



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ(21), (22) Заявка: **2007119566/15**, **20.10.2005**(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
20.10.2005(30) Конвенционный приоритет:
27.10.2004 EP 04025509.3
22.12.2004 DE 102004061780.5(43) Дата публикации заявки: **10.12.2008**(45) Опубликовано: **10.08.2010** Бюл. № 22(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: **EP 1394109 A1, 30.05.2002. SU 1667911 A1,**
07.08.1991. US 2002/0189444 A1, 19.12.2002. US
2004/0133058 A1, 08.07.2004. US 2003/0204041
A1, 30.10.2003. SU 551039 A, 09.06.1977. DE
2209841 A, 01.03.1972.(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную
фазу: **28.05.2007**(86) Заявка РСТ:
EP 2005/011267 (20.10.2005)(87) Публикация РСТ:
WO 2006/045518 (04.05.2006)Адрес для переписки:
129090, Москва, ул.Б.Спаская, 25, стр.3,
ООО "Юридическая фирма Городисский и
Партнеры", пат.пов. Е.Е.Назиной, рег.№ 517

(72) Автор(ы):

ОЛЬШИМКЕ Йенс (DE),
БРАУКМЮЛЛЕР Заскиа (DE),
БРАШ Карстен (DE)

(73) Патентообладатель(и):

СОЛВЕЙ ФЛУОР ГМБХ (DE)**(54) СПОСОБ РАЗДЕЛЕНИЯ ГАЗОВ**

(57) Реферат:

Изобретение может быть использовано в химической и электрохимической промышленности и в полупроводниковой технике. Газовые смеси, содержащие НР, НС1 или НВг и другие компоненты, такие как фторангидриды карбоновых кислот, C(O)F₂ или пентафторид фосфора, могут быть разделены с помощью ионных жидкостей, которые являются безводными. В качестве ионных жидкостей используются соли,

температура плавления которых ниже 100°C, предпочтительно около 20°C. Катион ионной жидкости предпочтительно выбирают из соединений имидазолия, имидазолиния, пиразолия, оксатриазолия, тиатриазолия, пиридиния, пирадиния, пиримидиния и пиразиния. Анион ионной жидкости предпочтительно представляет собой моноалкилсульфатный анион, моноарилсульфатный анион, этерифицированный фосфатный или

фосфонатный анион, причем алкильная, арильная или сложноэфирная группы могут быть замещены одним или несколькими атомами галогена, предпочтительно атомами фтора. Технический результат - повышение

эффективности удаления HF , HCl или HBr из фторангидридов карбоновых кислот, $\text{C}(\text{O})\text{F}_2$ или пentaфторида фосфора при исключении гидролиза этих соединений. 2 н. и 23 з.п. ф-лы.

RU 2 3 9 6 2 0 5 C 2

RU 2 3 9 6 2 0 5 C 2



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) ABSTRACT OF INVENTION(21), (22) Application: **2007119566/15, 20.10.2005**(24) Effective date for property rights:
20.10.2005(30) Priority:
27.10.2004 EP 04025509.3
22.12.2004 DE 102004061780.5(43) Application published: **10.12.2008**(45) Date of publication: **10.08.2010 Bull. 22**(85) Commencement of national phase: **28.05.2007**(86) PCT application:
EP 2005/011267 (20.10.2005)(87) PCT publication:
WO 2006/045518 (04.05.2006)Mail address:
129090, Moskva, ul.B.Spaskaja, 25, str.3, OOO
"Juridicheskaja firma Gorodisskij i Partnery",
pat.pov. E.E.Nazinoj, reg.№ 517

(72) Inventor(s):

OL'ShIMKE Jens (DE),
BRAUKMJuLLER Zaskia (DE),
BRASh Karsten (DE)

(73) Proprietor(s):

SOLVEJ FLUOR GMBKh (DE)**(54) METHOD OF GAS SEPARATION**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention can be used in chemical and electrochemical industry and in semiconductor technology. Gas mixtures, containing HF, HCl₁ or HBr and other components, such as fluorinated anhydrides of carboxylic acids, C(O)F₂ or phosphorus pentafluoride, can be separated by means of water-free ionic liquids. As ionic liquids used are salts, whose melting temperature is below 100°C, preferably approximately 20°C. Ionic liquid cation is preferably selected from compounds of

imidazolium, imidazolinium, pyrazolium, oxatriazolium, thiatriazolium, pyridinium, pyradizinium, pyrimidinium, pyrazinium. Ionic liquid anion preferably represents monoalkylsulphate anion, monoarylsulphate anion, esterified phosphate or phosphonate anion, alkyl, aryl or ester groups can be substituted with one or several halogen atoms, preferably fluorine atoms.

EFFECT: increase of efficiency of HF, HCl or HBr removal from fluorinated anhydrides of carboxylic acids, C(O)F₂ or phosphorus pentafluoride excluding hydrolysis of said compounds.

25 cl, 3 ex

Изобретение касается способа разделения смесей, содержащих HCl, HF и/или HBr и другие компоненты, в особенности таких смесей, которые содержат C(O)F₂, пентафторид фосфора или определенные фторангидриды кислот и HCl, и возможно HF.

Органические газообразные фторангидриды кислот, такие как CF₃C(O)F или CHF₂C(O)F, являются исходными материалами для фторсодержащих органических соединений, например для фторвиниловых эфиров, которые, со своей стороны, представляют собой сомомеры для смол или эластомеров. CH₃C(O)F был предложен в качестве пестицида. Фторангидриды кислот могут содержать обусловленные способом получения HCl или HBr, иногда дополнительно и HF.

Пентафторид фосфора является промежуточным продуктом при получении солей электролитов для ионных литиевых батарей. Например, он может взаимодействовать с фторидом лития с получением гексафторфосфата лития. Пентафторид фосфора может быть получен из пентахлорида фосфора или трихлорида фосфора и хлора, а также фтористого водорода. В этой реакции образуется HCl, который нужно отделять от пентафторида фосфора.

Карбонилфторид был предложен в качестве нового газа для травления в полупроводниковой технике и для очистки CVD-реакторов. Заявка на европейский патент 04005421.5 (соответствует WO 05/085129) описывает фотохимический способ получения C(O)F₂ из CHClF₂. Описанный там способ предусматривает получение C(O)F₂ путем фотоокисления CHClF₂ кислородом. При этом облучают светом, состоящим не из одной единственной длины волны, а характеризующимся спектральной областью, охватывающей, по меньшей мере, 50 нм (т.е. часть света с самой низкой длиной волны и часть света с самой высокой длиной волны лежат друг от друга, по меньшей мере, на 50 нм).

Давление в реакторе при описанном там способе соответствует предпочтительно, по меньшей мере, давлению окружающей среды, то есть 1 бар (абс.). Оно также может быть выше. Давление предпочтительно лежит в области от 1 бар (абс.) до 11 бар (абс.). Температура составляет значение предпочтительно в области от 20 до 300°C, особенно в области 30 до 300°C, и в особенности в области от 30 до 90°C.

Предпочтительно выбирают условия в отношении давления и температуры так, чтобы реакционная смесь оставалась газообразной.

