



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103813979 A

(43) 申请公布日 2014. 05. 21

(21) 申请号 201280046420. 2

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2012. 09. 20

*C01B 7/19* (2006. 01)

(30) 优先权数据

*B01J 19/24* (2006. 01)

13/245, 394 2011. 09. 26 US

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2014. 03. 24

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/US2012/056269 2012. 09. 20

(87) PCT国际申请的公布数据

W02013/048859 EN 2013. 04. 04

(71) 申请人 霍尼韦尔国际公司

地址 美国新泽西州

(72) 发明人 赵宇安 R. D. 霍尔瓦特

S. A. 科特雷尔

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司  
72001

代理人 赵苏林 杨思捷

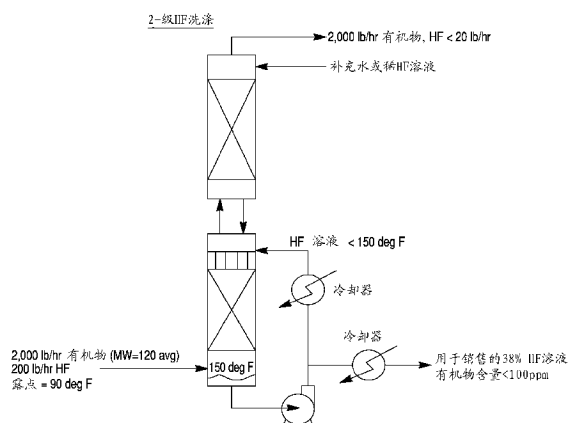
权利要求书1页 说明书3页 附图2页

### (54) 发明名称

制造高浓度 HF 水溶液的方法

### (57) 摘要

公开了用于从含氟碳化物的流中除去 HF 的方法, 由此形成具有高 HF 浓度和低溶解有机物含量的最终 HF 水溶液。



1. 从混有 HF 的有机氟碳工艺流中分离 HF 以形成低有机物含量的 HF 水溶液的方法,其包括步骤:

(a) 用 HF 洗涤水溶液洗涤所述工艺流,其中所述 HF 溶液的温度保持在等于或高于所述氟碳工艺流中的有机材料的露点,由此防止有机材料溶解在所述低有机物 HF 溶液中;和

(b) 分离步骤 (a) 中形成的低有机物含量的 HF 水溶液。

2. 权利要求 1 的方法,其中所述低有机物 HF 溶液为最多大约 38 重量 % HF。

3. 权利要求 1 的方法,其中所述低有机物 HF 溶液为至少大约 40 重量 % HF。

4. 权利要求 1 的方法,其中所述低有机物 HF 溶液为至少大约 49 重量 % HF。

5. 权利要求 1 的方法,其中分离的 HF 溶液的有机物含量小于大约 500 ppm。

6. 权利要求 1 的方法,其中分离的 HF 溶液的有机物含量小于大约 250 ppm。

7. 权利要求 1 的方法,其中分离的 HF 溶液的有机物含量小于大约 150 ppm。

8. 权利要求 1 的方法,其中分离的 HF 溶液的有机物含量小于大约 100 ppm。

9. 从氟碳工艺流中除去 HF 以形成 HF 水溶液的方法,其包括步骤:

(a) 使含 HF 的氟碳工艺流经过水洗涤器系统;

(b) 用加热到比所述工艺流中的氟碳化合物的露点冷凝温度高的温度的 HF 水溶液洗涤所述含 HF 的氟碳工艺流;和

(c) 分离 HF 和氟碳工艺流。

10. 权利要求 9 的方法,其中在包含两个区段的洗涤器系统中进行洗涤,其中底部区段用在比有机混合物的露点冷凝温度高的温度下工作的 HF 水溶液洗涤,且顶部区段用具有比底部区段 HF 溶液低的浓度的 HF 水溶液运行。

## 制造高浓度 HF 水溶液的方法

### [0001] 发明背景

在用于制造氟碳化合物的工艺流中存在氟化氢 (HF) 的氟碳工艺中, 通过用水洗涤从该工艺流中除去 HF 通常产生含有显著量的溶解有机物的 HF 水溶液。由于存在溶解有机物, 这种 HF 水溶液的随后销售受到限制。同样地, 可能需要特殊的运输容器容纳这种溶液的酸性和有机内容物。为了寻找这种溶液的更广泛销售渠道, 高酸浓度 (即大于 35 重量 % HF) 也是合意的。

