



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201038480 A1

(43)公開日：中華民國 99 (2010) 年 11 月 01 日

(21)申請案號：099102354

(22)申請日：中華民國 99 (2010) 年 01 月 28 日

(51)Int. Cl.：

C01B33/107 (2006.01)

B01J12/00 (2006.01)

B01D5/00 (2006.01)

F28B3/04 (2006.01)

(30)優先權：2009/03/30

世界智慧財產權 PCT/JP2009/056479

組織

(71)申請人：電氣化學工業股份有限公司 (日本) DENKI KAGAKU KOGYO KABUSHIKI KAISHA (JP)

日本

(72)發明人：松尾靖史 MATSUO, YASUFUMI (JP)；竹村晃一 TAKEMURA, KOUICHI (JP)；杉村真 SUGIMURA, SHIN (JP)

(74)代理人：何金塗；何秋遠

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：15 項 圖式數：1 共 25 頁

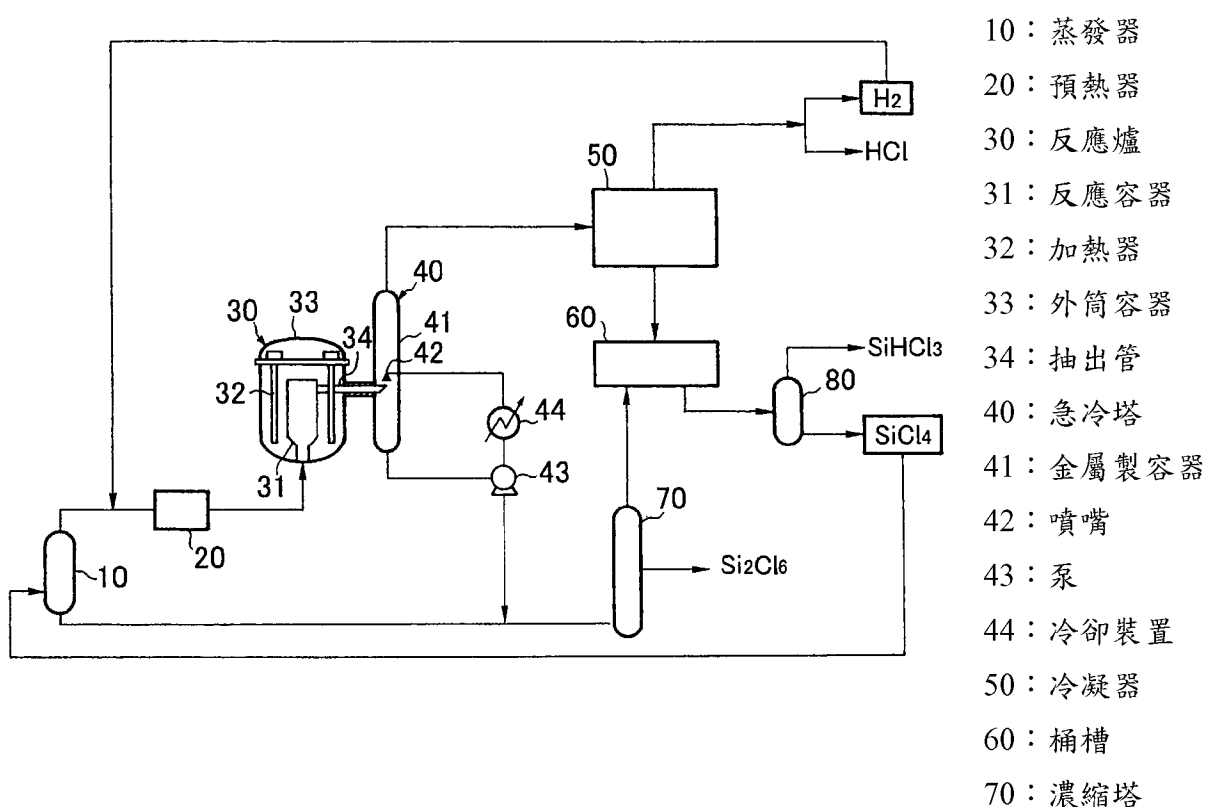
(54)名稱

六氯二矽烷之回收方法及使用該方法之裝置

RECOVERY METHOD OF HEXACHLORODISILANE AND DEVICE USING SAME METHOD

(57)摘要

本發明關於由四氯矽烷及氫來生產三氯矽烷之際所副生成的六氯二矽烷之回收方法，其具有：使含有已氣化的四氯矽烷與氫之原料氣體在 $700 \sim 1400^{\circ}\text{C}$ 的範圍之溫度反應而得到反應生成氣體之步驟，將反應生成氣體冷卻到 $30 \sim 60^{\circ}\text{C}$ 的溫度範圍而得到含有六氯二矽烷的冷卻凝縮液之步驟，及由冷卻凝縮液中濃縮回收含有六氯二矽烷的高沸點物之步驟。





(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201038480 A1

(43)公開日：中華民國 99 (2010) 年 11 月 01 日

(21)申請案號：099102354

(22)申請日：中華民國 99 (2010) 年 01 月 28 日

(51)Int. Cl.：

C01B33/107 (2006.01)

B01J12/00 (2006.01)

B01D5/00 (2006.01)

