



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102101669 A

(43) 申请公布日 2011.06.22

(21) 申请号 201110085444.6

(22) 申请日 2011.04.07

(71) 申请人 应盛荣

地址 324000 浙江省衢州市凤起路银桂小区
(紫桂云居) 58 幢一单元 101 号

(72) 发明人 应盛荣

(74) 专利代理机构 杭州裕阳专利事务所(普通合伙) 33221

代理人 江助菊

(51) Int. Cl.

C01B 31/36(2006.01)

C01B 7/19(2006.01)

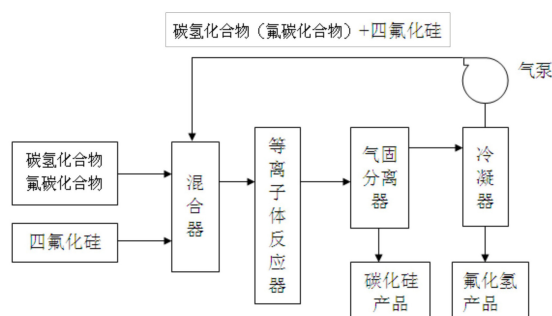
权利要求书 1 页 说明书 9 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种以四氟化硅为原料生产高纯碳化硅和氟化氢的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种以四氟化硅为原料生产高纯碳化硅和氟化氢的方法,其具体步骤如下:将碳氢化合物气体和氟碳化合物气体中的一种或两种的混合物,与四氟化硅气体一起通入已充满氢气的等离子体反应器内,在等离子体的作用下发生化学反应,生成碳化硅固体和氟化氢气体。本发明具有工艺路线新颖、合理,装备要求低,容易实现工业化以及低能耗的优点。



1. 一种以四氟化硅为原料生产高纯碳化硅和氟化氢的方法,其特征在于:将碳氢化合物气体和氟碳化合物气体中的一种或两种的混合物,与四氟化硅气体一起通入已充满氢气的等离子体反应器内,在等离子体的作用下发生化学反应,生成碳化硅固体和氟化氢气体。

2. 如权利要求1所述的以四氟化硅为原料生产高纯碳化硅和氟化氢的方法,其特征在于:所述碳氢化合物是指烷烃、烯烃、炔烃、环烷烃、芳香烃中的一种或两种以上的混合物,氟碳化合物是指氟碳烷烃、氟碳烯烃中的一种或两种以上的混合物。

3. 如权利要求2所述的以四氟化硅为原料生产高纯碳化硅和氟化氢的方法,其特征在于:所述碳氢化合物是甲烷。

4. 如权利要求1所述的以四氟化硅为原料生产高纯碳化硅和氟化氢的方法,其特征在于:在反应气体通入等离子体反应器之前,等离子体反应器及与反应系统连接的所有装置先抽真空,然后通入氢气或碳氢化合物气体或氟碳化合物气体进行系统气流清洗,清洗后使整个系统充满氢气或碳氢化合物气体或氟碳化合物气体。

5. 如权利要求4所述的以四氟化硅为原料生产高纯碳化硅和氟化氢的方法,其特征在于:在对等离子反应器进行抽真空前将衬底材料放入等离子体反应器内,化学反应生成的碳化硅粉可直接在衬底材料上沉积并形成单晶碳化硅薄膜。

6. 如权利要求1-5任一权利要求所述的以四氟化硅为原料生产高纯碳化硅和氟化氢的方法,其特征在于:通入等离子体反应器内的反应的气体中的硅、碳原子摩尔比值为 $1:1 \sim 1:10$;且反应器内的氢气与通入的四氟化硅气体的原子摩尔比值为 $10:1 \sim 1:0$ 。

7. 如权利要求6所述的以四氟化硅为原料生产高纯碳化硅和氟化氢的方法,其特征在于:用于反应的四氟化硅气体、碳氢化合物气体或氟碳化合物气体是根据反应需要分别通入等离子体反应器的;或是根据反应需要预先在混合器内混合好后再通入等离子体反应器内的。

8. 如权利要求1所述的以四氟化硅为原料生产高纯碳化硅和氟化氢的方法,其特征在于:四氟化硅气体采用磷肥生产过程的副产四氟化硅、或氟硅酸分解后的四氟化硅、或氟硅酸盐热分解的四氟化硅、或氟硅酸盐与硫酸反应后的四氟化硅、或萤石粉与硫酸反应产生的四氟化硅、或氟化盐混合二氧化硅与硫酸反应产生的四氟化硅。

9. 如权利要求1所述的以四氟化硅为原料生产高纯碳化硅和氟化氢的方法,其特征在于:反应生成的碳化硅、氟化氢气体和未反应的原料气体共同进入气固分离装置,碳化硅固体被分离出来,成为高纯度碳化硅产品;氟化氢气体、未反应的原料气体一起进入冷凝器,冷凝器温度设置为 $-15^{\circ}\text{C} \sim 15^{\circ}\text{C}$,在此温度条件下氟化氢气体被冷凝为液态,但未反应的原料仍然是气体状态可返回到混合器内或等离子反应器内重新利用。

