

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

KLASA 12 (7)

IZDAN 1 NOVEMBRA 1938.

PATENTNI SPIS BR. 14369

E. I. Du Pont De Nemours And Co., Wilmington, U. S. A.

Organske reakcije i katalizatori za iste.

Prijava od 16 decembra 1936.

Važi od 1 maja 1938.

U katalitičnom spravljanju organskih jedinjenja koje zahteva reakcije prisajedinjavanja gotovih molekula, kao što su reakcije alkohola i CO, u fazi pare, upotrebljavan je veliki broj raznih katalizatora, od kojih mnogi imaju taj nedostatak što su veoma kiseli i što ih je nemoguće ili je vrlo teško ponovo izvlačiti i upotrebljavati.

U reakcijama Friedel-a i Craft-a za sintezu aromatičnih ugljovodonika, ketona i derivata trifenil metana, upotrebljavani su kao kondenzujući agensi bezvodnih aluminium hlorida borno halogene soli i t. sl. Ove reakcije Fridela i Crafta izvode se obično u suštini bez prisustva vode i izvlačenje konačnog proizvoda obično stvara potrebu da se smeša dobivena prilikom reakcije obrađuje ledom ili ledom i vodom. Ovo pak hidrira kondenzujući agens i povlači za sobom skupu i neekonomičnu dehidraciju da bi se on ponovo osposobio za učestvovanje u malo pre spomenutom postupku, koji se izvodi u suštini bez prisustva vode.

Ovaj je pronalazak zasnovan na zapažanju da stvaranje složenih organskih jedinjenja, t.j. takvih jedinjenja, koja se dobijaju sjedinjavanjem gotovih molekula, i koja povlače potrebu prisajedinjavanja CO, kao što je prisajedinjavanje ugljen monoksida alkoholima, esterima, eterima, alkilima, haloidima, olefinima ili dr. jedinjenjima, čijim se hidrolizovanjem mogu stvoriti alkoholi, može da bude uveliko olakšano izvođenjem reakcije u prisustvu katalizatora, koji se sastoji ili koji sadrži jedno ili više borno halogenih jedinjenja, prvenstveno u prisustvu znatnih količina

vode.

Primeri podesnih katalizatora jesu borni hlorid, jodid, bromid i fluorid sa ili bez odgovarajućih vodonik haloida kao što je HF. Mogu takode da budu upotrebljene kiseline bornih haloida, kao što su dihidroksi-fluoborna kiselina, borofluorovodonična kiselina, smeša HF i borne kiseline u kojem bilo stepenu dehidracije sve do BF₃, sa ili bez BF₃. Bor fluorid sam po sebi se najradije upotrebljava. Mogu da budu dodana i sredstva za pojačavanje dejstva kao što su nikl ili oksidi nikla u prahu, ali borni halidi su obično toliko aktivni da ovakva sredstva nisu potrebna.

Najpodesnije je da katalizator ima oblik smeše ili jedinjenja sa vodom. Umesto vode može takode da bude upotrebljeno kakvo organsko jedinjenje od kojeg se borno halogeno jedinjenje može lako odvojiti disociacijom. Stoga katalizator može da bude u obliku kompleksa, koji se sastoji iz borno halogenog jedinjenja i organskog jedinjenja, koje se obrađuje ili organskog jedinjenja koje želimo da spravimo i koje se potiskuje izvornim organskim jedinjenjem, kada ga želimo podvrgnuti obradi. Najbolje je da se ova katalizujuća jedinjenja za vreme reakcije održavaju u tečnom stanju, tako da se jedinjenje, koje se prisajedinjuje, kao što je CO može u njega puštati u mehurima, uduvavanjem kroz tečnost.

