

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 1 区分

【発行日】平成 27 年 8 月 27 日 (2015.8.27)

【公表番号】特表 2014-531379 (P2014-531379A)

【公表日】平成 26 年 11 月 27 日 (2014.11.27)

【年通号数】公開・登録公報 2014-065

【出願番号】特願 2014-518647 (P2014-518647)

【国際特許分類】

C 0 1 B 33/04 (2006.01)

C 0 7 C 43/11 (2006.01)

C 0 7 C 9/14 (2006.01)

C 0 7 C 15/06 (2006.01)

【F I】

C 0 1 B 33/04

C 0 7 C 43/11

C 0 7 C 9/14

C 0 7 C 15/06

【手続補正書】

【提出日】平成 27 年 7 月 6 日 (2015.7.6)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 0 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 0 7】

(概要)

本開示の一つの要旨は、塔状反応容器においてシランを製造する方法に関する。容器は下側入口（または流入口）および下側出口（または流出口）、上側入口（流入口）および上側出口（流出口）を含み、また、容器内に反応混合物を含む。水素化物を含む水素化物のフィードは、反応容器の上側入口に導入される。ハロシランを含むフィードガスは、反応容器の下側入口に導入されて、フィードガスを泡立て反応混合物を経由させる。水素化物はハロシランと反応して、シランおよびハロゲン化塩を生成する。シランを含む生成物ガスは、上側出口から排出される。ハロゲン化塩を含む流出物は下側出口から排出される。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 0 8

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 0 8】

本開示の別の要旨は、容器内に反応混合物を有する反応容器内でシランを製造する方法に関する。容器は一または複数のバッフルを有し、当該バッフルは、直列に接続された 2 またはそれよりも多い反応ゾーンを形成する。水素化物を含む水素化物のフィードは、反応容器に導入される。ハロシランを含むフィードガスは反応容器に導入されて、フィードガスを泡立てて反応混合物を経由させる。水素化物はハロシランと反応して、シランおよびハロゲン化塩を生成する。シランを含む生成物ガスは、反応容器から排出させられる。ハロゲン化塩を含む流出物は、反応容器から排出させられる。反応混合物は攪拌される。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0013

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0013】

ここで図1を参照するに、水素化物のフィード7は、反応容器10（同義語的に「反応器」）の上側入口17に導入される。フィード7は、一または複数の水素化物化合物、例えば、アルカリもしくはアルカリ土類金属の水素化物（例えば、 NaH ）、または四水素化アルミニウムのアルカリもしくはアルカリ土類金属の塩（例えば、 NaAlH_4 ）を含む。ここで用いられているように、「水素化物」は、アルカリまたはアルカリ土類金属および水素を含み、「水素化物」には水素化アルミニウムのアルカリもしくはアルカリ土類金属の塩も含まれ得る。水素化物の塩は、それらがアルミニウムを含まない場合には、一般式 MH_y を有し得、あるいはそれらがアルミニウムを含む場合には、一般式 $\text{M}(\text{AlH}_4)_y$ を有し得、当該一般式において、Mはアルカリまたはアルカリ土類金属であり、yはMがアルカリである場合には1であり、Mがアルカリ土類金属である場合には2である。水素化物（および下記に説明する、結果として得られるアルカリまたはアルカリ塩副生物）のアルカリまたはアルカリ土類金属は、リチウム、ナトリウム、カリウム、マグネシウム、バリウム、カルシウムおよびそれらの混合物から成る群より選択してよい。水素化ナトリウム（例えば、 NaH および NaAlH_4 ）が広く入手できることを考慮すると、ナトリウムが好ましいアルカリまたはアルカリ土類金属である。これに関して、任意のアルカリまたはアルカリ土類金属を本開示により使用できることを理解すべきである。アルカリまたはアルカリ土類金属の水素化物および四水素化アルミニウムのアルカリまたはアルカリ土類金属の塩は、それらの元素の前駆体（例えば、Na、AlおよびH）を高い圧力および温度の下で反応させることにより生成してよい。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0025

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0025】

シランガスは反応容器10において生成され、このガスは容器の上側出口9から生成物ガス19として取り出してよい。容器10中の液体のレベルは一般に、入口17より下のレベルに維持されて、それにより、生成物ガス19を液体から分離させるガス遊離ゾーンが入口17の上方に形成されるようにする。シランガスに加えて、ハロゲン化塩（例えば、 NaF または NaAlF_4 ）が容器10において生成され、それは下側出口15を経由して流出物5に排出されてよい。ハロゲン化塩は、流出物5に懸濁した固体であってよく（および一部が溶解していてもよく）、あるいは流出物の温度および生成されるハロゲン化塩に応じて全体が溶解していてもよい。一般に、フィードガス3および水素化物のフィード7は、連続的に反応容器10に導入され、シラン含有生成物ガス19および流出物5は容器10から連続的に取り出される。本明細書における「連続的」および「連続的に」という用語の使用は、各反応体（すなわち、フィードガスおよび水素化物フィード）および生成物（すなわち、生成物ガスおよび流出物）のそれぞれが、他の反応体および生成物に対して同時に導入され、取り出されることを意味する。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0032

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0032】

典型的には、ハロゲン化物とハロシランとの間の反応を促進するための触媒は使用され

ないが、いくつかの形態において、一定量の触媒、例えば、トリエチルアルミニウム、種々のルイス酸、または痕跡量のアルカリ金属（例えば、金属塩化物のような不純物ルイス酸）を反応容器 10 に添加してよい。そのような触媒は、反応（1）～（4）が十分な転化を達成する温度を下げる。触媒が用いられない形態において、反応容器は少なくとも約 120 （例えば、約 120 ～約 225 、または約 140 ～約 200 ）の温度にて作動させてよい。一方、触媒が用いられる形態においては、反応容器は少なくとも室温（約 25 ）である比較的冷たい温度（例えば、約 25 ～約 125 、約 40 ～約 100 、または約 40 ～約 60 ）にて作動させてよい。この点に関して、反応混合物の温度は典型的には反応容器 10 の長さに沿って変化し、引用される温度は例示的なものにすぎず、限定的な意味で考慮されるべきではないということに留意すべきである。