

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
26. August 2021 (26.08.2021)



(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2021/164876 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:
C01B 33/107 (2006.01)

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz
3)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2020/054490

(22) Internationales Anmeldedatum:
20. Februar 2020 (20.02.2020)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(71) Anmelder: WACKER CHEMIE AG [DE/DE]; Hanns-
Seidel-Platz 4, 81737 München (DE).

(72) Erfinder: KNOTH, Jens Felix; Raiffeisenstraße 3, 84533
Markt (DE). PÄTZOLD, Uwe; Trebnitzer Straße 12,
84489 Burghausen (DE). STRASSER, Monika; Bruckner-
straße 4, 84489 Burghausen (DE).

(74) Anwalt: BELZ, Ferdinand et al.; Wacker Chemie AG,
Hanns-Seidel-Platz 4, 81737 München (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL,
AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY,
BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM,
DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN,
KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD,
ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO,
NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW,
SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN,
TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für
jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW,
GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST,
SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ,
RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ,
DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT,
LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI,
SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN,
GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(54) Title: METHOD FOR OBTAINING HEXACHLORODISILANE BY REACTING AT LEAST ONE PARTIALLY HYDRO-
GENATED CHLORODISILANE ON A SOLID UNFUNCTIONALIZED ADSORBER

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR GEWINNUNG VON HEXACHLORDISILAN DURCH UMSETZUNG VON
MINDESTENS EINEM TEILHYDRIERTEN CHLORDISILAN AN EINEM FESTEN, UNFUNKTIONALISIERTEN ADSORBER

(57) Abstract: The invention relates to a method for obtaining hexachlorodisilane, said method having the following steps: - bringing
at least one partially hydrogenated chlorodisilane of the general formula $H_xSi_2Cl_{(6-x)}$, where $x = 1$ to 5 , in the liquid state into contact
with a solid unfunctionalized adsorber material, selected from the group comprising silicates, aluminosilicate, organic polymers, and
combinations thereof, and - optionally separating the hexachlorodisilane and/or optionally separating the adsorber material.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Gewinnung von Hexachlordisilan, wobei das Verfahren die folgen-
den Schritte umfasst: - Inkontaktbringen von zumindest einem teilhydrierten Chlordisilan der allgemeinen Formel $H_xSi_2Cl_{(6-x)}$ mit $x =$
 1 bis 5 in flüssigem Zustand mit einem festen unfunctionalisierten Adsorbermaterial, ausgewählt aus der Gruppe mit Silicate, Alumo-
silicate, organisches Polymer und Kombinationen daraus, - gegebenenfalls Abtrennen des Hexachlordisilans und/oder gegebenenfalls
Abtrennen des Adsorbermaterials.



WO 2021/164876 A1

VERFAHREN ZUR GEWINNUNG VON HEXACHLORDISILAN DURCH
UMSETZUNG VON MINDESTENS EINEM TEILHYDRIERTEN
CHLORDISILAN AN EINEM FESTEN, UNFUNKTIONALISIERTEN ADSORBER

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Gewinnung von
5 Hexachlordisilan, wobei zumindest ein teilhydriertes
Chlordisilan mit einem festen unfunktionalisierten
Adsorbermaterial in Kontakt gebracht und das Hexachlordisilan
und/oder das Adsorbermaterial anschließend gegebenenfalls
abgetrennt wird.

10

Hexachlordisilan (HCDS) ist ein wichtiger Ausgangsstoff im
Bereich der Mikroelektronik als Vorläuferverbindung zur
Gasphasenabscheidung von hochreinen Siliciumnitrid-,
Siliciumoxid-, und Siliciumcarbidschichten. Zudem wird es in
15 der Niedertemperaturepitaxie zur Abscheidung epitaktischer
Siliciumschichten eingesetzt.

20

Für den Einsatz in der Mikroelektronik generieren selbst
kleinste Spuren an Verunreinigungen, insbesondere Dotierstoffe
wie Bor, Phosphor, Arsen und Antimon, erhebliche Probleme. Ist
das HCDS mit Dotierstoffen verunreinigt, können diese zu
unerwünschten Dotiereffekten führen und durch Migrations-
prozesse die Lebenszeit elektrischer Bauteile herabsetzen.

25

Aus der JPS60145908A ist bekannt, dass HCDS aus der Umsetzung
von metallurgischem Silicium und Chlor gewonnen werden kann.
Aufgrund der im metallurgischen Silicium enthaltenen
Verunreinigungen entstehen allerdings Nebenprodukte wie AlCl_3
und TiCl_4 , die wegen ihres zu HCDS ähnlichem Siedepunkt eine
30 destillative Reinigung erschweren.

35

Eine Möglichkeit HCDS wirtschaftlich in hoher Reinheit
herzustellen ist dagegen die Gewinnung aus den Abgasen bei der
Abscheidung von polykristallinem Silicium (Polysilicium), z.B.
nach dem Siemens-Verfahren. Hierbei fällt nach einer

Kondensation der Abgase HCDS im Gemisch mit weiteren Chlormonosilanen und Chlordisilanen mit einer geringen Konzentration an Verunreinigungen an. Die Abtrennung von teilhydrierten Disilanen vom HCDS ist aufgrund der sehr
5 ähnlichen Siedepunkte technisch aufwändig.

Gemäß EP 1 264 798 A1 werden aus einem Abgasstrom aus der Polysiliciumherstellung zunächst niedrigsiedende Komponenten (z.B. Trichlorsilan (TCS)) abgetrennt. Danach wird Silicium-
10 tetrachlorid destillativ entfernt. Die erhaltene Fraktion wird dann erneut destillativ aufgereinigt oder es wird Chlor zugefügt, um teilhydrierte Disilane (z.B. Tetrachlordisilan) zu chlorieren, bevor HCDS von höher siedenden Verbindungen (z.B. Octachlortrisilan) destillativ abgetrennt wird.

