



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

230 449

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 11 03 83
(21) PV 1709-83

(51) Int. Cl.³ / C 07 C 19/08

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

(75)

Autor vynálezu

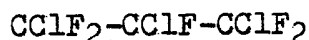
PALETA OLDŘICH ing. CSc., PRAHA,
KVÍČALA JAROSLAV ing., ČESKÉ BUDĚJOVICE,
DĚDEK VÁCLAV prof. ing. CSc., PRAHA

(54) Způsob přípravy 1,2,3- trichlorpentafluorpropanu

Účelem vynálezu je příprava uvedené látky, která v souhrnu sestává ze tří reakčních stupňů, jestliže se vychází z průmyslově vyráběných látek.

Žádaného účelu se dosáhne tím, že se fluoruje 1,1,2,3-tetrachlortetrafluorpropan fluoridem-chloridem antimonickým. Tento výchozí halogenpropan se získá dvojstupňovou syntézou tak, že se reakcí trichlorfluormethanu s 1,2-dichlordifluorethenem v přítomnosti chloridu hlinitého nejprve připraví pentachlorotrifluorpropan, který se podrobí fluoraci za vzniku 1,1,2,3-tetrachlortetrafluorpropanu. Jeho fluorace na 1,2,3-trichlorpentafluorpropan se provádí za tlaku 0,1 až 2 MPa a teplotě 110 až 180 °C.

Vynález se týká způsobu přípravy 1,2,3-trichlorpentafluorpropanu obecného vzorce

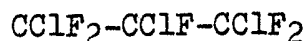


fluorací 1,1,2,3-tetrachlortetrafluorpropanu fluoridy antimonu.

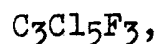
Trichlorpentafluorpropany se připravují řadou syntetických postupů. Reakce prekursorů trichlorpentafluorpropanu, které poskytnou tuto látku v jednom preparativním stupni, se z obecného hlediska rozdělují na reakce substituční a reakce adiční. Mezi substituční reakce náleží fluorace tetrachlortrifluorjodpropanu, pentachlortrifluorpropanu a tetrachlortetrafluorpropanu fluoridem-chloridem antimoničným, dále termická chlorace chlorpentafluorpropanu. K adičním reakcím náleží adice chloru na isomery chlorpentafluorpropenu nebo adice trichlorfluormethanu na tetrafluorethen. Pomocí fluoridu kobaltitého nebo směsi oxidu olovičitého s fluorovodíkem se provádí adice fluoru na 1,1,2-trichlortrifluorpropen.

1,2,3-Trichlorpentafluorpropan se připravuje fluorací 1,1,2,3-tetrachlortetrafluorpropanu bezvodým fluorovodíkem v přítomnosti oxidu rtuťnatého za tlaku, tlakovou fluorací 2-fluorheptachlorpropanu a v malém množství vzniká fluorací oktachlorpropanu fluoridy antimonu. Rovněž adice chloru na 3-chlorpentafluorpropen poskytuje tuto látku. Určitým kritériem pro hodnocení jednotlivých postupů je počet reakčních stupňů potřebných k přípravě dané sloučeniny z látek průmyslově vyráběných. V tomto pohledu se příprava 1,2,3-trichlorpentafluorpropanu provádí vícestupňovými syntézami, z nichž některé jsou komplikovány nežádoucími vedlejšími produkty nebo se provádějí za vysokých teplot a vyšších tlaků.

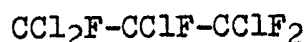
Uvedené nedostatky odstraňuje podle vynálezu způsob přípravy 1,2,3-trichlorpentafluorpropanu obecného vzorce



fluorací 1,1,2,3-tetrachlortetrafluorpropanu, připraveného fluorací pentachlorotrifluorpropanu obecného vzorce



získaného reakcí trichlorfluormethanu s 1,2-dichlordifluorethenem v přítomnosti chloridu hlinitého, fluoridy antimonu. Jeho podstata spočívá v tom, že 1,1,2,3-tetrachlortetrafluorpropan obecného vzorce



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 antimonitým a/nebo fluorid-chlorid antimonitý připravený reakcí fluoridu antimonitého s chlorem.

