



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2013-0114601
(43) 공개일자 2013년10월17일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C01B 25/10 (2006.01) *C01B 7/19* (2006.01)
C01B 25/455 (2006.01) *B01D 3/36* (2006.01)
- (21) 출원번호 10-2012-7033810
- (22) 출원일자(국제) 2011년06월27일
 심사청구일자 없음
- (85) 번역문제출일자 2012년12월26일
- (86) 국제출원번호 PCT/US2011/041945
- (87) 국제공개번호 WO 2012/012107
 국제공개일자 2012년01월26일
- (30) 우선권주장
 13/097,836 2011년04월29일 미국(US)
 61/360,126 2010년06월30일 미국(US)
- (71) 출원인
 허니웰 인터내셔널 인코포레이티드
 미국 뉴저지 모리스타운 콜롬비아로드 101
- (72) 발명자
 헬스, 라이언 제이.
 미국, 뉴저지 07962-2245, 모리스타운, 피.오.박
 스 2245, 콜롬비아 로드 101, 허니웰 인터내셔널
 인코포레이티드 특허서비스 엠/에스 에이비/2비
 바수, 라자트 수브라
 미국, 뉴저지 07962-2245, 모리스타운, 피.오.박
 스 2245, 콜롬비아 로드 101, 허니웰 인터내셔널
 인코포레이티드 특허서비스 엠/에스 에이비/2비
 르리, 매튜 에이치.
 미국, 뉴저지 07962-2245, 모리스타운, 피.오.박
 스 2245, 콜롬비아 로드 101, 허니웰 인터내셔널
 인코포레이티드 특허서비스 엠/에스 에이비/2비
- (74) 대리인
 특허법인씨엔에스

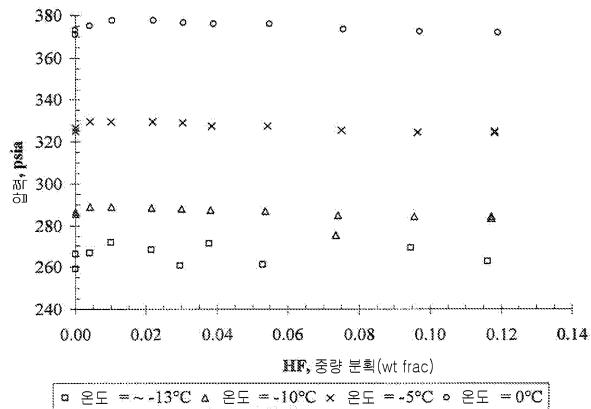
전체 청구항 수 : 총 10 항

(54) 발명의 명칭 오불화인 및 불화 수소의 공비성 조성물

(57) 요 약

PF₅와 HF의 공비 조성물 및 공비성 조성물 및 이러한 조성물의 제조방법이 제공된다. 이러한 공비 조성물 및 공비성 조성물은 예를 들어, LiPF₆의 제조 공정에 사용될 수 있다.

대 표 도 - 도1



특허청구의 범위

청구항 1

불화 수소 및 오불화인을 포함하는 공비 조성물 혹은 공비성 조성물.

청구항 2

제 1항에 있어서,

상기 불화 수소는 공비 조성물 혹은 공비성 조성물의 총 중량을 기준으로 약 0.01 중량 퍼센트 내지 약 12 중량 퍼센트의 양이며, 상기 오불화인은 공비 조성물 혹은 공비성 조성물의 총 중량을 기준으로 약 88 중량 퍼센트 내지 약 99.99 중량 퍼센트의 양이며, 상기 공비 조성물 혹은 공비성 조성물은 약 268 psia 내지 377 psia의 압력에서 약 -13°C 내지 약 0°C의 끓는점을 갖는 조성물.

청구항 3

제 2항에 있어서,

상기 불화 수소는 공비 조성물 혹은 공비성 조성물의 총 중량을 기준으로 약 0.01 중량 퍼센트 내지 약 5 중량 퍼센트의 양으로 존재하는 조성물.

