

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 988 452**

51 Int. Cl.:

C01B 25/10

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.03.2018** **PCT/JP2018/009462**

87 Fecha y número de publicación internacional: **20.09.2018** **WO18168752**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.03.2018** **E 18768502 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.07.2024** **EP 3597593**

54 Título: **Método para producir pentafluoruro de fósforo**

30 Prioridad:

13.03.2017 JP 2017047045

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la
traducción de la patente:

20.11.2024

73 Titular/es:

KANTO DENKA KOGYO CO., LTD. (100.0%)
2-105, Kanda-Awajicho, Chiyoda-ku
Tokyo 101-0063, JP

72 Inventor/es:

TAKIKAWA, GO;
KATAYAMA, SHINSUKE y
OMAE, OSAMU

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 988 452 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método para producir pentafluoruro de fósforo

5 Campo técnico de la invención

La presente invención se relaciona con un método para producir pentafluoruro de fósforo.

Antecedentes de la invención

10

El pentafluoruro de fósforo (PF_5) es una sustancia útil como una materia prima de varios tipos de hexafluorofosfatos, en particular, el hexafluorofosfato de litio que puede utilizarse como electrolito para baterías de litio, baterías secundarias de iones de litio y similares. Además, el pentafluoruro de fósforo también se utiliza como un catalizador para reacciones de síntesis orgánica o como agente de dopado para materiales semiconductores.

15

Como método para producir pentafluoruro de fósforo, la Literatura tipo patente 1 describe un método para sintetizar PF_5 añadiendo pentacloruro de fósforo (PCl_5) a una disolución de HF. De acuerdo con este método, el PCl_5 , difícil de manipular por ser un sólido altamente higroscópico, debe añadirse de forma continua y cuantitativa a una disolución de HF, por lo que es difícil controlar la reacción.

20

Además, la Literatura tipo patente 2 propone un método que incluye la generación de gas PF_3 mediante una reacción de tricloruro de fósforo (PCl_3) y HF (un primer paso de fluoración), la generación de PF_3Cl_2 gaseoso mediante una reacción del gas PF_3 generado y gas Cl_2 (un paso de cloración), y la generación de PF_5 mediante una reacción de PF_3Cl_2 y HF (un segundo paso de fluoración).

25

La Literatura tipo patente 3 divulga un proceso continuo para producir pentafluoruro de fósforo, que comprende mezclar y hacer reaccionar tricloruro de fósforo y cloro con fluoruro de hidrógeno, produciendo así pentafluoruro de fósforo. La Literatura tipo patente 3 recitaba en el párrafo [0037] *"Aproximadamente la cantidad de uso de fluoruro de hidrógeno, es preferible aproximadamente 5-20 mol con respecto a 1 mol de tricloruro de fósforo, y es más preferible aproximadamente 5-15 mol"*.

30

La Literatura tipo patente 4 divulga un proceso para producir pentafluoruro de fósforo, que comprende mezclar y hacer reaccionar tricloruro de fósforo y cloro con líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro, produciendo así pentafluoruro de fósforo. La reivindicación 2 y la descripción de la literatura tipo patente 4 divulgan que el límite superior de la relación molar HF/ PCl_3 es "30".

35

La Literatura tipo patente 5 divulga un proceso para producir pentafluoruro de fósforo que comprende mezclar y hacer reaccionar tricloruro de fósforo y cloro con líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro, produciendo así pentafluoruro de fósforo. La reivindicación 2 y la descripción de la literatura tipo patente 5 divulgan que el límite superior de la relación molar HF/ PCl_3 es "30"

40

Lista de citas

Literatura tipo patente

45

Literatura tipo patente 1: JP H4-175216A
Literatura tipo patente 2: JP H11-171517A
Literatura tipo patente 3: JP 2012 126621A
Literatura tipo patente 4: EP 0 846 657A1
Literatura tipo patente 5: CN 1 188 072A

50

Breve descripción de la invención

Sin embargo, el método de la Literatura tipo patente 2 requiere múltiples pasos, el equipo necesario para la reacción es a gran escala y los pasos de producción son complejos, por lo que el coste de producción es elevado.

55

En consecuencia, es un objeto de la presente invención proporcionar un método para producir pentafluoruro de fósforo, siendo el método capaz de resolver las desventajas de las técnicas convencionales descritas anteriormente.

60

Los presentes inventores realizaron un estudio en profundidad y descubrieron que es posible producir de forma segura y estable pentafluoruro de fósforo, mezclando un gran exceso de líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro con tricloruro de fósforo y cloro, y evaporando el fluoruro de hidrógeno utilizando el calor de reacción de una reacción provocada por el mezclado.

