



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 114901617 B

(45) 授权公告日 2025.02.25

(21) 申请号 202180008039.6

(22) 申请日 2021.03.12

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 114901617 A

(43) 申请公布日 2022.08.12

(30) 优先权数据
2020-049264 2020.03.19 JP
2020-173710 2020.10.15 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日
2022.07.01

(86) PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2021/010095 2021.03.12

(87) PCT国际申请的公布数据
W02021/187369 JA 2021.09.23

(73) 专利权人 中央硝子株式会社
地址 日本山口县

(72) 发明人 吉川悟 井村英明 西中直树

(74) 专利代理机构 北京路浩知识产权代理有限公司 11002
专利代理师 张晶 谢顺星

(51) Int.Cl.
C07C 17/383 (2006.01)
C07C 21/18 (2006.01)
C07C 19/08 (2006.01)
C07C 17/386 (2006.01)

(56) 对比文件
CN 102666453 A, 2012.09.12
US 5918481 A, 1999.07.06

审查员 陈宁

权利要求书2页 说明书13页

(54) 发明名称

(氢) 卤烃的制备方法

(57) 摘要

本发明的一个实施方案的(氢)卤烃的制备方法包括对含有(氢)卤烃和与所述(氢)卤烃不同的化合物的共沸或类共沸组合物进行减压蒸馏,从而对所述(氢)卤烃进行提纯的工序。本发明的另一个实施方案的(氢)卤烃的制备方法包括对含有(氢)卤烃和与所述(氢)卤烃不同的化合物的共沸或类共沸组合物进行减压蒸馏,从而对所述(氢)卤烃进行提纯的工序,所述(氢)卤烃及所述化合物的标准沸点均为80°C以下。

1. 一种(氢)卤烃的制备方法,其包括对含有(氢)卤烃和与所述(氢)卤烃不同的化合物的共沸或类共沸组合物进行减压蒸馏,从而对所述(氢)卤烃进行提纯的工序,其中,

所述(氢)卤烃为顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯,

所述化合物为3-氯-1,1,1,3-四氟丙烷。

2. 根据权利要求1所述的(氢)卤烃的制备方法,其中,所述(氢)卤烃及所述化合物为通过1,1,1,3,3-五氯丙烷的氟化反应得到的组合物。

3. 一种(氢)卤烃的制备方法,其包括对含有(氢)卤烃和与所述(氢)卤烃不同的化合物的共沸或类共沸组合物进行减压蒸馏,从而对所述(氢)卤烃进行提纯的工序,其中,

所述(氢)卤烃为顺式-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯,

所述化合物为反式-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯及1,1-二氯-3,3,3-三氟丙烯中的至少一种。

4. 一种(氢)卤烃的制备方法,其包括对含有(氢)卤烃和与所述(氢)卤烃不同的化合物的共沸或类共沸组合物进行减压蒸馏,从而对所述(氢)卤烃进行提纯的工序,其中,

所述(氢)卤烃为顺式-1,2-二氯-3,3-二氟丙烯,

所述化合物为反式-1,2-二氯-3,3-二氟丙烯、氟化氢及水中的至少一种。

5. 一种(氢)卤烃的制备方法,其包括对含有(氢)卤烃和与所述(氢)卤烃不同的化合物的共沸或类共沸组合物进行减压蒸馏,从而对所述(氢)卤烃进行提纯的工序,其中,

所述(氢)卤烃为反式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯,

所述化合物为1,1,1,3,3-五氟丙烷、2-氯-3,3,3-三氟丙烯、顺式-1-氯-1,3,3,3-四氟丙烯、2-氯-1,3,3,3-四氟丙烯、氟化氢及水中的至少一种。

6. 一种(氢)卤烃的制备方法,其包括对含有(氢)卤烃和与所述(氢)卤烃不同的化合物的共沸或类共沸组合物进行减压蒸馏,从而对所述(氢)卤烃进行提纯的工序,其中,

所述(氢)卤烃为反式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯,

所述化合物为1,1,1,3,3-五氟丙烷。

7. 根据权利要求1~6中任一项所述的(氢)卤烃的制备方法,其中,在所述减压蒸馏中,蒸馏塔的塔顶压力为50kPa以下。

8. 根据权利要求1~6中任一项所述的(氢)卤烃的制备方法,其中,在所述减压蒸馏中,蒸馏塔的塔顶温度为20℃以下。

9. 根据权利要求1~6中任一项所述的(氢)卤烃的制备方法,其中,所述(氢)卤烃及所述化合物的标准沸点均为120℃以下。

10. 根据权利要求9所述的(氢)卤烃的制备方法,其中,所述(氢)卤烃及所述化合物的标准沸点均为80℃以下。

11. 一种顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯的制备方法,其包括:

对包含顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯和至少含有3-氯-1,1,1,3-四氟丙烷的饱和氢卤烃的共沸或类共沸组合物进行减压蒸馏,从而对含有顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯作为主要成分的馏分进行回收的工序;及

对所述馏分进一步进行减压蒸馏,从而得到3-氯-1,1,1,3-四氟丙烷含量为3质量%以下的顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯的工序。

12. 根据权利要求11所述的顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯的制备方法,其中,所述(氢)卤

烃及所述化合物为通过1,1,1,3,3-五氯丙烷的氟化反应得到的组合物。

13. 根据权利要求11或12所述的顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯的制备方法,其在对所述馏分进行回收的工序之后且在得到所述顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯的工序之前,进一步包括使所述馏分与碱接触,从而对顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯进行提纯的工序。

14. 根据权利要求13所述的顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯的制备方法,其中,所述对1-氯-3,3,3-三氟丙烯进行提纯的工序为对所述馏分中所含有的3-氯-1,1,1,3-四氟丙烷进行脱卤化氢的工序。

15. 根据权利要求13所述的顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯的制备方法,其中,所述对1-氯-3,3,3-三氟丙烯进行提纯的工序为对所述馏分中所含有的3-氯-1,1,1,3-四氟丙烷及2-氯-1,1,1,3,3-五氟丙烷进行脱卤化氢的工序。

16. 根据权利要求13所述的顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯的制备方法,其中,所述碱为选自碱金属或碱土金属的氢氧化物、碳酸盐、磷酸盐、醇盐、氧化物及氢化物中的至少一种。

17. 根据权利要求13所述的顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯的制备方法,其在对所述馏分进行回收的工序之后且在得到所述顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯的工序之前,在使所述馏分与碱接触,从而对顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯进行提纯的工序中,使用相容剂。

