

(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2013-536144

(P2013-536144A)

(43) 公表日 平成25年9月19日 (2013.9.19)

(51) Int.Cl.		F I		テーマコード (参考)
CO 1 B 25/10	(2006.01)	CO 1 B 25/10		
CO 1 B 7/19	(2006.01)	CO 1 B 7/19	A	
CO 1 B 25/455	(2006.01)	CO 1 B 25/455		

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2013-518515 (P2013-518515)	(71) 出願人	500575824
(86) (22) 出願日	平成23年6月27日 (2011.6.27)		ハネウェル・インターナショナル・インコーポレーテッド
(85) 翻訳文提出日	平成25年2月20日 (2013.2.20)		アメリカ合衆国ニュージャージー州07962-2245, モーリスタウン, コロンビア・ロード 101, ピー・オー・ボックス 2245
(86) 国際出願番号	PCT/US2011/041945	(74) 代理人	100140109
(87) 国際公開番号	W02012/012107		弁理士 小野 新次郎
(87) 国際公開日	平成24年1月26日 (2012.1.26)	(74) 代理人	100075270
(31) 優先権主張番号	13/097, 836		弁理士 小林 泰
(32) 優先日	平成23年4月29日 (2011.4.29)	(74) 代理人	100096013
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 富田 博行
(31) 優先権主張番号	61/360, 126	(74) 代理人	100092967
(32) 優先日	平成22年6月30日 (2010.6.30)		弁理士 星野 修
(33) 優先権主張国	米国 (US)		

最終頁に続く

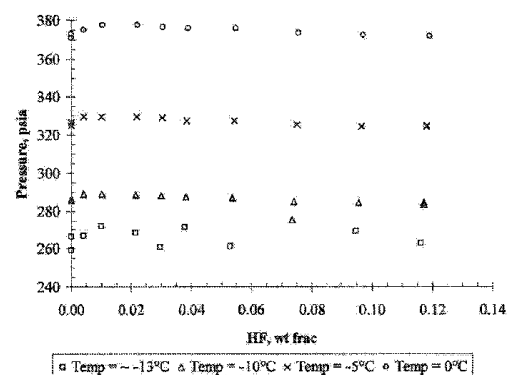
(54) 【発明の名称】 PF₅及びHFの共沸混合物様の組成物

(57) 【要約】

PF₅及びHFの共沸性及び共沸混合物様の組成物、並びにかかる組成物を製造する方法を提供する。かかる共沸性及び共沸混合物様の組成物は、例えばLiPF₆を製造するための方法において用いることができる。

【選択図】図1

Figure 1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

フッ化水素及び五フッ化リンを含む共沸性又は共沸混合物様の組成物。

【請求項 2】

フッ化水素が共沸性又は共沸混合物様の組成物の全重量を基準として約 0.01 重量% ~ 約 12 重量% の量であり、五フッ化リンが共沸性又は共沸混合物様の組成物の全重量を基準として約 88 重量% ~ 約 99.99 重量% の量であり、共沸性又は共沸混合物様の組成物が約 268 psia ~ 約 377 psia の圧力において約 -13 ~ 約 0 の沸点を有する、請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 3】

フッ化水素が共沸性又は共沸混合物様の組成物の全重量を基準として約 0.01 ~ 約 5 重量% の量で存在する、請求項 2 に記載の組成物。

【請求項 4】

フッ化水素を与え；

五フッ化リンを与え；そして

フッ化水素と五フッ化リンを配合して共沸性又は共沸混合物様の組成物を形成する；
工程を含む、フッ化水素と五フッ化リンの共沸性又は共沸混合物様の組成物を形成する方法。

【請求項 5】

フッ化水素を共沸性又は共沸混合物様の組成物の全重量を基準として約 0.01 重量% ~ 約 12 重量% の量で与え、五フッ化リンを共沸性又は共沸混合物様の組成物の全重量を基準として約 88 重量% ~ 約 99.9 重量% の量で与え、共沸性又は共沸混合物様の組成物が約 268 psia ~ 約 377 psia の圧力において約 -13 ~ 約 0 の沸点を有する、請求項 4 に記載の方法。

