

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200780024214.0

[51] Int. Cl.

C07C 17/38 (2006.01)
C07C 17/383 (2006.01)
C07C 17/389 (2006.01)
C07C 21/18 (2006.01)
C23C 16/44 (2006.01)
H01L 21/205 (2006.01)

[43] 公开日 2009 年 7 月 8 日

[11] 公开号 CN 101479220A

[51] Int. Cl. (续)

H01L 21/3065 (2006.01)

[22] 申请日 2007.6.28

[21] 申请号 200780024214.0

[30] 优先权

[32] 2006.6.30 [33] JP [31] 181477/2006

[86] 国际申请 PCT/JP2007/062995 2007.6.28

[87] 国际公布 WO2008/001844 日 2008.1.3

[85] 进入国家阶段日期 2008.12.26

[71] 申请人 昭和电工株式会社

地址 日本东京都

[72] 发明人 大野博基 大井敏夫

[74] 专利代理机构 北京市中咨律师事务所

代理人 段承恩 田 欣

权利要求书 2 页 说明书 9 页

[54] 发明名称

高纯度六氟丙烯的制造方法及清洗气

[57] 摘要

本发明的目的是提供高纯度六氟丙烯的有利的工业制造方法，并提供该高纯度六氟丙烯的用途，具体地说，是提供用于除去半导体制造装置内或液晶制造装置内的沉积物的清洗气。本发明的高纯度六氟丙烯的制造方法是将经由氯二氟甲烷热分解而制造的粗六氟丙烯进行纯化，从而制造高纯度六氟丙烯的方法，包括下述工序(1)和工序(2)，工序(1)：使所述粗六氟丙烯与含有平均细孔径为 3.4 Å ~ 11 Å 的沸石和/或平均细孔径为 3.5 Å ~ 11 Å 的碳质吸附剂的吸附剂接触，从而降低粗六氟丙烯中的含氯化物和/或烃类的含量；工序(2)：通过蒸馏来降低工序(1)所得的六氟丙烯中的低沸点成分的含量。

1. 一种高纯度六氟丙烯的制造方法，是将经由氯二氟甲烷热分解而制造出的粗六氟丙烯进行纯化，从而制造高纯度六氟丙烯的方法，包括下述工序(1)和工序(2)，

工序(1): 使所述粗六氟丙烯与含有平均细孔径为 $3.4\text{\AA} \sim 11\text{\AA}$ 的沸石和/或平均细孔径为 $3.5\text{\AA} \sim 11\text{\AA}$ 的碳质吸附剂的吸附剂接触，从而降低粗六氟丙烯中的含氯化合物和/或烃类的含量；

工序(2): 通过蒸馏来降低工序(1)所得的六氟丙烯中的低沸点成分的含量。

2. 根据权利要求1所述的高纯度六氟丙烯的制造方法，所述含氯化合物是通式 $C_vH_xCl_yF_z$ 所示的至少1种化合物，上述通式中， v 是1~4的整数， x 是0~2的整数， y 是1~3的整数， z 是1~6的整数， $2v \leq x+y+z \leq 2v+2$ 。

3. 根据权利要求1所述的高纯度六氟丙烯的制造方法，所述含氯化合物是选自二氯二氟甲烷、二氯一氟甲烷、氯二氟甲烷、氯氟乙烯、氯三氟乙烯、氯四氟乙烷、氯五氟乙烷和氯六氟丙烷中的至少1种。

4. 根据权利要求1所述的高纯度六氟丙烯的制造方法，所述烃类是选自丙烯、环丙烷和丙烷中的至少1种。

5. 根据权利要求1所述的高纯度六氟丙烯的制造方法，所述沸石是二氧化硅/铝的比为2.0以下的沸石。

6. 根据权利要求1所述的高纯度六氟丙烯的制造方法，所述的低沸点成分是选自氮气、氧气、一氧化碳和二氧化碳中的至少一种。

7. 根据权利要求1所述的高纯度六氟丙烯的制造方法，将经由氯二氟甲烷热分解而制造出的粗六氟丙烯进行蒸馏，从而降低粗六氟丙烯中的高沸点成分含量，然后供给至所述工序(1)。

