201945277

(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本 (11)公開編號：TW 201945277 A

(43)公開日： 中華民國 108 (2019) 年 12 月 01 日

(21)申請案號：108106848 (22)申請日： 中華民國 108 (2019) 年 02 月 27 日

(51)Int. Cl.： *C01B21/086 (2006.01)* *B01D1/22 (2006.01)*

B01D9/02 (2006.01)

(30)優先權：2018/02/28 日本 2018-035782

(71)申請人：日商日本曹達股份有限公司 (日本) NIPPON SODA CO., LTD. (JP)

日本

(72)發明人：林謙一 HAYASHI, KENICHI (JP) ；西島裕之 NISHIJIMA, HIROYUKI (JP) ；堀将寛 HORI, MASAHIRO (JP) ；西沢寿晃 NISHIZAWA, TOSHIAKI (JP) ；小堀麻美 KOHORI, ASAMI (JP)

(74)代理人：陳長文

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：4 項 圖式數：1 共 15 頁

(54)名稱

雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽粉末之製造方法

(57)摘要

本發明之課題在於提供一種抑制由熱分解等所致之產率之降低而製造高純度之雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽粉末之方法。

本發明之雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽粉末之製造方法包括如下步驟：一面於使雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽溶解於例如酯系溶劑、腈系溶劑等雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽之良溶劑而成之溶液中，添加例如芳香族烴系溶劑、直鏈狀或支鏈狀脂肪族碳氫系溶劑等雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽之貧溶劑，一面使用薄膜式蒸發器進行蒸餾，而使雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽析出。

【發明說明書】

【中文發明名稱】

雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽粉末之製造方法

【技術領域】

【0001】 本發明係關於一種雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽粉末之製造方法。更詳細而言，本發明係關於一種抑制由熱分解等所致之產率之降低且製造高純度之雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽粉末之方法。本案對2018年2月28日提出申請之日本專利申請案第2018-35782號主張優先權，並將其內容引用至本文中。

【先前技術】

【0002】 專利文獻1敍述有可藉由專利文獻1所記載之方法製造氟磺醯亞胺鹼金屬鹽。氟磺醯亞胺鹼金屬鹽可謂耐熱性不高，因此，若長時間地進行加熱則有產率降低之情況。因此，專利文獻1揭示有一種氟磺醯亞胺之鹼金屬鹽之製造方法，其特徵在於包括如下步驟：於包含選自由碳酸酯系溶劑、脂肪族醚系溶劑、酯系溶劑、醯胺系溶劑、硝基系溶劑、硫系溶劑及腈系溶劑所組成之群中之至少1種溶劑的反應溶劑之存在下，合成氟磺醯亞胺之鹼金屬鹽，其後，於該反應溶劑與對選自由芳香族烴系溶劑、脂肪族烴系溶劑及芳香族醚系溶劑所組成之群中之至少1種氟磺醯亞胺之鹼金屬鹽的貧溶劑之共存下，蒸餾去除上述反應溶劑，藉此將氟磺醯亞胺之鹼金屬鹽溶液進行濃縮。專利文獻1敍述有於該濃縮步驟中使用旋轉蒸發器、燒瓶、槽型反應器等，並且，亦可於在貧溶劑之共存下進行之濃縮步驟之前使用薄膜蒸發器等預先去除反應溶劑。

先前技術文獻

專利文獻

【0003】 專利文獻1：日本專利特開2014-201453號公報

【發明內容】

[發明所欲解決之問題]

【0004】 本發明之課題在於提供一種抑制由熱分解等所致之產率之降低且製造高純度之雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽粉末之方法。

[解決問題之技術手段]

【0005】 為了解決上述問題而進行研究，結果完成包含下述態樣之本發明。

[1]一種雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽粉末之製造方法，其包括如下步驟：一面於使雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽溶解於良溶劑而成之溶液中添加貧溶劑，一面使用薄膜式蒸發器進行蒸餾，而使雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽析出。

