

R U 2 6 0 4 7 3 8 C 2

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



(19) RU (11) 2 604 738⁽¹³⁾ C2

(51) МПК
C07C 45/51 (2006.01)
C07C 49/167 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2015101142/04, 14.06.2013

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
14.06.2013

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
15.06.2012 CN 201210197034.5;
21.06.2012 CN 201210205884.5;
21.06.2012 CN 201210205922.7

(43) Дата публикации заявки: 10.08.2016 Бюл. № 22

(45) Опубликовано: 10.12.2016 Бюл. № 34

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: Запевалов А.Я. и др. Окиси димеров гексафторпропилена. Известия академии наук СССР, Серия химическая, 1979, том 12, 2812-2815. С.Д. Чепик и др. Электрофильная изомеризация фторалифатических кислородсодержащих соединений. Известия академии наук СССР, Серия химическая, 1991, том 11, 2611-2618. SU 569554A1, 25.08.1977. GB 1511470A, 17.05.1978.

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на национальной фазе: 15.01.2015

(86) Заявка РСТ:
CN 2013/077217 (14.06.2013)

(87) Публикация заявки РСТ:
WO 2013/185626 (19.12.2013)

Адрес для переписки:
109012, Москва, ул. Ильинка, 5/2, ООО
"Союзпатент"

(72) Автор(ы):

НИ Хан (CN),
ЧЖАН Цзяньцзюнь (CN),
БАЙ Чжаньци (CN),
ЖАНЬ Десян (CN),
ПАНЬ Янь (CN),
ФАН Сяодин (CN)

(73) Патентообладатель(и):

СИНОЧЕМ ЛАНЬЯН КО., ЛТД. (CN),
ЧЖЭЦЗЯН ЛАНЬЯН
ЭНВАЙРОМЕНТАЛ ПРОТЕКШН ХАЙ-ТЕК КО., ЛТД. (CN)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПЕРФТОР-2-МЕТИЛ-3-ПЕНТАНОНА И ПРОМЕЖУТОЧНЫХ СОЕДИНЕНИЙ

(57) Реферат:

Настоящее изобретение относится к способу получения перфтор-2-метил-3-пентанона, который может быть использован в качестве очищающего агента, растворителя и огнегасящего вещества. Способ заключается в том, что в присутствии солей фторида и

соединений простых эфиров перфтор-2,3-эпоксид-2-метил-пентан превращают в перфтор-2-метил-3-пентанон путем реакции каталитической перегруппировки при температуре реакции 10-70°C. При этом соль фторида выбирают из одного или из комбинации двух или более чем трех

R U 2 6 0 4 7 3 8 C 2

R U 2 6 0 4 7 3 8 C 2

фторида лития, фторида натрия, фторида калия, фторида цезия и фторида алюминия, соединение простого эфира выбирают из одного или из комбинации двух или более чем трех диэтилового эфира, сульфолана, 15-краун-5 и 18-краун-6, мольное соотношение соединения простого эфира

и солей фторида составляет 0,5-5,0:1 и мольное соотношение солей фторида и перфтор-2,3-эпокси-2-метил-пентана составляет 0,02-0,5:1. Предлагаемый способ позволяет получить целевой продукт с высокой селективностью. 9 з.п. ф-лы, 6 табл., 46 пр.

R U 2 6 0 4 7 3 8 C 2

FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: 2015101142/04, 14.06.2013

(24) Effective date for property rights:
14.06.2013

Priority:

(30) Convention priority:
15.06.2012 CN 201210197034.5;
21.06.2012 CN 201210205884.5;
21.06.2012 CN 201210205922.7

(43) Application published: 10.08.2016 Bull. № 22

(45) Date of publication: 10.12.2016 Bull. № 34

(85) Commencement of national phase: 15.01.2015

(86) PCT application:
CN 2013/077217 (14.06.2013)(87) PCT publication:
WO 2013/185626 (19.12.2013)Mail address:
109012, Moskva, ul. Ilinka, 5/2, OOO "Sojuzpatent"(72) Inventor(s):
NI KHan (CN),
CHZHAN TSzjantszjun (CN),
BAJ CHzhantsi (CN),
ZHAN Detsjan (CN),
PAN JAn (CN),
FAN Sjaotsin (CN)(73) Proprietor(s):
SINOCHEM LANTJAN KO., LTD. (CN),
CHZHETSZJAN LANTJAN
ENVAJROMENTAL PROTEKSHN KHAJ-
TEK KO., LTD. (CN)R U
2 6 0 4 7 3 8
C 2
C 8
C 3
C 4
C 7
C 2
C 0
C 2

(54) METHOD OF PRODUCING PERFLUORO-2-METHYL-3-PENTANONE AND INTERMEDIATE COMPOUNDS

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: present invention relates to a method of producing perfluoro-2-methyl-3-pentanone, which can be used as a cleaning agent, a solvent and a fire extinguishing agent. Method consists in that in presence of fluoride salts and ether compounds, perfluoro-2,3-epoxide-2-methyl pentane is converted into perfluoro-2-methyl-3-pentanone by a catalytic rearrangement reaction at reaction temperature of 10-70 °C. Fluoride salt is selected from one of or combination of two or more than three of lithium fluoride, sodium fluoride,

potassium fluoride, cesium fluoride and aluminum fluoride, ether compound is selected from one of or combination of two or more than three of diethyl ether, sulfolane, 15-crown-5 and 18-crown-6, molar ratio of ether compound and fluoride salts 0.5-5.0:1 and molar ratio of fluoride salts and perfluoro-2,3-epoxy-2-methyl pentane is 0.02-0.5:1.

EFFECT: proposed method enables to obtain an end product with high selectivity.

10 cl, 6 tbl, 46 ex

Область техники, к которой относится изобретение

Настоящее изобретение относится к способу получения перфтор-2-метил-3-пентанона и промежуточных соединений.

Уровень техники

Перфтор-2-метил-3-пентанон является важным соединением и может быть использован в качестве очищающего агента, растворителя и огнегасящего вещества. Его потенциал разрушения озонового слоя (ODP) равен нулю, а его потенциал глобального потепления (GWP) равен единице. Он является заменой для нового поколения озоноразрушающих веществ (OPB) и может быть использован в качестве замены для талона-1301 в качестве огнегасящего вещества.

Существуют в основном два вида способов получения перфтор-2-метил-3-пентанона: (1) способ окислительной перегруппировки димера гексафторпропилена и (2) способ присоединения перфторпропионилфторида и гексафторпропилена.

В отношении способа получения перфтор-2-метил-3-пентанона за счет присоединения

перфторпропионилфторида и гексафторпропилена можно сослаться на американский патент US 6630075 от 3M Company. Указанный патент описывает способ получения перфтор-2-метил-3-пентагона путем реакции присоединения перфторпропионилфторида к гексафторпропилену в аппарате высокого давления. Так как способ требует операции под давлением, а перфторпропионилфторид обладает сильной коррозийностью, аппаратура должна обладать высокими требованиями к материалам.

