



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **42440** (13) **U**  
(51) МПК (2009)  
**C07B 63/00**  
**C07C 21/00**

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

видається під  
відповідальність  
власника  
патенту

**(54) СПОСІБ ОЧИЩЕННЯ ТЕТРАФТОРЕТИЛЕНУ ТА ГЕКСАФТОРПРОПІЛЕНУ ВІД ФТОРВУГЛЕВОДНЕВИХ СПОЛУК**

1

(21) u200814755  
(22) 22.12.2008  
(24) 10.07.2009  
(46) 10.07.2009, Бюл. № 13, 2009 р.  
(72) ЛЕВУШ СЕРГІЙ СИДОРОВИЧ, СОЛОДЯК ЛІЛІЯ ІОСИФІВНА, КУШИНА ІОСИФ ДМИТРОВИЧ

2

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ "ЛЬВІВСЬКА ПОЛІТЕХНІКА"  
(57) Спосіб очищення тетрафторетилену та гексафторпропілену від фторвуглеводневих сполук, що включає їх обробку абсорбентом, який **відрізняється** тим, що як абсорбент використовують етилацетат.

Корисна модель відноситься до області очищення перфторолефінів від фторвуглеводневих сполук і може бути використана для отримання мономерних тетрафторетилену і гексафторпропілену високої чистоти.

Одержані в виробничих умовах тетрафторетилен і гексафторпропілен [Промышленные фторорганические продукты, справочник, изд. /Б.Н. Максимов, В.Г. Барабанов и др./ - Л. Химия 1990, с.272, 303] містять домішки фторвуглеводневих сполук, котрі негативно впливають на якість мономерних тетрафторетилену і гексафторпропілену.

Відомий спосіб очищення перфторолефінів, зокрема тетрафторетилену і гексафторпропілену, від фторвуглеводневих сполук, зокрема трифторетилену їх обробкою абсорбентом. [Японський патент №33046, кл. 1613221, (Co7c), заявл. 28.07.1967, опубл. 24.10.1970, 5H23П, РЖХ 1972]. Як абсорбент використовують фторсульфонову кислоту. В нижню частину насадкової колонки діаметром 15 мм і висотою їм подають 448 нл тетрафторетилену, що містить 0,01 % трифторетилену зі швидкістю 22,4 нл за годину. Протічесью вводять 1,5 л фторсульфонової кислоти. Процес здійснюють при звичайних умовах. Отримують 436 нл очищеного тетрафторетилену, що містить  $10^{-4}$  % трифторетилену.

Але фторсульфорова кислота хімічно реагує з трифторетиленом, що супроводжується осмоленням цього абсорбенту, ускладнює його регенерацію та призводить до втрати відносно дорогого хімічного продукту. Крім того, даний спосіб очищення перфторолефінів не забезпечує їх звільнення від інших фторвуглеводневих сполук, вміст

яких в тетрафторетилені чи в гексафторпропілені негативно впливає на їх якість. Даний спосіб має вузьке застосування, носить препаративний характер, а тому неефективний в промисловому використанні.

В основу корисної моделі поставлене завдання вдосконалити спосіб очищення тетрафторетилену та гексафторпропілену від фторвуглеводневих сполук, в якому використання нового більш дешевого абсорбенту забезпечило б очищення перфторолефінів від цих фторвуглеводневих сполук, що дозволить підвищити якість мономерних тетрафторетилену і гексафторпропілену.

Поставлене завдання вирішується тим, що в способі очищення тетрафторетилену та гексафторпропілену від фторвуглеводневих сполук, що включає їх обробку абсорбентом, згідно з корисною моделлю, як абсорбент використовують етилацетат.

