

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第7252709号

(P7252709)

(45)発行日 令和5年4月5日(2023.4.5)

(24)登録日 令和5年3月28日(2023.3.28)

(51)国際特許分類

F I

C 0 7 C	19/01	(2006.01)	C 0 7 C	19/01
C 0 7 C	17/20	(2006.01)	C 0 7 C	17/20
C 0 7 C	17/25	(2006.01)	C 0 7 C	17/25
C 0 7 C	21/04	(2006.01)	C 0 7 C	21/04
C 0 7 C	21/18	(2006.01)	C 0 7 C	21/18

請求項の数 8 (全36頁) 最終頁に続く

(21)出願番号	特願2017-520367(P2017-520367)
(86)(22)出願日	平成27年10月7日(2015.10.7)
(65)公表番号	特表2017-531009(P2017-531009 A)
(43)公表日	平成29年10月19日(2017.10.19)
(86)国際出願番号	PCT/FR2015/052694
(87)国際公開番号	WO2016/059323
(87)国際公開日	平成28年4月21日(2016.4.21)
審査請求日	平成30年8月3日(2018.8.3)
審判番号	不服2021-1191(P2021-1191/J1)
審判請求日	令和3年1月28日(2021.1.28)
(31)優先権主張番号	1459928
(32)優先日	平成26年10月16日(2014.10.16)
(33)優先権主張国・地域又は機関	フランス(FR)

(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
(74)代理人	110001173 弁理士法人川口国際特許事務所
(72)発明者	ピガモ、アンヌ フランス国、6 9 3 4 0・フランシェビ ル、リュ・ドゥ・ラ・シャベル・ドゥ・ ベル・エール・9
(72)発明者	ドゥル・ベルト、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
(72)発明者	ベンドリンガー、ローラン

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 1, 1, 1, 3, 3 - ペンタクロロプロパンを含有する組成物

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】

1, 1, 1, 3, 3 - ペンタクロロプロパンを少なくとも 99 重量% 含み、トリクロロプロペンおよびテトラクロロプロパンからなる群から選択される少なくとも 1 つの化合物を含む組成物であって、組成物中のこれらの化合物の各々の重量含有量が 500 ppm 以下である組成物。

【請求項 2】

前記化合物の各々は 250 ppm 以下の重量含有量で組成物中に存在する請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 3】

少なくとも 99.5 重量% の 1, 1, 1, 3, 3 - ペンタクロロプロパンを含む請求項 1 または 2 に記載の組成物。

【請求項 4】

組成物中の前記群の化合物の総重量含有量は 500 ppm 以下である請求項 1 から 3 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 5】

1, 1, 3 - トリクロロプロペン、3, 3, 3 - トリクロロプロペン、1, 1, 1, 3 - テトラクロロプロパン、1, 1, 2, 3 - テトラクロロプロパンおよび 1, 1, 1, 2 - テトラクロロプロパンからなる群から選択される少なくとも 1 つの化合物を含み、組成物中のこれらの化合物の各々の重量含有量は 500 ppm 以下であり、場合により組成物

中のこの群の化合物の総重量含有量は 5 0 0 p p m 以下である請求項 1 から 4 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 6】

1, 3, 3, 3 - テトラフルオロプロペンを製造する方法であって、

- 請求項 1 から 5 のいずれか一項に記載の組成物の提供；
- この組成物とフッ化水素酸との反応

を含む該方法。

【請求項 7】

触媒フッ素化の単一工程を含む請求項 6 に記載の方法。

【請求項 8】

触媒フッ素化の 2 つの連続工程、即ち：

- トランス形態の 1 - クロロ - 3, 3, 3 - トリフルオロプロペンを製造するために、気相中での前記組成物とフッ化水素酸との反応；
 - 場合により前記トランス形態の 1 - クロロ - 3, 3, 3 - トリフルオロプロペンの精製；次いで
 - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロプロペンを製造するために、気相中での前記トランス形態の 1 - クロロ - 3, 3, 3 - トリフルオロプロペンとフッ化水素酸との反応
- を含む、請求項 6 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

発明の分野

本発明は、F - 2 4 0 f a (1, 1, 1, 3, 3 - ペンタクロロプロパン) に基づく組成物、および特に F - 1 2 3 3 z d E (トランス - 1 - クロロ - 3, 3, 3 - トリフルオロプロペン) および / または F - 1 2 3 4 z e E (トランス - 1, 3, 3, 3 - テトラフルオロプロペン) を製造するためのその使用に関する。

【背景技術】

【0002】

技術背景

フルオロオレフィン F - 1 2 3 3 z d E および F - 1 2 3 4 z e E は、新しい環境規制を考慮すると、冷却システムおよび空調システムにとって主に関心のある化合物である。

【0003】

F - 1 2 3 3 z d E のようなハイドロフルオロオレフィンの製造および / または特にハイドロクロロオレフィンまたはクロロハイドロカーボンのフッ素化によるハイドロフルオロオレフィンの製造は既知の実務である。このフッ素化は、一般にフッ素化剤としてフッ化水素酸を用いる触媒フッ素化である。

【0004】

F - 1 2 3 3 z d E を得るための経路の中で、F - 2 4 0 f a (1, 1, 1, 3, 3 - ペンタクロロプロパン) を出発化合物として使用することが特に既知の実務である。この点に関して、例えば、US 8 7 0 4 0 1 7 号が参照され、これは触媒の不存在下における液相でのフッ素化方法を記載する。

【0005】

別の考えられる方法は、触媒および、例えば、触媒の安定性を維持するために酸化剤、例えば、塩素の存在下での気相フッ素化である。

【0006】

さらに、化合物 F - 1 2 3 3 z d E を F - 1 2 3 4 z e E の逐次製造に使用することが知られている。この点に関して、例えば、US 5 8 9 5 8 2 5 号が参照される。

【0007】

不純物の含有量が少ない F - 1 2 3 3 z d E を製造することができることが望ましい。特に、特定の毒性のあるおよび / または可燃性の不純物および / または重合し易い不純物

10

20

30

40

50

および／または F - 1 2 3 3 z d E から分離することが困難である不純物の形成を最小限に抑えるべきである。

【 0 0 0 8 】

また、不純物の含有量が少ない F - 1 2 3 4 z e E を製造することができることも望ましい。特に、特定の毒性のある不純物および／または重合し易い不純物および／または F - 1 2 3 4 z e E から分離することが困難である不純物の形成を最小限に抑えるべきである。

【 0 0 0 9 】

従って、満足のいく純度の F - 1 2 3 3 z d E および F - 1 2 3 4 z e E 組成物を得るための手段を提供する必要がある。

【先行技術文献】

【特許文献】

【 0 0 1 0 】

【文献】米国特許第 8 7 0 4 0 1 7 号明細書

米国特許第 5 8 9 5 8 2 5 号明細書

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【 0 0 1 1 】

本発明は、1, 1, 1, 3, 3 - ペンタクロロプロパンを少なくとも 99 重量% 含み、ジクロロプロパン、トリクロロプロパン、テトラクロロプロパン、1, 1, 1, 3, 3 - ペンタクロロプロパン以外のペンタクロロプロパン、ヘキサクロロプロパン、ヘプタクロロプロパン、クロロプロペン、ジクロロプロペン、トリクロロプロペン、テトラクロロプロペン、ペンタクロロプロペンおよびヘキサクロロプロペンからなる追加の化合物のリストから選択される少なくとも 1 つの化合物を含み、該化合物が 500 ppm 以下の重量含有量で組成物中に存在する該組成物に関する。

【 0 0 1 2 】

一実施形態によれば、前記化合物は 250 ppm 以下、好ましくは 150 ppm 以下、より具体的には 100 ppm 以下、より具体的には 50 ppm 以下、理想的には 10 ppm 以下の重量含有量で組成物中に存在する。

【 0 0 1 3 】

一実施形態によれば、組成物は追加の化合物の前記リストから選択される複数の化合物を含み、前記複数の化合物の化合物の各々は 500 ppm 以下、好ましくは 250 ppm 以下、好ましくは 150 ppm 以下、より具体的には 100 ppm 以下、より具体的には 50 ppm 以下、理想的には 10 ppm 以下の重量含有量で組成物中に存在する。

【 0 0 1 4 】

一実施形態によれば、組成物は追加の化合物の前記リストから選択される複数の化合物を含み、前記リストの全ての化合物の総重量含有量は 1000 ppm 以下、好ましくは 500 ppm 以下、好ましくは 250 ppm 以下、好ましくは 150 ppm 以下、より具体的には 100 ppm 以下、より具体的には 50 ppm 以下、理想的には 10 ppm 以下である。

【 0 0 1 5 】

一実施形態によれば、組成物は、少なくとも 99.5 重量%、好ましくは少なくとも 99.8 重量%、より特に好ましくは少なくとも 99.9 重量%の 1, 1, 1, 3, 3 - ペンタクロロプロパンを含む。

【 0 0 1 6 】

一実施形態によれば、組成物は、ヘキサクロロプロペンおよびヘプタクロロプロパンからなる群から選択される少なくとも 1 つの化合物を含み、組成物中のこれらの化合物の各々の重量含有量は 500 ppm 以下、好ましくは 200 ppm 以下、より具体的には 100 ppm 以下、理想的には 50 ppm 以下であり、場合により組成物中のこの群の化合物の総重量含有量は 500 ppm 以下、好ましくは 200 ppm 以下、より具体的には 100

10

20

30

40

50

0 p p m以下、理想的には5 0 p p m以下である。

【0 0 1 7】

一実施形態によれば、組成物は、ペンタクロロプロペンおよびヘキサクロロプロパンからなる群から選択される少なくとも1つの化合物を含み、組成物中のこれらの化合物の各々の重量含有量は5 0 0 p p m以下、好ましくは2 0 0 p p m以下、より具体的には1 0 0 p p m以下、理想的には5 0 p p m以下であり、場合により組成物中のこの群の化合物の総重量含有量は5 0 0 p p m以下、好ましくは2 0 0 p p m以下、より具体的には1 0 0 p p m以下、理想的には5 0 p p m以下である。

【0 0 1 8】

一実施形態によれば、組成物は、テトラクロロプロペンおよび、1, 1, 1, 3, 3 - ペンタクロロプロパン以外のペンタクロロプロパンからなる群から選択される少なくとも1つの化合物を含み、組成物中のこれらの化合物の各々の重量含有量は5 0 0 p p m以下、好ましくは2 0 0 p p m以下、より具体的には1 0 0 p p m以下、理想的には5 0 p p m以下であり、場合により組成物中のこの群の化合物の総重量含有量は5 0 0 p p m以下、好ましくは2 0 0 p p m以下、より具体的には1 0 0 p p m以下、理想的には5 0 p p m以下である。

10

【0 0 1 9】

一実施形態によれば、組成物は、2, 3, 3, 3 - テトラクロロプロペン、1, 1, 2, 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, 2, 2, 3 - ペンタクロロプロパンおよび1, 1, 1, 2, 2 - ペンタクロロプロパンからなる群から選択される少なくとも1つの化合物を含み、組成物中のこれらの化合物の各々の重量含有量は5 0 0 p p m以下、好ましくは2 0 0 p p m以下、より具体的には1 0 0 p p m以下、理想的には5 0 p p m以下であり、場合により組成物中のこの群の化合物の総重量含有量は5 0 0 p p m以下、好ましくは2 0 0 p p m以下、より具体的には1 0 0 p p m以下、理想的には5 0 p p m以下である。

20

【0 0 2 0】

一実施形態によれば、組成物は、トリクロロプロペンおよびテトラクロロプロパンからなる群から選択される少なくとも1つの化合物を含み、組成物中のこれらの化合物の各々の重量含有量は5 0 0 p p m以下、好ましくは2 0 0 p p m以下、より具体的には1 0 0 p p m以下、理想的には5 0 p p m以下であり、場合により組成物中のこの群の化合物の総重量含有量は5 0 0 p p m以下、好ましくは2 0 0 p p m以下、より具体的には1 0 0 p p m以下、理想的には5 0 p p m以下である。

30

【0 0 2 1】

一実施形態によれば、組成物は、1, 1, 3 - トリクロロプロペン、3, 3, 3 - トリクロロプロペン、1, 1, 1, 3 - テトラクロロプロパン、1, 1, 2, 3 - テトラクロロプロパンおよび1, 1, 1, 2 - テトラクロロプロパンからなる群から選択される少なくとも1つの化合物を含み、組成物中のこれらの化合物の各々の重量含有量は5 0 0 p p m以下、好ましくは2 0 0 p p m以下、より具体的には1 0 0 p p m以下、理想的には5 0 p p m以下であり、場合により組成物中のこの群の化合物の総重量含有量は5 0 0 p p m以下、好ましくは2 0 0 p p m以下、より具体的には1 0 0 p p m以下、理想的には5 0 p p m以下である。

40

【0 0 2 2】

本発明は、特にトランス形態の1, 3, 3, 3 - テトラフルオロプロペンを製造する方法であって、

- 上記で定義した組成物の提供；
- 好ましくは気相中での、この組成物とフッ化水素酸の反応を含む該方法にも関する。

【0 0 2 3】

一実施形態によれば、この方法は触媒フッ素化の単一工程を含む。

【0 0 2 4】

50

一実施形態によれば、この方法は、触媒フッ素化の2つの連続した工程、即ち：

- 中間生成物を製造するために、気相中での前記組成物とフッ化水素酸の反応；
 - 場合により中間生成物の精製；次いで
 - 1, 3, 3, 3-テトラフルオロプロペンを製造するために、気相中での中間生成物とフッ化水素酸の反応
- を含み、中間生成物は好ましくは、特にトランス形態の1-クロロ-3, 3, 3-トリフルオロプロペンである。

【0025】

本発明は従来技術の欠点を克服することを可能にする。より詳細には、本発明はF - 240faに基づく組成物を提供し、その不純物の含有量は、それから製造されるF - 1233zdEまたはF - 1234zeE中の有害な不純物の存在を最小限に抑えることを可能にする。

10

【0026】

具体的には、F - 1233zdEまたはF - 1234zeE中に存在する不純物は、それらを製造するために使用されるF - 240fa中に最初に存在する不純物に部分的に依存する。フッ素化反応の過程で、F - 240faの不純物のいくつかはF - 1233zdEまたはF - 1234zeE中の異なる不純物に変換され得る。従って、F - 240faに存在する不純物を制御することにより、F - 1233zdEおよびF - 1234zeEに存在する不純物を間接的に制御することが可能になる。

【0027】

20

このような間接的な制御は、F - 240faに対してF - 240faの不純物を分離するよりもF - 1233zdEの不純物をF - 1233zdEから分離することがより困難であり得る限り、およびF - 240faに対してF - 240faの不純物を分離するよりもF - 1234zeEの不純物をF - 1234zeEから分離することがより困難である限り有利であり得る。これは、F - 1233zdEの不純物（それぞれF - 1234zeEの不純物）が非常に近い沸点を有するか、またはF - 1233zdE（それぞれF - 1234zeE）と共沸混合物または準共沸混合物を形成する場合に特に当てはまる。

