

---

# EUROPÄISCHE EIGNUNGSPRÜFUNG 2001

## PRÜFUNGSAUFGABE B CHEMIE

Diese Prüfungsaufgabe enthält:

- |                                    |                   |
|------------------------------------|-------------------|
| * Beschreibung der Anmeldung       | 2001/B(C)/d/1-9   |
| * Bescheid                         | 2001/B(C)/d/10    |
| * Dokument DI (Stand der Technik)  | 2001/B(C)/d/11    |
| * Dokument DII (Stand der Technik) | 2001/B(C)/d/12-13 |

## BESCHREIBUNG DER ANMELDUNG

Die vorliegende Erfindung betrifft verschiedene fluorierte Kohlenwasserstoffe, ihre Herstellung durch katalytische Hydrierung geeigneter Olefine und ihre Verwendung in flüssigen Reinigungsmitteln sowie als Arbeitsflüssigkeiten in Wärmepumpen.

5 Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Verbindungen der Formel



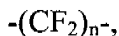
wobei **Rf** ein einwertiger fluoriertes Kohlenwasserstoffrest ist bzw. die beiden **Rf**-Gruppen  
10 gemeinsam ein zweiwertiger fluoriertes Kohlenwasserstoffrest sind.

Im letzteren Fall sind die Verbindungen der Formel **(I)** cyclische Verbindungen des Typs



wobei **Rf''** der zweiwertige fluorierte Kohlenwasserstoffrest ist.

20 Bevorzugte zweiwertige fluorierte Kohlenwasserstoffreste sind solche der Formel



wobei *n* eine ganze Zahl von mindestens 2 bedeutet.

25

Ein Beispiel für einen einwertigen Radikal **Rf** ist der Trifluormethyl-Rest (d. h.  $\text{-CF}_3$ ); Beispiele für zweiwertige fluorierte Kohlenwasserstoffreste **Rf''** sind  $\text{-CF}_2\text{-CF}_2\text{-}$  oder  $\text{-CF}_2\text{-CF}_2\text{-CF}_2\text{-}$ .

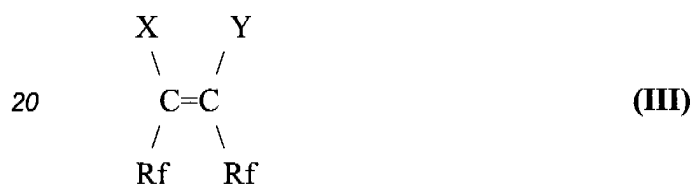
Beispiele für Verbindungen der Formel (I) sind

$F_3C-CH_2-CH_2-CF_3$  , d. h. 1,1,1,4,4,4-Hexafluorbutan,

5 
$$\begin{array}{c} H_2C-CH_2 \\ | \quad | \\ F_2C-CF_2 \end{array}$$
 , d. h. 1,1,2,2-Tetrafluorcyclobutan, und

10 
$$\begin{array}{c} H_2C-CH_2 \\ / \quad \backslash \\ F_2C \quad CF_2 \\ \backslash \quad / \\ CF_2 \end{array}$$
 , d. h. 1,1,2,2,3,3-Hexafluorocyclopentan.

15 Die Verbindungen der Formel (I) und (II) lassen sich mit einem Verfahren herstellen, das die katalytische Hydrierung einer Olefinverbindung der Formel



umfaßt, wobei

25

X Wasserstoff, Fluor, Chlor oder Brom ist,

Y Fluor, Chlor oder Brom ist, und

Rf wie vorstehend definiert ist.

30 Verbindungen der Formel (III), bei denen mindestens einer der Reste X und Y Chlor ist, werden bevorzugt, weil sie leichter erhältlich sind.

---

Zu den geeigneten bevorzugten Olefin-Ausgangsstoffen der Formel (III) gehören beispielsweise 1,1,1,4,4,4-Hexafluor-2-chlor-2-buten; 1,1,1,4,4,4-Hexafluor-2,3-dichlor-2-buten; 3,3,4,4-Tetrafluor-1-chlorcyclobuten; 3,3,4,4-Tetrafluor-1,2-dichlorcyclobuten; 3,3,4,4,5,5-Hexafluor-1-chlorcyclopenten; 3,3,4,4,5,5-Hexafluor-1,2-dichlorcyclopenten; und

5 1,1,1,4,4,4-Hexafluor-2-brom-3-chlor-2-buten.

