

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7021087号
(P7021087)

(45)発行日 令和4年2月16日(2022.2.16)

(24)登録日 令和4年2月7日(2022.2.7)

(51)国際特許分類	F I
C 0 7 C 17/386 (2006.01)	C 0 7 C 17/386
C 0 7 C 21/18 (2006.01)	C 0 7 C 21/18
C 0 7 C 19/08 (2006.01)	C 0 7 C 19/08
C 0 7 C 17/25 (2006.01)	C 0 7 C 17/25

請求項の数 14 (全36頁)

(21)出願番号	特願2018-532063(P2018-532063)	(73)特許権者	505005522 アルケマ フランス フランス国 コロンブ、9 2 7 0 0 リュ 、デスティエンヌ、ドルブ、4 2 0
(86)(22)出願日	平成28年12月14日(2016.12.14)	(74)代理人	110002077 園田・小林特許業務法人
(65)公表番号	特表2018-538311(P2018-538311 A)	(72)発明者	パパ・アフマッド、アベデラティフ フランス国 6 9 1 9 0 サン・フォン、 アレ ドゥ ミラマ 5
(43)公表日	平成30年12月27日(2018.12.27)	(72)発明者	コリエ、ベルトラン フランス国 6 9 2 3 0 サン・ジュニ -ラヴァル、リュ フレール ブノワ 3 2
(86)国際出願番号	PCT/EP2016/080952	(72)発明者	ドゥール・ベール、ドミニク フランス国 6 9 3 9 0 シャルリ、シ ュマン デュ モンテリエ 2 8 4エフ 最終頁に続く
(87)国際公開番号	WO2017/108524		
(87)国際公開日	平成29年6月29日(2017.6.29)		
審査請求日	令和1年11月19日(2019.11.19)		
(31)優先権主張番号	1563169		
(32)優先日	平成27年12月23日(2015.12.23)		
(33)優先権主張国・地域又は機関	フランス(FR)		

(54)【発明の名称】 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを製造及び精製するための方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 y f)、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) 及びトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) を含む第 1 の組成物を使用して 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを精製するための方法であって、

a) 前記第 1 の組成物を少なくとも一の有機抽出剤と接触させて第 2 の組成物を形成する工程；

b) 前記第 2 の組成物を抽出蒸留して、

i) 前記有機抽出剤及びトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) を含む第 3 の組成物；並びに

ii) 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 y f) 及び 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) を含む流れ

を形成する工程；

c) 前記第 3 の組成物を回収及び分離して、前記有機抽出剤を含む流れと、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) を含む流れとを形成する工程

を含む方法。

【請求項2】

工程 b) で得られる 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン及び 1, 1, 1, 2

、2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) を含む前記流れ i i) を回収する、並びに、前記流れを蒸留して、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロパンを含む流れ A と、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) を含む流れ B とを形成する工程を含むことを特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記第 1 の組成物が、クロロメタン (4 0)、1, 1 - ジフルオロエタン (1 5 2 a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (1 3 4 a)、クロロペンタフルオロエタン (1 1 5)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロパン (1 2 2 5 y e - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロパン (1 2 2 5 y e - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロパン (1 2 4 3 z f) からなる群より選択される化合物の少なくとも一つも含むことを特徴とする、請求項 1 又は 2 に記載の方法。

10

【請求項 4】

クロロメタン (4 0)、1, 1 - ジフルオロエタン (1 5 2 a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (1 3 4 a)、クロロペンタフルオロエタン (1 1 5)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロパン (1 2 2 5 y e - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロパン (1 2 2 5 y e - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロパン (1 2 4 3 z f) からなる群より選択される前記化合物の少なくとも一つが、前記第 2 及び第 3 の組成物にも含有され；本方法の工程 c) が、前記第 3 の組成物を回収及び分離し、一方に前記有機抽出剤を含む流れを、他方に、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロパン (1 2 3 4 z e - E) 並びにクロロメタン (4 0)、1, 1 - ジフルオロエタン (1 5 2 a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (1 3 4 a)、クロロペンタフルオロエタン (1 1 5)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロパン (1 2 2 5 y e - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロパン (1 2 2 5 y e - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロパン (1 2 4 3 z f) からなる群より選択される化合物の少なくとも一つを含む流れを形成する工程であることを特徴とする、請求項 3 に記載の方法。

20

【請求項 5】

前記有機抽出剤が、ハロ炭化水素、アルコール、ケトン、アミン、エステル、エーテル、アルデヒド、ニトリル、カーボネート、チオアルキル、アミド及び複素環からなる群より選択される溶媒であるか；又は有機抽出剤がトリエチルフルオロシランであることを特徴とする、請求項 1 から 4 のいずれか一項に記載の方法。

30

【請求項 6】

前記有機抽出剤が、1.1 以上の分離係数 $S_{1, 2}$ を有し、前記分離係数が、式 $S_{1, 2} = (\quad_1, S * P_1) / (\quad_2, S * P_2)$

[式中、

\quad_1, S は、無限希釈の前記有機抽出剤中の 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロパンの活量係数を表し；

P_1 は、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロパンの飽和蒸気圧を表し；

\quad_2, S は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロパン (1 2 3 4 z e - E) の活量係数を表し；

40

P_2 は、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロパン (1 2 3 4 z e - E) の飽和蒸気圧を表す]

により計算されることを特徴とする、請求項 1 から 5 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 7】

前記有機抽出剤が、1.1 以上の分離係数 $S_{1, 2}$ を有し、前記分離係数が、式 $S_{1, 2} = (\quad_1, S * P_1) / (\quad_2, S * P_2)$

[式中、

\quad_1, S は、無限希釈の前記有機抽出剤中の 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) の活量係数を表し；

P_1 は、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) の飽和蒸気圧を表

50

し；

2, 3 は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) の活量係数を表し；

P 2 は、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) の飽和蒸気圧を表す]

により計算されることを特徴とする、請求項 1 から 6 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 8】

前記有機抽出剤が、0.20 以上の吸収容量 $C_{2, S}$ を有し、前記吸収容量が式 $C_{2, S} = 1 / (2, S)$

[式中、

2, 3 は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) からなる前記少なくとも一の化合物の活量係数を表す]

により計算されることを特徴とする、請求項 1 から 7 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 9】

前記有機抽出剤が、エチルアミン、イソプロピルアミン、ジエチルエーテル、n - プロピルアミン、ジエチルアミン、プロパノン、酢酸メチル、ブタノン、ジエトキシメタン、酢酸イソプロピル、3 - ペンチルアミン、2 - メトキシエタンアミン、酢酸 tert - ブチル、ジオキサン、1, 1 - ジエトキシエタン、トリメトキシメタン、n - ペンチルアミン、1, 3 - ジオキサン、酢酸 sec - ブチル、1, 2 - ジアミノエタン、1 - メトキシ - 2 - プロパノール、1, 2 - プロパンジアミン、酢酸 n - ブチル、2 - メトキシ - 1 - プロパノール及びヘキサナールからなる群より選択されることを特徴とする、請求項 1 から 8 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 10】

2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン及び 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) を含む、工程 b) で形成される流れ $i i$) が、回収され、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) を含まないことを特徴とする、請求項 1 から 9 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 11】

工程 a) の前に、以下の工程：

$i i'$) 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンの沸点よりも低い沸点を有する不純物、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b)、及びトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) を含む組成物を含む組成物を使用する工程；

$i i'$) 工程 $i i'$) からの前記組成物を蒸留して、塔の上部で、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンの沸点より低い沸点を有する不純物を除去し、且つ、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) 及びトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) を含む、蒸留塔の底部で回収される、第 1 の流れを形成する工程；

$i i i'$) 工程 $i i'$) において蒸留塔の底部で回収される前記第 1 の流れを蒸留して、塔の上部で、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) 及びトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) を含む第 2 の流れを、並びに、塔の底部で、重質不純物を含む流れを回収する工程

を含み、

工程 $i i'$) で回収される前記第 1 の流れ又は工程 $i i i'$) で回収される前記第 2 の流れが、工程 a) で使用される前記第 1 の組成物に相当することを特徴とする、請求項 1 から 10 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 12】

2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを製造及び精製するための方法であって、

10

20

30

40

50

A) 触媒の存在下で、式 $(I) C X (Y)_2 - C X (Y)_m - C H_m X Y$ [式中、X及びYは、独立して水素、フッ素又は塩素原子を表し、且つ $m = 0$ 又は 1 である] の化合物をフッ素化する工程；及び/又は、触媒の存在下で、式 $(C X_n Y_{3-n}) C H_p X_{1-p} C H_m X_{2-m} (I I)$ [式中、Xは、互いに独立して、Cl、F、I又はBrであり；Yは、互いに独立して、H、Cl、F、I又はBrであり；nは1、2又は3であり；且つmは0、1又は2であり；且つpは0又は1である] の化合物を触媒的にフッ素化する工程；

B) 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (245cb)、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1234ze - E) を含む流れを回収する工程；

C) 工程B) で回収される流れを使用する、請求項1から11のいずれか一項に記載の2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを精製するための方法を実施する工程を含む方法。

【請求項13】

2, 3, 3, 3 - テトラフルオロプロペン、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (245cb)、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1234ze - E) 及び式 $S_{1,2} = (1, S * P1) / (2, S * P2)$ [式中、 $1, S$ は、無限希釈の前記有機抽出剤中の2, 3, 3, 3 - テトラフルオロプロペンの活量係数を表し、 $P1$ は、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロプロペンの飽和蒸気圧を表し、 $2, S$ は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1234ze - E) の活量係数を表し、 $P2$ は、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1234ze - E) の飽和蒸気圧を表す] により計算される1.60以上の分離係数 $S_{1,2}$ を有する有機抽出剤；

及び式 $S_{1,2} = (1, S * P1) / (2, S * P2)$ [式中、 $1, S$ は、無限希釈の前記有機抽出剤中の1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (245cb) の活量係数を表し、 $P1$ は、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (245cb) の飽和蒸気圧を表し、 $2, S$ は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1234ze - E) の活量係数を表し、 $P2$ は、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1234ze - E) の飽和蒸気圧を表す] により計算される1.60以上の分離係数 $S_{1,2}$ を有する前記有機抽出剤を含む、組成物であって、

該組成物は、HFを含まない、組成物。

【請求項14】

有機抽出剤が、エチルアミン、イソプロピルアミン、ジエチルエーテル、n - プロピルアミン、ジエチルアミン、プロパノン、酢酸メチル、ブタノン、ジエトキシメタン、酢酸イソプロピル、3 - ペンチルアミン、2 - メトキシエタンアミン、酢酸tert - ブチル、ジオキサン、1, 1 - ジエトキシエタン、トリメトキシメタン、n - ペンチルアミン、1, 3 - ジオキサン、酢酸sec - ブチル、1, 2 - ジアミノエタン、1 - メトキシ - 2 - プロパノール、1, 2 - プロパンジアミン、酢酸n - ブチル、2 - メトキシ - 1 - プロパノール及びヘキサノールからなる群より選択されることを特徴とする、請求項13に記載の組成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを精製するための方法に関する。本発明はまた、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを製造及び精製するための方法にも関する。

【背景技術】

【0002】

ハイドロフルオロカーボン (HFC)、特にハイドロフルオロオレフィン (HFO)、例

10

20

30

40

50

例えば 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (H F O - 1 2 3 4 y f) は、冷却剤、伝熱流体、消火器、噴射剤、発泡剤、膨張剤、ガス誘電体、重合媒体又はモノマー、支持流体、研磨剤、乾燥剤及び発電装置用流体としての特性が知られている化合物である。H F O は、その低い O D P (オゾン層破壊係数) 及び G W P (地球温暖化係数) の値のために、H C F C に対する望ましい代替物として同定されている。

【 0 0 0 3 】

ハイドロフルオロオレフィンを製造するための方法の多くは、フッ素化及び / 又は脱ハイドロハロゲン化反応を含む。これらのタイプの反応は、気相で行われ、目的とする用途に十分な純度の所望の化合物を得るために最終的には除去される必要のある不純物を生成する。

【 0 0 0 4 】

例えば、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (H F O - 1 2 3 4 y f) を生成する文脈においては、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) のような不純物の存在が観察される。副生成物、例えば 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロペンもまた形成される。このタイプの反応混合物の精製は、例えば、蒸留により実施されうる。しかしながら、精製される化合物が非常に近い沸点を有するとき、又は、それらが共沸若しくは共沸様組成物を形成するとき、蒸留は効率的な方法ではない。よって抽出蒸留法が記載されている。

【 0 0 0 5 】

国際公開第 0 3 / 0 6 8 7 1 6 号は、ヘキサフルオロプロペンの存在下での蒸留により、ペンタフルオロエタン及びクロロペンタフルオロエタンを含む混合物からペンタフルオロエタンを回収するための方法を記載している。

【 0 0 0 6 】

国際公開第 9 8 / 1 9 9 8 2 はまた、抽出蒸留により 1, 1 - ジフルオロエタンを精製するための方法を記載している。該方法は、抽出剤を 1, 1 - ジフルオロエタンと塩化ビニルの混合物に接触させることからなる。抽出剤は、1 0 から 1 2 0 の間の沸点を有する炭化水素、アルコール及びクロロカーボンから選択される。国際公開第 9 8 / 1 9 9 8 2 号で言及されるように、抽出剤の選択は、分離される生成物に応じて、複雑であることが判明しうる。

【 発明の概要 】

【 0 0 0 7 】

本発明は、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンの精製を可能にする。本発明は、特に、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン及び 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパンと、低含有量のトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) を含む流れの製造を可能にする。本発明は、よって、改善した純度の 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンの製造を可能にする。

【 0 0 0 8 】

第 1 の態様によれば、本発明は、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 y f)、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) 及びトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) を含む第 1 の組成物を使用して 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを精製するための方法であって、

a) 前記第 1 の組成物を少なくとも一の有機抽出剤と接触させて第 2 の組成物を形成する工程；

b) 前記第 2 の組成物を抽出蒸留して、

i) 前記有機抽出剤及びトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) を含む第 3 の組成物；並びに

i i) 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン及び 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) (2 4 5 c b) を含む流れを形成する工程

c) 前記第 3 の組成物を回収及び分離して、前記有機抽出剤を含む流れ及びトランス - 1

10

20

30

40

50

、3、3、3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) を含む流れを形成する工程

を含む方法を提供する。

【 0 0 0 9 】

好ましくは、工程 c) の分離は蒸留によって実施される。好ましくは、前記有機抽出剤を含む流れは工程 a) にリサイクルされる。好ましくは、トランス - 1 , 3 , 3 , 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを含む流れは、焼却によって精製又は破壊される。

【 0 0 1 0 】

好ましくは、工程 b) で形成される 2 , 3 , 3 , 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン及び 1 , 1 , 1 , 2 , 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) を含む流れ i i) は回収される。流れは精製されて、2 , 3 , 3 , 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンと 1 , 1 , 1 , 2 , 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) は分離される。よって、好ましい実施態様によれば、本方法はまた、工程 b) で得られる 2 , 3 , 3 , 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン及び 1 , 1 , 1 , 2 , 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) を含む前記流れを回収する、並びに、前記流れを蒸留して、2 , 3 , 3 , 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを含む流れ A と、1 , 1 , 1 , 2 , 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) を含む流れ B を形成する工程も含む。1 , 1 , 1 , 2 , 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) を含む流れ B は、上記の 2 , 3 , 3 , 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを製造及び精製するための方法の工程 A) にリサイクルされうる。2 , 3 , 3 , 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを含む流れ A は、精製されて、市販の仕様を満たす、つまり、1 , 1 , 1 , 2 , 2 - ペンタフルオロプロパン若しくはトランス - 1 , 3 , 3 , 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを含有しないか、又は少量のみしか含有しない純度に達しうる。

【 0 0 1 1 】

好ましい実施態様によれば、前記第 1 の組成物はまた、クロロメタン (4 0) 、1 , 1 - ジフルオロエタン (1 5 2 a) 、1 , 1 , 1 , 2 - テトラフルオロエタン (1 3 4 a) 、クロロペンタフルオロエタン (1 1 5) 、トランス - 1 , 2 , 3 , 3 , 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - E) 、シス - 1 , 2 , 3 , 3 , 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - Z) 及び 3 , 3 , 3 - トリフルオロプロペン (1 2 4 3 z f) からなる群より選択される化合物の少なくとも一つを含む。

