

Союз Советских
Социалистических
Республик



Государственный комитет
Совета Министров СССР
по делам изобретений
и открытий

Всесоюзная
патентно-техническая
служба

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 280485

(61) Зависимое от авт. свидетельства —

(22) Заявлено 04.01.66 (21) 970824/23-4

с присоединением заявки № 972511/23-4

(32) Приоритет —

Опубликовано 25.07.74. Бюллетень № 27

Дата опубликования описания 03.01.75

(51) М. Кл. С 07с 85/08
С 07с 87/22

(53) УДК 547.21'221.233.
.07(088.8)

(72) Авторы
изобретения

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

(71) Заявитель

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ГЕМИНАЛЬНЫХ БИС-(N,N-ДИ- ФТОРАМИНО)-АЛКАНОВ

1

Изобретение относится к способу получения геминальных бис-(N,N-дифторамино)-алканов, которые могут найти применение в качестве пластифицирующих высокоэнергетических добавок к В.В и Т.Р.Т., а также для других целей.

Предлагаемый способ, как и сами соединения, является новым, неопианным в литературе. Способ позволяет значительно расширить ассортимент веществ, содержащих NF₂-группы. Способ заключается в том, что кетоны обрабатывают дифторамином в присутствии серной кислоты или низкопроцентного олеума. Желательно процесс проводить в среде инертного растворителя, например фреона-113.

Пример 1. Получение бис-(2,2-дифторамино)-пропана.

В стеклянную ампулу вносят 6,8 г концентрированной серной кислоты и при охлаждении до -75°C 5,7 г (0,051 моль) смеси ацетона с дифторамином в соотношении 1:1. Затем в ампулу конденсируют 3,0 г (0,057 моль) дифторамина и герметизируют, после чего снимают охлаждение, реакционную смесь перемешивают и оставляют на ночь.

Далее ампулу соединяют с ловушкой, охлаждаемой до -75°C, и систему вакуумируют. Конденсат, собранный в ловушке, выливают в воду. Выпавшее масло отделяют, промыва-

2

ют водой и после высушивания над прокаленным сульфатом магния перегоняют.

Получают 4,9 г (66,3%) бис-(2,2-дифторамино)-пропана, т. кип. 72—73°C, d₄²⁰ 1,260, n_D²⁰ 1,3386.

Найдено, %: С 24,90; Н 4,07; N 19,25; F 52,55.

C₃H₆N₂F₄.

Вычислено, %: С 24,66; Н 4,14; N 19,17; F 52,03. Мол. вес (по Майере): найдено 146,35; вычислено 146,09; MR_D: найдено 24,21; вычислено 24,68.

Пример 2. Получение бис-(2,2-дифторамино)-бутана.

В стеклянную ампулу вносят 5,0 г концентрированной серной кислоты и при охлаждении до -75°C 2,75 г (0,038 моль) метилэтилкетона и 4,1 г (0,076 моль) дифторамина. После герметизации ампулы охлаждение снимают, реакционную смесь перемешивают и выдерживают при комнатной температуре 30 час. Продукты реакции обрабатывают по методике примера 1.

Получают 2,1 г (34,5%) бис-(2,2-дифторамино)-бутана, т. кип. 81—88°C, d₄²⁰ 1,2258, n_D²⁰ 1,3602.

Найдено, %: С 31,0; Н 4,38; N 17,84; F 47,10. Мол. вес 152,5.

C₄H₈N₂F₄.

30

Вычислено, %: С 30,02; Н 5,03; N 17,49;
F 47,46. Мол. вес 160,1 MRD: найдено 28,84;
вычислено 29,28.

Предмет изобретения

1. Способ получения геминальных бис-(N,N-
дифторамино)-алканов, отличающийся

тем, что, с целью расширения ассортимента
веществ, содержащих NF₂-группы, кетоны об-
рабатывают дифторамино в присутствии
серной кислоты или низкопроцентного олеума.

5 2. Способ по п. 1, отличающийся тем,
что процесс ведут в среде инертного раство-
рителя, например фреона-113.

Составитель В. Бурцева

Редактор Л. Ушакова

Техред З. Гаращенко

Корректор О. Тюрина

Заказ 3458/1

Изд. № 90

Тираж 506

Подписное

ЦНИИПИ Государственного комитета Совета Министров СССР

по делам изобретений и открытий
Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Типография, пр. Сапунова, 2