



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101827642 A

(43) 申请公布日 2010. 09. 08

(21) 申请号 200880109341. 5

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2008. 09. 02

B01D 53/40 (2006. 01)

(30) 优先权数据

B01D 53/68 (2006. 01)

60/969, 836 2007. 09. 04 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2010. 03. 29

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2008/075048 2008. 09. 02

(87) PCT申请的公布数据

W02009/032819 EN 2009. 03. 12

(71) 申请人 MEMC 电子材料有限公司

地址 美国密苏里州

(72) 发明人 维塔尔·雷万卡尔

贾米勒·伊布拉希姆

(74) 专利代理机构 北京市中咨律师事务所

11247

代理人 林柏楠 张蓉珺

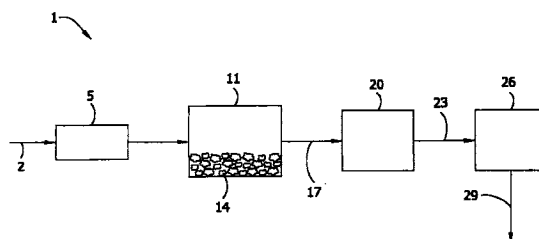
权利要求书 3 页 说明书 8 页 附图 1 页

(54) 发明名称

用于处理包含四氟化硅和氯化氢的气流的方法

(57) 摘要

本发明涉及用于处理包含四氟化硅和氯化氢的气流的方法。例如,本发明涉及处理此类气流的方法,所述方法包括将气流与和氯化氢反应的金属接触以提供具有下降的氯化氢含量的经处理的气流。本发明还涉及用于使包含四氟化硅和氯化氢的气流经受高压以提供适合运输的气流的方法。



1. 用于从包含四氟化硅并具有初始氯化氢含量的气流中除去氯化氢的方法,所述方法包括将气流与金属源接触,其中金属与氯化氢反应,由此优先从气流中除去氯化氢并提供包含四氟化硅且具有下降的氯化氢含量的经处理的气流,所述下降的氯化氢含量不大于约 90% (v/v) 的初始氯化氢含量。

2. 根据权利要求 1 所述的方法,其中所述气流的水分含量为至少约 100ppm、至少约 300ppm,或者至少约 800ppm。

3. 根据权利要求 1 所述的方法,其中所述气流的水分含量为约 100ppm- 约 2500ppm、约 300ppm- 约 1700ppm,或者约 300ppm- 约 800ppm。

4. 根据权利要求 1-3 任一项所述的方法,其中所述金属显示的除去效率为至少约 95%、至少约 98%,或者至少约 99.9%。

5. 根据权利要求 1-4 任一项所述的方法,其中所述下降的氯化氢含量不大于约 10% (v/v)、不大于约 5% (v/v)、不大于约 2.5% (v/v)、不大于约 1% (v/v),或者不大于约 0.5% (v/v) 的初始氯化氢含量。

6. 根据权利要求 1-5 任一项所述的方法,其中所述下降的氯化氢含量在开始所述接触的约 60 分钟内、约 30 分钟内,或者约 2 分钟内实现。

7. 根据权利要求 1-6 任一项所述的方法,其中在所述接触期间,从气流中除去不大于约 1% (v/v)、不大于约 0.5% (v/v)、不大于约 0.25% (v/v),或者不大于约 0.1% (v/v) 的四氟化硅。

8. 根据权利要求 1-7 任一项所述的方法,其中所述金属源包括金属氧化物、金属氢氧化物,或者它们的组合。

9. 根据权利要求 1-8 任一项所述的方法,其中所述金属显示低于约 1.65、低于约 1.55,或者低于约 1.3 的电负性。

10. 根据权利要求 1-9 任一项所述的方法,其中所述金属选自锌、镁和它们的组合。

11. 根据权利要求 1-10 任一项所述的方法,其中所述金属包括锌,并且金属源选自氧化锌、氢氧化锌和它们的组合。

12. 根据权利要求 11 所述的方法,其中锌与氯化氢反应以产生氯化锌。

13. 根据权利要求 1-12 任一项所述的方法,其中所述金属包括镁,并且金属源选自氧化镁、氢氧化镁和它们的组合。

14. 根据权利要求 13 所述的方法,其中镁与氯化氢反应以产生氯化镁。

15. 根据权利要求 1-14 任一项所述的方法,其中所述接触在约 25°C - 约 90°C、约 35°C - 约 80°C,或者约 45°C - 约 70°C 的温度下进行。

16. 根据权利要求 1-15 任一项所述的方法,其中所述接触在约 50psig- 约 1500psig、约 250psig- 约 1250psig,或者约 500psig- 约 1000psig 的压力下进行。