Uvedený způsob má několik výhod. Především celá syntéza sestává ze tří 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. Konečně při syntéze vzniká malé množství vedlejších produktů a jejich podíl nepřekročil 10 % rel.

1,2,3-Trichlorpentafluorpropan se uplatňuje ve dvou směrech. Z chemického hlediska představuje chemické individuum čistoty 90 až 97 % jako meziprodukt k dalším syntézám. Pro druhou oblast použití slouží jako technické nehořlavé rozpouštědlo frenonového typu s vysokou chemickou stálostí v kyselém a oxidačním prostředí, protože obsahuje terminální chlordinfluormethylové skupiny. Ve srovnání s 1,1,2-trichlorotrifluorethanem 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

230 449

Ke směsi 1 litru dichlormethanu a 0,1 kg bezvodého chloridu hlinitého ve vsádkovém reaktoru byl během 5 hodin za míchání přidáván trichlorfluormethan v celkovém množství 6 kg a 1,2-dichlordifluorethen v celkovém množství 4,5 kg. V intervalech 1 hodiny byl do reaktoru přidáván chlorid hlinitý v dávkách 0,1 kg a celkovém množství 0,4 kg. Reakční teplota byla postupně zvyšována z 10 °C na 30 °C, směs byla míchána celkem 9 hodin, poslední půlhodinu byla teplota zvýšena na 50 °C. Po zpracování reakční směsi byl pentachlorotrifluorpropan jímán v rozmezí 150 až 156 °C, výtěžek činil 6,35 kg.

Příklad 2

Skleněný reaktor obsahoval jako výchozí vsádkové množství 204 g fluoridu antimonitého, 100 g chloridu antimoničného a 252 g 1,1,2,3-tetrachlortetrafluorpropanu. Reakční směs byla zahřívána k varu a průběžně byl jímán přes kolonu destilát v rozmezí 70 až 75 °C po dobu 12 h. Surový produkt byl promyt zředěnou kyselinou chlorovodíkovou, vodou, roztokem hydrogenkarbonátu a vysušen. Při rektifikaci byl jímán 1,2,3-trichlorpentafluorpropan v rozmezí 72 až 73 °C, výtěžek činil 151 g.

Příklad 3

Skleněný reaktor obsahoval jako výchozí vsádkové množství 203 g fluoridu antimonitého, 60 g chloridu antimoničného a k této směsi byl uváděn suchý chlor při 120 až 130 °C až do nasycení. Do reaktoru bylo pak přidáno 256 g 1,1,2,3-tetrachlortetrafluorpropanu a směs byla zahřívána k varu, přitom byl 8 h průběžně jímán přes kolonu destilát v rozmezí 70 až 75 °C. Po zpracování reakční směsi a rektifikaci surového produktu byl získán 1,2,3-trichlorpentafluorpropan ve výtěžku 179 g.

Příklad 4

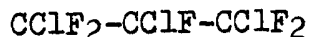
Ocelový reaktor obsahoval jako výchozí vsádkové množství 210 g fluoridu antimonitého, ke kterému byl uváděn suchý chlor při 120 až 130 °C až do nasycení substrátu. Do reaktoru byl pak přidán 1,1,2,3-tetrachlortetrafluorpropan a směs byla zahřívána

6 h na 110 až 170 °C, přitom tlak v reaktoru nepřestoupil 2 MPa. Po zpracování reakční směsi a rektifikací surového produktu byl získán 1,2,3-trichlór-pentafluorpropan ve výtěžku 198 g.

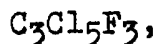
PŘEDMĚT VYNÁLEZU

230 449

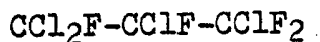
Způsob přípravy 1,2,3-trichlorpentafluorpropanu obecného vzorce



fluorací 1,1,2,3-tetrachlortetrafluorpropanu, připraveného fluorací pentachlorotrifluorpropanu obecného vzorce



získaného reakcí trichlorfluormethanu s 1,2-dichlordifluorethenem v přítomnosti chloridu hlinitého, fluoridy antimonu vyznačující se tím, že 1,1,2,3-tetrachlortetrafluorpropan obecného vzorce



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