15

In der US 7,691,357 B2 wird die Chlorierung eines Chlorsilangemischs aus dem Abgasstrom aus der Polysiliciumherstellung beschrieben. Hierbei werden allerdings nicht nur die wasserstoffhaltigen Disilane chloriert, sondern es kommt auch
20 zur Spaltung von Disilanen, u.a. auch von HCDS. Neben dem aus der Spaltung resultierenden Ausbeuteverlust an HCDS können durch die Chlorzugabe Verunreinigungen eingebracht werden. Ferner muss gegebenenfalls vorhandenes chlorhaltiges Abgas aufwändig gereinigt werden und der Einsatz von Chlor erhöht
25 generell den apparativen Aufwand.

JP 2006176357 A2 offenbart den Einsatz von Aktivkohle bei erhöhter Temperatur und erhöhtem Druck, um aus einem Gemisch teilhydrierter Disilane Tetrachlordisilan und Pentachlor-
30 disilan teilweise zu HCDS umzusetzen. Hierdurch wird die HCDS-Ausbeute zwar gesteigert, im Produkt sind nach der Umsetzung jedoch noch erhebliche Mengen teilhydrierte Disilane enthalten, wodurch diese aufwändig destillativ abgetrennt werden müssen.

In der DE 3503262 wird der Einsatz von aprotischen Organostickstoff- und Organophosphorverbindungen bei Temperaturen von 20 bis 160°C unter Spaltung von Disilangemischen beschrieben. Die Zersetzung von

5 Pentachlordisilan kann schneller verlaufen als die von HCDS und durch Auswahl geeigneter Prozessparameter HCDS im Wesentlichen unzerstört erhalten werden. Die Organostickstoff- und Organophosphorverbindungen werden dabei in das Produktgemisch eingebracht und können eine Verunreinigungs-

10 quelle darstellen. Insbesondere die Gegenwart der Phosphorverbindungen kann aufgrund der Wirkung von Phosphor als Dotierstoff kritisch sein. Zudem entsteht gemäß dem beschriebenen Verfahren kein zusätzliches HCDS.

15 Aus der WO 2016/091240 A1 geht der Einsatz katalytisch aktiver Organostickstoff- und Organophosphorverbindungen zur Gewinnung von HCDS aus Prozessabgasströmen der Polysiliciumherstellung hervor. Neben der Umsetzung teilhydrierter Disilane zu HCDS können allerdings signifikante Mengen an Hochsiedern

20 auftreten. Dies kann insbesondere auf eine Disproportionierung der Disilane zurückzuführen sein, da die Katalysatoren als Disproportionierungskatalysatoren wirken können (vgl. CA1162028A). Auch hier kann es durch die Verwendung der Organostickstoff- und Organophosphorverbindungen zu einer

25 Kontamination des Zielproduktes kommen. Daneben sind die Ausbeuten an HCDS eher gering.

Der vorliegenden Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, ein effizientes Verfahren zur Herstellung von für den Einsatz in

30 der Elektronikindustrie geeignetem HCDS bereitzustellen, bei dem die aus dem Stand der Technik bekannten Nachteile vermieden werden.

Diese Aufgabe wird gelöst durch ein Verfahren zur Gewinnung von HCDS, das die folgenden Schritte umfasst:

- a) Inkontaktbringen von zumindest einem teilhydrierten Chlordisilan der allgemeinen Formel $H_xSi_2Cl_{(6-x)}$ mit $x = 1$ bis 5 in flüssigem Zustand mit einem festen unfunktionalisierten Adsorbermaterial, ausgewählt aus der Gruppe mit Silicate, Alumosilicate (z.B. Zeolithe, Molsiebe), organisches Polymer und Kombinationen daraus,
- b) gegebenenfalls Abtrennen des Hexachlordisilans (z.B. mittels Destillation) und/oder gegebenenfalls Abtrennen des Adsorbermaterials (z.B. mittels Filtration).

Vorzugsweise handelt es sich im Schritt a) um ein Gemisch, umfassend das zumindest eine teilhydrierte Chlordisilan.

- Es hat sich überraschend gezeigt, dass sich teilhydrierte Disilane selektiv zu HCDS umsetzen lassen, indem sie mit dem unfunktionalisierten Adsorbermaterial in Kontakt gebracht werden. Die Anwesenheit zusätzlicher Verbindungen wie Organostickstoff- und/oder Organophosphorverbindungen oder auch metall- und/oder halbmethallhaltiger Verbindungen ist nicht erforderlich.

- Unter dem Begriff „unfunktionalisiert“ soll insbesondere verstanden werden, dass das Adsorbermaterial vor dem Inkontaktbringen keine zusätzlichen chemisch gebundenen funktionellen Gruppen, insbesondere keine stickstoff- und phosphorhaltigen Gruppen, trägt. Handelt es sich um Silicate und/oder Alumosilicate sollen deren Struktureinheiten (Si-O-Si bzw. Al-O und Si-OH bzw. Al-OH) nicht als funktionelle Gruppe verstanden werden. Handelt es sich bei dem Adsorbermaterial um ein organisches Polymer, kann es bevorzugt sein, dass dieses ausschließlich aus Kohlenstoff- und Wasserstoffatomen aufgebaut ist oder zumindest keine Stickstoff- und

Phosphoratome umfasst. Ferner soll unter „unfunktionalisiert“ verstanden werden, dass das Adsorbiermaterial vor dem Inkontaktbringen nicht imprägniert wird, insbesondere nicht mit katalytisch aktiven Substanzen und/oder
5 Metallen/Halbmعادallen.

Im Gegensatz zu den aus dem Stand der Technik bekannten heterogenen und homogenen Katalysatoren (vgl. WO 2016/091240 A1) kann mit dem erfindungsgemäßen Verfahren eine zusätzliche
10 Ausbeute an HCDS von mehr als 30 Gew.-%, bevorzugt von mehr als 40 Gew.-%, besonders bevorzugt von mehr als 50 Gew.-%, insbesondere von mehr als 70 Gew.-%, erzeugt werden.

