



(51) МПК  
*C07C 303/22* (2006.01)  
*C07C 209/84* (2006.01)  
*C07C 303/02* (2006.01)  
*C07C 303/16* (2006.01)  
*C07C 309/84* (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,  
 ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2006103265/04, 02.07.2004

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
 02.07.2004

(30) Конвенционный приоритет:  
 04.07.2003 JP 2003-271071

(43) Дата публикации заявки: 10.08.2006

(45) Опубликовано: 20.01.2010 Бюл. № 2

(56) Список документов, цитированных в отчете о  
 поиске: WO 02/44138 A1, 06.06.2002. US 4510328  
 A1, 09.04.1985. SU 1230464 A3, 07.05.1986. CA  
 2362695 A1, 28.09.2000.

(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную  
 фазу: 06.02.2006

(86) Заявка РСТ:  
 JP 2004/009769 (02.07.2004)

(87) Публикация РСТ:  
 WO 2005/003082 (13.01.2005)

Адрес для переписки:  
 129090, Москва, ул. Б.Спаская, 25, стр.3,  
 ООО "Юридическая фирма Городисский и  
 Партнеры", пат.пов. Е.Е.Назиной

(72) Автор(ы):

МУРАТА Коити (JP),  
 ОКАЗОЕ Такаси (JP),  
 МУРОТАНИ Еисуке (JP)

(73) Патентообладатель(и):

АСАХИ ГЛАСС  
 КОМПАНИ,ЛИМИТЕД (JP)

RU  
 2 3 7 9 2 8 5  
 C 2

RU  
 2 3 7 9 2 8 5  
 C 2

## (54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ФТОРИРОВАННОГО СУЛЬФОНИЛФТОРИДА

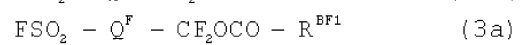
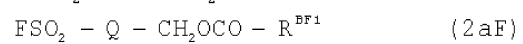
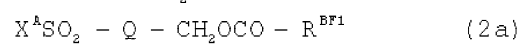
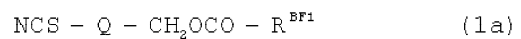
(57) Реферат:

Настоящее изобретение касается способа получения фторированного сульфонилфторида, полезного в качестве, например, материала для ионообменной смолы, включающего окисление соединения, представленного формулой (1a), посредством окисляющего агента, по существу содержащего атом хлора или атом брома, приводящее к получению соединения, представленного формулой (2a),

превращение  $X^A SO_2$ -группы в соединении формулы (2a), в  $FSO_2$ -группу, приводящее к образованию соединения, представленного

формулой (2aF), взаимодействие соединения, представленного формулой (2aF), с фтором в жидкой фазе в целях перфторирования, приводящего к получению соединения, представленного следующей формулой (3a), и дальнейшее разложение этого соединения, где Q означает  $C_{2-10}$  алкиленовую группу,  $Q^F$  означает группу, содержащую перфторированный Q, и представляет собой  $C_{2-10}$  перфторалкиленовую группу, X<sup>A</sup> означает атом хлора или атом брома,  $R^{BF1}$  означает  $C_{1-20}$ -перфторалкильную группу или  $C_{1-20}$ -перфторалкильную группу, содержащую

простой эфирный атом кислорода.  
Технический результат - новый  
промышленный способ получения конечного  
продукта с низким количеством отходов. 2 н.  
и 4 з.п. ф-лы.



RU 2379285 C2

RU 2379285 C2



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,  
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.  
*C07C 303/22* (2006.01)  
*C07C 209/84* (2006.01)  
*C07C 303/02* (2006.01)  
*C07C 303/16* (2006.01)  
*C07C 309/84* (2006.01)

**(12) ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: **2006103265/04, 02.07.2004**

(24) Effective date for property rights:  
**02.07.2004**

(30) Priority:  
**04.07.2003 JP 2003-271071**

(43) Application published: **10.08.2006**

(45) Date of publication: **20.01.2010 Bull. 2**

(85) Commencement of national phase: **06.02.2006**

(86) PCT application:  
**JP 2004/009769 (02.07.2004)**

(87) PCT publication:  
**WO 2005/003082 (13.01.2005)**

Mail address:  
**129090, Moskva, ul. B.Spaskaja, 25, str.3, OOO  
"Juridicheskaja firma Gorodisskij i Partnery",  
pat.pov. E.E.Nazinoj**

(72) Inventor(s):  
**MURATA Koiti (JP),  
OKAZOE Takasi (JP),  
MUROTANI Eisuke (JP)**

(73) Proprietor(s):  
**ASAKHI GLASS KOMPANI,LIMITED (JP)**

**(54) METHOD OF PRODUCING FLUORINATED SULFONYL FLUORIDE**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: present invention relates to a method of producing fluorinated sulfonyl fluoride which is useful, for example as material for an ion-exchange resin, which involves oxidation of a compound of formula  $\text{NCS-Q-CH}_2\text{OCO-R}^{\text{BF1}}$  (1a) using an oxidising agent which essentially contains a chlorine atom or bromine atom, resulting in obtaining a compound of formula  $\text{X}^{\text{A}}\text{SO}_2\text{-Q-CH}_2\text{OCO-R}^{\text{BF1}}$  (2a), conversion of the  $\text{X}^{\text{A}}\text{SO}_2\text{-}$  group to a compound of formula (2a), to a  $\text{FSO}_2\text{-}$  group, resulting in formation of a compound of formula  $\text{FSO}_2\text{-Q-CH}_2\text{OCO-R}^{\text{BF1}}$  (2aF), reacting

the formula (2aF) compound with fluorine in liquid phase for perfluorination, resulting in obtaining a compound of formula  $\text{FSO}_2\text{-Q}^{\text{F}}\text{-CF}_2\text{OCO-R}^{\text{BF1}}$  (3a), and further disintegration of this compound, where Q is a  $\text{C}_{2-10}$  alkyl group,  $\text{Q}^{\text{F}}$  is a group which contains perfluorinated Q, and is a  $\text{C}_{2-10}$  perfluoroalkylene group,  $\text{X}^{\text{A}}$  is a chlorine atom or bromine atom,  $\text{R}^{\text{BF1}}$  is a  $\text{C}_{1-20}$ -perfluoroalkyl group or a  $\text{C}_{1-20}$ -perfluoroalkyl group which contains an ether oxygen atom.  $\text{FSO}_2\text{-Q}^{\text{F}}\text{-COF}$  (4a).

EFFECT: novel industrial method of producing an end product with low amount of wastes.

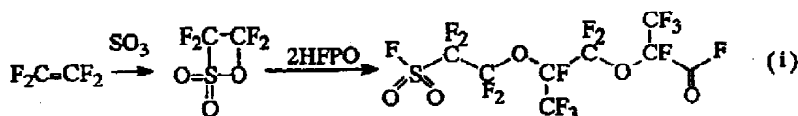
6 cl, 2 ex

## ОБЛАСТЬ ТЕХНИКИ, К КОТОРОЙ ОТНОСИТСЯ ИЗОБРЕТЕНИЕ

Настоящее изобретение касается способа получения фторированных сульфонилфторидов, полезных в качестве, например, материалов для ионообменных смол, и новых химических соединений, полезных в качестве используемых в способе промежуточных соединений.

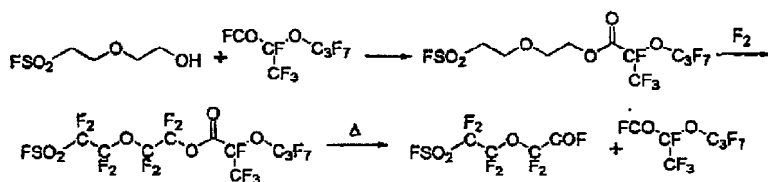
### ИЗВЕСТНЫЙ УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

Фторированные соединения сульфонилфторида, содержащие фторформильную группу, представляют собой соединения, полезные в качестве материалов для ионообменных смол. В качестве способа получения таких соединений может быть упомянут способ взаимодействия перфторалкиленоксида с циклическим соединением, полученным взаимодействием тетрафторэтилена с триоксидом серы ( $SO_3$ ), представленный следующей схемой (следующая схема и фторорганические соединения, Chemistry and Applications, T. Niyama et al., Springer-Verlag, Berlin, 2000, pages 228 to 230):



Однако общепринятый способ является невыгодным способом для практического промышленного применения, поскольку требует осторожности в обращении с  $SO_3$ . Кроме того, способ экономически невыгоден ввиду высокой сложности синтеза. Вдобавок, реакционный продукт ограничивается соединением с боковой цепью (такой как группа  $-CF_3$ ), в связи с чем возникает проблема с точки зрения эксплуатационных и мембранных характеристик ионообменной мембраны.

В качестве способа, решающего вышеуказанные проблемы, предложен способ (WO 02/44138), по которому углеводородное производное сульфоновой кислоты, содержащее гидроксильную группу, превращают в сложный эфир фторированной карбоновой кислоты, который непосредственно фторируют и затем подвергают пиролизу с получением фторированного сульфонилфторида, содержащего фторформильную группу:



Однако в этом способе также, поскольку исходный материал ограничен соединением, являющимся производным сульфоновой кислоты, таким как изэтионовая кислота, скелет получаемого соединения ограничен.

Далее, известно, что используемый в вышеуказанном способе  $FSO_2(CH_2)_2O(CH_2)_2OH$  получают путем взаимодействия  $NaOCH_2CH_2OH$  с  $FSO_2(CH_2)_2Cl$ . Кроме того, в качестве другого способа может быть также упомянут способ фторирования  $ClSO_2(CH_2)_2O(CH_2)_2OH$ .

Однако проблема первого способа состоит в низком выходе продукта, поскольку  $NaOCH_2CH_2OH$  взаимодействует также с  $FSO_2$ - группой. Кроме того, проблема последнего способа состоит в том, что условия стадии окисления в способе получения  $ClSO_2(CH_2)_2O(CH_2)_2OH$  неприемлемы для промышленного применения.

**РАСКРЫТИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ**

Настоящее изобретение позволяет решить вышеуказанные проблемы, связанные с предшествующим уровнем техники, и касается эффективного и недорогого способа получения фторированных сульфонилфторидов, имеющих различные молекулярные структуры, решающего трудности, касающиеся производства.

Настоящими заявителями обнаружено, что целевой фторированный сульфонилфторид может быть получен способом, включающим взаимодействие сульфонилгалогенидного соединения, обладающего специфической структурой, со фтором в жидкой фазе и разложением продукта взаимодействия, что позволило осуществить рассматриваемое изобретение.

А именно настоящее изобретение касается следующих пунктов (1)-(9).

(1) Способ получения фторированного сульфонилфторида, представленного следующей формулой (4), включающий окисление соединения, представленного следующей формулой (1), посредством окисляющего агента, по существу содержащего атом галогена, приводящее к получению соединения, представленного следующей формулой (2), и в случае, когда X в соединении, представленном формулой (2), означает атом фтора, взаимодействие соединения с фтором в жидкой фазе как оно есть, с получением соединения, представленного следующей формулой (3), а в случае, когда X в соединении, представленном формулой (2), означает атом галогена, отличный от атома фтора, превращение X в атом фтора и последующее взаимодействие полученного соединения с фтором в жидкой фазе с образованием соединения, представленного следующей формулой (3), и дальнейшее разложение соединения, представленного формулой (3):



где  $R^A$  означает двухвалентную органическую группу;

$R^B$  означает одновалентную органическую группу;

E означает  $-CH_2OCO-$  и атом углерода, образующий кетогруппу в E, связан с  $R^A$  или  $R^B$ ;

Y означает атом водорода, одновалентную органическую группу или  $-SO_3M$  группу (где M означает атом щелочного металла);

X означает атом галогена;

$R^{AF}$  означает ту же группу, что и  $R^A$ , или двухвалентную органическую группу, содержащую фторированный  $R^A$ ;

$R^{BF}$  означает ту же группу, что и  $R^B$ , или одновалентную органическую группу, содержащую фторированный  $R^B$ ; и

$E^F$  означает  $-CF_2OCO-$  и атом углерода, образующий кетогруппу в  $E^F$ , связан с  $R^{AF}$  или  $R^{BF}$ .

(2) Способ по п.(1), где взаимодействие с фтором в жидкой фазе представляет собой реакцию перфторирования.

(3) Способ по п.(1) или (2), где X означает атом хлора.

(4) Способ получения фторированного винилового соединения, представленного

следующей формулой (6), включающий присоединение гексафторпропиленоксида к соединению, представленному следующей формулой (4), полученному по способу, указанному в одном из пп.(1)-(3), что приводит к образованию соединения, представленного следующей формулой (5), и осуществление реакции разложения на соединении, представленном формулой (5):



где  $\text{R}^{\text{AF}}$  принимает вышеуказанные значения.

(5) Способ получения соединения, представленного следующей формулой (4а), включающий окисление соединения, представленного следующей формулой (1а), посредством окисляющего агента, по существу содержащего атом хлора или атом брома, приводящее к получению соединения, представленного следующей формулой (2а), превращение  $\text{X}^{\text{A}}\text{SO}_2$ - группы в соединении, представленном формулой (2а), в  $\text{FSO}_2$ - группу, приводящее к образованию соединения, представленного следующей формулой (2аF), взаимодействие соединения, представленного следующей формулой (2аF), с фтором в жидкой фазе в целях перфторирования, приводящего к получению соединения, представленного следующей формулой (3а), и дальнейшее разложение соединения, представленного следующей формулой (3а):



где Q означает алкиленовую группу,  $\text{Q}^{\text{F}}$  означает группу, содержащую перфторированный Q, и представляет собой перфторалкиленовую группу,  $\text{X}^{\text{A}}$  означает атом хлора или атом брома,  $\text{R}^{\text{BF1}}$  означает  $\text{C}_{1-20}$ -перфторалкильную группу или  $\text{C}_{1-20}$ -перфторалкильную группу, содержащую простой эфирный атом кислорода.