F28B3/04 (2006.01)

(30)優先權：2009/03/30

世界智慧財產權 PCT/JP2009/056479

組織

(71)申請人：電氣化學工業股份有限公司 (日本) DENKI KAGAKU KOGYO KABUSHIKI KAISHA (JP)

日本

(72)發明人：松尾靖史 MATSUO, YASUFUMI (JP)；竹村晃一 TAKEMURA, KOUICHI (JP)；杉村真 SUGIMURA, SHIN (JP)

(74)代理人：何金塗；何秋遠

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：15 項 圖式數：1 共 25 頁

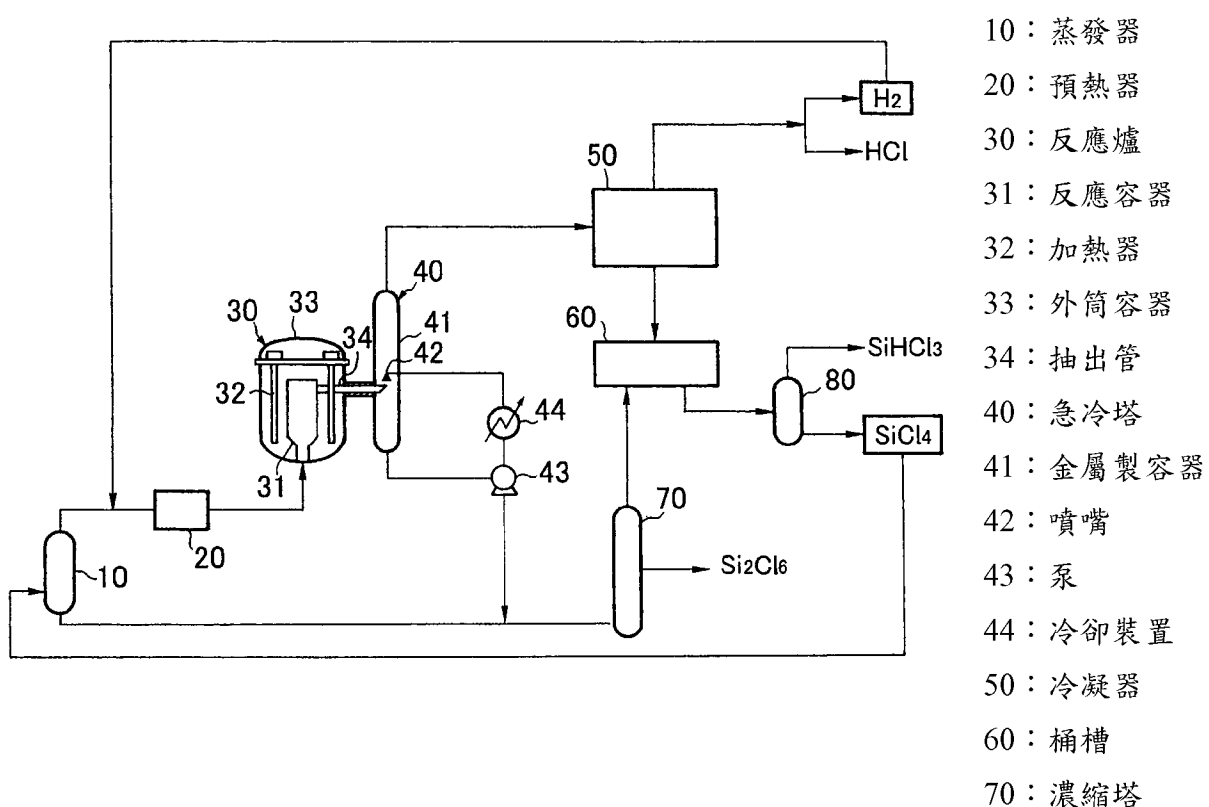
(54)名稱

六氯二矽烷之回收方法及使用該方法之裝置

RECOVERY METHOD OF HEXACHLORODISILANE AND DEVICE USING SAME METHOD

(57)摘要

本發明關於由四氯矽烷及氫來生產三氯矽烷之際所副生成的六氯二矽烷之回收方法，其具有：使含有已氣化的四氯矽烷與氫之原料氣體在 $700 \sim 1400^{\circ}\text{C}$ 的範圍之溫度反應而得到反應生成氣體之步驟，將反應生成氣體冷卻到 $30 \sim 60^{\circ}\text{C}$ 的溫度範圍而得到含有六氯二矽烷的冷卻凝縮液之步驟，及由冷卻凝縮液中濃縮回收含有六氯二矽烷的高沸點物之步驟。



六、發明說明：

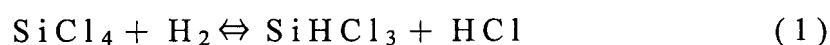
【發明所屬之技術領域】

本發明關於由四氯矽烷及氫來生產三氯矽烷之際所副生成的六氯二矽烷(Si_2Cl_6)之回收方法，及使用該方法之裝置。

【先前技術】

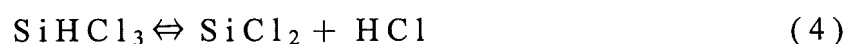
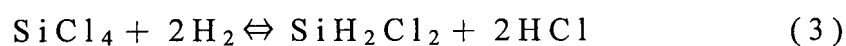
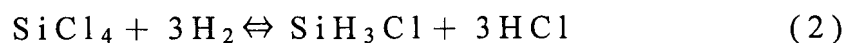
三氯矽烷(SiHCl_3)係半導體、液晶面板、太陽電池等之製造時所使用的特殊材料氣體。近年來，需求係順利地擴大，作為電子領域所廣泛使用的 CVD 材料，今後亦期待成長。