Димер гексафторпропилена получают до приготовления перфтор-2-метил-3-пентанона путем окисления и перегруппировки димера гексафторпропилена. Димер гексафторпропилена состоит из двух изомеров, которые представляют собой перфтор-4-метил-2-пентен и перфтор-2-метил-2-пентен соответственно. Перфтор-2-метил-2-пентен может быть окислен в соответствующий эпоксид (перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентан). Затем перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентан превращается в перфтор-2-метил-3-пентанон путем катализа и перегруппировки.

Существуют в основном два способа получения перфтор-2-метил-2-пентена, а именно, его получают олигомеризацией гексафторпропена или изомеризацией перфтор-4-метил-2-пентена в качестве исходного сырья. Способ олигомеризации включает способ олигомеризации в газовой фазе и способ олигомеризации в жидкой фазе. Способ олигомеризации в газовой фазе, который описан в патенте US 4377717, US 4296265 и документе J. Org. Chem., 30, 3524 (1965), использует гексафторпропилен в качестве исходного сырья, не нуждается в растворителе и использует в качестве катализаторов фторид металла, активированный уголь и фторид металла, который нанесен на активированный уголь. Этот способ характеризуется высокой температурой и давлением и требует высококачественное оборудование. Его продукты обладают пониженным содержанием перфтор-2-метил-2-пентена и в основном содержат перфтор-4-метил-2-пентен или тример гексафторпропилена. В соответствии со способом олигомеризации в жидкой фазе в патенте Китая US 4042638, патенте Китая CN 93121609 и документе Florine Chem., 9, 94 (1977) продукты вступают в реакцию олигомеризации под действием полярного растворителя (N,N'-диметилформамид, диметилсульфоксид, ацетонитрил и т.д.) и катализатора (фторид калия, нитрил сульфида калия, нитрил, калий, фторид аммония, и т.д.), и контролируются и получают путем изменения растворителя и катализатора. Краун-эфиры могут быть добавлены для улучшения растворимости катализатора в системе, ускоряя скорость реакции. Способ обычно используют для получения гексафторпропилена димера. Его основным продуктом является перфтор-4-метил-2-пентен, содержание которого, как правило, составляет более чем 90%.

В настоящее время перфтор-2-метил-2-пентен получают при использовании перфтор-4-метил-2-пентена в качестве исходного сырья и посредством реакции изомеризации, что имеет промышленное значение. В соответствии со способом получения по патенту GB 1511470 перфтор-2-метил-2-пентен получают путем катализа с фторидом калия и 18-краун-6. Способ использует ацетонитрил в качестве растворителя и улучшает результаты реакции путем изменения соотношения количества катализатора и температуры реакционной смеси. Что касается способа, подходящая температура реакции составляет 40°C ; количество катализатора составляет 5 мол. %; время реакции составляет 3 часа, а степень конверсии составляет 99,3%. Способ следует выполнять в колбе Кельдаля. Вещество должно быть предварительно перемешано перед подачей. Таким образом, время реакции является более длительным.

Тогда сразу могут быть получены перфтор-2-метил-2-пентен или перфтор-4-метил-2-пентен, перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентилалкил или перфтор-2,3-эпокси-4-метилпентан с помощью соответствующего окисления.

Например, в соответствии со способом получения по патенту SU666176, документу Zhurnal Organicheskoi Khimii., 22 (1), 93 (1986), документу Izvestiya Akademii Nauk SSSR, Seriya Khimicheskaya., 12, 2812 (1979) и документу Izvestiya Akademii Nauk SSSR, Seriya Khimicheskaya., 11, 2509-12 перфтор-2-метил-3-пентанон, получают при использовании перфтор-2-метил-2-пентена в качестве исходного сырья. Что касается способа, гипохлорит натрия, чей объем в пять раз больше, чем объем субстрата реакции, взят в качестве окислителя; диоксан или ацетонитрил и вода взяты в качестве растворителя; время реакции составляет один час; и выход 68%, 93%, 94% и 93% соответственно. Что касается способа, перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентан может быть получен с изготовленным на месте гипохлоритом натрия в качестве окислителя (концентрация гипохлорита натрия, изготовленного на месте, обычно выше, чем концентрация коммерчески доступного) и pH которого регулируется в пределах от 9-11. Документ Tetrahedron Letters, 44 (43), 7961 (2002) описывает способ окисления для триэтиламинооксида. В отношении способа оксид триэтиламина берется в качестве окислителя; N,N'-диметилформамид берется в качестве растворителя; время реакции составляет один час при температуре -30°C и выход 98%. Способ имеет преимущества в отношении высокой эффективности окисления и короткого времени реакции, но имеет недостатки, такие как сложное получение оксида, повышенный риск, более низкая температура реакции, и высокая стоимость при массовом производстве.

Документ Zhurnal Organicheskoi Khimii., 22 (1), 93 (1986), документ Izvestiya Akademii Nauk SSSR, Seriya Khimicheskaya., 12, 2812 (1979), Izvestiya Akademii Nauk SSSR, Seriya Khimicheskaya., 11, 2509-12 (1979) и документ Izvestiya Akademii Nauk SSSR, Seriya Khimicheskaya., 11, 2611-18 (1991) описывают способ получения катализом с фторидом или триэтиламином. Что касается способа, перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентан или перфтор-2,3-эпокси-4-метилпентан берутся в качестве основного вещества; фторид натрия, фторид калия, фторид цезия, пентафторид сурьмы или триэтиламин берутся в качестве катализатора; глим, диглим или тетраглим берутся в качестве растворителя; температура реакции составляет $20\text{--}250^{\circ}\text{C}$; время реакции составляет 2-10 часов, и самая высокая скорость конверсии перфтор-2-метил-3-пентанона доходит до 94%. В большинстве случаев этот метод имеет мягкие условия реакции; однако температура реакции составляет до 250°C , когда пентафторид сурьмы берется в качестве катализатора; там присутствует больше побочных продуктов, таких как перфтор-4-метил-2-пентанон или перфтор-2,4-диметил-1-окса-цикlopентан, и селективность не является высокой.

Раскрытие изобретения

Изобретение относится к способу получения перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана и перфтор-2-метил-3-пентанона, с преимущественно мягкими условиями реакции, высокой скоростью реакции, а также высокой селективностью.

