(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第5856715号
(P5856715)
(45)発行日　平成28年2月10日(2016.2.10)　(24)登録日　平成27年12月18日(2015.12.18)

(51)Int.Cl.　F I
C01F 11/22 (2006.01)　C01F 11/22

請求項の数 10　(全 11 頁)

(21)出願番号	特願2015-520386 (P2015-520386)	(73)特許権者	510243621
(86)(22)出願日	平成25年6月25日 (2013.6.25)		シリコー　マテリアルズ　インコーポレイテッド
(65)公表番号	特表2015-521582 (P2015-521582A)		アメリカ合衆国　カリフォルニア州　サンノゼ　ランディ　アベニュー　１７５０　＃６１０２２０
(43)公表日	平成27年7月30日 (2015.7.30)	(74)代理人	100102978
(86)国際出願番号	PCT/US2013/047519		弁理士　清水　初志
(87)国際公開番号	WO2014/004445	(74)代理人	100102118
(87)国際公開日	平成26年1月3日 (2014.1.3)		弁理士　春名　雅夫
審査請求日	平成27年1月28日 (2015.1.28)	(74)代理人	100160923
(31)優先権主張番号	61/663,877		弁理士　山口　裕孝
(32)優先日	平成24年6月25日 (2012.6.25)	(74)代理人	100119507
(33)優先権主張国	米国(US)		弁理士　刑部　俊
早期審査対象出願			

最終頁に続く

(54)【発明の名称】フッ化カルシウムの精製方法

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
精製された無機化合物を提供するために無機化合物をある水溶液で洗浄する工程を含む、無機化合物を精製するための方法であって、
前記水溶液が少なくとも１種の鉱酸を含み、
無機化合物が、水中で、２０℃において０．００２０ｇ／１００ｍＬ未満の溶解度を有し、かつフッ化カルシウムを含み、
無機化合物が、リン含有不純物、アルミニウム含有不純物、鉄含有不純物、およびホウ素含有不純物のうちの少なくとも１つを含み、
精製された無機化合物が、１０ｐｐｍまでのリン含有不純物を含む、方法。
【請求項２】
無機化合物が７５０ｐｐｍまでの不純物を含む、請求項１記載の方法。
【請求項３】
前記水溶液が塩化水素（ＨＣｌ）を含む、請求項１記載の方法。
【請求項４】
精製された無機化合物が、５ｐｐｍ未満のリン含有不純物を含む、請求項１記載の方法。
【請求項５】
精製された無機化合物が、少なくとも９９．９９重量％の純度である、請求項１記載の方法。

【請求項６】
１０ｐｐｍ未満のリン含有不純物を有する精製されたフッ化カルシウム（ＣａＦ$_2$）を提供するよう、結晶性フッ化カルシウム（ＣａＦ$_2$）からリン含有不純物の少なくともいくらかを除去するために、酸を含む水溶液で該結晶性フッ化カルシウム（ＣａＦ$_2$）を洗浄する工程を含む、
リン含有不純物を含む結晶性フッ化カルシウム（ＣａＦ$_2$）を精製するための方法。
【請求項７】
結晶性フッ化カルシウム（ＣａＦ$_2$）が、少なくとも１００ｐｐｍのリン含有不純物を含む、請求項６記載の方法。
【請求項８】
酸を含む水溶液が塩酸水溶液である、請求項６記載の方法。
【請求項９】
酸を含む水溶液が５～２０重量％の鉱酸である、請求項６記載の方法。
【請求項１０】
精製されたフッ化カルシウム（ＣａＦ$_2$）が、５ｐｐｍまでのリン含有不純物を含む、請求項６記載の方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
関連出願
本出願は、2012年6月25日に出願された米国特許仮出願第61/663,877号に対する優先権の恩典を主張するものであり、当該仮出願は、参照によりその全体が本明細書に組み入れられる。
【背景技術】
【０００２】
背景
工業グレートのフッ化カルシウム(CaF_2)は、比較的大量の不純物(例えば、リン含有不純物、アルミニウム含有不純物、鉄含有不純物、および/またはホウ素含有不純物など)を含んでいる。より高いグレードのフッ化カルシウムも入手可能であるが、より高価である。より高いグレードのフッ化カルシウム、すなわち、不純物の含有量の少ないフッ化カルシウムは、太陽電池の製造のために、品質を高めた冶金級(UMG)シリコン(UMG-Siとしても知れられている)の製造において有用である。この品質を高めた冶金級シリコンのコストは、典型的には、その中に存在する不純物の性質および量によって決まる。
【発明の概要】
【０００３】
概要
本発明は、無機化合物を精製するための方法を提供する。例えば、少なくともいくらかの不純物(例えば、リン含有物質)を無機化合物から除去することが可能である。当該方法は、当該無機化合物を水溶液と接触させる工程(例えば、洗浄工程)を含む。
【０００４】
本発明はさらに、リン含有不純物を含有する結晶性フッ化カルシウム(CaF_2)を精製するための方法も提供する。当該方法は、当該結晶性フッ化カルシウム(CaF_2)を例えば約20質量％までの塩酸水溶液を含む水溶液と接触させる工程(例えば、洗浄工程)を含む。当該方法は、結晶性フッ化カルシウム(CaF_2)から少なくとも幾らかのリン含有不純物を除去する。
【発明を実施するための形態】
【０００５】
詳細な説明
以下において、開示される主題のある特定の特許請求の範囲について詳細に言及し、その実施例を添付の構造および式において例示する。当該開示される主題は、列挙される請

