



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2014-0053112
(43) 공개일자 2014년05월07일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 25/10 (2006.01) C01G 28/00 (2006.01)
B01J 19/24 (2006.01)
(21) 출원번호 10-2014-7001523
(22) 출원일자(국제) 2012년06월21일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2014년01월20일
(86) 국제출원번호 PCT/US2012/043455
(87) 국제공개번호 WO 2013/003180
국제공개일자 2013년01월03일
(30) 우선권주장
13/484,536 2012년05월31일 미국(US)
61/502,161 2011년06월28일 미국(US)

(71) 출원인
허니웰 인터내셔널 인코포레이티드
미국 뉴저지 모리스타운 콜롬비아로드 101
(72) 발명자
스미스, 로버트 에이.
미국, 뉴저지 07962-2245, 모리스타운, 피.오.박
스 2245, 콜롬비아 로드 101, 허니웰 인터내셔널
인코포레이티드 특허서비스 엠/에스 에이비/2비
브레너, 대니얼 제이.
미국, 뉴저지 07962-2245, 모리스타운, 피.오.박
스 2245, 콜롬비아 로드 101, 허니웰 인터내셔널
인코포레이티드 특허서비스 엠/에스 에이비/2비
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인씨엔에스

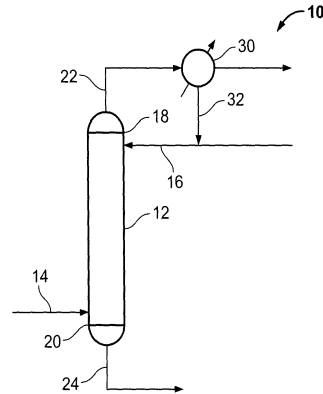
전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 발명의 명칭 인 펜타플루오라이드의 정제 방법 및 장치

(57) 요약

인 펜타플루오라이드를 정제하는 방법 및 장치의 실시형태가 제공된다. 상기 방법을 인 펜타플루오라이드 및 불순물을 포함하는 공급 스트림을 무수 불화 수소와 접촉시키는 단계를 포함한다. 상기 무수 불화 수소는 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물을 형성하도록 상기 공급 스트림으로부터 상기 불순물을 감소시킨다.

대표도 - 도1



(72) 발명자

루리, 매튜 에이치.

미국, 뉴저지 07962-2245, 모리스타운, 피.오.박스 2245, 콜롬비아 로드 101, 허니웰 인터내셔널 인코포레이티드 특허서비스 엠/에스 에이비/2비

나이르, 하리다산 케이.

미국, 뉴저지 07962-2245, 모리스타운, 피.오.박스 2245, 콜롬비아 로드 101, 허니웰 인터내셔널 인코포레이티드 특허서비스 엠/에스 에이비/2비

포인트너, 버나드

미국, 뉴저지 07962-2245, 모리스타운, 피.오.박스 2245, 콜롬비아 로드 101, 허니웰 인터내셔널 인코포레이티드 특허서비스 엠/에스 에이비/2비

특허청구의 범위

청구항 1

불순물을 감소시키고 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물(22)을 형성하도록 인 펜타플루오라이드 및 불순물을 포함하는 공급 스트림(14)을 무수 불화 수소(16)와 접촉하는 단계를 포함하는, 인 펜타플루오라이드의 정제 방법.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 불순물은 비소 펜타플루오라이드, 인 옥시트리플루오라이드, 또는 이들의 조합으로 구성되는 그룹으로부터 선택되는, 인 펜타플루오라이드의 정제 방법.

청구항 3

제2항에 있어서,

상기 접촉하는 단계는 헥사플루오로비산, AsF_5 , $\text{As}_2\text{F}_{11}^{-1}$ 또는 이들의 조합을 형성하도록 비소 펜타플루오라이드를 상기 무수 불화 수소(16)와 반응시키는 것을포함하는, 인 펜타플루오라이드의 정제 방법.

청구항 4

제2항에 있어서,

상기 비소 펜타플루오라이드는 상기 공급 스트림(14)의 약 0.001 내지 약 1wt.%의 양으로 존재하는, 인 펜타플루오라이드의 정제 방법.

청구항 5

제2항에 있어서,

상기 접촉하는 단계는 상기 비소 펜타플루오라이드를 약 0.001wt.%이하로 갖는 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물(22)을 형성하는 것을 포함하는, 인 펜타플루오라이드의 정제 방법.