【発明を実施するための形態】

【0028】

本発明の実施形態の説明

30

本発明は、以下の説明において、より詳細に、非限定的に記載される。

【0029】

特に明記しない限り、示されている全ての含有量は重量含有量である。

【0030】

命名法

以下の表は、本発明に含まれる特定の数の化合物の命名法を示す。

【0031】

40

50

【表 1】

式	表記法	フルネーム
$\text{CCl}_3\text{-CHCl-CCl}_3$	F-220da	1,1,1,2,3,3,3-ヘプタクロロプロパン
$\text{CHCl}_2\text{-CCl}_2\text{-CCl}_3$	F-220aa	1,1,1,2,2,3,3-ヘプタクロロプロパン
$\text{CF}_3\text{-CHCl-CF}_3$	F-226da	2-クロロ-1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロプロパン
$\text{CF}_3\text{-CHF-CClF}_2$	F-226ea	1-クロロ-1,1,2,3,3,3-ヘキサフルオロプロパン
$\text{CF}_3\text{-CFCl-CHF}_2$	F-226ba	2-クロロ-1,1,2,3,3,3-ヘキサフルオロプロパン
$\text{CF}_3\text{-CF}_2\text{-CHFCl}$	F-226ca	3-クロロ-1,1,1,2,2,3-ヘキサフルオロプロパン
$\text{CClF}_2\text{-CF}_2\text{-CHF}_2$	F-226cb	1-クロロ-1,1,2,2,3,3-ヘキサフルオロプロパン
$\text{CCl}_3\text{-CH}_2\text{-CCl}_3$	F-230fa	1,1,1,3,3,3-ヘキサクロロプロパン
$\text{CHCl}_2\text{-CHCl-CCl}_3$	F-230da	1,1,1,2,3,3-ヘキサクロロプロパン
$\text{CHCl}_2\text{-CCl}_2\text{-CHCl}_2$	F-230aa	1,1,2,2,3,3-ヘキサクロロプロパン
$\text{CH}_2\text{Cl-CCl}_2\text{-CCl}_3$	F-230ab	1,1,1,2,2,3-ヘキサクロロプロパン
$\text{CF}_3\text{-CH}_2\text{-CF}_3\text{Cl}$	F-235fa	3-クロロ-1,1,1,3,3-ペンタフルオロプロパン
$\text{CF}_3\text{-CHF-CHFCl}$	F-235ea	1-クロロ-1,2,3,3,3-ペンタフルオロプロパン
$\text{CHF}_2\text{-CHF-CClF}_2$	F-235eb	1-クロロ-1,1,2,3,3-ペンタフルオロプロパン
$\text{CHClF-CF}_2\text{-CHF}_2$	F-235ca	3-クロロ-1,1,2,2,3-ペンタフルオロプロパン
$\text{CH}_2\text{Cl-CF}_2\text{-CF}_3$	F-235cb	3-クロロ-1,1,1,2,2-ペンタフルオロプロパン
$\text{CH}_2\text{F-CF}_2\text{-CClF}_2$	F-235cc	1-クロロ-1,1,2,2,3-ペンタフルオロプロパン
$\text{CHF}_2\text{-CHCl-CF}_3$	F-235da	2-クロロ-1,1,1,3,3-ペンタフルオロプロパン
$\text{CHF}_2\text{-CClF-CHF}_2$	F-235ba	2-クロロ-1,1,2,3,3-ペンタフルオロプロパン
$\text{CH}_2\text{F-CClF-CF}_3$	F-235bb	2-クロロ-1,1,1,2,3-ペンタフルオロプロ

10

20

30

40

式	表記法	フルネーム
		パン
$\text{CF}_3\text{-CH}_2\text{-CF}_3$	F-236fa	1,1,1,3,3,3-ヘキサフルオロプロパン
$\text{CHF}_2\text{-CF}_2\text{-CHF}_2$	F-236ca	1,1,2,2,3,3-ヘキサフルオロプロパン
$\text{CH}_2\text{F-CF}_2\text{-CF}_3$	F-236cb	1,1,1,2,2,3-ヘキサフルオロプロパン
$\text{CHF}_2\text{-CHF-CF}_3$	F-236ea	1,1,1,2,3,3-ヘキサフルオロプロパン
$\text{CHCl}_2\text{-CH}_2\text{-CCl}_3$	F-240fa	1,1,1,3,3-ペンタクロロプロパン
$\text{CHCl}_2\text{-CHCl-CHCl}_2$	F-240da	1,1,2,3,3-ペンタクロロプロパン
$\text{CH}_2\text{Cl-CHCl-CCl}_3$	F-240db	1,1,1,2,3-ペンタクロロプロパン
$\text{CH}_2\text{Cl-CCl}_2\text{-CHCl}_2$	F-240aa	1,1,2,2,3-ペンタクロロプロパン
$\text{CH}_3\text{-CCl}_2\text{-CCl}_3$	F-240ab	1,1,1,2,2-ペンタクロロプロパン
$\text{CH}_2\text{F-CF}_2\text{-CHF}_2$	F-245ca	1,1,2,2,3-ペンタフルオロプロパン
$\text{CF}_3\text{-CF}_2\text{-CH}_3$	F-245cb	1,1,1,2,2-ペンタフルオロプロパン
$\text{CHF}_2\text{-CHF-CHF}_2$	F-245ea	1,1,2,3,3-ペンタフルオロプロパン
$\text{CH}_2\text{F-CHF-CF}_3$	F-245eb	1,1,1,2,3-ペンタフルオロプロパン
$\text{CHF}_2\text{-CH}_2\text{-CF}_3$	F-245fa	1,1,1,3,3-ペンタフルオロプロパン
$\text{CHCl}_2\text{-CH}_2\text{-CHCl}_2$	F-250fa	1,1,3,3-テトラクロロプロパン
$\text{CH}_2\text{Cl-CH}_2\text{-CCl}_3$	F-250fb	1,1,1,3-テトラクロロプロパン
$\text{CH}_2\text{Cl-CHCl-CHCl}_2$	F-250da	1,1,2,3-テトラクロロプロパン
$\text{CH}_3\text{-CHCl-CCl}_3$	F-250db	1,1,1,2-テトラクロロプロパン
$\text{CH}_2\text{Cl-CCl}_2\text{-CH}_2\text{Cl}$	F-250aa	1,2,2,3-テトラクロロプロパン
$\text{CH}_3\text{-CCl}_2\text{-CHCl}_2$	F-250ab	1,1,2,2-テトラクロロプロパン
$\text{CF}_2\text{Cl-CH}_2\text{-CH}_2\text{F}$	F-253fa	1-クロロ-1,1,3-トリフルオロプロパン
$\text{CH}_2\text{Cl-CH}_2\text{-CF}_3$	F-253fb	1-クロロ-3,3,3-トリフルオロプロパン
$\text{CF}_2\text{Cl-CH}_2\text{-CH}_2\text{F}$	F-253fc	1-クロロ-1,1,3-トリフルオロプロパン
$\text{CH}_2\text{F-CClF-CH}_2\text{F}$	F-253ba	2-クロロ-1,2,3-トリフルオロプロパン
$\text{CHF}_2\text{-CClF-CH}_3$	F-253bb	2-クロロ-1,1,2-トリフルオロプロパン
$\text{CH}_2\text{Cl-CF}_2\text{-CH}_2\text{F}$	F-253ca	1-クロロ-2,2,3-トリフルオロプロパン
$\text{CHFCl-CF}_2\text{-CH}_3$	F-253cb	1-クロロ-1,2,2-トリフルオロプロパン
$\text{CHF}_2\text{-CHF-CH}_2\text{Cl}$	F-253ea	3-クロロ-1,1,2-トリフルオロプロパン
$\text{CHClF-CHF-CH}_2\text{F}$	F-253eb	1-クロロ-1,2,3-トリフルオロプロパン
$\text{CClF}_2\text{-CHF-CH}_3$	F-253ec	1-クロロ-1,1,2-トリフルオロプロパン
$\text{CH}_2\text{Cl-CH}_2\text{-CHCl}_2$	F-260fa	1,1,3-トリクロロプロパン
$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CCl}_3$	F-260fb	1,1,1-トリクロロプロパン
$\text{CH}_2\text{Cl-CHCl-CH}_2\text{Cl}$	F-260da	1,2,3-トリクロロプロパン
$\text{CH}_3\text{-CHCl-CHCl}_2$	F-260db	1,1,2-トリクロロプロパン

10

20

30

40

50

式	表記法	フルネーム
$\text{CH}_3\text{-CCl}_2\text{-CH}_2\text{Cl}$	F-260aa	1,2,2-トリクロロプロパン
$\text{CH}_2\text{-Cl-CH}_2\text{-CH}_2\text{Cl}$	F-270fa	1,3-ジクロロプロパン
$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{CHCl}_2$	F-270fb	1,1-ジクロロプロパン
$\text{CH}_3\text{-CHCl-CH}_2\text{Cl}$	F-270da	1,2-ジクロロプロパン
$\text{CH}_3\text{-CCl}_2\text{-CH}_3$	F-270aa	2,2-ジクロロプロパン
$\text{CCl}_3\text{-CCl=CCl}_2$	F-1210xa	ヘキサクロロプロペン
$\text{CF}_3\text{-CCl=CCl}_2$	F-1213xa	1,1,2-トリクロロ-3,3,3-トリフルオロプロペン
$\text{CF}_2\text{Cl-CCl=CFCl}$	F-1213xb	1,2,3-トリクロロ-1,3,3-トリフルオロプロペン
$\text{CFCl}_2\text{-CCl=CF}_2$	F-1213xc	2,3,3-トリクロロ-1,1,3-トリフルオロプロペン
$\text{CCl}_3\text{-CF=CF}_2$	F-1213yc	3,3,3-トリクロロ-1,1,2-トリフルオロプロペン
$\text{CFCl}_2\text{-CF=CFCl}$	F-1213yb	1,3,3-トリクロロ-1,2,3-トリフルオロプロペン
$\text{CF}_2\text{Cl-CF=CCl}_2$	F-1213ya	1,1,3-トリクロロ-2,3,3-トリフルオロプロペン
$\text{CCl}_2\text{F-CF=CF}_2$	F-1214yc	3,3-ジクロロ-1,1,2,3-テトラフルオロプロペン
$\text{CClF}_2\text{-CCl=CF}_2$	F-1214xc	2,3-ジクロロ-1,1,3,3-テトラフルオロプロペン
$\text{CClF}_2\text{-CF=CFCl}$	F-1214yb	1,3-ジクロロ-1,2,3,3-テトラフルオロプロペン
$\text{CF}_3\text{-CCl=CFCl}$	F-1214xb	1,2-ジクロロ-1,3,3,3-テトラフルオロプロペン
$\text{CF}_3\text{-CF=CCl}_2$	F-1214ya	1,2-ジクロロ-2,3,3,3-テトラフルオロプロペン
$\text{CF}_3\text{-CCl=CF}_2$	F-1215xc	2-クロロ-1,1,3,3,3,-ペンタフルオロプロペン
$\text{CF}_2\text{-Cl-CF=CF}_2$	F-1215yc	3-クロロ-1,1,2,3,3,-ペンタフルオロプロペン
$\text{CF}_3\text{-CF=CFCl}$	F-1215yb	1-クロロ-1,2,3,3,3,-ペンタフルオロプロペン
$\text{CF}_3\text{-CF=CF}_2$	F-1216yc	ヘキサフルオロプロペン

10

20

30

40

50

式	表記法	フルネーム
$\text{CHCl}_2\text{-CCl=CCl}_2$	F-1220xa	1,1,2,3,3-ペンタクロロプロペン
$\text{CCl}_3\text{-CCl=CHCl}$	F-1220xd	1,2,3,3,3-ペンタクロロプロペン
$\text{CCl}_3\text{-CH=CCl}_2$	F-1220za	1,1,3,3,3-ペンタクロロプロペン
$\text{CF}_3\text{-CCl=CHCl}$	F-1223xd	1,2-ジクロロ-3,3,3-トリフルオロプロペン
$\text{CF}_2\text{Cl-CCl=CHF}$	F-1223xe	2,3-ジクロロ-1,3,3-トリフルオロプロペン
CHFCl-CCl=CF_2	F-1223xc	2,3-ジクロロ-1,1,3-トリフルオロプロペン
$\text{CFCl}_2\text{-CH=CF}_2$	F-1223zc	3,3-ジクロロ-1,1,3-トリフルオロプロペン
$\text{CF}_2\text{Cl-CH=CFCl}$	F-1223zb	1,3-ジクロロ-1,3,3-トリフルオロプロペン
$\text{CF}_3\text{-CH=CCl}_2$	F-1223za	1,1-ジクロロ-3,3,3-トリフルオロプロペン
$\text{CHF}_2\text{-CF=CCl}_2$	F-1223ya	1,1-ジクロロ-2,3,3-トリフルオロプロペン
$\text{CF}_2\text{Cl-CF=CHCl}$	F-1223yd	1,3-ジクロロ-2,3,3-トリフルオロプロペン
$\text{CFCl}_2\text{-CF=CHF}$	F-1223ye	3,3-ジクロロ-1,2,3-トリフルオロプロペン
$\text{CHCl}_2\text{-CF=CF}_2$	F-1223yc	3,3-ジクロロ-1,1,2-トリフルオロプロペン
CHFCl-CF=CF_2	F-1224yc	3-クロロ-1,1,2,3-テトラフルオロプロペン
$\text{CHF}_2\text{-CCl=CF}_2$	F-1224xc	2-クロロ-1,1,3,3-テトラフルオロプロペン
$\text{CF}_2\text{Cl-CH=CF}_2$	F-1224zc	3-クロロ-1,1,3,3-テトラフルオロプロペン
$\text{CHF}_2\text{-CF=CFCl}$	F-1224yb	1-クロロ-1,2,3,3-テトラフルオロプロペン
$\text{CF}_3\text{-CH=CFCl}$	F-1224zb	1-クロロ-1,3,3,3-テトラフルオロプロペン
$\text{CClF}_2\text{-CF=CHF}$	F-1224ye	3-クロロ-1,2,3,3-テトラフルオロプロペン

