(19) **Bundesrepublik Deutschland**
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 695 31 424 T2** 2004.07.01

(12) # Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 0 684 245 B1**
(21) Deutsches Aktenzeichen: **695 31 424.6**
(96) Europäisches Aktenzeichen: **95 303 313.1**
(96) Europäischer Anmeldetag: **17.05.1995**
(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **29.11.1995**
(97) Veröffentlichungstag der Patenterteilung beim EPA: **06.08.2003**
(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **01.07.2004**

(51) Int Cl.[7]: **C07F 7/12**
C07F 7/20

(30) Unionspriorität:
247812 **23.05.1994** **US**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
DE, FR, GB, IT

(73) Patentinhaber:
Dow Corning Corp., Midland, Mich., US

(74) Vertreter:
Spott & Weinmiller, 80336 München

(72) Erfinder:
Almquist, Catherine Lynn Bothe, West Chester, Ohio, US; Diaz, Michael Anthony, Louisville, US; Halm, Roland Lee, Midland, Michigan, US; Hasler, Jr., James Richard, Madison, Indiana, US; Smith, James Scott, Midland, Michigan 48642, US

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Reinigung von Halosilanen**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Reinigung von Halogensilanen. Das Verfahren besteht aus einem In-Berührung-Bringen eines ein Halogensilan und einen Kohlenwasserstoff umfassenden Gemisches mit einem Adsorptionsmittel, das für den Kohlenwasserstoff selektiv ist, wodurch der Kohlenwasserstoffgehalt des Gemisches verringert wird. Unser Verfahren eignet sich insbesondere zur Entfernung von Kohlenwasserstoffverunreinigungen aus Chlorsilanen, wobei die Kohlenwasserstoffverunreinigungen einen Siedepunkt aufweisen, der dem der Chlorsilane ähnlich ist.

[0002] Kohlenwasserstoffverunreinigungen in Halogensilanen erzeugen Qualitätsprobleme, wie einen unerwünschten Geruch und eine unerwünschte Farbe, nicht nur in den Halogensilanen, sondern auch in den aus den Halogensilanen hergestellten Produkten. Darüber hinaus sammeln sich in cyclischen Verfahren unter Verwendung von Halogensilanen als Beschickungsmaterial und bei Gewinnung nicht umgesetzter Materialien und Rückführung in das Verfahren Kohlenwasserstoffe in dem Verfahren an, was zu einer Verringerung der Verfahrenskapazität und einer Beeinträchtigung der Betriebssteuerung führt. Häufig ist es schwierig, diese Kohlenwasserstoffverunreinigungen aus den Halogensilanen durch Standardverfahren, wie eine Destillation, aufgrund ähnlicher Siedepunkte zu entfernen.

[0003] Das vorliegende Verfahren eignet sich insbesondere zur Entfernung von Kohlenwasserstoffveruweinigungen aus durch Reaktion eines Organohalogenids mit Siliciummetalloid in Gegenwart eines geeigneten Katalysators hergestellten Halogensilanen (vgl. die Beschreibung in der US 2 380 995 A).

[0004] Die Verwendung von Adsorptionsmitteln zur Gewinnung von Kohlenwasserstoffen aus Gemischen von Luft und Kohlenwasserstoffen, beispielsweise solchen, die während der Herstellung und dem Transfer von Erdölprodukten erzeugt werden, ist in den folgenden Patentschriften beschrieben: US 4 056 369 A, US 4 066 423 A, US 4 462 811 A und US 4 338 101 A. Ein typisches zur Gewinnung dieser Kohlenwasserstoffe verwendetes Adsorptionsmittel ist Aktivkohle.

[0005] Die US 4 305 734 A beschreibt ein Verfahren zur Gewinnung von Methan, das aus industriellen Vorgängen, wie Kohleminen, abgelassen werden. Das Verfahren besteht aus einem Führen eines Kohlenwasserstoffträgergasgemisches durch ein Adsorptionsmittelbett mit der Fähigkeit zur selektiven Adsorption der Kohlenwasserstoffkomponenten aus dem Gemisch unter Bildung eines Stroms eines im Wesentlichen kohlenwasserstofffreien Trägergases. Das Verfahren eignet sich insbesondere zur Abtrennung von Methan aus Luft und ferner zur Trennung von Ethylen von Luft- oder Stickstoffströmen, die aus Polyethylenherstellungsanlagen abgelassen werden.

[0006] Die US 4 784 672 A lehrt, dass Aktivkohle zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen und Halogenkohlenwasserstoffen aus Methan und Kohlendioxid, die in Mülldeponiegasen vorhanden sind, verwendet werden kann.

