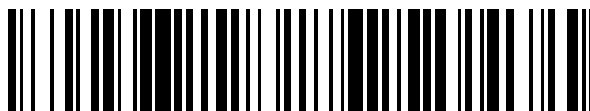


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 767 104**

51 Int. Cl.:

F16K 7/04 (2006.01)

B01J 8/18 (2006.01)

B01J 8/00 (2006.01)

C01B 33/027 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.03.2017 PCT/EP2017/054754**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.09.2017 WO17162414**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.03.2017 E 17708734 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.12.2019 EP 3433518**

54 Título: **Reactor de lecho fluido con accesorios de estrangulación para la producción de granulado de polisilicio, así como procedimiento y uso para el mismo**

30 Prioridad:

21.03.2016 DE 102016204651

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
16.06.2020

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**FORSTPOINTNER, GERHARD y
BAUMANN, BERNHARD**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 767 104 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

Reactor de lecho fluido con accesorios de estrangulación para la producción de granulado de polisilicio, así como procedimiento y uso para el mismo

Campo técnico

- 5 La presente invención se refiere al uso de al menos un accesorio de estrangulación que comprende un manguito de estrangulación para la regulación o el bloqueo de una corriente de polisilicio en forma de partículas, una instalación de reactor de lecho fluido para la producción de granulado de polisilicio, en la que pasa a emplearse al menos un accesorio de estrangulación de este tipo, así como a un procedimiento para la producción de granulado de polisilicio utilizando un accesorio de estrangulación de este tipo.

10 Antecedentes de la invención

El granulado de polisilicio (granulado a base de silicio policristalino) es una alternativa al polisilicio producido en el procedimiento Siemens. Mientras que el polisilicio en el procedimiento Siemens precipita en forma de una varilla de silicio cilíndrica, la cual antes de su elaboración ulterior debe ser desmenuzada en el denominado Chippoly de forma laboriosa y costosa y eventualmente debe ser purificada de nuevo, posee propiedades de producto a granel del granulado de polisilicio y puede emplearse directamente como material bruto, p. ej., para la generación de monocristales para la industria fotovoltaica y electrónica. La producción de granulado de polisilicio tiene lugar en el reactor de lecho fluido. Esto sucede mediante fluidización de partículas de silicio (partículas germinales de polisilicio) mediante una corriente gaseosa en un lecho fluido, calentándose ésta a temperaturas elevadas (aprox. 600 °C a 1200 °C) a través de un dispositivo calefactor. Mediante la adición de un gas de reacción con contenido en silicio tiene lugar una reacción de pirolisis en la superficie caliente de las partículas. En este caso, sobre las partículas germinales se deposita silicio elemental y las partículas individuales aumentan de diámetro (partículas de granulado de polisilicio). Mediante la extracción regular de partículas adheridas y la adición de partículas de silicio más pequeñas como partículas germinales puede hacerse funcionar de forma continua el procedimiento. Como gas de educto con contenido en silicio son adecuados compuestos halogenados de silicio (p. ej., clorosilanos o bromosilanos), monosilano (SiH_4), así como mezclas de estos gases con hidrógeno. Procedimientos y dispositivos de este tipo se conocen, por ejemplo, de los documentos US 4786477 A, EP 1 990 314 A2, WO 2014 177377 A2, WO 2104 180693 A1, WO 2014 191274 A1, WO 2015 104127 A1 y WO 2015 140028 A1.

En el caso de la producción de granulado de polisilicio según el procedimiento en lecho fluido, las partículas germinales de polisilicio y el producto objetivo (granulado de polisilicio) se encuentran por norma general en depósitos de reserva separados del reactor de lecho fluido, que en caso necesario son unidos con éste. En el caso de un funcionamiento continuo, la dosificación de las partículas germinales tiene lugar a partir de depósitos de reserva que deben ser recargados a intervalos de tiempo regulares. También los depósitos recolectores para el producto objetivo acabado deben ser vaciados a intervalos de tiempo regulares. Ambos tipos de depósito deben ser separados del espacio de reacción para la carga o bien el vaciado mediante accesorios de bloqueo de forma estanca a los gases y hermética a los sólidos de la atmósfera de reacción. Para ello, se utilizan habitualmente accesorios de bloqueo o bien de regulación.

Como accesorios de bloqueo que cierran de forma estanca a los gases pueden utilizarse llaves esféricas adecuadas para sólidos tal como se describen, por ejemplo, en el documento DE 199 49 577 A1, o válvulas de corredera paralelas tal como se describen, por ejemplo, en el documento EP 2 270 371 A2. También existe la posibilidad de conseguir una separación adecuada mediante la combinación de un accesorio que no cierre de forma estanca a los gases y de un accesorio subsiguiente que cierre de forma estanca a los gases, en donde el accesorio que no cierra de forma estanca a los gases interrumpe primeramente la corriente de sólidos antes de que se conecte el accesorio que cierra de forma estanca a los gases. En el caso de las soluciones antes mencionadas, la dificultad estriba, sin embargo, en cerrar de forma realmente estanca a los gases y de la forma menos contaminante posible una pluralidad de conjuntos de conmutación.

