

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 987 548**

51 Int. Cl.:

C01B 33/00 (2006.01)

C07F 7/20 (2006.01)

C01B 33/107 (2006.01)

C01B 33/04 (2006.01)

C07D 323/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.09.2015 PCT/DE2015/000439**

87 Fecha y número de publicación internacional: **17.03.2016 WO16037601**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.09.2015 E 15805099 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.03.2024 EP 3194410**

54 Título: **Método para purificar oligosilanos halogenados**

30 Prioridad:

08.09.2014 DE 102014013250

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
15.11.2024

73 Titular/es:

BAUCH, CHRISTIAN (100.0%)

Schillerstr. 15

06774 Muldenstein, DE

72 Inventor/es:

BAUCH, CHRISTIAN;

HOLL, SVEN y

HEUER, MATTHIAS

74 Agente/Representante:

DEL VALLE VALIENTE, Sonia

ES 2 987 548 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

Método para purificar oligosilanos halogenados

5 **Memoria descriptiva****Método para la purificación de oligosilanos halogenados**

10 La presente invención se refiere a un método para la purificación de oligosilanos halogenados como compuesto puro o como una mezcla de compuestos que tienen cada uno al menos un enlace Si-Si directo, siendo sus sustituyentes exclusivamente halógeno o halógeno e hidrógeno, y teniendo la composición del mismo una relación sustituyente: átomo de silicio de al menos 3:2.

Técnica anterior

15 El documento DE 28 52 598 A1 describe un proceso para la purificación de clorosilanos para la eliminación de impurezas de fósforo, arsénico y antimonio mediante adsorción sobre trifluoruro de aluminio.

20 WO 2011/006695 A1 describe un proceso para el tratamiento de una composición que contiene al menos un silano y al menos una impureza metálica y/o un compuesto que contiene una impureza metálica, caracterizado por que la composición se trata con al menos un compuesto orgánico,

adsorbente polimérico aminofuncionalizado

25 y obteniendo la composición en la que se reduce el contenido de impureza metálica

y/o el compuesto que contiene impurezas metálicas.

30 US 4 985 579 A describe un proceso para la purificación de organosilanos

por contacto con haluro de hidrógeno, preferiblemente HCl.

De ADTABASE WPIWeek 198626 Thomson Scientific, Londres, GB;AN

35 1986-165094-& JP S61 97129 A (MITSUI TOATSU CHEM INC.) 15 de mayo

de 1986 (15-05-1986) se conoce un proceso para la purificación de fluorosilanos,

40 en el que las impurezas (clorosilanos) se eliminan por tratamiento con fluoruro metálico/carbón activo.

De la técnica anterior se conocen otros métodos para la eliminación de contaminantes específicos de los silanos halogenados:

45 En DE102009027729 se describe un método para reducir la contaminación en los silanos debida a compuestos de elementos metálicos o metaloides, mediante la adición de compuestos orgánicos que contienen grupos amino a los silanos correspondientes como reactivos secuestrantes. Estos grupos amino funcionan como ligandos y se coordinan con los centros metálicos o metaloides. Además de los compuestos metálicos tales como los cloruros de hierro, los compuestos de boro también pueden eliminarse de esta forma.

50 Van Dyke y col., (Inorg. Chem., vol. 3, n.º. 5, 1964, págs. 747-752) describen la reacción del tricloruro de boro con varios silil siloxanos, en donde estos se escinden a cloruros de sililo.

Desventajas de la técnica anterior

55 El método presentado en DE102009027729 A1 no es adecuado para purificar oligosilanos halogenados porque este método requiere la adición de compuestos orgánicos con grupos amino a las mezclas de productos. No pueden utilizarse tales reactivos en el caso de los oligosilanos porque se sabe que los grupos amino causan reordenaciones estructurales en los oligosilanos halogenados, en donde pueden aparecer halosilanos de cadena más corta, por una parte, p. ej., SiCl_4 , y halosilanos muy ramificados de cadena más larga por otra, p. ej., $(\text{SiCl}_3)_4\text{Si}$. Esto puede dar lugar a la descomposición completa del producto deseado; por lo tanto, este método no puede utilizarse con oligosilanos halogenados.