求項に関連して説明されるであろうが、それらは、当該開示される主題をそれらの請求項に限定することを意図するものではないことが理解されたい。逆に、当該開示される主題は、特許請求の範囲によって定義されるような開示される本主題の範囲内に含まれ得るすべての代替物、修正物、および等価物を含むことが意図される。

【０００６】

「一態様」、「ある態様」、「ある例示的態様」などに対する明細書での言及は、説明される態様が特定の特徴、構造、または特性を含み得ることを示しているが、必ずしも全ての態様が当該特定の特徴、構造、または特性を含み得るわけではない。さらに、そのような表現は、必ずしも同じ態様について言及しているとは限らない。さらに、特定の特徴、構造、または特性が、ある態様に関連して説明されている場合、明確に説明されているか否かにかかわらず、他の態様に関連するそのような特徴、構造、または特性にも影響を及すことは、当業者の知識の範囲内であると言える。

【０００７】

本明細書において説明される方法において、工程は、時系列または操作順序が明確に挙げられている場合を除き、開示される主題の原理から逸脱することなく、任意の順番で実施することができる。第一の工程が実施され、続いていくつかの他の工程が実施される効果に対するある請求項における記述は、他の工程のいずれかの前に第一の工程が実施されるが、他の工程は、当該他の工程内において順序がさらに記述されていない限り、任意の好適な順序で実施できることを意味すると捉えるべきである。例えば、「工程A、工程B、工程C、工程D、および工程E」と記述される請求項の要素は、工程Aが最初に実施され、工程Eが最後に実施され、工程B、C、およびDは、工程Aと工程Eとの間で任意の順序で実施できることを意味すると解釈すべきであり、この順序は、特許請求されているプロセスの文字通りの範囲内に依然として含まれる。

【０００８】

さらに、特定の工程は、明確な特許言語によってそれらが個別に実施されることが記述されていない限り、同時に実施することができる。例えば、Xを実行する特許請求されている工程と、Yを実行する特許請求されている工程とは、単一操作内において同時に実行してもよく、結果として生じるプロセスは、当該特許請求されているプロセスの文字通りの範囲内に含まれる。

【０００９】

開示される本主題は、無機化合物を精製するための方法に関する。無機化合物を精製するための方法について説明する場合、以下の用語は、特に明記しない限り、以下の意味を有する。

【００１０】

定義

特に明記しない限り、本明細書において使用される以下の用語および語句は、以下の意味を有することが意図される。

【００１１】

本明細書において使用される場合、「接触させる工程」は、触れさせる、接触を形成させる、または近接させる行為を意味する。特定の態様において、接触工程は洗浄工程を包含する。当該接触は、典型的には、「滞留時間」を含むであろう。

【００１２】

本明細書において使用される場合、「滞留時間」は、物質がお互いに接触する時間を意味する。第一の水溶液および第二の水溶液のそれぞれは、独立して、ある滞留時間を有するであろう。好適な滞留時間としては、例えば、少なくとも約10分間が挙げられる。例えば、第一の水溶液は、少なくとも約10分間(例えば、約1～2時間)の滞留時間を有し得、第二の水溶液は、少なくとも約10分間(例えば、約15～30分間)の滞留時間を有し得る。