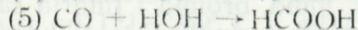
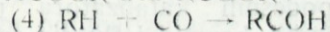
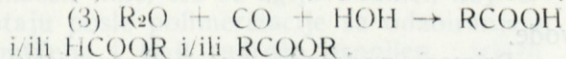
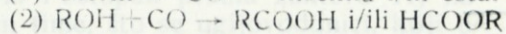
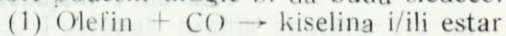
Najradije se upotrebljava u svojstvu katalizatora hidrirani borni trihalid, koji sadrži 1 do 5 a najbolje od 1 do 3 mola vode na mol bornog trihalida, uglavnom hidriranog bornog fluorida.

Katalizator može da bude spravljen

na bilo koji podesan način, kao što je na primer reakcijom kakve bezvodne kiseline sa bornom kiselinom ili boratom, a naročito tečne halogene kiseline, kao što je tečna HF.

Ovi novi katalizatori hidrirane vrste veoma su uspešni u ovakvim reakcijama kao što je spravljanje organskih kiselina i njihovih estara reakcijom CO sa alkoholima, eterima, esterima, olefinima i reagensima koji se rastavljaju tako da se stvaraju ovakva jedinjenja, kao i u reakcijama Friedela i Crafta u kojima voda nije škodljiva. Ovi katalizatori mogu da budu lako odvojeni od produkata reakcije destilisanjem, ekstrakcijom ili drugim sredstvima i odmah se mogu ponovo upotrebiti i stoga imaju upadljiva preimućstva pred bezvodnim katalizatorima.

Nekoliko reakcija za koje su ovi katalizatori podesni mogle bi da budu sledeće:



U gornjim reakcijama R može da označava kakvu alkilnu, arilnu ili aralkilnu grupu. Ako se u primeru (1) kao olefin upotrebi etilen dobiće se sirćetna kiselina ili etil acetat ili i jedno i drugo, a ako se u reakciji (2) umesto R stavi alkilna grupa CH_3 reakcija će se vršiti između metanola i ugljen monoksida da bi se dobila sirćetna kiselina ili metil acetat ili i jedno i drugo. Ako se u reakciji (4) R zameni arilnom grupom C_6H_5 reakcija će se vršiti između benzena i CO da bi se dobilo benzaldehid.

Ako se reakcija ne podupire agensima kao što su nikl i njegovi oksidi upotrebljavaju se razne molarne srazmere katalizatora pri čemu se kao podesne smatraju količine od 0,25 do 1 mola katalizatora na svaki mol alkohola ili t. sl.

Poterbna količina ugljen monoksida jednaka je, razume se, hemiski ekvivalentnoj količini, koja se menja u zavisnosti od toga da li je alkohol, koji se obrađuje monohidričan ili polihidričan.

Reakcija se može izvoditi na temperaturama ispod 350°C , a najradije se izvodi pri 120° do 300°C . Pritisak može da se kreće u granicama od 1 do 1000 ili više atmosfere, a obično se održava između 350 i 700 atmosfera. Najbolje je da se postupak sprovodi tako da prilikom reakcije bar jedan deo jednog od reagenasa bude u tečnoj fazi pošto se na taj način u velikoj meri smanjuje nagrizanje naprave.

Postupak se može primenjivati na o-

bradivanje alifatičnih alkohola, kao što su metanol, etanol, propanol, butanoli, heksanol i oktanol, kao i na polihidrične alkohole, kao što su etilen glikol, propilen glikol i glicerol. Svi ovi alkoholi mogu da budu lako pretvoreni u odgovarajuće kiseline sa karboksilnom grupom.

Olefini, kao što su naprimer etilen, propilen, i butilen mogu da budu na sličan način dovedeni u reakciju sa CO u prisustvu hidriranih bor-fluoridnih katalizatora da bi se stvorile propionsko maslena (buterna), odnosno valerianska kiselina. Na sličan način mogu da budu obrađeni diolefini, kao što je izopren, i trimetil ćilibarna (sukcinilna) kiselina.