Наиболее предпочтительно в описанном там способе работают без приложения давления. Понятие «без приложения давления» означает, что на реакционную смесь не воздействует никакое дополнительное давление, кроме внешнего давления окружающей среды (т.е. около 1 бар), рабочего давления кислородных газов (или кислородсодержащих газов, могут использовать, например, воздух или смесь кислород/инертный газ) и, в случае необходимости, используемого хлора, а также, в случае необходимости, образующегося давления хлороводородного газа, возникающего при реакции. Общее давление в реакторе тогда целесообразно меньше, чем 2 бара абсолют., в зависимости от рабочего давления даже меньше 1,5 бар абсолют., но больше, чем давление окружающей среды.

Способ может проводиться в периодическом или непрерывном режиме. Предпочтительно действуют так, что непрерывно подводят сырье (соответствующий эдукт, кислород или газ, содержащий кислород, как воздух или чистый кислород и, в случае необходимости, хлор) в проточный реактор, и в соответствии с подводимым количеством непрерывно отводят продукт реакции. Средняя продолжительность реакции в реакционном сосуде предпочтительно составляет 0,01-30 минут, более

предпочтительно 0,1-3 мин, особенно предпочтительно 0,3-1,5 мин. Оптимальная средняя продолжительность реакции, которая, в частности зависит от вида лампы, мощности излучения лампы и от геометрических параметров облучающей аппаратуры, может быть определена путем простых экспериментов и анализа потока
 5 продукта, например путем хроматографии. Предпочтительно можно также хорошо «завихрить» реакционную смесь, например, посредством встроенных в реактор элементов. Оптимальная продолжительность реакции равным образом может быть определена при периодическом проведении процесса.

10 Форма выполнения предусматривает фотоокисление в отсутствии хлора или других радикальных инициаторов или активаторов. Например, облучение может быть проведено через кварцевое стекло; другие конструктивные элементы реактора, которые не расположены между источником света и реакционной смесью, могут быть, конечно, из любых материалов, например также из боросиликатного стекла, которое
 15 фильтрует определенную долю излучения. В качестве излучателя пригодны обычные излучатели, которые, например, испускают излучение в области от 250 до 400 нм или даже до 600 нм (спектр может также выходить за верхние и нижние границы).

Следующая особенно предпочтительная форма выполнения в той заявке на европейский патент предусматривает облучение в присутствии элементарного хлора при облучении светом с длиной волны ≥ 280 нм, причем на весовую долю CHClF_2 приходится максимально 0,6 весовых частей элементарного хлора в реакционной смеси. Предпочтительно на моль CHClF_2 используют 1-50 мол.% хлора, предпочтительно 5-20 мол.% элементарного хлора.

25 Степень превращения, выход и селективность в описанном там способе являются особенно высокими, если превращение происходит в присутствии элементарного хлора, и проводят активирующее облучение светом с длиной волны $\lambda \geq 280$ нм. Частоты длины волны ниже 280 нм тогда в основном удалены из спектра частот. Это
 30 может быть достигнуто тем, что используют облучающие лампы, которые излучают только свет с длиной волны более или равной 280 нм, и/или используют средства, которые ослабляют соответствующие частоты из излучаемого света. Например, можно облучать через стекло, которое проницаемо только для света с длиной волны 280 нм или выше этого, таким образом доля излучения с более короткими
 35 длинами волн отфильтровывается. Для этого хорошо пригодны, например, боросиликатные стекла. Пригодные стекла, например, содержат 7-13% B_2O_3 , 70-80% SiO_2 , далее 2-7% Al_2O_3 и 4-8% $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$, а также 0-5% оксидов щелочноземельных металлов (соответственно, вес.%). Известными марками боросиликатных стекол являются Duran, Pyrex и Solidex.

40 Мольное соотношение между эдуктом и кислородом в способе, описанном в названной заявке на европейский патент, колеблется в широкой области, однако целесообразным образом используют, по меньшей мере, 0,4 моля кислорода на моль исходного соединения. Особенно хорошие результаты были достигнуты, когда
 45 мольное соотношение между исходным соединением и кислородом лежит в области от 1:0,4 до 1:1, в особенности 1:0,4 до 1:0,6. Кислород, как было сказано, может использоваться в форме воздуха. Предпочтительно используют кислород в форме смеси O_2 /инертный газ, но в особенности в виде чистого кислорода. В расчете на
 50 единицу продукта желательно, чтобы по возможности при взаимодействии имелось меньше воды (например, менее 30 млн. долей (ppm)). При желании реагенты в известном способе могут быть освобождены от связанной воды, например, с помощью молекулярных сит. Разделение $\text{C}(\text{O})\text{F}_2$ и HCl возможно, например,

посредством перегонки под давлением.

Вследствие близко лежащих температур кипения $\text{C}(\text{O})\text{F}_2$ и HCl разделение перегонкой требует затрат.

Смеси, содержащие HF , могут быть, например, результатом реакции фторирования фтористым водородом. Так, фторангидриды карбоновых кислот можно получить посредством взаимодействия хлорангидридов карбоновых кислот и HF или фотохимически (US-A-6489510). Эти смеси обычно также содержат HCl .

Помимо вышеописанной проблемы разделения HCl /фторангидрид карбоновой кислоты, HF /фторангидрид карбоновой кислоты, HF/HCl /фторангидрид карбоновой кислоты, HCl/PF_5 или $\text{HCl}/\text{C}(\text{O})\text{F}_2$ может быть желательно главным образом отделить HF , HCl или HBr от газовой смеси, содержащей HF , HCl или HBr вместе с другими компонентами, или разделить эту газовую смесь, так чтобы получить газовую смесь или чистые газы, которые обеднены HF , HCl или HBr или которые обогащены другим компонентом или другими компонентами.

В заявке на европейский патент EP-A 1 394 109 описывают способ отделения HF и подобных кислот из фторангидридов кислот. В качестве средства, удаляющего кислоту, рекомендуют гетероароматическое соединение, которое характеризуется температурой кипения, по меньшей мере, 50°C и в качестве гетероатома или гетероатомов содержит азот. Как заключено в описании названной заявки, при этом речь идет об аминах (они характеризуются заметным давлением паров при температурах уже ниже 100°C) как имидазол или пиридин или соответствующих ионообменных смолах с аминогруппами как пиридиновые или имидазольные группы. В качестве примера таких полимеров называют поливинил-(4-пиридин) и поливинил-(2-пиридин). Ионные жидкости не используют.

В международной заявке WO 02/0747718 описывают ионные жидкости в качестве селективных добавок для разделения близкокипящих или азеотропных смесей. Для этих смесей речь идет о жидкостях или конденсированных газах, т.е. имеют в виду разделение жидкость-жидкость. В качестве разделяемых смесей называют смеси воды с аминами, тетрагидрофураном, муравьиной кислотой, спиртами, ацетатами, акрилатами, уксусной кислотой, смеси ацетона и метанола или близкокипящие смеси как C_4 -, C_3 -углеводороды или алканы/алкены. Таким образом, речь идет о чисто органических смесях, часто соединениях с по меньшей мере 3 атомами C или о смесях, содержащих воду.

Заявка США 2004/0035293 описывает ионные жидкости, содержащие группы, характеризующиеся свойствами кислот Бренстеда, например группу сульфоновой кислоты. Ионные жидкости такого рода могут использоваться для отделения газов, например для отделения или перевода CO_2 или COS , для отделения алкенов, алкинов или CO или для катализа.