Diese Ausgangsstoffe gehören zum Stand der Technik. Sie lassen sich beispielsweise mit dem Verfahren nach H. L. Henne et al., J. Am. Chem. Soc., 67, 1235 (1945) und 73, 1103 (1951) synthetisch herstellen.

10

Als Hydrierungskatalysatoren für das erfindungsgemäße Verfahren kommen Metalle und metallhaltige Stoffe in Frage. Geeignet sind beispielsweise Palladium, Platin und Nickel. Bevorzugt werden dabei Raney-Nickel oder Palladium auf Kohle. Alle angeführten Katalysatoren sind bekannt und wurden im Stand der Technik beschrieben, siehe z. B. EP-A-0 315 783.

15

Die Menge des Katalysators ist in der Regel nicht von Bedeutung. So können beispielsweise 1 bis 100 Gew.-% des Katalysators, bezogen auf das Gewicht der Verbindung der Formel (III), eingesetzt werden.

20 Wie bereits angeführt, sind die bevorzugten Ausgangsstoffe diejenigen Verbindungen der Formel (III), bei denen mindestens einer der Reste X und Y Chlor ist. Bei Verwendung solcher chlorierter Ausgangsstoffe bilden sich im Reaktionsgemisch aber in der Regel chlorierte Nebenprodukte. Diese sind schwer vom gewünschten Erzeugnis zu trennen und schädlich für die Ozonschicht.

25

Zur Vermeidung chlorierter Nebenprodukte sollte das Verfahren in Gegenwart einer Base durchgeführt werden.

Als Basen für das erfindungsgemäße Verfahren kommen die verschiedensten anorganischen und

30 organischen basischen Verbindungen in Frage. Als Beispiele für solche Basen sind die Oxide, Hydroxide, Carbonate und Hydrogencarbonate von Alkali- und Erdalkalimetallen sowie tertiäre Amine anzuführen. Vorzugsweise kommen Kaliumhydroxid, Natriumhydroxid, Natriumhydrogencarbonat (NaHCO<sub>3</sub>), Magnesiumhydroxid, Triethylamin und Pyridin zum Einsatz.

---

Die Basen können in verschiedenen Mengen eingesetzt werden. Vorzugsweise werden 1,8 bis 3 Äquivalente der Base pro Mol der Verbindung der Formel (III) verwendet.

Die erfindungsgemäße Hydrierung läßt sich unter verschiedenen Druck- und Temperatur-  
5 bedingungen durchführen. Geeignete Drücke liegen zwischen 1 und 200 bar und geeignete  
Temperaturen zwischen 0 und 200 °C. Bevorzugt wird ein Druck zwischen 1 und 60 bar und  
eine Temperatur zwischen 20 und 60 °C.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann in Gegenwart eines Lösungsmittels durchgeführt werden. Zu  
10 den geeigneten Lösungsmitteln gehören beispielsweise Alkohole wie Methanol und Ethanol, Ether  
wie Tetrahydrofuran und Diglyme, Aromate wie Toluol und Alkancarbonsäuren wie Essigsäure.

Das Reaktionsgemisch läßt sich beispielsweise aufarbeiten, indem zunächst alle vorhandenen  
Feststoffe abfiltriert und dann das Lösungsmittel aus dem Filtrat gestrippt (d. h. abdestilliert) wird.  
15 Es läßt sich auch dadurch aufarbeiten, daß das vom Katalysator befreite Reaktionsgemisch auf  
Eiswasser gegossen und die sich bildende organische Phase abgetrennt und einer fraktionierten  
Destillation unterzogen wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren weist verschiedene Vorteile auf. Beispielsweise werden keine  
20 schwer erhältlichen Ausgangsstoffe und Reagenzien benötigt, es werden reine Produkte in guter  
Ausbeute geliefert, und es wird eine wirtschaftliche Möglichkeit zur Erzeugung chlorfreier  
fluorierter Kohlenwasserstoffe geboten.