17. 根据权利要求 1-16 任一项所述的方法,其中所述金属源的表面积至少为约 80ft²/ft³、至少约 120ft²/ft³,或者至少约 200ft²/ft³。

18. 根据权利要求 17 所述的方法,其中所述金属源的表面积为约 80ft²/ft³- 约 600ft²/ft³、约 120ft²/ft³- 约 500ft²/ft³,或者约 200ft²/ft³- 约 400ft²/ft³。

19. 根据权利要求 1-18 任一项所述的方法,其中所述气流与金属接触的速率至少为约 0.05lb/hrXft²、至少为约 0.1lb/hrXft²、至少为约 0.2lb/hrXft²,或者至少约 0.3lb/hrXft²。

hrXft²。

20. 根据权利要求 1-19 任一项所述的方法,其中所述气流与金属接触的速率为约 0.05lb/hrXft²- 约 0.5lb/hrXft²、约 0.05lb/hrXft²- 约 0.4lb/hrXft²,或者约 0.1lb/hrXft²- 约 0.3lb/hrXft²。

21. 根据权利要求 1-20 任一项所述的方法,其中至少部分金属源为颗粒的形式,尺寸为约 500 μm- 约 5000 μm、约 1000 μm- 约 4000 μm,或者约 2000 μm- 约 3000 μm。

22. 根据权利要求 1-21 任一项所述的方法,其中所述金属源显示约 30% - 约 80%、约 40% - 约 70%,或者约 50% - 约 70%的孔隙率。

23. 根据权利要求 1-22 任一项所述的方法,其中所述气流与包含金属源的床接触。

24. 根据权利要求 23 所述的方法,其中沿着床的压力降为约 1psig- 约 25psig、约 2psig- 约 10psig,或者约 3psig- 约 7psig。

25. 根据权利要求 23 或 24 所述的方法,其中所述气流以至少约 0.1ft/ 分钟、至少约 1ft/ 分钟、至少约 2ft/ 分钟,或者至少约 4ft/ 分钟的空速通过金属源的床。

26. 根据权利要求 23 所述的方法,其中所述床为填充床、流化床,或移动床的形式。

27. 一种用于从包含四氟化硅并具有初始压力和初始氯化氢含量的气流中除去氯化氢的方法,所述方法包括:

在一个或多个增加压力大于初始压力的阶段将气流压缩;以及

将气流与金属源接触,由此提供具有下降的氯化氢含量的经处理的气流,所述下降的氯化氢含量不大于约 90% (v/v) 的初始氯化氢含量。

28. 根据权利要求 27 所述的方法,其中所述压缩包括使气流经受增加压力至少为约 100psig、至少为约 200psig,或者至少为约 300psig 的第一阶段。

29. 根据权利要求 27 所述的方法,其中所述压缩包括使气流经受增加压力为约 100psig- 约 700psig、约 200psig- 约 600psig,或者约 300psig- 约 500psig 的第一阶段。

30. 根据权利要求 28 或 29 所述的方法,其中在所述第一阶段之前,气流的水分含量为至少约 100ppm、至少约 300ppm、至少约 800ppm,或者至少约 1700ppm。

31. 根据权利要求 28 或 29 所述的方法,其中在所述第一阶段之前,所述气流的水分含量为约 100ppm- 约 2500ppm、约 300ppm- 约 1700ppm、约 300ppm- 约 800ppm,或者约 400ppm- 约 600ppm。

32. 根据权利要求 28-31 任一项所述的方法,其中所述压缩包括使气流经受增加压力至少为约 800psig、至少为约 1000psig,或者至少为约 1200psig 的第二阶段。

33. 根据权利要求 28-31 任一项所述的方法,其中所述压缩包括使气流经受增加压力为约 1000psig- 约 1800psig、约 1200psig- 约 1600psig,或者约 1300psig- 约 1500psig 的第二阶段。

34. 根据权利要求 32 或 33 所述的方法,其中在所述第二阶段之前,所述气流的水分含量为至少约 100ppm、至少约 300ppm、至少约 800ppm,或者至少约 1700ppm。

35. 根据权利要求 32 或 33 所述的方法,其中在所述第二阶段之前,所述气流的水分含量为约 100ppm- 约 2500ppm、约 300ppm- 约 1700ppm、约 300ppm- 约 800ppm,或者约 400ppm- 约 600ppm。