【００１３】

本明細書において使用される場合、「洗浄工程」は、可溶物を除去するために、固体塊(例えば、結晶)の上および/または固体塊の中に液体を通すことによって、当該固体塊を

精製するプロセスを意味する。当該プロセスは、ろ過、注ぎ出し、またはそれらの組み合わせから得られる沈殿物の上および/または沈殿物の中に、溶媒、例えば、希鉱酸または蒸留水などを通す工程を含む。例えば、一態様において、洗浄工程は、固体を希鉱酸もしくは水に接触させる工程、激しく振盪する工程、揺動する工程、混合する工程、または撹拌する工程(例えば、約2時間まで)、および分離する工程(例えば、ろ過工程または注ぎ出し工程)を含む。当該溶媒は水であってもよく、水性溶媒系であってもよく、または希鉱酸であってもよい。そのため、当該用語は、単独の溶媒として水を用いる「すすぎ工程」を包含する。さらに、洗浄工程は、任意の好適な温度を有する溶媒によって実施することができる。例えば、洗浄工程は、約0℃～約120℃または約5℃～約75℃の温度を有する溶媒によって実施することができる。洗浄工程は、任意の好適な回数、例えば、1回、2回、3回、4回、5回などの回数において実施することができる。詳細には、固体塊(例えば、結晶)は、第一の水溶液によって好適な回数、例えば、1回、2回、3回、4回、5回などの回数において洗浄することができ、かつ独立して、第二の水溶液によって好適な回数、例えば、1回、2回、3回、4回、5回などの回数において洗浄することができる。

【００１４】

本明細書において使用される場合、「鉱酸」は、1種または複数種の無機化合物に由来する酸を意味する。鉱酸は有機物ではなく、すべての鉱酸は、水に溶解されたとき水素イオンを放出する。

【００１５】

本明細書において使用される場合、「分離工程」は、混合物から固体を除去するプロセスを意味する。当該プロセスは、当業者に公知の任意の技術、例えば、混合物を注ぎ出す工程、当該混合物から固体をろ過する工程、またはそれらの組み合わせなどを用いることができる。

【００１６】

本明細書において使用される場合、「ろ過工程」は、フィルターに液体を通過させ、それにより固体を当該フィルター上に留めることにより、混合物から固体を取り除くプロセスを意味する。

【００１７】

本明細書において使用される場合、「注ぎ出し工程」は、沈殿物をかき乱すことなく液体を注ぎ出すプロセス、または沈殿物のかき乱しを最小限に抑えながら注ぎ出すプロセスを意味する。

【００１８】

本明細書において使用される場合、「乾燥工程」は、そこに存在する有機溶媒および水のかなりの部分(例えば、90重量％を超える)を除去する工程を包含する。当該乾燥工程は、水および/または溶媒の含有量が約5重量％未満、約2重量％未満、または約1重量％未満であるような、水および/または溶媒の除去を含み得る。

【００１９】

本明細書において使用される場合、「精製工程」は、固体物質(例えば、結晶)の不純物を取り除くプロセスを意味する。精製の好適な方法は、例えば、洗浄工程および乾燥工程などを含む。

【００２０】

明らかに、上記の教示に照らし合わせて、開示される本主題の多くの改変および変形が可能である。したがって、開示される主題は、添付の特許請求の範囲内で、本明細書において具体的に説明されるものとは別の実施が可能であることが、理解されるべきである。

【００２１】

下記において提供される特定の範囲、値、および態様は、例示目的のみのためであり、それ以外に、特許請求の範囲によって定義されるような、開示される主題の範囲を限定するものではない。下記において説明される特定の範囲、値、および態様は、それが明確に記載されているか否かにかかわらず、開示される範囲、値、および態様のそれぞれのすべての組み合わせおよび副次的な組み合わせを包含する。

