



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

254747

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 07 C 31/38

(22) Přihlášeno 15 09 86

(21) PV 6655-86.D

(40) Zveřejněno 14 05 87

(45) Vydáno 15 11 88

(75)

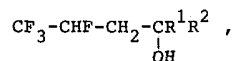
Autor vynálezu

PALETA OLDŘICH ing. CSc., PRAHA, DANDA ALEXANDR ing., MIKULÁŠOVICE,
DĚDEK VÁCLAV prof. ing. CSc., PRAHA

(54) Způsob výroby hexafluoralkanolů

Účelem řešení je výroba hexafluoralkanolů z hexafluorpropenu. Tyto sloučeniny slouží jako speciální rozpouštědla, uplatňují se v přípravě látek polymerního charakteru pro úpravy tkanin a pro aplikace v mikroelektronice a v optoelektronice. Uvedené hexafluoralkanoly se vyrábějí fotochemicky iniciovanou reakcí hexafluorpropenu s alifatickými alkoholy o počtu atomů uhlíku 2 až 5 za tlaku 0,1 až 0,5 MPa a při teplotách -40 až 120 °C. Během reakce je hexafluorpropen uváděn do fotochemického reaktoru.

Vynález se týká způsobu výroby hexafluoralkanolů obecného vzorce



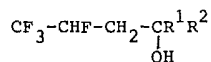
kde R^1 je vodík nebo alkyl o počtu atomů uhlíku 1 až 5, R^2 je alkyl o počtu atomů uhlíku 1 až 3, reakcí hexafluorpropenu s alifatickými alkoholy o počtu atomů uhlíku 2 až 5 za iniciace ultrafialovým zářením.

Fluorované alkanoly se připravují četnými syntetickými postupy a metodami. Při přeměnách prekurzorů výsledných alkanolů se používají reakce substituční, redukční a adiční. Ze substitučních reakcí se uplatnily přeměny skupiny chlormethylové, brommethylové a zejména jodmethylové na hydroxymethylovou. Redukce zahrnují několik metod. Katalytickou redukcí fluorovaných ketonů se získávají sekundární alkoholy, katalytická redukce perfluorkarboxylových kyselin poskytl odpovídající primární fluorované alkanoly. Redukce funkčních derivátů kyselin, které se provádějí různými komplexními hydridy, poskytují rovněž příslušné fluoralkanoly, přitom funkční deriváty dikarboxylových kyselin poskytly odpovídající fluorované dioly.

Adiční reakce zahrnují několik typů. Náleží k nim adice fluorovaných nebo nefluorovaných organokovových činidel na nefluorované nebo fluorované aldehydy vedoucí ke vzniku zejména sekundárních fluorovaných alkoholů. Dále se jedná o adice formaldehydu na fluorované alkeny v prostředí fluorovodíku nebo za katalýzy fluoridy alkalických kovů. Konečně jsou to adice alkoholů na fluorované alkeny, při nichž vznikají primární, sekundární a terciární fluorované alkanoly.

V literatuře je uvedena příprava hexafluoralkanolů adicemi jednodušších alifatických alkoholů na hexafluorpropen. Adice jsou vyvolávány termickým rozkladem iniciátorů radikálových reakcí a tím je nutno pracovat za zvýšené teploty a vyššího tlaku. Adice jsou rovněž iniciovány ultrafialovým zářením za působení vnějšího zdroje ultrafialového záření a výchozí hexafluorpropen je uzavřen za tlaku. Avšak křemenné reakční nádoby dovolují pracovat jen v omezeném objemu a jejich provoz je spojen se značným rizikem.