10

20

30

40

50

式	表記法	フルネーム
$\text{CF}_3\text{-CCl=CHF}$	F-1224xe	2-クロロ-1,3,3,3-テトラフルオロプロペン
$\text{CF}_3\text{-CF=CHCl}$	F-1224yd	1-クロロ-2,3,3,3-テトラフルオロプロペン
$\text{CF}_3\text{-CH=CF}_2$	F-1225zc	1,1,3,3,3-ペンタフルオロプロペン
$\text{CHF}_2\text{-CF=CF}_2$	F-1225yc	1,1,2,3,3-ペンタフルオロプロペン
$\text{CF}_3\text{-CF=CHF}$	F-1225ye	1,2,3,3,3-ペンタフルオロプロペン
$\text{CH}_2\text{Cl-CCl=CCl}_2$	F-1230xa	1,1,2,3-テトラクロロプロペン
$\text{CHCl}_2\text{-CCl=CHCl}$	F-1230xd	1,2,3,3-テトラクロロプロペン
$\text{CCl}_3\text{-CCl=CH}_2$	F-1230xf	2,3,3,3-テトラクロロプロペン
$\text{CHCl}_2\text{-CH=CCl}_2$	F-1230za	1,1,3,3-テトラクロロプロペン
$\text{CCl}_3\text{-CH=CHCl}$	F-1230zd	1,3,3,3-テトラクロロプロペン
$\text{CF}_3\text{-CCl=CH}_2$	F-1233xf	2-クロロ-3,3,3-トリフルオロプロペン
$\text{CClF}_2\text{-CF=CH}_2$	F-1233yf	3-クロロ-2,3,3-トリフルオロプロペン
$\text{CHF}_2\text{-CF=CHCl}$	F-1233yd	1-クロロ-2,3,3-トリフルオロプロペン
$\text{CF}_3\text{-CH=CHCl}$	F-1233zd	1-クロロ-3,3,3-トリフルオロプロペン
$\text{CHF}_2\text{-CCl=CHF}$	F-1233xe	2-クロロ-1,3,3-トリフルオロプロペン
CHClF-CF=CHF	F-1233ye	3-クロロ-1,2,3-トリフルオロプロペン
$\text{CClF}_2\text{-CH=CHF}$	F-1233ze	3-クロロ-1,3,3-トリフルオロプロペン
$\text{CH}_2\text{Cl-CF=CF}_2$	F-1233yc	3-クロロ-1,1,2-トリフルオロプロペン
$\text{CFH}_2\text{-CCl=CF}_2$	F-1233xc	2-クロロ-1,1,3-トリフルオロプロペン
CFCIH-CH=CF_2	F-1233zc	3-クロロ-1,1,3-トリフルオロプロペン
$\text{CFH}_2\text{-CF=CFCI}$	F-1233yb	1-クロロ-1,2,3-トリフルオロプロペン
$\text{CF}_2\text{H-CH=CFCI}$	F-1233zb	1-クロロ-1,3,3-トリフルオロプロペン
$\text{CF}_3\text{-CF=CH}_2$	F-1234yf	2,3,3,3-テトラフルオロプロペン
$\text{CF}_3\text{-CH=CHF}$	F-1234ze	1,3,3,3-テトラフルオロプロペン
$\text{CH}_2\text{F-CF=CF}_2$	F-1234yc	1,1,2,3-テトラフルオロプロペン
$\text{CHF}_2\text{-CH=CF}_2$	F-1234zc	1,1,3,3-テトラフルオロプロペン
$\text{CHF}_2\text{-CF=CHF}$	F-1234ye	1,2,3,3-テトラフルオロプロペン
$\text{CH}_3\text{-CCl=CCl}_2$	F-1240xa	1,1,2-トリクロロプロペン
$\text{CH}_2\text{Cl-CCl=CHCl}$	F-1240xd	1,2,3-トリクロロプロペン
$\text{CHCl}_2\text{-CCl=CH}_2$	F-1240xf	2,3,3-トリクロロプロペン
$\text{CH}_2\text{Cl-CH=CCl}_2$	F-1240za	1,1,3-トリクロロプロペン
$\text{CHCl}_2\text{-CH=CHCl}$	F-1240zd	1,3,3-トリクロロプロペン
$\text{CCl}_3\text{-CH=CH}_2$	F-1240zf	3,3,3-トリクロロプロペン

10

20

30

40

50

式	表記法	フルネーム
$\text{CClF}_2\text{-CH=CH}_2$	F-1242zf	3-クロロ-3,3-ジフルオロプロペン
CHClF-CF=CH_2	F-1242yf	3-クロロ-2,3-ジフルオロプロペン
$\text{CHF}_2\text{-CCl=CH}_2$	F-1242xf	2-クロロ-3,3-ジフルオロプロペン
$\text{CH}_3\text{-CCl=CF}_2$	F-1242xc	2-クロロ-1,1-ジフルオロプロペン
$\text{CH}_2\text{Cl-CH=CF}_2$	F-1242zc	3-クロロ-1,1-ジフルオロプロペン
$\text{CH}_2\text{Cl-CF=CHF}$	F-1242ye	3-クロロ-1,2-ジフルオロプロペン
$\text{CH}_2\text{F-CCl=CHF}$	F-1242xe	2-クロロ-1,3-ジフルオロプロペン
CHFCl-CH=CHF	F-1242ze	3-クロロ-1,3-ジフルオロプロペン
$\text{CH}_2\text{F-CF=CHCl}$	F-1242yd	1-クロロ-2,3-ジフルオロプロペン
$\text{CHF}_2\text{-CH=CHCl}$	F-1242zd	1-クロロ-3,3-ジフルオロプロペン
$\text{CH}_2\text{F-CH=CF}_2$	F-1243zc	1,1,3-トリフルオロプロペン
$\text{CH}_3\text{-CF=CF}_2$	F-1243yc	1,1,2-トリフルオロプロペン
$\text{CF}_3\text{-CH=CH}_2$	F-1243zf	3,3,3-トリフルオロプロペン
$\text{CH}_2\text{F-CF=CHF}$	F-1243ye	1,2,3-トリフルオロプロペン
$\text{CHF}_2\text{-CF=CH}_2$	F-1243yf	2,3,3-トリフルオロプロペン
$\text{CHF}_2\text{-CH=CHF}$	F-1243ze	1,3,3-トリフルオロプロペン
$\text{CH}_3\text{-CH=CCl}_2$	F-1250za	1,1-ジクロロプロペン
$\text{CH}_3\text{-CCl=CHCl}$	F-1250xd	1,2-ジクロロプロペン
$\text{CH}_2\text{Cl-CCl=CH}_2$	F-1250xf	2,3-ジクロロプロペン
$\text{CH}_2\text{Cl-CH=CHCl}$	F-1250zd	1,3-ジクロロプロペン
$\text{CHCl}_2\text{-CH=CH}_2$	F-1250zf	3,3-ジクロロプロペン
$\text{CH}_3\text{-CH=CF}_2$	F-1252zc	1,1-ジフルオロプロペン
$\text{CH}_3\text{-CF=CHF}$	F-1252ye	1,2-ジフルオロプロペン
$\text{CH}_2\text{F-CF=CH}_2$	F-1252yf	2,3-ジフルオロプロペン
$\text{CHF}_2\text{-CH=CH}_2$	F-1252zf	3,3-ジフルオロプロペン
$\text{CH}_3\text{-CCl=CH}_2$	F-1260xf	2-クロロプロペン
$\text{CH}_3\text{-CH=CHCl}$	F-1260zd	1-クロロプロペン
$\text{CH}_2\text{Cl-CH=CH}_2$	F-1260zf	3-クロロプロペン

10

20

30

【 0 0 3 2 】

上記化合物が2つのシスおよびトランス異性体の形態で存在する場合、化合物の名称（例えば、F - 1 2 3 4 z e）は、優先なしに、2つの形態の一方もしくは他方の形態または混合物を示し、表示される最大含有量は、形態がEまたはZという文字で明確になっている場合を除いて、2つの可能な形態に関する総含有量である。

40

【 0 0 3 3 】

また、最後の2文字を有さない上記表の表記法を使用して、名称「F - 2 2 0」は、総称的にヘプタクロロプロパン化合物の全てを示し、名称「F - 2 3 0」は総称的にヘキサクロロプロパン化合物の全てを示し、以下同様である。

【 0 0 3 4 】

本発明による組成物

本発明はF - 2 4 0 f aに基づく組成物を提案する。F - 2 4 0 f aの含有量は99%

50

以上である。

【 0 0 3 5 】

特定の実施形態によれば、それは、99.1%以上、または99.2%以上、または99.3%以上、または99.4%以上、または99.5%以上、または99.6%以上、または99.7%以上、または99.8%以上、または99.9%以上、または99.95%以上である。

【 0 0 3 6 】

本発明による組成物はまた、シリーズF - 220、F - 230、F - 240 (F - 240 f aを除く)、F - 250、F - 260、F - 270、ならびにシリーズF - 1210、F - 1220、F - 1230 (F - 1230 z aおよびF - 1230 zを除き、これらは場合によりより多い量で存在し得る)、F - 1240、F - 1250およびF 1260から構成される追加の化合物のリストから選択される少なくとも1つの化合物を含み、前記化合物は組成物中に500 ppm以下、または450 ppm以下、または400 ppm以下、または350 ppm以下、または300 ppm以下、または250 ppm以下、または200 ppm以下、または150 ppm以下、または100 ppm以下、または75 ppm以下、または50 ppm以下、または25 ppm以下、または10 ppm以下、または5 ppm以下の含有量で存在する。

10

【 0 0 3 7 】

前記少なくとも1つの化合物は、1 ppm以上、または2 ppm以上、または3 ppm以上、または5 ppm以上の含有量で存在してもよい。

20

【 0 0 3 8 】

例えば、前記少なくとも1つの化合物は、1から5 ppmの含有量で、または5から10 ppmの含有量で、または10から25 ppmの含有量で、または25から50 ppmの含有量で、または50から75 ppmの含有量で、または75から100 ppmの含有量で、または100から150 ppmの含有量で、または150から200 ppmの含有量で、または200から250 ppmの含有量で、または250から300 ppmの含有量で、または300から350 ppmの含有量で、または350から400 ppmの含有量で、または400から450 ppmの含有量で、または450から500 ppmの含有量で存在することができる。

【 0 0 3 9 】

30

一実施形態は、上記の追加の化合物のリストから選択される複数(2つ、3つ、4つまたは5つ以上)の化合物を含み、前記化合物の各々の含有量が500 ppm以下、または450 ppm以下、または400 ppm以下、または350 ppm以下、または300 ppm以下、または250 ppm以下、または200 ppm以下、または150 ppm以下、または100 ppm以下、または75 ppm以下、または50 ppm以下、または25 ppm以下、または10 ppm以下、または5 ppm以下であるそのような組成物に関する。

【 0 0 4 0 】

この複数の各化合物は、1 ppm以上、または2 ppm以上、または3 ppm以上、または5 ppm以上の含有量で存在することができる。

40

【 0 0 4 1 】

例えば、この複数の各化合物は、1から5 ppmの含有量で、または5から10 ppmの含有量で、または10から25 ppmの含有量で、または25から50 ppmの含有量で、または50から75 ppmの含有量で、または75から100 ppmの含有量で、または100から150 ppmの含有量で、または150から200 ppmの含有量で、または200から250 ppmの含有量で、または250から300 ppmの含有量で、または300から350 ppmの含有量で、または350から400 ppmの含有量で、または400から450 ppmの含有量で、または450から500 ppmの含有量で存在することができる。

【 0 0 4 2 】

50

一実施形態は、組成物中に場合により存在する上記の追加の化合物のリストの化合物の各々の含有量が、500ppm以下、または450ppm以下、または400ppm以下、または350ppm以下、または300ppm以下、または250ppm以下、または200ppm以下、または150ppm以下、または100ppm以下、または75ppm以下、または50ppm以下、または25ppm以下、または10ppm以下、または5ppm以下であるそのような組成物に関する。

【0043】

追加の化合物のリストの各化合物は、1ppm以上、または2ppm以上、または3ppm以上、または5ppm以上の含有量で存在することができる。

【0044】

例えば、追加の化合物のリストの各化合物は、1から5ppmの含有量で、または5から10ppmの含有量で、または10から25ppmの含有量で、または25から50ppmの含有量で、または50から75ppmの含有量で、または75から100ppmの含有量で、または100から150ppmの含有量で、または150から200ppmの含有量で、または200から250ppmの含有量で、または250から300ppmの含有量で、または300から350ppmの含有量で、または350から400ppmの含有量で、または400から450ppmの含有量で、または450から500ppmの含有量で存在することができる。

【0045】

本発明による組成物は、特に、シリーズF - 220の1つ以上の化合物を含むことができ、各々は組成物中に500ppm以下、または450ppm以下、または400ppm以下、または350ppm以下、または300ppm以下、または250ppm以下、または200ppm以下、または150ppm以下、または100ppm以下、または75ppm以下、または50ppm以下、または25ppm以下、または10ppm以下、または5ppm以下の含有量で存在し、組成物中のシリーズF - 220の化合物の総含有量は、好ましくは500ppm以下、または450ppm以下、または400ppm以下、または350ppm以下、または300ppm以下、または250ppm以下、または200ppm以下、または150ppm以下、または100ppm以下、または75ppm以下、または50ppm以下、または25ppm以下、または10ppm以下、または5ppm以下である。

【0046】

場合により存在するシリーズF - 220の各化合物は、1ppm以上、または2ppm以上、または3ppm以上、または5ppm以上の含有量で存在してもよいことに留意すべきである。同様に、組成物中のシリーズF - 220の化合物の総含有量は、1ppm以上、または2ppm以上、または3ppm以上、または5ppm以上であることができる。

【0047】

例えば、場合により存在するF - 220の各化合物は、1から5ppmの含有量で、または5から10ppmの含有量で、または10から25ppmの含有量で、または25から50ppmの含有量で、または50から75ppmの含有量で、または75から100ppmの含有量で、または100から150ppmの含有量で、または150から200ppmの含有量で、または200から250ppmの含有量で、または250から300ppmの含有量で、または300から350ppmの含有量で、または350から400ppmの含有量で、または400から450ppmの含有量で、または450から500ppmの含有量で存在することができる。

【0048】

例えば、組成物中のシリーズF - 220の化合物の総含有量は、1から5ppm、または5から10ppm、または10から25ppm、または25から50ppm、または50から75ppm、または75から100ppm、または100から150ppm、または150から200ppm、または200から250ppm、または250から300ppm、または300から350ppm、または350から400ppm、または400か

10

20

30

40

50

ら 4 5 0 p p m、または 4 5 0 から 5 0 0 p p mであることができる。

【 0 0 4 9 】

本発明による組成物は、特に、シリーズ F - 2 3 0 の 1 つ以上の化合物を含むことができ、各々は組成物中に 5 0 0 p p m以下、または 4 5 0 p p m以下、または 4 0 0 p p m以下、または 3 5 0 p p m以下、または 3 0 0 p p m以下、または 2 5 0 p p m以下、または 2 0 0 p p m以下、または 1 5 0 p p m以下、または 1 0 0 p p m以下、または 7 5 p p m以下、または 5 0 p p m以下、または 2 5 p p m以下、または 1 0 p p m以下、または 5 p p m以下の含有量で存在し、組成物中のシリーズ F - 2 3 0 の化合物の総含有量は、好ましくは 5 0 0 p p m以下、または 4 5 0 p p m以下、または 4 0 0 p p m以下、または 3 5 0 p p m以下、または 3 0 0 p p m以下、または 2 5 0 p p m以下、または 2 0 0 p p m以下、または 1 5 0 p p m以下、または 1 0 0 p p m以下、または 7 5 p p m以下、または 5 0 p p m以下、または 2 5 p p m以下、または 1 0 p p m以下、または 5 p p m以下である。

10

【 0 0 5 0 】

場合により存在するシリーズ F - 2 3 0 の各化合物は、1 p p m以上、または 2 p p m以上、または 3 p p m以上、または 5 p p m以上の含有量で存在してもよいことに留意すべきである。同様に、組成物中のシリーズ F - 2 3 0 の化合物の総含有量は、1 p p m以上、または 2 p p m以上、または 3 p p m以上、または 5 p p m以上であることができる。

【 0 0 5 1 】

例えば、場合により存在するシリーズ F - 2 3 0 の各化合物は、1 から 5 p p mの含有量で、または 5 から 1 0 p p mの含有量で、または 1 0 から 2 5 p p mの含有量で、または 2 5 から 5 0 p p mの含有量で、または 5 0 から 7 5 p p mの含有量で、または 7 5 から 1 0 0 p p mの含有量で、または 1 0 0 から 1 5 0 p p mの含有量で、または 1 5 0 から 2 0 0 p p mの含有量で、または 2 0 0 から 2 5 0 p p mの含有量で、または 2 5 0 から 3 0 0 p p mの含有量で、または 3 0 0 から 3 5 0 p p mの含有量で、または 3 5 0 から 4 0 0 p p mの含有量で、または 4 0 0 から 4 5 0 p p mの含有量で、または 4 5 0 から 5 0 0 p p mの含有量で存在することができる。

20

【 0 0 5 2 】

例えば、組成物中のシリーズ F - 2 3 0 の化合物の総含有量は、1 から 5 p p m、または 5 から 1 0 p p m、または 1 0 から 2 5 p p m、または 2 5 から 5 0 p p m、または 5 0 から 7 5 p p m、または 7 5 から 1 0 0 p p m、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m、または 2 0 0 から 2 5 0 p p m、または 2 5 0 から 3 0 0 p p m、または 3 0 0 から 3 5 0 p p m、または 3 5 0 から 4 0 0 p p m、または 4 0 0 から 4 5 0 p p m、または 4 5 0 から 5 0 0 p p mであることができる。