8. 根据权利要求1所述的高纯度六氟丙烯的制造方法，所述工序(2)所得的高纯度六氟丙烯中的含氯化合物含量以体积计为20 ppm以下。

9. 根据权利要求 1 所述的高纯度六氟丙烯的制造方法, 所述工序(2)所得的高纯度六氟丙烯中的烃类含量以体积计为 30ppm 以下。

10. 根据权利要求 1 所述的高纯度六氟丙烯的制造方法, 所述工序(2)所得的高纯度六氟丙烯中的低沸点成分的含量以体积计为 20ppm 以下。

11. 根据权利要求 1 所述的高纯度六氟丙烯的制造方法, 所述工序(2)所得的高纯度六氟丙烯的纯度为 99.99 体积%以上。

12. 根据权利要求 1 所述的高纯度六氟丙烯的制造方法, 所述高纯度六氟丙烯是作为用于除去半导体制造装置内或液晶制造装置内的沉积物的清洗气而使用的。

13. 一种用于除去半导体或液晶制造装置内的沉积物的清洗气, 是含氯化物含量以体积计为 20ppm 以下、烃类含量以体积计为 30ppm 以下、以及低沸点成分含量以体积计为 20ppm 以下、且纯度为 99.99 体积%以上的高纯度六氟丙烯。

14. 根据权利要求 13 所述的清洗气, 所述高纯度六氟丙烯是使用权利要求 1~12 的任一项的方法所制造的高纯度六氟丙烯。

15. 一种清洗方法, 使用权利要求 13 所述的清洗气, 在 50~500℃范围的温度、0.05~1MPa 范围的压力下, 除去半导体制造装置内或液晶制造装置内的沉积物。

高纯度六氟丙烯的制造方法及清洗气

技术领域

本发明涉及高纯度六氟丙烯的制造方法。特别是，涉及可以理想地用于除去半导体制造装置内或液晶制造装置内的沉积物的六氟丙烯的制造方法以及高纯度六氟丙烯的用途。

背景技术

六氟丙烯(以下有时称为“ $\text{CF}_3\text{CF}=\text{CF}_2$ ”或“FC-1216”)在例如半导体器件制造工序中的清洗气、八氟丙烷(C_3F_8)的制造用原料等中使用。作为其制造方法，人们知道例如下述方法：

(1)在下述式所示的经由氯二氟甲烷(CHClF_2)热分解而制造四氟乙烯($\text{CF}_2=\text{CF}_2$)的工序中作为副产物而得到的方法，



(2)通过将聚四氟乙烯热分解，或将四氟乙烯在减压、高温下在铂上通过等而得到的方法，

(3)将丙烷、丙烯或部分卤代的C3非环式烃类进行氯氟化并脱卤化的方法(特开平4-145033号公报)，

等等，但多数情况下，六氟丙烯中含有氯氟烃(CFC)类、氢氯氟烃(HCFC)类、烃(HC)类等饱和化合物、不饱和化合物等各种杂质。这些杂质难以通过蒸馏操作与六氟丙烯分离。

所以，为了得到纯度较高的六氟丙烯，必须尽量除去这些杂质。特别是，对于作为含氯化合物的氯氟烃类、氢氯氟烃类，除了将六氟丙烯高纯度化的目的之外，从防止臭氧层被破坏等观点、防止半导体制造装置内或液晶制造装置内污染(蚀刻室内被含氯化合物污染)等观点出发，必须将通

常的蒸馏难以分离的化合物也除去。

但是,在所述杂质之中,也有由于与六氟丙烯形成共沸混合物或共沸状混合物,故而与六氟丙烯分离非常困难的化合物。例如,氯氟乙烯($\text{CH}_2=\text{CClF}$)、氯三氟乙烯($\text{CF}_2=\text{CClF}$)、二氯二氟甲烷(CCl_2F_2)等,因为它们与六氟丙烯沸点接近,而形成共沸混合物或共沸状混合物,所以是分离纯化非常困难的化合物。

