



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I466826 B

(45)公告日：中華民國 104 (2015) 年 01 月 01 日

(21)申請案號：100135942

(22)申請日：中華民國 100 (2011) 年 10 月 04 日

(51)Int. Cl. : C01B33/04 (2006.01)

(30)優先權：2010/10/05	美國	61/390,075
2010/10/05	美國	61/390,078
2010/10/05	美國	12/898,494
2010/10/05	美國	12/898,487

(71)申請人：MEMC 電子材料公司 (美國) MEMC ELECTRONIC MATERIALS, INC. (US)
美國(72)發明人：卓恩 提姆帝 D TRUONG, TIMOTHY D. (US)；顧志輝 GU, ZHIHUI (CN)；古普
塔 潘尼特 GUPTA, PUNEET (US)

(74)代理人：陳長文

(56)參考文獻：

CN	101817527A	EP	0811815A2
US	5211931	US	52066004

審查人員：廖學章

申請專利範圍項數：86 項 圖式數：9 共 60 頁

(54)名稱

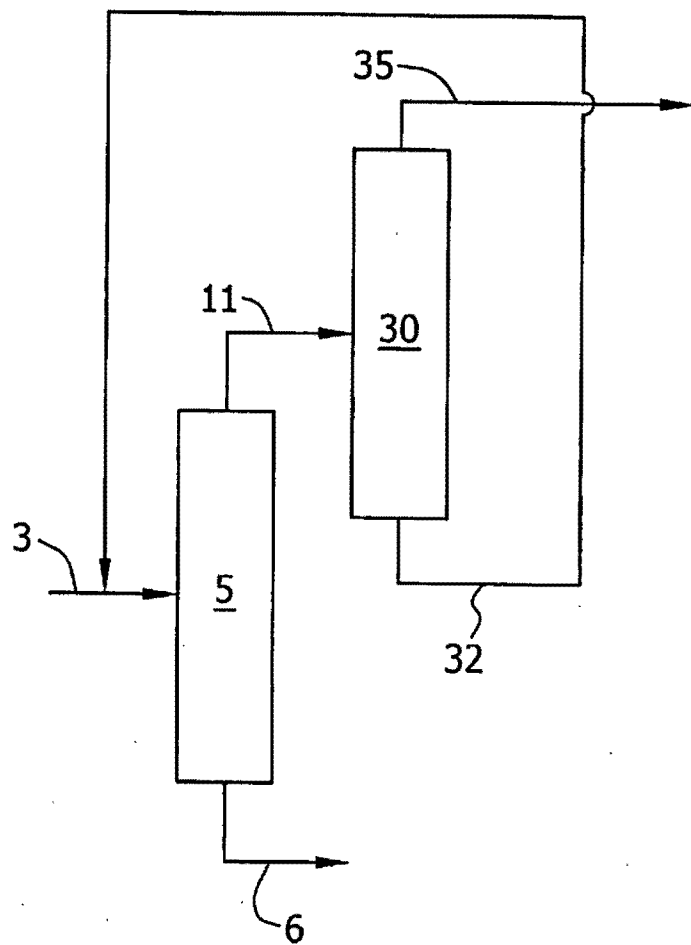
用於純化矽烷之方法及系統

PROCESSES AND SYSTEMS FOR PURIFYING SILANE

(57)摘要

本發明揭示藉由使用蒸餾及/或冷凝操作以在雜質物流相對較少之矽烷損失來純化含矽烷物流之方法及系統。

Processes and systems for purifying silane-containing streams are disclosed with relatively less silane being lost in impurity streams by use of distillation and/or condensation operations.

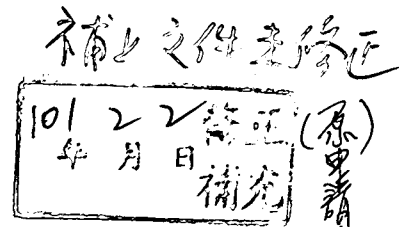


- 3 . . . 含矽烷物流
- 5 . . . 輕餾分蒸餾塔
- 6 . . . 富矽烷底部餾分
- 11 . . . 矽烷空乏之塔頂餾分
- 30 . . . 矽烷回收分離單元
- 32 . . . 富矽烷餾分
- 35 . . . 矽烷空乏之餾分/氣態物流

圖 1



發明專利說明書



(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號：

100135942

※ 申請日：

2000.10.25

※IPC 分類：C01B 33/06 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

用於純化矽烷之方法及系統

PROCESSES AND SYSTEMS FOR PURIFYING SILANE

二、中文發明摘要：

本發明揭示藉由使用蒸餾及/或冷凝操作以在雜質物流相對較少之矽烷損失來純化含矽烷物流之方法及系統。

三、英文發明摘要：

Processes and systems for purifying silane-containing streams are disclosed with relatively less silane being lost in impurity streams by use of distillation and/or condensation operations.

四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第 (1) 圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

3	含矽烷物流
5	輕餾分蒸餾塔
6	富矽烷底部餾分
11	矽烷空乏之塔頂餾分
30	矽烷回收分離單元
32	富矽烷餾分
35	矽烷空乏之餾分/氣態物流

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

(無)

六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明揭示內容之領域係關於含矽烷物流之純化，且具體而言係關於藉由使用蒸餾及/或冷凝操作純化矽烷之方法，其中相對較少之矽烷損失於雜質物流中。

【先前技術】

矽烷係具有多種工業用途之萬用化合物。在半導體工業中，矽烷可用於在半導體晶圓上沈積磊晶矽層及用於產生多晶矽。多晶矽係用於生產多種商品之重要原材料，該等商品包括(例如)積體電路及光伏打(即太陽能)電池，其可藉由在流化床反應器中將矽烷熱分解至矽粒子上來生產。

矽烷可藉由使四氯化矽與鹼金屬或鹼土金屬氫化鋁(例如四氫化鋁鈉)反應來產生，如美國專利第4,632,816號所揭示，其出於所有相關及一致性目的係以引用方式併入本文中。或者，矽烷可藉由所謂的「聯合碳化物製程(Union Carbide Process)」來產生，其中使冶金級矽與氫及四氯化矽反應以產生三氯矽烷，如Müller等人，「Development and Economic Evaluation of a Reactive Distillation Process for Silane Production,」 *Distillation and Adsorption: Integrated Processes*, 2002中所述，其出於所有相關及一致性目的係以引用方式併入本文中。隨後對三氯矽烷實施一系列歧化反應及蒸餾步驟以產生矽烷終產物。

在產生矽烷後，照慣例在使用前(例如，在磊晶層產生或多晶矽產生之前)對其實施純化方法以移除雜質。可能

存於含矽烷處理物流中之雜質之實例包括(例如)氮、甲烷、氫、乙烷、乙烯、乙基矽烷、二乙基矽烷、甲苯、二甲氧基乙烷及該等雜質之組合。該等純化方法之實例包括彼等揭示於美國專利第5,206,004號、第4,554,141號及第5,211,931號中者，每一專利皆係出於所有相關及一致性目的以引用方式併入本文中。該等習用方法可充分純化含矽烷處理物流；然而，其特徵在於不可回收矽烷之比率相對較高。

因此業內仍需要用於純化含矽烷處理物流之方法，其可達成相對較高之矽烷純度及相對較高之矽烷回收率。亦需要用於該等方法之系統。

【發明內容】

本揭示內容之一態樣係關於純化含矽烷物流之方法。該物流含有矽烷及一或多種沸點高於矽烷之化合物。該方法包括將含矽烷物流引入重餾分(heavy-end)蒸餾塔以產生相對於含矽烷物流之富矽烷塔頂餾分及矽烷空乏之底部餾分。矽烷空乏之底部餾分含有矽烷且相對於含矽烷物流富含一或多種沸點高於矽烷之化合物。將矽烷空乏之底部餾分引入矽烷回收分離單元中以產生相對於自重餾分蒸餾塔產生之矽烷空乏之底部餾分之富矽烷餾分及矽烷空乏之餾分。

本揭示內容之另一態樣係關於純化含有矽烷及一或多種沸點高於矽烷之化合物之含矽烷物流之系統。系統包括用於產生相對於含矽烷物流之富矽烷塔頂餾分及矽烷空乏之

底部餾分之重餾分蒸餾塔，該矽烷空乏之底部餾分含有矽烷且相對於含矽烷物流富含一或多種沸點高於矽烷之化合物。系統亦包括矽烷回收蒸餾塔，其用於產生相對於自重餾分蒸餾塔產生之矽烷空乏之底部餾分之富矽烷塔頂餾分及矽烷空乏之底部餾分。

本揭示內容之另一態樣係關於純化含矽烷物流之方法。含矽烷物流含有矽烷及一或多種沸點低於矽烷之化合物。將含矽烷物流引入輕餾分(light-end)蒸餾塔以產生相對於含矽烷物流之矽烷空乏之塔頂餾分及富矽烷底部餾分。矽烷空乏之塔頂餾分包括矽烷及沸點低於矽烷之化合物。將矽烷空乏之塔頂餾分引入矽烷回收分離單元以產生相對於自輕餾分蒸餾塔產生之矽烷空乏之塔頂餾分之富矽烷餾分及矽烷空乏之餾分。

本揭示內容之又一態樣係關於純化含矽烷物流之方法。含矽烷物流含有矽烷、一或多種沸點低於矽烷之化合物及一或多種沸點高於矽烷之化合物。將含矽烷物流引入輕餾分蒸餾塔以產生相對於含矽烷物流之矽烷空乏之塔頂餾分及富矽烷底部餾分。矽烷空乏之塔頂餾分含有矽烷且富含沸點低於矽烷之化合物。使自輕餾分蒸餾塔產生之矽烷空乏之塔頂餾分冷卻以冷凝其中的一部分矽烷。將自輕餾分蒸餾塔產生之富矽烷底部餾分引入重餾分蒸餾塔以產生相對於自輕餾分蒸餾塔產生之富矽烷底部餾分之富矽烷塔頂餾分及矽烷空乏之底部餾分。矽烷空乏之底部餾分含有矽烷且相對於自輕餾分蒸餾塔產生之富矽烷底部餾分富含一

或多種沸點高於矽烷之化合物。將自重餾分蒸餾塔產生之矽烷空乏之底部餾分引入矽烷回收分離單元以產生相對於自重餾分蒸餾塔產生之矽烷空乏之底部餾分之富矽烷餾分及矽烷空乏之餾分。

本揭示內容之又一態樣係關於純化含有矽烷及一或多種沸點低於矽烷之化合物之含矽烷物流之系統。系統包括輕餾分蒸餾塔、冷凝器及氣液分離器。輕餾分蒸餾塔產生相對於含矽烷物流之矽烷空乏之塔頂餾分及富矽烷底部餾分，該矽烷空乏之塔頂餾分含有矽烷及沸點低於矽烷之化合物。冷凝器冷凝自輕餾分蒸餾塔產生之矽烷空乏之塔頂餾分中之矽烷的一部分。氣液分離器產生氣態物流及含有經冷凝矽烷之液體物流。

本揭示內容之另一態樣係關於純化含有矽烷及一或多種沸點高於矽烷之化合物及一或多種沸點低於矽烷之化合物之含矽烷物流之系統。系統包括輕餾分蒸餾塔、冷凝器、重餾分蒸餾塔及矽烷回收蒸餾塔。輕餾分蒸餾塔產生相對於含矽烷物流之矽烷空乏之塔頂餾分及富矽烷底部餾分，該矽烷空乏之塔頂餾分含有矽烷及沸點低於矽烷之化合物。冷凝器冷凝自輕餾分蒸餾塔產生之矽烷空乏之塔頂餾分中之矽烷的一部分。重餾分蒸餾塔產生相對於自輕餾分蒸餾塔產生之富矽烷底部餾分之富矽烷塔頂餾分及矽烷空乏之底部餾分，該自重餾分蒸餾塔產生之矽烷空乏之底部餾分含有矽烷且相對於含矽烷物流富含一或多種沸點高於矽烷之化合物。矽烷回收蒸餾塔產生相對於自重餾分蒸餾

塔產生之矽烷空乏之底部餾分之富矽烷塔頂餾分及矽烷空乏之底部餾分。

關於上文所提及之本揭示內容各態樣之所述特徵存在各種細化形式。亦可將其他特徵納入上文所提及之本揭示內容之各態樣中。該等細化形式及其他特徵可個別或以任一組合存在。例如，可將下文所論述之各種關於本揭示內容中任一所述實施例之特徵單獨或以任一組合納入本揭示內容之任一上述態樣中。

【實施方式】

在所有圖式中，相應參考符號指示相應部件。

根據本揭示內容之不同實施例，本文中揭示純化矽烷之方法，其涉及蒸餾操作且其相對於習用方法達成高純度及高矽烷回收率。此外，提供實施該等方法之純化系統。該等方法及系統之實施例可包括自分離自含矽烷物流之處理物流(例如，相對於所純化含矽烷物流包括相對較高量之沸點低於矽烷之化合物之處理物流及/或包括相對較高量之沸點高於矽烷之化合物之物流)回收矽烷。如下文進一步論述，可藉由使用蒸餾或冷凝操作自該等雜質物流移除矽烷。

可純化之含矽烷物流

在不背離本揭示內容之範圍之情形下，可根據本揭示內容之實施例純化之含矽烷物流可含有眾多種雜質且可以較寬範圍之量含有彼等雜質。在實施本揭示內容之實施例之純化方法之前，含矽烷物流可已經受一或多個純化步驟