30

【 0 0 5 3 】

本発明による組成物は、特に、シリーズ F - 2 4 0 の 1 つ以上の化合物を含むことができ、各々 (F - 2 4 0 f aを除く) は組成物中に 5 0 0 p p m以下、または 4 5 0 p p m以下、または 4 0 0 p p m以下、または 3 5 0 p p m以下、または 3 0 0 p p m以下、または 2 5 0 p p m以下、または 2 0 0 p p m以下、または 1 5 0 p p m以下、または 1 0 0 p p m以下、または 7 5 p p m以下、または 5 0 p p m以下、または 2 5 p p m以下、または 1 0 p p m以下、または 5 p p m以下の含有量で存在し、組成物中のシリーズ F - 2 4 0 (F - 2 4 0 f aを除く) の化合物の総含有量は、好ましくは 5 0 0 p p m以下、または 4 5 0 p p m以下、または 4 0 0 p p m以下、または 3 5 0 p p m以下、または 3 0 0 p p m以下、または 2 5 0 p p m以下、または 2 0 0 p p m以下、または 1 5 0 p p m以下、または 1 0 0 p p m以下、または 7 5 p p m以下、または 5 0 p p m以下、または 2 5 p p m以下、または 1 0 p p m以下、または 5 p p m以下である。

40

【 0 0 5 4 】

場合により存在するシリーズ F - 2 4 0 (F - 2 4 0 f aを除く) の各化合物は、1 p p m以上、または 2 p p m以上、または 3 p p m以上、または 5 p p m以上の含有量で存在してもよいことに留意すべきである。同様に、組成物中のシリーズ F - 2 4 0 (F - 2

50

4 0 f aを除く)の化合物の総含有量は、1 p p m以上、または2 p p m以上、または3 p p m以上、または5 p p m以上であることができる。

【0055】

例えば、シリーズF - 2 4 0 (F - 2 4 0 f aを除く)の化合物は、1 から5 p p mの含有量で、または5 から1 0 p p mの含有量で、または1 0 から2 5 p p mの含有量で、または2 5 から5 0 p p mの含有量で、または5 0 から7 5 p p mの含有量で、または7 5 から1 0 0 p p mの含有量で、または1 0 0 から1 5 0 p p mの含有量で、または1 5 0 から2 0 0 p p mの含有量で、または2 0 0 から2 5 0 p p mの含有量で、または2 5 0 から3 0 0 p p mの含有量で、または3 0 0 から3 5 0 p p mの含有量で、または3 5 0 から4 0 0 p p mの含有量で、または4 0 0 から4 5 0 p p mの含有量で、または4 5 0 から5 0 0 p p mの含有量で存在することができる。

10

【0056】

例えば、組成物中のシリーズF - 2 4 0 (F - 2 4 0 f aを除く)の化合物の総含有量は、1 から5 p p m、または5 から1 0 p p m、または1 0 から2 5 p p m、または2 5 から5 0 p p m、または5 0 から7 5 p p m、または7 5 から1 0 0 p p m、または1 0 0 から1 5 0 p p m、または1 5 0 から2 0 0 p p m、または2 0 0 から2 5 0 p p m、または2 5 0 から3 0 0 p p m、または3 0 0 から3 5 0 p p m、または3 5 0 から4 0 0 p p m、または4 0 0 から4 5 0 p p m、または4 5 0 から5 0 0 p p mであることができる。

【0057】

F - 2 4 0 f aは、上で列挙した量より著しく高い量で存在し得る。

20

【0058】

本発明による組成物は、特に、シリーズF - 2 5 0の1つ以上の化合物を含むことができ、各々は組成物中に5 0 0 p p m以下、または4 5 0 p p m以下、または4 0 0 p p m以下、または3 5 0 p p m以下、または3 0 0 p p m以下、または2 5 0 p p m以下、または2 0 0 p p m以下、または1 5 0 p p m以下、または1 0 0 p p m以下、または7 5 p p m以下、または5 0 p p m以下、または2 5 p p m以下、または1 0 p p m以下、または5 p p m以下の含有量で存在し、組成物中のシリーズF - 2 5 0の化合物の総含有量は、好ましくは5 0 0 p p m以下、または4 5 0 p p m以下、または4 0 0 p p m以下、または3 5 0 p p m以下、または3 0 0 p p m以下、または2 5 0 p p m以下、または2 0 0 p p m以下、または1 5 0 p p m以下、または1 0 0 p p m以下、または7 5 p p m以下、または5 0 p p m以下、または2 5 p p m以下、または1 0 p p m以下、または5 p p m以下である。

30

【0059】

場合により存在するシリーズF - 2 5 0の各化合物は、1 p p m以上、または2 p p m以上、または3 p p m以上、または5 p p m以上の含有量で存在してもよいことに留意すべきである。同様に、組成物中のシリーズF - 2 5 0の化合物の総含有量は、1 p p m以上、または2 p p m以上、または3 p p m以上、または5 p p m以上であることができる。

【0060】

例えば、場合により存在するシリーズF - 2 5 0の各化合物は、1 から5 p p mの含有量で、または5 から1 0 p p mの含有量で、または1 0 から2 5 p p mの含有量で、または2 5 から5 0 p p mの含有量で、または5 0 から7 5 p p mの含有量で、または7 5 から1 0 0 p p mの含有量で、または1 0 0 から1 5 0 p p mの含有量で、または1 5 0 から2 0 0 p p mの含有量で、または2 0 0 から2 5 0 p p mの含有量で、または2 5 0 から3 0 0 p p mの含有量で、または3 0 0 から3 5 0 p p mの含有量で、または3 5 0 から4 0 0 p p mの含有量で、または4 0 0 から4 5 0 p p mの含有量で、または4 5 0 から5 0 0 p p mの含有量で存在することができる。

40

【0061】

例えば、組成物中のシリーズF - 2 5 0の化合物の総含有量は、1 から5 p p m、または5 から1 0 p p m、または1 0 から2 5 p p m、または2 5 から5 0 p p m、または5

50

0 から 7 5 p p m、または 7 5 から 1 0 0 p p m、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m、または 2 0 0 から 2 5 0 p p m、または 2 5 0 から 3 0 0 p p m、または 3 0 0 から 3 5 0 p p m、または 3 5 0 から 4 0 0 p p m、または 4 0 0 から 4 5 0 p p m、または 4 5 0 から 5 0 0 p p m であることができる。

【 0 0 6 2 】

本発明による組成物は、特に、シリーズ F - 2 6 0 の 1 つ以上の化合物を含むことができ、各々は組成物中に 5 0 0 p p m 以下、または 4 5 0 p p m 以下、または 4 0 0 p p m 以下、または 3 5 0 p p m 以下、または 3 0 0 p p m 以下、または 2 5 0 p p m 以下、または 2 0 0 p p m 以下、または 1 5 0 p p m 以下、または 1 0 0 p p m 以下、または 7 5 p p m 以下、または 5 0 p p m 以下、または 2 5 p p m 以下、または 1 0 p p m 以下、または 5 p p m 以下の含有量で存在し、組成物中のシリーズ F - 2 6 0 の化合物の総含有量は、好ましくは 5 0 0 p p m 以下、または 4 5 0 p p m 以下、または 4 0 0 p p m 以下、または 3 5 0 p p m 以下、または 3 0 0 p p m 以下、または 2 5 0 p p m 以下、または 2 0 0 p p m 以下、または 1 5 0 p p m 以下、または 1 0 0 p p m 以下、または 7 5 p p m 以下、または 5 0 p p m 以下、または 2 5 p p m 以下、または 1 0 p p m 以下、または 5 p p m 以下である。

10

【 0 0 6 3 】

場合により存在するシリーズ F - 2 6 0 の各化合物は、1 p p m 以上、または 2 p p m 以上、または 3 p p m 以上、または 5 p p m 以上の含有量で存在してもよいことに留意すべきである。同様に、組成物中のシリーズ F - 2 6 0 の化合物の総含有量は、1 p p m 以上、または 2 p p m 以上、または 3 p p m 以上、または 5 p p m 以上であることができる。

20

【 0 0 6 4 】

例えば、場合により存在するシリーズ F - 2 6 0 の各化合物は、1 から 5 p p m の含有量で、または 5 から 1 0 p p m の含有量で、または 1 0 から 2 5 p p m の含有量で、または 2 5 から 5 0 p p m の含有量で、または 5 0 から 7 5 p p m の含有量で、または 7 5 から 1 0 0 p p m の含有量で、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m の含有量で、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m の含有量で、または 2 0 0 から 2 5 0 p p m の含有量で、または 2 5 0 から 3 0 0 p p m の含有量で、または 3 0 0 から 3 5 0 p p m の含有量で、または 3 5 0 から 4 0 0 p p m の含有量で、または 4 0 0 から 4 5 0 p p m の含有量で、または 4 5 0 から 5 0 0 p p m の含有量で存在することができる。

30

【 0 0 6 5 】

例えば、組成物中のシリーズ F - 2 6 0 の化合物の総含有量は、1 から 5 p p m、または 5 から 1 0 p p m、または 1 0 から 2 5 p p m、または 2 5 から 5 0 p p m、または 5 0 から 7 5 p p m、または 7 5 から 1 0 0 p p m、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m、または 2 0 0 から 2 5 0 p p m、または 2 5 0 から 3 0 0 p p m、または 3 0 0 から 3 5 0 p p m、または 3 5 0 から 4 0 0 p p m、または 4 0 0 から 4 5 0 p p m、または 4 5 0 から 5 0 0 p p m であることができる。

【 0 0 6 6 】

本発明による組成物は、特に、シリーズ F - 2 7 0 の 1 つ以上の化合物を含むことができ、各々は組成物中に 5 0 0 p p m 以下、または 4 5 0 p p m 以下、または 4 0 0 p p m 以下、または 3 5 0 p p m 以下、または 3 0 0 p p m 以下、または 2 5 0 p p m 以下、または 2 0 0 p p m 以下、または 1 5 0 p p m 以下、または 1 0 0 p p m 以下、または 7 5 p p m 以下、または 5 0 p p m 以下、または 2 5 p p m 以下、または 1 0 p p m 以下、または 5 p p m 以下の含有量で存在し、組成物中のシリーズ F - 2 7 0 の化合物の総含有量は、好ましくは 5 0 0 p p m 以下、または 4 5 0 p p m 以下、または 4 0 0 p p m 以下、または 3 5 0 p p m 以下、または 3 0 0 p p m 以下、または 2 5 0 p p m 以下、または 2 0 0 p p m 以下、または 1 5 0 p p m 以下、または 1 0 0 p p m 以下、または 7 5 p p m 以下、または 5 0 p p m 以下、または 2 5 p p m 以下、または 1 0 p p m 以下、または 5 p p m 以下である。

40

【 0 0 6 7 】

50

場合により存在するシリーズF - 270の各化合物は、1 ppm以上、または2 ppm以上、または3 ppm以上、または5 ppm以上の含有量で存在してもよいことに留意すべきである。同様に、組成物中のシリーズF - 270の化合物の総含有量は、1 ppm以上、または2 ppm以上、または3 ppm以上、または5 ppm以上であることができる。
【0068】

例えば、場合により存在するシリーズF - 270の各化合物は、1から5 ppmの含有量で、または5から10 ppmの含有量で、または10から25 ppmの含有量で、または25から50 ppmの含有量で、または50から75 ppmの含有量で、または75から100 ppmの含有量で、または100から150 ppmの含有量で、または150から200 ppmの含有量で、または200から250 ppmの含有量で、または250から300 ppmの含有量で、または300から350 ppmの含有量で、または350から400 ppmの含有量で、または400から450 ppmの含有量で、または450から500 ppmの含有量で存在することができる。

10

【0069】

例えば、組成物中のシリーズF - 270の化合物の総含有量は、1から5 ppm、または5から10 ppm、または10から25 ppm、または25から50 ppm、または50から75 ppm、または75から100 ppm、または100から150 ppm、または150から200 ppm、または200から250 ppm、または250から300 ppm、または300から350 ppm、または350から400 ppm、または400から450 ppm、または450から500 ppmであることができる。

20

【0070】

本発明による組成物は、特に500 ppm以下、または450 ppm以下、または400 ppm以下、または350 ppm以下、または300 ppm以下、または250 ppm以下、または200 ppm以下、または150 ppm以下、または100 ppm以下、または75 ppm以下、または50 ppm以下、または25 ppm以下、または10 ppm以下、または5 ppm以下の含有量でF - 1210x aを含むことができる。

【0071】

F - 1210x aは、1 ppm以上、または2 ppm以上、または3 ppm以上、または5 ppm以上の含有量で存在してもよいことに留意すべきである。

【0072】

例えば、F - 1210x aは、1から5 ppmの含有量で、または5から10 ppmの含有量で、または10から25 ppmの含有量で、または25から50 ppmの含有量で、または50から75 ppmの含有量で、または75から100 ppmの含有量で、または100から150 ppmの含有量で、または150から200 ppmの含有量で、または200から250 ppmの含有量で、または250から300 ppmの含有量で、または300から350 ppmの含有量で、または350から400 ppmの含有量で、または400から450 ppmの含有量で、または450から500 ppmの含有量で存在することができる。

30

【0073】

本発明による組成物は、特に、シリーズF - 1220の1つ以上の化合物を含むことができ、各々は組成物中に500 ppm以下、または450 ppm以下、または400 ppm以下、または350 ppm以下、または300 ppm以下、または250 ppm以下、または200 ppm以下、または150 ppm以下、または100 ppm以下、または75 ppm以下、または50 ppm以下、または25 ppm以下、または10 ppm以下、または5 ppm以下の含有量で存在し、組成物中のシリーズF - 1220の化合物の総含有量は、好ましくは500 ppm以下、または450 ppm以下、または400 ppm以下、または350 ppm以下、または300 ppm以下、または250 ppm以下、または200 ppm以下、または150 ppm以下、または100 ppm以下、または75 ppm以下、または50 ppm以下、または25 ppm以下、または10 ppm以下、または5 ppm以下である。

40

50

【 0 0 7 4 】

場合により存在するシリーズ F - 1 2 2 0 の化合物は、1 p p m 以上、または 2 p p m 以上、または 3 p p m 以上、または 5 p p m 以上の含有量で存在してもよいことに留意すべきである。同様に、組成物中のシリーズ F - 1 2 2 0 の化合物の総含有量は、1 p p m 以上、または 2 p p m 以上、または 3 p p m 以上、または 5 p p m 以上であることができる。

【 0 0 7 5 】

例えば、場合により存在するシリーズ F - 1 2 2 0 の化合物は、1 から 5 p p m の含有量で、または 5 から 1 0 p p m の含有量で、または 1 0 から 2 5 p p m の含有量で、または 2 5 から 5 0 p p m の含有量で、または 5 0 から 7 5 p p m の含有量で、または 7 5 から 1 0 0 p p m の含有量で、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m の含有量で、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m の含有量で、または 2 0 0 から 2 5 0 p p m の含有量で、または 2 5 0 から 3 0 0 p p m の含有量で、または 3 0 0 から 3 5 0 p p m の含有量で、または 3 5 0 から 4 0 0 p p m の含有量で、または 4 0 0 から 4 5 0 p p m の含有量で、または 4 5 0 から 5 0 0 p p m の含有量で存在することができる。

