

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2019年5月23日(23.05.2019)



(10) 国際公開番号

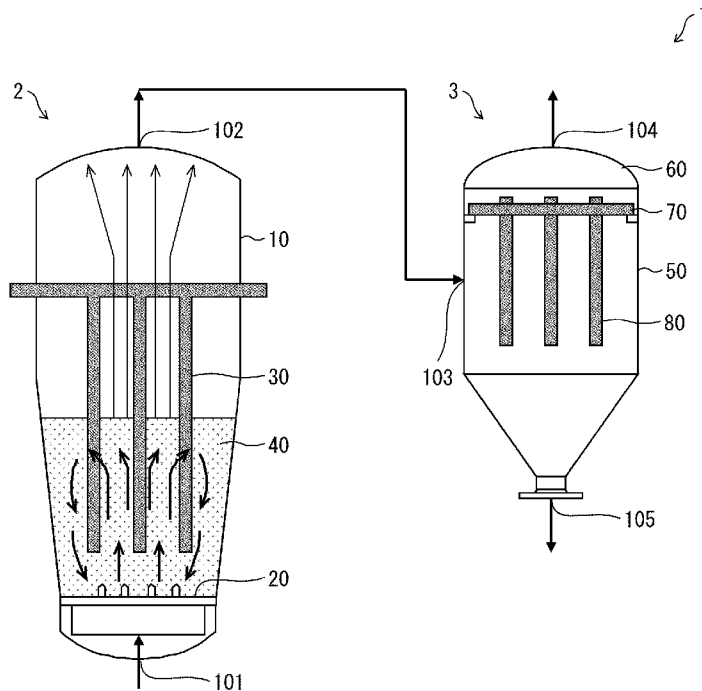
WO 2019/098345 A1

- (51) 国際特許分類：
C01B 33/107 (2006.01) B01D 39/20 (2006.01)
- (21) 国際出願番号： PCT/JP2018/042557
- (22) 国際出願日： 2018年11月16日(16.11.2018)
- (25) 国際出願の言語： 日本語
- (26) 国際公開の言語： 日本語
- (30) 優先権データ：
特願 2017-223144 2017年11月20日(20.11.2017) JP
- (71) 出願人：株式会社トクヤマ (TOKUYAMA CORPORATION) [JP/JP]; 〒7458648 山口県周南市御影町1番1号 Yamaguchi (JP).
- (72) 発明者：弘田 賢次(HIROTA, Kenji); 〒7458648 山口県周南市御影町1番1号 株式会社トクヤマ内 Yamaguchi (JP). 荻原 克弥(OGIHARA, Katsuya); 〒7458648 山口県周南市御影町1番1号 株式会社トクヤマ内 Yamaguchi (JP).
- (74) 代理人：特許業務法人HARAKENZO WORLD PATENT & TRADEMARK (HARAKENZO WORLD PATENT & TRADEMARK); 〒5300041 大阪府大阪市北区天神橋2丁目北2番6号 大和南森町ビル Osaka (JP).
- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能)： AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ,

(54) Title: TRICHLOROSILANE MANUFACTURING APPARATUS, AND METHOD FOR MANUFACTURING TRICHLOROSILANE

(54) 発明の名称： トリクロロシラン製造装置およびトリクロロシランの製造方法

図 1



(57) Abstract: The purpose of the present invention is to prevent corrosion and stress corrosion cracking due to hydrochloric acid generated in a filter element (80) portion. A trichlorosilane manufacturing apparatus (1) provided with a reaction device (2) for generating trichlorosilane and a filter device (3) for removing a reaction residue, the filter device (3) being provided with a filter element constituted from a corrosion-resistant material.



NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT,
QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL,
SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類：

- 国際調査報告 (条約第21条(3))
- 補正された請求の範囲 (条約第19条(1))

(57) 要約：フィルターエレメント（80）部分に発生する塩酸による、腐食および応力腐食割れを防ぐことを目的とする。トリクロロシランを生成する反応装置（2）と、反応残渣を除去するフィルター装置（3）と、を備えたトリクロロシラン製造装置（1）であって、前記フィルター装置（3）は、耐食性材料から構成されたフィルターエレメントを備える。