Na sličan način mogu da budu obrađivani alkilni eteri, kao što su dimetilni, dietilni, dipropilni, dibutilni, dialkilni eteri, beta i gama hlorni eteri, cikloheksilni etar i nesimetrični eteri kao što su metil etilni, etil propilni, metil propilni i metil alkilni eteri kao i anizol.

Pri pretvaranju etara u estar molarni odnos etra prema kondenzujućem agensu treba da bude prvenstveno 0,1 prema 1 u odsustvu sredstva za podupiranje reakcije.

Kada se postupak prema ovom pronalasku primenjuje u reakcijama, koje zahtevaju prisajedinjavanje CO, kao što je to slučaj sa alifatičnim alkoholima, esterima, eterima ili prilikom obrađivanja olefina vodom i CO, produkti reakcije vezuju se u obliku kompleksa sa bor-halogenim katalizatorom ili kondenzujućim agensom i dok se od njega mogu osloboditi dodavanjem vode a zatim destilisanjem, radije se pribegava drugim i dopunskim postupcima, koji obezbeđuju u suštini potpuno razdvajanje. Tako umesto dodavanja vode ili i pored toga kompleks može da bude obrađen izvornim alkoholom, esterom ili t. sl. jedinjenjem, koje teži da istisne željeni konačni proizvod i da sa bor-halogenim jedinjenjem sagrađi drugo kompleksno jedinjenje. Posle destilacije novo obrazovani kompleks ostaje kao ostatak i može da bude upotrebljen kao polazni materijal za novu reakciju sa više CO. Umesto ili i pored obrađivanja reakcione mase vodom ili izvornim organskim materijalom ili i jednim i drugim, masa se izlaže postupku destilisanja pod diferencijalnim pritiskom u kojem se ona prvo zagreva pod jednim pritiskom dok se ne dobije ostatak koji stalno ključa, zatim se pritisak promeni i ostatak se ponovo zagreva dok se ne stvori drugi ostatak koji stalno ključa. Ovaj ostatak se zatim ponovo zagreva pod prvim pritiskom i kada se pri stalnom ključanju ponovo veže masa, prelazi se na drugi pri-

tisak i tako sve dotle dok se masa ne razdvoji u svoje sastojke. Ovakvo obradivanje je moguće i zgodno je zato što će organski konačni proizvod ključati pod jednim pritiskom a borno halogeno jedinjenje pod drugim. Kada je prisutna voda, ona će biti izdvojena kao smeša sa organskim jedinjenjem tako da će uglavnom bezvodni borni haloid biti jedan od produkata destilacije. Ovaj postupak sa diferencalnim pritiskom može se očigledno primeniti na sličan način radi dehidrisanja bornih haloida, što predstavlja primenu od komercijalne vrednosti, s obzirom na primene, koje su bile predložene za bezvodna jedinjenja.

Umesto da se reakciona masa izlaže destilisanju pod diferencalnim pritiskom ona se može obraditi metalnim haloidom ili kalcijum oksidom za koje je utvrđeno da potiskuju organsko jedinjenje u kompleksu i obrazuju drugi kompleks sa borno halogenim sastavnim delom. Zemnoalkalni metalni haloidi, naročito kalcijum fluorid najradije se upotrebljavaju. Kalcijum fluorid je veoma koristan pošto je njegov kompleks sa BF_3 moguće svojim redom odvojiti zagrevanjem do više temperature nego što je potrebno da bi se destilisanjem odvojilo oslobođeno organsko jedinjenje ili voda. Ovo drugo destilisanje prouzrokuje izdvajanje bezvodnog BF_3 , koji napušta ostatak od CaF_2 . I destilat i ostatak mogu, razume se, da se upotrebe ponovo. Šta više ova se alternativna obrada može primeniti na odvajanje borno halogenih jedinjenja od njihovih asociacija sa vodom, na sličan način kao što se primenjuje u gore opisani postupak sa diferencalnim pritiskom.