(6) Способ по п.(5), где окисление соединения, представленного формулой (1а), осуществляют путем взаимодействия указанного соединения с хлором в растворителе, преимущественно включающем воду, что приводит к образованию соединения, представленного формулой (2а), где  $\text{X}^{\text{A}}$  означает атом хлора, и соединение, представленное формулой (2а), подвергают взаимодействию с фторидом калия в жидкой фазе в целях превращения указанного соединения в соединение, представленное формулой (2аF).

(7) Способ по п.(5) или (6), где Q означает  $\text{C}_{2-10}$ -алкиленовую группу и  $\text{Q}^{\text{F}}$  означает  $\text{C}_{2-10}$ -перфторалкиленовую группу.

(8) Способ по одному из пп.(5)-(7), где Q означает  $\text{C}_{2-10}$ -линейную алкиленовую группу и  $\text{Q}^{\text{F}}$  означает  $\text{C}_{2-10}$ -линейную перфторалкиленовую группу.

(9) Способ получения соединения, представленного следующей формулой (ба),

включающий присоединение гексафторпропиленоксида к соединению, представленному следующей формулой (4a), полученному по способу, указанному в одном из пп.(5)-(8), что приводит к образованию соединения, представленного следующей формулой (5a), и осуществление реакции разложения на соединении, представленном формулой (5a):



где  $\text{Q}^{\text{F}}$  принимает вышеуказанные значения.

### **НАИЛУЧШИЙ СПОСОБ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗОБРЕТЕНИЯ**

В данном описании соединение, представленное приведенной выше формулой (1), называется просто "соединение 1". Соединения, отвечающие другим формулам, называются подобным образом.

В данном описании "органическая группа" означает группу, содержащую, по меньшей мере, один атом углерода. "Насыщенная" группа означает группу, где связи углерод-углерод представляют собой исключительно простые связи.

"Галоген-замещенная группа" означает группу, содержащую, по меньшей мере, один атом водорода, связанный с атомом углерода, замещенный атомом галогена. "Пергалоген-замещенная группа" означает группу, в которой по существу все атомы водорода, связанные с атомами углерода, замещены атомами галогенов. "Частично галоген-замещенная группа" означает группу, содержащую некоторое количество атомов водорода, связанных с атомами углерода, замещенных атомами галогенов. В случае, когда в группе, замещенной атомами галогенов, атомы галогенов представляют собой атомы фтора, указанные группы могут называться

"фтор-замещенные", "перфтор-замещенные", "частично фтор-замещенные" и т.д.

"Перфтор-замещенная" группа представляет собой группу, в которой все атомы водорода, связанные с атомами углерода, замещены атомами фтора. Однако, даже если незамещенные атомы водорода остаются, до тех пор, пока природа группы по существу соответствует "перфтор-замещенной" группе, такая группа входит в понятие "перфтор-замещенной" группы по настоящему изобретению.

По настоящему изобретению "содержащая гетероатом" группа означает группу, содержащую гетероатом(ы), такие как атом(ы) кислорода, атом(ы) азота или атом(ы) серы, или группу (группы) с гетероатомами, такие как -C-C(O)-C- или -C-SO<sub>2</sub>-C-.

Содержащая гетероатом группа преимущественно является группой, содержащей атом(ы) кислорода (-O-) простого эфира.

По настоящему изобретению, "фторирование" означает введение в соединение атомов фтора. Фторирование обычно представляет собой реакцию замещения атомов водорода, связанных с атомами углерода, атомами фтора. В случае, когда в органической группе содержится ненасыщенная связь, присоединение атомов фтора по ненасыщенной связи также входит в понятие фторирование.

Способ получения по настоящему изобретению представляет собой способ получения, включающий ряд стадий. В дальнейшем описании, в случае, когда реакционный продукт, полученный на определенной реакционной стадии, используют для последующей стадии, указанный продукт может быть использован для последующего взаимодействия либо так, как он есть, либо, предпочтительно, в очищенном виде, для того, чтобы взаимодействие на последующей стадии протекало

легко. В качестве способа очистки такого сырого продукта может быть упомянут, например, способ перегонки сырого реакционного продукта как такового, способ обработки сырого продукта разбавленной щелочной водой или тому подобным с последующим разделением жидкостей, способ экстракции сырого продукта с помощью подходящего органического растворителя с последующей перегонкой или хроматографией на колонке с силикагелем.

Способ получения по настоящему изобретению представляет собой способ, включающий окисление соединения 1 посредством окисляющего агента, по существу содержащего атом галогена, приводящее к соединению 2, и в случае, когда X в соединении 2 означает атом фтора, взаимодействие соединения с фтором в жидкой фазе как оно есть, с получением соединения 3, а в случае, когда X в соединении 2 означает атом галогена, отличный от атома фтора, превращение X в атом фтора и последующее взаимодействие полученного соединения с фтором в жидкой фазе с образованием соединения 3, и дальнейшее разложение соединения 3 с получением следующего соединения 4:



В соединении 1,  $R^A$  означает двухвалентную органическую группу, и  $R^B$  означает одновалентную органическую группу. E означает  $-CH_2OCO-$  и атом углерода, образующий кетогруппу в E, связан с  $R^A$  или  $R^B$ . Y означает атом водорода, одновалентную органическую группу или  $-SO_3M$  группу (где M означает атом щелочного металла).

$R^A$  может означать двухвалентную углеводородную группу, галогенсодержащую двухвалентную углеводородную группу, содержащую гетероатом двухвалентную углеводородную группу или галоген(содержащую гетероатом двухвалентную углеводородную) группу, и, предпочтительно, означает двухвалентную насыщенную углеводородную группу или содержащую гетероатом двухвалентную насыщенную углеводородную группу, в особенности предпочтительно, двухвалентную насыщенную углеводородную группу. Содержащая гетероатом группа в особенности предпочтительно означает группу, содержащую простой эфирный атом кислорода. В случае, когда  $R^A$  означает группу, содержащую атом галогена, указанная группа предпочтительно означает частично замещенную галогеном группу, в особенности предпочтительно, частично замещенную фтором группу.  $R^A$  предпочтительно содержит от 1 до 10 атомов углерода. Кроме того,  $R^A$  может иметь линейную структуру, разветвленную структуру, циклическую структуру и структуру, частично включающую циклическую структуру, и, в особенности предпочтительно, линейную структуру.  $R^A$  преимущественно означает алкиленовую группу, более предпочтительно линейную алкиленовую группу (т.е. метиленовую группу или полиметиленовую группу).  $R^A$  преимущественно означает указанную ниже группу (Q).

$R^B$  предпочтительно означает одновалентную органическую группу, содержащую атом(ы) фтора. Такая одновалентная органическая группа может быть одновалентной углеводородной группой или содержащей гетероатом одновалентной углеводородной группой, и, предпочтительно, означает одновалентную насыщенную

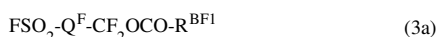
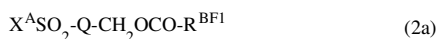


углеводородную группу или содержащую гетероатом одновалентную насыщенную углеводородную группу. Содержащая гетероатом группа в особенности предпочтительно означает группу, содержащую простой эфирный атом кислорода.

Структура  $R^B$  может представлять собой линейную структуру, разветвленную структуру, циклическую структуру и структуру, частично включающую циклическую структуру, и, в особенности предпочтительно, означает линейную структуру или разветвленную структуру.  $R^B$  предпочтительно содержит от 1 до 20 атомов углерода, в особенности предпочтительно, от 2 до 20 атомов углерода.  $R^B$  преимущественно означает фторалкильную группу или фтор(содержащую простой эфирный атом кислорода) алкильную группу, и, предпочтительно, означает перфторалкильную группу или перфтор(содержащую простой эфирный атом кислорода) алкильную группу.  $R^B$  может означать группы, указанные в специфических примерах соединения 1, и предпочтительно означает указанную ниже  $R^{BF1}$ .

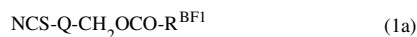
$Y$  означает атом водорода, одновалентную органическую группу или  $-SO_3M$  группу (где  $M$  означает атом щелочного металла). В случае, когда  $Y$  означает одновалентную органическую группу, указанная группа предпочтительно представляет собой алкокситиокарбонильную группу (группу, обозначенную  $R^aOC(=S)-$ , где  $R^a$  означает алкильную группу), диалкиламинотиокарбонильную группу (группу, обозначенную  $(R^b)_2NC(=S)-$ , где  $R^b$  означает алкильную группу), цианогруппу, бензильную группу или диаминометильную группу (группу, обозначенную  $-C^+(NH_2)_2Z^-$ , где  $Z$  соответствует  $Z$  в формуле (5), как указано ниже, и означает атом галогена, алкилсульфонильную группу или арилсульфонильную группу).  $Y$ , в частности, предпочтительно означает цианогруппу или алкокситиокарбонильную группу, в особенности предпочтительно, цианогруппу.

Согласно способу получения по настоящему изобретению, выполняемому с использованием специфического соединения 1, соединение 4 может быть получено более удобным способом, чем общепринятый способ. Настоящее изобретение касается способа, включающего окисление следующего соединения 1a посредством окисляющего агента, по существу содержащего атом хлора или атом брома, что приводит к образованию следующего соединения 2a, превращение  $X^A SO_2-$  группы в соединении 2a в  $FSO_2-$  группу с получением следующего соединения 2aF, взаимодействие соединения 2aF с фтором в жидкой фазе, приводящее к следующему соединению 3a, и дальнейшее разложение соединения 3a, что приводит к следующему соединению 4a:



где  $Q$ ,  $X^A$  и  $Q^F$  принимают вышеуказанные значения.  $R^{BF1}$  означает  $C_{1-20}$ -перфторалкиленовую группу или  $C_{1-20}$ -перфторалкиленовую группу, содержащую простой эфирный атом кислорода, и, предпочтительно, указанную группу, содержащую от 2 до 20 атомов углерода.

Соединение 1 предпочтительно означает следующее соединение 1a:

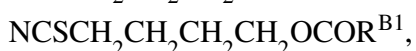


5 Q означает алкиленовую группу, предпочтительно, C<sub>2-20</sub>-алкиленовую группу, в особенности предпочтительно, C<sub>2-10</sub>-линейную алкиленовую группу.

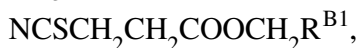
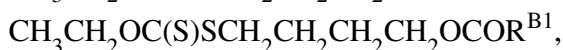
В качестве примеров R<sup>BF1</sup> могут быть упомянуты перфторированные группы из числа специфических примеров R<sup>B1</sup>.

10 В качестве специфических примеров соединения 1 могут быть упомянуты следующие соединения. В следующих формулах, R<sup>B1</sup> означает -(CF<sub>2</sub>)<sub>a</sub>F (где a означает целое число от 1 до 20, предпочтительно, от 2 до 5), -(CF<sub>2</sub>)<sub>b</sub>H (где b означает целое число от 1 до 20, предпочтительно, от 2 до 5), -CF(CF<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, -CF(CF<sub>3</sub>)O(CF<sub>2</sub>)<sub>3</sub>F или

15 -CF(CF<sub>3</sub>)OCF<sub>2</sub>CF(CF<sub>3</sub>)O(CF<sub>2</sub>)<sub>3</sub>F:



20 CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OC(S)SCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OCOR<sup>B1</sup>,



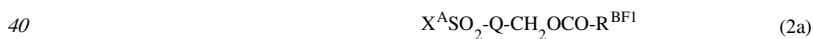
25 CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OC(S)SCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>COOCH<sub>2</sub>R<sup>B1</sup>.

Ниже описан способ получения соединения 1.

По настоящему изобретению соединение 1 окисляют посредством окисляющего агента, по существу содержащего атом галогена, получая соединение 2. В соединении 2, R<sup>A</sup>, R<sup>B</sup> и E принимают значения, указанные для формулы (1). X означает атом галогена. X преимущественно означает атом хлора. То есть, согласно

30 настоящему изобретению, предпочтительно, чтобы было получено соединение 2, где X означает атом хлора, атом хлора в соединении 2 замещают атомом фтора по описанному ниже способу, и затем полученное соединение фторируют в жидкой фазе.

35 Соединение 2, непосредственно получаемое при взаимодействии с окисляющим агентом, предпочтительно представляет собой следующее соединение 2a (где Q и R<sup>BF1</sup> принимают вышеуказанные значения, и предпочтительные варианты осуществления указанных значений те же, и X<sup>A</sup> означает атом хлора или атом брома):



Соединение 2, получаемое по реакции окисления соединения 1, представляет собой соединение, где Y-S- группу в соединении 1 превращают в X-SO<sub>2</sub>- группу. Способ

45 проведения реакции окисления может, необязательно, быть изменен в зависимости от типа X в соединении 2.