【請求項 6】

リン供給流とフッ素供給流を反応させて、五フッ化リン、フッ化水素、及び副生成物を含む反応生成物を得る；

工程を更に含む、請求項 4 に記載の方法。

【請求項 7】

五フッ化リンの源が五フッ化リン及び少なくとも 1 種類の更なる化合物を含む組成物であり、方法が、

共沸性又は共沸混合物様の組成物を少なくとも 1 種類の更なる化合物から分離する；

工程を更に含む、請求項 4 に記載の方法。

【請求項 8】

分離を蒸留又はフラッシュ分離によって行う、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

フッ化水素の源がフッ化水素及び少なくとも 1 種類の更なる化合物を含む組成物であり、方法が、

共沸性又は共沸混合物様の組成物を少なくとも 1 種類の更なる化合物から分離する；

工程を更に含む、請求項 4 に記載の方法。

【請求項 10】

請求項 1 に記載の共沸性又は共沸混合物様の組成物を用いて LiPF_6 を製造する方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

[0001] 本出願は、現在係属中の 2010 年 6 月 30 日出願の米国仮出願 61/360,126 の利益を主張する。

[0002] 本技術は、五フッ化リン (PF_5) とフッ化水素 (HF) の共沸性又は共沸混合物様の組成物に関する。より詳しくは、本発明は、リチウムヘキサフルオロホスフェート

10

20

30

40

50

(LiPF_6)の製造における有用な中間体であるかかかる共沸性及び共沸混合物様の組成物に関する。

【背景技術】

【0002】

[0003] LiPF_6 は、リチウムイオン電池において用いられている高伝導性の塩である。リチウムイオン電池は、通常は炭素であるアノード、金属酸化物で構成されるカソード、セパレーター、及び LiPF_6 を含む電解質から構成されている。リチウムイオン電池は、携帯電話及びラップトップコンピューターのような家電製品並びにハイブリッド電気自動車における使用が見出されている。リチウムイオン電池は、それらの高いエネルギー密度のためにこれらの用途に最適である。エネルギー密度がより高いと、所定の用途のための電池がより小さく且つより軽量になる。リチウムイオン電池はまた、他の通常の充電式電池よりも高い電圧で運転され、より長い貯蔵寿命を有する。

10

【0003】

[0004]通常は、 LiPF_6 は、出発物質としてフッ化リチウム(LiF)及び五フッ化リン(PF_5)を用いることによって製造される。 LiPF_6 の1つの製造方法は、例えばBonnetらの米国特許5,935,941に開示されている(これは単独か又は HCl が同伴する PF_5 ガスと HF 中の LiF の溶液を反応させることを含む)。 LiPF_6 の製造において用いることができる PF_5 を製造する幾つかの方法が存在する。例えば、 PF_5 を製造する幾つかの従来の方が公知であり、ここでは PF_5 は他の反応生成物と一緒に製造され、これらの他の反応生成物を除去する前に精製しなければならない。他の例としては、元素状リン(P)とフッ素(F_2)を反応させることによってより直接的に PF_5 を製造する方法が、2010年3月11日出願の米国特許出願12/722,390に記載されている。

20

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献1】米国特許5,935,941

【特許文献2】米国特許出願12/722,390

【発明の概要】

【0005】

[0005]本技術は、五フッ化リン(PF_5)及びフッ化水素(HF)を含むか、これらから実質的に構成されるか、又はこれらから構成される共沸性又は共沸混合物様の組成物、並びにかかかる組成物の製造方法を提供する。組成物が五フッ化リン(PF_5)及びフッ化水素(HF)から実質的に構成される例においては、更なる成分を、それらが組成物の共沸性又は共沸混合物様の特性に大きく影響を与えない程度まで存在させることができる。