Con el fin de generar granulado de silicio policristalino muy puro, además de ello las sustancias de partida no solo deben presentar una elevada pureza, sino también los componentes utilizados para el funcionamiento del reactor de lecho fluido deben estar hechos de materiales que no emitan impurezas a las sustancias de partida y al granulado.

En el documento US 2015 0104369 A1 se describe, por ejemplo, poliuretano (PU) microcelular como capa protectora en tubos flexibles y mangueras, que están unidos con el espacio de reacción en la producción de granulado de polisilicio. El PU microcelular se emplea en este caso como capa protectora frente a contaminaciones metálicas a través de las superficies de las tuberías. Sin embargo, investigaciones han demostrado que el PU solo presenta una escasa estabilidad química frente a los clorosilanos. El límite de aplicación para PU microcelular se

encuentra, por lo tanto, en 200 °C. Por consiguiente, posiciones más próximas al reactor no son posibles, por consiguiente, sin un deterioro térmico del material.

Con las propiedades particulares del granulado de polisilicio (fuerte abrasividad, elevada dureza, elevada pureza) y los requisitos al procedimiento de producción (riesgo de contaminación, elevada temperatura) están ligadas, por lo tanto, propiedades particulares de los órganos de bloqueo elegidos. El órgano de bloqueo que es contactado por el producto o bien el medio no debe transferir en el caso ideal ninguna o apenas impurezas al silicio, en la atmósfera empleada debe ser químicamente estable y debe poder cerrar de forma estanca a los gases de manera duradera en el paso bajo una corriente de sólidos.

El documento EP 1 211 445 A1 da a conocer una válvula de cierre para uso en una tubería de transporte de fluidos para diferentes sectores industriales, tales como, por ejemplo, fábricas químicas, producción de semiconductores, elaboración de alimentos, biotecnología, o similares. La válvula de cierre es compacta y conduce a un deterioro reducido del cuerpo tubular durante la apertura y cierre de la válvula.

La misión de la presente invención consistía, por consiguiente, en encontrar accesorios de bloqueo o bien de regulación adecuados que sean adecuados para el uso en la regulación y/o el bloqueo de una corriente de polisilicio en forma de partículas, en particular para el uso en una instalación de reactor de lecho fluido para la producción de granulado de silicio. En este caso, el accesorio de bloqueo o bien de regulación debería poder regular y/o bloquear, preferiblemente de forma duradera, de modo estanco a los gases y poco contaminante a la corriente de polisilicio, tener una elevada vida útil, ser química y térmicamente estable, así como satisfacer la elevada dureza y abrasividad del polisilicio.

Sorprendentemente, se ha demostrado que accesorios de estrangulación con manguitos de estrangulación a base de caucho de etileno-propileno-dieno y/o un elastómero fluorado son particularmente adecuados para ello.

Dibujos

La Figura 1 muestra un manguito de estrangulación con una estructura de dos capas.

La Figura 2 muestra la estructura de una instalación de reactor de lecho fluido para la producción de granulado de polisilicio utilizando accesorios de estrangulación.

Descripción Detallada

La presente invención se refiere al uso de al menos un accesorio de estrangulación que comprende un manguito de estrangulación para la regulación y/o el bloqueo de una corriente de polisilicio en forma de partículas con un tamaño de partícula de 150 µm a 10.000 µm, medido mediante análisis dinámico de imágenes según la Norma ISO 13322-2, intervalo de medición: 30 µm – 30 mm, tipo de análisis: medición en seco de polvos y granulados, caracterizado porque el manguito de estrangulación comprende un elastómero que se elige del grupo consistente en caucho de etileno-propileno-dieno, elastómero fluorado y una combinación de caucho de etileno-propileno-dieno y elastómero fluorado.

Un accesorio de estrangulación, también denominado válvula de cierre de manguera o accesorio de estrangulación de manguera, se compone, por norma general, de una carcasa de conformación redonda o elíptica (la mayoría de las veces metálica) y una pieza de manguera elastomérica muy elástica de acabado especial – el manguito de estrangulación – que está centrada en el medio de la carcasa y que está fijada en cada caso en los dos extremos, por ejemplo, con ayuda de dos pestañas o manguitos. A través del manguito de estrangulación fluye la corriente de partículas de sólidos.

Entre la carcasa y el manguito de estrangulación se encuentra típicamente un denominado espacio de control/función, a través del cual el manguito de estrangulación puede ser deformado, por ejemplo, de modo neumático, hidráulico o mecánico, con el fin de estrechar la sección transversal y bloquear o bien regular la corriente de partículas sólidas. Si se alivia la presión del sistema, el manguito de estrangulación se abre de nuevo y las partículas sólidas pueden fluir a lo largo de toda la sección transversal a través del manguito de estrangulación.

