

明 細 書

発明の名称：

ガス充填済み充填容器及び（E）－1， 1， 1， 4， 4， 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンの保管方法

技術分野

[0001] 本発明は、ガス充填済み充填容器、及び、（E）－1， 1， 1， 4， 4， 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンの保管方法に関する。

背景技術

[0002] ドライエッチングにおいて微細な加工を安定的に行うためには、ドライエッチングガスが高純度（例えば99.9体積%以上）であることが求められる。また、ドライエッチングガスは、充填容器に充填された状態で使用時まで保管されるので、充填容器中で長期間にわたって高純度が維持される必要がある。

特許文献1には、ドライエッチングガスとして使用可能な2－フルオロブタン、2－フルオロ－2－メチルプロパン、及び2－フルオロペンタンを、長期間にわたって高純度を維持しつつ保管する技術が開示されている。特許文献1に開示の技術では、内面に付着しているアルミニウムの量が少ないマンガン鋼製の充填容器に、2－フルオロブタン、2－フルオロ－2－メチルプロパン、又は2－フルオロペンタンを充填することにより、純度の低下を抑制している。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：国際公開第2016／117464号

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 半導体製造用のドライエッチングガスとして（E）－1， 1， 1， 4， 4

、4-ヘキサフルオロ-2-ブテンを利用することが検討されているが、(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンは分子内に二重結合を有していることから、2-フルオロブタン、2-フルオロ-2-メチルプロパン、及び2-フルオロペンタンと比較すると安定性が低く、保管時に異性化、重合、分解等の反応を起こしやすかった。

そのため、(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンに対して特許文献1に開示の技術を適用すると、長期間にわたる保管中に異性化、重合、分解等の反応が進行して純度が低下する場合があった。

本発明は、充填された(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンの純度が長期間にわたって低下しにくいガス充填済み充填容器、及び、(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンの保管方法を提供することを課題とする。

課題を解決するための手段

[0005] 前記課題を解決するため、本発明の一態様は以下の[1]～[13]の通りである。

[1] 充填容器に(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンが充填されてなるガス充填済み充填容器であって、

前記充填容器のうち、充填されている前記(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンが接触している部分が、銅の濃度が0.5質量%未満である金属で形成されているガス充填済み充填容器。

[0006] [2] 前記充填容器のうち、充填されている前記(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンが接触している部分が、銅の濃度が0.4質量%未満である金属で形成されている[1]に記載のガス充填済み充填容器。

[3] 前記金属が銅である[1]又は[2]に記載のガス充填済み充填容器。

[4] 前記金属がマンガン鋼及びクロムモリブデン鋼の少なくとも一種である[1]又は[2]に記載のガス充填済み充填容器。

〔５〕 前記銅の濃度はＸ線光電子分光分析法によって測定されたものである〔１〕～〔４〕のいずれか一項に記載のガス充填済み充填容器。

〔０００７〕〔６〕 前記充填容器が、前記（Ｅ）－１，１，１，４，４，４－ヘキサフルオロ－２－ブテンが収容されたボンベと、前記ボンベの内部の前記（Ｅ）－１，１，１，４，４，４－ヘキサフルオロ－２－ブテンを外部に流す流路を開閉する弁と、を備える〔１〕～〔５〕のいずれか一項に記載のガス充填済み充填容器。

〔７〕 充填する前記（Ｅ）－１，１，１，４，４，４－ヘキサフルオロ－２－ブテンの純度が９９．９０体積％以上である〔１〕～〔６〕のいずれか一項に記載のガス充填済み充填容器。

〔０００８〕〔８〕 充填容器に充填して保管する（Ｅ）－１，１，１，４，４，４－ヘキサフルオロ－２－ブテンの保管方法であって、

前記充填容器のうち、充填された前記（Ｅ）－１，１，１，４，４，４－ヘキサフルオロ－２－ブテンが接触する部分が、銅の濃度が０．５質量％未満である金属で形成されている（Ｅ）－１，１，１，４，４，４－ヘキサフルオロ－２－ブテンの保管方法。

