



УКРАЇНА

(19) UA (11) 96268 (13) C2

(51) МПК (2011.01)  
C01B 33/03 (2006.01)  
C01B 33/00  
B01D 53/34 (2006.01)  
B01D 53/75 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСОБИ ВИДАЛЕННЯ КАРБОНОВИХ І/АБО ФОСФОРНИХ ДОМІШОК В УСТАНОВЦІ ДЛЯ ВИГОТОВЛЕННЯ КРЕМНІЮ

1

2

(21) a200801079  
(22) 08.06.2006  
(24) 25.10.2011  
(86) PCT/US2006/022310, 08.06.2006  
(31) 11/193,734  
(32) 29.07.2005  
(33) US  
(46) 25.10.2011, Бюл.№ 20, 2011 р.  
(72) ЛОРД, СТІВЕН М., US  
(73) ЛОРД ЛТД ЛП, US  
(56) US 4340574, 20.07.1982  
US 4676967, 30.06.1987  
(57) 1. Спосіб видалення карбонів і/або фосфорних домішок з установки для виготовлення кремнію, в якому охолоджують потік вихідного газу реактора, який містить, головним чином, галогеносилани, водород і гідрогалогеніди, конденсують більше 50 % галогеносиланів, відділяють переважну частину несконденсованого газу з конденсованої рідини і пропускають частину або весь газ через мембранну систему для видалення більше 10 % будь-яких карбонів і/або будь-яких фосфорних домішок, які присутні у частині потоку, що входить у мембранний сепаратор, і відбирають більше 10 % карбону та водороду, що входять у мембранний сепаратор.  
2. Спосіб за п. 1, який відрізняється тим, що зазначене відбирання карбонів домішок і водороду становить переважно більше ніж 90 %.  
3. Спосіб за п. 1, який відрізняється тим, що в ньому додатково: а) використовують охолоджуючий засіб для подальшої конденсації галогеносиланів з газового потоку, б) видаляють переважну частину конденсованої рідини, і в) використовують засіб нагрівання для випарювання будь-яких залишкових рідин перед введенням у мембранний сепаратор.  
4. Спосіб за п. 1, який відрізняється тим, що зазначений мембранний матеріал, переважно, також відбирає більше 10 % гідрогалогенідів разом з водородом.  
5. Спосіб за п. 4, який відрізняється тим, що зазначена частина потоку, яку пропускають через

мембранне відбирання, становить 1-100 %, бажано 10-100 %, найкраще 20-100 %.

6. Спосіб за п. 1, який відрізняється тим, що сепараційна мембрана в мембранній системі відокремлює газ з утворенням а) потоку низького тиску, що містить газоподібний потік, який пропускають через сепараційну мембрану, причому зазначений потік низького тиску містить першу частину газоподібного потоку, збагачений на водород та хлорид водороду та збіднений на галогеносилани, метан та фосфін порівняно з вхідним газовим потоком, і б) потоку високого тиску, що містить другу частину вхідного газового потоку, який не пропускають через сепараційну мембрану, причому згаданий потік високого тиску збіднений на водород та хлорид водороду і збагачений на галогеносилани, метан та фосфін порівняно з вхідним газовим потоком.

7. Спосіб за п. 6, який відрізняється тим, що потік низького тиску повертають до установки для виготовлення кремнію, а потік високого тиску відкидають.

8. Спосіб за п. 6, який відрізняється тим, що в ньому додатково: а) використовують охолоджуючий засіб для утворення конденсату, який містить щонайменше частину галогеносиланів в газовому потоці високого тиску, та видалення щонайменше частини конденсату з утворенням потоку високого тиску, збідненого на галогеносилани, б) використовують засіб нагрівання для випарювання будь-яких залишкових рідин в потоці високого тиску після видалення конденсату, та в) подають нагрітий потік високого тиску до мембранної сепараційної системи.

9. Спосіб за п. 4, який відрізняється тим, що принаймні 50 % гідрогалогенідів та водороду в газовому вхідному потоці проходять через сепараційну мембрану в потік низького тиску.

10. Спосіб за п. 1, який відрізняється тим, що згадана перша частина газового потоку становить між 20 та 100 % газового потоку.

(13) C2

(11) 96268

(19) UA

Винахід стосується взагалі виробництва кремнію високої чистоти, зокрема, перетворення кремнію металургійної якості у кремній (особливо чистий) для електронної промисловості, а також групи з трьох способів видалення домішок з засобів виробництва кремнію. Один або більше таких способів можуть бути використані для запобігання накопиченню домішок у рециклізаційних потоках і для підготування більш чистого і більш стабільного вихідного матеріалу для операцій кінцевого очищення стандартною дистиляцією, яку звичайно застосовують для отримання кремнієвмісного газу, який потім використовують для виготовлення високоякісного кремнію в осаджувальному реакторі.

Місця, де домішки видаляються, називають стоками, а місця, де вони надходять - джерелами. Інші визначення і аббревіатури:

MCS - моноклорсилан,  $\text{SiH}_3\text{Cl}$

DCS - дихлорсилан,  $\text{SiH}_2\text{Cl}_2$

TCS - трихлорсилан,  $\text{SiHCl}_3$

STC - кремнійтетрахлорид,  $\text{SiCl}_4$

MBS - монобромсилан,  $\text{SiH}_3\text{Br}$

DBS - дибромсилан,  $\text{SiH}_2\text{Br}_2$

TBS - трибромсилан,  $\text{SiHBr}_3$

SBC - кремнійтетрабромід,  $\text{SiBr}_4$

MGS - Кремній металургійного призначення

EGS - кремній (особливо чистий) для електронної промисловості

MTCS - метилтрихлорсилан,  $\text{Si}(\text{CH}_3)\text{Cl}_3$

MTBS - метилтрибромсилан,  $\text{Si}(\text{CH}_3)\text{Br}_3$

$\text{H}_2$  - водень (газ)

HCl - хлорид водню (газ)

HBr - бромид водню (газ)

$\text{Cl}_2$  - хлор (газ)

$\text{Br}_2$  - бром (газ)

1/млн. - часток на млн. (за масою)

1/млн. - часток на млн. атомів

1/млрда - часток на млрд атомів

Більшу частину кремнію високої чистоти для електронної промисловості виготовляють з кремнію металургійної якості, MGS, який має чистоту приблизно 98%. Відповідний процес перетворює твердий кремній у рідку речовину, яку можна очистити і потім розкласти з отриманням кремнію. Вихідним матеріалом є звичайно трихлорсилан, TCS, хоча використовують також трийодсилан,  $\text{SiI}_3$ . Цей процес передбачає використання хімічних носіїв для перетворення твердого кремнію і рециклізацію цих носіїв для зменшення відходів (див. фіг. 1). Деякі хімікати-носії використовують для видалення домішок, а саме, карбону, С; бору, В; фосфору, Р; алюмінію, Al; і інших металів. Мінімізація втрат хімікатів-носіїв у відходи є також бажаною. Хімікати-носії складаються з кремнію, водню і галогену, звичайно хлору, у різних комбінаціях, наприклад,  $\text{H}_2$ , STC, TCS, DCS, MCS, HCl і  $\text{Cl}_2$ ,  $\text{SiH}_4$ ,  $\text{H}_2$  тощо, і з базованих на бромі системах і аналогах бромі. Початкові реактори для отримання трихлорсилану називають реакторами Сіменса, і у них HCl вводять у реакцію з кремнієм для утворення TCS з високим (вище 90%) виходом

