

### Химические науки

#### СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ ДИФТОРХЛОРМЕТАНА

Задорожный М.Г., Шишкин Е.В.

*Волгоградский государственный технический университет, Волгоград, e-mail: blutdeus@gmail.com*

В настоящее время дифторхлорметан используется как исходное вещество при синтезе тетрафторэтилена, хладагент в промышленных и бытовых холодильниках и кондиционерах. Широкое применение дифторхлорметана а также продуктов на его основе обуславливает необходимость совершенствования процесса его получения.

Системный анализ производства дифторхлорметана, осуществляемый на ВОАО «Химпром» путем жидкофазного гидрофторирования хлороформа в присутствии катализатора пятихлористой сурьмы, позволил выявить основные недостатки процесса: попадание в реакционную массу – раствор пентахлорида сурьмы в хлороформе – большого количества жидкого фтористого водорода вызывает экстракцию пентахлорида сурьмы с выделением слоя, представляющего собой раствор пентахлорида сурьмы во фтористом водороде. Это явление приводит к прекращению контакта хлороформа и фторирующего агента, в результате реакция гидрофторирования останавливается.

Анализ результатов патентно-информационного поиска свидетельствует о том, что с целью интенсификации процесса получения дифторхлорметана целесообразным направлением совершенствования является испарение фтористого водорода перед подачей в реактор.

Новый способ получения дифторхлорметана позволил устранить экстракцию пентахлорида сурьмы фтористым водородом, уменьшить коррозию оборудования, увеличить пробег катализатора а установка в реактор распределительного устройства позволяет увеличить степень конверсии по фтористому водороду до 99%. Производительность нового способа в общем случае повысилась на 30%

#### ИЗУЧЕНИЕ РЕАКЦИИ ДЕЗАМИНИРОВАНИЯ В СИНТЕЗЕ ПИРИМИДИНОВОГО КОМПОНЕНТА ВИТАМИНА В<sub>1</sub>

Литвак М.М.

*НИУ «Белгородский государственный университет», Белгород, e-mail: info@bsu.edu.ru*

Изучены побочные реакции дезаминирования в синтезе пириимидинового компонента – полупродукта витамина В<sub>1</sub>. Предложены методики контроля дезаминирования, которые могут быть использованы в совершенствовании технологического процесса.

В качестве пириимидинового компонента в двухкомпонентной схеме синтеза витамина В<sub>1</sub>, обычно используют гидрохлорид 4-амино-2-метил-5-хлорометилпириимидин (ХАП·НСl). Его получают путем продолжительного гидрохлорирования 4-амино-2-метил-5-этоксиметилпириимидина при 70 °С в среде подходящих органических растворителей с добавлением воды для обеспечения хотя бы частичной растворимости ХАП·НСl и создания требуемой высокой концентрации НСl [1]. Реакция осложняется процессами дезаминирования и гидролиза [2].

Проведенные нами ЯМР - исследования показали, что в целевом ХАП·НСl мольная доля всех продуктов дезаминирования (замещение NH<sub>2</sub>-группы на Cl) может составлять до 13-15%. При такой степени дезаминирования образец должен содержать до 3,8% (масс.) NH<sub>4</sub>Cl (показано, что в процессе выделения «сырого» ХАП·НСl фильтрацией потери NH<sub>4</sub>Cl с фильтратом незначительны). На наш взгляд, наиболее достоверная информация о составе «сырого» ХАП·НСl может быть получена из результатов комплексного исследования: определения 5-хлорометилпириимидинов по ковалентно связанному атому хлора с помощью титриметрии и ГЖХ [3]; а также определения примеси NH<sub>4</sub>Cl.

Наиболее употребляемая методика определения NH<sub>4</sub>Cl основана на его количественном взаимодействии с формалином под действием щелочи с образованием уротропина; возникающий при этом в эквивалентном количестве НСl оттитровывают щелочью [1]. Однако было неясно, в какой мере гидролиз ХАП·НСl, протекаемый в условиях анализа, будет сказываться на результате определения NH<sub>4</sub>Cl.

Предложенный нами способ определения примеси NH<sub>4</sub>Cl основан на количественном улавливании аммиака, выделяющегося при обработке щелочью образца «сырого» ХАП·НСl в оптимизированных условиях, исключающих влияние возможных отрицательных факторов на результаты анализа. Установку для анализа собирают как описано ниже. Круглодонную колбу, снабженную капелной воронкой с «обратной связью» и газоотводной трубкой, соединяют с поглотительной мерной пробиркой (типа промывной склянки Дрекслея). Поглотительную пробирку подсоединяют к вакуумному насосу.

Вначале опыта в колбу последовательно помещают около 2 г «сырого» ХАП·НСl (взвешивают на аналитических весах) и около 2 г чешуированного NaOH, капелную воронку заполняют водой в количестве 10,0 мл, а в пробирку для поглощения NH<sub>3</sub> из бюретки прибавляют 10,0 мл 0,2 н. серной кислоты. Далее, снизив давление в установке до 30–35 мм рт. ст., в