〔０００９〕〔９〕 前記充填容器のうち、充填された前記（Ｅ）－１，１，１，４，４，４－ヘキサフルオロ－２－ブテンが接触する部分が、銅の濃度が０．４質量％未満である金属で形成されている〔８〕に記載の（Ｅ）－１，１，１，４，４，４－ヘキサフルオロ－２－ブテンの保管方法。

〔１０〕 前記金属が銅である〔８〕又は〔９〕に記載の（Ｅ）－１，１，１，４，４，４－ヘキサフルオロ－２－ブテンの保管方法。

〔１１〕 前記金属がマンガン鋼及びクロムモリブデン鋼の少なくとも一種である〔８〕又は〔９〕に記載の（Ｅ）－１，１，１，４，４，４－ヘキサフルオロ－２－ブテンの保管方法。

〔００１０〕〔１２〕 前記銅の濃度はＸ線光電子分光分析法によって測定されたものである〔８〕～〔１１〕のいずれか一項に記載の（Ｅ）－１，１，１，４，４，４－ヘキサフルオロ－２－ブテンの保管方法。

[13] 充填する前記(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンの純度が99.90体積%以上である[8]~[12]のいずれか一項に記載の(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンの保管方法。

発明の効果

[0011] 本発明によれば、充填された(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンの純度が長期間にわたって低下しにくい。

発明を実施するための形態

[0012] 本発明の一実施形態について以下に説明する。なお、本実施形態は本発明の一例を示したものであって、本発明は本実施形態に限定されるものではない。また、本実施形態には種々の変更又は改良を加えることが可能であり、その様な変更又は改良を加えた形態も本発明に含まれ得る。

[0013] (E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンは、半導体製造用のドライエッチングガスとして利用することが検討されているが、工業的に多く利用されているわけではないため、その物性は十分には解明されておらず、長期保存安定性や分解触媒となる化合物についての報告も現在までほとんど存在しない。

[0014] 本発明者らは、鋭意検討した結果、(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンは、金属銅、銅合金、又は銅化合物に接触すると異性化、重合、分解等の反応が生じて純度が低下することを見出し、本発明を完成するに至った。本発明は、(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンの異性化、重合、分解等の反応を抑制するために、(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンを充填する充填容器の材質を規定したものである。

[0015] すなわち、本実施形態に係るガス充填済み充填容器は、充填容器に(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンが充填されてなるガス充填済み充填容器であって、充填容器のうち、充填されている(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンが接触している部分

が、銅の濃度が0.5質量%未満である金属で形成されている。

[0016] また、本実施形態に係る(E)-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテンの保管方法は、(E)-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテンを充填容器に充填して保管する方法であって、充填容器のうち、充填された(E)-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテンが接触する部分が、銅の濃度が0.5質量%未満である金属で形成されている。

[0017] 充填容器のうち、充填された(E)-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテンが接触する部分が、銅の濃度が0.5質量%未満である金属で形成されているので、充填されている(E)-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテンに異性化、重合、分解等の反応が生じにくい。そのため、本実施形態に係るガス充填済み充填容器を長期間にわたって保管したとしても、充填されている(E)-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテンの純度が低下しにくい。よって、高純度の(E)-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテンが充填されているガス充填済み充填容器であれば、長期間の保管後も高純度が維持されやすい。

[0018] なお、上記の銅とは、銅元素を意味するものである。充填容器のうち、充填された(E)-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテンが接触する部分を形成する金属が銅を含有する場合には、その銅は、金属銅であってもよいし、銅合金であってもよいし、銅塩等の銅化合物であってもよい。

[0019] また、上記金属が含有する銅の濃度は、0.5質量%未満である必要があり、0.4質量%以下であることが好ましい。そして、(E)-1,1,1,4,4,4-ヘキサフルオロ-2-ブテンの異性化、重合、分解等の反応をより抑制するためには、0.1質量%以下であることがより好ましく、0.01質量%以下であることがさらに好ましい。銅の濃度の下限値は特にないが、0.001質量%以上であってもよい。

