



TÍTULO DE PATENTE No. 419923

Titular(es): UNIVERSIDAD DE GUANAJUATO

Domicilio: Lascuráin de Retana No. 5, Col. Centro, Guanajuato, Guanajuato, 36000, MÉXICO

Denominación: PROCESO PARA LA PRODUCCIÓN DE TETRAETOXISILANO VÍA TETRACLORURO DE SICILIO EN UN EQUIPO DE REACCIÓN-SEPARACIÓN.

Clasificación: CIP: B01D3/32; B01D3/00; C07F7/04; C07F7/20
CPC: B01D3/32; B01D3/009; C07F7/04; C07F7/20

Inventor(es): JUAN GABRIEL SEGOVIA HERNÁNDEZ; CÉSAR RAMÍREZ MÁRQUEZ; EDUARDO SÁNCHEZ RAMÍREZ; JORGE ARMANDO CERVANTES JÁUREGUI

SOLICITUD

Número:
MX/a/2019/003382

Fecha de Presentación:
25 de marzo de 2019

Hora:
10:38

Vigencia: Veinte años

Fecha de Vencimiento: 25 de marzo de 2039

Fecha de Expedición: 13 de diciembre de 2024

La patente de referencia se otorga con fundamento en los artículos 1º, 2º fracción V, 6º fracción III, y 59 de la Ley de la Propiedad Industrial.

De conformidad con el artículo 23 de la Ley de la Propiedad Industrial, la presente patente tiene una vigencia de veinte años improrrogables, contada a partir de la fecha de presentación de la solicitud y estará sujeta al pago de la tarifa para mantener vigentes los derechos.

Quien suscribe el presente título lo hace con fundamento en lo dispuesto por los artículos 5º fracción I, 9, 10 y 119 de la Ley Federal de Protección a la Propiedad Industrial; artículos 1º, 3º fracción V, inciso a), 4º y 12º fracciones I y III del Reglamento del Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial; artículos 1º, 3º, 4º, 5º fracción V, inciso a), 16 fracciones I y III y 30 del Estatuto Orgánico del Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial; 1º, 3º y 5º fracción I Acuerdo Delegatorio de Facultades del Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial.

El presente documento electrónico ha sido firmado mediante el uso de la firma electrónica avanzada por el servidor público competente, amparada por un certificado digital vigente a la fecha de su elaboración, y es válido de conformidad con lo dispuesto en los artículos 7 y 9 fracción I de la Ley de Firma Electrónica Avanzada y artículo 12 de su Reglamento. Su integridad y autenticidad, se podrá comprobar en www.gob.mx/imp.

Asimismo, se emitió conforme lo previsto por los artículos 1º fracción III; 2º fracción VI; 37, 38 y 39 del Acuerdo por el que se establecen lineamientos en materia de Servicios Electrónicos del Instituto Mexicano de la Propiedad Industrial.

SUBDIRECTORA DIVISIONAL DE EXAMEN DE FONDO DE PATENTES ÁREAS BIOTECNOLÓGICA, FARMACÉUTICA Y QUÍMICA

EMELIA HERNÁNDEZ PRIEGO



Cadena Original:

EMELIA HERNANDEZ PRIEGO|00001000000712464370|SERVICIO DE ADMINISTRACION
TRIBUTARIA|56||MX/2025/994|MX/a/2019/003382|Título de patente normal|2000|EGMG|Pág(s)
1|u9WQZDQ8MZqbTqJn3lvdMfFAKxl=

Sello Digital:

c+AMd7IPCFcixsDiWcNOA95BU11DkMBk2evY2|uvQesFdRn2elb3TiMpSo+vDCzK15pB1ZQhbdKTeZXleFY3DjpD3n
VqnkN5l6wczTkeKX0PXer/w5TfjEb0y7ZvEsPIXzx9c16665d/1LFaICvuXSDRBlr0kHgSDXB8SHHGJAiOx996bfpV
drebegqJnhIVdQaXzK5Bvmqag2HFvtV91dbmO5Glf+yxWQ/zbrQdCrqqtNieCJazUAxyu/LhLmyXI+klnt23P6IFP
wbtlAcSJqQgKvWq67g/gldRQoYAd8Nm5nazJgAW2/byCnhpOTmXxb6oezZ+Ry5l1arXrcZQ==



Proceso para la producción de Tetraetoxisilano vía tetracloruro de silicio en un equipo de reacción-separación.

OBJETO DE LA INVENCION

- 5 La presente invención se refiere a un proceso de obtención y purificación de tetraetoxisilano a las purezas que requiera el operario. Particularmente, se refiere al desarrollo de la tecnología para la producción de tetraetoxisilano basada en una estrategia de unión de equipos, a través del uso de una columna de destilación reactiva.

10 ANTECEDENTES

Los alcoxisilanos son compuestos químicos derivados del silicio que básicamente consisten en un átomo de silicio unido a un grupo orgánico a través de un átomo de oxígeno. Hoy por hoy, el tetraetoxisilano o también llamado TEOS es el derivado más prominente de dicha familia de compuestos de silicio, con la fórmula $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$.

- 15 La importancia del tetraetoxisilano radica en la amplia gama de aplicaciones en el mercado, las cuales incluyen: el procesamiento de vidrio óptico, recubrimientos resistentes a químicos, recubrimientos resistentes al calor y adhesivos, aglomerante de precisión, cementos y cerámicas refractarias, esmerilado de vidrio, pinturas anticorrosivas, recubrimientos resistentes a la abrasión, vidrios y cerámicas basadas en el proceso sol-gel, y en la industria
- 20 de la fundición (como aglutinante para moldes de fundición). Asimismo, tiene otras aplicaciones en la silicona a temperatura ambiente para reticulación en vulcanizaciones, en la industria microelectrónica, donde se utiliza la descomposición térmica de TEOS para producir dióxido de silicio en forma de partículas y películas delgadas. Además, cuenta con una larga tradición de empleo en formulaciones empleadas en la conservación de materiales
- 25 pétreos constructivos de monumentos de relevancia histórica, en las que su principal uso es la consolidación de materiales que, por efecto de agentes diversos, se han degradado con el paso de los años, siendo el uso del tetraetoxisilano importante para restituir las propiedades mecánicas que ha perdido el material y con ello conservar la memoria histórica del

monumento. En resumen, sirve tanto para consolidar materiales de cierta porosidad, como para para modificar propiedades superficiales de distintos sustratos.

Una de las alternativas mejor conocidas y usadas en la industria para la producción del tetraetoxisilano, es la reacción de esterificación del SiCl_4 , siguiendo la ruta de Von Ebelman, propuesta por el mismo en 1846. Actualmente el tetraetoxisilano se obtiene mediante una tecnología desarrollada en la década de 1990, que involucra un reactor de síntesis directa catalizada de silicio metálico-etanol, junto con un equipo de separación-purificación para obtener el producto final. Sin embargo, hay poca información sobre tecnologías novedosas para producir el tetraetoxisilano, ya sea para mejorar la tecnología actual o para proponer nuevos enfoques.