В заявке США 2002/0189444 (=патент США 6579343) описан способ очистки газов с помощью ионных жидкостей. Например, из газовой смеси могут быть отделены вода, CO_2 , кислород и тому подобное. Таким способом могут быть очищены природный газ, воздух или азот.

Задача данного изобретения состоит в том, чтобы разработать простой способ, который позволяет отделять HF , HCl или HBr из газовой смеси, так что получают газовую смесь, которая обеднена HF , HCl или HBr , или которая обогащена другим компонентом или другими компонентами.

Предпочтительной задачей данного изобретения является разработка способа, с помощью которого может быть получен обедненный HCl $\text{C}(\text{O})\text{F}_2$, пентафторид

фосфора или фторангидрид карбоновой кислоты из смеси, которая содержит $\text{C}(\text{O})\text{F}_2$ или пентафторид фосфора и HCl , или с помощью которого $\text{C}(\text{O})\text{F}_2$ или пентафторид фосфора может быть получен в обогащенной форме из этих смесей. Эта задача решается посредством способа данного изобретения.

В наиболее широком смысле данная задача решается посредством способа согласно изобретению для выделения HF , HCl или HBr из газовой смеси, содержащей HF , HCl или HBr и один или несколько других газообразных компонентов, при контакте этой газовой смеси с одной или несколькими ионными жидкостями, которые в разной степени сорбируют HF , HCl или HBr , или по меньшей мере один другой компонент газовой смеси. При этом ни в коем случае не добавляют воду, и предпочтительно ионные жидкости в основном являются безводными (например, с менее чем 0,1 вес. %), так что гидролиз фторидов, если вообще может происходить, то происходит в очень малом объеме. Ионные жидкости в способе данного изобретения добавляют с самого начала. В обрабатываемых газовых смесях в качестве других компонентов содержатся соединения, которые при нормальных условиях (25°C , 1 бар абс.) являются газами, как трифторацетилфторид (фторангидрид трифторуксусной кислоты), PF_5 , $\text{C}(\text{O})\text{F}_2$ и т.д.

Вода, содержащаяся в ионных жидкостях, расходуется при проведении разделения газовой смеси посредством реакции с чувствительными к гидролизу компонентами газовой смеси (карбонилфторидом, фторангидридом кислот или PF_5). Образующиеся компоненты по большей части являются легколетучими и могут быть легко удалены из ионных жидкостей.

Способ особенно хорошо пригоден для отделения HCl и относительно этого пояснен далее.

Способ пригоден, например, для газовой смеси, содержащей HCl и газообразные при нормальных условиях хлорангидриды карбоновых кислот, такие как трифторацетилхлорид (ТФАХ) (TFAC) или дифторацетилхлорид (ДФАХ) (DFAC). Это может также использоваться, чтобы отделить HCl из газообразных при нормальных условиях фторангидридов карбоновых кислот, в особенности из дифторацетилфторида, трифторацетилфторида, $\text{C}_2\text{F}_5\text{C}(\text{O})\text{F}$ или $\text{CH}_3\text{C}(\text{O})\text{F}$. Также это может использоваться для газовых смесей, содержащих HBr и другие компоненты. Предпочтительно это используют для очистки карбонилфторида или хлорангидридов карбоновых кислот или фторангидридов карбоновых кислот с максимально двумя атомами C . Если содержится HF , его также отделяют.

В то время как многие способы по уровню техники предусматривают разделение жидких компонентов или конденсированных газов, в способе данного изобретения предпочтительно разделяют газовую смесь, которая в виде газа контактирует с ионными жидкостями, то есть в конденсированном состоянии в контакт с ионными жидкостями не приводится.

Вышеназванная предпочтительная задача решается для обработки газовой смеси, содержащей $\text{C}(\text{O})\text{F}_2$ и HCl , для обработки газовой смеси, содержащей фторангидрида карбоновых кислот и HF и/или HCl , или для обработки газовой смеси, содержащей пентафторид фосфора и HCl , с помощью способа согласно изобретению для получения $\text{C}(\text{O})\text{F}_2$, фторангидрида карбоновых кислот или пентафторида фосфора, которые обеднены HF или HCl , или HF и HCl , или обогащенных $\text{C}(\text{O})\text{F}_2$, фторангидридов карбоновых кислот или пентафторида фосфора. Этот предпочтительный способ предусматривает, что эти смеси приводят в контакт с ионной жидкостью, которая с разной силой сорбирует $\text{C}(\text{O})\text{F}_2$, фторангидрид

карбоновой кислоты или пентафторид фосфора с одной стороны, и HF, HCl или HBr, с другой стороны. Возможно выбрать такие ионные жидкости, которые могут пропускать HF, HCl или HBr и сорбировать другие компоненты. Однако обычно ионные жидкости сильнее сорбируют HCl, HF или HBr, и C(O)F₂, фторангидрид карбоновой кислоты или пентафторид фосфора, обедненные HF, HCl и/или HBr, проходят через ионные жидкости и могут быть изолированы; или полученный газ, или газовая смесь обогащены C(O)F₂, фторангидридом карбоновой кислоты или пентафторидом фосфора. С помощью предпочтительного применения смеси, содержащей HCl и C(O)F₂, изобретение поясняется далее.

Под ионными жидкостями понимают таковые, как они определены в публикации Wasserscheid und Keim, Angewandten Chemie 2000, 112, 3926-3945. Ионные жидкости используются, например, в качестве растворителей. Как цитируется в названной публикации, для ионных жидкостей речь идет о солях, плавящихся при относительно низких температурах, с немолекулярным ионным характером. Они уже при относительно низких температурах, например <100°C, являются жидкими и при этом относительно низковязкими. Они обладают очень хорошей растворяющей способностью для большого числа органических, неорганических и полимерных веществ.

Кроме того, ионные жидкости, как правило, не горючи, являются не коррозионными и маловязкими и характеризуются не измеримым давлением паров.

Ионы ионных жидкостей, используемых в данном изобретении, могут характеризоваться одним или несколькими положительными или отрицательными зарядами, причем предпочтительны ионы с соответственно одним положительным и одним отрицательным зарядом.

Ионные жидкости, пригодные для разделения смеси веществ, описаны в WO 02/074718. Они базируются на ионных жидкостях, которые характеризуются ионами аммония, гуанидиния или фосфония в катионах. Главным образом выбирают ионные жидкости так, что они не вступают ни в какие химические реакции, ведущие к разложению, с компонентами разделяемой газовой смеси. Это может быть легко установлено с помощью простых опытов. Поскольку в газовой смеси содержатся компоненты, которые восприимчивы к влаге, целесообразно существенно исключать влагу, например, с помощью осушающих средств в реакторе, посредством продувания (Spülen) осушенным инертным газом и т.п. Это же имеет силу и для возможной восприимчивости по отношению к кислороду. Могут быть использованы также другие ионные жидкости, например, с катионами гуанидиния.

В рамках данного изобретения предпочтительны катионы, содержащие азот.

В последующем пригодные катионы и анионы широко поясняются, при этом специалисту ясно, что соответствующее сочетание катионов с анионами дает такой продукт, который должен быть жидким при температуре не более 100°C, чтобы получить нужную ионную жидкость. Особенно предпочтительны ионные жидкости или смеси ионных жидкостей, которые являются жидкими при температуре окружающей среды (около 20°C).

