



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2003107835/04, 24.08.2001

(24) Дата начала действия патента: 24.08.2001

(30) Приоритет: 24.08.2000 JP 2000-254433

(43) Дата публикации заявки: 10.07.2004

(45) Опубликовано: 20.11.2005 Бюл. № 32

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: EP 968990 A2, 05.01.2000.
EP 811594 A1, 10.12.1997.
US 4346250 A, 24.08.1982.
RU 2150459 C1, 10.06.2000.

(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную фазу: 24.03.2003

(86) Заявка РСТ:
JP 01/07257 (24.08.2001)

(87) Публикация РСТ:
WO 02/16295 (28.02.2002)

Адрес для переписки:
129010, Москва, ул. Б.Спасская, 25, стр.3,
ООО "Юридическая фирма Городисский и
Партнеры", пат.пов. Е.Е.Назиной

(72) Автор(ы):
ОКАМОТО Хидеказу (JP)

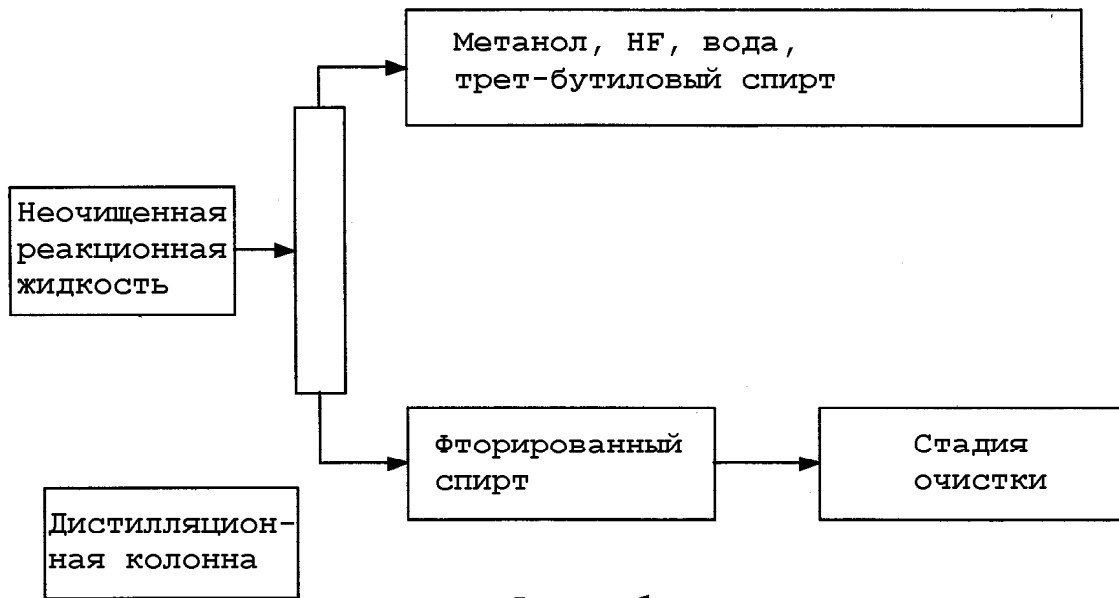
(73) Патентообладатель(ли):
АСАХИ ГЛАСС КОМПАНИ, ЛИМИТЕД (JP)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ФТОРИРОВАННОГО СПИРТА

(57) Реферат:

Изобретение относится к усовершенствованному способу получения фторированного спирта высокой чистоты с хорошим выходом, который используется в качестве растворителя. Способ включает взаимодействие метанола с тетрафторэтиленом или гексафторпропиленом в присутствии алкилпероксида с получением фторированного спирта формулы (1): $N(CFR^1CF_2)_nCH_2OH$, (1), где n равно 1 или 2, и когда n равно 1, R¹ представляет

собой F или CF₃, а когда n равно 2, R¹ представляет собой F, где в указанном способе реакционную жидкость после завершения реакции перегоняют в дистилляционной колонне в присутствии воды и HF с разделением на фракцию, отгоняемую из верхней части дистилляционной колонны и содержащую спирт, образующийся из алкилпероксида, метанол, воду и HF, и кубовую жидкость, содержащую фторированный спирт формулы (1), а затем кубовую жидкость очищают для выделения фторированного спирта формулы (1). 6 з.п. ф-лы, 3 ил.