65

La presente invención se basa en este hallazgo, y proporciona un método para producir pentafluoruro de fósforo,

que comprende mezclar y hacer reaccionar tricloruro de fósforo y cloro con un gran exceso de líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro, produciendo así pentafluoruro de fósforo, en donde una temperatura de reacción al mezclar fluoruro de hidrógeno con tricloruro de fósforo y cloro, produciendo así pentafluoruro de fósforo, es de -10 a 19 °C, la cantidad de fluoruro de hidrógeno anhidro es de 80 moles o más, con respecto a 1 mol de tricloruro de fósforo que se mezcla con el fluoruro de hidrógeno, y se suministra fluoruro de hidrógeno en una cantidad correspondiente a una disminución de la altura de una superficie líquida del fluoruro de hidrógeno anhidro, mientras que el calor de reacción generado mediante la producción de pentafluoruro de fósforo se elimina con el calor latente de evaporación del fluoruro de hidrógeno.

Breve descripción de los dibujos

[Fig. 1] La Fig. 1 muestra un ejemplo de un aparato que se utiliza en un método de producción de la presente invención.

[Fig. 2] La Fig. 2 muestra otro ejemplo de aparato que se utiliza en el método de producción de la presente invención.

Descripción de las realizaciones

A continuación, se describirá un método de la presente invención para producir pentafluoruro de fósforo (en lo sucesivo, también denominado simplemente "este método de producción") mediante realizaciones preferidas.

En este método de producción, se utiliza tricloruro de fósforo (PCl₃) como una fuente de fósforo. El tricloruro de fósforo es un líquido a temperatura ambiente. Por lo tanto, el tricloruro de fósforo es fácil de manipular en comparación con el pentacloruro de fósforo (PCl₅), que es un sólido, y también es fácil de manipular en un estado prohibitivo para el agua, es decir, se puede suprimir fácilmente la hidrólisis y se puede estabilizar la pureza del producto final. Además, el tricloruro de fósforo es barato y se pueden obtener fácilmente productos muy puros del mismo.

En este método de producción, el cloro se utiliza como un oxidante. El cloro es barato y fácil de conseguir. Cuando se introduce en un reactor, el cloro puede ser un gas o un líquido. En este método de producción, cuando se introduce en un reactor como un gas, normalmente, el cloro en estado gaseoso se mezcla con fluoruro de hidrógeno anhidro y se hace reaccionar con tricloruro de fósforo. Alternativamente, cuando se introduce en un reactor como un líquido, el cloro puede hacerse reaccionar con el tricloruro de fósforo como en el caso en el que el cloro se introduce en un reactor como un gas.

El fluoruro de hidrógeno que se utiliza en este método de producción es fluoruro de hidrógeno anhidro. El fluoruro de hidrógeno anhidro contiene humedad en una cantidad en base másica de típicamente 1000 ppm o menos, y preferiblemente 600 ppm o menos.

En este método de producción, se utiliza un gran exceso de fluoruro de hidrógeno anhidro en relación con el tricloruro de fósforo y el cloro. La fórmula de la reacción en la que el tricloruro de fósforo, el cloro y el fluoruro de hidrógeno se hacen reaccionar entre sí para producir pentafluoruro de fósforo es la siguiente, pero esta reacción genera una gran cantidad de calor de reacción. En este método de producción, un gran exceso de fluoruro de hidrógeno anhidro actúa como un medio líquido y, aunque se genere calor de reacción, el fluoruro de hidrógeno anhidro se evapora y la cantidad de calor de reacción se elimina por la cantidad de calor latente de evaporación del líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro, con lo que se elimina el calor de reacción del líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro. En consecuencia, la temperatura del líquido de reacción durante la reacción es estable, y es posible producir con seguridad pentafluoruro de fósforo mediante una reacción simple.



En la presente memoria descriptiva, "gran exceso" se refiere preferiblemente a un estado en el que la cantidad de fluoruro de hidrógeno anhidro es de 20 moles o más con respecto a 1 mol de tricloruro de fósforo que se mezcla con el fluoruro de hidrógeno. Además, la cantidad de fluoruro de hidrógeno anhidro es preferiblemente de 20 moles o más también con respecto a 1 mol de cloro que se mezcla con el fluoruro de hidrógeno. En vista de la estabilidad de la operación, la cantidad de fluoruro de hidrógeno anhidro es más preferiblemente 80 moles o más, de manera particularmente preferible 200 moles o más, y aún más preferiblemente 400 moles o más, con respecto a 1 mol de tricloruro de fósforo que se mezcla con el fluoruro de hidrógeno. Además, la cantidad de fluoruro de hidrógeno anhidro es preferiblemente de 20 moles o más, más preferiblemente de 80 moles o más, de manera particularmente preferible de 200 moles o más, y aún más preferiblemente de 400 moles o más, con respecto a 1 mol de cloro que se mezcla con el fluoruro de hidrógeno.