作为冷却介质的重要化合物即 1,1,1,2-四氟乙烷($\text{CF}_3\text{CH}_2\text{F}$)、五氟乙烷(CF_3CHF_2)等,作为其纯化杂质的方法,人们知道例如下述方法:利用提取蒸馏进行纯化的方法;在催化剂存在下通过使用氢气的脱卤氢化反应等除去杂质的方法。

另外,为了将作为清洗气使用的三氟化氮(NF_3)、六氟乙烷(CF_3CF_3)等饱和化合物高纯度化,也为了减少该含氯化合物(纯化),人们提出并实施了各种方法,从而实现高纯度化。

另一方面,作为使用六氟丙烯作为清洗气的方法,人们知道例如,

(1)等离子体 CVD 反应室清扫方法和等离子体蚀刻方法(特开平 9-296271 号公报),

(2)蚀刻气和清洗气(特开平 10-27781 号公报),

(3)处理室内的清洗方法和基板处理装置(特开 2005-26409 号公报),

等等,但是关于六氟丙烯中的杂质、特别是关于作为污染源的含氯化合物的纯化方法、高纯度化,尚留有课题和问题。

专利文献 1: 特开平 4-145033 号公报

专利文献 2: 特开平 9-296271 号公报

专利文献 3: 特开平 10-27781 号公报

专利文献 4: 特开 2005-26409 号公报

发明内容

本发明要解决上述现有技术存在的问题,其目的是提供高纯度六氟丙烯的有利的工业制造方法,并提供该高纯度六氟丙烯的用途,具体地说,

其目的是提供用于除去半导体制造装置内或液晶制造装置内的沉积物的清洗气。

本发明者们为了解决上述问题而进行了深入研究，结果发现，通过下述工序的组合可以得到高纯度的六氟丙烯，从而完成本发明，所述工序是使所述含有含氯化合物和/或烃类的粗六氟丙烯与含有平均细孔径为 $3.4\text{\AA} \sim 11\text{\AA}$ 的沸石和/或平均细孔径为 $3.5\text{\AA} \sim 11\text{\AA}$ 的碳质吸附剂的吸附剂接触，从而降低含氯化合物和/或烃类的含量的工序，和蒸馏纯化工序。

即，本发明由以下[1]~[15]构成。

[1] 一种高纯度六氟丙烯的制造方法，是将经由氯二氟甲烷热分解而制造的粗六氟丙烯进行纯化，从而制造高纯度六氟丙烯的方法，包括下述工序(1)和工序(2)，

工序(1)：使所述粗六氟丙烯与含有平均细孔径为 $3.4\text{\AA} \sim 11\text{\AA}$ 的沸石和/或平均细孔径为 $3.5\text{\AA} \sim 11\text{\AA}$ 的碳质吸附剂的吸附剂接触，从而降低粗六氟丙烯中的含氯化合物和/或烃类的含量；

工序(2)：通过蒸馏来降低工序(1)所得的六氟丙烯中的低沸点成分的含量。

[2] 根据上述[1]所述的高纯度六氟丙烯的制造方法，所述含氯化合物是通式 $\text{C}_v\text{H}_x\text{Cl}_y\text{F}_z$ 所示的至少1种化合物，上述通式中， v 是1~4的整数， x 是0~2的整数， y 是1~3的整数， z 是1~6的整数， $2v \leq x+y+z \leq 2v+2$ 。

[3] 根据上述[1]所述的高纯度六氟丙烯的制造方法，所述含氯化合物是选自二氯二氟甲烷、二氯一氟甲烷、氯二氟甲烷、氯氟乙烯、氯三氟乙烯、氯四氟乙烷、氯五氟乙烷和氯六氟丙烷中的至少1种。

