

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
IPC分類：

A6
B6

本案已向：

日本國(地區) 申請專利，申請日期：2000/8/2 案號：2000-234621 有 無主張優先權

有關微生物已寄存於：，寄存日期：，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明(1)

本發明係關於一種從高純度多晶矽製造工程排出之廢氣高效率的回收六氯二矽(Si_2Cl_6)之六氯二矽製造方法。更具體的說，係除了六氯二矽之外，同時回收四氯乙矽烷($\text{Si}_2\text{H}_2\text{Cl}_4$)之製造方法。

如所周知，六氯二矽(Si_2Cl_6)係適合作為非晶質矽薄膜之原料、光纖用玻璃母材之原料或乙矽烷(SiH_4)之原料等使用。此六氯二矽之製造方法之習知者為例如揭示於日本特開昭59-195519號之將含矽合金之粉末氯化成為多氯矽烷之混合氣體，將其冷卻凝縮後蒸餾分離六氯二矽之方法，以及日本特開昭60-145908號之使用攪拌混合式橫型反應管，令矽鐵合金(ferro-silicon)與氯氣反應之方法。但，這些方法皆以粗矽(金屬矽級位)作為原料，由於無法避免來自原料之污染，故很難製得高純度之產品六氯二矽。尤其混有鈦或鋁時，由於這些元素之氯化物(TiCl_4 ， AlCl_3)之沸點與六氯二矽相接近，因此增加蒸餾精製之困難度。

為解決上述六氯二矽之習知製法之缺失，本發明提供一種可以高效率獲取高純度之六氯二矽之方法。即，本發明人等注意到在多晶矽之製造工程中使用高純度之原料氣體，以及由該製程之排氣中除含有未反應之氫氣或三氯矽烷氣以及副生之四氯化矽氣之外，尚含多量之高純度六氯二矽等聚合物(比四氯化矽高沸點之成分稱為聚合物，polymer)之事實。進而研討從該排氣中回收六氯二矽之方案而完成了本發明，同時又提供在回收六氯二矽時可回

五、發明說明(2)

收四氯乙矽烷之方法。

本發明之六氯二矽之製造方法包括：

(1) 將高溫下藉熱分解或氫還原氯矽烷析出多晶矽之矽反應系排出之排氣冷卻成為凝縮液，進而將此凝縮液蒸餾回收六氯二矽為特徵之六氯二矽之製造方法。

(2) 將多晶矽之生成反應系排出之排氣冷卻分離氫作為凝縮液，繼之蒸餾此凝縮液分離未反應之氯矽烷及副生之四氯化矽後蒸餾回收六氯二矽為特徵之上述(1)之製造方法。

(3) 如上述(1)或(2)之製造方法，包括下述步驟：

蒸餾分離氫後之凝縮液以餾除未反應之氯矽烷之第1蒸餾步驟；蒸餾第1蒸餾步驟之殘液以餾除四氯化矽之第2蒸餾步驟；及蒸餾第2蒸餾步驟之殘液以餾取六氯二矽之第3蒸餾步驟。

(4) 如上述(1)或(2)之製造方法，包括下述步驟：

蒸餾分離氫後之凝縮液以連續餾除未反應之氯矽烷及四氯化矽之蒸餾步驟；及蒸餾該蒸餾步驟之殘液以餾取六氯二矽之蒸餾步驟。

(5) 如上述(1)~(4)之任一製造方法，其特徵在於：

在六氯二矽之蒸餾步驟時，將蒸餾溫度低之初期餾分回收後，再回收六氯二矽為主體之高溫蒸餾部分。

(6) 如上述(1)~(4)之任一製造方法，其特徵在於：

在六氯二矽之蒸餾步驟時，將蒸餾溫度低之初期餾分回收後，再回收四氯乙矽烷為主體之中間餾分，進而回收

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂線

五、發明說明(3)

