



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 600 03 667 T2 2004.04.15**

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 1 173 447 B1**

(51) Int Cl.⁷: **C07F 7/16**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **600 03 667.7**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US00/10145**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **00 923 383.4**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 00/63217**

(86) PCT-Anmeldetag: **14.04.2000**

(87) Veröffentlichungstag

der PCT-Anmeldung: **26.10.2000**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **23.01.2002**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **02.07.2003**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **15.04.2004**

(30) Unionspriorität:

293798 19.04.1999 US

(84) Benannte Vertragsstaaten:

DE, FR, GB

(73) Patentinhaber:

General Electric Co., Schenectady, N.Y., US

(72) Erfinder:

WARD, Jessup, William, Schenectady, US; LEWIS, Neil, Larry, Scotia, US; BABLIN, Matthew, John, Amsterdam, US; DEMOULPIED, Cheney, David, Clifton Park, US

(74) Vertreter:

Sieb, R., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat., Pat.-Anw., 69514 Laudenbach

(54) Bezeichnung: **FÖRDERUNG DER BILDUNG VON DIALKYLDIHALOSILANEN IN DER DIREKTSYNTHESE**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung**HINTERGRUND DER ERFINDUNG**

[0001] Die vorliegende Erfindung ist auf ein Verfahren zum Fördern der Bildung und Gewinnung von Dialkyldihalogenosilan aus Alkylhalogenosilan-Rohprodukt gerichtet, das während des direkten Kontaktes zwischen einem Alkylhalogenid und Silicium-Pulver in Gegenwart eines Kupfer-Katalysators gebildet wird. Mehr im Besonderen bezieht sich die vorliegende Erfindung auf ein Direktverfahren zum Herstellen von Methylchlorsilan durch Aufrechterhalten eines geringen Gewichts-Verhältnisses von Zink mit Bezug auf Kupfer, während Phosphor als ein Förderer der Dimethyldichlorsilan-Bildung benutzt wird.

[0002] Das Direktverfahren von Rochow zur Herstellung von Methylchlorsilanen durch Umsetzung zwischen pulverförmigem Silicium und Methylchlorid in Gegenwart eines Kupfer-Katalysators wird durch die US-PS 2,380,995 gezeigt. Wie von Rochow in "Chemistry of the Silicones", zweite Auflage (1951), John Wiley & Sons, New York, Seiten 79–80 gezeigt, ist Dimethyldichlorsilan die Quelle von Dimethylsiloxo- oder "D"-Einheiten, wenn es hydrolysiert wird, und die Grundlage für die Herstellung von Polymeren hohen Molekulargewichtes. Es wird seit langem erkannt, wie durch Rochow et al., J. Am. Chem. Soc., 63, 798 (1941) gezeigt, dass zusätzlich zu Kupfer Schlüsselmetall-Promotoren, wie Zink und Zinn, die Bildung von Dimethyldichlorsilan während der Herstellung von Methylchlorsilan-Rohprodukt nach dem Direktverfahren fördern können.

[0003] T. Margaria et al., WO/95/01303 (1994) haben die Verwendung von Phosphor, als einem Förderer für die Dimethyldichlorsilan-Bildung, beim Direktverfahren beschrieben. Kupferphosphid wurde von Halm et al. in der US-PS 4,762,940 (1990) als eine brauchbare Quelle von Phosphor für die Verbesserung der Dimethyldichlorsilan-Selektivität bei Direktverfahren zitiert. Wie in der US-PS 5,059,343 gezeigt, untersuchten Halm et al. auch die Wirkungen des Einsatzes von Phosphor zur Verbesserung der Dimethyldichlorsilan-Selektivität beim Direktverfahren in Kombination mit Kupfer, Zinn und Zink. US-A-4,602,101 offenbart ein Verfahren zum Kontrollieren des Verfahrens zur Herstellung von Alkylhalogenosilanen, umfassend das In-Berührung-bringen eines Alkylhalogenids mit Silicium metallurgischer Qualität bei 250–350°C in Gegenwart von Zinn oder Zinn-Verbindungen und Kupfer oder Kupfer-Verbindungen und von 25 bis 2.500 ppm, bezogen auf das Silicium, eines Phosphor-Promotors. Obwohl deutliche Fortschritte hinsichtlich Verfahren zur Verbesserung der Ausbeuten von Dimethyldichlorsilan bei der Herstellung von Methylchlorsilan nach dem Direktverfahren gemacht wurden, werden weitere Techniken dauernd gesucht.

KURZE ZUSAMMENFASSUNG DER ERFINDUNG

[0004] Die vorliegende Erfindung beruht auf der Feststellung, dass, während Phosphor als ein Dimethyldichlorsilan-Promotor anerkannt ist, seine Wirksamkeit zur Dimethyldichlorsilan-Bildung während des Direktverfahrens durch Einführen von Phosphor in den Reaktor beträchtlich gefördert werden kann, während man ein hohes Gewichtsverhältnis von Kupfer zu Zink aufrechterhält. Die Grundlage solcher Schlussfolgerungen einschließlich dem Phosphorgebrauch wird bei einer Untersuchung des Direktverfahrens gezeigt, das über einen Bereich des Cu/Zn-Verhältnisses von 25 bis 100 ausgeführt wird.

