



(51) МПК  
*C01B 7/19* (2006.01)  
*C01B 7/24* (2006.01)  
*B01D 3/00* (2006.01)

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,  
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ**

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(21), (22) Заявка: 2006119527/15, 05.11.2004

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
05.11.2004

(30) Конвенционный приоритет:  
05.11.2003 US 10/701,574

(43) Дата публикации заявки: 27.12.2007

(45) Опубликовано: 20.09.2009 Бюл. № 26

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: WO 02098529 A1, 21.12.2002. RU  
2002104088 A, 27.08.2003. US 6399841 B1,  
04.06.2002. US 6147006 A, 14.11.2000.

(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную фазу: 05.06.2006

(86) Заявка РСТ:  
US 2004/036815 (05.11.2004)

(87) Публикация РСТ:  
WO 2005/044726 (19.05.2005)

Адрес для переписки:  
119034, Москва, Пречистенский пер., 14, стр.  
1, 4-й этаж, "Гоулингз Интернэшнл Инк.",  
пат.пov. Ю.В.Дементьевой, рег.№ 560

(72) Автор(ы):

ЛАЛИ Мэтью Х. (US),  
СИНГХ Раджив Р. (US),  
КУК Джордж Р. (US)

(73) Патентообладатель(и):  
ХОНЕЙВЕЛЛ ИНТЕРНЭШНЛ ИНК. (US)

RU 2367592 C2

RU 2367592 C2

**(54) АЗЕОТРОПНЫЕ СМЕСИ ГЕПТАФТОРИДА ЙОДА И ФТОРИСТОГО ВОДОРОДА**

(57) Реферат:

Изобретение относится к азеотропным смесям гептафторида йода и фтористого водорода, которые могут быть использованы при получении фторирующих реагентов. Азеотропная или близкая к азеотропной смесь состоит из примерно от 1 до примерно 28 мас.%

фтористого водорода и из примерно от 72 до примерно 99 мас.% гептафторида йода, с температурой кипения от 5°C до 50°C при давлении от 124 кПа до 862 кПа. Способ

приготовления азеотропной или близкой к азеотропной смеси включает смешение фтористого водорода и гептафторида йода в указанном соотношении. Предложены также способы удаления фтористого водорода и гептафторида йода из смеси по меньшей мере фтористого водорода и гептафторида йода. Изобретение позволяет повысить качество очистки гептафторида йода. 5 н. и 12 з.п. ф-лы, 1 ил.

R U  
2 3 6 7 5 9 2 C 2

RUSSIAN FEDERATION



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,  
PATENTS AND TRADEMARKS

(19) RU (11) 2 367 592<sup>(13)</sup> C2

(51) Int. Cl.  
*C01B 7/19* (2006.01)  
*C01B 7/24* (2006.01)  
*B01D 3/00* (2006.01)

**(12) ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 2006119527/15, 05.11.2004

(24) Effective date for property rights:  
05.11.2004

(30) Priority:  
05.11.2003 US 10/701,574

(43) Application published: 27.12.2007

(45) Date of publication: 20.09.2009 Bull. 26

(85) Commencement of national phase: 05.06.2006

(86) PCT application:  
US 2004/036815 (05.11.2004)

(87) PCT publication:  
WO 2005/044726 (19.05.2005)

Mail address:  
119034, Moskva, Prechistenskij per., 14, str. 1,  
4-j ehtazh, "Goulingz Internehshnl Ink.",  
pat.pov. Ju.V.Dement'evoj, reg.№ 560

(72) Inventor(s):

LALI Meht'ju Kh. (US),  
SINGKh Radzhiv R. (US),  
KUK Dzhordzh R. (US)

(73) Proprietor(s):

KhONEJVELL INTERNEhShNL INK. (US)

**(54) AZEOTROPIC MIXTURES OF IODINE HEPTAFLUORIDE AND HYDROGEN FLUORIDE**

(57) Abstract:  
FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: azeotropic or near azeotropic mixture consists of from ca 1 to ca 28% wt of hydrogen fluoride and of from ca 72 to ca 99% wt iodine heptafluoride and has the boiling temperature from 5°C to 50°C at pressure from 124 kPa to 862 kPa. Method of said mixture preparation includes

mixing of hydrogen fluoride and iodine heptafluoride in the aforementioned ratio. The methods of hydrogen fluoride and iodine heptafluoride removal from the mixture consisting at least of hydrogen fluoride and iodine heptafluoride are claimed.

EFFECT: quality enhancing of iodine heptafluoride purification.

17 cl, 2 dwg, 3 ex

R U  
2 3 6 7 5 9 2 C 2

**Область изобретения**

Настоящее изобретение относится к азеотропным и близким к азеотропным смесям гептафторида иода и фтористого водорода.

