



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201729888 A

(43)公開日：中華民國 106 (2017) 年 09 月 01 日

(21)申請案號：105136698

(22)申請日：中華民國 105 (2016) 年 11 月 10 日

(51)Int. Cl.：

*B01D53/68 (2006.01)**B01D53/77 (2006.01)**B01J19/14 (2006.01)**A62D3/37 (2007.01)**A62D101/49 (2007.01)*

(30)優先權：2015/12/01

日本

2015-234588

(71)申請人：昭和電工股份有限公司 (日本) SHOWA DENKO K. K. (JP)

日本

(72)發明人：村川美奈子 MURAKAWA, MINAKO (JP)；佐野友美 SANO, TOMOMI (JP)；遠田安沙子 TODA, ASAKO (JP)

(74)代理人：林志剛

申請實體審查：有 申請專利範圍項數：8 項 圖式數：1 共 24 頁

(54)名稱

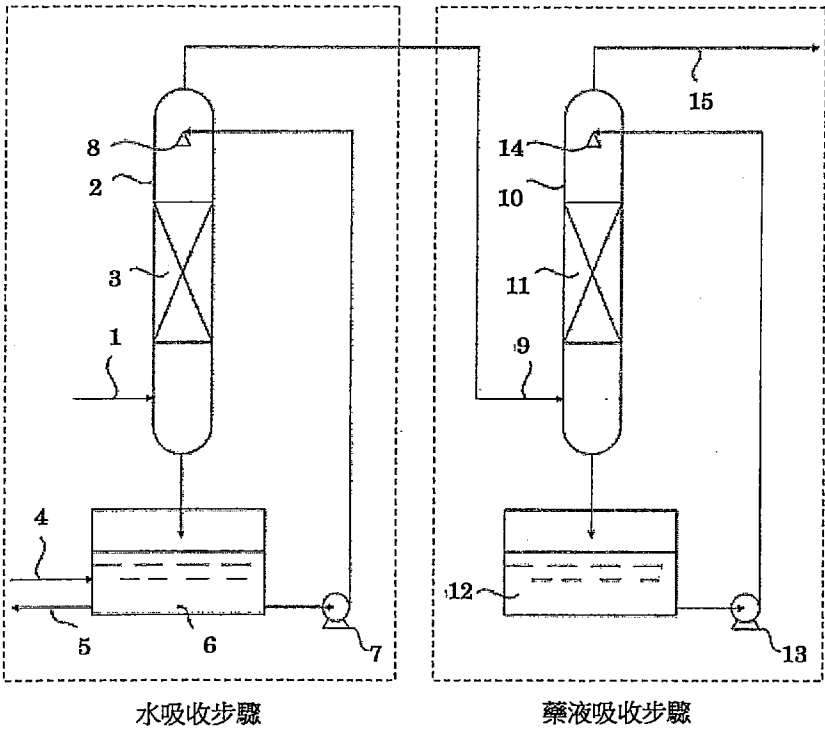
含有氟元素之排氣之處理方法

(57)摘要

本發明的含有氟元素之排氣之處理方法係特徵為具有：以氟氣(F₂)濃度成為 25 體積%以下之方式，以惰性氣體稀釋含有氟元素之排氣(a)而調製稀釋氣體(b)之稀釋步驟；與，使稀釋氣體(b)與水接觸，得到處理氣體(c)之水吸收步驟。依照本發明之方法，可提供一種經濟且有效率地處理含有氟元素之排氣之方法，於藉由濕式法處理含有氟元素之排氣時，有效果地抑制由氟氣生成二氟化氧的副反應之發生。又，於本發明中，藉由在處理步驟中有效果地抑制二氟化氧之生成，當進行藥液所致的追加處理時，可大幅提高其處理效果，同時抑制藥液使用量。

指定代表圖：

圖 1



- 符號簡單說明：
- 1 . . . 排氣導入管 1
 - 2 . . . 第 1 吸收塔
 - 3 . . . 填充層 1
 - 4 . . . 供水管
 - 5 . . . HF 水溶液排出管
 - 6 . . . 循環液槽 1
 - 7 . . . 循環泵 1
 - 8 . . . 噴淋噴嘴 1
 - 9 . . . 排氣導入管 2
 - 10 . . . 第 2 吸收塔
 - 11 . . . 填充層 2
 - 12 . . . 循環液槽 2
 - 13 . . . 循環泵 2
 - 14 . . . 噴淋噴嘴 2
 - 15 . . . 處理氣體排出管