18. 一种顺式-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯的制备方法,其包括:

对含有顺式-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯、以及反式-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯与1,1-二氯-3,3,3-三氟丙烯中的至少一种的共沸或类共沸组合物进行减压蒸馏,从而对含有顺式-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯作为主要成分的馏分进行回收的工序;及

对所述馏分进一步进行减压蒸馏,从而得到反式-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯与1,1-二氯-3,3,3-三氟丙烯中的至少一种的含量为3质量%以下的顺式-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯的工序。

19. 根据权利要求18所述的顺式-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯的制备方法,其在对所述馏分进行回收的工序之后且在得到所述顺式-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯的工序之前,进一步包括使所述馏分与碱接触,从而对顺式-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯进行提纯的工序。

20. 根据权利要求19所述的顺式-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯的制备方法,其中,所述对顺式-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯进行提纯的工序为对所述馏分中所含有的反式-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯与1,1-二氯-3,3,3-三氟丙烯中的至少一种进行脱卤化氢的工序。

21. 根据权利要求19所述的顺式-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯的制备方法,其中,所述碱为选自碱金属或碱土金属的氢氧化物、碳酸盐、磷酸盐、醇盐、氧化物及氢化物中的至少一种。

22. 根据权利要求19所述的顺式-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯的制备方法,其在对所述馏分进行回收的工序之后且在得到所述顺式-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯的工序之前,在使所述馏分与碱接触,从而对顺式-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯进行提纯的工序中,使用相容剂。

(氢) 卤烃的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及(氢) 卤烃的制备方法。

背景技术

[0002] 1-氯-3,3,3-三氟丙烯(以下,也称之为HCF0-1233zd、1233zd)等在分子内具有双键的不饱和氯氟烃,由于沸点低,大气寿命非常短,为一种臭氧层破坏系数与全球变暖潜能值均低的化合物。因此,HCF0-1233zd等不饱和氯氟烃作为一种能够利用于清洗剂或制冷剂等中的化合物而备受期待。

[0003] 例如,作为不饱和氯氟烃之一的Z-1-氯-3,3,3-三氟丙烯(以下,也称之为HCF0-1233zd(Z)、1233zd(Z))能够通过使用氟化氢对1,1,1,3,3-五氯丙烷(以下,也称之为HCC-240fa、240fa)进行氟化而制备。在HCC-240fa的氟化中,会得到含有HCF0-1233zd(Z)且同时还含有作为几何异构体的E-1-氯-3,3,3-三氟丙烯(以下,也称之为HCF0-1233zd(E)、1233zd(E))或3-氯-1,1,1,3-四氟丙烷(以下,也称之为HCFC-244fa、244fa)、2-氯-1,1,1,3,3-五氟丙烷(以下,也称之为HCFC-235da、235da)等副产物、未反应的氟化氢的反应产物(专利文献1)。由于HCFC-244fa或HCFC-235da与作为目标物质的HCF0-1233zd(Z)形成类共沸组成,因此难以从反应产物中提纯出高纯度的HCF0-1233zd(Z)。

[0004] 现有技术文献

[0005] 专利文献

[0006] 专利文献1:日本特开2013-103890号公报

发明内容

[0007] 本发明要解决的技术问题

[0008] 本发明的技术问题之一在于提供一种用于由含有(氢) 卤烃和与该(氢) 卤烃不同的化合物的共沸或类共沸组合物得到高纯度的(氢) 卤烃的方法。

[0009] 解决技术问题的技术手段

[0010] 根据本发明的一个实施方案,可提供一种(氢) 卤烃的制备方法,其包括对含有(氢) 卤烃和与前述(氢) 卤烃不同的化合物的共沸或类共沸组合物进行减压蒸馏,从而对前述(氢) 卤烃进行提纯的工序。

[0011] 在所述减压蒸馏中,蒸馏塔的塔顶压力可以为50kPa以下。

[0012] 在所述减压蒸馏中,蒸馏塔的塔顶温度可以为20℃以下。

[0013] 所述(氢) 卤烃及所述化合物的标准沸点可以均为120℃以下。

[0014] 所述(氢) 卤烃及所述化合物的标准沸点可以均为80℃以下。

[0015] 所述(氢) 卤烃可以为通式(1) $C_m H_a F_b Cl_c$ 所表示的化合物,在上述通式(1)中,m为2~5中的任一整数,a、b及c为0以上的整数,满足 $b+c \geq 1$,且满足 $a+b+c = 2m-2$ 、 $a+b+c = 2m$ 或 $a+b+c = 2m+2$,

[0016] 所述化合物可以为选自氟化氢与前述通式(1)所表示的化合物中的至少一种,且

所述化合物不包括被选作所述(氢)卤烃的化合物。

[0017] 所述(氢)卤烃可以为通式(2) $C_nH_dF_eCl_fO_g$ 所表示的化合物,在上述通式(2)中, n 为3~5中的任一整数, d 、 e 及 f 为0以上的整数, g 为1以上的整数,且满足 $e+f \geq 1$,且满足 $d+e+f = 2n-2$ 、 $d+e+f = 2n$ 或 $d+e+f = 2n+2$,

[0018] 所述化合物可以为选自氟化氢与所述通式(2)所表示的化合物中的至少一种,且所述化合物不包括被选作所述(氢)卤烃的化合物。

[0019] 所述(氢)卤烃可以为顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯,所述化合物可以为3-氯-1,1,1,3-四氟丙烷。

[0020] 所述(氢)卤烃可以为顺式-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯,所述化合物可以为1,1-二氯-3,3,3-三氟丙烯。

[0021] 所述(氢)卤烃可以为顺式-1,2-二氯-3,3-二氟丙烯,所述化合物可以为反式-1,2-二氯-3,3-二氟丙烯。

[0022] 根据本发明的另一个实施方案,可提供一种(氢)卤烃的制备方法,其包括对含有(氢)卤烃和与所述(氢)卤烃不同的化合物的共沸或类共沸组合物进行减压蒸馏,从而对所述(氢)卤烃进行提纯的工序,所述(氢)卤烃及所述化合物的标准沸点均为80°C以下。