[0007] Die US 4 421 532 A offenbart ein Verfahren zur Gewinnung von flüchtigen organischen Substanzen aus industriellen Abgasen. Das Verfahren umfasst das Führen des Abgases durch ein Bett eines Adsorptionsmittels, wie Aktivkohle, Silicagel, Aluminiumoxid oder Molekularsieb, um flüchtige organische Substanzen zu entfernen. Anschließend wird das Adsorptionsmittelbett durch Strippen mit Dampf oder einem heißen Gas regeneriert.

[0008] Das tschechische Patent 89 396 zeigt ein Verfahren zur Gewinnung von Methylchlorid aus den direkten Verfahren zur Gewinnung von Organochlorsilanen. Bei diesem Verfahren wird das aus dem direkten Verfahren erhaltene gasförmige Gemisch zuerst mit einer verdünnten NaOH- oder KOH-Lösung zur Entfernung von hydrolisierbaren Methylchlorsilanen behandelt. Das behandelte Gas wird anschließend mit Aktivkohle, die das Methylchlorid adsorbiert, in Berührung gebracht. Das Methylchlorid wird nachfolgend aus der Aktivkohle durch thermische Desorption, in einigen Fällen unter gleichzeitiger Druckreduktion, gewonnen.

[0009] Die GB 1 567 096 A offenbart ein Verfahren zur Entfernung von Biphenylen aus unreinen Silanen und Siloxanen durch (1) In-Kontakt-Bringen eines ersten Stroms von unreinen Silanen und Siloxanen, die Biphenyle enthalten, mit einem Adsorptionsmittelbett, das aus Molekülsieben und Kohle ausgewählt ist, und (2) Adsorbieren der Biphenyle aus dem ersten Strom von Silanen und Siloxanen auf dem Adsorptionsmittelbett und (3) Entfernen eines zweiten Stroms von gereinigten Silanen und Siloxanen, der eine kleinere Menge Biphenyle als der erste Strom enthält, aus dem Absorptionsmittelbett.

[0010] Die US 4 156 689 A offenbart ein Verfahren zur Reinigung von wasserstoffhaltigen Silanen und Siloxanen durch (1) In-Berührung-Bringen von wasserstoffhaltigen Silanen und Siloxanen, die keine aromatischen Substituentengruppen aufweisen, mit einem Adsorptionsmittelbett, das ein Adsorptionsmittelmaterial umfasst, das aus Kohle und Molekülsieben ausgewählt ist, um daraus alle Verunreinigungen, die den Platinkatalysator vergiften würden, zu entfernen und (2) Entfernen der gereinigten Silane und Siloxane aus dem Adsorptionsmittelbett.

[0011] Wir haben festgestellt, dass Kohlenwasserstoffverunreinigungen, die in Halogensilanflüssigkeiten und -gasen vorhanden sind, in unerwarteter Weise durch In-Berührung-Bringen der Halogensilanflüssigkeit oder des Halogensilangases mit einem Adsorptionsmittel, das für den Kohlenwasserstoff selektiv ist, verringert werden können. Der Stand der Technik erkennt nicht, dass derartige Adsorptionsmittel selektiv Kohlenwasserstoffverunreinigungen aus Halogensilanflüssigkeiten und -gasen adsorbieren.

[0012] Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist

ein Verfahren zur Verringerung des Kohlenwasserstoffgehalts von Halogensilanen, wobei das Verfahren ein In-Berührung-Bringen eines flüssigen Gemisches, das ein Halogensilan der Formel $R_aH_bSiX_{4-a-b}$, worin a für 0 bis 3 steht, b für 0 steht, a + b für 0 bis 3 steht, X für ein Halogen steht und R aus Methyl, Ethyl, Propyl, tert.-Butyl, Vinyl und Allyl ausgewählt ist, und einen Kohlenwasserstoff umfasst, mit einem für den Kohlenwasserstoff selektiven Adsorptionsmittel, das aus Aktivkohlen, synthetischen kohlenstoffhaltigen Materialien und Zeoliten mit hohem Siliciumdioxidgehalt ausgewählt ist, wodurch der Kohlenwasserstoffgehalt des Gemisches verringert wird.

[0013] Das bevorzugte Halogen X ist Chlor.

[0014] Das Halogensilan kann Trimethylchlorsilan, Dimethyldichlorsilan, Tetrachlorsilan, Methylvinyldichlorsilan und Dimethyldivinylchlorsilan sein.