發明摘要

※申請案號：105136698

※申請日：105 年 11 月 10 日

※IPC 分類：

B01D 53/68 (2006.01)**B01D 53/77** (2006.01)**B01J 19/14** (2006.01)**A62D 3/37** (2007.01)

A62D 101/49 (2007.01)

【發明名稱】(中文/英文)

含有氟元素之排氣之處理方法

【中文】

本發明的含有氟元素之排氣之處理方法係特徵為具有：以氟氣(F₂)濃度成為 25 體積%以下之方式，以惰性氣體稀釋含有氟元素之排氣(a)而調製稀釋氣體(b)之稀釋步驟；與，使稀釋氣體(b)與水接觸，得到處理氣體(c)之水吸收步驟。依照本發明之方法，可提供一種經濟且有效率地處理含有氟元素之排氣之方法，於藉由濕式法處理含有氟元素之排氣時，有效果地抑制由氟氣生成二氟化氧的副反應之發生。又，於本發明中，藉由在處理步驟中有效果地抑制二氟化氧之生成，當進行藥液所致的追加處理時，可大幅提高其處理效果，同時抑制藥液使用量。

【英文】

【代表圖】

【本案指定代表圖】：第(1)圖。

【本代表圖之符號簡單說明】：

- 1：排氣導入管 1
- 2：第 1 吸收塔
- 3：填充層 1
- 4：供水管
- 5：HF 水溶液排出管
- 6：循環液槽 1
- 7：循環泵 1
- 8：噴淋噴嘴 1
- 9：排氣導入管 2
- 10：第 2 吸收塔
- 11：填充層 2
- 12：循環液槽 2
- 13：循環泵 2
- 14：噴淋噴嘴 2
- 15：處理氣體排出管

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：無

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

含有氟元素之排氣之處理方法

【技術領域】

[0001] 本發明關於處理含有氟元素之排氣，成為已減低氟氣以及氟化合物之含量的處理氣體之方法。

【先前技術】

[0002] 於半導體或液晶等之製造中，或作為化學品或高分子材料之原料，或以表面改質等之目的，氟化合物係在各種的領域中被大量使用。

[0003] 特別地，於半導體或液晶等之製程中，向來作為蝕刻或清洗氣體，利用 F_2 、 NF_3 、 SiF_4 、 COF_2 、 SF_6 、氟碳化合物(CF_4 、 C_2F_6 、 C_4F_6 等)等之氟系氣體。於利用氟系氣體的程序中，來自所使用的氟系氣體之氣體或因反應而生成的含有氟元素之氣體係作為排氣排出。又，於氟氣或氟化合物之製造中，有非常高濃度的含有氟元素之氣體作為排氣排出之情況。

[0004] 此等之排氣由於以高濃度含有氟氣等的氧化性氣體或氟化氫等的酸性氣體等之毒性高的氟系氣體，故必須自排氣中充分去除如此有害的氣體。

[0005] 作為自排氣中去除氟氣或氟化氫等的有害氣

體之方法，以往有將碳酸鈣、氫氧化鈣、活性氧化鋁等之固體處理劑填充於固定相中而進行去除之乾式程序，但有運轉成本高之問題點。

[0006] 作為濕式程序，使用水或氫氧化鈉等的鹼水溶液之濕式洗滌器係優異的便宜處理大量氣體之方法，但已知副生成毒性更高的二氟化氧(OF_2)。二氟化氧係ACGIH容許濃度(TLV)為0.05ppm且毒性非常高，一旦生成則以水或鹼水溶液難以去除，有自排氣中排出之問題。

[0007] 作為解決如此的濕式程序之問題點的方法，專利文獻1中揭示使用亞硫酸鹼及苛性鹼的混合液作為吸收液之方法，專利文獻2中揭示使用含有氫氧化鈉等的鹼性化合物與硫代硫酸鈉等的硫系還原劑之混合物的吸收液之方法，專利文獻3中揭示使用含有鹼金屬氫氧化物等的鹼與硫代硫酸鹽或亞硝酸鹼金屬鹽的液體之方法。

[0008] 又，專利文獻4中揭示於填充有水難溶性的亞硫酸鹽之填充塔中，藉由濕式處理，不使用含有鈉離子等的化合物，而自排氣中去除氯氣、氟氣等的氧化性氣體者。

[0009] 藉由此等之方法，雖然具有抑制二氟化氧的排出之效果，但是為了連續地處理以高濃度包含含有氟元素之氣體的排氣，得到充分的效果，必須維持高的鹼或還原劑之濃度。因此，有容易發生堵塞等的困擾，藥液的成本變高，且排液中的鹼或還原劑及各種反應生成物之廢液處理變成必要之問題點。