六氯二矽為主體之高溫蒸餾部分。

(7) 如上述(1)~(6)之任一製造方法，其特徵在於：

氯矽烷之蒸餾步驟、四氯化矽之蒸餾步驟及六氯二矽之蒸餾步驟係用個別之蒸餾塔依序連續的實施。

(8) 如上述(1)~(7)之任一製造方法，其特徵在於：

在氯矽烷之蒸餾步驟與四氯化矽之蒸餾步驟之間，或於四氯化矽之蒸餾步驟與六氯二矽之蒸餾步驟之間，或於四氯化矽之蒸餾步驟中，或六氯二矽之蒸餾步驟中增設一個氯氣導入步驟。

(9) 如上述(8)之製造方法，其特徵在於：

於各個蒸餾步驟導入氯氣進行氯化之後，對殘液實施脫氯去除殘留之氯。

(10) 如上述(9)之製造方法，其中該殘留氯之脫氯係於殘液中導入不活性氣體實施起泡作用(bubbling)者。

(11) 如上述(8)、(9)或(10)之製造方法，其特徵在於：

在氯矽烷之蒸餾步驟、四氯化矽之蒸餾步驟及六氯二矽之蒸餾步驟之至少一蒸餾步驟之後，將氯氣導入殘液中實施氯化後，使殘留氯脫氯，再將該殘液引至次蒸餾步驟或將氯氣導入該殘液中實行氯化後，再將該殘液引至次蒸餾步驟，使殘留氯脫氯。

依本發明之上述製造方法可以高收率的從以氯矽烷類及氫作為原料之多晶矽之製造爐排出之排氣回收六氯二矽。又，依本發明之方法可與六氯二矽之同時回收四氯乙矽

五、發明說明(4)

烷。本發明方法回收之六氯二矽及四氯乙矽烷因係從作為半導體材料使用之多晶矽之反應排氣回收者，故比以往之以金屬矽作為原料者純度顯著為高。另外，依本發明之處理方法時，可將氯氣導入待蒸餾之溶液中以促進氯化，因此可提高六氯二矽之回收率。更有進者，在此場合，可從溶液中藉脫氣去除殘留氯，故可以防止蒸餾時之微粒子之發生。

爰參照附圖說明本發明之製造方法。

本發明之製造方法之流程如第1圖所示。又，文中除非特別註明，否則%皆代表重量%。另外，以下之說明所示之蒸餾溫度等係依塔內壓力或蒸餾方法具體的決定。

本發明之製造方法係從高溫下藉熱分解或氫還原氯矽烷氣體而在加熱體上析出多晶矽之矽氣相析出反應系排出之排氣回收六氯二矽之方法。即，將該排氣冷卻分離氫氣後之凝縮液，藉蒸餾分離三氯甲矽烷(SiHCl_3)等未反應之氯矽烷氣體及副生之四氯化矽(SiCl_4)，進而蒸餾回收六氯二矽(Si_2Cl_6)之製造方法。上述之排氣中除六氯二矽之外尚含有多量之四氯乙矽烷($\text{Si}_2\text{H}_2\text{Cl}_4$)，而本發明方法係在回收六氯二矽之同時亦可回收四氯乙矽烷之方法。又，多晶矽之製造原料之氯矽烷主要使用三氯矽烷，但亦可為二氯矽烷(SiH_2Cl_2)或四氯化矽以及彼等之混合物。

如第1圖之製造流程圖所示，包括：設有一用以冷卻由反應爐10排出之排氣以分離氫氣之凝縮器11；將此凝縮液蒸餾分離三氯矽烷之蒸餾塔1；進而將四氯化矽蒸餾分

五、發明說明 (5)

離之蒸餾塔 2 以及蒸餾六氯二矽而將其回收之蒸餾塔 3。另外，在四氯化矽之蒸餾分離用蒸餾塔 2 及六氯二矽之蒸餾回收之蒸餾塔 3 間設有氯氣導入設備，但此設備是視需要而設。

