(19)日本国特許庁(JP)　(12)公表特許公報(A)　(11)公表番号
特表2024-537709
(P2024-537709A)
(43)公表日　令和6年10月16日(2024.10.16)

(51)国際特許分類		FI		テーマコード（参考）
C07C 17/383 (2006.01)		C07C	17/383	4G169
C07C 17/23 (2006.01)		C07C	17/23	4H006
C07C 21/18 (2006.01)		C07C	21/18	4H039
C07C 19/08 (2006.01)		C07C	19/08	
C07C 9/06 (2006.01)		C07C	9/06	

審査請求　未請求　予備審査請求　未請求　（全20頁）　最終頁に続く

(21)出願番号　特願2024-518334(P2024-518334)
(86)(22)出願日　令和4年9月22日(2022.9.22)
(85)翻訳文提出日　令和6年5月21日(2024.5.21)
(86)国際出願番号　PCT/FR2022/051780
(87)国際公開番号　WO2023/047056
(87)国際公開日　令和5年3月30日(2023.3.30)
(31)優先権主張番号　2110009
(32)優先日　令和3年9月23日(2021.9.23)
(33)優先権主張国・地域又は機関
フランス(FR)
(81)指定国・地域　AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,
最終頁に続く

(71)出願人　505005522
アルケマ フランス
フランス国 コロンブ、９２７００ リュ、デスティエンヌ、ドルブ、４２０
(74)代理人　110002077
園田・小林弁理士法人
(72)発明者　カンブロドン， アレクサンドル
フランス国 ６９４９１ ピエール－ベニット セデックス， リュ アンリ モワサン， アルケマ フランス － シーアールアールエー
(72)発明者　ラヌゼル， ティエリー
フランス国 ６９４９１ ピエール－ベニット セデックス， リュ アンリ モワサン， アルケマ フランス － シーアール
最終頁に続く

(54)【発明の名称】　トリフルオロエチレンを製造及び精製する方法、並びに当該方法から得られる組成物

(57)【要約】
本発明は、触媒を含む固定触媒床を備える反応器においてトリフルオロエチレンを製造する方法に関し、当該方法は、ａ）触媒の存在下、気相中でクロロトリフルオロエチレンと水素とを反応させて、トリフルオロエチレンを含有する生成物流を製造する段階；ｂ）段階ａ）で得られた生成物流を処理して、トリフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１２３）と、クロロトリフルオロエチレン（ＨＣＦＯ－１１１３）と、１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）、１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）及びエタンからなる群から選択される少なくとも１つのさらなる化合物とを含有する流れＡを回収する段階、当該流れＡにおいて、少なくとも１つのさらなる化合物の合計含有量は重量で０．５％未満である；ｃ）当該流れＡを蒸留して、当該流れＢの合計重量を基準として、トリフルオロエチレンを少なくとも９９重量％、並びに１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）、１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）及びエタンからなる群から選択される１又は複数のさらなる化合物を０．２重量％未満含有する、流れＢを回収する段階を含むものである。本発明はまた、組成物の合計重量を基準として、トリフルオロエチレンを少なくとも９９重量％、エタンを０．１～１０００ｐｐｍ、及び／又は１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）を０．１～１０００ｐｐｍ、含有する組成物に関する。
【選択図】なし

【特許請求の範囲】
【請求項１】
触媒を含む固定触媒床を備える反応器においてトリフルオロエチレンを製造する方法であって、以下の段階：
ａ）触媒の存在下、気相中でクロロトリフルオロエチレンと水素とを反応させて、トリフルオロエチレンを含有する生成物流を製造する段階；
ｂ）段階ａ）で得られた生成物流を処理して、トリフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１２３）と、クロロトリフルオロエチレン（ＨＣＦＯ－１１１３）と、１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）、１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）及びエタンからなる群から選択される少なくとも１つのさらなる化合物とを含有する流れＡを回収する段階であって、当該流れＡにおいて、前記少なくとも１つのさらなる化合物の合計含有量が重量で０．５％未満である、段階；
ｃ）前記流れＡを蒸留して、流れＢの合計重量を基準として、トリフルオロエチレンを少なくとも９５重量％、並びに１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）、１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）及びエタンからなる群から選択される１又は複数のさらなる化合物を０．２重量％未満含有する、流れＢを回収する段階
を含む、方法。
【請求項２】
前記流れＡを蒸留する段階ｃ）が、３ｂａｒａ未満の圧力で行われることを特徴とする、請求項１に記載の方法。
【請求項３】
前記流れＡを蒸留する段階ｃ）が、規則充填物を含む蒸留塔で行われることを特徴とする、請求項１又は２に記載の方法。
【請求項４】
前記流れＡが、当該流れＡの合計重量を基準として、１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）及び１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）を、それぞれ０．１重量％未満の含有量で含むことを特徴とする、請求項１から３のいずれか一項に記載の方法。
【請求項５】
前記流れＡが、当該流れＡの合計重量を基準として、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）を、０．０１重量％未満の含有量で含むことを特徴とする、請求項１から４のいずれか一項に記載の方法。
【請求項６】
前記流れＡが、当該流れＡの合計重量を基準として、エタンを０．０５重量％未満の含有量で含むことを特徴とする、請求項１から５のいずれか一項に記載の方法。
【請求項７】
前記触媒が、元素周期表の第８族から第１０族の金属系触媒であり、好ましくは担体上に堆積され、特にアルミニウム系担体上に堆積されており、より具体的には触媒がα－アルミナ上に担持されたパラジウムを含むことを特徴とする、請求項１から６のいずれか一項に記載の方法。
【請求項８】
クロロトリフルオロエチレン及び水素が無水形態であ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】
組成物の合計重量を基準として、
少なくとも９９重量％のトリフルオロエチレン、並びに
０．１～１０００ｐｐｍのエタン、又は
０．１～１０００ｐｍの１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）

