

明 細 書

発明の名称：ヘキサフルオロプロペンを含む組成物

技術分野

[0001] 本開示は、ヘキサフルオロプロペンを含む組成物に関する。

背景技術

[0002] 特許文献1は、ヘキサフルオロプロペンを用いて、酸化シリコン膜及び／又はシリコンを含む低誘電率膜等のシリコン系材料をエッチングする方法を開示する。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：国際公開番号W002/021586-A1

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 本開示は、新たに、ヘキサフルオロプロペンを含む組成物を提供する事を目的とする。

課題を解決するための手段

[0005] 本開示は、以下の構成を包含する。

[0006] 項1.

ヘキサフルオロプロペンを含む組成物であって、

(1) ヘキサフルオロプロペン、

(2) ヘキサフルオロシクロプロパン、及び

(3) 酸素、フッ化水素、及び塩化水素から成る群から選択される少なくとも1種の成分

を含む、

組成物の総量に対して、

組成物が前記(3)酸素を含む時、前記(3)酸素の含有量は、0.05体積ppm以上、10体積ppm以下であり、

組成物が前記（３）フッ化水素を含む時、前記（３）フッ化水素の含有量は、 0.05 体積ppm以上、 5 体積ppm以下であり、或は

組成物が前記（３）塩化水素を含む時、前記（３）塩化水素の含有量は、 0.05 体積ppm以上、 5 体積ppm以下である、
組成物。

[0007] 項２．

前記組成物の総量に対して、

前記（１）ヘキサフルオロプロペンを、 95 体積％～ 99.99999 体積％含み、
前記（２）ヘキサフルオロシクロプロパンを、 1 体積ppm～ $1,000$ 体積ppm含む、
、

前記項１に記載の組成物。

[0008] 項３．

ヘキサフルオロプロペンを含有する組成物を保存する方法であって、
前記組成物は、

（１）ヘキサフルオロプロペン、
（２）ヘキサフルオロシクロプロパン、及び
（３）酸素、フッ化水素、及び塩化水素から成る群から選択される少なくとも
も１種の成分
を含有し、

組成物の総量に対して、

組成物が前記（３）酸素を含む時、前記（３）酸素の含有量を、 0.05 体積ppm
以上、 10 体積ppm以下とし、

組成物が前記（３）フッ化水素を含む時、前記（３）フッ化水素の含有量を
、 0.05 体積ppm以上、 5 体積ppm以下とし、或は

組成物が前記（３）塩化水素を含む時、前記（３）塩化水素の含有量を、 0.05
体積ppm以上、 5 体積ppm以下とする、
方法。

[0009] 項４．

前記組成物の総量に対して、
前記（１）ヘキサフルオロプロペンを、95体積%～99.99999体積%含み、
前記（２）ヘキサフルオロシクロプロパンを、1体積ppm～1,000体積ppm含む
、
前記項3に記載の方法。

[0010] 項5.

ヘキサフルオロプロペンを含有する組成物において、ヘキサフルオロプロペンの純度低下を抑制する方法であって、
前記組成物は、
（１）ヘキサフルオロプロペン、
（２）ヘキサフルオロシクロプロパン、及び
（３）酸素、フッ化水素、及び塩化水素から成る群から選択される少なくとも1種の成分
を含有し、
組成物の総量に対して、
組成物が前記（３）酸素を含む時、前記（３）酸素の含有量を、0.05体積ppm以上、10体積ppm以下とし、
組成物が前記（３）フッ化水素を含む時、前記（３）フッ化水素の含有量を、0.05体積ppm以上、5体積ppm以下とし、或は
組成物が前記（３）塩化水素を含む時、前記（３）塩化水素の含有量を、0.05体積ppm以上、5体積ppm以下とする、
方法。

[0011] 項6.

前記組成物の総量に対して、
前記（１）ヘキサフルオロプロペンを、95体積%～99.99999体積%含み、
前記（２）ヘキサフルオロシクロプロパンを、1体積ppm～1,000体積ppm含む
、
前記項5に記載の方法。

[0012] 本開示は、ヘキサフルオロプロペン（HFP）、及びヘキサフルオロシクロプロパン（ $c\text{-C}_3\text{F}_6$ ）を含有する組成物を、安定に運搬する方法を開示する。本開示に依れば、HFPを含有する組成物において、酸素濃度、フッ化水素濃度、或は塩化水素濃度を調整する事に依り、HFPを含有する組成物をポンプ等で運搬する時に、HFP、若しくは $c\text{-C}_3\text{F}_6$ の分解を抑制し、HFP、若しくは $c\text{-C}_3\text{F}_6$ の純度の低下を抑制し、HFPを含有する組成物の保存安定性の保持する事が出来る。