Es importante mencionar que el tetraetoxisilano es un líquido incoloro a temperatura ambiente, que en contacto con el agua se hidroliza a velocidades que dependen de las condiciones de dicha hidrólisis siendo el producto un gel de dióxido de silicio cuyas características dependerán de las condiciones en que se realizó la hidrólisis. Tiene un punto de ebullición de aproximadamente 167°C . Las impurezas en el tetraetoxisilano incluyen principalmente etanol residual, cloruro de hidrógeno disuelto que debe eliminarse al máximo y también suele encontrarse una fracción de etanol con alta acidez, tetracloruro de silicio y en función de la pureza del tetracloruro de silicio utilizado, boro y fósforo que como halogenuros pueden permanecer a pesar de la destilación y que pueden tener efectos importantes en aquellos casos en los que el TEOS tenga aplicaciones asociadas con materiales electrónicos). Las técnicas de purificación actualmente disponibles, tales como la destilación a baja presión, pueden aumentar la pureza del tetraetoxisilano hasta aproximadamente el 99.8%. Por supuesto, incluso a este nivel de pureza, todavía hay aproximadamente un 0.2% de impurezas en el tetraetoxisilano. A continuación se citan algunas de patentes referentes a la purificación del tetraetoxisilano.

La solicitud de patente de la agencia de patentes de Estados Unidos US5840953A, provee un método de purificación del tetraetoxisilano, donde éste se purifica haciéndolo pasar a través de una columna de separación cromatográfica de gases a una temperatura por debajo del

punto de ebullición del tetraetoxisilano puro. La separación del material puro de las impurezas se produce en la columna, y el material puro luego se enfría y se almacena en un recipiente. La citada invención refiere alcanzar una pureza del 99,9999999% del tetraetoxisilano con base al contenido de metales.

- 5 La solicitud de patente de la agencia de patentes de Estados Unidos US6458984B1, aporta una técnica de purificación del tetraetoxisilano para eliminar las impurezas de boro, y un método relacionado de análisis del tetraetoxisilano para determinar la concentración de impurezas de boro en el mismo. Dicha invención se refiere en general a un método para purificar silanos tales como el tetraetoxisilano, para eliminar las impurezas de boro, aunque
- 10 también se aprecia que el método de la invención no está limitado de este modo, sino que es ampliamente aplicable a la purificación y análisis de otros alcoxisilanos, así como alquilsilanos, y mezclas de los anteriores.

- Si bien, se examinan con detenimiento las patentes que se presentan precedentemente, se pueden encontrar pocas similitudes en la descripción detallada del proceso de obtención y purificación de tetraetoxisilano por medio de destilación reactiva, y es evidente que este
- 15 proceso exhibe una serie de ventajas tecnológicas que diferencian a las patentes mencionadas; por señalar el más importante es el diseño de un único equipo de destilación reactiva con el cual se obtenga el producto de interés a altas y diferentes purezas. Del mismo modo, en la exploración del estado del arte es evidente que se localizan buena cantidad de
- 20 publicaciones en el ámbito científico, es por ello que se enumeran una serie de publicaciones concernientes al tema, no obstante se tiene la certeza que no representan, ni se aproximan a la problemática que se resuelve en la descripción detallada del proceso de obtención y purificación de tetraetoxisilano por medio de destilación reactiva.

Breve Resumen

- 25
- Zavala-Oseguera et al. (2006), presentan los resultados de las etapas de síntesis y diseño para el desarrollo de una red de unidades de reacción para la producción del tetraetoxisilano. Esta investigación exhibe el conocimiento de las propiedades de las especies químicas, la cinética de las reacciones, y algunas particularidades

fisicoquímicas del sistema para definir la estructura global del proceso sin entrar a detalle en la descripción de cada una de las secciones que lo conforman. El proyecto estudia exclusivamente la etapa de esterificación de tetracloruro de silicio con etanol. Los equipos de reacción son determinados mediante las consideraciones geométricas, así como por los espacios geométricos definidos por las variables de diseño seleccionadas, en la cual se puede describir el comportamiento de las unidades de reacción, cualquiera que sea su configuración. De acuerdo a los resultados mostrados en el trabajo, un sistema piloto con dos unidades de reacción y una unidad de separación puede producir hasta 1000 kg de tetraetoxisilano por mes. Ellos narran que aun cuando el esquema propuesto puede ser optimizado, su implementación es recomendable para desarrollo de un proceso piloto.

■ Van Der Vis y Cordfunke (1993), muestran una serie de experimentos sobre la entalpía molar estándar de formación del tetraetoxisilano. En el trabajo se recalculan las mediciones con datos auxiliares recientes, los resultados mostrados parecen dividirse en dos grupos, donde las determinaciones calorimétricas de combustión son dependientes de su rango. El gran aporte del trabajo presentado, son las series de experimentos realizados para investigar este amplio rango de la entalpía molar estándar de formación del tetraetoxisilano. Los experimentos se presentaron por medio de una serie de reacciones para la producción del tetraetoxisilano. Los resultados determinan la entalpía molar estándar de formación de tetraetoxisilano por medio de calorimetría de solución.

■ Lee et al. (2016), exhiben en su trabajo la realización de un proceso de destilación discontinua (Batch) para la purificación del tetraetoxisilano. La ejecución de la purificación fue hecha en una columna de vidrio, de 2.54 cm de diámetro y 1 m de altura. En el trabajo se utilizaron dos velocidades de destilación, 3.0 ml/min y 6.0 ml/min, y la relación de reflujo se varió hasta un valor de 3.0. Los datos experimentales se compararon con los valores predichos por un el software “Pro/II”, un simulador de procesos ampliamente utilizado en la industria química. El trabajo

muestra un punto muy importante en la purificación, donde la condensación diferencial del vapor en la columna empacada debido a las pérdidas de calor del vapor en los elementos internos de la columna y al entorno, afectó seriamente la eficiencia de la separación, de modo que se observó una discrepancia considerable entre los datos experimentales y la predicción del simulador. Se realizaron simulaciones (Pro/II) para purificar el tetraetoxisilano hasta 99,9% molar.

5

10

- Ukhtomskii et al. (1978), muestran las reacciones de producción del tetraetoxisilano por medio de la esterificación con etanol. El trabajo exhibe cuatro etapas de reacción nucleofílica bimolecular, así como un análisis preliminar termodinámico. La experimentación se llevó a cabo mediante la reacción consecutiva y se exhiben las condiciones experimentales de reacción. Además se observa la cinética total de acumulación del cloruro de hidrógeno durante la esterificación, así como la cinética de esterificación del tetraetoxisilano con etanol a diferentes temperaturas.