[0015] Durch das vorliegende Verfahren entfernte Kohlenwasserstoffe sind solche, die sich typischerweise in Spurenmengen in Halogensilanen nach Destillationsverfahren finden. Die speziellen Typen der in den Halogensilanen vorhandenen Kohlenwasserstoffe hängen von dem speziellen Halogensilan und dessen Trennungshistorie ab. Diese Kohlenwasserstoffe können gesättigte Kohlenwasserstoffe, ungesättigte Kohlenwasserstoffe und halogenierte Kohlenwasserstoffe umfassen. Unser Verfahren eignet sich insbesondere zur Entfernung dieser Kohlenwasserstoffe mit zu den Siedepunkten des interessierenden Halogensilans ähnlichen Siedepunkten, wobei die Kohlenwasserstoffe durch Destillation nicht leicht abgetrennt werden können. Das vorliegende Verfahren eignet sich insbesondere zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen mit 1 bis 12 Kohlenstoffatomen aus Chlorsilanen.

[0016] Das ein Halogensilan und einen Kohlenwasserstoff umfassende Gemisch wird mit einem für den Kohlenwasserstoff selektiven Adsorptionsmittel in Berührung gebracht, wodurch der Kohlenwasserstoffgehalt des Gemisches verringert wird. Die für den Kohlenwasserstoff selektiven Adsorptionsmittel lassen sich im Allgemeinen durch die folgenden Eigenschaften charakterisieren (1) hydrophob, (2) organophil, (3) neutrale Oberfläche und (4) keine polarisierbaren Seitengruppen. Die genannten Adsorptionsmittel sind aus Aktivkohlen, Zeoliten mit hohem Siliciumdioxidgehalt, wie ZSM-5 und synthetischen kohlenstoffhaltigen Materialien einschließlich Kohlenstoffmolekularsieben, ausgewählt. Spezielle Beispiele für derartige Adsorptionsmittel sind in den Beispielen im Folgenden angegeben.

[0017] Das ein Halogensilan und einen Kohlenwasserstoff umfassende Gemisch kann mit dem für den Kohlenwasserstoff selektiven Adsorptionsmittel nach Standardverfahren zum In-Berührung-Bringen eines gasförmigen oder flüssigen Halogensilans mit einem Feststoff in Berührung gebracht werden. Bevorzugt ist, wenn das Gemisch eine Flüssigkeit ist. Das Verfahren kann als Chargenverfahren oder kontinuierliches Verfahren durchgeführt werden. In einem bevorzugten Verfahren wird sobald das Adsorptionsmittel mit Kohlenwasserstoff gesättigt ist und ein Durchbrechen erfolgt, das Adsorptionsmittel anschließend desorbiert und in das Verfahren zurückgeführt. Das Verfahren kann als kontinuierliches Verfahren unter Verwendung mehrerer Betten aus Adsorptionsmittelmaterial durchgeführt werden, wobei die Adsorption und Desorption der Betten in Stufen unterteilt ist, um ein kontinuierliches Verfahren bereitzustellen. Die Adsorption und Desorption des für Kohlenwasserstoff selektiven Adsorptionsmittels kann durch Standardverfahren, wie ein Druckswingadsorptions- und -desorptionsverfahren, ein Temperaturswingadsorptions- und -desorptionsverfahren oder eine Kombination aus Druck- und Temperaturswingadsorptions- und -desorptionsverfahren erreicht werden. Das Desorptionsverfahren des Adsorptionsmittels ist für unser Verfahren nicht kritisch und kann ein beliebiges der auf dem einschlägigen Fachgebiet bekannten Verfahren sein.

[0018] In einer bevorzugten Ausführungsform umfasst das erfindungsgemäß beanspruchte Verfahren ein Desorbieren des Adsorptionsmittels durch Verringern des Drucks unter den Druck, bei dem das Gemisch mit dem Adsorptionsmittel in Berührung gebracht wurde.

[0019] In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform umfasst das erfindungsgemäß beanspruchte Verfahren ein Desorbieren des Adsorptionsmittels durch Erhöhen der Temperatur des Verfahrens über eine Temperatur, bei der das Gemisch mit dem Adsorptionsmittel in Berührung gebracht wurde.