Катионы, содержащие фосфор, в особенности катионы фосфония с четырьмя одинаковыми или разными алкильными группами, как бутильный, октильный или фенильный остаток, упомянуты в вышеназванной публикации Wasserscheid и Keim.

Предпочтительны катионы, содержащие азот; на основании этой формы выполнения изобретение пояснено далее.

В принципе могут быть использованы все известные катионы, которые

характеризуются, по меньшей мере, одним органическим заместителем у катиона аммония. В целом речь идет о первичных, вторичных, третичных и четвертичных катионах аммония. Заместителями могут быть, например, линейные или разветвленные алкильные группы, например, с 1-12 атомами С. Могут иметь место
 5 одинаковые или разные алкильные заместители у атома азота. По поводу заместителей речь может идти также об ароматических остатках, например о фенильном остатке, который также при желании может одно- или многократно замещен, например, одной или несколькими группами C1-C3. Также возможны
 10 арилалкильные заместители, например бензильный остаток. Также пригодными катионами являются катионы гуанидиния и изоурония (подобные соединения продаются Merck Darmstadt). Заместителями у азота могут быть водород, линейные или разветвленные алкильные группы, а также арильные группы. Заместителями у атомов азота, кислорода и серы могут быть линейные или разветвленные алкильные
 15 группы, а также арильные группы. У азота в качестве заместителя может присутствовать также водород.

Также могут использоваться циклические насыщенные катионы аммония, например такие, которые описаны в немецком выкладном описании изобретения DE 10114565, в
 20 случае необходимости замещенные моно- или бициклические насыщенные катионы аммония, например пиперидиний или пиперидиний, замещенный гидроксигруппами. Также в форме катионов могут быть использованы названные в этом описании катионы бициклических аминов, в особенности таковые 1,5-диазабицикло[4.3.0]-нон-5-ена и 1,8-диазабицикло[5.4.0]-ундек-7-ена, а также замещенные аминогруппами
 25 циклические амины, такие как диалкиламинопиперидин и диалкиламинопиперазин (алкил обозначает C1-C4).

Пригодными катионами также являются гетероциклические соединения, содержащие, по меньшей мере, один атом азота, а также, в случае необходимости, атом
 30 кислорода или серы, и о которых упоминают в названной публикации WO 02/074718 на страницах 4-6. При этом речь идет о катионах на основе структуры пиридина, пиридазина, пиримидина, пиразина, имидазола, 1Н-пиразола, 3Н-пиразола, 4Н-пиразола, 1-пиразолина, 2-пиразолина, 3-пиразолина, 1-имидазолина, 2-имидазолина, 4-имидазолина, тиазола, оксазола, 1,2,4-триазола (положительный заряд на 2- или 4-атоме азота), 1,2,3-триазола (положительный заряд на 2- или 3-атоме азота) и пирролидина. Пояснение к заместителям находится в публикации WO 02/074718 на
 35 страницах 6-13. Катионы N-алкилизохинолина, алкилтриазолия, N-алкилимидазолина также могут быть использованы. Эти структуры могут быть замещены водородом. Один или несколько атомов водорода также могут быть замещены, например,
 40 посредством алкильных групп с 1-18 атомами С (алкильные группы C2-C18 также могут содержать в цепи один или несколько атомов кислорода или серы, или иминогрупп), посредством C6-C12 арильных остатков, C5-C12 циклоалкильных остатков или пяти-шестичленным гетероциклическим остатком, содержащим атомы
 45 кислорода, азота или серы. Два заместителя могут также образовывать кольцо, ненасыщенное или насыщенное, или ароматическое, в случае необходимости включающее один или несколько атомов кислорода или серы, или иминогруппы. Названные заместители со своей стороны могут быть замещены функциональными
 50 группами, арилом, алкилом, арилокси, алкилокси, галогеном, гетероатомами и/или гетероциклами.

Заместитель у атома азота, который несет положительный заряд, может также быть, например, C1-C18-алкилкарбонилем, C1-C18-алкоксикарбонилем, C5-C12-

циклоалкилкарбонилем или C6-C12-арилкарбонилем; при этом эти заместители также могут быть замещены функциональными группами, арилом, алкилом, арилокси, алкилокси, галогеном, гетероатомами и/или гетероциклами.

Катионы таких гетероциклов с пятичленными или шестичленными кольцами предпочтительны в способе данного изобретения.

Особенно хорошо пригодными являются катионы имидазолия, имидазолия, пиразолия, оксатриазолия, тиатриазолия, пиридиния, пирадиния, пиримидиния или пиразиния. При этом атомы углерода могут быть замещены предпочтительно водородом, C1-C12-алкилом или C2-C12-алкилом, замещенным гидроксигруппой или CN-группой. Атом азота с положительным зарядом предпочтительно замещен ацетилом, метилом, этилом, пропилом или н-бутилом. В случае необходимости, если в кольце имеются другие атомы азота, они также могут быть замещены водородом или C1-C12-алкильными группами. Предпочтительно C1-C12-алкил представляет собой метил, этил, пропил или н-бутил.

Могут быть использованы также олигомеры и полимеры, содержащие вышеописанные катионы (см., например, В.М. Yoshizawa, W. Orihara, H. Ohno, Polym. Adv. Technol. 13, 589-594, 2002). Но для данного изобретения предпочтительны мономерные катионы.

Совсем особенно предпочтительными являются катионы имидазолия, которые замещены одним, двумя или тремя заместителями с 1-24 атомами углерода; при этом заместители со своей стороны могут быть замещены арильными группами. Особенно предпочтительными являются 1,3-диметил-имидазолий, 1-этил-3-метил-имидазолий, 1-пропил-3-метил-имидазолий, 1-бутил-3-метил-имидазолий, 1-пентил-3-метил-имидазолий, 1-гексил-3-метил-имидазолий, 1-гептил-3-метил-имидазолий, 1-октил-3-метил-имидазолий, 1-нонил-3-метил-имидазолий, 1-децил-3-метил-имидазолий, 1-ундецил-3-метил-имидазолий, 1-додецил-3-метил-имидазолий, 1-бензил-3-метил-имидазолий, 1-бутил-2,3-диметил-имидазолий. Очень хорошо пригодными являются ионные жидкости с 1,3-диметил-имидазолием, 1-этил-3-метил-имидазолием ("EMIM"), 1-пропил-3-метил-имидазолием и 1-н-бутил-3-метил-имидазолием ("BMIM") в качестве катионов.