15

20

- Von Ebelman (1846), combina los resultados de las investigaciones sobre la composición y las propiedades de los compuestos silícicos con diferentes tipos de compuestos químicos orgánicos. Se indican los resultados en el orden en que se realizaron los experimentos. El procedimiento muestra, el principio de obtención, de TEOS en relación a fases gaseosas de los componentes, con la mezcla y la adición gradual de alcohol.

25

30

- Sánchez-Ramírez et al. (2018), sugieren la destilación reactiva para producir el tetraetoxisilano como una tecnología intensificada. El trabajo expone en general, que el concepto de intensificación del proceso de producción-purificación del tetraetoxisilano, puede superar al proceso tradicional, ya que permite la reducción del tamaño del equipo, la mejora la transferencia de energía y masa, y la reducción del costo de capital. En dicho trabajo abordó la producción del tetraetoxisilano por medio de dos sistemas, la reacción convencional que incluye la separación del producto (reacción/separación) y por destilación reactiva. Lo anterior para evaluar ambas

formas de producir tetraetoxisilano, los dos sistemas se evaluaron considerando índices económicos e índices ambientales. Los resultados, muestran a la destilación reactiva con un mejor rendimiento en lo que respecta a los índices económicos y de impacto ambiental.

5

- Palma-Barrera et al. (2018), muestran las propiedades de control y seguridad inherentes de una columna de destilación reactiva para la producción de tetraetoxisilano, comparándolo con las de un proceso convencional basado en un reactor y purificación por medio de una columna de destilación. Las propiedades de control de las secuencias consideradas se obtuvieron utilizando la técnica de descomposición de valor singular y los criterios de Nyquist. La cuantificación del riesgo del proceso se determinó a través del estudio de peligros y operabilidad. Los resultados indican que la columna de destilación reactiva es una tecnología más apropiada para la producción de tetraetoxisilano, ya que sus propiedades económicas y de control superan a las calculadas por el proceso convencional.

10

15

BIBLIOGRAFÍA

- Zavala-Oseguera, J. G., Aguilera, A. F., & Cervantes, J. (2006). Conceptual Stage in the Chemical Reactor Design to Obtain Silicon Alcoxides Using the Attainable Region Approach. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, 5(Su1).
- Van Der Vis, M. G. M., & Cordfunke, E. H. P. (1993). The standard molar enthalpy of formation of tetraethoxysilane: $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ (l). *The Journal of Chemical Thermodynamics*, 25(10), 1205-1210.
- Lee, Y. J., Jeong, H., Park, H. K., Park, K. Y., Kang, T. W., Cho, J., & Kim, D. S. (2016). Separation of triethoxysilane from tetraethoxysilane by batch distillation in a packed column. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 33(8), 2418-2425.
- Ukhtomskii, V. G., Utkin, O. V., Frolov, A. F., Musabekov, Y. Y., & Shapiro, Y. E. (1978). Kinetic Investigation and a Mathematical-Model of Esterification of

20

25

Tetrachlorosilane with Ethanol. Journal Of Applied Chemistry Of The Ussr, 51(5), 1072-1077.

- Von Ebelman, J. Untersuchungen uber die Verbindungen der Borsäure und Kieselsäure mit Aether, Ann. Chem. 1846, 57,319.
- 5 ▪ Sánchez-Ramírez, E., Ramírez-Márquez, C., Quiroz-Ramírez, J. J., Contreras-Zarazúa, G., Segovia-Hernández, J. G., & Cervantes-Jauregui, J. A. (2018). Reactive Distillation Column Design for Tetraethoxysilane (TEOS) Production: Economic and Environmental Aspects. Industrial & Engineering Chemistry Research, 57(14), 5024-5034.
- 10 ▪ Palma-Barrera, J. P., Sánchez-Ramírez, E., Ramírez-Márquez, C., Cervantes-Jauregui, J. A., & Segovia-Hernández, J. G. (2018). Reactive Distillation Column Design for Tetraethoxysilane (TEOS) Production. Part II: Dynamic Properties and Inherent Safety. Industrial & Engineering Chemistry Research.

15 PROBLEMA TÉCNICO A RESOLVER

Las tecnologías no presentan en la actualidad un proceso de reacción y purificación conjunta para la producción del tetraetoxisilano, que de abasto a este importante compuesto químico en el sector industrial para los requerimientos existentes. Es decir, un solo equipo que realice ambas operaciones. El desarrollo de materiales de alcóxidos de silicio es, en perspectiva, una

20 parte de la fascinante participación del elemento silicio en la vida cotidiana, desde materiales para la industria de los semiconductores, hasta el uso moderno del tetraetoxisilano en la producción de aerogel entre otras aplicaciones de alta tecnología de materiales. Sin embargo, su producción ha sido relegada a procesos tradicionales que constan de una serie de equipos de reacción y otros equipos de purificación; que suelen ser costosos para las demandas

25 actuales del tetraetoxisilano, y pueden presentar problemas medio ambientales o bien a aquella más reciente que partiendo de silicio metálico y etanol no lo es lo suficientemente versátil en la obtención de una variedad de alcóxidos de silicio como lo es la esterificación en sí. Dada la gran cantidad de tetraetoxisilano que demanda el mercado actual, esta nueva tecnología de destilación reactiva, es tentativamente viable con respecto a la ruta de

30 producción tradicional, ya que permite disminuir los costos de producción y permite elegir

la pureza del tetraetoxisilano para el uso que se desee dar. De esta forma, el objetivo de esta invención es el diseño de un proceso conjunto de reacción-separación para obtener tetraetoxisilano a bajo costo y sin representar un problema con el medio ambiente. Se pretende que el tetraetoxisilano pueda ser usado en diferentes campos de aplicación, debido a las diversas purzas a la que se puede obtener.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

La Fig. 1. Muestra un proceso para la producción de tetraetoxisilano vía tetracloruro de silicio en un equipo de destilación reactiva.

10 Lista de los signos de referencia utilizados

- 1 Alimentación de mezcla de tetracloruro de silicio y etanol en una atmósfera de nitrógeno
- 2 Zona Reactiva
- 3 Condensador
- 15 4 Flujo de Destilado (cloruro de hidrógeno, nitrógeno y tetracloruro de silicio)
- 5 Rehervidor
- 6 Flujo de Fondo (tetraetoxisilano)
- 7 Zona de rectificado
- 8 Zona de agotamiento
- 20 9 Recipiente receptor de destilado
- 10 Flujo de destilado en fase vapor
- 11 Zona de reflujo domo de la columna
- 12 Flujo líquido de fondo de columna
- 13 Zona de reflujo del rehervidor de la columna

25

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

Proceso para la producción y purificación conjunta de tetraetoxisilano por medio de una columna de destilación reactiva. Es elemental señalar que toda el proceso se lleva a cabo en un equipo principal, el cual consta de una coraza metálica en forma de cilindro y que esta

seccionada por etapas o platos, cada plato es del tamaño del diámetro de la carcasa (básicamente son charolas metálicas con un arreglo de agujeros ubicados estratégicamente, los agujeros tienen un diámetro pertinente para permitir el paso del vapor entre cada etapa), solo dejando un espacio para dejar caer líquido entre cada una de las etapas, esto a lo largo de la vertical del cilindro; cada etapa está equidistante una de otra permitiendo el contacto de las fases líquida y vapor. Lo anterior permitiendo la reacción y separación simultánea de los compuestos. Asimismo, se hace uso de dos equipos auxiliares menores que realizan las tareas de calentamiento de la mezcla, así como de la condensación de los compuestos más ligeros para su fácil manejo. Los siguientes párrafos describirán de manera más detallada cada uno de los signos y su funcionamiento en el proceso presentado.

