



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 103172072 B

(45)授权公告日 2016.08.17

(21)申请号 201210558822.2

CN 2623329 Y,2004.07.07,

(22)申请日 2012.12.20

CN 101307066 A,2008.11.19,

(66)本国优先权数据

CN 102212080 A,2011.10.12,

201110428172.5 2011.12.20 CN

CN 201962078 U,2011.09.07,

审查员 孔令国

(73)专利权人 储晞

地址 100080 北京市海淀区中关村黄庄824楼305号

(72)发明人 储晞

(74)专利代理机构 北京同立钧成知识产权代理有限公司 11205

代理人 黄健

(51)Int.Cl.

C01B 33/107(2006.01)

(56)对比文件

CN 2494698 Y,2002.06.12,

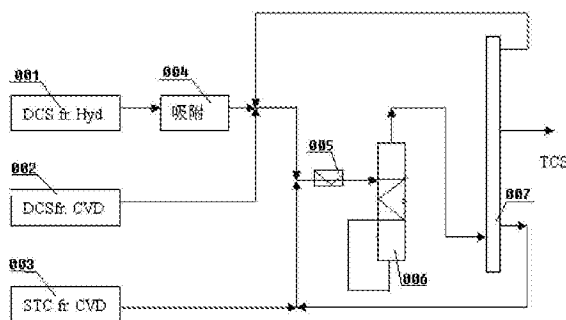
权利要求书2页 说明书9页 附图3页

(54)发明名称

实现氯硅烷合成的反应器及方法

(57)摘要

本发明提供一种实现氯硅烷合成的反应器及方法。所述实现氯硅烷合成的反应器,包括反应器腔体,所述反应器腔体上设置有催化剂进料口催化剂装料口、催化剂出料口催化剂料口、原料进料口和产品出料口;所述反应器腔体设有内置或外置的预热机构;所述反应器腔体上和/或反应器腔体内设置有换热装置,所述换热装置的换热介质出口和换热介质入口均设置在反应器腔体上,所述换热介质出口与原料进料口连通。本发明还公开了采用上述反应器进行氯硅烷歧化与反歧化合成的方法。本发明实现氯硅烷合成的反应器及方法克服了现有技术中的诸多问题,实现了高效节能、长期稳定、安全可靠的生产氯硅烷。



1. 一种氯硅烷合成的方法,其特征在于,采用一种实现氯硅烷合成的反应器,包括反应器腔体,所述反应器腔体上设置有催化剂装料口、催化剂料口、原料进料口和产品出料口;所述反应器腔体设有内置或外置的预热机构;所述反应器腔体上和/或反应器腔体内设置有换热装置,所述换热装置的换热介质出口和换热介质入口均设置在反应器腔体上,所述换热介质出口与原料进料口连通;

所述氯硅烷合成的方法包括以下步骤:

向反应器腔体内加入催化剂颗粒,形成至少一个催化剂床层,使所述催化剂床层中的催化剂颗粒材料密集分布,填充率为50%以上;

使原料作为换热介质自换热介质入口进入换热装置中,自换热介质出口流出换热装置;

在反应初期,使原料自换热装置流出后先通过预热机构加热达到氯硅烷合成反应所需温度,进入反应器腔体中,并在经过催化剂床层过程中在催化剂颗粒催化下反应,使反应产物自产品出料口排出反应器腔体;

所述原料在反应器腔体内反应的同时,维持新的原料自换热介质入口进入换热装置中,实现与反应器腔体内反应物料换热后从换热介质出口排出;使换热后的原料自原料进料口进入反应器腔体内反应。

2. 根据权利要求1所述方法,其特征在于,所述原料是低沸点氯硅烷和高沸点氯硅烷中的一种或混合物,所述低沸点氯硅烷为四氯化硅和三氯氢硅中的一种或两种;所述高沸点氯硅烷为氯硅烷二氯二氢硅和一氯三氢硅硅烷中的一种或两种,所述催化剂为树脂材料。

3. 根据权利要求1所述方法,其特征在于,通过加压使原料和产物均处于液态。

4. 根据权利要求1所述方法,其特征在于,所述氯硅烷合成的反应温度为 $-50\sim 200^{\circ}\text{C}$,压力小于10Mpa。

5. 根据权利要求1所述方法,其特征在于,进入反应器腔体前需除去原料中的硼和磷。

6. 根据权利要求1所述方法,其特征在于,所述原料进入换热装置前由混合器混合。

7. 根据权利要求1所述方法,其特征在于,所述方法为以三氯氢硅为原料歧化合成硅烷的方法;或以二氯二氢硅和四氯化硅为原料反歧化合成三氯氢硅方法。

8. 根据权利要求1所述方法,其特征在于,所述换热装置的换热介质入口设置在反应器腔体上靠近产品出料口的一端,所述换热装置的换热介质出口设置在反应器腔体上靠近原料进料口的一端。

9. 根据权利要求1所述方法,其特征在于,所述换热装置为螺旋盘绕在反应器腔体内的换热管。

10. 根据权利要求1所述方法,其特征在于,所述换热装置为沿反应器腔体长度方向设置的相互平行的多根换热管。

11. 根据权利要求1所述方法,其特征在于,所述换热管端部与反应器腔体间采用双管板结构。

12. 根据权利要求1所述方法,其特征在于,所述氯硅烷合成的反应器还包括混合机构,所述混合机构出口与原料进料口连接。

13. 根据权利要求1所述方法,其特征在于,所述反应器腔体外部设置有产品分离处理机构,所述产品出料口与产品分离处理机构连接。

14. 根据权利要求1所述方法,其特征在于,所述反应器腔体内部设置有分布器,所述分布器能使原料分散和产品通过,但限制催化剂通过。

15. 一种实现氯硅烷合成的反应器,包括反应器腔体、原料输送管路和产物输出管路,其特征在于,所述反应器腔体上设置有催化剂装料口、催化剂料口、第一进料口和第二进料口;

