segundo reactivo líquido. A medida que el primer reactivo gaseoso se eleva a través del segundo reactivo líquido, una porción del segundo reactivo se vaporiza en las burbujas del segundo reactivo gaseoso. Un espacio superior por encima del nivel del líquido comprende, por lo tanto, un primer reactivo gaseoso que está saturado con el segundo reactivo, que luego puede calentarse en el intercambiador 120 por una corriente de producto del reactor 102.

Si se utilizan, segunda etapa 140 de calentamiento puede elevar la temperatura de la corriente de reactivos saturado a la temperatura objetivo intermedio.

El tren 130 puede comprender una o más operaciones de unidad de separación que fraccionan componentes de la corriente de producto del reactor 102. Por ejemplo, el tren 102 puede comprender una o más columnas de destilación que separan uno o más productos deseados, tales como triclorosilano, del reactivo no utilizado, como hidrógeno gaseoso y tetracloruro de silicio, en la corriente del producto. El producto deseado se puede almacenar, entregar o utilizar en otros sistemas. Los reactivos recuperados, tales como el tetracloruro de hidrógeno y silicio, pueden utilizar o complementar cualquiera de las fuentes 103 y 104 de reactivos.

La presente invención implica la utilización de uno o más sistemas de control para controlar y regular el funcionamiento de uno o más parámetros de cualquier operación de la unidad del sistema, al menos la temperatura de la mezcla reaccionante. Por ejemplo, el sistema de control puede utilizarse para monitorizar y regular las condiciones de operación de cualquiera de las operaciones unitarias del sistema 100 a los valores objetivo respectivos. En algunos casos, se puede utilizar el mismo sistema de control o uno diferente para monitorizar y regular las condiciones de operación en cualquiera de las operaciones de la unidad del sistema. Por ejemplo, la velocidad de flujo de la corriente

de gas de contacto se puede monitorizar y controlar para proporcionar uno o más valores predeterminados, objetivo o de punto de ajuste, o para depender de otras condiciones operativas de una o más operaciones de otra unidad. Otros parámetros monitorizados o controlados pueden ser la temperatura, la presión y los caudales de cualquiera de las corrientes.

El controlador puede implementarse utilizando uno o más sistemas de ordenador, que puede ser, por ejemplo, un ordenador de propósito general o un sistema informático especializado. Los ejemplos no limitantes de sistemas de control que pueden utilizarse o implementarse para efectuar uno o más procesos de los sistemas o subsistemas de la invención incluyen sistemas de control distribuido, como el sistema de automatización digital DELTA V de Emerson Electric Co. y controladores lógicos programables, como los disponibles de Allen-Bradley o Rockwell Automation, Milwaukee, Wisconsin.

Se divulga la restauración o modernización del sistema existente para incorporar ventajosamente cualquiera de las características de la invención. Se divulga la modificación de los sistemas de reacción de triclorosilano existentes para incluir técnicas dirigidas a poner en contacto un reactivo gaseoso con un reactivo líquido para producir una mezcla de reactivo gaseoso que tiene el primer reactivo y está saturado con el segundo reactivo. Se divulga el reacondicionamiento de los sistemas de reacción existentes para repartir la carga de calentamiento de una o más corrientes reactivas para utilizar vapor saturado mientras se reduce la probabilidad de deposición indeseable de componentes de otra corriente del sistema. Por ejemplo, se divulga un método para adaptar un sistema de reacción de triclorosilano. El método puede comprender conectar una o más fuentes de al menos un reactivo gaseoso que comprende, consiste esencialmente en, o consiste en hidrógeno, a un contactor de vapor líquido; conectar una o más fuentes de al menos un segundo reactivo que comprende, consiste esencialmente o consiste en tetracloruro de silicio; conectar una salida de mezcla reactiva del contactor a una primera entrada de un primer lado térmico de un intercambiador; conectar una primera salida del primer lado térmico del intercambiador a una entrada de un reactor de triclorosilano. El intercambiador típicamente tiene un segundo lado térmico que está en comunicación térmica con el primer lado térmico, y que tiene una segunda entrada que está conectada fluidamente aguas abajo de una salida del reactor de triclorosilano. El método puede comprender además conectar un calentador eléctrico entre la salida de la mezcla de reactivos del contactor y la primera entrada del intercambiador.