청구항 4

불화 수소를 제공하는 단계;

오불화인을 제공하는 단계; 및

공비 조성물 혹은 공비성 조성물을 형성하도록 상기 불화 수소와 상기 오불화인을 합하는 단계를 포함하는 불화 수소와 오불화인의 공비 조성물 혹은 공비성 조성물의 형성 방법.

청구항 5

제 4항에 있어서,

상기 불화 수소는 공비 조성물 혹은 공비성 조성물의 총 중량을 기준으로 약 0.01 중량 퍼센트 내지 약 12 중량 퍼센트의 양으로 제공되며, 상기 오불화인은 공비 조성물 혹은 공비성 조성물의 총 중량을 기준으로 약 88 중량 퍼센트 내지 약 99.99 중량 퍼센트의 양으로 제공이며, 상기 공비 조성물 혹은 공비성 조성물은 약 268 psia 내지 377 psia의 압력에서 약 -13°C 내지 약 0°C의 끓는점을 갖는 방법.

청구항 6

제 4항에 있어서,

오불화인, 불화 수소 및 부산물을 포함하는 반응생성물을 형성하도록 인 공급물 스트림 및 불소 공급물 스트림을 반응시키는 단계를 추가로 포함하는 방법.

청구항 7

제 4항에 있어서,

오불화인의 공급원은 오불화인 및 적어도 하나의 부가적인 화합물을 포함하는 조성물이며, 상기 방법은 상기 적어도 하나의 부가적인 화합물로부터 공비 조성물 또는 공비성 조성물을 분리하는 단계를 추가로 포함하는 방법.

청구항 8

제 7항에 있어서,

상기 분리는 종류 혹은 플래쉬 세퍼레이션(FLASH separation)에 의해 행하여지는 방법.

청구항 9

제 4항에 있어서,

불화 수소의 공급원은 불화 수소 및 적어도 하나의 부가적인 화합물을 포함하는 조성물이며, 상기 방법은 상기 적어도 하나의 부가적인 화합물로부터 공비 조성물 또는 공비성 조성물을 분리하는 단계를 추가로 포함하는 방법.

청구항 10

제 1항의 공비 조성물 혹은 공비성 조성물을 사용한 LiPF₆의 제조 방법.

명세서

기술분야

[0001] 본 출원은 현재 계류중인 2010년 6월 30일자로 출원된 미국 가특허출원 제61/360,126의 우선권의 이익을 주장한 것이다.

[0002] 본 기술은 오불화인(PF₅) 및 불화 수소(HF)의 공비 조성물(azeotropic composition) 혹은 공비성 조성물(azeotrope-like composition)에 관한 것이다. 특히, 본 발명은 리튬 헥사플루오로포스페이트(LiPF₆)의 제조에 유용한 중간체인 공비 조성물 및 공비성 조성물에 관한 것이다.

배경기술

[0003] LiPF₆는 리튬 이온 배터리에 사용되는 매우 전도성인 염이다. 리튬 이온 배터리는 전형적으로 탄소인 애노드(anode), 금속 산화물로 제조되는 캐소드(cathode), 세퍼레이터 및 LiPF₆를 포함하는 전해질로 구성된다. 리튬 이온 배터리는 휴대폰 및 랩톱 컴퓨터(laptop computer)와 같은 개인 전자장비뿐만 아니라 하이브리드 전기 차량에 사용되어 왔다. 리튬 이온 배터리는 이들의 높은 에너지 밀도로 인하여 이들 어플리케이션에 이상적이다. 에너지 밀도가 높을수록, 해당 어플리케이션에 사용되는 배터리는 더 작고 더 가볍다. 또한, 리튬 이온 배터리는 더 높은 전압에서 작동되며 다른 통상의 재충전 배터리보다 저장 수명(shelf life)이 길다.