Фиг. 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: 2003107835/04, 24.08.2001

(24) Effective date for property rights: 24.08.2001

(30) Priority: 24.08.2000 JP 2000-254433

(43) Application published: 10.07.2004

(45) Date of publication: 20.11.2005 Bull. 32

(85) Commencement of national phase: 24.03.2003

(86) PCT application:
JP 01/07257 (24.08.2001)(87) PCT publication:
WO 02/16295 (28.02.2002)

Mail address:

129010, Moskva, ul. B.Spasskaja, 25, str.3,
OOO "Juridicheskaja firma Gorodisskij i
Partnery", pat.pov. E.E.Nazinoj

(72) Inventor(s):

OKAMOTO Khidekazu (JP)

(73) Proprietor(s):

ASAKHI GLASS KOMPANI, LIMITED (JP)

(54) FLUORINATED ALCOHOL PRODUCTION PROCESS

(57) Abstract:

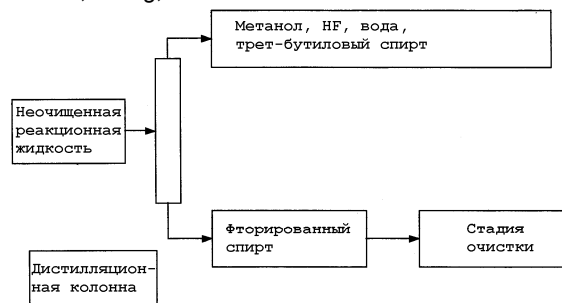
FIELD: industrial organic synthesis.

SUBSTANCE: invention relates to improved process of high-purity solvent-grade fluorinated alcohol production, which comprises reaction of methanol with tetrafluoroethylene or hexafluoropropylene in presence of alkylperoxide. Process leads to formation of fluorinated alcohol having general formula: $H(CFR^1CF_2)_nCH_2OH$ (I), wherein $n=1$ or 2 ; when $n=1$, R^1 represents F or CF_3 and, when $n=2$, R^1 represents F. After completion of reaction, reaction mixture is distilled on distillation column in presence of water and HF to produce (i) top fraction containing alcohol formed from alkyl peroxide,

water, and HF and (ii) bottom liquid containing fluorinated alcohol of formula (I). Bottom liquid is purified to recover desired fluorinated alcohol.

EFFECT: increased yield of product.

7 cl, 3 dwg, 2 ex



Фиг. 1

Техническая область

Данное изобретение относится к способу получения фторированного спирта.

Фторированный спирт данного изобретения полезен в качестве растворителя, например, в способе получения фоторецептора для пленки или записывающего слоя для среды записи информации (например, оптического диска, такого как CD-R или DVD-R), в которой
5 имеется записывающий слой, способный записывать и/или считывать информацию с помощью лазера и нанесенный на подложку.

Предпосылки изобретения

В качестве способа получения фторированного спирта формулы $H(CF_2CF_2)_mCH_2OH$ (где m равно 1 или 2), известен способ (1), в котором метанол, взятый в избытке, и тетрафторэтилен подвергают взаимодействию в присутствии диалкилпероксида, такого как трет-бутилоктилпероксид, в качестве инициатора реакции с получением фторированного спирта в виде смеси продуктов теломеров формулы $H(CF_2CF_2)_kCH_2OH$ (где k представляет собой целое число от 1 до 12) (JP-A-54-154707 и Патент США №2559628).
10

Кроме того, в качестве способа (2) очистки смеси теломеров был предложен способ, в котором из верхней части дистилляционной колонны отгоняется метанол, в качестве фракции, отбираемой с тарелки, отгоняются вода и HF, а в качестве кубовой жидкости получают фторированный спирт (Патент Японии №3026804).
15

В смеси теломеров способа (1) обычно содержится спирт, который является продуктом разложения диалкилпероксида, и оказалось, что присутствие такого спирта нежелательно, так как выход очистки фторированного спирта при очистке становится низким. Кроме того, в способе (2) вместе с фторированным спиртом в кубовой жидкости будет оставаться спирт, который является продуктом разложения, и оказалось, что проблема последующей стадии состоит в том, что загрузка стадии дистилляции для получения фторированного спирта высокой чистоты затруднена, и выход фторированного спирта также снижается.
20
25

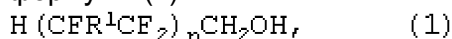
Целью данного изобретения является решение описанных выше проблем и обеспечение способа получения фторированного спирта, при применении которого может быть получен целевой фторированный спирт с хорошим выходом и может осуществляться высокоэффективная очистка при небольшом количестве стадий.
30

