

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第1区分

【発行日】平成20年11月27日(2008.11.27)

【公開番号】特開2007-99600(P2007-99600A)

【公開日】平成19年4月19日(2007.4.19)

【年通号数】公開・登録公報2007-015

【出願番号】特願2005-295498(P2005-295498)

【国際特許分類】

C 01 B 21/083 (2006.01)

B 01 J 19/00 (2006.01)

【F I】

C 01 B	21/083	
B 01 J	19/00	H
B 01 J	19/00	3 0 1 B

【手続補正書】

【提出日】平成20年10月7日(2008.10.7)

【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】

フッ素ガスとアンモニアガスとを管状反応器に供給して、希釈ガスの存在下、気相中、無触媒条件で反応させて、主として三フッ化窒素からなるガス生成物と主としてフッ化アンモニウムおよび/または酸性フッ化アンモニウムからなる固体生成物とを生成させる三フッ化窒素の製造方法であって、前記管状反応器を2つ以上使用し、かつ、これら2つ以上の管状反応器を切り替えながら上記反応を行うことを特徴とする三フッ化窒素の製造方法。

【請求項2】

前記管状反応器に装着された、ハンマリング装置および/または掻き取り機により、前記管状反応器の内壁に付着した前記固体生成物を除去することを特徴とする請求項1に記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項3】

前記管状反応器が、その長さ方向が鉛直方向となるように設置されていることを特徴とする請求項1または2に記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項4】

前記管状反応器内部のガスの流れが、鉛直下向きであることを特徴とする請求項1~3のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項5】

前記ハンマリング装置が前記反応器の外部に装着されたエアーノッカーであり、該エアーノッカーにより前記固体生成物を払い落として除去することを特徴とする請求項2~4のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項6】

前記掻き取り機を、前記管状反応器内部を鉛直上下方向に自在に駆動させて前記固体生成物を掻き取り除去することを特徴とする請求項2~4のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項7】

前記掻き取り機を、前記管状反応器の半径方向断面の中心を通る鉛直軸を中心軸として該反応器内部を自在に回転させて前記固体生成物を掻き取り除去することを特徴とする請求項2～4および6のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項8】

長さ方向が鉛直方向となるように設置された管状反応器の上部からフッ素ガスとアンモニアガスとを供給して、希釈ガスの存在下、気相中、無触媒条件で反応させて、主として三フッ化窒素からなるガス生成物と主としてフッ化アンモニウムおよび/または酸性フッ化アンモニウムからなる固体生成物とを生成させる三フッ化窒素の製造方法であって、前記管状反応器を2つ以上使用し、かつ、これら2つ以上の管状反応器を切り替えながら上記反応を行い、

前記管状反応器に装着された、ハンマリング装置および/または掻き取り機により、前記管状反応器の内壁に付着した前記固体生成物を除去し、

該固体生成物を反応器下部に設けられた固体分を分離、排出する装置およびフィルターにより前記ガス生成物から除去することを特徴とする三フッ化窒素の製造方法。

【請求項9】

前記ハンマリング装置が前記反応器の外部に装着されたエアーノックで、該エアーノックにより前記固体生成物を払い落として除去することを特徴とする請求項8に記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項10】

前記掻き取り機を、前記管状反応器内部を鉛直上下方向に自在に駆動させて前記固体生成物を掻き取り除去することを特徴とする請求項8に記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項11】

前記掻き取り機を、前記管状反応器の半径方向断面の中心を通る鉛直軸を中心軸として該反応器内部を自在に回転させて前記固体生成物を掻き取り除去することを特徴とする請求項8または10に記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項12】

前記管状反応器が冷却構造を有することを特徴とする請求項1～11のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項13】

フッ素ガスとアンモニアガスとを60以下の温度で反応させることを特徴とする請求項1～12のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項14】

フッ素ガスとアンモニアガスとを、モル比(フッ素ガス:アンモニアガス)が1:1～1:2の範囲で供給することを特徴とする請求項1～13のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項15】

