



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 344 561**

51 Int. Cl.:
C01B 33/12 (2006.01)
B01J 19/24 (2006.01)
B01J 19/02 (2006.01)
B01J 8/20 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **04078042 .1**
96 Fecha de presentación : **22.03.2000**
97 Número de publicación de la solicitud: **1518826**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **30.03.2005**

54 Título: **Método y aparato para la producción de sílice amorfa a partir de silicio y materiales que contienen silicio.**

30 Prioridad: **29.03.1999 NO 19991521**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
31.08.2010

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
31.08.2010

73 Titular/es: **Elkem AS.**
Hoffsveien 65B
0377 Oslo, NO

72 Inventor/es: **Henriksen, Knut y**
Vegge, Olaf Trygve

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 344 561 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 y aparato para la producción de sílice amorfa a partir de silicio y materiales que contienen silicio.

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un método para producir sílice amorfa a partir de silicio y de materiales que contienen silicio mediante combustión a la llama de materiales que contienen silicio con aire, aire enriquecido en oxígeno u oxígeno. Además la invención se refiere a un aparato para la producción de silicio amorfo.

10

Antecedentes de la técnica

La sílice amorfa, que tiene un tamaño de partícula pequeño y un área superficial elevada, se produce principalmente hoy en día haciendo reaccionar compuestos de silicio volátiles, concretamente el tetracloruro de silicio, con un gas que contiene oxígeno en una llama. Este producto al cual se le denomina "sílice ahumada" tiene un número de aplicaciones, concretamente como carga en plásticos y goma. Además, se sabe que los productos similares de sílice amorfa pueden producirse en hornos de plasma y en hornos eléctricos donde los reaccionantes son cuarzo y carbón o sílice y cuarzo. Sin embargo, estos productos son costosos y no se les ha encontrado mucho uso.

20

A partir del documento de patente EP-B-151.490 y del documento de patente US N° 4.755.368, se conocen métodos para la combustión a la llama de silicio en los que el silicio en partículas fluidificado en un gas como aire u oxígeno se suministra a un reactor en el que el silicio se quema en llama para producir partículas de SiO₂.

25

Además, a partir del documento de patente noruega N° 304.366, se conoce un método para la producción de sílice amorfa a partir de materiales en partículas que contienen silicio, en el que el silicio en partículas se suministra en forma fluidificada a un reactor de combustión utilizando un gas fluidificante que contiene oxígeno y en el que el gas adicional que contiene oxígeno se suministra al reactor de combustión en el cual el silicio en partículas se quema a SiO₂ sin la adición de energía calorífica adicional.

30

Una desventaja del método conocido para la combustión del polvo de silicio a SiO₂ amorfa es que es difícil obtener un proceso uniforme y consistente. Se cree que una razón principal para esto es que es difícil obtener un suministro uniforme y constante del polvo de silicio al reactor cuando el polvo de silicio se suministra al reactor fluidificado en un gas. Además, como se ve a partir del documento de patente noruega N° 304.366, únicamente se obtiene una superficie específica de aproximadamente 20 m²/g para la SiO₂ producida mientras que para muchas aplicaciones se necesita sílice amorfa que contenga un área superficial mucho más alta, de 80 m²/g o mayor.

35

Descripción de la invención

40

Un objetivo de la presente invención es proporcionar un método y un aparato para la combustión de materiales que contienen silicio para dar SiO₂ amorfa, en el cual el silicio se suministra al reactor de combustión de una forma muy uniforme y estable y en el cual se obtiene sílice amorfa que contiene una superficie específica sorprendentemente elevada.

45

Así, la presente invención se refiere a un método para la producción de sílice amorfa a partir de materiales en partículas que contienen al menos el 50% de silicio elemental, en el que el material que contiene silicio se suministra a un reactor de combustión que se calienta mediante un quemador de aceite o de gas y en el que la sílice amorfa se recupera tras la salida del reactor de combustión, caracterizándose dicho método por que al menos una parte de los materiales en partículas que contienen silicio se suministran al reactor de combustión en forma de una suspensión acuosa.

50

De acuerdo con una realización preferida, el silicio se suministra al reactor de combustión en forma de una suspensión acuosa que contiene entre el 20 y el 80% en peso de material que contiene silicio, y preferiblemente entre el 40 y el 60% en peso de material que contiene silicio.

