

A
- Note C.E.A. n° 242 -

Service de Chimie des Solides

PREPARATION DU FLUORURE DE BROME

par le

Professeur DOMANGE et J. DUFLO

COMMISSARIAT
A L'ÉNERGIE ATOMIQUE
—
BIBLIOTHÈQUE

- Mai 1958 -

PREPARATION DU FLUORURE DE BROME

PRINCIPE.

Dans une colonne verticale, refroidie extérieurement, on fait tomber du brome liquide sur un courant ascendant de fluor sec, de façon à réaliser la réaction :



PRODUITS UTILISES.

Fluor. Il provient de tubes fournis par la Société Ugine. Il passe dans un barboteur à acide sulfurique pur.

Brome. Qualité RP. Il est contenu dans une ampoule à brome placée au-dessus de la colonne.

CARACTERISTIQUES DE LA COLONNE.

Son diamètre intérieur est de 32 mm, sa longueur utile de 75 cm. Elle est remplie d'anneaux en acier inoxydable de diamètre 5 mm.

Elle est refroidie sur toute sa longueur par une chemise d'eau.

Les rodages sont étanchéifiés au moyen d'une graisse fluorée résistant au fluor.

Remarques :

La première colonne utilisée possédait des pointes Vigreux pour retenir les anneaux d'acier. Par suite d'échauffements au voisinage des pointes, la colonne s'est rompue, provoquant l'arrivée de l'eau sur le BrF_3 , et une réaction explosive.

On a alors remplacé ces pointes par une petite toile d'acier inoxydable prenant appui sur un léger étranglement du tube de verre.

MODE OPERATOIRE.

On règle les débits de façon que la réaction ait lieu dans la moitié supérieure de la colonne ; dans ce but, le débit de brome doit être voisin de 1 gramme par seconde. On contrôle facilement l'évolution de la réaction, car le liquide qui coule vers le bas de la colonne, sur les anneaux et le long des parois est rouge tant qu'il contient du brome n'ayant pas réagi. Ensuite, le BrF_3 formé est jaune.

Le BrF_3 est recueilli au bas de la colonne, dans un petit récipient en nickel, que l'on peut ensuite boucher.

Remarques :

1° Toutes les parties en contact avec le fluor et ses dérivés doivent être parfaitement sèches, sinon le verre s'attaque rapidement.

2° On observe au début de la réaction de petites étincelles dues aux traces d'impuretés restant sur les anneaux ; ces derniers doivent être soigneusement dégraissés, lavés, séchés avant utilisation.

3° Si la réaction tend à se produire trop bas dans la colonne, on risque d'introduire du brome dans le BrF_3 , et surtout d'accélérer dangereusement la réaction, la colonne n'étant plus suffisamment refroidie à sa partie inférieure.

4° La préparation doit se faire sous hotte, et avec une protection efficace du manipulateur par un écran (toile métallique et rhodoïd).

5° L'appareil doit être nettoyé dès la fin de la réaction. En effet, les traces de BrF_3 qui pourraient rester attaqueraient le verre en présence de l'humidité atmosphérique.

On peut par exemple envoyer dans la colonne un courant d'air comprimé qui chasse le BrF_3 . On lave ensuite à l'eau, puis à l'alcool, et on sèche.

Ne jamais laver directement à l'eau avant élimination du fluorure de brome car il se produirait à coup sûr une explosion violente.

PURIFICATION DU FLUORURE DE BROME BRUT.

On procède à une distillation fractionnée. En effet, le produit brut

contient du brome, du BrF_3 et peut-être d'autres composés (FH par exemple).

La distillation se fait dans une colonne de longueur 1 m et de diamètre 20 mm, remplie d'anneaux en acier inoxydable (diamètre 2,5 mm).