Der Druck und die Temperatur des Verfahrens, insbesondere des
15 Schritts a), werden so gewählt, dass das Gemisch beim Inkontaktbringen mit dem Adsorbiermaterial in flüssigem Aggregatzustand vorliegt. Vorzugsweise findet der Schritt a) in einem Druckbereich von 0,1 bis 2,1 MPa, besonders bevorzugt 0,11 bis 1,1 MPa, insbesondere 0,125 bis 0,6 MPa, statt. Die
20 Temperatur liegt vorzugsweise bei -50 bis 300°C, besonders bevorzugt bei -10 bis 200°C, besonders bevorzugt bei 0 bis 180°C. Generell verläuft der Schritt a) bereits optimal bei einer Temperatur von 20°C und einem Druck von 0,1 MPa. Bei den Druckangaben handelt es sich um den Absolutdruck.

25 Mit besonderem Vorteil kann nach dem Schritt a) der Anteil an nicht umgesetztem teilhydrierten Chlordisilan, bezogen auf dessen Menge vor dem Schritt a) (Anfangsgehalt) weniger als 10 %, bevorzugt weniger als 6 %, besonders bevorzugt weniger
30 als 3 %, betragen. Gegebenenfalls kann dieser Anteil auch weniger als 1 % betragen, was einem vollständigen oder nahezu vollständigen Umsatz (> 99 %) entspricht.

Insbesondere handelt es sich bei dem teilhydrierten Chlordisilan um Pentachlordisilan. Der Anteil an nicht umgesetztem Pentachlordisilan, bezogen auf dessen Anfangsgehalt, kann nach Schritt a) weniger als 5 %, bevorzugt weniger als 2 %, besonders bevorzugt weniger als 0,1 % betragen. Insbesondere wird kein Pentachlordisilan mehr nach Schritt a) beobachtet (Pentachlordisilan zu 100 % umgesetzt).

Das organische Polymer ist vorzugsweise ausgewählt aus der Gruppe mit Polystyrol, Polydivinylbenzol, Styrol-Divinylbenzol-Copolymer und Kombinationen daraus. Des Weiteren kann es sich um Polyethylen handeln, gegebenenfalls in Kombination mit den zuvor genannten Polymeren.

Vorzugsweise umfasst das unfunktionalisierte Adsorbermaterial ein Styrol-Divinylbenzol-Copolymer. Besonders bevorzugt handelt es sich bei dem Adsorbermaterial um ein Styrol-Divinylbenzol-Copolymer.

Bei dem Adsorbermaterial kann es sich auch um Aktivkohle handeln.

Das Adsorbermaterial kann in Form von Partikeln und/oder Fasern vorliegen. Besonders bevorzugt liegt es in partikulärer Form vor und weist vorzugsweise eine Oberfläche von 200 bis 2000 m²/g, besonders bevorzugt von 400 bis 1000 m²/g, insbesondere von 500 bis 850 m²/g, auf. Die Oberfläche kann bspw. mittels BET-Messung erfolgen (DIN ISO 9277).

Beispielsweise kann es sich um Partikel mit einer mittleren Partikelgröße (= mittlerer Partikeldurchmesser) von 0,149 bis 4,760 mm (4 bis 100 mesh), bevorzugt 0,177 bis 2,0 mm (10 bis 80 mesh), besonders bevorzugt 0,210 bis 1,410 mm (14 bis 70 mesh), handeln. Die Bestimmung der mittleren Partikelgröße

kann mittels dynamischer Bildanalyse (ISO 13322-2), Laserstreuung oder Siebung erfolgen.

Das Adsorbermaterial kann ferner porös ausgebildet sein.

- 5 Insbesondere kann es sich um makroporöse Partikel handeln. Vorzugsweise weist das Adsorbermaterial einen mittleren Porendurchmesser von 1 bis $900 \cdot 10^{-10}$ m, bevorzugt von 2 bis $450 \cdot 10^{-10}$ m, besonders bevorzugt von 4 bis $200 \cdot 10^{-10}$ m, insbesondere von 5 bis $125 \cdot 10^{-10}$, auf.

10

Das Adsorbermaterial kann durch das Inkontaktbringen mit Hexachlordisilan oder mit einem dieses enthaltenden Gemischs ein Quellverhalten zeigen. Vorzugsweise liegt die Volumenzunahme (Quellung) eines partikelförmigen Adsorbermaterials
15 allerdings bei $\leq 7\%$, besonders bevorzugt $\leq 6\%$, insbesondere bei $\leq 5\%$.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird vorzugsweise wasserfrei oder zumindest im Wesentlichen wasserfrei durchgeführt. Unter
20 im Wesentlichen wasserfrei soll verstanden werden, dass Spuren von Wasser im Adsorbermaterial enthalten sein können. Üblicherweise sind weniger als 5 Gew.-%, bevorzugt weniger als 3 Gew.-%, besonders bevorzugt weniger als 2 Gew.-%, enthalten.

25

Für die Wirkungsweise ist es grundsätzlich unerheblich, dass das Adsorbermaterial die genannten Spuren an Wasser aufweist.

Um Verluste durch eine Chlordisilan-Hydrolyse zu vermeiden, wird für gewöhnlich der Wassergehalt so gering wie möglich gehalten. Grundsätzlich wird also keine Feuchtigkeit

30

zusätzlich zugeführt. Es ist grundsätzlich zwar nicht erforderlich, das Adsorbermaterial einem dem Schritt a) vorgelagerten Trockenschritt zu unterziehen, da der genannte Wasseranteil bei üblichen Adsorbermaterialien regelmäßig nicht überschritten wird. Allerdings kann es u.U. dennoch bevorzugt

sein, vor dem Schritt a) einen Trocknungsschritt durchzuführen.