В качестве анионов особенно пригодны такие анионы, которые пригодны для образования водородных мостичных связей. Сильно координирующие анионы, как, например, алкилсульфаты или арилсульфаты, пригодны лучше, чем плохо координирующие анионы, как трифторметансульфонат, и особенно гексафторфосфат или тетрафторборат, потому что они часто уже при одностадийном проведении способствуют хорошим результатам очистки. В качестве анионов пригодны также галогениды, а в особенности анионы одно- или многоосновных кислородсодержащих кислот или их производных, как сложные эфиры или амиды, например сульфаты или сульфонамиды. Хорошо пригодны ионные жидкости со следующими анионами: алкилкарбоксилаты с общим числом атомов C от 2 до 8, например ацетат; алкилкарбоксилаты, замещенные галогеном, особенно фтором, например трифторацетат; сульфат; гидросульфат; фосфат; гидрофосфат; дигидрофосфат; алкилсульфат с C1-C12-алкильным остатком, который может быть линейным или разветвленным, конкретными анионами являются, например, метил-, этил-, н-пропил-, н-бутилсульфат до н-октилсульфата; алкил- и диалкилфосфат с одним или двумя C1-C12-алкильными остатками, например метил-, диметил-, этил-, диэтил-, н-пропил-, ди-н-пропил-, н-бутил-, ди-н-бутилфосфат; C1-C12-алкилсульфонат, предпочтительно C1-C4-алкилсульфонат, например метил-, этил-, н-пропил-, н-бутилсульфат; сульфонат

с C1-C12-алкильной группой, замещенной одним или несколькими атомами галогена, предпочтительно фтором, например, трифторметилсульфонат (трифлат); арилсульфонат, например тосилат; фосфонат с C1-C12-алкильной группой, которая непосредственно связана с фосфором, например метил-, этил-, н-пропил-, н-бутилфосфонат; фосфонат с C1-C12-алкильной группой, замещенной одним или несколькими атомами галогена, предпочтительно фтором, и соединенной непосредственно с фосфором, например трифторметилфосфонат; сложные эфиры названных фосфонатов с одной C1-C12-алкильной группой, которая также при желании может быть замещена одним или несколькими атомами галогена, предпочтительно фтором; имиды бис(C1-C12-алкил)сульфоната, причем алкильные группы при желании могут быть замещены одним или несколькими атомами галогена, предпочтительно фтором, например бис(трифторметил-сульфонил)имид.

Предпочтительными анионами являются C1-C12-алкилсульфаты, особенно C1-C4-алкилсульфаты, в особенности метил- и этилсульфат, а также, как еще будет пояснено ниже, трифлат и тосилат, а также их смеси.

Не вдаваясь в научные объяснения, результаты характеризуются тем, что меньшая полярность ионной жидкости, чем напротив наличие сильно координированных анионов в ионной жидкости, как, например, метилсульфат и этилсульфат, влияет на поглощение HCl или HBr. Слабо координирующие или «некоординирующие» анионы (S.H.Strauss, Chem. Rev. 1993, 93, 927-942) как, например, SO_3CF_3 и особенно PF_6 и BF_4 , у которых отрицательный заряд сильно делокализован, не проявляют особенно сильного эффекта для абсорбции HCl или HBr. Ионные жидкости с SO_3CF_3 -анионом, правда, характеризуются теми преимуществами способа, что они очень стабильны по отношению к HCl и другим компонентам газовой смеси. Едва заметное сродство по отношению к HCl компенсируется здесь высокой стабильностью. При желании процесс абсорбции посредством ионных жидкостей, которые имеют SO_3CF_3 -анион, проводят дважды или несколько раз, пока не будет достигнуто желаемое обеднение HCl. Другими анионами, которые оказались очень хорошо пригодными, являются три изомера тосилат-анионов (о-толуолсульфонат, м-толуолсульфонат и особенно п-толуолсульфонат). Ионные жидкости с тосилат-анионом могут существовать при комнатной температуре в жидкой или твердой форме. Ионные жидкости с тосилат-анионом при комнатной температуре могут существовать в жидкой или твердой форме. Ионные жидкости с тосилат-анионом можно использовать при желании в форме смесей с другими ионными жидкостями, снижающими температуру плавления (это, конечно, имеет место и для других ионных жидкостей, которые имеют более высокую температуру плавления, чем желательно). Ионные жидкости, содержащие смесь анионов трифлата и тосилата или предпочтительно состоящие из них, например, в мольном соотношении 0,1:1 до 10:1, предпочтительно 3:7 до 7:3, представляют хороший компромисс из эффективности для обеднения и устойчивости и характеризуются достаточно низкой температурой плавления, например в области от 0 до 60°C. Состав названной смеси означает, что не содержатся ионные жидкости с другими анионами, чем трифлат и тосилат.

Предпочтительно ионными жидкостями часто являются таковые с значением $E_T(30)$ больше, чем 20, предпочтительно больше, чем 30, в особенности больше, чем 40. Это значение является мерой полярности, смотри Reichardt, Solvent Effects in Organic Chemistry, Weinheim VCH, 1979, XI (Monographs in Modern Chemistry; 3) Seite 241.

В способе согласно изобретению могут быть использованы ионные жидкости, которые содержат только одно соединение. Также могут быть использованы смеси

двух, трех или более различных ионных жидкостей.

Благодаря этому можно оказывать влияние на свойства, способствующие разделению, например полярность или сродство к отделяемому соединению; или можно влиять на вязкость или температуру, при которой смесь затвердевает.

Последнее используют для смесей 1-этил-3-метил-имидазолий-трифлата и 1-этил-3-метил-имидазолий-тосилата.

Контакт между подвергаемой обработке газовой смесью и ионной жидкостью может проводиться способами, обычными для газожидкостных операций. Например, можно продувать обрабатываемую газовую смесь через ионную жидкость; с помощью пригодных сопел, фритт или смесительных устройств может быть увеличена поверхность контакта. Возможен, например, контакт в барботажной колонне. При желании ионная жидкость может быть иммобилизована, например, на носителе, например на керамическом материале, или включена в полимер; эта форма выполнения менее предпочтительна.

Давление варьируется в широкой области, например оно может лежать между давлением окружающей среды и 10 бар (абсолют.) или также быть выше. С точки зрения технологии простейшим является проведение способа при давлении окружающей среды или легком избыточном давлении, чтобы поддавить газовую смесь в ионную жидкость.

Температура также варьируется в широкой области. Целесообразно выбирают температуру таким образом, что вязкость находится в желаемой области. Возможна область температур, которая принципиально распространяется от температуры разложения до температуры затвердевания, предпочтительно от 100°C и ниже, вплоть до температуры затвердевания ионной жидкости или смеси из нее. Предпочтительно температура ионной жидкости при контакте с разделяемой смесью лежит в области между температурой затвердевания ионной жидкости, например выше 10°C, вплоть до 80°C. Как было сказано, принципиально возможна область от температуры затвердевания до температуры разложения.

Идеальным образом HCl или HF задерживается в ионной жидкости, и C(O)F₂, PF₅ или фторангидрид карбоновой кислоты проходят сквозь ионную жидкость. При достаточной чистоте газы могут конденсироваться и направляться для соответствующего использования. При некоторых проблемах с разделением в газовой смеси могут содержаться другие компоненты, которые также проходят сквозь ионную жидкость. В газовой смеси из C(O)F₂ и HCl из-за фотохимического окисления CHClF₂ может, например, содержаться еще эдукт. Компоненты газовой смеси, которые не могут быть задержаны в ионной жидкости, могут быть отделены уже перед прохождением через ионную жидкость обычным способом, например посредством фракционной перегонки или конденсации. Альтернативно они могут оставаться в обрабатываемой газовой смеси и отделяться после контакта с ионной жидкостью. Примером является фракционная конденсация или конденсация, к которой при желании можно присоединить дистилляцию при низких температурах.