供作半導體材料之高純度多晶矽之製造方法，其廣為人所知者為西門子法，此方法之一例為將三氯矽烷及氫之混合氣體作為原料氣體使用，將其供給至高溫之反應爐中，利用原料氣體之熱分解及氫還原所生成之矽結晶在爐內之灼熱的矽芯棒（約 800~1200℃）表面析出及逐漸成長成為較大徑之多晶矽棒之方法。

依此方法時，矽之析出主要靠三氯矽烷之氫還原作用 ($\text{SiHCl}_3 + \text{H}_2 \rightarrow \text{Si} + 3\text{HCl}$) 以及熱分解反應 ($4\text{SiHCl}_3 \rightarrow \text{Si} + 3\text{SiCl}_4 + 2\text{H}_2$)，但由於熱分解之反應快速，故有四氯化矽之副生，結果從爐排出之排氣中含有多量之未反應氫氣及未反應之三氯矽烷且相當多量之四氯化矽氣體。此外尚含有在該高溫下反應所副生之一氯矽烷 (SiH_3Cl)、二氯矽烷 (SiH_2Cl_2) 或高分子氯化矽化合物。

本發明之製造方法係將含有氯矽烷、四氯化矽及未反應之氫之排氣作為原料。即，先將此排氣引入凝縮步驟（凝縮器 11）中冷卻至 -60℃ 附近（例如 -65℃ ~ -55℃），而在此分離氣體狀殘留之氫及將其他氣體成分液化成為凝縮液。回收之氫氣經過精製後充當原料氣體之一部分送至矽反應爐 10 再利用。

在上述之凝縮液中因含有三氯矽烷、一氯矽烷、二氯

五、發明說明 (6)

矽烷等氯矽烷、四氯化矽及其他氯化矽化合物構成之聚合物，因此將其引至最初之蒸餾分離步驟(蒸餾塔1)中，將塔頂溫度設定於三氯矽烷之蒸餾溫度而回收餾出之三氯矽烷(TCS)。此時之蒸餾溫度須設定在三氯矽烷之沸點以上且四氯化矽之沸點以下之溫度範圍，例如在0~0.1MPaG壓力下設定33℃~55℃範圍。

回收之三氯矽烷可充當矽製造原料之一部分送回反應爐10中再利用。又，含在排氣中之一氯矽烷(沸點約-30℃)及二氯矽烷(沸點約8.2℃)比三氯矽烷(沸點約33℃)之沸點低，因此會比三氯矽烷先餾出，故將其先回收即可與三氯矽烷分開回收。因此等一氯矽烷及二氯矽烷均高純度，故可充當電子材料用之金屬矽或非晶質矽之原料使用。至於四氯化矽則因其沸點(約58℃)高於上述之矽烷類，故成為塔底物排出塔外。

次將上述之蒸餾分離步驟(蒸餾塔1)排出之液份(塔底物)引入塔頂溫度設在四氯化矽之蒸餾溫度之蒸餾塔2中，而將餾出之四氯化矽(STC)回收。此時蒸餾溫度設定為四氯化矽之沸點以上至六氯二矽之沸點以下之溫度範圍，例如，在0~0.1MPaG壓力下設定在57~80℃。在此蒸餾塔2中將四氯化矽(STC)餾出，含高沸點成分之聚合物則以液分(塔底物)殘留。回收之四氯化矽可作為三氯矽烷(TCS)之製造原料等加以再利用。

第1圖所示之製造流程例係利用獨立之蒸餾塔實施。

第1蒸餾步驟：將分離氫後之凝縮液蒸餾而餾除未反

五、發明說明(7)