36. 根据权利要求 28-35 任一项所述的方法,其中所述接触在所述第一阶段之前进行。

37. 根据权利要求 32-36 任一项所述的方法,其中所述接触在所述第一阶段和所述第二阶段之间进行。

38. 根据权利要求 27-37 任一项所述的方法,其中在所述接触期间,金属与氯化氢反应,由此提供包含四氟化硅且具有下降的氯化氢含量的经处理的气流。

39. 根据权利要求 38 所述的方法,其中下降的氯化氢含量不大于约 70% (v/v) 的初始氯化氢含量。

40. 根据权利要求 38 或 39 所述的方法,其中下降的氯化氢含量在所述接触开始的约 60 分钟内、约 30 分钟内,或者约 2 分钟内实现。

41. 根据权利要求 27-40 任一项所述的方法,其中在所述接触期间,从气流中除去不大于约 1% (v/v)、不大于约 0.5% (v/v)、不大于约 0.25% (v/v),或者不大于约 0.1% (v/v) 的四氟化硅。

42. 根据权利要求 27-41 任一项所述的方法,其中所述金属包括锌,并且金属源选自氧化锌、氢氧化锌和它们的组合。

43. 根据权利要求 42 所述的方法,其中锌与氯化氢反应以产生氯化锌。

44. 根据权利要求 27-43 任一项所述的方法,其中所述接触在约 25°C - 约 90°C 的温度下进行。

45. 根据权利要求 27-44 任一项所述的方法,其中所述接触在约 50psig- 约 1500psig 的压力下进行。

用于处理包含四氟化硅和氯化氢的气流的方法

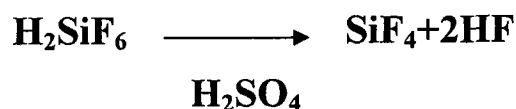
发明领域

[0001] 本发明涉及用于处理包含四氟化硅和氯化氢的气流的方法。例如,本发明涉及处理这样的气流的方法,所述方法包括将气流与和氯化氢反应的金属接触以提供氯化氢含量下降的经处理的气流。本发明还涉及用于使包含四氟化硅和氯化氢的气流经受高压以提供适合运输的气流的方法。

[0002] 发明背景

[0003] 在硫酸催化剂的存在下通过氟硅酸 (FSA) 的分解可以制备包含四氟化硅 (STF) 的气流。

[0004]



[0005] 以这种方式制备的包含 STF 的气流通常包含含有卤化物的杂质 (例如氯化氢)。例如,用于制造四氟化硅的工业化生产过程中利用的 FSA 通常来源于利用天然存在的磷酸钙的磷酸工厂。由于磷酸钙源通常包含一种或多种污染物,包括例如氯化钙,因此这最终导致氯化氢存在于四氟化硅产物中。不期望在 STF 产物料流中存在氯化氢,因为它会与同样存在于产物料流中的水分结合而导致 STF 产物的进一步加工中所用设备 (例如管道、反应器、管道拖车等等) 的腐蚀。

[0006] 用于处理包含四氟化硅的气流的方法是已知的,所述方法包括例如包括在洗涤器中吸收和分解一种或多种杂质的方法 (即,“湿”法),而其它方法包括通过将气体穿过填料塔来净化气流的方法 (即,“干”法),所述填料塔包括包含渗透到多孔载体如活性炭中的碱性组分的净化剂。然而,这些干法和湿法通常都具有一种或多种缺点,例如,由于湿法制备的废料是碱性水溶液,因此湿法通常的问题在于进一步处理以及与此相关的费用。

[0007] 在现有技术中也描述了包括用包含氧化锌、氧化铝和碱性组分的净化剂处理气流以除去有害气体 (例如卤化物,如氯化氢和四氟化硅) 的方法 (例如参见 Akita 等人的第 5,597,540 号美国专利)。

[0008] 亟需提供适当除去污染物以提供适当纯度的 STF 产物料流的简单和有效的方法。

[0009] 发明概述

[0010] 简言之,因此,本发明涉及用于纯化具有一定浓度氯化氢的四氟化硅气流的方法。在多个实施方案中,本发明涉及用于从四氟化硅气体中除去氯化氢的方法。该方法包括将气流与金属源接触,其中所述金属与氯化氢反应,由此优先从气流中除去氯化氢并提供包含四氟化硅且具有下降的氯化氢含量的经处理的气流,所述下降的氯化氢含量不大于约 90% (v/v) 的初始氯化氢含量。

[0011] 在其它实施方案中,本发明涉及用于从包含四氟化硅并具有初始压力和初始氯化氢含量的气流中除去氯化氢的方法。该方法包括在一个或多个增加压力的阶段将气流压缩至大于初始压力;并且该方法进一步包括将气流与金属源接触,由此提供具有下降的氯化氢含量的经处理的气流,该下降的氯化氢含量不大于约 90% (v/v) 的初始氯化氢含量。