30

【0006】

[0006]一形態においては、 HF 及び PF_5 を含む共沸性又は共沸混合物様の組成物が提供される。一例においては、 HF は共沸性又は共沸混合物様の組成物の全重量を基準として約0.01重量%~約12重量%の量であり、 PF_5 は共沸性又は共沸混合物様の組成物の全重量を基準として約88重量%~約99.99重量%の量であり、共沸性又は共沸混合物様の組成物は約268 psia~約377 psiaの圧力において約-13~約0の沸点を有する。

40

【0007】

[0007]他の形態においては、 HF の源から HF を与え、 PF_5 の源から PF_5 を与え、そして HF と PF_5 を配合して共沸性又は共沸混合物様の組成物を形成することを含む、 HF と PF_5 の共沸性又は共沸混合物様の組成物を形成する方法が提供される。

【0008】

[0008]例示及び記載の目的のために具体的な例を選択し、明細書の一部を形成する添付の図面において示す。

【図面の簡単な説明】

50

【 0 0 0 9 】

【図 1】[0009]図 1 は、下記の実施例 1 において形成された混合物の、 - 1 3 、 - 1 0 、 - 5 、及び 0 において測定した蒸気圧のプロットを与える。

【発明を実施するための形態】

【 0 0 1 0 】

[0010]本技術は、五フッ化リン (PF_5) 及びフッ化水素 (HF) を含むか、これらから実質的に構成されるか、又はこれらから構成される共沸性又は共沸混合物様の組成物、並びにかかる組成物の製造方法を提供する。例えば、1つの方法は、好適な温度及び好適な圧力において共沸性又は共沸混合物様の組成物を形成するのに有効な量の HF 及び PF_5 を配合することによって、 HF 及び PF_5 を含むか、これらから実質的に構成されるか、又はこれらから構成される共沸性又は共沸混合物様の組成物を形成することを含む。

10

【 0 0 1 1 】

[0011]本明細書において用いる「共沸混合物様」という用語は、その広い意味においては、厳密に共沸性である組成物、及び共沸性混合物のように挙動する組成物の両方を包含するように意図される。例えば、共沸混合物様の組成物は、それに関するバブルポイント曲線が比較的一定に維持され、組成範囲にわたって約 2 % 未満下降する組成物であってよい。基本原理からは、流体の熱力学的状態は、圧力、温度、液体組成、及び蒸気組成によって規定される。共沸性混合物は、規定された圧力及び温度において液体組成と蒸気組成が等しい 2 以上の成分の系である。実際面では、これは共沸性混合物の成分が一定の沸点を有し、蒸留中に分離することができないことを意味する。

20

【 0 0 1 2 】

[0012]共沸混合物様の組成物は、一定の沸点を有するか又は実質的に一定の沸点を有する。言い換えれば、共沸混合物様の組成物に関しては、沸騰又は蒸発（実質的に等圧条件下）中に形成される蒸気の組成は、元の液体の組成と同一あるか又は実質的に同一である。而して、沸騰又は蒸発させると、液体の組成はあったとしても最小又は無視できる程度までしか変化しない。これは、沸騰又は蒸発中に液体の組成が相当程度まで変化する非共沸混合物様の組成物とは対照的である。示されている範囲内の本発明の全ての共沸混合物様の組成物、及びこれらの範囲の外側の幾つかの組成物は共沸混合物様である。

【 0 0 1 3 】

[0013]異なる圧力においては、所定の共沸混合物の組成は少なくとも僅かに変化し、組成物の沸点も同様であることが周知である。而して、A 及び B の共沸混合物は独特のタイプの関係を示すが、温度及び / 又は圧力に応じて変化する組成を有する。その結果、共沸混合物様の組成物に関しては、変化する割合のこれらの成分を含む共沸混合物様である一定範囲の組成物が存在する。全てのかかる組成物は、本明細書において用いる「共沸混合物様」という用語によってカバーされると意図される。

