



СОЮЗ СОВЕТСКИХ  
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ  
РЕСПУБЛИК

000071  
ДЛЯ СЛУЖЕБНОГО ПОЛЬЗОВАНИЯ ЭКЗ №

(19) **SU** (11) **1637288** **A1**

(51)5 C 08 G 79/02

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ  
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ  
ПРИ ГИИТ СССР

## ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

1  
(21) 4688590/05  
(22) 04.04.89  
(72) А.В.Ломоносов, Н.П.Величко,  
В.Ф.Додатко, П.Н.Соболева,  
А.Д.Кривуля и Л.В.Зонтова  
(53) 678.475.8(088.8)  
(56) Авторское свидетельство СССР  
№ 1434700, кл. C 08 G 79/02, 1986.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ФОСФОНИТРИЛ-  
ХЛОРИДОВ  
(57) Изобретение относится к химии  
фосфоразотистых соединений и может

2  
быть использовано в производстве анти-  
пиринов, смазочных жидкостей, лако-  
красочных покрытий. Изобретение поз-  
воляет сократить время реакции за  
счет предупреждения возгонки веществ  
и повысить производительность процес-  
са аммонолиза пятихлористого фосфора  
в хлорбензоле в присутствии карбами-  
да при нагревании за счет того, что  
процесс ведут в присутствии пиридина  
в количестве 0,5-1,5 мас.% от коли-  
чества пятихлористого фосфора при  
128-131°C. 1 табл.

Изобретение относится к химии  
неорганических материалов и может  
быть использовано в производстве за-  
мещенных и галоидозамещенных фосфа-  
зенов, которые применяются в качестве  
антипиринов, смазочных жидкостей,  
лакокрасочных покрытий, комплексооб-  
разователей.

Целью изобретения является сокра-  
щение времени реакции за счет преду-  
преждения возгонки веществ и повыше-  
ния производительности процесса.

В реактор, снабженный обратным хо-  
лодильником, загружают 153,3 мас.ч.  
пятихлористого фосфора в 75 мас.ч.  
хлорбензола, 1,0 мас.ч. пиридина  
(0,75 мас.% от пятихлористого фосфора)  
в 15 мас.ч. хлорбензола, 22 мас.ч.  
хлористого аммония и 6 мас.ч. карба-  
мида. Ступенчато поднимают температу-  
ру до 11-91

ру до 130°C и выдерживают до оконча-  
ния выделения хлористого водорода.

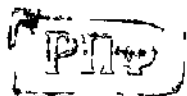
Реакционную массу охлаждают, от-  
фильтровывают непрореагировавшие ос-  
татки хлористого аммония, отгоняют  
растворитель.

Общий выход 29,7 мас.ч. ФНХ, линей-  
ных гомологов - 25,8 мас.ч. (87%).

Выделение линейных гомологов осу-  
ществляют по методике, заключающейся  
в экстракционном разделении линей-  
ных и циклических олигомеров с помощью  
бензола и смеси бензола и петролейно-  
го эфира. Продукты идентифицируют ме-  
тодами ИКС- и ЯМР-р-спектроскопии.

Анализ смеси хлорфосфазенов (ФНХ),  
полученных в присутствии карбамида,  
показал, что такая смесь содержит  
в среднем 0,4% ундекахлорциклофосфа-

SU (11) 1637288 A1



зена, 2,5% высших циклических гомологов и 89,6% линейных хлорфосфазенов.

Во всех случаях в ЯМР  $^{31}\text{P}$ -спектрах смесей наблюдают синглеты, соответствующие ГХФ (19,8 м.д.), ОХФ (-6,8 м.д.), высшим циклическим ХФ, где  $n \geq 7$  (-16 - 18 м.д.), а также для смесей линейных гомологов в области +7-0 м.д. и -8 - 14 м.д. ИК для линейных молекул  $1340\text{ см}^{-1}$ .

Примеры опытов с различной загрузкой пиридина приведены в таблице.

# Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ получения фосфонитрихлоридов аммонолизом пятихлористого фосфора хлористым аммонием в хлорбензоле в присутствии карбамида при нагревании, отличающийся тем, что, с целью сокращения времени реакции за счет предупреждения возгонки веществ и повышения производительности процесса, аммонолиз осуществляют в присутствии пиридина в количестве 0,5-1,5 мас.% от количества пятихлористого фосфора при 128-131°C.

Количество пиридина, мас.% к загрузке РС	Температура реакции, °C	Выход, ХФ			Время синтеза, ч (с учетом температурных выдержек)
		общий, мас.ч.	линейные ХФ		
			%	мас.ч.	
Известный способ	140	28,5	90	25,65	60
0,25	130	28,5	90	25,65	55
0,5	128	29,3	87	25,5	40
0,75	130	29,7	87	25,8	35
1,0	130	30,8	90	27,7	35
1,5	131	30,5	85	25,9	35
2,0	131	29,0	80	23,2	35

Редактор О.Стенина Составитель Л.Платонова  
Техред Л.Сардюкова Корректор Т.Малец

Заказ 1077/ДСП Тираж 150 Подписное  
ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР  
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г.Ужгород, ул. Гагарина, 101