、又は
０．１～１０００ｐｐｍのエタン、及び０．１～１０００ｐｍの１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）、
を含む、組成物。
【請求項１０】
組成物の合計重量を基準として、０．１～１０００ｐｐｍの１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）も含むことを特徴とする、請求項９に記載の組成物。
【請求項１１】
組成物の合計重量を基準として、０．１～２０００ｐｐｍの１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）も含むことを特徴とする、請求項９又は１０に記載の組成物。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、ヒドロフルオレフィンの製造方法に関する。特に、本発明は、クロロトリフルオロエチレンの水素化分解による、トリフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１２３又はVF_3）の製造方法に関する。本発明はまた、トリフルオロエチレンを含有する組成物に関する。
【背景技術】
【０００２】
フッ素化オレフィン、例えばVF_3は、注目すべき特性、特に、優れた耐薬品性及び良好な耐熱性を示すフルオロカーボンポリマーを製造するためのモノマー又はコモノマーとして知られ、使用されている。
【０００３】
トリフルオロエチレンは、圧力及び温度について標準条件のもとでは、気体である。この生成物の使用に関連する主なリスクは、可燃性、安定化されていない場合の自己重合性、化学的不安定性に起因する爆発性、及び他のハロゲン化オレフィンと同様に過酸化への敏感性が想定されることと関連している。トリフルオロエチレンは、極めて可燃性が高いという顕著な特徴を示し、その爆発下限（ＬＥＬ）はおよそ１０％、爆発上限（ＵＥＬ）はおよそ３０％である。しかしながら主な危険性は、特定の圧力条件下、エネルギー源の存在下で、酸素が不在であっても、激しく爆発的に分解するVF_3の傾向と関連している。
【０００４】
上記主な危険性を考慮して、VF_3の合成及びその貯蔵も、特定の問題をもたらし、これらのプロセス全体には、厳格な安全規制が課される。トリフルオロエチレンを製造するための既知の経路では、出発材料としてクロロトリフルオロエチレン（ＣＴＦＥ）及び水素が、触媒の存在下、気相で使用される。
【０００５】
国際公開第２０１３　１２８１０２号（WO2013/128102）からは、気相で、第ＶＩＩＩ族の金属系触媒の存在下、大気圧にて比較的低温で、ＣＴＦＥ水素化分解によりトリフルオロエチレンを製造する方法が知られている。
【０００６】
欧州特許出願公開第２９９０２１３号明細書（EP 2 993 213）からは、トリフルオロエチレンの製造方法が知られている。トリフルオロエチレンは、クロロトリフルオロエチレンの水素化分解により、又はクロロジフルオロメタン及びクロロフルオロメタンの熱分解により、得ることができる。この製造方法には、蒸留段階を１０ｂａｒｇで行うことが含まれ、当該蒸留段階により、トリフルオロエチレンが、側方抜き取りで回収される。高圧蒸留を行うためには、３ｂａｒａを超えると爆発するトリフルオロエチレンの性質を考慮して、特定の作業条件を整える必要がある。
【０００７】
このように、高い収率及び選択性を保ちながら、より単純でより安全なトリフルオロエ

チレンの製造方法を提供する必要がある。

【発明の概要】

【０００８】

第一の態様によれば、本発明により、触媒を含む固定触媒床を備える反応器においてトリフルオロエチレンを製造する方法が提供され、当該方法は、以下の段階を含むものである：

ａ）触媒の存在下、気相中でクロロトリフルオロエチレンと水素とを反応させて、トリフルオロエチレンを含有する生成物流を製造する段階；

ｂ）段階ａ）で得られた生成物流を処理して、トリフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１２３）と、クロロトリフルオロエチレン（ＨＣＦＯ－１１１３）と、１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）、１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）及びエタンからなる群から選択される少なくとも１つのさらなる化合物とを含有する流れＡを回収する段階であって、当該流れＡにおいて、少なくとも１つのさらなる化合物の合計含有量が重量で０．５％未満である、段階；

ｃ）当該流れＡを蒸留して、流れＢの合計重量を基準として、トリフルオロエチレンを少なくとも９５重量％、並びに１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）、１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）及びエタンからなる群から選択される１又は複数のさらなる化合物を０．２重量％未満含有する、流れＢを回収する段階。

【０００９】

本発明により、トリフルオロエチレンを製造及び精製するための安全で効率的なプロセスを行うことが可能になる。従来技術と比較してより単純なプロセスを行いながら、特定のさらなる化合物の含有量は、大幅に制限される。また、本方法により、高純度のトリフルオロエチレンの良好な収率を得ることが可能になる。

【００１０】

好ましい実施態様によれば、流れＡを蒸留する工程ｃ）が、３ｂａｒａ未満の圧力で行われる。

【００１１】

好ましい実施態様によれば、流れＡを蒸留する工程ｃ）が、規則充填物（structured packing）を含む蒸留塔で行われる。

【００１２】

好ましい実施態様によれば、流れＡが、当該流れＡの合計重量を基準として、１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）及び１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）を、それぞれ０．１重量％未満の含有量で含む。

【００１３】

好ましい実施態様によれば、流れＡが、当該流れＡの合計重量を基準として、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）を、０．０１重量％未満の含有量で含む。

【００１４】

好ましい実施態様によれば、流れＡが、当該流れＡの合計重量を基準として、エタンを０．０５重量％未満の含有量で含む。

【００１５】

好ましい実施態様によれば、当該触媒は、元素周期表の第８族から第１０族の金属系触媒であり、好ましくは担体上に堆積され、特にアルミニウム系担体上に堆積されており、より具体的には触媒が、α－アルミナ上に担持されたパラジウムを含む。

【００１６】

好ましい実施態様によれば、クロロトリフルオロエチレン及び水素が、無水形態である。

【００１７】

第２の態様によれば、本発明により、下記組成物が提供される：
組成物の合計重量を基準として、
少なくとも９９重量％のトリフルオロエチレン、並びに
０．１～１０００ｐｐｍのエタン、又は
０．１～１０００ｐｍの１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）、又は
０．１～１０００ｐｐｍのエタン、及び０．１～１０００ｐｍの１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）、
を含有する、組成物。

【００１８】
好ましい実施態様によれば、本組成物はまた、当該組成物の合計重量を基準として、０．１～１０００ｐｐｍの１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）を含有する。

【００１９】
好ましい実施態様によれば、本組成物はまた、当該組成物の合計重量を基準として、０．１～２０００ｐｐｍの１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）を含有する。

【００２０】
本発明により、さらなる化合物の含有量が制限された、トリフルオロエチレン組成物が提供される。これにより、トリフルオロエチレンの適用分野で多くの利点がもたらされる。

【発明を実施するための形態】

【００２１】
本発明は、気相において、好ましくは触媒の存在下で、クロロトリフルオロエチレン（ＣＴＦＥ）と水素とを水素化分解反応させる段階を含む、トリフルオロエチレンの製造方法に関する。