【 0 0 1 2 】

好ましい実施態様によれば、前記クロロメタン (4 0) 、1 , 1 - ジフルオロエタン (1 5 2 a) 、1 , 1 , 1 , 2 - テトラフルオロエタン (1 3 4 a) 、クロロペンタフルオロエタン (1 1 5) 、トランス - 1 , 2 , 3 , 3 , 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - E) 、シス - 1 , 2 , 3 , 3 , 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - Z) 及び 3 , 3 , 3 - トリフルオロプロペン (1 2 4 3 z f) からなる群より選択される化合物の少なくとも一つはまた、第 2 及び第 3 の組成物に含有され；本方法の工程 c) は、前記第 3 の組成物を回収及び分離し、一方に前記有機抽出剤を含む流れを、他方に、トランス - 1 , 3 , 3 , 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) 並びに前記クロロメタン (4 0) 、1 , 1 - ジフルオロエタン (1 5 2 a) 、1 , 1 , 1 , 2 - テトラフルオロエタン (1 3 4 a) 、クロロペンタフルオロエタン (1 1 5) 、トランス - 1 , 2 , 3 , 3 , 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - E) 、シス - 1 , 2 , 3 , 3 , 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - Z) 及び 3 , 3 , 3 - トリフルオロプロペン (1 2 4 3 z f) からなる群より選択される化合物の少なくとも一つを含む流れを分離することである。

【 0 0 1 3 】

好ましくは、前記有機抽出剤は、1 0 から 1 5 0 の間の沸点を有しうる。

【 0 0 1 4 】

好ましい実施態様によれば、前記有機抽出剤は、ハロ炭化水素、アルコール、ケトン、アミン、エステル、エーテル、アルデヒド、ニトリル、カーボネート、チオアルキル、アミド及び複素環からなる群より選択される溶媒である；又は前記有機抽出剤はトリエチルフ

10

20

30

40

50

ルオロシランである。好ましくは、有機抽出剤は、アミン、エーテル、エステル、アルデヒド、ケトン、アルコール及び複素環からなる群より選択される。

【0015】

好ましい実施態様によれば、前記有機抽出剤は、1.1以上の分離係数 $S_{1,2}$ を有し、前記分離係数は、式 $S_{1,2} = (P_1 / S) / (P_2 / S)$ より計算され、式中、

P_1 は、無限希釈の前記有機抽出剤中の2,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペンの活量係数を表し；

P_2 は、2,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペンの飽和蒸気圧を表し；

S は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン(1234ze-E)の活量係数を表し；

P_2 は、トランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン(1234ze-E)の飽和蒸気圧を表す。

有利には、分離係数は、1.2以上、好ましくは1.4以上、より優先的には1.6以上、特に1.8以上である。

【0016】

好ましい実施態様によれば、前記有機抽出剤は、0.20以上の吸収容量 $C_{2,S}$ を有し、前記有機抽出剤は式 $C_{2,S} = 1 / (S)$ [式中、 S は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン(1234ze-E)からなる前記少なくとも一の化合物の活量係数を表し；好ましくは、 S は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン(1234ze-E)からなる前記少なくとも一の化合物の活量係数を表す]により計算され；

有利には、吸収容量 $C_{2,S}$ は、0.40以上、好ましくは0.60以上、より優先的には0.80以上、特に1.0以上である。

【0017】

好ましい実施態様によれば、前記有機抽出剤は、1.1以上の分離係数 $S_{1,2}$ を有してもよく、前記分離係数は、式 $S_{1,2} = (P_1 / S) / (P_2 / S)$ より計算され、式中、

S は、無限希釈の前記有機抽出剤中の1,1,1,2,2-ペンタフルオロプロパン(245cb)の活量係数を表し；

P_1 は、1,1,1,2,2-ペンタフルオロプロパン(245cb)の飽和蒸気圧を表し；

S は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン(1234ze-E)の活量係数を表し；

P_2 は、トランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン(1234ze-E)の飽和蒸気圧を表す。

有利には、分離係数は、1.2以上、好ましくは1.4以上、より優先的には1.6以上、特に1.8以上、より具体的には2.0以上である。

【0018】

好ましい実施態様によれば、前記第1の組成物は、2,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン、1,1,1,2,2-ペンタフルオロプロパン(245cb)、トランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン(1234ze-E)、並びに任意選択的に又はそうではなく、クロロメタン(40)、1,1-ジフルオロエタン(152a)、1,1,1,2-テトラフルオロエタン(134a)、クロロペンタフルオロエタン(115)、トランス-1,2,3,3,3-ペンタフルオロプロペン(1225ye-E)、シス-1,2,3,3,3-ペンタフルオロプロペン(1225ye-Z)及び3,3,3-トリフルオロプロペン(1243zf)からなる群より選択される少なくとも一の化合物を含みうる。

【0019】

10

20

30

40

50

好ましい実施態様によれば、前記有機抽出剤は、エチルアミン、イソプロピルアミン、ジエチルエーテル、*n*-プロピルアミン、ジエチルアミン、プロパノン、酢酸メチル、ブタノン、ジエトキシメタン、酢酸イソプロピル、3-ペンチルアミン、2-メトキシエタンアミン、酢酸 *tert*-ブチル、ジオキサン、1,1-ジエトキシエタン、トリメトキシメタン、*n*-ペンチルアミン、1,3-ジオキサン、酢酸 *sec*-ブチル、1,2-ジアミノエタン、1-メトキシ-2-プロパノール、1,2-プロパンジアミン、酢酸 *n*-ブチル、2-メトキシ-1-プロパノール及びヘキサナールからなる群より選択される。好ましくは、前記有機抽出剤は、エチルアミン、イソプロピルアミン、ジエチルエーテル、*n*-プロピルアミン、ジエチルアミン、ジエトキシメタン、酢酸イソプロピル、3-ペンチルアミン、2-メトキシエタンアミン、酢酸 *tert*-ブチル、ジオキサン、1,1-ジエトキシエタン、トリメトキシメタン、*n*-ペンチルアミン、1,3-ジオキサン、酢酸 *sec*-ブチル、1,2-ジアミノエタン、1-メトキシ-2-プロパノール、1,2-プロパンジアミン、酢酸 *n*-ブチル、2-メトキシ-1-プロパノール及びヘキサナールからなる群より選択される。

10

【0020】

工程 b) で形成される好ましい実施態様によれば、2,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン及び1,1,1,2,2-ペンタフルオロプロパン(245cb)を含む流れは、回収され、トランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン(1234ze-E)を含まない。

【0021】

好ましい実施態様によれば、前記方法は、工程 a) の前に、以下の工程：

i') 2,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン、2,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペンの沸点よりも低い沸点を有する不純物、1,1,1,2,2-ペンタフルオロプロパン(245cb)、及びトランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン(1234ze-E)を含む組成物、任意選択的に又はそうではなく、クロロメタン(40)、1,1-ジフルオロエタン(152a)、1,1,1,2-テトラフルオロエタン(134a)、クロロペンタフルオロエタン(115)、トランス-1,2,3,3,3-ペンタフルオロプロペン(1225ye-E)、シス-1,2,3,3,3-ペンタフルオロプロペン(1225ye-Z)、3,3,3-トリフルオロプロペン(1243zf) からなる群より選択される少なくとも一の化合物。並びに任意選択的に又はそうではなく重質不純物を含む組成物を使用する工程；

30

ii') 工程 i) からの前記組成物を蒸留して、塔の上部で、2,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペンの沸点より低い沸点を有する不純物を除去し、且つ、2,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン、1,1,1,2,2-ペンタフルオロプロパン(245cb) 及びトランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン(1234ze-E)、任意選択的に又はそうではなく、クロロメタン(40)、1,1-ジフルオロエタン(152a)、1,1,1,2-テトラフルオロエタン(134a)、クロロペンタフルオロエタン(115)、トランス-1,2,3,3,3-ペンタフルオロプロペン(1225ye-E)、シス-1,2,3,3,3-ペンタフルオロプロペン(1225ye-Z)、3,3,3-トリフルオロプロペン(1243zf) からなる群より選択される少なくとも一の化合物、並びに任意選択的に又はそうではなく、重質不純物を含む、蒸留塔の底部で回収される、第1の流れを形成する工程；

40

iii') 任意選択的に又はそうではなく、工程 ii') において蒸留塔の底部で回収される前記第1の流れを蒸留して、塔の上部で、2,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン、1,1,1,2,2-ペンタフルオロプロパン(245cb) 及びトランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン(1234ze-E)、並びに任意選択的に又はそうではなく、クロロメタン(40)、1,1-ジフルオロエタン(152a)、1,1,1,2-テトラフルオロエタン(134a)、クロロペンタフルオロエタン(115)、トランス-1,2,3,3,3-ペンタフルオロプロペン(1225ye-E)、シス-1,2,3,3,3-ペンタフルオロプロペン(1225ye-Z) 及び3,3,

50

3 - トリフルオロプロペン (1 2 4 3 z f) からなる群より選択される少なくとも一の化合物を含む第 2 の流れを、並びに、塔の底部で、重質不純物を含む流れを回収する工程を含み、

工程 i i ') で回収される前記第 1 の流れ及び工程 i i i ') で回収される前記第 2 の流れは、工程 a) で使用される前記第 1 の組成物に相当する。

【 0 0 2 2 】

重質不純物は、例えば、1, 1, 3, 3, 3 - ヘキサフルオロプロパン (2 3 6 f a)、1, 1, 1, 2, 3, 3 - ヘキサフルオロプロパン (2 3 6 e a)、1, 1, 1, 2, 3, 3, 3 - ヘプタフルオロプロパン (2 2 7 c a)、シス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - Z)、及び対象の組成物又は流れに存在する化合物の一つに由来するダイマー又はトリマーを含有しうる。

10

【 0 0 2 3 】

第 2 の態様によれば、本発明は、

A) 触媒の存在下で、式 $C X (Y)_2 - C X (Y)_m - C H_m X Y (I)$ [式中、X 及び Y は、独立して H、F 又は Cl を表し、且つ $m = 0$ 又は 1 である] の化合物を触媒的にフッ素化する工程；及び / 又は、触媒の存在下で、式 $(C X_n Y_{3-n}) C H_p X_{1-p} C H_m X_{2-m} (I I)$ [式中、X は、互いに独立して、Cl、F、I 又は Br であり；Y は、互いに独立して、H、Cl、F、I 又は Br であり；n は 1、2 又は 3 であり；且つ m は 0、1 又は 2 であり；且つ p は 0 又は 1 である] の化合物をフッ素化する工程；

20

B) 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b)、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E)、並びに任意選択的に又はそうではなく、クロロメタン (4 0)、1, 1 - ジフルオロエタン (1 5 2 a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (1 3 4 a)、クロロペンタフルオロエタン (1 1 5)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1 2 4 3 z f) からなる群より選択される少なくとも一の化合物を含む流れを回収する工程；

C) 工程 B) で回収される流れを使用して、本発明による 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを精製するための方法を実施する工程

を含む、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを製造及び精製するための方法を提供する。

30

【 0 0 2 4 】

別の実施態様によれば、本発明は、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロプロペン、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b)、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) 及び 1 . 6 0 以上の分離係数 $S_{1, 2}$ (式 $S_{1, 2} = (\quad_1, S * P 1) / (\quad_2, S * P 2)$ [式中、 \quad_1, S は、無限希釈の前記有機抽出剤中の 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロプロペンの活量係数を表し、P 1 は、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロプロペンの飽和蒸気圧を表し、 \quad_2, S は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) の活量係数を表し、P 2 は、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) の飽和蒸気圧を表す] により計算される) を有する有機抽出剤；並びに、1 . 6 0 以上の分離係数 $S_{1, 2}$ (式 $S_{1, 2} = (\quad_1, S * P 1) / (\quad_2, S * P 2)$ [式中、 \quad_1, S は、無限希釈の前記有機抽出剤中の 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) の活量係数を表し、P 1 は、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) の飽和蒸気圧を表し、 \quad_2, S は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) の活量係数を表し、P 2 は、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) の飽和蒸気圧を表す] により計算される) を有する前記有機抽出剤を含む組成物を提供し；好ましくは、前記有機抽出剤は、0 . 6 0 以上の吸収容量 $C_{2, S}$ を有し、前記吸収容量は、式 $C_{2, S} = 1 / (\quad_2, S)$ [式

40

50

中、 $2, 5$ は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス - $1, 3, 3, 3$ - テトラフルオロ - 1 - プロペン ($1234ze-E$) の活量係数を表す。好ましい実施態様によれば、前記有機抽出剤は、エチルアミン、イソプロピルアミン、ジエチルエーテル、 n - プロピルアミン、ジエチルアミン、プロパノン、酢酸メチル、ブタノン、ジエトキシメタン、酢酸イソプロピル、 3 - ペンチルアミン、 2 - メトキシエタンアミン、酢酸 *tert* - ブチル、ジオキサン、 $1, 1$ - ジエトキシエタン、トリメトキシメタン、 n - ペンチルアミン、 $1, 3$ - ジオキサン、酢酸 *sec* - ブチル、 $1, 2$ - ジアミノエタン、 1 - メトキシ - 2 - プロパノール、 $1, 2$ - プロパンジアミン、酢酸 n - ブチル、 2 - メトキシ - 1 - プロパノール及びヘキサナールからなる群より選択される。好ましくは、前記有機抽出剤は、エチルアミン、イソプロピルアミン、ジエチルエーテル、 n - プロピルアミン、ジエチルアミン、ジエトキシメタン、酢酸イソプロピル、 3 - ペンチルアミン、 2 - メトキシエタンアミン、酢酸 *tert* - ブチル、ジオキサン、 $1, 1$ - ジエトキシエタン、トリメトキシメタン、 n - ペンチルアミン、 $1, 3$ - ジオキサン、酢酸 *sec* - ブチル、 $1, 2$ - ジアミノエタン、 1 - メトキシ - 2 - プロパノール、 $1, 2$ - プロパンジアミン、酢酸 n - ブチル、 2 - メトキシ - 1 - プロパノール及びヘキサナールからなる群より選択される。好ましくは、本発明のこの他の態様による前記組成物は HF を含まない。

【図面の簡単な説明】

【0025】

【図1】図1 a - c は、本発明の特定の実施態様による $2, 3, 3, 3$ - テトラフルオロ - 1 - プロペンを精製するための方法を行うための装置を概略的に表す。

【図2】図2 は、本発明の特定の実施態様による $2, 3, 3, 3$ - テトラフルオロ - 1 - プロペンを製造するための方法を行うための装置を概略的に表す。

【発明を実施するための形態】

【0026】

本明細書で使用される用語「炭化水素」とは、直鎖状又は分岐状の $C_1 - C_{20}$ アルカン、 $C_3 - C_{20}$ シクロアルカン、 $C_2 - C_{20}$ アルケン、 $C_3 - C_{20}$ シクロアルケン又は $C_6 - C_{18}$ アレーン化合物を指す。例えば、用語「アルカン」とは、 n が 1 から 20 の間である式 $C_n H_{2n+2}$ の化合物を指す。用語「 $C_1 - C_{20}$ アルカン」は、例えば、ペンタン、ヘキサン、ヘプタン、オクタン、ノナン及びデカン、又はそれらの異性体を含む。用語「 $C_2 - C_{20}$ アルケン」とは、一又は複数の炭素 - 炭素二重結合を含み、 2 から 20 の炭素原子を含む炭化水素ベースの化合物を指す。用語「 $C_3 - C_{20}$ シクロアルカン」とは、 3 から 20 の炭素原子を含む飽和した炭化水素ベースの環を指す。用語「 $C_6 - C_{18}$ アリール」とは、 6 から 18 の炭素原子を含む環状又は芳香族の炭化水素ベースの化合物を指す。用語「 $C_3 - C_{20}$ シクロアルケン」とは、 3 から 20 の炭素原子を含み、且つ、一又は複数の炭素 - 炭素二重結合を含む環状又は芳香族の炭化水素ベースの化合物を指す。