[0004] 전형적으로, LiPF₆는 출발물질로서 불화 리튬(LiF) 및 오불화인(PF₅)을 사용하여 제조된다. LiPF₆를 제조하는 한 가지 방법은 예를 들어, Bonnet 등의 미국 특허 제5,935,941호에 기술되어 있으며, 이는 PF₅ 가스를 단독으로 혹은 HCl과 함께 HF중에 용해되어 있는 LiF 용액과 반응시키는 것을 포함한다. LiPF₆의 제조에 사용될 수 있는 PF₅를 제조하는 몇 가지 방법이 있다. 예를 들어, PF₅를 제조하는 몇몇의 통상적인 방법이 알려져 있으며,

여기서 PF_5 는 다른 반응 생성물과 함께 생성되며, 다른 반응 생성물을 제거하기 전에 반드시 정제되어야 한다. 다른 예로서, 원소 인(P)과 불소(F_2)를 보다 직접적으로 반응시켜서 PF_5 를 제조하는 방법이 2010년 3월 11일자로 출원된 미국 특허출원 제12/722,390에 기술되어 있다.

[0005]

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 기술은 오불화인(PF_5) 및 불화 수소(HF)를 포함하는, 이들로 필수적으로 구성되는, 혹은 이들로 구성되는 공비 조성물 혹은 공비성 조성물 및 이러한 조성물의 제조방법을 제공한다. 예를 들어, 조성물이 오불화인(PF_5) 및 불화 수소(HF)로 필수적으로 구성되는 경우에, 부가적인 성분은 이들이 상기 조성물의 공비 특성 혹은 공비 성인 특성 (유사공비 특성, azeotrope-like property)에 실질적으로 영향을 미치지 않는 정도로 존재할 수 있다.

과제의 해결 수단

[0007] 일 견지에서, HF 및 PF_5 를 포함하는 공비 조성물 혹은 공비성 조성물이 제공된다. 일 예로서, HF는 공비 조성물 혹은 공비성 조성물의 총 중량을 기준으로 약 0.01 중량 퍼센트 내지 약 12 중량 퍼센트의 양이며, 상기 PF_5 는 공비 조성물 혹은 공비성 조성물의 총 중량을 기준으로 약 88 중량 퍼센트 내지 약 99.99 중량 퍼센트의 양이며, 상기 공비 조성물 혹은 공비성 조성물은 약 268 psia 내지 377 psia의 압력에서 약 -13°C 내지 약 0°C 의 끓는점을 갖는다.

[0008] 다른 견지에서, HF 공급원으로부터 HF를 제공하는 단계, PF_5 공급원으로부터 PF_5 를 제공하는 단계 및 공비 조성물 혹은 공비성 조성물을 형성하기 위해 상기 HF 및 상기 PF_5 를 합하는 단계(combining)를 포함하는 HF 및 PF_5 의 공비 조성물 혹은 공비성 조성물의 제조방법이 제공된다.

도면의 간단한 설명

[0009] 설명 및 예시 목적으로 특정한 예가 선택되었으며, 이는 본 명세서의 일부인 첨부된 도면에 도시되었다. 도 1은 -13°C , -10°C , -5°C 및 0°C 에서 측정된, 하기 실시예 1에서 형성된 혼합물의 증기압 그래프이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0010] 본 기술은 오불화인(PF_5) 및 불화 수소(HF)를 포함하는, 이들로 필수적으로 구성되는, 혹은 이들로 구성되는 공비 조성물 혹은 공비성 조성물 및 이러한 조성물의 제조방법을 제공한다. 예를 들어, 일 방법은 적합한 온도 및 적합한 압력에서 공비 조성물 혹은 공비성 조성물을 형성하기에 효과적인 양으로 HF와 PF_5 를 합하여 HF 및 PF_5 를 포함하는, 이들로 필수적으로 구성되는, 혹은 이들로 구성되는 공비 조성물 혹은 공비성 조성물을 형성하는 것을 포함한다.

[0011] 본 명세서에서 사용된, 용어 "공비성(유사공비, azeotrope-like)"은 엄격하게 공비인 조성물과 공비 혼합물 같이 거동하는 조성물 모두를 포함하는 광범위한 의미로 사용된다. 예를 들어, 공비성 조성물은 베블 포인트 곡선 (bubble point curve)이 조성 범위에 걸쳐서 약 2% 미만으로 떨어지는 것으로 비교적 일정하게 유지되는 조성물일 수 있다. 기본 원리로, 유체(fluid)의 열역학적 상태는 압력, 온도, 액체 조성 및 증기 조성으로 정의된다. 공비 혼합물은 언급된 압력 및 온도에서 액체 조성과 증기 조성이 동일한 2성분 이상의 시스템이다. 실제, 이는 공비 혼합물의 성분이 일정하게 끓으며 증류(distillation) 도중에 분리되지 않음을 의미한다.