청구항 6

제2항에 있어서,

상기 접촉하는 단계는 인 펜타플루오라이드와 물을 형성하도록 인 옥시트리플루오라이드와 무수 불화 수소(16)를 반응시키는 것을 포함하는, 인 펜타플루오라이드의 정제 방법.

청구항 7

제2항에 있어서,

상기 인 옥시트리플루오라이드는 상기 공급 스트림(14)의 약 0.001 내지 약 1 wt.%의 양으로 존재하는, 인 펜타플루오라이드의 정제 방법.

청구항 8

제2항에 있어서,

상기 접촉하는 단계는 상기 인 옥시트리플루오라이드를 약 0.05wt.%이하로 갖는 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물(22)을 형성하는 것을 포함하는, 인 펜타플루오라이드의 정제 방법.

청구항 9

제1항에 있어서,

상기 접촉하는 단계는 상기 공급 스트림(14)과 상기 무수 불화 수소(16)를 예정된 온도 및 예정된 압력에서 접촉시키는 것을 포함하며, 상기 예정된 압력은 상기 예정된 온도에서 상기 무수 불화 수소(16)의 증기압보다 큰, 인 펜타플루오라이드의 정제 방법.

청구항 10

불순물을 감소시키고 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물(22)을 형성하도록, 인 펜타플루오라이드 및 불순물을 포함하는 공급 스트림(14)을 스크러머(12)에 도입하는 단계로서, 상기 스크러머(12)는 무수 불화 수소(16)를 포함하며, 인 펜타플루오라이드는 기상이고, 상기 무수 불화 수소(16)는 액상인, 스크러빙 조건에서 작동하며, 상기 불순물은 비소 펜타플루오라이드, 인 옥시트리플루오라이드, 또는 이들의 조합으로 구성되는 그룹으로부터 선택되는, 상기 도입하는 단계; 및

상기 스크러머(12)로부터 상기 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물(22)을 제거하는 단계를 포함하는, 인 펜타플루오라이드의 정제 방법.

명세서**기술분야**

[0001] 본 출원은 2011.6.28일자로 출원된 미국 가특허출원 제61/502,161호에 관한 것이며, 이에 대한 모든 이용가능한 이익을 주장하며, 상기 출원의 모든 내용은 본원에 참고로 포함된다.

[0002] 본 발명은 일반적으로 인 펜타플루오라이드를 정제하는 방법 및 장치에 관한 것이며, 보다 특히, 무수 불화 수소로 불순물을 감소시킴으로써 인 펜타플루오라이드를 정제하는 방법 및 장치에 관한 것이다.

배경기술

[0003] 인 펜타플루오라이드(PF₅)는 리튬 플루오라이드(LiF)와 반응되어, 리튬 이온 배터리에 유용한 전해질인 리튬 헥사플루오로포스페이트(LiPF₆)를 상업적으로 제조할 수 있다. 리튬 이온 배터리는 우수한 에너지-대-중량비를 가지며, 메모리 효과(memory effects)가 없고, 사용하지 않는 경우에 전하 손실이 느리다. 이들의 높은 에너지 밀도로 인하여, 리튬 이온 배터리는 소비자 전자 장치에 전력을 공급하는데 통상적으로 사용되며 방위시설, 자동차 및 항공우주 산업의 적용처에 대한 인기가 증대되고 있다.

[0004] 인 펜타플루오라이드를 제조하는 일부 방법은 불소와 원소 인의 반응을 포함한다. 인 펜타플루오라이드를 제조하는 통상적인 방법의 2가지 예는 (1) 트리클로로플루오로메탄(CFC1₃) 용매에 부유된 적인(red phosphorus) 분말의 저온 플루오르화(low temperature fluorination), 및 (2) 배치 반응에서, 과량의 금속 플루오라이드, 예컨대 칼슘 플루오라이드(CaF₂)를 사용한 적인 분말의 플루오르화이다. 보다 근래에 개발된 방법은 인 공급 스트림 및 불소 공급 스트림을 반응기에 제공하여 인 펜타플루오라이드 생성물을 형성하는 것을 포함한다. 상기 인

공급 스트림은 백린(white phosphorous) 및/또는 황린(yellow phosphorous)을 포함하며, 상기 불소 공급 스트림은 원소 불소 가스를 포함한다.