10. 如权利要求1所述的以四氟化硅为原料生产高纯碳化硅和氟化氢的方法,其特征在于:四氟化硅的纯度为 $99.9\% \sim 99.9999\%$;碳氢化合物或氟碳化合物的纯度为 $99.9\% \sim 99.9999\%$;氢气的纯度为 $99.9\% \sim 99.9999\%$ 。

一种以四氯化硅为原料生产高纯碳化硅和氟化氢的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种生产高纯碳化硅和氟化氢的方法,更具体地说是一种以四氯化硅与碳氢化合物、碳氟化合物为原料生产氟化氢和高纯碳化硅以及单晶碳化硅薄膜基板的方法。

背景技术

[0002] 碳化硅(SiC)是继第一代半导体材料硅和第二代半导体材料砷化镓(GaAs)后发展起来的第三代半导体材料。由于 SiC 具有宽带隙、高临界击穿电场、高热导率、高载流子饱和浓度、低热膨胀系数、抗辐射能力强等特点,使得它在高温、高频、大功率光电器件方面具有优越的应用价值,并可逐步取代现有的硅和砷化镓基光电器件。

[0003] 碳化硅还有着优越的光学特性,可以作为 Si 基光电子器件、Si 基太阳能电池的衬底和窗口层材料。同时由于碳化硅材料的禁带宽度较大,有着短波发光特性,使得碳化硅可应用于制作短波长发光器件以及紫外探测器。

[0004] SiC 晶须(也称为纳米线)是一种具有优良性能的一维材料,具有高熔点、高强度、高杨氏模量、高耐热性、抗腐蚀性、耐磨性及低热膨胀系数等优越的机械性能,被广泛应用于微机电系统和制作特殊陶瓷。

[0005] 已有多种合成高纯碳化硅的方法;其中,专利号 ZL200810016665.6《用于半导体单晶生长的高纯碳化硅粉的人工合成方法》,是采用高纯 Si 粉和高纯 C 粉,在高纯氩气、氢气等气体保护下,通过中频感应加热炉产生的高温反应生成碳化硅粉体,冷却后再次升温进行第二次反应,得到可用于半导体单晶生长的高纯碳化硅粉。

[0006] 专利号 200810017225.2《碳化硅纳米线的制备方法》,是把二氧化硅、硅粉和石墨等原料混合均匀后放入石墨坩埚内,在将较高打磨和化学处理的炭/炭复合材料置于混合粉体之上,氩气保护下在高温炉内加热反应一定时间后冷却至室温,在炭/炭复合材料表面得到碳化硅纳米线。

[0007] 专利号 200910087887.1《一种制备碳化硅薄膜的方法》,以经氦气稀释的 SiH_4 气体和高纯 CH_4 为原料气体,通过射频感应耦合等离子体增强化学气相沉积(PECVD)系统内,在硅片上沉积出碳化硅薄膜。

[0008] 专利号 200910218246.5《高纯碳化硅的生产工艺》,通过对二氧化硅和石墨进行加压酸浸后,用电炉进行焙烧、分离,然后用硫酸洗涤得到高纯碳化硅。

[0009] 以上方法,总是存在以下不足中的一项或多项:

1、原料利用率低。

[0010] 2、高能耗。

[0011] 3、产品质量差。

[0012] 4、生产过程的一些物料,易燃易爆,安全性差。

发明内容

[0013] 本发明的目的是针对现有技术的不足,提供一种工艺路线新颖、合理,装备要求低,容易实现工业化的低能耗生产高纯碳化硅和氟化氢的方法,该方法以四氟化硅和碳氢化合物或氟碳化合物为原料,生产高纯碳化硅或高纯碳化硅基板以及氟化氢。

[0014] 本发明采用的技术方案如下:

一种以四氟化硅为原料生产高纯碳化硅和氟化氢的方法,其具体步骤如下:将碳氢化合物气体和氟碳化合物气体中的一种或两种的混合物,与四氟化硅气体一起通入已充满氢气的等离子体反应器内,在等离子体的作用下发生化学反应,生成碳化硅固体和氟化氢气体。

[0015] 优选的,所述碳氢化合物是指烷烃、烯烃、炔烃、环烷烃、芳香烃中的一种或两种以上的混合物,氟碳化合物是指氟碳烷烃、氟碳烯烃中的一种或两种以上的混合物。

[0016] 优选的所述碳氢化合物是甲烷。

[0017] 本发明的以四氟化硅为原料生产高纯碳化硅和氟化氢的方法,在反应气体通入等离子体反应器之前,等离子体反应器及与反应系统连接的所有装置先抽真空,然后通入氢气或碳氢化合物气体或氟碳化合物气体进行系统气流清洗,清洗后使整个系统充满氢气或碳氢化合物气体或氟碳化合物气体。

[0018] 本发明的以四氟化硅为原料生产高纯碳化硅和氟化氢的方法,在对等离子反应器进行抽真空前将衬底材料放入等离子体反应器内,化学反应生成的碳化硅粉可直接在衬底材料上沉积并形成单晶碳化硅薄膜。

[0019] 优选的,通入等离子体反应器内的反应的气体中的硅、碳原子摩尔比值为 1:1 ~ 1:10;且反应器内的氢气与通入的四氟化硅气体的原子摩尔比值为 10:1 ~ 1:0。