Будучи селективним розчинником по відношенню до легкорозчинних фторвуглеводневих сполук та важкорозчинних перфторолефінів, етилацетат як абсорбент дозволить практично повністю очистити тетрафторетилен та гексафторпропілен від фторвуглеводневих сполук і тим самим забезпечити високу якість мономерних тетрафторетилену та гексафторпропілену. Процес очищення, що здійснюється в режимі абсорбції-десорбції, легко керований, а абсорбент підлягає практично повній регенерації. На відміну від фторсульфорової кислоти, етилацетат є багатотонажний і порівняно дешевий хімічний продукт, а сам спосіб очищення тетрафторетилену та гексафторпропілену

(19) **UA** (11) **42440** (13) **U**

від фторвуглеводневих сполук може бути використаний в промислових масштабах.

Спосіб очищення тетрафторетилену та гексафторпропілену від фторвуглеводневих сполук здійснювали на колонці діаметром 20 мм і висотою 1,8 м, заповненій насадкою типу Фенске. Верхня частина колонки висотою 1,1 м термоізолювана і виконує функцію абсорбера. Нижня частина колонки висотою 0,7 м обладнана кожухом для підведення теплоносія і виконує функцію десорбера.

Очищення перфторолефіну від фторвуглеводневих сполук проводять при атмосферному чи підвищеному тиску. Охолоджений етилацетат подають на верх абсорбера для зрошення насадки в колонці. Перфторолефін, що підлягає очищенню від фторвуглеводневих сполук, поступає під низ абсорбера. Тут до нього долучаються десорбовані з нижньої частини колонки газу, головним чином розчинений в етилацетаті перфторолефін, і змішаний струмінь газів протитечією до розчинника направляється на верх абсорбера. З верху абсорбера очищений перфторолефін поступає на колонку, заповнену активованим вугіллям, де звільняється від слідів етилацетату.

Режим процесу очищення (співвідношення газ : абсорбент, температура на верху абсорбера і внизу десорбера) встановлюють таким, при якому відбувається практично повне поглинання легко-розчинних фторвуглеводневих сполук, що містяться в перфторолефіні.

Очищення перфторолефінів від фторвуглеводневих сполук проводили з використанням реальних сумішей, отриманих у виробничих умовах. Хроматографічний аналіз реальних сумішей здійс-

нювали з використанням полум'яно-іонізаційного детектора на хроматографі типу "Цвет".

Приклад 1.

В режимі стабілізованого процесу очищення на верх абсорбера в об'ємному співвідношенні газ : абсорбент 12:1 подають етилацетат, охолоджений до мінус 30 °С. Витрата абсорбента 1,5 л/год. В низ абсорбера поступає вихідний газовий струмінь наступного складу, % об. : тетрафторетилен - 99,680, фтористий вініл ден - 0,140, трифторетилен - 0,060, трифторметан - 0,120. Витрата вихідного газу 18 нл/год. Температуру внизу десорбера підтримують в межах 35÷40 °С. Отримують 16,9 нл/год очищеного тетрафторетилену наступного складу, % об: тетрафторетилен - 99,990, фтористий вініліден - 0,005, трифторетилен - відсутній, трифторметан - відсутній.

Приклад 2.

З використанням тієї ж установки в режимі стабілізованого процесу очищення на верх абсорбера в об'ємному співвідношенні газ : абсорбент 22:1 подають етилацетат, охолоджений до мінус 5 °С. Витрата абсорбента 1,1 л/год. В низ абсорбера поступає вихідний газовий струмінь наступного складу, % об. : гексафторпропілен - 99,770, пентафторпропілен - 0,068, тетрафторпропілен - 0,092, трифторетилен - 0,034, гептафторпропан - 0,025, перфторбутін - 0,007. Витрата вихідного газу 24,3 нл/год. Температуру в низу десорбера підтримують в межах 45÷50 °С. Отримують 20,5 нл очищеного гексафторпропілену наступного складу, %об: гексафторпропілен - 99,990, пентафторпропілен - 0,001, тетрафторпропілен - 0,002, трифторетилен - відсутній, гептафторпропан - відсутній, перфторбутін - 0,005.