30

【 0 0 1 4 】

[0014]したがって、液体の共沸性又は共沸混合物様の組成物の沸点は一定であり、沸騰している液体組成物の上方の蒸気の組成は実質的に沸騰している液体組成物のものであり、液体組成物の成分の分別は実質的に起こらない。共沸性又は共沸混合物様の組成物のそれぞれの成分の沸点及び重量 % の両方とも、共沸性又は共沸混合物様の液体組成物を異なる圧力において沸騰にかけると変化する可能性がある。而して、共沸性又は共沸混合物様の組成物は、その成分間に存在する関係の観点、成分の組成範囲の観点、又は規定の圧力における一定の沸点によって特徴付けられる組成物のそれぞれの成分の重量 % の観点で規定することができる。

40

【 0 0 1 5 】

[0015] HF 及び PF_5 の共沸性又は共沸混合物様の組成物を形成する 1 つの方法は、 HF の源から HF を与え、 PF_5 の源から PF_5 を与え、そして HF と PF_5 を配合して共沸性又は共沸混合物様の組成物を形成することを含む。 HF 及び PF_5 は、それらのそれぞれの源から有効量で与えることができる。それぞれの成分の有効量とは、1 つ又は複数の他の成分と配合した際に成分の共沸性又は共沸混合物様の組成物を形成する量である。

50

【 0 0 1 6 】

[0016] 本技術の共沸性又は共沸混合物様の組成物は、一般に共沸性又は共沸混合物様の組成物の全重量を基準として約 0.01 重量% ~ 約 12 重量% の量の HF、及び共沸性又は共沸混合物様の組成物の全重量を基準として約 88 重量% ~ 約 99.99 重量% の量の PF₅ を含んでいてよい。一例においては、共沸性又は共沸混合物様の組成物が、共沸性又は共沸混合物様の組成物の重量を基準として 0.5 ± 0.4 重量% の量の HF、及び共沸性又は共沸混合物様の組成物の重量を基準として 99.5 ± 0.4 重量% の量の PF₅ を含むか、これらから実質的に構成されるか、又はこれらから構成される、約 0 の沸点を有する共沸性又は共沸混合物様の組成物である。

【 0 0 1 7 】

[0017] 幾つかの例においては、共沸性又は共沸混合物様の組成物には、共沸性又は共沸混合物様の組成物の全重量を基準として約 0.01 重量% ~ 約 12 重量%、約 0.01 重量% ~ 約 5 重量%、又は共沸性又は共沸混合物様の組成物の全重量を基準として約 0.1 重量% ~ 約 1 重量% の量の HF を含ませることができる。更に、共沸性又は共沸混合物様の組成物には、共沸性又は共沸混合物様の組成物の全重量を基準として約 88 ~ 約 99.99 重量%、共沸性又は共沸混合物様の組成物の重量を基準として約 95 重量% ~ 約 99.99 重量%、又は共沸性又は共沸混合物様の組成物の重量を基準として約 99 重量% ~ 約 99.9 重量% の量の PF₅ を含ませることができる。

【 0 0 1 8 】

[0018] 上記に記載の量の HF 及び PF₅ を配合することによって形成される本技術の共沸性又は共沸混合物様の組成物及びかかる組成物は、約 268 psia ~ 約 377 psia の圧力において約 -13 ~ 約 0 の沸点を有することができる。一例においては、HF 及び PF₅ を含む共沸性又は共沸混合物様の組成物は、約 268 psia の圧力において約 -13 の沸点を有することができる。他の例においては、HF 及び PF₅ を含む共沸性又は共沸混合物様の組成物は、約 289 psia の圧力において約 -10 の沸点を有することができる。他の例においては、HF 及び PF₅ を含む共沸性又は共沸混合物様の組成物は、約 329 psia の圧力において約 -5 の沸点を有することができる。他の例においては、HF 及び PF₅ を含む共沸性又は共沸混合物様の組成物は、約 377 psia の圧力において約 0 の沸点を有することができる。

