



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I801789 B

(45)公告日：中華民國 112 (2023) 年 05 月 11 日

(21)申請案號：109146907 (22)申請日：中華民國 109 (2020) 年 12 月 30 日

(51)Int. Cl. : C07C253/34 (2006.01) C07C255/05 (2006.01)

(30)優先權：2019/12/30 美國 62/955,086

(71)申請人：美商阿散德性能材料營運公司(美國) ASCEND PERFORMANCE MATERIALS OPERATIONS LLC (US)

美國

(72)發明人：督比 桑傑 DUBE, SANJAY (IN)；哈索汀 班哲明 HASELTINE, BENJAMIN (US)；艾伯特 傑佛森 湯瑪士 EBERT, JEFFERSON THOMAS (US)；埃摩爾 達里克 ELMORE, DARRICK (US)

(74)代理人：陳長文

(56)參考文獻：

TW 200301759A

TW 201728620A

JP 2003-192631A

US 2005/0010021A1

審查人員：楊謹璋

申請專利範圍項數：15 項 圖式數：5 共 58 頁

(54)名稱

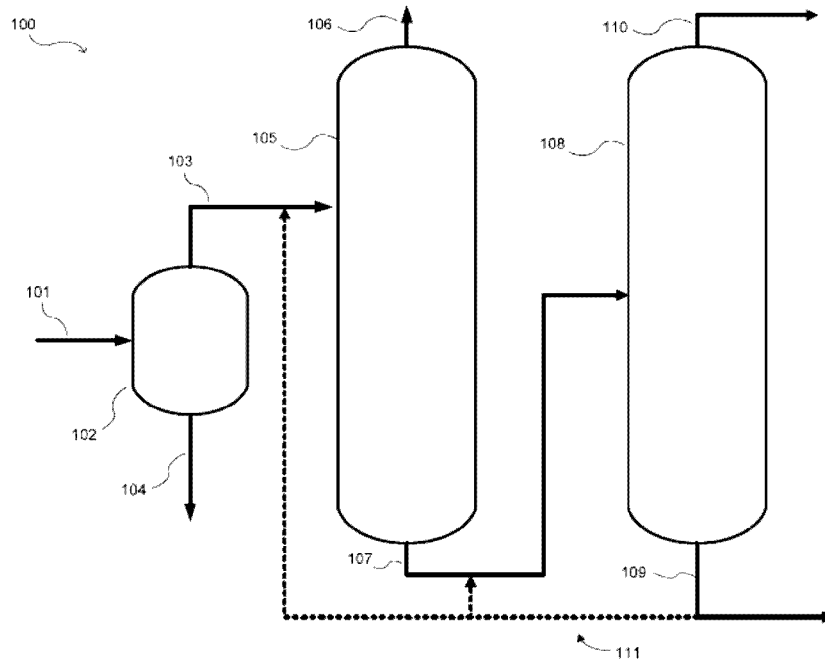
三氰基己烷純化方法

(57)摘要

本公開整體上涉及通過己二腈生產的副產物或共同產物料流的純化回收三氰基己烷(TCH)的方法。本公開特別涉及一種純化三氰基己烷(TCH)的方法，所述方法具有步驟：(a) 分離包含己二腈和 TCH 的己二腈製程料流以形成包含低沸點組分和高沸點組分的第一塔頂輕質物料流，和包含高沸點組分和固體雜質的第一塔底重質物料流；和(b) 在蒸餾塔中分離第一塔頂輕質物料流以形成包含低沸點組分的第二塔頂輕質物料流、包含高沸點組分的第二塔底重質物料流，和包含 TCH 和小於 10 重量%雜質的 TCH 料流；其中所述蒸餾塔是低壓蒸餾塔。

The present disclosure relates generally to processes for recovering tricyanohexane (TCH) via purification of by-product or co-product streams of adiponitrile production. In particular, the present disclosure relates to a process for purifying tricyanohexane (TCH), the process having the steps of (a) separating an adiponitrile process stream comprising adiponitrile and TCH to form a first overhead lights stream comprising low-boiling components and high-boiling components and a first bottoms heavies stream comprising high-boiling components and solid impurities; and (b) separating the first overhead lights stream in a distillation column to form a second overhead lights stream comprising low-boiling components, a second bottoms heavies stream comprising high-boiling components, and a TCH stream comprising TCH and less than 10 wt.% impurities; wherein the distillation column is a low pressure distillation column.

指定代表圖：



符號簡單說明：

101:己二腈製程料流

102:閃蒸蒸發器

103:第一塔頂料流

104:第一塔底料流

105:第一蒸餾塔

106:第二塔頂料流

107:第二塔底料流

108:第二蒸餾塔

109:第三塔底料流

110:第三塔頂料流

111:再循環步驟

【圖1】



I801789

【發明摘要】

公告本

【中文發明名稱】

三氰基己烷純化方法

【英文發明名稱】

TRICYANOHEXANE PURIFICATION METHODS

【中文】

本公開整體上涉及通過己二腈生產的副產物或共同產物料流的純化回收三氰基己烷(TCH)的方法。本公開特別涉及一種純化三氰基己烷(TCH)的方法，所述方法具有步驟：(a) 分離包含己二腈和TCH的己二腈製程料流以形成包含低沸點組分和高沸點組分的第一塔頂輕質物料流，和包含高沸點組分和固體雜質的第一塔底重質物料流；和(b) 在蒸餾塔中分離第一塔頂輕質物料流以形成包含低沸點組分的第二塔頂輕質物料流、包含高沸點組分的第二塔底重質物料流，和包含TCH和小於10重量%雜質的TCH料流；其中所述蒸餾塔是低壓蒸餾塔。

【英文】

The present disclosure relates generally to processes for recovering tricyanohexane (TCH) via purification of by-product or co-product streams of adiponitrile production. In particular, the present disclosure relates to a process for purifying tricyanohexane (TCH), the process having the steps of (a) separating an adiponitrile process stream comprising adiponitrile and TCH to form a first overhead lights stream comprising low-boiling components and high-boiling components and a first bottoms heavies stream comprising high-boiling components and

solid impurities; and (b) separating the first overhead lights stream in a distillation column to form a second overhead lights stream comprising low-boiling components, a second bottoms heavies stream comprising high-boiling components, and a TCH stream comprising TCH and less than 10 wt.% impurities; wherein the distillation column is a low pressure distillation column.

【指定代表圖】

圖1

【代表圖之符號簡單說明】

- 101:己二腈製程料流
- 102:閃蒸蒸發器
- 103:第一塔頂料流
- 104:第一塔底料流
- 105:第一蒸餾塔
- 106:第二塔頂料流
- 107:第二塔底料流
- 108:第二蒸餾塔
- 109:第三塔底料流
- 110:第三塔頂料流
- 111:再循環步驟

【發明說明書】

【中文發明名稱】

三氰基己烷純化方法

【英文發明名稱】

TRICYANOHEXANE PURIFICATION METHODS

【技術領域】

【0001】 本公開整體上涉及通過工業製程的共同產物料流(co-product streams)的純化生產三氰基己烷(TCH)。更具體地，本公開涉及回收存在於來自己二腈生產之料流中的TCH的方法。

【先前技術】

【0002】 氰碳化合物(Cyanocarbons)，例如具有氰基官能團的有機化合物是已知的並廣泛用於各種應用。這些化合物中的許多種，包括丙烯腈和己二腈(ADN)，用作單體以製備各種聚合物，如尼龍、聚丙烯腈或丙烯腈丁二烯苯乙烯。特別是可將己二腈氫化成用於生產尼龍-6,6的1,6-二氨基己烷(六亞甲基二胺(HMD))。生產氰碳化合物的幾種方法是本領域中已知的。例如，一種常規的己二腈生產路線利用丙烯腈的電氫化二聚，如美國專利No. 3,844,911中所述。

【0003】 這種和其它生產方法通常產生包含少量所欲的共同產物的料流。例如，己二腈生產製程的一些常規料流可含有少量但並非無關緊要量的殘留己二腈。通常，這些料流的分離是低效的並且無法有效捕獲這些量的己二腈。因此，這些料流被當作廢物料流處理，例如被燃燒，這導致這些共同產物完全損失。因此，有價值的己二腈未被捕獲。

【0004】 一些ADN分離/純化製程是已知的。但是，這些製程通常

涉及包含更高濃度己二腈的粗制己二腈產物料流的純化。

【0005】 例如，美國專利No. 3,451,900涉及一種由含有己二腈、環戊酮、2-氰基-環戊烯-(1)-基-胺和其它沸點高於己二腈的組分的反應產物生產純己二腈的方法，其中從己二腈中蒸餾環戊酮和2-氰基-環戊烯-(1)-基-胺，其改進包括對反應產物施以蒸餾以分離成包含己二腈和所有較低沸點組分的餾出物和包含沸點高於己二腈的組分的殘留物，此後對所述餾出物施以多級真空蒸餾法以將較低沸點雜質與己二腈分離。

【0006】 美國專利No. 6,599,398也涉及一種利用兩個相繼蒸餾從己二腈、氨基己腈和六亞甲基二胺的混合物中回收純化己二腈的方法：(1) 第一蒸餾，其中該混合物在蒸餾塔中在使至少7%的AND與雙六亞甲基三胺(BHMT)和2-氰基亞環戊基亞胺(cyanocyclopentylideneimine)(CPI)一起進入餾出物的壓頭(head pressure)下蒸餾，和(2) 第二蒸餾，其中來自第一蒸餾的餾出物在第二蒸餾塔中在足以造成己二腈和BHMT之間的最低溫度共沸的壓頭(head pressure)下蒸餾，由此能夠作為餾出物從第二蒸餾中取出大部分BHMT和CPI，並作為塔底物取出基本上不含BHMT和CPI的己二腈。

【0007】 即使考慮到已知技術，也仍需要可從較低己二腈含量的氰碳化合物生產製程料流中有效回收殘留己二腈的方法，其帶來總生產效率的顯著改進。

【發明內容】

【0008】 本公開提供從工業製程料流(尤其是來自己二腈生產的製程料流)中回收TCH的方法。在一個方面中，本公開提供一種純化三氰基己烷(TCH)的方法，所述方法包括：a) 分離包含己二腈和TCH的己二腈製程

料流以形成包含低沸點組分和高沸點組分的第一塔頂輕質物料流，和包含高沸點組分和固體雜質的第一塔底重質物料流；和b) 在一個或多個蒸餾塔中分離第一塔頂輕質物料流以形成包含低沸點組分的第二塔頂輕質物料流、包含高沸點組分的第二塔底重質物料流和包含TCH和小於10重量%雜質的TCH料流；其中所述蒸餾塔是低壓蒸餾塔。在一些情況下，低壓蒸餾塔在真空下運行。在一些情況下，低壓蒸餾塔在小於100 mm Hg的塔頂壓力下運行。在一些情況下，低壓蒸餾塔在小於100 mm Hg的塔底壓力下運行。在一些情況下，所述蒸餾塔包含再沸器並且再沸器在高於250°C的溫度下運行。在一些情況下，所述蒸餾塔包含再沸器並且再沸器使用熱油系統。在一些情況下，步驟a)包括閃蒸己二腈製程料流、在刮板式薄膜蒸發器(wiped film evaporator)中處理己二腈製程料流、和/或在降膜蒸發器(falling film evaporator)中處理己二腈製程料流。在一些情況下，步驟a)在至少250°C的溫度下進行。在一些情況下，TCH料流包含小於1重量%雜質。在一些情況下，第一塔頂輕質物料流包含0重量%至20重量%重質物。在一些情況下，所述方法進一步包括再循環至少一部分第二塔底重質物料流，其視需要包含0重量%至40重量%高沸點組分。在一些情況下，步驟b)進一步包括：在第一蒸餾塔中分離第一塔頂輕質物料流以形成第二塔頂輕質物料流和第二塔底重質物料流；和在第二蒸餾塔中分離第二塔底重質物料流以形成第三塔底重質物料流和第三塔頂TCH料流。在這些情況的一些中，所述方法可進一步包括將至少一部分第三塔底重質物料流再循環到第二塔底重質物料流和/或再循環到第一塔頂輕質物料流。在一些情況下，所述方法進一步包括處理TCH料流以形成純化TCH料流的處理步驟。所述處理步驟可包含氮氣汽提或用分子篩處理。所述純化TCH料流可

包含小於0.1重量%雜質、小於20 ppm水和/或小於5 ppm金屬。在一些情況下，所述己二腈製程料流是通過己二腈生產和/或己二腈純化製程製成的共同產物料流。在一些情況下，將第一塔底重質物料流和/或第二塔頂輕質物料流再循環到己二腈生產和/或己二腈純化製程。

【0009】 在另一方面中，本公開提供一種純化TCH的方法，所述方法包括：a) 分離包含己二腈和TCH的己二腈製程料流以形成包含低沸點組分和高沸點組分的第一塔頂輕質物料流，和包含高沸點組分和固體雜質的第一塔底重質物料流；b) 分離第一塔頂輕質物料流以形成包含低沸點組分的第二塔頂輕質物料流，和包含TCH和重質物的第二塔底重質物料流；c) 蒸餾第二塔底重質物料流以形成包含TCH和小於5重量%雜質的第三塔頂輕質物料流，和包含重質物的第三塔底重質物料流；其中步驟b)或步驟c)包括在低壓蒸餾塔中蒸餾。在一些情況下，低壓蒸餾塔包含再沸器並且再沸器在高於250°C的溫度下運行。

【0010】 在另一方面中，本公開提供一種純化TCH的方法，所述方法包括a) 分離包含己二腈和TCH的己二腈製程料流以形成包含低沸點組分和高沸點組分的第一塔頂輕質物料流，和包含高沸點組分和固體雜質的第一塔底重質物料流；b) 蒸餾第一塔頂輕質物料流以形成包含低沸點組分的第二塔頂輕質物料流、包含重質物的第二塔底重質物料流和包含TCH和輕質物的側取料流(side draw)；c) 在第二閃蒸容器中分離所述側取料流以形成包含TCH和小於5重量%雜質的第三塔底重質物料流，其中步驟b)或步驟c)包括在低壓蒸餾塔中蒸餾。在一些情況下，低壓蒸餾塔包含再沸器，並且再沸器在高於250°C的溫度下運行。

