

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第3892490号  
(P3892490)

(45) 発行日 平成19年3月14日(2007.3.14)

(24) 登録日 平成18年12月15日(2006.12.15)

(51) Int. Cl. F I  
**C07C 19/08 (2006.01)** C O 7 C 19/08  
**C07C 17/23 (2006.01)** C O 7 C 17/23  
**C07C 17/269 (2006.01)** C O 7 C 17/269  
**C07C 21/18 (2006.01)** C O 7 C 21/18  
**C07C 21/185 (2006.01)** C O 7 C 21/185

請求項の数 11 (全 35 頁)

(21) 出願番号 特願平6-287096  
 (22) 出願日 平成6年10月14日(1994.10.14)  
 (65) 公開番号 特開平7-238041  
 (43) 公開日 平成7年9月12日(1995.9.12)  
 審査請求日 平成13年10月15日(2001.10.15)  
 (31) 優先権主張番号 93/7644  
 (32) 優先日 平成5年10月14日(1993.10.14)  
 (33) 優先権主張国 南アフリカ(ZA)

(73) 特許権者 593040427  
 アトミック エナジー コーポレイション  
 オブ サウス アフリカ リミテッド  
 南アフリカ国 トランスバール プロビンス、  
 デストリクト ブリッツ, ペリンダバ  
 (番地なし)  
 (74) 代理人 100066692  
 弁理士 浅村 皓  
 (74) 代理人 100072040  
 弁理士 浅村 肇  
 (74) 代理人 100090804  
 弁理士 歌門 章二  
 (74) 代理人 100089347  
 弁理士 木川 幸治

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 フルオロカーボンの製造方法および製造装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

高温ゾーンの中に、少なくとも一対の実質的に非消耗性の電極間に電気アークを発生させ、  
 高温ゾーンの中に、含フッ素種と含炭素種を含む熱プラズマを発生する少なくとも一つの投入材料を供給し、  
 高温ゾーンの中において、含フッ素種と含炭素種を含む熱プラズマを発生させ、  
 制御されたエンタルピー条件下で粒状含炭素物質を熱プラズマと混合し、C/Fモル比が0.4~2であり、比エンタルピーが約1kW時/kg~約10kW時/kgの間にある反応性熱混合物を生成し、  
 反応性熱混合物を気体状にする時間の間、前記比エンタルピーを調節し、ここで、反応性熱気体混合物は、含フッ素前駆体と含炭素前駆体を含む反応種を含有しており、また、これらの前駆体は、含フッ素種、含炭素種および粒状含炭素物質から誘導されたものであり、そして  
 反応性熱気体混合物を、フルオロカーボン化合物を含む最終生成物を生成するように選択された冷却速度および冷却温度で冷却する、  
 工程を含む、フルオロカーボン化合物を製造する方法。

【請求項2】

投入材料が投入気体流であって、且つ一般式  $C_n F_m$  (式中、 $0 < n < 10$  であり、そして  $n > 1$  の場合には、 $m$  が、 $m = 2n$ 、 $2n + 2$ 、および  $2n - 2$  からなる群から選択さ

れる)の短鎖ペルフルオ素化炭素化合物の形態である少なくとも一つのフルオロカーボン化合物、および任意的にフッ素ガスを含み、フッ素ガスが存在する場合には、投入気体の約5～30モル%の量で存在する、請求項1記載の方法。

【請求項3】

粒状含炭素物質が、熱プラズマと混合される前に予備加熱され、そして含炭素粒子が反応性熱混合物の中で約2000K～3000Kの温度に達するように制御された速度および温度で供給される、請求項1または2記載の方法。

【請求項4】

粒状含炭素物質が、約 $10^{-3}$ mm～約0.3mmの粒子サイズをもつ粒状炭素であり、ここで、炭素が、水素、珪素および硫黄を実質的に含有しないか、または粒状ポリテトラフルオロエチレンである、請求項3記載の方法。

10

【請求項5】

さらに、混合ゾーンを高温ゾーンの近傍に提供する工程を含み、ここで、粒状含炭素物質の導入が混合ゾーンで行われ、かつ混合ゾーン中の圧力が約0.01～1.0バールに維持される、請求項3または4記載の方法。

【請求項6】

さらに、  
残留する固体の含炭素粒子を最終生成物から分離し、そして  
分離された含炭素粒子を熱プラズマの中に再び導入するように再循環させる  
工程を含む、請求項1～5のいずれか1項に記載の方法。

20

【請求項7】

実質的に非消耗性の電極間にアークを付与することによる高温ゾーン、および高温ゾーンの近傍の混合ゾーンを提供し、

少なくとも一つのフルオロカーボン化合物を含有する投入気体流を、高温ゾーンの中に供給し、そして前記ゾーン中に、C/Fモル比がxとなり比エンタルピーがyとなるように、含フッ素種および含炭素種を含有する熱プラズマを発生させ、

熱プラズマ中のC/Fモル比xを約0.4～2の間の選択された値に制御し、

前記高温ゾーンの中で熱プラズマの比エンタルピーyを約1kW時/kg～約10kW時/kgに制御し、

混合ゾーンの中に粒状含炭素物質を導入して前記C/F比を維持しながら熱プラズマと混合して、含炭素粒子が約2000K～3000Kの温度に達する反応性熱気体混合物であって、反応性フッ素含有前駆体と反応性炭素含有前駆体を含み、かつ約3kW時/kg以上の比エンタルピーを有する前記反応性熱気体混合物を形成し、

30

前記反応性熱気体混合物を前記条件に或る時間の間維持し、そして

前駆体を含有する反応性熱気体混合物を、冷却ゾーンの中で、少なくとも一つの望まれるフルオロカーボン化合物を含有する生成物混合物が生成するように、急速に冷却する工程を含む、フルオロカーボンを製造する方法。

【請求項8】

反応性熱気体混合物は、約500～ $10^8$ K/秒の冷却速度で、約100K～約1200Kの選択された冷却温度範囲に急速に冷却され、そして冷却熱混合物中の前駆体は、最終生成物中にテトラフルオロエチレン( $C_2F_4$ 、TFE)、ヘキサフルオロエタン( $C_2F_6$ )、ヘキサフルオロプロパン( $C_3F_8$ )、オクタフルオロプロパン( $C_3F_8$ )、およびテトラフルオロメタン( $CF_4$ 、四フッ化炭素)からなる群の望まれるフルオロカーボン化合物の少なくとも一つを生成する時間の間、選択された冷却温度範囲で反応させられる、請求項7記載の方法。

40

【請求項9】

実質的に非消耗性の電極がプラズマバーナーによって提供され、電極が、銅、ニッケル、および銅/ニッケル合金の電極からなる群から選択された陽極および陰極を含み、任意的には、グラファイトおよびドーパされたグラファイトからなる群から選択された挿入体を有していてもよく、渦がプラズマ中に発生していてもよく、また、混合ゾーンはバーナ

50

一のテールフレームの領域に位置していてもよく、そして、電極を約1300K未満の温度に冷却しかつ維持する工程を含む、請求項1～8のいずれか1項に記載の方法。

【請求項10】

熱プラズマを収容するのに適する高温ゾーン、  
高温ゾーンの中に電気アークを生じさせて、このゾーンの中に供給された投入材料を、含フッ素種および含炭素種を含む熱プラズマに転化させるための実質的に非消耗性の電極、  
投入材料が熱プラズマに転化されるように、投入材料を高温ゾーンの中に導入するための投入材料供給手段、

10

熱プラズマを粒状材料と混合させ、反応性熱混合物を形成させるのに適する混合ゾーン、

制御されたエンタルピー条件下で、反応性フッ素含有前駆体および反応性炭素含有前駆体を含む反応種を含有する反応性熱混合物を形成するために、熱プラズマ混合ゾーン中に粒状含炭素物質を導入するための粒状物質導入手段、

反応性熱混合物を、制御されたエンタルピー条件下、および制御されたC/F比で、反応性フッ素含有前駆体および反応性炭素含有前駆体を含む反応種を含有する反応性熱気体混合物にするのに適する反応ゾーン、

反応性熱混合物中の比エンタルピーおよびC/F比を制御するための制御手段、および少なくとも一つの目的のフルオロカーボン化合物を含有する最終生成物を生成するための制御された方法で、反応性熱混合物を冷却するための冷却手段を含む、フルオロカーボン化合物を製造するための装置。

20

【請求項11】

実質的に非消耗性の電極がプラズマバーナーの中に提供され、銅、ニッケル、および銅/ニッケル合金の電極からなる群から選択され、任意的には、グラファイトおよびドーパされたグラファイトからなる群から選択された挿入体を有していてもよく、ここで、電極を約1300K未満の温度に冷却し、かつその温度に維持するための冷却手段が設けられており、また、高温ゾーンの中の熱プラズマの中に渦を発生させるために、プラズマバーナーの一部として渦発生器が設けられていてもよい、請求項10記載の装置。

【発明の詳細な説明】

30

【0001】

本発明はフルオロカーボン化合物の製造方法およびフルオロカーボン化合物の製造装置に関する。特に、本発明は最少の廃物生成をもって必要なフルオロカーボン化合物の連続した選択的製造を行うのに適する方法および装置に関する。

【0002】

本発明の一態様によれば、必要なフルオロカーボン化合物の製造方法が提供され、この方法は次の工程を含んでいる：

高温ゾーンを提供し；

高温ゾーンの中に少なくとも一つの投入材料を供給してそれによって含フッ素種と含炭素種を含む熱気体本体 (body of hot gas) を生じ；

40

熱気体本体の中のC/Fモル比を約0.4～2の間の選択値に制御し；

熱気体本体の比エンタルピー (specific enthalpy) を、反応性フッ素含有前駆体と反応性炭素含有前駆体を含む反応種を含有する反応性熱気体混合物 (reactive thermal gaseous mixture) を形成する時間の間、約1kW時/kg～約10kW時/kgの間に制御し；そして

反応性熱気体混合物を、望まれるフルオロカーボン化合物を含む最終生成物を生成するように選択された冷却速度で且つそのように選択された冷却温度に冷却する。

【0003】

熱気体本体の中のC/F比は代表的には、エネルギーの最適利用をもって前記前駆体の最適の生成を可能にするように選択される。

50

## 【0004】

別に規定されていない限り、本明細書中に示された比エンタルピーは熱気体混合物に関するものであり、そして熱気体混合物1kg当たりの値を表わしている。

## 【0005】

投入材料は、投入気体流であってよく、かつ少なくとも一つのフルオロカーボン化合物を含んでいてもよい。従って、投入材料は、必要なフルオロカーボン最終生成物が製造されるのを可能にするために、熱気体本体中の必要なC/Fモル比を与えるように選択された一つまたはそれ以上のフルオロカーボン化合物を含んでいてもよい。フルオロカーボン化合物は短鎖であってよく、代表的には、一般式 $C_n F_m$ (式中、 $0 < n \leq 10$ であり、そして $m = 2n$ 、 $2n + 2$ 、または $2n - 2$ (ただし、 $n > 1$ である)である)の $C_1$  ~  $C_{10}$ ペルフッ素化炭素化合物であり、たとえば、ジフルオロエチン( $C_2 F_2$ )、テトラフルオロエチレン( $C_2 F_4$ 、TFE)、ヘキサフルオロエタン( $C_2 F_6$ )、ヘキサフルオロプロペン( $C_3 F_6$ )、オクタフルオロプロパン( $C_3 F_8$ )、テトラフルオロメタン( $C F_4$ )、オクタフルオロブテン( $C_4 F_8$ )、またはデカフルオロブタン( $C_4 F_{10}$ )のような気体フルオロカーボンである。

10

## 【0006】

本発明方法によって製造される所望のフルオロカーボン化合物は、典型的には、 $C_1 - C_4$ フルオロカーボン、例えばテトラフルオロエチレン( $C_2 F_4$ 、TFE)、ヘキサフルオロエタン( $C_2 F_6$ )、ヘキサフルオロプロペン( $C_3 F_6$ )、オクタフルオロプロパン( $C_3 F_8$ )、およびテトラフルオロメタン( $C F_4$ 、四フッ化炭素)、である。

20

## 【0007】

所望のフルオロカーボン最終生成物として特に述べられたフルオロカーボンのいくつかは、可能な投入フルオロカーボンと同じ前述の化合物であることが気づかれるであろう。それ故、本発明は、利用可能であるがしかし所望しないフルオロカーボンを、他の所望されるフルオロカーボン化合物に効率よく変換する方法、およびフルオロカーボン化合物の混合物を、1種またはそれ以上の所望のフルオロカーボン化合物に変換する方法、を提供することをもくろんでいる。

## 【0008】

本発明の別の態様によれば、本発明の方法はさらに、制御されたエンタルピー条件下で、熱気体本体の中に、粒状含炭素物質を導入して、反応性熱気体混合物の中に、含炭素物質から誘導された反応性前駆体を形成する工程を含んでいる。投入材料がフルオロカーボン化合物を含有している場合には、反応性前駆体は従って、フルオロカーボン化合物から及び粒状含炭素物質から誘導されてもよい。

30

## 【0009】

従って、本方法は  
高温ゾーンを提供し；  
高温ゾーンの中に、少なくとも一つのフルオロカーボン化合物を含有する投入気体流を導いて熱気体本体を生じ；  
制御されたエンタルピー条件下で、粒状含炭素物質を熱気体本体の中に導入して、約0.4 ~ 2の間のC/Fモル比および約1kW時/kg ~ 約10kW時/kgの間の比エンタルピーを有する反応性熱混合物を生成させ；少なくとも一つの反応性熱気体混合物を生成させる時間間隔において前記の比エンタルピーを調節し、かつ前記混合物は、フルオロカーボン化合物と粒状含炭素物質から誘導された望まれる含フッ素前駆体と含炭素前駆体を含む反応種を含有しており；そして  
この反応性熱混合物を、少なくとも一つの望まれるフルオロカーボン化合物を含有する生成物混合物を生成する仕方で冷却する；  
各工程を含んでいてもよい。

40

## 【0010】

高温ゾーン中の熱気体本体は、前記投入気体によるプラズマを発生させることによって、たとえば、少なくとも一対の電極の間の前記高温ゾーンの中にアークを発生させることに

50

よって、提供されてもよい。本明細書において定義されているような電極は実質的に非消耗性の電極であってもよい。

【0011】

熱気体本体の中に形成される反応種は、投入気体流の組成、粒状含炭素物質の特性、およびその他の因子に依存するであろう。さらに、特定の反応種は粒状含炭素物質の導入前でさえ熱気体本体の中に形成されてもよく、そして更に反応種が前記含炭素物質の導入後に形成されてもよい。これら反応種については後で詳しく記述する。反応種は、選択された反応温度に急速冷却する適切な条件下でさらに反応するときに必要なフルオロカーボン生成物（単数または複数）を生じるであろうような特定の必要な前駆体を包含する。