【 0 0 1 9 】

[0019] 本技術の共沸性又は共沸混合物様の組成物の形成は種々の方法で行うことができ、種々の目的のために用いることができる。一例においては、HF 及び PF₅ の共沸性又は共沸混合物様の組成物は、PF₅ 製造プロセス中に形成することができる。かかる例には、リン(P)供給流及びフッ素(F₂)供給流を反応させて、PF₅、HF、及び副生成物を含む反応生成物を得ることを含ませることができる。PF₅ 及び HF の源はこの反応生成物であってよい。反応生成物中の PF₅ は、リン(P)供給流中のリンとフッ素(F₂)供給流中のフッ素との反応から得ることができる。反応生成物中の HF は、フッ素(F₂)供給流中の不純物、及び PF₅ と存在する可能性がある湿分との反応など(しかしながらこれらに限定されない)の幾つかの形態で得ることができる。例えば、F₂ は通常は HF から生成し、而して、フッ素(F₂)供給流には、フッ素(F₂)供給流の全重量を基準として約 0.1 重量% ~ 約 5 重量% のような若干量の HF が含まれる可能性がある。更に、反応生成物中の PF₅ を湿分に曝露すると、これは反応して HF 及び POF₃ を形成する。したがって、副生成物には少なくとも POF₃ が含まれる可能性がある。HF 及び PF₅ の共沸性又は共沸混合物様の組成物は、HF と PF₅ を配合して共沸性又は共沸混合物様の組成物を形成する前に副生成物を除去することによって形成することができる。

【 0 0 2 0 】

[0020] 他の例においては、PF₅ は、HF を用いて PF₅ 及び少なくとも 1 種類の更なる化合物を含む組成物から PF₅ を分離することによって精製することができる。この少なくとも 1 種類の更なる化合物は、例えば不純物であってよい。かかる例においては、P

10

20

30

40

50

PF_5 の源は PF_5 及び少なくとも 1 種類の更なる化合物を含む組成物であってよく、 HF は PF_5 及び HF の共沸性又は共沸混合物様の組成物を形成するのに十分な量で与えることができる。 PF_5 及び HF を配合して共沸性又は共沸混合物様の組成物を形成した後に、この方法に、共沸性又は共沸混合物様の組成物を少なくとも 1 種類の更なる化合物から分離することを含ませることができる。

【0021】

[0021]更に他の例においては、組成物は、 PF_5 を用いて組成物から HF を除去することによって精製することができる。かかる例においては、 HF の源は HF 及び少なくとも 1 種類の更なる化合物を含む組成物であってよく、 PF_5 は PF_5 及び HF の共沸性又は共沸混合物様の組成物を形成するのに十分量で与えることができる。この少なくとも 1 種類の更なる化合物は、 POF_3 、 LiF 、 LiPF_6 、 AsF_5 と混和性の化合物、又はこれらの組合せなど（しかしながらこれらに限定されない）の任意の化合物であってよい。 PF_5 と HF を配合して共沸性又は共沸混合物様の組成物を形成した後に、この方法に、共沸性又は共沸混合物様の組成物を少なくとも 1 種類の更なる化合物から分離することを含ませることができる。少なくとも 1 種類の更なる化合物からの共沸性又は共沸混合物様の組成物の分離は、例えば蒸留、フラッシュ分離、又は他の当該技術において認められている分離法などの任意の好適な方法で行うことができる。一例においては、少なくとも 1 種類の更なる化合物は、 PF_5 、 HF 、又は PF_5 と HF の混合物と共沸性又は共沸混合物様の組成物を形成しない。他の例においては、少なくとも 1 種類の更なる化合物は、 PF_5 、 HF 、又は PF_5 と HF の混合物と共沸性又は共沸混合物様の組成物を形成する。