5 Для достижения вышеуказанной цели по настоящему изобретению для изобретения выбрано одно любое из следующих технических решений:

Согласно одному аспекту настоящее изобретение относится к способу получения перфтор-2-метил-3-пентанона. В соответствии со способом по изобретению, в присутствии солей фторида и соединений простых эфиров перфтор-2,3-эпоксид-2-

10 метилпентан превращается в перфтор-2-метил-3-пентанона за счет реакции каталитической перегруппировки при температуре реакции 10 ~ 70°C;

В любом из указанных выше технических решений соль фторида может быть выбрана из одного или из комбинации двух или более чем трех фторида лития, фторида натрия, фторида калия, фторида цезия и фторида алюминия;

15 В любом из указанных выше технических решений, соединение простого эфира может быть выбрано из одного или комбинации двух или более чем трех диэтилового эфира, сульфолана, 15-краун-5 и 18-краун-6;

любом из указанных выше технических решений мольное соотношение соединения простого эфира и солей фторида составляет 0,5 ~ 5,0:1 (то есть пропорция должна быть

20 в пределах 0,5:1 до 5,0:1). Примечание: цифры на двух концах и любое число между двумя концами должны находиться в пределах любого числа объема изобретения, хотя эти цифры между двумя концами особо не раскрываются отдельно, они должны быть рассмотрены как отдельно описанные);

25 В любом из приведенных выше технических решений мольное соотношение соли фторида и перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана составляет 0,02 ~ 0,5:1.

Изобретение относится к способу получения перфтор-2-метил-3-пентанона, где катализатор и сокатализатор используются для облегчения реакции перегруппировки, при этом соль фторида берется в качестве катализатора, соединения простого эфира взяты в качестве сокатализаторов. Соль фторида предпочтительно выбирают из одного,

30 двух или трех фторида калия, фторида цезия и фторида алюминия. Соединение простого эфира предпочтительно выбирают из одного, двух или трех сульфолана, 15-краун-5 и 18-краун-6. Количество катализатора и сокатализатора влияет на реакцию, мольное соотношение солей фторида и перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана предпочтительно составляет 0,05 ~ 0,35:1 и еще более предпочтительно 0,07 ~ 0,30:1; мольное соотношение

35 соединения простого эфира и солей фторида, предпочтительно, составляет 0,75 ~ 3,0:1, и еще более предпочтительно 1,0 ~ 2,5:1.

40 Температура реакции по изобретению имеет определенное влияние на скорость конверсии в реакции перегруппировки. Повышение температуры способствует повышению степени конверсии, но приводит к снижению селективности. Подходящая температура реакции составляет 10 ~ 70°C, предпочтительно 30 ~ 60°C и еще более предпочтительно 35 ~ 55°C.

Любое из указанных выше технических решений для получения перфтор-2-метил-3-пентанона может дополнительно включать один любой из способов получения перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана, как описано ниже.

45 Согласно одному аспекту настоящее изобретение относится к способу получения перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана, полученный перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентан может быть использован для любого из указанных выше технических решений для получения перфтор-2-метил-3-пентанона. Относительно технического решения по

изобретению для получения перфтор-2,3-эпокси-2-метил-пентана, с аминосоединением в качестве катализатора эпоксидирования, в присутствии аprotонного растворителя, при температуре реакции от -5 ~ 35°C, перфтор-2-метил-2-пентен и окислитель (например, гипохлорит натрия) подвергают взаимодействию и превращают в перфтор-2,3-эпокси-2-метил-пентан;

5 В любом из указанных выше технических решений аминосоединение может быть выбрано из одного или из комбинации двух или более трех trimетиламина, диэтиламина, триэтиламина, мочевины и тетраметилмочевины;

В любом из указанных выше технических решений окислитель может быть выбран

10 из хлорноватистой кислоты или гипохлорита (например, гипохлорита натрия, гипохлорита кальция и т.д.).

В любом из приведенных выше технических решений мольное соотношение гипохлорита натрия и перфтор-2-метил-2-пентена составляет 1 ~ 2:1;

15 В любом из приведенных выше технических решений мольное соотношение катализатора эпоксидирования и перфтор-2-метил-2-пентена составляет 0,02 ~ 0,30:1.

Окислитель, используемый в изобретении, может быть раствором гипохлорита кальция и раствором гипохлорита натрия (например, 10% раствором гипохлорита натрия), которые являются коммерчески доступными, и, конечно, могут быть получены пользователем в соответствии с требованиями, также мольное соотношение окислителя и перфтор-2-метил-2-пентена, предпочтительно равно 1,0 ~ 1,6:1, а еще более предпочтительно 1.1.0 ~ 1,4:1.

20 Катализатор эпоксидирования, используемый в изобретении, предпочтительно выбирают из одного, двух или трех trimетиламина, диэтил амина и мочевины, и еще более предпочтительно, trimетиламина и/или мочевины. Добавление количества катализатора эпоксидирования оказывает воздействие на скорость конверсии реакции эпоксидирования, мольное соотношение катализатора эпоксидирования и перфтор-2-метил-2-пентена, предпочтительно, равно 0,05 ~ 0,20:1, и еще более предпочтительно 0,07 ~ 0,15:1.

25 В изобретении температура реакции оказывает влияние на скорость конверсии реакции эпоксидирования. Низкая температура способствует повышению селективности, но повышение температуры реакции облегчает увеличение скорости реакции и приводит к тому, что окислитель (например, гипохлорит натрия), разлагается слишком быстро. Таким образом, температура общей реакции эпоксидирования равна -5 ~ 35°C, предпочтительно 5 ~ 20°C, и еще более предпочтительно 10 ~ 15°C.

30 В техническом решении по изобретению аминосоединения и окислители могут реагировать в реакционном растворе и генерировать катализатор эпоксидирования. Как только катализатор эпоксидирования образуется *in situ*, он и перфтор-2-метил-2-пентен реагируют и образуют эпоксидные продукты, которые обладают преимуществом высокой эффективности и высокой стабильности. Таким образом, реакция может быть 35 осуществлена при более удобных условиях (например, примерно при комнатной температуре).

40 В любом из указанных выше технических решений необходимый перфтор-2-метил-2-пентен может быть получен любым из следующих способов. Таким образом, любое из указанных выше технических решений может, иначе говоря, включать в себя любой 45 из следующих способов получения.

