

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 2 区分

【発行日】令和 2 年 4 月 30 日 (2020.4.30)

【公開番号】特開 2019-214596 (P2019-214596A)

【公開日】令和 1 年 12 月 19 日 (2019.12.19)

【年通号数】公開・登録公報 2019-051

【出願番号】特願 2019-149017 (P2019-149017)

【国際特許分類】

C 07 C 17/25 (2006.01)

C 07 C 21/18 (2006.01)

C 07 B 61/00 (2006.01)

【F I】

C 07 C 17/25

C 07 C 21/18

C 07 B 61/00 3 0 0

【手続補正書】

【提出日】令和 2 年 3 月 17 日 (2020.3.17)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(a) 1,1,1,3,3-ペンタフルオロプロパンを脱水素フッ素化することによって、cis-1,3,3,3-テトラフルオロプロペン、trans-1,3,3,3-テトラフルオロプロペン及びフッ化水素を含んでなる結果物を生成させ；

(b) 所望により、工程 (a) の結果物からフッ化水素を回収し；そして、

(c) trans-1,3,3,3-テトラフルオロプロペンを回収する；

ことを含んでなる、trans-1,3,3,3-テトラフルオロプロペンの生産方法。

【請求項 2】

工程 (a) または工程 (b) の結果物を蒸留し、そして trans-1,3,3,3-テトラフルオロプロペンを回収し、そして所望によりフッ化水素、cis-1,3,3,3-テトラフルオロプロペン及び 1,1,1,3,3-ペンタフルオロプロパンのうちの 1 またはそれより多くを含んでなる残留物を回収することによって、工程 (c) を行う、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

(i) trans-1,3,3,3-テトラフルオロプロペンを、留出物として回収する、又は

(ii) 残留物を回収する、好ましくは、フッ化水素、cis-1,3,3,3-テトラフルオロプロペン及び 1,1,1,3,3-ペンタフルオロプロパンを残留物からそれぞれ回収する次の工程をさらに含んでなる、又はスクラバーを用いてフッ化水素を残留物から取り出す次の工程をさらに含んでなる、好ましくは、スクラバーが、水及び腐食剤を含んでなる、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 4】

(i) cis-1,3,3,3-テトラフルオロプロペン及び 1,1,1,3,3-ペンタフルオロプロパンのうちの少なくとも一つを残留物から回収し、回収した cis-1,3,3,3-テトラフルオロプロペン及び 1,1,1,3,3-ペンタフルオロプロパンのうちの少なくとも一つを工程 (a) に再利用する、次の工程をさらに含んでなる、又は

(ii) cis-1,3,3,3-テトラフルオロプロペン、または cis-1,3,3,3-テトラフルオロプロ

ロペンと1,1,1,3,3-ペンタフルオロプロパンとの混合物を残留物から回収し、そして、フッ素化によってcis-1,3,3,3-テトラフルオロプロペンを1,1,1,3,3-ペンタフルオロプロパンに変換する、次の工程をさらに含んでなる、好ましくは、フッ素化反応が液相反応である、又はフッ素化反応が気相反応である、又は生じた1,1,1,3,3-ペンタフルオロプロパンを、工程(a)に再利用する、

請求項2に記載の方法。

【請求項5】

脱水素フッ素化を、気相反応として行う、又は脱水素フッ素化を、固定床反応器内で気相反応として行う、又は脱水素フッ素化を、フッ素化金属酸化物、金属フッ化物及び炭素担持遷移金属のうちの1またはそれより多くを含んでなる触媒を用いて行う、好ましくは、脱水素フッ素化を、バルク形態のフッ素化金属酸化物、担持されたフッ素化金属酸化物、バルクの金属フッ化物及び担持された金属フッ化物のうちの1またはそれより多くを含んでなる触媒を用いて行う、請求項1に記載の方法。

【請求項6】

脱水素フッ素化を、フッ素化 $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 、 $\text{AlF}_3$ 、 $\text{FeF}_3$ 、10% $\text{MgF}_2$ -90% $\text{AlF}_3$ 、活性炭上のFe、活性炭上のNi、及び活性炭上のCoのうちの1またはそれより多くを含んでなる触媒を用いておこなう、又は、