【0027】

用語「アルキル」とは、 1 から 20 の炭素原子を含む、直鎖状又は分岐状アルカンに由来する一価のラジカルを意味する。用語「シクロアルキル」とは、 3 から 20 の炭素原子を含む、シクロアルカンに由来する一価のラジカルを意味する。用語「アリール」とは、 6 から 18 の炭素原子を含む、アレーンに由来する一価のラジカルを意味する。用語「アルケニル」とは、 2 から 20 の炭素原子及び少なくとも一の炭素 - 炭素二重結合の一価のラジカルを意味する。用語「アルキニル」とは、 2 から 20 の炭素原子及び少なくとも一の炭素 - 炭素三重結合の一価のラジカルを意味する。用語「ハロゲン」とは、 $-F$ 、 $-Cl$ 、 $-Br$ 又は $-I$ 基を指す。用語「シクロアルケニル」とは、 3 から 20 の炭素原子を含む、シクロアルケンに由来する一価のラジカルを意味する。 $C_1 - C_{20}$ アルキル、 $C_2 - C_{20}$ アルケニル、 $C_2 - C_{20}$ アルキニル、 $C_3 - C_{20}$ シクロアルキル、 $C_3 - C_{20}$ シクロアルケニル及び $C_6 - C_{18}$ アリール置換基は、一又は複数の $-OH$ 、ハロゲン、 $-NR^a C(O)R^b$ 、 $-C(O)NR^a R^b$ 、 $-CN$ 、 $-NO_2$ 、 $-NR^a R^b$ 、 $-OR^a$ 、 $-SR^a$ 、 $-CO_2R^a$ 、 $-OC(O)OR^a$ 、 $-OC(O)R^a$ 、 $-C(O)$

H又は $-C(O)R^a$ 置換基で任意選択的に置換されてもよく、ここで、 R^a 及び R^b は、互いに独立して、水素、非置換 $C_1 - C_{20}$ アルキル、非置換 $C_2 - C_{20}$ アルケニル、非置換 $C_2 - C_{20}$ アルキニル、非置換 $C_3 - C_{20}$ シクロアルキル、非置換 $C_3 - C_{20}$ シクロアルケニル又は非置換 $C_6 - C_{18}$ アリーールである。置換基 $-NR^aR^b$ 、 $-NR^aC(O)R^b$ 、 $-C(O)NR^aR^b$ 、 R^a 及び R^b は、それらが結合する窒素原子又は官能基と共に、飽和又は不飽和で、芳香族又は非芳香族の、4から10員の複素環を形成しうる。

【0028】

用語「ハロ炭化水素」とは、 R^a が $C_1 - C_{20}$ アルキル、 $C_2 - C_{20}$ アルケニル、 $C_2 - C_{20}$ アルキニル、 $C_3 - C_{20}$ シクロアルキル、 $C_3 - C_{20}$ シクロアルケニル及び $C_6 - C_{18}$ アリーールから選択され、且つ、Xが塩素、フッ素、臭素又はヨウ素原子を表す、式 R^aX の化合物を指す。 $C_1 - C_{20}$ アルキル、 $C_2 - C_{20}$ アルケニル、 $C_2 - C_{20}$ アルキニル、 $C_3 - C_{20}$ シクロアルキル、 $C_3 - C_{20}$ シクロアルケニル及び $C_6 - C_{18}$ アリーール置換基は、任意選択的に、 R^a 及び R^b が上記の通りである、一又は複数の $-OH$ 、ハロゲン、 $-NR^aC(O)R^b$ 、 $-C(O)NR^aR^b - CN$ 、 $-NO_2$ 、 $-NR^aR^b$ 、 $-OR^a$ 、 $-SR^a$ 、 $-CO_2R^a$ 、 $-OC(O)OR^a$ 、 $-OC(O)R^a$ 、 $-C(O)H$ 又は $-C(O)R^a$ 置換基で置換されていてもよい。

10

【0029】

用語「アルコール」とは、少なくとも一の水素原子がヒドロキシル基 $-OH$ で置き換えられている、上記の炭化水素又はハロ炭化水素を指す。

20

【0030】

用語「ケトン」とは、少なくとも一又は複数のカルボニル官能基 $R^c - C(O) - R^d$ [式中、 R^c 及び R^d は、互いに独立して、 $C_1 - C_{20}$ アルキル、 $C_2 - C_{20}$ アルケニル、 $C_2 - C_{20}$ アルキニル、 $C_3 - C_{20}$ シクロアルキル、 $C_3 - C_{20}$ シクロアルケニル又は $C_6 - C_{18}$ アリーールであり、且つ、 R^a 及び R^b が上記の通りであり、 R^c 及び R^d が、場合により、一緒に結合して、それが結合するカルボニル基と共に、4から10員の、好ましくは4から7員の環状ケトン形成する、一又は複数の $-OH$ 、ハロゲン、 $-NR^aC(O)R^b$ 、 $-C(O)NR^aR^b - CN$ 、 $-NO_2$ 、 $-NR^aR^b$ 、 $-OR^a$ 、 $-SR^a$ 、 $-CO_2R^a$ 、 $-OC(O)OR^a$ 、 $-OC(O)R^a$ 、 $-C(O)H$ 又は $-C(O)R^a$ 置換基で任意選択的に置換されてもよい]を含む炭化水素を指す。環状ケトンはまた、一又は複数の炭素-炭素二重結合を含みうる。環状ケトンはまた、任意選択的に、上記の一又は複数の置換基で置換されていてもよい。

30

【0031】

用語「アミン」とは、 R^c 及び R^d が上記の通りである、少なくとも一又は複数のアミン官能基 $-NR^cR^d$ を含む炭化水素を指し、 R^c 及び R^d は、場合によっては、一緒に結合して、それらが結合する窒素原子と共に、4から10員の芳香族又は非芳香族の複素環を形成する。

【0032】

用語「エステル」とは、 R^c 及び R^d が上記の通りである、式 $R^c - C(O) - O - R^d$ の化合物を指し、 R^c 及び R^d は、場合によっては、一緒に結合して、エステル基と共に、4から20の炭素原子を含む環を形成する。

40

【0033】

用語「エーテル」とは、 R^c 及び R^d が上記の通りである、式 $R^c - O - R^d$ の化合物を指し、 R^c 及び R^d は、場合によっては、一緒に結合して、それらが結合する酸素原子と共に、4から20の炭素原子を含む複素環を形成する。

【0034】

用語「アルデヒド」とは、少なくとも一又は複数の $-C(O) - H$ 官能基を含む化合物を指す。

【0035】

用語「ニトリル」とは、少なくとも一又は複数の $-CN$ 官能基を含む化合物を指す。

50

【0036】

用語「カーボネート」とは、 R^c 及び R^d が上記の通りである、式 $R^c - O - C(O) - O - R^d$ の化合物を指す。

【0037】

用語「チオアルキル」とは、 R^c 及び R^d が上記の通りである、式 $R^c S R^d$ の化合物である。

【0038】

用語「アミド」は、 R^c 及び R^d が上記の通りである、式 $R^c C(O) N R^e R^d$ の化合物に関し、 R^e は、 R^c を定義するもの同一の置換基によって定義され、 R^c 及び R^d は、場合によっては、一緒に結合して、それらが結合するアミド基 - $C(O)N$ - と共に、4から10員の、好ましくは4から7員の環状アミドを形成する。環状アミドはまた、一又は複数の炭素 - 炭素二重結合を含みうる。環状アミドはまた、任意選択的に、上記の一又は複数の置換基で置換されていてもよい。

10

【0039】

用語「複素環」とは、4から10員の炭素ベースの環を表し、その少なくとも一の環員は、O、S、P及びNから選択されるヘテロ原子である。環は、一若しくは複数の炭素 - 炭素二重結合又は一若しくは複数の炭素 - ヘテロ原子二重結合又は一若しくは複数のヘテロ原子 - ヘテロ原子二重結合を含みうる。好ましくは、複素環は、上記のような1、2、3、4又は5のヘテロ原子を含みうる。特に、複素環は、酸素、窒素及び硫黄から選択される1、2又は3のヘテロ原子を含みうる。好ましくは、複素環は、4から6員の炭素ベースの環であってもよく、その1、2又は3の環員は、O及びNから選択されるヘテロ原子である。複素環は、任意選択的に、 R^a 及び R^b が以下の通りである、 $-OH$ 、ハロゲン、 $-NR^a C(O)R^b$ 、 $-C(O)NR^a R^b - CN$ 、 $-NO_2$ 、 $-NR^a R^b$ 、 $-OR^a$ 、 $-SR^a$ 、 $-CO_2R^a$ 、 $-OC(O)OR^a$ 、 $-OC(O)R^a$ 、 $-C(O)H$ 及び $-C(O)R^a$ から選択される一又は複数の置換基で置換されていてもよい。

20

【0040】

用語「有機抽出剤」とは、少なくとも一の炭素原子を含む化合物を指す。

【0041】

第1の態様によれば、本発明は、2,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペンを精製するための方法に関する。精製方法は、2,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン、1,1,1,2,2-ペンタフルオロプロパン(245cb)及びトランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン(1234ze-E)を含む第1の組成物を使用して実施される。

30

【0042】

好ましくは、前記方法は以下の工程：

a) 前記第1の組成物を少なくとも一の有機抽出剤と接触させて第2の組成物を形成する工程；

b) 前記第2の組成物を抽出蒸留して、

i) 前記有機抽出剤及びトランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン(1234ze-E)を含む第3の組成物；並びに

ii) 2,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン及び1,1,1,2,2-ペンタフルオロプロパン(245cb)(245cb)を含む流れ

40

を形成する工程

c) 前記第3の組成物を回収及び分離して、前記有機抽出剤を含む流れ及びトランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン(1234ze-E)を含む流れを形成する工程

を含む。

【0043】

好ましくは、前記有機抽出剤を含む流れは工程a)にリサイクルされる。好ましくは、トランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン(1234ze-E)を含む流

50

れは、焼却によって精製又は破壊される。

【0044】

好ましくは、前記方法はまた、工程 b) で得られる 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1234yf) 及び 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (245cb) を含む前記流れを回収する、並びに、前記流れを蒸留して、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを含む流れ A と、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (245cb) を含む流れ B を形成する工程も含む。

【0045】

前記第 1 の組成物は、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (245cb)、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1234ze - E)、並びにクロロメタン (40)、1, 1 - ジフルオロエタン (152a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (134a)、クロロペンタフルオロエタン (115)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1225ye - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1225ye - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1243zf) からなる群より選択される少なくとも一の化合物を含みうる。好ましくは、第 1 の組成物は、クロロメタン (40)、1, 1 - ジフルオロエタン (152a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (134a)、クロロペンタフルオロエタン (115)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1225ye - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1225ye - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1243zf) からなる群より選択される化合物の少なくとも二、少なくとも三、少なくとも四、少なくとも五、少なくとも六又は全てを含みうる。

【0046】

前記第 1 の組成物が、クロロメタン (40)、1, 1 - ジフルオロエタン (152a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (134a)、クロロペンタフルオロエタン (115)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1225ye - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1225ye - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1243zf) からなる群より選択される化合物の少なくとも一を含有するとき、この又はこれらの化合物は、前記第 2 及び第 3 の組成物中に含有される。

【0047】

本発明の方法の工程 c) は、よって、前記第 3 の組成物を回収することと、一方に前記有機抽出剤を、他方にトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1234ze - E) 並びにクロロメタン (40)、1, 1 - ジフルオロエタン (152a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (134a)、クロロペンタフルオロエタン (115)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1225ye - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1225ye - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1243zf) からなる群より選択される化合物の少なくとも一を分離することからなりうる。

【0048】

前記第 1 の組成物は、第 1 の組成物の総重量に対して、重量で、50% から 99% の間の 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン、有利には、第 1 の組成物の総重量に対して、重量で、50% から 95% の間、好ましくは 55% から 90% の間、特に 60% から 80% の間の 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを含みうる。

【0049】

前記第 1 の組成物は、同一のものを含みうる時、第 1 の組成物の総重量に対して、重量で、0.1% から 50% の間の 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (245cb)、有利には、第 1 の組成物の総重量に対して、重量で、0.1% から 49.9% の間、好ましくは 1% から 45 重量% の間、より好ましくは 2% から 40 重量% の間、特に 5% から 40 重量% の間 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (245cb) を含

10

20

30

40

50

みうる。

【 0 0 5 0 】

前記第 1 の組成物は、同一のものを含有するとき、第 1 の組成物の総重量に対して、重量で、0.1%から50%の間のトランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン(1234ze-E)、有利には、第 1 の組成物の総重量に対して、重量で、0.1%から49.9%の間、好ましくは0.5%から40%の間、より優先的には1%から30重量%の間、特に5%から25%の間のトランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン(1234ze-E)を含みうる。

【 0 0 5 1 】

前記第 1 の組成物は、同一のものを含有するとき、第 1 の組成物の総重量に対して、重量で、1%未満のクロロメタン(40)、有利には、第 1 の組成物の総重量に対して、重量で、1から5000ppmの間、好ましくは5から2000ppmの間、特に10から1000ppmの間のクロロメタン(40)を含みうる。

10

【 0 0 5 2 】

前記第 1 の組成物は、同一のものを含有するとき、第 1 の組成物の総重量に対して、重量で、2000ppm未満の1,1-ジフルオロエタン(152a)、有利には、第 1 の組成物の総重量に対して、重量で、1から1000ppmの間、好ましくは5から500ppmの間、特に10から250ppmの間の1,1-ジフルオロエタン(152a)を含みうる。

【 0 0 5 3 】

前記第 1 の組成物は、同一のものを含有するとき、第 1 の組成物の総重量に対して、重量で、2000ppm未満のクロロペンタフルオロエタン(115)、有利には、第 1 の組成物の総重量に対して、重量で、1から1000ppmの間、好ましくは5から500ppmの間、特に10から250ppmの間のクロロペンタフルオロエタン(115)を含みうる。

20

【 0 0 5 4 】

前記第 1 の組成物は、同一のものを含有するとき、第 1 の組成物の総重量に対して、重量で、2000ppm未満の1,1,1,2-テトラフルオロエタン(134a)、有利には、第 1 の組成物の総重量に対して、重量で、1から1000ppmの間、好ましくは5から500ppmの間、特に10から250ppmの間の1,1,1,2-テトラフルオロエタン(134a)を含みうる。

30

【 0 0 5 5 】

前記第 1 の組成物は、同一のものを含有するとき、第 1 の組成物の総重量に対して、重量で、2000ppm未満のトランス-1,2,3,3,3-ペンタフルオロプロペン(1225ye-E)、有利には、第 1 の組成物の総重量に対して、重量で、1から1000ppmの間、好ましくは5から500ppmの間、特に10から250ppmの間のトランス-1,2,3,3,3-ペンタフルオロプロペン(1225ye-E)を含みうる。

【 0 0 5 6 】

前記第 1 の組成物は、同一のものを含有するとき、第 1 の組成物の総重量に対して、重量で、2000ppm未満のシス-1,2,3,3,3-ペンタフルオロプロペン(1225ye-Z)、有利には、第 1 の組成物の総重量に対して、重量で、1から1000ppmの間、好ましくは5から500ppmの間、特に10から250ppmの間のシス-1,2,3,3,3-ペンタフルオロプロペン(1225ye-Z)を含みうる。

40

【 0 0 5 7 】

前記第 1 の組成物は、同一のものを含有するとき、第 1 の組成物の総重量に対して、重量で、2000ppm未満の3,3,3-トリフルオロプロペン(1243zf)、有利には、第 1 の組成物の総重量に対して、重量で、1から1000ppmの間、好ましくは5から2000ppmの間、特に10から1500ppmの間の3,3,3-トリフルオロプロペン(1243zf)を含みうる。

【 0 0 5 8 】

50

特定の実施態様によれば、前記有機抽出剤は、ハロ炭化水素、アルコール、ケトン、アミン、エステル、エーテル、アルデヒド、ニトリル、カーボネート、チオアルキル、アミド及び複素環からなる群より選択される溶媒であってもよい；又は前記有機抽出剤はトリエチルフルオロシランである。好ましくは、有機抽出剤は、アミン、エーテル、エステル、アルデヒド、ケトン、アルコール及び複素環からなる群より選択される。

