



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

230 450

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 05 04 83
(21) PV 2386-83

(51) Int. Cl. C 07 C 19/08

(40) Zveřejněno 28 10 83
(45) Vydáno 01 04 86

(75)

Autor vynálezu PALETA OLDŘICH ing. CSc., PRAHA,
KVÍČALA JAROSLAV ing., ČESKÉ BUDĚJOVICE,
DĚDEK VÁCLAV prof. ing. CSc., PRAHA

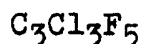
(54) Způsob přípravy trichlorpentafluorpropanu

Účelem vynálezu je příprava trichlorpentafluorpropanu jednoduchou syntézou, která v souhrnu sestává ze dvou reakčních stupňů, jestliže se vychází z průmyslově vyráběných látek.

Účelu se dosáhne tím, že se fluoruje fluoridy antimonu směs isomerů tetrachlortetrafluorpropanu, která vzniká reakcí trichlorfluormethanu s chlortrifluorethenem v přítomnosti chloridu hlinitého. Fluorace se provádí za tlaku 0,1 až 2 MPa a teploty 110 až 180 °C. Jako fluorační činidlo slouží fluorid antimonitý ve směsi s chloridem antimonitým a fluorid-chlorid antimonitý připravený reakcí fluoridu antimonitého s chlorem.

Trichlorpentafluorpropan připravený podle vynálezu lze používat jako nepolární prostředí pro chemické reakce, jako nepolární extrakční činidlo, jako čisticí a mycí rozpouštědlo v elektrotechnice při výrobě elektrických součástí, elektronických obvodů a obrazovek, při údržbě elektrických zařízení, dále jako čisticí a mycí rozpouštědlo při výrobě strojírenských součástí, například valivých ložisek, jemné mechaniky, při galvanickém pokovování a dále jako detergent k čištění oděvů, kožených výrobků a tkanin.

Vynález se týká způsobu přípravy trichlorpentafluorpropanu obecného vzorce

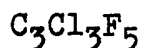


fluorací tetrachlortetrafluorpropanu fluoridy antimonu.

Trichlorpentafluorpropany se připravují řadou syntetických postupů. Prekursory trichlorpentafluorpropanu poskytují tuto látku v jednom preparativním stupni. Z obecného hlediska se rozdělují na reakce substituční a reakce adiční. Mezi substituční reakce náleží fluorace tetrachlortrifluorjodpropanu, pentachlortrifluorpropanu, tetrachlortetrafluorpropanu a 2-fluorheptachlorpropanu fluoridem-chloridem antimonickým, dále termická chlorace chlorpentafluorpropanu a fluorace tetrachlortetrafluorpropanu bezvodým fluorovodíkem v přítomnosti oxidu olovičitého. K adičním reakcím náleží adice chloru na isomery chlorpentafluorpropenu nebo adice trichlorfluormethanu na tetrafluorethen. Pomocí fluoridu kobaltitého nebo směsi oxidu olovičitého s fluorovodíkem se provádí adice fluoru na trichlortrifluorpropen.

Jako prekursory isomerů trichlorpentafluorpropanu slouží chemická individua. Příprava prekursorů příslušných isomerů trichlorpentafluorpropanu se provádí vícestupňovými syntézami, jestliže se jako výchozí sloučeniny uvažují průmyslově vyráběné látky. K technickým účelům není nadto obvykle nutné používat chemická individua.

Uvedené nedostatky odstraňuje podle vynálezu způsob přípravy trichlorpentafluorpropanu obecného vzorce



fluorací tetrachlortetrafluorpropanu, připraveného reakcí tri-chlorfluormethanu s chlortrifluorethenem v přítomnosti chloridu hlinitého, fluoridy antimonu. Jeho podstata spočívá v tom, že se podrobí fluoraci za tlaku 0,1 až 2 MPa při teplotě 110 až 180 °C. Jako fluorační činidlo slouží fluorid antimonitý ve směsi s chloridem antimoničným a/nebo fluorid-chlorid antimoničný, připravený reakcí fluoridu antimonitého s chlorem.

Uvedený způsob má několik výhod. V první řadě celá syntéza sestává ze dvou reakčních stupňů, počínaje od průmyslově vyráběných látek, zatímco předchozí postupy jsou vícestupňové. Další výhodou způsobu podle vynálezu je to, že fluorace probíhá za atmosférického tlaku, přitom zvýšením reakční teploty a tlaku je možno reakci dále urychlit.