[0012] 附图简述

[0013] 图 1 提供本发明方法的示意图。

[0014] 优选实施方案详述

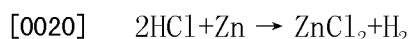
[0015] 本发明的方法包括使包含四氟化硅 (STF) 和氯化氢的气流与可用金属源如锌接触来制备具有一种或多种期望性质的四氟化硅气流。有利地,本发明的方法从 STF 气流中除去氯化氢,同时提供较高纯度的 STF 气流。将金属与氯化氢反应,由此从 STF 气流中除去污染物,并且已经发现金属对于待除去的杂质显示出选择性使得所需的 STF 保留在经处理的气流中。在这点上,应注意到通过本发明方法实现的杂质除去超出任何附带除去,所述附带除去与气流和包含金属的工艺设备的接触相关。

[0016] 包含 STF 的气流通常包含与杂质如氯化氢结合的水分,这通常导致气流加工和运输中使用的设备(例如管道、反应器、管道拖车等等)的腐蚀。通常,使包含 STF 的气流经受高压以提供适合运输的气流。通过本发明方法制备的 STF 气流显示有助于减少 STF 气流的运输和/或进一步加工中使用的设备(例如压缩机、管道、反应器、管道拖车等等)腐蚀的氯化氢的水平。通常使包含 STF 的气流经历一个或多个高压阶段以提供适合运输的气流。在该加工期间本发明的处理方法可以在多处应用。例如,可以在单阶段高压之前利用该处理方法降低 STF 气流的氯化氢含量,或者可在多阶段高压的第一阶段之后利用该处理方法减少氯化氢。

[0017] 耐蚀性材料为市售的(例如多种金属合金如耐热镍铬铁合金(Incoloy)、莫内尔合金(Monel)和哈氏合金(Hastelloy)),但是这些专用材料的成本通常阻碍其广泛应用于包含 STF 的气流的加工和运输。因此,本发明不仅依靠选择性除去氯化氢来提供高纯度 STF 料流,而且通过降低或消除加工和运输包含 STF 的气流中对专用材料使用的需求而提供经济效益。

[0018] 杂质除去

[0019] 通常,本发明的方法包括将待处理气流(例如包含 STF 的气流)与金属源接触,该金属源促进从气流中除去不期望杂质。例如,包含 STF 的气流通常包含一种或多种杂质例如诸如氯化氢。在多个实施方案中,该方法包括将包含 STF 的气流与锌源接触以根据以下反应式从气流中除去氯化氢:



[0021] 以下讨论集中在利用锌从包含 STF 的气流中除去氯化氢,但是应该理解本发明通常应用于使用锌以外的金属除去其它杂质,以及除去氯化氢和其它杂质。

[0022] 如上所述,本发明的方法包括反应性过程,其中通过使杂质与金属反应产生可以从气流中除去的物种来除去杂质(例如当通过与锌源接触除去氯化氢时,产生氯化锌和氢)。在其它实例中,当通过与镁源接触除去氯化氢时,产生氯化镁和氢。可以使用常规方法回收这些产物,并且这些产物还可以表示有效产物。用于从包含 STF 的气流中除去杂质的多种已知方法涉及在不存在任何反应的情况下除去杂质,包括例如通过将杂质与吸收剂接触以除去杂质。这样的方法的缺点是难以优先除去杂质并难以提供高纯度产物。因此,本发明的反应性过程代表相对于此类方法的进步,因为其可以用于除去杂质同时提供较高纯度的产物。

[0023] 特别地,在这点上,应注意到本发明适合从包含另一气态组分的包含 STF 的气

流中除去一种气态杂质。这代表相对现有技术的进步,因为包含杂质的气流通常包含所需的 STF 气态组分连同气态杂质,并且常规方法(例如使用吸收剂)通常不能选择性地从气流中除去杂质,或者至少通常不能在除去杂质的同时提供期望纯度的产物料流。本发明的该特征通常可以通过杂质除去效率表示。例如,在多个实施方案中,金属通常提供的杂质(例如氯化氢)除去效率至少为约 75%、至少约 80%、至少约 90%、至少约 95%、至少约 98%,或者至少约 99.9%。通常,杂质除去效率为约 75% - 约 99.9%、更通常为约 90% - 约 99.9% 以及再更通常为约 95% - 约 99.9%。

[0024] 不受特定理论束缚,目前认为与包含 STF 的气流接触用以除去杂质的金属的电负性至少在某种程度上有助于选择性除去杂质。特别地,已经发现电负性低于待除去杂质(例如氯化氢)电负性的多种金属选择性除去杂质。例如,在多个实施方案中(例如其中待除去杂质为氯化氢的那些),通常与铁相比金属的电负性通常低于约 1.65(例如锌),低于约 1.55(例如钛),或者低于约 1.3(例如镁)。因此,通常出现在周期表第 2-4 族和第 12-14 族的金属适合在本发明的方法中使用。族数参考目前的国际纯化学和应用化学联盟(IUPAC)编码系统。