【0012】

後で詳しく説明するが、反応種の中に望まれる前駆体を含有している反応性熱混合物を冷却する仕方は最終フルオロカーボン生成物（単数または複数）を決定する。従って、冷却工程は好ましくは、冷却速度、冷却される温度の範囲、および冷却される熱混合物が冷却温度範囲に保たれる時間、のどれもが、最終生成物として生成される少なくとも一つの望まれるフルオロカーボン化合物の特性を決定するように選択されている。

【0013】

粒状含炭素物質は、望まれる前駆体を含む反応種を含有し且つ好ましくは約3 kW時/kg以上の比エンタルピーを有する反応性熱混合物を形成するような仕方およびそのようなエンタルピー条件下で、熱気体本体たとえば熱プラズマの中に導入されてもよい。この粒状含炭素物質は熱気体本体の中に導入される前に予備加熱されてもよい。粒状含炭素物質の供給速度およびその予備加熱温度は従って、反応性熱混合物の中で含炭素粒子が約2000 K ~ 3000 Kの温度に到達するような前記反応性熱混合物を提供するように制御されてもよい。

【0014】

粒状の含炭素物質は高温ゾーン中の熱気体本体の中に直接に導入されてもよいし、または高温ゾーンから出る熱気体本体と混合するための混合ゾーンの中に導入されてもよい。

【0015】

従って、本方法は、  
実質的に非消耗性の電極の間のアークを提供することによって、高温ゾーン、および高温ゾーンの近くに混合ゾーン、を提供し；  
高温ゾーンの中に、少なくとも一つのフルオロカーボン化合物を含有する投入気体流を供給し、そして含フッ素種と含炭素種を含有する熱プラズマを前記ゾーンの中に発生させ；  
熱プラズマ中のC/Fモル比を約0.4 ~ 2の間の選択された値に制御し；  
前記高温ゾーンにおいて熱プラズマの比エンタルピーを約1 kW時/kg ~ 約10 kW時/kgの間に制御し；  
粒状含炭素物質を、前記C/F比を維持しながら熱プラズマと混合するための混合ゾーンの中に導入して、反応性熱混合物であって、その中で含炭素粒子が約2000 K ~ 3000 Kの温度に到達する前記反応性熱混合物であって、反応性フッ素含有前駆体と反応性炭素含有前駆体を含む反応種を含有し、かつ約3 kW時/kg以上の比エンタルピーを有する前記反応性熱混合物を形成し；  
前記反応性熱混合物を、ある時間の間、前記条件に維持し；そして  
前駆体を含有する反応性熱混合物を、冷却ゾーンの中で、少なくとも一つの望まれるフルオロカーボン化合物を含有する生成混合物を生成する仕方で急速冷却する；  
各工程を含んでいてもよい。

【0016】

粒状含炭素物質を導入してもよい混合ゾーンは高温ゾーンの一部を形成していてもよいし、または高温ゾーンに直接隣接していてもよい。好ましい態様においては、高温ゾーンはプラズマバーナーのアークの中および周辺および近隣にあってもよいし、そして混合ゾーンはバーナーからの出口に、すなわち、バーナーのテールフレーム（tail flame）の領域中に在ってもよい。

10

20

30

40

50

## 【0017】

本発明は、フルオロカーボン物質を好ましくは炭素の存在下で加熱して制御されたC/F比および約1kW時/kg～約10kW時/kgの間の比エンタルピーを有する熱気体本体を生じ、そしてこの反応混合物を約800K未満の温度に急速に急冷(quick)することによって、テトラフルオロエチレン(C<sub>2</sub>F<sub>4</sub>、TFE)、テトラフルオロメタン(CF<sub>4</sub>)、ヘキサフルオロエタン(C<sub>2</sub>F<sub>6</sub>)およびヘキサフルオロプロパン(C<sub>3</sub>F<sub>8</sub>)のようなフルオロカーボンが製造できるということに基づいている。この反応に要求される高いエンタルピーは一般に、グラファイト抵抗体を使用しての抵抗加熱、ラジオ周波数を使用してのグラファイトの誘導加熱、誘導結合または容量結合されたプラズマ発生、低周波交番電流によるプラズマ発生、または様々な電極システムたとえば低消費強冷炭素電極や冷却非炭素電極や強冷非炭素/炭素電極を使用しての直流によるプラズマ発生のような方式によって達成されてもよい。

10

## 【0018】

従って、本発明の目的は、反応種を含有する高温プラズマが形成されることであり、その反応種の中の幾つかが炭素と共に望まれる反応性前駆体を形成し、その前駆体が炭素の存在下で急冷中および急冷後に望まれるフルオロカーボン生成物を生成する。

## 【0019】

高温プラズマがそれによって発生されるところの投入気体がフルオロカーボン化合物を含んでいる場合には、次のような反応種、すなわち、CF<sub>3</sub>、CF<sub>2</sub>、CF、F、Cおよびそれらのイオンが形成されるであろう。

20

## 【0020】

プラズマガスを炭素粒子と混合すると、次のような反応種、すなわち、C(気体)、C(固体)、C<sup>+</sup>(イオン)、C<sub>2</sub>(気体)、C<sub>2</sub>F<sub>2</sub>(気体)、C<sub>2</sub>F<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>F<sub>6</sub>、C<sub>3</sub>(気体)、CF(気体)、CF<sup>+</sup>(イオン)、CF<sub>2</sub>(気体)、CF<sub>3</sub>(気体)、CF<sub>4</sub>(気体)、F(気体)、F<sup>-</sup>(イオン)、e(電子)が形成されるであろう。これら反応種の中で、C<sub>2</sub>F<sub>4</sub>(TFE)製造のための望まれる前駆体は次のようなもの、すなわち、C<sub>2</sub>F<sub>2</sub>、CF<sub>2</sub>、CF<sub>3</sub>、CFおよびFである。従って、熱気体本体のエンタルピー、熱気体本体の中のC/F比、および広く使用される圧力は、反応性熱混合物の中でのこれら反応性前駆体の優勢を促進するように制御されてもよい。

## 【0021】

実験的手法においては、本プロセスは0.01バール～1.0バールの範囲の圧力で、投入フルオロカーボン化合物としてCF<sub>4</sub>を使用し、そして非冷却炭素電極をもつ直流(DC)プラズマ装置および40～120A/cm<sup>2</sup>の範囲の電流密度によって、実施された。かかる炭素電極は特定の温度および圧力の条件下で特定レベル以上の電流が電極に流れると、たとえば、大気圧および約4000Kの温度で100A/cm<sup>2</sup>を越す電流が電極に流れると、昇華する。(これは例示であり、後で図35を参照して更に説明する)。炭素電極の昇華が起こる電流レベルは圧力の低下によって低下することが測定された。約80A/cm<sup>2</sup>を越す電流で、そして約0.01～0.1バールの圧力では、測定可能な量の炭素が昇華する。また、炭素の昇華温度は同様に、圧力の低下によって低下する。約0.01～0.1バールの圧力では昇華温度は約3000Kに降下する。(これは後で図27～30を参照して更に説明する。)

30

40

## 【0022】

フルオロカーボン出発材料としてCF<sub>4</sub>を使用し、そして非冷却炭素電極による直流プラズマ発生を用いた上記の実験的手法においては、電極からの昇華炭素はTFEのかなりの収率(約80%)のために必要とされるのに十分な炭素を提供し、そうして、炭素電極を急速に消耗させていると考えられる。従って、かかる手法は連続操作にすぐに適しないことは明らかである。

## 【0023】

従って、この実験研究は非冷却炭素電極をもつプラズマ装置の使用が非実用的であることを示した。何故ならば、電極が消耗したので、この製造プロセスを、数分より以上の間、

50

走行することが不可能になったからである。

【0024】

出願人は、実質的に非消耗性の電極を使用するプラズマ装置は本プロセスを実質的により長い時間、すなわち、数時間まで、走行させるのに成功裏に使用できることを見出した。出願人によって行われた研究にかかわる重要な点は、高い操作温度での（たとえば、約1300Kまでの温度での）フッ素による化学的腐食に対して優れた抵抗性を示す材料から製造された電極が必要であること、およびそれと共に、電極を約1300K未満の温度に冷却すること、それも強く冷却すること、たとえば、グラファイトの場合には約800K未満に冷却すること必要であることを実証していることである。

【0025】

非消耗性電極は、実質的な消耗無しで、すなわち、実質的な劣化および/または浸食を受けないで、数分より長く且つ数時間まで操作できる電極を意味する。代表的には、冷却された又は強く冷却された金属電極たとえば銅または銅合金の電極が使用されてもよく、それらは炭素またはグラファイトの挿入体（insert）のような適切な耐熱性材料の挿入体を有していてもよい。挿入体は代わりに、ドーブされたグラファイトまたは高温金属合金たとえばタングステン、トリア化タングステン、その他のドーブされたタングステン合金、ジルコニウム、ハフニウム、炭化ハフニウム、タンタル、炭化タンタルまたはその他の適する高温材料であってもよい。電極については後で更に詳しく記述する。電極はプラズマ発生装置たとえば高圧DCプラズマバーナーの一部を形成していてもよい。以下においては、本発明の方法は高温プラズマを発生させる手段として高圧DCプラズマバーナーを使用することを引用して記述されている。かかるプラズマバーナーは適宜、1つより多く、好ましくは3つ用意されてもよく、テールフレームの出口部を有するプラズマバーナーが従来の方法において形成され、そして該バーナーは、製造装置の一部を成す混合チャンパーの中に延びて配列されてもよい。

【0026】

上記の通り、電極は好ましくは非消耗性の、冷却された金属電極であり、場合によっては、グラファイトのような挿入体を有する。かかる電極が比較的長寿命であること以外の好ましい理由の一つは、電極の浸食が全く起こらないか又は極く僅かしか起こらないことであり、その結果、浸食生成物が全く形成されないか又は極く僅かしか形成されず、そしてバーナー出口部分の閉塞が回避される。消耗性炭素電極を使用した実験研究では、炭素が昇華し、そしてバーナーの冷却器出口領域で昇華炭素の固化が起こることが判明した。固化した炭素は硬い塊に成り、それはバーナーの出口の閉塞を起こさせるばかりでなく、反応性混合物の急速冷却を行うために設けられた急冷手段の付着物堆積および閉塞を起こさせる。それについては後で詳述する。かかる炭素析出および固化は従って、プロセスの連続走行を妨げ、そして/または損なうであろう。

【0027】

本発明によって意図された非消耗性電極、たとえば、グラファイト挿入体を有する冷却された銅または銅合金の電極を用いると、プロセスを数時間、すなわち、約8時間を越えて約3日まで、走行することができるようになる。本発明のこの特徴は副生物の再循環を可能にする仕方で、最少の廃棄排出物の形成をもって、本明細書に記載されているようなフルオロカーボン生成物特にTFEを製造するための実用的な工業的製造方法を提供する可能性を生じさせる。

【0028】

複数の、たとえば、3個のプラズマバーナーを使用した場合、それらは混合ゾーンの中に延びるように、たとえば混合チャンパーの形態で、配列されてもよく、そのような仕方では、使用中に、それらプラズマバーナーのテールフレームは混合チャンパーの中まで延びるのであるし、そうすると、延びた高温ゾーンが確立されるであろうし、その高温ゾーンは高温ゾーンの中の温度より僅かだけ低い温度をもつ混合ゾーンによって囲まれている。

【0029】

投入気体流の中のフルオロカーボン化合物は $CF_4$ または $C_2F_6$ またはその混合物のよ

10

20

30

40

50

うな化合物であってもよいし、またはF<sub>2</sub> 気体の希釈混合物から成っていてもよいし、またはF<sub>2</sub> 気体の希釈混合物を含んでいてもよい。実際には、好ましいエンタルピーのレベルは投入気体の組成に依存して最適な操作および製造の効率を確保するように調節されなければならないであろう。

#### 【0030】

粒状含炭素物質は細かい粒状形態で、たとえば、約10<sup>-3</sup> mm ~ 約0.3 mmの粒子サイズを有して、熱気体本体の中に導入されてもよい。先に示したように、供給速度は好ましくは、反応性熱混合物の中のC/Fモル比が約0.4 ~ 2になるように、且つ熱混合物中の炭素粒子が約2000 K ~ 3000 Kの温度に到達するように、調節される。反応性熱混合物の比エンタルピーは好ましくは、約3 kW時/kg以上に保たれる。反応性熱混合物のエンタルピー（および従って温度）は、中でも、温度および添加炭素粒子の量に依存するであろうことは明らかであろう。

10

#### 【0031】

粒状含炭素物質はホッパーから混合ゾーンの中に供給されてもよく、そして混合ゾーンの中に供給される前にホッパーの中でまたはホッパーと混合ゾーンの間で予備加熱されてもよい。粒状含炭素物質は小規模操作のためには0.1 g/分のような低い速度で混合ゾーンの中に導入されてもよく、この速度は工業規模の操作のためには、望まれたC/Fモル比を維持するために増大されるであろう。この物質は粒状炭素であってもよい。炭素は好ましくは、実質的に純粋であるべきであるが、少量の灰分を含有してもよい。特に、炭素中の水素、珪素および硫黄の含分は可能な限り低くあるべきである。炭素は好ましくは実質的に水素、珪素および硫黄を含有すべきでない。

20

#### 【0032】

混合ゾーンは代表的には、約0.01 ~ 1.0バールの圧力であろう。混合ゾーンの中では、反応性熱混合物はプラズマ中での炭素と反応種との反応の結果として形成され、前記反応性熱混合物は望まれた反応性フッ素含有前駆体と反応性炭素含有前駆体を含有する。反応性熱混合物が急速に冷却され、たとえば、急冷され、そして冷却温度で適切な時間の間反応するにまかせられると、望まれたフルオロカーボン最終生成物が形成される。冷却速度ばかりでなく、冷却後の温度範囲および冷却温度範囲での反応時間は、後で詳述されるように、形成される最終生成物および収率を決定する。

#### 【0033】

粒状炭素は、代わりに又は加えて、高温ゾーンの中に、たとえば、バーナーの電極間のアーク領域の中に導入されてもよいが、先に言及した昇華およびその後の固化および付着の問題がうまく解決できることを条件とする。炭素は好ましくは、混合ゾーンの中に向かっていてもよいプラズマバーナー（単数または複数）のテールフレームの中に導入される。プラズマフレームの最小冷却をもって、混合ゾーンにおける最適なエンタルピー条件を確保するために、炭素粒子は上記の通り予備加熱されてもよい。

30

#### 【0034】

粒状含炭素物質は代わりに粒状ポリテトラフルオロエチレン（PTFE）であってもよいし、またはそれを含んでいてもよい。従って、本方法は高温ゾーンの中に、または混合ゾーンの中に、ポリテトラフルオロエチレン（PTFE）を、またはPTFEと炭素の混合物を導入する工程を更に含んでいてもよい。更に炭素を含有する物質がPTFEである場合には、それは好ましくは混合ゾーンの中に供給される。この手法ではPTFEの廃棄物供給を利用してよいことは明らかであり、PTFE廃棄物が再使用され、再加工される。