この銅の濃度の測定方法は特に限定されるものではないが、X線光電子分

光分析法 (X-ray Photoelectron Spectroscopy : XPS 分析法) によって測定することができる。

[0020] 〔充填容器〕

本実施形態に係るガス充填済み充填容器における充填容器、及び、本実施形態に係る (E) - 1, 1, 1, 4, 4, 4 - ヘキサフルオロ - 2 - ブテンの保管方法における充填容器は、ポンベと弁を備えるものであることが好ましい。ポンベは、(E) - 1, 1, 1, 4, 4, 4 - ヘキサフルオロ - 2 - ブテンが収容される部材である。このポンベは、一体成型された継ぎ目なし容器であることが好ましい。

また、弁は、ポンベの内部の (E) - 1, 1, 1, 4, 4, 4 - ヘキサフルオロ - 2 - ブテンを外部に流す流路を開閉し、該流路を流れる (E) - 1, 1, 1, 4, 4, 4 - ヘキサフルオロ - 2 - ブテンの流れを制御する部材である。

[0021] 充填容器のうち、充填された (E) - 1, 1, 1, 4, 4, 4 - ヘキサフルオロ - 2 - ブテンが接触する部分、例えば、ポンベ (特にポンベの内面) や弁は、鋼で形成されていることが好ましい。鋼としては、ステンレス鋼、マンガン鋼、及びクロムモリブデン鋼の少なくとも一種が挙げられる。

[0022] マンガン鋼製、クロムモリブデン鋼製のポンベとしては、例えば JIS 規格の JIS G 3429 (高圧ガス容器用継目無鋼管) の STH 11、STH 12 (マンガン鋼鋼管) や STH 21、STH 22 (クロムモリブデン鋼鋼管) で定められた鋼管から製造されたポンベがある。

[0023] ただし、これらの規格には銅の項目がなく、マンガン鋼やクロムモリブデン鋼が含有する銅の濃度は不明であるため、これらの規格を満たすだけでは不十分である。実際に市販されていて且つ STH 12 規格を満たす複数のポンベの内面を分析した結果、銅の濃度が 1.0 質量% のものや 0.005 質量% 未満のものが混在していた。そのため、一般的なマンガン鋼、クロムモリブデン鋼を本発明において用いる場合は、銅の濃度が 0.5 質量% 未満であるものを選別する必要がある。

[0024] なお、弁については、ボンベと同様に鋼で形成されていることが好ましいが、ニッケルめっき等のめっきが施してあり、(E)－1, 1, 1, 4, 4, 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンが直接接触しないようになっているものであれば、真鍮、モネル（登録商標）等の銅合金で形成された弁であっても使用することができる。

[0025] [(E)－1, 1, 1, 4, 4, 4－ヘキサフルオロ－2－ブテン]

充填容器に充填する(E)－1, 1, 1, 4, 4, 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンの純度（充填容器に充填する前の純度）は、99.90体積%以上であることが好ましく、99.95体積%以上であることがより好ましく、99.99体積%以上であることがさらに好ましい。

上記のような高純度の(E)－1, 1, 1, 4, 4, 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンを充填容器に充填すれば、保管中に純度はほとんど低下しないので、長期間の保管後も高純度が維持されやすい。

[0026] 例えば、充填容器に充填する前の(E)－1, 1, 1, 4, 4, 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンの純度を純度X、充填容器内に23℃で30日間静置して保管した後の(E)－1, 1, 1, 4, 4, 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンの純度を純度Yとすると、純度Yを99.90体積%以上とすることが可能である。また、純度Xと純度Yの差（純度X－純度Y）を0.02パーセントポイント未満とすることが可能である。

[0027] 純度が99.90体積%以上の(E)－1, 1, 1, 4, 4, 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンをドライエッチングガスとして使用してドライエッチングを行えば、プラズマの挙動やエッチング性能の再現性が良好となりやすい。

