



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY

A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

235 849

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 21 04 83
(21) PV 2866 - 83

(51) Int. Cl.³

C 07 C 19/08

(40) Zveřejněno 17 09 84

(45) Vydáno 01 12 86

(75)

Autor vynálezu

PALETA OLDŘICH ing. CSc., PRAHA
KVÍČALA JAROSLAV ing., ČESKÉ BUDĚJOVICE,
GÜNTER JAROSLAV, LINDAVA,
DĚDEK VÁCLAV prof. ing. CSc., PRAHA

(54)

Způsob přípravy 1,1,2-trichlorpentafluorpropanu

Účelem vynálezu je příprava 1,1,2-trichlorpentafluorpropanu. Žádaného účelu se dosáhne tím, že se fluoruje fluoridy anti monu 1,1,1,2-tetrachlortetrafluorpropan. Tato výchozí látka se získá následujícím postupem: Nejdříve se reakcí trichlorfluormethanu s chlortrifluorethenem v přítomnosti chloridu hlinitého připraví tetrachlortetrafluorpropan, z něj se chemickou separací získá 1,1,1,2-tetrachlortetrafluorpropan. Jeho fluorace na 1,1,2-trichlorpentafluorpropan se provádí fluoridem-chloridem antimonickým za tlaku 0,1 až 2 MPa a při teplotě 100 až 180 °C.

1,1,2-Trichlorpentafluorpropan připravený podle vynálezu představuje chemický meziprodukt pro syntézu fluorovaných monometrů, lze jej použít jako nepolární prostředí pro chemické reakce a jako nepolární chemické činidlo, v elektrotechnice jako čisticí a mycí rozpouštědlo při výrobě elektrických součástek, elektronických obvodů a obrazovek, při údržbě elektrických a spojovacích zařízení, dále jako čisticí a mycí rozpouštědlo při výrobě strojírenských součástí, např. valivých ložisek, jemné mechaniky, dále při galvanickém pokovování a jako detergent k čištění oděvů, kožených výrobků a tkanin.

235 849

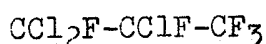
Vynález se týká způsobu přípravy 1,1,2-trichlorpentafluorpropanu obecného vzorce $\text{CCl}_2\text{F}-\text{CClF}-\text{CF}_3$

fluorací 1,1,1,2-tetrachlortetrafluorpropanu fluoridy antimonu.

Trichlorpentafluorpropany se připravují řadou syntetických postupů. Reakce prekursorů trichlorpentafluorpropanu, které tuto látku poskytnou v jednom preparativním stupni, se z obecného hlediska rozdělují na reakce substituční a reakce adiční. Mezi substituční reakce náleží fluorace tetrachlortrifluorjodpropanu, pentachlortrifluorpropanu a tetrachlortetrafluorpropanu fluoridem-chloridem antimoničným, dále termická chlorace chlorpentafluorpropanu. K adičním reakcím náleží adice chloru na isomery chlorpentafluorpropenu, adice fluoru na trichlortrifluorpropen a adice trichlorfluormethanu na tetrafluorethen.

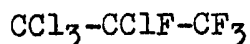
1,1,2-Trichlorpentafluorpropan se připravuje adicí chloru na 1-chlorpentafluorpropen nebo adicí fluoru na 1,1,2-trichlortrifluorpropen. Uvedené postupy jsou buď mnohastupňové syntézy nebo se reakce provádí s nákladným fluoračním činidlem, vyžadujícím zdroj elementárního fluoru.

Uvedené nedostatky odstraňuje podle vynálezu způsob přípravy 1,1,2-trichlorpentafluorpropanu obecného vzorce



fluorací 1,1,1,2-tetrachlortetrafluorpropanu fluoridy antimonu. Tato látka se připravuje chemickou separací z tetrachlortetrafluorpropanu, který je směsí isomerů. Tetrachlortetrafluorpropan se získá reakcí trichlorfluormethanu s chlortrifluorethenem v přítomnosti chloridu hlinitého. Chemická separace je dvoustupňová a provádí se známými postupy. Prvním stupněm je dehalogenace

tetrachlortetrafluorpropanu zinkem v methanolu a/nebo ethanolu, přičemž vzniká dichlortetrafluorpropen. Druhým stupněm je adice chloru na tento alken a provádí se za iniciace teplem nebo ultrafialovým zářením. Podstata způsobu spočívá v tom, že 1,1, 1,2-tetrachlortetrafluorpropan obecného vzorce



se podrobí fluoraci za tlaku 0,1 až 2 MPa při teplotě 100 až 180 °C. Jako fluorační činidlo slouží fluorid antimonitý ve směsi s chloridem antimoničným nebo fluorid-chlorid antimoničný, připravený reakcí fluoridu antimonitého s chlorem.