(例如，移除一定量之沸點低於矽烷或沸點高於矽烷之雜質)。在經受本揭示內容之純化方法之前，含矽烷物流中矽烷之量可係至少約10 wt%、至少約30 wt%、至少約50 wt%、至少約70 wt%、至少約85 wt %、至少約95 wt%或甚至至少約99 wt%(例如，約50 wt%至約99 wt%或約70 wt%至約99 wt%)。含矽烷物流可實質上不含(例如，含有低於約0.1 mol%或低於約0.01 mol%)鹼金屬或鹼土金屬矽烷，且或者或另外，可實質上不含三氯矽烷、四氯矽烷及四氯矽烷。在一些實施例中，在實施本揭示內容之方法之前自含矽烷物流實質上移除該等化合物。

經受本揭示內容之方法之含矽烷物流可含有一或多種沸點高於矽烷之雜質及/或一或多種沸點低於矽烷之雜質。就此而言，矽烷之沸點係約 -112°C 。沸點高於矽烷之雜質包括(例如)乙烷、乙烯、乙基矽烷、二乙基矽烷、甲苯及二甲氧基乙烷。沸點低於矽烷之雜質包括(例如)氫、氮及甲烷。

在不背離本揭示內容之範圍之情形下，起始含矽烷物流可係氣體或可係液體。就此而言，含矽烷物流可在任一溫度及壓力範圍內，包括(但不限於)矽烷產生及/或處理通常使用之壓力及溫度。

包括自輕餾分物流回收之純化矽烷之方法

現參照圖1，其中根據本揭示內容之實施例示意性地顯示純化矽烷之方法，將含矽烷物流3引入輕餾分蒸餾塔5以產生相對於含矽烷物流3之富矽烷底部餾分6及矽烷空乏之

塔頂餾分11。含矽烷物流3含有矽烷及一或多種沸點低於矽烷之化合物(例如，氫、氮及/或甲烷)。可在引入輕餾分蒸餾塔5之前冷凝並壓縮含矽烷物流3。本文所用「輕餾分蒸餾塔」係指自輕餾分蒸餾塔進料物流(或在使用一個以上進料物流時，自多個進料物流)分離至少約50 wt%之沸點低於矽烷之化合物之蒸餾塔。一般而言，該等經分離化合物係自蒸餾塔5分離於矽烷空乏之塔頂餾分11中。在本揭示內容之一些實施例中，塔頂餾分11含有含矽烷物流3中至少約50 wt%之沸點低於矽烷之化合物，且在其他實施例中，含有含矽烷物流3中至少約60 wt%、至少約75 wt%、至少約90 wt%或甚至至少約95 wt%之沸點低於矽烷之化合物。矽烷空乏之塔頂餾分11可含有至少約40 wt%矽烷，且在其他實施例中，含有至少約50 wt%、至少約60 wt%、至少約70 wt%或至少約75 wt%矽烷。

一般而言，塔頂餾分11富含沸點低於矽烷之化合物。在含矽烷物流3含有沸點高於矽烷之化合物之實施例中，底部餾分6富含該等化合物且塔頂餾分11中該等化合物已空乏。

輕餾分蒸餾塔5可如熟習此項技術者所瞭解在適於分離沸點低於矽烷之化合物與矽烷之溫度及壓力下操作。舉例而言，輕餾分蒸餾塔5可在約-130°C至約-50°C或約-110°C至約-70°C之塔頂餾分11溫度及約1100 kPa至約2500 kPa(約160 psia至約360 psia)或約1400 kPa至約2200 kPa(約200 psia至約320 psia)之塔頂餾分壓力下操作。底部餾分6

溫度可係約 -50°C 至約 -120°C 。

在自輕餾分蒸餾塔5排出後，以習用方式將矽烷空乏之塔頂餾分11中和並處置為廢物流。根據本揭示內容，已發現可處理塔頂餾分11以回收大量矽烷。在本揭示內容之一些實施例中，將自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11引入矽烷回收分離單元30以產生相對於自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11之富矽烷餾分32及矽烷空乏之餾分35。可藉由使富矽烷餾分32再循環回輕餾分蒸餾塔5來回收富矽烷餾分以供使用。

矽烷回收分離單元30可係適於分離矽烷與沸點低於矽烷之化合物之任一單元(或甚至一個以上單元)。舉例而言，單元30可係一或多個蒸餾塔，其將自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11分離為相對於矽烷空乏之塔頂餾分11之富矽烷底部餾分32及矽烷空乏之塔頂餾分35。或者且如圖2中所示，可冷卻自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11(圖1)以冷凝其中矽烷之一部分，由此分離矽烷與揮發性更強之沸點低於矽烷之化合物。可將塔頂餾分11引入冷凝器37以冷凝矽烷。可將矽烷經冷凝之塔頂餾分42引入氣液分離器38以產生相對於自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11之矽烷空乏之氣態物流35及富矽烷液體物流51。富矽烷液體物流51含有可經再循環以供使用之經冷凝矽烷。

視需要且如圖2中所示，可首先將塔頂餾分11引入熱交換器36(例如，交換器)中以冷卻並可能部分冷凝自輕餾分

蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11。可使塔頂餾分11與自氣液分離器38產生之液體物流51熱接觸以冷凝自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11中矽烷之一部分。

熱交換器36可係冷卻及/或冷凝含矽烷物流之任一適宜裝置，例如殼管式熱交換器，其中含矽烷氣態物流11位於殼側且經冷凝矽烷物流51位於管側。冷凝器37亦可係殼管式交換器，其中經冷卻及/或部分冷凝之含矽烷氣體物流41位於殼側且冷卻液(例如，液氮)位於管側。氣液分離器38可包括多個容器，其中降低進入物流42之壓力、溫度及/或速率以使所輸送液體與氣體分離。氣液分離器38可包括除霧器以進一步使所輸送液體聚集成液滴以自氣體物流移除。

就此而言，應理解，視需要且在本揭示內容之若干個實施例中，在無熱交換器36之情形下實施該方法且將塔頂餾分11直接引入冷凝器37。不論是否使用熱交換器36，皆可在冷凝器37中將塔頂餾分11冷卻至低於約 -100°C ，低於約 -115°C 、低於約 -130°C 、低於約 -145°C 或甚至低於約 -160°C (例如，在約1100 kPa至約2500 kPa(約160 psia至約360 psia)或約1400 kPa至約2200 kPa(約200 psia至約320 psia)壓力下)。

在使用熱交換器36之實施例中，可在熱交換器中將塔頂餾分11冷卻至低於約 -50°C 或低於約 -70°C 、低於約 -85°C 或甚至低於約 -100°C (例如，在約1100 kPa至約2500 kPa(約

160 psia至約360 psia)或約1400 kPa至約2000 kPa(約200 psia至約290 psia)壓力下)。

不論是否與冷凝器37一起使用熱交換器36，自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11中藉由冷凝器37及視需要熱交換器36冷凝之矽烷之量可係至少約60%，且在其他實施例中，矽烷空乏之塔頂餾分11中矽烷之至少約75%、至少約85%、至少約90%或至少約95%經冷凝。

可將自氣液分離器38產生之液體物流51引入熱交換器36以冷凝矽烷空乏之塔頂餾分11中矽烷之一部分。可在熱交換器36中部分汽化富矽烷液體物流51之一部分且可將該物流加熱至介於-125℃至約10℃範圍內之溫度。在一些實施例中，在熱交換器36中完全汽化富矽烷液體物流51。

可視需要將離開熱交換器36之矽烷物流32加熱至約環境溫度以與粗矽烷3(圖1)混合，可向其加壓以引入輕餾分蒸餾塔5中。適宜加熱器(未顯示)包括(例如)使用環境空氣來加熱矽烷物流32之翅管交換器。可將汽化矽烷物流32再次冷凝並再循環至輕餾分蒸餾塔5中。矽烷物流32可相對較純，且在一些實施例中，其含有至少約90 wt%矽烷，且在其他實施例中，含有至少約92 wt%、至少約95 wt%、或至少約97 wt%(例如，約90 wt%至99.9 wt%或約95 wt%至約99.9 wt%)矽烷。或者或另外，在矽烷物流32中回收自輕餾分蒸餾塔5產生之塔頂餾分11中矽烷之至少約80 wt%，且在其他實施例中，在矽烷物流32中回收塔頂餾分11中矽烷之至少約75 wt%、至少約85 wt%、至少約90 wt%、至少約

93 wt%、至少約 96 wt%或甚至至少約 98 wt%(例如，約 75 wt%至約 99.9 wt%、約 85 wt%至約 99.9 wt%或約 93 wt%至約 99.9 wt%)。

可處理(例如，中和)並處置(例如，排放至環境中)自矽烷回收分離單元30產生之矽烷空乏之塔頂餾分35。可在處置前藉由使用(例如)自然對流翅管熱交換器(未顯示)來加熱塔頂餾分35。根據本揭示內容之實施例，使用矽烷回收分離單元30使得可相對於不使用矽烷回收分離單元30之習用方法降低經中和及處置之廢氣之量。舉例而言，可在矽烷物流32中回收至少約 60 wt%之塔頂餾分11，或如在其他實施例中，在矽烷物流32中回收至少約 65 wt%、至少約 70 wt%或甚至至少約 75 wt%(例如，約 65 wt%至約 90 wt%或約 65 wt%至約 80 wt%)之塔頂餾分11。

塔頂餾分35較佳含有最小量之矽烷，且在一些實施例中，含有自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11中矽烷之低於約 10 wt%。在其他實施例中，塔頂餾分35含有自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11中矽烷之低於約 8 wt%、低於約 6 wt%、或低於約 4 wt%。

根據本揭示內容之若干個實施例，粗矽烷亦可含有沸點高於矽烷之化合物。在含矽烷物流3(圖1)含有該等沸點高於矽烷之化合物時，自輕餾分蒸餾塔5產生之富矽烷底部餾分6通常相對於含矽烷物流3富含沸點高於矽烷之化合物。為分離矽烷與該等沸點相對較高之化合物且如圖3中所示，可將富矽烷底部餾分6引入重餾分蒸餾塔15(其可根

據下文標題為「包括自重餾分物流回收之純化矽烷之方法」之部分中所述之參數操作)以產生相對於自輕餾分蒸餾塔5產生之富矽烷底部餾分6之富矽烷塔頂餾分43及矽烷空乏之底部餾分31。矽烷空乏之底部餾分31富含沸點高於矽烷之化合物且可經處理(例如，中和)及處置。或者，可如下文所述處理矽烷空乏之底部餾分31以回收矽烷。

輕餾分蒸餾塔5、矽烷回收分離單元30及重餾分蒸餾塔15可純化矽烷且所損失矽烷之量相對於習用方法較小。例如且根據本揭示內容之一些實施例，圖3方法之廢物流(即在矽烷回收分離單元30中分離之矽烷空乏之氣態物流35及自重餾分蒸餾塔15產生之矽烷空乏之底部餾分31)中矽烷之總量低於含矽烷物流3中矽烷之約15 wt%，且在其他實施例中，低於含矽烷物流3中矽烷之約11 wt%、低於約8 wt%或低於約4 wt%。

一般而言，與對三氯矽烷實施一系列歧化反應及蒸餾步驟以產生矽烷終產物之方法相反，在本揭示內容用於純化矽烷之實施例中，含矽烷物流3中之組份直至作為自輕餾分蒸餾塔5產生之塔頂餾分11、作為自重餾分蒸餾塔15產生之富矽烷塔頂餾分43或自重餾分蒸餾塔15產生之矽烷空乏之底部餾分31排出時，實質上不發生任何反應。

在一些實施例中，含矽烷物流3含有一定量之乙烯，其在富矽烷塔頂餾分43中離開重餾分蒸餾塔15。如下文進一步闡述，可藉由使用吸附器(例如，分子篩)及/或乙基矽烷蒸餾塔來分離乙烯與矽烷。

在本揭示內容之某些其他實施例中，含矽烷物流3可藉由在引入輕餾分蒸餾塔5之前移除沸點高於矽烷之化合物來形成。如圖4中所示，將含有矽烷、一或多種沸點高於矽烷之化合物及一或多種沸點低於矽烷之化合物之進料物流7引入重餾分蒸餾塔15'以產生塔頂餾分3'及底部餾分31'。塔頂餾分3'相對於進料物流7富含矽烷且富含沸點低於矽烷之化合物。塔頂餾分3'之一部分形成饋至輕餾分蒸餾塔5之含矽烷物流3。底部餾分31'中矽烷已空乏且富含沸點高於矽烷之化合物，且可將其中和並處置或可如下文所述加以處理以回收矽烷。

就此而言，在重餾分蒸餾15之前實施輕餾分蒸餾5之圖3方法可優於在輕餾分蒸餾5之前實施重餾分蒸餾15'之圖4方法，此乃因與輕餾分蒸餾操作相比，下游蒸餾(即圖3之重餾分蒸餾及圖4之輕餾分蒸餾)之較低壓力更適合於重餾分蒸餾操作中之回收。

包括自重餾分物流回收之純化矽烷之方法

現參照圖5，其中根據本揭示內容之實施例示意性顯示另一純化矽烷之方法，將含矽烷物流7引入重餾分蒸餾塔15以產生相對於含矽烷物流7之富矽烷塔頂餾分43及矽烷空乏之底部餾分31。含矽烷物流7含有矽烷及一或多種沸點高於矽烷之化合物(例如，乙烷、乙烯、乙基矽烷、二乙基矽烷、甲苯及/或二甲氧基乙烷)。可在引入重餾分蒸餾塔15中之前冷凝並壓縮含矽烷物流7。本文所用「重餾分蒸餾塔」係指自重餾分蒸餾塔進料物流(或在使用一個