【００２２】
好ましい実施態様によれば、本特許出願に記載された発明による方法は、連続的に行われる。

【００２３】
好ましい実施態様によれば、本特許出願に記載された発明による方法において、水素は無水形態である。

【００２４】
好ましい実施態様によれば、本特許出願に記載された発明による方法において、クロロトリフルオロエチレンは無水形態である。

【００２５】
本発明による方法を無水の水素及び／又はクロロトリフルオロエチレンの存在下で行うことにより、触媒の寿命、ひいてはプロセスの生産性全体を効果的に増大させることが可能になる。「無水」という用語は、考慮している化合物の合計重量を基準として、水の含有量が重量で１０００ｐｐｍ未満、有利には５００ｐｐｍ未満、好ましくは２００ｐｐｍ未満、特に１００ｐｐｍ未満であることをいう。

【００２６】
触媒
触媒は好ましくは、元素周期表の第８族から第１０族の金属に基づく。触媒は特に、Ｐｄ、Ｐｔ、Ｒｈ及びＲｕからなる群から選択される金属、好ましくはパラジウムに基づく。

【００２７】
触媒は、担持されているのが好ましい。担体は好ましくは、活性炭、アルミニウム系担体、炭酸カルシウム、及びグラファイトからなる群から選択される。担体は好ましくは、アルミニウム系である。担体は特に、アルミナである。アルミナは、α－アルミナであり

得る。アルミナは好ましくは、α－アルミナを少なくとも９０％含む。アルミナがα－アルミナの場合、水素化分解反応の転化率が改善されることが観察された。よって、触媒は、殊に、アルミナに担持されたパラジウムであり、有利には、α－アルミナを少なくとも９０％含むアルミナに担持されたパラジウムであり、好ましくは、α－アルミナに担持されたパラジウムである。好ましくは、パラジウムが、触媒の合計重量を基準として、０．０１重量％～５重量％を占め、好ましくは、触媒の合計重量を基準として、０．１重量％～２重量％を占める。

【００２８】

特に、触媒はアルミナに担持されたパラジウムを０．０１重量％～５重量％含み、好ましくはアルミナが、α－アルミナを少なくとも９０％含み、より好ましくは、アルミナが、α－アルミナである。

【００２９】

触媒の活性化

触媒は好ましくは、段階ａ）で使用する前に、活性化される。触媒の活性化は好ましくは、高温にて、還元剤の存在下で行われる。特定の実施態様によれば、還元剤が、水素、一酸化炭素、一酸化窒素、ホルムアルデヒド、C_1～C_6アルカン、及びC_1～C_{10}ハロ炭化水素（hydrohalocarbons）、又はこれらの混合物；好ましくは、水素又はC_1～C_{10}ハロ炭化水素、又はこれらの混合物；特に、水素、クロロトリフルオロエチレン、トリフルオロエチレン、クロロトリフルオロエタン、トリフルオロエタン若しくはジフルオロエタン、又はこれらの混合物からなる群から選択される。触媒の活性化は好ましくは、１００℃～４００℃の間の温度、特に１５０℃～３５０℃の間の温度で行われる。触媒の活性化は特に、還元剤としての水素の存在下では、１００℃～４００℃の間の温度、特に１５０℃～３５０℃の間の温度で行われる。

【００３０】

触媒の再生

本方法で使用される触媒は、再生可能である。この再生段階は、９０℃～４５０℃の間の触媒床温度範囲で行われ得る。再生段階は好ましくは、水素の存在下で行われる。再生段階を行うことにより、再生前の当初収率と比較して、反応の収率を改善させることができる。

【００３１】

好ましい実施態様によれば、再生段階は、９０℃～３００℃の触媒床温度、好ましくは９０℃～２５０℃の触媒床温度、より好ましくは９０℃～２００℃、特に９０℃～１７５℃、殊に９０℃～１５０℃の触媒床温度で行われ得る。特に、再生段階を低温（例えば９０℃～２００℃、又は９０℃～１７５℃、又は９０℃～１５０℃）で行うことにより、触媒の活性に有害な化合物の脱着が可能になり、かつ／又は触媒の構造を変性させる相転移を制限することが可能になる。

【００３２】

別の好ましい実施態様によれば、再生段階は、２００℃より高い、有利には２３０℃より高い、好ましくは２５０℃より高い、特に３００℃より高い触媒床温度で行われ得る。再生段階は、段階ａ）で得られる生産性又は転化率に応じて、周期的に行われ得る。再生段階は有利には、２００℃～３００℃の間、好ましくは２０５℃～２９５℃の間、より好ましくは２１０℃～２９０℃の間、特に２１５℃～２９０℃の間、殊に２２０℃～２８５℃の間、好適には２２５℃～２８０℃の間、より好適には２３０℃～２８０℃の間の触媒床温度で行われ得る。代替的には、再生段階は、３００℃～４５０℃の間の温度、好ましくは３００℃～４００℃の間の温度で行われ得る。再生された触媒は、本方法の段階ａ）で再利用可能である。

【００３３】

水素化分解反応

上述したように本発明は、トリフルオロエチレンを含む流れを製造するために、クロロトリフルオロエチレン（ＣＴＦＥ）と水素とを水素化分解反応させる段階を含む。水素化

分解段階は、触媒の存在下、気相で行われる。水素化分解段階は好ましくは、事前に活性化された触媒の存在下、気相で行われる。水素化分解段階は、水素、ＣＴＦＥ及び任意選択的に不活性ガス（例えば窒素）を、気相で、先の触媒（事前に活性化されているのが望ましい）の存在下、同時に導入することからなる。

【００３４】

段階ａ）は好ましくは、５０℃～２５０℃の間の固定触媒床温度で行われる。段階ａ）は、５０℃～２４０℃の間、有利には５０℃～２３０℃の間、好ましくは５０℃～２２０℃の間、より好ましくは５０℃～２１０℃の間、特に５０℃～２００℃の間の固定触媒床温度で行われ得る。段階ａ）はまた、６０℃～２５０℃の間、有利には７０℃～２５０℃の間、好ましくは８０℃～２５０℃の間、より好ましくは９０℃～２５０℃の間、特に１００℃～２５０℃の間、殊に１２０℃～２５０℃の間の固定触媒床温度で行われ得る。段階ａ）はまた、６０℃～２４０℃の間、有利には７０℃～２３０℃の間、好ましくは８０℃～２２０℃の間、より好ましくは９０℃～２１０℃の間、特に１００℃～２００℃の間、殊に１００℃～１８０℃の間、好適には１００℃～１６０℃の間、特に好ましくは１２０℃～１６０℃の間の固定触媒床温度で行われ得る。

【００３５】

H_2／ＣＴＦＥのモル比は、０．５／１～２／１の間、好ましくは１／１～１．２／１の間にある。窒素などの不活性ガスが段階ａ）に存在する場合、窒素／H_2のモル比は、０／１～２／１の間、好ましくは０／１～１／１の間にある。