[0023] 根据本发明的另一个实施方案,可提供一种高纯度顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯的制备方法,其包括:对包含顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯和至少含有3-氯-1,1,1,3-四氟丙烷的饱和氢卤烃的共沸或类共沸组合物进行减压蒸馏,从而对含有顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯作为主要成分的馏分进行回收的工序;使所述馏分与碱接触,从而对顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯进行提纯的工序;及对所述馏分进一步进行减压蒸馏,从而得到3-氯-1,1,1,3-四氟丙烷含量为3质量%以下的高纯度顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯的工序。

[0024] 可以在对所述馏分进行回收的工序之后、且在得到所述顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯的工序之前,进一步包括使所述馏分与碱接触,从而对顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯进行提纯的工序。

[0025] 所述对1-氯-3,3,3-三氟丙烯进行提纯的工序可以为对所述馏分中所含有的3-氯-1,1,1,3-四氟丙烷进行脱卤化氢的工序。

[0026] 发明效果

[0027] 根据本发明的一个实施方案,能够由含有(氢)卤烃和与该(氢)卤烃不同的化合物的共沸或类共沸组合物得到高纯度的(氢)卤烃。

具体实施方式

[0028] 以下,对本发明的各实施方案进行说明。然而,本发明能够在不脱离其主旨的范围内以各种形式实施,不能解释其仅限于以下例示出的实施方案的记载内容。此外,对于根据本说明书的记载显而易见的技术效果或本领域技术人员能够容易预料的技术效果,即使其为与以下的实施方案的形式所带来的技术效果不同的其他技术效果,仍可解释为本发明所带来的技术效果。

[0029] [类共沸组合物]

[0030] 共沸组合物的特征在于,在规定的压力下液体组合物的沸点固定,且沸腾中的该液体组合物的蒸气(气相)的组成与沸腾中的液体组合物(液相)的组成相同。即,在液体组

合物沸腾时,共沸组合物不会引起该液体组合物的成分的分馏。与此相对,类共沸组合物是指与共沸组合物表现出相同行为的组合物,其特征在于,在规定的压力下液体组合物的沸点基本上固定,且在液体组合物挥发时,以与液体的组成基本相同的组成挥发,因此沸腾中的该液体组合物的蒸气(气相)的组成仅以相对于沸腾中的液体组合物(液相)的组成为能够忽略的程度发生变化。即,类共沸组合物在液体组合物沸腾时不易引起该液体组合物的成分的分馏。另一方面,不为类共沸的非共沸组合物的特征在于,在蒸发或凝结期间组合物的气相组成与组合物的液相组成发生变化。

[0031] 以下,对本实施方案的用于制备(氢)卤烃的方法(以下,记作本制备方法)进行说明。在本制备方法中,能够从含有(氢)卤烃与杂质的共沸或类共沸组合物中选择性地制备(氢)卤烃。

[0032] (氢)卤烃为在分子中至少含有碳原子、卤原子的化合物。(氢)卤烃可进一步含有氢原子和/或氧原子。在一个实施方案中,(氢)卤烃为通式(1): $C_mH_aF_bCl_c$ 所表示的化合物。在通式(1)中, m 为2~5中的任一整数, a 、 b 及 c 为0以上的整数,满足 $b+c \geq 1$,且满足 $a+b+c=2m-2$ 、 $a+b+c=2m$ 或 $a+b+c=2m+2$ 。通式(1)所表示的化合物例如能够通过工业性制备的饱和烃化合物或不饱和烃化合物的卤化(例如,氟化、氯化)、工业性制备的卤化饱和烃化合物或卤化不饱和烃化合物进行脱卤化氢(例如,脱氟化氢、脱氯化氢)而制备。此外,在另一个实施方案中,(氢)卤烃为通式(2): $C_nH_dF_eCl_fO_g$ 所表示的化合物。在通式(2)中, n 为3~5中的任一整数, d 、 e 及 f 为0以上的整数, g 为1以上的整数,满足 $e+f \geq 1$,且满足 $d+e+f=2n-2$ 、 $d+e+f=2n$ 或 $d+e+f=2n+2$ 。通式(2)所表示的化合物例如能够通过工业性制备的卤化饱和烃化合物或卤化不饱和烃化合物的羟基化、工业性制备的卤化饱和/不饱和醚的烷基化而制备。

[0033] 在这些反应中,有时会在生成(氢)卤烃的同时还生成副产物。在该副产物与作为目标产物的(氢)卤烃形成共沸或类共沸组合物的情况下,会导致作为目标产物的(氢)卤烃的纯度下降。此外,在这些反应中,有时会残留未反应的原料(例如,用于卤化的氟化氢)。该残留的氟化氢也是导致作为目标产物的(氢)卤烃的纯度下降的主要原因之一。

[0034] 本申请的发明人发现,通过对含有作为目标产物的(氢)卤烃和与该(氢)卤烃不同的化合物的共沸或类共沸组合物进行减压蒸馏,可得到高纯度的作为目标产物的(氢)卤烃,从而完成了本发明。

[0035] 以下,对本发明的一个实施方案的制备方法(以下,也称之为本制备方法)进行说明。本制备方法包括对含有作为目标产物的(氢)卤烃和与该(氢)卤烃不同的化合物的共沸或类共沸组合物进行减压蒸馏,从而对作为目标产物的(氢)卤烃进行提纯的工序。其中,与(氢)卤烃不同的化合物是指,为不与作为目标产物的(氢)卤烃相同的化合物的、在分子中至少含有碳原子与卤原子的化合物。与(氢)卤烃不同的化合物除了含有碳原子与卤原子以外,还可以在分子中进一步含有氢原子。与(氢)卤烃不同的化合物可以为选自氟化氢与上述通式(1)所表示的化合物(其中,不包括被选作所述(氢)卤烃的化合物)中的至少一种。此外,与(氢)卤烃不同的化合物可以为选自氟化氢与上述通式(2)所表示的化合物(其中,不包括被选作所述(氢)卤烃的化合物)中的至少一种。

[0036] [第一实施方案]

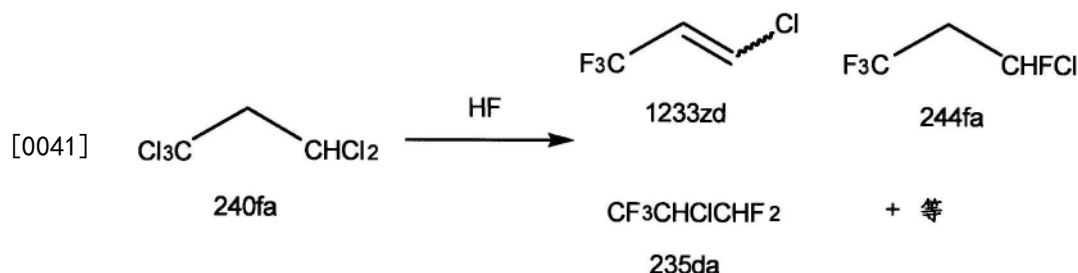
[0037] [制备方法]

