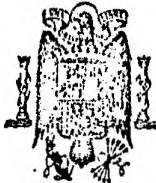


MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

~~2000000~~
CONCEDIDA

PATENTE DE INVENCION

ES	(11) NUMERO 462.575	(10) A1
	(21) FECHA DE PRESENTACION 23 Setiembre 1977	

(30) PRIORIDADES: (31) NUMERO 726.115	(32) FECHA 24-9-76	(33) PAIS EE. UU.
---	-----------------------	----------------------

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL C01B	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
--------------------------	--	--

(54) TITULO DE LA INVENCION "UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE SILANO"

(71) SOLICITANTE (S1) UNION CARBIDE CORPORATION (L-10810-SP)

DOMICILIO DEL SOLICITANTE 270 Park Avenue, Nueva York, Nueva York, 10017, Estados Unidos de América
--

(72) INVENTOR (ES) Robert Eugene Franklin, Arthur Wellington Francis y Gregorio Tarazona

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ (P.- 66.871)

IAR.
UNE A-4 MOD. 3100

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta. UTILICÉSE COMO PRIMERA PAGINA DE LA MEMORIA

20.11.1976

POOR QUALITY

1 Esta invención se refiere a una mejora en un
procedimiento para la obtención de silano y, más particu-
larmente, a un procedimiento para la producción de silano
en una cámara simple.

5 El silano (SiH_4) o hidruro de silicio, es una
fuente excelente para silicio de calidad electrónica, cuyo
requisito previo es una pureza muy alta.

10 Hasta ahora, se utilizaban procedimientos con-
tinuos para producir silano en los que se requerían dos.
cámaras de reacción en combinación con una célula electro-
lítica para obtener el silano. Debido a que las reacciones
en las diferentes cámaras y en la célula transcurren con
15 velocidades variables, los caudales o las velocidades de
circulación estaban limitados en la operación continua por
la reacción más lenta a no ser que se aceptase la penali-
zación de pérdidas elevadas, p.ej., de hidruro de litio.
Junto con el problema de los caudales, la cantidad de
20 equipo, su tamaño, la división de las corrientes, y el
control del sistema contribuían a hacer que el procedi-
miento continuo distase mucho de ser óptimo, pero una
alternativa viable no ha podido encontrarse hasta ahora.

25 Por consiguiente, un objeto de esta invención
es proporcionar un procedimiento para la producción de
silano, el cual puede realizarse en una cámara simple,
esto es, en forma de operación por cargas o semicontinua,
con independencia de la célula electrolítica, liberando
así el procedimiento de los requerimientos de caudales im-
puestos por el procedimiento continuo, simplificando el
30 control del sistema, reduciendo la cantidad de equipo, y
eliminando los problemas de dimensionamiento.

1 Otros objetos y ventajas resultarán evidentes
más adelante en esta memoria.

5 De acuerdo con la presente invención, se ha descubierta un tal procedimiento en una cámara simple para la producción de silano, llevándose a cabo el procedimiento en un recipiente de reacción que comprende (i) una cámara cerrada simple, (ii) un tubo hueco abierto por ambos extremos y que tiene un eje teórico que corre de un extremo al otro, eje que es aproximadamente paralelo al eje vertical teórico de la cámara, estando dispuesto dicho tubo en la porción inferior de la cámara; y (iii) medios para hacer circular un líquido en la porción inferior de la cámara de tal manera que el líquido fluya en una dirección descendente a través del tubo y en una dirección ascendente fuera del tubo,

15 procedimiento que comprende las etapas siguientes:

20 (a) mantener una masa fundida de cloruro de litio en la porción inferior de la cámara, estando el nivel de la masa fundida por encima del tubo;

 (b) activar los medios de circulación;

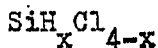
 (c) introducir litio líquido en la masa fundida de tal manera que al menos una parte de aquél ascienda a la superficie de la masa fundida;

25 (d) introducir hidrógeno gaseoso por encima de la superficie de la masa fundida de tal manera que el hidrógeno gaseoso reaccione con el litio en la superficie de la masa fundida para formar hidruro de litio,

30 siendo mezclados el litio, el hidruro de litio, y la masa fundida por los medios de circulación para

1 proporcionar una mezcla homogénea de los mismos;

(e) introducir, en forma de gas, un compuesto o una mezcla de compuestos que tienen la fórmula



5 en la que x es 0 ó un número entero comprendido entre 1 y 3, de tal modo que el gas es dispersado por los medios de circulación en la mezcla; con lo que el gas se pone en contacto con el hidruro de litio para formar silano gaseoso;

10 (f) retirar el silano gaseoso de la cámara.