【0059】

好ましくは、ハロ炭化水素は、ブromoフルオロメタン、1 - ブromo - 1, 2 - ジフルオロエチレン、1, 1, 1 - トリフルオロ - 2 - ブromoエタン、2 - クロロプロパン、ブromoエタン、ヨードメタン、2 - クロロ - 2 - メチルプロパン、2 - ブromoプロパン、クロロブromoメタン、3 - ブromoプロペン、1 - ブromoプロパン、ヨードエタン、2 - ブromo - 2 - メチルプロパン、1 - クロロ - 3 - フルオロプロパン、2 - クロロ - 2 - メチルブタン、1, 2 - ジクロロエタン、2 - ヨードプロパン、ジクロロブromoメタン、2 - ブromoブタン、1, 2 - ジクロロプロパン、トリクロロアセトアルデヒド、1 - クロロ - 4 - フルオロブタン、1 - ブromo - 3 - フルオロプロパン、1 - ブromoブタン、1 - ヨードプロパン、シス - 1, 3 - ジクロロプロペン、ブromotriクロロメタン、1 - ブromo - 2 - クロロエタン、2 - ブromo - 2 - メチルブタン、トランス - 1, 3 - ジクロロプロペン、1, 1, 2 - トリクロロエタン、2 - ブromoペンタン、2, 3 - ジクロロブタン、1 - ブromo - 3 - メチルブタン、1, 3 - ジクロロ - トランス - 2 - ブテン、1, 3 - ジクロロプロパン、1, 2 - ジブromo - 1 - フルオロエタン、1, 2, 2 - トリクロロプロパン、2, 3 - ジクロロ - 2 - メチルブタン、1 - ブromoペンタン、1, 2 - ジクロロ - 2 - ブテン、1 - ヨードブタン、1, 2 - ジブromoエタン、1, 1, 2 - トリクロロプロパン、1, 3 - ジクロロブタン、1, 2 - ジブromoプロパン、1, 2, 3 - トリクロロプロペン、1 - クロロ - 3 - ブromoプロパン及びトリブromoメタンからなる群より選択される。

【0060】

好ましくは、アルコールは、メタノール、2, 2, 2 - トリフルオロエタノール、1, 1, 1 - トリフルオロ - 2 - プロパノール、エタノール、2 - プロパノール、tert - ブタノール、2, 2 - ジフルオロエタノール、プロパノール、2 - アリルオキシエタノール、2 - ブタノール、2 - メチル - 2 - ブタノール、イソブタノール、2, 2, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロパノール、2, 2 - ジメチル - 1 - プロパノール、3 - ペンタノール、1 - ブタノール、1 - メトキシ - 2 - プロパノール、1 - (ジメチルアミノ) - 2 - プロパノール、3 - メチル - 3 - ペンタノール、1 - クロロ - 2 - メチル - 2 - プロパノール、4, 4, 4 - トリフルオロブタノール、3 - フルオロプロパノール、2 - クロロエタノール、2 - メトキシ - 1 - プロパノール、1 - エトキシ - 2 - プロパノール、4 - メチル - 2 - ペンタノール、1, 2 - オクタジオール、2 - クロロ - 1 - プロパノール、2 - (ジメチルアミノ)エタノール、3 - ヘキサノール、2 - ヘキサノール、2 - エトキシ - 1 - プロパノール、1 - ペンタノール、2, 3 - ジメチルブタノール、2 - エチル - 1 - ブタノール、2 - メチル - 1 - ペンタノール及び2 - プロポキシエタノールからなる群より選択される。

【0061】

好ましくは、ケトンは、1, 1, 1 - トリフルオロ - 2 - プロパノン、プロパノン、ブタノン、3 - ペンタノン、2 - ペンタノン、3, 3 - ジメチル - 2 - ブタノン、4 - メチル - 2 - ペンタノン、2 - ヘキサノン、5 - ヘキセン - 2 - オン及び4 - メチル - 2 - ヘキサノンからなる群より選択される。

【0062】

好ましくは、アミンは、エチルアミン、イソプロピルアミン、エチルメチルアミン、2 - アミノ - 2 - メチルプロパン、n - プロピルアミン、イソプロピルメチルアミン、ジエチルアミン、2 - ブタンアミン、n - メチルプロピルアミン、1 - ブチルアミン、ジイソプロピルアミン、3 - メチル - 2 - ブタンアミン、3 - ペンチルアミン、n - メチルブチルアミン、1 - メトキシ - 2 - プロパンアミン、2 - メトキシエタンアミン、2 - メトキシ - 1 - プロパンアミン、n - ペンチルアミン、n - メチルヒドロキシルアミン、ジブロピ

10

20

30

40

50

ルアミン、2-エトキシエタンアミン、n-メチル-1,2-エタンジアミン、ピリジン、1,2-ジアミノエタン、1,2-プロパンジアミン、2-エチルブチルアミン、n-エチルエチレンジアミン、1,1-ジエトキシ-n,n-ジメチルメタンアミン、2-メチルピリジン、4-メチル-2-ヘキサミン、ヘキシルアミン、シクロヘキシルアミン、n-エチル-2-ジメチルアミノエチルアミン、1,3-プロパンジアミン、2-ヘプタンアミン、n,n-ジエチルエチレンジアミン、2,6-ジメチルピリジン、4-メチルピリジン及びn,n'-ジエチル-1,2-エタンジアミンからなる群より選択される。

【0063】

好ましくは、エステルは、ギ酸メチル、酢酸メチル、ギ酸イソプロピル、酢酸エチル、ギ酸n-プロピル、ギ酸イソプロピル、tert-ブチルアセテート、プロピオン酸エチル、sec-ブチルアセテート、炭酸ジエチル、n-ブチルアセテート、プロモ酢酸メチルエステル及びヘキサミン酸メチルからなる群より選択される。

10

【0064】

好ましくは、エーテルは、2,2,2-トリフルオロエチルメチルエーテル、2-メトキシ-1-プロペン、ジエチルエーテル、エトキシエタン、ジメトキシメタン、メチルシクロプロピルエーテル、2-エトキシプロパン、メチルtert-ブチルエーテル、クロロメトキシメタン、ジイソプロピルエーテル、2-エトキシ-2-メチルプロパン、2-エトキシブタン、1-メトキシ-2-メチルブタン、2,2-ジメトキシプロパン、1-エトキシ-2-メチルプロパン、1,2-ジメトキシエタン、ジエトキシメタン、ジ-n-プロピルエーテル、1-エトキシブタン、1-メトキシペンタン、1,2-ジメトキシプロパン、イソプロピルイソブチルエーテル、1,1-ジエトキシエタン、トリメトキシメタン、2,2-ジエトキシプロパン、イソブチルtert-ブチルエーテル、sec-ブチルtert-ブチルエーテル、1,1-ジエトキシプロパン、2-メトキシエタノール、2-クロロ-1,1-ジメトキシエタン、メトキシシクロヘキサン、エトキシエタノール、ジ-n-ブチルエーテル、1-エトキシヘキサン、1,1,1-トリエトキシエタン及び1-メトキシ-2-アセトキシプロパンからなる群より選択される。

20

【0065】

好ましくは、アルデヒドは、アセトアルデヒド、エタンジアル、イソブタノール、メチルグリオキサール、2-メチルブタノール、2,6-ジメチル-5-ヘプテノール及びヘキサノールからなる群より選択される。

30

【0066】

好ましくは、ニトリルは、アセトニトリル、プロピオニトリル、ブチロニトリル、バレロニトリル及び(メチレンアミノ)アセトニトリルからなる群より選択される。

【0067】

好ましくは、カーボネートは炭酸ジエチルである。

【0068】

好ましくは、アミドはエタンチオアミドである。

【0069】

好ましくは、チオアルキルは、エタンチオール、硫化ジメチル、2-プロパンチオール、4-メトキシ-2-メチル-2-ブタンチオール、tert-ブチルチオール、1-プロパンチオール、2-ブタンチオール、2-メチル-1-プロパンチオール、硫化ジエチル、ブタンチオール、3-メルカプト-1,2-プロパンジオール、テトラヒドロチオフェン及び1-ペンタンチオールからなる群より選択される。

40

【0070】

好ましくは、複素環は、テトラヒドロフラン、ジオキサソ、1,3-ジオキサソ、1,3,5-トリオキサソ、n-メチルモルホリン、2-メチルピラジン、n-エチルモルホリン、1-メチルピペラジン、1,2-エポキシプロパン、ピペリジン、3-フルフルール及び2,6-ジメチルモルホリンからなる群より選択される。

【0071】

50

前記有機抽出剤は、エチルアミン、ブロモフルオロメタン、1 - ブロモ - 1, 2 - ジフル
 オロエチレン、アセトアルデヒド、1, 1, 1 - トリフルオロ - 2 - プロパノン、1, 1
 , 1 - トリフルオロ - 2 - ブロモエタン、2, 2, 2 - トリフルオロエチルメチルエーテ
 ル、イソプロピルアミン、ギ酸メチル、2 - メトキシ - 1 - プロペン、ジエチルエーテル
 、1, 2 - エポキシプロパン、エタンチオール、エトキシエテン、エチルメチルアミン、
 硫化ジメチル、2 - クロロプロパン、ブロモエタン、ジメトキシメタン、ヨードメタン、
 2 - アミノ - 2 - メチルプロパン、メチルシクロプロピルエーテル、n - プロピルアミン
 、イソプロピルメチルアミン、エタンジアル、2 - クロロ - 2 - メチルプロパン、2 -
 プロパンチオール、2 - エトキシプロパン、メチル t - ブチルエーテル、ジエチルアミン
 、プロパノン、酢酸メチル、4 - メトキシ - 2 - メチル - 2 - ブタンチオール、2 - ブロ
 モプロパン、クロロメトキシメタン、2 - ブタンアミン、n - メチルプロピルアミン、t
 e r t - ブチルチオール、イソブタナール、メタノール、テトラヒドロフラン、1 - プロ
 パンチオール、クロロブロモメタン、ギ酸イソプロピル、ジイソプロピルエーテル、3 -
 プロモプロペン、1 - プロモプロパン、メチルグリオキサール、ヨードエタン、2 - エト
 キシ - 2 - メチルプロパン、2 - ブロモ - 2 - メチルプロパン、2, 2, 2 - トリフルオ
 ロエタノール、1 - クロロ - 3 - フルオロプロパン、1, 1, 1 - トリフルオロ - 2 - プ
 ロパノール、1 - ブチルアミン、酢酸エチル、エタノール、ブタノン、ギ酸 n - プロピル
 、2 - エトキシブタン、2 - プロパノール、アセトニトリル、t e r t - ブタノール、1
 - メトキシ - 2 - メチルブタン、2, 2 - ジメトキシプロパン、2 - クロロ - 2 - メチル
 ブタン、1, 2 - ジクロロエタン、1 - エトキシ - 2 - メチルプロパン、ジイソプロピル
 アミン、2 - ブタンチオール、1, 2 - ジメトキシエタン、3 - メチル - 2 - ブタンアミ
 ン、ジエトキシメタン、2 - メチル - 1 - プロパンチオール、酢酸イソプロピル、2 - ヨ
 ードプロパン、ジ - n - プロピルエーテル、3 - ペンチルアミン、n - メチルブチルアミ
 ン、2 - プロモブタン、硫化ジエチル、1 - エトキシブタン、1 - メトキシ - 2 - プロパ
 ンアミン、2 - メチルブタナール、2 - メトキシエタンアミン、2, 2 - ジフルオロエタ
 ノール、1, 2 - ジクロロプロパン、プロパノール、酢酸 t e r t - ブチル、プロピオニ
 トリル、トリクロロアセトアルデヒド、2 - アリルオキシエタノール、ブタンチオール、
 1 - メトキシペンタン、プロピオン酸エチル、2 - ブタノール、1, 2 - ジメトキシプロ
 パン、イソプロピルイソブチルエーテル、1 - クロロ - 4 - フルオロブタン、1 - ブロモ
 - 3 - フルオロプロパン、ジオキサン、1 - プロモブタン、3 - ペンタノン、1, 1 - ジ
 エトキシエタン、2 - ペンタノン、2 - メチル - 2 - ブタノール、1 - ヨードプロパン、
 2 - メトキシ - 1 - プロパンアミン、トリメトキシメタン、シス - 1, 3 - ジクロロプロ
 ペン、n - ペンチルアミン、3, 3 - ジメチル - 2 - ブタノン、1, 3 - ジオキサン、ピ
 ペリジン、1 - ブロモ - 2 - クロロエタン、イソブタノール、2 - ブロモ - 2 - メチルブ
 タン、ジプロピルアミン、2, 2, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロパノール、2 - エ
 トキシエタンアミン、トリエチルフルオロシラン、酢酸 s e c - ブチル、トランス - 1,
 3 - ジクロロプロペン、2, 2 - ジメチル - 1 - プロパノール、n - メチル - 1, 2 - エ
 タンジアミン、2, 2 - ジエトキシプロパン、1, 3, 5 - トリオキサン、ピリジン、n
 - メチルモルホリン、3 - ペンタノール、4 - メチル - 2 - ペンタノン、1, 2 - ジアミ
 ノエタン、イソブチル t e r t - ブチルエーテル、2 - プロモペンタン、ブチロニトリル
 、1 - ブタノール、2, 3 - ジクロロブタン、s e c - ブチル t e r t - ブチルエーテル
 、1 - メトキシ - 2 - プロパノール、1, 2 - プロパンジアミン、2, 6 - ジメチル - 5
 - ヘプテナール、1 - ブロモ - 3 - メチルブタン、1, 3 - ジクロロ - トランス - 2 - ブ
 テン、1, 3 - ジクロロプロパン、1 - (ジメチルアミノ) - 2 - プロパノール、テトラ
 ヒドロチオフエン、3 - メチル - 3 - ペンタノール、1, 2 - ジプロモ - 1 - フルオロエ
 タン、1, 1 - ジエトキシプロパン、1, 2, 2 - トリクロロプロパン、1 - クロロ - 2
 - メチル - 2 - プロパノール、2 - メトキシエタノール、4, 4, 4 - トリフルオロブタ
 ノール、2 - エチルブチルアミン、炭酸ジエチル、酢酸 n - ブチル、1 - ペンタンチオー
 ル、2 - クロロ - 1, 1 - ジメトキシエタン、2 - ヘキサノン、n - エチルエチレンジア
 ミン、3 - フルオロプロパノール、5 - ヘキセン - 2 - オン、2, 3 - ジクロロ - 2 - メ

10

20

30

40

50

チルブタン、1, 1 - ジエトキシ - n, n - ジメチルメタンアミン、2 - メチルピリジン、1 - プロモペンタン、2 - メトキシ - 1 - プロパノール、1, 2 - ジクロロ - 2 - プテン、1 - ヨードブタン、ヘキサナール、1 - エトキシ - 2 - プロパノール、1, 2 - ジブromoエタン、4 - メチル - 2 - ペンタノール、プロモ酢酸メチルエステル、1, 1, 2 - トリクロロプロパン、1, 2 - オクタンジオール、4 - メチル - 2 - ヘキサナアミン、ヘキシルアミン、2 - クロロ - 1 - プロパノール、メトキシシクロヘキサン、2 - (ジメチルアミノ)エタノール、1, 3 - ジクロロブタン、シクロヘキシルアミン、n - エチル - 2 - ジメチルアミノエチルアミン、エトキシエタノール、3 - ヘキサノール、2 - ヘキサノール、2 - メチルピラジン、2 - エトキシ - 1 - プロパノール、1 - ペンタノール、n - エチルモルホリン、1 - メチルピペラジン、1, 3 - プロパンジアミン、ジ - n - ブチル エーテル、バレロニトリル、(メチレンアミノ)アセトニトリル、1, 2 - ジブromoプロパン、1, 2, 3 - トリクロロプロペン、2 - ヘプタンアミン、2, 3 - ジメチルブタノール、1 - エトキシヘキサン、1 - クロロ - 3 - ブromoプロパン、n, n - ジエチルエチレンジアミン、3 - フルフラール、2, 6 - ジメチルピリジン、4 - メチル - 2 - ヘキサノン、1, 1, 1 - トリエトキシエタン、1 - メトキシ - 2 - アセトキシプロパン、4 - メチルピリジン、n, n' - ジエチル - 1, 2 - エタンジアミン、2, 6 - ジメチルモルホリン、2 - エチル - 1 - ブタノール、2 - メチル - 1 - ペンタノール、ヘキサン酸メチル、2 - プロポキシエタノール、1 - プロポキシ - 2 - プロパノール又はジメチルエタノールアミンでありうる。