і з отриманням деяких співпродуктів STC. У реакторі осадження кремнію TCS вводять у реакцію з воднем для отримання кремнію і деякі співпродукти STC і HCl рециклують у реактор Сіменса. Опис такого підходу для очищення кремнію можна знайти у US 4 213 937, з якого можна бачити складність процесу рециклізації обробки співпродукту STC. Видалення співпродукту STC взагалі є проблемою і тому були запропоновані різні методи перетворення їх назад у TCS або в окис кремнію і HCl. У US 4 526 769 описано процес рециклізації STC, водню і HCl у двоступінчастому реакторі. У US 4 676 967 описано процес рециклізації лише STC і водню у реактор, наповнений MGS, і їх реакції з утворенням суміші TCS, STC, водню і гідрохлориду з подальшим забезпеченням диспропорції TCS відносно силану,  $\text{SiH}_4$  і STC, які потім рециклують у реактор, а силан розкладають на кремній і водень, який рециклують. Дані про видалення домішок у такому процесі можна знайти у US 4 340 574, де згадується невеликий (0,01-0,1)% чисельний потік з колони, який використовується у диспропорційній частині процесу. Існуючою технологією очищення є, головним чином, дистиляція кремнієвмісного газу, звичайно TCS, а також TBS і  $\text{SiH}_4$  до дуже високого рівня чистоти. Існують також процеси видалення деяких домішок з використанням адсорбентів. У US 4 526 769 запропоновано видалення MGS з реактора і дистиляція і хімічне очищення of TCS, а також запропоновано дистиляцію рециклізованого кремнійтетрахлориду. Твердий трихлорид алюмінію не використовується і тому ця схема дистиляції не працює (див. колонку 7, рядок 2). Хлорсилани відділяються дистиляцією у дистиляційній колоні 78, яка відділяє легкокиплячі складові ( $\text{H}_2\text{SiCl}_2$  і  $\text{HSiCl}_3$ ) від  $\text{SiCl}_4$ . З наведених прикладів можна бачити, що експерименти проводили на дуальній стадії реактора з використанням лише хімікатів. Отже, операційні проблеми, пов'язані з чистотою у замкненій рециклізаційній системі з використанням  $\text{SiCl}_4$  не були розглянуті і тому не були вирішені у реальний спосіб. У US 4 526 769 також розглядається дистиляція усього рециклізованого  $\text{SiCl}_4$ , що не є необхідним або оптимальним. У US 4 676 967 запропоновано конденсацію невеликої частини STC з реактора для захоплення MGS і галогенідів металу, які потім переводять у відходи, без додаткового розрідження перед гідролізом і (згідно з колонкою 15, рядок 54) "будь-який трихлорид бору (точка кипіння -  $12^\circ\text{C}$ ), який не був видалений з зазначеного шламу або був затриманий у іонообмінній смолі може бути видалений з силану у зазначеній зоні очищення". У US 6 843 972 описано адсорбцію домішок у TCS з використанням твердої основи. В існуючих технологіях головною метою очищення є видалення домішок з газу, з якого осаджують кремній. Ще однією метою є рециклізація хімікатів-носіїв з мінімумом відходів з одночасним видаленням домішок разом з цими відходами. У US 4 676 967 відзначено (колонка 6, рядок 44), що всі співпродукти

рециклізуються для подальшого використання, і "... необхідні рівні чистоти є дуже високими, часто декілька 1/млрд, або є настільки високими, що це ускладнює пряме вимірювання і тому може виникнути потреба у додаткових операціях очищення". Там же (колонка 12, рядок 60) відзначено, що "продукт силан має напівпровідникову чистоту, з домішками на рівні 1/млрд, а не на рівні порядку приблизно 0,05% або 500 1/млн". Слід відзначити, що така операція очищення, описана тут, може бути проактивною надлишковою операцією, корисною лише у таких умовах". У US 4 340 574 відзначено (колонка 20, рядок 30) "поліпшення, яке включає спускання частини збагаченого трихлорсиланом донного потоку (iii) зазначеної частини, що містить один або більше домішків  $\text{BCl}_3$ ,  $\text{PC}_3$  і  $\text{AsCl}_3$  і додання зазначеної частини до донного рециркуляційного потоку кремнійтетрахлориду, що не прореагував (iv), і частини збагаченого хлорсиланом донного потоку (viii) зазначеної спущеної частини, що містить один або більше домішків  $\text{B}_2\text{H}_6$ ,  $\text{PH}_3$  і  $\text{AsCl}_3$  і додання зазначеної частини донного потоку кремнійтетрахлориду що не прореагував (iv), причому відповідні спущені частини збагаченого трихлорсиланом донного потоку (iii) і збагаченого хлорсиланом донного потоку (viii) становлять від 0,01 до 0,1% їх відповідних донних потоків."

Вадою існуючих систем є те, що очищення проводять звичайно від таких матеріалів, як  $\text{SiHCl}_3$  або  $\text{SiH}_4$ , або  $\text{SiHBr}_3$ , що використовуються для кінцевого осадження кремнію. Деякі домішки, що знаходяться у TCS, TBS або  $\text{SiH}_4$ , за хімічними в фізичними властивостями є дуже близькими до чистого матеріалу, і необхідний високий рівень очищення призводить до значних втрат продукту при видаленні домішків. Тому дистиляційні колони, потрібні для видалення цих домішків, мають бути великими і дорогими в експлуатації. Несподівані труднощі можуть потребувати додаткових колон або надлишковості системи для усунення цих труднощів і надійного отримання високої чистоти, зазначеної у US 4 676 967.

Іншою проблемою є відсутність зусиль для спрямованого видалення домішків у вигляді твердих речовин з газового потоку, що виходить з реактора. Є деякі посилання на видалення твердих відходів, головним чином MGS, з вихідного газу реактора, який складаються з суміші DCS, TCS, STC, водню і гідрохлориду. У US 4 526 769 передбачено сепаратор для газу і твердих речовин після 2-ї ступені реактора, який працює при 300-350°C і 25-60 фунт/кв. дюйм (1,75 - 4,9 ат), а у US 4 676 967 передбачено скруббер, де конденсація невеликої кількості STC у потоці усуває тверді речовини, причому проголошено, що цей потік може містити  $\text{BCl}_3$ , три-хлорид бору і мати точку кипіння -12°C, але спосіб отримання очисного потоку полягає у конденсації невеликої частини STC, уникаючи при цьому конденсації бажаного TCS. Точки кипіння: TCS - 31,7°C і STC - 57,3°C є значно вищими ніж у  $\text{BCl}_3$  і тому  $\text{BCl}_3$  бажано залишати з неконденсованим TCS. Ці операції видалення твердих домішків звичайно виконують до видалення викидів твердого кремнію з реактора, а не до ви-

далення домішків.

