



## 〔12〕发明专利申请公开说明书

〔21〕申请号 90108727.0

〔51〕Int.Cl<sup>5</sup>

C07C 19 / 08

〔43〕公开日 1991年5月15日

〔22〕申请日 90.10.30

〔30〕优先权

〔32〕89.10.30 〔33〕US 〔31〕429,126

〔71〕申请人 纳幕尔杜邦公司

地址 美国特拉华州

〔72〕发明人 威廉·亨利·贡普雷希特  
约翰·马克·隆戈利亚  
弗兰克·J·克里斯托夫

〔74〕专利代理机构 中国专利代理有限公司

代理人 于燕生 刘元金

C07C 17 / 00

说明书页数: 10 附图页数:

〔54〕发明名称 1,1-二氯四氟乙烷的制备方法

〔57〕摘要

一种制备基本不含 1,2-二氯四氟乙烷 (CFC-114) 和过度氟化产物 (如 CF<sub>3</sub>CClF<sub>2</sub> 和 CF<sub>3</sub>CF<sub>3</sub>) 的 1,1-二氯四氟乙烷 (CFC-114a) 的方法, 该方法包括如下步骤: 使三氟三氯乙烷液相 (如 1,1,1-三氯三氟乙烷 (CFC-113a) 和 1,1,2-三氯三氟乙烷 (CFC-113) 的混合物) 与五卤化锑催化剂 (如 SbCl<sub>5-x</sub>F<sub>x</sub>, 其中 x 为 0 至 3) 接触; 分离出气态的 1,1-二氯四氟乙烷产物。可以用一种连续的方法使 CF<sub>3</sub>CCl<sub>3</sub> 几乎定量转化为 CF<sub>3</sub>CCl<sub>2</sub>F 而没有可检测量的 CCl<sub>2</sub>FCCl<sub>2</sub>F 生成。CF<sub>3</sub>CCl<sub>2</sub>F 可作为制造含氯氟烃和含氟烃的中间体使用。

&lt;20&gt;

(BJ)第1456号

# 权 利 要 求 书

---

1、一种制备基本不含 1, 2 - 二氯四氟乙烷的 1, 1 - 二氯四氟乙烷的方法，该方法包括如下步骤：

(a) 在高至足以将 1, 1, 1 - 三氯三氟乙烷转化成 1, 1 - 二氯四氟乙烷但低于 1, 1, 2 - 三氯三氟乙烷基本转化为 1, 2 - 二氯四氟乙烷的温度的温度下，在足以维持至少一部分 1, 1, 1 - 三氯三氟乙烷处于液态从而形成液体反应介质的压力下，在催化有效量的特征为式  $SbCl_5 - xF_x$  (其中 x 为 0 至 3) 的五卤化锑存在下，使 1, 1, 1 - 三氯三氟乙烷与至少一摩尔比例的氟化氢接触；