10

20

【実施例】

【0022】

実施例 1：

[0022]以下の手順によって PF_5 と HF の共沸性又は共沸混合物様の組成物を形成した。

【0023】

[0023]ステンレススチールで気液平衡（VLE）セルを構成し、2つの蒸気ポートを取り付けた。1つの蒸気ポートは、自重テスターで予め校正した圧力変換器に接続した。他のポートは、VLEセルを排出及び充填するために用いた。運転する前に、VLEセルを約 30 psia の圧力の 19% F_2 / 81% N_2 に曝露し、次に排出して有機不純物を除去した。次に、VLEセルを完全に排出した。手順を始めるために、112.1g の脱気 PF_5 を VLEセル中に充填した。VLEセルを、 $-14 \sim 0$ の間の温度に維持したサーモスタットを有する浴内に、平衡が達成されるまで浸漬した。平衡が達成された時点の圧力を記録し、VLEセルを浴から取り出し、液体窒素中で冷凍した。次に、0.46g の量の HF の初充填物を冷凍した VLEセルに加えた。VLEセルを浴温に加熱し、次にサーモスタットを有する浴内に戻した。 HF を徐々に増やして加え、それぞれの添加の後に平衡圧を記録した。 PF_5 の比較的高い圧力のために、蒸気相中の物質の質量は無視しなかった。蒸気空間中の物質の質量を、セルの既知の容積及び PF_5 の蒸気密度から算出した。次に、セルに加えたバルク量から蒸気空間中の HF 及び PF_5 の質量を減じることによって、液体の全組成を補正した。

30

40

【0024】

[0024]実験データを図 1 に示す。 -13 におけるデータ中の散乱は、試験中の条件における浴温度の変動によるものである。実験データから分かるように、 $-13 \sim 0$ における圧力は最大値に達し、これは共沸混合物が形成されたことを示す。共沸混合物様の領域は少なくとも 12 重量%の HF まで及ぶ。

【0025】

実施例 2：

[0025]以下のようにして、 PF_5 を用いて HF との共沸性又は共沸混合物様の組成物を形成し、これを LiPF_6 結晶に接着させることによって、 LiPF_6 結晶の組成物を精

50

製することができる。

【 0 0 2 6 】

[0026] LiPF_6 は、 HF 中に溶解した LiF の溶液を通して PF_5 をバブリングすることによって製造することができる。 HF の約半分を蒸発させて、結晶を溶液から濾過することができる。結晶はそれらに接着している少量の HF を有しているので、 PF_5 を結晶の表面上に掃引することができる。 HF と PF_5 の共沸性又は共沸混合物様の組成物が形成され、これを系から除去することができる。得られる LiPF_6 結晶は減少した HF 含量を有する。

【 0 0 2 7 】

実施例 3 :

[0027] 実施例 1 における実験データを用いて、 $-60 \sim 15$ の温度範囲にわたる HF と PF_5 の気液平衡を回帰分析した。 $-60 \sim 10$ の間の温度における共沸性組成物を表 1 に与える。

【 0 0 2 8 】

【表 1】

表 1

温度, $^{\circ}\text{C}$	圧力, psi	共沸性組成物	
		HF , 重量%	PF_5 , 重量%
-60	51.2	0.2	99.8
-40	112.8	0.3	99.7
-20	216.2	0.35	99.65
0	377.1	0.45	99.55
10	486.3	0.5	99.5

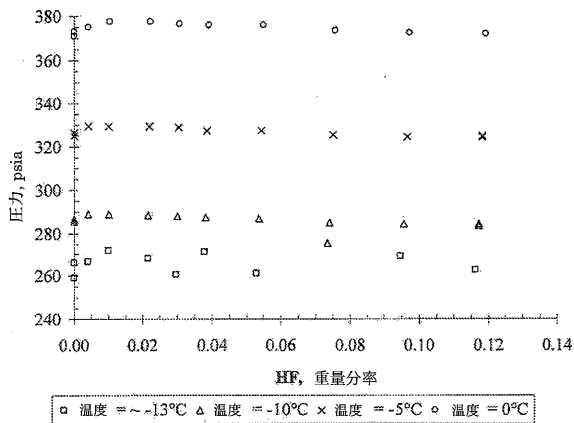
【 0 0 2 9 】

[0028] -60 及び 10 における補正気液平衡を図 2 及び 3 に示す。これらの相関は、バブルポイント曲線が大きな組成範囲にわたって比較的一定に維持されることを示し、而して、共沸混合物様である組成の範囲を示す。図 2 に示すように、 -60 においては、バブルポイント圧は 0 重量% ~ 約 2.4 重量% の HF の量に関して約 2 % 未満下降する。図 3 に示すように、 10 においては、バブルポイントは 0 重量% ~ 約 1.5 重量% の HF の量に関して約 2 % 未満下降することによって共沸混合物様を維持する。