Ako se prilikom odvajanja organskog produkta reakcije destilisanjem od kompleksa ipak želi, da se katalizator ili kondenzujući agens održava u hidriranom obliku, reakciona masa treba da se obrađuje vodom da bi se oslobodila kiselina ili estar a odnos vode prema bornom fluoridu u ostatku mora da se održava da bude veći od 2,3 do 1 mola vode na svaki mol BF_3 , naprimen neprekidnim dodavanjem vode za vreme destilisanja.

Primer 1

Jedan mol bornog fluorida propušta se u autoklav koji sadrži jedan mol metanola na običnoj temperaturi i pritisku; zatim se upušta CO sve dok se ne postigne pritisak od 700 atmosfera i masa se zagreva do 200°C . sve dok analiza uzetih proba ne pokaže da je reakcijom vezan 1 mol CO. Zatim se dodaje voda i posle destilacije dobijaju se 75 do 80% teorijskih količina sirćetne kiseline.

Ako se reakcionoj masi ispočetka doda 3 mola vode, sirova reakciona masa može da se destiliše neprekidno da bi se dobilo 75% teorijske količine sirćetne kiseline.

Etanol pri sličnoj obradi daje 45 do 50% teorijske količine propionske kiseline.

Primer 2

1696 delova čvrste ortoborne kiseline stavljaju se u autoklav i njima se dodaje 1643 dela HF, smeša se rashlađuje do oko 10°C . i kada rastvaranje bude upotpunjeno dodaje se 54 dela metanola posle čega se uteruje CO dok se ne postigne pritisak od 800 atmosfera; masa se zagreva do 260° dok ne bude vezano 47 delova CO posle čega se masa destiliše da bi se dobilo 79% teorijske količine sirćetne kiseline.

Primer 3

Autoklav prevučen iznutra srebrom napuni se sa 163,5 dela $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O} \cdot \text{BF}_3$ i 98,9 delova $\text{HOH} \cdot \text{BF}_3$. Autoklav se drmuša u mašini za mućkanje na temperaturi 170°C . pod početnim pritiskom CO od 575 atmosfera pri sobnoj temperaturi. Pritisak se održava na 800 atmosfera i posle 29 minuta pada na 610 atmosfera. Sirovi produkt povećava se po težini za 43,6 dela i posle frakcionisanja izdvaja 141,4 dela kompleksa propionske kiseline i bornog fluorida.

Primer 4

248 delova kompleksa dimetil eter- BF_3 meša se sa 10% dihidroksilfluoroborne kiseline i izloži dejstvu CO pod pritiskom 800 atmosfera kada se temperatura povećava do $150^\circ - 190^\circ$ u toku 2 sata. Posle destilisanja uz dodatak dimetil etra dobija se 88% metil acetata.

Primer 5

Cev za mućkanje postavljena srebrom napunjena je sa 2 mola složenog jedinjenja vode sa bornim fluoridom, koje sadrži jedan mol vode na jedan mol bornog fluorida i dodan je etilen pod cilindarskim pritiskom. Temperatura je bila podignuta do $120^\circ - 150^\circ \text{C}$. i reakcija nastavljena dok se nije vezao jedan mol etilena. Posle destilacija reakciona smeša izdvaja dobru količinu etil alkohola.

Primer 6

415 zapreminskih delova $(\text{H}_2\text{O})_3\text{BF}_3$ bilo je stavljeno u konvertor visokog pritiska iznutra obložen srebrom, zatim je upotrebljen etilen pod pritiskom 56,24 atmosfera i oboje je dovedeno na temperaturu 200°C . Zatim je kroz konvertor

propušten etilen u srazmeri 0,149 m³ na sat a izlazni gas je propuštan kroz hladan kondenzacioni lonac da bi se dobili stvoreni dietil etar, voda i etanol. U toku 5 časova bilo je uštrcano približno 253 zapreminska dela vode a prikupljen je proizvod, koji je sadržao 250 zapreminskih delova čiji je organski deo prilikom analize, pokazao 35% dietil etra i 65% etanola. Bila je ostvarena konverzija od 12,3% po jednom propuštanju (8,8% na dietil etar i 3,8% na etanol).

