



(12) 实用新型专利

(10) 授权公告号 CN 221156582 U

(45) 授权公告日 2024.06.18

(21) 申请号 202323067512.3

B01D 3/14 (2006.01)

(22) 申请日 2023.11.14

B01D 3/32 (2006.01)

(73) 专利权人 内蒙古兴洋科技股份有限公司

B01D 3/42 (2006.01)

地址 010400 内蒙古自治区鄂尔多斯市准格尔旗沙圪堵镇工业园区伊东大道北

C01B 33/04 (2006.01)

(72) 发明人 曹宏成 陶刚义 杨林涛 周新军
杜晓辉 黄初 吕阳 刘月颖
侯龙 王小雨 张鑫 刘杰

(74) 专利代理机构 北京慕达星云知识产权代理
事务所(特殊普通合伙)
11465

专利代理师 李浩

(51) Int.Cl.

B01J 8/06 (2006.01)

B01D 3/00 (2006.01)

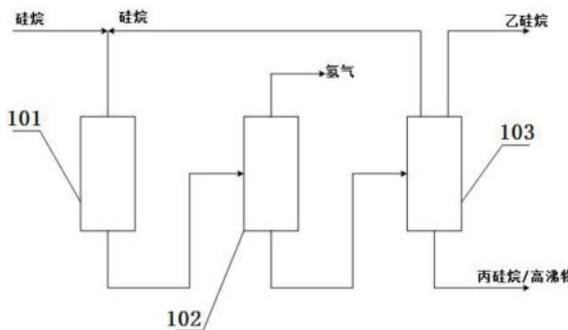
权利要求书1页 说明书7页 附图1页

(54) 实用新型名称

一种乙硅烷合成系统

(57) 摘要

本实用新型公开了一种乙硅烷合成系统,属于化学合成技术领域。该系统包括:包括:乙硅烷反应模块、氢气分离模块和乙硅烷分离模块,所述乙硅烷反应模块包括乙硅烷合成反应器、原料气-产品气换热器、原料气加热器、产品气冷却器和硅烷循环压缩机,所述氢气分离模块包括产品气冷凝分离器,所述乙硅烷分离模块包括硅烷分离塔和乙硅烷精馏塔。本实用新型采用装填催化剂的列管式固定床反应器,反应设备体积小,反应效率高,目标产物收率高,产品分离流程简单。



1. 一种乙硅烷合成系统,其特征在于,包括:乙硅烷反应模块、氢气分离模块和乙硅烷分离模块,所述乙硅烷反应模块包括乙硅烷合成反应器、原料气-产品气换热器、原料气加热器、产品气冷却器和硅烷循环压缩机,所述氢气分离模块包括产品气冷凝分离器,所述乙硅烷分离模块包括硅烷分离塔和乙硅烷精馏塔;

所述原料气-产品气换热器设有原料气进口,所述原料气-产品气换热器的原料气出口与原料气加热器的原料气进口连通,所述原料气加热器的原料气出口与乙硅烷合成反应器的顶部新鲜硅烷进口连通,所述乙硅烷合成反应器的底部混合硅烷出口与原料气-产品气换热器的产品气进口连通,所述原料气-产品气换热器的产品气出口与产品气冷却器的产品气进口连通,所述产品气冷却器的产品气出口与产品气冷凝分离器的产品气进口连通,所述产品气冷凝分离器的硅烷出口与硅烷分离塔的混合硅烷入口连通,所述产品气冷凝分离器顶部设有氢气出口,所述硅烷分离塔的塔釜与乙硅烷精馏塔的混合硅烷入口连通,乙硅烷精馏塔的塔顶设有乙硅烷出口,乙硅烷精馏塔的塔釜设有副产品出口;

所述硅烷分离塔的塔顶与硅烷循环压缩机的循环硅烷进口连通,所述硅烷循环压缩机的循环硅烷出口与原料气-产品气换热器的原料气进口连通;

所述乙硅烷合成反应器为列管式固定床反应器;

