



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 113173564 A

(43) 申请公布日 2021.07.27

(21) 申请号 202110364069.2

(22) 申请日 2021.04.03

(71) 申请人 中船重工(邯郸)派瑞特种气体有限公司

地址 057550 河北省邯郸市肥乡县化工工业聚集区纬五路1号

(72) 发明人 冀延治 宋富财 武建鹏 郝春辉  
陈宝健 李海军 郑秋艳 申文超  
张旭 罗文键

(74) 专利代理机构 北京理工大学专利中心  
11120

代理人 周蜜 仇蕾安

(51) Int. Cl.

C01B 21/083 (2006.01)

权利要求书1页 说明书8页

(54) 发明名称

一种纯化大流量 $\text{NF}_3$ 电解气中高浓度 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种纯化大流量 $\text{NF}_3$ 电解气中高浓度 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的方法,属于 $\text{NF}_3$ 纯化技术领域。 $\text{NF}_3$ 电解气从塔底进入直径为(500~1500)mm以及高度为(5000~15000)mm的裂解塔内部, $\text{NF}_3$ 电解气由塔底流动到塔顶的过程中, $\text{N}_2\text{F}_2$ 在(150~350)℃下完全分解去除,去除 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的 $\text{NF}_3$ 电解气从塔顶排出,通过选择合理的裂解塔尺寸以及进气流量,使其在裂解塔内的滞留时间不少于0.5min,能够实现对进气流量为(100~650)kg/h且 $\text{N}_2\text{F}_2$ 含量在8vol%以下的 $\text{NF}_3$ 电解气的有效处理,应用前景十分广阔。

1. 一种纯化大流量 $\text{NF}_3$ 电解气中高浓度 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的方法,其特征在于:所述纯化方法步骤如下,

$\text{NF}_3$ 电解气从塔底进入直径为(500~1500)mm以及高度为(5000~15000)mm的裂解塔内部, $\text{NF}_3$ 电解气由塔底流动到塔顶的过程中, $\text{NF}_3$ 电解气中的 $\text{N}_2\text{F}_2$ 在(150~350)℃下完全分解去除,去除 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的 $\text{NF}_3$ 电解气从塔顶排出;

其中,所述 $\text{NF}_3$ 电解气的进气流量为(100~650)kg/h, $\text{NF}_3$ 电解气中 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的体积分数小于等于8%,且 $\text{NF}_3$ 电解气在裂解塔中的滞留时间不低于0.5min。

2. 根据权利要求1所述的一种纯化大流量 $\text{NF}_3$ 电解气中高浓度 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的方法,其特征在于: $\text{NF}_3$ 电解气中 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的浓度为1.5%~8%。

3. 根据权利要求1所述的一种纯化大流量 $\text{NF}_3$ 电解气中高浓度 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的方法,其特征在于: $\text{NF}_3$ 电解气在裂解塔中的滞留时间为(0.5~5)min。

4. 根据权利要求1所述的一种纯化大流量 $\text{NF}_3$ 电解气中高浓度 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的方法,其特征在于:所述裂解塔的直径为(800~1200)mm,高度为(8000~13000)mm。

5. 根据权利要求4所述的一种纯化大流量 $\text{NF}_3$ 电解气中高浓度 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的方法,其特征在于:所述 $\text{NF}_3$ 电解气的进气流量为(300~500)kg/h。

6. 根据权利要求1所述的一种纯化大流量 $\text{NF}_3$ 电解气中高浓度 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的方法,其特征在于:所述裂解塔与外部的电解槽直接连接,或者不与外部的电解槽直接连接;

其中,所述裂解塔与外部的电解槽直接连接时,裂解塔内部的工作压力为(-0.05~0.01)MPa;所述裂解塔不与外部的电解槽直接连接时,裂解塔内部的工作压力为(0~0.25)MPa。

7. 根据权利要求1所述的一种纯化大流量 $\text{NF}_3$ 电解气中高浓度 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的方法,其特征在于:裂解塔内部填料的比表面积为(100~400) $\text{m}^2/\text{m}^3$ 。

8. 根据权利要求1所述的一种纯化大流量 $\text{NF}_3$ 电解气中高浓度 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的方法,其特征在于:所述裂解塔采用电磁加热设备进行加热。

9. 根据权利要求8所述的一种纯化大流量 $\text{NF}_3$ 电解气中高浓度 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的方法,其特征在于:所述电磁加热设备包括交流电源、电磁加热器、发热体以及保温层;

电磁加热器位于发热体与保温层之间,发热体的内型面与裂解塔的外型面共形,且发热体的内型面与裂解塔的外型面相贴合,交流电源为电磁加热器供电。

10. 根据权利要求8或9所述的一种纯化大流量 $\text{NF}_3$ 电解气中高浓度 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的方法,其特征在于:电磁加热设备的个数为2~6个,电磁加热设备在裂解塔的轴向上均匀分布。

## 一种纯化大流量NF<sub>3</sub>电解气中高浓度N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种纯化大流量NF<sub>3</sub>电解气中高浓度N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>的方法,属于NF<sub>3</sub>纯化技术领域。

### 背景技术

[0002] NF<sub>3</sub>气体广泛应用于高能激光、半导体技术及化学气相沉积等领域,具有很好的应用前景。目前NF<sub>3</sub>的制备方法主要有以下两种:(1)直接化合法:①气-气反应:采用氟气(F<sub>2</sub>)与氨气(NH<sub>3</sub>)直接化合反应生成NF<sub>3</sub>;②气-液反应:采用F<sub>2</sub>与液氨(或液态氟化氢铵(NH<sub>4</sub>HF<sub>2</sub>))反应、F<sub>2</sub>与尿素(NH<sub>2</sub>CONH<sub>2</sub>)反应生成NF<sub>3</sub>;③气-固反应:F<sub>2</sub>与固体氟化铝铵反应生成NF<sub>3</sub>;(2)电解法:电解熔融NH<sub>4</sub>HF<sub>2</sub>/HF、电解NH<sub>3</sub>与HF。直接化合法合成过程不易控制,杂质含量较多,化学反应过程复杂;电解NH<sub>3</sub>与HF方法的弊端为NH<sub>3</sub>为有毒气体,接触易灼伤皮肤、眼睛及呼吸道黏膜;电解熔融NH<sub>4</sub>HF<sub>2</sub>/HF仅需一步即可制得NF<sub>3</sub>,且所用设备生产成本低,产品收率高,所以工业化生产NF<sub>3</sub>时多采用该方法。

[0003] 采用电解法制备NF<sub>3</sub>时,从电解槽气室流出的气体中NF<sub>3</sub>含量为30vol%~70vol%,其余为杂质气体。而N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>是NF<sub>3</sub>电解气中一种危险性气体杂质,该气体易分解成氮气和F<sub>2</sub>,F<sub>2</sub>易与还原性物质和金属发生反应,如不有效去除,会引发爆炸,威胁生产安全,因此在纯化环节须对N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>进行去除。

[0004] 专利US4933158中,将含有N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>杂质的NF<sub>3</sub>气体在(-125~50)℃下通过沸石填料层,通过吸附可有效去除N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>,但是吸附方法需用反复的吸附、解吸,耗能多,N<sub>2</sub>用量大,吸附效率低。专利ZL 200510085395.0中通过加热处理的方式使NF<sub>3</sub>气体中的N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>杂质裂解,所用热解器直径为(100~200)mm以及塔高为(1000~3000)mm,操作压力为(0.2~0.7)MPa,由于热解器的尺寸比较小,NF<sub>3</sub>电解气处理量小,而且处理的NF<sub>3</sub>电解气中N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>杂质浓度为(0.1~1)vol%,无法实现对高浓度N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>杂质的有效去除。

### 发明内容

[0005] 针对现有技术中存在的问题,本发明提供一种纯化大流量NF<sub>3</sub>电解气中高浓度N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>的方法,该方法通过优化裂解塔的尺寸以及裂解的工艺条件,能够完全除去NF<sub>3</sub>电解气中含量不超过8vol%的N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>杂质气体,而且对NF<sub>3</sub>电解气的处理量达到(100~650)kg/h。

[0006] 本发明的目的是通过以下技术方案实现的。

[0007] 一种纯化大流量NF<sub>3</sub>电解气中高浓度N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>的方法,所述纯化方法步骤如下:

[0008] NF<sub>3</sub>电解气从塔底进入直径为(500~1500)mm以及高度为(5000~15000)mm的裂解塔内部,NF<sub>3</sub>电解气由塔底流动到塔顶的过程中,NF<sub>3</sub>电解气中的N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>在(150~350)℃下完全分解去除,去除N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>的NF<sub>3</sub>电解气从塔顶排出;

[0009] 所述NF<sub>3</sub>电解气的进气流量为(100~650)kg/h,NF<sub>3</sub>电解气中N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>的体积分数小于等于8%,且NF<sub>3</sub>电解气在裂解塔中的滞留时间不低于0.5min。

[0010] 进一步地,所述裂解塔可以与外部的电解槽直接连接,也可以与外部的电解槽不

直接连接;所述裂解塔与外部的电解槽直接连接时,裂解塔内部的工作压力为(-0.05~0.01)MPa,优选大于等于-0.03MPa且小于0MPa;所述裂解塔不与外部的电解槽直接连接时,裂解塔内部的工作压力为(0~0.25)MPa。

[0011] 进一步地,NF<sub>3</sub>电解气在裂解塔中的滞留时间优选(0.5~5)min。

[0012] 进一步地,所述裂解塔的直径优选(800~1200)mm,高度优选(8000~13000)mm,相应地,NF<sub>3</sub>电解气的进气流量优选(300~500)kg/h。

[0013] 进一步地,裂解塔内部的填料选用常规的不锈钢、铜、镍以及蒙乃尔等金属填料即可;填料结构不限,填料的比表面积优选(100~400)m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>;填料形式不限,可以为规整填料也可以为散堆填料,规整填料可以是任意尺寸,散堆填料的规格或公称尺寸优选(16~50)mm。

[0014] 进一步地,所述裂解塔优选采用电磁加热设备进行加热,电磁加热设备的个数优选2~6个,电磁加热设备在裂解塔的轴向上均匀分布实现对裂解塔的统一加热。

[0015] 进一步地,所述电磁加热设备包括交流电源、电磁加热器、发热体以及保温层;

[0016] 电磁加热器位于发热体与保温层之间,发热体的内型面与裂解塔的外型面共形,且发热体的内型面与裂解塔的外型面相贴合,最外层包裹保温材料能够避免热量损失,交流电源为电磁加热器供电。

[0017] 有益效果:

[0018] (1)本发明通过优化裂解塔的尺寸,延长了三氟化氮电解气在裂解塔内滞留时间,选择合理的流量,在(150~350)℃下,能够实现对大流量NF<sub>3</sub>电解气中高浓度N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>的有效分解去除。

[0019] (2)NF<sub>3</sub>电解气中的N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>杂质气体易分解成氮气和F<sub>2</sub>,F<sub>2</sub>易与还原性物质和金属发生反应,如不有效去除,会引发爆炸,威胁生产安全。本发明中将裂解塔与制备NF<sub>3</sub>电解气的电解槽直接相连或者不直接相连,都可以及时裂解电解气中的N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>杂质,为下游生产环节减轻安全风险。另外,与电解槽直接相连时裂解塔内部工作压力呈微负压,可以实现NF<sub>3</sub>电解气在电解槽、裂解塔之间正常流动。

[0020] (3)选择电磁加热方式对裂解塔加热,这是因为电磁加热通过电流产生交变磁场,洛伦兹力作用金属内部电子运动摩擦发热,而传统电阻丝加热则是依靠电流通过使得电阻丝自身发热,相同的加热效果,电磁加热消耗电能更少。

## 具体实施方式

[0021] 下面结合具体实施方式对本发明作进一步阐述,其中,所述方法如无特别说明均为常规方法,所述原材料如无特别说明均能从公开商业途径获得。

[0022] 以下实施例中所涉及的电磁加热设备包括交流电源、电磁加热器(含导磁体)、发热体以及保温层;

[0023] 导磁体可以选用硅钢片或铁氧体,以下实施例中导磁体选用铁氧体;

[0024] 发热体可以选用碳钢、不锈钢、镍等金属,以下实施例中发热体选用碳钢板;

[0025] 保温层的保温材料选用岩棉;

[0026] 电磁加热器位于发热体与保温层之间,发热体的内型面与裂解塔的外型面共形,且发热体的内型面与裂解塔的外型面相贴合,交流电源为电磁加热器供电。

## [0027] 实施例1

[0028] 选用直径为800mm、高度为9000mm的裂解塔；采用规格或公称尺寸为25mm的镍鲍尔环（镍的纯度为99.5wt%）作为裂解塔内部填料，填料装填高度为7000mm，填料比表面积为 $300\text{m}^2/\text{m}^3$ ；选用4个电磁加热设备对裂解塔进行加热，4个电磁加热设备在裂解塔轴向上均匀分布。

[0029] 将上述裂解塔与电解槽直接连接，对电解槽输出的 $\text{NF}_3$ 含量为50vol%以及 $\text{N}_2\text{F}_2$ 含量为5.5vol%的 $\text{NF}_3$ 电解气进行纯化处理时：

[0030]  $\text{NF}_3$ 电解气分别以200kg/h、300kg/h、350kg/h、400kg/h、550kg/h以及650kg/h的进气流量从塔底进入裂解塔内部， $\text{NF}_3$ 电解气由塔底流动到塔顶的过程中， $\text{NF}_3$ 电解气中的 $\text{N}_2\text{F}_2$ 在-0.02MPa工作压力以及 $(240 \pm 15)^\circ\text{C}$ 工作温度下完全分解去除，去除 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的 $\text{NF}_3$ 电解气从塔顶排出。

[0031] 采用气相色谱仪对 $\text{NF}_3$ 电解气纯化前后的组分分别进行分析，结果详见表1。根据表1的分析结果可知，进气流量在 $(200 \sim 650)\text{kg/h}$ 时，能够实现 $\text{NF}_3$ 电解气中 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的完全分解，且 $\text{NF}_3$ 的分解量比较低。

## [0032] 表1

裂解前	$\text{NF}_3$ , vol%		$\text{N}_2\text{F}_2$ , vol%	
	50		5.5%	
裂解后	进气流量, kg/h	滞留时间, min	$\text{NF}_3$ , vol%	$\text{N}_2\text{F}_2$ , vol%
[0033] 流量 1	200	2.0	45.7	未检出
流量 2	300	1.5	45.7	未检出
流量 3	350	1.3	45.8	未检出
流量 4	400	1.0	45.9	未检出
流量 5	550	0.7	46.1	未检出
流量 6	650	0.6	46.2	未检出

## [0034] 实施例2

[0035] 选用直径为1000mm、高度为10000mm的裂解塔；采用规格或公称尺寸为25mm的镍鲍尔环（镍的纯度为99.5wt%）作为裂解塔内部填料，填料装填高度为8000mm，填料比表面积为 $300\text{m}^2/\text{m}^3$ ；选用4个电磁加热设备对裂解塔进行加热，4个电磁加热设备在裂解塔轴向上均匀分布。

[0036] 将上述裂解塔与电解槽直接连接，对电解槽输出的 $\text{NF}_3$ 含量为50vol%以及 $\text{N}_2\text{F}_2$ 含量为5.5vol%的 $\text{NF}_3$ 电解气进行纯化处理时：

[0037]  $\text{NF}_3$ 电解气分别以200kg/h、300kg/h、350kg/h、400kg/h、550kg/h以及650kg/h的进气流量从塔底进入裂解塔内部， $\text{NF}_3$ 电解气由塔底流动到塔顶的过程中， $\text{NF}_3$ 电解气中的 $\text{N}_2\text{F}_2$ 在-0.02MPa工作压力以及 $(240 \pm 15)^\circ\text{C}$ 工作温度下完全分解去除，去除 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的 $\text{NF}_3$ 电解气从塔顶排出。

[0038] 采用气相色谱仪对 $\text{NF}_3$ 电解气纯化前后的组分分别进行分析，结果详见表2。根据表2的分析结果可知，进气流量在 $(200 \sim 650)\text{kg/h}$ 时，能够实现 $\text{NF}_3$ 电解气中 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的完全分解，且 $\text{NF}_3$ 的分解量比较低。

## [0039] 表2

裂解前	NF <sub>3</sub> , vol%		N <sub>2</sub> F <sub>2</sub> , vol%	
	50		5.5%	
裂解后	进气流量, kg/h	滞留时间, min	NF <sub>3</sub> , vol%	N <sub>2</sub> F <sub>2</sub> , vol%
[0040] 流量 1	200	3.5	45.1	未检出
流量 2	300	2.7	45.2	未检出
流量 3	350	2.3	45.4	未检出
流量 4	400	1.8	45.5	未检出
流量 5	550	1.3	45.6	未检出
流量 6	650	1.1	45.7	未检出

## [0041] 实施例3

[0042] 选用直径为1200mm、高度为13000mm的裂解塔;采用规格或公称尺寸为25mm的镍鲍尔环(镍的纯度为99.5wt%)作为裂解塔内部填料,填料装填高度为10000mm,填料比表面积为300m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>;选用4个电磁加热设备对裂解塔进行加热,4个电磁加热设备在裂解塔轴向上均匀分布。

[0043] 将上述裂解塔与电解槽直接连接,对电解槽输出的NF<sub>3</sub>含量为50vol%以及N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>含量为5.5vol%的NF<sub>3</sub>电解气进行纯化处理时:

[0044] NF<sub>3</sub>电解气分别以200kg/h、300kg/h、350kg/h、400kg/h、550kg/h以及650kg/h的进气流量从塔底进入裂解塔内部,NF<sub>3</sub>电解气由塔底流动到塔顶的过程中,NF<sub>3</sub>电解气中的N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>在-0.02MPa工作压力以及(240±15)℃工作温度下完全分解去除,去除N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>的NF<sub>3</sub>电解气从塔顶排出。

[0045] 采用气相色谱仪对NF<sub>3</sub>电解气纯化前后的组分分别进行分析,结果详见表3。根据表3的分析结果可知,进气流量在(200~650)kg/h时,能够实现NF<sub>3</sub>电解气中N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>的完全分解,且NF<sub>3</sub>的分解量比较低。

## [0046] 表3

裂解前	NF <sub>3</sub> , vol%		N <sub>2</sub> F <sub>2</sub> , vol%	
	50		5.5%	
裂解后	进气流量, kg/h	滞留时间, min	NF <sub>3</sub> , vol%	N <sub>2</sub> F <sub>2</sub> , vol%
[0047] 流量 1	200	6.6	44.8	未检出
流量 2	300	5.0	44.9	未检出
流量 3	350	4.0	45.0	未检出
[0048] 流量 4	400	3.3	45.1	未检出
流量 5	550	2.4	45.2	未检出
流量 6	650	2.0	45.4	未检出

## [0049] 实施例4

[0050] 选用直径为800mm、高度为9000mm的裂解塔;采用规格或公称尺寸为25mm的镍鲍尔环(镍的纯度为99.5wt%)作为裂解塔内部填料,填料装填高度为7000mm,填料比表面积为300m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>;选用4个电磁加热设备对裂解塔进行加热,4个电磁加热设备在裂解塔轴向上均匀分布。

[0051] 将上述裂解塔与电解槽直接连接,对电解槽输出的 $\text{NF}_3$ 含量为48vol%以及 $\text{N}_2\text{F}_2$ 含量为8.0vol%的 $\text{NF}_3$ 电解气进行纯化处理时:

[0052]  $\text{NF}_3$ 电解气分别以200kg/h、300kg/h、350kg/h、400kg/h、550kg/h以及650kg/h的进气流量从塔底进入裂解塔内部, $\text{NF}_3$ 电解气由塔底流动到塔顶的过程中, $\text{NF}_3$ 电解气中的 $\text{N}_2\text{F}_2$ 在-0.03MPa工作压力以及(170±15)℃工作温度下完全分解去除,去除 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的 $\text{NF}_3$ 电解气从塔顶排出。

[0053] 采用气相色谱仪对 $\text{NF}_3$ 电解气纯化前后的组分分别进行分析,结果详见表4。根据表4的分析结果可知,进气流量在(200~650)kg/h时,能够实现 $\text{NF}_3$ 电解气中 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的完全分解,且 $\text{NF}_3$ 的分解量比较低。

[0054] 表4

裂解前	$\text{NF}_3$ , vol%		$\text{N}_2\text{F}_2$ , vol%	
	48		8.0%	
裂解后	进气流量, kg/h	滞留时间, min	$\text{NF}_3$ , vol%	$\text{N}_2\text{F}_2$ , vol%
[0055] 流量 1	200	2.0	43.3	未检出
流量 2	300	1.5	43.4	未检出
流量 3	350	1.3	43.4	未检出
流量 4	400	1.0	43.5	未检出
流量 5	550	0.7	43.8	未检出
流量 6	650	0.6	44.0	未检出

[0056] 实施例5

[0057] 选用直径为800mm、高度为9000mm的裂解塔;采用规格或公称尺寸为25mm的镍鲍尔环(镍的纯度为99.5wt%)作为裂解塔内部填料,填料装填高度为7000mm,填料比表面积为 $300\text{m}^2/\text{m}^3$ ;选用4个电磁加热设备对裂解塔进行加热,4个电磁加热设备在裂解塔轴向上均匀分布。

[0058] 将上述裂解塔与电解槽直接连接,对电解槽输出的 $\text{NF}_3$ 含量为48vol%以及 $\text{N}_2\text{F}_2$ 含量为8.0vol%的 $\text{NF}_3$ 电解气进行纯化处理时:

[0059]  $\text{NF}_3$ 电解气分别以200kg/h、300kg/h、350kg/h、400kg/h、550kg/h以及650kg/h的进气流量从塔底进入裂解塔内部, $\text{NF}_3$ 电解气由塔底流动到塔顶的过程中, $\text{NF}_3$ 电解气中的 $\text{N}_2\text{F}_2$ 在0MPa工作压力以及(330±15)℃工作温度下完全分解去除,去除 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的 $\text{NF}_3$ 电解气从塔顶排出。

[0060] 采用气相色谱仪对 $\text{NF}_3$ 电解气纯化前后的组分分别进行分析,结果详见表5。根据表5的分析结果可知,进气流量在(200~650)kg/h时,能够实现 $\text{NF}_3$ 电解气中 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的完全分解,且 $\text{NF}_3$ 的分解量比较低。

[0061] 表5

裂解前	NF <sub>3</sub> , vol%		N <sub>2</sub> F <sub>2</sub> , vol%	
	48		8.0%	
裂解后	进气流量, kg/h	滞留时间, min	NF <sub>3</sub> , vol%	N <sub>2</sub> F <sub>2</sub> , vol%
[0062] 流量 1	200	2.0	43.1	未检出
流量 2	300	1.5	43.3	未检出
流量 3	350	1.3	43.4	未检出
流量 4	400	1.0	43.4	未检出
流量 5	550	0.7	43.6	未检出
流量 6	650	0.6	43.9	未检出

[0063] 对比例1

[0064] 选用直径为400mm、高度为5200mm的裂解塔;采用规格或公称尺寸为25mm的镍鲍尔环(镍的纯度为99.5wt%)作为裂解塔内部填料,填料装填高度为4000mm,填料比表面积为300m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>;采用电阻丝对裂解塔外壁进行加热,并在电阻丝外部包覆一层岩棉。

[0065] 上述裂解塔不与电解槽直接连接,对电解槽输出的NF<sub>3</sub>含量为50vol%以及N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>含量为5.4vol%的NF<sub>3</sub>电解气进行纯化处理时:

[0066] NF<sub>3</sub>电解气分别以50kg/h、100kg/h、150kg/h以及180kg/h的进气流量从塔底进入裂解塔内部,NF<sub>3</sub>电解气由塔底流动到塔顶的过程中,NF<sub>3</sub>电解气中的N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>在0.15MPa工作压力以及(240±15)℃工作温度下进行分解除去,除去N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>的NF<sub>3</sub>电解气从塔顶排出。

[0067] 采用气相色谱仪对NF<sub>3</sub>电解气纯化前后的组分分别进行分析,结果详见表6。根据表6的分析结果可知,在(50~100)kg/h的进气流量范围,该裂解塔能够有效分解NF<sub>3</sub>电解气中的N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>,当进气流量进一步增加后,裂解塔的处理能力不足。

[0068] 表6

裂解前	NF <sub>3</sub> , vol%		N <sub>2</sub> F <sub>2</sub> , vol%	
	50		5.4%	
裂解后	进气流量, kg/h	滞留时间, min	NF <sub>3</sub> , vol%	N <sub>2</sub> F <sub>2</sub>
[0069] 流量 1	50	1.2	45.6	未检出
流量 2	100	0.6	46.2	未检出
流量 3	150	0.4	46.7	305 ppmv
流量 4	180	0.3	46.7	552 ppmv

[0070] 对比例2

[0071] 选用直径为150mm、高度为2000mm的裂解塔;采用规格或公称尺寸为25mm的镍鲍尔环(镍的纯度为99.5wt%)作为裂解塔内部填料,填料装填高度为1800mm,填料比表面积为300m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>;采用电阻丝对裂解塔外壁进行加热,并在电阻丝外部包覆一层岩棉。

[0072] 上述裂解塔不与电解槽直接连接,对电解槽输出的NF<sub>3</sub>含量为50vol%以及N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>含量为1.1vol%的NF<sub>3</sub>电解气进行纯化处理时:

[0073] NF<sub>3</sub>电解气分别以10kg/h、20kg/h、30kg/h以及50kg/h的进气流量从塔底进入裂解塔内部,NF<sub>3</sub>电解气由塔底流动到塔顶的过程中,NF<sub>3</sub>电解气中的N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>在0.15MPa工作压力以及(240±15)℃工作温度下进行分解除去,除去N<sub>2</sub>F<sub>2</sub>的NF<sub>3</sub>电解气从塔顶排出。



[0074] 采用气相色谱仪对 $\text{NF}_3$ 电解气纯化前后的组分分别进行分析,结果详见表7。根据表7的分析结果可知,在(10~30) kg/h的进气流量范围,该裂解塔能够有效分解 $\text{NF}_3$ 电解气中的 $\text{N}_2\text{F}_2$ ,当进气流量进一步增加后,裂解塔的处理能力不足。

[0075] 表7

裂解前	$\text{NF}_3$ , vol%		$\text{N}_2\text{F}_2$ , vol%	
	50		1.1%	
裂解后	进气流量, kg/h	滞留时间, min	$\text{NF}_3$ , vol%	$\text{N}_2\text{F}_2$
[0076] 流量 1	10	0.3	49.7	未检出
流量 2	20	0.2	49.7	未检出
流量 3	30	0.2	49.7	未检出
流量 4	50	0.1	49.8	53 ppmv

[0077] 对比例3

[0078] 选用直径为150mm、高度为2000mm的裂解塔;采用规格或公称尺寸为25mm的镍鲍尔环(镍的纯度为99.5wt%)作为裂解塔内部填料,填料装填高度为1800mm,填料比表面积为 $300\text{m}^2/\text{m}^3$ ;采用电阻丝对裂解塔外壁进行加热,并在电阻丝外部包覆一层岩棉。

[0079] 上述裂解塔不与电解槽直接连接,对电解槽输出的 $\text{NF}_3$ 含量为50vol%以及 $\text{N}_2\text{F}_2$ 含量分别为0.1vol%、0.4vol%、0.8vol%、1.1vol%的四种 $\text{NF}_3$ 电解气进行纯化处理时:

[0080] 四种 $\text{N}_2\text{F}_2$ 含量不同的 $\text{NF}_3$ 电解气分别以100kg/h的进气流量从塔底进入裂解塔内部, $\text{NF}_3$ 电解气由塔底流动到塔顶的过程中, $\text{NF}_3$ 电解气中的 $\text{N}_2\text{F}_2$ 在0.15MPa工作压力以及(240±15)℃工作温度下进行分解除去,除去 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的 $\text{NF}_3$ 电解气从塔顶排出。

[0081] 采用气相色谱仪对四种 $\text{NF}_3$ 电解气纯化前后的组分分别进行分析,结果详见表8。根据表8的分析结果可知,在(0.1~0.4)% $\text{N}_2\text{F}_2$ 杂质浓度范围内,该裂解塔能够有效分解 $\text{NF}_3$ 电解气中的 $\text{N}_2\text{F}_2$ ,当 $\text{N}_2\text{F}_2$ 杂质浓度进一步增加后,裂解塔的处理能力不足。

[0082] 表8

	裂解前 $\text{N}_2\text{F}_2$ , vol%	滞留时间, min	裂解后 $\text{NF}_3$ , vol%	裂解后 $\text{N}_2\text{F}_2$
[0083] 浓度 1	0.1	0.3	49.7	未检出
浓度 2	0.4	0.3	49.7	未检出
浓度 3	0.8	0.3	49.7	17 ppmv
浓度 4	1.1	0.3	49.7	53 ppmv

[0084] 实施例1~5以及对比例1~3中,对 $\text{NF}_3$ 电解气进行纯化的电能消耗情况详见表9。根据表9的数据可知,本发明所述方法电能消耗少,而且能够实现对大流量 $\text{NF}_3$ 电解气中高浓度 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的有效去除,处理的进气流量达到了650kg/h以及处理的 $\text{N}_2\text{F}_2$ 的含量达到了8vol%。

[0085] 表9

	实施例/对比例	电能消耗, 度/吨 $\text{NF}_3$
[0086]	实施例 1	34
	实施例 2	32
	实施例 3	30
	实施例 4	33
	实施例 5	35
	对比例 1	44
[0087]	对比例 2	42
	对比例 3	42

[0088] 综上所述,以上仅为本发明的较佳实施例而已,并非用于限定本发明的保护范围。凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。