Die eingesetzten Chlordisilane sind generell wasserfrei,
5 unabhängig davon, ob sie als Bestandteil eines Gemisches vorliegen oder einzeln.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform liegt in Schritt a) das Adsorbermaterial als Festbett in einem oder mehreren in
10 Reihe oder parallel angeordneten Behältern vor, die von dem teilhydrierten Chlordisilan bzw. einem dieses enthaltenden Gemischs kontinuierlich durchströmt werden. Vorzugsweise wird die Rückhaltung des als Festbett vorliegenden Adsorbermaterials mit einem Sieb oder einer Lochblende umgesetzt. Auf
15 diese Weise kann ein zusätzlicher Trennschritt (Schritt b) entfallen.

Die hydrodynamische Verweilzeit τ des teilhydrierten Chlordisilans oder eines dieses enthaltenden Gemischs in einem
20 mit dem Adsorbermaterial gefüllten Reaktionsvolumen (dabei kann es sich um einen oder mehrere Behälter handeln) beträgt bevorzugt 1 min bis 1800 min, besonders bevorzugt 10 bis 240 min, insbesondere 15 bis 60 min. τ berechnet sich nach

$$\tau = \frac{V_R}{\dot{V}}, \text{ wobei}$$

25 V_R : Reaktionsvolumen: mit dem Adsorbermaterial gefülltes Volumen [m³],
 \dot{V} : Volumenstrom des Chlordisilans [m³/min].

Grundsätzlich kann das teilhydrierte Chlordisilan oder ein
30 dieses enthaltende Gemisch auch eine vorgegebene Zeitspanne mit dem Adsorbermaterial als Festbett oder als Wirbelbett in Kontakt bleiben und danach gemäß Schritt b) abgetrennt werden (diskontinuierliche Verfahrensführung). Die Verweilzeit

beträgt dabei vorzugsweise weniger als 24 h, besonders bevorzugt weniger als 4 h, insbesondere weniger als 1 h. Das Abtrennen kann im einfachsten Fall durch ein Ablassen aus einem Behälter erfolgen, wobei das feste Adsorbermaterial
5 durch ein Sieb oder eine Lochblende zurückgehalten wird. Unter Umständen kann bei einer längeren Verweilzeit eine teilweise Zersetzung des Zielproduktes auftreten.

Vorzugsweise erfolgt das Abtrennen des Adsorbermaterials im
10 Schritt b) durch eine Fest-Flüssig-Trennung, insbesondere durch eine Filtration.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform ist das zumindest eine teilhydrierte Chlordisilan Bestandteil eines Gemischs,
15 enthaltend mindestens ein Chlorsilan der allgemeinen Formel $H_{(4-x)}SiCl_x$ mit $x = 1$ bis 4.

Bei dem Gemisch kann es sich insbesondere um einen Abgasstrom aus der Herstellung von Polysilicium durch Wasserstoff-
20 reduktion von Chlorsilan handeln (z.B. Siemens-Verfahren).

Des Weiteren kann es sich bei dem Gemisch um einen Abgasstrom aus der Herstellung von Tetrachlorsilan durch Hydrierung handeln (z.B. Hochtemperaturkonvertierung).
25

In beiden Verfahren kann ein höher hydriertes Silan ausgewählt aus der Gruppe mit Silan, Monochlorsilan und Dichlorsilan zugesetzt werden, um den Anteil an HCDS im Abgasstrom zu erhöhen.
30

Da die Abgase in der Regel gasförmig anfallen, werden sie vorzugsweise mittels Kondensation vor dem Schritt a) verflüssigt.

In dem Gemisch sind insbesondere Chlorsilane und Chlordisilane ausgewählt aus der Gruppe mit Dichlorsilan, Trichlorsilan, Tetrachlorsilan, Dichlordisilan, Trichlordisilan, Tetrachlordisilan, Pentachlordisilan und HCDS enthalten.

5

Es kann vorgesehen sein, dass in dem Gemisch enthaltene niedrigsiedende Chlorsilane vor dem Inkontaktbringen mit dem Adsorbermaterial, insbesondere mittels Destillation, abgetrennt werden. Unter niedrigsiedenden Chlorsilanen sind
10 solche zu verstehen, die einen niedrigeren Siedepunkt als Siliciumtetrachlorid (57,65°C bei Normaldruck) aufweisen. Gegebenenfalls kann sich an diesen Trennschritt noch eine Filtration anschließen.

15

Handelt es sich bei dem für Schritt a) bereitgestellten Gemisch um einen Abgasstrom aus der Herstellung von Polysilicium, kann die Abscheidung des Polysiliciums derart durchgeführt werden, dass der Gehalt an HCDS im kondensierten Abgasstrom erhöht ist. Dies kann z.B. durch Zugabe

20

zusätzlicher Mengen an höher hydrierten Chlorsilanen der Formel $H_{(4-x)}SiCl_x$ mit $x = 2$ bis 4 (z.B. Dichlorsilan) während der Abscheidung erreicht werden. Diese besonders wirtschaftliche Verfahrensweise hat zwar generell den

25

Nachteil, dass verstärkt auch teilhydrierte Disilane gebildet werden. Allerdings können diese nun durch das erfindungsgemäße Verfahren effizient zu HCDS umgesetzt werden. Ohne die Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens würden die teilhydrierten Silane einen erhöhten Trennaufwand und verstärkte Abfallmengen erzeugen.