Например, в качестве способа получения соединения 2, где X означает атом галогена, отличный от атома фтора (здесь далее такой атом галогена носит название другой атом галогена и обозначается X<sup>1</sup>), по реакции окисления соединения 1, может

50 быть упомянут способ взаимодействия соединения 1 с другим галогеном ((X<sup>1</sup>)<sub>2</sub>) в растворителе, преимущественно включающем воду. Такой способ является в особенности предпочтительным способом, когда Y в соединении 1 означает R<sup>a</sup>OC(=S)-

группу (где R<sup>a</sup> имеет вышеуказанные значения), цианогруппу или бензильную группу.

Например, способом получения соединения 2, где X означает атом галогена, предпочтительно является способ осуществления взаимодействия соединения 1 с хлором (Cl<sub>2</sub>) в растворителе, преимущественно включающем воду. Далее, в случае  
5 получения соединения 2, где X означает атом брома, предпочтительным является способ взаимодействия соединения 1 с бромом (Br<sub>2</sub>) в растворителе, преимущественно включающем воду. Такие способы могут быть осуществлены согласно известным  
10 методикам (New Experimental Chemistry, The Chemical Society of Japan, Maruzen Company, Limited, Tokyo, 1978, Vol. 14 (Syntheses and Reactions of Organic Compounds (III)), стр. 1785-1786 и т.д.).

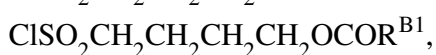
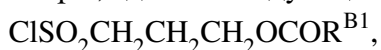
В случае осуществления взаимодействия с хлором может быть упомянут способ применения газообразного хлора или способ применения газообразного хлора,  
15 разбавленного инертным газом. Инертным газом преимущественно является газообразный азот или газообразный гелий, в особенности предпочтителен газообразный азот. В случае применения инертного газа количество газообразного хлора, в расчете на общее количество инертного газа и газообразного хлора, предпочтительно составляет, по меньшей мере, 10 об.%, из соображения  
20 эффективности, и в особенности предпочтительно, по меньшей мере, 20 об.%.

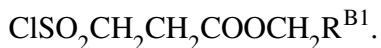
Растворителем, преимущественно включающим воду, предпочтительно является вода, смешанный растворитель из воды с уксусной кислотой или смешанный  
25 растворитель из воды с ацетонитрилом. Количество такого растворителя по отношению к соединению 1 преимущественно составляет, по меньшей мере, двукратное количество по массе, в особенности предпочтительно, от 5 до 50-кратного количества по массе. Количество воды по отношению к соединению 1 преимущественно составляет от 4 до 2000-кратного на моль, в особенности  
30 предпочтительно, от 20 до 1000-кратного на моль.

Реакционная температура при взаимодействии соединения 1 с другим галогеном ((X<sup>1</sup>)<sub>2</sub>) предпочтительно составляет, по меньшей мере, -20°C, и преимущественно, от  
35 0°C до +60°C, из соображений выхода реакции, селективности и эффективности при промышленной эксплуатации. Реакционное давление для реакции хлорирования составляет предпочтительно от нормального давления до 2 МПа, из соображений  
40 выхода реакции, селективности и эффективности при промышленной эксплуатации. Взаимодействие с другим галогеном ((X<sup>1</sup>)<sub>2</sub>), считается, протекает таким образом, что другой галоген ((X<sup>1</sup>)<sub>2</sub>) взаимодействует с водой, образуя HX<sup>1</sup>O, и полученный HX<sup>1</sup>O  
45 окисляет атом серы и одновременно Y-S связь подвергается окислительному расщеплению.

С другой стороны, в случае получения соединения 1, где X означает атом фтора, по реакции окисления соединения 1, предпочтительным является способ взаимодействия  
50 соединения 1, фтористоводородной кислоты и диоксида азота.

Из числа специфических примеров соединения 2, в качестве примеров, где X означает атом хлора, могут быть упомянуты следующие соединения. В следующих формулах, R<sup>B1</sup> принимает вышеуказанные значения. В качестве специфических  
55 примеров соединения 2, где X означает атом брома или фтора, могут быть упомянуты примеры, где Cl в следующих соединениях заменен на Br или F:





По настоящему изобретению, соединением 2, подвергаемым взаимодействию с фтором на последующей стадии, является следующее соединение 2F, где X означает атом фтора. В случае соединения 2, где X означает другой атом галогена, X превращают в атом фтора, превращая соединение 2 в соединение 2F, и полученное соединение 2F фторируют, таким образом может быть обеспечено преимущество, состоящее в заметном увеличении выхода при реакции фторирования:



Соединением 2F предпочтительно является следующее соединение 2aF, где X<sup>A</sup> в соединении 2a замещен на атом фтора (где Q и R<sup>BF1</sup> принимают вышеуказанные значения, и предпочтительные варианты осуществления указанных значений те же):



В случае, когда X в соединении 2 означает другой атом галогена, может быть использован известный способ, такой как замещение другого атома галогена атомом фтора. Например, в случае, когда X в соединении 2 означает атом хлора, в качестве реакции замещения для замещения атома хлора атомом фтора может быть упомянут способ взаимодействия соединения 2 с фторидом калия (Scott, R.B.; Gordon M.J., J. Org. Chem. 1956, 21, 385.) или с фторидом калия-водорода (Gramstad, T.; Hazeldine, R. J. Chem. Soc. 1955, 173.) в жидкой фазе.

Такую реакцию замещения предпочтительно осуществляют в присутствии растворителя. Растворителем предпочтительно является смешанный растворитель из воды с диоксаном или смешанный растворитель из воды с ацетонитрилом. Количество растворителя по отношению к соединению 2F преимущественно составляет, по меньшей мере, двукратное количество по массе, в особенности предпочтительно, от 5 до 50-кратного количества по массе.

Реакционная температура при реакции замещения, как правило, предпочтительно составляет от -20°C до температуры кипения растворителя, и, из соображений выхода реакции, селективности и эффективности при промышленной эксплуатации, преимущественно от 0°C до +60°C. Реакционное давление при реакции замещения не имеет особых ограничений и в особенности предпочтительно составляет от нормального давления до 2 МПа, из соображений выхода реакции, селективности и эффективности при промышленной эксплуатации.

В качестве специфических примеров соединения 2F, где X означает атом фтора, могут быть упомянуты соединения, где Cl, связанный с SO<sub>2</sub> в вышеуказанных специфических примерах соединения 2, замещен на F.

По настоящему изобретению, соединение 2F подвергают взаимодействию с фтором в жидкой фазе в целях фторирования, приводящего к получению соединения 3.

Реакцию фторирования на стадии фторирования осуществляют посредством реакции фторирования в жидкой фазе, выполняемой в жидкой фазе из соображения выхода реакции и эксплуатационной эффективности взаимодействия (Okazoe T. et al., Adv. Synth. Catal., 2001, 343, 219.). Теоретически, такая реакция фторирования может быть осуществлена методом ЭХФ, методом кобальтового фторирования или методом осуществления взаимодействия с фтором в газовой фазе. Однако, с точки зрения выхода реакции, эффективности технологического процесса и т.д., фторирование в

жидкой фазе является необыкновенно выгодным способом. Реакцию фторирования в жидкой фазе предпочтительно осуществляют способом, по которому соединение 2F подвергают взаимодействию с фтором ( $F_2$ ) в присутствии растворителя, что приводит к образованию соединения 3.

Согласно настоящему изобретению, содержание фтора в соединении 2F должно предпочтительно составлять, по меньшей мере, 30 мас.%. Когда содержание фтора составляет, по меньшей мере, 30 мас.%, подходящая растворимость в жидкой фазе достигается во время реакции фторирования. Содержание фтора для соединения 2F удобно регулировать в зависимости от типа жидкой фазы для реакции фторирования. Однако, более предпочтительно, содержание фтора составляет от 30 до 86 мас.%, в особенности предпочтительно, от 30 до 76 мас.%. Применение соединения 2F с содержанием фтора не больше 86 мас.% выгодно с точки зрения экономической эффективности и неограниченной пригодности соединений.

Далее, молекулярная масса соединения 2F составляет, предпочтительно, от 200 до 1300. Когда молекулярная масса соединения 2F равна, по меньшей мере, 200, подавляется снижение в температуре кипения соединения 2F, и соединение 2F оказывается защищено от быстрого улетучивания, снижающего выход фторированного продукта или ведущего к реакции разложения в процессе фторирования. С другой стороны, когда молекулярная масса не превышает 1300, подавляется снижение растворимости в жидкой фазе.

В качестве фтора может быть использован газообразный фтор как он есть, или газообразный фтор, разбавленный инертным газом. В качестве такого инертного газа предпочтителен газообразный азот или газообразный гелий, и, из экономических соображений, в особенности предпочтителен газообразный азот. Количество фтора в газообразном азоте не имеет особых ограничений и предпочтительно составляет, по меньшей мере, 10 об.%, из соображения эффективности, и в особенности предпочтительно, по меньшей мере, 20 об.%.

Растворителем для фторирования является предпочтительно растворитель, содержащий С-Н связь и в основном содержащий С-Ф связь (связи). Более предпочтительным является перфторалкан или органический растворитель, полученный перфторированием известного органического растворителя, имеющего в своей структуре, по меньшей мере, один атом, выбираемый из группы, включающей атом хлора, атом азота и атом кислорода. Далее, в качестве такого растворителя предпочтительно использовать растворитель, в котором растворимость соединения 2F высокая, и более предпочтительно использовать растворитель, способный растворять, по меньшей мере, 1 мас.% соединения 2F, в особенности предпочтительно использовать растворитель, способный растворять, по меньшей мере, 5 мас.% соединения 2F.

Примеры растворителя включают растворители, указанные для стадии фторирования в WO 02/44138. Количество растворителя по отношению к соединению 2F преимущественно составляет, по меньшей мере, пятикратное количество по массе, в особенности предпочтительно, от 10 до 100-кратного количества по массе.

Реакционная система для реакции фторирования преимущественно может представлять собой систему периодической загрузки или систему непрерывного действия. В качестве соответствующих способов применимы способы, описанные в WO 02/44138. Газообразный фтор может быть разбавлен инертным газом, таким как газообразный азот, как в случае взаимодействия, осуществляемого в системе

периодической загрузки, так и в системе непрерывного действия.

Что касается количества фтора, используемого для реакции фторирования, независимо осуществляется взаимодействие в системе периодической загрузки или в системе непрерывного действия, указанное количество предпочтительно является

5 таким, что количество фтора всегда находится в избыточном эквиваленте по отношению к фторируемым атомам водорода, и в особенности предпочтительно, составляет, по меньшей мере, 1,5-кратное на моль, из соображения селективности. Кроме того, количество газообразного фтора желательно поддерживать избыточным

10 всегда, от момента инициирования до завершения взаимодействия.

Реакционная температура для реакции фторирования, как правило, предпочтительно составляет  $j_n$   $-60^{\circ}\text{C}$  до температуры кипения соединения  $2\text{F}$  и, из соображений выхода реакции, селективности и эффективности при промышленной эксплуатации, более предпочтительно, от  $-50^{\circ}\text{C}$  до  $+100^{\circ}\text{C}$ , в особенности

15 предпочтительно, от  $-20^{\circ}\text{C}$  до  $+50^{\circ}\text{C}$ . Реакционное давление для реакции фторирования не имеет особых ограничений и, из соображений выхода реакции, селективности и эффективности при промышленной эксплуатации, составляет предпочтительно от нормального давления до 2 МПа.

Далее, для обеспечения эффективного протекания реакции фторирования желательно добавлять содержащее С-Н связь соединение к реакционной системе на последней стадии взаимодействия или осуществлять облучение ультрафиолетовыми

20 лучами. Что касается способа добавления, добавляемых количеств и конкретных соединений, применимы специфические примеры, указанные для стадии фторирования в WO 02/44138.

25

$\text{R}^{\text{AF}}$  в соединении 3 означает группу, содержащую фторированную  $\text{R}^{\text{A}}$ , в случае, когда  $\text{R}^{\text{A}}$  означает не поддающуюся фторированию группу, или в случае, когда  $\text{R}^{\text{A}}$  означает группу, пригодную для фторирования, но не фторированную,  $\text{R}^{\text{AF}}$  и  $\text{R}^{\text{A}}$

30 представляют собой одни и те же группы. Например, в случае, когда  $\text{R}^{\text{A}}$  означает перфтор-замещенную группу, указанная группа не изменяется даже при взаимодействии с фтором в жидкой фазе и, следовательно,  $\text{R}^{\text{AF}}$  означает ту же группу, что и  $\text{R}^{\text{A}}$ .  $\text{R}^{\text{A}}$  предпочтительно означает группу, пригодную для фторирования, и  $\text{R}^{\text{AF}}$

35 более предпочтительно означает группу, содержащую фторированную  $\text{R}^{\text{A}}$ , в особенности предпочтительно, перфторированную группу.  $\text{R}^{\text{BF}}$  означает группу, содержащую фторированную  $\text{R}^{\text{B}}$ , и в случае, когда  $\text{R}^{\text{B}}$  означает не поддающуюся фторированию группу, или в случае, когда  $\text{R}^{\text{B}}$  означает группу, пригодную для

40 фторирования, но не фторированную,  $\text{R}^{\text{BF}}$  означает ту же группу, что и  $\text{R}^{\text{B}}$ .

Предпочтительно  $\text{R}^{\text{B}}$  означает ту же перфторированную одновалентную органическую группу, что и  $\text{R}^{\text{BF}}$ .

Реакция фторирования по настоящему изобретению предпочтительно является

45 реакцией перфторирования соединения  $2\text{F}$ , и соединение 3 предпочтительно представляет собой соединение, являющееся перфторированным соединением  $2\text{F}$ .