[0005] 상업적으로 이용가능한 원소 인은 일반적으로 소량의 비소를 포함한다. 비소는 주기율표에서 인 바로 아래에 있으며, 인과 화학적 유사성을 갖는다. 원소 인과 불소를 반응시켜서 인 펜타플루오라이드를 제조하는 경우에, 존재하는 어떠한 비소가 불소와 반응하여 비소 펜타플루오라이드(AsF_5)를 형성할 수 있다. 더욱이, 어떠한 산소(예, 산소 또는 산소 함유 화합물)이 인 펜타플루오라이드의 형성 도중에 존재하면, 산소는 인 및 불소와 반응하여 인 옥시트리플루오라이드(POF_3)를 형성할 것이다. 인 펜타플루오라이드로부터 리튬 헥사플루오로포스페이트의 생성에서, 비소 펜타플루오라이드 및 인 옥시트리플루오라이드는 불순물이며, 이는 각각 리튬 플루오라이드와 반응하여 리튬 헥사플루오로아세네이트(LiAsF_6) 및 리튬 옥시플루오로포스페이트(LiPO_xF_y , 예, LiPOF_4)를 형성한다. 리튬 헥사플루오로아세네이트 및 리튬 옥시플루오로포스페이트는 리튬 이온 배터리에서 바람직하지 않다. 리튬 헥사플루오로아세네이트 및 리튬 옥시플루오로포스페이트의 형성을 최소화하기 위해, 리튬 헥사플루오로아세네이트의 제조자는 전형적으로, 인 펜타플루오라이드의 순도에 대한 엄격한 요건을 가지며, 어떠한 비소 펜타플루오라이드 및 인 옥시트리플루오라이드의 양을 제한한다. 불행하게도, 이들 불순물을 제거하는 인 펜타플루오라이드의 정제는 어렵고 비용이 많이 들 수 있다. 예를 들어, 비소 펜타플루오라이드 및 인 펜타플루오라이드는 증류로 분리하기가 매우 어려운, 근접한-끓음의 혼합물(close-boiling mixture)을 형성한다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 따라서, 인 펜타플루오라이드 생성물로부터 적어도 일부의 비소 펜타플루오라이드를 제거하여 인 펜타플루오라이드를 정제하는 방법 및 장치의 제공이 바람직할 수 있다. 더욱이, 인 펜타플루오라이드 생성물로부터 적어도 일부의 인 옥시트리플루오라이드를 제거하여 인 펜타플루오라이드를 정제하는 방법 및 장치의 제공이 바람직할 수 있다. 나아가, 본 발명의 다른 바람직한 특색 및 특징은 첨부된 도면 및 본 발명의 배경기술과 함께, 다음의 본 발명의 상세한 설명 및 첨부된 특허청구범위로부터 명백할 것이다.

과제의 해결 수단

[0007] 예를 들어, 리튬 헥사플루오로포스페이트를 형성하는데 사용될 수 있는 인 펜타플루오라이드의 정제 방법이 본원에서 제공된다. 예시적인 실시형태에 의하면, 인 펜타플루오라이드를 정제하는 방법은 불순물을 감소시키고 불순물-격감(impurity-depleted)의 인 펜타플루오라이드 유출물(effluent)을 형성하도록, 인 펜타플루오라이드 및 불순물을 포함하는 공급 스트림을 무수 불화 수소와 접촉하는 단계를 포함한다.

[0008] 다른 예시적인 실시형태에 의하면, 인 펜타플루오라이드를 정제하는 방법이 제공된다. 상기 방법은 인 펜타플루오라이드 및 불순물을 포함하는 공급 스트림(feed stream)을 스크러버에 도입하는 단계를 포함한다. 상기 스크러버는 무수 불화 수소를 포함하며, 공급 스트림으로부터 불순물을 제거하여 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물을 형성하도록, 인 펜타플루오라이드는 기상이고 무수 불화 수소는 액상인, 스크러빙 조건에서 작동된다. 상기 불순물은 비소 펜타플루오라이드, 인 옥시트리플루오라이드, 또는 이들의 조합으로 구성되는 그룹으로부터 선택된다. 상기 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물은 상기 스크러버로부터 제거된다.

[0009] 다른 예시적인 실시형태에 의하면, 리튬 헥사플루오로포스페이트를 형성하는 방법이 제공된다. 상기 방법은 불순물을 감소시켜서 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물을 형성하도록, 인 펜타플루오라이드 및 불순물을 포함하는 공급 스트림을 무수 불화 수소와 접촉시키는 단계를 포함한다. 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물의 적어도 일부가 리튬 플루오라이드와 접촉하여 리튬 헥사플루오로포스페이트를 형성한다.