Вадою є також те накопичення домішків у рециклізаційних потоках. У US 4 340 574 відзначено лише дію рециклізаційних потоків на очищення, де передбачено дуже невелике очищення, 0,01 - 0,1%, яке потім рециклізується назад до гідрогенаційного реактора. Як уже відзначалось, у US 4 526 769 передбачено дистиляцію рециклізаційного STC, але не передбачено фільтрування хлориду алюмінію, незважаючи на те, що він є найбільшим домішком у потоці STC. Отже, не існує реальних способів видалення домішків з рециклізаційних потоків окрім застосування очисного потоку. Існують способи сепарації рециклізаційних газових потоків на водень і гідрохлорид, але обидва потоки залишаються рециклізованими без будь-яких спроб видалити домішки. Оскільки домішки не видалені, вони мають тенденцію накопичуватись у рециклізаційних контурах і досягати більшої концентрації у реакторі, де вони сприяють збільшенню концентрації тих домішків, які є близькими за властивостями до TCS і тому мають бути видалені у дорогих системах дистиляції TCS. Внаслідок цього з часом чистота TCS знижується, якщо колони працюють з високим коефіцієнтом дефлегмації, а це знижує вихід і ускладнює вимірювання слідів домішків TCS високої чистоти, а також потребує багато часу і це утруднює контроль роботи колони при фіксованій чистоті при збільшенні концентрації домішків у вхідному потоці.

Головною вадою існуючих рішень є відсутність системного аналізу для визначення найкращого місця для стоку домішків. Часто такі місця є невідомими, а процес у значній мірі базується на спробах і помилках і на копіюванні способів, які використовуються без розуміння, чому саме вони працюють. Часто можуть з'являтися піки у домішках після місяців стабільних операцій. Базовані на хлорі системи мають специфічну проблему з алюмінієвими домішками від трихлориду алюмінію, оскільки вони не мають рідкої фази і тому не можуть бути дистильовані. Цей матеріал утворює тверді домішки, що випадають в осад у резервуарах, які з цієї причини потребують періодичного очищення. Такою ж твердою є також кислота Льюїса, яка може тимчасово створювати з фосфорними домішками, наприклад,  $\text{PH}_4\text{Cl}$ , залежні від температури комплекси, які є стабільними лише як тверді речовини, що розкладаються на  $\text{PH}_3$  і  $\text{HCl}$  при розігріванні. Період холодної погоди може сприяти отриманню високої чистоти, але потепління може викликати появу фосфорного забруднення. В іншому варіанті фільтр з цим матеріалом може зазнати дії більш теплого, ніж звичайно, потоку і забруднити його. Подібні проблеми виникають з борними домішками. У деяких процесах, наприклад, силановому, не передбачено стоку для бору, і він може проходити через власний процес диспропорціонування як дибор,  $\text{B}_2\text{H}_6$ , який має бути видалений гідрогенуванням з карбоновими сполуками, наприклад, метаном, етаном і етиленом з силаном з криогенною дистиляцією або може бути приєднаний до каталізатора іонообмінної смоли. Карбон присутній у TCS як метилові аналоги хлорсиланів, метилхлорсилану,  $\text{CH}_3\text{SiCl}_3$ ,

MTCS-диметилхлорсилану,  $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$  і бромних аналогів у TBS. Він може бути видалений дистиляцією, але його хімічна схожість з TCS і STC створює можливість азеотропних утворень і, що утруднює відділення. У силанових системах карбон супроводжує кремній з формуванням метану і інших гідрокарбонів у силані з карбоновмісних компонентів TCS.

Головною метою очищення є видалення домішків з кремнію металургійної якості (MGS) і отримання кремнію високої чистоти, але видалення домішків не розглядається як мета, якою насправді є отримання матеріалу високої чистоти. Отже, головною вадою існуючих технологій є невизначеність джерел і стоків, які з цієї причини не можуть бути піддані моніторингу для відвернення несподіваних накопичень. Вадодою є також те, що хімікати-носії бажано рециклізувати з мінімумом відходів, але ніяких зусиль не було прикладено для оцінювання накопичення домішків або для видалення домішків з цих потоків. Ще однією вадодою є відсутність оцінок системи і оптимального обрання місць для стоків. Іншою вадодою є відсутність байпасів для рециклізаційних потоків, внаслідок чого лише частина потоку потребує очищення.

Задачею винаходу є створення послідовного способу видалення домішків з системи у цілому.

Іншою задачею винаходу є відвернення змін концентрації домішки, зумовлених накопиченнями у рециклізаційних контура.

Ще однією задачею винаходу є видалення домішків у місцях, де таке видалення є найбільш доцільним економічно.

Задачею винаходу також є зниження домішків у вхідному матеріалі для операцій дистиляції з високою чистотою.

Іншою задачею винаходу є видалення гідридних і галогенідних форм домішків.

Крім того, задачею винаходу є зниження вартості процесу.

Ще однією задачею винаходу є зниження відходів процесу.

Задачею винаходу є також застосування системи відібрання галогену для поліпшення видалення домішків.

Задачею винаходу є, крім того, точне визначення стоків для всіх домішків.

Інші об'єкти і переваги винаходу розглядаються у подальшому ілюстративному описі прикладів і втілень з посиланнями на креслення.

Згідно з бажаним втіленням винаходу описано спосіб видалення домішків бору з установок для виготовлення кремнію, який включає операції: застосування одного або більше засобів високотемпературного видалення твердих речовин для видалення бору як твердого дибориду титану з вихідного потоку реактора, який містить здебільшого галогеносилани, гідроген і гідрогалогеніди, для відвернення суттєвого контакту між диборидом титану і гідрогалогенідом при температурі нижче реакційної, яка, бажано, перевищує  $200^\circ\text{C}$ , більш бажано,  $300^\circ\text{C}$ , найкраще  $400^\circ\text{C}$ .

Згідно з бажаним втіленням винаходу, спосіб видалення деяких сполук карбону, здебільшого

метану, і/або фосфору, здебільшого фосфіну, як домішків з установок виготовлення кремнію, який включає операції: охолодження вихідного потоку з реактора, який містить здебільшого галогеносилани, гідроген і гідрогалогеніди, конденсації більш, ніж 50% галогеносиланів, відділення переважної частини несконденсованого газу з конденсованих рідин і проведення частини або всього газу через систему мембран для видалення більш, ніж 50% будь-якого присутнього метану і/або будь-якого присутнього фосфіну, і відібрання більш, ніж 50% гідрогену. Згідно з бажаним втіленням винаходу, спосіб видалення певних карбонових, фосфорних і металевих домішків з установок виготовлення кремнію, який включає операції: сепарації галогеносиланів на щонайменше два потоки - один низькокиплячий і один висококиплячий, який також містить переважно будь-які карбонові, фосфорні і металеві домішки, і з подальшою обробкою всього або частини останнього потоку для отримання потоку, що містить переважно висококиплячі галогеносилани з менш, ніж 50% домішків, і одного або більше потоків з концентрованими домішками. У варіанті цього способу, додатного лише для хлорсиланів, включено додаткову операцію видалення алюмінію у вигляді трихлориду алюмінію фільтруванням одного або більше потоків рідких галогеносиланів. В іншому варіанті цього втілення, додатного лише для бромсиланового потоку з сумішшю TBS і STB і з карбоновими домішками, з системи видаляють MTBS і спрямовують у відходи.