Согласно другому аспекту настоящее изобретение относится к способу получения перфтор-2-метил-2-пентена с преимуществами простоты и низких требований к оборудованию. Техническое решение настоящего изобретения заключается в

обеспечении способа получения перфтор-2-метил-2-пентена за счет каталитической изомеризации перфтор-4-метил-2-пентена, перфтор-2-метил-2-пентен получают путем изомеризации перфтор-4-метил-2-пентена в аprotонном полярном растворителе под действием катализатора при температуре 40 ~ 80°C,

- 5 в любом из приведенных выше технических решений катализатор состоит из прокатализатора и сокатализатора, прокатализатор выбирают из одного или из комбинации двух или более чем трех фторида лития, фторида натрия, фторида калия, фторида цезия или фторида алюминия,
- 10 в любом из приведенных выше технических решений, сокатализатор выбирают из одного или из комбинации двух или более чем трех диэтилового эфира, сульфолана, 15-краун-5 или 18-краун-6,
- 15 в любом из приведенных выше технических решений мольное соотношение прокатализатора и сокатализатора составляет 1 ~ 0,1:1,
- 20 в любом из приведенных выше технических решений мольное соотношение прокатализатора и перфтор-4-метил-2-пентена составляет 0,05 ~ 0,5:1,
- 25 в любом из приведенных выше технических решений мольное соотношение сокатализатора и перфтор-4-метил-2-пентена составляет 0,05 ~ 0,5:1,
- 30 в любом из приведенных выше технических решений аprotонный растворитель выбирают из одного или из комбинации двух или более чем трех глима, диглима (DG для краткости) ацетонитрила или N,N'-диметилформамида,
- 35 в любом из приведенных выше технических решений мольное соотношение прокатализатора и сокатализатора может быть больше, чем, меньше, чем или равно 1. Однако в процессе эксперимента авторы изобретения обнаружили, что когда мольное соотношение прокатализатора и сокатализатора меньше или равно 1, степень конверсии и мольное соотношение основного катализатора и сокатализатора пропорциональны. Таким образом, в любом из приведенных выше технических решений мольное соотношение прокатализатора и сокатализатора равно 0,8 ~ 0,2:1,
- 40 в любом из приведенных выше технических решений указанная температура реакции предпочтительно составляет 40 ~ 70°C,
- 45 в любом из приведенных выше технических решений указанный прокатализатор предпочтительно представляет собой фторид калия и/или фторид цезия, и сокатализатор предпочтительно представляет собой 18-краун-6 эфир и/или сульфолан.
- В любом из указанных выше технических решений мольное соотношение прокатализатора и перфтор-4-метил-2-пентена, предпочтительно, равно 0,1 ~ 0,2:1.
- В любом из приведенных выше технических решений мольное соотношение сокатализатора и перфтор-4-метил-2-пентена, предпочтительно 0,15 ~ 0,35:1.
- В любом из указанных выше технических решений, указанный аprotонный растворитель, предпочтительно, представляет собой диметиловый эфир диэтиленгликоля и/или ацетонитрил.
- По сравнению с предшествующим уровнем техники способ получения по настоящему изобретению характеризуется простотой операции, невысокой температурой и давлением, быстрой реакцией и хорошей безопасностью.
- Подробное описание вариантов осуществления
- Далее изобретение описано в комбинации с примерами, но не ограничивается этими примерами (см. табл. 1 - 6). Специалист в данной области техники должен отметить, что изобретение охватывает все альтернативные решения, решения по совершенствованию и эквивалентные решения, которые могут быть включены в объем изобретения.

Пример 1

158 г Перфтор-2,3-эпокси-2-метил-пентана, 2,1 г фторида натрия, 6 г сульфолана и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру 5 повышают до 30°C, после начинают перемешивание. После 3- часовой реакции продукт реакции перфтор-2-метил-3-пентанон анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана равна 57,9%.

Пример 2

158 г Перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана, 2,9 г фторида калия, 6 г сульфолана и 100 10 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру повышают до 30°C, после начинают перемешивание. После 3-часовой реакции продукт реакции перфтор-2-метил-3-пентанон анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана равна 65,6%.

Пример 3

158 г Перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана, 7,6 г фторида цезия, 6 г сульфолана и 100 20 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру повышают до 30°C, после начинают перемешивание. После 3-часовой реакции продукт реакции перфтор-2-метил-3-пентанон анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана равна 70,1%.

Пример 4

158 г Перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана, 4,2 г фторида алюминия, 6 г сульфолана и 100 25 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру повышают до 30°C, после начинают перемешивание. После 3-часовой реакции продукт реакции перфтор-2-метил-3-пентанон анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана равна 75,0%.

Пример 5

158 г Перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана, 2,1 г фторида натрия, 11 г 15-краун-5 и 100 30 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой, соответственно. Температуру повышают до 30°C, после начинают перемешивание. После 3 часовой реакции, продукт реакции перфтор-2-метил-3-пентанон анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана равна 83,8%.

Пример 6

158 г Перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана, 4,2 г фторида алюминия, 11 г 15-краун-5 и 100 40 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру повышают до 30°C, после начинают перемешивание. После 3-часовой реакции продукт реакции перфтор-2-метил-3-пентанон анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана равна 82,1%.

Пример 7

158 г Перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана, 2,1 г фторида натрия, 13,2 г 18-краун-6 и 100 45 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру повышают до 30°C, после начинают перемешивание. После 3-часовой реакции продукт реакции перфтор-2-метил-3-пентанон анализируют с помощью газовой хроматографии,

степень конверсии перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана равна 89,3%.

Пример 8

158 г Перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана, 2,9 г фторида калия, 13,2 г 18-краун-6 и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру повышают до 30°C, после начинают перемешивание. После 3-часовой реакции продукт реакции перфтор-2-метил-3-пентанон анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана равна 90,5%.

Пример 9

158 г Перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана, 4,2 г фторида алюминия, 13,2 г 18-краун-6 и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой, соответственно. Температуру повышают до 30°C, после начинают перемешивание. После 3-часовой реакции продукт реакции перфтор-2-метил-3-пентанон анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана равна 67,3%.

Таблица 1

Примеры	Катализаторы	Добавки	Масса катализатора/г	Масса добавок/г	Степень конверсии
1	Фторид натрия	Сульфолан	2,1	6	57,9%
2	Фторид калия	Сульфолан	2,9	6	65,6%
3	Фторид цезия	Сульфолан	7,6	6	70,1%
4	Фторид алюминия	Сульфолан	4,2	6	75,0%
5	Фторид натрия	15-Краун-5	2,1	11	83,8%
6	Фторид алюминия	15-Краун-5	4,2	11	82,1%
7	Фторид натрия	18-Краун-6	2,1	13,2	89,3%

Примеры	Катализаторы	Добавки	Масса катализатора/г	Масса добавок/г	Степень конверсии
8	Фторид калия	18-Краун-6	2,9	13,2	90,5%
9	Фторид алюминия	18-Краун-6	4,2	13,2	67,3%

Пример 10

Реакционное устройство и эксплуатационные условия являются такими же, как в примере 6, но количество подаваемых катализаторов и добавок изменяется. 158 г Перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана, 2,1 г фторида алюминия, 5,5 г 15-краун-5 и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру повышают до 30°C, после начинают перемешивание. После 3-часовой реакции продукт реакции перфтор-2-метил-3-пентанон анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана равна 60,8%.