[4] 根据上述[1]所述的高纯度六氟丙烯的制造方法，所述烃类是选自丙烯、环丙烷和丙烷中的至少1种。

[5] 根据上述[1]所述的高纯度六氟丙烯的制造方法，所述沸石是二氧化硅/铝的比为2.0以下的沸石。

[6] 根据上述[1]所述的高纯度六氟丙烯的制造方法，所述的低沸点成分是选自氮气、氧气、一氧化碳和二氧化碳中的至少一种。

[7] 根据上述[1]所述的高纯度六氟丙烯的制造方法, 将经由氯二氟甲烷热分解而制造的粗六氟丙烯进行蒸馏, 从而降低粗六氟丙烯中的高沸点成分含量, 然后供给所述工序(1)。

[8] 根据上述[1]所述的高纯度六氟丙烯的制造方法, 所述工序(2)所得的高纯度六氟丙烯中的含氯化合物含量以体积计为 20 ppm 以下。

[9] 根据上述[1]所述的高纯度六氟丙烯的制造方法, 所述工序(2)所得的高纯度六氟丙烯中的烃类含量以体积计为 30ppm 以下。

[10] 根据上述[1]所述的高纯度六氟丙烯的制造方法, 所述工序(2)所得的高纯度六氟丙烯中的低沸点成分的含量以体积计为 20ppm 以下。

[11] 根据上述[1]所述的高纯度六氟丙烯的制造方法, 所述工序(2)所得的高纯度六氟丙烯的纯度为 99.99 体积 % 以上。

[12] 根据上述[1]所述的高纯度六氟丙烯的制造方法, 所述高纯度六氟丙烯是作为用于除去半导体制造装置内或液晶制造装置内的沉积物的清洗气而使用的。

[13] 一种用于除去半导体或液晶制造装置内的沉积物的清洗气, 是含氯化合物含量以体积计为 20ppm 以下、烃类含量以体积计为 30ppm 以下、以及低沸点成分含量以体积计为 20ppm 以下、且纯度为 99.99 体积 % 以上的高纯度六氟丙烯。

[14] 根据上述[13]所述的清洗气, 所述高纯度六氟丙烯是使用上述[1] ~ [12]的任一项的方法所制造的高纯度六氟丙烯。

[15] 一种清洗方法, 使用上述[13]所述的清洗气, 在 50 ~ 500℃ 范围的温度、0.05 ~ 1MPa 范围的压力下, 除去半导体制造装置内或液晶制造装置内的沉积物。

通过本发明, 可以用简便的方法、有效地制造高纯度的六氟丙烯, 并可以理想地使用得到的高纯度六氟丙烯作为用于除去半导体制造装置内或液晶制造装置内的沉积物的等离子体清洗气。

具体实施方式

以下,对本发明的优选方式进行详细说明。

本发明的高纯度六氟丙烯的制造方法是通过纯化粗六氟丙烯来制造高纯度六氟丙烯的方法。具体地说,包括下述工序(1)和工序(2): (1)使上述粗六氟丙烯与含有平均细孔径为 $3.4\text{\AA} \sim 11\text{\AA}$ 的沸石和/或平均细孔径为 $3.5\text{\AA} \sim 11\text{\AA}$ 的碳质吸附剂的吸附剂接触,从而降低粗六氟丙烯中的含氯化合物和/或烃类的含量的工序; (2)通过蒸馏降低上述工序(1)所得的六氟丙烯中的低沸点成分含量的工序。

本发明所使用的粗六氟丙烯是在经由氯二氟甲烷热分解而制造四氟乙烯时作为副产物而制造的,含有氯氟烃(CFC)类等含氯化合物、氢氟烃(HFC)类、烃(HC)类等的饱和化合物、不饱和化合物等各种杂质。