[0002] 本发明通过制造 (1) 具有低溶解有机物含量的 HF 水溶液以及 (2) 也具有低溶解有机物含量的高浓度 HF 溶液满足这些需要。

### [0003] 发明概述

本发明涉及用于从含氟碳化合物的工艺流中除去 HF 的方法和系统, 并由此形成具有高 HF 浓度和低有机物含量的分离的 HF 水溶液。用热 HF 水溶液洗涤该工艺流, 其中使温度保持在等于或高于该工艺流中的有机材料的露点, 由此防止有机材料溶解到分离的 HF 溶液中。

[0004] 本文所用的术语“低有机物含量”是指留在根据本发明处理的分离的 HF 水溶液中的有机材料量。该 HF 溶液的低有机物含量通常为小于大约 500 ppm, 优选小于大约 250 ppm, 更优选小于大约 150 ppm, 最优选小于大约 100 ppm 的有机组分。

[0005] 在一个实施方案中, 本发明提供借助洗涤器系统从有机工艺流中除去 HF 的方法和系统, 所述洗涤器系统设计成在比有机混合物的露点冷凝温度高的底部温度区下运行。在这种实施方案中, 该洗涤器系统包含两个区段; 其中底部区段用具有预选 HF 浓度的 HF 水溶液洗涤, 顶部区段用具有比底部区段 HF 溶液低的 HF 浓度的 HF 水溶液洗涤。此外, 底部区段在比洗涤的工艺流中的有机组分的露点冷凝温度高的温度下运行。

[0006] 在另一实施方案中, 本发明包括使再循环的 HF 水溶液 (例如最多大约 38 重量 % HF) 与含 HF 的液体有机物流接触以从该有机物流中萃出 HF 内容物的方法和系统。所得 HF 溶液通常实现比 38 重量 % 的共沸组合物高的 HF 含量。

### [0007] 附图简述

图 1 显示可用于本发明的一种方法的两级洗涤器系统。

[0008] 图 2 显示可用于本发明的一种方法的液体萃取单元操作。

### [0009] 发明详述

如图 1 中所示, 本发明的一个实施方案涉及使用洗涤器系统从有机产品流中除去 HF 的方法和系统, 所述洗涤器系统设计成在比有机混合物的露点冷凝温度高的底部温度区下运行。

[0010] 该洗涤器系统包含两个区段; 其中底部区段 (1) 用在比有机混合物的露点冷凝温度高的温度下工作的 HF 水溶液洗涤, 且其中顶部区段 (2) 用具有比底段 HF 溶液低的浓度的 HF 水溶液运行。

[0011] 这种方法和系统提供基本不含溶解有机物的所得 HF 水溶液, 同时保持高的总 HF 脱除效率。所得 HF 水溶液具有重要的市场渠道, 其可以使用用于酸水溶液业务的常规容器

运输。

[0012] 在有机物流含有低于 15% 摩尔 HF 浓度的典型氟碳制造工艺中,本方法和系统通常将所得 HF 水溶液限于不大于大约 38 重量 %HF,因为在这种浓度水平附近形成 HF/ 水共沸组合物。

[0013] 如图 2 中所示,本发明的另一实施方案提高 HF 浓度,同时仍保持低溶解有机物含量。这种强化的产品溶液也具有重要的市场渠道。

[0014] 本发明的这种实施方案包括使再循环的 HF 水溶液(例如最多大约 38 重量 %HF)与含 HF 的液体有机物流接触以从该有机物流中萃出 HF 内容物的方法和系统。所得 HF 溶液通常实现比 38 重量 % 的共沸组合物高的 HF 含量。

[0015] 在这种方法和系统中,将 HF 送入多级汽-液平衡分离器。这种装置将 HF/ 水混合物分离成两个蒸气流——具有大于 38 重量 % 的 HF 和水的共沸组合物的 HF 含量(例如大于 50 重量 % HF)的第一料流;和具有接近但仍高于 38 重量 %HF 共沸组合物的 HF 含量(例如大于大约 40 重量 % HF)的第二水性 HF 流。