所述反应器腔体设有内置或外置的预热机构;

所述反应器腔体内靠近第一进料口的一端设置有第一温度传感机构;所述反应器腔体内靠近第二进料口的一端设置有和第二温度传感机构;

所述第一进料口、原料输送管路和产物输出管路采用第一三通阀联接;

所述第二进料口、原料输送管路和产物输出管路采用第二三通阀联接。

16. 一种氯硅烷合成的方法,其特征在于,采用权利要求15所述实现氯硅烷合成的反应器,包括以下步骤:

(1) 反应初始时,调控第二三通阀,将反应原料经原料输送管路自第二进料口进入反应器腔体内,使氯硅烷反应得到的产物自第一进料口排出;

(2) 当第一温度传感机构检测反应器腔体内温度达到设定温度,调控第二三通阀和第一三通阀,使原料输送管路中的原料自第一进料口进入反应器腔体内,使氯硅烷反应得到的产物自第二进料口排出;

(3) 当第二温度传感机构检测反应器腔体内温度达到设定温度,调控第二三通阀和第一三通阀,使原料输送管路中的原料自第二进料口进入反应器腔体,而使反应得到的产物自第一进料口排出;

重复步骤(2)和步骤(3)。

实现氯硅烷合成的反应器及方法

技术领域

[0001] 本发明涉及氯硅烷合成技术,尤其涉及一种实现氯硅烷合成的反应器及方法。

背景技术

[0002] 改良西门子法是多晶硅工业生产中最常用的技术,将工业硅粉与HCl反应,加工成SiHCl₃,再让SiHCl₃在H₂气氛的还原炉中还原沉积得到多晶硅。在获得多晶硅产品的过程中,还原炉同时会排出的尾气(H₂)、SiHCl₃、SiCl₄、SiH₂Cl₂和HCl需要经过分离后再循环利用,所以,实现排放物的分离和循环也是该工艺的重要工序。

[0003] 在尾气中以及还原炉排放中都会产生大量四氯化硅和二氯二氢硅等副产物。其中二氯二氢硅是一种沸点仅为8.2℃,自燃温度为58℃的强腐蚀有毒气体,即使被分离出来也不易长期存储。所以使二氯二氢硅与四氯化硅通过歧化反应(也称氯硅烷反歧化反应)生成三氯氢硅,是二氯二氢硅的一个有效的回收途径。

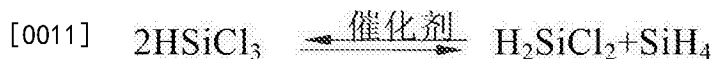
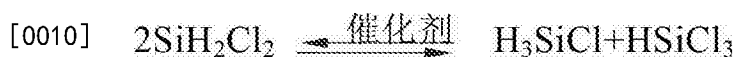
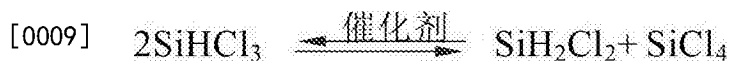
[0004] 二氯二氢硅与四氯化硅反歧化生成三氯氢硅的化学方程式如下:



[0006] 该反应的催化剂为碱性树脂催化剂,反应温度为30-120℃,反应压力在1.0MPa左右。该可逆反应的转化率受反应体系的温度、压力、物料停留时间和物料Si/Cl比等因素的影响。其中因二氯二氢硅与四氯化硅反歧化生成三氯氢硅是放热反应,反应温度的影响更成为相对重要的因素,所以反应温度的控制对于反应进程非常关键。

[0007] 为保证二氯二氢硅与四氯化硅反歧化生成三氯氢硅的反应温度,目前采用的反应器均设置有外循环换热装置,该换热装置设备复杂,能耗高;且该外循环换热装置的换热介质(如水)与反应原料不同,易发生换热介质泄漏污染反应体系的情况,导致目标产物的产量和产率下降。

[0008] 实现其他种类氯硅烷歧化与反歧化合成反应的反应器也存在上述问题,如,由三氯氢硅两步歧化生成硅烷和进一步由硅烷生成颗粒多晶硅是目前生成成本最低的多晶硅生产工艺,得到越来越广泛的重视。三氯氢硅两步歧化生成硅烷的反应式如下:



[0012] 综上,现有用于氯硅烷歧化与反歧化合成的反应器均具有设备复杂,能耗高和易发生换热介质泄漏污染反应体系的缺点。

发明内容

[0013] 本发明的目的在于,针对上述现有氯硅烷歧化和反歧化合成的反应器的结构复杂、能耗高和易发生污染的问题,提出一种实现氯硅烷合成的反应器,用于氯硅烷的歧化与反歧化反应,该设备具有结构简单、能耗低和无污染的优点。

[0014] 为实现上述目的,本发明提出的技术方案是:一种实现氯硅烷合成的反应器包括反应器腔体,所述反应器腔体上设置有催化剂装料口、催化剂料口、原料进料口、产品出料口;

[0015] 所述反应器腔体设有内置或外置的预热机构;

[0016] 所述反应器腔体上和/或反应器腔体内设置有换热装置,所述换热装置的换热介质出口与原料进料口连通。

[0017] 本发明的另一个目的,还公开了一种氯硅烷合成的方法,以实现连续、低成本的生产氯硅烷。

[0018] 为实现上述目的,本发明的技术方案是:一种氯硅烷合成的方法,采用上述反应器,包括以下步骤:

[0019] 向反应器腔体内加入催化剂颗粒,形成至少一个催化剂床层,使所述催化剂床层中的催化剂颗粒材料密集分布,填充率为50%以上;

[0020] 使原料作为换热介质自换热介质入口进入换热装置中,自换热介质出口流出换热装置;

[0021] 在反应初期,使原料自换热装置流出后先通过预热机构加热达到氯硅烷合成反应所需温度(关闭预热机构),进入反应器腔体中,并在经过催化剂床层过程中在催化剂颗粒催化下反应,使反应产物自产品出料口排出反应器腔体;

[0022] 所述原料在反应器腔体内反应的同时,维持新的原料自换热介质入口进入换热装置中,实现与反应器腔体内反应物料换热后从换热介质出口排出;使换热后的原料自原料进料口进入反应器腔体内反应。

[0023] 本发明实现氯硅烷歧化与反歧化合成的反应器及方法与现有技术相比较,具有如下优点:反应器所设置的换热装置,能防止或减少反应器腔体内局部过热,有效控制反应体系温度,并且,利用原料自身作为换热介质,同时实现了原料的预热,即反应器所设置的换热装置同时实现了对反应体系的换热和对原料预热的功能,减少了设备的投资和反应过程的能耗,利于降低运行成本;本发明采用原料作为换热介质,相比于现有技术使用专门的换热介质,也消除了对反应产物所带来潜在的污染风险,使该反应操作安全可靠。此外,本发明还克服了现有换热装置无法实现大半径反应器换热的缺点,实现了超大型反应器的换热。

[0024] 本发明还公开了一种实现氯硅烷合成的反应器,以实现设备简单、能耗低和无污染的优点。

[0025] 为实现上述目的,本发明的技术方案是:一种实现氯硅烷合成的反应器,包括反应器腔体、原料输送管路和产物输出管路,所述反应器腔体上设置有催化剂装料口、催化剂料口、第一进料口和第二进料口;

[0026] 所述反应器腔体设有内置或外置的预热机构;

[0027] 所述反应器腔体内靠近第一进料口的一端设置有第一温度传感机构;所述反应器腔体内靠近第二进料口的一端设置有第二温度传感机构;

[0028] 所述第一进料口、原料输送管路和产物输出管路采用第一三通阀联接;

[0029] 所述第二进料口、原料输送管路和产物输出管路采用第二三通阀联接。

[0030] 本发明的另一个目的,还公开了一种氯硅烷合成的方法,以实现连续、低成本的生

产氯硅烷。

[0031] 为实现上述目的,本发明的技术方案是:一种氯硅烷合成的方法,采用前述反应器,包括以下步骤:

[0032] (1)反应初始时,调控第二三通阀,将反应原料经原料输送管路自第二进料口进入反应器腔体内,使氯硅烷反应得到的产物自第一进料口排出;

[0033] (2)当第一温度传感机构检测反应器腔体内温度达到设定温度,调控第二三通阀和第一三通阀,使原料输送管路中的原料自第一进料口进入反应器腔体内,使氯硅烷反应得到的产物自第二进料口排出;

[0034] (3)当第二温度传感机构检测反应器腔体内温度达到设定温度,调控第二三通阀和第一三通阀,使原料输送管路中的原料自第二进料口进入反应器腔体,而使反应得到的产物自第一进料口排出;

[0035] (4)重复步骤(2)和步骤(3)。

[0036] 本发明的具体实施方案中,所述设定温度为氯硅烷歧化与反歧化合成的上限温度,即氯硅烷歧化与反歧化合成的最大允许温度。

[0037] 本发明氯硅烷歧化与反歧化合成的反应器及方法与现有技术相比较,具有如下优点:本发明所述实现氯硅烷合成的反应器通过改变原料液体流向,使反应器内催化剂床层始终保持在所需的反应温度之内,不会造成反应体系温度超出氯硅烷歧化与反歧化合成的上限温度,而损坏催化剂,影响整个化学过程;本反应器完全由反应原料介质进行自换热和预热,不会产生污染,无需外加换热机构,从而节省了投资,又减少了能耗,反应器更加简化、安全,易于操作。

[0038] 综上,本发明实现氯硅烷歧化与反歧化合成的反应器及方法实现了高效节能、长期稳定、安全可靠的生产氯硅烷。

附图说明

[0039] 图1为实施例1提供的二氯二氢硅与四氯化硅合成三氯氢硅的反应流程图;

[0040] 图2为实施例1中反应器腔体的放大图;

[0041] 图3为实施例2反应器腔体的放大图;

[0042] 图4为实施例3提供的反应流程图。

具体实施方式

[0043] 本发明公开了一种用于实现氯硅烷合成的反应器,具体地作为一种用于实现氯硅烷歧化与反歧化合成的反应器,该反应器包括反应器腔体,反应器腔体上设置有催化剂装料口、催化剂料口、原料进料口、产品出料口;

[0044] 所述反应器腔体设有内置或外置的预热机构,该预热机构用于在反应器启动之初加热原料以达到反应所需温度,当氯硅烷歧化与反歧化合成反应启动后,可以调整或关闭预热机构,使后续的反应原料通过与反应体系的热交换实现被预热,当然,根据具体反应条件和状态的不同,预热机构也可以继续对原料预热;该预热机构的加热方式和热源可由具体反应来确定,如燃烧加热、蒸汽加热、微波、强光或电阻加热等。

[0045] 所述反应器腔体上和/或反应器腔体内设置有换热装置,所述换热装置的换热介

质出口和换热介质入口均设置在反应器腔体上,使所述换热装置形成的换热介质流通通道与反应器腔体内部完全隔离。所述换热装置的换热介质出口与原料进料口连通,以使来自换热装置中的换热介质(本发明中采用反应原料)进入反应器腔体内。本发明所述换热装置既具有换热装置的功能:防止或减少反应器腔体内部局部过热,又具有预热装置的功能:预热反应原料。