65 El método de Van Dyke, y col., se refiere únicamente a la eliminación de diversos siloxanos, pero no a la reducción de la contaminación debida a compuestos de elementos metálicos o metaloides. Además, para este fin es necesaria la adición de BCl_3 a la mezcla de productos, lo que descarta muchas aplicaciones de los oligosilanos halogenados porque, por ejemplo, en la fabricación de semiconductores, el boro es un elemento crítico, ya que actúa como dopante.

Tabla 1: Abreviaturas y sinónimos

Abreviaturas	
Eductos	Materiales de partida para una reacción química
Precursores	Materias primas para el proceso respectivo en cuestión
18-corona-6	Poliéter cíclico con 18 átomos en el anillo (6 de los cuales son oxígeno)
OCS	Oligosilanos clorados
Siloxanilo	O-SiR ₃ (R = halógeno y/o H y/u organilo/siloxanilo)
Si ₂ Cl ₆	Hexaclorodisilano (HCDS)
Si ₂ Cl ₆ O	Hexaclorodisiloxano (HCDSO)
ppm = ppm	Partes por millón en peso (10 ⁻⁶)
ppb = ppb	Partes por mil millones en peso (10 ⁻⁹)
HCl	Cloruro de hidrógeno gaseoso
hPa	Hectopascal = 1 mbar

Objeto

5 El objetivo es proporcionar un método para purificar oligosilanos halogenados que elimine de forma segura y rápida los contaminantes traza del producto, especialmente compuestos que contienen metales, con bajo gasto de material y coste y sin reducir significativamente el rendimiento de los productos de OCS. De este modo, debe aumentarse la pureza, especialmente en términos de contaminación por dopantes y compuestos metálicos y otros elementos perjudiciales para las aplicaciones en la industria de los semiconductores.

10 Solución a problemas de la técnica anterior

Este objeto se logra mediante las características enumeradas en la reivindicación 1 para el método de purificación de oligosilanos halogenados Si_nX_{2n+2} con n = 2 a n = 6 como compuesto puro o como mezcla de compuestos en los que los sustituyentes X comprenden cloro o cloro e hidrógeno, mediante la reducción de metales y dopantes, caracterizado por que

1. se añaden un éter corona y un fluoruro o una mezcla de fluoruro al oligosilano halogenado, donde del compuesto específico queda disponible el fluoruro F⁻ para una reacción en una cantidad, calculada como F⁻ en relación con la masa del oligosilano halogenado, de más de 1 ppb,

2. sigue al menos una fase de procesamiento en la que al menos el fluoruro actúa sobre el oligosilano halogenado, en donde el al menos un procesamiento se selecciona de un grupo que comprende revolver, remover, agitar, calentar a reflujo, difundir y hacer pasar,

3. sigue al menos un método de separación para el aislamiento del oligosilano halogenado, seleccionado de un grupo que comprende decantar, filtrar, destilar y sublimar.

El oligosilano halogenado presenta un contenido total de metal reducido después de la purificación.

Las ventajas logradas por el método de la presente invención para purificar oligosilanos clorados consisten en particular en que los contaminantes se unen específicamente utilizando un agente de purificación, mientras que la técnica anterior requiere etapas de destilación muy largas y costosas para lograr la pureza necesaria para la industria de semiconductores.

Se proporciona una realización ventajosa de la siguiente forma:

método según la reivindicación 1, caracterizado porque el fluoruro se selecciona de un grupo que comprende fluoruros de metales alcalinos, fluoruros de metales alcalinotérreos, fluoruros de silicio Si_nX_oF_p (X = halógeno, organilo, siloxanilo y/o hidrógeno); o + p = 2n + 2; n ≥ 1) y fluoruro de cinc, preferiblemente fluoruros de metales alcalinos, especialmente preferiblemente fluoruro de potasio.

Los fluoruros utilizados deben ser económicos y deben volver a eliminarse fácilmente en el proceso de separación planificado. Además, los componentes adicionales respectivos, tales como los contraiones, no deberían entrar en ninguna reacción no deseada con el OCS, como, por ejemplo, es el caso del fluoruro de potasio.