Después de haber descrito algunas realizaciones ilustrativas de la invención, debería ser evidente para los expertos en la materia que lo anterior es meramente ilustrativo y no limitante, habiéndose presentado solo a modo de ejemplo. Numerosas modificaciones y otras realizaciones están dentro del alcance de un experto en la materia y se contemplan como comprendidas dentro del alcance de la invención. En particular, aunque muchos de los ejemplos presentados aquí involucran combinaciones específicas de actos de método o elementos de sistema, debe entenderse que esos actos y esos elementos pueden combinarse de otras maneras para lograr los mismos objetivos.

Los expertos en la materia deberían apreciar que los parámetros y configuraciones descritos en este documento son ejemplares y que los parámetros y/o configuraciones reales dependerán de la aplicación específica en la que se usen los sistemas y técnicas de la invención. Los expertos en la materia también deberían reconocer o ser capaces de determinar, utilizando no más que la experimentación de rutina, equivalentes a las realizaciones específicas de la invención. Por lo tanto, debe entenderse que las realizaciones descritas en el presente documento se presentan solo a modo de ejemplo y que, dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas; la invención puede llevarse a la práctica de forma distinta a la descrita específicamente

Además, también debe apreciarse que la invención está dirigida a cada característica, sistema, subsistema o técnica descrita en este documento y cualquier combinación de dos o más características, sistemas, subsistemas o técnicas descritas en este documento y cualquier combinación de dos o más características, sistemas, subsistemas y/o métodos, si tales características, sistemas, subsistemas y técnicas no son mutuamente inconsistentes, se considera que está dentro del alcance de la invención tal como se incorpora en las reivindicaciones. Además, los actos, elementos y características discutidos solo en relación con una realización no están destinados a ser excluidos de una función similar en otras realizaciones.

Como se usa en el presente documento, el término "pluralidad" se refiere a dos o más elementos o componentes. Los términos "que comprende", "que incluye", "que lleva", "que tiene", "que contiene" e "implica", ya sea en la descripción escrita o en las reivindicaciones y similares, son términos abiertos, es decir, significan "que incluye, pero no se limita a". Por lo tanto, el uso de dichos términos está destinado a abarcar los elementos enumerados a continuación, y sus equivalentes, así como elementos adicionales. Solo las frases de transición "que consisten en" y "que consisten esencialmente en" son frases de transición cerradas o semicerradas, respectivamente, con respecto a las reivindicaciones. Uso de términos ordinales como "primero", "segundo", "tercero" y similares en las reivindicaciones para modificar un elemento de reivindicación no connotan por sí mismas ninguna prioridad, precedencia u orden de un elemento de reivindicación sobre otro o el orden temporal en el que se realizan los actos de un método, sino que se usan simplemente como etiquetas para distinguir un elemento de reclamo que tiene un nombre determinado de otro elemento que tiene el mismo nombre (pero para el uso del término ordinal) para distinguir los elementos de reivindicación.

REIVINDICACIONES

1. Un método para preparar triclorosilano que comprende:

5 calentar en una sección de calentamiento de un rehervidor, al menos una porción de una corriente gaseosa que comprende hidrógeno con vapor saturado que tiene una presión en un rango de 5 bar a 15 bar para proporcionar una corriente gaseosa calentada que tiene suficiente calor de vaporización para saturar la corriente gaseosa calentada que comprende hidrógeno con una corriente líquida que comprende tetracloruro de silicio;

10 introducir la corriente líquida que comprende tetracloruro de silicio en el rehervidor para proporcionar un nivel de líquido deseado en el rehervidor;

vaporizar la corriente líquida que comprende tetracloruro de silicio con la corriente gaseosa calentada en una zona de vaporización del rehervidor para producir una corriente de reactivo gaseoso que comprende hidrógeno saturado con tetracloruro de silicio, la corriente de reactivo gaseoso tiene una temperatura de entre 125°C a 350°C en una salida de la zona de vaporización;

15 introducir la corriente de reactivo gaseoso en un reactor (102); y

20 recuperar una corriente de producto que comprende triclorosilano, tetracloruro de silicio e hidrógeno del reactor (102).

2. El método de la reivindicación 1, que comprende, además, antes de introducir la corriente de reactivo gaseoso en el reactor (102), calentar al menos una porción de la corriente de reactivo a una temperatura en un intervalo de 175°C a 550°C.

25 3. El método de la reivindicación 1, en el que la vaporización de la corriente líquida con la corriente gaseosa calentada comprende calentar al menos una porción de la corriente líquida.