[0010] 因此，要求能以簡便且經濟的方法抑制二氟化氧之生成及排出的含有氟元素之排氣之處理方法的出現。

[0011] 又，專利文獻 5 中揭示使排氣與水蒸氣一起在加熱下反應，而分解成氟化氫與氧之方法。然而，於此方法中，由於在 300~400℃ 之高溫進行反應，高溫的氟化氫氣體等所致的腐蝕之影響大，反應器之材質係有限制，工業上採用者困難。

先前技術文獻

專利文獻

[0012]

專利文獻 1：日本特開平 2-233122 號公報

專利文獻 2：日本特開 2006-231105 號公報

專利文獻 3：日本特表 2013-539717 號公報

專利文獻 4：日本特開 2000-176243 號公報

專利文獻 5：日本特開 2006-289238 號公報

【發明內容】

發明所欲解決的問題

[0013] 本發明之課題在於提供一種經濟且有效率地處理含有氟元素之排氣之方法，其係於處理含有氟元素之排氣而成為已使氟系氣體減低之處理氣體的排氣之處理方法中，有效果地抑制生成二氟化氧的副反應之發生。

解決問題的手段

[0014] 本發明關於以下[1]～[8]之事項。

[1]一種含有氟元素之排氣之處理方法，其特徵為具有：

以氟氣濃度成為 25 體積%以下之方式，以惰性氣體稀釋含有氟元素之排氣(a)而調製稀釋氣體(b)之稀釋步驟；與

使稀釋氣體(b)與水接觸，得到處理氣體(c)之水吸收步驟。

[2]如前述[1]記載的含有氟元素之排氣之處理方法，其中惰性氣體係空氣或氮氣。

[3]如前述[1]或[2]記載的含有氟元素之排氣之處理方法，其中前述排氣(a)包含氟氣及/或氟化氫。

[4]如前述[1]～[3]中任一項記載的含有氟元素之排氣之處理方法，其中前述處理氣體(c)中之二氟化氧濃度為 100 體積 ppm 以下。

[5]如前述[1]～[4]中任一項記載的含有氟元素之排氣之處理方法，其進一步具有使前述處理氣體(c)與含有還原劑的水溶液接觸，而得到處理氣體(d)之藥液吸收步驟。

[6]如前述[5]記載的含有氟元素之排氣之處理方法，其中前述含有還原劑的水溶液中的所含有的還原劑係硫系還原劑。

[7]如前述[6]記載的含有氟元素之排氣之處理方法，

其中前述硫系還原劑係亞硫酸鹽或硫代硫酸鹽。

[8]如前述[5]～[7]中任一項記載的含有氟元素之排氣之處理方法，其中前述處理氣體(d)中之二氟化氧濃度為 1 體積 ppm 以下。

發明的效果

[0015] 依照本發明之方法，可提供一種經濟且有效率地處理含有氟元素之排氣之方法，於藉由濕式法處理含有氟元素之排氣時，有效果地抑制生成二氟化氧的副反應之發生。

[0016] 又，於本發明中，藉由在處理步驟中有效果地抑制二氟化氧之生成，當進行藥液的追加處理之藥液吸收步驟時，可大幅提高其處理效果，同時抑制藥液使用量。

【圖式簡單說明】

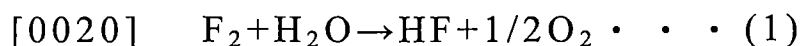
[0017]

圖 1 係顯示實施本發明的含有氟元素之排氣之處理方法的裝置之一例的概略圖。

【實施方式】

[0018] 以下，具體地說明本發明。

[0019] 含有氟元素之氣體與水若接觸，則例如氟氣(F_2)與水係迅速地反應，如反應式(1)生成氟化氫及氧。



而且所生成的氟化氫(HF)係高度溶解於水中，容易被水吸收。

[0021] 於氟氣與水之接觸中，由於氟氣之反應性高，已知除了前述反應式(1)之主反應，還有取決於條件而發生生成臭氧(O₃)或二氟化氧(OF₂)的副反應。然而，本發明者發現將與水接觸時的排氣中之氟濃度設為 25 體積%以下時，可抑制副反應，幾乎不生成臭氧(O₃)，亦抑低二氟化氧(OF₂)之生成，終於完成本發明。