[0020] Die Zeitdauer während der sich das das Halogensilan und den Kohlenwasserstoff enthaltende Gemisch in Kontakt mit dem für den Kohlenwasserstoff selektiven Adsorptionsmittel befindet, hängt von dem speziellen verwendeten Adsorptionsmittel, dem zu adsorbierenden Kohlenwasserstoff und der Kohlenwasserstoffkonzentration ab. Beispiele für geeignete Kontaktzeiten sind hier und im Folgenden angegeben. Im Allgemeinen wird jede beliebige Kontaktzeit, die ausreicht, um ein beliebiges oder alle Kohlenwasserstoffe aus dem Gemisch zu adsorbieren, als geeignet angesehen.

[0021] Die folgenden Beispiele sollen die vorliegende Erfindung veranschaulichen. Diese Beispiele sollen den Umfang der vorliegenden Patentansprüche nicht einschränken. Die in den Beispielen behandelten Chlorsilane wurden vor der Behandlung durch Destillation gereinigt. Die Konzentration der Kohlenwasserstoffe in diesen Chlorsilanen wurde durch Gaschromatographie-(GC)-Analyse unter Verwendung eines Flammenionisationsdetektors (FID) bestimmt.

Beispiel 1

[0022] Die Fähigkeit eines vernetzten Polystyrolpolymers zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Trimethylchlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung

erfolgte durch Einbringen von 1 g Amberilite™ XAD-4-Harz (Rohm and Haas, Philadelphia, PA) in einen Kolben. Eine Probe von 20 g Trimethylchlorsilan, das 3.977 ppm gesättigte Kohlenwasserstoffe enthielt, wurde in den Kolben gegeben. Der das Gemisch enthaltende Kolben wurde 2 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe entnommen und durch GC-FID analysiert. Es wurde keine signifikante Reduktion des Kohlenwasserstoffgehaltes des Trimethylchlorsilans beobachtet.

Beispiel 2

[0023] Die Fähigkeit eines Ionenaustauschharzes zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Dimethyldichlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 5 g XUS-40285™ Ionenaustauschharz (The Dow Chemical Company, Midland, MI) in einen Kolben. Eine Probe von 42 g Dimethyldichlorsilan, das 410 ppm gesättigte Kohlenwasserstoffe enthielt, wurde in den Kolben gegeben. Der das Gemisch enthaltende Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe entnommen und durch GC-FID analysiert. Es wurde keine signifikante Reduktion des Kohlenwasserstoffgehaltes des Dimethyldichlorsilans beobachtet.

Beispiel 3

[0024] Die Fähigkeit eines Zeolits mit hohem Siliciumdioxidgehalt zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Trimethylchlorsilan wurde in einem Schüttelvorrichtungstest bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 3 g getrocknetem Purasieve™ 423 Zeolit (UOP, Tarrytown, NY) in einen Kolben. Dieser Zeolit wird als Zeolit mit hohem Siliciumdioxidgehalt mit gleichmäßig großen Hohlräumen, die durch eine Matrix von 0,5 bis 0,8 nm großen Poren verbunden sind, so dass mehr als 0,3 cm^3/g Microporen bereitgestellt werden, beschrieben. Eine Probe von 30 g Trimethylchlorsilan, die 2.389 ppm gesättigte Kohlenwasserstoffe, 212 ppm ungesättigte Kohlenwasserstoffe und 12 ppm chlorierte Kohlenwasserstoffe enthielt, wurde zu dem Zeolit zugegeben. Der das Gemisch enthaltende Kolben wurde periodisch während einer Dauer von 55 Stunden geschüttelt. Anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an gesättigtem Kohlenwasserstoff in der Chlorsilanprobe wurde um 94,2% verringert, der Gehalt an ungesättigtem Kohlenwasserstoff wurde um 99,6% verringert und der Gehalt an chloriertem Kohlenwasserstoff wurde um 50% verringert.