前記希釈ガスが、窒素、ヘリウム、アルゴン、六フッ化硫黄、ヘキサフルオロエタン、オクタフルオロプロパンおよび三フッ化窒素からなる群より選ばれる少なくとも1種のガスであることを特徴とする請求項1～14のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項16】

希釈ガスを循環使用することを特徴とする請求項1～15のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項17】

前記反応後、未反応のフッ素ガスをアルカリ水溶液および/またはアルミナで処理することを特徴とする請求項1～16のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項18】

前記フッ素ガスが、酸素および酸素含有化合物の合計含有量が0.1volum-%以下ならびにテトラフルオロメタンの含有量が50volum-%以下の高純度フッ素ガスであることを特徴とする請求項1～17のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項19】

前記高純度フッ素ガス中に含まれる酸素含有化合物が、NO、NO₂、N₂O、CO、CO₂、H₂O、OF₂およびO₂F₂からなる群より選ばれる少なくとも1種の化合物であることを特徴とする請求項18に記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項20】

前記アンモニアガスが、酸素および酸素含有化合物の合計含有量が10vol ppm以下ならびに油分の含有量が2質量ppm以下の高純度アンモニアガスであることを特徴とする請求項1~19のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項21】

前記高純度アンモニアガス中に含まれる酸素含有化合物が、NO、NO₂、N₂O、CO、CO₂およびH₂Oからなる群より選ばれる少なくとも1種の化合物であることを特徴とする請求項20に記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項22】

前記フッ素ガスの供給濃度が3モル%以下であることを特徴とする請求項1~21のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項23】

前記アンモニアガスの供給濃度が6モル%以下であることを特徴とする請求項1~22のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項24】

フッ素ガスとアンモニアガスとを0.05~1.0MPaの圧力で反応させることを特徴とする請求項1~23のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項25】

フッ素ガス供給手段、アンモニアガス供給手段、固体生成物を除去する手段と反応温度制御手段とを具備した2つ以上の管状反応器、使用する反応器を切り替える手段、該反応器から除去された固体生成物を貯留する手段、および固体生成物とガス成分とを分離する手段を含むことを特徴とする三フッ化窒素の製造装置。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0012

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0012】

その結果、本発明を完成するに至った。

すなわち、本発明は以下の[1]~[24]に示されるNF₃の製造方法および[25]に示されるNF₃の製造装置である。

[1]フッ素ガスとアンモニアガスとを管状反応器に供給して、希釈ガスの存在下、気相中、無触媒条件で反応させて、主として三フッ化窒素からなるガス生成物と主としてフッ化アンモニウムおよび/または酸性フッ化アンモニウムからなる固体生成物とを生成させる三フッ化窒素の製造方法であって、前記管状反応器を2つ以上使用し、かつ、これら2つ以上の管状反応器を切り替えながら上記反応を行うことを特徴とする三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0018

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0018】

[8]長さ方向が鉛直方向となるように設置された管状反応器の上部からフッ素ガスとアンモニアガスとを供給して、希釈ガスの存在下、気相中、無触媒条件で反応させて、主として三フッ化窒素からなるガス生成物と主としてフッ化アンモニウムおよび/または酸性フッ化アンモニウムからなる固体生成物とを生成させる三フッ化窒素の製造方法であつ

て、

前記管状反応器を 2 つ以上使用し、かつ、これら 2 つ以上の管状反応器を切り替えながら上記反応を行い、

前記管状反応器に装着された、ハンマリング装置および / または掻き取り機により、前記管状反応器の内壁に付着した前記固体生成物を除去し、

該固体生成物を反応器下部に設けられた固体分を分離、排出する装置およびフィルターにより前記ガス生成物から除去することを特徴とする三フッ化窒素の製造方法。

[9] 前記ハンマリング装置が前記反応器の外部に装着されたエアーノッカーであり、該エアーノッカーにより前記固体生成物を払い落として除去することを特徴とする [8] に記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 1 9