10

【 0 0 7 6 】

例えば、組成物中のシリーズ F - 1 2 2 0 の化合物の総含有量は、1 から 5 p p m、または 5 から 1 0 p p m、または 1 0 から 2 5 p p m、または 2 5 から 5 0 p p m、または 5 0 から 7 5 p p m、または 7 5 から 1 0 0 p p m、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m、または 2 0 0 から 2 5 0 p p m、または 2 5 0 から 3 0 0 p p m、または 3 0 0 から 3 5 0 p p m、または 3 5 0 から 4 0 0 p p m、または 4 0 0 から 4 5 0 p p m、または 4 5 0 から 5 0 0 p p m であることができる。

20

【 0 0 7 7 】

本発明による組成物は、特に、シリーズ F - 1 2 3 0 (F - 1 2 3 0 z a および F - 1 2 3 0 z d を除き、これらは場合によりより多い量で存在し得る) の 1 つ以上の化合物を含むことができ、各々は組成物中に 5 0 0 p p m 以下、または 4 5 0 p p m 以下、または 4 0 0 p p m 以下、または 3 5 0 p p m 以下、または 3 0 0 p p m 以下、または 2 5 0 p p m 以下、または 2 0 0 p p m 以下、または 1 5 0 p p m 以下、または 1 0 0 p p m 以下、または 7 5 p p m 以下、または 5 0 p p m 以下、または 2 5 p p m 以下、または 1 0 p p m 以下、または 5 p p m 以下の含有量で存在し、組成物中のシリーズ F - 1 2 3 0 (F - 1 2 3 0 z a および F - 1 2 3 0 z d を除く) の化合物の総含有量は、好ましくは 5 0 0 p p m 以下、または 4 5 0 p p m 以下、または 4 0 0 p p m 以下、または 3 5 0 p p m 以下、または 3 0 0 p p m 以下、または 2 5 0 p p m 以下、または 2 0 0 p p m 以下、または 1 5 0 p p m 以下、または 1 0 0 p p m 以下、または 7 5 p p m 以下、または 5 0 p p m 以下、または 2 5 p p m 以下、または 1 0 p p m 以下、または 5 p p m 以下である。

30

【 0 0 7 8 】

場合により存在するシリーズ F - 1 2 3 0 (F - 1 2 3 0 z a および F - 1 2 3 0 z d を除く) の各化合物は、1 p p m 以上、または 2 p p m 以上、または 3 p p m 以上、または 5 p p m 以上の含有量で存在してもよいことに留意すべきである。同様に、組成物中のシリーズ F - 1 2 3 0 (F - 1 2 3 0 z a および F - 1 2 3 0 z d を除く) の化合物の総含有量は、1 p p m 以上、または 2 p p m 以上、または 3 p p m 以上、または 5 p p m 以上であることができる。

40

【 0 0 7 9 】

例えば、場合により存在するシリーズ F - 1 2 3 0 (F - 1 2 3 0 z a および F - 1 2 3 0 z d を除く) の各化合物は、1 から 5 p p m の含有量で、または 5 から 1 0 p p m の含有量で、または 1 0 から 2 5 p p m の含有量で、または 2 5 から 5 0 p p m の含有量で、または 5 0 から 7 5 p p m の含有量で、または 7 5 から 1 0 0 p p m の含有量で、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m の含有量で、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m の含有量で、または 2 0 0 から 2 5 0 p p m の含有量で、または 2 5 0 から 3 0 0 p p m の含有量で、または 3 0 0 から 3 5 0 p p m の含有量で、または 3 5 0 から 4 0 0 p p m の含有量で、また

50

は 4 0 0 から 4 5 0 p p m の含有量で、または 4 5 0 から 5 0 0 p p m の含有量で存在することができる。

【 0 0 8 0 】

例えば、組成物中のシリーズ F - 1 2 3 0 (F - 1 2 3 0 z a および F - 1 2 3 0 z d を除く) の化合物の総含有量は、 1 から 5 p p m 、または 5 から 1 0 p p m 、または 1 0 から 2 5 p p m 、または 2 5 から 5 0 p p m 、または 5 0 から 7 5 p p m 、または 7 5 から 1 0 0 p p m 、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m 、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m 、または 2 0 0 から 2 5 0 p p m 、または 2 5 0 から 3 0 0 p p m 、または 3 0 0 から 3 5 0 p p m 、または 3 5 0 から 4 0 0 p p m 、または 4 0 0 から 4 5 0 p p m 、または 4 5 0 から 5 0 0 p p m であることができる。

10

【 0 0 8 1 】

F - 1 2 3 0 z a および F - 1 2 3 0 z d は、上で列挙した量よりも著しく多い量で存在し得る。これらの化合物は、F - 1 2 3 4 z e の前駆体である。

【 0 0 8 2 】

本発明による組成物は、特に、シリーズ F - 1 2 4 0 の 1 つ以上の化合物を含むことができ、各々は組成物中に 5 0 0 p p m 以下、または 4 5 0 p p m 以下、または 4 0 0 p p m 以下、または 3 5 0 p p m 以下、または 3 0 0 p p m 以下、または 2 5 0 p p m 以下、または 2 0 0 p p m 以下、または 1 5 0 p p m 以下、または 1 0 0 p p m 以下、または 7 5 p p m 以下、または 5 0 p p m 以下、または 2 5 p p m 以下、または 1 0 p p m 以下、または 5 p p m 以下の含有量で存在し、組成物中のシリーズ F - 1 2 4 0 の化合物の総含有量は、好ましくは 5 0 0 p p m 以下、または 4 5 0 p p m 以下、または 4 0 0 p p m 以下、または 3 5 0 p p m 以下、または 3 0 0 p p m 以下、または 2 5 0 p p m 以下、または 2 0 0 p p m 以下、または 1 5 0 p p m 以下、または 1 0 0 p p m 以下、または 7 5 p p m 以下、または 5 0 p p m 以下、または 2 5 p p m 以下、または 1 0 p p m 以下、または 5 p p m 以下である。

20

【 0 0 8 3 】

場合により存在するシリーズ F - 1 2 4 0 の各化合物は、 1 p p m 以上、または 2 p p m 以上、または 3 p p m 以上、または 5 p p m 以上の含有量で存在してもよいことに留意すべきである。同様に、組成物中のシリーズ F - 1 2 4 0 の化合物の総含有量は、 1 p p m 以上、または 2 p p m 以上、または 3 p p m 以上、または 5 p p m 以上であることができる。

30

【 0 0 8 4 】

例えば、場合により存在するシリーズ F - 1 2 4 0 の各化合物は、 1 から 5 p p m の含有量で、または 5 から 1 0 p p m の含有量で、または 1 0 から 2 5 p p m の含有量で、または 2 5 から 5 0 p p m の含有量で、または 5 0 から 7 5 p p m の含有量で、または 7 5 から 1 0 0 p p m の含有量で、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m の含有量で、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m の含有量で、または 2 0 0 から 2 5 0 p p m の含有量で、または 2 5 0 から 3 0 0 p p m の含有量で、または 3 0 0 から 3 5 0 p p m の含有量で、または 3 5 0 から 4 0 0 p p m の含有量で、または 4 0 0 から 4 5 0 p p m の含有量で、または 4 5 0 から 5 0 0 p p m の含有量で存在することができる。

40

【 0 0 8 5 】

例えば、組成物中のシリーズ F - 1 2 4 0 の化合物の総含有量は、 1 から 5 p p m 、または 5 から 1 0 p p m 、または 1 0 から 2 5 p p m 、または 2 5 から 5 0 p p m 、または 5 0 から 7 5 p p m 、または 7 5 から 1 0 0 p p m 、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m 、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m 、または 2 0 0 から 2 5 0 p p m 、または 2 5 0 から 3 0 0 p p m 、または 3 0 0 から 3 5 0 p p m 、または 3 5 0 から 4 0 0 p p m 、または 4 0 0 から 4 5 0 p p m 、または 4 5 0 から 5 0 0 p p m であることができる。

【 0 0 8 6 】

本発明による組成物は、特に、シリーズ F - 1 2 5 0 の 1 つ以上の化合物を含むことができ、各々は組成物中に 5 0 0 p p m 以下、または 4 5 0 p p m 以下、または 4 0 0 p p

50

m以下、または350ppm以下、または300ppm以下、または250ppm以下、または200ppm以下、または150ppm以下、または100ppm以下、または75ppm以下、または50ppm以下、または25ppm以下、または10ppm以下、または5ppm以下の含有量で存在し、組成物中のシリーズF-1250の化合物の総含有量は、好ましくは500ppm以下、または450ppm以下、または400ppm以下、または350ppm以下、または300ppm以下、または250ppm以下、または200ppm以下、または150ppm以下、または100ppm以下、または75ppm以下、または50ppm以下、または25ppm以下、または10ppm以下、または5ppm以下である。

【0087】

10

場合により存在するシリーズF-1250の各化合物は、1ppm以上、または2ppm以上、または3ppm以上、または5ppm以上の含有量で存在してもよいことに留意すべきである。同様に、組成物中のシリーズF-1250の化合物の総含有量は、1ppm以上、または2ppm以上、または3ppm以上、または5ppm以上であることができる。

【0088】

例えば、場合により存在するシリーズF-1250の各化合物は、1から5ppmの含有量で、または5から10ppmの含有量で、または10から25ppmの含有量で、または25から50ppmの含有量で、または50から75ppmの含有量で、または75から100ppmの含有量で、または100から150ppmの含有量で、または150から200ppmの含有量で、または200から250ppmの含有量で、または250から300ppmの含有量で、または300から350ppmの含有量で、または350から400ppmの含有量で、または400から450ppmの含有量で、または450から500ppmの含有量で存在することができる。

20

【0089】

例えば、組成物中のシリーズF-1250の化合物の総含有量は、1から5ppm、または5から10ppm、または10から25ppm、または25から50ppm、または50から75ppm、または75から100ppm、または100から150ppm、または150から200ppm、または200から250ppm、または250から300ppm、または300から350ppm、または350から400ppm、または400から450ppm、または450から500ppmであることができる。

30

【0090】

本発明による組成物は、特に、シリーズF-1260の1つ以上の化合物を含むことができ、各々は組成物中に500ppm以下、または450ppm以下、または400ppm以下、または350ppm以下、または300ppm以下、または250ppm以下、または200ppm以下、または150ppm以下、または100ppm以下、または75ppm以下、または50ppm以下、または25ppm以下、または10ppm以下、または5ppm以下の含有量で存在し、組成物中のシリーズF-1260の化合物の総含有量は、好ましくは500ppm以下、または450ppm以下、または400ppm以下、または350ppm以下、または300ppm以下、または250ppm以下、または200ppm以下、または150ppm以下、または100ppm以下、または75ppm以下、または50ppm以下、または25ppm以下、または10ppm以下、または5ppm以下である。

40

【0091】

場合により存在するシリーズF-1260の各化合物は、1ppm以上、または2ppm以上、または3ppm以上、または5ppm以上の含有量で存在してもよいことに留意すべきである。同様に、組成物中のシリーズF-1260の化合物の総含有量は、1ppm以上、または2ppm以上、または3ppm以上、または5ppm以上であることができる。

【0092】

50

例えば、場合により存在するシリーズ F - 1 2 6 0 の各化合物は、1 から 5 p p m の含有量で、または 5 から 1 0 p p m の含有量で、または 1 0 から 2 5 p p m の含有量で、または 2 5 から 5 0 p p m の含有量で、または 5 0 から 7 5 p p m の含有量で、または 7 5 から 1 0 0 p p m の含有量で、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m の含有量で、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m の含有量で、または 2 0 0 から 2 5 0 p p m の含有量で、または 2 5 0 から 3 0 0 p p m の含有量で、または 3 0 0 から 3 5 0 p p m の含有量で、または 3 5 0 から 4 0 0 p p m の含有量で、または 4 0 0 から 4 5 0 p p m の含有量で、または 4 5 0 から 5 0 0 p p m の含有量で存在することができる。

【 0 0 9 3 】

例えば、組成物中のシリーズ F - 1 2 6 0 の化合物の総含有量は、1 から 5 p p m、または 5 から 1 0 p p m、または 1 0 から 2 5 p p m、または 2 5 から 5 0 p p m、または 5 0 から 7 5 p p m、または 7 5 から 1 0 0 p p m、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m、または 2 0 0 から 2 5 0 p p m、または 2 5 0 から 3 0 0 p p m、または 3 0 0 から 3 5 0 p p m、または 3 5 0 から 4 0 0 p p m、または 4 0 0 から 4 5 0 p p m、または 4 5 0 から 5 0 0 p p m であることができる。

【 0 0 9 4 】

F - 1 2 3 3 z d E との混合物として特に望ましくない不純物は、

- シリーズ F - 1 2 1 5、特に F - 1 2 1 5 x c および F - 1 2 1 5 y c の分子；
- シリーズ F - 1 2 2 4、特に F - 1 2 2 4 y c、F - 1 2 2 4 z c および F - 1 2 2 4 y e の分子；
- F - 1 2 3 3 z d E 以外のシリーズ F - 1 2 3 3、特に F - 1 2 3 3 x f、F - 1 2 3 3 x c および F - 1 2 3 3 y c の分子；
- シリーズ F - 1 2 4 2、特に F - 1 2 4 2 z f の分子

である。

【 0 0 9 5 】

分子 F - 1 2 1 5 x c、F - 1 2 1 5 y b および F - 1 2 1 5 y c は、F - 1 2 3 3 z d E と同様の沸点を有し、従ってそれから分離することが困難である。

【 0 0 9 6 】

それらの反応性のために、基 = C F₂ を有する分子は毒物学的影響の危険性も有する。これは、上記の分子のうち F - 1 2 1 5 x c および F - 1 2 1 5 y c に関係する。

【 0 0 9 7 】

結果として、シリーズ F - 1 2 1 5 の化合物の前駆体（特に、F - 1 2 1 5 x c および F - 1 2 1 5 y c の前駆体）の存在を制限するように、本発明による組成物を調整することが望ましい。

【 0 0 9 8 】

フッ素化反応による F - 1 2 1 5 x c および F - 1 2 1 5 y c の考えられる前駆体は、F - 1 2 1 0 x a、F - 2 2 0 d a（F - 1 2 1 0 x a 経由）および F - 2 2 0 a a（F - 1 2 1 0 x a 経由）である。

【 0 0 9 9 】

従って、本発明による有利な組成物は、

- 2 5 0 p p m 以下、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m、または 5 0 から 1 0 0 p p m、または 2 5 から 5 0 p p m、または 1 0 から 2 5 p p m、または 5 から 1 0 p p m、または 5 p p m 以下、例えば、1 から 5 p p m の含有量で、シリーズ F - 1 2 1 0 および F - 2 2 0 の化合物の中の少なくとも 1 つの化合物を含有し、そうでなければ
- シリーズ F - 1 2 1 0 および F - 2 2 0 の化合物の中の 1 つ以上の化合物を含み、全てのこれらの化合物の総含有量は 2 5 0 p p m 以下、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m、または 5 0 から 1 0 0 p p m、または 2 5 から 5 0 p p m、または 1 0 から 2 5 p p m、または 5 から 1 0 p p m、または 5 p p m 以下、例えば、1 から 5 p p m であり、そうでなければ

10

20

30

40

50

- 250 ppm以下、または150から200 ppm、または100から150 ppm、または50から100 ppm、または25から50 ppm、または10から25 ppm、または5から10 ppm、または5 ppm以下、例えば、1から5 ppmの含有量で、F - 1210xa、F - 220daおよびF - 220aaのうちの少なくとも1つの化合物を含有し、そうでなければ