三氯矽烷係藉由在反應爐內使已氣化的四氯矽烷(SiCl_4)與氫(H_2)接觸，達成以下的熱平衡狀態而生成。



此反應係藉由在反應爐中將由已氣化的四氯矽烷與氫所構成的原料氣體加熱到 $700 \sim 1400^\circ\text{C}$ 而進行。

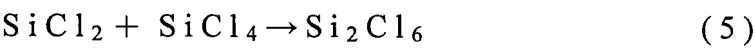
又，此時除了上述反應以外，亦發生以下的平衡反應，除了三氯矽烷以外，亦副生成單氯矽烷(SiH_3Cl)、二氯矽烷(SiH_2Cl_2)及二氯化矽(SiCl_2)等。



為了高效率地回收三氯矽烷，如專利文獻 1 中所示地，於達到上述式(1)的熱平衡狀態後，必須盡可能地瞬間將反應生成氣體冷卻到指定溫度為止而凍結平衡，以使所一

且生成的三氯矽烷不再度回到四氯矽烷。爲了瞬間凍結上述平衡狀態，典型地必須在少於 1 秒以內將反應生成氣體急冷到 600℃ 左右爲止。

於此急冷之際，高溫下所產生的 SiCl_2 會如下式 (5) 所示地與四氯矽烷反應而副生成六氯二矽烷 (Si_2Cl_6)。

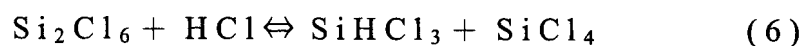


如此地，於急冷後的反應生成氣體中，除了含有由上述式 (1) 所生成的三氯矽烷及氯化氫，亦含有大量之未反應四氯矽烷及氫、以及由上述式 (2) ~ (5) 所副生成的單氯矽烷、二氯矽烷及六氯二矽烷等各種的氯矽烷類。其中，如以下所示地，與反應生成氣體中所含有的其它主要氯矽烷類相比，六氯二矽烷係沸點特別高。

物質名	化學式	沸點
六氯二矽烷	Si_2Cl_6	145℃
四氯矽烷	SiCl_4	57℃
三氯矽烷	SiHCl_3	32℃
二氯矽烷	SiH_2Cl_2	8℃
單氯矽烷	SiH_3Cl	-31℃

然而，六氯二矽烷等的高沸點物係附著於裝置內的配管之壁而堵塞配管，有阻礙裝置的連續運轉之虞。

因此，爲了避免六氯二矽烷等的高沸點物之副生成，專利文獻 1 中提案降低上述式 (1) 的反應溫度，或於將反應生成氣體冷卻之際，使用氯化氫當作冷卻氣體，藉由下式 (6) 來分解六氯二矽烷。



[專利文獻 1]特開 2008-137885 號公報

【發明內容】

然而，因為由四氯矽烷及氫來生成三氯矽烷的式(1)之反應係吸熱反應，故依照勒夏特利埃(Le Chatelier)原理，即使僅進行冷卻，平衡也傾向於抵銷冷卻所致的溫度降低之方向，即由三氯矽烷與氯化氫生成的四氯矽烷的方向。儘管如此，若大量導入氯化氫當作冷卻氣體，則反應系內的 HCl 濃度上升，將上述式(1)的平衡更推回到左側。因此，當使用氯化氫當作冷卻氣體時，也許可避免高沸點物的副生成，但是結果有使三氯矽烷的回收效率降低之虞。

另一方面，六氯二矽烷係工業上適用作為當作矽製造原料的藉由化學氣相蒸鍍而成膜速度或電特性優異的二矽烷(Si_2H_6)之原料等。因此，希望積極地回收利用六氯二矽烷。

本發明係鑒於上述情事而完成者，目的為提供不阻礙三氯矽烷的生成，可回收該情況下所副生成的六氯二矽烷，使其成為工業上可利用，同時提高裝置的運轉效率且可連續運轉的六氯二矽烷之回收方法，及使用該方法的裝置。