Descripción Breve del Dibujo

La figura única es una vista lateral esquemática en corte transversal de un reactor de cámara única en el que puede llevarse a cabo el procedimiento básico.

Descripción de la Realización Preferida

15 El reactor, las tuberías, las válvulas, el tubo y el rotor pueden hacerse de cualquiera de diversos materiales inertes con respecto a las sustancias reaccionantes y resistentes a la acción corrosiva de la sal fundida, siendo el material preferido acero de bajo contenido en carbono (que contenga de 0,03 a 0,3% en peso de carbono).

20 El tamaño del reactor y los diversos accesorios pueden decidirse de acuerdo con líneas convencionales y no son críticos para la invención. La capacidad, las temperaturas, las presiones, la vida útil, los factores económicos y los materiales utilizables deben considerarse cuando haya de tomarse la decisión así como el requerimiento de que la cámara simple del reactor esté "cerrada", esto es, que debe ser estanca al aire a fin de que prácticamente no entre en el reactor nada de aire ni de vapor.

25

30

1 -de agua, para proporcionar un medio ambiente de reacción
que está sustancialmente exento de aire y que es anhídrido.
El uso de un reactor cerrado y de componentes de la reac-
ción que tienen un mínimo de impurezas permitirá obtener,
5 a su vez, un silano que tiene cantidades mínimas de impu-
rezas, las cuales no sobrecargarán un sistema de purifica-
ción.

10 Las partes principales del reactor son una cá-
mara cerrada simple; un tubo hueco abierto por ambos extre-
mos y que tiene un eje teórico que corre de un extremo al
otro, eje que es aproximadamente paralelo al eje vertical
teórico de la cámara, estando dispuesto dicho tubo en la
porción inferior de la cámara; y medios para hacer circu-
lar un líquido en la porción inferior de la cámara de tal
15 manera que el líquido fluye en una dirección descendente
a través del tubo y en una dirección ascendente fuera del
tubo.

Con referencia al dibujo:

20 Se hace referencia a la cámara cerrada simple
como reactor 2. Existen aberturas de entrada, aberturas de
salida, y tuberías que atraviesan las paredes del reactor
2 y están controladas por válvulas. Se entiende que estas
aberturas y tuberías están conectadas a fuentes y depósi-
tos de otros recipientes de tal manera que se mantenga la
25 integridad del medio ambiente de reacción, esto es, esen-
cialmente exento de aire y esencialmente en una condición
anhídrida. La preparación de un tal sistema cerrado es con-
vencional y no se expondrá aquí.

30 Aunque las dimensiones del reactor 2 pueden
variarse, éste tiene preferiblemente una forma cilíndrica,

1 - disponiéndose su dimensión más larga en una posición
vertical, como se muestra. Las dimensiones del tubo 7
pueden variarse también, así como la colocación del tubo
7 y agitador 6, con tal que pueda obtenerse la circulación
5 requerida. El tubo 7 preferiblemente, sin embargo, tiene
una forma cilíndrica como se muestra con extremos opues-
tos abiertos, encontrándose la dimensión más larga del
tubo en una posición vertical, y está dispuesto en la
mitad inferior de la porción inferior del reactor 2, pre-
10 feriblemente en posición centrada. El eje de impulsión
del agitador 6 está preferiblemente en la posición de los
ejes verticales teóricos del reactor 2 y del tubo 7, como
asímismo se muestra. Si bien no se requiere que los ejes
teóricos sean uno mismo, ni siquiera que sean paralelos,
15 una divergencia respecto al paralelismo de 10 grados o
más puede afectar al flujo, por lo que no se recomienda.
La disposición, centrada o no en la mitad inferior del
reactor, tampoco tiene un carácter crítico, pero cuanto
más baja sea la posición del tubo, tanto más bajo puede
20 ser el nivel de la masa fundida, dado que el tubo tiene
que encontrarse por debajo de la superficie de la masa
fundida si el agitador 6 y el tubo 7 han de controlar el
flujo de dicha masa fundida.