(b) 从所述反应介质中回收 1, 2 - 二氯四氟乙烷含量低于 0.5% (重量) 的 1, 1 - 二氯四氟乙烷。

2、权利要求 1 的方法，其中所回收的 1, 1 - 二氯四氟乙烷基本不含过度氟化的反应产物。

3、权利要求 2 的方法，其中压力不足以使 1, 1 - 二氯四氟乙烷凝结，但足以使至少一部分 1, 1, 1 - 三氯三氟乙烷凝结。

4、权利要求 1、2 或 3 的方法，其中所述的 1, 1, 1 - 三氯三氟乙烷与氟化氢的接触在 1, 1, 2 - 三氯三氟乙烷存在下进行。

5、权利要求 4 的方法，其中温度约为 80° - 130°C。

6、权利要求 5 的方法，其中温度约为 100° - 120°C。

7、权利要求 5 的方法，其中压力约为 150 - 250 磅/平方英寸。

8、权利要求 1、2 或 3 的方法，该方法还包括向反应介质中加入有效量的氯以保持锑处于五价态的步骤。

9、一种生产基本不含 1, 2 - 二氯四氟乙烷和过度氟化产物的

1，1-二氯四氟乙烷的连续方法，该方法包括如下步骤：

(a) 在一个控制温度和压力的反应容器中，装入有效量的特征为式  $SbCl_5 - x F_x$  (其中  $x$  为 0 至 3) 的催化剂；

(b) 在所述反应容器内建立与所述催化剂接触的含三氯三氟乙烷的液相反应介质；

(c) 向所述反应介质中连续加入由三氯三氟乙烷反应物和过量一摩尔的氟化氢组成的进料流；

(d) 从所述反应容器中连续移出含有 1,1-二氯四氟乙烷的产物气流，其中含有少于 0.5% (重量) 的 1,2-二氯四氟乙烷并基本不含过度氟化的产物。

10、权利要求 9 的方法，该方法还包括向所述反应介质中连续加入有效量的氯以保持锑处于正五价态的步骤。

11、权利要求 10 的方法，该方法还包括如下步骤：

(a) 从所述气体产物中分离并回收所述 1,1-二氯四氟乙烷；

(b) 分离出未反应的三氯三氟乙烷并将其再循环到所述反应容器中。

# 说 明 书

## 1，1-二氯四氟乙烷的制备方法

本发明涉及一种制备基本不含其异构体 1，2-二氯四氟乙烷即  $\text{CCl}_2\text{CClF}_2$  (CFC-114) 的 1，1-二氯四氟乙烷即  $\text{CF}_3\text{CCl}_2\text{F}$  (也称为含氯氟烃 CFC-114a) 的方法，更具体地说，本发明涉及一种有关 1，1，1-三氯三氟乙烷即  $\text{CF}_3\text{CCl}_3$  (CFC-113a) 的液相氢氟化的方法。

1，1-二氯四氟乙烷 (CFC-114a) 是一种重要的中间体，它能通过其碳-氯键的催化氢解而转化为 1，1，1，2-四氟乙烷即  $\text{CF}_3\text{CH}_2\text{F}$  (HFC-134a) (英国专利 1,578,933 (1980))。

目前使用的一些市售制冷剂、发泡剂、气雾剂抛射剂和止繁殖剂，被认为与同温层臭氧的破坏有关，四氟乙烷是这些物质的对环境无害的潜在替代物。

在 1，1-二氯四氟乙烷氢解成 HFC-134a 的路线中，如果所采用的 1，1-二氯四氟乙烷中 1，2-二氯四氟乙烷的含量低至可以实用的程度，则是非常理想的，因为任何残存的 1，2-二氯化合物都会生成异构体 1，1，2，2-四氟乙烷即  $\text{CHF}_2\text{CHF}_2$  (HFC-134)。这种异构体是不希望有的，它会污染 HFC-134a 产物，因为这两种异构体的沸点只相差 7°C。遗憾的是，目前所制备的 CFC-114a 是作为它与其 CFC-114 异构体的混合物中的次要组分而得到的。同样，其前体 CFC-113a 是作为它与其异构体 1，1，2-三氯三氟乙烷即  $\text{CCl}_2\text{CCl}_3\text{F}$  (CFC-113) 的

混合物中的次要组分而得到的。由于两种三氯三氟乙烷的沸点和两种二氯四氟乙烷的沸点彼此间只略有不同，所以以工业规模进行蒸馏分离在经济上是不现实的。但沸点较低的二氯四氟乙烷（沸程约为 3—4℃）易于从三氯三氟乙烷（沸程约为 46—48℃）中分离出来。一种熟知而广泛使用的合成三氯三氟乙烷和二氯四氟乙烷的路线，涉及在一种五卤化锑催化剂存在下，使氟化氢（HF）与四氯乙烯（ $C_2Cl_4$ ）加氯、或与其氯加成产物六氯乙烷（ $C_2Cl_6$ ）进行液相反应（Henne 的美国专利 1,978,840 (1934)；Henne 的美国专利 2,007,198 (1935)；Daudt 等的美国专利 2,005,708 (1935)；Daudt 等的美国专利 2,062,743 (1936)；特别是 Benning 的美国专利 2,478,362 (1949)）。Hamilton 在《氟化学进展》第三卷（Stacy 等编，Washington，Buttersworth，1963）第 148 和 149 页述及：液相氢氟化路线十分适合于生产其它主要碳氟化合物中的三氯三氟乙烷（ $C_2Cl_3F_3$ ）和二氯四氟乙烷（ $C_2Cl_2F_4$ ）。他还在第 122 页的表 3 公开了如下内容：有机化学品工业所销售的  $C_2Cl_3F_3$  和  $C_2Cl_2F_4$  产品主要由较为对称的异构体即分别由  $CClF_2CCl_2F$  (CFC-113) 和  $CClF_2CClF_2$  (CFC-114) 组成，对称一词指的是氟自由基在分子中的分布。