明 細 書

発明の名称：

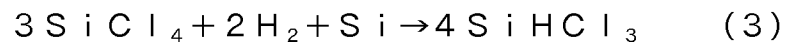
トリクロロシラン製造装置およびトリクロロシランの製造方法

技術分野

[0001] 本発明はトリクロロシラン製造装置およびトリクロロシランの製造方法に関する。

背景技術

[0002] 高純度のトリクロロシラン（TCS、 SiHCl_3 ）は、半導体及び太陽電池の材料として用いられる多結晶シリコンの製造に使用される。トリクロロシランは、例えば、以下の反応経路を経て得られる。まず、金属シリコン粉体（Si）と塩化水素（HCl）とを反応させる。その場合に、主反応として、式（1）に示すようにトリクロロシランが生成されるが、副反応として式（2）に示すようにテトラクロロシラン（STC、 SiCl_4 ）が生じる。テトラクロロシランは回収後再利用され、式（3）に示すようにトリクロロシランへと転化される。また、塩化水素を用いずに、式（3）の反応によってトリクロロシランを製造する場合もある。



[0003] 上記反応が行われる反応装置から回収された反応生成物には、トリクロロシラン、低沸点シラン、およびテトラクロロシランなどを含むクロロシラン化合物が含まれているため、高純度のトリクロロシランガスを得るためには反応生成物の精製を行う必要がある。しかし、反応生成物には未反応の金属シリコン粉体も含まれる。そのため、反応装置から、その下流の精製装置へ、反応生成物をそのまま供給した場合、精製装置において金属シリコン粉体によるエロージョンおよび閉塞が発生する。この未反応の金属シリコン粉体は、反応装置と精製装置との間にフィルター装置を設けることにより、除去

できる。

[0004] ここで、金属シリコン粉体は極めて硬い物質であるため、フィルター装置の摩耗が問題視されていた。特許文献1には、耐摩耗性材料である金属製の焼結フィルターエレメントを設けた固気分離装置を備えるトリクロロシランの製造装置について開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：中国実用新案公告第201643908号明細書

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] しかしながら、フィルター装置の損傷を防止するためには、上述の従来技術に改善の余地があることを本発明者は独自に見出した。

[0007] 本発明の一様態は、前記の問題点に鑑みてなされたものであり、その目的はトリクロロシラン製造装置における、腐食および応力による腐食割れ（以降、「応力腐食割れ」と称する）を防ぐことを目的とする。

課題を解決するための手段

[0008] 上述の課題を解決するために、本発明者が鋭意研究を行った結果、フィルターエレメントに耐食性材料を用いることにより、フィルターエレメントの腐食、および応力腐食割れの発生を抑制できることを見出した。即ち、本発明は以下の構成を含む。

[0009] 金属シリコン粉体を用いてトリクロロシランを生成する反応装置と、前記反応装置により生成されたトリクロロシランと反応残渣とを含む反応生成物から前記反応残渣を除去するフィルター装置と、を備えたトリクロロシラン製造装置であって、前記フィルター装置は、耐食性材料から構成されたフィルターエレメントを備えることを特徴とするトリクロロシラン製造装置。

発明の効果

[0010] 本発明の一態様によれば、フィルターエレメント部分に発生する塩酸によ

る腐食および応力腐食割れを抑制できる。

図面の簡単な説明

[0011] [図1]本発明の一実施形態に係るトリクロロシラン製造装置の模式図である。

発明を実施するための形態

[0012] 本発明の実施の形態について、以下に詳細に説明する。なお、本明細書において特記しない限り、数値範囲を表す「A～B」は、「A以上（Aを含みかつAより大きい）B以下（Bを含みかつBより小さい）」を意味する。

[0013] [1. 本発明の概要説明]

本発明者が鋭意検討したところ、上述した従来技術には以下の問題点があることがわかった。特許文献1に開示された金属焼結フィルターエレメントを備えたトリクロロシラン製造装置において、フィルター装置のフィルターエレメント部分において金属シリコン粉体の接触による摩耗以外に、次の（i）から（i i i）の問題が生じることを新たに見出した。（i）定期検査等においてフィルター装置を開放した際にフィルターエレメント近傍に空気中の水分による塩酸環境が発生すること。（i i）発生した塩酸環境によりフィルターエレメント部分において腐食が進行するとともに、フィルター装置の使用を継続すると腐食した箇所へ応力がかかり、割れるという問題が起こること。（i i i）特にフィルターエレメントは、目が細かい構造のためトリクロロシランおよびテトラクロロシランが残留し易く、定期検査等の際の開放時に前記（i）および（i i）の問題が顕在化すること。