Accesorios de estrangulación de manguera se han acreditado ya desde hace tiempo en otros sectores industriales tales como la industria alimentaria, la tecnología de aguas residuales, entre otros para el bloqueo de productos abrasivos, corrosivos y fibrosos. Elastómeros habituales que se emplean a menudo en válvulas de presión de manguera son, por ejemplo, SBR (caucho de estireno-butadieno), EPDM (caucho de etileno-propileno-dieno), NR (caucho natural), NBR (caucho de nitrilo-butadieno), CSM (polietileno clorosulfonado), CR (caucho de cloropreno), IIR (caucho de isobuteno-isopreno), FKM (caucho fluorado), BR (caucho de butadieno), PUR (poliuretanos) o SI

(siliconas). Diferentes modificaciones de los elastómeros antes mencionados son ofrecidas para la adaptación de determinadas propiedades por diferentes fabricantes comerciales. La gran posibilidad de variación de la composición química del elastómero para influir en las propiedades mecánicas, físicas, químicas y cualitativas representa la base de los manguitos desarrollados de acuerdo con la presente invención, especialmente para granulado de polisilicio.

- 5 De acuerdo con la presente invención, el manguito de estrangulación comprende un elastómero que se elige del grupo consistente en caucho de etileno-propileno-dieno (EPDM), elastómero fluorado y una combinación de caucho de etileno-propileno-dieno y elastómero fluorado. Preferiblemente, el manguito de estrangulación se compone exclusivamente de caucho de etileno-propileno-dieno, elastómero fluorado o una combinación de caucho de etileno-propileno-dieno y elastómero fluorado, así como, eventualmente, uno o varios revestimientos de tela reforzantes y
- 10 eventualmente inductores de la adherencia (por ejemplo, para el caso de una estructura multicapa del manguito de estrangulación).

- El elastómero fluorado es un polímero elástico que se prepara a partir de al menos un monómero fluorado. Monómeros fluorados son, por ejemplo, fluoruro de vinilideno, hexafluoropropileno, tetrafluoroetileno y perfluorometilviniléter. Los elastómeros fluorados pueden ser en este caso productos de polimerización de uno o
- 15 varios monómeros fluorados con uno o varios monómeros no fluorados, tales como, por ejemplo, propeno o eteno. Elastómeros fluorados adecuados son caucho fluorado (FKM), caucho perfluorado (FFKM), caucho de tetrafluoroetileno/propileno (FEPM) y caucho de silicona fluorado. Preferiblemente, el elastómero fluorado es FKM o FFKM.

- Se ha demostrado que el caucho de etileno-propileno-dieno y elastómeros fluorados presentan, en comparación con
- 20 otros materiales de manguitos, propiedades optimizadas en relación con la resistencia a la abrasión, el riesgo de contaminación, así como la estabilidad térmica y química con respecto a los eductos, productos y gases de escape que se manifiestan durante la producción de granulado de polisilicio. La muy buena estabilidad química de EPDM y elastómeros fluorados, especialmente frente a las sustancias utilizadas o bien que resultan durante la producción de granulado de polisilicio monosilano, clorosilanos, HCl e hidrógeno, hacen posible la aplicación en el entorno directo
- 25 del reactor de lecho fluido.

En relación con la vida útil del manguito de estrangulación, el accesorio de estrangulación se emplea preferiblemente en lugares con una sollicitación térmica lo más baja posible. Preferiblemente, el accesorio de estrangulación se emplea a una temperatura de 0 °C a 100 °C, de manera particularmente preferida a una temperatura de 15 °C a 90 °C, de manera muy particularmente preferida a una temperatura de 20 °C a 80 °C.

- 30 Particularmente, los elastómeros fluorados muestran una elevada estabilidad frente a la temperatura. Especialmente, FFKM puede emplearse a temperaturas de hasta 320 °C y, brevemente, incluso hasta 360 °C. Con ello, son posibles posiciones más próximas al reactor sin un deterioro térmico del elastómero. Guarniciones de estrangulación con manguitos de estrangulación a base de elastómero fluorado, en particular FFKM, pueden emplearse, por consiguiente, a una temperatura de hasta 320 °C, preferiblemente de 200 °C a 320 °C, de manera
- 35 particularmente preferida a una temperatura de 220 °C a 300 °C, de manera muy particularmente preferida a una temperatura de 250 °C a 290 °C.

Preferiblemente, el elastómero del manguito de estrangulación contiene menos de 1 mg de boro, menos de 20 mg de fósforo y menos 1 mg de arsénico, referido a 1 kg de elastómero.

- Además, el elastómero contiene preferiblemente menos de 200 mg de aluminio, menos de 200 mg de magnesio y
- 40 menos de 100 mg de zinc, referido a 1 kg de elastómero.

El elastómero presenta preferiblemente un contenido total en metales menor que 10.000 mg, de manera particularmente preferida menor que 5.000 mg, basado en 1 kg de elastómero. Al contenido total en metales pertenecen, junto a los Mg, Al y Zn arriba mencionados, también Ba, Be, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Li, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, Pt, Sb, Sr, Ti, V, Zr y W.

- 45 Elastómeros de pureza correspondiente se pueden adquirir comercialmente de diferentes proveedores.