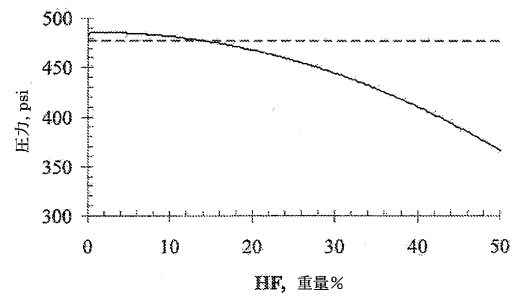
【 0 0 3 0 】

[0029] 上記から、例示の目的のために具体例をここに記載したが、本開示の精神又は範囲から逸脱することなく種々の修正を行うことができることが認められるであろう。したがって、上記の詳細な記載は限定ではなく例示とみなされ、特許請求する主題を特に指摘して明確に主張するように意図するものは特許請求の範囲（全ての均等物を含む）であると理解されると意図される。

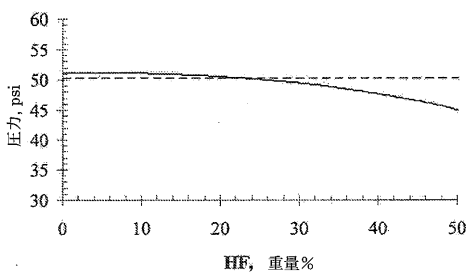
【図 1】



【図 3】



【図 2】



【手続補正書】

【提出日】平成25年3月4日(2013.3.4)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

フッ化水素及び五フッ化リンを含む共沸性又は共沸混合物様の組成物。

【請求項 2】

フッ化水素が共沸性又は共沸混合物様の組成物の全重量を基準として約 0.01 重量% ~ 約 1.2 重量% の量であり、五フッ化リンが共沸性又は共沸混合物様の組成物の全重量を基準として約 8.8 重量% ~ 約 99.99 重量% の量であり、共沸性又は共沸混合物様の組成物が約 268 psia ~ 約 377 psia の圧力において約 -13 ~ 約 0 の沸点を有する、請求項 1 に記載の組成物。



【請求項 3】

フッ化水素を与え；

五フッ化リンを与え；そして

フッ化水素と五フッ化リンを配合して共沸性又は共沸混合物様の組成物を形成する；
工程を含む、フッ化水素と五フッ化リンの共沸性又は共沸混合物様の組成物を形成する方法。

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US2011/041945
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER		
<i>C01B 25/10(2006.01)i, C01B 7/19(2006.01)i, B01D 3/36(2006.01)i, C01B 25/455(2006.01)i</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 25/10; C07C 17/38; C01B 7/19; C09K 3/00; C11D 17/00		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Korean utility models and applications for utility models Japanese utility models and applications for utility models		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) eKOMPASS(KIPO internal) & Keywords: azeotropic, azeotrope, hydrogen fluoride, phosphorus pentafluoride, LiPF ₆		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2005-0096247 A1 (MATTHEW H. LULY et al.) 05 May 2005 See abstract, claims 1, 10, 17	1-10
A	US 2003-0009065 A1 (HANG T. PHAM et al.) 09 January 2003 See abstract, claims 1, 6, 11	1-10
A	US 2002-0137645 A1 (HANG THANH PHAM et al.) 26 September 2002 See abstract, claims 1, 8, 14	1-10
A	US 6387340 B1 (DOO-CHAN NA et al.) 14 May 2002 See abstract, claim 1	1-10
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family 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 application or patent 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 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 27 FEBRUARY 2012 (27.02.2012)		Date of mailing of the international search report 27 FEBRUARY 2012 (27.02.2012)
Name and mailing address of the ISA/KR  Korean Intellectual Property Office Government Complex-Daejeon, 189 Cheongsa-ro, Seo-gu, Daejeon 302-701, Republic of Korea Facsimile No. 82-42-472-7140		Authorized officer LEE, Young Wan Telephone No. 82-42-481-5560 