【００２２】
特定の範囲、値、および態様
特定の態様において、無機化合物は非晶質粉末である。他の特定の態様において、無機化合物は結晶性固体である。
【００２３】
特定の態様において、当該無機化合物は、塩化カルシウム、臭化カルシウム、ヨウ化カルシウム、フッ化ベリリウム、フッ化マグネシウム、フッ化ストロンチウム、フッ化バリウム、およびフッ化カルシウムのうちの少なくとも1つを含む。さらなる特定の態様において、無機化合物はフッ化カルシウム(CaF_2)である。
【００２４】
特定の態様において、当該無機化合物は、水中で、20℃において約0.0050g/100mL未満の溶解度を有する。さらなる特定の態様において、当該無機化合物は、水中で、20℃において約0.0025g/100mL未満の溶解度を有する。さらなる特定の態様において、当該無機化合物は、水中で、20℃において約0.0020g/100mL未満の溶解度を有する。
【００２５】
特定の態様において、当該無機化合物は、1重量％の塩酸中で、20℃において約0.0050g/100mL未満の溶解度を有する。さらなる特定の態様において、当該無機化合物は、1重量％の塩酸中で、20℃において約0.0025g/100mL未満の溶解度を有する。さらなる特定の態様において、当該無機化合物は、1重量％の塩酸中で、20℃において約0.0020g/100mL未満の溶解度を有する。
【００２６】
特定の態様において、粗無機化合物は、少なくとも約50ppmの不純物を含む。さらなる特定の態様において、粗無機化合物は、少なくとも約50ppmの不純物を含む。さらなる特定の態様において、粗無機化合物は、約750ppmまでの不純物を含む。さらなる特定の態様において、粗無機化合物は、約100～200ppmの不純物を含む。
【００２７】
特定の態様において、粗無機化合物は、リン含有不純物、アルミニウム含有不純物、鉄含有不純物、およびホウ素含有不純物のうちの少なくとも1つを含む。
【００２８】
特定の態様において、粗無機化合物は、少なくとも約100ppmのリン含有不純物を含む。さらなる特定の態様において、粗無機化合物は、約750ppmまでのリン含有不純物を含む。さらなる特定の態様において、粗無機化合物は、約100～200ppmのリン含有不純物を含む。
【００２９】
特定の態様において、不純物のうちの少なくとも1つは、水中で、20℃において約0.0025g/100mLを超える溶解度を有する。さらなる特定の態様において、不純物のうちの少なくとも1つは、水中で、20℃において約0.0050g/100mLを超える溶解度を有する。さらなる特定の態様において、不純物のうちの少なくとも1つは、水中で、20℃において約0.010g/100mLを超える溶解度を有する。さらなる特定の態様において、不純物のうちの少なくとも1つは、水中で、20℃において約0.10g/100mLを超える溶解度を有する。
【００３０】
特定の態様において、不純物のうちの少なくとも1つは、1重量％の塩酸中で、20℃において約0.0025g/100mLを超える溶解度を有する。さらなる特定の態様において、不純物のうちの少なくとも1つは、1重量％の塩酸中で、20℃において約0.0050g/100mLを超える溶解度を有する。さらなる特定の態様において、不純物のうちの少なくとも1つは、1重量％の塩酸中で、20℃において約0.010g/100mLを超える溶解度を有する。さらなる特定の態様において、不純物のうちの少なくとも1つは、1重量％の塩酸中で、20℃において約0.10g/100mLを超える溶解度を有する。
【００３１】
特定の態様において、水溶液による無機化合物の洗浄工程は、当該無機化合物と水溶液

とを振盪、揺動、混合、および撹拌する工程のうちの少なくとも1つを含む。さらなる特定の態様において、水溶液による無機化合物の洗浄工程は、当該無機化合物と当該水溶液とを混合する工程を含む。

【００３２】

特定の態様において、当該洗浄工程は、約5℃～約75℃の温度を有する水溶液によって実施される。特定の態様において、当該洗浄工程は、約10℃～約50℃の温度を有する水溶液によって実施される。特定の態様において、当該洗浄工程は、約15℃～約25℃の温度を有する水溶液によって実施される。

【００３３】

特定の態様において、当該水溶液は、少なくとも1種の鉱酸を含む。好適な鉱酸としては、例えば、硫酸(H_2SO_4)、塩化水素(HCl)、リン酸(H_3PO_4)、および硝酸(HNO_3)などが挙げられる。さらなる特定の態様において、当該水溶液は、代替的に塩酸(HCl)とも呼ばれる塩化水素(HCl)を含む。