[0046] 换热装置的换热介质入口设置在反应器腔体上靠近产品出料口的一端,所述换热装置的换热介质出口设置在反应器腔体上靠近原料进料口的一端。本发明换热装置的实例包括但不限于:所述换热装置为螺旋盘绕在反应器腔体内的换热管;或所述换热装置为沿反应器腔体长度方向设置的相互平行的多根换热管;或其他形式的埋入催化剂床层中的换热管。所述换热管端部与反应器腔体间采用双管板结构,防止因换热装置中换热介质的泄露而产生换热介质和反应物的混流。

[0047] 所述实现氯硅烷合成的反应器还包括用于将原料混合均匀的混合机构,所述混合机构出口与原料进料口连接。所述反应器腔体还内置或外置有温度传感机构。

[0048] 所述反应器腔体外部设置有产品分离处理机构,所述产品出料口与产品分离处理机构连接,所述产品处理机构用于将产品分离与循环利用。本发明产品分离处理机构的实例包括但不限于:精馏装置。

[0049] 所述反应器腔体内部还设置有分布器,所述分布器能使原料分散和产品通过,但限制催化剂通过。所述分布器将催化剂限制在一定的反应空间,防止反应器腔体内的催化剂被反应液体带出。分布器的实例包括但不限于:网状分布器。

[0050] 为了提高氯硅烷歧化与反歧化反应的转化率或增加歧化与反歧化反应的处理量,所述反应器腔体可多级串联或并联使用。为了提高预热效率,所述反应器可以包括多个余热机构,所述预热机构可多级串联或多级并联使用。为了进一步防止催化剂过热,还可配备一个或多个反应器腔体,以便切换使用或备用。

[0051] 本发明还公开了一种氯硅烷合成的方法,采用上述反应器,包括以下步骤:

[0052] 向反应器腔体内加入催化剂颗粒,形成至少一个催化剂床层,使所述催化剂床层中的催化剂颗粒材料密集分布,该催化剂床层为固定床,填充率为50%以上,优选的所述填充率为80%以上;

[0053] 使原料作为换热介质自换热介质入口进入换热装置中,自换热介质出口流出换热装置;

[0054] 在反应初期,使原料自换热装置流出后先通过预热机构加热达到氯硅烷歧化与反歧化合成反应所需温度(关闭预热机构),进入反应器腔体中,并在经过催化剂床层过程中在催化剂颗粒催化下反应,使反应产物自产品出料口排出反应器腔体;

[0055] 所述原料在反应器腔体内反应的同时,维持新的原料自换热介质入口进入换热装置中,实现与反应器腔体内反应物料换热后从换热介质出口排出;使换热后的原料自原料进料口进入反应器腔体内反应。

[0056] 所述原料是低沸点氯硅烷和高沸点氯硅烷中的一种或两者的混合物,所述低沸点氯硅烷为四氯化硅和三氯氢硅中的一种或两种;所述高沸点氯硅烷为氯硅烷二氯二氢硅和一氯三氢硅中的一种或两种,所述催化剂为碱性树脂材料。

[0057] 所述方法中通过加压使原料和产物均处于液态。

[0058] 所述氯硅烷合成的反应温度为 $-50\sim 200^{\circ}\text{C}$ ，优选地反应温度为 $50^{\circ}\text{C}\sim 100^{\circ}\text{C}$ ，压力小于 10Mpa 。

[0059] 进入反应器腔体前需采用吸附法除去原料中的硼(B)和磷(P)。为了保证各原料的充分接触，所述原料进入换热装置前由混合器混合。

[0060] 本发明中自产品出料口流出的产物为混合物，其中包括未完全反应的原料，将产物按成份进行分离后，未反应的原料重新通入反应器腔体中循环利用。

[0061] 本发明所述氯硅烷合成的方法的实例包括但不限于：以三氯氢硅为原料歧化合成硅烷的方法；或以二氯二氢硅和四氯化硅为原料反歧化合成三氯氢硅方法。

[0062] 本发明还公开了一种实现氯硅烷合成的反应器，包括反应器腔体、原料输送管路和产物输出管路，所述反应器腔体上设置有催化剂装料口、催化剂料口、第一进料口和第二进料口；

[0063] 所述反应器腔体设有内置或外置的预热机构；

[0064] 所述反应器腔体内靠近第一进料口的一端设置有第一温度传感机构；所述反应器腔体内靠近第二进料口的一端设置有第二温度传感机构；

[0065] 所述第一进料口、原料输送管路和产物输出管路采用第一三通阀联接；

[0066] 所述第二进料口、原料输送管路和产物输出管路采用第二三通阀联接。

[0067] 本发明硅烷合成的反应器还包括自动控制系统，自动控制系统与第一温度传感机构、第二温度传感机构、第一三通阀和第二三通阀电连，自动控制系统在接收第一温度传感机构、第二温度传感机构的信号后，能控制第一三通阀和第二三通阀的开启和关闭。

[0068] 所述实现氯硅烷合成的反应器还包括用于将原料混合均匀的混合机构，所述混合机构出口与原料进料口连接。

[0069] 所述反应器腔体外部设置有产品分离处理机构，所述产品出料口与产品分离处理机构连接，所述产品处理机构用于将产品分离与循环利用。本发明产品分离处理机构的实例包括但不限于：精馏装置。

[0070] 所述反应器腔体内部还设置有分布器，所述分布器能使原料分散和产品通过，但限制催化剂通过。所述分布器将催化剂限制在一定的反应空间，防止反应器腔体内的催化剂被反应液体带出。分布器的实例包括但不限于：网状分布器。