本领域内还详细记载了通过气相反应制备三氯三氟乙烷和二氯四氟乙烷的方法，该反应是在高温下用合适的催化剂使 HF 与 (A)  $C_2Cl_4 + Cl_2$  或 (B)  $CClF_2CCl_2F$  反应：Clark 等的美国专利 3,157,707 (1964) 用 (A) 和  $Cr_2O_3$  催化剂；Swamer 等的美国专利 3,258,500 (1966) 用 (B)

和热活化的氧化铬(Ⅲ)催化剂; Firth 的美国专利 3, 755, 477 (1973) 用(B)和经蒸气处理的氧化铬(Ⅲ)催化剂; Scherer 等的美国专利 3, 752, 850 (1973) 用(A)和氟氧化铬催化剂; Christoph 的美国专利 3, 632, 834 (1972) 用(A)、(B)等和 CrF<sub>3</sub> 催化剂; Vecchio 等的美国专利 3, 650, 987 (1972) 用(B)和氟化铝催化剂, 该催化剂中含 Fe、Cr, 最好还含卤化镍或卤氧化镍; 日本专利公开 51 (1976) - 59804 用(B)和 TiCl<sub>3</sub> / 氧化铝; Fouilletier 的美国专利 4, 439, 534 (1984) 和美国专利 4, 474, 895 (1984) 用(B)和改性的氧化铬(Ⅲ)催化剂。正如上述的 Clark 等、Christoph、Vecchio 等、Fouilletier 的专利和日本专利所具体公开的, 这些合成 C<sub>2</sub>Cl<sub>3</sub>F<sub>3</sub> 和 C<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>F<sub>4</sub> 化合物的气相方法不论使用什么催化剂, 都生成其异构体的混合物, 其中主要是较为对称的异构体。因此很清楚, 液相和气相氟化方法都不适于由常用的原料生产所需的基本不含其对称异构体 CFC-114 的不对称 CFC-114 a。

J. Calfee 等的美国专利 2, 755, 313 (1951) 公开了用 AlF<sub>3</sub> 作催化剂使 C<sub>2</sub>Cl<sub>3</sub>F<sub>3</sub> 异构体的混合物进行气相 HF 氟化而生产 C<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>F<sub>4</sub> 异构体的混合物。还已经知道, CFC-113 易于异构化为 CFC-113 a [Miller 的美国专利 2, 598, 411 (1952); Hauptchein 等的美国专利 3, 087, 974 (1963); Hellberg 等的西德专利 1, 668, 346 (1971)], 这使得 CFC-113 异构化为 CFC-113 a 的反应有可能成为一条合适的合成路线而为所需的 CFC-114 a

合成原料。另一方面，似乎还没有将 CFC-114 完全异构化成 CFC-114a 的实用方法。现已证实，在试图用 CFC-113a 代替 CFC-113，用氧化铬(Ⅲ)作催化剂与 HF 进行气相反应而生产不含 CFC-114 的 CFC-114a 时，特别是在生产四氟化合物的气相氟化反应中所常用的高温( $300^{\circ} - 400^{\circ}\text{C}$ )下，导致 CFC-114a 产物被过于大量的 CFC-114 污染，并伴有过度氟化的  $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{Cl}$  (CFC-115)。此外，产物流中未反应的 CFC-113a 组分也含有很大比例的异构体 CFC-113。异构化的二氯四氟污染物和三氯三氟污染物，显然是在所采用的严格条件下发生竞争性的异构化反应的结果。

考虑到先有技术，本发明提供一种在 1, 1, 2-三氯三氟乙烷存在下将 1, 1, 1-三氯三氟乙烷转化成 1, 1-二氯四氟乙烷，同时不生成不期望有的异构体 1, 2-二氯四氟乙烷或过度氟化的产物的催化液相氟化方法。本发明的氟化方法可以以连续方式进行，其中，在控制的温度和压力下，向一个装有锑催化剂的反应器中，连续加入基本由异构体  $\text{CF}_3\text{CCl}_3$  和  $\text{CClF}_2\text{CCl}_2\text{F}$  组成并且可任意地含有少量  $\text{CF}_3\text{CCl}_2\text{F}$  的进料混合物，同时加入基本由 HF 和足以维持锑催化剂为五价态(即  $\text{Sb}^{+5}$ )的少量  $\text{Cl}_2$  组成的进料混合物；从该反应器中连续地移出含有所需的基本不含  $\text{CClF}_2\text{CClF}_2$  的  $\text{CF}_3\text{CCl}_2\text{F}$  的产物流。本发明是基于这样一个发现，即， $\text{CF}_3\text{CCl}_3$  催化氢氟化成  $\text{CF}_3\text{CCl}_2\text{F}$  的反应，可以实现基本上排除生成其  $\text{CClF}_2\text{CClF}_2$  异构体的反应，甚至在很大比例的  $\text{CClF}_2\text{CCl}_2\text{F}$  存在下也能实现，条件是，反应温度维持在低于  $\text{CClF}_2\text{CCl}_2\text{F}$  被氟化成  $\text{CClF}_2\text{CClF}_2$  的温度的  $\text{CF}_3\text{CCl}_3$  有效氟化温度，最好维持在