【００３４】

特定の態様において、当該少なくとも1種の鉱酸は、約6Nまでの塩酸水溶液を含み得る。

【００３５】

特定の態様において、当該少なくとも1種の鉱酸は、約1重量％～約50重量％の塩酸水溶液を含み得る。

【００３６】

特定の態様において、当該少なくとも1種の鉱酸は、約10重量％～約20重量％の塩酸水溶液を含み得る。

【００３７】

特定の態様において、当該無機化合物は、当該水溶液から分離される。

【００３８】

特定の態様において、当該無機化合物は、第二の水溶液によって洗浄される。さらなる特定の態様において、当該無機化合物は、当該無機化合物から鉱酸を除去するために、第二の水溶液によって洗浄される。さらなる特定の態様において、当該第二の水溶液は、水(例えば、蒸留水)であり得る。

【００３９】

特定の態様において、当該無機化合物は、当該第二の水溶液から分離される。

【００４０】

特定の態様において、当該第二の水溶液による無機化合物の洗浄工程は、当該無機化合物と当該第二の水溶液とを振盪、揺動、混合、および撹拌する工程のうちの少なくとも1つを含む。さらなる特定の態様において、当該第二の水溶液による無機化合物の洗浄工程は、当該無機化合物と当該第二の水溶液とを混合する工程を含む。

【００４１】

特定の態様において、当該洗浄工程は、約5℃～約75℃の温度を有する当該第二の水溶液によって実施される。特定の態様において、当該洗浄工程は、約10℃～約50℃の温度を有する当該第二の水溶液によって実施される。特定の態様において、当該洗浄工程は、約15℃～約25℃の温度を有する当該第二の水溶液によって実施される。

【００４２】

特定の態様において、精製された無機化合物は、約50ppm未満のリン含有不純物を含む。さらなる特定の態様において、当該精製された無機化合物は、約10ppm未満のリン含有不純物を含む。さらなる特定の態様において、当該精製された無機化合物は、約5ppm未満のリン含有不純物を含む。

【００４３】

特定の態様において、当該精製された無機化合物は、少なくとも約99.9重量％の純度である。さらなる特定の態様において、当該精製された無機化合物は、少なくとも約99.99重量％の純度である。特定の態様において、当該精製された無機化合物は、少なくとも約

99.999重量％の純度である。さらなる特定の態様において、当該精製された無機化合物は、少なくとも約99.9999重量％の純度である。さらなる特定の態様において、当該精製された無機化合物は、少なくとも約99.99999重量％の純度である。

【００４４】

特定の態様において、リン含有不純物の約99重量％までが、当該無機化合物から除去される。さらなる特定の態様において、リン含有不純物の少なくとも約10重量％が、当該無機化合物から除去される。さらなる特定の態様において、リン含有不純物の少なくとも約20重量％が、当該無機化合物から除去される。さらなる特定の態様において、リン含有不純物の少なくとも約30重量％が、当該無機化合物から除去される。さらなる特定の態様において、リン含有不純物の少なくとも約40重量％が、当該無機化合物から除去される。さらなる特定の態様において、リン含有不純物の少なくとも約50重量％が、当該無機化合物から除去される。さらなる特定の態様において、リン含有不純物の少なくとも約60重量％が、当該無機化合物から除去される。さらなる特定の態様において、リン含有不純物の少なくとも約70重量％が、当該無機化合物から除去される。さらなる特定の態様において、リン含有不純物の少なくとも約80重量％が、当該無機化合物から除去される。さらなる特定の態様において、リン含有不純物の少なくとも約90重量％が、当該無機化合物から除去される。さらなる特定の態様において、リン含有不純物の少なくとも約95重量％が、当該無機化合物から除去される。

【００４５】

特定の態様において、第一の水溶液は、少なくとも約1時間の滞留時間を有する。さらなる特定の態様において、当該第一の水溶液は、少なくとも約2時間の滞留時間を有する。さらなる特定の態様において、当該第一の水溶液は、約30分間～約150分間の滞留時間を有する。さらなる特定の態様において、当該第一の水溶液は、約5時間までの滞留時間を有する。さらなる特定の態様において、当該第一の水溶液は、約1～2時間の滞留時間を有する。