10

【0072】

20

有利には、前記有機抽出剤は、エチルアミン、ブromoフルオロメタン、アセトアルデヒド、イソプロピルアミン、ギ酸メチル、2 - メトキシ - 1 - プロペン、ジエチルエーテル、1, 2 - エポキシプロパン、エタンチオール、エトキシエテン、エチルメチルアミン、硫化ジメチル、ブromoエタン、ジメトキシメタン、2 - アミノ - 2 - メチルプロパン、メチルシクロプロピルエーテル、n - プロピルアミン、イソプロピルメチルアミン、2 - プロパンチオール、2 - エトキシプロパン、メチル t - ブチルエーテル、ジエチルアミン、プロパノン、酢酸メチル、4 - メトキシ - 2 - メチル - 2 - ブタンチオール、2 - ブromoプロパン、2 - ブタンアミン、n - メチルプロピルアミン、tert - ブチルチオール、イソブタナール、テトラヒドロフラン、1 - プロパンチオール、ギ酸イソプロピル、ジイソプロピルエーテル、1 - ブromoプロパン、メチルグリオキサール、2 - エトキシ - 2 - メチルプロパン、2 - ブromo - 2 - メチルプロパン、1 - ブチルアミン、酢酸エチル、ブタノン、ギ酸 n - プロピル、2 - エトキシブタン、2 - プロパノール、tert - ブタノール、1 - メトキシ - 2 - メチルブタン、2, 2 - ジメトキシプロパン、1 - エトキシ - 2 - メチルプロパン、ジイソプロピルアミン、2 - ブタンチオール、1, 2 - ジメトキシエタン、3 - メチル - 2 - ブタンアミン、ジエトキシメタン、2 - メチル - 1 - プロパンチオール、酢酸イソプロピル、2 - ヨードプロパン、ジ - n - プロピルエーテル、3 - ペンチルアミン、n - メチルブチルアミン、2 - ブromoブタン、硫化ジエチル、1 - エトキシブタン、1 - メトキシ - 2 - プロパンアミン、2 - メチルブタナール、2 - メトキシエタンアミン、プロパノール、酢酸 tert - ブチル、プロピオニトリル、2 - アリルオキシエタノール、ブタンチオール、1 - メトキシペンタン、プロピオン酸エチル、2 - ブタノール、1, 2 - ジメトキシプロパン、イソプロピルイソブチルエーテル、1 - ブromo - 3 - フルオロプロパン、ジオキサン、1 - ブromoブタン、3 - ペンタノン、1, 1 - ジエトキシエタン、2 - ペンタノン、2 - メチル - 2 - ブタノール、2 - メトキシ - 1 - プロパンアミン、トリメトキシメタン、n - ペンチルアミン、3, 3 - ジメチル - 2 - ブタノン、1, 3 - ジオキサン、ピペリジン、イソブタノール、2 - ブromo - 2 - メチルブタン、ジブromoピルアミン、2 - エトキシエタンアミン、酢酸 sec - ブチル、2, 2 - ジメチル - 1 - プロパノール、n - メチル - 1, 2 - エタンジアミン、2, 2 - ジエトキシプロパン、1, 3, 5 - トリオキサン、ピリジン、n - メチルモルホリン、3 - ペンタノール、4 - メチル - 2 - ペンタノン、1, 2 - ジアミノエタン、イソブチル tert - ブチルエーテル、2 - ブromoペンタン、ブチロニトリル、1 - ブタノール、sec - ブチル ter

30

40

50

t - ブチルエーテル、1 - メトキシ - 2 - プロパノール、1, 2 - プロパンジアミン、2, 6 - ジメチル - 5 - ヘプテナール、1 - プロモ - 3 - メチルブタン、1 - (ジメチルアミノ) - 2 - プロパノール、テトラヒドロチオフェン、3 - メチル - 3 - ペンタノール、1, 1 - ジエトキシプロパン、2 - メトキシエタノール、2 - エチルブチルアミン、炭酸ジエチル、酢酸 n - ブチル、1 - ペンタンチオール、2 - クロロ - 1, 1 - ジメトキシエタン、2 - ヘキサノン、n - エチルエチレンジアミン、5 - ヘキセン - 2 - オン、1, 1 - ジエトキシ - n, n - ジメチルメタンアミン、2 - メチルピリジン、1 - プロモペンタン、2 - メトキシ - 1 - プロパノール、ヘキサナール、1 - エトキシ - 2 - プロパノール、4 - メチル - 2 - ペンタノール、1, 2 - オクタンジオール、4 - メチル - 2 - ヘキサンアミン、ヘキシルアミン、メトキシシクロヘキサン、2 - (ジメチルアミノ) エタノール、シクロヘキシルアミン、n - エチル - 2 - ジメチルアミノエチルアミン、エトキシエタノール、3 - ヘキサノール、2 - ヘキサノール、2 - メチルピラジン、2 - エトキシ - 1 - プロパノール、1 - ペンタノール、n - エチルモルホリン、1 - メチルピペラジン、1, 3 - プロパンジアミン、ジ - n - ブチル - エーテル、パレロニトリル、(メチレンアミノ) アセトニトリル、2 - ヘプタンアミン、2, 3 - ジメチルブタノール、1 - エトキシヘキサン、n, n - ジエチルエチレンジアミン、3 - フルフラール、2, 6 - ジメチルピリジン、4 - メチル - 2 - ヘキサノン、1, 1, 1 - トリエトキシエタン、1 - メトキシ - 2 - アセトキシプロパン、4 - メチルピリジン、n, n' - ジエチル - 1, 2 - エタンジアミン、2, 6 - ジメチルモルホリン、2 - エチル - 1 - ブタノール、2 - メチル - 1 - ペンタノール、ヘキサン酸メチル、2 - プロポキシエタノール、1 - プロポキシ - 2 - プロパノール又はジメチルエタノールアミンでありうる。

10

20

【0073】

好ましくは、前記有機抽出剤は、エチルアミン、アセトアルデヒド、イソプロピルアミン、ギ酸メチル、ジエチルエーテル、1, 2 - エポキシプロパン、エチルメチルアミン、ジメトキシメタン、2 - アミノ - 2 - メチルプロパン、メチルシクロプロピルエーテル、n - プロピルアミン、イソプロピルメチルアミン、2 - エトキシプロパン、メチル t - ブチルエーテル、ジエチルアミン、プロパノン、酢酸メチル、4 - メトキシ - 2 - メチル - 2 - ブタンチオール、2 - ブタンアミン、n - メチルプロピルアミン、イソブタナール、テトラヒドロフラン、ギ酸イソプロピル、ジイソプロピルエーテル、2 - エトキシ - 2 - メチルプロパン、1 - ブチルアミン、酢酸エチル、ブタノン、ギ酸 n - プロピル、2 - エトキシブタン、1 - メトキシ - 2 - メチルブタン、2, 2 - ジメトキシプロパン、1 - エトキシ - 2 - メチルプロパン、ジイソプロピルアミン、1, 2 - ジメトキシエタン、3 - メチル - 2 - ブタンアミン、ジエトキシメタン、酢酸イソプロピル、ジ - n - プロピルエーテル、3 - ペンチルアミン、n - メチルブチルアミン、硫化ジエチル、1 - エトキシブタン、1 - メトキシ - 2 - プロパンアミン、2 - メチルブタナール、2 - メトキシエタンアミン、tert - ブチルアセテート、プロピオニトリル、2 - アリルオキシエタノール、1 - メトキシペンタン、プロピオン酸エチル、1, 2 - ジメトキシプロパン、イソプロピルイソブチルエーテル、ジオキサン、3 - ペンタノン、1, 1 - ジエトキシエタン、2 - ペンタノン、2 - メトキシ - 1 - プロパンアミン、トリメトキシメタン、n - ペンチルアミン、3, 3 - ジメチル - 2 - ブタノン、1, 3 - ジオキサン、ピペリジン、ジプロピルアミン、2 - エトキシエタンアミン、sec - ブチルアセテート、n - メチル - 1, 2 - エタンジアミン、2, 2 - ジエトキシプロパン、ピリジン、n - メチルモルホリン、4 - メチル - 2 - ペンタノン、1, 2 - ジアミノエタン、イソブチル tert - ブチルエーテル、ブチロニトリル、sec - ブチル tert - ブチルエーテル、1 - メトキシ 2 - プロパノール、1, 2 - プロパンジアミン、2, 6 - ジメチル - 5 - ヘプテナール、1 - (ジメチルアミノ) - 2 - プロパノール、3 - メチル - 3 - ペンタノール、1, 1 - ジエトキシプロパン、2 - エチルブチルアミン、炭酸ジエチル、n - ブチルアセテート、2 - ヘキサノン、n - エチルエチレンジアミン、5 - ヘキセン - 2 - オン、1, 1 - ジエトキシ - n, n - ジメチルメタンアミン、2 - メチルピリジン、2 - メトキシ - 1 - プロパノール、ヘキサナール、1 - エトキシ - 2 - プロパノール、4 - メチル - 2 - ヘキサンアミン、

30

40

50

ヘキシルアミン、メトキシシクロヘキサン、2 - (ジメチルアミノ)エタノール、シクロヘキシルアミン、n - エチル - 2 - ジメチルアミノエチルアミン、エトキシエタノール、2 - メチルピラジン、2 - エトキシ - 1 - プロパノール、n - エチルモルホリン、1 - メチルピペラジン、1, 3 - プロパンジアミン、ジ - n - ブチルエーテル、バレロニトリル、2 - ヘプタンアミン、1 - エトキシヘキサン、n, n - ジエチルエチレンジアミン、2, 6 - ジメチルピリジン、4 - メチル - 2 - ヘキサノン、1, 1, 1 - トリエトキシエタン、1 - メトキシ - 2 - アセトキシプロパン、4 - メチルピリジン、n, n' - ジエチル - 1, 2 - エタンジアミン、2, 6 - ジメチルモルホリン、ヘキサン酸メチル、2 - プロポキシエタノール又は1 - プロポキシ - 2 - プロパノールでありうる。

【0074】

特に、前記有機抽出剤は、エチルアミン、イソプロピルアミン、ジエチルエーテル、エチルメチルアミン、2 - アミノ - 2 - メチルプロパン、n - プロピルアミン、イソプロピルメチルアミン、2 - エトキシプロパン、メチル t - ブチルエーテル、ジエチルアミン、プロパノン、酢酸メチル、2 - ブタンアミン、n - メチルプロピルアミン、イソブタノール、テトラヒドロフラン、1 - ブチルアミン、ブタノン、ギ酸 n - プロピル、2, 2 - ジメトキシプロパン、1 - エトキシ - 2 - メチルプロパン、1, 2 - ジメトキシエタン、3 - メチル - 2 - ブタンアミン、ジエトキシメタン、酢酸イソプロピル、3 - ベンチルアミン、n - メチルブチルアミン、1 - エトキシブタン、1 - メトキシ - 2 - プロパンアミン、2 - メトキシエタンアミン、tert - ブチルアセテート、1 - メトキシペンタン、プロピオン酸エチル、1, 2 - ジメトキシプロパン、ジオキサン、3 - ペンタノン、1, 1 - ジエトキシエタン、2 - ペンタノン、2 - メトキシ - 1 - プロパンアミン、トリメトキシメタン、n - ベンチルアミン、3, 3 - ジメチル - 2 - ブタノン、1, 3 - ジオキサン、ピペリジン、2 - エトキシエタンアミン、sec - ブチルアセテート、n - メチル - 1, 2 - エタンジアミン、2, 2 - ジエトキシプロパン、4 - メチル - 2 - ペンタノン、1, 2 - ジアミノエタン、ブチロニトリル、1 - メトキシ - 2 - プロパノール、1, 2 - プロパンジアミン、2, 6 - ジメチル - 5 - ヘプテナール、1 - (ジメチルアミノ) - 2 - プロパノール、1, 1 - ジエトキシプロパン、2 - エチルブチルアミン、炭酸ジエチル、n - ブチルアセテート、2 - ヘキサノン、n - エチルエチレンジアミン、5 - ヘキセン - 2 - オン、2 - メチルピリジン、2 - メトキシ - 1 - プロパノール、ヘキサナール、1 - エトキシ - 2 - プロパノール、4 - メチル - 2 - ヘキサンアミン、ヘキシルアミン、メトキシシクロヘキサン、2 - (ジメチルアミノ)エタノール、シクロヘキシルアミン、n - エチル - 2 - ジメチルアミノエチルアミン、2 - メチルピラジン、2 - エトキシ - 1 - プロパノール、1 - メチルピペラジン、1, 3 - プロパンジアミン、ジ - n - ブチルエーテル、バレロニトリル、2 - ヘプタンアミン、1 - エトキシヘキサン、n, n - ジエチルエチレンジアミン、2, 6 - ジメチルピリジン、4 - メチル - 2 - ヘキサノン、1, 1, 1 - トリエトキシエタン、1 - メトキシ - 2 - アセトキシプロパン、4 - メチルピリジン、n, n' - ジエチル - 1, 2 - エタンジアミン、2, 6 - ジメチルモルホリン、ヘキサン酸メチル、2 - プロポキシエタノール又は1 - プロポキシ - 2 - プロパノールでありうる。

【0075】

使用される有機抽出剤は、前記第1の組成物中に存在する化合物の機能として選択されうる。よって、有機抽出剤は、特定の組成物について確立された分離係数及び吸収容量の機能として選択されうる。これら二つの基準の他に、有機抽出剤の選択は、任意選択的に、他の商業又は環境基準、例えば有機抽出剤の費用、市場でのその利用可能性、及びその毒性又は燃焼特性に基づきうる。さらに、特定の実施態様によれば、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを精製するための本方法の工程 b) 及び c) で使用される蒸留塔の機能を最適化するために、有機抽出剤の沸点は、0 から 200、有利には 10 から 190、好ましくは 10 から 180、特に 10 から 170、優先的には 10 から 160、より優先的には 10 から 150 でありうる。

【0076】

好ましい実施態様によれば、前記有機抽出剤は、1.1 以上の分離係数 $S_{1, 2}$ を有し、

10

20

30

40

50

前記分離係数は、式 $S_{1,2} = (V_1, S * P_1) / (V_2, S * P_2)$ より計算され、式中、

V_1, S は、無限希釈の前記有機抽出剤中の 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 y f) の活量係数を表し；

P_1 は、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 y f) の飽和蒸気圧を表し；

V_2, S は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) の活量係数を表し；

P_2 は、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) の飽和蒸気圧を表す。

【0077】

好ましい実施態様によれば、前記有機抽出剤は、1.1 以上の分離係数 $S_{1,2}$ を有し、前記分離係数は、式 $S_{1,2} = (V_1, S * P_1) / (V_2, S * P_2)$ より計算され、式中、

V_1, S は、無限希釈の前記有機抽出剤中の 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) の活量係数を表し；

P_1 は、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) の飽和蒸気圧を表し；

V_2, S は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) の活量係数を表し；

P_2 は、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) の飽和蒸気圧を表す。

【0078】

好ましい実施態様によれば、前記有機抽出は、

- 1.1 以上の分離係数 $S_{1,2}$ 、前記分離係数は、式 $S_{1,2} = (V_1, S * P_1) / (V_2, S * P_2)$ により計算される。

[式中、

V_1, S は、無限希釈の前記有機抽出剤中の 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 y f) の活量係数を表し；

P_1 は、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 y f) の飽和蒸気圧を表し；

V_2, S は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) の活量係数を表し；

P_2 は、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) の飽和蒸気圧を表す]

及び、

- 1.1 以上の分離係数 $S_{1,2}$ 、前記分離係数は、式 $S_{1,2} = (V_1, S * P_1) / (V_2, S * P_2)$ により計算される

[式中、

V_1, S は、無限希釈の前記有機抽出剤中の 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) の活量係数を表し；

P_1 は、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) の飽和蒸気圧を表し；

V_2, S は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) の活量係数を表し；

P_2 は、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) の飽和蒸気圧を表す]

を有する。

【0079】

有利には、二つの場合において、分離係数 $S_{1,2}$ は、1.2 以上、好ましくは 1.4 以

10

20

30

40

50

上、より優先的には1.6以上、特に1.8以上、より具体的には2.0以上でありうる。

【0080】

好ましい実施態様によれば、前記有機抽出剤は、式 $C_{2,S} = 1 / (C_{2,S})$ [式中、 $C_{2,S}$ は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン(1234ze-E)の活量係数を表す]により計算される0.20以上の吸収容量 $C_{2,S}$ を有しうる。有利には、吸収容量 $C_{2,S}$ は、0.40以上、好ましくは0.60以上、より優先的には0.80以上、特に1.0以上である。

【0081】

好ましい実施態様によれば、前記有機抽出剤は、1.1以上、有利には1.2以上、好ましくは1.4以上、より優先的には1.6以上、特に1.8以上、より具体的には2.0以上の分離係数 $S_{1,2}$ を有し；0.20以上、有利には0.40以上、好ましくは0.60以上、より優先的には0.80以上、特に1.0以上の吸収容量 $C_{2,S}$ を有する。