Un experto en la técnica reconocerá fácilmente que pueden considerarse muchos compuestos en la elección del fluoruro, aunque esencialmente solo es importante que el fluoruro (F⁻) pueda obtenerse del compuesto específico para la reacción. Por lo tanto, otros fluoruros pueden sustituir a los mencionados aquí en su totalidad o en parte, sin perder la esencia del método de la presente invención.

Otra realización ventajosa es la siguiente:

Método según la reivindicación 1, caracterizado por que dicho agente formador de complejos (complejante), que se añade al oligosilano halogenado según la invención, es el éter corona [18]-corona-6.

Los agentes complejantes pueden unir una gran cantidad de iones metálicos y, de esta forma, eliminar el intercambio con el producto deseado. Para ello, la constante de formación del complejo debe ser lo más alta posible y el compuesto específico no debe ser demasiado costoso. También en este caso, los agentes complejantes utilizados deben poder eliminarse fácilmente durante el proceso de separación planificado y no deben sufrir reacciones indeseadas con el OCS. Ambas condiciones se cumplen, por ejemplo, con éteres de corona tal como el [18]-corona-6.

Otra realización ventajosa es la siguiente:

método según la reivindicación 1, caracterizado porque al oligosilano halogenado y/o al fluoruro se añade antes o durante la fase de procesamiento un disolvente que se selecciona de un grupo que comprende alcanos, cicloalcanos, éteres, compuestos aromáticos y silanos clorados, preferiblemente cicloalcanos y éteres tales como triglima, diglima, dioxano, éter dibutílico, THF y éter dietílico, especialmente preferiblemente cicloalcanos, especialmente ciclohexano, en los que la proporción del disolvente en la mezcla con los oligosilanos halogenados es de al menos 0,01 % en masa, preferiblemente de al menos 0,1 % en masa, especialmente preferiblemente de al menos 1 % en masa, especialmente de al menos 2 % en masa.

La adición de disolventes puede ser ventajosa para establecer, por ejemplo, una acción solubilizante. Esto especialmente con respecto a los aditivos purificadores utilizados en el método según la invención. Por lo tanto, los disolventes utilizados deben ser lo más inertes y fáciles de separar de los productos que sea posible.

Otra realización ventajosa es la siguiente:

método según la reivindicación 1, caracterizado por que X en $\text{Si}_n\text{X}_{2n+2}$ es más de 95 % en átomos de cloro, preferiblemente más de 98 % en átomos y/o el contenido de hidrógeno en $\text{Si}_n\text{X}_{2n+2}$ es inferior a 5 % en átomos, preferiblemente inferior a 2 % en átomos, especialmente preferiblemente inferior a 1 % en átomos.

Los compuestos diana más importantes del método de la presente invención son los oligosilanos altamente clorados, en donde sin embargo, también pueden convertirse los OCS halogenados o parcialmente hidrogenados de forma distinta si estos están presentes en forma líquida/licuada o en solución.

Otra realización ventajosa es la siguiente:

método de la reivindicación 1, caracterizado por que el oligosilano clorado contiene un diluyente seleccionado de un grupo que comprende SiCl_4 , Si_2Cl_6 , Si_3Cl_8 , $\text{Si}_4\text{Cl}_{10}$, en donde la proporción de diluyente basado en el oligosilano halogenado es al menos 0,001 % en masa, preferiblemente al menos 0,1 % en masa, especialmente preferible al menos 1 % en masa, especialmente al menos 10 % en masa.

La adición de diluyentes puede ser entonces aconsejable si el OCS es sólido o demasiado viscoso para permitir un procesamiento eficiente.

A diferencia de los disolventes mencionados anteriormente, los diluyentes también pueden utilizarse en grandes cantidades si, como se describe, son compuestos que están relacionados químicamente con el OCS según la invención y, por lo tanto, no introducen contaminación interferente en el producto.

Otra realización ventajosa es la siguiente:

método según la reivindicación 1, caracterizado por que al menos un proceso de separación se lleva a cabo a una presión inferior a 1600 hPa, preferiblemente inferior a 800 hPa, especialmente preferiblemente inferior a 80 hPa y especialmente inferior a 1 hPa.

Métodos de separación tales como la destilación, por ejemplo, deberían llevarse a cabo de forma ventajosa a presiones reducidas para evitar fenómenos de descomposición en presencia del agente de purificación. Cuanto más alto hierva el OCS en cuestión, más bajas deben ser las presiones para lograr una reducción suficiente del punto de ebullición.