【0011】 在另一方面中，本公開提供一種純化TCH的方法，所述方

法包括：a) 分離己二腈製程料流以形成包含低沸點組分和高沸點組分的第一塔頂輕質物料流，和包含高沸點組分和固體雜質的第一塔底重質物料流；b) 蒸餾第一塔頂輕質物料流以形成包含低沸點組分的第二塔頂輕質物料流，和包含TCH和重質物的第二塔底重質物料流；c) 蒸餾第二塔底重質物料流以形成包含TCH和雜質的第三餾出物，和包含重質物的第三塔底重質物料流；和d) 蒸餾第三餾出物以形成包含低沸點組分的第四塔頂輕質物料流，和包含TCH和小於5重量%雜質的第四塔底重質物料流，其中步驟b)、步驟c)或步驟d)包括在低壓蒸餾塔中蒸餾。在一些情況下，低壓蒸餾塔包含再沸器，並且再沸器在高於250°C的溫度下運行。

【0012】 在另一方面中，本公開提供一種純化TCH的方法，所述方法包括：a) 分離己二腈製程料流以形成包含低沸點組分和高沸點組分的第一塔頂輕質物料流，和包含高沸點組分和固體雜質的第一塔底重質物料流；b) 蒸餾第一塔頂輕質物料流以形成包含低沸點組分的第二塔頂輕質物料流，和包含TCH和重質物的第二塔底重質物料流；c) 蒸餾第二塔底重質物料流以形成包含TCH和雜質的第三餾出物，和包含重質物的第三塔底重質物料流；和d) 在第二閃蒸容器中分離第三餾出物以形成包含低沸點組分的第四塔頂輕質物料流，和包含TCH和小於5重量%雜質的第四塔底重質物料流，其中步驟b)、步驟c)或步驟d)包括在低壓蒸餾塔中蒸餾。在一些情況下，低壓蒸餾塔包含再沸器，並且再沸器在高於250°C的溫度下運行。

【圖式簡單說明】

【0013】 下面參考附圖詳細描述本公開，其中類似標記是指類似部件。

圖1描繪用於產生中間己二腈料流的方法的一個實施方案的示意性概圖。

圖2描繪用於產生中間己二腈料流的方法的另一實施方案的示意性概圖。

圖3描繪用於產生中間己二腈料流的方法的另一實施方案的示意性概圖。

圖4描繪用於產生中間己二腈料流的方法的另一實施方案的示意性概圖。

圖5描繪用於產生中間己二腈料流的方法的另一實施方案的示意性概圖。

【實施方式】

對相關申請的引用

【0014】本申請要求2019年12月30日提交的美國臨時申請No. 62/955,086的優先權，其經此引用併入本文。

【0015】如上文所述，許多常規氰碳化合物生產製程料流含有(較低量的)所欲的共同產物，如己二腈和TCH，例如作為1,3,6-三氰基己烷和/或1,2,6-三氰基己烷。在常規方法中，已經證實這些量的己二腈和/或TCH的分離和/或回收是低效和不切實際的。用於分離和/或回收TCH的常規方法例如依賴於組分的不同沸點。由於氰碳化合物生產料流中存在的TCH和其它高沸點組分具有高沸點，例如高於300°C、高於350°C或高於400°C的沸點，常規方法依賴于極高溫度使料流沸騰。

【0016】但是，已經發現，氰碳化合物生產製程料流中的某些組分在常規分離方法的過程中容易分解。已經發現分解產物限制了滿足商業上

所需TCH純度的能力。常規TCH回收法沒有考慮這種分解，因此需要額外純化步驟，以致效率較低。

【0017】 此外，本發明人現在已經發現，製程料流的暴露溫度影響分解，並且可通過控制溫度來控制(例如減少或消除)分解。特別地，某些高沸點組分容易分解成具有更高沸點和更低沸點的雜質。長時間暴露於高壓高溫(high pressures temperatures)促進高沸點組分的分解，並且隨著溫度提高，分解速率提高。為了降低溫度，本發明人已經發現了如本文中描述的製程的特殊運行參數，其可有效地分離和純化TCH並減輕或消除分解。特別地，本發明人已經發現，低壓塔運行，視需要地與高再沸器運行溫度結合，提供出乎意料的分離效率。據推測，較高的再沸器溫度雖然導致分解，但可能有助於其它組分的有效分離。令人驚訝地，已經發現，低壓塔運行顯著減輕可能隨高溫再沸器運行出現的任何不利因素，例如分解。因此，已經發現低壓塔運行與高再沸器運行溫度的組合提供一些共同產物的有效分離，同時出乎意料地限制分解產物形成。

【0018】 傳統純化方案關注的製程料流，並未處理組分分解及其對分離效率的影響。通常，純化方案尚未關注具有可觀量的高沸點組分的製程料流，可觀量的高沸點組分造成高溫和因此分解。例如，傳統純化方案尚未關注包含可觀量的TCH的製程料流的分離和/或純化。因此，這些純化方案已被證實在用於分離和/或純化包含高沸點組分的製程料流時低效和不切實際。由於無法解決分解問題，傳統方案幾乎沒有就本文所述的製程料流提供指導。

【0019】 在一些情況下，本公開涉及純化TCH的方法。該方法包括分離己二腈製程料流以形成第一塔頂輕質物料流和第一塔底重質物料流的

步驟。己二腈製程料流包含己二腈，在一些情況下，與傳統己二腈製程料流相比，該己二腈製程料流具有低己二腈含量，例如小於50重量%己二腈。該己二腈製程料流可進一步包含TCH(下面提供己二腈製程料流的附加組成資訊)。第一塔頂輕質物料流包含低沸點組分，例如具有比TCH低的沸點的組分。第一塔底重質物料流包含高沸點組分，例如具有比TCH高的沸點的組分和固體雜質。

【0020】 該方法還包括在蒸餾塔中分離第一塔頂輕質物料流以形成第二塔頂輕質物料流、第二塔底重質物料流和TCH料流的步驟。第二塔頂輕質物料流包含低沸點組分。第二塔底重質物料流包含高沸點組分。TCH料流包含TCH和小於10重量%雜質。

【0021】 重要地，蒸餾塔可以是低壓蒸餾塔。作為一個實例，低壓蒸餾塔可在真空下運行。作為另一實例，低壓蒸餾塔在小於100 mm Hg的塔頂壓力下運行和/或在低於100 mm Hg的塔底壓力下運行。本發明人已經發現，通過進行該分離，可降低塔溫度，這令人驚訝地提供改進的分離效率，例如通過減少或消除分解。

【0022】 重要地，蒸餾塔可包含高溫再沸器。例如，蒸餾塔可包含在高於250°C的溫度下運行的再沸器。為了在如此高的溫度下運行，再沸器可採用特殊設備。作為一個實例，蒸餾塔包含在高於250°C的溫度下運行並使用熱油系統的再沸器。

【0023】 本公開方法的分離是有效的，並考慮到也可分離和回收的其它共同產物，例如己二腈。本發明人已經發現，在TCH純化製程中考慮己二腈也是重要的，因為已經發現己二腈在高溫下分解。尚未發現傳統方案有效地同時捕獲己二腈和TCH。

【0024】 第一分離步驟是可變化的，但通常產生上文提到的第一塔頂輕質物料流並通常將任何固體雜質分離到第一塔底重質物料流。在一些情況下，該方法的第一分離步驟包括閃蒸己二腈製程料流。在一些情況下，第一分離步驟包括在刮板式薄膜蒸發器中處理己二腈製程料流。在一些情況下，第一分離步驟包括在降膜蒸發器中處理己二腈製程料流。

【0025】 在一些情況下，己二腈製程料流的第二分離步驟包括在一個或多個蒸餾塔中分離己二腈製程料流。作為一個實例，第二分離步驟可包括在第一蒸餾塔中分離第一塔頂輕質物料流以形成第二塔頂輕質物料流和第二塔底重質物料流，和在第二蒸餾塔中分離第二塔底重質物料流以形成第三塔底重質物料流和第三塔頂輕質物料流，其可以是TCH料流。

【0026】 作為另一實例，第二分離步驟可包括在蒸餾塔中分離第一塔頂輕質物料流以形成第二塔頂輕質物料流、第二塔底重質物料流和側取料流，和在閃蒸容器中分離側取料流以形成第三塔底重質物料流，其可以是TCH料流。

【0027】 作為另一實例，第二分離步驟可包括在第一蒸餾塔中分離第一塔頂輕質物料流以形成第二塔頂輕質物料流和第二塔底重質物料流，在第二蒸餾塔中分離第二塔底重質物料流以形成第三塔頂輕質物料流和第三塔底重質物料流，和在第三蒸餾塔中分離第三塔頂輕質物料流以形成第四塔頂輕質物料流和第四塔底重質物料流，其可以是TCH料流。

【0028】 作為另一實例，第二分離步驟可包括在第一蒸餾塔中分離第一塔頂輕質物料流以形成第二塔頂輕質物料流和第二塔底重質物料流，在第二蒸餾塔中分離第二塔底重質物料流以形成第三塔頂輕質物料流和第三塔底重質物料流，和在閃蒸容器中分離第三塔頂輕質物料流以形成第四

塔頂輕質物料流和第四塔底重質物料流，其可以是TCH料流。

【0029】 在第二分離步驟的這些實例的每一個中，第一蒸餾塔、第二蒸餾塔和/或第三蒸餾塔各自可以是低壓蒸餾塔。在第二分離步驟的這些實例的每一個中，第一蒸餾塔、第二蒸餾塔和/或第三蒸餾塔的每一個可包含再沸器，其在高於250°C的溫度下運行和/或使用熱油系統。

【0030】 己二腈製程料流

【0031】 如上所述，己二腈製程料流具有特定組成，已經令人驚訝地發現當使用本公開方法時其高效分離。特別地，己二腈製程料流可包含己二腈、TCH、高沸點組分和低沸點組分。常規分離方法難以分離較低量的己二腈和/或TCH。在一些實施方案中，己二腈製程料流可以是另一工業化學生產製程的一個或多個製程料流。例如，己二腈製程料流可包含來自不同製程或系統，例如己二腈、丙烯腈、烯丙基腈、丁腈、聚丙烯腈、聚醯胺、聚芳醯胺或其組合的生產的一個或多個製程料流。在一種具體情況下，己二腈製程料流可以是來自己二腈生產製程的一個或多個製程料流、清洗料流(purge streams)或閃蒸尾料(flash tails)。在一些情況下，來自多種製程的料流可合併形成該料流。在常規方法中，此類含己二腈(和/或含TCH)的料流通常被當作廢物料流處理，例如排放或燃燒，並且沒有回收有價值的組分。通過按本文所述從這些料流中回收己二腈和/或TCH，可以回收(殘留)己二腈並使用或銷售，由此提高效率 and 盈利性。

【0032】 己二腈製程料流可包含小於40重量%己二腈，例如小於35重量%、小於30重量%、小於20重量%、小於18重量%、小於15重量%、小於12重量%、小於10重量%或小於5重量%。就範圍而言，己二腈製程料流可包含0.1重量%至40重量%己二腈，例如0.5重量%至30重量%、1重

量%至20重量%、1重量%至18重量%、1重量%至10重量%、2重量%至15重量%、3重量%至15重量%、或5重量%至15重量%。就下限而言，己二腈製程料流可包含大於0.1重量%己二腈，例如大於0.3重量%、大於0.5重量%、大於0.7重量%、大於1.0重量%、大於1.5重量%、大於2重量%或大於5重量%。

【0033】 在一些實施方案中，己二腈製程料流包含小於25重量% TCH，例如小於20重量%、小於18重量%、小於15重量%、小於12重量%、小於10重量%或小於5重量%。就範圍而言，己二腈製程料流可包含0.1重量%至25重量% TCH、0.5重量%至23重量%、0.5重量%至20重量%、1重量%至15重量%、1.5重量%至12重量%、或2重量%至11重量%。就下限而言，己二腈製程料流可包含大於0.1重量% TCH，例如大於0.3重量%、大於0.5重量%、大於0.7重量%、大於1.0重量%、大於1.5重量%、大於2重量%或大於5重量%。

【0034】 在一些實施方案中，己二腈製程料流包含更高量的TCH。在一個實施方案中，己二腈製程料流包含基於進料料流的總重量計0重量%至90重量%的量的TCH，例如0重量%至89重量%、0重量%至88重量%、0重量%至85重量%、0重量%至84重量%、10重量%至90重量%、10重量%至89重量%、10重量%至88重量%、10重量%至85重量%、10重量%至84重量%、20重量%至90重量%、20重量%至89重量%、20重量%至88重量%、20重量%至85重量%、20重量%至84重量%、30重量%至90重量%、30重量%至89重量%、30重量%至88重量%、30重量%至85重量%、30重量%至84重量%、40重量%至90重量%、40重量%至89重量%、40重量%至88重量%、40重量%至85重量%、40重量%至84重量%、50重

量%至90重量%、50重量%至89重量%、50重量%至88重量%、50重量%至85重量%、70重量%至90重量%、或50重量%至84重量%。就上限而言，己二腈製程料流可包含小於90重量% TCH，例如89重量%、小於88重量%、小於85重量%或小於84重量%。就下限而言，己二腈製程料流可包含大於0重量% TCH，例如大於10重量%、大於20重量%、大於30重量%、大於40重量%、大於50重量%或大於60重量%或大於70重量%。

【0035】 在一些情況下，己二腈製程料流還包含低沸點組分。通常，低沸點組分是具有相對較低沸點的雜質。例如，低沸點組分各自可具有在大氣壓下小於415°C，例如小於410°C、小於400°C、小於395°C或小於390°C的沸點。己二腈製程料流中可存在的低沸點組分的實例包括各種氰碳化合物，例如丙烯腈、丙腈、羥基丙腈、單氰乙基丙基胺、丁二腈、甲基戊二腈、己二腈、2-氰基亞環戊基亞胺(cyanocyclopentylidenimine)、雙-2-氰乙基醚、二(2-氰乙基)胺、二-2-氰乙基丙基胺、氰基戊醯胺及其組合。