Beispiel 4

[0025] Die Fähigkeit von Zeolit mit einem hohen Siliciumdioxidgehalt zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Trimethylchlorsilan wurde unter Verwendung einer gepackten Säule des Zeolits bewertet. Eine Säule mit einem Innendurchmesser von 4,6 cm wurde mit 116 g Purasieve™ 423 Zeolit beladen. Trimethylchlorsilan, das Kohlenwasserstoffe enthielt, wurde in einer Rate von etwa 35 ml/h durch die Säule geführt. Das Trimethylchlorsilanbeschickungsgut enthielt 2.851 ppm gesättigte Kohlenwasserstoffe, 21 ppm ungesättigte Kohlenwasserstoffe und 67 ppm chlorierte Kohlenwasserstoffe. Nach Sättigung des Adsorptionsmittels wurde die Säule abgelassen und das Adsorptionsmittel durch Hindurchblasen von heißem Stickstoff in einer Rate von 330 ml/min, um die Temperatur der Säule auf 240°C zu erhöhen, regeneriert. Desorbiertes Material wurde in einer kalten Falle bei –20°C gesammelt. Es wurden nahezu 3,6 g Kohlenwasserstoffe in der kalten Falle gesammelt. Trimethylchlorsilan wurde abermals in einer Rate von 35 ml/h zu der Säule geführt, bis das Adsorptionsmittel mit Kohlenwasserstoffen gesättigt war, worauf die Säule, wie zuvor beschrieben, desorbiert wurde. In der kalten Falle wurden ungefähr 4,4 g Kohlenwasserstoffe gesammelt. In dem aus der Säule gesammelten Trimethylchlorsilan wurde der Gehalt an gesättigtem Kohlenwasserstoff um 96,8% verringert, der Gehalt an ungesättigtem Kohlenwasserstoff um 95,2% verringert und chlorierte Kohlenwasserstoffe wurden nicht mehr nachgewiesen.

Beispiel 5

[0026] Die Fähigkeit eines synthetischen kohlenstoffhaltigen Adsorptionsmittels zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Trimethylchlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 0,5 g Ambersorb™ 575 kohlenstoffhaltiges Adsorptionsmittel (Rohm and Haas, Philadelphia, PA) in einen Kolben. Ambersorb™ 575 ist ein pyrrolisiertes sulfoniertes Styrol/Divinylbenzol-Harz mit einer Mesoporosität von 0,20 ml/g und einer Oberfläche von 800 m^2/g. 10 g einer Probe von Trimethylchlorsilan, die 3.696 ppm gesättigte Kohlenwasserstoffe, 17 ppm ungesättigte Kohlenwasserstoffe und 25 ppm chlorierte Kohlenwasserstoffe enthielt, wurde in den Kolben eingetragen. Der Kolben wurde 2 Stunden geschüttelt, worauf eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert wurde. Eine Analyse der Chlorsilanprobe zeigte, dass der Gehalt an gesättigtem Kohlenwasserstoff um 22,7% verringert wurde, der Gehalt an ungesättigtem Kohlenwasserstoff um 52,9% verringert wurde und der Gehalt an chloriertem Kohlenwasserstoff um 44,0% verringert wurde.

Beispiel 6

[0027] Die Fähigkeit von Zeolit mit einem hohen Siliciumdioxidgehalt zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Dimethyldichlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 5 g getrocknetem Purasieve™ 423 Zeolit in einen Kolben. 42 g einer Probe von Dimethyldichlorsilan, die 410 ppm

ungesättigte Kohlenwasserstoffe enthielt, wurde in den Kolben eingetragen. Der Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an ungesättigten Kohlenwasserstoffen in der Chlorsilanprobe wurde um 44,2% verringert.

Beispiel 7

[0028] Die Fähigkeit eines synthetischen kohlenstoffhaltigen Adsorptionsmittels zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Dimethyldichlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 5 g Ambersorb™ 575 kohlenstoffhaltigem Adsorptionsmittel und von 42 g Dimethyldichlorsilan gemäß Beschreibung in Beispiel 6 in einen Kolben. Der Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an nicht gesättigtem Kohlenwasserstoff in der Chlorsilanprobe wurde um 60% verringert.

Beispiel 8

[0029] Die Fähigkeit einer Aktivkohle zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Dimethyldichlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 5 g PWA™ pulverförmige Aktivkohle (Calgon, Pittsburgh, PA) in einen Kolben. 42 g einer Probe von Dimethyldichlorsilan, die 410 ppm ungesättigte Kohlenwasserstoffe enthielt, wurden in den Kolben eingetragen. Der Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an ungesättigtem Kohlenwasserstoff in der Chlorsilanprobe wurde um 56,6% verringert.

Beispiel 9

[0030] Die Fähigkeit einer Aktivkohle zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Dimethyldichlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 5 g 114A AWD™ Aktivkohle (Calgon, Pittsburgh, PA) in einen Kolben. 42 g einer Probe von Dimethyldichlorsilan, die 410 ppm ungesättigte Kohlenwasserstoffe enthielt, wurden in den Kolben eingetragen. Der Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an ungesättigtem Kohlenwasserstoff in der Chlorsilanprobe wurde um 54,4% verringert.