所述连通的方式均为经管路连通。

2. 根据权利要求1所述一种乙硅烷合成系统,其特征在于,所述产品气冷凝分离器分为分离部分和冷凝部分,分离部分为空腔结构,冷凝部分为管壳结构,冷凝部分管程走气相产品和液相产品,冷凝部分壳程走冷凝液,所述壳程设有冷凝液进口和冷凝液出口,所述分离部分连接有硅烷液位控制系统。

3. 根据权利要求1所述一种乙硅烷合成系统,其特征在于,还包括再沸器一、再沸器二、冷凝器一、冷凝器二、回流液罐一、回流液罐二和回流比控制系统,所述硅烷分离塔的塔顶、冷凝器一、回流液罐一和硅烷分离塔的上段依次连接,所述乙硅烷精馏塔的塔顶、冷凝器二、回流液罐二和乙硅烷精馏塔的上段依次连接,所述硅烷分离塔的塔底连接有再沸器一,所述乙硅烷精馏塔的塔底连接有再沸器二,所述冷凝器一和冷凝器二分别连接回流比控制系统。

4. 根据权利要求1所述一种乙硅烷合成系统,其特征在于,还包括压缩机控制系统、进口缓冲罐和出口缓冲罐,所述硅烷循环压缩机与压缩机控制系统连接,所述硅烷分离塔的塔顶、进口缓冲罐与硅烷循环压缩机的循环硅烷进口依次连通,所述硅烷循环压缩机的循环硅烷出口、出口缓冲罐与原料气-产品气换热器的原料气进口依次连通。

5. 根据权利要求1所述一种乙硅烷合成系统,其特征在于,还包括温度控制系统,所述乙硅烷合成反应器、原料气-产品气换热器、产品气冷却器和产品气冷凝分离器的氢气出口分别与温度控制系统连接。

6. 根据权利要求1所述一种乙硅烷合成系统,其特征在于,所述乙硅烷合成反应器壳程换热采用导热油换热或水汽换热。

7. 根据权利要求1所述一种乙硅烷合成系统,其特征在于,所述硅烷循环压缩机采用隔膜压缩机。

8. 根据权利要求1所述一种乙硅烷合成系统,其特征在于,所述原料气-产品气换热器采用管壳式,原料气走壳程,产品气走管程。

一种乙硅烷合成系统

技术领域

[0001] 本实用新型属于化学合成技术领域,更具体的说是涉及一种乙硅烷合成系统。

背景技术

[0002] 乙硅烷是一种重要的电子特气,主要用于太阳能电池及半导体工业,与硅烷相比,具有沉积速度快、沉积温度低等优点,市场前景看好,价格较高。

[0003] 乙硅烷的合成方法较多,原料主要有硅化镁、卤代乙硅烷、硅烷等三种。以硅化镁和卤代乙硅烷为原料的合成方法,受原料、产物分离等限制,多用于小批量生产。以硅烷为原料的合成方法,随着硅烷工业的蓬勃发展和乙硅烷下游市场的不断开拓,日益受到关注。

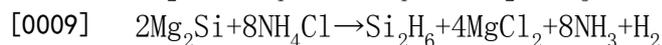
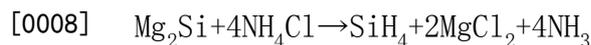
[0004] 以硅烷制备乙硅烷,关键在于尽量打破硅-氢键和适度生成硅-硅键。打破硅-氢键的方法,有光解、辉光放电、原子激发、静电场、热解等。光解、辉光放电、原子激发、静电场等需要结构特殊的设备,难度较高;同时控制硅-硅键聚合程度的能力较弱,高阶产物含量价高,产品分离较复杂。热解可采用化工通用设备,难度较低;可以通过控制反应温度的方法打破硅-氢键和控制硅-硅键的聚合程度。

[0005] 硅烷热解制乙硅烷方法,按是否采用催化剂分为非催化热解和催化热解两类。无论哪类方法,关键在于选择原理简单结构合理的反应体系,在尽量低的反应温度下得到尽量多的乙硅烷,同时产生尽量少的产生微粉。催化热解相比非催化热解,反应温度较低,乙硅烷选择性较高,微粉产率较低,相对较合理。

[0006] 目前主流的乙硅烷合成方法主要有:

[0007] 1) 硅化镁氯化铵合成法,该方法主要利用硅化镁与氯化铵反应合成硅烷、乙硅烷和其他高阶硅烷,主要产品是硅烷,但它同时也会产生高阶硅烷,如乙硅烷就约占3%左右。

反应式:



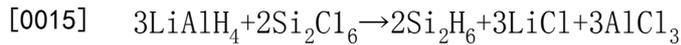
[0011] 2) 硅化镁酸解法,该方法采用硅化镁与无机酸的化学反应制备硅烷,实验中需要先将稀盐酸注入到真空反应器中,然后加入粉末状的硅化镁,此时会立即在真空反应器中发生反应,产生各类硅烷的混合气体。该反应的特点是产生高阶硅烷如乙硅烷、丙硅烷等比较多,其中反应产生的混合气体包括:40%硅烷、30%乙硅烷、15%丙硅烷、10%丁硅烷和5%的更高阶硅烷,反应方程式为:



[0013] 该反应的反应温度为40~50℃,实际生产中,不需要加热,因为该反应在室温下进行,反应放出的热量可以维持反应体系所需要的反应温度。最后需要使用低温精馏法将硅烷及H₂、H₂O、HCl等杂质除去,即可得到纯度较高的乙硅烷。

[0014] 3) 卤代乙硅烷还原法,用氢化铝锂(LiAlH₄)还原六氯乙硅烷(Si₂Cl₆)制备乙硅烷。

反应式:

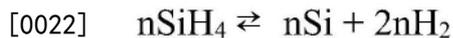
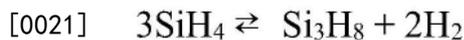
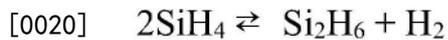


[0016] 将氢化铝锂的乙醚溶液慢慢加入处于真空和0℃下的六氯乙硅烷的乙醚溶液中,氢化铝锂过量15%。这种方法六氯乙硅烷的转化率达到87%,产物中大部分是乙硅烷,只有少量的是甲硅烷。

[0017] 该方法在溶剂中还原卤代乙硅烷得到乙硅烷,在常压下及加压条件下都可进行反应,反应时向溶剂中吹入惰性气体,使乙硅烷从溶剂中分离出来。

[0018] 4) 硅烷等离子体转化法,该方法是让硅烷通过一个等离子发生器。在等离子发生器后面串联一个冷凝器,整个装置组成一个封闭的循环系统。产生的乙硅烷在冷凝器中冷凝下来,未反应的硅烷经蒸馏塔提纯后重新循环。

[0019] 5) 硅烷非催化热解法,该方法是在350~500℃高温将硅烷热解并产生乙硅烷、丙硅烷、更高阶硅烷和氢气,反应温度越高,硅-氢键越容易断裂,硅硅键越容易形成。与此同时,生成的乙硅烷、丙硅烷等阶硅烷进一步高阶化。高阶化过度进行则成为微粉,使乙硅烷的选择性降低,同时在反应器及后续设备和管线内壁堆积固体硅从而造成堵塞。配加氢气和提高反应压力,可在一定程度上抑制微粉的产生。该方法中主要反应有:



[0023] 现有乙硅烷合成技术的缺点:

[0024] 1) 硅化镁氯化铵合成法,产品中以硅烷为主,乙硅烷为辅,还伴随 H_2 、 NH_3 等副产物,产品分离难度较大;

[0025] 2) 硅化镁酸解法,反应在负压下进行,生成乙硅烷和氢气等易燃易爆气体,如果反应器有漏点,容易带入氧气,危险性较高。原料酸性强,对反应器及后续设备、管道、仪表的材质有他特殊要求;

[0026] 3) 卤代乙硅烷还原法,使用的原料一般为价格较高的六氯乙硅烷,经济合理性不强。还原剂氢化铝锂的制造难度较高。用惰性气体将乙硅烷吹出,得到的粗产品中含有惰性气体和溶剂,产品分离过程较复杂。

[0027] 4) 硅烷等离子体转化法,条件相对较温和,但产生等离子体的设备较复杂,产物中高阶硅烷含量较高,产品分离流程较复杂;