Die vorliegenden Verbindungen sind als flüssige Reinigungsmittel und als Arbeitsflüssigkeiten für  
25 Wärmepumpen geeignet. Arbeitsflüssigkeiten für Wärmepumpen sind flüssige Arbeitsmittel in  
Wärmepumpen, die beim Verdampfen Wärme aufnehmen und beim Kondensieren Wärme abgeben.

Die bevorzugten Verbindungen haben folgende Siedepunkte:

Verbindung der Formel	chemische Bezeichnung	Siedepunkt bei 1 013 hPa
5 -----		
a) Rf jeweils = -CF <sub>3</sub>	1,1,1,4,4,4-Hexafluorbutan	25 - 26 °C
b) beide Rf gemeinsam als zweiwertigen Rest Rf'		
10 -----		
der Formel		
-CF <sub>2</sub> -CF <sub>2</sub> -	1,1,2,2-Tetrafluorcyclobutan	50 - 51 °C
-CF <sub>2</sub> -CF <sub>2</sub> -CF <sub>2</sub> -	1,1,2,2,3,3-Hexafluorcyclopentan	87 - 88 °C
-----		

15 Für einige Anwendungen ist der Siedepunkt von 1,1,2,2,3,3-Hexafluorcyclopentan zu hoch. Wir haben herausgefunden, daß diese Verbindung mit niederen Alkoholen (d. h. C<sub>1</sub>- bis C<sub>4</sub>-Alkanolen) azeotrope Gemische bildet. Die Siedepunkte dieser Gemische sind wesentlich niedriger als beim reinen 1,1,2,2,3,3-Hexafluorcyclopentan.

20 Ein Azeotrop ist eine Mischung aus zwei oder mehr flüssigen Substanzen, die einen konstanten Siedepunkt aufweist und sich insofern wie eine einzige Substanz verhält, als der bei teilweiser Verdampfung oder Destillation erzeugte Dampf dieselbe Zusammensetzung wie die Flüssigkeit hat, d. h. die Zusammensetzung der Mischung sich bei der Destillation nicht wesentlich ändert.

25 Bevorzugt werden azeotrope Gemische aus 1,1,2,2,3,3-Hexafluorcyclopentan und einem Alkohol, der aus der Gruppe mit Methanol und Ethanol ausgewählt wird.

Das Gemisch läßt sich als Azeotrop seiner Bestandteile - also Bestandteil A und Bestandteil B - definieren; der Begriff "Azeotrop" selbst ist gleichzeitig definierend und einschränkend, weil  
30 wirksame Mengen von A und B dieses einzigartige Stoffgemisch bilden müssen, das einen konstanten Siedepunkt hat. Die Zusammensetzung eines Azeotrops von A und B variiert je nach Temperatur und/oder Druck. Daher wird die Zusammensetzung von Azeotropen eher anhand von Bereichen als von festen Werten definiert.

---

Erfindungsgemäß sind Zusammensetzungen, die binäre Gemische aus 65 bis 73 Gew.-% 1,1,2,2,3,3-Hexafluorcyclopentan und 35 bis 27 Gew.-% Methanol sind, insofern als Azeotrope zu bezeichnen, als Gemische innerhalb dieses Bereichs einen im wesentlichen konstanten Siedepunkt aufweisen.

Erfindungsgemäß sind auch Verbindungen, die binäre Gemische aus 71 bis 79 Gew.-% 1,1,2,2,3,3-Hexafluorcyclopentan und aus 29 bis 21 Gew.-% Ethanol sind, insofern als Azeotrope zu bezeichnen, als Gemische innerhalb dieses Bereichs einen im wesentlichen konstanten Siedepunkt aufweisen.