"Cantidades de tricloruro de fósforo y cloro que se mezclan con el fluoruro de hidrógeno", tal como se describe en la presente, se refiere, en el caso de la adición de tricloruro de fósforo y cloro al fluoruro de hidrógeno anhidro que se ha introducido en un reactor tal como se describe a continuación, a las cantidades de tricloruro de fósforo y cloro que se añaden.

En caso de mezclar un gran exceso de fluoruro de hidrógeno anhidro con tricloruro de fósforo y cloro, el fluoruro de hidrógeno anhidro puede añadirse al tricloruro de fósforo y al cloro, o el tricloruro de fósforo y el cloro pueden añadirse al fluoruro de hidrógeno anhidro, pero, en vista de la seguridad, la estabilidad de la temperatura y similares, el tricloruro de fósforo y el cloro se añaden preferiblemente al fluoruro de hidrógeno anhidro. En el caso de la adición de tricloruro de fósforo y cloro al fluoruro de hidrógeno anhidro, el tricloruro de fósforo y el cloro pueden añadirse simultáneamente a un gran exceso de líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro, o uno de los dos puede añadirse primero a un gran exceso de líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro. Para mejorar la eficacia de la reacción y evitar la generación de subproductos, la cantidad de cloro que se utiliza en este método de producción es preferiblemente de 0,18 a 1,20 moles, más preferiblemente de 0,50 a 1,10 moles, y aún más preferiblemente de 0,80 a 1,05 moles, en términos de equivalente de cloro, con respecto a 1 mol de tricloruro de fósforo.

El tricloruro de fósforo y el cloro pueden introducirse de forma continua, intermitente o conjunta a la vez en un gran exceso de líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro. El tricloruro de fósforo y el cloro se introducen preferiblemente de forma continua, con el fin de mejorar la eficacia de la reacción, ya que la introducción continua permite mezclarlos fácilmente con el fluoruro de hidrógeno. "Continuamente", tal como se describe en la presente, se refiere a un estado en el que la adición a 0,1 g/seg o más es continuada preferiblemente, por ejemplo, durante 10 segundos o más, y preferiblemente durante 1 minuto o más.

La temperatura de reacción al mezclar fluoruro de hidrógeno con tricloruro de fósforo y cloro para producir pentafluoruro de fósforo es preferiblemente de -10 °C o más, con el fin de mejorar la eficacia de la reacción del fluoruro de hidrógeno con tricloruro de fósforo y cloro. Mientras tanto, la temperatura de reacción es preferiblemente de 19 °C o menos, con el fin de mantener el fluoruro de hidrógeno en estado líquido y realizar fácilmente la estabilidad de la temperatura durante la reacción. Desde estos puntos de vista, la temperatura de reacción en la reacción de producción de pentafluoruro de fósforo es preferiblemente de -10 a 19 °C, y más preferiblemente de -5 a 15 °C. La "temperatura de reacción", como se describe en la presente, se refiere a la temperatura del líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro, en caso de añadir tricloruro de fósforo y cloro a un gran exceso de fluoruro de hidrógeno anhidro y mezclarlos.

La reacción de producción del pentafluoruro de fósforo se hace ocurrir preferiblemente bajo -10 a 50 kPaG de presión, con el fin de mejorar la eficacia de la reacción y controlar la cantidad de fluoruro de hidrógeno que se evapora. Desde este punto de vista, la reacción de producción del pentafluoruro de fósforo se hace ocurrir más preferiblemente bajo -5 a 30 kPaG de presión, y aún más preferiblemente bajo 0 a 20 kPaG de presión.

Esta reacción puede producirse en un reactor discontinuo o en un reactor continuo. Normalmente, el reactor está hecho de un material resistente a la corrosión.

El tricloruro de fósforo y el cloro se mezclan preferiblemente con un gran exceso de líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro que se hace circular, con el fin de obtener una estabilidad de la temperatura y que la reacción sea uniforme.

El estado de estar en circulación se refiere a un estado en el que un material completa repetidamente un recorrido y vuelve a la posición original.

Entre los ejemplos del método para hacer circular líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro se incluyen un método para hacer circular líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro mediante agitación en el interior de un recipiente de reacción y un método para hacer circular líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro a lo largo de una vía de circulación. "Vía de circulación", tal como se describe en la presente, se refiere a una vía que parte de una posición determinada y regresa a esa posición, y se forma, por ejemplo, proporcionando un tubo en forma de anillo, de U o de C. Un tubo en forma de U o de C puede formar una vía de circulación si sus dos extremos están conectados al mismo recipiente de almacenamiento o están conectados respectivamente a dos o más recipientes de almacenamiento diferentes que estén conectados entre sí. Un recipiente de almacenamiento que constituye una vía de circulación puede denominarse recipiente de almacenamiento de circulación.