**Уровень техники**

<sup>5</sup> Существует потребность во фторирующих реагентах с различной активностью.

Было найдено, что гептафторид йода является более активным фторирующим реагентом, чем пентафторид йода, но менее активным, чем элементный фтор.

Гептафторид йода использовали в производстве полупроводников (например, патент

<sup>10</sup> США 5362350). Производство полупроводников требует применения химических реагентов высокой чистоты. Гептафторид йода трудно приготовить в чистом виде.

Известно, что пентафторид йода и HF не образуют азеотропа (M.Rogers, J.Speirs, M.Panish and H.Thompson. Journal of the American Chemical Society, 78, 936 [1956]

<sup>15</sup>). Поэтому удивительным является тот факт, что азеотропные или близкие к

азеотропным смеси гептафторида йода и фтористого водорода действительно существуют. Азеотропные или близкие к азеотропным смеси гептафторида йода и фтористого водорода применяют для очистки гептафторида йода.

**Сущность изобретения**

<sup>20</sup> В одном воплощении изобретение предлагает азеотропную смесь, состоящую из гептафторида йода и фтористого водорода.

Кроме того, изобретение предлагает азеотропную или близкую к азеотропной смесь, состоящую в основном из примерно от 1 до примерно 28 мас.% фтористого водорода и из примерно от 72 до примерно 99 мас.% гептафторида йода, с <sup>25</sup> температурой кипения примерно от 5°C до примерно 50°C при давлении примерно от 18 фунт/кв.дюйм абс. (124 кПа) до примерно 125 фунт/кв.дюйм абс. (862 кПа).

В другом воплощении изобретение предлагает способ получения азеотропной или близкой к азеотропной смеси, который включает смешение примерно от 1 до примерно 28 мас.% фтористого водорода и примерно от 72 до примерно 99 мас.% гептафторида йода, причем смесь имеет температуру кипения примерно от 5°C до примерно 50°C при давлении примерно от 18 фунт/кв.дюйм абс. (124 кПа) до примерно 125 фунт/кв.дюйм абс. (862 кПа).

В еще одном воплощении изобретение предлагает способ удаления HF и/или

<sup>35</sup> гептафторида йода из смеси, содержащей по меньшей мере HF и гептафторид йода, путем отделения азеотропной или близкой к азеотропной смеси HF и гептафторида йода от остального вещества.

**Краткое описание чертежей**

<sup>40</sup> На чертеже представлена кривая температур кипения, показывающая, что температура кипения азеотропной смеси или близкой к азеотропной смеси ниже температуры кипения HF или температуры кипения гептафторида йода.

**Подробное описание предпочтительного воплощения****В способе приготовления гептафторида йода исходные реагенты**

<sup>45</sup> (предшественники) фторируют под действием элементного фтора. Продукты реакций таких предшественников включают гептафторид йода, непрореагировавшие фтор и другие предшественники, а также другие побочные продукты или примеси. Обычно промышленный фтор содержит следовые количества HF, CF<sub>4</sub> и других соединений.

<sup>50</sup> Кроме того, гептафторид йода может реагировать со следами воды, образуя фтористый водород и другие примеси. Независимо от источника гептафторид йода с примесью HF не пригоден для многих целей. Азеотропные или близкие к азеотропной смеси гептафторида йода и HF используют для удаления HF из образца и получения

гептафторида йода, не содержащего HF. Также можно использовать азеотропные или близкие к азеотропной смеси гептафторида йода с HF для удаления гептафторида йода из образца HF.

Термодинамическое состояние жидкости определяется ее давлением, температурой и составом жидкости и пара. Для истинной азеотропной смеси составы жидкой и паровой фаз существенно одинаковы в данном интервале температур и давлений. На практике это означает, что компоненты не могут быть разделены при фазовом переходе. Для цели настоящего изобретения смесь, близкая к азеотропной, означает, что данный состав ведет себя, как истинная азеотропная смесь в том смысле, что ее температура кипения постоянна и отсутствует тенденция к фракционированию при кипении или испарении. При кипении или испарении состав жидкости изменяется очень мало, если вообще изменяется. Этим она отличается от составов, далеких от азеотропной смеси, для которых состав жидкости и пара резко изменяется при испарении или конденсации. Один из способов выяснить, является ли исследуемая смесь близкой к азеотропной в контексте данного изобретения, состоит в том, чтобы подвергнуть образец перегонке в условиях, которые, как можно ожидать, приведут к разделению смеси на компоненты. Если смесь не является азеотропной или близкой к азеотропной, то такая смесь будет фракционирована, т.е. разделится на компоненты, из которых первыми будут отогнаны компоненты с наиболее низкими температурами кипения и затем следующие. Если смесь является близкой к азеотропной, то будет отогнано некоторое конечное количество первого дистиллата, содержащего все компоненты смеси и кипящего при постоянной температуре, т.е. проявляющего себя как одно вещество. Другая характеристика смесей, близких к азеотропным, состоит в том, что имеется интервал составов, содержащих те же компоненты в разных соотношениях. Все такие составы объединены термином «близкие к азеотропной смеси», который использован в изобретении. Например, хорошо известно, что при разных давлениях состав данной азеотропной смеси, так же как и температура кипения, будет изменяться по меньшей мере незначительно. Таким образом, двухкомпонентная азеотропная смесь представляет собой уникальный вид взаимосвязи, но с переменным составом в зависимости от температуры и/или давления. Как хорошо известно специалистам, температура кипения азеотропной смеси изменяется с давлением.