Описание изобретения

Авторами данного изобретения было установлено, что спирт, образующийся из алкилпероксида, используемого в качестве инициатора образования радикалов, определенным образом взаимодействует с целевым фторированным спиртом, и в результате этого эффективность на стадии очистки перегонкой снижается.
35

Кроме того, заявители данного изобретения провели серьезное исследование процесса разделения и очистки реакционной жидкости, содержащей такой спирт после завершения реакции, и в результате было разработано данное изобретение, с помощью которого целевой фторированный спирт можно получить с высоким выходом посредством перегонки реакционной жидкости, в которой присутствуют HF и вода, чтобы отогнать образовавшийся из алкилпероксида спирт в виде концентрированного продукта в составе низкокипящей фракции, содержащей HF и воду.
40

А именно, данное изобретение предоставляет способ получения фторированного спирта, который включает взаимодействие метанола с тетрафторэтиленом или гексафторпропиленом в присутствии алкилпероксида с получением фторированного спирта формулы (1):
45



где n равно 1 или 2, и когда n равно 1, R^1 представляет собой F или CF_3 , а когда n равно 2, R^1 представляет собой F, и в указанном способе реакционная жидкость после завершения реакции отгоняется в присутствии воды и HF для разделения с получением фракции, содержащей спирт, образующийся из алкилпероксида, и кубовой жидкости, содержащей фторированный спирт формулы (1), после чего кубовая жидкость подвергается очистке для выделения фторированного спирта формулы (1).
50

Краткое описание чертежей

Фиг.1 представляет собой технологическую схему воплощения способа получения фторированного спирта согласно данному изобретению, в котором неочищенную реакционную жидкость с помощью перегонки разделяют на фракцию, содержащую спирт, образующийся из алкилпероксида, и кубовую жидкость в нижней части дистилляционного аппарата, содержащую фторированный спирт.

Фиг.2 представляет собой технологическую схему воплощения данного изобретения, в котором стадией очистки кубовой жидкости, содержащей фторированный спирт (фиг.1), является перегонка.

Фиг.3 представляет собой технологическую схему воплощения данного изобретения, которое включает стадию дополнительной перегонки первой фракции для выделения метанола из первой фракции стадии, изображенной на фиг.1.

Наилучший способ осуществления изобретения

Далее будут подробно описаны практические воплощения данного изобретения.

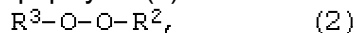
В способе данного изобретения метанол подвергается взаимодействию с тетрафторэтиленом или гексафторпропиленом в присутствии алкилпероксида. В данном способе предпочтительно использовать метанол в избыточном количестве относительно тетрафторэтилена или гексафторпропилена. Применение метанола в избыточном количестве является преимущественным, поскольку это повышает выход фторированного спирта формулы (1), где n равно 1 или 2 (далее в описании называемого фторированным спиртом).

Предпочтительно использовать алкилпероксид в количестве от 0,1 до 5 мас.% из расчета на количество метанола.

Температура описанной выше реакции предпочтительно находится в интервале от примерно 80 до 150°C, особенно предпочтительно от 100 до 140°C. Кроме того, давление реакции предпочтительно составляет от примерно 0,5 до 1,2 МПа (манометрическое, или избыточное давление, далее в описании указывается это же давление). Реакция может проводиться в реакторе, таком как автоклав. Реактор предпочтительно продувается инертным газом, таким как газообразный азот или газообразный аргон.

Взаимодействие метанола с тетрафторэтиленом или гексафторпропиленом может проводиться в присутствии акцептора кислоты, но может проводиться и в его отсутствии без какой бы то ни было помехи. Акцептор кислоты может, например, представлять собой неорганическое соединение, такое как оксид, гидроксид или карбонат щелочного металла (такого как натрий или калий), щелочно-земельного металла (такого как магний, кальций или барий) или цинка, гидроксид аммония или карбонат аммония, или органическое соединение, такое как алкоколят щелочного металла.

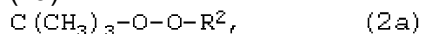
Алкилпероксид, используемый в описанной выше реакции, действует как инициатор образования радикалов. В качестве такого алкилпероксида предпочтительно соединение формулы (2)



где R^3 представляет собой C_{1-20} алифатическую углеводородную группу, R^2 представляет собой C_{1-20} алифатическую углеводородную группу или ароматическую углеводородную группу.