Otra realización ventajosa es la siguiente:

método según la reivindicación 1, caracterizado por que la al menos una etapa de procesamiento y/o un proceso de separación se llevan a cabo a una temperatura superior a 30 °C, preferiblemente incluso superior a 50 °C, especialmente preferiblemente superior a 80 °C, especialmente superior a 100 °C.

Un aumento de la temperatura es ventajoso para lograr una reacción más rápida con las sustancias de purificación. Además, es útil para los OCS de cadena más larga actuar bajo calor para reducir su viscosidad.

Otra realización ventajosa es la siguiente:

método según la reivindicación 1, caracterizado por que se añade al oligosilano halogenado, antes o durante la fase de procesamiento, un siloxano como compuesto puro o mezcla de compuestos seleccionados del grupo $\text{Cl}_3\text{SiOSiCl}_3$, $\text{Cl}_3\text{SiOSiCl}_2\text{SiCl}_3$, $\text{Cl}_3\text{SiOSiCl}_2\text{OSiCl}_3$, en donde la proporción del siloxano en la mezcla con el oligosilano halogenado es al menos 0,001 % en masa, preferiblemente al menos 0,01 % en masa, especialmente preferiblemente al menos 0 % en masa, especialmente al menos 1 % en masa.

El método según la presente invención proporciona aquí otra variante del proceso en la que se añaden disiloxanos halogenados a los eductos para lograr un efecto de purificación en el transcurso del proceso global con respecto a los compuestos metálicos y dopantes tales como el boro y el fósforo. En este caso, durante las diversas etapas del proceso según la reivindicación 1, los disiloxanos se unen a una proporción significativa de la contaminación por metales y dopantes en forma de óxidos u óxidos mixtos que, por ejemplo, contienen grupos Si-O, donde estos pueden separarse como residuos de baja volatilidad en los métodos de separación según la presente invención, por ejemplo, tales como la destilación.

Los disiloxanos se mezclan de forma ventajosa al principio del proceso, en donde puedan disolverse, por ejemplo, en SiCl_4 o proporcionarse en forma de líquido. El efecto de purificación producido por estos componentes puede producirse de este modo desde la primera etapa de procesamiento, como se establece según la presente invención. Sin embargo, específicamente, los disiloxanos también pueden añadirse en un punto posterior del proceso según la presente invención, en donde se seguirá produciendo un cierto efecto de purificación. Como puede apreciar fácilmente un experto en la técnica, el principio descrito del método según la invención no se perderá de este modo.

La cantidad del aditivo de purificación depende del tipo y cantidad de contaminantes a eliminar. Una cantidad mayor de disiloxano tiende a producir una mejor purificación. Sin embargo, dependiendo de su presión de vapor, los disiloxanos también pueden arrastrarse en el proceso y pueden interferir en el producto final, por lo que preferiblemente deben eliminarse predominantemente en la última etapa, por ejemplo, mediante destilación. Cuanto menos esté presente desde el principio, mejor funcionará, por lo que normalmente se elige un compromiso entre el efecto de purificación y el contenido residual tolerable en el producto final. Dependiendo del punto de ebullición del producto final deseado, es ventajoso elegir un disiloxano que tenga un punto de ebullición lo más diferente posible para no complicar la etapa de purificación final.

Aplicabilidad industrial

El método según la presente invención para purificar oligosilanos halogenados proporciona una ventaja económica significativa, ya que tanto el rendimiento de los productos como el rendimiento por tiempo pueden aumentar significativamente con respecto a la técnica anterior añadiendo los aditivos según la presente invención.

Además, la pureza de los productos finales aumenta mediante la adición de los agentes de purificación según la presente invención, dando lugar a un mejor posicionamiento de mercado del producto, logrando de este modo una ventaja económica adicional dentro de un método para purificar oligosilanos clorados (OCS).

Son posibles varias soluciones para la aplicación técnica del método, de las cuales se enumeran variantes no exclusivas para resolver el presente problema en las siguientes realizaciones.