【0006】 [2]如[1]所記載之製造方法，其中良溶劑為碳酸酯系溶劑、脂肪族醚系溶劑、酯系溶劑、醯胺系溶劑、硝基系溶劑、硫系溶劑或腈系溶劑，且

貧溶劑為芳香族烴系溶劑、直鏈狀或支鏈狀脂肪族烴系溶劑、環狀脂肪族烴系溶劑或芳香族醚系溶劑。

[3]如[1]或[2]所記載之製造方法，其中於使用薄膜式蒸發器進行蒸餾時之溫度下，良溶劑之平衡蒸氣壓高於貧溶劑之平衡蒸氣壓。

【0007】 [4]如[1]至[3]中任一項所記載之製造方法，其中薄膜式蒸發器具有：槽，其具有貧溶劑供給口與蒸氣排出口；攪拌裝置，其設置於該槽內；及加熱裝置，其用以調節槽之壁面之溫度；

上述攪拌裝置具有垂直旋轉軸及旋轉葉，該旋轉葉可藉由離心力汲

取蓄積於槽內之下部之液體，且將所汲取之液體噴附至槽內之上部之壁；且

所噴附之液體沿著槽內之壁自然流下，於其間引起液體之蒸發。

[發明之效果]

【0008】 根據本發明之方法，可抑制由熱分解等所致之產率之降低，且於短時間內製造高純度之雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽粉末。

再者，即便將雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽之良溶劑溶液單純地進行濃縮，由於僅黏性變高而難以產生析出，故而雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽粉末之產率亦較低。推測其原因是否在於，雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽與良溶劑發生某種交互作用，而導致雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽無法自溶劑分離。

【圖式簡單說明】

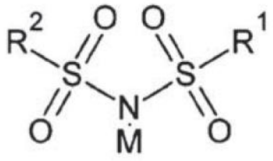
【0009】

圖1係表示本發明中所使用之薄膜式蒸發器之一例之圖。

【實施方式】

【0010】 本發明之雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽粉末之製造方法包括如下步驟：一面於使雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽溶解於雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽之良溶劑而成之溶液中添加雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽之貧溶劑，一面使用薄膜式蒸發器進行蒸餾，而使雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽析出。

【0011】 用於本發明之雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽例如為式(I)所表示之公知物質。



(I)

(於式(I)中，M為鹼金屬，R^1及R^2分別獨立為氟原子或經至少一個氟

原子取代之碳數1～6之烴基)

【0012】 作為雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽之具體例，可列舉：雙(氟磺醯)胺鋰鹽、雙(全氟甲磺醯)胺鋰鹽、雙(氟磺醯)胺鉀鹽、雙(全氟甲磺醯)胺鉀鹽、雙(氟磺醯)胺鈉鹽、雙(全氟甲磺醯)胺鈉鹽等。

【0013】 良溶劑只要為能夠使特定量以上之雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽於常溫下溶解者即可，並無特別限定。作為宜用於本發明中之良溶劑，可列舉：碳酸酯系溶劑、脂肪族醚系溶劑、酯系溶劑、醯胺系溶劑、硝基系溶劑、硫系溶劑、及腈系溶劑。該等中，較佳為脂肪族醚系溶劑、酯系溶劑、腈系溶劑。良溶劑可單獨使用1種或組合2種以上使用。

【0014】 另一方面，貧溶劑係無法使特定量以上之雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽於常溫下溶解者。作為宜用於本發明中之貧溶劑，可列舉：芳香族烴系溶劑、直鏈狀或支鏈狀脂肪族烴系溶劑、環狀脂肪族烴系溶劑、及芳香族醚系溶劑。該等中，較佳為芳香族烴系溶劑、直鏈狀或支鏈狀脂肪族烴系溶劑。作為芳香族烴系溶劑、直鏈狀或支鏈狀脂肪族烴系溶劑，可列舉：經取代或未經取代之芳香族烴、經取代或未經取代之直鏈狀脂肪族烴、經取代或未經取代之支鏈狀脂肪族烴等。貧溶劑可單獨使用1種或組合2種以上使用。所添加之貧溶劑可為未用於本發明之蒸餾者，可為使本發明之蒸餾中排出之蒸氣冷凝、回流所得者，亦可為將本發明之蒸餾中排出之蒸氣進行純化而再生者。