C_{1-20} алифатическая углеводородная группа предпочтительно представляет собой насыщенную алифатическую углеводородную группу, которая может, например, представлять собой алкильную группу, циклоалкильную группу или циклоалкилалкильную группу, и особенно предпочтительно представляет собой алкильную группу. Ароматическая углеводородная группа может также представлять собой, например, фенильную группу или фенильную группу, содержащую заместитель.

В качестве соединения формулы (2) особенно предпочтительно соединение формулы (2a):



где R^2 представляет собой C_{1-20} алифатическую углеводородную группу или

ароматическую углеводородную группу.

Кроме того, R^2 предпочтительно представляет собой C_{1-20} насыщенную алифатическую углеводородную группу, особенно предпочтительно группу $C(CH_3)_3$ (трет-бутильную группу).

5 В частности, для соединения приведенной выше формулы (2a) период уменьшения концентрации в два раза составляет от 8 до 10 часов при оптимальной температуре реакции в интервале от 100 до 140°C, и, соответственно, когда реакция проводится при температуре по меньшей мере 100°C, образование теломеров формулы (1), где n равно по
10 меньшей мере 3, может предотвращаться, и тогда целевой фторированный спирт, в котором n равно 1 или 2, может быть получен селективно; более того, при этой температуре соединение формулы (2a) будет эффективно действовать и подвергаться разложению.

Конкретные примеры алкилпероксида формулы (2) включают ди-трет-бутилпероксид (торговое наименование Perbutyl D, производится NOF Corporation), трет-бутилперокси-2-
15 этилгексаноат (торговое наименование Perbutyl O, производится NOF Corporation), трет-бутилпероксиизопропил карбонат (торговое наименование Perbutyl I, производится NOF Corporation) и трет-бутилкумилпероксид (торговое наименование Perbutyl C, производится NOF Corporation). Среди них наиболее предпочтителен, с точки зрения периода уменьшения концентрации в два раза, составляющего 10 часов, и общей
20 применимости, Perbutyl D.

В качестве инициатора образования радикалов, помимо указанных выше веществ, может использоваться, например, УФ-излучение, нагрев, инициатор азо-типа или инициатор, действующий в результате фотохимической реакции. Такой инициатор образования радикалов может использоваться в сочетании с алкилпероксидом.

25 В данном изобретении спирт, образующийся из алкилпероксида, может представлять собой R^3OH (где R^3 принимает значения, определенные для формулы (2)), когда алкилпероксид представляет собой соединение формулы (2). Кроме того, когда R^2 представляет собой C_{1-20} алифатическую углеводородную группу, в качестве спирта, образующегося из алкилпероксида, будет также образовываться R^2-OH . В
30 качестве конкретного примера спирта, полученного из алкилпероксида, может быть указан трет-бутиловый спирт или 2-этилгексилловый спирт.

Когда R^2 в соединении формулы (2) или в соединении формулы (2a) представляет собой ароматическую углеводородную группу, R^2-OH , полученный в результате разложения
35 алкилпероксида, будет, вероятно, представлять собой более высококипящий компонент, чем R^3-OH или трет-бутиловый спирт, и будет, вероятно, содержаться в кубовом остатке, хотя это может зависеть и от структуры R^2 . В этом случае при очистке кубовой жидкости, как описано далее, такой R^2OH может легко отделяться от фторированного спирта.

Способ данного изобретения отличается тем, что фторированный спирт и спирт, образованный из алкилпероксида, которые, если они присутствуют одновременно, могут плохо разделяться перегонкой, разделяют сначала перегонкой в специальных условиях, а затем фторированный спирт, содержащийся в кубовой жидкости, очищается с помощью
40 дополнительной стадии очистки. Таким образом можно получить фторированный спирт высокой чистоты при небольшом количестве стадий. Фигуры 1-3 представляют собой технологические схемы, иллюстрирующие воплощения данного изобретения, соответственно. Далее будет описано воплощение, в котором в качестве алкилпероксида
45 используется $C(CH_3)_3-O-O-C(CH_3)_3$.

После завершения реакции реакционная жидкость, содержащая метанол, взаимодействовавший с тетрафторэтиленом или гексафторпропиленом, будет поступать из
50 реактора на стадию перегонки.