Пример 11

Реакционное устройство и эксплуатационные условия являются такими же, как в примере 6, но количество подаваемых катализаторов и добавок изменяется. 158 г Перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана, 6,3 г фторида алюминия, 16,5 г 15-краун-5 и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой, соответственно. Температуру повышают до 30°C, после начинают перемешивание. После 3 часовой реакции, продукт реакции перфтор-2-метил-3-пентанон анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана равна 95,7%.

Пример 12

Реакционное устройство и эксплуатационные условия являются такими же, как в примере 6, но количество подаваемых катализаторов и добавок изменяется. 158 г Перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана, 12,6 г фторида алюминия, 33,0 г 15-краун-5 и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру повышают до 30°C, после начинают перемешивание. После 3-часовой реакции продукт реакции перфтор-2-метил-3-пентанон анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана равна 95,9%.

Пример 13

Реакционное устройство и эксплуатационные условия являются такими же, как в примере 6, но количество подаваемых катализаторов и добавок изменяется. 158 г Перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана, 6,3 г фторида алюминия, 33,0 г 15-краун-5 и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру повышают до 30°C, после начинают перемешивание. После 3-часовой реакции продукт реакции перфтор-2-метил-3-пентанон анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана равна 95,1%.

Пример 14

Реакционное устройство и эксплуатационные условия являются такими же, как в примере 6, но количество подаваемых катализаторов и добавок изменяется. 158 г Перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана, 6,3 г фторида алюминия, 49,5 г 15-краун-5 и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру повышают до 30°C, после начинают перемешивание. После 3-часовой реакции продукт реакции перфтор-2-метил-3-пентанон анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана равна 87,9%.

Таблица 2

Примеры	Масса добавок/г	Масса добавок/г	Степень конверсии
10	2,1	5,5	60,8%
11	6,3	16,5	95,7%
12	12,6	33,0	95,9%
13	6,3	33,0	95,1%
14	6,3	49,5	87,9%

Пример 15

Реакционное устройство и эксплуатационные условия являются такими же, как в примере 8, но количество подаваемых катализаторов и добавок изменяется. 158 г Перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана, 1,5 г фторида калия, 13,2 г 18-краун-6 и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру повышают до 30°C, после начинают перемешивание. После 3-часовой реакции продукт реакции перфтор-2-метил-3-пентанон анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана равна 79,5%.

Пример 16

Реакционное устройство и эксплуатационные условия являются такими же, как в примере 8, но количество подаваемых катализаторов и добавок изменяется. 158 г Перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана, 2,9 г фторида калия, 6,6 г 18-краун-6 и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой, соответственно. Температуру повышают до 30°C, после начинают перемешивание. После 3-часовой реакции, продукт

реакции перфтор-2-метил-3-пентанон анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана равна 87,4%.

Пример 17

Реакционное устройство и эксплуатационные условия являются такими же, как в

примере 8, но количество подаваемых катализаторов и добавок изменяется. 158 г 5 Перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана, 4,5 г фторида калия, 19,8 г 18-краун-6 и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру повышают до 30°C, после начинают перемешивание. После 3-часовой реакции продукт 10 реакции перфтор-2-метил-3-пентанон анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана равна 99,9%.

Таблица 3

Примеры	Масса добавок/г	Масса добавок/г	Степень конверсии
15	1,5	13,2	79,5%
16	2,9	6,6	87,4%
17	4,5	19,8	99,9%

Пример 18

Реакционное устройство и эксплуатационные условия являются такими же, как в примере 13. Температуру реакции изменяют на 50°C, после 3-часовой реакции степень 20 конверсии перфтор-2,3-эпокси-2-метил-пентана составляет 98,3%.

Пример 19

Реакционное устройство и эксплуатационные условия являются такими же, как в примере 17, температуру реакции изменяют на 50°C, после 1 часа реакции степень 25 конверсии перфтор-2,3-эпокси-2-метил-пентана составляет 99,2%.

Пример 20

900 мл Водного раствора гипохлорита натрия, коммерчески доступного, с содержанием эффективного хлора 10%, 100 мл ацетонитрила и 5,4 мл (4,9 г) 30%-ного водного раствора триметиламина помещают в трехгорлую колбу объемом 1500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Начинают перемешивать, понижают температуру до 0°C, добавляют 150 г перфтор-2-метил-2-пентена. После 3 часов реакции выполняют разделение жидкости, чтобы получить 145 г низших сырых продуктов реакционной жидкости, выход равен 91,8%, разделенную реакционную жидкость анализировали методом газовой хроматографии, продукт представляет собой перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентан, степень конверсии перфтор-2-метил-2-пентена равна 77,2%.

Пример 21

900 мл Водного раствора гипохлорита натрия, коммерчески доступного, с содержанием эффективного хлора 10%, 100 мл ацетонитрила и 2,6 мл (1,8 г) диэтиламина 40 помещают в трехгорлую колбу объемом 1500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Начинают перемешивать, понижают температуру до 0°C, добавляют 150 г перфтор-2-метил-2-пентена. После 3 часов реакции выполняют разделение жидкости, чтобы получить 145 г низших сырых продуктов реакционной жидкости, выход равен 91,1%, разделенную реакционную жидкость анализировали методом газовой хроматографии, продукт представляет собой перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентан, степень конверсии перфтор-2-метил-2-пентена 45 равна 75,1%.

Пример 22

900 мл водного раствора гипохлорита натрия, коммерчески доступного, с

содержанием эффективного хлора 10%, 100 мл ацетонитрила и 3,5 мл (2,5 г) триэтиламина помещают в трехгорлую колбу объемом 1500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Начинают перемешивать, понижают температуру до 0°C, добавляют 150 г перфтор-2-метил-2-пентена. После 3 часов реакции выполняют разделение жидкости, чтобы получить 144 г низших сырых продуктов реакционной жидкости, выход равен 90,5%, разделенную реакционную жидкость анализировали методом газовой хроматографии, продукт представляет собой перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентан, степень конверсии перфтор-2-метил-2-пентена равна 60,0%.

10 Пример 23

900 мл Водного раствора гипохлорита натрия, коммерчески доступного, с содержанием эффективного хлора 10%, 100 мл ацетонитрила и 1,5 г мочевины помещают в трехгорлую колбу объемом 1500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Начинают перемешивать, понижают температуру до 0°C, добавляют 150 г перфтор-2-метил-2-пентена. После 3 часов реакции, выполняют разделение жидкости, чтобы получить 143 г низших сырых продуктов реакционной жидкости, выход равен 94,9%, разделенную реакционную жидкость анализировали методом газовой хроматографии, продукт представляет собой перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентан, степень конверсии перфтор-2-метил-2-пентена равна 83,5%.