[0038] 作为本制备方法的一个例子,对制备顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯(1233zd(Z))的

方法进行说明。

[0039] 1233zd能够通过使1,1,1,3,3-五氯丙烷(240fa)与氟化氢反应,按照以下的方案得到。

[0040] [化学式1]



[0042] 虽然因反应条件而异,但通常在通过240fa的氟化反应得到的组合物中,以规定的比例含有顺式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯(1233zd(Z))与反式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯(1233zd(E))。此外,在该反应中,有时不仅产生作为主要成分的1233zd,还会附带产生其他卤化物。虽然取决于反应条件,但例如会附带产生作为卤化物的3-氯-1,1,1,3-四氟丙烷(244fa)、2-氯-1,1,1,3,3-五氟丙烷(235da)等。244fa及235da与1233zd(Z)表现出共沸或类共沸行为。

[0043] [提纯工序]

[0044] 对通过240fa的氟化反应得到的组合物进行提纯,从而以高纯度得到作为目标物质的1233zd(Z)。在本制备方法中,进行减压蒸馏,从而由含有1233zd(Z)与244fa的类共沸组合物的组合物得到高纯度的1233zd(Z)。

[0045] 作为能够用于减压蒸馏的蒸馏塔,只要具备通常的减压蒸馏所必需的功能即可,优选使用板式塔、填充塔等精馏塔。蒸馏塔的理论塔板数通常为10~60块,优选为20~50块,但不仅限于该范围。

[0046] 减压蒸馏工序中的体系内的压力可以设定为50kPa以下,从工业实用性的角度出发,优选设定为1kPa~30kPa。特别是在减压蒸馏时,所使用的蒸馏塔的塔顶压力优选为20kPa以下,更优选为10kPa以下。

[0047] 减压蒸馏工序中的塔顶液温没有特别限定,但从工业实用性的角度出发,优选设定为+20℃以下,特别优选设定为+10℃以下,且优选设定为-20℃以上。若塔顶液温为-20℃以上,则能够避免冷凝器的大型化等设备成本的增大,因此易于在工业上采用。此外,若塔顶液温为+20℃以下,则蒸馏分离效率良好。在一个实施方案中,减压蒸馏工序中的塔顶液温优选设定为-20℃以上且+20℃以下,特别优选设定为-20℃以上且+10℃以下。

[0048] 另外,在提纯工序中,减压蒸馏可以多次进行。在进行两次以上的减压蒸馏时,可以多次使用同一个蒸馏塔,也可以使用多个蒸馏塔。

[0049] 通过对含有1233zd(Z)与244fa的类共沸组合物的组合物进行两次以上的减压蒸馏,能够得到高纯度的1233zd(Z)。其中,高纯度的1233zd(Z)是指,244fa的含量相对于1233zd(Z)与244fa的总量为3质量%以下、优选为1质量%以下、进一步优选为0.5质量%、特别优选为0.3质量%的1233zd(Z)。

[0050] 在进行两次以上减压蒸馏时,蒸馏工序可以连续进行,也可以在两次以上的蒸馏工序之间插入其他工序。例如,能够在进行至少一次减压蒸馏之后、且进行下一次减压蒸馏

之前,进行脱卤化氢处理工序。具体而言,在进行至少一次减压蒸馏之后,回收含有1233zd (Z) 作为主要成分的馏分(例如,含有30重量%以上、50重量%以上、70重量%以上、80重量%以上、90重量%以上或95重量%以上的1233zd (Z) 的馏分),并在回收的馏分中加入碱,由此对残留在馏分中的244fa及235da进行脱卤化氢。通过对脱卤化氢处理后的馏分再次进行减压蒸馏,能够得到高纯度的1233zd (Z)。

[0051] 在进行脱卤化氢处理工序时,优选添加使含有1233zd (Z) 的馏分与碱性水溶液相容的相容剂。通过使相容剂共存,能够抑制碱与1233zd (Z) 的反应,且能够分解残留在馏分中的244fa及235da。通过脱卤化氢处理工序中的脱氯化氢反应,244fa转变为对应的含氟烯烃(1234ze)。通过脱卤化氢处理工序中的脱氟化氢反应,235da转变为对应的含氟烯烃(1224xe)。由于在脱卤化氢处理工序中生成的这些含氟烯烃的沸点与1233zd (Z) 的沸点存在充分的差,因此能够通过蒸馏轻易地与1233zd (Z) 分离。

[0052] 作为在脱卤化氢中使用的碱,没有特别限定,可列举出碱金属或碱土金属的氢氧化物、碳酸盐、磷酸盐、醇盐、氧化物、氢化物等无机碱。作为碱金属,例如可列举出钠、钾、锂等。作为碱土金属,例如可列举出钙、镁等。作为无机碱,具体而言,可列举出氢氧化钠、碳酸钠、磷酸钠、氧化钠、氢化钠、氢氧化钾、碳酸钾、磷酸钾、氧化钾、氢化钾、氢氧化锂、氢氧化钙、氧化钙、氢氧化镁。作为无机碱,优选氢氧化钠、碳酸钠、氢氧化钾、碳酸钾,最优选获得性良好的氢氧化钠。这些碱可单独使用一种,也可同时使用两种以上。

[0053] 添加的碱性水溶液中的碱量取决于馏分中的244fa及235da的量。优选相对于1摩尔的235da和/或244fa为1.5~4摩尔当量(其中,“当量”表示化学当量)的无机碱量,特别优选相对于1摩尔的235da和/或244fa为2~3摩尔当量的无机碱量。

[0054] 相容剂辅助馏分中的1233zd (Z) 与无机碱水溶液的相容。作为相容剂,优选相转移催化剂或醇、酮等水溶性有机物。

[0055] 作为相转移催化剂的例子,可列举出氟化铵、氯化铵、溴化铵、碘化铵、氢氧化铵等季铵化合物类、冠醚类、杯芳烃类、环蕃类、环糊精类、磷鎓化合物类、吡啶鎓化合物类。具体而言,可列举出四丁基氟化铵、苄基二甲基烷基氯化铵、1-丁基-1-甲基吡咯鎓氯化物、苄基三乙基氯化铵、1-丁基-1-甲基哌啶鎓溴化物、三甲基-3-三氟甲基苯基溴化铵、三甲基- α , α -三氟间甲苯基氢氧化铵、十六烷基三甲基氢氧化铵、三甲基苯基碘化铵、2,3-苯并-1,4,7,10-四氧杂十二碳-2-烯、24-冠8-醚、三苯基(2-氯苄基)磷鎓氯化物、4-(二甲氨基)-1-(三苯甲基)吡啶鎓氯化物。