Beispiel 10

[0031] Die Fähigkeit eines synthetischen kohlenstoffhaltigen Adsorptionsmittels zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Dimethylchlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 5 g Ambersorb™ 575 kohlenstoffhaltiges Adsorptionsmittel in einen Kolben. 37 g einer Probe von Dimethylchlorsilan, die 791 ppm gesättigte Kohlenwasserstoffe, 3.782 ppm ungesättigte Kohlenwasserstoffe und 2.612 ppm chlorierte Kohlenwasserstoffe enthielt, wurden in den Kolben eingetragen. Der Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an gesättigten Kohlenwasserstoffen in der Chlorsilanprobe wurde um 16,3% verringert, der Gehalt an ungesättigten Kohlenwasserstoffen wurde um 10,8% verringert und der Gehalt an chlorierten Kohlenwasserstoffen wurde um 34,4% verringert.

Beispiel 11

[0032] Die Fähigkeit einer Aktivkohle zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Dimethylchlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 5 g PWA™ pulverförmige Aktivkohle und von 37 g Dimethylchlorsilan gemäß Beschreibung in Beispiel 10 in einen Kolben. Der Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an gesättigten Kohlenwasserstoffen in der Chlorsilanprobe wurde um 7,0% verringert, der Gehalt an ungesättigten Kohlenwasserstoffen wurde um 14,1% verringert und der Gehalt an chlorierten Kohlenwasserstoffen wurde um 2,2% verringert.

Beispiel 12

[0033] Die Fähigkeit einer Aktivkohle zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Dimethylchlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 5 g 114A AWD™ Aktivkohle und von 37 g Dimethylchlorsilan gemäß Beschreibung in Beispiel 10 in einen Kolben. Der Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an gesättigten Kohlenwasserstoffen in der Chlorsilanprobe wurde um 21,0% verringert, der Gehalt an ungesättigten Kohlenwasserstoffen wurde um 8,1% verringert und der Gehalt an chlorierten Kohlenwasserstoffen wurde um 75,6% verringert.

Beispiel 13

[0034] Die Fähigkeit von Zeolit mit einem hohen Siliciumdioxidgehalt zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Phenylmethyldichlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 5 g Purasieve™ 423 Zeolit in einen Kolben. 45 g einer Probe von Phenylmethyldichlorsilan, die 940 ppm chlorierte Kohlenwasserstoffe, 2.979 aromatische Kohlenwasserstoffe und 29 ppm chlorierte aromatische Kohlenwasserstoffe enthielt, wurde in den Kol-

ben eingetragen. Der Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an chlorierten Kohlenwasserstoffen in der Chlorsilanprobe wurde um 98,7% verringert, der Gehalt an aromatischem Kohlenwasserstoff wurde um 84,4% verringert und chlorierter aromatischer Kohlenwasserstoff wurde nicht nachgewiesen.

Beispiel 14

[0035] Die Fähigkeit eines synthetischen kohlenstoffhaltigen Adsorptionsmittels zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Phenylmethyldichlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 5 g Ambersorb™ 575 kohlenstoffhaltiges Adsorptionsmittel und von 45 g Phenylmethyldichlorsilan gemäß Beschreibung in Beispiel 13 in einen Kolben. Der Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an chloriertem Kohlenwasserstoff in der Chlorsilanprobe wurde um 93,7% verringert, der Gehalt an aromatischem Kohlenwasserstoff wurde um 99,0% verringert chlorierter aromatischer Kohlenwasserstoff wurde nicht nachgewiesen.

Beispiel 15

[0036] Die Fähigkeit einer Aktivkohle zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Phenylmethyldichlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 5 g PWA™ pulverisierte Aktivkohle und von 45 g Phenylmethyldichlorsilan gemäß Beschreibung in Beispiel 14 in einen Kolben. Der Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an chloriertem Kohlenwasserstoff in der Chlorsilanprobe wurde um 28,3% verringert, der Gehalt an aromatischem Kohlenwasserstoff wurde um 59,4% verringert und der Gehalt an chloriertem Kohlenwasserstoff Kohlenwasserstoff wurde um 59,4% verringert und der Gehalt an chloriertem Kohlenwasserstoff wurde um 30,4% verringert.

Beispiel 16

[0037] Die Fähigkeit einer Aktivkohle zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Phenylmethyldichlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 5 g 114A AWD™ Aktivkohle und von 45 g Phenylmethyldichlorsilan gemäß Beschreibung in Beispiel 13 in einen Kolben. Der Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an chloriertem Kohlenwasserstoff in der Chlorsilanprobe wurde um 75,7% verringert, der Gehalt an aromatischem Kohlenwasserstoff wurde um 89,6% verringert und der Gehalt an chloriertem aromatischen Kohlenwasserstoff wurde um 32,3% verringert.