[0014] これまで、当業者にとって、フィルターエレメント部分の劣化については、前記金属シリコン粉体と接触することによる摩耗を特に懸念するであろうところ、開放時の腐食に起因して、応力腐食割れの問題が生じることは想定外であった。本発明者は、驚くべきことに、フィルターエレメント部分の耐食性が重要であることを独自に見出した。

[0015] そこで、本発明の一実施形態に係るトリクロロシラン製造装置は、上述した従来技術の問題点を解決するものであり、フィルターエレメントに耐食性を備える。以下、詳説する。

[0016] [2. トリクロロシラン製造装置およびトリクロロシランの製造方法]

本発明の一実施形態に係るトリクロロシラン製造装置は、金属シリコン粉体を用いてトリクロロシランを生成する反応装置と、前記反応装置により生成されたトリクロロシランと反応残渣とを含む反応生成物から前記反応残渣を除去するフィルター装置と、を備えたトリクロロシラン製造装置であって、前記フィルター装置は、耐食性材料から構成されたフィルターエレメントを備える。また、本発明の一実施形態に係るトリクロロシランの製造方法は、上記製造装置を用いて、トリクロロシランを製造する工程を有することを特徴とする。

[0017] <2-1. 反応装置>

本発明の一実施形態に用いる反応装置は、金属シリコン粉体を用いてトリクロロシランを含む反応生成物を合成する装置であれば何ら制限されず、公知のものであってもよい。反応装置として、例えば、流動床方式反応装置が挙げられる。流動床方式反応装置を用いることにより、連続的に金属シリコン粉体、および塩化水素を供給して、連続的にトリクロロシランを合成することが可能である。なお、以下では、流動床方式反応装置の一例として図1に金属シリコン粉体と塩化水素ガスとを反応させてトリクロロシランを合成する装置を挙げて説明するが、その他に金属シリコン粉体とテトラクロロシランとを反応させてトリクロロシランを合成する装置を用いてもよい。

[0018] 図1に示すトリクロロシラン製造装置1のうち反応装置2は反応容器10、分散板20、および熱媒管30を備えている。反応装置2では、反応容器10の内部に金属シリコン粉体が供給され、反応容器10の底部に形成されたガス供給口101から、金属シリコン粉体と反応する塩化水素ガスが反応容器10の内部に供給される。分散板20は、反応容器10のガス供給口101の上に設けられており、反応容器10の内部に供給された塩化水素ガスを分散させる。

[0019] 反応装置2は、反応容器10の内部の金属シリコン粉体を塩化水素ガスによって流動させながら反応させる（該反応が発生している箇所を、以降、流

動層40と称する)。金属シリコン粉体と塩化水素ガスとの反応により合成されたトリクロロシランと反応残渣とを含む反応生成物を、反応容器10の反応生成物出口102から取り出す。また、反応容器10の内部には、熱媒体を流通させる熱媒管30が上下方向(重力に平行な方向)に沿って設けられている。熱媒管30に熱媒体を流通させることにより、金属シリコン粉体と塩化水素ガスとの反応による反応熱を除去する。

[0020] 反応容器10が有する形状(換言すれば、反応容器10が有する側壁の形状)については特に限定されない。例えば、反応容器10のうち流動層40を囲む側壁は、反応容器10の高さ方向に直交する切断面の断面積が、一定であるような形状(不図示)であってもよいし、上方に向かって大きくなるようなテーパ形状(図1)であってもよい。例えば、ガス供給口から流動層の上面までの高さの少なくとも80%以上の範囲で、側壁は、反応容器の高さ方向に直交する切断面の断面積が、上方に向かって大きくなるようなテーパ形状であってもよい。エロージョンのリスクを低減できるとともに、局所的な温度上昇を防ぐことができるという観点から、反応容器10が有する形状は、テーパ形状であることが好ましい。

[0021] なお、反応装置2に至るまでの金属シリコン粉体及び塩化水素の流れについては、例えば、日本国公開特許公報「特開2011-184242号公報」に記載されているため、記載を省略する。また、使用原料については公知のものを特に制限なく用いることができ、合成条件も公知の条件であれば特に制限なく用いることができる。

