



NORGE

(12) **UTLEGNINGSSKRIFT**

(19) **NO**

(11) **169085**

(13) **B**

(51) **Int Cl⁵ C 25 B 3/04, C 07 C 313/02**

Styret for det industrielle rettsvern

(21) Søknadsnr 871494
(22) Inng. dag 09.04.87
(24) Løpedag 09.04.87
(41) Alm. tilgj. 19.10.87
(44) Utlegningsdag 27.01.92
(62)

(86) Int. inng. dag og søknadsnummer

(85) Videreføringsdag
(30) Prioritet 17.04.86, FR, 8605519

(71/73) Søker/Innehaver Atochem, 4 & 8, Cours Michelet, La Défense 10, F-92800 Puteaux, FR
(72) Oppfinner(e) Sylvie Benefice-Malouet, Montpellier, FR
Hubert Blancou, Magalas, FR
Auguste Commeyras, Clapiers, FR
Patrick Calas, Montpellier, FR
(74) Fullmektig Jan Helgerud, Bryns Patentkontor AS, Oslo

(54) **Benevnelse Funksjonalisering av iod-polyfluoralkaner ved elektrokjemisk reduksjon, samt nye fluorerte forbindelser oppnådd derved**

(56) **Anførte publikasjoner** Chemical Abstracts. Vol. 70 (1969), abstract nr. 3203z, Chemical Abstracts. Vol. 97 (1982) abstract nr. 128654m, Chemical Abstracts. Vol. 100 (1984) abstract nr. 87653v.

(57) **Sammendrag** Funksjonalisering av iod-polyfluoralkaner skjer ved elektrokjemisk reduksjon.

Denne reduksjon gjennomføres i et oppløsningsmiddel av formamidtypen på en karbonkatode, eventuelt i nærvær av svovelsyreanhydrid eller i nærvær av vann og svovelsyreanhydrid.

Denne metode gir tilgang til perfluoralkan-karboksylsyrer $R_F\text{COOH}$ eller -sulfinysyrer $R_F\text{SO}_2\text{H}$ og til alkoholer av typen $R_F\text{C}_2\text{H}_4\text{OH}$, og tillater likeledes å fremstille nye fluorerte forbindelser med formlene: $\text{I}-(\text{CF}_2)_{p-1}-\text{COOH}$ og $\text{HO}_2\text{S}-(\text{CF}_2)_{p-1}-\text{COOH}$, der p er et helt partall mellom 4 og 12.

Foreliggende oppfinnelse angår funksjonalisering av iodpolyfluoralkaner og mere spesielt fremstilling av forbindelser som inneholder en perfluorert kjede og minst en syre- eller alkoholgruppe, ved elektrokjemisk reduksjon av iodpolyfluoralkaner.

Polyfluorerte alkoholer av typen $R_FCH_2CH_2OH$ der R_F angir en perfluoralkylrest, er foreløpere ved behandlingsmidler for overflater og stoffer og kan fremstilles ut fra 1-iod-2-perfluoralkyletaner $R_FC_2H_4I$ ved å følge forskjellige metoder, for eksempel ved å omsette en vandig oppløsning av et amid (JP-publikasjon 72-37.520) eller ved å omsette med rykende svovelsyre (US-PS 3.283.012), eller ved i tributylfosfat å til danne et organosinkmellomprodukt som så oksyderes og så hydrolyseres (FR-PS 2.521.987). Syntesen av disse alkoholer ved elektrokjemisk reduksjon av forbindelsene $R_FC_2H_4I$ er ennå ikke tatt med i betraktning.