以上進料物流時，自多個進料物流)分離至少約 50 wt%之沸點高於矽烷之化合物之蒸餾塔。一般而言，在矽烷空乏之底部餾分 31 中自重餾分蒸餾塔 15 移除該等經分離化合物。矽烷空乏之底部餾分 31 包括一定量之矽烷且相對於含矽烷物流 7 富含一或多種沸點高於矽烷之化合物。在本揭示內容之一些實施例中，底部餾分 31 含有含矽烷物流 7 中至少約 50 wt% 之沸點高於矽烷之化合物，且在其他實施例中，含有含矽烷物流 7 中至少約 60 wt%、至少約 75 wt%、至少約 90 wt% 或甚至至少約 95 wt% 之沸點高於矽烷之化合物。矽烷空乏之底部餾分 31 可包括至少約 20 wt% 矽烷，且在其他實施例中，含有至少約 40 wt%、至少約 60 wt%、至少約 80 wt%、至少約 90 wt% 或至少約 93 wt% 矽烷。

一般而言，底部餾分 31 富含沸點高於矽烷之化合物。在含矽烷物流 7 含有沸點低於矽烷之化合物之實施例中，塔頂餾分 43 富含該等化合物且底部餾分 31 中該等化合物已空乏。

重餾分蒸餾塔 15 可如熟習此項技術者所瞭解在適合分離沸點高於矽烷之化合物與矽烷之溫度及壓力下操作。就此而言，相對較高之底部餾分 31 溫度一般降低底部餾分 31 中之矽烷量但增加富矽烷塔頂餾分 43 中之雜質量。因此，塔 15 可在低於塔頂餾分 43 中之雜質量對純化操作不可接受之溫度之溫度下操作。舉例而言，重餾分蒸餾塔 15 可在低於約 10°C 之底部餾分 31 溫度下操作，且在其他實施例中，在低於約 0°C、低於約 -10°C、低於約 -20°C、低於約 -30°C 或

甚至低於約 -40°C (例如, 約 -50°C 至約 10°C 、約 -50°C 至約 0°C 或約 -40°C 至約 0°C) 之溫度下操作。蒸餾塔 15 可在約 1250 kPa 至約 3000 kPa (約 180 psia 至約 440 psia) 或約 1500 kPa 至約 2500 kPa (約 220 psia 至約 360 psia) 之壓力下操作。

在自重餾分蒸餾塔 15 排出後, 以習用方式將矽烷空乏之底部餾分 31 中和並處置為廢物流。根據本揭示內容, 已發現可處理底部餾分 31 以回收大量矽烷。在本揭示內容之一些實施例中, 將自重餾分蒸餾塔 15 產生之矽烷空乏之底部餾分 31 引入矽烷回收分離單元 10 以產生相對於自重餾分蒸餾塔 15 產生之矽烷空乏之底部餾分 31 之富矽烷餾分 13 及矽烷空乏之餾分 8。可藉由使富矽烷餾分 13 再循環回重餾分蒸餾塔 15 或 (如下文所述之除重餾分蒸餾塔 15 外使用輕餾分蒸餾塔 (未顯示) 之實施例中) 藉由再循環至輕餾分蒸餾塔來回收富矽烷餾分 13 以供使用。如下文進一步闡述, 富矽烷餾分 13 可經進一步處理及 / 或純化 (例如, 移除乙烯及其衍生物)。

矽烷回收分離單元 10 可係適合分離矽烷與沸點高於矽烷之化合物之任一單元 (或甚至一個以上單元)。舉例而言, 單元 10 可係一或多個蒸餾塔, 其將自重餾分蒸餾塔 15 產生之矽烷空乏之底部餾分 31 分離為相對於自重餾分蒸餾塔 15 產生之矽烷空乏之底部餾分 31 之富矽烷塔頂餾分 13 及矽烷空乏之底部餾分 8。在矽烷回收分離單元 10 係蒸餾塔之實施例中, 該塔可操作以使矽烷空乏之底部餾分 8 在自矽烷回收蒸餾塔 10 排出後之溫度係約 10°C 至約 80°C 或約 20°C 至

約 50°C。蒸餾塔 10 可在約 1500 kPa 至約 2600 kPa (約 220 psia 至約 380 psia) 或約 1700 kPa 至約 2200 kPa (約 250 psia 至約 320 psia) 之塔頂壓力下操作。

回收以供使用之自矽烷回收分離單元 10 產生之富矽烷塔頂餾分 13 可含有少量雜質；然而，塔頂餾分 13 可含有至少約 90 wt% 矽烷，且在其他實施例中，含有至少約 92 wt%、至少約 95 wt%、或至少約 97 wt% (例如，約 90 wt% 至約 99.9 wt% 或約 95 wt% 至約 99.9 wt%) 矽烷。或者或另外，在自矽烷回收分離單元 10 產生之塔頂餾分 13 中回收自重餾分蒸餾塔 15 產生之底部餾分 31 中矽烷之至少約 80 wt%，且在其他實施例中，在塔頂餾分 13 中回收底部餾分 31 中矽烷之至少約 75 wt%、至少約 85 wt%、至少約 90 wt%、至少約 93 wt%、至少約 96 wt% 或甚至至少約 98 wt% (例如，約 75 wt% 至約 99.9 wt%、約 85 wt% 至約 99.9 wt% 或約 93 wt% 至約 99.9 wt%)。

可處理 (例如，中和) 並處置 (將其排放至環境中) 自矽烷回收分離單元 10 產生之矽烷空乏之底部餾分 8。根據本揭示內容之實施例，使用矽烷回收分離單元 10 使得可相對於不使用矽烷回收分離單元 10 之習用方法降低經中和及處置之廢氣之量。舉例而言，可在自矽烷回收分離單元 10 產生之塔頂餾分 13 中回收至少約 30 wt% 之底部餾分 31，或如在其他實施例中，可在塔頂餾分 13 中回收至少約 40%、至少約 50%、至少約 60% 或甚至至少約 70% (例如，約 30% 至約 90%、約 30% 至約 80% 或約 40% 至約 80%) 之自重餾分蒸餾塔

15產生之底部餾分31。

底部餾分8較佳含有最小量之矽烷，且在一些實施例中，含有低於自重餾分蒸餾塔15產生之矽烷空乏之底部餾分31中矽烷之約10 wt%。在其他實施例中，底部餾分8含有低於自重餾分蒸餾塔15產生之矽烷空乏之底部餾分31中矽烷之約7.5 wt%、低於約5 wt%、低於約2.5 wt%或低於約1%。

根據本揭示內容之若干個實施例，粗矽烷亦可含有沸點低於矽烷之化合物。在粗矽烷含有該等沸點低於矽烷之化合物時，可使用輕餾分蒸餾塔5(其可根據上文標題為「包括自輕餾分物流回收之純化矽烷之方法」之部分中所述之參數操作)來分離該等化合物。在一或多個實例性實施例中且如圖6中所示，將進料物流3引入輕餾分蒸餾塔5以產生塔頂餾分11及底部餾分7，該底部餾分7形成引入重餾分蒸餾塔15之含矽烷物流之一部分。進料物流3含有矽烷、一或多種沸點高於矽烷之化合物及一或多種沸點低於矽烷之化合物。引入重餾分蒸餾塔15之底部餾分7富含矽烷且沸點低於矽烷之化合物已空乏。塔頂餾分11中矽烷已空乏且富含沸點低於矽烷之化合物。可處理(例如，中和)並處置塔頂餾分11。或者，可如上文所述處理自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11以回收矽烷。自矽烷回收分離單元10產生之塔頂餾分13可藉由使該餾分再循環至輕餾分蒸餾塔5來回收。

重餾分蒸餾塔15、矽烷回收分離單元10及輕餾分蒸餾塔

5可純化矽烷且所損失矽烷之量相對於習用方法較小。例如且根據本揭示內容之一些實施例，圖6方法之廢物流(即自輕餾分蒸餾塔5產生之塔頂餾分11及自矽烷回收分離單元10產生之矽烷空乏之底部餾分8)中之矽烷總量低於含矽烷物流3中矽烷之約15 wt%，且在其他實施例中，低於約10 wt%、低於約5 wt%或低於約3 wt%。

一般而言，與對三氯矽烷實施一系列歧化反應及蒸餾步驟以產生矽烷終產物之方法相反，在純化矽烷之實施例中，進料物流3之組份直至作為自輕餾分蒸餾塔5產生之塔頂餾分11、作為自重餾分蒸餾塔15產生之富矽烷塔頂餾分43、自矽烷回收分離單元10產生之富矽烷塔頂餾分13或自矽烷回收分離單元10產生之矽烷空乏之底部餾分8排出時，實質上不發生任何反應。

在一些實施例中，進料物流3含有一定量乙烯，其大部分分離至自輕餾分蒸餾塔5產生之底部餾分7中，且分離至自重餾分蒸餾塔15產生之富矽烷塔頂餾分43中。現參照圖7，可藉由將塔頂餾分43引入吸附器52中以移除一部分乙烯(例如，轉化為更易與矽烷分離之另一化合物)並形成乙烯空乏之流出物流54來分離乙烯與矽烷，如美國專利第4,554,141號、第5,206,004號及第5,211,931號中所揭示，每一專利皆係出於所有相關及一致性目的以引用方式併入本文中。吸附器52可係分子篩，其使一部分乙烯與矽烷反應並形成乙基矽烷。吸附器52可在約10°C至約-100°C或約0°C至約60°C之溫度下及在約1500 kPa至約2600 kPa(約220

psia至約380 psia)或約1700 kPa至約2200 kPa(約250 psia至約320 psia)之壓力下操作。

可將含有乙基矽烷之乙烯空乏之流出物流54引入乙基矽烷蒸餾塔60以產生相對於自吸附器產生之乙烯空乏之流出物流之乙基矽烷空乏之塔頂餾分62(包含純化矽烷產物)及富乙基矽烷底部餾分64。可藉由將富乙基矽烷底部餾分64引入輕餾分蒸餾塔5來使富乙基矽烷底部餾分64再循環。乙基矽烷空乏之塔頂餾分62可含有以重量計低於約10 ppm之乙烯及乙烷或甚至低於約1 ppm、低於約0.1 ppm或甚至低於約0.01 ppm之乙烯及乙烷。乙基矽烷蒸餾塔60可在約10°C至約-100°C或約0°C至約60°C之溫度下及在約1500 kPa至約2600 kPa(約220 psia至約380 psia)或約1700 kPa至約2200 kPa(約250 psia至約320 psia)之壓力下操作。

在本揭示內容之某些其他實施例中，輕餾分蒸餾塔5可在將含矽烷物流7引入重餾分蒸餾塔15中之後移除沸點低於矽烷之化合物。如圖8所示，將自重餾分蒸餾塔15產生之富矽烷塔頂餾分43引入輕餾分蒸餾塔5'以形成相對於自重餾分蒸餾塔15產生之富矽烷塔頂餾分43之矽烷空乏之塔頂餾分11'(含有沸點低於矽烷之化合物)及富矽烷底部餾分6'。在含矽烷物流7含有乙烯之實施例中，可將大部分乙烯分離至自輕餾分蒸餾塔5'產生之富矽烷底部餾分6'中。可如圖7所示及上文所述之方法及系統，將富矽烷底部餾分6'引入吸附器(未顯示)及乙基矽烷蒸餾塔(未顯示)中。就此而言且如上文所論述，圖6及圖7之在重餾分蒸餾15之前實

施輕餾分蒸餾5之方法可優於圖8之在輕餾分蒸餾5'之前實施重餾分蒸餾15之方法。

包括自輕餾分及重餾分物流二者回收之純化矽烷之方法

上述方法(例如，自輕餾分物流回收及自重餾分物流回收)可組合操作以自廢物流進一步回收矽烷。如圖9中所示，將含有一或多種沸點低於矽烷之化合物及一或多種沸點高於矽烷之化合物之含矽烷物流3引入輕餾分蒸餾塔5以產生相對於含矽烷物流3之矽烷空乏之塔頂餾分11及富矽烷底部餾分6。矽烷空乏之塔頂餾分11包括矽烷且富含沸點低於矽烷之化合物。在冷凝器37中冷卻自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11以冷凝其中矽烷之一部分。將矽烷經冷凝之塔頂餾分42引入氣液分離器38以產生氣態物流35及含有經冷凝矽烷之液體物流51。在熱交換器36(例如，交換器)中使液體物流51與矽烷空乏之塔頂餾分11熱接觸以冷凝自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11中矽烷之一部分。可將汽化物流32加熱至約環境溫度(例如，在加熱裝置(未顯示)中)並引入輕餾分蒸餾塔5。

將自輕餾分蒸餾塔5產生之富矽烷底部餾分6引入重餾分蒸餾塔15以產生相對於自輕餾分蒸餾塔5產生之富矽烷底部餾分6之富矽烷塔頂餾分43及矽烷空乏之底部餾分31。矽烷空乏之底部餾分31含有矽烷且相對於自輕餾分蒸餾塔5產生之富矽烷底部餾分6富含一或多種沸點高於矽烷之化合物。將自重餾分蒸餾塔15產生之矽烷空乏之底部餾分31引入矽烷回收分離單元10(例如，蒸餾塔)以產生相對於自

重餾分蒸餾塔15產生之矽烷空乏之底部餾分31之富矽烷塔頂餾分13及矽烷空乏之底部餾分8。

在含矽烷物流3含有乙烯之實施例中，可將大部分乙烯分離至自重餾分蒸餾塔15產生之富矽烷塔頂餾分43中。可如圖7所示及上文所述之方法及系統將塔頂餾分43引入吸附器(未顯示)及乙基矽烷蒸餾塔(未顯示)以分離乙烯與矽烷。