В інших модифікаціях цього втілення цей потік формують, як це зрозуміло фахівцям, при температурі між точками кипіння головних вхідних компонентів процесу дистиляції. Такі модифікації включають (але не лише) видалення потоку з пристрою початкового відділення, розташованого між точками відбору низькокиплячих і висококиплячих компонентів; дозвіл домішкам MTBS потрапляти у низькокиплячий потік і потім видалення їх з низькокиплячого потоку у подальшому процесі відділення, і дозвіл домішкам MTBS потрапляти у висококиплячий потік з подальшим видаленням їх з висококиплячого потоку у подальшому процесі відділення.

Як частину загального процесу можна сподіватись, що будуть знайдені подальші способи отримання матеріалу високої чистоти для осадження, а також способи відібрання всього або частини галогену з потоків відходів і рециклізації потоків таким чином, щоб у системі відібрання відходів були передбачені всі стоки для всіх домішків, і без рециклізації значних кількостей домішків у систему з відібраним галогеном. "Значними" можна вважати кількості у відношенні до кількості домішків у вхідному потоці реактора MGS від інших джерел, і вони мають бути нижче 50%, бажано, нижче 10% і найбільш бажано, нижче 1%. Зрозуміло, що мета видалення домішків до вузла відібрання відходів не буде досягнута, якщо конструкція вузлів рециклізації домішків і відповідні технології заважати цьому. Такі способи включають (не лише) обрання певних потоків для повного обминання операцій відібрання галогену, і приєднання опера-

цій видалення домішків до тієї частини відібрання відходів, яка включає відібрання галогену.

Креслення є частиною даного опису і включають типові втілення винаходу, які можуть реалізовані у різних формах. У деяких випадках різні аспекти винаходу можуть бути показані перебільшеними або збільшеними для кращого розуміння винаходу. У кресленнях:

фіг. 1 - принципова схема процесу перетворення кремнію металургійної якості у кремній електронної якості,

фіг. 2 - схема процесу перетворення кремнію металургійної якості у кремній електронної якості з деталізацією рециклізації хімікатів-носіїв,

фіг. 2a - модифікація фіг. 2, де показано нову схему процесу з розташуванням трьох нових процесів і нових потоків відходів,

фіг. 3 - приклад процесу мембранного сепаратора,

фіг. 4a - приклад процесу видалення висококиплячих галогеносиланових домішків у застосуванні до процесу, базованого на бромсиланах,

фіг. 4b - приклад процесу видалення висококиплячих галогеносиланових домішків у застосуванні до процесу, базованого на хлорсиланах,

фіг. 5 - графік, що ілюструє зміни борних компонентів залежно від температури при охолодженні вихідного потоку з реактора і

фіг. 6 - приклад видалення твердих борних компонентів з вихідного потоку реактора.

Далі наведено опис бажаного втілення. Зрозуміло, що винахід може бути втілений у різних формах, і розглянуті тут конкретні деталі не обмежують винаходу, а є основою для п. п. Формули винаходу і репрезентативною базою для застосування винаходу фахівцями у будь-якій належним чином конкретизованій системі, структурі або способі.

Фіг. 1 містить схему повного процесу перетворення кремнію металургійної якості, MGS, у кремній електронної якості, EGS. MGS 1 містить домішки - карбон, С, бор, В, фосфор, Р, алюміній, Al, і інші метали. Метою процесу є розподілення цього матеріалу на EGS 2, який практично не містить домішків, і відходи 3 кремнію з усіма цими домішками. Вимоги до чистоти є настільки високими, що відділення домішків необхідно здійснювати на молекулярному рівні, і це вимагає застосування хімікатів-носіїв 4, 5 для транспортування атомів кремнію до EGS 2, а атомів домішків у відходи 3, відповідно. Після перенесення атомів кремнію або домішків до їх належних місць хімікати-носії повертаються для нового транспортування 5, 6. На практиці EGS містить домішки на рівні 1/млрд, а відходи можуть складатись здебільшого з кремнію з декількома 1/млн або низьким % домішків. Найбільш поширеними хімікатами-носіями є водень і галоген, яким можуть бути хлор, бром або йод. Ці хімікати-носії з'єднуються з кремнієм, утворюючи збагачені кремнієм матеріали 4, які очищенням розкладаються на EGS 2 і бідні кремнієм матеріали 5, які повертають для повторної реакції з MGS. Реагуючи з MGS, носії також реагують з домішка-

ми і ці домішки відділяють від збагаченого домішками потоку 6 і транспортують до процесу осадження відходів 3, а бідні домішками матеріали 7 транспортують назад до MGS для подальшої реакції. У цьому процесі кремній перетворюється з твердого матеріалу у рідину кімнатної температури, яку можна дистилювати до високої чистоти і потім розкладати. Домішки можуть бути перетворені у різні типи, які можуть бути твердими, рідкими або газоподібними, а саме, бути галогенідами, гідридами, гідрогалогенідами або містити кремній на додаток до галогенідів і водню. У принципі бідний на домішки потік, що повертається до реактора MGS, може містити значну кількість домішків. Оскільки відділення домішків не є абсолютним, а є фракційним розділенням домішків між EGS 2 і відходами 3, збільшення кількості домішків, викликає не їх рециклізацію, збільшить домішки у EGS. Слід відзначити, що лінія 8 репрезентує багато домішків, які можуть накопичуватись у реакторі і видаляються лише періодично, коли реактор випорожнюють і знову наповнюють.

Фіг. 2 ілюструє застосування концепції фіг. 1 з використанням чотирьох базових процесів; реактора MGS 11, очищення 15 носія кремнію, осадження EGS 16 і відібрання відходів 17. MGS 11 доданий 19 до реактора 11, який використовує рециклізаційні потоки 21, 23, 25 і 28, кремній і рідкі і газоподібні хімікати-носії, а також бажаний кремнієвмісний матеріал, звичайно TCS, який використовують при осадженні. Частина процесу очищення відділяє рідинний 21 і газовий 23 потоки носія для рециклізації. Залишкова частина очищає бажаний кремнієвмісний матеріал, звичайно TCS, а також SiH<sub>4</sub> і TBS, і виводить домішки у потік 24 до процесу 17 відібрання відходів. Чистий кремнієвмісний матеріал 22 надходить до реактора 16 осадження EGS, де він перетворюється у EGS 26 і видаляється для продажу як EGS 12. Хімікати-носії, утворені у реакторі 16 осадження EGS, рециклізуються потоком 25 у реактор 14 MGS 14. Ця схема показує, що існують декілька потоків, 21, 23, 24 і 27, які можуть містити домішки, але в існуючих пристроях лише потоки 24 і 27 обробляють для видалення домішків, а також потік 20, який містить усі домішки, не обробляється для видалення домішків перед очищенням 15 носія кремнію.