ZUSAMMENFASSUNG DER ERFINDUNG

[0005] Ein Verfahren zum Fördern der Bildung von Dialkyldihalogenosilan während der Herstellung von Alkylhalogenosilan nach dem Direktverfahren umfasst das Bewirken einer Umsetzung zwischen Alkylhalogenid und pulverförmigem Silicium in Gegenwart eines Katalysators, der Kupfer, Silicium, Zink und Phosphor umfasst, wobei während der Alkylhalogenosilan-Bildung eine Reaktionsmischung aufrechterhalten wird, die, bezogen auf das Gewicht, im Mittel von 1% bis 5% Kupfer, bezogen auf das Gewicht von Silicium, eine genügende Menge von Zink zur Schaffung eines Gewichtsverhältnisses von Cu/Zn mit einem Wert von 25 bis 100 und einen Anteil von 100 ppm bis 1.000 ppm Phosphor, bezogen auf das Gewicht der Reaktionsmischung, umfasst.

DETAILLIERTE BESCHREIBUNG DER ERFINDUNG

[0006] Bei den Reaktoren, die bei der Ausführung der Erfindung benutzt werden können, sind ein Festbett, ein Rührbett und ein Fließbett eingeschlossen. Die Erfindung kann in einer kontinuierlichen oder halb-kontinuierlichen Weise ausgeführt werden. obwohl Methylchlorid das Alkylhalogenid der Wahl ist, können auch andere Alkylhalogenide, wie C₁₋₄-Alkylchloride, z. B. Ethylchlorid, Propylchlorid usw., benutzt werden. In Fällen, bei denen ein Fließbett-Reaktor benutzt wird, können Methylchlorid, ein inertes Gas, wie Argon, oder eine Mischung daraus benutzt werden, das Bett aus Silicium-Teilchen zu fluidisieren. Die Silicium-Teilchen können eine mittlere Größe von unterhalb 700 µm aufweisen, wobei eine mittlere Größe von mehr als 20 µm und weniger als 300 µm benutzt wird. Vorzugsweise liegt der mittlere Durchmesser im Bereich von 100 bis 150 µm.

[0007] Von den Kupfer-Verbindungen, die als Kupferquellen bei der Ausführung der Erfindung eingesetzt werden können, sind Carbonsäuresalze von Kupfer und partiell oxidiertem Kupfer zu erwähnen. Zusätzliche Kupferquellen sind teilchenförmiges Kupfer(II)chlorid und Kupfer(I)chlorid, Kupferflocken, Messing und Bronze.

[0008] Zinkmetall-Pulver, Halogenide von Zink, wie Zinkchlorid, Zinkoxid, haben sich als wirksame Quellen von Zink erwiesen. Mit Bezug auf Gewichtsverhältnisse von Kupfer und Zinn kann Zinn in der Reaktionsmischung während der Dialkyldihalogenasilan-Bildung von 200 bis 3.000 ppm Zinn pro Teil Kupfer vorhanden sein. Zinkquellen schließen Zinnmetall-Staub, Zinnhalogenide, Zinnoxid, Tetramethylzinn, Alkylzinnhalogenide, Messing und Bronze ein.

[0009] **Fig. 1** zeigt einen zylindrischen, hitzebeständigen Festbett-Glasreaktor bei **1**, der eine poröse Glasfritte bei **2** und eine Menge Silicium-Pulver bei **3** aufweist. Der Festbettreaktor ist von einem mit Zinnoxid überzogenen Glas-Heizrohr bei **4** eingeschlossen, das nicht gezeigte elektrische Anschlüsse aufweist. Eine Reihe von Thermoelementen, die in ein Rohr aus korrosionsbeständigem Stahl eingeführt sind, ist bei **5** und **6** gezeigt, die Temperaturen der pulverisierten Siliciummasse und der Vorheiz-Zone überwachen. Ein äußeres Glas-Isolations- und Sicherheitsrohr ist bei **7** gezeigt. Ein Methylchlorid-Einlass ist bei **8** gezeigt und ein Auslass für Silandampf und unumgesetztes Methylchlorid ist bei **9** gezeigt.