А именно, в соединении 3,  $\text{R}^{\text{AF}}$  предпочтительно означает перфторированную двухвалентную органическую группу, более предпочтительно, перфтор-замещенную

50 двухвалентную насыщенную углеводородную группу или перфтор(содержащую гетероатом двухвалентную насыщенную углеводородную) группу, в особенности предпочтительно, перфтор-замещенную двухвалентную насыщенную углеводородную группу.  $\text{R}^{\text{BF}}$  предпочтительно означает перфторированную группу, и,

преимущественно, перфтор-замещенную одновалентную насыщенную углеводородную группу или перфтор(содержащую гетероатом одновалентную насыщенную углеводородную) группу.

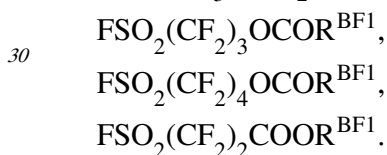
5  $E^F$  в соединении 3 означает  $-CF_2OCO-$ , и атом углерода, образующий кетогруппу, связан с  $R^{AF}$  или  $R^{BF}$ . Направление  $-CF_2OCO-$  соответствует направлению E в соединении 2, и в случае, когда кетогруппа в  $-CH_2OCO-$ , отвечающем E, связана с  $R^A$ , кетогруппа в  $-CF_2OCO-$ , отвечающем  $E^F$ , связана с  $R^{AF}$ . С другой стороны, в случае, 10 когда кетогруппа в E связана с  $R^B$ , кетогруппа в  $E^F$  связана с  $R^{BF}$ .

Соединение 3 предпочтительно означает следующее соединение 3a, полученное фторированием соединения 2a. В следующей формуле,  $R^{BF1}$  принимает вышеуказанные значения, и предпочтительные варианты осуществления указанных 15 значений те же:



20  $Q^F$  означает группу, содержащую перфторированную Q, и предпочтительно означает перфторалкиленовую группу.  $Q^F$  предпочтительно означает  $C_{2-10}$ -перфторалкиленовую группу, в особенности предпочтительно,  $C_{2-10}$ -линейную перфторалкиленовую группу.

В качестве специфических примеров соединения 3 могут быть упомянуты 25 следующие соединения. В следующих формулах  $R^{BF1}$  означает  $-(CF_2)_aF$  (где a означает целое число от 1 до 20 и, предпочтительно, от 2 до 5),  $-CF(CF_3)_2$ ,  $-CF(CF_3)OCF_2CF_2CF_3$  или  $-CF(CF_3)OCF_2CF(CF_3)OCF_2CF_2CF_3$ :



По настоящему изобретению, соединение 3 подвергают разложению, получая 35 соединение 4. Стадия разложения может быть выполнена посредством взаимодействия, известного как реакция разложения сложноэфирной связи, и данную стадию осуществляют предпочтительно используя пиролизическую реакцию или реакцию разложения, проводимую в присутствии нуклеофильного агента или электрофильного агента (Okazoe T. et al., Adv. Synth. Catal. 2001, 343, 219).

40 Пиролизическая реакция может быть выполнена путем нагревания соединения 3. Реакционную систему для пиролизической реакции предпочтительно выбирают в зависимости от температуры кипения и устойчивости соединения 3. Например, в случае, когда пиролизу подвергают легко испаряемое соединение 3, возможно 45 применение пиролизического способа в газовой фазе, по которому пиролиз непрерывно осуществляют в газовой фазе, и сбрасываемый газ, содержащий полученное соединение 4, конденсируют и регенерируют.

Реакционная температура при пиролизическом способе в газовой фазе 50 предпочтительно составляет от 50 до 350°C, более предпочтительно, от 50 до 300°C, в особенности предпочтительно, от 150 до 250°C. Кроме того, инертный газ, который непосредственно не вовлечен во взаимодействие, также может присутствовать в реакционной системе. В качестве такого инертного газа может быть упомянут, например, газообразный азот или газообразный диоксид углерода. Такой инертный

газ предпочтительно добавляют в количестве приблизительно от 0,01 до 50 об.%, в расчете на соединение 3. Если количество добавленного инертного газа слишком большое, выход продукта иногда может быть сниженным.

5 С другой стороны, в случае, когда соединение 3 является трудноиспаряемым соединением, предпочтительно использовать пиролитический способ, осуществляемый в жидкой фазе, где соединение нагревают в реакторе в жидком состоянии. Давление при реакции в жидкой фазе не имеет особых ограничений. Как правило, продукт, содержащий соединение 4, имеет более низкую температуру кипения, и поэтому  
10 указанный продукт предпочтительно получать по методу с применением реакционной перегонной установки, где продукт выпаривают и непрерывно отводят. Иначе может быть использован способ, по которому после завершения нагревания весь продукт сразу выводят из реактора. Реакционная температура при таком пиролитическом способе в жидкой фазе предпочтительно составляет от 50 до 300°C, более  
15 предпочтительно, от 100 до 250°C.

В случае, когда пиролиз осуществляют пиролитическим способом в жидкой фазе, указанное взаимодействие может быть выполнено в отсутствие растворителя или в присутствии растворителя. Растворитель не имеет особых ограничений до тех пор,  
20 пока является растворителем, который не взаимодействует с соединением 3, обладает взаимной растворимостью с соединением 3 и не взаимодействует с образующимся соединением 4. Кроме того, в качестве растворителя предпочтительно выбирать растворитель, который легко может быть отделен во время очистки соединения 4. Специфические примеры растворителя 6 включают инертные растворители, такие как  
25 перфтортриалкиламин и перфторнафталин, и из числа хлорфторуглеродов предпочтительным является хлортрифторэтиленовый олигомер (например, торговой марки: FLON LUBE), имеющий высокую температуру кипения. Количество растворителя предпочтительно составляет от 10 до 1000 мас.% в расчете на  
30 соединение 3.

Далее, в случае, когда соединение 3 подвергают взаимодействию с нуклеофильным агентом или электрофильным агентом для разложения в жидкой фазе, такое взаимодействие может быть проведено в отсутствие растворителя или в присутствии  
35 растворителя. В качестве растворителя могут быть упомянуты растворители, приведенные в качестве характерных примеров для пиролиза в жидкой фазе. Нуклеофильным агентом преимущественно является F<sup>-</sup>, в особенности предпочтительно, F<sup>-</sup>, образованный фторидом щелочного металла. Фторидом щелочного металла предпочтительно является NaF, NaHF<sub>2</sub>, KF или CsF. Из числа  
40 указанных фторидов NaF или KF являются в особенности предпочтительными с точки зрения экономической эффективности и реакционной способности.

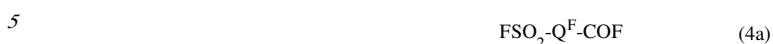
В случае использования нуклеофильного агента (такого как F<sup>-</sup>), нуклеофильный агент на начальной стадии взаимодействия может быть взят в каталитическом  
45 количестве или избыточном количестве. Количество нуклеофильного агента, такого как F<sup>-</sup>, предпочтительно составляет от 1 до 500 мол.%, более предпочтительно, от 1 до 100 мол.%, в особенности предпочтительно, от 5 до 50 мол.%, в расчете на соединение 3.

50 Реакционная температура преимущественно составляет от -30°C до температуры кипения растворителя или соединения 3, более желательно, от -20°C до 250°C. Такой способ предпочтительно осуществлять в реакторе, оборудованном ректификационной колонной.

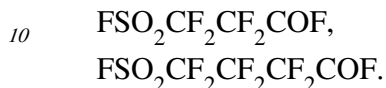
Соединение 4, получаемое на стадии разложения, предпочтительно представляет



собой следующее соединение 4а, образующееся при разложении соединения 3а (в следующей формуле  $Q^F$  принимает вышеуказанные значения и предпочтительные варианты осуществления указанных значений те же):



В качестве специфических примеров соединения 4 могут быть упомянуты следующие соединения:

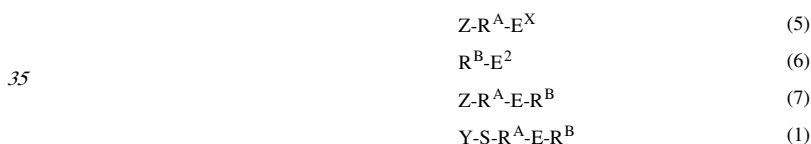


Соединение 4, получаемое способом по настоящему изобретению, содержащее на конце  $\text{FSO}_2$ - группу, представляет собой соединение, полезное в качестве исходного материала для получения мономера для ионообменной смолы. Для превращения в такой мономер применяют различные способы, основанные на реакционной способности  $-\text{COF}$  группы.

В качестве способа получения соединения 1, как исходного материала для способа получения по настоящему изобретению, не имеет особых ограничений, предпочтителен способ получения 1 или способ получения 2, поскольку получают соединения 1 различной структуры, в зависимости от назначения. В следующих формулах,  $R^A$ ,  $R^B$ , E и Y принимают вышеуказанные значения, один из  $E^1$  и  $E^2$  означает  $-\text{CH}_2\text{OH}$ , а другой означает  $-\text{COW}$  (где W означает атом галогена или гидроксильную группу), и Z означает атом галогена, алкилсульфонильную группу или арилсульфонильную группу.

### СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 1

Способ осуществления реакции этерификации соединения 5 и соединения 6, приводящей к образованию соединения 7, и последующего взаимодействия соединения 7 с содержащим серу нуклеофильным агентом, приводящего к образованию соединения 1.



В случае, когда Z означает атом галогена, Z предпочтительно означает атом хлора или атом брома. В случае, когда Z означает алкилсульфонильную группу, алкильная составляющая в группе предпочтительно означает  $C_{1-6}$ -алкильную группу. В случае, когда Z означает арилсульфонильную группу, арильная составляющая в группе предпочтительно означает  $C_{6-10}$ -арильную группу. Кроме того, алкильная составляющая или арильная составляющая в Z может, необязательно, быть замещенной. Z, в частности, предпочтительно означает атом хлора, атом брома, метансульфонильную группу, трифторметансульфонильную группу, бензолсульфонильную группу или толуолсульфонильную группу.

Один из  $E^1$  и  $E^2$  означает  $-\text{CH}_2\text{OH}$ , а другой означает  $-\text{COW}$  (где W означает атом галогена или гидроксильную группу). Предпочтительно, чтобы  $E^1$  означал  $-\text{CH}_2\text{OCO}$ - и  $E^2$  означал  $-\text{COW}$ . W предпочтительно означает атом фтора, атом хлора или гидроксильную группу.

Реакция этерификации соединения 5 и соединения 6 может быть проведена в условиях, принятых для реакций этерификации. При реакции этерификации E (-CH<sub>2</sub>OCO-) образуется в результате взаимодействия E<sup>1</sup> с E<sup>2</sup>.

5 Реакция этерификации может быть выполнена в присутствии растворителя, но, предпочтительно, в отсутствии растворителя, и преимущественно осуществляется в  
отсутствии растворителя, из соображения объемной производительности  
(например, "New Experimental Chemistry", The Chemical Society of Japan, fourth  
10 edition, Vol. 22 (Organic Syntheses (IV), Acids, Amino Acids and Peptides), Maruzen  
Company, Limited, Tokyo, 1992, pages 50 to 51). При использовании растворителя,  
растворителем предпочтительно является дихлорметан, хлороформ, пиридин или  
диэтиловый эфир. Количество используемого растворителя предпочтительно  
составляет от 50 до 500 мас.% в расчете на суммарное количество соединения 5 и  
15 соединения 6.

При реакции этерификации, в случае, когда W означает атом галогена, образуется  
кислота, обозначенная HW. В случае, когда субстратом или продуктом в реакции  
является соединение, неустойчивое по отношению к кислоте, предпочтительно  
использовать поглотитель (такой как триалкиламин). Далее, в случае отсутствия  
20 поглотителя предпочтительно, чтобы такая кислота увлекалась потоком азота и  
выводилась из реакционной системы.

Далее, в случае, когда W означает гидроксильную группу, образуется вода, и,  
соответственно, необходимо присутствие дегидратирующего агента в реакционной  
25 системе для ускорения протекания реакции (например, "New Experimental  
Chemistry", The Chemical Society of Japan, fourth edition, Vol. 22 (Organic Syntheses  
(IV), Acids, Amino Acids and Peptides), Maruzen Company, Limited, Tokyo, 1992, pages 45 to  
46). Дегидратирующим агентом предпочтительно является трифторуксусный ангидрид  
или тионилхлорид. Количество дегидратирующего агента по отношению к  
30 соединению 5 преимущественно составляет от 1 до 10-кратного на моль.

Реакционная температура для реакции этерификации предпочтительно составляет  
от -50°C до +100°C или до температуры кипения растворителя. Далее, реакционное  
время при взаимодействии может существенно изменяться в зависимости от нормы  
35 подачи соединений и количеств соединений, используемых для взаимодействия.  
Реакционное давление (избыточное давление, то же применено здесь далее)  
предпочтительно изменяется в пределах от нормального давления до 2 МПа.

Сырой продукт, полученный по реакции этерификации, предпочтительно очищают  
вышеуказанным способом.