Fremstillingen av perfluoralkankarboksylsyrer og R_FCOOH eller perfluoralkansulfonsyrer R_FSO_3H er allerede gjort til gjenstand for mange undersøkelser på grunn av disse syrers brukbarhet som forløpere for overflateaktive midler. Deres syntese ble først gjennomført utfra syrekloridene av alkan-karboksylsyrer henholdsvis alkansulfonsyrer, ved elektrofluorering i vannfri flussyre (US-PS 2.519.983). Imidlertid gir denne teknikk som er velegnet for fremstilling av syrer med lav molekylvekt, meget lave utbytter når det gjelder molekyler med høy molekylvekt. For å overvinne denne mangel har Cala et al., ("J. Electroanal. Chem". 1978, 89, 363-372) foreslått elektrokjemisk reduksjon av perfluoralkyliodider R_FI på et polarisert kvikksølvsjikt i nærvær av SO_2 eller CO_2 , noe som gjør det mulig å fremstille perfluoralkansulfon- eller perfluoralkankarboksylsyre med 70 henholdsvis 90% utbytte. Uheldigvis gjør bruken av kvikksølv anvendelsen av denne metode industrielt ugunstig.

Gjenstand for foreliggende oppfinnelse er således en fremgangsmåte av den innledningsvis nevnte art for fremstilling av forbindelser inneholdende en perfluorert kjede og minst en syre- eller alkoholgruppe, ved elektrokjemisk reduksjon av iodpolyfluoralkaner, og denne fremgangsmåte karakteriseres ved at reduksjonen utføres i et oppløsningsmiddel av formamidtypen på en karbonkatode, eventuelt i nærvær av svoveldioksyd eller i nærvær av vann og svoveldioksyd.

Som iodpolyfluoralkaner som kan benyttes ifølge oppfinnelsen skal nevnes:

perfluoralkyliodider $R_F I$, det vil si forbindelser med formelen:



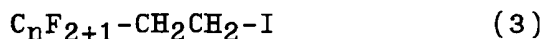
der n er et helt tall fra 2 til 16, idet det er mulig at den perfluorente kjede er rett eller forgrenet;

α, ω -diiodperfluoralkaner med formelen:



der p er et liketall fra 4 til 12; og

1-iodo-2-perfluoralkyletaner med formel:



der n har den samme betydning som ovenfor.

Oppløsningsmidlet hvori den elektrokjemiske reduksjon ifølge oppfinnelsen gjennomføres kan være formamid selv eller en N-substituert derivat derav som metylformamid, eller fortrinnsvis dimetylformamid. Dette oppløsningsmiddel kan benyttes alene eller som en blanding med vann, forutsatt at andelen vann ikke overskrider 70 volum-% og fortrinnsvis forblir mindre enn 30 volum-%. Som forklart tidligere har

vanninnholdet i oppløsningsmidlet en signifikant virkning på de funksjonelle fluorerte derivater som dannes ifølge oppfinnelsens fremgangsmåte.

Karbonkatoden som benyttes ifølge oppfinnelsen kan bestå av vevede eller ikke-vevede karbonfibere, eller en vitrøs karbonplate. Når en karbonfiberkatode benyttes, er det enkelte ganger ønskelig (spesielt når det gjelder R_{FI}) å arbeide i nærvær av en aktivator valgt blant allylalkohol, propargylalkohol, 2-iod-3-perfluoralkylpropanoler (FR-PS 2.486.521 og 2.486.522) og 1,1-diklor-2-perfluoralkyletylener (FR-PS 2.559.479). Aktivatorkonsentrasjonen kan ligge på opptil 10 volum-% i forhold til oppløsningsmiddelblandingen men er fortrinnsvis mellom 0,02 og 0,2%. Den foretrukne aktivator er allylalkohol.

Anoden er fortrinnsvis identisk med katoden, men kan også bestå av ethvert vanlig materiale for elektroder, for eksempel nikkel, platina, gull, bly og lignende.

Forutsatt at det har et reduksjonspotensiale som er mere negativt enn det til iodpolyfluoralkan, kan bærer elektrolyten, hvis rolle er å sikre passasje av strøm, velges blant alle organiske og uorganiske salter som er kjente for dette formål (se f.eks. "Organic Electrochemistry" av M.M. Baizer, 1973, s. 227-230) og mere spesielt blant alkalimetall- (fortrinnsvis litium) eller tetraalkylammonium- (med C_{1-4} alkylrester) halogenider, -perklorater eller arylsulfonater. Konsentrasjonen av bærer elektrolyten kan ligge fra 0,01 til 1 mol pr. liter av oppløsningsmiddelblandingen.