1,1,2,2,3,3-Hexafluorcyclopentan, seine Azeotrope mit Methanol und Ethanol sowie andere erfindungsgemäße Gemische eignen sich beispielsweise als Arbeitsflüssigkeiten in Wärmepumpen und als Flüssigkeiten für die Reinigung fester Oberflächen. Zu den Anwendungsmöglichkeiten gehört auch die Entfernung von Flußmitteln und Flußmittelrückständen von Leiterplatten.

Die erfindungsgemäßen Zusammensetzungen lassen sich als Lösungsmittel in konventionellen Vorrichtungen verwenden, die mit konventionellen Betriebsverfahren arbeiten. Die Reinigungswirkung des Lösungsmittels kann auf konventionelle Weise verstärkt werden (z. B. durch Erwärmen oder Rühren). Bei bestimmten Anwendungen (z. B. Entfernung hartnäckiger Flußmittel von gelöteten Bauteilen) könnte es vorteilhaft sein, Ultraschall in Verbindung mit dem Lösungsmittel einzusetzen.

Die erfindungsgemäßen Azeotrope ermöglichen aufgrund ihrer azeotropischen Eigenschaften eine mühelose Rückgewinnung und Wiederverwendung des zur Entfernung des Flußmittels verwendeten Lösungsmittels. Beispielsweise können erfindungsgemäße Verbindungen für Reinigungsverfahren eingesetzt werden, wie sie in US-A-3 881 949 und US-A-4 715 900 beschrieben sind.

Die erfindungsgemäßen Azeotrope lassen sich durch beliebige Verfahren einschließlich der Mischung oder Vermengung der gewünschten Mengen der einzelnen Stoffe herstellen. Ein bevorzugtes Verfahren besteht darin, die gewünschten Mengen der Stoffe abzuwiegen und sie dann in einem geeigneten Behälter zu vermengen.

---

### Beispiel 1

In einem Autoklaven aus Edelstahl wurden 40 g 1,1,1,4,4,4-Hexafluor-2-chlor-2-buten in 300 ml Ethanol mit Wasserstoff in Gegenwart von 12 g Kaliumhydroxid und 25 g Raney-Nickel drei 5 Stunden bei 20 °C und eine weitere Stunde bei 100 °C und einem Druck von 30 bis 40 bar hydriert. Anschließend wurden die Feststoffe aus dem Reaktionsgemisch abfiltriert; die verbleibende Flüssigkeit wurde destilliert und ergab 16 g 1,1,1,4,4,4-Hexafluorbutan mit einem Siedepunkt von 25 - 26 °C bei 1 013 mbar. Die Massenspektrometrie zeigte das Molekülion bei m/e 166.

10

### Beispiel 2

In einem Autoklaven aus Edelstahl mit 1,3 l Fassungsvermögen wurden 245 g (1 Mol) 1,2-Dichlor-3,3,4,4,5,5-hexafluorcyclopenten bei 60 bis 70 °C unter Zugabe von 202 g (2 Mol) 15 Triethylamin in 200 ml Toluol und in Gegenwart von 20 g Raney-Nickel hydriert. Über einen Zeitraum von 12 Stunden wurde der theoretische Wasserstoffanteil bei einem Wasserstoffdruck von 40 bis 50 bar absorbiert. Das Reaktionsgemisch wurde filtriert, und die Lösung wurde mit 400 ml Wasser verdünnt. Die untere organische Phase wurde abgetrennt, mit 100 ml 5%iger wäßriger Salzsäure gespült und auf Natriumsulfat getrocknet. Die Destillation ergab 107 g 20 (60 % Ausbeute) 1,1,2,2,3,3-Hexafluorcyclopentan mit einem Siedepunkt von 87 - 88 °C bei 1 013 mbar. Die Massenspektrometrie zeigte das Molekülion bei m/e 178.

### Beispiel 3

25

Beispiel 2 wurde wiederholt, wobei lediglich das 1,2-Dichlor-3,3,4,4,5,5-hexafluorcyclopenten durch 197 g (1 Mol) 3,3,4,4-Tetrafluor-1,2-dichlorcyclobuten ersetzt wurde. Die Destillation ergab 69 g (54 % Ausbeute) 1,1,2,2-Tetrafluorcyclobutan mit einem Siedepunkt von 50 - 51 °C bei 1 013 mbar. Die Massenspektrometrie zeigte das Molekülion bei m/e 128.