25 Las partes principales del agitador 6 son el
motor, el eje de impulsión, y un rotor con paletas dis-
puestas de tal manera que el litio, el hidruro de litio,
y la masa fundida situada por encima del tubo serán aspi-
radas hacia abajo por el interior del tubo y a lo largo
del mismo de modo circular y serán impulsadas y/o aspi-
30 das al exterior del tubo para proporcionar circulación

1 - junto con el mezclado de los diversos componentes. Un
agitador típico tiene una hélice de paletas marina de 36,3
cm y está accionado por un motor de 3,5 caballos con
5 velocidades variables de hasta 360 revoluciones por minuto
(rpm). El agitador se usa también para el control de la
temperatura y las rpm se ajustan de acuerdo con ello cuando se desean temperaturas más altas o más bajas.

10 Inicialmente, se introduce cloruro de litio en forma fundida por la abertura de entrada 1 en una cantidad suficiente para alcanzar el nivel 3 representado por una línea discontinua de trazos gruesos. Como se ha indicado arriba, el nivel de la masa fundida tiene que estar situado por encima del tubo, si ha de proporcionarse la circulación deseada por el tubo y el agitador. Preferiblemente,
15 el haluro de litio se mezcla con cloruro de potasio para conseguir la temperatura necesaria a fin de mantener la masa fundida. Lo más preferido es una mezcla eutéctica que contiene aproximadamente 59% en moles de cloruro de litio y aproximadamente 41% en moles de cloruro de potasio.
20 Esta mezcla eutéctica requiere una temperatura de aproximadamente 350°C para mantenerse en estado fundido. Es ventajoso utilizar la temperatura más baja suficiente para mantener la masa fundida, dado que esto minimiza la descomposición del producto de silano.

25 Los expertos en la técnica comprenderán que puede utilizarse o bien cloruro de litio o cloruro de potasio, o una mezcla que contenga desde aproximadamente 1 a aproximadamente 99% en moles de cloruro de litio y desde aproximadamente 1 a aproximadamente 99% en moles de
30 cloruro de potasio; sin embargo, cuanto más lejos se esté

1 - de la mezcla eutéctica, en el caso del cloruro de litio,
tanto más alta será la temperatura requerida para la masa
fundida y tanto mayor será por consiguiente la descomposi-
ción del silano, dado que el cloruro de litio per se
5 funde a 614°C. Aunque el cloruro de potasio podría servir
como medio de reacción, dicho compuesto no proporciona,
por supuesto, el litio necesario. Por esta razón, el cloro-
ruro de potasio se introduce principalmente como fundente,
esto es, para rebajar la temperatura necesaria para mante-
ner una masa fundida de cloruro de litio. Si bien, como,
10 se ha indicado, se preferiría utilizar la mezcla eutécti-
ca desde un punto de vista de temperatura estrictamente,
se ha encontrado que lo más práctico es aumentar el cloro-
ruro de litio a cantidades tales que exista suficiente
15 cloruro de litio para proporcionar el litio requerido, con
lo que se minimiza el cloruro de litio de complemento, y
la temperatura requerida para mantener la masa fundida no
descompondrá el silano por encima de niveles económica-
mente aceptables. Esto equivale a considerar una mezcla
20 de aproximadamente 52 a aproximadamente 68% en moles de
cloruro de litio y aproximadamente 32 a aproximadamente
48% en moles de cloruro de potasio, la cual es sumamente
útil a una temperatura de la masa fundida de aproximada-
mente 425°C. Mezclas óptimas para temperaturas diferentes
25 pueden seleccionarse por el operador sobre la base de la
experiencia.

En relación con esto, es ventajoso el uso de
calentamiento exterior (no representado) para mantener la
masa fundida. La temperatura mínima suficiente para mante-
ner la mezcla eutéctica como masa fundida es aproxima-
30

1 mente 350°C. Las temperaturas más prácticas están compren-
didas en el intervalo de aproximadamente 375°C a aproxi-
madamente 525°C. Hasta que se forma el silano, no existe
límite superior alguno de temperatura excepto el límite
5 de las posibilidades prácticas.