Den elektrokjemiske reduksjon ifølge oppfinnelsen kan gjennomføres ved konstant strømintensitet eller ved konstant spenning, i forskjellige vanlige typer celler. Selv om det er mulig å arbeide i en enkeltromscelle, er det foretrukket å gjennomføre det hele i en celle med to rom for å unngå fri bevegelse mellom katode og anode, idet separatoren generelt

er laget av et inert materiale, for eksempel porselen, sintret glass, cellulose, aluminiumoksyd, porøs polytetrafluoretylen eller ionebyttemembraner.

Arten av funksjonelle fluoreerte derivater som oppnås avhenger ikke bare av det opprinnelige iodpolyfluoralkan, men også av driftsbetingelsene som benyttes og spesielt vanninnholdet i oppløsningsmidlet.

Hvis således et perfluoralkyliodid $C_nF_{2n+1}I$ benyttes som utgangsprodukt og reaksjonen gjennomføres i nærvær av svoveldioksyd vil reduksjonen ifølge oppfinnelsen hovedsakelig føre til perfluorkarboksylsyre: $C_{n-1}F_{2n-1}-COOH$ hvis formamidet inneholder mindre enn 0,2 volum-% vann. For vanninnhold over 0,2 volum-% oppnås det en blanding av syren $C_{n-1}F_{2n-1}-COOH$ og syren $C_nF_{2n+1}-SO_2H$ idet andelene av den siste øker hurtig opptil 95% når vanninnholdet når 20 volum-% over dette vanninnhold dannes så og si utelukkende syren $C_nF_{2n+1}-SO_2H$ men det kjemiske utbyttet synker hurtig. Som et resultat må man si at hvis det er ønskelig å fremstille en perfluorkarboksylsyre blir det mer fordelaktig benyttet en formamid som har et så lavt vanninnhold som mulig mens, for å oppnå en perfluorsulfinsyre blir reaksjonen fordelaktig gjennomført i nærvær av svoveldioksyd i et formamid med et vanninnhold på over 5 volum-% og fortrinnsvis mellom 10 og 20 volum-%.

Reduksjonen av α,ω -diiodperfluoralkaner $I(CF_2)_pI$, gjennomført i nærvær av svoveldioksyd i et formamid med et høyt vanninnhold (for eksempel 10 volum-%) fører til dannelsen av disulfinsyren $HO_2S-(CF_2)_p-SO_2H$. I fravær av svoveldioksyd og med et vanninnhold på mindre enn 0,2 volum-%, oppnås iodkarboksylsyren $I-(CF_2)_{p-1}-COOH$; hvis i tillegg reduksjonen fortsetter etter tilsetning av vann og svoveldioksyd blir denne iodkarboksylsyre omdannet til den blandede disyre: $HO_2S-(CF_2)_{p-1}-COOH$. Disse iodkarboksyl- og karboksy-sulfin-

syre er nye produkter og utgjør som sådan nye deler av oppfinnelsen.

Hvis et 1-iod-2-perfluoralkyletan $C_nF_{2n+1}-CH_2I$ benyttes som det opprinnelige produkt og reaksjonen gjennomføres i fravær av svoveldioksyd og med et vanninnhold på mindre enn 0,2 volum-% fører reduksjonen ifølge oppfinnelsen til en blanding bestående av den tilsvarende alkohol $C_nF_{2n+1}CH_2-CH_2OH$ og olefinet $C_nF_{2n+1}CH=CH_2$, i en andel av alkohol som øker med reduserende strømdensitet som legges på og en reduksjon av elektrolyttinnholdet. Bruken av et formamid med et høyere vanninnhold fører til en samtidig dannelselse av det tilsvarende perfluoralkyletan $C_nF_{2n+1}C_2H_5$.