[0016] 第二水性 HF 流(接近但高于 38 重量 % HF 共沸组合物)如上所述再循环以萃出更多 HF。将富含 HF 并高于 38 重量 % HF 共沸组合物(例如大于 50 重量 % HF)的第一蒸气流冷凝或用水吸收或用冷凝蒸汽吸收以形成具有例如大于大约 40 重量 % HF 的浓度的商业上合意的高度浓缩 HF 水溶液。

[0017] 在多级吸收器中进行吸收步骤,在此生成的 HF 溶液保持热(例如接近或高于有机物的露点)以除去产物 HF 溶液中的溶解有机物。离开多级吸收器的蒸气含有有机物和显著量的 HF。这种有机物流可以再捕获并再循环以如上所述萃出 HF 内容物。

[0018] 这种方法提供基本不含溶解有机物并具有较高 HF 浓度的所得 HF 水溶液,同时保持高的从有机物流中脱除 HF 的总效率。所得 HF 水溶液具有更广泛的市场渠道并可以用酸水溶液业务中的常规容器运输。

[0019] 第一实施方案的实施例:

如图 1 中所示,将具有 90 °F 的露点冷凝温度并含有大约 200 lb/hr HF 的大约 2,000 lb/hr 氟碳有机混合物送入两级洗涤器系统的第二级的底部区段。

[0020] 将大约 150 °F 的 38% HF 溶液循环至两级洗涤器系统的第二级的顶部区段。通过这种热循环 HF 溶液除去有机物流中的大部分 HF。所得热 HF 溶液含有低含量,即小于大约 500 ppm,优选小于大约 250 ppm,更优选小于大约 150 ppm,最优选小于大约 100 ppm 的溶解有机物。可从两级洗涤器系统的这一级中分离这种材料并适合销售或按需要用于其它用途。

[0021] 离开两级洗涤器的第二级的顶部区段的有机组分(含有一些残留的未洗去 HF)流至该两级洗涤器系统的第一级的底部区段。在这一区段中,使用水或具有比产品溶液低的 HF 浓度的 HF 水溶液从有机组分中洗去残留 HF。这两种材料随后从两级洗涤器系统的这一级中分离并适合销售或按需要用于其它用途。

[0022] 第二实施方案的实施例:

如图 2 中所示,将具有 90 °F 的露点冷凝温度并含有 200 lb/hr HF 的大约 2,000 lb/hr 液体氟碳有机混合物 (3) 与有机物和 HF 的小循环流 (27) 合并。将所得流 (20) 与 1,500 lb/hr 39% wt. 再循环 HF 溶液 (25) 混合。其随后在低于 50 °F 下相分离。此系统通常被称

作液体萃取单元操作。该萃取可以如所述作为单级进行,或其可以是多级接触器以提高萃取效率。

[0023] 将已萃出其大部分 HF 含量的液体有机混合物层 (22) 送往低压洗涤(例如图 1)以进一步提纯。现在富集至 44 重量 % HF 的仍含有一些溶解有机物的 HF 水溶液层 (1) 用另一工艺流 heat economized 以提高温度并送往多级降膜式换热器,在此将该溶液分离成含有 86 重量 % HF 和余量水蒸汽和少量有机物的塔顶气体 (23),和 39 重量 %HF (接近但高于 38 重量 %HF/ 水共沸组合物) 的塔底水溶液 (24)。该溶液 (24) 随后 heat economized,冷却并再循环 (25) 以从输入的液体有机物流中萃出更多 HF。

[0024] 将塔顶蒸气 (23) 送往具有任选冷凝器的多级吸收器。在吸收器的各种位置引入水或蒸汽 (26) 以将 HF 吸收或冷凝成 50 重量 % 溶液 (28)。如果需要较高浓度,则加入较少水或蒸汽。吸收器底部保持高于 150 °F 以脱除有机物。所得热 HF 溶液产物 (28) 含有低量的溶解有机物并可以在冷却后送去销售。

