(19)日本国特許庁(JP)　(12)公表特許公報(A)　(11)特許出願公表番号
特表2007-510616
(P2007-510616A)
(43)公表日　平成19年4月26日(2007.4.26)

(51)Int.Cl.			F I			テーマコード（参考）
C01B	7/24	(2006.01)	C01B	7/24		
C01B	7/19	(2006.01)	C01B	7/19	Z	

審査請求 未請求　予備審査請求 未請求　（全 9 頁）

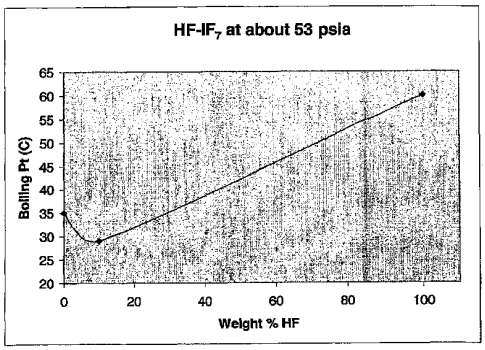
(21)出願番号　特願2006-539650 (P2006-539650)
(86)(22)出願日　平成16年11月5日 (2004.11.5)
(85)翻訳文提出日　平成18年5月17日 (2006.5.17)
(86)国際出願番号　PCT/US2004/036815
(87)国際公開番号　WO2005/044726
(87)国際公開日　平成17年5月19日 (2005.5.19)
(31)優先権主張番号　10/701,574
(32)優先日　平成15年11月5日 (2003.11.5)
(33)優先権主張国　米国(US)

(71)出願人　500575824
ハネウェル・インターナショナル・インコーポレーテッド
アメリカ合衆国・０７９６２－２２４５・ニュージャージー・モーリスタウン・ピーオー・ボックス・２２４５・コロンビア・ロード・１０１
(74)代理人　100089705
弁理士　社本　一夫
(74)代理人　100140109
弁理士　小野　新次郎
(74)代理人　100075270
弁理士　小林　泰
(74)代理人　100080137
弁理士　千葉　昭男

最終頁に続く

(54)【発明の名称】七フッ化ヨウ素及びフッ化水素の共沸様組成物

(57)【要約】
本発明は、七フッ化ヨウ素及びフッ化水素の共沸混合物及び共沸様混合物に関する。この混合物は、フッ素化剤として、また七フッ化ヨウ素の精製において有用である。



【特許請求の範囲】
【請求項１】
本質的に七フッ化ヨウ素及びフッ化水素からなる共沸組成物。
【請求項２】
本質的に約１～約２８重量のフッ化水素及び約７２～約９９重量％の七フッ化ヨウ素からなる、共沸又は共沸様組成物であって、約１８ｐｓｉａ（０．１２ＭＰａ）～約１２５ｐｓｉａ（０．８６ＭＰａ）の圧力にて約５℃～約５０℃の沸点を有する、前記組成物。
【請求項３】
フッ化水素及び七フッ化ヨウ素からなる、請求項２記載の組成物。
【請求項４】
フッ化水素が、約２～約２４重量％の量で存在する、請求項２記載の組成物。
【請求項５】
約５２ｐｓｉａ（０．３６ＭＰａ）の圧力にて約２８℃の沸点を有する、請求項２記載の組成物。
【請求項６】
共沸又は共沸様組成物を形成する方法であって、本質的に、約１～約２８重量％のフッ化水素及び約７２～約９９重量％の七フッ化ヨウ素をブレンドすることからなり、該組成物が、約１８ｐｓｉａ（０．１２ＭＰａ）～約１２５ｐｓｉａ（０．８６ＭＰａ）の圧力にて約５℃～約５０℃の沸点を有する、前記方法。
【請求項７】
組成物が、フッ化水素及び七フッ化ヨウ素からなる、請求項６記載の方法。
【請求項８】
フッ化水素が、約２～約２４重量％の量で存在する、請求項６記載の方法。
【請求項９】
組成物が、約５２ｐｓｉａ（０．３６ＭＰａ）の圧力にて約２８℃の沸点を有する、請求項６記載の方法。
【請求項１０】
過剰な七フッ化ヨウ素からＨＦ及び七フッ化ヨウ素の共沸又は共沸様組成物を分離することにより、少なくともＨＦ及び七フッ化ヨウ素の混合物からＨＦを除去する方法。
【請求項１１】
分離が蒸留により行われる、請求項１０記載の方法。
【請求項１２】
共沸組成物が、本質的に、約１～約２８重量％のフッ化水素及び約７２～約９９重量％の七フッ化ヨウ素からなる、請求項１０記載の方法。
【請求項１３】
共沸組成物が、本質的に、約２～約２４重量％のフッ化水素及び約７６～約９８重量％の七フッ化要素からなる、請求項１０記載の方法。
【請求項１４】
過剰なＨＦからＨＦ及び七フッ化ヨウ素の共沸又は共沸様組成物を分離することにより、少なくともＨＦ及び七フッ化ヨウ素の混合物から七フッ化ヨウ素を除去する方法。
【請求項１５】
分離が蒸留により行われる、請求項１４記載の方法。
【請求項１６】
共沸組成物が、本質的に、約１～約２８重量％のフッ化水素及び約７２～約９９重量％の七フッ化ヨウ素からなる、請求項１４記載の方法。
【請求項１７】
共沸組成物が、本質的に、約２～約２４重量％のフッ化水素及び約７６～約９８重量％の七フッ化要素からなる、請求項１４記載の方法。
【発明の詳細な説明】
【発明の開示】