40

#### 【0035】

本方法はさらに、高温ゾーンまたは混合ゾーンの中にフッ素ガスを導入する工程を含んでいてもよい。従って、投入気体流はフッ素ガスを含んでいてもよく、そしてフッ素ガスはたとえば、投入気体の約5 ~ 30モル%の量で存在してもよい。

#### 【0036】

反応性熱混合物のエンタルピー条件は代表的には、約1 kW時/kgより高い比エンタル

50



ピーに、好ましくは、約3 kW時/kg以上に保たれる。先に示した通り、炭素粒子は高温ゾーンで形成された反応種と反応し、そこでは、熱が炭素粒子に伝達されて、中でも、望まれる反応性フッ素含有前駆体および反応性炭素含有前駆体を反応性熱混合物の中に形成し、たとえば、 $CF_2$ 、 $C_2F_2$ 、 $CF_3$ 、 $CF$ および $F$ を形成し、それらは冷却そして更なる反応によって、 $TFE$ 、 $C_2F_6$ 、 $C_3F_6$ 、 $C_3F_8$ および $CF_4$ のようなフルオロカーボン化合物を形成する。冷却または急冷の速度、急冷温度の有効範囲、および反応性混合物が急冷後にその具体的温度範囲内に滞留する時間を制御することによって、上記生成物の中のどれかの収量を増加させることが可能である。たとえば、 $TFE$ の最大収量を得るためには、反応性前駆体を約0.05秒未満で約800 K未満に冷却することが好ましい。また、たとえば、反応性化合物 $C_2F_2$ を単離することは、反応性前駆体を約100 K未満に急速に冷却することによって可能である。

10

**【0037】**

一般的に、反応性熱混合物の冷却は、選択された冷却期間内および冷却温度の選択された範囲に依存するであろう、そして前記熱混合物は、選択された時間の間で選択された範囲内に維持され、そしてこれらのパラメーターの全ては、最終生成物において生成された所望のフルオロカーボン化合物を定めるように選ばれる。

**【0038】**

$C_2F_6$ の収量を向上させるためには、0.05~3秒のオーダーの、より長い冷却時間を使用できる。他方、冷却が800 Kより高い温度まで、たとえば、約1000 K~約1200 Kの温度までである場合には、 $C_3F_6$ の収量を最大にすることができる。反応性前駆体が急速に冷却されない場合には、生成物は主に $CF_4$ である。製造プロセス中にフッ素が混合ゾーンの中に供給される場合には、大規模での $CF_4$ 製造が達成できる。

20

**【0039】**

冷却工程は通常の技術に従って、たとえば、冷壁熱交換器または単管または多管熱交換器を使用することによって、または冷流体混合によって、またはそれらの組合せによって、またはその他の適切なやり方で、達成されてもよい。冷却工程に使用される熱交換器は好ましくは、反応性前駆体を約2500 Kから約800 K未満に冷却することを、非常に短い時間で、代表的には約0.1秒未満で、可能にするタイプであるべきである。冷流体混合によって冷却または急冷が達成される場合、冷流体はフルオロカーボンガスまたは適切な不活性ガスであってもよい。

30

**【0040】**

従って、本方法は冷却ゾーンの中で反応性前駆体を、望まれる最終生成物に依存して、約500~10<sup>8</sup> K/sの速度で、約100 K~約1200 Kの選択された値に急速に冷却しその選択温度で前駆体が適切な時間の間反応するにまかせる工程を含んでもよい。

**【0041】**

たとえば、本発明は、反応性前駆体を0.05秒で約800 K未満に冷却しそして適切な反応時間の間、たとえば、約0.01秒の間反応させることによって $TFE$ を製造する方法を提供する。また、反応性前駆体を約0.05~3秒で約800 K未満に冷却しそして適切な反応時間の間反応させることによって $C_2F_6$ を製造する方法；または、反応性前駆体を約0.05~3秒で約800 K~約1000 Kに冷却しそして適切な反応時間の間反応させることによって $C_3F_6$ を製造する方法を提供する。さらに、本発明は反応性前駆体を約100 K未満に急速に急冷しそして適切な反応時間の間反応させることによって $C_2F_2$ を製造する方法；または、反応性前駆体を急冷無しで反応させることによって $CF_4$ を製造する方法を提供する。

40

**【0042】**

たとえば、冷壁管状熱交換器を使用した場合には、最適 $TFE$ 収量は熱交換器のパラメーターたとえば管の直径および長さ、冷却用流体の温度、プロセス流の質量流束(mass flux)を正しく選択することによって得られる。

一般的に、急冷時間および前述の冷却された温度は、実施において、熱交換器を通る質量流束および熱交換器の長さを変えることによって調節される。好ましくは、固定された壁

50

の熱交換器が使用される。例えば、冷却用流体および熱混合物を混ぜることなしに操作され、そして熱伝導分離壁が冷却用流体と熱混合物との間に提出されている熱交換器である。これは、次の大規模の分離手順を避ける利益がある。

【0043】

従って、本方法は生成物混合物から少なくとも一つの望まれるフルオロカーボン化合物を単離する工程をさらに含んでいてもよい。生成物混合物中のその他の成分は分離され、そして再循環されてもよい。

【0044】

本方法は約0.01～1.0バールの絶対圧力で実施されてもよい。

【0045】

先に指摘したように、粒状炭素および/またはポリテトラフルオロエチレン(PTFE)および含フッ素化合物をプラズマの中に導入する速度は好ましくは、プラズマ中でのC/F比を約0.4～2.0のレベルに、好ましくは約1に、調節するようなものであるべきである。炭素と同様に、PTFEは約 $10^{-3}$  mm～0.3 mmの粒子サイズを有する粉末の形態で導入されてもよい。好ましくは、この粒子サイズは約 $10^{-3}$  mmである。

【0046】

炭素および/またはPTFEは重力供給メカニズムによって、または気体移送によって、好ましくは、投入気体流の一部を流れ移送手段として使用することによって、混合ゾーンの中に導入されてもよい。実際には、炭素供給ホッパーの中の圧力は選択される最適圧力より低い値に、言わば、約 $10^{-2}$  バール(絶対圧力)に下げてもよく、そして、その後で圧力をフルオロカーボン気体の導入によって上昇させ最適レベルに設定してもよい。先に指摘した通り、望まれた比エンタルピーの達成および制御を向上させるために及び最適性能を確保するために、炭素および/またはPTFEの粒子の温度はそれらを混合ゾーンに導入する前に調節されてもよい。

【0047】

フッ素と炭素の間の反応が高発熱性であるので、混合ゾーンの中へのフッ素の制御された導入によって、必要なエネルギー入力を軽減することが可能である。エネルギー入力を最適にするために、その他の方法を利用してよい。

【0048】

従って、本方法はフッ素を混合ゾーンの中に導入する工程を含んでいてもよい。フッ素はフルオロカーボン気体との混合物として導入されてもよい。混合物中のフッ素の量は約5～30モル%であってもよい。

【0049】

系の中にフッ素を導入する場合には、導入されるフッ素と導入される炭素と投入気体との間の比率を調節して、C/F比を約0.4～2.0に、好ましくは約1に、かつ混合物の比エンタルピーを約1 kW時/kg～10 kW時/kgに、好ましくは約3 kW時/kgに、フルオロカーボン供給気体の場合には、保つことが重要である。フッ素は、たとえば、プラズマバーナー(単数または複数)のテールフレームの中に導入されてもよい。

【0050】

生成物混合物は未反応の含炭素粒子を含んでいてもよい。従って、本方法は生成物混合物から固体粒子を、たとえば、生成物混合物を濾過することによって、除去する分離工程を含んでいてもよい。生成物混合物は、たとえば、高温フィルター、たとえば、PTFEフィルター、SiCフィルターまたは金属フィルターに通して濾過されてもよい。生来、気体流から固体物質を除去するのに適した他のあらゆる分離方法、たとえば、サイクロン分離、を使用してよい。

【0051】

本方法は分離工程で除去された含炭素粒子をホッパーに戻して再循環させる工程を含んでいてもよい。

【0052】

実際には、本方法は好ましくは、不要および/または不安定な生成物の形成を生じる結果

10

20

30

40

50

となる $N_2$  または $O_2$  または水蒸気の進入を最少にするような仕方で制御される。

【0053】

H F または $F_2$  のような化合物は気体 - 固体分離工程の前または後に、好ましくは後に、生成物混合物から除去されてもよい。従って、本方法は、H F または $F_2$  のような不純物を除去するために生成物を一つまたはそれ以上の化学トラップまたは冷トラップに通す工程をさらに含んでいてもよい。たとえば、生成物は $F_2$  を除去するために代表的には700 Kの温度で炭素含有トラップに通されてもよく、そしてH F を除去するためにNa F 含有トラップに通されてもよい。代わりに、生成物を冷却してH F を液化することによってH F を除去してもよい。代わりに、反応性フッ化物を気体生成物から除去するために希アルカリ溶液、好ましくはK O H 溶液によってスクラビングすることによってフッ化物不純物を除去してもよい。

10

【0054】

本方法はさらに、生成物気体を圧縮する工程を含んでいてもよい。生成物気体は約20 バール未満の圧力に圧縮されてもよく、好ましくは、生成物気体の成分を安全な条件下で蒸留または膜分離するのに十分高い圧力である約10 バールに圧縮されてもよい。圧力は生成物気体の中の不飽和成分の自発重合またはT F E から炭素および $C F_4$  への発熱転化を禁止または防止するのに十分低く保たれるべきである。本発明は圧縮工程および分離工程中に、安全な操作を確保するために禁止剤を添加することも意図している。

【0055】

代わりに又は加えて、その他の精製手法たとえば遠心分離を使用してもよい。

20

【0056】

生成物気体は代表的には、適切な禁止剤の添加をもって、加圧槽中に制限され容積で貯蔵されるか、または更に化学的変換たとえば重合してP T F E を製造するための他のプラントに移されてもよい。不要生成物フルオロカーボン気体は投入気体流の中に再循環されて再使用されてもよい。

【0057】

本発明の別の態様によれば、フルオロカーボン化合物の製造装置が提供され、その装置は、

熱気体本体を収容するのに適する高温ゾーン；

高温ゾーンの中に高温を生じさせて、高温ゾーンの中に導入された投入物質を含フッ素種および含炭素種を含有する前記熱気体本体に転化させるための、熱発生手段；

30

投入物質が前記熱気体本体に転化されるように、投入物質を高温ゾーンに導入するための、投入物質供給手段；

調節されたエントロピー条件下で、かつ調節されたC / F 比で、前記熱気体全体を、反応性含フッ素前駆体および反応性含炭素前駆体を包有する反応性種を含有する反応性熱気体混合物を生成させるのに適した、反応ゾーン；

反応性混合物の比エントロピーおよびC / F 比を調節するための、調節手段；および反応性熱混合物を、少なくとも一つの望まれたフルオロカーボン化合物を含有する最終生成物を生成するように制御された仕方で冷却するための、冷却手段；を含んでいる。

【0058】

40

この装置は、更に、熱気体全体を粒状物質と混合して反応性熱混合物を生成させるのに適した混合ゾーンを含ませることができ、そして混合ゾーンにおいて、制御されたエントロピー条件下で前記粒状含炭素物質を熱気体全体に導入して、反応性含フッ素前駆体および反応性含炭素前駆体を包含する反応性種を含有する前記反応性熱混合物を生成させることができる。

【0059】

熱発生手段は好ましくは、前記投入気体流によってプラズマを発生することが可能である。熱発生手段はアークを発生させるために高温ゾーンの中に配置された少なくとも一対の実質的に非消耗性の電極を含んでいてもよい。アークは気体流を加熱して、約1 kW時 / kg ~ 約10 kW時 / kg の、好ましくは約3 kW時 / kg 以上の比エンタルピーを有す

50

るプラズマを発生させるようなものである。上記の通り、電極は好ましくは非消耗性の電極である。

【0060】

非消耗性電極は実質的に消耗されないで又は実質的な劣化および/または浸食無しで数時間にわたって操作できる上記電極を意味する。

【0061】

それ故、熱発生手段は、銅、ニッケル、および銅/ニッケル合金の電極から成る群から選ばれた実質的に非消耗性の一对の電極を有する少なくとも1つのプラズマバーナーを含んでいてもよく、任意的に黒鉛およびドーブされた黒鉛から成る不活性物を含んでいてもよい。また、熱発生手段において、電極を約1300Kの温度に維持するために電極を冷却する冷却手段が提供される。

10

【0062】

混合ゾーンは高温ゾーンの一部を形成してもよいし、または高温ゾーンに直接隣接していてもよい。本発明の好ましい態様においては、本装置は、本明細書に記載されているような実質的に非消耗性の電極を備えた少なくとも一つのプラズマバーナーを含んでいてもよい。高温ゾーンはプラズマバーナーの電極間に発生したアークの中および周辺の、およびアークに直接隣接した、ゾーンであってもよい。混合ゾーンはバーナーからの出口にあってもよい、すなわち、バーナーのテールフレームの領域にあってもよい。

【0063】

本装置は複数の、好ましくは3つのプラズマバーナーを含んでいてもよく、そして混合ゾーンは混合チャンバーであってもよい。これらバーナーは、使用中にそれらのテールフレームが混合チャンバーの中に延びるような仕方で、混合チャンバーの中に延びて配列されており、そうすると、高温ゾーンの中の温度より僅かだけ低い温度の混合ゾーンで囲まれた、延長された高温ゾーンが確立される。

20

【0064】

気体流導入手段はプラズマバーナーの一部を成す渦発生器であってもよく、そして投入気体流は渦発生器を経て高温ゾーンの中に導入されてもよい。本装置はプラズマを回転させるために高温ゾーンのまわりに磁界を発生させる磁気コイルを含んでいてもよい。

【0065】

粒状含炭素物質を高温ゾーンの中に導入するための粒状物質導入手段はホッパーであってもよく、それは約 $10^{-3}$  mm ~ 約0.3 mmの粒子サイズを有する粒状物質を、約0.1 g/mmのような低い速度乃至操作パラメーターによって要求されるような増大した速度で、そして先に説明したような適切なC/F比を維持するように、分配するよう設計されていてもよい。ホッパーは粒状物質を混合ゾーンの中に、たとえば、プラズマバーナーのテールフレームの中に、導入するように配列されていてもよい。代わりに、それは粒状物質をアークの中に導入するように配列されていてもよいが、これは、先に言及した付着や閉塞を引き起こす炭素素材の昇華とその後の固化によって生じる問題の観点では好ましくない。

30

【0066】

本装置はさらに、粒状含炭素物質が混合ゾーンに入る前に粒状含炭素物質を加熱するために、ホッパーと混合ゾーンの間に位置する加熱手段を含んでいてもよい。本装置はまた、装置を約0.01 ~ 1.0 パールの圧力に排気するための真空ポンプを備えていてもよい。