Se introduce litio metálico en forma líquida en
el reactor 2 junto con el cloruro de litio a través de la
abertura de entrada 1, o separadamente por algún otro
punto del reactor 2. Al mismo tiempo se introduce hidrógeno
10 gaseoso por la abertura 5 o por algún otro punto del reac-
tor 2 situado por encima del nivel de la masa fundida...
llenando la porción de la cámara situada sobre dicha masa
fundida. El litio metálico asciende a la parte superior o
superficie de la masa fundida, y una parte del mismo es
15 llevada a la superficie de dicha masa fundida en todo
momento por los medios de circulación utilizados en el
sistema, de tal modo que el litio estará en disposición
de entrar en contacto con el hidrógeno y reaccionar con
él. El hidrógeno se halla a presión suficiente, de tal
20 modo que el mismo entrará en contacto con el litio metálico
en la superficie de la masa fundida, y en estas condicio-
nes tiene lugar la primera reacción del procedimiento:

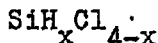


25 Simultáneamente a la introducción del litio y el hidrógeno,
o antes de la introducción de los mismos, se pone en
marcha el agitador 6. Se recomienda una agitación enérgica.
El agitador recoge la masa fundida, el litio metálico, y
el hidruro de litio, y aspira estos componentes hacia
abajo en el interior del tubo 7, y al mismo tiempo mezcla
30 los componentes para proporcionar una mezcla homogénea.

1 Debe indicarse que la mezcla homogénea de hidruro de litio
en la masa fundida se considera como una solución. La
mezcla pasa después por un flujo circular en una dirección
ascendente fuera del tubo 7 haciendo retornar litio metá-
5 lico a la superficie de la masa fundida para ponerlo en
contacto con el hidrógeno.

Las ventajas encontradas en el procedimiento, tal
como se ha descrito hasta este momento son una distribución
uniforme del calor en toda la masa fundida; la evitación
10 de la formación de terrones de hidruro de litio; el mejora-
miento de la velocidad de disolución, esto es, que los
componentes pasan rápidamente a formar una solución homo-
génea de hidruro de litio en la masa fundida; la purifica-
ción del litio metálico para mejorar su reacción con el
15 hidrógeno; y la culminación de la reacción litio-hidrógeno
con una velocidad alta y a una temperatura notablemente
baja.

La etapa inmediatamente siguiente, a la que se
hace referencia arriba como etapa (e), es la introducción,
20 en forma gaseosa, de un compuesto o una mezcla de compues-
tos que tienen la fórmula:



en la que x es 0 ó un número entero comprendido
entre 1 y 3, en un lugar, preferiblemente en la porción
25 inferior o mitad inferior del tubo 7, y a presión suficien-
te para que el gas borbotee en el seno de la masa fundida
y choque contra las paletas del agitador 6, las cuales
están diseñadas para proporcionar una buena dispersión de
las burbujas a través de la masa fundida fuera del tubo 7,
30 incrementando así el contacto entre el gas y el hidruro de

1 litio. La presión sugerida aquí es de aproximadamente 0,07
kg/cm² a aproximadamente 0,7 kg/cm². Este contacto da
como resultado una reacción exotérmica, p.ej., tetracloro-
5 silano + hidruro de litio → silano gaseoso + cloruro
de litio. Se observará que la fórmula anterior para el
clorosilano incluye monoclorosilano, triclorosilano, y
tetraclorosilano, de los cuales se prefieren los dos
últimos. Aunque pueden utilizarse mezclas, es usual em-
plear un solo compuesto de clorosilano.

10 Como esta etapa es exotérmica, no se suministra
calentamiento alguno, y se aumenta la agitación y/o se
proporciona refrigeración externa para mantener la misma
temperatura baja utilizada en las etapas anteriores. Aquí,
la temperatura está comprendida en el intervalo de aproxi-
15 madamente 375°C a aproximadamente 425°C, y se prefieren
estas temperaturas. El límite superior de temperatura se
determina sobre la base de cuánta descomposición del si-
lano sea económicamente aceptable, y usualmente no será
mayor que aproximadamente 500°C.

20 El procedimiento, como se ha descrito con ante-
rioridad, se utiliza preferiblemente como parte de un
sistema semicontinuo en el que, por ejemplo, hay dos
reactores y una célula electrolítica, la cual proporciona
el litio. En este caso, un reactor está siempre vacío y
25 la célula electrolítica abastece a ambos reactores. Parece
ser, sin embargo, que la disposición más económica es
utilizar dos reactores y dos células electrolíticas, en
cuyo caso la masa fundida está siempre en tres de los
recipientes, estando el cuarto siempre vacío. Este siste-
30 ma secuencial se describirá más adelante, pero debe quedar:

1 claro que el uso de la masa fundida residual (después de
la separación del silano) en las operaciones ulteriores
sería perjudicial desde el punto de vista de la pureza, a
no ser que aquélla se purificase. Los componentes perjudi-
5 ciales en esta etapa son: (1) el silicio formado por la
descomposición del silano, que, por supuesto, se minimiza
por el uso de la temperatura mínima requerida para mante-
ner la solución de hidruro de litio en la masa fundida, y
(2) el hidruro de litio sin reaccionar. Una característica
10 de esta invención, que puede denominarse purificación de
la sal, proporciona precisamente una purificación en la
etapa adicional siguiente:

(g) introducir cloruro de hidrógeno gaseoso en
la masa fundida en cantidad suficiente para reaccionar
15 con el cloruro de litio que no ha reaccionado y silicio
para formar un clorosilano gaseoso, cloruro de litio, e
hidrógeno gaseoso.