[0020] 本发明的以四氟化硅为原料生产高纯碳化硅和氟化氢的方法,用于反应的四氟化硅气体、碳氢化合物气体或氟碳化合物气体是根据反应需要分别通入等离子体反应器的;或是根据反应需要预先在混合器内混合后再通入等离子体反应器内的。

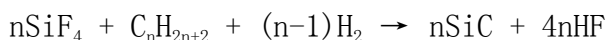
[0021] 优选的,四氟化硅气体采用磷肥生产过程的副产四氟化硅、或氟硅酸分解后的四氟化硅、或氟硅酸盐热分解的四氟化硅、或氟硅酸盐与硫酸反应后的四氟化硅、或萤石粉与硫酸反应产生的四氟化硅、或氟化盐混合二氧化硅与硫酸反应产生的四氟化硅。

[0022] 本发明的以四氟化硅为原料生产高纯碳化硅和氟化氢的方法,反应生成的碳化硅、氟化氢气体和未反应的原料气体共同进入气固分离装置,碳化硅固体被分离出来,成为高纯度碳化硅产品;氟化氢气体、未反应的原料气体一起进入冷凝器,冷凝器温度设置为 $-15^{\circ}\text{C} \sim 15^{\circ}\text{C}$,在此温度条件下氟化氢气体被冷凝为液态,但未反应的原料仍然是气体状态可返回到混合器内或等离子反应器内重新利用。

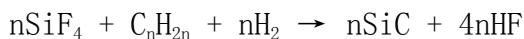
[0023] 优选的,四氟化硅的纯度为 99.9% ~ 99.9999%;碳氢化合物或氟碳化合物的纯度为 99.9% ~ 99.9999%;氢气的纯度为 99.9% ~ 99.9999%。

[0024] 本发明所提供的制备方法,涉及到的主要化学反应原理如下:

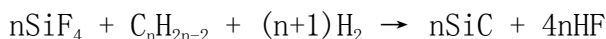
a. 四氟化硅与烷烃 $\text{C}_n\text{H}_{2n+2}$ ($n \geq 1$) 反应,生成碳化硅和氟化氢:



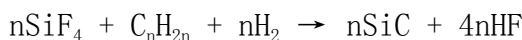
b. 四氟化硅与烯烃(包括单个双键烯烃、多个双键烯烃)反应,生成碳化硅和氟化氢;以单烯 C_nH_{2n} ($n \geq 2$) 为例:



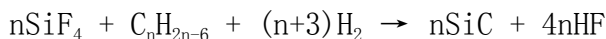
c. 四氟化硅与炔烃(包括单个叁键炔烃、多个叁键炔烃、叁键双键混合炔烃)反应,生成碳化硅和氟化氢;以单炔 C_nH_{2n-2} ($n \geq 2$) 为例:



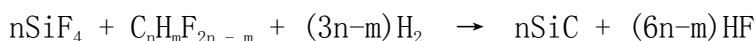
d. 四氟化硅与环烷烃 C_nH_{2n} ($n \geq 3$) 反应,生成碳化硅和氟化氢:



e. 四氟化硅与芳香烃(包括单环、多环、稠环芳香烃)反应,生成碳化硅和氟化氢;以单环芳香烃 C_nH_{2n-6} ($n \geq 6$) 为例:



f. 四氟化硅与氟碳化合物(包括氟碳烷烃、氟碳烯烃等)反应,生成碳化硅和氟化氢;以氟碳烯烃 $C_nH_mF_{2n-m}$ ($n \geq 2$, $n \geq m \geq 0$) 为例:



与现有技术相比,本发明具有以下有益效果:

1、工艺路线新颖、合理,装备要求低,容易实现工业化生产。

[0025] 2、高纯碳化硅产品质量可符合半导体级或单晶体的要求;无水氟化氢质量符合国家标准要求。

[0026] 3、生产过程操作简单、方便、可形成全自动化控制系统。

[0027] 4、生产过程能耗很低,原材料消耗低且价格便宜,可大大降低高纯碳化硅和氟化氢的生产成本。

[0028] 5、四氟化硅可来自磷肥生产企业的副产品,也可来自氟硅酸盐(例如氟硅酸钠)的分解;可以做到废物利用,而且是高附加值的利用。

附图说明

[0029] 图 1 为制造高纯碳化硅粉体与氟化氢的工艺流程图;

图 2 为制造高纯碳化硅片与氟化氢的工艺流程图。

具体实施方式

[0030] 下列结合具体实施例说明本发明,但不限定其保护范围。

[0031] 实施例一:

1、把含量为 99% 的氟硅酸钠与硫酸反应,生成四氟化硅和氟化氢及硫酸钠固体。冷凝后氟化氢成为液体留在冷凝槽内;未冷凝的四氟化硅气体进入纯化系统,纯化至纯度为 99.95%;

2、置备纯度 99.995% 的甲烷。

[0032] 3、把纯化后的四氟化硅气体、甲烷通过流量计按 1:1 的体积流量在混合器内混合。

[0033] 4、把等离子反应器及整个系统先抽真空,然后通入甲烷进行系统气流清洗,清洗后使整个系统充满甲烷气体;然后开启等离子反应器电源,使等离子反应器内产生等离子体。