[0022] 本發明的含有氟元素之排氣之處理方法具有：稀釋含有氟元素之排氣(a)而調製稀釋氣體(b)之稀釋步驟；與，使稀釋氣體(b)與水接觸，得到處理氣體(c)之水吸收步驟。又，於本發明的含有氟元素之排氣之處理方法中，較佳為進一步具有使前述處理氣體(c)與含有還原劑的水溶液接觸而得到處理氣體(d)之藥液吸收步驟。

[0023]

<含有氟元素之排氣(a)>

本發明的含有氟元素之排氣之處理方法的處理對象係含有氟元素之排氣(a)(以下亦僅稱排氣(a))。作為含有氟元素之排氣(a)，可舉出含有 F₂、NF₃、SiF₄、COF₂、SF₆、氟碳化物(CF₄、C₂F₆、C₄F₆ 等)等的氟系氣體之氣體，例如可舉出含有氟氣(F₂)的排氣。於本發明中，作為排氣(a)，可無特別限制地處理利用氟系氣體之程序或伴隨氟系氣體之發生的程序中所生成的工業排氣等之含有氟元素之

排氣。本發明所處理的排氣(a)係除了氧化性氣體的氟氣以外，還可包含二氟化氧(OF_2)等的氧化性氣體及/或氟化氫(HF)等的酸性氣體。較佳係排氣(a)包含氟氣及/或氟化氫。惟，當排氣(a)含有二氟化氧時，含有氟元素之排氣之處理方法較佳為具有藥液吸收步驟。

[0024] 本發明之排氣(a)係沒有特別的限定，但從本發明之處理方法具有稀釋步驟來看，排氣(a)中的氟氣(F_2)濃度通常為 25 體積%以上，較佳為 30 體積%以上，更佳為 35 體積%以上，尤佳為 40 體積%以上之以高濃度含有氟氣的排氣。排氣(a)中的氟氣濃度之上限值係沒有特別的限定，對於 100%之氟氣亦可適用。又，排氣(a)中的氟氣濃度當起初為 25 體積%以下時，可視為已經過本發明的稀釋步驟者，直接供給至水吸收步驟。

[0025]

< 稀釋步驟 >

於稀釋步驟中，以惰性氣體稀釋處理對象的含有氟元素之排氣(a)，稀釋到成為 25 體積%以下的所欲之氟濃度，而調製稀釋氣體(b)。排氣(a)當起初滿足 25 體積%以下時，可視為已進行稀釋步驟者，將此當作稀釋氣體(b)供給至後述的水吸收步驟。

[0026] 本發明中所謂的惰性氣體，就是意指與排氣(a)中的成分、水以及視需要進行的藥液吸收步驟所用之包含還原劑的水溶液在處理條件下實質上不反應，不阻礙反應之氣體，例如可舉出空氣、氮、稀有氣體等。於本發明

中，使用空氣作為惰性氣體者係簡便且經濟的而較宜。

[0027] 於稀釋步驟中，以空氣等的惰性氣體稀釋排氣(a)而使所得之稀釋氣體(b)的氟氣(F_2)濃度成為 25 體積%以下。稀釋氣體(b)的氟氣濃度為 25 體積%以下，較佳為 0.1~25 體積%，更佳為 0.1~5 體積%。稀釋氣體(b)的氟氣濃度若為 25 體積%以下，則可在水吸收步驟中充分去除稀釋氣體(b)中的氟氣(F_2)，同時可適宜地抑制臭氧(O_3)或二氟化氧(OF_2)之生成。稀釋氣體(b)的氟氣濃度若超過 25 體積%，則由於在使稀釋氣體(b)與水接觸之水吸收步驟中，容易發生生成二氟化氧的副反應而不宜。又，稀釋氣體(b)的氟氣濃度若未達 0.1 體積%，則供水吸收步驟的稀釋氣體(b)之量變多，有需要處理裝置的大型化或處理時間的長期化之情況，為不經濟的。

[0028]

< 水吸收步驟 >

於水吸收步驟中，使稀釋氣體(b)與水接觸而得到處理氣體(c)。

[0029] 作為進行使稀釋氣體(b)與水接觸的水吸收步驟之具體方法及裝置，可無特別限制地採用使氣液接觸之習知的方法，較佳可採用使用通氣攪拌槽等之液中分散型的裝置，或使氣液接觸而將氣體成分的至少一部分吸收於液體成分中之吸收塔等裝置之方法。具體而言，較佳可採用使用攪拌槽等之液中分散型的裝置或具備噴霧塔、層板塔、填充塔、噴射洗滌器等眾所周知之吸收塔等裝置之方