[0071] 为了提高氯硅烷歧化与反歧化反应的转化率或增加歧化与反歧化反应的处理量，所述反应器腔体可多级串联或并联使用。

[0072] 本发明还公开了一种氯硅烷合成的方法，采用上述实现氯硅烷合成的反应器，包括以下步骤：

[0073] (1)反应初始时，调控第二三通阀，使第二进料口与原料输送管路联通，调控第一三通阀，使第一进料口与产物输出管路联通，将反应原料经原料输送管路自第二进料口进入反应器腔体内，使氯硅烷反应得到的产物自第一进料口排出；

[0074] (2)随着氯硅烷合成的进行，反应器腔体内第二进料口向第一进料口方向温度不断升高，当第一温度传感机构检测反应器腔体内温度达到设定温度，改变反应的进料和出料方向，调控第一三通阀和第二三通阀，使第一进料口与原料输送管路联通，第二进料口与产物输出管路联通，原料输送管路中的原料自第一进料口进入反应器腔体内，使第一进料口附近的反应器腔体温度下降，使氯硅烷反应得到的产物自第二进料口排出；

[0075] (3)随着氯硅烷合成的进行,反应器腔体内第一进料口向第二进料口方向温度不断升高,当第二温度传感机构检测反应器腔体内温度达到设定温度,再次改变反应的进料和出料方向,调控第二三通阀和第一三通阀,使第二进料口与原料输送管路联通,第一进料口与产物输出管路联通,原料输送管路中的原料自第二进料口进入反应器腔体,使第二进料口附近的反应器腔体温度下降,使氯硅烷反应得到的产物自第一进料口排出;

[0076] (4)重复步骤(2)和(3)即可实现反应器腔体内温度的有效控制。

[0077] 本发明的具体实施方案中,所述设定温度为氯硅烷歧化与反歧化合成的上限温度,即氯硅烷歧化与反歧化合成的最大允许温度。

[0078] 本发明中第一三通阀和第二三通阀的开启和关闭既可通过人工手动完成,又可以采用自动控制系统实现。

[0079] 所述原料是低沸点氯硅烷和高沸点氯硅烷中的一种或混合物,所述低沸点氯硅烷为四氯化硅和三氯氢硅中的一种或两种;所述高沸点氯硅烷为氯硅烷二氯二氢硅和一氯三氢硅硅烷中的一种或两种,所述催化剂为树脂材料,优选为碱性树脂材料。

[0080] 所述方法中通过加压使原料和产物均处于液态。

[0081] 所述氯硅烷歧化与反歧化合成的反应温度为 $-50\sim 200^{\circ}\text{C}$,优选地反应温度为 $50^{\circ}\text{C}\sim 100^{\circ}\text{C}$,压力小于10Mpa。

[0082] 进入反应器腔体前需采用吸附法除去原料中的硼(B)和磷(P)。为了保证各原料的充分接触,所述原料进入换热装置前由混合器混合。

[0083] 本发明中自产品出料口流出的产物为混合物,其中包括未完全反应的原料,将产物按成份进行分离后,未反应的原料重新通入反应器腔体中循环利用。

[0084] 本发明所述氯硅烷合成的方法的实例包括但不限于:以三氯氢硅为原料歧化合成硅烷的方法;或以二氯二氢硅和四氯化硅为原料反歧化合成三氯氢硅方法。

[0085] 下面结合具体实施方式对本发明作进一步详细说明。

[0086] 实施例1

[0087] 图1为实施例1提供的二氯二氢硅与四氯化硅合成三氯氢硅的反应流程图;图2为实施例1中反应器腔体的放大图。

[0088] 本实施例公开了一种实现氯硅烷合成的反应器,具体结构如图1和图2所示,该反应器包括反应器腔体006,反应器腔体006上设置有催化剂装料口103、催化剂料口108、原料进料口110、产品出料口101;

[0089] 反应器腔体006内设置有换热装置,换热装置的换热介质出口107和换热介质入口104均设置在反应器腔体006上,该换热装置的换热介质出口107与原料进料口110连通。

[0090] 反应器腔体006内部的上端和下端分别设置有第一分布器102和第二分布器109,所述第一分布器102和第二分布器109能使原料分散和产品通过,但限制催化剂通过。催化剂被限制在由第一分布器102、第二分布器109和反应器腔体006内壁围成反应空间内,即第一分布器102和第二分布器109的设置,能防止反应器腔体006内的催化剂被反应液体带出。第一分布器102和分布器109均为网状分布器。

[0091] 实现氯硅烷合成的反应器还包括混合机构005,所述混合机构005出口与原料进料口110连接。

[0092] 反应器腔体006设有外置的预热机构,具体地该预热机构设置在混合机构005与原

料进料口110之间,用于在反应器启动之初加热原料以达到反应所需温度,当氯硅烷合成反应启动后,关闭预热机构;该预热机构的加热方式为电阻加热。

[0093] 本实施例的原料由三个原料储罐提供,三个原料储罐分别为:存储有氢化反应器中产生的二氯二氢硅(DCS)的储罐001,存储有西门子还原炉(CVD)产生的二氯二氢硅(DCS)的储罐002,存储有西门子还原炉产生的四氯化硅(STC)的储罐003。所述储罐001、储罐002和储罐003分别与混合机构005连通,所述储罐001与混合机构005之间还设置有用于吸附二氯二氢硅(DCS)中硼(B)和磷(P)的吸附机构。