Компоненты, задерживаемые в ионной жидкости, могут быть физически получены из нее рекондиционированием, например, путем использования вакуума, нагревания, продувки инертным газом или подобными методами, при желании также путем комбинации двух или более таких физических мероприятий как повышение температуры и использование вакуума. Благодаря отделению компонентов газовой смеси, задержанных в ионной жидкости, ионная жидкость одновременно регенерируется и становится пригодной для нового использования. Температура

десорбции предпочтительно лежит не выше 100°C, но может иметь значение ниже температуры разложения ионной жидкости. При использовании вакуума значение 1 мбар является границей, часто предпочтительной по техническим причинам. Но, не
 5 возражая против этого, можно работать при еще более низком давлении, например 10⁻³ мбар, как показывает удачный опыт. Десорбция происходит очень быстро (например, за 1-2 часа) также при температуре при или ниже 100°C, вплоть до предпочтительно 40°C. Напротив, удаление сорбированных компонентов согласно ЕР-А 1394109 требует многочасового нагревания до 150°C и выше. Решающим для
 10 десорбции с помощью изменения давления является то, что десорбцию проводят при давлении, которое ниже, чем давление при нагружении. Если контактирование газовой смеси и ионной жидкости проводят при повышенном давлении, например при 5 или более бар (абс.), можно вызвать последующую десорбцию уже при давлении, которое
 15 имеет значение такое же, как давление окружающей среды или немного выше этого, например при 1 или 1,5 бар (абс.). Конечно, также можно проводить десорбцию и при пониженном давлении и, при желании, повышенной температуре и совершенствовать рекондиционирование ионной жидкости.

Следующим объектом изобретения являются смеси ионных жидкостей, содержащие
 20 трифлат- и тосилатанионы. Предпочтительными являются смеси, в которых мольное соотношение ионной жидкости с тосилатанионом или трифлатанионом составляет значение 0,1:10 и 10:0,1, предпочтительно 3:7 и 7:3. Тосилат обозначает о-тосилат, м-тосилат, предпочтительно п-тосилат.

Особенно предпочтительными являются смеси ионных жидкостей, катионы
 25 которых различны или предпочтительно одинаковы, и относятся к классу соединений имидазолия, имидазолия, пиразолия, оксатриазолия, тиатриазолия, пиридиния, пирадиния, пиримидиния или пиразиния, и в особенности выбраны из группы 1,3-диметил-имидазолия, 1-этил-3-метил-имидазолия ("ЕМИМ"), 1-пропил-3-метил-имидазолия и 1-н-бутил-3-метил-имидазолия ("ВМИМ").
 30

В смесях согласно изобретению доля ионных жидкостей с трифлат- и тосилатанионом предпочтительно составляет по меньшей мере 75 вес.% общего количества ионных жидкостей. Остаток до 100 вес.% образуют ионные жидкости с
 35 другими анионами, например этилсульфат-анионом. Предпочтительно доля ионных жидкостей с трифлат- и тосилатанионом составляет по меньшей мере 90 вес.%, совсем особенно 100 вес.%. В особенности предпочтительны смеси, включающие ЕМИМ-трифлат и ЕМИМ-тосилат, или они состоят из обоих названных компонентов.

Способ согласно изобретению касается новой проблемы разделения, которая не
 40 была известна из уровня техники. Он отличается от известных способов тем, что отделяют или в нем участвуют неорганические компоненты (HCl, HBr, HF), и что для отделения используют не амины, а ионные жидкости. Преимущество состоит в том, что HCl, HF и HBr простым способом могут быть отделены от других чувствительных к гидролизу компонентов смеси, как газообразные хлорангидриды карбоновых
 45 кислот и фторангидриды карбоновых кислот, в особенности пентафторид фосфора или C(O)F₂. Особенно предпочтительной является возможность отделить HCl из смеси с C(O)F₂, образующейся по условиям способа получения. При этом достигается явно лучшая степень разделения чем, например, описано в публикациях US 3253029 и US
 50 4092403, где ацетонитрил используют в качестве разделяющего средства. Далее, рекондиционирование ионной жидкости имеет явное преимущество по сравнению с повторным использованием органического растворителя как, например, ацетонитрил или гидрохлорид амина. Также можно обрабатывать смесь, образующуюся при

реакциях фторирования фосфор-хлор-содержащих соединений, в особенности при получении PF_5 из фосфор(III)хлоридов или фосфор(V)хлоридов и HF , а также в случае необходимости Cl_2 или F_2 .

Следующие примеры должны пояснить изобретение, не ограничивая его.

Общие принципы

В следующих примерах частично использовали тестируемые смеси, которые были получены для исследований и содержали только два разделяемых друг от друга компонента. Для других примеров использовали смеси, которые происходили из фотоокислительных экспериментов и кроме $\text{C}(\text{O})\text{F}_2$ и HCl содержали другие компоненты, в особенности исходное соединение CHClF_2 . Это соединение проходит через ионную жидкость вместе с карбонилфторидом. Следующая очистка получающейся в результате смеси может происходить посредством дистилляции, которая при этом отделяет другие компоненты. Альтернативно также можно сначала проводить очистку, например, при дистилляции реакционной смеси, содержащей другие компоненты, чтобы сначала отделить реакционные компоненты; полученная в результате газовая смесь тогда содержит только карбонилфторид и HCl , которые затем отделяют с помощью ионной жидкости.

Тосилат в этих опытах всегда обозначает п-тосилат.

Пример 1: Отделение HCl из смеси с $\text{C}(\text{O})\text{F}_2$

1.1. Использование 1-этил-3-метил-имидазолийэтилсульфата при комнатной температуре

Смесь $\text{C}(\text{O})\text{F}_2/\text{HCl}$ по упомянутому в начале способу еще не опубликованной заявки на европейский патент 04 00 5421.5 получают посредством фотоокисления $\text{CH}_2\text{F}_2\text{Cl}$. Сырую газовую смесь состава: 45% $\text{C}(\text{O})\text{F}_2$, 34% HCl , 6% O_2 и других реакционных компонентов (эдукты и т.п.) пропускают с расходом 0,8 моль/час при слегка повышенном давлении через промывную склянку с 115 г (0,49 моль) 1-этил-3-метил-имидазолийэтилсульфата ("ЕМИМ-этилсульфат"). Предпочтительным для получения чувствительных к гидролизу компонентов (как, например, $\text{C}(\text{O})\text{F}_2$) газовой смеси является исключение или минимизирование влаги в аппаратуре и в ионной жидкости. Это достигается с помощью продувки аппаратуры сухим азотом и вакуумирования ее при нагревании ионной жидкости.

Непосредственно после начала опыта снизу от промывной склянки посредством газовой хроматографии был определен следующий состав газа: 67% $\text{C}(\text{O})\text{F}_2$, 0,0% HCl , 9% O_2 и 24% других реакционных компонентов. Процентная доля других компонентов, содержащихся в газовой смеси, не снижается при пропускании через ионную жидкость.

1.2. Использование ацетонитрила (сравнительный пример)

Проведение опыта происходит так, как описано в 1.1.

Сырую газовую смесь состава: 47% $\text{C}(\text{O})\text{F}_2$, 30% HCl , 9% O_2 и 14% других реакционных компонентов пропускают с расходом 0,8 моль/час через промывную склянку с 83 г (2 моля) ацетонитрила. Непосредственно после начала опыта позади промывной склянки посредством газовой хроматографии был определен следующий состав газа: 55% $\text{C}(\text{O})\text{F}_2$, 12% HCl , 15% O_2 и 18% других реакционных компонентов.