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/US2011/041945

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 2005-0096247 A1	05.05.2005	AT 440802 T CN 1886336 A CN 1886336 C0 DE 602004022844 D1 EP 1678077 A1 EP 1678077 B1 JP 2007-510616 A JP 2007-510616 T KR 10-2006-0125786 A RU 2006119527 A RU 2367592 C2 US 7141094 B2 WO 2005-044726 A1	15.09.2009 27.12.2006 27.12.2006 08.10.2009 12.07.2006 26.08.2009 26.04.2007 26.04.2007 06.12.2006 27.12.2007 20.09.2009 28.11.2006 19.05.2005
US 2003-0009065 A1	09.01.2003	CN 100467093 C0 CN 101270029 A CN 101270029 C0 CN 101462924 A CN 1549739 A EP 1425076 A1 EP 1425076 A4 EP 1425076 B1 EP 2093187 A1 JP 2005-503249 A JP 4511827 B2 US 2004-0084295 A1 US 2007-0278087 A1 US 6673264 B2 US 7361795 B2 US 7781626 B2 WO 02-098529 A1	11.03.2009 24.09.2008 24.09.2008 24.06.2009 24.11.2004 09.06.2004 11.04.2007 15.04.2009 26.08.2009 03.02.2005 14.05.2010 06.05.2004 06.12.2007 06.01.2004 22.04.2008 24.08.2010 12.12.2002
US 2002-0137645 A1	26.09.2002	AT 486915 T AU 2002-241953 A8 CN 1487986 A CN 1487986 C0 DE 60238175 D1 EP 1354019 A2 EP 1354019 B1 ES 2353736 T3 JP 2004-529087 A JP 2004-529087 T JP 4219168 B2 MX PA03006562 A US 6475971 B2 WO 02-059231 A2 WO 02-059231 A3	15.11.2010 06.08.2002 07.04.2004 30.07.2008 16.12.2010 22.10.2003 03.11.2010 04.03.2011 24.09.2004 24.09.2004 04.02.2009 05.05.2004 05.11.2002 01.08.2002 01.08.2002
US 6387340 B1	14.05.2002	CN 1108985 C	21.05.2003

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.

PCT/US2011/041945

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
		CN 1263047 A	16.08.2000
		CN 1263047 C0	16.08.2000
		DE 19963399 A1	13.07.2000
		JP 2000-211907 A	02.08.2000
		JP 3456934 B2	14.10.2003
		KR 10-0288825 B1	02.05.2001
		KR 10-2000-0046590 A	25.07.2000

フロントページの続き

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

(74)代理人 100120754

弁理士 松田 豊治

(72)発明者 ハルス, ライアン・ジェイ

アメリカ合衆国ニュージャージー州07962-2245, モーリスタウン, コロンビア・ロード
101, ピー・オー・ボックス 2245, ハネウエル・インターナショナル・インコーポレー
テッド, パテント・サーヴィシズ エム/エス エイビー/2ピー

(72)発明者 バス, ラジャト・スブラ

アメリカ合衆国ニュージャージー州07962-2245, モーリスタウン, コロンビア・ロード
101, ピー・オー・ボックス 2245, ハネウエル・インターナショナル・インコーポレー
テッド, パテント・サーヴィシズ エム/エス エイビー/2ピー

(72)発明者 ルリー, マシュー・エイチ

アメリカ合衆国ニュージャージー州07962-2245, モーリスタウン, コロンビア・ロード
101, ピー・オー・ボックス 2245, ハネウエル・インターナショナル・インコーポレー
テッド, パテント・サーヴィシズ エム/エス エイビー/2ピー