---

#### Beispiel 4

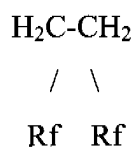
25 g 1,1,2,2,3,3-Hexafluorocyclopentan und 10 g Methanol wurden vermengt; das Gemisch wurde in einer handelsüblichen zylindrischen Kolonne von Ace Glass of Vineland, N. J. destilliert. Dabei bildete sich ein Azeotrop mit einem konstantem Siedepunkt von 61,1 °C. Die gaschromatographische Analyse ergab, daß sich das Azeotrop zu 69,4 Gew.-% aus 1,1,2,2,3,3-Hexafluorocyclopentan und zu 30,6 Gew.-% aus Methanol zusammensetzte.

#### 10 Beispiel 5

10 g 1,1,2,2,3,3-Hexafluorocyclopentan und 2 g Ethanol wurden in einem Kolben vermengt und in einer handelsüblichen zylindrischen Kolonne von Ace Glass of Vineland, N. J. destilliert. Dabei bildete sich ein Azeotrop mit einem konstantem Siedepunkt von 71 °C. Die gaschromatographische Analyse ergab, daß sich das Azeotrop zu 75,4 Gew.-% aus 1,1,2,2,3,3-Hexafluorocyclopentan und zu 24,6 Gew.-% aus Ethanol zusammensetzte.

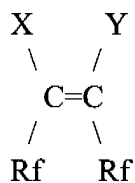
#### **Patentansprüche**

##### 1. Verbindungen der Formel



wobei **Rf** ein einwertiger fluorierter Kohlenwasserstoffrest ist bzw. die beiden **Rf**-Gruppen gemeinsam ein zweiwertiger fluorierter Kohlenwasserstoffrest sind.

- 
2. Verfahren zur Herstellung der Verbindungen des Anspruchs 1, das die katalytische Hydrierung einer Olefinverbindung der Formel



umfaßt, wobei **X** Wasserstoff, Fluor, Chlor oder Brom ist, **Y** Fluor, Chlor oder Brom ist, und **Rf** wie in Anspruch 1 definiert ist.

3. Verfahren nach Anspruch 2, wobei die Olefin-Verbindung 1,1,1,4,4,4-Hexafluor-2-chlorbuten; 3,3,4,4-Tetrafluor-1,2-dichlorcyclobuten; 3,3,4,4,5,5-Hexafluor-1,2-dichlorcyclopenten; 1,1,1,4,4,4-Hexafluor-2,3-dichlorbuten oder 1,1,1,4,4,4-Hexafluor-2-brom-3-chlorbuten ist.