Згідно з винаходом, фіг. 2a містить схему Фіг. 2 з доданими трьома окремими процесами, 30, 31 і 32, які створюють збагачені домішками потоки 34, 35 і 36, які потім надсилаються до вузла 17 відходів для осадження відходів у вузлі 13 видалення відходів, і рециклізують хімікати-носії потоком 28. Потік 28 може бути одиночним або складатись з декількох субпотоків, що містять один або більше хімікатів-носіїв і повертаються, щоб реагувати з MGS. Очищення носія кремнію 15 на фіг. 2 складається з початкового очищення 15a і кінцевого очищення 15b. Це більш детально ілюструє походження різних відходів і рециклізацію потоків. Процес 30 проходить на легкокиплячому рециклізаційному газовому потоці, який містять легкокиплячі домішки, якими звичайно є гідриди, наприклад, фосфін, PH<sub>3</sub>, арсин, AsH<sub>3</sub> і метан. Потік 23 містить хімікати-носії воднем і гідрохлорид, які можуть

бути відділені від метану і інших гідридів за допомогою мембранного сепаратора для отримання більш чистого потоку 23а. Гідроген і гідрохлорид дифундують через мембрану швидше за гідриди, і тому збагачений домішками потік 34 може бути спрямований до вузла 13 відходів, де вони зазнають подальшої обробки для відвернення їх шкідливого проникнення у доквілля, без рециклізації хімікатів-носіїв. Початковий очищувач 15а звичайно є дистильяційною колоною, що охолоджується водою або холодоагентом, і тому вихідний потік 23 матиме температуру, близьку до температури охолоджуючого потоку, а саме, не вище приблизно 50°C, тобто нижче максимальної робочої температури (приблизно 100°C), більшості придатних для цього мембран. Однак, він міститиме невеликі краплини, які мають бути видалені висушувачим пристроєм і деяким розігріванням потоку.

Процес 31 проходить на головному вихідному газовому реакторі і здійснюється сепаратором на газовому потоці 35 для видалення твердих домішків. Цими домішками є збагачені бором матеріали, наприклад, диборид титану, який виходить з реактора у баланс з гідробромідом і трибромідом бору. Цей баланс залежить від температури вищої фракції бору, затриманого як твердий диборид титану при вищих температурах. Таким чином, сепаратор твердих часток має працювати при температурі, якнайближчій до температури реактора (з увагою до економічних міркувань). Один з способів може включати початкову сепарацію у реакторі з рециклізацією матеріалу до реактора, де він накопичується, доки не буде видалений з реактора у золі під час зупинки, у комбінації з зовнішнім сепаратором, надійно ізольованим або навіть з підігріванням, щоб запобігти значним падінням температури ззовні реактора. Останній сепаратор видаляє диборид титану у процесі його надходження, зменшуючи цим накопичення борних домішків у реакторі. Тверді домішки видаляються періодично і транспортуються у потоці 35 до процесу 17 відібрання відходів або видалення відходів 13.

Процес 32 здійснюється на рециклізаційному потоці 21 висококиплячої рідини, який містить висококиплячі домішки, якими звичайно є галогеніди, наприклад,  $\text{PCl}_3$ ,  $\text{PBr}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{Br}_6$  і інші галогеніди металів, а також метилгалогеносилани, наприклад,  $\text{Si}(\text{CH}_3)\text{Cl}_3$  або  $\text{Si}(\text{CH}_3)\text{Br}_3$ . Головним хімікатом-носієм є STC. Потік 36 відходів проходить до відібрання відходів 17 для відібрання галогенів, які рециклізуються потоком 28 у реактор MGS 14. Потік 36 може складатись з декількох субпотоків залежно від властивостей домішків і способів їх видалення. Найлегшим способом відділення є дистильяція, яка дозволяє отримати легкокиплячий потік, що містить домішки, легші за носій, STC або STB, і висококиплячий потік, що містить домішки, важчі за носій, STC або STB. Існує різниця між застосуваннями хлорсиланів і бромсиланів, оскільки метилхлорсилан має вищу точку кипіння, ніж STC, а метилбромсилан має нижчу точку кипіння, ніж STB, причому хлорид алюмінію не утворює рідкої фази, а бромід алюмінію цю фазу утворює. Очищення STC потребує додаткової операції фільтру-

вання для видалення твердого хлориду алюмінію. Цю операцію можна проводити на будь-якій стадії процесу очищення 15а і/або 15b, або як частину процесу 32 після охолодження вихідного газу реактора і конденсації хлориду алюмінію як твердої речовини. Тверду речовину видаляють періодично і транспортують як частину потоку 36 до процесу 17 відібрання відходів. Процес STC може не потребувати операції видалення легкокиплячих інгредієнтів, оскільки метилхлорсилан має вищу точку кипіння, ніж STC.

Процес 17 відібрання відходів призначений видаляти домішки і відновлювати деякі носійні матеріали. Існує також періодичний потік 27 з реактора 14 MGS, який складається з золи і кремнію, що не прореагував, який вивільняють з реактора один або два рази на рік. Головною фракцією (за масою) носійного матеріалу є галоген і саме його звичайно відновлюють. Галоген може бути відібраний як елемент, як гідрогалогенід або як їх комбінація. Важливою вимогою є те, що цей процес має забезпечувати чисті стоки для домішків, що надходять, щоб відкидати більшої частини домішків, що надходять до процесу і не рециклізуються у реактор як частина потоку 5b. Домішки виводяться у потоці 29 до вузла 13 видалення відходів. Цей потік може складатись з твердих речовин і газу і може потребувати очищення, яке створює додаткові тверді речовини. Кінцеві тверді відходи після очищення звичайно складаються з металів і неоксидів металу, гідроксидів і галогенідів і вентилязованого газу - здебільшого гідрогену з деякими нешкідливими карбоновмісними газами, наприклад, метаном або діоксидом карбону. Головний сток утворюється потоком твердої речовини, який містить бор, фосфор, алюміній і інші метали і неметалеві домішки. Карбоновим стоком є газовий потік.

Фіг. 3 ілюструє більш детально втілення, в якому застосовано мембранний процес з байпасом для потоку. У цьому прикладі насичений газовий потік 123 високого тиску з початкової дистильяції розділений на два потоки 124 і 151. Потік 124 під тиском утворюється в одностадійному компресорі 140 з формуванням потоку 125, який рециклізується у реактор 114 MGS. Потік 151 проходить через висушувач 141 для видалення деяких крапель, потім через нагрівач 142 для випарювання залишкових крапель перед потраплянням у мембранний сепаратор 143 для утворення бідного на домішки потоку 155 низького тиску 155 і збагаченого домішками потоку 154 високого тиску. Потік 155 рециклізується у MGS через багатостадійний компресорний реактор, а потік 34 проходить до вузла 113 видалення відходів. Використання байпасу зменшує розміри системи очищення, але видаляє лише частину домішків. Тому домішки накопичуються у системі доки видалена частина не зрівняється з домішками що входять у систему. Отже, якщо обробляється половина потоку, то домішки накопичуються доки концентрація їх не подвоїться. Якщо видаляється лише десята частина, то домішки накопичуються доки їх концентрація не збільшиться удесятеро. Рециклізація домішків впливає на вимоги до очищення у вузлах 15а і 15b, де збі-

льшення концентрація домішків збільшує витрати. Отже, вибір рівня використання байпасу роблять з економічних міркувань, базуючись на оптимальному сортуванні у мембранному сепараторі, і допоміжне обладнання разом з іншим очищувальним обладнанням залежить від вищої концентрації домішків. Кількість матеріалу, що проходить через мембранний сепаратор, і його робота можуть коригуватись системою контролю вхідного тиску у сепараторі.