$\text{CClF}_2$   $\text{CCl}_2\text{F}$  异构化为  $\text{CF}_3\text{CCl}_3$  的温度。利用这样的方法，易于使所生成并回收到的  $\text{CF}_3\text{CCl}_2\text{F}$  其异构体含量低于 0.5% (重量) (5,000 ppm)，甚至低于 0.1% (重量) (1,000 ppm)，在优选条件下基本不含异构体。此外，该方法几乎完全避免了过度氟化成  $\text{CFCC}-115$  和  $\text{CF}_3\text{CF}_3$  ( $\text{FC}-116$ )。

因此，本发明提供一种生产基本不含 1, 2-二氯四氟乙烷的 1, 1-二氯四氟乙烷的方法，该方法包括如下步骤：

(a) 在高至足以将 1, 1, 1-三氯三氟乙烷转化成 1, 1-二氯四氟乙烷但低于 1, 1, 2-三氯三氟乙烷基本转化为 1, 2-二氯四氟乙烷的温度的温度下，在足以维持至少一部分 1, 1, 1-三氯三氟乙烷处于液态从而形成液体反应介质的压力下，在催化有效量的特征为式  $\text{SbCl}_5-x\text{F}_x$  (其中 x 为 0 至 3) 的五卤化锑存在下，使 1, 1, 1-三氯三氟乙烷与至少一摩尔比例的氟化氢接触；

(b) 从反应介质中回收基本不含 1, 2-二氯四氟乙烷的 1, 1-二氯四氟乙烷。

本发明的一个目的是提供一种将  $\text{CF}_3\text{CCl}_3$  氢氟化为基本不含  $\text{CClF}_2\text{CClF}_2$  的  $\text{CF}_3\text{CCl}_2\text{F}$  的方法。另一个目的是提供一种能避免生成过度氟化的产物的上述方法。另一个目的是提供一种能在  $\text{CClF}_2\text{CCl}_2\text{F}$  存在下选择性地将  $\text{CF}_3\text{CCl}_3$  氟化为  $\text{CF}_3\text{CCl}_2\text{F}$  而基本不将  $\text{CClF}_2\text{CCl}_2\text{F}$  氟化为  $\text{CClF}_2\text{CClF}_2$  的上述方法。另一个目的是提供一种不仅能在  $\text{CClF}_2\text{CCl}_2\text{F}$  存在下将  $\text{CF}_3\text{CCl}_3$  转化成  $\text{CF}_3\text{CCl}_2\text{F}$ ，而且能导致某些  $\text{CClF}_2\text{CCl}_2\text{F}$  异构化为  $\text{CF}_3\text{CCl}_3$  的上述氟化方法。

这些目的的实现方式以及其它目的的存在和实现方式，在全部阅读

了本说明书和所附的权利要求书后将是显而易见的。

本发明的总方法可以以进行催化液相氢氟化反应的领域公知的方式进行，既可以分批进行，也可以（最好是）连续进行。各反应物应维持在所限定的温度和压力下。更具体地说，温度和压力应控制在使至少一部分 1, 1, 1-三氯三氟乙烷原料在反应区中处于液态，且大部分 1, 1-二氯四氟乙烷反应产物处于气态，从而使该氟化反应中的二氯四氟乙烷产物和 HCl 副产物能方便地从反应区中移出。所用的  $\text{CF}_3\text{CCl}_3$  反应物可以是基本纯净的状态，即基本不含  $\text{CClF}_2\text{CCl}_2\text{F}$ ，也可以是与其异构体的混合物。该混合物的  $\text{CClF}_2\text{CCl}_2\text{F}$  含量虽然可以变化很大，但通常只相当于很少的量，以  $\text{CF}_3\text{CCl}_3$  组分的重量计，优选低于约 10%，更优选的是低于约 2%，最优选的是低于约 1%，通常约为 0.1%（重量）。用本领域内所述方法将  $\text{CClF}_2\text{CCl}_2\text{F}$  异构化为  $\text{CF}_3\text{CCl}_3$  而生成的  $\text{CF}_3\text{CCl}_3-\text{CClF}_2\text{CCl}_2\text{F}$  混合物也包括在内。