도면의 간단한 설명

- [0010] 본 발명의 실시형태는 이하 다음의 도면과 함께 기술될 것이며, 여기서 동일한 번호는 동일한 구성요소를 나타내며,
- 도 1은 예시적인 실시형태에 의한 인 펜타플루오라이드의 정제 장치를 개략적으로 나타내며;
- 도 2는 다른 예시적인 실시형태에 의한 인 펜타플루오라이드의 정제 장치를 개략적으로 나타내며;
- 도 3은 온도 함수로서 무수 불화 수소의 증기 압력을 그래프로 나타낸다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0011] 다음의 상세한 설명은 그 성질상 단지 예시적인 것이며, 본 발명 또는 본 발명의 적용 및 용도를 제한하는 것은 아니다. 나아가, 상기한 배경기술 또는 후술하는 상세한 설명에 제시한 어떠한 이론에 의해 제한하고자 하는 것은 아니다.
- [0012] 본원에서 고려된 다양한 실시형태는 예를 들어, 리튬 헥사플루오로포스페이트를 형성하는데 사용될 수 있는, 인 펜타플루오라이드를 정제하는 방법 및 장치에 관한 것이다. 종래 기술과 달리, 본원에서 교시하는 예시적인 실시형태는 무수 불화 수소(HF)를 인 펜타플루오라이드(PF₅) 및 불순물을 포함하는 공급 스트림과 접촉시킨다. 상기 불순물은 비소 펜타플루오라이드(AsF₅), 인 옥시트리플루오라이드(POF₃), 또는 이들의 조합을 포함한다. 상기 불순물은 무수 불화 수소에 의해 공급 스트림으로부터 감소되어, 불순물-고갈의 인 펜타플루오라이드 유출물 및 불순물-함유 불화 수소 유출물을 형성한다. 특히, 공급 스트림 중의 비소 펜타플루오라이드는 무수 불화 수소와 반응하여 헥사플루오로비산(HAsF₆) 및/또는 다른 비소-불소 화합물, 예컨대 As₂F₁₁⁻¹을 형성하며, 이는 덜 휘발성인 물질이며 무수 불화 수소와 함께 남아있으며, 무수 불화 수소는 바람직하게는 액상이다. 공급 스트림 중의 인 옥시트리플루오라이드는 과량의 무수 불화 수소와 반응하여 인 펜타플루오라이드와 물을 형성한다. 인 펜타플루오라이드는 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물의 일부가 된다. 헥사플루오로비산 및/또는 다른 비소 중량체(heavies), 예컨대 AsF₅ 및 As₂F₁₁⁻¹, 물 또는 이들의 조합은 무수 불화 수소에 용해되어 불순물-함유 불화 수소 유출물을 형성한다. 일 실시형태에서, 상기 공급 스트림은 기상이고, 스크러버의 작동 압력이 무수 불화 수소의 증기 압력보다 큰 조건에서 작동되는 스크러버에서 무수 불화 수소와 접촉된다. 이들 조건은, 불순물이 감소되고 기상인 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물이 상기 불순물-함유 불화 수소로부터 분리됨에 따라, 상기 무수 불화 수소가 액상으로 유지되는 것을 용이하게 한다.
- [0013] 도 1에, 예시적인 실시형태에 의한 인 펜타플루오라이드를 정제하기 위한 장치(10)의 개략적인 도식이 제공된다. 도시된 바와 같이, 장치(10)는 인 펜타플루오라이드를 연속 공정으로 정제하도록 구성된다. 그러나, 장치(10)는 배치 공정 또는 세미-배치 공정으로 인 펜타플루오라이드를 정제하도록 구성될 수 있는 것으로 이해된다. 상기 장치(10)는 스크러버(12)를 포함한다. 상기 스크러버(12)는 이 기술분야에 잘 알려져 있는 바와 같이, 예를 들어, 패킹, 트레이 등, 또는 어떠한 다른 기-액(gas-liquid) 접촉 장치를 포함하는 스퍼지된 탱크(sparged tank), 또는 역류 컬럼(countercurrent column)일 수 있다. 인 펜타플루오라이드 및 불순물을 포함하는 공급 스트림(14)은 스크러버(12)로 도입된다. 인 펜타플루오라이드는 대기압(약 14.7 psia 또는 약 101 kPa)에서 약 - 84.6℃의 비교적 낮은 끓는점을 가지며, 바람직하게 공급 스트림(14)은 공급 스트림(14)이 기상이도록, 인 펜타플루오라이드의 끓는점보다 높은 온도에서 상기 스크러버(12)에 도입된다.
- [0014] 상기 불순물은 비소 펜타플루오라이드, 인 옥시트리플루오라이드, 또는 이들의 조합을 포함한다. 일 실시형태에서, 상기 공급 스트림(14)은 상기 공급 스트림(14)의 약 0.001 내지 약 1 중량 퍼센트(wt.%)의 양으로 존재하는 비소 펜타플루오라이드를 포함한다. 다른 실시형태에서, 상기 공급 스트림(14)은 상기 공급 스트림(14)의 약 0.001 내지 약 1wt.%)의 양으로 존재하는 인 옥시트리플루오라이드를 포함한다.