【００４６】

特定の態様において、第二の水溶液は、少なくとも約5分間の滞留時間を有する。さらなる特定の態様において、当該第二の水溶液は、少なくとも約10分間の滞留時間を有する。さらなる特定の態様において、当該第二の水溶液は、約5分間～約60分間の滞留時間を有する。さらなる特定の態様において、当該第二の水溶液は、約2時間までの滞留時間を有する。さらなる特定の態様において、当該第二の水溶液は、約15～30分間の滞留時間を有する。

【００４７】

特定の態様において、当該無機固体は、第一の水溶液によって1回洗浄される。追加の特定の態様において、当該無機固体は、第一の水溶液によって2回洗浄される。追加の特定の態様において、当該無機固体は、第一の水溶液によって3回洗浄される。追加の特定の態様において、当該無機固体は、第一の水溶液によって2回以上洗浄される。追加の特定の態様において、当該無機固体は、第一の水溶液によって5回までの回数において洗浄される。

【００４８】

特定の態様において、当該無機固体は、第二の水溶液によって1回洗浄される。追加の特定の態様において、当該無機固体は、第二の水溶液によって2回洗浄される。追加の特定の態様において、当該無機固体は、第二の水溶液によって3回洗浄される。追加の特定の態様において、当該無機固体は、第二の水溶液によって2回以上洗浄される。追加の特定の態様において、当該無機固体は、第二の水溶液によって5回までの回数において洗浄される。

【００４９】

特定の態様において、当該精製された無機固体は、約99重量％までの収率で得られる。追加の特定の態様において、当該精製された無機固体は、約90重量％までの収率で得られる。追加の特定の態様において、当該精製された無機固体は、約85重量％までの収率で得

られる。追加の特定の態様において、当該精製された無機固体は、約80重量％までの収率で得られる。追加の特定の態様において、当該精製された無機固体は、約75重量％までの収率で得られる。追加の特定の態様において、当該精製された無機固体は、約70重量％までの収率で得られる。追加の特定の態様において、当該精製された無機固体は、約65重量％までの収率で得られる。

【００５０】

特定の態様において、当該精製された無機固体は、少なくとも約65重量％の収率で得られる。追加の特定の態様において、当該精製された無機固体は、少なくとも約70重量％の収率で得られる。追加の特定の態様において、当該精製された無機固体は、少なくとも約75重量％の収率で得られる。追加の特定の態様において、当該精製された無機固体は、少なくとも約80重量％の収率で得られる。追加の特定の態様において、当該精製された無機固体は、少なくとも約85重量％の収率で得られる。

【００５１】

当該洗浄工程は、任意の好適な回数、例えば、1回、2回、3回、4回、5回などの回数において実施することができる。具体的には、当該固体塊(例えば、結晶)は、第一の水溶液によって好適な回数、例えば、1回、2回、3回、4回、5回などの回数において洗浄することができ、かつ、独立して、第二の水溶液によって、好適な回数、例えば、1回、2回、3回、4回、5回などの回数において洗浄することができる。

【００５２】

下記において提供される、列挙された特定の態様[1]～[29]は、例示目的のみのためであり、それ以外で、特許請求の範囲によって定義されるような、開示される主題の範囲を限定するものではない。これらの列挙された態様は、そこに記載されるすべての組み合わせ、副次的組み合わせ、および複数回参照される(例えば、多重従属性の)組み合わせを包含する。

【００５３】

列挙された態様

[1]無機化合物をある水溶液で洗浄する工程を含む、無機化合物を精製するための方法。

[2]無機化合物が非晶質粉末である態様[1]記載の方法。

[3]無機化合物が結晶性固体である、態様[1]～[2]のいずれか一つに記載の方法。

[4]無機化合物が、塩化カルシウム、臭化カルシウム、ヨウ化カルシウム、フッ化ベリリウム、フッ化マグネシウム、フッ化ストロンチウム、フッ化バリウム、およびフッ化カルシウムのうちの少なくとも1つを含む、態様[1]～[3]のいずれか一つに記載の方法。