Primer 7

Može da se pripremi gasovita smeša, koja sadrži 95 zapreminskih procenata ugljen monoksida i 5% etilena i paru da bi se dobio odnos pare prema ugljen monoksidu i etilenu približno 0,25. Dobivena gasovita smeša propušta se u donji deo vertikalno postavljene konverzije komore konstruisane za izvođenje ekzotermičkih gasovitih reakcija, u kojoj se nalazi aktivni drveni ugalj. Tečni kondenzujući agens, pripremljen reakcijom između 3 mola tečne fluorovodonične kiseline i jednog mola ortoborne kiseline, uvodi se u gornji deo konvertora i protiče suprotnim tokom u odnosu na gasovitu smešu. Temperatura reakcije održava se približno na 275° C. dok se pritisak održava približno na 700 atmosfere. Ako se radi pod ovim okolnostima dobija se dobra količina propionske kiseline zajedno sa drugim alifatičnim kiselinama.

Primer 8

85,8 težinskih delova složenog jedinjenja vode i bornog fluorida (koje sadrži jedan mol vode na mol bornog fluorida) i 80 težinskih delova vode bilo je stavljeno u cev za mućkanje, postavljenu srebrom. Pritisak je podignut do 40 atmosfere pomoću etilena a zatim se preko toga upotrebi ugljen monoksid pod pritiskom 400 atmosfere. Temperatura je za 49 minuta bila podignuta približno do 168° C. a zatim se u toku 41 minuta rashlađivanjem održava temperatura od 168° do 177° C. pod ukupnim pritiskom 800 do 900 atmosfere ugljen monoksida. Za vreme ovog perioda pritisak pada za 200 atmosfere. Cev je bila rashlađena i ispražnjena i sirovi produkti dali su posle destilisanja 19,8 težinskih delova sirovog složenog jedinjenja propionske kiseline i bornog fluorida koje pod pritiskom jedne atmosfere ima tačku ključanja u oblasti između 150° i 160° C.

Primer 9

208 težinskih delova složenog jedinjenja

vode i bornog fluorida, koje sadrži 2 mola vode na svaki mol bornog fluorida, bilo je stavljeno u srebrom postavljenu cev za mućkanje. Na cev je delovano etilenom pod pritiskom od 28,12 atmosfere i temperatura se u toku 43 minuta podigla do 120° C. a zatim je 73 minuta održavana između 120° i 125° C. Pritisak olefina održavan je za celo vreme reakcije na 56,24 atmosfere. Nastao je pad pritiska od 140,61 atmosfere. Zatim je preko toga pritiska olefina uspostavljen pritisak od 400 atmosfere ugljen monoksida i temperatura se u toku 52 minuta podigla do 160° C. i zatim je nastao pad pritiska od 470 atmosfere. Cev za mućkanje je bila hladena, zatim je ispražnjena i destilisanjem proizvoda dobiveno je 19,1 težinski deo složenog jedinjenja propionske kiseline sa bornim fluoridom i nešto etil propionata i etanola.