55

De acuerdo con otra realización preferida, un agente regulador de la viscosidad, tal como un ácido mineral o agentes dispersantes orgánicos, se añade a una suspensión acuosa que contiene material que contiene silicio.

60

Para modificar la superficie de la sílice amorfa producida se pueden añadir agentes modificadores de superficie a la suspensión acuosa, tales como por ejemplo, sales de aluminio, preferiblemente sulfato de aluminio.

De acuerdo con otra realización, la sílice amorfa se enfría mediante la adición de agua en la zona de la salida del reactor de combustión.

65

Sorprendentemente se ha encontrado que, al suministrar silicio en forma de una suspensión acuosa, se obtiene una operación en estado estacionario en el reactor, a la vez que la sílice amorfa producida tiene una superficie específica sorprendentemente elevada, de más de 100 m²/g.

ES 2 344 561 T3

Como material que contiene silicio se puede usar cualquier material en partículas que tenga un contenido de silicio elemental de al menos el 50%. Ejemplos de dichos materiales son: silicio en grado metalúrgico en forma de partículas; silicio de alta pureza en forma de partículas; silicio atomizado; las líneas de separación del corte de las obleas de silicio para células electrónicas y células solares; polvo procedente del filtro obtenido en la trituración del silicio; y residuos de los reactores para la producción de organohalosilanos y de silanos inorgánicos.

Además, la presente invención se refiere a un aparato para la producción de sílice amorfa a partir de materiales en partículas que contienen al menos el 50% en peso de silicio elemental, en el que el aparato comprende una cámara de reacción alargada que comprende un cilindro de acero que tiene un revestimiento refractario interior, una cámara de enfriamiento dispuesta sobre la parte exterior del cilindro de acero, teniendo la cámara de enfriamiento una abertura de entrada para el aire de enfriamiento, teniendo la cámara de reacción un aceite o gas de combustión en un extremo, al menos una abertura dispuesta a lo largo de la pared de la cámara de reacción, para suministrar el material que contiene silicio en forma de una suspensión acuosa, una abertura de salida para la sílice amorfa producida, una abertura de entrada para suministrar aire, aire enriquecido con oxígeno u oxígeno, y medios para recoger la sílice amorfa.

Breve descripción del dibujo

La Figura 1 muestra una vista en sección del aparato de acuerdo con la invención.

En la Figura 1 se ha mostrado un reactor de combustión de forma cilíndrica (1). El reactor (1) comprende un cilindro de acero externo (2) que tiene un revestimiento refractario interno (3). En un extremo, el reactor (1) tiene un quemador de aceite o de gas (4). En su otro extremo, el reactor (1) tiene una abertura de salida. Una cámara de enfriamiento (5), para que circule el aire de enfriamiento, está situada en el exterior del cilindro de acero (2). La cámara de enfriamiento (5) tiene una abertura de entrada (6). El reactor (1) está equipado además con al menos una abertura de entrada (7) para el suministro de material que contiene silicio en forma de una suspensión acuosa.

El aire de enfriamiento suministrado a través de la abertura de entrada (6) a la cámara de enfriamiento (5), abandona la cámara de enfriamiento (5) y se introduce en una cámara (8) que, mediante una salida (9), está conectada a un filtro o similar para recoger la sílice amorfa producida. Está dispuesta, además una abertura de entrada (10) para el suministro al reactor (1) de aire, aire enriquecido con oxígeno u oxígeno.

Cuando el proceso comienza, el reactor (1) se calienta primero con el quemador de aceite o de gas (4). A continuación, se inicia el suministro de silicio mediante el suministro de una suspensión acuosa que contiene silicio a través de la abertura de entrada (7) y mediante el suministro de aire, aire enriquecido con oxígeno u oxígeno a través de la abertura (10). Las partículas de silicio que entran en el reactor se encenderán y se quemarán a sílice amorfa cuando atraviesen el reactor (1).