40

【0067】

本装置は熱交換器、たとえば、単管または多管熱交換器、または冷流体混合システム、または異なる熱交換システムの組合せを含んでいてもよい。この目的は一つまたはそれ以上の望まれたフルオロカーボン生成物を含む生成物混合物を生成するために、反応性熱混合物を急速に冷却し且つその冷却温度に生成物混合物を適切な時間の間維持することである。熱交換器は好ましくは、反応性熱混合物を非常に短い時間で、代表的には約0.1秒未満で、約2500Kから約800K未満に冷却し、そしてその冷却温度に生成物混合

50

物を適切な時間の間維持するタイプのものである。

【0068】

本装置は望むならば、フッ素をプラズマバーナーのテールフレームの中に、または混合ゾーンの中に導入するためのフッ素導入手段を含んでいてもよい。フッ素と炭素の間の反応が高度に発熱性であるので、混合ゾーンにフッ素を制御して導入することによって、このシステムに必要なエネルギー入力を軽減することが可能である。

【0069】

本装置はさらに、生成物混合物から固体粒子を除去するための分離手段を含んでいてもよい。たとえば、分離手段は高温フィルターたとえばPTFE、SiCまたは金属フィルターであってもよい。それは代わりにサイクロン分離器であってもよい。本装置はさらに、分離工程で除去された炭素をホッパーに戻して再循環させる手段を含んでいてもよい。本装置はまた、HFまたはF<sub>2</sub>のような不純物を除去するために一つまたはそれ以上の化学トラップまたは冷トラップを含んでいてもよい。

10

【0070】

本装置はさらに、生成物気体を圧縮する圧縮器、および製造された生成物を貯蔵するための貯蔵槽を含んでいてもよい。

【0071】

本発明はまた、フルオロカーボン化合物を製造するための製造プロセスの一部として熱気体本体を高温プラズマの形態で生じさせるための、本発明による装置の一部として使用するのに適したプラズマバーナーにも及び。プラズマはフルオロカーボン化合物を含む投入気体流から発生されるものであり、そして発生したプラズマは従って、CF<sub>3</sub>、CF<sub>2</sub>、C<sub>2</sub>F<sub>2</sub>、CF、F、Cおよびそれらの各イオンを含む反応種を含有する。

20

【0072】

これら反応種の幾つかの腐食特性および比較高い有効な比エンタルピーの観点では、およびプラズマ発生における特定の好ましい操作パラメーターを維持することの重要性の観点では、本明細書中に十分に説明されているように、本発明はこれら条件下で操作するのに適するプラズマバーナー（本明細書中ではプラズマトーチとも称されている）を提供する。

【0073】

本発明によるプラズマバーナーは、陰極と陽極である、その各々が操作端を有する、一对の非消耗性電極（本明細書中に定義されている）を含み；

30

陽極は抵抗性の金属からなり、そして、操作端から出口端へと延びる管状操作面を提供する、開放末端をもつ内部の陽極キャビティを規定している中空構造を有しており；

陰極は抵抗性の金属からなり、そして、その操作端においてボタン型操作面を規定しているグラファイト挿入体を有しており；

陽極と陰極はそれらの操作端がそれらの間の間隙を規定する間隔をもって配列されている端 - 対 - 端の関係で配列され、その間隙は陽極キャビティと一緒にあって、電極間に電位差が印加されたときにアークが発生するアーク位置を規定しており；

電極は冷却用流体が電極中または電極上を流れるためのフローラインを提供するように構成されており；

40

電極は、適切な電気絶縁手段の包含と共に入れ子になる寸法および形状を有し且つ内部が電極の搭載位置を規定するように構成されている複数の環状ハウジング部品から成るハウジングの中に搭載されており；

少なくとも一つのハウジング部品は冷却用流体の導入および排出のための流通路を組み入れており；

少なくとも一つのハウジング部品はアーク位置内に渦を発生させるように投入気体流を導入するための流通路を組み入れており；

配列は、使用中に、電極間に電位差が印加されたときにアーク位置内にアークが発生し、そしてアーク位置内に位置する高温ゾーンの中で投入気体によって高温プラズマが発生し

50

て、陽極キャビティの出口端で発する反応性熱プラズマを生成するようなものである。

【0074】

さらに別の特徴によれば、陽極キャビティの出口端で発する反応性プラズマの中に、粒状含炭素物質を、制御されたエンタルピーの条件下で、導入するための、粒状物質導入手段が設けられていてもよい。

【0075】

構成および操作の更に別の特徴は、本明細書中に含まれている記述、特に図面を引用した記述から明らかになるであろう。

【0076】

次に、本発明を、添付の線図面を引用しながら、具体例によって記述する。全ての図が同一の大きさで描かれているわけではない。

【0077】

図1に示された引用番号10は、本発明に従ってフルオロカーボン化合物を製造する方法に使用するのに適するプラズマトーチを包括的に示している。トーチ10はハウジング内に搭載された銅合金陰極12と銅合金陽極14を含んでいる。ハウジングは、第一、第二および第四の、伝導性の環状ハウジング部品18、20、24と、第三の、絶縁性の環状ハウジング部品すなわち絶縁体22を含み、これら部品は全て、図1で理解できるように、もたせかける配列で固定されている。陰極12と陽極14はハウジング内に同軸に搭載されている。詳細には後述するが、陰極12は、陽極14に隣接する内部操作端12.1および反対側の外端12.2を有している。やはり詳細には後述するが、陽極14は中空であり、そして陰極に隣接した内端部分14.1、反対側の外端14.2、および管状操作面を提供するキャビティ14.3を有している。陰極12の操作端12.1は図1で理解できるように陽極13の端部14.1に受け入れられる。

【0078】

図1、7~11を参照して説明するが、ハウジング部品18および20は各各、両端で開口しており且つそれぞれに通路31、33を規定している中空の円筒状本体30、32からなる。各部品18、20は、その一端に位置する、半径方向の外側に突き出した円盤状フランジ40、42を有している。部品18、20はステンレス鋼から製造されている。本体32は、本体30より小さい直径を有しており、そして図1で理解できるように間隙50をもって本体30の内側に受け入れられる。

【0079】

特に図7および8を参照して説明するが、第一のハウジング部品18の本体30は図7で理解できるように内側が階段になった断面形状をもつ内面30.1を有する。本体30の、フランジ40から遠い方の端における環状リム30.2は内側に突き出しており、そしてシール30.6を受ける環状溝30.3が付与される。プラズマトーチ10の中では、シール30.3は、図1で理解できるように、陽極14の端部14.2の僅かに凹んだ部分に接触する(更に詳しくは後述する)。磁界を発生させるためのコイル37は本体30を取り巻いている(図1)。コイルは0.01~0.30テスラの磁場を発生する。

【0080】

水流出導管30.4は通路31からフランジ40を半径方向に外側へ貫通して延びている。本体30はさらに、フランジ40の隣に外方向の螺旋ねじ部分30.5を、後で詳述するように搭載用フランジを受けるために有している。

【0081】

特に図1および9~11を参照して説明するが、第二のハウジング部品20の本体32は内側表面32.13および外側表面32.1を有し、この外側表面は、プラズマトーチ10の中では、本体30の内側表面30.1と共に、本体32のまわりの環状キャビティ50を規定する(図1)。本体32は先端32.2と;先端32.2から遠い方に、プラズマトーチ10の中では陽極14に寄り掛かる(図1)内肩32.3を有している。水流入導管32.2はフランジ42を半径方向に内側へ貫通して通路33まで延びており、そして水流入導管32.14の隣の気体流入導管32.6も半径方向に内側へ通路33まで延

10

20

30

40

50

びている。フランジ42はさらに、後方向の外方の環状稜線32.7(すなわち、本体32から遠い)と; Oリングを受けるためにフランジ42の両側に本体32に隣接して2つの環状溝32.8を有している。通路33の後方部分は、Oリングを受けるための環状溝32.5とその隣の環状の気体導管溝32.9をもつフランジ42によって規定されるされた内側表面32.4を有する。

【0082】

電気ケーブル(図示されていない)を取りつけるために開口32.11をもった銅コネクタ-32.10が、フランジ42にケーブルを接続するために、フランジ42から突き出している。

【0083】

図1および5および6を参照して説明するが、陽極14は、上記の通り、外端部分14.2と、円筒状開口14.4を規定しているカップ形状の内端部分14.1とを有している。部分14.1は、気体流入導管32.6および気体導管溝32.9を経た気体を導入するための4つの気体開口14.13を、開口14.4の隣に設けられている。開口14.4は肩14.10によって、陽極キャビティを構成し開口14.4を外端部分14.2の中の開口14.6につなぐ狭い軸方向通路14.5からは分離される。カップ形状部分14.1の部分14.6は凹んでおり、そして、切り欠き肩14.8を有している。陽極14の凹んだ部分14.6と第二ハウジング部品20の内側表面32.4の部分は共に、プラズマ Torch 10の中の環状キャビティ55を規定する(図1)。上記の陽極14の外端部分14.2は凹んでいるので、中央部分14.3は僅かに隆起した外観を持つ。ハウジング部品20の先端32.2と肩32.3との間の内側表面32.13は、プラズマ Torch 10の中では、陽極14の隆起部分14.3に寄り掛かる(図1)。陽極は約67mmの長さであり、そしてその最大幅のところでは約32mmの直径を有する。

【0084】

特に図5および6を説明すると、陽極14のライツト部分(raised portion)14.2および切り欠き肩14.8は、長さ方向の溝(longitudinal groove)14.2に限定されている長さ方向のリッジ(longitudinal ridges)14.11を備えている。

キャビティ50、55、流入および流出用導管32.2、30.4、および溝14.12は、図1で理解できるように、陽極を冷却する冷却水が流れる流路を構成している。陽極は銅合金からなり、そして任意的には、軸方向通路14.5の長さ方向に延びている通路14.5のなかの中空の円筒状炭素の挿入体を付与されていてもよい。

【0085】

図12および13を参照して説明すると、絶縁体22は、その中心位置に貫通して延びる通路22.2を有するポリテトラフルオロエチレンの円盤形状の本体23からなる。本体23は部品20のフランジ42に寄り掛かる。フランジ42の外方の環状稜線32.7は本体23の片側の外縁の相補性凹部22.3の中に受け入れられる。相補性凹部22.4は本体23の反対側に位置している。

【0086】

図12および13を説明すると、絶縁体22は、中心に位置している通路22.2を有し、かつそれを通して延びているポリテトラフルオロエチレンのディスク形体から成っている。このディスク形体23は、成分20のフランジ42に対して隣接している。フランジ42の外部環状の隆起部32.7は、ディスク形体23の1つの側上の外側の端上の補足的な凹部22.3に受けられている。相応する凹部22.4は、ディスク形体23の反対側に位置している。

【0087】

図1および14および15を参照して説明すると、第三のハウジング部品24もまた、通路35を規定している中空本体24.1と、この本体24.1の一方の端における外方向フランジ44を含んでいる。フランジ部材24はステンレス鋼からなる。フランジ44の外縁は本体24.1に向かって突き出た環状稜線24.2を有しており、そしてプラズマ

10

20

30

40

50

トーチ 10 の中では、絶縁体 22 の相補性凹部 22 . 4 を受け入れる ( 図 1 および 12 ) 。環状溝 24 . 3 は O リングを受けるための、フランジ 44 の中に備えられている。通路 35 の内側輪郭は階段になっており、そして狭い部分 24 . 4 と、O リングを受ける環状溝 24 . 6 を有する広い部分 24 . 5 と、螺旋ねじ山 24 . 11 を有する更に広い部分 24 . 7 とを有している。プラズマトーチ 10 の中では、陰極 12 の後端部分 12 . 2 は 2 つの通路部分 24 . 5、24 . 7 を受け入れ、そして狭い部分 24 . 4 と広い部分 24 . 5 とを分離する肩 24 . 8 に寄り掛かる ( 図 1 および 14 ) 。螺旋ねじ山 24 . 11 は、後で説明するように陰極の相補性螺旋ねじ部分 12 . 9 ( 図 3 ) と勘合する。水流出導管 24 . 9 は通路 35 からフランジ 44 を半径方向に貫通して外側へ延びている。スエージロック ( Swage Lock ) ( 商標 ) 24 . 10 は、本体 24 . 1 から遠い、円筒状通路 35 への開口の上に溶接されている。後で詳述するように、ステンレス鋼の管 ( 図示されていない ) がスエージロック 24 . 10 を貫通して陰極 12 の中空の内部へと延びている。

10

#### 【 0088 】

電気ケーブル ( 図示されていない ) に取り付けるための開口 24 . 15 を有する銅コネクタ 24 . 14 が、ケーブルをフランジ部材 24 に接続するために、フランジ 44 から突き出ている。

#### 【 0089 】

図 3 を参照して説明すると、陰極 12 は一般に円筒形状であり、上記の通り、閉じた内側のまたは操作する端部分 12 . 1、後方開口 12 . 8 をもつ開いた外端部分 12 . 2、および中空内部 12 . 3 を有している。閉端部分 12 . 1 は環状の肩 12 . 4 を有する。陰極 12 は銅合金からなる。グラファイト挿入体 ( 図示されていない ) を螺旋ねじで受けるような螺旋ねじ切りした円筒開口 12 . 5 が、閉端部分 12 . 1 の中に延びている。本発明の様々な態様において、挿入体はドープされたグラファイトまたは、タングステン、トリア化タングステン、その他のドープされたタングステン合金、ジルコニウム、ハフニウム、炭化ハフニウム、タンタル、炭化タンタルまたはその他の適する高温材料からなる高温金属合金である。かかる陰極は一般に、ボタン型陰極と称されている。中央に位置する外側の螺旋ねじ部分 12 . 9 は上記の通りハウジング部品 24 の螺旋ねじ部分 24 . 11 と勘合する。中空内部 12 . 3 の、後方開口 12 . 8 から遠い方の端壁は湾曲した輪郭 12 . 7 を有する。図 1 を参照して説明すると、プラズマトーチ 10 の中では、第四のハウジング部品 24 の中の導管 24 . 9 は、陰極 12 の後方開口 12 . 8 に隣接した部品 24 の通路 35 の中に開いている。使用中に、冷却水はスエージロック 24 . 10 を貫いて端壁 12 . 7 へ通るステンレス鋼管を通して陰極 12 の中空内部 12 . 3 の中に汲み上げられ、そして部品 24 の中の水流出導管 24 . 9 から出る。端壁の湾曲輪郭 12 . 7 は水流の流れ分布を改良する。陰極 12 は約 40 mm の長さであり、そしてその最大幅のところでは約 20 mm の直径を有する。