Primer 10

U srebrom postavljenu cev za mućkanje pod pritiskom stavljeno je 2 mola složenog jedinjenja vode i bornog fluorida koje sadrži jedan mol vode na mol bornog fluorida i zatim je dodavan etilen pod cilindarskim pritiskom. Temperatura je bila podignuta na 120° do 150° C. i reakcija je nastavljena sve dok nije bio vezan jedan mol etilena. Zatim je preko pritiska olefina uspostavljen pritisak ugljen monoksida od 600 do 900 atmosfere i reakciona smeša je u toku nekih 30 minuta zagrevana do 175° - 180° C. Cev za mućkanje je ohlađena i ispražnjena i reakciona smeša je zagrevana posle čega je isteran borni fluorid u količini ekvivalentnoj približno polovini mola. Zatim je u smešu uštrcavana para i dobiven je kondenzat vodom razblažene propionske kiseline, koji je imao jačinu približno 70% kiseline. Ostao je sirovi ostatak, koji je sadržao složeno jedinjenje vode i bornog fluorida sa 2,3 do 2,5 mola vode na svaki mol bornog trifluorida. Polovina mola bornog trifluorida oslobođena je pri prvom zagrevanju sirovog produkta, sjedinjena je sa ostatkom posle uklanjanja vodom razblažene propionske kiseline. Ovo složeno jedinjenje bornog fluorida i vode može se ponovo uzeti u opticaj sa etilenom radi spravljanja novih partija propionske kiseline.

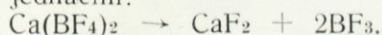
Postupci, koji se najradije upotrebljavaju za razdvajanje kompleksa kiselina-borni fluorid, prikazani su u sledećim primerima.

Primer 11

188 grama ($\text{CH}_3\text{COOH}/2\text{BF}_3 = 1$ mol)

obrađeno je sa 45 grama CaF_2 (0,58 mola) u boči vezanoj sa kratkim stubom za frakcionisanje. Smeša je zagrevana u uljanom kupatilu najviše do 250°C . za koje se vreme izdestilisala sirćetna kiselina. Dobiveno je oko 117 gr. ledene sirćetne kiseline što sačinjava 97,5% teoriske moguće količine. Ovo destilisanje može da bude izvršeno pod atmosferskim ili pod smanjenim pritiskom.

Naredno zagrevanje čvrstog ostatka koji se sastoji uglavnom iz $\text{Ca}(\text{BF}_4)_2$, do temperature između 300° i 500°C . imalo je za posledicu izdvajanje bornog fluorida prema jednačini:



Bilo je dobiveno približno 58,5 gr. bornog fluorida što sačinjava oko 86,5% teoriske količine. Mogu se upotrebiti temperature ispod ili iznad ovde navedenih ali se ovde navedena oblast temperatura najradije iskorišćuje.

Primer 12

Kompleks sirćetne kiseline i bornog fluorida, koji sadrži približno dva mola sirćetne kiseline na mol bornog fluorida, izlaže se destilisanju pod pritiskom približno 15 mm. i temperaturom od približno 70°C ., koje se nastavlja dok se ne predestiliše približno 16% prisutne sirćetne kiseline. Pritisak se povećava do atmosferskog ili više i smeša se ponovo destiliše pri temperaturi približno 150°C . posle čega se izvuče približno 15% prisutnog bornog fluorida. Pritisak se ponovo spušta do 15 mm. i predestiliše se približno 10% prvobitno prisutne sirćetne kiseline. Drugo povećanje pritiska i novo destilisanje isteruje još 10% bornog fluorida. Dalja destilisanja daju svako po 10% sirćetne kiseline i bornog fluorida, pri čemu se ovaj postotak u svakom slučaju zasniva na količini kiseline ili halida koja je prvobitno postojala u kompleksu. Temperature u svakom stepenu uglavnom su iste kao i temperature u odgovarajućem prvom i drugom stepenu.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za sprovođenje organskih reakcija koje povlače dodavanje CO, pod višim temperaturama i pritiscima, alkoholima, esterima, eterima, alkalnim haloidima, olefinima i drugim jedinjenjima koja se daju hidrolisati u alkohole, naročito u tečnoj fazi, naznačen time što se u svojstvu katalizatora ili kondenzujućeg agensa upotrebljava jedno ili više borno-halogenih jedinjenja u obliku smeše ili kompleksa sa vodom.

