



Республика Таджикистан

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО

(19) **TJ** (11) **811**
(51) **МПК C01B33/035**

(12) **Описание изобретения**

К МАЛОМУ ПАТЕНТУ

(21) 1601047

(22) 03.06.2016

(46) Бюл. 123, 2016

(71) Научно-исследовательский институт Таджикского национального университета (TJ)

(72) Шеров К.М. (TJ); Лолаев С.Ш. (TJ);
Вахобова Р.У. (TJ)..

(73) Научно-исследовательский институт Таджикского национального университета (TJ)

(54) **СПОСОБ ХЛОРИРОВАНИЯ КРЕМНИЯ**

(56)1. К.А. Андрианов. Кремний органические соединения. М. 1955

(57) Изобретение относится к области химии и может быть использовано для анализа кристаллического кремния и получения чистого хлорида кремния.

Для хлорирования кремния использовали четыреххлористый углерод, который заранее был

насыщен парами HF. Процесс хлорирования проводили в аналитическом автоклаве при температуре 240°C. В результате хлорирования образуется хлорид кремния и углерод, который удерживает примеси состава кремния. Изучены оптимальные условия хлорирования кремния с четыреххлористым углеродом. Проведен элементный анализ продуктов хлорирования.

Предложенный способ можно использовать для получения безводного хлорида кремния.

Полученный концентрат примесей на углеродной основе можно использовать для анализа кремния методом атомно-эмиссионной спектроскопии с дуговым источником возбуждения атомов.

Изобретение относится к области химии, и может быть использовано для анализа кристаллического кремния и получения чистого хлорида кремния.

В качестве прототипа выбран способ хлорирования кремния газообразный хлором. Суть этого способа заключается в том, что сплав ферросилиция, содержащего не менее 35% кремния, измельчают на куски величиной 1 – 2 мм, загружают в реакционную трубку и помешают в печь. Подогрев осуществляется в начале процесса. По достижении температуры 200 °С обогрев прекращают и через трубку пропускают ток сухого хлора. Выход четыреххлористого кремния в зависимости от температуры хлорирования, достигается до 92% при 500 С и выше [1].

К недостаткам этого способа относятся:

- Сложности получения газообразного хлора;
- Сложности техники хлорирования.

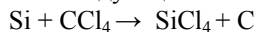
Цель изобретения заключается в разработке способа хлорирования кремния с применением хлорорганических соединений при повышенном давлении и температуры.

Сущность изобретения заключается в хлорировании кремния с четыреххлористым углеродом, насыщенными парами HF.

По данному способу для хлорирования кремния в качестве хлорирующего реагента использовали четыреххлористый углерод. Кристаллический кремний после измельчения помешают в реакционную емкость аналитического автоклава и добавляют хлорирующий реагент- четыреххлористый углерод, который заранее насыщали парами HF. Реакционная емкость с содержимым закрепляется в металлическом корпусе автоклава и его нагревают в течение 6 часов при 240 °С. В результате кристаллический кремний хлорируется с образованием жидкого SiCl₄ и аморфного углерода. Затем автоклав охлаждают до комнатной температуры и разгерметизируют.

Образовавшийся SiCl₄, который кипит при 57,7 °С, отделяется от продукта реакции простой отгонкой. Температура кипения CCl₄ - 76,8 °С.

Предполагается что хлорирование кремния проходит по следующей схеме:



Результат элементного анализа показал, что в продуктах реакции имеется углерод. В результате рентгенофазового анализа продуктов хлорирования не обнаружено кристаллических форм образующихся соединений. Это свидетельствует о том, что в результате хлорирования кремния образуется аморфный углерод.

Экспериментально было установлено, что процесс хлорирования начинается при 220 °С, однако для полного хлорирования требуется много времени. При температуре менее чем 220 °С процесс хлорирования не происходит, при повышении температуры до 240 °С полное хлорирование 200 мг кремния проходит в течение 6 часов.

Аморфный углерод, который образуется в результате хлорирования кремния, обладает сорбционной способностью и удерживает примеси элементов состава кремния. Его можно легко отделять от образующего в результате хлорирования SiCl₄ и не прореагировавшего CCl₄, путем нагревания при 60 – 70 °С.

Предложенный способ можно использовать для анализа кремния. Для этого после хлорирования кремния аморфный углерод, который сорбирует примеси состава кремния, отделяют от жидкого SiCl₄ и CCl₄ путем нагревания при температуре 60–70 °С и анализируют методом атомно- эмиссионного анализа.

Предложенный способ также может быть использован для получения безводного SiCl₄. Для этого после хлорирования кремния жидкую часть продукта реакции, состоящей из смеси хлорида кремния и не прореагировавшего CCl₄, наливают в сосуд перегонного аппарата и нагревают при 58 – 60 °С. Хлорид кремния кипит при температуре 57,7 °С, переходит в газовую фазу и конденсируется в приемнике перегонного аппарата. Прореагировавший CCl₄, который кипит при температуре 76,8 °С, остается в сосуде перегонного аппарата. Эффективность предложенного способа заключается в том, что для его осуществления используется только один реагент- четыреххлористый углерод. Полученный таким способом четыреххлористый кремний обходится намного дешевле, по сравнению с известным способом. Концентрат примесей на углеродной основе, который образуется при хлорировании, с успехом можно применять для определения примесей в составе кремния методом атомно- эмиссионного анализа.

Формула изобретения

1. Способ хлорирования кремния, включающий обработку пробы кремния парами хлорирующего реагента при нагревании, **отличающийся тем, что** кристаллический кремний после измельчения помещают в реакционную емкость аналитического автоклава и добавляют хлорирующий реагент, заранее насыщенными парами HF, реакционная емкость с содержимым закрепляют в ме-

таллическом корпусе автоклава и его нагревают в течение 6 часов при температуре 240°С, затем автоклав охлаждают до комнатной температуры и разгерметизируют.

2. Способ хлорирования кремния по пункту 1, **отличающееся тем что**, в качестве хлорирующего реагента используют четыреххлористый углерод.

Компьютерный набор: Фатхуллаева М.С.

Заказ

Тираж

Подписное

Национальный патентно-информационный центр РТ
734042, г. Душанбе, ул. Айни, 14а