40 Соединение 7, полученное по реакции этерификации, затем подвергают  
взаимодействию с содержащим серу нуклеофильным агентом, что приводит к  
образованию соединения 1. Соединение 1 означает соединение, где Z-составляющая в  
соединении 7 превращена в Y-S-составляющую. Y означает атом водорода,  
45 одновалентную органическую группу или -SO<sub>3</sub>M группу (где M означает атом  
щелочного металла), и структура Y-S-составляющей соответствует типу содержащего  
серу нуклеофильного агента, используемого для взаимодействия. В случае, когда Y  
означает одновалентную органическую группу, предпочтительно такой группой  
является R<sup>a</sup>OC(=S)- группа (где R<sup>a</sup> означает алкильную группу), (R<sup>b</sup>)<sub>2</sub>NC(=S)- группа  
50 (где R<sup>b</sup> означает алкильную группу), цианогруппа, бензильная группа или -C<sup>+</sup>(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>Z<sup>-</sup>  
группа (где Z соответствует Z в формуле (7) и означает атом галогена,  
алкилсульфонильную группу или арилсульфонильную группу).

Содержащим серу нуклеофильным агентом для получения соединения 1, где Y означает атом водорода, предпочтительно является сульфид металла (такой как соединение, представленное формулой  $M^1SH$ , где  $M^1$  означает атом щелочного металла).

Содержащий серу нуклеофильный агент для получения соединения 1, где Y означает одновалентную органическую группу, может быть удобно подобран в зависимости от типа одновалентной органической группы (Y).

Например, в качестве примера для получения соединения 7, где Y означает  $R^aOC(=S)$ -группу (где  $R^a$  означает алкильную группу), предпочтительным является О-алкилдитиокарбонат (такой как соединение, представленное формулой  $R^aOC(=S)SM^2$ , где  $R^a$  принимает вышеуказанные значения и  $M^2$  означает атом щелочного металла). Например, для получения соединения 1, где Y означает  $(R^b)_2NC(=S)$ -группу (где  $R^b$  означает алкильную группу), предпочтительным является N,N-диалкилдитиокарбамат (такой как соединение, обозначенное  $(R^b)_2NC(=S)SM^3$ , где  $R^b$  принимает вышеуказанные значения и  $M^2$  означает атом щелочного металла). В качестве примера для получения соединения 1, где Y означает цианогруппу, предпочтительным является тиоцианат (такой как соединение, обозначенное  $M^4SCN$ , где  $M^4$  означает атом щелочного металла). В качестве примера для получения соединения 1, где Y означает бензильную группу, предпочтительным является бензилмеркаптан ( $C_6H_5CH_2SH$ ). В качестве примера для получения соединения 1, где Y означает  $-C^+(NH_2)_2Z$ -группу (где Z соответствует Z в формуле (6) и Z принимает вышеуказанные значения), предпочтительно использовать тиомочевину (такую, как соединение, обозначенное  $H_2NC(=S)NH_2$ ).

В качестве содержащего серу нуклеофильного агента для получения соединения 1, где Y означает  $-SO_3M$  (где  $M^1$  означает атом щелочного металла), предпочтительным является тиосульфат (такой как соединение, представленное формулой  $MO-SO(=S)-OM$ , где M принимает вышеуказанные значения).

Из числа указанных, содержащим серу нуклеофильным агентом в особенности предпочтительно является О-алкилдитиокарбонат, тиоцианат или бензилмеркаптан, и Y, соответствующий содержащему серу нуклеофильному агенту, предпочтительно означает  $R^aOC(=S)$ -группу (где  $R^a$  принимает вышеуказанные значения), цианогруппу или бензильную группу. Взаимодействие с содержащим серу нуклеофильным агентом может быть осуществлено согласно известному способу (New Experimental Chemistry (The Chemical Society of Japan), Maruzen Company, Limited, Tokyo, 1978, Vol. 14, pages 1701 to 1706).

Взаимодействие с содержащим серу нуклеофильным агентом преимущественно проводят в присутствии растворителя. Растворителем предпочтительно является вода, этанол, ацетон или N,N-диметилформамид. Количество используемого растворителя предпочтительно составляет от 50 до 500 мас.% в расчете на общее количество соединения 7 и содержащего серу нуклеофильного агента.

Температура для взаимодействия соединения 7 с содержащим серу нуклеофильным агентом преимущественно составляет от  $0^\circ C$  до  $+100^\circ C$  или до температуры кипения растворителя. Кроме того, реакционное время может соответственно изменяться в зависимости от нормы подачи материалов и количеств используемых для взаимодействия соединений. Давление при взаимодействии предпочтительно

изменяется в интервале от нормального давления до 2 МПа.

## СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ 2

Способ осуществления взаимодействия соединения 8 и соединения 6 по реакции этерификации, приводящий к получению соединения 1.

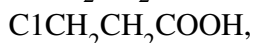
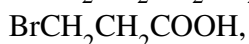
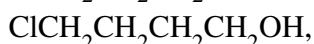
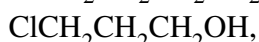


В соединении 8 и соединении 6, Y, E<sup>1</sup> и E<sup>2</sup> означают те же самые группы, что и группы для способа получения 1, и предпочтительные варианты осуществления указанных групп являются теми же. Далее, один из E<sup>1</sup> и E<sup>2</sup> означает -COW (где W принимает вышеуказанные значения), а другой означает -CH<sub>2</sub>OH, и в случае, когда E означает -CH<sub>2</sub>OSO-, взаимодействие соединения 8 с соединением 6 представляет собой реакцию этерификации. Такое взаимодействие может быть выполнено тем же способом, что и реакция этерификации соединения 5 и соединения 6 по способу получения 1.

Соединение 5 предпочтительно представляет собой следующее соединение 5a, образующееся по реакции разложения соединения 4a (в следующей формуле, Z и Q принимают вышеуказанные значения и предпочтительные варианты осуществления указанных значений те же):



В качестве специфических примеров соединения 5 могут быть упомянуты следующие соединения:



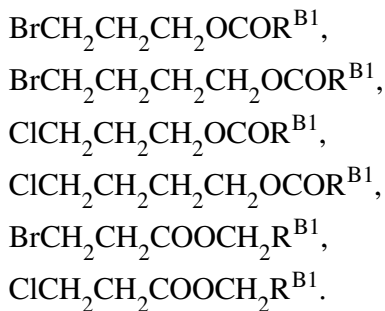
Далее, в качестве специфических примеров соединения 6 могут быть упомянуты следующие соединения. В следующих соединениях R<sup>B1</sup> принимает вышеуказанные значения:



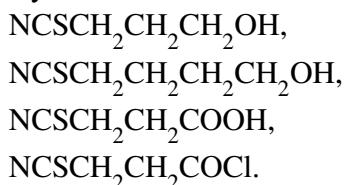
Соединение 7 предпочтительно представляет собой следующее соединение 7a (в следующей формуле, Z, Q и R<sup>BF1</sup> принимают вышеуказанные значения и предпочтительные варианты осуществления указанных значений те же):



В качестве специфических примеров соединения 7 могут быть упомянуты следующие соединения:



В качестве специфических примеров соединения 8 могут быть упомянуты следующие соединения:



Способ получения по настоящему изобретению может быть усовершенствован до более эффективного способа путем создания новых структур соединений по способу. Например, может быть упомянут следующий способ 1.

### СПОСОБ 1

Способ повторной переработки побочного продукта в продукт и способ применения в качестве соединения 6 в способе получения 1 следующего соединения 9a или следующего соединения 9b. В формулах,  $\text{R}^{\text{BF}}$  принимает вышеуказанные значения:



Соединение 9a может быть получено по реакции разложения соединения 3.

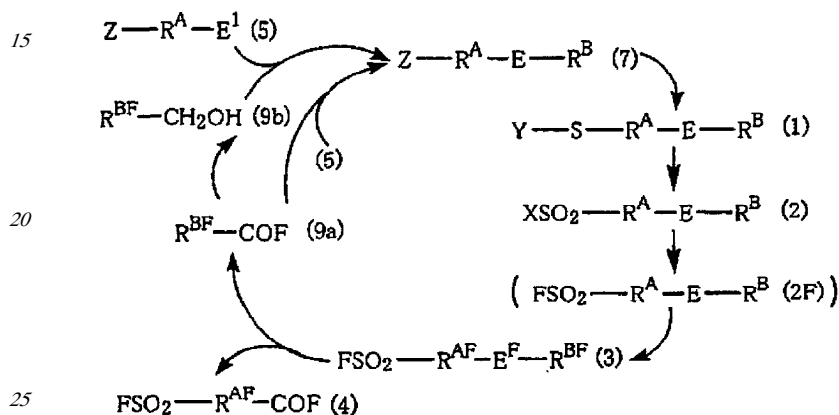
Соединение 9b может быть получено по реакции восстановления соединения 9a. Например, реакция восстановления соединения 9a может быть предпочтительно выполнена по способу превращения соединения 9a в соответствующий сложный эфир и осуществления последующего взаимодействия полученного сложного эфира с гидридом металла в жидкой фазе (например, Niederpruem H., Voss P. Ger. 1300539, 3 to 4) или приведением соединения 9a в контакт с газообразным водородом в присутствии подходящего катализатора (Novotny M., США 4273947, 7-10).

В реакции восстановления с использованием гидрида металла гидридом металла преимущественно служит натрийборгидрид или литийалюмогидрид. В качестве растворителя при взаимодействии предпочтительно использовать тетрагидрофуран или диоксан. В случае, когда используют натрийборгидрид в качестве гидрида металла, в качестве растворителя возможно применение метанола, этанола или 2-пропанола. Количество растворителя в расчете на соединение 9a преимущественно является, по меньшей мере, двукратным по массе, в особенности предпочтительно, 5-50-кратным по массе.

В случае применения гидрида металла реакционная температура предпочтительно составляет от  $-50^\circ\text{C}$  до температуры кипения растворителя и, предпочтительно, от  $0^\circ\text{C}$  до температуры кипения растворителя, из соображений выхода реакции, селективности и эффективности при промышленной эксплуатации. Реакционное давление не имеет особых ограничений и предпочтительно составляет от нормального давления до 2 МПа, из соображений выхода реакции, селективности и эффективности при промышленной эксплуатации.

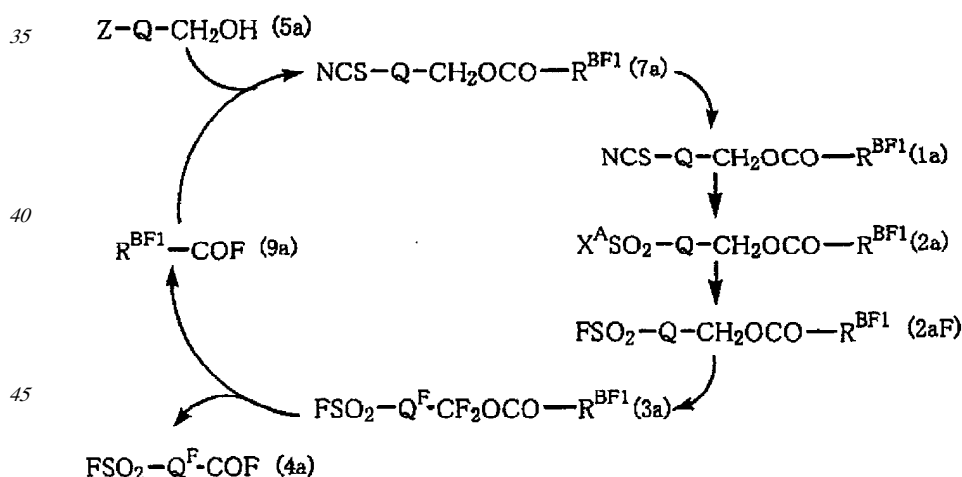
При способе восстановления соединения 9а путем приведения в контакт с газообразным водородом в присутствии катализатора, приводящем к получению соединения 9b, катализатором преимущественно является катализатор на основе палладия, родия или иридия. Взаимодействие может быть выполнено в присутствии растворителя, но предпочтительно осуществление взаимодействия в отсутствии растворителя, из соображения объемной производительности. Реакционная температура обычно предпочтительно составляет от 0°C до 200°C. Реакционное давление не имеет особых ограничений и предпочтительно составляет от нормального давления до 10 МПа, из соображений выхода реакции, селективности и эффективности при промышленной эксплуатации.

Способ 1 может быть, по существу, представлен следующей схемой. В следующей схеме символы имеют вышеуказанные значения:



Из числа способов 1 следующий способ получения 1А, по которому соединение 1а, относящееся к соединениям 1, которые достаточно трудно получать общепринятым способом, используют в качестве исходного материала, является в особенности предпочтительным способом получения соединения 4, где R<sup>AF</sup> означает перфторалкиленовую группу. В следующей схеме символы имеют вышеуказанные значения.

### СПОСОБ 1А

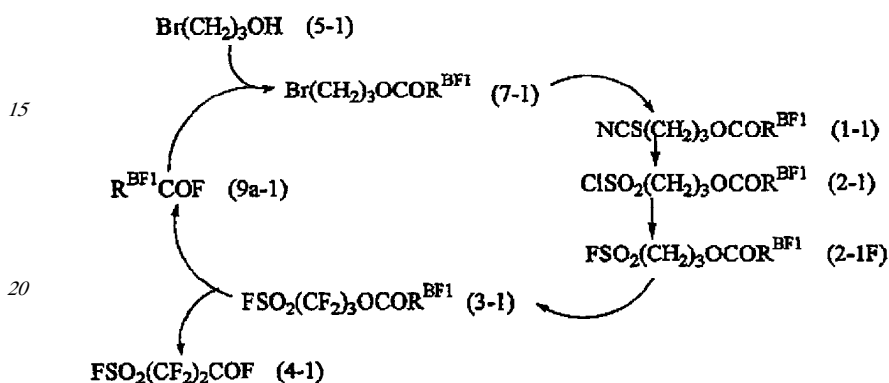


В качестве специфических примеров способа 1 могут быть упомянуты следующие способы.