【００３６】

段階ａ）は好ましくは、０．０５ＭＰａ～１．１ＭＰａの圧力、より好ましくは０．０５ＭＰａ～０．５ＭＰａの圧力、特に大気圧で行われる。

【００３７】

接触時間（触媒の体積（リットル）の、気体混合物の合計流量（標準リットル／秒：standard liters per second）に対する比として計算）は、反応器の入口において、１～６０秒の間、好ましくは５～４５秒の間、特に１０～３０秒の間、殊に１５～２５秒の間である。

【００３８】

本方法の水素化分解段階（段階ａ）により、トリフルオロエチレンを含む生成物流が製造される。この生成物流は、未反応の水素及び未反応のクロロトリフルオロエチレンも含み得る。この生成物流は、１，１－ジフルオロエチレン、１，１，１，２－テトラフルオロエタン、１，１，１－トリフルオロエタン、又はエタンも含み得る。この生成物流は、ＨＣｌ若しくはＨＦ、又はこれら２つの混合物も含み得る。段階ａ）を行うことにより、１，１－ジフルオロエチレン、１，１，１，２－テトラフルオロエタン、１，１，１－トリフルオロエタン及び／又はエタンの含有量が低減されたトリフルオロエチレンを製造することができる。これにより、反応流を処理する段階が容易になり、プロセス全体の収率が良好になる。

【００３９】

反応流の処理

本方法の段階ｂ）によれば、段階ａ）から生じた生成物流が、トリフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１２３）と、クロロトリフルオロエチレン（ＨＣＦＯ－１１１３）と、１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）、１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）及びエタンからなる群から選択される少なくとも１つのさらなる化合物とを含有する流れＡを回収するために、処理される。よってこの流れＡは、上述の１つ、２つ、３つ、又は４つのさらなる化合物を含み得る。

【００４０】

好ましい実施態様によれば、流れＡにおける少なくとも１つのさらなる化合物の合計含有量は、当該流れＡの合計重量を基準として、重量で０．５％未満、有利には０．４％未満、好ましくは０．３％未満、より好ましくは０．２％未満である。よって、流れＡに存

在するさらなる化合物の総計は、当該流れＡの合計重量を基準として、重量で０．５％未満、有利には０．４％未満、好ましくは０．３％未満、より好ましくは０．２％未満の含有量を占める。

【００４１】

好ましい実施態様によれば、流れＡは、当該流れＡの合計重量を基準として、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）を、重量で０．０５％未満、有利には０．０２５％未満、好ましくは０．０１％未満の含有量で含む。好ましい実施態様によれば、流れＡは、当該流れＡの合計重量を基準として、エタンを重量で０．１％未満、好ましくは０．０５％未満、特に０．０２５％未満の含有量で含む。

【００４２】

好ましい実施態様によれば、流れＡは、当該流れＡの合計重量を基準として、１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）を、重量で０．２％未満、有利には０．１５％未満、好ましくは０．１％未満、特に０．０８％未満、殊に０．０７５％未満の含有量で含む。

【００４３】

好ましい実施態様によれば、流れＡは、当該流れＡの合計重量を基準として、１，１，１－トリフルオロエタンを、重量で０．２％未満、有利には０．１５％未満、好ましくは０．１％未満の含有量で含む。

【００４４】

好ましい実施態様によれば、流れＡは、当該流れＡの合計重量を基準として、１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）及び１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）をそれぞれ、重量で０．２％未満、好ましくは０．１％未満の含有量で含む。

【００４５】

好ましい実施態様によれば、流れＡは、当該流れＡの合計重量を基準として、１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）及び１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）をそれぞれ、重量で０．２％未満、好ましくは０．１％未満の含有量で含み、流れＡは、当該流れＡの合計重量を基準として、エタンを重量で０．１％未満、好ましくは０．０５％未満の含有量で含む。

【００４６】

好ましい実施態様によれば、流れＡは、当該流れＡの合計重量を基準として、１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）及び１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）をそれぞれ、重量で０．２％未満、好ましくは０．１％未満の含有量で含み、流れＡは、当該流れＡの合計重量を基準として、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）を重量で０．０５％未満、有利には０．０２５％未満、好ましくは０．０１％未満の含有量で含む。

【００４７】

好ましい実施態様によれば、流れＡは、当該流れＡの合計重量を基準として、１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）及び１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）をそれぞれ、重量で０．２％未満、好ましくは０．１％未満の含有量で含み、流れＡは、当該流れＡの合計重量を基準として、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）を重量で０．０５％未満、有利には０．０２５％未満、好ましくは０．０１％未満の含有量で含み、流れＡは、当該流れＡの合計重量を基準として、エタンを重量で０．１％未満、好ましくは０．０５％未満の含有量で含む。

【００４８】

好ましい実施態様によれば、流れＡにおいて、当該流れＡの合計重量を基準として、トリフルオロエチレンの含有量は重量で、１０％より多く、有利には１５％より多く、好ましくは２０％より多く、特に２５％より多く、殊に３０％より多い。

【００４９】

好ましい実施態様によれば、流れＡにおいて、当該流れＡの合計重量を基準として、ク

ロロトリフルオロエチレンの含有量は、重量で７０％未満、有利には６５％未満、好ましくは６０％未満、特に５５％未満である。好ましくは、流れＡにおいて、当該流れＡの合計重量を基準として、クロロトリフルオロエチレンの含有量が、重量で１％より多く、好ましくは５％より多い。

【００５０】

流れＡは、トリフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１２３）、クロロトリフルオロエチレン（ＨＣＦＯ－１１１３）、１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）、１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）及びエタンを、先に表した含有量（重量）のいずれかで含み得る。

【００５１】

よって、特定の実施形態によれば、流れＡは、

・トリフルオロエチレンを、当該流れＡの合計重量を基準として、重量で１０％より多く、有利には１５％より多く、好ましくは２０％より多く、特に２５％より多く、殊に３０％より多くの含有量で、

・クロロトリフルオロエチレンを、当該流れＡの合計重量を基準として、重量で７０％未満、有利には６５％未満、好ましくは６０％未満、特に５５％未満の含有量で、任意選択的に、当該流れＡの合計重量を基準として、重量で１％より多く、好ましくは５％より多くの含有量で、

・１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）を、当該流れＡの合計重量を基準として、重量で０．０５％未満、有利には０．０２５％未満、好ましくは０．０１％未満の含有量で、

・エタンを、当該流れＡの合計重量を基準として、重量で０．１％未満、好ましくは０．０５％未満の含有量で、

・１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）を、当該流れＡの合計重量を基準として、重量で０．２％未満、有利には０．１５％未満、好ましくは０．１％未満、特に０．０８％未満の含有量で、及び