10

【0082】

トランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン(1234ze-E)は、除去される主な不純物の一つであるため、分離係数及び前記吸収容量は、2,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペンとトランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン(1234ze-E)及び/又は1,1,1,2,2-ペンタフルオロプロパン(245cb)及びトランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペン(1234ze-E)からなる特定のバイナリーカップル(binary couple)に関して計算されうる。分離係数 $S_{1,2}$ は、有機抽出剤の能力を決定して、二以上の化合物を分離することを可能にする。吸収容量 $C_{2,S}$ は、使用される溶媒の量を決定して、検討中の化合物間の分離を得ることを可能にする。

20

【0083】

前記有機抽出剤は、式 $S_{1,2} = (C_{1,S} * P_1) / (C_{2,S} * P_2)$ [式中、 $C_{1,S}$ は、前記有機抽出剤に対する2,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペンの活量係数を表し、 P_1 は、2,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペンの飽和蒸気圧を表し、 $C_{2,S}$ は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペンの活量係数を表し、 P_2 は、トランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペンの飽和蒸気圧を表す]により計算される、1.4以上の分離係数 $S_{1,2}$ を有してもよく、且つ/又は、前記有機抽出剤は、式 $S_{1,2} = (C_{1,S} * P_1) / (C_{2,S} * P_2)$ [式中、 $C_{1,S}$ は、前記有機抽出剤に対する1,1,1,2,2-ペンタフルオロプロパン(245cb)の活量係数を表し、 P_1 は、1,1,1,2,2-ペンタフルオロプロパン(245cb)の飽和蒸気圧を表し、 $C_{2,S}$ は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペンの活量係数を表し、 P_2 は、トランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペンの飽和蒸気圧を表す]により計算される1.4以上の分離係数 $S_{1,2}$ を有してもよく；好ましくは、前記有機抽出剤は、式 $C_{2,S} = 1 / (C_{2,S})$ [式中、 $C_{2,S}$ は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペンの活量係数を表す]により計算される0.60以上の吸収容量 $C_{2,S}$ を有してもよく；よって、前記有機抽出剤は、エチルアミン、アセトアルデヒド、イソプロピルアミン、ギ酸メチル、ジエチルエーテル、1,2-エポキシプロパン、エチルメチルアミン、ジメトキシメタン、2-アミノ-2-メチルプロパン、メチルシクロプロピルエーテル、n-プロピルアミン、イソプロピルメチルアミン、2-エトキシプロパン、メチルt-ブチルエーテル、ジエチルアミン、プロパノン、酢酸メチル、4-メトキシ-2-メチル-2-ブタンチオール、2-ブタンアミン、n-メチルプロピルアミン、イソブタナール、テトラヒドロフラン、ギ酸イソプロピル、ジイソプロピルエーテル、2-エトキシ-2-メチルプロパン、1-ブチルアミン、酢酸エチル、ブタノン、ギ酸n-プロピル、2-エトキシブタン、1-メトキシ-2-メチルブタン、2,2-ジメトキシプロパン、1-エトキシ-2-メチルプロパン、ジイソプロピルアミン、1,2-ジメトキシエタン、3-メチル-2-ブタンアミン、ジエトキシメタン、酢酸イソプロピル、ジ-n-プロピルエーテル、3-

30

40

50

ペンチルアミン、*n*-メチルブチルアミン、硫化ジエチル、1-エトキシブタン、1-メトキシ-2-プロパンアミン、2-メチルブタナール、2-メトキシエタンアミン、酢酸 *tert*-ブチル、プロピオニトリル、2-アリルオキシエタノール、1-メトキシペンタン、プロピオン酸エチル、1,2-ジメトキシプロパン、イソプロピルイソブチルエーテル、ジオキサン、3-ペンタノン、1,1-ジエトキシエタン、2-ペンタノン、2-メトキシ-1-プロパンアミン、トリメトキシメタン、*n*-ペンチルアミン、3,3-ジメチル-2-ブタノン、1,3-ジオキサン、ピペリジン、ジブロピルアミン、2-エトキシエタンアミン、酢酸 *sec*-ブチル、*n*-メチル-1,2-エタンジアミン、2,2-ジエトキシプロパン、ピリジン、*n*-メチルモルホリン、4-メチル-2-ペンタノン、1,2-ジアミノエタン、イソブチル *tert*-ブチルエーテル、ブチロニトリル、*sec*-ブチル *tert*-ブチルエーテル、1-メトキシ-2-プロパノール、1,2-プロパンジアミン、2,6-ジメチル-5-ヘプテナール、1-(ジメチルアミノ)-2-プロパノール、3-メチル-3-ペンタノール、1,1-ジエトキシプロパン、2-エチルブチルアミン、炭酸ジエチル、酢酸 *n*-ブチル、2-ヘキサノン、*n*-エチルエチレンジアミン、5-ヘキセン-2-オン、1,1-ジエトキシ-*n*,*n*-ジメチルメタンアミン、2-メチルピリジン、2-メトキシ-1-プロパノール、ヘキサナール、1-エトキシ-2-プロパノール、4-メチル-2-ヘキサナアミン、ヘキシルアミン、メトキシシクロヘキサン、2-(ジメチルアミノ)エタノール、シクロヘキシルアミン、*n*-エチル-2-ジメチルアミノエチルアミン、エトキシエタノール、2-メチルピラジン、2-エトキシ-1-プロパノール、*n*-エチルモルホリン、1-メチルピペラジン、1,3-プロパンジアミン、ジ-*n*-ブチルエーテル、パレロニトリル、2-ヘプタンアミン、1-エトキシヘキサン、*n*,*n*-ジエチルエチレンジアミン、2,6-ジメチルピリジン、4-メチル-2-ヘキサノン、1,1,1-トリエトキシエタン、1-メトキシ-2-アセトキシプロパン、4-メチルピリジン、*n*,*n*'-ジエチル-1,2-エタンジアミン、2,6-ジメチルモルホリン、ヘキサン酸メチル、2-プロポキシエタノール又は1-プロポキシ-2-プロパノールであってもよい。

【0084】

前記有機抽出剤は、式 $S_{1,2} = \left(\frac{1, S * P_1}{2, S * P_2} \right)$ [式中、 $1, S$ は、前記有機抽出剤に対する 2,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペンの活量係数を表し、 P_1 は、2,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペンの飽和蒸気圧を表し、 $2, S$ は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペンの活量係数を表し、 P_2 は、トランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペンの飽和蒸気圧を表す]により計算される、1.6以上の分離係数 $S_{1,2}$ を有してもよく、且つ/又は、前記有機抽出剤は、式 $S_{1,2} = \left(\frac{1, S * P_1}{2, S * P_2} \right)$ / $\left(\frac{2, S * P_2}{1, S * P_1} \right)$ [式中、 $1, S$ は、前記有機抽出剤に対する 1,1,1,2,2-ペンタフルオロプロパン(245cb)の活量係数を表し、 P_1 は、1,1,1,2,2-ペンタフルオロプロパン(245cb)の飽和蒸気圧を表し、 $2, S$ は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペンの活量係数を表し、 P_2 は、トランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペンの飽和蒸気圧を表す]により計算される1.6以上の分離係数 $S_{1,2}$ を有してもよく；好ましくは、前記有機抽出剤は、式 $C_{2,S} = 1 / (2, S)$ [式中、 $2, S$ は、無限希釈の前記有機抽出剤中のトランス-1,3,3,3-テトラフルオロ-1-プロペンの活量係数を表す]により計算される0.80以上の吸収容量 $C_{2,S}$ を有してもよく；よって、前記有機抽出剤は、エチルアミン、イソプロピルアミン、ジエチルエーテル、エチルメチルアミン、2-アミノ-2-メチルプロパン、*n*-プロピルアミン、イソプロピルメチルアミン、2-エトキシプロパン、メチル *t*-ブチルエーテル、ジエチルアミン、プロパノン、酢酸メチル、2-ブタンアミン、*n*-メチルプロピルアミン、イソブタナール、テトラヒドロフラン、1-ブチルアミン、酢酸エチル、ブタノン、ギ酸 *n*-プロピル、2,2-ジメトキシプロパン、1-エトキシ-2-メチルプロパン、1,2-ジメトキシエタン、3-メチル-2-ブタンアミン、ジエトキシメタン、酢酸イソプロピル、3-ペンチ

10

20

30

40

50

ルアミン、*n*-メチルブチルアミン、1-エトキシブタン、1-メトキシ-2-プロパンアミン、2-メチルブタナール、2-メトキシエタンアミン、酢酸*tert*-ブチル、1-メトキシペンタン、プロピオン酸エチル、1,2-ジメトキシプロパン、ジオキサン、3-ペンタノン、1,1-ジエトキシエタン、2-ペンタノン、2-メトキシ-1-プロパンアミン、トリメトキシメタン、*n*-ペンチルアミン、3,3-ジメチル-2-ブタノン、1,3-ジオキサン、ピペリジン、2-エトキシエタンアミン、酢酸*sec*-ブチル、*n*-メチル-1,2-エタンジアミン、2,2-ジエトキシプロパン、4-メチル-2-ペンタノン、1,2-ジアミノエタン、ブチロニトリル、1-メトキシ-2-プロパノール、1,2-プロパンジアミン、2,6-ジメチル-5-ヘプテナール、1-(ジメチルアミノ)-2-プロパノール、1,1-ジエトキシプロパン、2-エチルブチルアミン、炭酸ジエチル、酢酸*n*-ブチル、2-ヘキサノン、*n*-エチルエチレンジアミン、5-ヘキセン-2-オン、2-メチルピリジン、2-メトキシ-1-プロパノール、ヘキサナール、1-エトキシ-2-プロパノール、4-メチル-2-ヘキサンアミン、ヘキシルアミン、メトキシシクロヘキサン、2-(ジメチルアミノ)エタノール、シクロヘキシルアミン、*n*-エチル-2-ジメチルアミノエチルアミン、2-メチルピラジン、2-エトキシ-1-プロパノール、1-メチルピペラジン、1,3-プロパンジアミン、ジ-*n*-ブチルエーテル、バレロニトリル、2-ヘプタンアミン、1-エトキシヘキサン、*n,n*-ジエチルエチレンジアミン、2,6-ジメチルピリジン、4-メチル-2-ヘキサノン、1,1,1-トリエトキシエタン、1-メトキシ-2-アセトキシプロパン、4-メチルピリジン、*n,n'*-ジエチル-1,2-エタンジアミン、2,6-ジメチルモルホリン、ヘキサン酸メチル、2-プロポキシエタノール又は1-プロポキシ-2-プロパノールであつてもよい。

10

20

【0085】

好ましくは、前記有機抽出剤は、エチルアミン、イソプロピルアミン、ジエチルエーテル、エチルメチルアミン、2-アミノ-2-メチルプロパン、*n*-プロピルアミン、イソプロピルメチルアミン、2-エトキシプロパン、メチル*t*-ブチルエーテル、ジエチルアミン、プロパノン、酢酸メチル、2-ブタンアミン、*n*-メチルプロピルアミン、イソブタナール、テトラヒドロフラン、1-ブチルアミン、酢酸エチル、ブタノン、ギ酸*n*-プロピル、2,2-ジメトキシプロパン、1-エトキシ-2-メチルプロパン、1,2-ジメトキシエタン、3-メチル-2-ブタンアミン、ジエトキシメタン、酢酸イソプロピル、3-ペンチルアミン、*n*-メチルブチルアミン、1-エトキシブタン、1-メトキシ-2-プロパンアミン、2-メチルブタナール、2-メトキシエタンアミン、酢酸*tert*-ブチル、1-メトキシペンタン、プロピオン酸エチル、1,2-ジメトキシプロパン、ジオキサン、3-ペンタノン、1,1-ジエトキシエタン、2-ペンタノン、2-メトキシ-1-プロパンアミン、トリメトキシメタン、*n*-ペンチルアミン、3,3-ジメチル-2-ブタノン、1,3-ジオキサン、ピペリジン、2-エトキシエタンアミン、酢酸*sec*-ブチル、*n*-メチル-1,2-エタンジアミン、2,2-ジエトキシプロパン、4-メチル-2-ペンタノン、1,2-ジアミノエタン、ブチロニトリル、1-メトキシ-2-プロパノール、1,2-プロパンジアミン、2,6-ジメチル-5-ヘプテナール、1-(ジメチルアミノ)-2-プロパノール、1,1-ジエトキシプロパン、2-エチルブチルアミン、炭酸ジエチル、酢酸*n*-ブチル、2-ヘキサノン、*n*-エチルエチレンジアミン、5-ヘキセン-2-オン、2-メチルピリジン、2-メトキシ-1-プロパノール又はヘキサナールでありうる。特に、前記有機抽出剤は、エチルアミン、イソプロピルアミン、ジエチルエーテル、エチルメチルアミン、2-アミノ-2-メチルプロパン、*n*-プロピルアミン、イソプロピルメチルアミン、2-エトキシプロパン、ジエチルアミン、2-ブタンアミン、*n*-メチルプロピルアミン、1-ブチルアミン、ギ酸*n*-プロピル、2,2-ジメトキシプロパン、1-エトキシ-2-メチルプロパン、3-メチル-2-ブタンアミン、ジエトキシメタン、酢酸イソプロピル、3-ペンチルアミン、*n*-メチルブチルアミン、1-エトキシブタン、1-メトキシ-2-プロパンアミン、2-メチルブタナール、2-メトキシエタンアミン、酢酸*tert*-ブチル、1-メトキシペンタン、1

30

40

50

, 2 - ジメトキシプロパン、ジオキサン、1 - ジエトキシエタン、2 - メトキシ - 1 - プロパンアミン、トリメトキシメタン、n - ペンチルアミン、1, 3 - ジオキサン、ピペリジン、2 - エトキシエタンアミン、酢酸 *sec* - ブチル、n - メチル - 1, 2 - エタンジアミン、2, 2 - ジエトキシプロパン、1, 2 - ジアミノエタン、ブチロニトリル、1 - メトキシ - 2 - プロパノール、1, 2 - プロパンジアミン、2, 6 - ジメチル - 5 - ヘプテナール、1 - (ジメチルアミノ) - 2 - プロパノール、1, 1 - ジエトキシプロパン、2 - エチルブチルアミン、酢酸 n - ブチル、n - エチルエチレンジアミン、5 - ヘキセン - 2 - オン、2 - メチルピリジン、2 - メトキシ - 1 - プロパノール又はヘキサナールでありうる。

【0086】

好ましい実施態様によれば、前記有機抽出剤は、エチルアミン、イソプロピルアミン、ジエチルエーテル、n - プロピルアミン、ジエチルアミン、プロパノン、酢酸メチル、ブタノン、ジエトキシメタン、酢酸イソプロピル、3 - ペンチルアミン、2 - メトキシエタンアミン、酢酸 *tert* - ブチル、ジオキサン、1, 1 - ジエトキシエタン、トリメトキシメタン、n - ペンチルアミン、1, 3 - ジオキサン、酢酸 *sec* - ブチル、1, 2 - ジアミノエタン、1 - メトキシ - 2 - プロパノール、1, 2 - プロパンジアミン、酢酸 n - ブチル、2 - メトキシ - 1 - プロパノール又はヘキサナールでありうる。特に、前記有機抽出剤は、エチルアミン、イソプロピルアミン、ジエチルエーテル、n - プロピルアミン、ジエチルアミン、ジエトキシメタン、酢酸イソプロピル、3 - ペンチルアミン、2 - メトキシエタンアミン、酢酸 *tert* - ブチル、ジオキサン、1, 1 - ジエトキシエタン、トリメトキシメタン、n - ペンチルアミン、1, 3 - ジオキサン、酢酸 *sec* - ブチル、1, 2 - ジアミノエタン、1 - メトキシ - 2 - プロパノール、1, 2 - プロパンジアミン、酢酸 n - ブチル、2 - メトキシ - 1 - プロパノール又はヘキサナールでありうる。

【0087】

好ましい実施態様によれば、前記有機抽出剤及びトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1234ze - E) を含む前記第3の組成物；好ましくは、前記有機抽出剤及びトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1234ze - E) 並びに任意選択的に又はそうではなく、クロロメタン (40)、1, 1 - ジフルオロエタン (152a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (134a)、クロロペンタフルオロエタン (115)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1225ye - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1225ye - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1243zf) からなる群より選択される化合物の少なくとも一つを含む第3の組成物は；蒸留を施されて、有機抽出剤とトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1234ze - E) とに分離され；好ましくは、一方に有機抽出剤を、他方にトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1234ze - E) 並びに任意選択的に又はそうではなく、クロロメタン (40)、1, 1 - ジフルオロエタン (152a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (134a)、クロロペンタフルオロエタン (115)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1225ye - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1225ye - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1243zf) からなる群より選択される化合物の少なくとも一つを分離する。よって、前記有機抽出剤は、精製方法の工程 a) にリサイクルされる。トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1234ze - E) 並びに任意選択的に又はそうではなく、クロロメタン (40)、1, 1 - ジフルオロエタン (152a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (134a)、クロロペンタフルオロエタン (115)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1225ye - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1225ye - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1243zf) からなる群より選択される化合物の少なくとも一つを含む流れは、一又は複数の後続の精製工程を施されてもよく、又は焼却により破壊されてもよい。

