



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

204892

(11) (B1)

/22/ Přihlášeno 27 07 79
/21/ /PV 5241-79/

(51) Int. Cl.³
C 07 C 31/40

(40) Zveřejněno 30 05 80

(45) Vydáno 15 12 82

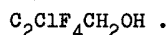
(75)
Autor vynálezu

PALETA OLDŘICH ing. CSc., ŠTĚPÁN LEO ing., PRAHA, SVOBODA JIŘÍ ing.,
MARIÁNSKÉ LÁZNĚ a DĚDEK VÁCLAV prof. ing. CSc., PRAHA

(54) Způsob přípravy 1,1-dihydrylchlortetrafluorpropanolu

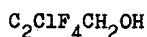
1

Vynález se týká způsobu přípravy 1,1-dihydrylchlortetrafluorpropanolu vzorce

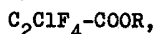


Fluorované alkanoly se připravují různými způsoby, které lze rozdělit na redukce fluorovaných kyselin a jejich derivátů, redukce oxosloučenin, na reakce organokovových činidel s oxosloučeninami a s deriváty kyselin, fluorace chloralkanů, reakce epoxidů s fluorovodíkem, hydrolýzu alkylhalogenidů a na telomerní reakce alkoholů s fluorovanými alkeny. K redukci fluorovaných alkanových kyselin a jejich derivátů, jako jsou estery, amidy a anhydridy, se používá katalytické hydrogenace nebo redukce komplexními hydridy. Příprava 1,1-dihydrylchlortetrafluorpropanolu redukcí chlortetrafluorpropanoátů nebyla dosud v literatuře uvedena.

Podle vynálezu se 1,1-dihydrylchlortetrafluorpropanol vzorce



připravuje tím způsobem, že chlortetrafluorpropanoát obecného vzorce



kde R je metyl nebo etyl, se podrobí redukci komplexními hydridy, například lithiúmalanátem, natriumboranátem nebo natrium-bis(2-metoxýethoxy)alanátem. Chlortetrafluorpropanoát se získá z tetrachlortetrafluorpropanu, který se připraví adicí trichlorfluormethanu na chlortrifluorethylen za katalýzy chloridem hlinitým. Tetrachlortetrafluorpropan je směsí

isomerů, z které se hydrolýzou oleem a následující esterifikací připraví metyl- nebo etyl-chlortetrafluorpropanoát. Chlortetrafluorpropanoát je směsí 40 až 60 % molových 2-chlortetrafluorpropanoátu a 40 až 60 % molových 3-chlortetrafluorpropanoátu. Účinnou rektifikací lze získat frakce obohacené o jednotlivé isomerní chlortetrafluorpropanoáty.

Redukce chlortetrafluorpropanoátu se provádí lithiūmalanátem, natriūboranátem a natriū-bis(2-methoxyethoxy)alanátem v rozpouštědle. Redukce natriūmalanátem se provádí v etherech, výhodně v diethyletheru nebo tetrahydrofuranu, redukce natriūboranátem se provádí v etherech, výhodně v diethyletheru nebo tetrahydrofuranu, a v methanolu, redukce natriū-bis(2-methoxyethoxy)alanátem v aromatických uhlovodících, výhodně v benzenu nebo toluenu.

Chlortetrafluorpropanol je zpravidla směsí dvou isomerů, 1,1-dihydryl-2-chlortetrafluorpropanolu a 1,1-dihydryl-3-chlortetrafluorpropanolu. Složení směsi isomerních fluorpropanolů odpovídá zastoupení isomerů ve výchozí směsi halogenpropanoátů. 1,1-dihydrylchlortetrafluorpropanol slouží jako rozpouštědlo a jako meziprodukt k syntéze esterů.

Způsob podle vynálezu je dále popsán na několika příkladech provedení.

P ř í k l a d 1

K suspenzi 3,2 g lithiūmalanátu ve 40 ml bezvodého diethyléru byl za míchání během 1 hodiny přidáván roztok 15 g metyl-chlortetrafluorpropanoátu ve 20 ml diethyléru při 0 °C. Reakční směs pak byla 2 hodiny zahřívána k varu a rozložena vodou a roztokem hydroxidu sodného. Po filtraci a vysušení etherového roztoku byl rektifikací získán 1,1-dihydrylchlortetrafluorpropanol s teplotou varu 100 až 106 °C, výtěžek činil 6,68 g.

P ř í k l a d 2

K roztoku 15 g metyl-chlortetrafluorpropanoátu ve 40 ml methanolu byl přidáván roztok 2,9 g natriūboranátu v 50 ml metanolu během 0,5 hodiny za míchání reakční směsi při 30 až 50 °C. Směs pak byla 2 hodiny zahřívána k varu, rozložena zředěnou kyselinou chlorovodíkovou (1:1) a třikrát extrahována 30 ml chloroformu. Chloroformový roztok byl vysušen a rektifikován. 1,1-dihydrylchlortetrafluorpropanol byl jímán v rozmezí 100 až 106 °C, výtěžek činil 7,19 g.

P ř í k l a d 3

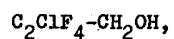
K suspenzi 2,9 g natriūboranátu v 15 ml tetrahydrofuranu bylo přidáváno za míchání během 1 hodiny 16 g etyl-chlortetrafluorpropanoátu při 30 až 50 °C. Směs pak byla 1 hodinu zahřívána k varu, rozložena kyselinou chlorovodíkovou a vakuově předestilována, destilát byl vysušen a rektifikován. 1,1-dihydrylchlortetrafluorpropanol byl jímán v rozmezí 100 až 106 °C, výtěžek činil 7,96 g.

P ř í k l a d 4

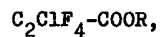
K roztoku 15 g metyl-chlortetrafluorpropanoátu ve 20 ml benzenu byla za míchání při 30 až 60 °C během 30 minut přidána směs 26 g 70% roztoku natriū-bis-(2-methoxyethoxy)-alanátu v benzenu a 10 ml benzenu. Reakční směs pak byla 30 minut zahřívána k varu, rozložena vodou a roztokem hydroxidu sodného. Benzenový roztok produktu byl rektifikován. 1,1-dihydrylchlortetrafluorpropanol byl jímán v rozmezí 100 až 106 °C, výtěžek činil 6,16 g.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy 1,1-dihydrylchlortetrafluorpropanolu vzorce



vyznačený tím, že chlortetrafluorpropanoát obecného vzorce



kde R je metyl nebo etyl, se podrobí redukci komplexními hydridy, například lithiualanátem nebo natriumboranátem nebo natrium-bis(2-methoxyethoxy)alanátem.