20

30

#### 【 0090 】

図 2、8、10、11、13 および 15 を説明すると、フランジ 40 は、6 箇の螺旋ねじ穴を備えており、そしてフランジ 42、44 および絶縁体 22 は、それぞれ、図 1 に表わされたバーナー 10 の組み立てられた状態で固定された補足的な螺旋ねじのない穴 80 を備えている。絶縁体 22 の穴 80 ( 図 13 ) およびフランジ 44 ( 図 15 ) の穴は、フランジ 40、42 の直径より大きな直径を有し ( 図 8 および 10 )、その結果肩 84 は、フランジ 42 が絶縁体 22 に対して隣接する。

40

#### 【 0091 】

図 1、22 および 23 を説明すると、タフノル [ Tufnol ( 商標 ) ] の絶縁性のウォッシャー 60 は、それぞれ、フランジ 44 の後部面に対して隣接しているフランジのヘッドを有するフランジメンバー 24、22 の穴 80 の中に内部へ向って、すなわち、絶縁体 22 から離れた面で、中空の端が開口している円筒状体 60 . 1 および外側方向に指向された環状ヘッド 60 . 2 プロジェクターを有しているこの絶縁性ウォッシャーは、絶 37 mm の長さである。

50



## 【 0 0 9 2 】

図 1 8 および 1 9 を説明すると、マウント用フランジ 1 0 0 ( 図 1 に示されていない ) は、中心に螺旋ねじ穴 1 0 0 . 2 を有するステンレス鋼製ディスク 1 0 0 . 1 から成っている。トーチ 1 0 の組み立てられた状態にある穴 1 0 0 . 2 の螺旋ねじは、成分 1 8 のねじ 3 0 . 5 にかみあっている。ディスク 1 0 0 . 1 は、反応チェンバー ( 示されていない ) 上のトーチ 1 0 をマウントするためのその外部端にシンメトリー隣接してスペースされた 6 個の穴を備えている。

## 【 0 0 9 3 】

図 2 0 および 2 1 を参照して説明すると、前側 1 1 0 . 2 と後側 1 1 0 . 3 を有する炭素供給フランジ 1 1 0 ( 図 1 には図示されていない ) は、後側 1 1 0 . 3 に広い方の開口 1 1 0 . 5 を、そして前側 1 1 0 . 2 には内に向かってテーパの付いた狭い方の開口 1 1 0 . 6 を有する、中空の円筒状本体 1 1 0 . 4 からなる。広い方の開口 1 1 0 . 5 は O リングを受けるための溝 1 1 0 . 8 が設けられており、そして集成トーチ 1 0 の中ではハウジング部品 1 8 の端部の上に嵌まるような寸法を有している。炭素供給導管 1 1 0 . 1 0 は本体 1 1 0 . 4 を通って、テーパの付いた開口 1 1 0 . 6 へと延びており、そして拡張供給管 1 1 0 . 1 2 が設けられている。前側 1 1 0 . 2 はその円周のまわりに環状肩 1 1 0 . 1 3 が設けられている。この肩は O リングを受けるための環状溝 1 1 0 . 1 5 を有しており、そして本体 1 1 0 . 4 はさらに、拡張管 1 1 0 . 1 2 と肩 1 1 0 . 1 3 の間には、炭素供給フランジ 1 1 0 を冷却する冷却水の通路用に水流入導管 1 1 0 . 7 と水流出導管 1 1 0 . 1 8 を付与された円周路 1 1 0 . 1 6 を有する。

## 【 0 0 9 4 】

ハウジング部品 1 8、2 0、2 2、2 4 を合体して固定するには、ボルト 8 1 を作用させる。

## 【 0 0 9 5 】

プラズマトーチ 1 0 の中では、陽極 1 4 と陰極 1 2 は小さな間隙 9 7 によって相互に隔てられている ( 図 1 ) 。

## 【 0 0 9 6 】

図 1、1 6 および 1 7 を参照して説明すると、渦発生器 9 0 は陽極 1 4 のカップ形状部分 1 4 . 1 と、陰極 1 2 の閉端 1 2 . 1 とを隔てている ( 図 1 ) 。

渦発生器 9 0 は、特に図 1 6 で理解できるように、陰極 1 2 の閉端 1 2 . 1 の輪郭と相補性である階段状の断面の内側輪郭を有する。

## 【 0 0 9 7 】

渦発生器 9 0 は中空で開いた端を有する一般に円筒状の本体 9 0 . 1 5 を有し、そしてそれを貫いて延びる円筒状通路をもって後方開口 9 0 . 6 と前方開口 9 0 . 4 を有する。それは約 2 0 mm の長さであり、そして約 2 6 mm の直径を有する。中心に位置する開口 9 0 . 1 6 を持つ環状パイロフィライト挿入体 9 0 . 8 が開口 9 0 . 4 の中に配置され、そして円筒状本体 9 0 . 1 5 から僅かに突き出しているため、開口 9 0 . 4 の周囲のまわりに肩 9 0 . 1 が規定される。挿入体 9 0 . 8 と円筒状本体 9 0 . 1 5 は一緒になって、陰極 1 2 の内端部分 1 2 . 1 の輪郭に相補性である内側輪郭を有する ( 図 1 ) 。

パイロフィライト挿入体は内側の凹んだ面 9 0 . 1 7 を有する。

## 【 0 0 9 8 】

本体 9 0 . 1 5 はポリテトラフルオロエチレンからなる。プラズマトーチ 1 0 の中では、渦発生器 9 0 は肩 9 0 . 1 が陽極 1 4 の肩 1 4 . 1 0 に接触するように陽極 1 4 の円筒状開口 1 4 . 4 の中に突き出る。渦発生器 9 0 は後方フランジ部分 9 0 . 3 と；陽極 1 4 の開口 1 4 . 4 の内側にもたれさせる ( 図 1 ) 一般に円筒状の外表面 9 0 . 4 とを有している。フランジ 9 0 . 3 は絶縁体として作用し、そして陽極の内端部分 1 4 . 1 とフランジ 4 2 と絶縁体 2 2 との間に規定されている環状空間 5 9 の中に嵌まり込む ( 図 1 ) 。

O リングを受ける環状溝 9 0 . 5 が円筒状通路の内側表面上に設けられており、そして環状溝 9 0 . 7 がペースペックリング 9 0 . 3 の隣の外表面 9 0 . 4 の上に設けられている。外表面 9 0 . 4 における切り欠き部の形態の 4 つの接線方向の溝 9 0 . 9 ( 図 1 7 ) が、環状溝

10

20

30

40

50

90.7から肩90.1へ延びている。接線方向の気体の流れを生じさせるために、パイロフィライト挿入体の突出部分は、溝90.9から内方向に挿入体90.8の凹んだ内面90.17の上の4つの接線方向の溝90.10へと延びそして挿入体90.8の中の開口90.16に至る4つの接線方向の通路90.12を設けられている(図17)。

#### 【0099】

プラズマトーチ10の中では、ハウジング部品20の気体導管溝32.9は陽極14の中の孔14.3および渦発生器90の溝90.7と整合しており、そして気体を、導管32.6、溝32.9、孔14.3、溝90.7、90.9通路90.12および溝90.10を経て、陽極14と陰極12の間隙97の中へと汲み上げることを可能にし、ここでは、接線方向の気体の流れが間隙97の中に渦を起こさせる。

10

#### 【0100】

陽極14の内径と長さはアークの安定化およびプラズマトーチ10の電圧特性に臨界的な働きをする。本発明の様々な態様においては、トーチ内の圧力が調節できるように異なる出口の直径が使用される。使用中、陽極14および特にその他のシーリング領域の冷却は臨界的に重要であり、そして陽極14および陰極12を冷却するのに、4バールより高い圧力および100リットル/時を越す流量の水が使用される。

#### 【0101】

使用中、アークはプラズマトーチ10の中で陽極14と陰極12の間に発生され、そしてフルオロカーボン化合物を含有する投入気体流は部材42の気体流入導管32.6および渦発生器98を経てアークの中に供給され、アーク中で、フルオロカーボン化合物から生成される反応性種を含有するプラズマが形成される。プラズマは陽極14の中の通路14.5(図5参照)を通してプラズマトーチ10に達する。プラズマの中でおよびプラズマが冷却された後に行われる反応は図26~図35を参照して以下に記述される。

20

#### 【0102】

図26を参照して説明すると、引用数字150はフルオロカーボン化合物を製造するための本発明の装置の概略フロー図である。装置150は上記のプラズマトーチ10を一对含んでおり、それらは電気コネクタ155によって電源154に接続されている。フローライン158は2つのフルオロカーボン化合物の貯蔵容器166からプラズマトーチ10へと延びる。プラズマトーチの陽極14および陰極12を冷却する水は供給槽162からフローライン166を経て供給される。各ライン166はトーチ10へ、そしてトーチ10から流れる二重のラインである。

30

#### 【0103】

プラズマトーチ10は反応性熱プラズマを混合チャンバー170の中へ供給するように搭載されている。供給フローライン176、178はそれぞれ、粒状炭素およびフッ素を混合チャンバー170の中に供給するように配列されている。供給ライン176は炭素ホッパー180から延びている。供給ライン177はホッパー180の中に至る。フローライン182は混合チャンバー170を急冷チャンバー186を介して製造反応器187に結ぶ。供給ライン190、192、193は冷却水を水槽162から急冷チャンバー186、製造反応器187および混合チャンバー170に供給する。ライン190、192、193は上記の通り二重のラインである。フローライン196は製造反応器187から相分離器200へと延び、そこからフローライン204は、相分離器200で分離された炭素を混合チャンバー170に戻すために炭素ホッパー180に戻る。相分離器200から、フローライン206はトラップ208、真空ポンプ210および圧縮器212を経て、相分離・精製装置218に至る。

40

#### 【0104】

装置218からのフローライン220、224、226はそれぞれ、フルオロカーボン貯蔵容器160、フルオロカーボン貯蔵容器230およびテトラフルオロエチレン貯蔵容器232に至る。

#### 【0105】

分析装置240は、ライン234によって、気体分離・精製装置218からの流出フロー

50

ライン 220、224、226 に；ライン 236 によって、供給フローライン 174、177、178、158 に；ライン 238 によって、相分離器 200 とトラップ 208 の間のライン 206 に；そしてライン 239 によって、トラップ 208 と真空ポンプ 210 の間のライン 206 に、接続されて概略的に示されている。分析装置はガスクロマトグラフィ、赤外分析および紫外分析のための分析装置をもって提供される。

#### 【0106】

使用中、各電源 154 は 100 V を越す電圧で 50 A を越す直流電流を提供する。小規模 (< 100 kW) では 10% のような大きい振動も順応できるが、もっと大きい規模では、発生されることがあり流入供給ラインに返送される調波は好ましくは除去される。出力は電流を調節することによって調整され、そして使用電圧は気体のタイプ、圧力およびアークを通る気体の流れによって決まる。約 50 kW の出力では、電圧は約 50 ~ 300 V である。各電源 154 は短絡しないよう防護されている。

10

#### 【0107】

CF<sub>4</sub> のような気体フルオロカーボン は貯蔵槽 160 の一つからライン 158 を経てプラズマバーナー 10 のアークの中に導入される。アークおよび添加速度は、プラズマ中で約 1 ~ 10 kW 時 / kg の比エンタルピーを維持するように調整される。気体は上記のように渦発生器 90 によって接線方向に導入され、渦発生器の幾何学的構造は気体を電極間で高速で回転させる。アルゴンのような開始気体は必要ないが、フルオロカーボンと一緒に又はそれより前に導入されてもよい。任意的には磁気コイル 37 が、渦の回転方向にアークを回転させる磁界を発生させるために使用されてもよい。

20

#### 【0108】

アークの中に発生したプラズマは、CF<sub>2</sub>、C<sub>2</sub>F<sub>2</sub>、CF<sub>3</sub> および F のような反応性前駆体 (先に言及した) を含む反応種の混合物を含有しており、それから混合チャンバー 170 の中通る。混合チャンバー 170 の中に突き出た、プラズマトーチ 110 のテールフレームの中に、粒状炭素がホッパー 180 からの供給ライン 176 によって導入される。プラズマの温度は、炭素および混合チャンバーの壁に熱が伝達されることによって低下する。望まれるフルオロカーボン生成物を製造するための前駆体 CF<sub>2</sub> および C<sub>2</sub>F<sub>2</sub> の最適収量は、2300 ~ 2700 K の温度で、そして 0.1 ~ 1 パールの圧力範囲で、好ましくは、図 39 および 34 で理解できるように約 0.1 パールで、得られる。動力学、熱伝達特性、およびプラズマと炭素粒子の反応時間は前駆体濃度に影響する。図 31 および 32 で理解できるように C/F 比を 0.4 ~ 2.0 に維持することによって、および系のエンタルピーを約 1 ~ 10 kW 時 / kg に維持することによって、前駆体濃度が最適化できる。

30

#### 【0109】

前駆体は、前駆体が急冷チャンバー 186 の中および製造反応器 187 の中の両方で反応している間および反応した後に急冷チャンバー 186 の中で冷却されて、C<sub>2</sub>F<sub>4</sub> (TFE)、C<sub>2</sub>F<sub>6</sub>、C<sub>3</sub>F<sub>8</sub>、C<sub>3</sub>F<sub>6</sub>、および CF<sub>4</sub> を含む生成物混合物を形成する。上記の通り、本プロセスのこの工程を制御することによって、選択化合物の収率を最適化できる。特に、前駆体を 0.05 秒未満で 300 K 未満に冷却すると、TFE の最適化された収率がもたらされる。

40

#### 【0110】

生成物混合物を相分離器 200 の中でセラミックフィルターに通すことによって、生成物混合物から炭素粒子が除去され、そして除去された炭素はライン 204 によってホッパー 180 に再循環される。ホッパー 180 は炭素を 0.1 g / 分乃至必要ならばそれ以上の流量の間で変動する流量で混合チャンバー 170 の中に供給するように設計されている。

#### 【0111】

濾過された生成物混合物はそれから、700 K で炭素を含有する化学トラップ 208 を通過して F<sub>2</sub> を除去され、それから真空ポンプ 210 および圧縮器 212 を通る。真空ポンプは系全体を 0.01 パール未満に排気するように、かつ大容量 (1 リットル / 分より大きい) の気体を汲み上げるように、設計されている。ポンプ 210 および圧縮器 212 は

50

両方とも、HFやF<sub>2</sub>のような不純物に耐えるように設計されている。

【0112】

圧縮器212での圧縮の後に、この圧縮された生成物混合物を、相分離および精製の装置218で蒸留によって分離し、そして貯蔵容器230、232の中に貯蔵する。不要のフルオロカーボンは貯蔵容器160の中に再循環される。

【0113】

生成物気体を連続ベースで分析する。全生成物気体を赤外セルに通し、そして具体的生成物のIRバンドの強度を監視する。試料を、ポラパック(Porapak)Q充填ステンレス鋼カラムを使用するガスクロマトグラフィー分析用にも取り出す。紫外～可視分光分析を使用して未反応フッ素を検出する。同様の方法を使用して最終生成物を分析する。