30

Nach dem Schritt a) weist das Gemisch einen erhöhten Gehalt an HCDS auf und der Anteil an teilhydrierten Disilanen ist stark verringert. Nach dem Schritt a) berechnet sich der Anteil Y an teilhydrierten Disilanen (Summe aus: Pentachlordisilan,

Tetrachlordisilan; Trichlordisilan; Dichlordisilan) bezogen auf den Anteil an HCDS nach:

$$Y = X_{part}/X_{HCDS}$$

mit:

5 X_{part} = Massenanteil teilhydrierter Disilane in Gew.-%

X_{HCDS} = Massenanteil HCDS in Gew.-%

Insbesondere kann mit dem erfindungsgemäßen Verfahren der Wert für Y stark reduziert werden. So beträgt das Verhältnis Z aus dem Wert für Y nach dem Schritt a) Y_1 und dem Wert für Y vor dem Schritt a) Y_0 vorzugsweise weniger als 10, besonders bevorzugt weniger als 6, insbesondere weniger als 3.

$$Z = Y_1/Y_0$$

15

mit

Y_1 = Anteil an teilhydrierten Disilanen bezogen auf HCDS nach Schritt a)

20 Y_0 = Anteil an teilhydrierten Disilanen bezogen auf HCDS vor Schritt a).

Dies wird erreicht durch einen Umsatz an Pentachlordisilan, Tetrachlordisilan, Trichlordisilan und Dichlordisilan von jeweils > 85 %, bevorzugt von jeweils > 95 %, besonders
25 bevorzugt von jeweils > 97 %, insbesondere von jeweils > 99 %.

Hierbei berechnet sich der Umsatz nach:

$$U = 1 - c/c_0$$

mit:

30 U = Umsatz der jeweiligen Komponente

c = Konzentration der jeweiligen Komponente nach Schritt a) im Gemisch in Gew.-%

c_0 = Konzentration der jeweiligen Komponente vor Schritt a) im Gemisch in Gew.-%

Insbesondere kann das generell schwierig abzutrennende Pentachlordisilan auf einen Anteil (bezogen auf HCDS) von < 1,0 %, bevorzugt < 0,1 % besonders bevorzugt < 0,01 %, reduziert werden.

5

Aus dem nach Schritt a) erhaltenen Gemisch können in Schritt b) Chlorsilane der allgemeinen Formel $H_{(4-x)}SiCl_x$ mit $x = 1-4$, insbesondere mit $x = 1-2$ als Destillat abgetrennt werden. Aus der verbleibenden Hochsiederfraktion kann HCDS gewonnen

10

werden, ohne dass noch eine weitere Destillation zur Abtrennung von Chlordisilanen der allgemeinen Formel $H_{(x)}Si_2Cl_{6-x}$ mit $x = 1-4$ erfolgen muss. Insbesondere kann dieser letzte Destillationsschritt entfallen, wenn das Gemisch vor dem Schritt a) keine höhersiedenden Verbindungen (d.h. mit einem Siedepunkt größer dem von HCDS, z.B. Si (z.B. Staub) oder Si_3Cl_8) enthalten sind, da diese im Schritt a) grundsätzlich nicht als Nebenprodukt anfallen.

15

Bevorzugt weist das im Schritt a) eingesetzte Gemisch einen Gehalt an Verunreinigungen (Metalle und Dotierstoffe wie z.B. Phosphor) von jeweils nicht mehr als 100 ppbw, besonders bevorzugt von jeweils nicht mehr als 10 ppbw, insbesondere bevorzugt von jeweils nicht mehr als 5 ppbw auf. Damit kann eine weitere Aufreinigung zur Abtrennung dieser Verunreinigungen entfallen. Auch der Gehalt an Stickstoff liegt für gewöhnlich in den genannten Grenzen. Durch den Einsatz des unfunktionalisierten Adsorbermaterials bleibt die grundsätzlich hohe Reinheit des Gemischs erhalten.

20

Vorzugsweise wird vor dem Schritt a) und/oder nach dem Schritt a) und gegebenenfalls nach dem Schritt b) die Konzentration teilhydrierter Chlordisilane und/oder von HCDS bestimmt. Auf diese Weise kann beispielsweise bei einem kontinuierlichen Durchströmen des Adsorbermaterials als Festbett der

30

Massenstrom des Gemischs angepasst werden. Die Bestimmung der Konzentration kann mittels Gaschromatographie mit Wärmeleitfähigkeitsdetektor (GC-WLD) erfolgen, wobei die Probenentnahme vorzugsweise kontinuierlich erfolgt.

5

Es kann vorgesehen sein, den Schritt a) zweimal oder mehrmals hintereinander durchzuführen.

Ein weiterer Aspekt der Erfindung betrifft die Verwendung des Adsorbentmaterials zur Gewinnung von HCDS, insbesondere nach dem beschriebenen Verfahren. Bezüglich der weiteren Ausgestaltung des Adsorbentmaterials kann auf die bisherige Beschreibung verwiesen werden.

15 **Beispiel 1**

Zu 3,75 g eines Gemischs, enthaltend Chlorsilane der allgemeinen Formel $H_{(4-x)}SiCl_x$ mit $x = 1$ bis 4, teilhydrierte Disilane der allgemeinen Formel $H_xSi_2Cl_{(6-x)}$ mit $x = 1$ bis 5 und HCDS wurden 0,15 g des unfunktionalisierten Adsorbentmaterials zugegeben. Nach 24 h Verweilzeit bei 22°C wurde das Adsorbentmaterial mittels Filtration abgetrennt und das erhaltene Gemisch mittels Gaschromatographie mit Wärmeleitfähigkeitsdetektor (GC-WLD) analysiert. Als Adsorbentmaterial wurde ein Styrol-Divinylbenzol-Copolymer eingesetzt (z.B. Amberlite XAD-4). Die Partikelgröße betrug 0,25-0,84 mm (20-60 mesh), die Oberfläche 750 m²/g und das unfunktionalisierte Adsorbentmaterial wies einen mittleren Porendurchmesser von $50 \cdot 10^{-10}$ m auf.