[5]無機化合物がフッ化カルシウム(CaF_2)を含む、態様[1]～[4]のいずれか一つに記載の方法。

[6]無機化合物が、水中で、20℃において約0.0020g/100mL未満の溶解度を有する、態様[1]～[5]のいずれか一つに記載の方法。

[7]無機化合物が少なくとも約100ppmの不純物を含む、態様[1]～[6]のいずれか一つに記載の方法。

[8]無機化合物が約750ppmまでの不純物を含む、態様[1]～[7]のいずれか一つに記載の方法。

[9]無機化合物が、リン含有不純物、アルミニウム含有不純物、鉄含有不純物、およびホウ素含有不純物のうちの少なくとも1つを含む、態様[1]～[8]のいずれか一つに記載の方法。

[10]出発無機化合物が、少なくとも約100ppmのリン含有不純物を含む、態様[1]～[9]のいずれか一つに記載の方法。

[11]無機化合物が約100～200ppmのリン含有不純物を含む、態様[1]～[10]のいずれか一つに記載の方法。

[12]不純物のうちの少なくとも1つが、水中で、20℃において約0.0025g/100mLを超える溶解度を有する、態様[7]～[11]のいずれか一つに記載の方法。

[13]無機化合物を前記水溶液で洗浄する工程が、該無機化合物と該水溶液とを混合する工程を含む、態様[1]～[12]のいずれか一つに記載の方法。

[14]精製された無機化合物から鉱酸を除去するために、該精製された無機化合物を第二の水溶液で洗浄する工程をさらに含む、態様[1]～[13]のいずれか一つに記載の方法。

[15]精製された無機化合物から鉱酸を除去するために、該精製された無機化合物を水で洗浄する工程をさらに含む、態様[1]～[14]のいずれか一つに記載の方法。

[16]精製された無機化合物から前記水溶液を分離する工程をさらに含む、態様[1]～[15]のいずれか一つに記載の方法。

[17]精製された無機化合物から第二の水溶液を分離する工程をさらに含む、態様[14]～[15]のいずれか一つに記載の方法。

[18]前記水溶液が少なくとも1種の鉱酸を含む、態様[1]～[17]のいずれか一つに記載の方法。

[19]前記水溶液が塩化水素(HCl)を含む、態様[1]～[18]のいずれか一つに記載の方法。

[20]前記水溶液が、約6Nまでの塩酸水溶液を含む、態様[1]～[19]のいずれか一つに記載の方法。

[21]前記水溶液が、約1重量％～約50重量％の塩酸水溶液を含む、態様[1]～[20]のいずれか一つに記載の方法。

[22]前記水溶液が、約10重量％～約20重量％の塩酸水溶液を含む、態様[1]～[21]のいずれか一つに記載の方法。

[23]精製された無機化合物が、約10ppm未満のリン含有不純物を含む、態様[1]～[22]のいずれか一つに記載の方法。

[24]精製された無機化合物が、約5ppm未満のリン含有不純物を含む、態様[1]～[23]のいずれか一つに記載の方法。

[25]精製された無機化合物が、少なくとも約99.99重量％の純度である、態様[1]～[24]のいずれか一つに記載の方法。

[26]精製された無機化合物が、少なくとも約99.999重量％の純度である、態様[1]～[25]のいずれか一つに記載の方法。

[27]無機化合物が、振盪、揺動、混合、または撹拌することによって前記水溶液で洗浄される、態様[1]～[26]のいずれか一つに記載の方法。

[28]洗浄する工程が、約5℃～約75℃の温度を有する前記水溶液によって実施される、態様[1]～[27]のいずれか一つに記載の方法。

[29]結晶性フッ化カルシウム(CaF_2)からリン含有不純物の少なくともいくらかを除去するために、約20重量％までの塩酸水溶液を含む水溶液で該結晶性フッ化カルシウム(CaF_2)を洗浄する工程を含む方法であって、精製された無機化合物が、約10ppm未満のリン含有不純物を含む、
少なくとも約100ppmのリン含有不純物を含む結晶性フッ化カルシウム(CaF_2)を精製するための方法。

[30]結晶性フッ化カルシウム(CaF_2)からリン含有不純物の少なくともいくらかを除去するために、酸を含む水溶液で該結晶性フッ化カルシウム(CaF_2)を洗浄する工程を含む、
リン含有不純物を含む結晶性フッ化カルシウム(CaF_2)を精製するための方法。