[0022] 本明細書において、「金属シリコン粉体」とは、冶金製金属シリコン、珪素鉄、或いはポリシリコン等の金属状態の珪素元素を含む固体物質を意図し、公知のものが何ら制限なく使用される。また、それら金属シリコン粉体には鉄化合物等の不純物が含まれていてもよく、その成分および含有量において特に制限はない。かかる金属シリコン粉体は、通常、平均粒径が150~350 μm 程度の微細な粉末の形態で使用される。

[0023] 上記反応に用いられる塩化水素としては、工業的に入手し得る種々の塩化

水素を使用することができる。

[0024] 金属シリコン粉体および塩化水素の供給量は、流動層が形成可能な流量となるような速度にて金属シリコン粉体および塩化水素を供給することができれば、特に制限されない。

[0025] 上記反応における反応温度は、反応装置の材質および能力、並びに用いる触媒等を勘案して適宜決定されるが、一般に、200～500℃、特に250～400℃の範囲に設定される。

[0026] <2-2. フィルター装置>

フィルター装置はトリクロロシランと反応残渣とを含む反応生成物から未反応の金属シリコン粉体を含む反応残渣を除去するための装置である。フィルター装置は細孔が形成されたフィルターエレメントを備える。これにより、フィルター装置は、反応生成物を、前記細孔を通過できる成分と、前記細孔を通過できない成分（反応残渣）と、に分離する。

[0027] フィルター装置の一例として、図1に示すフィルター装置3を例にとり詳説する。フィルター装置3は下部フィルター容器50、上部フィルター容器60、仕切板70、および、フィルターエレメント80を備えている。

[0028] 下部フィルター容器50は、底部がテーパ状であり、胴部が寸胴状をしておりフィルター装置入口103および残渣回収口105を備える。上部フィルター容器60は、フィルター装置出口104を備える。フィルター装置3では、フィルター装置入口103から、反応装置2において合成された反応生成物が逐次供給される。供給された反応生成物はフィルターエレメント80により分離され、フィルター装置出口104および残渣回収口105から排出される。下部フィルター容器50と上部フィルター容器60とは、開閉可能に設置される。

[0029] 仕切板70はフィルター装置3の内部を、フィルター装置入口103が設置されている側（以降、フィルター装置入口側と称する）の空間とフィルター装置出口104が設置されている側（以降、フィルター装置出口側と称する）の空間とに二分割する。例えば、仕切板70は、下部フィルター容器5

0と上部フィルター容器60との境に設置され得る。また、仕切板70にはフィルターエレメント80を保持するための孔が開いており、その孔の形状、大きさ、数、および、位置に制限はない。

[0030] フィルターエレメント80は微細な細孔が形成された円柱形をしている。フィルターエレメント80は、仕切板70の孔に保持されるようにフィルター装置3に設置される。フィルターエレメント80は、細孔を通じて、フィルター装置入口側の空間と、フィルター装置出口側の空間と、を気体が流通できるように繋いでいる。フィルター装置入口103から供給された反応生成物のうち、フィルターエレメント80の細孔を通過できる成分（以降、気体成分と称する）は、フィルター装置出口104から排出される。フィルター装置3に反応生成物が逐次供給されるため、フィルター装置入り口側は陽圧、フィルター装置出口側は入口より低い圧力となり気体成分は自動的に排出される。

[0031] 一方、フィルターエレメント80の細孔の孔径より大きなサイズの反応生成物はフィルターエレメント80の細孔を通過できないため、フィルター装置3のフィルター装置入口側に滞留する。

[0032] 反応生成物から反応残渣の除去を継続的に行うと、フィルターエレメント80の細孔内に、反応残渣が付着する。これによりフィルターエレメント80による圧力損失が大きくなる。そのため、定期的にフィルターを予備フィルターに切り替えて、フィルター装置出口側から反応生成物に悪影響を与えないガス（ N_2 ガス、 H_2 ガス、またはArガスなどを含む。）を噴射し、フィルターエレメント80細孔内に存在する反応生成物をフィルター装置入口側に吹き戻す、逆洗浄作業を行うことが好ましい。また、フィルター装置3内部に反応残渣が滞留し、反応残渣の除去効率が低下するため定期的に反応残渣を残渣回収口105から回収することが好ましい。なお、回収の方法としては、 N_2 ガス、 H_2 ガスまたはArガス等である一定の圧力まで当該フィルター容器を加圧し、残渣回収口105の下流にある当該フィルターよりも低い圧力で保持されている別容器に排出する、排出作業を行うことが好まし