- [0015] 무수 불화 수소 스트림(16)은 상기 스크러버(12)에 도입된다. 도 3은 온도의 함수로서, 무수 불화 수소의 증기압을 나타내는 그래프(곡선 26)이다. "x" 축은 온도(°C)를 나타내며, "y" 축은 압력(kPa)을 나타낸다. 무수 불화 수소는 대기압(약 14.7 psia 또는 약 101 kPa)에서 약 19.5°C의 기준 끓는점(normal boiling point)(곡선 26에서 화살표 27로 나타냄)을 갖는다. 바람직하게, 무수 불화 수소 스트림(16)은 상기 무수 불화 수소 스트림(16)이 액상이도록, 이의 끓는점보다 낮은 온도에서 스크러버(12)로 도입된다. 일 실시형태에서, 상기 공급 스트림(14) 및 무수 불화 수소 스트림(16)은, 상기 공급 스트림(14)과 상기 무수 불화 수소 스트림(16)이 상기 스크러버(12)에서 서로 약 2초 이상, 바람직하게는 약 5초 이상, 보다 바람직하게는 약 10초 이상, 그리고 가장 바람직하게는 약 10 내지 약 60초의 체류시간(residence time)으로 서로 접촉하는 유속으로 상기 스크러버(12)에 도입된다.
- [0016] 일 예시적인 실시형태에서, 스크러버(12)는 예정된 압력이 특히 예정된 온도에서 무수 불화 수소의 증기압보다 크도록(도 3의 곡선 26 참고), 예정된 온도 및 예정된 압력에서 작동한다. 바람직하게, 예정된 압력은 경비 및 장치(10)의 작동 비용을 제한하기 위한 주로 경제적인 이유로 약 31.3 내지 약 6466 kPa이다. 따라서, 경제적인 이유로 인한 상기 예정된 온도는, 무수 불화 수소의 증기압을 나타내는 상기 곡선 26에서 규정된 바와 같이, 약 - 10 내지 약 188°C이다(188°C는 무수 불화 수소의 임계 온도이다). 화살표 28로 나타낸 바와 같이, 예를 들어, 예정된 온도가 약 38°C이면, 상기 예정된 압력은 약 27.2 psia 이상(187.8 kPa 이상)이다. 그러나, 더 높은 압력이 사용될 수 있거나, 또는 다르게는, 예컨대, 약 - 10 내지 약 - 80°C의 온도에서 상기 곡선 26에서 규정된 바와 같이, 더 낮은 압력이 사용될 수 있다.
- [0017] 도시된 바와 같이, 상기 무수 불화 수소 스트림(16) 및 상기 공급 스트림(14)이 각각 스크러버(12)의 상부(18) 및 하부(20)로 도입된다. 이와 같이, 상기 공급 스트림(14)은 스크러버(12)를 통해 기상으로 피어오르고 상기 무수 불화 수소 스트림(16)은 스크러버(12)를 통해 액상 역류(countercurrent)로 상기 공급 스트림(14)을 향해 아래로 흐른다.
- [0018] 스크러버(12)에서, 공급 스트림(14)은 무수 불화 수소 스트림(16)과 접촉되며, 무수 불화 수소 스트림(16)은 상기 공급 스트림(14)으로부터 불순물을 감소시켜서 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물(22) 및 불순물-함유 불화 수소 유출물(24)을 형성한다. 특히, 공급 스트림(14) 중의 비소 펜타플루오라이드는 무수 불화 수소와 반응하여 휘발성이 더 적은 비소 화합물, 예컨대 헥사플루오로비산 및/또는 $As_2F_{11}^{-1}$ 을 형성한다. 상기 공급 스트림(14) 중의 인 옥시트리플루오라이드는 무수 불화 수소와 반응하여 인 펜타플루오라이드와 물을 형성한다. 상기 인 펜타플루오라이드는 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물(22)의 일부를 형성한다. 상기 헥사플루오로비산 및/또는 다른 비소 중량체, 예컨대, AsF_5 및 $As_2F_{11}^{-1}$, 물 또는 이들의 조합은 상기 무수 불화 소수에 용해되어 불순물-함유 불화 수소 유출물(24)을 형성한다. 예시적인 실시형태에서, 상기 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물(22)은 비소 펜타플루오라이드를 약 0.001wt.% 이하, 그리고 보다 바람직하게는 약 0.0005wt.% 이하의 양으로 포함하도록 실질적으로 정제된다. 바람직하게, 상기 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물(22) 중의 비소 수준은 적어도 약 10 ppmw, 그리고 보다 바람직하게는 적어도 약 100 ppmw로 감소된다. 다른 실시형태에서, 상기 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물(22)은 인 옥시트리플루오라이드를 약 0.05wt.% 이하의 양으로 포함한다.
- [0019] 도시된 바와 같이, 상기 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물(22)은 상기 스크러버(12)로부터 제거되어 콘덴서(30)를 통해 통과한다. 상기 콘덴서(30)는 상기 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물(22) 중의 어떠한 잔류 불화 수소를 액화하며, 액화된 불화 수소를 라인(32)을 따라 상기 무수 불화 수소 스트림(16)으로 향하도록 한다. 도시된 바와 같이, 상기 불순물-함유 불화 수소 유출물(24)은 스크러버(12)로부터 제거되어 비소 함량이 중요하지 않은 적용처에 사용될 수 있거나, 또는 다르게, 상기 불화 수소는 상기 헥사플루오로비산 및 어떠한 다른 불순물로부터 분리될 수 있다.