30

Komponente	vor Schritt a)	nach Schritt b)
Dichlorsilan/ Gew.-%	0,0000	0,0577
Trichlorsilan/ Gew.-%	0,0010	0,7589

Tetrachlorsilan/ Gew.-%	98,5769	98,1206
Dichlordisilan/ Gew.-%	0,0248	0,0026
Trichlordisilan/ Gew.-%	0,0223	0,0071
Tetrachlordisilan/ Gew.-%	0,2141	0,0247
Pentachlordisilan/ Gew.-%	0,5874	0,0000
HCDS/ Gew.-%	0,5735	0,9673

Tabelle 1

Wie aus Tabelle 1 ersichtlich, konnte nach dem Schritt b) ein erhöhter Anteil an HCDS gefunden werden (169 % des HCDS-Anteils im eingesetzten Gemisch). Der Anteil der teilhydrierten Chlordisilane bezogen auf HCDS reduzierte sich auf 2,4 % des Anfangswertes (im eingesetzten Gemisch). Pentachlordisilan wurde innerhalb der Nachweisgrenze sogar komplett umgesetzt.

10

Beispiel 2

Zu 7,4 g eines Gemischs, enthaltend Chlorsilane der allgemeinen Formel $H_{(4-x)}SiCl_x$ mit $x = 1$ bis 4, teilhydrierte Disilane der allgemeinen Formel $H_xSi_2Cl_{(6-x)}$ mit $x = 1$ bis 5 und HCDS wurden 0,30 g des unfunktionalisierten Adsorbentmaterials zugegeben. Nach 60 min Verweilzeit bei 22°C wurde das Adsorbentmaterial mittels Filtration abgetrennt und das erhaltene Gemisch wie unter Beispiel 1 analysiert. Als Adsorbentmaterial wurde das aus Beispiel 1 eingesetzt.

20

Komponente	vor Schritt a)	nach Schritt b)
Dichlorsilan/ Gew.-%	0,0000	0,0516
Trichlorsilan/ Gew.-%	0,0033	0,5532
Tetrachlorsilan/ Gew.-%	98,6801	98,2499

Dichlordisilan/ Gew.-%	0,0215	0,0033
Trichlordisilan/ Gew.-%	0,0165	0,0008
Tetrachlordisilan/ Gew.-%	0,1837	0,0236
Pentachlordisilan/ Gew.-%	0,5350	0,0305
HCDS/ Gew.-%	0,5599	1,0481

Tabelle 2

Selbst bei einer Verweilzeit von 60 min konnte ein deutlich erhöhter Anteil an HCDS gefunden werden wie aus Tabelle 2
 5 hervorgeht (187 % des HCDS-Anteils im eingesetzten Gemisch). Bei dieser Verweilzeit ist der Umsatz der teilhydrierten Chlordisilane etwas geringer. Der Anteil der teilhydrierten Chlordisilane bezogen auf HCDS reduzierte sich auf 4,1 % des Anfangswertes (im eingesetzten Gemisch). Pentachlordisilan
 10 wurde zu 94,3 % umgesetzt.

Beispiel 3

Zu 3,75 g eines Gemischs, enthaltend Chlorsilane der
 15 allgemeinen Formel $H_{(4-x)}SiCl_x$ mit $x = 1$ bis 4, teilhydrierte Disilane der allgemeinen Formel $H_xSi_2Cl_{(6-x)}$ mit $x = 1$ bis 5 und HCDS wurden 0,15 g des Adsorbermaterials zugegeben. Nach 27 h Verweilzeit bei 22°C wurde das Adsorbermaterial mittels
 20 Filtration abgetrennt und das erhaltene Gemisch wie unter Beispiel 1 analysiert. Als Adsorbermaterial wurde ein Styrol-Divinylbenzol-Copolymer eingesetzt (z.B. Amberlite XAD-1180). Die Partikelgröße betrug 0,25-0,84 mm (20-60 mesh), die Oberfläche 600 m²/g und das Adsorbermaterial wies einen mittleren Porendurchmesser von $300 \cdot 10^{-10}$ m auf.

25

Komponente	vor Schritt a)	nach Schritt b)
Dichlorsilan/ Gew.-%	0,0000	0,0422

Trichlorsilan/ Gew.-%	0,0025	0,6958
Tetrachlorsilan/ Gew.-%	98,7228	98,3846
Dichlordisilan/ Gew.-%	0,0224	0,0031
Trichlordisilan/ Gew.-%	0,0088	0,0066
Tetrachlordisilan/ Gew.-%	0,1711	0,0384
Pentachlordisilan/ Gew.-%	0,5252	0,0004
HCDS/ Gew.-%	0,5472	0,7410

Tabelle 3

Nach dem Schritt b) konnte ein erhöhter Anteil an HCDS festgestellt werden (Tabelle 3; 135 % des HCDS-Anteils im eingesetzten Gemisch). Der Anteil der teilhydrierten Chlordisilane bezogen auf HCDS reduzierte sich auf 4,9 % des Anfangswertes (im eingesetzten Gemisch). Pentachlordisilan wurde innerhalb der Nachweisgrenze zu über 99,9 % umgesetzt.

10 Vergleichsbeispiel 4

Der Versuchsaufbau war analog dem Beispiel 1, allerdings wurde ein aminofunktionalisiertes Polymerharz (Amberlyst 21 A) Adsorbentmaterial gemäß WO 2016/091240 A1 eingesetzt.

15

Komponente	vor Schritt a)	nach Schritt b)
Dichlorsilan/ Gew.-%	0,0000	0,0120
Trichlorsilan/ Gew.-%	0,0025	0,9794
Tetrachlorsilan/ Gew.-%	98,7228	98,6081
Dichlordisilan/ Gew.-%	0,0224	0,0000
Trichlordisilan/ Gew.-%	0,0088	0,0000
Tetrachlordisilan/ Gew.-%	0,1711	0,0243

Pentachlordisilan/ Gew.-%	0,5252	0,0015
HCDS/ Gew.-%	0,5472	0,2123

Tabelle 4

Zwar verringerte sich der Anteil der teilhydrierten Chlordisilane bezogen auf das HCDS auf 9,2 % des Anfangswertes, allerdings fiel diese Abnahme deutlich kleiner aus als nach dem erfindungsgemäßen Verfahren (vgl. Tabelle 4). Zudem verringerte sich auch der Anteil von HCDS im Gemisch auf 39 % des Anteils im eingesetzten Gemisch.