La corriente de alimentación (1) es conducida a un dispositivo llamado columna de destilación reactiva, esta corriente contiene la mezcla de tetracloruro de silicio y cloruro de hidrógeno en una atmósfera de nitrógeno. Para introducir esta mezcla a la carcasa metálica se hace uso de una bomba de acero inoxidable (específicamente diseñadas para soportar la corrosión), para lograr dicha alimentación. Una vez introducida la mezcla a la columna esta cae al fondo de la columna para permitir el calentamiento de la mezcla y formar la fase vapor, esto se lleva a cabo con el uso de un equipo auxiliar llamado rehervidor (5). Es importante mencionar que en el fondo de la columna se tiene un ducto de salida denominado flujo líquido de fondo de columna (12), el cual conecta la columna con el equipo auxiliar llamado rehervidor. La columna, si se encuentra en funcionamiento, nunca deja de fluir líquido en su interior, esto permite su constante vaporización. El rehervidor tiene de dos salidas: una de ellas conectada a un ducto que se denomina flujo de fondo (6), en la cual obtenemos el tetraetoxisilano a la pureza requerida, esto se logra cuando el proceso está en el equilibrio; y la otra salida conectada a un ducto señalado como zona de reflujo del rehervidor de la columna (13), que asiste brindando vapor a la columna ayudado al proceso de purificación de los componentes. Ya que el vapor comienza a elevarse, la mezcla va incorporándose a las zona reactiva (2) y a la zona de agotamiento (8), hasta la parte superior de la columna, el cual sale por un ducto que transporta el flujo de destilado en fase vapor (10). Una vez llegado el vapor a este ducto se transporta a otro equipo auxiliar denominado condensador (3), la

función de este es permitir que este vapor, cambie de fase a líquido. Ya formado este líquido, se traslada al recipiente receptor de destilado (9). Una vez depositado este flujo en el recipiente, este consta de un ducto, el cual divide el flujo diferentes direcciones: la primera dirección es de vuelta a la columna de destilación dando consigo la denominada zona de reflujo domo de la columna (11) y la segunda dirección llamada flujo de destilado (4). Inicialmente, antes de llegar al equilibrio se direcciona todo el flujo del líquido al interior de la columna por la parte de la zona de reflujo domo de la columna (11), esto permite que los componentes descendan por la zona de rectificado (7), pero más importante es que permite que los compuestos alimentados se introduzcan en la zona reactiva. En esta zona reactiva se produce el componente de interés (tetraetoxisilano), pero mezclado con otros tantos compuestos como lo son el tetracloruro de silicio (SiCl_4), etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) y el cloruro de hidrogeno (HCl) también formado. Ya que se logró la formación del tetraetoxisilano, ahora entran en función las otras dos zonas de la columna, las cuales permitirán la purificación de este componente, esto hasta alcanzar el equilibrio en la columna. Pasando lo anterior, en la zona de agotamiento (8) se tiene esencialmente al tetraetoxisilano purificándose, hasta lograr la pureza requerida y lográndose extraer de la columna por el flujo de destilado (4). El equipo es capaz de producir tetraetoxisilano y a su vez purificarlo a la pureza deseada por el operador, asimismo, se debe hacer notar que la pureza del flujo de fondo, en la cual obtenemos el tetraetoxisilano, va a cambiar dependiendo de las condiciones que requiera el proceso para obtener la pureza deseada en ese momento.

El tetraetoxisilano es considerado un producto químico de especialidad y tiene amplia aplicación en la industria nacional e internacional, sin embargo no hay tecnologías recientes para su producción apropiada y su disponibilidad está supeditada a las condiciones del mercado internacional. Existen algunas propuestas para el desarrollo de dichas tecnologías, sin embargo, el grado de desarrollo del mercado y su potencial de crecimiento justifica el estudio de nuevas propuestas.

Actualmente en la producción de tetraetoxisilano existe la implementación de equipos de reacción y equipos de separación, los cuales básicamente constan de columnas de destilación convencionales. Es importante hacer énfasis en que en la intensa búsqueda bibliográfica que

se ha realizado no se encontró un proceso capaz de producir y purificar conjuntamente el compuesto de interés con un solo equipo. Por lo anterior se propone un proceso adecuado que brinda la ventaja técnica de obtener el compuesto de gran interés comercial en el sector tecnológico, en donde la destilación reactiva se convierte una tecnología particularmente atractiva para las reacciones de esterificación que involucran siete diferentes especies químicas altamente no polares y con propiedades fisicoquímicas particulares. La idea básica, es combinar la reacción y la destilación en una sola columna la cual permita obtener el producto de interés por el fondo de la misma. Como se menciona anteriormente existen en la literatura procesos de reacción, y posterior separación para la obtención del producto, lo que se propone en este escrito es proporcionar la ventaja técnica de producir con un solo equipo el compuesto de interés comercial, en comparación de los múltiples equipos que se requerirían originalmente.

La estructura básica de la mayoría de los procesos de producción consiste en varios recipientes, donde las reacciones químicas tienen lugar, el consumo de reactivos, la producción del producto deseado y de productos intermedios. La tarea consiste en encontrar las condiciones necesarias para encontrar un esquema que produzca el componente (tetraetoxisilano) a diferentes purezas, es decir un diseño único, que respete el número de etapas, la etapa de alimentación, la capacidad de retención del líquido en la columna y la zona reactiva. Lo que se pretende encontrar es un diseño que cumpla con las mismas especificaciones para producir el componente a diversas purezas, es decir una columna de destilación reactiva capaz de dar un producto a diferentes purezas; para después encontrar el cambio adecuado de condiciones para pasar de una pureza a otra.

Se desea ampliar la información antes descrita del proceso añadiendo todas las condiciones de cada una de las etapas antes mencionadas, y así lograr un claro entendimiento de la elaboración del proceso descrito. Las fases del proceso de destilación reactiva para la producción y purificación conjunta del tetraetoxisilano, involucran diversas etapas.