Beispiel 17

[0038] Die Fähigkeit von Zeolit mit einem hohen Siliciumdioxidgehalt zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Phenyltrichlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 3 g Purasieve™ 423 Zeolit in einen Kolben. 60 g einer Probe von Phenyltrichlorsilan, die 462 ppm aromatische Kohlenwasserstoffe enthielt, wurde in den Kolben eingetragen. Der Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an aromatischem Kohlenwasserstoff in der Chlorsilanprobe wurde um 88,8% verringert.

Beispiel 18

[0039] Die Fähigkeit eines synthetischen kohlenstoffhaltigen Adsorptionsmittels zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Phenyltrichlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 3 g Ambersorb™ 575 kohlenstoffhaltiges Adsorptionsmittel und von 60 g Phenyltrichlorsilan gemäß Beschreibung in Beispiel 17 in einen Kolben. Der Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an aromatischem Kohlenwasserstoff in dem Chlorsilangemisch wurde um 90,2% verringert.

Beispiel 19

[0040] Die Fähigkeit von Zeolit mit einem hohen Siliciumdioxidgehalt zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Trichlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 5 g Purasieve™ 423 Zeolit in einen Kolben. 42 g einer Probe von Trichlorsilan, die 847 ppm gesättigte Kohlenwasserstoffe enthielt, wurde in den Kolben eingetragen. Der Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an gesättigtem Kohlenwasserstoff in der Chlorsilanprobe wurde um 22,0% verringert.

Beispiel 20

[0041] Die Fähigkeit von Zeolit mit einem hohen Siliciumdioxidgehalt zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Tetrachlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 5 g Purasieve™ 423 Zeolit in einen Kolben. 48 g einer Probe von Tetrachlorsilan, die 1.216 ppm gesättigte Kohlenwasserstoffe enthielt, wurde in den Kolben eingetragen. Der Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an

gesättigtem Kohlenwasserstoff in der Chlorsilanprobe wurde um 20,7% verringert.

Beispiel 21

[0042] Die Fähigkeit eines synthetischen kohlenstoffhaltigen Adsorptionsmittels zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Tetrachlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 5 g Ambersorb™ 575 kohlenstoffhaltiges Adsorptionsmittel und von 48 g Tetrachlorsilan gemäß Beschreibung in Beispiel 20 in einen Kolben. Der Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an gesättigtem Kohlenwasserstoff in der Chlorsilanprobe wurde um 21,1% verringert.

Beispiel 22

[0043] Die Fähigkeit einer Aktivkohle zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Tetrachlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 5 g PWA™ pulverisierte Aktivkohle und von 48 g Tetrachlorsilan gemäß Beschreibung in Beispiel 20 in einen Kolben. Der Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an gesättigtem Kohlenwasserstoff in der Chlorsilanprobe wurde um 3,1% verringert.

Beispiel 23

[0044] Die Fähigkeit einer Aktivkohle zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Tetrachlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 5 g 114A AWD™ Aktivkohle und von 48 g Tetrachlorsilan gemäß Beschreibung in Beispiel 21 in einen Kolben. Der Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an gesättigtem Kohlenwasserstoff in der Chlorsilanprobe wurde um 6,7% verringert.

Beispiel 24

[0045] Die Fähigkeit von Zeolit mit einem hohen Siliciumdioxidgehalt zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Dimethylvinylchlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 5 g getrocknetem Purasieve™ 423 Zeolit in einen Kolben. 37 g einer Probe von Dimethylvinylchlorsilan, die 134 ppm gesättigte Kohlenwasserstoffe, 858 ppm ungesättigte Kohlenwasserstoffe und 1.557 ppm chlorierte Kohlenwasserstoffe enthielt, wurde in den Kolben eingetragen. Der Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an gesättigtem Kohlenwasserstoff in der Chlorsilanprobe wurde um 94,8% verringert, der Gehalt an ungesättigtem Kohlenwasserstoff wurde um 97,4% verringert und der Gehalt an chloriertem Kohlenwasserstoff wurde um 37,3% verringert.

Beispiel 25

[0046] Die Fähigkeit eines synthetischen kohlenstoffhaltigen Adsorptionsmittels zur Entfernung von Kohlenwas- serstoffen aus Dimethylvinylchlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 5 g Ambersorb™ 575 kohlenstoffhaltiges Adsorptionsmittel und von 36 g Dimethylvinylchlorsilan gemäß Beschreibung in Beispiel 24 in einen Kolben. Der Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an gesättigtem Kohlenwasserstoff in der Chlorsilanprobe wurde um 85,8% verringert, der Gehalt an ungesättigtem Kohlenwasserstoff wurde um 98,4% verringert und der Gehalt an chloriertem Kohlenwasserstoff wurde um 37,3% verringert.