(E)－1, 1, 1, 4, 4, 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンの純度の測定方法は特に限定されるものではないが、例えば、ガスクロマトグラフィーやフーリエ変換型赤外分光分析法（FT－IR分析法）によって測定することができる。

[0028] 充填容器への(E)－1, 1, 1, 4, 4, 4－ヘキサフルオロ－2－ブ

テンの充填方法は、特に限定されるものではないが、例えば、(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンを、窒素ガス(N₂)、アルゴン(Ar)、及びヘリウム(He)から選択される不活性ガスによってパージ処理した充填ラインを通して、真空引きした充填容器へ充填する方法が挙げられる。

[0029] パージ処理は、充填ラインを不活性ガスで満たした後に真空引きする回分パージ処理、不活性ガスを充填ラインに連続的に流す流通パージのいずれの方法でもよい。

充填ラインは、不動態化又は電解研磨で内面を処理した配管で構成されたものであることが好ましい。

[0030] (E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンと銅の接触によって起こる反応による生成物としては、例えば、シス-トランス異性化により生じる(Z)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンや、二量体化により生じる1, 2, 3, 4-テトラキス(トリフルオロメチル)シクロブタンや、重合により生じる(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンの重合体が挙げられる。

実施例

[0031] 以下に実施例及び比較例を示して、本発明をさらに具体的に説明する。

〔実施例1〕

銅の濃度が0.4質量%であるマンガン鋼で形成されている容量10Lの継ぎ目なし容器をボンベとして用意した。このボンベの内面に対してショットブラスト、酸洗浄、及び水洗を行い、さらに乾燥を行った。その後、銅の濃度が0.005質量%未満であるSUS316Lで形成されている弁をボンベに取り付けて、充填容器とした。そして、この充填容器の内部を加熱状態で真空引きした。

[0032] この充填容器を、(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンを収容しているSUS316製のタンクに繋がっているガス充填ラインに接続した。ガスクロマトグラフィーにより分析したタンク内の(E)

－ 1, 1, 1, 4, 4, 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンの純度Xは、99.95体積%である。また、このタンクは、内面が電解研磨されたものである。

[0033] 次に、ガス充填ラインに対して、窒素ガスで満たした後に真空引きを繰り返す回分パージ処理を施した後に、このガス充填ラインを介して(E)－1, 1, 1, 4, 4, 4－ヘキサフルオロ－2－ブテン1kgをタンクから充填容器に移して、充填容器に(E)－1, 1, 1, 4, 4, 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンが充填されてなるガス充填済み充填容器を得た。得られたガス充填済み充填容器の内圧（ゲージ圧）は0.06MPaGであった。

[0034] このようにして得たガス充填済み充填容器を、(E)－1, 1, 1, 4, 4, 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンを充填してから30日間23℃で静置した後に、ガス充填済み充填容器内の(E)－1, 1, 1, 4, 4, 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンの純度Yを測定した。その結果、充填容器へ充填する前の純度Xからの純度の低下はなく、99.95体積%であった。すなわち、純度Xと純度Yの差（純度X－純度Y）は0.00パーセントポイントであった。結果を表1に示す。

[0035]

[表1]