En este método de producción, el fluoruro de hidrógeno anhidro evaporado se recolecta preferiblemente, se enfría y se licua, y después se hace que la materia licuada se fusione con el fluoruro de hidrógeno anhidro líquido en un reactor. Con este procesamiento, es posible suprimir un cambio significativo en la cantidad de líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro dentro del reactor. Además, como el fluoruro de hidrógeno que se ha enfriado se devuelve a un gran exceso de líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro, es posible reducir más fácilmente la temperatura del líquido de fluoruro de hidrógeno y controlar la temperatura de reacción. Además, la fase gaseosa que se genera de acuerdo con la reacción de producción del pentafluoruro de fósforo incluye, además del fluoruro de hidrógeno, el pentafluoruro de fósforo y el cloruro de hidrógeno que son productos de reacción, pero los puntos de ebullición del pentafluoruro de fósforo y del cloruro de hidrógeno son significativamente más bajos que el del fluoruro de hidrógeno. Por consiguiente, sólo el fluoruro de hidrógeno es susceptible de licuarse en la fase gaseosa y, a través de la licuefacción, el fluoruro de hidrógeno puede separarse fácilmente del pentafluoruro de fósforo que es el material objetivo.

A continuación, este método de producción se describirá con más detalle haciendo referencia a los dibujos

relacionados con un aparato para producir pentafluoruro de fósforo.

Un reactor 10 mostrado en la Fig. 1 hace circular fluoruro de hidrógeno anhidro agitando líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro en el interior de un recipiente de reacción 20.

En el reactor 10 de la Fig. 1, se ha introducido fluoruro de hidrógeno anhidro en el recipiente de reacción 20. El recipiente de reacción 20 incluye un eje de rotación 18 que está conectado a un motor de rotación 17, y un impulsor 19 que está fijado al eje de rotación 18. El impulsor 19 se fija en una posición a una altura correspondiente a una cantidad predeterminada de fluoruro de hidrógeno anhidro. El reactor 10 es tal que, cuando el impulsor 19 gira alrededor del eje de rotación 18 de acuerdo con la rotación del motor de rotación 17, el líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro dentro del recipiente de reacción 20 fluye alrededor del eje de rotación 18 de acuerdo con la rotación. El flujo alrededor del eje de rotación 18 corresponde a la circulación de fluoruro de hidrógeno anhidro. No existe ninguna limitación particular en cuanto al tipo de impulsor 19, y los ejemplos del mismo se incluyen diversos impulsores, tal como un impulsor de paletas de uso común, aspas de turbina y aspas de ancla. La velocidad de rotación del eje de rotación 18 puede ser, por ejemplo, de 10 a 3000 rpm.

En la Fig. 1, se proporcionan una vía de entrada 11 a través de la cual el tricloruro de fósforo fluye hacia el recipiente de reacción 20 y una vía de entrada 12 a través de la cual el cloro fluye hacia el recipiente de reacción 20. Las vías 11, 12, 13, 34, 36 y 37 de la Fig. 1 están constituidas por miembros tubulares. En el ejemplo de la Fig. 1, dos vías de entrada 11 y 12 se extienden hasta puntos situados por debajo de una superficie líquida 8 de líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro.

El reactor 10 mostrado en la Fig. 1 incluye una vía de salida de gas 34 a través de la cual el gas generado a partir del líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro almacenado en el recipiente de reacción 20 fluye hacia el exterior del líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro. Un intercambiador de calor 35 que puede enfriar el gas en la vía de salida de gas 34 está dispuesto en un punto de la vía 34. El intercambiador de calor 35 intercambia calor entre un refrigerante apropiado y el gas en la vía 34, y puede enfriar el gas en la vía 34 hasta una temperatura igual o superior al punto de ebullición (-84,8 °C) del pentafluoruro de fósforo e inferior al punto de ebullición (19,5 °C) del fluoruro de hidrógeno. Dado que el punto de ebullición del cloruro de hidrógeno que es un subproducto en este método de producción es de -85,1 °C, el cloruro de hidrógeno no suele licuarse a una temperatura dentro de este rango. La temperatura de refrigeración es preferiblemente de -80 a -10 °C. La vía de salida de gas 34 se divide en una vía de retorno de líquido 36 y una vía de descarga de gas 37 en un punto situado cadena abajo del intercambiador de calor 35. Un líquido generado a través del enfriamiento por el intercambiador de calor 35 regresa al recipiente de reacción 20 a través de la vía de retorno de líquido 36, y un gas después del enfriamiento se descarga fuera del sistema de reacción a través de la vía de descarga de gas 37.