法。例如，本發明之水吸收步驟亦可如後述之實施例所採用地使用通氣攪拌槽進行，且在工業上亦可使用圖 1 所示概略圖的水吸收步驟側之裝置等進行。如此的方法係在以後步驟按照需要進行的藥液吸收步驟中亦可同樣地採用。

[0030] 於水吸收步驟中，與稀釋氣體(b)接觸的水係可循環使用，但由於隨著處理排氣而所吸收的氟化氫之濃度上升，當大量或連續地處理時，較佳為進行吸收液的水之交換。吸收液的水之交換方法係可為分批亦可為連續，但較佳為將吸收液中的 HF 之濃度保持固定，更佳為連續進行水之交換者。

[0031] 於稀釋氣體(b)中，以 25 體積%以下的濃度含有氟氣(F_2)，此氟元素若與水接觸，則如前述式(1)所表示，迅速地反應而生成氟化氫(HF)，所生成的氟化氫係溶解於水中。一般於氟氣與水之接觸中，發生生成氟化氫之反應，同時生成二氟化氧(OF_2)之副反應，但於本案中藉由將稀釋氣體(b)中的氟氣(F_2)控制在 25 體積%以下，而顯著地抑制生成二氟化氧的副反應。因此，稀釋氣體(b)中之來自氟氣(F_2)的氟元素部分之大多數係在水吸收步驟中轉移到水側。又，即使於稀釋氣體(b)中含有氟化氫時，也在水吸收步驟中溶解於水中，大部分轉移到水側。

[0032] 因此，在水吸收步驟所得之處理氣體(c)，係稀釋氣體(b)中所含有的氟氣之大部分被水側吸收而去除。於處理氣體(c)中，亦可包含偕同的氟氣及/或氟化氫。

[0033] 如此的自水吸收步驟所排出的氣體之處理氣體(c)，係已充分減低氟氣濃度，同時適宜地抑制二氟化氧濃度之上升。在水吸收步驟所得之處理氣體(c)中的二氟化氧濃度，當起初導入的排氣(a)實質上不含二氟化氧時，較佳為 100 體積 ppm 以下。

[0034] 當處理氣體(c)中的氟系氣體(氟氣或氟化合物的氣體)濃度為充分低，在適合排出基準的範圍內時，可將處理氣體(c)直接排氣。又，希望處理氣體(c)中的氟系氣體濃度之進一步減低時，較佳為將處理氣體(c)供給至後述的藥液吸收步驟。

[0035]

< 藥液吸收步驟 >

在前述水吸收步驟所得之處理氣體(c)，較佳為按照需要供給至藥液吸收步驟。

[0036] 於藥液吸收步驟中，使前述處理氣體(c)與含有還原劑的水溶液接觸，而使氟系氣體成分轉移到藥液側，得到進一步減低氟系氣體成分之處理氣體(d)。

[0037] 於處理氣體(c)中，通常包含排氣(a)中所含有的或在水吸收步驟中生成的二氟化氧及偕同的氟化氫。於處理氣體(c)中，亦可包含偕同的氟氣及/或氟化氫。

[0038] 處理氣體(c)中的二氟化氧之濃度係沒有特別的限定，但較佳為 100 體積 ppm 以下。於本發明中，由於稀釋氣體(b)中的氟濃度為 25 體積%以下，可使在水吸收步驟所得之處理氣體(c)中的二氟化氧濃度成為充分低

者，當起初的排氣(a)中不含 OF_2 時，通常可成為 100 體積 ppm 以下。當處理氣體(c)中的二氟化氧濃度高時，亦可在藉由惰性氣體適宜地稀釋後，導入至藥液吸收步驟。

[0039] 於藥液吸收步驟中，處理氣體(c)中的二氟化氧係與還原劑反應而形成氟化氫，處理氣體(c)中的氟化氫及因反應而生成的氟化氫係與鹼反應而被去除。

[0040] 在藥液吸收步驟所用的藥液之含有還原劑的水溶液，係還原劑溶解於水中之水溶液，作為吸收液使用。此含有還原劑的水溶液亦可含有還原劑連同鹼。

[0041] 作為還原劑，可無特別限制地使用能將二氟化氧還原之還原劑，例如選自於硫代硫酸鈉、硫代硫酸銨、硫代硫酸鉀等之硫代硫酸鹽；亞硫酸鈉、亞硫酸鉀、亞硫酸銨等之亞硫酸鹽；氯化鉀、氯化鈉等之氯化物；溴化鉀等之溴化物；碘化鉀等之碘化物；亞硝酸鈉、亞硝酸鉀等之亞硝酸鹽；甲酸、甲酸鈉、甲酸鉀等之甲酸鹽；草酸、聯氨等。於本發明中，作為還原劑，從高效率地去除二氟化氧之觀點來看，較宜使用硫系還原劑，更宜使用硫代硫酸鹽、亞硫酸鹽。