Реакционная жидкость (называемая далее неочищенной реакционной жидкостью) после завершения реакции перед стадией отгонки содержит целевой фторированный спирт, непрореагировавший метанол, спирт, образующийся из алкилпероксида и в данном случае

представляющий собой $C(CH_3)_3-OH$ (называемый далее трет-бутиловым спиртом), полученный из $C(CH_3)_3-O-O-C(CH_3)_3$, и неразложившийся алкилпероксид.

5 Неочищенная реакционная жидкость может сразу же подвергаться перегонке, но в том случае, когда присутствует твердое вещество или т.п. при необходимости может проводиться фильтрование или т.п. В способе данного изобретения необязательно предварительно нагревать неочищенную реакционную жидкость и предпочтительно отгонять ее практически сразу.

Количество спирта, полученного из алкилпероксида и содержащегося в неочищенной реакционной жидкости, обычно составляет от примерно 1000 до 10000 ч/млн.

10 Для того чтобы из неочищенной реакционной жидкости на стадии перегонки получить трет-бутиловый спирт, эффективно сконцентрированный в отбираемой с тарелки фракции, предпочтительно, чтобы перед перегонкой в неочищенной реакционной жидкости одновременно и в достаточных количествах присутствовали HF и вода. С этой целью предпочтительно добавлять воду или HF, по необходимости, для регулирования количеств
15 воды и HF в неочищенной реакционной жидкости. Содержание воды в неочищенной реакционной жидкости после добавления предпочтительно составляет от 0,1 до 10 мас.%, более предпочтительно от 0,5 до 10 мас.%, особенно предпочтительно от 1 до 10 мас.%. Содержание HF в неочищенной реакционной жидкости после добавления составляет предпочтительно от 0,01 до 10 мас.%, более предпочтительно от 0,01 до 5 мас.%.
20

Фиг.1 представляет собой технологическую схему воплощения способа, в котором неочищенная реакционная жидкость разделяется с помощью перегонки на фракцию, содержащую спирт, образующийся из алкилпероксида, и кубовую жидкость в кубе дистилляционной колонны, содержащую фторированный спирт (кубовая жидкость будет подаваться на стадию очистки).
25

На этой стадии перегонку, с точки зрения чистоты дистилляции, предпочтительно проводить с использованием дистилляционной колонны. В качестве дистилляционной колонны предпочтительно применять колонну с числом теоретических тарелок от 10 до 100.

На стадии перегонки неочищенная реакционная жидкость перегоняется в присутствии
30 воды и HF. И неочищенная реакционная жидкость делится на фракцию, содержащую спирт (в данном случае трет-бутиловый спирт), образующийся из алкилпероксида, и кубовую жидкость в кубе дистилляционного аппарата, содержащую фторированный спирт. С этой целью предпочтительно, чтобы указанная неочищенная реакционная жидкость нагревалась в условиях, при которых манометрическое давление составляет от 0 до 0,1 МПа,
35 предпочтительно 0 МПа (то есть равно атмосферному давлению), и температура отгонки составляет от 40 до 130°C, предпочтительно от 60 до 130°C.

Трет-бутиловый спирт предпочтительно выделяют из неочищенной реакционной жидкости в виде фракции, содержащей метанол, HF и воду. Более предпочтительно фракцию, содержащую трет-бутиловый спирт, отгоняют из верхней части дистилляционной
40 колонны, и особенно предпочтительно, чтобы эта фракция, содержащая наряду с трет-бутиловым спиртом, в основном метанол, HF и воду, отгонялась из верхней части колонны.

Содержание трет-бутилового спирта в кубовой жидкости после перегонки (далее называемой первичной перегонкой) неочищенной реакционной жидкости, другими словами, остаточное содержание трет-бутилового спирта предпочтительно является настолько
45 низким, насколько это возможно. При применении обычного дистилляционного аппарата остаточную долю трет-бутилового спирта предпочтительно доводят до значения самое большее 1000 ч/млн (но не равного 0). Доведение содержания до значения самое большее 1000 ч/млн (но не равного 0) является преимущественным, так как чистота фторированного спирта может быть легко повышена при осуществлении последующей
50 стадии очистки в зависимости от желаемой чистоты. Например, если содержание составляет самое большее 1000 ч/млн (но не равно 0), на стадии очистки, которая будет описана далее, фторированный спирт, имеющий чистоту, по меньшей мере, 99,9 мас.%, может быть выделен с выходом 50% из расчета на содержание фторированного спирта в

неочищенной реакционной жидкости.