本發明為了解決前述問題，採用以下的構成。

即，本發明的六氯二矽烷回收方法之特徵為具有：

使含有已氣化的四氯矽烷與氫之原料氣體在 $700 \sim 1400^\circ\text{C}$ 的範圍之溫度反應而得到反應生成氣體之步驟，

將反應生成氣體冷卻到 $30\sim 60^{\circ}\text{C}$ 的溫度範圍而得到含有六氯二矽烷的冷卻凝縮液之步驟，及

由冷卻凝縮液中濃縮回收含有六氯二矽烷的高沸點物之步驟。

又，本發明的六氯二矽烷之回收裝置的特徵為具有：

用於使含有已氣化的四氯矽烷與氫之原料氣體在 $700\sim 1400^{\circ}\text{C}$ 的範圍之溫度反應而得到反應生成氣體之反應爐，

用於將反應生成氣體冷卻到 $30\sim 60^{\circ}\text{C}$ 的溫度範圍而得到含有六氯二矽烷的冷卻凝縮液之急冷塔，及

用於由冷卻凝縮液中濃縮回收含有六氯二矽烷的高沸點物之濃縮塔。

依照本發明，可藉由在急冷塔中將反應生成氣體急冷到 $30\sim 60^{\circ}\text{C}$ 的溫度範圍為止，由急冷塔的塔底取出冷卻凝縮液，由急冷塔的塔頂部另途回收冷卻未凝縮氣體。此處，所生成的大部分之三氯矽烷係含於冷卻未凝縮氣體中，含有所副生成的大部分之六氯二矽烷的高沸點物係含於冷卻凝縮液中。因此，於主要的三氯矽烷之分餾過程中，六氯二矽烷係幾乎不存在，參與三氯矽烷的分餾之配管被高沸點物堵塞的可能性低。

又，一般地，若提高用於凍結平衡的急冷效率，則容易副生成如六氯二矽烷的高沸點物，但是若依照本發明，由於在主要的三氯矽烷之分餾過程中，六氯二矽烷係幾乎不存在，故可不用擔心高沸點物的副生成，可增強反應生成氣體的冷卻效率。因此，不用擔心降低三氯矽烷的轉化

率或回收率。

再者，藉由將於冷卻塔中冷卻反應生成氣體而得之冷卻凝縮液導出到濃縮塔，將含有六氯二矽烷的高沸點物濃縮回收，則在裝置內不會積蓄高沸點物，可防止配管的堵塞。

同樣地，在用於使四氯矽烷原液氣化的蒸發器中所積蓄的未蒸發份，亦可導出到濃縮塔，將含有六氯二矽烷的高沸點物濃縮回收。

藉由成為如此的構成，由四氯矽烷原液中除掉高沸點物而抑制四氯矽烷原液的沸點上升，可抑制四氯矽烷之氣化時所需要的熱量之增大。又，由於可以在裝置的最初步驟中除掉四氯矽烷原液中所含有的六氯二矽烷等之高沸點物，故高沸點物不易積蓄在裝置內部。

又，藉由成為如此的構成，混入有如六氯二矽烷的高沸點物之純度低的四氯矽烷原液，例如由裝置所回收的未反應之四氯矽烷等，係可使用作為原料，可提高裝置的運轉效率及經濟效率。

再者，所回收的六氯二矽烷係工業上可有效利用作為矽製造原料。

【實施方式】

實施發明的形態

以下，使用圖面來說明本發明的實施形態。

第 1 圖係示意地顯示本實施形態的六氯二矽烷回收方法之流程。

本實施形態的六氯二矽烷回收方法主要藉由一種裝置來實施，該裝置具有：

用於使四氯矽烷氯化之蒸發器 10，

用於將含有已氣化的四氯矽烷與氫之原料氣體預備加熱之預熱器 20，

用於使經預備加熱的原料氣體在 $700 \sim 1400^{\circ}\text{C}$ 的範圍之溫度反應而得到反應生成氣體之反應爐 30，

用於將反應生成氣體冷卻到 $30 \sim 60^{\circ}\text{C}$ 的溫度範圍而得到含有六氯二矽烷的冷卻凝縮液之急冷塔 40，

用於由冷卻凝縮液中濃縮回收含有六氯二矽烷的高沸點物之濃縮塔 70，

用於由反應生成氣體的冷卻未凝縮氣體中使三氯矽烷及四氯矽烷凝縮之冷凝器 50，

用於暫時貯留由冷凝器 50 所取出的凝縮液及由濃縮塔 70 所取出的低沸點物之桶槽 60，及

用於由桶槽 60 所導出的貯留液中分餾三氯矽烷與四氯矽烷之蒸餾塔 80。

< 蒸發器 >

蒸發器 10 係用於使四氯矽烷氯化的裝置，可無限制地使用作為蒸發器所通常使用者。

蒸發器 10 中的四氯矽烷原液之加熱溫度，在大氣壓下可為 $60 \sim 150^{\circ}\text{C}$ ，較佳為 $60 \sim 120^{\circ}\text{C}$ 。若為此溫度範圍，則不使六氯二矽烷等的高沸點物氯化，可使四氯矽烷充分蒸發。當然，若蒸發器 10 為可調節內部壓力的類型者，

則對應其，用於使四氯矽烷氣化的最合適溫度係自上述溫度範圍變動。

供應給蒸發器 10 的四氯矽烷原液宜為高純度的四氯矽烷，但是六氯二矽烷等的高沸點物亦可微量混入。然而，如此的高沸點物由於當作未蒸發份積蓄在蒸發器 10 的底部，妨礙四氯矽烷的氣化，故積留在蒸發器 10 的底部之未蒸發份，係由蒸發器 10 以分批式或連續式取出。所取出的未蒸發份係供應至用於回收工業上可利用的四氯矽烷或六氯二矽烷之後述的濃縮塔 70。