【0036】 在一個實施方案中，己二腈製程料流包含0重量%至70重量%的量的低沸點組分，例如0重量%至65重量%、0重量%至60重量%、0重量%至55重量%、0重量%至50重量%、5重量%至70重量%、5重量%至65重量%、5重量%至60重量%、5重量%至55重量%、5重量%至50重量%、10重量%至70重量%、10重量%至65重量%、10重量%至60重量%、10重量%至55重量%、10重量%至50重量%、12重量%至70重量%、12重量%至65重量%、12重量%至60重量%、12重量%至55重量%、1重量%至20重量%、2重量%至15重量%、3重量%至15重量%、1重量%至10重量%、12重量%至50重量%、15重量%至70重量%、15重量%至65重量%、

15重量%至60重量%、15重量%至55重量%、或15重量%至50重量%。就上限而言，己二腈製程料流可包含小於70重量%低沸點組分，例如小於65重量%、小於60重量%、小於55重量%、小於50重量%、小於20重量%、小於15重量%或小於10重量%。就下限而言，己二腈製程料流可包含大於0重量%低沸點組分，例如大於1重量%、大於2重量%、大於3重量%、大於5重量%、大於10重量%、大於12重量%或大於15重量%。

【0037】 己二腈製程料流還包含高沸點組分。通常，高沸點組分是具有相對較高沸點的雜質。例如，高沸點組分各自可具有大於395°C，例如大於400°C、大於405°C、大於408°C、大於410°C或大於415°C的沸點。粗制己二腈料流中可存在的高沸點組分的實例包括異構三氟基己烷、三(2-氟乙基)胺及其組合。

【0038】 在一個實施方案中，己二腈製程料流包含0重量%至50重量%的量的高沸點組分，例如0重量%至40重量%、0重量%至35重量%、0重量%至25重量%、0重量%至20重量%、0.5重量%至50重量%、0.5重量%至40重量%、0.5重量%至35重量%、0.5重量%至25重量%、0.5重量%至20重量%、1重量%至50重量%、1重量%至40重量%、1重量%至35重量%、1重量%至25重量%、1重量%至20重量%、2重量%至50重量%、2重量%至40重量%、2重量%至35重量%、2重量%至25重量%、2重量%至20重量%、3重量%至50重量%、3重量%至40重量%、3重量%至35重量%、3重量%至25重量%、3重量%至20重量%、5重量%至15重量%、5重量%至50重量%、5重量%至40重量%、5重量%至35重量%、5重量%至25重量%、或5重量%至20重量%。就上限而言，己二腈製程料流可包含小於50重量%高沸點組分，例如小於40重量%、小於35重量%、小於30重量%、

小於25重量%或小於20重量%。就下限而言，己二腈製程料流可包含大於0重量%，例如大於0.5重量%、大於1重量%、大於2重量%、大於3重量%或大於5重量%。

【0039】 在一些實施方案中，己二腈製程料流還可包含固體雜質。這些雜質可包括在溫度和壓力條件下為固體的各種有機雜質。例如，固體雜質可包括固體氰碳化合物。在一個實施方案中，己二腈製程料流包含0重量%至25重量%的量的固體雜質，例如0重量%至20重量%、0重量%至15重量%、或0重量%至10重量%。就上限而言，己二腈製程料流可包含小於25重量%，例如小於20重量%、小於15重量%或小於10重量%。

【0040】 在一些實施方案中，己二腈製程料流包含腈(通常，例如高沸點和/或低沸點腈)。在一個實施方案中，己二腈製程料流包含基於進料料流的總重量計0重量%至90重量%的量的腈，例如0重量%至89重量%、0重量%至88重量%、0重量%至85重量%、0重量%至84重量%、10重量%至90重量%、10重量%至89重量%、10重量%至88重量%、10重量%至85重量%、10重量%至84重量%、20重量%至90重量%、20重量%至89重量%、20重量%至88重量%、20重量%至85重量%、20重量%至84重量%、30重量%至90重量%、30重量%至89重量%、30重量%至88重量%、30重量%至85重量%、30重量%至84重量%、40重量%至90重量%、40重量%至89重量%、40重量%至88重量%、40重量%至85重量%、40重量%至84重量%、50重量%至90重量%、50重量%至89重量%、50重量%至88重量%、50重量%至85重量%、或50重量%至84重量%。就上限而言，己二腈製程料流可包含小於90重量%腈，例如89重量%、小於88重量%、小於85重量%或小於84重量%。就下限而言，己二腈製程料流可包含大於0重量

%腈，例如大於10重量%、大於20重量%、大於30重量%、大於40重量%或大於50重量%。

【0041】 第一分離步驟

【0042】 如上所述，分離己二腈製程料流以形成包含TCH和低沸點組分(輕質物)和(視需要較低量的)高沸點組分(重質物)的第一塔頂輕質物料流(塔頂料流)和包含高沸點組分和固體雜質的第一塔底重質物料流(塔底料流)。第一分離步驟在一些情況下除去顯著部分(如果不是全部)的存在於己二腈製程料流中的重質物和/或固體雜質。本發明人已經發現，在進一步加工前的重質物脫除有益地減少高沸點組分的分解並由此改進總純化方法的效率。如果沒有重質物的這種初始脫除，會形成額外的非TCH組分，它們隨後必須分離，從而造成附加操作和不確定性。此外，本發明人還已經發現，重質物和固體雜質的早期脫除減輕塔的結垢，這改進下游效率並消除或減少對後續分離操作的需要。

【0043】 在一些實施方案中，第一分離步驟包括在閃蒸器(flasher)(例如閃蒸蒸發器)中分離。在這些實施方案中，將己二腈製程料流蒸發並分離成第一塔頂輕質物料流和第一塔底重質物料流。各種閃蒸器是本領域普通技術人員已知的，並可使用任何合適的閃蒸器，只要實現本文所述的分離。在一些實施方案中，可通過降低壓力引發閃蒸器中的分離，例如絕熱閃蒸，而不加熱進料料流。在另一些實施方案中，可通過提高進料料流的溫度引發閃蒸器中的分離，而不改變壓力。在再一些實施方案中，可通過在加熱進料料流的同時降低壓力造成閃蒸器中的分離。

【0044】 在一些實施方案中，閃蒸包括在閃蒸蒸發器中在減壓下，例如在真空下分離己二腈製程料流。在一些實施方案中，將閃蒸蒸發器中

的壓力降低到小於25托，例如小於20托、小於10托或小於5托。在一些實施方案中，閃蒸步驟的閃蒸容器保持在恒定溫度下。在一些實施方案中，閃蒸容器的溫度可為175°C至235°C，例如180°C至230°C、185°C至225°C、或190°C至220°C。

【0045】 在一些實施方案中，借助刮板式薄膜蒸發器(wiped film evaporator, WFE)實現第一分離步驟。換言之，在一些實施方案中，第一蒸發步驟包括在WFE中處理己二腈製程料流。本領域技術人員將理解如何根據本文所述的方法利用WFE。

【0046】 在一些實施方案中，借助降膜蒸發器實現第一分離步驟。換言之，在一些實施方案中，第一蒸發步驟包括在降膜蒸發器中處理己二腈製程料流。本領域技術人員將理解如何根據本文所述的方法利用降膜蒸發器。

【0047】 第一塔底料流包含高沸點組分(重質物)。第一塔底料流中可存在的重質物的實例包括異構三氰基己烷、三(2-氰乙基)胺及其組合。在一個實施方案中，分離步驟在閃蒸器中進行，並且第一塔底料流包含異構三氰基己烷和三(2-氰乙基)胺。第一塔底料流還可包含固體雜質。在一個實施方案中，閃蒸步驟從己二腈製程料流中除去所有(即基本上所有)的固體雜質。換言之，在這一實施方案中，閃蒸塔頂料流包含幾乎0重量%固體雜質。在另一些實施方案中，閃蒸步驟可除去小於100%的固體雜質，例如小於99.9%、小於99%或小於98%。

【0048】 第一塔頂輕質物料流可包含小於90重量%己二腈，例如小於75重量%、小於50重量%、小於40重量%、小於35重量%、小於30重量%、小於20重量%、小於18重量%、小於15重量%、小於12重量%、小於

10重量%、小於5重量%、小於4重量%、小於3重量%或小於2重量%。就範圍而言，第一塔頂輕質物料流可包含0.1重量%至90重量%己二腈，例如0.1重量%至75重量%、0.1重量%至40重量%、0.1重量%至10重量%、0.1重量%至5重量%、0.5重量%至5重量%、0.5重量%至3重量%、0.5重量%至30重量%、1重量%至20重量%、2重量%至20重量%、5重量%至18重量%、或5重量%至15重量%。就下限而言，第一塔頂輕質物料流可包含大於0.1重量%己二腈，例如大於0.3重量%、大於0.5重量%、大於0.7重量%、大於1.0重量%、大於1.5重量%、大於2重量%或大於5重量%。

【0049】 在一些實施方案中，第一塔頂輕質物料流包含小於99重量% TCH，例如小於97重量%、小於90重量%、小於80重量%、小於70重量%、小於50重量%、小於35重量%、小於25重量%、小於20重量%、小於18重量%、小於15重量%、小於12重量%、小於10重量%或小於5重量%。就範圍而言，第一塔頂輕質物料流可包含0.1重量%至99重量% TCH，例如50重量%至99重量%、75重量%至98重量%、85重量%至98重量%、90重量%至97重量%、0.1重量%至25重量%、0.5重量%至23重量%、0.5重量%至20重量%、1重量%至15重量%、1.5重量%至12重量%、或2重量%至11重量%。就下限而言，第一塔頂輕質物料流可包含大於0.1重量% TCH，例如大於0.3重量%、大於0.5重量%、大於0.7重量%、大於1.0重量%、大於1.5重量%、大於2重量%、大於5重量%、大於25重量%、大於50重量%、大於75重量%、大於85重量%、大於85重量%或大於90重量%。

【0050】 在一個實施方案中，第一塔頂輕質物料流包含0重量%至70重量%的量的輕質物，例如0.1重量%至30重量%、0.1重量%至50重量%、0重量%至25重量%、0重量%至20重量%、0重量%至15重量%、0重

量%至10重量%、1重量%至30重量%、1重量%至25重量%、1重量%至20重量%、1重量%至15重量%、1重量%至10重量%、2重量%至30重量%、2重量%至25重量%、2重量%至20重量%、2重量%至15重量%、2重量%至10重量%、3重量%至30重量%、3重量%至25重量%、3重量%至20重量%、0.1重量%至10重量%、0.1重量%至5重量%、0.3重量%至3重量%、0.5重量%至2重量%、1重量%至3重量%、3重量%至15重量%、3重量%至10重量%、4重量%至30重量%、4重量%至25重量%、4重量%至20重量%、4重量%至15重量%、4重量%至10重量%、5重量%至30重量%、5重量%至25重量%、5重量%至20重量%、5重量%至15重量%、或5重量%至10重量%。就上限而言，第一塔頂輕質物料流可包含小於70重量%輕質物，例如小於50重量%、小於30重量%、小於25重量%、小於20重量%、小於15重量%、小於10重量%、小於5重量%、小於3重量%或小於2重量%。就下限而言，第一塔頂輕質物料流可包含大於0重量%輕質物，例如大於0.1重量%、大於0.3重量%、大於0.5重量%、大於1重量%、大於2重量%、大於3重量%、大於4重量%或大於5重量%。

【0051】 在一個實施方案中，第一塔頂輕質物料流包含0重量%至20重量%的量的重質物，例如0重量%至15重量%、0重量%至10重量%、0重量%至8重量%、0重量%至5重量%、0.5重量%至20重量%、0.5重量%至15重量%、0.5重量%至10重量%、0.5重量%至8重量%、0.5重量%至5重量%、1重量%至20重量%、1重量%至15重量%、1重量%至10重量%、1重量%至8重量%、1重量%至5重量%、1.5重量%至20重量%、1.5重量%至15重量%、1.5重量%至10重量%、1.5重量%至8重量%、1.5重量%至5重量%、2重量%至20重量%、2重量%至15重量%、2重量%至10重量%、

2重量%至8重量%、2重量%至5重量%、2.5重量%至20重量%、2.5重量%至15重量%、2.5重量%至10重量%、2.5重量%至8重量%、或2.5重量%至5重量%。就上限而言，第一塔頂輕質物料流可包含小於20重量%重質物，例如小於15重量%、小於10重量%、小於8重量%或小於5重量%。就下限而言，第一塔頂輕質物料流可包含大於0重量%重質物，例如大於0.5重量%、大於1重量%、大於1.5重量%、大於2重量%或大於2.5重量%。

【0052】 在一些情況下，第一分離步驟從第一塔頂輕質物料流中除去顯著部分的重質物。也就是說，第一塔頂輕質物料流包含低量的(如果有的話)最初存在於己二腈料流中的重質物。在一些實施方案中，第一中間己二腈料流包含的重質物少於進料料流中存在的重質物的70%，例如少於65%、少於60%、少於55%或少於50%。

【0053】 在一個實施方案中，第一塔頂輕質物料流包含0重量%至20重量%的量的重質物，例如0重量%至15重量%、0重量%至10重量%、0重量%至8重量%、0重量%至5重量%、0.5重量%至20重量%、0.5重量%至15重量%、0.5重量%至10重量%、0.5重量%至8重量%、0.5重量%至5重量%、1重量%至20重量%、1重量%至15重量%、1重量%至10重量%、1重量%至8重量%、1重量%至5重量%、1.5重量%至20重量%、1.5重量%至15重量%、1.5重量%至10重量%、1.5重量%至8重量%、1.5重量%至5重量%、2重量%至20重量%、2重量%至15重量%、2重量%至10重量%、2重量%至8重量%、2重量%至5重量%、2.5重量%至20重量%、2.5重量%至15重量%、2.5重量%至10重量%、2.5重量%至8重量%、或2.5重量%至5重量%。就上限而言，第一塔頂輕質物料流可包含小於20重量%重質物，例如小於15重量%、小於10重量%、小於8重量%或小於5重量%。就