30 4. El método de la reivindicación 1, que comprende además recuperar al menos una porción del hidrógeno de la corriente del producto y utilizar al menos una porción del hidrógeno recuperado para producir la corriente gaseosa.

5. Un sistema (100) de reactor para usar en el método de preparación de triclorosilano de la reivindicación 1, que comprende:

35 un contactor (110, 210, 310) que tiene una primera entrada (111) de reactivo conectada fluidamente a una fuente (103) de un primer gas reactivo, una segunda entrada (112) conectada fluidamente a una fuente (104) de un segundo reactivo líquido, una salida (116) de mezcla de reactivo y una región (113, 213, 214) de vaporización;

40 una fuente (116) de vapor saturado conectado fluidamente al contactor (110, 210, 310);

un reactor (102) que tiene una entrada (121) del reactor conectada fluidamente aguas abajo de la salida (116) de la mezcla de reactivos, y una salida (122) del producto del reactor;

45 y un sistema de control (LC) configurado para regular la temperatura de la mezcla de reactivo a introducir en la entrada (121) de reactivo del reactor (102) para estar en un rango de 500°C a 600°C.

50 6. El sistema (100) de reactor de la reivindicación 5, que comprende además un intercambiador (120) de calor que tiene un primer lado térmico que conecta de manera fluida la salida (116) de mezcla de reactivo y la entrada (121) del reactor, y un segundo lado térmico conectado de manera fluida aguas abajo desde una salida (122) de producto del reactor.

7. El sistema (100) de reactor de la reivindicación 5, que comprende además un calentador (140, 240) que conecta de manera fluida la salida (116) de mezcla de reactivo y la entrada (121) del reactor.

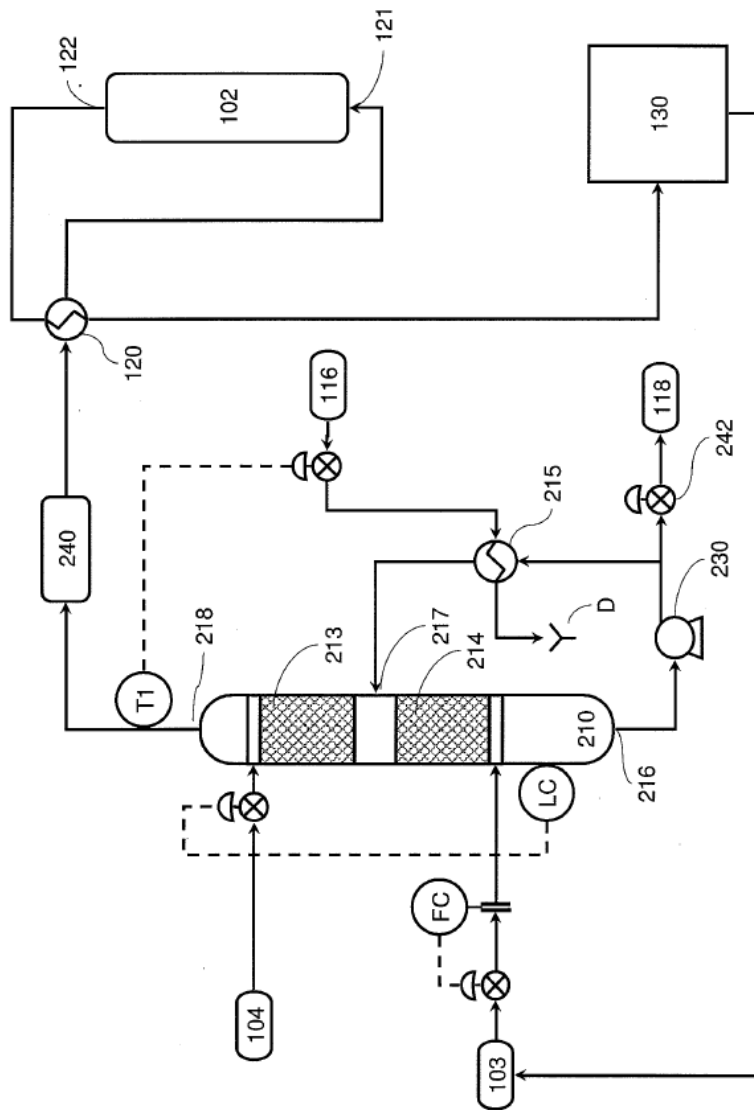


FIG. 2