【0015】 用於本發明之良溶劑及貧溶劑較佳為於使用薄膜式蒸發器進行蒸餾時之溫度下，良溶劑之平衡蒸氣壓高於貧溶劑之平衡蒸氣壓。若選擇滿足此種大小關係之貧溶劑及良溶劑，則良溶劑容易自蒸氣排出口排出至薄膜式蒸發器外，且貧溶劑容易停留於薄膜式蒸發器內。薄膜式蒸發

器之蒸氣排出口之溫度較佳為20～90℃，更佳為30～80℃。

【0016】 又，用於本發明之良溶劑及貧溶劑較佳為於使用薄膜式蒸發器進行蒸餾時之壓力下，良溶劑之沸點低於貧溶劑之沸點。良溶劑之沸點與貧溶劑之沸點之差於1個大氣壓下較佳為10℃以上，更佳為20℃以上，進而較佳為35℃以上，進而更佳為45℃以上。

【0017】 使用薄膜式蒸發器進行蒸餾時之最高溫度較佳為未達雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽不進行熱分解之程度之溫度。薄膜式蒸發器內之液體之溫度較佳為25～90℃，更佳為35～80℃。為了促進更低之溫度下之蒸發，較佳為進行減壓蒸餾。為了防止伴隨有霧沫或突沸，薄膜式蒸發器內之液體之溫度較佳為低於良溶劑與貧溶劑之混合液之沸點。

【0018】 薄膜式蒸發器之溫度調節可藉由夾套等公知之加熱裝置進行。

【0019】 薄膜式蒸發器係藉由使液體呈薄膜狀地擴散並加熱該薄膜而使液體蒸發之裝置。作為使液體呈薄膜狀地擴散之方式，可列舉刮擦器式、刮刀式、液體流下式、離心式等。該等中，較佳為如刮擦器式、刮刀式、離心噴出式等之於槽內部具備膜形成用裝置者。作為市售之薄膜式蒸發器，例如可列舉：「短行程蒸餾裝置」(UIC GmbH公司製造)、「Wiprene(註冊商標)」、「Exeva(註冊商標)」(以上為Kobelco Eco-Solutions股份有限公司製造)、「Kontro」、「傾斜葉Kontro」、「Sevcon(註冊商標)」(以上為Hitachi Plant Technologies股份有限公司製造)、「Hi-Evaolator(註冊商標)」(櫻製作所股份有限公司製造)、「薄膜蒸餾器」、「Viscon」、「Filmtruder」(以上為木村化工機股份有限公司製造)、「Hi-U Brusher」、「EVA reactor」、「Recovery」(以上為關西化學機械製作股份

有限公司製造)、「NRH」(日南機械股份有限公司製造)、「Evapor(註冊商標)」(大河原製作所股份有限公司製造)等。

【0020】 宜用於本發明中之薄膜式蒸發器1具有：槽9，其具有貧溶劑供給口6a與蒸氣排出口5a；攪拌裝置，其設置於該槽內；及加熱裝置4a(下段夾套)、4b(中段夾套)及4c(上段夾套)，其用以調節槽之壁面之溫度。上述攪拌裝置具有垂直旋轉軸2及旋轉葉3，該旋轉葉3可藉由離心力汲取蓄積於槽內之下部之液體，且將所汲取之液體噴附至槽內之上部之壁，所噴附之液體沿著槽內之壁自然流下，於其間引起液體之蒸發。旋轉葉3例如較佳為如圖1所示以遠端3a較近端3b靠上方之方式且相對於水平面傾斜地將管或半管安裝於垂直旋轉軸而成者。管或半管之近端3b位於蓄積於槽內之下部之液體之中，且當旋轉葉達到特定之轉速時，藉由離心力，液體於管或半管中上升，自遠端3a噴出。噴出之液體散佈於槽內之上部之壁，且散佈之液體沿著壁自然流下。雖未設置於圖1所示之薄膜式蒸發器，但於槽內之液體深度較深之情形時等，為了攪拌液體，亦可於旋轉葉3之下側設置普通之攪拌葉，例如槳葉、螺旋槳葉、帶式葉、渦輪葉、有刃渦輪葉、錨葉等。設置於旋轉葉3之下側之攪拌葉可共用垂直旋轉軸2。