[0013] 本開示のHFPを含有する組成物は、 $c\text{-C}_3\text{F}_6$ を含み、保存安定性が向上しており、コンテナ等の海上輸送における過酷な条件下（輸送中の温度上昇等）においても、HFP、若しくは $c\text{-C}_3\text{F}_6$ の分解を抑制し、安定して運搬する事が可能である。

発明の効果

[0014] 本開示に依れば、新たに、ヘキサフルオロプロペンを含有する組成物を提供出来る。

発明を実施するための形態

[0015] 本明細書において、「含有」は、「含む（comprise）」、「実質的にのみから成る（consist essentially of）」、及び「のみから成る（consist of）」の何れも包含する概念である。本明細書において、数値範囲を「A～B」で示す場合、「A以上、B以下」を意味する。本明細書において、部、%等の表示を使用する時、これらは質量部、重量部、質量%、或は重量%（wt%）を表す。

[0016] 〔1〕ヘキサフルオロプロペンを含有する組成物

本開示のヘキサフルオロプロペン（HFP）を含有する組成物は、

- (1) ヘキサフルオロプロペン（HFP）、
 - (2) ヘキサフルオロシクロプロパン（ $c\text{-C}_3\text{F}_6$ ）、及び
 - (3) 酸素（ O_2 ）、フッ化水素（HF）、及び塩化水素（HCl）から成る群から選択される少なくとも1種の成分
- を含有し、
- 組成物の総量に対して、

組成物が前記 (3) 酸素を含む時、前記 (3) 酸素の含有量は、0.05体積ppm以上、10体積ppm以下であり、

組成物が前記 (3) フッ化水素を含む時、前記 (3) フッ化水素の含有量は、0.05体積ppm以上、5体積ppm以下であり、或は

組成物が前記 (3) 塩化水素を含む時、前記 (3) 塩化水素の含有量は、0.05体積ppm以上、5体積ppm以下である。

- [0017] 本開示のHFPを含有する組成物は、好ましくは、
前記組成物の総量に対して、
前記 (1) HFPを、95体積%～99.9999体積%含み、
前記 (2) $c-C_3F_6$ を、1体積ppm～1,000体積ppm含む。

- [0018] 本開示は、HFP、及び $c-C_3F_6$ を含有する組成物を、安定に運搬する方法を開示する。本開示に依れば、HFPを含有する組成物において、酸素濃度、フッ化水素濃度、或は塩化水素濃度を調整する事に依り、HFPを含有する組成物をポンプ等で運搬する時に、HFP、若しくは $c-C_3F_6$ の分解を抑制し、HFP、若しくは $c-C_3F_6$ の純度の低下を抑制し、HFPを含有する組成物の保存安定性の保持する事が出来る。

- [0019] 本開示のHFPを含有する組成物は、 $c-C_3F_6$ を含み、保存安定性が向上しており、コンテナ等の海上輸送における過酷な条件下（輸送中の温度上昇等）においても、HFP、若しくは $c-C_3F_6$ の分解を抑制し、安定して運搬する事が可能である。

[0020] (1) ヘキサフルオロプロペン

本開示のHFPを含有する組成物は、第一成分として、(1) ヘキサフルオロプロペン ($CF_3-CF=CF_2$ 、(別名) ヘキサフルオロプロピレン、HFP) を含有する。

- [0021] 本開示のHFPを含有する組成物は、第一成分の (1) HFPを、主成分として含有する。HFPを含有する組成物において、HFPの含有量は、保存安定性が向上しており、コンテナ等の海上輸送における過酷な条件下（輸送中の温度上昇等）においても、HFP、若しくは $c-C_3F_6$ の分解を抑制し、安定して運搬する観

点から、HFPを含有する組成物の総量（ガス体積）に対して、好ましくは、95体積%～99.99999体積%であり、より好ましくは、95体積%～99.999体積%、或は96体積%～99.99体積%であり、更に好ましくは、97体積%～99.95体積%であり、特に好ましくは、98体積%～99.9体積%である。

[0022] (2) ヘキサフルオロシクロプロパン

本開示のHFPを含有する組成物は、第二成分として、(2) ヘキサフルオロシクロプロパン ($c-C_3F_6$) を含有する。

[0023] 本開示のHFPを含有する組成物は、第二成分として、ヘキサフルオロシクロプロパン ($c-C_3F_6$) を含有する事から、保存安定性が向上しており、コンテナ等の海上輸送における過酷な条件下（輸送中の温度上昇等）においても、HFP、若しくはダイマー及び／又はトリマーの分解を抑制し、安定して運搬する事が可能である。