[0042] 還原劑之濃度亦取決於處理氣體(c)中的二氟化氧之濃度等之條件，但於含有還原劑的水溶液中，較佳為 1~20 質量%，更佳為 1~10 質量%。

[0043] 當含有還原劑的水溶液含有鹼時，作為鹼，可無特別限制地使用能去除氟化氫的鹼，但較宜使用金屬氫氧化物，更宜使用氫氧化鈉或氫氧化鉀。

[0044] 使用鹼時，其濃度係取決於處理氣體(c)中的氟化氫濃度等之條件，但較佳為將含有還原劑的水溶液之液性維持在鹼性，較佳為 pH8 以上，更佳為 pH9 以上。

[0045] 於藥液吸收步驟中，作為使在水吸收步驟所得之處理氣體(c)與含有還原劑的水溶液接觸之方法，係與水吸收步驟同樣，可無特別限制地採用使氣液接觸之習知的方法，較佳可採用使用通氣攪拌槽等之液中分散型的裝置，或使氣液接觸而將氣體成分的至少一部分吸收於液體成分中之吸收塔等裝置之方法。具體而言，較佳可採用使用攪拌槽等之液中分散型的裝置或具備噴霧塔、層板塔、填充塔、噴射洗滌器等眾所周知之吸收塔等裝置之方法。例如，本發明之藥液吸收步驟亦可使用通氣攪拌槽進行，且在工業上亦可使用圖 1 所示概略圖的藥液吸收步驟側之裝置等進行。水吸收步驟與藥液吸收步驟係可採用使用同樣的裝置之方法，也可採用使用不同的裝置之方法。

[0046] 於藥液吸收步驟中，作為吸收液使用之含有還原劑的水溶液通常可在吸收塔內循環使用。含有還原劑的水溶液由於係隨著所導入的處理氣體(c)之處理進行，而水溶液中的還原劑及鹼之濃度減少，所吸收的反應生成物濃度上升，故當處理量多時，必須交換。含有還原劑的水溶液之交換係可分批進行，也可連續進行，但由於導入至藥液吸收步驟的處理氣體(c)中所含有的氟系有害氣體之濃度本來為低濃度，含有還原劑的水溶液中的還原劑濃度之變化小，故通常分批的交換為經濟的。

[0047] 自本發明之藥液吸收步驟所排出的處理氣體(d)係可已充分去除氟氣(F_2)、二氟化氧(OF_2)、氟化氫(HF)等之氟系有害氣體，成為實質上不含氟系氣體者。具體而言，處理氣體(d)中之二氟化氧濃度較佳為 1 體積 ppm 以下，更佳為 0.5 體積 ppm 以下。處理氣體(d)中的氟氣(F_2)濃度較佳為 1 體積 ppm 以下，更佳為 0.5 體積 ppm 以下。又，處理氣體(d)中的氟化氫(HF)濃度較佳為 3 體積 ppm 以下，更佳為 1.5 體積 ppm 以下。

實施例

[0048] 以下，以實施例為基礎，更具體地說明本發明，惟本發明不受此等的實施例所限定。

[0049]

< 氟系氣體濃度之測定 >

於以下的實施例及比較例中，各氟系氣體成分之濃度係如以下地測定、定量。

[0050] 氣體中的氟氣(F_2)及二氟化氧(OF_2)之合計濃度，係藉由使碘化鉀水溶液吸收規定量的氣體，以硫代硫酸鈉滴定之方法(碘滴定法)分析而求得。定量下限值係可藉由增加所吸收的氣體量而調整，作為氟及二氟化氧之合計濃度，測定 1 體積 ppm 以上。

[0051] 分離氣體中的氟氣與二氟化氧，進行定量分析時，使用 FT-IR(傅立葉轉換紅外吸光光度)法來定量二氟化氧，自氟及二氟化氧之合計濃度扣除二氟化氧濃度而

求得氟濃度。作為 FT-IR 之氣體槽(gas cell)，使用具有 10m 光路徑長度之長光路徑氣體槽時，二氟化氧濃度之定量下限值為 0.5 體積 ppm。

[0052] 氟化氫濃度係使用 FT-IR 法定量。氟化氫濃度之定量下限值係使用 15cm 的氣體槽，為 0.5 體積 ppm。

[0053]