【0021】 所添加之貧溶劑較佳為被加溫至接近槽內之液體之溫度的溫度。加溫方法並無特別限定，例如，於如圖1所示之熱交換器(冷凝器)7中，可於所添加之貧溶劑10與在槽9中蒸發之溶劑之蒸氣之間進行熱交換，將貧溶劑10加溫，使蒸氣之一部分冷凝。使一部分蒸氣冷凝而獲得之冷凝液12及剩餘部分之蒸氣11亦可直接排出至系統外。又，貧溶劑具有高於良溶劑之沸點，且良溶劑之大部分以蒸氣之狀態排出，於利用熱交換器

7將蒸氣溫度調節至貧溶劑之大部分冷凝之程度之溫度之情形時，冷凝液12中富含貧溶劑，蒸氣11中富含良溶劑。富含貧溶劑之冷凝液蓄積於氣液分離器8之底部。此處，於貧溶劑之密度高於良溶劑之密度之情形時，蓄積於氣液分離器8之底部之液體之下層側變得富含貧溶劑。亦可使如此獲得之富含貧溶劑之液體返回至槽9。富含良溶劑之蒸氣可排出至系統外。排出之蒸氣可藉由公知之方法進行純化，再次用作良溶劑或貧溶劑。為了促進低溫下之蒸發，槽內較佳設為減壓狀態。於圖1所示之構造之薄膜式蒸發器中，由於含有晶種之液體沿著壁循環，故而容易使析出物生長至易進行固液分離之大小。又，利用上述構造之旋轉葉3將液體散佈至槽內之上部之壁，因此，傳熱效率非常高，從而可縮短至析出完成為止之時間。

【0022】 貧溶劑之添加可於開始蒸餾之前進行。若於開始蒸餾之前添加貧溶劑，則有雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽之一部分析出而生成晶種之情況。該晶種有促進蒸餾階段中之析出，使析出物生長，使尺寸變大之情況。更大之析出物更容易進行固液分離。於生成之晶種較少之情形時，亦可於開始蒸餾之前或進行蒸餾時添加預先準備之晶種。

又，進行蒸餾時之貧溶劑之添加之速度並無特別限制。貧溶劑之添加較佳為以使位於薄膜式蒸發器內之液體量成為大致固定之方式進行。藉由以使液體量成為大致固定之方式進行，可防止過熱並且提高析出之速度。

進行蒸餾時之貧溶劑之合計添加量相對於良溶劑100質量份較佳為100質量份～10000質量份，更佳為200質量份～1000質量份，進而較佳為300質量份～800質量份。再者，進行蒸餾時之貧溶劑之合計添加量亦包括返回至槽之冷凝液中所包含之貧溶劑之量。

【0023】 於藉由如上所述之蒸餾使雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽析出後，降低槽內之液體之溫度，繼而進行固液分離處理。繼而，使殘留溶劑自藉由固液分離處理而取出之析出物蒸發而去除。藉此，可獲得高純度之雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽粉末。固液分離處理例如可藉由離心分離法、傾斜法、過濾法等進行。溶劑去除可藉由公知之乾燥方法，例如減壓乾燥方法、真空乾燥方法、常壓乾燥方法等進行。

[實施例]

【0024】 其次，揭示實施例，對本發明更具體地進行說明。但，本發明之技術範圍並不限定於實施例。

【0025】

實施例1

於玻璃製、1 L、直徑11 cm之圓筒形圓底之可分離式燒瓶中，加入雙(氟磺醯)胺鋰鹽(LiFSI)56.26 g與乙酸異丙酯(沸點89℃，密度0.88 g/cm^3)56.29 g之溶液、及癸烷(沸點174.2℃，密度0.7 g/cm^3)30.03 g，利用四口可分離蓋封蓋。於該可分離式燒瓶中安裝如圖1所示之具有垂直旋轉軸及包含2根寬2 cm之半管之旋轉葉(遠端間隔10 cm，近端間隔5 cm，高9 cm)的攪拌裝置。進而，於特定之位置安裝填充有癸烷(貧溶劑)之滴液漏斗、冷凝器、及溫度計。