- [0020] 다음은 무수 불화 수소를 사용하여 인 펜타플루오라이드 및 비소 펜타플루오라이드를 포함하는 기상 혼합물을 정제하는 실시예이다. 실시예는 단지 예시적인 목적으로 제공되며 본원에서 고려되는 다양한 실시형태를 어떠한 방식으로 제한하는 의미는 아니다.
- [0021] 도 2에, 예시적인 실시형태에 의한 다음의 2가지 실시예에 사용되는 장치(50)의 개략적인 도식이 제공된다. 상기 장치(50)는 액체 무수 불화 수소(54)를 포함하는 스트리핑 컬럼(52)을 포함한다. 상기 스트리핑 컬럼(52)은 제 1 용기(56)으로부터 다운스트림(downstream)이고, 제 2 용기(58)로부터 업스트림(upstream)이다. 상기 제 1 및 제 2 용기(56 및 58)는 예를 들어, 장치(50)를 따라 갑작스러운 압력 변화로 인하여, 흡입되는 업스트림 또는 다운스트림으로부터의 상기 스트리핑 컬럼(52)에 포함되어 있는 액체 무수 불화 수소(54)를 제한하는 스페이스(space)를 제공한다.
- [0022] 제 1 레귤레이터(regulator)(60) 및 매스 플로우 콘트롤러(mass flow controller)(62)는 상기 제 1 용기(56)로부터 업스트림이고 상기 제 1 용기(56)로의 기상 혼합물(64)의 도입 및 흐름 속도를 협조적으로 조절한다. 상기 기상 혼합물(64)은 인 펜타플루오라이드와 비소 펜타플루오라이드를 포함한다. 상기 제 1 용기(56)로부터, 상기 기상 혼합물(64)은 상기 스트리핑 컬럼(52)으로 향하며, 무수 불화 수소(54)를 통해 버블링되어 비소 펜타플루오라이드가 감소되고 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물(72)이 형성된다.
- [0023] 상기 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물(72)은 상기 스트리핑 컬럼(52)으로부터 제거된다. 제 1 압력 게이지(66), 배압 레귤레이터(back pressure regulator)(68), 및 제 2 압력 게이지(70)가 상기 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물(72)의 상기 제 2 용기(58)로의 유속을 협조적으로 조절하는데 사용된다. 예정된 양의 물을 포함하는 제 1 워터 트랩(74) 및 제 2 워터 트랩(76)은 상기 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물(72)에 포함되어 있을 수 있는, 어떠한 잔류 비소 펜타플루오라이드를 포획하도록 상기 제 2 용기(58)와 유체 연통(fluid communication)한다.
- [0024] 실시예 1 - 대기압에서 무수 불화 수소를 통한 스크러빙에 의한 인 펜타플루오라이드의 정제
- [0025] 약 150g의 인 펜타플루오라이드 및 약 3244 ppm의 비소를 비소 펜타플루오라이드 형태로 포함하는 기상 혼합물(64)을 스트리핑 컬럼(52)에 포함되어 있는 30g의 무수 불화 수소(54)를 통해 버블링하였다. 상기 무수 불화 수소(54)는 약 1개의 온도였으며, 상기 스트리핑 컬럼(52)은 대기압(약 101 kPa)이었다. 상기 기상 혼합물(64)은 상기 무수 불화 수소(54)에 약 10의 분당 표준 입방 센티미터(standard cubic centimeters per minute, sccm)의 유속으로 도입되었다. 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물(72)이 형성되고 상기 스트리핑 컬럼(52)으로부터 제거되었다. 상기 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물(72)은 제 2 용기(58), 제 1 워터 트랩(74), 및 제 2 워터 트랩(76)을 통해 통과되었다. 물 샘플이 일정 기간의 시간 동안 2개의 워터 트랩(74 및 76)으로부터 수집되었으며, 유도 결합 플라즈마 스펙트로스코피(inductive coupled plasma spectroscopy, ICP)를 사용하여 비소에 대하여 분석되었다. 결과는 상기 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물(72) 중의 비소 농도가 약 0.3 ppm 미만임을 나타내었으며, 이는 상기 기상 혼합물(64)에서 비소 펜타플루오라이드가 실질적으로 스트립(strip)되었으며, 상기 기상 혼합물(64)이 무수 불화 수소(54)에 의해 정제되었음을 나타낸다.
- [0026] 실시예 2 - 상승된 압력에서 무수 불화 수소를 통한 스크러빙에 의한 인 펜타플루오라이드의 정제
- [0027] 약 234.9g의 인 펜타플루오라이드 및 약 185 ppm의 비소를 비소 펜타플루오라이드 형태로 포함하는 기상 혼합물(64)을 스트리핑 컬럼(52)에 포함되어 있는 70g의 무수 불화 수소(54)를 통해 버블링하였다. 상기 무수 불화 수소(54)는 약 22 내지 약 28℃의 온도였으며, 상기 스트리핑 컬럼(52)은 약 115 psia(약 792 kPa)의 압력이었다. 상기 기상 혼합물(64)은 상기 무수 불화 수소(54)에 약 30 내지 약 40 sccm의 유속으로 도입되었다. 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물(72)이 형성되고 상기 스트리핑 컬럼(52)으로부터 제거되었다. 상기 불