【０００１】
発明の分野
本発明は、七フッ化ヨウ素及びフッ化水素の共沸又は共沸様組成物に関する。
【０００２】
背景
種々の強度をもつフッ素化剤に対する必要性が存在する。七フッ化ヨウ素は、五フッ化ヨウ素よりも活性が高いフッ素化剤であるが、元素状態のフッ素よりは活性が低いことが分かっている。また、七フッ化ヨウ素は、半導体の製造においても使用されてきた（例えば、米国特許第５，３６２，３５０号）。半導体の製造には、高純度の化学物質が必要となる。七フッ化ヨウ素は、純粋な物質として調製することが困難である。
【０００３】
七フッ化ヨウ素及びＨＦが共沸混合物を形成しないことは知られている（M. Rogers, J.Speirs, M. Panish, and H. Thompson, Journal of the American Chemical Society, 78, 936[1956]）。したがって、七フッ化ヨウ素及びフッ化水素の共沸又は共沸様混合物が確かに存在することを見つけることは驚くべきことである。七フッ化ヨウ素及びフッ化水素の共沸又は共沸様混合物は、七フッ化ヨウ素を精製する際の用途が見出される。
【０００４】
発明の要旨
一の態様において、本発明は、本質的に、七フッ化ヨウ素及びフッ化水素からなる共沸組成物を提供する。
【０００５】
本発明は、更に、本質的に、約１～約２８重量％のフッ化水素及び約７２～約９９重量％の七フッ化ヨウ素からなる共沸又は共沸様組成物であって、約１８ｐｓｉａ（０．１２ＭＰａ）～約１２５ｐｓｉａ（０．８６ＭＰａ）の圧力にて約５℃～約５０℃の沸点を有する、前記組成物を提供する。
【０００６】
別の態様において、本発明は、共沸又は共沸様組成物を形成する方法であって、約１～約２８重量％のフッ化水素及び約７２～約９９重量％の七フッ化ヨウ素をブレンドすることを含み、該組成物が、約１８ｐｓｉａ（０．１２ＭＰａ）～約１２５ｐｓｉａ（０．８６ＭＰａ）の圧力にて約５℃～約５０℃の沸点を有する、前記方法を提供する。
【０００７】
更に別の態様において、本発明は、残りの物質からＨＦ及び七フッ化ヨウ素の共沸又は共沸様組成物を分離することにより、少なくともＨＦ及び七フッ化ヨウ素を含有する混合物からＨＦ及び／又は七フッ化ヨウ素を除去するための方法を提供する。
【０００８】
好ましい態様の具体的な説明
七フッ化ヨウ素を調製する方法においては、前駆体試薬を元素状態のフッ素によりフッ素化する。かかる前駆体の反応生成物としては、七フッ化ヨウ素、未反応フッ素及び他の前駆体、ならびに、他の副生物又は汚染物質が挙げられる。商業的なフッ素がごくわずかなＨＦ、CF_4、及び他の化合物を含有することは一般的である。更に、七フッ化ヨウ素はごくわずかな水と反応して、フッ化水素及び他の汚染物質を生成する可能性がある。どのような供給源であっても、ＨＦにより汚染された七フッ化ヨウ素は、多くの用途で許容されない。七フッ化ヨウ素及びＨＦの共沸又は共沸様組成物は、試料からＨＦを除去し、ＨＦを含まない七フッ化ヨウ素を得るのに有用である。また、七フッ化ヨウ素及びＨＦの共沸又は共沸様組成物を使用して、ＨＦ試料から七フッ化ヨウ素を除去することも可能である。
【０００９】
流体の熱力学状態は、その圧力、温度、液体組成及び蒸気組成により定義される。真の共沸組成物に関しては、液体組成と蒸気組成が、所与の温度及び圧力範囲において本質的に同じである。実際的な観点では、これは、諸成分を相変化の間に分離することができな