將可分離式燒瓶浸於60℃之溫水浴中至凸緣之緊鄰下方之高度。一面使旋轉葉以350 rpm進行旋轉，一面以冷凝器入口之溫度成為48℃之方式調整減壓度，而開始進行蒸餾。蓄積於可分離式燒瓶之底部之液體藉由離心力而於半管內上升，自遠端噴出，散佈至可分離式燒瓶內之凸緣之緊鄰下方之高度之壁。散佈之液體沿著壁流下。一面以可分離式燒瓶內之液

體量成為固定之方式滴加癸烷，一面使旋轉葉旋轉，繼續進行蒸餾。於完成癸烷449.57 g之滴加之時間點(自滴加開始起約74分鐘)，使旋轉葉停止，恢復至常壓。

將可分離式燒瓶內之液體冷卻至常溫，進行過濾，取出析出物。用二氯甲烷將所提取之析出物洗淨，且於減壓下使其乾燥。獲得LiFSI 49.86 g(產率88.6%)。

【0026】

比較例1

於玻璃製、1 L、直徑11 cm之圓筒形圓底之可分離式燒瓶中，加入雙(氟磺醯)胺鋰鹽(LiFSI)56.71 g與乙酸異丙酯56.77 g之溶液、及癸烷30.98 g，利用四口可分離蓋封蓋。於該可分離式燒瓶中安裝具有垂直旋轉軸及半月形攪拌葉(橫寬7.5 cm，厚4 mm，高2 cm)之攪拌裝置。進而，於特定之位置安裝填充有癸烷(貧溶劑)之滴液漏斗、冷凝器、及溫度計。

將可分離式燒瓶浸於60℃之溫水浴中至凸緣之緊鄰下方之高度。一面使半月形攪拌葉以350 rpm進行旋轉，一面以冷凝器入口之溫度成為48℃之方式調整減壓度，而開始進行蒸餾。關於可分離式燒瓶內之液體，藉由離心力，與可分離式燒瓶之壁相接之液體之高度較靜置時稍微上升。一面以可分離式燒瓶內之液體量成為固定之方式滴加癸烷，一面使攪拌葉旋轉，繼續進行蒸餾。於完成癸烷567.64 g之滴加之時間點(自滴加開始起約76分鐘)，使旋轉葉停止，恢復至常壓。

將可分離式燒瓶內之液體冷卻至常溫，進行過濾，取出析出物。用二氯甲烷將所取出之析出物洗淨，且於減壓下使其乾燥。獲得LiFSI 35.86

g(產率63.2%)。

【0027】

實施例2

於玻璃製、1 L、直徑11 cm之圓筒形圓底之可分離式燒瓶中，加入雙(氟磺醯)胺鋰鹽(LiFSI)56.43 g與乙腈(沸點82℃，密度0.786 g/cm^3)56.42 g之溶液、及甲苯(沸點110.63℃，密度0.867 g/cm^3)30.01 g，利用四口可分離蓋封蓋。於該可分離式燒瓶中安裝如圖1所示之具有垂直旋轉軸及包含2根寬2 cm之半管之旋轉葉(遠端間隔10 cm，近端間隔5 cm，高9 cm)的攪拌裝置。進而，於特定之位置安裝填充有甲苯(貧溶劑)之滴液漏斗、冷凝器、及溫度計。

將可分離式燒瓶浸於60℃之溫水浴中至凸緣之緊鄰下方之高度。一面使攪拌葉以350 rpm進行旋轉，一面以冷凝器入口之溫度成為49℃之方式調整減壓度，而開始進行蒸餾。蓄積於可分離式燒瓶之底部之液體藉由離心力而於半管內上升，自遠端噴出，散佈至可分離式燒瓶內之凸緣之緊鄰下方之高度之壁。散佈之液體沿著壁流下。一面以可分離式燒瓶內之液體量成為固定之方式滴加甲苯，一面使旋轉葉旋轉，繼續進行蒸餾。於完成甲苯736.36 g之滴加之時間點(自滴加開始起約73分鐘)，恢復至常壓。