Výhodou postupu podle vynálezu je skutečnost, že se fluorace provádí za tlaku atmosférického a přitom je možno zvýšením tlaku a teploty reakci urychlit. Dále se používá dostupné fluorační činidlo. Výchozí 1,1,1,2-tetrachlortetrafluorpropan obsahuje 15 až 30 % molových isomerních příměsí. Po fluoraci se obsah isomerů v 1,1,2-trichlorpentafluorpropanu sníží na 3 až 10 % molových.

1,1,2-Trichlorpentafluorpropan se uplatňuje ve dvou směrech. Z chemického hlediska představuje chemické individuum přijatelné čistoty jako meziproduct k dalším syntézám. Pro druhou oblast použití slouží jako technické nehořlavé rozpouštědlo freonového typu s vysokou chemickou stálostí v kyselém a oxidačním prostředí, protože obsahuje terminální trifluormethylovou a dichlorfluormethylovou skupinu. Ve srovnání s 1,1,2-trichlortrifluorethanem má vyšší bod 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 g, 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, 150 g chloridu antimoničného a 249 g 1,1,1,2-tetrachlortetrafluorpropanu. Reakční směs byla zahřívána k varu a průběžně byl přes kolonu jímán destilát v rozmezí 69 až 77 °C po dobu 12 h. Surový produkt byl promyt zředěnou kyselinou chlorovodíkovou, vodou, roztokem hydrogenkarbonátu a vysušen. Při rektifikaci byl 1,1,2-trichlorpentafluorpropan jímán v rozmezí 72 až 73,5 °C, výtěžek činil 173 g.

Příklad 3

Skleněný reaktor obsahoval jako výchozí vsádkové množství 204 g fluoridu antimonitého, 60 g chloridu antimoničného a k této směsi byl uváděn suchý chlor při 120 až 130 °C až do nasycení směsi. Do reaktoru pak bylo přidáno 253 g 1,1,1,2-tetrachlortetrafluorpropanu a směs byla zahřívána k varu, přitom byl přes kolonu průběžně jímán destilát v rozmezí 67 až 76 °C. Po zpracování reakční směsi a rektifikaci surového produktu byl získán 1,1,2-trichlorpentafluorpropan ve výtěžku 192 g.

Příklad 4

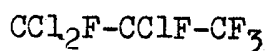
Ocelový reaktor obsahoval jako výchozí vsádkové množství 201 g fluoridu antimonitého, ke kterému byl uváděn suchý chlor při 120 až 130 °C až do nasycení směsi. Do reaktoru pak bylo přidáno 256 g 1,1,1,2-tetrachlortetrafluorpropanu a směs byla 8 h zahřívána na 110 až 170 °C, přitom tlak v reaktoru nepřestoupil 2 MPa. Po zpracování reakční směsi a rektifikaci surového produktu byl získán 1,1,2-trichlorpentafluorpropan ve výtěžku 207 g.

1,1,2-Trichlorpentafluorpropan připravený podle vynálezu představuje chemický meziprodukt pro syntézu fluorovaných monomerů, lze jej použít jako napolární prostředí pro chemické reakce, jako napolární extrakční činidlo; v elektrotechnice jako čisticí a mycí rozpouštědlo při výrobě elektrických součástek, elektronických obvodů a obrazovek, při údržbě elektrických a spojovacích zařízení, dále jako čisticí a mycí rozpouštědlo při výrobě strojírenských součástí, např. valivých ložisek, jemné mechaniky, při galvanickém pokovování a dále jako detergent k čištění oděvů, kožených výrobků a tkanin.

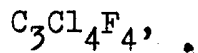
PŘEDMĚT VYNÁLEZU

235 849

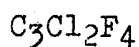
Způsob přípravy 1,1,2-trichlorpentafluorpropanu obecného vzorce



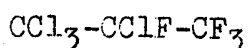
fluorací 1,1,1,2-tetrachlortetrafluorpropanu, připraveného z tetrachlortetrafluorpropanu obecného vzorce



získaného reakcí trichlorfluormethanu s chlortrifluorethenem v přítomnosti chloridu hlinitého, jeho následnou dehalogenací na dichlortetrafluorpropen obecného vzorce



a adicí chloru na dichlortetrafluorpropen, fluoridy antimonu, vyznačující se tím, že 1,1,1,2-tetrachlortetrafluorpropan obecného vzorce



se podrobí fluoraci za tlaku 0,1 až 2 MPa při teplotě 100 až 180 °C.