Esta etapa se lleva a cabo preferiblemente
introduciendo el cloruro de hidrógeno gaseoso a través de
20 la tubería 4 en la porción inferior del tubo 7 donde dicho
gas es aspirado a un área de gran turbulencia, lo que
contribuye a disolver el cloruro de hidrógeno en la masa
fundida mejorando así la reacción y minimizando la canti-
dad de cloruro de hidrógeno requerida para cumplir la
25 función de reaccionar con el hidruro de litio que no ha
reaccionado y el silicio. El cloruro de hidrógeno puede
introducirse en otros puntos de la masa fundida, pero esto
se considera menos eficiente.

En la etapa final en el procedimiento básico, a
30 la que se ha hecho referencia arriba como etapa (F), se

1 -retira el silano gaseoso por la abertura 5, y en el caso
de que se utilice la etapa (g), en otra etapa, etapa (h),
se retira el clorosilano gaseoso y el hidrógeno gaseoso
por la abertura 5 a medida que se producen los gases. Los
5 gases pueden retirarse por la misma abertura o por abertu-
ras diferentes, las cuales pueden estar localizadas en
cualquier punto por encima del nivel de la masa fundida,
preferiblemente cerca de la parte superior del reactor 2.
El silano gaseoso es enviado al almacenamiento o a la
10 purificación, y los otros gases pueden utilizarse en el
procedimiento dependiendo de la economía que se consiga
con ello. Cualquier purificación o separación que se
utilice aquí puede ser convencional, y tales técnicas no
se describirán aquí.

15 Se provee una abertura de salida 8 para la trans-
ferencia de masa fundida a una célula electrolítica cuando
el reactor 2 está integrado formando un sistema completo.
La abertura de entrada 1 cumple también la misión de ser
utilizable para transferencias desde una célula electro-
20 lítica en el mismo caso.

El procedimiento descrito hasta ahora considera
el uso de una cantidad suficiente de masa fundida para
cubrir el tubo y una cantidad suficiente de litio, hidró-
geno, clorosilano, y cloruro de hidrógeno para producir
25 la cantidad deseada de silano y separar esencialmente
hidruro de litio que no ha reaccionado y silicio. Para
conseguir mayores eficiencias, sin embargo, se sugieren
las relaciones molares siguientes. Estas relaciones están
basadas en el uso de un mol de una mezcla de cloruro de
30 litio y cloruro de potasio, habiéndose tratado anterior-

1 mente de las proporciones de la mezcla (en el caso del litio, se entenderá que la relación se da en términos de átomos-gramo de litio por mol de $\text{LiCl} + \text{KCl}$):

5 (i) aproximadamente 0,01 a aproximadamente 0,1 átomos-gramo de litio por mol de $\text{LiCl} + \text{KCl}$ y, preferiblemente, aproximadamente 0,07 a aproximadamente 0,08 átomos-gramo de litio por mol;

10 (ii) aproximadamente 0,01 a aproximadamente 0,05 moles de hidrógeno por mol de $\text{LiCl} + \text{KCl}$ y, preferiblemente, aproximadamente 0,03 a aproximadamente 0,04 moles de hidrógeno por mol;

15 (iii) aproximadamente 0,005 a aproximadamente 0,025 moles de SiCl_4 por mol de $\text{LiCl} + \text{KCl}$ y, preferiblemente, aproximadamente 0,01 a aproximadamente 0,02 moles de SiCl_4 por mol;

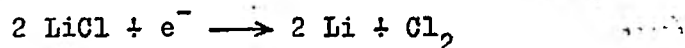
20 (iv) aproximadamente 0,003 a aproximadamente 0,0045 moles de cloruro de hidrógeno por mol de $\text{LiCl} + \text{KCl}$ y, preferiblemente, aproximadamente 0,0035 a aproximadamente 0,0037 moles de cloruro de hidrógeno por mol (basado en la descomposición del 5% del SiH_4).