20 Пример 24

900 мл Водного раствора гипохлорита натрия, коммерчески доступного, с содержанием эффективного хлора 10%, 100 мл ацетонитрила и 2,9 г тетраметилмочевины помещают в трехгорлую колбу объемом 1500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Начинают перемешивать, понижают температуру до 0°C, добавляют 150 г перфтор-2-метил-2-пентена. После 3 часов реакции выполняют разделение жидкости, чтобы получить 142,5 г низших сырых продуктов реакционной жидкости, выход равен 90,2%, разделенную реакционную жидкость анализировали методом газовой хроматографии, продукт представляет собой перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентан, степень конверсии перфтор-2-метил-2-пентена равна 58,5%.

Таблица 4

Примеры	Катализаторы	Масса \ добавок/г	Объем катализаторов/мл	Выход	Степень конверсии
20	30% триметиламин	4,9	5,4	91,8%	77,2%
21	диэтиламин	1,8	2,6	91,1%	75,1%
22	триэтиламин	2,5	3,5	90,5%	60,0%
23	мочевина	1,5	—	94,9%	83,5%
24	тетраметилмочевина	2,9	—	90,2%	58,5%

Пример 25

900 мл Водного раствора гипохлорита натрия, коммерчески доступного, с содержанием эффективного хлора 10%, 100 мл ацетонитрила и 1,5 г мочевины помещают в трехгорлую колбу объемом 1500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой, соответственно. Начинают перемешивать, понижают температуру до 0°C, добавляют 150 г перфтор-2-метил-2-пентена. После 3 часов реакции, выполняют разделение жидкости, чтобы получить 150 г низших сырых продуктов реакционной жидкости, выход равен 95,0%, разделенную реакционную жидкость анализировали методом газовой хроматографии, продукт представляет собой перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентан, степень конверсии перфтор-2-метил-2-пентена равна 85,5%.

Пример 26

900 мл Водного раствора гипохлорита натрия, коммерчески доступного, с содержанием эффективного хлора 10%, 100 мл ацетонитрила и 1,5 г мочевины помещают в трехгорлую колбу объемом 1500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Начинают перемешивать, понижают 5 температуру до 10°C, добавляют 150 г перфтор-2-метил-2-пентена. После 3 часов реакции выполняют разделение жидкости, чтобы получить 151 г низших сырых продуктов реакционной жидкости, выход равен 95,2%, разделенную реакционную жидкость анализировали методом газовой хроматографии, продукт представляет собой перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентан, степень конверсии перфтор-2-метил-2-пентена 10 равна 93,7%.

Пример 27

900 мл Водного раствора гипохлорита натрия, коммерчески доступного, с содержанием эффективного хлора 10%, 100 мл ацетонитрила и 1,5 г мочевины помещают в трехгорлую колбу объемом 1500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника 15 и механической мешалкой, соответственно. Начинают перемешивать, понижают температуру до 20°C, добавляют 150 г перфтор-2-метил-2-пентена. После 3 часов реакции выполняют разделение жидкости, чтобы получить 149 г низших сырых продуктов реакционной жидкости, выход равен 94,4%, разделенную реакционную жидкость анализировали методом газовой хроматографии, продукт представляет собой 20 перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентан, степень конверсии перфтор-2-метил-2-пентена равна 90,0%.

Пример 28

900 мл Водного раствора гипохлорита натрия, коммерчески доступного, с содержанием эффективного хлора 10%, 100 мл ацетонитрила и 1,5 г мочевины помещают 25 в трехгорлую колбу объемом 1500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Начинают перемешивать, понижают температуру до 35°C, добавляют 150 г перфтор-2-метил-2-пентена. После 3 часов реакции выполняют разделение жидкости, чтобы получить 139 г низших сырых продуктов реакционной жидкости, выход равен 88,2%, разделенную реакционную 30 жидкость анализировали методом газовой хроматографии, продукт представляет собой перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентан, степень конверсии перфтор-2-метил-2-пентена равна 67,6%.

Пример 29

900 мл Водного раствора гипохлорита натрия, коммерчески доступного, с 35 содержанием эффективного хлора 10%, 100 мл ацетонитрила и 0,6 г мочевины помещают в трехгорлую колбу объемом 1500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Начинают перемешивать, понижают температуру до 10°C, добавляют 150 г перфтор-2-метил-2-пентена. После 3 часов реакции выполняют разделение жидкости, чтобы получить 151 г низших сырых 40 продуктов реакционной жидкости, выход равен 95,2%, разделенную реакционную жидкость анализировали методом газовой хроматографии, продукт представляет собой перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентан, степень конверсии перфтор-2-метил-2-пентена равна 74,9%.

Пример 30

900 мл Водного раствора гипохлорита натрия, коммерчески доступного, с 45 содержанием эффективного хлора 10%, 100 мл ацетонитрила и 3,0 г мочевины помещают в трехгорлую колбу объемом 1500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Начинают перемешивать, понижают

температуру до 10°C, добавляют 150 г перфтор-2-метил-2-пентена. После 3 часов реакции выполняют разделение жидкости, чтобы получить 151 г низших сырых продуктов реакционной жидкости, выход равен 95,2%, разделенную реакционную жидкость анализировали методом газовой хроматографии, продукт представляет собой перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентан, степень конверсии перфтор-2-метил-2-пентена равна 99,3%.

Пример 31

900 мл Водного раствора гипохлорита натрия, коммерчески доступного, с содержанием эффективного хлора 10%, 100 мл ацетонитрила и 6,0 г мочевины помещают в трехгорлую колбу объемом 1500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой, соответственно. Начинают перемешивать, понижают температуру до 10°C, добавляют 150 г перфтор-2-метил-2-пентена. После 3 часов реакции выполняют разделение жидкости, чтобы получить 150 г низших сырых продуктов реакционной жидкости, выход равен 95,2%, разделенную реакционную жидкость анализировали методом газовой хроматографии, продукт представляет собой перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентан, степень конверсии перфтор-2-метил-2-пентена равна 99,4%.

Пример 32

900 мл Водного раствора гипохлорита натрия, коммерчески доступного, с содержанием эффективного хлора 10%, 100 мл ацетонитрила и 3,0 г мочевины помещают в трехгорлую колбу объемом 1500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой, соответственно. Начинают перемешивать, понижают температуру до 10°C, добавляют 150 г перфтор-2-метил-2-пентена. После 1 часа реакции выполняют разделение жидкости, чтобы получить 151 г низших сырых продуктов реакционной жидкости, выход равен 95,3%, разделенную реакционную жидкость анализировали методом газовой хроматографии, продукт представляет собой перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентан, степень конверсии перфтор-2-метил-2-пентена равна 99,3%.