1.3. Регенерация ионной жидкости

Так как свойством ионной жидкости или смеси ионных жидкостей является неизмеримое давление паров, можно для ее регенерации к нагруженной жидкости приложить вакуум 10 мбар или ниже.

Ионную жидкость из примера 1.1, нагруженную HCl , выдерживали при

пониженном давлении 10 мбар 1 час. Легкое нагревание, например, до 40°C при перемешивании при комнатной температуре жидкой ионной жидкости ускорило удаление газа. Вакуумирование продолжали до тех пор, пока газ больше не выделялся из ионной жидкости.

Повторение опыта 1.3 проводили при 1 мбар и при 10^{-3} мбар, и это опять приводило к регенерации ионной жидкости.

Повышение температуры до 100°C согласно ожиданиям также должно способствовать десорбции при регенерации, при уменьшении требуемого количества времени.

С помощью массового баланса ионной жидкости перед и после введения газа можно легко установить, является ли ионная жидкость полностью регенерированной.

1.4. Использование 1-этил-3-метил-имидазолийэтилсульфата при 0°C

Как в примере 1.1, использовали газовую смесь из фотоокисления CHClF_2 , которая на этот раз содержала 40% C(O)F_2 , 32% HCl и другие реакционные компоненты. Сырой газ пропускают с расходом 0,8 моль/час при слегка повышенном давлении через промывную склянку (предварительно продутую N_2) с 115 г EMIM-этилсульфата (который при использовании вакуума приблизительно при 50°C был значительно обезвожен). После начала введения (газа) позади промывной склянки посредством газовой хроматографии был определен следующий состав газа: 58% C(O)F_2 , 0% HCl , 42% других реакционных компонентов, которые могут быть отделены посредством дистилляции.

1.5. Использование 1-этил-3-метил-имидазолийтрифтор-метансульфоната ("EMIM-трифлат") при комнатной температуре

Вновь использовали газовую смесь из фотоокисления CHClF_2 , содержащую 40% C(O)F_2 , 32% HCl и другие реакционные компоненты. Пропускание (газа) происходило с расходом 0,8 моль/час при слегка повышенном давлении через промывную склянку (предварительно продутую N_2) с 100 г EMIM-трифлата (который при использовании вакуума приблизительно при 50°C был значительно обезвожен). После начала опыта позади промывной склянки посредством газовой хроматографии был определен следующий состав газа: 53% C(O)F_2 , 5% HCl , 42% других реакционных компонентов.

Содержание HCl может быть далее снижено при последующем контактировании с EMIM-трифлатом.

1.6. Использование 1-этил-3-метил-имидазолийтолуолсульфоната ("EMIM-тосилат") при 60°C

Реакционную смесь, используемую в 1.5, после осушки аппаратуры с помощью N_2 и вакуумирования ионной жидкости при 100°C пропускали через 100 г (0,35 моль) EMIM-тосилата. После начала опыта позади промывной склянки посредством газовой хроматографии был определен следующий состав газа: 56% C(O)F_2 , 0% HCl , 44% других реакционных компонентов.

1.7. Использование смеси 1-этил-3-метил-имидазолийтрифтор-метансульфоната и 1-этил-3-метил-имидазолийтолуолсульфоната при 0°C

EMIM-трифлат и EMIM-тосилат использовали в мольном соотношении 1:1 и как описано выше удаляли возможную воду. На этот раз использовали смесь из фотоокисления CHClF_2 , содержащую 41% C(O)F_2 , 32% HCl и другие реакционные компоненты. Расход составлял 0,8 моль/л, общее количество ионной жидкости составляло 100 г. После начала опыта позади промывной склянки посредством газовой хроматографии был определен следующий состав газа: 63% C(O)F_2 , 2% HCl , 35% других реакционных компонентов.

В этом опыте также при новом контакте смеси с ионной жидкостью содержание HCl может быть сокращено.

Пример 2: отделение HCl от PF₅ с помощью EMIM-трифлата

Путем конденсации соответствующих количеств PF₅ и HCl получили тестируемую смесь с 56% PF₅ и 44% HCl. Эту смесь при комнатной температуре пропускали с расходом 0,8 моль/час в течение 15 мин через промывную склянку с 100 г EMIM-трифлата. При этом ионная жидкость поглощала HCl. Затем проводили десорбцию, для которой при 100°C в течение 30 мин использовали вакуум 1 мбар.

Так как PF₅ трудно определяется с помощью газовой хроматографии (он реагирует с SiO₂ в колонке), действовали следующим образом. Поток отработанного газа после десорбции пропускали через промывную склянку с 100 г 0,1 н раствором NaOH (Titrimorm, VWR). Ионная хроматография полученного кислого промывного раствора дала соотношение хлорида к фториду 95:5. Для сравнения исходную смесь (44% HCl, остаток до 100% PF₅) пропускали через 100 г 0,1 н раствора NaOH. Ионная хроматография дала соотношение хлорида к фториду 60:40. Это сравнение показало, что в ионной жидкости HCl абсорбируется значительно сильнее по сравнению с PF₅.

Из массового баланса ионной жидкости перед и после десорбции делают вывод о полностью прошедшей десорбции.

Пример 3. Отделение фтористоводородной кислоты (HF) и соляной кислоты (HCl) от трифторацетилфторида (TFAC) с помощью EMIM-трифторметансульфоната

Трифторацетилхлорид (TFAC) перемешивали с фтористоводородной кислотой (HF) в автоклаве в течение ночи при 50°C. Образующуюся смесь из TFAC и HCl, а также непрореагировавшего TFAC и HF, пропускали через 100 г EMIM-трифлата. Состав газовой смеси перед пропуском через ионную жидкость определяли с помощью газовой хроматографии (56% TFAC, 34% HCl, 7% HF). Имеющийся HF качественно определяли посредством растравленной поверхности стекла перед пропуском в ионную жидкость.

После прохождения ионной жидкости хроматографически был определен следующий состав газовой смеси: 86% TFAC, 2% HCl, 11% HF. Анализ нагруженной ионной жидкости на галогенид-ионы показал помимо ожидаемых хлорид-анионов также фторид-анионы. Эти ионы не содержались в ненагруженной ионной жидкости; далее найденное значение содержания фторида лежит отчетливо выше, чем оно может быть получено, например, посредством гидролиза TFAC, вследствие следов влаги в ионной жидкости.

Также было установлено, что газовая смесь, вышедшая из ионной жидкости, больше не разъедает поверхность стекла.