[0034] 5、把混合后的甲烷和四氟化硅气体通入反应器内。化学反应立即产生,出现碳化硅粉体。

[0035] 6、在气泵的作用下,反应器内的混合气体和碳化硅粉体一起从反应器进入气固分离器,高纯碳化硅超微粉体在此被分离出来,经分析检测,纯度为 99.995%。

[0036] 7、混合气体进入冷凝器,在 $-10^{\circ}\text{C} \sim -5^{\circ}\text{C}$ 状态下,氟化氢气体被冷凝为液态留在冷凝槽内。其余气体重新回到混合器,循环使用。

[0037] 8、第 1 步和第 7 步产生并留在冷凝槽内的氟化氢液体经过纯化,成为氟化氢产品。

[0038] 实施例二:

1、选用含量为 85% ~ 99% 的二氧化硅粉体和含量为 75% ~ 99% 的氟化钙粉体,与含量为 92% ~ 100% 的硫酸混合后发生化学反应,产生四氟化硅气体。把四氟化硅气体纯化至纯度为 99.95%;

2、置备纯度 99.99% 的环丙烷、纯度 99.999% 的氢气。

[0039] 3、把纯化后的四氟化硅气体、环丙烷和氢气通过流量计按四氟化硅:环丙烷:氢气 = 3:1:4 的体积流量在混合器内混合。

[0040] 4、把等离子反应器及后续装置先抽真空,然后通入环丙烷进行系统气流清洗,清洗后使整个系统充满环丙烷气体;然后开启等离子反应器电源,使等离子反应器内产生等离子体。

[0041] 5、把混合后的四氟化硅、环丙烷和氢气混合气体通入反应器内。化学反应立即产生,出现高纯碳化硅粉体。

[0042] 6、在气泵的作用下,反应器内的混合气体和碳化硅粉体一起从反应器进入气固分离器,高纯碳化硅超微粉体在此被分离出来,经分析检测,纯度为 99.993%。

[0043] 7、混合气体进入冷凝器,在 $-10^{\circ}\text{C} \sim -5^{\circ}\text{C}$ 状态下,氟化氢气体被冷凝为液态留在冷凝槽内。其余气体重新回到混合器,循环使用。

[0044] 8、冷凝槽内的液态氟化氢经过纯化,成为氟化氢产品。

[0045] 实施例三:

1、在含量为 15% ~ 40% 的氟硅酸中加入浓硫酸,产生四氟化硅和氟化氢气体;冷凝后氟化氢气体成为液体留在冷凝槽内;未冷凝的四氟化硅气体进入纯化系统,纯化至纯度为 99.95%;

2、置备纯度 99.999% 的丙烷、纯度 99.999% 的氢气。

[0046] 3、把纯化后的四氟化硅气体、丙烷和氢气通过流量计按四氟化硅:丙烷:氢气 = 3:1:2 的体积流量在混合器内混合。

[0047] 4、把等离子反应器及整个系统先抽真空,然后通入丙烷进行系统气流清洗,清洗后使整个系统充满丙烷气体;然后开启等离子反应器电源,等离子反应器内产生等离子体。

[0048] 5、把混合后的四氟化硅、丙烷和氢气混合气体通入反应器内。化学反应立即产生,出现高纯碳化硅粉体。

[0049] 6、在气泵的作用下,反应器内的混合气体和碳化硅粉体一起从反应器进入气固分离器,高纯碳化硅超微粉体在此被分离出来,经分析检测,纯度为 99.995%。

[0050] 7、混合气体进入冷凝器,在 $-10^{\circ}\text{C} \sim 0^{\circ}\text{C}$ 状态下,氟化氢气体被冷凝为液态留在冷凝槽内。其余气体重新回到混合器,循环使用。

[0051] 8、冷凝槽内的氟化氢液体经过纯化,成为氟化氢产品。

[0052] 实施例四:

1、以纯度为 99.99% 的四氟化硅气体、纯度为 99.95% 的甲烷及纯度为 99.999% 的氢气为原料。

[0053] 2、把四氟化硅气体和甲烷及少量氢气通过流量计按四氟化硅：甲烷：氢气 = 1:1:0.5 的体积流量在混合器内混合。

[0054] 3、把等离子反应器及整个系统先抽真空，然后通入甲烷进行系统气流清洗，清洗后使整个系统充满甲烷气体；然后开启等离子反应器电源，等离子反应器内产生等离子体。

[0055] 4、把混合后的甲烷和四氟化硅气体通入反应器内。化学反应立即产生，出现高纯碳化硅粉体。

[0056] 5、在气泵的作用下，反应器内的混合气体和碳化硅粉体一起从反应器进入气固分离器，高纯碳化硅超微粉体在此被分离出来，经分析检测，纯度为 99.999%。

[0057] 6、混合气体进入冷凝器，在 $-10^{\circ}\text{C} \sim 0^{\circ}\text{C}$ 状态下，氟化氢气体被冷凝为液态留在冷凝槽内。其余气体重新回到混合器，循环使用。