De følgende eksempler skal illustrere oppfinnelsen nærmere uten å begrense den.

EKSEMPEL 1

En elektrokjemisk celle av glass, oppdelt ved hjelp av en 30 mm diameter sintret glassplate med en porøsitet 3 eller 4, i to rom, anode- og katoderommet, med henholdsvis 24 ml kapasitet. De to elektroder er laget av karbonfibre og hver består av en 5 cm lunte inneholdende 10.000 strenger med diameter 3 μ m.

En blanding inneholdende 22,5 ml dimetylformamid, 2,5 ml vann, 0,1 g litiumklorid, 5 μ l allylalkohol og 4 g svoveldioksyd tilføres til cellen i en mengde av 11 ml i det anodiske rom og 16 ml i katoderommet.

11,15 g (0,025 g mol) perfluorheksyliodid innføres så til katoderommet og en elektrisk strøm på 50 mA tilsvarende en P.D. på 12 volt ble lagt på mellom de to elektroder.

Reduksjonen ble gjennomført ved konstant strømstyrke. Katalyten blir konstant omrørt med en magnetrører og en liten

strøm av gassformig svoveldioksyd opprettholdes i anoderommet i løpet av elektrolysen for å unngå diffusjon av $C_6F_{13}I$.

Efter 14 timers reaksjon som tilsvarer et Faraday-utbytte på 95% behandles katalyten med 20 ml 10%-ig vandig oppløsning av svovelsyre, 10 ml perfluoroktan tilsettes så og den organiske fase separeres. Efter fordampning av perfluoroktan oppnås 9 g perfluorheksansulfinsyre $C_6F_{13}SO_2H$ og 0,23 perfluorheksansyre $C_5F_{11}COOH$, noe som gir utbytter på 95 henholdsvis 3%.

Det samme resultat oppnås hvis karbonfiberelektroder erstattes med vitrøse karbonelektroder i form av 30 mm diameter skiver, eller hvis litiumklorid erstattes med en ekvimolar mengde zinkklorid, tetrabutylammoniumiodid eller tetrabutylammoniumperklorat, eller alternativt hvis mengden litiumklorid varieres fra 0,05 til 1 g.

Det samme resultat oppnås også ved å arbeide ved forskjellige strømintensiteter, for eksempel 25 mA, 75 mA og 100 mA, men elektrolyseperioden er i disse tilfeller 28 timer, 10,5 timer og 27 timer.

Den følgende tabell gir utbyttene av perfluorheksansulfin- og perfluorheksansyrene oppnådd når vanninnholdet i elektrolysemediet varieres.

TABELL I

Vanninnhold (volum-%)	Utbytte (%) av:	
	$C_5F_{11}COOH$	$C_6F_{13}SO_2H$
< 0,2% (*)	95	-
2%	30	65
5	20	75
10	3	95
15	3	95
20	3	95
50	-	65
60	-	55

(*) Dimetylformamid tørket over kalsiumhydrid og så underkastet en nitrogengasstrøm.

EKSEMPEL 2

Reaksjonen gjennomføres som i eksempel 1, men i fravær av svoveldioksyd og uten å tilsette vann, ved bruk av 25 ml av et dimetylformamid som er tørket over CaH_2 (katolytt: 14 ml, anolytt: 11 ml).

Efter 43 timer elektrolyse, oppnås perfluorheksansyre $C_5F_{11}COOH$ i et utbytte av 95%.

EKSEMPLENE 3 TIL 6

Reaksjonen gjennomføres som i eksempel 1, men ved å erstatte allylalkohol med det samme volum propargylalkohol (eksempel 3), iodhydrin $C_6F_{13}CH_2-CHI-CH_2OH$ (eksempel 4) eller 2-perfluoroktyl-1,1-dikloretylen $C_8F_{17}-CH=CCl_2$ (eksempel 5) eller med 2,5 ml av denne sistnevnte forbindelse (eksempel 6).