下限而言，第一塔頂輕質物料流可包含大於0重量%重質物，例如大於0.5重量%、大於1重量%、大於1.5重量%、大於2重量%或大於2.5重量%。

【0054】 第二分離步驟

【0055】 如上所述，第一塔頂輕質物料流在第二分離步驟中分離以形成包含低沸點組分(輕質物)的第二塔頂輕質物料流、包含高沸點組分(重質物)的第二塔底重質物料流和TCH料流。該分離步驟在一些情況下除去顯著部分(如果不是全部)的存在於第一塔頂輕質物料流中的低沸點組分和高沸點組分。在一些實施方案中，該分離步驟包括兩個塔，且第一蒸餾塔形成作為塔頂料流(包含己二腈)的輕質物料流和第二塔底料流。第二塔底料流然後在第二蒸餾塔中分離以形成重質物料流作為第三塔底料流和TCH料流作為第三塔頂料流。

【0056】 第二分離步驟可包括在一個或多個蒸餾塔中和/或在一個或多個閃蒸蒸發器中分離第一塔頂料流。所述一個或多個蒸餾塔的結構可廣泛變化。各種蒸餾塔是本領域普通技術人員已知的，並且在第二分離步驟中可使用任何合適的塔，只要能實現本文所述的分離。例如，蒸餾塔可包括任何合適的分離裝置或分離裝置的組合。例如，蒸餾塔可包括塔，例如標準蒸餾塔、萃取蒸餾塔和/或共沸蒸餾塔。類似地，如上所述，各種閃蒸器是本領域普通技術人員已知的，並且在第二分離步驟中可使用任何合適的閃蒸器，只要實現本文所述的分離。例如，閃蒸器可包括絕熱閃蒸蒸發器、加熱閃蒸蒸發器或刮板式薄膜蒸發器或其組合。

【0057】 第二分離步驟的實施方案可包括一個或多個蒸餾塔和/或一個或多個閃蒸器的任何組合，只要形成上述料流。

【0058】 在一些情況下，該分離步驟包括一個或多個塔，例如兩個

塔。在一些實施方案中，該分離步驟包括兩個塔，並且第一蒸餾塔形成作為塔頂料流的輕質物料流和中間塔底料流。中間塔底料流然後在第二蒸餾塔中分離以形成重質物料流作為塔底料流和TCH料流作為塔頂料流。

【0059】 如上所述，已經發現低壓塔運行出乎意料地有效。例如，低壓運行令人驚訝地提供改進的分離效率，例如通過減少或消除分解和/或減輕可能隨高溫再沸器運行出現的任何不利因素，例如分解。在一些實施方案中，第二分離的至少一個蒸餾塔是低壓蒸餾塔。在一個實施方案中，低壓蒸餾塔在小於100 mm Hg，例如小於80 mm Hg、小於60 mm Hg、小於40 mm Hg、小於20 mm Hg、小於15 mm Hg、小於10 mmHg、小於5 mm Hg或小於3 mm Hg的塔頂壓力下運行。在一個實施方案中，低壓蒸餾塔在小於100 mm Hg，例如小於80 mm Hg、小於60 mm Hg、小於40 mm Hg、小於20 mm Hg、小於15 mm Hg、小於10 mmHg、小於5 mm Hg或小於3 mm Hg的塔底壓力下運行。

【0060】 在一些方面中，該純化方法可使用高溫再沸器。在一些情況下，高溫再沸器和低壓塔協同實現高效分離。再沸器是用於為蒸餾塔提供熱並由此使蒸餾塔底部的液體沸騰的熱交換器。在該方法的一些實施方案中，第二分離步驟中的一個或多個(例如所有)蒸餾塔的再沸器在高溫下運行。在一個實施方案中，再沸器在大於235°C，例如大於240°C、大於250°C、大於275°C、大於300°C、大於325°C、大於350°C或大於375°C的溫度下運行。上文提到的運行參數也適用於其它塔。

【0061】 在一個實施方案中，例如，第二分離步驟包括在兩個連續蒸餾塔中分離第一塔頂輕質物料流。在這一實施方案中，在第一蒸餾塔中分離第一塔頂輕質物料流。從第一蒸餾塔的頂部(例如塔頂和/或相對較高

的側取位置)收集第二塔頂輕質物料流，並從第一蒸餾塔的底部(例如塔底和/或相對較低的側取位置)收集第二塔底(中間)重質物料流。然後在第二蒸餾塔中分離第二塔底(中間)重質物料流的至少一部分。從第二蒸餾塔的底部(例如塔底和/或相對較低的側取位置)收集第三塔底重質物料流。從第二蒸餾塔的頂部(例如塔頂和/或相對較高的側取位置)收集TCH料流，例如作為第三塔頂輕質物料流。

【0062】 在另一實施方案中，第二分離步驟包括在蒸餾塔和蒸發器(例如閃蒸器、WFE或降膜蒸發器)中分離第一塔頂輕質物料流。在這一實施方案中，在第一蒸餾塔中分離第一塔頂輕質物料流。從第一蒸餾塔的頂部(例如塔頂和/或相對較高的側取位置)收集第二塔頂輕質物料流，從第一蒸餾塔的底部(例如塔底和/或相對較低的側取位置)收集第二塔底重質物料流，並收集側取料流作為第一蒸餾塔的側餾分(side cut)。然後在蒸發器中分離至少一部分側取料流。從蒸發器的頂部收集第三塔頂輕質物料流，並從蒸發器的底部收集TCH料流，例如作為第三塔底重質物料流。

【0063】 在另一實施方案中，第二分離步驟包括在三個蒸餾塔中分離第一塔頂輕質物料流。在這一實施方案中，在第一蒸餾塔中分離第一塔頂輕質物料流。從第一蒸餾塔的頂部(例如塔頂和/或相對較高的側取位置)收集第二塔頂輕質物料流，並從第一蒸餾塔的底部(例如塔底和/或相對較低的側取位置)收集第二塔底重質物料流。然後在第二蒸餾塔中分離第二塔底重質物料流的至少一部分。從第二蒸餾塔的頂部(例如塔頂和/或相對較高的側取位置)收集第三塔頂輕質物料流，並從第二蒸餾塔的底部(例如塔底和/或相對較低的側取位置)收集第三塔底重質物料流。然後在第三蒸餾塔中分離第三塔頂輕質物料流的至少一部分。從第三蒸餾塔的底部(例

如塔底和/或相對較低的側取位置)收集第四塔底重質物料流，並從第三蒸餾塔的頂部(例如塔頂和/或相對較高的側取位置)收集TCH料流，例如作為第四塔頂輕質物料流。

【0064】 在另一實施方案中，第二分離步驟包括在兩個蒸餾塔以及蒸發器(例如閃蒸器、WFE或降膜蒸發器)中分離第一塔頂輕質物料流。在這一實施方案中，在第一蒸餾塔中分離第一塔頂輕質物料流。從第一蒸餾塔的頂部(例如塔頂和/或相對較高的側取位置)收集第二塔頂輕質物料流，並從第一蒸餾塔的底部(例如塔底和/或相對較低的側取位置)收集第二塔底重質物料流。然後在第二蒸餾塔中分離第二塔底重質物料流的至少一部分。從第二蒸餾塔的頂部(例如塔頂和/或相對較高的側取位置)收集第三塔頂輕質物料流，並從第二蒸餾塔的底部(例如塔底和/或相對較低的側取位置)收集第三塔底重質物料流。然後在蒸發器中分離第三塔頂輕質物料流的至少一部分。從蒸發器的頂部收集第四塔頂輕質物料流，並從蒸發器的底部收集TCH料流，例如作為第四塔底重質物料流。

【0065】 第二塔頂輕質物料流

【0066】 在一些實施方案中，第二塔頂輕質物料流可包含大於1重量%己二腈，例如大於5重量%、大於6重量%、大於10重量%、大於20重量%、大於25重量%、大於30重量%、大於35重量%或大於50重量%。就範圍而言，第二塔頂輕質物料流可包含1重量%至95重量%己二腈、5重量%至95重量%、7重量%至75重量%、5重量%至35重量%、6重量%至30重量%、25重量%至75重量%、30重量%至70重量%、或40重量%至60重量%。就下限而言，第二塔頂輕質物料流包含小於95重量% TCH，例如小於90重量%、小於85重量%、小於80重量%、小於75重量%、小於65重量%

或小於60重量%。

【0067】 在一些實施方案中，第二塔頂輕質物料流可包含大於1重量% TCH，例如大於5重量%、大於10重量%、大於20重量%、大於25重量%、大於30重量%、大於35重量%、大於50重量%、大於60重量%或大於70重量%。就範圍而言，第二塔頂輕質物料流可包含1重量%至95重量% TCH、5重量%至95重量%、20重量%至95重量%、30重量%至95重量%、45重量%至80重量%、50重量%至95重量%、60重量%至90重量%、70重量%至90重量%、25重量%至75重量%、30重量%至70重量%、或40重量%至60重量%。就下限而言，第二塔頂輕質物料流包含小於95重量% TCH，例如小於90重量%、小於85重量%、小於80重量%、小於75重量%、小於65重量%或小於60重量%。

【0068】 第二塔頂輕質物料流可包含小於70重量%輕質物，例如小於50重量%、小於35重量%、小於25重量%、小於20重量%、小於15重量%、小於12重量%或小於10重量%。就範圍而言，第二塔頂輕質物料流可包含0.1重量%至70重量%輕質物，例如0.1重量%至50重量%、0.1重量%至25重量%、0.5重量%至25重量%、10重量%至25重量%、1重量%至20重量%、2重量%至18重量%、2重量%至15重量%、或2重量%至10重量%。就下限而言，第二塔頂輕質物料流可包含大於0.1重量%輕質物，例如大於0.3重量%、大於0.5重量%、大於0.7重量%、大於1.0重量%、大於1.5重量%、大於2重量%或大於5重量%。如上所述，在一些情況下，術語“輕質物”是指具有較低沸點(例如比己二腈低的沸點或比TCH低的沸點)的組分。

【0069】 第二塔頂輕質物料流可包含高沸點組分(重質物)。在一個

實施方案中，第二塔頂輕質物料流包含0.1重量%至50重量%的量的高沸點組分，例如0.1重量%至20重量%、0.1重量%至10重量%、0.5重量%至10重量%、0.5重量%至5重量%、1重量%至3重量%、5重量%至50重量%，例如5重量%至45重量%、5重量%至40重量%、5重量%至35重量%、5重量%至30重量%、8重量%至50重量%、8重量%至45重量%、8重量%至40重量%、8重量%至35重量%、8重量%至30重量%、10重量%至50重量%、10重量%至45重量%、10重量%至40重量%、10重量%至35重量%、10重量%至30重量%、12重量%至50重量%、12重量%至45重量%、12重量%至40重量%、12重量%至35重量%、12重量%至30重量%、15重量%至50重量%、15重量%至45重量%、15重量%至40重量%、15重量%至35重量%、或15重量%至30重量%。就上限而言，第二塔頂輕質物料流可包含小於50重量%高沸點組分，例如小於45重量%、小於40重量%、小於35重量%、小於30重量%、小於20重量%、小於10重量%、小於5重量%或小於3重量%。就下限而言，(第二)中間己二腈料流可包含大於0.1重量%高沸點組分，例如大於0.5重量%、大於1重量%、大於5重量%、大於8重量%、大於10重量%、大於12重量%或大於15重量%。

【0070】 在一些情況下，可在雙塔系統中實現第二塔頂輕質物料流的分離。第一個塔產生第二塔頂輕質物料流和中間塔底料流，將其供入第二個塔。中間塔底料流可包含高量的TCH，然後可例如在一個或多個附加塔中進一步分離。例如，中間塔底料流在一些實施方案中包含90重量%至100重量%的較高量的TCH，例如90重量%至99.9重量%、90重量%至99重量%、90重量%至98重量%、92.5重量%至100重量%、92.5重量%至99.9重量%、92.5重量%至99重量%、92.5至98重量%、95重量%至100重

量%、95重量%至99.9重量%、95重量%至99重量%、95至98重量%、97.5重量%至100重量%、97.5重量%至99.9重量%、97.5至99重量%、或97.5至98重量%。就上限而言，中間塔底料流可包含小於100重量% TCH，例如小於99.9重量%、小於99重量%或小於98重量%。就下限而言，中間塔底料流可包含大於90重量%，例如大於92.5重量%、大於95重量%或大於97.5重量%。

【0071】 中間塔底料流可進一步包含少量的己二腈和輕質物(其量類似于本文對TCH料流論述的那些)。中間塔底料流可進一步包含重質物(其量類似于本文對(第二)塔頂輕質物料流論述的那些)。

【0072】 在一些情況下，中間塔底料流可進一步分離，以例如產生塔底重質物料流和TCH料流。

【0073】 (第二塔底)重質物料流

【0074】 第二塔底重質物料流包含高沸點組分(重質物)。在一個實施方案中，第二塔底重質物料流包含0.1重量%至50重量%的量的高沸點組分，例如0.1重量%至20重量%、0.1重量%至10重量%、0.5重量%至10重量%、0.5重量%至5重量%、1重量%至3重量%、5重量%至50重量%，例如5重量%至45重量%、5重量%至40重量%、5重量%至35重量%、5重量%至30重量%、8重量%至50重量%、8重量%至45重量%、8重量%至40重量%、8重量%至35重量%、8重量%至30重量%、10重量%至50重量%、10重量%至45重量%、10重量%至40重量%、10重量%至35重量%、10重量%至30重量%、12重量%至50重量%、12重量%至45重量%、12重量%至40重量%、12重量%至35重量%、12重量%至30重量%、15重量%至50重量%、15重量%至45重量%、15重量%至40重量%、15重量%至35重量%