いことを意味している。本発明の目的のためには、共沸様組成物は、定沸点特徴と、沸騰又は蒸発したときに分別されないという傾向に関して、成分が真の共沸混合物と同様にふるまうことを意味する。沸騰又は蒸発の間、液体成分は、変化したとしてもごくわずかしか変化しない。これは、液体及び蒸気成分が蒸発又は凝縮の間に実質的に変化する、非共沸様組成物とは対照的である。本発明の意味の範囲内において、候補化合物が共沸様であるか否かを決定する一つのやり方は、混合物をその別々の成分へと分離すると予想される条件下でその試料を蒸留することである。混合物が非共沸又は非共沸様であれば、その混合物は分別される、すなわち、その種々の成分へと分離され、最も低沸点の成分が最初に蒸留により除去され、その後に続く。混合物が共沸様であれば、わずか有限量の第一の蒸留カットが得られるが、この蒸留カットは混合物成分のすべてを含有し、また、定沸点であるか又は単一の物質のようにふるまう。共沸様組成物の別の特徴は、共沸様であり、同じ成分を種々の割合で含有する組成物が一定の範囲で存在することである。すべてのそのような組成物が、本明細書中で使用する共沸様という用語に含められる。例として、異なる圧力では、その組成の沸点が変化するように、所与の共沸混合物の組成が少なくともわずかに変化することは周知である。このように、二成分の共沸混合物は、独特なタイプの関係を示すが、変化可能な組成は温度及び／又は圧力に依存する。当技術分野においてよく知られているように、共沸混合物の沸点は圧力と共に変化する。

【００１０】

本明細書中で使用するように、共沸混合物は、周囲の混合物組成の沸点に関して、最大又は最低の沸点を示す液体混合物である。共沸又は共沸様組成物は、２種又はそれより多い異なる成分の混合物であり、所与の圧力下で液体形態である場合は、実質的に一定の温度で沸騰し、その温度は諸成分の沸騰温度より高くても、又は低くてもよく、沸騰している間に液体組成と本質的に同一の蒸気組成を提供する。本発明の目的のため、共沸組成物には、共沸混合物のようにふるまう組成物、すなわち、定沸点特徴、あるいは、沸騰又は蒸発したときに分別されないという傾向を有する組成物を意味する共沸様組成物が含まれると定義される。このように、沸騰又は蒸発の間に形成される蒸気の組成は、もとの液体組成と同じであるか、又は実質的に同じである。それゆえ、沸騰又は蒸発の間に、液体組成は、変化したとしても、最小限又は無視してよい程度しか変化しない。これは、沸騰又は蒸発の間に液体組成が実質的な程度まで変化する非共沸様組成物とは対照的である。したがって、共沸又は共沸様組成物の本質的な特徴は、所与の圧力において、液体組成の沸点が固定されていること、及び、沸騰している組成を超える蒸気の組成が、本質的に液体の組成であること、すなわち、液体組成の諸成分が分別されないことである。共沸組成物の各成分の沸点及び重量％はどちらも、共沸又は共沸様液体組成物を異なる圧力にて沸騰させた場合に変化してもよい。このように、共沸又は共沸様組成物は、その諸成分間の関係に関して、又は、諸成分の構成上の範囲に関して、又は、特定の圧力において固定された沸点により特徴付けられる組成物の各成分の正確な重量％に関して、定義することができる。