Использованный здесь термин «азеотропная смесь» означает жидкую смесь с максимальной или минимальной температурой кипения по сравнению с температурами кипения близких по составу смесей. Азеотропный или близкий к азеотропной смеси состав является смесью двух или более разных компонентов, который в жидком виде при данном давлении будет кипеть при постоянной температуре выше или ниже температур кипения компонентов, при которой состав пара будет идентичен составу кипящей жидкости. Для целей данного изобретения азеотропные составы определены как составы, близкие к азеотропным, которые означают состав со свойствами азеотропной смеси, т.е. смеси с постоянной температурой кипения и не склонной к разделению на фракции при кипении или испарении. Таким образом, состав пара, образующегося при кипении или испарении, будет таким же или в основном таким же, как состав первоначальной жидкой смеси. Следовательно, во время кипения или испарения состав жидкости либо вообще не изменяется, либо изменяется только в минимальной или пренебрежимо малой степени. Этим такая жидкость отличается от смесей, не близких к азеотропным смесям, для которых во время кипения или испарения состав жидкости существенно изменяется.

Соответственно важными особенностями азеотропного или близкого к азеотропному составов является то, что при данном давлении температура кипения жидкой смеси фиксирована и состав пара над кипящей смесью такой же, как и состав кипящей жидкости, т.е. не происходит заметного фракционирования компонентов жидкой смеси. Как температура кипения, так и массовое процентное содержание каждого компонента азеотропной смеси могут изменяться при кипении азеотропной или близкой к азеотропной смеси при разных давлениях. Таким образом, можно определить азеотропную или близкую к азеотропной смесь в терминах соотношения 5 компонентов или интервалов составов по компонентам или точного массового 10 процентного содержания каждого компонента смеси, характеризующейся фиксированной температурой кипения при данном давлении.

Настоящее изобретение предлагает композицию, содержащую эффективные 15 количества фтористого водорода и гептафторида йода, образующих азеотропную или близкую к азеотропной смесь. Эффективное количество означает количество каждого 20 компонента, которое в комбинации с другим компонентом приводит к образованию азеотропной или близкой к азеотропной смеси. Предлагаемые композиции предпочтительно представляют собой бинарные азеотропы, которые состоят из комбинации только фтористого водорода с гептафторидом йода.

В предпочтительном воплощении предлагаемая смесь содержит примерно от 1 до примерно 28 мас.% HF, предпочтительно примерно от 2 мас.% до примерно 24 мас.% и наиболее предпочтительно от примерно 4 мас.% до примерно 20 мас.%. В 25 предпочтительном воплощении предлагаемая смесь содержит примерно от 72 до примерно 99 мас.% гептафторида йода, предпочтительно примерно от 76 мас.% до примерно 98 мас.% и наиболее предпочтительно примерно от 80 мас.% до примерно 96 мас.%. Смесь настоящего изобретения имеет температуру кипения примерно от 5°C до примерно 50°C при давлении от примерно 18 фунт/кв.дюйм абс. 30 (124 кПа) до примерно 125 фунт/кв.дюйм абс. (862 кПа).

Было установлено, что азеотропная или близкая к азеотропной смесь с примерно 10 мас.% HF и примерно 90 мас.% гептафторида йода кипит при примерно 28°C и 52 фунт/кв.дюйм абс. (358,5 кПа).

В другом предпочтительном воплощении изобретения можно удалить HF или 35 гептафторид йода из смеси, содержащей по меньшей мере HF и гептафторид йода, путем отделения азеотропной смеси HF и гептафторида йода от остального вещества, например перегонкой или другим известным способом разделения.