就此而言，應理解，圖9中所示設備(例如，輕餾分蒸餾、重餾分蒸餾、冷凝器、矽烷回收單元及諸如此類)可如先前所述進行操作。

一般而言，含矽烷物流3之組份直至作為自輕餾分蒸餾塔5產生之塔頂餾分11、作為自重餾分蒸餾塔15產生之富矽烷塔頂餾分43或自矽烷回收分離單元10產生之矽烷空乏之底部餾分8排出時，實質上不發生任何反應。

圖9中所示之方法使得可回收廢物流中之矽烷。與經冷凝矽烷51分離之氣態物流35中之矽烷之量可低於自輕餾分蒸餾塔產生之矽烷空乏之塔頂餾分5中矽烷之約10 wt%，或如在其他實施例中，低於自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11中矽烷之約8 wt%、低於約6 wt%、或低於約4 wt%。

在該等及其他實施例中，自矽烷回收分離單元10產生之矽烷空乏之底部餾分8中之矽烷之量可自重餾分蒸餾塔15產生之矽烷空乏之底部餾分31中矽烷之低於約10 wt%，或如在其他實施例中，自矽烷回收分離單元10產生之矽烷空

乏之底部餾分8中之矽烷之量可低於自重餾分蒸餾塔15產生之矽烷空乏之底部餾分31中矽烷之約7.5 wt%、低於約5 wt%、低於約2.5 wt%或低於約1%。

對於在圖9之方法及系統中損失之矽烷總量，氣體物流35及自矽烷回收分離單元10產生之矽烷空乏之底部餾分8中之矽烷總量可低於含矽烷物流3中矽烷之約10 wt%，或低於含矽烷物流3中矽烷之約5 wt%、低於約3 wt%、低於約1 wt%、低於約0.5 wt%或甚至低於約0.3 wt%。

就此而言，應理解，上文所提及之方法可以平行方式操作(例如，可使用一個以上設備系以平行方式純化矽烷)且可合併來自不同系之流及/或可在製程內之任一點分離製程流。此外就此而言，應理解，上述設備(例如，蒸餾塔或分離器)可包括一或多個平行或串聯操作之單元(例如，蒸餾操作可包括使用兩個串聯或平行操作之蒸餾塔)且在提及單件設備時不應理解為限制性含義。亦應理解，圖1-9中所示之系統及方法係實例性的且所示系統及方法可無限制地以任一組合來使用。

自輕餾分物流、重餾分物流或輕餾分物流及重餾分物流二者純化矽烷之系統

本揭示內容之方法可在純化矽烷之系統、例如圖1-9中所示及上文所述之系統中實施。在一些實施例中及如圖1中所示，系統純化包含矽烷及一或多種沸點低於矽烷之化合物之含矽烷物流3。系統包括輕餾分蒸餾塔5，其用於產生相對於含矽烷物流3之矽烷空乏之塔頂餾分11及富矽烷

底部餾分6，該矽烷空乏之塔頂餾分11包含矽烷及沸點低於矽烷之化合物。系統亦包括用於冷凝自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11中矽烷之一部分之冷凝器37(圖2)及用於產生氣態物流35及含有經冷凝矽烷之液體物流51之氣液分離器38。

系統亦包括將自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11(圖1)輸送至冷凝器37(圖2)之輸送裝置及將矽烷經冷凝之塔頂餾分42輸送至氣液分離器38之輸送裝置。可使用熱交換器36使液體物流51與自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11(圖1)熱接觸以冷凝自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11中矽烷之一部分。輸送裝置將自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11輸送至熱交換器36(圖2)且輸送裝置將熱交換器36中產生之部分冷凝之矽烷空乏之塔頂餾分41輸送至冷凝器37。輸送裝置將液體物流32或其汽化產物輸送至輕餾分蒸餾塔5(圖1)中。

在一些實施例中，系統(圖3)包括重餾分蒸餾塔15以產生相對於自輕餾分蒸餾塔5產生之富矽烷底部餾分6之富矽烷塔頂餾分43及矽烷空乏之底部餾分31，該矽烷空乏之底部餾分富含沸點高於矽烷之化合物。輸送裝置將富矽烷底部餾分6自輕餾分蒸餾塔5輸送至重餾分蒸餾塔15。或者且如圖4中所示，重餾分蒸餾塔15'可在於輕餾分蒸餾塔5中分離之前分離材料，且輸送裝置將自重餾分蒸餾塔15'產生之富矽烷塔頂餾分3'輸送至輕餾分蒸餾塔5。

在含矽烷物流3含有乙烯之實施例中且如下文進一步闡

述，系統可包括吸附器(例如，分子篩)及乙基矽烷蒸餾塔以產生相對於自重餾分蒸餾塔產生之富矽烷塔頂餾分之乙基矽烷空乏之塔頂餾分(包含純化矽烷產物)及富乙基矽烷底部餾分。

在本揭示內容之粗矽烷含有沸點高於矽烷之化合物之實施例中且如圖5中所示，系統包括重餾分蒸餾塔15，其用於產生相對於含矽烷物流7之富矽烷塔頂餾分43及矽烷空乏之底部餾分31，該矽烷空乏之底部餾分31包含矽烷且相對於含矽烷物流7富含一或多種沸點高於矽烷之化合物。系統亦包括矽烷回收分離單元10(例如，蒸餾塔)，其用於產生相對於自重餾分蒸餾塔15產生之矽烷空乏之底部餾分31之富矽烷塔頂餾分13及矽烷空乏之底部餾分8。輸送裝置將自重餾分蒸餾塔15產生之矽烷空乏之底部餾分31輸送至矽烷回收分離單元10。

現參照圖6，系統亦可包括輕餾分蒸餾塔5，其用於產生相對於引入輕餾分蒸餾塔5中之含矽烷進料物流3之矽烷空乏之塔頂餾分11(富含沸點低於矽烷之化合物)及富矽烷底部餾分7(沸點低於矽烷之化合物已空乏)。輸送裝置將富矽烷底部餾分7輸送至重餾分蒸餾塔15。輸送裝置將自矽烷回收分離單元10產生之富矽烷塔頂餾分13輸送至輕餾分蒸餾塔5。或者且如圖8中所示，重餾分蒸餾塔15可在於輕餾分蒸餾塔5'中分離之前分離材料，且輸送裝置將自重餾分蒸餾塔15產生之富矽烷塔頂餾分43輸送至輕餾分蒸餾塔5'。

現參照圖7且在含矽烷物流3含有乙烯之實施例中，系統可包括吸附器52(例如，分子篩)，其用於在自重餾分蒸餾塔15產生之富矽烷塔頂餾分43中移除一部分乙烯並形成乙烯空乏之流出物流54。輸送裝置將自重餾分蒸餾塔15產生之富矽烷塔頂餾分43輸送至吸附器52。吸附器52可係分子篩，其使一部分乙烯與矽烷反應並形成乙基矽烷。系統包括乙基矽烷蒸餾塔60且輸送裝置將乙烯空乏之流出物流54輸送至乙基矽烷蒸餾塔60。乙基矽烷蒸餾塔60產生相對於自吸附器52產生之乙烯空乏之流出物流54之乙基矽烷空乏之塔頂餾分62(包含純化矽烷產物)及富乙基矽烷底部餾分64。輸送裝置將富乙基矽烷底部餾分64輸送至輕餾分蒸餾塔5中。

在一些實施例中且如圖9中所示，系統可自方法中之輕餾分物流及重餾分物流二者回收矽烷以純化含矽烷物流。如圖9中所示，系統包括輕餾分蒸餾塔5，其用於產生相對於含矽烷物流3之矽烷空乏之塔頂餾分11及富矽烷底部餾分6，該矽烷空乏之塔頂餾分11包含矽烷及沸點低於矽烷之化合物。冷凝器37冷凝自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11中矽烷之一部分。系統包括氣液分離器38，其用於產生氣態物流35及包含經冷凝矽烷之液體物流51。輸送裝置將矽烷經冷凝之塔頂餾分42自冷凝器輸送至氣液分離器38。系統包括熱交換器36，其用於使液體物流51與自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11熱接觸以冷凝自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11

中矽烷之一部分。

輸送裝置將液體物流51或其汽化產物輸送至輕餾分蒸餾塔5。輸送裝置將自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11輸送至熱交換器36。輸送裝置將熱交換器36中產生之部分冷凝之矽烷空乏之塔頂餾分41輸送至冷凝器37。

系統包括重餾分蒸餾塔15，其用於產生相對於自輕餾分蒸餾塔5產生之富矽烷底部餾分6之富矽烷塔頂餾分43及矽烷空乏之底部餾分31，該矽烷空乏之底部餾分31包含矽烷且相對於富矽烷底部餾分6富含一或多種沸點高於矽烷之化合物。系統包括矽烷回收分離單元10(例如，蒸餾塔)，其用於產生相對於自重餾分蒸餾塔15產生之矽烷空乏之底部餾分31之富矽烷塔頂餾分13及矽烷空乏之底部餾分8。

根據圖9中所示系統，輸送裝置將自輕餾分蒸餾塔5產生之矽烷空乏之塔頂餾分11輸送至冷凝器37。輸送裝置將自輕餾分蒸餾塔5產生之富矽烷底部餾分6輸送至重餾分蒸餾塔15。輸送裝置將自重餾分蒸餾塔15產生之矽烷空乏之底部餾分31輸送至矽烷回收分離單元10。輸送裝置將自矽烷回收分離單元10產生之富矽烷塔頂餾分13輸送至輕餾分蒸餾塔5。

在含矽烷物流3含有乙烯之實施例中且如上文進一步闡述，系統可包括吸附器(例如，分子篩)及乙基矽烷蒸餾塔(二者皆未顯示)以在自重餾分蒸餾塔15產生之塔頂餾分43中移除乙烯。

就此而言，用於圖1-9之系統中之適宜輸送裝置係習用

裝置且為業內所熟知。適於轉移氣體之輸送裝置包括(例如)再循環風扇或鼓風機。適於輸送液體之輸送裝置包括(例如)幫浦及壓縮機。就此而言，應理解，本文所用片語「輸送裝置」並不意欲表示自系統之一個單元直接轉移至另一單元，而僅表示藉由任一數量之間接轉移部件及/或機構將材料自一個單元轉移至另一單元。舉例而言，可將材料自一個單元輸送至另一處理單元(例如，純化)，且隨後輸送至又一單元。在此實例中，包括中間處理設備之每一輸送單元自身可視作「輸送裝置」且片語「輸送裝置」不應理解為限制性含義。

較佳地，用於純化矽烷之系統中使用之所有設備在包括暴露於該系統內所用及所產生化合物之環境中皆可抵抗腐蝕。適宜構造材料係習用材料且為本揭示內容之領域所熟知，且包括(例如)碳鋼、不銹鋼、蒙納合金(MONEL alloy)、英高鎳合金(INCONEL alloy)、赫司特合金(HASTELLOY alloy)、鎳、石墨(例如，擠出或等壓模製(iso-molded))及碳化矽(例如，轉化石墨或擠出)。

實例

實例1：對自輕餾分蒸餾操作回收矽烷建模

使用ASPEN建模軟體對自輕餾分蒸餾塔之塔頂餾分回收矽烷建模。將來自輕餾分蒸餾操作之塔頂餾分引入交換器，其中在1825 kPa(250 psig)下使其冷卻至-94°C(-137°F)。將含有經冷凝液體(進料之55 wt%)及蒸汽(進料之45 wt%)之部分冷凝之塔頂餾分引入用液氮冷卻之冷凝器。冷

凝器在略低於1825 kPa(250 psig)之壓力下將部分冷凝之塔頂餾分冷卻至 -129°C (-200°F)。矽烷經冷凝之塔頂餾分含有98 wt%純之液體矽烷(進料之77 wt%)及蒸汽(進料之23 wt%)。液體矽烷物流可含有氮(2 wt%)、甲烷(0.5 wt%)、氫(0.06 wt%)、乙烷(0.004 wt%)及乙烯(0.001 wt%)。

將冷凝物流引入含有除霧器且在略低於1825 kPa(250 psig)之壓力下操作之氣液分離器中以產生相對於自輕餾分蒸餾塔產生之矽烷空乏之塔頂餾分之矽烷空乏之氣態物流(23 wt%之自輕餾分蒸餾塔產生之塔頂餾分)及富矽烷液體物流(77 wt%之自輕餾分蒸餾塔產生之塔頂餾分)。在中和及處置前藉由自然對流翅管交換器使氣態物流升溫。將液體物流(-129°C (-200°F))引入交換器以與自輕餾分蒸餾塔產生之塔頂餾分交換熱量以降低對凝器之能量需要。在交換器中將液體物流完全汽化且在對流翅管交換器中進一步使其升溫。合併汽化液體物流與新粗矽烷，壓縮至2170 kPa(300 psig)並引入輕餾分蒸餾操作中。

實例2：對自重餾分蒸餾操作回收矽烷建模

使用ASPEN建模軟體對自重餾分蒸餾塔之塔頂餾分回收矽烷建模。首先對含有輕餾分蒸餾及重餾分蒸餾但無矽烷回收蒸餾之系統建模。系統包括兩個操作系，其中將粗矽烷(97.4 wt%矽烷及0.8 wt%之沸點低於矽烷之化合物及1.8 wt%之沸點高於矽烷之化合物)引入輕餾分蒸餾塔。第一及第二系中之輕餾分蒸餾塔各自產生相對於粗矽烷之富矽烷底部餾分及矽烷空乏之塔頂餾分。塔頂餾分含有進料中矽