い。なお、排出作業は、両容器を異なる圧力で保持した後、接続している配管のバルブを素早く開けて、両容器の圧力差を利用して排出することが好ましい。

[0033] 加えて、フィルターエレメント80の状態を確認するため、またはフィルター装置3の検査をするため、フィルター装置3の下部フィルター容器50および上部フィルター容器60を分離することによりフィルター装置3を大気開放する場合がある。大気開放する前に上記のように逆洗浄作業及び排出作業によりフィルターエレメント80の細孔に滞留している反応生成物を払い落とし、排出するが、細孔は目が細かい構造のため反応生成物の一部が細孔内に残留する。残留した反応生成物はトリクロロシランなどが含まれるため、大気開放時に大気中の水分と残留した反応生成物とが反応することによりフィルターエレメント80近傍で高濃度の塩酸が発生し、フィルターエレメント80が腐食しやすくなる。

[0034] そのため、フィルターエレメント80は耐食性材料から構成されている。本明細書において、「耐食性材料」とは、JIS G0576「ステンレス鋼の応力腐食割れ試験方法」やJIS Z 2291「金属材料の高温ガス腐食試験方法」によって、ステンレス鋼に比して応力腐食割れに優れていると認められた材料、または高温における耐酸化性が極めて優れていると認められた材料を意図する。また、本明細書において、部材が「耐食性材料から構成されている」とは、部材に耐食性材料が被覆されていること、部材が耐食性材料から鍛造または鋳造されていること等を包含する。

[0035] フィルターエレメント80に用いられる耐食性材料は、ニッケルを必須成分とし、これと、クロム、鉄、タングステン、ニオブ、タンタルおよびモリブデンからなる群より選択されるいずれか1種以上を含有していることが好ましい。耐食性材料100重量%中のニッケルの含有量は、20~80重量%であることが好ましく、50~75重量%であることがより好ましい。また、クロムの含有量は、10~25重量%であることが好ましく、14~23重量%であることがより好ましい。鉄の含有量は、2~30重量%である

ことが好ましく、3～8重量%であることがより好ましい。タングステンの含有量は、0～5重量%であることが好ましく、0～4重量%であることがより好ましい。ニオブの含有量は、0～5重量%であることが好ましく、0～4重量%であることがより好ましい。タンタルの含有量は、0～5重量%であることが好ましく、0～4重量%であることがより好ましい。モリブデンの含有量は1重量%以上であることが好ましく、5～20重量%であることがより好ましい。このような耐食性材料の具体例としてはインコネル600、インコネル625、インコネル825、ハステロイC22、ハステロイC276およびNAS254N等が挙げられる。

[0036] このうち、フィルターエレメント80としてモリブデンを含有する耐食性材料を用いることにより腐食および応力腐食割れのみならず粒界腐食（腐食が結晶粒界に沿って進行する腐食）を抑制することができる。そのため、モリブデンを含有する耐食性材料を用いることがより好ましい。モリブデンを含有する耐食性材料としては、インコネル625、インコネル825、ハステロイC22、ハステロイC276およびNAS254N等が挙げられる。

[0037] 本発明は上述した各実施形態に限定されるものではなく、請求項に示した範囲で種々の変更が可能であり、異なる実施形態にそれぞれ開示された技術的手段を適宜組み合わせて得られる実施形態についても本発明の技術的範囲に含まれる。

実施例

[0038] 以下、本発明の方法について実施例を示して更に具体的に説明するが、本発明は、これらの実施例に限定されるものではない。

[0039] 図1に示すトリクロロシラン製造装置1より排出された反応生成物を図1に示すフィルター装置3を用いて処理した。

[0040] 反応生成物は、温度約200℃で以下のガス組成とダスト成分とを含むものである。

・ガス組成：H₂ 3重量%、TCS 17重量%、STC 80重量%、および微量成分（AlCl₃、高沸点成分等）

・ダスト成分：Si、Siとの金属間化合物、SiC、Al、Caスラグ、AlCl₃、CaCl₂、およびFeCl₂等。

[0041] 表1は、フィルターエレメント80の材質と、材質の耐食性の評価と、実運転後の応力腐食割れの有無と、を示す。また、表2にフィルターエレメント80として用いた材質の組成を示す。