Utbyttet av perfluorheksansulfon- og perfluorheksansyrer er gitt:

	<u>Eks. 3</u>	<u>Eks.4</u>	<u>Eks.5</u>	<u>Eks.6</u>
$C_6F_{13}SO_2H$	78%	72%	25%	75%
$C_5F_{11}COOH$	9%	15%	62%	10%

EKSEMPEL 7

Reaksjonen gjennomføres som i eksempel 1 men ved å erstatte dimetylformamid med det samme volum formamid eller N-metylformamid.

Utbyttene av perfluorheksansulfon- og perfluorheksansyrer er identiske med de som ble oppnådd i eksempel.

EKSEMPEL 8

Reaksjonen ble gjennomført som i eksempel 1 men ved å erstatte dimetylformamid med 25 ml formamid og ved kun å bruke 0,5 ml vann.

Utbyttene av perfluorheksansulfon- og perfluorheksansyrer er nu 75 henholdsvis 20%.

EKSEMPEL 9

Reaksjonen gjennomføres som i eksempel 1 men ved å erstatte perfluorheksyliodid med den samme molarmengde perfluorbutyl eller perfluoroktyliodid.

I det første tilfellet oppnås perfluorbutansulfinsyre $C_4F_9SO_2H$ og perfluorbutansyre C_3F_7COOH i utbytter på 95 henholdsvis 3%. I det andre tilfellet oppnås perfluoroktansulfinsyre $C_8F_{17}SO_2H$ og perfluoroktansyre $C_7F_{15}COOH$ med de samme utbytter.

Hvis de 22,5 ml diumetylformamid og de 2,5 ml vann erstattes med 25 ml dimetylformamid som er tørket over kalsiumhydrid (vanninnhold < 0,2 volum-%) oppnås kun perfluorbutansyre i det første tilfellet og kun perfluoroktan i det andre

tilfellet idet utbyttet er 95% i begge tilfeller. I tillegg er dette også tilfelle hvis reaksjonen gjennomføres i fravær av svoveldioksyd.

EKSEMPEL 10

Man benytter en elektrokjemisk glasscelle som ved hjelp av en sintret glassplate med 15 ml diameter og porøsitet 3 til 4, er separert i et anode- og katoderom i kapasitet 3,5 henholdsvis 7,5 ml. De to elektroder består av karbonfibre, hver bestående av en 1,5 cm lunte inneholdende 10.000 strenger med diameter 3 μm .

En blanding inneholdende 6,3 ml dimetylformamid, 0,7 kl vann, 0,03 g litiumklorid, 1,5 μl allylalkohol og 1 g svoveldioksyd innføres i cellen i en mengde av 3 ml til anoderommet og 4,5 ml til katoderommet.

1,75 g 1,4-diiiodperfluorbutan $\text{I}(\text{CF}_2)_4\text{I}$ tilføres så til katoderommet og en strøm på 5,5 mA tilsvarende nt spenningsdifferanse på 4 volt legges på mellom elektrodene.

Elektrolytten omrøres ved hjelp av en magnetrører og en svak strøm av gassformig svoveldioksyd opprettholdes mellom anoderommet under elektrolysen.

Efter 40 timers reaksjon tilsvarende et Faraday-utbytte på 95% behandles katalytten som i eksempel 1. Man oppnår derved 1,2 g perfluorbutan-1,4-disulfonsyre $\text{HO}_2\text{S}(\text{CF}_2)_4\text{SO}_2\text{H}$ i et utbytte på 95%.

^{19}F NMR (referanse: CCl_3F) og ^1H NMR-(referanse: tetrametylsilan)-data for denne syre er som følger:

$\text{CF}_2\text{-CF}_2$	: $\delta = 125,1$ ppm
$\text{CF}_2\text{-SO}_2\text{H}$	: $\delta = 132,5$ ppm
SO_2H	: $\delta = 9,8$ ppm

Et tilsvarende resultat oppnås, men i løpet av en kortere tid på 9 timer ved å benytte 25 mA.