- [0012] 공비성 조성물은 일정하게 끓거나 혹은 본질적으로 일정하게 끓는다. 달리 말하면, 공비성 조성물에서, (실질적으로 등압 조건 하에서의) 끓음 혹은 증발 도중에 형성된 증기 조성은 본래의 액체 조성과 동일하거나 혹은 실질적으로 동일하다. 따라서, 끓음 혹은 증발시에, 액체 조성이 변한다 하더라도, 최소한 혹은 무시할 수 있을 정도로만 변한다. 이는 끓음 혹은 증발 도중에 액체 조성이 상당한 정도로 변화되는 비-공비성 조성물과 대조된다. 상기한 범위 내의 본 발명에 의한 모든 공비성 조성물뿐만 아니라 상기 범위를 벗어나는 특정한 조성물은 공비성이다.
- [0013] 다른 압력에서, 조성물의 끓는점이 그러하듯이 주어진 공비물의 조성은 적어도 조금은 달라질 수 있다. 따라서, A와 B의 공비물은 독특한 형태의 관계를 나타내지만 온도 및/또는 압력에 따라 가변적인 조성을 갖는다. 공비성 조성물에는 이들 성분을 공비성인 가변적인 비율로 포함하는 조성 범위가 있다. 모든 이러한 조성물은 본 명세서에서 사용된 용어 "공비성(azeotrope-like)"에 포함되는 것으로 의도된다.
- [0014] 따라서, 액체 공비 조성물 또는 공비성 조성물의 끓는점은 고정되고 끓는 액체 조성물 상부의 증기 조성은 끓는 액체 조성물의 조성과 본질적으로 동일하며, 따라서, 본질적으로 액체 조성물 성분의 분류(fractionation)이 일어나지 않는다. 공비 조성물 혹은 공비성 조성물의 각 성분의 끓는점 및 중량 퍼센트는 모두 공비 액체 조성물 혹은 공비성 액체 조성물이 다른 압력에서 끓게 되는 경우에 변할 수 있다. 따라서, 공비 조성물 또는 공비성 조성물은 이들 성분 사이에 존재하는 관계, 상기 성분의 조성 범위 혹은 특정한 압력에서 고정된 끓는점으로 특징지어지는 조성물의 각 성분의 중량 퍼센트로 정의될 수 있다.
- [0015] HF와 PF_5 의 공비 조성물 혹은 공비성 조성물을 형성하는 한가지 방법은 HF 공급원으로부터 HF를 제공하는 단계, PF_5 공급원으로부터 PF_5 를 제공하는 단계 및 공비 조성물 혹은 공비성 조성물을 형성하기 위해 상기 HF 및 상기 PF_5 를 합하는 단계 (combining)를 포함한다. 상기 HF 및 상기 PF_5 는 이들 각각의 공급원으로부터 유효량으로 제공될 수 있다. 각 성분의 유효량은 다른 성분과 합하였을 때, 이들 성분의 공비 조성물 혹은 공비성 조성물이 형성되는 양이다.
- [0016] 본 기술의 공비 조성물 혹은 공비성 조성물은 일반적으로 HF를 공비 조성물 혹은 공비성 조성물의 총 중량을 기준으로 약 0.01 중량 퍼센트 내지 약 12 중량 퍼센트의 양으로 그리고 PF_5 를 공비 조성물 혹은 공비성 조성물의 총 중량을 기준으로 약 88 중량 퍼센트 내지 약 99.99 중량 퍼센트의 양으로 포함한다. 일 예로, 공비 조성물 혹은 공비성 조성물이 HF를 공비 조성물 혹은 공비성 조성물의 중량을 기준으로 0.5 ± 0.4 중량 퍼센트 그리고 PF_5 를 공비 조성물 혹은 공비성 조성물의 중량을 기준으로 99.5 ± 0.4 중량 퍼센트의 양으로 포함하거나, 이들로 구성되거나 혹은 이들로 필수적으로 구성되는 경우에, 공비 조성물 혹은 공비성 조성물은 약 0°C의 끓는점을 갖는다.
- [0017] 일부 예에서, 공비 조성물 혹은 공비성 조성물은 HF를 공비 조성물 혹은 공비성 조성물의 총 중량을 기준으로 약 0.01 중량 퍼센트 내지 약 12 중량 퍼센트, 약 0.01 중량 퍼센트 내지 약 5 중량 퍼센트, 혹은 공비 조성물 혹은 공비성 조성물의 총 중량을 기준으로 약 0.1 중량 퍼센트 내지 약 1 중량 퍼센트의 양으로 포함할 수 있다. 또한, 상기 공비 조성물 혹은 공비성 조성물은 PF_5 를 공비 조성물 혹은 공비성 조성물의 중량을 기준으로 약 88 내지 약 99.99 중량 퍼센트, 공비 조성물 혹은 공비성 조성물의 중량을 기준으로 약 95 중량 퍼센트 내지 약 99.99 중량 퍼센트 혹은 공비 조성물 혹은 공비성 조성물의 중량을 기준으로 약 99 중량 퍼센트 내지 약 99.9 중량 퍼센트의 양으로 포함할 수 있다.
- [0018] 본 기술의 공비 조성물 혹은 공비성 조성물은 HF 및 PF_5 를 상기한 양으로 합하여 형성되며, 이러한 조성물은 약