	ボンベ		弁		充填前の 純度X (体積%)	充填後の 純度Y (体積%)	純度X－純度Y
	材質	銅の濃度 (質量%)	材質	銅の濃度 (質量%)			
実施例1	マンガン鋼	0.4	SUS316L	0.005未満	99.95	99.95	0.00
実施例2	マンガン鋼	0.05	SUS316L	0.005未満	99.95	99.95	0.00
実施例3	マンガン鋼	0.005未満	SUS316L	0.005未満	99.95	99.95	0.00
実施例4	クロムモリブデン鋼	0.4	SUS316L	0.005未満	99.95	99.95	0.00
実施例5	クロムモリブデン鋼	0.05	SUS316L	0.005未満	99.95	99.95	0.00
実施例6	クロムモリブデン鋼	0.005未満	SUS316L	0.005未満	99.95	99.95	0.00
実施例7	マンガン鋼＋ ニッケル合金被膜	0.005未満	SUS316L	0.005未満	99.95	99.95	0.00
比較例1	マンガン鋼	0.5	SUS316L	0.005未満	99.95	99.89	0.06
比較例2	マンガン鋼	1.0	SUS316L	0.005未満	99.95	99.10	0.85
比較例3	マンガン鋼	0.005未満	真鍮	70	99.95	98.84	1.11
比較例4	クロムモリブデン鋼	0.5	SUS316L	0.005未満	99.95	99.88	0.07
比較例5	クロムモリブデン鋼	1.0	SUS316L	0.005未満	99.95	99.12	0.83
比較例6	クロムモリブデン鋼	0.005未満	真鍮	70	99.95	98.89	1.06
比較例7	マンガン鋼＋ ニッケル合金被膜	0.005未満	真鍮	70	99.95	98.88	1.07

[0036] (E)－1, 1, 1, 4, 4, 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンの純度Yを測定した後に、ガス充填済み充填容器内の(E)－1, 1, 1, 4, 4, 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンを抜き出し、窒素ガスで満たした後に真空引きを繰り返す回分パージ処理を施した。そして、レーザー切断機を用いて充填容器を2cm角に切断し、これを測定試料として用いて充填容器の内面のXPS分析を行い、銅の濃度を測定した。その結果、銅の濃度は、当初の0.4質量%から変化はなかった。

[0037] なお、ガスクロマトグラフィーに使用した分析装置及び分析条件は、以下のとおりである。

装置：株式会社島津製作所製ガスクロマトグラフGC－2014s

カラム：CarboPak B 60/80 SP－1000

カラム温度：150℃/200℃

インジェクション温度：200℃

キャリアガス：ヘリウム

検出器：水素炎イオン化型検出器（FID）

[0038] また、XPS分析に使用した分析装置、分析条件、及びスパッタ条件は、以下のとおりである。

装置：アルバック・ファイ株式会社製X線光電子分光分析装置PHI 5000VersaProbeII

雰囲気：真空（ 1.0×10^{-6} Pa未満）

X線源：単色化Al K α （1486.6 eV）

分光器：静電同心半球型分光器

[0039] X線ビーム径：100 μ m（25 W、15 kV）

信号の取り込み角：45.0°

パスエネルギー：23.5 eV

測定エネルギー範囲：Cr 2p 570–584 eV

Mn 2p 632–648 eV

Fe 2p 704–720 eV

Cu 2p 930–945 eV

[0040] スパッタのイオン源：Ar²⁺, 500+

スパッタの加速電圧：10 kV

スパッタ領域：2 mm × 2 mm

スパッタ時間：10分

[0041] 〔実施例2～6及び比較例1、2、4、5〕

ボンベとして用いた継ぎ目なし容器を形成する鋼（表1に鋼種及び銅の濃度を示す）が異なる点以外は、実施例1と同様の操作を行って、23℃で30日間静置した後のガス充填済み充填容器内の（E）-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンの純度Yを測定した。結果を表1に示す。

[0042] 〔実施例7〕

無電解メッキ法によるニッケル合金被膜がボンベの内面に成膜してある点以外は、実施例 1 と同様の操作を行って、23℃で30日間静置した後のガス充填済み充填容器内の(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンの純度Yを測定した。結果を表1に示す。なお、ニッケル合金被膜の表面の銅の濃度が0.05質量%未満であることは、XPS分析により確認した。

[0043] 〔比較例3〕

真鍮製の弁を用いた点以外は実施例3と同様の操作を行って、23℃で30日間静置した後のガス充填済み充填容器内の(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンの純度Yを測定した。結果を表1に示す。なお、真鍮の銅の濃度は、70質量%である。