- F - 1210xa、F - 220daおよびF - 220aaのうちの1つ以上の化合物を含み、全てのこれらの化合物の総含有量は250 ppm以下、または150から200 ppm、または100から150 ppm、または50から100 ppm、または25から50 ppm、または10から25 ppm、または5から10 ppm、または5 ppm以下、例えば、1から5 ppmである。

10

【0100】

クロロフッ素化反応によるF - 1215xcおよびF - 1215ycの他の考えられる前駆体(F - 1233z d Eが気相中で塩素の存在下でのフッ素化によって製造できることを考えれば)は、シリーズF - 1220、F - 1230、F - 1240、F - 1250およびF - 1260の化合物である。

【0101】

従って、本発明による有利な組成物は、

- 250 ppm以下、または150から200 ppm、または100から150 ppm、または50から100 ppm、または25から50 ppm、または10から25 ppm、または5から10 ppm、または5 ppm以下、例えば、1から5 ppmの含有量で、シリーズF - 1220、F - 1230 (F - 1230zaおよびF - 1230zdを除く)、F - 1240、F - 1250およびF - 1260の化合物の中の少なくとも1つの化合物を含有し、そうでなければ

20

- シリーズF - 1220、F - 1230 (F - 1230zaおよびF - 1230zdを除く)、F - 1240、F - 1250およびF - 1260の化合物の中の1つ以上の化合物を含み、全てのこれらの化合物の総含有量は250 ppm以下、または150から200 ppm、または100から150 ppm、または50から100 ppm、または25から50 ppm、または10から25 ppm、または5から10 ppm、または5 ppm以下、例えば、1から5 ppmである。

【0102】

30

さらに、本発明による他の有利な組成物は、

- 250 ppm以下、または150から200 ppm、または100から150 ppm、または50から100 ppm、または25から50 ppm、または10から25 ppm、または5から10 ppm、または5 ppm以下、例えば、1から5 ppmの含有量で、シリーズF - 1210、F - 1220、F - 1230 (F - 1230zaおよびF - 1230zdを除く)、F - 1240、F - 1250、F - 1260およびF - 220の化合物の中の少なくとも1つの化合物を含有し、そうでなければ

- シリーズF - 1210、F - 1220、F - 1230 (F - 1230zaおよびF - 1230zdを除く)、F - 1240、F - 1250、F - 1260およびF - 220の化合物の中の1つ以上の化合物を含み、全てのこれらの化合物の総含有量は250 ppm以下、または150から200 ppm、または100から150 ppm、または50から100 ppm、または25から50 ppm、または10から25 ppm、または5から10 ppm、または5 ppm以下、例えば、1から5 ppmである。

40

【0103】

F - 1230zaおよびF - 1230zdは、上に列挙した量よりも著しく高い量で存在し得る。

【0104】

分子F - 1224xe、F - 1224yd、F - 1224ye、F - 1224zbおよびF - 1224zcは、F - 1233z d Eと同様の沸点を有し、従ってそれから分離することが困難である。それらの反応性のために、=CF₂基を有する分子は毒物学的影響

50

の危険性も有する。これは、上記の分子のうち F - 1 2 2 4 y c および F - 1 2 2 4 z c に関係する。さらに、化合物 F - 1 2 2 4 y e は、連続的なフッ素化によって、その毒性についても知られている化合物 F - 1 2 2 5 y e をもたらす場合がある。

【 0 1 0 5 】

結果として、シリーズ F - 1 2 2 4 の化合物の前駆体（特に、F - 1 2 2 4 y c、F - 1 2 2 4 z c および F - 1 2 2 4 y e の前駆体）の存在を制限するように、本発明による組成物を調整することが望ましい。

【 0 1 0 6 】

フッ素化反応による F - 1 2 2 4 y c の考えられる前駆体は、F - 1 2 2 0 x a、F - 2 3 0 a a（F - 1 2 2 0 x a 経由）および F - 2 3 0 d a（F - 1 2 2 0 x a 経由）である。

10

【 0 1 0 7 】

フッ素化反応による F - 1 2 2 4 z c の考えられる前駆体は、F - 1 2 2 0 z a、F - 2 3 0 f a（F - 1 2 2 0 z a 経由）および F - 2 3 0 d a（F - 1 2 2 0 z a 経由）である。

【 0 1 0 8 】

フッ素化反応による F - 1 2 2 4 y e の考えられる前駆体は、F - 1 2 2 0 x d、F - 2 3 0 d a（F - 1 2 2 0 x d 経由）および F - 2 3 0 a b（F - 1 2 2 0 x d 経由）である。

【 0 1 0 9 】

20

従って、本発明による有利な組成物は、

- 2 5 0 p p m 以下、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m、または 5 0 から 1 0 0 p p m、または 2 5 から 5 0 p p m、または 1 0 から 2 5 p p m、または 5 から 1 0 p p m、または 5 p p m 以下、例えば、1 から 5 p p m の含有量で、シリーズ F - 1 2 2 0 および F - 2 3 0 の化合物の中の少なくとも 1 つの化合物を含有し、そうでなければ

- シリーズ F - 1 2 2 0 および F - 2 3 0 の化合物の中の 1 つ以上の化合物を含み、全てのこれらの化合物の総含有量は 2 5 0 p p m 以下、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m、または 5 0 から 1 0 0 p p m、または 2 5 から 5 0 p p m、または 1 0 から 2 5 p p m、または 5 から 1 0 p p m、または 5 p p m 以下、例えば、1 から 5 p p m であり、そうでなければ

30

- 2 5 0 p p m 以下、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m、または 5 0 から 1 0 0 p p m、または 2 5 から 5 0 p p m、または 1 0 から 2 5 p p m、または 5 p p m 以下、例えば、1 から 5 p p m の含有量で、F - 1 2 2 0 x a、F - 1 2 2 0 z a、F - 1 2 2 0 x d、F - 2 3 0 a a、F - 2 3 0 f a、F - 2 3 0 a b および F - 2 3 0 d a のうちの少なくとも 1 つの化合物を含有し、そうでなければ

- F - 1 2 2 0 x a、F - 1 2 2 0 z a、F - 1 2 2 0 x d、F - 2 3 0 a a、F - 2 3 0 f a、F - 2 3 0 a b および F - 2 3 0 d a のうちの 1 つ以上の化合物を含み、全てのこれらの化合物の総含有量は 2 5 0 p p m 以下、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m、または 5 0 から 1 0 0 p p m、または 2 5 から 5 0 p p m、または 1 0 から 2 5 p p m、または 5 から 1 0 p p m、または 5 p p m 以下、例えば、1 から 5 p p m である。

40

【 0 1 1 0 】

クロロフッ素化反応による F - 1 2 2 4 y c、F - 1 2 2 4 z c および F - 1 2 2 4 y e の他の考えられる前駆体（F - 1 2 3 3 z d E が気相中で塩素の存在下でのフッ素化によって製造できことを考えれば）は、シリーズ F - 1 2 3 0、F - 1 2 4 0、F - 1 2 5 0 および F - 1 2 6 0 の化合物である。

【 0 1 1 1 】

従って、本発明による有利な組成物は、

50

- 250 ppm以下、または150から200 ppm、または100から150 ppm、または50から100 ppm、または25から50 ppm、または10から25 ppm、または5から10 ppm、または5 ppm以下、例えば、1から5 ppmの含有量で、シリーズF - 1230 (F - 1230 z aおよびF - 1230 z dを除く)、F - 1240、F - 1250およびF - 1260の化合物の中の少なくとも1つの化合物を含有し、そうでなければ

- シリーズF - 1230 (F - 1230 z aおよびF - 1230 z dを除く)、F - 1240、F - 1250およびF - 1260の化合物の中の1つ以上の化合物を含み、全てのこれらの化合物の総含有量は250 ppm以下、または150から200 ppm、または100から150 ppm、または50から100 ppm、または25から50 ppm、または10から25 ppm、または5から10 ppm、または5 ppm以下、例えば、1から5 ppmである。

10

【0112】

さらに、本発明による他の有利な組成物は、

- 250 ppm以下、または150から200 ppm、または100から150 ppm、または50から100 ppm、または25から50 ppm、または10から25 ppm、または5から10 ppm、または5 ppm以下、例えば、1から5 ppmの含有量で、シリーズF - 1220、F - 1230 (F - 1230 z aおよびF - 1230 z dを除く)、F - 1240、F - 1250、F - 1260およびF - 230の化合物の中の少なくとも1つの化合物を含有し、そうでなければ

20

- シリーズF - 1220、F - 1230 (F - 1230 z aおよびF - 1230 z dを除く)、F - 1240、F - 1250、F - 1260およびF - 230の化合物の中の1つ以上の化合物を含み、全てのこれらの化合物の総含有量は250 ppm以下、または150から200 ppm、または100から150 ppm、または50から100 ppm、または25から50 ppm、または10から25 ppm、または5から10 ppm、または5 ppm以下、例えば、1から5 ppmである。

【0113】

F - 1230 z aおよびF - 1230 z dは、上に列挙した量よりも著しく高い量で存在し得る。

【0114】

シリーズF - 1233の分子はまた、F - 1233 z d Eの沸点に近い沸点を有し、従ってそれから分離することが困難である。

30

【0115】

ところで、F - 1233 x fは重合する傾向が高く、長鎖ポリマーを生成し、これはその後白色結晶の形で沈着することがある。従って、所望の用途においてF - 1233 z d Eの使用を容易にするために、最終化合物中にこの不安定な不純物が存在するのを避けることが好ましい。

【0116】

さらに、分子F - 1233 x cおよびF - 1233 y cは、=CF₂基を有し、毒物学的影響の危険性を有する場合がある。

40

【0117】

フッ素化反応によるF - 1233 x fの考えられる前駆体は、F - 1230 x f、F - 1230 x a、F - 240 d b (F - 1230 x fおよび/またはF - 1230 x a経由)、F - 240 a b (F - 1230 x f経由)およびF - 240 a a (F - 1230 x a経由)である。

【0118】

フッ素化反応によるF - 1233 x cおよびF - 1233 y cの考えられる前駆体は、F - 1230 x a、F - 240 d b (F - 1230 x a経由)およびF - 240 a a (F - 1230 x a経由)である。

【0119】

50

従って、本発明による有利な組成物は、

- 250 ppm以下、または150から200 ppm、または100から150 ppm、または50から100 ppm、または25から50 ppm、または10から25 ppm、または5から10 ppm、または5 ppm以下、例えば、1から5 ppmの含有量で、シリーズF - 1230 (F - 1230zaおよびF - 1230zdを除く) およびF - 240 (F - 240faを除く) の化合物の中の少なくとも1つの化合物を含有し、そうでなければ

- シリーズF - 1230 (F - 1230zaおよびF - 1230zdを除く) およびF - 240 (F - 240faを除く) の化合物の中の1つ以上の化合物を含み、全てのこれらの化合物の総含有量は250 ppm以下、または150から200 ppm、または100から150 ppm、または50から100 ppm、または25から50 ppm、または10から25 ppm、または5から10 ppm、または5 ppm以下、例えば、1から5 ppmであり、そうでなければ

10

- 250 ppm以下、または150から200 ppm、または100から150 ppm、または50から100 ppm、または25から50 ppm、または10から25 ppm、または5から10 ppm、または5 ppm以下、例えば、1から5 ppmの含有量で、F - 1230xf、F - 1230xa、F - 240db、F - 240abおよびF 240aaの中の少なくとも1つの化合物を含有し、そうでなければ

- F - 1230xa、F - 240db、F - 240abおよびF 240aaの中の1つ以上の化合物を含み、全てのこれらの化合物の総含有量は250 ppm以下、または150から200 ppm、または100から150 ppm、または50から100 ppm、または25から50 ppm、または10から25 ppm、または5から10 ppm、または5 ppm以下、例えば、1から5 ppmである。

20

【0120】

F - 240fa、F - 1230zaおよびF - 1230zdは、上に列挙した量よりも著しく高い量で存在し得る。

【0121】

クロロフッ素化反応によるF - 1233xf、F - 1233ycおよびF - 1233xcの他の考えられる前駆体 (F - 1233zdEが気相中で塩素の存在下でのフッ素化によって製造できることを考えれば) は、シリーズF - 1240、F - 1250およびF - 1260の化合物である。

30

【0122】

従って、さらに、本発明による他の有利な組成物は、

- 250 ppm以下、または150から200 ppm、または100から150 ppm、または50から100 ppm、または25から50 ppm、または10から25 ppm、または5から10 ppm、または5 ppm以下、例えば、1から5 ppmの含有量で、シリーズF - 1240、F - 1250およびF - 1260の化合物の中の少なくとも1つの化合物を含有し、そうでなければ

- シリーズF - 1230 (F - 1230zaおよびF - 1230zdを除く)、F - 1240、F - 1250、F - 1260およびF - 240 (F - 240faを除く) の化合物の中の1つ以上の化合物を含み、全てのこれらの化合物の総含有量は250 ppm以下、または150から200 ppm、または100から150 ppm、または50から100 ppm、または25から50 ppm、または10から25 ppm、または5から10 ppm、または5 ppm以下、例えば、1から5 ppmである。

40

【0123】

F - 240fa、F - 1230zaおよびF - 1230zdは、上に列挙した量よりも著しく高い量で存在し得る。

【0124】

分子F - 1242zfもF - 1233zdEの沸点に近い沸点を有し、従ってそれから分離することが困難である。事実、この化合物は、連続フッ素化としてF - 1243zf

50

を形成する傾向があり、その分子はその毒性のために望ましくない。

【 0 1 2 5 】

フッ素化反応による F - 1 2 4 2 z f の考えられる前駆体は、F - 1 2 4 0 z a、F - 1 2 4 0 z f、F - 2 5 0 f b (先の 2 つの化合物のうちの 1 つを経由)、F - 2 5 0 d a (F - 1 2 4 0 z a 経由) および F - 2 5 0 d b (F - 1 2 4 0 z f 経由) である。

【 0 1 2 6 】

従って、本発明による有利な組成物は、

- 2 5 0 p p m 以下、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m、または 5 0 から 1 0 0 p p m、または 2 5 から 5 0 p p m、または 1 0 から 2 5 p p m、または 5 から 1 0 p p m、または 5 p p m 以下、例えば、1 から 5 p p m の含有量で、シリーズ F - 1 2 4 0 および F - 2 5 0 の化合物の中の少なくとも 1 つの化合物を含有し、そうでなければ

10

- シリーズ F - 1 2 4 0 および F - 2 5 0 の化合物の中の 1 つ以上の化合物を含み、全てのこれらの化合物の総含有量は 2 5 0 p p m 以下、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m、または 5 0 から 1 0 0 p p m、または 2 5 から 5 0 p p m、または 1 0 から 2 5 p p m、または 5 から 1 0 p p m、または 5 p p m 以下、例えば、1 から 5 p p m であり、そうでなければ

- 2 5 0 p p m 以下、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m、または 5 0 から 1 0 0 p p m、または 2 5 から 5 0 p p m、または 1 0 から 2 5 p p m、または 5 から 1 0 p p m、または 5 p p m 以下、例えば、1 から 5 p p m の含有量で、F - 1 2 4 0 z a、F - 1 2 4 0 z f、F - 2 5 0 f b、F - 2 5 0 d a および F - 2 5 0 d b の中の少なくとも 1 つの化合物を含有し、そうでなければ