[0025] 本发明的方法可以用于处理不同组成的包含 STF 和氯化氢的气流。待处理气流的 STF 浓度不太重要,并且通常可以为至少约 80%(按体积计)、至少约 90%(按体积计)、至少约 95%(按体积计)、至少约 98%(按体积计),或者至少约 99%(按体积计)。通常,气流期望的组分以约 90% - 约 99%(按体积计)、约 95% - 约 99%(按体积计),或约 98% - 约 99%(按体积计)的浓度存在。应该注意到待用本发明的方法处理的气流可以按不同的比例包含多种惰性组分。这些惰性组分的存在不影响本方法。

[0026] 类似地,氯化氢的含量可以在较宽的范围内变化,但通常至少为约 0.5%(按体积计)、至少约 1%(按体积计)、至少约 3%(按体积计),或者至少约 6%(按体积计)。通常,气流的氯化氢的含量为约 0.5% - 约 10%(按体积计)、约 1% - 约 6%(按体积计),更通常为约 1.5% - 约 4.5%(按体积计),再更通常为约 2% - 约 4%(按体积计)。

[0027] 待处理的包含 STF 的气流的水分含量通常至少为约 100 份 / 百万(ppm)、至少约 300ppm、至少约 800ppm,或者至少约 1700ppm。通常,包含 STF 的气流的水分含量为约 100ppm - 约 2500ppm、约 300ppm - 约 1700ppm、约 300ppm - 约 800ppm,或约 400ppm - 约 600ppm。

[0028] 如上所述,本发明的方法包括将待处理的包含 STF 的气流与和杂质反应的金属接触以从气流中除去杂质并提供经处理的气流。金属源不太重要并且通常可以选自第 2-4 族和第 12-14 族金属的金属氧化物和金属氢氧化物及其组合。在多个优选的实施方案中,金属包括锌和 / 或镁,以及在进一步优选的实施方案中,金属包括锌或基本上由锌组成。在金属包括锌的情况下,金属源可以包括氧化锌、氢氧化锌和 / 或锌。在另一实例中,在金属包括镁的情况下,金属源可以包括氧化镁、氢氧化镁和 / 或镁。

[0029] 图 1 提供一般性描述本发明方法的示意图。如图所示,包含 STF 的气流 2 穿过管道 5 的低压部分(例如“分离罐”),其用于从然后进入容器 11 并与金属源 14 接触的气流中除去可冷凝杂质。然后将离开容器 11 的包含 STF 的气流 17 送至第一压缩机 20 以提供第一个压缩的包含 STF 的气流 23。然后将第一个压缩的包含 STF 的气流 23 传递至第二压缩机 26 以提供最终经处理的包含 STF 的气流 29。如在本文其它地方所详细说明的,本发明的方法不限于图 1 中所示的安排。例如,在多个实施方案中,最初可以将待处理的包含 STF

的气流送至第一压缩机以提供压缩的气流,所述压缩的气流然后在容器中与金属源接触,然后在一个或多个随后的压缩机中与经处理的气流接触。

[0030] 为了促进包含 STF 的气流和金属之间的充分界面接触,金属源通常为粉末或粒子的形式。在多个实施方案中,将包含 STF 的气流与包含金属源的床接触。通常,金属源可以为填充床、流化床,或移动床的形式。在多个优选实施方案中,金属源为填充床的形式。沿着金属源床的压力降不太重要,并且通常取决于例如床设计和填料密度。通常,沿着金属源床的压力降为约 1psig- 约 25psig,更通常为约 2psig- 约 10psig,以及再更通常为约 3psig- 约 7psig。

[0031] 应该注意到金属源的确切形式和性质不太重要,但通常选择金属源以提供气流和金属的密切接触并提供气流在床内的充分停留时间。不管金属源或包含金属源的床的确切形式如何,在多个实施方案中,金属源为粒子形式,表面积至少约为 $80\text{ft}^2/\text{ft}^3$,至少约 $120\text{ft}^2/\text{ft}^3$,或者至少约 $200\text{ft}^2/\text{ft}^3$ 。通常,粒子形式金属源的表面积为约 $80\text{ft}^2/\text{ft}^3$ - $600\text{ft}^2/\text{ft}^3$,更通常为约 $120\text{ft}^2/\text{ft}^3$ - 约 $500\text{ft}^2/\text{ft}^3$,以及再更通常为约 $200\text{ft}^2/\text{ft}^3$ - 约 $400\text{ft}^2/\text{ft}^3$ 。根据这些或其它实施方案,通常至少部分金属源为颗粒的形式,尺寸为约 $500\mu\text{m}$ - 约 $5000\mu\text{m}$ 、约 $1000\mu\text{m}$ - 约 $4000\mu\text{m}$,或者约 $2000\mu\text{m}$ - 约 $3000\mu\text{m}$ 。金属源或包含金属源的床的孔隙率同样不太重要,但通常为约 30%- 约 80%,更通常为约 40%- 约 70%,以及再更通常为约 50%- 约 70%。