El reactor 10 incluye además una vía de entrada 13 a través de la cual fluye fluoruro de hidrógeno anhidro hacia el recipiente de reacción 20. El reactor 10 incluye un sensor (no mostrado) para medir la altura de la superficie líquida 8 del fluoruro de hidrógeno anhidro en el recipiente de reacción 20, y el sensor está conectado a una función de control no mostrada. Cuando el sensor detecta que la altura de la superficie líquida 8 del fluoruro de hidrógeno anhidro ha disminuido, la función de control puede calcular la cantidad de fluoruro de hidrógeno correspondiente a la disminución de la altura, y controlar una válvula (no mostrada) para abrir y cerrar la vía de entrada 13 a fin de suministrar fluoruro de hidrógeno anhidro en una cantidad correspondiente a la disminución de la altura de la superficie líquida 8. Es preferible llevar a cabo el control de forma que la cantidad líquida de fluoruro de hidrógeno anhidro en el recipiente de reacción 20 se mantenga constante de esta manera.

Cuando se produce pentafluoruro de fósforo utilizando el reactor 10 con la configuración descrita anteriormente, en primer lugar, el eje de rotación 18 y el impulsor 19 se hacen girar mediante la rotación del motor de rotación 17, y así se hace fluir líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro alrededor del eje de rotación 18 en el recipiente de reacción 20, y el fluoruro de hidrógeno anhidro circula en el recipiente de reacción 20. En este estado, se hace fluir tricloruro de fósforo y cloro a través de la vía de entrada de tricloruro de fósforo 11 y la vía de entrada de cloro 12 hacia un gran exceso de fluoruro de hidrógeno anhidro, y se mezclan con el fluoruro de hidrógeno anhidro. En consecuencia, se generan pentafluoruro de fósforo gaseoso y cloruro de hidrógeno gaseoso, y el fluoruro de hidrógeno se evapora por el calor de reacción de la reacción de producción del pentafluoruro de fósforo. El calor de reacción se elimina con el calor latente de la evaporación, y así la temperatura del líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro se mantiene constante. El fluoruro de hidrógeno evaporado que se ha mezclado con pentafluoruro de fósforo y cloro se conduce a lo largo de la vía de salida de gas 34 y llega al intercambiador de calor 35. El fluoruro de hidrógeno que ha llegado al intercambiador de calor 35 se enfría, se devuelve a través de la vía de retorno de líquido 36 al recipiente de reacción 20 y se hace que se fusione con un gran exceso de fluoruro de hidrógeno anhidro líquido. Mientras tanto, el gas de mezcla de pentafluoruro de fósforo y cloruro de hidrógeno se descarga a través de la vía de descarga de gas 37 y fuera del sistema. El pentafluoruro de fósforo puede aislarse del gas de mezcla de pentafluoruro de fósforo y cloruro de hidrógeno mediante un método de separación conocido, tal como la destilación.

Como se ha descrito anteriormente, de acuerdo con este método de producción, es posible producir pentafluoruro de fósforo con un método muy simple al tiempo que se garantiza la estabilidad de la temperatura y la seguridad,

utilizando un gran exceso de líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro.

A continuación, se describirá con referencia a la Fig. 2 un ejemplo de este método de producción en el caso de producir pentafluoruro de fósforo utilizando una vía de circulación en lugar de un miembro de agitación. Las vías 13, 31, 41, 42, 34, 36 y 37 de la Fig. 2 están constituidas por miembros tubulares. En la Fig. 2, las que tienen la misma configuración que en la Fig. 1 se denotan con los mismos números de referencia que en la Fig. 1, y se ha omitido su descripción.

El reactor 10' mostrado en la Fig. 2 no incluye un impulsor o similar, pero incluye una vía 31 para circulación para hacer circular el fluoruro de hidrógeno anhidro. La vía 31 para circulación es un miembro tubular en forma de anillo al que le falta una parte. La forma de un anillo al que le falta una parte también se denomina forma de C. Ambos extremos de la vía 31 para circulación, específicamente, tanto una porción del extremo 31a en el lado de succión como una porción del extremo 31b en el lado de expulsión están conectados a un recipiente de almacenamiento de circulación 30 en el que se almacena y circula fluoruro de hidrógeno anhidro. "El fluoruro de hidrógeno anhidro circula por el recipiente de almacenamiento de circulación 30", tal como se describe en la presente, no se refiere a un estado en el que el fluoruro de hidrógeno anhidro se agita en el interior del recipiente de almacenamiento de circulación 30, sino que se refiere a un estado en el que el fluoruro de hidrógeno anhidro del recipiente de almacenamiento de circulación 30 circula por la vía 31 para circulación. Sin embargo, el fluoruro de hidrógeno anhidro también puede agitarse en el interior del recipiente de almacenamiento de circulación 30. Con esta configuración, el recipiente de almacenamiento de circulación 30 y la vía 31 para la circulación constituyen una vía de circulación 29 como se muestra en la Fig. 2. Mientras se hace circular el líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro, el 80 % vol o más de la cantidad total de líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro en el reactor 10' está presente preferiblemente en el recipiente de almacenamiento de circulación 30, en vista de la estabilidad de la temperatura de reacción y similares.