20

- F - 1 2 4 0 z a、F - 1 2 4 0 z f、F - 2 5 0 f b、F - 2 5 0 d a および F - 2 5 0 d b の中の 1 つ以上の化合物を含み、全てのこれらの化合物の総含有量は 2 5 0 p p m 以下、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m、または 5 0 から 1 0 0 p p m、または 2 5 から 5 0 p p m、または 1 0 から 2 5 p p m、または 5 から 1 0 p p m、または 5 p p m 以下、例えば、1 から 5 p p m である。

【 0 1 2 7 】

(気相中で塩素の存在下でのフッ素化によって F - 1 2 3 3 z d E を製造できることを考えれば) クロロフッ素化反応による F - 1 2 4 2 z f の他の考えられる前駆体は、シリーズ F - 1 2 5 0 および F - 1 2 6 0 の化合物である。

30

【 0 1 2 8 】

従って、さらに、本発明による他の有利な組成物は、

- 2 5 0 p p m 以下、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m、または 5 0 から 1 0 0 p p m、または 2 5 から 5 0 p p m、または 1 0 から 2 5 p p m、または 5 から 1 0 p p m、または 5 p p m 以下、例えば、1 から 5 p p m の含有量で、シリーズ F - 1 2 5 0 および F - 1 2 6 0 の化合物の中の少なくとも 1 つの化合物を含有し、そうでなければ

- シリーズ F - 1 2 4 0、F - 1 2 5 0、F - 1 2 6 0 および F - 2 5 0 の化合物の中の 1 つ以上の化合物を含み、全てのこれらの化合物の総含有量は 2 5 0 p p m 以下、または 1 5 0 から 2 0 0 p p m、または 1 0 0 から 1 5 0 p p m、または 5 0 から 1 0 0 p p m、または 2 5 から 5 0 p p m、または 1 0 から 2 5 p p m、または 5 から 1 0 p p m、または 5 p p m 以下、例えば、1 から 5 p p m である。

40

【 0 1 2 9 】

F - 1 2 3 4 z e E との混合物として特に望ましくない不純物は、

- シリーズ F - 1 2 1 6、特に F - 1 2 1 6 y c の分子 ;
- シリーズ F - 1 2 2 5、特に F - 1 2 2 5 y e および F - 1 2 2 5 z c の分子 ;
- シリーズ F - 1 2 4 3、特に F - 1 2 4 3 z f の分子 ; および
- F - 1 2 3 4 z e E 以外のシリーズ F - 1 2 3 4、特に F - 1 2 3 4 y f の分子である。

50

【 0 1 3 0 】

F - 1 2 1 6 y c は毒性があり、F - 1 2 3 4 z e E の沸点に近い沸点を有しており、従ってそれから分離することは困難である。フッ素化によるその前駆体は、F - 1 2 1 5 x c および F - 1 2 1 5 y c である。そのような化合物の存在を防止する方法は、既に上記に記載されている。

【 0 1 3 1 】

F - 1 2 2 5 y e および F - 1 2 2 5 z c は毒性があり、F - 1 2 3 4 z e E の沸点に近い沸点を有しており、従ってそれから分離することは困難である。フッ素化によるその前駆体は、F - 1 2 2 4 y e および F - 1 2 2 4 z c である。そのような化合物の存在を防止する方法は、既に上記に記載されている。

10

【 0 1 3 2 】

F - 1 2 4 3 z f は毒性があり、F - 1 2 3 4 z e E の沸点に近い沸点を有しており、従ってそれから分離することは困難である。フッ素化によるその前駆体は F - 1 2 4 2 z f である。この化合物の存在を防止する方法は、既に上記に記載されている。

【 0 1 3 3 】

F - 1 2 3 4 y f は、F - 1 2 3 4 z e E との混合物中に過度に大量に存在すべきでない物質である。例えば、その含有量は、5 0 0 p p m 以下であるべきである。ところで、この2つの化合物の沸点は近く、従来の分離が困難である。フッ素化による F - 1 2 3 4 y f の前駆体は F - 1 2 3 3 x f である。この化合物の存在を防止する方法は、既に上記に記載されている。

20

【 0 1 3 4 】

シリーズ F - 2 7 0 の分子の存在は、フッ素化反応が塩素の存在下で気相中で行われる場合 (F - 1 2 3 4 z e E の製造のために)、これらの分子は塩素化およびフッ素化され、上に列挙した望ましくない不純物の一部を生成する場合がある限り、望ましくないことがあることに留意すべきである。

【 0 1 3 5 】

本発明による組成物の調製

F - 2 4 0 f a の製造は、例えば、U S 5 7 0 5 7 7 9 号から知られている。この文献は、以下による F - 2 4 0 f a の製造方法を提案している。

- F - 2 5 0 f b を生成するための四塩化炭素とエチレンとの反応 ;
- F - 1 2 4 0 f a を得るための F - 2 5 0 f b の光塩素化。

30

【 0 1 3 6 】

次いで、本発明による組成物は、上記の他の化合物、特に F - 2 4 0 d b (これは一般に塩素化の大部分の副生成物である) ならびに F - 2 3 0 および / または F - 2 2 0 および / または F - 2 1 0 のような塩素化の他の副生成物に関して、F - 2 4 0 f a の分離の1つ以上の工程を実施することによって得ることができる。

【 0 1 3 7 】

これらの分離工程は、好ましくは、従来の吸収 / 洗浄および蒸留によって実施することができる。標準的な蒸留の代わりにまたはそれと組み合わせて、抽出蒸留による分離、モレキュラーシーブ、アルミナもしくは活性炭上の物理化学的分離、または膜分離を想定することも可能である。

40

【 0 1 3 8 】

第1の分離は、一般に、大気圧下または減圧下での標準的な蒸留 (プレート付きカラム、充填物を有するカラム) を用いて行われる。選択される圧力は、7 6 0 m m H g 未満、優先的には 4 5 0 m m H g 未満、より優先的には 2 0 0 m m H g 未満である。本質的に、カラムの圧力により、所与の分離度に対する温度条件が決定される。F - 2 4 0 f a は、1 8 0 未満、優先的には 1 6 0 未満、より優先的には 1 3 0 未満の温度で蒸留を行うことによって回収することができる。単純なカラムまたは蒸留トレインを使用することができる。選択した条件下で、蒸留後の F - 2 4 0 f a の純度は最低 9 9 . 8 % に達する。

【 0 1 3 9 】

50

第2の分離は、ゼオライトまたは活性炭上の吸着を用いて行うことができる。

【0140】

F - 240faを精製する方法で 사용할 수 있는 제올라이트 또는 활성탄은, 유리에는 3.4에서 11, 바람직하게는 3.4에서 10의 평균孔径을 갖는다. 제올라이트 또는 활성탄이 11보다 큰 평균孔径을 갖는 경우, F - 240fa의 흡착량이 증가하고, 평균孔径이 3.4 미만인 경우, 제올라이트 또는 활성탄의 흡착능은 감소한다.

【0141】

제올라이트는 2 이하의 Si/Al 비를 갖는 것이 바람직하다. 제올라이트의 Si/Al 비가 2보다 큰 경우, 어떤 종류의 불순물은 선택적으로 흡착されない 경향이 있다. 제올라이트는, 바람직하게는, 4A 분자ふる움막, 5A 분자ふる움막, 10X 분자ふる움막 및 13X 분자ふる움막에서 선택되는 적어도 하나의 요소이다. 이러한 제올라이트를 사용하여, F - 240fa 중의 수분 함량을 동시에 감소시킬 수 있다.

10

【0142】

제올라이트 및 활성탄은, 흡착제를 재생하는 목적으로 각각에 사용할 수 있는 것이 바람직하지만, 이들은 혼합물로서 사용할 수 있다. 혼합물 중의 제올라이트 및 활성탄의 비율은 특히 중요하지 않지만, 더 많은 양의 제올라이트를 사용할 수 있는 것이 바람직하고,それによつて F - 240fa 중의 수분 함량을 감소시킬 수 있다.

【0143】

액상에서 F - 240fa를 제올라이트 및/또는 활성탄으로 처리하기 위해, 배치법 또는 연속법을 사용할 수 있다. 산업적으로는, F - 240fa를 고정床上에 연속적으로 통과시키는 방법이 바람직하다. 액체 시공간 속도(LSTV)는, 제거할 불순물의 함유량 및 처리할 F - 240fa의 양에 따라 적절하게 선택할 수 있다. 일반적으로, 공간 속도는 1에서 50 h⁻¹인 것이 바람직하다. 산업적으로는, 정제 방법은, 2개의 흡착탑을 교대로 사용할 수 있다.

20

【0144】

F - 240fa의 처리 온도는, 0에서 120, 바람직하게는 20에서 80이다. 처리 온도가 120보다 높은 경우, 장치의 가열을 위해 장비의 비용이 상승하고, 처리 온도가 0 미만인 경우에는, 냉각 장치가 필요할 수 있다. 압력은 0에서 3 MPa, 바람직하게는 0에서 1 MPa이다. 압력이 3 MPa보다 큰 경우, 장치의 내압성에 대한 요건의ために 경제적 실행 가능성이 감소할 수 있다.

30

【0145】

활성탄 또는 제올라이트에의 흡착에 추가하여, 또는 이러한 기술의 대체로서, 막 분리 기술을 실시할 수 있다. 막 분리는, 저압 또는减压下에서 수행되는 연속법에 따라, 기상에서 수행할 수 있다. 선택되는 압력은, 5 바르 미만, 우선적으로는 2 바르 미만, 더 우선적으로는 대기압 미만이다. 막의 선택은, F - 240fa에서 분리되는 불순물의 성질(용해도, 확산성 및 투과성의 차이)에 의존한다. 막 분리는, 250 미만, 우선적으로는 230 미만, 더 우선적으로는 180 미만의, 선택된 압력에 의존하는 온도에서 수행된다.

40

【0146】

불순물을 함유한 F - 240fa가, 액상에서 제올라이트 및/또는 활성탄과 접촉하여 배치되고, 및/또는 위의 조건에서 기상에서 막 상에서 정제되는 경우, F - 240db는, 99.9%보다 높은 순도로 얻을 수 있다.

【0147】

F - 1233zdE의 제조

본 발명による組成物は, 1つ以上のフッ素化工程を介して所望の仕様を有する F - 1233zdEを製造するために 사용할 수 있다.

【0148】

フッ素化は, 米国特許第 8704017号に記載されているような液相でのフッ素化で

50

あってもよい。

【0149】

あるいは、および好ましくは、フッ素化は、塩素の存在下でのHFによる気相での触媒フッ素化である。

【0150】

使用される触媒は、例えば、遷移金属酸化物を含む金属またはそのような金属の誘導体もしくはハロゲン化物もしくはオキシハロゲン化物に基づくことができる。挙げることができる例には、 FeCl_3 、オキシフッ化クロム、酸化クロム（場合によりフッ素化処理を施したもの）、フッ化クロム、およびそれらの混合物が含まれる。他の考えられる触媒は、木炭上に担持された触媒、アンチモン系触媒、アルミニウム系触媒（例えば、 AlF_3 および Al_2O_3 、オキシフッ化アルミナおよびフッ化アルミナ）である。

10

【0151】

オキシフッ化クロム、フッ化アルミニウムまたはオキシフッ化アルミニウム、またはCr、Ni、Fe、Zn、Ti、V、Zr、Mo、Ge、Sn、Pb、Mg、Sb等の金属を含む担持または非担持触媒を一般に使用することができる。

【0152】

これに関しては、WO2007/079431号（7頁1から5行および28から32行）、FR2748473号（4頁）を参照することができ、これらの文献に対する参照が明確になされる。

【0153】

触媒は、特に好ましくはクロムに基づき、それはより具体的にはクロムを含む混合触媒である。

20

【0154】

一実施形態によれば、クロムおよびニッケルを含む混合触媒が使用される。Cr/Niモル比（金属元素に基づく）は、一般に0.5から5、例えば、0.7から2、例えば、約1である。触媒は、クロムを0.5から20重量%およびニッケルを0.5から20重量%、好ましくは各々を2重量%から10重量%を含むことができる。

【0155】

金属は、金属形態または誘導体、例えば、酸化物、ハロゲン化物またはオキシハロゲン化物の形態で存在してもよい。これらの誘導体は、好ましくは、触媒金属の活性化によって得られる。

30

【0156】

担体は、好ましくは、アルミニウム、例えば、アルミナ、活性アルミナまたはアルミニウム誘導体、例えば、US4902838号に記載されたハロゲン化アルミニウムおよびオキシハロゲン化アルミニウム等で構成されているか、または上述の活性化方法によって得られる。

【0157】

触媒は、活性化されているかまたは活性化されていない担体上に、活性化または非活性化形態のクロムおよびニッケルを含むことができる。

【0158】

WO2009/118628号（特に4頁30行から7頁16行）を参照することができ、本明細書においてこれに対する参照が明確になされる。

40

【0159】

別の好ましい実施形態は、クロムと、MgおよびZnから選択される少なくとも1つの元素とを含む混合触媒に基づく。MgまたはZn/Crの原子比は0.01から5であることが好ましい。

【0160】

その使用の前に、触媒は好ましくは空気、酸素もしくは塩素および/またはHFで活性化される。

【0161】

50

例えば、触媒は、空気または酸素およびHFで、100から500、好ましくは250から500、より具体的には300から400の温度で活性化することが好ましい。活性化時間は、好ましくは1から200時間、より具体的には1から50時間である。

【0162】

この活性化の後に、酸化剤、HFおよび有機化合物の存在下での最終フッ素化活性化工程を行うことができる。

【0163】

HF / 有機化合物のモル比は好ましくは2から40であり、酸化剤 / 有機化合物のモル比は好ましくは0.04から25である。最終活性化温度は好ましくは300から400であり、その持続時間は好ましくは6から100時間である。

10

【0164】

気相フッ素化反応は、

- 1:1から150:1、好ましくは3:1から100:1、特に好ましくは5:1から50:1のHF / 塩素化合物のモル比；
- 0.01:100から5:100、好ましくは0.1:100から4:100、より特に好ましくは0.5:100から3:100のCl₂ / 塩素化合物のモル比；
- 1から100秒、好ましくは1から50秒、より具体的には2から40秒の接触時間（触媒の体積を総流入流で割って、操作温度と圧力に調整したもの）；
- 0.1から50バール、好ましくは0.3から15バールの範囲の絶対圧；
- 100から500、好ましくは150から450、より具体的には200から300の温度（触媒床の温度）で行うことができる。

20

【0165】

フッ素化から得られた生成物流は、精製された形態のF-1233z d Eを回収し、存在する他の化合物（HCl、未反応HF、未反応F-240fa、および他の有機化合物）を分離するために、適切な処理（蒸留、洗浄等）を受けることができる。1つ以上の流れがリサイクルされる場合がある。

【0166】

参照が明確になされているWO2012/098421号およびWO2012/098422号に記載されているように、触媒再生工程も想定することができる。

【0167】

30

得られたF-1233z d Eの流れは、好ましくは、

- 500ppm未満、または250ppm未満、または200ppm未満、または150ppm未満、または100ppm未満、または50ppm未満、または25ppm未満、または10ppm未満、または5ppm未満のF-1233xf；および／または
- 500ppm未満、または250ppm未満、または200ppm未満、または150ppm未満、または100ppm未満、または50ppm未満、または25ppm未満、または10ppm未満、または5ppm未満のF-1242zf；および／または
- 500ppm未満、または250ppm未満、または200ppm未満、または150ppm未満、または100ppm未満、または50ppm未満、または25ppm未満、または10ppm未満、または5ppm未満のF-1215yc；および／または
- 500ppm未満、または250ppm未満、または200ppm未満、または150ppm未満、または100ppm未満、または50ppm未満、または25ppm未満、または10ppm未満、または5ppm未満のF-1224yc；および／または
- 500ppm未満、または250ppm未満、または200ppm未満、または150ppm未満、または100ppm未満、または50ppm未満、または25ppm未満、または10ppm未満、または5ppm未満のF-1224ye；および／または
- 500ppm未満、または250ppm未満、または200ppm未満、または150ppm未満、または100ppm未満、または50ppm未満、または25ppm未満、または10ppm未満、または5ppm未満のF-1224ye；および／または