Формула изобретения

1. Способ удаления HCl, HF или HBr из газовой смеси, содержащей HCl, HF или HBr и один или несколько других газообразных компонентов, путем контактирования этой газовой смеси с одной или несколькими ионными жидкостями, где HCl, HF или HBr задерживаются в ионной жидкости, и где катион ионной жидкости выбирают из группы, состоящей из первичных, вторичных, третичных и четвертичных катионов аммония, замещенных линейными или разветвленными алкильными группами с 1-12 атомами углерода, соединений имидазолия, имидазолия, пиразолия, оксатриазолия, тиатриазолия, пиридиния, пирадиния, пиримидиния и пиазиния, и анион жидкости выбирают из группы, состоящей из галогенидов, тетрафторбората, гексафторфосфата, алкилкарбоксилатов с 2-8 атомами углерода, бисульфата, фосфата, бифосфата,

дигидрофосфата, алкилсульфата с C1-C12-алкильными остатками, алкил- и диалкилфосфата с одним или двумя C1-C12-алкильными остатками, C1-C12-алкилсульфоната, сульфоната с C1-C12-алкильной группой, замещенной одним или несколькими атомами галогена, арилсульфоната, имида бис(C1-C12-
 5 алкил)сульфоната, где алкильные группы возможно замещены одним или более атомами галогена, фосфоната с C1-C12-алкильной группой, которая непосредственно связана с фосфором, фосфоната с C1-C12-алкильной группой, которая замещена одним или более атомами галогена и связана непосредственно с фосфором, сложных
 10 эфиров-фосфонатов с C1-C12-алкильной группой, сложных эфиров-фосфонатов с C1-C12 алкильной группой, которая замещена одним или более атомами галогена.

2. Способ по п.1 для получения $C(O)F_2$, обедненного HCl , из смеси, содержащей $C(O)F_2$ и HCl , при контактировании этой смеси с одной или несколькими
 15 ионными жидкостями, которые в разной степени сорбируют $C(O)F_2$ и HCl .

3. Способ по п.1 для получения PF_5 , обедненного HCl , из смеси, содержащей PF_5 и HCl , при контактировании этой смеси с одной или несколькими ионными жидкостями, которые в разной степени сорбируют PF_5 и HCl .

4. Способ по п.1 для получения фторангидрида карбоновой кислоты, обедненного HCl , из смеси, содержащей фторангидрид карбоновой кислоты и HCl , при
 20 контактировании этой смеси с одной или несколькими ионными жидкостями, которые в разной степени сорбируют фторангидрид карбоновой кислоты и HCl , причем смесь в случае необходимости может содержать HF , который также отделяют.

5. Способ по п.4, отличающийся тем, что фторангидрид карбоновой кислоты представляет собой $CH_3C(O)F$, $CHF_2C(O)F$, $CF_3C(O)F$ или $C_2F_5C(O)F$.

6. Способ по п.2, отличающийся тем, что обрабатывают смеси, образующиеся при фотохимическом окислении $CHClF_2$ с целью получения $C(O)F_2$, или при реакциях
 30 фторирования фосфор-хлорсодержащих соединений с HF , в особенности при получении PF_5 из фосфор(III)хлоридов или фосфор(V)хлоридов и HF , а также в случае необходимости Cl_2 и F_2 , или при способе получения при $25^\circ C$ и 1 бар (абс.) газообразных фторангидридов карбоновых кислот, в особенности при способах, включающих фотохимическое окисление хлорфторалканов или фторирование
 35 хлорангидридов карбоновых кислот HF , причем фторангидрид карбоновой кислоты предпочтительно представляет собой $CH_3C(O)F$, $CHF_2C(O)F$, $CF_3C(O)F$ или $C_2F_5C(O)F$.

7. Способ по п.1, отличающийся тем, что используют ионную жидкость, характеризующуюся анионом, который имеет значение $E_T(30)$ более 20 и который
 40 пригоден для координации.

8. Способ по п.1, отличающийся тем, что анион представляет собой моноалкилсульфатный анион, моноарилсульфонатный анион, этерифицированный
 фосфатный или фосфонатный анион, причем алкильная, арильная или сложноэфирная группы могут быть при желании замещены 1 или несколькими атомами галогена,
 45 предпочтительно атомами фтора.

9. Способ по п.8, отличающийся тем, что анион представляет собой моно-C1-C12-алкилсульфатный, предпочтительно C1-C4-моноалкилсульфатный анион.

10. Способ по п.8, отличающийся тем, что ионная жидкость содержит анион п-тосилат, м-тосилат, о-тосилат и/или трифлат.

11. Способ по п.10, отличающийся тем, что ионная жидкость является смесью из, по
 50 меньшей мере, двух ионных жидкостей с п-тосилатным анионом, о-тосилатным анионом и/или м-тосилатным анионом, или смесью из одной или нескольких ионных жидкостей с п-тосилатным анионом, о-тосилатным анионом и/или м-тосилатным

анионом и, по меньшей мере, одной другой ионной жидкости с другим анионом, предпочтительно с трифлатным анионом.

12. Способ по п.1, отличающийся тем, что катионом является катион имидазолия, замещенный одним, двумя или тремя заместителями каждый с 1-24 атомами углерода, причем заместители со своей стороны могут быть замещены, например, арильной группой, как фенил.

13. Способ по п.12, отличающийся тем, что катионом является 1,3-диметил-имидазолий, 1-этил-3-метил-имидазолий, 1-пропил-3-метил-имидазолий, 1-н-бутил-3-метил-имидазолий.

14. Способ по п.13, отличающийся тем, что в качестве ионной жидкости используют 1-этил-3-метил-имидазолий-этилсульфат, 1-этил-3-метил-имидазолий-тосилат, 1-этил-3-метил-имидазолий-трифлат или их смесь, причем «тосилат» обозначает о-тосилат, м-тосилат или п-тосилат и предпочтительно п-тосилат.

15. Способ по п.1, отличающийся тем, что обрабатываемую смесь, предпочтительно газообразную, продувают через ионную жидкость.

16. Способ по п.9, отличающийся тем, что ионная жидкость существует в иммобилизованном виде.

17. Способ по п.1, отличающийся тем, что контакт между ионной жидкостью и разделяемой смесью проводят при температуре в области от 10 до 80°C и давлении от 1 до 10 бар (абс.).

18. Способ по п.1, отличающийся тем, что компоненты, сорбируемые в ионной жидкости, десорбируют, чтобы регенерировать ионную жидкость и/или чтобы получить сорбированные компоненты.

19. Способ по п.18, отличающийся тем, что вызывают десорбцию путем снижения давления, повышения температуры и/или пропусканием инертного газа.

20. Способ по п.1, отличающийся тем, что его проводят в периодическом или предпочтительно непрерывном режиме.

21. Смеси ионных жидкостей, содержащие трифлатный и тосилатный анион, предназначенные для использования в способе по п.1.

22. Смеси по п.21, где мольное соотношение ионных жидкостей с тосилатным анионом или трифлатным анионом составляет значение между 3:7 и 7:3.

23. Смеси по п.21 или 22, отличающиеся тем, что катионы ионной жидкости являются разными или предпочтительно одинаковыми и относятся к классу соединений имидазолия, имидазолия, пиразолия, оксатриазолия, тиатриазолия, пиридиния, пирадизиния, пиримидиния или пиразиния.

24. Смеси по п.23, отличающиеся тем, что катионы ионных жидкостей являются разными или предпочтительно одинаковыми и выбраны из группы: 1,3-диметил-имидазолий, 1-этил-3-метил-имидазолий, 1-пропил-3-метил-имидазолий, 1-н-бутил-3-метил-имидазолий.

25. Смеси по п.21, отличающиеся тем, что доля ионных жидкостей с трифлатным и тосилатным анионом составляет, по меньшей мере, 75 вес.% общего количества ионных жидкостей, предпочтительно 100 вес.%.