應之氯矽烷；

第2蒸餾步驟：將第1蒸餾步驟之殘液蒸餾而餾除四氯化矽；

第3蒸餾步驟：將第2蒸餾步驟之殘液蒸餾回收六氯二矽。

但亦可將上述之第1及第2蒸餾步驟合併，將未反應之氯矽烷及四氯化矽連續餾出後，再將此蒸餾步驟之殘液蒸餾回收六氯二矽。

由四氯化矽之蒸餾步驟(蒸餾塔2)排出之液分(塔底物)引入六氯二矽(Si_2Cl_6)之蒸餾回收步驟(蒸餾塔3)，將塔頂溫度設定為六氯二矽之蒸餾溫度，回收餾出之六氯二矽。此時之蒸餾溫度設定為六氯二矽之沸點以上至高沸份之沸點以下之溫度範圍，例如，在0~0.1MPaG壓力下設定144~165℃。此時，由於在蒸餾溫度低之初期餾份中含有殘留之四氯化矽，因此將此初期餾份回收。隨後蒸餾溫度逐漸上昇時有四氯乙矽烷($Si_2H_2Cl_4$ ；沸點約135~140℃)餾出，因此將此中間餾份回收，或視需要將其分離回收。蒸餾溫度進一步上昇而抵達六氯二矽之沸點(沸點約144℃)時，即餾出純度高之六氯二矽，而將其回收。

其一例為，在135℃以下之初期餾份中含有多量之四氯化矽，在135~140℃之中間餾份中主含有四氯乙矽烷，而超過該溫度之149~150℃之餾份中則主含有六氯二矽。超過150℃因會有高沸點化合物餾出，故在其未餾出前停止蒸餾。在殘留液份(即塔底物)中含有八氯三矽或十氯四

五、發明說明(8)

矽等。另外，蒸餾塔3之六氟二矽之蒸餾回收不限定如上述之分餾，亦可用連續蒸餾。

在上述之製造步驟中，亦可在四氯化矽之蒸餾分離步驟及六氟二矽之蒸餾回收步驟之間設置氮氣導入步驟，將氮氣引入從四氯化矽之蒸餾分離步驟排出之殘液中以促進聚合物成份之分解、氯化及脫氫作用，然後將其引入六氟二矽之蒸餾步驟，即可提高六氟二矽之收率。引入之氮氣量對四氯化矽之蒸餾分離步驟排出之液量有5~10%左右即可。另外，該氮氣導入步驟不限定設置在上述之四氯化矽之蒸餾分離步驟及六氟二矽之蒸餾回收步驟之間，設置在三氯矽烷之蒸餾步驟及四氯化矽之蒸餾步驟之間，或四氯化矽之蒸餾步驟中，或六氟二矽之蒸餾步驟中均可且皆能增高六氟二矽之收率。

如上所述，將氮氣引入蒸餾後之殘液中促進氯化即可提昇六氟二矽之收率。但，此時若是殘液有氮殘留時有可能在蒸餾中殘留氮與蒸餾成分起反應而發生粉末。此粉末會附著在蒸餾系內結垢(scale)阻礙液體或氣體之流通，或導致流量計之標示的誤差，使蒸餾發生不安定等不良影響。更有進者，此粉末會混入餾出之六氟二矽中，降低回收之六氟二矽之純度。為此，於蒸餾後之殘液中引入氮氣時，最好在其下游增設一脫除殘留氮之脫氮步驟。此脫氮步驟有例如於殘液中引入氮或氫等惰性氣體使其起泡(bubbling)之方法，或真空加熱等方法。引入之惰性氣體之量有早先引入之氮氣之約3倍量即足。

五、發明說明(9)

氮氣之引入及殘留氮之脫氮可在任意之蒸餾步驟之間或蒸餾步驟中實行，同時亦可階段式的實行。另外，殘留氮之脫氮步驟可在氮氣之引入後連續的實行，亦可在繼下的蒸餾步驟中實行。即，於三氯矽烷之蒸餾步驟、四氯化矽之蒸餾步驟、六氯二矽之蒸餾步驟之至少一蒸餾步驟之後，將氮氣引入殘液中進行氯化之後脫除殘留氮，並將此殘液引至繼下之蒸餾步驟，或亦可於殘液中引入氮氣進行氯化後，將此殘液引至繼下之蒸餾步驟實行脫氮。