### СПОСОБ 1-1

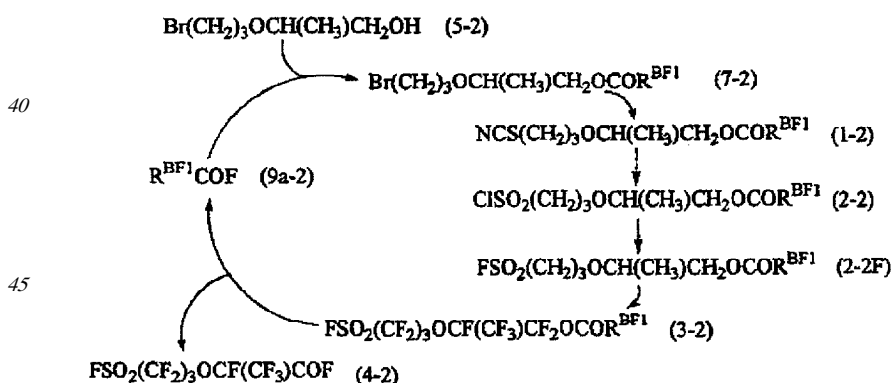
Следующее соединение 5-1 и следующее соединение 9а-1 подвергают реакции этерификации с образованием следующего соединения 7-1, осуществляют

взаимодействие соединения 7-1 с тиоцианатом, что приводит к образованию следующего соединения 1-1, соединение 1-1 окисляют под действием хлора в среде, преимущественно включающей воду, что дает следующее соединение 2-1, и атом хлора, связанный с  $\text{SO}_2$  в соединении 2-1, замещают на атом фтора, получая следующее соединение 2-1F. Затем соединение 2-1F подвергают взаимодействию с фтором в жидкой фазе, что приводит к образованию следующего соединения 3-1, и осуществляют разложение соединения 3-1, получая следующее соединение 4-1, и в то же время получают следующее соединение 9a-1. Соединение 9a-1 вновь подвергают взаимодействию со следующим соединением 5-1. В следующей схеме  $\text{R}^{\text{BF1}}$  имеет вышеуказанные значения:



### СПОСОБ 1-2

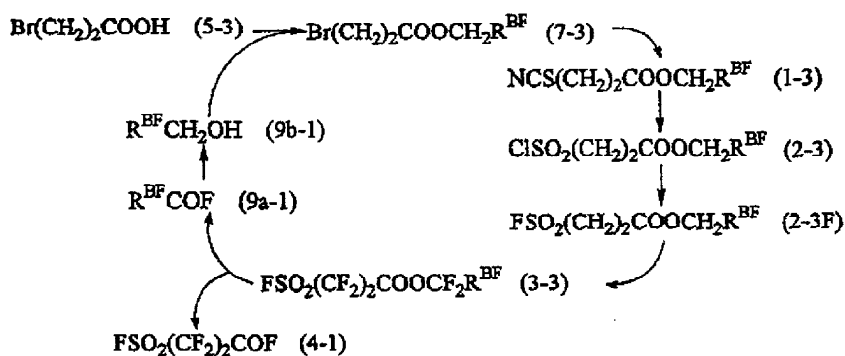
25 Следующее соединение 5-2 и следующее соединение 9a-2 подвергают взаимодействию, получая следующее соединение 7-2, осуществляют взаимодействие соединения 7-2 с тиоцианатом, что приводит к образованию следующего соединения 1-2, соединение 1-2 окисляют под действием хлора в среде, преимущественно включающей воду, что дает следующее соединение 2-2, и атом хлора, связанный с  $\text{SO}_2$  в соединении 2-2, замещают на атом фтора, получая следующее соединение 2-2F. Затем соединение 2-2F подвергают взаимодействию с фтором в жидкой фазе, что приводит к образованию следующего соединения 3-2, и осуществляют разложение соединения 3-2, получая следующее соединение 4-2, и в то же время получают следующее соединение 9a-2. Соединение 9a-2 вновь подвергают взаимодействию со следующим соединением 5-2, и осуществляют те же взаимодействия:



### СПОСОБ 1-3

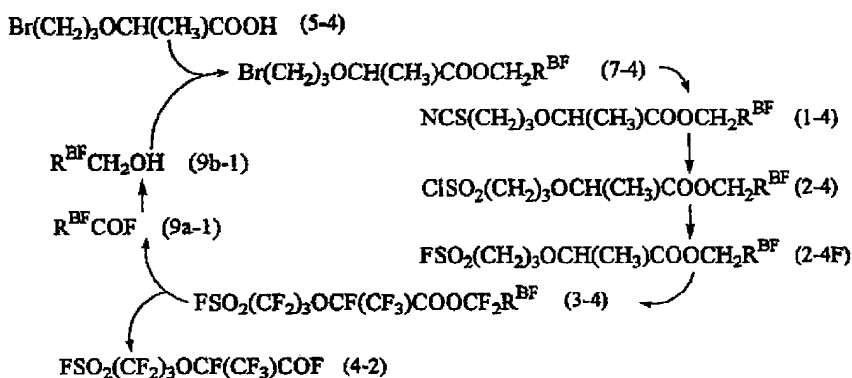
50 Следующее соединение 5-3 и следующее соединение 9b-1 подвергают взаимодействию, получая следующее соединение 7-3, и осуществляют взаимодействие соединения 7-3 с тиоцианатом, что приводит к образованию следующего соединения 1-3. Затем соединение 1-3 окисляют под действием хлора в среде, преимущественно

включающей воду, что дает следующее соединение 2-3, и атом хлора, связанный с  $\text{SO}_2$  в соединении 2-3, замещают на атом фтора, получая следующее соединение 2-3F. Затем соединение 2-3F подвергают взаимодействию с фтором в жидкой фазе, что приводит к образованию следующего соединения 3-3, и осуществляют разложение соединения 3-3, получая следующее соединение 4-1, и в то же время получают следующее соединение 9a-1, и соединение 9a-1 восстанавливают, получая следующее соединение 9b-1. Соединение 9b-1 вновь подвергают взаимодействию с соединением 5-3, и осуществляют те же взаимодействия:



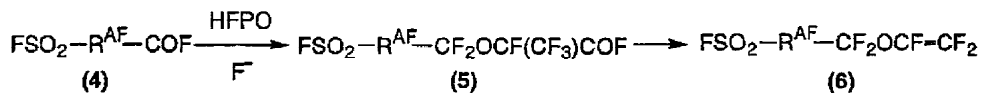
### СПОСОБ 1-4

Следующее соединение 5-4 и следующее соединение 9b-1 подвергают взаимодействию, получая следующее соединение 7-4, и осуществляют взаимодействие соединения 7-4 с тиоцианатом, что приводит к образованию следующего соединения 1-4. Затем соединение 1-4 окисляют под действием хлора в среде, преимущественно включающей воду, что дает следующее соединение 2-4, и атом хлора, связанный с  $\text{SO}_2$  в соединении 2-4, замещают на атом фтора, получая следующее соединение 2-4F. Затем соединение 2-4F подвергают взаимодействию с фтором в жидкой фазе, что приводит к образованию следующего соединения 3-4, и осуществляют разложение соединения 3-4, получая следующее целевое соединение 4-2, и в то же время получают следующее соединение 9a-1. Соединение 9a-1 восстанавливают, получая следующее соединение 9b-1, и соединение 9b-1 вновь подвергают взаимодействию с соединением 5-4, и осуществляют те же взаимодействия:

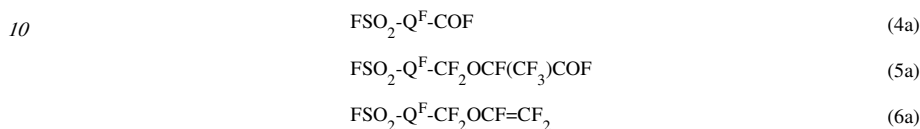


Концевая -COF группа в соединении 4, полученном способом по настоящему изобретению, может быть превращена в  $-\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{COF}$  группу по реакции с гексафторпропиленоксидом (HFPO). То есть настоящее изобретение касается способа получения следующего соединения 6, включающего взаимодействие соединения 4 с HFPO, приводящего к образованию следующего соединения 5, и пиролиз соединения 5:

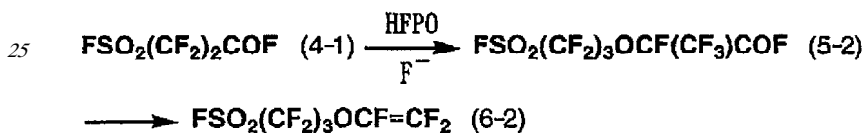




5 Настоящее изобретение также касается способа получения следующего соединения 6а, включающего взаимодействие HFPO с соединением 4а, полученным вышеуказанным способом, приводящего к образованию следующего соединения 5а, и пиролиз соединения 5а:



15 Например, соединение 4-1 может быть превращено в соединение 5-2 путем осуществления взаимодействия, представленного следующей схемой. Кроме того, соединение 4, где концевая группа соединения 5-2 или тому подобная представляет собой  $-\text{CF}(\text{CF}_3)\text{COF}$ , может быть превращено в соединение 6-2 или тому подобное, содержащее  $-\text{CF}=\text{CF}_2$  группу на конце молекулы, посредством пиролитической  
 20 реакции. Соединение 6-2, содержащее пригодную для полимеризации  $-\text{CF}=\text{CF}_2$  группу на конце молекулы, полезно в качестве мономера для получения ионообменной мембраны:



30 Пиролитическая реакция может представлять собой пиролитическую реакцию в газовой фазе или такое взаимодействие, при котором гидроксид щелочного металла подвергают взаимодействию, получая карбоксилат щелочного металла, который подвергают пиролизу.

Реакционная температура при пиролитической реакции в газовой фазе предпочтительно составляет от 250 до 400°C, в особенности предпочтительно, от 250 до 300°C. Далее, реакционная температура при пиролитической реакции щелочного карбоксилата предпочтительно составляет от 150 до 350°C, в особенности предпочтительно, от 200 до 280°C. Когда реакционная температура при пиролитической реакции в газовой фазе составляет 250°C или больше, или когда реакционная температура при пиролитической реакции щелочного карбоксилата составляет 150°C или больше, можно добиться такого преимущества, как высокая  
 40 степень конверсии. Кроме того, когда реакционная температура при пиролитической реакции в газовой фазе составляет 400°C или меньше, или когда реакционная температура при пиролитической реакции щелочного карбоксилата составляет 350°C или меньше, подавляется образование непредусмотренного пиролизата.

Что касается подробностей в отношении пиролитической реакции в газовой фазе на специфическом сульфонилфториде с концевым фторированием, может быть применен способ, описанный в WO 02/44138.

50 Согласно способу получения по настоящему изобретению, соединения, имеющие различные структуры, могут быть эффективно получены с высоким выходом в промышленно приемлемых условиях.

## ПРИМЕРЫ

Здесь настоящее изобретение раскрыто более подробно с помощью примеров. Далее, газовая хроматография обозначена ГХ и масс-спектрометрия с применением газовой хроматографии обозначена ГХ-МС. Чистота, установленная по соотношению площадей пиков, с помощью ГХ обозначена ГХ-чистота, выход, установленный из соотношения площадей пиков, по спектру ЯМР обозначен ЯМР-выход. Тетраметилсилан обозначен как ТМС и  $\text{CCl}_2\text{FCClF}_2$  как R-113. Данные ЯМР-спектра приведены как относительные химические сдвиги (м.д.). В количественном анализе методом  $^{13}\text{F}$ -ЯМР в качестве внутреннего стандарта используют  $\text{C}_6\text{F}_6$ .

**ПРИМЕР 1: Пример получения  $\text{FSO}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{COF}$**

**ПРИМЕР 1-1: Пример получения**

**$\text{Br}(\text{CH}_2)_3\text{OCOCF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$  по реакции этерификации**

$\text{Br}(\text{CH}_2)_3\text{OH}$  (21,7 г), метиленхлорид (200 мл) и триэтиламин (18,2 г) помещают в колбу и перемешивают на ледяной бане. Добавляют по каплям  $\text{FCOCF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$  (64,1 г) за период 60 минут, поддерживая внутреннюю температуру при  $10^\circ\text{C}$  или ниже. После завершения прикапывания перемешивание продолжают при комнатной температуре в течение 2 часов, и содержимое вносят в воду (150 мл).

Полученный сырой жидкий продукт разделяют на слои и образовавшийся нижний слой дважды промывают водным раствором гидрокарбоната натрия (60 мл) и дважды насыщенным водным раствором хлорида аммония (60 мл), и сушат над сульфатом магния, с последующим фильтрованием, и концентрируют, получая сырой жидкий продукт. Сырой жидкий продукт очищают хроматографией на колонке с силикагелем (элюент: смешанный растворитель, включающий гексан (10)/этилацетат (1)), получая указанное в заголовке соединение (71,2 г, выход: 74%).

$^1\text{H}$ -ЯМР (300,4 МГц,  $\text{CDCl}_3$ , ТМС)  $\delta$ : 2,27 (тт,  $J=5,9, 6,2$  Гц, 2H), 3,45 (т,  $J=6,2$  Гц, 2H), 4,50 (м, 1H), 4,60 (м, 1H).

$^{19}\text{F}$ -ЯМР (282,7 МГц,  $\text{CDCl}_3$ ,  $\text{CFCl}_3$ )  $\delta$ : -78,4 - -85,1 (4F), -79,9 (3F) -81,3 (3F), -82,1 (3F), -129,1 (2F), -131,0 (1F), -144,5 (1F).