作为上述含氯化合物,可列举通式 $C_vH_xCl_yF_z$ (式中, v 是 $1 \sim 4$ 的整数, x 是 $0 \sim 2$ 的整数, y 是 $1 \sim 3$ 的整数, z 是 $1 \sim 6$ 的整数, $2v \leq x+y+z \leq 2v+2$) 所示化合物,粗六氟丙烯中含有 1 种或 2 种以上这些化合物。作为上述通式所示化合物的具体例,可列举,二氯二氟甲烷(CCl_2F_2)、二氯一氟甲烷($CHCl_2F$)、氯二氟甲烷($CHClF_2$)、氯氟乙烯($CH_2=CClF$)、氯三氟乙烯($CF_2=CClF$)、氯四氟乙烷(CF_3CHClF)、氯五氟乙烷(CF_3CClF_2)和氯六氟丙烷($CF_3CHFCClF_2$)等。粗六氟丙烯中上述含氯化合物的含量优选为 0.05 体积%以下。

作为上述氢氟烃类,可列举,二氟乙烯($CHF=CHF$)、四氟乙烷(CF_3CH_2F)、三氟丙烯($CF_3CH=CH_2$)、氟丙烯($CH_3CF=CH_2$)等。粗六氟丙烯中上述氢氟烃类的含量优选为 0.05 体积%以下。

作为上述烃类,可列举,丙烯($CH_2=CHCH_3$)、环丙烷(C_3H_6)、丙烷($CH_3CH_2CH_3$)等。粗六氟丙烯中上述烃类的含量优选为 0.05 体积%以下。

本发明所使用的吸附剂是(1)平均细孔径为 $3.4\text{\AA} \sim 11\text{\AA}$ 的沸石、(2)平均细孔径为 $3.5\text{\AA} \sim 11\text{\AA}$ 的碳质吸附剂、或(3)上述沸石与上述碳质吸附剂的混合物。平均细孔径为上述范围的沸石降低粗六氟丙烯中的杂质含量的效果优异。另外,平均细孔径为上述范围的碳质吸附剂降低粗六氟丙烯中的杂质含量的效果优异。进而,从更进一步提高杂质含量的降低效果的观点出

发,更优选二氧化硅/铝的比为2.0以下的沸石。

即,本发明的高纯度六氟丙烯的制造方法所使用的沸石优选是具有 $3.4\sim 11\text{\AA}$ 、更优选为 $3.4\sim 10\text{\AA}$ 的平均细孔径的沸石。如果是平均细孔径大于 $11\text{\AA}$ 的沸石,则有时六氟丙烯的吸附量增多,如果是平均细孔径小于 $3.4\text{\AA}$ 的沸石,则有时吸附含氯化合物、烃类的能力减小。

另外,优选沸石的Si(二氧化硅)/Al(铝)的比为2.0以下,在Si/Al之比大于2的情况下,有时不能选择性地吸附含氯化合物、烃类。作为沸石,优选选自分子筛4A(MS-4A,ユニオン昭和株式会社制造)、分子筛5A(MS-5A,ユニオン昭和株式会社制造)、分子筛10X(MS-10A,ユニオン昭和株式会社制造)和分子筛13X(MS-13X,ユニオン昭和株式会社制造)的至少一种沸石。

另一方面,作为碳质吸附剂,已知有活性炭、碳分子筛。活性炭是以椰子壳、煤、木材等为原料,在高温碳化之后进行使原料生成细孔的称作赋活的特殊处理从而活化的碳,其作为优异的吸附剂具有广泛的用途,但在本发明的制造方法中,优选使用作为细孔径被高度控制的分子筛活性炭的碳分子筛。

碳质吸附剂优选是具有 $3.5\sim 11\text{\AA}$ 的平均细孔径的吸附剂,如果是平均细孔径大于 $11\text{\AA}$ 的碳质吸附剂,则有时六氟丙烯的吸附量增多,如果是平均细孔径小于 $3.5\text{\AA}$ 的碳质吸附剂,则有时吸附含氯化合物、烃类的能力减小。作为碳质吸附剂,优选碳分子筛4A(例如武田药品工业株式会社制造)或碳分子筛5A(例如武田药品工业株式会社制造),它们也可以并用。