[0044] 〔比較例6〕

真鍮製の弁を用いた点以外は実施例6と同様の操作を行って、23℃で30日間静置した後のガス充填済み充填容器内の(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンの純度Yを測定した。結果を表1に示す。なお、真鍮の銅の濃度は、70質量%である。

[0045] 〔比較例7〕

真鍮製の弁を用いた点以外は実施例7と同様の操作を行って、23℃で30日間静置した後のガス充填済み充填容器内の(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンの純度Yを測定した。結果を表1に示す。なお、真鍮の銅の濃度は、70質量%である。

[0046] 表1に示す結果から分かるように、実施例1～7は、23℃、30日間の保管による純度の低下はなく、純度Xと純度Yの差は0.00パーセントポイントであった。これに対して、比較例1～7は、23℃、30日間の保管による純度の低下が見られた。比較例1～7においては、銅による(E)-1, 1, 1, 4, 4, 4-ヘキサフルオロ-2-ブテンの異性化、重合、分解等の反応が起こったと考えられる。

請求の範囲

- [請求項1] 充填容器に（E）－1， 1， 1， 4， 4， 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンが充填されてなるガス充填済み充填容器であって、
前記充填容器のうち、充填されている前記（E）－1， 1， 1， 4， 4， 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンが接触している部分が、銅の濃度が0.5質量％未満である金属で形成されているガス充填済み充填容器。
- [請求項2] 前記充填容器のうち、充填されている前記（E）－1， 1， 1， 4， 4， 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンが接触している部分が、銅の濃度が0.4質量％未満である金属で形成されている請求項1に記載のガス充填済み充填容器。
- [請求項3] 前記金属が銅である請求項1又は請求項2に記載のガス充填済み充填容器。
- [請求項4] 前記金属がマンガン鋼及びクロムモリブデン鋼の少なくとも一種である請求項1又は請求項2に記載のガス充填済み充填容器。
- [請求項5] 前記銅の濃度はX線光電子分光分析法によって測定されたものである請求項1～4のいずれか一項に記載のガス充填済み充填容器。
- [請求項6] 前記充填容器が、前記（E）－1， 1， 1， 4， 4， 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンが収容されたボンベと、前記ボンベの内部の前記（E）－1， 1， 1， 4， 4， 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンを外部に流す流路を開閉する弁と、を備える請求項1～5のいずれか一項に記載のガス充填済み充填容器。
- [請求項7] 充填する前記（E）－1， 1， 1， 4， 4， 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンの純度が99.90体積％以上である請求項1～6のいずれか一項に記載のガス充填済み充填容器。
- [請求項8] 充填容器に充填して保管する（E）－1， 1， 1， 4， 4， 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンの保管方法であって、
前記充填容器のうち、充填された前記（E）－1， 1， 1， 4， 4

- ， 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンが接触する部分が、銅の濃度が0.5質量%未満である金属で形成されている（E）－1， 1， 1， 4， 4， 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンの保管方法。
- [請求項9] 前記充填容器のうち、充填された前記（E）－1， 1， 1， 4， 4， 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンが接触する部分が、銅の濃度が0.4質量%未満である金属で形成されている請求項8に記載の（E）－1， 1， 1， 4， 4， 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンの保管方法。
- [請求項10] 前記金属が銅である請求項8又は請求項9に記載の（E）－1， 1， 1， 4， 4， 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンの保管方法。
- [請求項11] 前記金属がマンガン鋼及びクロムモリブデン鋼の少なくとも一種である請求項8又は請求項9に記載の（E）－1， 1， 1， 4， 4， 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンの保管方法。
- [請求項12] 前記銅の濃度はX線光電子分光分析法によって測定されたものである請求項8～11のいずれか一項に記載の（E）－1， 1， 1， 4， 4， 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンの保管方法。
- [請求項13] 充填する前記（E）－1， 1， 1， 4， 4， 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンの純度が99.90体積%以上である請求項8～12のいずれか一項に記載の（E）－1， 1， 1， 4， 4， 4－ヘキサフルオロ－2－ブテンの保管方法。