[0024] HFPを含有する組成物において、 $c-C_3F_6$ の含有量は、保存安定性が向上しており、コンテナ等の海上輸送における過酷な条件下（輸送中の温度上昇等）においても、HFP、若しくは $c-C_3F_6$ の分解を抑制し、安定して運搬する観点から、HFPを含有する組成物の総量（ガス体積）に対して、好ましくは、1体積ppm (ppm容量(volume)) ～1,000体積ppm (ppm容量(volume)) であり、より好ましくは、5体積ppm～500体積ppmであり、更に好ましくは、5体積ppm～300体積ppmであり、特に好ましくは、5体積ppm～200体積ppmである。

[0025] (3) 酸素、フッ化水素、及び塩化水素

本開示のHFPを含有する組成物は、第三成分として、(3) 酸素 (O_2)、フッ化水素 (HF)、及び塩化水素 (HCl) から成る群から選択される少なくとも1種の成分を含有する。

[0026] (a) 酸素 (O_2)

本開示のHFPを含有する組成物は、第三成分として、(3) 酸素 (O_2) を含有する。

[0027] HFPを含有する組成物において、酸素 (O_2) の含有量は、HFPを含有する組成物の総量（ガス体積）に対して、0.05体積ppm以上、10体積ppm以下である。H

FPを含有する組成物において、 O_2 濃度を前記範囲に調整する事に依り、HFPを含有する組成物をポンペ等で運搬する時に、HFP、若しくは $c-C_3F_6$ の分解を抑制し、HFPを含有する組成物中のHFP、若しくは $c-C_3F_6$ の純度の低下を抑制し、HFPを含有する組成物の保存安定性を、良好に保持する事が出来る。HFPを含有する組成物は、コンテナ等の海上輸送における過酷な条件下（輸送中の温度上昇等）においても、HFP、若しくは $c-C_3F_6$ の分解を抑制し、安定して運搬する事が可能である。

[0028] HFPを含有する組成物において、酸素 (O_2) の含有量は、HFPを含有する組成物の総量（ガス体積）に対して、好ましくは、0.1体積ppm（ppm容量(volume)）～10体積ppm（ppm容量(volume)）であり、より好ましくは、0.1体積ppm～5体積ppmである。

[0029] (b) フッ化水素 (HF)

本開示のHFPを含有する組成物は、第三成分として、(3) フッ化水素 (HF) を含有する。

[0030] HFPを含有する組成物において、フッ化水素 (HF) の含有量は、HFPを含有する組成物の総量（ガス体積）に対して、0.05体積ppm以上、5体積ppm以下である。HFPを含有する組成物において、HF濃度を前記範囲に調整する事に依り、HFPを含有する組成物をポンペ等で運搬する時に、HFP、若しくは $c-C_3F_6$ の分解を抑制し、HFPを含有する組成物中のHFP、若しくは $c-C_3F_6$ の純度の低下を抑制し、HFPを含有する組成物の保存安定性を、良好に保持する事が出来る。HFPを含有する組成物は、コンテナ等の海上輸送における過酷な条件下（輸送中の温度上昇等）においても、HFP、若しくは $c-C_3F_6$ の分解を抑制し、安定して運搬する事が可能である。

[0031] HFPを含有する組成物において、フッ化水素 (HF) の含有量は、HFPを含有する組成物の総量（ガス体積）に対して、好ましくは、0.1体積ppm（ppm容量(volume)）～5体積ppm（ppm容量(volume)）であり、より好ましくは、0.1体積ppm～3体積ppmであり、更に好ましくは、0.1体積ppm～1体積ppmである。

[0032] (c) 塩化水素 (HCl)

本開示のHFPを含有する組成物は、第三成分として、(3) 塩化水素 (HCl) を含有する。

[0033] HFPを含有する組成物において、塩化水素 (HCl) の含有量は、HFPを含有する組成物の総量 (ガス体積) に対して、0.05体積ppm以上、5体積ppm以下である。HFPを含有する組成物において、HCl濃度を前記範囲に調整する事に依り、HFPを含有する組成物をポンペ等で運搬する時に、HFP、若しくは $c-C_3F_6$ の分解を抑制し、HFPを含有する組成物中のHFP、若しくは $c-C_3F_6$ の純度の低下を抑制し、HFPを含有する組成物の保存安定性を、良好に保持する事が出来る。HFPを含有する組成物は、コンテナ等の海上輸送における過酷な条件下 (輸送中の温度上昇等) においても、HFP、若しくは $c-C_3F_6$ の分解を抑制し、安定して運搬する事が可能である。

[0034] HFPを含有する組成物において、塩化水素 (HCl) の含有量は、HFPを含有する組成物の総量 (ガス体積) に対して、好ましくは、0.1体積ppm (ppm容量(volume)) ~5体積ppm (ppm容量(volume)) であり、より好ましくは、0.1体積ppm~3体積ppmであり、更に好ましくは、0.1体積ppm~1体積ppmである。