如上所述之製造步驟，依圖示之例子係將三氯矽烷之蒸餾步驟(蒸餾塔1)、四氯化矽之蒸餾步驟(蒸餾塔2)及六氯二矽之蒸餾步驟(蒸餾塔3)使用個別之蒸餾塔1, 2, 3依序連續實行。但，不限於此態樣，亦可藉由控制蒸餾溫度將蒸餾塔1、2或蒸餾塔2、3使用同一個蒸餾塔實行，或亦可將上述之各蒸餾步驟任意的組合實行。

爰依實施例具體的說明本發明。

實施例1

於密封有三氯矽烷及氮氣之混合氣體的反應爐10中，在1000℃左右之高溫下進行熱分解及氮還原使在加熱體表面析出多晶矽之反應系中，如第1圖所示，將反應爐10排出之排氣以6910Nm³/hr速率引至冷凝器11中冷卻至-55℃，然後一邊回收未凝縮之氮氣回送至反應爐10，一邊將凝縮液以4.2m³/hr速率引至蒸餾塔1中，將蒸餾溫度設定於52℃(在0.1MPaG)，回收餾份(3.7T/hr)。使用氣體色層分析儀分析該餾份結果三氯矽烷之量為97.1%(其他為二

五、發明說明(10)

氯矽烷)。

繼之，將蒸餾塔1之殘液(塔底物)引至蒸餾塔2中，設定塔頂溫度為79℃(在0.1MPaG)，回收餾份1.9T/hr，使用氣體色層分析儀分析該餾份結果四氯化矽之量為99.3%(其他為三氯矽烷)。

隨後，將蒸餾塔2排出之殘液，即供給液(59.0kg)直接(不導入氯氣下)引至蒸餾塔3中，將塔頂溫度設定於150℃進行蒸餾。首先於蒸餾溫度131~135℃下分離初期餾份，繼之於135~149℃分離中間餾份，最後於149~150℃分離最終餾份(製品六氯二矽)。150℃以上之蒸餾成份則成塔底物。使用氣體色層分析儀分析回收之各餾份之成分，並將製品回收量一併示於表1，同時將供給液之組成亦示於表1中。由表1可知，依本方法對供給量回收19%之製品六氯二矽。

實施例2

於蒸餾塔2排出之殘液，即供給液(77.1kg)中導入氯氣(4.2kg)之外，其餘悉依實施例1實施蒸餾。結果示於表1，依本方法對供給量回收79%之製品六氯二矽。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂
線

五、發明說明(11)

表 1

成分	供給液	實施例1 (供給液59.0kg)				實施例2 (供給液77.1kg+氯氣4.2kg)			
		初餾	中間	製品	塔底物	初餾	中間	製品	塔底物
SiCl ₄	66.4%	35.0	—	—	—	48.4	—	—	—
Si ₂ H ₂ Cl ₄	14.6%	—	11.5	—	—	—	4.0	—	—
Si ₂ Cl ₆	14.2%	—	—	1.6	—	—	—	8.7	—
其他	4.8%	—	—	—	10.7	—	—	—	19.8
備註		Si ₂ Cl ₆ 回收率19%				Si ₂ Cl ₆ 回收率79%			

表中：初餾為初餾份

中間為中間餾份

製品為最終餾份(回收之六氯二矽)

實施例1之中間餾份含有Si₂Cl₆ 6.7kg

實施例2之中間餾份含有Si₂Cl₆ 2.2kg

表中數字之單位為kg

實施例3

將本發明製造方法所得之由蒸餾塔2排出之殘液(含有聚合物)引入蒸餾塔3中精製。此精製之六氯二矽中含有之不純物如表2所示。為比較，將依習知方法使用金屬矽作為原料製造之六氯二矽原液引入蒸餾塔3中精製。此製品所含之不純物量示於表2中供與實施例3作比較。依此實施例製得之六氯二矽與習知方法獲得者比較，含有之不純物量明顯減少，證明其為高純度之製品。