[0056] 作为水溶性有机物,能够使用在常温下与水完全混合的化合物。作为水溶性有机物,例如可列举出醇类、多元醇类、酰胺类、酮类、醚类、聚醚类、环状醚。若考虑到获得性及废溶液的处理等,则作为水溶性有机物,优选醇类。

[0057] 作为相容剂的醇没有特别限定,但优选碳原子数为1~4的醇。具体而言,优选甲醇、乙醇、异丙醇、正丙醇、正丁醇、仲丁醇、叔丁醇等通用醇中的单独一种或混合物,特别优选甲醇、乙醇。醇的添加量相对于馏分优选为5~40质量%,特别优选为10~30质量%。

[0058] [第二实施方案]

[0059] [制备方法]

[0060] 作为本制备方法的一个例子,对制备顺式-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯(也称之为HCF0-1223xd (Z)、1223xd (Z))的方法进行说明。

[0061] 1223xd (Z) 能够通过1,1,2-三氯-3,3,3-三氟丙烷(也称之为HCFC-233da、233da)的脱氯化氢反应而制备。虽然因反应条件而异,但通常在通过该反应得到的组合中,以规定的比例含有1223xd (Z) 与E-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯(也称之为HCF0-1223xd (E)、1223xd)。此外,该组合有时含有1,1-二氯-3,3,3-三氟丙烯(也称之为HCF0-1223za、1223za)。1223xd (E) 和/或1223za与1223xd (Z) 表现出共沸或类共沸行为。

[0062] [提纯工序]

[0063] 对通过233da的脱氯化氢反应得到的组合进行提纯,从而以高纯度得到作为目标物质的1223xd (Z)。在本制备方法中,进行减压蒸馏,从而由含有1223xd (Z) 与1223xd (E) 和/或1223za的类共沸组合物的组合得到高纯度的1223xd (Z)。

[0064] 作为能够用于减压蒸馏的蒸馏塔,只要具备通常的减压蒸馏所必需的功能即可,优选使用板式塔、填充塔等精馏塔。蒸馏塔的理论塔板数通常为10~60块,优选为20~50块,但不仅限于该范围。

[0065] 减压蒸馏工序中的体系内的压力可以设定为50kPa以下,但从工业实用性的角度出发,优选设定为1kPa~20kPa。特别是在减压蒸馏时,所使用的蒸馏塔的塔顶压力优选为10kPa以下,更优选为5kPa以下。

[0066] 减压蒸馏工序中的塔顶液温没有特别限定,但从工业实用性的角度出发,优选设定为+20℃以下,且优选设定为-20℃以上。若塔顶液温为-20℃以上,则能够避免冷凝器的大型化等设备成本的增大,因此容易在工业上采用。此外,若塔顶液温为+20℃以下,则蒸馏分离效率良好。在一个实施方案中,减压蒸馏工序中的塔顶液温优选设定为-20℃以上且+20℃以下。

[0067] 在本实施方案中,在提纯工序中可以进行多次减压蒸馏。在进行两次以上的减压蒸馏时,可以多次使用同一个蒸馏塔,也可以使用多个蒸馏塔。

[0068] 通过对含有1223xd (Z) 与1223xd (E) 和/或1223za的类共沸组合物的组合进行两次以上的减压蒸馏,能够得到高纯度的1223xd (Z)。其中,高纯度的1223xd (Z) 是指,1223xd (E) 和/或1223za的含量相对于1223xd (Z) 与1223xd (E) 和/或1223za的总量为3质量%以下、优选为1质量%以下、进一步优选为0.5质量%、特别优选为0.3质量%的1223xd (Z)。

[0069] 此外,在进行两次以上的减压蒸馏时,蒸馏工序可以连续进行,也可以在两次以上的蒸馏工序之间插入杂质的脱卤化氢处理工序等其他工序。脱卤化氢处理工序的详细内容与上述的第一实施方案相同,因此省略重复说明。此外,在进行脱卤化氢处理工序时,与第一实施方案相同,优选添加使含有1223xd (Z) 的馏分与碱性水溶液相容的相容剂。作为在脱卤化氢中使用的碱及相容剂,与在第一实施方案中所述的在脱卤化氢中使用的碱及相容剂相同。由此,能够选择性地抑制碱与1223xd (Z) 的反应,且能够分解残留在馏分中的1223xd (E) 和/或1223za。例如,1223xd (E) 或1223za转变为1-氯-3,3,3-三氟丙烯或3,3,3-三氟丙酸。

[0070] [第三实施方案]

[0071] [制备方法]

[0072] 作为本制备方法的一个例子,对制备顺式-1,2-二氯-3,3-二氟丙烯(以下,也称之为HCF0-1232xd (Z)、1232xd (Z))的方法进行说明。

[0073] 1232xd (Z) 可通过使1,2,3,3-四氯丙烯(也称之为HCO-1230xd、1230xd)与氟化氢

反应而制备。虽然因反应条件而异,但通常在通过该反应得到的组合物中,以规定的比例含有1232xd(Z)与反式-1,2-二氯-3,3-二氟丙烯(以下,也称之为HCF0-1232xd(E)、1232xd(E))。1232xd(E)与1232xd(Z)表现出共沸或类共沸行为。

[0074] [提纯工序]

[0075] 对通过HCO-1230xd的氟化反应得到的组合物进行提纯,从而以高纯度得到作为目标物质的1232xd(Z)。在本制备方法中,进行减压蒸馏,从而由含有1232xd(Z)与1232xd(E)的类共沸组合物的组合物得到高纯度的1232xd(Z)。

[0076] 作为能够用于减压蒸馏的蒸馏塔,只要具备通常的减压蒸馏所必需的功能即可,优选使用板式塔、填充塔等精馏塔。蒸馏塔的理论塔板数通常为10~60块,优选为20~50块,但不仅限于该范围。