---

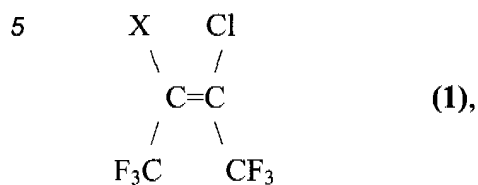
## BESCHEID

1. Der Gegenstand der Ansprüche 1 bis 3 ist nicht neu: siehe Dokument **DI**, in dem die Hydrierung der Verbindungen der vorliegenden Formel (**III**) beschrieben ist, die 1,1,1,4,4,4-Hexafluorbutan ergibt; siehe auch Dokument **DII**, in dem die Hydrierung der Verbindungen der vorliegenden Formel **III** offenbart ist, die 1,1,2,2,3,3-Hexafluorcyclopentan ergibt. Somit offenbart jedes dieser Dokumente den Gegenstand der vorliegenden Ansprüche 1 bis 3.
2. Wenn Sie die Anmeldung aufrechterhalten möchten, sollten Sie Ansprüche einreichen, die diesen Einwänden Rechnung tragen und die Erfordernisse des EPÜ - insbesondere in bezug auf Neuheit, erfinderische Tätigkeit, Klarheit, Offenbarung in der ursprünglichen Anmeldung und gegebenenfalls Einheitlichkeit der Erfindung (Art. 54 (1) und (2), 56, 84, 123 (2) sowie 82 EPÜ) - erfüllen.
3. In Ihrer Antwort sollten Sie auch den Unterschied zwischen den neuen Ansprüchen und dem Stand der Technik und dessen Bedeutsamkeit herausarbeiten und die Erfindung so darstellen, daß danach die technische Aufgabe, die gegenüber dem Stand der Technik zu lösen ist, und ihre Lösung (siehe Regel 27 (1) c) EPÜ und Richtlinien, C-IV, 9.5) sowie Ihr Standpunkt zur Frage der erfinderischen Tätigkeit verstanden werden können.
4. Gemäß den Richtlinien (C-III, 4.4) sind in einem unabhängigen Anspruch alle zur Angabe der Erfindung notwendigen wesentlichen Merkmale deutlich anzuführen, d. h. jeder unabhängige Anspruch muß alle für die Lösung des Problems, das der Erfindung zugrunde liegt, erforderlichen Merkmale enthalten.
5. Wir weisen Sie darauf hin, daß die Anmeldung nicht in der Weise geändert werden darf, daß ihr Gegenstand über den Inhalt der Anmeldung in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgeht (Art. 123 (2) EPÜ). Daher, wie auch angesichts der Richtlinien, E-II, 1 und C-VI, 5.4 sollten Sie erläutern, aus welchen Passagen der ursprünglichen Anmeldung die neuen Merkmale in etwaigen neu formulierten Ansprüchen unmittelbar und eindeutig hervorgehen.
6. Wir empfehlen Ihnen, erst dann eine geänderte Beschreibung einzureichen, wenn die Prüfungsabteilung die geänderten Ansprüche für zulässig befunden hat.

## DOKUMENT DI (Stand der Technik)

### Palladium-katalysierte Hydrierung von Fluoralkenen

Fluoralkene der Formel



10 wobei X H (Verbindung **(1a)**) oder Cl (Verbindung **(1b)**) bedeutet, wurden mit Pd/C in Methanol oder Ethanol als Lösungsmittel hydriert, so daß sich die Gemische  $\text{F}_3\text{C}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CF}_3$  (**(2)**) bzw.  $\text{F}_3\text{C}-\text{CH}_2-\text{CHCl}-\text{CF}_3$  (**(3)**) ergaben. Die Hydrierung der Verbindung **(1a)** ergab ein Gemisch aus 84 Mol% (**(2)**) und 16 Mol% (**(3)**). **(2)** wurde mittels Hochleistungsflüssigchromatographie (HPLC)

15 isoliert. Siedepunkt: 25 °C.

## DOKUMENT DII (Stand der Technik)

Die vorliegende Anmeldung ist auf eine neue fluorsubstituierte Kohlenwasserstoffverbindung, auf ein Verfahren zu ihrer Herstellung und auf ihre Verwendung in Reinigungsmitteln oder als Arbeitsflüssigkeit in Wärmepumpen gerichtet.

- 5 Verschiedene organische Lösungsmittel sind als flüssige Reinigungsmittel zur Entfernung von Verunreinigungen von verschmutzten Gegenständen und Materialien verwendet worden. Gewisse fluorhaltige organische Verbindungen wie 1,1,2-Trichlor-1,2,2-trifluorethan eignen sich zur Reinigung von organischen Polymeren und Kunststoffen, die gegenüber gebräuchlicheren und leistungsfähigeren Lösungsmitteln wie Trichlorethylen oder Perchlorethylen empfindlich sein  
10 können. Seit geraumer Zeit wird aber versucht, die Verwendung bestimmter chlorhaltiger Verbindungen wie Trichlortrifluorethan einzuschränken, weil sie Ozon abreichern können.