10

20

30

40

50

【 0 0 8 8 】

よって、本発明の方法は、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 y f) を精製することを可能にする。有利には、本発明の精製方法の工程 b) で得られる、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 y f) 及び 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) を含む流れ中のトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) の含有量は、前記第 1 の組成物中のその含有量未満である。好ましくは、本精製方法の工程 b) で得られる 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 y f) 及び 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) を含む流れ中のトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) の含有量並びに / 又はクロロメタン (4 0)、1, 1 - ジフルオロエタン (1 5 2 a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (1 3 4 a)、クロロペンタフルオロエタン (1 1 5)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1 2 4 3 z f) からなる群より選択される化合物の少なくとも一つの含有量は、前記第 1 の組成物中のその含有量未満である。

10

【 0 0 8 9 】

例えば、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) の含有量又はクロロメタン (4 0)、1, 1 - ジフルオロエタン (1 5 2 a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (1 3 4 a)、クロロペンタフルオロエタン (1 1 5)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1 2 4 3 z f) からなる群より選択される化合物のいずれかの含有量は、50%、有利には75%、好ましくは90%、特に95%、より具体的には98%減少されうる。有利には、クロロメタン (4 0)、1, 1 - ジフルオロエタン (1 5 2 a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (1 3 4 a)、クロロペンタフルオロエタン (1 1 5)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1 2 4 3 z f) からなる群より選択される化合物の少なくとも二、少なくとも三、少なくとも四、少なくとも五、少なくとも六又は全ての含有量は、50%、有利には75%、好ましくは90%、特に95%、より具体的には98%減少されうる。好ましくは、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) の含有量は、50%、有利には75%、好ましくは90%、特に95%、より具体的には98%減少されうる。

20

30

【 0 0 9 0 】

好ましくは、本発明の精製方法の工程 b) で得られる 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン及び 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパンを含む流れは、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) を含まなくてもよい。特に、本精製方法の工程 b) で得られる 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン及び 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパンを含む流れは、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) 並びに / 又は任意選択的にクロロメタン (4 0)、1, 1 - ジフルオロエタン (1 5 2 a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (1 3 4 a)、クロロペンタフルオロエタン (1 1 5)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1 2 4 3 z f) からなる群より選択される化合物の少なくとも二、少なくとも三、少なくとも四、少なくとも五、少なくとも六若しくは全てを、これらの化合物が前記第 1 の組成物中に存在するときは、含まなくてもよい。用語「を含まない (f r e e o f) 」とは、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 y f) を含む流れが、流れの総重量に対して、50 ppm 未満、有利には 20 ppm 未満、好ましくは

40

50

10 ppm未満の検討中の化合物を含むことを意味する。含有量は、重量ベースで表される。

【0091】

好ましい実施態様によれば、本発明の精製方法の工程 a) で使用される前記第 1 の組成物は、使用前に精製されうる。特に、前記第 1 の組成物が、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンの沸点より低い沸点を有する不純物及び任意選択的に重質不純物を含む場合、該方法は、工程 a) の前に、以下の工程：

i') 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンの沸点よりも低い沸点を有する不純物、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (245cb)、及びトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1234ze - E) を含む組成物、任意選択的に又はそうではなく、クロロメタン (40)、1, 1 - ジフルオロエタン (152a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (134a)、クロロペンタフルオロエタン (115)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1225ye - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1225ye - Z)、3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1243zf) からなる群より選択される少なくとも一の化合物。並びに任意選択的に又はそうではなく重質不純物を含む組成物を使用する工程；

ii') 工程 i) からの前記組成物を蒸留して、塔の上部で、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンの沸点より低い沸点を有する不純物を除去し、且つ、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (245cb) 及びトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1234ze - E)、任意選択的に又はそうではなく、クロロメタン (40)、1, 1 - ジフルオロエタン (152a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (134a)、クロロペンタフルオロエタン (115)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1225ye - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1225ye - Z)、3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1243zf) からなる群より選択される少なくとも一の化合物、並びに任意選択的に又はそうではなく、重質不純物を含む、蒸留塔の底部で回収される、第 1 の流れを形成する工程；

iii') 任意選択的に又はそうではなく、工程 ii') において蒸留塔の底部で回収される前記第 1 の流れを蒸留して、塔の上部で、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (245cb) 及びトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1234ze - E)、並びに任意選択的に又はそうではなく、クロロメタン (40)、1, 1 - ジフルオロエタン (152a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (134a)、クロロペンタフルオロエタン (115)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1225ye - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1225ye - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1243zf) からなる群より選択される少なくとも一の化合物を含む第 2 の流れを、並びに、塔の底部で、重質不純物を含む流れを回収する工程を含み、

工程 ii') で回収される前記第 1 の流れ及び工程 iii') で回収される前記第 2 の流れは、工程 a) で使用される前記第 1 の組成物に相当する。

【0092】

第 2 の態様によれば、本発明は、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを製造するための方法を提供する。加えて、この方法は、その精製を含みうる。よって、本発明は、

A) 触媒の存在下で、式 $CX(Y)_2 - CX(Y)_m - CH_mXY(I)$ [式中、X 及び Y は、独立して水素、フッ素又は塩素原子を表し、且つ $m = 0$ 又は 1 である] の化合物をフッ素化する工程；及び / 又は、触媒の存在下で、式 $(CX_nY_{3-n})CH_pX_{1-p}CH_mX_{2-m}(II)$ [式中、X は、互いに独立して、Cl、F、I 又は Br であり； Y は、互いに独立して、H、Cl、F、I 又は Br であり； n は 1 、 2 又は 3 であり；且

10

20

30

40

50

つmは0、1又は2であり；且つpは0又は1である]の化合物を触媒的にフッ素化する工程；

B) 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b)、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E)、並びに任意選択的に又はそうではなく、クロロメタン (4 0)、1, 1 - ジフルオロエタン (1 5 2 a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (1 3 4 a)、クロロペンタフルオロエタン (1 1 5)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1 2 4 3 z f) からなる群より選択される少なくとも一の化合物を含む流れを回収する工程；

C) 工程 B) で回収される流れを使用して、本発明による 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを精製するための方法を実施する工程

を含む、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを製造するための方法を提供する。

【0093】

好ましい実施態様によれば、

A) 触媒の存在下で、式 $CX(Y)_2 - CX(Y)_m - CH_mXY(I)$ [式中、X及びYは、独立して水素、フッ素又は塩素原子を表し、且つm = 0又は1である]の化合物をフッ素化する工程；及び/又は、触媒の存在下で、式 $(CX_nY_{3-n})CH_pX_{1-p}CH_mX_{2-m}(II)$ [式中、Xは、互いに独立して、Cl、F、I又はBrであり；Yは、互いに独立して、H、Cl、F、I又はBrであり；nは1、2又は3であり；且つmは0、1又は2であり；且つpは0又は1である]の化合物を触媒的にフッ素化する工程；

B) 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b)、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E)、並びに任意選択的に又はそうではなく、クロロメタン (4 0)、1, 1 - ジフルオロエタン (1 5 2 a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (1 3 4 a)、クロロペンタフルオロエタン (1 1 5)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1 2 4 3 z f) からなる群より選択される少なくとも一の化合物を含む流れを回収する工程；

C) 工程 B) で回収される流れを使用して、

a) 工程 B) で回収される流れを少なくとも一の有機抽出剤と接触させて第2の組成物を形成する工程；

b) 前記第2の組成物を抽出蒸留して、

i) 前記有機抽出剤、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) 並びに任意選択的に又はそうではなく、クロロメタン (4 0)、1, 1 - ジフルオロエタン (1 5 2 a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (1 3 4 a)、クロロペンタフルオロエタン (1 1 5)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1 2 4 3 z f) からなる群より選択される前記少なくとも一の化合物を含む第3の組成物；並びに

ii) 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン及び 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパンを含む流れ

を形成する工程

c) 前記第3の組成物を回収及び分離して、一方に前記有機抽出剤を含む流れを、他方にトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) 並びに任意選択的に又はそうではなく、クロロメタン (4 0)、1, 1 - ジフルオロエタン (1 5 2 a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (1 3 4 a)、クロロペンタフルオロエタン (1 1 5)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5

10

20

30

40

50

ye - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 ye - Z)
及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1 2 4 3 zf) からなる群より選択される少なくとも一の化合物を含む流れを形成する工程

を含む、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを精製するための方法を実行する工程

を含む、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを製造するための方法が提供される。

【 0 0 9 4 】

好ましくは、前記有機抽出剤を含む流れは工程 a) にリサイクルされうる。好ましくは、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 ze - E) 並びに任意選択的に又はそうではなく、クロロメタン (4 0)、1, 1 - ジフルオロエタン (1 5 2 a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (1 3 4 a)、クロロペンタフルオロエタン (1 1 5)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 ye - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 ye - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1 2 4 3 zf) からなる群より選択される少なくとも一の化合物を含む流れは、精製され又は焼却により破壊されうる。

10

【 0 0 9 5 】

特定の実施態様によれば、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを製造するための方法の工程 B) で回収される流れは、フッ化水素酸を含みうる。この場合、工程 C) の前に、工程 B) で回収される流れは、予備蒸留 B 1 ') されて蒸留塔の底部の HF を除去しうる。2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 ze - E) 並びに任意選択的に又はそうではなく、クロロメタン (4 0)、1, 1 - ジフルオロエタン (1 5 2 a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (1 3 4 a)、クロロペンタフルオロエタン (1 1 5)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 ye - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 ye - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1 2 4 3 zf) からなる群より選択される少なくとも一の化合物を含む流れは、蒸留塔の上部で回収される。蒸留塔の上部で回収される後者の流れは、その後、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを製造するための方法の工程 C) を施される。

20

30

【 0 0 9 6 】

特定の実施態様によれば、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを製造するための方法の工程 B) で回収される流れは、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンの沸点より低い沸点を有する不純物を含みうる。この場合、工程 C) の前に、工程 B) で回収される流れは、工程 B 1 ') に続いて予備蒸留 B 2 ') を施されて、蒸留塔の上部で、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンの沸点より低い沸点を有する前記不純物を除去して、蒸留塔の底部で回収される、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 ze - E) 並びに任意選択的に又はそうではなく、クロロメタン (4 0)、1, 1 - ジフルオロエタン (1 5 2 a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (1 3 4 a)、クロロペンタフルオロエタン (1 1 5)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 ye - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 ye - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1 2 4 3 zf) からなる群より選択される少なくとも一の化合物を含む第 1 の流れを形成する。蒸留塔の底部で回収される後者の流れは、その後、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを製造するための方法の工程 C) を施される。

40

【 0 0 9 7 】

特定の実施態様によれば、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを製造するための方法の工程 B) で回収される流れは、重質不純物を含みうる。この場合、工程 C) の前に、工程 B) で回収される流れは、工程 B 1 ') 及び / 又は B 2 ') に続いて予備蒸留 B

50

3')を施されて、蒸留塔の底部で、前記重質不純物を除去して、蒸留塔の上部で回収される、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) 並びに任意選択的に又はそうではなく、クロロメタン (4 0)、1, 1 - ジフルオロエタン (1 5 2 a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (1 3 4 a)、クロロペンタフルオロエタン (1 1 5)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1 2 4 3 z f) からなる群より選択される少なくとも一の化合物を含む第 1 の流れを形成する。蒸留塔の上部で回収される後者の流れは、その後、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを製造するための方法の工程 C) を施される。

10

【0098】

特定の実施態様によれば、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを製造するための方法の工程 B) で回収される流れはまた、HCl も含みうる。塩酸は、該方法の他の工程から独立して、工程 B 1' の前又は後に、蒸留によって回収されうる。

【0099】

より具体的には、工程 A) は、1, 1, 2, 3 - テトラクロロプロペン、2, 3, 3, 3, - テトラクロロプロペン、1, 1, 3, 3 - テトラクロロプロペン、1, 3, 3, 3 - テトラクロロプロペン、1, 1, 1, 2, 3 - ペンタクロロプロパン、1, 1, 1, 3, 3 - ペンタクロロプロパン、1, 1, 2, 2, 3 - ペンタクロロプロパン、1, 2 - ジクロロ - 3, 3, 3 - トリフルオロプロパン、2 - クロロ - 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロプロパン、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン、1 - クロロ - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロプロパン及び 1, 1, 1, 3, 3 - ペンタフルオロプロパンを使用して、好ましくは 1, 1, 1, 2, 3 - ペンタクロロプロパン、1, 1, 2, 3, テトラクロロプロペン、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン及び / 又は 2 - クロロ - 3, 3, 3 - トリフルオロ - 1 - プロペンを使用して；特に 1, 1, 1, 2, 3 - ペンタクロロプロパン (2 4 0 d b) を使用して行われる。

20

【0100】

図 1 は、本発明の特定の実施態様による 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン及び 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパンを精製するための方法を実施するための装置の簡潔なスキームを表す。触媒、本発明で定義される式 (I) $CX(Y)_2 - CX(Y)_m - CH_mXY$ の化合物の存在下、フッ素化反応由来の；及び / 又は、触媒、本発明で定義される式 (II) $(CX_nY_{3-n})CH_pX_{1-p} = CH_mX_{2-m}$ の化合物の存在下、触媒フッ素化由来の混合物が 1 で得られる。この特定の実施態様において、混合物は、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b)、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) 及び 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンの沸点より低い沸点を有する不純物を含む。混合物は、パイプ 3 を介して蒸留塔 2 へ移される。2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンの沸点より低い沸点を有する不純物は、蒸留塔 2 の上部で回収され、パイプ 5 を介して、焼却炉又は精製装置 1 5 へ運ばれる。蒸留塔の底部で得られ、混合物の他の構成要素を含む残留物は、パイプ 4 を介して第 2 の抽出蒸留塔 6 へ運ばれる。6 で実施される抽出蒸留は、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン及び 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) を混合物の他の構成要素から分離することを目的とする。抽出蒸留塔 6 には、有機抽出剤 1 0 が供給される。2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン及び 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) を含む流れは、蒸留塔 6 の上部で回収され、パイプ 7 を介して蒸留塔 1 2 へ運ばれる。有機抽出剤 1 0 及びトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) は、蒸留塔 6 の底部で回収され、それらが分離される蒸留塔 9 へ運ばれる。有機抽出剤は、蒸留装置 9 の底部で回収され、パイプ 1 1 を介して抽出蒸留塔 6 へリサイクルされる。トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフル

30

40

50

オロ - 1 - プロペンは、蒸留塔 9 の上部で回収され、焼却炉又は精製装置 1 5 へ運ばれる。蒸留塔 1 2 は、蒸留塔 1 3 の上部で回収される 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンと、蒸留塔 1 4 の底部で回収される 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパンとの分離を可能にする。1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパンは、以下の図 2 に記載される反応器 2 3 にリサイクルされう。

【 0 1 0 1 】

1 で提供される混合物は、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンより低い沸点を有する不純物を含まないことがある。この場合、図 1 b に示されるように、混合物 1 は、パイプ 3 を介して抽出蒸留塔 6 へ運ばれて、図 1 a に関して上で説明されるように処理される。図 1 c に説明される別の工程の実施態様において、混合物 1 は重質不純物を含みうる。この場合、蒸留は、蒸留塔 2 の底部で得られる流れを使用して実施されう。よって、この流れは、パイプ 4 を介して蒸留塔 1 6 へ運ばれる。重質不純物は蒸留塔 1 7 の底部で回収される。蒸留塔 1 6 の上部で回収される流れは、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) 及びトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) を含む。この流れは、パイプ 1 8 を介して抽出蒸留塔 6 へ移されて、そこで、図 1 a に関して上で説明されるように処理される。1 で得られる混合物はまた、クロロメタン (4 0)、1, 1 - ジフルオロエタン (1 5 2 a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (1 3 4 a)、クロロペンタフルオロエタン (1 1 5)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1 2 4 3 z f) からなる群より選択される化合物の少なくとも一つを含む。これらの化合物は、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) と同じ流れで見られる。よって、それらは、抽出蒸留 6 の間に有機抽出剤によって吸収されて、蒸留塔 9 へ運ばれ、そこで、それらは、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) と共に蒸留塔の上部で回収されて、1 5 で焼却又は精製される。