[0058] 7、冷凝槽内的氟化氢液体经过纯化，成为氟化氢产品。

[0059] 实施例五：

1、以纯度为 99.99% 的四氟化硅气体、纯度为 99.95% 的甲烷及纯度为 99.999% 的氢气为原料。

[0060] 2、把用于生产太阳能电池片的衬底材料置入等离子反应器内。

[0061] 3、把等离子反应器及后续装置先抽真空，然后通入氢气进行系统气流清洗，清洗后使整个系统充满氢气；然后开启等离子反应器电源，使等离子反应器内产生等离子体。

[0062] 4、把四氟化硅、甲烷及氢气通过流量计按四氟化硅：甲烷：氢气 = 1:1:10 的体积流量，通入等离子反应器内。化学反应立即产生，出现高纯碳化硅粉体，并在衬底基板上沉积；当沉积到一定厚度时，把高纯碳化硅片取出，直接成为制造太阳能电池片材料。

[0063] 5、在气泵的作用下，反应器内的混合气体和碳化硅粉体一起从反应器进入气固分离器，高纯碳化硅超微粉体在此被分离出来，经分析检测，纯度为 99.999%。

[0064] 6、混合气体进入冷凝器，在 $-5^{\circ}\text{C} \sim 5^{\circ}\text{C}$ 状态下，氟化氢气体被冷凝为液态留在冷凝槽内。其余气体重新回到混合器，循环使用。

[0065] 7、冷凝槽内的氟化氢液体经过纯化，成为氟化氢产品。

[0066] 实施例六：

1、以纯度为 99.99% 的四氟化硅气体、纯度为 99.99% 的丙烷及纯度为 99.999% 的氢气为原料。

[0067] 2、把四氟化硅、丙烷和氢气通过流量计按四氟化硅：丙烷：氢气 = 3:1:3 的体积流量在混合器内混合。

[0068] 3、把等离子反应器及整个系统先抽真空，然后通入氢气进行系统气流清洗，清洗后使整个系统充满氢气；然后开启等离子反应器电源，等离子反应器内产生等离子体。

[0069] 4、把混合后的四氟化硅、丙烷和氢气通入反应器内。化学反应立即产生，出现高纯碳化硅粉体。

[0070] 5、在气泵的作用下，反应器内的混合气体和碳化硅粉体一起从反应器进入气固分离器，高纯碳化硅超微粉体在此被分离出来，经分析检测，纯度为 99.995%。

[0071] 6、混合气体进入冷凝器,在 $-10^{\circ}\text{C} \sim 0^{\circ}\text{C}$ 状态下,氟化氢气体被冷凝为液态留在冷凝槽内。其余气体重新回到混合器,循环使用。

[0072] 7、冷凝槽内的氟化氢液体经过纯化,成为氟化氢产品。

[0073] 实施例七:

1、以纯度为 99.99% 的四氟化硅气体、纯度为 99.99% 的丙烷及纯度为 99.999% 的氢气为原料。

[0074] 2、把等离子反应器及整个系统先抽真空,然后通入氢气进行系统气流清洗,清洗后使整个系统充满氢气气体;然后开启等离子反应器电源,等离子反应器内产生等离子体。

[0075] 3、把四氟化硅、丙烷和氢气通过流量计按四氟化硅:丙烷:氢气 =3:1:10 的体积流量,通入等离子体反应器内。化学反应立即产生,出现高纯碳化硅粉体。

[0076] 4、在气泵的作用下,反应器内的混合气体和碳化硅粉体一起从反应器进入气固分离器,高纯碳化硅超微粉体在此被分离出来,经分析检测,纯度为 99.999%。

[0077] 5、混合气体进入冷凝器,在 $-10^{\circ}\text{C} \sim 0^{\circ}\text{C}$ 状态下,氟化氢气体被冷凝为液态留在冷凝槽内。其余气体重新回到混合器,循环使用。

[0078] 6、冷凝槽内的氟化氢液体经过纯化,成为氟化氢产品。

[0079] 实施例八:

1、以纯度为 99.99% 的四氟化硅气体、纯度为 99.95% 的甲烷及纯度为 99.999% 的氢气为原料。

[0080] 2、把等离子反应器及后续装置先抽真空,然后通入氢气进行系统气流清洗,清洗后使整个系统充满氢气气体;然后开启等离子反应器电源,使等离子反应器内产生等离子体。

[0081] 3、把四氟化硅、甲烷及氢气通过流量计按四氟化硅:甲烷:氢气 =1:10:10 的体积流量,通入等离子体反应器内。化学反应立即产生,出现高纯碳化硅粉体。

[0082] 4、在气泵的作用下,反应器内的混合气体和碳化硅粉体一起从反应器进入气固分离器,高纯碳化硅超微粉体在此被分离出来,经分析检测,纯度为 99.991%。

[0083] 5、混合气体进入冷凝器,在 $-5^{\circ}\text{C} \sim 5^{\circ}\text{C}$ 状态下,氟化氢气体被冷凝为液态留在冷凝槽内。其余气体重新回到混合器,循环使用。

[0084] 6、冷凝槽内的氟化氢液体经过纯化,成为氟化氢产品。

[0085] 实施例九:

1、以纯度为 99.99% 的四氟化硅气体、纯度为 99.95% 的甲烷及纯度为 99.999% 的氢气为原料。

[0086] 2、把等离子反应器及后续装置先抽真空,然后通入氢气进行系统气流清洗,清洗后使整个系统充满氢气气体;然后开启等离子反应器电源,使等离子反应器内产生等离子体。

[0087] 3、把四氟化硅、甲烷及氢气通过流量计按四氟化硅:甲烷:氢气 =1:2:10 的体积流量,通入等离子体反应器内。化学反应立即产生,出现高纯碳化硅粉体。

[0088] 4、在气泵的作用下,反应器内的混合气体和碳化硅粉体一起从反应器进入气固分离器,高纯碳化硅超微粉体在此被分离出来,经分析检测,纯度为 99.992%。

[0089] 5、混合气体进入冷凝器,在 $-5^{\circ}\text{C} \sim 5^{\circ}\text{C}$ 状态下,氟化氢气体被冷凝为液态留在冷

凝槽内。其余气体重新回到混合器,循环使用。

[0090] 6、冷凝槽内的氟化氢液体经过纯化,成为氟化氢产品。

[0091] 实施例十:

1、以纯度为 99.99% 的四氟化硅气体、纯度为 99.5% 的甲苯及纯度为 99.999% 的氢气为原料。

[0092] 2、把等离子反应器及后续装置先抽真空,然后通入氢气进行系统气流清洗,清洗后使整个系统充满氢气气体;然后开启等离子反应器电源,使等离子反应器内产生等离子体。

[0093] 3、把甲苯用电加热的方式进行汽化,加热汽化温度为 115℃ 左右。

[0094] 4、把高纯四氟化硅、甲苯蒸汽及高纯氢气通过流量计按四氟化硅:甲苯:氢气=7:1:15 的体积流量,通入等离子体反应器内。化学反应立即产生,出现高纯碳化硅粉体。

[0095] 4、在气泵的作用下,反应器内的混合气体和碳化硅粉体一起从反应器进入气固分离器,高纯碳化硅超微粉体在此被分离出来,经分析检测,纯度为 99.992%。

[0096] 5、混合气体进入一级冷凝器,在循环冷却水冷却下回收甲苯,不凝气在二级冷凝器内于 -5℃~5℃ 状态下,将氟化氢气体冷凝为液态氟化氢并留在冷凝槽内。其余气体重新回到混合器,循环使用。

[0097] 6、冷凝槽内的氟化氢液体经过纯化,成为氟化氢产品。

[0098] 实施例十一:

1、以纯度为 99.99% 的四氟化硅气体、纯度为 99.9% 的乙炔及纯度为 99.999% 的氢气为原料。

[0099] 2、把等离子反应器及后续装置先抽真空,然后通入氢气进行系统气流清洗,清洗后使整个系统充满氢气气体;然后开启等离子反应器电源,使等离子反应器内产生等离子体。

[0100] 3、把四氟化硅、乙炔及氢气通过流量计按四氟化硅:乙炔:氢气=2:1:10 的体积流量,通入等离子体反应器内。化学反应立即产生,出现高纯碳化硅粉体。

[0101] 4、在气泵的作用下,反应器内的混合气体和碳化硅粉体一起从反应器进入气固分离器,高纯碳化硅超微粉体在此被分离出来,经分析检测,纯度为 99.99%。

[0102] 5、混合气体进入冷凝器,在 -5℃~5℃ 状态下,氟化氢气体被冷凝为液态留在冷凝槽内。其余气体重新回到混合器,循环使用。

[0103] 6、冷凝槽内的氟化氢液体经过纯化,成为氟化氢产品。

[0104] 实施例十二:

1、以纯度为 99.99% 的四氟化硅气体、纯度为 99.99% 的乙烯及纯度为 99.999% 的氢气为原料。

[0105] 2、把等离子反应器及后续装置先抽真空,然后通入氢气进行系统气流清洗,清洗后使整个系统充满氢气气体;然后开启等离子反应器电源,使等离子反应器内产生等离子体。

[0106] 3、把四氟化硅、乙烯及氢气通过流量计按四氟化硅:乙烯:氢气=2:1:8 的体积流量,通入等离子体反应器内。化学反应立即产生,出现高纯碳化硅粉体。

[0107] 4、在气泵的作用下,反应器内的混合气体和碳化硅粉体一起从反应器进入气固分

分离器,高纯碳化硅超微粉体在此被分离出来,经分析检测,纯度为 99.998%。

[0108] 5、混合气体进入冷凝器,在 $-5^{\circ}\text{C} \sim 5^{\circ}\text{C}$ 状态下,氟化氢气体被冷凝为液态留在冷凝槽内。其余气体重新回到混合器,循环使用。

[0109] 6、冷凝槽内的氟化氢液体经过纯化,成为氟化氢产品。

[0110] 实施例十三:

1、以纯度为 99.99% 的四氟化硅气体、纯度为 99.95% 的甲烷、纯度为 99.99% 的乙烯及纯度为 99.999% 的氢气为原料。

[0111] 2、把等离子反应器及后续装置先抽真空,然后通入氢气进行系统气流清洗,清洗后使整个系统充满氢气气体;然后开启等离子反应器电源,使等离子反应器内产生等离子体。