Realización 1

Se tratan 70 kg de hexaclorodisilano con una suspensión de 18 g de [18]-corona-6 y 2,7 g de KF en 50 ml de ciclohexano. La mezcla se agita durante 2 h y después se destila de forma fraccionada. Después de 10 h se obtuvo una serie principal de 62 kg de HCDS. Durante esta purificación, el contenido original de aluminio de 3,8 ppm y el contenido de hierro de 1,3 ppm se redujeron, respectivamente, por debajo de 30 ppb.

Realización 2

Se tratan 60 kg de hexaclorodisilano con una suspensión de 50 g de [18]-corona-6 y 5 g de KF en 150 ml de triglicérido. La mezcla se agita durante la noche y después se destila de forma fraccionada. Después de 9 h se obtuvo una serie principal de 45 kg de HCDS. Durante esta purificación, el contenido original de aluminio de 800 ppb, el contenido de hierro de 75 ppb y el contenido de magnesio de 180 ppb se redujeron, respectivamente, por debajo de 5 ppb.

Realización 3

Se tratan 8 kg de octaclorotrisilano con una suspensión de 0,5 g de NaF y 4,5 g de [15]-corona-5 en 30 ml de diclorometano. La mezcla se agita a temperatura ambiente durante la noche y después se decanta de los sólidos no disueltos.

A continuación, el OCTS se destila rápidamente a vacío (aprox. 10 hPa) a través de una columna corta y, a continuación, se destiló de forma fraccionada en vacío (aprox. 10 hPa). En el transcurso de 8 h se obtuvo una serie principal de 5 kg de OCTS. Los valores de contenido en ppb para los contaminantes traza ilustrativos antes y después de la purificación se muestran en la siguiente tabla.

OCTS	Al	Cr	Mn	Cu	Fe	Mg	K	Na	Ti	Ca
Sin purificar	920	< 30	< 30	58	46	110	160	120	< 30	750
Purificado	< 30	< 30	< 30	< 30	< 30	< 30	< 50	< 50	< 30	< 50

Realización 4

Se tratan 1,5 kg de una mezcla de aprox. 90 % de una mezcla de isómeros de tetraclorodisilano y 10 % de pentaclorodisilano con una suspensión de 0,1 g de NaF y 1 g de [12]-corona-4 en 20 ml de diclorometano. La mezcla se agita a temperatura ambiente durante 2 h y después por la noche a 0 °C. La fase líquida se decanta de los sólidos no disueltos, se filtra a través de un filtro de vidrio sinterizado (D3) y luego se recondensa rápidamente a través de una columna corta en vacío (aprox. 10 hPa). A continuación, el condensado se destiló de forma fraccionada en vacío (aprox. 10 hPa). En el transcurso de 14 h se obtuvo una serie principal de 1,2 kg de mezcla de oligosilano. Los valores de contenido en ppb para los contaminantes traza ilustrativos después de la purificación se muestran en la siguiente tabla.

TCDS/PCDS	Al	Cr	Mn	Cu	Fe	Mg	K	Na	Ti	Ca
Purificado	< 30	< 30	< 30	< 30	< 30	< 30	< 50	< 50	< 30	< 50

Realización 5

Se tratan 35 kg de hexaclorodisilano con una suspensión de 3 g de KF, 12 g de [15]-corona-5 y 15 g de [18]-corona-6 en 120 ml de diclorometano. La mezcla se calienta a reflujo en aprox. 2 h, y después se destiló fraccionadamente. En el transcurso de 8 h se obtuvo una serie principal de 28 kg de HCDS.

Los valores de contenido en ppb para los contaminantes traza ilustrativos antes y después de la purificación se muestran en la siguiente tabla.

HCDS	Al	B	Sb	Cu	Fe	Mg	K	Na	Ti	Ca
Sin purificar	112	420	0,7	5,2	848	11	78	49	734	125
Purificado	25	23	0,1	0,8	13	7	6,6	2,2	27	26

Realización 6

Se tratan 40 kg de hexaclorodisilano con una suspensión de 3,5 g de KF, 14 g de [15]-corona-5 y 17 g de [18]-corona-6 en 140 ml de diclorometano. La mezcla se calienta a reflujo en aprox. 2 h, y después se destiló de forma fraccionada. En el transcurso de 10 h se obtuvo una serie principal de 32 kg de HCDS. A partir de ahí, 26 kg de HCDS se tratan con una suspensión de 2,2 g de KF, 11 g de [18]-corona-6 y 10 g [12]-corona-4 en 100 ml de diclorometano y, a continuación, se destilan nuevamente de forma fraccionada. Después de 9 h se obtuvo una serie principal de 20 kg de HCDS. Los valores de contenido en ppb para los contaminantes traza ilustrativos antes y después de la purificación se muestran en la siguiente tabla.