烷之3%。將來自輕餾分蒸餾塔之底部餾分各自引入重餾分蒸餾塔以產生相對於輕餾分蒸餾塔中產生之底部餾分之富矽烷塔頂餾分及矽烷空乏之底部餾分。自重餾分蒸餾塔產生之底部餾分含有進料中矽烷之3.4 wt%且塔頂餾分含有進料中矽烷之96.6 wt%。塔頂餾分處於 -26°C (-14°F)之溫度及2032 kPa(280 psig)下。矽烷產率係93.8 wt%且在重餾分蒸餾塔之底部餾分中損失3.3 wt%之矽烷。

對上述系統建模，其中將每一系之自重餾分蒸餾塔產生之底部餾分引入矽烷回收蒸餾塔以產生相對於自重餾分蒸餾塔產生之底部餾分之富矽烷塔頂餾分及矽烷空乏之底部餾分。可中和並處置自矽烷回收蒸餾塔產生之底部餾分且使塔頂餾分再循環回輕餾分蒸餾塔。矽烷回收蒸餾塔之底部餾分處於 36°C (97°F)之溫度及1793 kPa(260 psig)下。在此系統中，自重餾分蒸餾塔產生之底部餾分含有進料中矽烷之3.7 wt%且自重餾分蒸餾塔產生之塔頂餾分(其可視需要在諸如移除乙烯等進一步處理後用作矽烷產物)含有進料中矽烷之96.3 wt%。矽烷產率係97.1 wt%，相對於不包括矽烷回收蒸餾塔之系統增加3 wt%。

實例3：以工業規模自重餾分蒸餾操作回收矽烷

工業規模系統包括兩個操作系，其中將粗矽烷引入輕餾分蒸餾塔。第一及第二系之輕餾分蒸餾塔各自產生相對於粗矽烷之富矽烷底部餾分及矽烷空乏之塔頂餾分。將來自輕餾分蒸餾塔之底部餾分各自引入重餾分蒸餾塔以產生相對於輕餾分蒸餾塔中產生之底部餾分之富矽烷塔頂餾分及

矽烷空乏之底部餾分。每一系之自重餾分蒸餾塔產生之底部餾分含有約 60 wt% 矽烷且將其引入在 40°C (104°F) 溫度及 2000 kPa (275 psig) 壓力下之矽烷回收蒸餾塔以產生相對於自重餾分蒸餾塔產生之底部餾分之富矽烷塔頂餾分及矽烷空乏之底部餾分。

矽烷回收塔在 1320 kPa (177 psig) 之塔頂壓力下操作且跨越塔之壓差為 2.2 kPa (0.32 psi)。底部溫度為 1.7°C (35°F)。矽烷回收塔產生矽烷濃度為 98.8 wt% 之塔頂餾分及矽烷濃度為 7.7 wt% 之底部餾分，且塔頂餾分與底部餾分之重量比係 1.3:1。使塔頂餾分再循環至輕餾分蒸餾塔中且中和並處置底部餾分。藉由矽烷回收蒸餾塔回收約 94% 之矽烷。

就此而言，應理解，實例 1-3 中所述之操作條件係實例性的且可使用其他條件。

在介紹本揭示內容之要素或其較佳實施例時，冠詞「一 (a、an)」、「該 (the)」及「該 (said)」欲意指有一或多個該要素。術語「包含」、「包括」及「具有」意欲具有囊括性且意指除所列舉要素外亦可有其他要素。

由於在不背離本揭示內容之範圍之情況下可對上述裝置及方法作出各種改動，故上述說明中所含及附圖中所示之所有內容皆應闡釋為說明性而不具有限制性含義。

【圖式簡單說明】

圖 1 係根據本揭示內容之第一實施例自輕餾分蒸餾塔之塔頂餾分回收矽烷之系統之示意圖；

圖 2 係根據本揭示內容之第一實施例自輕餾分蒸餾塔之

塔頂餾分回收矽烷之矽烷回收分離單元之示意圖；

圖3係根據本揭示內容之第二實施例自輕餾分蒸餾塔之塔頂餾分回收矽烷之系統之示意圖；

圖4係根據本揭示內容之第三實施例自輕餾分蒸餾塔之塔頂餾分回收矽烷之系統之示意圖；

圖5係根據本揭示內容之第一實施例自重餾分蒸餾塔之底部餾分回收矽烷之系統之示意圖；

圖6係根據本揭示內容之第二實施例自重餾分蒸餾塔之底部餾分回收矽烷之系統之示意圖；

圖7係根據本揭示內容之第三實施例自重餾分蒸餾塔之底部餾分回收矽烷之系統之示意圖；

圖8係根據本揭示內容之第四實施例自重餾分蒸餾塔之底部餾分回收矽烷之系統之示意圖；及

圖9係根據本揭示內容之第一實施例自輕餾分蒸餾塔之塔頂餾分及自重餾分蒸餾塔之底部餾分回收矽烷之系統之示意圖。

【主要元件符號說明】

3	含矽烷物流
3'	塔頂餾分
5	輕餾分蒸餾塔
5'	輕餾分蒸餾塔
6	富矽烷底部餾分
6'	富矽烷底部餾分
7	進料物流

8	矽烷空乏之餾分
10	矽烷回收分離單元
11	矽烷空乏之塔頂餾分
11'	矽烷空乏之塔頂餾分
13	富矽烷餾分
15	重餾分蒸餾塔
15'	重餾分蒸餾塔
30	矽烷回收分離單元
31	矽烷空乏之底部餾分
31'	底部餾分
32	富矽烷餾分
35	矽烷空乏之餾分/氣態物流
36	熱交換器
37	冷凝器
38	氣液分離器
41	含矽烷氣體物流
42	矽烷經冷凝之塔頂餾分
43	富矽烷塔頂餾分
51	富矽烷液體物流
52	吸附器
54	乙烯空乏之流出物流
60	乙基矽烷蒸餾塔
62	乙基矽烷空乏之塔頂餾分
64	富乙基矽烷底部餾分

七、申請專利範圍：

101. 11. 22

1. 一種純化含矽烷物流之方法，該物流包含矽烷及一或多種沸點高於矽烷之化合物，該方法包含：

將該含矽烷物流引入重餾分(heavy-end)蒸餾塔中以產生相對於該含矽烷物流之富矽烷塔頂餾分及矽烷空乏之底部餾分，該矽烷空乏之底部餾分包含矽烷且相對於該含矽烷物流富含一或多種沸點高於矽烷之化合物；及

將該矽烷空乏之底部餾分引入矽烷回收分離單元中以產生相對於自該重餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之底部餾分之富矽烷餾分及矽烷空乏之餾分。

2. 如請求項 1 之方法，其中該矽烷回收分離單元係蒸餾塔，其產生相對於自該重餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之底部餾分之富矽烷塔頂餾分及矽烷空乏之底部餾分。
3. 如請求項 1 之方法，其包含將進料物流引入輕餾分蒸餾塔中以產生塔頂餾分及底部餾分，該進料物流包含矽烷、一或多種沸點高於矽烷之化合物及一或多種沸點低於矽烷之化合物，該塔頂餾分之矽烷已空乏且富含沸點低於矽烷之化合物，該底部餾分富含矽烷且沸點低於矽烷之化合物已空乏，其中該底部餾分之一部分形成饋至該重餾分蒸餾塔中之該含矽烷物流。
4. 如請求項 1 之方法，其中自該重餾分蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分包含沸點低於矽烷之化合物，且其中將該富矽烷塔頂餾分引入輕餾分蒸餾塔中以形成相對於自該重餾分蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分的包含沸點低於

矽烷之化合物之矽烷空乏之塔頂餾分及富矽烷底部餾分。

5. 如請求項1之方法，其中該一或多種沸點高於矽烷之化合物選自由以下組成之群：乙烷、乙烯、乙基矽烷、二乙基矽烷、甲苯、二甲氧基乙烷及其混合物。
6. 如請求項3之方法，其中該一或多種沸點低於矽烷之化合物選自由以下組成之群：氫、氮及甲烷。
7. 如請求項3之方法，其中藉由將自該矽烷回收分離單元產生之該富矽烷塔頂餾分引入該輕餾分蒸餾塔中來使其再循環。
8. 如請求項3之方法，其中自該矽烷回收分離單元產生之該矽烷空乏之底部餾分中矽烷之量低於自該重餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之底部餾分中之矽烷的約10 wt%。
9. 如請求項3之方法，其中自該輕餾分蒸餾塔產生之該塔頂餾分及自該矽烷回收分離單元產生之該矽烷空乏之底部餾分中之矽烷總量低於該含矽烷物流中之矽烷的約15 wt%。
10. 如請求項3之方法，其中該進料物流及自該重餾分蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分包含乙烯，且其中將自該重餾分蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分引入吸附器中以移除該乙烯之一部分並形成乙烯空乏之流出物流。
11. 如請求項10之方法，其中該吸附器包含分子篩，其使該乙烯之一部分與矽烷反應並形成乙基矽烷，該方法進一步包含將包含乙基矽烷之該乙烯空乏之流出物流引入乙

基矽烷蒸餾塔中以產生相對於自該吸附器產生之該乙烯空乏之流出物流的包含純化矽烷產物之乙基矽烷空乏之塔頂餾分及富乙基矽烷底部餾分。

12. 如請求項11之方法，其中藉由將該富乙基矽烷底部餾分引入該輕餾分蒸餾塔中來使該富乙基矽烷底部餾分再循環。
13. 如請求項2之方法，其中自該矽烷回收蒸餾塔產生之該矽烷空乏之底部餾分在自該矽烷回收蒸餾塔排出時之溫度係約70°C至約130°C。
14. 如請求項2之方法，其中該矽烷回收蒸餾塔係在約1500 kPa至約2600 kPa(約220 psia至約380 psia)之塔頂壓力下操作。
15. 如請求項3之方法，其中該進料物流之組份直至在作為自該輕餾分蒸餾塔產生之該塔頂餾分、作為自該重餾分蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分、自該矽烷回收分離單元產生之該富矽烷塔頂餾分及自該矽烷回收分離單元產生之該矽烷空乏之底部餾分排出時，實質上不發生任何反應。
16. 如請求項1之方法，其中該含矽烷物流實質上不含鹼金屬或鹼土金屬矽烷。
17. 如請求項1之方法，其中該含矽烷物流實質上不含三氯矽烷、四氯矽烷及四氫矽烷。
18. 一種純化含矽烷物流之系統，該含矽烷物流包含矽烷及一或多種沸點高於矽烷之化合物，該系統包含：

重餾分蒸餾塔，其用於產生相對於該含矽烷物流之富矽烷塔頂餾分及矽烷空乏之底部餾分，該矽烷空乏之底部餾分包含矽烷且相對於該含矽烷物流富含一或多種沸點高於矽烷之化合物；及

矽烷回收蒸餾塔，其用於產生相對於自該重餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之底部餾分之富矽烷塔頂餾分及矽烷空乏之底部餾分。

19. 如請求項18之系統，其包含輸送裝置，該輸送裝置用於將自該重餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之底部餾分輸送至該矽烷回收蒸餾塔。

20. 如請求項18之系統，其包含：

輕餾分蒸餾塔，其用於產生相對於引入該輕餾分蒸餾塔中之含矽烷進料物流的富含沸點低於矽烷之化合物之矽烷空乏之塔頂餾分及沸點低於矽烷之化合物已空乏之富矽烷底部餾分；及

輸送裝置，其用於將自該輕餾分蒸餾塔產生之該富矽烷底部餾分輸送至該重餾分蒸餾塔。

21. 如請求項18之系統，其包含：

輕餾分蒸餾塔，其用於產生相對於自該重餾分蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分的富含沸點低於矽烷之化合物之矽烷空乏之塔頂餾分及沸點低於矽烷之化合物已空乏之富矽烷底部餾分；及

輸送裝置，其用於將自該重餾分蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分輸送至該輕餾分蒸餾塔。

22. 如請求項20之系統，其包含輸送裝置，該輸送裝置用於將自該矽烷回收蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分輸送至該輕餾分蒸餾塔。

23. 如請求項20之系統，其包含：

吸附器，其用於在自該重餾分蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分中移除一部分乙烯並形成乙烯空乏之流出物流；及

輸送裝置，其用於將自該重餾分蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分輸送至該吸附器。

24. 如請求項23之系統，其中該吸附器包含分子篩，其使該乙烯之一部分與矽烷反應並形成乙基矽烷，該系統包含：

乙基矽烷蒸餾塔，其產生相對於自該吸附器產生之該乙烯空乏之流出物流之包含純化矽烷產物之乙基矽烷空乏之塔頂餾分及富乙基矽烷底部餾分；及

輸送裝置，其用於將該包含乙基矽烷之乙烯空乏之流出物流輸送至該乙基矽烷蒸餾塔。

25. 如請求項24之系統，其包含輸送裝置，該輸送裝置用於將該富乙基矽烷底部餾分輸送至該輕餾分蒸餾塔。

26. 一種純化含矽烷物流之方法，該物流包含矽烷及一或多種沸點低於矽烷之化合物，該方法包含：

將該含矽烷物流引入輕餾分蒸餾塔中以產生相對於該含矽烷物流之矽烷空乏之塔頂餾分及富矽烷底部餾分，該矽烷空乏之塔頂餾分包含矽烷及沸點低於矽烷之化合

物；及

將該矽烷空乏之塔頂餾分引入矽烷回收分離單元以產生相對於自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分之富矽烷餾分及矽烷空乏之餾分。

27. 如請求項26之方法，其包含：

冷卻自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分以冷凝其中該矽烷之一部分；及

將該矽烷經冷凝之塔頂餾分引入氣液分離器以產生相對於自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分的矽烷空乏之氣態物流及富矽烷液體物流，該富矽烷液體物流含有經冷凝矽烷。