Фиг.2 представляет собой технологическую схему воплощения, в котором стадия очистки кубовой жидкости, содержащей фторированный спирт (фиг.1), является перегонкой. Кубовая жидкость, выделенная из аппарата дистилляции (первая дистилляционная колонна на фиг.2) на стадии дистилляции, будет подаваться на стадию очистки. Способ осуществления очистки не ограничен, но предпочтительно является перегонкой (вторая дистилляционная колонна на фиг.2). С помощью перегонки кубовой жидкости с использованием второй дистилляционной колонны (далее называемой второй перегонкой) в качестве целевого компонента может быть выделен фторированный спирт высокой чистоты. Кроме того, в случае когда фторированный спирт выделяется во второй дистилляции, предпочтительно выделять фторированный спирт в виде фракции, как показано на фиг.2, а не в виде кубовой жидкости, поскольку таким образом может быть выделен фторированный спирт более высокой чистоты. Кроме того, стадия очистки кубовой жидкости, содержащей фторированный спирт и полученной с помощью первой перегонки, может проводиться с помощью аппарата многократной перегонки. Например, на фиг.2 представлено воплощение, в котором применяются вторая и третья дистилляционные колонны. Кроме того, каждая перегонка может проводиться в системе непрерывного или периодического действия.

Фиг.3 представляет собой технологическую схему воплощения, которое включает стадию дополнительной перегонки фракции (далее называемой первой фракцией), полученной в первой перегонке, для выделения метанола из первой фракции. Как показано на фиг.3, первая фракция, выделенная из верхней части дистилляционного аппарата (первая дистилляционная колонна на фиг.2) на стадии первой перегонки (первая фракция, помимо метанола, может содержать трет-бутиловый спирт, HF и воду), будет поступать в другой дистилляционный аппарат (вторая дистилляционная колонна на фиг.3). Метанол выделяется в виде фракции (далее называемой второй фракцией), которая может быть получена из верхней части второй дистилляционной колонны в результате перегонки. Метанол, выделенный в виде второй фракции, является метанолом высокой чистоты и, соответственно, может возвращаться в реактор и повторно использоваться в реакции с тетрафторэтиленом или гексафторпропиленом. Содержание HF в метаноле, представляющем собой вторую фракцию, предпочтительно составляет, самое большее, 10 ч/млн.

Приведенное выше описание относится к воплощению, в котором в качестве алкилпероксида используется $C(CH_3)_3-O-O-C(CH_3)_3$. Однако все это применимо к случаю, когда в качестве инициатора образования радикалов используется другой алкилпероксид.

Для фторированного спирта формулы (1), который с помощью способа данного изобретения может быть получен с высокой чистотой, остаток при выпаривании обычно будет составлять самое большее 50 ч/млн. Такой фторированный спирт полезен в качестве растворителя для изготовления записывающего слоя среды записи информации, содержащей записывающий слой, который способен записывать и/или считывать информацию с помощью лазера и нанесен на субстрат.

В частности, среда записи информации, содержащая записывающий слой, на котором возможна запись и/или считывание информации с помощью лазера, нанесенный на субстрат, может быть получена образованием записывающего слоя, содержащего краситель, в соответствии со стандартным способом, когда краситель растворяют в растворителе, содержащем фторированный спирт, предпочтительно в растворителе фторсодержащего типа, содержащем фторированный спирт, полученный раствор наносят в виде покрытия на субстрат и затем сушат.

В качестве такого красителя может, например, использоваться цианиновый краситель, фталоцианиновый краситель, пирилеиновый краситель, тиопирилеиновый краситель, скварилеиновый (squarylium) краситель, азулеиновый краситель, индофенольный краситель, индоанилиновый краситель, трифенилметановый краситель, хиноновый краситель, алюминиевый краситель, дииммониевый краситель или краситель на основе соли

комплекса металла. В качестве субстрата может использоваться пластмасса, такая как поликарбонат, полиметилметакрилат, эпоксидная смола, аморфный полиолефин, сложный полиэфир или поливинилхлорид, стекло или керамика. Кроме того, между записывающим слоем и субстратом с целью улучшения плоской формы, улучшения силы сцепления, предотвращения модификации записывающего слоя и т.д. может формироваться промежуточный слой. На записывающий слой может наноситься защитный слой.

Пример

Далее настоящее изобретение будет описано более подробно со ссылкой на пример. В этом описании содержание воды определяют методом Карла Фишера, содержание HF определяют методом электродного анализа ионов фтора, и содержание органических соединений, таких как метанол, трет-бутиловый спирт и фторированный спирт, определяют газовой хроматографией и соответствующие части представляют в виде % площади газовой хроматограммы.