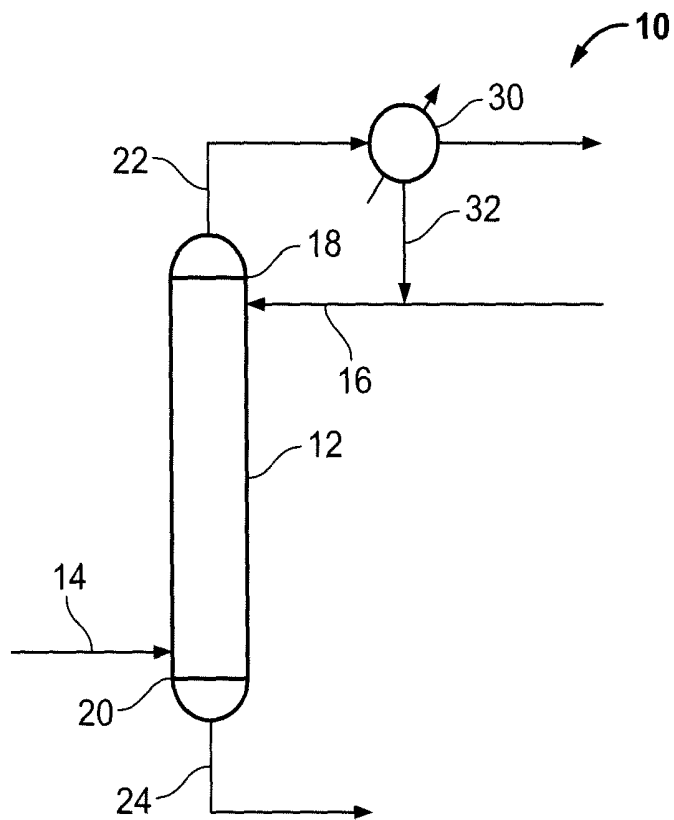
순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물(72)은 제 2 용기(58), 제 1 워터 트랩(74), 및 제 2 워터 트랩(76)을 통해 통과되었다. 물 샘플이 일정 기간의 시간 동안 제 1 및 제 2의 워터 트랩(74 및 76)으로부터 수집되었으며, ICP를 사용하여 비소에 대하여 분석되었다. 상기 실험의 종료시에, 상기 스트리핑 컬럼(52) 중의 무수 불화 수소(54)가 ICP를 사용하여 비소에 대하여 분석되었다. 상기 결과는 상기 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물(72) 및 무수 불화 수소(54) 중의 비소 농도가 각각 약 10 ppm 미만 그리고 37,000 ppm 초과임을 나타내었으며, 이는 상기 기상 혼합물(64)에서 비소 펜타플루오라이드가 실질적으로 스트립되었으며, 상기 기상 혼합물(64)이 무수 불화 수소(54)에 의해 정제되었음을 나타낸다.