[0025] 离开多级吸收器的蒸气 (27) 含有有机物和显著量的 HF。此有机物流 (27) 可以再捕获并再循环以萃出其 HF 内容物。

[0026] 尽管已经参照优选实施方案特别展示和描述了本发明,但本领域普通技术人员容易认识到,可以在不背离本发明范围的情况下作出各种变动和修改。权利要求书意在被解释为涵盖所公开的实施方案、上文已论述的那些备选方案和它们的所有等同方案。

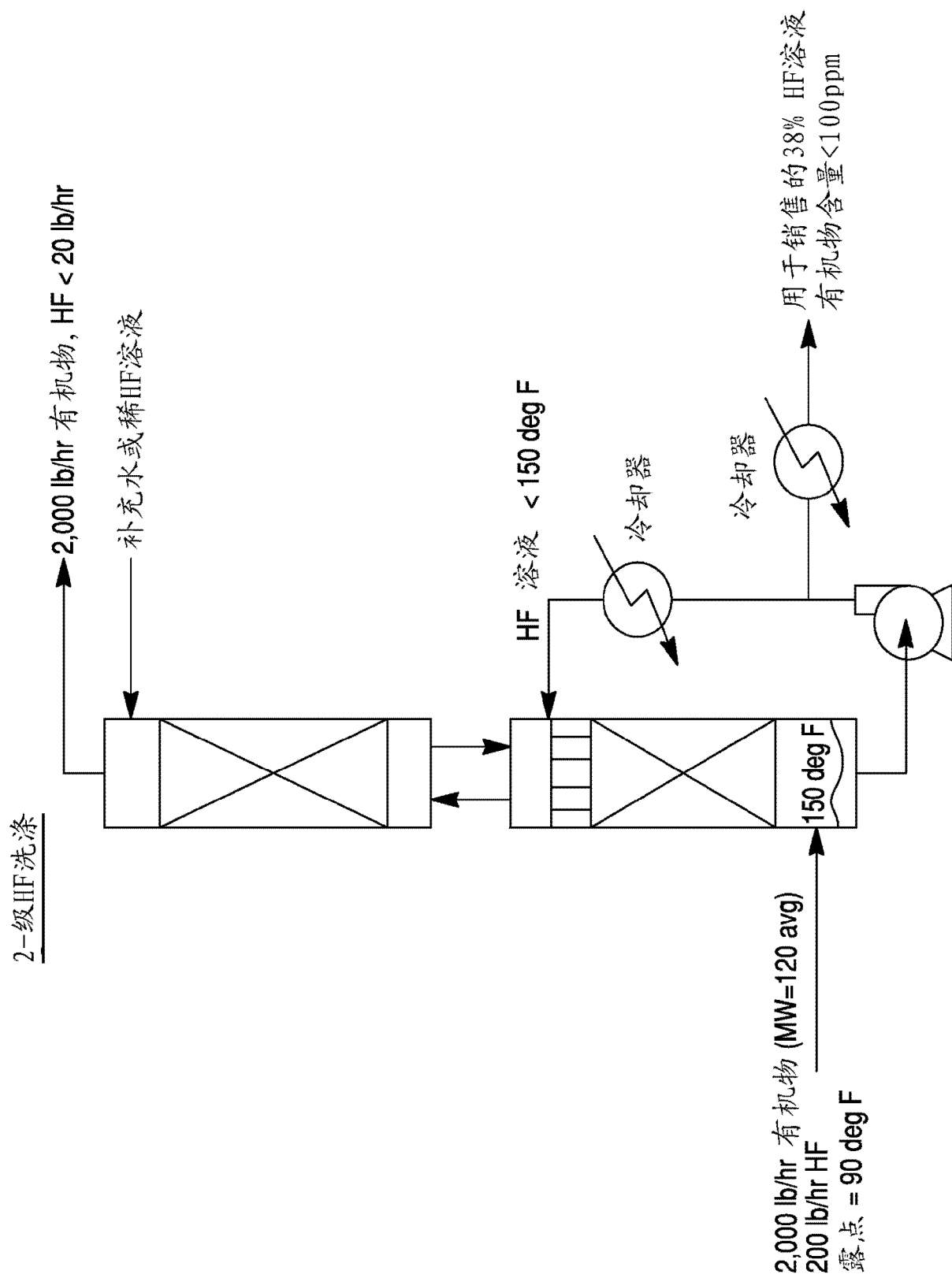


图 1

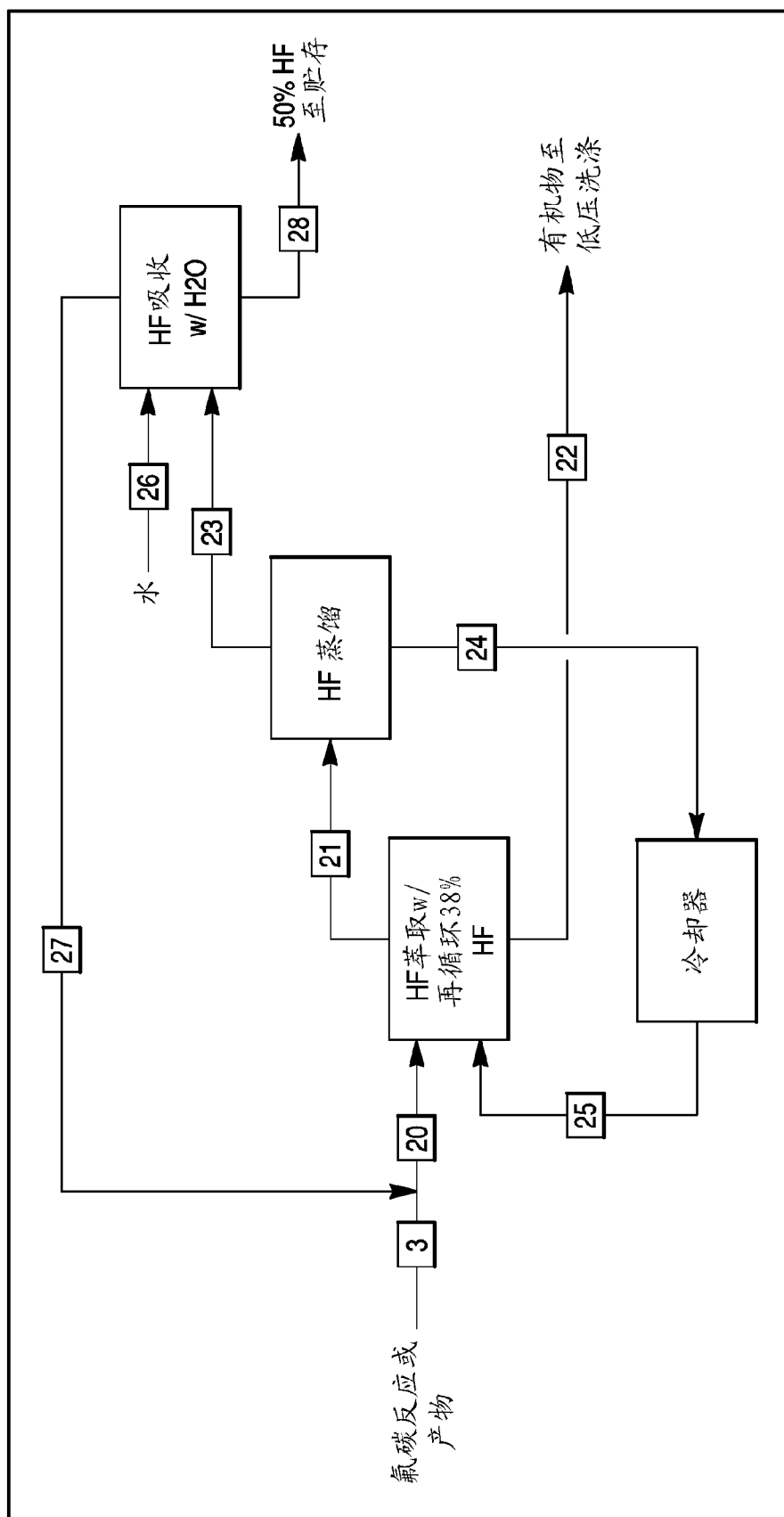


图 2