另外,在含有上述沸石与碳质吸附剂的上述吸附剂中,对沸石与碳质吸附剂的混合比不特别限制,可以根据粗六氟丙烯中杂质的种类、含量适当设定。

如上所述,在本发明中,通过使上述吸附剂与粗六氟丙烯接触,来降低含氯化合物和/或烃类的含量。对吸附剂与粗六氟丙烯接触时粗六氟丙烯的状态不特别限制,例如可以是使粗六氟丙烯以气体状态接触的方法、以气液混合状态接触的方法、或以液体状态接触的方法中的任一方法,但以

液体状态接触的方法效率良好，故而优选。

对吸附剂与粗六氟丙烯的接触方法，不特别限制，但可以使用例如，分批式、连续式等公知的方法。工业上一般是例如，设置2座固定床式吸附塔，如果一个达到吸附饱和则将其更换并再生的方法。另外，对接触处理的条件不特别限制，但处理温度优选低温，例如，优选 $-50 \sim 50^{\circ}\text{C}$ 的温度范围，更优选 $-20 \sim 30^{\circ}\text{C}$ 的温度范围。另外，在使粗六氟丙烯以液体状态接触的情况下，处理压力只要是能够保持液体状态的压力即可，不特别限制，另外，对以气体状态接触的情况也不特别限制，但优选为 $0.05\text{MPa} \sim 1\text{MPa}$ 的范围。

所述粗六氟丙烯也可以在与所述吸附剂接触之前，预先导入蒸馏塔而除去低沸点成分(低沸点馏分)、高沸点成分(高沸点馏分)，但这种情况下，有可能混入来自吸附剂的低沸点成分，必须再次除去低沸点成分。所以，在本发明所涉及的制造方法中，在(1)使所述粗六氟丙烯与所述吸附剂接触之后，实施(2)将该工序(1)所得的六氟丙烯进行蒸馏而降低低沸点成分的含量。另外，优选在上述接触工序(1)之前预先降低粗六氟丙烯中的高沸点成分，在本发明中优选具有工序，即：在上述接触工序(1)之前对粗六氟丙烯进行蒸馏、从而降低粗六氟丙烯中的高沸点成分的含量。

作为上述低沸点成分，可列举氮气、氧气、一氧化碳、二氧化碳和它们中2种以上的混合物。

如此，在使粗六氟丙烯与上述吸附剂接触之后，通过蒸馏可以降低含氯化合物、烃类、低沸点成分的含量，从而可以得到纯度为99.99体积%以上的高纯度六氟丙烯。该高纯度六氟丙烯中含氯化合物的含量以体积计优选为20ppm以下，更优选以体积计为10ppm以下，烃类的含量优选以体积计为30ppm以下，以体积计更优选为20ppm以下，低沸点成分的含量优选以体积计为20ppm以下，更优选以体积计为10ppm以下。

这样的高纯度六氟丙烯可以作为用于除去半导体制造装置内或液晶制造装置内的沉积物的清洗气使用。这时，既可以单独使用高纯度六氟丙烯，也可以根据清洗条件，添加选自He、Ar、 N_2 、Ne、Kr、含氧化合物中的

至少 1 种稀释气。作为上述含氧化合物，可列举 O_2 、 CO 、 CO_2 、 NO 、 N_2O 、 OF_2 、 COF_2 等。这些稀释气体的添加量优选为 40 体积 % 以下。

在使用上述清洗气来清洗半导体制造装置的情况下，既可以在等离子体条件下清洗，也可以在没有等离子体条件下清洗。在等离子体条件下清洗的情况下，激发源只要能从上述清洗气激发出等离子体即可，不特别限制，但如果使用微波激发源则清洗效率良好，故而优选。另外，使用本发明的清洗气的温度范围、压力范围只要是可生成等离子体的范围即可，不特别限制，但优选 $50 \sim 500^\circ\text{C}$ 范围的温度，优选 $0.05 \sim 1\text{MPa}$ 范围的压力。另一方面，在没有等离子体条件下清洗的情况中，将清洗气导入箱室内，优选将箱室内的压力设定为 $0.05 \sim 1\text{MPa}$ 的范围，通过将箱室内和清洗气的至少一部分、或者任一方加热到 $150 \sim 500^\circ\text{C}$ 的范围而活化清洗气，从而可以通过从箱室和其它积累了沉积物的区域将沉积物蚀刻而除去，来清洗半导体制造装置。