10 Vergleichsbeispiel 5

Der Versuchsaufbau war analog dem Beispiel 3, allerdings wurde ein N-funktionalisiertes Polymerharz (Seplite LSC 794) Adsorbermaterial gemäß WO 2016/091240 A1 eingesetzt.

15

Komponente	vor Schritt a)	nach Schritt b)
Dichlorsilan/ Gew.-%	0,0000	0,0021
Trichlorsilan/ Gew.-%	0,0025	0,0480
Tetrachlorsilan/ Gew.-%	98,7228	98,9191
Dichlordisilan/ Gew.-%	0,0224	0,0216
Trichlordisilan/ Gew.-%	0,0088	0,0025
Tetrachlordisilan/ Gew.-%	0,1711	0,0932
Pentachlordisilan/ Gew.-%	0,5252	0,3938
HCDS/ Gew.-%	0,5472	0,5123

Tabelle 5

Aus der Tabelle 5 geht eine insgesamt niedrige Reaktivität hervor. Pentachlordisilan wurde nur mit einem Umsatz von

25,0 % umgesetzt. Ferner kam es zu einer Reduktion der HCDS-Ausbeute (94 % des HCDS-Anteils im eingesetzten Gemisch).

Vergleichsbeispiel 6

5

Der Versuchsaufbau war analog dem Beispiel 2, allerdings wurde ein aminofunktionalisiertes Polymerharz (Amberlyst 21 A) als Adsorbiermaterial gemäß WO 2016/091240 A1 eingesetzt.

Komponente	vor Schritt a)	nach Schritt b)
Dichlorsilan/ Gew.-%	0,0000	0,0198
Trichlorsilan/ Gew.-%	0,0033	0,6114
Tetrachlorsilan/ Gew.-%	98,6801	98,5583
Dichlordisilan/ Gew.-%	0,0215	0,0046
Trichlordisilan/ Gew.-%	0,0165	0,0022
Tetrachlordisilan / Gew.-%	0,1837	0,0474
Pentachlordisilan / Gew.-%	0,5350	0,0902
HCDS/ Gew.-%	0,5599	0,6243

10

Tabelle 6

Bei einer Verweilzeit von 60 min konnte gemäß Tabelle 6 ein leicht erhöhter Anteil an HCDS gefunden werden (112 % des HCDS-Anteils im eingesetzten Gemisch). Bei dieser Verweilzeit ist der Umsatz der teilhydrierten Chlordisilane geringer. Der Anteil der teilhydrierten Chlordisilane bezogen auf HCDS reduzierte sich auf 17,1 % des Anfangswertes (im eingesetzten Gemisch). Pentachlordisilan wurde zu 83,1 % umgesetzt. Es zeigt sich deutlich, dass im Vergleichsbeispiel nur sehr viel geringere Ausbeuten an HCDS erhalten werden und bei wirtschaftlich wichtigen kurzen Verweilzeiten der Umsatz der teilhydrierten Disilane deutlich geringer ist als beim erfindungsgemäßen Verfahren.

15

20

Patentansprüche

1. Verfahren zur Gewinnung von Hexachlordisilan, umfassend
c) Inkontaktbringen von zumindest einem teilhydrierten
5 Chlordisilan der allgemeinen Formel $H_xSi_2Cl_{(6-x)}$ mit $x = 1$
bis 5 in flüssigem Zustand mit einem festen
unfunktionalisierten Adsorbermaterial, ausgewählt aus
der Gruppe mit Silicate, Alumosilicate, organisches
Polymer und Kombinationen daraus,
10 d) gegebenenfalls Abtrennen des Hexachlordisilans und/oder
gegebenenfalls Abtrennen des Adsorbermaterials.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass es
15 sich bei dem teilhydrierten Chlordisilan um
Pentachlordisilan handelt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet,
dass das organische Polymer ausgewählt ist aus der Gruppe
mit Polystyrol, Polydivinylbenzol, Styrol-Divinylbenzol-
20 Copolymer und Kombinationen daraus.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch
gekennzeichnet, dass es sich bei dem unfunktionalisierten
Adsorbermaterial um ein Styrol-Divinylbenzol-Copolymer
25 handelt.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch
gekennzeichnet, dass das unfunktionalisierte Adsorber-
material in einer mittleren Partikelgröße von 0,149 bis
30 4,760 mm, bevorzugt 0,177 bis 2,0 mm, besonders bevorzugt
0,210 bis 1,410 mm, vorliegt.
6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch
gekennzeichnet, dass das unfunktionalisierte Adsorber-

material eine Oberfläche von 200 bis 2000 m²/g, bevorzugt von 400 bis 1000 m²/g, insbesondere von 500 bis 850 m²/g, aufweist.

- 5 7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das unfunktionalisierte Adsorbiermaterial einen mittleren Porendurchmesser von 1 bis 900 *10⁻¹⁰ m, bevorzugt von 2 bis 450 *10⁻¹⁰ m, besonders bevorzugt von 4 bis 200 *10⁻¹⁰ m, insbesondere von 5 bis 10 125 *10⁻¹⁰ m, aufweist.
8. Verfahren nach einem der vorherigen Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das unfunktionalisierte Adsorbiermaterial vor dem Inkontaktbringen einen Anteil Wasser von 15 weniger als 5 Gew.-%, bevorzugt weniger als 3 Gew.-%, besonders bevorzugt weniger als 2 Gew.-%, enthält.
9. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das zumindest eine teilhydrierte 20 Chlordisilan Bestandteil ist eines Gemischs, enthaltend mindestens ein Chlorsilan der allgemeinen Formel H_(4-x)SiCl_x mit x = 1 bis 4.
10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass es 25 sich bei dem Gemisch um einen Abgasstrom aus der Herstellung von polykristallinem Silicium durch Wasserstoffreduktion von Chlorsilan handelt.
11. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass es 30 sich bei dem Gemisch um einen Abgasstrom aus der Herstellung von Tetrachlorsilan durch Hydrierung handelt.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 9 bis 11, dadurch gekennzeichnet, dass in dem Gemisch enthaltene

niedrigsiedende Chlorsilane vor dem Inkontaktbringen mit dem unfunktionalisierten Adsorbermaterial abgetrennt werden.