10

【0114】

本発明の別の態様においては、粒状廃物PTFEがホッパー180から混合チャンバー170の中に供給される。

【0115】

図24および25を説明すると、2つの別の電極形態が図式に示されている。第24で示された形態300は、陰極312および陽極314を有し、それらの両方は、銅または銅合金であってよい。陰極は、黒鉛またはドープされた黒鉛の挿入物316を有している。陽極314は、直径d<sub>1</sub>および長さl<sub>1</sub>を有する狭い部分318.1および直径d<sub>2</sub>および長さl<sub>2</sub>を有する広い部分318.2を有する段階状の形態の内部通路318を有している。部分318.1、318.2は、段階状の肩318.3によって分離されている。うず巻状発生器またはスピナー(spinner)は、320として図式に示されている。

20

【0116】

図25の形態400は、図24の陰極および陽極と同じ銅または銅合金の陰極412および陽極414を有しており、陰極412は、黒鉛または任意的にドープされた黒鉛を有している。再び、陽極414は、直径d<sub>1</sub>およびl<sub>1</sub>を有する狭い部分418.1および直径d<sub>2</sub>および長さl<sub>2</sub>を有する広い部分418.2を分離する段階状の肩418.3を有する段階状態の内部通路418を有している。

【0117】

次に、実施例によって、本発明および実際にそれを実施する仕方を更に説明する。

30

【0118】

実施例1～6

一般的手順

実施例1～6では、次の一般的手順に従った。水冷式管状銅合金陽極と水冷式ボタン型銅合金陰極をグラファイト挿入体をもって用いた(一般的には図24および25に示されているようなタイプ)の単一のプラズマトーチユニットを使用した。陰極に隣接した領域での陽極の内径は4mmであるが、陽極の残りの部分はの直径は8mmであった。

【0119】

このプラズマユニットは、3×1mmの等間隔の31mm<sup>2</sup>の入口を持ちその入口を通して炭素をホッパーから供給するための炭素供給器に接続された。陽極のすぐ下のプラズマフレームの中に垂直に炭素を供給するためのキャリアガスとして四フッ化炭素(CF<sub>4</sub>)を使用した。炭素供給器のすぐ下の反応器チャンパーは水冷され、そしてグラファイト内張りおよび50mmの内径を有していた。

40

【0120】

水冷熱交換器(急冷プローブ)は陽極の60mm下方の反応器チャンパー内に設けられた。この熱交換器は前駆体混合物を、約2kW時/kgより高いエンタルピーから0.001kW時/kgに近いエンタルピーまで急冷した。この例示的手順の間に熱交換器を通る質量流束(mass flux)は約0.4g/秒・cm<sup>2</sup>であった。

【0121】

後で、気体生成物を別の熱交換器に通した。過剰の炭素粒子をポリテトラフルオロエチレ

50

ンまたはステンレス鋼の多孔性フィルターによって除去した。この清澄な気体を、 $1330\text{ cm}^{-1}$ での赤外分光分析によってテトラフルオロエチレンの存在について連続的に監視した。この操作中、試料のガスクロマトグラフィー分析を行った。

【0122】

2.35 kg/時の四フッ化炭素プラズマ気体流速を使用した。プラズマに輸入された電力は13 kW (100 A、130 V) ~ 25 kW (249 A、106 V)の範囲であった。従って、プラズマのエタルピーは3.02 kW時/kg ~ 6.7 kW時/kgの範囲であった。プラズマトーチの効率は50 ~ 75%の間を変動したが、系全体の効率は39% ~ 62%の間を変動した。

【0123】

実施例 1

四フッ化炭素 (CF<sub>4</sub>) からテトラフルオロエチレン (TFE) の製造

プラズマ気体としてCF<sub>4</sub>を使用して一般的手順に従った。プラズマトーチの中へのCF<sub>4</sub>の供給速度は2.36 kg/時を使用した。プラズマ気体は陰極の真下の4つの1.57 mm<sup>2</sup>の入口を通して回転させられた。3つの1 mm<sup>2</sup>間隙から、空気で、18 μmの粒子サイズの炭素をプラズマのテールフレームの中に噴射した。CF<sub>4</sub> キャリヤガスが0.72 kg/時の供給速度で使用された。炭素の供給速度は4 g/分を維持した。プラズマ源に供給された電力は21.7 kWであった。結果は第1表に示されている。

【表1】

第1表

テールフレーム中への炭素供給を伴うCF<sub>4</sub> プラズマによるC<sub>2</sub>F<sub>4</sub>の製造

生成物	(供給電力) 21 kW
CF <sub>4</sub>	65%
C <sub>2</sub> F <sub>4</sub>	26.5%
C <sub>2</sub> F <sub>6</sub>	7.2%

【0124】

プラズマ反応器内の圧力は0.1 バール (bar) (絶対) に保った。C/F比は0.4に保った。CF<sub>4</sub> プラズマフレームのエタルピーは6 kW時/kgと算出された。プラズマ混合物は4.2 kW時/kgのエタルピーから急冷された。急冷プローブを通る質量流束は0.46 g/(秒・cm<sup>2</sup>)と算出された。C<sub>2</sub>F<sub>4</sub>の26.5モル%収率は、比エタルピー25 kW時/kg TFE、およびTFE製造速度C<sub>2</sub>F<sub>4</sub> 0.89 kg/時に対応している。この手順は自由意思で21分後に停止された。

【0125】

実施例 2

四フッ化炭素 (CF<sub>4</sub>) からテトラフルオロエチレン (TFE) の製造

次の事項を除いて実施例1を繰り返した: 0.64 kg/時 ~ 0.68 kg/時の間を変動するCF<sub>4</sub> キャリヤガス流速を使用し; 3 μmの粒子サイズの炭素を、25 g/分の供給速度で、プラズマのテールフレームの中に供給し; そしてプラズマ源に供給された電力が19 kW ~ 21 kWの範囲であった。結果は第2A表および第2B表に示されている。

【表2】

10

20

30

40

## 第2 A表

テールフレーム中への炭素供給を伴うCF<sub>4</sub> プラズマによるC<sub>2</sub>F<sub>4</sub> の製造

生成物	(供給電力) 19.7 kW	20 kW	21 kW
CF <sub>4</sub>	77.2 %	70.2 %	67.8 %
C <sub>2</sub> F <sub>4</sub>	12.6 %	21.2 %	24.4 %
C <sub>2</sub> F <sub>6</sub>	10.2 %	8.5 %	7.9 %
CF <sub>4</sub> キャリヤガス	0.64 kg/時	0.7 kg/時	0.68 kg/時

10

## 【表3】

## 第2 B表

テールフレーム中への炭素供給を伴うCF<sub>4</sub> プラズマによるC<sub>2</sub>F<sub>4</sub> の製造

生成物	19.7 kW	20 kW	21 kW
プラズマテールフレーム 中でのエンタルピー	5.9 kW時/kg	5.8 kW時/kg	6 kW時/kg
エンタルピーから急冷	3.57kW時/kg	3.65kW時/kg	4.23kW時/kg
T F E の 1 kg に 要 求 されるエネルギー	49.6kW時	29kW時	26.7kW時
T F E 製造速度	0.41 kg/時	0.71 kg/時	0.81 kg/時

20

## 【0126】

反応は0.1バール(絶対)で実施した。C/F比は1.2に保った。操作は自由意思で、15分後に停止した。

30

## 【0127】

## 実施例3~5

ヘキサフルオロエタン(C<sub>2</sub>F<sub>6</sub>)からテトラフルオロエチレン(TFE)の製造

トーチの中に2.3kg/時で供給されるC<sub>2</sub>F<sub>6</sub>プラズマガスを使用して一般的手順に従った。C<sub>2</sub>F<sub>6</sub>は陰極の真下の4つの1.77mm<sup>2</sup>の入口を通してトーチの中へと回転させられた。この実験は13kW~23kWのエネルギー入力で実施された。結果は第3表に示されている。より詳細な情報は第4表および第5表に示されている。

## 【表4】

## 第3表

プラズマ源への $C_2F_6$ の供給による $C_2F_4$ の製造

	実施例3	実施例4	実施例5
生成物	13.3 kW	19.8 kW	23.4 kW
$CF_4$	66.8 %	58.4 %	55.9 %
$C_2F_4$	26.5 %	32.4 %	36.1 %
$C_2F_8$	6.7 %	7.8 %	8 %
$C_3F_8$	0 %	1.4 %	0 %

10

## 【表5】

## 第4表

プラズマ源への $C_2F_6$ の供給による $C_2F_4$ の製造

入力電力 (kW)	プラズマフレーム中での エンタルピー (kW時/kg)	急冷エンタルピー (kW時/kg)
実施例3 (13.3 kW)	2.96	2.77
実施例4 (19.8 kW)	5.16	4.51
実施例5 (23.4 kW)	6.41	5.61

20

## 【表6】

## 第5表

プラズマ源への $C_2F_6$ の供給による $C_2F_4$ の製造

$C_2F_4$ の収率 (モル%)	比エンタルピー $C_2F_4$	$C_2F_4$ の製造速度
実施例3 (26.5 %)	20.8 kW時/kg TFE	0.65 kg/時 TFE
実施例4 (32.4 %)	25.6 kW時/kg TFE	0.78 kg/時 TFE
実施例5 (36.1 %)	27 kW時/kg TFE	0.87 kg/時 TFE

30

## 【0128】

プラズマ反応器内の圧力は0.1バール(絶対)に保った。 $C/F$ 比は0.3であった。6.41 kW時/kgのフレームエンタルピーにおいて、4000 Kの気体混合物温度が達成され、そしてグラファイト内張りが蒸発を始めた。急冷プローブを通る質量流束は0.46 g/(秒 $\cdot$ cm<sup>2</sup>)であった。これら実験は自由意思で、6分後に停止した。

40

## 【0129】

## 実施例6

ヘキサフルオロエタン( $C_2F_6$ )からテトラフルオロエチレン(TFE)の製造

次の事項を除いて実施例3~5を繰り返した: プラズマのテールフレームの中に供給する炭素を変更した。42  $\mu$ mの平均粒子サイズの炭素(36~53  $\mu$ m)を、46.9 g/分の供給速度で、3つの1 mm<sup>2</sup>間隙を通して、 $C_2F_6$ プラズマのテールフレームの中に、噴射した;  $C_2F_6$ も、キャリアガスとして1.8 kg/時の供給速度で使用した;

50

この実験はプラズマ源に 19 kW (161 A、119 V) の電力を供給して行った。結果は第 6 表に示されている。

【表 7】

第 6 表

テールフレーム中への炭素供給を伴う  $C_2 F_6$  プラズマによる  $C_2 F_4$  の製造

生成物	(供給電力) 19 kW
$CF_4$	63.5%
$C_2 F_4$	27.9%
$C_2 F_6$	7.4%
$C_3 F_6$	1.2%

10

【0130】

$C_2 F_6$  プラズマフレームにおけるエンタルピーは 5.61 kW時/kg と算出された。プラズマガス混合物は 2.52 kW時/kg のエンタルピーで急冷された。急冷プローブを通る質量流束は 0.6 g / (秒・cm<sup>2</sup>) であった。1.6 の C/F 比が供給された。27.9 モル% の TFE 収率は 16 kW時/kg TFE の比エンタルピーおよび TFE 1.2 kg / 時の製造速度と対応する。0.1 バール (絶対) の反応器圧力が保たれた。この実験は自由意思で 4.5 分後に停止された。

20

【0131】

本発明の開発において、本出願人は、フッ素やフルオロカーボンのような腐食作用のあるプラズマガスを、行われる多様な反応のために及び商業上許容できる操作時間すなわち少なくとも数時間の連続操作のために要求される高温 (すなわち、高エンタルピー条件) で、操作することが可能であるプラズマトーチの設計および開発に特別の注意を払った。

【0132】

$CF_4$  のような気体を使用する含フッ素プラズマによる実験研究においては及び強く水冷されないグラファイト電極が使用される場合には、電流密度が 50 A / cm<sup>2</sup> より高くなると陽極が蒸発し始めることが判明した。

30

【0133】

さらに、大抵のプラズマプロセスにおいては、操作コストを最小にするためにプラズマガスの量を最小にすることが望ましい。1 種類だけのプラズマガスを使用することは容易なプラズマ操作およびコスト軽減に寄与する。特に、フッ化物と炭素からの TFE の製造においては、Ar や He のような付加的なプラズマガスの使用は分離の規模を増大させるであろう。通常のプラズマトーチの設計をもって、含フッ素ガスだけを使用してのプラズマの生成は、一般に成功しない。何故ならば、これらガスは高温で分解して非常に反応性かつ腐食性の F 種を生成するからである。これら種は大抵の高温金属たとえばタングステン、ハフニウムおよびタンタルと反応して  $WF_6$ 、 $HfF_x$  および  $TaF_6$  のような気体を生成し、これは非常に高い電極浸食速度を起こさせる。本出願人は、グラファイトは強く冷却され 800 K 未満の温度に保たれる場合には F 種に対して化学的に抵抗性を示すことを解明した。

40

【0134】

本出願人による解明によれば、グラファイトは陽極として使用された場合にはより大きい浸食速度を示す。その理由は、アークスポットは C 陽イオンの形成を生じる非常に高い温度に炭素を加熱することがあるからである。

【0135】

銅、ニッケル、および銅/ニッケル合金もまた、1300 K 未満の温度では化学的 F 腐食に対して良好な抵抗性を示すことが判明した。

【0136】

50



本発明は、プラズマガスとして含フッ素ガスだけを使用し、そして高い電圧、供給可能な電極、低い電極浸食速度、多様な圧力下での安定な操作、高いエンタルピーおよび比較的低い気体流量を呈するプラズマトーチの提供を意図している。

【0137】

次の実施例8～11は、プラズマトーチがフルオロカーボンのプラズマガスをもって使用される様々な操作条件における、様々な電極の構成および材料の性能を例証する。それら実施例は本出願人によって行われた実験研究に基づいている。

【0138】

実施例8

この実験には、一般的には図24に示されているような、強く水冷されたグラファイト挿入体をもつボタン型陰極と、水冷されたステップ型銅陽極とからなるプラズマトーチ（一般的には、図24に示されているようなもの）を使用した。 10

【0139】

(a) 陰極： 水冷されたボタン型グラファイト  
 (b) 陽極： 水冷されたステップ型銅  
 $d_1 / d_2 = 4 / 8 \text{ mm}$  および  $l_1 / l_2 = 33 / 15 \text{ mm}$   
 (c) プラズマガス：  $\text{CF}_4$   
 (d) 気体流速：  $2.36 \text{ kg / 時}$   
 (e) 電圧：  $127 \text{ V}$   
 (f) 電流：  $160 \text{ A}$  20  
 (g) 電力：  $20.3 \text{ kW}$   
 (h) 浸食速度  
 陰極：  $0.07 \mu\text{g / C}$   
 陽極：  $0.6 \mu\text{g / C}$   
 (i) 試験時間： 1時間  
 (j) エンタルピー：  $5.54 \text{ kW時 / kg CF}_4$   
 (k) 効率：  $64\%$   
 (l) 入口回転速度：  $26 \text{ m / 秒}$   
 (m) 圧力：  $0.1 \text{ パール (絶対)}$

