



О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 319218

(61) Зависимое от авт. свидетельства —

(22) Заявлено 30.08.66 (21) 976925/23-4

с присоединением заявки № —

(32) Приоритет —

Опубликовано 05.08.74. Бюллетень № 29

Дата опубликования описания 24.01.75

(51) М. Кл. С 07с 87/00

(53) УДК 547.21'221.233.
.07(088.8)

(72) Авторы
изобретения

А. В. Фокин, Ю. М. Косырев, В. А. Макаров и Н. П. Новоселов

(71) Заявитель

—

В П Т Б

Фонд изобретений

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ГЕМИНАЛЬНЫХ БИСДИФТОР- АМИНОАЛКАНОВ

1

Изобретение относится к способу получения геминальных бисдифтораминоалканов, которые могут найти применение в качестве растворителей, высокоэнергетических добавок, а также полупродуктов для дальнейших синтезов.

Известен способ получения геминальных бисдифтораминоалканов обработкой кетонов дифторамином в присутствии водоотнимающего средства при комнатной температуре.

С целью расширения сырьевой базы и получения продуктов с большим содержанием фтора, предлагается альдегиды обрабатывать дифторамином в присутствии водоотнимающего средства, например серной кислоты или низкопроцентного олеума, при температуре ниже 0°C.

Пример 1. Получение 1,1-бисдифтораминоэтана. В толстостенную стеклянную ампулу с манометром, термопарой для измерения температуры в зоне реакции, приспособленным для прикапывания серной кислоты вносят 12 г 100%-ной серной кислоты и при охлаждении до -75°C 2,38 г (0,045 моль) ацетальдегида и 5,74 г (0,108 моль дифторамина).

После герметизации ампулы к реакционной массе при периодическом встряхивании и температуре от -60 до -10°C прикапывают серную кислоту. Затем содержимое ампулы отогревают и выдерживают при комнатной

2

температуре 1 час. Продукты реакции отделяют от кислоты, промывают водой и после просушивания прокаленным сульфатом магния перегоняют.

5 Получают 2,9 г (40,7%) 1,1-бисдифтораминоэтана с т. кип. 50—51°C, d_4^{20} 1,328, n_D^{20} 1,3257. M_{RD} 20,04; выч. 20,06. Мол. вес. 130,5; выч. 132,07.

10 Найдено, %: N 21,3; F 57,7.
 $C_2H_4F_2N_2$.

Вычислено, %: N 21,21; F 57,54.

Пример 2. Получение 1,1-бисдифтораминопропана.

15 По методике примера 1 из 2,7 г (0,0465 моль) пропионового альдегида, 5,74 г (0,108 моль) дифторамина, 12 г 6%-ного олеума после фракционирования получают 2,4 г (35,4%) 1,1-бисдифтораминопропана с т. кип. 76—77°C. Мол. вес 148,95; выч. 146,09; $d_4^{23,5}$ 1,2464; $n_D^{23,5}$ 1,3378.

20 Найдено, %: C 24,61; H 4,67; N 18,9; F 50,84.

$C_3H_6F_2N_2$.

25 Вычислено, %: C 24,66; H 4,17; N 19,17; F 52,03.

Предмет изобретения

30 Способ получения геминальных бисдифтораминоалканов взаимодействием карбониль-

ных соединений с дифторамином в присутствии водоотнимающих средств, например серной кислоты или низкопроцентного олеума, отличающийся тем, что, с целью расши-

рения сырьевой базы и получения продуктов с высоким содержанием фтора, в качестве карбонильного соединения берут альдегиды и процесс ведут при температуре ниже 0°C.

Составитель **В. Бурцева**

Редактор **Т. Пилипенко**

Техред **З. Тараненко**

Корректор **А. Степанова**

Заказ 3670/2

Изд. № 137

Тираж 506

Подписное

ЦНИИПИ Государственного комитета Совета Министров СССР
по делам изобретений и открытий
Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Типография, пр. Сапунова, 2