[0077] 减压蒸馏工序中的体系内的压力可以设定为50kPa以下,但从工业实用性的角度出发,优选设定为1kPa~20kPa。特别是在减压蒸馏时,所使用的蒸馏塔的塔顶压力优选为10kPa以下,更优选为5kPa以下。

[0078] 减压蒸馏工序中的塔顶液温没有特别限定,但从工业实用性的角度出发,优选设定为+20℃以下,且优选设定为-20℃以上。若塔顶液温为-20℃以上,则能够避免冷凝器的大型化等设备成本的增大,因此容易在工业上采用。此外,若塔顶液温为+20℃以下,则蒸馏分离效率良好。在一个实施方案中,减压蒸馏工序中的塔顶液温优选设定为-20℃以上且+20℃以下。

[0079] 在本实施方案中,在提纯工序中可以进行多次减压蒸馏。在进行两次以上的减压蒸馏时,可以多次使用同一个蒸馏塔,也可以使用多个蒸馏塔。

[0080] 通过对含有1232xd(Z)与1232xd(E)的类共沸组合物的组合物进行两次以上的减压蒸馏,能够得到高纯度的1232xd(Z)。其中,高纯度的1232xd(Z)是指,1232xd(E)含量相对于1232xd(Z)与1232xd(E)的总量为3质量%以下、优选为1质量%以下、进一步优选为0.5质量%、特别优选为0.3质量%的1232xd(Z)。

[0081] 此外,在进行两次以上的减压蒸馏时,蒸馏工序可以连续进行,也可以在两次以上的蒸馏工序之间插入杂质的脱卤化氢处理工序等其他工序。脱卤化氢处理工序的详细内容与上述的第一实施方案相同,因此省略重复说明。

[0082] [变形例]

[0083] 作为本制备方法的变形例,对回收反式-1-氯-3,3,3-三氟丙烯(1233zd(E))的方法进行说明。

[0084] 1,1,1,3,3-五氟丙烷(也称之为HFC-245fa、245fa)可通过对1233zd(E)进行氟化而得到。虽然因反应条件而异,但有时在通过1233zd(E)的氟化得到的组合物中,以规定的比例含有1,1,1,3,3-五氟丙烷(245fa)与未反应的1233zd(E)。245fa与1233zd(E)表现出共沸或类共沸行为。若能够从得到的组合物中回收未反应的1233zd(E),则能够将回收的1233zd(E)作为245fa的原料进行再次使用。

[0085] [提纯工序]

[0086] 对通过1233zd(E)的氟化反应得到的组合物进行提纯,从而以高纯度得到245fa或1233zd(E)。在本提纯方法中,进行减压蒸馏,从而能够由含有1233zd(E)与245fa的类共沸组合物的组合物得到高纯度的1233zd(E)。

[0087] 作为能够用于减压蒸馏的蒸馏塔,只要具备通常的减压蒸馏所必需的功能即可,优选使用板式塔、填充塔等精馏塔。蒸馏塔的理论塔板数通常为10~60块,优选为20~50块,但不仅限于该范围。

[0088] 减压蒸馏工序中的体系内的压力可以设定为50kPa以下,但从工业实用性的角度出发,优选设定为1kPa~50kPa。特别是在减压蒸馏时,所使用的蒸馏塔的塔顶压力优选为40kPa以下,更优选为30kPa以下。

[0089] 减压蒸馏工序中的塔顶液温没有特别限定,但从工业实用性的角度出发,优选设定为+20℃以下,且优选设定为-20℃以上。若塔顶液温为-20℃以上,则能够避免冷凝器的大型化等设备成本的增大,因此容易在工业上采用。此外,若塔顶液温为+20℃以下,则蒸馏分离效率良好。减压蒸馏工序中的塔顶液温优选设定为-20℃以上且+20℃以下。

[0090] 在提纯工序中,与上述的第一实施方案~第三实施方案相同,可以进行多次减压蒸馏。此外,在进行两次以上的减压蒸馏时,蒸馏工序可以连续进行,也可以在两次以上的蒸馏工序之间插入如上所述的杂质的脱卤化氢处理工序等其他工序。

[0091] 在以上所说明的第一实施方案~第三实施方案的制备方法及变形例的提纯方法中,从能够通过减压蒸馏而彼此分离的角度出发,组合物中所含有的(氢)卤烃和与该(氢)卤烃同时含有的杂质优选均具有120℃以下的标准沸点,进一步优选均具有80℃以下的标准沸点。

[0092] 根据以上所说明的第一实施方案~第三实施方案的制备方法,当组合物中残留有氟化氢或水时,通过组合物的减压蒸馏,(氢)卤烃还能够从氟化氢或水中分离。

[0093] 以上,举例出作为(氢)卤烃的1233zd(Z)、1223xd(z)、1232xd(Z)及1233zd(E)、作为与这些(氢)卤烃构成类共沸组合物的杂质的244fa、1223za、1223xd(E)、1232xd(E)及245fa进行了说明,但(氢)卤烃及与该(氢)卤烃表现出共沸或类共沸行为的杂质不仅限于此。

[0094] 在一个实施方案中,作为组合物中所含有的、能够通过减压蒸馏从该组合物中分离的(氢)卤烃,可列举出通式(1): $C_mH_aF_bCl_c$ 所表示的化合物。在通式(1)中,m为2~5中的任一整数,a、b及c为0以上的整数,满足 $b+c \geq 1$,且满足 $a+b+c = 2m-2$ 、 $a+b+c = 2m$ 或 $a+b+c = 2m+2$ 。

[0095] 在以下的表1及表2中,示出组合物中所含有的、通式(1)所表示的(氢)卤烃和与该(氢)卤烃不同的化合物的组合,该与该(氢)卤烃不同的化合物与该(氢)卤烃在常压下表现出共沸或类共沸行为。然而,该(氢)卤烃和与该(氢)卤烃不同的化合物不仅限于此。

[0096] [表1]

| | |
|---|---|
| (氢)卤烃 | 与(氢)卤烃表现出类共沸行为的化合物 |
| [0097] HCFO-1233zd(E) (E-1-氯-3,3,3-三氟丙烯) | HCFO-1233xf (2-氯-3,3,3-三氟丙烯) |
| | HCFO-1224zb(Z) (Z-1-氯-1,3,3,3-四氟丙烯) |
| | HCFO-1224xe (2-氯-1,3,3,3-四氟丙烯) |
| | HFC-245fa (1,1,1,3,3-五氟丙烷) |
| | HF |
| | 水 |
| | 选自上述化合物中的两种以上 |
| HCFO-1233zd(Z) (Z-1-氯-3,3,3-三氟丙烯) | HCFC-244fa (1-氯-1,3,3,3-四氟丙烷) |
| | HCFO-1335mzz (1-氯-1,1,4,4,4-五氟-2-丁烯) |
| | HF |
| | 水 |
| HFC-245fa(Z) (1,1,1,3,3-五氟丙烷) | 选自上述化合物中的两种以上 |
| | HCFO-1233zd(E) (E-1-氯-3,3,3-三氟丙烯) |
| | HF |
| | 水 |
| 选自上述化合物中的两种以上 | |