[0010] **Fig. 2** zeigt einen zylindrischen hitzebeständigen Fließbett-Glasreaktor bei **20**, der ein Fließbett aus Silicium bei **21** und einen Rührer bei **22** aufweist. Eine poröse Fritte zur Aufnahme von Siliciumpulver, die den Methylchloridfluss in den Reaktor gestattet, ist bei **23** gezeigt. Der Reaktor ist in einem Glas-Heizrohr bei **24** eingeschlossen, der in Nichromdraht bei **25** gewickelt ist. Thermoelemente, die in ein Rohr aus korrosionsbeständigem Stahl eingeführt sind, sind bei **26** und **27** gezeigt, um die Temperatur des Bettes und des Reaktors zu überwachen. Ein äußeres Glas-Sicherheitsrohr ist bei **28** gezeigt. Eine Methylchlorid-Einlassöffnung ist bei **29** gezeigt und eine Austrittsöffnung für Silandampf und unumgesetztes Methylchlorid ist bei **30** gezeigt. Ein nicht gezeigter Vibrator kann in speziellen Situationen benutzt werden, um das Fließbett zu stabilisieren.

[0011] Die graphische Darstellung von **Fig. 3** zeigt den dramatischen Einfluss, den Phosphor in einem Niveau von 500 ppm auf die Förderung der Dimethyldichlorsilan-Bildung während der Methylchlorsilan-Herstellung nach dem Direktverfahren haben kann. Die Daten beruhen auf einem Betrieb eines Festbettes, wie in **Fig. 1** gezeigt, bei 20%-iger Silicium-Nutzung über einen weiten Bereich des Gewichtsverhältnisses von Cu/Zn unter Einsatz von Kupferphosphid, als einer Phosphorquelle. Wie durch die Graphik gezeigt, sind Verhältniswerte von etwa 30 bis etwa 100 Cu/Zn besonders bedeutsam.

[0012] Um dem Fachmann die Ausführung der Erfindung zu erleichtern, wird die folgende Beschreibung zur Veranschaulichung angegeben, nicht aber zur Einschränkung. Alle Teile beziehen sich auf das Gewicht, sofern nichts anderes angegeben ist.

BEISPIEL 1

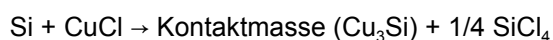
[0013] Ein Festbett-Reaktor, wie in **Fig. 1** gezeigt, wird in einer Untersuchung zur Förderung von Dimethyldichlorsilan benutzt. Der Festbett-Reaktor ist ein Glasrohr von 20 cm Länge mit einem Außendurchmesser von 1,3 cm. Eine Glasfritte ist 6 cm vom Ende angeordnet, um ein Bett aus pulverisiertem Silicium zu tragen. Die Bettgröße beträgt 6 g. Die höchste vorgesehene Reaktionsrate ist 1 g Rohprodukt/h-g Silicium.

[0014] Eine Analyse wurde ausgeführt, um die Rohprodukt-Zusammensetzung zu bestimmen. Die Silicium-Nutzung wurde bestimmt durch Wiegen von Rohprodukt-Proben zu verschiedenen Zeiten. Typische Daten wurden bei 20 gew.-%-iger Silicium-Nutzung aufgezeichnet. Die Selektivität wird durch Gaschromatographie, "GC", mit thermischen Leitfähigkeits-Detektoren bestimmt. Die Analyse einzelner Silan-Komponenten wird durch Analyse von Silanen von Reagenzqualität, erhalten von Aldrich Co., ausgeführt. GC-Kalibrierungen wurden durch Analyse von Silan-Mischungen bekannter Zusammensetzungen ausgeführt.

[0015] In der Untersuchung benutztes Silicium-Pulver wurde von Elkem Co. von Alloy, West Virginia erhalten. Das Silicium-Pulver wurde gemahlen, um eine mittlere Oberfläche von 0,38 m²/g zu erhalten. Die elementaren Hauptkomponenten, die im Silicium in ppm vorhanden waren, sind Al(1800), Ca(20), Fe(5000), P(40). Mehrere der Katalysator-Quellen, wie Kupfer(I)chlorid, pulverisiertes Zinn und pulverisiertes Zink, die bei der Untersuchung eingesetzt wurden, wurden von der Aldrich Co., Milwaukee, Wisconsin, erhalten.

[0016] Von den eingesetzten Phosphor-Quellen sind eingeschlossen (Cu)₃P von Green Back Industrien of Greenback, Tennessee; Zn₃P₂, PCl₃, P(CH₃)₃ und P(C₂H₅)₃ von Aldrich Co.

[0017] Eine bei der Untersuchung bevorzugte Kupferquelle ist Kupfer(I)chlorid, das vorzugsweise mit Silicium-Pulver bei 350°C vorumgesetzt wurde, um eine Kontaktmasse zu bilden, wie durch die folgende Gleichung gezeigt:



[0018] Die Kontaktmasse wurde zusammen mit anderen Katalysator-Komponenten zu dem Reaktor hinzugegeben. Die Kontaktmasse wurde folgendermaßen hergestellt: Eine Mischung von 40 g Silicium-Pulver (0,38

µm Teilchengröße) und 5,43 g Hexan wurde mit einer Hexan-Aufschlammung von 12,67 g Feststoffen, bestehend aus CuCl und Zinnstaub mit einem Cu/Sn-Verhältnis von 1000/1 kombiniert. Die Mischung wurde anfänglich mit einem Stickstoffstrom unter Umgebungs-Bedingungen getrocknet und dann unter verringertem Druck bei Umgebungs-Temperaturen vollständig getrocknet.