Ejemplo 1

El polvo de silicio recogido de una planta de trituración de silicio en grado metalúrgico se mezcló con agua para dar una suspensión que contenía el 60% en peso de silicio. La suspensión se suministró al reactor, como se muestra en la figura 1, después de que el reactor se hubiera calentado a una temperatura de aproximadamente 1.550°C en el extremo de entrada del reactor. La suspensión se bombeó a la abertura de entrada (7) del reactor en una cantidad de 0,2 kg por minuto, junto con 500 litros de oxígeno por minuto. La sílice amorfa producida se recogió en una unidad de filtración conectada a la abertura de salida (9) en la cámara (8).

La superficie específica de la sílice amorfa se midió según DIN 66132 (medida de un punto según el método BET). La sílice amorfa producida tenía una superficie específica de 114,2 m²/g.

La sílice amorfa se examinó para medir el contenido de sílice cristalina utilizando un equipo de difracción de rayos-X Philip PW1710, que tiene un ánodo de cobre en el tubo de rayos-X. No se encontró sílice cristalina.

Ejemplo 2

Se repitió el ensayo del Ejemplo 1, excepto que se suministraron al reactor 0,4 kg de suspensión por minuto. La sílice amorfa producida tenía una superficie específica de 213,6 m²/g.

Ejemplo 3

Se repitió el ensayo del Ejemplo 1, excepto en que se utilizó una suspensión que contenía el 50% en peso de silicio. La sílice amorfa producida tenía una superficie específica de 117,9 m²/g.

ES 2 344 561 T3

Ejemplo 4

Se repitió el ensayo del Ejemplo 1, excepto en que el material que contiene silicio utilizado fueron las líneas de separación del corte kerf con diamante de las obleas de silicio para células solares, las cuales habían sido sometidas a molienda durante 15 minutos en un molino de bolas. La sílice amorfa producida tenía una superficie específica de 103,2 m²/g.

Los ejemplos 1-4 muestran que mediante el método de la presente invención se obtiene sílice amorfa que tiene una superficie específica muy alta, comparada con la sílice amorfa producida de acuerdo con la patente noruega N° 304.366.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

ES 2 344 561 T3

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un método para la producción de sílice amorfa a partir de materiales en partículas que contienen al menos el 50% de silicio elemental, en el que el material que contiene el silicio se suministra a un reactor de combustión, que está calentado mediante un quemador de aceite o de gas y en el que la sílice amorfa se recupera tras la salida del reactor de combustión, **caracterizado** por que al menos una parte de los materiales en partículas que contienen silicio se suministran al reactor de combustión en forma de suspensión acuosa.
- 10 2. Método de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado** por que el silicio se suministra al reactor de combustión en forma de una suspensión acuosa que contiene entre el 20 y el 80% en peso de material que contiene silicio.
3. Método de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizado** por que el silicio se suministra al reactor de combustión en forma de una suspensión acuosa que contiene entre el 40 y el 60% en peso de material que contiene silicio.
- 15 4. Método de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado** por que se añade un agente regulador de la viscosidad a la suspensión acuosa que contiene el material que contiene el silicio.
- 20 5. Método de acuerdo con la reivindicación 4, **caracterizado** por que se añade un ácido mineral a la suspensión acuosa.
6. Método de acuerdo con la reivindicación 4, **caracterizado** por que se añaden agentes dispersantes orgánicos a la suspensión acuosa.
- 25 7. Método de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado** por que se añaden agentes modificadores de superficie a la suspensión acuosa.
8. Método de acuerdo con la reivindicación 7, **caracterizado** por que se añaden sales de aluminio como agente modificador de superficie.
- 30 9. Método de acuerdo con la reivindicación 8, **caracterizado** por que se añade sulfato de aluminio como agente modificador de superficie.
10. Método de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado** por que la sílice amorfa se enfría mediante la adición de agua en la zona de la salida del reactor de combustión.
- 35 11. Aparato para la producción de sílice amorfa a partir de material en partículas que contiene al menos el 50% en peso de silicio elemental, en el que el aparato comprende una cámara de reacción alargada (1) que comprende un cilindro de acero (2) que tiene un revestimiento refractario interior (3), una cámara de enfriamiento (5) dispuesta sobre la parte exterior del cilindro de acero (2), teniendo la cámara de enfriamiento (5) una abertura de entrada para el aire de enfriamiento, teniendo la cámara de reacción (5) un aceite o gas de combustión (4) en un extremo, al menos una abertura (7) dispuesta a lo largo de la pared de la cámara de reacción (1), para suministrar el material que contiene silicio en forma de una suspensión acuosa, una abertura de salida (9) para la sílice amorfa producida, una abertura de entrada (10) para suministrar aire, aire enriquecido con oxígeno u oxígeno, y medios para recoger la sílice amorfa.