【００１１】

本発明は、共沸又は共沸様組成物を形成するのに有効な量のフッ化水素及び七フッ化ヨウ素を含む組成物を提供する。有効量とは、他の成分と組み合わせた場合に共沸又は共沸様混合物が形成される、各々の成分の量を意味する。本発明の組成物は、好ましくは、七フッ化ヨウ素と共にフッ化水素のみの組合せから本質的になる二成分の共沸混合物である。

【００１２】

好ましい態様において、本発明の組成物は、約１～約２８重量％、好ましくは約２重量％～約２４重量％、最も好ましくは約４重量％～約２０重量％のＨＦを含有する。好ましい態様において、本発明の組成物は、約７２～約９９重量％、好ましくは約７６重量％～約９８重量％、最も好ましくは約８０重量％～約９６重量％の七フッ化ヨウ素を含有する。本発明の組成物は、約１８ｐｓｉａ（０．１２ＭＰａ）～約１２５ｐｓｉａ（０．８６ＭＰａ）の圧力にて約５℃～約５０℃の沸点を有する。約１０重量％のＨＦ及び約９０重

量％の七フッ化ヨウ素を有する共沸又は共沸様組成物は、約２８℃及び５３ｐｓｉａ（０．３７ＭＰａ）にて沸騰することが分かった。

【００１３】

本発明の別の好ましい態様において、例えば蒸留又は他の当技術分野が認識する分離手段で、ＨＦ及び七フッ化ヨウ素の共沸組成物を除去することにより、少なくともＨＦ及び七フッ化ヨウ素を含有する混合物からＨＦを除去することができる。

【００１４】

以下の非限定的な実施例により本発明を説明する。

【００１５】

実施例１

７１４ｇの粗七フッ化ヨウ素及び５０ｇのＨＦを約１９℃で混合して、約３５ｐｓｉａ（０．２４ＭＰａ）の圧力を与えた。

【００１６】

実施例２

７１１ｇの粗七フッ化ヨウ素及び４８ｇのＨＦを約２０．３℃で混合して、約３５．７ｐｓｉａ（０．２５ＭＰａ）の圧力を与えた。

【００１７】

実施例３

少量のＨＦを含有する２７８ｇの粗七フッ化ヨウ素、及び、８５０ｇの混合物（およそ２５％の七フッ化ヨウ素及び７５％の五フッ化ヨウ素）を蒸留した。温度及び蒸気圧を測定し、蒸気相の組成をフーリエ変換赤外分光計により測定した。オーバーヘッド流れの共沸又は共沸様組成物の一定の組成は、ＨＦが約１０重量％、七フッ化ヨウ素が約９０重量％であった。これを図１にプロットする。ＨＦの沸点は約５３ｐｓｉａ（０．３７ＭＰａ）にて約６０℃であり、七フッ化ヨウ素の沸点は、約５３ｐｓｉａ（０．３７ＭＰａ）にて約３４℃であることに注目されたい。この図から、ＨＦ－IF_7混合物の沸点はそれぞれ個々の成分の沸点よりも低いことが観察される。この実施例から、共沸混合物は約１０重量％のＨＦと９０重量％の七フッ化ヨウ素であることが分かる。

【図面の簡単な説明】

【００１８】

【図１－１】図１は、共沸又は共沸様組成物の沸点が、ＨＦの沸点又は七フッ化ヨウ素の沸点のいずれかよりも低いことを示す沸点曲線である。

【図１－２】図１は、共沸又は共沸様組成物の沸点が、ＨＦの沸点又は七フッ化ヨウ素の沸点のいずれかよりも低いことを示す沸点曲線である。

【図１－１】

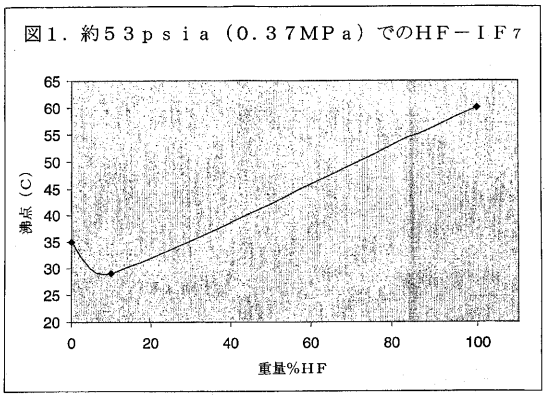


図1．約５３ｐｓｉａ（０．３７ＭＰａ）でのＨＦ－ＩＦ７
沸点（C）
65
60
55
50
45
40
35
30
25
20
0
20
40
60
80
100
重量%HF