268 psia 내지 약 377 psia의 압력에서 약 -13°C 내지 약 0°C의 끓는점을 가질 수 있다. 일 예로, HF 및 PF₅를 포함하는 공비 조성물 혹은 공비성 조성물은 약 268 psia에서 약 -13°C의 끓는점을 가질 수 있다. 다른 예로, HF 및 PF₅를 포함하는 공비 조성물 혹은 공비성 조성물은 약 289 psia에서 약 -10°C의 끓는점을 가질 수 있다. 다른 예로, HF 및 PF₅를 포함하는 공비 조성물 혹은 공비성 조성물은 약 329 psia의 압력에서 약 -5°C의 끓는점을 가질 수 있다. 다른 예로, HF 및 PF₅를 포함하는 공비 조성물 혹은 공비성 조성물은 약 377 psia에서 약 0°C의 끓는점을 가질 수 있다.

[0019] 본 기술의 공비 조성물 혹은 공비성 조성물의 형성은 다양한 방식으로 행하여질 수 있으며, 공비 조성물 혹은 공비성 조성물은 다양한 목적에 사용될 수 있다. 일 예로, HF 및 PF₅의 공비 조성물 혹은 공비성 조성물은 PF₅ 제조 공정 도중에 형성될 수 있다. 이러한 예로는 PF₅, HF 및 부산물을 포함하는 반응 생성물을 얻도록 인(P) 공급물 스트림과 불소(F₂) 공급물 스트림을 반응시키는 단계를 포함할 수 있다. PF₅ 및 HF의 공급원은 상기 반응 생성물일 수 있다. 반응 생성물에서 PF₅는 인(P) 공급물 스트림 중의 인과 불소(F₂) 공급물 스트림 중의 불소의 반응 결과일 수 있다. 반응 생성물 중의 HF는 다양한 방식의 결과물일 수 있으며, 이로써 한정하는 것은 아니지만, 불소(F₂) 공급물 스트림 중의 불순물 및 PF₅와 존재할 수 있는 수분과의 반응물을 포함할 수 있다. 예를 들어, F₂는 전형적으로 HF로부터 발생되며, 따라서, 불소(F₂) 공급물 스트림은 일부 양의 HF, 예컨대 불소(F₂) 공급물 스트림의 총 중량을 기준으로 약 0.1 중량 퍼센트 내지 약 5 중량 퍼센트와 같은 일부양의 HF를 포함할 수 있다. 나아가, 반응 생성물 중의 PF₅가 수분에 노출되면, 이는 반응하여 HF 및 POF₃을 형성할 것이다. 따라서, 상기 부산물은 적어도 POF₃를 포함할 수 있다. HF 및 PF₅의 공비 조성물 혹은 공비성 조성물은 공비 조성물 혹은 공비성 조성물을 형성하도록 HF와 PF₅를 합하기 전에 상기 부산물을 제거하여 형성될 수 있다.