[0035] [2] ヘキサフルオロプロペンを含有する組成物を保存する方法

本開示は、ヘキサフルオロプロペン (HFP) を含有する組成物を保存する方法、及びHFPを含有する組成物において、HFPの純度低下を抑制する方法を含む。

[0036] HFPを含有する組成物を保存する方法、或はHFPの純度低下を抑制する方法では、HFPを含有する組成物は、

- (1) ヘキサフルオロプロペン (HFP) 、
 - (2) ヘキサフルオロシクロプロパン ($c-C_3F_6$) 、及び
 - (3) 酸素、フッ化水素、及び塩化水素から成る群から選択される少なくとも1種の成分
- を含有し、

組成物の総量に対して、

組成物が前記 (3) 酸素を含む時、前記 (3) 酸素の含有量を、0.05体積ppm

以上、10体積ppm以下とし、

組成物が前記(3)フッ化水素を含む時、前記(3)フッ化水素の含有量を、0.05体積ppm以上、5体積ppm以下とし、或は

組成物が前記(3)塩化水素を含む時、前記(3)塩化水素の含有量を、0.05体積ppm以上、5体積ppm以下とする。

[0037] HFPを含有する組成物は、好ましくは、

前記組成物の総量に対して、

前記(1)HFPを、95体積%~99.9999体積%含み、

前記(2)c-C₃F₆を、1体積ppm~1,000体積ppm含む。

[0038] HFPを含有する組成物の詳細は、前項 [1] ヘキサフルオロプロペンを含有する組成物を採用する。

[0039] 本開示は、HFP、及びc-C₃F₆を含有する組成物を、安定に運搬する方法を開示する。本開示に依れば、HFPを含有する組成物において、酸素(O₂)濃度フッ化水素(HF)濃度、或は塩化水素(HCl)濃度を調整する事に依り、HFPを含有する組成物をポンプ等で運搬する時に、HFP、若しくはc-C₃F₆の分解を抑制し、HFPを含有する組成物中のHFP、若しくはc-C₃F₆の純度の低下を抑制し、HFPを含有する組成物の保存安定性を、良好に保持する事が出来る。

[0040] 本開示のHFPを含有する組成物は、c-C₃F₆を含み、HFP由来の分解物、若しくはc-C₃F₆由来の分解物の生成を抑制し、保存安定性が向上しており、コンテナ等の海上輸送における過酷な条件下(輸送中の温度上昇等)においても、HFP、若しくはc-C₃F₆の分解を抑制し、安定して運搬する事が可能である。

[0041] [3] ヘキサフルオロプロペンを含有する組成物の用途

本開示は、半導体の製造用基板に対して、プラズマを生成する為に供給するガスとして、本開示のヘキサフルオロプロペン(HFP)を含有する組成物を、エッチングガスとして用いて、エッチングを行う方法を包含する。

[0042] HFPを含有する組成物(エッチングガス)のガスプラズマで、シリコン酸化膜(SiO₂膜)、或はシリコン窒化膜(SiN膜)が形成されたシリコン系材料をエッチングする事が出来る。エッチングする対象のシリコン系材料は、好ま

しくは、半導体の製造用基板である。

- [0043] HFPを含有する組成物を用いる事に依り、発生するガスプラズマで、シリコン酸化膜 (SiO_2 膜)、或はシリコン窒化膜 (SiN 膜) を含有するシリコン系材料に対して、ホールエッチングを行うと、良好に、ホールの加工形状を良好に保持したエッチングを行う事が出来る。エッチング方法（特にドライエッチング方法）の条件は、従来の方法と同様とする事が出来る。

実施例

- [0044] 以下、本発明を、実施例及び比較例を用いて具体的に説明する。本発明は、これらのみに制限されるものではない。

- [0045] [1-1] ヘキサフルオロプロペンを含有する組成物の保存安定性

(実施例1-1)

ヘキサフルオロプロペン : HFP

ヘキサフルオロシクロプロパン : $\text{c-C}_3\text{F}_6$

酸素 : O_2

常法に依り、精製したHFPと、 $\text{c-C}_3\text{F}_6$ を所定濃度（150体積ppm、50体積ppm、及び5体積ppm）に成る様に調整して、及び O_2 を所定濃度（100体積ppm、10体積ppm、5体積ppm、及び1体積ppm）に成る様に調整して、HFPを含有する組成物を調製した。

- [0046] HFPを含有する組成物中、 $\text{c-C}_3\text{F}_6$ の濃度（体積ppm）は、ガスクロマトグラフィーに依り分析（GC分析）した。

- [0047] HFPを含有する組成物中、 O_2 の濃度（体積ppm）は、GC分析した。

- [0048] HFPを含有する組成物を、一定温度（20℃、及び50℃）で保存し、一定期間（30日後、90日後、及び180日後）、経過した後、気相を抜き出し、ヘキサフルオロプロペン（HFP）由来の分解物をGC分析（体積ppm）した。