[31]結晶性フッ化カルシウム(CaF_2)が、少なくとも約100ppmのリン含有不純物を含む、態様[30]記載の方法。

[32]酸を含む水溶液が塩酸水溶液である、態様[30]～[31]のいずれか一つに記載の方法。

[33]酸を含む水溶液が約5～20重量％の鉱酸である、態様[30]～[32]のいずれか一つに記載の方法。

[34]酸を含む水溶液が約5～20重量％の塩酸水溶液である、態様[30]～[33]のいずれか一つに記載の方法。

[35]精製された無機化合物が、約10ppmまでのリン含有不純物を含む、態様[30]～[34]のいずれか一つに記載の方法。

【実施例】
【００５４】
本発明は、以下の非限定的な実施例によって例示することができる。
【００５５】
実施例1
200ガロンの円錐底ポリエチレンタンクをおよそ60Lの水道水(約15℃)で満たし、単一8"プロペラ空気圧ミキサーで混合した。およそ68kgのフッ化カルシウム(3袋)を、当該水を撹拌しながら加えた。ミキサーの速度を調節して、当該フッ化カルシウムを懸濁状態に維持した。上部通気用換気機構を備えるタンクの蓋を、当該円錐底タンクの上に設置し、当該水/CaF_2混合物に、約4L/分の速度で、60Lの29％塩酸(周囲温度)を加えた。これらの成分を、当該円錐底タンクにおいて、プロペラミキサーによっておよそ2時間にわたって連続的に混合した。ミキサーを止め、当該混合物を1時間静置した。蓋を取り除き、空気操作式ダブルダイヤフラムポンプまたは手動操作式ホースを使用して、上部から液体を注ぎ出した。蓋を元通りに取り付け、およそ120Lの水道水(15℃)を当該湿潤したフッ化カルシウムに加え、再びミキサーを使用して懸濁させた。これらの成分を、およそ1/2時間にわたって連続的に混合した。ミキサーを止めて、当該混合物を1時間静置した。蓋を取り除き、上部から水を注ぎだし、蓋を元通りに取り付けた。再び、およそ120Lの水道水(約15℃)をタンクに加え、1/2時間混合した。ミキサーを使用してフッ化カルシウムを懸濁状態に維持しつつ、当該混合物を当該円錐底タンクの底部から取り出して、溶融シリカ乾燥るつぼに注ぎ入れた。当該混合物をおよそ1時間当該るつぼ内で静置し、その後、AODDポンプを使用して、上部から液体を注ぎ出した。当該るつぼを、電気抵抗加熱式オーブンにおいて、およそ12時間にわたって500℃に加熱して、残留する水を蒸発させた。硬く固まった上部の外皮は、より高い不純物濃度(約10倍)を示したので、除去して廃棄した。下のフッ化カルシウムの密度が低い層を除去し、粉末状へと粉砕また砕き、混合して、不純物濃度について試験した。
【００５６】
全ての刊行物、特許、および特許出願は、参照により本明細書に組み入れられる。上記明細書において、この開示された主題について、ある特定の好ましい態様との関連において説明し、多くの詳細を、説明目的のために述べてきたが、開示された主題は、さらなる態様を受け入れる余地があり、かつ本明細書において説明した詳細のうちのあるものは、開示された主題の基本原理から逸脱することなく、少なからず変化し得ることが、当業者には明らかであろう。

フロントページの続き

(74)代理人 100142929
弁理士 井上 隆一
(74)代理人 100148699
弁理士 佐藤 利光
(74)代理人 100128048
弁理士 新見 浩一
(74)代理人 100129506
弁理士 小林 智彦
(74)代理人 100114340
弁理士 大関 雅人
(74)代理人 100114889
弁理士 五十嵐 義弘
(74)代理人 100121072
弁理士 川本 和弥
(72)発明者 テュレンヌ アライン
カナダ オンタリオ州 キッチナー スターリング アベニュー ノース １４１

審査官 森坂 英昭

(56)参考文献 特開平０５－１７０４３５（ＪＰ，Ａ）
特開２００６－１７５３６４（ＪＰ，Ａ）
国際公開第２０１０／１１００８８（WO，Ａ1）
特開昭５４－０２１９９０（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｃ０１Ｆ １１／００ － １１／４８