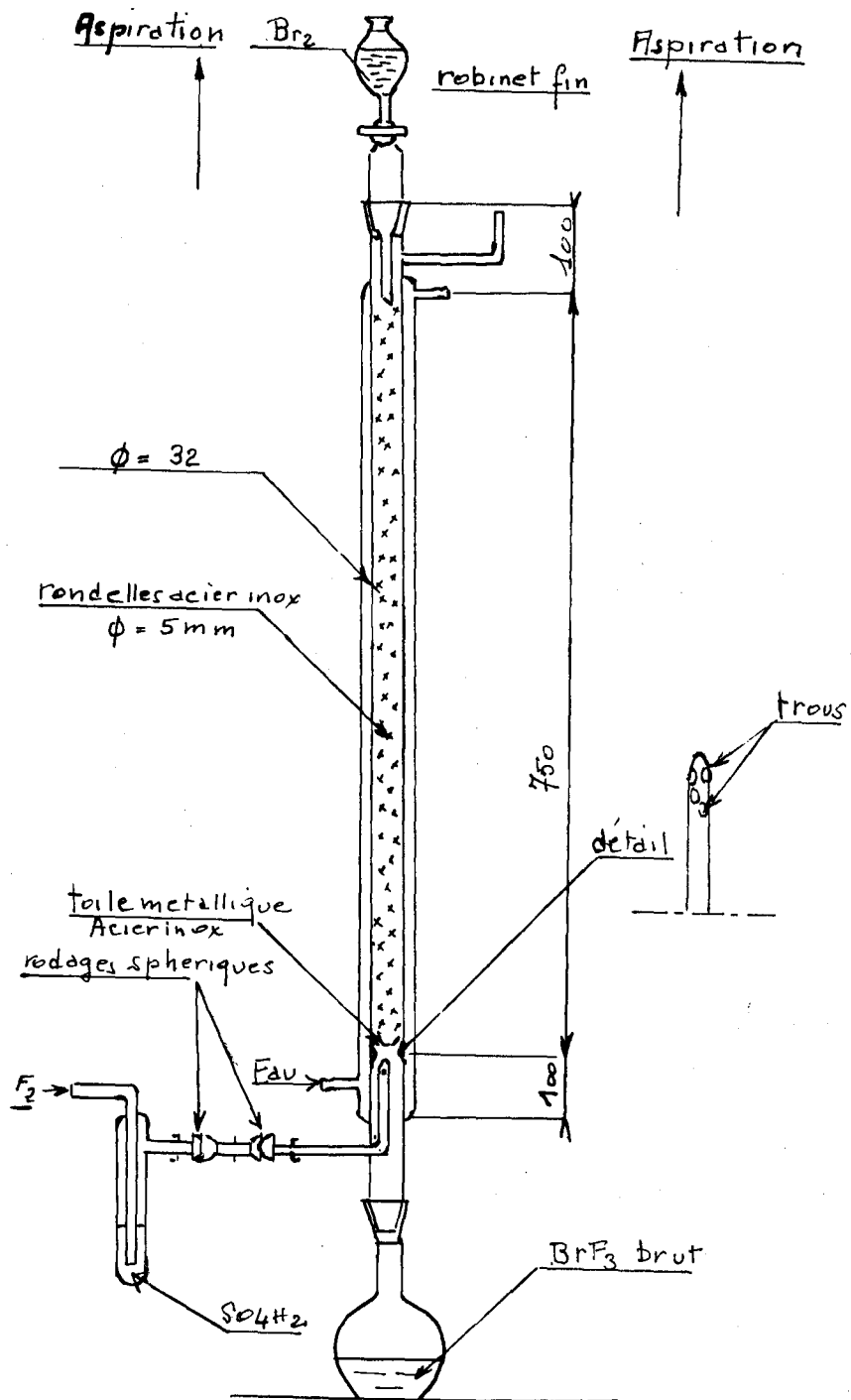
Le produit brut est chauffé dans son récipient en nickel qui vient s'adapter sur la colonne au moyen d'un rodage verre-métal. Le chauffage est effectué par un petit four électrique réglé - BrF_3 passe vers 90-92 °C.

On opère sous pression réduite (250 mm de mercure), obtenue par un vide primaire et une fuite réglable.