- [0049]

[表1]

表 1：分解物生成の抑制効果					(4) HFP, c-C ₃ F ₆ , O ₂				
c-C ₃ F ₆ 150 体積 ppm					c-C ₃ F ₆ 150 体積 ppm				
経過時間	30 days	90 days	180 days		経過時間	30 days	90 days	180 days	
温度	20℃	分解物量(体積 ppm)			温度	50℃	分解物量(体積 ppm)		
酸素濃度	100	12	18	32	酸素濃度	100	21	43	87
(体積 ppm)	10	N.D.	5	8	(体積 ppm)	10	4	10	22
	5	N.D.	N.D.	N.D.		5	N.D.	N.D.	N.D.
	1	N.D.	N.D.	N.D.		1	N.D.	N.D.	N.D.
c-C ₃ F ₆ 50 体積 ppm					c-C ₃ F ₆ 50 体積 ppm				
経過時間	30 days	90 days	180 days		経過時間	30 days	90 days	180 days	
温度	20℃	分解物量(体積 ppm)			温度	50℃	分解物量(体積 ppm)		
酸素濃度	100	8	12	28	酸素濃度	100	18	32	66
(体積 ppm)	10	N.D.	4	6	(体積 ppm)	10	3	6	18
	5	N.D.	N.D.	N.D.		5	N.D.	N.D.	N.D.
	1	N.D.	N.D.	N.D.		1	N.D.	N.D.	N.D.
c-C ₃ F ₆ 5 体積 ppm					c-C ₃ F ₆ 5 体積 ppm				
経過時間	30 days	90 days	180 days		経過時間	30 days	90 days	180 days	
温度	20℃	分解物量(体積 ppm)			温度	50℃	分解物量(体積 ppm)		
酸素濃度	100	6	8	13	酸素濃度	100	9	12	23
(体積 ppm)	10	N.D.	ND	3	(体積 ppm)	10	N.D.	2	8
	5	N.D.	N.D.	N.D.		5	N.D.	N.D.	N.D.
	1	N.D.	N.D.	N.D.		1	N.D.	N.D.	N.D.

[0050] 実施例のHFP、及びc-C₃F₆（150体積ppm、50体積ppm、及び5体積ppm）を含有する組成物は、O₂濃度を調整する事（10体積ppm以下）に依り、一定温度（20℃、及び50℃）で保存し、一定期間（30日後、90日後、及び180日後）、経過した後でも、HFP由来の分解物、若しくはc-C₃F₆由来の分解物の生成を、良好に抑制する事が出来た。

[0051] [1-2] 組成物中の酸素（O₂）の含有量の下限値の検討
（実施例1-2）

常法に依り、HFP、及びc-C₃F₆（5体積ppm）から成る組成物と、O₂を所定濃度（0.1体積ppm、0.01体積ppm）に成る様に調整して、O₂、及びHFPとc-C₃F₆を含有する組成物を調製した。

[0052] HFP、及びc-C₃F₆（5体積ppm）から成る組成物中、O₂の濃度（体積ppm）は、GC分析した。

[0053] HFP、及びc-C₃F₆（5体積ppm）から成る組成物を、一定温度（20℃、50℃）で保存し、一定期間（30日後、90日後、180日後）、経過した後、気相を抜き

出し、GC分析（体積ppm）した。

[0054] [表2]

表2：酸素の含有量の下限値の検討				
O ₂ 濃度(体積ppm)	分解物(体積ppm)			
20℃	30日	90日	180日	
実施例1-2-1	0.1	N.D.	N.D.	N.D.
比較例1-1-1	0.01	0.01	0.02	0.05
O ₂ 濃度(体積ppm)	分解物(体積ppm)			
50℃	30日	90日	180日	
実施例1-2-2	0.1	N.D.	N.D.	N.D.
比較例1-1-2	0.01	0.01	0.03	0.06

[0055] 組成物中、O₂濃度が0.1体積ppmでは分解物がみられなかった。組成物中、O₂濃度を0.01体積ppmとした場合には分解物が検出された。

[0056] [2-1] ヘキサフルオロプロペンを含む組成物の保存安定性

(実施例2-1)

ヘキサフルオロプロペン：HFP

ヘキサフルオロシクロプロパン：c-C₃F₆

フッ化水素：HF

常法に依り、精製したHFPと、c-C₃F₆を所定濃度（150体積ppm、50体積ppm、及び5体積ppm）に成る様に調整して、及びHFを所定濃度（10体積ppm、5体積ppm、1体積ppm、及び0.1体積ppm）に成る様に調整して、HFPを含む組成物を調製した。