40

50

0 p p m未満、または1 0 0 p p m未満、または5 0 p p m未満、または2 5 p p m未満、または1 0 p p m未満、または5 p p m未満のF - 1 2 2 4 z cを含む。

【0 1 6 8】

好ましくは、これらの含有量は、生成物流を精製する工程なしに（またはあらゆる精製工程の前に）フッ素化の終了時に得られる。

【0 1 6 9】

F - 1 2 3 4 z e E の製造

本発明による組成物は、先の工程で形成されたF - 1 2 3 3 z d E から出発する1 つ以上のフッ素化工程を介して、所望の仕様を有するF - 1 2 3 4 z e E を製造するために使用することができる。

【0 1 7 0】

フッ素化は、H F を用いた気相での触媒フッ素化であることができる。

【0 1 7 1】

使用される触媒は、例えば、遷移金属酸化物を含む金属またはそのような金属の誘導体もしくはハロゲン化物もしくはオキシハロゲン化物に基づくことができる。挙げることができる例には、F e C l ₃、オキシフッ化クロム、酸化クロム（場合によりフッ素化処理を施したもの）、フッ化クロム、およびそれらの混合物が含まれる。他の考えられる触媒は、木炭上に担持された触媒、アンチモン系触媒、アルミニウム系触媒（例えば、A l F ₃およびA l ₂ O ₃、オキシフッ化アルミナおよびフッ化アルミナ）である。

【0 1 7 2】

オキシフッ化クロム、フッ化アルミニウムまたはオキシフッ化アルミニウム、またはC r、N i、F e、Z n、T i、V、Z r、M o、G e、S n、P b、M g、S b等の金属を含む担持または非担持触媒を一般に使用することができる。

【0 1 7 3】

これに関しては、W O 2 0 0 7 / 0 7 9 4 3 1 号（7 頁1 から5 行および2 8 から3 2 行）、U S 5 8 9 5 8 2 5 号を参照することができ、これらの文献に対する参照が明確になされる。

【0 1 7 4】

触媒は、特に好ましくはクロムに基づき、それはより具体的にはクロムを含む混合触媒である。

【0 1 7 5】

一実施形態によれば、クロムおよびニッケルを含む混合触媒が使用される。C r / N i モル比（金属元素に基づく）は、一般に0 . 5 から5、例えば、0 . 7 から2、例えば、約1である。触媒は、クロムを0 . 5 から2 0 重量%およびニッケルを0 . 5 から2 0 重量%、好ましくは各々を2 重量%から1 0 重量%を含むことができる。

【0 1 7 6】

金属は、金属形態または誘導体、例えば、酸化物、ハロゲン化物またはオキシハロゲン化物の形態で存在してもよい。これらの誘導体は、好ましくは、触媒金属の活性化によって得られる。

【0 1 7 7】

担体は、好ましくは、アルミニウム、例えば、アルミナ、活性アルミナまたはアルミニウム誘導体、例えば、U S 4 9 0 2 8 3 8 号に記載されたハロゲン化アルミニウムおよびオキシハロゲン化アルミニウム等で構成されているか、または上述の活性化方法によって得られる。

【0 1 7 8】

触媒は、活性化されているかまたは活性化されていない担体上に、活性化または非活性化形態のクロムおよびニッケルを含むことができる。

【0 1 7 9】

W O 2 0 0 9 / 1 1 8 6 2 8 号（特に4 頁3 0 行から7 頁1 6 行）を参照することができ、本明細書においてこれに対する参照が明確になされる。

10

20

30

40

50

【 0 1 8 0 】

別の好ましい実施形態は、クロムと、MgおよびZnから選択される少なくとも1つの元素とを含む混合触媒に基づく。MgまたはZn/Crの原子比は0.01から5であることが好ましい。

【 0 1 8 1 】

その使用の前に、触媒は好ましくは空気、酸素もしくは塩素および/またはHFで活性化される。

【 0 1 8 2 】

例えば、触媒は、空気または酸素およびHFで、100から500、好ましくは250から500、より具体的には300から400の温度で活性化することが好ましい。活性化時間は、好ましくは1から200時間、より具体的には1から50時間である。

10

【 0 1 8 3 】

この活性化の後に、酸化剤、HFおよび有機化合物の存在下での最終フッ素化活性化工程を行うことができる。

【 0 1 8 4 】

HF/有機化合物のモル比は好ましくは2から40であり、酸化剤/有機化合物のモル比は好ましくは0.04から25である。最終活性化温度は好ましくは300から400であり、その持続時間は好ましくは6から100時間である。

【 0 1 8 5 】

気相フッ素化反応は、

20

- 1:1から150:1、好ましくは1.5:1から100:1、より特に好ましくは2:1から50:1のHF/塩素化合物のモル比；
- 1から100秒、好ましくは1から50秒、より具体的には2から40秒の接触時間（触媒の体積を総流入流で割って、操作温度と圧力に調整したもの）；
- 0.1から50パール、好ましくは0.3から15パールの範囲の絶対圧；
- 100から500、好ましくは200から450、より具体的には250から400の温度（触媒床の温度）で行うことができる。

【 0 1 8 6 】

反応工程の持続時間は、典型的には10から2000時間、好ましくは50から500時間、より具体的には70から300時間である。

30

【 0 1 8 7 】

酸化剤、好ましくは酸素は、場合によりフッ素化反応の間に添加されてもよい。酸素/有機化合物のモル比は0.0005から2、好ましくは0.01から1.5である。酸素は、純粋な形態で、または空気または酸素/窒素混合物の形態で導入されてもよい。酸素は塩素で置換されていてもよい。

【 0 1 8 8 】

フッ素化から得られた生成物流は、精製された形態のF-1234zeEを回収し、存在する他の化合物（HCl、未反応HF、未反応F-240fa、および他の有機化合物）を分離するために、適切な処理（蒸留、洗浄等）を受けることができる。1つ以上の流れがリサイクルされる場合がある。

40

【 0 1 8 9 】

参照が明確になされているWO2012/098421号およびWO2012/098422号に記載されているように、触媒再生工程も想定することができる。

【 0 1 9 0 】

得られたF-1234zeEの流れは、好ましくは、

- 500ppm未満、または250ppm未満、または200ppm未満、または150ppm未満、または100ppm未満、または50ppm未満、または25ppm未満、または10ppm未満、または5ppm未満のF-12432f；および/または
- 500ppm未満、または250ppm未満、または200ppm未満、または150ppm未満、または100ppm未満、または50ppm未満、または25ppm未満

50

、または10ppm未満、または5ppm未満のF-1225zc；および／または
 - 500ppm未満、または250ppm未満、または200ppm未満、または150ppm未満、または100ppm未満、または50ppm未満、または25ppm未満、または10ppm未満、または5ppm未満のF-1216yc；および／または
 - 500ppm未満、または250ppm未満、または200ppm未満、または150ppm未満、または100ppm未満、または50ppm未満、または25ppm未満、または10ppm未満、または5ppm未満のF-12434c；および／または
 - 500ppm未満、または250ppm未満、または200ppm未満、または150ppm未満、または100ppm未満、または50ppm未満、または25ppm未満、または10ppm未満、または5ppm未満のF-1252zc；および／または
 - 500ppm未満、または250ppm未満、または200ppm未満、または150ppm未満、または100ppm未満、または50ppm未満、または25ppm未満、または10ppm未満、または5ppm未満のF-1225ye；および／または
 - 500ppm未満、または250ppm未満、または200ppm未満、または150ppm未満、または100ppm未満、または50ppm未満、または25ppm未満、または10ppm未満、または5ppm未満のF-1234yfを含む。

【0191】

好ましくは、これらの含有量は、生成物流を精製する工程なしに（またはあらゆる精製工程の前に）フッ素化の終了時に得られる。

【実施例】

【0192】

以下の実施例は本発明を限定することなく本発明を例示する。

【0193】

[実施例1：F-240faに基づく2つの組成物の分析]

異なる純度の、F-240faに基づく2つの組成物AおよびBを検討する。第1の組成物Aは、出願人の会社の研究所における合成および精製から生じる。第2の組成物Bは、商業的供給業者Synquest Laboratoriesに由来する。

【0194】

これらの2つの試料のモル%での組成を以下の表1に示す（ガスクロマトグラフィー分析後）。

【0195】

【表2】

	組成物 A	組成物 B
F-1230za	0.055	0.018
F-250	0.035	0.449
F-240fa	99.58	96.79
C ₂ Cl ₆	0.051	0.239
F-240db	0.157	2.46
他	0.122	0.044

表1－組成物AおよびBの分析

【0196】

[実施例2：フッ素化触媒の調製]

5から10%の間のHFを含有するHF/空気混合物の下、280の固定床中で前処理したGrace HSAアルミナ担体343gをロータリーエバポレーターに入れる。出発アルミナを、0.5から2mmの間の直径を有するビーズの形態で提供する。その比表面積は約220m²/gであり、その細孔容積は1.3cm³/gである。さらに、2つ、即ち、

- 1つは81 gのメタノールおよび8 gの水を含有し、
- 他方は62 gの水、55 gのクロム酸 CrO_3 および130 gの塩化ニッケル NiCl_2 を含有する(50 で2時間30分、混合物を溶解)の水溶液を調製する。

【0197】

2つの溶液を40 に維持したアルミナ担体上に同時に徐々に導入し、攪拌する。窒素下での熟成工程の後、触媒を窒素下で、次いで65 の真空下で、次いで約90 で6時間乾燥させる。

【0198】

含浸固体500 gを管状インコネル反応器に充填する。触媒をまず、320 、大気圧で窒素をフラッシングしながら乾燥させる。続いて、それを HF/N_2 (窒素中の HF 5から10%)混合物の存在下、320 で、次いで最高390 でフッ素化する。その後、 HF 供給を遮断する。触媒を窒素下で冷却する。

【0199】

[実施例3：気相フッ素化]

この実施例は、連続気相フッ素化パイロットプラントを用いて実施した。このパイロットプラントは、管状の電気炉内に垂直に配置された内径38 mm、長さ500 mmのインコネル管からなる反応器を含む。外径6 mmの温度計ウェルを炉内に同軸に配置し、それにより4段の熱電対を使用して触媒床に沿って温度を読み取ることが可能になる。

【0200】

反応器の周りに巻き付けられ、底部から垂直に上方に横走するコイルにより、反応器に入る前に反応体を予熱することが可能になる。触媒床の上のコランダム層により、ガス状反応体の均質な分布を提供することが可能になる。調節弁により、所望の圧力を維持することが可能になる。反応器の入口および出口のガス流をガスクロマトグラフィーで分析する。

【0201】

上記固体の適切な量を反応器に導入し、次いで250 および大気圧で窒素の存在下で乾燥させる。続いて、乾燥した固体を、窒素および無水フッ化水素酸を含む流れの下で15分間活性化させ(大気圧のまま)、その後250 で純粋な HF の下に置く。その後10バール絶対に達するまで圧力を非常に徐々に調節する。その後、反応体(塩素および組成物A)を導入する。供給される流速は、 $\text{HF}/\text{F}-240\text{fa}$ のモル比が20に等しく、 $\text{Cl}_2/\text{F}-240\text{fa}$ のモル比が0.018に等しく、接触時間が15秒であるようにされる。温度を250 に維持する。反応器から出るガス流の組成をガスクロマトグラフィーで分析し、表1に示す。

【0202】

この実験を、2.46%の $\text{F}-240\text{db}$ を含有する $\text{F}-240\text{fa}$ の試料Bを用いて同じ操作条件下で繰り返す。反応器から出るガス流の組成をガスクロマトグラフィーで分析し、以下の表2にモル%で示す。

【0203】

10

20

30

40

50

【表 3】

	組成物 A との反応	組成物 B との反応
F-1233zdE	80.2	78.6
F-1233zdZ	12.8	11.7
F-243fa	0.7	0.5
F-244fa	2.6	3.1
F-245fa	1.4	2
F-1233xf	0.14	2.12
F-1234zeE	1.9	1.81
F-1234zeZ	0.1	0.09
F-1232zd	0.09	0.03
F-1232za	0.07	0.05

10

表 2 - F-1233zdE の製造のための F-240fa に基づく組成物の気相フッ素化

【 0 2 0 4 】

[実施例 4 : F - 1 2 3 3 x f の重合の実証]

20

温度測定および圧力測定を備えた 1 0 0 m L のオートクレーブが利用可能である。このオートクレーブを油浴に浸漬し、その温度を調節する。純度 9 9 . 6 7 % の化合物 F - 1 2 3 3 x f 4 9 . 2 g をオートクレーブに導入し、反応器の温度を 5 6 に上昇させる。その結果、自生相対圧力は 2 . 8 パールである。化合物を 1 8 時間、温度で放置する。この期間の終了時に、反応器を周囲温度に戻し、次いで液体窒素中で冷却したステンレス鋼トラップに向けて減圧する。その後、コールドトラップを減圧し、分析すると、9 9 . 6 7 % の F - 1 2 3 3 x f が得られる。脱気後に回収される生成物の組成は、出発物質の組成と同一である。油性フィルムが堆積された反応器の底部の外観に注目する。続いて、ジクロロメタン溶液を用いてオートクレーブをすすぎ、これを液体クロマトグラフィーで分析する。この分析により、質量分析 - クロマトグラフィー技術によって同定された化合物、即ち、 $C_9F_9H_6Cl_3$ 、即ち、化合物 F - 1 2 3 3 x f の三量体 1 1 0 0 p p m の存在が明らかになる。

30

【 0 2 0 5 】

[実施例 5 : 酸性媒体中での F - 1 2 3 3 x f の重合の実証]

4 1 . 6 g の H F の存在に 1 2 . 1 g の F - 1 2 3 3 x f を入れて実施例 4 を繰り返す。混合物を温度 7 9 および相対自生圧力 7 . 6 パール下に 1 8 時間放置する。減圧、バブラー中での洗浄および乾燥後にコールドトラップ中に回収された化合物は、依然として 9 9 . 6 7 % の純度を示す。これらの操作条件下で、反応器の底部は白色結晶で覆われる。約 1 g のこれらの結晶を回収することができた。赤外線および N M R による分析により、 $(-C C l C F_3 - C H_2 -)_n$ 基からなるオリゴポリマー化合物を同定することができた。

40

フロントページの続き

- (51)国際特許分類

C 0 7 B

61/00 (2006.01)

F I

C 0 7 B

61/00

3 0 0

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
- (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 - ラバル、 リュ ・ フレール ・ ブノワ ・ 3 2
- 合議体
- 審判長 瀬良 聡機
- 審判官 富永 保
- 審判官 齊藤 真由美
- (56)参考文献

特表 2 0 1 4 - 5 0 9 3 1 0 (J P , A)

国際公開第 2 0 1 0 / 0 3 5 7 4 8 (W O , A 1)

米国特許第 5 7 0 5 7 7 9 (U S , A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)
- C07C
- J S T P l u s (J D r e a m I I I)
- J M E D P l u s (J D r e a m I I I)
- J S T 7 5 8 0 (J D r e a m I I I)
- J S T C h i n a (J D r e a m I I I)