將可分離式燒瓶內之液體冷卻至常溫，進行過濾，取出析出物。用二氯甲烷將所取出之析出物洗淨，且於減壓下使其乾燥。獲得LiFSI 52.34 g(產率92.8%)。

【0028】

比較例2

於玻璃製、1 L、直徑11 cm之圓筒形圓底之可分離式燒瓶中，加入

雙(氟磺醯)胺鋰鹽(LiFSI)56.26 g與乙腈56.32g之溶液、及甲苯30.00 g，利用四口可分離蓋封蓋。於可分離式燒瓶中安裝具有垂直旋轉軸及半月形攪拌葉(橫寬7.5 cm，厚4 mm，高2 cm)之攪拌裝置。進而，於特定之位置安裝填充有甲苯(貧溶劑)之滴液漏斗、冷凝器、及溫度計。

將可分離式燒瓶浸於60℃之溫水浴中至凸緣之緊鄰下方之高度。一面使半月形攪拌葉以350 rpm進行旋轉，一面以冷凝器入口之溫度成為49℃之方式調整減壓度，而開始進行蒸餾。藉由離心力，與可分離式燒瓶之壁相接之液體之高度較靜置時稍微上升。一面以可分離式燒瓶內之液體量成為固定之方式滴加甲苯，一面使攪拌葉旋轉，繼續進行蒸餾。於完成甲苯732.46 g之滴加之時間點(自滴加開始起約104分鐘)，使攪拌葉停止，恢復至常壓。

將可分離式燒瓶內之液體冷卻至常溫，進行過濾，取出析出物。用二氯甲烷將所取出之析出物洗淨，且於減壓下使其乾燥。獲得LiFSI 46.10 g(產率81.9%)。

【符號說明】

【0029】

1	薄膜式蒸發器
2	旋轉軸
3	旋轉葉(管或半管)
3a	遠端
3b	近端
4a	下段夾套
4b	中段夾套

4c	上段夾套
5	蒸氣排出管
5a	蒸氣排出口
6	貧溶劑供給管
6a	貧溶劑供給口
7	熱交換器(冷凝器)
8	氣液分離器
9	槽
10	貧溶劑
11	蒸氣
12	冷凝液

201945277

【發明摘要】

【中文發明名稱】

雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽粉末之製造方法

【中文】

本發明之課題在於提供一種抑制由熱分解等所致之產率之降低而製造高純度之雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽粉末之方法。

本發明之雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽粉末之製造方法包括如下步驟：一面於使雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽溶解於例如酯系溶劑、腈系溶劑等雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽之良溶劑而成之溶液中，添加例如芳香族烴系溶劑、直鏈狀或支鏈狀脂肪族碳氫系溶劑等雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽之貧溶劑，一面使用薄膜式蒸發器進行蒸餾，而使雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽析出。

【指定代表圖】

無

【代表圖之符號簡單說明】

無

【發明申請專利範圍】

【第1項】

一種雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽粉末之製造方法，其包括如下步驟：一面於使雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽溶解於良溶劑而成之溶液中添加貧溶劑，一面使用薄膜式蒸發器進行蒸餾，而使雙(氟磺醯)胺鹼金屬鹽析出。