- Die vorliegende Erfindung ist auf eine neuartige Kohlenwasserstoffverbindung - 1,1,2,2,3,3-Hexafluorocyclopentan - gerichtet. Die Bezeichnung dieser Verbindung entsprechend der herkömmlichen  
15 Nomenklatur für fluorhaltige halogensubstituierte Kohlenwasserstoffe ist C456ff. C456ff läßt sich herstellen, indem 1,2-Dichlor-3,3,4,4,5,5-hexafluorocyclopentan (handelsüblich), Raney-Nickel oder Palladium auf Kohle (handelsübliche Katalysatoren) und Wasserstoffgas im Überschuß vermengt werden und das Gemisch bei einer Temperatur von 0 bis 200 °C und einem Druck von 1 bis 60 bar etwa 5 bis 30 Stunden lang reagiert. Die Hydrierung kann in einem Lösungsmittel erfolgen. Sie kann  
20 in einem Druckbehälter wie einem Autoklaven durchgeführt werden. In der Regel wird das Rohprodukt nach Abschluß der Reaktion gefiltert, um den Katalysator zu beseitigen, mit Wasser gespült, mit Magnesiumsulfat behandelt, um überschüssiges Wasser zu beseitigen, und dann destilliert, um C456ff zu erhalten. Das Erzeugnis enthält Spuren von 1,1,2,2,3,3-Hexafluor-5-chlor-cyclopentan. C456ff liegt unter Normalbedingungen in flüssiger Form vor und eignet sich als  
25 Lösungsmittel zur Entfernung von Verunreinigungen von festen Substraten.

C456ff läßt sich in einer Vielzahl von Verfahren zur Reinigung fester Oberflächen einsetzen. Zu den Anwendungsbereichen gehört die Entfernung von Flußmitteln und Flußmittelrückständen von Leiterplatten.

---

C456ff kann als Lösungsmittel in konventionellen Vorrichtungen verwendet werden, die mit konventionellen Betriebsverfahren arbeiten. Die Reinigungswirkung des Lösungsmittels läßt sich auf konventionelle Weise verstärken (z. B. durch Erwärmen oder Rühren). Bei bestimmten Anwendungen (z. B. Entfernung hartnäckiger Flußmittel von gelöteten Bauteilen) könnte es vorteilhaft sein, in Verbindung mit dem Lösungsmittel Ultraschall einzusetzen.

### Beispiel

1,2-Dichlor-3,3,4,4,5,5-hexafluorocyclopenten (215 g) wurde zusammen mit 5 % Palladium auf Kohle (1 g) in einem Autoklaven mit einem Fassungsvermögen von 400 ml gefüllt. Der Autoklav wurde gekühlt, evakuiert und einem Wasserstoffdruck von 4,5 bar bei Raumtemperatur ausgesetzt. Anschließend wurde er auf 100 °C erhitzt, und der Wasserstoffdruck wurde auf 35 bar erhöht. Die Temperatur wurde 12 Stunden lang auf 100 °C gehalten, wobei von Zeit zu Zeit Wasserstoff zugesetzt wurde, um den Druck bei 35 bar zu halten. Anschließend wurde der Autoklav gekühlt und der überschüssige Wasserstoff entfernt. Das Produkt wurde filtriert, um den Katalysator zu beseitigen, mit 20 ml Wasser gewaschen und über MgSO<sub>4</sub> getrocknet. Diese Reaktion ergab rund 10 ml einer klaren Flüssigkeit. GC/IR: 2 900 m, 1 190 vs. Massenspekt.: 178 (Molekülion), 95 und 64 (größere Peaks).

### **Patentansprüche**

1. 1,1,2,2,3,3-Hexafluorocyclopentan
2. Verfahren zur Reinigung einer festen Oberfläche, wobei diese Oberfläche mit einer Zusammensetzung behandelt wird, die eine wirksame Menge von 1,1,2,2,3,3-Hexafluorocyclopentan enthält.
3. Verfahren nach Anspruch 2, wobei die feste Oberfläche eine Leiterplatte ist, die mit einem Flußmittel bzw. mit Flußmittelrückständen verunreinigt ist.
4. Verwendung von 1,1,2,2,3,3-Hexafluorocyclopentan als Arbeitsflüssigkeit oder Bestandteil von Arbeitsflüssigkeiten in Wärmepumpen.