< 預熱器 >

經蒸發器 10 所氣化的四氯矽烷係與氫氣混合，當作原料氣體供應至後述的反應爐 30。四氯矽烷與氫氣的混合比，例如以莫耳比計可為 1:1~1:2。

於送入反應爐 30 之前，混合氣體可在預熱器 20 中被加熱到接近反應爐 30 內部的溫度。藉此，緩和混合氣體的溫度與反應爐 30 內部之溫度差，在反應爐 30 內部不發生溫度不均，可提高反應爐 30 的轉化效率，同時可保護反應爐 30 防止局部的熱應力集中。又，可防止一度生成的三氯矽烷由於混合氣體的流入所致的溫度降低而被推回到四氯矽烷。

< 反應爐 >

反應爐 30 具備反應容器 31、以包圍反應容器 31 的外側之方式所配置的長條狀加熱器 32、及收納反應容器 31 和加熱器 32 的外筒容器 33。藉由加熱器 32 來加熱反應容

器 31 的外壁，使四氯矽烷與氫的混合氣體在反應容器 31 內部於約 700℃ 至約 1400℃ 的高溫進行反應，以進行上述式(1)的三氯矽烷之生成。

< 反應容器 >

反應容器 31 係用於使四氯矽烷與氫在高溫環境下反應的略圓筒形狀之容器，具有用於取入原料氣體的原料氣體導入口、與用於導出反應生成氣體的反應生成氣體抽出口。於本實施形態中，係成為原料氣體導入口設置在反應容器 31 的底部中央，反應生成氣體抽出口設置在反應容器 31 的上方之側壁的構成。於反應生成氣體抽出口插入後述的抽出管 34，將反應生成氣體向反應爐 30 的外部排出。

構成反應容器 31 的材質係氣密性優異的石墨材，特別地從由於微粒子構造而強度高、熱膨脹等特性對於任一方向皆相同來看，較佳為使用耐熱性及耐蝕性亦優異的等方向性高純度石墨。

特別地，較佳為反應容器 31 的內周面及/或外周面係經碳化矽被膜處理，該碳化矽被膜係藉由 CVD 法以 10～500 μm 的厚度所形成。碳化矽被膜由於對化學分解具有極高耐性，故可防止碳組織的化學浸蝕。因此，藉由施予碳化矽被膜處理，可保護反應容器 31 的表面防止腐蝕。

為了實現優異的耐久性或傳熱效率，反應容器 31 本來較佳為一體成型，但是取決於實施的規模，由於製造技術上的問題，使用略圓筒體以複數連結一體化者。作為使略圓筒體以複數連結一體化之類型的反應容器 31，特別地較

佳為將複數的略圓筒體以端部彼此對接而略同軸地上下配置，由外側以環來螺合締結對接的端部者。藉由成為如此的構造，由於可使略圓筒體的構造成為單純者，在上端或下端形成壁厚為薄的部位，故對於物理的衝擊具有優異的耐性。又，由於在連結部中不採取一方的略圓筒體之端部嵌合於另一方的略圓筒體之端部般的構成，故即使在高溫環境下使用而略圓筒體進行熱膨脹，也不會引起由於各個略圓筒體的熱膨脹係數之不同所致的連結部之破裂或龜裂。

< 加熱器 >

加熱器 32 具備在上下方向延伸的複數之長條狀碳製發熱體、與連接於發熱體之一端的由外部電源供應電力給發熱體的電極。加熱器 32 係以複數圍繞反應容器 31 的周圍之方式所配置，藉由控制供給電力量而從反應容器 31 的外側來調節反應容器 31 內部的溫度。

< 外筒容器 >

外筒容器 33 係外側由不銹鋼等的金屬所構成，內側經碳板、耐火磚、絕熱磚等的絕熱材所被覆的略圓筒形狀之容器。外筒容器 33 係收納前述反應容器 31 及前述加熱器 32，使彼等與外界絕熱。於外筒容器 33 中，將反應容器 31 收納之際，在對應於其原料氣體導入口及反應生成氣體抽出口的位置分別設置原料氣體導入開口部及反應生成氣體抽出開口部。在反應生成氣體抽出開口部設有連結手段，與後述的急冷塔 40 連接。

< 抽出管 >

抽出管 34 係經過外筒容器 33 的反應生成氣體抽出開口部，連接於反應容器 31 的反應生成氣體抽出口之碳製管狀構件，將反應容器 31 內所生成之含三氯矽烷的反應生成氣體向反應爐 30 外排出。

構成抽出管 34 的材質係氣密性優異的石墨材，特別地從由於微粒子構造而強度高、熱膨脹等特性對於任一方向皆相同來看，較佳為使用耐熱性及耐蝕性亦優異的等方向性高純度石墨。

特別地，較佳為抽出管 34 的內周面及/或外周面係經碳化矽被膜處理，該碳化矽被膜係藉由 CVD 法以 $10 \sim 500 \mu\text{m}$ 的厚度所形成。碳化矽被膜由於對化學分解具有極高耐性，故可保護抽出管 34 的表面防止腐蝕。

抽出管 34 從氣密性或強度之點優異來看，較佳係由單一的構件所構成，但是亦可連結有複數的構件者。抽出管 34 的接合手段，典型上可使用凸緣。又，亦可使用略圓筒狀的管狀構件，由外側以環來螺合締結對接的端部。