**ПРИМЕР 1-2: Пример получения**

**$\text{NCS}(\text{CH}_2)_3\text{OCOCF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$  путем осуществления взаимодействия с содержащим серу нуклеофильным агентом**

Тиоцианат калия (12,3 г) и ацетон (150 мл) помещают в колбу и перемешивают при комнатной температуре. Загружают  $\text{Br}(\text{CH}_2)_3\text{OCOCF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$  (71,2 г), полученный по примеру 1-1. Затем в течение 3 часов осуществляют нагревание до температуры кипения с обратным холодильником, при перемешивании. Содержимое вносят в воду (300 мл), экстрагируют четыре раза третбутилметилловым эфиром (80 мл), и полученный органический слой сушат над сульфатом магния, с последующим фильтрованием, и концентрируют, получая сырой жидкий продукт. Сырой жидкий продукт очищают хроматографией на колонке с силикагелем (элюент: смешанный растворитель, включающий гексан (10)/этилацетат (1)), получая указанное в заголовке соединение (42,8 г, выход: 63%).

$^1\text{H}$ -ЯМР (300,4 МГц,  $\text{CDCl}_3$ , ТМС)  $\delta$ : 2,30 (тт,  $J=6,0, 6,8$  Гц, 2H), 3,03 (т,  $J=7,0$  Гц, 2H), 4,52 (ддд,  $J=2,6, 6,0, 11,3$  Гц, 1H), 4,61 (ддд,  $J=0,6, 6,0, 11,3$  Гц, 1H).

$^{19}\text{F}$ -ЯМР (282,7 МГц,  $\text{CDCl}_3$ ,  $\text{CFCl}_3$ )  $\delta$ : -77,7 - -79,1 (1F), -79,2 (3F), -80,5 - -80,9

(5F), -81,4 (3F), -83,1 - -84,1 (1F), -128,4 (2F), -130,2 (1F), -143,7 (1F).

ИК (неразбавленный) 2159,6, 1785,8, 1240,3, 1147,5, 1035,0, 993,6 см<sup>-1</sup>.

**ПРИМЕР 1-3: Пример получения**

**CISO<sub>2</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>OCOCF(CF<sub>3</sub>)OCF<sub>2</sub>CF(CF<sub>3</sub>)OCF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>3</sub> по реакции окисления.**

В колбу, снабженную конденсатором с охлаждением сухим льдом, помещают NCS(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>OCOCF(CF<sub>3</sub>)OCF<sub>2</sub>CF(CF<sub>3</sub>)OCF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>3</sub> (42,8 г), полученного по примеру 1-2, воду (45 мл) и ацетонитрил (405 мл) и перемешивают при комнатной температуре. Перемешивание проводят при комнатной температуре в течение 6 часов, барботируя газообразный хлор. Затем систему продувают азотом, содержимое вносят в воду (500 мл), экстрагируют четыре раза третбутилметиловым эфиром (100 мл), и полученный органический слой сушат над сульфатом магния, с последующим фильтрованием, и концентрируют, получая указанное в заголовке соединение (35,4 г, выход: 77%). Продукт подвергают последующей реакции замещения фтором как он есть, без очистки.

<sup>1</sup>H-ЯМР (300,4 МГц, CDCl<sub>3</sub>, TMC) δ: 2,50 (тт, J=6,2, 7,3 Гц, 2H), 3,74 (т, J=7,3 Гц, 2H), 4,50-4,66 (м, 2H).

<sup>19</sup>F-ЯМР (282,7 МГц, CDCl<sub>3</sub>, CFCF<sub>3</sub>) δ: -78,4 - -85,0 (4F), -79,9 (3F), -81,2 (3F), -82,2 (3F), -129,1 (2F), -131,1 (1F), -144,5 (1F).

ИК (неразбавленный) 1786,8, 1382,5, 1239,7, 1035,4, 993,9 см<sup>-1</sup>.

**ПРИМЕР 1-4: Пример получения**

**FSO<sub>2</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>OCOCF(CF<sub>3</sub>)OCF<sub>2</sub>CF(CF<sub>3</sub>)OCF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>3</sub> по реакции замещения фтором**

**CISO<sub>2</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>3</sub>OCOCF(CF<sub>3</sub>)OCF<sub>2</sub>CF(CF<sub>3</sub>)OCF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>3</sub> (35,4 г), полученный по**

примеру 1-3, фторид калия (8,9 г), воду (80 мл) и ацетонитрил (80 мл) помещают в колбу и перемешивают при комнатной температуре в течение 22 часов. Содержимое вносят в воду (200 мл), четыре раза экстрагируют третбутилметиловым эфиром (100 мл), и полученный органический слой сушат над сульфатом магния, с последующим фильтрованием, и концентрируют, получая сырой жидкий продукт. Сырой жидкий продукт очищают хроматографией на колонке с силикагелем (элюент: смешанный растворитель, включающий гексан (10)/этилацетат (1)), получая указанное в заголовке соединение (23,1 г, выход: 63%, ГХ-чистота: 95%).

<sup>1</sup>H-ЯМР (300,4 МГц, CDCl<sub>3</sub>, TMC) δ: 2,41 (тт, J=6,2, 7,3 Гц, 2H), 3,47 (дт, J=4,5, 7,3 Гц, 2H), 4,45-4,63 (м, 2H).

<sup>19</sup>F-ЯМР (282,7 МГц, CDCl<sub>3</sub>, CFCF<sub>3</sub>) δ: 53,34 (1F), -78,4 - -85,0 (4F), -79,9 (3F), -81,2 (3F), -82,0 (3F), -129,1 (2F), -131,1 (1F), -144,5 (1F).

ИК (неразбавленный) 1788,7, 1420,6, 1283,1, 1202,9, 1147,6, 1036,0, 994,0 см<sup>-1</sup>.

**ПРИМЕР 1-5: Пример получения**

**FSO<sub>2</sub>(CF<sub>2</sub>)<sub>3</sub>OCOCF(CF<sub>3</sub>)OCF<sub>2</sub>CF(CF<sub>3</sub>)OCF<sub>2</sub>CF<sub>2</sub>CF<sub>3</sub> по реакции фторирования**

В изготовленный из никеля автоклав на 500 мл вносят R-113 (312 г), перемешивают и выдерживают при 25°C. На газоотводной трубе автоклава последовательно размещают холодильник, поддерживаемый при 20°C, насадочный слой из гранул NaF и холодильник, поддерживаемый при -10°C. Далее, устанавливают линию возврата жидкости для возвращения конденсированной жидкости из холодильника, поддерживаемого при -10°C, в автоклав.

Автоклав продувают газообразным азотом при комнатной температуре в течение 1 часа. Затем продувают газообразным фтором, разбавленным до 20% газообразным азотом (здесь далее называемым 20% разбавленным газообразным фтором), при

комнатной температуре и при объемной скорости потока 9,90 л/ч, в течение 30 минут, после чего внутреннее давление автоклава поднимают до 0,15 МПа и автоклав продувают 20% разбавленным газообразным фтором еще 30 минут. Поддерживая внутреннее давление реактора равным 0,15 МПа и продувая реактор 20% разбавленным газообразным фтором с той же объемной скоростью потока, впрыскивают за период 3,0 часа раствор, содержащий продукт (5 г), полученный по примеру 1-4, растворенный в R-113 (100 г).

После чего, поддерживая внутреннее давление реактора, равное 0,15 МПа, и продувая 20% разбавленным газообразным фтором с той же объемной скоростью потока, впрыскивают 9 мл R-113-раствора с концентрацией бензола 0,01 г/мл при повышении температуры от 25°C до 40°C, и впускное отверстие автоклава для бензольного раствора закрывают, продолжая перемешивание еще в течение 0,3 часа.

Затем, поддерживая внутреннее давление реактора 0,15 МПа и внутреннюю температуру реактора 40°C, впрыскивают 6 мл вышеуказанного бензольного раствора, и впускное отверстие автоклава для бензольного раствора закрывают, продолжая перемешивание еще в течение 0,3 часа. После чего ту же операцию повторяют однократно. Суммарное количество впрыснутого бензола составляет 0,22 г и суммарное количество впрыснутого R-113 равно 21 мл.

Далее, при продувании 20% разбавленным газообразным фтором с той же объемной скоростью потока, перемешивание продолжают еще 1 час. Затем внутреннему давлению реактора дают возможность снизиться до нормального давления, и газообразный азот продувают в течение 1 часа. Продукт анализируют методом  $^{19}\text{F}$ -ЯМР, в результате установлено содержание указанного в заголовке соединения в продукте с выходом 65%.

$^{19}\text{F}$ -ЯМР (282,7 МГц,  $\text{CDCl}_3$ ,  $\text{CFCl}_3$ )  $\delta$ : 46,3 (1F), -79,0 - -80,5 (4F), -82,0 (8F), -84,6 - -86,4 (3F), -108,9 (2F), -124,3 (2F), -130,2 (2F), -131,9 (1F), -145,4 (1F).

**ПРИМЕР 1-6: Пример получения  $\text{FSO}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{COF}$  по реакции разложения**

$\text{FSO}_2(\text{CF}_2)_3\text{OCOCF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$  (3,1 г), полученный по примеру 1-5, загружают в колбу вместе с NaF в порошке (0,02 г) и нагревают до 140°C в течение 10 часов на масляной бане при энергичном перемешивании. В верхней части колбы устанавливают парциальный конденсатор горячего орошения, с температурой, поддерживаемой при 20°C. После охлаждения, отбирают пробу жидкого образца (3,0 г). В результате анализа методом ГХ-МС установлено, что основными продуктами являются  $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{COF}$  и  $\text{FSO}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{COF}$ . ЯМР-выход указанного в заголовке соединения составляет 71,2% и выход  $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{COF}$  равен 74,0%.

**ПРИМЕР 1-7: Возвращение в повторный цикл  $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{COF}$**

Соединение, полученное по примеру 1-6, как и  $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{COF}$  по примеру 1-1, используют для проведения того же взаимодействия. Затем осуществляют те же взаимодействия, что и по примерам 1-2 - 1-6, получая  $\text{FSO}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{COF}$  и  $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{COF}$ .

**ПРИМЕР 1-8: Пример получения  $\text{FSO}_2(\text{CF}_2)_3\text{OCF}=\text{CF}_2$**

$\text{FSO}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{COF}$ , полученный по примеру 1-6, CsF в порошке, и диглим загружают в автоклав и вносят при перемешивании и охлаждении с помощью льда гексафторпропиленоксид. Перемешивание продолжают в течение 1 часа, и

содержимое в автоклаве перегоняют при пониженном давлении, получая  $\text{FSO}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{COF}$ .

$\text{FSO}_2(\text{CF}_2)_3\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{COF}$  добавляют по каплям при охлаждении льдом в колбу, в которую загружены, при перемешивании, бикарбонат калия и моноглим. После завершения прикапывания, перемешивание продолжают еще в течение 30 минут, и затем растворитель удаляют перегонкой. Дополнительно осуществляют вакуумную сушку, получая  $\text{FSO}_2(\text{CF}_2)_3\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{COOK}$ .

$\text{FSO}_2(\text{CF}_2)_3\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{COOK}$  нагревают до температуры от 180 до 210°C при пониженном давлении, и образующийся газообразный продукт собирают в ловушку, охлаждаемую жидким азотом, что дает  $\text{FSO}_2(\text{CF}_2)_3\text{OCF}=\text{CF}_2$ .

#### **ПРИМЕР 2: Пример получения $\text{FSO}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{COF}$**

##### **ПРИМЕР 2-1: Пример получения**

$\text{BrCH}_2\text{CH}_2\text{COOCH}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$  по реакции этерификации

Смесь, содержащую трифторуксусный ангидрид (25,6 г) и 3-бромпропионовую кислоту (17,9 г), перемешивают при комнатной температуре, в токе азота, в течение 1 часа. Добавляют по каплям  $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{CH}_2\text{OH}$  (55,9 г) при охлаждении водой так, чтобы поддерживать внутреннюю температуру при 30°C или ниже в течение 30 минут. Спустя 3 часа реакционную смесь непосредственно концентрируют и очищают хроматографией на колонке с силикагелем (элюент: смешанный растворитель, включающий гексан (10)/этилацетат (1)), получая указанное в заголовке соединение (54,6 г). Выход: 80%.

$^1\text{H}$ -ЯМР (300,4 МГц,  $\text{CDCl}_3$ , ТМС)  $\delta$ : 3,01 (тм, J=6,8 Гц, 2H), 3,56 (т, J=6,8 Гц, 2H), 4,51-4,78 (м, 2H).

$^{19}\text{F}$ -ЯМР (282,7 МГц,  $\text{CDCl}_3$ ,  $\text{CFCl}_3$ )  $\delta$ : -78,6 - -84,5 (4F), -79,9 (3F), -81,2 (3F), -82,8 (3F), -129,2 (2F), -133,7 (1F), -144,5 (1F).

##### **ПРИМЕР 2-2: Пример получения $\text{NCSCCH}_2\text{CH}_2\text{COOCH}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$ путем осуществления взаимодействия с содержащим серу нуклеофильным агентом**

Тиоцианат калия (2,3 г) и ацетон (25 мл) помещают в колбу и перемешивают при комнатной температуре. Загружают  $\text{BrCH}_2\text{CH}_2\text{COOCH}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$  (13,2 г), полученный по примеру 2-1. Затем в течение 5 часов осуществляют нагревание до температуры кипения с обратным холодильником, при перемешивании. Содержимое вносят в воду (100 мл), экстрагируют четыре раза третбутилметилловым эфиром (25 мл), и полученный органический слой сушат над сульфатом магния, с последующим фильтрованием, и концентрируют, получая сырой жидкий продукт. Сырой жидкий продукт очищают хроматографией на колонке с силикагелем (элюент: смешанный растворитель, включающий гексан (10)/этилацетат (1)), получая указанное в заголовке соединение (10,6 г). Выход: 75%.