[0020] 다른 예에서, PF₅는 PF₅ 및 적어도 하나의 부가적인 화합물을 포함하는 조성물로 부터 PF₅를 분리하기 위해 HF를 사용하여 정제될 수 있다. 상기 적어도 하나의 부가적인 화합물은 예를 들어, 불순물일 수 있다. 이러한 예에서, PF₅의 공급원은 PF₅ 및 적어도 하나의 부가적인 화합물을 포함하는 조성물일 수 있으며, HF는 PF₅ 및 HF의 공비 조성물 혹은 공비성 조성물을 형성하기에 충분한 양으로 제공될 수 있다. 공비 조성물 혹은 공비성 조성물을 형성하기 위해 PF₅와 HF를 합한 다음에, 상기 방법은 상기 적어도 하나의 부가적인 화합물로부터 공비 조성물 혹은 공비성 조성물을 분리하는 단계를 포함할 수 있다.

[0021] 또 다른 예로, 조성물은 상기 조성물에서 HF를 제거하기 위해 PF₅를 이용하여 정제될 수 있다. 이러한 예에서, HF 공급원은 HF 및 적어도 하나의 부가적인 화합물을 포함하는 조성물일 수 있으며, PF₅는 PF₅ 및 HF의 공비 조성물 혹은 공비성 조성물을 형성하기에 충분한 양으로 제공될 수 있다. 상기 적어도 하나의 부가적인 화합물은 이로써 제한되는 것은 아니지만, POF₃, LiF, LiPF₆, AsF₅와 혼합될 수 있는 화합물 혹은 이들의 조합을 포함할 수 있다. PF₅ 및 HF가 공비 조성물 혹은 공비성 조성물을 형성하도록 합하여진 다음에, 상기 방법은 적어도 하나의 부가적인 화합물로부터 공비 조성물 혹은 공비성 조성물을 분리하는 단계를 포함할 수 있다. 적어도 하나의 부가적인 화합물로부터 공비 조성물 혹은 공비성 조성물을 분리하는 단계는 예를 들어, 증류(distillation), 플래시 세페레이션(flash separation) 혹은 다른 기술분야에 알려져 있는 분리 방법을 포함하는 어떠한 적합한 방식으로 행하여질 수 있다. 일 예로, 상기 적어도 하나의 부가적인 화합물은 PF₅, HF 혹은 PF₅와 HF의 혼합물과 공비 조성물 혹은 공비성 조성물을 형성하지 않는다. 다른 예로, 상기 적어도 하나의 부가적인 화합물은 PF₅, HF 혹은 PF₅와 HF의 혼합물과 공비 조성물 혹은 공비성 조성물을 형성한다.