Beispiel 26

[0047] Die Fähigkeit einer Aktivkohle zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Dimethylvinylchlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 5 g PWA™ pulverisierte Aktivkohle und von 35 g Dimethylvinylchlorsilan gemäß Beschreibung in Beispiel 24 in einen Kolben. Der Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an gesättigtem Kohlenwasserstoff in der Chlorsilanprobe wurde um 67,2% verringert, der Gehalt an ungesättigtem Kohlenwasserstoff wurde um 90,8% verringert und der Gehalt an chloriertem Kohlenwasserstoff wurde um 32,4% verringert.

Beispiel 27

[0048] Die Fähigkeit einer Aktivkohle zur Entfernung von Kohlenwasserstoffen aus Dimethylvinylchlorsilan wurde bewertet. Die Bewertung erfolgte durch Einbringen von 5 g 114A AWD™ Aktivkohle und von 37 g Dimethylvinylchlorsilan gemäß Beschreibung in Beispiel 24 in einen Kolben. Der Kolben wurde 4 Stunden geschüttelt und anschließend wurde eine Probe aus dem Kolben entnommen und durch GC-FID analysiert. Der Gehalt an gesättigtem Kohlenwasserstoff in der Chlorsilanprobe wurde um 86,6% verringert, der Gehalt an ungesättigtem Kohlenwasserstoff wurde um 98,5% verringert und der Gehalt an chloriertem Kohlenwasserstoff wurde um 38,7% verringert.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Verringerung des Kohlenwasserstoffgehalts von Halogensilanen, wobei das Ver-

fahren ein In-Berührung-Bringen eines flüssigen Gemisches, das ein Halogensilan der Formel $R_aH_bSiX_{4-a-b}$, worin a für 0 bis 3 steht, b für 0 steht, a + b für 0 bis 3 steht, X für ein Halogen steht und R aus Methyl, Ethyl, Propyl, tert.-Butyl, Vinyl und Allyl ausgewählt ist, und einen Kohlenwasserstoff umfasst, mit einem für den Kohlenwasserstoff selektiven Adsorptionsmittel, das aus Aktivkohlen, synthetischen kohlenstoffhaltigen Materialien und Zeoliten mit hohem Siliciumdioxidgehalt ausgewählt ist, wodurch der Kohlenwasserstoffgehalt des Gemisches verringert wird, umfasst.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das Verfahren als kontinuierliches Verfahren unter Verwendung mehrerer Betten von Adsorptionsmittelmaterial durchgeführt wird und die Adsorption und Desorption der Betten in Stufen erfolgt, um ein kontinuierliches Verfahren zu liefern.

3. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das Adsorptionsmittel ein Zeolit mit hohem Siliciumdioxidgehalt ist, der Kohlenwasserstoff 1 bis 12 Kohlenstoffatome umfasst und das Halogensilan aus Trimethylchlorsilan, Dimethyldichlorsilan, Tetrachlorsilan und Dimethylvinylchlorsilan ausgewählt ist.

4. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das Adsorptionsmittel Aktivkohle ist, der Kohlenwasserstoff 1 bis 12 Kohlenstoffatome umfasst und das Halogensilan aus Dimethyldichlorsilan, Tetrachlorsilan und Dimethylvinylchlorsilan ausgewählt ist.

5. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das Adsorptionsmittel ein synthetischen kohlenstoffhaltiges Material ist, der Kohlenwasserstoff 1 bis 12 Kohlenstoffatome umfasst und das Halogensilan aus Trimethylchlorsilan, Dimethyldichlorsilan, Tetrachlorsilan und Dimethylvinylchlorsilan ausgewählt ist.

6. Verfahren nach Anspruch 1, das ferner die Stufen eines Desorbierens des Adsorptionsmittels zur Entfernung des Kohlenwasserstoffs und ein Wiederverwenden des Adsorptionsmittels umfasst.

7. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das Desorbieren des Adsorptionsmittels durch Verringern des Drucks unter den Druck, bei dem das Gemisch mit dem Adsorptionsmittel in Berührung gebracht wurde, bewerkstelligt wird.

8. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das Desorbieren des Adsorptionsmittels durch Erhöhen der Temperatur des Verfahrens über die Temperatur, bei der das Gemisch mit dem Adsorptionsmittel in Berührung gebracht wurde.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen