

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード(参考)
C 0 1 B	7/01	(2006.01)	C 0 1 B 7/01	F

審査請求 未請求 請求項の数6 O L (全12頁)

(21)出願番号 特願2012-219238(P2012-219238)
 (22)出願日 平成24年10月1日(2012.10.1)

(71)出願人 000195661
 住友精化株式会社
 兵庫県加古郡播磨町宮西3 4 6 番地の1

(74)代理人 100075557
 弁理士 西教 圭一郎

(72)発明者 桑名 晃裕
 兵庫県加古郡播磨町宮西3 4 6 番地の1
 住友精化株式会社内

(72)発明者 畑 啓之
 兵庫県加古郡播磨町宮西3 4 6 番地の1
 住友精化株式会社内

(72)発明者 坂本 純一
 兵庫県加古郡播磨町宮西3 4 6 番地の1
 住友精化株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】塩化水素の製造方法

(57)【要約】

【課題】 より簡単な手順で反応系の温度上昇を抑えた塩化水素の製造方法を提供する。

【解決手段】 塩化水素ガスの存在下で水素ガスおよび塩素ガスに光を照射し、水素ガスおよび塩素ガスを反応させて塩化水素ガスを生成する。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

塩化水素ガスの存在下で水素ガスおよび塩素ガスに光を照射し、水素ガスおよび塩素ガスを反応させて塩化水素ガスを生成することを特徴とする塩化水素の製造方法。

【請求項 2】

水素ガスと塩素ガスと塩化水素ガスを混合して混合ガスを得る混合工程と、混合ガスに光を照射し、混合ガスに含まれる水素ガスおよび塩素ガスを反応させて塩化水素ガスを生成する光照射工程と、を有することを特徴とする塩化水素の製造方法。

【請求項 3】

反応器に、水素ガスと塩素ガスと塩化水素ガスをそれぞれ連続的に供給する供給工程と、

反応器に供給された水素ガスおよび塩素ガスに、塩化水素ガスの存在下で光を照射し、水素ガスおよび塩素ガスを反応させて塩化水素ガスを生成する光照射工程と、を有することを特徴とする塩化水素の製造方法。

【請求項 4】

光照射を開始する時点における塩化水素ガスのモル数を、水素ガスのモル数と塩素ガスのモル数のうち少ないほうのモル数の 5 倍以上とすることを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 つに記載の塩化水素の製造方法。

【請求項 5】

光照射を開始する時点における水素ガスのモル数を、塩素ガスのモル数よりも多くすることを特徴とする請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 つに記載の塩化水素の製造方法。

【請求項 6】

水素ガスおよび塩素ガスに照射する光の波長が、250 ~ 450 nm であることを特徴とする請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 つに記載の塩化水素の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、水素ガスと塩素ガスとを反応させて塩化水素を製造する塩化水素の製造方法に関する。

【背景技術】

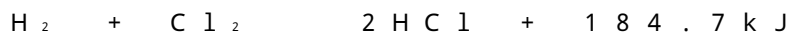
【0002】

塩化水素は、シリコン半導体のドライエッチング用エッチングガス、シリコンウェハの成長炉のクリーニング用途に使用されている。さらに近年ではシリコンカーバイド用途にも使用されており、特に半導体分野での利用が広がっている。半導体分野では、不純物の混入は、歩留を大きく低下させてしまうために、各プロセスにおいて最も避けなければならない、プロセスで使用される全ての化合物に対して高い純度が要求される。さらに、安価に製造できることも要求される。

【0003】

水素と塩素を反応させて塩化水素を得る方法としては、下記式に示すように、水素中で塩素を燃焼させて直接に塩化水素を生成する方法がある。

【0004】



水素と塩素とを単に混合しただけでは反応が進まないため、この反応を進めるためには、燃焼バーナなどにより加熱する必要がある、反応温度は約 2500 と高温となる。また、このような高温においては、化学平衡上、反応は完結することなく、水素と塩素を等モルで反応させた場合には加えた塩素の約 2 % が未反応のまま残ることとなる。

【0005】

特許文献 1 記載の塩酸の合成装置は、反応前に水素ガスと塩素ガスの少なくとも一方を冷却する冷却部を備える。また特許文献 1 記載の合成方法は、水素ガスの供給量を理論上必要な供給量の 1.2 ~ 1.5 倍とする。

10

20

30

40

50

【 0 0 0 6 】

高温の反応生成物ガスをコンデンサにより冷却するには、コンデンサを構成する材質の耐熱性を向上させたり、コンデンサの構成を改良する必要がある。

【 0 0 0 7 】

材質を含めたコンデンサの改良は困難であるので、高温の反応生成物ガスを直接水に吸収させて、一旦塩酸として回収する方法が用いられる。この塩酸から塩化水素を分離するには、たとえば特許文献2記載のように、塩析効果を有する塩を存在させて蒸留する。

【 先行技術文献 】

【 特許文献 】

【 0 0 0 8 】

【 特許文献 1 】 特開平 5 - 1 0 5 4 0 8 号公報

【 特許文献 2 】 特開 2 0 0 1 - 1 9 2 2 0 2 号公報

【 発明の概要 】

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 0 9 】

蒸留によって塩酸から塩化水素を分離する場合、塩化水素と水とは共沸するので、蒸留で得られた共沸混合物から塩化カルシウム、塩化マグネシウムまたは硫酸などの脱水剤を用いて脱水することが必要となる。反応生成物の塩化水素ガスを、塩酸として回収したのちに、塩酸から蒸留、脱水して塩化水素ガスとして得るというエネルギー効率が悪い製造方法しか実用化されていない。

【 0 0 1 0 】

本発明の目的は、より簡単な手順で反応系の温度上昇を抑えた塩化水素の製造方法を提供することである。

【 課題を解決するための手段 】

【 0 0 1 1 】

本発明は、塩化水素ガスの存在下で水素ガスおよび塩素ガスに光を照射し、水素ガスおよび塩素ガスを反応させて塩化水素ガスを生成することを特徴とする塩化水素の製造方法である。

【 0 0 1 2 】

また本発明は、水素ガスと塩素ガスと塩化水素ガスとを混合して混合ガスを得る混合工

程と、混合ガスに光を照射し、混合ガスに含まれる水素ガスおよび塩素ガスを反応させて塩化水素ガスを生成する光照射工程と、を有することを特徴とする塩化水素の製造方法である。

【 0 0 1 3 】

また本発明は、反応器に、水素ガスと塩素ガスと塩化水素ガスとをそれぞれ連続的に供給する供給工程と、

反応器に供給された水素ガスおよび塩素ガスに、塩化水素ガスの存在下で光を照射し、水素ガスおよび塩素ガスを反応させて塩化水素ガスを生成する光照射工程と、を有することを特徴とする塩化水素の製造方法である。

【 0 0 1 4 】

また本発明は、光照射を開始する時点における塩化水素ガスのモル数を、水素ガスのモル数と塩素ガスのモル数のうち少ないほうのモル数の5倍以上とすることを特徴とする。

【 0 0 1 5 】

また本発明は、光照射を開始する時点における水素ガスのモル数を、塩素ガスのモル数よりも少なくすることを特徴とする。

【 0 0 1 6 】

また本発明は、水素ガスおよび塩素ガスに照射する光の波長が、250 ~ 450 nmであることを特徴とする。

【 発明の効果 】

10

20

30

40

50

【 0 0 1 7 】

本発明によれば、塩化水素ガスの存在下で水素ガスおよび塩素ガスに光を照射し、水素ガスおよび塩素ガスを反応させて塩化水素ガスを生成する。

【 0 0 1 8 】

また本発明によれば、混合工程で、水素ガスと塩素ガスと塩化水素ガスを混合して混合ガスを得たのち、光照射工程で、混合ガスに光を照射し、混合ガスに含まれる水素ガスおよび塩素ガスを反応させて塩化水素ガスを生成する。

【 0 0 1 9 】

また本発明によれば、供給工程で、反応器に、水素ガスと塩素ガスと塩化水素ガスをそれぞれ連続的に供給し、光照射工程で、反応器に供給された水素ガスおよび塩素ガスに、塩化水素ガスの存在下で光を照射し、水素ガスおよび塩素ガスを反応させて塩化水素ガスを生成する。

10

【 0 0 2 0 】

水素ガスと塩素ガスとの反応で生じる反応熱が、塩化水素ガスに吸収され、温度上昇が抑制される。塩化水素ガスは反応生成物であるので、反応後に分離する必要がない。

【 0 0 2 1 】

このように塩化水素ガスを共存させることで、より簡単な手順で反応系の温度上昇を抑えることができる。

【 0 0 2 2 】

また本発明によれば、光照射を開始する時点における塩化水素ガスのモル数を、水素ガスのモル数と塩素ガスのモル数のうち少ないほうのモル数の5倍以上とすることで、反応熱による反応系内の温度を800以下に抑えることができる。

20

【 0 0 2 3 】

また本発明によれば、光照射を開始する時点における水素ガスのモル数を、塩素ガスのモル数よりも多くする。反応後には、反応生成物である塩化水素ガスと原料として供給された塩化水素ガスに、未反応の水素ガスをさらに含む混合物が得られるが、塩化水素を液化したときに、水素ガスを気相として容易に除去することができ、さらに除去した水素ガスを原料ガスとして再利用することができる。

【 0 0 2 4 】

また本発明によれば、水素ガスおよび塩素ガスに、波長が250～450nmである光を照射することで、効率よく塩素分子から塩素ラジカルを生成することができる。

30

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 2 5 】

【 図 1 】 塩化水素ガスの製造方法の例を示す工程図である。

【 図 2 】 本発明を実施するための塩化水素の製造装置1の構成を示す概略図である。

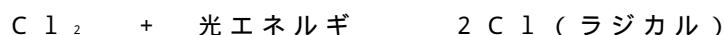
【 発明を実施するための形態 】

【 0 0 2 6 】

水素ガスと塩素ガスの混合気体は、暗所では室温で安定であるが、加熱または紫外線などの光照射により爆発的に反応が進行する。このような反応を利用すれば、原料として高純度の水素ガスと、高純度の塩素ガスを用いることにより、高純度の塩化水素ガスを一度に大量に得ることができる。

40

開始反応



連鎖反応



【 0 0 2 7 】

開始反応では、塩素分子が光エネルギーを受けて塩素ラジカルに開裂する。塩素ラジカルが水素分子と反応して塩化水素を生じるとともに水素ラジカルを生み出す。この水素ラジカルは塩素分子と反応して塩化水素を生じるとともに塩素ラジカルを再生する。このよう

50

にして最初に生じた塩素ラジカルから反応が連鎖することになる。

【 0 0 2 8 】

上記のような水素ガスと塩素ガスとから直接塩化水素を生成する反応では、反応温度が 2 5 0 0 と高温であるために、冷却が必要であり、工業的には、反応生成物である塩化水素ガスを溶解させて一旦塩酸として回収する製造方法が用いられている。最終目的物が塩酸であれば問題無いが、塩化水素ガスを回収するためには、塩酸から塩化水素ガスを分離する必要があり、エネルギー効率が極めて悪い。

【 0 0 2 9 】

いずれにしても反応系の温度上昇を抑制するためには、水以外に反応熱を吸収するような物質を反応系内に添加しなければならず、添加した物質は反応終了後に不純物となるので、反応生成物と塩化水素との分離操作が必須となる。 10

【 0 0 3 0 】

このような状況に鑑み、本願発明者らは、鋭意検討した結果、反応系内に添加することで反応を完結し、なおかつ反応温度の上昇を抑えることができる添加物質として、反応生成物である塩化水素ガスが好適であることを見出した。

【 0 0 3 1 】

塩化水素ガスの存在下で水素ガスと塩素ガスとを反応させると、反応熱は塩化水素ガスに吸収され、反応系の温度をたとえば 8 0 0 以下の温度に抑制することができる。塩化水素ガスは反応生成物であるので、反応系内に添加しても不純物とはならず、反応によって生成した塩化水素ガスと、添加物である塩化水素ガスとを分離する必要が無い。 20

【 0 0 3 2 】

本発明は、塩化水素ガスの存在下で、原料の水素ガスおよび塩素ガスに光を照射し、水素ガスおよび塩素ガスを反応させて塩化水素ガスを生成することを特徴とするものである。

【 0 0 3 3 】

光の照射により、水素ガスと塩素ガスとの反応が開始されると、即座に反応温度が上昇してしまうので、予め塩化水素ガスが存在する状態で、水素ガスと塩素ガスに光を照射して反応を開始させる。したがって、本発明の製造方法では、塩化水素ガスの存在下で光照射するのであれば、どのような手順であってもよい。たとえば、予め水素ガスと塩素ガスと塩化水素ガスとを混合して混合ガスを生成し、生成した混合ガスに光を照射してもよく、塩化水素ガスに光を照射した状態で、水素ガスと塩素ガスとを供給してもよく、反応器に、水素ガスと塩素ガスと塩化水素ガスとを連続的に供給しながら光を照射してもよい。 30

【 0 0 3 4 】

水素ガス、塩素ガスおよび塩化水素ガスの混合比率は、適宜変化させることができるが、反応が完結したときに反応温度を 8 0 0 以下、好ましくは 5 0 0 以下に抑えるためには、光の照射を開始する時点において、水素ガスと塩素ガスのうちの少ないほうのモル数に対して、塩化水素ガスのモル数が 5 倍以上、好ましくは 8 倍以上となるように、塩化水素ガスを混合させることが好ましい。

【 0 0 3 5 】

塩化水素ガスのモル数が 5 倍よりも小さいと、反応温度を抑制する効果が低くなってしまふ。また、塩化水素ガスのモル数を、数十倍以上と大過剰にしてしまふと反応体積および反応時間あたりに生成する塩化水素が少なくなるため、好ましくない。 40

【 0 0 3 6 】

原料ガス中の水素ガスと塩素ガスとの混合比率については、水素ガスのモル数と塩素ガスモル数の比（水素ガスのモル数 / 塩素ガスのモル数）が 1 であってもよく、水素ガスのモル数 / 塩素ガスのモル数が 1 未満または 1 より大きいてもよい。

【 0 0 3 7 】

水素ガスのモル数 / 塩素ガスのモル数が 1 未満の場合、光の照射後には、反応生成物である塩化水素ガスと未反応の塩素ガスとの混合物が得られる。一方、水素ガスのモル数 / 塩素ガスのモル数が 1 より大きい場合、光の照射後には、反応生成物である塩化水素ガス 50

と未反応の水素ガスとの混合物が得られる。いずれの場合であっても、得られた混合物を液化して蒸留を行えば高純度の塩化水素ガスを得ることができる。

【 0 0 3 8 】

水素ガスのモル数 / 塩素ガスのモル数が 1 より大きい場合は、反応後に得られる混合物を圧縮することにより塩化水素は液化するが、水素は液化されずに水素ガスとして残る。この水素ガスは微量の塩化水素含み、原料ガスとして再利用することができる。このような原料ガスへの再利用を行うことにより、原料の水素ガスおよび塩素ガスから実質的に 100% の収率で塩化水素ガスが得られることになる。

【 0 0 3 9 】

なお、水素ガスのモル数 / 塩素ガスのモル数が 1 より大きい場合、好ましくは、5 以下 (5 倍モル以下)、より好ましくは 3 以下 (3 倍モル以下) とすれば、反応後に得られる混合物から塩化水素を液化して効率的に取り出すことができる。

【 0 0 4 0 】

上記のように、本発明は、塩化水素ガスの存在下で水素ガスおよび塩素ガスを反応させることができればよいので、処理方式はバッチ方式でも連続方式でもよい。図 1 は、塩化水素ガスの製造方法の例を示す工程図である。

【 0 0 4 1 】

図 1 (a) に示すように、バッチ方式の場合は、反応開始のために照射する光に対して少なくとも一部が透明な反応容器内に、原料となる水素ガスと塩素ガスと塩化水素ガスとを予め混合した混合ガスを封入し (ステップ A 1 混合工程)、反応容器外に設置された光源から反応容器内に光を照射して反応容器内の原料ガスを反応させる (ステップ A 2 光照射工程)。反応終了後は、反応生成物である塩化水素ガスおよび原料の混合ガスに含まれていた塩化水素ガスと、未反応の原料が残留している場合は未反応の原料との混合物を、反応容器から取り出し、塩化水素ガスを得る。バッチ方式の場合、反応開始とともに反応容器内の温度が上昇し、封入されたガスの圧力が上昇するので、反応容器に耐圧容器を用いるのが好ましい。

【 0 0 4 2 】

図 1 (b) に示すように、連続方式の場合は、水素ガスと塩素ガスと塩化水素ガスとを供給配管から連続的に反応容器に供給し (ステップ B 1 供給工程)、光照射によって反応容器内で、塩化水素ガス存在下で水素ガスと塩素ガスとを反応させ (ステップ B 2 光照射工程)、反応生成物である塩化水素ガスおよび供給された塩化水素ガスと、未反応の原料がある場合は未反応の原料との混合物を、反応容器から連続的に取り出す。

【 0 0 4 3 】

反応容器内への各ガスの供給口の位置、反応容器内に供給される各ガスの流入方向などを適宜調整して、反応容器内で各ガスが偏在しないように、一様な混合状態となるように各ガスを供給することが好ましい。たとえば、供給された各ガスが反応器内で流れが乱流状態となるように供給することが好ましく、各ガスの流入方向を、反応容器内で渦流が発生するような方向とすることが好ましい。

【 0 0 4 4 】

図 2 は、本発明を実施するための塩化水素製造装置 1 の構成を示す概略図である。塩化水素製造装置 1 は、光反応器 2、冷却器 3、圧縮機 4 およびポンプ 5 を有する。原料となる水素ガス、塩素ガスおよび塩化水素ガスが光反応器 2 に供給され、光反応器 2 内では、塩化水素ガスの存在下で光が照射されて水素ガスと塩素ガスとが反応し、反応生成物である塩化水素ガスおよび供給された塩化水素ガスと、未反応の原料がある場合は未反応の原料との混合物が冷却器 3 に導入される。混合物は、冷却器 3 で 100 ~ 200 程度にまで冷却されて一部が原料ガスに再利用され、残部が圧縮機 4 で圧縮されて液化塩化水素として得られる。原料の組成として、水素ガスのモル数 / 塩素ガスのモル数が 1 より大きい場合は、圧縮機 4 で圧縮したときに、塩化水素を液化し、混合物に含まれる水素を気体のままとすることで、水素を含まない塩化水素を得ることができる。

【 0 0 4 5 】

光反応器2の反応では、反応副生成物などが生じることがないので、反応後に得られる混合物には、原料組成以外の不純物となるような物質が含まれない。したがって、原料ガスとして混合物の一部を再利用する場合に、不純物を除去するための分離操作が不要であり、冷却器3から導出される混合物の一部を、ポンプ5を用いて原料の供給元に戻すだけでよい。

【0046】

なお、光反応器2から導出される混合物を、冷却器3で液化するまで冷却して、液化塩化水素として得ることもできる。この場合、圧縮機4は不要である。また、一旦液化した塩化水素を原料として再利用することもできる。

【0047】

上記のように、本発明における塩化水素の生成反応は、光の照射による塩素ラジカルの生成反応が律速であるので、生成反応全体の反応速度は、圧力に大きく左右されることはない。したがって、光反応器2内の圧力を高くする必要性は少なく、圧力としては原料塩素の供給温度にもよるが、1MPa以下が好ましい。なお、0.67MPa以上の圧力では、20において塩素が液化するので、光反応器2に供給した塩素が、光反応器2内でガス化するまでに時間を要し、光反応器2内での滞留時間を長くする必要がある。液化塩素を利用する場合は、予め液化塩素を加熱し塩素ガスとして光反応器2に供給することで、滞留時間を長くする必要がなくなるので、光反応器2内の圧力は光反応器2の仕様などに応じて適宜選択することができる。

10

【0048】

圧力が0.03MPaより低いと、光反応器2内での水素ガスと塩素ガスの分圧が低くなり、各分子とラジカルとの衝突頻度が低下し、反応速度が低下するので、光反応器2容積当たり、反応時間当たりの生産性が低下することになる。

20

【0049】

反応を開始させるために照射する光の波長は、照射した光が塩素分子に吸収され、塩素原子-塩素原子間の結合を切断できるだけのエネルギーを有する波長であればよく、250~450nmの波長帯域が好ましい。この波長帯域の光は、太陽光にも含まれるので、太陽光を原料ガスに照射することで、反応を開始させることもできる。

【0050】

この波長帯域の光を照射するための光源としては、高圧水銀灯が用いられることが多いが、たとえばXeF(フッ化キセノン)エキシマレーザ(照射光の波長が351nm)、XeCl(塩化キセノン)エキシマレーザ(照射光の波長が308nm)などのレーザ光源を用いることも可能である。

30

【0051】

反応の進行とともに光反応器2内の水素ガスと塩素ガスの濃度は低下するが、光源から照射される光のエネルギーが、その光子(フォトン)数として、光反応器2内の塩素ガスのモル数に対して概略100万分の1~1万分の1以上であれば十分に塩素ラジカルを生成することができる。

【0052】

光源は、光反応器2内に配置してもよいし、光反応器2外に配置してもよい。光反応器2外に配置する場合は、上記の波長帯域の光に対して透明な窓部材を光反応器2の壁部に設け、この窓部材から光反応器2内に光を取り込む構成、光ファイバなど光の導管を用いて光反応器2内に光を導く構成を採用する。光源を光反応器2内に配置するのであれば、このような光照射のための構成を用いないでよいので好ましい。また、光源を光反応器2内に配置すれば、窓部材などを用いる必要がないので、耐圧性に優れた材料を用いて光反応器2を構成することができる。

40

【0053】

本発明における塩化水素の反応速度は、比較的高いので、光反応器2の容積を小さくすることができる。供給される原料ガスの光反応器2内での滞留時間として、数秒間~数十秒間となるような容積とすることが好ましい。この範囲よりも滞留時間が短い場合には、

50

水素または塩素の一部が未反応のまま光反応器 2 から流出する可能性があり、この範囲よりも滞留時間が長い場合には、光反応器 2 内で生成反応が実質的に完結しているため、滞留時間を長くする必要がない。

【 0 0 5 4 】

光反応器 2 を構成する材質としては、500 程度までの温度に対して耐性を有するものとして、一般的な金属材質が使用可能であり、鋳鉄、SUS304、SUS310、SUS316、SUS316L、ニッケル、チタン、タンタル、高耐熱耐食特殊合金などを好適に用いることができる。また、ガラス、耐熱ガラス、石英ガラスなどのガラス材質も好適に使用することができ、これらの材質を金属表面にコーティングした材料、たとえばグラスライニング材も利用可能である。さらに、250 程度までの温度に対して耐性を有するものとして、フッ化エチレン系樹脂、ポリフッ化ビニリデン、ポリテトラフルオロエチレンなどのポリフッ化炭化水素をコーティングした材質も使用可能である。

10

【 0 0 5 5 】

冷却器 3 は、光反応器 2 から導出された反応生成物の塩化水素ガスを含む混合物の温度を低下させることができるものであればよく、混合物を、好ましくは 200 以下、より好ましくは 100 以下まで冷却できることが望ましい。混合物の温度 200 よりも高いと、塩化水素を原料に再利用するためのポンプ 5 に熱的な負荷がかかり好ましくない。また、冷却器 3 にかかる負荷を下げるために、予め混合物の温度を低くしようとすると、原料中の塩化水素ガスの比率を大きくし、水素ガスと塩素ガスの含有量を少なくする必要が生じ、光反応器 2 の単位体積当たり、単位時間当たりの生産量が減少することになるの

20

【 0 0 5 6 】

冷却器 3 としては、多管式熱交換器、二重管式熱交換器、グラスライニング製熱交換器、多管式グラスライニング製熱交換器、コイル式熱交換器、螺旋型熱交換器、プレート式熱交換器、トロンボーン型熱交換器、不浸透黒鉛製熱交換器などを用いることができる。

【 0 0 5 7 】

冷却器 3 を構成する材質としては、鋳鉄、SUS304、SUS310、SUS316、SUS316L、ニッケル、チタン、タンタル、高耐熱耐食特殊合金などを好適に用いることができる。また、ガラス、耐熱ガラス、石英ガラスなどのガラス材質も好適に使用することができ、これらの材質を金属表面にコーティングした材料、たとえばグラスライニング材室も利用可能である。また、フッ素樹脂含浸不浸透性黒鉛も利用可能である。

30

【 0 0 5 8 】

圧縮機 4 としては、レシプロ圧縮機（往復圧縮機）、スクリー圧縮機、ダイヤフラム圧縮機、遠心式圧縮機などが使用可能である。また圧縮機の代わりに送風機を用いることができ、送風機としては、往復式ポンプ、回転式ポンプ、ターボブロワ、容積ブロワ、遠心ファン、斜流ファン、軸流ファンなどが利用可能である。

【 0 0 5 9 】**[実施例]****(実施例 1)**

上部に原料ガスの導入口を 2 箇所、下部に反応生成物の出口を 1 箇所設けた直径 20 cm、高さ 50 cm の耐熱ガラス製の円筒フラスコを光反応器 2 として用いた。原料ガスの導入口から導入された原料ガスが、光反応器 2 の上部で周方向に渦を巻くように、原料ガスを吹き込んだ。原料ガスはポンベよりそれぞれ次の供給量で連続的に供給した。1 つの導入口から原料水素ガスを 6 NL / 分の流量で供給し、もう 1 つの導入口から、塩素ガスと塩化水素ガスの混合ガスを、塩素ガスが 5 NL / 分、塩化水素ガスが 120 NL / 分の流量で供給した。単位「NL / 分」は、標準状態の気体が 1 分あたりに流れる体積（リットル）で表わされる流量単位である。

40

【 0 0 6 0 】

この光反応器 2 の中央に、光源として 100 W の高圧水銀灯（ウシオ電機製 M - 102 ）を配置し、光照射した。原料ガスの温度は 30 であり、反応後に光反応器 2 から導出

50

された塩化水素ガスを含む混合物の温度は198であった。光反応器2から導出された混合物の組成は、水素0.8vol%、塩化水素99.2vol%で、塩素は認められなかった。

【0061】

(実施例2)

光源である高圧水銀灯を光反応器2内に配置する代わりに、光反応器2外に配置し、外部から光照射したこと以外は実施例1と同様にした。100W高圧水銀灯(ウシオ電機株式会社製、M-102)を光反応器2の中心から1mの距離に配置した。原料ガスの温度は30であり、反応後に光反応器2から導出された塩化水素ガスを含む混合物の温度は190であった。光反応器2から導出された混合物の組成は、水素0.7vol%、塩

10

【0062】

(実施例3)

導入する水素ガスの流量を16.5NL/分とし、塩素ガスの流量を15NL/分とし、塩化水素ガスの流量を120NL/分としたこと以外は、実施例2と同様にした。原料ガスの温度は30であり、反応後に光反応器2から導出された塩化水素ガスを含む混合物の温度は480であった。光反応器2から導出された混合物の組成は、水素1.0vol%、塩化水素99.0vol%で、塩素は認められなかった。

【0063】

(実施例4)

実施例1の光反応器2から導出された塩化水素ガスを含む混合物を、氷水を冷媒とし、SUS316L製、伝熱面積0.3m²のコンデンサを冷却器3として用いて冷却した。冷却器3によって混合物の温度は30にまで冷却された。この混合物をポンプ5により120NL/分で、塩素ガスと合流させ原料ガスとして再利用した。原料ガスの温度は30であり、反応後に光反応器2から導出された塩化水素ガスを含む混合物の温度は190であった。光反応器2から導出された混合物の組成は、水素0.6vol%、塩化水素99.4vol%で、塩素は認められなかった。

20

【0064】

(実施例5)

実施例4の冷却器3から導出された混合物を、圧縮機4を用いて0.9MPaGまで圧縮し、ジャケット付き容器(容積2L)をドライアイス-アセトン寒剤(-78)で冷却することにより塩化水素を液化させた。このとき気相を、除害ラインからパーズしながら1時間反応を継続した。得られた液化塩化水素は、958kgであり収率は98%であった。液化塩化水素に含まれる不純物としての水素は1ppm以下であった。

30

【0065】

(実施例6)

導入する水素ガスの流量を4NL/分とし、塩素ガスの流量を5NL/分とし、塩化水素ガスの流量を120NL/分としたこと以外は、実施例1と同様にした。原料ガスの温度は30であり、反応後に光反応器2から導出された塩化水素ガスを含む混合物の温度は160であった。光反応器2から導出された混合物の組成は、水素0.8vol%、塩化水素99.2vol%で、塩素は認められなかった。

40

【0066】

(実施例7)

導入する水素ガスの流量を6NL/分とし、塩素ガスの流量を5NL/分とし、塩化水素ガスの流量を120NL/分とし、これらを予め混合した混合ガスとして光反応器2に導入したこと以外は、実施例1と同様にした。原料ガスの温度は30であり、反応後に光反応器2から導出された塩化水素ガスを含む混合物の温度は198であった。光反応器2から導出された混合物の組成は、水素0.8vol%、塩化水素99.2vol%で、塩素は認められなかった。

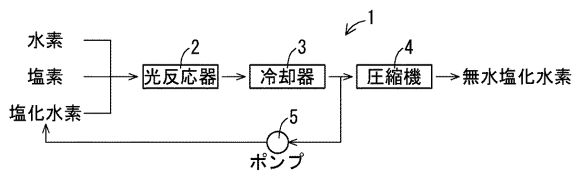
【符号の説明】

50

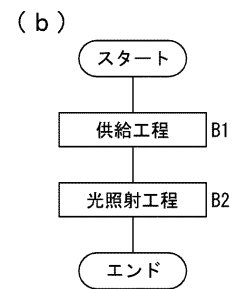
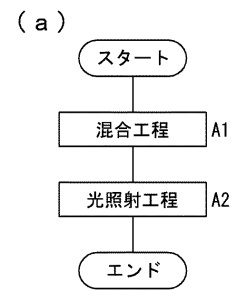
【 0 0 6 7 】

- 1 塩化水素製造装置
- 2 光反応器
- 3 冷却器
- 4 圧縮機
- 5 ポンプ

【 図 1 】



【 図 2 】



【 手 続 補 正 書 】

【 提 出 日 】 平 成 24 年 10 月 4 日 (2012.10.4)

【 手 続 補 正 1 】

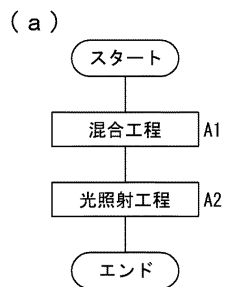
【 補 正 対 象 書 類 名 】 図 面

【 補 正 対 象 項 目 名 】 全 図

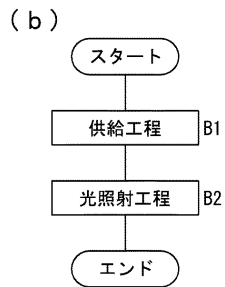
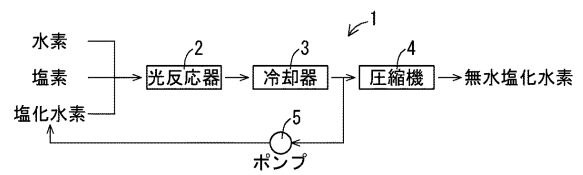
【 補 正 方 法 】 変 更

【 補 正 の 内 容 】

【 図 1 】



【 図 2 】



フロントページの続き

(72)発明者 小林 晃徳

兵庫県加古郡播磨町宮西3 4 6 番地の1

住友精化株式会社内