[0042] フィルターエレメント80として、No. 1～No. 5に示す材質よりなり、微細な細孔が形成された円柱形（3mm厚、外径60φ×全長1300mm）のフィルターエレメントを使用した。このフィルターエレメントを309日間実運用し、応力腐食割れの発生の有無を確認した。

[0043] 応力腐食割れは、JIS G0576およびJIS Z2291のどちらの試験方法においても耐食性を示さなかったSUS316Lでのみ発生した。

[0044] また、応力腐食割れが発生しなかったフィルターエレメントの内、No. 4およびNo. 5を用いて更に3年間実運転を行ったが、応力腐食割れは発生しなかった。

[0045] [表1]

No.	フィルターエレメント材質	JIS G 0576	JIS Z 2291	応力腐食割れ
1	SUS316L	—	—	あり
2	NAS254N	耐食性材料	耐食性材料	無し
3	Inconel825	耐食性材料	耐食性材料	無し
4	Inconel625	耐食性材料	耐食性材料	無し
5	HastelloyC-276	耐食性材料	耐食性材料	無し

[0046] [表2]

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	Fe
SUS316L	0.014	0.70	1.24	0.034	0.002	12.10	17.22	2.04	—	残
NAS254N	0.01	0.46	0.35	0.017	0.001	24.94	22.98	5.74	0.08	残
Inconel825	0.04	0.26	0.46	—	0.001	42.45	22.68	2.71	1.87	28.60
Inconel625	0.01	0.11	0.07	0.008	<0.001	60.64	21.98	9.03	—	4.20
HastelloyC-276	<0.01	0.05	0.49	0.011	0.001	56.47	15.93	16.01	—	5.83

[0047] なお、表2の数値の単位は重量%である。

[0048] (まとめ)

フィルターエレメント80として耐食性材料を用いることにより、フィルターエレメントの腐食、および応力腐食割れの発生を抑制することができることが認められた。

[0049] 本発明の一様態に係るトリクロロシラン製造装置では、金属シリコン粉体を用いてトリクロロシランを生成する反応装置と、前記反応装置により生成されたトリクロロシランと反応残渣とを含む反応生成物から前記反応残渣を除去するフィルター装置と、を備えたトリクロロシラン製造装置であって、前記フィルター装置は、耐食性材料から構成されたフィルターエレメントを備える。

[0050] また、本発明の一様態に係るトリクロロシラン製造装置では、前記耐食性材料は、モリブデンが1重量%以上含まれることが好ましい。

[0051] また、本発明の一様態に係るトリクロロシラン製造装置では、前記耐食性材料は、インコネル625またはハステロイであることが好ましい。

[0052] また、本発明の一様態に係るトリクロロシラン製造方法では、本発明の一様態に係るトリクロロシラン製造装置のいずれか一つに記載のトリクロロシラン製造装置を用いて、トリクロロシランを製造する工程を有することが好ましい。

産業上の利用可能性

[0053] 本発明は、トリクロロシランの製造に利用することができる。

符号の説明

- [0054]
- | | |
|----|--------------|
| 1 | トリクロロシラン製造装置 |
| 2 | 反応装置 |
| 3 | フィルター装置 |
| 10 | 反応容器 |
| 20 | 分散板 |
| 30 | 熱媒管 |

- 4 0 流動層
- 5 0 下部フィルター容器
- 6 0 上部フィルター容器
- 7 0 仕切板
- 8 0 フィルターエレメント
- 1 0 1 ガス供給口
- 1 0 2 反応生成物出口
- 1 0 3 フィルター装置入口
- 1 0 4 フィルター装置出口
- 1 0 5 残渣回収口

請求の範囲

- [請求項1] 金属シリコン粉体を用いてトリクロロシランを生成する反応装置と、
、
前記反応装置により生成されたトリクロロシランと反応残渣とを含む反応生成物から前記反応残渣を除去するフィルター装置と、
を備えたトリクロロシラン製造装置であって、
前記フィルター装置は、耐食性材料から構成されたフィルターエレメントを備えることを特徴とするトリクロロシラン製造装置。
- [請求項2] 前記耐食性材料は、モリブデンが1重量%以上含まれることを特徴とする請求項1に記載のトリクロロシラン製造装置。
- [請求項3] 前記耐食性材料は、インコネル625またはハステロイであることを特徴とする請求項1または2に記載のトリクロロシラン製造装置。
- [請求項4] 請求項1～3のいずれか一項に記載のトリクロロシラン製造装置を用いて、トリクロロシランを製造する工程を有することを特徴とするトリクロロシランの製造方法。

補正された請求の範囲
[2019年3月28日(28.03.2019) 国際事務局受理]

[請求項 1] (補正後) 金属シリコン粉体を用いてトリクロロシランを生成する反応装置と、

前記反応装置により生成されたトリクロロシランと反応残渣とを含む反応生成物から前記反応残渣を除去するフィルター装置と、

を備えたトリクロロシラン製造装置であって、

前記フィルター装置は、耐食性材料から構成されたフィルターエレメントを備え、

前記耐食性材料は、モリブデンが 1 重量%以上含まれることを特徴とするトリクロロシラン製造装置。

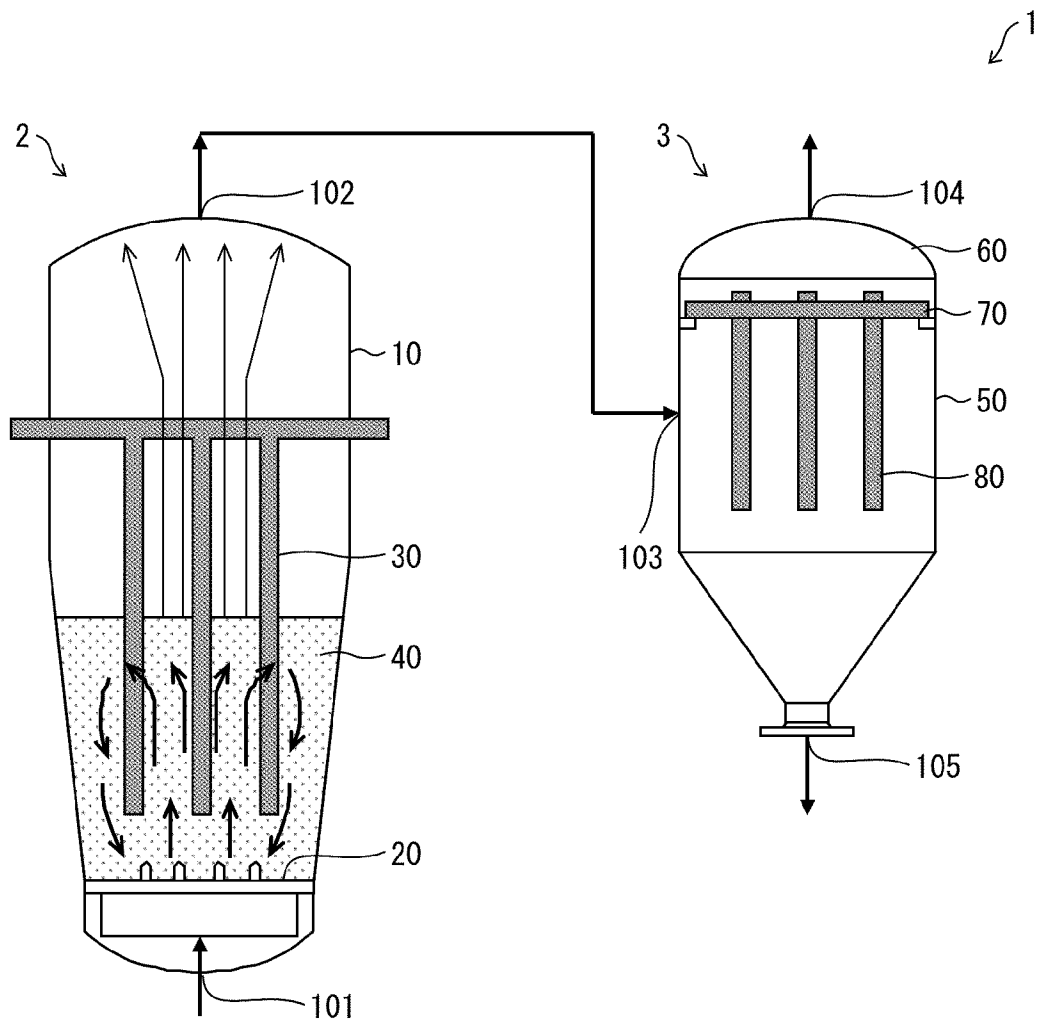
[請求項 2] (削除)