[0094] 反应器腔体006外部设置有能实现产物分离的产品分离处理机构007,本实施例中产品分离处理机构007为精馏装置,该产品分离处理机构007设置有进口和不同馏分出口,所述不同馏分出口包括:四氯化硅出口、二氯二氢硅(DCS)出口和三氯氢硅(TCS)出口,实现氯硅烷合成的反应器的产品出料口101与产品分离处理机构007的进口连接,四氯化硅出口、二氯二氢硅(DCS)出口与混合机构005连接,使产品处理机构007中分离出的未反应的原料循环利用。

[0095] 具体地,本实施例中所述换热装置如图2所示:该换热装置为螺旋盘绕在反应器腔体006内的换热管105,该换热管105通过换热管支撑106固定在反应器腔体006内。换热装置的换热介质入口104设置在反应器腔体006上靠近产品出料口101的一端,所述换热装置的换热介质出口107设置在反应器腔体006上靠近原料进料口110的一端。

[0096] 本实施例还提供了采用上述反应器实现二氯二氢硅与四氯化硅反歧化生成三氯氢硅的方法,包括以下步骤:

[0097] 向反应器腔体006内加入催化剂颗粒(弱碱树脂催化剂颗粒),形成至少一个催化剂床层,使所述催化剂床层中的催化剂颗粒材料密集分布,该催化剂床层为固定床,填充率为80%以上;

[0098] 储罐001中存储的冷氢化反应器中产生的二氯二氢硅由电加压泵加压,输送至吸附单元004去除其中硼(B)和磷(P)后,至混合机构005中与来自储罐002的西门子还原炉产生的二氯二氢硅和来自储罐003的西门子还原炉产生的四氯化硅充分混合成原料。

[0099] 使原料自换热介质入口104进入换热装置中,自换热介质出口107流出换热装置;在反应初期,使原料自换热装置流出后先通过预热机构加热达到氯硅烷合成反应所需温度(反应温度为 $-50\sim 200^{\circ}\text{C}$,压力小于10Mpa),关闭预热机构,达到氯硅烷反歧化合成反应所需温度的原料进入反应器腔体006中,并在经过催化剂床层过程中在催化剂催化下,二氯二氢硅与四氯化硅反歧化生成三氯氢硅,放出大量热,维持反应的进行,与此同时,维持新的原料自换热介质入口进入换热装置中,实现与反应器腔体内反应物料换热后从换热介质出口排出;原料通过换热装置换热使自身温度提高,同时反应器腔体过多的反应热被换热装置中的原料带出。

[0100] 包括有三氯氢硅和未反应原料的产物自产品出料口排出反应器腔体后进入产品处理机构007,按成份分离产品,三氯氢硅转到下游应用,而二氯二氢硅(DCS)、硅烷(Silane)和四氯化硅(STC)又返回到混合机构005中混合,进一步参加反应,从而得到充分利用。

[0101] 在整个三氯氢硅合成过程中,需通过加压使原料和产物均处于液态。为了实现各原料的精确配比,在各原料的输送管路上均设置有流量计。

[0102] 实施例2

[0103] 图3为实施例2反应器腔体的放大图。

[0104] 本发明公开了一种实现氯硅烷合成的反应器,与实施例1不同的是,本实施例所采用的换热装置如图3所示:该换热装置为沿反应器腔体长度方向设置的相互平行的多根换热管。所述换热管端部与反应器腔体间采用双管板结构,双管板结构使换热管内流体与反应器腔体内流体不易产生混流。

[0105] 本实施例中氯硅烷反歧化反应的基本流程参见实施例1。

[0106] 实施例3

[0107] 图4为实施例3提供的反应流程图。

[0108] 本实施例公开了一种实现氯硅烷合成的反应器,该反应器的结构示意图如图4所示,包括反应器腔体、用于输送原料的原料输送管路401和用于输送产物的产物输出管路402,所述反应器腔体上设置有催化剂装料口、催化剂料口、第一进料口405和第二进料口406;

[0109] 所述反应器腔体设有内置或外置的预热机构;

[0110] 所述反应器腔体内靠近第一进料口405的一端设置有第一温度传感机构415;所述反应器腔体内靠近第二进料口406的一端设置有第二温度传感机构416;

[0111] 所述第一进料口405、原料输送管路401和产物输出管路402采用第一三通阀403联接;

[0112] 所述第二进料口406、原料输送管路401和产物输出管路402采用第二三通阀404联接。

[0113] 本实施例所述实现氯硅烷合成的反应器还包括自动控制系统,自动控制系统与第一温度传感机构415、第二温度传感机构416、第一三通阀403和第二三通阀404电连,自动控制系统在接收第一温度传感机构415、第二温度传感机构416的信号后,能控制第一三通阀403和第二三通阀404的开启和关闭。

[0114] 采用本实施例所公开的实现氯硅烷合成的反应器进行氯硅烷合成的方法,以二氯二氢硅与四氯化硅反歧化生成三氯氢硅为例,包括以下步骤:

[0115] 向反应器腔体内加入催化剂颗粒(弱碱树脂催化剂颗粒),形成至少一个催化剂床层,使所述催化剂床层中的催化剂颗粒材料密集分布,该催化剂床层为固定床,填充率为80%以上;

[0116] (1)反应初始时,调控第一三通阀403和第二三通阀404,使第二进料口406与原料输送管路401联通,第一进料口405与产物输出管路402联通;将反应原料(二氯二氢硅和四氯化硅)经原料输送管路401自位于反应器腔体下端的第二进料口406进入反应器腔体内,使氯硅烷反应得到的产物自第一进料口405排出;

[0117] (2)随着氯硅烷合成的进行,反应器腔体内第二进料口406向第一进料口405方向温度不断升高,当第一温度传感机构415检测温度达到设定温度,改变反应的进料和出料方向,调整第一三通阀403和第二三通阀404,使第一进料口405与原料输送管路401联通,第二进料口406与产物输出管路402联通,原料输送管路中的原料自第一进料口进入反应器腔体内参与反应,降低了第一进料口附近的反应器腔体温度,使氯硅烷反应得到的产物自第二进料口排出;