En el reactor 10', una bomba de circulación 32 para proporcionar potencia de circulación está dispuesta en un punto de la vía 31 para la circulación. En consecuencia, el reactor 10' es tal que el líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro se succiona desde el recipiente de almacenamiento de circulación 30 hacia la porción del extremo 31a en el lado de succión de la vía 31 para circulación, y el líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro se expulsa desde la porción del extremo 31b en el lado de expulsión hacia el recipiente de almacenamiento de circulación 30. Además, una vía de entrada de tricloruro de fósforo 41 y una vía de entrada de cloro 42 están conectadas a la vía 31 para circulación cadena abajo de la bomba de circulación 32, y así se puede hacer que el tricloruro de fósforo y el cloro fluyan hacia la vía 31 para circulación del fluoruro de hidrógeno anhidro. En la Fig. 2, la vía de entrada de tricloruro de fósforo 41 está conectada cadena arriba de la vía de entrada de cloro 42, a lo largo de la vía 31 para la circulación de fluoruro de hidrógeno anhidro, pero el método de conexión no se limita a ello.

En el reactor 10' de la Fig. 2, la vía de salida de gas 34 está prevista de forma que el gas pueda salir del líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro en el recipiente de almacenamiento de circulación 30. Además, en el reactor 10' de la Fig. 2, la vía de entrada 13 a través de la cual el fluoruro de hidrógeno anhidro fluye hacia el recipiente de almacenamiento de circulación 30 se proporciona separada de la vía 31 para circulación. Es posible realizar el control como en el control basado en la altura de la superficie del líquido 8 de la Fig. 1, también utilizando la vía de entrada 13.

Cuando se produce pentafluoruro de fósforo utilizando el reactor 10' de la Fig. 2 con la configuración descrita anteriormente, se hace circular líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro en el recipiente de almacenamiento de circulación 30 y en la vía 31 para circulación haciendo funcionar la bomba de circulación 32, y, en este estado, se hace fluir tricloruro de fósforo y cloro en fluoruro de hidrógeno anhidro, y se mezclan con el fluoruro de hidrógeno anhidro. También en el caso del método de producción que utiliza el reactor 10' mostrado en la Fig. 2, es posible producir de forma segura y eficaz pentafluoruro de fósforo con un aparato simple, y realizar una producción en masa con un aparato más pequeño, como en el método que utiliza el aparato mostrado en la Fig. 1.

Además, de acuerdo con el método mostrado en la Fig. 2, es posible ajustar la cantidad de fluoruro de hidrógeno anhidro que se hace circular, separadamente de la cantidad de fluoruro de hidrógeno anhidro presente en el recipiente de almacenamiento de circulación 30 situado cadena abajo de los puntos desde los que fluyen el tricloruro de fósforo y el cloro (las vías de entrada 41 y 42), y así es posible controlar más fácilmente la velocidad de reacción, es decir, es posible permitir con mayor seguridad que la reacción progrese.

En el reactor 10' de la Fig. 2, la cantidad de circulación por minuto a lo largo de la vía 31 para circulación es preferiblemente de 5 a 70 % vol de la cantidad de líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro introducida inicialmente en el reactor 10', para mejorar fácilmente la eficacia de la reacción mediante la circulación de un gran exceso de fluoruro de hidrógeno anhidro a lo largo de la vía 31 de circulación, y para controlar fácilmente una reacción. Además, para mejorar la eficacia de la reacción y controlar fácilmente una reacción, la cantidad de tricloruro de fósforo que circula por la vía de circulación 29 (la vía 31 para circulación o el recipiente de almacenamiento de circulación 30) por minuto es preferiblemente de 0,001 a 1,0 % mol de la cantidad de fluoruro de hidrógeno anhidro que circula por minuto. Desde el mismo punto de vista, la cantidad de cloro que circula por la vía de circulación 29 (la vía 31 para circulación o el recipiente de almacenamiento de circulación 30) por minuto es preferiblemente de

0,001 a 1,0 % mol de la cantidad de fluoruro de hidrógeno anhidro que circula por minuto.