[0032] 为了促进包含 STF 的气流和金属源之间的充分界面接触,单位体积气流中金属源的面积和 / 或质量可以期望在某值或在某范围内。例如,通常包含 STF 的气流以至少约 0.05 磅、至少约 0.1 磅、至少约 0.2 磅,或者至少约 0.3 磅 (1b) 气流 / 小时 (hr) ft^2 金属源表面积的速率与金属接触。通常,金属源和气流接触的速率为约 0.05lb/hrXft^2 - 约 0.5lb/hrXft^2 、约 0.05lb/hrXft^2 - 约 0.4lb/hrXft^2 ,或者约 0.1lb/hrXft^2 - 约 0.3lb/hrXft^2 。

[0033] 根据有关待处理的包含 STF 的气流的组成、金属源的形式等的任何或全部上述详细说明,金属源和包含 STF 的气流之间接触的条件不太关键。例如,一般是包含 STF 的气体 and 金属的接触温度通常为至少约 25°C 、至少约 35°C ,或者至少约 45°C 。通常,接触温度为约 25°C - 约 90°C ,更通常为约 35°C - 约 80°C ,以及再更通常为约 45°C - 约 70°C 。作为附加条件或作为替换,包含 STF 的气体和金属的接触压力通常至少为约 50psig、至少约 250psig,或者至少约 500psig。通常,金属和包含 STF 的气体的接触压力为约 50psig- 约 1500psig,更通常为约 250psig- 约 1250psig,以及再更通常为约 500psig- 约 1000psig。

[0034] 虽然对于杂质除去效率不太重要时,但是料流与金属源接触的速率可以表明和 / 或有助于方法的经济性。即,在较宽范围的气流流速下通常可以充分除去,在假设同等杂质除去的情况下,增加气体流速使得方法在经济上优势增加。通常,包含 STF 的气流以至少约 0.1ft/ 分钟、至少约 1ft/ 分钟、至少约 2ft/ 分钟,或者至少约 4ft/ 分钟的空速通过金属源的床。通常,气流以约 0.1ft/ 分钟- 约 8ft/ 分钟、约 0.5ft/ 分钟- 约 5ft/ 分钟,或者约 1ft/ 分钟- 约 4ft/ 分钟的空速通过金属源的床。

[0035] 气流的压缩

[0036] 如上所述,通常在使用金属管和 / 或管道拖车运输料流之前处理 (例如通过压缩) 包含 STF 的气流。通常,在运输之前将包含 STF 的气流压缩以减少运输需要的设备容积。例如,可以在一个或多个包括使料流经受不断升高的高压的阶段压缩包含 STF 的气流。本发

明的方法降低气流的杂质含量,该杂质会与存在于气流中的水分结合而在进一步加工中腐蚀设备。具体地,本发明的方法通常提供经处理的包含 STF 的气流,其中的氯化氢含量不大于约 90% (按体积计)、或不大于约 80% (按体积计) 的气流的初始氯化氢含量。即本发明的方法提供远超过任何附带除去氯化氢的氯化氢除去,所述附带除去氯化氢可以通过将包含 STF 的气流和金属工艺设备接触来提供。

[0037] 例如,在多个实施方案中,可以在第一个较低压力的压缩机中压缩料流,包括使包含 STF 的气流经受至少约 100psig、至少约 200psig,或者至少约 300psig (例如约 100psig-约 700psig、约 200psig-约 600psig,或者约 300psig-约 500psig 的压力) 的压力。可以使包含 STF 的气流进一步经受一个或多个更高压力的阶段,例如至少约 800psig、至少约 1000psig,或者至少约 1200psig。在多个实施方案中,使包含 STF 的气流经受一个或多个为约 1000psig-约 1800psig、约 1200psig-约 1600psig,或者约 1300psig-约 1500psig 的高压阶段。

[0038] 本发明的处理方法在该加工期间可以应用于多处。例如,可以在一个或多个高压阶段的第一个之前除去杂质,或者可以在一系列高压阶段的阶段之间进行 (例如在第一高压阶段之后,但在一个或多个随后阶段之前)。如图 1 所示和如前所述,可以将经处理的包含 STF 的气流 4 引入第一个较低压力的压缩机 9,随后在第二个较高压力的压缩机 13 中进一步处理。

[0039] 不管阶段的准确数目如何,在经受高压之前,通常根据本方法将水分含量为例如至少约 100ppm、至少约 300ppm,或者至少约 800ppm (例如约 300ppm-约 1700ppm) 的包含 STF 的气流与金属接触。