Подібні економічні міркування (фіг. 4а) також є важливими для процесу 32 обробки висококиплячих галогеносиланів 32 (фіг. 2а). Приклад стосується STB у бромсилановому процесі. Потік 221 висококиплячого STB після початкової дистиляції 115 розділяється на байпасний потік 251 потік 252 процесу. Байпасний потік 251 прокачується назад у реактор 114 MGS насосом 240. Потік 252 дистилюють для отримання легкого потоку 254, який містить легкокиплячі домішки, що можуть містити карбонові сполуки, і який проходить безпосередньо до вузла 213 видалення відходів для видалення карбону, і важкого потоку 253. Цей потік спрямовують у важку колону 243, де верхній потік 257, який є очищеним STB, прокачується насосом 244 у реактор 114 MGS, а донний потік, який містить концентровані фосфор і броміди металів, надходить на відібрання відходів для відібрання галогенів. Якщо процес відібрання відходів забезпечує відібрання елементарного бромиду як конденсованої рідини, то потік 254 може також бути спрямований на відібрання, оскільки діоксид карбону не конденсується з бромом. Відділення діоксиду карбону не є можливим у процесі відібрання газоподібного гідробромиду без застосування деяких додаткових засобів очищення для відділення карбонових домішків.

Фіг. 4b ілюструє хлорсиланове втілення з тією ж нумерацією елементів системи, як у фіг. 4а. Додатковий вузол 114 відфільтровує твердий трихлорид алюмінію перед початковою дистиляцією 115, тому колона 241 легкого видалення і відібрання відходів є непотрібними. Всі відходи проходять до вузла 213 видалення відходів. Причиною цього є те, що важкий потік 255 тепер містить карбонові домішки MTCS і не містить трихлориду алюмінію, який є найбільшим домішком і STC може бути отриманий як дешевий співпродукт. Таке економічно вигідне рішення дає більше STC у потоці 257 і робить потік 255 настільки малим, що відібрання галогену є не вартим зусиль. Потік 260 твердого хлориду алюмінію не є постійним і є відносно невеликим.

Взагалі економічний баланс, базований на фізичному байпасі, не витримується для процесу 31 видалення бору (фіг. 2а), і замість цього він базується на твердій фракції, якій дозволяють проходити через сепаратор твердої речовини. Тверді домішки мають різні розміри часток і видалення тонших часток стає важчим. У вихідному газі межі розмірів часток і фракцій (за масою) часток для даних меж їх розмірів називають розподіленням розміру часток. Сепаратор газу і твердих часток матиме різну ефективність залежно від розміру часток, але головним показником є загальна ефек-

тивність (за масою) збирання, яка визначається накопиченням домішків у системі, як це розглядалось вище, і, отже визначає вплив на систему, що діє нижче за потоком. На останню впливає також співвідношення між твердим диборидом титану і газовими борними домішками (фіг. 5). Тверда фракція бору зменшується з зниженням температури. Отже, холодні ділянки Т можуть значно знизити ефективність видалення. Видалення твердих компонентів може також впливати на ефективність збирання. Якщо тверду речовину ізолювати від контакту з газом, осадження твердої речовини з газу збільшиться, і це поліпшить ефективність збирання. Якщо зібрана тверда речовина залишається у контакті з газом, це сприятиме утворенню газових домішків. Фіг. 5 містить графік різних вмістів бору при температурах 0-600°C. Газові компоненти мають у лапках позначення (g) після хімічної формули. Головними компонентами є тверді бор, В, і бориди титану,  $TiB_2$  і  $TiB_{2,022}$ , і газові компоненти - трибромід бору,  $BBr_3(g)$ , і гідробромід бору,  $BBr_2H(g)$ . Трибромід бору (точка кипіння 91,7°C) є ключовим компонентом домішків, оскільки його найважче видаляти з TBS (точка кипіння 111,8°C). Можна бачити, що головними компонентами при температурі вище 300°C є  $TiB_{2,022}$ , а головний компонент  $BBr_3(g)$  становить приблизно 1/10  $TiB_{2,022}$  при 300°C. Отже, видалення 90% твердої речовини забезпечує видалення 81% ключових борних компонентів. Якщо температуру підняти до 350°C,  $BBr_3$  становитиме 1/100  $TiB_{2,002}$ , і, отже, видалення 90% твердої речовини забезпечує видалення 89% ключових борних компонентів. При температурі 420°C,  $BBr_3$  становить лише 1/1000  $TiB_{2,002}$  і видалення 90% твердої речовини забезпечує видалення 89,9% ключових борних компонентів. Таким чином, при температурі вище 350°C ефективність видалення твердих речовин є більш важливим фактором, ніж конкретна температура. Оскільки очищення нижче за потоком залежить від вхідної концентрації, бажано брати до уваги те, що залишилось у газовому потоці. Отже, 81%-не відібрання залишає 19%, 89%-не відібрання залишає 11% і 89,9%-не відібрання залишає 10,1%. Таким чином, відібрання від 81% до 89% знижує вимоги до подальшого очищувального обладнання майже удвічі. Поліпшення відібрання твердих речовин до 95% при 350°C знижує залишки до 5,1%, а таке ж відібрання при 300°C залишає 14,5%, тобто майже втричі більше. Взагалі при такій оптимізації залежне від температури фракційне відібрання має бути подібним до ефективності збирання твердої речовини, яка у свою чергу залежить від розміру часток і обладнання. Можна бачити (фіг. 5), що при 500°C, тобто при типовій вихідній температурі реактора рівноважний вміст  $BBr_3$  є на 4 порядки нижчим за вміст  $TiB_{2,022}$ , який становить 99,99% відібраного бору, і тому ефективність збирання часток має становити приблизно 99,99%. Тоді загальна ефективність становитиме 99,98%, а залишок - 0,02%. Економічна перевага (фіг. 2а) такого високого відібрання бору полягає у зменшенні подальшого вузла 15b процесу відділення з високою чистотою і у зменшенні потоку 24, що у свою чергу збільшує потік 22 і підвищує виробництво кремнію

26. Можна також спрямовувати весь або частину потоку 24 безпосередньо у реактор 14 MGS, оскільки вплив на рециклізацію бору буде невеликим. Можна, крім того, переспрямувати потік 24 до окремої системи осадження EGS, призначеної виробляти EGS з вищим вмістом бору, який може бути використаний як соляний матеріал або як легуюча добавка у витягуванні кристалів. Придатними сепараторами твердої речовини і газу є циклони, фільтри і вологі скрубери, причому останні є найменш придатними, оскільки інжекція рідини викликає зниження температури. Крім того, циркулююча рідина може містити тверді компоненти, які підвищують ерозію труб. Циклони можуть забезпечити доволі високу ефективність збирання і бути придатними для використання при таких температурах і тиску. Використання звичайних тканинних фільтрів обмежується робочими температурами органічних тканин, і вони є непридатними. Придатними і доступними є високотемпературні фільтри з спеченого металу і кераміки.

Фіг. 6 ілюструє приклад процесу з застосуванням зовнішнього циклону 315 і фільтру 315. Вихідний потік 320 з реактора 314 MGS несе кремній і твердий і газоподібний бор разом з галогеносиланами, галогеногідрідами і водородом. Ефективність циклону становить приблизно 99% для розміру 10 мкм, з видаленням більшої частини твердих компонентів у потоці 320, як і з твердого потоку 322. Фільтр 316 має ефективність 99% при 4 мкм і видаляє більшу частину залишку часток твердого потоку 324. Температура циклону і стінок фільтру підтримується на рівні 450°C і відібрання твердого бору становить 99,99%. Загальне відібрання становить приблизно 99,98%. Залишок бору у потоці 322 становить 0,02% вхідного матеріалу і головним компонентом є  $BBr_3$  після конденсації потоку. Загальні вимоги до очищення від бору становлять 0,02% (за масою), від 50 1/млн у MGS до 5 1/млрд становить 100 000. Видалення твердих компонентів бору при 99,98% очищення знижує це значення з коефіцієнта 5000 до лише коефіцієнта 20. Це означає, що колона видалення бору може бути значно меншою і значно меншим може бути потік відходів. Для кремнію соляної якості 101/млрд є прийнятним показником і тоді колона видалення бору може бути не потрібною. Крім того, легкокиплячу фракцію DBS і DCS, яка звичайно містить галогенід бору і відкидається як відходи, можна використовувати як матеріал соляної якості. Це підвищує загальний вихід кремнію на 10%.