- La determinación de las impurezas metálicas tiene lugar mediante espectrometría de emisión ICP (plasma acoplado inductivamente) axial. Las muestras se disgregan para ello en condiciones ácidas en un microondas (HF/HNO₃/H₂O₂). La determinación de ICP-OES se orienta a la norma ISO 11885 "Naturaleza del agua – Determinación de elementos elegidos mediante espectrometría de emisión atómica de plasma acoplada inductivamente (ICP-OES) (Norma ISO 11885:2007); versión alemana, Norma EN ISO 11885:2009", utilizándose un
- 50 sistema de introducción de muestras resistente a HF a base de PFA (polímero de perfluoroalcoxi).

El complemento (contaminación) sobre la pureza del granulado de polisilicio generado se puede reducir, por ejemplo, en un factor de cuatro mediante el empleo de acuerdo con la invención de los manguitos de estrangulación arriba descritos en comparación con manguitos habituales a base de NBR.

5 Para la evaluación cualitativa de la contaminación, el granulado de polisilicio se pone en contacto con los materiales a ensayar y, a continuación, se examina a través de procedimientos de ensayo estándares de la analítica física y química de polisilicio. En este caso, por una parte, se toma un cristal de ensayo (monocristal) del que se sierra una muestra en forma de un disco, se pule y se enfría con helio líquido. Esta muestra se examina en cuanto a los elementos boro, fósforo, aluminio y arsénico mediante espectroscopia de fotoluminiscencia. Por otra parte, tiene lugar una medición directa del granulado en cuanto a metales mediante ICP tal como se describe arriba.

10 Con el empleo de los nuevos elastómeros en los manguitos de estrangulación se pudo más que duplicar el tiempo de permanencia medio de los accesorios en comparación con accesorios de estrangulación a base de otros elastómeros habituales tales como, por ejemplo, NBR. Por tiempo de permanencia se ha de entender en este caso el espacio de tiempo desde el montaje del accesorio hasta el desmontaje impulsado por un suceso del accesorio. Un suceso puede ser, por ejemplo, un manguito defectuoso u otro fallo. Preferiblemente, el tiempo de permanencia del
15 accesorio de estrangulación es de 1 año o más.

La vida útil de manguitos se caracteriza por el número de ciclos de conmutación que pueden llevarse a cabo sin deterioros que se manifiesten en el manguito. Preferiblemente, el número de ciclos de conmutación del manguito se encuentra en 50.000 o más.

20 Cuando mayor sea la porción de sólidos de la corriente de medio a bloquear durante el proceso de cierre, tanto más intensamente será solicitado lógicamente de manera mecánica el material del manguito. Como caso de carga más extremo se ha de considerar el cierre del manguito en una columna de sólidos de granulado de polisilicio. Especialmente en este caso de aplicación, en el caso de los manguitos arriba descritos a base de EPDM y/o elastómero fluorado no se forman, en comparación con otros materiales, grietas en la zona de estrangulación. La formación de grietas se puede observar, por ejemplo, mediante endoscopio con el accesorio montado.

25 Otro aspecto importante en el caso de la elección del elastómero para accesorios de estrangulación es el comportamiento de permeación de gases a través del elastómero. El volumen de difusión a través del manguito elastomérico puede determinarse de manera aproximada con la siguiente fórmula de permeación (1):

$$\dot{V}_{12} = P \times \frac{A}{s} \times (p_1 - p_2) \quad (1)$$

30 $\dot{V}_{12}$: caudal de gas del gas que se difunde a través de la superficie de permeación [Nm³/s]
P: coeficiente de permeación [m²/s x bar]
A: superficie de la placa [m²]
s: grosor de la superficie [m]
p₁, p₂: presiones parciales [bar]
t: tiempo [s]

35 Los coeficientes de permeación de diferentes elastómeros para nitrógeno e hidrógeno son conocidos en el estado de la técnica. En este caso, se puede remitir, por ejemplo, a la siguiente cita bibliográfica: KGK Kautschuk Gummi Kunststoffe Año 55, Nº 6/2002; Technoprofil TP Blau GmbH, edición 09-2013.

De la siguiente Tabla 1 se pueden deducir, por ejemplo, los coeficientes de permeación de NR, CR y NBR.

Tabla 1: Coeficiente de permeación P a 25 °C en 10⁻¹⁰ [m²/sbar]

	Gas	
	N ₂	H ₂
Caucho vulcanizado natural	0,07-0,19	0,19-0,68
CR	0,01-0,02	0,13-0,46
NBR	0,02	0,15

40 El coeficiente de permeación de EPDM es para el nitrógeno a temperatura ambiente (25 °C) de hasta 8 veces superior al de NBR. Para FKM, el coeficiente de permeación para el nitrógeno asciende a temperatura ambiente, sin embargo, aproximadamente solo a la mitad del de NBR. Por lo tanto, los mejores resultados en relación con la resistencia a la difusión los proporciona un manguito que comprende FKM, preferiblemente se compone

exclusivamente de FKM. La resistencia de difusión puede examinarse, por ejemplo, mediante un manómetro incorporado en la carcasa del accesorio de estrangulación, dado que en el caso de una tasa de difusión elevada se configura más rápidamente la sobrepresión en la carcasa.