[0098] [表2]

| | | |
|---|---|-------------------------------|
| [0099] | (氢)卤烃 | 与(氢)卤烃表现出类共沸行为的化合物 |
| | HFO-1234ze(Z) (Z-1,3,3,3-四氟丙烯) | HFC-245fa (1,1,1,3,3-五氟丙烷) |
| | | HF |
| | | 水 |
| | | 选自上述化合物中的两种以上 |
| | HFO-1234ze(E) (E-1,3,3,3-四氟丙烯) | 三氟丙烯异构体 (HFO-1243 异构体) |
| | | HF |
| | | 水 |
| 选自上述化合物中的两种以上 | | |
| HCFO-1223xd(Z) (Z-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯) | HCFO-1223xd(E) (E-1,2-二氯-3,3,3-三氟丙烯) | |
| | HCFO-1223za (1,1-二氯-3,3,3-三氟丙烯) | |
| | HF | |
| | 水 | |
| | 选自上述化合物中的两种以上 | |
| HCFO-1233yd(Z) (Z-1-氯-2,3,3-三氟-1-丙烯) | HCFO-1233yd(E) (E-1-氯-2,3,3-三氟-1-丙烯) | |
| | HF | |
| | 水 | |
| | 选自上述化合物中的两种以上 | |
| HCFO-1232xd(Z) (Z-1,2-二氯-3,3-二氟丙烯) | HCFO-1232xd(E) (E-1,2-二氯-3,3-二氟丙烯) | |
| | HF | |
| | 水 | |
| | 选自上述化合物中的两种以上 | |
| 选自 HCFO 类中的一种 | HF 和/或水 | |
| 选自 HFO 类中的一种 | HF 和/或水与 HCFO 类(不包括左栏记载中所选择的 HCFO 类)和/或 HFO 类的混合物 | |
| | HF 和/或水 | |
| | HF 和/或水与 HCFO 类和/或 HFO 类(不包括左栏记载中所选择的 HFO 类)的混合物 | |

[0100] 此外,在一个实施方案中,作为组合物中所含有的、能够通过减压蒸馏从该组合物中分离的(氢)卤烃,可列举出通式(2): $C_nH_dF_eCl_fO_g$ 所表示的化合物。在通式(2)中, n 为3~5中的任一整数, d 、 e 及 f 为0以上的整数, g 为1以上的整数,满足 $e+f \geq 1$,且满足 $d+e+f=2n-2$ 、 $d+e+f=2n$ 或 $d+e+f=2n+2$ 。

[0101] 将通式(2)所表示的(氢)卤烃和与该(氢)卤烃不同的化合物的组合示于表3,该与该(氢)卤烃不同的化合物与该(氢)卤烃在常压下表现出共沸或类共沸行为。然而,该(氢)卤烃及与该(氢)卤烃不同的化合物不仅限于此。

[0102] [表3]

| | | |
|--------|--|-----------------------------|
| | (氢)卤烃 | 与(氢)卤烃表现出类共沸行为的化合物 |
| [0103] | HFE-356mmz (1,1,1,3,3,3-六氟-2-甲氧基丙烷) | HFIP (1,1,1,3,3,3-六氟异丙醇) |
| | | HF |
| | | 水 |
| | 选自上述化合物中的两种以上 | |
| | (S)1,1,1-三氟-2-丙醇 | 水 |

[0104] 实施例

[0105] 以下,对按照上述实施方案实施的实施例进行说明。但本发明的实施形式不受以下实施例的限定。在以下实施例中,只要没有特别注释,则有机物的组成通过利用具备FID检测器的气相色谱法而得到的色谱的面积来确定。

[0106] 通过表5所示的蒸馏条件对具有以下表4所示的组成的组合物进行蒸馏。另外,蒸馏时,使用2L的烧瓶作为蒸馏釜,并将蒸馏塔的理论塔板数设为40块。

[0107] [表4]

| | 组合物 | | | | | |
|--------|-------------------------|-----------|--------------------|-----------|-------------------------------------|----------------|
| | 低沸点物质 (LB) | | 高沸点物质 (HB) | | 低沸点物质纯度 [%] (LB/ (LB+HB)) × 100 | |
| | 化合物名称 | GC% | 化合物名称 | GC% | | |
| [0108] | 实施例 1 比较例 1 | 1233zd(Z) | 32.2307 | 244fa | 9.9282 | 75.28 |
| | 实施例 2 比较例 2 | 245fa | 68.6084 | 1233zd(E) | 31.3879 | 68.61 |
| | 实施例 3 实施例 4 比较例 3 | 1223xd(Z) | 98.8903 | 1223za | 1.0676 | 98.93 |
| | 实施例 5 比较例 4 | 1232xd(E) | 11.3672 10.5892 | 1232xd(Z) | 88.5971 76.4648 | 11.37 12.16 |

[0109] [表5]

| | 蒸馏条件 | | |
|-------|--------------|--------------|---------------|
| | 釜内温度 (°C) | 塔顶温度 (°C) | 塔顶压力 (kPa) |
| 实施例 1 | 15.8 | -7.9 | 9 |
| 比较例 1 | 72.7 | 38.9 | 102 |
| 实施例 2 | -12.8 | -7.7 | 29 |
| 比较例 2 | 14.3 | 14.7 | 102 |
| 实施例 3 | 1.1 | -0.4 | 8 |
| 实施例 4 | -5.6 | -8.0 | 5 |
| 比较例 3 | 54.5 | 54.1 | 102 |
| 实施例 5 | 20.9 | 19.7 | 5 |
| 比较例 4 | 99.2 | 90.0 | 102 |

[0110]

[0111] 将通过表5所示的条件对表4所示的实施例1~5及比较例1~4的组合物进行蒸馏后的回收物的组成示于以下表6。另外,在以下表6中,实施例1、3、4及比较例1、3、4是指自蒸馏塔的塔顶馏出的回收物的组成,实施例2、5及比较例2是指釜残的组合物的组成。