[0019] Die Vorkontakt-Masse wurde in einem Tiegel angeordnet und dann in einem Ofen und unter einem Argonstrom auf 300°C erhitzt, bis die SiCl₄-Entwicklung aufhörte. Ein NH₄OH-Indikator wurde zum Überwachen des Ausströmenden benutzt. Die Gewichtsänderung aufgrund des Verlustes an flüchtigen Produkten, die die Reaktion zur Herstellung der Kontaktmasse begleitet, ist, innerhalb des experimentellen Fehlers, gleich dem errechneten Gewichtsverlust.

[0020] Die Festbett-Reaktion wird über eine Dauer von 8 Stunden bei einer Temperatur von 300°C bis 310°C ausgeführt. Es wurde eine Kontaktmasse aus einer ursprünglichen Ladung von 6 g pulverförmigem Silicium und 5 Gew.% Kupfer der Kontaktmasse in Form von CuCP benutzt. Genügend pulverisiertes Zinn und pulverisiertes Zink wurden auch in die Kontaktmasse eingemischt, um ein Sn/Cu-Verhältnis mit einem Wert von etwa 1000 ppm und ein Cu/Zn-Verhältnis mit einem Wert von 10/1 bereitzustellen. Eine Methylchlorid-Strömungsrate wurde bei 35 ml/min aufrechterhalten. Nach einer etwa 20%-igen Silicium-Nutzung, bezogen auf das Gewicht des gebildeten Rohproduktes, wurde die Selektivität für Dimethyldichlorsilan durch Gaschromatographie zu 86,6% gefunden.

[0021] Nach im Wesentlichen dem gleichen Verfahren wurde eine Reihe von Festbett-Umsetzungen ausgeführt, einschließlich der Verwendung von Kontaktmasse bis zu mindestens 20%-iger Silicium-Nutzung, mit und ohne Phosphor, bei anfänglichen Cu/Zn-Verhältnissen von 10/1 und 100/1.

[0022] Vor dem Beschicken des Reaktors wurden geeignete Mengen von Zinnstaub und Quellen von Phosphor, wie Cu₃P, in die Kontaktmasse eingemischt. Flüchtige Phosphor-Verbindungen, wie PCl₃ und (CH₃)₃P, wurden stromaufwärts mit der Methylchlorid-Strömung in die Kontaktmasse injiziert.

[0023] Die folgende Tabelle zeigt die erhaltenen Resultate, wobei "D" Dimethyldichlorsilan ist.

Cu-Quelle	Cu/Zn-Verhältnis	P (ppm als (CH ₃) ₃ P)	% D bei 20%-iger Si-Nutzung
CuCl	10:1	0	89,7
"	"	500	88,4
	100:1	0	85,6
		500	94,2

[0024] In Übereinstimmung mit den Resultaten von Fig. 3 wird eine signifikante Dimethyldichlorsilan fördernde Wirkung als ein Resultat des Einsatzes von 500 ppm Phosphor bei Cu/Zn-Verhältnissen von 100/1 gezeigt. So wird, z. B., bei 0% Phosphor ein 85,6% D-Niveau geliefert, während bei 500 ppm Phosphor ein 94,2% D-Niveau gezeigt ist. Ähnliche Resultate werden unter Einsatz von (CH₃)₃P, (C₂H₅)₃P oder PCl₃ als Phosphorquellen erhalten. So ergibt, z. B., (CH₃)₃P bei 500 ppm eine Ausbeute von 91,3% bei einem Cu/Zn-Gewichtsverhältnis von 10/1 und eine Ausbeute von 93,2% bei einem Cu/Zn-Gewichtsverhältnis von 100/1.

BEISPIEL 2

[0025] Die Festbett-Reaktion von Beispiel 1 wurde im Wesentlichen mit der Ausnahme wiederholt, dass anstelle der Kontaktmasse die Kupferquelle Kupferflocken und pulverisiertes Messing, erhalten von oMG Americas, Research Triangle Park, North Carolina, war. Das Messing umfasste 80 Gew.-% Kupfer, 19,5 Gew.-% Zink und 0,5 Gew.-% Zinn.