- 5 El manguito de estrangulación puede estar constituido de una capa o de varias capas, por ejemplo de dos capas. Para el aumento de la resistencia de difusión pueden combinarse EPDM y elastómero fluorado. Como forma de realización particularmente preferida se ha manifestado aquí una combinación a base de EPDM como material del alma (capa externa) y FKM como capa de cubrición (capa interna).

- 10 En la Figura 1 se representa a modo de ejemplo un manguito de estrangulación con una estructura de dos capas. La capa interna **16** contactada por el producto (cubierta) del manguito está hecha preferiblemente de FKM, la capa externa **15** (alma) se compone preferiblemente de EPDM. Adicionalmente, en la capa externa puede estar incorporado uno o varios tejidos **17** de refuerzo. El alma del manguito en unión con el tejido proporciona al manguito la estabilidad mecánica necesaria. La cubierta mejora la resistencia a la abrasión y la estabilidad frente a la difusión y reduce contaminaciones del producto. Los revestimientos de tela opcionales en el manguito de estrangulación sirven, entre otros, para la resistencia a la presión y la función óptima de un manguito, así como de su tiempo de permanencia. La adherencia entre los dos elastómeros (por ejemplo, mediante el uso de un inductor de la adherencia) debería estar diseñada en este caso preferiblemente a ciclos de conmutación de 50.000 o más.

- 15 Junto a la optimización de la resistencia a la difusión, una estructura multicapa del manguito ofrece, además de ello, la posibilidad de un reconocimiento del desgaste. Mediante los componentes específicos de los elastómeros, puede detectarse a través de la analítica de trazas del granulado de polisilicio, con ayuda de los elementos maestros del elastómero, un deterioro o desgaste de la capa de cubrición.

En comparación con una estructura multicapa, habla a favor de una estructura monocapa el hecho de que se suprime el inductor de la adherencia entre los distintos elastómeros. Con ello resulta la mayoría de las veces una complejidad de acabado menor y, con ello, más económica.

- 25 Los parámetros de tamaño y forma (distribución del tamaño de partícula, forma de las partículas, etc.) de las partículas de polisilicio se determina mediante análisis dinámico de imágenes (DIA, por sus siglas en inglés) según la Norma ISO 13322-2 (intervalo de medición: 30 μm – 30 mm, tipo de análisis: medición en seco de polvos y granulados). El diámetro medio de las partículas germinales asciende preferiblemente al menos a 400 μm . El granulado de silicio policristalino comprende partículas con tamaños de partícula de 150 μm a 10.000 μm . El valor mediano referido a la masa de la distribución del tamaño de partículas asciende en el granulado de silicio preferiblemente a 850 μm hasta 2.000 μm .

Los accesorios de estrangulación arriba descritos con manguitos de estrangulación se utilizan, por lo tanto, preferiblemente, para la regulación y/o el bloqueo de una corriente de polisilicio con un tamaño medio de partícula de 100 μm a 5.000 μm , de manera particularmente preferida de 150 μm a 2.000 μm , de manera muy particularmente preferida de 200 μm a 1.000 μm .

- 35 Preferiblemente, se utilizan accesorios de estrangulación con una anchura nominal de DN 15 a DN 100, preferiblemente de DN 20 a DN 80, en particular de DN 50.

- 40 Accesorios de estrangulación con los manguitos de estrangulación arriba descritos son particularmente adecuados para el uso en una instalación de reactor de lecho fluido para la producción de granulado de polisilicio. Una descripción detallada de la estructura, así como de los parámetros del proceso durante la producción de polisilicio granular en el reactor de lecho fluido son conocidos, por ejemplo, de los documentos de publicación EP 1 990 314 A2, WO 2014 177377 A2, WO 2104 180693 A1, WO 2014 191274 A1, WO 2015 104127 A1 y WO 2015 140028 A1.

- La presente invención se refiere, por consiguiente, también a una instalación de reactor de lecho fluido para la producción de granulado de polisilicio, que comprende
- al menos un reactor de lecho fluido para la producción de granulado de polisilicio a partir de partículas germinales de polisilicio,
 - al menos un depósito de reserva para las partículas germinales de polisilicio unido a través de una tubería de alimentación con el reactor de lecho fluido y
 - al menos un depósito colector para el granulado de polisilicio unido a través de una tubería de evacuación con el reactor de lecho fluido,
- 50 en donde en la tubería de alimentación entre el depósito de reserva y el reactor de lecho fluido y/o en la tubería de evacuación entre el reactor de lecho fluido y el depósito colector está dispuesto al menos un accesorio de estrangulación que comprende un manguito de estrangulación,

en donde el manguito de estrangulación comprende un elastómero que se elige del grupo consistente en caucho de etileno-propileno-dieno, elastómero fluorado y una combinación de caucho de etileno-propileno-dieno y elastómero fluorado.