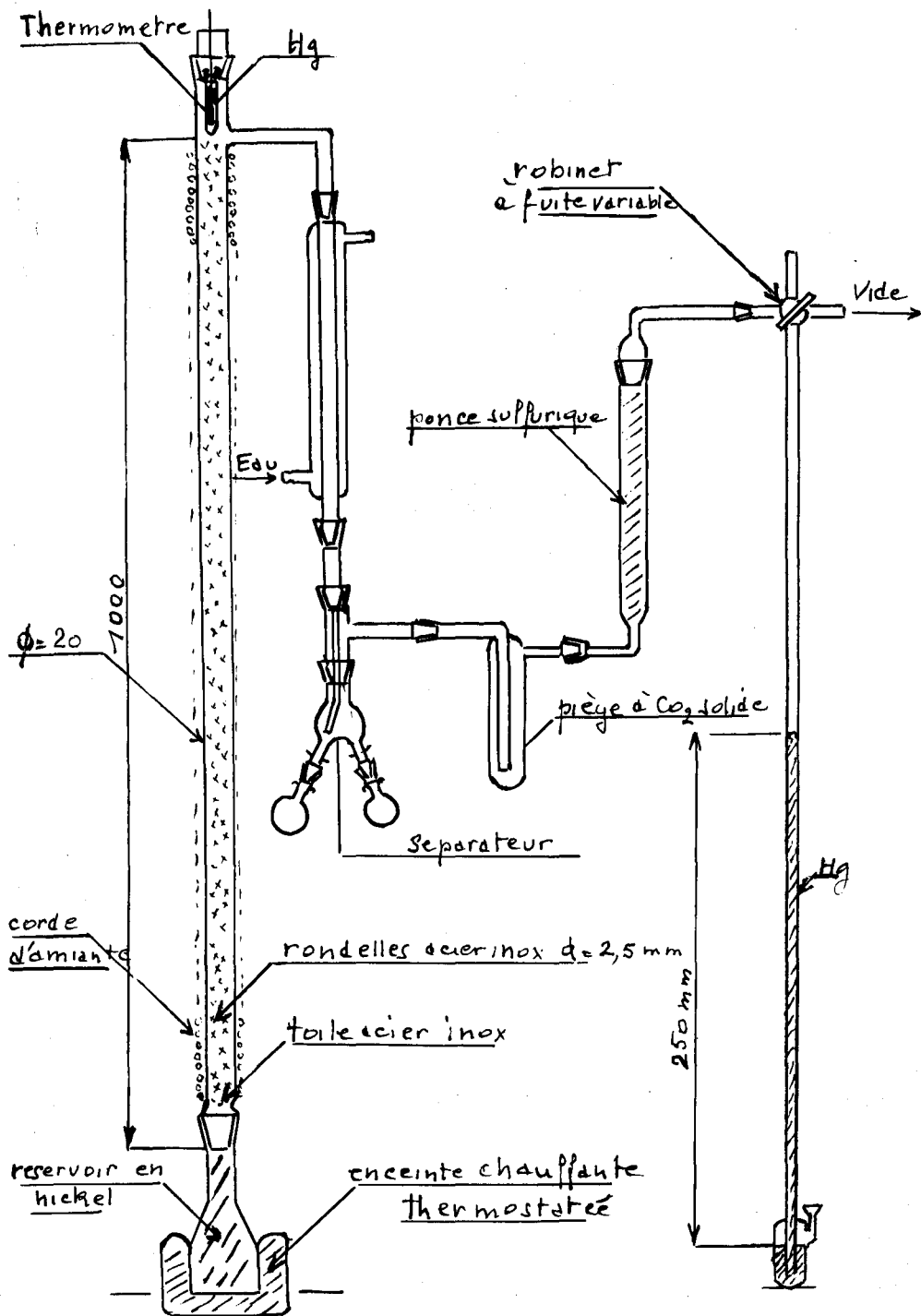
Le produit qui distille, au sommet de la colonne, est refroidi par un réfrigérant vertical et la tête et la queue du distillat sont séparées du BrF_3 dans un piège à boules.

Ensuite, les produits encore gazeux sont retenus dans un piège à neige carbonique, en relation avec la ligne à vide par l'intermédiaire d'un desséchant à ponce sulfurique (la ponce phosphorique et ClO_4Mg sont inutilisables, car ils s'échauffent rapidement en présence de traces de gaz fluorés).

Manuscrit reçu le 17 avril 1958



Préparation du BrF_3



Purification du BrF_3