【0140】

このプラズマトーチは、 $\text{CF}_4$  を用いて、 $100 \sim 250 \text{ A}$  の電流で  $100 \sim 150 \text{ V}$  の範囲の電圧、および  $3 \sim 8 \text{ kW時 / kg}$  のエンタルピーをもって、広範囲にわたる条件で、そして  $1.5 \mu\text{g / C}$  未満の浸食速度および  $60 \sim 70\%$  の効率で、試験された。入口回転速度は  $10 \sim 80 \text{ m / 秒}$  の間を変動させた。 30

【0141】

実施例9

この実験には、図24に一般的に示されたデザインを用いたプラズマトーチを使用した。

【0142】

(a) 陰極： 水冷されたボタン型グラファイト  
 (b) 陽極： 水冷されたステップ型銅 40  
 $d_1 / d_2 = 4 / 8 \text{ mm}$  および  $l_1 / l_2 = 33 / 15 \text{ mm}$   
 (c) プラズマガス：  $\text{C}_2\text{F}_6$   
 (d) 気体流速：  $2.30 \text{ kg / 時}$   
 (e) 電圧：  $124 \text{ V}$   
 (f) 電流：  $160 \text{ A}$   
 (g) 電力：  $19.8 \text{ kW}$   
 (h) 浸食速度  
 陰極：  $-0.18 \mu\text{g / C}$   
 陽極：  $0.7 \mu\text{g / C}$   
 (i) 試験時間：  $45 \text{ 分}$  50

- (j) エンタルピー : 5.2 kW時 / kg  $C_2F_6$   
 (k) 効率 : 60 %  
 (l) 入口回転速度 : 16 m / 秒  
 (m) 圧力 : 0.1 パール (絶対)

## 【0143】

このプラズマトーチは、100 ~ 200 Aの電流で117 ~ 133 Vの範囲の電圧、および3 ~ 6.5 kW時 / kgのエンタルピーをもって、広範囲にわたる条件で、そして1.5  $\mu g / C$ 未満の浸食速度および55 ~ 70 %の効率で、試験された。

## 【0144】

## 実施例10

10

陽極と陰極の間に挿入体をもつ、一般的には図25に示されるようなデザインの、プラズマトーチを使用した。2つの気体流速、すなわち、一つは陰極と挿入体の間の流速 $G_1$ 、および一つは挿入体と陽極の間の流速 $G_2$ を使用した。

## 【0145】

- (a) 陰極 : 水冷されたボタン型グラファイト  
 (b) 挿入体材料 ; 水冷された銅、厚さ10 mm、内径5 mm  
 (c) 陽極 : 水冷されたテップ型銅  
 $d_1 / d_2 = 8 / 16$  mm および  $l_1 / l_2 = 60 / 55$  mm  
 (d) プラズマガス :  $CF_4$

## (e) 気体流速 :

20

- $G_1$  : 5.4 kg / 時  
 $G_2$  : 9.0 kg / 時  
 (f) 電圧 : 230 V  
 (g) 電流 : 300 A  
 (h) 電力 : 69 kW

## (i) 浸食速度

- 陰極 : 0.05  $\mu g / C$   
 陽極 : 1  $\mu g / C$

- (j) 試験時間 : 20分  
 (k) エンタルピー : 2.9 kW時 / kg  
 (l) 効率 : 60 %  
 (m) 入口回転速度1 : 16 m / 秒  
 (n) 入口回転速度2 : 100 m / 秒  
 (o) 圧力 : 0.1 パール (絶対)

30

## 【0146】

このプラズマトーチは、150 ~ 400 Aの電流で180 ~ 280 Vの範囲の電圧、および1.5 ~ 4 kW時 / kgのエンタルピーをもって、広範囲にわたる条件で、そして1.5  $\mu g / C$ 未満の浸食速度および50 ~ 80 %の効率で、試験された。

## 【0147】

## 実施例11

40

一般的に図25に示されるようなデザインのプラズマトーチを使用して、 $CF_4$ を用いて0.1 パール (絶対) で、この実験を行った。

## 【0148】

- (a) 陰極 : 水冷されたボタン型グラファイト  
 (b) 挿入体材料 ; 水冷された銅、厚さ10 mm、内径5 mm  
 (c) 陽極 : 水冷されたステップ型銅  
 $d_1 / d_2 = 8 / 16$  mm および  $l_1 / l_2 = 60 / 55$  mm  
 (d) プラズマガス :  $CF_4$

## (e) 気体流速 :

- $G_1$  : 2.7 kg / 時

50

$G_2$  : 7.4 kg / 時  
 ( f ) 電圧 : 190 V  
 ( g ) 電流 : 300 A  
 ( h ) 電力 : 57 kW  
 ( i ) 浸食速度  
 陰極 : 0.1  $\mu$ g / C  
 陽極 : 1  $\mu$ g / C  
 ( j ) 試験時間 : 20 分  
 ( k ) エンタルピー : 3.2 kW時 / kg  
 ( l ) 効率 : 50 %  
 ( m ) 入口回転速度  $G_1$  : 30 m / 秒  
 ( n ) 流入回転速度  $G_2$  : 80 m / 秒  
 ( o ) 圧力 : 0.1 パール ( 絶対 )

【 0 1 4 9 】

このプラズマトーチは、150 ~ 400 Aの電流で180 ~ 280 Vの範囲の電圧、および1.5 ~ 4 kW時 / kgのエンタルピーをもって、広範囲にわたる条件で、そして1.5  $\mu$ g / C未満の浸食速度および50 ~ 80 %の効率で、試験された。

【 0 1 5 0 】

本出願人は、本発明の方法および装置は投入流の中にCF<sub>4</sub>を使用して3日までの時間で連続基調で走行することができることを見出した。本出願人はまた、本発明のプロセスは1 kgの生成TFE当たり20 kW時より小さいエネルギー入力速度で、100 g / 時より大きい製造速度でTFEを製造できることを見出した。

【 0 1 5 1 】

本発明の利点は、この方法および装置が投入供給材料として廃物PTFEを他のフルオロカーボン化合物と一緒に利用できることである。このことは、転じて、本発明の装置が排出廃棄物を殆ど又は全く生じることなく操業することを可能にする。

【 0 1 5 2 】

本出願人は、本発明の方法および装置は制御された炭素添加によって正確なパラメーターの範囲内で制御できることを見出した。

【 図面の簡単な説明 】

【 図 1 】 本発明に従って反応性熱混合物を提供するのに使用するのに適するプラズマトーチの側断面図である。

【 図 2 】 図 1 における矢印 A の方向から見た図 1 のプラズマトーチの端面図である。

【 図 3 】 図 1 のプラズマトーチの中の陰極の側断面図である。

【 図 4 】 図 3 における矢印 B の方向から見た図 3 の陰極の端面図である。

【 図 5 】 図 1 のプラズマトーチの中の陽極の側断面図である。

【 図 6 】 図 5 における矢印 C の方向から見た図 5 の陽極の端面図である。

【 図 7 】 図 1 のプラズマトーチの中の第一のハウジング部品の側断面図である。

【 図 8 】 図 7 における矢印 D の方向から見た図 7 のハウジング部品の端面図である。

【 図 9 】 図 1 のプラズマトーチの中の第二のハウジング部品の側断面図である。

【 図 1 0 】 図 9 における矢印 E の方向から見た図 9 のハウジング部品の端面図である。

【 図 1 1 】 図 9 のハウジング部品の、反対側から見た端面図である。

【 図 1 2 】 図 1 のプラズマトーチの中の第三のハウジング部品の側断面図であり、この部品は絶縁体を構成するための絶縁材料からなるものである。

【 図 1 3 】 図 1 2 における矢印 F の方向から見た図 1 2 のハウジング部品の端面図である。

【 図 1 4 】 図 1 のプラズマトーチの中の第四のハウジング部品の側断面図である。

【 図 1 5 】 図 1 4 における矢印 G の方向から見た図 1 4 のハウジング部品の端面図である。

【 図 1 6 】 図 1 のプラズマトーチの中の渦発生器の側断面図であり、図 1 7 における線 X

10

20

30

40

50

V I - X V I に沿って切断した図である。

【図 1 7】図 1 6 における矢印 H の方向から見た図 1 6 の渦発生器の端面図である。

【図 1 8】図 1 のプラズマトーチのための搭載用フランジの側断面図である。

【図 1 9】図 1 8 のフランジの端面図である。

【図 2 0】図 1 のプラズマトーチのための炭素供給用部品の側断面図である。

【図 2 1】図 2 0 における矢印 I の方向から見た図 2 0 の供給用フランジの端面図である。

【図 2 2】絶縁ワッシャーの側断面図である。

【図 2 3】図 2 2 における矢印 J の方向から見た図 2 2 の絶縁ワッシャーの端面図である。

【図 2 4】本発明の方法の実施においてプラズマトーチの中に使用される陽極と陰極の構造の側断面図である。

【図 2 5】本発明の方法の実施においてプラズマトーチの中に使用される更に別の、陽極と陰極の構造の側断面図である。

【図 2 6】望まれるフルオロカーボン化合物を製造する本発明の方法を実施するための装置を示す概略フロー図である。

【図 2 7】1 バールの圧力における炭素に関する熱力学平衡データを示すグラフである。

【図 2 8】0 . 5 バールの圧力における炭素に関する熱力学平衡データを示すグラフである。

【図 2 9】0 . 1 バールの圧力における炭素に関する熱力学平衡データを示すグラフである。

【図 3 0】0 . 0 1 バールの圧力における炭素に関する熱力学平衡データを示すグラフである。

【図 3 1】0 . 1 気圧の圧力における前駆体  $C F_2$  の収量に対する  $C / F$  比および温度の影響を示す三次元グラフである。

【図 3 2】0 . 1 気圧の圧力における前駆体  $C_2 F_2$  の収量に対する  $C / F$  比および温度の影響を示す三次元グラフである。

【図 3 3】1 . 0 の  $C / F$  比における前駆体  $C F_2$  の収量に対する圧力および温度の影響を示す三次元グラフである。

【図 3 4】1 . 0 の  $C / F$  比における前駆体  $C_2 F_2$  の収量に対する圧力および温度の影響を示す三次元グラフである。

【図 3 5】1 5 m m のグラフアイト棒からの炭素消費 ( g / 分 ) を、電流 ( アンペア ) の関数として示すグラフである。

【符号の説明】

1 0 プラズマトーチ

1 2 陰極

1 4 陽極

1 8 第一のハウジング部品

2 0 第二のハウジング部品

2 2 第三のハウジング部品 ( 絶縁体 )

2 4 第二のハウジング部品

3 0 . 4 水流出導管

3 2 . 1 4 水流入導管

3 2 . 6 気体流入導管

2 4 . 9 水流出導管

3 7 磁界生成用コイル

5 0、5 5 冷却水流路用キャピティ

8 1 固定用ボルト

9 0 渦発生器

9 7 間隙

10

20

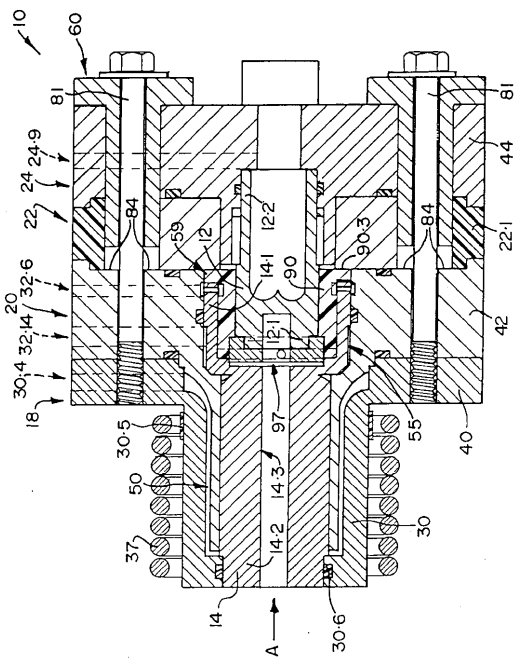
30

40

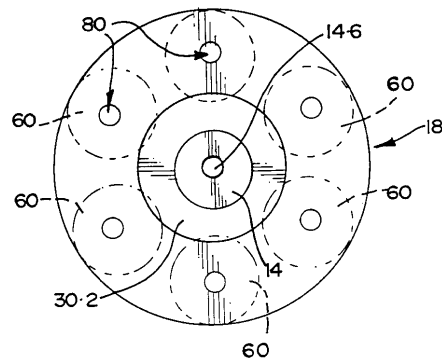
50

- 1 5 0 概略フロー図
- 1 5 4 電源
- 1 6 0 フルオロカーボン化合物貯蔵容器
- 1 6 2 水供給槽
- 1 7 0 混合チャンバー
- 1 8 0 炭素ホッパー
- 1 8 6 急冷チャンバー
- 1 8 7 製造反応器
- 2 0 0 相分離器
- 2 0 8 トラップ
- 2 1 0 真空ポンプ
- 2 1 2 圧縮器
- 2 1 8 相分離・精製装置
- 2 3 0 フルオロカーボン貯蔵容器
- 2 3 2 テトラフルオロエチレン貯蔵容器
- 2 4 0 分析装置