5 Preferiblemente, la instalación del reactor de lecho fluido comprende, adicionalmente, al menos un órgano dosificador que está dispuesto en la tubería de alimentación entre el depósito de reserva y el reactor de lecho fluido y/o en la tubería de evacuación entre el reactor de lecho fluido y el depósito colector. En este caso, el accesorio de estrangulación está dispuesto preferiblemente en la tubería de alimentación o bien en la tubería de evacuación entre el órgano dosificador y el reactor de lecho fluido.

10 Preferiblemente, en la instalación del reactor de lecho fluido se emplea un manguito de estrangulación en las formas de realización arriba descritas como preferidas.

15 La Figura 2 muestra a modo de ejemplo un reactor de lecho fluido con la adición de partículas germinales y retirada de producto. Las partículas germinales son aportadas al depósito de reserva **2** a través del accesorio de estrangulación **1** y son aportadas a través del accesorio de estrangulación **3** al órgano dosificador **4**. El accesorio de estrangulación **5** está dispuesto próximo al reactor de lecho fluido **7** y, por lo tanto, está dotado preferiblemente de un manguito a base de un elastómero fluorado, tal como, por ejemplo, FKM, con el fin de resistir de manera permanente la elevada temperatura de trabajo. El reactor de lecho fluido **7** está dotado, además, de dos toberas para la alimentación del gas de proceso **8**, dos tuberías de alimentación para el gas de fluidización **9**, una abertura para el gas de escape para la evacuación de los gases de escape del proceso **6** del reactor y una abertura de retirada para las partículas de granulado de silicio acabadas en el fondo del reactor. La retirada de partículas puede interrumpirse mediante el accesorio de estrangulación **10** que está dotado, como accesorio próximo al reactor, preferiblemente de un manguito a base de un elastómero fluorado, tal como, por ejemplo, FKM. Mediante el órgano dosificador **11** se retiran de manera regulada del reactor **7** las partículas y se aportan al depósito colector **13** siguiente. Para el vaciado del recipiente **13** se cierra el accesorio **12** y se abre el accesorio de estrangulación **14**.

25 Además, la presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de granulado de polisilicio, que comprende

- proporcionar partículas germinales de polisilicio en al menos un depósito de reserva
 - aportar las partículas germinales de polisilicio en al menos un reactor de lecho fluido para la producción de granulado de polisilicio
 - evacuar el granulado de polisilicio en al menos un depósito colector,
- 30 caracterizado porque la corriente de las partículas germinales de polisilicio y/o del granulado de polisilicio es regulada y/o bloqueada durante la aportación y/o evacuación por al menos un accesorio de estrangulación que comprende un manguito de estrangulación,

35 en donde el manguito de estrangulación comprende un elastómero que se elige del grupo consistente en caucho de etileno-propileno-dieno, elastómero fluorado y una combinación de caucho de etileno-propileno-dieno y elastómero fluorado.

Preferiblemente, en este caso, se emplea un manguito de estrangulación en las formas de realización descritas arriba como preferidas.

40 Además, la producción del granulado de polisilicio tiene lugar preferiblemente en la instalación del reactor de lecho fluido arriba descrita, de manera particularmente preferida en una instalación de reactor de lecho fluido en las formas de realización arriba descritas como preferidas.

Ejemplos

Con el fin de determinar materiales para los manguitos de estrangulación adecuados para la producción de granulado de polisilicio se examinaron en cuanto a sus propiedades físicas y químicas diferentes materiales.

45 Por ejemplo, con el fin de determinar la resistencia a la abrasión, en un procedimiento de ensayo estandarizado se examinaron los elastómeros NBR, FKM y EPDM en cuanto a qué cantidad de carbono transfieren a la superficie del granulado. La determinación de la contaminación con carbono tiene lugar mediante un analizador automático. Esto se describe con detalle en el documento US 2013/0216466 A1 en los párrafos [0108] a [0158], así como en el documento DE 10 2012 202 640 A1 en los párrafos [0097] a [0147].

50 En un segundo ensayo se almacenaron muestras de material a lo largo de un espacio de tiempo de 72 horas de una atmósfera del gas del proceso consistente en clorosilanos, HCl e hidrógeno, a una temperatura de 80 °C y, a continuación, se examinaron en cuanto a su estabilidad química. En particular, se examinó si el material modifica, p. ej., se expande, contrae, quiebra o descompone.

Los resultados de los ensayos se representan en la Tabla 2:

Tabla 2: Ensayos comparativos

	1	2	3	4
Material del manguito	NBR	FKM	EPDM	Referencia
C en superficie en ppmp	3 a 5	0,5 a 1	1,5 a 2	0,05 a 0,3
Estabilidad química	condicionada	muy buena	buena	---

- 5 Sorprendentemente, se encontró que el aprovechamiento de FKM y EPDM como material del manguito conducía a una impurificación menor de la muestra de referencia que NBR. Además de ello, FKM y EPDM mostraron una estabilidad química de buena a muy buena frente a los gases que se manifiestan durante la producción de granulado de polisilicio.