[0118] (3)随着氯硅烷合成的进行,反应器腔体内第一进料口405向第二进料口406方向

温度不断升高,当第二温度传感机构416检测温度达到设定温度,即再次改变反应的进料和出料方向,调整第一三通阀403和第二三通阀404,使第二进料口406与原料输送管路401联通,第一进料口405与产物输出管路402联通,原料输送管路中的原料自第二进料口进入反应器腔体内参与反应,降低了第二进料口附近的反应器腔体温度,使氯硅烷反应得到的产物自第一进料口排出;

[0119] (4)重复步骤(2)和(3)即可实现反应器腔体内温度的有效控制。

[0120] 本实施例中所述设定温度为氯硅烷反歧化合成的上限温度,即氯硅烷反歧化合成的最大允许温度。

[0121] 本发明中第一三通阀403和第二三通阀404的开启和关闭由自动控制系统实现。

[0122] 本发明不局限于上述实施例所描述的实现氯硅烷合成的反应器及方法,反应温度和压力的改变均在本发明的保护范围之内。

[0123] 最后应说明的是:以上各实施例仅用以说明本发明的技术方案,而非对其限制;尽管参照前述各实施例对本发明进行了详细的说明,本领域的普通技术人员应当理解:其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分或者全部技术特征进行等同替换;而这些修改或者替换,并不使相应技术方案的本质脱离本发明各实施例技术方案的范围。