・１，１，１－トリフルオロエタンを、当該流れＡの合計重量を基準として、重量で０．２％未満、有利には０．１５％未満、好ましくは０．１％未満の含有量で、

含み、流れＡにおける１，１，１，２－テトラフルオロエタン、エタン、１，１－ジフルオロエチレン及び１，１，１－トリフルオロエタンの合計含有量は、当該流れＡの合計重量を基準として、重量で０．５％未満、有利には０．４％未満、好ましくは０．３％未満、より好ましくは０．２％未満である。

【００５２】

流れＡに、１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）、１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）及びエタンからなる群から選択されるさらなる化合物のうち１つが存在する場合、これ（又はこれら）は、当該流れＡの合計重量を基準として、重量で０．０１ｐｐｍより多く、好ましくは０．１ｐｐｍより多くの含有量で存在する。

【００５３】

特定の実施形態によれば、本方法による処理段階ｂ）は、以下の段階：

ｉ）気体混合物を形成するために、ＨＦ及び／又はＨＣｌを、段階ａ）で得られた生成物流から除去する段階、

ｉｉ）工程ｉ）から生じる気体混合物を乾燥させる段階、

ｉｉｉ）水素、及び任意選択的に不活性ガスを除去して、流れＡを形成するために、工程ｉｉ）で乾燥させた気体混合物を処理する段階、

を含み得る。

【００５４】

流れＡは、気体状であるのが好ましい。

【００５５】

以下の段落では、段階ｉ）～ｉｉｉ）について詳細に説明する。

【００５６】

段階ａ）から生じる生成物流は、反応器出口において気体状で回収される。好ましくは、水素化分解反応器の出口において、ＨＣｌ及びＨＦを除去するために、生成物流がまず処理される。生成物流は、洗浄カラム内の水を通過し、それから希釈塩基、例えばＮａＯＨ又はＫＯＨで洗浄される。未変換の反応体（H_2及びＣＴＦＥ）、希釈窒素（存在する場合）、トリフルオロエチレン、及び前述のさらなる化合物からなる気体混合物の残分は、洗浄水の痕跡量を除去するために、乾燥機に導かれる。乾燥は、硫酸カルシウム、硫酸ナトリウム、硫酸マグネシウム、塩化カルシウム、炭酸カリウム、シリカゲル又はゼオライトなどの製品を用いて行われ得る。１つの実施態様では、モレキュラーシーブ（ゼオライト）、例えばシリポライト（siliporite）が、乾燥のために使用される。このように乾燥させた気体混合物は、水素及び不活性物質を、気体混合物中に存在する他の生成物の残分から、大気圧で周囲温度を下回る温度にて、吸収のために好ましくは１０℃未満、より好ましくは－２５℃未満の温度で、１～４個の炭素原子を有するアルコール、好ましくはエタノールの存在下で吸収／脱着により分離する段階に供される。１つの実施態様では、有機物質の吸収が、－２５℃に冷却されたエタノールによる向流塔で行われる。エタノールの流量は、吸収させる有機物質の流量に従って調整される。水素及び不活性ガス（これらはこの温度でエタノールに不溶性）は、吸収塔上部で除去される。有機物質は、エタノールをその沸点まで加熱することにより（脱着）、流れＡの形態で実質的に回収され、続いて蒸留される。

【００５７】

こうして本方法の段階ａ）及びｂ）により、流れＡにおける１又は複数のさらなる化合物の含有量を制限することが可能になり、これによって以下に記載する段階ｃ）を行うことがより容易になる（特に、低圧でこの段階を行うことにより）。

【００５８】

段階ｃ）によれば、トリフルオロエチレンと、１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）、１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）及びエタンからなる群から選択されるさらなる化合物とを含む流れＢを形成及び回収するために、こうして得られた流れＡを蒸留する。流れＢは、上記さらなる化合物を１つ、２つ、３つ、又は４つ含み得る。

【００５９】

好ましい実施態様によれば、流れＡの蒸留を行う段階ｃ）は、３ｂａｒａ未満の圧力、好ましくは０．５～３ｂａｒａの間の圧力、特に０．９～２ｂａｒａの間の圧力で行われる。３ｂａｒａ未満の圧力で蒸留を行うことにより、３ｂａｒａを超えるとトリフルオロエチレンが爆発する性質を考慮して、プロセスにより安全性をもたらすことができる。

【００６０】

好ましくは、流れＡを蒸留する段階ｃ）が、規則充填物を含む蒸留塔で行われる。規則充填物により、より効率的な蒸留段階ｃ）が得られることが観察された。規則充填物は、金属材料製であり得る。

【００６１】

流れＢは好ましくは、蒸留塔の上部で回収される。回収前に、流れＢは、任意選択的に、蒸留塔の上部で部分的に凝縮され得る。部分的な凝縮を行う場合、流れＢを－５０℃～－７０℃の温度にする。この温度は、段階ｃ）で印加される圧力に応じて調整される。部分的な凝縮により、流れＢにおけるさらなる化合物の含有量が制限され、蒸留の効率を改善することが可能になる。

【００６２】

流れＡの蒸留はまた、クロロトリフルオロエチレンを含む流れＣの形成をもたらし、これは好ましくは、蒸留塔の底部で回収される。流れＣは、任意選択的な精製処理後に、段階ａ）にリサイクルされ得る。

【００６３】

流れＢは、当該流れＢの合計重量を基準として、トリフルオロエチレンを重量で少なくとも９５％、有利には少なくとも９６％、好ましくは少なくとも９７％、特に少なくとも９８％、殊に少なくとも９９％、含み得る。

【００６４】

好ましくは、流れＢはまた、当該流れＢの合計重量を基準として、１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）、１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）及びエタンからなる群から選択される１又は複数のさらなる化合物を０．２重量％未満、含み得る。

【００６５】

よって流れＢは、当該流れＢの合計重量を基準として、トリフルオロエチレンを少なくとも９５重量％、並びに１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）、１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）及びエタンからなる群から選択される１又は複数のさらなる化合物を０．２重量％未満、含み得る。

【００６６】

有利には、流れＢは、当該流れＢの合計重量を基準として、トリフルオロエチレンを少なくとも９６重量％、並びに１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）、１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）及びエタンからなる群から選択される１又は複数のさらなる化合物を０．２重量％未満、含み得る。

【００６７】

好ましくは、流れＢは、当該流れＢの合計重量を基準として、トリフルオロエチレンを少なくとも９７重量％、並びに１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）、１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）及びエタンからなる群から選択される１又は複数のさらなる化合物を０．２重量％未満、含み得る。