Ejemplos de los materiales para formar los reactores 10 y 10', en particular, para formar las vías, los recipientes de reacción y los recipientes de almacenamiento de circulación descritos anteriormente incluyen materiales resistentes a la corrosión por fluoruro de hidrógeno, y de manera particularmente preferible metales resistentes a la corrosión por fluoruro de hidrógeno. Algunos ejemplos de estos metales son Hastelloy, Inconel, Monel, acero inoxidable, hierro y acero.

Anteriormente se ha descrito este método de producción mediante realizaciones preferidas. Por ejemplo, el fluoruro de hidrógeno evaporado por el calor de reacción puede descargarse fuera del sistema tal cual, sin licuarse.

Ejemplos

A continuación, la presente invención se describirá con más detalle mediante ejemplos.

Ejemplo 1

Se utilizó el reactor 10 mostrado en la Fig. 1. El reactor 10 está fabricado con un metal resistente a la corrosión por fluoruro de hidrógeno.

En primer lugar, se introdujeron 30 kg de líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro en el recipiente de reacción 20 del reactor 10. Se utilizaron el eje de rotación 18 conectado al motor de rotación 17 y el impulsor 19 fijado al eje de rotación 18. El eje de rotación 18 y el impulsor 19 se hicieron girar a 100 rpm para que circulara líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro dentro del recipiente de reacción 20. A continuación, 1860 g de tricloruro de fósforo líquido y 1020 g de cloro gaseoso se introdujeron continuamente en el recipiente de reacción 20 a velocidades constantes cada uno durante 60 minutos, y se hicieron reaccionar con fluoruro de hidrógeno anhidro bajo 0,5 kPaG de presión. Con el calor de la reacción, parte del fluoruro de hidrógeno (HF) se evaporó, se hizo fluir junto con el pentafluoruro de fósforo (PF₅) que es un producto y el cloruro de hidrógeno (HCl) que es un subproducto a través de la vía de salida de gases 34 hacia el intercambiador de calor 35, y se enfrió hasta -30 °C por el intercambiador de calor 35. En consecuencia, el fluoruro de hidrógeno (HF) evaporado se enfrió y se licuó, y la materia licuada se devolvió al recipiente de reacción 20, y se hizo que se fusionara con el fluoruro de hidrógeno anhidro líquido en el recipiente de reacción 20. Mientras tanto, el pentafluoruro de fósforo (PF₅) y el cloruro de hidrógeno (HCl) se recolectaron como una fase gaseosa. El rendimiento del pentafluoruro de fósforo (PF₅) con respecto a la cantidad de tricloruro de fósforo introducida fue del 97 % mol. Mientras el reactor 10 estaba en funcionamiento, la cantidad de fluoruro de hidrógeno (HF) que fluía por el mismo se controlaba de forma que la altura de la superficie líquida 8 se mantuviera constante, y la temperatura del líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro en el recipiente de reacción 20 se mantenía constante a aproximadamente 6 °C.

Ejemplo 2

Se utilizó el reactor 10' mostrado en la Fig. 2. El reactor 10' está fabricado con un metal resistente a la corrosión por fluoruro de hidrógeno.

En primer lugar, se introdujeron 940 kg de fluoruro de hidrógeno líquido anhidro en el recipiente de almacenamiento de circulación 30 del reactor 10'. La bomba 32 se hizo funcionar de modo que el líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro circulara por la vía 31 para la circulación. Además, la cantidad de líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro circulado por minuto se fijó en el 50 % vol de la cantidad de líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro introducida inicialmente en el reactor 10'. Mientras se hacía circular el líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro, el 80 % vol o más de la cantidad total de líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro del reactor 10' estaba presente en el recipiente de almacenamiento de circulación 30. A continuación, 6440 g de tricloruro de fósforo líquido y 3210 g de cloro gaseoso se introdujeron continuamente en el recipiente de almacenamiento de circulación 30 a velocidades constantes cada uno durante 100 minutos, y se hicieron reaccionar con fluoruro de hidrógeno anhidro bajo 3 kPaG de presión. Con el calor de la reacción, parte del fluoruro de hidrógeno (HF) se evaporó, se hizo fluir junto con el pentafluoruro de fósforo (PF₅) que es un producto y el cloruro de hidrógeno (HCl) que es un subproducto a través de la vía de salida de gases 34 hacia el intercambiador de calor 35, y se enfrió hasta -30 °C por el intercambiador de calor 35. En consecuencia, el fluoruro de hidrógeno (HF) evaporado se enfrió y se licuó, y se devolvió al recipiente de almacenamiento de circulación 30. Mientras tanto, el pentafluoruro de fósforo (PF₅) y el cloruro de hidrógeno (HCl) se recolectaron como una fase gaseosa. El rendimiento del pentafluoruro de fósforo (PF₅) con respecto a la cantidad de tricloruro de fósforo introducida fue del 96 % mol. Mientras el reactor 10' estaba en funcionamiento, la cantidad de fluoruro de hidrógeno (HF) que fluía por el mismo se controlaba de forma que la altura de la superficie líquida 8 se mantuviera constante, y la temperatura del líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro en el recipiente de almacenamiento de circulación 30 se mantenía constante a aproximadamente 10 °C.