28. 如請求項27之方法，其中將自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分引入冷凝器中以冷凝該矽烷空乏之塔頂餾分中矽烷之一部分。

29. 如請求項27之方法，其中使該液體物流與自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分熱接觸以冷凝自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分中矽烷之一部分。

30. 如請求項29之方法，其中將該液體物流及自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分引入交換器中以冷凝該矽烷之一部分。

31. 如請求項27之方法，其中將該液體物流引入該輕餾分蒸餾塔中。

32. 如請求項31之方法，其中在引入該輕餾分蒸餾塔之前汽

化該液體物流。

33. 如請求項27之方法，其中自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分中矽烷之至少約60%經冷凝。
34. 如請求項26之方法，其中自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分含有至少約40 wt%矽烷。
35. 如請求項27之方法，其中藉由將自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分冷卻至低於約-100°C之溫度來冷凝該矽烷。
36. 如請求項26之方法，其中該含矽烷物流包含沸點高於矽烷之化合物，且其中自該輕餾分蒸餾塔產生之該富矽烷底部餾分相對於該含矽烷物流富含一或多種沸點高於矽烷之化合物，將該富矽烷底部餾分引入重餾分蒸餾塔中以產生相對於自該輕餾分蒸餾塔產生之該富矽烷底部餾分的富矽烷塔頂餾分及矽烷空乏之底部餾分，該矽烷空乏之底部餾分富含沸點高於矽烷之化合物。
37. 如請求項26之方法，其包含將進料物流引入重餾分蒸餾塔以產生塔頂餾分及底部餾分，該進料物流包含矽烷、一或多種沸點高於矽烷之化合物及一或多種沸點低於矽烷之化合物，該塔頂餾分富含矽烷且富含沸點低於矽烷之化合物，該底部餾分之矽烷已空乏且富含沸點高於矽烷之化合物，其中該塔頂餾分之一部分形成饋至該輕餾分蒸餾塔之該含矽烷物流。
38. 如請求項26之方法，其中該一或多種沸點低於矽烷之化合物選自由以下組成之群：氫、氮及甲烷。

39. 如請求項36之方法，其中該一或多種沸點高於矽烷之化合物選自由以下組成之群：乙烷、乙烯、乙基矽烷、二乙基矽烷、甲苯、二甲氧基乙烷及其混合物。
40. 如請求項36之方法，其中該含矽烷物流及自該重餾分蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分包含乙烯，且其中將自該重餾分蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分引入吸附器中以移除該乙烯之一部分並形成乙烯空乏之流出物流。
41. 如請求項40之方法，其中該吸附器包含分子篩，其使該乙烯之一部分與矽烷反應並形成乙基矽烷，該方法進一步包含將該包含乙基矽烷之乙烯空乏之流出物流引入乙基矽烷蒸餾塔以產生相對於自該吸附器產生之該乙烯空乏之流出物流的包含純化矽烷產物之乙基矽烷空乏之塔頂餾分及富乙基矽烷底部餾分。
42. 如請求項41之方法，其中藉由將該富乙基矽烷底部餾分輸送至該輕餾分蒸餾塔來使該富乙基矽烷底部餾分再循環。
43. 如請求項36之方法，其中該進料物流直至在作為自該輕餾分蒸餾塔產生之該塔頂餾分、作為自該重餾分蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分或自該重餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之底部餾分排出時，實質上不發生任何反應。
44. 如請求項26之方法，其中該含矽烷物流實質上不含鹼金屬或鹼土金屬矽烷。
45. 如請求項26之方法，其中該含矽烷物流實質上不含三氯矽烷、四氯矽烷及四氟矽烷。

46. 如請求項27之方法，其中在該氣液分離器中分離之該矽烷空乏之氣態物流中矽烷之量低於自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分中之矽烷的約10 wt%。
47. 如請求項36之方法，其中在該氣液分離器中分離之該矽烷空乏之氣態物流及自該重餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之底部餾分中矽烷之總量低於該含矽烷物流中之矽烷的約15 wt%。
48. 一種純化含矽烷物流之方法，該物流包含矽烷、一或多種沸點低於矽烷之化合物及一或多種沸點高於矽烷之化合物，該方法包含：

將該含矽烷物流引入輕餾分蒸餾塔中以產生相對於該含矽烷物流之矽烷空乏之塔頂餾分及富矽烷底部餾分，該矽烷空乏之塔頂餾分包含矽烷且富含沸點低於矽烷之化合物；

冷卻自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分以冷凝其中該矽烷之一部分；

將自該輕餾分蒸餾塔產生之該富矽烷底部餾分引入重餾分蒸餾塔以產生相對於自該輕餾分蒸餾塔產生之該富矽烷底部餾分之富矽烷塔頂餾分及矽烷空乏之底部餾分，該矽烷空乏之底部餾分包含矽烷且相對於自該輕餾分蒸餾塔產生之該富矽烷底部餾分富含一或多種沸點高於矽烷之化合物；及

將自該重餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之底部餾分引入矽烷回收分離單元中以產生相對於自該重餾分蒸餾塔

產生之該矽烷空乏之底部餾分之富矽烷餾分及矽烷空乏之餾分。

49. 如請求項48之方法，其包含將該矽烷經冷凝之塔頂餾分引入氣液分離器以產生氣態物流及含有經冷凝矽烷之液體物流。
50. 如請求項49之方法，其中將該液體物流引入該輕餾分蒸餾塔中。
51. 如請求項50之方法，其中在引入該輕餾分蒸餾塔中之前汽化該液體物流。
52. 如請求項48之方法，其中藉由將自該矽烷回收蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分引入該輕餾分蒸餾塔中來使其再循環。
53. 如請求項48之方法，其中將自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分引入冷凝器中以冷凝該矽烷空乏之塔頂餾分中之矽烷的一部分。
54. 如請求項49之方法，其中使該液體物流與自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分熱接觸以冷凝自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分中之矽烷的一部分。
55. 如請求項54之方法，其中將該液體物流及自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分引入交換器中以冷凝該矽烷之一部分。
56. 如請求項48之方法，其中該矽烷回收分離單元係蒸餾塔，其產生相對於自該重餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏

- 之底部餾分的富矽烷塔頂餾分及矽烷空乏之底部餾分。
57. 如請求項48之方法，其中該一或多種沸點低於矽烷之化合物選自由以下組成之群：氫、氮及甲烷。
58. 如請求項48之方法，其中該一或多種沸點高於矽烷之化合物選自由以下組成之群：乙烷、乙烯、乙基矽烷、二乙基矽烷、甲苯、二甲氧基乙烷及其混合物。
59. 如請求項48之方法，其中該含矽烷物流及自該重餾分蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分包含乙烯，且其中將自該重餾分蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分引入吸附器中以移除該乙烯之一部分並形成乙烯空乏之流出物流。
60. 如請求項59之方法，其中該吸附器包含分子篩，其使該乙烯之一部分與矽烷反應並形成乙基矽烷，該方法進一步包含將該包含乙基矽烷之乙烯空乏之流出物流引入乙基矽烷蒸餾塔以產生相對於自該吸附器產生之該乙烯空乏之流出物流的包含純化矽烷產物之乙基矽烷空乏之塔頂餾分及富乙基矽烷底部餾分。
61. 如請求項60之方法，其中藉由將該富乙基矽烷底部餾分引入該輕餾分蒸餾塔中來使該富乙基矽烷底部餾分再循環。
62. 如請求項61之方法，其中該含矽烷物流之組份直至在作為自該輕餾分蒸餾塔產生之該塔頂餾分、作為自該重餾分蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分或自該重餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之底部餾分排出時，實質上不發生任何反應。

63. 如請求項48之方法，其中該含矽烷物流實質上不含鹼金屬或鹼土金屬矽烷。
64. 如請求項48之方法，其中該含矽烷物流實質上不含三氯矽烷、四氯矽烷及四氟矽烷。
65. 如請求項48之方法，其中自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分中之矽烷的至少約90%經冷凝。
66. 如請求項48之方法，其中自該矽烷回收分離單元產生之該矽烷空乏之底部餾分中矽烷之量低於自該重餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之底部餾分中之矽烷的約5 wt%。
67. 如請求項48之方法，其中該氣態物流中矽烷之量低於自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分中之矽烷的約6 wt%。
68. 如請求項49之方法，其中該氣態物流及自該矽烷回收分離單元產生之該矽烷空乏之底部餾分中矽烷之總量低於該含矽烷物流中之矽烷的約3 wt%。
69. 一種純化含矽烷物流之系統，該含矽烷物流包含矽烷及一或多種沸點低於矽烷之化合物，該系統包含：
- 輕餾分蒸餾塔，其用於產生相對於該含矽烷物流之矽烷空乏之塔頂餾分及富矽烷底部餾分，該矽烷空乏之塔頂餾分包含矽烷及沸點低於矽烷之化合物；
- 冷凝器，其用於冷凝自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分中之矽烷的一部分；及
- 氣液分離器，其用於產生氣態物流及含有經冷凝矽烷

之液體物流。

70. 如請求項 69 之系統，其包含：

輸送裝置，其用於將自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分輸送至該冷凝器；及

輸送裝置，其用於將該矽烷經冷凝之塔頂餾分輸送至該氣液分離器。

71. 如請求項 69 之系統，其包含：

交換器，其用於使該液體物流與自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分熱接觸以冷凝自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分中之矽烷的一部分；及

輸送裝置，其用於將自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分輸送至該交換器；及

輸送裝置，其用於將在該交換器中產生之該部分冷凝之矽烷空乏之塔頂餾分輸送至該冷凝器。

72. 如請求項 69 之系統，其包含輸送裝置，該輸送裝置用於將該液體物流或其汽化產物輸送至該輕餾分蒸餾塔。

73. 如請求項 69 之系統，其包含：

重餾分蒸餾塔，其用以產生相對於自該輕餾分蒸餾塔產生之該富矽烷底部餾分的富矽烷塔頂餾分及矽烷空乏之底部餾分，自該重餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之底部餾分富含沸點高於矽烷之化合物；

輸送裝置，其用於將來自該輕餾分蒸餾塔之該富矽烷底部餾分輸送至該重餾分蒸餾塔。

74. 如請求項 69 之系統，其包含：

重餾分蒸餾塔，其用以產生相對於引入該重餾分蒸餾塔中之進料物流的富含沸點低於矽烷之化合物之富矽烷塔頂餾分及富含沸點高於矽烷之化合物之矽烷空乏之底部餾分；及

輸送裝置，其用於將自該重餾分蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分輸送至該輕餾分蒸餾塔。

75. 如請求項73之系統，其包含：

吸附器，其用於在自該重餾分蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分中移除一部分乙烯並形成乙烯空乏之流出物流；及

輸送裝置，其用於將自該重餾分蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分輸送至該吸附器。

76. 如請求項75之系統，其中該吸附器包含分子篩，其使該乙烯之一部分與矽烷反應並形成乙基矽烷，該系統包含：

乙基矽烷蒸餾塔，其用以產生相對於自該吸附器產生之該乙烯空乏之流出物流的包含純化矽烷產物之乙基矽烷空乏之塔頂餾分及富乙基矽烷底部餾分；及

輸送裝置，其用於將包含乙基矽烷之乙烯空乏之該流出物流輸送至該乙基矽烷蒸餾塔。

77. 如請求項76之系統，其包含輸送裝置，該輸送裝置用於將該富乙基矽烷底部餾分輸送至該輕餾分蒸餾塔中。

78. 一種純化含矽烷物流之系統，該含矽烷物流包含矽烷及一或多種沸點高於矽烷之化合物及一或多種沸點低於矽

烷之化合物，該系統包含：

輕餾分蒸餾塔，其用於產生相對於該含矽烷物流之矽烷空乏之塔頂餾分及富矽烷底部餾分，該矽烷空乏之塔頂餾分包含矽烷及沸點低於矽烷之化合物；

冷凝器，其用於冷凝自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分中之矽烷的一部分；

重餾分蒸餾塔，其用於產生相對於自該輕餾分蒸餾塔產生之該富矽烷底部餾分的富矽烷塔頂餾分及矽烷空乏之底部餾分，自該重餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之底部餾分包含矽烷且相對於該含矽烷物流富含一或多種沸點高於矽烷之化合物；及

矽烷回收蒸餾塔，其用於產生相對於自該重餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之底部餾分的富矽烷塔頂餾分及矽烷空乏之底部餾分。

79. 如請求項78之系統，其包含：

輸送裝置，其用於將自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分輸送至該冷凝器；

輸送裝置，其用於將自該輕餾分蒸餾塔產生之該富矽烷底部餾分輸送至該重餾分蒸餾塔；及

輸送裝置，其用於將自該重餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之底部餾分輸送至該矽烷回收蒸餾塔。

80. 如請求項78之系統，其包含：

氣液分離器，其用於產生氣態物流及含有經冷凝矽烷之液體物流；及

輸送裝置，其用於將自該冷凝器產生之該矽烷經冷凝之塔頂餾分輸送至該氣液分離器。

81. 如請求項80之系統，其包含輸送裝置，該輸送裝置用於將該液體物流或其汽化產物輸送至該輕餾分蒸餾塔。

82. 如請求項78之系統，其包含輸送裝置，該輸送裝置用於將自該矽烷回收蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分輸送至該輕餾分蒸餾塔。

83. 如請求項78之系統，其包含：

交換器，其用於使該液體物流與自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分熱接觸以冷凝自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分中之矽烷的一部分；及