Пример

В автоклав с внутренним объемом 5 м³, используемый в качестве реактора, загружают метанол (3 м³) и Perbutyl D (20 кг) в качестве алкилпероксида, автоклав продувают азотом и затем нагревают до 125°C, после чего непрерывно подают тетрафторэтилен таким образом, чтобы внутреннее давление составляло 0,8 МПа, и взаимодействие продолжают в течение 16 часов. Неочищенная реакционная жидкость после взаимодействия содержит 100 ч/млн непрореагировавшего Perbutyl D, 8000 ч/млн трет-бутилового спирта, 1500 ч/млн HF, 3000 ч/млн воды и метанол в качестве остального компонента. К этой неочищенной реакционной жидкости добавляют воду таким образом, чтобы содержание воды составляло 5 мас.%. Полученную смесь подают в первую дистилляционную колонну в соответствии с технологической схемой, представленной на фиг. 1, и поддерживая давление на уровне 0,1 МПа, дистиллятор нагревают и неочищенную жидкую реакционную смесь разделяют на верхний погон колонны, содержащий метанол, трет-бутиловый спирт, HF и воду и отгоняемый из верхней части дистилляционной колонны при температуре перегонки в интервале от 65 до 100°C, и кубовую жидкость, содержащую фторированный спирт, которую выделяют из кубовой части. Содержание трет-бутилового спирта в кубовой жидкости снижают до уровня не выше 100 ч/млн. Кубовую жидкость загружают в дистилляционный аппарат с числом теоретических тарелок, равным 40 тарелкам, и очистку проводят перегонкой периодическим способом (условия перегонки: 0,025 МПа, 65-80°C), в результате получают HCF₂CF₂CH₂OH с выходом 80% из расчета на HCF₂CF₂CH₂OH, присутствующий в неочищенной реакционной жидкости. Чистота полученного HCF₂CF₂CH₂OH составляет, по меньшей мере, 99,9 мас.%, и остаток после выпаривания составляет не более 50 ч/млн.

С другой стороны, фракция, выделенная из верхней части первой дистилляционной колонны, содержит 150 ч/млн Perbutyl D, 15000 ч/млн трет-бутилового спирта, 2800 ч/млн HF, 8 мас.% воды и метанола. Эту фракцию вводят в другую дистилляционную колонну (соответствующую второй дистилляционной колонне на фиг. 3) и перегоняют (условия перегонки: 0,1 МПа, 65°C), в результате из верхней части второй дистилляционной колонны выделяют метанол, содержащий не более 10 ч/млн трет-бутилового спирта, не более 10 ч/млн HF и не более 1000 ч/млн воды.

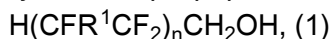
Промышленная применимость

В соответствии с данным изобретением фторированный спирт высокой чистоты, такой как HCF₂CF₂CH₂OH, H(CF₂CF₂)₂CH₂OH или HCF(CF₃)CF₂CH₂OH, который полезен для получения фоторецептора пленки или среды записи информации (такой как оптический диск, например CD-R или DVD-R), содержащей записывающий слой, на который возможна запись и/или считывание информации с помощью лазера, нанесенный на субстрат, может быть получен с высоким выходом очистки при небольшом количестве стадий. Кроме того, метанол, используемый в избыточном количестве, может быть выделен после реакции и использоваться повторно. В случае когда фторированный спирт, полученный с помощью данного изобретения, получен в качестве компонента отгонки, еще одним достоинством

является то, что он не будет содержать включение кубового остатка.

Формула изобретения

1. Способ получения фторированного спирта, который включает взаимодействие
5 метанола с тетрафторэтиленом или гексафторпропиленом в присутствии алкилпероксида с получением фторированного спирта формулы (1):



где n равно 1 или 2 и когда n равно 1, R¹ представляет собой F или CF₃, а когда n
10 равно 2, R¹ представляет собой F, где в указанном способе реакционную жидкость после завершения реакции перегоняют в дистилляционной колонне в присутствии воды и HF, с разделением на фракцию, отгоняемую из верхней части дистилляционной колонны и содержащую спирт, образующийся из алкилпероксида, метанол, воду и HF, и кубовую жидкость, содержащую фторированный спирт формулы (1), а затем кубовую жидкость очищают для выделения фторированного спирта формулы (1).