脱水素フッ素化を、気相中で約100～約600の温度にて；フッ素化 $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 、 $\text{AlF}_3$ 、 $\text{FeF}_3$ 、10% $\text{MgF}_2$ -90% $\text{AlF}_3$ 、活性炭上のFe、活性炭上のNi、及び活性炭上のCoのうちの1またはそれより多くを含んでなる触媒を用いて、1,1,1,3,3-ペンタフルオロプロパンと触媒との接触時間約0.5秒～約120秒にて行う、又は

フッ化水素の回収を、工程(a)の結果物を硫酸抽出機に通し、抽出したフッ化水素を硫酸から所望により脱離させ、次いで脱離したフッ化水素を蒸留することにより行う、請求項1に記載の方法。

【請求項7】

(a) 1,1,1,3,3-ペンタフルオロプロパンを、気相反応にて脱水素フッ素化することにより、cis-1,3,3,3-テトラフルオロプロペン、trans-1,3,3,3-テトラフルオロプロペン及びフッ化水素を含んでなる結果物を生成させ；

(b) 工程(a)の結果物からフッ化水素を回収し；そして、

(c) trans-1,3,3,3-テトラフルオロプロペンを回収する；

ことを含んでなる、trans-1,3,3,3-テトラフルオロプロペンを生産するための連続的で総合的な製造方法。

【請求項8】

工程(a)または工程(b)の結果物を蒸留し、そしてtrans-1,3,3,3-テトラフルオロプロペンを回収し、そして所望によりフッ化水素、cis-1,3,3,3-テトラフルオロプロペン及び1,1,1,3,3-ペンタフルオロプロパンのうちの1またはそれより多くを含んでなる残留物を回収することによって、工程(c)を行う、好ましくは、

(i) trans-1,3,3,3-テトラフルオロプロペンを、留出物として回収する、又は

(ii) 残留物を回収する、好ましくは、フッ化水素、cis-1,3,3,3-テトラフルオロプロペン及び1,1,1,3,3-ペンタフルオロプロパンを残留物からそれぞれ回収する、次の工程をさらに含んでなる、又は、スクラパーを用いてフッ化水素を残留物から取り出す、次の工程をさらに含んでなる、好ましくは、スクラパーが、水及び腐食剤を含んでなる、又は

(iii) cis-1,3,3,3-テトラフルオロプロペン及び1,1,1,3,3-ペンタフルオロプロパンのうちの少なくとも一つを残留物から回収し、そして、回収したcis-1,3,3,3-テトラフルオロプロペン及び1,1,1,3,3-ペンタフルオロプロパンのうちの少なくとも一つを工程(a)に再利用する、次の工程をさらに含んでなる、又は

(iv) cis-1,3,3,3-テトラフルオロプロペン、またはcis-1,3,3,3-テトラフルオロプロペンと1,1,1,3,3-ペンタフルオロプロパンとの混合物を残留物から回収し、そして、フッ素化によってcis-1,3,3,3-テトラフルオロプロペンを1,1,1,3,3-ペンタフルオロプロパンに変換する、次の工程をさらに含んでなる、好ましくは、フッ素化反応が液相反応であ

る、又はフッ素化反応が気相反応である、又は生じた1,1,1,3,3-ペンタフルオロプロパンを、工程（a）に再利用する、  
請求項7に記載の方法。

【請求項9】

脱水素フッ素化を、フッ素化 $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 、 $\text{AlF}_3$ 、 $\text{FeF}_3$ 、10% $\text{MgF}_2$  - 90% $\text{AlF}_3$ 、活性炭上のFe、活性炭上のNi、及び活性炭上のCoのうちの1またはそれより多くを含んでなる触媒を用いておこなう、又は

脱水素フッ素化を、気相中で約100 ～ 約600 の温度にて；フッ素化 $\text{Cr}_2\text{O}_3$ 、 $\text{AlF}_3$ 、 $\text{FeF}_3$ 、10% $\text{MgF}_2$  - 90% $\text{AlF}_3$ 、活性炭上のFe、活性炭上のNi、及び活性炭上のCoのうちの1またはそれより多くを含んでなる触媒を用いて、1,1,1,3,3-ペンタフルオロプロパンと触媒との接触時間約0.5秒～約120秒にて行う、又は

フッ化水素の回収を、工程（a）の結果物を硫酸抽出機に通し、抽出したフッ化水素を硫酸から所望により脱離させ、次いで脱離したフッ化水素を蒸留することにより行う、  
請求項7に記載の方法。