[0026] Die Festbett-Reaktionen wurden bei Kupferniveaus von 5 Gew.-%, bezogen auf das Bettgewicht, ausgeführt, umfassend Mischungen pulverförmigen Siliciums, Kupferflocken und geeignete Mengen von Messing. Masterbatch-Aufschlammungen in Hexan oder Toluol von Silicium, Kupferflocken und Messing wurden hergestellt. Ein Gewichtsverhältnis Cu/Zn von etwa 11 : 1 wurde unter Einsatz von 135 g Silicium, 4,29 g Kupferflocken und 3 g Messing hergestellt. Eine andere Aufschlammung wurde zur Bereitstellung eines Gewichtsverhältnisses Cu/Zn von 35 : 1 hergestellt. Das Lösungsmittel wurde unter verringertem Druck abgetrennt, bevor man die resultierende Mischung in den Festbett-Reaktor füllte.

[0027] Es wurden die folgenden Resultate unter Einsatz von (CH₃)₃P bei 0 und 500 ppm bei Gewichtsverhältnissen Cu/Zn von 11 : 1 und 35 : 1 erhalten.

Cu-Quelle	Cu/Zn-Verhältnis	P (ppm als $(\text{CH}_3)_3\text{P}$)	% D bei 20%-iger Si-Nutzung
Cu-Flocken	11:1	0	88,3
"	"	500	90,8
"	35:1	0	83,3
"	"	500	91

BEISPIEL 3

[0028] Ein Fließbett-Reaktor, ähnlich dem von **Fig. 2**, wurde bei einer Untersuchung des Direktverfahrens benutzt. Es wurde ein Kupfer/Zink-Katalysator eingesetzt, um zu bestimmen, ob die Wirksamkeit von Phosphor, als einem Dimethyldichlorsilan-Promotor, durch das spezielle Gewichtsverhältnis von Cu/Zn, das während der Reaktion benutzt wurde, beeinflusst wird. Der Festbett-Reaktor bestand aus einem Glasrohr von 3,8 cm Innendurchmesser mit einer Glasfritte im Zentrum, um das Siliciumbett zu tragen. Der Reaktor war in einem Glas-Heizrohr eingeschlossen, das in Nichrom-Draht eingewickelt war. Um das Bett zu fluidisieren, wurde ein Rührer in Kombination mit einem nicht gezeigten Vibrator benutzt.

[0029] Der Reaktor wurde anfänglich mit 20 g Kontaktmasse gefüllt, die 5% Kupfer und ein Ausgangs-Gewichtsverhältnis Cu/Zn von 10 : 1 aufwies. Methylchlorid wurde über eine Dauer von 24 bis 28 Stunden bei einer Bett-Temperatur von 300–310°C in den Reaktor geleitet. Nach einer 35%-igen Silicium-Nutzung wurde das Rohprodukt durch Gaschromatographie auf % Dimethyldichlorsilan analysiert. Das gleiche Verfahren wurde mit der Ausnahme wiederholt, dass das Bett 10 mg Cu_3P enthielt, die 500 ppm Phosphor bereitstellten.

[0030] Ein ähnliches Fließbett-Verfahren wurde mit und ohne 10 mg Cu_3P mit der Ausnahme wiederholt, dass ein Gewichtsverhältnis Cu/Zn von 100 : 1 benutzt wurde. Die Gewichtsverhältnisse Cu/Zn von 10 : 1 und 100 : 1 wurden jeweils mehrere Male wiederholt. Es folgen die Resultate, die aus dem Fließbett-Reaktor unter Einsatz von Gewichtsverhältnissen von Cu/Zn von 10 : 1 und 100 : 1 erhalten wurden.

Fließbett-Reaktor

Cu/Zn-Verhältnis	Phosphor (ppm)	% D
10/1	0	87
"	500	90
100/1	0	83,2
	500	92,9

[0031] Die obigen Resultate sind Mittelwerte, die aus mehreren wiederholten Läufen erhalten wurden, die man ausführte, um zu bestimmen, ob eine statistisch signifikante Änderung mit Bezug auf % D im Methylchlorid-Rohprodukt auf der Grundlage des Einsatzes von Phosphor bei verschiedenen Cu/Zn-Verhältnissen auftrat. Es wurde keine statistisch signifikante Zunahme gefunden, wenn man die 87% D-Ausbeute (Standardabweichung = 2) bei Einsatz eines Cu/Zn-Verhältnisses von 10 : 1 ohne Phosphor mit der 90% D-Ausbeute (Standardabweichung = 3,7) mit Phosphor verglich. Bei einem Cu/Zn-Verhältnis von 100/1 tritt jedoch eine statistisch signifikante Zunahme auf wenn der Wert 83,2% (Standardabweichung = 2,3) ohne Phosphor erhalten wird, verglichen mit den 92,9% (Standardabweichung = 2,9), die mit Phosphor erhalten wurden.