$^1\text{H}$ -ЯМР (300,4 МГц,  $\text{CDCl}_3$ , ТМС)  $\delta$ : 2,97 (тм, J=6,6 Гц, 2H), 3,20 (т, J=6,6 Гц, 2H), 4,53-4,80 (м, 2H).

$^{19}\text{F}$ -ЯМР (282,7 МГц,  $\text{CDCl}_3$ ,  $\text{CFCl}_3$ )  $\delta$ : -78,6 - -84,4 (4F), -79,8 (3F), -81,2 (3F), -82,7 (3F), -129,1 (2F), -133,8 (1F), -144,4 (1F).

ИК (неразбавленный) 2159,5, 1765,3, 1236,2, 1155,7, 993,5  $\text{cm}^{-1}$ .

##### **ПРИМЕР 2-3: Пример получения**

$\text{ClSO}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{COOCH}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$  по реакции окисления.

В колбу, снабженную конденсатором с охлаждением сухим льдом, помещают  $\text{NCSCCH}_2\text{CH}_2\text{COOCH}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$ , полученный по  
 5 примеру 2-2 (11,9 г), воду (10 мл) и ацетонитрил (90 мл) и барботируют газообразный хлор, перемешивая при комнатной температуре. Перемешивание проводят в таких условиях при комнатной в течение 6 часов. Затем систему продувают азотом, содержащее вносят в воду (300 мл), экстрагируют четыре раза третбутилметиловым эфиром (50 мл), и полученный органический слой сушат над сульфатом магния, с  
 10 последующим фильтрованием, и концентрируют, получая указанное в заголовке соединение (11,9 г). Выход: 91%. Продукт подвергают последующей реакции замещения фтором как он есть, без очистки.

$^1\text{H}$ -ЯМР (300,4 МГц,  $\text{CDCl}_3$ , TMC)  $\delta$ : 3,13 (т,  $J=7,3$  Гц, 2H), 4,00 (т,  $J=7,3$  Гц, 2H),  
 15 4,55-4,82 (м, 2H).

$^{19}\text{F}$ -ЯМР (282,7 МГц,  $\text{CDCl}_3$ ,  $\text{CFCl}_3$ )  $\delta$ : -78,5 - -84,4 (4F), -79,8 (3F), -81,2 (3F), -82,7 (3F), -129,2 (2F), -133,9 (1F), -144,5 (1F).

ИК (неразбавленный) 1768,7, 1385,3, 1305,5, 1240,1, 1161,1, 993,5  $\text{cm}^{-1}$ .

20 **ПРИМЕР 2-4: Пример получения**

$\text{FSO}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{COOCH}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$  по реакции замещения фтором

$\text{ClSO}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{COOCH}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$  (16,0 г), полученный по  
 25 примеру 2-3, фторид калия (3,9 г), воду (50 мл) и ацетонитрил (50 мл) помещают в колбу и перемешивают при комнатной температуре в течение 22 часов. Содержимое вносят в воду (100 мл), четыре раза экстрагируют третбутилметиловым эфиром (50 мл), и полученный органический слой сушат над сульфатом магния, с последующим фильтрованием, и концентрируют, получая сырой жидкий продукт. Сырой жидкий  
 30 продукт очищают хроматографией на колонке с силикагелем (элюент: смешанный растворитель, включающий гексан (10)/этилацетат (1)), получая указанное в заголовке соединение (12,4 г). Выход: 80%.

$^1\text{H}$ -ЯМР (300,4 МГц,  $\text{CDCl}_3$ , TMC)  $\delta$ : 3,04 (дт,  $J=1,3, 7,3$  Гц, 2H), 3,74 (дт,  $J=5,1, 7,3$   
 35 Гц, 2H), 4,54-4,81 (м, 2H).

$^{19}\text{F}$ -ЯМР (282,7 МГц,  $\text{CDCl}_3$ ,  $\text{CFCl}_3$ )  $\delta$ : 52,7 (1F), -78,6 - -84,5 (4F), -79,9 (3F), -81,3 (3F), -82,8 (3F), -129,2 (2F), -133,9 (1F), -144,5 (1F).

ИК (неразбавленный) 1763,0, 1408,4, 1306,3, 1239,5, 1201,5, 1156,8, 993,5  $\text{cm}^{-1}$ .

40 **ПРИМЕР 2-5: Пример получения**

$\text{FSO}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{COOCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$  по реакции фторирования

Используя тот же самый автоклав, что в примере 1-5, продувают 20%  
 разбавленным газообразным фтором при объемной скорости потока 7,77 л/ч, при  
 45 комнатной температуре, в течение 1 часа. Затем, продувая 20% разбавленным газообразным фтором с той же объемной скоростью потока, впрыскивают за период 3,1 часа раствор, содержащий продукт (5 г), полученный по примеру 2-4, растворенный в R-113 (50 г).

После чего, продувая 20% разбавленным газообразным фтором с той же объемной  
 50 скоростью потока, внутреннее давление автоклава повышают до 0,15 МПа, и впрыскивают 9 мл R-113-раствора с концентрацией бензола 0,01 г/мл при повышении температуры от 25°C до 40°C, и впускное отверстие автоклава для бензольного раствора закрывают, продолжая перемешивание еще в течение 0,3 часа.

Затем, поддерживая внутреннее давление реактора 0,15 МПа и внутреннюю температуру реактора 40°C, впрыскивают 6 мл вышеуказанного бензольного раствора, и впускное отверстие автоклава для бензольного раствора закрывают, продолжая перемешивание еще в течение 0,3 часа. Ту же операцию повторяют

однократно. Суммарное количество впрыснутого бензола составляет 0,21 г и суммарное количество впрыснутого R-113 равно 21 мл. Далее, перемешивание продолжают еще 1 час при продувании 20% разбавленным газообразным фтором с той же объемной скоростью потока. Затем внутреннему давлению реактора дают возможность снизиться до нормального давления, и газообразный азот продувают в течение 1 часа. Продукт анализируют методом  $^{19}\text{F}$ -ЯМР, в результате установлено содержание указанного в заголовке соединения в продукте с выходом 57%.

$^{19}\text{F}$ -ЯМР (282,7 МГц,  $\text{CDCl}_3$ ,  $\text{CFCl}_3$ )  $\delta$ : 46,3 (1F), -79,0 - -83,8 (12F), -84,6 - -86,4 (3F), -108,9д (2F), -117,2 (2F), -130,2 (2F), -145,4 (2F).

**ПРИМЕР 2-6: Пример получения  $\text{FSO}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{COF}$  по реакции разложения**

$\text{FSO}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{COOCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}(\text{CF}_3)\text{OCF}_2\text{CF}_2\text{CF}_3$  (3,6 г), полученный по

примеру 2-5, загружают в колбу вместе с NaF в порошке (0,02 г) и нагревают до 140°C в течение 10 часов на масляной бане при энергичном перемешивании. В верхней части колбы устанавливают парциальный конденсатор горячего орошения, с температурой, поддерживаемой при 20°C. После охлаждения, отбирают пробу жидкого образца (3,4 г). В результате анализа методом ГХ-МС установлено, что основными продуктами являются  $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{COF}$  и указанное в заголовке соединение.

ЯМР-выход указанного в заголовке соединения составляет 70,9% и выход  $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{COF}$  равен 72,0%.

**ПРИМЕР 2-7: Возвращение в повторный цикл**

$\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{COF}$

$\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{COF}$ , полученный по примеру 2-6, подвергают взаимодействию с метанолом в эквимолярном количестве в присутствии фторида натрия, что приводит к образованию  $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{COOCH}_3$ .

Полученный  $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{COOCH}_3$  подвергают взаимодействию с натрийборгидридом в 2-пропаноле, что приводит к образованию  $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{CH}_2\text{OH}$ . Полученный

$\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{CH}_2\text{OH}$  используют как соединение в примере 2-1,

осуществляя то же самое взаимодействие. Далее проводят те же взаимодействия, что в примерах 2-2 - 2-6, получая  $\text{FSO}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{COF}$  и  $\text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{OCF}(\text{CF}_3)\text{COF}$ .

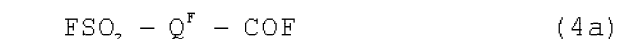
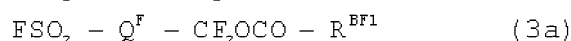
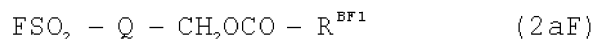
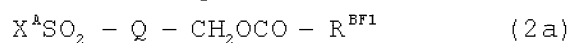
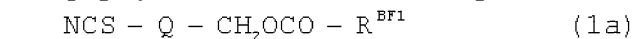
**ПРОМЫШЛЕННАЯ ПРИМЕНИМОСТЬ**

Согласно способу получения по настоящему изобретению, предложен новый способ получения соединений сульфонилфторида, имеющих различные структуры, из легкодоступных материалов, эффективный и недорогой. Способ по настоящему изобретению, по которому продукт может быть возвращен на повторную переработку, является экономически выгодным и пригодным для промышленного применения способом со сниженным количеством отходов.

**Формула изобретения**

1. Способ получения соединения, представленного формулой (4а), включающий окисление соединения, представленного формулой (1а), посредством окисляющего

агента, по существу содержащего атом хлора или атом брома, приводящее к получению соединения, представленного формулой (2a), превращение  $X^A\text{SO}_2$ -группы в соединении, представленном формулой (2a), в  $\text{FSO}_2$ -группу, приводящее к  
 5 образованию соединения, представленного формулой (2aF), взаимодействие соединения, представленного формулой (2aF), с фтором в жидкой фазе в целях перфторирования, приводящего к получению соединения, представленного формулой (3a), и дальнейшее разложение соединения, представленного формулой (3a)



где Q означает  $\text{C}_{2-10}$  алкиленовую группу,  $\text{Q}^{\text{F}}$  означает группу, содержащую перфторированный Q, и представляет собой  $\text{C}_{2-10}$  перфторалкиленовую группу,  $X^A$  означает атом хлора или атом брома,  $\text{R}^{\text{BF1}}$  означает  $\text{C}_{1-20}$ -перфторалкильную группу или  $\text{C}_{1-20}$ -перфторалкильную группу, содержащую простой эфирный атом кислорода.

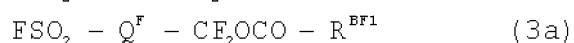
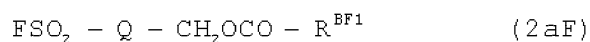
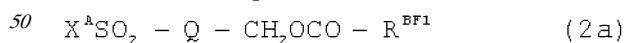
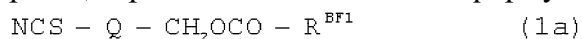
2. Способ по п.1, где взаимодействие с фтором в жидкой фазе представляет собой реакцию перфторирования.

3. Способ по п.1, где  $X^A$  означает атом хлора.

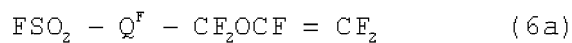
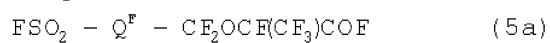
25 4. Способ по п.1, где окисление соединения, представленного формулой (1a), осуществляют путем взаимодействия указанного соединения с хлором в растворителе, преимущественно включающем воду, что приводит к образованию соединения, представленного формулой (2a), где  $X^A$  означает атом хлора, и соединение, представленное формулой (2a), подвергают взаимодействию с фторидом калия в  
 30 жидкой фазе в целях превращения указанного соединения в соединении, представленное формулой (2aF).

5. Способ по п.1 или 4, где Q означает  $\text{C}_{2-10}$ -линейную алкиленовую группу и  $\text{Q}^{17}$  означает  $\text{C}_{2-10}$ -линейную перфторалкиленовую группу.

35 6. Способ получения фторированного винилового соединения, представленного формулой (6a), включающий: окисление соединения, представленного формулой (1a), посредством окисляющего агента, по существу содержащего атом хлора или брома, приводящее к получению соединения, представленного формулой (2a), превращение  $X^A\text{SO}_2$ -группы в соединении формулы (2a) в  $\text{FSO}_2$ -группу, приводящее к образованию  
 40 соединения, представленного формулой (2aF), взаимодействие соединения, представленного формулой (2aF), с фтором в жидкой фазе в целях перфторирования, приводящего к получению соединения, представленного формулой (3a), и дальнейшее разложение соединения, представленного формулой (3a), с получением соединения,  
 45 представленного формулой (4a), взаимодействие соединения (4a) с гексафторпропиленоксидом, с получением соединения формулы (5a), и осуществление реакции разложения соединения формулы (5a)







5 где Q означает C<sub>2-10</sub> алкиленовую группу, Q<sup>F</sup> означает C<sub>2-10</sub> перфторалкиленовую группу, X<sup>A</sup> означает атом хлора или атом брома, R<sup>BF1</sup> означает C<sub>1-20</sub>-перфторалкильную группу или C<sub>1-20</sub>-перфторалкильную группу, содержащую простой эфирный атом кислорода.

10

15

20

25

30

35

40

45

50