Trichlorpentafluorpropan sestává ze směsi dvou dominantních isomerů. Jejich obsah v produktu závisí na reakčních podmínkách, mimo jiné na reakční teplotě a době reakce. Hlavní podíl ve směsi tvoří 1,1,2-trichlorpentafluorpropan s obsahem 40 až 60 % molových, následuje 1,1,3-trichlorpentafluorpropan s obsahem 20 až 50 % molových. Zbýlý podíl 5 až 20 % molových tvoří ostatní isomery trichlorpentafluorpropanu.

Trichlorpentafluorpropan slouží jako technické nehořlavé rozpouštědlo freonového typu vyznačující se vysokou chemickou stálostí v kyselém a oxidačním prostředí, protože obsahuje fluorované terminální trihalogenmethylové skupiny. Ve srovnání s 1,1,2-trichlortrifluorethanem má vyšší teplotu varu, což snižuje jeho ztráty při aplikaci jako rozpouštědla, buď samotného nebo ve směsích, a usnadňuje jeho regeneraci.

Způsob podle vynálezu je dále popsán na několika příkladech provedení.

Příklad 1

Ke směsi 1 litru tetrachlorethenu, 0,1 kg chloridu hlinitého a 2 kg trichlorfluorethenu ve vsádkovém reaktoru při -10 °C

byl během 8 hodin uváděn plynný chlortrifluorethen v množství 5 kg, dále bylo postupně přidáno 5 kg trichlorfluormethanu. V intervalech 1 hodiny byl do reaktoru přidáván chlorid hlinitý po 0,1 kg v celkovém množství 0,5 kg. Reakční teplota byla postupně zvyšována na 40 °C a ke konci reakce byla teplota krátce zvýšena na 50 °C. Po zpracování reakční směsi byl tetrachlor-tetrafluorpropan za rektifikace jímán v rozmezí 110 až 113 °C, výtěžek činil 7,86 kg.

Příklad 2

Skleněný reaktor obsahoval jako výchozí vsádkové množství 207 g fluoridu antimonitého, 120 g chloridu antimoničného a 254 g tetrachlortetrafluorpropanu. Reakční směs byla zahřívána k varu a průběžně byl jímán přes kolonu destilát v rozmezí 70 až 76 °C po dobu 12 h. Surový produkt byl promyt zředěnou kyselinou chlorovodíkovou, vodou, roztokem hydrogenkarbonátu a vysušen. Při rektifikaci byl jímán trichlorpentafluorpropan v rozmezí 71 až 73 °C, výtěžek činil 166 g.

Příklad 3

Skleněný reaktor obsahoval jako výchozí vsádkové množství 204 g fluoridu antimonitého, 55 g chloridu antimoničného a k této směsi byl uváděn suchý chlor při 120 až 130 °C až do nasycení. Do reaktoru pak bylo přidáno 256 g tetrachlortetrafluorpropanu a směs byla zahřívána k varu, přitom byl přes kolonu průběžně jímán destilát v rozmezí 70 až 75 °C. Po zpracování reakční směsi a rektifikaci surového produktu byl získán trichlorpentafluorpropan ve výtěžku 187 g.

Příklad 4

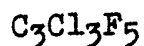
Ocelový reaktor obsahoval jako výchozí vsádkové množství 207 g fluoridu antimonitého, ke kterému byl uváděn suchý chlor při 120 až 130 °C až do nasycení substrátu. Do reaktoru byl pak přidán tetrachlortetrafluorpropan v množství 252 g a směs byla zahřívána 6 h na 110 až 170 °C, přitom tlak v reaktoru nepřestoupil 2 MPa. Po zpracování reakční směsi a rektifikaci surového produktu byl získán trichlorpentafluorpropan ve výtěžku 203 g.

Trichlorpentafluorpropan připravený podle vynálezu lze použít jako nepochární prostředí pro chemické reakce, jako nepochární extrakční činidlo, jako čistící a mycí rozpouštědlo v elektrotechnice při výrobě elektrických součástí, elektronických obvodů a obrazovek, při údržbě elektrických zařízení, dále jako čistící a mycí rozpouštědlo při výrobě strojírenských součástí, například valivých ložisek, jemné mechaniky, při galvanickém pokovování a dále jako detergent k čištění oděvů, kožených výrobků a tkanin.

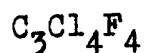
P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

230 450

Způsob přípravy trichlorpentafluorpropanu obecného vzorce



fluorací tetrachlortetrafluorpropanu, připraveného reakcí tri-chlorfluormethanu s chlortrifluorethenem v přítomnosti chloridu hlinitého, fluoridy antimonu vyznačující se tím, že tetrachlor-tetrafluorpropan obecného vzorce



se podrobí fluoraci za tlaku 0,1 až 2 MPa při teplotě 110 až 180 °C.