- 5 13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass nach dem Schritt a) der Anteil an nicht umgesetztem teilhydrierten Chlordisilan weniger als 10 %, bevorzugt weniger als 6 %, besonders bevorzugt weniger als 3 %, beträgt, bezogen auf den jeweiligen Anfangsgehalt des Chlordisilans.
- 10
14. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Anteil an nicht umgesetztem Pentachlordisilan weniger als 5 Gew.-%, bevorzugt weniger als 2 Gew.-%, besonders bevorzugt 0,1 Gew.-%, beträgt, bezogen auf dessen Anfangsgehalt.
- 15
15. Verwendung eines festen unfunktionalisierten Adsorbermaterials, ausgewählt aus der Gruppe mit Silicate, Alumosilicate, organisches Polymer und Kombinationen daraus zur Gewinnung von Hexachlordisilan durch Inkontaktbringen des Adsorbermaterials mit zumindest einem teilhydrierten Chlordisilan der allgemeinen Formel $H_xSi_2Cl_{(6-x)}$ mit $x = 1$ bis 5 in flüssigem Zustand.
- 20
- 25

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/EP2020/054490

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER <i>C01B 33/107</i> (2006.01)i		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C01B		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal, CHEM ABS Data, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	YE WAN, XIONG ZHAO, DAZHOU YAN, YU ZHAO, SHUHU GUO, LEI WANG, DIAN YANG. "The Research about Preparation of High Purity Hexachlorodisilane" <i>IOP CONF. SERIES: MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING: MATER. SCI. ENG.</i> , Vol. 274, 2017, pages 1-7 DOI: 10.1088/1757-899X/274/1/012125 012125, XP002800700 the whole document	1-15
A	CN 106966397 A (CHINA SILICON CORP LTD; CHINA ENFI ENG CORP) 21 July 2017 (2017-07-21) abstract	1-15
A	& "Method for recycling hexachlorodisilane" Thomson Scientific, London, GB; , AN 2017-51377X, Retrieved from: DATABASE WPI [online] XP002800702 the whole document & CN 106966397 A (CHINA SILICON CORP LTD; CHINA ENFI ENG CORP) 21 July 2017 (2017-07-21)	1-15
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
<p>* Special categories of cited documents:</p> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> <p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>"&" document member of the same patent family</p>		
Date of the actual completion of the international search 16 October 2020		Date of mailing of the international search report 05 November 2020
Name and mailing address of the ISA/EP European Patent Office p.b. 5818, Patentlaan 2, 2280 HV Rijswijk Netherlands Telephone No. (+31-70)340-2040 Facsimile No. (+31-70)340-3016		Authorized officer Siebel, Eric Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/EP2020/054490

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2016091240 A1 (SILICON PRODUCTS BITTERFELD GMBH & CO KG [DE] ET AL.) 16 June 2016 (2016-06-16) claims 1-7	1-15
<hr/>		

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/EP2020/054490

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
CN	106966397	A	21 July 2017	NONE	
WO	2016091240	A1	16 June 2016	CN 107207267	A 26 September 2017
				DE 102014018435	A1 16 June 2016
				EP 3230206	A1 18 October 2017
				KR 20170091623	A 09 August 2017
				WO 2016091240	A1 16 June 2016

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES INV. C01B33/107 ADD.		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC		
B. RECHERCHIERTE GEBIETE		
Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole) C01B		
Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen		
Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe) EPO-Internal, CHEM ABS Data, WPI Data		
C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	YE WAN, XIONG ZHAO, DAZHOU YAN, YU ZHAO, SHUHU GUO, LEI WANG, DIAN YANG: "The Research about Preparation of High Purity Hexachlorodisilane", IOP CONF. SERIES: MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING: MATER. SCI. ENG., Bd. 274, 012125, 2017, Seiten 1-7, XP002800700, DOI: 10.1088/1757-899X/274/1/012125 das ganze Dokument	1-15
A	----- CN 106 966 397 A (CHINA SILICON CORP LTD; CHINA ENFI ENG CORP) 21. Juli 2017 (2017-07-21) Zusammenfassung -/--	1-15
<input checked="" type="checkbox"/> Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen <input checked="" type="checkbox"/> Siehe Anhang Patentfamilie		
* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen : "A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist "E" frühere Anmeldung oder Patent, die bzw. das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist "L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht "P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist "T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absenddatum des internationalen Recherchenberichts	
16. Oktober 2020	05/11/2020	
Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Bevollmächtigter Bediensteter Siebel, Eric	

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	& DATABASE WPI Thomson Scientific, London, GB; AN 2017-51377X XP002800702, "Method for recycling hexachlorodisilane", & CN 106 966 397 A (CHINA SILICON CORP LTD; CHINA ENFI ENG CORP) 21. Juli 2017 (2017-07-21) das ganze Dokument -----	1-15
A	WO 2016/091240 A1 (SILICON PRODUCTS BITTERFELD GMBH & CO KG [DE] ET AL.) 16. Juni 2016 (2016-06-16) Ansprüche 1-7 -----	1-15

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2020/054490

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
CN 106966397	A	21-07-2017	KEINE

WO 2016091240	A1	16-06-2016	CN 107207267 A 26-09-2017
			DE 102014018435 A1 16-06-2016
			EP 3230206 A1 18-10-2017
			KR 20170091623 A 09-08-2017
			WO 2016091240 A1 16-06-2016