[0028] 5) 硅烷非催化热解法,反应温度高,生成的微粉较多,设备和管道易堵。同时生成乙硅烷的同时生成氢气,氢气在反应体系中的存在抑制了反应向生成乙硅烷的方向进行,限制了硅烷转化率、乙硅烷选择性和乙硅烷收率,同时氢气与硅烷的分离难度较高。

[0029] 因此,如何研发出一种反应设备体积小,反应效率高,目标产物收率高,产品分离流程简单的乙硅烷合成系统是本领域技术人员亟需解决的问题。

实用新型内容

[0030] 有鉴于此,本实用新型提供了一种乙硅烷合成系统。

[0031] 为了实现上述目的,本实用新型采用如下技术方案:

[0032] 一种乙硅烷合成系统,包括:乙硅烷反应模块、氢气分离模块和乙硅烷分离模块,

上述乙硅烷反应模块包括乙硅烷合成反应器、原料气-产品气换热器、原料气加热器、产品气冷却器和硅烷循环压缩机,上述氢气分离模块包括产品气冷凝分离器,上述乙硅烷分离模块包括硅烷分离塔和乙硅烷精馏塔;

[0033] 上述原料气-产品气换热器设有原料气进口,上述原料气-产品气换热器的原料气出口与原料气加热器的原料气进口连通,上述原料气加热器的原料气出口与乙硅烷合成反应器的顶部新鲜硅烷进口连通,上述乙硅烷合成反应器的底部混合硅烷出口与原料气-产品气换热器的产品气进口连通,上述原料气-产品气换热器的产品气出口与产品气冷却器的产品气进口连通,上述产品气冷却器的产品气出口与产品气冷凝分离器的产品气进口连通,上述产品气冷凝分离器的硅烷出口与硅烷分离塔的混合硅烷入口连通,上述产品气冷凝分离器顶部设有氢气出口,上述硅烷分离塔的塔釜与乙硅烷精馏塔的混合硅烷入口连通,乙硅烷精馏塔的塔顶设有乙硅烷出口,乙硅烷精馏塔的塔釜设有副产品出口;

[0034] 上述硅烷分离塔的塔顶与硅烷循环压缩机的循环硅烷进口连通,上述硅烷循环压缩机的循环硅烷出口与原料气-产品气换热器的原料气进口连通;

[0035] 上述乙硅烷合成反应器为列管式固定床反应器;

[0036] 上述连通的方式均为经管路连通。

[0037] 进一步,上述产品气冷凝分离器分为分离部分和冷凝部分,分离部分为空腔结构,冷凝部分为管壳结构,冷凝部分管程走气相产品和液相产品,冷凝部分壳程走冷凝液,上述壳程设有冷凝液进口和冷凝液出口,上述分离部分连接有硅烷液位控制系统。

[0038] 采用上述进一步技术方案的有益效果:产品气冷凝分离器集成了冷凝和分离两个功能,在一个设备内,将产品气中的高沸组分冷凝并收集,实现了分离氢气和高沸组分的目的,避免了复杂的管路系统和控制系统。

[0039] 进一步,还包括再沸器一、再沸器二、冷凝器一、冷凝器二、回流液罐一、回流液罐二和回流比控制系统,上述硅烷分离塔的塔顶、冷凝器一、回流液罐一、和硅烷分离塔的上段依次连接,上述乙硅烷精馏塔的塔顶、冷凝器二、回流液罐二和乙硅烷精馏塔的上段依次连接,上述硅烷分离塔的塔底连接有再沸器一,上述乙硅烷精馏塔的塔底连接有再沸器二,上述冷凝器一和冷凝器二分别连接回流比控制系统。

[0040] 采用上述进一步技术方案的有益效果:硅烷分离塔将硅烷和乙硅烷分离,塔顶得到硅烷和其他轻组分并返回反应模块循环利用,塔底得到乙硅烷和其他重组分送去乙硅烷精馏塔。乙硅烷精馏塔将乙硅烷和重组分分离,塔顶得到乙硅烷,塔底得到丙硅烷和其他高沸物。