[0022] 실시예 1

- [0023] PF_5 와 HF의 공비 조성물 혹은 공비성 조성물은 다음의 절차에 따라 형성되었다.
- [0024] 기액평형(vapor liquid equilibrium, VLE) 셀이 2개의 증기 포트가 장착된 스테인레스 스틸로 제조되었다. 하나의 증기 포트는 데드웨이트(dead weight) 테스터로 미리 캘리브레이트된(calibrate) 압력 변환기(pressure transducer)에 연결되었다. 다른 포트는 VLE 셀에서 배출시키고 VLE 셀을 채우는데 사용되었다. 시행하기 전에, 상기 VLE 셀은 약 30psi의 압력에서 19% F_2 /81% N_2 에 노출되었으며 그 후에, 어떠한 유기 불순물이 제거되도록 배출되었다. 그 후, VLE 셀은 완전하게 비워졌다. 절차를 시작하기 위해, 112.1 gm의 탈기된(degassed) PF_5 가 VLE 셀에 장입되었다. 상기 VLE 셀은 써모스탯(thermostat)이 구비된 욕조(bath)에 침지되었으며, 이는 평형이 될 때까지 -14 내지 0°C의 온도로 유지되었다. 평형이 되었을 때의 압력을 기록하였으며, VLE 셀은 욕조에서 제거되고 액화 질소에서 냉각되었다. 그 후, HF의 처음 장입물이 냉동된 VLE 셀에 0.46 gm의 양으로 첨가되었다. 상기 VLE 셀이 욕조 온도로 가온되도록 하였으며, 그 후에 써모스탯이 구비된 욕조에 다시 놓았다. HF는 점차적으로 증가시켜서 첨가되었으며 각각의 첨가 후에 평형 압력을 기록하였다. PF_5 의 비교적 높은 압력으로 인하여, 증기상의 매스(mass) 물질이 도외시되지 않았다. 증기 구역에서의 매스 물질은 셀의 공지된 체적 및 PF_5 의 증기 밀도로부터 계산되었다. 그 후, 전반적인 액체 조성은 상기 셀에 첨가된 벌크 양에서 증기 구역 중의 HF 및 PF_5 의 매스(mass)를 공제하여 보정되었다.

- [0025] 시험 결과를 도 1에 나타내었다. -13°C에서 상기 데이터의 산포도는 시험 도중 조절된 욕조 온도의 가변성으로 인한 것이다. 시험 데이터에서 알 수 있듯이, -13°C 내지 0°C에서 압력은 최대에 도달하며, 이는 공비물이 형성됨을 나타낸다. 공비성 영역은 적어도 12wt%의 HF까지 확장된다.

[0026] 실시예 2

- [0027] 다음의 방식으로 LiPF_6 결정에 부착되어 있는 HF와의 공비 조성물 혹은 공비성 조성물을 형성하도록 LiPF_6 결정의 조성물은 PF_5 를 사용하여 정제될 수 있다.

- [0028] LiPF_6 은 HF에 용해되어 있는 LiF 용액을 통해 PF_5 를 베블링하여 준비될 수 있다. 약 절반의 HF는 증발되고 결정이 상기 용액으로부터 여과될 수 있다. 결정은 여기에 부착되어 있는 소량의 HF를 가짐으로, PF_5 는 결정의 표면에서 일소(sweep)될 수 있다. HF와 PF_5 의 공비 조성물 혹은 공비성 조성물이 형성되고 상기 시스템으로부터 제거될 수 있다. 결과물인 LiPF_6 결정은 HF 함량이 감소된 것이다.

[0029] 실시예 3

- [0030] 실시예 1의 시험결과는 - 60 내지 15°C의 온도 범위에서 HF 및 PF_5 의 기액 평형의 추론(regress)에 사용되었다. - 60 내지 10°C의 온도에서 공비 조성물은 하기 표 1에 나타낸다.

표 1

온도 °C	압력 psi	공비]조성물	
		HF, wt%	PF_5 , wt%
-60	51.2	0.2	99.8
-40	112.8	0.3	99.7
-20	216.2	0.35	99.65
0	377.1	0.45	99.55
10	486.3	0.5	99.5