HCDS	Al	B	Sb	Cu	Fe	Mg	K	Na	Ti	Ca
Sin purificar	55	57	0,9	4,5	21	8,1	39	133	342	77
Purificado	3,5	2,4	0,1	0,1	1,6	0,8	0,07	0,9	2,8	6,5

REIVINDICACIONES

1. Proceso para aumentar la pureza de los oligosilanos halogenados $\text{Si}_n\text{X}_{2n+2}$ con $n=2$ a $n=6$ como un compuesto puro o mezcla de compuestos cuyos sustituyentes X comprenden cloro o cloro e hidrógeno, mediante la reducción de metales y dopantes, caracterizado por que
 - (a) se añade un éter de corona y un fluoruro o una mezcla de fluoruro al oligosilano halogenado, en donde el fluoruro F^- del compuesto específico se obtiene para una reacción, mezclándose en una cantidad de más de 1 ppb calculada como F^- en relación con la masa del oligosilano halogenado,
 - (b) sigue al menos una fase de procesamiento, en la que al menos el fluoruro reacciona en el oligosilano halogenado, en donde el al menos un procesamiento se selecciona de un grupo que comprende remover, revolver, agitar, calentar a reflujo, difundir y hacer pasar,
 - (c) sigue al menos un método de separación para el aislamiento del oligosilano halogenado, seleccionado de un grupo que comprende decantar, filtrar, destilar y sublimar.
2. Método según la reivindicación 1, caracterizado por que el fluoruro se selecciona de un grupo que comprende fluoruros de metales alcalinos, fluoruros de metales alcalinotérreos, fluoruros de silicio $\text{Si}_n\text{X}_o\text{F}_p$ (X = halógeno, organilo, siloxanilo y/o hidrógeno); $o+p=2n+2$; $n \geq 1$) y fluoruro de cinc.
3. Método según la reivindicación 1, caracterizado por que al oligosilano halogenado y/o al fluoruro se añade antes o durante la fase de procesamiento un disolvente que se selecciona de un grupo que comprende alcanos, cicloalcanos, éteres, compuestos aromáticos y silanos clorados, en donde la proporción del disolvente en la mezcla con los oligosilanos halogenados es de al menos 0,01 % en masa.
4. Método según la reivindicación 1, caracterizado por que X en $\text{Si}_n\text{X}_{2n+2}$ es más de 95 % en átomos de cloro y/o el contenido de hidrógeno en $\text{Si}_n\text{X}_{2n+2}$ es inferior a 5 % en átomos.
5. Método según la reivindicación 1, caracterizado por que el oligosilano clorado contiene un diluyente seleccionado de un grupo que comprende SiCl_4 , Si_2Cl_6 , Si_3Cl_8 , $\text{Si}_4\text{Cl}_{10}$, en donde la proporción del diluyente con respecto al oligosilano halogenado es de al menos 0,001 % en masa.
6. Método según la reivindicación 1, caracterizado por que al menos un proceso de separación se lleva a cabo a una presión inferior a 1600 hPa.
7. Método según la reivindicación 1, caracterizado por que la al menos una etapa de procesamiento y/o un proceso de separación se realizan a una temperatura de más de 30 °C.
8. Método según la reivindicación 1, caracterizado por que un siloxano como compuesto puro o como mezcla de compuestos, seleccionado del grupo $\text{Cl}_3\text{SiOSiCl}_3$, $\text{Cl}_3\text{SiOSiCl}_2\text{SiCl}_3$, $\text{Cl}_3\text{SiOSiCl}_2\text{OSiCl}_3$, se añade al oligosilano halogenado antes o durante la fase de procesamiento, en donde la proporción del siloxano en la mezcla con el oligosilano halogenado es al menos 0,001 % en masa.