2. Postupak prema zahtevu 2, nazna-

čen time, što katalizator ili kondenzujući agens sadrži 1 do 5 molova, a prvenstveno 1 do 3 mola vode na svaki mol bornog trihaloida.

3. Postupak prema kojem bilo od prethodnih zahteva naznačen time, što se katalizator ili kondenzujući agens sastoji iz bornog fluorida ili ga sadrži.

4. Postupak prema kojem bilo od prethodnih zahteva, naznačen time, što se katalizator ili kondenzujući agens prvo meša sa alkoholom ili nečim sličnim i zatim se ovako dobivena smeša obrađuje sa CO.

5. Postupak prema kojem bilo od prethodnih zahteva, naznačen time, što se količina upotrebljenog katalizatora ili kondenzujućeg agensa nalazi u srazmeri od 0,25 do 1 mola borno halogenog jedinjenja na svaki mol alkohola ili t. sl.

6. Postupak prema kojem bilo od prethodnih zahteva, naznačen time, što je temperatura reakcije ispod 350°C ., najbolje u granicama od 120° do 300°C . a pritisak je od 1 do 1000 atmosfera, najradije pak, između 350 i 700 atmosfera.

7. Postupak prema kojem bilo od prethodnih zahteva, naznačen time, što se olefini, kao što je etilen, istovremeno ili jedno za drugim, hidrolizuje i sjedinjuje sa CO da bi izdvojio kiselinu ili ester ili i jedno i drugo, naprimer propionsku kiselinu ili etil propionat ili i jedno i drugo.

8. Postupak prema kojem bilo od prethodnih zahteva, naznačen time, što metanol stupa u reakciju sa CO da bi stvorio sirćetnu kiselinu ili metil acetat ili i jedno i drugo.

9. Postupak prema kojem bilo od prethodnih zahteva, naznačen time, što se željeni konačni proizvod odvađa od katalizatora ili kondenzujućeg agensa putem destilisanja.

10. Postupak prema zahtevu 9, naznačen time, što se pre destilisanja konačni proizvod izručuje u vodu.

11. Postupak prema zahtevu 10, naznačen time, što se za vreme destilisanja dodaje voda da bi se odnos vode prema katalizatoru u ostatku održavao od 2,3 do 1,0 prema 1.

12. Postupak prema zahtevima 9, 10 ili 11, naznačen time, što se produkt reakcije destiliše pod jednim pritiskom dok se ne dobije ostatak, koji stalno ključa, a zatim pod drugim pritiskom dok se ne dobije drugi ostatak, koji stalno ključa i što se pritisak ovako naizmenice menja dok se ne obezbedi u suštini potpuno razdvajanje sastojaka.

13. Postupak prema kojem bilo, zahtevu od 9 do 12, naznačen time, što se pre destilisanja proizvod reakcije obrađu-

je jedinjenjem sposobnim da istisne željeni konačni proizvod iz njegove zajednice sa bor halogenim katalizatorom ili kondenzujućim agensom.

14. Postupak prema zahtevu 13, naznačen time, što se proizvod reakcije obrađuje organskim jedinjenjem, prvenstveno organskim jedinjenjem iz kojeg potiče proizvod reakcije.

15. Postupak prema zahtevu 13, naznačen time, što se proizvod reakcije obrađuje metalnim halidom ili kalcijum oksidom.

16. Postupak prema zahtevu 15, naznačen time, što se kao metalni halid upotrebljava zemno alkalni metalni halid, naročito kalcium fluorid.

17. Postupak prema zahtevu 16, naznačen time, što se ostatak koji sadrži CaF_2BF_3 i koji ostaje posle destilsanja železnog organskog jedinjenja zagreva do više temperature da bi se isterao bezvodni BF_3 , koji se kondenzuje i slično ostatku, koji se sad sastoji iz CaF_2 , može da bude upotrebljen ponovo.