< 急冷塔 >

急冷塔 40 具備：圓筒狀的金屬製容器 41，用於對金屬製容器 41 內噴灑冷卻液的噴霧手段，即將冷卻液細分成微細液滴的噴嘴 42，取出由金屬製容器 41 的底部所積存的冷卻液之由冷卻產生的各凝縮份(即冷卻凝縮液)且使循環到噴嘴 42 的泵 43，及用於將冷卻液冷卻的冷卻裝置 44。在急冷塔 40 的側壁設有用於連接前述反應爐 30 的反應

生成氣體導入開口部。噴嘴 42 係以能向導入急冷塔 40 的反應生成氣體噴灑冷卻液的方式，設置在反應生成氣體導入開口部的上部附近。又，在急冷塔 40 的塔頂部，連接有用於將即使冷卻後也為氣體狀的反應生成氣體之氣體成分(即冷卻未凝縮氣體)供應至後述的冷凝器 50 之配管。

冷卻液較佳為使用由四氯矽烷與三氯矽烷所成的混合液，混合液中的四氯矽烷之含量較佳為 80~100 莫耳%，更佳為 85~95 莫耳%。藉由使用該特定組成的冷卻液，可將上述式(1)的平衡保持在充分移動到右側的狀態下而凍結反應，能以高的收率來回收三氯矽烷。

由於冷卻液係與反應生成氣體之冷卻所產生的冷卻凝縮液混合，在急冷塔 40 內流下，故在連續地循環後，組成發生變化。因此，按照需要，在冷卻液中補充由四氯矽烷及/或三氯矽烷所成的調製液，必須將冷卻液的混合比保持一定。

冷卻液較佳為經溫度調整至 50℃ 以下。冷卻液若經溫度調整至 50℃ 以下，由於可在短時間內將反應生成氣體的溫度急冷，故可將上述式(1)的平衡保持在充分移動到右側的狀態下凍結平衡。

由急冷塔 40 的塔頂部所取出的冷卻未凝縮氣體，係在冷凝器 50 中分成含氯矽烷類的凝縮液、與含氫和氯化氫的未凝縮成分。所取出的氫係再使用於原料氣體中，氯化氫係另途回收而被工業利用。含氯矽烷類的凝縮液係暫時儲存在桶槽 60 中，然後送到蒸餾塔 80，進行三氯矽烷與

未反應四氯矽烷的分離。

另一方面，由急冷塔 40 的塔底所抽出的冷卻凝縮液(含冷卻液)之一部分或全部係不當作冷卻液循環，而是以連續式或分批式供應至後述的濃縮塔 70。

於冷卻凝縮液中，除了含有構成冷卻液的三氯矽烷及四氯矽烷，亦含有由於反應生成氣體之冷卻所凝縮的三氯矽烷及未反應四氯矽烷、以及六氯二矽烷等的副產物。

< 濃縮塔 >

由蒸發器 10 所取出的未蒸發份及由急冷塔 40 的塔底所取出的冷卻凝縮液(含冷卻液)，係在濃縮塔 70 中分離成含三氯矽烷和四氯矽烷的低沸點物、與含六氯二矽烷的高沸點物。

濃縮塔 70 可以使用具有再沸器的多段式蒸餾裝置等眾所周知的濃縮裝置。再沸器可為以夾套式直接加熱濃縮塔 70 塔底的周圍之方式，也可為在塔底的外部設置熱交換器的方式。又，亦可以採用在塔底的內部設置熱交換器的方式。作為熱交換器，一般地為了爭取傳熱面積，較宜採用管殼方式，亦可採用蛇管式或電熱加熱器等。

濃縮塔 70 的塔內溫度較佳為 $60 \sim 200^{\circ}\text{C}$ 的範圍內，更佳為 $60 \sim 150^{\circ}\text{C}$ 的範圍內。又，塔內壓力較佳為大氣壓 $\sim 0.3\text{MPa}$ (絕對壓力)的範圍內，更佳為維持在大氣壓 $\sim 0.2\text{MPa}$ (絕對壓力)的範圍內。濃縮塔 70 內的溫度及壓力若在此範圍內，則可將所導入的氯矽烷類中之比較低沸點的四氯矽烷及三氯矽烷由塔頂部取出，可充分提高塔底部所

殘留的六氯二矽烷之濃度。

由塔頂部所取出的四氯矽烷及三氯矽烷係被冷卻凝縮而暫時儲存在桶槽 60 內，然後送到蒸餾塔 80，分離成三氯矽烷與未反應四氯矽烷。此處所取出的四氯矽烷係再使用於原料氣體中。

另一方面，於經濃縮塔 70 所濃縮的積存在塔底部的高沸點物中，含有高濃度的六氯二矽烷，可工業利用。視需要可藉由重複蒸餾操作，而更提高六氯二矽烷的純度。

實施例

以下顯示實施例來更具體說明本發明，惟本發明不受此等所限定。

[實施例 1]