[實施例 1]

藉由空氣稀釋含有 50 體積%的氟氣(F_2)之排氣(剩餘部分為氮氣)，而調製含有 20 體積%的氟之稀釋氣體。

[0054] 於鐵氟龍(註冊商標)製的氣體洗淨瓶(容量 500ml)中置入純水 250ml，一邊以攪拌子攪拌，一邊從氣體導入管以 90ml/min 的流量導入含有 20 體積%的氟之稀釋氣體，使冒泡而進行水吸收步驟。在氣體洗淨瓶之出口捕集已出來的氣體，將此當作處理氣體(c-1)，測定氟氣(F_2)及二氟化氧(OF_2)之濃度。表 1 中顯示測定結果。自處理氣體(c-1)中，未檢測出氟氣，二氟化氧係檢測出 80 體積 ppm。

[0055]

[實施例 2]

與實施例 1 同樣地進行排氣的稀釋及水吸收步驟，得到處理氣體(c-1)。

[0056] 接著，於裝有 3 質量%的硫代硫酸鈉 250ml 作為吸收液之鐵氟龍(註冊商標)製的氣體洗淨瓶(容量

500ml)中，從氣體導入管以 90ml/min 的流量導入處理氣體(c-1)，一邊以攪拌子攪拌，一邊使冒泡而進行藥液吸收步驟。在氣體洗淨瓶之出口捕集已出來的氣體，將此當作處理氣體(d-1)，測定氟氣(F_2)及二氟化氧(OF_2)之濃度。表 1 中顯示測定結果。自處理氣體(d-1)中，氟氣及二氟化氧皆未被檢測出。

[0057]

[實施例 3]

藉由空氣稀釋含有 50 體積%的氟氣(F_2)之排氣(剩餘部分為氮氣)，而調製含有 5 體積%的氟氣之稀釋氣體。

[0058] 除了使用此含有 5 體積%的氟氣之稀釋氣體以外，與實施例 1 同樣地進行水吸收步驟，在氣體洗淨瓶之出口捕集已出來的氣體，得到處理氣體(c-2)。表 1 中顯示測定處理氣體(c-2)的氟氣(F_2)及二氟化氧(OF_2)之濃度的結果。自處理氣體(c-2)中，未檢測出氟氣，二氟化氧係檢測出 6 體積 ppm。

[0059]

[實施例 4]

與實施例 3 同樣地進行排氣的稀釋及水吸收步驟，得到處理氣體(c-2)。

[0060] 接著，除了使用處理氣體(c-2)代替處理氣體(c-1)以外，與實施例 2 同樣地，進行藥液吸收步驟，在氣體洗淨瓶之出口捕集已出來的氣體，得到處理氣體(d-2)。表 1 中顯示測定處理氣體(d-2)的氟氣(F_2)及二氟化氧(OF_2)

之濃度的結果。自處理氣體(d-2)中，氟氣及二氟化氧皆未被檢測出。

[0061]

[實施例 5]

藉由空氣稀釋含有 50 體積%的氟氣(F_2)之排氣(剩餘部分為氮氣)，而調製含有 1 體積%的氟氣之稀釋氣體。

[0062] 除了使用此含有 1 體積%的氟氣之稀釋氣體以外，與實施例 1 同樣地進行水吸收步驟，在氣體洗淨瓶之出口捕集已出來的氣體，得到處理氣體(c-3)。表 1 中顯示測定處理氣體(c-3)的氟氣(F_2)及二氟化氧(OF_2)之濃度的結果。自處理氣體(c-3)中，未檢測出氟氣，二氟化氧係檢測出 2 體積 ppm。

[0063]

[實施例 6]

與實施例 5 同樣地進行排氣的稀釋及水吸收步驟，得到處理氣體(c-3)。

[0064] 接著，除了使用處理氣體(c-3)代替處理氣體(c-1)以外，與實施例 2 同樣地，進行藥液吸收步驟，在氣體洗淨瓶之出口捕集已出來的氣體，得到處理氣體(d-3)。表 1 中顯示測定處理氣體(d-3)的氟氣(F_2)及二氟化氧(OF_2)之濃度的結果。自處理氣體(d-3)中，氟氣及二氟化氧皆未被檢測出。

[0065]

[比較例 1]