Es importante volver a comentar que todo el proceso se lleva a cabo básicamente en tres equipos. Un equipo principal (columna de destilación reactiva) en donde se lleva a cabo

la reacción para la producción del tetraetoxisilano, y también en este mismo equipo se lleva a cabo la purificación del tetraetoxisilano. Esta columna de destilación reactiva, como se describió anteriormente es básicamente un cilindro metálico, que en su interior contiene platos o etapas. Además, se tienen un par de equipos auxiliares, los cuales hacen la labor de cambiar las fases de los compuestos, para lograr la reacción y separación de la mezcla, y una vez obtenido el producto de domo y fondo, permiten su fácil manejo. El proceso se puede describir de manera detallada de la siguiente forma.

1. La corriente de alimentación es transportada por un tubo de acero inoxidable 316 L (1), y conducida a un dispositivo llamado columna de destilación reactiva, el cual fundamentalmente es un contenedor de tipo cilíndrico construido de acero inoxidable austenítico 304 con un grosor de 6 pulgadas y con un diámetro de 1.80261 metros. La alimentación de los compuestos (tetracloruro de silicio y etanol en una atmósfera de nitrógeno) se lleva a cabo a una presión de 1.01325 bares, a una temperatura de 50 °C y a un flujo de alimentación de 1000 kmol/h (con una fracción molar de 0.1838 de tetracloruro de silicio, 0.3806 de etanol y 0.4356 de nitrógeno), con una presión de 18 bares en el condensador y una caída de presión en la columna de 0.6894 bares.
2. La columna de destilación reactiva debe constar de tres zonas: la zona reactiva, zona de rectificación, y zona de agotamiento. Las etapas reactivas deben estar en el rango óptimo de temperatura para que se desarrolle la reacción (de 239 a 297 °C). Los datos ideales de la capacidad de retención del líquido en la columna es de 0.2 m³.
3. Con las condiciones adecuadas de alimentación, con la elección la presión de operación adecuada, el rango de temperatura adecuado y la reacción; el diseño de la columna se llevó a cabo con el propósito de garantizar la obtención del producto de interés a diferentes purezas por el fondo de cada una de las columnas de destilación reactiva. Es por ello, que inicialmente se determinó el número de etapas totales de la columna para garantizar la separación a la pureza deseada del compuesto de interés. Paralelamente se llevó a cabo el análisis del número de

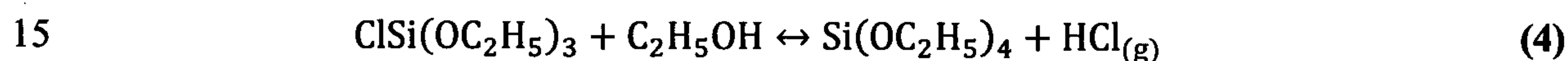
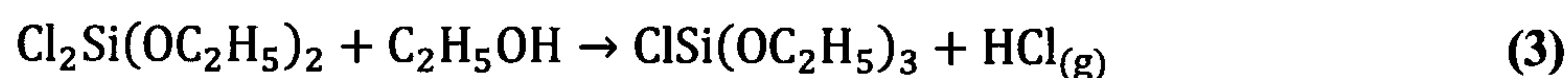
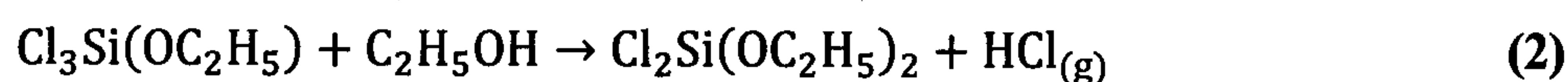
etapas reactivas que se incluyen en las etapas totales, de manera que se alcanzara una conversión adecuada al tetraetoxisilano.

- 5 4. Internamente la columna consta de 15 etapas o platos, separados 0.6096 metros una etapa de otra. En estos platos se lleva a cabo la operación de separación, para esta columna se eligieron platos tipo "Sieve". El plato tipo "Sieve" va a facilitar una mezcla íntima entre las corrientes de líquido y vapor, el líquido transita de un plato a otro por gravedad en sentido descendente, mientras que el vapor mana en sentido ascendente a través de los orificios de cada plato, burbujeando a través del líquido.
- 10 5. La columna se puede dividir en tres secciones. la primera división en la parte inferior o zona de agotamiento (8), la cual se encarga de purificar el componente de interés y se va a constituir de 5 etapas o platos, ya contados en los platos totales de la columna. La sección intermedia o zona reactiva (2), donde se permite el contacto adecuado entre los reactivos para llevar a cabo la reacción, esta zona
15 consta de 7 etapas o platos, distribuidos de la etapa 3 a la etapa 10 de la columna, si se establece que la etapa 1 es el condensador de la misma. Y por último la sección superior de la columna o zona de rectificado (7), que solo consta de 3 etapas.
- 20 6. De la zona inferior de la columna hay una salida de fluido (12). Este fluido es conectado mediante tubería a un rehervidor tipo "Kettle" (5), en este rehervidor se genera vapor, el cual es conducido nuevamente mediante tubería hacia la columna de destilación reactiva (13). El tubo mostrado en (12) provee la alimentación al rehervidor (8). En el rehervidor de la columna (5), existe un ducto que permite la salida de flujo del tetraetoxisilano a la pureza requerida (6).
- 25 7. La zona del domo de la columna consta de un ducto que permite la salida de vapor del tetracloruro de silicio sin reaccionar y nitrógeno casi en su mayoría, acompañado de trazas de cloruro de hidrógeno y etanol (10), dicho flujo pasa a un condensador de tipo coraza y tubo (3), en donde otro tubo provee un flujo de agua que arrastra el calor del flujo de vapor y se transforma en líquido. El líquido
30 resultante del condensador pasa a un recipiente en forma de cilindro que acumula

de manera provisional (9), para posteriormente dividirlo en dos tuberías, una que se devuelve a la columna en forma de reflujo (11) y otro ducto que lleva tetracloruro de silicio sin reaccionar y nitrógeno (4).

5 8. En total el proceso de destilación reactiva para la producción de tetraetoxisilano consta de 15 etapas, las cuales incluyen el rehervidor y el condensador de la columna de destilación, con una altura de columna 9.144 metros. Y un diámetro de la columna de 1.803 metros.

10 9. La reacción que se lleva a cabo en el proceso, esta tiene lugar en cuatro etapas, donde tres de ellas generan productos intermedios no aislables ($\text{Cl}_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)$, $\text{Cl}_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$ y al $\text{ClSi}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$) y como subproducto cloruro de hidrógeno $\text{HCl}_{(g)}$, según las ecuaciones 1 a 4.