单独的或与其异构体在一起的  $\text{CF}_3\text{CCl}_3$  反应物，可能还含有上述异构化过程的副产物  $\text{CClF}_2\text{CCl}_2\text{F}$ ，其量一般很少。

五卤化锑催化剂  $\text{SbCl}_5-x\text{Fx}$ （其中  $x=0$  至 3）较方便的是  $\text{SbCl}_5$ （ $x=0$ ），但也可以是五氟氯化锑（其中  $x=1$  至 3，更一般的是 1 至 2），包括五氟化锑和五氯化锑的混合物，这些化合物可以预先形成，也可以象本领域内所熟知的那样在反应过程中就地形成。催化剂的量可以很大地变化，只要它是易于用试验确定的催化有效量就可以。

$\text{HF}/\text{CF}_3\text{CCl}_3$  的进料比也可以很大地变化，但就  $\text{CF}_3\text{CCl}_3$  反应物而言通常将至少是等摩尔的，由于经济原因通常不超过

10 / 1。  $\text{H F} / \text{CF}_3\text{CCl}_3$  比最好在 1.5 / 1 至 3 / 1 范围内。

反应温度应低于  $\text{CClF}_2\text{CCl}_2\text{F}$  在氟化氢和五氯化锑催化剂存在下被氟化为  $\text{CClF}_2\text{CClF}_2$  的温度，通常低于约 130°C，但至少约为 80°C。反应温度优选在约 90°C 至约 125°C 的范围，更优选的是约 100° 至约 120°C。在低于 80°C 的温度下， $\text{CFC}-114\text{a}$  的生成速度低于所要求的速度，而在高于 130°C 的温度下，则开始观察到大于要求量的  $\text{CFC}-114$ 。

该方法可以在大气压、低于大气压或高于大气压下进行，优选至少为大气压。特别优选的是高于大气压的压力，此压力与反应温度配合使至少一部分三氯三氟乙烷进料保持液态，而二氯四氟乙烷反应产物处于气态。例如，在 80° – 130°C 范围内的温度下，压力应在 150 – 250 磅/平方英寸的范围内。压力可以方便地象在化学工艺领域内常见的那样用卸压阀来控制。

五价锑卤化物催化剂倾向于离解成三价锑卤化物和氯，并且该倾向随温度的提高而提高。因此， $\text{Cl}_2$  气体倾向于从反应混合物中逸出而在气体流出物中被带出反应器，在连续方法的条件下尤其如此。由于这个原因，通常合适的是把足够量的  $\text{Cl}_2$  气体掺入  $\text{H F}$  进料流中，以保持锑催化剂基本处于五价态。可以控制  $\text{Cl}_2$  的加入量使其与从反应器中流出的产物流中出现的量相匹配。

在本发明的混合三氯三氟乙烷实施方案中，随着反应的进行，1, 1, 2 – 三氯三氟乙烷倾向于随着 1, 1, 1 – 三氯三氟乙烷转化成 1, 1 – 二氯四氟乙烷而在液相反应混合物中积聚。意外的是，在所限定的条件下，1, 1, 2 – 三氯异构体一直不发生反应，因为在反应产物流中很少出现或不出现 1, 2 – 二氯四氟乙烷。同样意外

的是，某些 1, 1, 2 - 三氯化合物异构化为 1, 1, 1 - 三氯化合物，后者又转化成所要的 1, 2 - 二氯四氟乙烷。

反应产物流可以按本领域已知的任何技术进行处理，以从副产物氯化氢、未反应的氟化氢（如果有）、氯气（如果有）和可能由反应混合物中挥发出的任何三氯三氟乙烷中分离出所要的氟化产物。例如，该产物流可用水或碱水溶液洗涤而除去卤化氢和氯，用干燥剂如硅胶或适于干燥用的分子筛进行干燥，然后浓缩并回收。该二氯四氟乙烷产物基本由基本不含 1, 2 - 二氯异构体的 1, 1 - 二氯异构体组成，该产物易于用蒸馏法与任何三氯三氟乙烷分离，这是考虑到它们的沸点显著不同。如果需要，可以把该三氯三氟乙烷再循环到反应器中。