#### Приклади

1. Газовий потік отримують з дегазаційної колони з суміші: 3,5 SCFH  $H_2SiCl_2$ ; 2,4 SCFH  $HSiCl_3$ ; 51,5 HCl; 5407,5  $H_2$ ; 0,95  $CH_4$  і 0,005 SCFH  $PH_3$  для повного 5465 SCFH при тиску 470 фунт/кв. дюйм (33 ат) і температурі 125°F (51°C). Газ позбавляють краплин рідини у висушувачі і нагрівають до 140°F (60°C) і знижують тиск до 400 фунт/кв. дюйм (28 фт), потім пропускають через сепараторну полісульфонову мембрану і отримують потік низького тиску при 25 фунт/кв. дюйм (1,75 ат) такого складу: 0,1 SCFH  $H_2SiCl_2$ ; 0,1 SCFH  $HSiCl_3$ ; 45 HCl; 4865  $H_2$ ; 0,005  $CH_4$  і 0,001 SCFH  $PH_3$  для повних 4910 SCFH (прибл.), а також потік високого тиску

при 380 фунт/кв. дюйм (26,6 ат) такого складу: 3,4 SCFH  $H_2SiCl_2$ ; 2,3 SCFH  $HSiCl_3$ ; 6,5 HCl; 542,5  $H_2$ ; 0,09  $CH_4$  і 0,004 SCFH  $PH_3$  для повних 555 SCFH (прибл.). Отже, приблизно 90% водороду і гідрохлориду відходять до потоку низького тиску і 90% метану і 80% фосфіну - до потоку високого тиску разом з більшою частиною хлорсиланів. Тиск у потоці високого тиску знижують і спрямовують його до каустичного скрубера, до хлорсилану і фосфіну очищуються, а водород і метан відводяться.

2. Отриманий газовий потік виходить з реактора при 500 фунт/кв. дюйм (35 ат) і 500°C з витратою 325 куб. фут/год. (12 м<sup>3</sup>/год.) і виходом 1,34 фунт/год. (0,6 кг/год.) твердого кремнію з приблизно 650 1/млн дибориду титану. Ефективність циклону 99% при 10 мкм. Газ фільтрують через фільтр з спеченого металу з ефективністю 98% при 4 мкм. Циклон і фільтр ізолюють двома дюймами (5 см) високотемпературної ізоляції з пресованого кремнезему для підтримання температури стінок на рівні приблизно 400°C. Температура газу на виході з фільтру - приблизно 450°C. Очікуване загальне видалення бору - 99% при рівні виявлення бору нижче 100 1/млрд. Тверду речовину видаляють, сушать повітрям і відкидають.

3. Рідинний потік має бути отриманий з дистильційної колони з головним чином, STB з слідами домішок TBS. Склад: 11 фунт/год. (5 кг/год.) TBS і 1475 фунт/год. (6600 кг/год.) STB. Домішки: 0,065 фунт/год. (0,03 кг/год.) метилтрибромсилану, 0,34 фунт/год. (0,15 кг/год.) триброміду алюмінію і менше 0,01 фунт/год. (0,0045 кг/год.) інших металобромідів. Цей потік входить у першу дистильційну колону, яка виробляє верхній потік (11 фунт/год. (5 кг/год.) TBS, 0,06 фунт/год. (0,028 кг/год.) метилтрибромсилану і 15 фунт/год. (7 кг/год.) STB) надходить до відібрання відходів. Донний потік (0,05 фунт/год. (0,023 кг/год.) метилтрибромсилану, 1445 фунт/год. (562 кг/год.) STB, 0,34 фунт/год. (0,15 кг/год.) триброміду алюмінію і менше 0,01 фунт/год. (0,0045 кг/год.) інших бромідів) надходить до другої колони, де верхній потік включає 0,05 фунт/год. (0,023 кг/год.) метилтрибромсилану, 1440 фунт/год. (560 кг/год.) STB і 0,001 фунт/год. (0,00045 кг/год.) триброміду алюмінію, а донний потік включає 45 фунт/год. (20 кг/год.) STB і 0,339 фунт/год. (0,153 кг/год.) триброміду алюмінію і 0,01 фунт/год. (0,0045 кг/год.) інших бромідів. Збагачений бромсиланом потік і збагачений бромідом алюмінію потік об'єднують і спрямовують до процесу відібрання бромиду, до вони окислюються повітрям з утворенням газоподібного бромиду, діоксиду карбону і твердих оксидів. Бром конденсується, а нітроген, залишки оксигену і діоксид карбону очищують від залишків бромиду і виводять.

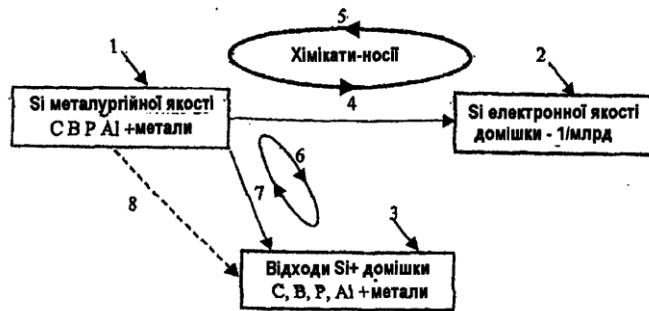
4. Рідинний потік має бути отриманий з дегазаційної колони з суміші TCS, STC і домішок, що включають твердий трихлорид алюмінію. Склад: 10,6 фунт/год. (4,8 кг/год.) DCS, 242 фунт/год. (109 кг/год.) TCS, 734 фунт/год. (330 кг/год.) STC, 3,83 фунт/год. (172 кг/год.) HCl, 9,8 фунт/год. (0,4 кг/год.)  $H_2$ , 0,034 фунт/год. (0,015 кг/год.) метилхлорсилану,  $Si(CH_3)Cl_3$ , 0,05 фунт/год. (0,022 кг/год.) інших бромідів і 0,17 фунт/год. (0,076 кг/год.) хлориду алюмінію. Потік пропускають че-



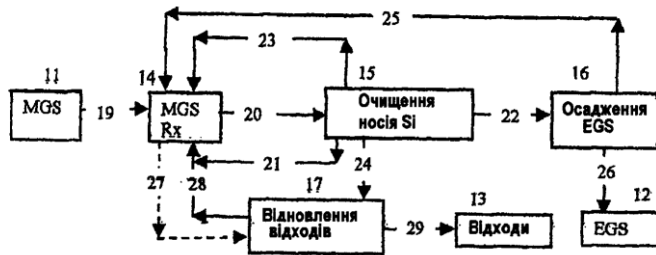
рез фільтр, який видаляє 99% трихлориду алюмінію і спрямовують до дистиляційної колони, яка розділяє TCS і STC. Висококиплячий потік включає 3 фунт/год. (1,35 кг/год.) TCS, 734 фунт/год. (330 кг/год.) STC, 0,034 фунт/год. (0,015 кг/год.) метилхлорсилану,  $\text{Si}(\text{CH}_3)\text{Cl}_3$  і 0,05 фунт/год. (0,022 кг/год.) інших бромідів. Цей потік подають до іншої дистиляційної колони, де отримують верхній потік: 3 фунт/год. (1,35 кг/год.) TCS, 715 фунт/год. (321 кг/год.) STC, і 0,004 фунт/год. (0,00018 кг/год.) метилхлорсилану,  $\text{Si}(\text{CH}_3)\text{Cl}_3$ . Донний потік включає 19 фунт/год. (8,7 кг/год.) STC, 0,03 фунт/год.