20 10. Es evidente referenciar que se necesita tener como materia prima al tetracloruro de silicio (SiCl_4) y al Etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), inicialmente se introducen a la columna (recipiente cilíndrico), se tiene definida una zona de reacción predeterminada para ver si se cumple la producción del producto de interés en este caso se introducen estos dos compuestos (SiCl_4 y $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) en un ambiente de nitrógeno, a las condiciones de 1.01325 bares y 50 °C. Para posteriormente llevar a cabo la reacción en la zona reactiva que consta de 7 etapas o platos, las cuales están dentro de las condiciones de temperatura de 239 a 297 °C y 18 bares de presión, el proceso puede llegar a estas condiciones de temperatura en cinco de horas de operación y alcanzar el equilibrio. Es importante señalar que un exceso pequeño de etanol tiene un efecto adverso en obtener la mayor cantidad de tetraetoxisilano posible, sin embargo, conforme se incrementa la cantidad de etanol en exceso el

25

estado de equilibrio se desplaza para hasta obtener una conversión casi del 100% en base al tetracloruro de silicio.

- 5 11. Los cálculos termodinámicos para la reacción y separación, se deben realizar utilizando el modelo UNIQUAC, puesto que es el ideal para los compuestos que se tienen en la mezcla. Ya que el grado de reacción para la producción del tetraetoxisilano, y en general el de cualquier reacción química, depende en última instancia de las restricciones termodinámicas y cinéticas del sistema. Una vez teniendo las propiedades termodinámicas y la cinética de la mezcla de reacción se determinan los límites de la zona alcanzable considerando que en un sistema de
- 10 destilación reactiva.
12. Las condiciones del proceso para purificar el tetraetoxisilano son: para 0.985 fracción másica, un reflujo de 1.293 y una carga térmica de 8367.339 kW; para 0.990 fracción másica, un reflujo de 1.485 y una carga térmica de 9146.098 kW; para 0.992 fracción másica, un reflujo de 1.598 y una carga térmica de 9713.657
- 15 kW; para 0.995 fracción másica, un reflujo de 1.976 y una carga térmica de 11660.86 kW; para 0.997 fracción másica, un reflujo de 2.658 y una carga térmica de 14998.972 kW; y para 0.999 fracción másica, un reflujo de 5.685 y una carga térmica de 30008.12 kW.
- 20 Es importante identificar la posibilidad de realizar la separación del componente de interés en el mismo equipo donde se llevó a cabo la reacción. Para ello se verifica que la separación no afecte el proceso de reacción, sino que favorezca la formación del producto de interés.

A partir de las etapas precedentemente mencionadas es importante resaltar que, en contra de las ventajas que expone la destilación reactiva hay una serie de posibles limitaciones y

25 dificultades a considerar en una columna de destilación reactiva para la producción del tetraetoxisilano a diferentes purezas. Las limitaciones generales y sus consecuencias para la producción de tetraetoxisilano son las siguientes:

- 1) Se tiene que verificar la volatilidad relativa de los componentes. Los reactivos y los productos deben tener la volatilidad apropiada para mantener altas concentraciones de reactivos y bajas concentraciones de productos de la zona de reacción.
- 2) Es valioso también resaltar que las diferencias de punto de ebullición del tetraetoxisilano, cloruro de hidrógeno, tetracloruro de silicio, y etanol son muy grandes, para una presión de 18 bares. Por lo anterior, la separación por destilación en estos casos debería ser muy simple. Por lo tanto, la volatilidad relativa es favorable para la aplicación de destilación reactiva.
- 3) Además es importante tener en cuenta, que para la reacción de esterificación de tetracloruro de silicio con etanol es importante la adición de cuatro veces la cantidad de etanol necesaria para hacer reaccionar el equivalente estequiométrico del compuesto trisustituido ($\text{ClSi}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$) de manera tal que permita el desplazamiento del equilibrio hacia el tetraetoxisilano, lo cual representa la preacidificación del etanol. Y así evitar un impacto negativo en la relación de equilibrio por el incremento en la cantidad de cloruro de hidrógeno absorbido.

EJEMPLOS

La producción del tetraetoxisilano es, sin duda, un proceso que presenta muchos inconvenientes, esencialmente, en el costo para su obtención debido a que se requieren purzas bastante elevadas sobre todo en el caso de aplicaciones de alto valor agregado. El proceso convencional se ejemplifica de la siguiente manera, la estructura básica propuesta para la red de unidades de reacción para la alcoxilación de tetracloruro de silicio con etanol se modelo en la siguiente manera: la primera unidad de reacción (reactor) recibe 0.1195 moles de tetracloruro de silicio puro y los hace reaccionar con 0.4762 mol/min de etanol ácido a 20 °C. La mezcla de reacción proveniente de la primera unidad se alimenta directamente a la segunda unidad donde se adiciona el exceso de 0.4762 gmol/min de etanol puro. La corriente de salida de la segunda unidad de reacción se alimenta a la unidad de separación de donde el etanol ácido se alimenta a la primera unidad de reacción.

La red de unidades de reacción que consta de dos reactores continuos con agitación perfecta con volúmenes de mezcla de reacción de aproximadamente 910 segundos donde se hacen reaccionar 22.22 gramos por minuto de tetracloruro de silicio dosificados en la primera unidad de reacción con 21.90 gramos por minuto de etanol dosificados en la segunda unidad de reacción para producir tetraetoxisilano con una pureza superior al 99%, esto depende en primera instancia de la temperatura de operación de la unidad de separación de la corriente de salida de la segunda unidad de reacción.

Una alternativa al proceso convencional de producción del tetraetoxisilano implica el uso de destilación reactiva como se muestra en la Fig. 1, la cual abate la gran desventaja del proceso convencional, en el que se requieren equipos independientes de reacción y separación para obtener el producto final. Por lo anterior, se presenta un ejemplo de destilación reactiva para la producción de tetraetoxisilano de alta pureza.

La reacción consiste en cuatro etapas con compuestos intermedios en la reacción. Básicamente, el tetracloruro de silicio (SiCl_4) y el etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) reaccionan para obtener en la primera etapa $\text{Cl}_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)$ y cloruro de hidrógeno $\text{HCl}_{(g)}$. Posteriormente en la segunda etapa $\text{Cl}_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)$ reacciona con etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), para obtener $\text{Cl}_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$ y cloruro de hidrógeno $\text{HCl}_{(g)}$; en la tercera etapa el $\text{Cl}_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$ reacciona con etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), para obtener $\text{ClSi}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ y cloruro de hidrógeno $\text{HCl}_{(g)}$; y finalmente, el $\text{ClSi}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$, reacciona con etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), obteniendo $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ y $\text{HCl}_{(g)}$. Las tres primeras etapas son muy rápidas siendo la última etapa la más lenta y la que es fundamental en el rendimiento global de la reacción.

Ya que la mezcla es altamente no polar, se seleccionó la ecuación de estado UNIQUAC para realizar el cálculo termodinámico.

La columna de destilación reactiva típica consta de tres secciones: la zona de rectificación, la zona de reacción y la sección de agotamiento, situados en la parte superior, media e inferior, respectivamente. El trabajo se efectuó sobre el diseño de una columna de destilación reactiva para la producción de tetraetoxisilano.