【００６８】

より好ましくは、流れＢは、当該流れＢの合計重量を基準として、トリフルオロエチレンを少なくとも９８重量％、並びに１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）、１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）及びエタンからなる群から選択される１又は複数のさらなる化合物を０．２重量％未満、含み得る。

【００６９】

特に、流れＢは、当該流れＢの合計重量を基準として、トリフルオロエチレンを少なくとも９９重量％、並びに１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）、１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）及びエタンからなる群から選択される１又は複数のさらなる化合物を０．２重量％未満、含み得る。

【００７０】

好ましくは、流れＢは、当該流れＢの合計重量を基準として、エタンを重量で５００ｐｐｍ未満、より好ましくは２００ｐｐｍ未満、特に１００ｐｐｍ未満、殊に５０ｐｐｍ未満、好適には１０ｐｐｍ未満の含有量で含む。

【００７１】

好ましくは、流れＢは、当該流れＢの合計重量を基準として、１，１，１，２－テトラフルオロエタンを、重量で５００ｐｐｍ未満、より好ましくは２００ｐｐｍ未満、特に１００ｐｐｍ未満、殊に５０ｐｐｍ未満、好適には１０ｐｐｍ未満の含有量で含む。流れＢは、１，１，１，２－テトラフルオロエタンを含まなくてもよい。

【００７２】

好ましくは、流れＢは、当該流れＢの合計重量を基準として、１，１，１－トリフルオロエタンを、重量で１０００ｐｐｍ未満、より好ましくは７５０ｐｐｍ未満、特に５００

ｐｐｍ未満、殊に２５０ｐｐｍ未満の含有量で含む。
【００７３】
好ましくは、流れＢは、当該流れＢの合計重量を基準として、１，１－ジフルオロエチレンを重量で、２０００ｐｐｍ未満、より好ましくは１５００ｐｐｍ未満、特に１０００ｐｐｍ未満の含有量で含む。
【００７４】
流れＢ中に、１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）、１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）及びエタンからなる群から選択される１又は複数のさらなる化合物のうち１つが存在する場合、これ（又はこれら）は、当該流れＢの合計重量を基準として、重量で０．０１ｐｐｍより多く、好ましくは０．１ｐｐｍより多くの含有量で存在する。
【００７５】
組成物
第２の態様によれば、本発明により、高純度のトリフルオロエチレン組成物が提供される。
【００７６】
本組成物は、当該組成物の合計重量を基準として、トリフルオロエチレンを少なくとも９９重量％、エタンを０．１～１０００ｐｐｍ、有利には０．１～５００ｐｐｍ、好ましくは０．１～２００ｐｐｍ、より好ましくは０．１ｐｐｍ～１００ｐｐｍ、特に０．１ｐｐｍ～５０ｐｐｍ、殊に０．１ｐｐｍ～１０ｐｐｍ、含む。
【００７７】
本組成物はまた、当該組成物の合計重量を基準として、トリフルオロエチレンを少なくとも９９重量％、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）を０．１～１０００ｐｐｍ、有利には０．１～５００ｐｐｍ、好ましくは０．１～２００ｐｐｍ、より好ましくは０．１～１００ｐｐｍ、特に０．１～５０ｐｐｍ、殊に０．１～１０ｐｐｍ、含み得る。
【００７８】
本組成物はまた、当該組成物の合計重量を基準として、トリフルオロエチレンを少なくとも９９重量％含むことができ：
・エタンを０．１～１０００ｐｐｍ、有利には０．１～５００ｐｐｍ、好ましくは０．１～２００ｐｐｍ、より好ましくは０．１～１００ｐｐｍ、特に０．１～５０ｐｐｍ、殊に０．１～１０ｐｐｍ、
・１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）を０．１～１０００ｐｐｍ、有利には０．１～５００ｐｐｍ、好ましくは０．１～２００ｐｐｍ、より好ましくは０．１～１００ｐｐｍ、特に０．１～５０ｐｐｍ、殊に０．１～１０ｐｐｍ、
含み得る。
【００７９】
好ましい実施形態によれば、上記組成物のいずれかはまた、当該組成物の合計重量を基準として、１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）を０．１～１０００ｐｐｍ、好ましくは０．１～７５０ｐｐｍ、特に０．１～５００ｐｐｍ、より好ましくは０．１～２５０ｐｐｍ、含む。
【００８０】
好ましい実施形態によれば、上記組成物のいずれかはまた、当該組成物の合計重量を基準として、１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）を０．１～２０００ｐｐｍ、好ましくは０．１～１５００ｐｐｍ、特に０．１～１０００ｐｐｍ、含む。
【００８１】
本組成物は、当該組成物の合計重量を基準として、トリフルオロエチレンを少なくとも９９重量％含むことができ：
・エタンを０．１～１０００ｐｐｍ、有利には０．１～５００ｐｐｍ、好ましくは０．１～２００ｐｐｍ、より好ましくは０．１～１００ｐｐｍ、特に０．１～５０ｐｐｍ、殊に