[0040] 经处理的气流

[0041] 如上所述,根据本发明待处理的包含 STF 的气流的组成不太重要。不管除去的杂质和保留的所需产物的比例如何,通常经处理的包含 STF 的气流中杂质的浓度低于约 6% (按体积计)、低于约 4% (按体积计)、低于约 2% (按体积计),或者低于约 1% (按体积计)。通常,经处理的气流的杂质含量低于约 0.75% (按体积计),更通常低于约 0.5% (按体积计)、再更通常低于约 0.25% (按体积计),甚至更通常低于约 0.1% (按体积计)。根据这些和多种其它实施方案,经处理的气流的杂质含量可以甚至更低 (例如不大于约 500ppm、不大于约 250ppm,或者不大于约 100ppm)。

[0042] 作为附加特征或可选特征,经处理的气流的多种其它特征可以是工艺性能的指标。本发明方法处理具有初始杂质含量的气流以提供杂质含量下降的经处理的气流。例如,在包含氯化氢作为杂质的包含 STF 的气流的情况下,本发明的方法可以提供具有下降的氯化氢含量的经处理的包含 STF 的气流,所述下降的氯化氢含量不大于约 80% (v/v)、不大于约 70% (v/v)、不大于约 60% (v/v)、不大于约 50% (v/v)、不大于约 40% (v/v)、不大于约 30% (v/v),或者不大于约 20% (v/v) 的初始氯化氢含量。根据这些和多种其它实施方案,可以实现甚至更高的杂质除去以提供氯化氢含量下降的经处理的气流,所述氯化氢含量不大于约 10% (v/v)、不大于约 5% (v/v)、不大于约 2.5% (v/v),或者不大于约 1% (v/v) (例如不大于约 0.5%) 的初始氯化氢含量。

[0043] 相当于如上所述的全部杂质除去通常提供优势方法,但会期望实现适当的除去而不要求较长期的操作过程。随着除去适当杂质需要的时间缩短,本方法的经济优势提高。在

多个实施方案中,已经观察到在气流和金属源接触的不大于约 60 分钟、不大于约 30 分钟、不大于约 2 分钟,或者不大于约 0.1 分钟的时间内,本发明的方法提供杂质含量的适当下降。通常,在接触约 0.1 分钟-约 60 分钟,更通常为接约 2 分钟-约 30 分钟以及更通常为接约 5 分钟-约 15 分钟的时间内实现杂质含量的适当下降。在这点上,应该注意到本发明的方法可以使用单床或多床进行。在多床的情况下,可以串联地或并联地排列床,多床内的停留时间可以相应地改变。

[0044] 如上所述,本发明的方法代表进步,因为其提供了优选的杂质除去。因此,在气流中期望产物如 STF 的保留也可以用作工艺性能的指标。通常,通过与金属源接触以从气流中除去最初存在于待处理气流中的不大于约 10% (v/v)、不大于约 5% (v/v),或者不大于约 2% (v/v) 的四氟化硅。根据这些和其它实施方案,可以实现四氟化硅的更多保留。例如通常从气流中除去不大于约 1% (v/v),更通常不大于约 0.5% (v/v),以及再更通常不大于约 0.25% (v/v) (例如不大于约 0.1%) 的 STF。即,在多个实施方案中,经处理的气流的 STF 含量可以超过 99% 的初始 STF 含量 (例如约 99.9%)。

[0045] 本发明通过以下实施例进一步例示。这些实施例不被认为是限制本发明的范围或者限制本发明可以实施的方式。

实施例

[0046] 实施例 1

[0047] 本实施例描述对根据本发明的包含氯化氢 (HCl) 和四氟化硅 (STF) 的气流的处理。在 14 天过程中进行测试。气流包含大约 1.6 体积% -1.9 体积% 的 HCl, 大约 97 体积% 的 STF, 并具有大约 600ppm-800ppm 的水分含量。

[0048] 以大约 0.11b/hrXft² 的速率将气流与包含大约 20g 锌箔的填充床接触。气流和填充床接触的温度为大约 50°C -80°C 并且压力为大约 0psig-200psig。在测试期间,将气流的 HCl 含量降低至大约 0.3% -0.6% (按体积计)。如表 1 所示,这表明氯化氢的除去效率为大约 87% - 大约 92%。

[0049] 表 1

[0050]	天	温度	HCl 除去效率 (%)
[0051]	12 天	80°C	87
[0052]	13 天	60°C	97
[0053]	12 天	50°C	94
[0054]	14 天	60°C	92

[0055] 实施例 2

[0056] 本实施例描述对根据本发明的包含氯化氢 (HCl) 和四氟化硅 (STF) 的气流的处理。进行 3 个试验,持续时间为 (1) 456 小时、(2) 157 小时和 (3) 131 小时。

