

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 1 区分

【発行日】平成20年11月20日 (2008.11.20)

【公開番号】特開2007-99599(P2007-99599A)

【公開日】平成19年4月19日 (2007.4.19)

【年通号数】公開・登録公報2007-015

【出願番号】特願2005-295497(P2005-295497)

【国際特許分類】

C 0 1 B 21/083 (2006.01)

B 0 1 J 19/00 (2006.01)

【F I】

C 0 1 B 21/083

B 0 1 J 19/00 H

【手続補正書】

【提出日】平成20年10月7日 (2008.10.7)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

フッ素ガスとアンモニアガスとを管状反応器に供給して、希釈ガスの存在下、無触媒条件下で反応させて、主として三フッ化窒素からなるガス生成物と主としてフッ化アンモニウムおよび/または酸性フッ化アンモニウムからなる固形生成物とを生成させ、前記管状反応器に装着されたハンマリング装置により前記管状反応器の内壁に付着した前記固形生成物を除去することを特徴とする三フッ化窒素の製造方法。

【請求項 2】

長さ方向が鉛直方向となるように設置された管状反応器の上部からフッ素ガスとアンモニアガスとを供給して、希釈ガスの存在下、気相中、無触媒条件下で反応させて、主として三フッ化窒素からなるガス生成物と主としてフッ化アンモニウムおよび/または酸性フッ化アンモニウムからなる固形生成物とを生成させ、前記管状反応器に装着されたハンマリング装置により前記管状反応器の内壁に付着した前記固形生成物を払い落とし、該固形生成物を反応器下部に設けられた固形分を分離、排出する装置およびフィルターにより前記ガス生成物から除去することを特徴とする三フッ化窒素の製造方法。

【請求項 3】

前記フッ素ガスが、酸素および酸素含有化合物の合計含有量が 0.1 vol % 以下ならびにテトラフルオロメタンの含有量が 50 vol ppm 以下の高純度フッ素ガスであることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項 4】

前記高純度フッ素ガス中に含まれる酸素含有化合物が、NO、NO₂、N₂O、CO、CO₂、H₂O、OF₂およびO₂F₂からなる群より選ばれる少なくとも 1 種の化合物であることを特徴とする請求項 3 に記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項 5】

前記アンモニアガスが、酸素および酸素含有化合物の合計含有量が 10 vol ppm 以下ならびに油分の含有量が 2 質量 ppm 以下の高純度アンモニアガスであることを特徴とする請求項 1 ~ 4 のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項 6】

前記高純度アンモニアガス中に含まれる酸素含有化合物が、 NO 、 NO_2 、 N_2O 、 CO 、 CO_2 および H_2O からなる群より選ばれる少なくとも１種の化合物であることを特徴とする請求項５に記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項 7】

前記フッ素ガスの供給濃度が３モル％以下であることを特徴とする請求項１～６のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項 8】

前記アンモニアガスの供給濃度が６モル％以下であることを特徴とする請求項１～７のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項 9】

フッ素ガスとアンモニアガスとを０．０５～１．０ＭＰaの圧力で反応させることを特徴とする請求項１～８のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項 10】

前記ハンマリング装置がエアノッカーであることを特徴とする請求項１～９のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項 11】

前記管状反応器が冷却構造を有することを特徴とする請求項１～１０のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項 12】

フッ素ガスとアンモニアガスとを６０℃以下の温度で反応させることを特徴とする請求項１～１１のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項 13】

フッ素ガスとアンモニアガスとを、モル比（フッ素ガス：アンモニアガス）が１：１～１：２の範囲で供給することを特徴とする請求項１～１２のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項 14】

前記希釈ガスが、窒素、ヘリウム、アルゴン、六弗化硫黄、ヘキサフルオロエタン、オクタフルオロプロパンおよび三フッ化窒素からなる群より選ばれる少なくとも１種のガスであることを特徴とする請求項１～１３のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項 15】

希釈ガスを循環使用することを特徴とする請求項１～１４のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項 16】

前記反応後、未反応のフッ素ガスをアルカリ水溶液および／またはアルミナで処理することを特徴とする請求項１～１５のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【請求項 17】

フッ素ガス供給手段、アンモニアガス供給手段、ハンマリング装置と反応温度制御手段とを具備した管状反応器、該反応器から除去された固形生成物を貯留する手段、および固形生成物とガス成分とを分離する手段を含むことを特徴とする三フッ化窒素の製造装置。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】００１２

【補正方法】変更

【補正の内容】

【００１２】

その結果、本発明を完成するに至った。

すなわち、本発明は以下の〔１〕～〔１６〕に示される NF_3 の製造方法および〔１７〕に示される NF_3 の製造装置である。

〔１〕フッ素ガスとアンモニアガスとを管状反応器に供給して、希釈ガスの存在下、無触媒条件で反応させて、主として三フッ化窒素からなるガス生成物と主としてフッ化アン

モニウムおよび／または酸性フッ化アンモニウムからなる固形生成物とを生成させ、前記管状反応器に装着されたハンマリング装置により前記管状反応器の内壁に付着した前記固形生成物を除去することを特徴とする三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0013

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0013】

〔2〕長さ方向が鉛直方向となるように設置された管状反応器の上部からフッ素ガスとアンモニアガスとを供給して、希釈ガスの存在下、気相中、無触媒条件で反応させて、主として三フッ化窒素からなるガス生成物と主としてフッ化アンモニウムおよび／または酸性フッ化アンモニウムからなる固形生成物とを生成させ、前記管状反応器に装着されたハンマリング装置により前記管状反応器の内壁に付着した前記固形生成物を払い落とし、該固形生成物を反応器下部に設けられた固形分を分離、排出する装置およびフィルターにより前記ガス生成物から除去することを特徴とする三フッ化窒素の製造方法。

〔3〕前記フッ素ガスが、酸素および酸素含有化合物の合計含有量が0.1vol%以下ならびにテトラフルオロメタンの含有量が50volppm以下の高純度フッ素ガスであることを特徴とする上記〔1〕または〔2〕に記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0014

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0014】

〔4〕前記高純度フッ素ガス中に含まれる酸素含有化合物が、NO、NO₂、N₂O、CO、CO₂、H₂O、OF₂およびO₂F₂からなる群より選ばれる少なくとも1種の化合物であることを特徴とする上記〔3〕に記載の三フッ化窒素の製造方法。

〔5〕前記アンモニアガスが、酸素および酸素含有化合物の合計含有量が10volppm以下ならびに油分の含有量が2質量ppm以下の高純度アンモニアガスであることを特徴とする上記〔1〕～〔4〕のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0015

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0015】

〔6〕前記高純度アンモニアガス中に含まれる酸素含有化合物が、NO、NO₂、N₂O、CO、CO₂およびH₂Oからなる群より選ばれる少なくとも1種の化合物であることを特徴とする上記〔5〕に記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0016

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0016】

〔7〕前記フッ素ガスの供給濃度が3モル%以下であることを特徴とする上記〔1〕～〔6〕のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

〔8〕前記アンモニアガスの供給濃度が6モル%以下であることを特徴とする上記〔1〕～〔7〕のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0017

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0017】

〔 9 〕フッ素ガスとアンモニアガスとを 0.05 ～ 1.0 MPa の圧力で反応させることを特徴とする上記〔 1 〕～〔 8 〕のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正 8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0018

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0018】

〔 10 〕前記ハンマリング装置がエアーノッカーであることを特徴とする上記〔 1 〕～〔 9 〕のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

〔 11 〕前記管状反応器が冷却構造を有することを特徴とする上記〔 1 〕～〔 10 〕のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正 9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0019

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0019】

〔 12 〕フッ素ガスとアンモニアガスとを 60 以下の温度で反応させることを特徴とする上記〔 1 〕～〔 11 〕のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正 10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0020

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0020】

〔 13 〕フッ素ガスとアンモニアガスとを、モル比（フッ素ガス：アンモニアガス）が 1：1 ～ 1：2 の範囲で供給することを特徴とする上記〔 1 〕～〔 12 〕のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正 11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0021

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0021】

〔 14 〕前記希釈ガスが、窒素、ヘリウム、アルゴン、六弗化硫黄、ヘキサフルオロエタン、オクタフルオロプロパンおよび三フッ化窒素からなる群より選ばれる少なくとも 1 種のガスであることを特徴とする上記〔 1 〕～〔 13 〕のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【手続補正 12】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0022

【補正方法】変更

【補正の内容】

【 0 0 2 2 】

【 1 5 】 希釈ガスを循環使用することを特徴とする上記【 1 】～【 1 4 】のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【 1 6 】 前記反応後、未反応のフッ素ガスをアルカリ水溶液および／またはアルミナで処理することを特徴とする上記【 1 】～【 1 5 】のいずれかに記載の三フッ化窒素の製造方法。

【 手続補正 1 3 】

【 補正対象書類名 】 明細書

【 補正対象項目名 】 0 0 2 3

【 補正方法 】 変更

【 補正の内容 】

【 0 0 2 3 】

【 1 7 】 フッ素ガス供給手段、アンモニアガス供給手段、ハンマリング装置と反応温度制御手段とを具備した管状反応器、該反応器から除去された固形生成物を貯留する手段、および固形生成物とガス成分とを分離する手段を含むことを特徴とする三フッ化窒素の製造装置。

【 手続補正 1 4 】

【 補正対象書類名 】 明細書

【 補正対象項目名 】 0 0 2 4

【 補正方法 】 削除

【 補正の内容 】

【 手続補正 1 5 】

【 補正対象書類名 】 明細書

【 補正対象項目名 】 0 0 2 5

【 補正方法 】 削除

【 補正の内容 】

【 手続補正 1 6 】

【 補正対象書類名 】 明細書

【 補正対象項目名 】 0 0 2 6

【 補正方法 】 削除

【 補正の内容 】

【 手続補正 1 7 】

【 補正対象書類名 】 明細書

【 補正対象項目名 】 0 0 2 7

【 補正方法 】 削除

【 補正の内容 】