[0112] 3、把四氟化硅、甲烷、乙烯及氢气通过流量计按四氟化硅:甲烷:乙烯:氢气 = 4:2:1:5 的体积流量,通入等离子体反应器内。化学反应立即产生,出现高纯碳化硅粉体。

[0113] 4、在气泵的作用下,反应器内的混合气体和碳化硅粉体一起从反应器进入气固分离器,高纯碳化硅超微粉体在此被分离出来,经分析检测,纯度为 99.999%。

[0114] 5、混合气体进入冷凝器,在 $-5^{\circ}\text{C} \sim 5^{\circ}\text{C}$ 状态下,氟化氢气体被冷凝为液态留在冷凝槽内。其余气体重新回到混合器,循环使用。

[0115] 6、冷凝槽内的氟化氢液体经过纯化,成为氟化氢产品。

[0116] 实施例十四:

1、以纯度为 99.99% 的四氟化硅气体、纯度为 99.99% 的四氟化碳及纯度为 99.999% 的氢气为原料。

[0117] 2、把用于生产太阳能电池片的衬底材料置入等离子反应器内。

[0118] 3、把等离子反应器及后续装置先抽真空,然后通入氢气进行系统气流清洗,清洗后使整个系统充满氢气气体;然后开启等离子反应器电源,使等离子反应器内产生等离子体。

[0119] 4、把四氟化硅、四氟化碳及氢气通过流量计按四氟化硅:四氟化碳:氢气 = 1:1:10 的体积流量,通入等离子体反应器内。化学反应立即产生,出现高纯碳化硅粉体,并在衬底基板上沉积;当沉积到一定厚度时,把高纯碳化硅片取出,直接成为制造太阳能电池片的材料。

[0120] 5、在气泵的作用下,反应器内的混合气体和碳化硅粉体一起从反应器进入气固分离器,高纯碳化硅超微粉体在此被分离出来,经分析检测,纯度为 99.9998%。

[0121] 6、混合气体进入冷凝器,在 $-5^{\circ}\text{C} \sim 5^{\circ}\text{C}$ 状态下,氟化氢气体被冷凝为液态留在冷凝槽内。其余气体重新回到混合器,循环使用。

[0122] 7、冷凝槽内的氟化氢液体经过纯化,成为氟化氢产品。

[0123] 实施例十五:

1、以纯度为 99.99% 的四氟化硅气体、纯度为 99.99% 的四氟乙烯及纯度为 99.999% 的氢气。

[0124] 2、把等离子反应器及整个系统先抽真空,然后通入甲烷进行系统气流清洗,清洗后使整个系统充满甲烷气体;然后开启等离子反应器电源,等离子反应器内产生等离子体。

[0125] 3、把四氟化硅气体和四氟乙烯及氢气通过流量计按四氟化硅:四氟乙烯:氢气 =

2:1:12 的体积流量在混合器内混合。

[0126] 4、把混合后的气体通入反应器内。化学反应立即产生,出现高纯碳化硅粉体。

[0127] 5、在气泵的作用下,反应器内的混合气体和碳化硅粉体一起从反应器进入气固分离器,高纯碳化硅超微粉体在此被分离出来,经分析检测,纯度为 99.9997%。

[0128] 6、混合气体进入冷凝器,在 $-10^{\circ}\text{C} \sim 0^{\circ}\text{C}$ 状态下,氟化氢气体被冷凝为液态留在冷凝槽内。其余气体重新回到混合器,循环使用。

[0129] 7、冷凝槽内的氟化氢液体经过纯化,成为氟化氢产品。

[0130] 实施例十六:

1、以纯度为 99.99% 的四氟化硅气体、纯度为 99.99% 的甲烷、纯度为 99.99% 的四氟乙烯及纯度为 99.999% 的氢气为原料。

[0131] 2、把等离子反应器及后续装置先抽真空,然后通入氢气进行系统气流清洗,清洗后使整个系统充满氢气气体;然后开启等离子反应器电源,使等离子反应器内产生等离子体。

[0132] 3、把四氟化硅、甲烷、四氟乙烯及氢气通过流量计按四氟化硅:甲烷:四氟乙烯:氢气 = 3:1:1:8 的体积流量,通入等离子体反应器内。化学反应立即产生,出现高纯碳化硅粉体。

[0133] 4、在气泵的作用下,反应器内的混合气体和碳化硅粉体一起从反应器进入气固分离器,高纯碳化硅超微粉体在此被分离出来,经分析检测,纯度为 99.9999%。

[0134] 5、混合气体进入冷凝器,在 $-5^{\circ}\text{C} \sim 5^{\circ}\text{C}$ 状态下,氟化氢气体被冷凝为液态留在冷凝槽内。其余气体重新回到混合器,循环使用。

[0135] 6、冷凝槽内的氟化氢液体经过纯化,成为氟化氢产品。

[0136] 上述实施例五和实施例十四是制备高纯碳化硅片与氟化氢的,其流程图如图 2 所示;其余实施例均为制备高纯碳化硅粉体与氟化氢的,其工艺流程图如图 1 所示。