[0032] obwohl die obigen Beispiele nur wenige der sehr vielen Variationen der Bedingungen und Materialien zeigen, die bei der Ausführung der vorliegenden Erfindung benutzt werden können, sollte klar sein, dass die vorliegende Erfindung auf einen sehr viel breiteren Umfang gerichtet ist, wie er in der Beschreibung vor diesen Beispielen und in den beigefügten Ansprüchen ausgeführt ist.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Fördern der Bildung von Dialkyldihalogenasilan während der Alkylhalogenasilan-Produktion nach dem Direktverfahren, umfassend die Umsetzung zwischen Alkylhalogenid und pulverisiertem Silicium in Gegenwart eines Katalysators für das Direktverfahren, umfassend Kupfer, Silicium, Zink und Phosphor, wobei während der Alkylhalogenasilan-Bildung eine Reaktionsmischung aufrechterhalten wird, die, bezogen auf das Gewicht, im Mittel von 1 bis 5%, bezogen auf das Gewicht von Silicium, eine genügende Menge Zink zur Schaffung eines Cu/Zn-Gewichtsverhältnisses mit einem Wert von 25 bis 100, und einen Anteil von 100 ppm

bis 1.000 ppm Phosphor, bezogen auf das Gewicht der Reaktionsmischung, umfasst.

2. Verfahren nach Anspruch 1, worin der Katalysator für das Direktverfahren Kupfer, Silicium, Zink, Zinn und Phosphor umfasst.

3. Verfahren nach Anspruch 1, worin die Umsetzung in einer kontinuierlichen Weise ausgeführt wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1, worin die Umsetzung in einem Fließbett-Reaktor, in einem Festbett-Reaktor oder in einem Rührbett-Reaktor ausgeführt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 1, worin das Cu/Zn-Gewichtsverhältnis einen Wert von 30 bis 100 hat.

6. Verfahren nach Anspruch 1, worin der Anteil des Phosphors 100 ppm bis 1.000 ppm beträgt.

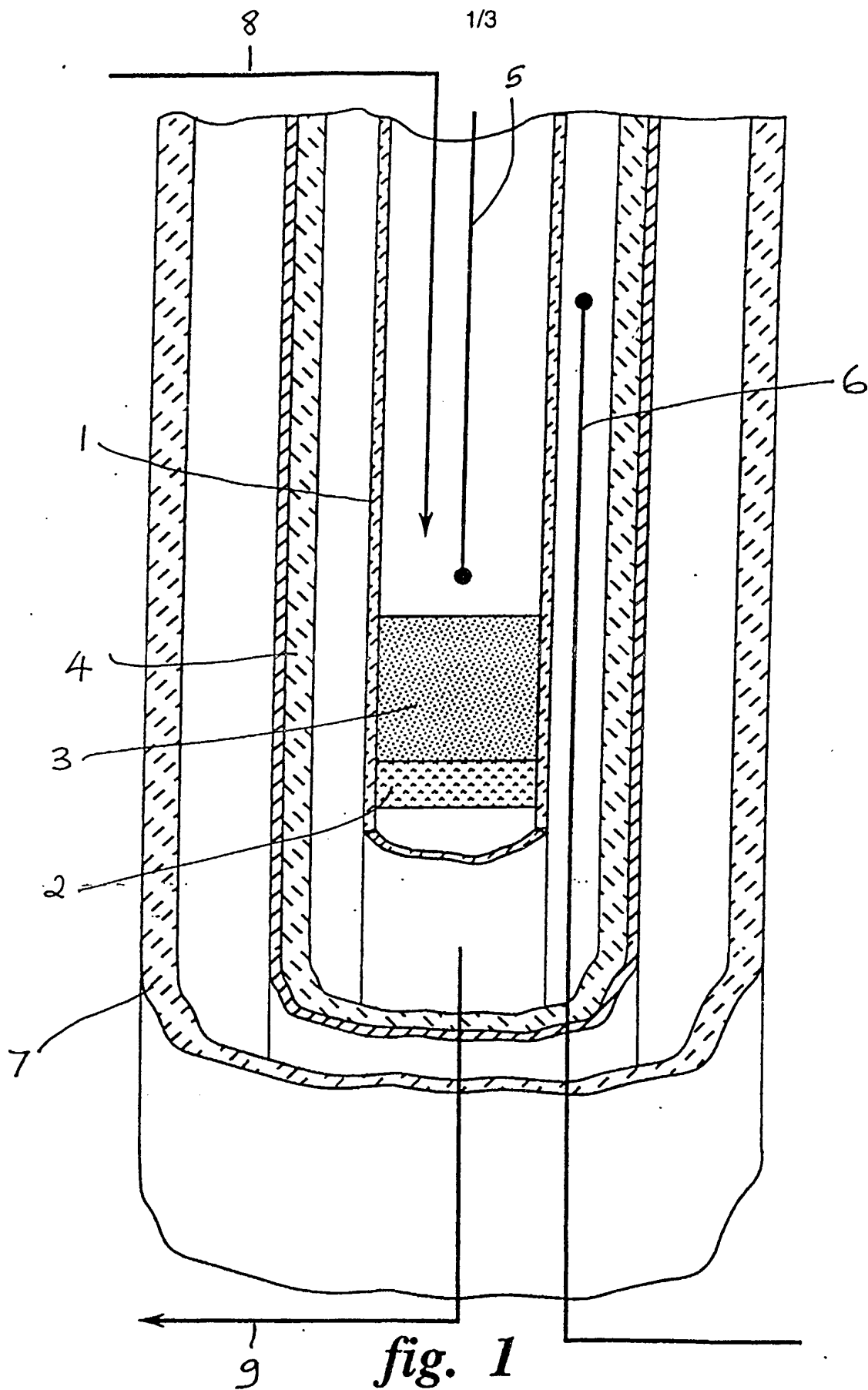
7. Verfahren nach Anspruch 1, worin das Dialkylhalogensilan Dimethyldichlorsilan ist.