[0112] [表6]

| | 回收物组成 | | | | |
|-------|------------|---------|------------|---------|-------------------------------------|
| | 低沸点物质 (LB) | | 高沸点物质 (HB) | | 低沸点物质纯度 [%] (LB/ (LB+HB)) × 100 |
| | 化合物名称 | GC% | 化合物名称 | GC% | |
| 实施例 1 | 1233zd(Z) | 95.0021 | 244fa | 4.4752 | 95.50 |
| 比较例 1 | | 83.0913 | | 16.3155 | 83.59 |
| 实施例 2 | 245fa | 60.0371 | 1233zd(E) | 39.9605 | 60.04 |
| 比较例 2 | | 68.3710 | | 31.6213 | 68.38 |
| 实施例 3 | 1223xd(Z) | 99.8226 | 1223za | 0.1315 | 99.87 |
| 实施例 4 | | 99.9096 | | 0.0608 | 99.94 |
| 比较例 3 | | 99.6627 | | 0.2325 | 99.77 |
| 实施例 5 | 1232xd(E) | 0.9482 | 1232xd(Z) | 99.0089 | 0.95 |
| 比较例 4 | | 10.7009 | | 89.2733 | 10.70 |

[0113]

[0114] 参照表6可知,对实施例1与比较例1进行比较时,相较于常压下的蒸馏,通过减压蒸馏,能够以高纯度回收1233zd (Z) (低沸点物质)。对实施例2与比较例2进行比较时,相较于常压下的蒸馏,通过减压蒸馏,能够以高纯度回收1233zd (E) (高沸点物质)。对实施例3、4与比较例3进行比较时,相较于常压下的蒸馏,通过减压蒸馏,能够以高纯度回收1223xd (Z)。此外,参照实施例3与实施例4可知,与实施例3相比,在蒸馏时将塔顶温度设定得更低、且将塔顶压力设定得更低的实施例4,能够以更高的纯度得到1223xd (Z) (低沸点物质)。此外,对实施例5与比较例4进行比较时,相较于常压下的蒸馏,通过减压蒸馏,能够以高纯度回收1232xd (Z) (高沸点物质)。

[0115] (实施例5:通过多阶段减压蒸馏进行的高纯度1233zd的提纯)

[0116] 将具有以下表7中上半部分所示的组成的组合物(在表7中,记作“投料组成”)投入理论塔板数为40块的蒸馏塔中,以8~10kPa的蒸馏压力进行减压蒸馏,回收具有表7中下半

部分所示的组成的组合物(在表7中,记作“主要馏分”)。

[0117] 将1208.23g的上述主要馏分投入理论塔板数为40块的蒸馏塔中,进行蒸馏。如表8所示,在以101kPa的蒸馏压力进行常压蒸馏并回收馏分(fraction)1之后,以8~9kPa的蒸馏压力进行减压蒸馏,回收馏分2~10。由通过减压蒸馏回收的馏分,能够得到829.13g的244fa含量为3%以下的高纯度1233zd(Z)(馏分2~9),能够得到749.95g的244fa含量为1%以下的高纯度1233zd(Z)(馏分2~7),能够得到639.06g的244fa含量为0.5%以下的高纯度1233zd(Z)(馏分2~6),能够得到129.44g的244fa含量为0.3%以下的高纯度1233zd(Z)(馏分4)。其中,馏分2~10为按时间顺序从蒸馏塔中取出的馏分。

[0118] 此外,由釜残留物得到204.68g的1233zd(Z)含量为1%以下的高纯度244fa。

[0119] [表7]

| | 重量 [g] | 低沸(LB) 1233zd(Z) [GC%] | 高沸(HB) 244fa [GC%] | 低沸纯度 [%] (LB/(LB+HB)) × 100 | 高沸纯度 [%] (HB/(LB+HB)) × 100 |
|-------------|-----------|------------------------------|--------------------------|--------------------------------|--------------------------------|
| [0120] 投料组成 | 3986.3 | 30.231 | 9.928 | 75.28 | 24.72 |
| 主要馏分 | 1304.0 | 80.401 | 18.660 | 81.16 | 18.84 |

[0121] [表8]

| | 塔顶压力 [kPa] | 塔顶温度 [°C] | 重量 [g] | 低沸(LB) 1233zd(Z) [GC%] | 高沸(HB) 244fa [GC%] | 低沸纯度 [%] (LB/(LB+HB)) × 100 | 高沸纯度 [%] (HB/(LB+HB)) × 100 |
|------------|---------------|--------------|-----------|------------------------------|--------------------------|--------------------------------|--------------------------------|
| 投料 | | | 1208.23 | 80.4014 | 18.6602 | 81.16 | 18.84 |
| 馏分1 | 101 | 38.9 | 55.27 | 86.3141 | 4.2289 | 95.33 | 4.67 |
| 馏分2 | 9 | -9.1 | 147.81 | 99.1539 | 0.3446 | 99.65 | 0.35 |
| 馏分3 | 8 | -10.2 | 121.38 | 99.3566 | 0.4368 | 99.56 | 0.44 |
| [0122] 馏分4 | 8 | -11.3 | 129.44 | 99.5808 | 0.2530 | 99.75 | 0.25 |
| 馏分5 | 8.5 | -9.5 | 118.7 | 99.5894 | 0.3682 | 99.63 | 0.37 |
| 馏分6 | 8.5 | -9.4 | 121.73 | 99.5106 | 0.4550 | 99.54 | 0.46 |
| 馏分7 | 8 | -9.8 | 110.89 | 99.2990 | 0.6727 | 99.33 | 0.67 |
| 馏分8 | 8.5 | -9.7 | 9.89 | 96.3448 | 2.5513 | 97.42 | 2.58 |
| 馏分9 | 9 | -9 | 69.29 | 97.4315 | 2.4859 | 97.51 | 2.49 |
| 馏分10 | 8.5 | -6.8 | 60.13 | 52.4999 | 47.2289 | 52.64 | 47.36 |
| 釜残留物 | | | 204.68 | 0.3275 | 97.5538 | 0.33 | 99.67 |

[0123] 根据以上实施例及比较例可知,相较于常压蒸馏,通过利用减压蒸馏对组合物中彼此表现出共沸或类共沸行为的化合物进行提纯,能够以更高的纯度得到该组合物中的各种成分。