【 0 1 0 2 】

図 2 は、本発明の特定の実施態様による 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロプロペンを製造するための方法を行うための装置を概略的に示す。フッ化水素酸 2 1 は、反応器 2 3 中で 1, 1, 1, 2, 3 - ペンタクロロプロパン (2 4 0 d b) 2 2 と接触する。反応器 2 3 には、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) を含み、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン及び 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b) を精製するための方法をリサイクルすることに由来する流れ 1 4 も供給されう。2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン (2 4 5 c b)、トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) 並びに任意選択的に又はそうではなく、クロロメタン (4 0)、1, 1 - ジフルオロエタン (1 5 2 a)、1, 1, 1, 2 - テトラフルオロエタン (1 3 4 a)、クロロペンタフルオロエタン (1 1 5)、トランス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - E)、シス - 1, 2, 3, 3, 3 - ペンタフルオロプロペン (1 2 2 5 y e - Z) 及び 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン (1 2 4 3 z f) からなる群より選択される少なくとも一の化合物を含む、得られる混合物は、反応器の出口で回収され、パイプ 2 4 を介して蒸留塔 2 5 へ運ばれる。混合物はまた、H C l、H F 及び重質不純物又は 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンより低い沸点を有する不純物を含みうる。H F 及び任意選択的に重質不純物を含む蒸留塔の底部で得られた流れは、パイプ 2 6 を介して精製装置 2 7 へ運ばれて、2 3 で任意選択的にリサイクルされる H F を精製する。混合物の他の構成要素は、パイプ 2 8 を介して、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン及び 1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパンを精製するための装置 2 9 へ運ばれる。精製装置 2 9 は、図 1 a ~ 1 c で説明される装置のいずれかである。

【 0 1 0 3 】

10

20

30

40

50

2, 3, 3, 3 - テトラフルオロプロペンを製造するための本方法で使用される触媒は、例えば、遷移金属酸化物又はこのような金属の誘導体又はハロゲン化物又はオキシハライドに基づきうる。例えば、 FeCl_3 、オキシフッ化クロム、クロム酸化物（随意でフッ素化処理を施す）、及びフッ化クロム並びにこれらの混合物を挙げることができる。他の可能な触媒は、炭素上に支持された触媒、アンチモン系触媒、及びアルミニウム系触媒（例えば AlF_3 及び Al_2O_3 、アルミニウムオキシフルオリド及びフッ化アルミニウム）である。

【0104】

一般に、オキシフッ化クロム、フッ化アルミニウム又はオキシフルオリド、又はCr、Ni、Fe、Zn、Ti、V、Zr、Mo、Ge、Sn、Pb、Mg若しくはSbといった金属を含有する任意選択的に担持された触媒を使用することができる。

10

【0105】

この点については、国際公開第2007/079431号（第7ページ、第1～5及び第28～32行）及びEP939071（段落[0022]）、国際公開第2008/054781号（第9ページ、第22行から第10ページ、第34行）及び国際公開第2008/040969号（請求項1）を参照することができ、これらは参照が明示的になされている。

【0106】

触媒は、特に好ましくはクロムベースの、特にクロムを含む混合触媒を主成分とする。

【0107】

一実施態様によれば、クロムとニッケルを含む混合触媒が使用される。Cr/Niのモル比（金属元素に基づく）は、通常、0.5～5、例えば0.7～2、例えば約1である。触媒は、重量で、0.5%から20%のニッケルを含有しうる。

20

【0108】

金属は、金属形態又は誘導体形態で、例えば酸化物、ハロゲン化物又はオキシハライドとして存在することができる。このような誘導体は、好ましくは触媒金属の活性化により得られる。

【0109】

担体は、好ましくは、アルミニウム、例えば米国特許第4902838記載された又は上述の活性化方法により得られた、ハロゲン化アルミニウム及びアルミニウムオキシハライドといった、アルミナ、活性アルミナ、アルミニウム誘導体により構成される。

30

【0110】

触媒は、任意選択的に活性化している担体上において、活性化又は非活性化形態のクロム及びニッケルを含みうる。

【0111】

国際公開第2009/118628号（特に、第4ページ、第30行から第7ページ、第16行）が参照され、本明細書中で明記されている。

【0112】

別の好ましい実施態様は、クロムとMg及びZnから選ばれた少なくとも一つの元素とを含む混合触媒に基づいている。Mg又はZn/Crの原子比は、好ましくは0.01から5である。

40

【0113】

触媒は、好ましくは、使用前に空気、酸素、又は塩素及び/又はHFで活性化される。

【0114】

触媒は、好ましくは、空気又は酸素及びHFを用いて、100～500、好ましくは250～500、特に300～400の温度で活性化される。活性化の時間は、好ましくは、1～200時間、特に1～50時間である。

【0115】

この活性化に続いて、酸化剤、HF及び有機化合物の存在下における最終的なフッ素化活性化工程が行われうる。

50

【 0 1 1 6 】

H F / 有機化合物のモル比は、好ましくは 2 ~ 4 0 であり、酸化剤 / 有機化合物のモル比は、好ましくは 0 . 0 4 ~ 2 5 である。最終的な活性化の温度は、好ましくは 3 0 0 ~ 4 0 0 であり、その継続時間は、好ましくは 6 ~ 1 0 0 時間である。

【 0 1 1 7 】

気相フッ素化反応は、

- 3 : 1 から 1 5 0 : 1、好ましくは 4 : 1 から 1 2 5 : 1、特に好ましくは 5 : 1 から 1 0 0 : 1 の式 (I) 及び / 又は (I I) のモル比の H F / 化合物で ;
 - 3 から 1 0 0 秒、好ましくは 4 から 7 5 秒、特に 5 から 5 0 秒の接触時間で (触媒の体積を流入する流れ全体で除し、運転温度及び運転圧に合わせて調整する) ;
 - 大気圧から 2 0 バール、好ましくは 2 から 1 8 バール、より具体的には 3 から 1 5 バールの範囲の圧力で ;
 - 2 0 0 ~ 4 5 0 、好ましくは 2 5 0 ~ 4 0 0 、及び特に 2 8 0 ~ 3 8 0 の温度 (触媒床の温度) で
- で行われうる。

10

【 0 1 1 8 】

反応工程の持続時間は、典型的には 1 0 から 8 0 0 0 時間、好ましくは 5 0 から 5 0 0 0 時間、特により好ましくは 7 0 から 1 0 0 0 時間である。

【 0 1 1 9 】

酸化剤、好ましくは酸素は、フッ素化反応中に任意選択的に添加されてもよい。酸素 / 有機化合物のモル比は、0 . 0 0 5 から 2、好ましくは 0 . 0 1 から 1 . 5 でありうる。酸素は、純粋な形態で、又は空気若しくは酸素 / 窒素混合物の形態で導入されうる。酸素は塩素と置き換えられてもよい。

20

【 0 1 2 0 】

有機抽出剤を選択するための方法

有機抽出剤の選択は、COSMOTHERMソフトウェアで実行されるCosmo-RSモデルを使用して決定される。この選択されたバイナリーカップルに関して、分離係数は、以下の等式を介して、研究された溶媒のそれぞれについて計算される：

$$S_{1, 2} = (\gamma_1, S^* P_1) / (\gamma_2, S^* P_2)$$

[式中、

- 1, S は、無限希釈の検討中の有機抽出剤中の第 1 の化合物の活量係数を表し ;
- P 1 は、第 1 の化合物の飽和蒸気圧を表し ;
- 2, S は、無限希釈の検討中の有機抽出剤中のバイナリーカップルの第 2 の化合物の活量係数を表し ;
- P 2 は、第 2 の化合物の飽和蒸気圧を表す]。

30

【 0 1 2 1 】

吸収容量はまた、研究された溶媒のそれぞれに関して、及び検討中のバイナリーカップル (1, 2) に関しても計算される。吸収容量は、式 $C_{2, S} = 1 / (\gamma_2, S)$ [式中、

2, S は、無限希釈の前記有機抽出剤中の検討中のバイナリーカップルの第 2 の化合物の活量係数を表す] を介して計算される。

40

計算は、研究された各有機抽出剤について繰り返される。最小の分離係数及び吸収容量の値は、検討中のバイナリーカップル (1, 2) の第 1 の化合物と第 2 の化合物との十分な分離を可能にするように同定される。飽和蒸気圧は、2 5 の温度で考慮される。

【 実施例 】

【 0 1 2 2 】

2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペンを精製するために、バイナリーカップル 2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン / トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) を有機抽出剤を選択するのに考慮する (表 1 を参照)。精製される混合物は、2, 3, 3, 3 - テトラフルオロ - 1 - プロペン、1, 1, 1, 2, 2 - ペンタフルオロプロパン及びトランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオ

50

ロ - 1 - プロペン (1 2 3 4 z e - E) を含む。

表 1 - 有機抽出剤の吸収容量及び分離係数

有機抽出剤	(1 2 3 4 z e E) 吸収容量	(1 2 3 4 y f / 1 2 3 4 z e E) 分離係数	(2 4 5 c b / 1 2 3 4 z e E) 分離係数
エチルアミン	1. 9 5	2. 9 2	3. 6 0
イソプロピルアミン	1. 8 5	2. 5 6	3. 1 4
ジエチルエーテル	1. 4 8	1. 7 9	1. 6 8
n-プロピルアミン	1. 8 6	2. 6 1	3. 1 4
ジエチルアミン	1. 5 7	1. 8 8	2. 1 8
ジエトキシメタン	1. 4 1	1. 8 6	1. 6 3
酢酸イソプロピル	1. 4 2	2. 1 5	1. 7 9
3-ペンチルアミン	1. 6 3	2. 0 5	2. 3 9
2-メトキシエタンアミン	1. 9 8	3. 1 9	3. 8 0
t e r t -ブチルアセテート	1. 3 7	2. 1 0	1. 6 3
ジオキサン	1. 0 9	2. 2 4	1. 9 2
1, 1-ジエトキシエタン	1. 5 4	1. 9 0	1. 7 8
トリメトキシメタン	1. 2 8	2. 1 1	1. 8 1
n-ペンチルアミン	1. 6 4	2. 3 1	2. 7 1
1, 3-ジオキサン	1. 0 9	2. 2 3	1. 9 3
酢酸 s e c -ブチル	1. 4 5	2. 1 2	1. 7 9
1, 2-ジアミノエタン	1. 2 9	4. 4 3	6. 8 8
1-メトキシ-2-プロパノール	0. 8 7	2. 3 1	2. 1 5
1, 2-プロパンジアミン	1. 5 0	3. 5 4	4. 9 2
酢酸 n-ブチル	1. 3 5	2. 1 4	1. 8 6
2-メトキシ-1-プロパノール	0. 8 7	2. 3 1	2. 1 3
ヘキサナール	1. 0 9	1. 9 8	1. 7 2

10

20

30

40

50

【図面】

【図 1 a】

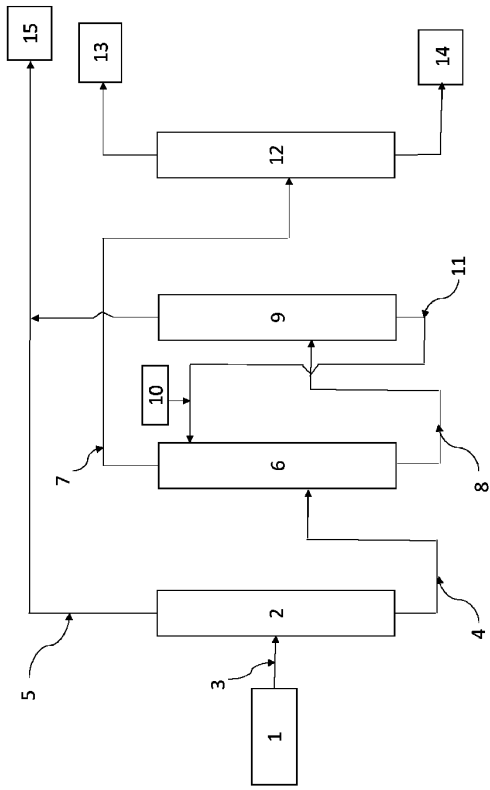


FIG. 1a

【図 1 b】

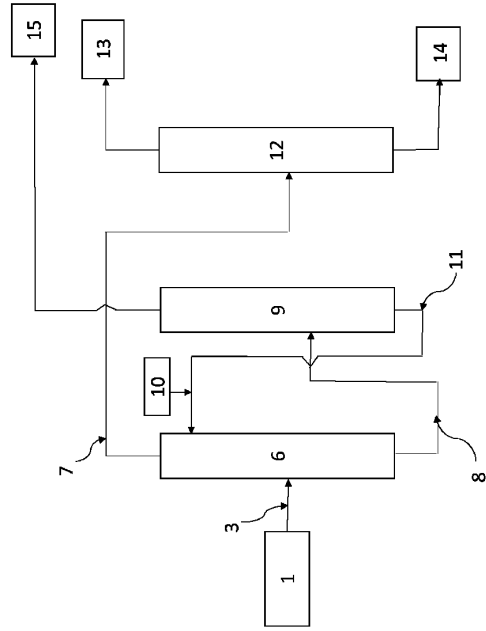


FIG. 1b

【図 1 c】

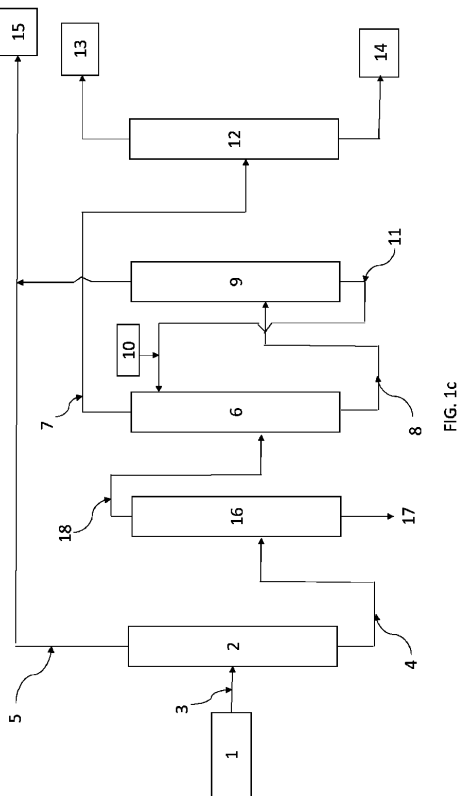


FIG. 1c

【図 2】

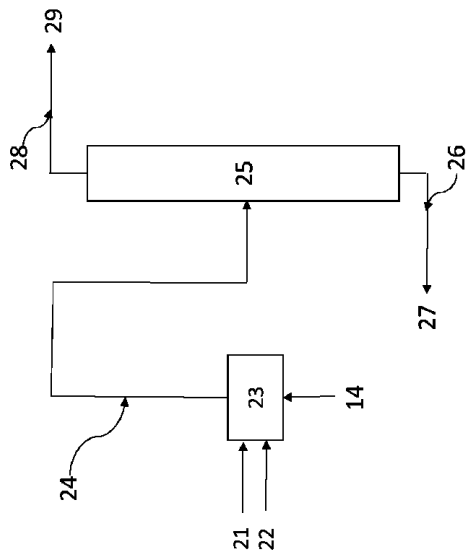


FIG. 2

10

20

30

40

50

フロントページの続き

- (72)発明者 エメリー, イレーヌ
フランス国 6 9 3 4 0 フランシェヴィル, クロ デ コキーク 9
- (72)発明者 ベンドリンガー, ローラン
フランス国 6 9 5 1 0 スシュー アン ジャレスト, アモー デ ピエール ブランシュ 1 8
- 審査官 池上 佳菜子
- (56)参考文献 特表 2 0 1 3 - 5 2 1 2 7 5 (J P , A)
国際公開第 0 8 / 0 3 0 4 4 0 (W O , A 1)
特表 2 0 1 4 - 5 2 8 9 1 2 (J P , A)
特表 2 0 1 1 - 5 1 3 2 2 7 (J P , A)
特開 2 0 1 6 - 0 9 4 3 7 4 (J P , A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., D B 名)
- C 0 7 C 1 7 / 2 0
C 0 7 C 1 7 / 2 5
C 0 7 C 1 7 / 3 8 3
C 0 7 C 1 9 / 0 8
C 0 7 C 2 1 / 1 8