EKSEMPEL 11

Reaksjonen gjennomføres som i eksempel 10, men i fravær av svoveldioksyd og uten å tilsette vann, ved bruk av 7 ml dimetylformamid, tørket over CaH_2 (vanninnhold $< 0,2\%$).

Efter 36 timers reaksjon og destillasjon under vakuum, oppnås syre $\text{I}(\text{CF}_2)_3\text{COOH}$, med følgende ^{19}F - og ^1H NMR-data i et utbytte av 65%:

$\text{CF}_2\text{-I}$	: $\delta = 66,5$ ppm
$\text{CF}_2\text{-COOH}$	: $\delta = 117,3$ ppm
$\text{CF}_2\text{-CF}_2\text{-CF}_2$	: $\delta = 119,3$ ppm
COOH	: $\delta = 10$ ppm

EKSEMPEL 12

Eksempel 11 gjentas, men etter 36 timers reaksjon blir 0,05 g svoveldioksyd og 0,7 ml vann tilsatt til det elektrolytiske medium og reaksjonen fortsettes så i ytterligere 27 timer.

Derved oppnås 0,45 g perfluorbutan-1,4-disulfinsyre og 0,6 g av den blandede disyre $\text{HO}_2\text{S}(\text{CF}_2)_3\text{COOH}$. Utbyttene var 35 henholdsvis 60%.

^{19}F - og ^1H NMR-data for disyren $\text{HO}_2\text{S}(\text{CF}_2)_3\text{-COOH}$ er som følger:

$\text{CF}_2\text{-COOH}$	: $\delta = 118,1$ ppm
$\text{CF}_2\text{-CF}_2\text{-CF}_2$	: $\delta = 122,2$ ppm
$\text{CF}_2\text{-SO}_2\text{H}$	: $\delta = 132,4$ ppm
SO_2H	: $\delta = 9,8$ ppm
COOH	: $\delta = 9,6$ ppm

EKSEMPEL 13

Man benyttet den samme celle og de samme elektroder som i eksempel 1 og videre en blanding inneholdende 25 ml dimetylformamid som på forhånd var tørket over kalsiumhydrid

(vanninnhold < 0,2 volum-%), 0,1 g litiumklorid og 5 μ l allylalkohol innføres til cellen i en mengde av 11 ml i anoderommet og 14 ml i katoderommet.

5 g 1-iod-2-perfluorheksyletan $C_6F_{13}CH_2CH_2I$ innføres til det sistnevnte og det legges på en strøm på 12 mA tilsvarende en spenningsforskjell på 4 volt mellom de to elektroder hvis man holder katalyten omrørt ved hjelp av en magnetrører i katoderommet.

Efter 69 timer oppløses katolytten i 10 ml perfluoroktan, tillates avsetning, den fluorerte organiske fase separeres og 20 ml vann tilsettes. Efter fordamping av perfluoroktan og destillasjon under redusert trykk, oppnås 2,5 g 2-perfluorheksyletanol $C_6F_{13}C_2H_4OH$ (B.P. 20:87°C) og 1,1 g perfluorheksyletylen $C_6F_{13}CH=CH_2$ (B.P. 760:110°C).

Det samme resultat oppnås hvis kun 0,01 g litiumklorid benyttes. Tabell II og III nedenfor gir produktene og utbyttene som oppnås når eksempel 13 gjentas, ved å variere strømintensiteten i tabell II eller å modifisere arten av membran som skiller katode- og anoderommet i tabell III.