15 2. Способ по п.1, в котором фракцию подвергают дополнительной перегонке и отогнанный метанол повторно используют в реакции.

3. Способ по п. 1 или 2, где кубовая жидкость после отгонки содержит спирт, полученный из алкилпероксида, в количестве не более 1000 ч./млн (но не равном 0).

20 4. Способ по любому из пп. 1-3, где осуществляется перегонка реакционной жидкости, в которой содержание HF доведено до значения от 0,01 до 10 мас.% и содержание воды доведено до значения от 0,1 до 10 мас.%.

5. Способ по любому из пп. 1-4, где условия перегонки являются такими, что манометрическое давление в процессе перегонки составляет 0 - 0,1 МПа и температура перегонки составляет 40 - 130°C.

25 6. Способ по любому из пп. 1-5, где алкилпероксид представляет собой соединение приведенной ниже формулы (2a) и реакцию проводят при температуре 100 - 140°C:



30 где R² представляет собой C₁₋₂₀ алифатическую углеводородную группу или ароматическую углеводородную группу.

7. Способ по любому из пп. 1-6, где очистку кубовой жидкости проводят посредством перегонки с помощью дистилляционной колонны и фторированный спирт формулы (1) отгоняют из верхней части колонны.

35

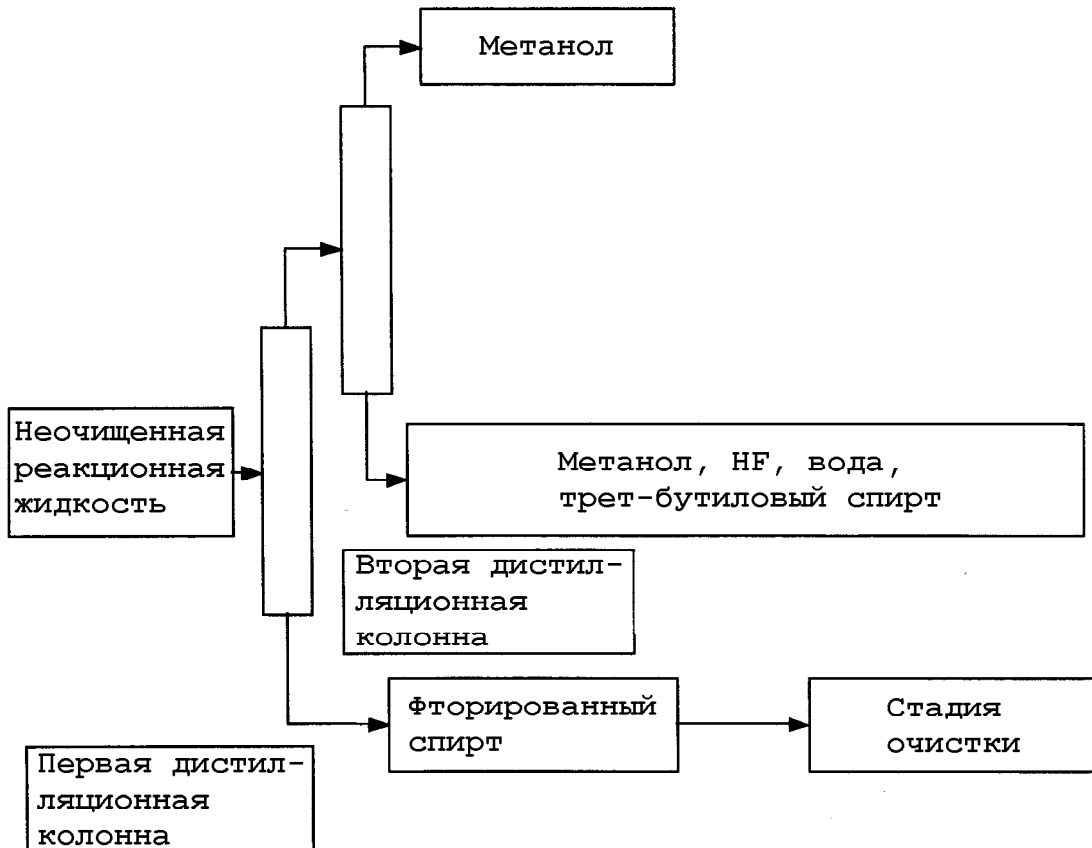
40

45

50



Фиг. 2



Фиг. 3