[0028] 이와 같이, 인 펜타플루오라이드를 정제하는 방법 및 장치가 기술된다. 종래 기술과 달리, 본원에서 교시된 예시적인 실시형태에서는 무수 불화 수소가 인 펜타플루오라이드 및 불순물을 포함하는 공급 스트림과 접촉된다. 상기 불순물은 비소 펜타플루오라이드, 인 옥시트리플루오라이드, 또는 이들의 조합을 포함한다. 상기 불순물은 상기 공급 스트림으로부터 상기 무수 불화 수소에 의해 감소되어 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물 및 불순물-함유 불화 수소 유출물을 형성한다. 특히, 공급 스트림 중의 비소 펜타플루오라이드는 상기 무수 불화 수소와 반응하여 헥사플루오로비산 및 비교적 낮은 휘발성의 다른 비소 화합물을 형성한다. 상기 공급 스트림 중의 인 옥시트리플루오라이드는 무수 불화 수소에 반응하여 인 펜타플루오라이드와 물을 형성한다. 상기 인 펜타플루오라이드는 상기 불순물-격감의 인 펜타플루오라이드 유출물의 일부가 된다. 상기 헥사플루오로비산 및/또는 다른 비소 화합물, 예컨대 AsF_5 및 $\text{As}_2\text{F}_{11}^{-1}$, 물, 또는 이들의 조합은 상기 무수 불화 수소에 용해되어 상기 불순물-함유 불화 수소 유출물을 형성한다.

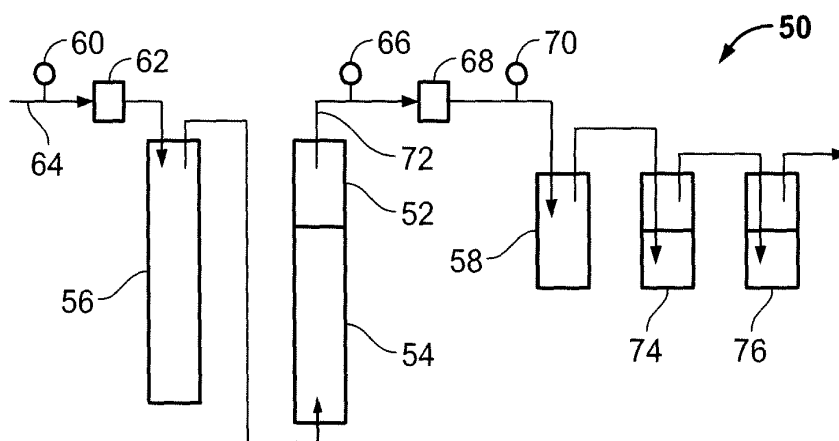
[0029] 상기한 상세한 설명에서 적어도 하나의 예시적인 실시형태가 제시되었으나, 다양한 변형이 존재하는 것으로 이해되어야 한다. 또한, 상기 예시적인 실시형태 또는 예시적인 실시형태들은 단지 예일 뿐이며, 본 발명의 범위, 적용가능성, 또는 형태를 제한하는 것은 아닌 것으로 이해되어야 한다. 오히려, 상기한 상세한 설명은 이 기술분야의 기술자에게 본 발명의 예시적인 실시형태를 구현하기 위한 편리한 지침을 제공할 것이며, 첨부된 특허청구범위 및 이들의 법적 등가물로 제시되는 본 발명의 범위 내에서 예시적인 실시형태에 기술된 기능 및 구성요소의 배열에 대한 다양한 변형이 가능한 것으로 이해된다.

도면

도면1



도면2



도면3