[0057] 气流包含大约 4 体积% -6 体积% 的 HCl, 大约 94 体积% -97 体积% 的 STF, 并具有大约 800ppm-1700ppm 的水分含量。

[0058] 以大约 0.11b/hrXft²-0.51b/hrXft² 的速率,通常为大约 0.31b/hrXft² 的平均速率将气流与包含大约 1201b 氧化锌的填充床接触。注意到在本实施例中使用的填料包含锌金属刨屑和锌金属旋屑的混合物,并且锌表面积相近以提供这些速率。然而,本领域技术人

员可以制备表面积在相近范围内的填料并相应地改变流速。

[0059] 气流和填充床接触的温度为大约 30℃ -80℃, 并且压力为大约 50psig-400psig。

[0060] 在测试期间, 将气流的 HCl 含量降低至大约 1% -4% (按体积计) 的含量。如表 2-4 所示, 在测试期间实现了大约 90% 以上的氯化氢除去效率。

[0061] 表 2 : 试验 (1)

[0062] 时间 (小时) HCl 除去效率 (%)

[0063] 0

[0064] 0.01 4.87804878

[0065] 0.5 99.58536585

[0066] 3 99.65853659

[0067] 7 99.85365854

[0068] 15 94.23170732

[0069] 23 97.31707317

[0070] 36 未检测*

[0071] 48 92.68292683

[0072] 72 未检测*

[0073] 96 未检测*

[0074] 120 未检测*

[0075] 144 未检测*

[0076] 168 未检测*

[0077] 168 未检测*

[0078] 192 未检测*

[0079] 216 70.73170732

[0080] 240 70.73170732

[0081] 264 63.41463415

[0082] 288 63.41463415

[0083] 312 60.97560976

[0084] 336 62.43902439

[0085] 360 3.658536585

[0086] 384 56.09756098

[0087] 408 46.34146341

[0088] 432 53.65853659

[0089] 456 7.317073171

[0090] * HCl 除去效率不是根据中断的方法计算, 或测量未进行。

[0091] 表 3 : 试验 (2)

[0092] 时间 (小时) HCl 除去效率 (%)

[0093] 2 87.27

[0094] 15 65.31

[0095] 27 85.47

[0096]	39	52.73
[0097]	49	69.84
[0098]	59	61.60
[0099]	69	9.09
[0100]	83	26.94
[0101]	96	64.72
[0102]	107	21.82
[0103]	120	90.67
[0104]	131	65.80
[0105]	145	34.77
[0106]	157	46.36
[0107]	表 4 : 试验 (3)	
[0108]	时间 (小时)	HCl 除去效率 (%)
[0109]	2	64.58
[0110]	15	75.00
[0111]	27	53.13
[0112]	39	72.50
[0113]	49	40.48
[0114]	59	76.67
[0115]	69	98.93
[0116]	83	45.61
[0117]	96	99.44
[0118]	107	98.37
[0119]	120	16.19
[0120]	131	16.19

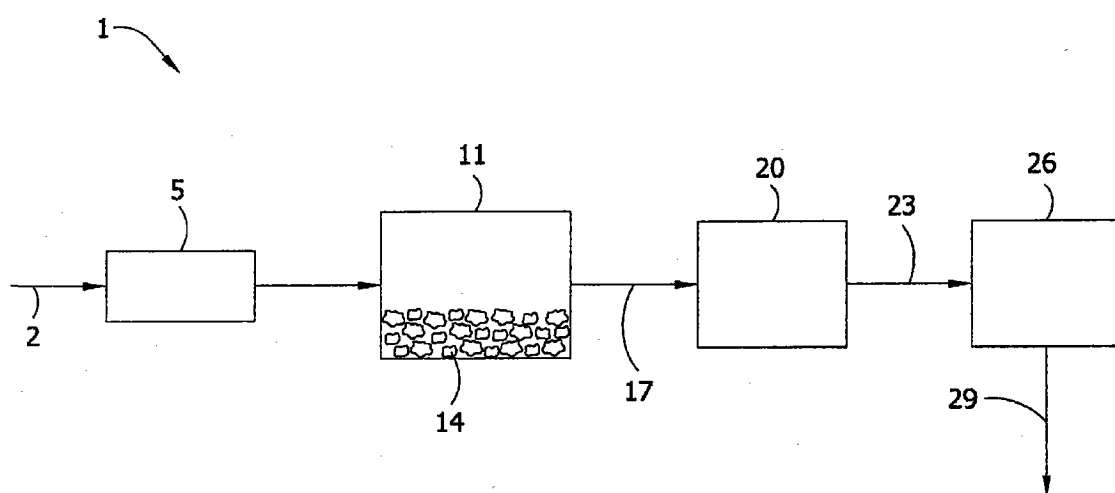


图 1