(0,0135 кг/год.) метилхлорсилану,  $\text{Si}(\text{CH}_3)\text{Cl}_3$  і 0,05 фунт/год. (0,22 кг/год.) інших бромідів. Донний потік і твердий хлорид алюмінію гідролізують і отриманий гідроксид очищають, щоб запобігти накопиченню карбону, і тому, що тетрахлорид кремнію є доступним дешевим матеріалом.

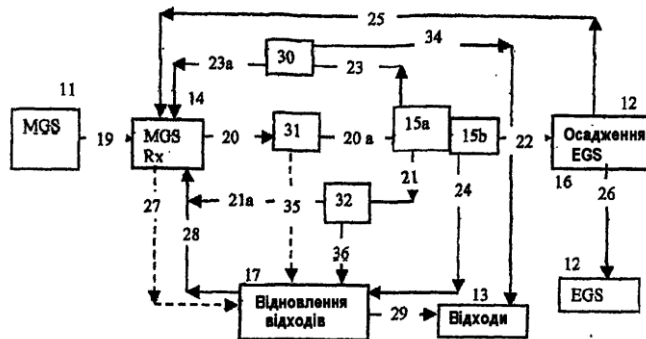
Наведений опис бажаних втілень винаходу не обмежує об'єму винаходу, але включає альтернативні варіанти, модифікації і еквіваленти у межах концепції і об'єму винаходу, визначених Формулою винаходу.



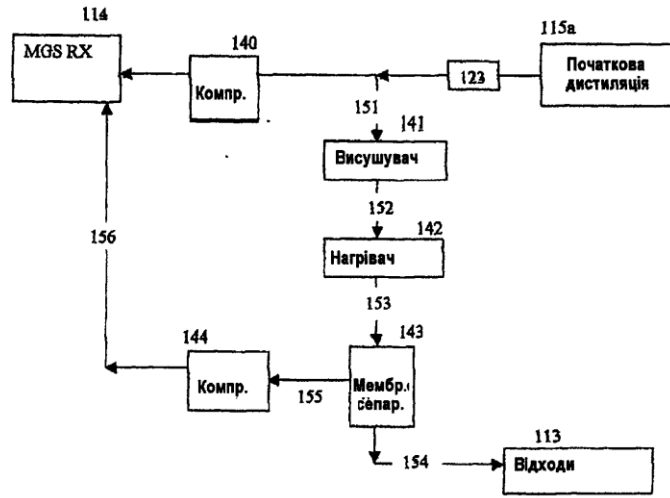
Фіг.1



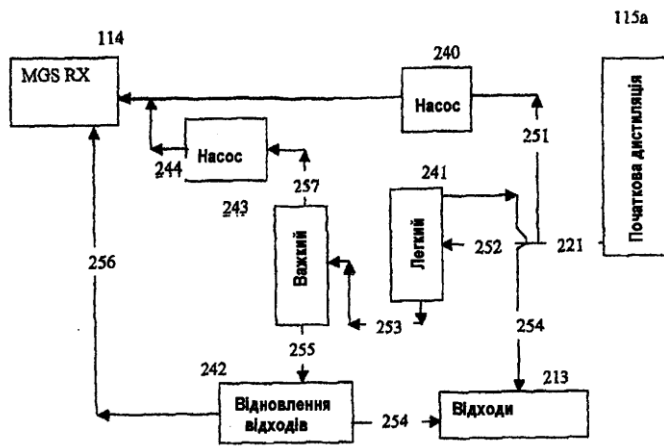
Фіг.2



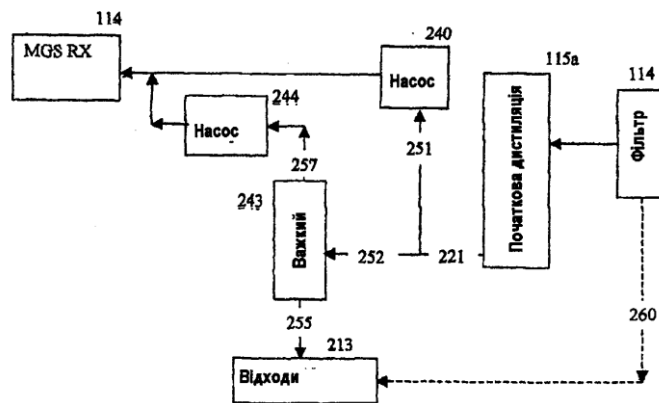
Фіг.2a



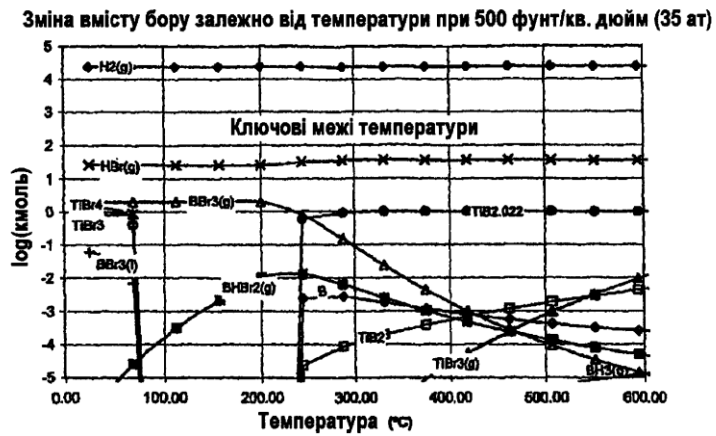
Фіг.3



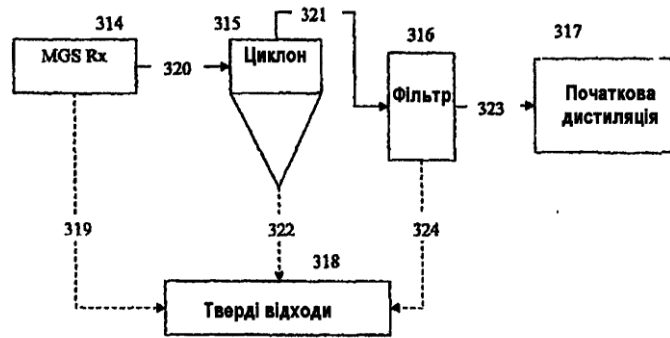
Фіг.4а



Фіг.4б



Фіг.5



Фіг.6