[請求項 3] (補正後) 前記耐食性材料は、インコネル 6 2 5 または Hastelloy であることを特徴とする請求項 1 に記載のトリクロロシラン製造装置。

[請求項 4] (補正後) 請求項 1 または 3 に記載のトリクロロシラン製造装置を用いて、トリクロロシランを製造する工程を有することを特徴とするトリクロロシランの製造方法。

[図1]

図 1



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/042557

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
 Int.Cl. C01B33/107 (2006.01) i, B01D39/20 (2006.01) i
 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
 Int.Cl. C01B33/107, B01D39/20

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan	1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2019
Registered utility model specifications of Japan	1996-2019
Published registered utility model applications of Japan	1994-2019

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	CN 102815706 A (CHINA ENFI ENGINEERING CORPORATION) 12 December 2012, abstract, paragraph [0062] (Family: none)	1, 2, 4
X Y	JP 2011-168443 A (TOKUYAMA CORPORATION) 01 September 2011, claim 1, paragraphs [0025], [0032], [0040], [0048] & US 2012/0301385 A1, claim 1, paragraphs [0036], [0045], [0054], [0062] & EP 2537803 A1 & CN 102753478 A & KR 10-2013-0008529 A	1, 2, 4 3
X Y	JP 2013-112589 A (MITSUBISHI MATERIALS CORP.) 10 June 2013, claims 1-3, paragraph [0015] (Family: none)	1, 2, 4 3
X	JP 48-47500 A (OSAKA TITANIUM MANUFACTURING COMPANY) 05 July 1973, claims, page 2, lower left column, lines 11-18, page 3, upper left column, line 15 to upper right column, line 2, fig. 1 (Family: none)	1, 2, 4
Y	JP 2009-292675 A (SUMITOMO CHEMICAL CO., LTD.) 17 December 2009, claims 1, 4, 5, paragraphs [0022], [0032], [0081] (Family: none)	3

Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search 24 January 2019 (24.01.2019)	Date of mailing of the international search report 05 February 2019 (05.02.2019)
---	---

Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Authorized officer Telephone No.
--	---

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. C01B33/107(2006.01)i, B01D39/20(2006.01)i											
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. C01B33/107, B01D39/20											
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの <table style="width:100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width:30%;">日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2019年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2019年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2019年</td> </tr> </table>				日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2019年	日本国実用新案登録公報	1996-2019年	日本国登録実用新案公報	1994-2019年
日本国実用新案公報	1922-1996年										
日本国公開実用新案公報	1971-2019年										
日本国実用新案登録公報	1996-2019年										
日本国登録実用新案公報	1994-2019年										
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)											
C. 関連すると認められる文献											
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号									
X	CN 102815706 A (中国恩菲工程技术有限公司) 2012.12.12, 要約, [0062] (ファミリーなし)	1, 2, 4									
X Y	JP 2011-168443 A (株式会社トクヤマ) 2011.09.01, 請求項1, [0025], [0032], [0040], [0048] & US 2012/0301385 A1, 請求項1, [0036], [0045], [0054], [0062] & EP 2537803 A1 & CN 102753478 A & KR 10-2013-0008529 A	1, 2, 4 3									
☑ C欄の続きにも文献が列挙されている。		☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。									
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願		の日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献									
国際調査を完了した日 24.01.2019		国際調査報告の発送日 05.02.2019									
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 西山 義之	4G 3129								
		電話番号 03-3581-1101 内線	3416								

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X Y	JP 2013-112589 A (三菱マテリアル株式会社) 2013.06.10, 請求項1-3, [0015] (ファミリーなし)	1, 2, 4 3
X	JP 48-47500 A (大阪チタニウム製造株式会社) 1973.07.05, 特許請求の範囲, 第2頁左下欄第11行-第18行, 第3頁左上欄第15行-右上欄第2行, 第1図 (ファミリーなし)	1, 2, 4
Y	JP 2009-292675 A (住友化学株式会社) 2009.12.17, 請求項1, 4, 5, [0022], [0032], [0081] (ファミリーなし)	3