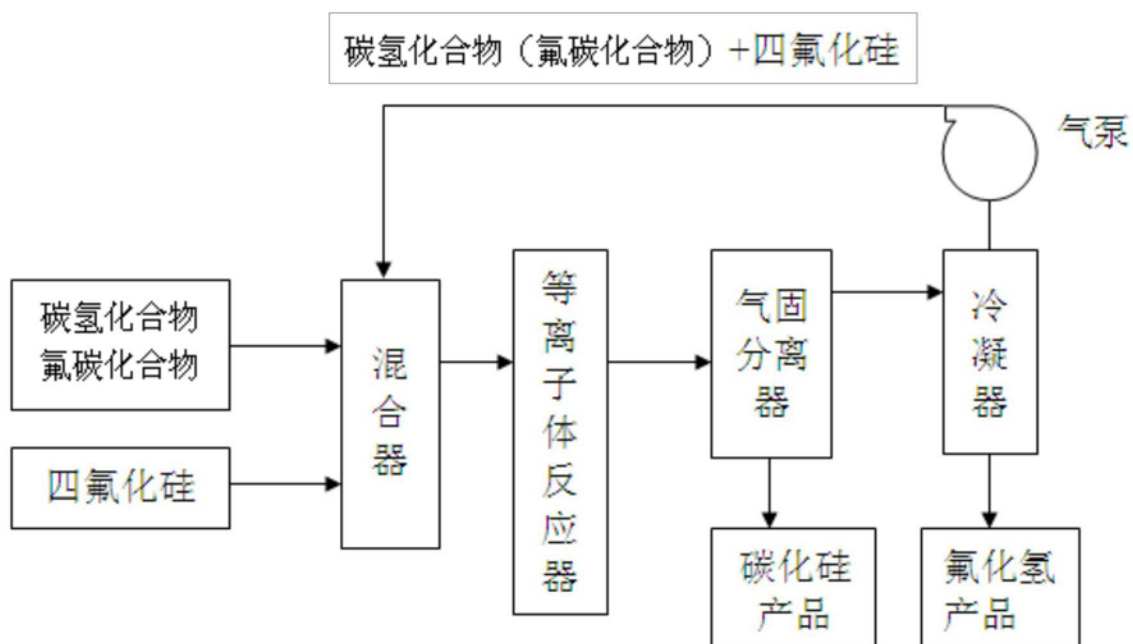


图 1

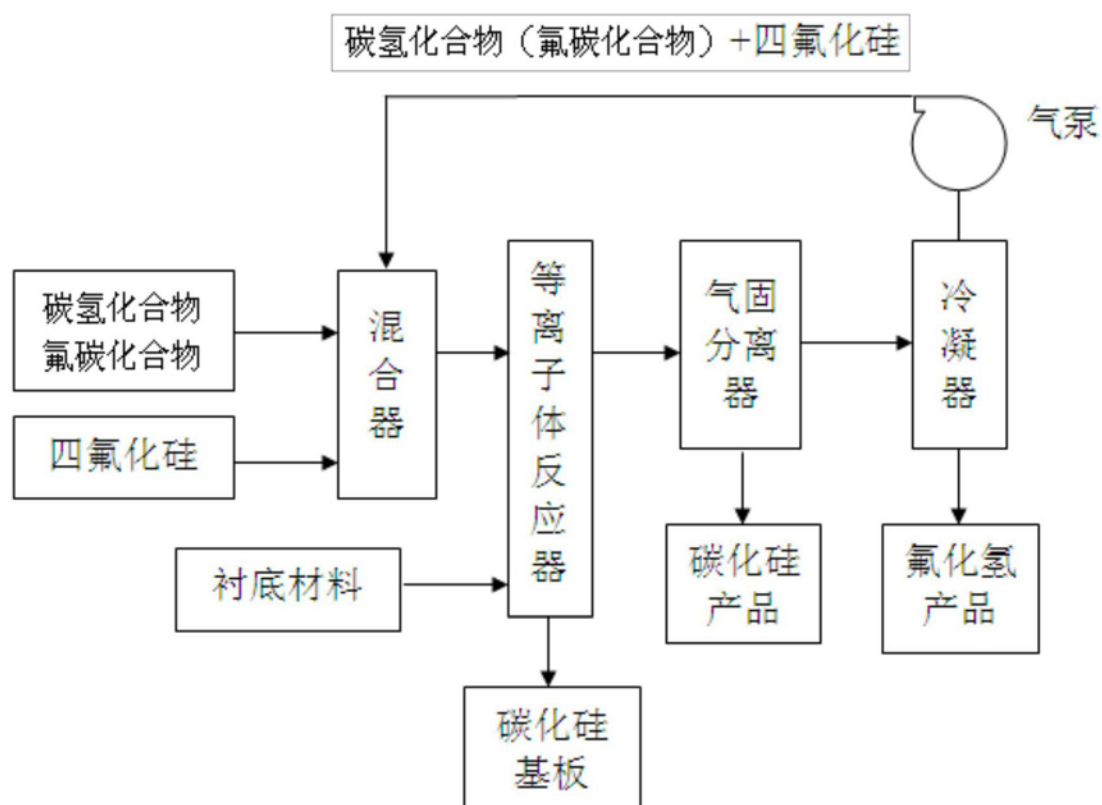


图 2