輸送裝置，其用於將自該輕餾分蒸餾塔產生之該矽烷空乏之塔頂餾分輸送至該交換器；及

輸送裝置，其用於將在該交換器中產生之該部分冷凝之矽烷空乏之塔頂餾分輸送至該冷凝器。

84. 如請求項78之系統，其包含：

吸附器，其用於在自該重餾分蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分中移除一部分乙烯並形成乙烯空乏之流出物流；及

輸送裝置，其用於將自該重餾分蒸餾塔產生之該富矽烷塔頂餾分輸送至該吸附器。

85. 如請求項84之系統，其中該吸附器包含分子篩，其使該乙烯之一部分與矽烷反應並形成乙基矽烷，該系統包含：

乙基矽烷蒸餾塔，其用以產生相對於自該吸附器產生之該乙烯空乏之流出物流的包含純化矽烷產物之乙基矽烷空乏之塔頂餾分及富乙基矽烷底部餾分；及

輸送裝置，其用於將包含乙基矽烷之乙烯空乏之該流出物流輸送至該乙基矽烷蒸餾塔。

86. 如請求項85之系統，其包含輸送裝置，該輸送裝置用於將該富乙基矽烷底部餾分輸送至該輕餾分蒸餾塔。

八、圖式：

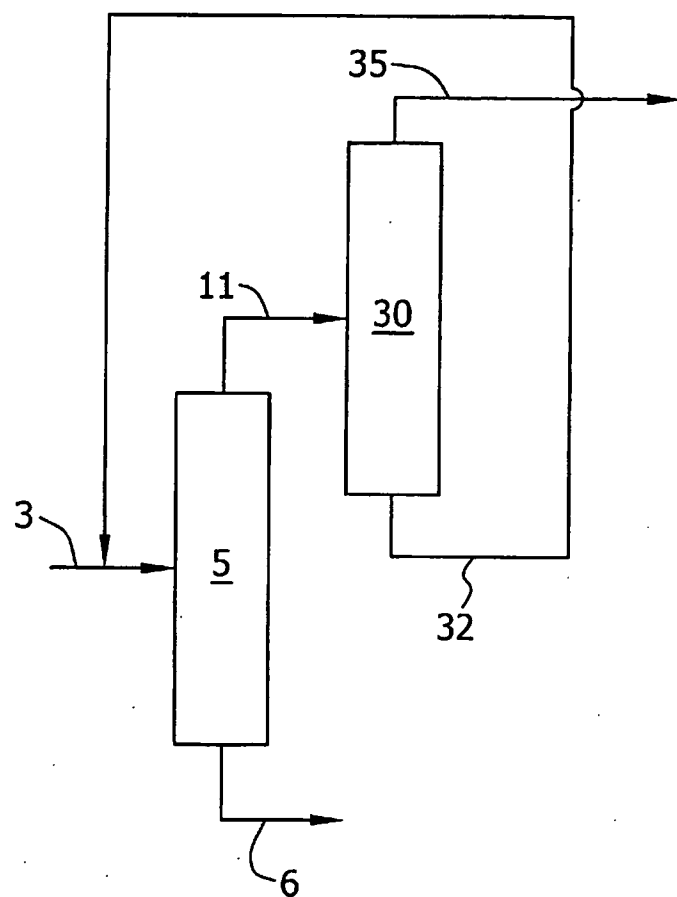


圖 1

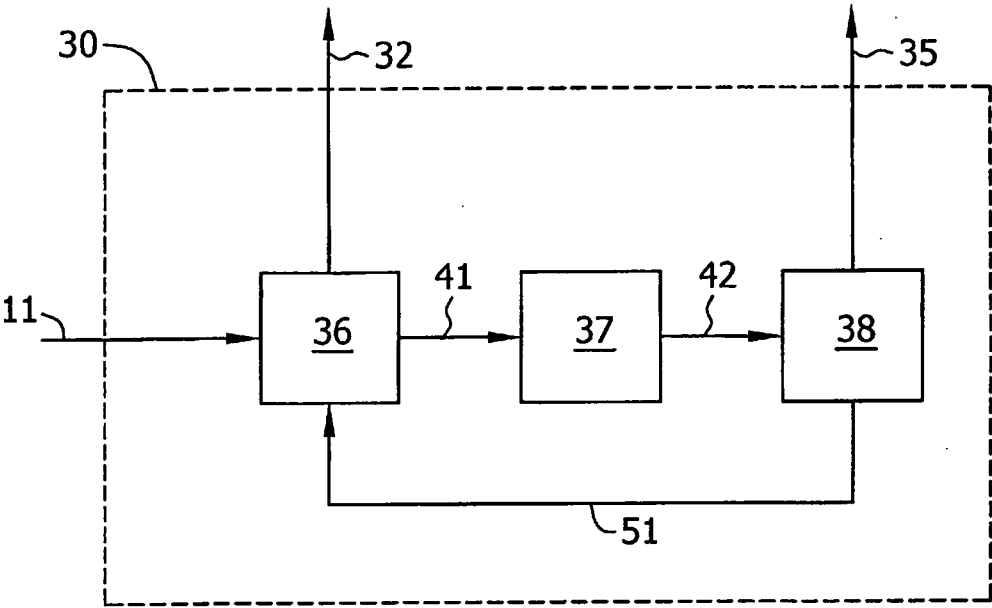


圖2

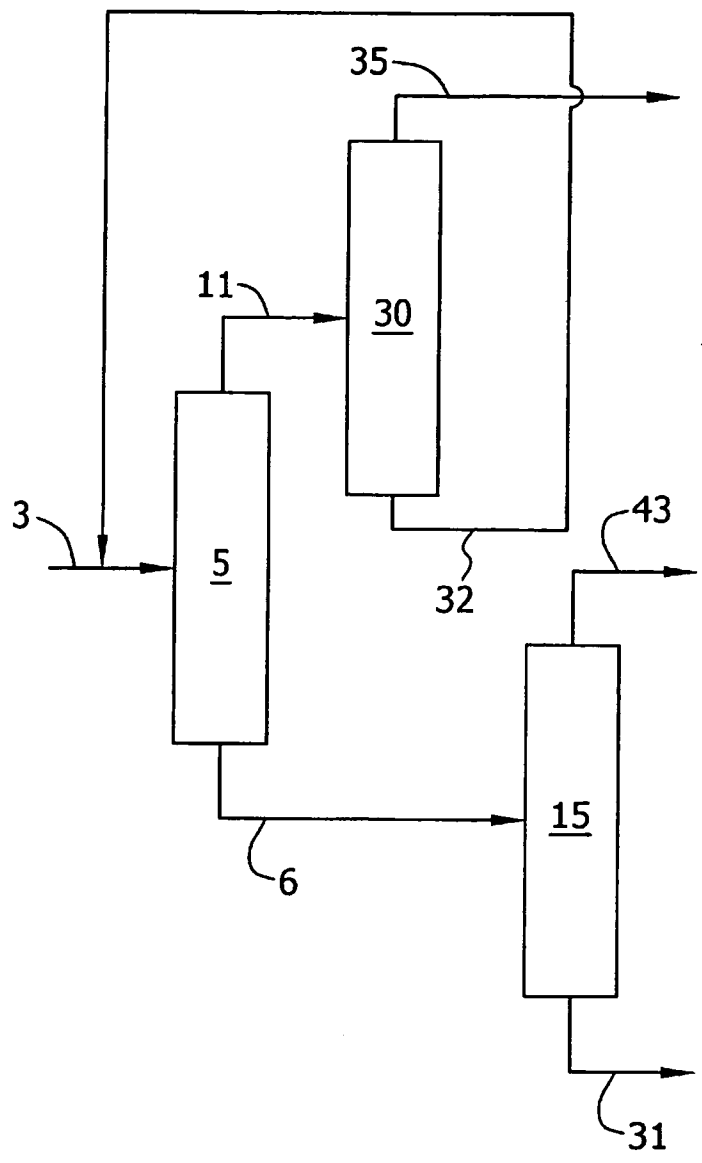


圖3

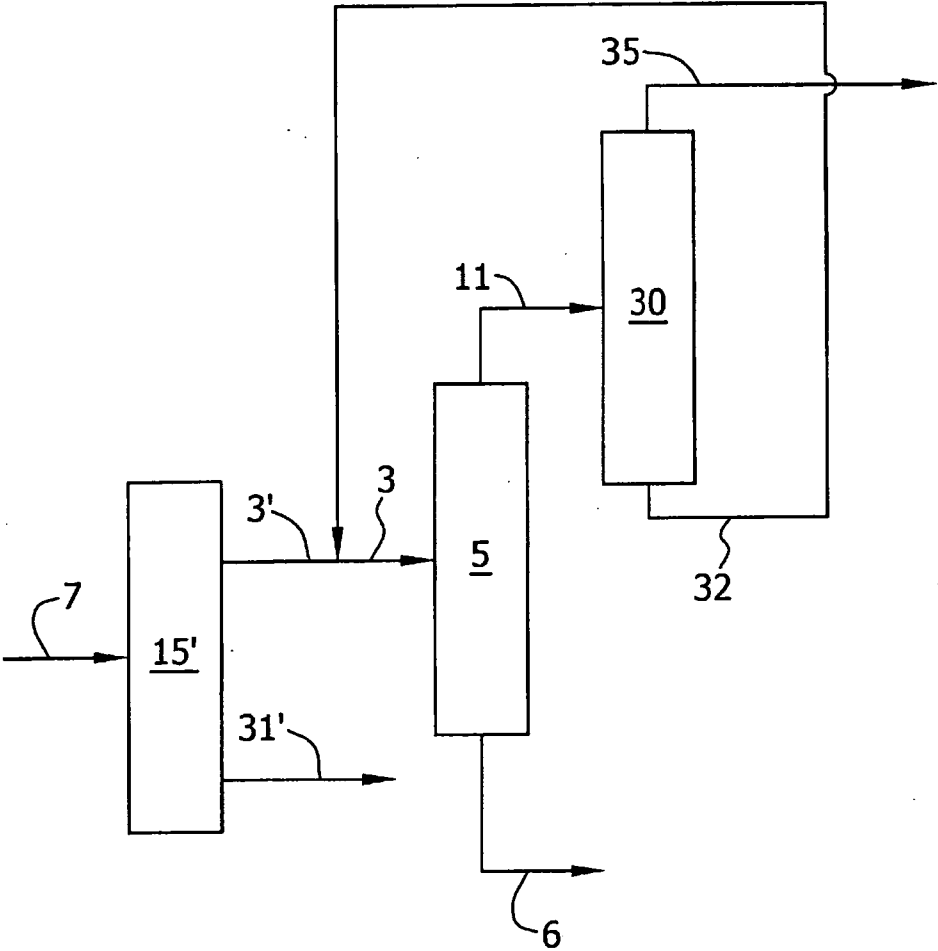


圖4

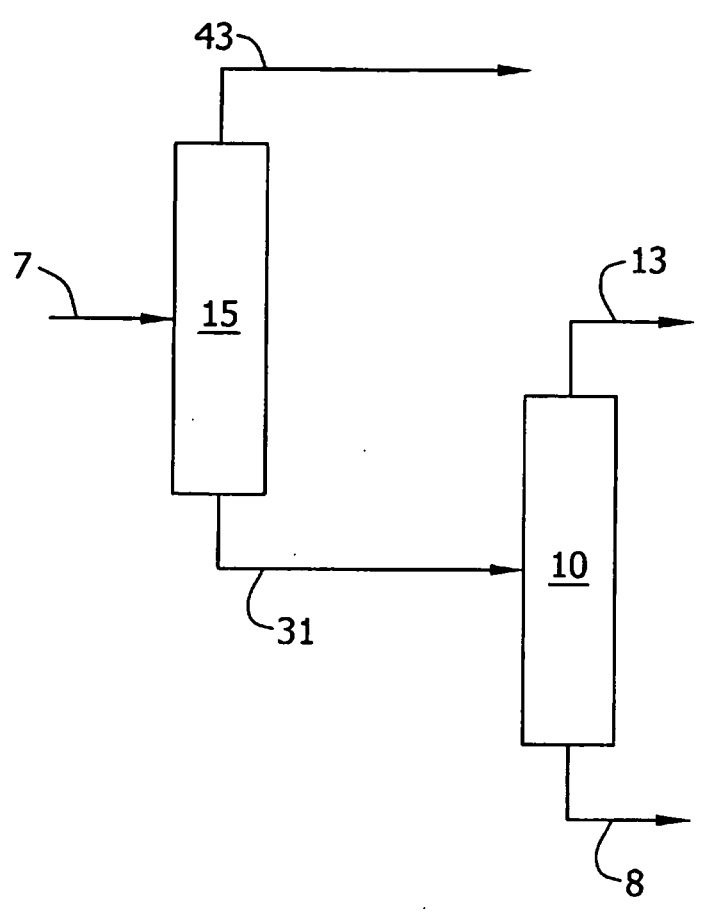


圖 5

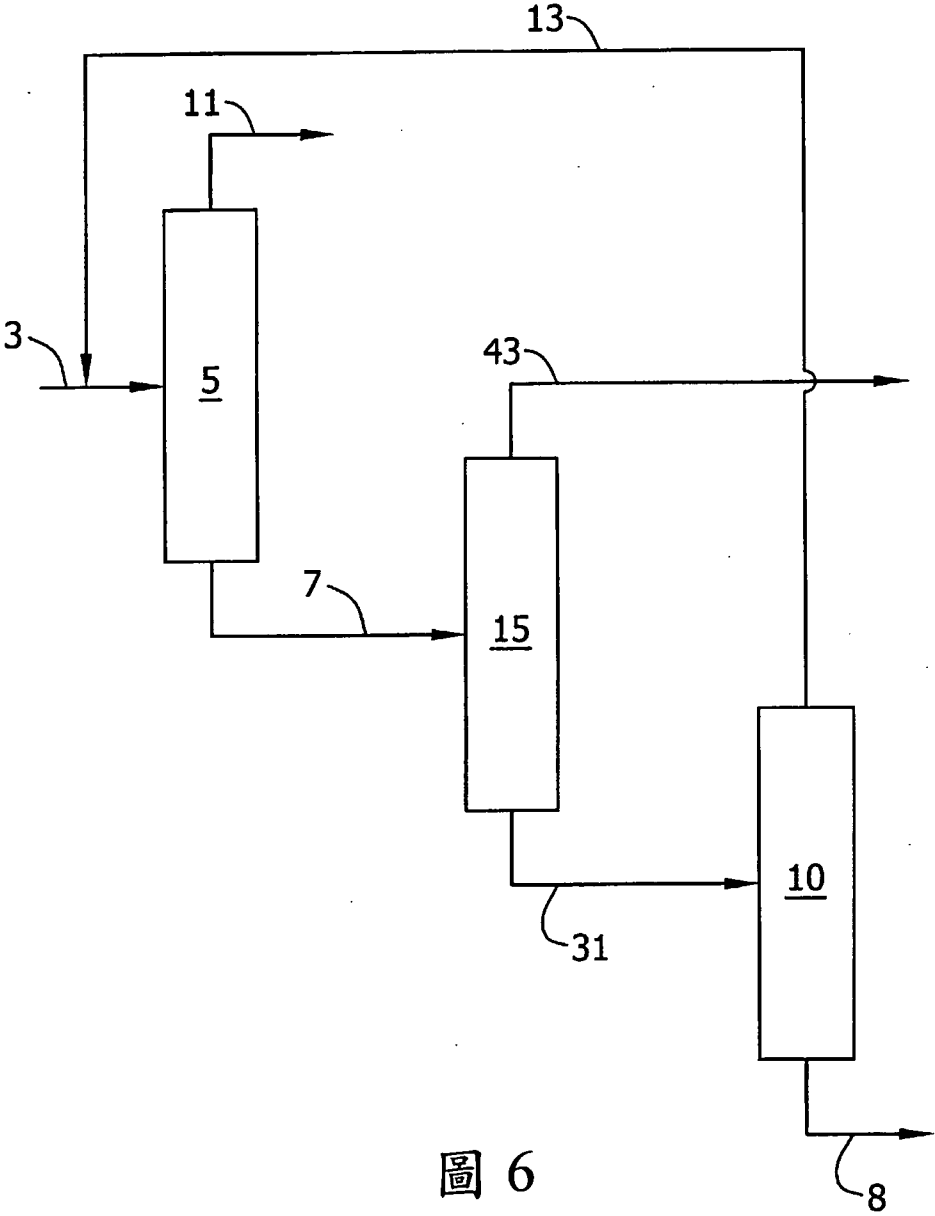


圖 6

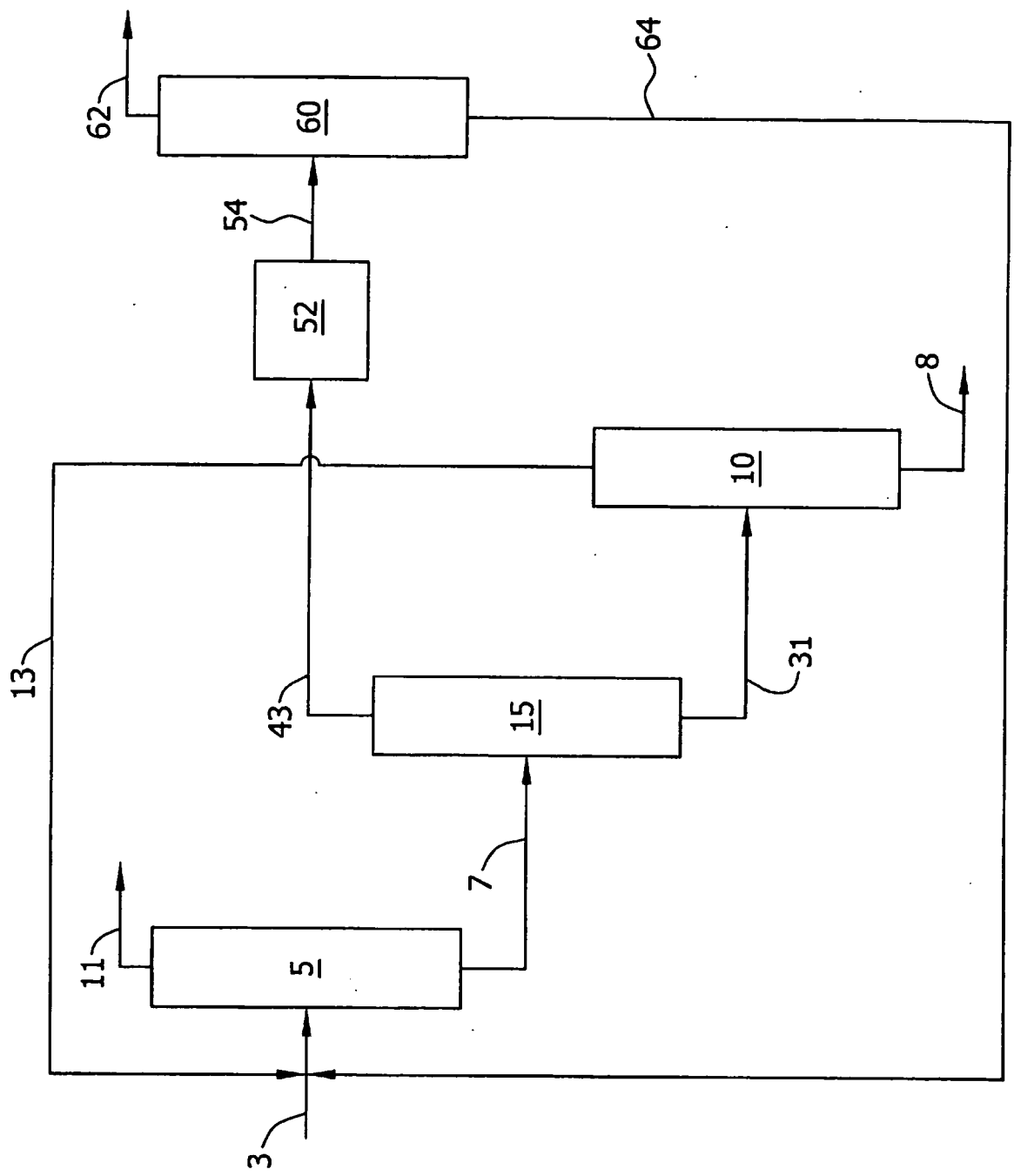


圖 7

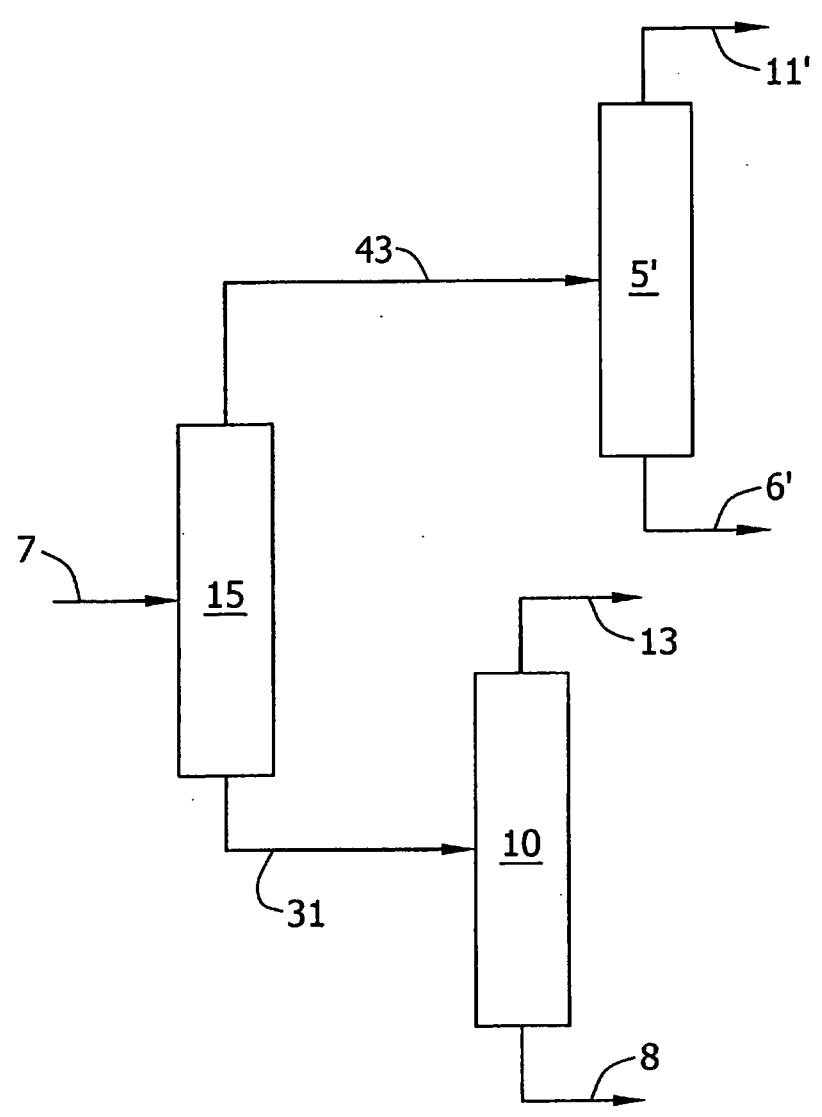


圖 8

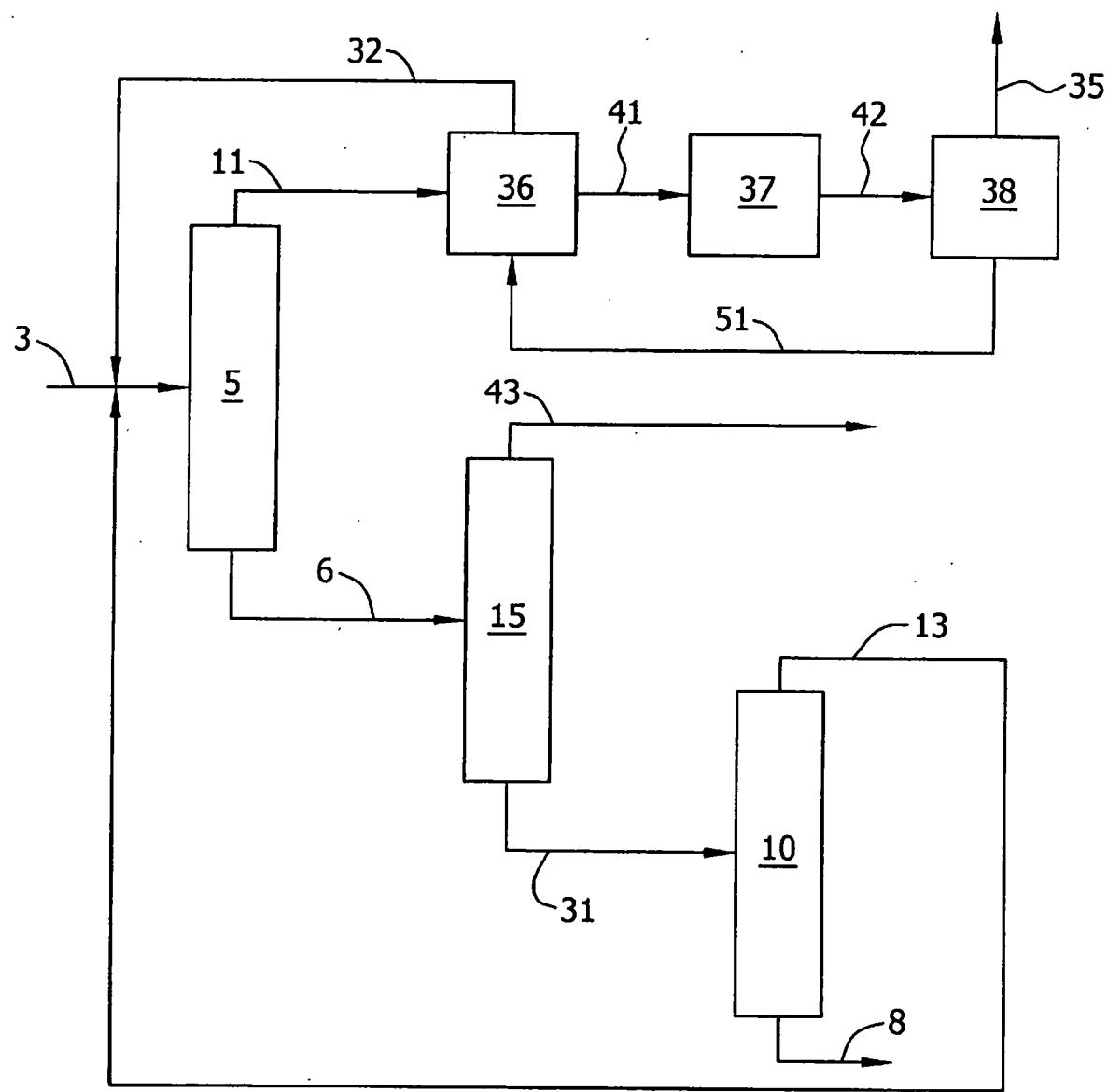


圖9