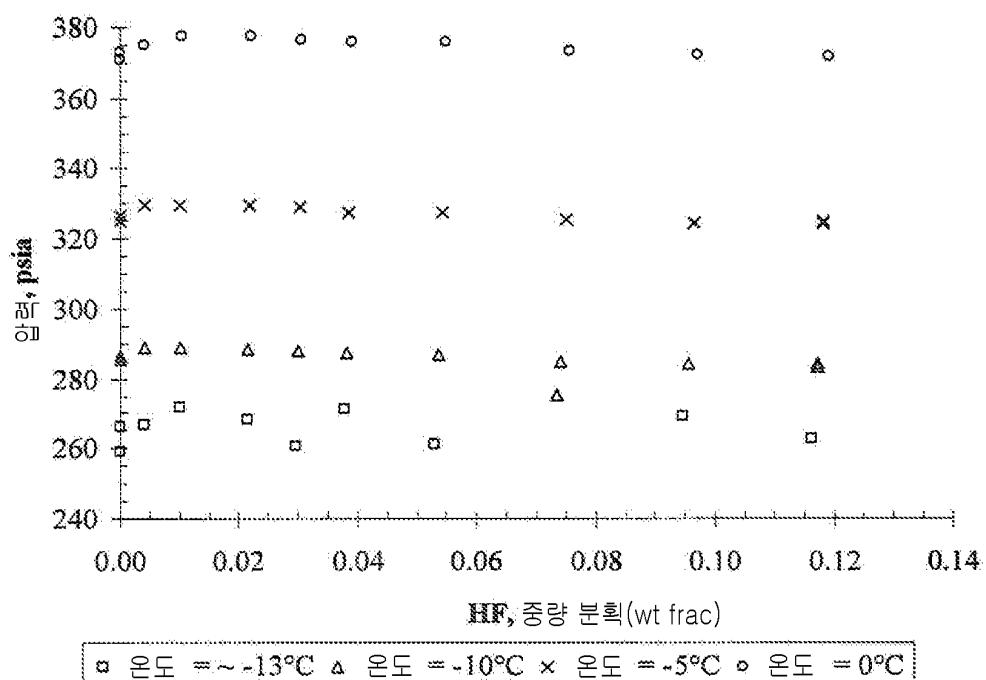
- [0032] - 60 내지 10°C에서의 관련된 기액 평형을 도 2 및 3에 나타내었다. 이를 관련은 베블 포인트 곡선이 넓은 조

성 범위에 걸쳐서 비교적 일정하게 유지되며, 이는 상기 조성 범위가 공비성임을 나타낸다. 도 2에 나타낸 바와 같이, -60°C 에서, 베블 포인트 압력은 0wt% 내지 약 24 wt%인 HF 양에서 약 2% 미만으로 떨어진다. 도 3에 나타낸 바와 같이, 10°C 에서 베블 포인트는 0wt% 내지 약 15 wt%인 HF 양에서 약 2% 미만으로 떨어지는 공비성을 유지한다.

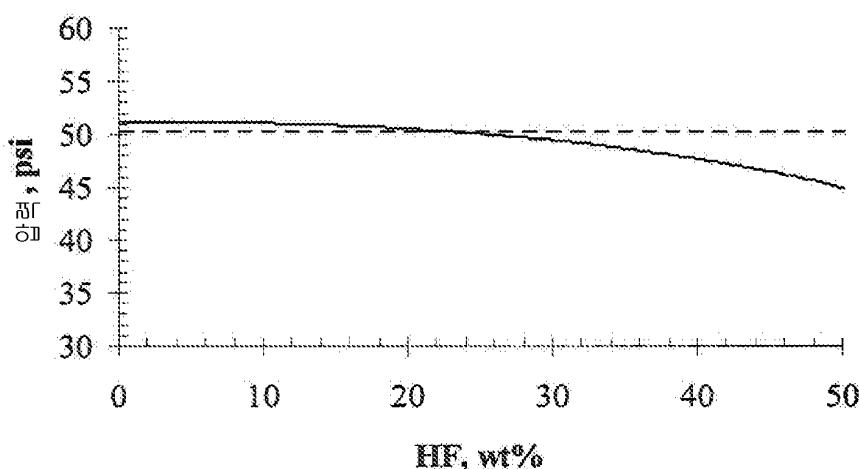
[0033] 상기한 바와 같이, 본 명세서는 설명의 목적으로 특정한 예가 기술되었으며, 본 개시사항의 범위 및 기술적 사상의 범위 내에서 다양한 변형이 가능할 수 있다. 따라서, 상기한 상세한 설명은 제한적인 것이라기보다는 예시적인 것이며, 이는 특허청구된 주제를 특정하여 명시한, 후술하는 특허청구범위에 대하여 모든 균등물을 포함하여 또한 그러하다.

도면

도면1



도면2



도면3