REIVINDICACIONES

1. Uso de al menos un accesorio de estrangulación que comprende un manguito de estrangulación para la regulación y/o el bloqueo de una corriente de polisilicio en forma de partículas con un tamaño de partícula de 150 μm a 10.000 μm , medido mediante análisis dinámico de imágenes según la Norma ISO 13322-2, intervalo de medición: 30 μm – 30 mm, tipo de análisis: medición en seco de polvos y granulados,
5 caracterizado por que el manguito de estrangulación comprende un elastómero que se elige del grupo consistente en caucho de etileno-propileno-dieno, elastómero fluorado y una combinación de caucho de etileno-propileno-dieno y elastómero fluorado.
2. Uso según la reivindicación 1, en donde el elastómero fluorado es caucho fluorado o caucho perfluorado.
- 10 3. Uso según la reivindicación 1 o 2, en donde el manguito de estrangulación comprende una capa interna (16) de caucho fluorado y una capa externa (15) de caucho de etileno-propileno-dieno.
4. Uso según la reivindicación 3, en donde en la capa externa está incorporado adicionalmente un tejido (17) de refuerzo.
- 15 5. Uso según una de las reivindicaciones precedentes, en donde el elastómero contiene menos de 1 mg de boro, menos de 20 mg de fósforo y menos de 1 mg de arsénico, referido a 1 kg de elastómero.
6. Uso según una de las reivindicaciones precedentes, en donde el elastómero contiene menos de 200 mg de aluminio, menos de 200 mg de magnesio y menos de 100 mg de zinc, referido a 1 kg de elastómero.
7. Instalación de reactor de lecho fluido para la producción de granulado de polisilicio, que comprende
20 - al menos un reactor de lecho fluido (7) para la producción de granulado de polisilicio a partir de partículas germinales de polisilicio,
- al menos un depósito de reserva (2) para las partículas germinales de polisilicio unido a través de una tubería de alimentación con el reactor de lecho fluido (7) y
- al menos un depósito colector (13) para el granulado de polisilicio unido a través de una tubería de evacuación con el reactor de lecho fluido (7),
25 caracterizada por que en la tubería de alimentación entre el depósito de reserva (2) y el reactor de lecho fluido (7) y/o en la tubería de evacuación entre el reactor de lecho fluido (7) y el depósito colector (13) está dispuesto al menos un accesorio de estrangulación (5, 10) que comprende un manguito de estrangulación,
30 en donde el manguito de estrangulación comprende un elastómero que se elige del grupo consistente en caucho de etileno-propileno-dieno, elastómero fluorado y una combinación de caucho de etileno-propileno-dieno y elastómero fluorado.
8. Instalación de reactor de lecho fluido según la reivindicación 7, en donde la instalación del reactor de lecho fluido comprende, adicionalmente, al menos un órgano dosificador (4, 10) que está dispuesto en la tubería de alimentación entre el depósito de reserva (2) y el reactor de lecho fluido (7) y/o en la tubería de evacuación entre el reactor de lecho fluido (7) y el depósito colector (13).
- 35 9. Instalación de reactor de lecho fluido según la reivindicación 8, en donde el manguito de estrangulación (5, 10) en la tubería de alimentación y/o en la tubería de evacuación está dispuesto entre el órgano dosificador (4, 10) y el reactor de lecho fluido (7).
10. Instalación de reactor de lecho fluido según una de las reivindicaciones 7 a 9 precedentes, en donde el elastómero fluorado del manguito de estrangulación es caucho fluorado o caucho perfluorado.
- 40 11. Instalación de reactor de lecho fluido según una de las reivindicaciones 7 a 9, en donde el manguito de estrangulación comprende una capa interna (16) de caucho fluorado y una capa externa (15) de caucho de etileno-propileno-dieno.
12. Instalación de reactor de lecho fluido según la reivindicación 11, en donde en la capa externa del manguito de estrangulación está incorporado adicionalmente un tejido (17) de refuerzo.
- 45 13. Instalación de reactor de lecho fluido según una de las reivindicaciones 7 a 12, en donde el elastómero del manguito de estrangulación contiene menos de 1 mg de boro, menos de 20 mg de fósforo y menos de 1 mg de arsénico, referido a 1 kg de elastómero.

14. Instalación de reactor de lecho fluido según una de las reivindicaciones 7 a 14 precedentes, en donde el elastómero del manguito de estrangulación contiene menos de 200 mg de aluminio, menos de 200 mg de magnesio y menos de 100 mg de zinc, referido a 1 kg de elastómero.

15. Procedimiento para la producción de granulado de polisilicio, que comprende

- 5 - proporcionar partículas germinales de polisilicio en al menos un depósito de reserva (2)
 - aportar las partículas germinales de polisilicio en al menos un reactor de lecho fluido (7) para la producción de granulado de polisilicio
 - evacuar el granulado de polisilicio en al menos un depósito colector (13),
- 10 caracterizado por que la corriente de las partículas germinales de polisilicio y/o del granulado de polisilicio es regulada y/o bloqueada durante la aportación y/o evacuación por al menos un accesorio de estrangulación que comprende un manguito de estrangulación,
- en donde el manguito de estrangulación comprende un elastómero que se elige del grupo consistente en caucho de etileno-propileno-dieno, elastómero fluorado y una combinación de caucho de etileno-propileno-dieno y elastómero fluorado.