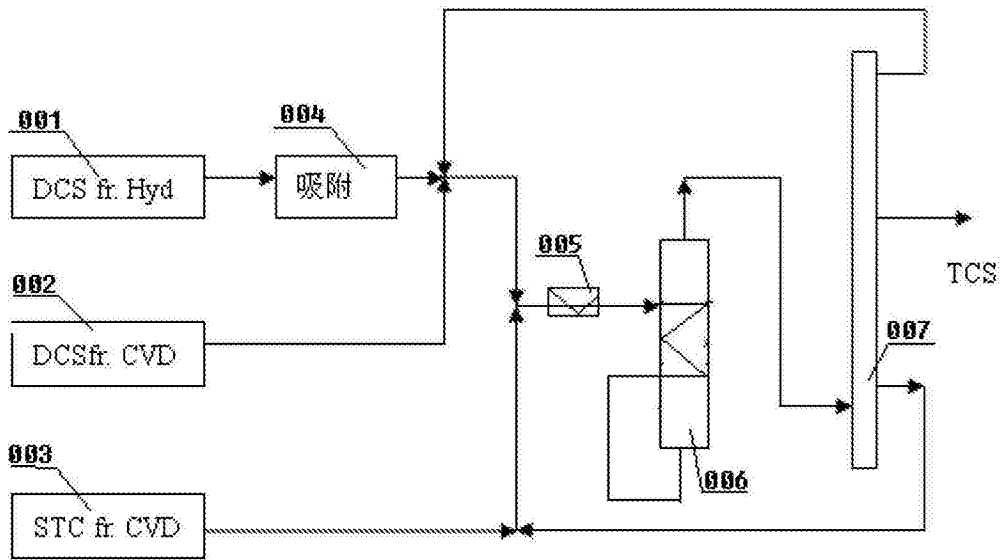


图1

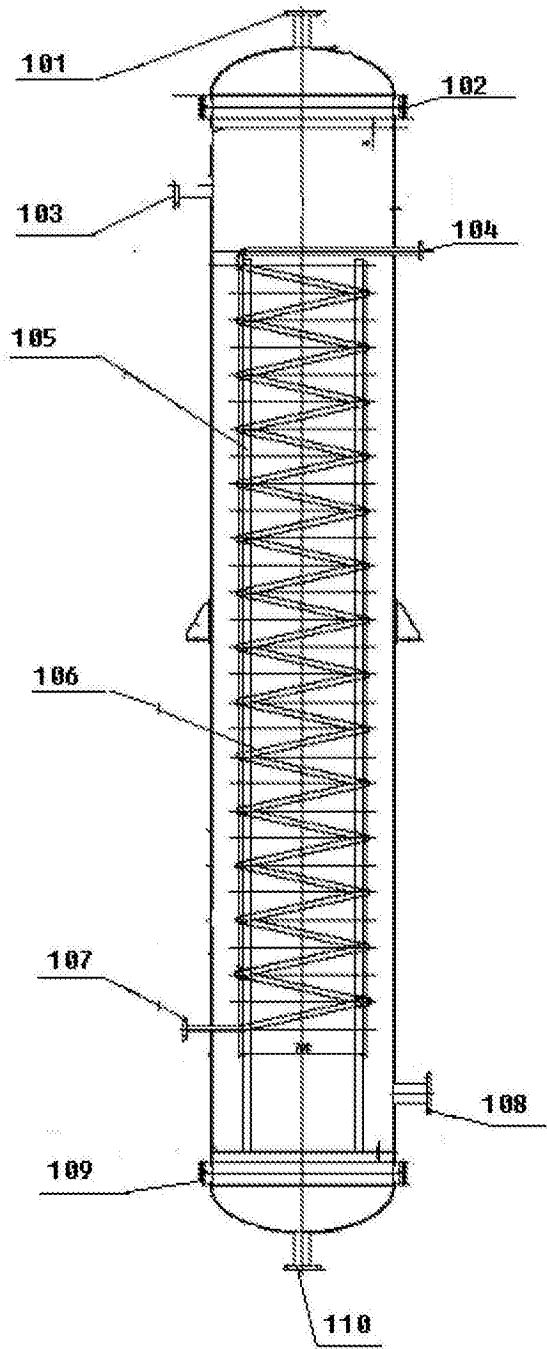


图2

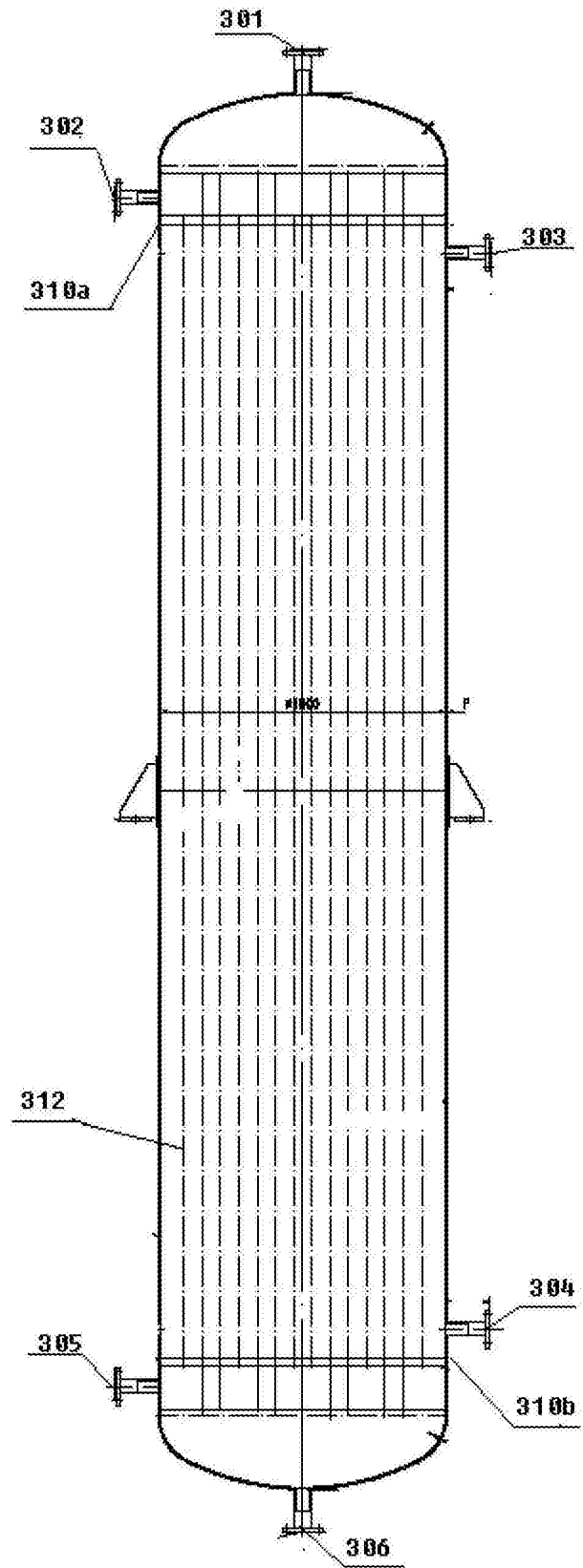


图3

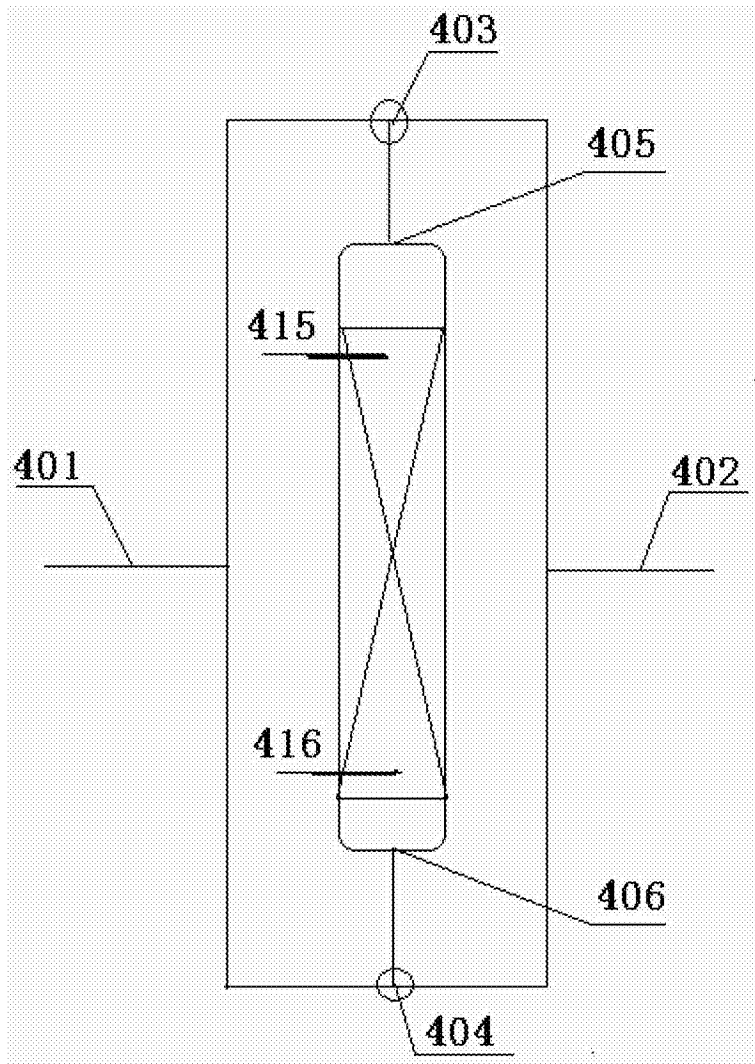


图4