【図１－２】

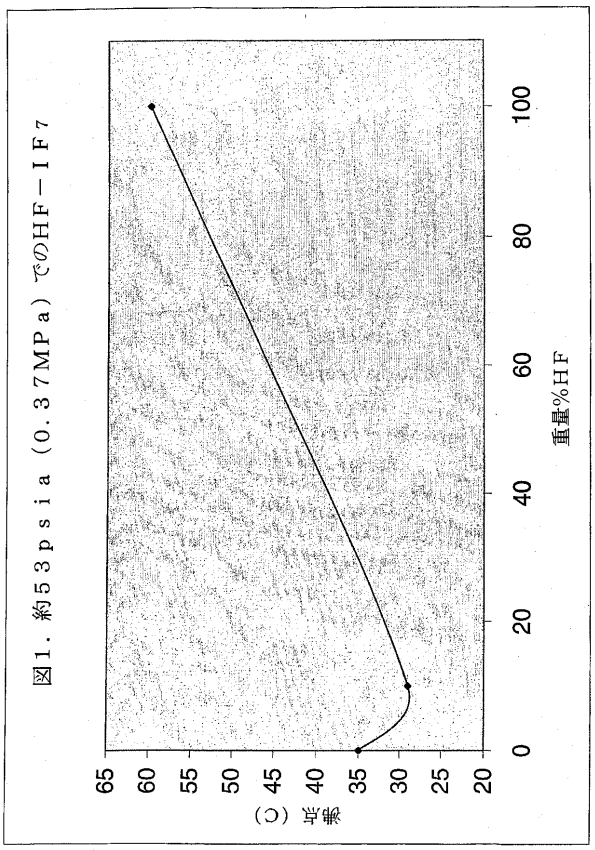


図1．約５３ｐｓｉａ（０．３７ＭＰａ）でのＨＦ－ＩＦ７
沸点（C）
65
60
55
50
45
40
35
30
25
20
0
20
40
60
80
100
重量%HF

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/US2004/036815

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 C01B7/19 C01B7/24

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)
IPC 7 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 practical, search terms used)
EPO-Internal, PAJ, WPI Data, CHEM ABS Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 02/098529 A (HONEYWELL INTERNATIONAL, INC; PHAM, HANG, T; SINGH, RAJIV, R; TUNG, HS) 12 December 2002 (2002-12-12) claims 1-10	1-17
A	US 6 147 006 A (MOURI ET AL) 14 November 2000 (2000-11-14) claims 1,2,5	1-9

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier document but published on or after the international filing date
"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)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"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
"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
"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.
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
17 March 2005	31/03/2005
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer Werner, H

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (January 2004)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No
PCT/US2004/036815

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)			Publication date
WO 02098529	A	12-12-2002	DE	02737315	T1	11-11-2004
			EP	1425076	A1	09-06-2004
			ES	2220248	T1	16-12-2004
			JP	2005503249	T	03-02-2005
			WO	02098529	A1	12-12-2002
			US	2003009065	A1	09-01-2003
			US	2004084295	A1	06-05-2004
US 6147006	A	14-11-2000	JP	2000265276	A	26-09-2000
			KR	2000057741	A	25-09-2000
			SG	97829	A1	20-08-2003
			TW	577916	B	01-03-2004

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LS,MW,MZ,NA,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HU,IE,IS,IT,LU,MC,NL,PL,PT,RO,SE,SI,SK,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KP,KR,KZ,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LV,MA,MD,MG,MK,MN,MW,MX,MZ,NA,NI,NO,NZ,OM,PG,PH,PL,PT,RO,RU,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SY,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,YU,ZA,ZM,ZW

(74)代理人 100096013
弁理士 富田 博行
(74)代理人 100123548
弁理士 平山 晃二
(72)発明者 ルリー，マシュー・エイチ
アメリカ合衆国ニューヨーク州１４０７５，ハンブルク，ブリッジウッド・レーン ５４２３
(72)発明者 シン，ラジヴ・アール
アメリカ合衆国ニューヨーク州１４０６８，ゲッツヴィル，フォックスファイア・ドライブ １８
(72)発明者 クック，ジョージ・アール
アメリカ合衆国ニューヨーク州１４２２３，バファロウ，パラマウント・パークウェイ ２１