五、發明說明(12)

表 2

	本方法製品	比較品		本方法製品	比較品
Na	<100ppbw	2000ppbw	Cr	< 10ppbw	500ppbw
Al	< 50ppbw	4000ppbw	Fe	< 10ppbw	3000ppbw
K	< 10ppbw	70000ppbw	Ni	< 10ppbw	2000ppbw
Ca	< 10ppbw	1000ppbw	Cu	< 10ppbw	800ppbw
Ti	< 50ppbw	600000ppbw			

實施例 4

依實施例 1 之方法，將蒸餾塔 2 排出之殘液 75.5kg 於引入蒸餾塔 3 精製前引入氯氣 4.1kg 促進氯化後，再引入氮氣(流量 50 公升/分)198 分鐘(引入氮氣量 12.3kg)實施起泡處理，去除液中之氯。然後將此脫氯處理後之溶液引入六氯二矽之蒸餾塔 3 中蒸餾。在蒸餾時利用顆粒計數器 (particle counter) 測定發生之粉末，結果如表 3 所示。另外為比較起見使用殘液 77.1kg (由四氯化矽之蒸餾步驟(蒸餾塔 2) 排出之殘液)，而依實施例 2 之方法於此殘液中引入氯氣 4.2kg 促進氯化之後不實施氮氣之起泡處理而直接引入六氯二矽之蒸餾塔 3 中，並利用顆粒計數器測定蒸餾時發生之粉末。此結果作為比較例示於表 3。

依實施例 2 引入氯氣促進氯化可大幅提高六氯二矽之收率，但依本實施例則如表 3 所示，在引入氯氣後再實施脫(氯)氣處理，即可防止蒸餾時發生微粒子。對此，於氯

五、發明說明 (13)

氣引入後不實施脫(氯)氣處理時有多數之 $5 \mu m$ 以下之微粒子發生。

表 3

粉末徑 μm	有實施脫氣處理	無實施脫氣處理
10~100	1 個 / cm^3 以下	2 個 / cm^3
5~10	1 個 / cm^3 以下	690 個 / cm^3
3~5	1 個 / cm^3 以下	800 個 / cm^3 以上
2~3	1 個 / cm^3 以下	800 個 / cm^3 以上

〈產業上之利用可能性〉

依本發明之製造方法，可從一以氯矽烷類及氫作為原料之多晶矽之反應爐排出之排氣高收率且較容易的回收六氯二矽。由上述之排氣回收六氯二矽之方法從未被人所知。本發明之製造方法亦可作為排氣之再利用方法。又，依本發明方法除回收六氯二矽之外，同時可回收四氯乙矽烷。本發明方法回收之六氯二矽及四氯乙矽烷因係從作為半導體材料之多晶矽之反應排氣中回收者，故比以往之以金屬矽作為原料者純度顯著為高。又，因可在待蒸餾之溶液中導入氯氣促進氯化以提高六氯二矽之回收率，同時又可從上述導入氯氣之溶液中脫除殘留之氯以防止在蒸餾時發生微粒子。

五、發明說明 (14)