Cloruro de litio y/o cloruro de potasio de complemento pueden introducirse siempre que sea preciso para satisfacer los requerimientos del procedimiento.

25 Las células electrolíticas utilizadas en el sistema arriba mencionado pueden ser las de construcción convencional utilizando los mismos materiales que para el reactor 2, esto es, inertes y resistentes a la corrosión. Una célula preferida tiene un ánodo de grafito en el centro, rodeado por un cátodo de acero de bajo contenido en carbono, y está desprovista del revestimiento usual de

30

1 -- cerámica. Están provistas las tuberías y válvulas nece-
sarias para conectarla al sistema y está provista también
una abertura de salida para cloro gaseoso, preferiblemente
5 en la parte superior de la célula, pero, en cualquier caso,
por encima del nivel de la masa fundida. La reacción
principal en la célula es como sigue:



El cloro gaseoso se recoge y generalmente se vende como
tal. Se proporciona calor suficiente para mantener la
10 masa fundida, que es el medio utilizado en todo el pro-
cedimiento. La totalidad del cloruro de litio no sufre,
por supuesto, la reacción indicada, sino solamente una
cantidad suficiente para proporcionar el litio necesario
para el procedimiento básico en los reactores,

15 El sistema preferido está constituido por dos
reactores tales como el reactor 2 y dos células electro-
líticas, estando determinado el dimensionado de los reci-
pientes y las tuberías por las cantidades de materiales
a tratar y los caudales deseados.

20 Secuencialmente, el primer reactor descarga su
masa fundida residual en la primera célula electrolítica,
la cual descarga en el segundo reactor. El segundo reac-
tor descarga en la segunda célula electrolítica, la cual
descarga en el primer reactor para completar el ciclo.

25 En este sistema preferido, siempre está presente
masa fundida en tres de los cuatro recipientes, estando
vacío el cuarto. La masa fundida y el litio metálico son
transferidos desde una célula a un reactor, p.ej., aproxi-
madamente cada 12 horas. La electrolisis se produce sobre
30 una base casi continua, mientras que el procedimiento

1 -básico más la purificación de la sal tienen lugar sólo una
vez en cada reactor en, p.ej., cada periodo de 24 horas.
Este sistema secuencial se controla cerrando simplemente
5 las válvulas de conexión durante la transferencia de la
masa fundida. Del mismo modo que el dimensionado depende
de la cantidad de producto y de los caudales deseados,
ocurre igual con la duración de las fases del procedimiento,
las cuales pueden alargarse o acortarse adecuadamente para
acomodarlas a los requerimientos de silano.

10 La invención arriba descrita se ilustra por el
ejemplo siguiente:

Ejemplo

El procedimiento, tal como se ha descrito arriba,
se realiza de la manera preferida durante 24 horas. Dos
15 reactores, de 2,44 m de altura por 0,91 m de diámetro, y
dos células electrolíticas, de 2,74 m de altura por 0,91
m de diámetro, están conectados en serie conforme a la
secuencia arriba descrita. El material utilizado en la
construcción de los reactores y las células es acero de
20 bajo contenido en carbono, y las células tienen un ánodo
de grafito, un cátodo de acero de bajo contenido en car-
bono, y carecen de revestimiento interior. El reactivo de
clorosilano es tetraclorosilano. Las etapas del procedi-
miento, con inclusión de la purificación de la sal, se
25 llevan a cabo en cada reactor una vez cada período de 24
horas. La electrolisis es continua, estando siempre en
funcionamiento al menos una célula. El calor total aporta-
do para mantener la masa fundida en las células asciende
a 46267 kcal cada 24 horas, y en los reactores 312304 kcal
30 cada 24 horas. El procedimiento se lleva a cabo en cada

1 reactor en 10 horas. Se recuperan del sistema 49,9 kg de silano en las 24 horas (dos ciclos).

5 Los reactores operan a una temperatura de aproximadamente 400°C, y las células operan a una temperatura de aproximadamente 450°C.

Para obtener el silano resultante, las cantidades de cada componente utilizadas en moles basados en un total de 1 mol en el sistema, son como sigue:

	<u>Moles</u>
10 Cloruro de potasio	0,1827
cloruro de litio	0,2673
litio	0,072 (átomos-gramo)
hidrógeno	0,036
tetraclorosilano	0,018
cloruro de hidrógeno	0,004

15 El porcentaje en moles en la mezcla de masa fundida inicial introducida en el reactor es 40,6% en moles de cloruro de potasio y 59,40% en moles de cloruro de litio.