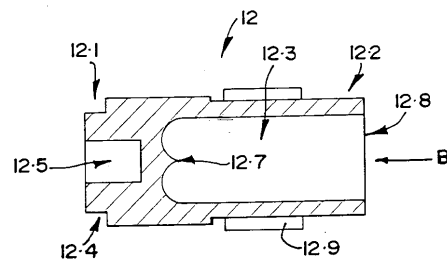
【 図 1 】



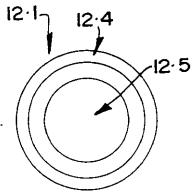
【 図 2 】



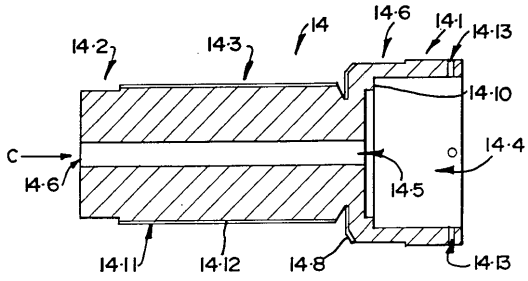
【 図 3 】



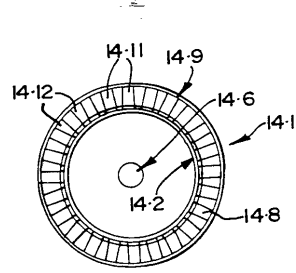
【 図 4 】



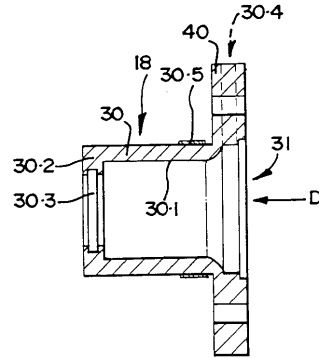
【 図 5 】



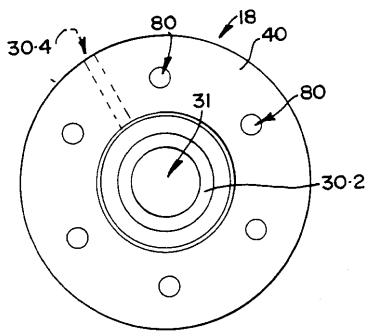
【 図 6 】



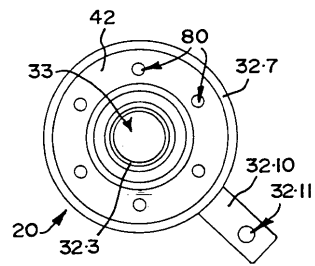
【 図 7 】



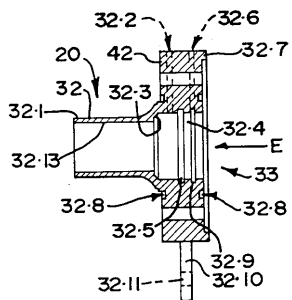
【 図 8 】



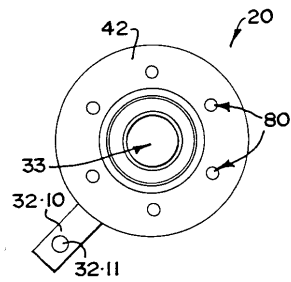
【 図 10 】



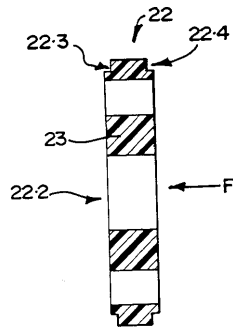
【 図 9 】



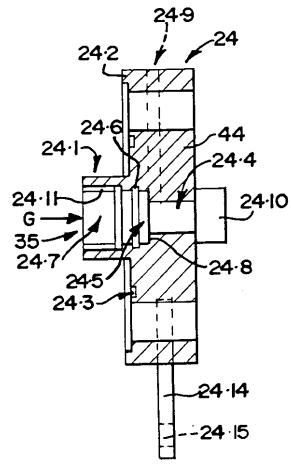
【 図 11 】



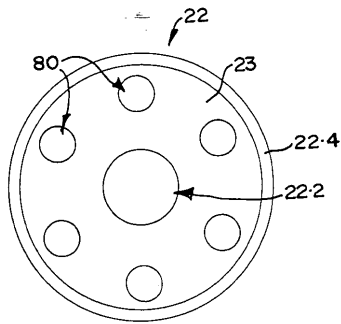
【 図 1 2 】



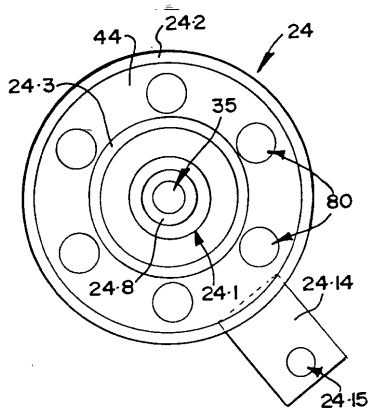
【 図 1 4 】



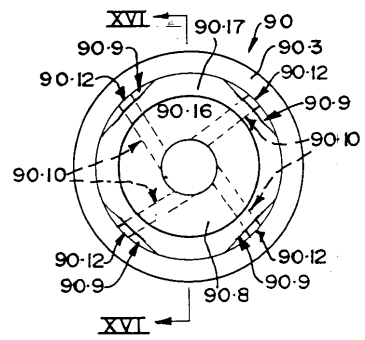
【 図 1 3 】



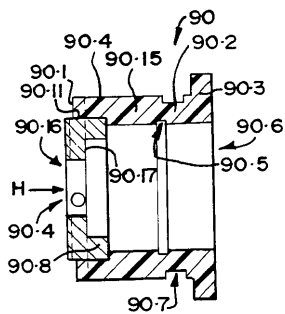
【 図 1 5 】



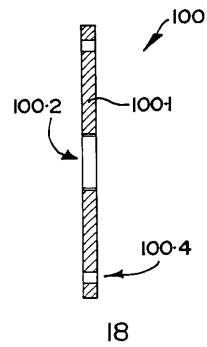
【 図 1 7 】



【 図 1 6 】

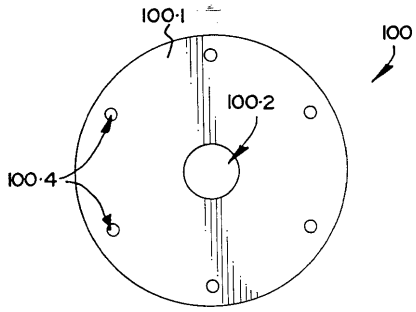


【 図 1 8 】

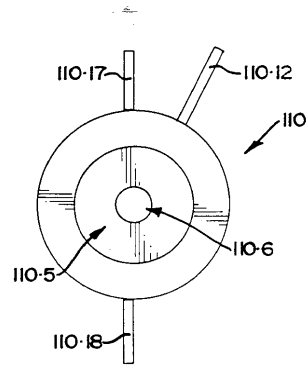


18

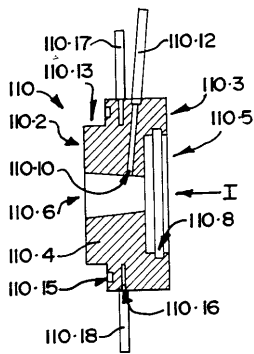
【 図 1 9 】



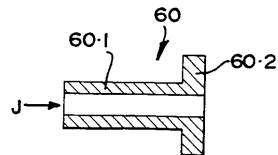
【 図 2 1 】



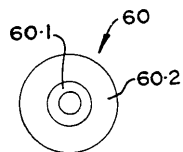
【 図 2 0 】



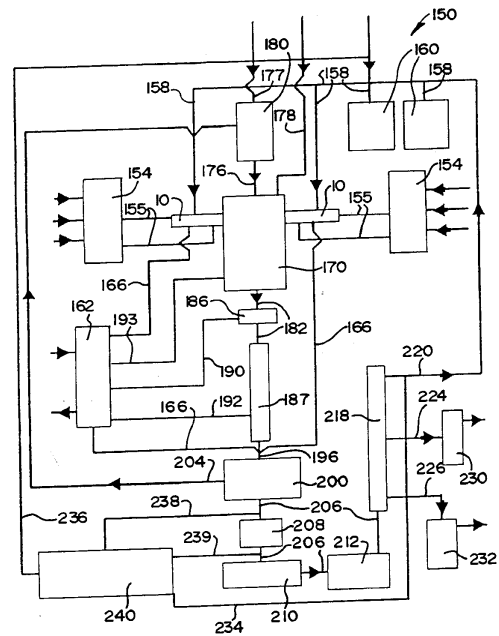
【 図 2 2 】



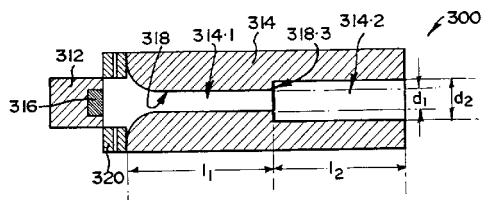
【 図 2 3 】



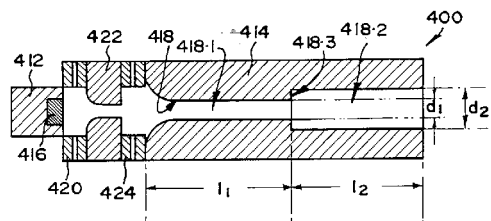
【 図 2 6 】



【 図 2 4 】

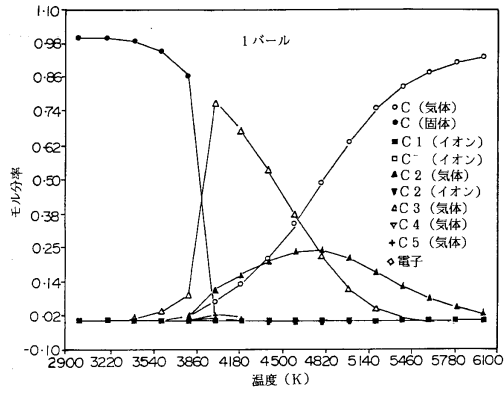


【 図 2 5 】

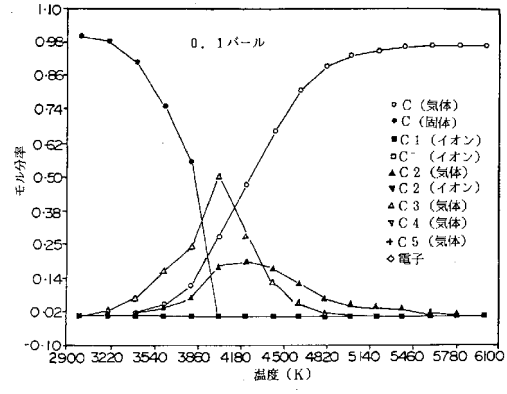




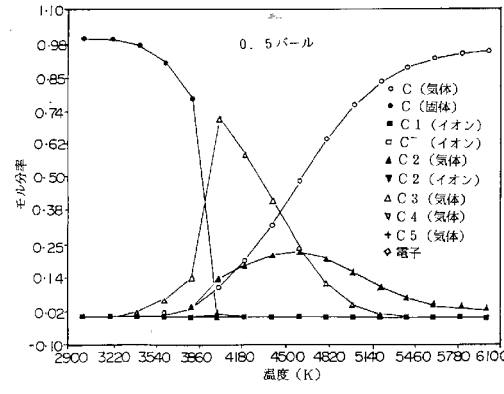
【 図 2 7 】



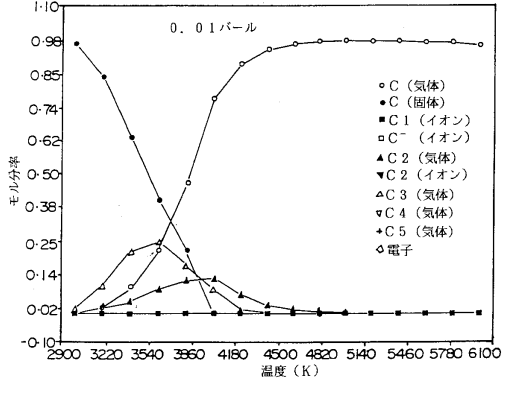
【 図 2 9 】



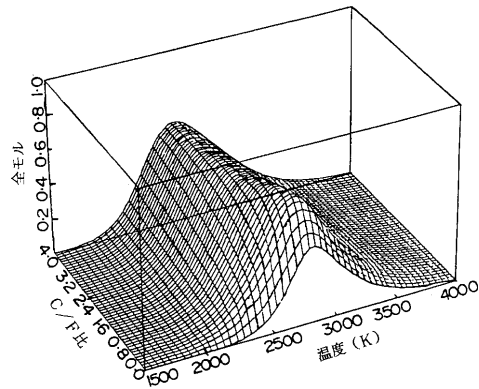
【 図 2 8 】



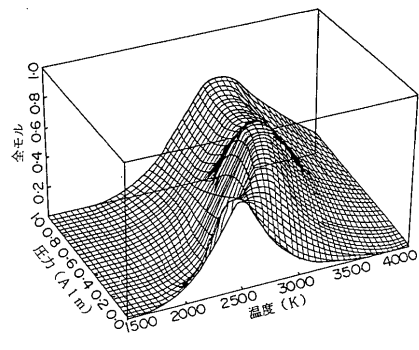
【 図 3 0 】



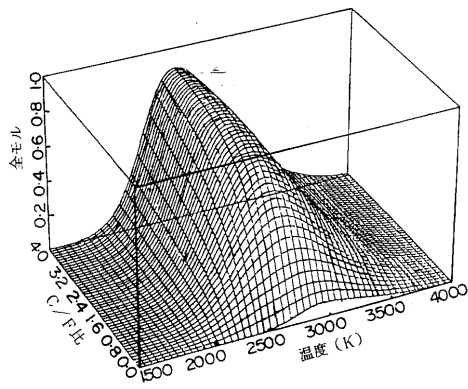
【 図 3 1 】



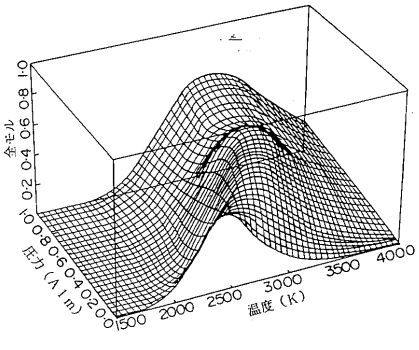
【 図 3 3 】



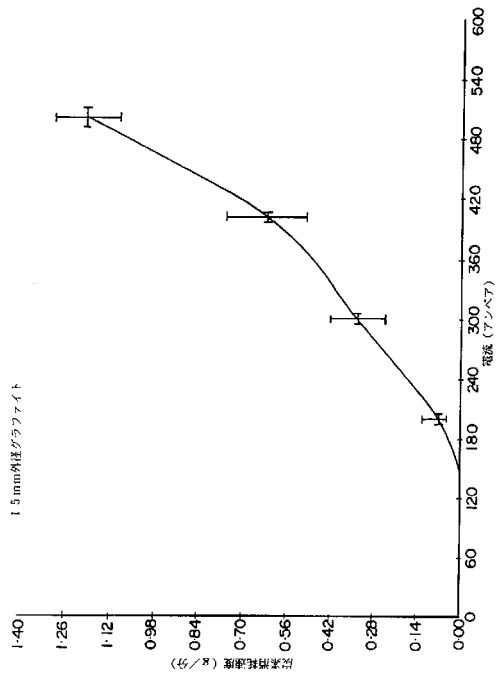
【 図 3 2 】



【 図 3 4 】



【 図 3 5 】



---

フロントページの続き

- (72)発明者 ジャコバス スワンポエル  
南アフリカ連邦共和国プレトリア, ガースフォンテイン, コージー ストリート 401
- (72)発明者 ルアン ロンバード  
南アフリカ連邦共和国プレトリア, ブレックリン, ニコルソン ストリート 203

審査官 滝口 尚良

- (56)参考文献 米国特許第02852574 (US, A)  
米国特許第03081245 (US, A)  
米国特許第05147998 (US, A)  
英国特許第00808442 (GB, B)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C07C 19/08  
C07C 17/23  
C07C 17/269  
C07C 21/18  
C07C 21/185