%、或15重量%至30重量%。就上限而言，第二塔底重質物料流可包含小於50重量%高沸點組分，例如小於45重量%、小於40重量%、小於35重量%、小於30重量%、小於20重量%、小於10重量%、小於5重量%或小於3重量%。就下限而言，第二塔底重質物料流可包含大於0.1重量%高沸點組分，例如大於0.5重量%、大於1重量%、大於5重量%、大於8重量%、大於10重量%、大於12重量%或大於15重量%。

【0075】 在一些實施方案中，重質物料流，其在一些情況下可以是來自雙塔系統的第二個塔的塔底料流，除重質物外還可包含高量的TCH。在一些情況下，重質物料流可包含90重量%至100重量%的量的TCH，例如90重量%至99.9重量%、90重量%至99重量%、90重量%至98重量%、92.5重量%至100重量%、92.5重量%至99.9重量%、92.5重量%至99重量%、92.5至98重量%、95重量%至100重量%、95重量%至99.9重量%、95重量%至99重量%、95至98重量%、97.5重量%至100重量%、97.5重量%至99.9重量%、97.5至99重量%、或97.5至98重量%。就上限而言，重質物料流可包含小於100重量% TCH，例如小於99.9重量%、小於99重量%或小於98重量%。就下限而言，重質物料流可包含大於90重量%，例如大於92.5重量%、大於95重量%或大於97.5重量%。

【0076】 在一些實施方案中，重質物料流可包含低量的輕質物和/或己二腈(其量類似于本文對TCH料流論述的那些)。

【0077】 TCH料流

【0078】 TCH料流可包含大於1重量% TCH，例如大於5重量%、大於10重量%、大於20重量%、大於25重量%、大於30重量%、大於35重量%、大於50重量%、大於75重量%、大於85重量%、大於90重量%、大於

93%或大於95重量%。就範圍而言，TCH料流可包含1重量%至99.9重量% TCH，例如25重量%至99.9重量%、50重量%至99.9重量%、75重量%至99.9重量%、90重量%至99.9重量%、85重量%至99.5重量%、5重量%至99重量%、50重量%至99重量%、5重量%至95重量%、25重量%至90重量%、45重量%至90重量%、或50重量%至85重量%。就上限而言，TCH料流包含小於99.9重量% TCH，例如小於99重量%、小於99.5重量%、小於95重量%、小於90重量%、小於85重量%、小於80重量%、小於75重量%或小於65重量%。

【0079】 在一些實施方案中，TCH料流包含90重量%至100重量%的較高量的TCH，例如90重量%至99.9重量%、90重量%至99重量%、90重量%至98重量%、92.5重量%至100重量%、92.5重量%至99.9重量%、92.5重量%至99重量%、92.5至98重量%、95重量%至100重量%、95重量%至99.9重量%、95重量%至99重量%、95至98重量%、97.5重量%至100重量%、97.5重量%至99.9重量%、97.5至99重量%、或97.5至98重量%。就上限而言，TCH料流可包含小於100重量% TCH，例如小於99.9重量%、小於99重量%或小於98重量%。就下限而言，TCH料流可包含大於90重量%，例如大於92.5重量%、大於95重量%或大於97.5重量%。常規方法無法實現如此高的TCH純度值。

【0080】 在一個實施方案中，TCH料流包含0重量%至10重量%的量的雜質，例如重質物和/或輕質物，例如0重量%至7.5重量%、0重量%至5重量%、0重量%至2.5重量%、0.1重量%至10重量%、0.1重量%至7.5重量%、0.1重量%至5重量%、0.1重量%至2.5重量%、0.1重量%至1.5重量%、0.2重量%至1.2重量%、0.3重量%至1.5重量%、0.5重量%至1.0重量%

%、1重量%至10重量%、1重量%至7.5重量%、1重量%至5重量%、1重量%至2.5重量%、2重量%至10重量%、2重量%至7.5重量%、2重量%至5重量%、或2重量%至2.5重量%。就上限而言，TCH料流可包含小於10重量%雜質，例如小於7.5重量%、小於5重量%、小於2.5重量%、小於1.5重量%、小於1.2重量%或小於1.0重量%。就下限而言，TCH料流可包含大於0重量%雜質，例如大於0.1重量%、大於1重量%或大於2重量%。TCH料流可包含這些量的胺和/或腈。在一些情況下，在分離中使用較低壓力令人驚訝地改善了沸點接近TCH的組分(例如CVA)的分離。這些範圍和界限適用於獨立或合計的重質物和輕質物。

【0081】 在一個實施方案中，TCH料流包含0重量%至0.05重量%己二腈、0重量%至0.1重量%二(2-氰乙基)胺、0重量%至0.05重量%氰基戊醯胺和0重量%至0.05重量%三(2-氰乙基)胺。

【0082】 TCH料流可包含小於25重量%己二腈，例如小於23重量%、小於20重量%、小於18重量%、小於15重量%、小於12重量%、小於10重量%、小於8重量%、小於5重量%、小於3重量%、小於1重量%、小於0.05重量%或小於0.03重量%。就範圍而言，TCH料流可包含0.001重量%至25重量%己二腈，例如0.05重量%至5重量%、0.1重量%至25重量%、0.5重量%至22重量%、1重量%至20重量%、2重量%至20重量%、或5重量%至18重量%。就下限而言，TCH料流可包含大於0.001重量%己二腈，例如大於0.01重量%、大於0.1重量%、大於0.5重量%、大於1.0重量%、大於2.0重量%、大於5.0重量%、大於10重量%或大於15重量%。

【0083】 純化

【0084】 在一些情況下，(來自第一個塔的)第一塔頂料流視需要經

由一個或多個蒸餾塔純化以形成包含大於50重量%己二腈的純化己二腈料流。在一些情況下，第一塔頂料流可使用在該製程外的現有純化設備(例如在用於不同製程的分離鏈(separation train)中)純化。

【0085】 在一些實施方案中，純化己二腈料流包含大於10重量%己二腈，例如大於25重量%、大於50重量%、大於75重量%、大於90重量%、大於92重量%、大於95重量%或大於97重量%。就範圍而言，純化己二腈料流可包含50重量%至100重量%己二腈，例如50重量%至99.5重量%、65重量%至99重量%、75重量%至99重量%、90重量%至97重量%、或90重量%至95重量%。

【0086】 在一些情況下，純化己二腈料流和TCH料流都存在(如本文所述)。在一些實施方案中，純化己二腈料流包含大於95重量%己二腈且TCH料流包含大於95重量% TCH。

【0087】 在一些情況下，第一塔頂料流的純化可在外部系統(例如精製製程)中進行，例如在己二腈生產製程中進行。

【0088】 分解

【0089】 如上所述，本發明人現在已經發現，在常規己二腈純化方法中，某些高沸點組分容易分解成具有更高沸點和/或更低沸點的雜質。本發明人還已經發現，當暴露於常規方法中的高壓高溫(high pressures temperatures)時，甚至己二腈和TCH也會分解。特別地，本發明人現在已經發現，長時間暴露於高壓高溫(high pressures temperatures)，如在塔中，促進高沸點組分的分解。此外，本發明人已經發現，隨著溫度提高，分解速率提高。

【0090】 由於高沸點組分(例如TCH)的存在，常規方法通常要求將

製程料流暴露於在大氣壓下大約407°C的高溫。如本領域技術人員可認識到，TCH的純化因此常規上要求製程料流暴露於高溫，例如至少350°C、至少375°C、至少400°C或至少410°C。但是，在這些高溫下，本發明人已經發現，高沸點組分，如TCH和己二腈迅速分解。因此，常規方法非常低效。但是，通過採用本文中公開的特定製程參數，可有效緩解或消除這種分解。

【0091】 在一個方面中，該純化方法可通過減少製程料流(例如在分離操作中)暴露於高溫的停留時間來抑制分解。通常，製程料流可能在塔中暴露於高溫和/或高壓。為了減少長時間暴露，該方法可減少料流在給定塔(或閃蒸器)中的停留時間。例如，該方法可控制(第一或第二)中間己二腈料流或TCH料流(或另一純化料流)在塔中的停留時間。在一個實施方案中，該方法將(第一或第二)中間己二腈料流或TCH料流(或另一純化料流)在塔中的停留時間限制為小於8小時，例如小於7小時、小於6小時、小於5小時或小於4小時。

【0092】 在一些方面中，該純化方法可通過在第二分離步驟中在減壓下運行一個或多個(例如所有)蒸餾塔來抑制分解。在較低壓力下，高沸點組分的沸點降低，使得可以有效分離暴露於高溫的製程料流。換言之，第二分離的至少一個蒸餾塔是低壓蒸餾塔。在一個實施方案中，低壓蒸餾塔在小於100 mm Hg，例如小於80 mm Hg、小於60 mm Hg、小於40 mm Hg、小於20 mm Hg、小於15 mm Hg、小於10 mmHg、小於5 mm Hg或小於3 mm Hg的塔頂壓力下運行。在一個實施方案中，低壓蒸餾塔在小於100 mm Hg，例如小於80 mm Hg、小於60 mm Hg、小於40 mm Hg、小於20 mm Hg、小於15 mm Hg、小於10 mmHg、小於5 mm Hg或小於3

mm Hg的塔底壓力下運行。在一個實施方案中，低壓蒸餾塔在真空下運行。

【0093】 在一個方面中，分離和/或純化步驟可通過減少製程料流對於高溫的暴露來抑制分解。例如，該方法可控制(第一或第二)中間己二腈料流或TCH料流(或另一純化料流)(例如在分離步驟中)暴露的溫度。在一個實施方案中，該純化方法限制進行分離步驟的溫度。例如，可將操作溫度限制為小於350°C，例如小於325°C、小於300°C、小於275°C或小於250°C。就範圍而言，操作溫度可為225°C至350°C，例如250°C至325°C、或275°C至300°C、或250°C至275°C。

【0094】 在一些方面中，該方法可控制料流暴露的溫度和其暴露於該溫度的時間。例如，該方法可控制(第一或第二)中間己二腈料流或TCH料流(或另一純化料流)在塔中的停留時間以及該蒸餾塔的溫度。在一個實施方案中，料流在230°C以上的溫度中的停留時間小於8小時。溫度和停留時間的上述範圍和界限可互相組合。

【0095】 在一些方面中，該方法可控制料流暴露的溫度和料流暴露的壓力。在一個實施方案中，可以控制該方法以使料流不暴露於300°C以上的溫度或35托以上的壓力。

【0096】 在另一些方面中，該方法可通過採用具有某些物理特徵的塔抑制分解。特別地，該純化方法中所用的蒸餾塔可具有某些形狀。在一些實施方案中，蒸餾塔具有相對較小的貯槽(sumps)以最小化對於高溫的暴露。在這些實施方案中，各塔的貯槽可逐漸收窄到較小直徑，這能夠減少對於較高溫度的暴露。

【0097】 為了在如此高的溫度下有效運行，再沸器可能需要特殊系

統。在一些實施方案中，再沸器使用足以支援高溫的熱油系統。本領域技術人員將理解如何根據本文所述的方法利用熱油系統。

【0098】 這些對常規純化方法的修改減少了高沸點組分的分解。在一些實施方案中，這些修改提高分離效率。在低壓下(例如在真空下)運行蒸餾塔，例如降低所欲分離的組分的沸點。這能使料流分離而不將高沸點組分暴露於可能使它們分解的高溫。

【0099】 類似地，已經發現用高溫再沸器(例如使用熱油系統的再沸器)運行蒸餾塔改進效率。儘管暴露於高溫促進分解，但本發明人已經令人驚訝地發現，高溫再沸器可實際減少分解。不受制於理論，但相信，這歸因於在塔內提高的蒸發速率和因此提高的組分分離速率。因此，可減少給定料流在塔中的停留時間。

【0100】 在一個實施方案中，第一塔頂輕質物料流、第二塔底重質物料流或TCH料流(或另一製程料流)中的分解的高沸點組分的量為該料流中的高沸點組分的小於50重量%，例如小於45重量%、小於40重量%或小於30重量%。就下限而言，分解的高沸點組分的量可為該料流中的高沸點組分的大於0重量%，例如大於5重量%、大於10重量%或大於15重量%。就範圍而言，分解的高沸點組分的量可為0重量%至50重量%，例如0重量%至45重量%、0重量%至40重量%、0重量%至30重量%、5重量%至50重量%、5重量%至45重量%、5重量%至40重量%、5重量%至30重量%、10重量%至50重量%、10重量%至45重量%、10重量%至40重量%、10重量%至30重量%、15重量%至50重量%、15重量%至45重量%、15重量%至40重量%、或15重量%至30重量%。

【0101】 在一些實施方案中，各種製程料流獨立地包含小於1重量%

的高沸點組分分解產物，例如小於0.8重量%、小於0.5重量%、小於0.3重量%、小於0.1重量%、小於0.05重量%或小於0.01重量%。

【0102】 如上所述，高沸點組分可能分解成其它高沸點雜質和/或低沸點雜質。在一些情況下，高沸點組分可能分解成原本不存在於該系統中的其它高沸點雜質。換言之，該分解可能導致該系統中的高沸點雜質化合物的總數增加。通過抑制分解，如本文所述，可以減輕由分解造成的存在於該系統中的高沸點雜質化合物的總數增加。

【0103】 再循環步驟

【0104】 在一些實施方案中，該方法包括將在分離步驟的過程中形成的(塔底物或重質物)料流的至少一部分再循環到上游點(靶點(target))的再循環步驟。例如，再循環步驟可包括將塔或閃蒸器之一的重質物料流的至少一部分再循環到該方法中的上游點。在一些實施方案中，再循環步驟包括將分離步驟的重質物料流的至少一部分再循環到閃蒸步驟的閃蒸器塔頂料流。在一些實施方案中，再循環步驟包括將純化步驟的塔底料流的至少一部分再循環到閃蒸步驟的閃蒸器塔頂料流和/或分離步驟的塔底料流。

【0105】 在一個實施方案中，再循環料流包含重質物，並且這些重質物的濃度令人驚訝地影響所得TCH料流的純度並可有助於將塔頂料流中的高沸點組分的濃度控制為0重量%至10重量%。在一些情況下，再循環料流中的高沸點組分的濃度導致各種塔頂料流中的高沸點組分的量更少，進而帶來己二腈和/或TCH的更高純度。