０．１～１０ｐｐｍ、
・１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）を０．１～１０００ｐｐｍ、好ましくは０．１～７５０ｐｐｍ、特に０．１～５００ｐｐｍ、より好ましくは０．１～２５０ｐｐｍ、
含み得る。
【００８２】
本組成物は、当該組成物の合計重量を基準として、トリフルオロエチレンを少なくとも９９重量％含むことができ、
・１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）を０．１～１０００ｐｐｍ、有利には０．１～５００ｐｐｍ、好ましくは０．１～２００ｐｐｍ、より好ましくは０．１～１００ｐｐｍ、特に０．１～５０ｐｐｍ、殊に０．１～１０ｐｐｍ、
・１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）を０．１～１０００ｐｐｍ、好ましくは０．１～７５０ｐｐｍ、特に０．１～５００ｐｐｍ、より好ましくは０．１～２５０ｐｐｍ、
含み得る。
【００８３】
本組成物は、当該組成物の合計重量を基準として、トリフルオロエチレンを少なくとも９９重量％含むことができ、
・エタンを０．１～１０００ｐｐｍ、有利には０．１～５００ｐｐｍ、好ましくは０．１～２００ｐｐｍ、より好ましくは０．１～１００ｐｐｍ、特に０．１～５０ｐｐｍ、殊に０．１～１０ｐｐｍ、
・１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）を０．１～２０００ｐｐｍ、好ましくは０．１～１５００ｐｐｍ、特に０．１～１０００ｐｐｍ、
含み得る。
【００８４】
本組成物は、当該組成物の合計重量を基準として、トリフルオロエチレンを少なくとも９９重量％含むことができ、
・１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）を０．１～１０００ｐｐｍ、有利には０．１～５００ｐｐｍ、好ましくは０．１～２００ｐｐｍ、より好ましくは０．１～１００ｐｐｍ、特に０．１～５０ｐｐｍ、殊に０．１～１０ｐｐｍ、
・１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）を０．１～２０００ｐｐｍ、好ましくは０．１～１５００ｐｐｍ、特に０．１～１０００ｐｐｍ、
含み得る。
【００８５】
よって好ましい実施態様によれば、本組成物は、当該組成物の合計重量を基準として、トリフルオロエチレンを少なくとも９９重量％含み、
・エタンを０．１～１０００ｐｐｍ、有利には０．１～５００ｐｐｍ、好ましくは０．１～２００ｐｐｍ、より好ましくは０．１～１００ｐｐｍ、特に０．１～５０ｐｐｍ、殊に０．１～１０ｐｐｍ、
・１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）を０．１～１０００ｐｐｍ、有利には０．１～５００ｐｐｍ、好ましくは０．１～２００ｐｐｍ、より好ましくは０．１～１００ｐｐｍ、特に０．１～５０ｐｐｍ、殊に０．１～１０ｐｐｍ、
・１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）を０．１～１０００ｐｐｍ、好ましくは０．１～７５０ｐｐｍ、特に０．１～５００ｐｐｍ、より好ましくは０．１～２５０ｐｐｍ、
含む。
【００８６】
よって、別の好ましい実施態様によれば、本組成物は、当該組成物の合計重量を基準として、トリフルオロエチレンを少なくとも９９重量％含み、
・エタンを０．１～１０００ｐｐｍ、有利には０．１～５００ｐｐｍ、好ましくは０．１

～２００ｐｐｍ、より好ましくは０．１～１００ｐｐｍ、特に０．１～５０ｐｐｍ、殊に０．１～１０ｐｐｍ、
・１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）を０．１～１０００ｐｐｍ、有利には０．１～５００ｐｐｍ、好ましくは０．１～２００ｐｐｍ、より好ましくは０．１～１００ｐｐｍ、特に０．１～５０ｐｐｍ、殊に０．１～１０ｐｐｍ、
・１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）を０．１～２０００ｐｐｍ、好ましくは０．１～１５００ｐｐｍ、特に０．１～１０００ｐｐｍ、
含む。

【００８７】

別の特定の実施態様によれば、本組成物は、当該組成物の合計重量を基準として、トリフルオロエチレンを少なくとも９９重量％含み、
・エタンを０．１～１０００ｐｐｍ、有利には０．１～５００ｐｐｍ、好ましくは０．１～２００ｐｐｍ、より好ましくは０．１～１００ｐｐｍ、特に０．１～５０ｐｐｍ、殊に０．１～１０ｐｐｍ、
・１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）を０．１～１０００ｐｐｍ、有利には０．１～５００ｐｐｍ、好ましくは０．１～２００ｐｐｍ、より好ましくは０．１～１００ｐｐｍ、特に０．１～５０ｐｐｍ、殊に０．１～１０ｐｐｍ、
・１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）を０．１～１０００ｐｐｍ、好ましくは０．１～７５０ｐｐｍ、特に０．１～５００ｐｐｍ、より好ましくは０．１～２５０ｐｐｍ、
・１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）を０．１～２０００ｐｐｍ、好ましくは０．１～１５００ｐｐｍ、特に０．１～１０００ｐｐｍ、
含む。

【００８８】

上記組成物は、本発明による方法によって得ることができる。

【実施例】

【００８９】

２５ｃｍ^{3}の触媒（α－アルミナ上に担持された０．２％のパラジウム）を、直径２５ｍｍにわたる長さ１２００ｍｍのステンレス製管からなる管状反応器（ジャケット付き）に導入した。このように装填した触媒を続いて、以下のように活性化した：反応管を反応炉内に置き、水素流を供給した（触媒１グラムあたり０．０５～０．１ｍｏｌ）。それから、触媒床を２００～２５０℃の温度に、０．２℃／分の温度勾配で加熱した。この活性化期間の後、管を周辺温度まで冷却し、それから、後続の水素化分解テストベンチに設置するために隔離した。反応器には、１ｍｏｌ／ｈのＣＴＦＥ及び１ｍｏｌ／ｈの水素が、無水形態で供給された。反応器に、不活性ガス（この場合は窒素）を供給することも可能である。触媒床の温度は、１００℃～１３０℃の間であった。接触時間（触媒の体積（リットル）の、反応体の合計流量（標準リットル／秒）に対する比率として計算）は、２２秒のオーダーであった。

【００９０】

水素酸（hydracids）をスクラブ除去するため、反応体から生じた気体を、フルオロポリマー製の管からなるカラム（長さ３５５ｍｍ、直径４０ｍｍ）であって、直径４ｍｍ、長さ５ｍｍのフルオロポリマー製のリングが充填されたカラムに導入する。スクラブ塔には、水が１０ｌ／ｈの流量で、連続的に供給される。水素酸が負荷された水は、スクラブ塔の底部で連続的に除去される。反応生成物（このようにして水素酸が取り除かれたもの）を続いて、直列に取り付けられた２つのステンレス鋼製金属管（長さ８００ｍｍ、直径５０ｍｍ、シリポライト（siliporite）３Ａ型のモレキュラーシーブが充填されたもの）からなる乾燥セクションに送る。このように乾燥させた気体を続いて、ステンレス鋼製の金属管（長さ７００ｍｍ、直径４０ｍｍ、ジャケット付き、直径が４．３ｍｍで長さが４．５ｍｍのガラスリングが充填されたもの）からなる吸収塔に送る。吸収塔の上部には、ポンプによりエタノールが供給され、その流量は８リットル／ｈである。吸収塔のジ

ャケットには、－２５℃の熱交換流体が供給される。水素及び不活性物質は、吸収塔の上部で出るのに対し、反応生成物はエタノール中に溶解されて、塔の底部で出て、長さ２５０ｍｍ、直径１８ｍｍのガラスカラム（直径４．３ｍｍ、長さ４．５ｍｍのガラスリングが充填されたもの）と、１リットルの丸底ガラスフラスコ（ここでエタノールが、加熱カバーにより沸点に到達する）とからなる脱着セクションに送られる。反応から生じる有機生成物は蒸発し、塔の上部を介して脱着セクションを出るのに対し、エタノール（有機物質が取り除かれたもの）は、吸収塔の上部に供給するために、ポンプで採取される。