TABELL II

Driftsbetingelser:		Oppnådd produkt:	
I	S.F.	$C_6F_{13}C_2H_4OH$	$C_6F_{13}CH=CH_2$
12 mA	4 V	68%	32%
20 mA	5 V	55%	45%
35 mA	10 V	50%	50%

TABELL III

Membran	Oppnådd produkt:		
	$C_6F_{13}C_2H_4OH$	$C_6F_{13}CH=CH_2$	$C_6F_{13}C_2H_5$
Sintret glass	68%	32%	-
Aluminium	60%	40%	-
Cellulose	85%	-	15%
Porøs teflon (1 μ)	85%	15%	-

P a t e n t k r a v

1.

5 Fremgangsmåte for fremstilling av forbindelser inneholdende en perfluorert kjede og minst en syre- eller alkoholgruppe, ved elektrokjemisk reduksjon av iodpolyfluoralkaner, k a r a k t e r i s e r t v e d at reduksjonen utføres i et oppløsningsmiddel av formamidtypen på en karbonkatode, eventuelt i nærvær av svoveldioksyd eller i nærvær av vann og
10 svoveldioksyd.

2.

15 Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at man som oppløsningsmiddel benytter dimetylformamid.

3.

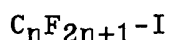
20 Fremgangsmåte ifølge krav 1 eller 2, k a r a k t e r i s e r t v e d at reaksjonen gjennomføres i nærvær av en aktivator valgt blant allylalkohol, propargylalkohol, 2-iod-3-perfluoralkylpropanoler og 1,1-diklor-2-perfluoralkyletylener.

4.

25 Fremgangsmåte ifølge krav 3, k a r a k t e r i s e r t v e d at man som aktivator benytter allylalkohol.

5.

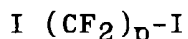
30 Fremgangsmåte ifølge et hvilket som helst av kravene 1 til 4, k a r a k t e r i s e r t v e d at man, for å fremstille en perfluoralkankarboksylsyre $C_{n-1}F_{2n-1}COOH$, en perfluoralkansulfinsyre $C_nF_{2n+1}SO_2H$ eller en blanding derav, går ut fra et iodpolyfluoralkan med den generelle formel



35 der n er et helt tall fra 2 til 16 idet den perfluorerte kjede kan være rett eller forgrenet.

6.

fremgangsmåte ifølge et hvilket som helst av kravene 1 til 4, karakterisert ved at man, for å fremstille en disulfinsyre $\text{HO}_2\text{S}(\text{CF}_2)_p\text{SO}_2\text{H}$, en iodkarboksylsyre $\text{I}(\text{CF}_2)_{p-1}\text{COOH}$ eller en blandet disyre $\text{HO}_2\text{S}(\text{CF}_2)_{p-1}\text{COOH}$, går ut fra et iodpolyfluoralkan med den generelle formel



der p er et helt liketall fra 4 til 12.

7.

fremgangsmåte ifølge et hvilket som helst av kravene 1 til 4, karakterisert ved at man, for å fremstille en polyfluorert alkohol $\text{C}_n\text{F}_{2n+1}\text{-CH}_2\text{CH}_2\text{-OH}$, går ut fra et iodpolyfluoralkan med formelen $\text{C}_n\text{F}_{2n+1}\text{-CH}_2\text{CH}_2\text{-I}$ der n er et helt tall fra 2 til 16, idet den perfluorerte kjede kan være rett eller forgrenet.

8.

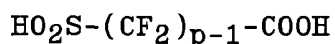
Fremgangsmåte ifølge et hvilket som helst av kravene 1 til 7, karakterisert ved at reaksjonen gjennomføres i nærvær av vann og svoveldioksyd idet andelen av vann ikke overskrider 70% og fortrinnsvis er mindre enn 30 volum-% i forhold til oppløsningsmiddelblandingen.

9.

Fremgangsmåte ifølge et hvilket som helst av kravene 3 til 8, karakterisert ved at man varierer aktivatorkonsentrasjonen fra 0,02 til 10 volum-% i forhold til oppløsningsmiddelblandingen.

10.

Forbindelse, karakterisert ved formlene:



der p er et helt liketall fra 4 til 12.