於鐵氟龍(註冊商標)製的氣體洗淨瓶(容量 500ml)中置入純水 250ml，一邊以攪拌子攪拌，一邊從氣體導入管不將實施例 1 所用之含有 50 體積%的氟氣(F_2)之排氣稀釋而以 90ml/min 的流量導入，使冒泡而進行水吸收步驟。在氣體洗淨瓶之出口捕集已出來的氣體，將此當作處理氣體(c'-4)，測定氟氣(F_2)及二氟化氧(OF_2)之濃度。表 1 中顯示測定結果。結果所檢測出的處理氣體(c'-4)中之氟氣濃度為 10 體積 ppm 以下之微量，但二氟化氧濃度為 4.2 體積%(42,000 體積 ppm)。

[0066]

[比較例 2]

與比較例 1 同樣地進行水吸收步驟，得到處理氣體(c'-4)。

[0067] 接著，除了使用處理氣體(c'-4)代替處理氣體(c-1)以外，與實施例 2 同樣地進行藥液吸收步驟，在氣體洗淨瓶之出口捕集已出來的氣體，得到處理氣體(d'-4)。表 1 中顯示測定處理氣體(d'-4)的氟氣(F_2)及二氟化氧(OF_2)之濃度的結果。處理氣體(d'-4)中的氟氣濃度為 10 體積 ppm 以下之微量，二氟化氧濃度為 2,000 體積 ppm。

[0068]

[表1]

	水吸收步驟 導入時的F ₂ 之濃度(體積%)	藥液吸收步驟 的吸收液	處理氣體	處理氣體的 F ₂ 濃度 (體積ppm)	處理氣體的 OF ₂ 濃度 (體積ppm)
實施例 1	20	無	c-1	<1	80
實施例 2	20	3%Na ₂ SO ₃	d-1	<1	<0.5
實施例 3	5	無	c-2	<1	6
實施例 4	5	3%Na ₂ SO ₃	d-2	<1	<0.5
實施例 5	1	無	c-3	<1	2
實施例 6	1	3%Na ₂ SO ₃	d-3	<1	<0.5
比較例 1	50	無	c'-4	<10	42,000
比較例 2	50	3%Na ₂ SO ₃	d'-4	<10	2,000

產業上的利用可能性

[0069] 本發明的排氣之處理方法係適合作為將使用氟系氣體作為蝕刻或清洗氣體的程序或製造氟系氣體的程序等中所發生之含有氟元素之排氣予以處理，得到實質上不含氟系氣體的處理氣體之方法。

【符號說明】

[0070]

- 1：排氣導入管 1
- 2：第 1 吸收塔
- 3：填充層 1
- 4：供水管
- 5：HF 水溶液排出管
- 6：循環液槽 1

- 7：循環泵 1
- 8：噴淋噴嘴 1
- 9：排氣導入管 2
- 10：第 2 吸收塔
- 11：填充層 2
- 12：循環液槽 2
- 13：循環泵 2
- 14：噴淋噴嘴 2
- 15：處理氣體排出管

申請專利範圍

1.一種含有氟元素之排氣之處理方法，其特徵為具有：

以氟氣濃度成為 25 體積%以下之方式，以惰性氣體稀釋含有氟元素之排氣(a)而調製稀釋氣體(b)之稀釋步驟；與

使稀釋氣體(b)與水接觸，得到處理氣體(c)之水吸收步驟。

2.如請求項 1 之含有氟元素之排氣之處理方法，其中惰性氣體係空氣或氮氣。

3.如請求項 1 或 2 之含有氟元素之排氣之處理方法，其中前述排氣(a)包含氟氣及/或氟化氫。

4.如請求項 1~3 中任一項之含有氟元素之排氣之處理方法，其中前述處理氣體(c)中之二氟化氧濃度為 100 體積 ppm 以下。

5.如請求項 1~4 中任一項之含有氟元素之排氣之處理方法，其進一步具有使前述處理氣體(c)與含有還原劑的水溶液接觸，而得到處理氣體(d)之藥液吸收步驟。

6.如請求項 5 之含有氟元素之排氣之處理方法，其中前述含有還原劑的水溶液中的所含有的還原劑係硫系還原劑。

7.如請求項 6 之含有氟元素之排氣之處理方法，其中前述硫系還原劑係亞硫酸鹽或硫代硫酸鹽。

8.如請求項 5~7 中任一項之含有氟元素之排氣之處

理方法，其中前述處理氣體(d)中之二氟化氧濃度為 1 體積 ppm 以下。

圖式

圖 1