Nevýhody dřívějších postupů odstraňuje způsob přípravy hexafluoralkanolů obecného vzorce



kde R^1 je vodík nebo alkyl o počtu atomů uhlíku 1 až 5, R^2 je alkyl o počtu atomů uhlíku 1 až 3, reakcí s alifatickými alkoholy o počtu atomů uhlíku 1 až 5 za iniciace ultrafialovým zářením. Podstata způsobu podle vynálezu spočívá v tom, že se reakce provádí ve fotochemickém reaktoru za tlaku 0,1 až 0,5 MPa při teplotách -40 až 120 °C. Při reakci je hexafluorpropen uváděn do reaktoru, výstup z reaktoru může být spojen s atmosférou prostřednictvím např. hydraulického uzávěru. Reakční doba je závislá na objemu reaktoru a na množství výchozího alkoholu, který je v reaktoru předložen, dále na tlaku, na intenzitě zdroje záření i na reakční teplotě. Zdroj ultrafialového záření v křemenném obalu je buď zcela ponořen do kapalně fáze nebo jen zčásti, případně při malém množství alkoholu může být zdroj umístěn nad kapalnou fází uvnitř reaktoru. Ultrafialové záření, účinné pro adici, je emitováno například rtuťovou nebo xenonovou lampou.

Postup podle vynálezu má řadu výhod. Reakci je možno provádět ve značném objemu a průběh reakce, resp. její rychlost lze relativně snadno regulovat. Další možnosti regulace rychlosti umožňuje reakční teplota a relativně malé změny tlaku. Způsob podle vynálezu je dále popsán na několika příkladech provedení.

P ř í k l a d 1

Do ponorného fotochemického reaktoru o objemu 400 ml, který obsahoval 278 g ethanolu, byl při teplotě 10 °C a 0,14 MPa uváděn hexafluorpropen takovou rychlostí, aby stačil zreagovat. Zdrojem záření byla ultrafialová výbojka 250 W. Celkem bylo v průběhu 17 h přidáno 84 g hexafluorpropenu. Reakční směs pak byla podrobena rektifikaci, čímž bylo v rozmezí 117 až 120 °C získáno 79,5 g 3,3,4,5,5,5-hexafluor-2-pentanolu o čistotě min. 98 % hmot.

P ř í k l a d 2

Do ponorného fotochemického reaktoru o objemu 500 ml bylo předloženo 350 g 2-propanolu a za vnějšího chlazení na -20 °C byl do reaktoru 29 h uváděn hexafluorpropen takovou rychlostí, aby stačil zreagovat. Zdrojem ultrafialového záření byla výbojka o příkonu 400 W, celkem bylo přidáno 103 g hexafluorpropenu. Reakční směs pak byla podrobena rektifikaci a v rozmezí 125 až 127,5 °C bylo získáno 146 g 3,3,4,5,5,5-hexafluor-2-methyl-2-pentanolu o čistotě min. 99 % hmot.

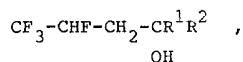
P ř í k l a d 3

Do ponorného fotochemického reaktoru o objemu 400 ml, který obsahoval 250 g 1-butanolu, byl při 70 °C a za tlaku 0,26 MPa uváděn 12 h hexafluorpropen. Nezreagovaný hexafluorpropen byl zachycován za reaktorem v jímadle se suchým ledem. Reakční směs pak byla podrobena rektifikaci a v rozmezí 147 až 150,5 °C bylo získáno 86 g 1,1,1,2,3,3-hexafluor-4-heptanolu o čistotě ca. 95 % hmot.

Hexafluoralkanoly připravené podle vynálezu mají řadu použití. Uplatňují se například v přípravě polymerních látek pro úpravu tkanin a pro aplikace v mikroelektronice a v optoelektronice.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby hexafluoralkanolů obecného vzorce



kde R¹ je vodík nebo alkyl o počtu atomů uhlíku 1 až 5, R² je alkyl o počtu atomů uhlíku 1 až 3, reakcí hexafluorpropenu s alifatickými alkoholy o počtu atomů uhlíku 2 až 5 za iniciace ultrafialovým zářením vyznačující se tím, že se hexafluorpropen uvádí do fotochemického reaktoru za tlaku 0,1 až 0,5 MPa při teplotách -40 až 120 °C.