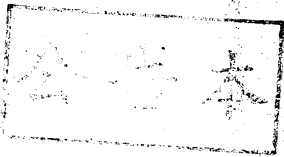
圖式之簡單說明

第 1 圖為本發明製造方法之一實施例之流程圖。

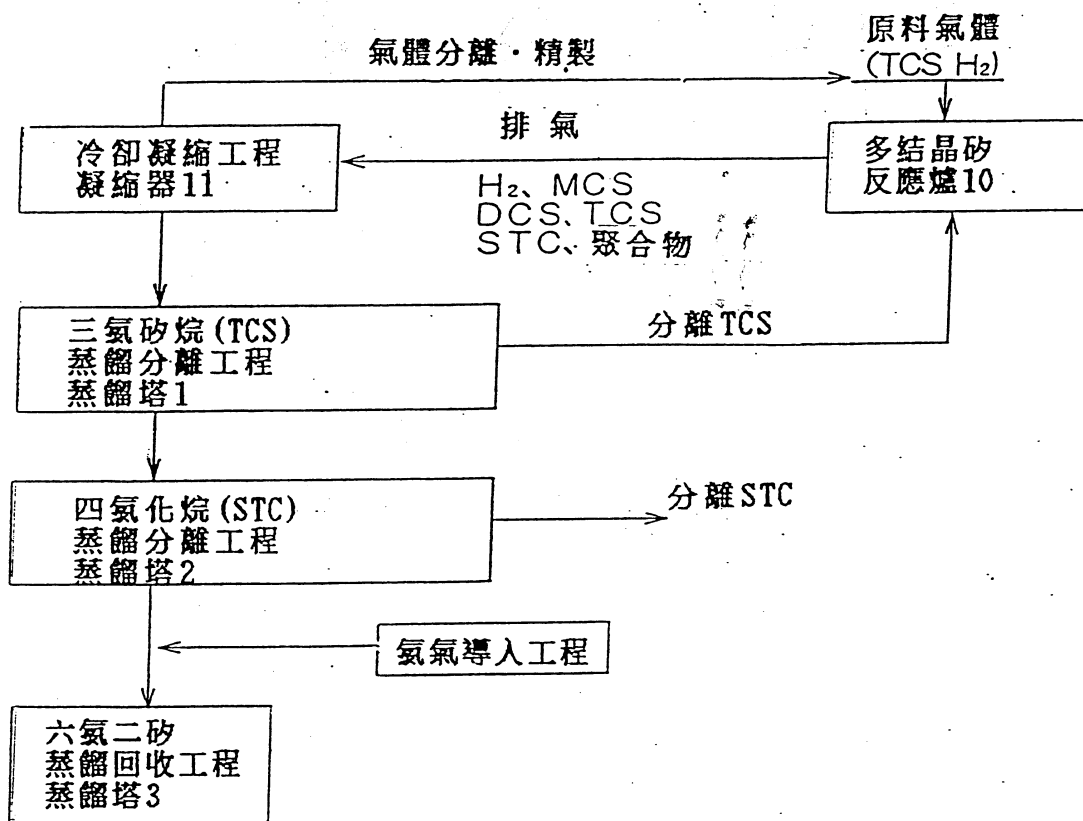
(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

90118535



第1圖



公告本

I226873

92-619

申請日期	90-07-31
案號	90118535
類別	C01B33/107

A4
C4

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、發明 名稱	中文	六氯二矽之製造方法
	英文	Process for producing disilicon hexachloride
二、發明人 創作	姓名	(1) 桐井 精一 (2) 生川 滿敏 (3) 竹末 久幸
	國籍	日本國
	住、居所	(1) 日本國三重縣四日市市三田町5 (2) ~ (3) 同上
三、申請人	姓名 (名稱)	三菱綜合材料多晶硅股份有限公司
	國籍	日本國
	住、居所 (事務所)	日本國三重縣四日市市三田町5
	代表人 姓名	飯塚 基

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

裝

訂

線

四、中文發明摘要 (發明之名稱：六氯二矽之製造方法) 91.10.20 補充)

將氯矽烷類及氫作為原料之多晶矽的製造爐所排出之排氣凝縮分離氫，然後將該凝縮液蒸餾分離未反應之氯矽烷及副生之四氯化矽之後，進一步蒸餾回收六氯二矽。此時，於六氯二矽之回收之同時可回收四氯乙矽烷 (tetrachlorodisilane)。此回收之六氯二矽及四氯乙矽烷比習知之以金屬矽為原料者具有顯著高之純度。

英文發明摘要 (發明之名稱：Process for producing disilicon hexachloride)

An exhaust gas discharged from a furnace for producing polycrystalline silicon from a chlorosilane and hydrogen is condensed to separate the hydrogen. The resultant condensate is distilled to separate the unreacted chlorosilane and by-product silicon tetrachloride and is then further distilled to recover disilicon hexachloride. Tetrachlorodisilane can be recovered together with the disilicon hexachloride. The disilicon hexachloride and tetrachlorodisilane recovered have a far higher purity than the conventional ones produced from metallic silicon.