[0041] 进一步,还包括压缩机控制系统、进口缓冲罐和出口缓冲罐,上述硅烷循环压缩机与压缩机控制系统连接,上述硅烷分离塔的塔顶、进口缓冲罐与硅烷循环压缩机的循环硅烷进口依次连通,上述硅烷循环压缩机的循环硅烷出口、出口缓冲罐与原料气-产品气换热器的原料气进口依次连通。

[0042] 采用上述进一步技术方案的有益效果:通过压缩机的加压,将产品气中的硅烷循环利用,提高原料气中硅烷的转化率。

[0043] 进一步,还包括温度控制系统,上述乙硅烷合成反应器、原料气-产品气换热器、产品气冷却器和产品气冷凝分离器的氢气出口分别与温度控制系统连接。

[0044] 采用上述进一步技术方案的有益效果:通过温度控制系统的作用,保证反应器温

度、产品冷却器产品气温度、产品气冷凝分离器氢气纯度等指标的稳定。

[0045] 更进一步,上述冷凝部分壳程与温度控制系统连接。

[0046] 进一步,上述乙硅烷合成反应器壳程换热采用导热油换热或水汽换热,优选为水汽换热。

[0047] 采用上述进一步技术方案的有益效果:换热介质将反应产生的热量转移出反应系统,避免催化剂床层飞温。

[0048] 进一步,上述硅烷循环压缩机采用隔膜压缩机。

[0049] 采用上述进一步技术方案的有益效果:所选用压缩机整机结构紧凑合理,压缩效率高,避免高纯度气体被污染,维修率较低,油泵系统性能好,压缩机冷却条件好。

[0050] 进一步,上述原料气-产品气换热器采用管壳式,原料气走壳程,产品气走管程。

[0051] 采用上述进一步技术方案的有益效果:产品气走管程,避免产品气中的高沸组分在换热器中结垢。

[0052] 本实用新型的有益效果:本实用新型列管式固定床反应器具有设备结构简单、反应温度容易控制等优点,本实用新型采用冷凝分离一体的方式实现氢气的分离。本实用新型采用装填催化剂的列管式固定床反应器,管程可以装有催化剂促使硅烷热解反应在较低温度下进行并生成目标产品乙硅烷,反应设备体积小,反应效率高,目标产物收率高,产品分离流程简单。

[0053] 列管式固定床反应器为通用化工设备,制造过程简单,成本较低;反应器维护简单;反应器温度容易控制。

[0054] 相比电催化合成系统:电催化合成系统,反应复杂,副产品多,后续分离相对复杂。固定床反应系统,反应简单,在催化剂的作用下,乙硅烷选择性高,副产品含量低,后续分离工序流程简单;

[0055] 电催化合成系统,需要用到相对复杂的电离系统,设备结构复杂,维护工作量大。固定床反应系统,设备结构简单,维护简单;

[0056] 电催化合成系统,噪音较大,操作环境相对恶劣。固定床反应系统,噪音小,操作环境优良。

[0057] 与硅化镁氯化铵合成法、硅化镁酸解法等方法相比,产物相对简单,适合工业化生产;

[0058] 与卤代乙硅烷还原法相比,反应原料来源简单,原料价格相对较低,经济合理性较高;

[0059] 与硅烷非催化热解法相比,反应温度较低,微粉产率较低,乙硅烷选择性和收率较高。

附图说明

[0060] 为了更清楚地说明本实用新型实施例或现有技术中的技术方案,下面将对实施例或现有技术描述中所需要使用的附图作简单地介绍,显而易见地,下面描述中的附图仅仅是本实用新型的实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据提供的附图获得其他的附图。

[0061] 图1附图为本实用新型乙硅烷合成系统的主要结构示意图;

[0062] 图2附图为本实用新型乙硅烷合成系统的具体结构示意图；

[0063] 图中：101-乙硅烷反应模块，102-氢气分离模块，103-乙硅烷分离模块，1-乙硅烷合成反应器，2-原料气-产品气换热器，3-原料气加热器，4-产品气冷却器，5-硅烷循环压缩机，6-产品气冷凝分离器，7-硅烷分离塔，8-乙硅烷精馏塔，9-分离部分，10-冷凝部分，11-再沸器一，12-冷凝器一、13-回流液罐一，14-再沸器二，15-冷凝器二，16-回流液罐二，17-进口缓冲罐，18-出口缓冲罐。