反应器及其相关的进料管、流出管及有关的装置，应当由能耐受氟化氢、氯化氢、氯和卤化锑催化剂物质的材料制成。氟化反应领域所熟知的典型制造材料包括不锈钢，特别是奥氏体型不锈钢；以及熟知的高镍合金，如“MONEL”镍铜合金、“HASTELLOY”镍基合金和“INCONEL”镍铬合金。同样适于制造反应器的还有象聚三氟乙烯和聚四氟乙烯这样的聚合塑料，它们一般用作衬里。

给出下列实施例以进一步说明本发明的具体实施方案。每个实施例都利用一个不锈钢反应器，其基本组成为：一个配有加热装置、三氯三氟乙烷进料管、HF 进料管和 Cl<sub>2</sub> 进料管的 1.5 加仑反应容器；一个控制流出物温度并将未反应的 HF、CF<sub>2</sub>ClCFCl<sub>2</sub> 和 CF<sub>3</sub>CCl<sub>3</sub> 送回反应器的冷凝／分凝器；以及一个控制反应压力的卸压阀。反应产物流利用气相色谱法进行分析。气相色谱仪由一个 20 英尺的柱组成，柱中装有承载于惰性载体（“CARBOPAK”B）上并装填于 1/8 英寸不锈钢管中的“KRYTOX”全氟化醚。载气为 N<sub>2</sub>，流速为 50

毫升／分。采用火焰离子化检测器。流出气和反应物料含量以用气相色谱法测定的重量百分比给出。

### 实施例 1

在装有 147 磅 (0.49 磅摩尔)  $SbCl_5$  的压力反应器 (上述) 中, 加入含有 0.71% 1, 1, 2 - 三氯三氟乙烷 (CFC-113) 和 1.75% 1, 1 - 二氯四氟乙烷 (CFC-114a) 的 1, 1, 1 - 三氯三氟乙烷 (CFC-113a) 混合物, 同时加入另一种按每摩尔 CFC-113a 为 1.8 摩尔 HF 和 0.036 摩尔  $Cl_2$  组成的进料。以相当于每小时 18 磅 (0.096 磅摩尔) CFC-113a 进料、每小时 3.5 磅 (0.175 磅摩尔) HF 和每小时 0.25 磅 (0.0035 磅摩尔)  $Cl_2$  的进料速度, 使 CFC-113a 和 HF /  $Cl_2$  进料连续地经浸入管进入  $SbCl_5$  进料中。

反应混合物的温度保持在 110°C, 反应器压力保持在 250 磅 / 平方英寸。从反应区排出的流出气利用分凝器保持在 73°C 并连续地移出。定期取反应物料样品和流出气进行分析, 确定操作 18 小时后达到稳态。经测定, 流出气中有机组分的面积百分组成为:

1, 1 - 二氯四氟乙烷 (99.5%)

1, 2 - 二氯四氟乙烷 (0.10%)

1, 1, 1 - 三氯三氟乙烷 (0.30%)

1, 1, 2 - 三氯三氟乙烷 (0.10%)

没有对由副产物 HCl、某些未反应的 HF 和少量  $Cl_2$  组成的挥发性无机物进行定量分析。CFC-113a / CFC-113 进料的转化率为 99.6%, 如果把进料中的 CFC-114a 考虑在

内，则 CFC-114a 的产率为 98.2%。

从反应器中取出的反应混合物的样品表明，在稳态时，有机组分基本由含有 27% CFC-113 的 CFC-113a 组成，这一浓度在经过 9.5 小时的稳态操作后而停止的整个操作过程中保持不变。

## 实施例 2

重复实施例 1 的步骤，不同的是：使用 0.32 磅摩尔 SbCl<sub>5</sub>，CFC-113a 进料速度为 0.091 磅摩尔/小时，反应温度为 130°C，压力为 220 磅/平方英寸。操作持续时间为 18 小时。流出气中所含的 CFC-114a 中未检测出 CFC-114。

CFC-113a / CFC-113 进料的转化率为 99.5%，如果把进料中的 CFC-114a 考虑在内，则 CFC-114a 的产率为 98.2%。

实施例 2 中较高的操作温度不同程度地提高了所有反应的速度。在实施例 2 的条件下，CFC-113 异构化为 CFC-113a 的速度显然比它氟化成 CFC-114 的速度要快，因为没有生成可检测量的 CFC-114，而且，与实施例 1 不同，CFC-113 未在该系统中集聚。

以上以某种程度的具体性描述并举例说明了本发明，应该认识到，下列权利要求不应限于这些具体说明，而应具有与各权利要求的每一部分的用语相一致的范围或其等效范围。