第 90118535 號 專利 申請 案

補充、修正後無劃線部份之說明書

1. 一種六氟二矽之製造方法，包括：

將高溫下藉熱分解或氫還原氯矽烷析出多晶矽之矽反應系排出之含有氯矽烷、四氯化矽、未反應氫等之排氣冷卻分離氫，並將其他成分液化成凝縮液；繼之於三氯甲矽烷之沸點以上、四氯化矽之沸點以下之溫度壓力條件下蒸餾該凝縮液，餾出未反應之氯矽烷；再將其殘液置於四氯化矽之沸點以上、六氟二矽之沸點以下之溫度壓力條件下蒸餾，餾出四氯化矽；然後將其殘液置於六氟化二矽之沸點以上、高沸分之八氯化三矽之沸點以下之溫度壓力條件下蒸餾而回收六氟二矽。

2. 一種六氟二矽之製造方法，包括：

將高溫下藉熱分解或氫還原氯矽烷析出多晶矽之矽反應系排出之含有氯矽烷、四氯化矽、未反應氫等之排氣冷卻分離氫，並將其他成分液化成凝縮液；繼之於壓力 0~0.1 MPaG、溫度 33~55℃ 下蒸餾該凝縮液，餾出未反應之氯矽烷；再將其殘液置於壓力 0~0.1MPaG、溫度 57~80℃ 下蒸餾，餾出四氯化矽；然後將其殘液於壓力 0~0.01MPaG、溫度 144~165℃ 下蒸餾，餾出六氟二矽而將其回收。

3. 申請專利範圍第 1 或 2 項之製造方法，其特徵

六、申請專利範圍

在於：

在六氯二矽之蒸餾步驟時，將蒸餾溫度低之初期餾分回收後，再回收六氯二矽為主體之高溫蒸餾部分。

4. 如申請專利範圍第1或2項之製造方法，其特徵在於：

在六氯二矽之蒸餾步驟時，將蒸餾溫度低之初期餾分回收後，再回收四氯乙矽烷為主體之中間餾分，進而回收六氯二矽為主體之高溫蒸餾部分。

5. 如申請專利範圍第1或2項之製造方法，其特徵在於：

氯矽烷之蒸餾步驟、四氯化矽之蒸餾步驟及六氯二矽之蒸餾步驟係用個別之蒸餾塔依序連續的實施。

6. 如申請專利範圍第1或2項之製造方法，其特徵在於：

在氯矽烷之蒸餾步驟與四氯化矽之蒸餾步驟之間，或於四氯化矽之蒸餾步驟與六氯二矽之蒸餾步驟之間，或於四氯化矽之蒸餾步驟中，或於六氯二矽之蒸餾步驟中增設一個氯氣導入步驟。

7. 如申請專利範圍第6項之製造方法，其特徵在於：
於各個蒸餾步驟導入氯氣進行氯化之後，對殘液實施

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

六、申請專利範圍

脫氣去除殘留之氯。

8. 如申請專利範圍第7項之製造方法，其中該殘留氯之脫氣係於殘液中導入不活性氣體實施起泡作用者。

9. 如申請專利範圍第1或2項之製造方法，其特徵在於：

在氯矽烷之蒸餾步驟、四氯化矽之蒸餾步驟及六氯二矽之蒸餾步驟之至少一蒸餾步驟之後，將氯氣導入殘液中實施氯化後，使殘留氯脫氣，再將該殘液引至次蒸餾步驟或將氯氣導入該殘液中實行氯化後，再將該殘液引至次蒸餾步驟，使殘留氯脫氣。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂
線