具体实施方式

[0064] 下面将对本实用新型实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述，显然，所描述的实施例仅仅是本实用新型一部分实施例，而不是全部的实施例。基于本实用新型中的实施例，本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例，都属于本实用新型保护的范围。

[0065] 如图1-2所示，乙硅烷合成系统，包括：乙硅烷反应模块101、氢气分离模块102和乙硅烷分离模块103，乙硅烷反应模块101包括乙硅烷合成反应器1、原料气-产品气换热器2、原料气加热器3、产品气冷却器4和硅烷循环压缩机5，氢气分离模块102包括产品气冷凝分离器6，乙硅烷分离模块103包括硅烷分离塔7和乙硅烷精馏塔8；

[0066] 原料气-产品气换热器2设有原料气进口，原料气-产品气换热器2的原料气出口与原料气加热器3的原料气进口连通，原料气加热器3的原料气出口与乙硅烷合成反应器1的顶部新鲜硅烷进口连通，乙硅烷合成反应器1的底部混合硅烷出口与原料气-产品气换热器2的产品气进口连通，原料气-产品气换热器2的产品气出口与产品气冷却器4的产品气进口连通，产品气冷却器4的产品气出口与产品气冷凝分离器6的产品气进口连通，产品气冷凝分离器6的硅烷出口与硅烷分离塔7的混合硅烷入口连通，产品气冷凝分离器6顶部设有氢气出口，硅烷分离塔7的塔釜与乙硅烷精馏塔8的混合硅烷入口连通，乙硅烷精馏塔8的塔顶设有乙硅烷出口，乙硅烷精馏塔8的塔釜设有副产品出口；

[0067] 硅烷分离塔7的塔顶与硅烷循环压缩机5的循环硅烷进口连通，硅烷循环压缩机5的循环硅烷出口与原料气-产品气换热器2的原料气进口连通；

[0068] 乙硅烷合成反应器1为列管式固定床反应器；

[0069] 连通的方式均为经管路连通。

[0070] 在一个实施例中，产品气冷凝分离器6分为分离部分9和冷凝部分10，分离部分9为空腔结构，冷凝部分10为管壳结构，冷凝部分10管程走气相产品和液相产品，冷凝部分10壳程走冷凝液，壳程设有冷凝液进口和冷凝液出口，分离部分9连接有硅烷液位控制系统。

[0071] 在一个实施例中，还包括再沸器一11、再沸器二14、冷凝器一12、冷凝器二15、回流液罐一13、回流液罐二16和回流比控制系统，硅烷分离塔7的塔顶、冷凝器一12、回流液罐一13、和硅烷分离塔7的上段依次连接，乙硅烷精馏塔8的塔顶、冷凝器二15、回流液罐二16和乙硅烷精馏塔8的上段依次连接，硅烷分离塔7的塔底连接有再沸器一11，乙硅烷精馏塔8的塔底连接有再沸器二14，冷凝器一12和冷凝器二15分别连接回流比控制系统。

[0072] 在一个实施例中，还包括压缩机控制系统、进口缓冲罐17和出口缓冲罐18，硅烷循环压缩机5与压缩机控制系统连接，硅烷分离塔7的塔顶、进口缓冲罐17与硅烷循环压缩机5的循环硅烷进口依次连通，硅烷循环压缩机5的循环硅烷出口、出口缓冲罐18与原料气-产

品气换热器2的原料气进口依次连通。

[0073] 在一个实施例中,还包括温度控制系统,乙硅烷合成反应器1、原料气-产品气换热器2、产品气冷却器4和产品气冷凝分离器6的氢气出口分别与温度控制系统连接。