【第2項】

如請求項1之製造方法，其中良溶劑為碳酸酯系溶劑、脂肪族醚系溶劑、酯系溶劑、醯胺系溶劑、硝基系溶劑、硫系溶劑或腈系溶劑，且

貧溶劑為芳香族烴系溶劑、直鏈狀或支鏈狀脂肪族烴系溶劑、環狀脂肪族烴系溶劑或芳香族醚系溶劑。

【第3項】

如請求項1或2之製造方法，其中於使用薄膜式蒸發器進行蒸餾時之溫度下，良溶劑之平衡蒸氣壓高於貧溶劑之平衡蒸氣壓。

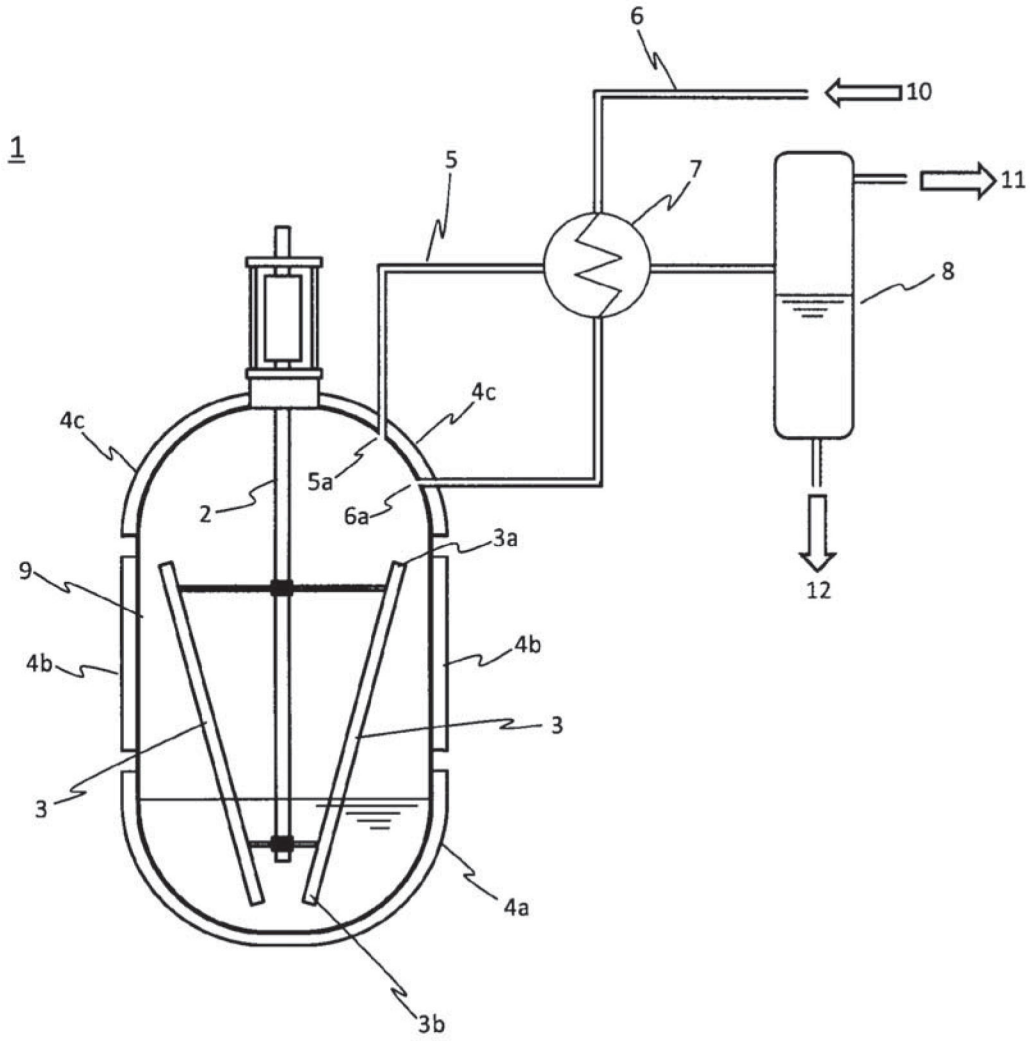
【第4項】

如請求項1至3中任一項之製造方法，其中薄膜式蒸發器具有：槽，其具有貧溶劑供給口與蒸氣排出口；攪拌裝置，其設置於該槽內；及加熱裝置，其用以調節槽之壁面之溫度；

上述攪拌裝置具有垂直旋轉軸及旋轉葉，該旋轉葉可藉由離心力汲取蓄積於槽內之下部之液體，且將所汲取之液體噴附至槽內之上部之壁；且

所噴附之液體沿著槽內之壁自然流下，於其間引起液體之蒸發。

【發明圖式】



【圖1】