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 1 9】

[1 0] 前記掻き取り機を、前記管状反応器内部を鉛直上下方向に自在に駆動させて前記固体生成物を掻き取り除去することを特徴とする [8] に記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 2 0

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 2 0】

[1 1] 前記掻き取り機を、前記管状反応器の半径方向断面の中心を通る鉛直軸を中心軸として該反応器内部を自在に回転させて前記固体生成物を掻き取り除去することを特徴とする [8] または [1 0] に記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 2 1

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 2 1】

[1 2] 前記管状反応器が冷却構造を有することを特徴とする上記 [1] ~ [1 1] のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

[1 3] フッ素ガスとアンモニアガスとを 60 以下の温度で反応させることを特徴とする上記 [1] ~ [1 2] のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 2 2

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 2 2】

[1 4] フッ素ガスとアンモニアガスとを、モル比 (フッ素ガス : アンモニアガス) が 1 : 1 ~ 1 : 2 の範囲で供給することを特徴とする上記 [1] ~ [1 3] のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正 8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 2 3

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0023】

[15] 前記希釀ガスが、窒素、ヘリウム、アルゴン、六弗化硫黄、ヘキサフルオロエタン、オクタフルオロプロパンおよび三フッ化窒素からなる群より選ばれる少なくとも1種のガスであることを特徴とする上記[1]～[14]のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0024

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0024】

[16] 希釀ガスを循環使用することを特徴とする上記[1]～[15]のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0025

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0025】

[17] 前記反応後、未反応のフッ素ガスをアルカリ水溶液および/またはアルミナで処理することを特徴とする上記[1]～[16]のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0026

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0026】

[18] 前記フッ素ガスが、酸素および酸素含有化合物の合計含有量が0.1volum-%以下ならびにテトラフルオロメタンの含有量が50volum-%以下の高純度フッ素ガスであることを特徴とする上記[1]～[17]のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正12】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0027

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0027】

[19] 前記高純度フッ素ガス中に含まれる酸素含有化合物が、NO、NO₂、N₂O、CO、CO₂、H₂O、OF₂およびO₂F₂からなる群より選ばれる少なくとも1種の化合物であることを特徴とする上記[18]に記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正13】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0028

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0028】

[20] 前記アンモニアガスが、酸素および酸素含有化合物の合計含有量が10volum-%

p p m 以下ならびに油分の含有量が 2 質量 p p m 以下の高純度アンモニアガスであること
を特徴とする上記 [1] ~ [19] のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正 14】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0029

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0029】

[21] 前記高純度アンモニアガス中に含まれる酸素含有化合物が、NO、NO₂、N₂O、CO、CO₂およびH₂Oからなる群より選ばれる少なくとも 1 種の化合物であることを特徴とする上記 [20] に記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正 15】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0030

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0030】

[22] 前記フッ素ガスの供給濃度が 3 モル % 以下であることを特徴とする上記 [1] ~ [21] のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

[23] 前記アンモニアガスの供給濃度が 6 モル % 以下であることを特徴とする上記 [1] ~ [22] のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正 16】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0031

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0031】

[24] フッ素ガスとアンモニアガスとを 0.05 ~ 1.0 MPa の圧力で反応させることを特徴とする上記 [1] ~ 23 のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正 17】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0032

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0032】

[25] フッ素ガス供給手段、アンモニアガス供給手段、固形生成物を除去する手段と反応温度制御手段とを具備した 2 つ以上の管状反応器、使用する反応器を切り替える手段、該反応器から除去された固形生成物を貯留する手段、および固形生成物とガス成分とを分離する手段を含むことを特徴とする三フッ化窒素の製造装置。

【手続補正 18】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0033

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正 19】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0034

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正 20】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 3 5

【補正方法】削除

【補正の内容】