El diseño se realizó para cubrir una amplia gama de purezas. La Tabla 1 describe las características principales de este sistema. Se debe de tener en cuenta que en una breve comparación entre ellos, la variable que muestra el cambio, es el reflujo de la columna y el servicio de calor del rehervidor; siempre que aumenta esta carga térmica del rehervidor, se obtiene una mayor pureza.

Para la producción y separación del tetraetoxisilano, el diseño consta de una columna de destilación reactiva de 15 platos, 7 etapas de reacción que se encuentran en el intervalo del plato 3 al 10. La alimentación de los compuestos (tetracloruro de silicio, cloruro de hidrógeno en una atmosfera de nitrógeno) se lleva a cabo a una presión de 1.01325 bares, a una temperatura de 50 °C y a un flujo de alimentación de 1000 kmol/h (con una fracción molar de 0.1838 de tetracloruro de silicio, 0.3806 de etanol y 0.4356 de nitrógeno), con una presión de 18 bares en el condensador y una caída de presión en la columna de 0.6894 bares. Y con una capacidad de retención del líquido en la columna de 0.2 m³.

Tabla 1. Topología de la columna de destilación reactiva para la producción de tetraetoxisilano.

Pureza (en base másica)	0.985	0.99	0.992	0.995	0.997	0.999
Etapas o platos	15					
Etapas de alimentación	13					
Tipo de Condensador	Total					
Tipo de Rehervidor	Kettle					
	Especificaciones de diseño					
Relación de Reflujo	1.293	1.485	1.598	1.976	2.658	5.685
Carga Térmica [kW]	8367.33 9	9146.0 98	9713.657	11660.8 6	14998.9 72	30008.12



19

Presión [bar]	18	
Caída de Presión [psia]	10	
Etapas Reactivas		
Etapá inicial	Etapá final	
3	10	
Capacidad de retención del líquido		
Etapá inicial	Etapá final	Vol. [m³]
3	10	0.2

REIVINDICACIONES

1) El proceso de destilación reactiva para la producción y purificación conjunta de tetraetoxisilano caracterizado por:

- a) Inicialmente, una corriente de alimentación de 1000 kmol/h (1), que contiene la mezcla de tetracloruro de silicio, cloruro de hidrógeno en una atmósfera de nitrógeno (fracción molar de 0.1838, 0.3806, y 0.4356, respectivamente), es conducida a un dispositivo llamado columna de destilación reactiva que consta de 15 etapas o platos separados 0.6096 metros una etapa de otra; la columna de destilación deberá operar a 18 bares en el condensador y una caída de presión en la columna de 0.6894 bares y deberá ser alimentada en el plato o etapa 13.
- b) Para introducir esta mezcla a la carcasa metálica, se hace uso de una bomba de acero inoxidable (específicamente diseñada para soportar la corrosión), para lograr dicha alimentación.
- c) Una vez introducida la mezcla a la columna, esta cae al fondo de la columna para permitir el calentamiento de la mezcla y formar la fase vapor, esto se lleva a cabo con el uso de un equipo auxiliar llamado rehervidor (5).
- d) Es importante mencionar que en el fondo de la columna se tiene un ducto de salida denominado flujo líquido de fondo de columna (12), el cual conecta la columna con el equipo auxiliar llamado rehervidor; la columna deberá operar con un flujo líquido en el fondo de la columna de 21811.58 kg/h, 21701.43 kg/h, 21657.67 kg/h, 21592.37 kg/h, 21549.06 kg/h, 21505.92 kg/h para producir purezas en fracción másica de 98.5, 99, 99.2, 99.5, 99.7, y 99.9 respectivamente.
- e) El rehervidor tiene dos salidas: una de ellas conectada a un ducto que se denomina flujo de fondo (6), en la cual obtenemos el tetraetoxisilano a la pureza requerida, esto se logra cuando el proceso está en el equilibrio; y la otra salida conectada a un ducto señalado como zona de reflujo del rehervidor de la columna (13), que asiste brindando vapor a la columna ayudado al proceso de purificación de los componentes; la columna deberá de operar con una carga térmica de 8367.339 kW, 9146.098 kW, 9713.657 kW, 11660.86 kW, 14998.972 kW, para obtener una pureza en fracción másica de 0.985, 0.99, 0.992, 0.995, 0.997, y 0.999 respectivamente.

- f) Ya que el vapor comienza a elevarse, la mezcla va incorporándose a la zona reactiva (2) y a la zona de agotamiento (8), hasta la parte superior de la columna, el cual sale por un ducto que transporta el flujo de destilado en fase vapor (10).
- 5 g) Una vez llegado el vapor a este ducto se transporta a otro equipo auxiliar denominado condensador (3), la función de este es permitir que este vapor, cambie de fase a líquido, ya formado este líquido, se traslada al recipiente receptor de destilado (9).
- 10 h) Una vez depositado este flujo en el recipiente, este consta de un ducto, el cual divide el flujo diferentes direcciones: la primera dirección es de vuelta a la columna de destilación dando consigo la denominada zona de reflujo domo de la columna (11) y la segunda dirección llamada flujo de destilado (4); la columna deberá de operar con un reflujo de 1.485, 1.598, 1.976, 2.658, y 5.685, para obtener una pureza en fracción másica de 0.985, 0.99, 0.992, 0.995, 0.997, y 0.999 respectivamente.
- 15 i) Inicialmente antes de llegar al equilibrio se direcciona todo el flujo del líquido al interior de la columna por la parte de la zona de reflujo domo de la columna (11), esto permite que los componentes descendan por la zona de rectificado (7), pero más importante es que permite que los compuestos alimentados se introduzcan en la zona reactiva.
- 20 j) En esta zona reactiva se produce el componente de interés (tetraetoxisilano), pero mezclado con otros tantos compuestos como lo son el tetracloruro de silicio (SiCl_4), etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) y el cloruro de hidrógeno (HCl) también formado; las etapas reactivas deben estar en el rango óptimo de temperatura para que se desarrolle la reacción (de 239 a 297 °C); la capacidad de retención del líquido en la columna es de 0.2 m³.
- 25 k) Ya que se logró la formación del tetraetoxisilano, ahora entran en función las otras dos zonas de la columna, las cuales permitirán la purificación de este componente, esto hasta alcanzar el equilibrio en la columna.
- 30 l) Pasando lo anterior, en la zona de agotamiento (8) se tiene esencialmente al tetraetoxisilano purificándose, hasta lograr la pureza requerida y lográndose extraer de la columna por el flujo de destilado (4).

