



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

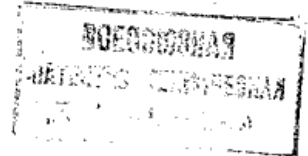
(19) SU (11) 1664744 A1

(51)5 C 01 B 33/107

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГКНТ СССР

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



1

(21) 4672830/26

(22) 04.04.89

(46) 23.07.91. Бюл. № 27

(71) Львовский политехнический институт им. Ленинского комсомола и Калушское производственное объединение "Хлорвинил"

(72) В.У. Шевчук, С.П. Прокопчук, Н.В. Хабер, Л.Я. Ворона, В.С. Курганский, З.П. Бородайкевич и В.И. Кучин

(53) 661.68 (088.8)

(56) Авторское свидетельство СССР № 461899, кл. С 01 В 33/04, 1961.

2

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ТЕТРАХЛОРИДА КРЕМНИЯ

(57) Изобретение относится к получению неорганических хлоридов, а именно тетрахлорида кремния, и позволяет упростить технологический процесс и улучшить качество целевого продукта за счет снижения выхода высших силанов. Хлорирование ферросилиция хлором, разбавленным тетрахлоридом кремния, проводят при 500–800° С и при объемном соотношении хлора и тетрахлорида кремния в газовой смеси 1:(4–2). 1 табл.

Изобретение относится к химической технологии неорганических веществ, а именно к получению тетрахлорида кремния.

Цель изобретения – упрощение технологического процесса и улучшение качества целевого продукта за счет снижения выхода высших хлорсиланов.

Установка для проведения процесса хлорирования состоит из системы дозирования и подготовки исходной смеси (смеси хлора и тетрахлорида кремния), печи хлорирования и системы охлаждения тетрахлорида кремния.

Дозировку и подготовку газовой смеси хлора с тетрахлоридом кремния осуществляют следующим образом.

Необходимый расход тетрахлорида кремния устанавливают по количеству подаваемого жидкого продукта хлора с помощью ротаметра. Газообразный хлор, подаваемый на хлорирование ферросилиция, осушивают концентрированной серной кислотой и хлористым кальцием. Опреде-

ленное количество осушенного хлора и тетрахлорида кремния вводят в буферную емкость, нагретую до 60–80° С и заполненную керамической насадкой для образования однородной газообразной смеси. Газообразная смесь хлора и тетрахлорида кремния после буферной емкости поступает в печь хлорирования. Печь хлорирования представляет собой термоизолированный вертикальный цилиндрический аппарат высотой 400 мм и диаметром 200 мм. В печь хлорирования загружают 8 кг ферросилиция с размером частиц 1–10 м. Температуру реакционной зоны измеряют с помощью двух термопар, установленных внутри печи в массе ферросилиция. После печи хлорирования газ охлаждают водяными холодильниками и жидкий тетрахлорид кремния собирают в ловушке, охлаждаемой водяным рассолом. Концентрацию хлора и тетрахлорида кремния в газовой смеси, подаваемой на хлорирование ферросилиция, проверяют хроматографическим методом.

(19) SU (11) 1664744 A1

Полученный тетрахлорид кремния хроматографическим методом исследуют на высшие гомологи (Si_2Cl_6 и т. д.). Количество образовавшегося тетрахлорида кремния определяют с учетом его количества, подаваемого на разбавление хлора. Степень оплавки сырья определяют как отношение количества оплавленных кусочков ферросилиция и количеству загруженного в печь хлорирования.

Пример 1. Взвешивают 8,6 кг ферросилиция (содержание кремния 90 мас. %) и разогревают его до $800^\circ C$. Разогретый ферросилиций загружают в вертикальную печь хлорирования. Включают электрообогрев буферной емкости, наполненной керамической насадкой, и прогревают ее до $70^\circ C$. Устанавливают расходы газообразного хлора 29 л/мин, жидкого тетрахлорида кремния 456 мл/мин. Заданное количество хлора и тетрахлорида кремния вводят в буферную емкость для образования однородной газовой смеси. Образующуюся газовую смесь хлора и тетрахлорида кремния со скоростью 116 л/мин через термоизолированную трубку подают в нижнюю часть вертикальной печи хлорирования. В нижней части печи с помощью распределительного кольца равномерно направляют газовую смесь по всему объему реакционной зоны. После печи хлорирования газовую смесь пропускают через два водяных холодильника, между которыми находится пустая емкость для отложения хлоридов железа и

алюминия, и направляют в приемник. Процесс хлорирования ферросилиция проводят 8 ч. Температура в реакционной зоне $618^\circ C$. За время реакции хлорирования ферросилиция в приемник поступает 342,4 кг тетрахлорида кремния, из них 46,9 кг тетрахлорида кремния получено в процессе хлорирования ферросилиция, а 295,5 кг за время реакции подано на разбавление хлора. При этом выпадает в осадок в емкости и холодильниках 2,9 кг треххлористого железа и алюминия. После процесса хлорирования из печи выгружают 0,75 кг золы. Оплавка кусочков ферросилиция не наблюдается. Количество высших силанов в тетрахлориде кремния 0,34 мас. %.

Условия проведения и результаты других примеров по хлорированию ферросилиция хлором, разбавленным тетрахлоридом кремния, представлены в таблице.

Формула изобретения

Способ получения тетрахлорида кремния, включающий хлорирование ферросилиция хлором, разбавленным тетрахлоридом кремния, отличающийся тем, что, с целью упрощения технологического процесса и улучшения качества целевого продукта за счет снижения выхода высших хлорсиланов, хлорирование ферросилиция проводят при $500-800^\circ C$ и объемном соотношении хлора и тетрахлорида кремния 1:4-2.

Пример	Загрузка сырья, кг	Расход		Соотношение хлора к тетрагидролориду кремния	Время хлорирования, ч	Температура хлорирования °С	Выход			Количество вышедших силианов в тетрагидрохлориде кремния, мас. %	Степень оплавки сырья, %	
		Хлор, л/мин	Тетрагидролорид кремния, мл/мин				Газовая смесь, л/мин	Тетрагидролорид кремния, кг	Хлориды железа и алюминия, кг			Зола, кг
1	8,6	29	456	116	1:3	8	618	46,9	2,9	0,75	0,34	0
2	8,4	38	399	114	1:2	6	800	44,0	2,2	1,1	0,28	0,5
3	8,1	22	462	110	1:4	11,5	500	44,3	2,8	0,9	0,63	0
4	8,3	19	498	114	1:5	14,0	415	45,3	2,9	0,7	2,8	0
5	8,5	55	285	110	1:1	3,3	1040	37,0	1,6	2,8	0,19	4,1