45

50

55

60

65

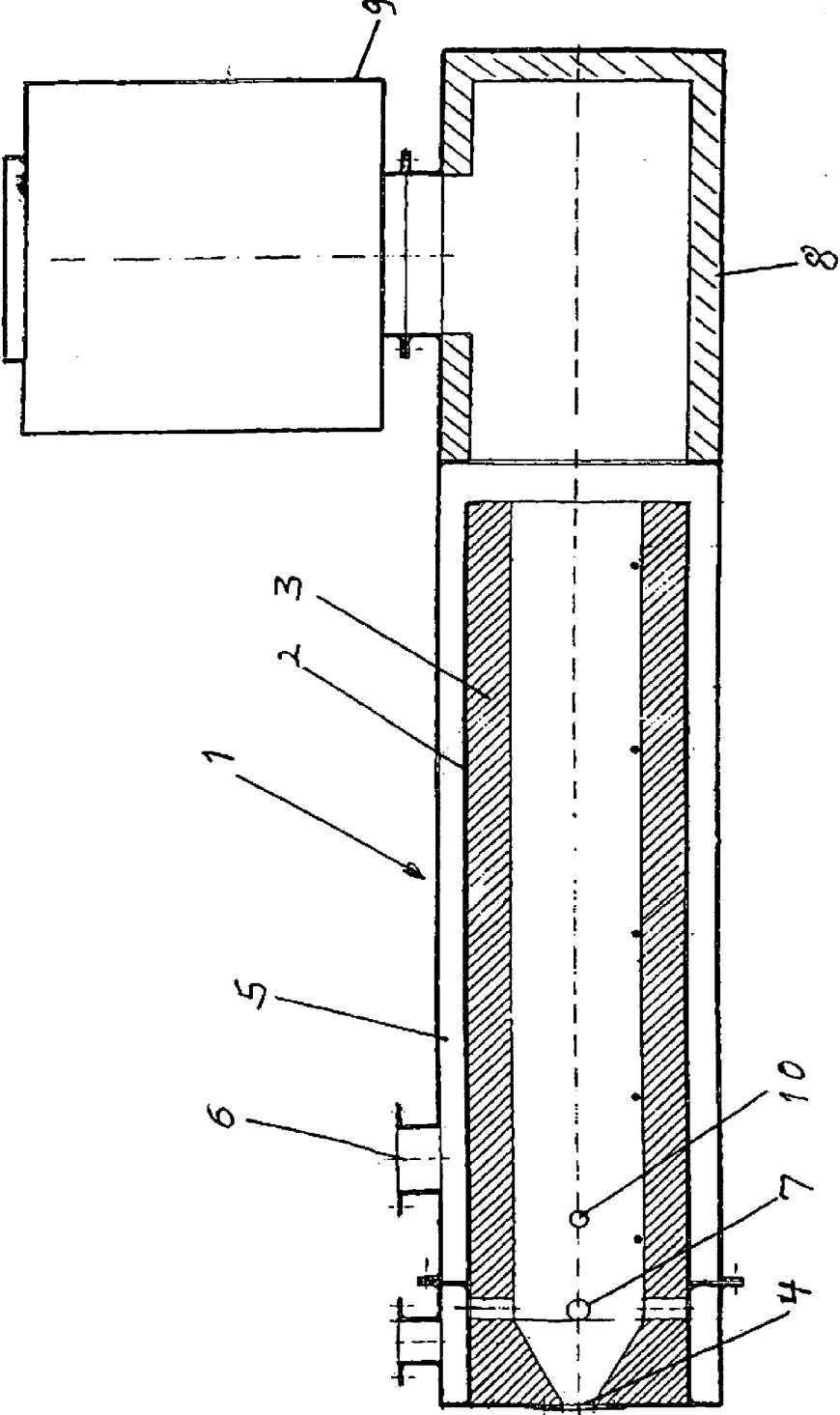


Figura I