Como se ha descrito anteriormente, se ve que, de acuerdo con el método de producción de la presente invención, es posible producir de forma segura y estable pentafluoruro de fósforo con un aparato simple. Por lo tanto, de acuerdo con el método de producción de la presente invención, es posible realizar una producción en masa de

pentafluoruro de fósforo con un aparato más pequeño.

Aplicabilidad industrial

- 5 De acuerdo con el método de la presente invención para producir pentafluoruro de fósforo, es posible llevar a cabo de forma segura y fácil la producción en masa de pentafluoruro de fósforo con un reactor simple utilizando materias primas baratas y fáciles de conseguir.

REIVINDICACIONES

1. Un método para producir pentafluoruro de fósforo, que comprende mezclar y hacer reaccionar tricloruro de fósforo y cloro con un gran exceso de líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro, produciendo así pentafluoruro de fósforo,
5 en donde una temperatura de reacción al mezclar fluoruro de hidrógeno con tricloruro de fósforo y cloro, produciendo así pentafluoruro de fósforo, es de -10 a 19 °C, la cantidad de fluoruro de hidrógeno anhidro es de 80 moles o más, con respecto a 1 mol de tricloruro de fósforo que se mezcla con el fluoruro de hidrógeno, y
10 se suministra fluoruro de hidrógeno en una cantidad correspondiente a una disminución de la altura de una superficie líquida del fluoruro de hidrógeno anhidro, mientras que el calor de reacción generado mediante la producción de pentafluoruro de fósforo se elimina con el calor latente de la evaporación del fluoruro de hidrógeno.
2. El método para producir pentafluoruro de fósforo de conformidad con la reivindicación 1, en donde el líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro se hace circular y, en este estado, el tricloruro de fósforo y el cloro se mezclan con
15 el líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro.
3. El método para producir pentafluoruro de fósforo de conformidad con la reivindicación 2, en donde el líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro se hace circular a lo largo de una vía de circulación.
- 20 4. El método para producir pentafluoruro de fósforo de conformidad con la reivindicación 2, en donde el líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro se hace circular mediante agitación en un recipiente de reacción.
5. El método para producir pentafluoruro de fósforo de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el fluoruro de hidrógeno evaporado se enfría y se licua, y la materia licuada se hace fusionar con el
25 fluoruro de hidrógeno anhidro líquido.
6. El método para producir pentafluoruro de fósforo de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde una reacción de producción de pentafluoruro de fósforo se realiza en condiciones de -10 a 50 kPaG.
- 30 7. El método para producir pentafluoruro de fósforo de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde la cantidad de cloro que se utiliza es de 0,18 a 1,20 equivalentes en términos de equivalente de cloro con respecto a la cantidad de tricloruro de fósforo.
- 35 8. El método para producir pentafluoruro de fósforo de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en donde el tricloruro de fósforo y el cloro se introducen continuamente en el líquido de fluoruro de hidrógeno anhidro.

DIBUJOS

Fig. 1

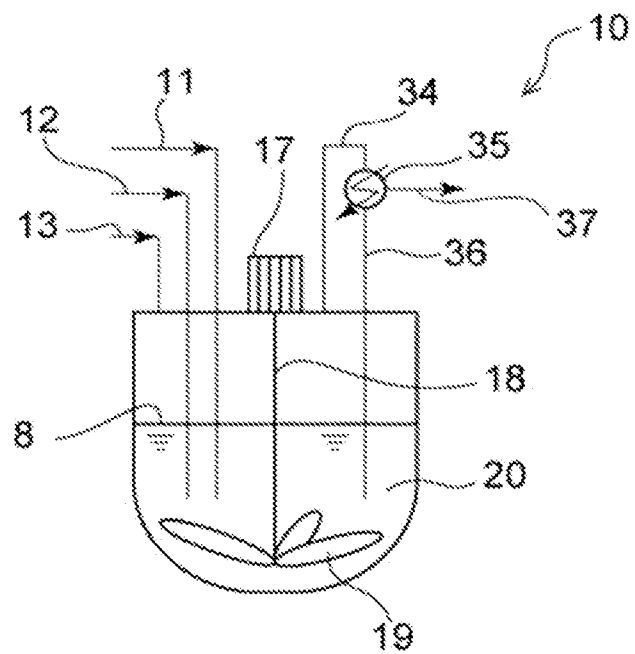


Fig. 2