【0106】 在一些情況下，再循環料流包含0重量%至40重量%的量的重質物，例如0重量%至37.5重量%、0重量%至35重量%、0重量%至32.5

重量%、0重量%至30重量%、5重量%至40重量%、5重量%至37.5重量%、5重量%至35重量%、5重量%至32.5重量%、5重量%至30重量%、10重量%至40重量%、10重量%至37.5重量%、10重量%至35重量%、10重量%至32.5重量%、10重量%至30重量%、15重量%至40重量%、15重量%至37.5重量%、15重量%至35重量%、15重量%至32.5重量%、15重量%至30重量%、20重量%至40重量%、20重量%至37.5重量%、20重量%至35重量%、20重量%至32.5重量%、或20重量%至30重量%。就上限而言，再循環料流可包含小於40重量%高沸點組分，例如小於37.5重量%、小於35重量%、小於32.5重量%或小於30重量%。就下限而言，再循環料流可包含大於0重量%高沸點組分，例如大於5重量%、大於10重量%、大於15重量%或大於20重量%。

【0107】 在一些方面中，再循環步驟控制靶點(target)中的重質物濃度。例如，再循環步驟可通過將含重質物的料流再循環到閃蒸器料流而控制閃蒸器塔頂料流中的重質物濃度。

【0108】 在一個實施方案中，由於再循環，再循環步驟將靶點(target)中的重質物濃度控制為0重量%至10重量%，例如0重量%至9重量%、0重量%至8重量%、0重量%至7重量%、1重量%至10重量%、1重量%至9重量%、1重量%至8重量%、1重量%至7重量%、2重量%至10重量%、2重量%至9重量%、2重量%至8重量%、2重量%至7重量%、3重量%至10重量%、3重量%至9重量%、3重量%至8重量%、或3重量%至7重量%。就上限而言，再循環步驟可將靶點(target)中的重質物濃度控制為小於10重量%，例如小於9重量%、小於8重量%或小於7重量%。就下限而言，再循環步驟可將靶點(target)中的重質物濃度控制為大於0重量%，例如大

於1重量%、大於2重量%或大於3重量%。

【0109】 示例性的分離和/或純化方案公開在2019年5月24日提交的美國臨時專利No. 62/852,604中，其內容經此引用併入本文。

【0110】 配置

【0111】 圖1 – 5顯示本文中公開的TCH純化方法的幾種配置的示意性概圖。

【0112】 圖1顯示己二腈分離方法100的一個實施方案。在這一實施方案中，己二腈製程料流101在閃蒸蒸發器102中分離以形成第一塔頂料流103和第一塔底料流104。第一塔頂料流103隨後在第一蒸餾塔105中分離以形成作為第二塔頂料流106的輕質物料流和第二塔底料流107。第二塔底料流隨後在第二蒸餾塔108中分離以形成作為第三塔底料流109的重質物料流和作為第三塔頂料流110的TCH料流。這一實施方案還具有視需要的再循環步驟111，由此將一部分第三塔底料流109再循環到第一塔頂料流103和/或第二塔底料流107。

【0113】 圖2顯示己二腈分離方法200的另一實施方案。在這一實施方案中，己二腈製程料流201在閃蒸蒸發器202中分離以形成第一塔頂料流203和第一塔底料流204。第一塔頂料流203隨後在第一蒸餾塔205中分離以形成作為第二塔頂料流206的輕質物料流、第二塔底料流207和側取料流208。側取料流208隨後在閃蒸器209中分離以形成作為第三塔底料流210的TCH料流和第三塔頂料流211。

【0114】 圖3顯示己二腈分離方法300的另一實施方案。在這一實施方案中，己二腈製程料流301在閃蒸蒸發器302中分離以形成第一塔頂料流303和第一塔底料流304。第一塔頂料流303隨後在第一蒸餾塔305中分

離以形成作為第二塔頂料流306的輕質物料流和第二塔底料流307。第二塔底料流307隨後在第二蒸餾塔308中分離以形成作為第三塔底料流309的重質物料流和第三塔頂料流或餾出物料流310。第三塔頂料流310隨後在第三蒸餾塔311中分離以形成第四塔頂料流312和作為第四塔底料流313的TCH料流。

【0115】 圖4顯示己二腈分離方法400的另一實施方案。在這一實施方案中，己二腈製程料流401在閃蒸蒸發器402中分離以形成第一塔頂料流403和第一塔底料流404。第一塔頂料流403隨後在第一蒸餾塔405中分離以形成作為第二塔頂料流406的輕質物料流和第二塔底料流407。第二塔底料流407隨後在第二蒸餾塔408中分離以形成作為第三塔底料流409的重質物料流和第三塔頂料流或餾出物料流410。第三塔頂料流410隨後在閃蒸器411中分離以形成第四塔頂料流412和作為第四塔底料流413的TCH料流。

【0116】 圖5顯示己二腈分離方法500的另一實施方案。在這一實施方案中，己二腈製程料流501在閃蒸蒸發器502中分離以形成第一塔頂料流503和第一塔底料流504。第一塔頂料流503隨後在第一蒸餾塔505中分離以形成作為第二塔頂料流506的輕質物料流和第二塔底料流507。第二塔底料流507隨後在第二蒸餾塔508中分離以形成作為第三塔底料流509的重質物料流和作為第三塔頂料流510的TCH料流。這一實施方案還具有視需要的再循環步驟511，由此將一部分第三塔底料流509再循環到第一塔頂料流503和/或第二塔底料流507。這一實施方案還具有處理步驟512，由此對TCH料流510施以進一步處理以產生純化TCH料流513。

【0117】 參考下列非限制性實施例進一步理解本公開。

【0118】 實施例

【0119】 對於實施例1和2，從己二腈生產和純化製程收集己二腈製程料流。將實施例1和2的己二腈製程料流供入本文所述的分離方法，例如類似於圖1中所述的分離。

【0120】 己二腈製程料流在刮板式薄膜蒸發器中分離多次，例如兩次或四次。多次經過刮板式薄膜蒸發器產生塔頂物(第一塔頂輕質物料流)和包含高沸點組分和固體雜質的第一塔底重質物料流。棄置第一塔底重質物料流。第一塔頂輕質物料流和第一塔底料流的組成提供在表1中。TCH含量在一些情況下包括TCH及其異構體。

表1: 第一分離步驟閃蒸			
組分	第一塔頂輕質物料流	第一塔底料流	
		Ex. 1	Ex. 2
己二腈	5.0	1.0	0.7
TCH	80.0	95.0	95.9
輕質物	5.0	1.5	1.8
重質物	10.0	2.5	2.4

【0121】 第一塔頂輕質物料流在第一蒸餾塔中蒸餾。第一蒸餾塔在大約255°C的塔底溫度和1 mmHg下運行，且第一塔頂輕質物料流在第一蒸餾塔中的停留時間小於4小時。第一蒸餾塔產生第二塔頂輕質物料流。第一蒸餾塔還產生中間塔底料流，其含有高濃度的TCH和一些重質物。

【0122】 實施例1和/或2的第一塔頂輕質物料流在第一蒸餾塔中蒸餾。第一蒸餾塔在大約255°C的塔底(再沸器)溫度、大約1 mmHg的運行壓力下運行，且第一塔頂輕質物料流在第一蒸餾塔中的停留時間小於4小時。第一蒸餾塔產生第二塔頂輕質物料流。在各種時間收集這一料流的樣品並分析。這些樣品的組成顯示在表2a中。在一些情況下，發現在刮板式

薄膜蒸發器中的循環數影響所得塔頂物的組成。

組分	第二中間己二腈料流		
	Sam. 1	Sam. 2	Sam. 3
己二腈	7.1	27.09	8.93
TCH	80.3	45.77	70.49
輕質物	10.6	24.59	18.97
重質物	2.0	2.54	2.27

【0123】 第一蒸餾塔還產生第二塔底料流，其含有高濃度的TCH和一些重質物。在各種時間收集這一料流的樣品並分析。這些樣品的組成顯示在表2b中。

組分	第二塔底料流										
	Sam. 4	Sam. 5	Sam. 6	Sam. 7	Sam. 8	Sam. 9	Sam. 10	Sam. 11	Sam. 12	Sam. 13	Sam. 14
Adipo	0.0	0.009	0	0	0.003	0.006	0.004	0	0	0	0
TCH	97.4	97.57	96.21	97.24	97.5	97.4	97.4	97.3	97.8	97.7	98.1
輕質物	0.0	0.21	0.04	0.14	0.19	0.09	0.1	0.11	0.05	0.00	0.03
重質物	2.6	2.2	3.75	2.62	2.30	2.53	2.53	2.48	2.18	2.34	1.9

【0124】 第二塔底料流隨後在第二蒸餾塔中蒸餾。第二蒸餾塔在大約263°C的塔底(再沸器)溫度、大約1 mmHg的運行壓力下運行，且第二塔底料流在第二蒸餾塔中的停留時間小於4小時。第二蒸餾塔產生第三塔底料流(重質物料流)。重質物料流可再循環和/或棄置。第二蒸餾塔還產生第三塔頂料流(TCH料流)。在各種時間收集這些料流的樣品並分析。這些樣品的組成顯示在表3a – 3d中。

表3a: 第二分離步驟(第二個塔)

TCH料流								
組分	Sam. 15	Sam. 16	Sam. 17	Sam. 18	Sam. 19	Sam. 20	Sam. 21	Sam. 22
己二腈	0.108	0.071	0.129	0.045	0.051	0.12	0.05	0.02
TCH	98.88	98.95	98.77	97.0	97.72	98.18	99.21	99.0
輕質物	0.34	0.27	0.29	0.30	0.29	0.34	0.23	0.08
重質物	0.67	0.67	0.81	2.61	1.89	1.34	0.51	0.89

表3b: 第二分離步驟(第二個塔)

TCH料流								
組分	Sam. 22	Sam. 23	Sam. 24	Sam. 25	Sam. 26	Sam. 27	Sam. 28	Sam. 29
己二腈	0.046	0.026	0.021	0.016	0.03	0.02	0.038	0.023
TCH	99.12	99.06	99.03	99.65	99.03	99.28	99.34	99.48
輕質物	0.46	0.14	0.08	0.11	0.22	0.16	0.12	0.19
重質物	0.38	0.77	0.87	0.22	0.72	0.55	0.53	0.30

表3c: 第二分離步驟(第二個塔)

重質物料流								
組分	Sam. 30	Sam. 31	Sam. 32	Sam. 33	Sam. 34	Sam. 35	Sam. 36	Sam. 37
己二腈	0	0	0	0	0	0	0	0
TCH	90.92	95.36	93.08	95.0	94.29	94.52	97.32	97.23
輕質物	0.07	0.06	0.11	0.11	0.07	0.02	0.11	0.07
重質物	9.01	4.55	6.81	4.9	5.63	5.46	2.48	2.7

表3d: 第二分離步驟(第二個塔)

重質物料流							
組分	Sam. 38	Sam. 39	Sam. 40	Sam. 41	Sam. 42	Sam. 43	Sam. 44
己二腈	0	0	0	0	0	0	0
TCH	94.99	92.43	91.76	89.65	90.27	88.56	95.06
輕質物	0.09	0	0	0	0	0	0
重質物	4.91	7.56	8.24	10.35	9.73	11.44	4.94

【0125】 如上表所示，在實施例1和2中在低塔壓力和高再沸器溫
第 40 頁(發明說明書)

度，如小於11 mm Hg和大於235°C下進行的純化方法產生高純度TCH料流。特別地，該純化方法產生包含大於97重量% TCH，例如在大多數情況下大於99重量%，並包含幾乎不可測得的己二腈或輕質物的TCH料流。如所示，中間塔底料流和/或第二塔底重質物料流中的重質物濃度保持在本文中公開的範圍和界限內。

【0126】 如所示，出乎意料地發現，當塔進料具有較高己二腈濃度時，令人驚訝地改進塔頂物中的濃度改進。在使用類似設備的類比中，當塔進料中的己二腈濃度高於10重量%時，塔頂物中的己二腈濃度(adipo concentration)有利地更高，例如超過50%。

【0127】 實施方案

【0128】 如下文所用，對一系列實施方案的任何提及被理解為是分別提及這些實施方案的每一個(例如“實施方案1-4”被理解為是“實施方案1、2、3或4”)。

【0129】 實施方案1是一種純化三氰基己烷(TCH)的方法，所述方法包括：a) 分離包含己二腈和TCH的己二腈製程料流以形成包含低沸點組分和高沸點組分的第一塔頂輕質物料流，和包含高沸點組分和固體雜質的第一塔底重質物料流；和b) 在一個或多個蒸餾塔中分離第一塔頂輕質物料流以形成包含低沸點組分的第二塔頂輕質物料流、包含高沸點組分的第二塔底重質物料流和包含TCH和小於10重量%雜質的TCH料流；其中所述蒸餾塔是低壓蒸餾塔。

【0130】 實施方案2是實施方案1的方法，其中所述低壓蒸餾塔在真空下運行。

【0131】 實施方案3是實施方案1-2的方法，其中所述低壓蒸餾塔在

小於100 mm Hg的塔頂壓力下運行。

【0132】 實施方案4是實施方案1-3的方法，其中所述低壓蒸餾塔在小於100 mm Hg的塔底壓力下運行。

【0133】 實施方案5是實施方案1-4的方法，其中所述蒸餾塔包含再沸器，並且再沸器在高於250°C的溫度下運行。

【0134】 實施方案6是實施方案1-5的方法，其中所述蒸餾塔包含再沸器，並且再沸器使用熱油系統。

【0135】 實施方案7是實施方案1-6的方法，其中步驟a)包括閃蒸己二腈製程料流、在刮板式薄膜蒸發器中處理己二腈製程料流，和/或在降膜蒸發器中處理己二腈製程料流。