【００９１】

脱着セクションから生じた有機生成物の混合物は続いて、Ｓｕｌｚｅｒ ＥＸ又はＳｕｌｚｅｒ ＤＸの規則充填物を備える蒸留塔に送られる。精留セクションは、１２～１３の理論段に相当し、ストリッピングセクションは、１つの理論段に相当する。蒸留塔に入る流れＡは、３５％～４０％の間のトリフルオロエチレン、４５％～５５％のクロロトリフルオロエチレン、０．０１％～０．０２％のエタン、０．０５％～０．１％の１，１－ジフルオロエチレン、０．０５％～０．１％の１，１，１－トリフルオロエタン、０．００５％～０．０１％の１，１，１，２－テトラフルオロエタンを含む。この蒸留段階は、０．８～１．２ｂａｒａの間の圧力で行う。流れＢは、蒸留塔の上部で回収される。流れＢは、トリフルオロエチレンを９９．５％、１，１－ジフルオロエチレン（ＨＦＯ－１１３２ａ）を０．１％、１，１，１－トリフルオロエタン（ＨＦＣ－１４３ａ）を０．０２％、及びエタンを０．０００２％含み、１，１，１，２－テトラフルオロエタン（ＨＦＣ－１３４ａ）を１ｐｐｍ未満含む。

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/FR2022/051780

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C07C 17/23(2006.01)i; ***C07C 17/383***(2006.01)i; ***C07C 21/18***(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C07C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

EPO-Internal, CHEM ABS Data, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	FR 2987358 A1 (ARKEMA FRANCE [FR]) 30 August 2013 (2013-08-30) cited in the application claims 1,5,6,7; examples 1-2	1-11
X	US 2016002518 A1 (TANIGUCHI TOMOAKI [JP] ET AL) 07 January 2016 (2016-01-07) cited in the application claims 1, 10; examples 1-2; table 8	1-11

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☑ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
20 January 2023	**02 February 2023**
Name and mailing address of the ISA/EP **European Patent Office** **p.b. 5818, Patentlaan 2, 2280 HV Rijswijk** **Netherlands** Telephone No. **(+31-70)340-2040** Facsimile No. **(+31-70)340-3016**	Authorized officer **Lacombe, Céline** Telephone No.

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (January 2015)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/FR2022/051780

Patent document cited in search report	Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
FR 2987358 A1	30 August 2013	CN 104125940 A	29 October 2014
		EP 2819979 A1	07 January 2015
		ES 2690055 T3	19 November 2018
		FR 2987358 A1	30 August 2013
		JP 5952430 B2	13 July 2016
		JP 2015513545 A	14 May 2015
		KR 20140129300 A	06 November 2014
		US 2015094432 A1	02 April 2015
		WO 2013128102 A1	06 September 2013
US 2016002518 A1	07 January 2016	BR 112015025238 A2	18 July 2017
		CN 105164227 A	16 December 2015
		CN 115160988 A	11 October 2022
		EP 2993213 A1	09 March 2016
		JP 6379391 B2	29 August 2018
		JP WO2014178352 A1	23 February 2017
		RU 2015151178 A	05 June 2017
		US 2016002518 A1	07 January 2016
		WO 2014178352 A1	06 November 2014

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (January 2015)

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°
PCT/FR2022/051780

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
INV. C07C17/23 C07C17/383 C07C21/18
ADD.

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
C07C

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal, CHEM ABS Data, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	FR 2 987 358 A1 (ARKEMA FRANCE [FR]) 30 août 2013 (2013-08-30) cité dans la demande revendications 1,5,6,7; exemples 1-2	1-11
X	US 2016/002518 A1 (TANIGUCHI TOMOAKI [JP] ET AL) 7 janvier 2016 (2016-01-07) cité dans la demande revendications 1, 10; exemples 1-2; tableau 8	1-11

☐ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
"X" document particulièrement pertinent;; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
"Y" document particulièrement pertinent;; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale
20 janvier 2023	02/02/2023

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale	Fonctionnaire autorisé
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Lacombe, Céline

Formulaire PCT/ISA/210 (deuxième feuille) (avril 2005)

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°
PCT/FR2022/051780

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR 2987358 A1	30-08-2013	CN 104125940 A	29-10-2014
		EP 2819979 A1	07-01-2015
		ES 2690055 T3	19-11-2018
		FR 2987358 A1	30-08-2013
		JP 5952430 B2	13-07-2016
		JP 2015513545 A	14-05-2015
		KR 20140129300 A	06-11-2014
		US 2015094432 A1	02-04-2015
		WO 2013128102 A1	06-09-2013
US 2016002518 A1	07-01-2016	BR 112015025238 A2	18-07-2017
		CN 105164227 A	16-12-2015
		CN 115160988 A	11-10-2022
		EP 2993213 A1	09-03-2016
		JP 6379391 B2	29-08-2018
		JP WO2014178352 A1	23-02-2017
		RU 2015151178 A	05-06-2017
		US 2016002518 A1	07-01-2016
		WO 2014178352 A1	06-11-2014

Formulaire PCT/ISA/210 (annexe familles de brevets) (avril 2005)

フロントページの続き

(51)国際特許分類			FI			テーマコード（参考）
Ｂ０１Ｊ	*23/44*	*(2006.01)*	Ｂ０１Ｊ	23/44	Ｚ	
Ｃ０７Ｂ	*61/00*	*(2006.01)*	Ｃ０７Ｂ	61/00	３００	

MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AO,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BH,BN,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CL,CN,CO,CR,CU,CV,CZ,DE,DJ,DK,DM,DO,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,GT,HN,HR,HU,ID,IL,IN,IQ,IR,IS,IT,JM,JO,JP,KE,KG,KH,KN,KP,KR,KW,KZ,LA,LC,LK,LR,LS,LU,LY,MA,MD,ME,MG,MK,MN,MW,MX,MY,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SA,SC,SD,SE,SG,SK,SL,ST,SV,SY,TH,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,WS,ZA,ZM,ZW

アールエー

(72)発明者　ラビー， セドリック
フランス国 ６９４９１ ピエール－ベニット セデックス， リュ アンリ モワサン， アルケマ フランス － シーアールアールエー
(72)発明者　ヒスラー， ケビン
フランス国 ６９４９１ ピエール－ベニット セデックス， リュ アンリ モワサン， アルケマ フランス － シーアールアールエー

Ｆターム（参考）　4G169　AA03 BA01A BA01B BC65A BC69A BC72B CB02 CB25 CB61 DA06
4H006　AA01 AA02 AC11 AD11 BA25 BA55 BC11 BE20 EA02 EA03
4H039　CA99 CB10 CD20 CF10