使用第 1 圖所示的裝置來生成三氯矽烷，同時回收副生成的六氯二矽烷。

以內部溫度成為 100°C 、內部壓力成為 0.1MPa (絕對壓力)的方式來調節蒸發器，使四氯矽烷連續地蒸發。

將已氣化的四氯矽烷與氫以 1:2 的莫耳比進行混合，用預熱器預備加熱到 600°C ，以 27 莫耳/小時的流量連續供應給反應爐。

反應爐係以將內部所收納的反應容器之中心溫度維持在 1300°C 的方式進行加熱。

將反應爐所生成的反應生成氣體導出到急冷塔，於其中在噴霧量為 0.1 升/分鐘、噴霧壓力為 0.15MPa 的條件下噴灑由三氯矽烷與四氯矽烷的混合物(莫耳比=85:15)所成

的保持在 30℃ 之冷卻液。

將由急冷塔的塔頂所取出的冷卻未凝縮氣體送到冷凝器，將已取出氫和氯化氫的剩餘之凝縮液導出到桶槽，將積存於桶槽中的貯留液送到蒸餾塔，分餾成三氯矽烷與四氯矽烷。所得到的四氯矽烷係送到蒸發器，而再使用作為原料氣體。

再者，每連續連轉裝置 10 小時，將積存於蒸發器的底部之未蒸發份與由急冷塔所取出的冷卻凝縮液(含冷卻液)導出到濃縮塔，於 150℃、0.2MPa(絕對壓力)的條件下進行蒸餾，對由濃縮塔的塔頂所取出的低沸點物進行冷卻凝縮，導出到桶槽，進行三氯矽烷與四氯矽烷的分餾。此處所得之四氯矽烷亦送到蒸發器，而再使用作為原料氣體。另一方面，將經濃縮塔所濃縮的積存在塔底的高沸點物當作六氯二矽烷原液回收。

如此地，藉由將來自蒸發器和急冷塔的蒸發份及冷卻凝縮液定期地的抽出以回收高沸點物，與不進行如此抽出的情況相比，可減輕對蒸發器所施加的負荷，可防止用於噴灑冷卻液的噴嘴或配管等之堵塞，同時可回收工業上有用的六氯二矽烷。

以上係以實施例為基礎來說明本發明。此實施例終究是例示而已，本業者理解各種的變形例係可能，而且該變形例亦在本發明的範圍內。

【圖式簡單說明】

第 1 圖係用於說明本發明的實施形態之六氯二矽烷回

收方法的流程之圖。

【主要元件符號說明】

10	蒸發器
20	預熱器
30	反應爐
31	反應容器
32	加熱器
33	外筒容器
34	抽出管
40	急冷塔
41	金屬製容器
42	噴嘴
43	泵
44	冷卻裝置
50	冷凝器
60	桶槽
70	濃縮塔
80	蒸餾塔

發明專利說明書

PD1106136(11)

(本說明書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：99102354

C01B 3/07

(2006.01)

※申請日：99.1.28

※IPC 分類：

B01 3/00

(2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

六氯二矽烷之回收方法及使用該方法之裝置

B01 3/00

(2006.01)

RECOVERY METHOD OF HEXACHLORODISILANE AND DEVICE USING
SAME METHOD

F28B 3/04

(2006.01)

二、中文發明摘要：

本發明關於由四氯矽烷及氫來生產三氯矽烷之際所副生成的六氯二矽烷之回收方法，其具有：使含有已氣化的四氯矽烷與氫之原料氣體在 700～1400℃ 的範圍之溫度反應而得到反應生成氣體之步驟，將反應生成氣體冷卻到 30～60℃ 的溫度範圍而得到含有六氯二矽烷的冷卻凝縮液之步驟，及由冷卻凝縮液中濃縮回收含有六氯二矽烷的高沸點物之步驟。

三、英文發明摘要：

The present invention relates to a recovery method of hexachlorodisilane sub-generated while produces trichlorosilane from tetrachlorosilane and hydrogen. The said recovery method of hexachlorodisilane comprises following steps: a step for reacting the raw material containing gasified tetrachlorosilane and hydrogen at 700 to 1400 °C to obtain a reactive generation gases; a step for cooling down the reactive generation gases to 30 to 60 °C to obtain a cooling condensate; and a step for concentrating and recovering a high boiling fraction containing hexachlorodisilane from the said cooling condensate.