实施例

以下，通过实施例说明本发明，但本发明不受这些实施例任何限制。

制备例 1

在经由热分解(热分解温度 600°C)从氯二氟甲烷(CHClF_2)制造四氟乙烯时，将生成物进行 2 次蒸馏并回收四氟乙烯，然后得到粗六氟丙烯。用气相色谱[(株)岛津制作所制造“GC-14A”，柱：(株)岛津制作所制造 Porapak-Q(6m)，测定温度： $80 \sim 200^\circ\text{C}$]分析该粗六氟丙烯，将结果示于表 1。

实施例 1

将 80g 分子筛 13X(ユニオン昭和株式会社制造：平均细孔径 $10\text{\AA}$ ，二氧化硅/铝的比=0.81)与 70g 碳质吸附剂(碳分子筛 5A，武田药品工业株式会社制造：平均细孔径 $5\text{\AA}$)混合并填充到容积 1000ml 的不锈钢制圆筒中，进行真空干燥。接着，一边对圆筒进行冷却，一边向其中填充约 550g 上述制备例 1 所得的粗六氟丙烯，在室温下时常搅拌，填充约 12 小时后回收液相部分[工序(1)]。用气相色谱[(株)岛津制作所制造“GC-14A”，柱：(株)

岛津制作所制造 Porapak-Q(6m), 测定温度: 80 ~ 200℃]分析该液相部分。将结果示于表 1。

接着, 将上述工序(1)所得的液相部分导入蒸馏塔, 从蒸馏塔的塔顶部取出低沸点成分(低沸点馏分), 从蒸馏塔的底部回收液相部分[工序(2)]。用气相色谱[(株)岛津制作所制造“GC-14A”, 柱: (株)岛津制作所制造 Porapak-Q(6m), 测定温度: 80 ~ 200℃]分析该液相部分。将结果示于表 1。

参考例 1

将 30g 分子筛 13X(ユニオン昭和株式会社制造: 平均细孔径 10Å、二氧化硅/铝的比=0.81)填充到容积 200ml 的不锈钢制圆筒中, 进行真空干燥。接着, 一边将圆筒冷却, 一边向其中填充约 70g 上述制备例 1 所得的粗六氟丙烯, 在室温下时常搅拌, 填充约 12 小时后回收液相部分。用气相色谱[(株)岛津制作所制造“GC-14A”, 柱: (株)岛津制作所制造 Porapak-Q(6m), 测定温度: 80 ~ 200℃]分析该液相部分。将结果示于表 1。

参考例 2

将 20g 碳质吸附剂(碳分子筛 5A, 武田药品工业株式会社制造: 平均细孔径 5Å)填充到容积 200ml 的不锈钢制圆筒中, 进行真空干燥。接着, 一边对圆筒进行冷却, 一边向其中填充约 60g 上述制备例 1 所得的粗六氟丙烯, 在室温下时常搅拌, 填充约 12 小时后回收液相部分。用气相色谱[(株)岛津制作所制造“GC-14A”, 柱: (株)岛津制作所制造 Porapak-Q(6m), 测定温度: 80 ~ 200℃]分析该液相部分。将结果示于表 1。

[表 1]

	制备例 1	实施例 1		参考例 1	参考例 2
		工序(1)	工序(2)		
CF ₃ CF=CF ₂	99.9870	99.9964	99.9982	99.9949	99.9952
CClF=CF ₂	0.0019	0.0001	0.0001	0.0007	0.0001
CCl ₂ F ₂	0.0018	0.0001	0.0001	0.0009	0.0001
C ₃ H ₆	0.0086	0.0014	0.0013	0.0015	0.0027
CHClF ₂	0.0004	0.0001	0.0001	0.0002	0.0002
低沸点成分	0.0003	0.0019	0.0002	0.0018	0.0017

(单位: 体积%)