【0136】 實施方案8是實施方案1-7的方法，其中步驟a)在至少250°C的溫度下進行。

【0137】 實施方案9是實施方案1-8的方法，其中TCH料流包含小於1重量%雜質。

【0138】 實施方案10是實施方案1-9的方法，其中第一塔頂輕質物料流包含0重量%至20重量%重質物。

【0139】 實施方案11是實施方案1-10的方法，其進一步包括再循環至少一部分第二塔底重質物料流，其視需要包含0重量%至40重量%高沸點組分。

【0140】 實施方案12是實施方案1-11的方法，其中步驟b)進一步包括：在第一蒸餾塔中分離第一塔頂輕質物料流以形成第二塔頂輕質物料流和第二塔底重質物料流；和在第二蒸餾塔中分離第二塔底重質物料流以形成第三塔底重質物料流和第三塔頂TCH料流。

【0141】 實施方案13是實施方案12的方法，其進一步包括將至少一部分第三塔底重質物料流再循環到第二塔底重質物料流和/或再循環到第一塔頂輕質物料流。

【0142】 實施方案14是實施方案1-13的方法，其進一步包括處理TCH料流以形成純化TCH料流的處理步驟。

【0143】 實施方案15是實施方案14的方法，其中所述處理步驟包括氮氣汽提或用分子篩處理。

【0144】 實施方案16是實施方案14-15的方法，其中所述純化TCH料流包含小於0.1重量%雜質、小於20 ppm水和/或小於5 ppm金屬。

【0145】 實施方案17是實施方案1-16的方法，其中所述己二腈製程料流是通過己二腈生產和/或己二腈純化製程製成的共同產物料流。

【0146】 實施方案18是實施方案17的方法，其中將所述第一塔底重質物料流和/或第二塔頂輕質物料流再循環到己二腈生產和/或己二腈純化製程。

【0147】 實施方案19是一種純化TCH的方法，所述方法包括：a) 分離包含己二腈和TCH的己二腈製程料流以形成包含低沸點組分和高沸點組分的第一塔頂輕質物料流，和包含高沸點組分和固體雜質的第一塔底重質物料流；b) 分離第一塔頂輕質物料流以形成包含低沸點組分的第二塔頂輕質物料流，和包含TCH和重質物的第二塔底重質物料流；c) 蒸餾第二塔底重質物料流以形成包含TCH和小於5重量%雜質的第三塔頂輕質物料流，和包含重質物的第三塔底重質物料流；其中步驟b)或步驟c)包括在低壓蒸餾塔中蒸餾。

【0148】 實施方案20是實施方案19的方法，其中所述低壓蒸餾塔包

含再沸器，並且再沸器在高於250°C的溫度下運行。

【0149】 實施方案21是一種純化TCH的方法，所述方法包括a) 分離包含己二腈和TCH的己二腈製程料流以形成包含低沸點組分和高沸點組分的第一塔頂輕質物料流，和包含高沸點組分和固體雜質的第一塔底重質物料流；b) 蒸餾第一塔頂輕質物料流以形成包含低沸點組分的第二塔頂輕質物料流、包含重質物的第二塔底重質物料流和包含TCH和輕質物的側取料流；c) 在第二閃蒸容器中分離所述側取料流以形成包含TCH和小於5重量%雜質的第三塔底重質物料流，其中步驟b)或步驟c)包括在低壓蒸餾塔中蒸餾。

【0150】 實施方案22是實施方案21的方法，其中所述低壓蒸餾塔包含再沸器，並且再沸器在高於250°C的溫度下運行。

【0151】 實施方案23是一種純化TCH的方法，所述方法包括：a) 分離己二腈製程料流以形成包含低沸點組分和高沸點組分的第一塔頂輕質物料流，和包含高沸點組分和固體雜質的第一塔底重質物料流；b) 蒸餾第一塔頂輕質物料流以形成包含低沸點組分的第二塔頂輕質物料流，和包含TCH和重質物的第二塔底重質物料流；c) 蒸餾第二塔底重質物料流以形成包含TCH和雜質的第三餾出物，和包含重質物的第三塔底重質物料流；和d) 蒸餾第三餾出物以形成包含低沸點組分的第四塔頂輕質物料流，和包含TCH和小於5重量%雜質的第四塔底重質物料流，其中步驟b)、步驟c)或步驟d)包括在低壓蒸餾塔中蒸餾。

【0152】 實施方案24是實施方案23的方法，其中所述低壓蒸餾塔包含再沸器，並且再沸器在高於250°C的溫度下運行。

【0153】 實施方案25是一種純化TCH的方法，所述方法包括：a) 分

離己二腈製程料流以形成包含低沸點組分和高沸點組分的第一塔頂輕質物料流，和包含高沸點組分和固體雜質的第一塔底重質物料流；b) 蒸餾第一塔頂輕質物料流以形成包含低沸點組分的第二塔頂輕質物料流，和包含TCH和重質物的第二塔底重質物料流；c) 蒸餾第二塔底重質物料流以形成包含TCH和雜質的第三餾出物，和包含重質物的第三塔底重質物料流；和d) 在第二閃蒸容器中分離第三餾出物以形成包含低沸點組分的第四塔頂輕質物料流，和包含TCH和小於5重量%雜質的第四塔底重質物料流，其中步驟b)、步驟c)或步驟d)包括在低壓蒸餾塔中蒸餾。

【0154】 實施方案26是實施方案25的方法，其中所述低壓蒸餾塔包含再沸器，並且再沸器在高於250°C的溫度下運行。

【0155】 儘管已經詳細描述了本發明，但本領域技術人員容易看出在本發明的精神和範圍內的修改。基於上文的論述，本領域中的相關知識和上文聯繫“背景”和“詳述”論述的參考文獻，其公開內容全部經此引用併入本文。此外，應該理解的是，本發明的方面和各種實施方案的部分和在下文中和/或在所附權利要求書中列舉的各種特徵可全部或部分組合或互換。在各種實施方案的之前的描述中，參考另一實施方案的那些實施方案可如本領域技術人員所認識適當地與其它實施方案組合。此外，本領域普通技術人員將理解，上文的描述僅作為實例並且無意構成限制。

【符號說明】

【0156】

101:己二腈製程料流

102:閃蒸蒸發器

103:第一塔頂料流

- 104:第一塔底料流
- 105:第一蒸餾塔
- 106:第二塔頂料流
- 107:第二塔底料流
- 108:第二蒸餾塔
- 109:第三塔底料流
- 110:第三塔頂料流
- 111:再循環步驟
- 201:己二腈製程料流
- 202:閃蒸蒸發器
- 203:第一塔頂料流
- 204:第一塔底料流
- 205:第一蒸餾塔
- 206:第二塔頂料流
- 207:第二塔底料流
- 208:側取料流
- 209:閃蒸器
- 210:第三塔底料流
- 211:第三塔頂料流
- 301:己二腈製程料流
- 302:閃蒸蒸發器
- 303:第一塔頂料流
- 304:第一塔底料流

- 305:第一蒸餾塔
- 306:第二塔頂料流
- 307:第二塔底料流
- 308:第二蒸餾塔
- 309:第三塔底料流
- 310:第三塔頂料流或餾出物料流
- 311:第三蒸餾塔
- 312:第四塔頂料流
- 313:第四塔底料流
- 401:己二腈製程料流
- 402:閃蒸蒸發器
- 403:第一塔頂料流
- 404:第一塔底料流
- 405:第一蒸餾塔
- 406:第二塔頂料流
- 407:第二塔底料流
- 408:第二蒸餾塔
- 409:第三塔底料流
- 410:第三塔頂料流或餾出物料流
- 411:閃蒸器
- 412:第四塔頂料流
- 413:第四塔底料流
- 501:己二腈製程料流

- 502:閃蒸蒸發器
- 503:第一塔頂料流
- 504:第一塔底料流
- 505:第一蒸餾塔
- 506:第二塔頂料流
- 507:第二塔底料流
- 508:第二蒸餾塔
- 509:第三塔底料流
- 510:第三塔頂料流
- 511:視需要的再循環步驟
- 512:處理步驟
- 513:純化TCH料流

【發明申請專利範圍】

【請求項1】

一種純化三氟基己烷(TCH)的方法，所述方法包括：

a) 分離包含己二腈和TCH的己二腈製程料流以形成包含低沸點組分和高沸點組分的第一塔頂輕質物料流，和包含高沸點組分和固體雜質的第一塔底重質物料流；和

b) 在一個或多個蒸餾塔中分離該第一塔頂輕質物料流以形成包含低沸點組分的第二塔頂輕質物料流、包含高沸點組分的重質物料流和包含TCH和小於5重量%雜質的TCH料流；