[0074] 在一个实施例中,冷凝部分10壳程与温度控制系统连接。

[0075] 在一个实施例中,乙硅烷合成反应器1壳程换热采用导热油换热或水汽换热。

[0076] 在一个实施例中,乙硅烷合成反应器1壳程换热采用水汽换热。

[0077] 在一个实施例中,硅烷循环压缩机5采用隔膜压缩机。

[0078] 在一个实施例中,原料气-产品气换热器2采用管壳式,原料气走壳程,产品气走管程。

[0079] 实施例1

[0080] 乙硅烷合成方法,包括以下步骤:

[0081] (1) 新鲜硅烷进入原料气-产品气换热器2壳程换热升温,再经原料气加热器3加热升温,乙硅烷合成反应器1的管程装有负载3wt%钨的活性氧化铝催化剂,壳程装有换热介质,原料气进入乙硅烷合成反应器1的管程顶部,未反应完的硅烷和反应生成的乙硅烷、丙硅烷、高沸物、氢气组成的产品气从管程底部排出并进入原料气-产品气换热器2管程换热降温,再经产品气冷却器4降温;乙硅烷合成反应器1的管程操作压力为0.30MPa,操作温度为250℃,壳程操作压力2.70MPa,操作温度为230℃,管壳程压差为2.40MPa。

[0082] (2) 从产品气冷却器4降温后得到的产品气进入产品气冷凝分离器6的分离部分9,产品气轻组分上升进入冷凝部分10管程,重组分丙硅烷和高沸物在冷凝液作用下冷凝并下降进入分离部分9,产品气轻组分在壳程冷凝液作用下,硅烷、乙硅烷冷凝并下降进入分离部分9,氢气上升并排出产品气冷凝分离器6,硅烷、乙硅烷、丙硅烷和重沸物组成的低温液相硅烷混合物进入硅烷分离塔7;

[0083] (3) 硅烷分离塔7塔顶得到硅烷,再经硅烷循环压缩机5加压后与新鲜硅烷混合后经原料气-产品气换热器2换热,再经原料气加热器3加热后返回乙硅烷合成反应器1;硅烷分离塔7塔釜得到乙硅烷、丙硅烷和高沸物的混合物并进入乙硅烷精馏塔8,乙硅烷精馏塔8塔顶得到主产品乙硅烷,乙硅烷精馏塔8塔釜得到副产品丙硅烷和高沸物。

[0084] 硅烷转化率2.20%,产品以乙硅烷为主,含有少量的丙硅烷和高沸物,未见到硅粉等硅烷裂解产物,结果如表1所示。

[0085] 实施例2

[0086] 将实施例1中的催化剂换成不负载金属的活性氧化铝,乙硅烷合成反应器1的管程操作压力为0.45MPa,操作温度为300℃,壳程操作压力6.40MPa,操作温度为280℃,管壳程压差为5.95MPa,其余与实施例1相同。

[0087] 硅烷转化率1.12%,产品以乙硅烷为主,含有少量的丙硅烷和高沸物,未见到硅粉等硅烷裂解产物,结果如表1所示。

[0088] 实施例3

[0089] 将实施例1中的催化剂换成负载20wt%镍的活性炭催化剂,乙硅烷合成反应器1的管程操作压力为0.40MPa,操作温度为200℃,壳程操作压力0.90MPa,操作温度为180℃,管壳程压差为0.50MPa,其余与实施例1相同。

[0090] 硅烷转化率3.05%,产品以乙硅烷为主,含有相当量的丙硅烷和高沸物,未见到硅

粉等硅烷裂解产物,结果如表1所示。

[0091] 表1

实 施 例	催化 剂	反 应 温 度	反 应 压 力	硅 烷 转 化 率	乙 硅 烷 选 择 性
		°C	MPa	%	%
[0092] 1	氧化铝负载钨	250	0.30	2.20	95.28
2	活性氧化铝	300	0.45	1.12	95.67
3	活性炭负载镍	200	0.40	3.05	95.55

[0093] 对所公开的实施例的说明,使本领域专业技术人员能够实现或使用本实用新型。对这些实施例的多种修改对本领域的专业技术人员来说将是显而易见的,本文中所定义的一般原理可以在不脱离本实用新型的精神或范围的情况下,在其它实施例中实现。因此,本实用新型将不会被限制于本文所示的这些实施例,而是要符合与本文所公开的原理和和特点相一致的最宽的范围。