20 El silano gaseoso recuperado es al menos aproximadamente 98% en peso de silano, siendo el resto hasta el 100% en peso impurezas, y puede enviarse a un sistema de purificación de silano.


25

30

REIVINDICACIONES

1
5 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10 1ª. Un procedimiento para la obtención de silano en un recipiente de reacción que comprende (i) una cámara cerrada simple, (ii) un tubo hueco abierto por ambos extremos y que tiene un eje teórico que corre de un extremo al otro, eje que es aproximadamente paralelo al eje vertical teórico de la cámara, estando dispuesto dicho tubo en la
15 porción inferior de la cámara; y (iii) medios para hacer circular un líquido en la porción inferior de la cámara de tal manera que el líquido fluya en una dirección descendente a través del tubo y en una dirección ascendente fuera del tubo, procedimiento que comprende las etapas
20 siguientes: (a) mantener una masa fundida de cloruro de litio en la porción inferior de la cámara, estando el nivel de la masa fundida por encima del tubo; (b) activar los medios de circulación; (c) introducir litio líquido en la masa fundida de tal manera que al menos una parte de aquél ascienda a la superficie de la masa fundida;
25 (d) introducir hidrógeno gaseoso por encima de la superficie de la masa fundida de tal manera que el hidrógeno gaseoso reaccione con el litio en la superficie de la masa fundida para formar hidruro de litio, siendo mezclados el litio, el hidruro de litio y la masa fundida
30



1 por los medios de circulación para proporcionar una
mezcla homogénea de los mismos; (e) introducir, como gas,
un compuesto o una mezcla de compuestos que tienen la
fórmula



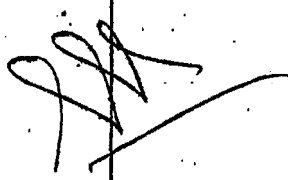
en la que x es 0 ó un número entero comprendido entre 1
y 3, de tal modo que el gas se dispersa por los medios
de circulación en la mezcla, con lo que el gas se pone
en contacto con el hidruro de litio para formar silano
gaseoso; y (f) retirar el silano gaseoso de la cámara.

10 2ª. El procedimiento definido en la reivindi-
cación 1ª, en el que se llevan a cabo las etapas siguien-
tes después de la etapa (e) en el caso de que esté pre-
sente, además de silano gaseoso, hidruro de litio sin
15 reaccionar y silicio: (g) introducir cloruro de hidrógeno
gaseoso en la masa fundida en cantidad suficiente para
reaccionar con el hidruro de litio que no ha reaccionado
y el silicio para formar un clorosilano gaseoso, haluro
de litio, e hidrógeno; y (h) retirar el clorosilano
20 gaseoso y el hidrógeno gaseoso de la cámara.

3ª. El procedimiento definido en la reivindi-
cación 1ª, en el que la masa fundida contiene cloruro de
potasio como fundente.

25 4ª. El procedimiento definido en la reivindi-
cación 2ª, en el que la masa fundida contiene cloruro de
potasio como fundente.

30 5ª. El procedimiento definido en la reivindi-
cación 3ª, en el que se introducen los componentes
siguientes en las proporciones que se indican a continua-
ción: (i) aproximadamente 0,01 a aproximadamente 0,1

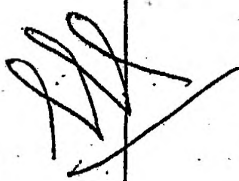


1 átomo gramo de litio por mol de mezcla de cloruro de litio
y cloruro de potasio; (ii) aproximadamente 0,01 a aproxi-
madamente 0,05 moles de hidrógeno por mol de mezcla de
5 cloruro de litio y cloruro de potasio; y (iii) aproxima-
damente 0,005 a aproximadamente 0,025 moles de tetraclo-
rosilano por mol de mezcla de cloruro de litio y cloruro
de potasio.

6ª. El procedimiento definido en la reivindicación 4ª, en el que se introducen los componentes siguientes en las proporciones siguientes: (i) aproximadamente 0,07 a aproximadamente 0,08 átomos gramo de litio por mol de mezcla de cloruro de litio y cloruro de potasio; (ii) aproximadamente 0,01 a aproximadamente 0,05 moles de hidrógeno por mol de mezcla de cloruro de litio y cloruro de potasio; (iii) aproximadamente 0,01 a aproximadamente 0,02 moles de tetraclorosilano por mol de mezcla de cloruro de potasio; y (iv) aproximadamente 0,003 a aproximadamente 0,0045 moles de cloruro de hidrógeno por mol de mezcla de cloruro de litio y cloruro de potasio.