- 2) El proceso de destilación reactiva para la producción de tetraetoxisilano descrito en la reivindicación 1, en donde las reacciones que se llevan a cabo en el proceso, tienen como productos intermedios al $\text{Cl}_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)$, $\text{Cl}_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$ y al $\text{ClSi}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ y como subproducto al cloruro de hidrógeno $\text{HCl}_{(g)}$.
- 5 3) El proceso de destilación reactiva para la producción de tetraetoxisilano, descrito en la reivindicación 1, caracterizado porque la alimentación de los compuestos: tetracloruro de silicio, cloruro de hidrógeno en una atmósfera de nitrógeno, se lleva a cabo a una presión de 1.01325 bares, a una temperatura de 50 °C y a un flujo de alimentación de 1000 kmol/h (con una fracción molar de 0.1838 de tetracloruro de silicio, 0.3806 de etanol y 0.4356 de nitrógeno), con una presión de 18 bares en el condensador y una caída de presión en la columna de 0.6894 bares.
- 10 4) El proceso de destilación reactiva para la producción de tetraetoxisilano descrito en la reivindicación 1, en donde el número de etapas es de 15, las cuales incluyen el rehervidor y el condensador de la columna de destilación, con una altura de columna de entre 8 y 10 metros.
- 15 5) El proceso de destilación reactiva para la producción y purificación conjunta de tetraetoxisilano descrito en las reivindicaciones 1, 5 y 6, caracterizado porque el diámetro de la columna se encuentra entre 1.5 y 2 metros.
- 20 6) El proceso de destilación reactiva descrito en las reivindicaciones 1, 3, 7 y 8 caracterizados porque el número de etapas reactivas es de 7, con una ubicación de la etapa 3 a 10, considerando la etapa 1 la del condensador.
- 25 7) El proceso de destilación reactiva para la producción y purificación conjunta de tetraetoxisilano descrito en la reivindicación 1, en donde se tiene un intervalo de operación entre 18 y 20 bares para las purezas del componente de interés (0.985-0.999 de fracción másica).
- 30 8) El proceso de destilación reactiva para la producción y purificación conjunta de tetraetoxisilano descrito en la reivindicación 1, en donde las condiciones de operación de la columna de para purificar el tetraetoxisilano son para 0.999 fracción másica, un reflujo de 5.685 y una carga térmica de 30008.12 kW.

- 9) El proceso de destilación reactiva para la producción y purificación conjunta tetraetoxisilano descrito en las reivindicaciones 1 y 11 en donde las condiciones de operación de la columna se llevan a cabo a una temperatura en la zona de reacción entre los 239 a 297°C.

RESUMEN

- La presente invención proporciona un proceso para la producción y purificación conjunta de tetraetoxisilano a diferentes purezas a partir de etanol y tetracloruro de silicio. El proceso comprende el flujo en relación de un mol de tetracloruro de silicio, por cuatro moles de etanol
- 5 a través de una única columna de destilación reactiva. La columna de destilación reactiva proporciona un contacto íntimo entre el tetracloruro de silicio y el etanol, formando tetraetoxisilano y cloruro de hidrógeno por medio de cuatro reacciones secuenciales. A las concentraciones etanol debidas, temperatura adecuada, y una capacidad de retención del líquido en la columna de 0.2 metros cúbicos, se garantiza la producción del tetraetoxisilano.
- 10 El proceso comprende además la eliminación continua de tetracloruro de silicio y cloruro de hidrógeno de alta pureza de la parte superior de la columna y la purificación a diversas escalas del tetraetoxisilano en la parte inferior de la columna.

1/1

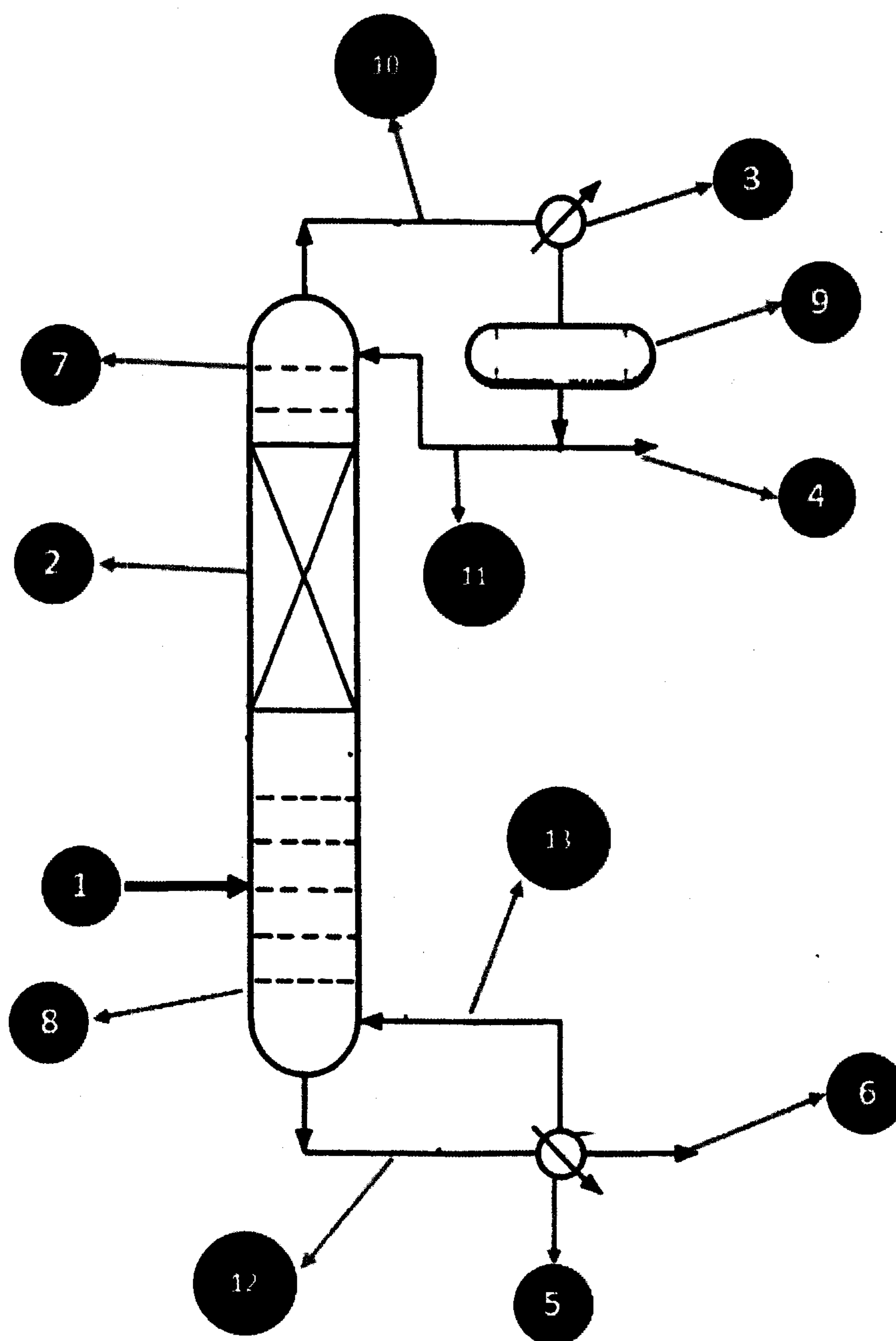


Figura 1