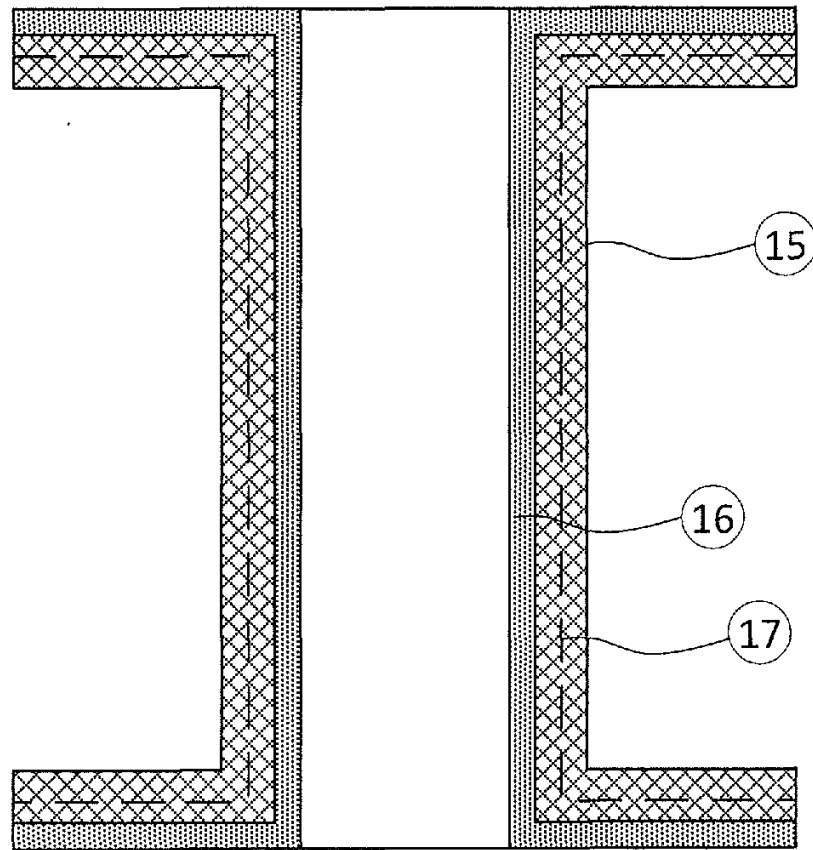


Figura 1

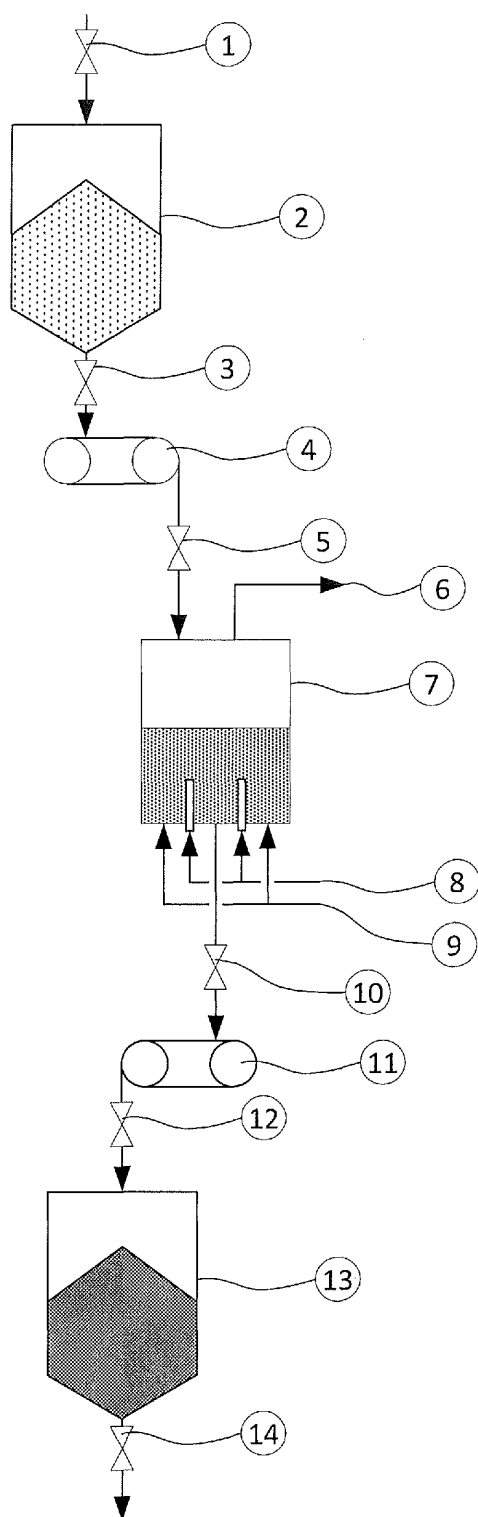


Figura 2