其中所述蒸餾塔是低壓蒸餾塔。

【請求項2】

如請求項1的方法，其中所述低壓蒸餾塔在真空下運行。

【請求項3】

如請求項1的方法，其中所述低壓蒸餾塔在小於100 mm Hg的塔頂壓力下運行。

【請求項4】

如請求項1的方法，其中所述低壓蒸餾塔在小於100 mm Hg的塔底壓力下運行。

【請求項5】

如請求項1的方法，其中所述蒸餾塔包含再沸器，並且再沸器在高於250°C的溫度下運行。

【請求項6】

如請求項1的方法，其中所述蒸餾塔包含再沸器，並且再沸器使用熱

油系統。

【請求項7】

如請求項1的方法，其中步驟a)包括閃蒸己二腈製程料流、在刮板式薄膜蒸發器中處理己二腈製程料流，和/或在降膜蒸發器中處理己二腈製程料流。

【請求項8】

如請求項1的方法，其中所述TCH料流包含小於1重量%雜質。

【請求項9】

如請求項1的方法，其中第一塔頂輕質物料流包含0重量%至20重量%重質物。

【請求項10】

如請求項1的方法，其進一步包括再循環至少一部分第二塔底重質物料流，其視需要包含0重量%至40重量%高沸點組分。

【請求項11】

如請求項1的方法，其中步驟b)進一步包括：

在第一蒸餾塔中分離第一塔頂輕質物料流以形成第二塔頂輕質物料流和第二塔底重質物料流；和

在第二蒸餾塔中分離第二塔底重質物料流以形成第三塔底重質物料流和第三塔頂TCH料流。

【請求項12】

如請求項11的方法，其進一步包括將至少一部分第三塔底重質物料流再循環到第二塔底重質物料流和/或再循環到第一塔頂輕質物料流。

【請求項13】

如請求項1的方法，其中所述純化TCH料流包含小於0.1重量%雜質、小於20 ppm水和/或小於5 ppm金屬。

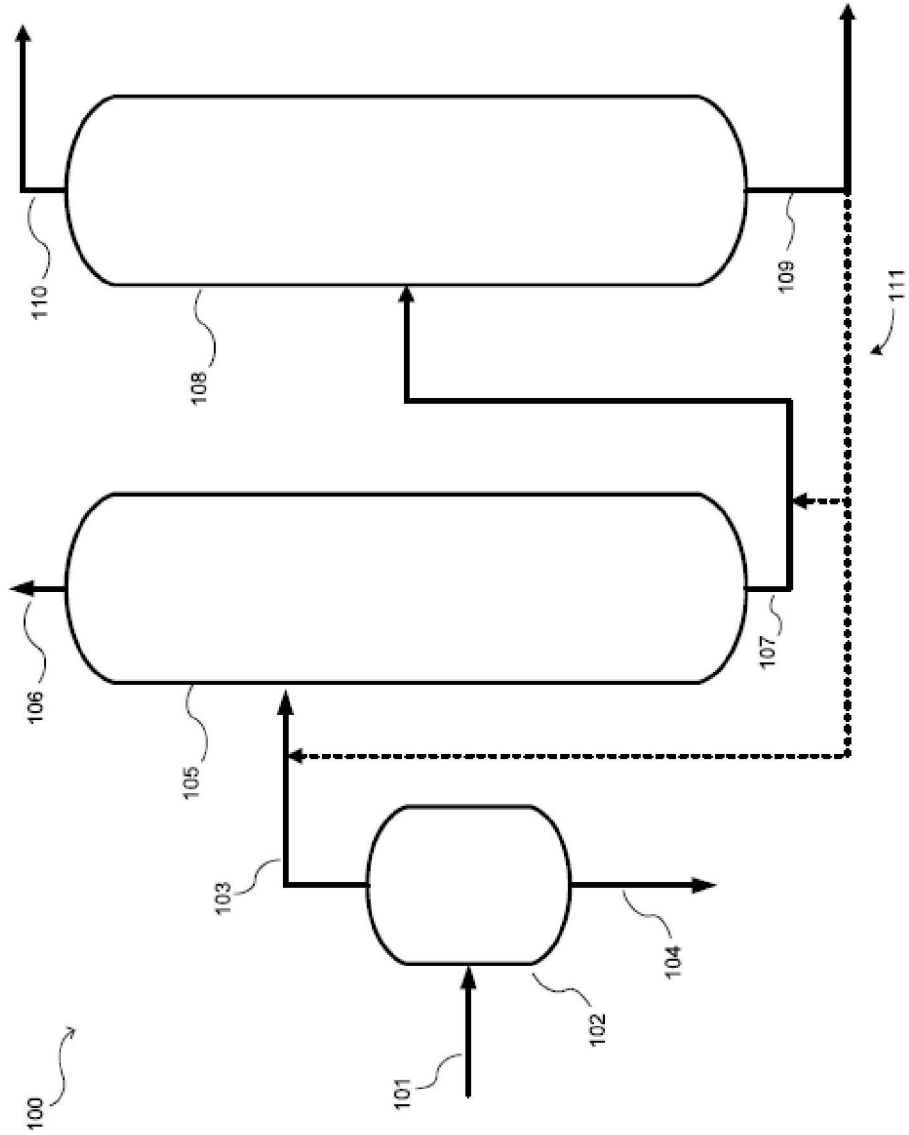
【請求項14】

如請求項1的方法，其中所述己二腈製程料流是通過己二腈生產和/或己二腈純化製程製成的共同產物料流。

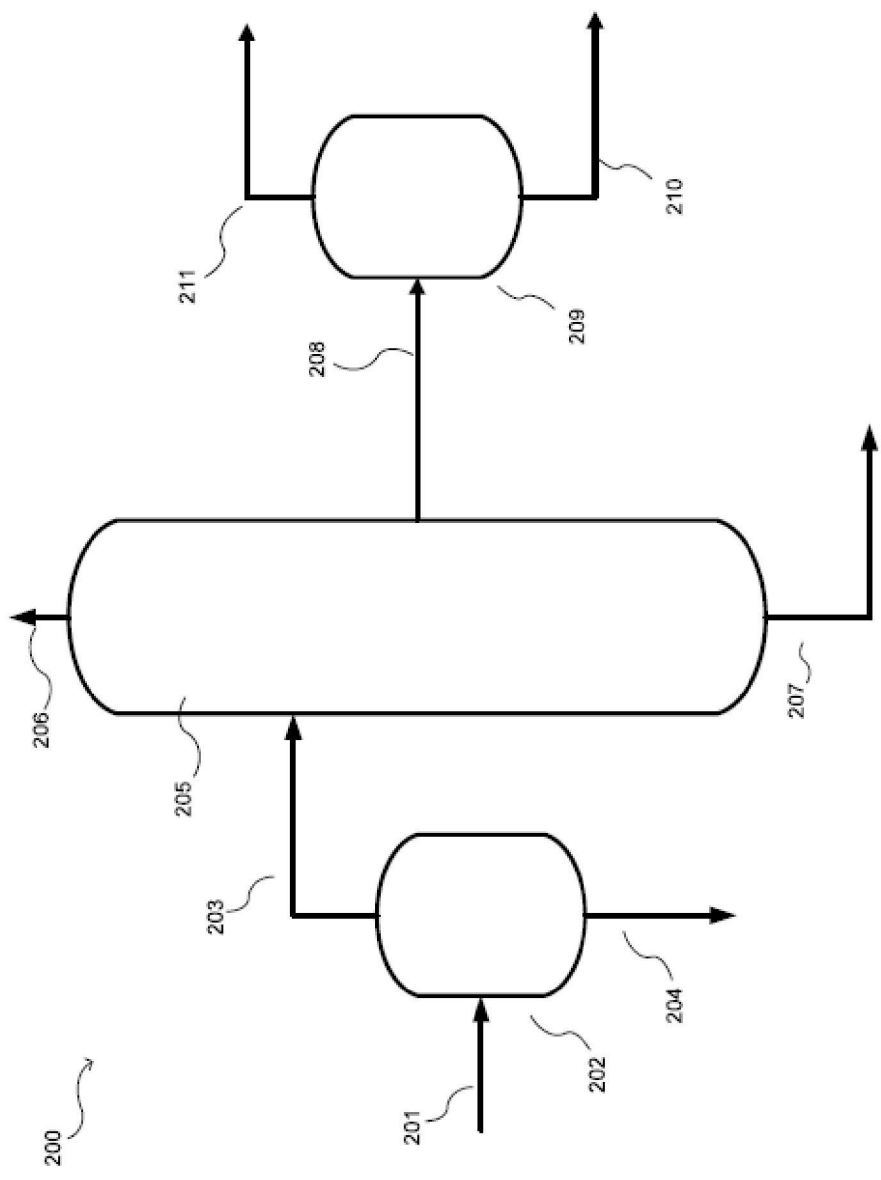
【請求項15】

如請求項14的方法，其中將第一塔底重質物料流和/或第二塔頂輕質物料流再循環到己二腈生產和/或己二腈純化製程。

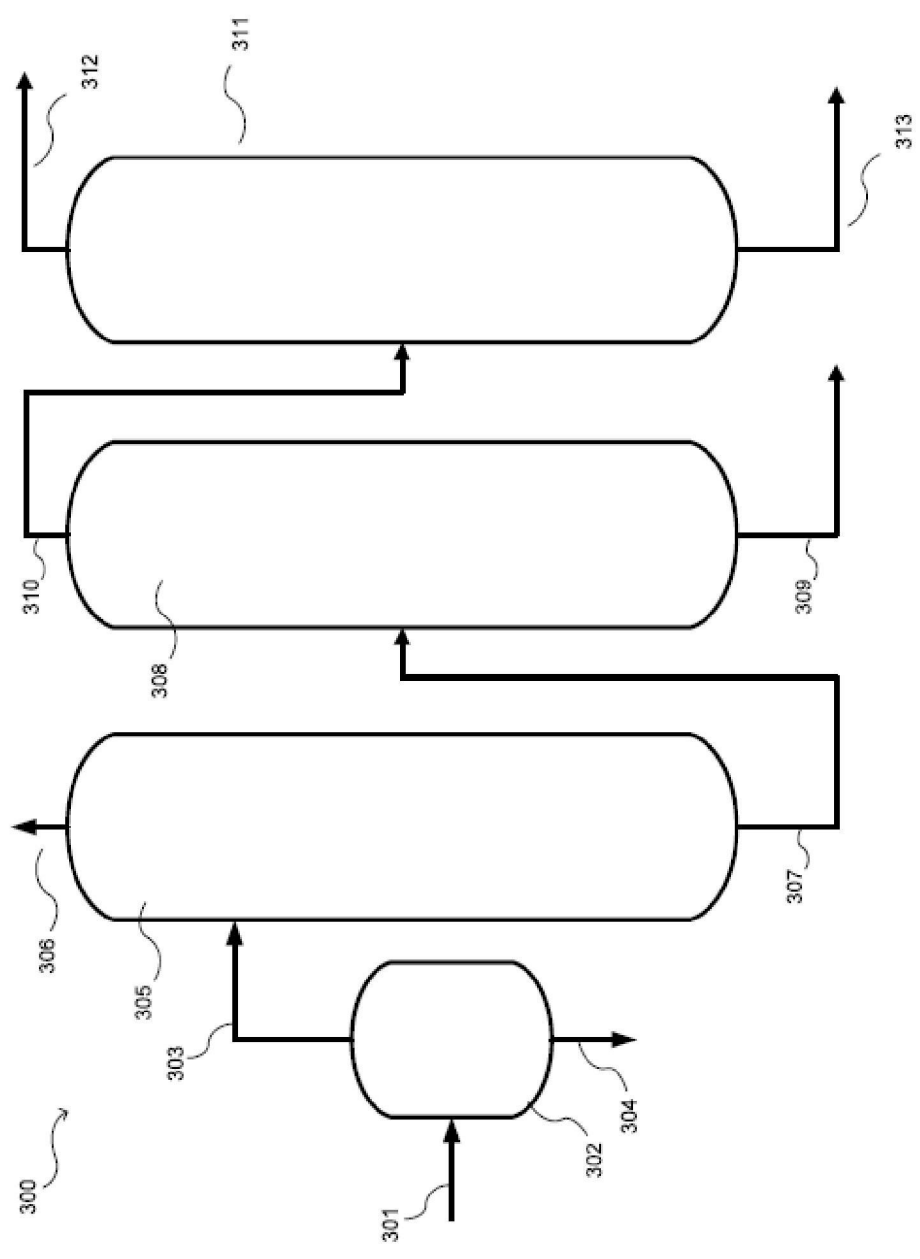
【發明圖式】



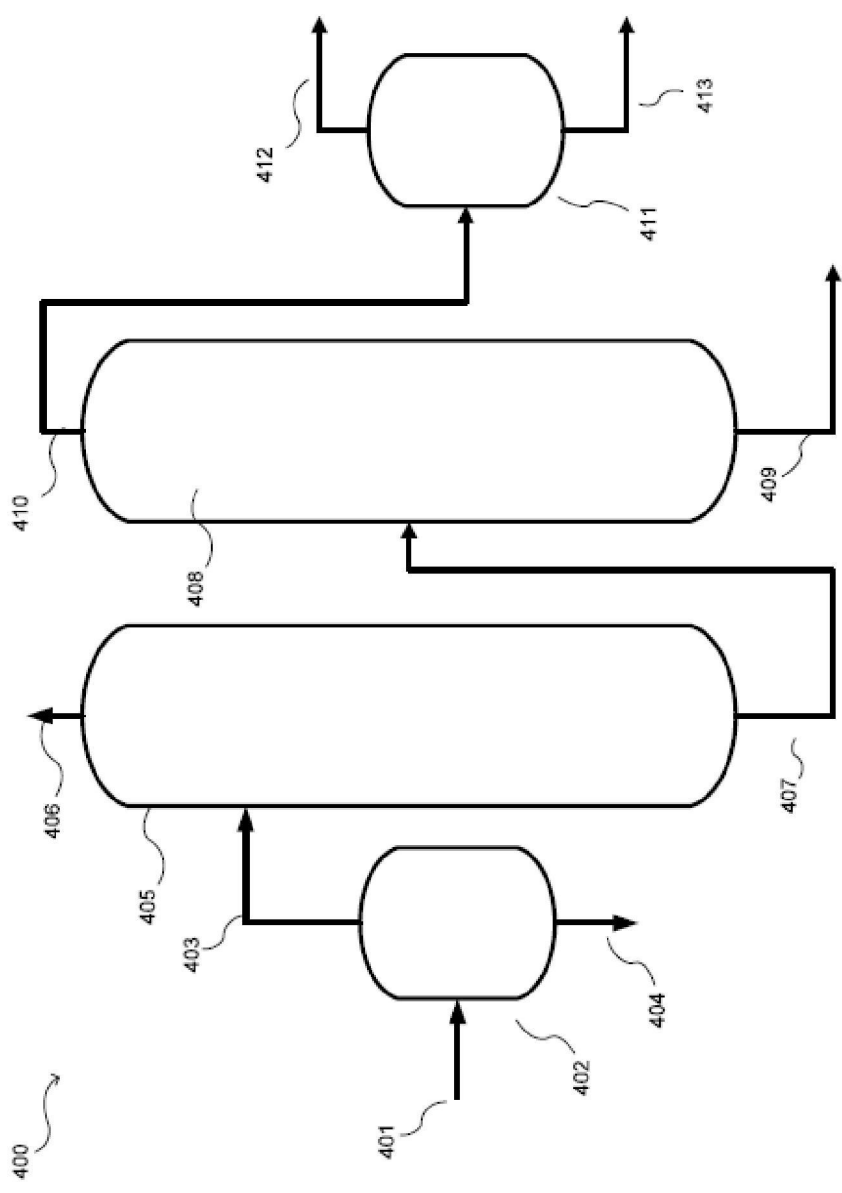
【圖1】



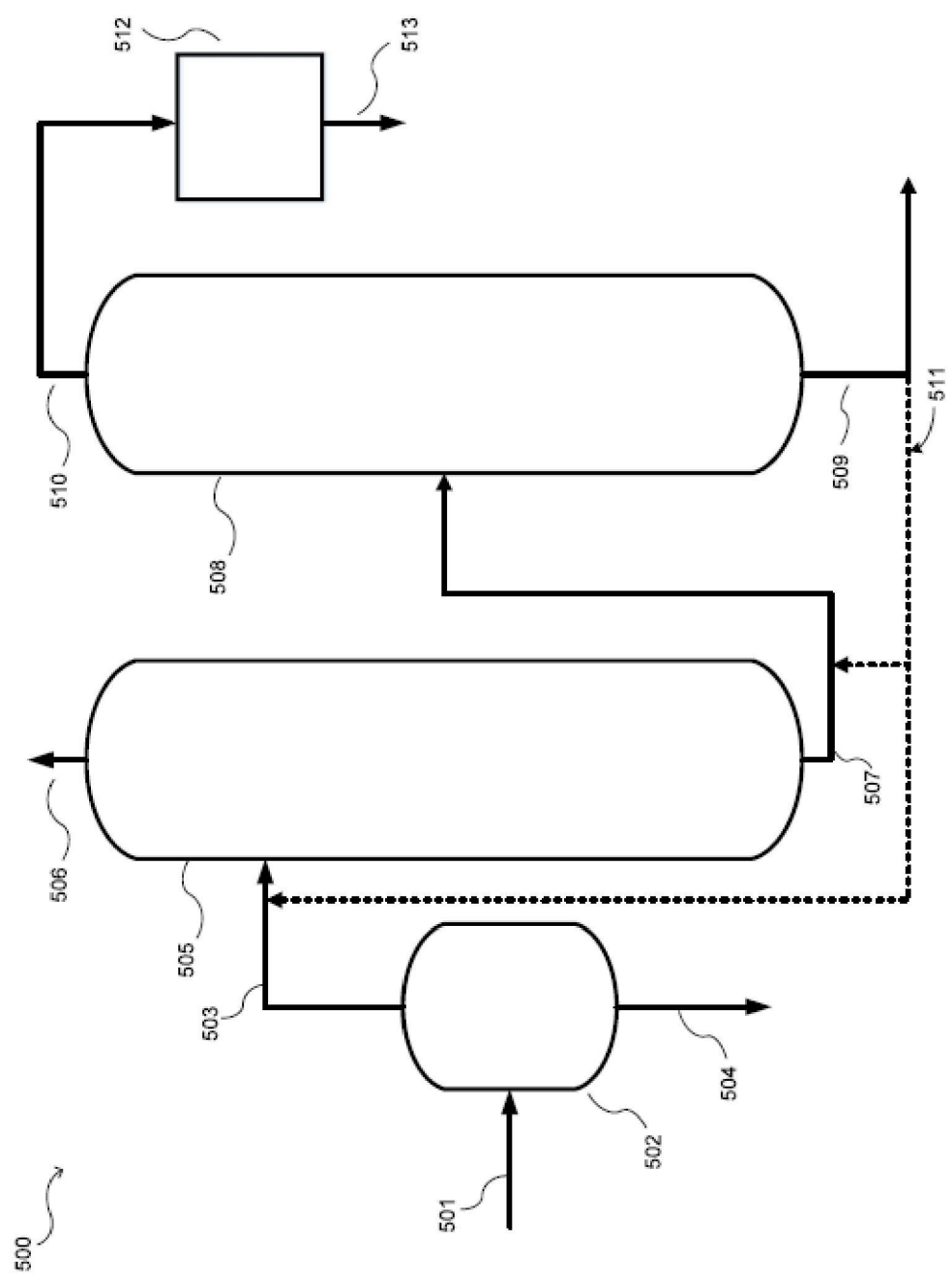
【圖2】



【圖3】



【圖4】



【圖5】