Сравнительный пример 1

Реакционное устройство и эксплуатационные условия являются такими же, как в примере 20, но катализатор не добавляли, количество подаваемого водного раствора гипохлорита натрия, коммерчески доступного, с содержанием эффективного хлора 10%, изменяют на 1400 мл, после 3 часов реакции осуществляют разделение жидкости с получением 132 г низших сырых продуктов реакционной жидкости, выход равен 83,54%, разделенную реакционную жидкость анализировали методом газовой хроматографии, продукт представляет собой перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентан, степень конверсии перфтор-2-метил-2-пентена составляет 50,2%.

Таблица 5

Примеры	Температура реакции/°C	Масса добавок/г	Выход	Степень конверсии
25	5	1,5	95,0%	85,5%
26	10	1,5	95,2%	93,7%
27	20	1,5	94,4%	90,0%
28	35	1,5	88,2%	67,6%
29	10	0,6	95,2%	74,9%
30	10	3,0	95,2%	99,3%
31	10	6,0	95,2%	99,4%
32	10	3,0	95,3%	99,3%

Пример 33

100 мл Перфтор-4-метил-2-пентена, 1,05 г фторида натрия, 6,6 г 18-краун-6 и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой

обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру повышают до 40°C, после начинают перемешивание. После 3 часов реакции, продукт реакции перфтор-2-метил-2-пентен анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-4-метил-2-пентена равна 45,1%.

Пример 34

100 мл Перфтор-4-метил-2-пентена, 1,45 г фторида калия, 6,6 г 18-краун-6 и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру повышают до 40°C, после начинают перемешивание. После 3 часов реакции продукт реакции перфтор-2-метил-2-пентен анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-4-метил-2-пентена равна 81,8%.

Пример 35

100 мл Перфтор-4-метил-2-пентена, 3,8 г фторида цезия, 6,6 г 18-краун-6 и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру повышают до 40°C, после начинают перемешивание. После 3 часов реакции продукт реакции перфтор-2-метил-2-пентен анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-4-метил-2-пентена равна 85,0%.

Пример 36

100 мл Перфтор-4-метил-2-пентена, 3,8 г фторида цезия, 5,5 г 15-краун-5 эфиров и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру повышают до 40°C, после начинают перемешивание. После 3 часов реакции продукт реакции перфтор-2-метил-2-пентен анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-4-метил-2-пентена равна 62,1%.

Пример 37

100 мл Перфтор-4-метил-2-пентена, 3,8 г фторида цезия, 3,0 г сульфолана и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру повышают до 40°C, после начинают перемешивание. После 3 часов реакции продукт реакции перфтор-2-метил-2-пентен анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-4-метил-2-пентена равна 87,3%.

Пример 38

100 мл Перфтор-4-метил-2-пентена, 11,4 г фторида цезия, 9,0 г сульфолана и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой, соответственно. Температуру повышают до 40°C, после начинают перемешивание. После 3 часов реакции продукт реакции перфтор-2-метил-2-пентен анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-4-метил-2-пентена равна 93,7%.

Пример 39

100 мл Перфтор-4-метил-2-пентена, 19,0 г фторида цезия, 15,0 г сульфолана и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру повышают до 40°C, после начинают перемешивание. После 3 часов реакции продукт реакции перфтор-2-метил-2-пентен анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-4-метил-2-пентена равна 93,7%.

Пример 40

100 мл Перфтор-4-метил-2-пентена, 26,6 г фторида цезия, 21,0 г сульфолана и 100 мл

диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру повышают до 40°C, после начинают перемешивание. После 3 часов реакции продукт реакции перфтор-2-метил-2-пентен анализируют с помощью газовой хроматографии, 5 степень конверсии перфтор-4-метил-2-пентена равна 95,2%.

Пример 41

100 мл Перфтор-4-метил-2-пентена, 11,4 г фторида цезия, 18,0 г сульфолана и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру 10 повышают до 40°C, после начинают перемешивание. После 3 часов реакции продукт реакции перфтор-2-метил-2-пентен анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-4-метил-2-пентена равна 95,1%.

Пример 42

100 мл Перфтор-4-метил-2-пентена, 11,4 г фторида цезия, 2,7 г сульфолана и 100 мл 15 диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру повышают до 40°C, после начинают перемешивание. После 3 часов реакции, продукт реакции перфтор-2-метил-2-пентен анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-4-метил-2-пентена равна 91,9%.

Пример 43

100 мл Перфтор-4-метил-2-пентена, 11,4 г фторида цезия, 18,0 г сульфолана и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой, соответственно. Температуру повышают до 55°C, после начинают перемешивание. После 3 часов реакции продукт 25 реакции перфтор-2-метил-2-пентен анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-4-метил-2-пентена равна 98,3%.

Пример 44

100 мл Перфтор-4-метил-2-пентена, 11,4 г фторида цезия, 18,0 г сульфолана и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру 30 повышают до 70°C, после начинают перемешивание. После 3 часов реакции продукт реакции перфтор-2-метил-2-пентен анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-4-метил-2-пентена равна 99,5%.

Пример 45

35 100 мл Перфтор-4-метил-2-пентена, 11,4 г фторида цезия, 18,0 г сульфолана и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой, соответственно. Температуру повышают до 70°C, после начинают перемешивание. После 1,5 часа реакции продукт 40 реакции перфтор-2-метил-2-пентен анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-4-метил-2-пентена равна 99,5%.

Пример 46

100 мл Перфтор-4-метил-2-пентена, 11,4 г фторида цезия, 18,0 г сульфолана и 100 мл диглима помещают в трехгорлую колбу емкостью 500 мл, снабженную трубкой обратного холодильника и механической мешалкой соответственно. Температуру 45 повышают до 70°C, после начинают перемешивание. После 0,5 часа реакции продукт реакции перфтор-2-метил-2-пентен анализируют с помощью газовой хроматографии, степень конверсии перфтор-4-метил-2-пентена равна 99,5%.