8. Verfahren nach Anspruch 1, worin Phosphor in den Reaktor als Kupferphosphid, als ein Alkylphosphin oder als Phosphortrichlorid eingeführt wird.

9. Verfahren nach Anspruch 8, worin Phosphor in den Reaktor als Triethylphosphin oder Trimethylphosphin eingeführt wird.

10. Verfahren zum Fördern der Bildung von Dimethyldichlorsilan in einer kontinuierlichen Weise während der Methylchorsilan-Produktion nach dem Direktverfahren, umfassend das Bewirken einer Umsetzung zwischen Methylchlorid und gepulvertem Silicium in einem Fließbett-Reaktor in Gegenwart eines Katalysators, umfassend Kupfer, Silicium, Zink, Zinn und Phosphor, wobei während der Methylchorsilan-Bildung eine Reaktionsmischung aufrechterhalten wird, die einen mittleren Anteil von 1% bis 5% Kupfer, bezogen auf das Gewicht von Silicium, eine genügende Menge von Zink zur Schaffung eines Cu/Zn-Verhältnisses mit einem Wert von 30 bis 100 und einen Anteil von 100 ppm bis 1.000 ppm Phosphor, bezogen auf das Gewicht der Reaktionsmischung, aufweist.

Es folgen 3 Blatt Zeichnungen



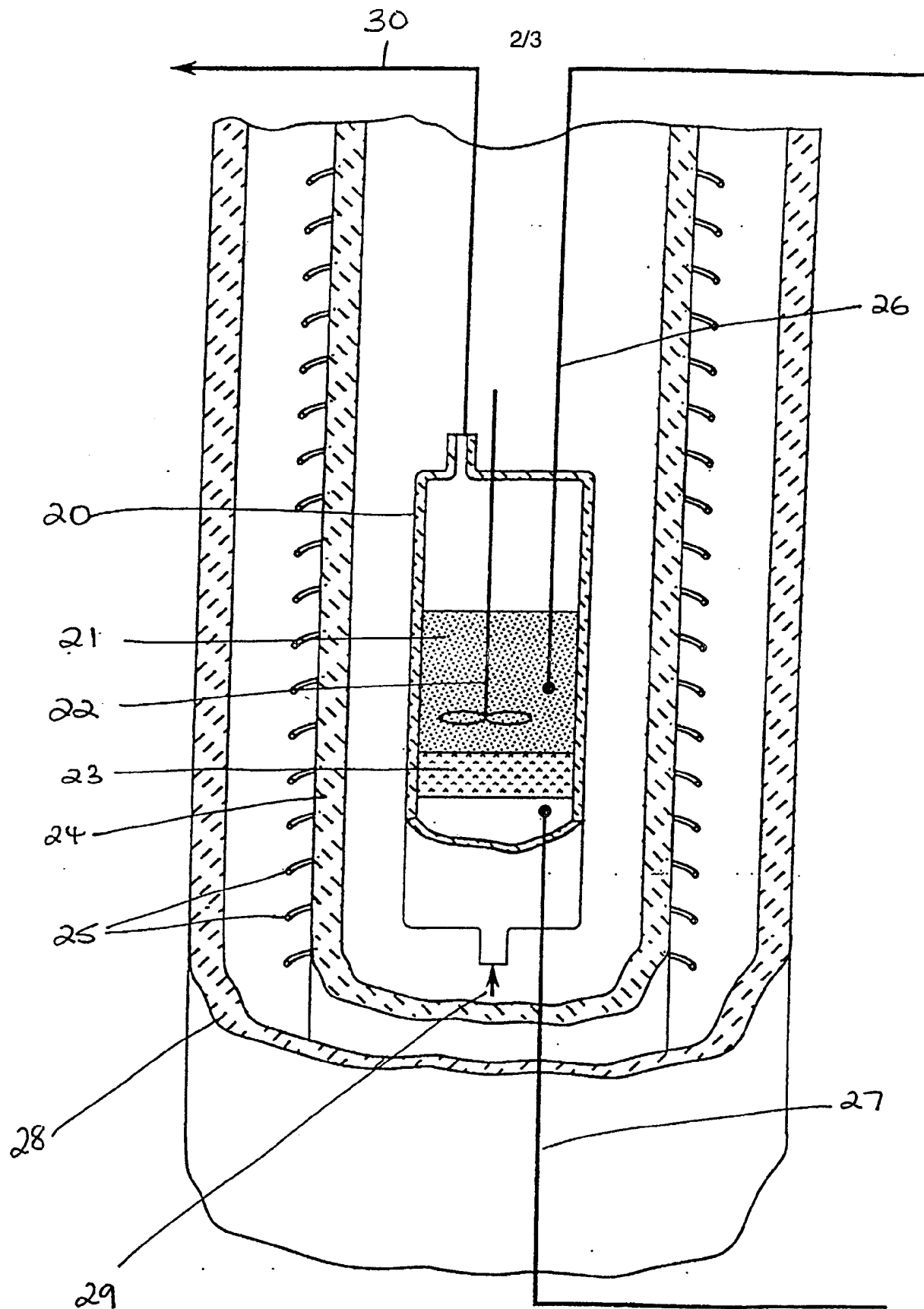
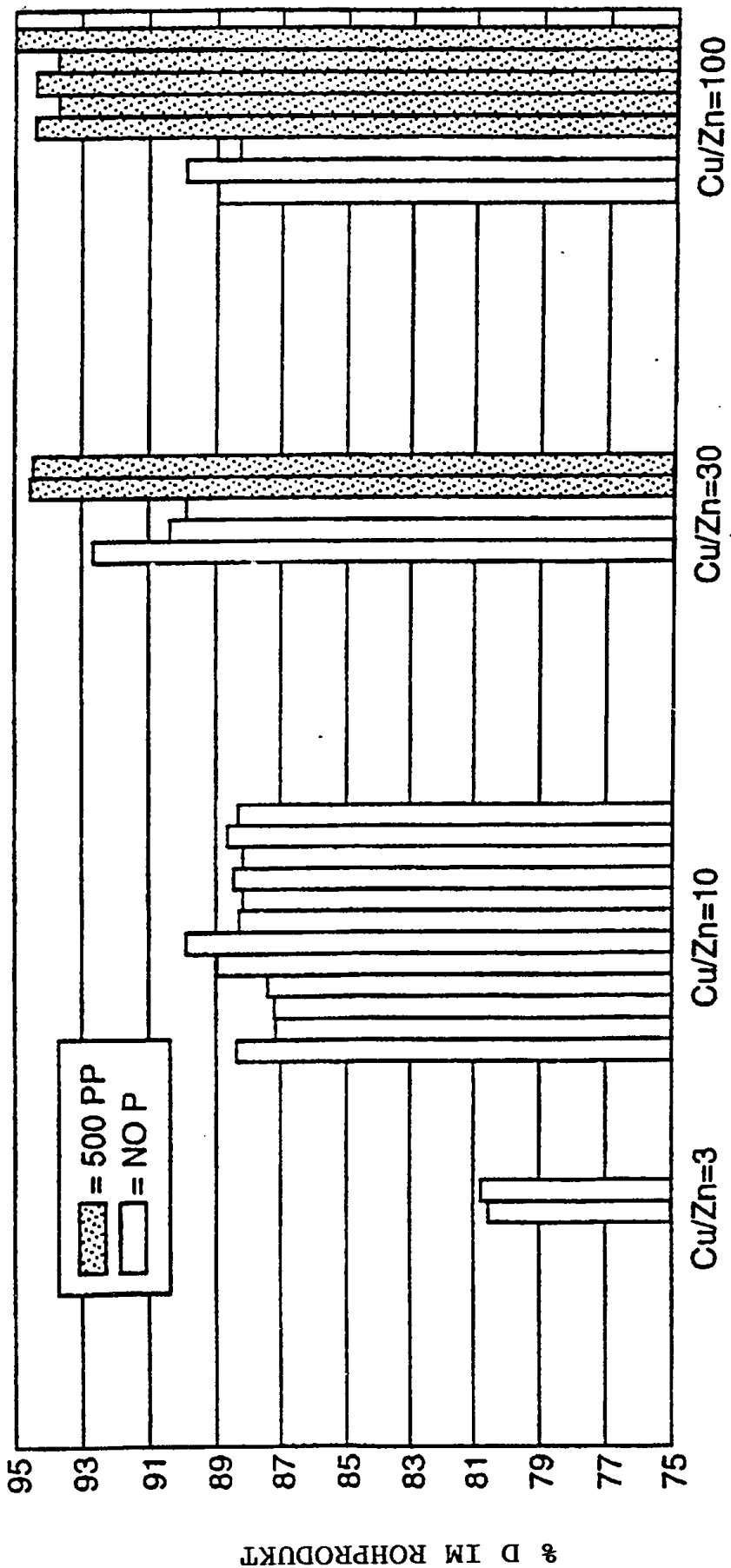


fig. 2



Cu/Zn (5% Cu)

fig. 3