[0057] HFPを含む組成物中、c-C₃F₆の濃度（体積ppm）は、ガスクロマトグラフィーに依り分析（GC分析）した。

[0058] HFPを含む組成物中、HFの濃度（体積ppm）は、フーリエ変換赤外分光光度計（FT-IR）に依り分析を行い、初期の濃度の測定を行った。

[0059] HFPを含む組成物を、一定温度（20℃、及び50℃）で保存し、一定期間（30日後、90日後、及び180日後）、経過した後、気相を抜き出し、ヘキサフルオロプロペン（HFP）由来の分解物をGC分析（体積ppm）した。

[0060]

[表3]

表 3：分解物生成の抑制効果					(5) HFP, c-C ₃ F ₆ , HF				
c-C ₃ F ₆ 150 体積 ppm					c-C ₃ F ₆ 150 体積 ppm				
経過時間	30 days	90 days	180 days		経過時間	30 days	90 days	180 days	
温度	20℃	分解物量(体積 ppm)			温度	50℃	分解物量(体積 ppm)		
HF 濃度	10	11	32	67	HF 濃度	10	20	56	76
(体積 ppm)	5	N.D.	14	44	(体積 ppm)	5	11	32	45
	1	N.D.	N.D.	N.D.		1	N.D.	N.D.	N.D.
	0.1	N.D.	N.D.	N.D.		0.1	N.D.	N.D.	N.D.
c-C ₃ F ₆ 50 体積 ppm					c-C ₃ F ₆ 50 体積 ppm				
経過時間	30 days	90 days	180 days		経過時間	30 days	90 days	180 days	
温度	20℃	分解物量(体積 ppm)			温度	50℃	分解物量(体積 ppm)		
HF 濃度	10	3	21	33	HF 濃度	10	15	29	47
(体積 ppm)	5	N.D.	10	24	(体積 ppm)	5	7	18	32
	1	N.D.	N.D.	N.D.		1	N.D.	N.D.	N.D.
	0.1	N.D.	N.D.	N.D.		0.1	N.D.	N.D.	N.D.
c-C ₃ F ₆ 5 体積 ppm					c-C ₃ F ₆ 5 体積 ppm				
経過時間	30 days	90 days	180 days		経過時間	30 days	90 days	180 days	
温度	20℃	分解物量(体積 ppm)			温度	50℃	分解物量(体積 ppm)		
HF 濃度	10	4	7	9	HF 濃度	10	11	16	29
(体積 ppm)	5	N.D.	ND	3	(体積 ppm)	5	N.D.	6	11
	1	N.D.	N.D.	N.D.		1	N.D.	N.D.	N.D.
	0.1	N.D.	N.D.	N.D.		0.1	N.D.	N.D.	N.D.

[0061] 実施例のHFP、及びc-C₃F₆（150体積ppm、50体積ppm、及び5体積ppm）を含有する組成物は、HF濃度を調整する事（5体積ppm以下）に依り、一定温度（20℃、及び50℃）で保存し、一定期間（30日後、90日後、及び180日後）、経過した後でも、HFP由来の分解物、若しくはc-C₃F₆由来の分解物の生成を、良好に抑制する事が出来た。

[0062] [2-2] 組成物中のフッ化水素（HF）の含有量の下限値の検討
（実施例2-2）

常法に依り、HFP、及びc-C₃F₆（5体積ppm）から成る組成物と、HFを所定濃度（0.1体積ppm、0.01体積ppm）に成る様に調整して、HF、及びHFPとc-C₃F₆を含有する組成物を調製した。

[0063] HFP、及びc-C₃F₆（5体積ppm）から成る組成物中、HFの濃度（体積ppm）は、GC分析した。

[0064] HFP、及びc-C₃F₆（5体積ppm）から成る組成物を、一定温度（20℃、50℃）で保存し、一定期間（30日後、90日後、180日後）、経過した後、気相を抜き

出し、GC分析（体積ppm）した。

[0065] [表4]

表4：フッ化水素の含有量の下限値の検討				
HF濃度(体積ppm)		分解物(体積ppm)		
20℃		30日	90日	180日
実施例2-2-1	0.1	N.D.	N.D.	N.D.
比較例2-1-1	0.01	0.1	0.2	0.5
HF濃度(体積ppm)		分解物(体積ppm)		
50℃		30日	90日	180日
実施例2-2-2	0.1	N.D.	N.D.	N.D.
比較例2-1-2	0.01	0.2	0.4	0.6

[0066] 組成物中、HF濃度が0.1体積ppmでは分解物がみられなかった。組成物中、HF濃度を0.01体積ppmとした場合には分解物が検出された。

[0067] [3-1] ヘキサフルオロプロペンを含む組成物の保存安定性

(実施例3-1)