Таблица 6

При- меры	Катали- заторы	Добавки	Раство- рители	Температу- ра реакции /°C	Коли- чество катали- заторов	Количе- ство добавок/ Мол.%	Катали- заторы /Добав- ки	Время реак- ции/ч	Сте- пень конвер- сии	
5	33	Фторид натрия	18-Краун-6- эфир	DG	40	5	5	1	3	45,1%
	34	Фторид калия	18-Краун-6- эфир	DG	40	5	5	1	3	81,8%
10	35	Фторид цезия	18-Краун-6- эфир	DG	40	5	5	1	3	85,0%
	36	Фторид цезия	15-Краун-5- эфир	DG	40	5	5	1	3	62,1%
15	37	Фторид цезия	Сульфолан	DG	40	5	5	1	3	87,3%
	38	Фторид цезия	Сульфолан	DG	40	15	15	1	3	93,7%
20	39	Фторид цезия	Сульфолан	DG	40	25	25	1	3	93,7%
	40	Фторид цезия	Сульфолан	DG	40	35	35	1	3	95,2%
25	41	Фторид цезия	Сульфолан	DG	40	15	30	1/2	3	95,1%
	42	Фторид цезия	Сульфолан	DG	40	15	45	1/3	3	91,9%
30	43	Фторид цезия	Сульфолан	DG	55	15	30	1/2	3	98,3%
	44	Фторид цезия	Сульфолан	DG	70	15	30	1/2	3	99,5%
35	45	Фторид цезия	Сульфолан	DG	70	15	30	1/2	1.5	99,5%
	46	Фторид цезия	Сульфолан	DG	70	15	30	1/2	0.5	99,5%

Формула изобретения

1. Способ получения перфтор-2-метил-3-пентанона, отличающийся тем, что в присутствии солей фторида и соединений простых эфиров перфтор-2,3-эпоксид-2-метил-пентан превращают в перфтор-2-метил-3-пентанон путем реакции каталитической перегруппировки при температуре реакции 10-70°C;

соль фторида выбирают из одного или из комбинации двух или более чем трех фторида лития, фторида натрия, фторида калия, фторида цезия и фторида алюминия;

соединение простого эфира выбирают из одного или из комбинации двух или более чем трех диэтилового эфира, сульфолана, 15-краун-5 и 18-краун-6;

мольное соотношение соединения простого эфира и солей фторида составляет 0,5-5,0:1;

мольное соотношение солей фторида и перфтор-2,3-эпокси-2-метил-пентана составляет 0,02~0,5:1

2. Способ получения перфтор-2-метил-3-пентанона по п. 1, отличающийся тем, что соль фторида выбирают из одного, двух или трех фторида калия, фторида цезия и фторида алюминия.

3. Способ получения перфтор-2-метил-3-пентанона по п. 1 или 2, отличающийся тем, что соединение простого эфира выбирают из одного, двух или трех сульфолана, 15-краун-5 и 18-краун-6.

4. Способ получения перфтор-2-метил-3-пентанона по п. 1 или 2, отличающийся тем, что молярное соотношение соединения простого эфира и солей фторида составляет 0,75~3,0:1.

5. Способ получения перфтор-2-метил-3-пентанона по п. 3, отличающийся тем, что молярное соотношение соединения простого эфира и солей фторида составляет 0,75~3,0:1.

6. Способ получения перфтор-2-метил-3-пентанона по п. 1 или 2, отличающийся тем, что молярное соотношение солей фторида и перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана составляет 0,05~0,35:1.

7. Способ получения перфтор-2-метил-3-пентанона по п. 1 или 2, отличающийся тем, что перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентан получают путем реакции перфтор-2-метил-2-пентена с окислителем с помощью аминосоединений в качестве катализатора эпоксидирования в аprotонном растворителе и при температуре реакции от -5~35°C; окислитель выбирают из одного или из комбинации двух- или треххлорноватистой кислоты, гипохлорита натрия и гипохлорита кальция; аминосоединение выбирают из одного или из комбинации двух или более трех триметиламина, диэтиламина, триэтиламина, мочевины и тетраметилмочевины; мольное соотношение окислителя и перфтор-2-метил-2-пентен составляет 1~2:1; мольное соотношение катализатора эпоксидирования и перфтор-2-метил-2-пентена составляет 0,02~0,30:1.

8. Способ получения перфтор-2-метил-3-пентанона по п. 6, отличающийся тем, что перфтор-2-метил-2-пентен получают путем изомеризации перфтор-4-метил-2-пентена в аprotонном полярном растворителе под действием катализатора при температуре 40~80°C,

катализатор состоит из прокатализатора и сокатализатора, прокатализатор выбирают из одного или из комбинации двух или более чем трех фторида лития, фторида натрия, фторида калия, фторида цезия или фторида алюминия; сокатализатор выбирают из одного или из комбинации двух или более чем трех диэтилового эфира, сульфолана, 15-краун-5 и 18-краун-6; мольное соотношение прокатализатора и сокатализатора составляет 1~0,1:1; мольное соотношение прокатализатора и перфтор-4-метил-2-пентена составляет 0,05~0,5:1; мольное соотношение сокатализатора и перфтор-4-метил-2-пентена составляет 0,05~0,5:1; аprotонный растворитель выбирают из одного или из комбинации двух или более чем трех глима, диглима, ацетонитрила или N,N'-диметилформамида.

9. Способ получения перфтор-2-метил-3-пентанона из перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентана согласно п. 1, отличающийся тем, что перфтор-2,3-эпокси-2-метилпентан получают путем реакции перфтор-2-метил-2-пентена с окислителем, при использовании аминосоединений в качестве катализатора эпоксидирования в аprotонном растворителе и при температуре реакции от -5~35°C;

окислитель выбирают из одного или из комбинации двух- или треххлорноватистой кислоты, гипохлорита натрия и гипохлорита кальция; аминосоединение выбирают из триметиламина, диэтиламина, триэтиламина, мочевины и тетраметилмочевины; аминосоединение выбирают из одного или из комбинации двух или более трех триметиламина, диэтиламина, триэтиламина, мочевины и тетраметилмочевины; мольное соотношение окислителя и перфтор-2-метил-2-пентена составляет 1~2:1; мольное соотношение катализатора эпоксидирования и перфтор-2-метил-2-пентена составляет 0,02~0,30:1.

10. Способ получения перфтор-2-метил-3-пентанона из перфтор-2,3-эпокси-2-метил-

пентана по п. 9, отличающийся тем, что:

перфтор-2-метил-2-пентен получают путем изомеризации перфтор-4-метил-2-пентена в аprotонном полярном растворителе под действием катализатора при температуре 40~80°C,

5 катализатор состоит из прокатализатора и сокатализатора, прокатализатор выбирают из одного или из комбинации двух или более чем трех фторида лития, фторида натрия, фторида калия, фторида цезия или фторида алюминия;

сокатализатор выбирают из одного или из комбинации двух или более чем трех диэтилового эфира, сульфолана, 15-краун-5 и 18-краун-6;

10 мольное соотношение прокатализатора и сокатализатора составляет 1~0,1:1;

мольное соотношение прокатализатора и перфтор-4-метил-2-пентена составляет 0,05~0,5:1;

мольное соотношение сокатализатора и перфтор-4-метил-2-пентена составляет 0,05~0,5:1;

15 аprotонный растворитель выбирают из одного или из комбинации двух или более чем трех глима, диглима, ацетонитрила или N,N'-диметилформамида.

20

25

30

35

40

45