7ª. El procedimiento definido en la reivindicación 5ª, en el que la masa fundida contiene una mezcla eutéctica de cloruro de litio y cloruro de potasio o una mezcla de aproximadamente 52 a aproximadamente 68 por ciento en moles de cloruro de litio y aproximadamente 32 a aproximadamente 48 por ciento en moles de cloruro de potasio.

8ª. El procedimiento definido en la reivindicación 6ª, en el que la masa fundida contiene una mezcla eutéctica de cloruro de litio y cloruro de potasio o una mezcla de aproximadamente 52 a aproximadamente 68 por

30


1 - ciento en moles de cloruro de litio y aproximadamente 32
a aproximadamente 48 por ciento en moles de cloruro de
potasio.

5 9ª. El procedimiento definido en la reivindicación 6ª, en el que la temperatura mantenida en las etapas (a), (b), (c), y (d) está comprendida en el intervalo de aproximadamente 375°C a aproximadamente 525°C y la temperatura mantenida en la etapa (e) y hasta que se retira el silano de la cámara está comprendida en el intervalo de
10 aproximadamente 375°C a aproximadamente 425°C.


10ª. El procedimiento definido en la reivindicación 4ª, en el que el compuesto de clorosilano es triclorosilano o tetraclorosilano.

15 11ª. El procedimiento definido en la reivindicación 9ª, en el que el recipiente de reacción está integrado en un sistema semicontinuo que comprende al menos un recipiente de reacción y al menos una célula electrolítica conectada en serie, donde la masa fundida se utiliza como
20 medio en el recipiente y en la célula, se produce litio para el procedimiento por electrolisis del cloruro de litio en la célula, y el recipiente se vacía periódicamente.

25 12ª. El procedimiento definido en la reivindicación 11ª, en el que existen al menos un par de recipientes y un par de células, y cada uno de los recipientes del par se vacía alternativamente.

13ª. "UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE SILANO".

30 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con



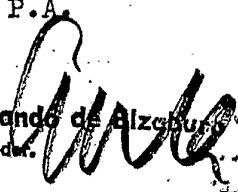
1 Los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veintiuna hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 18.OCT.1977

P.A.

Fernando de Alzaburu
Por Poder.



5

10

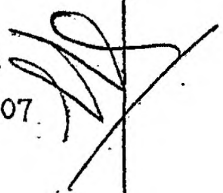
15

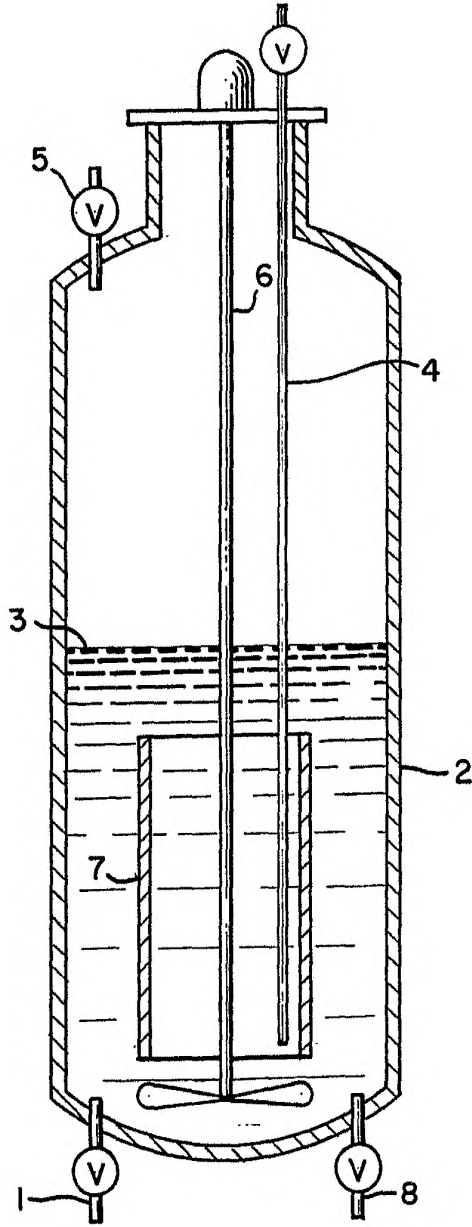
20

25

30

MSA
12107





Fernando de Etxaburu
Por Poder.