ヘキサフルオロプロペン：HFP

ヘキサフルオロシクロプロパン： $c\text{-C}_3\text{F}_6$

塩化水素：HCl

常法に依り、精製したHFPと、 $c\text{-C}_3\text{F}_6$ を所定濃度（150体積ppm、50体積ppm、及び5体積ppm）に成る様に調整して、及びHClを所定濃度（10体積ppm、5体積ppm、1体積ppm、及び0.1体積ppm）に成る様に調整して、HFPを含む組成物を調製した。

[0068] HFPを含む組成物中、 $c\text{-C}_3\text{F}_6$ の濃度（体積ppm）は、ガスクロマトグラフィーに依り分析（GC分析）した。

[0069] HFPを含む組成物中、HClの濃度（体積ppm）は、フーリエ変換赤外分光光度計（FT-IR）に依り分析を行い、初期の濃度の測定を行った。

[0070] HFPを含む組成物を、一定温度（20℃、及び50℃）で保存し、一定期間（30日後、90日後、及び180日後）、経過した後、気相を抜き出し、ヘキサフルオロプロペン（HFP）由来の分解物をGC分析（体積ppm）した。

[0071]

[表5]

表 5 : 分解物生成の抑制効果					(6) HFP, c-C ₃ F ₆ , HCL				
c-C ₃ F ₆ 150 体積 ppm					c-C ₃ F ₆ 150 体積 ppm				
経過時間	30 days	90 days	180 days		経過時間	30 days	90 days	180 days	
温度	20℃	分解物量(体積 ppm)			温度	50℃	分解物量(体積 ppm)		
HCl 濃度	10	14	29	55	HCl 濃度	10	22	60	86
(体積 ppm)	5	N.D.	18	49	(体積 ppm)	5	14	39	50
	1	N.D.	N.D.	N.D.		1	N.D.	N.D.	N.D.
	0.1	N.D.	N.D.	N.D.		0.1	N.D.	N.D.	N.D.
c-C ₃ F ₆ 50 体積 ppm					c-C ₃ F ₆ 50 体積 ppm				
経過時間	30 days	90 days	180 days		経過時間	30 days	90 days	180 days	
温度	20℃	分解物量(体積 ppm)			温度	50℃	分解物量(体積 ppm)		
HCl 濃度	10	5	26	41	HCl 濃度	10	16	31	58
(体積 ppm)	5	N.D.	11	29	(体積 ppm)	5	8	20	37
	1	N.D.	N.D.	N.D.		1	N.D.	N.D.	N.D.
	0.1	N.D.	N.D.	N.D.		0.1	N.D.	N.D.	N.D.
c-C ₃ F ₆ 5 体積 ppm					c-C ₃ F ₆ 5 体積 ppm				
経過時間	30 days	90 days	180 days		経過時間	30 days	90 days	180 days	
温度	20℃	分解物量(体積 ppm)			温度	50℃	分解物量(体積 ppm)		
HCl 濃度	10	6	9	11	HCl 濃度	10	18	21	33
(体積 ppm)	5	N.D.	ND	4	(体積 ppm)	5	N.D.	9	15
	1	N.D.	N.D.	N.D.		1	N.D.	N.D.	N.D.
	0.1	N.D.	N.D.	N.D.		0.1	N.D.	N.D.	N.D.

[0072] 実施例のHFP、及びc-C₃F₆（150体積ppm、50体積ppm、及び5体積ppm）を含有する組成物は、HCL濃度を調整する事（5体積ppm以下）に依り、一定温度（20℃、及び50℃）で保存し、一定期間（30日後、90日後、及び180日後）、経過した後でも、HFP由来の分解物、若しくはc-C₃F₆由来の分解物の生成を、良好に抑制する事が出来た。

[0073] [3-2] 組成物中の塩化水素（HCL）の含有量の下限値の検討
（実施例3-2）

常法に依り、HFP、及びc-C₃F₆（5体積ppm）から成る組成物と、HCLを所定濃度（0.1体積ppm、0.01体積ppm）に成る様に調整して、HCL、及びHFPとc-C₃F₆を含有する組成物を調製した。

[0074] HFP、及びc-C₃F₆（5体積ppm）から成る組成物中、HCLの濃度（体積ppm）は、GC分析した。

[0075] HFP、及びc-C₃F₆（5体積ppm）から成る組成物を、一定温度（20℃、50℃）で保存し、一定期間（30日後、90日後、180日後）、経過した後、気相を抜き

出し、GC分析（体積ppm）した。

[0076] [表6]

表6：塩化水素の含有量の下限値の検討				
HCl濃度(体積ppm)	分解物(体積ppm)			
20℃	30日	90日	180日	
実施例3-2-1	0.1	N.D.	N.D.	N.D.
比較例3-1-1	0.01	0.1	0.3	0.5
HCl濃度(体積ppm)	分解物(体積ppm)			
50℃	30日	90日	180日	
実施例3-2-2	0.1	N.D.	N.D.	N.D.
比較例3-1-2	0.01	0.2	0.5	0.6