Следующие не ограничивающие примеры служат для иллюстрации изобретения. 40 ПРИМЕР 1

714 г сырого гептафторида йода и 50 г HF смешивали при примерно 19°C и получали давление примерно 35 фунт/кв.дюйм абс. (241,3 кПа).

ПРИМЕР 2

711 г сырого гептафторида йода и 48 г HF смешивали при примерно 20,3°C и 45 получали давление примерно 35,7 фунт/кв.дюйм абс. (246,1 кПа).

ПРИМЕР 3

Перегоняли 278 г сырого гептафторида йода, содержащего небольшое 50 количество HF, и 851 г смеси (примерно 25% гептафторида йода и 75% пентафторида йода). Замеряли температуру и давление пара, а состав паровой фазы определяли методом инфракрасной спектроскопии с Фурье-преобразованием. Постоянная азеотропная или близкая к азеотропной смесь верхнего погона содержала примерно 10 мас.% HF и примерно 90 мас.% гептафторида йода. Это показано на

чертеже. Отметим, что температура кипения HF равна примерно 60°C при примерно 53 фунт/кв.дюйм (365,4 кПа) и температура кипения гептафторида йода - 34°C при примерно 53 фунт/кв.дюйм (365,4 кПа). Как видно из чертежа, температура кипения смеси HF-IF<sub>7</sub> ниже температуры кипения каждого компонента. Из этого примера можно определить, что азеотропная композиция содержит примерно 10 мас.% HF и 90 мас.% гептафторида йода.

### Формула изобретения

1. Азеотропная смесь, состоящая из гептафторида йода и фтористого водорода.
2. Азеотропная или близкая к азеотропной смесь, состоящая из примерно от 1 до примерно 28 мас.% фтористого водорода и из примерно от 72 до примерно 99 мас.% гептафторида йода, с температурой кипения от примерно 5°C до примерно 50°C при давлении от примерно 18 фунт/кв.дюйм абс. (124 кПа) до примерно 125 фунт/кв.дюйм абс.(862 кПа).
3. Смесь по п.2, состоящая из фтористого водорода и гептафторида йода.
4. Смесь по п.2, в которой фтористый водород содержится в количестве от примерно 2 до примерно 24 мас.%.
- 20 5. Смесь по п.2 с температурой кипения примерно 28°C при давлении примерно 52 фунт/кв.дюйм абс. (358,5 кПа).
6. Способ приготовления азеотропной или близкой к азеотропной смеси, который включает смешение примерно от 1 до примерно 28 мас.% фтористого водорода и примерно от 72 до примерно 99 мас.% гептафторида йода, причем смесь имеет температуру кипения от примерно 5°C до примерно 50°C при давлении от примерно 18 фунт/кв.дюйм абс. (124 кПа) до примерно 125 фунт/кв.дюйм абс. (862 кПа).
7. Способ по п.6, в котором смесь состоит из фтористого водорода и гептафторида йода.
- 30 8. Способ по п.6, в котором фтористый водород содержится в количестве примерно от 2 до примерно 24 мас.%.
9. Способ по п.6, в котором смесь имеет температуру кипения примерно 28°C при давлении примерно 52 фунт/кв.дюйм абс. (358,5 кПа).
- 35 10. Способ удаления фтористого водорода из смеси по меньшей мере фтористого водорода и гептафторида йода путем отделения азеотропной или близкой к азеотропной смеси фтористого водорода и гептафторида йода от избытка гептафторида йода.
11. Способ по п.10, в котором разделение осуществляют перегонкой.
- 40 12. Способ по п.10, в котором азеотропная смесь содержит в основном примерно от 1 до примерно 28 мас.% фтористого водорода и примерно от 72 до примерно 99 мас.% гептафторида йода.
13. Способ по п.10, в котором азеотропная смесь содержит в основном примерно от 2 до примерно 24 мас.% фтористого водорода и примерно от 76 до примерно 98 мас.% гептафторида йода.
- 45 14. Способ удаления гептафторида йода из смеси, содержащей по меньшей мере фтористый водород и гептафторид йода, путем отделения азеотропной или близкой к азеотропной смеси фтористого водорода и гептафторида йода от избытка фтористого водорода.
15. Способ по п.14, в котором разделение осуществляют перегонкой.
- 50 16. Способ по п.14, в котором азеотропная смесь содержит в основном примерно

от 1 до примерно 28 мас.% фтористого водорода и примерно от 72 до примерно 99 мас.% гептафторида йода.

17. Способ по п.14, в котором азеотропная смесь содержит в основном примерно от 2 до примерно 24 мас.% фтористого водорода и примерно от 76 до примерно 98 мас.% гептафторида йода.  
5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