七、申請專利範圍：

- 1.一種六氯二矽烷回收方法，其具有：

使含有已氣化的四氯矽烷與氫之原料氣體在 $700 \sim 1400^{\circ}\text{C}$ 的範圍之溫度反應而得到反應生成氣體之步驟，

將反應生成氣體冷卻到 $30 \sim 60^{\circ}\text{C}$ 的溫度範圍而得到含有六氯二矽烷的冷卻凝縮液之步驟，及

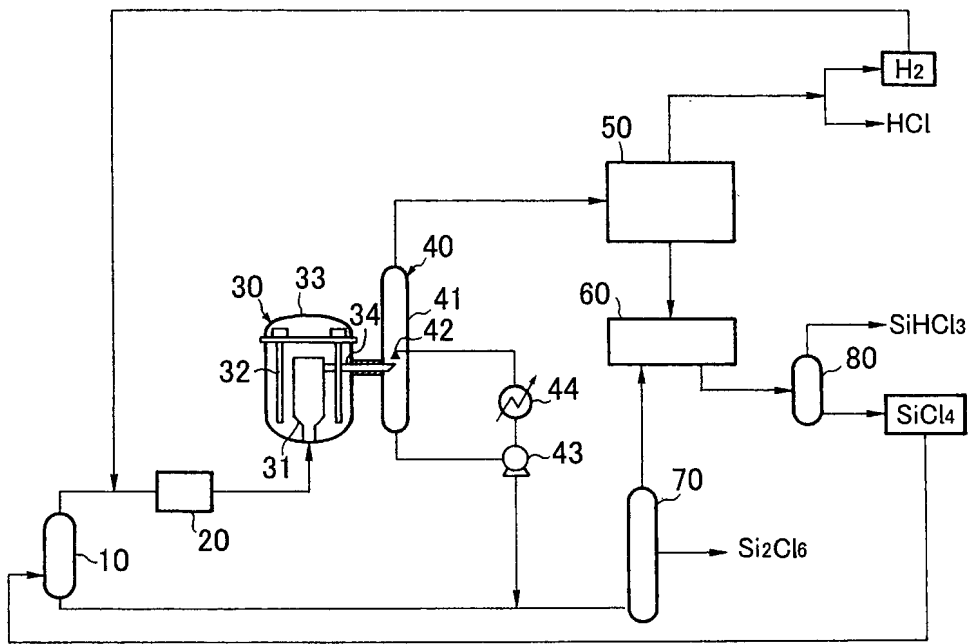
由冷卻凝縮液中濃縮回收含有六氯二矽烷的高沸點物之步驟。

- 2.如申請專利範圍第 1 項之六氯二矽烷回收方法，其中藉由冷卻液的噴霧來進行反應生成氣體的冷卻。
- 3.如申請專利範圍第 2 項之六氯二矽烷回收方法，其中冷卻液係四氯矽烷與三氯矽烷的混合液。
- 4.如申請專利範圍第 3 項之六氯二矽烷回收方法，其中冷卻液中的四氯矽烷含量係 $85 \sim 95$ 莫耳 %。
- 5.如申請專利範圍第 1 項之六氯二矽烷回收方法，其中由冷卻凝縮液中濃縮回收六氯二矽烷係藉由在 $60 \sim 200^{\circ}\text{C}$ 、大氣壓 $\sim 0.3\text{MPa}$ (絕對壓力)的條件下蒸餾而進行。
- 6.如申請專利範圍第 1 項之六氯二矽烷回收方法，其中含有將由冷卻反應生成氣體之際所得的冷卻未凝縮氣體中所回收的四氯矽烷供應至原料氣體之步驟。
- 7.如申請專利範圍第 1 項之六氯二矽烷回收方法，其中含有將由冷卻凝縮液中濃縮回收六氯二矽烷之際所得之低沸點物中所回收的四氯矽烷供應至原料氣體之步驟。

- 8.如申請專利範圍第 1 項之六氯二矽烷回收方法，其中具有由使四氯矽烷氯化之際所得之未蒸發份中濃縮回收含有六氯二矽烷的高沸點物之步驟。
- 9.如申請專利範圍第 8 項之六氯二矽烷回收方法，其中含有將由使四氯矽烷氯化之際所得之未蒸發份中濃縮回收六氯二矽烷之際所得之低沸點物中所回收的四氯矽烷供應至原料氣體之步驟。
- 10.一種六氯二矽烷回收裝置，其具有：
- 用於使含有已氣化的四氯矽烷與氫之原料氣體在 700 ~ 1400℃ 的範圍之溫度反應而得到反應生成氣體之反應爐，
- 用於將反應生成氣體冷卻到 30 ~ 60℃ 的溫度範圍而得到含有六氯二矽烷的冷卻凝縮液之急冷塔，及
- 用於由冷卻凝縮液中濃縮回收含有六氯二矽烷的高沸點物之濃縮塔。
- 11.如申請專利範圍第 10 項之六氯二矽烷回收裝置，其中具有用於藉由冷卻液的噴霧來進行反應生成氣體的冷卻之噴霧手段。
- 12.如申請專利範圍第 10 項之六氯二矽烷回收裝置，其中具有將由冷卻反應生成氣體之際所得的冷卻未凝縮氣體中所回收的四氯矽烷供應至原料氣體之手段。
- 13.如申請專利範圍第 10 項之六氯二矽烷回收裝置，其中具有將由冷卻凝縮液中濃縮回收六氯二矽烷之際所得之低沸點物中所回收的四氯矽烷供應至原料氣體之手段。

- 14.如申請專利範圍第 10 項之六氯二矽烷回收裝置，其中具有將使四氯矽烷氯化之際所得的未蒸發份供應至濃縮塔之手段，在濃縮塔中由未蒸發份中亦濃縮回收含有六氯二矽烷的高沸點物。
- 15.如申請專利範圍第 14 項之六氯二矽烷回收裝置，其中具有將由使四氯矽烷氯化之際所得之未蒸發份中濃縮回收六氯二矽烷之際所得之低沸點物中所回收的四氯矽烷供應至原料氣體之手段。

八、圖式：



第 1 圖

四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第 (1) 圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

10	蒸發器
20	預熱器
30	反應爐
31	反應容器
32	加熱器
33	外筒容器
34	抽出管
40	急冷塔
41	金屬製容器
42	噴嘴
43	泵
44	冷卻裝置
50	冷凝器
60	桶槽
70	濃縮塔
80	蒸餾塔

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

無。