[0077] 組成物中、HCl濃度が0.1体積ppmでは分解物がみられなかった。組成物中、HCl濃度を0.01体積ppmとした場合には分解物が検出された。

[0078] [4] 産業上の利用可能性

本開示は、HFP、及びc-C₃F₆を含有する組成物を、安定に運搬する方法を開示する。本開示に依れば、HFPを含有する組成物において、酸素（O₂）濃度、フッ化水素（HF）濃度、或は塩化水素（HCl）濃度を調整する事に依り、HFPを含有する組成物をポンペ等で運搬する時に、HFP、若しくはc-C₃F₆の分解を抑制し、HFPを含有する組成物中のHFP、若しくはc-C₃F₆の純度の低下を抑制し、HFPを含有する組成物の保存安定性を、良好に保持する事が出来る。

[0079] 本開示のHFPを含有する組成物は、ヘキサフルオロシクロプロパン（c-C₃F₆）を含み、HFP由来の分解物、若しくはc-C₃F₆由来の分解物の生成を抑制し、保存安定性が向上しており、コンテナ等の海上輸送における過酷な条件下（輸送中の温度上昇等）においても、HFP、若しくはc-C₃F₆の分解を抑制し、安定して運搬する事が可能である。

請求の範囲

- [請求項1] ヘキサフルオロプロペンを含む組成物であって、
- (1) ヘキサフルオロプロペン、
- (2) ヘキサフルオロシクロプロパン、及び
- (3) 酸素、フッ化水素、及び塩化水素から成る群から選択される
- 少なくとも1種の成分
- を含む、
- 組成物の総量に対して、
- 組成物が前記(3) 酸素を含む時、前記(3) 酸素の含有量は、0.05
- 体積ppm以上、10体積ppm以下であり、
- 組成物が前記(3) フッ化水素を含む時、前記(3) フッ化水素の含
- 有量は、0.05体積ppm以上、5体積ppm以下であり、或は
- 組成物が前記(3) 塩化水素を含む時、前記(3) 塩化水素の含有量
- は、0.05体積ppm以上、5体積ppm以下である、
- 組成物。
- [請求項2] 前記組成物の総量に対して、
- 前記(1) ヘキサフルオロプロペンを、95体積%～99.9999体積%含
- み、
- 前記(2) ヘキサフルオロシクロプロパンを、1体積ppm～1,000体積
- ppm含む、
- 請求項1に記載の組成物。
- [請求項3] ヘキサフルオロプロペンを含む組成物を保存する方法であって
- 、
- 前記組成物は、
- (1) ヘキサフルオロプロペン、
- (2) ヘキサフルオロシクロプロパン、及び
- (3) 酸素、フッ化水素、及び塩化水素から成る群から選択される
- 少なくとも1種の成分

を含有し、

組成物の総量に対して、

組成物が前記（3）酸素を含む時、前記（3）酸素の含有量を、0.05体積ppm以上、10体積ppm以下とし、

組成物が前記（3）フッ化水素を含む時、前記（3）フッ化水素の含有量を、0.05体積ppm以上、5体積ppm以下とし、或は

組成物が前記（3）塩化水素を含む時、前記（3）塩化水素の含有量を、0.05体積ppm以上、5体積ppm以下とする、

方法。

[請求項4]

前記組成物の総量に対して、

前記（1）ヘキサフルオロプロペンを、95体積%～99.99999体積%含み、

前記（2）ヘキサフルオロシクロプロパンを、1体積ppm～1,000体積ppm含む、

請求項3に記載の方法。

[請求項5]

ヘキサフルオロプロペンを含有する組成物において、ヘキサフルオロプロペンの純度低下を抑制する方法であって、

前記組成物は、

（1）ヘキサフルオロプロペン、

（2）ヘキサフルオロシクロプロパン、及び

（3）酸素、フッ化水素、及び塩化水素から成る群から選択される

少なくとも1種の成分

を含有し、

組成物の総量に対して、

組成物が前記（3）酸素を含む時、前記（3）酸素の含有量を、0.05体積ppm以上、10体積ppm以下とし、

組成物が前記（3）フッ化水素を含む時、前記（3）フッ化水素の含有量を、0.05体積ppm以上、5体積ppm以下とし、或は

組成物が前記（3）塩化水素を含む時、前記（3）塩化水素の含有量を、0.05体積ppm以上、5体積ppm以下とする、方法。

[請求項6]

前記組成物の総量に対して、

前記（1）ヘキサフルオロプロペンを、95体積%～99.99999体積%含み、

前記（2）ヘキサフルオロシクロプロパンを、1体積ppm～1,000体積ppm含む、

請求項5に記載の方法。